

レーザー表面応力計

—陶磁器釉薬層の応力測定—

Laser Surface Stress Meter

—Surface Stress Measurement of Glaze Layers on Ceramics—

岸 井 貫⁽¹⁾

Tôru Kishii, Eng. D.*

釉薬層の表面に光学プリズムをあてがい、望遠鏡とともにアッペの屈折計を作り、二つの直線偏光の間での屈折率差から表面応力を測る方法について述べ、この方法の原理、計算法の基礎、測定法、装置を記した。

多数の陶磁器に適用、実測し、薄片の光弾性観察の結果と比較した。均質で透光性の良い釉薬は、容易に測定できた。極端に濃い着色や、釉薬層内の異物は、測定を難しくした。強く乳濁した釉、不透明な釉、表面に結晶層を持つ釉は、応力が測れなかった。

A high-refractive-index glass prism was put on glaze surface to form an Abbe refractometer with a telescope. The refractive-index difference of the surface between two linearly polarized lights allowed surface stress estimation. The principle, calculation, method and apparatus are described here in detail. The method was applied to several ceramic wares, and the results were compared with those obtained by thin-section photoelasticity.

For uniform glazes the method was fully successful. Dense coloring and excess volume of inclusion made measurement rather difficult. The method was not applicable to opaque glazes, highly opalescent glaze and to glaze with surface crystallization.

Key words: Lasers, Determination of stress, Surface properties, Photoelasticity, Refractometers, Nondestructive tests, Pottery, Chinaware, Ceramics, Porcelain, Glazes, Composite materials

〔1〕 ま え が き

表面応力は、材料の強度・強化と関連があるので、重要な量である。表面応力を求める方法は、対象とする材料に応じて、いくつか考案された。

しかし、これらのうちの大部分は、破壊的試験であるか、または模型の実験に基づく推定法である。工業的な製品の表面応力を非破壊的に測る方法としては、金属製品に適用される X 線背面反射法と、強化ガラスに適用される光弾性的方法（著者の開発したもの⁽¹⁾～⁽⁵⁾を含む）とがあるだけと言える。

著者は、強化ガラスに適用される方法^{(1)～(5)}を拡張し、他の透光性材料、または透光性の表面層を持つ材料に適用できる方法を考案した^{(6),(7)}。このうち、ほうろうへの適用例はすでに発表された⁽⁷⁾。ここでは、陶磁器の釉薬（ゆうやく、うわぐすり）層へ適用した結果を報告する。

〔4〕章に詳しく記すように、陶磁器釉薬層の応力は、従来はすべて破壊試験か模型の実験で測られていた。非破壊的試験法は、これが初めてである。

〔2〕 陶磁器と釉薬

陶磁器は、和洋食器、日常用品、屋内外の装飾品、衛生用品、建築用タイル、化学用容器および器具、電気絶縁用碍子、電子回路基板など、生活用から工業用まで広く使われている。これらのうちには表面に釉薬層を持っているものが多い。

釉薬の働きは、表面改質と装飾とに大別できるが、両方を兼ねるものもある。表面改質には、(1)平滑にする、(2)吸水性、吸着性、付着性をなくす、(3)洗いやすく清潔にする、(4)化学耐久性を与える、(5)強度を増す など多種類の目的がある。

表面改質用と装飾用の釉薬が組み合わされることも普通である。

釉薬層の材質は、(1)無色のガラス、(2)金属イオンを溶かし込んだ着色ガラス、(3)コロイド粒子を析出した着色ガラス、(4)二相分離を起こした乳濁ガラス、(5)結晶質粒子を添加物、析出物または溶け残りとして含む光拡散性ガラス、(6)含まれる結晶が顔料の役目をする着色乳濁ガラス など多様である。

〔3〕 釉薬層の応力

釉薬層を施された陶磁器は、気密封着体と同じように、融着で作られた複合体である。したがって、基板をなす陶磁器と釉薬層との間の膨張差により応力が発生するのは、気密封着体の場合と同じである。固着温度と常温との間で、釉薬の方が高膨張、高収縮ならば、釉薬層には表面に平行な張力が作り込まれる。逆の場合には、釉薬層には圧縮力が発生する（図1）。

大気圧は絶対値が小さく、また静水圧的に働くという理由で無視すると、釉薬層表面は自由表面であるから、表面に垂直な方向の応力は零であり、また、三つの主応力方向のうちの一つは表面に垂直である。したがって、他の二つの主応力方向は表面に平行であり、応力は表面に平行に働くものだけしかない。

