
高エネルギー白色X線を用いた残留応力 スキャンニング法に関する研究

研究課題番号 17560058

平成17年度～平成18年度科学研究費補助金（基盤研究(C)）

研究成果報告書



00008672212

平成19年3月

研究代表者 柴 野 純 一
北見工業大学工学部助教授

北 見 工 業 大 学		
433	北 見 工 大 庁	7
Shi7		
		867221

特別資料室

庫

館

高エネルギー白色X線を用いた残留応力 スキャニング法に関する研究

研究課題番号 17560058

平成17年度～平成18年度科学研究費補助金（基盤研究（C））
研究成果報告書

平成19年3月

研究代表者 柴 野 純 一
北見工業大学工学部助教授

1. は し が き

1-1 研究の目的

最近，原子炉の配管系の事故が相次いでいる．特に溶接部近傍がき裂起点となる破壊が深刻な問題となっている．その原因の一つに残留応力が指摘されており，その低減や除去に関するさまざまな研究が展開されている．例えば応力腐食割れを防止するための表面引張残留応力除去処理があるが，表層残留応力の大きさとその除去に伴う内部残留応力の再分布を正確に評価できなければ有効な処理ができない．数 $10\mu\text{m}$ 程度の材料表層の残留応力を非破壊測定するためには X 線法が有効であるが，10 数 mm レベルの深さの応力測定にはこれまで中性子による測定しか無かった．しかし，中性子測定ではビーム強度の関係で測定領域の大きさや測定時間に難点がある．内部応力測定のための高精度な測定法の開発が産業界から強く望まれている．

本研究代表者らは白色 X 線を利用した応力評価法に関する研究を行ってきた．これまでに，実験室レベルの比較的低エネルギー (20keV – 30keV) の白色 X 線の背面反射を用いて，金属材料やバイオセラミックコーティング材料に生じた残留応力の深さ分布評価法を提案した．さらにシンクロトロン放射光から得られる高エネルギー白色 X 線 (40keV 以上) を用いれば透過回折 X 線が利用できるので，高輝度，高平行性を生かして材料内部の微小領域ひずみを深さ方向にスキャンすれば，内部残留応力分布の詳細かつ高精度な評価が期待できる．そこで，本研究では，以下を目標とする．

- 1) シンクロトロン放射光から得られる高エネルギー白色 X 線による内部残留応力測定理論の構築
- 2) 高エネルギー白色 X 線の回折ビーム測定に必要な測定制御システムの構築
- 3) 高エネルギー白色 X 線による材料内部の残留応力スキャン法の開発

1-2 研究の特色

本研究で開発する高エネルギー白色 X 線エネルギー分散法では，同時に同方向の複数の格子面面間隔情報が得られるので，測定ひずみの信頼性を高められる．また，測定中，X 線照射側も検出器側も動かさないため，材料内部の X 線回折領域や経路中の構成物質を厳密に特定

できる．これらの利点を生かすことで，従来の特性 X 線法（角度分散法）では測定できない深い領域をカバーし，かつ中性子法では困難な微小領域の高精度測定を実現するものであり，残留応力の非破壊評価法の発展に果たす役割は大きい．また，測定領域を限定できることから，白色 X 線をマイクロビーム化できれば，MEMS のようにますます微細化するデバイス内部のミクロン領域の残留応力をピンポイントで測定することが可能となる．マイクロマシンの信頼性評価においても有用な手法となる．

1-3 実施内容および研究成果概要

SPring-8 の BL14B1 と BL28B2 において得られる高エネルギー白色 X 線を用いて，材料内部の応力測定に関する基礎的な実験を行った．試料には結晶粒の細かい溶接構造用高張力鋼板 WEL-TEN780E（JIS G3128 SHY685）とオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304L を用いて，それぞれを G 型の試験片に加工し曲げ応力を負荷し，厚さ 5, 10, 15 mm を透過した回折 X 線から負荷方向のひずみを求めた．結晶粒径と照射ビーム径の関係による回折プロファイルへの影響，照射時間と回折プロファイル形状、ピーク強度、ピーク位置の関係，ピーク強度と測定ひずみの精度の関係，試料の厚さに応じた Bragg 角などの測定条件と測定精度に関する検討を行い，以下の結果が得られた．

- 1) 60 ～ 150keV 程度の高エネルギー白色 X 線を用いれば，厚さ 5 ～ 15 mm の金属材料に対し，透過した回折 X 線を内部ひずみ測定に利用できる．これにより，材料内部の残留応力のスキヤニングが可能であることを確認した．
- 2) 内部ひずみの測定精度を高めるためには，スリットサイズをゲージ体積内に 5000 個以上の結晶粒が含まれるように設定し，回折角は 10 deg 付近にすることが望ましい．さらに，高エネルギー側の回折を利用すると精度向上につながる．カウント数をより高くして回折プロファイルをできるだけガウス曲線に近づけると測定誤差は減少する．
- 3) 溶接構造用高張力鋼板の高エネルギー白色 X 線を用いた内部ひずみ測定では，100keV 付近の α -Fe 321 回折線を利用することでもっとも精度の良い測定が可能である．
- 4) 白色 X 線測定によって得られる同一方向の複数の格子面のひずみ情報を利用すれば，オーステナイト系ステンレス鋼のように結晶

粒径が大きい材料においても測定精度の向上が期待できる。

2. 研 究 組 織

研究代表者：柴 野 純 一 （北見工業大学工学部助教授）
研究分担者：鈴 木 賢 治 （新潟大学人文社会・教育科学系教授）
研究分担者：菖 蒲 敬 久 （日本原子力研究開発機構量子ビーム
応用研究部門 技術開発協力員）

3. 研 究 経 費

	直接経費	間接経費
平成17年度.....	2, 100千円	0円
平成18年度.....	1, 400千円	0円
総 計.....	3, 500千円	0円

4. 研 究 発 表

4-1 学会誌等

- (1) T. Hirata, J. Shibano, T. Shobu, K. Suzuki, H. Kaneko and M. Kobayashi, Strain Measurement in the Depth of the Order of Millimeter Using High Energy White X-rays, Key Engineering Materials, Vols.324-325, pp.1225-1228(2006).
- (2) 柴野純一、菖蒲敬久、鈴木賢治、平田智之、金子 洋、小林道明, 高エネルギー白色 X 線による内部応力測定の検討, 第 40 回 X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集 (Proceedings of The 40th Symposium on X-ray Studies on Mechanical Behaviour of Materials), pp.166-171(2005)

4-2 口頭発表

- (1) 平田智之、柴野純一、菖蒲敬久、鈴木賢治、小林道明, シンクロ

トロン放射光を用いたエネルギー分散法による内部ひずみ測定，
日本機械学会北海道支部第 44 回公演会，2005 年 10 月．

(2) 柴野純一、菖蒲敬久、鈴木賢治、平田智之、金子 洋、小林道明，
高エネルギー白色 X 線を利用した mm オーダー深部のひずみ測定，
日本機械学会 M&M2006 材料力学カンファレンス，2006 年 8 月．

(3) 平田智之、柴野純一、菖蒲敬久、鈴木賢治、金子 洋、小林道明，
シンクロトロン放射光を利用した白色 X 線による材料内部ひずみ
測定の検討，日本機械学会北海道支部第 45 回講演会，2006 年 9
月．

5. 高エネルギー白色X線を用いた残留応力スキニング法 に関する研究

5-1 緒言

エネルギー分散法に用いるX線はエネルギー領域が広い白色X線である。単一波長の特性X線と異なり、低エネルギーから高エネルギーのX線が含まれるため、表面から深い領域にいたる複数の格子面間隔情報が同時に得られる。それゆえ、エネルギー分散法は、材料表層の深さに沿って変化する残留応力の非破壊評価に高い可能性を有する。また、特性X線によるステンレス鋼などの合金鋼の測定では使用波長と成分元素の吸収端波長が近いと蛍光X線が発生しバックグラウンドとなるため測定精度の低下をもたらすが、エネルギー分散法では蛍光X線がひとつのピークとなるため測定精度に影響を及ぼさない。これらの利点を生かして、これまでに比較的低エネルギーの白色X線を用いて、いくつかの測定を行ってきた^{1)~4)}。しかしながら、高強度の回折X線が得られる白色X線を発生させるには専用の装置が必要なことや応力測定に無ひずみ試料を必要とすること、半導体検出器特有のエスケープピークの発生や測定ピークの揺らぎなど測定精度の維持・向上に難しさがあり、研究そのものが広く行われてこなかった。一方で、シンクロトロン放射光から得られる高輝度、高平行、特に高いエネルギーの白色X線の材料内部透過能に着目した測定が、国外の研究機関においてここ10年ほど行われるようになってきた^{5)~7)}。日本においては高エネルギー単一波長のX線を用いた応力測定^{8)~16)}が盛んに行われているが、白色X線を利用した例はほとんどない。しかし、高エネルギー、高平行の白色X線は、特性X線では困難な数mmレベルの深さまで侵入でき、中性子では時間的制約の大きい μm オーダー領域の応力測定が可能となる。このように、高エネルギー白色X線による測定には、特性X線測定と中性子測定に対する相補的な役割が期待される。

第3世代の放射光施設である大型放射光施設(SPring-8)は臨界エネルギーが28.9 keVと世界のどの放射光施設の臨界エネルギーよりも高く、高エネルギーX線実験に向いている。そこで、SPring-8に設置された日本原子力研究開発機構専用ビームラインBL14B1および共用ビームラインBL28B2において得られる高エネルギー白色X線を用いて、材料内部の応力測定に関する基礎的な実験を行い、高エネルギー白色X線による測定の条件を検討する。

5-2 エネルギー分散法によるひずみ測定

ひずみは、無ひずみの格子面間隔 d_0 を基準として、ひずみを有する結晶の格子面間隔 d から式(1)で表される。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \dots\dots\dots (1)$$

格子面間隔 d と回折角 2θ の関係は、ブラッグの条件から式(2)となる。

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \dots\dots\dots (2)$$

ここで λ は X 線の波長であり、X 線の波長 λ (nm) とエネルギー E (keV) の関係は式(3)で与えられる。

$$\lambda = \frac{1.2398}{E} \dots\dots\dots (3)$$

式(3)を式(2)に代入すると、

$$d = \frac{1.2398}{2E \sin \theta} \dots\dots\dots (4)$$

となる。エネルギー分散法では回折角 2θ は固定なので、式(4)を式(1)に代入すると式(5)を得る。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{E_{n0} - E_n}{E_n} \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 E_{n0} は無ひずみ時の回折 X 線エネルギー、 E_n は有ひずみ時の回折 X 線エネルギーである。以上から、ひずみは回折 X 線のエネルギーから求められる。

5-3 BL14B1 における実験

5-3-1 放射光白色 X 線応力測定装置

本実験には、高エネルギー白色 X 線を光源とする必要から、SPRING-8 の日本原子力研究開発機構専用ビームライン BL14B1 を使用した¹⁷⁾。

BL14B1 ビームラインは 1 つの光学ハッチと 2 つの実験ハッチから成り立ち、上流側の実験ハッチでは、単色および白色 X 線の両方を使用することができる。本実験は上流側の実験ハッチにて行なった。本ハッチは、主に XAFS タイプの分光や高温・高圧下における鉱物内部の結晶構造解析に用いられている。白色 X 線測定システムの概観を Fig. 1, 仕様を Table 1 に示す。実験ハッチに設置されているマルチアンビルプレスと呼ばれる高圧発生装置の中心付近にゴニオステージ（中央精機製）を取り付け、その先端に試験片を設置した。このマルチアンビルプレスに縦振の 2 軸回折計（HUBER 製）を組み合わせ、独立した 2 軸

