論 文

鉄と鋼 Tetsu-to-Hagané Vol. 93 (2007) No. 2

時間分解X線回折による溶接金属急冷組織形成過程の *in-situ*観察

米村 光治*・小薄 孝裕*・寺崎 秀紀*2・小溝 裕一*2・佐藤 真直*3・豊川 秀訓*3

In-situ Observation of Microstructure Formation Process of Weld Metals by Time-resolved X-ray Diffraction

Mitsuharu YONEMURA, *Takahiro* OSUKI, *Hidenori* TERASAKI, *Yuichi* KOMIZO, *Masugu* SATO and *Hidenori* TOYOKAWA

Synopsis : *In-situ* characterization of directional solidification process during welding was carried out using utilizing intense synchrotron radiation. Then, behaviors of dendrites in steels during welding of a practical manufacturing process were investigated using time-resolved X-ray diffraction with the uniquely-sensitive two-dimensional pixel detector. Consequently, the crystal growth during rapid cooling was caught in detail by a systematic peak profile analysis in order to acquire the essential information for controlling the weld microstructure. Our results would suggest the possibility of rotation of dendrites in high alloys and fraction of maximum of shrinkage is corresponded to thermal expand coefficient of low alloy in directional solidification during rapid cooling.

Key words: welding; steels; phase transformation; rapid solidification; *in situ* time-resolved X-ray diffraction.

1. 概要

鉄鋼材料は合金元素量の違いにより低合金鋼と高合金鋼に大別される。前者は主に高強度等の機械特性が要求される自動車・建築分野に使用され，製造プロセスで特性制御可能であり，後者は原子炉プラント等の厳しい環境下で使用されることが多く，耐食性確保のために製造プロセスに加えて多量の合金元素が添加されている。これらの接合には溶接施工が必須であるが，溶融凝固を伴う接合法のため母材の製造プロセスの履歴が保存されず，機械特性や耐食性が母材より劣化することが多い。高合金鋼では溶接時に延性が著しく低下した固液共存温度範囲(BTR: brittle temperature range)で熱歪等が付加され溶接凝固割れを生じることもある[1-4]。この構造材溶接部に発生する凝固割れの抑制は溶接継手の信頼性向上に重要な課題である。その防止にはBTRを狭くすること，つまり固相線温度の上昇が最も有効であり，そのためには固相線温度低下を誘発するP, S, などの合金元素量の低減が効果的である[5]。しかしながら，母材と同等の特性を付与するにはある程度の合金元素の添加が必須であり，実用上，NbやSiなどの合金元素量の低減は困難である。そのため，母材特性と耐凝固割れを両立させるために，溶接凝固過程で初相と異なる相（以後，異相と呼ぶ）を意図的に晶出させ，見かけの固相線温度上昇による凝固割れ抑制技術が開発されつつある[6-9]。そのため，溶接凝固過程での異相晶出を予測可能な数学モデルを構築し，最適な合金元素量を提示することは極めて重要であるが，未だ適当な数学モデルは提案されていない。そこで我々は異相晶出を踏まえた溶接凝固過程でのBTRの経時変化を推察するための数学モデルの構築を目指している[10,11]。この数学モデルの構築にはBTRのみならず，異相の晶出タイミングおよび晶出形態の把握が重要である。現在完全オーステナイト凝固およびオーステナイト系ステンレス鋼溶接金属については定性的な予測に成功しているが，数学モデルを凝固割れ感受性予測に適用するには，その妥当性について検証する必要がある。そのためには異相の晶出タイミングや晶出形態および晶出挙動の経時変化を実験的に捉える事が重要である。しかしながら，通常の溶接凝固過程は数100°C/sの冷却過程であり，動的に溶接金属凝固過程の組織変化を捉えることは従来不可能であった。

そこで，液体Snを用いて作製された溶接中の組織を凍結した急冷凝固組織を，走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)にて溶接凝固過程での溶接金属の組織が系統的に調査された[12-14]。1990年後半になると，Elmerらは放射光X線回折を利用した先駆的なその場観察手法で溶融池周囲の熱影響部(Heat Affected Zone: HAZ)をマッピングし，相分布の明確化を図った[15-17]。その後Babuらは，Fe–C–Al–Mn合金を同様の手法で調査し，HAZの相変化を逆格子空間で定量評価し著しい成果を挙げた[18-20]。対照的に，放射光イメージングで実空間でのデン

