

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第6996471号

(P6996471)

(45)発行日 令和4年2月21日(2022.2.21)

(24)登録日 令和3年12月20日(2021.12.20)

(51)国際特許分類

F I

G 0 1 N 23/207(2018.01)

G 0 1 N 23/207

G 0 1 N 23/2055(2018.01)

G 0 1 N 23/2055 3 2 0

請求項の数 3 (全13頁)

(21)出願番号	特願2018-194085(P2018-194085)	(73)特許権者	000001993
(22)出願日	平成30年10月15日(2018.10.15)		株式会社島津製作所
(65)公開番号	特開2020-63912(P2020-63912A)		京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
(43)公開日	令和2年4月23日(2020.4.23)	(74)代理人	100114030
審査請求日	令和3年2月2日(2021.2.2)		弁理士 鹿島 義雄
		(72)発明者	鈴木 桂次郎
			京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式
			会社島津製作所内
		審査官	小野寺 麻美子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 X線回折装置及びそれに用いられる試料配置システム

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

試料が配置され、Z方向に移動可能な試料ステージと、
 前記試料にX線を出射するX線管と、
 前記試料からのX線強度を検出するX線検出器と、
 ゴニオメータにより前記試料の試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ 、および、前記試料の回折角 2θ による $2\theta - \sin^2 \theta$ の関係を測定して前記試料の応力値 σ を測定する制御部とを備えるX線回折装置であって、
 前記試料のポアソン比 ν が特定可能な材質情報mと、試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ が、

【数11】

$$\phi' = \sin^{-1} \left(\sqrt{\frac{\nu}{1+\nu}} \right)$$

であるときに前記試料から得られる無応力時の回折角である理論回折角 $2\theta_m$ との関係を示す初期情報を記憶する記憶部を備え、
 前記制御部は、前記試料の材質情報mが入力され、前記試料ステージに前記試料が配置された後、試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ を θ' としたときに取得される回折ピークの回折角 2θ が理論回折角 $2\theta_m$ となるように、前記試料ステージのZ方向における位置

を移動させることを特徴とする X 線回折装置。

【請求項 2】

前記初期情報は、前記 X 線管の種類情報 n と、前記試料の材質情報 m と、試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ が θ' であるときにおける前記試料での理論回折角 $2\theta_{nm}$ との関係を示すものであり、

前記制御部は、前記 X 線管の種類情報 n 及び前記試料の材質情報 m が入力されることで理論回折角 $2\theta_{nm}$ を決定し、回折角 2θ が理論回折角 $2\theta_{nm}$ となるように、前記試料ステージの Z 方向における位置を移動させることを特徴とする請求項 1 に記載の X 線回折装置。

【請求項 3】

試料が配置され、Z 方向に移動可能な試料ステージと、

前記試料に X 線を出射する X 線管と、

前記試料からの X 線強度を検出する X 線検出器と、

ゴニオメータにより前記試料の試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ 、および、前記試料の回折角 2θ による $2\theta - \sin^2 \theta$ の関係を測定して前記試料の応力値 σ を測定する制御部とを備える X 線回折装置に用いられる試料配置システムであって、

前記 X 線管の種類情報 n と、

前記試料のポアソン比 ν が特定可能な材質情報 m と、

試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ が、

【数 1 2】

$$\phi' = \sin^{-1} \left(\sqrt{\frac{\nu}{1+\nu}} \right)$$

であるときに前記試料から得られる無応力時の回折角である理論回折角 $2\theta_{nm}$ との関係を示す初期情報を記憶する記憶部と、

前記 X 線管の種類情報 n 及び前記試料の材質情報 m が入力されることで理論回折角 $2\theta_{nm}$ を決定し、前記試料ステージに前記試料が配置された後、試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ を θ' としたときに取得される回折ピークの回折角 2θ と理論回折角 $2\theta_{nm}$ とに基づいて、前記試料ステージの Z 方向における位置ずれ量 ΔZ を算出する制御部とを備えることを特徴とする試料配置システム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、X 線回折装置及びそれに用いられる試料配置システムに関し、特に、試料に特性 X 線を照射することによって回折された X 線を検出し、試料の応力値 σ を測定する X 線回折装置に関する。

【背景技術】

【0002】

X 線回折装置は、X 線源から特性 X 線を試料に照射し、試料から放射される回折 X 線をゴニオメータに搭載された X 線検出器によって回折角 2θ ごとに検出するものである。これにより、試料に含まれる結晶成分の定性・定量分析を行っている。

