

# 走査電子顕微鏡

櫻井雄二\*

Scanning Electron Microscope ; SEM

Yuji SAKURAI

Faculty of Agriculture, Ehime University

## まえがき

土壌構造は土壌の物理的力学的挙動の解明において、重要な位置を占めている。その構造の研究は、大別して実際に目で観察する方法、及び土壌の示す特性、挙動、例えば流体移動の異方性や体積変化挙動を通じて行なわれてきた。粘性土の構造は特に後者の立場から多くの成果があげられ、有益な基本モデルが提出されている。一方前者による研究もその都度追究され、一定程度の成果が上げられてきたが、目視するために必要な拡大器としての顕微鏡の性能と、試料作成上の問題等から十分な進展をみるにいたっていないと考えられる。

電子顕微鏡は、その性能において粘土の微細構造を明らかにする上で非常に有効と考えられるが、まず開発普及した透過電顕がその供試土作りに多大の時間と熟練度を要した。さらにその技術があったとしても、薄切片像を観察し投影像を見ていることになり、その平面像から立体像を形成するという操作（推定）が介在する。一方試料表面を容易に観察できる点では反射型の光学顕微鏡を用いるが、これでは高倍率の観察は望めない。ところが直接高倍率の、より立体感のある像をみることができるとして走査電子顕微鏡（以下SEMと呼ぶ）の開発によって、観察の容易さと試料作成上の問題点が解消される可能性がでてきた。そのため1960年代に開発されて以来各方面で使用されているが、土壌構造の形態的特徴を観察する上でも有力な手段として用いられる様になり、いくつかの成果をあげるまでになってきた。すなわち従来からの構造性に関する議論、例えば練り返しによって構造が破壊する<sup>1)</sup>、圧密によって配向度が増す<sup>2)</sup> などについてのSEMによる観察像が報告されている。さらにSEMによる観察によって、従来からの土壌構造モデルの充実化<sup>3),4)</sup>がなされている。

そこで以下走査電子顕微鏡について、原理など基本的な事項を概説し、使用上の注意点などを紹介しSEM使用上の参考に供したい。

## 1 歴史<sup>5)~9)</sup>

走査電子顕微鏡の二次電子を取り出して走査像を作るという原理は、1935年に M. Knoll によって提案され、

1938年には装置が作られてもいる。しかしそれは分解能が悪く、雑音も多く像質の悪いものであった。その後各種取り組みがなされたが、透過電顕とは異なり進歩は遅れた。それは分解能をあげるための電子線束の径を小さくする技術と、二次電子を補足、増幅する技術の未熟によるものとされ、電子技術の発展を待たねばならなかった。それ故に電子増倍管さらにシンチレーター-光パイプ-光電子増倍管という検出系の登場を経て、商品化されたのは1960年代中頃であった。以後各方面に普及し、さらに二次電子像による幾何学的形状だけでなく、各種情報を得ることができる分析電顕として応用面が広がっている。

## 2 原理<sup>5)~9)</sup>

SEMの原理は、電子レンズによって細く絞られた電子線束を、二次元的に試料面上を走査しながら照射し、試料から飛び出してくる二次電子を補足する。補足された二次電子はシンチレータで光に変わり、その光は光パイプを通して光電子増倍管で電気信号（電圧パルス）に変換される。変換された電気信号は増幅され、電子線束と同期して走査する陰極線チューブ（CRT）において、テレビと同じ様式で輝度に変換されブラウン管上の像となる。この時、電子線束が試料面に入射する角度によって飛び出してくる二次電子の量が異なる。このことをもって、二次電子が試料面の幾何学的形状という情報をもっていることになる。その発生量が最も少ないのは、電子線束の入射角が0°の時である。そして、二次電子の発生量が多い点が少ない点より像はより明るくなる。このようにSEMでは試料表面の特性を一端電気信号の時系列とし、ブラウン管上で再び点の連続体として像を再生することになる。その点透過電顕は同じ電子顕微鏡といっても、電子と光の違いはあれ、光顕と同様試料の透過電子を一定の焦点に結像させて像を作るもので、空間的に試料と像を対応させている。従ってSEMは光顕や透過電顕の様ないわゆる空間的結像レンズは持っていない。

