ガラス上に形成した PTFE 皮膜上の 水滴の ESEM による観察

斎藤 博之*, 高井 健一*, 高沢 寿佳*

ESEM-observation of Water Drops on PTFE Film on Glass

Hiroyuki SAITO*, Ken-ichi TAKAI* and Hisayoshi TAKAZAWA*

Key Words : PTFE, ESEM, PVD

1. 緒 言

近年、材料のはっ水性が着目されてきている^{1), 2)}。環境 SEM (ESEM) は低真空中で材料の表面に形成した水滴を観察できる装置であり、小さな水滴が材料表面で成長するのを観察することが可能である。この ESEM を利用してはっ水材料表面に形成された水滴を観察し、その接触角を求めた。

2. 実験方法

2. 1 試料の作製

5 mm × 5 mm × 1 mm のケイ酸ガラス製プレパラート表面に平均分子量 8500 の分子末端までフッ素化してある PTFE を厚さ $3.0 \times 10^{-2} \mu\text{m}$ に蒸着して試料とした。なお、蒸着皮膜のないケイ酸ガラス製プレパラートと PTFE 板を参照用試料とした。

2. 2 観察方法

作製した試料を ESEM (ニコン ESEM 2700) によって観察した。

観察手順としては、はじめに約 50 Pa の真空中にした後、装置に徐々に水蒸気を導入して 800 Pa とした。なお、試料の温度は 5 °C に保持した。

この条件で試料上に水滴を結露させ、試料を 60 度に傾斜させて観察を行った。

3. 結果および考察

3. 1 皮膜

作製した試料の PTFE 蒸着膜の観察結果を図 1 に示す。約 0.1 μm の大きさの PTFE 粒子が均一に付着しており、画面内の粒子部分が占める被覆率を画像解析によ

り求めたところ 55% であった。

3. 2 水滴の示す接触角と試料

ESEM により、ガラス上、PTFE 樹脂板上、PTFE 蒸着ガラス上のそれぞれの上に結露させた水滴の観察を行った結果を図 2 (a)~(c) に示す。

図中には直径 1 ~ 20 μm の水滴が観察される。これらの水滴が球の一部と仮定すると、幾何学的関係から水滴の接触角を計算することができる。こうして求めた図 2 (a)~(c) の各図中の水滴の接触角と水滴の直径との関係は図 3 のようになり、各素材毎に粒径によらない一定の接触角を示していた。ただし、ここで水滴の直径としては、図 2 (a) では水滴が試料と接する部分の直径、図 2

(a) × 2000

(b) × 10000

Fig. 1 PTFE particles on glass.
(a) × 2000 (b) × 10000

* 日本電信電話 (NTT) 技術協力センター (〒180 東京都武蔵野市緑町 3-9-11)

Nippon Telegraph and Telephone Corp., Technical Assistance and Support Center (9-11, Midori-cho 3-chome, Musashino-shi, Tokyo 180)

Fig. 2 Water drops on samples.

- (a) Glass plate
(b) PTFE plate
(c) PTFE coated glass plate

(b)(c)では水滴を球の一部とみなしたときの球の直径を指すものとする。

各素材の示す接触角に着目すると、PTFE 蒸着ガラス上の水滴が示す接触角は145度を示し、PTFE 板の110度を著しく上回った。この理由として、PTFE 蒸着ガラスでは表面の構造が PTFE と空気との複合面となっているので見かけの接触角があらわれるためと考えられるが、試みに接触角 $\phi = 110^\circ$ の PTFE 樹脂が被覆率 $t = 55\%$ で付着し、残りが空気とみなした場合の接触角を Cassie の式により求めると次のように接触角は約 130° となり^{3)~6)}、これだけでは接触角 145° を説明しきれない。

$$\cos \theta = t \cos \phi + (1 - t) \cos \pi \quad \cdots \cdots (1)$$

$$\cos \theta = t(1 + \cos \phi) - 1 \quad \cdots \cdots (2)$$

$$\theta = 130^\circ [\text{度}] \quad \cdots \cdots (3)$$

この点については、蒸着により PTFE 粒子は末端の $-CF_3$ 基を外側にした状態で付着しているのではないかと推察されるが、今後、蒸着膜の分析などにより明らかにしていきたい。

Fig. 3 Relationship between diameter of water drops and contact angle.

4. 結 言

ESEMにより PTFE蒸着ガラス、PTFE樹脂板およびガラスプレパレート表面に形成した水滴の接触角を測定し、次の結果を得た。

- (1) ESEM内で直径 $1 \sim 20 \mu\text{m}$ の水滴が観察され、これらについて求めた接触角は水滴の直径によらず、素材に大きく依存する。
- (2) ESEMの画像から水滴の接触角を求めることが可能であり、PTFE蒸着ガラスの示す接触角は 145° と著しく大きかった。

謝 辞

平素より材料のはっ水性に関して議論していただいている井守技術協力センタ所長と NTT境界領域研究所の方々に感謝いたします。

(Received March 28, 1995 ; Accepted May 15, 1995)

文 献

- 1) 渡辺信淳, 鄭 容宝; 化学, 46, (7), 477 (1991)
- 2) 高沢寿佳; メカライフ, 39, (3), 8 (1995)
- 3) 小野 周; 表面張力, p.78 (1980)
- 4) 中江秀雄, 乾 隆一, 斎藤博之; 日本金属学会予稿集, p.674 (1995)
- 5) 山内五郎; 化学, 50, (2), 81 (1995)