に受光用スリットと検出器をそれぞれ配置している．入射された白色 X 線は鉛で作られた固定スリットにより整形される．受光側も同様のスリットが配置され，その直前にはタングステンで製作されたコリメータが設置されている．コリメータの内径は， 2θ 方向が $50\text{ }\mu\text{m}$ ，これと垂直方向が 5 mm ，長さは 150 mm である．X 線検出器には Ge 半導体検出器（Ge solid state detector：SSD）を使用した¹⁸⁾．試験片を載せるステージは，X-Y ステージ，傾斜ステージ，回転ステージを組み合わせて用いた．それぞれのステージはコントローラーを経由してハッチ外のパソコンから自動制御が可能である．

なお，測定装置を含めた実験ホールの温度は 1°C / 日以内に管理されている．

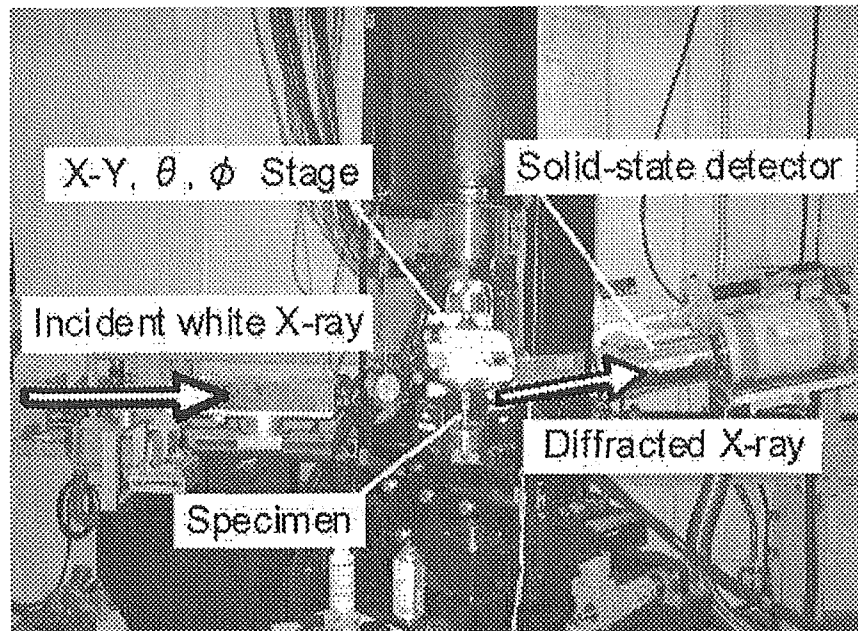


Fig. 1 Experimental setup using white X-ray at BL14B1.

Table 1 X-ray conditions for stress measurement
by synchrotron radiation at BL14B1.

Energy range	50 ~ 150 keV
Photon flux	$\sim 10^{13}$ photons/s
Sizes of divergent slits	Height = $50\text{ }\mu\text{m}$, Width = 200, 300, $500\text{ }\mu\text{m}$
Sizes of collimator	Height = $50\text{ }\mu\text{m}$, Width = 5 mm , Length = 15 cm
Sizes of receiving slits	Height = $50\text{ }\mu\text{m}$, Width = 200, 300, $500, 1000\text{ }\mu\text{m}$
Detector	Ge Solid State Detector

5-3-2 エスケープピークの検討

SSD に用いられている半導体物質の吸収端エネルギーより高エネルギーの X 線が入射すると、その物質の蛍光 X 線が発生する。本実験に用いた SSD の Ge は K 吸収端が 11.1 keV であるため、それより高エネルギーの X 線が入射すると Ge の蛍光 X 線が励起され、K α 線 (9.87keV) や K β 線 (11.0keV) が SSD の外部に放出されるエスケープピーク現象が生じる。これは SSD を用いた測定に特有の現象である。実際の回折 X 線のピークエネルギーから Ge-K α あるいは Ge-K β のエネルギー分だけ低エネルギー側にエスケープピークが現れる。回折 X 線のエネルギーを E_n とすると、エスケープピークの出るエネルギー E_n^α (keV), および E_n^β (keV) は

$$\text{Ge-K}\alpha : E_n^\alpha = E_n - 9.87 \dots\dots\dots (6)$$

$$\text{Ge-K}\beta : E_n^\beta = E_n - 11.0 \dots\dots\dots (7)$$

で表される。

Fig. 2 に例として本実験で使用した溶接構造用低合金高張力鋼 WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685)のエネルギースペクトルを示す。様々な回折ピークの中で、例として $E = 78.5\text{keV}$ 付近の $\alpha\text{-Fe } 310$ 回折をみると、この回折ピークのエスケープピークが 68.6keV 付近に現れている。このように回折角の設定によっては、エスケープピークが測定格子面の回折線ピークと誤って認識されたり、重なることが生じる。エスケープピークの強度は本来のピーク強度よりもかなり低いですが、それでも測定データの精度が低下することもあるので、回折角の設定にはエスケープピークの位置を十分考慮しなければならない。

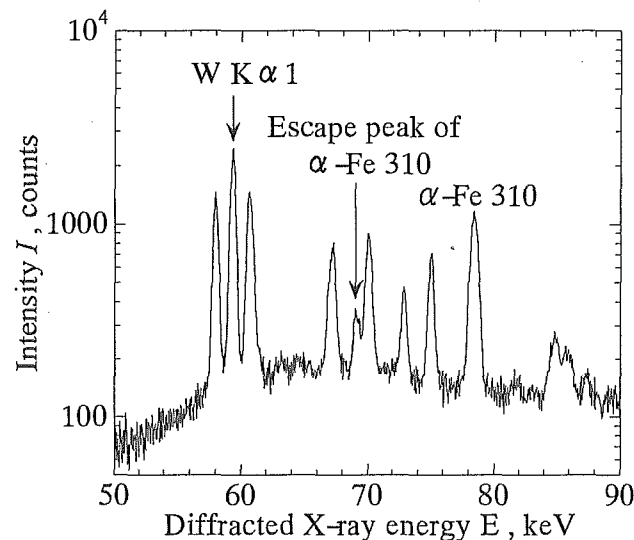


Fig. 2 Escape peak detected by SSD.

5-3-3 MCAのエネルギー校正とひずみ感度

検出されたエネルギーの弁別に用いる MCA (Multi-channel analyzer) は多数のチャンネルから構成される. 各チャンネルは同じ検出エネルギー幅を有する. 本実験に用いた MCA は 4096 チャンネルからなる. 実験に先立ち Mo, Ag, Ta, Pt, Pb の蛍光 X 線でエネルギー校正した結果, チャンネル CH とエネルギー E_n (keV) に式 (8) の関係が得られた.

$$E_n = 0.252334 + 0.042486 \times CH \dots\dots\dots (8)$$

すなわち 1 チャンネルが約 42.5eV に対応しているので, 例えば X 線のエネルギーが 50 keV の場合のひずみ感度は 850×10^{-6} /チャンネル, 100 keV の場合のひずみ感度は 425×10^{-6} /チャンネルとなり, 回折 X 線エネルギーが高くなるほど 1 チャンネルあたりのひずみ感度が増大する. したがって, エネルギー分散型応力測定においては, できるだけ高エネルギー側の回折面を使用することにより, 測定精度の向上が期待できる.

また, 検出器の測定精度を確認するために, Fig. 2 中のタングステンの蛍光 X 線 ($W-K\alpha 1$) を繰り返し測定した. この蛍光 X 線はコリメータより生じたものである. その結果, 測定を繰り返すたびに 10eV 程度のエネルギーが不規則にシフトしていることがわかった. 原因として, 温度変化が電子回路を含むシステム全体の分解能に影響を及ぼしていることが考えられる¹⁹⁾⁻²¹⁾. そこで本実験では, 測定ごとに得られる $W-K\alpha 1$ ピークエネルギーの理論値とのずれを用いて各ピークに補正を加えることとする.

5-3-4 試験片

本研究では, 溶接構造用低合金高張力鋼 WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685) とオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304L を試験片として使用した. 試験片はいずれも厚さ 16mm の圧延鋼板から切り出し作製した. SUS304L 試験片は, 圧延製作時 1100℃ に 8 分間保持後水冷焼入れによる溶体化処理を行った母材より切り出し試験片に加工後, 熱処理は行っていない. SHY685 の化学成分を Table 2 に示す. SHY685 試験片は熱処理として, 930℃ に保持後水焼入れ, 600℃ で焼き戻しを行った母材より切り出し試験片に加工後, 540℃ で 1 時間保持の焼鈍を行っている. 引張り試験の結果, ヤング率は 200GPa, ポアソン比が 0.29 であった. Fig. 3 (a) 左図に試験片側面形状, 右図に試験片正面形状を示す. サイズは $52 \times 50 \times 15 \text{ mm}^3$ の G 型の試験片である. Fig. 3 (a) 右

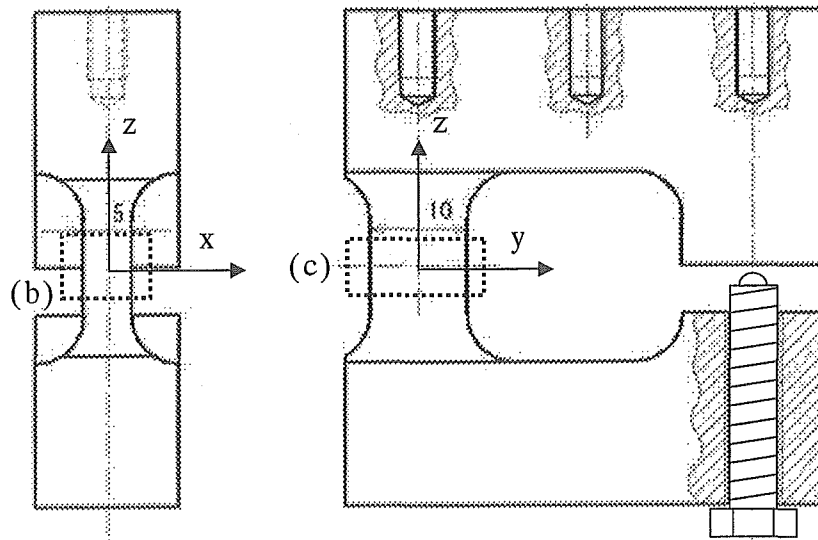
図中の左側のはり近傍の加工は，内側をワイヤー放電加工，その他の3面はエンドミル加工とした．はり部は幅が 10 mm，厚さが 5 mm である．Fig. 3 (a) 右図中の右側の M6 のねじ部に入れたボルトを締め付けることで，左側のはりの部分に曲げ応力と微小引張り応力が負荷される．負荷ひずみははりの両側に貼付したひずみゲージで直接計測し，引張り側のひずみゲージが目標値になるように調整した．このとき圧縮側のひずみゲージの値は引張り側のひずみゲージの値の約 5% 減となった．なお，結晶粒径は顕微鏡組織写真の観察結果から約 $13\mu\text{m}$ であった．

