

走査型電子顕微鏡による流れの観察について

○十河基介^{A)}, 保田和則^{B)}, 岩本幸治^{B)}

^{A)}愛媛大学 工学部等技術部, ^{B)}愛媛大学 大学院理工学研究科

1. はじめに

微小スケールの流れについては、これまで多くの研究が行われている。また近年、マイクロスケールよりもさらに小さな、ナノスケールの流れの現象についても注目されてきている。このような微小スケールの流れの研究手法の一つとして流れの可視化があるが、対象となる流れがナノスケールの場合、光学顕微鏡の分解能では観察することは難しい。そこで本研究では、光学顕微鏡よりも高い分解能を持つ走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた流れの観察を目的としている。

SEMを用いた流れの観察では、 $10^{-4} \sim 10^{-5}$ Paの高真空状態のチャンバー内に実験装置を設置する必要がある。液体の多くは真空状態においては蒸発するので、蒸気圧が極めて低いイオン液体を用いることによって、真空中での流れを実現した。トレーサー粒子をイオン液体に分散させ、トレーサー粒子の動きを観察することにより、イオン液体の流れを観察した。

本報告では、SEMを用いて、イオン液体が真空中に露出しているオープンチャンネルおよび管壁に囲まれたクローズドチャンネルの流れの観察方法について報告する。

2. 実験装置および方法

Fig.1 に実験装置の概略図を示す。オープンチャンネルは、放電加工機によって、厚さ $t = 1$ mm の真鍮板を鍵穴状にくり抜き、樹脂製の土台に接着することにより構成した。観察する流路部は長さ $L = 2$ mm, 幅 $W = 0.5$ mm であり、出口部からテーパ状に広がる形状とした。この流路を傾けることによりイオン液体を流した。クローズドチャンネルは、真鍮製の台座に長さ $L = 2$ mm, 幅 $W = 0.3$ mm, 深さ $D = 0.05, 0.1, 0.3$ mm の溝を加工し、電子線が透過することができる薄膜をかぶせることによってクローズドチャンネルを構成した。台座と薄膜の接着には、銀ペースト系の導電性接着剤を使用した。チャンネルの上, 下流に液だめをシリコンチューブで接続し、ヘッド差によってイオン液体を流した。

イオン液体は蒸気圧が極めて低く、高い導電性を有することから、SEMによる観察が可能となる。試料流体として 1-Enthy-3-Methylimidazolium-tetrafluoroborate (関東化学社製)を用いた。このイオン液体は、25 °Cにおいて粘度 0.0318 Pa·s, 比重 1.279 である。

トレーサー粒子として、粒径 3 μm , 比重 3.16 のプラスチック粒子を使用した。この粒子は金メッキされており、イオン液体とのコントラストがはっきりとした観察像を得ることができる。

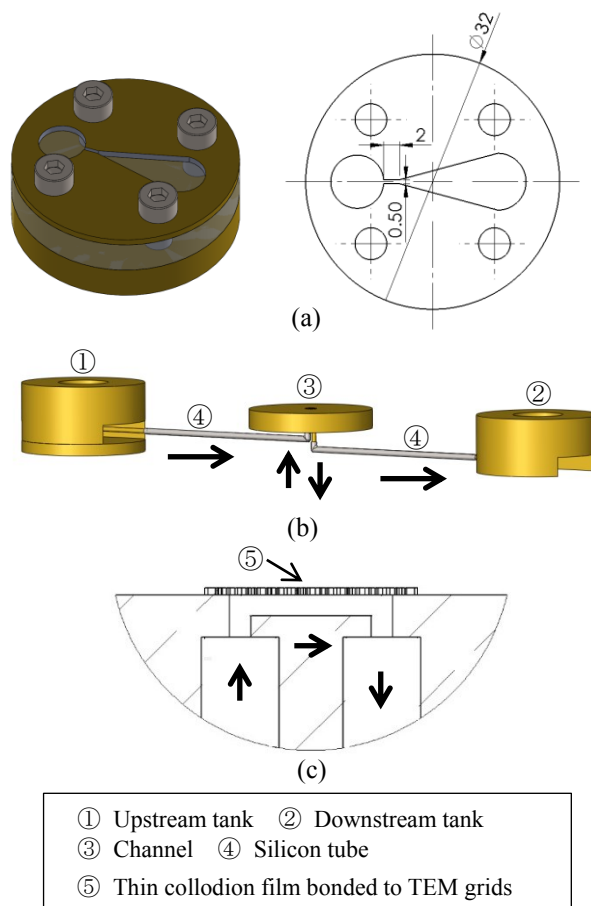


Fig.1 Schematic diagram of (a) open channel, (b) closed channel and (c) enlarged figure of channel

