

3.3 遮水シートの表面観察について

3.3.1 表面観察の目的について

顕微鏡等による表面観察を行うようにのご要望により、供試資料にある原子間力顕微鏡による表面観察を行う。表面観察には光学顕微鏡、電子顕微鏡等様々な方法があるが、今回、表面観察に指定された原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope; AFM) を用いる。走査型電顕 (Scanning Electron Microscope; SEM) は金メッキする必要がある、その作業を行うことが不可能であったため、AFM により観察とする。しかし、AFM による表面観察ではその測定オーダがナノメートル(1mm の百万分の 1)であり、くぼみの形状を観察するには適切とは思えない。

ここでは、倍率のオーダを下げ、500 倍で観察ができるデジタルマイクロメータを用いて各遮水シートの表面観察を行う。

3.3.2 デジタルマイクロスコープについて

基本的な構造は一般的に広く知られている光学顕微鏡と同様である。この光学顕微鏡のレンズの部分にデジタルカメラが設置されており、このデジタルカメラを介してディスプレイで観察できるようにしたものである。キーエンス製のデジタルマイクロスコープを使用する。写真 8 はデジタルマイクロスコープの外観を示す。



写真 8 デジタルマイクロスコープの外観

3.3.3 デジタルマイクロスコープによる観察結果

図 6 から図 12 はデジタルマイクロスコープ(キーエンス製、倍率:×500~×2000)により観察された新品の遮水シート、熱劣化、酸劣化、浸出水劣化、アルカリ劣化させた遮水シート、新品(ロット違い)の遮水シート及び現物遮水シートの表面観察結果を示す。倍率は 500 倍。観察場所は任意である。

各種劣化させた遮水シートは、新品の遮水シートを劣化させものである。したがって、各種劣化の影響は新品との比較により検討する。遮水シートには当然 2 面あるため便宜上、表、裏と表現する。

図 6 (a) に示す新品の遮水シート表側は、傷はあるものの比較的滑らかな表面をしていることが分かる。一方裏側(図 6(b)中)は球形の凹凸が無数に見ることが出来る。図 7(a)に示す熱劣化をさせた遮水シートの表側には、新品の遮水シートにはなかった浅い穴(くぼみ)が生じていることが分かる。また、酸劣化(図 8(a)中)及び浸出水劣化(図 9(a)中)した遮水シート表側に於いても同様に浅い穴が発生していることが見て取れ、全体的に表面が荒れているように見て取れる。アルカリ劣化した遮水シート表側(図 10(a))に於いては、若干深い穴(くぼみ)が遮水シート表面に発生していることが分かる。一方で、遮水シート裏側に於いてはどの劣化(図 7、8、9、10(b))についても違いがないことが分かる。

先述した硬さ試験の結果に於いて新品でもロットの違いが大きいことを示した。そこで新品の遮水シートのロット違いによる表面の違いについて検討する(図 11)。これらはともに新品であるが、表面の形状が大きく異なっていることが分かる。また、これらは目視による観察でもその表面の光沢、肌触りも異なっている。

現物遮水シートを観察した時、その表面形状は新品(ロット違い)の形状に近いことから新品(ロット違い)との比較により劣化の検討を行う。遮水シート表側(図 12(a)中)には各種劣化させた遮水シートのような穴(くぼみ)があることが分かる。したがって、ある程度の表面組成の変化が生じていることがうかがえる。また裏面形状は全体的に凹凸が滑らかになっているように見て取れる。したがって、実際の現場から切り取られた遮水シートの表面変化の度合いは、本検証で行ったアルカリ劣化によって生じる表面変化より少し進んだ程度の変化であると推測するが、材料特性を変化させるレベルではない。