陶磁器が、釉薬焼付け後に常温まで冷却され、さらに常温で使用されている時期を通じて、釉薬層に大きい張力が発生すると、釉薬層にはひび割れ（貫入、嵌入などとも呼ばれる）が生ずる。貫入は、化学用磁器では機能を損ない、また白磁質と食器、骨灰磁器質（ボ

(1) 総合研究所 材料応用技術センター 工博 *Research & Development Center

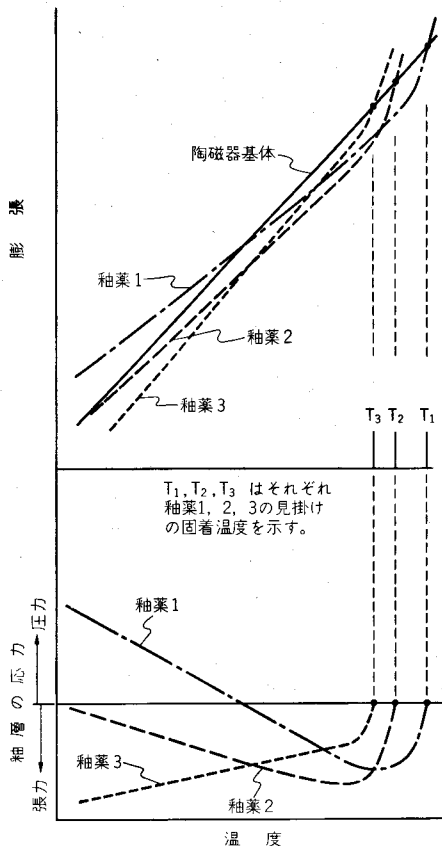


図1. 陶磁器基体および釉薬の熱膨張特性と釉薬層の応力との関係を説明するための概念図 T_1, T_2, T_3 はそれぞれ釉薬1, 2, 3の見掛けの固着温度を示す。

Thermal expansion characteristics of ceramic substrate and glazes, and surface stress in glaze layers

T_1, T_2 and T_3 are equivalent setting points of glazes 1, 2 and 3, respectively.

ーチャイナ) 洋食器では商品価値を失なわせる。貫入による歩留り悪化は、時に製造業者に致命的な影響を与える。

他方、民芸陶器では貫入が問題にされない場合があるし、また貫入の作る模様を意識的に装飾に使うことさえある。

適度の表面圧縮応力が作り込まれるように、基体と釉薬の組合せを選ぶと、冷却途中には貫入が発生せず、常温での使用中には、機械的にも化学的にも強い。

このような事情で、釉薬層の応力測定が昔から必要だとされていた。

〔4〕 従来の表面応力測定法

釉薬層の応力測定は従来からも、次の方法で試みられた。

- (1) 試片を切り出し、表面に垂直な断面を持つ厚さ0.3~0.5mmの薄片を作り、釉薬層に平行に通過する直線偏光を使って光弾性測定をする⁽⁸⁾。
- (2) 基板と釉薬との熱膨張特性を別々に測定し、施釉後に発生する応力を弾性論によって推算する。

これらは、破壊試験であったり、間接法であったりするし、試験の手間や時間もかかる。これらを補うものとして、非破壊的な直接試験法が望ましいのは、いうまでもない。

〔5〕 屈折計方式による光弾性測定

ここで報告する方法は、本質的には光弾性測定であるが、通常の光路差測定方式と違って、複屈折を測る方式である。この方式は強化ガラスの表面応力測定に適用された例しかない^{(9),(10)}。また、この方式では、感度を荷重実験で決めることが多いのに対して、筆者は光弾性と幾何光学の理論から決めた。したがって、公知のことである⁽¹¹⁾が、立ち入った説明が必要だと考える。

図2において、厚さ L のガラスに応力 F が働いており、光弾性効果のため複屈折 Δn が生じたとする。その結果、二つの直線偏光のうちの一つに対して屈折率は n 、他の一つに対して $n+\Delta n$ になっている。ガラスの光学的厚さは、一つの偏光に対しては nL 、他の一つに対して $(n+\Delta n)L$ であるから、二つの偏光の間での光路差(光弾性的レターデーション) R は、 $\Delta n \times L$ に等しい。

