

13 肥料鑑定データベースの拡充

—顕微鏡観察—

平田絵理香¹, 添田英雄², 吉村英美², 八木啓二²

キーワード 肥料の観察, 実体顕微鏡, 汚泥肥料, 堆肥

1. はじめに

独立行政法人農林水産消費安全技術センター(FAMIC)では、肥料中の原材料等の判別に資するため平成23年度から平成26年度にかけて肥料(現物)の写真, 酸又はアルカリ処理した動植物等の組織を顕微鏡で観察した写真等を取りまとめて鑑定データベースを作成し, FAMIC 内部資料として登録見本品の調査等に活用している。

本研究では、鑑定データベースに掲載していない汚泥肥料及び堆肥の特徴的な部分を把握するため、飼料分析基準¹⁾で規定されている酸又はアルカリによる処理を行った後に実体顕微鏡を用いて観察し、写真を撮影した。これにより、顕微鏡観察における汚泥肥料及び堆肥の特徴を確認したので、その結果を報告する。

2. 材料及び方法

1) 供試肥料

流通している汚泥肥料及び堆肥を収集し、顕微鏡による観察を実施した。汚泥肥料の内訳は下水汚泥肥料(3点), し尿汚泥肥料(6点), 工業汚泥肥料(3点), 混合汚泥肥料(2点), 焼成汚泥肥料(3点), 汚泥発酵肥料(2点)であり、堆肥は牛ふん堆肥, 豚ふん堆肥, 鶏ふん堆肥それぞれ1点である。

これらの肥料は、必要に応じて65℃で5時間あるいは40℃で70時間程度の予備乾燥を行い、遠心粉砕器で目開き500µmのふるいを通すまで粉砕し、混合した。

2) 試薬等の調製

- (1) 水: 水精製装置(日本ミリポア Elix Advantage 5)を用いて精製した JIS K 0557 に規定する A3 の水。
- (2) 硫酸: JIS K 8951 有害金属測定用試薬(関東化学)
- (3) 水酸化ナトリウム: JIS K 8576 特級試薬(富士フイルム和光純薬)

3) 装置及び器具

- (1) 煮沸装置: 粗繊維定量装置 CF-6 (三紳工業株式会社製)
- (2) 実体顕微鏡: SZX 7 (OLYMPUS 社製) 観察は15インチのモニターに接続して行った。
- (3) 顕微鏡デジタルカメラ: DP21 1/1.8 型 カラーCCD カメラ (OLYMPUS 社製)

¹ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター (現) 肥飼料安全検査部

² 独立行政法人農林水産消費安全技術センター福岡センター

4) 試験方法

飼料分析基準¹⁾に記載されている処理方法を参考に酸及びアルカリによる処理を行い、プレパラートを作成して観察した。参考のために、各処理方法のフローシート(図1及び図2)を示す。

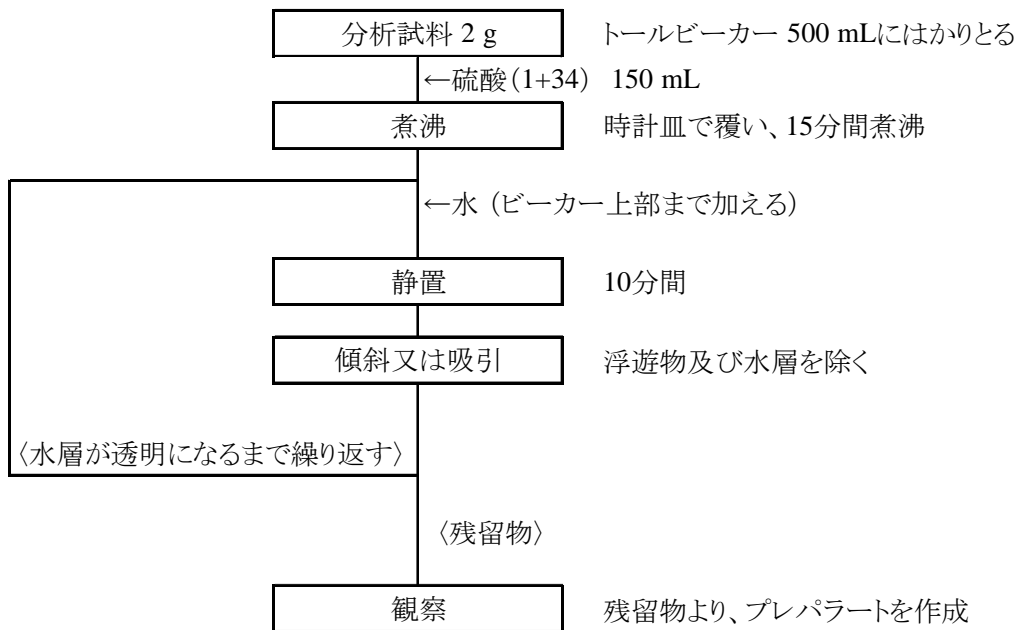


図1 酸による前処理方法

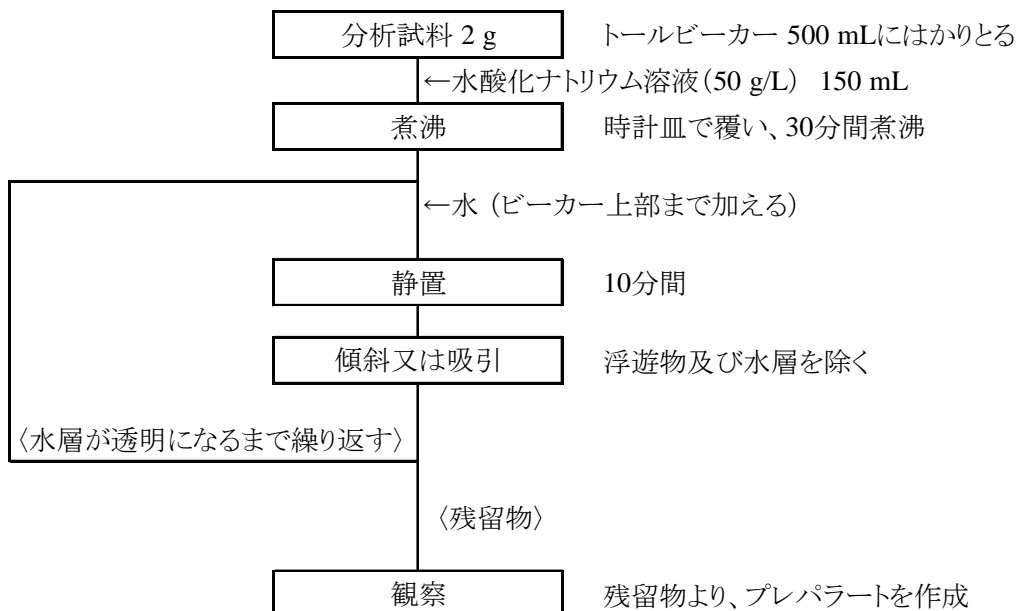


図2 アルカリによる前処理方法

3. 結果及び考察

1) 顕微鏡による観察結果及び写真

(1) 下水汚泥肥料

下水汚泥肥料 3 点について酸及びアルカリによる処理を行い顕微鏡で観察した結果、3 点全ての試料の両処理残留物において繊維状の物体及び色のついた混入物を確認できた。繊維状の物体は、図 3 のようにより糸状のものや図 5 のような棒状のものが見られた。色のついた混入物は図 4 のように緑色のものや、図 6 のように薄い水色のようなものなどが確認され、混入物の色は試料によって様々だった。

