

ハルトコーティング試料 基礎的TEM/EELS観察報告

国立研究開発法人産業技術総合研究所

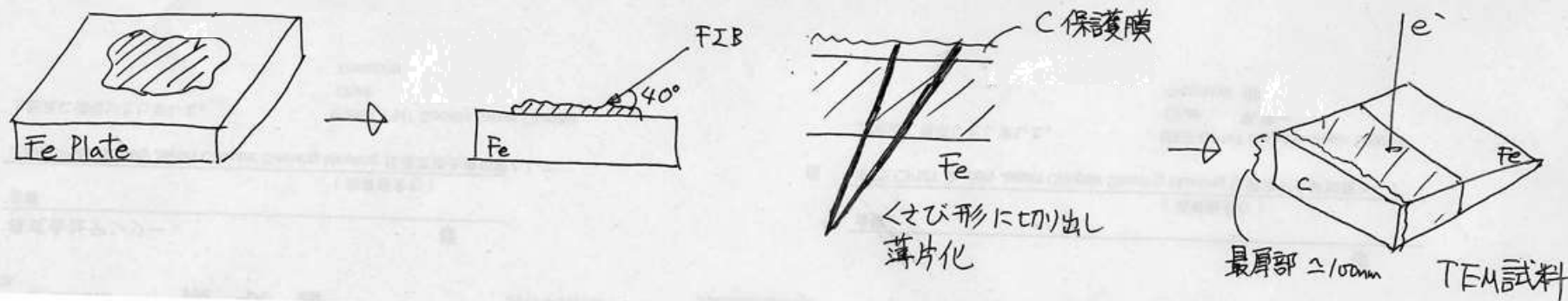
2017/03/14

実験の目的と方法

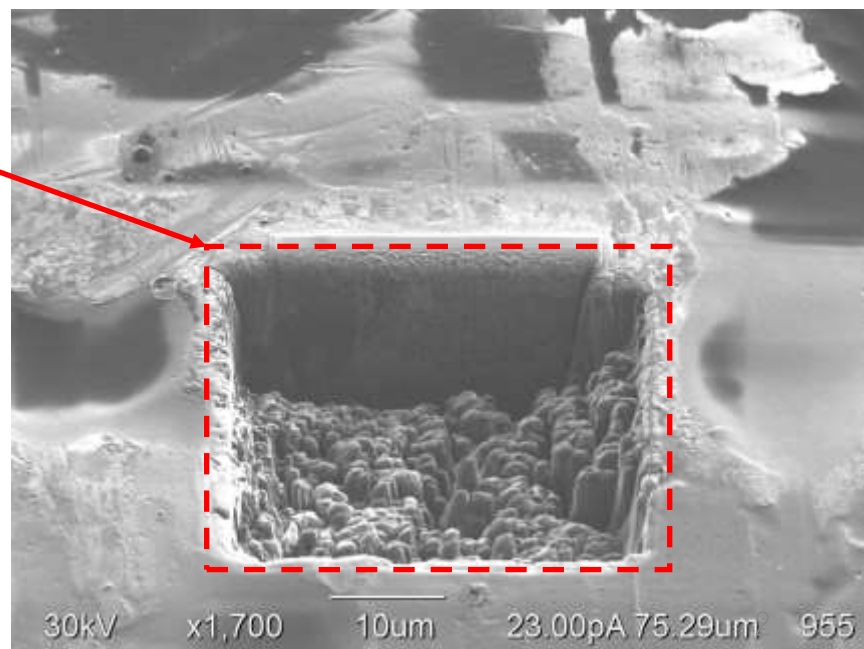
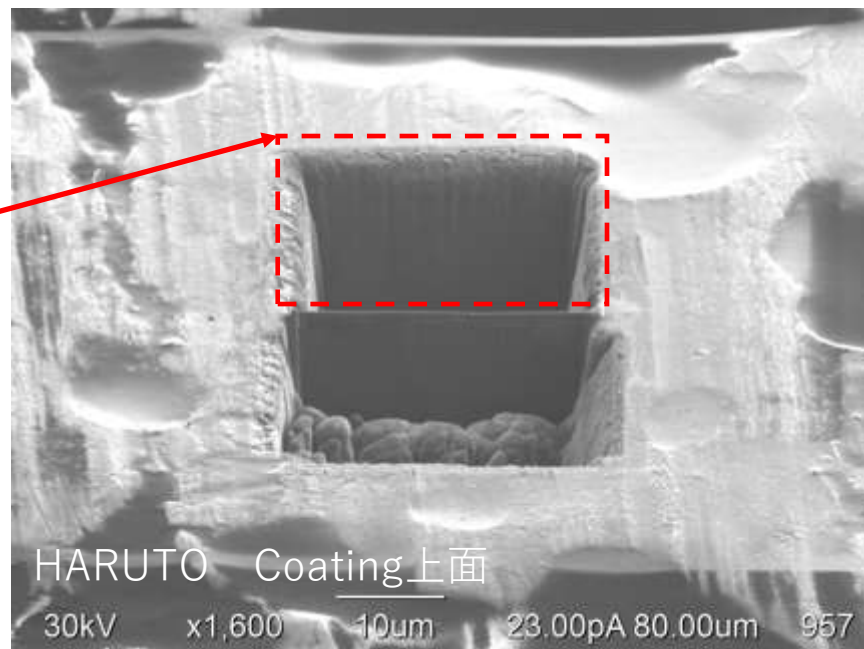
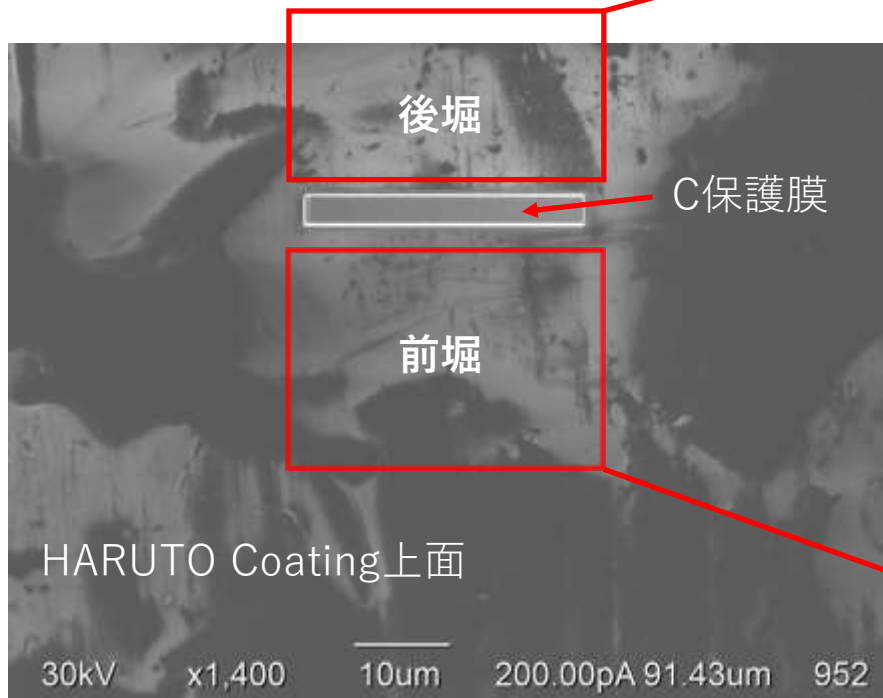
HAROTO Coat polymer皮膜断面の基礎的なTEM/EELS観察を行い、被膜の強靱性の発現メカニズムのヒントを得る

実験手順

1. 純Fe薄板上に塗布：滴下→同心円状にマイクロファイバー布で塗り広げ→純水噴霧→塗り広げ，を3回繰り返す
2. 集束イオンビーム（FIB）JIB-4000(30kV)を用いて斜め方向にエッチング，TEM薄片試料作成（下図）
3. 透過電子顕微鏡（TEM）/電子エネルギー損失分光計（EELS）観察：FEI Tecnai G2 F30 (300kV)使用．EELSはGatan Enfina使用．ビーム集束径 0.7 nm, 測定殻 $\text{Si}_{L_{2,3}}$ C_K , $\text{Fe}_{L_{2,3}}$