【0003】

ところで、試料が金属材料からなる場合には、応力が生じるとそれに応じて結晶の格子面間隔が変化する。すなわち、引張応力では応力に対する平行方向の面間隔が大きくなるとともに垂直方向の面間隔は小さくなり、また、圧縮応力ではこの逆となる。このとき、応力値 σ によって結晶の格子面間隔が変化するにより、X 線回折の回折角 2θ が変化する。後記特許文献 1 では、応力値 σ は、試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ としたときに、下記式 (1) に示すように 2θ と $\sin^2 \theta$ との関係線の傾きに比例するため、試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ を代えてその回折 X 線の回折角 2θ を測定してい

10

20

30

40

50

くと求められることが開示されている。

【 0 0 0 4 】

【 数 1 】

$$\sigma = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cot \theta_0 \frac{\pi}{180} \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2 \psi)} = K \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2 \psi)} \quad \dots (1)$$

σ : 応力値 (MP a)

E : 弾性係数 (MP a)

ν : ポアソン比

θ_0 : 標準ブラッグ角

K : 定数 (材質及び測定波長によって決まる)

10

【 0 0 0 5 】

そこで、X線回折装置によって残留応力値 を測定することが行われている。図7は、従来のX線回折装置の一例を示す概略構成図である。なお、地面に水平な一方向をX方向とし、地面に水平でX方向と垂直な方向をY方向とし、X方向とY方向とに垂直な方向をZ

20

方向とする。
X線回折装置101は、X線源部10と、検出部20と、ゴニオメータ30と、X線回折装置101全体の制御を行うコンピュータ140と、試料Sが配置される試料ステージ50とを備える。

【 0 0 0 6 】

X線源部10は、Fe管球(X線管)11と、厚さ15 μ mのMnフィルタ(X線フィルタ)12とを備える。Fe管球11は、例えばポイントフォーカスのX線管球であり、筐体を有し、筐体の内部に陽極のターゲットと陰極のフィラメントとが配置されている。これにより、ターゲットとフィラメントとの間に高電圧を印加することで、フィラメントから放射された熱電子をターゲットに衝突させて、ターゲットで発生した一次X線を出射

30

【 0 0 0 7 】

検出部20は、検出スリット21と、1個(1ch)の検出素子からなるX線検出器22とを備える。そして、検出素子からX線強度Iがコンピュータ140に出力されるようになっている。

また、検出部20は、ゴニオメータ30の2 軸に搭載されるとともに、試料Sは、ゴニオメータ30の 軸の試料ステージ50に搭載されるようになっており、 - 2 連動の駆動方法でゴニオメータ30の中心軸を中心として回転されることにより、回折角2 ご とにX線強度Iが出力されていくことで、X線回折パターンが得られるようになっている。

【 0 0 0 8 】

コンピュータ140は、CPU(制御部)141と入力装置42と表示装置43とメモリ(記憶部)144とを備える。CPU141が処理する機能をブロック化して説明すると、Fe管球11から特性X線を出射させるX線源制御部41aと、X線検出器22からX線強度Iを取得する取得部41bと、X線強度分布画像(X線回折パターン)を作成するX線強度分布画像作成部41cと、2 - sin² 線図を作成して応力値 を測定する応力値測定部41dと、ゴニオメータ30を回転駆動するゴニオメータ制御部41eと、試料ステージ50を移動させる試料ステージ制御部141fとを有する。

40

【 0 0 0 9 】

試料ステージ50は、X方向とY方向とZ方向との3軸方向にそれぞれ移動可能となっており、試料ステージ50をXY方向に移動することにより試料S表面上の測定位置が調整

50

されるとともに、試料ステージ 50 を Z 方向に移動することにより試料 S 表面の高さが調整されるようになっている。

【0010】

このような X 線回折装置 101 を用いて試料 S を分析する場合、まず始めに、ユーザは試料 S を試料ステージ 50 に載置した後、入力装置 42 を用いて試料ステージ 50 を移動させることにより試料 S の位置を調整する。そして、Fe 管球 11 から出射された特性 X 線が Mn フィルタ 12 を介して試料 S に照射される。このとき、ゴニオメータ 30 の 2 軸が 軸に対して 2 倍の関係を保ちながら連動して回転駆動され、試料 S から放射される回折 X 線が 2 軸に搭載された検出スリット 21 と X 線検出器 22 とによって検出されていくことにより、X 線強度 I と回折角 2θ との関係を示す X 線回折パターン（図 3 参照）が作成される。そして、各角度 2θ における X 線回折パターン中の回折ピークの回折角 2θ を取得することで、 $2\theta - \sin^2 \theta$ 線図（図 5 参照）が作成され、式（1）に基づいて応力値 σ が算出される。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【文献】特開平 10 - 148587 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

20

ところで、上述したような X 線回折装置 101 では、試料 S 表面を正しい高さに調整する必要があり、高さが正しくない場合には、X 線回折パターン中の回折ピークの位置（ 2θ ）がずれるため、正確な応力値 σ が算出されない。

