

平成 30 年 6 月 20 日現在

機関番号：84602

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2017

課題番号：15K12448

研究課題名(和文)乾燥剤を用いた出土木製品凍結乾燥法の基礎的研究

研究課題名(英文)Basic research on freeze-drying method of water-logged wood using desiccant agents

研究代表者

奥山 誠義 (OKUYAMA, Masayoshi)

奈良県立橿原考古学研究所・企画部資料課・指導研究員

研究者番号：90421916

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 1,800,000円

研究成果の概要(和文)：申請者は水浸出土木製品と市販で容易に入手可能な乾燥剤(シリカゲル等)を密封し、冷凍庫に一定期間保管するのみで、出土木製品の凍結乾燥を行うという方法を着想し、本格的に出土木製品へ応用することを目指し基礎的研究をおこなった。本研究では、氷点下乾燥剤乾燥における寸法安定性と乾燥方法の検討を進めた。

研究の結果、氷点下における乾燥剤を用いた乾燥では、乾燥剤の吸湿効果によって漸次重量が減少し、緩やかにも着実に乾燥が進み変形が抑制されていることを示唆する結果が得られた。さらに乾燥方法を考慮すると、乾燥対象である水浸出土木材が直接乾燥剤に触れない手法をとることによりさらに寸法安定性が良いことが確認できた。

研究成果の概要(英文)：We devised a freeze-drying method in which water-logged wood and readily available drying agents are sealed, sealed and stored in a freezer for a period of time. In this study, we evaluated (1) the shape stability of water-logged wood by the drying method under the freezing point and (2) shape stability of water-logged wood due to difference in drying method in drying of desiccant.

As a result of the research, under the freezing point, it was suggested that the weight gradually decreased due to the absorbency of the desiccant in the drying method using the desiccant, and the deformation of the water-logged wood was suppressed. Furthermore, it was confirmed that shape stability is improved by adopting a method in which the water-logged wood does not directly touch the desiccant. Although this study could investigate the adaptability of the desiccant drying method to preservation processing, there are still many problems to evaluate whether or not it can be adopted in practice.

研究分野：文化財保存科学

キーワード：出土木製品 保存処理 乾燥剤

1. 研究開始当初の背景

遺跡発掘により出土する木製品（以下、出土木製品）は、多量の水分を含んだ状態で出土する。出土木製品を放置、乾燥すると水分蒸発に伴い収縮変形し、元の姿がわからないほどまでに変化する。この場合、考古学資料として保管・活用することはもちろんのこと、文化財として後世へ伝え遺すことができない。そのため、出土木製品に対して「保存処理」が行われる。保存処理法は大きく2通りの処理法が研究及び実用されている。一つは出土木製品中の水分を常温固形の薬剤に置換する「置換法」であり、もう一つは水分を物理的に除去する「真空凍結乾燥法」である。

多くの保存処理には、いずれも限定された薬剤や高価な加温装置などが必要とされ、処理に要するコストは決して少なくない。処理コストなどを考慮した場合、特別な機材や薬剤を必要とすることなく、保存処理が行えることが理想的である。

2. 研究の目的

全国で年間何千点と発見される出土木製品に対し、保存処理を行い将来へ伝え遺すことができるのは、諸事情によりごく一部である。

我々は、出土木製品と市販で容易に入手可能な乾燥剤シリカゲル等を密封し、冷凍庫に一定期間保管するのみで、出土木製品の凍結乾燥を行うという方法を着想し、試行を行った。この予備的研究により良好な保存処理の仕上がりを確認し、当処理法の可能性を探る重要性を強く認識したことから、本格的に出土木製品へ応用することを目指し基礎的研究をおこなった。

3. 研究の方法

本研究は、凍結乾燥においてシリカゲルや他の乾燥剤を用いた場合のそれぞれの乾燥剤の乾燥能力（乾燥可能量）や乾燥速度の評価のため、各乾燥剤を用いた凍結乾燥処理を実験的に行った。また、出土木製品の劣化状態や寸法などに応じて処理期間・効果が異なる可能性があるため、複数パターンの試料を準備し、条件の異なる木製品に対する適用性の評価を行った。処理適応性評価は、乾燥処理の後、各種観察による評価を行うとともに形状及び内部の変化を評価するため透過 X 線等による内部変化の調査をおこなった。乾燥剤の種類や劣化度合い等条件の異なる木製品に対する適用性の評価のための研究を行った。

4. 研究成果

(1)氷点下における乾燥剤を用いた乾燥による出土木材の寸法安定性の評価

試料を乾燥剤と共に容器に密閉し低温環境下(氷点下)で乾燥させた。凍結乾燥(乾燥剤を用いない凍結乾燥)は、試料のみを密閉容器の中に入れ低温環境下に置き乾燥し、自然乾燥は試料を常温(約 25)に置いて乾燥し