平成18年6月1日受付　平成18年7月19日受理 (Received on June 1, 2006; Accepted July 19, 2006)
* 住友金属工業（株）総合技術研究所 (Corporate Research and Development Laboratories, Sumitomo Metals Industries, Ltd., 1-8 Fuso-cho Amagasaki 660-0891)
* 2 大阪大学接合技術研究所 (Joining and Welding Research Institute, Osaka University)
* 3 (財) 高輝度光科学研究センター (Japan Synchrotron Radiation Research Institute)

ドライトの成長過程を研究するグループも現れた[21–23]。デンドライトの成長挙動や元素偏析挙動を実空間で視覚的に捉え興味深い成果を挙げているが，実空間では，詳細な定量的理解が困難であり，さらに溶融セルの問題により対象材料は低融点物質に限定される。

我々の興味は，溶接溶融・一方向凝固過程における初相および異相の晶出成長挙動である。この現象を捉えるには，いずれの従来法でも困難である。そこで，まず，予備検討的に液体Sn急冷材を用いて，溶融池からのビード上の複数の距離で微小X線回折パターンの変化を捉えた[24–26]。急冷試料のため固相変態の小さな高合金鋼を対象に，相変化の過程を概ね捉えることに成功したが，やはり0.1 s以下の時間分解能が必要な異相の晶出タイミングを詳細に捉えることは不可能であった。つまり，液体Snにより得られた溶接金属急冷凝固組織は，所詮，静的な組織であり，凝固中液相であった箇所も微細な共晶組織になっている点および熱膨張や冷却時の体積収縮による面間隔の変化が観測困難など，実際の昇温・冷却過程の結晶学的詳細を理解することは不可能であった。そこで，イメージングプレート(Imaging Plate: IP)を用いた逆格子空間上のある動径方向の相変化をその場観察した[25,27–31]。結果として，凝固過程での結晶性の変化を捉えることに成功し，デンドライトの興味ある挙動を捉えた。しかしながら，オーステナイト系ステンレス鋼では，初相に対して異相の包晶的な成長を期待していたが，分離共晶，つまり残存液相中から任意の方位で晶出成長することが判明し，分離共晶的な異相晶出と配向成長の影響により，ある動径方向のみの観測では初相と異相を同時に捉えることは困難であった[25]。

本報告では，この配向の影響を考慮して，逆格子空間の二次元的な広がりの時間変化を捉えるために，放射光を利用した高輝度X線源，溶接溶融・凝固技術と高感度二次元ピクセル検出器の融合による溶接金属の一方向凝固過程の*in-situ*観察を実施し，Laueリングパターンの時間分解測定を実施した。得られた回折プロファイルの解析から，初相と異相の成長過程について検討した。

2. 実験方法

試料として二つの汎用鋼を準備した。(i)初晶γで$\delta+\gamma$凝固するAF (austenite–ferrite)モードを示すオーステナイト系ステンレス鋼と(ii) Fe–0.88%Cの過共析鋼である。

測定は，大型放射光施設SPring-8のBL46XUアンジュレータビームラインの多軸回折計を利用した[32]。まずFig. 1に示すレイアウトで多軸回折計のϕステージ上に試料を設置してX線を照射し，仰角(2θ)を35°で固定した二次元ピクセル検出器で回折線を検出した。時間分解測定時にはArアークを図のように照射して試料を溶融し，回折計架台部に設置した自動ステージにトーチを固定し溶融スポットをX線入射方向に対して垂直方向に移動させ，その間の組織形成過程として回折プロファイル変化を測定した。デンドライト結晶は成長方向へ⟨001⟩配向しているため，単結晶的に考慮すると入射方向が重要になり，デンドライト結晶が，入射X線に対して，試料表面に平行面内で傾斜すると，本実験条件で回折は現れない。つまり，熱源の移動方向に平行成長したデンドライトからの回折のみを検出している。これは，一旦溶融して，凝固したデンドライトの現象であって，HAZからエピタキシャルに熱源方向へ斜め成長してきたデンドライトの現象は含まれないことを意味する。