しかしながら、上述したような X 線回折装置 101 では、ユーザが入力装置 42 を用いて手動で試料 S 表面を正しい高さに調整しており、試料 S 表面が平坦な場合は試料 S 表面の高さを正確かつ容易に調整することができるが、ベアリングやバネ等のように表面が平坦でない場合には、試料 S 表面の高さを正確に調整することが困難であったため、ベアリングやバネ等の製品を試料 S とする場合の品質検査等において、試料 S の応力値 σ を順次迅速に測定することができないという問題点があった。そこで本発明は試料 S 表面の高さを正確に調整することができる X 線回折装置を提供することを目的とする。

30

【課題を解決するための手段】

【0013】

上記課題を解決するためになされた本発明の X 線回折装置は、
試料が配置され、Z 方向に移動可能な試料ステージと、
前記試料に X 線を出射する X 線管と、
前記試料からの X 線強度を検出する X 線検出器と、
ゴニオメータにより前記試料の試料面法線と格子面法線とのなす角度 ψ 、および、前記試料の回折角 2θ による $2\theta - \sin^2 \theta$ の関係を測定して前記試料の応力値 σ を測定する制御部とを備える X 線回折装置であって、
前記試料のポアソン比 ν が特定可能な材質情報 m と、試料面法線と格子面法線とのなす角度 ψ が、

40

【数 2】

$$\phi' = \sin^{-1} \left(\sqrt{\frac{\nu}{I + \nu}} \right)$$

であるときに前記試料から得られる無応力時の回折角である理論回折角 $2\theta_m$ との関係を示す初期情報を記憶する記憶部を備え、

前記制御部は、前記試料の材質情報 m が入力され、前記試料ステージに前記試料が配置された後、試料面法線と格子面法線とのなす角度 ψ を ϕ' としたときに取得される回折ピーク

50

の回折角 2θ が理論回折角 $2\theta_m$ となるように、前記試料ステージの Z 方向における位置を移動させるようにしている。

【 0 0 1 4 】

出願人は、試料配置時に試料 S 表面を正しい高さに調整する方法について検討した。試料 S に X 方向の単軸応力を負荷したときの X 線による応力測定の場合の基礎式は、回折面法線方向のひずみを ε_ϕ とすると、下記式 (2) で表される。

【 0 0 1 5 】

【数 3】

$$\varepsilon_\phi = \frac{1+\nu}{E} \sigma_x \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} \sigma_x \quad (2)$$

10

ただし、

ψ : 試料面法線と格子面法線とのなす角

σ_x : 負荷応力

E : 弾性係数 (ヤング率)

ν : ポアソン比

【 0 0 1 6 】

Bragg の式 ($2d \sin \theta = n\lambda$) を、波長 λ が一定で、格子面間隔 d および視斜角 θ を変数として両辺を微分することにより、ひずみ ε_ϕ を下記式 (3) で表すことができる。

20

【数 4】

$$\varepsilon_\phi = \frac{\Delta d}{d} = -(\theta - \theta_0) \cot \theta_0 = -\frac{1}{2}(2\theta - 2\theta_0) \cot \theta_0 \quad (3)$$

ただし、 θ_0 は無応力時 (ひずみがないとき) の回折角 (= 前記式 (1) の標準ブラッグ角) である。

【 0 0 1 7 】

上記した式 (2)、式 (3) より、 2θ は下記式 (4) で表すことができる。

【数 5】

30

$$2\theta = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \sigma_x \sin^2 \psi + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 \sigma_x + 2\theta_0 \quad (4)$$

【 0 0 1 8 】

したがって、 ψ を変化させて $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図をプロットしたとき、 2θ は $\sin^2 \psi$ の一次関数となり、直線の勾配を M とすると、右辺第 1 項から下記式 (5) で表すことができる。

【数 6】

$$M = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \sigma_x \quad (5)$$

40

【 0 0 1 9 】

勾配 M は応力 σ_x に依存しており、圧縮応力 ($\sigma_x < 0$) のときは右上がり、引張応力 ($\sigma_x > 0$) のときは右下がりとなる。

上記式 (5) から応力 σ_x に応じて直線の勾配 M は変化し、図 6 に示すように、 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図上では応力が異なる 2 つ直線は交点 P で交わる。交点 P の座標を求めるために、式 (4) を変数 $y = 2\theta$ 、変数 $x = \sin^2 \psi$ とし、異なる 2 つの応力を σ_x 、 σ'_x (例えば $\sigma_x > 0$ 、 $\sigma'_x < 0$) として以下のように表す。