環境省が開催した海洋ごみシンポジウム 2016^{2, 3)}にて、洗顔料や歯磨き粉等に含まれる微細なプラスチックごみ(以下、マイクロプラスチックとする。)が排水溝を通じて自然環境中に流出していることが報告されている。下水汚泥肥料は、家庭等から出る雑排水を下水処理場で処理した際に生じる汚泥を主原料としていることから、家庭雑排水に含まれるマイクロプラスチックが汚泥に混入している可能性が考えられる。また、環境省が平成 28 年度沿岸海域における漂流・海底ごみ実体把握調査業務報告書⁴⁾にて報告しているマイクロプラスチックの色として図 4 のような緑色を挙げていることから、下水汚泥肥料に含まれていた混入物はマイクロプラスチックではないかと推察できる。

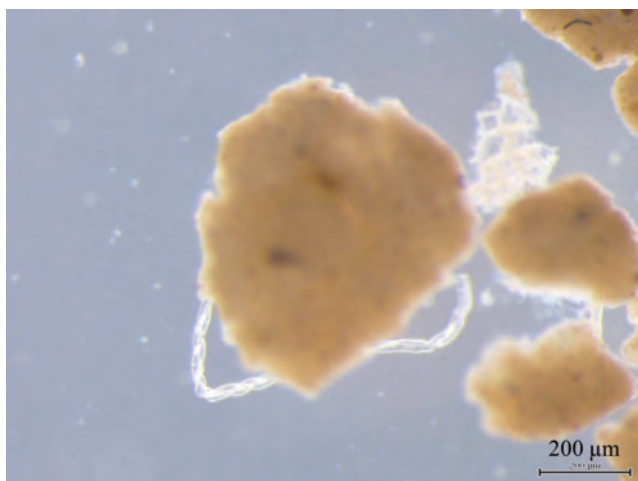


図 3 下水汚泥肥料 1, 約 214 倍, 酸処理

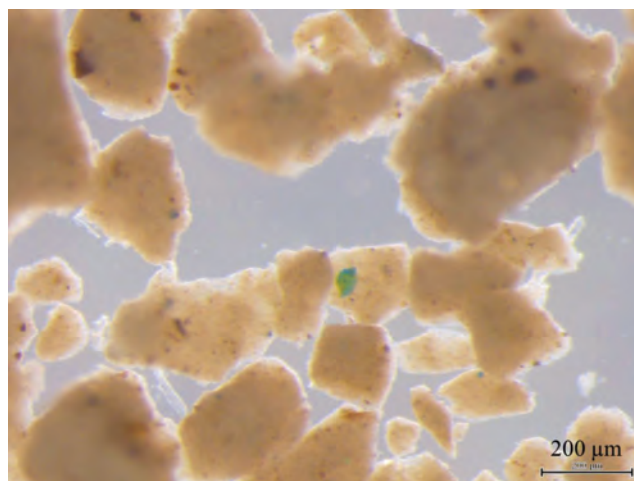


図 4 下水汚泥肥料 1, 約 214 倍, 酸処理

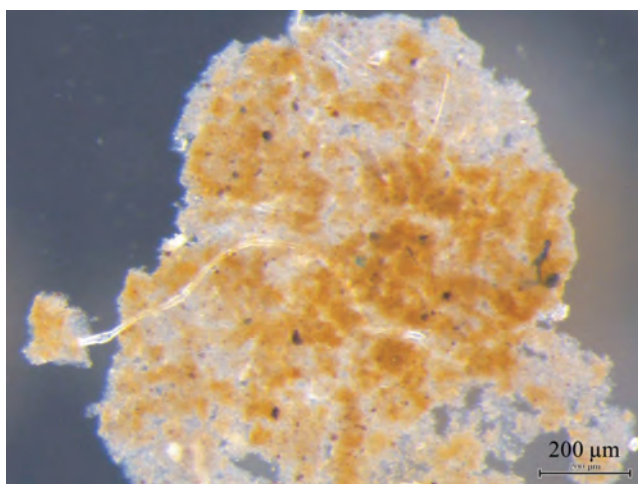


図 5 下水汚泥肥料 1, 約 214 倍, アルカリ処理

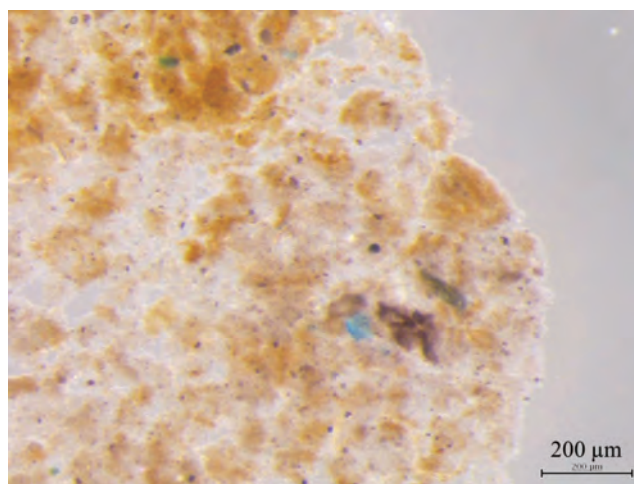


図 6 下水汚泥肥料 1, 約 214 倍, アルカリ処理

(2) し尿汚泥肥料

し尿汚泥肥料 6 点について酸及びアルカリによる処理を行い顕微鏡で観察したところ、(1)下水汚泥肥料で示したものと同様に繊維状の物体と色のついた混入物を確認できた。繊維状の物体は、全て棒状で白色及び透明であった。色のついた混入物は、図 8 のように赤色のものや図 9 のような緑色のものなど、試料によって混入物の色や形状に違いが見られた。また、一部のし尿汚泥肥料では、図 10 のような水色のひも状異物が確認できた。色のついた混入物については、し尿汚泥肥料も家庭雑排水由来の汚泥を原料としていることから、下水汚泥肥料と同様にマイクロプラスチックの可能性があると推察した。

