

УДК 535.5 + 621.658.011:620.1

АНАЛИЗ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ПРИПОВЕРХНОСТНОМ СЛОЕ ЗАКАЛЕННОГО СТЕКЛА

*А. В. ХОМЧЕНКО¹, И. У. ПРИМАК¹, А. И. ВОЙТЕНКОВ²,
В. М. КУЛЬБЕНКОВ²*

¹Белорусско-Российский университет

²УЧПП «КУВО»

Могилев, Беларусь

UDC 535.5 + 621.658.011:620.1

ANALYSIS OF RESIDUAL MECHANICAL STRESSES IN THE SURFACE LAYER OF TEMPERED GLASS

A. V. KHOMCHENKO, I. U. PRIMAK, A. I. VOYTENKOV, V. M. KUL`BENKOV

Аннотация. Продемонстрирована возможность измерения двулучепреломления в неоднородных анизотропных средах методом волноводной спектроскопии. Исследованы возможности и границы применения метода при анализе распределения величины механических напряжений в закаленном стекле.

Ключевые слова: волноводная спектроскопия, метод измерения, остаточные напряжения, двулучепреломление, закаленное стекло.

Abstract. The possibility of measuring the birefringence in inhomogeneous anisotropic materials by the waveguide spectroscopy technique is demonstrated. The possibilities and application limits of the technique for measuring of the mechanical stresses in the tempered glass are investigated.

Key words: waveguide spectroscopy, measurement technique, residual mechanical stresses birefringence, tempered glass.

В технике широко используются изделия из стекла, для улучшения механических свойств которых их поверхность обычно подвергается упрочнению. В ряде случаев упрочнение выполняется методом термической закалки [1]. Величина сжимающих напряжений, возникающих в поверхностном модифицированном слое упрочняемых изделий, определяет качество изделий и зависит от параметров технологического процесса. Поэтому определение величины напряжений является удобным способом контроля как качества изделий, так и технологических процессов изготовления закаленных стекол. Широкое распространение на производстве и в лабораторной практике получил поляризационно-оптический метод, однако ему присуща значительная погрешность, что обусловлено тем, что небольшие изменения растягивающих напряжений в центре закаленной стеклянной пластины вызывают значительные изменения сжимающих напряжений, концентрирующихся в сравнительно тонком поверхностном слое [1]. Поэтому для получения надежных результатов сжимающие напряжения должны измеряться непосредственно на поверхности стекла.

Используемые термически полированные стекла изготавливаются с применением флоат-технологии, в результате чего поверхностный слой стекла, контактирующий с расплавом олова обогащается ионами олова, что приводит к изменению его свойств, в частности, к росту показателя преломления (ПП). Известно, что слой прозрачного диэлектрика с повышенным ПП, окруженный средами с более низкими ПП, представляет собой планарный оптический волновод [2], для исследования которого применимы методы волноводной спектроскопии. Волноводный метод определения напряжений в закаленных стеклах в значительной мере свободен от указанных выше недостатков. Суть излагаемого ниже способа измерения параметров модифицированного упрочненного слоя стекла заключается в определении методами волноводной спектроскопии двулучепреломления, наведенного сжимающими напряжениями в поверхностном слое [3–5].

