

河川中繊維状マイクロプラスチック分析法の精度担保に関する検討

中尾賢志、秋田耕佑、藤原康博

Examination of ensuring the accuracy of analytical methods for fibrous microplastics in the river

NAKAO Satoshi, AKITA Kohsuke, FUJIWARA Yasuhiro

Abstract

This study examined the accuracy assurance in the analysis of fibrous microplastics through a survey conducted in the Dainineya River, a midstream river in Osaka City. The investigation was carried out using the natural water flow method based on the "Guidelines for Microplastic Surveys in Rivers and Lakes (March 2023 Edition)" by Japan's Ministry of the Environment. Microplastics were collected using a plankton net, and laboratory analysis involved decomposition with hydrogen peroxide and density separation using sodium iodide solution, followed by identification of plastics using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The analysis of fibrous microplastics was found to be more challenging compared to standard microplastic analysis due to higher rates of non-identification and loss. In particular, polyethylene terephthalate (PET) was detected as very fine fibers, suggesting the need to establish a minimum fiber width threshold for target particles.

Key words: Fibrous microplastics, Guidelines, Minimum fiber width, Unidentification rate, Loss rate

I 緒言

環境省は河川におけるマイクロプラスチック調査の標準化を図るため2021年6月に「河川マイクロプラスチック調査ガイドライン」を策定・公表した。本ガイドラインはこれまで研究者によって異なっていた河川表層のマイクロプラスチック調査および分析法について統一化し、調査結果を比較可能にするものである。調査法や分析法についてはNiheiらの報告[1]で示された方法を踏襲したものになっている。ガイドラインは順次更新されており、2023年3月には主に湖沼での調査方法を加えた第2版である「河川・湖沼マイクロプラスチック調査ガイドライン」が策定・公表された。その後、繊維状マイクロプラスチックのサイズ計測方法の変更等を加えた第3版が2024年3月に策定・公表された。ガイドラインは今後も順次改訂されていく予定であり、これまでも国立環境研究所と地方環境研究機関によるII型共同研究(B)「河川プラスチックごみの排出実態把握と排出抑制対策に資する研究」(2021~2023年度実施)において、ガイドラインの課題

抽出がおこなわれてきた[2]。2024年度からは同様にII型共同研究(B)「連携プラットフォームを活用した環境流出プラスチックごみの発生抑制に資する研究」が3年間を研究期間として進められている。今後も河川におけるマイクロプラスチック調査の質的向上および分析精度向上のための課題抽出がおこなわれる見込みである。

ガイドラインの課題はいくつかあり、議論が行われている最中であるが、その一つに「繊維状マイクロプラスチック」の分析方法の精度担保がある。河川における主要な繊維状マイクロプラスチックはポリエステル(ほぼPET(Polyethyleneterephthalate:ポリエチレンテレフタレート))およびPP(Polypropylene:ポリプロピレン)である。前者は衣類洗濯廃水が由来であると推測され[3]、後者は強度が比較的高いPPの繊維を用いたロープやシートを用いた多種多様な製品が由来であると推測される。課題となっているのはこれら繊維状マイクロプラスチックの分析である。PET繊維は非常に細く、幅10 μm未満のものも存在する。ガイドラインに規定されたマイクロプラスチック分析は現状、マイク

大阪市立環境科学研究センター

〒537-0025 大阪市東成区中道 1-3-3

Osaka City Research Center of Environmental Science, 1-3-3 Nakamichi, Higashinari-ku, Osaka 537-0025, Japan