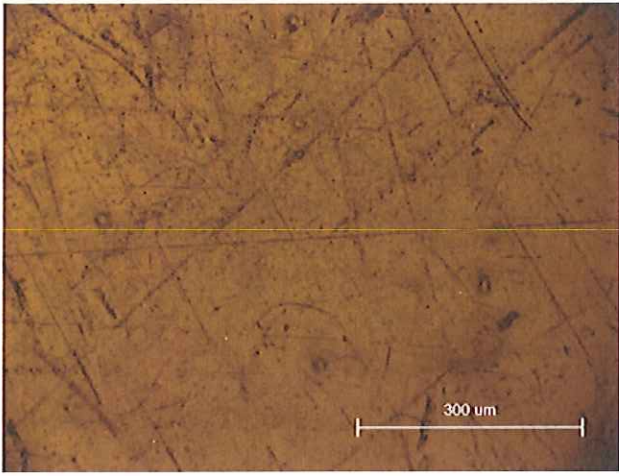


図 6(a) 表面観察結果(新品) 表側

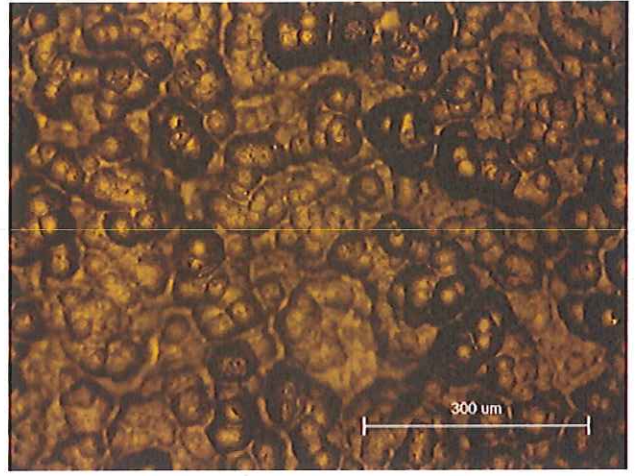


図 6(b) 表面観察結果(新品) 裏側

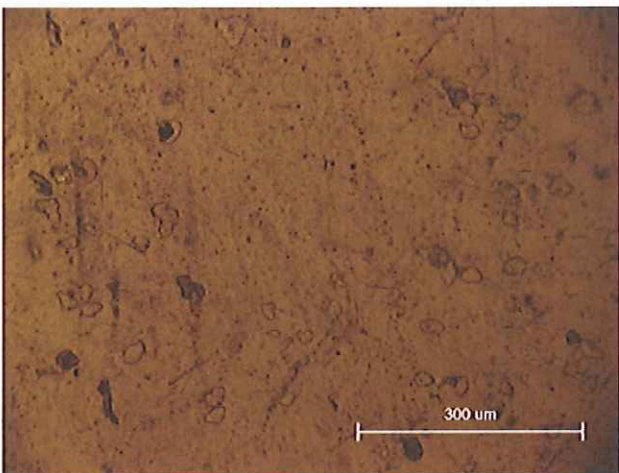


図 7(a) 表面観察結果(熱劣化) 表側

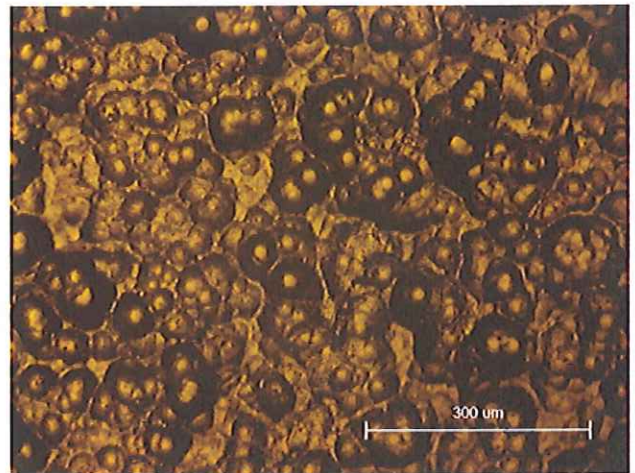


図 7(b) 表面観察結果(熱劣化) 裏側

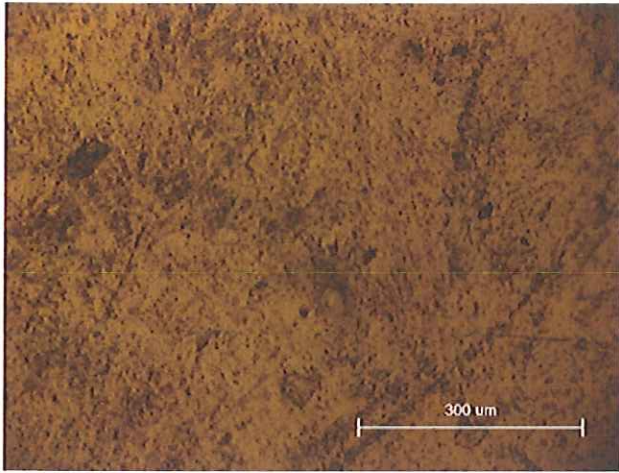


図 8(a) 表面観察結果(酸劣化) 表側

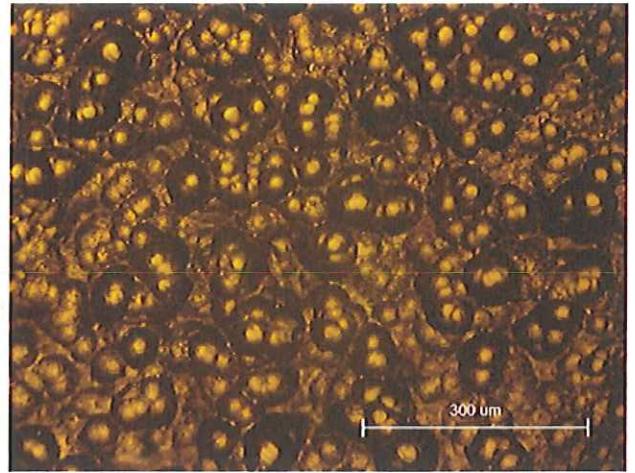


