林産試だより

ISSN 1349-3132

令和5年度入学式
（北森カレッジニュースより）

研究成果発表会に向けて
（林産試ニュースより）

・樹木成分の分離方法について
　～シラカンバ外樹皮からの抽出成分ベツリンの単離精製の実際～　・・・・・・・・・ 1
・体育館床の調査について　・・・・・・・・・ 4
・ブロックせん断試験　・・・・・・・・・ 7
・行政の窓〔 北海道・木育（もくいく）フェスタ２０２３ 〕　・・・・・・・・・ 8
・林産試ニュース・北森カレッジニュース　・・・・・・・・・ 9

5
2023

(地独)北海道立総合研究機構
林 産 試 験 場

樹木成分の分離方法について
～シラカンバ外樹皮からの抽出成分ベツリンの単離精製の実際～

利用部　バイオマスグループ　関　一人

■はじめに

シラカンバ（*Betula platyphylla* var. *japonica*）（**図1 左**）は，寒冷地においても比較的成長が早いことから，冷温帯に属する北海道では従来より有用な広葉樹資源として認識されています[1)]。

図1　シラカンバ林（左），同外樹皮（右）

左：北海道大学　雨龍演習林，右：同農学部　苗畑，
写真提供：渋井宏美氏

シラカンバの外樹皮（**図1 右**）は，コルク組織が多層なため，平滑で薄く剥がれやすくなっています。外樹皮が白いのは，炭素数30・5員環性のトリテルペンであるベツリン（**図2 左**）が，外樹皮の絶乾重量に対して30％程度と特異的に多く含有するためであるといわれています[2, 3)]。一方，ベツリンやベツリンの一部をカルボキシル基に変換したベツリン酸（**図2 右**）は，2010年ころから，多数の薬理学的研究により，正常細胞を除くある種のがん細胞のみを細胞死促進することが明らかになっています[4-6)]。したがって，ベツリンやその誘導体は潜在的に新たなタイプの抗がん剤としての応用が期待されています。

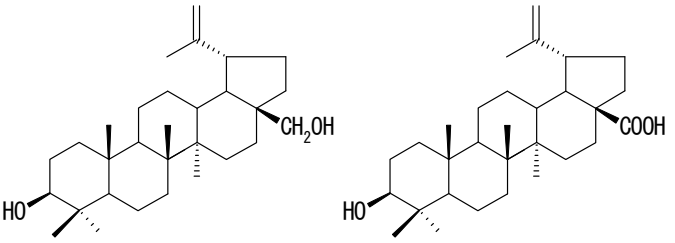

図2　ベツリン（左），ベツリン酸（右）の化学構造式

化学式：図（左）　$C_{30}H_{50}O_2$，図（右）　$C_{30}H_{48}O_3$

これまでに林産試験場では北海道産樹木の材・樹皮・葉における化学成分を精査するとともに，その利用に関して取り組んできました。ここでは，それらのうち，シラカンバ外樹皮に含有するベツリンの実験室的な単離精製の実際について紹介します。

■樹皮粉砕物の有機溶媒による抽出

胸高直径20cm程度のシラカンバを伐採し，その丸太から外樹皮を剥皮し，1ヶ月程度，自然乾燥させました。その後，外樹皮を電動式粉砕機を用いて5mm以下の粉砕物を得ました（**図3**）。

図3　シラカンバ外樹皮の粉砕物

ベツリンは親水性では無く親油性なため，抽出溶媒として，親油性化合物を溶解する性質があり，揮発性を有する有機溶媒であるジクロロメタン（二塩化炭素，CH_2Cl_2）を用いました。300g程度（絶乾重量，約2L程度）の粉砕物を5Lビーカーに入れて，ジクロロメタンを5L目盛りまで入れ，電動かく拌機で24時間かく拌しながら抽出しました（**図4 左**）。得られた抽出液は，ブフナーロート・ろ紙を用いて吸引ろ過し，樹皮粉砕物と分別します。粉砕物中の抽出物を十分に得るために，この操作を3回繰り返しました。ここでの留意点は，有機溶媒を用いる場合は労働安全衛生のために実験用ドラフト（局所排気装置）内において作業を行うことです。

