

平成 21 年度 木材抽出成分高度利用技術開発事業

木材抽出成分高度利用技術開発事業

研究成果報告書

平成 23 年 3 月

木材抽出成分高度利用技術開発推進委員会

平成 21 年度 木材抽出成分高度利用技術開発事業

木材抽出成分高度利用技術開発事業

研究成果報告書

平成 23 年 3 月

木材抽出成分高度利用技術開発推進委員会

はじめに

地球温暖化が進行するにつれ、化石資源に代わるカーボンニュートラルなバイオマス資源の利活用が注目されている。バイオマス資源の中でも最も蓄積量の多い森林資源の有効利用に世の関心が高まっているのは当然の理といえよう。林木の主たる用途は柱や板としての用材としての利用である。これは昔もこれからも変わらないことだろう。特に用材を目的として植林された人工林にあってはそうであろう。しかしながら、林業・林産業の低迷により伐採した木材を林地から運び出すのもままならぬ現状である。間伐材や林地残材などの利用率は数パーセントであり、枝葉に至っては全く利用されていない。日の光をふんだんに浴びて長年かけて育った樹木には多くの有用な成分が含まれる。特に低分子成分である抽出成分は多種多様な構造を持ち変化に富み、また、その作用も殺虫作用、抗菌・抗カビ作用、薬理作用等幅広い生物活性を有している。これらのうちのあるものは経験的にその効果が認識され生活の中で利用されてきた。しかしながら最近の分離技術、生物検定技術等の進歩により、これまでには見いだされていなかった新たな抽出成分の働きがみいだされているのが現状である。本事業では、抽出成分のうちでも特に精油成分に着目し、精油成分の分離装置の開発及び効率的精油採取技術の開発、精油成分の生物活性の発掘と実証を行い、新たな製品開発を行うことを目的とした。

木材からの精油は製材所のおが屑を主としてこれまでにヒバ、ヒノキなどで精油採取が行われている。ところが葉に関しては嵩高く、収集・運搬に手間がかかることから行われていなかった。葉油は材油に比べて成分数も多く変化に富み、生物活性も多様である。そのようなことから本事業では樹葉も対象に樹木精油を中心に技術開発が行われた。林地残材としての葉の利用を具体化することで山に利益が還元され、山の活性化の一助となることを願うものである。

本事業は林野庁の平成 21 年度木材抽出成分高度利用技術開発事業の助成を受けて平成 21 年度に行われたものである。本事業は当初 5 年計画で始められたが、予算等諸事情により 21 年度の単年度事業となった。しかしながら、当初の事業計画を推進すべくその後も引き続き自主研究として各社によって研究開発が進められ、当事業の所期の目的を果たすべく着実に成果の蓄積が行われている。本報告書は平成 21 年度に行われた事業内容を基にしているが、事業化に向けて着実に歩を積み上げていることを報告するしだいである。

終わりにこの試験研究の実施に際して賜った林野庁ならびに技術開発推進委員会のご指導とご協力に心から御礼申し上げますと共に、参加企業のご尽力に感謝申し上げますしだいである。

平成 23 年 3 月

木材抽出成分高度利用技術開発推進委員

谷田貝 光克

(秋田県立大学木材高度加工研究所)

木材抽出成分高度利用技術開発事業

～ 目 次 ～

総説-----	1
秋田県立大学木材高度加工研究所 所長 谷田貝 光克	
事業の概要	
財団法人秋田県木材加工推進機構 金高 悟	
事業計画-----	9
研究課題と担当事業体-----	11
事業推進体制-----	13
成果報告	
○抽出技術の開発	
・油水分離器及び加圧精油採取装置の開発-----	19
庄内鉄工株式会社 庄内 豊・安井 亨	
・精油最適採取方法の開発-----	39
大森建設株式会社 石井 昭浩・大島 新一	
○抽出成分の利用技術の開発	
・樹木エキスを活用した特定防除資材の開発-----	54
有限会社キセイテック 東 昌弘・鍋島 敏雄・東 雄一郎	
・抗菌作用等の機能を付与した塗料の開発-----	75
協同組合ラテスト 中川 和城・安田 一誠	
・現行抽出物の分析及び機能性香料の開発-----	87
株式会社シームス 藤原 健吾・荒巻 貴士	
・アトピー性皮膚炎に起因する「かゆみ」抑制効果の確認-----	91
有限会社サクセス 高野 茂信	

○総説

木のかおり、樹木精油の有効利用に向けて

秋田県立大学 木材高度加工研究所
谷田貝 光克

1. はじめに¹⁾

二酸化炭素を吸収して光合成によって育ちカーボンニュートラルな植物は、地球温暖化が進行する中で、化石資源代替として大きな注目を浴びている。植物は二酸化炭素から自分のからだをつくり生体を維持している。それに比べて地球上に生育する他の生き物は、人間はもとより、動物、昆虫をも含め、自力で無機物からからだをつくることはできず、動物や昆虫は植物がつくり出した植物体を食料として育ち、ヒトも同じく植物体である穀類を食し、野菜を摂り、植物飼料で育った家畜を食べて成長し、からだを維持する。このことを考えると植物が地球上の全ての命をまかなっていると考えるのも過言ではない。

樹木をはじめとする植物は巧みなメカニズムによって生体を作り出す。その生体の主たる部分は細胞壁である。表1に示すように、細胞壁は主要三大成分と称されるセルロース、ヘミセルロース、リグニンで構成される。樹木の場合にはこの三大成分で植物体の90%以上が占められている。そのほかの成分としては細胞内含有成分として抽出成分、デンプン、タンパク質、無機質、糖類、アミノ酸などがある。それぞれに植物の生体を維持するための役割を有しているが、なかでも抽出成分は、多種多様な成分を含み、その働きも幅広く多様である。抽出成分は主要三大成分やデンプン、タンパク質などが高分子であるのに比べて、分子量がたかだか1000程度の低分子である。低分子がゆえにアルコールやヘキサンなどの溶媒で抽出できる性質を持っており、これが抽出成分の名の由来になっている。そして抽出成分にはテルペン、アルカロイド、フラボン類、ステロイド、炭化水素、脂肪族化合物、キノン類、エステルなど多くの化合物が含まれる。抽出成分は、色の基となり、また、耐朽性や耐虫性の原因ともなっており、また、抽出成分のなかでも分子量が300~400以下程度の低分子物質は、低分子ゆえに揮発しやすく植物の香りの源となっており、それらは精油として植物体から採りだすことが可能である。

木のかおり、樹木精油の中には古くから香料、殺虫剤、医薬品などとして生活のなかで利用されてきたものも少なくないが、現代の科学技術の進歩によって今までには知られていなかった新たな働きも見いだされ、その利用技術の開発も進められている。ここでは抽出成分のなかでも多様な働きを持ち、最近その実生活のなかでの利用に期待がかけられている樹木精油に焦点を当ててご紹介する。

表1 植物の主な成分

	成分の種類
細胞壁構成成分	セルロース (分子量~1,000,000) ヘミセルロース (~ 30,000) リグニン (~ 20,000) } 木材の主要三大成分
細胞内含有成分	抽出成分 (分子量~ 1,000) テルペン, アルカロイド, フラボン類, ステロイド 炭化水素, 脂肪酸, キノン類, エステル類 など その他 デンプン タンパク質 ペクチン 無機質 糖類 アミノ酸 など

2. 樹木を特徴づける成分—精油

樹木はそれぞれに特徴あるにおいを有する。においの強い木、弱い木、香ばしい香りの木、悪臭漂う木などである。もし抽出成分がなかったならば、そしてもし木が精油を作り出す能力がなかったならば、そしてどの木も同じく無臭であったならば、何と味気ないことになるだろう。木に含まれる精油はその木を特徴づけるのに役立っている。これは木に対してだけではない。草本にもいえることである。木によるにおいの違い、それは含まれる成分の違いによるものである。同じ成分が含まれていても含まれる割合が違えばにおいにも違いが出てくる。成分の違いは、においの違いだけに関係しているわけではない。様々な生物活性の違いとなって現れてくる。

樹木は葉、幹、根、枝の全ての部位に多かれ少なかれ精油成分を含んでいる。ただ、どの部位に精油含有量が多いかは樹木によって差がある。クスノキのように材、枝、葉のいずれにも精油含有量の高い木もあれば、ユーカリのように葉では精油含有量が樹木のなかでは最も多いグループに属する木でも材にはほとんど含んでいないものもある。一般的には葉に精油含有量の高いものが多い。表2に代表的な国産樹種の葉油含有量、表3に材油含有量を示す²⁾。針葉樹と広葉樹を比べると一般的には針葉樹の葉油含有量の方が広葉樹のそれよりも高い。広葉樹でもクスノキ科の樹木は比較的葉油含有量が高い。

表4は葉油中に含まれる主な成分である。葉油に含まれる成分はそのほとんどがモノテルペン、セスキテルペンで、含まれている成分の種類にはあまり差がないが、成分の含有量に差があるのが特徴である。ヒノキではサビネン、 α -テルピニルアセテートの含有量が高く、スギでは α -ピネン、 α -テルピネオール、ローソンヒノキではリモネン、レモンユーカリでは1,8-シネオールの含有量が高いといった具合である。

表2 主な樹種の葉油含有量

乾葉 100g 当たりの精油含量(ml)

樹種	精油含量	樹種	精油含量
針葉樹			
ヒノキ	4.0	モミ	0.9
チャボヒバ	1.7	トドマツ	8.0
サワラ	1.4	シラベ	2.1
ハイビャクシン	1.7	ヒマラヤスギ	0.3
カイヅカイブキ	0.9	アカエゾマツ	1.4
ネズミサシ	1.3	エゾマツ	2.1
オキナワハイネズ	0.7	トウヒ	1.1
エンピツビャクシン	0.5	カラマツ	0.3
ニオイヒバ	4.0	アオトウヒ	0.4
ネズコ	4.2	アカマツ	0.2
アスナロ	2.4	ダイオウショウ	0.3
ヒノキアスナロ	1.4	ハイマツ	2.0
イチョウ	0.4	ストローブマツ	0.6
イヌマキ	0.1	イヌカラマツ	0.3
スギ	3.1	ツガ	0.8
コウヤマキ	0.7	イチイ	0.1
コウヨウザン	0.4	キャラボク	0.2
		カヤ	0.7
広葉樹			
クスノキ	2.4	ノリウツギ	0.1
ヤブニッケイ	2.0	サンショウ	0.6
タブノキ	2.2	ミヤマシキミ	2.4
シロダモ	0.4	クスギ	~0
シロモジ	0.4	シラカシ	~0
シキミ	4.4	スダジイ	~0
アセビ	0.1		

表3 主な樹種の材油含有量

100g 当たりの精油含量(ml)

樹種名	精油含量	樹種名	精油含量
ヒノキアスナロ	1~1.5	スギ	0.1~2.0
クスノキ	2~2.3	ヒノキ	1~3.0
ツガ	~0.2	サワラ	0.5~2.0
ヒマラヤスギ	~2.5	ネズコ	0.7~1.0
コウヤマキ	~2.0	コノテガシワ	~0.2

表4 樹木葉油に含まれる主なテルペン類(%)

	ヒノキ	スギ	アスナロ	ローソンヒノキ	レモンユーカリ
α-ピネン	4.71	16.13	3.29	0.75	4.80
β-ピネン	0.36	0.94	0.21	-	0.13
サビネン	11.96	5.92	23.95	0.16	0.90
ミルセン	5.16	4.81	4.80	2.57	0.16
Δ-3-カレン	0.47	2.84	0.55	-	-
リモネン	6.96	6.38	2.93	65.00	-
1,8-シネオール	-	-	-	-	72.48
β-カリオフィレン	-	-	-	-	-
カンファー	-	-	-	-	-
リナロール	0.97	0.38	0.19	0.05	0.08
リナリルアセテート	0.31	0.15	-	-	-
ボルニルアセテート	7.24	1.85	0.05	-	-
α-テルピネオール	1.41	17.57	1.35	-	2.88
α-テルピニルアセテート	14.99	-	8.39	1.33	11.05
ツヨブセン	2.52	-	-	-	-
エレモール	6.65	4.25	3.14	-	0.19
α-カジノール	0.23	0.68	-	0.59	-

※乾燥葉に対する含有率(%)

3. 多様な働きを持つ樹木精油

1) 抗カビ・抗菌作用

樹木精油には抗カビ・抗菌作用を持つものが多い。ヒバやヒノキの材には木材腐朽菌に侵されにくい香り成分が含まれているので、耐朽性を要求される箇所に使用されてきた。ヒバの抗菌性成分でよく知られているのはヒノキチオールである。ヒノキチオールは木材腐朽菌以外にもクロコウジカビ、ペニシリウムなどのカビ類、黄色ブドウ球菌、大腸菌、緑膿菌、院内感染の原因となる MRSA などの細菌類などに対して生育阻害作用を示す。

ヒノキの抗菌作用は主にα-カジノールによるものである。ヒバに含まれるヒノキチオールが酸性物質なのでアルカリで処理することによって容易に混合物の精油中から分離できるのに対して、α-カジノールは中性物質なので分離が難しく、それが利用を困難にしている可能性が多きい。しかし、ヒノキチオールを含んでいる樹種が限られているのに対して、α-カジノールは多くの樹種に含まれているので原料としては有利である。

スギには抗菌性の強いジテルペン、フェルギノールが含まれているし、ベイスギ、ベイヒバなど、抗カビ・抗菌作用の強い木は多い。

2) 抗害虫作用

植物のにおいが昆虫を誘引し、あるいは忌避する作用をすることはよく知られている。誘引物質で花粉を運んでもらったり、虫が嫌いな物質を葉に蓄え、葉をかじられるのを防いだり、いやなにおいを放出し外敵を追い払ったりする。害虫に葉を食べられるのを防ぐ摂食阻害物質としてはポリフェノール類が多い。テンマク

ケムシに葉を食害されるとヤナギはケムシの成長を遅らせるポリフェノールを作り出す。ポリフェノールは害虫に食べられた後にタンパク質と結合して吸収を阻害する。興味あることに食害されている木のそばのヤナギもポリフェノールを作り出す。食害されている木が隣の木に害虫が来たことを香り物質で知らせるからだということがわかっている。このような香り物質は情報伝達物質と呼ばれている。

シラカバでも同じような現象が観察されている。分析技術の進歩と共に今まではわからなかった事実が明るみにでてきている。同じ植物でも今までと角度を変えた視点から見ることによってそれまでは知られていなかった殺虫作用や薬理作用など、植物成分の持つ生物活性が新たに発見されているのが現状である。

植物に含まれる害虫忌避物質、殺虫物質はこれまでも多くのものが見いだされている。例えば、スギカミキリに抵抗性のあるスギ品種は、辺材および内皮にスギカミキリを忌避させる精油成分を多く含み、抵抗性の低いスギ品種は、忌避作用のある成分の含有率が低いことが明らかにされている。

室内の塵の中に生息し、繁殖する室内塵ダニは喘息やアトピーの原因となる厄介者だが、このダニをわが国の家屋によく使われるスギ、ヒノキなどの用材のにおい成分がダニを殺し、繁殖を抑える働きがあることもわかっている。

家屋の害虫で最も甚大な被害を与えるものの一つがシロアリである。わが国には4科17種のシロアリが生息するが、そのうち、イエシロアリ、ヤマトシロアリ、ダイコクシロアリが木造構造物に大きな被害を与える。しかし、必ずしも木材がシロアリに侵されやすいわけではなく、なかには耐蟻性の木材も存在する。それらは物理的に硬くシロアリが食害しにくい材、シリカなどの無機物を多く含む材、そして、抗蟻成分を含む材である。わが国では青森ヒバ材が抗蟻性の高い材として知られている。抗蟻性成分としてはヒバ材の主成分であるツヨブセン、セドロール、ヒノキチオールなどをあげることができる、いずれも精油として採り出すことのできる成分である。ヒノキもシロアリには強い材であり、殺蟻成分としてはセスキテルペンの α -カジノール、T-ムーロロールをあげることができる。ほかにはヒノキ科サワラ材には同じくセスキテルペンのカメシノン、カヤ材からはヌシフェラール、トレオールなどが見いだされている。

殺蟻成分としてはテルペン以外にはサポニン、キノン、フラボン類などがあげられるが、揮発性テルペンを主な成分として含んでいる樹木精油には殺蟻活性を有するものが少なくない。

3) 快適性増進作用

森林の雰囲気の中では気分がやすらぐ。いわゆる森林浴効果である。森林浴効果は森林の静かな雰囲気、目にやさしい木々の緑などいくつかの森林の持つ機能の複合効果であるが、木のかおりもその一翼を担っている。木のかおりはストレスを解消し、気分をやすらげる。木のおいのもとでは疲労回復が早いこと、血圧が下がり安定化すること、木のかおりの下では寝付きが早く睡眠効率のよいこと、木のかおり、特に材の香りには鎮静作用があること、逆に葉の香りには頭をすっきりさせる覚醒効果があることなど、様々な観点から木のおいがヒトの生理に及ぼす働きが実証されている。

木のおいはまた、ヒトの健康の維持、病気の治療にも用いられてきた。伝承的

に生薬として利用されてきた樹木は多い。今でこそ合成医薬品が容易に手に入る時代になったが、合成品のない時代には草木が薬だったのである。伝承的に使われてきた樹木をはじめとした植物のそのような働きを再び見直し、有用成分を採り出して利用しようという試みは昔も今も変わりはない。合成化学の技術が進歩した現在でも天然物からの薬用成分をモデルにさらに効能の高い医薬品を合成することはよく行われている。治療が最も困難であると考えられているガンを抑える成分を植物から採り出すことはよく行われているし、現代病といわれている糖尿病や胃潰瘍を治療するのに効果ある薬用成分の探索が行われている。米国オレゴン州に生育していた太平洋イチイの樹皮から単離されたタキソールはその後 30 数年の時を経てガンの治療薬として実用化されているし、タイ国に生育するプラウノイという樹木の葉から単離されたプラウノールは胃炎・胃潰瘍の薬となっている。スリランカの樹木コタラヒムブツからの抽出物は、糖尿病に効果のある飲料等として利用されている。フランスの海岸に生育するフランス海岸松の樹皮から得られたポリフェノール類はピクノジェノールという商品名で抗酸化機能を持ったサプリメントとして市販されているし、イチヨウの葉から得られるフラボン類は血栓防止剤として、ボケ防止剤としてサプリメントとして市販されている。これらにはおなじ成分とは違ったグループに属するものの樹木成分としてその働きに期待がかけられている。樹木精油あるいはその成分が薬用として胃薬や風邪薬等の中に混合されているものが少なくない。

生活の中で快適な暮らしをするのに役立つのが樹木精油の消臭作用である。芳香を有する樹木精油は消臭作用を持つものが多い。消臭作用のメカニズムには中和、付加、酸化、重合などの化学反応によるもの、マスキングによるもの、吸着等の物理的要因によるもの、微生物による分解等によるものなどがあるが、多数の化合物の混合物である精油は、それに含まれる成分がそれぞれ個々のメカニズムで消臭に関わるので、結果として幅広い悪臭に作用し消臭の働きを発揮することになる。60ppm のアンモニアをヒノキ葉油、トドマツ葉油、ヒバ材油はほとんど取り除くことができるし、特にイオウに対しては消臭作用が強く、5パーセントに薄めた精油でも 60ppm の二酸化イオウのにおいを完全に消し去ることができる。また、樹木精油はシックハウス症候群の原因となるホルムアルデヒド類を効率よく取り除くことができる。樹木の葉油の方が材油よりもその作用は強く、スギ、トドマツ、モミ葉油は数 ppm のホルムアルデヒドを 70~90%取り除く。

このように樹木精油は害虫を追い払い、カビ・細菌の繁殖を防ぎ、また、悪臭を取り除き、気分をやすらげるなど、快適な居住空間創りに役立っている。

4. 樹木精油の利用

多様な生物活性を有している樹木精油は、これまでも香料原料、薬用、殺虫剤、ダニやカビ防止あるいは VOC 吸着を目的とした合板・壁紙、快適性を目的とした天井板の接着剤に混入されたり、森林浴効果を目的として合成短繊維の中空部分に入れられたりして用いられてきた。スギ精油の香りが咳止めの効果を持つことやガンや潰瘍を防ぐ効果があることも最近では実証されている。樹木精油の新たな生物活性が見いだされているのが現状である。

ところで、林地残材の利用率は低く、特に林木伐採後に残される葉についてはま

まったく利用されていない。樹木精油はこれからの幅広い用途を期待できる貴重な資源であり、これまで何の利用法も見いだされていなかった葉に用途を見いだすことは疲弊した山に利益を還元し、活性化する上でも大きな意義のあることである。

参考文献

- 1) 谷田貝光克、植物の香りと生物活性― その化学的特性と機能性を科学する― (フレグランスジャーナル社)、総ページ 228 ページ(2010)
- 2) 谷田貝光克、植物抽出成分の特性とその利用 (八十一出版)、総ページ 62 ページ (2006)

事業の概要

○事業計画

本事業ではスギなどの末木枝葉などの林地残材、おが屑などの林産廃棄物、クロモジなど山間に生育する芳香植物からの樹木エキス、特に精油成分を抽出し、その生理作用などの特性を活かした利用技術の開発を行う。

おが屑などの林産廃棄物は、加工工場ボイラー、バイオマス発電、ペレット、家畜敷料等に用いられ、その利用率はほぼ100%に近いのに対して、林内に放棄されている間伐材、末木枝葉などの利用率は2%ほどで、ほとんど利用されていないのが実情である。おが屑などの林産廃棄物は精油採取後にエネルギー利用など、他の利用に供しても物理的には何ら問題なく、精油採取により林産廃棄物の付加価値を高めることになる。

本事業で想定している植物原料からの抽出物利用の一例を以下に示す。

国産植物精油としてはヒノキ、ヒバが採取され、その製品開発が行われてきたが、わが国に豊富なスギについては一時、屋久杉の加工端材を用いた精油が採取されていたに過ぎず、現在市場にスギ精油製品はみられない。スギ精油には抗カビ・抗菌作用、室内に繁殖し喘息・アトピーの原因となる塵ダニ類の繁殖抑制作用、ストレスを解消する癒し効果などが認められており、また、スギ葉の煎汁はスギ花粉症にも効果があるといわれてきた。最近ではスギ精油の鎮咳効果、アトピー性皮膚炎への効果も明らかにされつつあり、また、樹皮成分には胃潰瘍やガンをおさえる働きがあることも明らかになっている。このようにスギ成分には、他の樹種にみられない特有の働きがあり、この作用を活用した製品開発は快適な生活環境の創出に大きく貢献するものと思われる。

クロモジは皮膚病治療の浴湯料、止血剤、石けん香料などとして用いられてきたが、現在、限られた地域で小規模に採油されているのみであり、高価な価格で販売されている。資源的に豊富に存在することから芳香と生理活性を活用した製品開発が期待することができる。

以下に本事業での計画を示す。

1) 抽出装置の開発と抽出条件の解明

従来、植物精油は常圧蒸留法で採取することが一般的に行われてきた。しかしながら、精油採取には原料の違いにより適した採取装置、採取条件が存在する。そこで、まず、効率的精油採取装置の試作を行う。特に精油が最終的に貯留する油水分離器の開発を行う。採取条件の検討では、原料の大きさ、形状など原料形態、蒸気量、抽出時間等を検討し、最適採取条件を明らかにする。

植物原料によっては常圧抽出でなく、加圧によって香りの質を向上させる必要がある。そこで、加圧蒸留装置の開発を行い、植物材料を変えて採取される精油の品質を検討し、用途に合った最適採取法を明らかにする。

また、木材人工乾燥施設から排出される精油の有効利用の一環として排出液中の

精油分離装置を開発する。

2) 抽出物の生理作用等機能の解明と機能性向上技術の開発

精油等抽出物の分析、消臭、抗菌、癒し効果、鎮静、集中力向上などの生理機能性をそれぞれの方法で確認し、それらの機能性を向上させるための抽出液の混合法などを開発する。

スギ精油のアトピー性皮膚炎に対するかゆみ抑制効果などの生理作用を皮膚に塗布し明らかにする。

3) 製品開発

- ・精油採取装置の開発：常圧、加圧装置、油水分離装置を開発する。
- ・精油の日用品への応用 石けん香料、入浴剤、アロマグッズなど地域特産物としての製品開発を行う。
- ・精油のアロマセラピー用芳香剤等としての利用開発
- ・抗菌作用等の機能を付与した塗料の開発：精油を心材とし、ウレタン樹脂やメラミン樹脂を壁材とするマイクロカプセルを調整し、マイクロカプセルを混入した水系、溶剤系塗料の調整。さらに木製ドア等木製品へ塗装し、抗菌性能の付与を図る。
- ・消臭、抗菌機能を有した液剤の開発：それぞれの抽出液の特性を活かし、ブレンドすることによって機能性を向上させた液剤を開発。この液剤は消臭機器、抗菌機器などに利用。
- ・畜産物・家畜・ペット用の防疫資材等の開発：特定防除資材としての農畜産分野への利用開発を行う。