SEMにおける倍率は、試料面上を二次元的に電子線束を走査する振幅（走査用コイルの電流量で操作）と、ブラウン管上のビームの走査振幅との比で定まる。普通、

\* 愛媛大学農学部

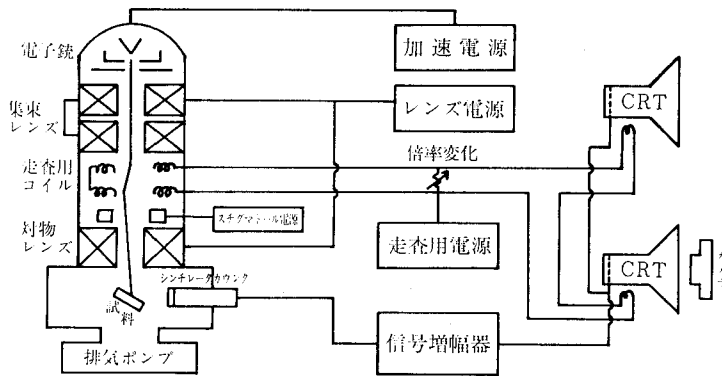


図-1 SEMの原理図(文献5)などから

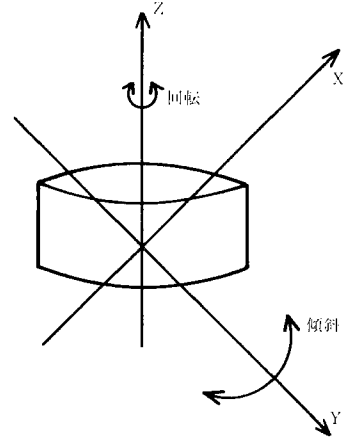


図-2 試料台(文献5)から

ブラウン管上のビームの振幅は一定(画面の幅)として、試料面を走査する電子線束の幅が倍率を決めることになり、それを変化させて倍率を換えるものである。

### 3 装置<sup>5)-9)</sup>

SEMは原理的に次の5つの部分から構成されている。a) 電子線を発射する電子銃と、その電子線束を細く絞る電子レンズ及びそれを走査させる部分などの鏡筒部分、b) 試料がおかれ発生する二次電子等を補足し、電気信号に変換する検出器部分、c) 変換された電気信号を送り、増幅する部分、d) その電気信号をブラウン管上に像として再生させる表示部分と撮影など記録部分、そしてe) a) 及びb) は高真空状態に保たねばならず、そのための排気系である。図-1にその模式図を示す。図からも分かる様に上記5つの部分は、真空コラムの電子光学系 a) b) 及びそれを維持する排気系と、電気信号を増幅するなど制御系ともいえる電気回路系に2大別できる。

電子源の電子銃は、一般にタングステンのヘアピン・カソードを用いた熱電子放射型だが、電界放射型(フィールド・エミッション)が開発され、前者より輝度が大きく、より細かい電子線束を作り出すとされている。この電子銃から発射された電子線束は、2ないし3段の電子レンズで絞られ、試料面で数10Åから100Å位にまで集束される。このレンズのうち最後のものを対物レンズ、他を集束レンズという。鏡筒内にはこの他にレンズの非点収差を解消するための非点補正コイルと、電子線束を走査する走査用コイルがある。電子レンズにも光頭のレンズと同様色収差等の各種収差があるが、非点収差以外のものは機械的に解消できる。この非点収差はレンズを形成する磁場が軸対称になっていない場合や、鏡筒内の汚染による部分的帯電のために生じるもので、電子線束が真円とならずだ円になり分解能を悪くする。しかしこ

