

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-127435

(P2007-127435A)

(43) 公開日 平成19年5月24日(2007.5.24)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
GO 1 L 1/00 (2006.01)	GO 1 L 1/00 B	2G001
GO 1 N 21/64 (2006.01)	GO 1 N 21/64 Z	2G043
GO 1 N 21/62 (2006.01)	GO 1 N 21/62 A	
GO 1 N 23/225 (2006.01)	GO 1 N 23/225	
	GO 1 L 1/00 A	

審査請求 未請求 請求項の数 9 OL (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2005-318311 (P2005-318311)
 (22) 出願日 平成17年11月1日 (2005.11.1)

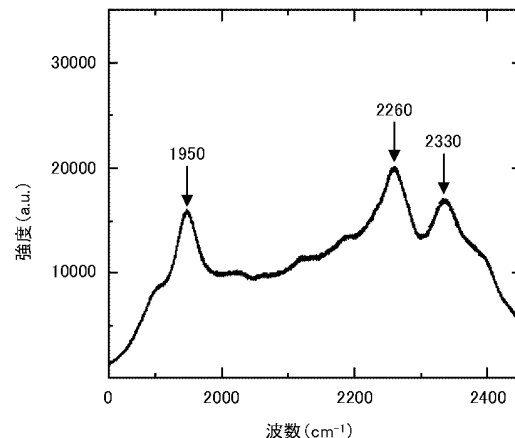
(71) 出願人 000204284
 太陽誘電株式会社
 東京都台東区上野6丁目16番20号
 (74) 代理人 100103528
 弁理士 原田 一男
 (72) 発明者 中村 健太郎
 東京都台東区上野6丁目16番20号 太陽誘電株式会社内
 (72) 発明者 坂下 達生
 東京都台東区上野6丁目16番20号 太陽誘電株式会社内
 Fターム(参考) 2G001 AA03 BA25 CA07 KA07 LA06
 MA06 PA11
 2G043 AA03 CA05 DA05 DA06 EA01
 EA11 FA07 HA05 JA01 KA01
 KA02 KA05 KA09 NA01

(54) 【発明の名称】 応力測定方法および装置ならびに品質管理方法

(57) 【要約】

【課題】 被測定物の応力を非破壊で測定する。
 【解決手段】 希土類元素を含有した被測定物にレーザーまたは電子線を照射して、発生した蛍光スペクトルのピーク波数が応力によってシフトする量を測定することによって応力を測定する。凹凸のある被測定物の蛍光スペクトルのピーク強度ができるだけ高く安定するように、被測定物を揺動させて向きを調節する。これによって被測定物の形状、種類等に影響されずに、製品あるいは製品を構成する部材、素子などの応力や歪を非破壊で測定することが可能となる。また、本発明は、希土類元素の発する蛍光を利用するので、高温で変性することがなく、セラミックスなどの、高温で形成する固体物質にも適用可能である。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

希土類元素を含有する被測定物にレーザー若しくは電子線を照射して、発生する希土類の蛍光スペクトルを検出し、前記蛍光スペクトルのピーク位置より前記被測定物に生じている応力を測定することを特徴とする応力測定方法。

【請求項 2】

前記被測定物を揺動させながら測定することを特徴とする請求項 1 記載の応力測定方法。

【請求項 3】

蛍光スペクトルを検出する検出手段を揺動させながら測定することを特徴とする請求項 1 記載の応力測定方法。 10

【請求項 4】

レーザー若しくは電子線を照射する照射手段を揺動させながら測定することを特徴とする請求項 1 記載の応力測定方法。

【請求項 5】

希土類元素を含有する被測定物にレーザー若しくは電子線を照射する照射手段と、前記被測定物にレーザー若しくは電子線を照射した結果発生する希土類の蛍光スペクトルを検出する検出手段と、前記蛍光スペクトルのピーク位置より前記被測定物に生じている応力を測定する手段と、前記被測定物と、前記照射手段または前記検出手段とのうち少なくともいずれかを揺動させる揺動手段と、を有する応力測定装置。 20

