シュリーレン法を用いた気中溶解ガラスの均質性評価

（独）物質・材料研究機構
瀬川　浩代，井　上　悟

Analysis of homogeneity in in-flight melted glasses by Schlieren imaging

Hiroyo Segawa, Satoru Inoue
National Institute for Materials Science

【はじめに】

気中溶解ガラスの作製においては，粉末から直接的にガラスを溶融することから作製時に泡や脈理を多く含んでしまう。これらは撹拌作業によって除去されるが，撹拌の効果を明らかにするためには，ガラス中に生じる泡及び脈理を評価することが重要となってくる。ガラスの均質度の評価方法としては，以前の記事に紹介したように，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［1］。粉末状のサンプルの場合には，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ことから，今回のように融液の場所を特定してガラスの均質度を評価したい場合にはあまり向いていない。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。特に，大きな不均一を有するガラスの均質度を評価するためには，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，ガラスの均質度の評価が出来る。

我々は，種々の条件下で気中溶解を用いて作られた融液が固化したガラスに対してシュリーレン法を用いてガラス均質度の評価を行った。特に，気中溶解においては撹拌操作が行われるが，撹拌の効果を中心に評価した。また，均質度の指標化は十分に行われていないことから，市販されているガラス容器を用いてどの程度の均質度が必要であるかについての検討も行った。

【シュリーレン法の原理と評価方法】

以前の記事に紹介した［2］が，念のため，以下ではシュリーレン法の原理と評価方法について簡単に述べる。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。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

〒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

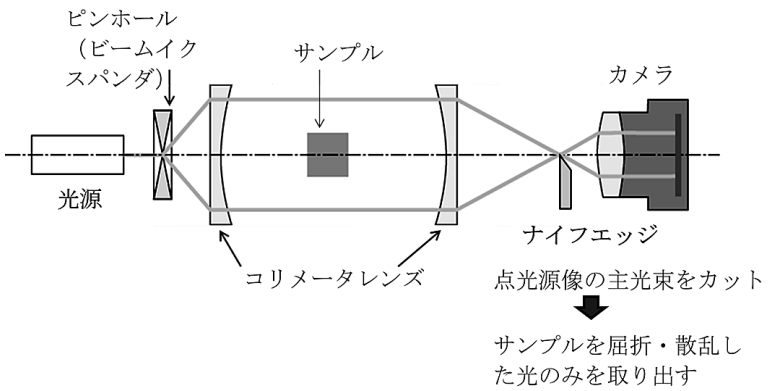

図1　シュリーレン法の光学系［2］

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で脈理などの検出を行う。

本実験においては，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。研磨したガラスについて，泡を可視光像で観察し，シュリーレン像を用いて脈理を観察することで泡と脈理を分離して評価できることを確認した。泡については，上中下 3 カ所にピントを合わせて撮影した 3 枚の写真を合成し，エッジ強調処理を施した後画像処理ソフトを用いて計数及びサイズの計測を行った［3］。マニュアルでの評価結果と比較して遜色なく評価できることは確認されている。

シュリーレン像については 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フーリエ変換により得られる動径分布の解析を行った。

②については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，各ドーナツ間の輝度平均値とその標準偏差を算出した。輝度平均値及び標準偏差は像の濃淡とその大きさを反映しており，脈理等の不均質がある場合には像に濃淡が現れ，標準偏差が大きくなると考えられる。

【カレットのみを原料とした溶融試験】

比較的初期に作製されたガラスの例として，カレットを原料とし，75 kg/h で投入し，原単位 1807 kcal/kg で作製したガラスの撹拌前後の評価結果を示す。泡数は撹拌前が 556 個/g であったのに対して，撹拌後には 232 個/g とかなり減っていることが確認された。図 2 には，シュリーレン像とその二値化画像及び，二値化画像から算出した脈理の長辺の長さの分布を示す。ガラスの厚さはおおよそ 8 mm に統一した。画像より脈理がはっきり見えていることがわかる。撹拌前後で，脈理総数は 55 から 34 に減っており，撹拌によって短い脈理が長くなって，数が減少しているといえる。また，シュリーレン像から得られた輝度値の標準偏差は攪拌前には 49.7，撹拌後には 40.3 となった。これはわずかに均質性が改善されたことを表している。

