

走査電子顕微鏡による水の観察 No.98057

キーワード：走査型電子顕微鏡、SEM、低真空、水、撥水性

概要

光学顕微鏡はものの観察に光を用いるため、その波長の半分より小さなものは観察できません。可視光線でもっとも短い波長は $0.4\mu\text{m}$ ($1\mu\text{m}=0.001\text{mm}$) ですから、光学顕微鏡では $0.2\mu\text{m}$ より小さなものは、どんなにレンズの性能を上げたとしても、観察できないのです。

そこで、もっと小さなものを観察するために、光よりずっと波長の短い「電子」を使った顕微鏡、すなわち電子顕微鏡が開発されました。

電子顕微鏡にはいくつかの種類がありますが、試料作りや操作が簡単な、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope : SEM) が近年飛躍的に普及してきました。ここでは、水を観察できる特殊な SEM についてご紹介します。

電子顕微鏡とは

SEM はできる限り細く絞った電子ビームを、順次試料に照射し、そこから出てくる2次電子の量を明るさに変換して画面に表示します。試料にあたるビームの径が細いほど小さなものを見ることができます。電子ビームの通り道に空気が存在すると、ビームの散乱が起こり、小さなものを見ることができなくなりますので、通常の SEM は装置の内部を高真空に保って観察を行います。試料も高真空下に置かれますので、乾燥している必要があり、電子線による帯電を防ぐため、導体であるか、導体でなければ金などのコーティングを行って電気伝導性を持たせる必要があります。

ところが、近年、水を含んだ試料を乾燥させず、自然な状態で観察したいという要求が多くなり、低真空型の SEM が開発されました。低真空型 SEM は、電子線の通過経路のうち、試料の周囲だけを低真空 (数 Pa ~ 500Pa) に保ったまま観察できる装置です。試料の周囲を低真空に保つことで、試料の乾燥を防ぎ、より自然に近い状態で観察することができます。

また、試料周囲にわずかの空気が存在しますので、これに電子ビームや2次電子があたることで、空気を構成するガス分子の持っている電子がたたき出され、プラスの電荷をもちます。これに対し試料には叩き込まれた電子がたまりませんが、これらが互いに影響し合い、中性化されますので、不導体試料でも帯電が起こりません。(図1) したがって、不導体でもコーティングをせずに観察することが可能となります。文化財のようにコーティングすることが許されない試料でも、低真空 SEM なら観察することができます。

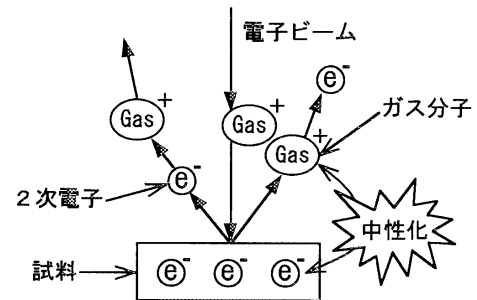


図1 低真空 SEM におけるイオンの動き

水の観察

当研究所には、上で説明した低真空 SEM よりさらに大気圧に近い状態で観察が行える装置が設置されています。この装置は、特殊な検出機構により、従来の低真空 SEM より一桁低い真空度 ($10\text{Pa} \sim 2700\text{Pa}$) で観察できます。この結果、従来の低真空 SEM の特徴に加えて、試料表面に結露した水そのものが観察できるという特徴を持っています。

それではどのような環境下であれば水が存在できるかを考えてみます。図2に温度と飽和水蒸気圧の関係を示します。飽和水蒸気圧とは、その温度で水が蒸発せずに存在できる圧力と考えてください。このグラフから、温度が5 °Cのときの飽和水蒸気圧は約 850Pa であることがわかります。従って、試料の温度を5 °Cにして、周囲の圧力を 850Pa 以上にする

と、試料の周囲だけに水が存在できるようになります。また、試料が冷却されているために、試料室に水蒸気を流し込むと、表面に水が結露します。同じ理由から、水を含んだ試料でも温度を下げて、その温度における飽和水蒸気圧付近で観察することで、試料に含まれる水の蒸発を防ぐことができます。

