



いぶし瓦炭素膜界面の Fe 元素の及ぼす影響について

村井 崇章、加藤 裕和、村瀬 晴紀、福岡 修、中尾 俊章
あいち産業科学技術総合センター

キーワード：いぶし瓦，炭素膜，界面，Fe

1. 背景と研究目的

西三河地区において生産される三州瓦のうち、いぶし瓦は、一部の製品について経年または窯出し直後に変色するという技術的課題を抱えている。平成30年度、三河窯業試験場にて企業から提供を受けた変色サンプルを XPS、XRD を用いて調査した結果、炭素膜の破壊・剥離が確認された。また、炭素膜界面では安定な Fe_3O_4 ができていると言われてきたが、いぶし瓦に含まれるこの2%程度の Fe 成分は結晶性が低いため XRD では検出されておらず、詳細な化学状態をこれまで調査できていない。炭素膜の強化のために燻化条件を還元がより強い方向にすると、錆などの問題が発生する可能性があるため Fe の化学状態を評価する方法が必要である。本研究ではいぶし瓦の Fe の状態をシンクロトロン光により分析評価することでいぶし瓦製造の燻化条件の最適化への指標を得ることを目指す。

2. 実験内容

いぶし瓦について XAFS 測定を行い、炭素膜表面の化学状態を評価した。試料はいぶし瓦の表面を厚み 5 mm 程度に乾式で切り出した。膜表面とバルクの状態の違いを確認するため、転換電子収量法・蛍光収量法用セルに試料を設置し、カーボンテープで表面からの導通をとった上で測定を行った。測定は試料を水平方向から 10 度傾けた状態で、X 線を照射した。セルには He ガスを充填させた後、セルの電極に 500 V の電圧をかけ、試料電流値が安定した状態で測定を開始した。セルの水平方向に SDD 検出器を設置し、蛍光 X 線の計測を行った。

3. 結果および考察

図 1 にいぶし瓦について蛍光収量法(PFY)と転換電子収量法(CEY)を同時測定した結果を示す。それぞれ分析深さが異なる手法であるが、今回測定した結果からスペクトルに顕著な違いは見られなかった。これは、それぞれの分析深さにおいて、差を示す成分を含む可能性もあるが、その量は微量であり、Fe の主成分は類似していることを示している。

今回の結果から、いぶし瓦の鉄の化学状態についての知見が得られたため、今後他の測定手法と併用し解析を進めていく。

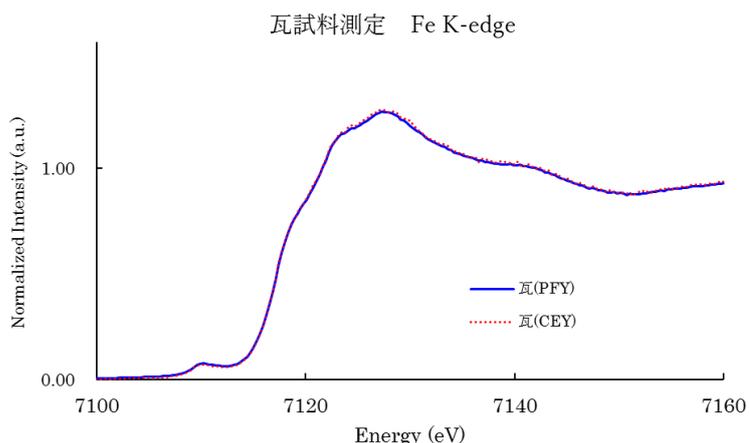


図 1 蛍光・転換電子収量法の同時測定