ロプラスチックと推測される粒子(マイクロプラスチック候補粒子)をピンセットでピックアップし、サイズ計測後に成分分析をおこなう。この一連の分析工程において繊維幅が細過ぎるために分析者によってはピックアップが困難であったり、成分分析において逸失したりしてしまうことがある。これにより繊維状マイクロプラスチックについては、筆者らは既報[4]でピックアップが比較的容易で逸失率が低い繊維幅50 μm を下限として分析をおこなった。ガイドラインではマイクロプラスチック候補粒子は全てピックアップして成分分析することになっているが、繊維状マイクロプラスチック候補粒子の場合、幅がおおよそ30 μm 程度になると肉眼で視認することが困難になる。また、成分分析工程においてその細さから同定可能なスペクトルを得ることが難しい場合がある。加えて、マイクロプラスチック候補粒子をピックアップする工程において用いる実体顕微鏡の倍率を上げれば上げるほど新たに繊維状マイクロプラスチック候補粒子が見つかり、繊維状マイクロプラスチック候補粒子を全てピックアップすることは事実上不可能である。

こうしたことから、我々は大阪市内中流域河川(第二寝屋川下流)においてマイクロプラスチック調査を「河川・湖沼マイクロプラスチック調査ガイドライン(2023年3月版。以下、ガイドライン)」に準じておこなった結果を基にして繊維状マイクロプラスチックに焦点をあて精度担保の検討を試みた。

II 材料と方法

1) マイクロプラスチックの採取

マイクロプラスチックの採取は2023年8月3日に第二寝屋川下流においてガイドラインに準じた自然通水法でおこなった。試料採取時の先行晴天日数(0.5 mm以上の降雨が観測されなかった日)は14日であり、試料採取は満潮から干潮に至る時間帯におこなった。河川にかかる橋梁(下城見橋)下流側から綿製ロープの先に取り付けたプランクトンネット(写真1:開口部(直径30 cm 円形)、ネット目開き(300 μm)、網長(75 cm))を河川に浸漬させ、上流からの流れがプランクトンネット開口部と直角になるように、流れをロープで調節し固定した(写真2)。プランクトンネットの開口部にはろ水計(General Oceanics 社製デジタルろ水計 2030R6:低流速用フィン使用)が付いており、流れがあるとフィンが回転するようになっている。回転するろ水計のデジタルカウントが作動するので、その作動したカウント数とプランクトンネット開口部面積を用いてろ水量を計算した。おおよそ10 m^3 以上ろ水したことによる作動カウント数(2500カウント)になったらプランクトンネットを引き上げ、作動カウント数を記録した。

2) マイクロプラスチックの分析

採取したマイクロプラスチックの分析は原則としてガイドラインに準じておこなった。以下に分析方法の詳細を示す。

プランクトンネットで採取した試料は実験室にて水道水を用いてガラス製瓶に洗い込んだ。5 mm以上の大きなごみ

は取り除き、ごみの表面をガラス製瓶に洗い込んだ。マイクロプラスチックの回収率を把握するために標準マイクロプラスチックとしてオレンジ色のマイクロビーズ(Cosphelic 社製 ORGPMS-1.00 300-355 μm - 10g:粒子密度 1.00 g/cc、粒径:300 ~ 355 μm)を30個添加した。500 mLのビーカーに目開き100 μm のナイロンメッシュを張り、ガラス製瓶に入っている試料をナイロンメッシュの上に流してろ過した。ナイロンメッシュ上の試料を500 mLビーカーに洗い込み、内部温度が60°Cの恒温器に入れ蒸発乾固手前まで乾燥させた。乾燥させた試料に30%過酸化水素を200 mL添加し、試料を内部温度が55°Cの恒温器に入れて、プラスチック以外の有機物が分解されるまで発泡がなくなるまで反応させた。500 mLのビーカーに目開き100 μm のナイロンメッシュを張り、試料をナイロンメッシュ上に流して30%過酸化水素を取り除いた。ナイロンメッシュ上の試料を1L分液ロート(コック部内径約1 cm:宮本理研工業(株)製 型番:B1103-1000K)に5.3 mol/Lヨウ化ナトリウム溶液を用いて洗い込んだ。分液ロート内の5.3 mol/Lヨウ化ナトリウム溶液がおおよそ200 mLになったら栓をして軽く振り、3時間静置した。沈降している粒子を捨て、500 mLのビーカーに目開き100 μm のナイロンメッシュを張り、試料をナイロンメッシュに注ぎ込み5.3 mol/Lヨウ化ナトリウム溶液を取り除いた。ナイロンメッシュ上の試料をシャーレに蒸留水で洗い込んで懸濁させた。なお、5.3 mol/Lヨウ化ナトリウム溶液についてはヨウ化ナトリウム試薬瓶の中に異物が混入している場合があるので調製後に孔径0.45 μm のメンブレンフィルターを用いて吸引ろ過し、異物を取り除いてから使用した。



