シュリーレン法によるガラス均質度の解析

㈱物質・材料研究機構
瀬川　浩代，井上　悟

Analysis of homogeneity in glasses by Schlieren imaging

Hiroyo Segawa, Satoru Inoue
National Institute for Materials Scienc

【はじめに】

ガラスに見られる欠点としては，泡，脈理，石，結晶などがある。中でもガラス中の不均質部分である脈理は，バッチの調整不良，ガラス溶融時の成分の揮発による影響や窯の侵食による耐火物の混入などによる組成変動が原因となって形成される。脈理は組成変動の程度や形状などにより，すじ状のコード（cord），より細い糸脈理のストリエ（striae），平面層状のリーム（ream）。天井の不均質ノット（knot）などに分類される。これらの均質性を評価することが用途に適したガラス製品を提供する上で重要である。

【均質度の評価方法】

ガラス均質度の代表的な評価法としては粉末状のサンプルを使用する方法と板状のサンプルを使用する方法に分けられる。粉末状のサンプルについてはエッチング法，比重分布法，シェリュプスキー法が知られている。これらはランダムに採取したサンプルを砕いて，分級，洗浄した後，評価する方法である。ガラス製品の平均的な情報を得るのに適している。しかしながら，不均質部分の場所の情報に関しては不十分である。これらの方法の概略に関しては文献［1］に記述されている。一方，板状のサンプルについては干渉計法，シャドウ法，シュリーレン法が知られている。干渉計法は，JIS 規格に規定されており［2］，レーザ干渉計を用いることによって 10^{-6} 程度の屈折率差が検出出来る。主に光学ガラスのような均質度高いガラスの評価に適しているが，大きな不均一を有するガラスの均質度を評価することは難しい。大きな不均一を有するガラスの評価にはシャドウ法やシュリーレン法を用いることが望ましい。特にシュリーレン法はナイフエッジを用いることでシャドウ法に比べて高い精度で，ガラスの均質度

〒305-0044　つくば市並木 1－1
TEL　029-860-4601
FAX　029-854-9060
E-mail : SEGAWA.Hiroyo@nims.go.jp

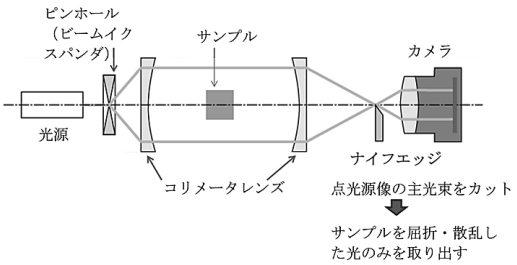

図1　シュリーレン法の光学系

の評価が出来る。簡便に評価出来る装置も市販されており，工業的にも簡便にガラスの均質度を評価する際に用いられている。しかしながら，これらの方法は定量性的に評価することが難しい。このような背景のもと，これまで瓶など市場で用いられている種々のガラスについてシュリーレン法で均質度を評価し，その指標化の可能性について検討を行ってきた。

【シュリーレン法の原理】

図1にシュリーレン法の光学系を示す。光源からの光をビームイクスバンダで広げたあと，コリメータレンズで平行光とし，その間にあるサンプルの像をカメラに写し，シュリーレン像を得ることが出来る。像の焦点の部分にナイフエッジを入れることによって，点光源像の主光束をカットし，サンプル内部を屈折，散乱した光のみを取り出すことが出来る（このナイフエッジを入れないで測定する場合をシャドウ法という）。この像から脈理などの検出を行うことが出来る。

【シュリーレン像の評価】

本研究の実験には，溝尻光学工業所製のシュリーレン装置，SLM-10を用いた。ガラスは，約40×20 mmの大きさとなるようにカットし，両面を鏡面研磨した。得られたシュリーレン像を256ピクセル角に切り出し，下記の評価を行った。①各画素（65535ピクセル分）の輝度平均値とその標準偏差の算出，②二値化による脈理サイズ及び数の計測，③フーリエ変換に