Волноводная методика определения двулучепреломления и напряжений сжатия на поверхности плоских закаленных стекол. Известно, что приповерхностная область плоских термически закаленных стекол находится в сжатом состоянии, а центральная область – в растянутом [1]. Если размеры образца значительно больше его толщины, то реализуется плосконапряженное состояние. Следовательно, по закону фотоупругости первоначально изотропная стеклянная пластина после закалки станет оптически анизотропной, при этом поверхностный слой в первом приближении можно рассматривать как положительный кристалл с оптической осью, направленной перпендикулярно поверхности образца. Для прямого измерения поверхностных напряжений волноводным методом необходимо, чтобы свет распространялся по приповерхностному слою стекла. Следовательно, требуется, чтобы этот слой обладал свойствами волновода. В отличие от ионно-обменного упрочнения после термической закалки показатель преломления поверхности стекла заметно не повышается. Однако, если перед закалкой стекло прошло термическую полировку, одна из его поверхностей, контактировавшая с расплавом олова, приобретает волноводные свойства вследствие диффузии олова. Поверхностные сжимающие напряжения закаленного стекла индуцируют в волноводном флоат-слое оптическую анизотропию. Волны ТЕ-поляризации будут соответствовать обыкновенным лучам, а волны ТМ-поляризации – необыкновенным. Величина наведенной анизотропии будет равна разности показателей преломления $\delta N_0 = N_0^{TM} - N_0^{TE}$ материала световедущего слоя, здесь N_0 – ПП материала однородного волноводного слоя и ПП на поверхности градиентного слоя. Существующие методы позволяют по измеренному спектру мод с высокой точностью определить показатель преломления N_0 и толщину d плоского однородного волноводного слоя или параметры градиентных слоев [6, 7]. Эти параметры рассчитываются из дисперсионных уравнений. Вид дисперсионного уравнения зависит от

закона распределения ПП $N(x)$ по глубине волноводного слоя [9]. Проведенные нами по методу ВКБ [10] предварительные расчеты профиля $N(x)$ флотат-слоев на образцах промышленных закаленных стекол показали, что он близок к распределению, описываемому функцией ошибок. Это соответствует решению уравнения диффузии для диффузии из неограниченного источника. Вблизи поверхности стекла такое распределение может быть с успехом аппроксимировано более простой функцией $\Delta N(x) = \Delta N_0 \frac{x}{d}$, где $\Delta N_0 = N_0 - N_1$; N_0 и N_1 – ПП на поверхности волновода и исходного стекла соответственно; d – толщина флотат-слоя.

Согласно [11] дисперсионное уравнение для такого волновода имеет вид:

$$\frac{4\pi d}{3\lambda} \cdot \frac{(N_0^2 - N_m^2)^{\frac{3}{2}}}{N_0^2 - N_1^2} = \operatorname{arctg} \left[\left(\frac{N_0}{N_2} \right)^x \cdot \sqrt{\frac{n_m^2 - N_2^2}{N_0^2 - n_m^2}} \right] + \pi \left(m - \frac{3}{4} \right), \quad (1)$$

где m – номер волноводной моды.

При распространении в волноводе мод ТЕ-поляризации $x = 0$, для ТМ-мод $x = 2$. Анализ уравнения (1) показывает, что величина волноводного ПП n_m зависит от номера волноводной моды, состояния поляризации распространяющегося в волноводе света, его длины волны λ и показателей преломления N_1 и N_2 , окружающих волновод сред. В принципе, изменяя хотя бы один из перечисленных параметров и каждый раз измеряя величину n_m , можно рассчитать величины ΔN_0 и d решением соответствующей системы дисперсионных уравнений. Так как волноводный флотат-слой обычно поддерживает несколько волноводных мод, его параметры наиболее просто и с наибольшей точностью можно рассчитать по результатам измерения n_m всех имеющихся мод.

Как видно из уравнения (1), особым свойством планарных волноводов является наличие в них волноводной анизотропии ($n_m^{TE} > n_m^{TM}$), имеющее место даже при полной изотропности материала волноводного слоя (ВС). В случае анизотропии материала ВС это соотношение может измениться. На основании подкрепленных результатами экспериментальных исследований оценок авторы установили, что нежелательный вклад этой анизотропии в общую реально измеряемую анизотропию волновода можно практически устранить, если величину n_m измерять, вводя в зазор между призмой и волноводом иммерсионную жидкость с ПП, приблизительно равным ПП подложки. Особенно результативен этот прием для волноводов с небольшим скачком ПП и относительно большой толщиной, что и характерно для флотат-волноводов. Таким образом, определение индуцированного напряжениями двулучепреломления на поверхности стекла может быть сведено непосредственно к измерению разности волноводных