○研究課題と担当事業体

事業名：平成21年度木材抽出成分高度利用技術開発事業（林野庁所管）

事業費（実績額）：75,337,939円（うち国庫補助37,668,968円）

課 題	実 施 内 容	事業費	担当事業体
1 事業開発推進管理	円滑かつ効率的な事業実施のため、推進会議、評価委員会、巡回研修及び成果報告会を開催した。	(千円) 1,229	財団法人秋田県木材加工推進機構 (秋田県能代市字海詠坂11-1)
2 油水分離器及び加圧精油採取装置の開発 (抽出技術の開発)	常圧精油採取方法における高効率油水分離器の開発と加圧蒸留によって質のよい精油を抽出するため、採取装置を開発した。	18,193	庄内鉄工株式会社 (秋田県能代市河戸川字大須賀36-9)
3 精油最適採取方法の開発 (抽出技術の開発)	効率的に低コストで採油を行うため、精油採取装置を設置し、最適採取条件の検討を行った。	11,962	大森建設株式会社 (秋田県能代市河戸川字北西山48-1)
4 樹木エキスを活用した特定防除資材の開発 (抽出成分の利用技術の開発)	スギ、ヒノキ及びヒバ等の樹木エキスを、特定防除資材として農畜産分野へ利用するため、有効成分及び利用部位、抽出及び加工方法を検討した。	7,465	有限会社 キセイテック (和歌山県橋本市賢堂170)
5 抗菌作用等の機能を付与した塗料の開発 (抽出成分の利用技術の開発)	精油を心材とした製品を開発するため、ウレタン樹脂やメラミン樹脂を壁材とするマイクロカプセルを調製し、マイクロカプセルを混入した水系、溶剤系塗料の調製。さらに木製ドア等木製品へ塗装し、抗菌性能を検討した。	4,022	協同組合ラテスト (和歌山県和歌山市小倉411-33)

<p>6 現行抽出物の分析及び機能性香料の開発(抽出成分の利用技術の開発)</p>	<p>抽出成分を活用した利用技術を開発するため、液体クロマトグラフ質量分析計及びガスクロマトグラフ質量分析計により、経験則でブレンドした現行抽出液の液体の組成を分析、また、その液体を香り発生器で使用した際に発生する気体の分析を行った。</p>	<p>11,001</p>	<p>株式会社シームス (東京都千代田区平河町2-9-2)</p>
<p>7 アトピー性皮膚炎に起因する「かゆみ」抑制効果の確認(抽出成分の利用技術の開発)</p>	<p>スギ葉精油の「かゆみ」抑制効果を明らかにするため、アトピー性皮膚炎と診断された患者に対して、スギ葉より抽出された精油を皮膚に塗布して、「かゆみ」が治まる効果と副作用についての検証を行った。</p>	<p>21,463</p>	<p>有限会社サクセス (東京都中央区日本橋蠣殻町1-9-5)</p>

○事業推進体制

事業を円滑かつ効率的に推進するための推進委員会を設置し、事業計画への助言や成果の確認、事業の進捗状況の確認、事業展開の検討を行った。また、外部評価委員による評価委員会を設置し、事業実施計画および事業の推進方法の調査審議、また、実施結果等の検討・評価を行った。各委員会の構成委員を表に示す。

○推進委員会

所 属	職 名	氏 名
庄内鉄工株式会社	代表取締役社長 設計	庄 内 豊 安 井 亨
大森建設株式会社	環境事業部次長 環境事業部係員	石 井 昭 浩 大 島 新 一
有限会社キセイテック	代表取締役	東 昌 弘
協同組合ラテスト	理事長 研究員	中 川 和 城 安 田 一 誠
株式会社シームス	R & D マネージャ 研究員	藤 原 健 吾 荒 卷 貴 士
有限会社サクセス	取締役会長	高 野 茂 信
財団法人秋田県木材加工 推進機構	専務理事(兼)事務局長 参与 参与	堀 野 正 夫 金 高 悟 菊 池 忠 孝

○評価委員会

所 属	職 名	氏 名
公立大学法人秋田県立大学 木材高度加工研究所	所長 准教授	谷田貝 光 克 澁 谷 栄
森林総合研究所	コーディネーター	大 原 誠 資
岐阜大学応用生物科学部	教授	棚 橋 光 彦
東京警察病院	感染制御対策室室長	甲 田 雅 一
秋田県森林組合連合会	専務理事	石 黒 信 一

○開催実績

・推進委員会 2回・評価委員会 2回・成果報告会 1回 開催

第1回推進委員会および評価委員会：平成21年 6月25日

東葛テクノプラザ第4会議室（千葉県柏市） 22名出席

第2回推進委員会及び評価委員会、第1回成果報告会：平成22年 2月5日

代々木研修室会議室5F（東京都渋谷区代々木）24名出席

・巡回打合せ 3回 実施

第1回：平成21年11月28日 有限会社キセイテック（和歌山県橋本市）

谷田貝教授、棚橋教授を派遣

第2回：平成21年12月18日 協同組合ラテスト（和歌山県和歌山市）

谷田貝教授、澁谷准教授を派遣

第3回：平成21年12月19日 有限会社サクセス（東京都中央区）

谷田貝教授、澁谷准教授を派遣

—抽出技術の開発—

油水分離器および 加圧精油採取装置の開発

庄内 豊・安井 亨
□庄内鉄工株式会社

1. 報告の要旨

この報告は、秋田杉などの末木枝葉等森林資源から精油成分を抽出するための効率的な油水分離器及び加圧精油採取装置を試作したことに關するものである。

2. 課題のねらい

効率的な油水分離器は、一般的な採取装置への適用が可能であり、広い普及が見込まれるものである。とりわけ連続運転が可能な油水分離器について、分離方法を見出し、その装置を開発することを目的とする。これは産業用に安価に実現可能なものであるだけでなく、安定した結果を得るものでなければならない。

また、加圧精油採取装置は、現在生産されている精油の品質向上につながり、装置の普及が期待できる。そのため、導入の容易なものであると共に、自動運転化を可能にするなど、産業用途に適した基本構造を持つ必要がある。

3. 試験研究の方法および結果

3-1 油水分離器

1) 高効率油水分離器の検討と開発

対象となる精油は、常圧採取されたものという前提で以下を検討した。

- ・凝縮された復水の流れによる水面の挙動
- ・精油と水の違いをセンサー等によって判別する方法
- ・必要な容器寸法

一般に利用されている貫流ボイラーの能力は、500kg/h のものが多いようである。そこで、同じ大きさのボイラーによる運転を想定する。

500kg/h の蒸気量における復水の流量については、当社における水道の蛇口半開程度であると確認した。この流れによって、径 200mm 程度の容器では水面がある程度動くことが観察された。

樹木の精油成分は一定値の屈折率を持つため、当初、精油と水の屈折率の違いを読み取ることができるのではと考えた。(Fig.1)

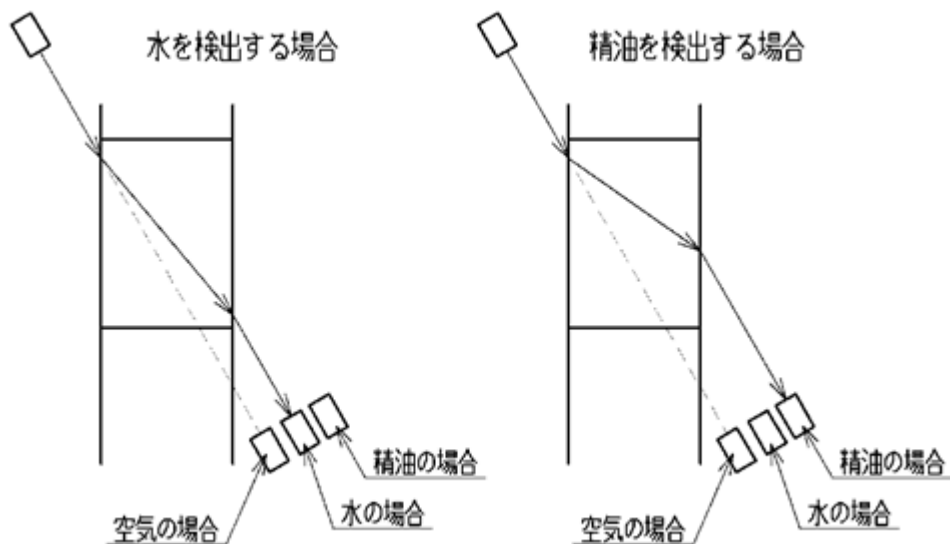


Fig.1

しかし、運転中に水面が動くことを考えれば、直接の屈折変化による検出は難しいと判断された。また、異材種の精油における微妙な屈折率の差異までは産業用のセンサーでは判別が困難であろうことも想定される。そこで、反射による光軸の変化を読み取ることを検討した。まず、既に試作済みの常圧精油採取装置によって採取された精油を用いて次の実験を行なった。検出に用いたのは、集束した光軸が得られる産業用のレーザーセンサーである。(Fig.2)

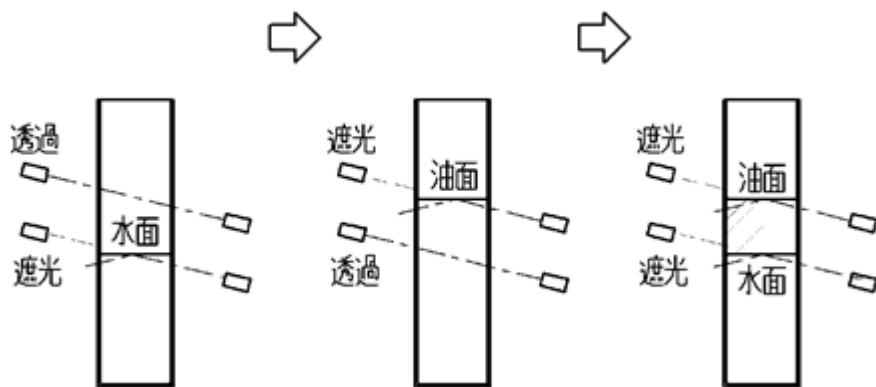


Fig.2

容器側面のガラス面については常に一定で動きがないため、内容物の違いや揺れに関係なく、透過に関しては安定した検出結果が得られた。一方、空気、水、精油それぞれの異なった液体もしくは気体の境界面では光軸の反射が生じ、透過していた光軸がずれるため、これを遮光状態として判別することが可能であった。水面を揺らすことによっても同様の判別ができた。

次いで、この原理を利用した回収容器を次のように設計、製作した。(Fig.3)

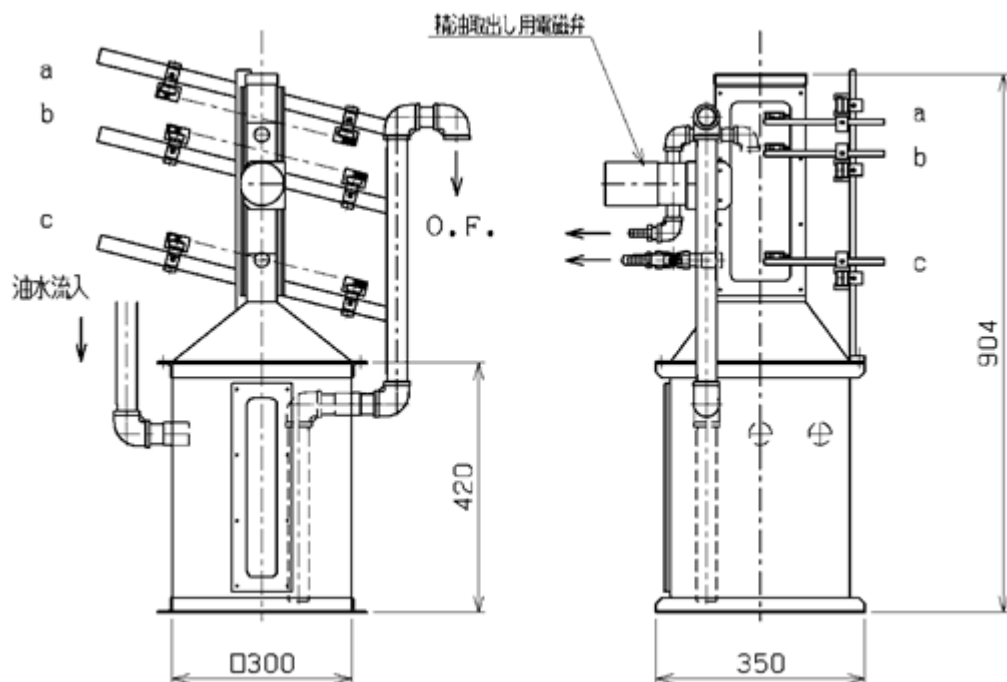


Fig.3

精油と水が自然に分離することを想定して、下に沈んだ水だけをオーバーフローさせるのは従来から当社で製作してきた分離機と同様である。今回加えた変更は、水に比較して抽出量が少ない精油分の増減量を検出しやすくするために回収容器上部を細長く、フラスコのような形状としたことである。

常圧採取においては、精油が濁るということはあまり無いようであるが、ガラス窓部分の容器の厚さは薄い方が検出にとっては都合が良い。この先端部分に関しては、上から見た断面形状を $150\text{mm} \times 50\text{mm}$ の細長い容器とした。

容器全体については、 500kg/h の蒸気量に対して得られるであろう範囲の精油量を想定し、万が一検出部分が動作不良に陥ったまま1日運転した場合でも精油があふれて流出しない 38L 程度の容量とした。同時にこれは、既存の常圧採取における当社試作機と置き換え可能な大きさでもある。

検出部分にはレーザーセンサーを3箇所にて、(Fig.3) 貯蔵した油水分の液面が上限に達した後、精油分の検出監視を開始させる a センサー、a センサーが働いた後に精油が回収可能な量に達したことを検出する c センサー、精油の回収を中断して再び貯蔵動作に戻るタイミングを検出する b センサーとした。

精油を取り出す部分に用いた開閉用電磁弁であるが、例として杉葉精油にはアセトンやヘキサン、エーテル、メタノールなど溶剤成分も含まれるため¹⁾、4フッ化エチレン (PTFE) によって主要部品が構成された特殊な電磁弁を用いた。また、流出する精油の流れも緩やかであると考えられることから、最も口径の大きなものとした。さらにこれらの動作を制御するコントローラーを持つ制御盤とプログラムも準備した。

2) 運転確認と結果

500kg/h の復水を得るにあたって、実際には当社において保有するボイラー2台を同時に稼働させる必要があったが、製作済みの冷却器にはその最大の蒸気量を冷却する充分の能力がなかった。精油採取においても、この規模で常圧採取するための装置がなかったため、500kg/h の蒸気量による抽出を試験的に再現する方法をとった。あらかじめ採取して保管しておいた常圧採取の精油 約 1500cc を容器の上部に溜まるようにし、容器流入口から更に水道水を流し込んで水面の揺らぎを再現するという方法である。

結果、多少の揺らぎが生じても検出、分離することができた。水面や境界面付近を検出する際、検出信号のばたつきが生じるため、(Fig.4) 信号受側で、一定時間のばたつきを無視するためのタイマーを設けておいた。本装置においては、ON を判断するまで 2 秒以上の連続検出を条件とした。もっときめ細かな調整については必要ないと判断された。

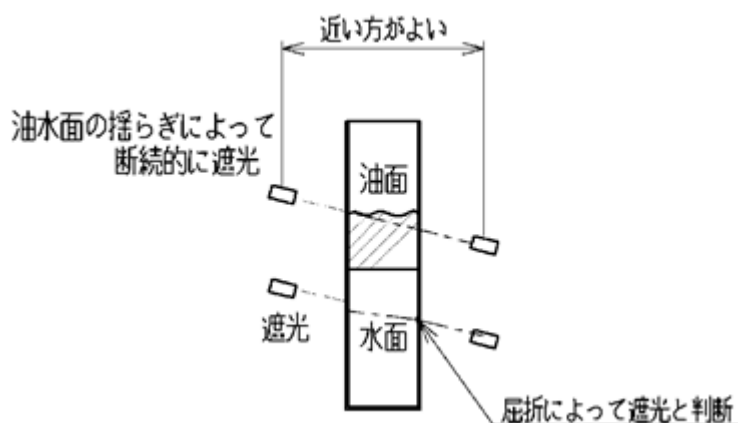


Fig.4

また、常圧採取された杉葉精油は、比較的さらさらで粘度が低く、本試験では容器内面に油分が付いて残っていても影響がなかったが、センサー間の距離や精油の種類によっては、残った油分の影響で検出光が屈折させられてしまうことも考えられる (Fig.4)。より汎用的な適用を行なう場合、この対策として、一定時間以上の無検出で警告を出す機能も考慮した方がよいであろう。

検出のための光電管の角度については、水平から概ね 15 度前後で良いようであるが、他の装置に適用する場合、検出面のガラス等の状態や検出部分の水面の表面積によって適宜調整する必要はある。

3-2 加圧採取装置

1) 加圧採取装置における検討事項

加圧採取装置の開発にあたって最初に検討した点は以下のとおりである

- ・ 容器部分の基本構造と容量
- ・ 原料の投入方法

- ・抽出試運転と処理能力の検証及び採取条件の確認
- ・冷却方法

a. 容器部分の基本構造と容量の決定

本体容器は加圧使用されるため、圧力容器構造規格の適用を考慮しなければならない。設計圧力は、貫流ボイラーで通常使用されている範囲とし、運転時 0.5MPa、耐圧 0.7MPa とした。設計処理能力は 400kg/日であるが、これを単体の容器で実現する場合、第一種圧力容器として開発する必要がある。これは設計から設置まで種々の許可を取得しなければならない、長い開発期間を必要とするため、本事業において年度内に試運転まで行なうことは不可能と判断した。

そこで、設置許可の不要な小型圧力容器の範囲内で設計することとし、複数個の容器を併用する方法とした。尚、今回の条件の場合、単体容器の容量は 28L となる。

この容器で 400kg/日の処理能力を実現するには、端的には容器の数を増やせばよいのであるが、鋼材の費用や加工の工数、及び原料入れ替えの作業が増えるため、一連の運転で複数回の蒸留を繰り返す方法を採用するのが、製作費用面で有利である。加えてその方が設備規模も小さく済むため、運用面でも利点がある。また、最終的な容器の数を決定する必要があるが、そのためには、1回の抽出が完了したであろうと判断される概ねの蒸留時間、そして原料重量に対する必要蒸気量との関係を確認しなければならない。また、蒸気量によっては冷却方法も再検討しなければならない。

b. 原料の投入方法の決定

原料の投入については、容器全体を解圧、再加圧することにより、複数回に亘って内容物を全量入れ替える方法と、加圧した状態を維持したまま少量ずつ投入、排出する方法とが考えられる。ここでは前者を連続バッチ投入、後者を連続加圧投入と呼ぶことにする。本装置は、産業用途に耐える性能を持つことが望ましいことから、自動運転化が容易と思われる後者の連続加圧投入を最初に検討した。それに伴い、投入方向も考慮する必要がある。原料は先入れ先出しとなるため、スクリーフィーダーのような機構で送り出すのがよい。

この機構は多くの場合、横方向の送りとなるが、横方向の場合、容器内で原料が下側に偏り、結果、蒸気は上側をすり抜けることになり、抽出効率は著しく低下するであろうことが予想された。そのため、縦方向の容器に対し、上側から投入、下側から排出する基本構造とした。(Fig.5)

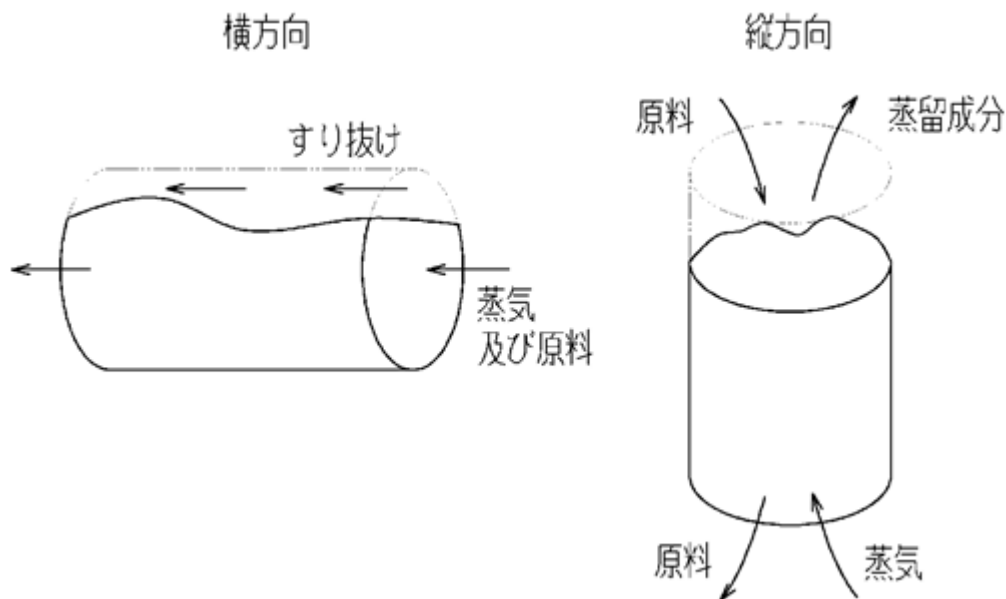


Fig.5

容器は密閉構造となる一方で、原料の投入、排出時は、加圧状態と大気圧状態（解圧）を切り替える必要がある。これに対し、一旦容器全体を解圧し、一定量の原料を投入した後、再び容器全体を加圧するという方法も考えられるが、基本的に全量入れ替えのバッチ投入と変わらないプロセスになることと、減圧及び加圧の過程で時間的ロスが頻繁に発生することからむしろ非効率的と考えられる。しかし、加減圧を繰り返すこと自体については、これによって抽出に変化が現れるなら、検討する価値はあるであろう。

c. 抽出試運転と処理能力の検証

単体の容器容量が 28L と比較的小さいため、短いサイクルで蒸留できることを期待したい。実際に必要とされる時間と抽出された精油の量を確認するために、開発途中において、タンクとふただけの構造を持つ簡単な構造の試験容器を製作した。以下に図を示す。(Fig.6)

尚、この試験には冷却装置と油水分離器も必要であるが、これらの基本仕様を実験によって定める必要もあったことから当面は製作せず、共同提案者である大森建設に納品する予定の試作冷却装置を一時的に使用した。

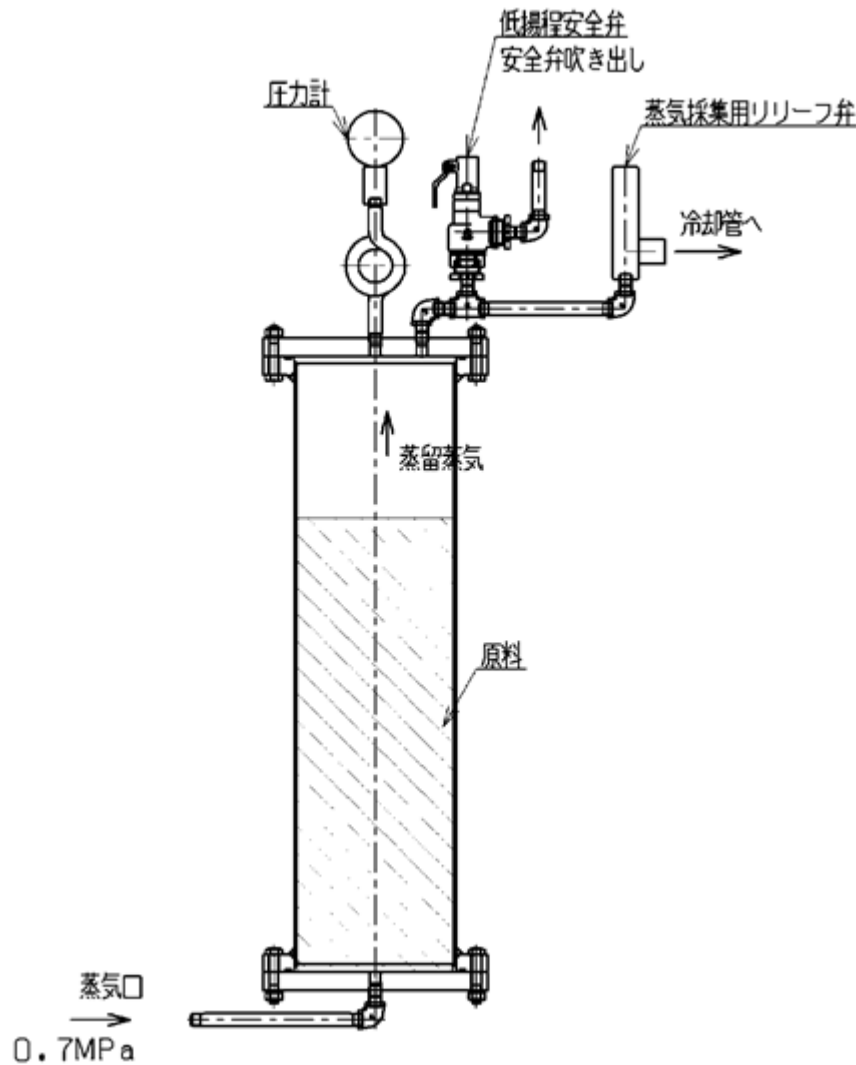


Fig.6

d. 抽出試運転と採取条件の確認

次いで、装置構造上の要素と、1回の抽出時間を決定する必要があるため、加圧採取の条件確認を兼ねて抽出運転を行なうことにした。常圧採取の場合と同様、容器内に滞留したドレンが抽出にどのような影響を及ぼすかを確認しなければならない。容器が小さいため、容器内に原料を入れるために別の籠状の容器を必要とするなら、1回の処理能力が非常に小さなものになることから、できるなら直接原料を投入したいことと、装置の簡素化のためである。

最初はトラップを設けずに容器に直接原料を投入したまま抽出を行った。容器底面に原料が接触し、ドレンに浸される状態になるはずである。結果は茶色に濁った油水が噴出し、分離不可能であった。

