

論文 / 著書情報  
Article / Book Information

論題(和文)	ニュートンリング干渉を利用したT <sub>g</sub> 近傍におけるガラスの体積-温度特性の精密評価
Title(English)	A new method for the measurement of volume-temperature relation of glass and melt by Newton-ring interference microscope
著者(和文)	佐藤哲朗, 森達也, 東純史, 津田哲也, 瀬川浩代, 矢野哲司, 柴田修一
Authors(English)	T. Sato, T. Mori, Y. Azuma, T. Tsuda, H. Segawa, T. Yano, S. Shibata
出典(和文)	第48回ガラスおよびフォトンクス材料討論会要旨集, Vol. , No. , pp. 32-33
Citation(English)	Abstract of the 48th meeting on glass and photonics materials, Vol. , No. , pp. 32-33
発行日 / Pub. date	2007, 11

# ニュートンリング干渉を利用した T<sub>g</sub> 近傍におけるガラスの体積 - 温度特性の精密評価

(東工大院) ○佐藤哲朗、森達也、東純史、津田哲也、瀬川浩代、矢野哲司、柴田修一

**A new method for the measurement of volume-temperature relation of glass and melt by Newton-ring interference microscope** / ○Sato, T., Mori, T., Azuma, Y., Tsuda, T., Segawa, H., Yano, T., Shibata, S. (Tokyo Institute of Technology)/ Newton-ring interference microscope was developed for the in-situ measurement of volume-temperature relation of glass droplet around glass transition temperature. A small droplet of soda-lime-silica glass with the dimension of ~2mm in diameter was examined, and the sizes of the Newton rings were measured along with temperature. The obtained volume change with temperature agreed quite well with that of the conventional method, and showed its large potential for the measurement far above T<sub>g</sub>.

問合せ先: e-mail [stetsuro@glass.ceram.titech.ac.jp](mailto:stetsuro@glass.ceram.titech.ac.jp)

## I. はじめに

光学レンズなどの精密なガラスの成形では、その体積変化を精密に知る必要がある。ガラスの体積変化の測定法には様々な方法があるが、ガラス転移温度から融点付近まで融液状態での体積変化を正確に測定した例はあまりない。一般にガラス球とガラス基板の間で起こるニュートンリング干渉からガラス球の半径を計算できることはよく知られている。そこで、ガラス液滴と平行平板との間で生じるニュートンリング干渉を測定・評価することで、室温からT<sub>g</sub>近傍までの体積変化を連続的に測定することが可能なニュートンリング干渉体積-温度特性その場測定装置を製作し、ガラスの体積変化の精密評価を試みた。

## II. 測定原理

Fig. 1 に示すガラス液滴と光学平行平面基板を考える。温度が上昇してガラス液滴の体積が増加するとニュートンリングの同じ暗線の位置は図のように外側に移動する。このときガラス液滴の熱膨張係数  $\alpha$  は、ガラス液滴の室温での半径を  $R_0$ 、ニュートンリングの半径を  $r$ 、温度を  $T$  として次式で表すことができる。

$$\alpha(1 + \alpha T) = \frac{1}{4R_0^2} \frac{dr^2}{dT} \quad (1)$$

したがってニュートンリングの大きさの温度変化を求めることで、ガラス液滴の熱膨張係数を求めることができる。

ニュートンリング干渉体積-温度特性その場測定装置は、このニュートンリング干渉を応用したガラスの体積測定の原理を利用して、ガラス球の体積の変化を非接触で測定することを目的に開発した。ガラス試料を加熱する小型加熱炉と、レーザー光をガラス試料に照射して干渉縞を捕らえる光学系から構成され、小型加熱炉によりガラスは融液状態まで加熱され保持される。平行平面基板とスペーサーにはシリカガラスを使用し、平行平面基板とスペーサーの膨張の影響を少なくしている。また試料直下の基板にはガラスとの濡れ性が悪いグラッシーカーボンを用いている。グラッシーカーボンの酸化を防ぐため、炉内は窒素ガスにより不活性雰囲気となっている。

Fig. 2 に光学系の模式図を示す。光学系は光源として He-Ne レーザー ( $\lambda=632.8\text{nm}$ ) を用い、試料で反射された光はレンズ系を通して対物レンズへとリレーされ、CCD カメラで受光される。

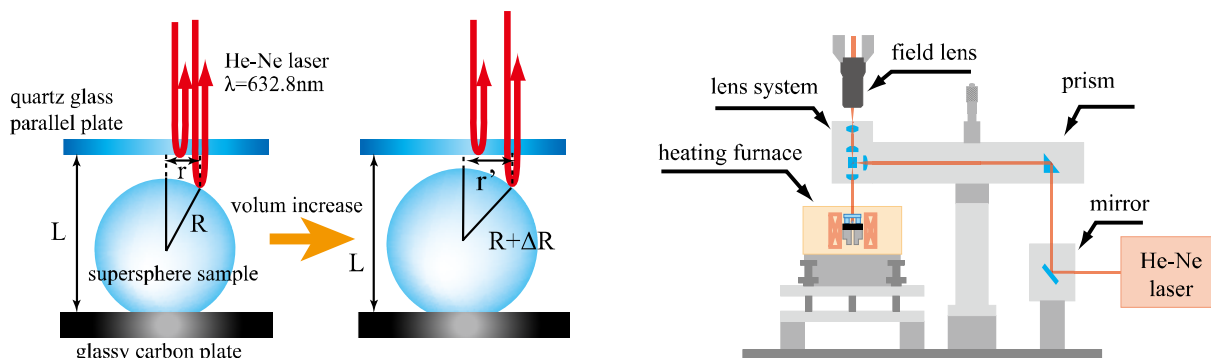


Fig.1 Schematic illustrations of Newton-ring interference. Fig.2 Set up of the Newton-ring interference microscope.