光弾性常数 C の定義から

$$R = \Delta n \cdot L = CFL, \therefore F = \Delta n / C \quad (1)$$

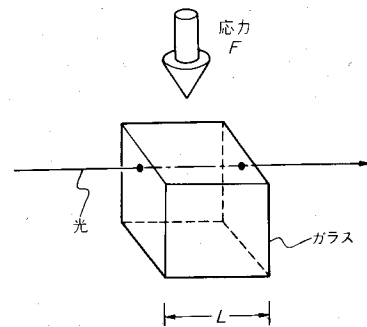


図2. 光弾性の原理

Principle of photoelasticity

となる。長さの単位として cm を使うことにすれば、 C の単位は $(\text{cm}/\text{cm})/(\text{kg}/\text{cm}^2)$ である。これを通常の $(\text{nm}/\text{cm})/(\text{kg}/\text{cm}^2)$ に直し、さらに応力の単位を kg/mm^2 に直すと

$$F = 10^5 \times \Delta n / C \quad (2)$$

になる。

光弾性常数を個々の釉薬については測れないことが多い。ここでは代表値として $2.8 (\text{nm}/\text{cm})/(\text{kg}/\text{cm}^2)$ を使い、応力を計算した。品質管理の目的には、これで十分だと考えられる。

〔6〕 レーザ表面応力計(図3)

釉薬層の表面にアッペの屈折計を作り、二つの偏光の間での屈折率差(複屈折) Δn を測るという方法をとった(図4)。

表面 G に高屈折率光学ガラスで作られた入射プリズム IP と射出

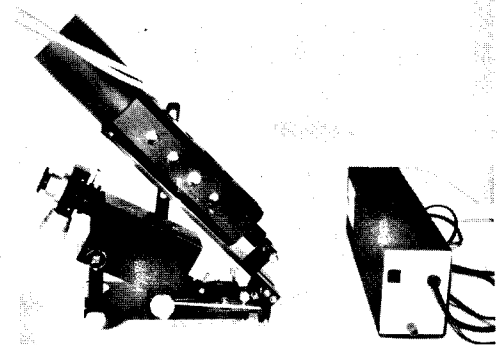


図3. レーザ表面応力計 FSM-50

Laser surface stress meter, FSM-50

プリズム OP を置く。両者の間にしゃ光板 D を置く。プリズムと表面との間には、屈折率がプリズムに近い浸液、たとえばヨウ化メチレン CH_2I_2 をたらし、光学的な接触をさせる。He-Ne ガスレーザのビーム B を集束レンズ C で絞りを、入射プリズムを経て釉層内へ入れる。表面や層内の不均質、不規則性のため、ビームから散乱光が発生する。

散乱光のうち、表面近くを表面に平行に進むもの S_w は射出プリズムで屈折され、望遠鏡 T の対物レンズ O_1 を経て、焦点面 F 上の点 Q に達する。他の散乱光 i, i, \dots は、点 Q よりも上方に集められる。したがって点 Q は、望遠鏡の視野内で明暗の境になる(図 5)。これは、アッペの屈折計の場合と全く同じである。

射出プリズム OP による屈折角 φ_0 は、

$$\frac{\sin \varphi_0}{\sin 90^\circ} = \frac{\text{釉薬層表面の屈折率}}{\text{プリズムの屈折率}} \quad (3)$$

で決まる。釉薬層表面に応力があると、二つの直線偏光の間で屈折

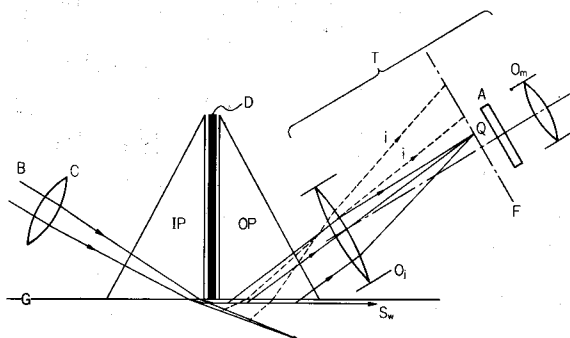


図 4. 屈折計法による表面応力測定原理
Principle of surface stress measurement by refractometry

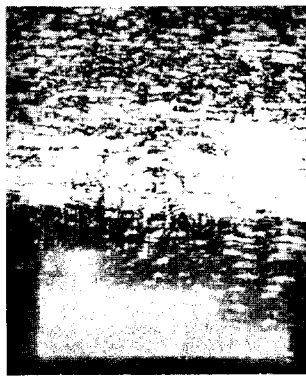


図 5. 応力計の視野の状況
明暗の境界があることを示す。
View field of stress meter,
showing a dark/bright boundary

