

ガラス成形品表面の光ウェーブガイド効果

—表面応力測定への応用—

岸 井 貫

(東京芝浦電気(株)総合研究所兼東芝硝子(株))

ガラス表面又は表面層が光を捕えて発散させずに伝える性質があると、ここに光を注入し、屈折計法又は散乱光弾性法(バイアスコープ法)によって表面応力を測り品質管理をすることができる。びん、管、バルブ、照明器具等の表面を検査し、いずれも光ウェーブガイド(光導波路)効果があることを認めた。表面付近に表面にほぼ平行に配列している屈折率極大がウェーブガイドの役目をするのであり、このような屈折率の分布はガラス融液からの成形工程に原因すると解釈した。

(1982年6月5日受付)

Surface Optical Waveguide Effects of Glass Wares

—Application to Surface Stress Measurement—

Tōru KISHII

(R and D Center, Toshiba Corp. and Toshiba Glass Co.)
(Komukai, Saiwai-ku, Kawasaki-shi 210)

Surface optical waveguide effect of a glass ware, if any, enables non-destructive photoelastic surface stress measurement by refractometry or by biascope technique. Glass bottle, cup, tube, bulb and pressed ware were examined by laser beam injection and they all gave surface optical waveguide effects. The effects were attributed to striation layers near the surfaces. Some of refractometer patterns and biascope patterns were presented.

[Received June 5, 1982]

Key-words: Photoelasticity, Surface, Stress, Glass wares, Tempering, Annealing, Measurement, Quality control

1. 実験の目的

ガラス成形品の残留応力の除去は、経時的な自然破壊の防止や熱的、機械的衝撃への抵抗増加のために必要である。また強化ガラス製品では表面に作り込まれた圧縮応力が強度と直接に関連する。したがって、なまし操作で除去されずに残ったものであれ、強化のために作り込まれたものであれ、表面応力の測定は品質と工程の管理のために必要である。

表面又は表面層内が光を捕え発散させずに伝えるような性質を持つときは、ここを伝わる光を励起して光弾性測定をすれば表面応力を測定できる^{1)~3)}。

表面で光が伝わる機構としては次のようなものが実験的に認められた。

① 化学強化ガラス表面の高屈折率層が示す光ウェーブガイド効果^{1)~3)}。

② フロート法板ガラスのスズ拡散面の高屈折率層が示す光ウェーブガイド効果^{3),4)}。

③ フロート法以外の製法で作られた板ガラスの、表面に平行に配列する屈折率極大が示す光ウェーブガイド効果⁵⁾。

④ 上記の③において、個々の屈折率極大の厚さが薄くて光を内部に捕えられない場合でも、それらが多数、密接、密集して存在するような構造を持つと全体として光伝ば効果を持つ⁶⁾。

⑤ 光学ガラスのような均質なガラスの表面における臨界屈折光⁷⁾。

表面応力が強い場合には、表面伝ば光が表面から射出される角度から応力複屈折を検出する屈折計法^{1)~3)}を、表面応力が弱い場合には、表面に沿って伝ば中の光を散乱光弾性法で観察し光弾性的光路差を検出するバイアス

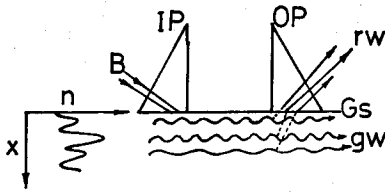


Fig. 1. Optical waveguide effect at a surface of a glass ware.

- a) Refractive index (n) distribution along depth (x),
- b) Optical process at the surface
Gs: Glass surface, B: Incident light beam, IP: Input prism, OP: Output prism, gw: Guided waves along refractive index maxima, rw: Refracted waves from the guided waves

コープ法^{7,8)}を適用できる。

屈折計法, バイアスコープ法の適用には表面での伝ば光を励起しうることが前提である。この報告は, びん, 管, バルブ, プレス成形品等の表面がこのような性質を持っていることを述べる。その機構は, 成形操作中に原料ガラス融液中の不均質が表面にほぼ平行に配列し, その屈折率極大部が光ウェーブガイド効果を示すもので, 前記③又は④と全く同じだと推測される (図1)。