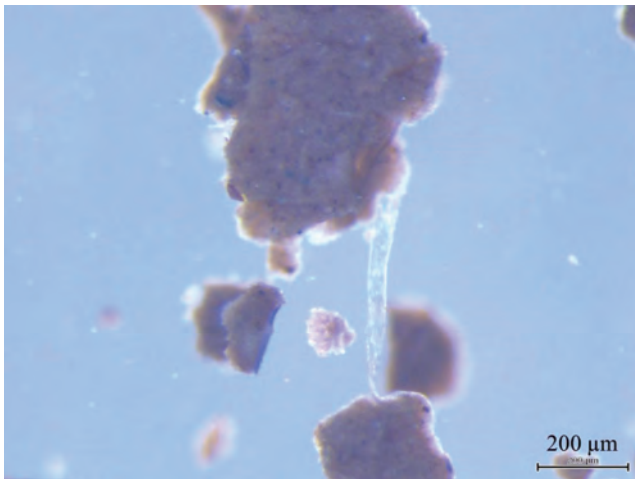


図 7 し尿汚泥肥料 1, 約 214 倍, 酸処理

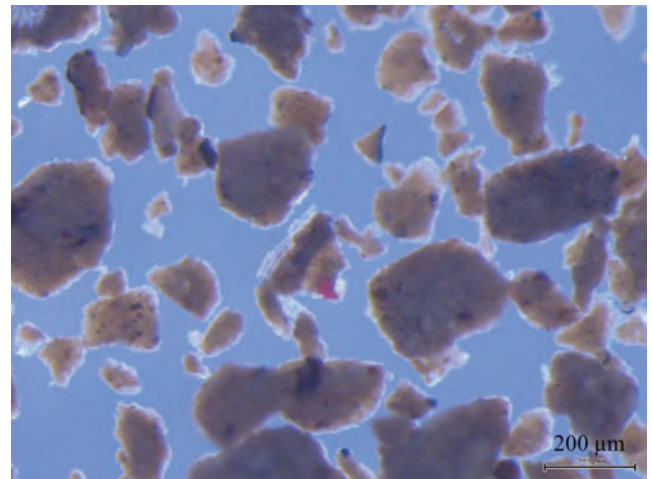


図 8 し尿汚泥肥料 1, 約 214 倍, 酸処理

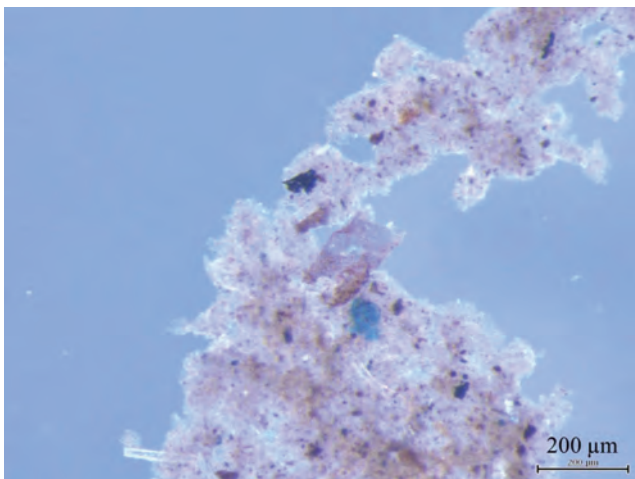


図 9 し尿汚泥肥料 1, 約 214 倍, アルカリ処理

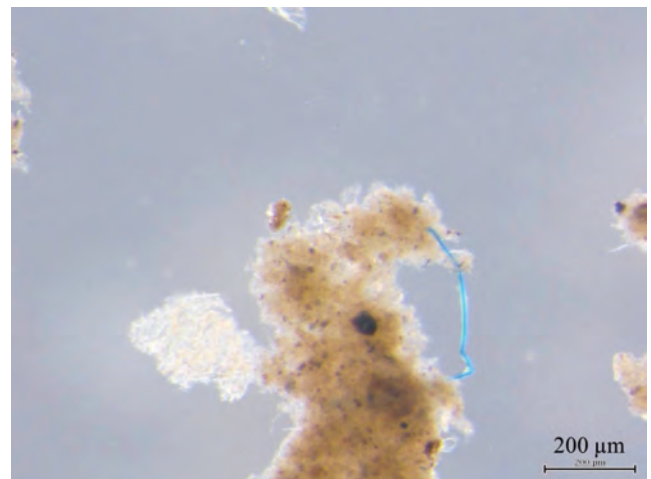


図 10 し尿汚泥肥料 1, 約 214 倍, アルカリ処理

(3) 工業汚泥肥料

工業汚泥肥料 3 点について酸及びアルカリによる処理を行い顕微鏡で観察した. 図 11 及び図 12 はと畜場の排水処理施設から生じた汚泥を原料とした工業汚泥肥料であり, 図 13 及び図 14 は食品工業等の排水処理施設から生じた汚泥を原料とした工業汚泥肥料であった. 工業汚泥肥料は, 試料によって色や形状が大きく異なっていたことから, 原料として使用した排水処理汚泥の違いが各試料の観察結果に大きな影響を与えていると考えられた.