【光量とナイフエッジの影響】

上述したようにサンプル中の脈理がシュリーレン像の濃淡を反映する輝度平均値の標準偏差によって評価できると考えられる。しかしなが

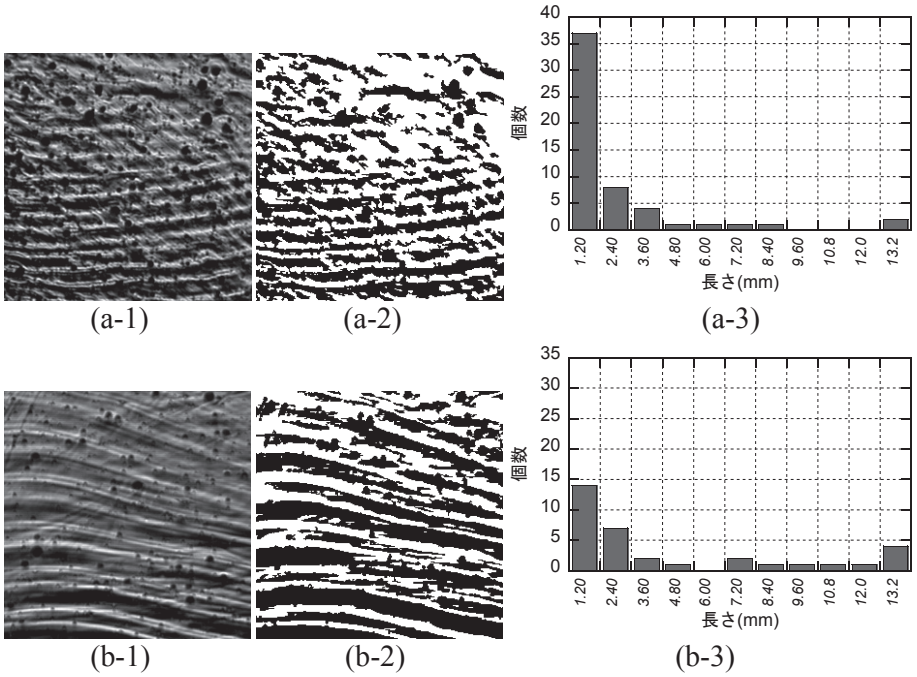

図2 （a–1），(b–1）シュリーレン像，（a–2），(b–2）二値化像，（a–3），(b–3）長辺の分布，（a）撹拌前，（b）撹拌後

ら，シュリーレン像の輝度平均値とその標準偏差はあてる光の量とナイフエッジの深さによって影響を受ける。光量及びナイフエッジがどのような影響を及ぼすかを明らかにし，サンプルの撮像条件を決定することが必要である。図3には，光量を変えて撮像したシュリーレン像から求められる輝度平均値とその標準偏差の関係をプロットした。光量については定量的な評価ができないため，目視により，標準的な明るさとそれより明るい場合（+）と暗い場合（−）について評価を行った。輝度平均値は明るさに応じて，100，140，180程度となるところでは，標準偏差はある程度小さい値を有しており，評価に適していると考えられるが，輝度平均値が，上記の値より小さくなってくると，標準偏差も大きくなってくる。これは目視で明るさを決定したときに，明暗がはっきりしたサンプルでは，輝度が小さめに見積もられてしまう傾向を表しており，標準偏差の値を均質度の指標として用いる場合に，輝度平均値をある程度