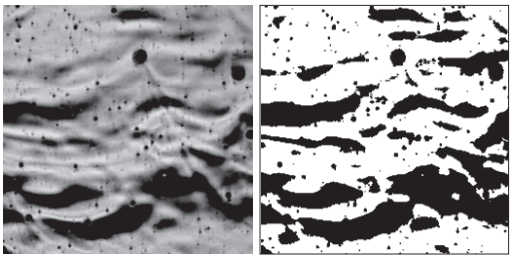

図2　（左）シュリーレン像，（右）二値化像

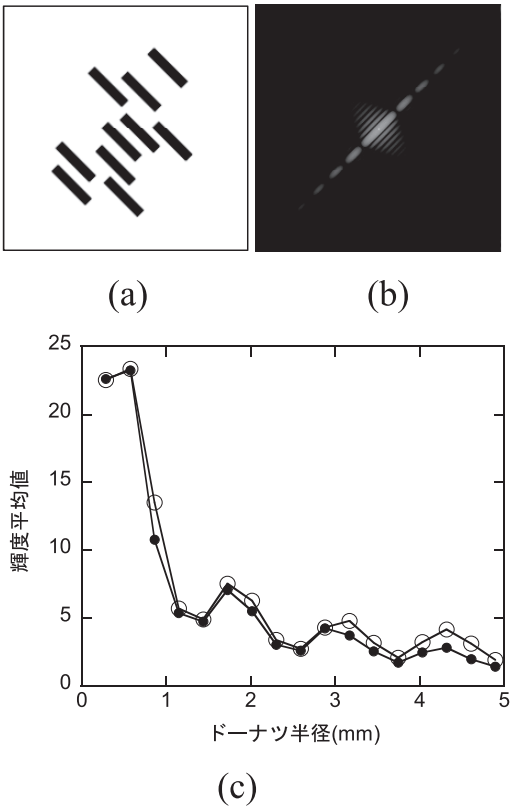

図3　幾何学模様による動径分布関数の評価（a）用いた図形，（b）FT像，（c）動径分布関数，●：（a）の計算結果，○：棒を45°傾けたときの計算結果

より得られる動径分布の解析を行った。

②については図2に一例を示す。シュリーレン像を二値化することによって脈理を明確化して，脈理数や長さの計測を行った。③では，実際に得られたシュリーレン像をフーリエ変換（FT）した後，各動径をドーナツ環状に切り出したものを逆フーリエ変換し，各ドーナツ間の

平均輝度値とその標準偏差を算出した。これにより得られる動径分布関数から脈理の規則性，積分による均質度の評価を行った。実際の計算例として，幾何学模様を用いた計算例を示す。図3には斜め棒を配置した図形を示す。棒が周期的にならんでいるため，周期的なFT像が得られている。また，動径関数の輝度平均値も周期性を反映して，凹凸が確認された。棒を45°回転した図形の場合にも，同様の動径分布関数が得られる（図3（c）には両方の動径分布関数を示した）。この手法を用いることによって，脈理の周期性の評価が出来ることが期待される。

【市販瓶を用いた評価例】

一例として，図4（a）に示す瓶の評価結果を示す。側面のシュリーレン像より底面に垂直方向に多数のすじ状脈理がはっきりと観察される。底面の像では，それほど明確ではない脈理が観察される。これらのシュリーレン像の輝度平均値の標準偏差は側面が70.5，底面が61.5となった。また動径分布関数は，ドーナツ半径が1〜3 mmの範囲で脈理が明確に見える側面が底面より高い輝度値を有することがわかる。輝度平均値をドーナツ半径が0.5 mmから4.5 mmの範囲で積分した値（以下，積分値）はそれぞれ26.0，14.9であった。脈理が多い場合に，標準偏差や動径分布関数の積分値が大きな値となることがわかる。また，シュリーレン像の二値化により，脈理がはっきりと見え，この像を利用することによって，脈理の数を計測したところ，側面で14本，底面で23本の脈理が観測された。また，観察したところ，気泡は見られなかった。

【種々の市販瓶の評価結果】

上述の方法を用いて，食器2種類，瓶20種類，板ガラス2種類について評価を行った。シュリーレン像の輝度平均値の標準偏差の範囲は食器が28〜46，瓶が7〜77，板ガラスが4〜8