得られた抽出液をナス形フラスコに入れ，ロータ

図4　有機溶媒抽出（左），減圧濃縮（右）のようす

リー・エバポレーターを用いて加熱・減圧濃縮し（**図4 右**），ジクロロメタンを除去しました。これを何回か繰り返して，黄褐色のシロップ状の粗抽出物（固形分140g）を得ました。

■シリカゲルクロマトグラフィーによる粗抽出物の分離

粗抽出物に含有するベツリンとその他の化合物との分離可能性について，シリカゲル薄層クロマトグラフィー（TLC）と特定の有機溶媒を用いて簡易な検討を行いました（**図5**）。TLCはガラスやアルミの薄い板の上に多孔質のシリカゲル（粒径10μm）が塗られています。TLC上に点着させた化合物は有機溶媒を介して吸脱着の相互作用があり，化合物によって移動速度が異なります。この原理は，ペーパークロマトグラフィーでインクの色素を水で分離するのと同じです。ここでは分離の促進を図るために，極性の異なる2種の有機溶媒を混合し，*n*-ヘキサン（C_6H_{14}）：アセトン（C_3H_6O）の混合溶媒（体積比2:1）を用いました。

ベツリン標準物質と粗抽出物のTLC溶媒展開の結果，粗抽出物はベツリンのほかに多数の化合物を含有しているが，分離の可能性はあるということが推定されました（**図5 右**）。

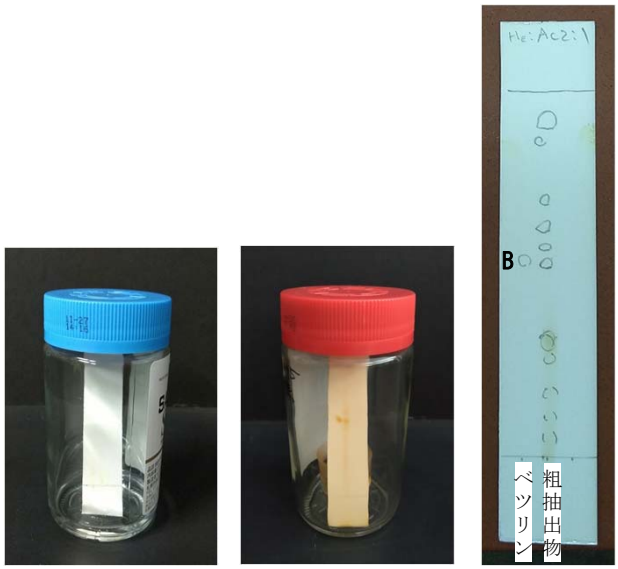

図5　TLCの溶媒展開（左），ヨウ素蒸気雰囲気下での発色（中），同結果（右）のようす

TLCサイズ：1.5×15 cm，図（左）において容器の底から5mm程度まで溶媒を入れる，図（右）における下部線の指定場所に試料点着し上方に溶媒展開させる，B：ベツリン標準物質（市販試薬），図（右）において粗抽出物の列にはいくつもの点があり多数の化合物が混在していることが分かる

TLCの結果を受けて，規模を拡張してベツリンを分離するために，ガラスカラム（**図6 左**，内径5×高さ30cm）に500mlのシリカゲル（粒径10μm）をTLCと同じ展開溶媒（ヘキサン：アセトン 2:1）とともに詰めて，上部に粗抽出物（固形分5g程度）を展着させ，下部に向けて溶出し（流速10ml/分），100mlづつ三角フラスコで分取しました（**図6**）。各分取物をさらにTLCで検索したところ，ベツリンが分離されていることが分かり（**図7**），カラムクロマトグラフィーの操作を繰り返して，ベツリン画分を収集しました。なお，多くの化合物は純度が高まると結晶化する性質がありますが，ベツリンが高濃度に溶出したフラスコでは，溶出液中に結晶が析出すること