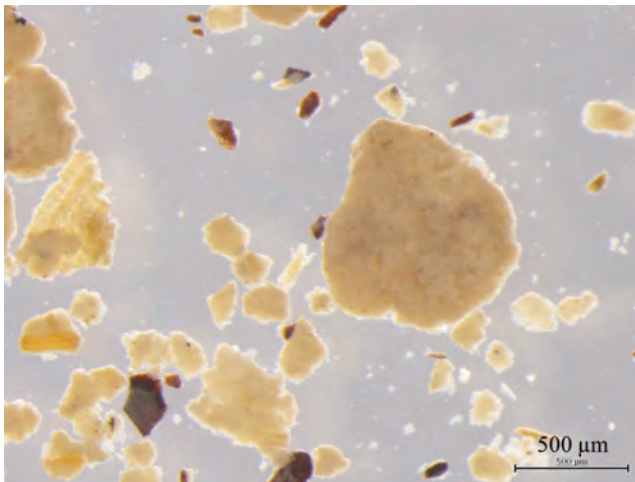


図 11 工業汚泥肥料 1, 約 107 倍, 酸処理

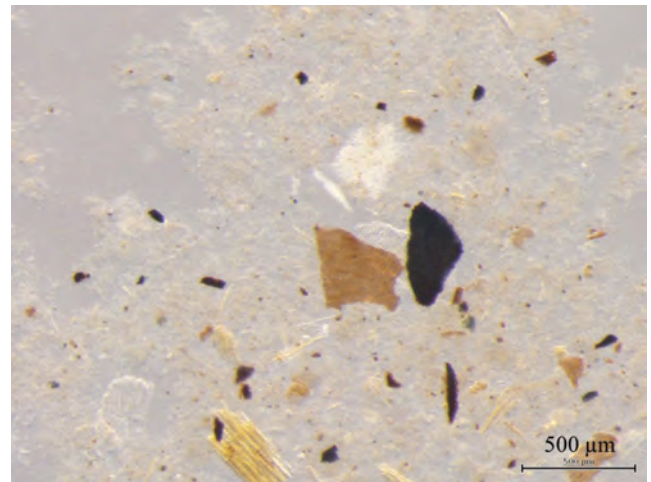


図 12 工業汚泥肥料 1, 約 107 倍, アルカリ処理

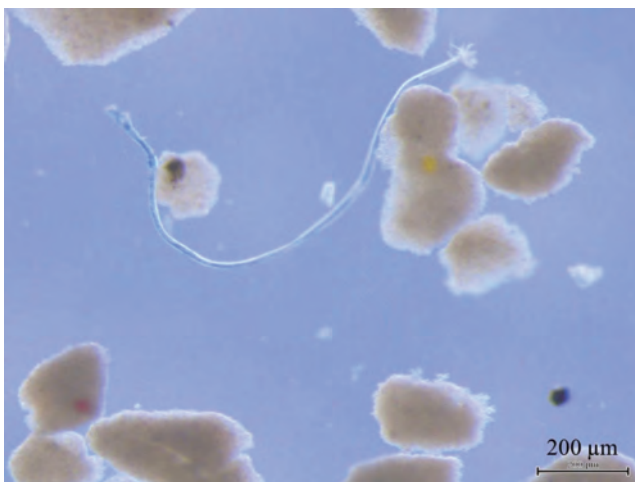


図 13 工業汚泥肥料 2, 約 214 倍, 酸処理

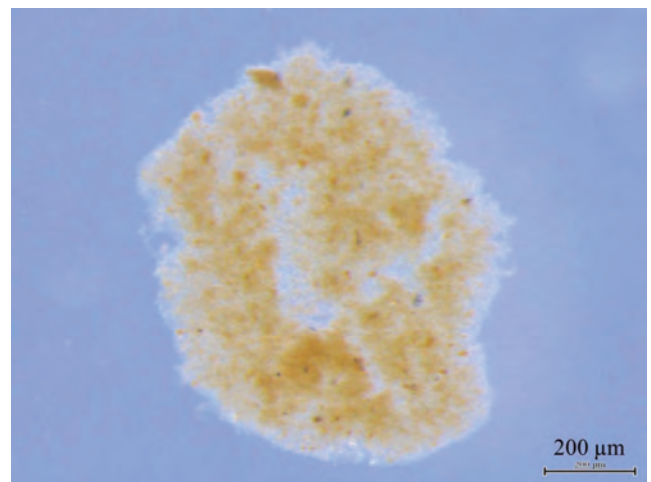


図 14 工業汚泥肥料 2, 約 214 倍, アルカリ処理

(4) 混合汚泥肥料

混合汚泥肥料 2 点について酸及びアルカリによる処理を行い観察した. 図 15 及び図 16 は, 下水汚泥肥料 45 %, し尿汚泥肥料 40 %, 植物質残さ 15 % を原料とした混合汚泥肥料 1 の酸処理及びアルカリ処理の観察写真である. 図 15 及び図 16 では, (1) 下水汚泥肥料及び(2)し尿汚泥肥料の観察で特徴的に見られた繊維状の物体や青色のひも状異物を確認できた.

図 17 及び図 18 は食品工業汚泥肥料 74 %, 下水汚泥肥料 20 %, 植物質残さ 4 %, し尿汚泥肥料 2 % を原料とした混合汚泥肥料 2 の酸処理及びアルカリ処理の観察写真である. 図 17 及び図 18 においても, (1) 下水汚泥肥料及び(2)し尿汚泥肥料の観察で特徴的に見られた繊維状の物体を確認することができた.

このことから, 混合汚泥肥料は原料として使用した汚泥肥料における観察上の特徴を反映する傾向があると考えられた.

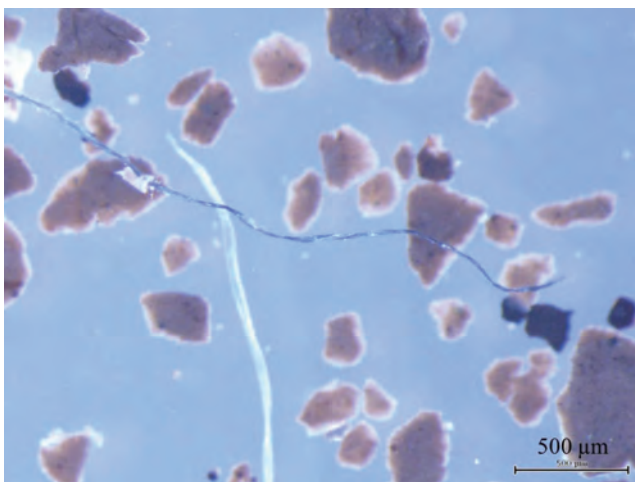


図 15 混合汚泥肥料 1, 約 107 倍, 酸処理



図 16 混合汚泥肥料 1, 約 214 倍, アルカリ処理

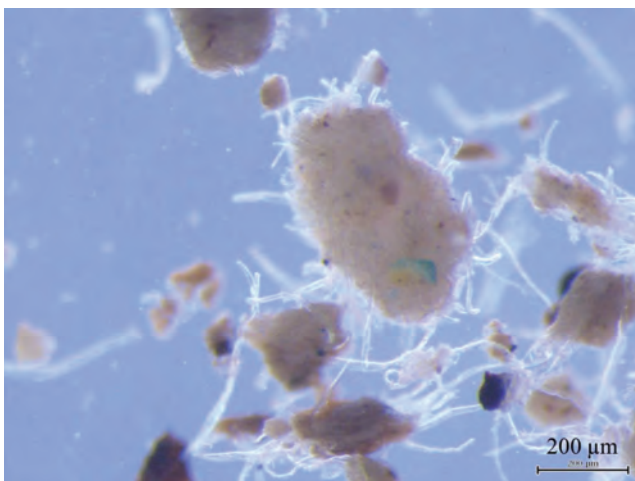


図 17 混合汚泥肥料 2, 約 214 倍, 酸処理

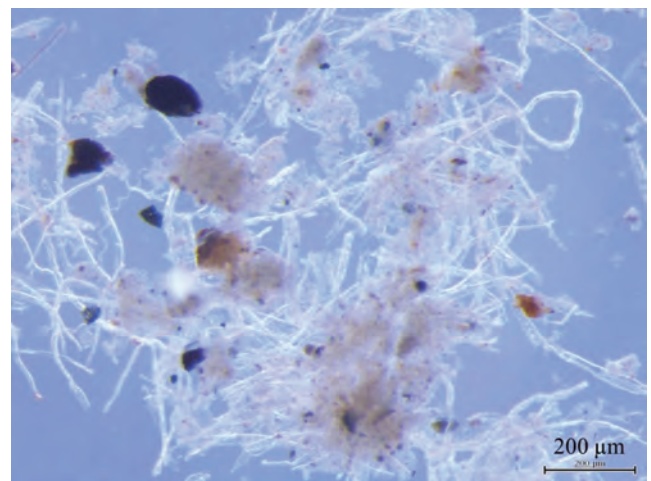


図 18 混合汚泥肥料 2, 約 214 倍, アルカリ処理

(5) 焼成汚泥肥料

焼成汚泥肥料 3 点について酸及びアルカリによる処理を行い、顕微鏡を用いて観察した。図 19, 図 20 で示す焼成汚泥肥料 1, 図 21 で示す焼成汚泥肥料 2 及び図 22 で示す焼成汚泥肥料 3 は 3 点とも全てし尿汚泥肥料を原料とした焼成汚泥肥料である。焼成汚泥肥料全体の特徴として、酸処理、アルカリ処理ともにカバーガラスの上から押しつぶすと容易に崩れる傾向が見られた。また、図 19, 図 21 及び図 22 は異なる 3 銘柄の焼成汚泥肥料における酸処理の写真であり、全てし尿汚泥肥料を原料としているにもかかわらず、試料ごとに色や形状が異なっていた。このことから、原料として使用する汚泥肥料の種類だけではなく、生産工程上での焼成条件等の違いも観察結果に影響していると考えられた。