率の差があり、 φ_0 も明暗の境界の位置も違う。境界の位置の差は応力に比例する。比例関係の例は、

$$\text{位置の差 } 1\text{mm} \longrightarrow \text{表面応力 } 28\text{kg/mm}^2$$

である。

釉薬層は一般に均質ではないし、表面の形も幾何学的に整っていないから、境界の形は鋭い線ではなく、境界の位置の差も精密には測れない。しかし幸いにも、レーザビームの可干渉性のために、視野には多数の細かい干渉光斑が生じており、境界付近の光斑を目印にして接眼測微計 O_m を使い、位置の差を、ある程度詳しく読むことができる。偏光板 A は、この観察のために、 90° 回転できるよ

うになっている。

釉薬層の透明度が悪かったり、光散乱性が強かったりすると、明暗の境界はぼやけ、または全く認められなくなる。このときは、応力の測定もできない。

民生用、工業用とも、透明釉をかけられた磁器は圧倒的に多く、これらは表面応力が問題なく測れる。しかし装飾性を重視する床タイル、壁タイルなどでは、強く乳濁、着色した釉薬層を持つものも多く、これらは測定できない。ここでは、測定ができる、できないの区別を、経験則として得ることに重点を置き、測定できない例を比較的多く選んでいる。

(7) 実験方法

この測定は、非破壊的に実行できる。しかしここでは、測定結果を従来法のそれと比べて、結果の信頼度と方法の適用可能範囲とを調べるのが目的なので、従来法と同じやり方で試料を採ることにした。したがって、次のように破壊法で実験した。

- (1) 陶磁器からダイヤモンドカッターで試片を切り出す。
- (2) 試片について屈折計方式で応力を測る。
- (3) 試片からさらに小試片を切り取り、検鏡用薄片を作る。
- (4) 薄片をバビネ補整器を使った顕微光弾性装置で観察し、応力を測る。
- (5) 二つの方法で得た測定値、観察結果を比べる。

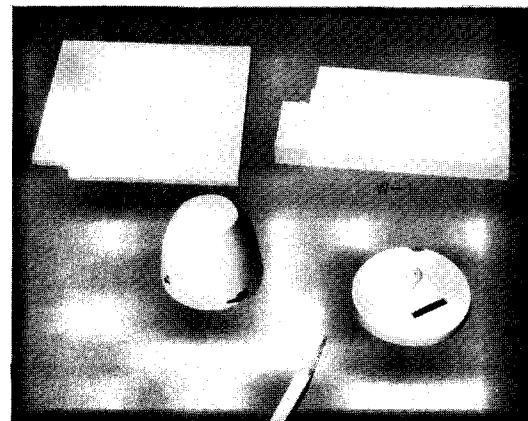
試片を切り出した後の陶磁器製品を図 6 に、観察結果を表 1 に示す。

(8) 薄片による観察

バビネ補整器を使った顕微光弾性装置(東芝精密歪計)による厚さ 0.4mm の薄片の観察を図 7 に示す。バルサム部 B に現れている黒い干渉縞が、釉薬層 G 内で上方または下方に偏位しているとき、



(a)



(b)

図 6. 試料とした陶磁器
Sample ceramic ware

表1. 試料と観察結果
Samples and observation result

試料番号	品名	試料にした釉薬層の性状	応力kg/mm ²	
			薄片法	応力計法
T-1	紅茶わん	無色	3.3	5.5
T-2	飯茶わん	無色	3.5	4
T-3	湯飲み	無色	5	4
T-4	紅茶わん	不透明	測れない	測れない
T-5	湯飲み	表面結晶化, 粗面, 貫入あり	ほぼ零	測れない
T-6	湯飲み	無色, 包含物多い	2	5
T-7	湯飲み	るり色に濃く着色	3.3	測れない
T-8	湯飲み	貫入あり	2.5	4
T-9	湯飲み(破片)	あい色で描画	5	5.5
T-10	湯飲み	不透明, 貫入あり	測れない	測れない
T-11	飯茶わん	無色釉層上に低融点エナメルで描画	測れない	測れない
C-1	化学用るつば	無色	3	5.5
C-2	るつばの蓋	無色	3	6
W-1	タイル	無色, 結晶質包含物多い	2.5	4
W-2	タイル	乳濁, 不透明	測れない	測れない