図6　シリカゲルカラムクロマトグラフィーの溶媒溶出（左），溶出液の分取と結晶の析出（右）

図（左）において試料はカラム上部に展着し溶媒で下方に溶出させて分取する，図（右）においてフラスコ下部でベツリンの結晶化物が見られる

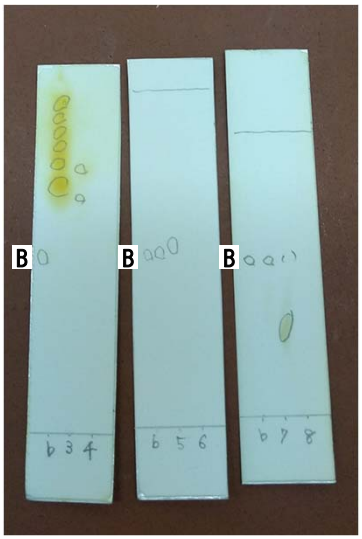

図7　カラムクロマトグラフィー分取物のTLCによる検索のようす

図においてB：ベツリン標準物質（各TLCの左部），TLCの下部番号：分取したフラスコ番号（b：ベツリン標準物質）

もありました（図6 右）。

■再結晶法による粗ベツリンの精製

カラムクロマトグラフィーにより，粗ベツリンが得られました（図8 左）。これには不純物が混在しているため，さらに純度を増加させるために，精製操作のひとつである再結晶法を試みました。具体的には，粗ベツリンの一部を溶解しにくい溶媒（貧溶媒）に加えて，湯浴中で強制的に溶解させます（図8 中）。今回は，貧溶媒としてエタノールを選択し，溶解後に室温で放冷すると，より純度の高いベツリンの針状結晶が得られました（図8 右）。

図8　粗ベツリン（左），湯浴中でのエタノールへの溶解（中），再結晶化（右）のようす

ベツリンの結晶を桐山ロート・ろ紙でろ別し，さらにエタノールでろ紙上に残ったベツリンを洗浄します（図9 左）。ろ紙上で洗浄したのち風乾した結晶は，さらにこのような再結晶の操作を何度も繰り返すことにより，より純度の高い精製ベツリンが得られます（図9 右）。

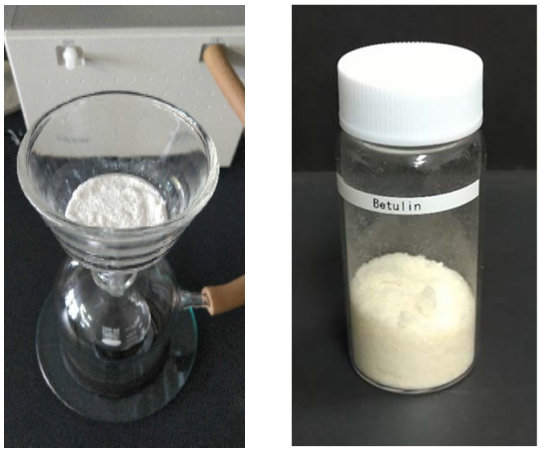

図9　ベツリン再結晶化物の貧溶媒による洗浄とろ別（左），精製ベツリン（右）

■おわりに

これまで述べてきたシラカンバ外樹皮からのベツリンの単離精製に関する情報については，今後，北海道産の木質バイオマスによる生理活性物質分野への応用が期待されます。また，シラカンバ以外の北海道産樹木に含有する有効成分の探索と精製方法の開発も，将来的に新たな事業創出の上からも重要であると考えています。

■引用文献

1)　大崎久司ほか：木材学会誌 65, 189–194 (2019) .
2)　渋井宏美ほか：日本木材学会 北海道支部講演集 第46号, 1–4 (2014) .
3)　Ohara *et al.*：Mokuzai Gakkaishi, 32, 266–273 (1986) .
4)　Mullauer FB *et al.*：PLOS ONE. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0005361. (2009) .
5）Dehelean CA *et al.*：Natural Product Communications. 7, 981–985 (2012) .
6）Jiang W *et al.*：Biomedicine and Phermacotherapy, 142, https://doi.org/10.1016/j.biopha.2021.111990, (2021) .