写真1 調査に用いたプランクトンネット



写真2 採取状況

シャーレ中の粒子は実体顕微鏡(Leica Microsystems 社製 M205C)を用いて明らかに非プラスチックのものを除いて大きい粒子からピンセット(幸和ピンセット工業(株)製 精密ピンセット K-3 GG)を用いてピックアップ(ピッキング)し、粒子(マイクロプラスチック候補粒子)を一つずつ5mm方眼シャーレに採取した(便宜上「一次ピッキング」と呼称する)。ピッキングについては基本的に「これ以上ピッキングできない」と分析者が判断するまでおこなったが、ピッキングが困難もしくは時間がかかる細い(おおよそ幅 50 μm 未満)繊維状マイクロプラスチック候補粒子が多数シャーレに残存した。ガイドラインにはどこまでの大きさ(もしくは幅)のマイクロプラスチックについてピッキングを行うかについて明確な定めがない。この残存した多数の繊維状マイクロプラスチックの計数については「3) 繊維状マイクロプラスチックの分析」にて詳細を示す。

ピッキング後のマイクロプラスチック候補粒子が乾燥した後、実体顕微鏡カメラで撮影し、各粒子の長径と短径(繊維の場合は幅も)を計測し、形状と色の分類をガイドラインに準じて行った。形状は「破片」および「膜・シート状」、「ビーズ」、「発泡」、「円柱・球」、「繊維状」、「その他」に、色は「透明」および「白」、「赤」、「橙」、「黄」、「緑」、「青」、「紫」、「黒」、「複合」、「その他」に分類した。マイクロプラスチック候補粒子をFTIR(Fourier Transform Infrared Spectroscopy:フーリエ変換赤外分光光度計)(Thermo Fisher Scientific 社製 Nicolet iS 10)を用いてATR(Attenuated Total Reflection)法(全反射測定法)によりプラスチックの同定を波数 650~4000 cm^{-1} の範囲で行い、得られたスペクトルがデータベース内のプラスチックのスペクトルとの相同性を示す「ヒット率」を記録した。我々がこれまで報告してきた例 [5, 6] にならってヒット率が60%を超えるものについてプラスチックと同定し、ヒット率60%未満のものについては「同定不可」、ヒット率が60%以上でプラスチックではないと同定できた粒子は「非プラスチック」とした。なお、FTIR 分析で「ポリエステル」と同定されたものは赤外吸収スペクトルの形状がPETとほとんど変わらないことから全てPETとして同定した。FTIR分析の過程で見当たらなくなってしまったマイクロプラスチック候補粒子は「逸失」とした。FTIR 分析が終了した粒子は長径が「1 mm 以上~5 mm 未満」および「1 mm 未満」、「5 mm 以上」、「非プラスチック」に分類し、それぞれマイクロ電子天秤(株)エー・アンド・デイ製 BM-5D)を用いて質量を計測した。なおFTIRによるATR法分析は赤外光源にマイクロプラスチック候補粒子を押し付けて赤外線の吸光度を計測するため、分析後の検体は押しつぶされてしまう。そのためマイクロプラスチックの劣化の程度によっては粉々になり回収できない場合もあった。同定したプラスチック(ポリマー種)は「PE (Polyethylene: ポリエチレン)」、「PP」、「PE-PP-co (PE と PP の重合体)」、「PS (Polystyrene) 系: ポリスチレン系」、「PET」、「PVA (Polyvinyl alcohol): ポリビニルアルコール」および「その他」に分類した。ここで PS 系とは FTIR 分析により PS と相似する赤外吸収スペクトルを持つポリマーの総称である(例: ABS (Acrylonitrile butadiene styrene)