Fig. 3(a) に本測定で定義した座標系および測定領域を示す．はりの中央を原点とし，Fig. 3 (a) に示すように，はりの長手方向に z 軸，はりの厚いほうを y 軸，薄いほうを x 軸とする．本測定においては，試験料を z 軸方向に動かすことは行っていない．Fig. 3 (b) は (a) の左図のはりの部分を拡大したものである．この x 軸方向に放射光白色 X 線を入射し回折後，透過させた．ゲージボリウム断面は， $t=50\mu\text{m}$ ， $\theta=5\text{deg.}$ とすると，高さ h は約 $50\mu\text{m}$ ，長さ b は約 $574\mu\text{m}$ となる．Fig. 3 (c) は (a) の右図のはりの部分を拡大したものである．試験片には Fig. 3 (c) の右側，つまり引張り側ひずみゲージの値が $+2000\times 10^{-6}$ になるように負荷を加えた．このとき Fig. 3 (c) の左側すなわち圧縮側のひずみゲージの値は -1860×10^{-6} であり，2つのひずみゲージの値は測定開始から終了までの間 10×10^{-6} 以内で安定していた．

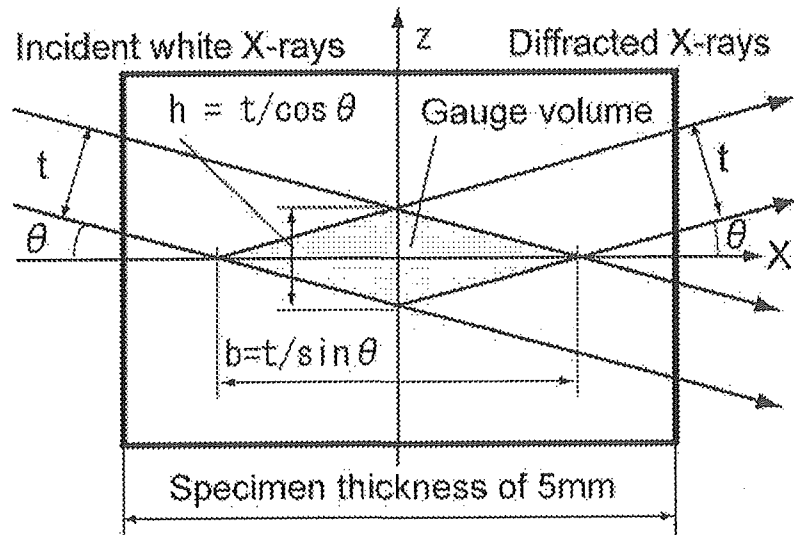
本研究では， y 方向に応力勾配を発生させた状態で，スリットサイズ，回折角，測定時間の 3 つの条件について検討した．これらの条件における測定では，試験片に対する測定場所は $y = 0\text{ mm}$ とし，試験片の z 軸が散乱ベクトルの方向と一致するように回転させて測定を行った．さらに，最適な測定条件で， y 軸上で $-4\text{ mm} \sim 4\text{ mm}$ の 8 mm の範囲を 0.25 mm ずつ移動させ，合計 33 点ひずみ測定を行った．なお，曲げ負荷と引張り負荷によりはりは撓むが，測定ライン上では微小とし位置補正は行っていない．

Table 2 Chemical composition of SHY685 (wt.%).

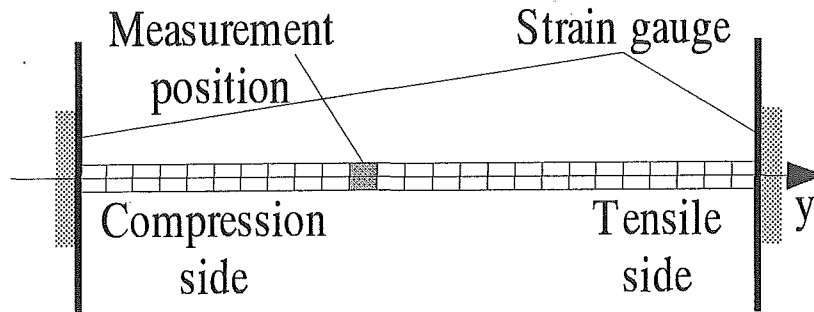
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.20	0.26	1.39	0.02	0.01	0.02	0.02



(a) Specimen configuration



(b) Schematic of gauge volume using transmitted diffraction X-rays



(c) Measurement positions and mounted positions of strain gauges

Fig. 3 Geometry of specimen and beam alignment.

5-3-5 WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685)の実験結果

1) 回折X線プロファイル

Fig. 4 に $y = 0$ mm, 回折角 $2\theta = 10\text{deg}$ (Bragg 角 $\theta = 5\text{ deg}$) , 測定時間 300 s, スリットサイズ 0.05×0.3 mm で測定した SHY685 のエネルギースペクトルを示す. 50 keV 以下および 150 keV 以上については, バックグラウンド以外にはピークらしきものが現れていないので示していない. この原因は, 低エネルギー側についてはエネルギーが低いために 5 mm 厚の鉄鋼材を X 線が透過できないこと, 高エネルギー側については X 線強度そのものが弱くなることと SSD の検出効率の低下領域であることが原因と考えられる. 50 ~ 150 keV の範囲では多くの回折ピークとともに, コリメータの原材料であるタングステンやスリットの原材料である鉛のピークが現れている. 記載のないピークはエスケープピークである.

以下では, スリットサイズ, 回折角, 測定時間についてひずみの高精度測定のための最適条件を検討する.

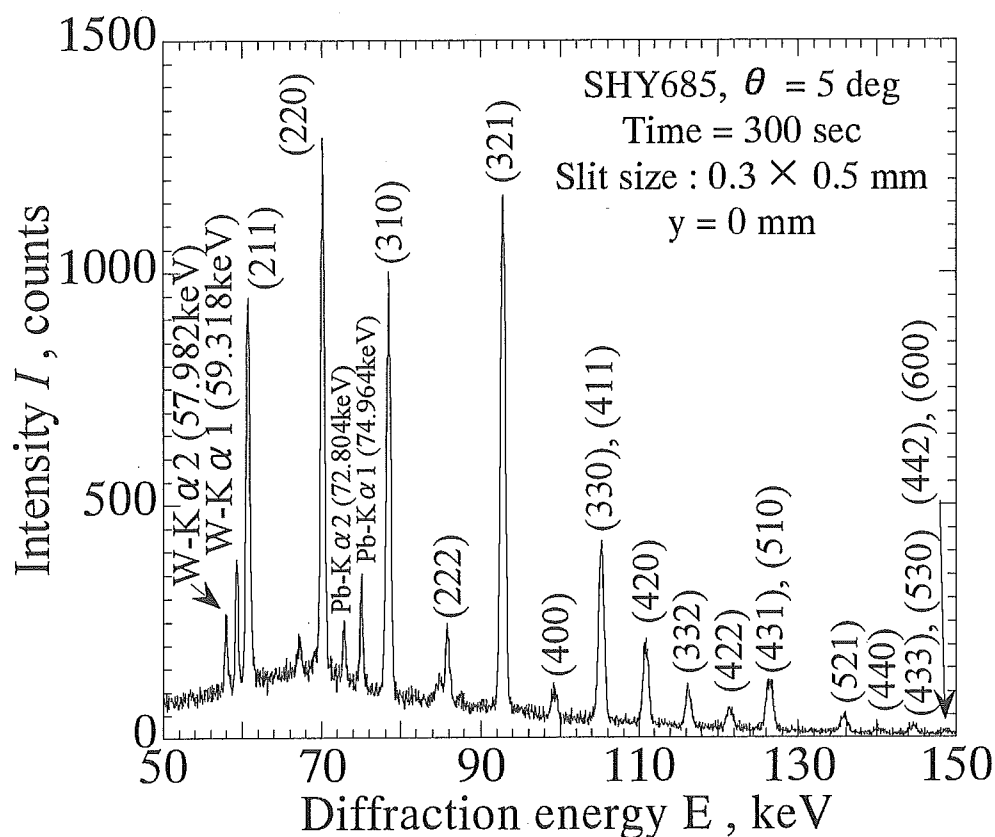


Fig. 4 Diffraction profile of SHY685 by white X-rays.

2) スリットサイズの設定

検出器の回転方向のスリットサイズは受光側のコリメータにより固定されているので、これと垂直方向のスリットサイズを変えながら $y = 0$ mm, Bragg 角 5 deg, 測定時間 1500 s の条件で測定を行った. Fig. 5 にスリットサイズを変えたときの α -Fe 420 回折の強度とエネルギーの関係を示す. 回折強度とエネルギーは式(9)に示すガウス関数フィッティングより求めた.

$$I = I_0 + A \exp \left(- \frac{(E_n - E_n^p)^2}{(w/2\sqrt{\ln(2)})^2} \right) \dots\dots\dots (9)$$

ここで, I は回折強度, I_0 は offset 値 (バックグラウンド), A はピーク強度, w は半価幅, E_n はエネルギー値, E_n^p はピークエネルギー値である. Fig. 5 の横軸は入射および受光スリットの width 方向を掛け合わせた値であり, 具体的には, 0.2×0.2 , 0.3×0.3 , 0.3×0.5 , 0.5×0.5 , 0.5×1.0 mm² の 5 種類である. これらの積はゲージボリウム内の回折に預かる結晶粒数に比例する. 強度はスリット幅を掛け合わせたものを横軸にしたときにほぼ線形に変化しており, その切片はほぼ 0 count となっている. これは BL14B1 の光学系が非常に精密に調整されていることを示している. 一方, エネルギーについては, 得られた値の平均値である 110.850(5) keV (カッコ内の 5 は誤差) に対して, スリットサイズの小さい 2 点は大きく外れている. それぞれのゲージ体積に含まれる結晶粒のおおよその数は, 入射側スリット幅の小さい順に, 2900, 4400, 7200 となるが, 受光側スリットの幅を変えることによって同じゲージボリウムでも回折に預かる結晶粒数は増加する. 一般的に多結晶体を扱う場合, ゲージ体積に含まれる結晶粒の数は 10000 個以上必要とされており, どれもその値を満たしていない. しかしながら, Fig. 5 のエネルギーとスリットサイズの間関係をみると, スリットサイズの大きい 3 点についてはほとんど平均値に近い. 以上のことから, 最適なスリットサイズの条件は, スリットサイズを絞ったときに, 得られる回折 X 線エネルギーの値が大きく変化する直前を選択, もしくはゲージ体積内に含まれる結晶粒数を 5000 個以上にすることが望ましい.

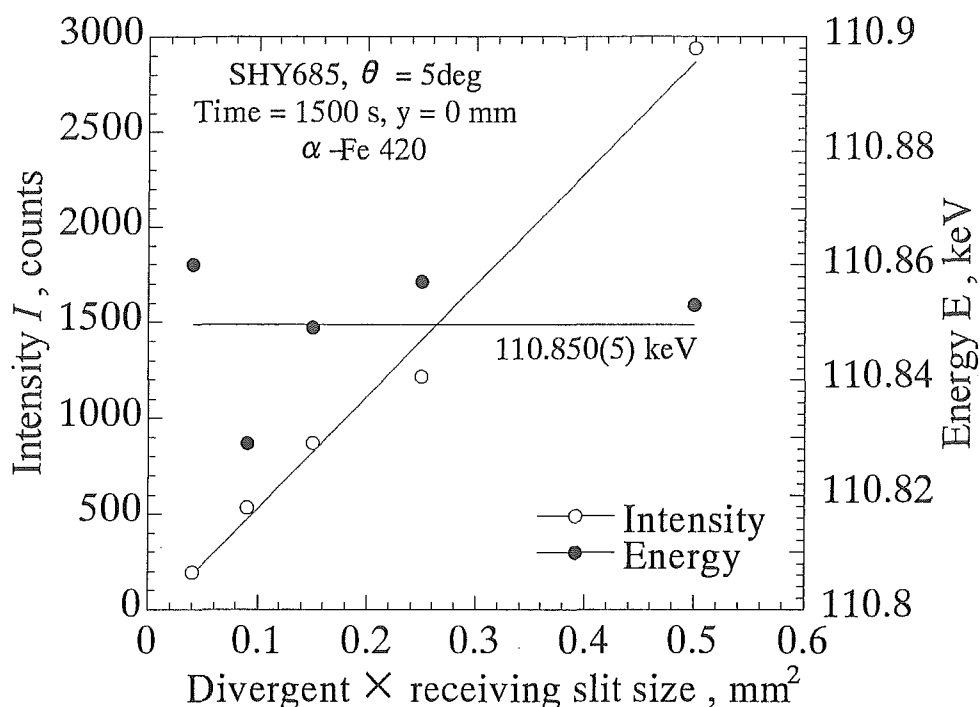


Fig. 5 Diffraction X-ray intensity and energy vs slit size.

