# 科研費

# 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 10 月 17 日現在

機関番号: 82105

研究種目: 基盤研究(B)(一般)

研究期間: 2013~2016

課題番号: 25292111

研究課題名(和文)安定同位体顕微鏡の開発

研究課題名(英文)Development of high-resolution tree-ring isotope analysis system

#### 研究代表者

香川 聡 (Kagawa, Akira)

国立研究開発法人 森林総合研究所・木材加工・特性研究領域・主任研究員

研究者番号:40353635

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 12,500,000円

研究成果の概要(和文):本研究の目的は、年輪の安定同位体比を効率的に分析できる方法を確立することである。当初は、年輪の安定同位体比を自動分析する装置を設計する計画であったが、装置の試料導入部において、解決できない技術的問題に直面した。そこで予定を変更し、安定同位体比をより効率的に分析するための他の技術的課題に取り組んだ。すなわち、(1)試料採取方法および(2)化学的前処理方法の効率化の効率化を行った。前者では、成長錐コア試料を自動採取できる装置の開発に成功し、本装置は「スマートボーラー」として商品化された(www.smartborer.com)。後者では、10-100倍効率的なセルロース抽出手法を考案した。

研究成果の概要(英文): The main objective of this research was to develop methodology to drastically improve efficiency of tree-ring isotope analysis. We initially attempted to develop a machine that analyses tree-ring isotope at high resolution. This turned out to be difficult due to technical problems. We then tackled other technical problems that hinder efficient tree-ring isotope analysis, such as (1) core sampling method and (2) chemical pretreatment before isotope analysis. We developed automatic core sampling system and developed cellulose extraction method that enables extraction of cellulose from whole tree-ring lath, which improved the labor efficiency of the chemical pretreatment by 10 to 100 times.

研究分野: 同位体年輪気候学

キーワード: 年輪 同位体 成長錐 セルロース抽出

#### 1.研究開始当初の背景

年輪の安定同位体分析の応用として、古気候復元、気候応答解析、木材の産地判別(Kagawa&Leavitt 2010, Journal of Wood Science)などが見出されているが、年輪幅・密度の測定に比べ、年輪の炭素・酸素安定同位体比の測定は膨大な時間およびコストがかかるという問題があった。

#### 2.研究の目的

本研究の目的は、効率的な年輪の安定同位 体分析手法を開発することである。具体的に は、年輪の炭素・酸素安定同位体比を高時間 分解能で自動分析する装置の開発、および試 料採取、分析前処理、年輪の切り分け・秤量 から安定同位体分析までの一連のプロセス の中で、個々の手法の効率化を行うことを目 的としている。当初は、同位体の自動分析装 置に主なエフォートを投入する予定であっ たが、分析目的部位を粉末化して分析管へ落 下させるという予想外の困難に直面し、その 技術的課題の解決法が見出せなかったため、 当初から計画していた化学的前処理方法の 効率化という目的に加え、試料採取法の効率 化という目的の再設定を研究期間中に行い、 本目的に多くのエフォートおよび研究費を 投入した。

成長錐は、樹木を枯死させること無しに比 較的少ないダメージでコア試料を採取する ことができるので、年輪年代学や組織材質学 分野等の研究者に広く用いられている。従来、 試料採取は人力で行われており、非常に大き な労力・時間を要するという問題があった。 年輪幅・密度測定の場合、小径の成長錐コア 5mm)が用いられているが、サイトの 代表的な年輪幅変動を平均化したマスター クロノロジー構築のためには研究サイトー 箇所あたり十数個体以上のコア採取が必要 であり、さらに樹幹の2-4方向からのコア 採取が必要なため、合計30-60本と多数 のコア採取が必要となる。 5mmコアの場 合、成長錐のハンドルを回すのに必要なトル クは比較的小さいが、多数のコア試料を必要 とするため、作業者の疲労が大きい。年輪の 安定同位体比や放射性炭素同位体比を測定 する場合は、より多量の試料が得られる大径 のコア採取( 12mm)が望ましいが、 12mmコアは 5mmに比べ成長錐の八 ンドルを回すのに大きなトルクが必要にな り、作業者が疲労するだけでなく、試料が採 取できない場合もある。そこで、 5 mmお よび 12mmのコアを自動採取する装置 を開発することを新たな目的として設定し

# 3.研究の方法

(1)年輪の安定同位体分析装置の開発本装置は、 試料導入部および 微量分析部からなる。後者は、セルロース重量にして30µg以下の試料でも、通常の分析精度(スタンダードの繰り返し測定値の標準偏差 < 0.3‰)で酸素同位体比を測定できるシステ

## ムの設計を試みた。

(2)年輪の成長錐コア自動採取装置の開発 年輪のコア採取作業を自動化するため、自 動採取装置(図1)を設計・テストした。





図 1 . 成長錐コア自動採取装置 (スマートボーラー、www.smartborer.com)

### (3)年輪の効率的な化学的前処理方法の開 発

従来は、厚さ1mm程度の木口試料薄片を 実体顕微鏡下で一年輪毎に切り分けた後、各 年輪をチューブに入れ、別々に薬品処理する ことにより年輪試料を セルロース化して いた。この作業は安定同位体分析全体の労力 の半分以上を占めており、この部分を効率化 するため、半径方向長さが80mm程度の木 口試料薄片を崩壊させること無しに セル ロース化することができるテフロン製のケ ースを設計し、テストした (図2)

## 4.研究成果

#### (1)年輪の安定同位体分析装置の開発

上記 微量分析部はセルロース試料が 30 μg以下でも精度を落とさずに酸素同位体 比を分析するためのシステムを設計できた。

試料導入部の開発では、年輪の薄片試料を動かす XY ステージを備えたミルにより、分析目的部位を切削する装置を製作したものの、切削で生じた木粉が元素分析計の分析管の中に落下せず、静電気により分析管壁に付