冷却速度はアーク出力と溶接トーチの移動速度で制御され，アーク出力を1.5 kW (10 V, 150 A)，かつトーチの移動速度を~1.0 mm/sとした。その際の発熱による測定機器への影響は，水冷銅板と耐熱板で防止した。さらに熱電対にて溶融金属部位を簡便に測温し，回折データとの対応を図った。測温は，アークが通過する位置ではどの部位でも温度プロファイルは同様と考え，また，X線照射の妨げにならないように配慮し，X線照射位置とは異なる部位で測定した。入射波のエネルギーは空間分解能を低下させず多くの回折ピークを観測可能な条件として18 keVを用いた。実際の波長は，標準試料LaB6を用いRietveld法[33,34]で最適化し，0.06891 nmと決定した。カメラ長はダイレクトスポットを5°間隔で5点記録し，スポット間距離と角度の関係から，286 mmと決定した。スリットサイズは，0.1 W×0.5 L mmであり，入射角$\alpha=10°$の場合，照射領域の入射方向長さは，約2.8 mmLである。本実験条件で生成される9~10 mm程度のビード幅に対して十分小さい。そのときの侵入深さは，試料表面から10 μm程度と推察する。

また，検出器の記録面積は，79.4×34.0 mmであり，ピクセルサイズは217 μmである。$2\theta=35°$で固定しているため，本実験条件での測角範囲は19°~51°程度である。本実験では，0.15 sの露光時間で観察した。この二次元ピクセル検出器は，JASRI (Japan Synchrotron Radiation Research Institute)とPSI (Paul Sherer Institute)によって共同開発中のものである[35–37]。通常二次元測定に汎用的に利用されるCCDカメラより高感度かつ広いダイナミックレンジのため，微弱信号の高時間分解が必要な本実験には最適である。ここで言う“ピクセル”は，CCDに対して用いられるそれとは本質的に異なり，各ピクセルが既にX線検出器のシステムであり，単一X線光子が計測可能な機能を内部に有する微小機能体である。即ち，IPやCCD型検出器を高機能にしたのではなく，スペクトロスコピーに用いられるNaI検出器やSSDを高密度に集積したものである。

さらに溶接組織の観察のため，液体Snを用いて得られた溶接金属急冷凝固組織を集束イオンビーム(Focus Ion Beam: FIB)で特定箇所を薄膜化し[38–40]，ダメージ層をArイオンミリングでスパッタ後，透過型電子顕微鏡(Trans-

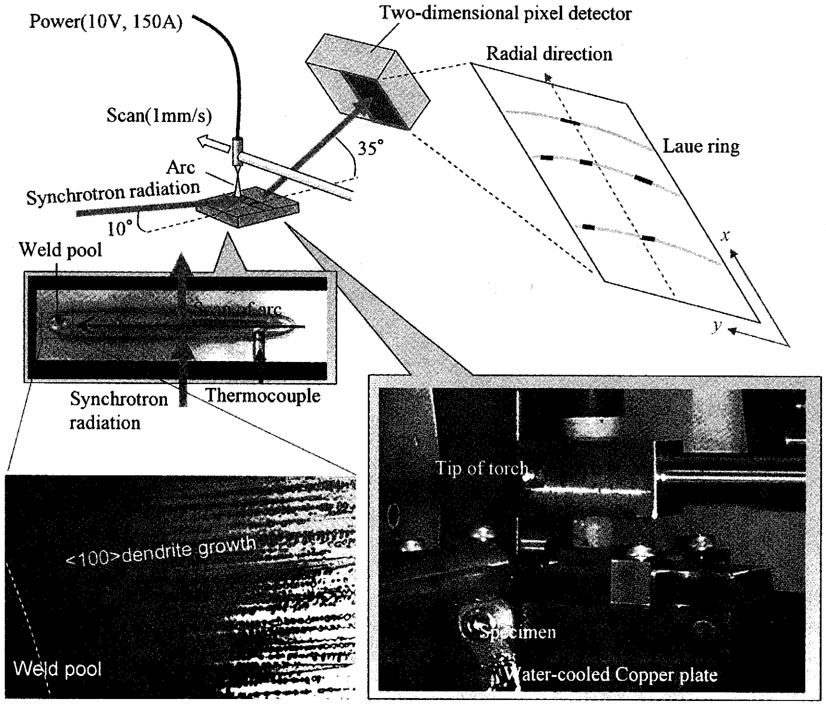

Fig. 1. Experimental set-up of the *in-situ* observation under the rapid cooling for the welding. The time series transition of the diffraction patterns in the solidification process was measured while a melted spot with the torch fixed on the automatic stage vertically moving to an X-ray incident beam. The recording by the two-dimensional pixel detector was synchronized with the moving of the arc welder.