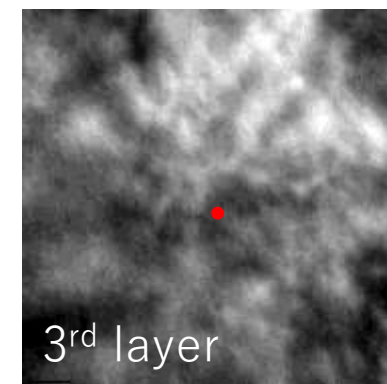
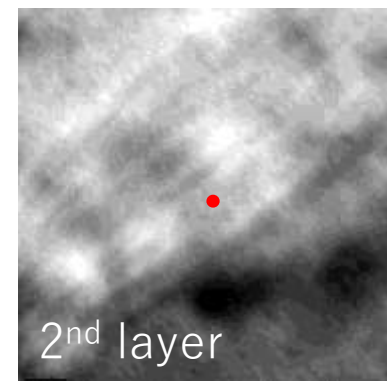
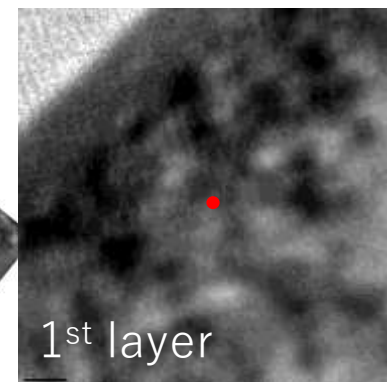
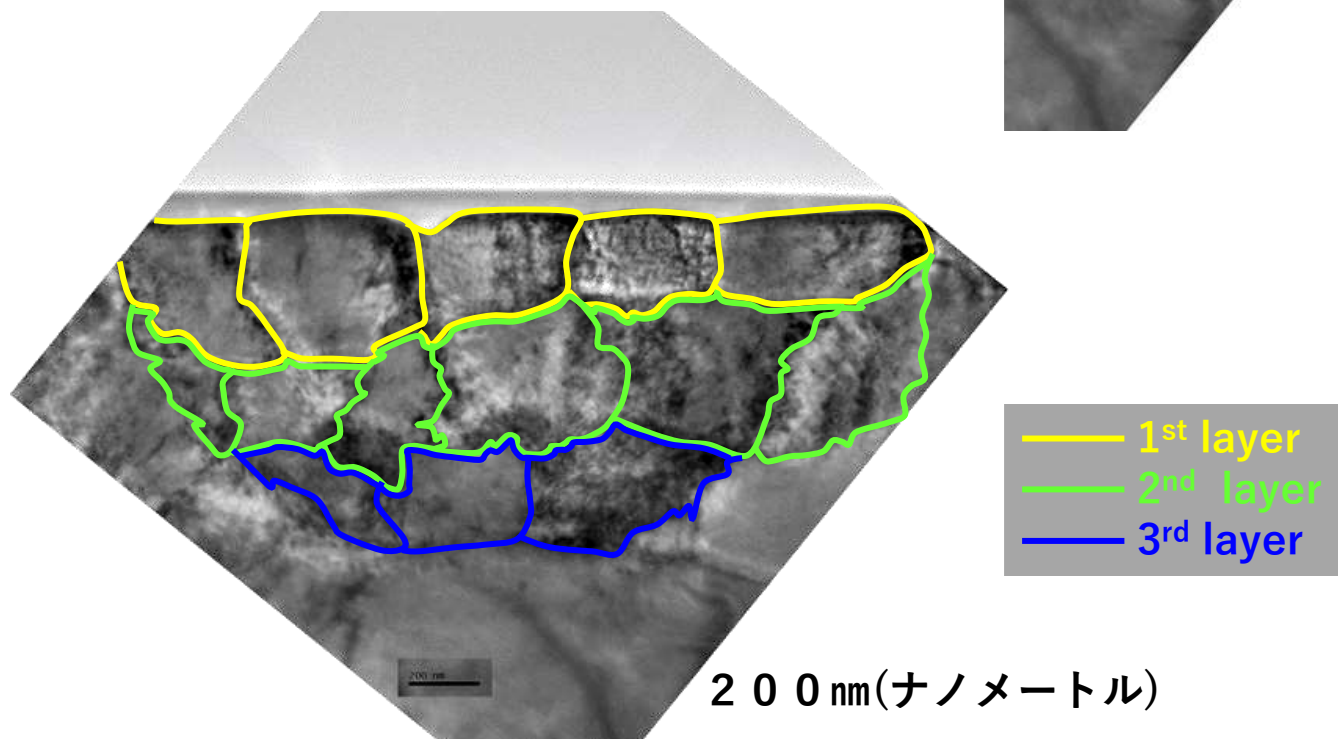
FIB過程