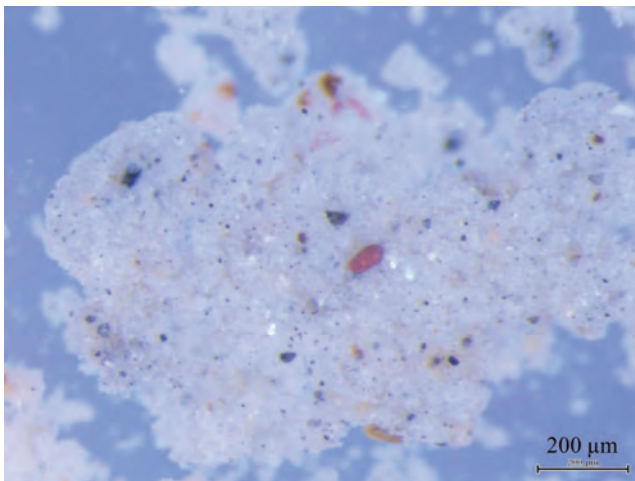


図 19 焼成汚泥肥料 1, 約 214 倍, 酸処理

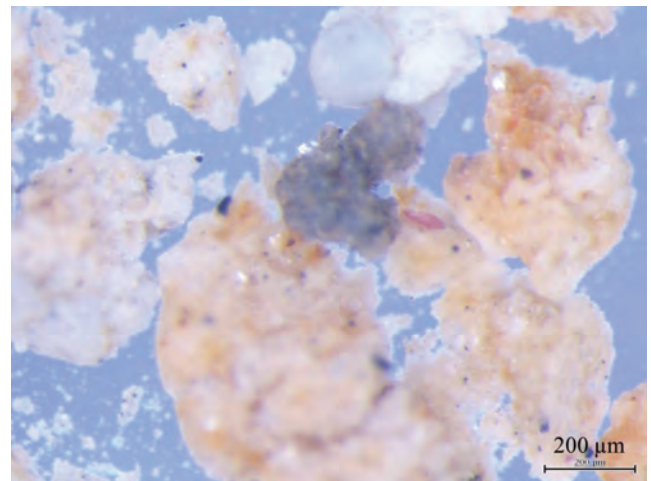


図 20 焼成汚泥肥料 1, 約 214 倍, アルカリ処理

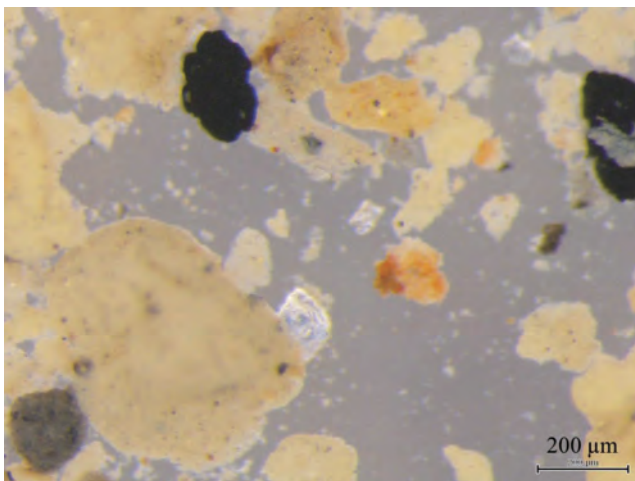


図 21 焼成汚泥肥料 2, 約 214 倍, 酸処理

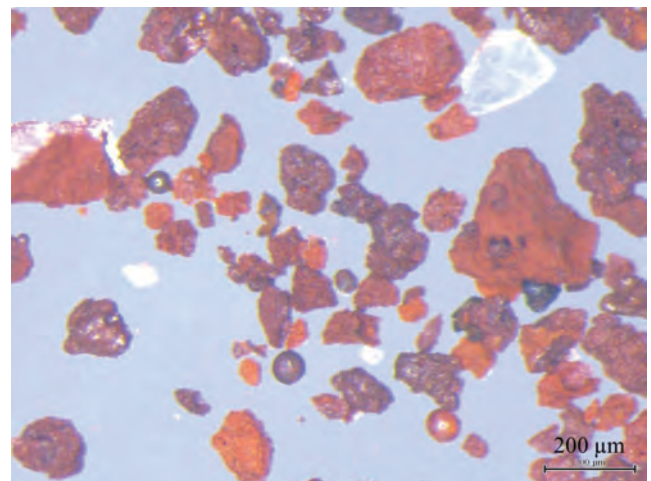


図 22 焼成汚泥肥料 3, 約 214 倍, 酸処理

(6) 汚泥発酵肥料

汚泥発酵肥料 2 点について酸及びアルカリによる処理を行い、顕微鏡により観察した。図 23 及び図 24 は原料に下水汚泥肥料を 90 % 使用した汚泥発酵肥料 1 である。また、図 25 及び図 26 は原料にし尿汚泥肥料を 100 % 使用した汚泥発酵肥料 2 である。汚泥発酵肥料 1, 汚泥発酵肥料 2, どちらの銘柄においても繊維状の物体や色をついた混入物を確認できた。これは、原料として使用している下水汚泥肥料やし尿汚泥肥料に由来するものだと考えられる。このことから、汚泥発酵肥料についても(4)混合汚泥肥料で示した特徴と同様に、原料に使用した汚泥肥料における観察上の特徴を反映する傾向があると考えられた。

