

# 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

岸 井 貫

(東京芝浦電気(株)総合研究所)

溶融カリ塩中で熱処理されたガラスは、 $\text{Na}^+ \leftrightarrow \text{K}^+$  のイオン交換により、表面に圧縮応力層が生じ、機械的強度が 10 倍くらい高まる。表面の応力がガラスの強さを決め、層の厚さが加傷や風化による強度低下への抵抗性を決める。

この層は屈折率こう配を持ち、光ウェーブガイド効果を示す。光は層内を、有限個の離散的なモードとなって発散せずに進む。モードの実効屈折率の分布は、層内の屈折率分布で決まる。応力による光弾性的複屈折と層の厚さとは、互いに直角な方向に振動する二つの直線偏光を使って、モードの数と、実効屈折率の分布とを観察して推算することができる。これらの観察と推算の方法を提案した。この方法による値を、旧来の方法による値と比べた。両者は必ずしも一致しないが、妥当な関係があった。

(1978 年 2 月 24 日受付)

## Surface Stress Measurement Using Optical Waveguide Effect of Chemically Tempered Glass

Toru KISHII

(R and D Center, Toshiba Corp., Kawasaki-shi 210)

Glasses heat-treated in molten potassium salt have compressive surface layers caused by ion exchange  $\text{Na}^+ \leftrightarrow \text{K}^+$ . The layers reinforce the glasses mechanically by a factor of up to ten. Stress in the layer and thickness of the layers critically affect the glass ware strength.

The layers have an optical waveguide effect, caused by refractive index distribution in the layer. Light propagates in the layers in finite numbers of discrete modes without divergence. The distribution of effective indices of the modes depends on the refractive index distribution; photoelastic birefringence and layer thickness can be estimated by observing effective indices using two linearly polarized lights with vibration directions perpendicular to each other.

Method for calculating effective indices, for observing the indices and for estimating surface stress and layer thickness are described. Results obtained by the methods on several specimens are compared with those obtained by traditional method, showing reasonable relationship between them, although they were not always coincident.

[Received February 24, 1978]

**Key-words:** Chemically tempered glass, Strengthened glass, Ion exchange, Optical waveguides, Photoelasticity, Surface stress, Measuring instruments

### 1. 緒 言

$\text{Na}^+$  イオンを含むガラスを溶融カリ塩に浸すと、 $\text{Na}^+ \leftrightarrow \text{K}^+$  のイオン交換によって、ガラス表面層に  $\text{K}^+$  が進入し、 $\text{Na}^+$  との体積差のために、表面に平行な方向に圧

縮応力を発生させる<sup>1)</sup>。このためにガラスの強度が増すことを化学強化、又はイオン交換強化という。この方法は、時計用カバーガラス、カーブミラー、眼鏡レンズ、家庭用熱器具のガラス、びんガラス、航空機用風防ガラ

スのそれぞれ全部又は一部に適用されている。

ガラスの表面応力が高いと、強度も高い。また応力層が厚いと、加傷、風化、疲労による強度低下が起こりにくい。これらの量は、製品の評価、品質管理、強化工程の管理に必要である。

表面応力の測定には、3章に記す薄片法のほかに、表面へ投射された光の全反射臨界角が光の振動方向により異なることを利用した北野の方法<sup>2)</sup>、応力層の表面と底面との間での吸収性多重反射を利用した原の方法<sup>3)</sup>がある。本報では光ウェーブガイド(導波路)効果を用いる方法を新しく提案し、議論する。