れは電気的に補正することが出来、そのための部分が非点補正コイル(スタグマートール)で、ディスプレイ上にあるツマミにより操作できるようになっている。

検出器部分にある試料台は図-2の様にX-Y-Z方向に移動させることが出来る。またZ軸を中心とした回転並びにY軸の回りに傾斜させることができる。

### 4 特徴<sup>5)-9)</sup>

1) 分解能は50~70Åと透過電顕(1~2Å)より劣るが、光顕(2,000Å)よりはるかに優れている。

SEMの分解能は入射電子線束の径に影響され、径を小さくする程分解能はあがる。さらにSEMは検出する信号のS/N比並びに試料中での電子の拡散を検出する粒子のエスケープ長によって分解能に影響される。今これらの関係は、電子レンズに色収差がないとすると次の様に表わされ、分解能に対して互いに相反する効果をもつ。

$$d^2 = 0.4i/\beta a^2 \quad (1)$$

d: 電子線束の径 i: 電子流(照射電流)

$\beta$ : 電子銃の輝度 a: 対物レンズの半開口角

2) 焦点深度が深く、立体感のある像を得ることができる。例えば1,000倍の倍率ではSEMが35 $\mu$ 、透過電顕約0.3 $\mu$ 、そして光顕0.1 $\mu$ 位である。さらに二次電子像の場合、無影照明効果のため立体感がより深まる。

3) ブロック状の試料を普通そのまま観察できるので、表面観察の場合透過電顕の様にレプリカを作成しなくてもよく、試料作成が非常に容易である。

4) 情報が電気信号で与えられるため操作がより容易である。

5) 図-3に示すごとく、試料から発生する信号は各種存在し、それらを検出することによって二次電子像の様に幾何学形状を示す他に、構成成分や、試料中のケイ光物質の検出等ができる。

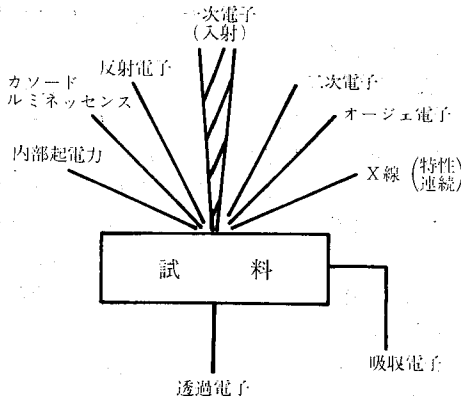


図-3 試料から発生する信号(文献5)などから

5 基本的留意点<sup>5)</sup>~15)

SEMによって試料の構造をより忠実に再現し正確な像を得るためには、1) 試料作成状態 2) 機械の調整 3) 写真の作成、判読の3段階がいずれも適正でなければならない。

1) 試料作成状態

試料作成段階で構造を乱す機会は、観察面の整形時と脱水・乾燥時である。前者は観察面の選択とその断面の整形法が問題となる。例えば力学性を論議している場合、主応力方向に垂直、水平両断面がとらえられることが多いが、目的に沿う断面を選ぶ必要がある。供試土の大きさ、すなわち試料台はかなり大きく、最大100mm径の試料台も市販されている。

次にその断面を何で整形するかだが、ナイフ等の切断器具を用いるのか、あるいは試料を割り、切断器具が接触していない部分を探るのかである。この切断面の乱れは接着テープを押しつけて、またゼラチンを塗布して取り除くことが行なわれている<sup>17)</sup>。これらは水分を含んだ土を相手の時、特に高含水の場合、次に述べる脱水乾燥後に行なわなければならない困難である。含水状態の土は凍結切断法という凍結をさせ、構造を固定しておいてから破断する手法を適用できるかもしれない。

SEMによる観察は高真空中でなされるが、前述した様に観察したい試料は水を含んでいる場合が一般である。そのため供試体は脱水・乾燥する必要がある。それには空気中乾燥法、凍結乾燥法、そして臨界点乾燥法の3種が、生物、植物試料作成法として用いられている。空気中乾燥法は骨格の剛な、もしくは固定処理を行なって剛にした試料は別として、土壌の場合収縮し構造が変化するので用いることができない。最も収縮限界以下の含水状態の試料は、それ以上体積変形しないのであるから構造も変化しないと考えると、以後空気中ないしは炉乾による乾燥を行なっても良いことになる。後者の2つの乾