体育館床の調査について

技術部　製品開発グループ　髙山 光子

■はじめに

体育館床の木質フローリング（以下，「フローリング」とする）の割れが問題となっていることから，割れの発生原因と対策を検討するため，体育館の床上下の温湿度やフローリングと下地合板（以下，両方を指す場合は「床材」という）の吸放湿にともなう収縮膨張の動きなどについて，約2年半にわたり実態調査を行ってきました。しかしながら，体育館の床材の動きを継続的に調査した事例がほとんど見られないことから，試行錯誤をしながらの実施となりました。調査結果についてはこれまで随時報告してきましたが[1),2)]，本稿では，実際にどのように調査を行ったのか，感想も交えながらご紹介します。

■調査対象施設の選定

調査対象の施設にはフローリングの種類や暖房方法，地域などの条件が異なる施設を選定する予定でしたが，休館日が年末年始のみであるなど，どの施設も利用頻度が高く，調査を実施できる施設は限られました。最終的に5施設を選定しました。休館日のほとんど無い施設では，一般の利用者の使用に影響が無いよう，エリアや時間を限定して調査を行いました。一方，休館日を毎月一日設定して施設の清掃と点検を行っている施設もあり，このような施設では休館日に調査をさせてもらい，十分な調査を行うことができました。

以下，**表1**の調査項目の内容について説明します。

■温度・相対湿度の測定

床材の収縮膨張に影響を与える床周辺の温度と相対湿度の年間変動を把握するため，アリーナの床上近くの壁面と床下に温湿度データロガーを1台ずつ設置し，通年で計測を行いました（**写真1**）。センサーの位置は，利用者の邪魔にならず，出入り口や暖房，換気の影響をできるだけ受けない場所としました。しかし，広いアリーナ内の温湿度は一様ではない可能性があるため，アリーナ全体の温湿度を把握するには，データロガーを複数箇所に設置した方が良かったと思われます。

また，機器の破損を防ぐため，プラスチックや金属のケースに入れて保護しましたが，床上のデータロガーはボールなどの直撃を受けやすく，頻繁に計測が中断する施設もありました。

表1　主な調査項目

	調査項目	測定時期
床上	温度・相対湿度	通年計測
	フローリング含水率	夏期・冬期
	フローリング目地幅	夏期・冬期
	フローリング損傷発生状況	夏期・冬期
床下	温度・相対湿度	通年計測
	下地合板含水率	夏期・冬期
	下地合板目地幅	夏期・冬期

写真1　温湿度データロガーの設置例
床上（左）と床下（右）

■含水率と目地幅の測定

床材の含水率と収縮膨張の目安となる長辺（床材の繊維方向に平行な辺）の間の目地幅を夏季と冬季の年2回測定しました。目地幅とは，隣り合う床材間の隙間の幅を指します。施工された状態の床材の幅を精度良く測定することが困難だったため，目地幅を測定することで間接的に収縮膨張を把握することとしました。

また，毎回の調査で同じ箇所を測定するため，施設ごとに床面の幅方向（フローリング長辺に直交す

る方向）1～2箇所，長さ方向（フローリング長辺に平行な方向）1～2箇所に測定線を設定し（**写真2**），毎回測定線に沿って測定を行いました。フローリングと下地合板の測定線の位置はできるだけ近くに設定し，フローリングと下地合板の測定データの関係を検討できるようにしました。

（1）フローリングの含水率と目地幅

フローリングの含水率は，高周波木材水分計を用いて，床面の幅方向は壁から壁までの全てのフローリングを，長さ方向は壁から壁まで1mおきに測定しました。高周波木材水分計は木材の表面に押し当てて内部の水分を測定する機器です（**写真3**）。