2. 実験方法

薬品用ガラスびん, ウイスキー用濃着色びん, 石英ガラス管, 水銀灯用ガラスバルブ, 乳白被せガラス製照明具, 熱強化ガラスコップ, 熱強化ボイラーゲージガラスを収集した (図2)。これらの表面に入射プリズム, 射出プリズム, 遮光板を複合したプリズム系を置き, 1 mW の He-Ne レーザー光を表面に注入し, 屈折計像又はバイアスコープ像を観察した (図3)。表面伝ば光がなければこれらは観察されない。

3. 観察される像の解釈と表面応力の計算法

3.1 屈折計像

射出プリズムから出た光を望遠鏡で観察すると, 水平に配列した幾つかの縞が現れる (図4)。これらの位置はそれぞれの光が伝わってきた経路の実効的な屈折率に対応する。表面応力がない場合には, 縞の配列は検光板の有無, 検光板の偏光軸の方向に関係なく一定である (図4 a)。表面応力があると表面の屈折率は二つの直線偏光成分の間で違うので, 光が伝わってきた経路が同じでも実効的な屈折率は二つの直線偏光成分の間で応力複屈折に相当する値だけ違ふ。そのため検光板の90°の回転により縞の配列は一定のまま全体として上下方向に平行移動する (図4 b)。この平行移動量から複屈折 Δn を求める⁹⁾と, 表面応力 F はガラスの光弾性定数 C を使い, 次式から求められる。

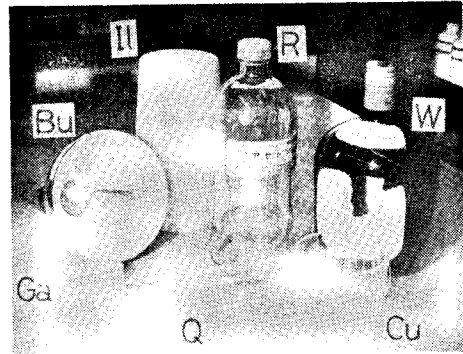


Fig. 2. Sample glass wares.

R: 500 ml reagent bottle, W: Whisky bottle, Cu: Thermally tempered cup, Q: Quartz glass tube, II: Glass ware for illumination apparatus, Bu: Protection bulb for a high pressure mercury discharge lamp, Ga: Thermally tempered Pyrex® boiler gauge glass

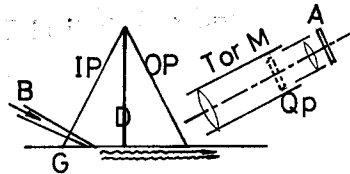


Fig. 3. Methods of observation.

G: Glass, IP: Input prism, D: Diaphragm, OP: Output prism, B: 1 mW He-Ne gas laser beam, A: Analyzer, T: Telescope used for refractometry, M: Microscope used for biascope observation, QP: Quarter wave plate used for Laser-Sénarmont biascope observation

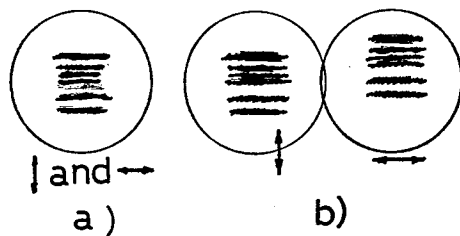


Fig. 4. Fringe patterns by refractometry.

- a) For stress-free glass surface,
 - b) For stressed glass surface
- Arrows: Polarization axis of analyzer used for observation

$$F = \Delta n / C \quad (1)$$

実験的には応力測定精度は $\pm 1 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ くらいである。

3.2 バイアスコープ像

射出プリズムから出た光を使いガラスの表面を顕微鏡で観察すると, 光の伝ば経路が明るい條に見える。表面応力がなければ光條の明るさはほぼ一様である (図5 a)。強い表面応力があると光條は明暗の繰り返しにな

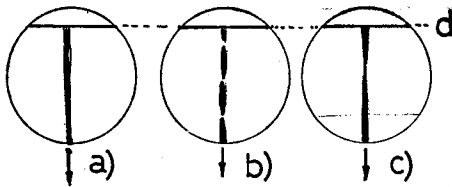


Fig. 5. Biascope patterns.