ПП любых из мод одинакового номера на ТЕ- и ТМ-поляризациях света. То есть практически $\delta N_0 = \delta n_0 = \delta n_m$. Расчеты по дисперсионным уравнениям могут привлекаться только при необходимости оценки толщины флоат-слоя. При измерении n_m волноводов в зрительную трубу прибора кроме m -линий видна также довольно контрастная граница между темным и светлым полем зрения. Она соответствует ПП стекла, на котором располагается волновод (ПП подложки). По положению этой границы при двух ортогональных поляризациях света может измеряться анизотропия области стекла, расположенной непосредственно под флоат-слоем. Однако такие измерения менее точны, чем измерения n_m по очень узким и контрастным m -линиям флоат-слоя. При отсутствии на стекле ВС упомянутая выше граница настолько не контрастна, что измерения становятся очень ненадежны. Поэтому рекомендуется измерения напряжений закаленных изделий волноводным методом выполнять на флоат-стороне стекол.

В основу конструкции прибора положена известная схема призмного устройства связи. Введение в нее дополнительных элементов вызвано необходимостью создания компактного накладного прибора. Принципиальная оптическая схема прибора приведена на рис. 1.

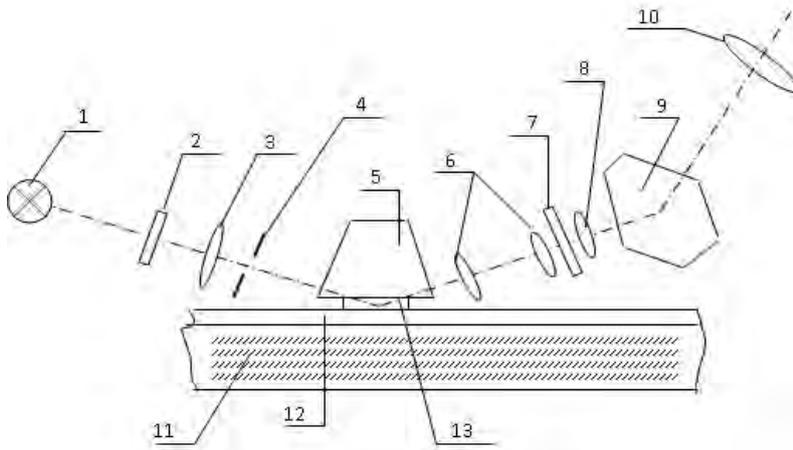


Рис. 1. Принципиальная схема прибора для измерения напряжений волноводным методом

Излучение от лампы накаливания 1 фокусируется конденсорной линзой 3 на нижней грани измерительной призмы 5. Состояние поляризации света задается поворотом поляроида 2. Размеры и угол схождения сфокусированного светового пятна на призме задаются величиной фокусного расстояния линзы 3 и ограничиваются диафрагмой 4. При измерениях призма 5 приводится в оптический контакт с поверхностным слоем 12 исследуемого изделия 13. Отраженный от границы раздела «призма – стекло» свет проходит через коллиматор 6, узкополосный светофильтр 7 и попадает в телескопическую систему, состоящую из длиннофокусного объектива 8 и измерительного окуляра 10. При помощи последнего рассматривается картина m -линий волновода 12 и проводятся необходимые измерения m -спектра. Угол падения света на основание

призмы и ее параметры рассчитаны таким образом, чтобы все m -линии попадали в поле зрения окуляра при работе со стандартными техническими стеклами с показателем преломления $N_D = 1,518$. Как видно из выражения (1), величина волноводного ПП n_m и угол θ , под которым видны m -линии, существенно зависят от длины волны света λ . Поэтому даже при использовании в приборе интерференционных светофильтров с шириной полосы пропускания 10 нм без принятия специальных мер m -линии оказывались уширенными и слабоконтрастными из-за недостаточно монохроматического освещения. Это нежелательное явление в принципе устранимо, если подобрать такое соотношение показателей преломления и дисперсии материалов призмы и волновода, чтобы производная $\frac{d\theta}{d\lambda}$, где θ – угол выхода m -линий по отношению к боковой грани призмы, была равна нулю. По расчетам авторов максимальная компенсация дисперсии достигается при следующем соотношении между параметрами исследуемого стекла и призмы:

$$\frac{dN_3}{d\lambda} = \frac{dn_m}{d\lambda} \cdot \left[N_3 / \left(n_m - \left(1 - \frac{n_m^2}{N_3^2} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \sin \theta_{0m} \right) \right]. \quad (2)$$