**2. 光ウェーブガイドとしての化学強化ガラス**  
イオン交換されたガラスの表面層内には、表面に近い

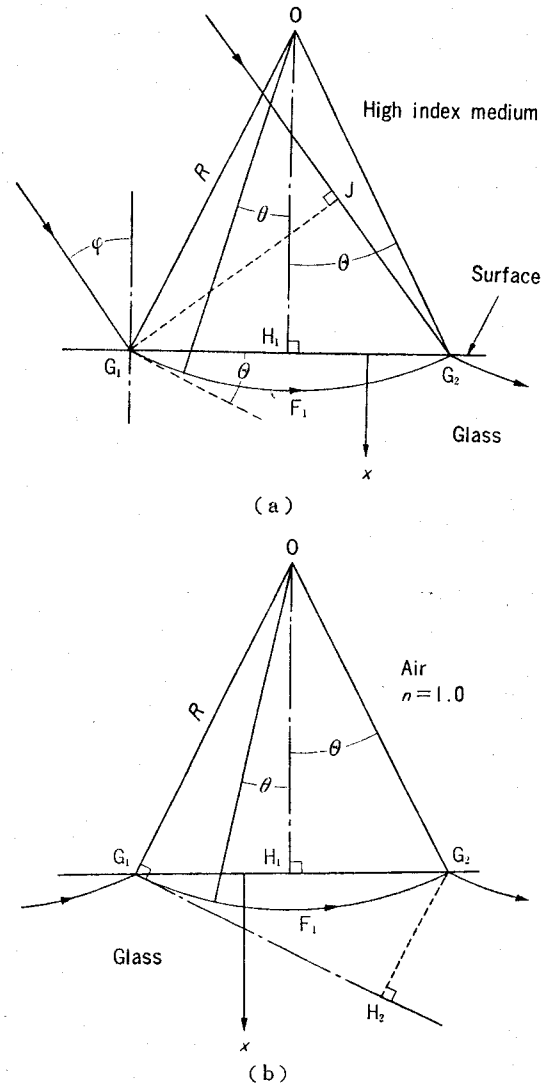


**Fig. 1.** Refractive index distribution at surface layer of a chemically tempered glass observed by an interference microscope. Arrow indicates the glass surface.

ほど屈折率が高いような屈折率こう配がある(図1)。光はこの層内に捕えられ、発散せずに伝ばする。幾何光学的には、光が表面での全反射と、層内での屈折率効果による経路の曲がりとを繰り返して進む(図2)と解釈される。

この現象は、フロート法板ガラスのスズイオンの浸入した面(ボトム面)について、OsterbergとSmithが見いだした<sup>4)</sup>。Pearsonらは、化学強化ガラスを光集積回路のウェーブガイドとして使うことを提案した<sup>5)</sup>。日本電気の斎藤らと日本板硝子の小泉らとは、光変調器、光偏向器を作った<sup>6),7)</sup>。小泉らはイオン交換に際して電圧も印加し、半放物線的屈折率分布を持つ低分散性ウェーブガイドを作った<sup>8)</sup>。また日本板硝子のセルフロック®光ファイバーの製作にもイオン交換が取り入れられた。

イオン交換によるウェーブガイドの厚さは光の波長と



**Fig. 2.** Path of light  $G_1F_1G_2$  composed of arcs and total reflection in the surface layer of glass in (a) high index medium and in (b) air. O : Center of curvature, R : Radius of curvature.

近いけたの値なので、光は自由空間の中とは違った挙動を示す。光は有限個の離散的なモード（振動姿態及び伝ば形式）としてだけ伝わり得る。これは導波管内のマイクロ波の挙動と同じである。Giallorenziらは、光が振動方向により異なるモードを示すことを観察した<sup>9)</sup>。これは圧縮応力による光弾性効果のために、光の振動方向によって屈折率分布が違うからと考えられる。Jaussaudらは、この現象を応力測定に利用できることを指摘した<sup>10)</sup>。

著者は、この現象の存在と応力との関連性に注目し<sup>11)</sup>、理論を提出し<sup>12)</sup>、数値計算を終えた<sup>13)</sup>。この原理による化学強化ガラス用表面応力計が発売され<sup>14)</sup>、日本の時計業界、強化加工業界、素材ガラスメーカー、板ガラス業界の大部分で活用され、すべて同一装置で品質管理が行われている。本報では、原理と測定法とを見通し良く記して、この技術の発展に役立てたい。

### 3. 薄片顕微光弾性法の問題点

強化ガラスの表面に垂直な断面で切った薄片を作ると、顕微光弾性装置によって応力を測ることができる。図3は観察例である。この方法について、次のような問

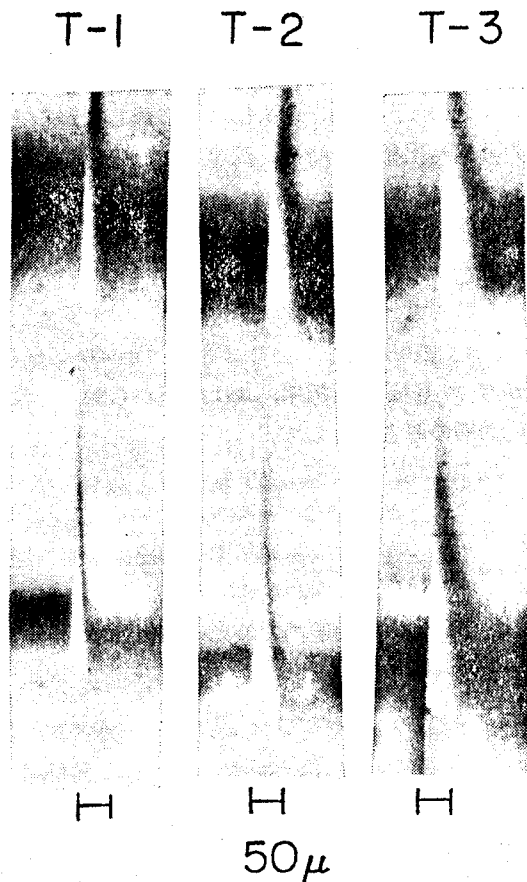


Fig. 3. Thin section photoelasticity on three samples of chemically tempered glasses. Thickness of thin sections : 0.22 mm, light source : Na discharge lamp.