等)。

3) 二次ピッキングによるマイクロプラスチック分析法

「2) マイクロプラスチックの分析」において言及したように、マイクロプラスチック候補粒子のピッキング作業終了時に、マイクロプラスチック候補粒子が多数シャーレに残存した。よって、ガイドラインには定められていないが、取り切れなかった繊維状マイクロプラスチック候補粒子の分析を行った(以下、本法を「分取分析」と呼称する)。

「2) マイクロプラスチックの分析」でおこなった一次ピッキングが終わった後の残存粒子が懸濁しているシャーレ内の懸濁水を 300 mL ビーカーに洗い流した。ビーカーを 3 分間超音波にかけ、ビーカーから懸濁液を 3 mL シャーレに分取し、ビーカー内の懸濁液の容積を測定した。分取した 3 mL の懸濁液が入ったシャーレから繊維状マイクロプラスチック候補粒子をピッキングした(便宜上「二次ピッキング」と呼称する)。その後、繊維状マイクロプラスチック候補粒子を「2) マイクロプラスチックの分析」におけるマイクロプラスチック候補粒子と同様に FTIR 分析をおこなった。

III 結果および考察

1) マイクロプラスチック検出結果(一次ピッキング分)

表 1 にマイクロプラスチックの検出結果を示す。検出されたマイクロプラスチックの特徴(ポリマー種および形状、色)は、ガイドラインが「1 mm 未満のマイクロプラスチックに関する測定値等は、補足的な参考値とする」としていることから、マイクロプラスチックの長径「1~5 mm」と「全サイズ」のサイズに分けて比較した(全サイズには1mm 未満および5mm 以上も含む)。なお、オレンジ色のマイクロビーズを用いた添加回収試験は回収率 100%であった。

表 1 マイクロプラスチック(一次ピッキング分) 検出結果

推定河川流速(m/s)	0.17	
ろ水時間(min.)	20	
ろ水量(m^3)	14.6	
添加回収率(分析工程)	100%	
マイクロプラスチック候補粒子(個)	978	
サイズ	1-5 mm	全
マイクロプラスチック(個)	614	917
マイクロプラスチック個数密度(個/ m^3)	42.1	62.8
マイクロプラスチック質量(mg)	73.4	170
マイクロプラスチック質量濃度(mg/m^3)	5.03	11.6
長径(μm)		
中央値	1700	1320
最小値	1000	230
最大値	4880	25000

2) マイクロプラスチックポリマー種割合(一次ピッキング分)

図 1 にマイクロプラスチックのポリマー種割合(個数ベース)を示す。検出されたマイクロプラスチックについて、第二寝屋川下流は PP が最も検出割合が高く(54.7%(サイズ 1~5 mm)、52.5%(全サイズ))、次いで PE が高かった(30.6%(サイズ 1~5 mm)、32.2%(全サイズ))。

3) マイクロプラスチックの形状割合(一次ピッキング分)

図 2 にマイクロプラスチックの形状割合(個数ベース)を示す。検出されたマイクロプラスチックについて、破片が最も検出割合が高く(52.3%(サイズ 1~5 mm)、59.9%(全サイズ))、次いで発泡(26.5%(サイズ 1~5 mm)、21.8%(全サイズ))、繊維状(13.2%(サイズ 1~5 mm)、10.7%(全サイズ))、膜・シート状(6.8%(サイズ 1~5 mm)、6.0%(全サイズ))の割合が高かった。

4) マイクロプラスチックの色割合(一次ピッキング分)