フローリングの目地幅は幅方向の壁から壁までの全ての目地を測定しました。目地幅の測定にはこれまで隙間ゲージを用いていましたが，今回は測定箇所が測定線1本につき数百箇所になり，施設によっては600箇所以上測定する必要があるため，調査時間内に測定を終わらせるために，デジタル顕微鏡カメラを使用しました。現地でデジタル顕微鏡カメラで目地を撮影し（**写真4**），撮影画像から付属の計測ソフトを用いて幅を測定します。実際にやってみると，現地での目地の撮影は時間内に終わらせることができましたが，撮影後の数百箇所の目地幅の計測作業は想像以上に時間がかかり大変でした。特にピントの合っていない撮影画像があると目地の端を見定めるのに苦労しました。

（2）下地合板の含水率と目地幅

下地合板の測定はピットから床下に入り床裏側から行いました。施工された下地合板の継続的な測定事例がなかなか無いことから，貴重な測定データが取れると期待していたのですが，実際には，床下高が20cm程度で床下に入れない施設や下地合板の下に断熱材が施工されていて下地合板が見えない施設が多く，調査できた施設は2施設のみでした。なお，床下の点検を行っている施設はほとんど無く，管理者が一度もピットを開けたことがなく，ほこりやゴミが詰まってピットの蓋が開かない施設もありました。床下に入らなくとも，年に数回はピットの蓋を開けて，床下の状態を確認した方が良いのではないかと感じました。

下地合板の測定はかなり過酷な作業でした。床下高は60～80cmで，配管などがあるとさらに低くなるので，測定や移動は横になったまま行います（**写真**

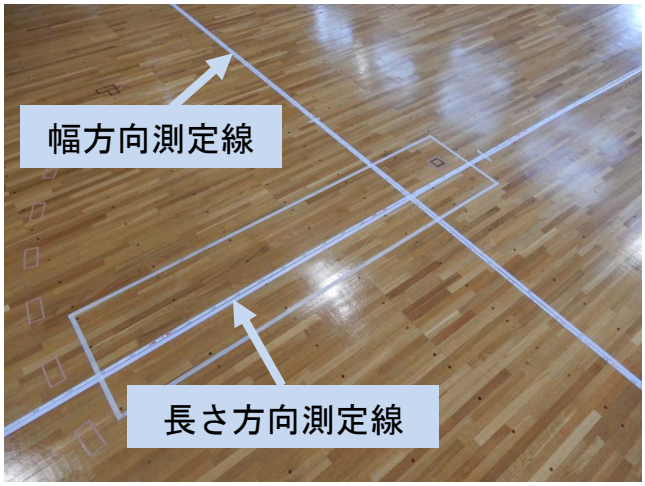

写真2　フローリングの測定線の例

写真3　フローリングの含水率の測定（幅方向）

写真4　デジタル顕微鏡カメラによる目地幅の撮影

写真5　床下の測定風景とドーリー

5）。広いスペースを迅速に移動するためドーリー（小型の台車　**写真5**参照）を使用しました。夏はもちろん暑いのですが，冬でも暖房の配管からの放熱があり，暑くて汗が落ちるため記録用紙には耐水ペーパーを途中から使用しました。ほこりもひどいためツナギと防塵マスクは必須です。

含水率の測定は高周波木材水分計を用いて，幅方向は壁から壁までの全ての合板を，長さ方向は壁から壁まで1mおき（一部90cmおき）に測定しました（**写真6**）。目地幅は隙間ゲージで幅方向全ての目地を測定しました（**写真7**）

写真6　下地合板の含水率の測定

写真7　下地合板の目地幅の測定

■フローリングの損傷等の発生状況

フローリングの割れなどの損傷や段差などの不具合の発生状況は，目視により調査しました。見つけた損傷等の発生箇所に損傷の種類ごと（割れ，欠け，凹み，その他）に異なる色の付箋を貼り付けておき（**写真8**），最後に発生位置と損傷等の寸法を記録して，デジタルカメラで写真を撮影しました。発生位置は，床面にあらかじめ基準となる原点を定めておき，原点からの幅方向と長さ方向の距離を巻尺で測定し座標として記録しました。後日，体育館床の平面図上に損傷を図示して床材の割り付け位置との関係等を検討しました。

