

# スギ成熟材部のフィブリル傾角の測定

## —剥離切片偏光顕微鏡法と圧縮切片X線回折法—

太田 章介・畑 茂樹・藤田 稔・佐伯 浩

Measurement of Fibril Angles in Mature Wood of Sugi

(*Cryptomeria japonica* D. Don)

—A Polarizing Microscopic Method on Splitted Sections  
and an X-Ray Diffraction Method on Pressed Sections—

Shousuke OHTA, Shigeki HATA, Minoru FUJITA and Hiroshi SAIKI

### 要 旨

スギ成熟材部仮道管のフィブリル傾角を測定するため、剥離切片を用いた偏光顕微鏡法と、圧縮切片を用いたX線回折法を検討した。剥離切片には多くの単一壁が認められ、仮道管はS1層付近で剥離されることが多く、フィブリル傾角測定にはかなり有効であることがわかった。一方、圧縮した板目切片では仮道管が扁平になり、放射壁のマイクロフィブリルの影響が減少し、X線回折図では、セルロースⅠの(002)面の回折スポットは分離される場合が多くなった。これによりフィブリル傾角の測定が容易に行えるようになった。この方法での測定値と偏光顕微鏡での測定値を比較してみると、早材では近い値を得ることができた。しかし、晩材では圧縮後も扁平にならない放射壁が存在するために、回折図での赤道付近の回折強度にはその影響があり、この方法での測定値は幾分小さな値を示した。

### 1. はじめに

フィブリル傾角測定法には各種の方法があるが<sup>1)</sup>、主な方法は、ヨウ素(沈着)法、偏光顕微鏡法およびX線回折法である。このうち前二者は顕微鏡を用い個々の仮道管あるいは繊維のフィブリル傾角(主に二次壁中層S2中のフィブリル配向に支配される)を測定するのに対し、X線回折法では木材試料中のX線照射部分の平均のフィブリル傾角を求める。したがって、フィブリル傾角と物性・強度との関係を調べる場合やある材種の組織・構造的特徴としてフィブリル傾角を調べる場合には、前二者では試料採取、測定箇所、測定数などを規定した上できわめて多数の測定を行う必要がある。一方、X線回折法では多数の繊維からの情報が回折図に取り込まれるが、そこからフィブリル傾角を読みとる方法に問題がある。

このような問題があるため、実際にフィブリル傾角を測定するには目的に応じて測定法を検討する必要がある。スギ材については精英樹標本木の構造的特徴の調査に関連して、幼齡材を用いヨウ素法と偏光顕微鏡法によるフィブリル傾角測定法が検討されている<sup>2)</sup>。しかし、フィブリ

ル傾角の小さい成熟材では顕微鏡法でも X線回折法でも一層厳密に測定条件を検討する必要がある。この報告では、試料作製法を工夫した偏光顕微鏡法並びに X線回折法をスギ成熟材に試みた結果を報告する。

まず偏光顕微鏡法については、試料を単一壁にする必要があるが、従来の方法<sup>2)3)</sup>では、解離あるいは脱リグニン処理を施すため、細胞の変形や壁の膨潤によりマイクロフィブリル傾角が変化する恐れがあった。そこで今回は、脱リグニン処理をしないで、簡単に単一壁試料を作製できる切片剥離法<sup>4)</sup>を採用して、試料作製法や傾角測定上の問題点を検討した。

X線回折法についてはいくつかの方法が発表されている<sup>5)6)7)8)</sup>。これらの多くは (002) 面の回折を利用する方法であり、その回折強度分布曲線を解釈することからフィブリル傾角を決定している。しかし、この解釈には問題がある。なぜならば、回折強度分布曲線には入射する X線に対して角度の異なった壁に存在するセルロースマイクロフィブリルからの回折が含まれるからである。CAVE, MEYLANらは、細胞の木口面での形に留意し理論的な解釈を行って、“T”なる指標を導き出したが、結局はこの指標をパラメータとする数式をヨウ素法の測定値と一致するように定め、フィブリル傾角を決定している<sup>5)6)</sup>。つまり、X線回折法単独ではフィブリル傾角は決定されてはいない。そこで、我々は試料に圧縮を加え、X線に対し直交方向の壁の割合を増加させることにより、回折強度分布曲線の解釈を単純にしフィブリル傾角を導くことを試みた。

## 2. 試料と方法

### 2. 1 偏光顕微鏡によるフィブリル傾角測定法についての検討

スギ成熟材試料として鳥取県智頭産スギの心材（髄からの年数30年以上）を用いた。偏光顕微鏡測定にはオリンパス偏光顕微鏡 (BHA-P) を用い、対物レンズ20×で行い、走査電子顕微鏡 (SEM) での観察はJSM T330Aを用いて行った。

