

X 線 CT を用いた微小領域の接触角測定

上原 史也

形態科学研究部

要 旨 接触角の測定において、微小領域、凹凸形状部、および材料内部などに関しては、試料内部構造を非破壊で三次元的に撮影できる X 線 CT（コンピュータトモグラフィ）法を用いた測定が有効である。X 線 CT で測定できる微小領域における接触角は、液滴サイズ、試料表面状態の不均一性、接触面の形状に大きく影響を受けるため、単純に接触角の大小を比較するだけではなく、これらの影響を加味して評価することが重要である。ここでは、ポリエチレンフィルムやナイロン糸を用いて、これらの影響を三次元観察データから検証した結果を紹介する。

1. はじめに

固体表面物性の指標となる濡れ性は、接触角を測定することで評価可能である^{1,2)}。一般的な接触角測定では、固体表面上の液滴を側面からの光学的映像として捉え、接触角を直接計測する。この方法は簡便で広く用いられているが、測定できる接触面は平面に限定される場合が多く、凹凸形状部や材料内部の測定は難しい。接触面が複雑な形状をした試料では、モデル的に平面試料を別途作製し、濡れ性を間接的に評価するケースも多々あるが、実デバイスそのものの形状で濡れ性を直接評価したいという要望は強くある。

接触面が複雑な形状や微小領域である場合は、試料の内部構造を三次元撮影できる X 線 CT 法を用いた接触角測定が有効である。既往研究では、含水試料³⁾や燃料電池ガス拡散層に水を圧入し接触角を測定する例⁴⁾が報告されている。我々は、これらの試料に限らず多様な試料に対して、接触角を測定する技術を開発してきた⁵⁾。撮影については、sCMOS カメラを搭載した X 線顕微鏡（リガク社製；nano3D）を用い、数分から数十分で高速撮影を行うことや、密封セルの中に試料を封入して湿潤状態で撮影することにより、撮影中の乾燥を抑制することが肝となる。また、試料に液滴を付

与する技術も重要であり、噴霧によって試料表面に微小液滴を付着させる方法や、結露現象を利用して試料内部まで微小液滴を付与する方法を開発してきた⁶⁾。

本測定技術を用いて多様な試料の接触角測定を行ってきたが、X 線 CT で測定できる微小領域における接触角の値は、液滴サイズ、試料表面状態の不均一性、接触面の形状に大きく影響を受けるために、単純に接触角の大小を比較するだけでは不十分である。本報告では、ポリエチレンフィルムやナイロン糸を用いて、これらの影響を三次元観察データから検証した結果を紹介する。

2. 接触角に及ぼす液滴サイズの影響

一般に、接触角 θ は Young の式より、固体の表面張力 γ_S 、液体の表面張力 γ_L 、液体と固体の界面張力 γ_{SL} のつり合いで説明されるが、液滴のサイズが小さい場合は、Young の式に第四項を追加した修正 Young の式⁷⁾ (1) を用いることが好ましい。

$$\gamma_{SL} - \gamma_S + \gamma_L \cos \theta + \tau \kappa = 0 \quad (1)$$

ここで、 τ は線張力と呼ばれる物性値で、 κ は液滴接触円（三相界面線）の曲率である（図 1）。液滴が小さいほど曲率 κ は大きくなり、線張力項は大きくなる。X 線 CT による微小領域の接触角測定では、この線張力項の