MĚŘENÍ NAPĚTÍ NA POVRCHU ZPEVNĚNÝCH SKEL STRATOREFRAKTOMETREM

Ing. Vladimír Novotný, CSc., Státní výzkumný ústav sklářský, Hradec Králové

V přednášce je uveden princip stratorefraktometru i postupu při měření a souhrn zkušeností s měřením napětí na povrchu zpevněných skel pomocí tohoto přístroje, včetně jednoduché rychlé metody a přesnějšího, ale složitějšího postupu výpočtu profilů indexů lomu, dvojlomu a napětí v povrchové difúzní vrstvičce.

1. Úvod

Výměnou alkalických iontů obsažených v povrchu skla (nejčastěji Na^+) za jiné jednomocné kationty většího poloměru (nejčastěji K^+) lze vytvořit v povrchové vrstvičce skla rovnoměrné trvalé tlakové napětí. Vytvoření této tlakové povrchové vrstvičky je podstatou zpevnění skla iontovou výměnou.

Při výzkumu zpevňování skla i kontrole zpevněných výrobků je tedy stanovení základních parametrů povrchové zpevněné vrstvy - jejího napětí a tloušťky - základním a nezbytným měřením.

Trvalé napětí na povrchu zpevněných skel a tloušťka jejich povrchové tlakové vrstvičky se nejčastěji měří polarizačním mikroskopem na tenkých příčných výbrusech (tloušťky cca 0,3 mm) ponořených do vhodné imerzní kapaliny.

K usnadnění a zpřesnění tohoto měření byl zkonstruován přístroj zvaný stratorefraktometr /1/. V této publikaci uvádíme stručně nejprve princip tohoto přístroje a postupu při měření, dále souhrn našich zkušeností s měřením pomocí tohoto přístroje včetně porovnání výsledků měření s polarizačně-mikroskopickou metodou a matematického zpracování naměřených hodnot, umožňujícího výpočet profilů indexu lomu, dvojlomu a napětí v povrchové difúzní vrstvičce.

2. Princip stratorefraktometru a postupu při měření

Stratorefraktometrická metoda je pokračováním a rozvinutím polarimetrických metod měření napětí na povrchu skel, při nichž

dopadá paprsek polarizovaného světla na povrch proměřovaného skla pod úhlem rovným nebo velmi blízkým meznímu úhlu lomu. Výhodou těchto měření je, že měření lze provádět, na rozdíl od polarizačně-mikroskopické metody, na celých, nerozřezaných vzorcích libovolné velikosti. Schema refraktometru je na obr.1.

Při měření se vzorek položí na hranol přístroje, na nějž se předem nanese imerzní kapalina. Na povrch vzorku dopadá svazek mírně se sbíhajících paprsků monochromatického polarizovaného světla pod úhlem rovným, resp. velmi blízkým meznímu úhlu. Paprsky vystupující ze skla jsou soustředěny objektivem do jedné roviny a interferují. Okulárem se pozoruje soustava vzniklých světlých interferenčních proužků, odpovídající poloze rovin vzorku, které vyvolávají dráhový rozdíl polarizovaného světla, působící zesílení světla. Mikrometrem se určí vzdálenost interferenčních proužků a z ní rozdíly indexů lomu těchto rovin. Stratorefraktometr firmy Saint-Gobain, kterým jsme měření prováděli, je konstruován tak, že 1 dílek mikrometru odpovídá $\Delta n = 2.10^5$. Používali jsme zelený monochromatický filtr s $\lambda = 0,546\ \mu m$. Bližší popis přístroje a metody je v /2-4/.

3. Jednoduchá metoda určení napětí a tloušťky povrchové difúzní vrstvičky

Touto metodou se parametry povrchové vrstvy určí pouze přibližně, přičemž nepřesnost stanovení stoupá, je-li počet interferenčních proužků < 10. Napětí na povrchu jsme počítali ze vztahu

$$\sigma = \frac{2d}{B} .10^{-5} \qquad (1)$$

kde σ = napětí na povrchu v MPa, B = fotoelastická konstanta v MPa^{-1}, d = vzdálenost mezi polohou 1.interferenčního proužku 1. a 2.polarizačního filtru vyjádřená v dílcích stupnice mikrometru. Tloušťku difúzní tlakové vrstvy jsme určovali ze vztahu

$$h = 53 \frac{N}{p^{0,5}} \qquad (2)$$

kde h = tloušťka vrstvy v μm, N = počet interferenčních proužků (pro jeden polarizační filtr), p = vzdálenost prvního a posledního proužku v dílcích stupnice mikrometru.

U 4 typů skel a celkem 180 vzorků jsme provedli stanovení parametrů zpevněné povrchové vrstvy jednak uvedenou metodou stratorefraktometrem, jednak polarizačním mikroskopem. Z výsledků vyplynulo /3/, že tato stratorefraktometrická metoda je vhodná k rychlému měření nebo kontrole. Naměřené hodnoty jsou větší než při použití polarizačně-mikroskopické metody, tloušťka vrstvy v průměru o 4 μm, napětí o 75 %.