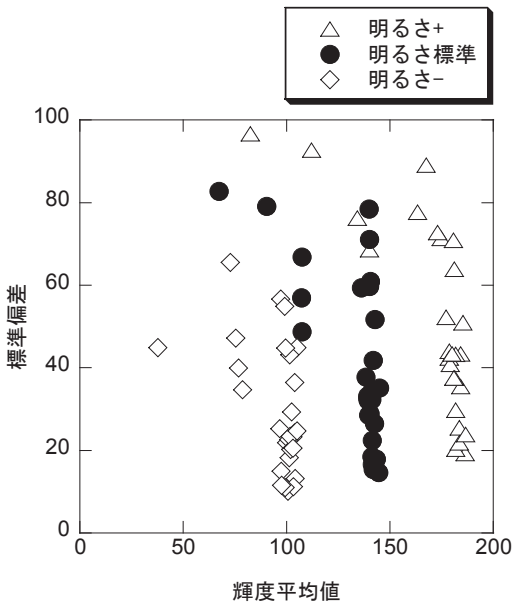

図3 光量を変えたシュリーレン像の輝度平均値と標準偏差の関係

一定にすることが重要であることを表している。

ナイフエッジの入れ方によっても輝度平均値

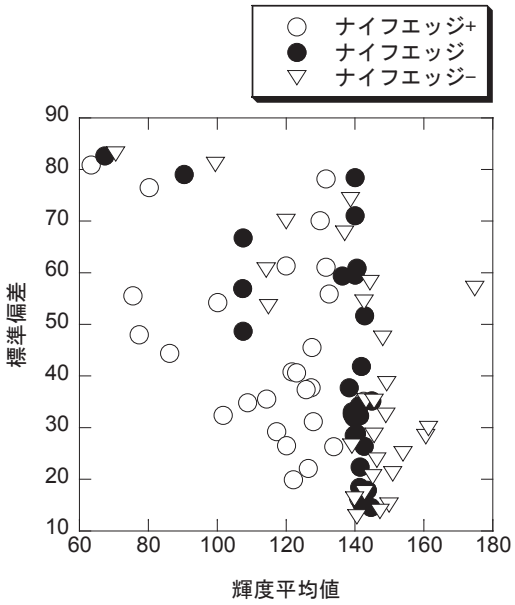

図 4　ナイフエッジを変えたシュリーレン像の輝度平均値と標準偏差の関係

は変化する。図 4 には標準的な明るさの光量とした条件（図 3 において 140 程度の光量になる条件）において，ナイフエッジの入れ方を変化した場合の輝度平均値の標準偏差の関係を示した。ナイフエッジを深く入れる（+）と輝度値は小さくなり，そのばらつきは大きくなっていることがわかる。浅く入れた（−）ときは輝度値が大きくなるが，それほどばらつきは見られない。ナイフエッジの入れ方についても輝度平均値を調整する際に注意する必要があることが明らかになった。

このように異なるサンプル間の均質性を標準偏差を用いて評価する場合には，観察時の光量とナイフエッジの深さを調整することによって輝度平均値を一定にすることが重要になってくるといえる。従って，本評価においては，輝度平均値を 140 程度になるように光量とナイフエッジの深さを調整して，シュリーレン像を撮像し，サンプル間の均質性を比較することとした。

【市販ガラスを用いた指標化】

標準偏差を用いた均質度の評価において，市販されているガラスがどの程度の値を有しているかということが気中溶解で作製したガラスの実用化においては非常に重要である。そこで，輝度平均値の標準偏差を評価し，どの程度のガラスを作製する必要があるかについて評価を進めてきた［2］。食器 2 種類，瓶 24 種類，板ガラス 3 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（平面方向）が 4〜20 となった。脈理は，食器では 39〜139 個，瓶では 0〜128 個，板ガラスでは 0 個となった。板ガラスでは，型板ガラスで標準偏差が大きくなる傾向が確認されたが，すべてのガラスにおいて脈理はほとんど観察されなかった。瓶の場合においては，種類によって大きくばらつきがあるものの，脈理が残っているガラスも多いことが確認された。