図 8(b) 表面観察結果(酸劣化) 裏側



図 9(a) 表面観察結果(浸出水劣化) 表側

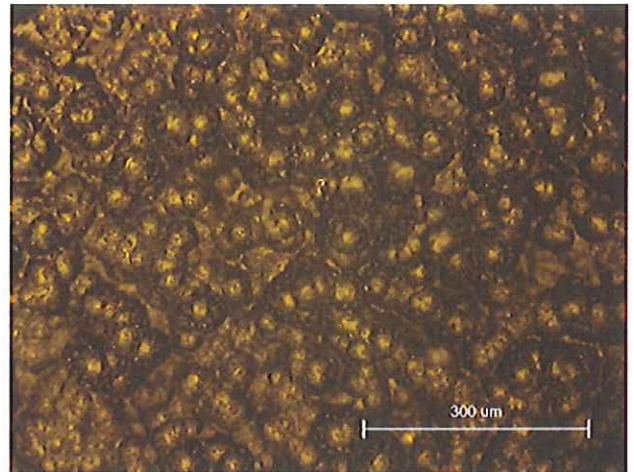


図 9(b) 表面観察結果(浸出水劣化) 裏側

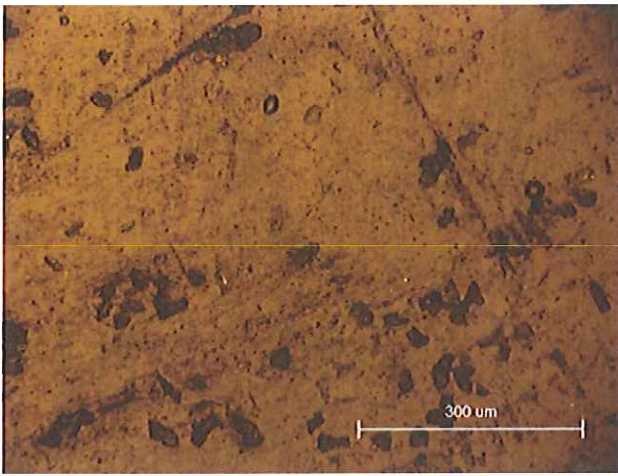


図 10(a) 表面観察結果(アルカリ劣化) 表側

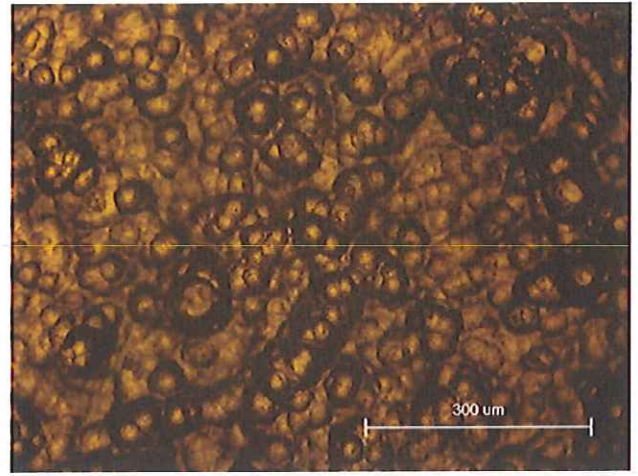


図 10(b) 表面観察結果(アルカリ劣化) 裏側

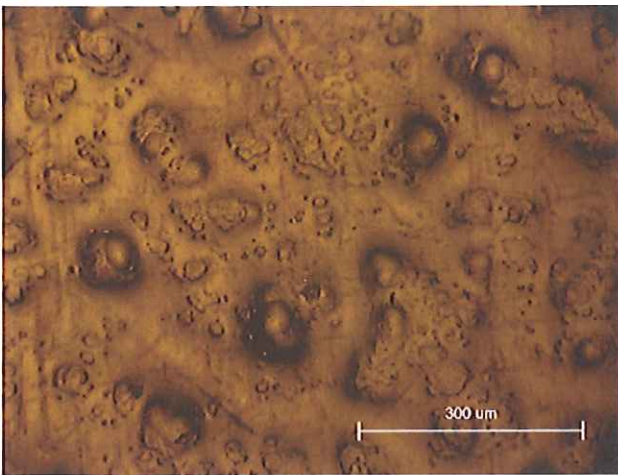


図 11(a) 表面観察結果(新品:ロット違い) 表側