3) 回折角の設定

回折角度を変えることで同一格子面でも回折X線のエネルギーが異なる. Fig. 6に入射スリットを 0.05×0.3 mm, 受光スリットを 0.05×0.5 mm, $y = 0$ mm 測定時間 900 s で回折角度を変えたときに得られたエネルギースペクトルを示す. 図の上から Bragg 角 $\theta = 3, 4, 5, 6, 7$ deg の順に示す. それぞれのグラフ中の縦斜線は上下のグラフの測定領域に対応し, 各図中に示した矢印は α -Fe 310 回折を表す. Bragg 角 $\theta = 3$ deg では, 50~150 keV のエネルギー範囲に現れる回折線の数はいくつか少ないが 1 つ 1 つの回折線の強度は強い. 一方, $\theta = 7$ deg では多くの回折が現れているが 1 つ 1 つの回折強度は比較的弱い. これは原子散乱因子の影響によるものである. すなわち, 回折角を大きくすると指数の大きい回折面からの情報が得られるが, 指数の大きい回折面の原子散乱因子は小さくなり, 結果として強度は減少する. 例えば 100 keV 付近に現れる回折強度を比較すると, Bragg 角 $\theta = 3$ deg では 10000 カウント近くの強度があるのに対して, $\theta = 4$ deg では 4000 カウント, $\theta = 7$ deg になると 500 カウントであり, しかも 400 カウントはバックグラウンドである. また, 回折面の数が増えると隣り合う回折線が近づくためにピークエネルギーの決定が困難となる.

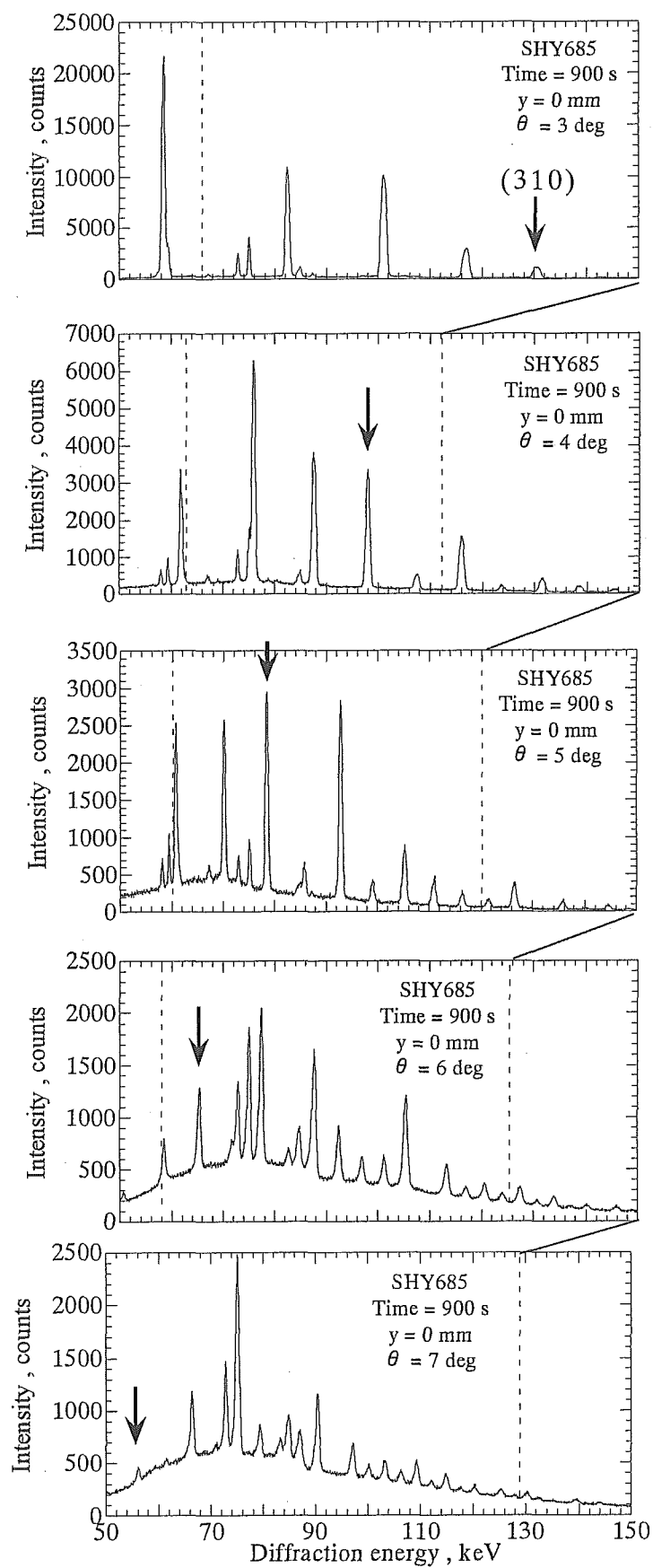
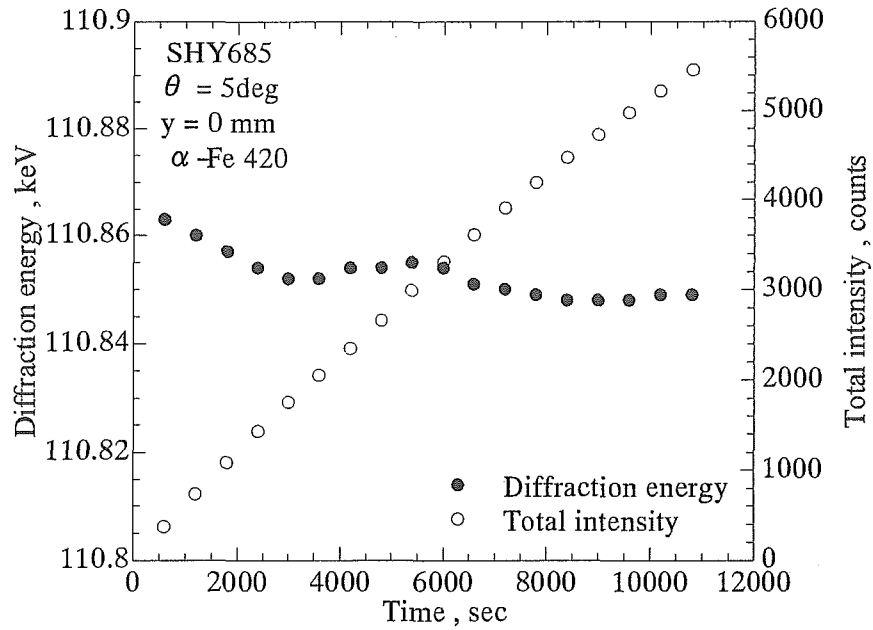


Fig. 6 Change of diffraction profile with diffraction angle.

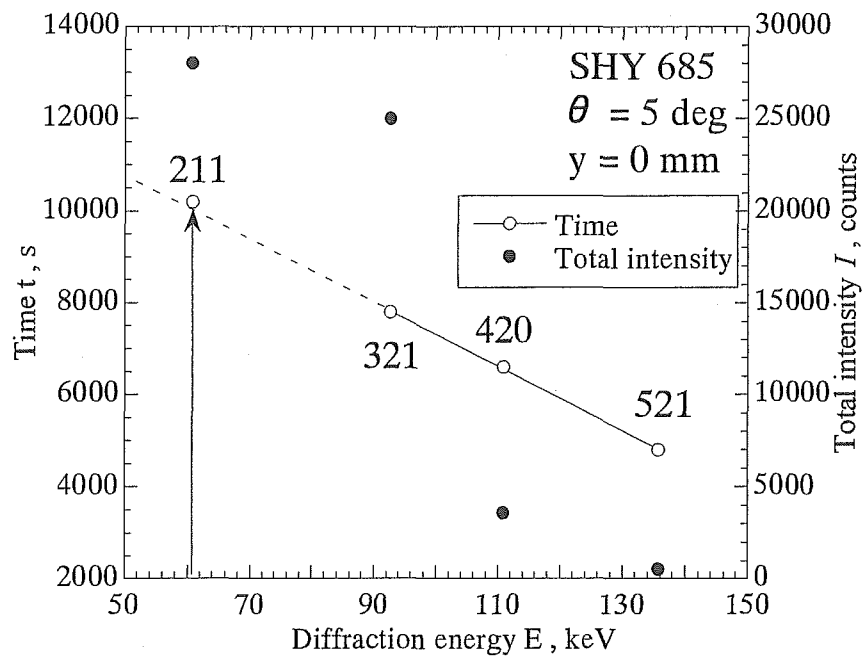
このことから, Bragg 角 $\theta = 6, 7 \text{ deg}$ はあまり好ましくないといえる. 逆に, Bragg 角 $\theta = 3 \text{ deg}$ では強度が強く, これは測定時間の短縮につながるが, 測定エネルギー範囲内に含まれる回折線の数が少なければ, 例えば集合組織などの影響を持つ材料を扱う場合に回折面からの情報が十分に得られない可能性もある. このような材料では, できるだけ多くの回折面からの情報が得られる測定環境を用意しておく必要がある. したがって Bragg 角 $\theta = 3, 4 \text{ deg}$ はあまり好ましくないといえる. 以上の考察から, 回折強度もある程度確保され, より多くの回折面からの情報が確保できる Bragg 角 $\theta = 5 \text{ deg}$ すなわち回折角 $2\theta = 10 \text{ deg}$ が鉄鋼材料には適しているといえる.

4) 測定時間の設定

測定時間を増やすことは統計的誤差を減少させることになり, そのデータの信頼性を向上させる. 限られた実験の中ではむやみに測定時間を増やすことができないが, その精度はある程度の時間で収束することが期待できる. 入射スリットを $0.05 \times 0.3 \text{ mm}$, 受光スリットを $0.05 \times 0.5 \text{ mm}$, $y = 0 \text{ mm}$, 回折角 $2\theta = 10 \text{ deg}$ で測定時間を 600 s として繰り返し測定した結果を順次加算し, ガウス関数フィッティングより求められた $\alpha\text{-Fe}$ 420 回折のエネルギーとそのときの強度を Fig. 7 (a) に示す. 強度は直線的に増加している. 一方, 回折線のエネルギーに関しては, 時間の経過とともに徐々に収束し, 7200 sec で回折エネルギーはほとんど一定となる. そこで $\alpha\text{-Fe}$ 211, 321, 420, および 521 回折におけるエネルギーと収束する時間との関係を Fig. 7 (b) の白丸に示す. 直線にのっており, 収束時間と回折 X 線エネルギーには相関があるようである. 一方, 図中の黒丸は収束時の X 線の強度を示しているが, 回折 X 線エネルギーとの間には相関を表す適切な関数が見当たらない. 本実験に用いた SSD の検出効率が 100 keV を超えるエネルギー域で減少することも影響していると考えられる. しかし, 最適な測定時間については現時点では明確でなく今後の検討課題としたい.