それぞれ釉薬層内に張力または圧縮応力があることを現している。応力の値や観察の結果は表1のとおりである。

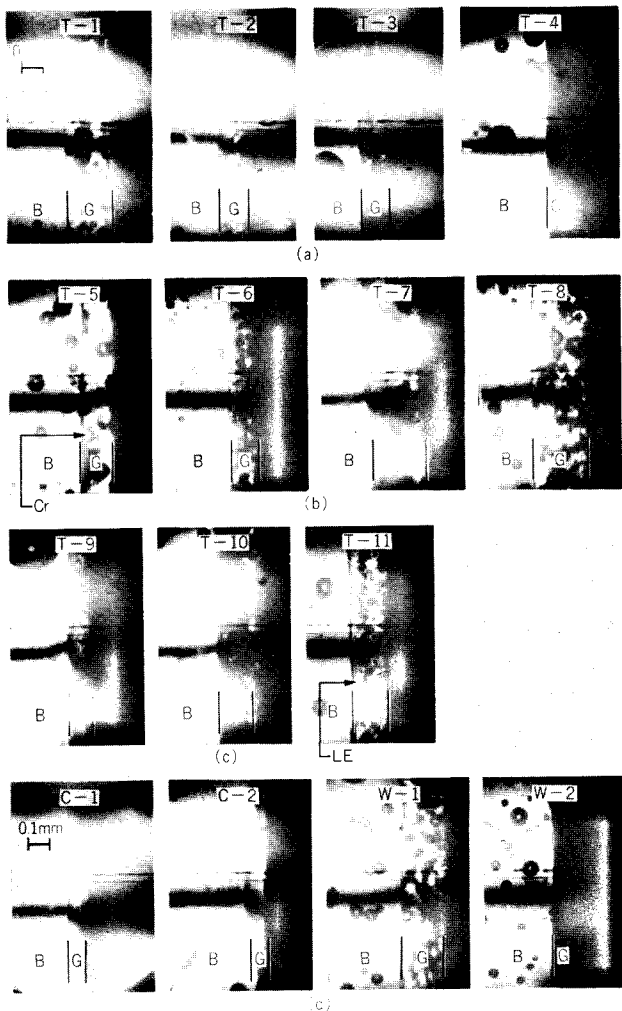


図7. 厚さ0.4mmの薄片を,バビネ補整器を使って顕微光弾性観察をした状況
B: バルサム部分, G: 釉薬層, LE: 低融点エナメル着色材, Cr: 表面結晶化
Microphotoelastic observation by Babinet compensator of thin section (0.4mm thick) B: balsam, G: glaze layer, LE: low melting enamel pigment, Cr: surface crystallization

〔9〕 表面応力計による観察

9.1 測定が容易な例

試料 T-1~3, C-1,2 は, 釉薬が無色であり, 表面が滑らかで, 釉薬層の圧縮応力が大きく, 表面応力計による観察では, 干渉光斑が偏光板の回転に伴いはっきり平行移動し(図8), 精度は別問題として, 測定が容易であった。