【 0 0 2 0 】

【数 7】

50

$$y = a \sigma_x x + b \sigma_x + c \quad (6)$$

$$y = a \sigma'_x x + b \sigma'_x + c \quad (7)$$

ただし、

$$a = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0$$

$$b = -\frac{2\nu}{E} \tan \theta_0$$

10

$$c = 2 \theta_0$$

【 0 0 2 1 】

また、上記式 (6)、式 (7) により交点 P の座標を求めると下記式 (8)、式 (9) となる。

【 数 8 】

$$x (= \sin^2 \phi) = -\frac{b}{a} = \frac{\nu}{1+\nu} \quad (8)$$

20

$$y (= 2 \theta) = c = 2 \theta_0 \quad (9)$$

【 0 0 2 2 】

したがって、 $2 - \sin^2$ 線図上で、交点 P は応力 σ_x に依存せずに試料 S のポアソン比で定まる一定値となり、その回折角 2θ は $2\theta_0$ となる。そしてこの $2\theta_0$ は応力に依存していないので、無応力時の回折角も $2\theta_0$ となる。

【 0 0 2 3 】

について、式 (8) を満たす ϕ を ϕ' とすると式 (10) で表される。

【 数 9 】

$$\phi' = \sin^{-1} \left(\sqrt{\frac{\nu}{1+\nu}} \right) \quad (10)$$

30

【 0 0 2 4 】

試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ を θ' としたときに取得される回折ピークの回折角 2θ は、試料高さが正確に調整されている場合には、たとえ応力がかかっている場合でも応力に依存せずに試料 S の理想的な角度位置 $2\theta_0$ となる。一方、試料 S 表面の高さが位置ずれしていると、測定される回折ピークの回折角 2θ は理想的な角度位置 $2\theta_0$ からずれることになる。このときの θ' は上述したように試料 S の材質、特に試料 S のポアソン比により式 (8) から算出される値になる。 θ' にセットしたときに生じる回折角 2θ と理想的な回折角 $2\theta_0$ との角度の差分 $2\theta - 2\theta_0$ には、応力に起因して生じる角度のずれは含まれておらず、試料 S 表面の高さの位置ずれに起因して生じる角度のずれのみが含まれていることになる。

40

【 0 0 2 5 】

そこで、試料 S のポアソン比 ν 、あるいは試料 S のポアソン比 ν を特定できる材質名のような情報を材質情報 m として記憶するとともに、試料面法線と格子面法線とのなす角度 θ を θ' にセットしたときに得られる (無応力時の) 理想的な回折角 $2\theta_0$ を理論回折角 $2\theta_0$ として予め関連付けて記憶しておく。そして、試料 S の材質情報 m から決定されるポアソン比 ν と式 (8) とから ϕ' を求め、 $\phi = \phi'$ にセットして測定した回折ピークの回折角 2θ

50

を取得し、理論回折角 $2\theta_0$ (= $2\theta_0$) と回折角 2θ とを比較する。

' にセットしたときに生じる回折角 2θ と理論回折角 $2\theta_0$ との角度の差分 $2\theta - 2\theta_0$ (= $2\theta - 2\theta_0$) には、応力に起因して生じる角度のずれは含まれておらず、試料 S 表面の高さの位置ずれに起因して生じる角度のずれのみが含まれていることになるので、試料 S の高さが正しく調整されたか否かを判定することができ、この判定手法を利用して高さ調整できることになる。上記の発明はこのような検討によりなされたものである。

【発明の効果】

【0026】

以上のように、本発明の X 線回折装置によれば、測定される回折角 2θ が理論回折角 $2\theta_0$ となるように、制御部が試料ステージの位置を移動させるので、複雑かつ様々な形状の試料であっても測定高さの調整に要する時間を短縮できるとともに、応力値 σ を正確に測定することができる。

10

【0027】

(他の課題を解決するための手段および効果)

また、上記の発明において、前記初期情報は、前記 X 線管の種類情報 n と、前記試料のポアソン比 ν が特定可能な材質情報 m と、試料面法線と格子面法線とのなす角度 ϕ が ' であるときににおける前記試料での理論回折角 $2\theta_{nm}$ との関係を示すものであり、前記制御部は、前記 X 線管の種類情報 n 及び前記試料の材質情報 m が入力されることで理論回折角 $2\theta_{nm}$ を決定し、測定された回折角 2θ が理論回折角 $2\theta_{nm}$ となるように、前記試料ステージの Z 方向における位置を移動させるようにしてもよい。

20

このような本発明の X 線回折装置によれば、X 線管の種類 n が変更されても、様々な試料に対する測定高さの調整に要する時間を短縮できるとともに、応力値 σ を正確に測定することができる。