4. Určení průběhu indexu lomu, dvojlomu a napětí napříč povrchovou difúzní vrstvičkou

Při této metodě se změří poloha všech interferenčních proužků pro oba polarizační filtry a z ní se určí indexy lomu, vztahující se k jednotlivým proužkům. Vynesením řádu interference u jednotlivých proužků v závislosti na jim odpovídajícím indexu lomu se získá grafické vyjádření funkce m(n), nutné k dalšímu výpočtu.

Rozložení (profil) indexů lomu napříč povrchovou vrstvičkou se počítá z rovnice

$$z_K(n_K) = -\frac{\lambda}{\pi}\int_{n_K}^{n_p}\frac{m'(\nu)}{\sqrt{\nu^2-n_K^2}}\,d\nu \qquad (3)$$

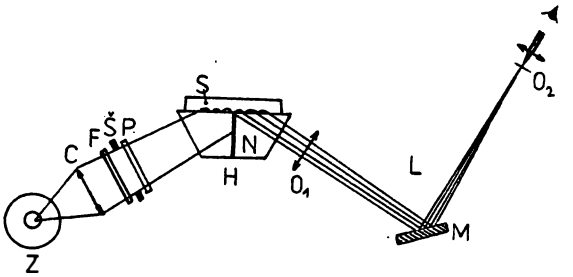
kde z_K = vzdálenost roviny skla s indexem lomu n_K od povrchu, λ = = vlnová délka použitého světla, m = řád interference, ν = integrační proměnná, n_p = index lomu povrchu skla.

Rozdíl profilů indexů lomu pro dva vzájemně kolmé směry polarizace světla je profil dvojlomu, z něhož se násobením faktorem 10^{-7} vypočte měrný dráhový rozdíl polarizovaného světla a dalším dělením fotoelastickou konstantou rozložení napětí napříč povrchovou vrstvičkou.

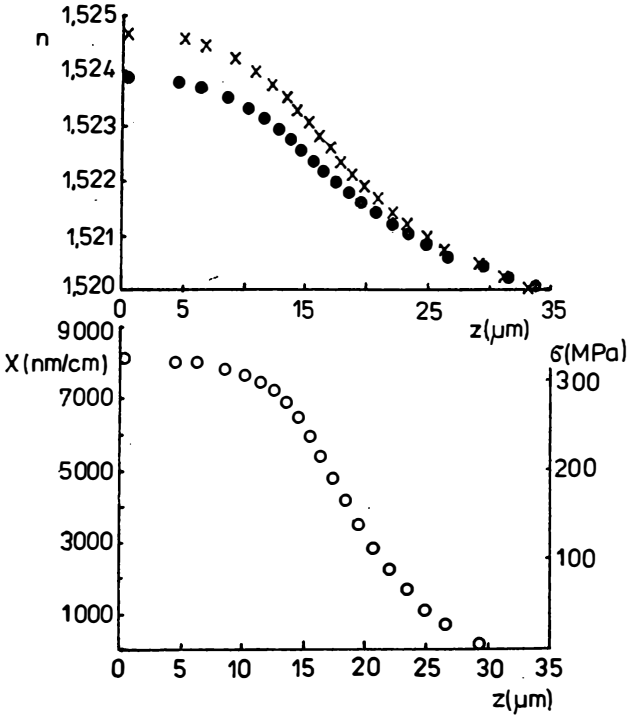
Vypracovali jsme numerický postup výpočtu naměřených hodnot ve formě programu pro stolní počítač Hewlett Packard 9810 s připojeným souřadnicovým zapisovačem /4/. Změřili jsme a uvedeným postupem vypočetli průběhy indexů lomu, měrného dráhového rozdílu polarizovaného světla a napětí v řadě vzorků plochých tabulových skel zpevněných iontovou výměnou $Na^+ \rightleftharpoons K^+$ resp. $Na^+ \rightleftharpoons Ag^+$. Příklad je na obr.2.

Literatura

1. Guillemet, C.: L'interférometrie à ondes multiples ..... (Théses pour obtenir le titre docteur-ingenieur). Paris, 1970, 58 s. La faculté des sciences de l'université de Paris.
2. Novotný, V.: Optika a jemná mechanika, 28, 17 (1983).
3. Novotný, V.: Silikáty, 27, 321 (1983).
4. Novotný, V. - Kavka, J.: Messung von Brechungindex - u. Spannungsprofil im Glass nach Ionenaustausch. Sympozium Mech.Eigenschaften u.Korrosion von Gläsern. Berlin, 11.11.1985.



Obr.1 Schéma refraktometru. Z - rtuťová výbojka, C - kondenzor, F - monochromatický filtr, Š - štěrbina, P - destička se 2 filtry, polarizujícími světlo ve vzájemně kolmých rovinách, H - hranol, N - neprůhledná vrstva, S - vzorek, L - - lomený dalekohled, O_1 - objektiv, M - zrcadlo, O_2 - okulár s mikrometrickým šroubem.



Obr.2 Vypočtené rozložení indexu lomu, měrného dráhového rozdílu a napětí v povrchové difúzní vrstvičce tabulového skla Fourcault, zpevněného iontovou výměnou v roztaveném KNO_3 o teplotě 450°C po dobu 16 hodin. n - index lomu, z - vzdálenost od povrchu vzorku, x - měrný dráhový rozdíl, σ - napětí, ● resp. x - hodnoty pro světlo polarizované v rovině rovnoběžné s povrchem vzorku, resp. v rovině kolmé k povrchu vzorku