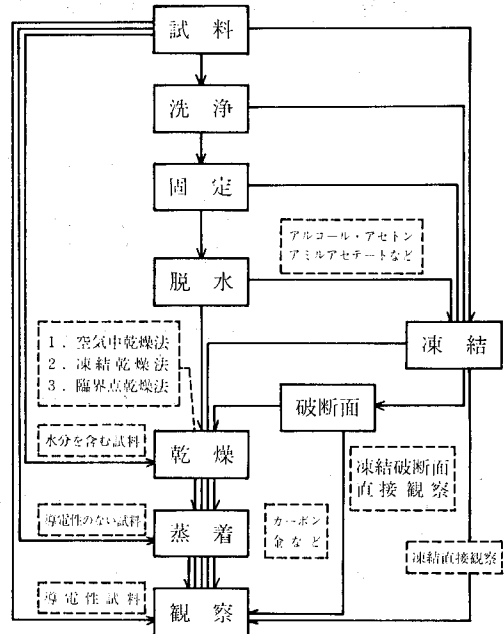


図-4 SEM観察のための生物試料処理過程(文献5)から

燥法は以下において詳しく述べる。今参考のため生物試料について用いられている一般的な試料処理過程を図-4に示す。土壌の場合普通図-4の洗浄、固定の2過程を省くことになる。

以上の様な自然乾燥時の収縮は、主に乾燥時の気-液界面形成による表面張力による。従ってこれを防ぐには、気-液界面を生じさせないで乾燥させればよいことになり、その方法として現在臨界点乾燥法と凍結乾燥法がある。

a) 臨界点乾燥法：気体と液体の相平衡の圧力-温度曲線にある特異点Kは、圧力をそれ以上にあげても液化しない(温度、圧力)点で、これを臨界点と呼ぶ。この臨界点では気体と液体が共存し、1つの相となる。そこでこの臨界点における温度と圧力以上では気体の液化は生じないこと(臨界現象)を利用して、気-液界面に働く表面張力をなくして乾燥させる方法が臨界点乾燥法である。

この方法の手順は濃度を低い方から高い方へと順に換えたアルコールによって脱水し、そのアルコールを酢酸アミル、アミールアセテイト並びにアセトン等の溶媒で置換した後、臨界点乾燥器中で液体炭酸と溶媒を置換させる。その後その液体炭酸を臨界温度、圧力以上(普通臨界温度より約10℃上昇させて得る)にして気体化(CO<sub>2</sub>)させ、このCO<sub>2</sub>を排気(圧力低下)して乾燥させる。一般に臨界点乾燥の処理液として液体炭酸が用いられるが、他にフロンや酸化窒素なども用いられ

る。この処理過程における温度、時間は植物試料で次の様に報告されているが<sup>13)</sup>、所用時間は用いる器具にもより、また試料の大きさ、種類によって定めるべきである。

液体炭酸 注入	置 換	気 化	排 気
10℃以下	20℃ 30分	43℃ 小型試料 30分 大型試料 50分以上	0.3~1.0 l /minで約 1時間30分

この臨界点乾燥法は現在最も良好な乾燥法とされているが、大気圧に減圧する時の影響や、アルコール、アセトン等の溶媒で脱水、置換することによる試料中物質の溶解の影響が問題とされる。また粘土の場合、置換脱水が完全にできるかの問題も残る。

b) 凍結乾燥法：この方法は試料を一たん凍結して固化し、さらに昇華（固体→気体の相変化）によって液体分を取り除く乾燥法である。その原理は氷の結晶が生成、成長しない様な低温（-90℃以下）で急速凍結させる。すると氷は非晶質のガラス状となりほとんど体積の増加がない。図-4において試料凍結-乾燥のルートを一般に凍結乾燥法という。これは内容物が有機溶媒に溶けたりして影響を受ける試料では、臨界点乾燥法より有利である。