(a) Change of diffraction energy of $\alpha\text{-Fe } 420$ plane with time.



(b) Convergence time and counts vs diffraction energy.

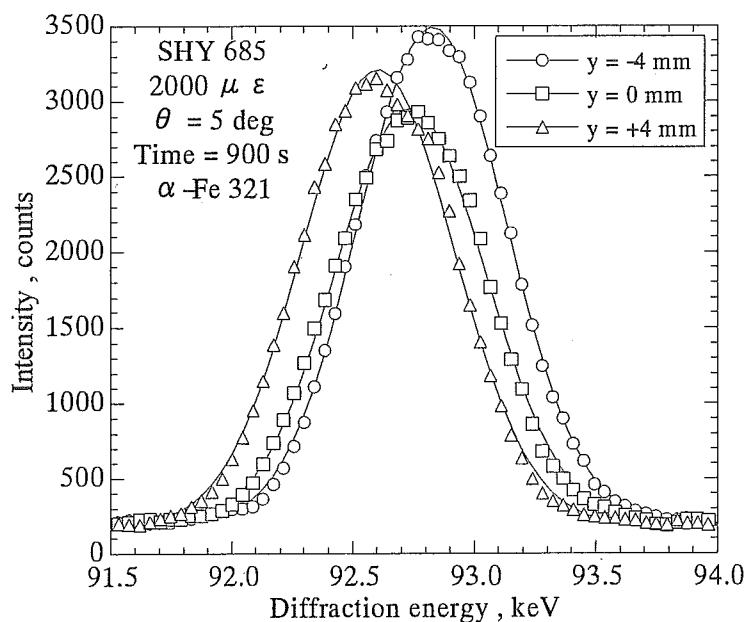
Fig. 7 Convergence time of measurement data.

5) 測定ひずみ分布

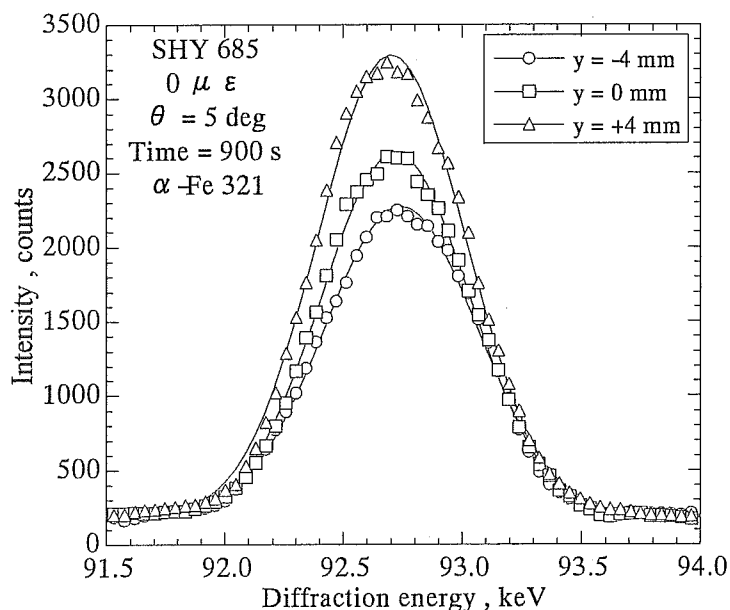
前節までの検討により測定条件を以下のように決定した．スリットサイズは入射側 $0.05 \times 0.3\text{ mm}$ ，受光側 $0.05 \times 0.5\text{ mm}$ ，回折角 2θ は 10 deg ，測定時間は 900 s である．測定時間については，最も強い

回折ピークが 3000 カウント程度になるように設定した。

Fig. 8 に負荷を加えた状態と負荷を加えていない状態で測定した, $y = 0, \pm 4$ mm における α -Fe 321 回折のプロファイルを示す. Fig. 8(a) の負荷を加えた状態では, 異なる y の位置で得られるプロファイルがエネルギーに対してシフトしていることがわかる. 一方, Fig. 8 (b) の負荷を加えてない状態では, 3つのプロファイルはほぼ同じエネルギーにピークをもっている. このことから負荷ひずみに対してエネルギースペクトルに差が発生していることがわかる.



(a) Applied strain of $2000 \mu \varepsilon$



(b) Applied strain of $0 \mu \varepsilon$

Fig. 8 Diffraction profile of α -Fe 321 plane of SHY685.

Fig. 9 に α -Fe 321 回折について、式 (9) より求められた各位置 y における回折エネルギーを示す。図中の白丸が負荷ひずみを加えていない場合、黒丸が負荷ひずみを加えた場合であり、実線は負荷ひずみを加えていない場合の平均値である。負荷ひずみを加えた場合のグラフは平均の直線に対して若干上下しているが単調減少を示している。一方、負荷を加えていない場合に注目するとどの回折についても $\pm 0.1\text{keV}$ 程度の揺らぎがあり、検出器の揺らぎに比べると大きい。本試験片には焼鈍を施しているが、粉末試料と異なりバルク材での無ひずみ化は難しく、微小部については若干の残留応力を有していることが考えられる。また、測定位置による合金元素の分布の影響²⁰⁾や温度変化による影響も考えられる。そこで本測定では、測定位置 y で求められたエネルギーの平均値を各回折面の無ひずみ時のエネルギー E_0 とした。

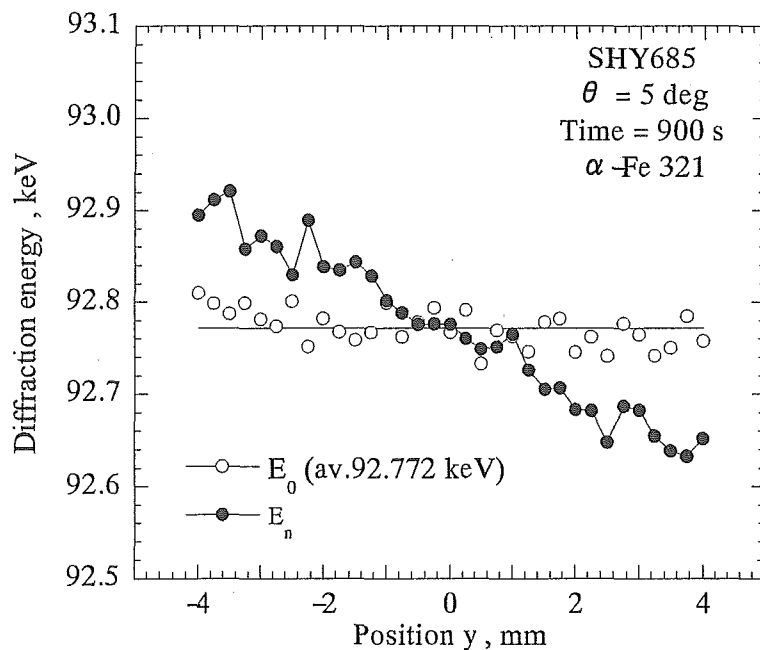


Fig. 9 Diffraction energy distribution of α -Fe 321 plane of SHY685 with and without bending.

Fig. 10, 11, 12, 13 に、 α -Fe 211, 321, 420, 521 回折より求められた y 軸上のひずみ分布を示す。破線はひずみゲージで求められる負荷ひずみである。白丸は各位置 y におけるひずみであり、実線はそれらの近似直線である。Fig. 10 の α -Fe 211 回折においては、測定された各位置のひずみが負荷ひずみを示す破線に比べばらつきが大きく、これらの近似直線の相関係数 R も 0.897 と 1 に比べると小さい。この原因は、

回折強度は十分強いが，エネルギーが低いために誤差の影響を強く受けるためであると考えられる．一方 Fig. 13 の α -Fe 521 回折においては，破線に対してかなりよい一致を示しており，近似直線を表す実線の相関係数も 0.980 と大きい．この回折は，強度は弱いが高エネルギーが高いために，多少の誤差が発生してもそれ以上にエネルギーに対するひずみの感度が高いことが精度向上につながったと考えられる．

ここで Fig. 11 の α -Fe 321 回折に注目すると， α -Fe 521 回折と比べても測定ひずみの直線性（相関係数：0.981）がよい． α -Fe 321 回折ではプロファイルのガウス曲線近似時の決定係数が測定位置毎に安定して高いことや強度も安定しているなど，他の回折面に比べ優位性が見られた．この原因として SSD の検出効率のエネルギー依存性や結晶の格子面特有の結晶塑性的性質など，いくつか考えられるが，現時点では特定できていない．今後の課題としたい．また， α -Fe 321 面の X 線の弾性定数の理論値から推測されるヤング率は，Voigt モデルが 227GPa，Reu β モデルが 220GPa であり，Kr \ddot{o} ner モデルを仮定すると 224GPa となる．これは引張り試験によるマクロなヤング率 200GPa より大きく，測定ひずみ分布の近似直線が負荷ひずみ分布の直線に比べ若干傾きが小さいことは妥当な結果を示している．

以上の考察から，SHY685 試験片においては単独の回折面，特に 100keV 付近で検出される α -Fe 321 面を用いることで，内部のひずみ分布を最も精度よく測定することが可能であることがわかった．

6) まとめ

SPring-8 の BL14B1 において得られる高エネルギー白色 X 線を用いて，材料内部の応力測定に関する基礎的な実験を行った．結晶粒の細かい溶接構造用高張力鋼板 WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685) を試験片として用いて曲げ応力を負荷し，厚さ 5 mm を透過した回折 X 線から負荷方向のひずみを求めた．測定条件と測定精度に関する検討を行い，以下の結果が得られた．

(a) 60 ～ 150keV 程度の高エネルギー白色 X 線を用いれば，厚さ 5mm の SHY685 に対し，透過した回折 X 線を内部ひずみ測定に利用できる．

(b) 内部ひずみの測定精度を高めるためには，スリットサイズをゲージ体積内に 5000 個以上の結晶粒が含まれるように設定し，回折角は 10 deg 付近にすることが望ましい．さらに，高エネルギー側の回折を利用すると精度向上につながる．ただし，測定時間については今後の検討が必要である．

(c)SHY685 材の高エネルギー白色 X 線を用いた内部ひずみ測定では、100keV 付近の α -Fe 321 回折線を利用することでもっとも精度の良い測定が可能である。

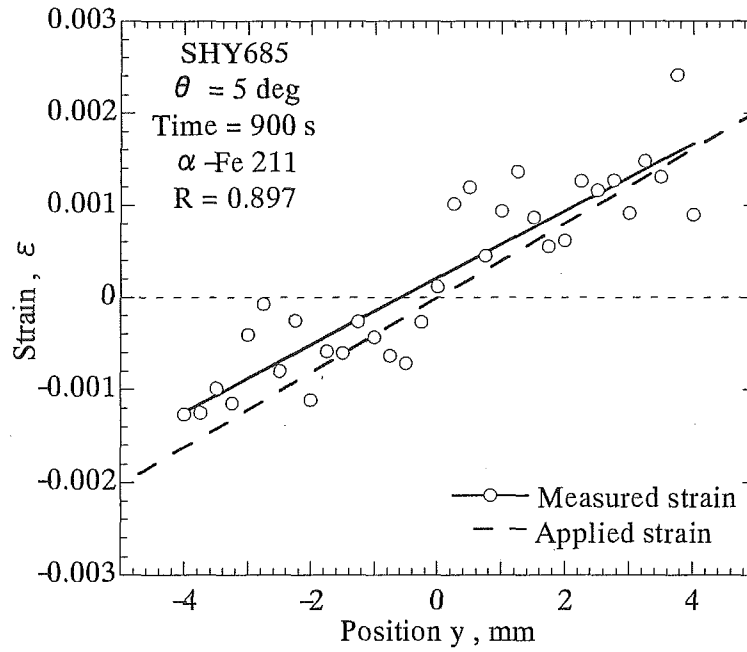


Fig. 10 Strain distributions of α -Fe211 plane of SHY685 under bending.