(1) 切片の厚さ 単一壁を得るためには、仮道管直径程度の厚さの切片とする必要がある<sup>4)</sup>。スギ材の仮道管の放射方向直径は早材で30~50  $\mu\text{m}$ 、晩材で10~20  $\mu\text{m}$ 、接線方向直径は30~45  $\mu\text{m}$ である<sup>9)</sup>から、スライディングマイクロトームで板目切片 (10~30  $\mu\text{m}$ 厚) および柾目切片 (20~30  $\mu\text{m}$ 厚) を切り出し、切片剥離法<sup>4)</sup>により偏光顕微鏡プレパラートを作製し、単一壁化の様子を検討した。

(2) 剥離面の観察 常法により試料を金コーティングし、SEMで観察するとともに、偏光顕微鏡の直交ニコル下で剥離切片の観察、検討を行った。

(3) 主消光位の決定法の比較 実際にフィブリル傾角を直交ニコル下で測定するにあたり、主消光位を最暗黒位として決定する方法と、鋭敏色検板 (530nm) を用いて相加色または相減色の消失位を測定する方法とがある<sup>2)</sup>。剥離切片中の仮道管の同じ場所で、最暗黒位と相加色消失位により決定した消光位の差 (a) と、同様に別の仮道管の同一の場所で最暗黒位と相減色消失位で決定した消光位の差 (b) を調べた。

(4) 仮道管内、仮道管間でのフィブリル傾角の変動の検討 同一仮道管中央、分野の近く、末端部など部位によるフィブリル傾角の変動ならびに同一切片内の仮道管の間におけるフィブリル傾角変動を検討するため、同一年輪内の早材3箇所、晩材3箇所から板目切片を作り、各々の切片で5本の仮道管を選び部位別に、柾目切片についても年輪内5箇所について同様にフィブリル傾角を測定した。

## 2. 2 圧縮切片X線回折法によるフィブリル傾角測定法とその検討

試料として、2.1の智頭産スギ心材と岡山県津川山スギ品種改良試験地の精英樹家系標本木成材部（髓からの年数28~34）辺材を用いた。試料圧縮法、X線回折写真の撮影条件とフィブリル傾角決定法は次の通りである。

(1) 試料圧縮法 水浸された板目もしくは柾目切片（厚さ1mm程度）をパンチを用いて打ち抜き直径5mmの円盤型の試料とした。この試料を水浸状態で直径10mm、高さ10mmの真鍮製の円柱2個の間にはさみ、特大クリップ（コクヨ製、口幅50mm、型番クリ-31）で試料に垂直に力がかかるように圧縮した（Fig.1）。なおこのクリップは押えの部分の間隔が20mmのとき約8kg重の力がかかる。

クリップにはさんだ試料を水をいれたビーカーにいれ、オートクレーブ（TOMY AUTOCLAVE SS-240）で1時間115℃で加熱処理を行った。その後、108℃で1時間、45℃で24時間かけて乾燥させ、デシケータ中に圧縮したまま保存した。また、圧縮を外してもデシケータ中に保存すれば、厚さの回復率は20日間で0~4%と僅かであった。

(2) X線回折写真の撮影条件とフィブリル傾角の決定 X線回折装置（Shimadzu COMPAX S-12）を用い、管電圧40kV、管電流25mA、カメラ長2.47cm、露光時間2時間とし、圧縮した試料面（板目面）に対し直角にX線を当てて回折写真を撮影した。現像したX線回折フィルム（Fig.2）を画像解析装置LUZEX III（ニレコ社製）に回折の中心と画面の中心を合わせて画像入力し、画像を反転させフロッピーディスクに保存した。この画像データからコンピュータープログラムを用いて（002）面の回折スポットが存在する円周上を1°きざみで幅約0.8mmにわたって輝度を検出させ、表計算ソフトを用いて5°ずつの移動平均を算出し輝度分布曲線を作製した。この時、輝度最小値が0となるように全ての角度の輝度値から輝度最小値を差し引き、ベースラインを明確にした。

この輝度分布曲線が示すタイプは3つ存在した。Fig.3のAの場合明らかにピークは分離されており、2つのピーク間の角度の差の半分をフィブリル傾角とすることができる。B、Cの場合は2つのピークが部分的に重なったためにできたと考えられ、2つのピークに分離すれば、フィブリル傾角を決定できる。このピーク分離はコンピューターソフトを用いて分離させることも可能であろうが、われわれは簡単な作図法を用いても妥当なピーク分離ができると考え、Fig.4に示す方法で行った。すなわち、輝度分布曲線の最大輝度

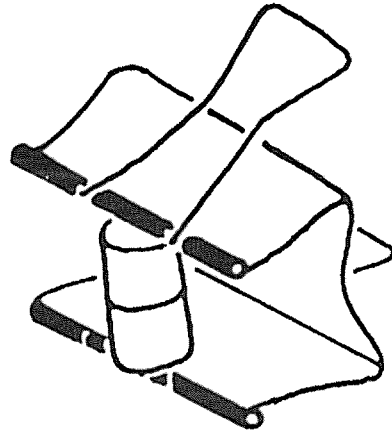


Fig. 1 A large paper clip pressing a wood section inserted between two brass stubs.