Дополнительно для устранения aberrаций при преломлении света на выходной грани призмы требуется, чтобы угол θ_0 был равен нулю. В наибольшей мере указанной совокупности требований удовлетворяет оптическое стекло ТК16. Одновременно оно обладает высокой механической и химической стойкостью. Условие (2) выполняется для призмы из этого стекла с углом при основании $70,5^\circ$ с точностью 15 %. При макетных испытаниях прибора с такой призмой при 30-кратном увеличении зрительной трубы наблюдалась четкая картина узких m -линий в желто-красной области спектра как с интерференционным, так и с абсорбционным светофильтром из стекла КС14. При замене интерференционных фильтров абсорбционными обеспечивается более высокая светосила прибора. Иммерсионная жидкость, вводимая при измерениях между призмой и исследуемым образцом стекла, должна, во-первых, обеспечивать оптический контакт между ними. Во-вторых, чтобы исключить необходимость громоздких расчетов двулучепреломления стекла из уравнения (1) и на практике ограничиться непосредственными измерениями расстояний между m -линиями при помощи окулярного микрометра, ПП иммерсионной жидкости рекомендуется выбирать на 0,005...0,01 большим показателя преломления стекла.

Исследования анизотропии стекла поляризационно-оптическим и волноводным методами. С учетом плосконапряженного состояния

волноводного слоя величина механических напряжений δ_0 на поверхности закаленного стекла по закону фотоупругости будет равна $\delta_0 = \delta n / (C_2 - C_1)$, где C_1 и C_2 – фотоупругие постоянные материала. Величину $B = C_2 - C_1$ обычно называют оптическим коэффициентом напряжений. В зависимости от способа измерения в качестве величины δ_n могут фигурировать: разность ПП на поверхности флоат-волновода при ТЕ- и ТМ-поляризациях света, рассчитанная из дисперсионного уравнения (1) двухмодовым методом ($\delta n = \delta N_0$); разность волноводных ПП любой из мод этого волновода, измеренная при тех же поляризациях света или усредненная по всем m ($\delta n = \delta n_m$) или анизотропия ПП той области стекла, которая служит подложкой для граничащего с ней волновода ($\delta n = \delta N_1$). Во всех трех вариантах по причине многократного превышения толщины области сжимающих напряжений по сравнению с толщиной флоат-слоя полученные результаты должны совпадать между собой.

Ниже представлены результаты измерения оптической анизотропии и поверхностных напряжений в двух образцах термически закаленного стекла марки ВВ и одном незакаленном образце. Оценка величины механических напряжений осуществлялась поляризационно-оптическим методом на разработанной установке с учетом значений порядка интерференции поляризованного света во взаимно перпендикулярных направлениях. Волноводные измерения проводились на лабораторном стенде, схема которого приведена на рис. 1, по трем наиболее контрастным волноводным модам при ТЕ- и ТМ-поляризациях света. Одновременно измерялся ПП подложки волновода, соответствующий ПП области стекла, граничащий с флоат-слоем. Точность измерения разности ПП волноводных мод по отношению к подложке составила $\pm 1 \cdot 10^{-5}$. Рабочая длина волны – 0,589 мкм, ПП иммерсионной жидкости – 1,530. Значения ΔN_0 в табл. 1 рассчитаны из уравнения (1).

Для образцов № 1 и 2 поверхностные напряжения δ_0 , рассчитанные по формуле (1) при значении коэффициента $B = 2,61 \cdot 10^{-5}$ мм²/кг равны 7,74 и 16,8 кг/мм² соответственно. Поверхностные напряжения на незакаленном стекле с флоат-слоем равны нулю в пределах погрешности метода.