試料は凍結後低温下では昇華速度が遅いため高真空中におき、速度を早められる。また表面から乾燥していくが、その時潜熱を必要として試料内部がより低温となり、さらに乾燥が遅れる現象が生じる。それで温度を上げ試料に熱を与えてやれば乾燥を促進させうるが、そうすると氷の結晶が成長し、試料構造が変化する。従ってこの真空乾燥が困難な場合、試料を小さくするか潜熱の大きい水（600kcal/gr）を凍結前に潜熱の小さい溶媒で置換しておく方法がとられる。土壌の場合試料整形の点からも5mm径以上とかなり大きくなり、置換させる方がよいと考えられる。

また凍結試料をそのまま観察する手順も、凍結法として採用されている。この場合試料表面には、一般に導電性にするため金などの蒸着を行なうが、氷がその役目は果たし、蒸着の過程がはぶける。しかし、SEMによる観察は手早く行なわなければ、気化水分子のため鏡筒に部分電界が生じ、分解能を低下させると共に質の悪い像を得ることになる。また鏡筒内を汚染させるという欠点をもつ。

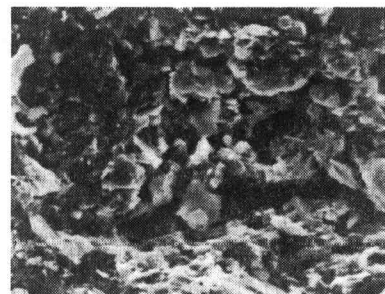
凍結剤としては一般に液体窒素が用いられるが、これは発泡が激しく、そのため冷却速度を低下させると共に発泡による構造への影響が考えられる。これを防ぐためには、例えば液化フロンのような他の冷媒を用いることも考えられる。

今写真-1に温州ミカンの柱頭を凍結乾燥法で観察した例を示す<sup>16)</sup>。約30μ幅のキレットが生じている。凍結乾燥法（脱水置換）で良い成果を得たという報告もあるが<sup>17)</sup>、写真-1に見られる様に、この方法も完全なものではなく、氷晶による微細な変形はさけられないものと考えられる。また、土壌は結合部の結合強さが大きいとはいえず、微細な変形の場合、写真-1の様にキレットとして視覚化しないことが十分に考えられるので観察像の判定には注意を要する。これは臨界点乾燥法の場合も同様と考えられる。

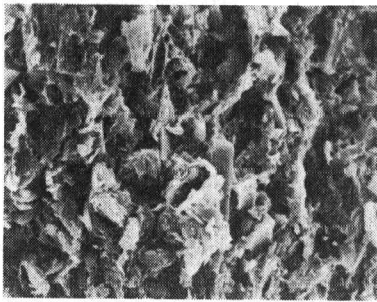
以上の様にSEMの供試体作成技術は透過電顕に比較して容易であるといわれているが、厳密に言えばブロックのまま観察できる点以外は確立していないと考えていた方がよいといえる。従って観察する目的や試料ないしそれらで定まる拡大スケールの選択によって断面のとり方、その整形法をも含め、試料作成法は1種ないしは1



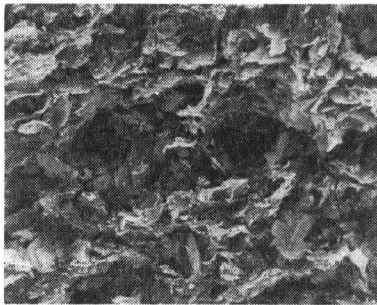
写真-1 温州ミカンの柱頭  
(文献 白石ら<sup>16)</sup>原図)



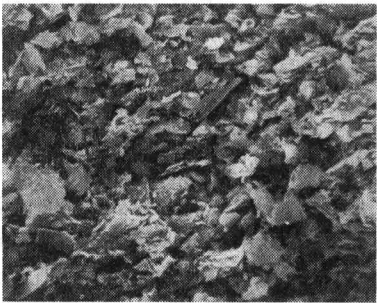
P = 0 kg/cm<sup>2</sup> 垂直断面  
写真-2 20μ



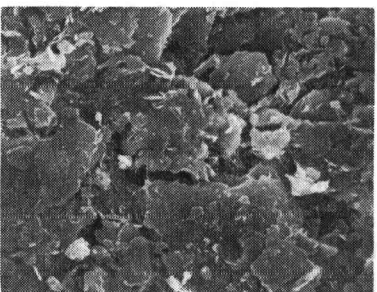
P = 0.29 kg/cm<sup>2</sup> 垂直断面  
写真-3 20μ