### III. 実験

使用したガラスの組成は  $71.7\text{SiO}_2\text{-}15.5\text{Na}_2\text{O}\text{-}12.8\text{CaO}$  [mol%] に  $\text{CoO}$  を外割りで  $0.5\text{wt}\%$  加えたものである。 $\text{CoO}$  は、ガラス試料を透過した光によって生じる別の干渉を防ぐため、 $\text{He-Ne}$  レーザー光を吸収させる目的で添加した。ガラス試料は、あらかじめ熱処理により高さ  $2.10\text{mm}$  程度の超半球状に成形したものをを用いた。測定温度域は、室温から  $650^\circ\text{C}$  まで、毎分  $5^\circ\text{C}$  で昇温した。またスペーサーの高さは  $2.293\text{mm}$  であり炉内には窒素を流した。ニュートンリングの画像の撮影はデジタルCCDカメラを用いて  $1^\circ\text{C}$  ごとに行なった。

測定法による違いを比較するために、TMA(Thermomechanical Analysis)を用いて同組成のガラスの体積 - 温度特性の評価を行なった。測定は、毎分  $5^\circ\text{C}$  で昇温し、 $620^\circ\text{C}$  まで測定した。試料は  $12\text{mm} \times 4.5\text{mm} \times 4.5\text{mm}$  の直方体であり、負荷荷重は  $5\text{g}$  である。

### IV. 結果と考察

Fig. 3 に測定されたニュートンリングの様子を示す。原理で述べたように、温度の上昇とともにニュートンリングが外側に移動の様子が確認された。直径  $2\text{mm}$  のソーダライムガラスは  $10^\circ\text{C}$  の温度変化に対し約  $0.2\mu\text{m}$  程度の伸びを示すが、その際のニュートンリングの移動は半径で  $10\mu\text{m}$  もの変化に相当する。このことから微小なサンプルを使用しているにも関わらずニュートンリング干渉を用いた測定が精度において優れていることが分かる。

ニュートンリングの動きから求めたソーダライムガラスの体積-温度変化を Fig. 4 に示す。これよりニュートンリング干渉を利用した方法が TMA でのデータとほぼ一致する値を示していることが分かる。また、TMA は圧縮荷重法であり、試料と接触している押棒の変位を検出することにより熱膨張が測定されるため、試料が屈伏してしまつて転移温度域以上での測定は出来ないが、ニュートンリング干渉法では非接触での測定が出来るため、転移温度域以上の屈伏が見られず、転移温度域以上での測定ができていくことがわかる。

これらの結果から、ニュートンリング干渉を利用した体積 - 温度特性の評価法は、室温からガラス転移温度域付近の融液状態までの体積変化を精度よくその場で連続的に追跡することができることがわかる。ガラス転移領域近傍の体積変化の重要な領域の測定に有効な手法となることが分かった。

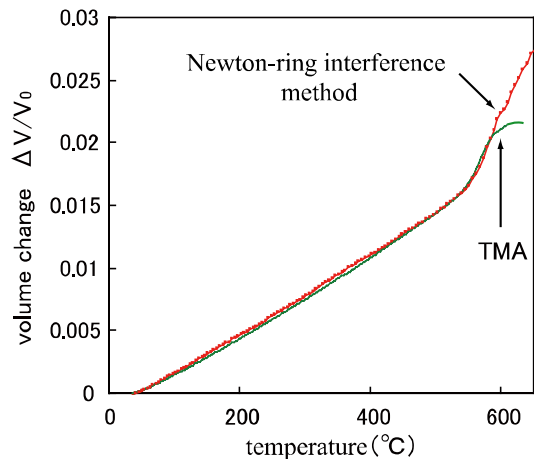


Fig.4 Volume change of soda-lime-silica glass.

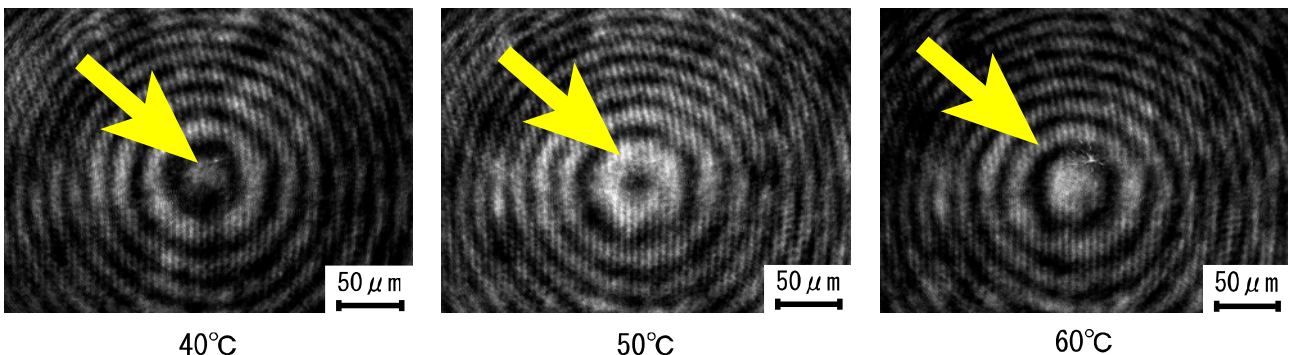


Fig.3 Snap shots of the observed Newton rings at the elevated temperatures.