次に、トラップを設けて同じような運転を行なった (Fig.7)。依然濁りは生じるものの、幾分、分離しやすくなった。

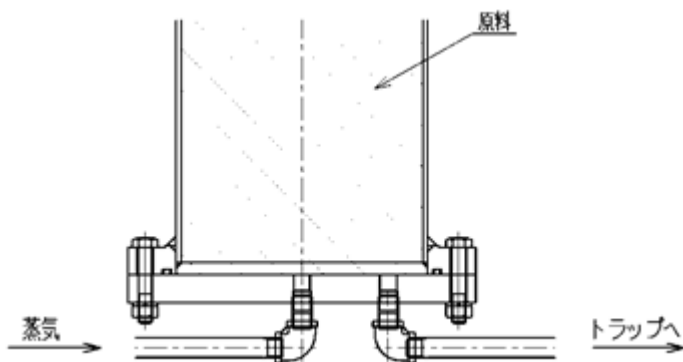


Fig.7

次いで、蒸留に必要な時間と原料に対する蒸気量との関係にある程度把握するため、試験容器による試運転を行なった。その結果を以下に記す (Table 1)。

Table 1

サンプルNo.	原料	重量 (kg)	時間 (min)	圧力 (MPa)	温度 (℃)	蒸気量 (kg/h)	精油量 (ml)	備考
101	杉葉	6.5	40	0.25	127	60	40	トラップのみを追加 滞り残るも分離可能
102-1	杉葉	5.5	20	0.4	144	24	50	以降、底部をメッシュにてかさ上げ
102-2	杉葉		10	0.15	112	60	17	同じ原料を再抽出
103	杉葉	5.5	30	0.15	112	60	32	
104-1	杉葉	5.5	10	0.3	134	110	37	入口減圧弁を外して直接配管
104-2	杉葉		20	0.3	134	110	20	同じ原料を再抽出
105-1	杉葉	5.5	5	0.2	120	150	17	
105-2	杉葉		5	0.2	120	150	20	同じ原料を再抽出
201	おが粉	6.0×3	1:00×3	0.3	134	30	20	同条件で原料を入れ替えて複数回抽出
202	杉葉	6.0×2	2:00×2	0.05	110	10	20	出口管径が細いため供給量を絞らざるを得ない
203	杉葉	6.0×2	1:00×2	0.4	144	60	83	

この後に行なった精油成分の分析の結果を見ると (別紙資料 1)、圧力などの諸条件による抽出成分の特別大きな差異は無いように見られるが、抽出の初期では揮発性の高いモノテルペン類が多く抽出され、圧力が高いほどジテルペン類の抽出が目立つように見える。共通しているのは、どの圧力においてもセスキテルペン類が目立つということである。採取効率を考えた場合、蒸気量及び蒸気圧が抽出量に及ぼす影響は大きい。

一例として、より常圧採取に近いサンプル 202 は、常圧採取と同じ 2 時間の抽出を行なったのであるが、原料の採集時期を加味しても、抽出量は著しく少なかった。それに対し、サンプル 102-1 は、202 の蒸気量比以上に蒸気圧比が高いため、短時間で抽出できている。蒸気量そのものについては、原料重量に対して概ね 3 倍以上必要であろうと判断できる。運転コストを考えると、蒸気量にある程度に保ちなが

ら蒸気圧を上げ、時間効率を考えた場合には、蒸気圧を一定以上に保ちつつ、蒸気量を増やすのが良いと思われる。

また、再確認のため、1時間以上の抽出も行なったのであるが、いずれの場合も運転開始から30分以降の精油の抽出は目視で確認できなかった。そのため、概ね20分前後で抽出が終わると判断できた。これにより、容器の本数を4本とした。

2) 各部の設計、試作、試運転

a 連続投入装置の設計と試作

加圧された容器内に、大気圧状態にある原料を投入する方法について、以下の2案を検討した。いずれの場合も固形物としての原料を噛み込むことや、

構成部品自身の焼き付、その構造を採用することによる製造コストなども考慮しなければならず、当社において実現しやすいと思われるb案を採用した (Fig.8)。

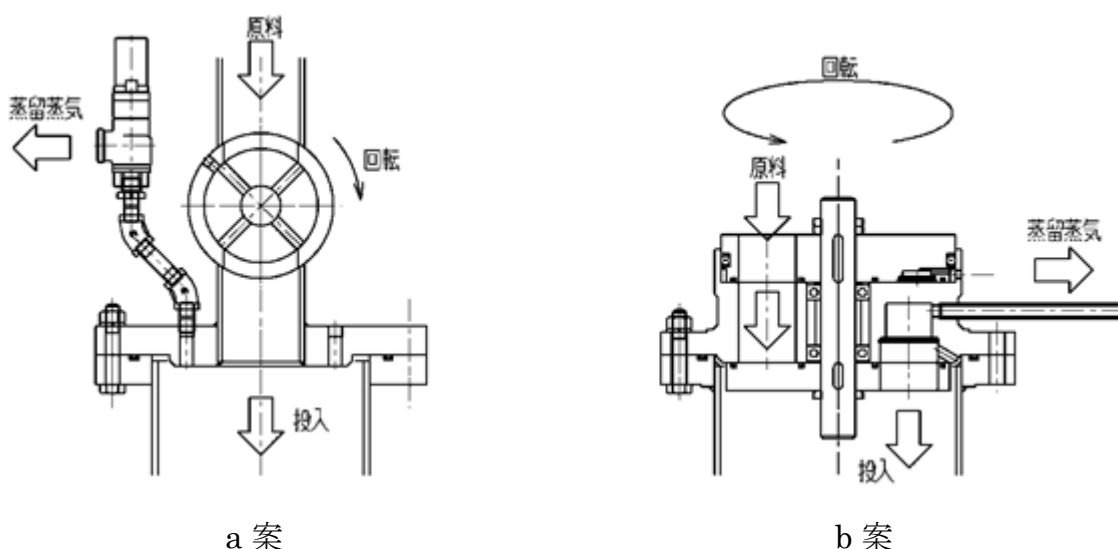


Fig.8

設計において考慮した点は以下である。

- 原料の投入容量
- 原料の投入サイクル
- 摺動面の面圧と速度
- 設計圧力における各箇所強度

- 鋼材の入手製や価格
- 鋼材の耐食性
- 鋼材の加工性
- 鋼材の物理的特性

部材がステンレス材であることから生じる焼き付については、原料粉等が部品間に挟まることによって防止できないか、実験によって検証することにした。

この装置の機構は次のとおりである(Fig.9)。

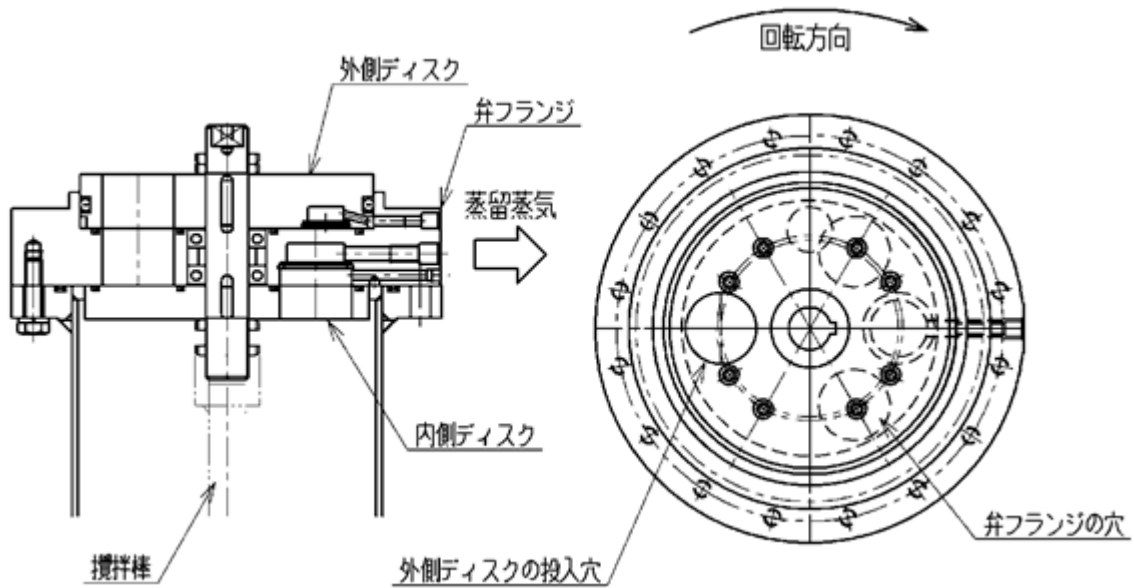


Fig.9

まず投入部についてである。弁フランジには投入穴が3箇所設けられている。この穴は、中心軸で結合された外側ディスクと内側ディスクによってふさがれた状態を保つ。これらのディスクにはそれぞれ原料が入るだけの穴が1箇所ずつ開いている。この2枚のディスクが外部からの動力によって回転するとき、個々の弁フランジの穴はそれぞれ、

大気開放→原料のポケット落下→予備加圧→原料の容器内落下

のサイクルで働く。外側ディスクには大気開放を行なうための穴が設けられており、同ディスクの外周溝を通じて外に排出、回収される仕組みとなる。排出部についてもほぼ同様の機構である。

異なる点は、ドレン滞留によって起こる抽出不良を防ぐメッシュ底とドレン回収機構があること、圧力開放時、隣接する排出動作の穴に向けて原料をブローする構造になっていること、蒸気が満遍なく噴き出るよう、リング状の噴出し用溝を設けていることなどである。

この方法を最初に決定した理由は、先に述べたような、おが粉の抽出を行なう場合に起こる蒸気抜け不良を解消するための攪拌棒状のものを、中心軸に取付可能な構造になるということである。

さらに、この機構に基づいて寸法を決め、本体容器の直径と長さを最終的に決定することにした。材料コストや製作コストを考えれば本体容器は細いほどよい。フランジ部などの直径が小さくて済むことから厚さも薄くすることができるためである。

一方で、管径は太い方が装置としてはいろいろな機構を適用しやすい。そして太い方が管長を短くでき、装置高さを低くできると共に、結果として原料内を蒸気が

抜けやすくなる。

鋼材の流通面も考慮して決定したのが、外径 216.3mm、肉厚 4mm、管長 820mm フランジ外径が 300mm となる、両フランジ形の容器である。

b. 連続投入装置の試運転

- ・ チェーンによる駆動

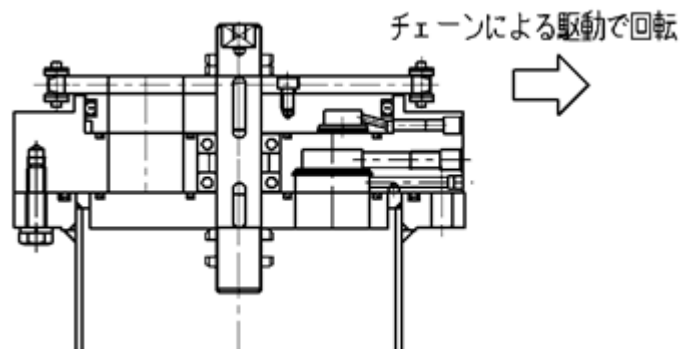


Fig.10

まずは上図 (Fig.10) の投入装置を容器に組み付けた状態で圧力をかけずに回転させた。しかし数分後に動作が停止し、調べたところ、外側ディスクの外周が接触部分で焼き付いていた。加工精度を確認したが特に異常はなく、該当箇所を若干掘り下げ、接触を逃がすことにした。しかしながら、焼き付きは改善されなかった。

原料を投入することで原料の粉がディスク間に入り込み、これが焼き付を防げるのではないかとの考えも当初持っていたため、試してみた。しかし、圧力を上げるにつれ、やはり再び焼き付を起こした。

観察すると、回転時に外部ディスクが傾こうとする傾向にあることが分かった (Fig.11)。

これは、外部ディスクにある O リングの抵抗も影響しているようである。

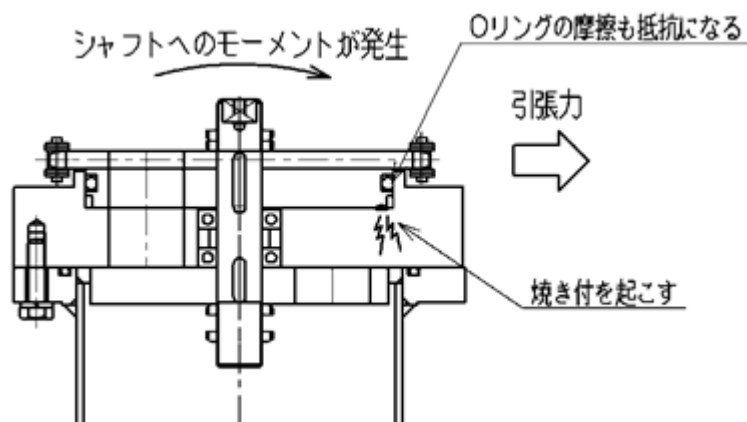


Fig.11

- ・ 上部からの直接駆動に変更

チェーンによる駆動は軸に対して直角方向に引張力が生じ、これがこじれの最大の原因であることが判明した。ギヤによる駆動も同様であるため、上部から同軸線上に駆動軸とモーターを設け、直接回転させる方法を試した (Fig.12)。

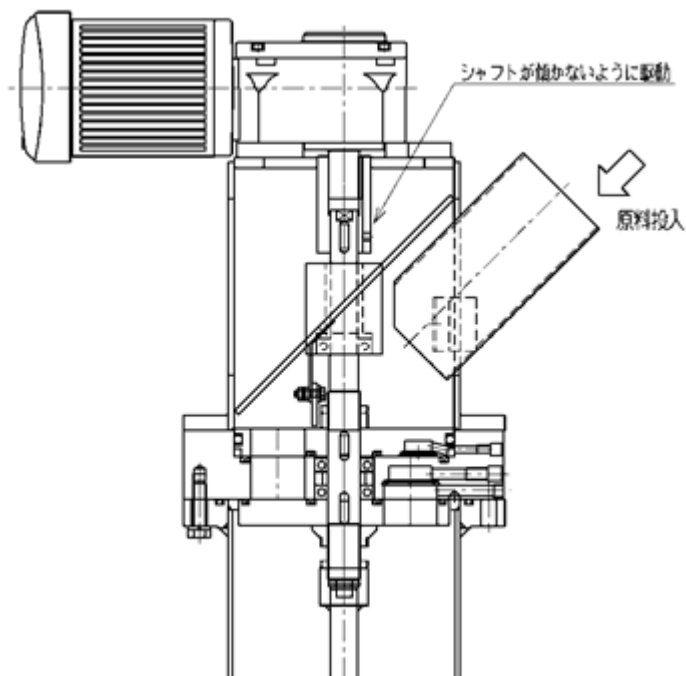


Fig.12

低圧での回転はスムーズであり。原料を投入しても問題は無かった。しかし、圧力を上げていったところ、再び焼き付きを起こした。回転ディスク面の面粗さの影響もあるのではと思い、接触面を研磨して何度か試みたものの、結果は同じであった。

再び分解して調べたところ、外部ディスクにかかる内圧によって旋回軸が引っ張られ、内部ディスクの軸心部が本体ケースに食い込んだ跡が確認できた (Fig.13)。また、外部ディスク外周の焼き付きも若干ではあったが認められた。原料を投入したときの噛み込みによってディスクがわずかにこじれた際に生じたと思われる。

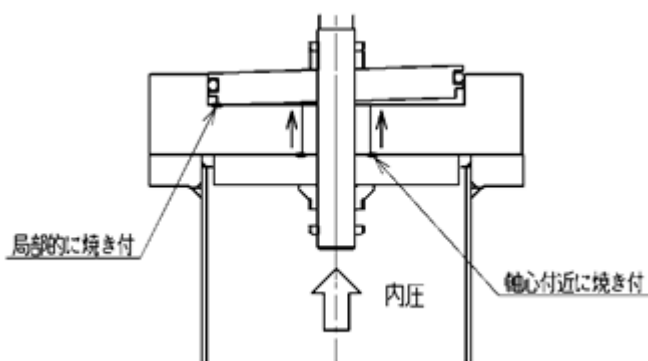


Fig.13

・ パッキン部材質の変更

これまで使用していたテフロン繊維編み込みによるグラウンドパッキンは、力がかかったときの変形量が想定以上に大きいと思われるため、接触によって特に力のかかる箇所に銅合金を埋め込んで試験してみた (Fig.14)。

本来であれば内部はすべてステンレス材を用いるのが望ましいが、原料に直接触れる部分ではないことから影響は非常に小さいと判断した。

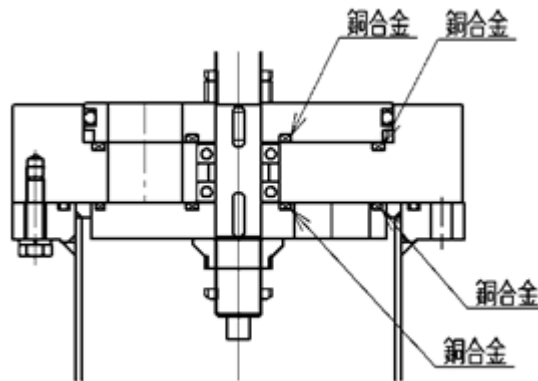


Fig.14

この結果も、低圧では問題なかったものの、圧力を上げるにつれ、焼き付を起こした。

場所は銅合金を埋め込んだ場所ではなく、わずかに接触面を持つステンレス部分であった。

・ ディスク材質の変更

次いで、該当部品のみをステンレス系統の別の材質で試みた。SUS440C と呼ばれる鋼材であるが、入手可能な寸法が限られているため、一部分だけの検証とした。

結果は同様であったが、焼き付く間際に発する音が微妙に異なっていた。低音の摩擦音ではなく、高音であった。また、焼き付きの状態も比較的浅かったことから、恐らく、鋼材種の変更に加えて軟窒化などの表面処理で大いに効果を期待できるであろうと検討を進めた。

しかし、これまでその都度分解して社内で追加工できていた環境と異なり、この場合、1度の表面処理には日数もかかる。装置そのものの分解や再組立も多大の労力を要することから、何度か検証しながら期限内にこの方法での装置を完成させることは、この時点では困難と判断された。

そこで、当初検討していた別の案である連続バッチ投入に急遽切り替えて再設計することとした。

c. 連続バッチ投入

連続ではあるものの、基本的には原料を全量入れ替えるバッチ投入という方法であるため、その作業は簡便にしなければならない。ふたの開閉はエアシリンダに

よるものとし、ふたの固定は放射棒方式と呼ばれる機構を採用した。

また、既に製作されていた基本部分となる容器本体は変更無いものとする必要があったが、各部の強度計算は既に算出してあるものをそのまま適用できたため容易であった。以下にその外観を示す (Fig.15)。

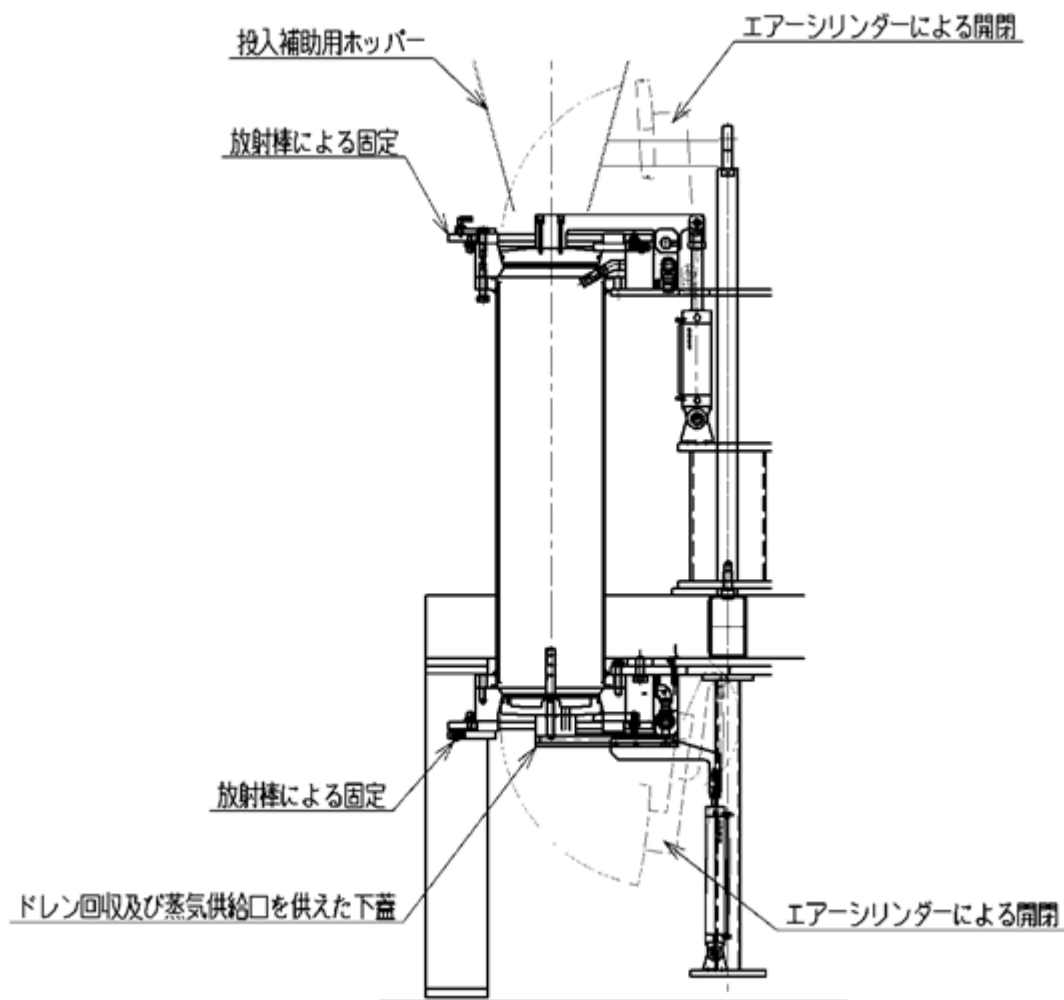


Fig.15

この方法の利点は原料の投入が簡単であること、メンテナンスが用意であることであるが、反面、今回のように複数の小型容器で構成せざるを得ない場合、いずれかの容器を開閉中に他の容器から回り込む蒸気を遮断する必要があるため、各部の配管を独立させねばならず、結果、配管が幾分煩雑になった。尚、すべての動作は手動で行うが、このまま自動化に移行可能である。

3) 圧力調整弁の製作

次いで抽出条件の一つである蒸気圧力を調整する弁も今回製作した。一般には安全弁やリリーフ弁と呼ばれるものが市販され、ステンレス製のものも流通している。しかし、ステンレス製で調節可能なものは1個の価格が数十万円と非常に高価なため、今回の用途として新たに製作することにした。

4) 冷却方法

当社における経験から、通常の水道流量（1t/h 前後）において水冷で冷却可能な飽和蒸気は概ね 100kg/h 前後であることが把握できている。また、加圧精油採取装置においても、最大時には容器 1 本あたりほぼ同量の蒸気を必要とする。よって、本加圧採集装置における想定流量は、最高 400kg/h に達すると見られる。

本冷却装置も同等の性能を有するものとして用意する必要があった。しかし、一般に入手可能な工業用熱交換器で充分の能力を持つものの場合、材質もステンレス等である必要から、価格は数百万円台に上る。

そこで、これまでのものよりも冷却性能の高い冷却器を別途製作した。噴霧による直接水冷と、送風機による気化熱放出を併用したものである。冷却能力は 200kg/h 程度と目標には達しなかったが、この後の試運転には充分である。手持ちの資材も活用し、安価に製作することができた。以下にその外観を示す (Fig.16)。

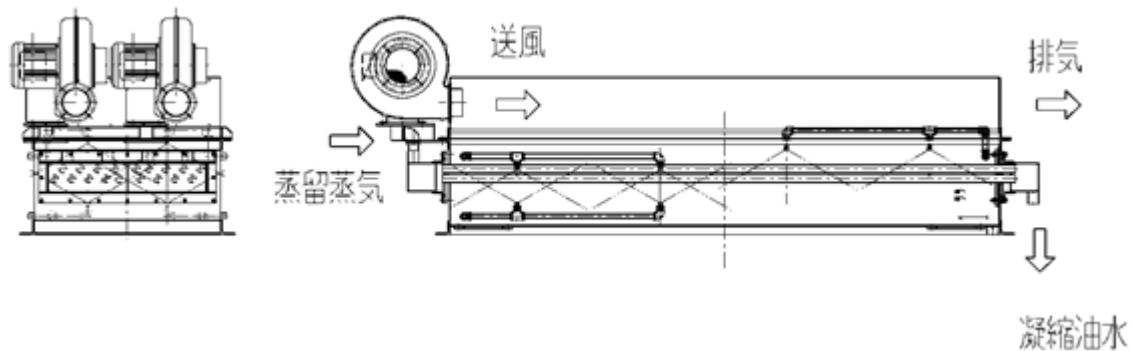


Fig.16

4. 装置の評価と最適採取方法についての考察

以下に本体装置の外観を示す。

本体寸法は□1000mm×高さ 1750mm（原料投入ホッパー含まず）、重量は約800kgである。



Pic.1 上部開閉蓋



Pic.2 圧力調整及び排気部分

右手前の配管口が別途冷却器へと接続される。



Pic.3 下部開閉蓋

メッシュ構造になっており、中心の管から蒸気供給を、面部でドレンの回収を行う。



Pict.4 抽出装置本体

1) 運転評価

これらの装置を以下のように設置して、試運転を重ねた (Fig.17)。

一部手動操作であるものの、スムーズに原料の投入と排出を行なうことができた。抽出サイクルを 20 分とすると、5 分ごとに順に原料の入れ替えを行なえばよい。原料の入れ替えに要する時間は 2 分以内であった。