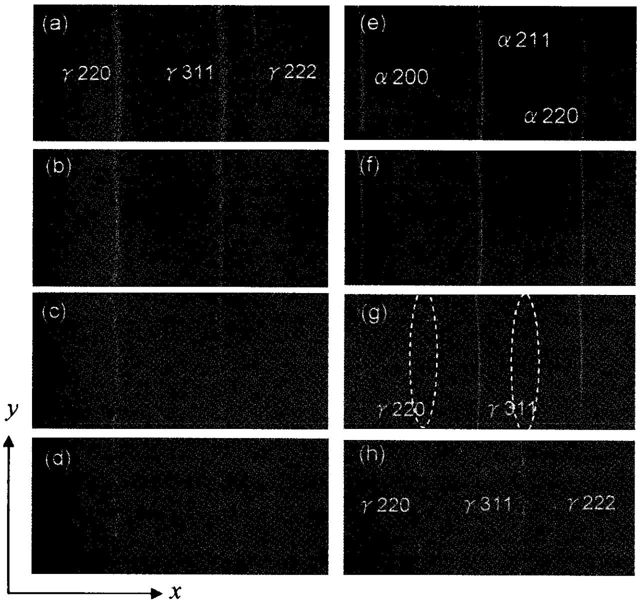

Fig. 2. Change of the diffraction pattern during heating for the high alloy (a–d) and low alloy (e–h) during welding (a) 1210°C, (b) 1280°C, (c) 1380°C, (d) 1480°C, (e) 1290°C, (f) 1440°C, (g) 1490°C and (h) 1500°C. The *x–y* axis corresponded to that in Fig. 1.

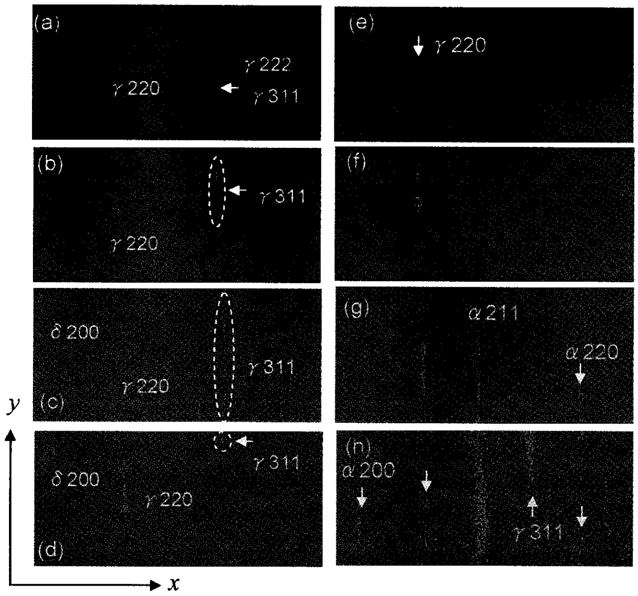

Fig. 3. Change of the diffraction pattern during cooling for the high alloy (a–d) and low alloy (e–h) during welding. (a) 1430°C, (b) 1410°C, (c) 1380°C, (d) 500°C, (e) 1500°C, (f) 1450°C, (g) 600°C and (h) 400°C. The *x–y* axis corresponded to that in Fig. 1.