【請求項 6】

前記揺動手段は、前記被測定物を揺動させることを特徴とする請求項 5 記載の応力測定装置。

【請求項 7】

前記揺動手段は、前記照射手段を揺動させることを特徴とする請求項 5 記載の応力測定装置。

【請求項 8】

前記揺動手段は、前記検出手段を揺動させることを特徴とする請求項 5 記載の応力測定方法。 30

【請求項 9】

希土類元素を含有する、合否判定に係る被測定物にレーザー若しくは電子線を照射して、発生する希土類の蛍光スペクトルを検出し、蛍光スペクトルのピーク位置より前記合否判定に係る被測定物に生じている応力を測定するステップと、被測定物の故障または欠陥の発生率と被測定物に生じている応力との関係から予め導き出された、応力についての閾値と測定された前記応力とを照合して、前記合否判定に係る被測定物の合否判定を行うステップとを含むことを特徴とする品質管理方法。 40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、製品あるいは製品を構成する部材、素子などに存在する応力や歪を、分光学的手法を用いて非破壊で測定する方法及びその装置、ならびにこれを用いた品質管理方法に関する。

【背景技術】

【0002】

製品の製造過程においては、製品を構成する部材、素子などには、さまざまな応力あるいは歪が内部に生じることがある。それらは製品の信頼性と特性に影響を与えるものであるため、応力あるいは歪を製造工程の中で、検査あるいは評価することが重要である。 50

【0003】

例えば、セラミックスは構造材料および機能材料として、陶磁器の容器をはじめ自動車、点火プラグ、生体材料、電子部品と様々な分野で利用されている。一般にこれらの分野で用いられているセラミックスは高温で焼結されており、製造プロセスの簡略化や製品の機能付加を目的として異種材料と同時に焼成されることが多い。1000 程度の非常に高温で焼結されるので金属など力学物性が大きく異なる材料と一体で焼成するとき、異種材料界面に生じる応力や歪が残留して、時には界面で剥離やクラックなどの欠陥につながる。また、電気製品における各種電子部品は、機器の高機能化、高性能化、小型化の要求のため構造の微細化や複合化が進んでおり、内部に応力や歪が発生しやすい状態になっている。電子部品の内部に生じた応力や歪は部品の信頼性に影響することが考えられる。

10

【0004】

物質の応力や歪を測定する手法としては、ラマン分光法やX線回折法など分光学的な方法を利用した非破壊の測定手法が利用されている。ラマン分光法は、特開平3-220433号公報及び特開平10-318923号公報等にあるように、光を物質に照射したときに得られる散乱光の中に含まれる非弾性散乱した成分のうち物質中の振動する原子やイオンによって散乱されたラマン散乱光を利用するものである。この方法は、物質に応力や歪が加わると原子やイオンの間隔が変化し、原子同士やイオン同士の間のバネ定数が変化することで原子やイオンの振動数が変化し、ラマン散乱の波数がシフトする現象を利用して、応力や歪を測定するものである。しかし、一般に応力によるピークシフトはわずかであるため、例えばCFRP（炭素繊維強化プラスチック）やGFRP（ガラス繊維強化プラスチック）などの強化繊維、単結晶のシリコンなどのように、強いラマン散乱光が得られ、応力や歪に対するピークシフトの感度が高く、かつ幅が狭く鋭いピークを有する一部の物質にしか適用されないという問題があった。

20

【0005】

X線回折法は、特開平4-215024号公報等にあるように、結晶の格子間隔の変化に対応した回折線のシフトを利用する。したがって結晶質の材料であれば適用できるが、非晶質の材料には適用できない。また、最も一般的に用いられるX線源としてのX線管球はX線そのものの強度が弱くかつ初めから広がりを持った線源であるので、微小領域の測定には不向きである。コヒーレント（位相がそろっている）で指向性があり強い強度が得られるX線源として放射光が知られているが、放射光は電子蓄積リングなどの大型の加速器施設が必要であり、製造ラインに入れるなどの産業利用は困難である。