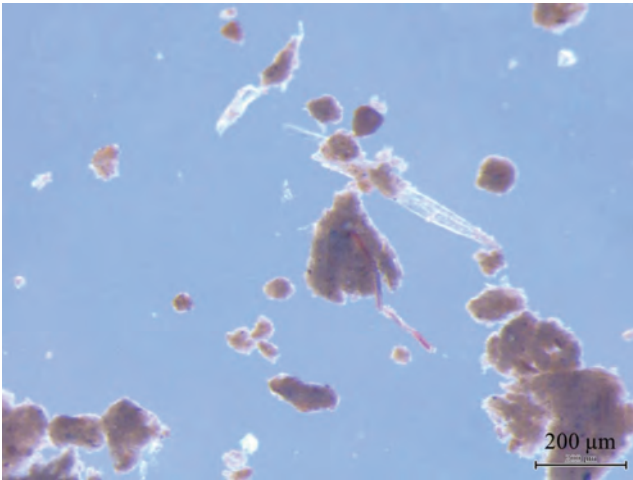


図 23 汚泥発酵肥料 1, 約 214 倍, 酸処理

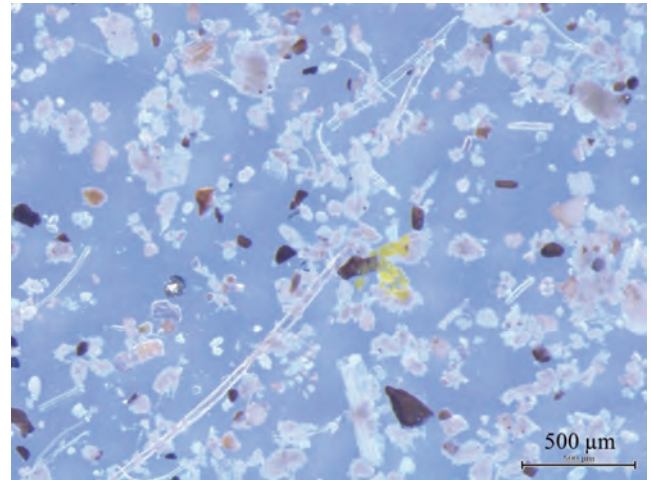


図 24 汚泥発酵肥料 1, 約 107 倍, アルカリ処理

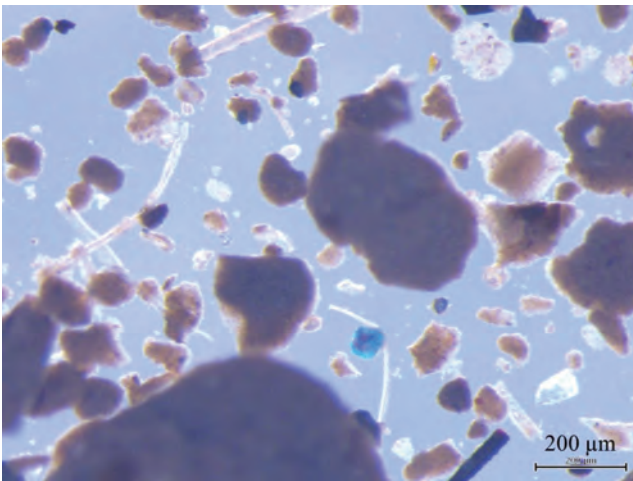


図 25 汚泥発酵肥料 2, 約 214 倍, 酸処理

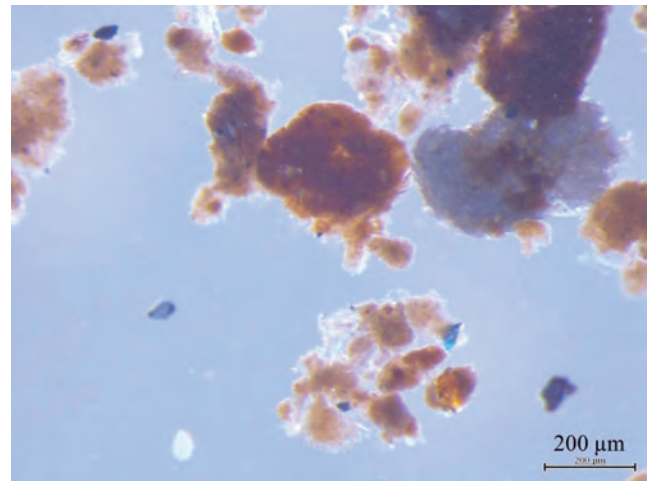


図 26 汚泥発酵肥料 2, 約 214 倍, アルカリ処理

(7) 堆肥

牛ふん堆肥, 豚ふん堆肥, 鶏ふん堆肥各 1 点について酸及びアルカリによる処理を行い, 顕微鏡により観察した. 図 27 及び図 28 は牛ふん堆肥, 図 29 及び図 30 は豚ふん堆肥, 図 31 及び図 32 は鶏ふん堆肥の観察写真である. 堆肥は全体的に茶色の塊が多く, 試料によっては図 27 で見られるように樹皮のような植物質を確認できた. しかし, (1) 下水汚泥肥料や(2)し尿汚泥肥料で観察できたような繊維状の物体や色のついた混入物を確認することはできなかった.