写真9は冬と夏に撮影した同じ割れの写真です。冬に比べ夏は割れが見えづらくなる場合が多く，損傷検査時には見落としに注意が必要と感じました。逆に夏に見つけた割れが冬に分りづらくなるものもありました。このように，季節により見え方が変わるので，損傷の検査は少なくとも季節ごと，できれば毎月行うと良いと思われます。また，日常的に床の状態に注意を払っておくことも大切と思われます。

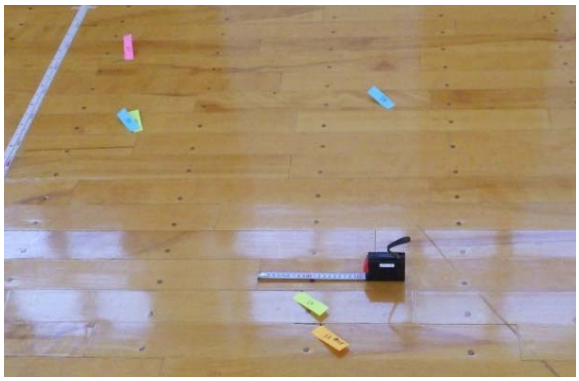

写真8　損傷発生箇所の付箋

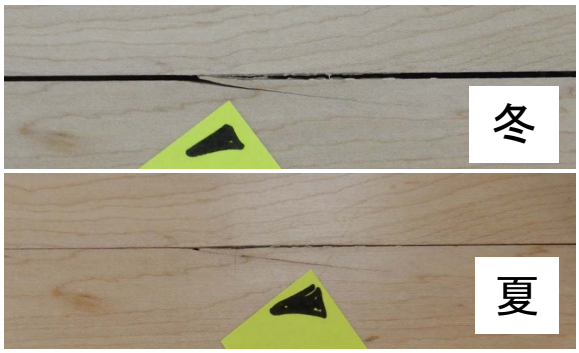

写真9　夏と冬の割れの見え方

■おわりに

普段，紹介する機会のない体育館床の調査作業について簡単に紹介しました。この調査は広い床面全体を調査するため測定箇所がかなり多く，限られた時間で調査を行うには各測定を同時に行う必要があり，10人前後の人員が必要でした。そのため毎回，当場の研究調整グループの職員に研究支援をしてもらい，分担して効率よく作業を進めることができました。調査の目的により調査方法は異なるので，このような大がかりな調査をすることは無いかもしれませんが，今後，床の調査や検査をする際に今回の記事が多少でも参考になれば幸いです。

■参考文献

1）林産試だより：2022年6月号，p.4（2022）
2）林産試だより：2021年5月号，p.5（2021）

ブロックせん断試験

岩田 聡

落語がわりと好きで，時間と機会が許せば聞きに行きます。桂枝雀さんがご存命のときには，2回ほどチケットを手に入れるチャンスに恵まれ公演に行くことができました。枝雀さんのネタの一つに「地獄八景亡者戯（じごくばっけいもうじゃのたわむれ）」という噺があります。サバにあたった人が地獄まで旅する噺で，旅の途中に「千手観音の手品はいかが」と呼びこみがあったりします。木材の試験には，針の山を歩かされたり（インサイジング処理），釜ゆでにされたり（蒸煮処理），火であぶられたり（防火試験）と地獄のような責苦を与えてデータを得るものがあります。JASに定める接着性能試験には，一方を固定して縦に引きちぎる「ブロックせん断試験」というものがあります。

ブロックせん断は，集成材やCLT（直交集成板）などの接着性能を把握する試験で，試験体づくりにたいへんな手間がかかります。試験体は，2つの立方体が接着面で5mmずれた椅子のような形にします。はじめに集成材やCLTの内部から接着面を境にして同じ大きさの立方体のブロックになるように切り出します。そして，ノコギリの刃の厚さを考えながら削ってずれをつくり，いす型にするのです（**写真1**）。それを万力のような装置にかけ，一方は固定し，一方は下方向に荷重をかけ，破断したときの荷重をセンサーで測定します（**写真2**）。