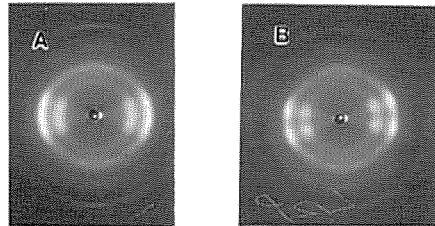


Fig. 2 Comparison of X-ray fiber diagrams obtained from the tangential section of sugi latewood before (A) and after (B) pressing. Note that the pressed tangential section resulted in the separated double reflection spots along the equatorial arcs.

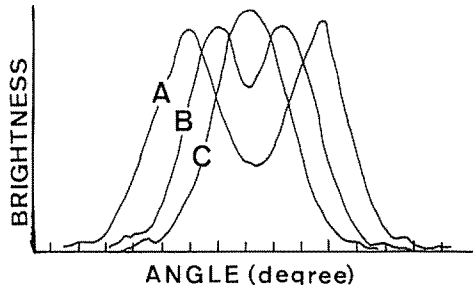


Fig. 3 Three different types of the brightness distribution curves obtained along the (002) arc in X-ray fiber diagrams from wood samples with different fibril angles. The curves A, B and C correspond to those from the samples with large, middle and small fibril angles, respectively.

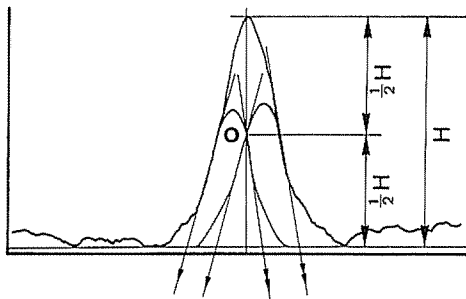


Fig. 4 A schematic illustration of the fibril angle determination from the brightness distribution curve. The point O is a half of the brightness maximum H. The tangential lines of the curve are drawn at the height of  $1/2 H$ . Two additional lines parallel to these tangential lines are drawn passing through the point O. Two pairs of these lines represent the slopes of double peaks estimated from the brightness curve. The distance between the double peaks (fibril angle  $\times 2$ ) can be obtained from crossing points of the slope lines with the base line.

で垂線を立て、最大輝度Hの $1/2$ の点をOとし、Oを通り右および左のスロープ（それぞれ高さ $1/2 H$ の位置で直線を引く）に平行な直線を引く。描いた4本の直線の左右の2本ずつの対が2つのピークの立ち上がりを示すと考え、ベースラインとの交点の中央をそれぞれのピーク位置とし、その間隔の $1/2$ をフィブリル傾角とした。

(3) 圧縮切片の観察 早材および晩材板目切片の横断面を、常法により金コーティングしSEM観察した。

(4) フィルムの黒化度と輝度値の関係 富士標準濃度片 (Fuji Density Step Table) を2.2 (2) と同一条件で画像入力し、各濃度での輝度を測定をした。

(5) 測定の精度 この方法においては、Fig. 3のAのように明かにピークが分離している場合、かなり正確にフィブリル傾角を決定できる。しかし、B、Cの場合には作図によるピーク分離に由来する誤差を考慮しなければならない。これまでの測定経験からAからBに移行するフィブリル傾角は $20^\circ$ 前後と推定された。そこで、Aに近いBを示した試料a (フィブリル傾角約 $19^\circ$ )、典型的なBを示した試料b (約 $16^\circ$ )、Cを示した試料c (約 $10^\circ$ ) について以下のような検討実験を行った。

- 実験Ⅰ 試料内変動の推定：直径5 mmの円盤状の同一試料の5箇所をX線を照射、X線回折写真を撮影、フィブリル傾角を決定、その標準偏差を求めた。
- 実験Ⅱ フィブリル傾角決定時の変動の推定：a, b, c各々の同一の輝度分布曲線について5回ピーク分離を行いフィブリル傾角を決定、その標準偏差を求めた。
- 実験Ⅲ 画像入力時の変動の検定：画像入力の際（中心合わせも含む）に起こり得る誤差を検討するため、bの1枚のフィルムについて5回画像入力しフィブリル傾角を決定、その標準偏差を求めた。