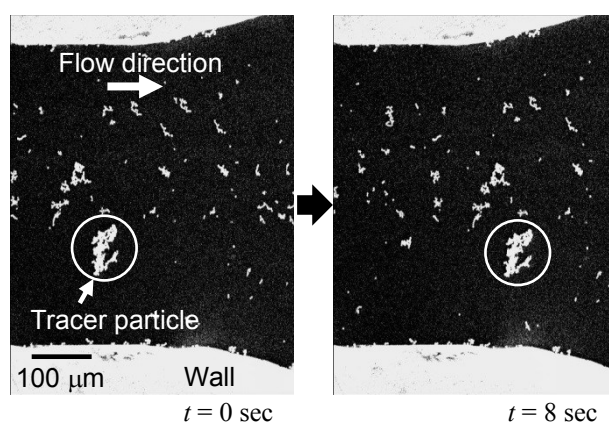
トレーサー粒子のイオン液体中への分散には、超音波洗浄機を使用した。

薄膜として市販の透過型電子顕微鏡(TEM)用のプラスチック支持膜付グリッドを使用した。プラスチック支持膜は、コロジオン薄膜に補強のためのカーボン蒸着が施されている。膜厚は 40 ~50 nm であり、非常に薄いので電子線が透過することができる。また、銅製のグリッドはピッチ 100 μm 、穴の直径は約 80 μm である。

トレーサー粒子を分散させたイオン液体で流路内を満たした後、SEM のチャンバー内に設置し、トレーサー粒子の動きを動画で記録した。観察に用いた SEM は JEOL 社製, JSM-6510LV および日立社製, S-2300 を使用した。

3. 観察結果

Fig.2 (a) にオープンチャンネルにおける流れを、反射電子像によって観察した結果を示す。観察画像は 10 fps で記録した。画像中央部の黒色部はイオン液体であり、上下の白色部は管壁である。イオン液体中の白点がトレーサー粒子である。白色円内のトレーサー粒子の塊を見ると、イオン液体の流れにともなってトレーサー粒子が移動していることが分かる。Fig.2 (b) にクローズドチャンネルにおける流れを、二次電子像によって観察した結果を示す。観察画像は 30 fps で記録した。画像中央の円形状の濃色部が薄膜であり、周りの淡色部はグリッドである。薄膜部に見える小さな円状の淡色部がトレーサー粒子であり、周りの濃色部がイオン液体である。動画から膜越しにトレーサー粒子の移動を確認することができた。クローズドチャンネルにおいては膜越しに観察しているため、トレーサー粒子の輪郭が不鮮明ではあるが、(a), (b)どちらの画像においてもイオン液体とトレーサー粒子を明瞭に判別することができる画像を得ることができた。流れの観察においては画像のコントラストなどの良否が大きく影響してくるので、今回の方法によって、SEM を用いた流れの観察が可能であることが分かった。



(a) Reflection electron image of open channel

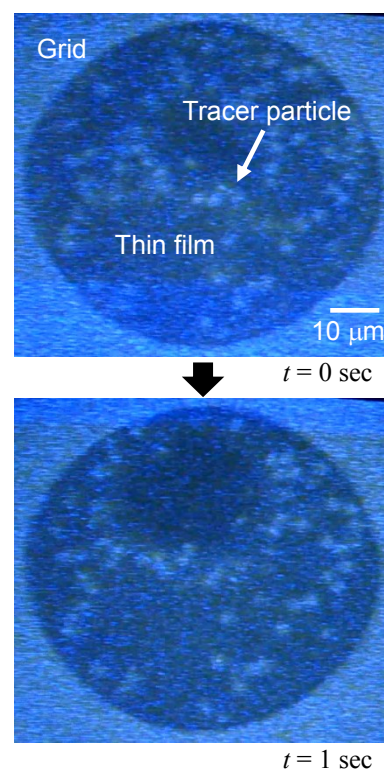
4. おわりに

本実験において SEM を用いて流れを観察することができた。しかし当然ながら、その過程において多くの試行錯誤や失敗を繰り返した。その一つとして、SEM のチャンバー内には物質を飛散させることは望ましくないが、イオン液体が飛散してしまい、その事が重大なトラブルを引き起こしてしまった。また、チャンバー内において安定した流れを作り出すことが難しかった。特にクローズドチャンネルにおいて観察された流れは、台座と膜との間に流入した非定常な流れであり、チャンネルにおける定常流れの観察はできなかった。これらの問題については、今後の課題である。

5. 謝辞

本実験を行うにあたって多くのご助言をいただきました。保田和則教授、岩本幸治助教および工学部等技術部の技術職員各位に感謝いたします。

本研究は JSPS 科研費 23917020, 25917016 の助成を受けたものです。



(b) Secondary electron image of closed channel

Fig.2 Visualized image