P = 4.61 kg/cm<sup>2</sup> 垂直断面  
写真-4 20μ



P = 18.4 kg/cm<sup>2</sup> 垂直断面  
写真-5 20μ



P = 4.61 kg/cm<sup>2</sup>  
水平断面  
写真-6 10μ

つの手順のみでなく、幾種類かの方法で行なう必要があると考えられる。そして各々が、実施した方法論の評価をふまえて観察像の解釈を行なわなければならない。

## 2) 機械の調整

SEMの鏡筒内における電子光学系の軸は常に正常でなければゆがんだ像を得ることになる。それは大型電顕程小さいが、極端には1度電源を切ると必ず若干のくるいを生じるともいわれる。また鏡筒内の汚染により部分的電界が生じ、そのため電子線束が影響をうける。これらのため、鏡筒内の掃除をも含め電子源から一連の電子レンズ等の管理チェックが必要である。

二次電子の像を観察する場合、分解能がよく、像質(S/N, コントラスト等)の良いものを得るために、機械の条件を最も観察に適したものにしなければならない。次にその条件について概説する。

a) 加速電圧：一般に加速電圧をあげれば試料面上での電子線束の直径を小さくでき、分解能をあげることができる。しかしいかに加速電圧をあげても、照射電子の透過度が大きくなり二次電子の出てくる面積がその分大きくなるため、分解能を低下させる結果となる。この様に分解能に対する加速電圧は、正の相関性があるながらも限度がある。一般に5~30kVの加速電圧を用いるが、高い加速電圧では微細構造が不鮮明となる。また後述するエッジ効果が顕著となり、異常コントラストの原因となる。そこで、電子線束の径が大きくなる程度(要求する分解能を保ちうる)に加速電圧を低くすることが必要と考えられる。

b) 照射電流：試料表面に照射する電子線束の電流量が多いほど鮮明度などの像質が良くなる。しかし、この電流を増すと電子線束の径が大きくなる。

c) 対物レンズの半開口角( $\alpha$ )：焦点深度 $l$ は次式で表わせる。

$$l = \pm [(r/M) - d] / 2\alpha \quad (2)$$

r：CRT上、肉眼で識別できる最小距離 M：倍率

d：電子線束の径  $\alpha$ ：対物レンズの半開口角 =  $\frac{A}{D}$

A：対物レンズの絞り半径

D：対物レンズ絞りから試料までの距離

(2)式からもわかる様に $\alpha$ を小さくすると、焦点深度は大きくなり立体感あふれる像となるが、照射電流が小さくなり、そのためS/N比の減少と共に回折収差が大きくなり像質が低下する。逆に大きくするとS/N比は増大するが、焦点深度は浅くなり、球面収差が大きくなって分解能が低下する。

d) 試料の傾斜：照射電子束の試料表面に対する入射角 $\theta$ によって、発生する二次電子量が異なり像のコントラストになるが、この $\theta$ を任意変化させてやることによ

って、コントラストを増減できる。すなわちコントラストをつける傾斜角効果である。この時二次電子量は $\frac{1}{\cos \theta}$ に比例する。しかし、傾斜しすぎると画面の焦点が合わなくなるが、これはフルフォーカス機構（対物レンズの焦点を走査に同期させて変化させ、試料全面に焦点を合わせる）によって補正でき、機械のカタログには傾斜の許容範囲が記載されている。

e) 電気信号の操作：前述した様にSEMは電気信号として情報をとり出すため、信号の操作が容易であることが利点とされている。それで例えば二次電子量が少なく、情報の差異を示す取り出した電気信号の変化分が小さくても、電気的に処理（増幅）することによってその変化分を大きくし、像のコントラストを増すことができる。しかし逆に増幅、伝送過程で雑音が入れば、像質を悪くするので注意が必要である。