現在手動ボタンで開閉しているエアシリンダの電磁弁については、自動化の際には電気制御されることになるので、作業をさらに簡素かつ安全に出来る。

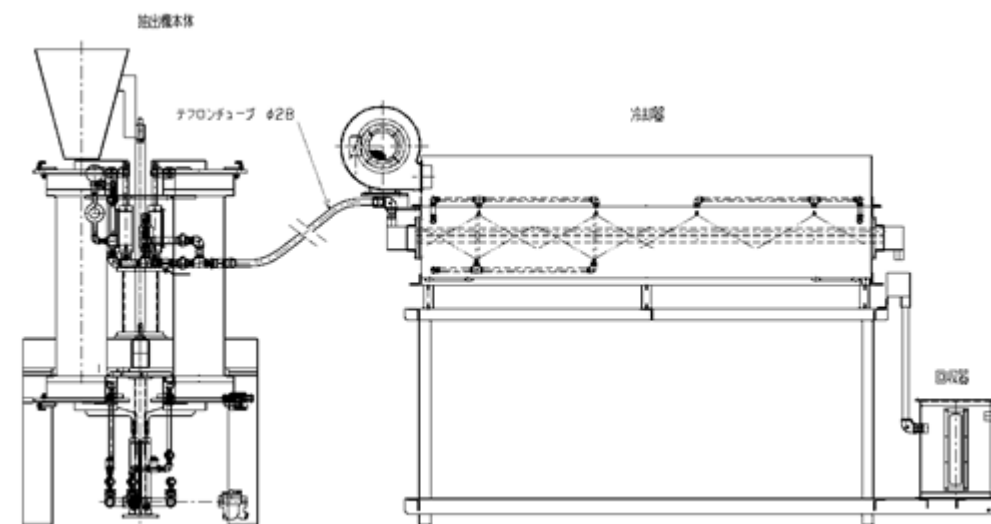


Fig.17

原料の排出時、下部の蓋を開けた後で、蓋の外周シール部分に付いた原料の屑を毎回拭き取る必要があった。(Pic.3 参照) 自動化する際には、この部分の清掃を噴射で行なうなどの工夫を要する。

2) 最適な採取の条件

a. 装置の構造として

再掲するが、原料がドレンに浸されない構造をとることが第一である。今回の試作機では、金網にした容器底面をさらに 20mm 掘り下げてドレン排出口とした。

凝縮した復水を、ここからトラップにより効果的に排出する必要がある。

また、抽出の出口側も重要である。抽出蒸気がより抜けやすい配管、高い能力を有する冷却器が、効率的な採取には欠かせない。

b. 杉葉からの抽出

前述のように十分な蒸気量と蒸気圧が望ましい。運転コストを優先するなら蒸気量のある程度保ち、蒸気圧を上げ、時間効率を優先するなら蒸気圧よりも蒸気量を優先する。揮発性の低い成分が必要なら蒸気圧を上げる。

c. おが粉からの抽出

製材所から出るおが粉については、常圧採取においても難点があった。粒子がとても小さく、粉塵が発生するため、これが蒸留した油水と混和することである。

また、通気性が悪いため蒸気が原料内を抜けてこないという点があった。

粉塵についての問題は加圧蒸留においても変わらないので、おが粉を湿らせて抽出してみた。しかし、おが粉全体が塊のように持ち上がったまま抽出できなかった。ある程度攪拌して原料に隙間を設ければよいと思われるが、今回は実現困難である。

対策として、次のような器具を容器内部に設置した (Fig.18)。側面に穴を開けた太目のパイプを下部から突き出した蒸気口に被せて、おが粉の内部に蒸気が行き渡るようにするものである。さらに蒸気出口に布を被せて対処した。尚、抽出時間は、杉葉の倍以上必要である。

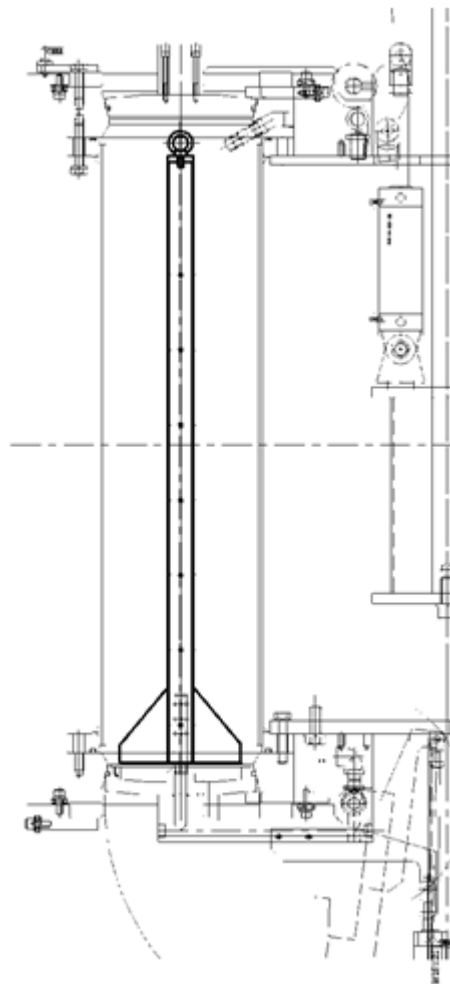


Fig.18

別添資料 1

受託研究結果 (いくつかの異なる条件下で採集されたスギ成分の分析結果)

はじめに

一般的に針葉樹は広葉樹あるいは草本植物などと比べて油状成分を多く含んでいる。そのような成分は揮発性の高い化合物も存在し、特有の香りとして認識できる。そのため、精油原料としての利用例もある。針葉樹の部位のうち、生活組織である葉の部分には、材などの部分に比べ、通常、比較的多くの精油分を含んでおり、精油原料として非常に有望であると思われる。ここでは、庄内鉄工で製作された精油採集装置のうち加圧式のものについていくつかの条件で精油の採集が行われた。本稿にて得られた精油について分析結果について記述する。

実験

成分の分析

提供された精油試料の成分分析は組成比の決定にはガスクロマトグラフィー、検出された成分の同定にはガスクロマトグラフィー質量分析計を用いて行った。主な条件は以下の通りである。

(GC 条件) 機種： GC-14B (島津製作所, 京都), カラム：TC-5 (GLサイエンス, 東京), 試料導入口温度：200℃, 検出器温度：230℃, カラム初期温度：60℃, カラム初期時間：5分, 昇温速度：3℃/分, カラム最終温度：220℃, カラム最終時間：43分, キャリアーガス：N₂, 検出：FID

(GC-MS 条件) 機種： GCMS-QP5000 (島津製作所, 京都), カラム：TC-5 (GLサイエンス, 東京), 試料導入口温度：200℃, 検出器温度：230℃, カラム初期温度：60℃, カラム初期時間：5分, 昇温速度：3℃/分, カラム最終温度：220℃, カラム最終時間：43分, キャリアーガス：He。

結果と考察

まず、スギ材木粉 (オガ粉) を使用して常圧および加圧条件下で採集した精油の分析結果を図 1 に示した。これまでの研究結果からスギ心材の場合、セスキテルペン類およびジテルペン類が含まれることが知られている。今回得られた精油もセスキテルペン類を中心とした化合物で構成されていることがわかる。常圧および加圧による採集成分の違いであるが、加圧した場合には保持時間 70 分以降の部分にピークを与える物質が検出されている。これはスギ心材に含まれるジテルペン類であると考えられる。

次に葉油の分析結果を示す。図 2 は常圧で得られたスギ葉油の GC 分析のクロマトグラムである。これらの各成分の同定のために行った GC-MS 分析の結果、葉油中の主な構成成分は以下のように帰属した。(括弧内はクロマトグラム上の主な保持時間)

モノテルペン類 (揮発性大) : α -ピネン(13.6min), カンフェン(14.3min), サビネン(15.6min), β -ピネン(15.8min), ミルセン(16.3min), α -テルピネン(17.5min), リモネン(17.8min), γ -テルピネン(18.5min), テルピノレン(20.1min), テルピネン-4-オール(26.8min)

セスキテルペン類（揮発性有）：エレモール(45.1min), 10-エピ- γ -オイデスマー
 ル(48.8min), β -オイデスマー+ α -オイデスマー(49.8min)
 ジテルペン類（揮発性低）：フィロクラデン(64.9min), カウレン(66.1min)

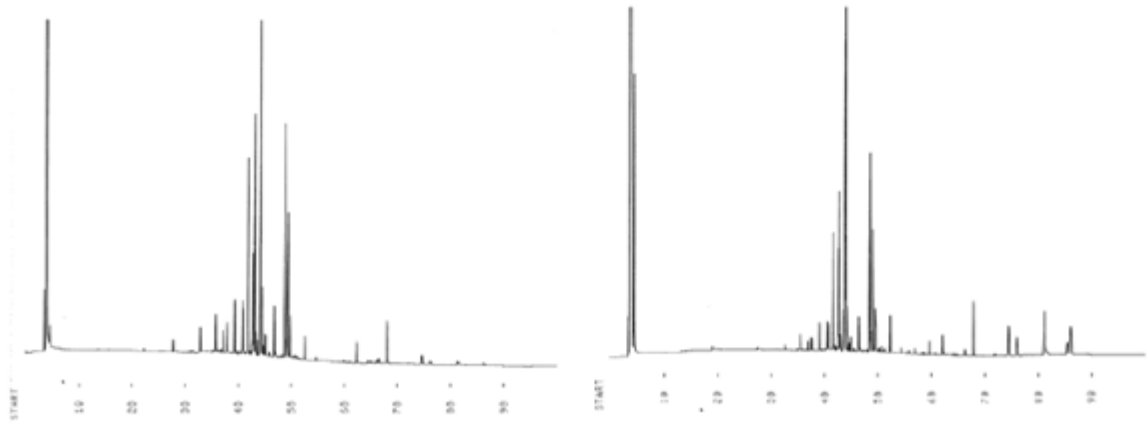


図 1： オガ粉より得られた精油の CG 分析の結果（左：常圧，右：加圧）

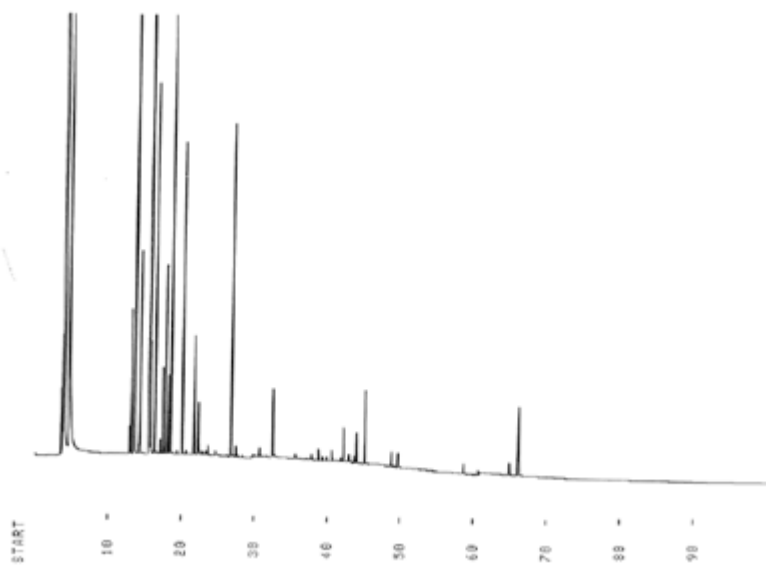


図 2： スギ葉より常圧で採集された精油の CG 分析の結果

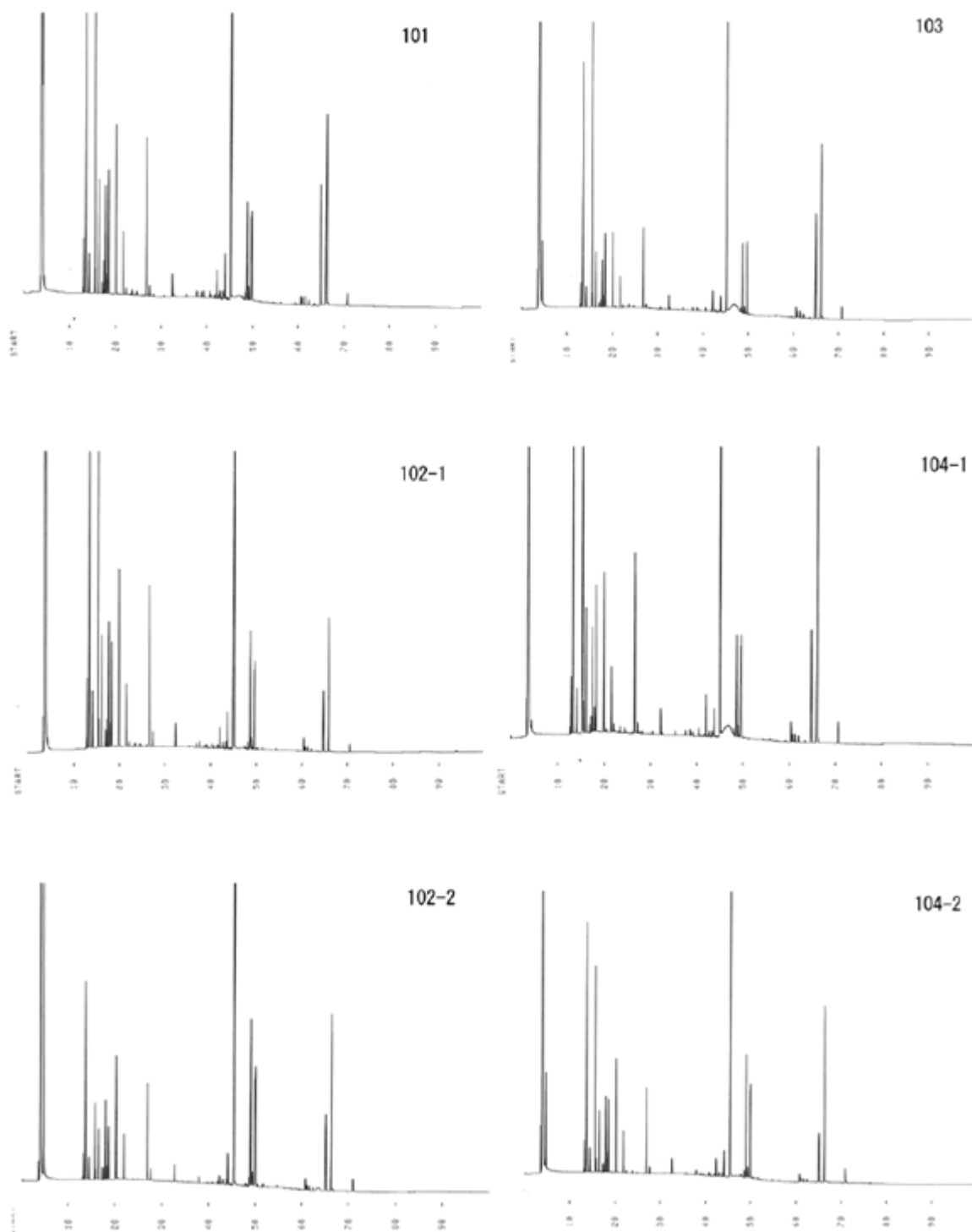


図 3： 加圧してスギ葉より採集された精油の CG 分析の結果
 (各右上の数字はサンプルの番号を示す)

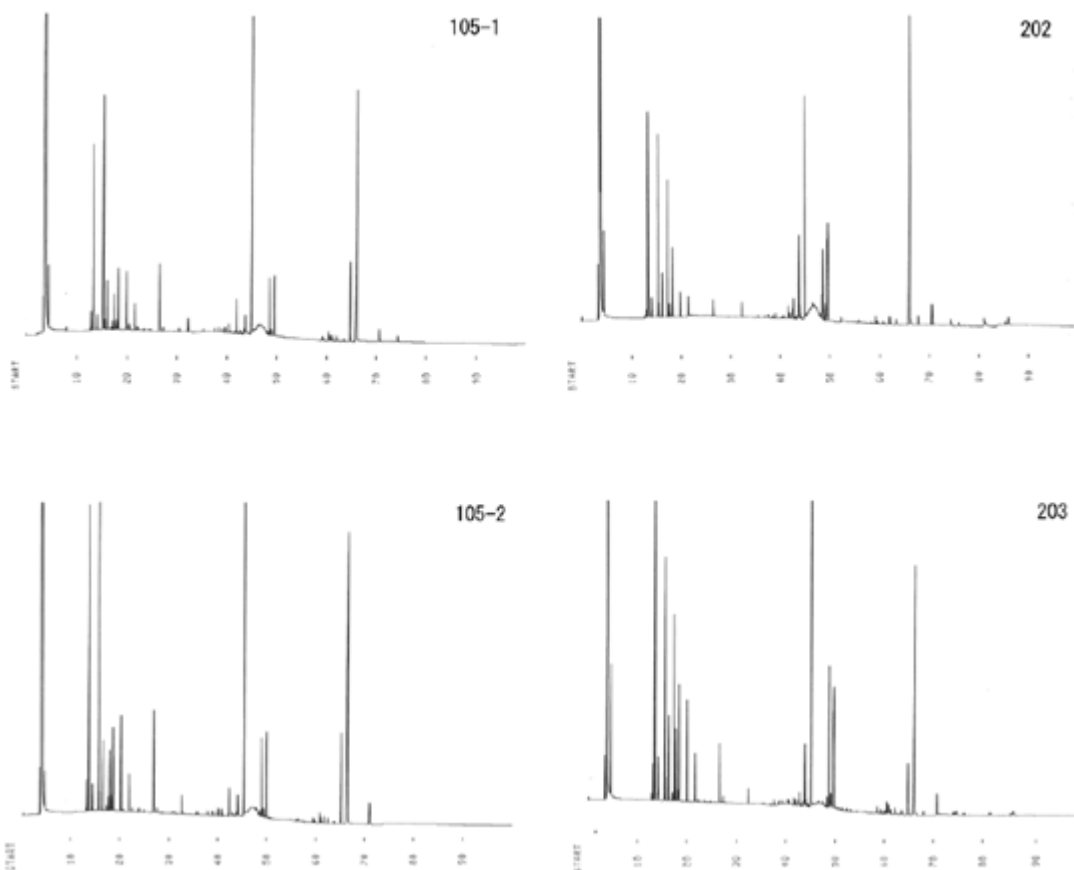


図4： 加圧してスギ葉より採集された精油のCG分析の結果（続き）
（各右上の数字はサンプルの番号を示す）

概して、今回の一連の加圧葉油の分析結果では常圧で採集された葉油に比べて、保持時間 40 分以降に認められるセスキテルペンおよびジテルペンの比率が高くなる点が認められる。加圧した場合には粘度の増加などが認められることも多いが、このようなもとの精油（葉油）に比べて揮発性のより低い成分の比率が増加することが、原因の一端となっていることも考えられた。

精油最適採取方法の開発

石井 昭浩・大島 新一

□大森建設株式会社

1. 本事業への参入経緯

1. 1 事業背景

秋田県沿岸北部に位置している「能代市」は、その中央を1級河川の米代川が東西に流れている。その面積は約430km²で、秋田県の面積の3.7%を占めている。能代市では豊富な資源である秋田スギを活かし、林業や木材産業で発展してきており、これまで「木都のしろ」と呼ばれてきている。

能代市の北に位置している「八峰町」は、東は県内唯一、白神自然遺産「白神山地」の登録地を有する藤里町、西は日本海、北は青森県に接しており、その面積は約230km²、その80%以上が森林で占められており、農地は10%程度が占めている。町内の起伏に飛んだ海岸と広大な森林は、ともに県立自然公園に指定され、非常に自然豊かな場所である。

このように木材が豊富であるこの能代山本地域においては間伐などの森林管理が必要不可欠であり、中でもスギやクロモジが非常に豊富に生い茂っている。社内でこの間伐材の活用法に着目し、社内で所有している設備を活用して林業とは異なった分野へ取組みを検討し計画が立案された。



図. 1 能代市・八峰町位置図

1. 2 事業目的

ヒバやヒノキについては、その樹木より精油を抽出し、芳香剤や住宅建材加工材料など、既に製品化・活用されているが、スギ葉やクロモジについては精油利用が行われていないのが現状であり、全く製品化もされていない。

そこで、本事業では主にスギの葉とクロモジを材料とした蒸気利用による精油の採取試験を実施、抽出のためのパラメータを検討し最適な条件の検討を行った。

2. 試験研究の方法

2. 1 精油採取試験箇所

本試験の実施場所は、弊社グループ企業である以下の場所で実施した。

試験箇所：株式会社ノック（山本郡八峰町八森字家の上257番地）

精油抽出の試験装置は、庄内鉄工株式会社で製作し、ロープで区画した同試験箇所に設置した。

また、試験場内は整地を行い、抽出用材料置き場と精油抽出場及び管理等を設営した。材料置き場は単管パイプとコンパネを用いて区画し、精油抽出場はパイプ小屋として、屋根と風対策用の簡易な囲いを行った。管理棟は3坪の仮設ハウスとした。



図. 2 材料置き場



図. 3 精油抽出装置・試験小屋

2. 2 試験材料採取・搬入

原材料は、八峰町の間伐区域から採取する事とし、事前に八峰町 産業振興課 林務水産係と打ち合わせを行い、採取場所を以下の通り決定した。

材料採取箇所：山本郡八峰町八森字栃の木台 地内

ノック～採取箇所間：片道 12.5km

材料伐採・積込に作業員 2 名、運搬は作業員 1 人を配置（運搬時以外は伐採・積込作業も実施）し、2t ダンプトラックで試験場へと運搬した。運搬の際は荷台の上にネットをかぶせて積荷が落下しない措置を取り、材料採取箇所と試験場の間での民家が少ないルートで走行し、交通事故予防を徹底した。2t トラックより材料置き場へと材料を積み下ろして試験予定日まで風雨よけの処置（ブルーシートをかぶせて土のう袋で固定）をして保管した。



図. 4 材料積込状況

また、材料調達時に要した人員及び採取量といった歩掛把握のため、材料を採取した箇所の面積、及び 1 回の運搬による体積と重量を 1 度測定し記録し、積込・運搬時の見かけ比重を計測した。

◆ 杉葉精油抽出積算フロー

業務フロー	業務内容	投入資源／出来高
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">伐採材料・集積・積</div>	<p>間伐等で伐採された杉の葉を、現地において、ダンプトラックに積み込む作業で、内訳は、2 t ダンプ 1 台当り積載量が重量で 200 k g、体積で 2.38m³である。 したがって、 見掛け比重：0.084 [t/m³]</p>	<p>資源 軽作業員：2 名 出来高 1 日当り：1,200 k g [2 t ダンプ 6 台分]</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">伐採材料・運搬・荷卸</div>	<p>積込んだ杉の葉を、ノック工場まで運搬して、原材料置場に荷卸しする作業 2 t ダンプの運転手は、運搬時以外は、積み込み作業も手伝う。 1 日当り 6 往復を見込んでいる。</p>	<p>資源 一般運転手：1 名 2 t ダンプ：1 台 出来高 1 日当り：1,200 k g [2 t ダンプ 6 台分]</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">材料破碎・投入</div>	<p>原材料置場の杉葉を、破碎機で破碎した後、抽出用の釜に投入する作業。 釜の中には破碎後の数量で、1 釜当り 200kg 投入する。同時に 2 釜まで投入可能。</p>	<p>資源 軽作業員：1 名 破碎機：1 台 発電機 (20kVA)：1 台 出来高 1 日当り：800 k g [抽出用釜 4 釜分]</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">精油抽出</div>	<p>精油抽出装置とボイラーユニットを接続し、ボイラーユニットより蒸気を一定時間送り込み、排出された蒸気を再冷却することで蒸気より精油を抽出する。</p>	<p>資源 特殊運転手：1 台 精油抽出装置：1 台 ボイラーユニット：1 台 発電機 (20kVA)：1 台 出来高 1 日当り：1.3ℓ [抽出用釜 2 釜分]</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: auto;">抽出済材料撤</div>	<p>精油抽出完了後、抽出用釜の温度を十分冷ました後に釜の中に入り、スコップで抽出済材料を土のう袋に入れて仮置きする。</p>	<p>資源 軽作業員：1 人 出来高 1 日当り：800 k g [抽出用釜 4 釜分]</p>

2. 3 精油抽出試験・試験材料撤去

試験に使用する材料を抽出条件に応じて破砕機によって破砕し、その後使用分をポリバケツに入れて重量を測定し、体積で割ることにより材料破砕後の見かけ比重を測定した。その材料を精油抽出装置に投入し、定められた蒸気圧のもと、精油抽出試験を実施した。その際、破砕後の材料投入量及び人員等の歩掛把握を実施した。

精油抽出装置への蒸気流入については弊社所有のボイラー車を利用し、その際の用水及び蒸留後の冷却水に、ノックより用水を提供してもらった。



図. 5 ボイラー車（社内所有）



図. 6 ボイラー車内設備

精油抽出装置とボイラーユニットを接続し、ボイラーユニットより蒸気を一定時間送り込み、排出された蒸気を再冷却することで蒸気より水と精油を分離抽出した。その際、材料の破砕の程度、蒸留釜内への材料投入量、精油の抽出に要した時間、試験中の外気温、及び冷却槽の水温を抽出精油の成分、量を検討するためのパラメータとし、記入・管理した。