30

【0006】

また、特開平7-306101号公報にあるように、蛍光物質を、応力を検出すべき固体部分に埋設して、その蛍光寿命により応力を検出する方法が提案されている。しかしこの方法では、セラミックス等のような、1000 以上の高温で形成される固体物質に適用することはできないという問題があった。

【特許文献1】特開平3-220433号公報

【特許文献2】特開平10-318923号公報

【特許文献3】特開平4-215024号公報

【特許文献4】特開平7-306101号公報

40

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の目的は、かかる従来技術の問題点に鑑み、被測定物の形状、種類等に影響されずに、製品あるいは製品を構成する部材、素子などの応力または歪を非破壊で測定する技術を提供することである。

【0008】

また、本発明の他の目的は、製造ラインに組み込むことが可能な応力測定装置を提供することである。

【0009】

50

また、本発明のさらに他の目的は、応力測定方法で得られた応力の測定値を用いて、製品あるいは製品を構成する部材、素子などの品質管理を行う技術を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明の応力測定方法は、希土類元素を含有する被測定物にレーザー若しくは電子線を照射して、発生する希土類の蛍光スペクトルを検出し、蛍光スペクトルのピーク位置より被測定物に生じている応力を測定するものである。本発明の発明者は、希土類元素を含有する被測定物にレーザー若しくは電子線を照射した結果発生する蛍光スペクトルのピーク位置が、被測定物に生じている応力に対応してシフトすることを非自明に見出した。これによって被測定物の形状、種類等に影響されずに、製品あるいは製品を構成する部材、素子などの応力や歪を非破壊で測定することが可能となる。また、本発明は、希土類元素の発する蛍光を利用するので、高温で変性することがなく、セラミックスなどの、高温で形成する固体物質にも適用可能である。

10

【0011】

また、被測定物、蛍光スペクトルを検出する検出手段、あるいはレーザー若しくは電子線を照射する照射手段を揺動させながら測定するようにしてもよい。このようにすれば、強いピーク強度を得ることができるようになる。

【0012】

また、本発明の応力測定装置は、希土類元素を含有する被測定物にレーザー若しくは電子線を照射する照射手段と、被測定物にレーザー若しくは電子線を照射した結果発生する希土類の蛍光スペクトルを検出する検出手段と、蛍光スペクトルのピーク位置より被測定物に生じている応力を測定する手段と、被測定物と、照射手段または検出手段とのうち少なくともいずれかを揺動させる揺動手段とを有する。このような応力測定装置は、製造ラインに組み込むことができるような小型化が可能である。

20

【0013】

また、上で述べた揺動手段は、被測定物、検出手段、または照射手段のいずれかを揺動させるようにしてもよい。

【0014】

さらに、本発明の品質管理方法は、希土類元素を含有する、合否判定に係る被測定物にレーザー若しくは電子線を照射して、発生する希土類の蛍光スペクトルを検出し、蛍光スペクトルのピーク位置より合否判定に係る被測定物に生じている応力を測定するステップと、被測定物の故障または欠陥の発生率と被測定物に生じている応力との関係から予め導き出した閾値と測定された応力とを照合して、合否判定に係る被測定物の合否判定を行うステップとを含むものである。

30

【発明の効果】

【0015】

本発明によれば、希土類元素を含有させて蛍光が測定できる物質であれば形状や種類等によらずいかなる製品あるいは製品を構成する部材、素子などの応力測定を非破壊で行うことができる。

【0016】

また、本発明の装置によれば、製造ラインに組み込んで、製品あるいは製品を構成する部材、素子などの応力検査を行うことができる。

40

【0017】

また、本発明の品質管理方法によれば、応力に起因する故障または欠陥の蓋然性を判定し、製品などの選別を適切に行うことができるようになる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

[本発明の原理]

まず、本発明の原理を説明する。希土類元素を含有した物質、例えばBaTiO₃に希土類としてHo等を1 atomic% ~ 10 atomic%添加したセラミックス材料を被