## 2. 3 剥離切片偏光顕微鏡法と圧縮切片X線回折法による測定値の比較

スギ精英樹家系別標本木20個体の成熟材部の同一年輪（髄からの年数28～34）を試料とし、次の(1)～(4)の測定を行った。

(1) 剥離切片偏光顕微鏡法：板目切片を早材前半・後半，晩材前半・後半の4箇所から採取し，切片剥離法<sup>4)</sup>に従い剥離，各切片20本の仮道管のフィブリル傾角(m.e.p.)を各3回測定した。

(2) 圧縮切片X線回折法…ピーク分離：板目試料を早材約1.2mm厚，晩材約300 $\mu$ m厚で採取，圧縮試料とし2.2(2)と同じ方法でX線回折写真を各試料1回撮影し，フィブリル傾角(略号F<sub>P</sub>)を決定した。

(3) ピーク高さの40%の分布幅<sup>7)</sup>によるフィブリル傾角の決定：(2)による輝度分布曲線について，ピーク高さの40%の分布幅の半分をフィブリル傾角(略号F<sub>40</sub>)とした。

(4) 輝度分布曲線の変曲点接線<sup>5)6)</sup>によるフィブリル傾角の決定：(2)による輝度分布曲線について，輝度値の1°ごとの変化率(傾き)の変化率が増加から減少もしくは減少から増加する位置を変曲点とし，そこでの変化率(傾き)を接線の傾きとして接線を決定し，ベースラインとの交点からangle“T”を求め，0.6Tをフィブリル傾角(略号F<sub>T</sub>)とした。

## 3. 結果と考察

### 3. 1 偏光顕微鏡によるフィブリル傾角測定法についての検討

(1) 切片の厚さ 切片剥離法<sup>4)</sup>の試料として板目切片を用いた場合，早材では厚さ30，25，20 $\mu$ mのいずれの切片でもほぼきれいに単一壁化され，晩材への移行部では20 $\mu$ m厚の切片でより良い結果が得られた。また，晩材中央あたりでは15 $\mu$ m以下で，年輪界近くでは10 $\mu$ m厚でほぼ単一壁化されていた。年輪界ではさらに薄い切片にすると良いと思われるが，切片の切り出しが困難となる。以上の結果から，早材板目切片は20 $\mu$ m，晩材板目切片は15～10 $\mu$ m厚さが良いと判断した。

一方，柾目切片では30 $\mu$ m厚よりも20 $\mu$ m厚の切片がよりきれいに単一壁化されていた。ただし，晩材の後半部では良好な単一壁が得られなかったので，厚さをさらに薄くするか，軽い脱リグニン処理をした後で剥離をするほうがよいと思われる。この点から，COUSINSの方法<sup>3)</sup>との折衷が考えられる。

(2) 剥離面の観察 SEM観察すると，剥離面は複雑な様相を示していた。剥離は主に①フィブリル配向が緩傾斜のS1層の外側付近で生ずることが多いが(Fig. 5)，②Zらせん，急傾斜フィブリル配向を示すS12層もしくはS2層付近でも起きているようである。しかも①は，仮道管のかなりの領域にわたって観察されることが多く，出現頻度も高い。一方，偏光顕微鏡で剥離切片を観察すると，一様なm.e.p.(主消光位)を示す仮道管領域(A)と，m.e.p.がフィブリル傾角が大きくなるにつれ(A)のm.e.p.との差が大きくなる(約+2°～+6°)領域(B)があることがわかった。

これらを併せて考えると，SEM観察の①は偏光顕微鏡観察の(A)に対応し，②は(B)に対応すると推測され，(A)と(B)のm.e.p.の違いは剥離面に付着するS1層の厚さの影響(Fig. 6)のためと判断される。(B)は出現領域も狭いので，(A)領域を測定するほうが良いと判断した。この際，S1層の影響は僅かであり<sup>2)</sup>，またFig. 6のAとA'の差も無視できる程度と考えられる。