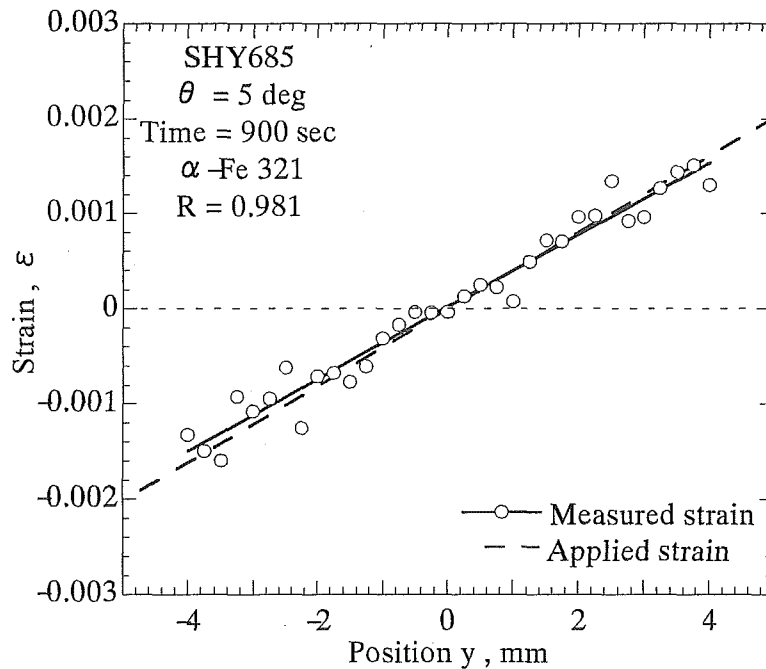


Fig. 11 Strain distributions of α -Fe321 plane of SHY685 under bending.

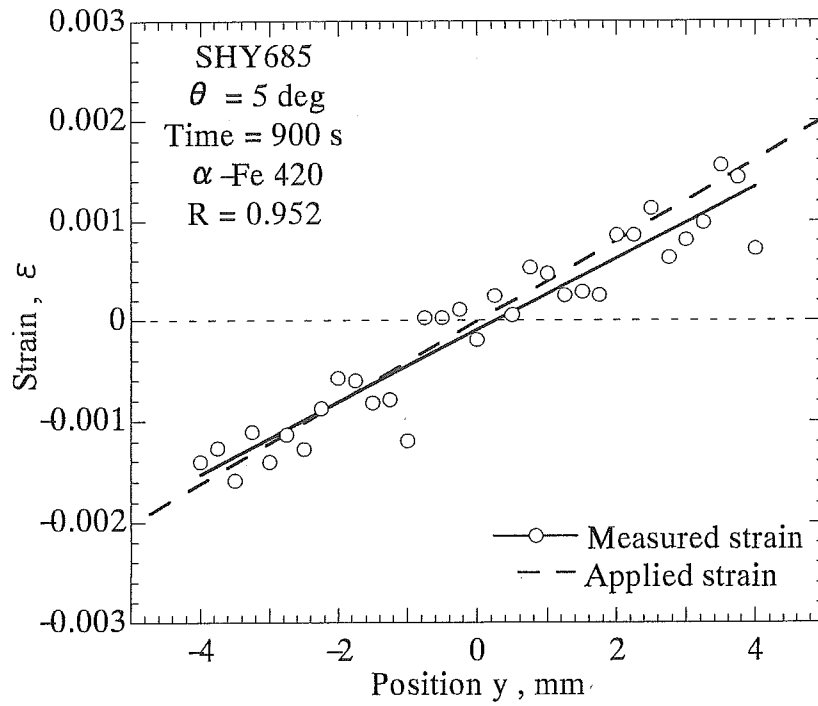
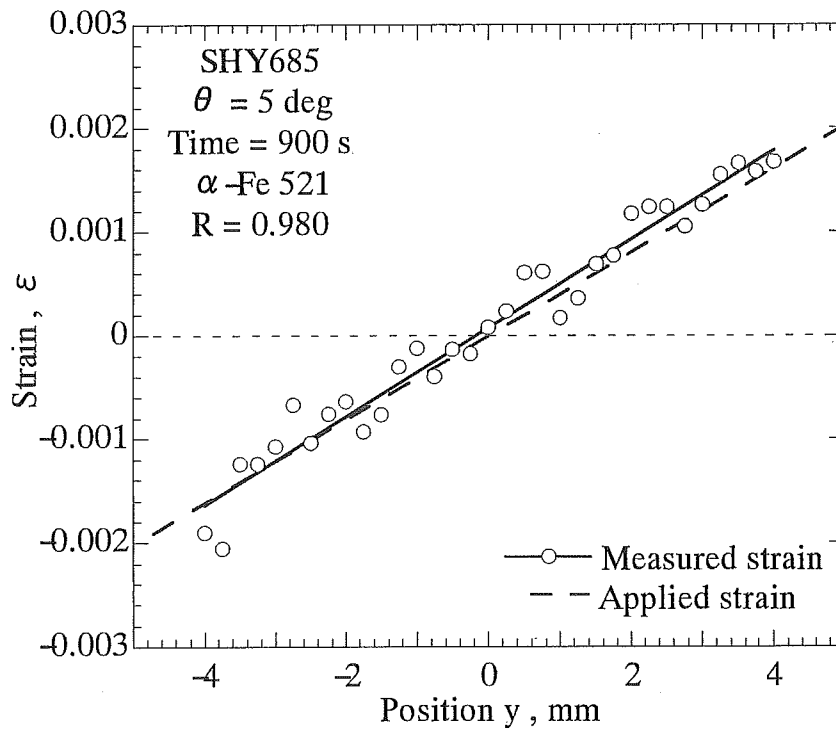


Fig. 12 Strain distributions of $\alpha\text{-Fe420}$ plane of SHY685 under bending.



(a) $\alpha\text{-Fe 521}$

Fig. 13 Strain distributions of $\alpha\text{-Fe521}$ plane of SHY685 under bending.

5 - 3 - 6 SUS304L の実験結果

1) 測定条件

SUS304L 試験片は引張側のひずみゲージの値を 800×10^{-6} とした。このときの圧縮側の値は -770×10^{-6} であった。測定位置ははり中央から左右 4.5 mm の範囲を 0.3 mm ずつ移動させ合計 31 点測定を行った。SUS304L 試験片は結晶粒が大きいので、ゲージボリウム内に含まれる結晶粒の数を増やすために揺動をかけながら測定を行った。

2) ひずみ分布測定

SHY685 試験片より結晶粒径が大きいので SUS304L では回折強度に大きくばらつきが現れた。そこでゲージボリウム内に含まれる結晶粒の数を増やすために光軸方向に $\pm 2\text{mm}$ 、X-Z 面に対して $\pm 2\text{deg}$ で揺動をかけながら測定を行った。測定結果の一例として $\gamma\text{-Fe 422}$ 回折のひずみ分布を Fig.14 に示す。結晶粒径の影響が現れたためひずみ分布にもばらつきが見られ、一回折面の情報から正確に評価するのは困難である。このようにばらつきの多いデータからひずみ分布を評価する方法として、次の手法を用いた。ガウス曲線近似する際に得られるピーク強度や決定係数などのパラメータに注目し、一定条件を満たしているデータを使用してひずみ算出に用いた。Fig.14 中の黒点が条件を満たした値である。この方法では 1 つの回折面から得られる情報が少なくなるので、複数の回折面を組み合わせでひずみを求めた。その分布を Fig.15 に示す。データ点数は少なくなったが負荷ひずみに非常に近い一致を示した。

以上より結晶粒径が大きい SUS304L のような測定試料に対しても、測定中に揺動をかけることでゲージボリウム内の結晶粒の数を増やし、得られたデータの中から条件を満たすデータを選定することで内部ひずみを求めることが可能である。

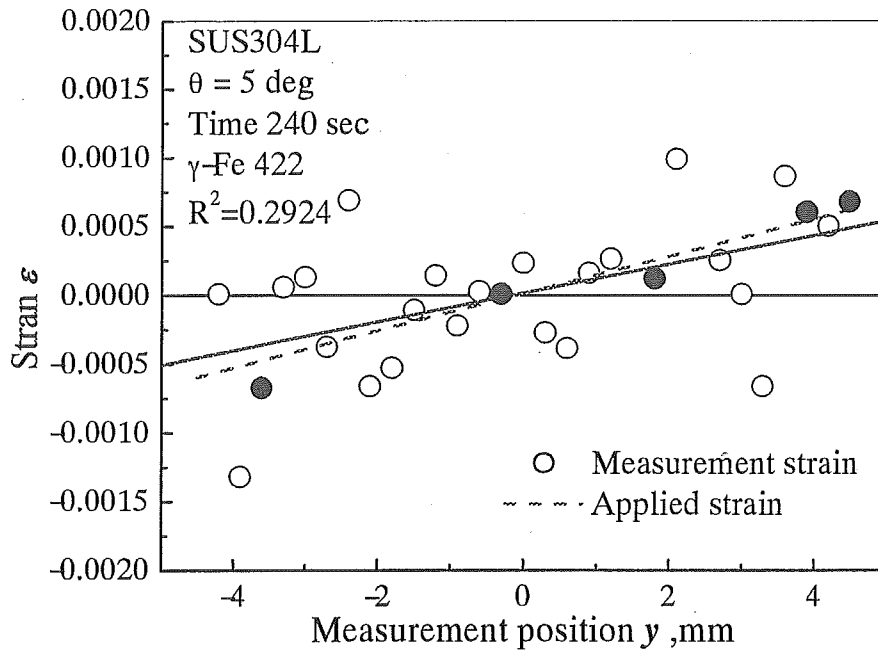


Fig.14 Strain distribution of $\gamma\text{-Fe422}$ plane of SUS304L under bending.

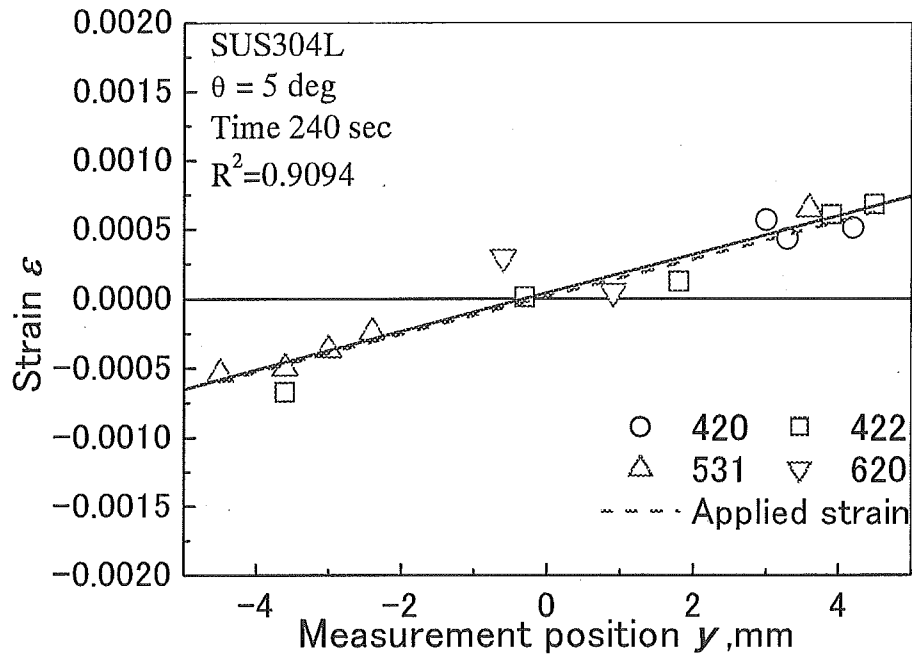


Fig.15 Internal strain distribution of SUS304L under bending.