50

測定物として用意する。これにレーザーを照射すると、被測定物中のHoが励起されて蛍光を発生する。例えば波長488nmのArレーザーを用いた場合の蛍光スペクトルを図1に示す。図1では、横軸は波数(cm^{-1})を表し、縦軸は強度(a.u.)を表す。なお、図1において、矢印の根本の数字はピークにおける波数(以下、ピーク波数と呼ぶ)を表す。図1のように波数 1950cm^{-1} 付近に強く鋭いピークが現れる。応力を被測定物に加えると、このピークの位置がシフトする。この現象を図2に示す4点曲げ試験治具と、測定サンプルとを用いて説明する。棒状試料5(ここでは $2(=h) \times 3(=w) \times 20\text{mm}$ とする)を用意し、所定の間隔L(ここでは 18mm とする)で設置された支持治具3a及び3b上に載せる。この際支点は点3となる。この棒状試料5を、所定の間隔l(ここでは 6mm とする)離間して設けられた2つの荷重治具2a及び2bを用いて荷重点2で荷重をかける。このような4点曲げ試験では(1)式に従って圧縮の最大応力($+\sigma_{\text{max}}$)と引張の最大応力($-\sigma_{\text{max}}$)を算出できる。また、応力は圧縮側(棒状試料5の上面側)から引張側(棒状試料5の下面側)へ直線的に変化する。

10

【数1】

$$\pm\sigma_{\text{max}} = \frac{3P(L-l)}{2wh^2} \quad [\text{Pa}] \quad (1)$$

なお、Pは荷重治具2a及び2bにける荷重であり、ロードセルで測定する。ロードセルの出力値をN、ロードセルの校正係数をAとして、(2)式に従ってPを算出する。

20

$$P = N \times A \times 9.8 \quad (\text{N}) \quad (2)$$

荷重をかけてから、ロードセルの値が一定値に落ち着いた後、測定位置4を圧縮側から引張側へ直線上を走査して、各点の蛍光スペクトルを測定する。各点のピーク波数は、応力に応じて+、-のいずれかにシフトする。そして、測定されたピーク波数のデータを、圧縮側から引張側までプロットすると図3のようなグラフが得られる。図3では、横軸は応力(MPa)を表し、縦軸はピーク波数位置(Band Position) [cm^{-1}]を表す。図3のようなグラフにおいて最小二乗法で傾き(μ_{ni})を求めると、 $4.69\text{cm}^{-1}/\text{GPa}$ となる。なお、ここで求めた傾き(μ_{ni})は一軸の応力負荷となるので、一軸の応力感度係数となる。また、ここで、測定対象として希土類元素の蛍光スペクトルを用いた理由は、ピーク強度がラマン分光法よりも高く、希土類元素を含んでいれば形状、材質に関係なく高感度の測定が可能であるからである。なお、ここでは、波数 1950cm^{-1} 付近のピークを用いて説明したが、測定に用いる希土類元素のピークはこれに限定されない。測定感度を良好にするため、 μ_{ni} が大きく、かつ最小二乗法で μ_{ni} を求めたときの相関係数が1に近くなるようなピークを適宜選ぶことが可能である。

30

【0019】

次に、上で述べた本発明の原理に従った、被測定物の応力を測定する手順を説明する。図4(a)は、被測定物となる、セラミックス6と金属膜7を一体焼成したセラミック-金属複合体($3.2 \times 1.6 \times 1.6\text{mm}$)を示しており、図4(b)はその断面図である。ここでセラミックス6には、 BaTiO_3 に希土類としてHoを1~10atomic%添加したものをを用いるものとする。一方、基準試料として、被測定物と同じセラミックス材料を用い、同じ製法で作成した同形状のセラミックス体(金属膜なし)を用意する。次に被測定物および基準試料にレーザーを照射して、蛍光スペクトルを測定する。測定時には、図4(c)のように、1試料につき複数点(点a及び点bなど)測定して平均値を取っても良い。この測定より、被測定物のピーク波数(ν_{means})と基準試料のピーク波数(ν_0)を求め、その変化量(ν)を(3)式により求める。