題点を感じてきた。

- (1) 破壊試験法であるから、適用範囲が限られる。
- (2) 薄片を作るのに熟練がいり、手間と時間がかかる。
- (3) 薄片化に伴い応力緩和が、絶対に避けられない。
- (4) 応力緩和の程度が薄片の厚さによるので、系統的誤差も避けられない。
- (5) 表面での応力を正しく求めるのが難しく、個人的誤差が入りやすい。これは応力が強いほど著しい。
- (6) 応力層の厚さが 10 μm 以下になると、測定は実際上できない。

これらの原因による誤差は予想外に大きい。例えば市販の板ガラスを 420°C でイオン交換すると、表面応力は 20~25 kg/mm<sup>2</sup> と測定されるが、原によれば似た条件で 50 kg/mm<sup>2</sup> 以上である<sup>9)</sup>。

### 4. 実験の方法

図4のように、ガラスの表面に屈折率の高い(1.75)光学ガラスで作った入射及び射出プリズムを置く。プリズム間の間隔は 0.3~30 mm の間の任意の値で良い。プリズムとガラスの間に浸液を入れて、光学的接触をさせる。光源からの散光が入射プリズムを経て強化ガラスに入り、そのうちモードを形成できる角度で入射したものは、応力層内を伝わり射出プリズムに達し、空気中に出る。これを無限遠にピントを合わせた望遠鏡で観察すると、同一モードに属する光は対物レンズの焦点面上の同一点に集まり、輝点又は輝線を作る。この状況を接眼測微計で観察する。

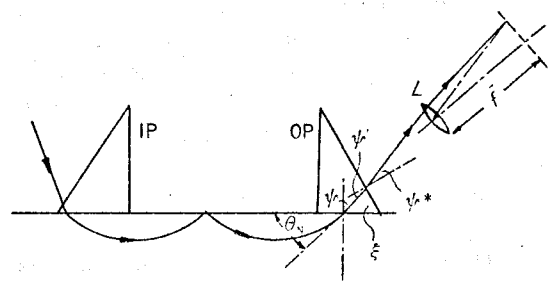


Fig. 4. Apparatus for observing effective index distribution of modes in a surface compression layer.

IP : Input prism, OP : Output prism, L : Objective lens of a telescope,  $f$  : Focal length of L.

### 5. モード形成の条件

光がその波長に近い大きさの空間に捕えられて伝ばする時は、その振幅の分布や速度は、空間の境界における境界条件を満足するように規制されるので、自由空間内とは異なった挙動をする。化学強化ガラスの表面層内の場合には、光は表面に平行な方向に進行するが、その速

度は離散的な有限個の値だけを取りうるし、速度に対応して深さ方向の振幅分布が決まる。速度や振幅分布は、マクスウェルの電磁方程式を、与えられた境界条件下で解いて求められる。しかしこれは常に可能ではないし、可能な場合でも工程管理の目的には複雑すぎる。

量子力学では、波動方程式を解くために、W-K-B法と呼ばれる近似計算法が開発された。これはウェーブガイド内の光の方程式を解くためにも、流用されている。

先に述べたように、ウェーブガイド内の光の挙動は、幾何光学的な予想とは全く異なる。ところが、ウェーブガイド内に存在しうるモードの実効屈折率（真空中の光速度/モードの伝ば速度）、 $n_{eff}$ 、を求める条件式については、次のような著しい事実がある。すなわち、W-K-B法による条件の近似式が、幾何光学的な考察で求めた条件式と、簡単な補正項を除いては一致する。

したがって、古典光学的な模型を使って、モードの実効屈折率を求めることができる。これは古典的な原子模型についてエネルギーの表式を書き、次に運動量を微分演算子と読み換えると、量子力学の波動方程式が得られる、という事情と良く似ている。

古典光学的な模型を使う方法<sup>15)</sup>を、仮に H-B 法と呼ぶ。そうして、これを精度良く更に単純化した方法を K 法と呼ぶ。

5.1 W-K-B 法<sup>16)</sup>

屈折率  $n(x)$  が深さ  $x$  の関数として与えられているウェーブガイド（導波路）内には、振幅分布  $A(x)$  を持ち、表面に平行（ $z$  方向）に進行する光

$$A \exp\{i(\omega t - \beta z)\}$$

が、特定のいくつかの  $\beta$  と、それぞれに対応する  $A(x)$  とに対してだけ存在しうる。ここで、

$t$ : 時間,  $\omega$ : 角速度,  $\beta = 2\pi/\lambda$ ,  $\lambda$ : ウェーブガイド内の光の波長, であり、光の  $z$  方向への伝ば速度は  $\omega/\beta$  である。