【0028】

そして、本発明の試料配置システムは、

試料が配置され、Z 方向に移動可能な試料ステージと、

前記試料に X 線を出射する X 線管と、

前記試料からの X 線強度を検出する X 線検出器と、

ゴニオメータにより前記試料の試料面法線と格子面法線とのなす角度 ϕ 、および、前記試料の回折角 2θ による $2\theta - \sin^2 \phi$ の関係を測定して前記試料の応力値 σ を測定する

30

制御部とを備える X 線回折装置に用いられる試料配置システムであって、

前記 X 線管の種類情報 n と、

前記試料のポアソン比 ν が特定可能な材質情報 m と、

試料面法線と格子面法線とのなす角度 ϕ が、

【数 10】

$$\phi' = \sin^{-1} \left(\sqrt{\frac{\nu}{1+\nu}} \right)$$

であるときに前記試料から得られる無応力時の回折角である理論回折角 $2\theta_{nm}$ との関係を示す初期情報を記憶する記憶部と、

40

前記 X 線管の種類情報 n 及び前記試料の材質情報 m が入力されることで理論回折角 $2\theta_{nm}$ を決定し、前記試料ステージに前記試料が配置された後、試料面法線と格子面法線とのなす角度 ϕ を ' としたときに取得される回折ピークの回折角 2θ と理論回折角 $2\theta_{nm}$ とに基づいて、前記試料ステージの Z 方向における位置ずれ量 Z を算出する制御部とを備えるようにしている。

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図 1】本発明の実施形態に係る X 線回折装置の一例を示す概略構成図。

【図 2】メモリに記憶されるデータベースの一例を示す図。

50

【図 3】 $\nu = 0$ での X 線強度 I と回折角 $2\theta_0$ の関係を示す X 線回折パターンの画面表示例を示す図。

【図 4】 無応力時の位置ずれ量 Z における 2θ と回折角 $2\theta_0$ の関係を示すグラフ。

【図 5】 $2\theta - \sin^2 2\theta$ 線図の画面表示例を示す図。

【図 6】 異なる応力が負荷された試料の $2\theta - \sin^2 2\theta$ を示した模式図。

【図 7】 従来の X 線回折装置の一例を示す概略構成図。

【発明を実施するための形態】

【0030】

以下、本発明の実施形態について図面を用いて説明する。なお、本発明は、以下に説明するような実施形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で種々の態様が含まれることはいうまでもない。

10

【0031】

図 1 は、本発明の実施形態に係る X 線回折装置の一例を示す概略構成図である。なお、X 線回折装置 101 と同様のものについては、同じ符号を付している。

X 線回折装置 1 は、X 線源部 10 と、検出部 20 と、ゴニオメータ 30 と、X 線回折装置 1 全体の制御を行うコンピュータ 40 と、試料 S が配置される試料ステージ 50 とを備える。

【0032】

コンピュータ 40 は、CPU (制御部) 41 と入力装置 42 と表示装置 43 とメモリ (記憶部) 44 とを備える。CPU 41 が処理する機能をブロック化して説明すると、Fe 管球 11 から特性 X 線を出射させる X 線源制御部 41a と、X 線検出器 22 から X 線強度 I を取得する取得部 41b と、X 線強度分布画像 (X 線回折パターン) を作成する X 線強度分布画像作成部 41c と、 $2\theta - \sin^2 2\theta$ 線図を作成して応力値 σ を測定する応力値測定部 41d と、ゴニオメータ 30 を回転駆動するゴニオメータ制御部 41e と、試料ステージ 50 を移動させる試料ステージ自動制御部 41f とを有する。

20

【0033】

また、メモリ 44 は、データベース (初期情報) を記憶するためのデータベース記憶領域 44a を有する。データベースは、試料 S のポアソン比 ν が特定可能な材質情報 m と、X 線管 11 の種類情報 n と、試料面法線と格子面法線とのなす角度 ψ が (10) 式で示す σ であるときにおける試料 S での理論回折角 $2\theta_{nm}$ との関係を示すものであり、その一例を図 2 に示す。ここでは試料材質の種類ごとに、ポアソン比 ν が特定できるものとして、試料材質名を材質情報 m としている。すなわち試料材質名とポアソン比とを対応つけて記憶させてある。

30

理論回折角 2θ は、1 つの試料材質であっても、A1 のように回折面が複数ある場合は回折面の面指数ごとに理論回折角 2θ を関連付けて記憶してある。例えば A1 では面指数 (222)、(420)、(331)、(333) の回折面に対応させて理論回折角 2θ として 156.7 度、162.1 度、148.7 度、164.0 度の 4 つの場合を記憶してある。

【0034】

例えば、試料 S の材質情報 m¹ が「 γ -Fe」(γ -Fe であることからポアソン比 $\nu = 0.28$ と決定される) であり、X 線管 11 の種類情報 n¹ が「CrK」であるときには、理論回折角 $2\theta_1$ が「156.1 度」(対応する γ -Fe の回折面の面指数 (211)) と記憶してある。