た。本研究では、出土木材そのものの乾燥条件による挙動を把握する必要があったため、先行研究[1]で実施したポリエチレングリコール(P.E.G.)等の薬剤含浸強化は行わなかった。

実験の試料は、水浸出土広葉樹材(コナラ/含水率約 850%)を使用した。試料は心材、辺材を含む径約 5.0 cm の丸太状の材であったため、それぞれ厚み 3.0 cm 程度の輪切りにし、寸法安定性を確認するため木口面の放射方向および接線方向にステンレス製の小釘を打った。温湿度測定は、温湿度データロガー(温湿度データロガーKT-255F/株式会社藤田電気製作所)を用いた。計測は1時間ごとに、冷凍庫内と密閉容器内の2か所において行った。なお、継続して密閉空間内の湿度を計測するため、乾燥剤凍結乾燥における重量測定を行う試料と湿度計測を行う試料は、同一木材から切り出した隣接した2つの異なる個体を用いた。重量は24時間ごとに計測した。寸法は処理前と処理後に計測を行った。乾燥剤は、吸湿の有無を視認できる青色シリカゲル(Silica Gel, Medium Granular, Blue/和光純薬工業株式会社製)を使用し、変色状況を確認し、吸湿効果が低下したところでシリカゲルを交換した。シリカゲルの使用量は試料の処理前重量の約4倍である210gとした。また、使用した密閉容器の容量は約570mlであった。冷凍庫は、安価に手に入る家庭用の直冷式冷凍庫を使用し、-20 に設定した。

実験の結果、冷凍庫内の相対湿度は、おおむね 60~70%RH で推移するが、シリカゲルを封入した密閉用器内は、シリカゲルの吸湿作用により変動していた(図1)。密閉用器内の相対湿度は、実験開始直後に一気に 10%RH まで低下した後、少しずつ上昇に転じていた。実験開始 80 日まで 10%RH から 20%RH の範囲内で変化した。81 日目にはシリカゲルのほぼ全体が青色からピンク色に変化したことから、これ以上の吸湿は望めないと判断しシリカゲルの交換を行った。その後、シリカゲルの交換は行わなかった。シリカゲルを交換した 81 日以降の相対湿度は見かけ上 0%RH となっており、常に乾燥した状態が保たれていた。

重量変化率は、前日の重量との差を実験直前重量で除し、実験直前重量に対する変化の割合を示した。その重量変化は、密閉用器内の試料は、実験開始 70 日目頃より徐々に変化が小さくなった(図2,3)。実験開始直後から9日目まで前日比2%を超える重量減少が見られたが、徐々にその割合は減少し 80 日目には前日比 0.8%程度しか減少しなくなった。81 日目にシリカゲルを交換した。交換直後の翌日は前日比 2%の減少を示したが、交換後 2 日目(83 日目)には前日比 1.6%の減少となり、以降、漸次減少傾向を示し前日比 1%前後の変化率であった。シリカゲル交換の前後において、乾燥速度に変化が生じていることが

確認できた。実験開始 81 日目にシリカゲルを交換したことによりシリカゲルの吸湿性が増すため、81 日目以降の重量減少は大きくなるのが期待されたが、実際には重量減少は小さくなった。この結果は、シリカゲルの吸湿性能以外に乾燥速度を支配する何らかの条件が存在したことを示唆するものと考えられる。

処理前の寸法を基準として寸法変化率を測定した(図 4)。自然乾燥の寸法変化率は放射方向が 20.85%縮小し、接線方向が 63.71%縮小した。乾燥剤凍結乾燥法の寸法変化率は放射方向が 1.33%縮小し、接線方向が 0.11%拡大した。乾燥剤を用いない凍結乾燥試料はほとんど乾燥が進んでいなかった。また、外観上の形状は、自然乾燥させた試料が原形をとどめないほど変化しているのに対して、乾燥剤凍結乾燥法で処理した試料は、ほとんど変化していない。供試試料が収縮や変形が起こりやすい広葉樹材であるにも関わらず、寸法安定性に優れていることが確認できた。また、仕上がりの色調も、本来の木材に近いことが確認できた。一部、木口面の放射方向に極微細な亀裂(1 mm程度)が確認できたが、これは過乾燥状態にあったかあるいは乾燥剤凍結乾燥法では制御できない乾燥条件が生じていたことを示唆するものと考えられる。水浸出土木製品は急速な乾燥により変形することが知られているが、乾燥剤凍結乾燥法は漸次重量が減少していることから緩やかに着実に乾燥が進み変形が抑制されているものと考えられる。

