



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色味が変化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色味の変化したサンプルを 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焼成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焼成条件の最適化への指標を得ることを目指す。

2. 実験内容

いぶし瓦を模した試料について XAFS 測定を行い、炭素膜表面の化学状態を評価した。試料は配合した粘土に水酸化鉄を 3-mass% 添加したものを押し出し成型した(模擬試料)。これらの試料を焼成処理した後、表面から 10mm 角ほどに切り出し、測定を行っている。膜表面と断面の状態の違いを確認するため、転換電子収量法(CEY)・蛍光収量法(PFY)同時測定用セルに試料を設置し測定を行った。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 の電圧をかけた状態で XAFS 測定を開始した。

3. 結果および考察

図1にいぶし瓦と模擬試料について蛍光収量法による結果を示す。いぶし瓦と模擬試料とでは、スペクトルはほぼ重なっており、ほとんど差はみられなかった。また、いぶし瓦の断面の状態を分析した結果、いぶし膜表面と類似していること、 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 といった従来想定されていた化学種とはほとんど一致しないことが確認された。

今回測定した模擬試料では、鉄の化学状態はいぶし瓦とほぼ類似した結果が得られた。そのため、今回作製した試料は、いぶし瓦を模擬することができ、組成を把握した試料について、検討を進めることができるようになったと考えられる。今後は、他の標準試料を測定し、化学種の同定を進めながら、色味の変化への対策のための解析を進めていく。

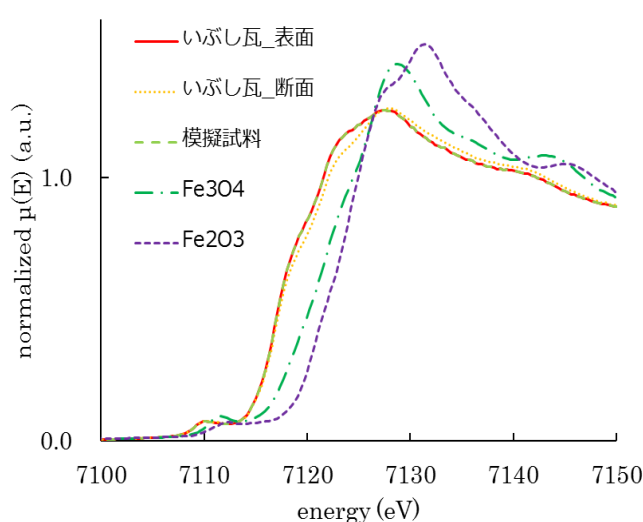


図1 いぶし瓦と模擬試料の XAFS スペクトル