写真1　刃の厚さも考えながら5mmのずれをつくる。

写真2　いす型の試験体を破壊する林産試験場独自開発のせん断試験装置

この試験を模式的に考えると，木材は繊維でできているので，ストローの束が試験体の木材と思ってください。集成材のせん断試験では，接着層をはさんだ両側のブロックの繊維方向が同じ縦方向，つまりどちらもストローの束が縦のものに荷重をかけて接着層の接着力を測定します。

しかし，CLTのせん断試験の場合は話が違ってきます。CLTは各層のラミナが直交しているのが特徴なので，接着層をはさんでブロックの繊維方向が直交します。ストローの束が，一方は縦向きに，もう一方は横向きになるのです。ストローの束に横から力をかけると，縦方向の裂ける壊れ方と違い，束がくずれるように壊れます。左右のブロックの荷重に対する壊れ方が異なると，接着層の接着力を正しく評価できないおそれがあります。

そこで考え出されたのが45°回転してブロックを切り出す方法です。こうすると，縦でも横でもない，繊維方向が左右どちらも斜め45°のブロックに荷重をかけるので，試験体の繊維方向による影響を抑えることができます（**写真3，図1**）。

写真3　左側は繊維方向が直交している試験体（図1左）。手前右側は，繊維方向を45°傾斜させた試験体（図1右）。

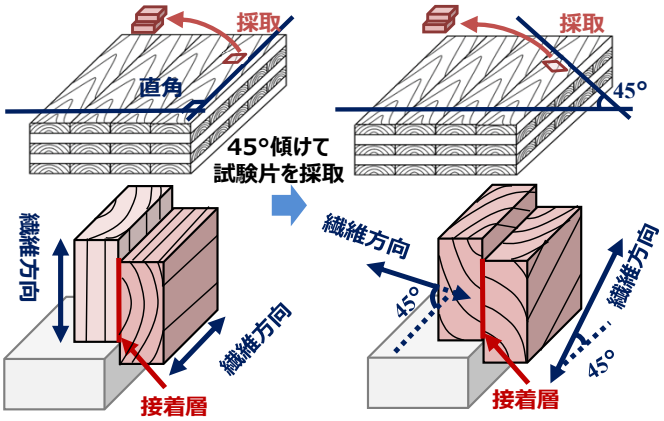

図1　CLTのブロックの切り出しと繊維方向

今回実施したブロックせん断試験では，ブロックの強度，サイズ，繊維方向（直交と45°傾斜）で場合分けしているうち，1,300個に及ぶ試験体をつくることになりました。精度のある試験体づくりから始まり，データの測定，分析，取りまとめは，時間をかければいつかは終わることができます。しかし，試験体づくりを研究支援職員が分担することにより，研究職員は並行して研究を進め，迅速に成果を得ることができるのです。

（林産試験場長）

「北海道・木育（もくいく）フェスタ2023」

北海道の木育 Hokkaido mokuiku

「北海道・木育（もくいく）フェスタ」とは？

北海道、林野庁北海道森林管理局、公益社団法人北海道森と緑の会では、平成２４年度から関係市町村や団体と連携しながら、道民参加による協働の森林づくりを進めるため、「北海道植樹祭」や「道民森づくりの集い」など、「森づくり」や「木づかい」の一連のイベントを一体的に「北海道・木育（もくいく）フェスタ」として開催しています。

北海道・木育（もくいく）フェスタ2022 開催状況

「北海道・木育（もくいく）フェスタ2023」スケジュール

中心的なイベント

開催日	行事名	概　要
R5 (2023). 5.13 ※北海道植樹の日	・フェスタ2023開会式 ・「緑の募金」出発式	場所：道庁1階ロビーホール、札幌駅南口ほか 内容：開会式、「募金箱」伝達式、記念植樹 「緑の羽根」街頭募金
R5 (2023). 5.28	第７３回北海道植樹祭	場所：厚真町字幌内 内容：式典、植樹、木育ワークショップや パネル展示など
R5 (2023).10月 （予定）	道民森づくりの集い	場所：サッポロさとらんど 内容：木育ワークショップ、木製遊具コーナーなど
R6 (2024).1月 （予定）	木育ひろばinチ･カ･ホ	場所：札幌駅前地下歩行空間 内容：木育ワークショップ、クイズ、パネル展示など