図 3 にマイクロプラスチックの色割合(個数ベース)を示す。検出されたマイクロプラスチックについて、白と透明の検出割合が高く(白:45.1%(サイズ 1~5 mm)、48.4%(全サイズ)、透明:26.5%(サイズ 1~5 mm)、23.3%(全サイズ)、次いで緑と青、黒の割合が高かった(緑:8.5%(サイズ 1~5 mm)、8.6%(全サイズ)、青:4.5%(サイズ 1~5 mm)、4.1%(全サイズ)、黒:3.5%(サイズ 1~5 mm)、4.2%(全サイズ))。茶や灰を含むその他の色の割合は 6.5%(サイズ 1~5 mm)、5.8%(全サイズ)であった。鮮やかな色である赤や橙、複数の色を呈する複合の割合は上記の色に比べて低い割合であった。

5) 繊維状マイクロプラスチックの分析結果

II材料と方法 3) の分析において、一次ピッキング後のシャーレに残存した繊維状マイクロプラスチック候補粒子を含む懸濁液は 104 mL であり、二次ピッキングに供した懸濁液は 3 mL だったので分取率は約 2.884%となった。写真 3 に二次ピッキングした繊維状マイクロプラスチック候補粒子を示す。

二次ピッキングした粒子(分取した懸濁液中粒子)の分析結果を表 2 に示した。二次ピッキングは繊維状以外も対象

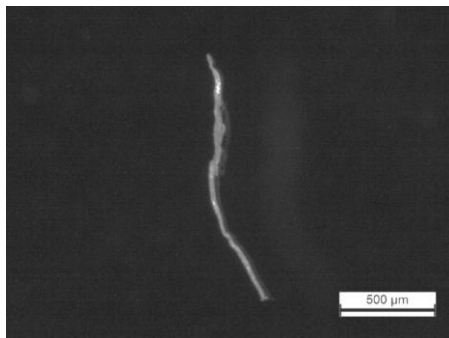


写真 3 繊維状マイクロプラスチック候補粒子
(分析後に PET と同定。長径:1310 μm,
短径(幅):30 μm)