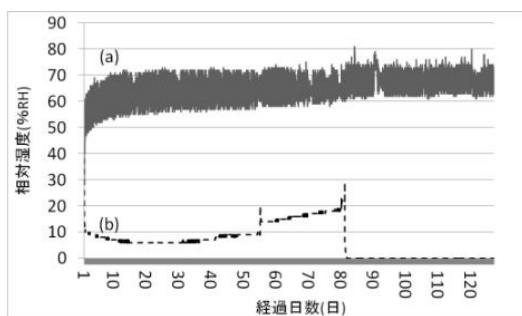


図 1 冷凍庫内および密閉容器内の湿度変化 (a)冷凍庫内 (b)密閉容器内

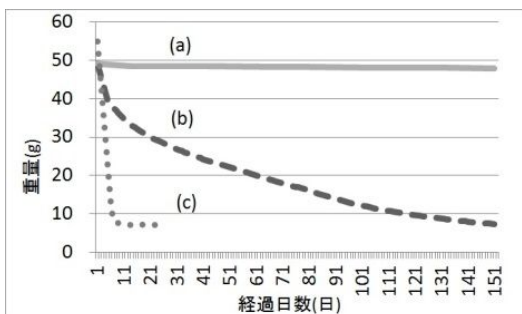


図 2 乾燥剤凍結乾燥法・凍結乾燥・自然乾燥の重量変化比較 (a)凍結乾燥 (b)乾燥剤凍結乾燥法 (c)自然乾燥

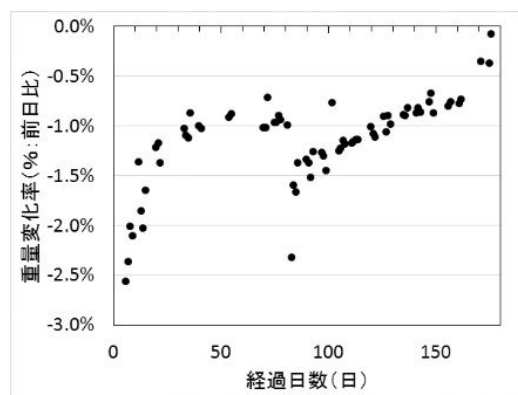


図 3 乾燥剤凍結乾燥法による前日比重量変化率 (%)

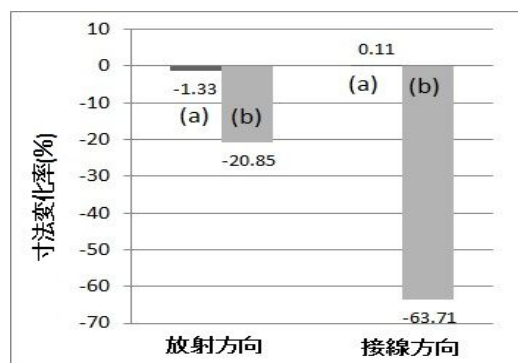


図 4 乾燥剤凍結乾燥法および自然乾燥の寸法変化率(プラスは拡大、マイナスは縮小) (a)乾燥剤凍結乾燥法 (b)自然乾燥

(2) 氷点下乾燥剤乾燥における乾燥方法の違いによる出土木材の寸法安定性評価

実験は、乾燥条件を 2 通り設定し比較検討した。試料全体を乾燥剤で覆い密閉する方法(A 方式とする)と密閉容器底面に乾燥剤を敷き詰め試料をトレーに載せ乾燥剤と直接接触させず乾燥させる方法(B 方式とする)である(図 5)。試料は、広葉樹材を使用し、心材を含む径約 2.5cm の丸太状水浸木材を厚み約 1.0cm に加工し、各方式共に 3 点準備した。乾燥処理前後の形状変化を視覚化するため処理前後に三次元計測を行うとともに、非破壊的に内部状況を観察するため X 線透過撮影を行った。乾燥剤は、青色シリカゲルを使用し、その使用量は、A 方式、B 方式共に 130g とした。乾燥は、家庭用冷凍庫内で行い、設定温度は -20 とした。また温湿度の挙動確認のため、それぞれ温湿度データロガーによる記録を行った。重量変化は 24 時間毎に計測した。実験終了点は、試料の推定絶対乾重量に近く、また重量変化がなくなった時点とした。

2 通りの乾燥実験において、処理期間は A 方式で 27 日間、B 方式で 75 日間であった。乾燥前後の色調はいずれも明白色化を示した。色調の変化は乾燥条件によらずほぼ同様であった。試料の重量変化(図 6)は、A 方式が実験開始後 24 時間で 1.337g 変化した。