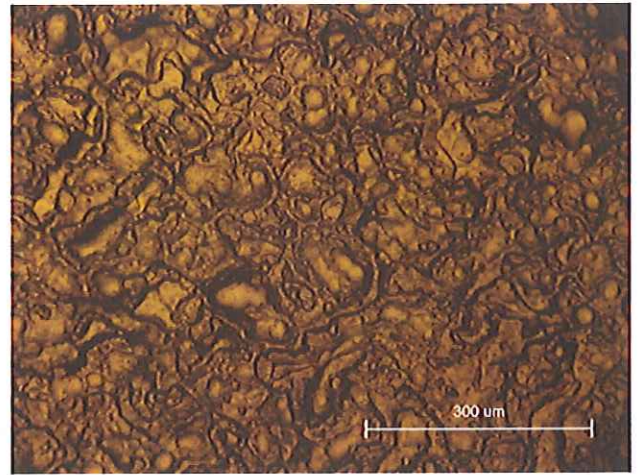


図 11(b) 表面観察結果(新品:ロット違い) 裏側

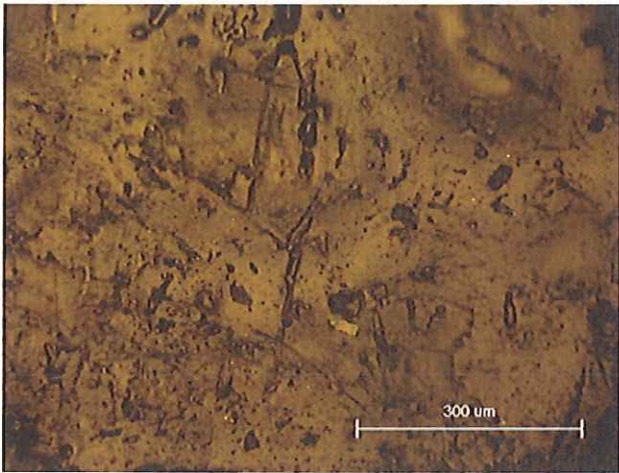


図 12(a) 表面観察結果(現物) 表側

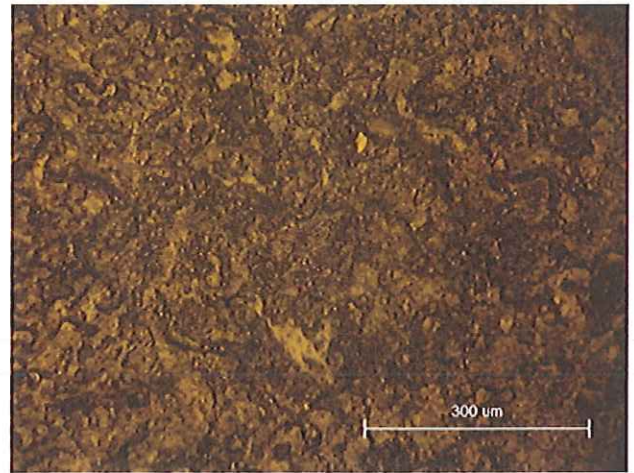


図 12(b) 表面観察結果(現物) 裏側

3.3.4 AFM (原子間力顕微鏡) について

原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope; AFM)は、走査型プローブ顕微鏡(Scanning Probe Microscope: SPM)の一種。試料と探針の原子間にはたらく力を検出して画像を得ることができる。