5 - 4 BL28B2 における実験

5 - 4 - 1 放射光白色 X 線応力測定装置

本実験に用いた BL28B2 は SPring-8 の共用ビームラインである．白色 X 線測定システムの概観を Fig.16 に示す．このビームラインでは白色 X 線回折の他に時分割エネルギー分散型 XAFS (DXAFS)に関する実験が行われている．検出器は Ge 半導体検出器 (SSD) が設置されており，縦振り（鉛直方向）と横振り（水平方向）の 2 方向での測定が可能である．本実験では縦振りを用いた．SSD の分解能 ΔE_{FWHM} は 5.9keV で 160eV, 122keV で 500eV である．試験片を載せるステージとして X-Y-Z ステージ，傾斜ステージ，回転ステージが設置されている．試料ステージの前後には 4 象限スリットが 2 台ずつ設置され，ビーム断面形状を任意の寸法に整形できる．

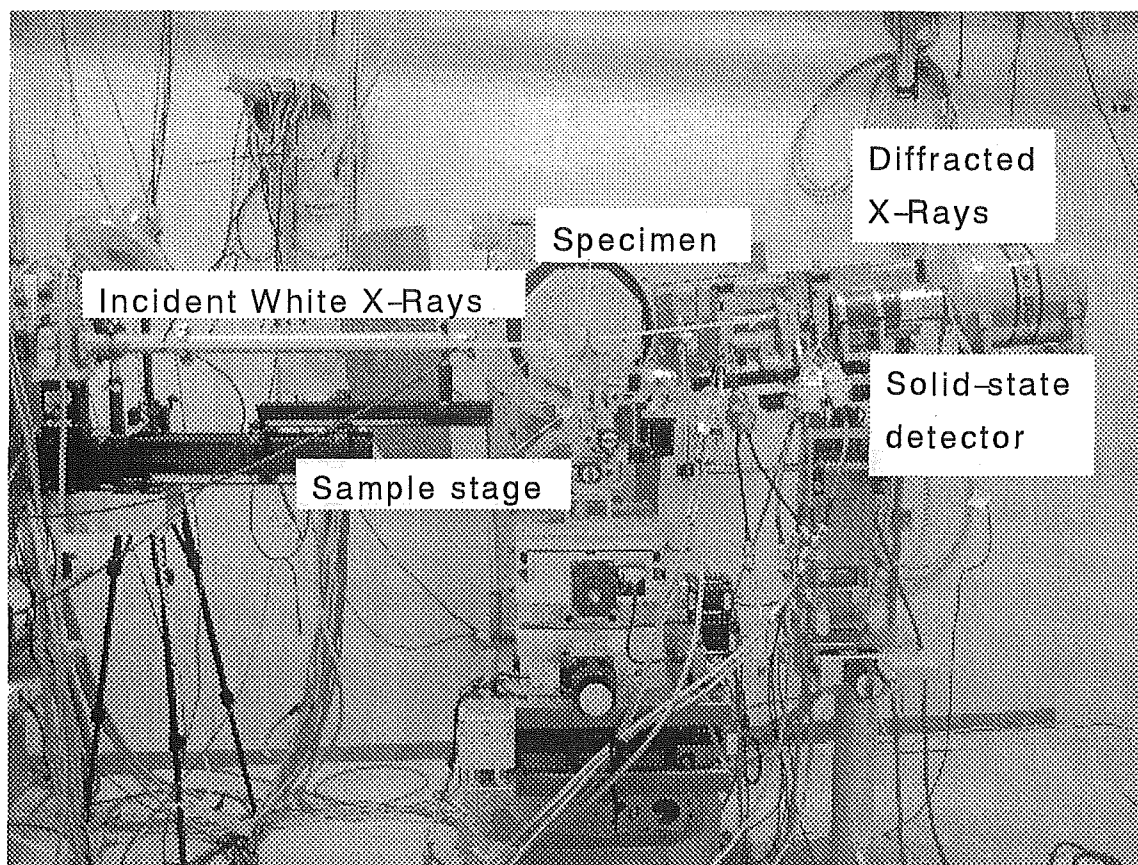


Fig. 16 Experimental setup using white X-rays at BL28B2.

エネルギー分散法では，検出エネルギーの弁別にマルチチャンネルアナライザー(MCA)を利用する．本実験では 4096 チャンネルの MCA を用いた．予め既知のエネルギーを有するサンプルを測定し，検出エ

エネルギーとチャンネルとの較正を行わなければならない。そこで、放射性同位元素 Am^{241} - 49γ から得られる 3 種類のピークエネルギー (26.345 keV, 33.205 keV, 59.537 keV) と鉛 Pb から得られる蛍光 X 線 (74.9694 keV, 72.8042 keV, 84.936 keV) を利用して式(10)に示すエネルギー較正式を求めた。

$$E_n = 0.041309 \times \text{ChannelNo} + 0.20006 \quad [\text{keV}] \dots \dots \dots (10)$$

すなわち、1 チャンネルあたりのエネルギー幅は 41 eV 程度である。

5 - 4 - 2 試験片

BL14B1 でも用いた溶接構造用低合金高張力鋼 WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685) を試験片として使用した。試験片は厚さ 16 mm の圧延鋼板から切り出し、フライスにより厚さを整えた後、放電加工、エンドミル加工により G 型試験片に成形した。機械加工後、540℃ で 1 時間保持の焼鈍を行っている。熱処理後に行った引張り試験の結果、ヤング率は 200 GPa, ポアソン比が 0.29 であった。梁部の厚さは 5 mm, 10 mm, 15 mm の 3 通り作製した。

5 - 4 - 3 実験結果

1) 測定方法

負荷ひずみは、はりの両側に貼り付けたひずみゲージで直接計測し、引張側のひずみゲージが 2000×10^{-6} になるように調整した。このときの圧縮側のひずみゲージの値は約 -1860×10^{-6} であった。両ひずみゲージの値は測定開始から終了までの間にひずみの読み取り値で 10×10^{-6} 程度減少したので、測定前後と測定中 1 時間ごとのひずみ値を確認し、その平均値を負荷ひずみとした。また、負荷-除荷の繰返しによる新たな塑性ひずみが生じないことをひずみゲージの値から確認した。このように曲げ応力分布を発生させた状態で、梁中央 y 軸に沿って測定を行った。測定位置は、梁の厚さが 5 mm と 10 mm では、梁中立軸から左右に 4 mm の範囲を 0.2 mm ずつ移動させ、合計 41 点測定を行い、梁の厚さが 15 mm については 1 mm 間隔で 9 点測定し、測定ひずみと負荷ひずみの関係を検討した。

測定条件を Table 3 に示す。スリットサイズは、入射側、検出器側ともに高さ $200 \mu\text{m}$, 幅 $300 \mu\text{m}$ とした。回折角は、これまでの実験を参考に、梁の厚さが 5 mm と 10 mm の試験片では 2θ を 10° とした。梁の厚さが 15 mm の試験片を $2\theta = 10^\circ$ で測定したところ回折 X 線の強度が弱く測定精度の低下が懸念された。そこで 2θ を 6° とし、同一回折面においてより高エネルギーの回折 X 線を利用できるようにした。

Table 3 X-ray conditions for strain measurement.

Thickness of beam of Specimen		5mm	10mm	15mm
Sizes of divergen ce slits	Height, μm	200	200	200
	Width, μm	300	300	300
Sizes of receiving slits	Height, μm	200	200	200
	Width, μm	300	300	300
Diffracted angle 2θ , deg.		10	10	6
Distance between each measurement position, mm		0.25	0.25	1.0
Number of measurement point		41	41	9
Fixed time of each measurement position, sec		240	240	900

ゲージボリュームの断面は Fig.3(b)のようになり、回折角 2θ が 10° の時は高さが約 $200\mu\text{m}$ 、長さは約 $2300\mu\text{m}$ である。この時、ゲージボリューム内結晶粒子数は約 7080~14175 個となる。

2) 測定結果

回折 X 線プロファイルの各測定位置における分布例として、Fig.17 に梁部の厚さが 10mm の試験片の測定結果を示す。回折強度がどの測定位置においても安定していることが分かる。ひずみの算出には、これまでの実験結果から、本材料では最も精度良く測定できる $\alpha\text{-Fe321}$ 面の回折 X 線を用いた。

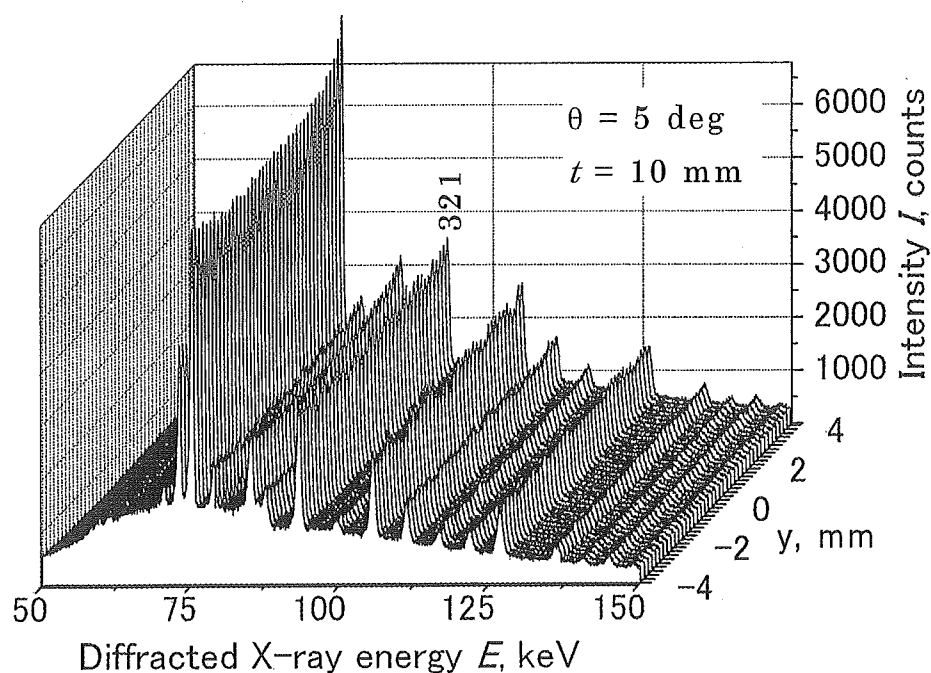


Fig. 17 Diffraction profile of SHY685 by white X-rays.