光波が存在する条件の近似式は、

$$\int_0^{x_b} \sqrt{n^2(x)k^2 - \beta^2} dx = \left(N + \frac{3}{4}\right)\pi \quad (1)$$

$N=0, 1, 2, \dots$ ,  $k=2\pi/\lambda_0$ ,  $\lambda_0$ : 真空中での光の波長, また  $x=x_b$  では  $n(x_b)=n_{eff}=\beta/k$  である。

5.2 H-B 法<sup>15)</sup>

ウェーブガイド内を幾何光学的に予想される経路  $G_1F_1G_2$  をとって進む光を考える (図 2)。そうすると、W-K-B 法による式 (1) 式) は、次の式 (2) 式) に引き直されてしまう。(1) 式の  $x_b$  は経路の最深点  $F_1$  の深さに対応する。

$$\int_{G_1F_1G_2} n \cos \varphi dx + \frac{\lambda}{2\pi} \phi_1 + \frac{\lambda}{2\pi} \phi_2 = N\lambda_0 \quad (2)$$

$\varphi$ : 光の進行方向が深さ方向 ( $x$  方向) となす角,  $\phi_1$ : 表面での全反射に伴う位相の飛び (単位: ラジアン),  $\lambda$ :

光の波長,  $N=1, 2, \dots, N_{max}$ ,  $N_{max}$ : 存在するモードの数。

$\phi_2$  は古典光学的考察では不要だが、W-K-B 法による条件式に合致させるための補正項として  $\phi_2 = -\pi/2$  と置く<sup>15), 16)</sup>。

ガラス外の媒質がガラスより高屈折で、かつモードが外からの入射光で作られている場合には、(2) 式には次のような明確な幾何光学的な意味を与えることができる (図 2 (a))。

条件 HB-1 ガラス外からの入射光束がガラス中に入り、蜃気楼的経路  $G_1F_1G_2$  を経て表面  $G_2$  に達し、全反射されて更に次の経路へ出発する時に、入射光束と同位相になる。

光の入射方法がこれと異なったり、ガラス外の媒質がガラスより低屈折であったりすると、このような模型は作れない。しかし条件 HB-1 を別の形 HB-2 に変換して置くと、これはガラス外媒質のいかににかかわらず適用でき、またモードの立ち方が励起の方法や外部の媒質によらない、という実験事実を認めるならば、HB-2 はすべての入射方法の場合をも代表して記述すると言える。すなわち (図 2 (b))。

条件 HB-2 表面の一点  $G_1$  において、蜃気楼的経路  $G_1F_1G_2$  を進む光と、これと同一方向  $G_1H_1$  に屈折率  $n_0$  ( $G_1$  でのガラスの屈折率) の仮想的な媒質中を進む仮想的な光の波面とが、ともに  $G_2$  に達してからそれぞれ次の経路へ出発する時に、同位相になる。

5.3 K 法

測定に便利な式を得るために、HB-2 の条件によって近似計算をする。次の仮定を置く。

(A) 屈折率こう配  $\alpha$  は応力層内で一定である。したがって、 $n$ : 屈折率,  $n_0$ : ガラス表面 ( $x=0$ ) の屈折率,  $n_s$ : ガラス基板の屈折率,  $x$ : 表面から測った深さ,  $x_s$ : 応力層の厚さ、として、

$$x_s \geq x \geq 0 \text{ では } n = n_0 - \alpha x$$

$$x \geq x_s \text{ では } n = n_s = n_0 - \alpha x_s$$

(B) イオン交換による屈折率増加は、基板の屈折率に比べて小さく、 $n_0 - n_s \ll n_0$ ,  $n_0 - n_s \ll n_s$  が成り立つ。したがって、応力層内での光の幾何光学的経路は円弧で、その曲率半径  $R$  は、

$$R = \frac{n}{(dn/d\nu)} \div \frac{n_0}{\alpha}$$

$\nu$ : 経路の法線方向に沿う距離、である。円弧の曲率中心を  $O$  とする。

(C)  $\phi_1 = \pi$  ラジアン  $= 180^\circ$  とする。 $\phi_2$  は前に記した理由で  $\pi/2$  ラジアン  $= 90^\circ$  と置く。

これらの仮定を使い、フレネルの式も参照して変形すると、条件 HB-2 は (図 2 (b)) から、

$$\int_{G_1F_1G_2} n(\theta) R d\theta - 2 R n_0 \sin \theta \cos \theta$$