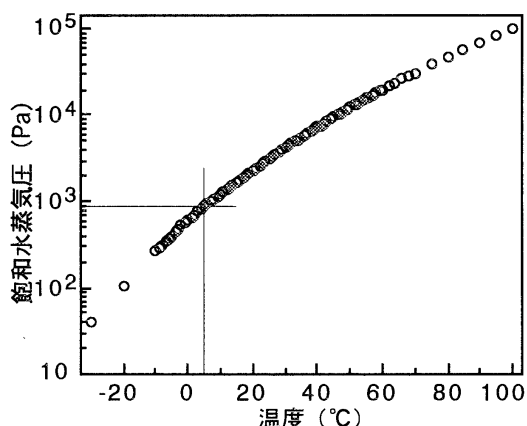


図2 温度と飽和水蒸気圧の関係

観察例

図3は低温プラズマ処理によって羊毛単繊維表面の親水性がどのように変化するかを調べた結果です。(a)は低温プラズマ処理を行っていない羊毛ですが、水が丸く玉のようになっているのがわかります。いっぽう、低温プラズマ処理を行ってから観察した試料(b)は、(a)に比べて水がはじかれず、表面で広がった様子が観察できます。この結果から、低温プラズマ処理によって羊毛表面の親水性が向上するということがわかりました。

このように、この装置を用いると、光学顕微鏡では見ることのできないミクロンオーダーでの撥水挙動を観察することができます。

図4は、アルミ板を十分に冷却してから水を結露させ、結露すると同時に凍らせたものです。美しい六角形の結晶がどんどん成長し、隣の結晶とぶつかり合う様子を連続的に観察することができます。このような動的な観察

はビデオに記録します。

この他にも、多くの方が当研究所の機器利用制度を活用して、水分を含んだ試料の観察を行い、大きな成果をあげておられます。

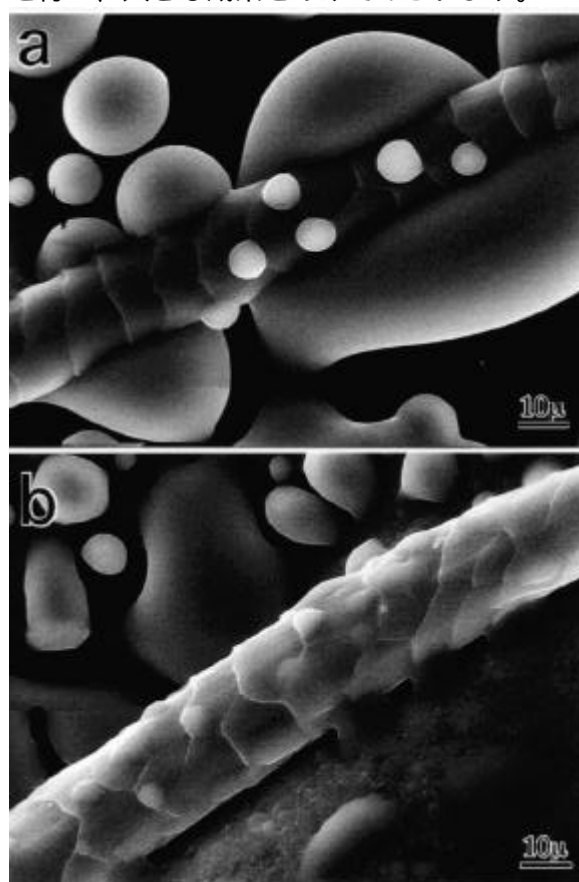


図3 羊毛単繊維に付着した水
(a) 未処理羊毛
(b) 低温プラズマ処理(500W,10min) 羊毛

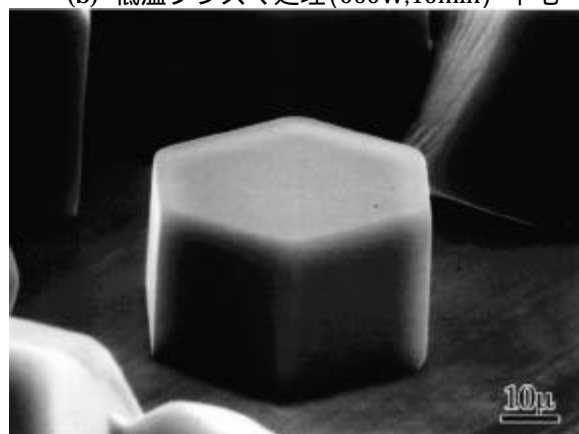


図4 アルミ表面に析出した氷の微結晶