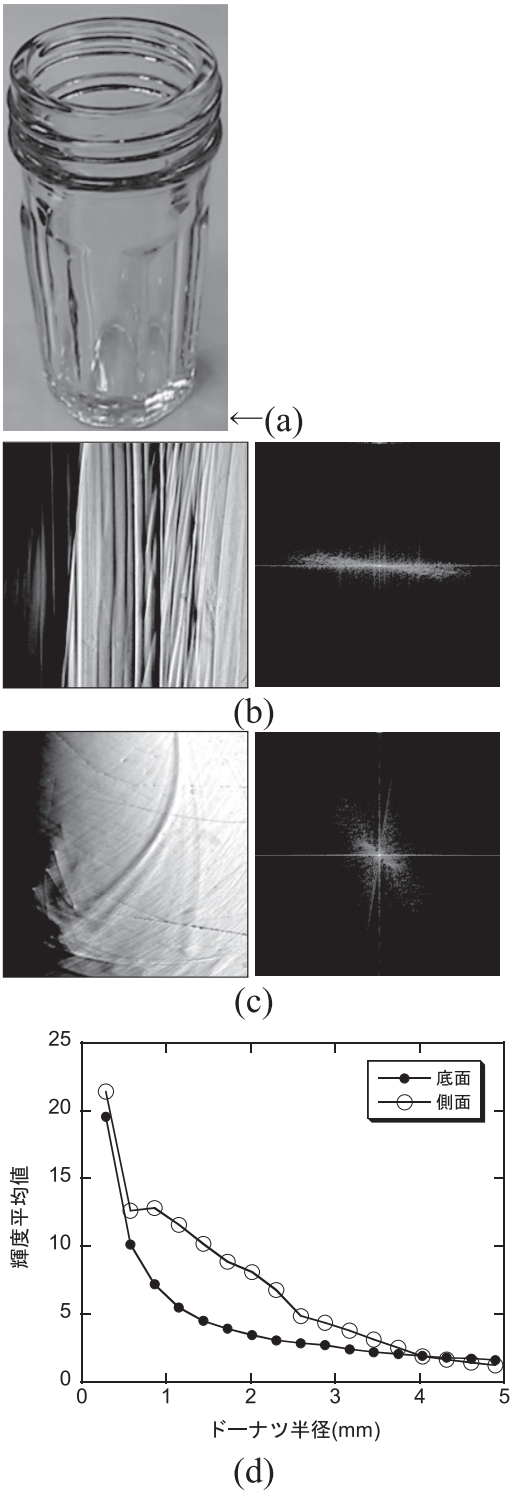

図4　瓶の評価結果，（a）瓶外観，（b）瓶側面6.2 mm厚，（c）瓶底面3.2 mm厚のシュリーレン像（左）とFT像（右），（d）FT像から計算した動径分布関数

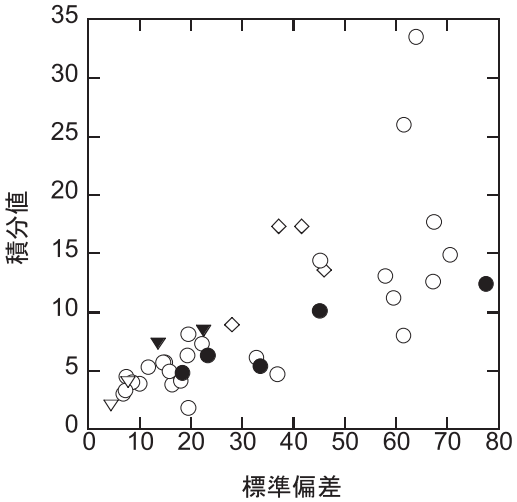

図5　動径分布関数の積分値と輝度平均値の標準偏差の関係，◇：食器，○：瓶（底面），●：瓶（側面），▼：板（平板面），▽：板（側面）

となった。なお板ガラスの側面方向については4～23となり，側面方向の不均一が高くなっていることが確認された。泡は，食器，板ガラスでは0個/gとなった。瓶もほとんど0個/gであったが，サンプルによっては2～9個/g存在した。脈理は，食器では39～139個，瓶では23～75個，板ガラスは平面では0個，側面では11～22個となった。一方，動径分布関数の積分値と輝度平均値の標準偏差の関係を図5に示す。標準偏差の値が大きくなってくると，ばらつきが大きくなるものの，動径分布関数の積分値と輝度平均値の標準偏差の値が正の相関を持っていることがわかる。これは動径分布関数の積分値がガラスの均質度の指標として使用できる可能性を示している。

【問題点と課題】

本手法において，光源の光量及びナイフエッジの入れ具合については任意性をもっている。いくつかの例でナイフエッジの影響を検討してみる。図2に示すような凹凸やサイズが大きな脈理が入っているシュリーレン像では，ナイフエッジの入れ方によって，像が大きく変化するため，輝度平均値の標準偏差がナイフエッジの入れ方に大きく依存する。一方，図4（c）に示すようなシュリーレン像における明暗がはっきりしないサンプルでは，シュリーレン像はナイフエッジの深さにそれほど影響を受けないことが確認された。また，光源の光量によってもシュリーレン像は影響を受ける。光量が多すぎる場合や少なすぎる場合には，輝度平均値もそれにあわせて変化するだけでなく，分布が小さくなるため，標準偏差も過小評価されることがわかった。

光量やナイフエッジの入れ方は，サンプル中の脈理などの均質度によって大きく異なり，同じ条件では観察できない。今後はこれらの評価に際して生じる誤差範囲を明確にしていくことによって，新しい指標として確立できるものと思われる。

【謝辞】

本研究はNEDO研究開発機構「エネルギーイノベーションプログラム・革新的ガラス溶融プロセス技術開発プロジェクト」の一環として行ったものである。

参考文献

[1]　ガラス工学ハンドブック，朝倉書店，pp. 267–269.
[2]　JIS　R 3252：　ガラスのレーザ干渉法による均質度の測定法, 1994