- a) For stress-free surface,
- b) For highly stressed surface,
- c) Sénarmont biascope pattern for surface with low stress

Arrow: Direction of light propagation,
d: Lower end of the diaphragm D

り (図 5 b)), その 1 周期に対応した距離 l の間で光弾性光路差が 1 波長 ($\lambda=633 \text{ nm}$) に等しいことを示す。したがってガラスの光弾性定数 C を知れば、表面応力 F は

$$F = \frac{\lambda}{l \cdot C}$$

によって求められる。この方法による相対誤差は表面応力が小さい場合には小さいが、大応力の場合には大きい。

3.3 セナルモン-バイアスコープ像

表面応力が小さい場合にはバイアスコープ像には明暗分布が不明りょうである。四分の一波長板 Q を追加してセナルモン補整器をバイアスコープ内に形成すると、光弾性的光路差がモナルモン補整器により補償された部分が暗くなり (図 5 c)), この暗部は検光板の回転に伴い前後に動く⁹⁾。検光板の回転角を $\Delta\theta$, これに伴う暗部の移動量を Δl とすると、表面応力 F は次式で求められる。

$$F = \frac{\lambda \times \Delta\theta}{180^\circ \times C \times \Delta l}$$

この方法では、 $1 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ くらいの応力に対し $0.1 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ の精度がある。これより大きい応力には相対誤差が大きくなる。

4. 観察結果と討論

表面伝ば光があれば屈折計像もバイアスコープ像も観察できる。これらの像相互間の関係は詳しく調べられている⁹⁾ ので、以下には多くの場合いずれか一方だけを示す。

4.1 薬品びん

非常に光伝ば効果が顕著で導光部が表面に近く多く存在することを示唆した。屈折計像を図 6 に掲げた。

4.2 石英ガラス管

単一成分のガラスではあるが、光学ガラス¹⁰⁾ ほどは均一でなく、屈折計像には狭い範囲に広がった縞群 (図 7 の w 印) が現れた。このほかに高屈折率側に細い縞 (図 7 の c 印) があつた。光の入射点を動かした場合の両

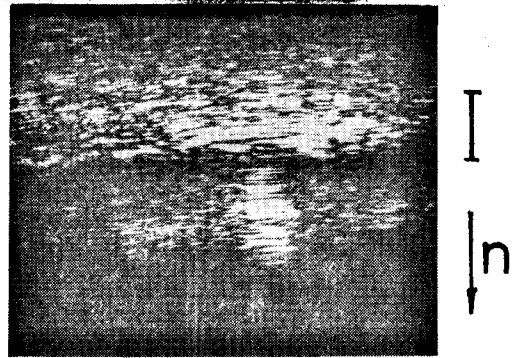


Fig. 6. Refractometer pattern of a reagent bottle.

Bar: Refractive index difference of 0.005,
Arrow: Direction of refractive index (n) increase

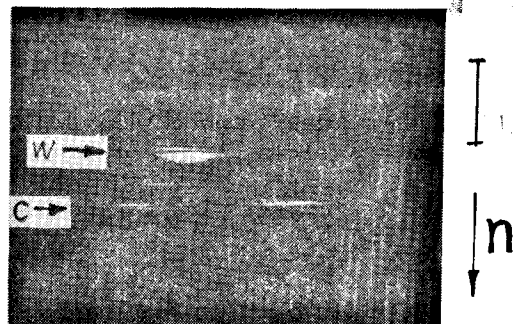


Fig. 7. Refractometer pattern of a quartz glass tube.

w: Fringes caused by optical waveguide effect of striation layers,
c: Fringe caused by critical ray along the surface

Bar and arrow: Same with Fig. 6

者の消長から、w は内部のウェーブガイド効果、c は表面の臨界屈折光によると推定された。表面は成形工程に H_2O が脱出して屈折率が高まり、臨界屈折光を伝えやすくなっている¹⁰⁾ と解釈された。