図. 7 試験前破砕材料



図. 8 精油抽出試験

表. 1 試験パラメーター一覧

No.	試験日 (2010年)	試験 材料	見かけ比重(kg/m ³)			時刻		外気温 (°C)		冷却槽 水温 (°C)	
			破碎 前	破碎後	試験後	試験 開始	試験 終了	最 高	最 低	最 高	最 低
1	1/21 (木)	スギ 葉	84.1	183.33	256.67	/	/	/	/	/	/
2	1/26 (火)	スギ 葉	84.1	176.67	263.33	10:30	13:30	1	-1	46	4
3		スギ 葉		150.00	253.33						
4	2/17 (水)	スギ 葉	84.1	140.00	246.67	10:00	14:00	1	-1	46	5
5		スギ 葉		143.33	253.33		13:30				
4	2/19 (金)	スギ 葉	84.1	136.67	243.33	13:00	15:00	2	0	46	3
5		クロ モジ		18.6	326.67						
8	2/23 (火)	スギ 葉	84.1	143.33	253.33	11:00	13:30	4	2	48	4
9	3/4 (木)	クロ モジ	18.6	316.67	336.67	10:00	13:30	5	3	52	5
10		スギ 葉		84.1	126.67						
11	3/19 (金)	スギ 葉	84.1	100.00	216.67	9:00	12:00	9	5	27	8
12		クロ モジ		18.6	316.67						
13	3/31 (水)	スギ 葉	84.1	80.00	196.67	10:10	11:55	9	7	33	8
14				136.67	230.00		11:10				

冷却された精油は水と共に抽出されるため、分液ロートを用いて精油と水を分離し、その精油を秋田県立大学 木材高度加工研究所へ持込み、成分分析を委託した。その分析結果については後述する。また、分析結果を基にその次の試験におけるパラメータを再設定し、その条件の基で精油抽出試験を繰り返した。

試験終了後、蒸留釜内の材料が十分に冷めてからスコップでポリバケツに取り出し、試験前と同様に見かけ比重を測定し、その後土のう袋に入れ仮置きした。

以上の内容を繰り返し、データの採取を実施した。



図. 9 試験後破碎材料



図. 10 試験材料撤去

3. 試験研究の結果

本試験で抽出された精油、分離された水は秋田県立大学 木材高度加工研究所へ持ち込み成分分析を委託した。その分析結果を次頁以降に記す。

受託研究結果（大型水蒸気蒸留式精油採集装置で生産されたスギ葉油と留出水および残渣中に残存する精油成分の分析結果）

はじめに

一般的に針葉樹は広葉樹あるいは草本植物などと比べて油状物質を多く含んでいる。そのような物質の中には揮発性の高い化合物も存在し、特有の香りとして認識できる。そのため、精油原料としての利用例もある。針葉樹の部位のうち、生活組織である葉の部分には、材などの部分に比べ、通常、比較的多くの精油分を含んでおり、精油原料として非常に有望であると思われる。ここでは秋田県八峰町の株式会社ノック敷地内に設置された大型水蒸気蒸留式精油採集装置について、いくつかの条件で精油の採集が行われた。ここでは得られた精油および抽出後の残渣、留出水について構成成分の分析を行ったので、その結果について紹介する。

実験

1. 成分の同定

精油成分の分析は組成比の決定にはガスクロマトグラフィー、検出された成分の同定にはガスクロマトグラフィー質量分析計を用いて分析を行った。主な条件は以下の通りである。

（GC 条件）機種：GC-14B（島津製作所，京都），カラム：TC-5（GLサイエンス，東京），試料導入口温度：200℃，検出器温度：230℃，カラム初期温度：60℃，カラム初期時間：5分，昇温速度：3℃/分，カラム最終温度：220℃，カラム最終時間：43分，キャリアーガス：N₂，検出：FID

（GC-MS 条件）機種：GCMS-QP5000（島津製作所，京都），カラム：TC-5（GLサイエンス，東京），試料導入口温度：200℃，検出器温度：230℃，カラム初期温度：60℃，カラム初期時間：5分，昇温速度：3℃/分，カラム最終温度：220℃，カラム最終時間：43分，キャリアーガス：He。

2. 精油採集残渣に残存する精油分の回収と得られた精油の分析結果

今回用いたスギ針葉では1時間程度水蒸気蒸留装置にセットして葉油分を採集したが、残渣中に残存する精油分が、どの程度含まれているかについては不明である。ところで精油の採集効率を検討するときには残渣中に残存する精油分の情報も必要である。ここでは精油定量装置を用いて精油採集残渣に残存する精油分の定量を試みた。（手順）残渣を計り取り、1L容丸底フラスコに入れた。500mL程度のイオン交換水を注加したあと、精油定量装置受器をフラスコに取り付け、さらに冷却管をその上に取り付けた後、マントルヒータによって丸底フラスコを加熱した。6時間の蒸留のあと得られた精油分を精油定量装置受器の目盛によって計り取り、残渣中に含まれる精油量とした。同時に精油採集残渣の一部は予め重量を測っておき、105℃にて乾燥させた後、再度重量測定して含水率を求めた。

3. 留出水に含まれる成分の分析について

留出水の成分の分析は（1）流出水上に浮かび上がった成分に対する分析と（2）留出水に含まれる成分の分析の2つを行った。（1）では留出水の入った容器にジエチルエーテルを入れ、振とうさせずにエーテル層の一部を回収して分析に供した。

また、(2) ではよく振とうさせた後、エーテル層を回収して分析に供した。

結果

1. 葉油に見られる成分について

右の図1はスギ葉油のGC分析のクロマトグラムである。これらの各成分の同定のために行ったGC-MS分析の結果、葉油中の主な構成成分は以下のように帰属した。(括弧内はクロマトグラム上の主な保持時間)

モノテルペン類 (揮発性大) : α -ピネン (13.6min), カンフェン(14.3min), サビネン(15.6min), β -ピネン(15.8min), ミルセン (16.3min), α -テルピネン (17.5min), リモネン(17.8min), γ -テルピネン (18.5min), テルピノレン (20.1min), テルピネン-4-オール (26.8min) セスキテルペン類 (揮発性有) : エレモール(45.1min), 10-エピ- γ -オイデスマール(48.8min), β -オイデスマール+ α -オイデスマール(49.8min) ジテルペン類 (揮発性低) : フィロクラデン(64.9min), カウレン(66.1min)

図1では1月21日、および1月26日(2つ)に採集されたスギ葉油のクロマトグラムを示している。いずれの葉油も概ね同様のパターンを示しており今回行った条件の違い(破砕サイズの大小など)にはあまり影響を受けないことがわかる。

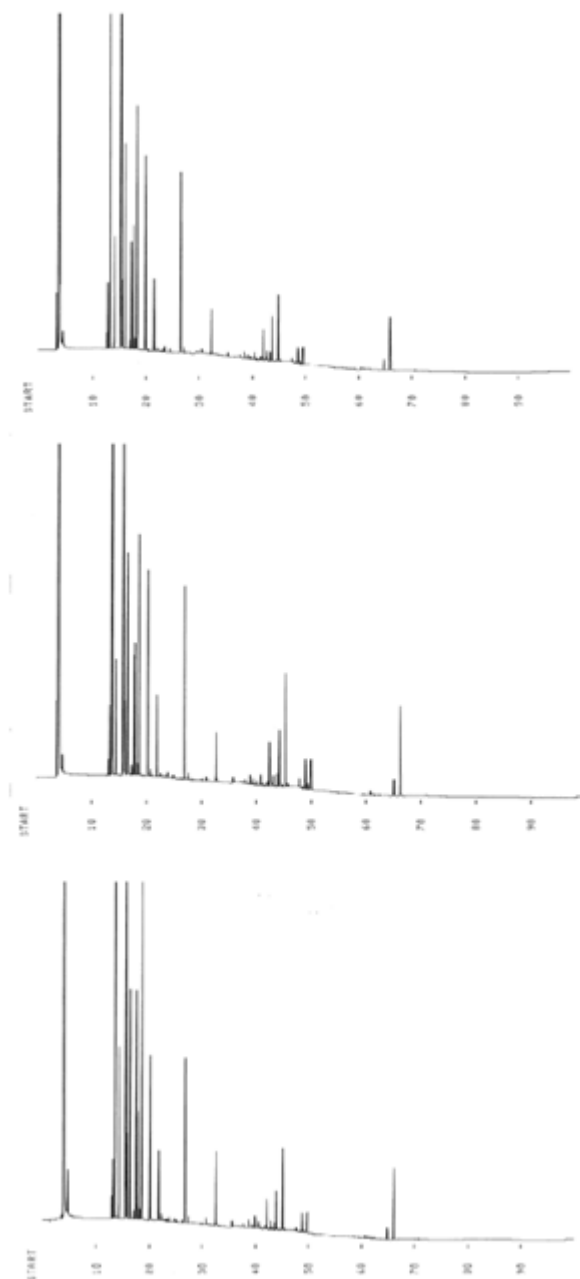


図1： スギ葉油の分析結果
(上：1/21, 中：1/26 中サイズ, 下：1/26 粗サイズ)

2. 精油採集残渣に残存する精油分

次に図2に各精油採集残渣に残存する精油分の分析結果を掲載した。いずれの残存する精油分も採集された葉油に比べ、保持時間の大きい物質すなわち揮発しにくい成分の比率が増えていることがわかる。このことは、大型精油採集装置の1時間の稼働では、葉油中の揮発性の高い部分が選択的に採集されているものと考えられる。

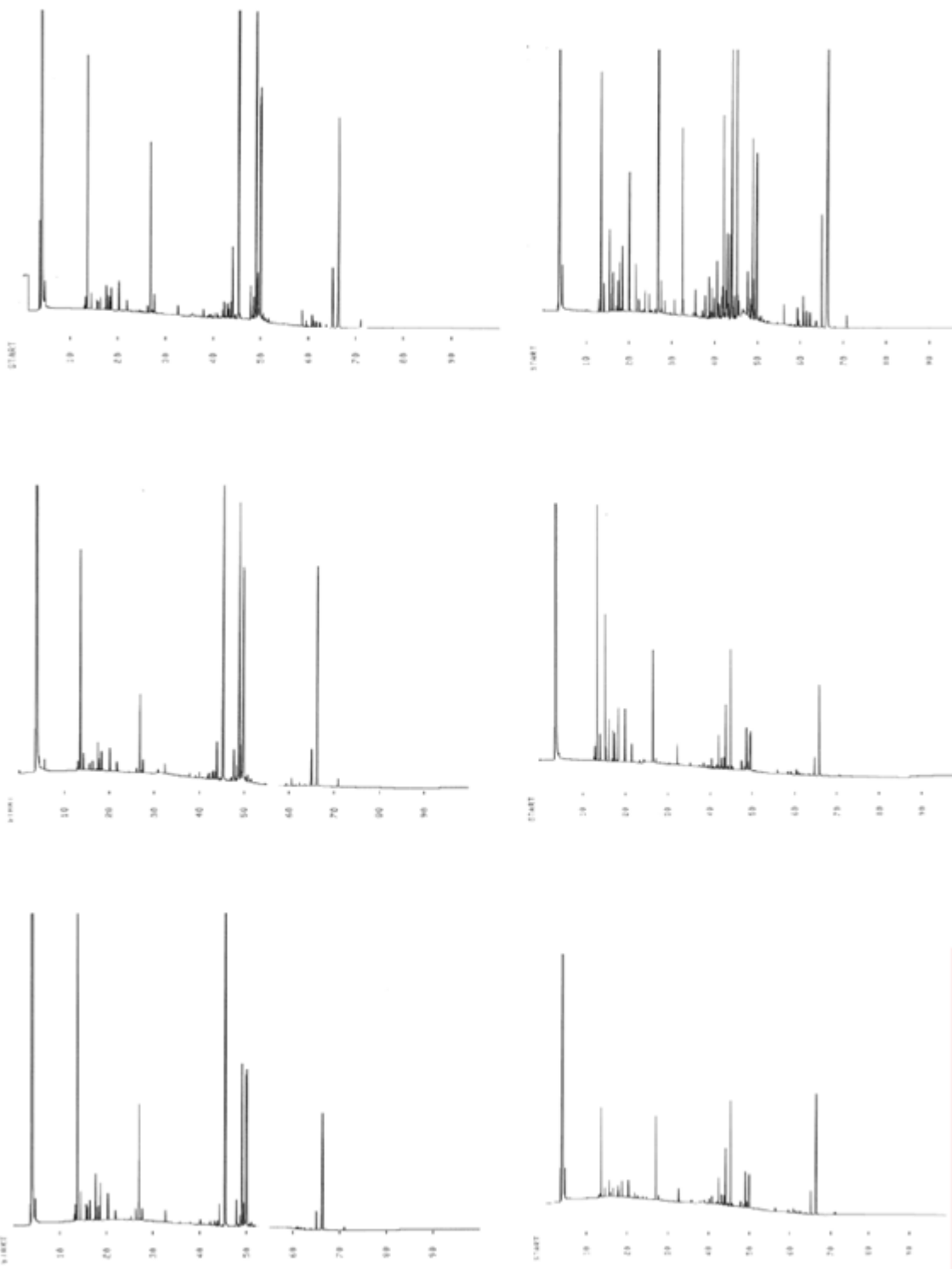


図 2： スギ精油採集残渣に残存する精油分の分析結果（上：1/21，中：1/26 中サイズ，下：1/26 粗サイズ）

図 3： スギ葉油留出水上に浮かんだ精油分の分析結果（上：1/21，中：1/26 中サイズ，下：1/26 粗サイズ）

3. 留出水の成分について

留出水に関する分析データは図 3 および 4 に示した。まず、留出水貯蔵時に表層に浮遊してくる成分の分析結果(図 3) について説明する。このような部分は油水分離器内で水層側に混入された精油分のうち懸濁せずに浮遊してきたものである。比較的ジテルペン類の比率が大きくなっているが、これはジテルペン類の撥水性が高いことに起因すると考えられる。

次に留出水に含有される成分の分析結果であるが、これは図 4 に示した。いずれの留出水にも 26.8 分ごろに大きなピークを与える物質が認められている。これはテルピネン-4-オールで化合物中に水酸基をもっているため、他の成分に比べて水との親和性が高いことが、このような結果につながったものと考えられる。

まとめ

大型精油採集装置で採集した精油を分析したところ、稼働 1 時間で採集される精油は比較的揮発性の高い部分が多く含まれることがわかった。また、精油採集残渣には揮発性のそれほど高くない部分が多くなることがわかった。

今回のことから、精油採集のための最適条件の検討のために、稼働時間とコスト、および採集量の間関係を把握する必要があると考えられる。

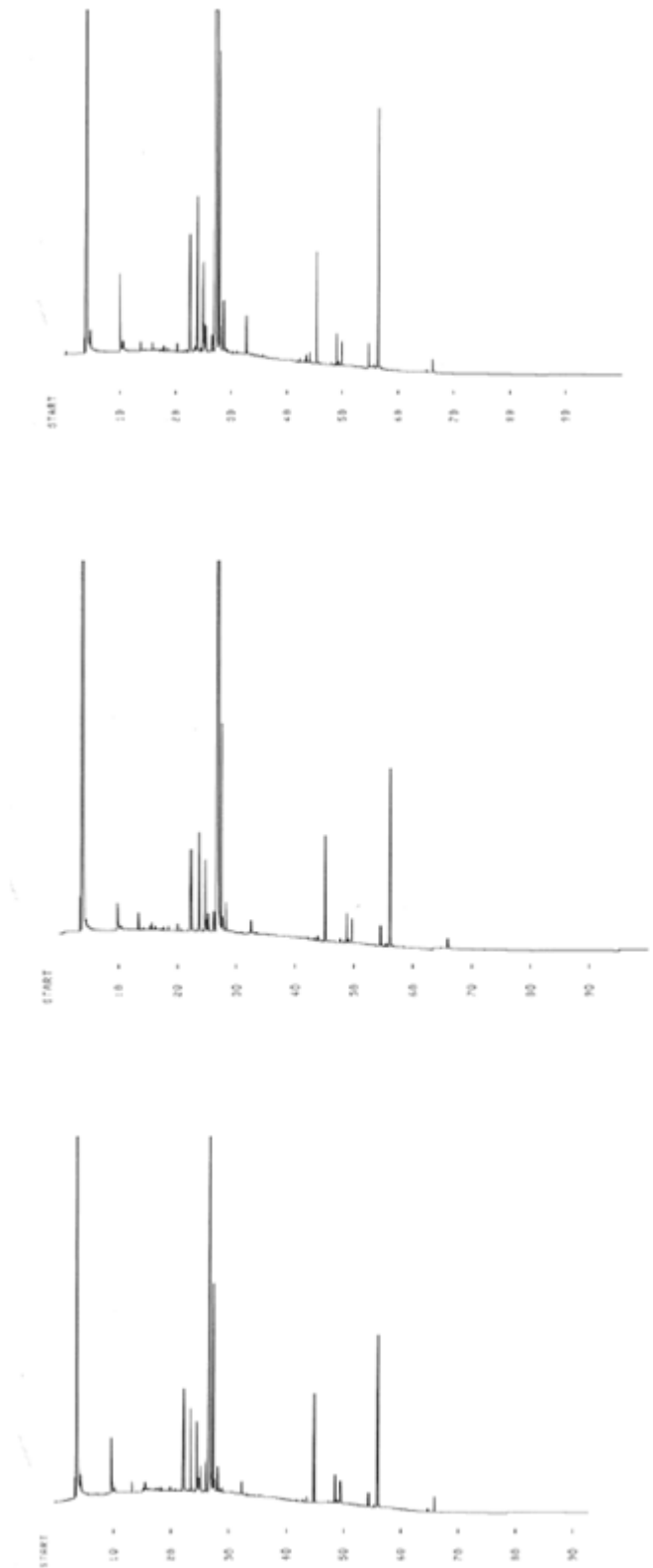


図 4： スギ葉油留出水中の精油分の分析結果
(上：1/21，中：1/26 中サイズ，
下：1/26 粗サイズ)

4. 考察

4. 1 これまでの成果と今後の課題

本事業を通じ、以下の内容が確認された。

- ①最適採取条件や低コスト化の検討により、精油を原料とした製品化への可能性が示唆された。
- ②今回の技術開発により、採取枝葉の量に対する精油の抽出時間と採取量の関係が明らかになった。
- ③樹木精油を原料とした製品化を図るためには、低コスト採取方法の確立を図る必要があり、今回の事業によりコストの試算が可能となった。

また、同時に以下の課題も示された。

- ①材料採取から精油抽出済材料の撤去までの一連のフローにおいて、すべての作業においてより効率的に作業を進めて生産性を向上させる手段を考える必要がある。
- ②精油抽出済の材料において、現在は土のう袋に入れて仮置きしているが、その活用法、もしくは処理法を考える必要がある。

4. 2 将来の展望

現在ヒバやヒノキについては既に抽出された精油より芳香剤や住宅用建材加工原料などに利用される取組みが普及されている。

隣県の青森県でも青森ヒバの精油から製作されたエッセンシャルオイル等が販売されている。青森ヒバ精油の効果として、カビや細菌などの繁殖を抑制し（抗菌効果）、蟻・蚊・ハエなどを寄せ付けず（防虫効果）、不快な臭いを抑制する（消臭・脱臭効果）などが認められている。また、国産のヒノキからも、青森ヒバほどではないが上記と同様の効果が認められており、一般家庭での精油利用例として、靴箱やペット用トイレ等の脱臭、洗面所や浴室等の抗菌、アロママッサージ等の芳香剤がある。

その一方、スギの葉の香りは非常に嗜好性が高く、精油抽出より製品化が実現することによって、前述したヒバやヒノキの製品に勝る市場が見込まれる。また、スギの葉油については最近、アトピーやぜんそくなどへの抑制効果も認められ、その利用価値の開発が求められている。

また、クロモジについてはその芳香に高級感があり、室内芳香剤や抗菌剤として高い価値を有しており、秋田県内には豊富に存在するが、精油の利用はほとんど行われていないのが現状である。現在はごく限られた地域でのみ油が採取されており、～30万円/kgで売られている。

前述した課題について今後解決していき、一連作業の効率が上がることにより、最終的には「秋田杉」といったブランドやクロモジといった地域の天然資源を活用した地域特性品の製造・販売事業へと展開していく。

—抽出成分の利用技術の開発—

樹木エキスを活用した 特定防除資材の開発

東 昌弘・鍋島 敏雄・東 雄一郎

□有限会社キセイテック

1. 要旨

当研究のねらいは、森林伐採によって生じる未利用枝葉や格外丸太を利用して、無農薬の防除薬剤を製造し、安心・安全な農産物を消費者に提供しやすくするとともに、その生産者である農・畜・水産業者、素材供給者である山林業者の振興・活性化を目指すとともに、都市生活者には商品購入によって地球環境保全にも積極的に関わってもらうことをねらいとする。

1.0MPa 以下の低加圧下で水蒸気蒸留を行い、スギ、ヒノキ、コウヤマキ、ヒバ、竹および樫から相当する樹木エキスを得た。抽出は加圧下での（特許）2 段蒸発機構が働いた結果、これらのエキスは通常油水が混濁・乳化した状態で得られた。乳化状態は安定しており、1 年経過しても変化が無かった。色相は概して茶褐色で汚く、匂いも焦げ臭があり、芳香精油とは言えない。

また有機物の抽出効率は、樹種に応じたある特定の圧力範囲で良くなり、例えば青森ヒバの場合、0.3~0.6MPa のとき、常圧下での抽出時よりヒノキチオール抽出率は 2.2 倍となった。総抽出量は、ヒノキ材部を原料とする場合、0.8MPa で最大 0.35% 程度であり、常圧下での抽出のときの 3~5 倍であった。しかし抽出成分の GC 分析結果から、圧力条件がきつくなるに従い、本来成分ではない熱変性物とみられるフルフラールが増加した。ヒノキ材部の場合最も過酷な条件である 1.0MPa では、0.1% に達した。

抽出エキス（水溶液）は原液、及び水による 5 倍希釈物を被検物とした常在細菌類（大腸菌、黄色ブドウ球菌およびカビ類）の増殖抑制効果を調べたところ、すべての樹種の、原液及び 5 倍希釈液いずれにおいても完全に増殖を抑制した。但し枯草菌は芽胞状態のものを用いたが効果は無かった。また常圧抽出のヒバ水（ヒノキチオール濃度 180ppm）では、抑制効果は限定的であったことから、試験したすべての樹種の加圧抽出物は、青森ヒバの常圧抽出水よりも強い増殖抑制効果のあることが分かった。

今後、20 倍・100 倍希釈試料における増殖抑制効果を調べたい。さらに実験室や圃場における、より具体的な防除効果や、増収効果などを調査し、最終的に「特定農薬」認定を農水省に申請したい。

2. はじめに

はじめに、いくつかの専門的用語につき解説を行っておきたい。

特定農薬とは：(フリー百科事典「Wikipedia」)

特定農薬とは、2002 年（平成 14 年）12 月に改正された農薬取締法に設けられた制度で、有機栽培で用いる農薬の代替資材の法律上の名称である。通称、特定防除資材。法律上の定義は、農薬取締法の第 2 条第 1 項「その原材料に照らし農作物等、人畜及び水産動植物に害を及ぼすおそれがないことが明らかなものとして農林水産大臣及び環境大臣が指定する農薬」である。

2002年12月の農薬取締法の改正に伴い、無登録の農薬の製造や使用が禁止された。この改正に伴って、農作物の防除を目的として使う薬剤や天敵などのうち、安全性が明らかなものにまで農薬登録を義務付ける過剰規制とならないように、特定農薬指定制度を新設した。後に農薬という言葉のイメージが悪いということで特定防除資材という通称が認められることとなった。

平成22年10月5日の、第11回審査委員会で焼酎が認可され、それまでに認可が出ている天敵、食酢、微生物農薬、重曹を加えて5種である。認可が近いと推定される材料として、木酢液、WRC（ウェスタンレッドセダー）抽出液等がある。

登録農薬とは：

普通言われる農薬のことを指し、殺菌剤、殺虫剤、生長促進剤、発芽抑制剤、天敵、除草剤等を指す。それぞれに対して適用作物が指定されている。

防除価とは：

防除価は、発病を抑える効果の高さを示す数値であり、100に近いほどその効果が高い。

例として発病度を基にした防除価は以下のように算出される。

防除価＝100－(処理区の発病度/無処理区の発病度)×100

ウェスタンレッドセダー（WRC）とは：

WRCとは、北米大陸に自生するヒノキ科の針葉樹で、和名をエンピツビャクシン（米スギ）という。ヒノキチオール類を多く含み、抗菌性、防虫性が強いため、家屋の土台やログハウスに用いられる用材である。日本産樹木でいへば青森ヒバに近いが、資源量や伐採量はWRCのほうが圧倒的に多い。

樹木の段階的利用；全木利用とは：

樹木を伐採した時、従来は規格に合う丸太部分のみを利用するにすぎず、枝葉末木や根太部分、穴あき材や曲がり材は山地に廃棄されてきた。全木に対する利用率は50%以下、成長段階において除伐される材や枝打ち部分を含めると、有効利用率は40%以下となろう。間伐・除伐した材料の可能な限りすべて利用しようとするのが全木利用の考え方である。いっぽう、水蒸気蒸留による精油の採取は、その残渣をペレット化の燃料、土壌改良材、樹脂との混合による成型ボード等には、支障なく利用できる。このように目的に応じてバイオマス材料の利用法を順序良く利用してゆき、最終的に燃焼または炭化させれば、バイオマスを多段階的に多面利用した事となる。カスケード利用も同義に近い。

特許法（加圧抽出法）とは：

棚橋・鳥本両氏の開発による低加圧下で行う水蒸気蒸留法をいう。加圧抽出法自体は古くからあるが、加圧缶内に装着した容器内の材料をさらに油圧圧縮・開放（つまり爆砕）する事で、樹木チップの圧縮ボード作製を、抽出と同時に実施できること、および缶外に導いた抽出液を、釜内より少し低い圧力下で蒸発させて、ハルツ（樹脂

状物質)の混入を防止する装置を有する点が新しい。この装置による抽出エキスは、油・水が混濁し、容易に分離しない。水による希釈液で使用する際に、油・水を乳化するための乳化剤が不要となり、メリットは大きい。この特許は平成22年10月、成立した。