原子間力はあらゆる物質の間に働くため容易に試料を観察することができる。このため探針と試料表面間に流れるトンネル電流を利用する走査型トンネル顕微鏡(Scanning Tunneling Microscope: STM)とは異なり、絶縁性試料の測定も可能である。また電子線を利用する走査型電顕(Scanning Electron Microscope: SEM)のように導電性コーティングなどの前処理や装置内の真空を必要とする事もない。このため、大気中や液体中、または高温～低温など様々な環境で、生体試料などを自然に近い状態で測定できる。

他の走査型プローブ顕微鏡と同様に空間分解能は探針の先端半径 (nm 程度) に依存し、現在では、原子レベルの分解能が実現されている。

3.3.5 AFM (原子間力顕微鏡) による観察結果

はじめに、本観察結果は広島大学大学院先端物質科学研究科半導体集積科学専攻半導体集積科学講座の村上秀樹助教授に依頼し、同講座所有の AFM により観察した結果である。図 13 は AFM によって測定された遮水シートの表面の粗さを示す。縦軸に表面の粗さ(μm マイクロメートル:1mm の 1000 分の 1)を示し、横軸は遮水シート表面のある位置を示す。一般的な対物の光学顕微鏡であれば表面の粗さをそのまま立体的に観察できるが、AFM では図のように得られる粗さをなぎ合わせて立体的な画像とする。したがって、一般的に想像される表面観察と本試験によって得られる表面粗さは実際には同じ意味を示している。しかし、遮水シートの表面観察には AFM で測定されるマイクロメートルのオーダーの測定はあまり意味をなさないと考えられる。AFM を測定した一つの結果として示す。現物は使用時に力を受ける、あるいはゴミ、石などによる荷重を受けるので表面が変形することは想像に難くない。このため、粗さが大きくなったと推測される。

なお広島大学内の AFM を借用して観察を行った。

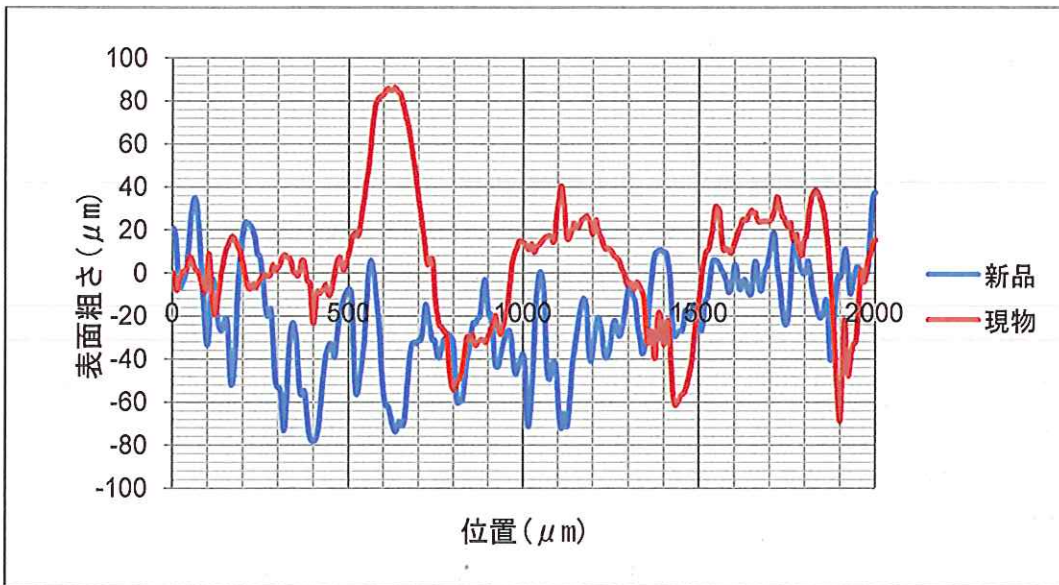


図 13 AFM による測定結果