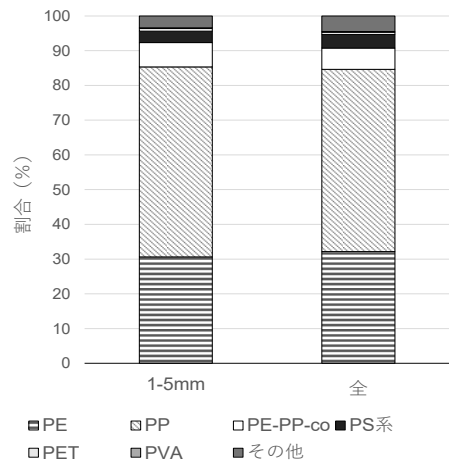


図 1 検出されたマイクロプラスチック (一次ピッキング分) のポリマー種割合

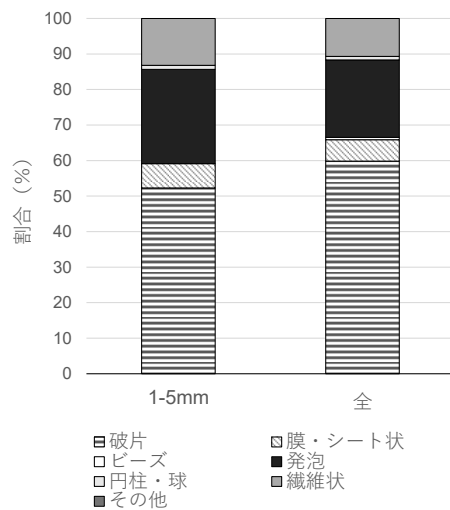


図 2 検出されたマイクロプラスチック (一次ピッキング分) の形状割合

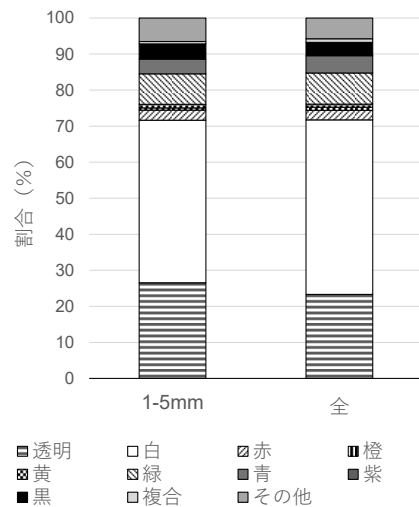


図 3 検出されたマイクロプラスチック (一次ピッキング分) の色割合

としたが、今回の結果では二次ピッキングしたマイクロプラスチック粒子は全て繊維状であった。繊維状マイクロプラスチック候補粒子中の繊維状マイクロプラスチックだった粒子の割合は47.0%、非プラスチックの割合は7.0%、同定不可だった割合は30.4%、分析の過程(主に FTIR 分析)での逸失率は15.7%であった。表3に一次・二次ピッキングのプラ同定率、非プラ率、同定不可率、逸失率、平均幅の比較を示す。一次ピッキングのマイクロプラスチック候補粒子中のマイクロプラスチックであった割合は93.8%であり、二次ピッキングは47.0%と低かった。一次ピッキングの非プラ率は3.3%、二次ピッキングは7.0%であった。一次ピッキングの同定不可率は2.2%であるのに対し、二次ピッキングは30.4%と高かった。理由として繊維が細いため FTIR 分析で十分な赤外線吸収がなされず明確な赤外吸収スペクトルが得られなかったことが考えられる。一次ピッキングの逸失割合は0.8%、二次ピッキングは15.7%と一次ピッキングの20倍近くとなった。逸失した工程のほとんどは FTIR 分析行程であり、方眼シャーレからピッキングして FTIR の赤外光源に運ぶ際に逸失することが多かった。上記より、繊維状マイクロプラスチック分析は通常のマイクロプラスチック分析と比較して同定不可率や逸失率が高く分析が難しい粒子であるといえる。

一次ピッキングした繊維状マイクロプラスチックの幅は20~470 μm(平均:125 μm)、二次ピッキングした繊維状マイクロプラスチックの幅は10~60 μm(平均:25.1 μm)であったことから、二次ピッキングでは、一次ピッキングの繊維状粒子と比較して繊維状マイクロプラスチックの幅が約5分の1になった。よって繊維状粒子(特に二次ピッキング分)の分析には FTIR(ATR 法)を用いるよりも微細な(おおよそ20 μm以上)マイクロプラスチックの分析が可能な顕微 FTIR を用いた方法や繊維状マイクロプラスチック分析に特化した Nile Red 染色法[7]といった方法が望ましいと考えられる。

図4に一次ピッキングと二次ピッキングで検出された繊維状マイクロプラスチックのポリマー種割合を示す。PPは前者が70%近くを占めるのに対し、後者は約11%、PETは前者が約6%なのに対し、後者は75%となった。また、前者の方がより多様なポリマー繊維が検出された。一次ピッキングと二次ピッキングで検出された繊維状マイクロプラスチックのポリマー種が異なる原因はピッキング対象とする繊維幅の違いであると思われる。一次ピッキングで同定された繊維状マイクロプラスチックのうち PP の平均幅は120 μmで、PET の平均幅は43 μmであった。二次ピッキングでは PP の平均幅は34 μmで、PET の平均幅は23 μmとなったことから一次ピッキングで検出された繊維状マイクロプラスチックの幅の方が二次ピッキングのものよりも広がった。これが繊維状マイクロプラスチックのポリマー種構成が異なる要因となったと考えられた。一次ピッキングと二次ピッキングとも PET の方が PP よりも細い繊維であったことから細い繊維には PET の割合が高いことがうかがえる。繊維状マイクロプラスチックの色の割合については、一次、二次ピッキングとも1-5 mm と全サイズで透明の割合が7~8割と最も高かった。次いで白が多く2割前後を占めた。