mitted Electron Microscope: TEM)観察を実施した。電子顕微鏡は，JEOL-3010で，加速電圧300kVで観察した。

3. 結果

3・1 昇温過程

Fig. 2に急速昇温過程の二次元時間分解像の変化を示す。図中*x*–*y*は，Fig. 1中ピクセル検出器の*x*–*y*に対応する。し

たがって，左側に逆格子原点があり，原点を中心とした円周上に回折スポットが現れる。図中左側(a) 1210°C, (b) 1280°C, (c) 1380°C, (d) 1480°Cはオーステナイト系ステンレス鋼のAFモードの回折パターンであり，図中右側(e) 1290°C, (f) 1440°C, (g) 1490°C, (h) 1500°Cは過共析鋼の回折パターンである。まず，AFモード凝固するオーステナイト系ステンレス鋼では，FCC相（γ相）の回折リングが急速に幅を持ち回折強度が低下する。同時にリングから無数のスポットへ変化し溶融する。その間，γ相のリング位置，つまり面間隔に大きな変化はないものの，最終的に複数の面間隔の微細な回折スポットに分離する。一方，過共析鋼では，BCC相（α相）の回折リングの強度が次第に減少し，1490°Cの高温域で，γ相のみならず残留α相が存在する領域が観察される。最終的に，オーステナイト系ステンレス鋼と同様にγ相の回折リングが無数のスポットに変化し溶融する。いずれの場合も昇温過程では顕著な変化は観察されず液相まで基本的にはランダムである。

3・2 冷却過程

Fig. 3に溶接冷却過程の二次元時間分解像を示す。図中左側に示される(a) 1430°C, (b) 1410°C, (c) 1380°C, (d) 500°Cは，AFモード凝固するオーステナイト系ステンレス鋼の回折パターンであり，一方，右側に示される(e) 1500°C, (f) 1450°C, (g) 600°C, (h) 400°Cは，過共析鋼の回折パターンである。まず，オーステナイト系ステンレス鋼では，γ相が初晶で現れ，1440°C以上の高温域で回折スポットがランダムに見え隠れ（明滅）する(a, b)。その後，γ相の回折スポットがリング状に点在するが(c)，第二相BCC（δ相）の回折スポットの出現により，γ相の回折スポットも凝集する(d)。δ相とγ相の方位関係は，δ200とγ220のなす角が，約5°であり，幾何学的に試料下方から約5°の傾斜で成長したデンドライトと試料面平行に成長したデンドライトの間に，Kurdjumov–Sachs (K–S)関係，つまりδ200//γ220の整合界面形成が推察される。

一方，過共析鋼では，1500°C付近にブロードなミスト状のγ220パターンが現れ(e)，オーステナイト系ステンレス鋼のように回折スポットの明滅は観測されず，面配向のまま急速に成長し回折強度が増大する。その際，1450°C付近まで輝点は等方的に凝集しながら高角度側に移動する。その間，回折リング上を移動し試料面平行に近づく(f)。その変化量は温度低下に伴って増大する。600°C付近からは，回折リング方向にストリークが出現し(g)，そのストリーク上を輝点が移動する。これは，デンドライトの成長方位に対する角度分布であり，常に方位が変動していることを示す。さらに第2相のBCC相（α相）の回折ピークが出現する。400°Cになると，α相の回折強度が増大する一方，γ相の回折強度が減少する(h)。このγ相の回折ピークは消滅せず，最終的に残留γ相とα相の回折ピークが共存する。ここで，平衡状態図では，α相と同時にFe_3Cが現れるが，Fe_3Cの回折強度が弱い角度範囲であり観測されない。より低角側ではFe_3Cの回折強度を観測可能である[29]。さらに，δ相とγ相の方位関係は，それぞれの回折角でリング状に広がるものの，α200とγ220の最強点のなす角は，概ね0°と推察されるため主な方位関係はα200//γ220である。これもK–S関係に一致する[41]。