9.2 測定にやや問題がある例

試料 T-6, T-8, W-1 では, 偏光板の回転に伴う光斑の移動は一応認められるが, 回転前後での模様は相関はやや悪い(図9)。

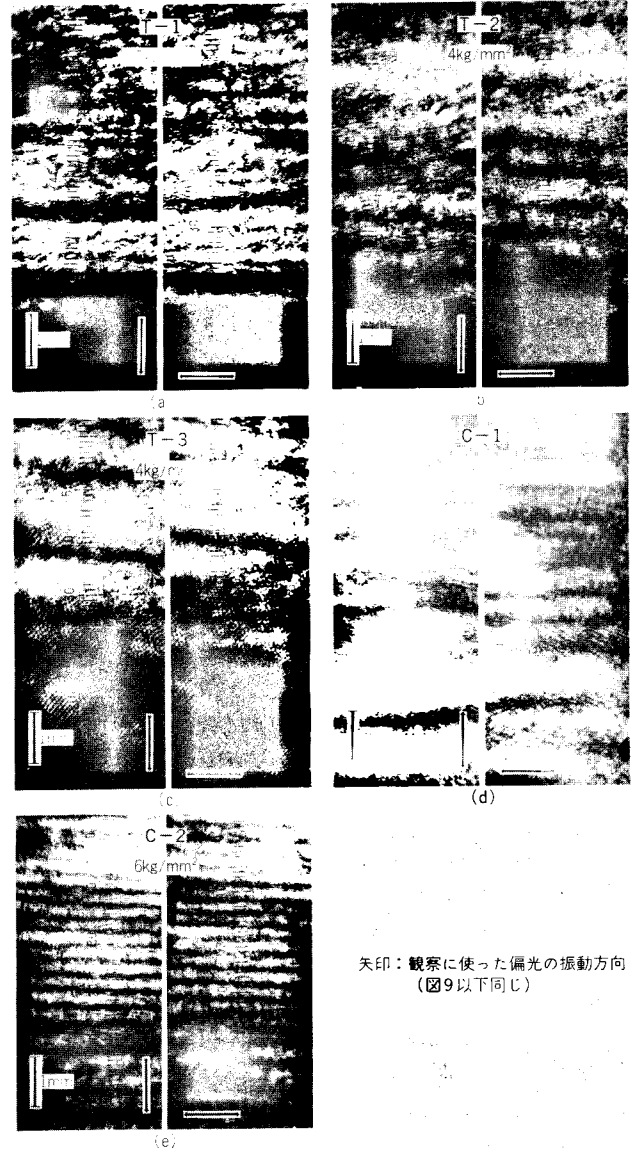


図8. 表面応力計による測定の状況: 容易に測定できる例
矢印: 観察に使った偏光の振動方向, 1mm: 目盛板上の距離1mmを示す。

Measurement by surface stress meter:

Examples of easy and definite measurements, Arrow: direction of vibration of linearly polarized light, 1mm: distance of 1mm on reticle

これは薄片での観察(図7)と照らし合わせると, 釉薬層が多くの異物を含み, これらとの膨張差による局部的応力がある, 釉層内の応力が, その値でも場所的分布でもゆらいているからだと考えられる。特に W-1 は, 応力の平均値に比べてゆらぎの方が大きい

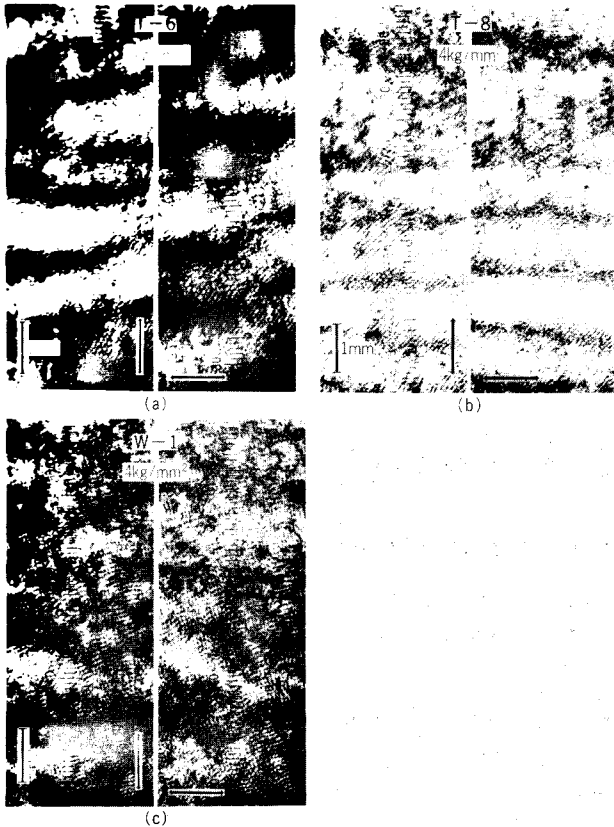


図9. 表面応力計による測定
 状況：測定がやや不確定なもの例
 矢印と棒は図-8と同じ
**Measurement by surface
 stress meter : Examples of
 slightly indefinite measurements,
 Arrows and bar : same as Fig.8**

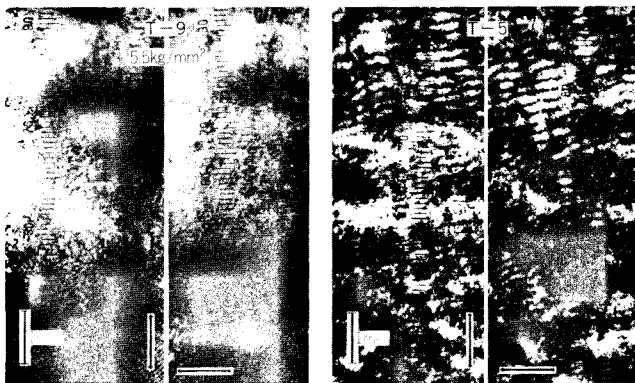


図10. 藍色で描画された部分の
 測定状況：矢印と棒は図-8と同じ
**Measurement of glaze with
 decoration by indigo color,
 Arrows and bar : same
 as Fig.8**