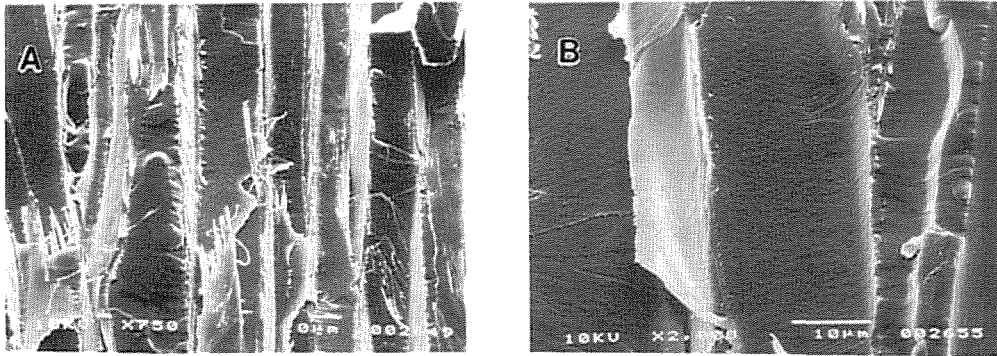


Fig. 5 SEM micrographs showing fractured surfaces of tracheid walls in splitted tangential sections of earlywood. Textures of S1 layers were clearly observed in B.

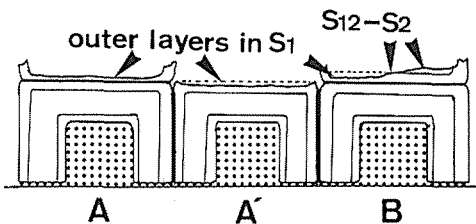


Fig. 6 A schematic presentation of the transverse section of splitted tracheids placed over the slide glass. The S1 layers appear on the fractured surfaces in A and A', whereas in B, the surfaces of S12 and S2 are exposed.

(3) 主消光位の決定法の比較

2.1 (3) の (a) では差はわずかに 0.2° で有意差はなく, (b) では最暗黒位の値が4.1° に対し相減色消失位の値は6.4° であり, 90%の信頼度で有意と判定された。幼齡材では相減色消失位による測定値は, 最暗黒位による測定値よりも若干小さく<sup>2)</sup>, 今回の結果と異なるが, いずれにせよ相減色消失位による主消光位の測定には難点がある。さらに, 干渉色の変化を観察する際に, 測定対象の細胞の周りもしくはすぐ近

くに無試料 (530nm干渉色) の部分があると参照することができて, 干渉色の微妙な変化に気付きやすいが, それがないと判定に苦しむことになる。一方, 最暗黒位で測定する場合には, 測定対象細胞の暗黒化だけに集中できるので判定しやすい。

(4) 仮道管内, 仮道管間におけるフィブリル傾角の変動 2.1 (4) の結果をTable 1に示す。これをもとに以下のことについて考察した。

① 仮道管内におけるフィブリル傾角の変動 同一仮道管内の, 中央, 分野付近, 末端部で異なったフィブリル傾角の値が得られ, その分散分析の結果は有意であった。分野付近のフィブリル傾角は中央の傾角より柾目での1箇所を除き大きい値が得られた。仮道管末端部のフィブリル傾角は, 中央のフィブリル傾角と比べて大きい場合も小さい場合もあった。末端部は湾曲していることが多く, 軸方向の合わせかたが難しく, また, 末端部内でのフィブリル傾角の変動も大きいようであった。また柾目切片では末端部で壁が重なっていることが多く測定が困難であった。さらに, 放射壁には壁孔が多いが, フィブリルが壁孔の周りを迂回するように配向するので, 壁孔付近での測定は避けるべきであろう。したがって, 仮道管の標準のフィブリル傾角を求めるには通直な中央部で壁孔や分野が近くにない箇所が好ましいであろう。

② 仮道管間におけるフィブリル傾角の変動 仮道管中央部の接線壁フィブリル傾角について各切片内仮道管による変動をみると, 最大傾角が14.5°, 最小傾角が2.9° で5° から10° ぐらいの

ばらつきがあった。早材初期の切片内での変動を検定した結果、明らかに有意差が認められた。また級間の偏差は約 $4^\circ$ であり切片内仮道管間のフィブリル傾角の変動はかなりあるようだ。今回は、仮道管1箇所につき3回の測定を行ったが、その測定の偏差は $0.5^\circ$ 以下程度であり、測定誤差は仮道管相互間のフィブリル傾角の変動に比べればかなり小さい。切片内仮道管間のフィブリル傾角の偏差の大きさは、測定数と標準誤差の決定にとって重要である。

③ 早材から晩材へのフィブリル傾角の変動 Table 1にみられるように、早材から晩材へとフィブリル傾角はわずかに減少し、晩材後期で増加している。ただし、分散分析では有意とは認められなかった。また、接線壁では早材初期の傾角が大きい傾向がみられた。

Table 1 Variation of fibril angles in different cell wall portions of the tracheid as determined by polarizing microscopy with splitted sections.