高合金鋼と低合金鋼のいずれの場合も，溶融直前まで比較的ランダムな方位分布であるが，凝固時には，ある面配向によって成長すると推察される。

4. 考察

オーステナイト系ステンレス鋼では，昇温過程でγ相のランダムな粒分布のまま溶融する。つづく凝固過程の初期段階では回折スポットの明滅が生じる。これは幾何学的に格子回転に対応する。これはIPを用いた時間分解測定でも観察され，結晶性を向上しながらデンドライト成長する過程を示しており，γ200とγ220の回折強度の極大値が交互に現れる現象が観測された[25]。この回折パターンの周期的変化は，回折条件のずれが原因であり，(i)デンドライトの成長方向を軸とした回転，または(ii)デンドライトの成長方向に鉛直なうねりに起因していると推察した。本結果より，この組織形成過程の現象はデンドライトの成長方向を軸とした回転が主である可能性が高い。このような急冷過程での格子回転は一般的に刃状転位モデルで説明されるLineage構造として知られている[42]。これは過飽和な空格子点の凝集により転位が発生し成長方向を回転軸として隣接する結晶子の微小回転を誘起するものである。その結果，小傾角亜粒界が生成する。実際に，液体Snを用いて作製された溶接金属急冷凝固組織をTEM観察すると，Fig. 4に示すように，初晶γ相の成長方向に沿った20 nm程度の間隔の不連続なコントラストが観察される。Lineage構造に

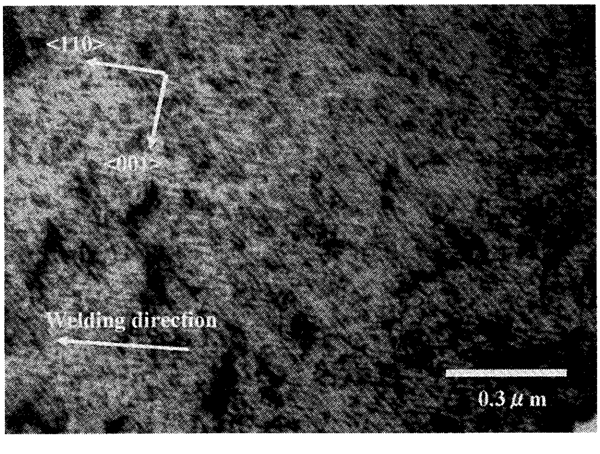

Fig. 4. TEM observation of the γ phase for the liquid-tin quenched metal of the AF mode at the position of 100 μm from the edge of the weld pool. The parallel stripes with the average spacing of 20 nm were just observed along the growth direction of dendrites in the microstructure.

当てはめて，微小回転角を計算すると[43,44]，約1°となる。これは二次元検出器で観察されたFig. 3(d)の図中矢印間の間隔に対応し，最終的なγ相の回折コントラストのy方向の幅は，結晶子のゆらぎに対応していると推察する。したがって冷却過程では，(i)凝固過程でのマクロ的なデンドライトの回転と(ii)成長過程で生じる転位に因る微小回転の両者が生じていると考えられる。最終的に，δ相の出現によりリング状に散在したγ相が整合，固相変態することによって上記ゆらぎの範囲で面配向すると考えられる。

過共析鋼では，昇温過程でリング状回折パターンまま溶融するが，溶融直前でも，急速な昇温過程のために完全にα相がγ相に変態せずにα相とγ相が共存する。これは，平衡状態図には出現しない非平衡状態と考えられる。また特定の面方位関係は観測されずランダムになる。冷却過程では，初晶のγ相が現れると，面配向した状態で結晶成長する。また，オーステナイト系ステンレス鋼で観察された回折スポットの明滅は，過共析鋼では観察されないため，デンドライトの顕著な回転はないと推察される。冷却過程でγ相の面方位は次第にランダムになり，α相への固相変態により相分率を減少させる。この残留γ相とα相の面方位はK–S関係に対応し，γ→α固相変態による挙動と推される。

この変化をデンドライトの結晶成長と考え，動径方向の回折ピークの座標から最強線のγ220とα211の面間隔の変化を検討した。昇温溶融過程の結果をFig. 5(a)に示す。上部横軸は，昇温速度，下部横軸は熱電対で測定された温度，左縦軸，右縦軸は，それぞれ，γ220とα211の面間隔であり均一歪みに対応する。Fig. 5(a)に示すように昇温過程では数100°C/sの温度変化を伴う。昇温速度は温度上昇とともに連続的に減少する。しかしながらα相の面間隔は，昇温速度に依存せず，温度上昇に伴って単調増加する。一方，相変態によって溶融直前に現れるγ相は面間隔を複数に分裂させ膨張するものの直ちに溶解する。連続的な冷却速度の変化の過程で，このα相の温度に伴う面間隔の変化から単位温度あたりの熱膨張は9.7×10^{-6}/°Cであり，α相の面間隔の変化は小さいが，γ相の平均的な熱膨張は，1.2×10^{-4}/°Cであり，急速昇温によって大きく変化する。