TEM像：EELS points

各画像中央部でEELS測定

電子顕微鏡での拡大図



EELS スペクトル

Si スペクトル: α -SiO₂

Fe スペクトル: Fe が表層まで拡散

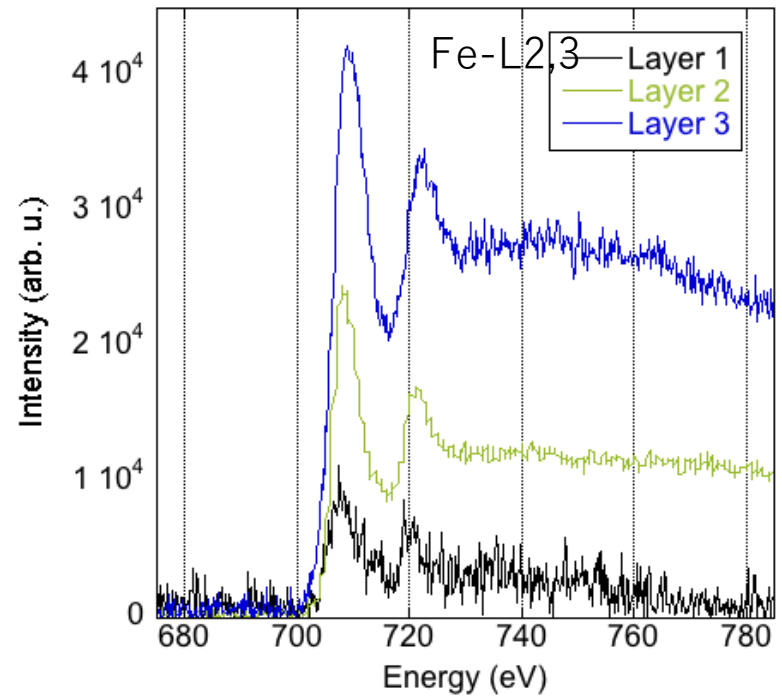
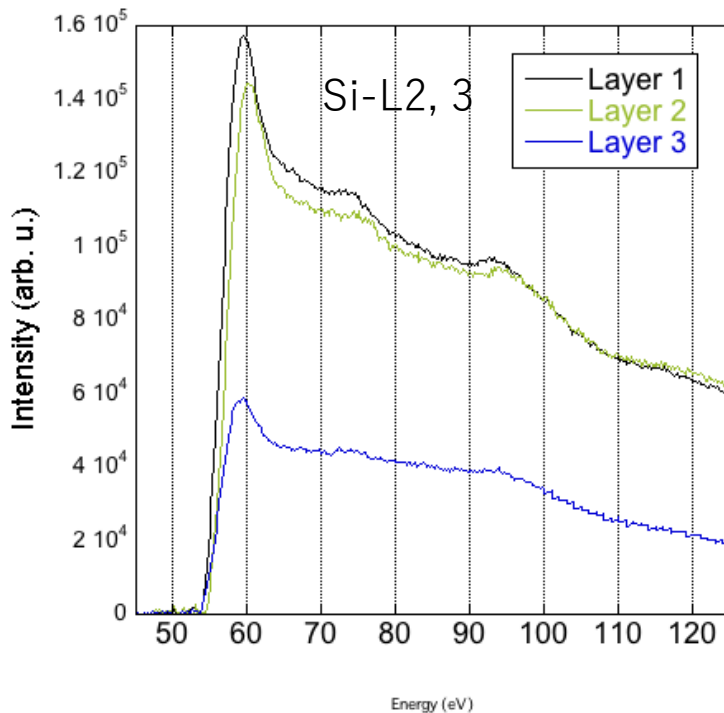


化学的結合状態の観点では、

ガラス化したシリコン樹脂皮膜と大差ない



**Harutocoatingの強靱性には、
物理的形状の影響が大きい**



Fe スペクトル: Fe(鉄)がハルト表層まで拡散

相互イオン交換を行いFeプレートの分子を吸い上げる。

アンカーを打ちあった状態に化学結合する。

Si スペクトル: SiO₂(二酸化ケイ素)ガラスの有含量を見たものである。

Fe スペクトルであったようにお互いの分子をイオン交換する事で化学結合する為、ガラス成分が最下層から順番に濃度が高くなっているのが分かる。