3. 研究のねらい

近年、植物間交信(アレロパシー)に関する研究が進み、その現象を産業利用する試みもあると聞く。また農産物栽培時においても、ある害虫に対する天敵昆虫を利用したり、微生物農薬も商品として登場してきている。つまり安定が保たれている自然界において、植物及びその付近で存在する動物(昆虫及び微生物)は、あるバランスを保って共存関係にあり、その内の一種の動物や植物が偏って異状に繁殖(増殖)しようとした場合、それを抑制するメカニズムが存在するがごとく、見受けられることがある。生物多様性が絶対的に守られることが、自然界の安定的存続のための必須条件である事を教えているのかもしれない。

(自然栽培ではない)人工的に植物を集中して栽培する農業は、ある意味で自然界のバランスを壊しているわけで、それを阻止し、バランスを保つためのメカニズムが働くのであれば、病原菌や害虫が発生したり、厭地現象のため収量が減ったりするのかもしれない。また逆に人工的に植栽された作物が、その土地の地質や気候風土によく合致する植物体であれば、(つまりその地の自然に生えている植物と同質のものであれば)それに取りつく病原菌や害虫は、周辺の自生植物が有するアレロパシーで外敵を撃退できるのかもしれない。または、植物の持っている、利用していない膨大な遺伝子情報が発現して、その地の環境に合わせて生育する事が出来るようになれば、周辺植物の持つアレロパシーの恩恵に浴することが可能になるのかもしれない。

この課題を持つにいたった筆者の直接の動機は、青森ヒバの抽出水をハウス栽培トマトに葉面散布した時、甘くて大きい、見事なトマトが収穫できること、同じヒバ水を洋ラン栽培に用いると、色鮮やかな蘭に育つことなど、不思議な現象に驚いたことからきている。樹木エキスが、農産物栽培において障害となる病原菌や害虫の抑制に効き、かつ植物成長にも良く効き、収穫量が増えるのであれば、恐ろしいほどの波及効果を発揮する事にきづくであろう。このように農薬的に使用する天然物質を、「特定農薬」と呼ぶこととした。

直接的には、農薬や化学肥料の使用量を減らせて、無農薬の有機栽培が可能となる。それができれば、食の安心・安全を求める消費者には大歓迎されるであろう。そのような農産物は、いわゆるブランド農産物となり、国内はおろか海外向けの有力な輸出農産品となろう。このことは、沈滞気味の日本農業に大きな恩恵をもたらすことになる。

さらにこの樹木エキスを供給する山元にも、多くの恩恵をもたらすことになる。原

料が仮に汎用樹木のスギ・ヒノキ等でよいのなら、伐採時の余剰(廃棄)残材の有効利用にもなり、間伐を促進させる効果を生むことにもなる。仮に雑木や竹類が有効であっても、里山の管理が大いに進み、害獣の被害も減らせるであろうし、新たな雇用を生むことにもなる。

スギ・ヒノキのような人工植栽樹木が利用できれば、人工林の間伐・皆伐と植林が進行し、地球温暖化ガスの削減に大いに貢献できることとなる。このことは、山地の産業がカーボンオフセットビジネスに参加できることにもなる。さらに環境保護活動に参加しにくい都会生活者が、無農薬の食材を購入する事によって積極的に環境保護に参加できることである。

以上の観点から、国産汎用樹木であるスギ・ヒノキ等を中心とする、これらの余剰資材を農業面に有効利用する観点で、開発研究を進めたい。

そのためには、「特定農薬」としての認定を受けることが必須となる。

特定農薬として農水省指定を受けるための評価指針は、以下となっている。

安全性に関しては、農作物等、人畜および水産動植物に害を及ぼさないこととされ、具体的には、①急性経口毒性試験 (LD50)、②変異原性試験、③90 日間反復経口投与毒性試験、④暴露試験の提出が必要であり、有害のレベルの害がないことが認定基準となる。薬効に関しては、①2カ所以上の公的試験機関での野外試験評価で、防除価 50 以上であること。②試験方法など、農薬と同等以上の資料の提出が必要とされる。

このうち、安全性に関する③90 日間反復経口投与毒性試験は、巨額の試験費を要するが、過去において生薬・漢方として常用されたものは試験が免除される。今後、5年間の研究機関を通じて、上記の安全性データおよび薬効データを集積し、農水省への認可申請を行うこととなる。

3-1) 対象樹木品種

-1) 人工植林樹木として、ヒノキ、スギの材部、葉部

これらの樹種は、その管理サイクルで間伐された部分を利用でき、CO₂削減効果をカウントされる。発生量も多く、全国どこでも入手でき、農業資材向けに大量に供給する事も可能である。一石二鳥で波及効果も絶大である。

-2) 活性成分を多く含む青森ヒバ、コウヤマキ

これらの樹種は、効果・効能面で他より有利とみられる。

-3) 里山樹種として竹、檜

それぞれの地方で優勢な樹種は、その地方での作物栽培に有効であるとの仮説。

-4) 比較のため WRC および青森ヒバ常圧抽出

何と云っても、WRC は最も強力な効果を持つ樹種とみられる。特定農薬認定へ向けて、すでに各種データが採取されており、認可される最初の樹種である

う。

青森ヒバは、ヒノキチオール生産の原料であり、効率的なヒバ油抽出のための研究の一環として取り上げる。

3-2) 樹木エキス抽出、分析方法

食料とする農産物に用いる資材であることから、水ないし水蒸気抽出法となる。熱水抽出及び常圧水蒸気抽出法は、手軽であり抽出物も安全であるが、より効率的であり知見も少ない加圧水蒸気抽出法を中心的に用いることとした。

特許 : 植物由来抽出物の抽出方法及びその抽出装置

登録番号 : 第 4 3 8 8 7 1 5 (平成 21 年 10 月 9 日)

発明者 : 棚橋 光彦、鳥本 甫

出願人 : 棚橋 光彦、鳥本 甫、株式会社藤澤鉄工所

浮上油及び水層への溶解有機物の分析のため、ガスクロマトグラフィーを用いた。

3-3) 応用分野と有効性の指標

目指している用途は、農業・食糧生産分野である。具体的には、果樹・水稲を含む農産物の栽培、家畜・ペット分野（養蜂を含む）、水産(養殖)分野である。これらの分野で使用される、農薬、動物用医薬品、飼料添加物、環境浄化資材の代替品分野となる。

当初手始めにペット分野における病虫害防除効果につき調査する予定があったが、委託先大学の都合で中止となった。続いて養鶏研究所で、鶏ダニ(ワクモ)の防除試験を行ったが、これも先方の都合で非公開となった。県下の農事試験場レベルには数カ所研究打診したが、資材が認定品で無いことを理由に難色を示すなど、ことほど左様にこの種の課題は、研究そのものが非常に慎重に取り扱われるテーマであり、医・農薬分野における、新規認定制度そのものへのきつい風当たりのあることが伺いしれた。

最終的に、そして最も基本的に重要な、人畜の病害の原因となる常在菌類について、これらの抽出液の抗菌効力の強さ（MIC：増殖抑制濃度）の測定を行うこととした。試験菌類は、枯草菌(芽胞)、大腸菌、黄色ブドウ状菌およびクロコウジカビである。

4. 試験研究の方法

4-1) 実験材料の調整

研究に使用した樹種は、ヒノキ、スギ、ヒバの材部、ヒノキ、スギ、コウヤマキの枝葉部、竹、檜の全部である。比較のために、WRC の加圧抽出、ヒバ材の常圧抽出データも用いた。

スギ・ヒノキは伐採直後の新鮮材を用いた。ヒバは青森から取り寄せた原木鋸屑である。コウヤマキ葉は、和歌山県高野町の仏花を用い、竹は自社の真竹、檜は自社の庭園木を用いた。WRC はカナダ産の原木オガコを取り寄せたもので、ドリュアス

社が抽出したデータを用いた。

試料の粉碎は、小松ゼノア製の 2.8HP チッパーを用いた。約 500L の粉碎チップを 1000L フレコン袋に入れ、翌日中に抽出実験に供した。実験材料チップの大きさは 2～3mm φ であり、水分はおおむね材部で 35～45%、枝葉部で 50～55% であった。

4-2) 加圧抽出

使用機器は、(株)ドリユアス社の特許抽出設備を使用した。

1. 釜容量 1,300L、油圧プレス装置付きの円筒横置き釜。(今回プレスは不使用)
2. 150L×2 個の円筒形のチップ収容容器があり、合計 300L (75～90 kg) を仕込む。
3. 容器上面から生蒸気を導入し、底部より蒸気混じりのドレーンが排出される。
4. ドレーンは再蒸発容器中に導かれ、この間にあるバルブの調整により少しだけ低い圧力下にあり、かつジャケットから蒸気加熱されるので、再蒸発して凝縮器に至る。
5. 抽出操作は、圧力/温度を適宜変え、時間はほぼ 40 分に決めて (流出液が 100 から 200L) 実施した。
6. 予定量の樹木エキスが得られたら蒸気導入を停止し、抽出残渣を取り出す。残渣はおおむね褐色を帯び、抽出の温度が高いほど黒化の程度は強い。その残留水分は 20%～30% であった。
7. 留出エキスは、黒褐色であり、わずかに浮上オイルがあった。樹脂オープンドラムに格納した。



図一 1 (特許) ドリユアス社の加圧抽出設備 写真

4-3) 抽出エキスの成分分析

1. 留出エキスから浮上油分をすくい取って分離し、浮上油とした。
2. 水層の約 1000ml を採取し、ろ紙でろ過したあと分液ロートに入れ、100ml の n - ヘキサンを用いて 3 回抽出操作した。ヘキサン抽出液をエバポレーターに入れ 50°C、200Torr で濃縮して油分を得、ヘキサン抽出油とした。
3. ヘキサン抽出下層水を同じく 1000ml 分液ロートにとり、酢酸エチル 100ml×3 回抽出操作を行った。同上条件下で濃縮し、酢酸エチル抽出油とした。
4. 分析はガスクロマトグラフィー(島津 GC-18A)を用い、分析操作条件は以下のとおりである。

カラム:URBON キャピラリーカラム、HR1701、0.25 μ m 膜厚、0.25mm×30m

検出器:FID(水素炎イオン化ディテクター)

温度: 気化室温度&検出器温度 (INJ&DET) 280°C & 280°C

カラム温度: 60°C→(8°C/分)260°C昇温分析

演算器: 島津 C-R 6 A クロマトパック

4-4) 抽出液の抗菌力試験

(財)日本食品分析センター(彩都研究所)において、微生物増殖抑制試験の一環として、「抗菌力試験」をおこなった。

1.使用菌株は

1. *Bacillus subtilis* NBRC 3134 (枯草菌・芽胞)
2. *Escherichia coli* NBRC 3972(大腸菌)
3. *Staphylococcus aureus subsp. Aureus* NBRC 12732 (黄色ブドウ球菌)
4. *Aspergillus niger* NBRC 125649(クロコウジカビ)

2.菌数測定用培地及び培養条件

試験菌株 1~3 : SCDLP 寒天培地[日本製薬株式会社]、混釈平板培養法、35°C ± 1°C、
2 日間

試験菌株 4 : GPLP 寒天培地[日本製薬株式会社]、混釈平板培養法、25°C ± 1°C、
7 日間

3.試験菌液の調整

試験菌株 1 :

ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地[栄研化学株式会社]で 30°C ± 1°C、7~10 日間培養した試験菌株の菌体を生理食塩水に懸濁させ、70°C ± 1°C、20 分間加熱し、栄養細胞を死滅させた。この懸濁液を遠心分離して上

澄液を除いた後、菌体を精製水に懸濁させ、菌数が $10^7 \sim 10^8 / \text{ml}$ となるように調整し、試験菌液とした。

試験菌株 2 及び 3 :

試験菌株を普通寒天培地[栄研化学株式会社]で $35^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 、18~24 時間培養した後、生理食塩水に浮遊させ、菌数が $10^7 \sim 10^8$ となるように調整し、試験菌液とした。

試験菌株 4 :

試験菌株を Potato Dextrose Agar (Difco) で $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 、7~10 日間培養した後、孢子(分生子)を 0.005%スルホコハク酸ジオクチルナトリウム溶液に浮遊させ、菌数が $10^7 \sim 10^8$ となるように調整し、試験菌液とした。

4. 試験方法

検体原液及び検体希釈液(精製水で調製した検体の 5 倍希釈液)に試験菌液を接種し、試験液(菌数： $10^5 \sim 10^6 / \text{ml}$)とする。室温で保存し、24 時間後に試験液を SCDLP 培地に添加し、試験液中の生菌数を菌数測定用培地を用いて測定した。なお、対照として、精製水(黄色ブドウ球菌は生理食塩水)を用いて同様に試験し、開始時についても生菌数を測定した。

5. 試験研究の結果

5-1) 各樹木材料につき、抽出結果を表①~④に示した。

5-2) モノテルペン、セスキテルペン、ジテルペン画分の定量法。

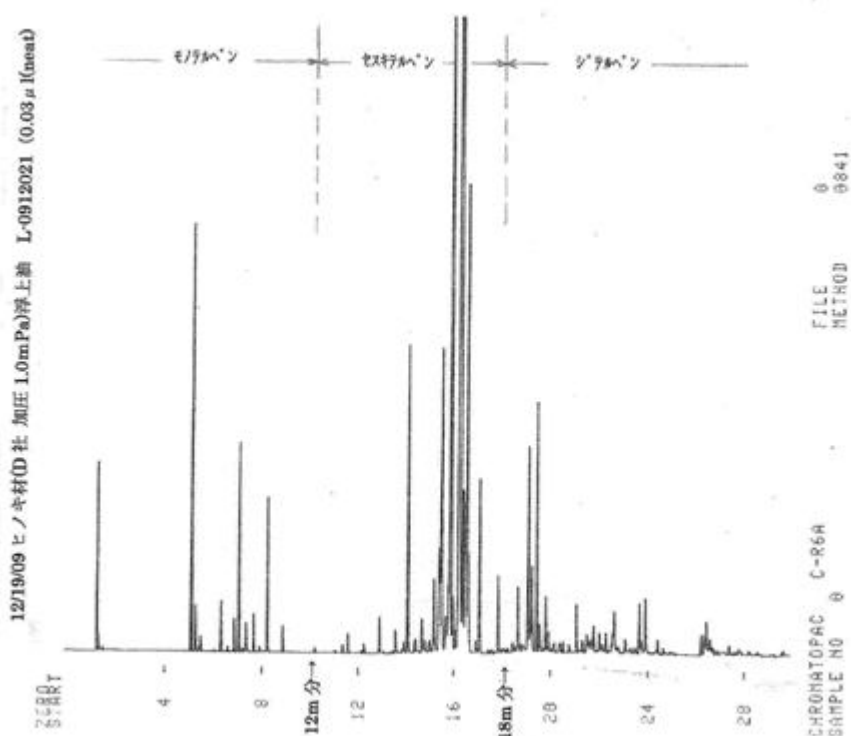
GC クロマトグラムにおいて、保持時間(rt)により 3 グループに分け、

Rt = ~12 分	: モノテルペン
~18 分	: セスキテルペン
16 分以上	: ジテルペン

とした。

5-3) オイル中のヒノキチオール定量

ヒバ油約 50g を精秤し、含まれる HT を 5%苛性ソーダ水 50 g で 3 回に分けて抽出する。得られた HT ソーダ塩水溶液の下層に塩酸を攪拌下で滴下して pH1.0 以下にする。HT はオイルとして分離浮上するので、n-ヘキサン 100ml で抽出する。n-ヘキサン溶液はエバポレーターで濃縮し、得られたオイルを評量の後、GC にかけて分析した。HT 純分 (g) のヒバ油に対する百分率を求め、HT 含量とした。



図一 代表的ガスクロマトグラムとテルペン分画

各樹種材料を、ドリユアス（D）社の加圧抽出設備で蒸留した結果を以下の表に示した。

表一 1 ヒノキ材量の加圧抽出実験結果

項目 設備	ヒノキ材 セテック	ヒノキ材① D社	ヒノキ葉 セテック	ヒノキ葉② D社
仕込材料(重量)	kg (250)	114	(250)	93
抽出温度	℃ 100	186	100	174
抽出圧力	MPa 0.1	1.0	0.1	0.7
材料水分	%	30		52
全留出量	kg	200		100
浮上油	kg (2.5)	0.22	(3.0)	0.82
浮上油	% 約 1.0	0.19	1.2	0.89
油成分 (GC%)				
モノテルペン	40.8	10.1	65.2	43.8
セスキテルペン	45.4	75.8	30.7	50.0

ジテルペン	13.8	14.1	4.2	6.2
α -ピネン	36.6	4.3	28.3	9.6
水→ヘキサン抽出油	0.013%Y	0.04%Y	0.03%Y	0.06%Y
モノテルペン	80.8	30	91.5	7.1
セスキテルペン	17.8	65.2	7.9	89.8
ジテルペン	1.4	4.8	0.6	3.1
フルフラール	0	0	0	
水→酢エチ抽出油	0	0.34%Y	0.007%Y	0.23%Y
モノテルペン		11.7	20.0	32.2
セスキテルペン		3.6	16.6	5.0
ジテルペン		0	18.0	0
フルフラール	0	84.7	45.8	62.8
不明成分		9.3		27.1
合計水溶解油	0.013%Y	0.38%Y	0.037	0.29%Y
評 価		△		◎

- 1) ヒノキ材の加圧抽出では、浮上油の取れ高は常圧法に比べて約 1/5 と少ない。この傾向はヒノキ葉材料のときも同じであり、水中への溶け込みが多いことが推測される。
- 2) いずれの材料でも、酢エチ溶解油分がヘキサン溶解油分の 4~8 倍と多い。
- 3) 酢エチ溶解油分は、樹木成分ではないフルフラールが圧倒的に多い。
- 4) この条件(180℃、1.0MPa)では、熱分解や加水分解反応が始まっている事を示している。
- 5) 加圧法で水溶性油分が多いことは、取敢えずこの研究の目的には合致する。

表—2 スギ材料の加圧抽出実験結果

項目 設備	スギ材 キイテック	スギ材③ D社	スギ葉 キイテック	スギ葉④ D社
仕込材料(重量) kg			(250)	66.3
抽出温度 °C	100		100	174
抽出圧力 MPa	0.1		0.1	0.7
材料水分 %	50		54	48
全留出量 kg			250	100
浮上油 kg		0	1.5	0.68
浮上油 %	0.2%Y	0	0.60%Y	1.02%Y

油成分 (GC%)				
モノテルペン	14.8	0	81.0	57.3
セスキテルペン	64.7	0	15.1	21.3
ジテルペン	20.5	0	3.9	25.0
α -ピネン		0	31.8	19.8
水→ヘキサン抽出油			0.035%Y	0.02%Y
モノテルペン		0	88.0	1.6
セスキテルペン		0	7.2	87.8
ジテルペン		100	4.8	10.6
フルフラール			0	0
水→酢エチ抽出油			0.004%Y	0.32%Y
モノテルペン		1.8	1.7	32.1
セスキテルペン		5.7	8.6	1.9
ジテルペン		14.2	17.6	0
フルフラール		69.3	72.1	66.0
不明成分		9.0		21.7
合計水溶解油			0.039%Y	0.34%Y
評 価				◎

- 1) スギ材油の抽出データは不十分ではあるが、抽出される油分が少ないことは伺える。
- 2) スギ材のヘキサン抽出油分に不明のジテルペン化合物のみが含まれることは興味深い。
- 3) 一般に葉油は、材料種類に拘わらず抽出油量が多い。

表一 3 コウヤマキ、樫、竹材料の加圧抽出実験結果

項目 設備		コウヤマ キ 葉 D社	コウヤマ キ 葉 ⑤ D社	樫(カシ) ⑥ D社	竹(タケ) D社	竹(タケ) ⑦ D社
仕込材料(重量)	kg	52.4	52.0	89.0	93.3	95.1
抽出温度	℃	152	168	174	174	187
抽出圧力	MPa	0.3	0.6	0.7	0.7	1.0
材料水分	%	55	55	48	48	48
全留出量	kg	100	100	100	100	100

浮上油	kg	0.03	0.08	0	0	0
浮上油	%Y	0.05%Y	0.15%Y			
油成分	(GC%)					
モノテルペン		20.3	53.7			
セスキテルペン		27.3	21.3			
ジテルペン		52.5	25.0			
α -ピネン			19.8			
水→ヘキササン抽出油		0.07%Y	0.03%Y	0.05%Y	0.01%Y	0.05%Y
モノテルペン		9.1	0	7.7	4.7	5.5
セスキテルペン		51.8	52.1	16.4	91.2	47.8
ジテルペン		39.0	47.9	4.1	4.1	3.0
フルフラール		0	0	71.8	0	43.8
水→酢エチ抽出油				0.37%Y	0.29%Y	1.15%Y
モノテルペン				4.0	3.2	2.6
セスキテルペン				0.9	4.3	1.2
ジテルペン				0.24	0	0
フルフラール				94.9	92.5	96.2
不明成分						
合計水溶解油				0.42%Y	0.3%Y	1.2%Y
評 価					○	△

- 1) カシ、タケは共にヘキササン抽出油分はなく、酢エチ抽出油分のみであった。
- 2) マキ葉、タケとも、抽出温度を 15℃程度上げると、抽出油量は 3 倍以上増加した。
- 3) 174℃以上のカシ、タケの抽出油中には、フルフラールが異常に多い。

表—4 青森ヒバ材料の加圧抽出実験結果

項目 設備		ヒバ材⑧ K社	ヒバ材 D社	ヒバ材 D社	ヒバ材 D社	ヒバ材 D社
仕込材料(重量)	kg	現行法	65.0	65.0	43.1	42.5
抽出温度	℃	100	156	173	174	186
抽出圧力	MPa	0.1	0.4	0.7	0.7	1.0
材料水分	%	22	22	22	7.0	70
全留出量	kg		186.4	200	100	100
浮上油	kg		0.71	1.06	0.62	0.84
浮上油	%Y	1.25%Y	1.10%Y	1.63%Y	1.44%Y	1.98%Y

油成分 (GC%)					
モノテルペン				6.5	1.0
セスキテルペン				69.3	61.6
ジテルペン				24.2	37.4
HT %Y	0.025%Y			0.032%Y	0.041%Y
水→ヘキサン抽出油					
モノテルペン				7.1	11.2
セスキテルペン				70.8	78.9
ジテルペン				22.2	9.9
水溶解 HT%Y	0.020%Y			0.029%Y	0.036%Y
水→酢エチ抽出油					
モノテルペン				19.6	18.8
セスキテルペン				13.9	4.7
ジテルペン				1.8	0
フルフラール				64.7	76.5
水溶解 HT%Y				0.003%Y	0.004%Y
計 HT %Y	0.045%Y	0.09%Y	0.103%Y	0.064%Y	0.081%Y
収率の倍率 (倍)	1.00	2.00	2.29	1.42	1.80
評 価		○	◎		○

- 1) 現行の常圧法に比較し、加圧法はいずれも HT 収率が大幅に増える。最高 2.3 倍である。
- 2) HT は約半量が浮上油中に、ヘキサン抽出油分中に半量近くが含まれ、酢エチ注油中にも 5%程度含まれる。
- 3) 全留出量が多いと、HT 収率もよくなる。

抽出実験の結果をまとめると、

1. 精油組成は、常圧下の水蒸気蒸留に比べて、モノテルペン比率が減じ、セスキ・ジテルペン比率が増加する。その部分に目的物があるのなら（例えば青森ヒバの場合の HT）、有利な抽出法となる。
2. 分離してくる精油の収量は常圧法に比較して減じ、水溶解性精油も大差ない。合計の精油収量はそれほど増加しなかった。青森ヒバでは例外的に多く、最大 2 倍程度となった。
3. 成分をみると、とくに圧力が上がると、(1.0mPa 付近では) フルフラールの生成が多くなり、熱変性が起きることが推測された。
4. 精油分の水への溶解(混濁・乳濁)は、今回の条件下では常圧より多いようであるが、

油分の分離浮上は必ず見られ、完全ではないことが分かった。

5. 広葉樹(カシ)およびタケでは、精油分離は観測されない。これらの材料の精油は、水溶解性の精油が多いためと思われる。タケ材料では、常圧抽出でも精油は分離してこない。

5-4) 各種樹木抽出エキスの抗菌力試験結果

表一5以下に、各樹種エキス水の各菌種に対する抗菌力試験結果を記した。

表一5 枯草菌に対する生菌数測定結果 (菌数: 1 ml 中の生菌数)

試験菌	対象	濃度	開始時菌数	24 時間後菌数
枯 草 菌 芽 胞	試料①ヒノキ材 0.1	原液	4.1×10^5	3.2×10^5
		5 倍希釈液	4.1×10^5	2.6×10^5
	試料②ヒノキ葉 0.7	原液	4.1×10^5	3.9×10^5
		5 倍希釈液	4.1×10^5	2.1×10^5
	試料③スギ材	原液	4.1×10^5	5.0×10^5
		5 倍希釈液	4.1×10^5	3.2×10^5
	試料④スギ葉 0.7	原液	4.1×10^5	4.2×10^5
		5 倍希釈液	4.1×10^5	2.8×10^5
	試料⑤マキ葉 0.6	原液	4.1×10^5	5.0×10^5
		5 倍希釈液	4.1×10^5	2.8×10^5
	試料⑥カシ 0.7	原液	4.1×10^5	3.8×10^5
		5 倍希釈液	4.1×10^5	2.9×10^5
試料⑦タケ 1.0	原液	4.1×10^5	2.2×10^5	
	5 倍希釈液	4.1×10^5	2.2×10^5	
試料⑧ヒハク 0.1	原液	4.1×10^5	2.8×10^5	
	5 倍希釈液	4.1×10^5	4.4×10^5	
試料⑨ヒハク 1.0	原液	4.1×10^5	2.7×10^5	
	5 倍希釈液	4.1×10^5	2.8×10^5	
試料⑩WRC	原液	4.1×10^5	2.0×10^5	
	5 倍希釈液	4.1×10^5	2.9×10^5	
対照	—	4.1×10^5	6.2×10^5	