Cell Wall Portion	Average fibril angle (degree)	
	T. W.	R. W.
Early E. W.		
Center	9.05	7.70
CF	11.8	14.0
Tip	6.53	6.80
Middle E.W.		
Center	7.85	8.70
CF	8.85	3.47
Tip	9.14	8.57
Late E.W.		
Center	6.26	5.17
CF	7.51	7.17
Tip	5.34	8.73
Early L.W.		
Center	6.31	2.37
CF	6.59	7.73
Tip	6.07	8.40
Late L.W.		
Center	8.80	—
CF	8.96	—
Tip	6.87	—

T.W. : tangential wall, R.W. : radial wall,  
E.W. : earlywood, L.W. : latewood,  
Center : central part of the tracheid,  
CF : wall near the cross-field,  
Tip : wall near the tracheid tip.

### 3. 2 圧縮切片X線回折法によるフィブリル傾角測定法の検討

(1) 圧縮の効果と影響 Fig. 7に圧縮したスギ早材および晩材板目切片横断面のSEM写真を示す。早材の仮道管の内腔はほとんど無くなり、細胞壁はほぼ圧縮面方向を向いている。また、柎らは圧縮早材切片のフィブリル傾角をデフラクトメーターでの測定値と比較し、ほぼ一致し

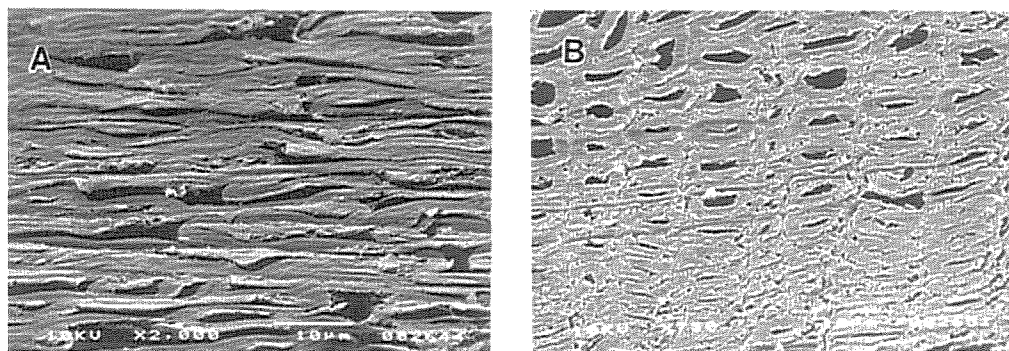


Fig. 7 A cross-sectional view of tracheids in the pressed sections for the X-ray diffraction measurement. A:earlywood section, B:latewood section.

た値を得たことを報告している<sup>10)</sup>。このことは、完全に偏平にならなかった壁の影響はほとんど無いことを示唆している。一方、晩材試料では仮道管内腔は年輪界を除けばほとんど無くなっているが、厚壁の晩材仮道管を圧縮によって完全に偏平化するのは困難である。しかし、元來放射壁の割合が小さい晩材を放射方向に圧縮することによって、さらに放射壁の影響を低減させる効果はあるものと見られる (Fig. 2)。また、圧縮による細胞の変形のためにフィブリル傾角が変化する可能性が考えられるが、本研究の圧縮条件は非常に緩和であり、傾角が有意な差を生ずる程に変化することは無いと思われる。

(2) 黒化度と輝度値の関係と作図法の検討 標準濃度片の濃度の差を輝度値の差として識別できたのは、濃度値 2.00 程度までであった。なおこの濃度値は、本研究で撮影したX線回折フィルムの最大の黒化度よりも十分に大きい。また、輝度値は濃度値 1.20 程度までは濃度値にほぼ比例して増加するが、それ以上では徐々に比例しなくなり、濃度値 2.00 以上ではほぼ横ばいになった。この結果から、輝度分布曲線の立ち上がり領域ではフィルムの黒化度と比例していると考えられる。したがって、作図の際には曲線の立ち上がりの部分にできるだけ平行な直線 (スロープ) を引くことが好ましい。また、試料面に対し垂直にX線が照射されていない場合には、ピーク曲線の左右の直線の傾きが若干異なることがあるが、ベースラインとの交点の中間点を求めることで、フィブリル傾角測定値への影響を小さくできる。最大輝度が比例範囲を越えた場合にはピーク高さに若干影響するが、実際の測定値には大きく影響しない。なお、本研究の撮影条件ではX線フィルムの黒化度が飽和していることは考えられない。

Table 2 Variation in fibril angle measurements by graphical peak-separation method.

Variation	Population standard deviation		
	Fibril angles of samples		
	a : 19°	b : 16°	c : 10°
I : Between measurements	0.98	1.39	0.60
II : Between graphycal separations	0.56	1.04	0.46
III : Between image inputs		0.74	

I : 5 measurements on the same samples

II : 5 measurements on the same brightness distribution curves.