その他電気的な信号処理法はガンマコントロールなどが存在し、これらを適当に操作することによって、微細構造がより鮮明になるなど、より目的にあった情報を得ることができる。

f) 非点収差補正：前述した様に非点収差が存在すれば分解能を低下させる。これは電気的補正操作により容易に取り除くことができる。この非点収差の補正は常に完全におこななければならない。

以上の他に走査速度やCRTの走査線数もS/N比等とかかわり像質に影響するが、非点収差が完全に除去されていれば、主に加速電圧、照射電流が分解能やS/N比に大きく関与し、これらの適当な選定がより良い像を得る条件である。実際にはこれらの選定は用いる試料等を勘案して、各条件を妥協させる必要がある。

### 3) 写真の作成、判読

SEMによる像は大きく拡大されたものであるため、何が写っているのかはよりマクロな形から正しくとらえておこななければならない。また、写っている像（コントラスト差）は何を意味するのかも認識しておかないと誤った判断を下す危険が大いにある。前者の点は、光顕による観察の経験が大いに役立つものと考えられる。特に光顕程度の倍率でも構造が見うる試料では、その拡大したSEM像に対する判定において有効な基準となるであろう。

後者の点はSEMが場所毎の二次電子放出量の違いをコントラスト差として像化しているもので、物体にあたった光の反射量の違いをそのままみている日常の視覚とは本質的に異なることから生じる。このコントラストの成因は、照射電子線束の試料表面に対する角度であり、加速電圧の大小、物質の二次電子放出比、蒸着膜の厚さ及びそのむら、そしてエッジ効果やチャージアップ現象である。このうち前二者はすでに述べてきた。

二次電子放出比とは構成元素、並びにそれらが化合物をつくることによって二次電子の放出比が変化し、表面形状に差異はなくてもコントラスト差としてあらわれてくるものである。蒸着膜の厚さ及びむらは、それらが要求（観察）している分解能よりも厚ければ、試料の表面形状をおおいかくすことになる。従って蒸着厚さは前もって知っておかなければならない。また電気的に信号をコントロールしてコントラストの増減をつけることはすでに述べたとおりであるが、あまりにもコントラスト差を強調しすぎると間違った判断をくだす場合が生じる。エッジ効果とは角の部分並びに飛び出している部分は形状差以上に特に明るく見え、凹部は逆に暗くなる効果をいう。またチャージアップ現象は、試料の導電性が不十分な場合、試料表面に電荷がたまり像に影響を与えるものである。

以上の様な影響をうけ、分解能は電子線束の径によって主にきまるが、一般にはこれより分解能は悪くなる。そしてSEMの分解能は試料の状態によっても変化することを念頭におき、より良い像を得る様に注意しなければならない。

さらに定量的取り扱いにおいて、SEM像では焦点深度が深いので、同一大きさのものでも異なる大きさにみえる。また斜めに存在する部分の像はそのままの大きさでは真値でない。そして正確に凹凸の形状を区別するには、ステレオ技術、シグナルコンディショナーの操作が必要とされる。

以上はブラウン管上に写る像までについての記述であったが、それを記録（写真撮影）する際、撮影、現像、焼付けの技術は出来上りの像の良し悪しを左右する。まず現像であるが、撮影が良好であったかを確認するため（確認しないと我々が普通用いる金蒸着試料は保存が長くないため、試料作りの初めからやり直さねばならない）、その場で行なう方がよい。この現像を適正にするには現像剤の選択と現像時の温度、時間、濃度を適正に選ぶ必要がある。温度が高かったり、時間が適正でないと、コントラストが増し、せっかくの適正な像もこの段階で不十分となる。筆者が行なった場合を1例として以下に示す。現像剤としてはマイクロファイン（600cc）を用い、この1袋で4本現像できる。フィルムはコダックTri-Xpanフィルム（TX120）を用いた。現像温度は22℃、時間は新しい現像剤では18分（その解説書には11分となっているが）、1本現像を済ます毎に1分ずつ時間を増す。次いで水で2回洗った後、定着（5分）させる。定着剤としてはスーパーフィックスを用いた。