枯草菌 (芽胞) に対して、試験した樹木エキス水は、例外的ではあるが全く効果の無いことを示している。

表一6 大腸菌に対する生菌数測定結果（菌数：1 ml 中の生菌数）

試験菌	対象	濃度	開始時菌数	24 時間後菌数
大腸菌	試料①ヒノキ材 0.1	原液	7.6×10^5	< 10
		5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10
	試料②ヒノキ葉 0.7	原液	7.6×10^5	< 10
		5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10
	試料③スギ材	原液	7.6×10^5	< 10
		5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10
	試料④スギ葉 0.7	原液	7.6×10^5	< 10
		5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10
	試料⑤マキ葉 0.6	原液	7.6×10^5	< 10
		5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10
	試料⑥か 0.7	原液	7.6×10^5	< 10
		5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10
試料⑦ク 1.0	原液	7.6×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10	
試料⑧ヒハ 0.1	原液	7.6×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	7.6×10^5	1.3×10^3	
試料⑨ヒハ 1.0	原液	7.6×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10	
試料⑩WRC	原液	7.6×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	7.6×10^5	< 10	
対照	—		7.6×10^5	8.7×10^5

大腸菌に対しては、常圧抽出の青森ヒバエキス水を除き、加圧抽出のすべての樹種のエキス水は、原液、5 倍希釈液を含め、すべて完全に増殖を抑制した。

表一七 黄色ブドウ球菌に対する生菌数測定結果（菌数：1 ml 中の生菌数）

試験菌	対象	濃度	開始時菌数	24 時間後菌数
黄色 ブ ド ウ 球 菌	試料①ヒノキ材 0.1	原液	4.9×10^5	< 10
		5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10
	試料②ヒノキ葉 0.7	原液	4.9×10^5	< 10
		5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10
	試料③スギ材	原液	4.9×10^5	< 10
		5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10
	試料④スギ葉 0.7	原液	4.9×10^5	< 10
		5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10
	試料⑤マキ葉 0.6	原液	4.9×10^5	< 10
		5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10
	試料⑥か 0.7	原液	4.9×10^5	< 10
		5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10
試料⑦か 1.0	原液	4.9×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10	
試料⑧ヒハ 0.1	原液	4.9×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10	
試料⑨ヒハ 1.0	原液	4.9×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10	
試料⑩WRC	原液	4.9×10^5	< 10	
	5 倍希釈液	4.9×10^5	< 10	
対照	—	—	4.9×10^5	9.6×10^5

黄色ブドウ球菌に対し、試験したすべての樹種の加圧抽出エキス水は、原液・5 倍希釈液も含めて完全に抑制した。

表一八 クロコウジカビに対する生菌数測定結果（菌数：1 ml 中の生菌数）

試験菌	対象	濃度	開始時菌数	24 時間後菌数
ク ロ コ ウ ジ カ ビ	試料①ヒノキ材 0.1	原液	3.7×10^5	< 10
		5 倍希釈液	3.7×10^5	< 10
	試料②ヒノキ葉 0.7	原液	3.7×10^5	< 10
		5 倍希釈液		40
	試料③スギ材	原液	3.7×10^5	< 10
		5 倍希釈液		7.6×10^4
	試料④スギ葉 0.7	原液	3.7×10^5	< 10
		5 倍希釈液		5.8×10^2
	試料⑤マキ葉 0.6	原液	3.7×10^5	< 10
		5 倍希釈液		1.9×10^5
	試料⑥カシ 0.7	原液	3.7×10^5	< 10
5 倍希釈液			30	
試料⑦タケ 1.0	原液	3.7×10^5	< 10	
	5 倍希釈液		< 10	
試料⑧ヒバ 0.1	原液	3.7×10^5	2.9×10^4	
	5 倍希釈液		2.4×10^5	
試料⑨ヒバ 1.0	原液	3.7×10^5	< 10	
	5 倍希釈液		< 10	
試料⑩WRC	原液	3.7×10^5	< 10	
	5 倍希釈液		2.2×10^4	
対照	—		3.7×10^5	9.6×10^5

試験した樹木エキス水のうち、ヒバの常圧抽出以外の樹木エキス水は、原液で完全に抑制した。しかし 5 倍希釈水となると、増殖を完全に抑制したのは、①ヒノキ材 0.1、⑦タケ 1.0、⑨ヒバ 1.0、⑩WRC のみであり、②ヒノキ葉 0.7、③スギ材、④スギ葉 0.7、⑤マキ葉 0.6、⑥カシ 0.7、⑦タケ 1.0、⑧ヒバ 0.1、⑨ヒバ 1.0、⑩WRC と、抑制力の劣る試料が多くなった。

表一 各種樹液水の抗菌力まとめと推定 MIC 値 (太い印)

希釈	枯草菌・芽胞				大腸菌				黄色ブドウ球菌				クロコウジカビ			
	1	5	20	100	1	5	20	100	1	5	20	100	1	5	20	100
①	×	×	×	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×
②	×	×	×	×	○	○	○	▲	○	○	○	○	○	○	▲	×
③	×	×	×	×	○	○	△	▲	○	○	○	○	○	▲	—	—
④	×	×	×	×	○	○	○	▲	○	○	○	○	○	▲	—	—
⑤	×	×	×	×	○	○	○	▲	○	○	○	○	○	×	—	—
⑥	×	×	×	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	▲	×
⑦	×	×	×	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	▲	×
⑧	×	×	×	×	○	▲	—	—	○	○	○	○	×	×	—	—
⑨	×	×	×	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	▲	×
⑩	×	×	—	—	○	○	—	—	○	○	—	—	△	▲	—	—

○ : 抑制、△ : 抑制は部分的、× : 抑制しない

①ヒノキ材 1.0 ②ヒノキ葉 0.7、③スギ材 ④スギ葉 0.7、⑤コウヤマキ葉 0.6
⑥カシ 0.7 ⑦タケ 1.0 ⑧ヒバ材 0.1 ⑨ヒバ材 1.0 ⑩WRC(参考)

(20 倍、100 倍希釈液の試験は、その御継続して実施し、結果を参考として記載した)
抗菌力試験のまとめ

1. 黄色ブドウ球菌には良く効くが、枯草菌には全く効かない。効き方にむらがあるので、使用目的に合わせて効力のある材を組合す要がある。
2. ヒノキ、スギ、青森ヒバは効力がよく似ているが、スギはやや弱いようである。
3. カシ、タケは良く効いている。
4. 抗菌力発揮の原因物質(成分)は今のところ不明。
5. いずれの樹種のエキス水も、かなりの抗菌力を持つことが分かった。
6. 5~20 倍程度の希釈率で抗菌性を利用できそうであるが、エキス水原液の有機物濃度が 0.2~0.3% であることから、150~400ppm の濃度があれば有効と推定される。

6 考察

1. スギ、ヒノキの枝葉部から加圧抽出した精油は、有価成分が見つければ有利な抽出法である。
2. タケからの抽出が最も工程的には有利で、原料的にも無理がない。
3. 抗菌力試験の結果から、いずれの樹種も抗菌性があるが、ヒノキ、スギにも十分あることは、材料が豊富で、間伐余剰材を利用できるので有利である。
4. 熱変性物フルフラールの物性と安全性につき調査の要がある。

抗菌作用等の機能を付与した 塗料の開発

中川 和城・安田 一誠

□協同組合ラテスト

1_事業目的

精油を心材とし、ウレタン樹脂やメラミン樹脂を壁材とするマイクロカプセルエマルジョンの調製で、エマルジョンの分散剤の検討を行った。それら分散剤を用いて精油マイクロカプセルを調製し、安定性や抗菌性を検討した。スギ精油（材油や葉油）のマイクロカプセルエマルジョンを水系塗料（スギ材微粉分散水溶液）に混合して、木材製品にスプレー塗装した。メラミン樹脂を壁材とするスギ精油のマイクロカプセルをスプレードライして、マイクロカプセルパウダーを調製した。それらの抗菌性能を測定した。

2_事業の実施内容と結果

2_1 分散剤の合成

2_1_1 アクリル系分散剤の合成

アクリル系はアクリル酸、アクリルニトリル、アシッドフォスオキシポリオキシポリエチレングリコールメタクレートのモル比を変えて、重合触媒に過硫酸カリウムを使用して重合した。

分散剤の分析結果は揮発分 21.3～21.7%、pH2.1～2.3、粘度 530～580cps（B型粘度計、測定温度 30℃）

2_1_2 スチレンマレイン酸系分散剤の合成

スチレンマレイン酸系はスチレンとマレイン酸のモル比を変えベンゼンパーオキサイドを重合触媒にトルエンまたはアセトンのアルカリ（水酸化カリウム）液で反応重合した。アセトンを使用したエマルジョンの安定が良好であった。分散剤の分析結果は揮発分 24.5～25.6%、pH7.15、色調淡黄色～無色透明。

2_2 マイクロカプセルの合成

2_2_1 アクリル系分散剤を使用したメラミン樹脂を壁材とするマイクロカプセルの合成

メラミン樹脂はメタノールでアルキル化したトリメチル化メチロールメラミン樹脂やメラミンとホルムアルデヒド初期縮合物、即ちメチロールメラミン樹脂を用い、スギ材油、葉油のマイクロエマルジョンをカプセル化した。

2_1_1 のアクリル系分散剤を用いて、これらのメラミン樹脂でカプセル化を行った。

2_2_2 マレイン酸スチレン系分散剤を使用したメラミン樹脂を壁材とするマイクロカプセルの合成

マレイン酸スチレン系の分散剤を使用して、スギ材油、葉油をメチロール化メラミン樹脂を壁材としてマイクロカプセルを調整した。この時、ホルムアルデヒドキャッチャー剤を併用した。固形分は 39.3～39.5% pH5.0 粘度 80～120cps、遊離ホル

ムアルデヒド 0.06～0.08%であった。

2_2_3 ウレタン樹脂を壁材とするマイクロカプセルの合成

ジブチル錫ジラウレートに触媒に、部分けん化のポバール溶液中で、ウレタン樹脂、スギ材油または葉油でマイクロカプセルを調製した（写真1）。

2_3 マイクロカプセルのパウダー化

2_2_2 で調製したマイクロカプセルエマルジョンをスプレードライして、マイクロカプセルパウダーを調製した。スプレードライの条件は入口温度 190℃、出口温度 100度であった。マイクロカプセルエマルジョンにはブロッキング防止にシリコンエマルジョン 1.0%添加した（写真2）。

2_4 マイクロカプセルエマルジョン混合の水系塗料の調製

スギのオガ粉を湿式粉碎して得たチクソトロピー性を有するペーストを水系塗料とした（写真3 スギ：水=10：90 のペースト状水系塗料）。これに4.2.2で調製したマイクロカプセルエマルジョンを 10 重量%添加し、また別にスギ材炭化物のボールミル粉碎物を混合して荒仕上げのスギ材にスプレー塗布した（写真4）。ベニヤ板にシルクスクリーン印刷を施し乾燥した（写真5）。摩擦でスギ材の香りの発生を確認した。この塗膜の黄色ブドウ球菌に対する抗菌性能を測定した。

2_5 抗菌テスト

2_5_1 壁材がメラミン樹脂のマイクロカプセルエマルジョンを加工した綿ブロードの抗菌テスト

表1の処方加工した綿ブロードの初期（加工上がり）と洗濯10回後（HL-10）の黄色ブドウ球菌に対する抗菌テスト結果（統一試験方法に準ずる菌数測定法）を表2に示す。試験方法は菌数測定。使用した試験菌株は *Staphylococcus aureus* NBRC 12732（黄色ブドウ状球菌）で、試験方法は次の様である。

試料布に試験菌の1/20濃度のブイヨン懸濁液（注1）を0.2ml加え、バイアル容器中で培養後の生菌数を計測し、植菌数に対する制菌活性値を求めた。

無加工布は綿標準布を使用した。

注1：ブイヨン懸濁液

（内容）肉エキス 3.0 g ペプトン 5.0 g 精製水 1000ml pH6.8±
（肉エキス ペプトンは Difco Lab 使用）

表 1. 配合

		1	2	3	4
スギ材油	SGW-6	2			
スギ葉油	SGL-1		2		
スギ材油	NF SGMU-1			2	
スギ葉油	NF SGMU-2				2
生地	綿ブロード				
ピックアップ	80%				
プレドライ	100℃×2分				
ベーキング	140℃×2分				

表 2. 抗菌テスト結果

接種菌数 (A)	log (A)		試験の有効性	log (B/A)
21,000	4.3			有効
試料名	培養後菌数 (B)	Log (B)	増減値	
標準布	13,000,000	7.1	2.8	
試料名	培養後菌数 (C)	Log (C)	殺菌活性値	制菌活性値
初期 1.スギ油 MC	17,000	4.2	0.1	2.9
〃 2.スギ葉油 MC	2,000	3.3	1.0	3.8
〃 3.スギ油 NF MC	11,000	4.0	0.3	3.1
〃 2.スギ葉油 NF MC	2,000	3.3	1.0	3.8
HL-10 1.スギ油 MC	52,000	4.7	-0.4	2.4
HL-10 1.スギ葉油 MC	38,000	4.6	-0.3	2.5
HL-10 1.スギ油 NF MC	1,300,000	6.1	-1.8	1.0
HL-10 1.スギ葉油 NF MC	260,000	5.4	-1.1	1.7

(洗濯は JAFET 40ml/30L 40℃ 103 法で HL-10 回まで行った。)

殺菌活性値は $\log A - \log C$ (合格基準は 0 以上 制菌加工の場合) で、
 制菌活性値は $(\log B - \log A) - (\log C - \log A)$
 (合格基準は 2.2 以上 抗菌防臭加工の場合) の式で求めた。

初期は全ての加工布で殺菌活性と制菌活性が確認されたが、HL-10 では殺菌活性は
 いずれかの加工布にも認められず、制菌活性は No.1、2 に認められた。

2_5_2 壁材がウレタン樹脂のマイクロカプセルを加工した綿ブロードの抗菌テスト

2_5_1と同様にして、表3の処方で加工した綿ブロードの初期（加工上がり）と洗濯10回後（HL-10）の黄色ブドウ球菌に対する抗菌テスト結果を表4に示す。

表3. 処方

				1	2	3	4	5	6	7	8
スギ葉油	NF	MC	SGMU-1	3	4	5	6				
スギ材油	NF	MC	SGMU-2					3	4	5	6
N 103N				2	2	2	2	2	2	2	2
生地				綿ブロード							
ピックアップ				80%							
プレドライ				100℃×2分							
ベーキング				140℃×2分							

表4. 抗菌加工テスト結果

接種菌数 (A)		log (A)		試験の有効性	log (B/A)
22,000		4.3			有効
試料名		培養後菌数 (B)	Log (B)	増減値	
標準布		6,500,000	6.8	2.5	
試料名		培養後菌数 (C)	Log (C)	殺菌活性値	制菌活性値
初期	1	2,000	3.3	1.0	3.5
〃	2	2,000	3.3	1.0	3.5
〃	3	4,000	3.6	0.7	3.2
〃	4	2,000	3.3	1.0	3.5
〃	5	8,000	3.9	0.4	2.9
〃	6	2,000	3.3	1.0	3.5
〃	7	12,000	4.1	0.3	2.7
〃	8	2,000	3.3	1.0	3.5
試料名		培養後菌数 (C)	Log (C)	殺菌活性値	制菌活性値
洗濯後	1	670,000	5.8	-1.5	1.0
〃	2	30,000,000	7.5	-3.1	-0.7

〃	3	30,000,000	7.5	-3.1	-0.7
〃	4	30,000,000	7.5	-3.1	-0.7
〃	5	30,000,000	7.5	-3.1	-0.7
〃	6	30,000,000	7.5	-3.1	-0.7
〃	7	30,000,000	7.5	-3.1	-0.7
〃	8	30,000,000	7.5	-3.1	-0.7

材油、葉油いずれの加工布にも、殺菌活性と制菌活性が認められたが、HL-10では殺菌、制菌共認められなかった。

これは洗濯によるカプセルの脱落破壊が原因と考えられる。カプセルの強度向上が必要である。

2_5_3 スプレードライで得たマイクロカプセルパウダーの抗菌テスト

2_3で得たマイクロカプセルパウダーの黄色ブドウ球菌に対する抗菌性能をハローテストにより測定した。その結果を表5および写真6に示す。

表5. ハローテスト結果

【ハローテスト結果】	
試供菌	: Staphylococcus aureus NBRC 12732
試験方法	: JIS L 1902 準用
培地基	: 普通寒天培地 (pH7.0 オートクレーブ滅菌)
試験体	: 0.5g
菌体	: 150mlにつき1ml 24時間培養
培養	: 37℃ 24~48時間培養
【ハローの有無の判定】	
試験結果	抗菌効果の有無
ハロー幅数値>0のとき	有り
ハロー幅数値=0のとき	無し
【測定日】	
平成22年 1月27日	
【測定結果】 (単位 mm)	
試験布種類	初期
スギ材油	2.00
スギ葉油	1.00

抗菌性能が確認できたので、溶剤系塗料に添加して検討を行う。



写真1 スギ葉油ウレタン系
マイクロカプセル



写真2 スギ葉油メラミン系マイクロ
カプセルスプレードライパウダー

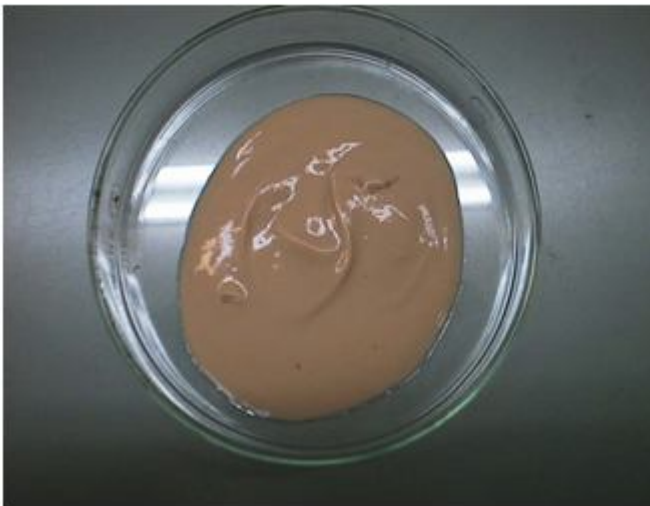


写真3 スギ材ペースト状水系塗料



写真4 スギ材水系塗料の塗布見本

(右側 炭化物混入分)



写真5 スギ材水系塗料のスクリーン印刷見本



写真6 ハローテスト結果

2_5_4 マイクロカプセルエマルジョン混合の水系塗料の抗菌テスト

2_4 で調製したスギオガ粉ペーストの塗膜の黄色ブドウ球菌に対する抗菌性能を2_5_3と同様にハローテストで検討したがハロー幅 1mm で抗菌性が確認された。

3. 考察

- ・ウレタン系マイクロカプセルは強度が低いため壊れやすい。より強度を付与できるような硬化剤、架橋剤の検討を行いたい。
- ・メラミン系マイクロカプセルを添加した木質塗料はハローテストで抗菌性が確認された。今後壁材の膜厚を薄くし、軽く触れるだけでカプセルが壊れ、香りが発生しやすくしたい。これを添加した木質塗料の抗菌性を確認したい。
- ・マレイン酸スチレン系分散剤とメチロールメラミン樹脂を使用したマイクロカプセルが現在の所、最も調製しやすく、残留ホルムアルデヒドが低い。
- ・スプレードライで得たマイクロカプセルパウダーの壁材強度が向上した。
- ・図1にスプレードライマイクロカプセルパウダーとスプレー前のエマルジョンの粒度分布を示す。

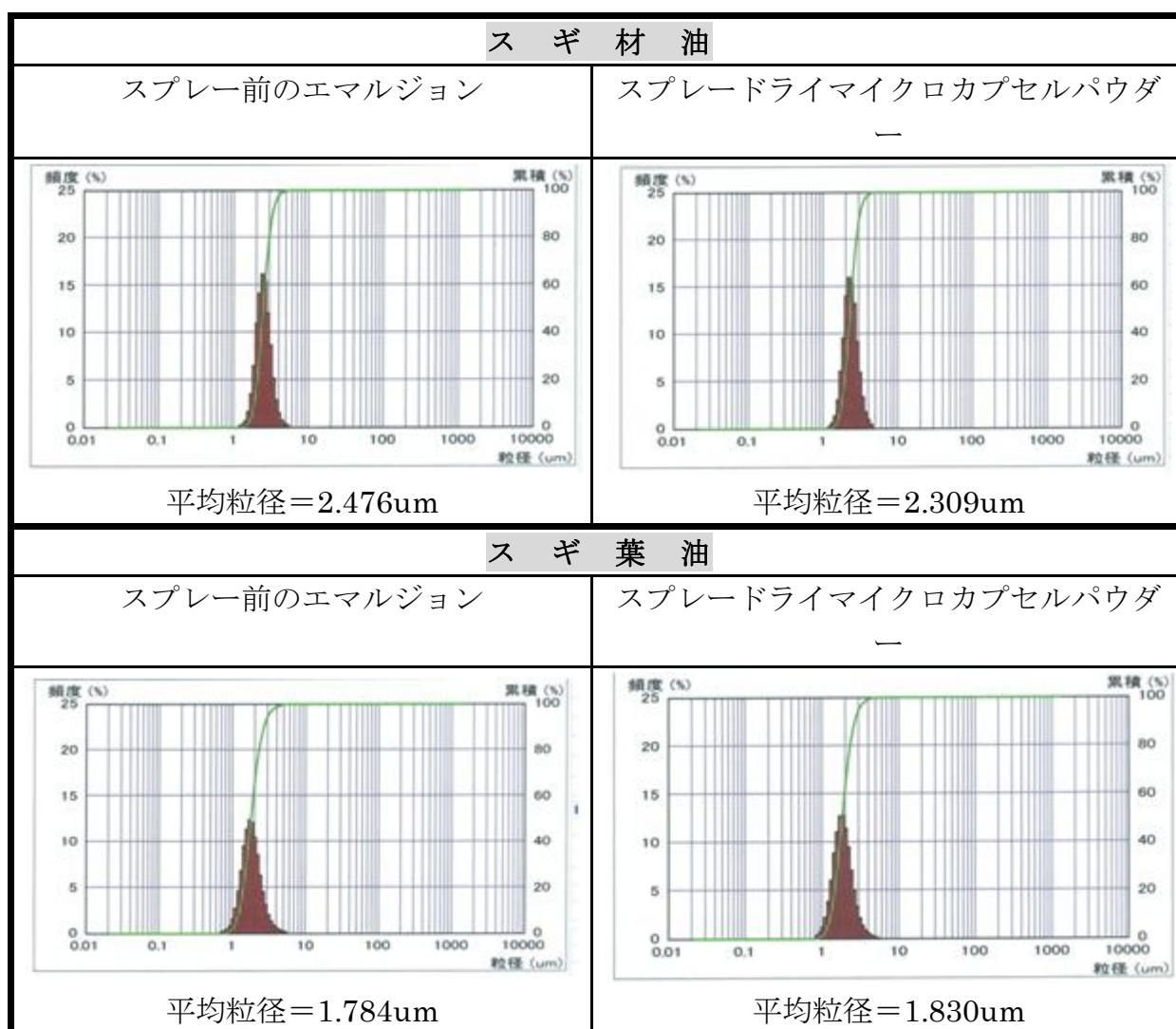


図1. 粒度分布

(精油のマイクロカプセル化の特長)

スギ材油、葉油をマイクロカプセル化すると次の様な利点が付与できる。

- ・メラミン樹脂が壁材のマイクロカプセルは完全閉口型で経時による精油の揮発、変質を防止できる。
 - ・ウレタン樹脂が壁材のマイクロカプセルは完全閉口型で経時で精油が徐放される。
 - ・スプレードライで得たマイクロカプセルパウダーは精油を粉末として取り扱うことが可能で、精油の皮フ刺激性等を軽減できる。また、材油と葉油カプセルの混合パウダーも調製できる。
- カプセル化を行えば、医薬、農業、食品、香料、触媒等幅広い用途が得られる。

現行抽出物の分析及び 機能性香料の開発

藤原 健吾・荒巻 貴士

□株式会社シームス

(1) 実施内容

抽出成分を活用した利用技術を開発するため、液体クロマトグラフ質量分析計及びガスクロマトグラフ質量分析計により、

- ① 験則でブレンドした現行抽出液の液体の組成を分析した。
- ② その液体を香り発生器で使用した際の発生する気体を使用前、使用後の残差を比較する事により分析した。
- ③ 現在、60℃で行っている抽出液の蒸発を高温（80℃）で行い、組成の違いを分析した。
- ④ 分析した成分の機能について文献、実験にて効果の確認を行った。
- ⑤ 機能性香料の開発では、植物抽出液に混合する香料にリラックス、美肌、ダイエット、抗インフルエンザの機能を持たせるため、各種香料の調査、有効性の検証方法の検討を行い、試験のための一次試作品を4種類製作した。

(2) 実施結果

- ① 油水分離後、油分をGCMSとHPLCで分析を行った。
- ② 油水分離後、油分をGCMSで分析、抽出をHPLCで分析を行った。
- ③ 精油単体をGCMSとHPLCで分析を行った。
- ④ 油水分離後、油分をGCMSとHPLCで分析を行った。
- ⑤ 油水分離後、油分をGCMSで分析、水性成分をHPLCで分析を行った。
- ⑥ 油水分離後の油分をGCMSにて分析を行った。
- ⑦ 原液を溶媒希釈したのち、HPLCにて分析を行った。