III : 5 measurements on the same negative film taken by Laue method.

a, b, c : pressed samples having fibril angles of about 19°, 16° and 10°, respectively.

(3) 測定の精度 2. 2 (5) の検討実験の結果をTable 2に示す。これらの結果から、①直径5mmの試料ではX線の照射位置による測定値のばらつきは小さい、②実験Ⅲの結果がⅡよりもむしろ小さかったことから、画像入力の際に生じる測定値のばらつきはほとんどない、③測定値のばらつきに大きく影響する要因はピーク分離にあるがせいぜい標準偏差にして1°程度である、ことなどが考えられる。また、比較的滑らかな輝度分布曲線を得るためには、輝度の検出の幅は0.8mm以上、移動平均範囲は5°以上必要であることについても確認をした。

### 3. 3 剥離切片偏光顕微鏡法と圧縮切片X線回折法の測定値の比較

2. 3の(1)(2)の測定値をFig. 8に示す。まず早材ではばらつきはあるが、両者でほぼ等しい値が得られている。偏光顕微鏡での測定値は特に早材仮道管でS1, S3層の影響を受けることがある<sup>2)</sup>が、ここで両者の測定値に大きく違う例があるのは、偏光顕微鏡測定用の切片が、たまたま特異的に大きなあるいは小さなフィブリル傾角をもつ部分から採取されたのであろう。晩材では圧縮試料X線回折法での測定値が一般に数度小さくなっている。これは、スギの晩材仮道



管は厚壁でしかも内腔が狭いため、圧縮後も偏平にならない放射壁が存在し、これが赤道付近の回折強度に影響している、このため、作図により二つに分離されたピーク間の距離がやや近くなったと推定される。

また、偏光顕微鏡での測定値は接線壁フィブリル傾角の値であり、圧縮切片からの測定値は接線壁および放射壁フィブリル傾角の両者を反映しているが、スギ成熟材では接線壁、放射壁間でフィブリル傾角はほぼ等しい値が得られている<sup>13)</sup>。

### 3. 4 圧縮切片X線回折法におけるフィブリル傾角決定法の比較

Fig. 9に2.3 (2) (3) (4) による測定値を比較して示した。F<sub>40</sub>はF<sub>P</sub>の約2倍もあり、明らかに正確なフィブリル傾角を与えていない。一方、F<sub>T</sub>はF<sub>P</sub>に比べ数度大きい。今回の変曲点及びその接線の決め方はやや簡略的であり、これを改善してもう少し厳密に決定すれば接線の傾きは急になり、F<sub>T</sub>は小さくなるであろう。しかし、変曲点及びその接線をより厳密に決定することは、実際上かなり困難である。以上の比較から、圧縮試料の輝度分布曲線を本研究に用いた作図法によりピーク分離してフィブリル傾角を決定することは、早材試料ではかなり有効である。また、晩材試料においても、圧縮することにより回折像が分離されたスポットを示す場合が多くなり、フィブリル傾角を容易に決定できる場合が増えるであろう。

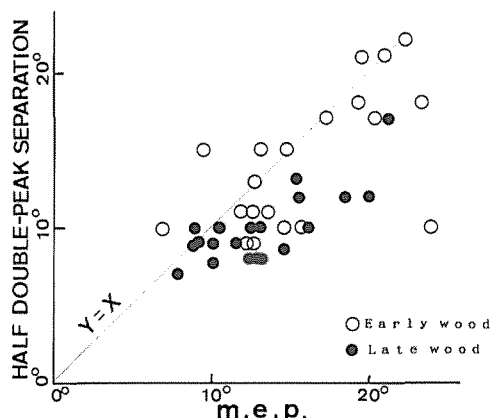


Fig. 8 Fibril angles obtained graphically from the brightness curves of X-ray diffraction compared with those by the polarizing microscope. Fibril angles were determined from the brightness distribution curves using a graphical peak-separation method described in Fig. 4.

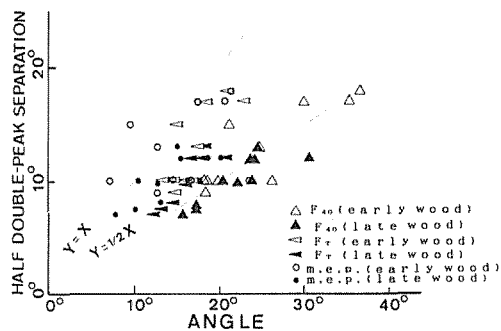


Fig. 9 Comparison of fibril angles obtained by different determination methods from the brightness curves of X-ray diffraction and those measured by polarizing microscope. ○●: fibril angles by polarizing microscope, △▲: those by width of the curve over 0.4 height of the brightness maximum, ◁▷: those by the method similar to that of CAVE and MEYLAN.