Чтобы вычислить абсолютную величину напряжений в поверхностном слое закаленных изделий, в частности листового стекла, необходимо знать величину оптического коэффициента напряжений δ_0 . Для закаленного стекла и для стекла, легированного в процессе диффузии олова, таких данных в литературе обнаружить не удалось. Обычно предполагается, что их величина не изменяется в процессе термообработки и после флоат-процесса и принимается равной значению B для исходного стекла. На практике важно уметь измерять относительные изменения δ_0 на

поверхности стекла, соответствующие определенным изменениям в технологическом процессе закалки, или δ_0 в различных точках изделия. При условии проведения измерений по одной методике точное значение величин C_1 и C_2 (или B) не имеет решающего значения. Величины C_1 и C_2 для объемного стекла можно найти путем проведения предварительных измерений.

Табл. 1. Результаты измерений для образцов разной толщины

	Поляризация	$\Delta N_0 \cdot 10^4$	$\Delta n_m = 1 \cdot 10^4$	$\Delta n_m = 2 \cdot 10^4$	$\Delta n_m = 3 \cdot 10^4$	$\Delta N_1 \cdot 10^4$	$\delta n_{cp} \cdot 10^4$
Образец № 1, толщина 0,5 см	TE	37,8	27,0	18,8	12,3	0	
	TM	39,7	29,0	20,9	14,4	2,0	
		1,9	2,0	2,1	2,1	2,0	2,02±0,08
Образец № 2, толщина 1,8 см	TE	48,5	32,7	20,7	12,9	0	
	TM	52,8	37,0	25,2	17,3	4,4	
		4,3	4,3	4,5	4,4	4,4	4,38±0,09
Образец № 3, толщина 1,2 см, незакаленный	TE	43,6	25,2	11,2	4,0	0	
	TM	43,4	25,1	11,2	4,1	0	
		-0,2	-0,1	0	+0,1	0	0,02±0,06

Таким образом, методы волноводной спектроскопии позволяют корректно оценивать величину остаточных механических напряжений в закаленном стекле.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Богуславский, И. А.** Высокопрочные закаленные стекла / И. А. Богуславский. – Москва: Изд-во лит. по стр-ву, 1969.
2. **Гончаренко, А. М.** Введение в интегральную оптику / А. М. Гончаренко, В. П. Редько. – Минск: Наука и техника, 1975. – 152 с.
3. Влияние напряжений на показатель преломления градиентных слоев стекла, полученных методом ионообменной диффузии / Л. Б. Глебов, Н. В. Никоноров, Г. Т. Петровский, М. И. Филиппова // Физика и химия стекла. – 1983. – Т. 9, № 6. – С. 683–688.
4. **Kishii, T.** Optical Waveguide Effect in Curved Chemically Strengthened Glasses / T. Kishii // Yogyo-KyoKai-Shi. – 1978. – Vol. 86, № 7. – P. 44–45.
5. **Kishii, T.** Surface Stress Measurement Using Optical Waveguide Effect of Chemically Tempered Glass / T. Kishii // Yogyo-KyoKai-Shi. – 1979. – Vol. 87, № 3. – P. 10–16.

6. **Шутов, А. М.** Проблемы закалки тонкого стекла и их решение / А. М. Шутов // Стекло и керамика. – 1992. – № 4 – С. 8–9.
7. **Ulrich, R.** Measurement of thin film parameters with a prism coupler / R. Ulrich, R. Torge // Appl. Opt. – 1973. – Vol.12. – P. 2901–2908.
8. **Kersten, R. Th.** The prism-film coupler as a precision instrument. Part 1: Accuracy and capabilities of prism couplers as instruments / R. Th. Kersten // Optica Asta. – 1975. – Vol. 22, № 6. – P. 503–513.
9. **Унгер, Х.-Г.** Планарные и волоконные оптические волноводы / Х.-Г. Унгер. – Москва: Мир, 1980. – 656 с.
10. **Whito, J. N.** Optikal waveguide refractive index profiles determined from measurement of Mode indices: a simple analysys / J. N. Whito, P. E. Heidrich // Appl. Opt. – 1976. – Vol. 15, № 1. – P. 151–155.
11. **Зленко, А. А.** Исследование параметров плоских оптических волноводов / А. А. Зленко, Н. М. Лындин // Квантовая электроника. – 1979. – Т. 6, № 5. – С. 1043–1047.