また，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。

【作製条件の最適化】

SL−10 顆粒原料［4］を用いて 90 kg/h で投入し，1264 kcal/kg の原単位で作製し，撹拌前後のガラスの評価を行った。撹拌前後の泡の数は，145 個/g であったのに対し，撹拌後には 103 個/g となった。泡のサイズ分布を図 5 (a) に示した。比較的小さい泡を中心に数が減少していることがわかる。また，図 5（b）にはシュリーレン像を示した。明白な像の違いはみられないが，脈理数は 14 から 7 への撹拌前後で減少した。また，輝度平均値の標準偏差は 23 と 27 となっており，大きな差はみられなかった。気中溶解で作製したガラスでは，泡は多いが，脈理については市販のガラスとほぼ同程度まで減少していることがわかる。気中溶解の作製条件が最適化されていくに伴って均質度の高いガラスが得られているといえる。

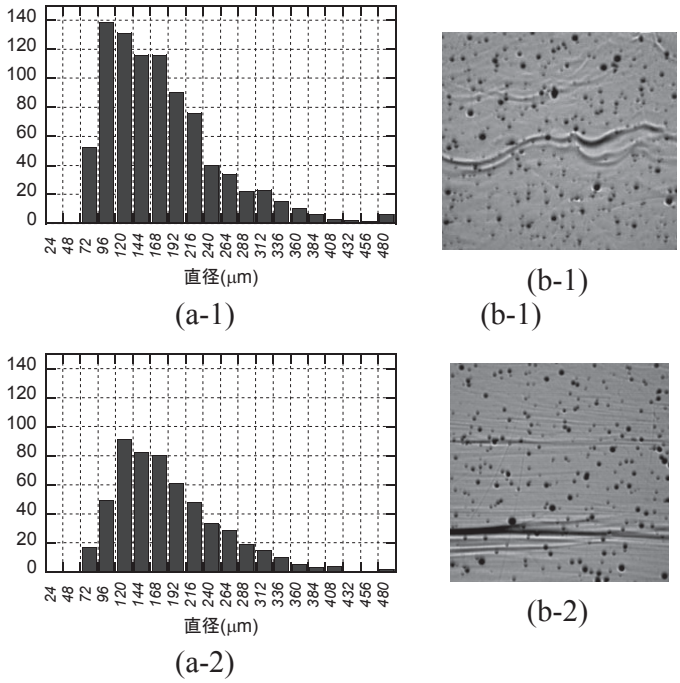

図5　(a)泡のサイズ分布と (b) シュリーレン像，(a–1), (b–1) 撹拌前，(a–2), (b–2) 撹拌後

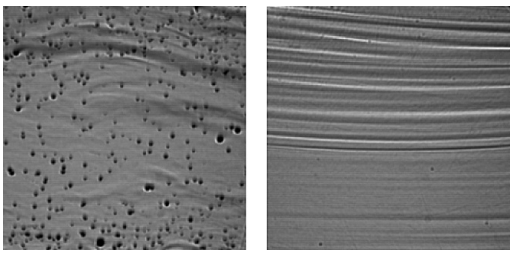

図6　シュリーレン像（左）撹拌前，（右）撹拌後

【原単位量の減少による影響】

本研究においては，気中溶解を用いることによって，より低エネルギーでのガラス溶融を目指しており，原単位を下げて溶解することが必要になってくる。以下では原単位を減少した場合の結果について示す。

SL–6 顆粒原料［4］を用いて 90 kg/h で投入し，948 kcal/kg の原単位で作製した。図 6 には撹拌前後に得られたガラスのシュリーレン像を示す。図からもわかるように泡の個数が撹拌前後でかなり減少しており，実際には 164 個/g から 4 個/g となった。泡のサイズ分布を確認したところ，細かい泡が撹拌によって大幅に減少し，一部が大きな泡になったことがわかった。脈理数については，撹拌前後で 38 と 29，標準偏差は 19 と 17 となっており，ほぼ変化していない。シュリーレン像から泡が減ることによって脈理がより明確化されたため，脈理の変化が確認されなかったものと考えられる。

【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。

【文献】

［1］ ガラス工学ハンドブック，朝倉書店，pp. 267–269.
［2］ 瀬川浩代，井上悟，New Glass 105（2012）25–28.
［3］ NEDO 公開事業原簿 III, pp. 209–222.
［4］ NEDO 公開事業原簿 III, p. 36.