分取分析における分取が完全に均一な試料についておこなわれ、また、分析が妥当だったと仮定すると、採取した試料には、二次ピッキング分推定繊維状マイクロプラスチック個数が971個(表2にある二次ピッキング分繊維状マイクロプラスチック(サイズ1-5 mm)粒子数28個に分取率約2.884%(3/104)で割り戻した値)含まれ、一次ピッキング分に

表2 繊維状マイクロプラスチック候補粒子(二次ピッキング分)分析結果

粒子の種類 / サイズ / 分析結果	粒子数(個)
繊維状マイクロプラスチック候補粒子	115
全サイズ	54
1-5 mm	28
<1 mm	26
5 mm <	0
非プラスチック	8
同定不可	35
逸失	18

表3 一次・二次ピッキングのプラ同定率、非プラ率、同定不可率、逸失率、平均幅の比較

	一次ピッキング	二次ピッキング
プラ同定率	93.8%	47.0%
非プラ率	3.3%	7.0%
同定不可率	2.2%	30.4%
逸失率	0.8%	15.7%
平均幅(繊維状)	125 μm	25.1 μm

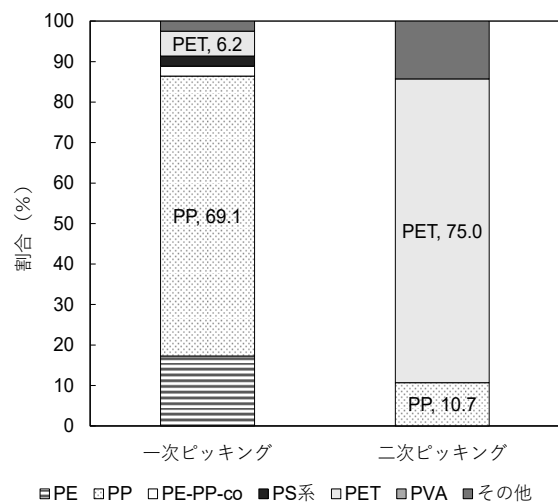


図4 一次・二次ピッキング分繊維状マイクロプラスチックのポリマー種割合

二次ピッキング分を合わせた推定個数密度(1-5 mm)は109 個/m³となり、一次ピッキング分だけの結果(42.1 個/m³ (1-5 mm))と比較して倍以上の個数密度となる。

図5に一次ピッキングと一次ピッキングに二次ピッキング分を合わせた(検出した繊維状マイクロプラスチックの個数を分取率で割り戻した個数を合わせた)形状割合(1-5 mm)を示す。一次ピッキングに二次ピッキングの結果を合わせた繊維状マイクロプラスチックの割合は一次ピッキングと比較して割合で約5倍となった。ガイドラインには本法のような分析方法は定められていないが、一次ピッキングに二次ピッキング分を合わせた方が一次ピッキングだけよりも第二寝屋川下流のマイクロプラスチックの存在実態をより正確に表していると考えられる。また、二次ピッキング後に実体顕微鏡の倍率を上げて観察すると色付きの繊維の残存が確認されたことから、さらに細い繊維が二次ピッキング後においても取り切れずに残っていると思われる。繊維以外のマイクロプラスチックも同様であるが、特に繊維については幅の下限値の設定により、個数密度や形状割合が大きく変わる場合もあると思われるためピッキング対象粒子のサイズや幅の下限値(例えば既報[4]で設定した下限幅50 μm)を設定する必要があると考えられる。