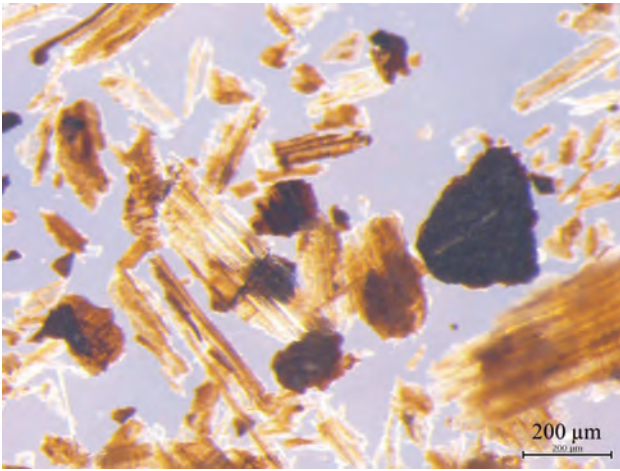


図 27 牛ふん堆肥, 約 214 倍, 酸処理

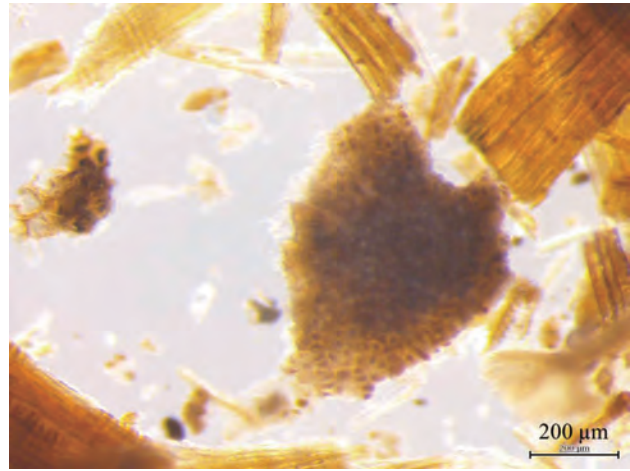


図 28 牛ふん堆肥, 約 214 倍, アルカリ処理

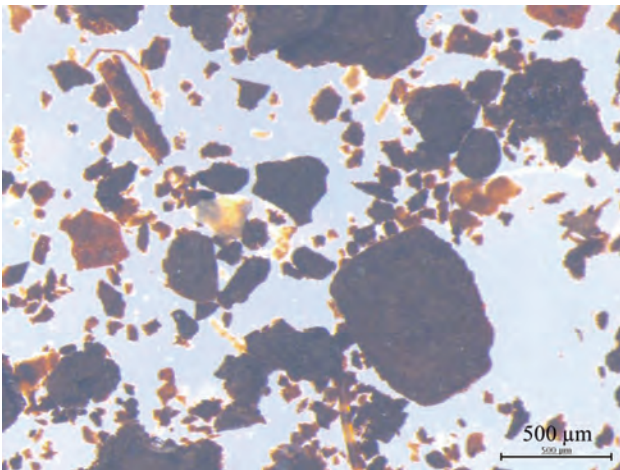


図 29 豚ふん堆肥, 約 107 倍, 酸処理

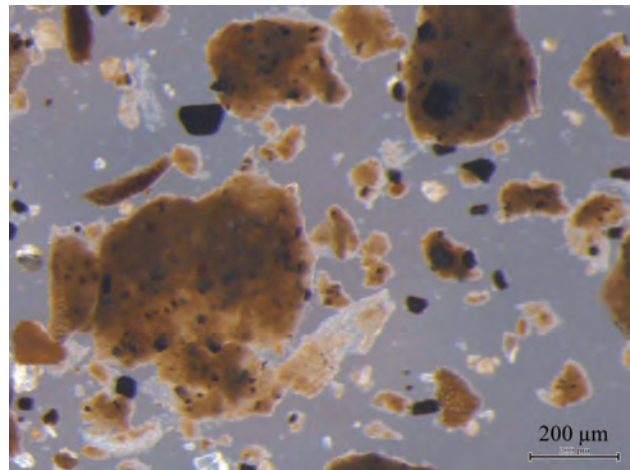


図 30 豚ふん堆肥, 約 214 倍, アルカリ処理

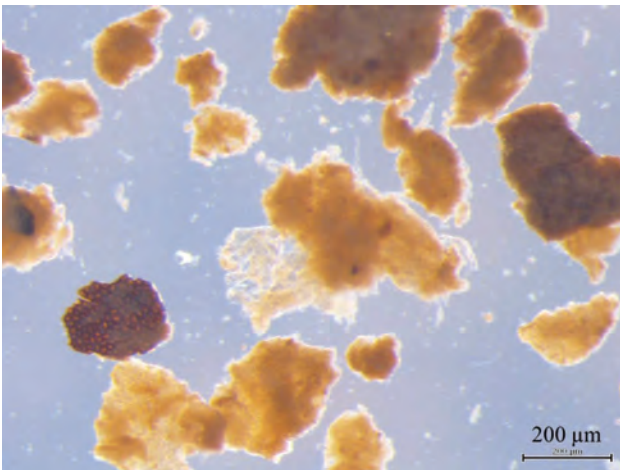


図 31 鶏ふん堆肥, 約 214 倍, 酸処理

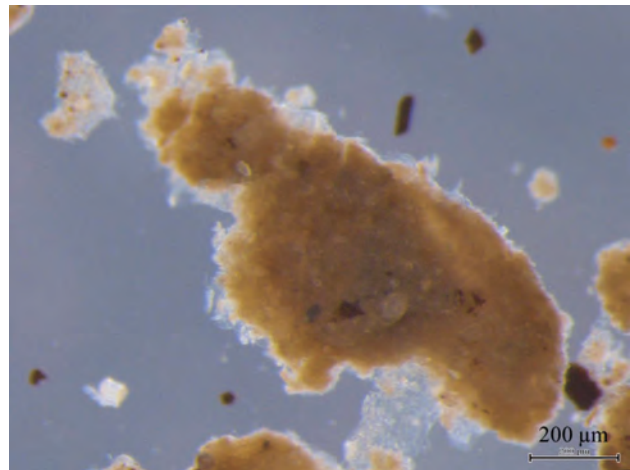


図 32 鶏ふん堆肥, 約 214 倍, アルカリ処理

2) 下水汚泥肥料及びし尿汚泥肥料で観察された繊維状の物体について

下水汚泥肥料及びし尿汚泥肥料に特徴的に見られた繊維状の物体を類推するために検討を行った。これら肥料の原料や生産工程から、繊維状の物体は家庭雑排水に含まれる紙繊維であると推測した。下水汚泥からトイレトペーパー由来の紙繊維を回収し活用するシステム⁵⁾について日本下水道事業団 技術評価委員会が報告していることから、紙繊維の中でもトイレトペーパー由来のものが多くと推測した。このことから、市販のトイレトペーパーについて酸又はアルカリによる処理を行い顕微鏡による観察を行った。図 33 及び図 34 はトイレトペーパーを酸又はアルカリ処理した後に顕微鏡で観察し、撮影した写真である。酸処理、アルカリ処理どちらにおいてもトイレトペーパー由来の紙繊維が残っていることが確認できた。この紙繊維は、(1) 下水汚泥肥料の図 5 や(2) し尿汚泥肥料の図 7 で見られた繊維状の物体と類似していたことから、下水汚泥肥料及びし尿汚泥肥料で確認された繊維状の物体はトイレトペーパーに由来する紙繊維が残ったものではないかと考えられた。

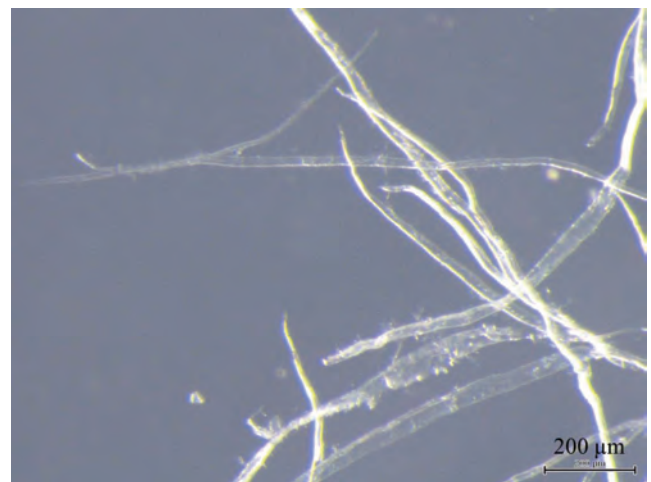
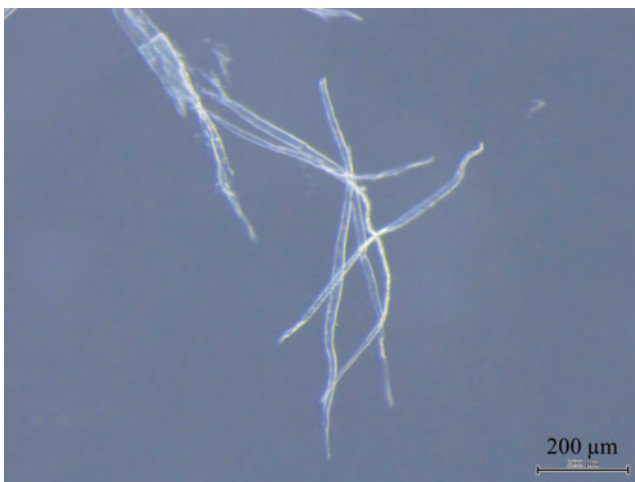


図 33 トイレトペーパー，約 214 倍，酸処理

図 34 トイレトペーパー，約 214 倍，アルカリ処理

3) 汚泥肥料等を対象とした顕微鏡観察フローの作成

今回、汚泥肥料を顕微鏡で観察するにあたって、汚泥肥料の特徴を確認するためにカバーガラスの上から押しつぶして形状を確認する等の通常の顕微鏡観察とは異なる作業を実施した。そのため、汚泥肥料等を対象とした顕微鏡観察の操作として、今回の手順を取りまとめたフローチャート(図 35)を作成した。