植物抽出液に混合する香料としてリラックス、美肌、ダイエット、論文等で抗インフルエンザの機能を持つとされる香料を選抜し、その成分を中心とて、室内空間用のアロマ製品として製品力を持つように香料を調合し、調香を行った。また、一次試作品4種類の製作を行った。レシピは確定しているため、試作量は随時生産可能である。

(3) 考察

- ①現行抽出物の揮発性物質の機能に対しては、加熱の必要は少なく、また、重い分子に対しては温度をさらに上げなければならない。
- ②香料の揮発のために現行温度が最も適しているが、使用温度の条件の再検討の余地がある。
- ③杉精油を混合させて機能を高める事を前提とした場合、どのような機能が強化されるか、の検討が必要。
- ④杉精油のコストが明確になった段階で、どのように製品に取り込んでいくかの検討が必要。
- ⑤事業体で生産した、杉精油、クロモジ精油を加えて付加価値を高める。
- ⑥杉精油、クロモジ精油自体の機能を生かした製品開発を行う。

アトピー性皮膚炎に起因する 「かゆみ」抑制効果の確認

高野 茂信

□有限会社サクセス

(1) 実施内容

① 臨床試験の目的－「かゆみ」抑制効果検証の必要性について

IgE抗体の関与により引き起こされる即時I型アレルギーは多くの国民が悩まされている症状であり、科学技術の進歩にもかかわらず近年益々増大の傾向にある。

杉から抽出した天然由来成分でアレルギーの苦しみを緩和することが出来れば、国民生活の向上に資するとともに天然資源の有効利用としても望ましいものと思われる。

先駆的業績である「自然生態からの有用資源開発手法に関する総合的研究」平成7年3月 富山県 小林隆文・谷田貝光克他著 に導かれながら、祖先から伝わったスギ葉を煎じて飲むと鼻の通りが良いという「またぎ」の伝承などを通して杉精油成分の利用に関心を深めた。有限会社 サクセス 取締役 高野茂信が即時I型アレルギーである花粉症で苦しみ、自分自身や家族や友人のために、杉葉の採取と配布を行った。杉葉抽出液から好結果を得たことが端緒となり、木材抽出成分高度利用技術開発事業という林野庁の公募に際し、提案企業として参加した。これまでの小規模な実験からIgE抗体の関与する即時I型アレルギーの症状軽減について広く応用が可能であるとの知見から、アトピー性皮膚炎に起因する「かゆみ」の抑制につき、効果を臨床試験で確認する提案を行い実証の機会を与えられた。

既に副腎皮質ホルモンやタクロリムスなど厚生労働省によるガイドラインとして推奨された医薬品があり治療効果を上げているが、稀に副作用その他の理由により忌避する患者も少なくない。「かゆみ」に対応する天然由来の成分としてはメントール、カプサイシンの塗布により神経回路に作用させ「かゆみ」の苦しみを軽減させる物質は存在する。しかし原理的にヒスタミンの放出を抑制する、好酸球・好中球の無方向運動を抑制する杉精油の生理活性を活用することにより、アレルギーの発症機序に直接働きかけて苦しみを抑制する、いままでと異なる次元からのアプローチにより利用が可能であれば、木材抽出成分の高度利用として意義のあることと考えた。国民に定着した森林浴のフィトンチッド効果などとともに、廃棄物として山林に捨てられている杉葉の利用を通じて林業の発展に資するものと思われる。

なお、この臨床試験は、抗原-抗体反応を利用した減感作療法ではなく、杉精油が即時I型アレルギーの発症機序を直接切断しうるものとして、杉花粉などの抗体を含まない時期に採取された精油を用いた。従って、杉精油はアナフィラキシー・ショックが起こらない安全な成分であることも10年にわたる小規模試験で確認してきたものである。

② 倫理に関する検討

平成21年6月25日に千葉県柏市東葛テクノプラザにて第1回木材抽出成分高度利用技術推進事業についての技術推進委員会が開催され、その際下記の倫理に関する事項が委員会委員により検討され承認された。

委員名簿（順不同）

国立大学法人 東京大学農学部名誉教授、	
公立大学法人 秋田県立大学教授	谷田貝光克
木材高度加工研究所 准教授	渋谷 栄
独立行政法人 森林総合研究所	大原誠資
国立大学法人 岐阜大学 応用生物学部 教授	棚橋光彦
東京警察病院 臨床検査部・感染対策制御室長 医学博士	甲田雅一

杉葉精油成分を人体に適用することの可否について、国内諸法令及びヘルシンキ宣言に準拠した研究方法として妥当かどうかの意見が交わされ、検討の結果次の決定がなされた。

日本柳杉 学名 *Cryptomeria japonica* (L.F.) D.Don は有史以前から日本固有種として成育し建築材料、風呂桶など身近に利用され、食記述としては樽、まな板、食器、経木、箸など直接的ないし間接的に成分が人体に摂取されてきた。醸造発酵用樽、食品保管用樽などの内でも酒樽は、アルコールにより杉材の精油成分が溶け出し高濃度で人体に摂取されており、杉の精油成分は何世代にもわたり利用されてきた歴史的な検証に耐えうる安全なものであるとの委員共通の認識があった。今回は杉葉精油の生理活性を積極的に活用する初めての試みであることから、臨床試験とともに杉葉精油の毒性試験も並行して行うこととした。また、臨床試験に先立ちヘルシンキ宣言を踏まえた患者保護を徹底することも申し合わせた。以上を条件として、臨床試験を開始することを全会一致で承認を得た。

③実施場所の選定

臨床試験実施のための医療機関としては、なるべく天然由来成分を利用した治療方針をすすめた医療機関としての実績があり、本臨床試験に理解のある医師に臨床試験を依頼した。（【付録1】業務委託契約書）また、臨床試験は治療行為ではありませんが、途中不測の事態が生じた場合、臨機に対処治療に移行できるよう経験有る医師であることも選任の理由となった。また、杉葉精油の使用により発生した事故についての治療に要する費用は全額事業者負担とすることも、取り決めた。（【付録2】被験者の方に対する説明書・【付録3】同意文書）

当初は、やなぎかよクリニックのみでの臨床試験が開始されたが、途中で新型インフルエンザの流行が懸念される時期と重なり、臨床試験の進捗が危ぶまれる状況になったこと、臨床試験の性質上丁寧な患者対応が求められること、多くの医師に担当していただくことによりデータのばらつきが平準化され信頼が高まることにより、臨床試験実施場所の追加を願い出て農林大臣の承認（21林整研第104号、平成21年9月29日）を得た。

薬剤管理の必要性

杉葉精油の使用法指導と、経過管理、他の薬剤を併用する場合のチェックなどの薬剤管理を依頼した。

④臨床試験の実施内容

紹介などにより杉葉精油を使用した臨床試験に受診を希望される臨床試験ボランティアには、医師から説明書で以下の内容について事前に説明した。

- ・無料であること
- ・患者のプライバシー保護を徹底すること
- ・自由意志で臨床試験に参加し、患者自身の都合により途中で試験を中止出来ること
- ・患部の写真撮影は患者の同意によること
- ・自由意志による判断によって治療上の不利益は一切生じないこと
- ・問題発生時には事業者の負担で治療を行うこと

以上を明記した承諾書に自署して頂きました。加えて未成年者には保護者による承諾の署名を頂いた。

臨床試験の方法

杉葉精油を厚く塗り、薄く延ばすのではなく、パッティングして杉葉精油を真皮深くに浸透させ、肥満細胞付近でヒスタミンの放出を起こさなくすることにより、「かゆみ」を20分以内にどの程度抑制出来るかが、臨床試験のテーマである。

アトピー性皮膚炎が寛解する場合と、寛解に至らない場合の両方があるが、今回の臨床試験は治療行為ではないので省略した。

本臨床試験は「かゆみ」の発生する真皮に杉葉精油を塗布して浸透させて、患者自身の「かゆみ」の感じ方が20分後にどの程度変化したかを申告してもらい、医師が記録し、結果を集計した。現時点では「かゆみ」を測定する医学的指標が存在しないため、かゆみ抑制効果の体感を0（まったく痒みに効果なし）～5（完全に痒みが抑制される）のフェイススケールで記入した。なお、この評価は直ちにアトピー性皮膚炎の治療に結びついたかどうかの判断ではない。

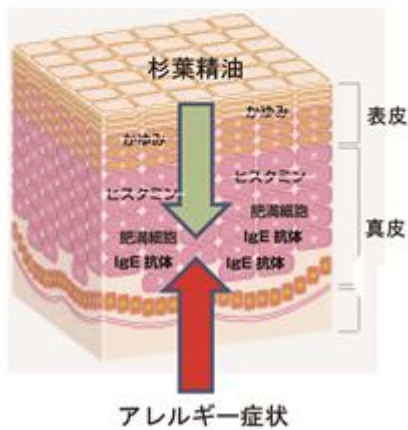
今回は杉葉精油10%、キャリアオイル（溶融油）としてマカデミアンナッツ・オイル90%組み合わせを使用した。

実施期間と臨床試験回数については、患者の自由意志による参加という制約から、強制的な通院より患者個人の都合を優先することとした。



【参考】アトピー性皮膚炎の肌模式図

「かゆみ」の原因となるヒスタミンは絶えず真皮で産生される。
また、表皮は炎症に悩まされる。



臨床試験参加者の概要

【年齢別構成】

0～10歳	14名
11～20歳	19名
21～30歳	41名
31～40歳	59名
41～50歳	14名
51～60歳	7名
61歳以上	2名
合計	156名

【性別構成】

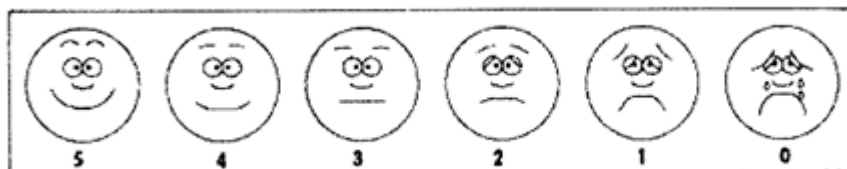
男性	61名
女性	95名

【臨床試験回数】

1回	62名
2～5回	77名
6～10回	13名
11回以上	4名
合計	156名

(2) 実施結果

① 結果データ



フェイスケールの例

フェイスケールによる回答の集計結果を以下に示す。

	比率	回答数
0 まったく「かゆみ」が抑制されない	2.34%	11件
1 ごく僅か「かゆみ」が抑制される	3.40%	16件
2 少し「かゆみ」が抑制される	14.26%	67件
3 「かゆみ」が抑制される	44.68%	210件
4 非常に「かゆみ」が抑制される	30.21%	142件
5 完全に「かゆみ」が抑制される	5.11%	24件
	総回答数	470件

以上のように、杉葉精油の「かゆみ」抑制効果に対する臨床試験を行うことで製品開発のデータを取得できた。

② 個別事例の紹介

・ 杉精油を使用して効果があった例

- 『ステロイド・プロトピックなどを使用しても「かゆみ」は一時的に改善するが悪循環だった。(杉葉精油を使ってから)肘関節の内側と体にはかゆみを低下させてくれるので、かきむしらずにすむようになった。スギの香りがリラックスする。』(フェイスケール4、15分以内～5分以内、副作用なし)
- 『最初1～2回は浸透するまで時間がかかりベタつきがあったが、使用を続けると早く浸透し、使い易くかゆみが止まった。』(フェイスケール4、5分以内、副作用なし)
- 『脱ステロイドの結果、背中やお腹にリンパ液が出たときに使用したらリンパ液が治まった。保湿効果もあり、顔にも使い易い。』(フェイスケール3、15分以内、副作用なし)
- 『背中やお腹にリンパ液が出てきたときに使用したらリンパ液が治まった。』

腕はカサカサだったけど、使用したらカサカサが取れた。すごく効果があった。』(フェイススケール3、10分以内、当初副作用あり=顔に付けたらリンパ液が出て来た→のちに副作用なし)

・杉葉精油を使用しなかった例

1. 臭いがキツイのでいやだ。
2. 肌にビリビリする。
3. 塗ったら赤い斑点が出来たので使用を直ちに中止した。

- なお、平成21年度には副作用により全臨床試験について患者に何らかの問題が発生したり、それに伴う事業者負担による治療費の発生はなかった。

(3) 今後の問題点

①より厳密なプラセボ群を設定した臨床試験の実施

今回の臨床試験では偽薬を使用するプラセボ患者群を設定しなかった。アトピー性皮膚炎として診断されるケースについては、皮膚科専門医制度で厚生労働省ガイドラインにより所定の薬剤が処方されることになっているため、アトピー性皮膚炎でありなおかつ副腎皮質ホルモン・タクロリムスなどを使用していない患者を募ることが著しく困難である。また、通院患者で偽薬を使用した場合にショック症状を呈した場合の対応に遅れを生じる恐れがある。従って厳密な臨床試験を取る場合には入院またはそれに準ずる24時間体制の医療環境が必要と判断した。厳密な臨床試験後に「かゆみ」軽快群の数値が、今次臨床試験と類似した場合には、より実践的な治療に役立つデータとして、より重みのある意味を持つものと思われる。近年は漢方科・アレルギー科の開業が認められたために数が増加傾向にあり、杉精油は天然由来成分の「かゆみ」軽減物質として期待が高まっている。

1. 医薬部外品の基準を満足させるデータの収集

広範囲に販売普及に努める場合、より高次元な認証を得ておくことが得策である。

2. 毒性検査の継続

製造バッチ毎の杉精油の成分について変化の幅を知るため、より精細なデータ収集が必要と思われる。

3. 皮膚の症状に応じた製品形態の多様化

アトピー患者の症状は様々であるので、患者自身の快適性を高めるために粘度や杉精油含有量などを改良して、患者の希望に添った使いやすい複数の商品形態を用意する必要がある。

4. 多くの医師の協力を得て他の療法との併用による相乗効果による治療法の確

立

医師の参加を得て、杉精油と相乗効果の期待される天然由来成分を用いた治療法の研究と確立が求められている。特に漢方科・アレルギー科の処方しやすい成分の必要性が高まっている。

5. 精油精度の管理・認証の一元化

いわゆる、粗悪品の横行に対処するための対策として、信用における精油精度を保持する必要がある。

6. 杉精油の「鎮痒効果」以外の生理活性の発見と実証

杉精油の応用分野として即時 I 型アレルギーたとえば、花粉症、喘息などのアレルギー症状の軽快化と副作用の検証に対象を広げることも有意義と思われる。

II. 杉葉精油の毒性試験

平成21年度木材抽出成分高度利用技術推進事業により水蒸気蒸溜法で生産された、日本国 秋田県産 杉葉精油（学名 *Cryptomeria japonica* (L.F.) D. Don 英語表記 *Essential oil of Japanese cedar needle*）を使用して試験を実施し、2010年3月30日付で以下の結果を得た。

実施委託機関

大連医科大学中日合作医薬科学研究所 仲 来福 教授

中華人民共和国遼寧省大連市旅順南路西段9

① 単回経口投与毒性試験

杉葉精油の単回経口投与短期間の危険性を評価するため、本試験は雌雄ラットに杉葉精油を単回経口投与した後 14 日間の間急性毒性について検討した。化学物質試験のガイドライン OECD (OECD. Guideline for the testing of chemicals No. 425: Acute Oral Toxicity) を参考し本試験を実施した。

和名スギ (*Cryptomeria Japonica*(L.F.)D. Don) (日本国秋田産) の葉から製した杉葉精油 (Japanese cedar leaf essential oil、JCLEO) の安全性を評価するため、Sprague-Dawley 系ラットを用い、無作為で処理群と対照群に分け、各群には雌雄 6 匹ずつであった。処理群のラットに対して杉葉精油を 2000mg/kg 体重で単回経口投与し、対照群のラットに対して 1%ツイーン-80 (Tween-80) を単回経口投与し、杉葉精油のラットに対しての急性毒性を観察した。

結果としては、杉葉精油を投与した後の動物では、雌雄とも死亡例が認められなかった。杉葉精油を投与した後、ラットは、30 分以内に刺激の徴候を表し、2~3 日間の間食欲が減退した。体重増加に関しては対照群に比べて少々低いですが、対照群との間には統計学的な有意差が認められなかった。また、観察期間終了時の動物剖検の異常所見は認められなかった。

以上の結果から、雌雄ラットとも杉葉精油の投与による半数致死量 (LD₅₀) 値

は 2000mg/kg 体重以上であると推定された。

② AEMS試験

本試験では、OECD 化学物質試験のガイドライン No.471（細菌復帰突然変異試験）に準拠し、当所 GLP(Good Laboratory Practice)実験条件で、ネズミチフスサルモネラ菌株（his⁻）を用い、杉葉精油変異原性（point mutations）の有無について調べ、被験物質の安全性に関するデータを提供することを目的とした。

本試験ではネズミチフスサルモネラ菌ヒスチジン栄養欠乏型菌株（his⁻）を用い、杉葉精油（Japanese cedar leaf essential oil、JCLEO）の変異原性を調べた。5種類の菌株、即ち TA97、TA98、TA100、TA102 及び TA1535 を使った。全て Plate-incorporation 法により実施した。代謝活性化及び非活性化をそれぞれ行い、陰性及び陽性の対照を設けた。陰性対照としてジメチルスルホキシド（DMSO）0.1ml/プレートを用いた。代謝活性化系を使う場合、陽性対照物質は全て 2-aminofluorene (2-AF) 20 μ g/プレートであり、非代謝活性化系の場合、菌株 TA97、TA98 及び TA102 に対し、陽性対象物質は Dexon50 μ g/プレートであり、菌株 TA100 及び TA1535 に対し、sodium azide (NaN₃) 3 μ g/プレートであった。用量は 5000、1000、200、40 及び 8 μ g/プレート、計 5 用量、3 回に繰り返した。

結果としては、杉葉精油のネズミチフスサルモネラ菌に対する復帰突然変異試験(Ames Test)においては、各菌株及び各用量群で代謝活性化の有無にかかわらず変異原性が認められないことを示した。

③ 28日反復経口投与毒性試験

本試験は、28 日間に連続してラットに被験物質の杉葉精油を一日一回反復経口投与し、被験物質投与中止の後に、14 日間に回復させ、動物の機能及び形態の変化を観察することにより、被験物質の試験動物に対する毒性の有無と、毒性特徴及び 14 日間の回復状況を検討することを目的とする。本試験により被験物質反復投与時の安全性情報を提供される。化学物質試験のガイドライン OECD

(OECD. Guideline 407 for the testing of chemicals: repeated dose 28-day oral toxicity study in rodents. 1995) を参考して本試験を実施した。

杉葉精油の 28 日間反復経口投与毒性試験は雌雄の Sprague-Dawley 系ラットを用いて実施した。投与量はそれぞれ 0(対照群)、0.5、1.0 及び 2.0 g/kg 体重(b.w.)とし、28 日間の投与を続けた。回復群は 2.0 g/kg b.w.群及び対照群であり、被験物質投与中止の後に、14 日間観察した。各群の動物は 12 匹ずつ、雌雄各 6 匹とした。

その結果としては、2.0 g/kg b.w.被験物質投与した試験群と回復群はそれぞれ 1 匹、2 匹のラットが死亡した。毎度被験物質投与したところ、ラットは刺激の徴候を表した。2.0 g/kg b.w.被験物質投与したラットは、体重と摂食量が明らかに降下した。1.0 と 2.0 g/kg b.w. 被験物質投与したラットは、血漿凝固時間を延長させ、肝臓の重量を増加させ及び睪丸の重量を軽減させた。

以上の結果から、杉葉精油を 1.0 と 2.0 g/kg b.w.用量で反復投与することによ

って、ラットの肝臓と睾丸の不良効果を引き起こすことができることが示唆された。

0.5g/kg 体重 (b.w.) 28 日間経口投与であれば安全であるという結論に達した。

④ 皮膚感作毒性試験

本試験の目的は、被験物質がモルモットの皮膚に対して感作性を引き起こす可能性、及びその皮膚感作性の程度を検定し、評価することにある。

本試験の SOP (Standard Operation Procedures) は、OECD の化学物質試験指針 (OECD. Guideline 406 for the testing of chemicals : skin sensitization. 1992) に準拠して実施された。また本試験は、G L P の規定に従って実施された。

本試験の目的は、モルモット Maximization Test 法 (Guinea Pig Maximization Test、GPMT) により、和名スギ (*Cryptomeria Japonica*(L.F.)D.Don) の葉から製した杉葉精油 (Japanese cedar leaf essential oil, JCLEO) (以下は被験物質と呼ぶ) が白色モルモットの皮膚に対して感作性を引き起こす可能性、及びその皮膚感作性の程度を検定し、評価することにある。

試験には、雄性の白色モルモットが使用された。被験物質を初日及び7日目に、2つの感作誘導方法、すなわち、皮内注射及び局部貼付を実施し、21日目に被験物質の局部貼付による惹起を行い、パッチ除去後24時間、48時間及び72時間後の皮膚反応を観察した。

皮膚感作性試験の結果が示すように、被験物質は白色モルモットの皮膚に対して感作性を引き起こさないことを示している。

Ⅲ. その他 工業所有権取得

本事業による研究成果に基づき、特許明細書を作成しました。

有望分野として第三者が権利取得に動くことも想定し、研究開発続行を前提に自社負担で特許出願を致しました。

種類：特願2010-91335

出願日：平成22年4月12日

発明内容：鎮痒剤

課題：痒みを抑制する鎮痒剤に関し、より詳細には、アトピー性皮膚炎や老人性掻痒症などの皮膚疾患に伴う痒みについて有効に緩和し、軽減しうる安全性の高い鎮痒剤を開発する。

出願人：事業名 東京都中央区日本橋蛸殻町1-9-5
有限会社 サクセス
代表者氏名 代表取締役社長 高野まち子

出願代理人：特許法人 小野国際特許事務所
東京都千代田区神田和泉町1-13-1

業務委託契約書

有限会社 サクセス（甲）と _____
_____（乙）は下記条項により業務委託契約を締結する。

第1条 [業務内容]

（研究課題）平成21年度木材抽出成分高度利用技術開発事業のうちアトピー性皮膚炎に関する「かゆみ」抑制効果の確認

（目的）スギ葉精油の「かゆみ」抑制効果を明らかにするため、アトピー性皮膚炎の患者に対して、スギ葉精油より抽出された精油を皮膚に塗布して、「かゆみ」抑制効果と副作用の検証を行う。

第2条 [個人情報保護]

甲、乙は個人情報保護法によって守られるべき被験者の個人情報を厳格に管理する。

記録の保存期間は5年間とする。

第3条 [研究成果の帰属]

研究の成果により生ずる知的財産権は甲に帰属する。

第4条 [委託研究費]

甲から乙に対し、治験記録1件ごとに所定の経費を支払う。

経費の支払は年度内4回に分けて行う。

第5条 [事故の通知]

事故が発生した場合は甲乙遅滞なく、その旨を相手方に通知する。

第6条 [守秘義務]

本委託研究についての発表は甲の文書による許諾を要する。

第7条 [協議解決]

本契約書に定めのない事項については、甲乙信義に従い誠意を持って解決に努めるものとする。

平成21年 月 日

甲 〒103-0014 東京都中央区日本橋蛸殻町1-9-5
有限会社 サクセス
代表取締役社長 高野まち子

乙

【付録2】

被験者の方に対する説明書

はじめに

これは「同意説明文書」というもので、今回の治験アンケートの研究目的が書かれています。あなたのデータが公表される場合でも、あなたの氏名、住所等プライバシーに関わる情報は一切知られることはありません。

また、この治験は林野庁の「木材抽出成分高度利用技術開発研究事業」の助成対象研究の一部として実施しています。研究成果は林野庁に対して報告し、許可を得て学会発表することもあります。

【研究開発課題名】

アトピー性皮膚炎に起因する「かゆみ」抑制効果の確認

【目的について】

スギ葉精油の「かゆみ」抑制効果を明らかにするため、アトピー性皮膚炎と診断された患者様に対して、スギ葉より抽出された精油を患部に塗布していただき、「かゆみ」が治まる効果と副作用についての検証を行うものです。

【研究の方法について】

スギ葉より抽出された精油を自宅にお持ち帰りいただきます。

患部に塗布していただき患者様の「かゆみ」抑制効果の体感を自己評価した結果を記録します。また診療の時に医療従事者による患部の写真撮影のご許可をお願いする場合がございますが、撮影をご許可いただけない場合でも治験参加者に不利になるようなことは一切ございません。

【費用のご負担について】

塗布していただくスギ葉精油については3ヶ月を目途として、無償でお使いいただけます。なお他の治療・薬についてはご自身でご負担ください。
(医療機関の方針により健康保険が適用される場合もあります)

【自由意志による参加について】

この治験研究への参加は、あなたの自由意志によって決めて下さい。未成年の方はご本人の他に保護者の同意も必要です。

参加を拒否することはご自由ですし、一度参加に合意した場合でも、あなたの自由意志でいつでも撤回することが出来ます。またそのことによって、費用が発生したり不当な扱いを受けることはありません。本治験に参加しスギ葉精油を試用することで、極めて稀にはありますが接触性皮膚炎などの不利益が生じる可能性もあります。その様な不利益が確認された場合は、受診中の医療機関で保険診療による治療を受けて頂くこととなりますが、本治験に参加したために生じた不利益による治療費については治験依頼会社が負担させていただきます。

以上

【付録3】

医療機関控え／被験者様控え2部作製)

同意文書

医師 _____ 様

私は、『アトピー性皮膚炎に起因する「かゆみ」抑制効果の確認』に参加するにあたり、この説明文を読みました。

私は、自由意志により標記研究に参加することに同意致します。

同意者氏名： _____

保護者氏名： _____

※ 同意者が未成年の場合、同意者の他に保護者の署名が必要です

同意日 ： _____ 年 月 日

