

(291) ウルトラミクロトーム切片による電解処理鋼板の被膜断面観察法について

東洋鋼板下松工場 山本二郎 湯蓋修
○野村義一郎

1. 緒言

最近用いられた電解処理鋼板の断面構造は非常に興味ある問題であるが、被膜が薄い為その断面は光学顕微鏡では観察出来ない。電顕レプリカでも研磨の際の試料の歪み、レプリカ破損その他色々の困難な点がある。

そこで生物、医学方面で専ら使用されているウルトラミクロトームによる切断法を応用してみた。その結果被膜断面が観察可能な事が判ったので報告する。

2. 実験方法

2-1. 包埋用試料作成

電解処理した板より地鉄を溶解して被膜を剝離する。次に被膜に楔型の切り目を入れ、アセトンで洗滌する。

2-2. 包埋

針金の先端に試料を付け図1のようにカプセル内に垂直に包埋する。カプセルはリリー製NO.00を使用し、カプセルの穴はシールし空気を遮断する。次に電気恒温器で重合させる。

2-3 試料の整形とナイフ製作

薄切部を安全カミソリにて露出させ、ガラスナイフで先端を0.3～0.5mmの矩形にする。ガラスナイフは厚み5mmの板ガラスを3cmの正方形に切り、更に対角線に沿って二等分し、ナイフ刃先角度が45度になるようにした。

2-4 包埋用樹脂

表1、表2に示すものを用いた。最適樹脂を見つける為色々なものを用いた。

正ブタールメタクリレート(cc)	16	12	8
エチルメタクリレート(%)	4	8	12
過酸化ベンゾイル(g)	0.2	0.2	0.2

重合条件 40～45℃×30～40時間

表1 メタクリル樹脂

A	エポン812(cc)	62
	DDSA(%)	100
B	エポン812(cc)	100
	MNA(%)	89

混合比

A10+B10+
DMP-30.04

重合条件 40℃×15時間+60℃15時間

表2 エポン樹脂

2-5 ウルトラミクロトームによる切削

LKB社製ウルトラミクロトーム44800Aを使用。ナイフは45度のガラスナイフとダイヤモンドナイフを使用した。ポートにはエタノール溶液を入れ、クリアランスは5度以下にした。切削後の切片はクロロホルムの蒸気で伸展しメッシュにすくった。

3. 結果

写真1に示すように非常に薄い電解処理鋼板の被膜断面を電顕で観察出来る事が判った。斜断切削した場合の厚み変化、被膜の一部を溶解した場合の厚み変化についても述べる。

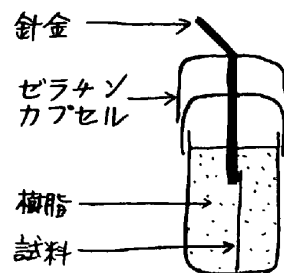


図1 包埋方法

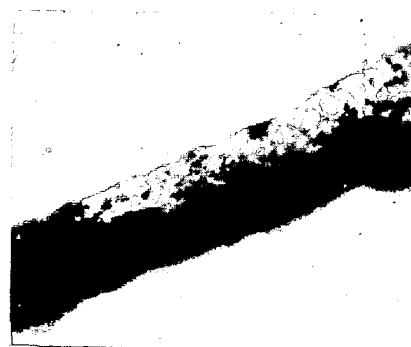


写真1 被膜の断面 0.2μm