## 4. 結 論

スギ成熟材部のフィブリル傾角を測定するために、剥離切片を用いた偏光顕微鏡法ならびに圧縮切片を用いたX線回折法について検討し、以下のような結果を得た。

剥離切片を用いた偏光顕微鏡法：

- (1) 剥離切片はS1層付近で剥離されることが多く、フィブリル傾角測定に有効である。
- (2) 主消光位の測定には最暗黒位による測定が好ましい。
- (3) 仮道管の標準のフィブリル傾角測定には、仮道管中央部の測定が良い。
- (4) 年輪内、切片内においてもフィブリル傾角は変動している。

圧縮切片X線回折法：

- (1) 板目切片の圧縮により、仮道管壁を板目面方向に偏平にすることができた。
- (2) (002) 面回折スポットの輝度分布曲線を2つのピークに分離することにより、早材試料では、偏光顕微鏡法での測定値とほぼ等しい値を得た。
- (3) 晩材試料でも回折スポットが分離する場合が増えたが、ピーク分離による測定値は偏光顕微鏡の測定値に比べ一般に数度小さな値となった。

## 引 用 文 献

- 1) 原田 浩 (1985) V. 細胞壁.“木材の構造”. 高地 謙ほか. 文英堂出版. 125-167
- 2) 佐伯 浩, 徐 永吉, 藤田 稔 (1989) スギ幼齡材仮道管壁のフィブリル配向とその傾斜角の顕微鏡的測定. 木材学会誌. 35 (9). 786-792
- 3) COUSINS, W.J. (1972) Measurement of Mean Microfibril Angle of Wood Tracheids. Wood Sci. Technol. 6. 58
- 4) 藤田 稔, 佐伯 浩 (1990) Section-Splitting Method for Fibril Angle Measurement of Cell Wall Layers. 京都大学農学部演習林報告. No.62. 270-274
- 5) CAVE, I.D. (1966) Theory of X-Ray Measurement of Microfibril Angle in Wood. For. Prod. J. 16 (10). 37-42
- 6) B.A. MEYLAN (1966) Measurement of Microfibril Angle By X-Ray Diffraction. For. Prod. J. 17. 51-58
- 7) MEREDITH, R. (1951) On the Technique of Measuring Orientation in Cotton by X-ray. Shirley Institute Memoirs. V25
- 8) 岡野 健 (1985) X線回折.“木材科学実験書 物理・工学編”. 日本木材学会・物理工学編編集委員会編. 中外産業調査会. 113-122
- 9) 日本木材加工技術協会. (1966) 日本の木材. 26-27
- 10) 畑 茂樹 (1990) X線および電子線回折法によるセルロースマイクロフィブリルの配向分布の評価. 京都大学農学部修士論文.
- 11) 太田 章介 (1992) スギ精英樹標本木の構造的特徴. 京都大学農学部課題研究論文.

## Résumé

A polarizing microscopic method with splitted sections and on X-ray diffraction method with pressed sections were examined in order to measure fibril angles in mature wood of sugi (*Cryptomeria japonica* D. Don).

The slides of splitted sections for polarizing microscopy were prepared from tangential and radial sections of 10 to 20  $\mu$ m thick by FUJITA's method. Many single walls were observed in splitted sections. Tracheid walls were splitted mostly in or near the S1-layers. It was confirmed that the splitted-section method was useful for the measurements of the small fibril angles in mature sugi wood.

For measurements by the X-ray diffraction method thick tangential sections of about 1mm thick were immersed with water, pressed by the large paper clips and heated at 115°C for 1 hour in an autoclave. They were then dried in an oven. X-ray diffraction diagrams (Laue method) were obtained, and brightness distribution curves of the 002 reflection were drawn by an image analyzing system.

Tracheids in pressed tangential sections were severely flattened. Diffraction from radial walls decreased in those pressed sections, and reflection spots of 002 plane of cellulose I frequently appeared as separate spots in brightness distribution curves of X-ray diffraction. The determination of the fibril angles from the curves can be, therefore, made readily, particularly in measurements on earlywood. An effect of pressing sections decreased for latewood tracheids because of their thick radial walls. A graphical method was used for separating the peaks when the double peaks were not separated clearly on the brightness curves.

The fibril angles obtained by the X-ray method mentioned above were nearly corresponding with those obtained by the polarizing microscopic method with splitted sections in the measurements on earlywood. However the former revealed the smaller values than the latter in the measurements on latewood.