着するという予想外の技術的問題に直面した。試料を落下させるため、静電気除去装置などの解決法を試みたが、研究期間内に解決法を見出すことは非常に困難であった。そこで、研究期間内に上記のような目的の再設定を行った。

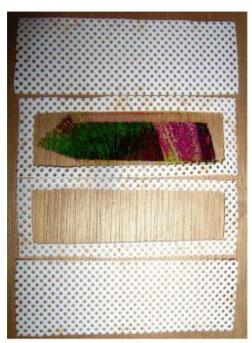






図2 新しいセルロース抽出法

(2)年輪の成長錐コア自動採取装置の開発 5mm成長錐コア採取用として、総重 量6.5kg以下で、1分間に50cm程度成 長錐をねじ込むことができる装置、 12 mm成長錐コア採取用に、総重量9.5kg以下で1分間に12cm程度成長錐をねじ込むことができる装置しまるとができる装置の開発に成功した。本装置は、12mm、長さ50cmのコア試料を3分で採取することが可能であり、「スマートボーラー」(www.smartborer.com)として商品化された。

## (3)年輪の効率的な化学的前処理方法の開 発

木口年輪薄片を崩壊させること無しに、 セルロース化することに成功した(図2 下)。セルロース化した試料から直接年輪を切り取り、秤量することで、セルロース抽出過程が従来の10-100倍効率化された。例えば、半径方向長さ80mmの木口薄片中に100年輪が存在する場合、従来は100本のチューブに入った年輪試料を薬品処理することにより セルロース化を行っていたが、これが1つの容器で薬品処理ができるようになったため、100倍の効率化が達成される。本抽出法は現在、国内外の同位体年輪学のラボで広く用いられている。

#### < 引用文献 >

Kagawa A., Leavitt S.W., Stable carbon isotopes of tree rings as a tool to pinpoint the geographic origin of timber, Journal of Wood Science 56, 2010, 175-173.

## 5. 主な発表論文等

# [雑誌論文](計 3 件)

Kagawa A, Fujiwara T., Smart increment borer: a portable device for automated sampling of tree-ring cores. Journal of Wood Science, 查読有、Vol.64(1)、2018、pp.52-58.

Qingmin H, <u>Kagawa A</u>, Kabeya D and Inagaki Y. Reproduction-related variation in carbon allocation to woody tissues in Fagus crenata using a natural <sup>13</sup>C approach. Tree Physiology、查 読 有 、 Vol.36(11) 、 2016 、pp.1343-1352.

Kagawa A, Sano M, Nakatsuka T, Ikeda T and Kubo S., An optimized method for stable isotope analysis of tree rings by extracting cellulose directly from cross-sectional laths. Chemical Geology, 查読有、Vol.393-394、2015、pp.16-25

## [学会発表](計 5 件)

香川聡、藤原健、新しい反力受けを備えた成長錐コア自動採取装置、第 68 回日本木材学会大会研究発表要旨集 2018 年 3 月14 日~16 日、京都府立大学下鴨キャンパス(京都市左京区)

香川 聡,藤原健、成長錐コア自動採取装置開発の歴史と今後の展望 第67回日本 木材学会大会研究発表要旨集、2017年3月17日~19日、九州大学(福岡県福岡市) 67:A17-02-1100 <u>香川 聡</u>,<u>藤原 健</u>、木材コア自動採取装置開発の歴史と最近の動向 2016 年度「樹木年輪」研究会講演要旨集 pp.52-52、2016年 12月 17日~19日、国立歴史民俗学博物館(千葉県佐倉市)

<u>香川 聡</u>、藤原健、Sri Nugroho Marsoem、Nyi Nyi Kyaw 2015 Identification of timber geographic origin through fast development of tree-ring isotope network data using optimized core-sampling and cellulose extraction. ATBC 2015 Abstracts、pp.125-126、2015年7月12日~16日、ハワイコンベンションセンター(アメリカ、ハワイ、ホノルル)

香川聡、藤原健、佐野雅規、 中塚武、安 江恒、 年輪の酸素同位体比時系列を用いた日本産材の産地判別、第65回日本木材 学会大会研究発表要旨集2015年3月16日~3月18日、タワーホール船堀(東京都 江戸川区)

#### 〔図書〕(計 1 件)

<u>香川聡</u>、年輪の酸素同位体比で木材の産地を判別する 季刊森林総研、Vol.34、2016、12-13

## 〔産業財産権〕

出願状況(計 2 件)

名称:工具装置及び反力受け 発明者:香川聡、藤原健

権利者:国立研究開発法人 森林研究・整備

機構

種類:特許

番号:PCT/JP2018/16315 出願年月日:2018年4月20日

国内外の別: 国外

名称:工具装置及び反力受け 発明者:香川聡、藤原健

権利者:国立研究開発法人 森林研究・整備

機構

種類:特許

番号:特願 2017-088295

出願年月日:2017年4月17日

国内外の別: 国内

# 〔その他〕

スマートボーラーHP(日本語)

https://sites.google.com/site/nenrinman

ia/ (英語)

http://www.smartborer.com 代理店 テクノフォレスト http://www.tecno-forest.com/

製造元 (特許ライセンス先)清和製作所

http://www.seiwa-seisakusho.co.jp/

#### 6.研究組織

(1)研究代表者

香川 聡 (KAGAWA, Akira)

国立研究開発法人・森林総合研究所・木材加

工・特性研究領域・主任研究員

研究者番号: 40353635

#### (2)研究分担者

藤原 健(FUJIWARA, Takeshi)

国立研究開発法人・森林総合研究所・木材加

工・特性研究領域・室長 研究者番号:00353839