IV 結論

本検討の結果から、以下の4点が明らかとなった。

1. 繊維状マイクロプラスチック分析は通常のマイクロプラスチック分析と比較して同定不可率や逸失率が高く分析が困難である。
2. 繊維状マイクロプラスチックのポリマー種はほぼPPとPETであり、二次ピッキングを含めると後者の方が前者に比べて細く検出個数が多かった。
3. 繊維状マイクロプラスチックの分析についてピッキング対象粒子のサイズや幅の下限値(例えば50 μm)を設定する必要があると考えられた。
4. ガイドラインには本法のような分析方法は定められていないが、今回の第二寝屋川下流で採取した試料中には一次ピッキングではピッキングが困難である50 μm未満の繊維状マイクロプラスチックが多数検出された。

謝辞 本検討は大阪市環境局「令和5年度大阪市内河川マイクロプラスチック調査」の一環でおこなったものである。検討にあたっては国立環境研究所および地方環境研究機関によるII型共同研究(B)「河川プラスチックごみの排出実態把握と排出抑制対策に資する研究」(2021~2023年度実施)および「連携プラットフォームを活用した環境流出プラスチックごみの発生抑制に資する研究」(2024~2026年度実施予定)から得られた知見を活用した。ここに記して謝意を示す。

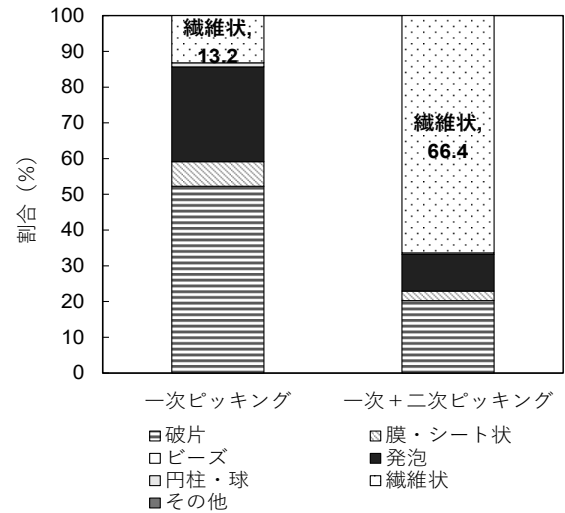


図5 一次ピッキングと一次+二次ピッキングによるMPsの形状割合(サイズ:1~5 mm)
(一次ピッキング : n = 614,
一次+二次ピッキング : n = 1585 (推計))

参考文献

- 1) Nihei, Y., Yoshida, T., Kataoka, T., Ogata, R. High-Resolution mapping of Japanese microplastic and microplastic emissions from the land into the sea. *Water* 2020; 12(4): 951.
- 2) 鈴木剛, 中尾賢志, 比嘉元紀, 谷脇龍, 伊藤彰, 他. 河川マイクロプラスチックの排出実態把握と排出抑制対策に向けて. *地球環境* 2022; 27(3): 253-264.
- 3) Hernandez, E., Nowack, B., Mitrano, D.M. Polyester Textiles as a Source of Microplastics from Households: A Mechanistic Study to Understand Microfiber Release During Washing. *Environmental Science & Technology* 2017; 51(12): 7036-7046.
- 4) 中尾賢志, 秋田耕佑, 藤原康博. 自然通水法と曳網法による大阪市内河川におけるマイクロプラスチック調査. *水環境学会誌* 2025; 48: 105-114.
- 5) Nakao, S., Ozaki, A., Yamazaki, K., Masumoto, K., Nakatani, T., Sakiyama, T. Microplastics contamination in tidelands of the Osaka Bay area in Western Japan. *Water and Environment Journal* 2019; 34(3): 474-488.
- 6) Nakao, S., Akita, K., Ozaki, A., Masumoto, K., Okuda, T. Circulation of fibrous microplastic (microfiber) in sewage and sewage sludge treatment processes. *Science of The Total Environment* 2021; 795: 148873.
- 7) 国立大学法人京都大学 国立研究開発法人土木研究所. 下水中に含まれるマイクロプラスチックの検出と挙動に関する共同研究報告書 下水中の繊維状マイクロプラスチックの分析マニュアル. 2022.