40

また、試料 S の材質情報 m² が「 γ -Fe」であり、X 線管 11 の種類情報 n² が「CrK」であるときには、理論回折角 $2\theta_2$ が「149.6 度」(対応する γ -Fe の回折面の面指数 (311)) と記憶してある。

【0035】

試料ステージ自動制御部 41f は、試料 S 表面の高さを調整するために、試料 S の材質情報 m と X 線管 11 の種類情報 n とが入力されたときには、まず、材質情報 m から対応するポアソン比 ν を用いて (10) 式の σ を算出し、試料面法線と格子面法線とのなす角度

50

が θ であるときにおける X 線強度 I と回折角 2θ との関係を示す X 線回折パターン (図 3 参照) を作成して、回折ピークの回折角 2θ を取得する制御を行う。

このときの θ は材質情報 m から特定されているポアソン比 ν を (10) 式に代入することにより算出され、例えば $\nu = 0.28$ (ポアソン比 $\nu = 0.28$) では、 θ は 27.9 度となる。

【0036】

次に、試料ステージ自動制御部 41f は、データベース記憶領域 44a に記憶されたデータベースに基づいて、入力された試料 S の材質情報 m 及び X 線管 11 の種類情報 n に基づいて、対応する理論回折角 $2\theta_{nm}$ を取得する制御を行う。

例えば、試料 S の材質情報 m として「 Fe 」が入力され、X 線管 11 の種類情報 n として「 CrK 」が入力されていると、対応する理論回折角 $2\theta_{11}$ が抽出されて「 156.1 度」が取得される。

【0037】

次に、試料ステージ自動制御部 41f は、 θ であるときに測定された回折ピークの回折角 2θ と理論回折角 $2\theta_{nm}$ とを比較することで差分 $\Delta 2\theta$ ($= 2\theta - 2\theta_{nm}$) を算出し、試料ステージ 50 の Z 方向における位置ずれ量 Z を算出することにより、試料ステージ 50 の Z 方向における位置を位置ずれ量 Z だけ移動させる制御を行う。

この位置ずれ量 Z の算出は、位置ずれ量 Z をパラメータとし、各 Z について 2θ と $2\theta_{nm}$ との関係 ($2\theta - 2\theta_{nm}$ 曲線) を数値計算し、y 軸を 2θ 、x 軸を $2\theta_{nm}$ とする二次元空間上 (図 4 参照) で、x 軸の値が理論回折角 $2\theta_{nm}$ 、y 軸の値が上記の 2θ のときの座標 ($2\theta_{nm}$, 2θ) を通過する $2\theta - 2\theta_{nm}$ 曲線を求めることで、その $2\theta - 2\theta_{nm}$ 曲線の Z の値から位置ずれ量が求められる。

なお、図 4 に示しているような、位置ずれ量 Z をパラメータとする $2\theta - 2\theta_{nm}$ 曲線は、試料に依存せず、入射 X 線、試料面、反射 X 線の幾何学的な位置関係で決定され、数値計算により算出される。

【0038】

そして、試料ステージ自動制御部 41f は、試料ステージ 50 の Z 方向における位置を移動させた後、 θ であるときにおける X 線強度 I と回折角 2θ との関係を示す X 線回折パターンを再度作成して、 θ であるときにおける回折ピークの回折角 2θ と理論回折角 $2\theta_{nm}$ とを比較することで $\Delta 2\theta$ を算出し、試料ステージ 50 の Z 方向における位置ずれ量 Z を算出して、 Z が許容範囲内の精度になっているかを確認する制御を行う。なお、 Z が所定範囲外であれば、試料ステージ 50 の Z 方向における位置を位置ずれ量 Z だけ移動させて再度確認することになる。このような操作により正確な高さ調整ができることになる。

【0039】

X 線強度分布画像作成部 41c は、試料ステージ 50 の Z 方向における位置調整完了後に、角度 $\theta = 15^\circ$ における X 線強度 I と回折角 $2\theta = 15$ との関係を示す X 線回折パターンと、・・・、角度 $\theta = 45^\circ$ における X 線強度 I と回折角 $2\theta = 45$ との関係を示す X 線回折パターンを作成して、各角度 $\theta = 15^\circ$ 、 20° 、 30° 、 45° における X 線回折パターン中の回折ピークの回折角 $2\theta = 15$ 、 $2\theta = 20$ 、 $2\theta = 30$ 、 $2\theta = 45$ を取得する制御を行う。