4.3 ウィスキーびん

濃い着色にもかかわらず表面伝ば光が認められた。屈折計像 (図 8) からかなり不均一なことが分つた。製造工程の違いにより面の平滑さは薬品びんより劣っていたが、表面伝ばの妨げにはならなかったと判断された。

4.4 水銀灯用ガラスバルブ

バイアスコープ像 (図 9) には明暗の周期が認められたが、これは応力のためではなく、実効屈折率のかなり違った表面伝ば光が混在しているため⁹⁾ と判断された。セナルモン-バイアスコープ像には応力の効果が検出され、外面に働く大気圧による弾性応力を測定できることを示唆した。

4.5 乳白被せガラス製照明具

これは透明ガラス/乳白ガラス/透明ガラスという三

層構造であったから、表面伝ば光を観察できた。屈折計像（図 10）には明りょうな多数の線が現れ、不均一さが著しいことを示した。

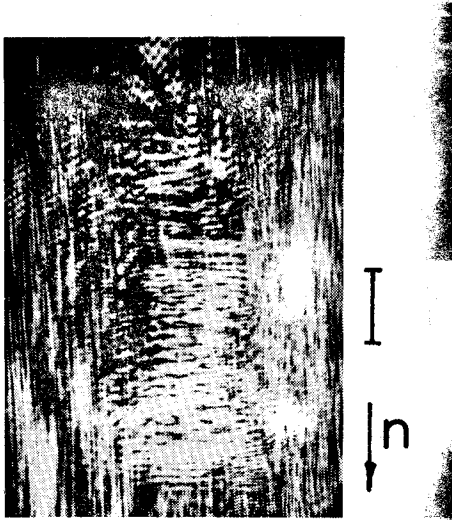


Fig. 8. Refractometer pattern of whisky bottle.
Bar and arrow: Same with Fig. 6

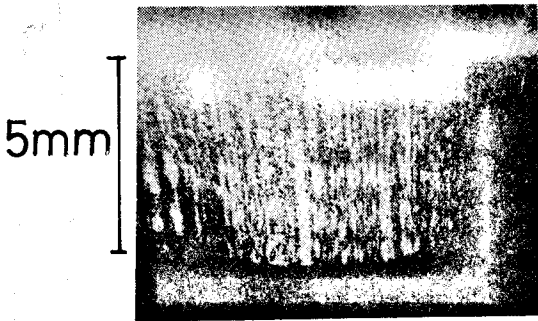


Fig. 9. Biascope pattern of mercury discharge lamp bulb.
Arrow: direction of light propagation
Bar: 5mm distance along light path



Fig. 10. Refractometer pattern of glass ware for illuminating apparatus.
Bar and arrow: Same as Fig. 6

4.6 熱強化ガラスコップ

直線偏光法による観察で、口部が強化されていた（図 11）。バイアスコープ像には明暗分布が認められない（図 12）が、セナルモンバイアスコープ像には検光板の回転に伴い移動する暗部が現れた（図 13）。

4.7 熱強化ボイラーゲージガラス

屈折計像には、検光板の回転に伴い交互に明滅する 2 本の縞が現れ（図 14 a)), 表面応力が強いことと不均一さが顕著ではないことを示した。バイアスコープ像（図 14 b)) には、上記の 2 本の縞を形成する光の間の干渉

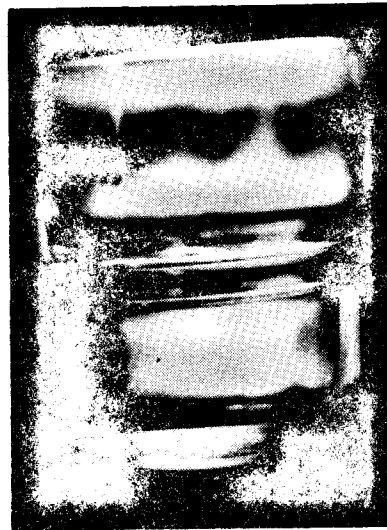


Fig. 11. Thermally tempered glass cup observed between crossed nicols.