次に冷却過程の変化をFig. 5(b)に示す。昇温過程と同様に，上部横軸は，冷却速度，下部横軸は熱電対で測定された温度，左縦軸，右縦軸は，それぞれ，γ220とα211の面間隔である。温度低下に伴って冷却速度は連続的に減少する。溶融池内ではγ相の面間隔に大きな変化はないが，溶融池／マトリックス界面で一旦面間隔が広がる。この現象はIPによる測定結果にも対応する。面間隔の極大値はFeイオンの直径程度であり，弱い結合から急激に熱的に安定な面間隔へ凝集する過程と推察する。極大を過ぎると，均一歪は急激に緩和され結晶性が向上する。この現象も，IPで記録されたオーステナイト系ステンレス鋼の初晶γ相の

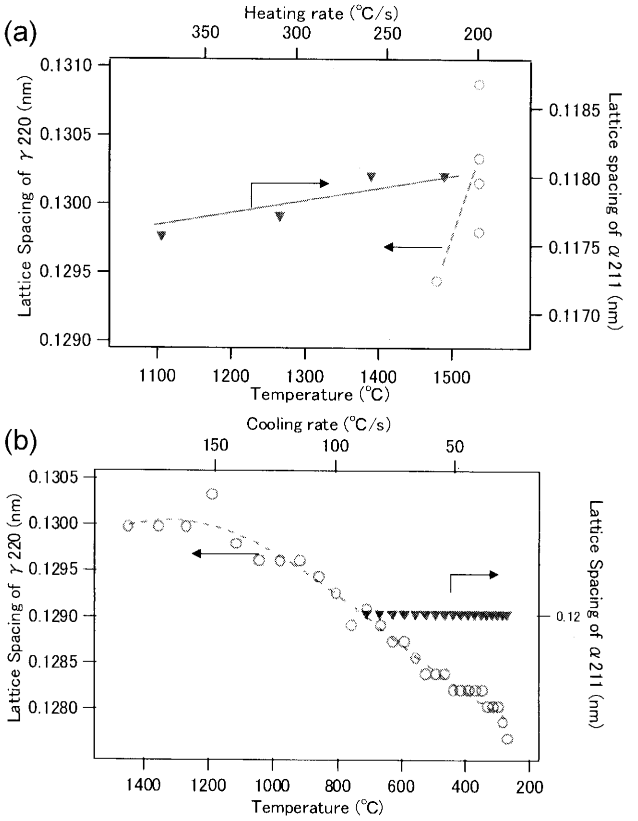

Fig. 5. Relationship of temperature and lattice spacing of γ220 and α211. (a) Heating and (b) cooling.

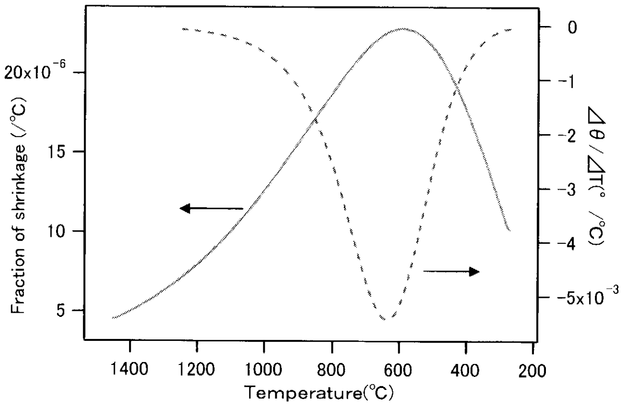

Fig. 6. Relationship of temperature and fraction of shrinkage.