【0040】

応力値測定部 41d は、各角度 $\theta = 0^\circ$ 、 15° 、 20° 、 30° 、 45° における回折ピークの回折角 $2\theta = 0$ 、 $2\theta = 15$ 、 $2\theta = 20$ 、 $2\theta = 30$ 、 $2\theta = 45$ に基づいて $2 - \sin^2 \psi$ 線図 (図 5 参照) を作成し、式 (1) に基づいて応力値 σ を算出する制御を行う。

【0041】

以上のように、本発明の X 線回折装置 1 によれば、回折角 2θ が理論回折角 $2\theta_{nm}$ となるように、試料ステージ自動制御部 41f が試料ステージ 50 の位置を移動させるので、複雑な様々な形状の試料 S に対する測定高さの調整に要する時間を短縮できるとともに、

10

20

30

40

50

応力値 を正確に測定することができる。

【 0 0 4 2 】

< 他の実施形態 >

(1) 上述した X 線回折装置 1 では、材質情報 m としてポアソン比が特定できる試料材質名を記憶させているが、ポアソン比自体を材料情報 m として直接記憶させてもよい。要するに式 (1 0) を用いて ' が算出できるように記憶させてあればよい。

【 0 0 4 3 】

(2) 上述した X 線回折装置 1 において、検出部 2 0 は、検出スリット 2 1 と 1 個 (1 c h) の検出素子からなる X 線検出器 2 2 とを備える構成を示したが、X 線強度を検出する N 個 (例えば 1 2 8 0 個) の検出素子が一次元に配列された検出面を有するラインセンサ

10

【 0 0 4 4 】

(3) 上述した X 線回折装置 1 では、1 個の試料 S の応力値 を測定する構成を示したが、試料 S がベアリングやバネ等の製品である場合の品質検査等においては、入力された試料 S の材質情報 m と X 線管 1 1 の種類情報 n とをメモリ 4 4 に記憶しておき、応力値 を順次測定するような構成としてもよい。