Fig. 12. Biascope pattern of the thermally tempered cup.
Bar and arrow: Same as Fig. 9

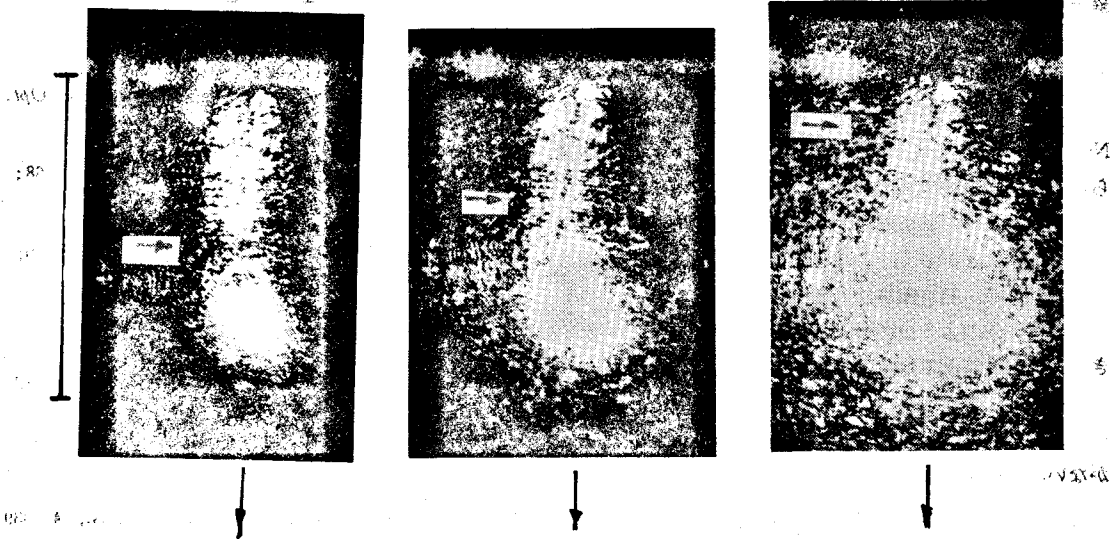


Fig. 13. Séнармонт biascope patterns of the thermally tempered cup which show dark position (small arrows) translation by analyzer rotation.
Large arrows: Directions of light propagation; Bar: Same with Fig. 9

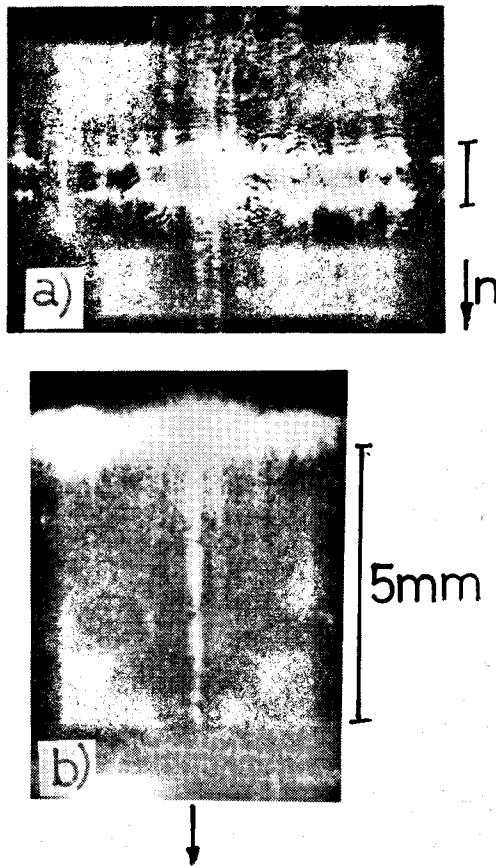


Fig. 14 a) Refractometer pattern; Bar and arrow: Same as Fig. 6 and b) Biascope pattern; Bar and arrow: Same as Fig. 9 of thermally tempered Pyrex® boiler gauge glass