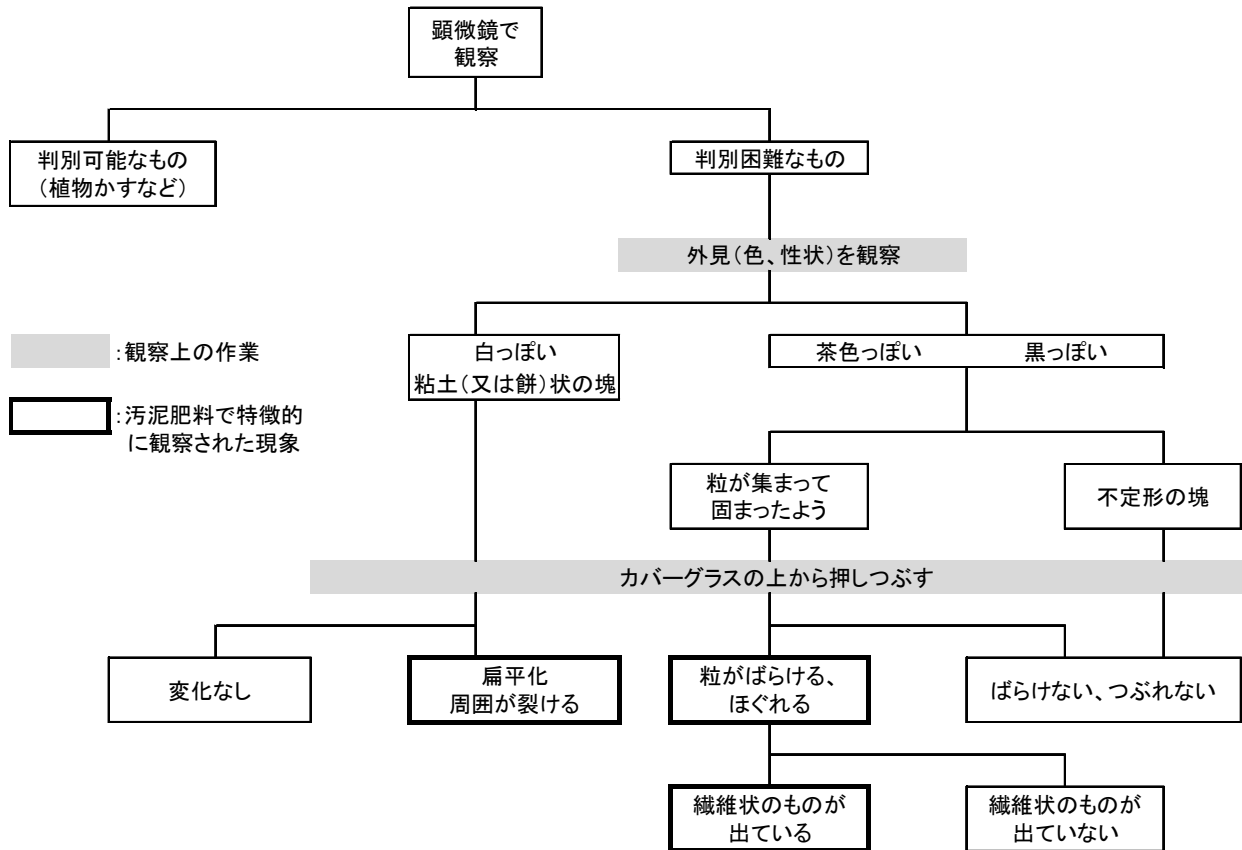


図 35 汚泥肥料を対象とした顕微鏡観察のフローチャート

4. まとめ

肥料鑑定データベースの拡充を図るために、汚泥肥料及び堆肥を酸及びアルカリで処理した後に顕微鏡で観察したところ、次の結果を得た。

(1) 汚泥肥料 19 点(内訳は下水汚泥肥料 3 点, し尿汚泥肥料 6 点, 工業汚泥肥料 3 点, 混合汚泥肥料 2 点, 焼成汚泥肥料 3 点及び汚泥発酵肥料 2 点)及び堆肥 3 点について、酸又はアルカリによる処理を行った後、実体顕微鏡を用いて観察し、写真を撮影した。その結果、汚泥肥料の中でも下水汚泥肥料及びし尿汚泥肥料の特徴として、繊維状の物体と色のついた混入物を確認できた。また、一部の汚泥肥料では、ひも状の異物を観察することができた。一方で、堆肥については茶色の塊や植物質を確認することができた。しかし、下水汚泥肥料等で見られたような繊維状の物体や色のついた混入物を確認することはできなかった。

(2) 下水汚泥肥料及びし尿汚泥肥料で特徴的に見られた繊維状の物体について、原料や生産工程から家庭雑排水に含まれるトイレトペーパーに由来する紙繊維ではないかと推測した。そこで、トイレトペーパーを酸及びアルカリで同様に処理し観察した結果、下水汚泥肥料及びし尿汚泥肥料で見られた繊維状の物体と類似していた。

(3) 本研究で実施した顕微鏡観察の手順を取りまとめ、暫定的な汚泥肥料の顕微鏡観察フローチャートを作成した。

文 献

- 1) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター (FAMIC) : 飼料分析基準
- 2) 環境省 : 海洋ごみシンポジウム 2016, 〈http://www.env.go.jp/water/marine_litter/2016.html〉
- 3) 早水 輝好 : 海洋ごみとマイクロプラスチックに関する環境省の取組,
〈http://www.env.go.jp/water/marine_litter/00_MOE.pdf〉
- 4) 環境省, 平成 28 年度沿岸海域における漂流・海底ごみ実体把握調査業務報告書(分割版) 6/6
〈http://www.env.go.jp/water/marine_litter/report_h28/enganmain6.pdf〉
- 5) 日本下水道事業団 技術評価委員会 : 下水汚泥由来繊維利活用システムの技術評価に関する報告書
〈<https://www.jswa.go.jp/g/g01/g4g/pdf/gihyo30.pdf>〉

Observation for sludge fertilizer and compost with a stereomicroscope; Expanding database for detection method of fertilizer by microscopy

Erika HIRATA¹, Hideo SOETA², Hidemi YOSHIMURA², Keiji YAGI²

¹ Food and Agricultural Materials Inspection Center(FAMIC), Fukuoka Regional Center
(Now) FAMIC, Fertilizer and Feed Inspection Department

² FAMIC, Fukuoka Regional Center

We observed 19 sludge fertilizers and 3 composts by acid treatment using sulfuric acid (1+34) or alkali treatment using 5% sodium hydroxide solution with a stereomicroscope. As a result, sewage sludge fertilizers and human waste sludge fertilizers were characterized by containing fibers and colorful impurities. We guessed fibers which characterized sewage fertilizers and human waste sludge fertilizers were lavatory papers because these fertilizers came from sludge derived from domestic effluent. As result of observation for a lavatory paper by acid treatment or alkali treatment by microscopy, lavatory paper were observed fibers which be similar to them in sewage sludge fertilizers and human waste sludge fertilizers. Based on result and experience, we made process flow sheet of observing sludge fertilizers with a microscope.

Key words Observation of fertilizer, stereoscope, sludge fertilizer, compost

(Research Report of Fertilizer, **12**, 195~207, 2019)