一方、B方式では実験開始後24時間で0.3g変化したに過ぎない。その後もB方式の重量変化は0.08g～0.04g程度であった(図6)。

A方式・B方式共に実験開始時の密閉容器内部は35%RH程度であった。A方式では、実験開始80分後に10%RH以下となり、1週間後には試料周囲の湿度はほぼ0%RHとなった。B方式では、実験開始2時間後に約80%RHまで上昇し、その後徐々に減少し処理2日後から乾燥終了まで30%RH±5%RHを保っていた。なお、冷凍庫内の温湿度は-20±5、65%RH±10%RHであった。乾燥処理後に肉眼観察によって試料の外観を観察した結果、A方式およびB方式共に良好な結果が得られていると視認できた。しかし、X線透過撮影画像を確認すると、A方式における処理後試料内部には大きな亀裂・変形が生じていた(図7)。これに対し、B方式における処理後試料内部の亀裂・変形はわずかで、試料中心部にX線の吸収が強い領域を確認した(図8)。

本研究よりA方式とB方式を総合的に検討すると、A方式は処理期間が短いものの急激な重量変化による変形が起きやすいことが分かった。B方式は、処理期間がA方式に比較して長くなるものの、24時間ごとの重量変化は小さく、試料の内部構造も維持され、試料の収縮変形のリスクがA方式よりも小さいことが確認できた。しかし、B方式においてはトレー接触面において乾燥が緩慢である状況が視認できた。

本研究により、乾燥条件の違いにより乾燥処理の仕上がりに差異が生じることが確認できた。A方式、B方式共にメリットデメリットが確認できたが、乾燥剤凍結乾燥法の保存処理への適応性評価には未だ課題が多い。今後も継続して各種の実験を行い、保存処理への適応性について検討したい。

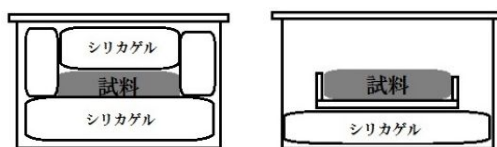


図5 乾燥方法 左:A方式、右:B方式

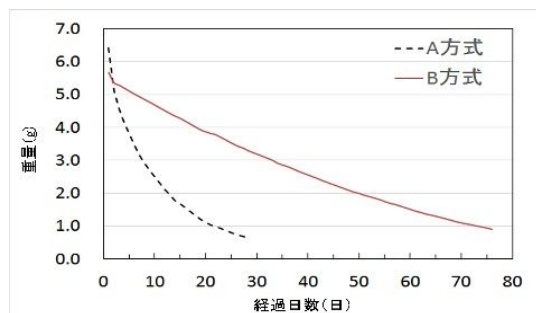


図6 24時間ごとの重量変化

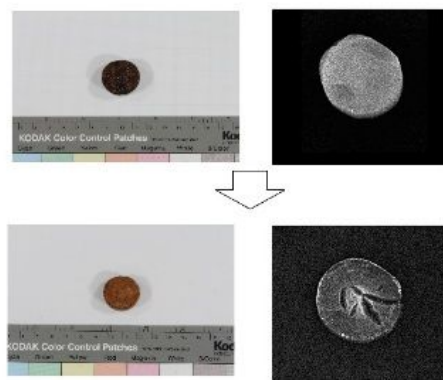


図7 A方式処理前後写真(上:処理前、下:処理後)

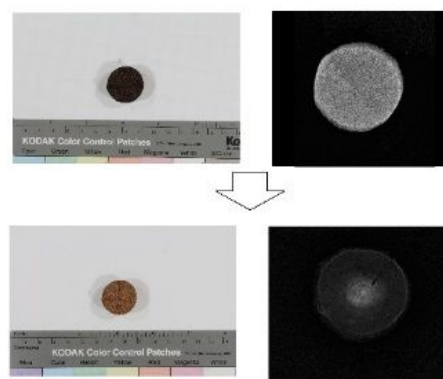


図8 B方式処理前後写真(上:処理前、下:処理後)

引用文献

1 中尾真梨子・奥山誠義・西山要一、「水浸出土木製品における乾燥剤凍結乾燥法の基礎的研究()」『日本文化財科学会第29回大会研究発表要旨集』,pp.292-293 (2012)。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計1件)

中尾真梨子、奥山誠義 「出土木製品乾燥剤凍結乾燥における重量と寸法の変化について」奈良県立橿原考古学研究所彙報『青陵』148号 2016 p5-8

〔学会発表〕(計2件)

中尾真梨子・奥山誠義、氷点下における乾燥剤とともに密封した出土木材の変化(1)-形状と重量の変化-、日本文化財科学会第34回大会、2017

奥山誠義・中尾真梨子・、氷点下における乾燥剤とともに密封した出土木材の変化(2)-内部圧力と重量の変化-、日本文化財科学会第34回大会2017

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況（計0件）

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況（計0件）

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

奥山誠義 (OKUYAMA, Masayoshi)

奈良県立橿原考古学研究所 企画部資料課

指導研究員

研究者番号：90421916

(2) 研究分担者

()

研究者番号：

(3) 連携研究者

()

研究者番号：

(4) 研究協力者

中尾真梨子 (NAKAO, Mariko)、中村鈴子

(NAKAMURA, Reiko)