による明暗分布が見られた。

5. そのほかの討論

以上の経験からガラス成形品表面の光伝ば効果は一般的なものと予想される。成形品の製造工程を考え合わせると、1章③、④の機構による光ウェーブガイド効果が普遍的なことは当然である。イオン交換等の表面加工によってこの効果は消えることがある。しかし加工の結果表面の屈折率が高まるならば①、②と同質の機構による光ウェーブガイド効果が新しく発生し、これを使って表面応力を測ることができる。

光ウェーブガイド効果は光通信用ガラスファイバーのそれと同じものであるから、ファイバーから容易に類推できるように成形品表面が平面でも曲面でも光ウェーブガイド効果は存在し、したがって表面応力測定が可能である。

更に屈折計法とバイアスコープ法(セナルモンバイアスコープ法を含む)との選択により、表面応力が大きくても小さくても測定できる。このように方法と効果の選択で広範囲のガラス製品で表面応力測定ができるようになった。

著者の研究¹¹⁻¹³⁾以前には、基板上に高屈折率層が乗っている場合¹⁰⁾と、光学的に均質な凸面ガラスの場合¹¹⁾とに表面の光伝ば効果が知られているだけであった。これでは表面応力測定は限られた少数の製品についてだけ可能であるにすぎない。

製造工程や表面改質の影響で表面が低屈折率になっていると、表面伝ば光を励起してもすぐに深い領域へ潜り発散してしまう。その例は、

- ① ガラス中の Li^+ イオン \leftrightarrow 塩中の Na^+ イオンの交

換による化学強化ガラス.

② 光可変色ガラスの化学強化におけるガラス中の Ag^+ イオン \leftrightarrow 塩中の K^+ イオンの交換による改質層.

③ フロート法板ガラスのガス接触面で成形工程中の Na^+ イオン蒸散により生ずる表面変質層⁵⁾, 等で, これらは表面応力の測定ができない. ただし③の場合には, 変質層内に一つの屈折率極大があって光ウェーブガイド効果を示すことが多く, これを使って熱強化品の表面応力を測れるが, 測定操作はやや困難である⁵⁾.

上記①~③のような理由で表面伝ば光が存在しないときには, この表面での全反射臨界角の観察も難しく, したがって全反射光を使った屈折計法¹²⁾ (示差表面屈折計 DSR[®]) も適用できず現状では表面応力の非破壊測定法がない. このような測定法の開発が今後の問題である.

文 献

- 1) 岸井 眞, 窯協, **87**, 119-26 (1979).
- 2) 岸井 眞, 窯協, **86**, 336-37 (1978).
- 3) 岸井 眞, 窯協大阪支部秋季研究発表会 (1978); *Opt. Laser Tech.*, **11**, 259-61 (1979).
- 4) 岸井 眞, 窯協, **89**, 56-58 (1981).
- 5) 岸井 眞, 昭和 52 年窯業協会年会講演予稿集, p. 68; *Opt. Laser Tech.*, **11**, 197-202 (1979).
- 6) T. Kishii, *Opt. Laser Tech.*, **12**, 99-102 (1980).
- 7) 岸井 眞, 昭和 56 年窯業協会年会講演予稿集, p. 40; *Opt. Laser Tech.*, **13**, 261-264 (1981).
- 8) 岸井 眞, 窯協東北・北海道支部研究発表会 (1981); *Opt. Laser Tech.*, Oct. (1982) 掲載予定.
- 9) A. ヤリフ, サイエンス, 102-111 (1980).
- 10) P.K. Tien, US Pat. No. 3,584,230; W.W. Rigrod, US Pat. No. 3,883,221.
- 11) S. Sheem, *Wave Electronics*, **1**, 105-116 (1974), *Applied Opt.*, **14**, 1854-59 (1975); A. Miller, US Pat. No. 4,207,000.
- 12) R.W. Ansewin, *Instr. Soc. Am. Trans.*, **4**, 339 (1965).
- 13) T. Kishii, *Opt. Laser Tech.*, **14**, 75-80 (1982).