梁部の厚さがそれぞれ 5mm, 10mm, 15mm の試験片のひずみ分布測定結果を, Fig.18, Fig.19, Fig.20 に示す. いずれの図においても測定ひずみは負荷ひずみに対して若干小さい値を示しているが, 直線性はたいへんよい. α -Fe 321 面の X 線的弾性定数の理論値から推測されるヤング率は, Voigt モデルが 227GPa, Reu β モデルが 220GPa であり, Kröner モデルを仮定すると 224GPa となる. これは引張り試験によるマクロなヤング率 200GPa より大きく, 測定ひずみ分布の近似直線が負荷ひずみ分布の直線に比べ若干傾きが小さいことは妥当な結果と言える. 厚さが 5mm と 10mm の試験片のひずみ分布はほぼ一致した. しかし, 梁の厚さが 15mm の試験片ではひずみ分布にうねりが見られる. これは梁部が正方形断面となってしまったため, 曲げによるひずみ分布に不均一な領域が生じたことが原因と考えられる.

3) まとめ

結晶粒の細かい溶接構造用高張力鋼板 WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685) を試験片として用いて曲げ応力を負荷し, 厚さ 5 mm, 10mm, 15mm を透過した回折 X 線から負荷方向のひずみを求めた. その結果, 60 ~ 150keV 程度の高エネルギー白色 X 線を用いれば, 厚さ 15mm の SHY685 でも透過した回折 X 線を内部ひずみ測定に利用できることが明らかになった.

謝辞

実験を遂行するにあたり(財)高輝度光科学研究センター放射光研究所の今井康彦博士, 並びに(独)日本原子力研究開発機構量子ビーム応用研究部門放射光科学研究ユニットの西畑保雄博士, および岡島由佳氏に多大なご協力をいただいた. また, 試験片作製では北見工業大学三浦節男博士, 北見工業大学技術部の堂田誠治氏, 山田忠永氏, 石澤真也氏にご協力をいただいた. ここに記して心から感謝の意を表する.

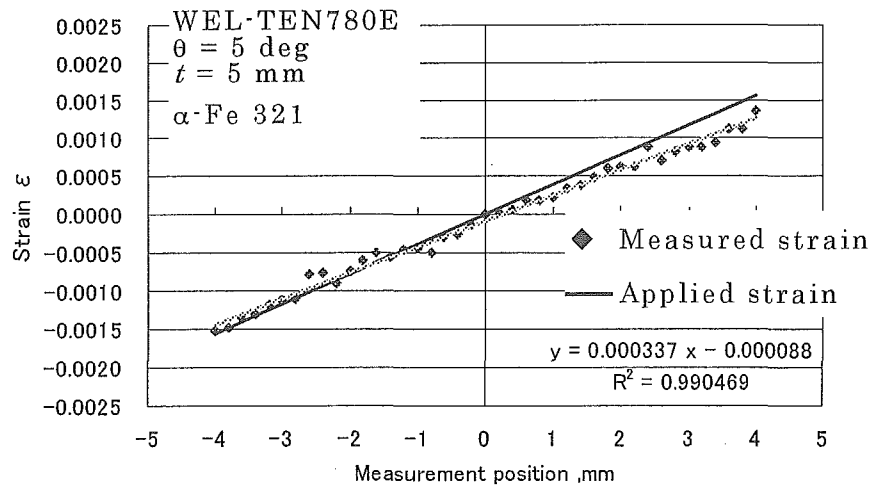


Fig. 18 Strain distribution of SHY685 (thickness of 5 mm).

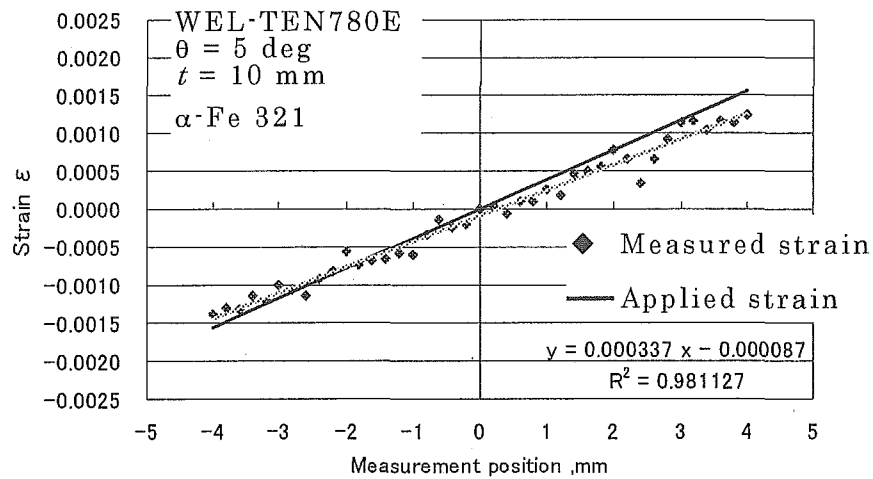


Fig. 19 Strain distribution of SHY685 (thickness of 10 mm).

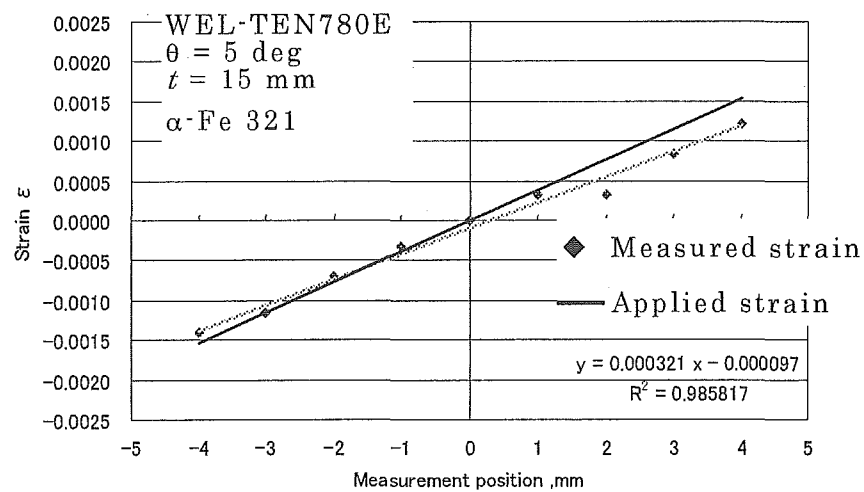


Fig. 20 Strain distribution of SHY685 (thickness of 15 mm).

参考文献

- 1)J. Shibano, T. Ukai and S. Tadano, Measurement of residual stress distribution among the depth direction in subsurface layer by polychromatic X-rays , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 43, No. 490, pp. 806-811 (1994).
- 2)J. Shibano, T. Ukai, S. Tadano and M. Todoh, Residual stress evaluation of austenitic stainless steel with a finished surface by polychromatic X-ray method , Transaction of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol. 61, No. 591, pp. 2469-2475 (1995).
- 3)J. Shibano, S. Tadano and T. Ukai, Polychromatic X-ray method for residual stress measurements in a subsurface layer , Experimental Mechanics, Vol. 36, No. 1, pp. 24-32 (1996).
- 4)J. Shibano, S. Tadano, M. Todoh and T. Ukai, Effect of intermediate layer on residual stress occurred in hydroxyapatite coating implant , Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Japan, Vol. 65, No. 639, pp. 2246-2251 (1999).
- 5)G. Brusch and W. Reimers, Evaluation of residual stresses in the surface region and in the bulk of materials by high energy X-ray diffraction , Proceedings of The Fifth International Conference on Residual Stresses, Vol. 1, pp. 557-562 (1997).
- 6)W. Reimers, M. Broda, G. Brusch, D. Dantz, K.D. Liss, A.Pyzalla, T. Schmackers and T. Tschentscher, Evaluation of residual stresses in the bulk of materials by high energy synchrotron diffraction , Journal of Nondestructive Evaluation, Vol. 17, No. 3, pp. 129-140 (1998).
- 7)C. Stock, Ch. Genzel and W. Reimers, Residual stress analysis in the intermediate zone between surface and volume by energy dispersive X-ray diffraction Problems and attempts at their solution , Proceedings of The Six International Conference on Residual Stresses, Vol. 1, pp. 727-734 (2000).
- 8)S. Takago, T. Sasaki, K. Akita, Y. Yoshioka and Y. Hirose, X-ray stress measurement of composite material using synchrotron radiation , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 49, No. 7, pp. 729-734 (2000).
- 9)K. Suzuki, K. Tanaka, Y. Akiniwa, M. Kawamura, K. Nishio and H. Okado, In-situ stress measurement of bond coating at high

- temperature by high-energy synchrotron X-rays , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 52, No. 7, pp. 756-763 (2003).
- 10) H. Suzuki, K. Akita, Y. Yoshioka, Y. Waku and H. Misawa, Evaluation of phase stresses of Al₂O₃/YAG binary MGC by synchrotron radiation , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 52, No. 7, pp. 770-775 (2003).
 - 11) Y. Sakaida, K. Tanaka, Y. Akiniwa and Y. Sawaki, In-situ local stress measurement near notch tip in alumina ceramics using synchrotron radiation source , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 52, No. 10, pp. 1225-1230 (2003).
 - 12) K. Tanaka, T. Ito, Y. Akiniwa and H. Ohta, In-situ synchrotron measurement of thermal stress in textured copper thin films during thermal cycling , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 53, No. 7, pp. 728-733 (2004).
 - 13) Y. Akiniwa, H. Kimura and K. Tanaka, Measurement of stress distribution near notch and fatigue crack in ultra-fine grained steel by synchrotron radiation , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 53, No. 7, pp. 752-757 (2004).
 - 14) T. Shobu, J. Mizuki, K. Suzuki, H. Suzuki, Y. Akiniwa and K. Tanaka, Application of strain scanning method to stress measurement of austenitic stainless steel , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.55, No.7, pp.647-653(2006).
 - 15) T. Shobu, J. Mizuki, K. Suzuki, Y. Akiniwa and K. Tanaka, High space-resolutive evaluation of subsurface stress distribution by strain scanning method with analyzer using high-energy synchrotron X-rays , JSME International Journal, Series A, Vol.49, No.3, pp.376-381(2006).
 - 16) K. Suzuki, K. Tanaka and T. Shobu, Residual stress in EB-PVD thermal barrier coatings , Material Science Forum, Vol.524-525, pp.879-884(2006).
 - 17) <http://www.spring8.or.jp/ENGLISH/facility/bl/Spring8BL/>
 - 18) H. Ohyanagi, Basis of synchrotron radiation , pp. 477-490 (1996), Maruzen
 - 19) T. Fukamachi, S. Hosoya and O. Terasaki, The Precision of Interplanar Distances Measured by an Energy-Dispersive Diffractometer, J. Appl. Cryst., Vol.6, No.117, pp.117-122(1973).

- 20)M. Nagao and S. Kusumoto, "Poly-chromatic X-ray Stress Measurement", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.26, No.285, pp.576-583(1977).
- 21)T. Takama and S. Sato, "Energy Dispersive X-ray Diffraction Method and Its Application", Advancement of X-ray Analysis IX, pp.17-25(1977)

6. 研究成果一覧

- (1) Strain Measurement in the Depth of the Order of Millimeter Using High Energy White X-rays
- (2) 高エネルギー白色 X 線による内部応力測定 of 検討
- (3) シンクロトロン放射光を用いたエネルギー分散法による内部ひずみ測定
- (4) 高エネルギー白色 X 線を利用した mm オーダー深部のひずみ測定
- (5) シンクロトロン放射光を利用した白色 X 線による材料内部ひずみ測定 of 検討