### 6 観察例

末風乾試料を液性限界付近の含水量で練返して圧密した海成粘土について、観察像を写真2～6に示す。試料

は炉乾後の状態である。試料断面はまずソイルナイフで割り、ナイフの当たっていない面を軟かいはけではき、さらにブローワーでチリを飛ばして整形した。試料面は圧密方向とそれに直角方向とした。それらを垂直断面及び水平断面と呼ぶ。写真には圧密荷重、0, 0.29, 4.61, 18.4kg/cm<sup>2</sup> をかけた試料の垂直断面と4.61kg/cm<sup>2</sup> をかけた水平断面とを示す。なおこの場合加速電圧は20kV, 照射電流は60Aである。その結果、無荷重状態では若干の配向性を示すが、全体としてはランダムな構造であった。それが0.29kg/cm<sup>2</sup> の小さな荷重で一端圧密方向に平行ともみれる配列が認められるものの、荷重の増加と共に圧密方向と直角に、より強い配向状態を呈していることが認められる。

### 7 おわりに

単に見るというだけで終ることなく、土壌の挙動と構造性との議論が相当煮詰まっている現在、SEMによる観察研究は今後の成果が期待できるものと考えられる。その場合、現段階では試料作成法等に統一なものがなく、各々が目的や対象とする試料の種類並びに拡大スケール等を勘案して工夫をしなければならぬ。そして、観察像の適正さを期す上からも、試料に対する代表性を確保するためにも、試料作成方法などは各種方法で行ない、かつSEMの機能を最大限に生かした観察像からいろいろな情報を得る必要がある。また任意条件下におかれた土壌について、どの大きさのレベルないしはスケールで観察しているのかを考え、それらの観察像の積み重ねによって、全体の構造を構築していかなければならないと考えられる。さらに以上のようにして得られた観察像の客観的な評価並びに定量化の面において、SEMをコンビ

ュータと連続させて処理する方法が現実化しており、土壌構造の研究においても有用であると考えられる。

**謝辞** 最後に筆者が走査電顕を取り扱う様になって以来、SEMの操作法から試料作成法などについて基本的なことから、また本小稿をまとめるに際しても御丁寧な御指導を願った愛媛大学農学部白石雅也博士に心からの謝意を表します。

### 参考、引用文献

- 1) 川上 浩・阿部広史：第30回土木学会講要(III), pp.410~411 (1975)
- 2) 風間秀彦：第13回土質工学研究発表会講演集, pp.201~204 (1978)
- 3) Collins, K. and A. McGown : Geotechnique, 24(2), pp.223~254 (1974)
- 4) 土壤物理研究会(編)：土の物理学, 森北出版.
- 5) 日本電子顕微鏡学会関東支部(編)：走査電子顕微鏡, 共立出版.
- 6) 東 昇・遠山 益：電子顕微鏡学実習, 共立出版.
- 7) 水平敏知：電子顕微鏡, 医歯薬出版.
- 8) 長谷川与一：細胞, 3(13), pp.9~16 (1971)
- 9) 日立製作所：走査電子顕微鏡.
- 10) 徳永 純・幡場良明：細胞, 3(13), pp.17~31 (1971)
- 11) 大隅正子：細胞, 7(1), pp.99~117 (1975)
- 12) 赤堀 宏：細胞, 11(4), pp.137~141 (1979)
- 13) 白石雅也：細胞, 11(4), pp.147~156 (1979)
- 14) 小菅孝男：細胞, 11(4), pp.164~171 (1979)
- 15) 日立製作所：Technical Data 一 走査電子顕微鏡の生物試料作成技術について.
- 16) Shiraishi, M. et al., : J. Japan. Soc. Hort. Sci., 44(2), pp.107~121 (1975)
- 17) 松尾新一郎・嘉門雅史：土木学会論文報告集, No.209, pp.103~113 (1973)

[1980.3.3.受稿]