40

$$\nu = \nu_{\text{means}} - \nu_0 \quad (\text{cm}^{-1}) \quad (3)$$

次いで、基準試料のピーク波数に対する被測定物のピーク波数のシフト量(ν)と、予め求められている応力感度係数(μ_{ni})を用いて、(4)式に従って応力に換算する。セラミックスは結晶軸がランダムな方向を向いており等方的だと考えられるので1軸の負荷応力試験で求めた応力感度係数を3倍して3軸の応力感度係数とする(例えばQing Ma

50

and David R. Clarke, D.R., "Stress Measurement in Single-Crystal and Polycrystalline Ceramics Using Their Optical Fluorescence", J. Am. Ceram. Soc., 76 (1993) 1433 - 1440.を参照のこと)。

【数 2】

$$\sigma_{raman} = \frac{\Delta\nu}{3 \times \prod_{uni}} \text{ [GPa]} \quad (4)$$

ここで、 \prod_{uni} における uni は、単軸もしくは一軸の場合を表す。

これにより、被測定物にかかる応力を測定することができる。

【0020】

10

[本発明の実施の形態の具体的内容]

上で述べた本発明の原理を用いた、本発明の実施の形態に係る応力測定装置の機能ブロック図を図5に示す。図5に示した例では、レーザー若しくは電子線の光源12と、レーザー若しくは電子線を被測定物11に向けて照射する照射部13と、被測定物11からの散乱光を集光する集光部14と、集光部14に集められた散乱光から必要な光成分を分光する分光器15と、分光器15からの光成分の強度を検出する検出器16と、検出器16で得られた光成分の強度を記録する記録部17と、被測定物11を載置するXY自動走査ステージ18と、ステージ18を制御する制御部20と、被測定物11を揺動させる揺動機構19とを有する。分光器15にはモノクロメータや干渉計などが用いられる。また、実際に測定する被測定物ではその表面が滑らかな平面でない場合が多く、表面の凹凸によ

20

【0021】

次に本発明の実施例に係る図5の応力測定装置の動作について説明する。まず、希土類元素を含む基準試料(図示せず)をXY自動走査ステージ18上に載置する。次いで光源12からのレーザー光を、照射部13を通じて基準試料に照射する。これにより、基準試料から散乱光が発生する。発生した散乱光を、集光部14によって集光する。集光部14によって集められた散乱光を、分光器15によって分光し、必要な光成分を抽出する。抽出された光成分から、検出器16にて、ピーク波数(ν_0)とピーク強度が検出される。こうして得られた基準試料のピーク波数(ν_0)のデータを、記録部17にて保存する。

30

【0022】

次に、希土類元素を含む被測定物11をXY自動走査ステージ18上に載置する。次いで光源12からのレーザー光を、照射部13を通じて被測定物11に照射して散乱光を発生させる。このとき、XY自動走査ステージ18を動作させて、被測定物11上の所定の数ヶ所に対して測定を行う。ここで、XY自動走査ステージの動作を説明する。まず被測定物11の画像を、集光部14に備えられたCCD等の画像取り込み手段(図示せず)によって取り込む。次いで取り込まれた画像情報が制御部20に送られる。この画像情報をもとに、制御部20からXY自動走査ステージ18に測定位置の位置情報を送信する。この位置情報をもとにXY自動走査ステージ18が動作する。

40

【0023】

次に、基準試料の時と同様に、発生した散乱光を集光部14で集光し、分光器15で必要な光成分を抽出し、検出器16でピーク波数(ν_{means})とピーク強度を検出する。検出された被測定物11のピーク波数(ν_{means})は、記録部17に記録される。ここで、測定精度を向上させるための、揺動機構19の動作について説明する。検出器16で得られたピーク強度の情報を、制御部20に送信する。制御部20は、ピーク強度の情報をもとに、ピーク強度が最も強く安定的に検出されるように、XY自動走査ステージ18を傾斜させるか、または揺動機構19により振動させる。