図11. 表面結晶層を持つ釉薬層の
 測定状況：矢印と棒は図-8と同じ
**Measurement of glaze with
 surface crystallization layer,
 Arrows and bar : same
 as Fig.8**

め、偏光板の回転に伴い上方に移る光斑と下方に移る光斑とが共存した。

9.3 着色により測定がやや困難な例

T-9は、無色釉の上に藍色の透明な釉薬で彩色されていたほかは、9.1の例と同じで、光斑が大きくて測定精度が悪けれども測定ができた(図10)。

9.4 濃い着色で、測定ができない例

T-7は、濃いり色の釉薬で、He-Ne レーザの赤い光を通さないため、測定できなかった。アルゴンイオンレーザの藍色光を使えば測れるかも知れない。W-2は乳濁した釉薬で、光を通さないため測定できなかった。T-11の描画部は、顔料を含んだ低融点ガラスであり、やはり光を通さないため、測定できなかった。

9.5 その他の不透明な釉薬を持つもの

T-4は、表面は滑らかであったが、薄片にしても光が透過しなかった(図7)。T-10は粗面であり、薄片にしても光が通過しなかった。これらは表面応力計でも測定できなかった。

9.6 表面に結晶層を持つ釉薬

T-5は薄片では釉薬層の透明度が良いが、表面にはクリストバライト(SiO₂)と思われる樹枝状晶が広がり、粗面であった。応力計による像(図11)は、偏光板を回転して得た二つの模様の間にはほとんど相関がなく、応力は測れなかった。

(10) 測定結果に関する注意とまとめ

二つの方法による表面応力測定の結果は表1のとおりである。二つの方法の間で応力の大小や水準は一応合致する。しかし、次のような理由で、完全に合致することは期待できない。

まず実験的な面では

- (1) 両方法とも、精度は1kg/mm²のけたに止まる。
- (2) 釉層が材質の点でも、応力分布の点でも、不均質なことが多い。
- (3) 不均質の内容も、層状、不規則、点状など多様である。
- (4) 釉薬の表面層は、焼成時に蒸気圧の高い成分が蒸発して、内部とは膨張係数が異なっていることがありうる。深さ数μm以内の層の応力が、それより深い部分の応力と異なりうる。

また原理的な面では

- (1) 薄片法では、薄片化に伴う応力の緩和(釉薬のポアソン比と関連するが、最低でも25%くらい)を避けることができない。
- (2) 屈折計法では、表面から光波長に近いけたの深さ(恐らく数μm)以内の応力を測るのに対し、薄片法ではこの領域の応力は、実際には観察できず、もっと深い部分の応力を測る。

次に、実用上からは

- (1) 屈折計法は、表面結晶化、粗面化を起こした釉層には適用できない。
- (2) 屈折計法では、釉層の構成や不均質構造、応力の深さ方向での分布、などを観察、検出できない。

以上のような理由で、この方法が従来法を全く置換してしまうことはない。しかし、それが非破壊で迅速な測定法であるという利点を、品質や工程の管理に活用すると、工業的に有用であろう。

文 献

- (1) 岸井 貫, 光ウェーブガイド効果による化学強化ガラスの表面応力測定 窯業協会誌 87, 3, 119 (昭和54年)
- (2) T. Kishii, Optical Waveguide Effect of Thermally Tempered Sheet and Plate Glasses — Application to Surface Stress Measurements, Optics and Lasers Technol., 11, 5, 259 (1979)
- (3) T. Kishii, Surface Stress Measurement by the Optical Waveguide Effect in Thermally Tempered Float Glass, Optics and Lasers Technol., 11, 4, 197 (1979)
- (4) T. Kishii, Thermally Tempered Glass Surface Stress Measurement by Critical Ray, Optics and Lasers Technol, 12, 2, 99 (1980)
- (5) 岸井 貫, 非破壊式表面応力計—ひずみ測定—の謎 エレクトロニクス p.1145 (昭55-11)