【 産業上の利用可能性 】

【 0 0 4 5 】

本発明は、X 線回折装置等に利用することができる。

【 符号の説明 】

20

【 0 0 4 6 】

1 X 線回折装置

1 1 X 線管

2 2 X 線検出器

4 1 制御部

4 4 記憶部

5 0 試料ステージ

m 試料の材質情報

n X 線管の種類情報

S 試料

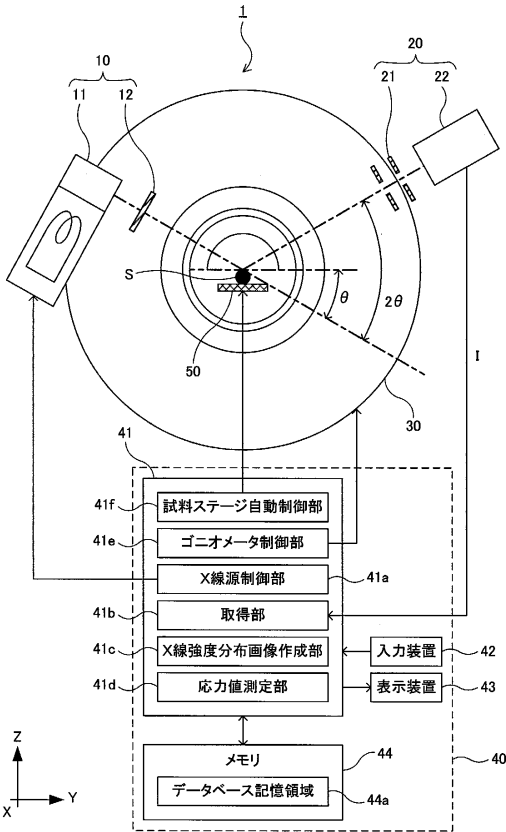
30

40

50

【図面】

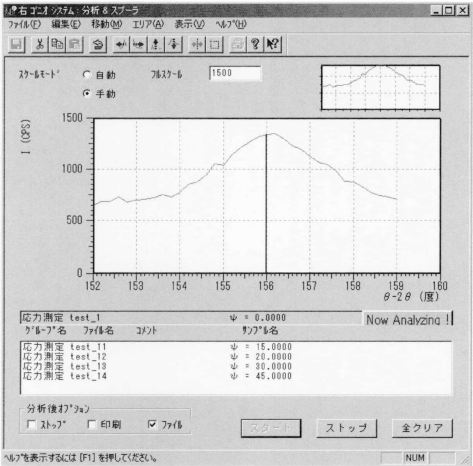
【図 1】



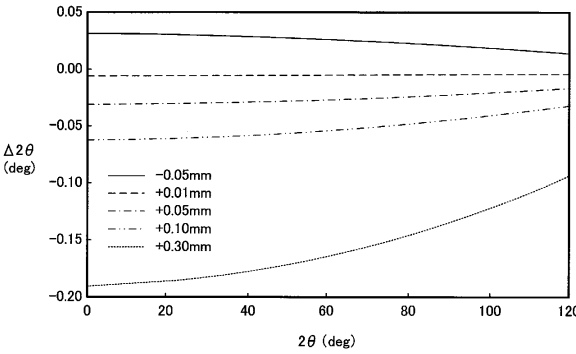
【図 2】

No.	試料材質 m	X線管種類 n	理論回折角 2θ ₀
1	α-Fe	CrKα	156.1
2	γ-Fe	CrKβ	149.6
3	Al	CrKα	156.7
4	Al	CoKα	162.1
5	Al	CoKα	148.7
6	Al	CuKα	164.0
7	Cu	CoKα	163.5
8	Cu	CuKα	144.7
9	WC	CoKα	165.8
10	WC	CuKα	146.8

【図 3】



【図 4】



10

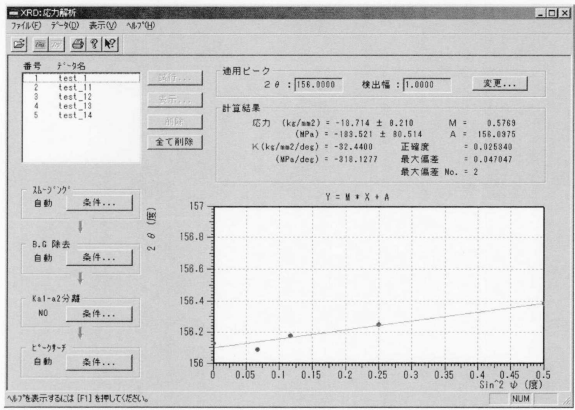
20

30

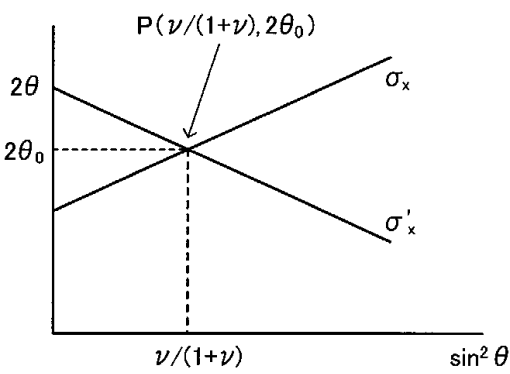
40

50

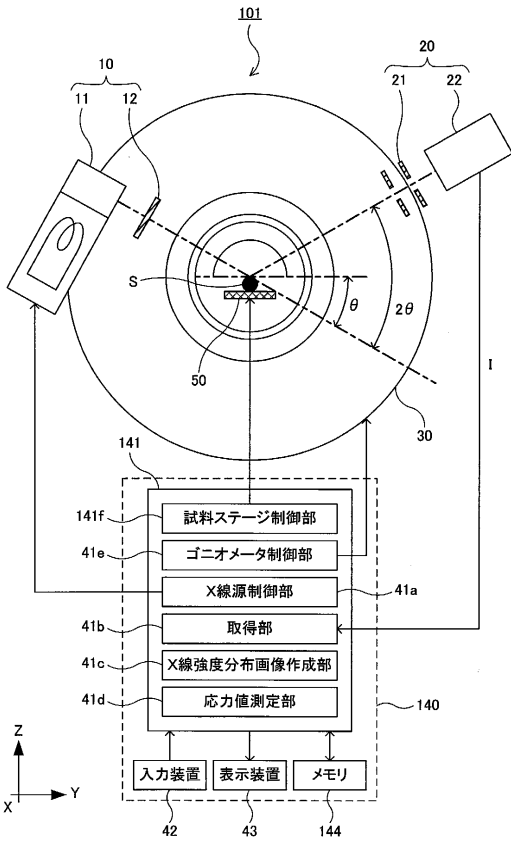
【図 5】



【図 6】



【図 7】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(56)参考文献 特開 2 0 0 7 - 2 5 5 9 3 2 (J P , A)

特開平 0 2 - 1 6 3 6 4 3 (J P , A)

特開平 0 9 - 0 6 8 5 0 7 (J P , A)

特開平 0 4 - 3 2 0 9 4 5 (J P , A)

特開平 0 8 - 3 2 0 2 6 4 (J P , A)

特開 2 0 1 4 - 0 1 3 1 8 3 (J P , A)

特開平 0 3 - 2 7 6 0 4 0 (J P , A)

(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)

G 0 1 N 2 3 / 0 0 - G 0 1 N 2 3 / 2 2 7 6

G 0 1 L 1 / 0 0 - G 0 1 L 1 / 2 6

G 0 1 L 2 5 / 0 0

J S T P l u s / J M E D P l u s / J S T 7 5 8 0 (J D r e a m I I I)