多様な主体と連携して取り組むイベント

開催日	行事名	概　要
R5 (2023).７月下旬 （予定）	木育フェアinアリオ札幌	場所：アリオ札幌 内容：木育ワークショップ、パネル展示など
R5 (2023).８月上旬 （予定）	新さっぽろ もくもくフェスティバル	場所：新さっぽろアークシティサンピアザ 内容：木育ワークショップ、パネル展示など

SNSで木育の情報発信をしております！！

各種ソーシャルメディアを活用して、「北海道のmokuiku（木育）」の名称で木育に関する様々な情報を発信しています。楽しめるコンテンツを発信しますので、是非フォローをお願いします！！

HP　Facebook

Twitter　Instagram

木育とは・・・

子どもをはじめとするすべての人々が、
「木とふれあい、木に学び、木と生きる」
取り組みです。

（水産林務部森林環境局森林活用課）

林産試ニュース

■一般者向け施設状況

新型コロナウイルスに伴う措置が解除されたことから，当場の一般者向け施設を以下のとおり開館することとなりました。（引き続き感染防止対策にご協力ください。）

〇木と暮らしの情報館
開館期間　令和5年4月17日（月）～10月13日（金）
開館時間　9:00 ～ 17:00
※休館日　4月22日（土），23日（日），
10月 1日（日），7日（土），
10月 8日（日），9日（月・祝日）

〇木路歩来（コロポックル）
開館期間　令和5年4月29日（土）～10月13日（金）
開館時間　9:30 ～ 16:30
※休館日　10月 1日（日），7日（土），
10月 8日（日），9日（月・祝日）

※臨時休館日はホームページなどで随時お知らせします。

■令和5年 北海道森づくり研究成果発表会

6月1日（木）～30日（金）にオンラインで開催する「令和5年 北海道森づくり研究成果発表会」に向けて，すでに発表担当者が準備を進めています。

4月14日（金）には，場内で発表の予行を行い，より皆さんにわかりやすい発表となるよう，ブラッシュアップを図っています。 ご期待ください。

【場内予行の様子】

（林産試験場　広報担当）

北森カレッジニュース

■１年生が入学！

４月10日，第４期生の入学式が行われました。・・・ということは当学院が開校して，もう4年目を迎えております。これもオール北海道としてたくさんの皆様に多大なご支援とご協力を頂いた「たまもの」と感じております。

式典では，34人の新入生が家族の方々に見守られながら，緊張した面持ちで式に出席し，北海道森林管理局上川中部森林管理署　中村 昌有吉署長と旭川林産協同組合　高橋 秀樹理事長からご祝辞を頂いたほか，全道各地からたくさんの祝電をいただきました。2年後には全道各地に散らばり林業・木材産業を担う彼らですが，「まもの」が住むのは甲子園だけではなく，彼らの活躍するフィールドにも当然のように現れることと思います。

全道各地でヒグマの活動が活発化しております。我々教員一同も実習の際は万全の対策を講じて授業を行っておりますが，皆様も山菜採り等で入林される際は対策をお忘れなく！！

【１年間学ぶ教室で】

【新入生の集合写真】

（北海道立北の森づくり専門学院　那須 貴洋）

林産試だより　2023年5月号

編集人　林産試験場
HP・Web版林産試だより編集委員会
発行人　地方独立行政法人 北海道立総合研究機構
森林研究本部　林産試験場
URL：http://www.hro.or.jp/fpri.html

令和5年5月8日　発行
連絡先　企業支援部普及連携グループ
071-0198　北海道旭川市西神楽1線10号
電話　0166-75-4233（代）
FAX　0166-75-3621