【0024】

50

次に、記録部 17 でのデータ処理について説明する。先に保存された基準試料のピーク波数 (ν_0) と、被測定物 11 のピーク波数 (ν_{means}) から差分 (ν) を算出する。次いで、この ν と予め記録部 17 に保存しておいた、基準試料及び被測定物 11 の形成物質に対応する応力感係数 (α_{uni}) を読み出し、前出の (4) 式によって応力を算出する。応力の算出は、所定の数ヶ所の測定点それぞれについて行う。そして、各点の測定結果の平均値を算出する。得られた応力の測定結果は、記録部 17 に接続されたモニターまたはプリンタ等の表示手段 (図示せず) によって表示される。

【0025】

このような測定方法を用いることによって、希土類元素を含有させて蛍光が測定できる物質であれば形状や種類等によらずいかなる製品あるいは製品を構成する部材、素子などの応力測定を非破壊で行うことができる。

10

【0026】

次に本発明の実施の形態に係る応力測定方法を用いた品質管理方法について説明する。まず、被測定物である製品の故障率または欠陥の発生率と、応力の関係を求める。良品および不良品についてそれぞれピークシフト量を測定し、良品および不良品のピークシフトの度数分布から良否判定の閾値を決定する。得られた閾値は、図 5 の応力測定装置の記録部 17 に保存しておく。次いで被測定物となる製品について、前出の測定方法及び測定装置によって応力測定が行われ、その結果が記録部 17 に記録される。つづいて、記録部 17 において、製品の応力測定結果と、予め記録部 17 に保存しておいた閾値とが照合され、製品の良否判定が行われる。具体的には、閾値を超える応力が測定された製品については不良品、閾値以下の応力が測定された製品については良品と判定する。得られた良否判定の結果は、記録部 17 に接続されたモニターまたはプリンタ等の表示手段 (図示せず) によって表示される。

20

【0027】

このような品質管理方法を用いることによって、応力に起因する故障または欠陥の蓋然性を判定し、製品などの選別を適切に行うことができるようになる。

【0028】

次に本発明の実施の形態に係る応力測定装置を製造ラインのような、製品が順次流れてくる工程に組み込んだ場合について説明する。図 6 は、搬送機 9 に被測定物 8 を載置して搬送しながら応力測定装置で測定を行う構成を示すものである。搬送機 9 の、測定位置にあたる搬送機 9 の下側部分には、揺動機構 (図示せず) が設けられており、測定時に被測定物 8 を揺動または振動させて、被測定物 8 の表面の凹凸の影響を少なくし、できるだけピーク強度の高い蛍光スペクトルが得られるようにしている。

30

【0029】

また、図 7 では、図 5 に示した応力測定装置における照射部 13 及び集光部 14 以外の機能を有する本体 31 と照射部 13 及び集光部 14 を含む照射集光部 32 とが光ファイバー 33 により接続され、照射集光部 32 は光ファイバー 33 の届く範囲において移動自在に構成されている。これにより、本体 31 を別の場所に設置して、製造ラインには照射集光部 32 を設置することができ、スペース効率がよくなる。

【0030】

また、図 8 には、照射集光部 32 に揺動機構 35 を設けている。被測定物 8 側ではなく、照射集光部 32 を揺動または振動させることにより蛍光スペクトルのピーク強度が高くなる位置で測定ができるようになる。なお、この場合、照射部のみを揺動させるようにしてもよいし、集光部のみを揺動させるようにしてもよい。また、照射部と集光部をそれぞれ独立させて揺動させるようにしてもよい。このようにすると、照射部または集光部の角度および位置を、蛍光スペクトルのピーク強度が高くなるように調整可能になる。

40

【0031】

以上のような構成にすることにより、本発明提案の応力測定装置を、製造ラインに容易に組み込むことが可能となる。また、照射集光部 32 に揺動機構 35 を設ける構成にすることにより搬送機 9 側には特別な機構を設ける必要がなく、より容易に製造ラインに組み込

50

むことが可能となる。

【0032】

以上本発明の実施の形態を述べたが、本発明はこれに限定されない。本発明の背説明は希土類元素としてHoを含有したセラミックスで行ったが、希土類元素の種類はもちろん被測定物の種類も希土類元素を含有可能な固体であれば良い。また、使用するレーザーも、本発明の説明で使用した波長488nmのArレーザーに限定されない。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】本発明の測定によって得られた蛍光スペクトルである。

【図2】4点曲げ強度測定の方法を示す図である。

【図3】応力とピーク波数シフトの関係を表すグラフである。

【図4】(a)は被測定物の外観図、(b)はその断面図、(c)は測定位置を示す図である。

【図5】本発明の実施の形態における応力測定装置の構成図である。

【図6】本発明にかかる応力測定装置を製造ラインに組み込んだ時の一例である。

【図7】本発明にかかる応力測定装置を製造ラインに組み込んだ時の別の例である。

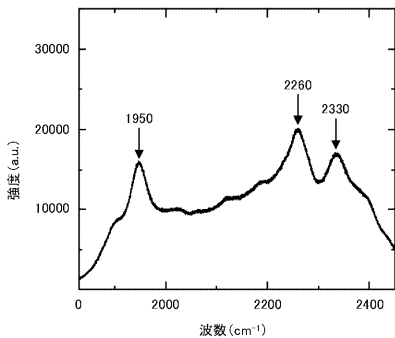
【図8】本発明にかかる応力測定装置を製造ラインに組み込んだ時のさらに別の例である。

【符号の説明】

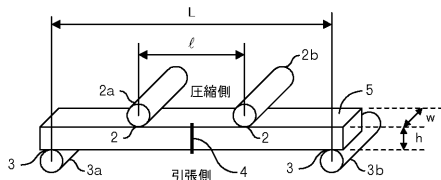
【0034】

- 1、8、11、14 被測定物 2 荷重点 2a、2b 荷重治具
- 3 支点 3a、3b 支持治具 4 測定位置 5 棒状試料
- 6 セラミックス 7 金属膜 9 搬送機 12 光源 13 照射部
- 14 集光部 15 分光器 16 検出器 17 記録部
- 18 XY自動走査ステージ 19 揺動機構 20 制御部

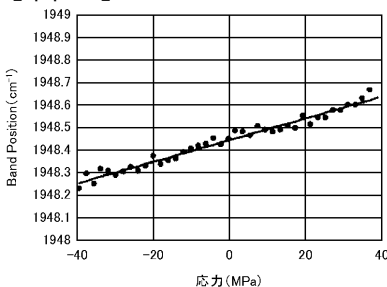
【図1】



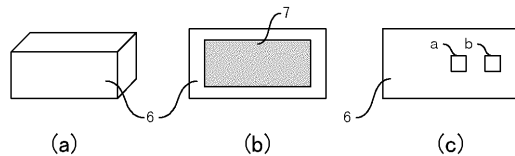
【図2】



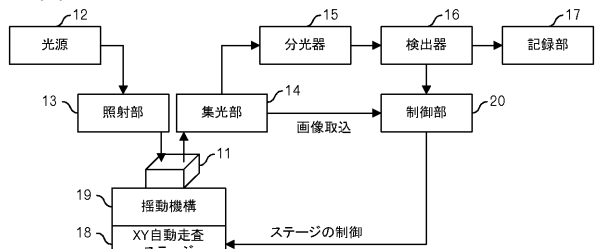
【図3】



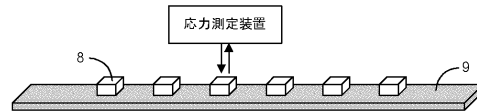
【図4】



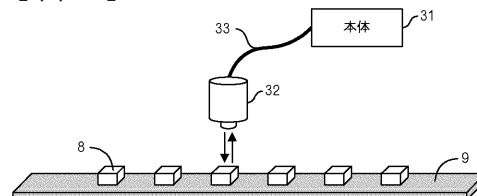
【図5】



【図6】



【図7】



10

20

【 図 8 】