挙動と一致する[25]。つまり体積収縮に依存した均一歪は温度降下に伴って緩和される。750°C付近でα相が現れるが，面間隔の大きな変化はない。このγ相とα相の面間隔の変化の差が組織形成に大きな影響を与えると推察する。

γ相の温度に伴う面間隔の変化から，単位温度あたりの体積収縮率を算出すると，Fig. 6に示すように温度低下に伴って実線のように変化する。ただし，昇温過程同様，冷却速度の連続的変化を伴う過程である。参考のためリング上の輝点の移動から算出した単位温度あたりのデンドライト組織のあおり角($\Delta\theta/\Delta T$)，つまりデンドライトの試料鉛直方向の変化も破線で示す。その結果，冷却時の体積収縮

率は600°C付近で最大を示す[45]。最大値は，20×10^{-6}/°C程度であり，低炭素鋼の熱膨張係数に一致する。温度が上昇すると，格子振動の非調和項の影響で，原子間の平均距離が長いところでポテンシャルが極小になるため，熱膨張を生じるが，この熱膨張係数は，系の振動モードについてGrueneisen定数の平均であり，体積弾性率と関係している[46]。つまり立方晶では，小さな体積弾性率を持つ軟らかい物質は熱膨張係数が大きいという関係が成立する。したがって，昇温時の熱膨張および冷却時の体積収縮の限界値は体積弾性率に依存し，熱膨張係数に対応すると考えられる。さらに，この体積収縮率の最大値は$\Delta\theta/\Delta T$の絶対値が最大の温度と概ね一致する。$\Delta\theta/\Delta T$の最大は，γ相からα相とFe_3C相への固相変態に伴う組織の微細化によると推察しており，言い換えれば，固相変態によってγ相の冷却時の体積収縮率が最大になると考えられる。ここで，立方晶的な体積収縮を仮定すると，γ相(a=0.365 nm)からα相(a=0.289 nm)への変態で，原子一個あたりの空間は4%程度減少する。つまり，Fe_3Cも生成されるが，γ相からα相への固相変態で原子密度は減少するため，γ相が圧縮されて体積収縮が促進される可能性も考えられる。

5. 結言

高輝度X線源，溶接急冷凝固技術と高感度二次元ピクセル検出器の融合により，溶接溶融・凝固過程の微弱な信号から組織形成過程を捉えた。

(1) 冷却過程では，デンドライトの成長方向を軸としたマクロ的な回転が主に生じている可能性が高い。

(2) 面間隔の極大値は弱い結合から急激に熱的に安定な面間隔へ凝集する。

(3) デンドライト内の結晶子は刃状転位モデルで推察される格子回転を伴いLineage構造形成の可能性がある。

(4) 残留γ相とα相の面方位はK–S関係に対応し，$\gamma\rightarrow\alpha$変態による挙動と推察される。

(5) 固相変態によってγ相の冷却時の体積収縮率が最大になると考えられる。最大値は，20×10^{-6}/°C程度であり，低炭素鋼の熱膨張係数に一致する。

本実験に際し，溶接機の調整に多大なるご協力を頂いた住友金属工業（株）総合技術研究所の井上昭一郎氏，宮部一宏 氏に心より感謝致します。また本実験は，高輝度光科学研究センター(JASRI)の課題(No.2004B0363-NI-np)で放射光施設SPring-8にて実施されました。関係者のご尽力，ご配慮に心より感謝いたします。また，本研究の一部は鉄鋼研究振興助成受給テーマの一環で実施された。

文　献

1) Y.Arata, F.Matsuda and S. Saruwatari: *Trans. JWRI*, **3** (1974), 79.
2) Z.Sun: *Mater. Sci. Eng. A*, **A154** (1992), 85.
3) S.A.David, J.M.Vittek and T.L.Hebble: *Weld. Res.*, (1987), 289s.
4) V.Shankar, T.P.S.Gill, S.L.Manan and S.Sundaresan: *Sadhana*, **28** (2003), 359.
5) J.C.Borland: *Br. Weld. J.*, **7** (1960), 508.
6) F.Matsuda, K.Nakata, K.Tsukamoto and T.Uchiyama: *Trans. JWRI*, **13** (1984), 57.
7) B.Mintz: *Ironmaking Steelmaking*, **27** (2000), 343.
8) Y.Kimura, Y.Mishima and C.T.Liu: *Intermetall*, **9** (2000), 1069.
9) K.C.Hwang, S.Lee and H.C.Lee: *Mater. Sci. Eng. A*, **A254** (1998), 282.
10) T.Osuki, M.Yonemura, K.Ogawa, Y.Komizo and H.Terasaki, *Sci. Technol. Weld. Joining*, **11** (2006), 33.
11) T.Osuki, M.Yonemura, K.Ogawa, Y.Komizo and H.Terasaki: Preprints of the National Meetings of Japan Welding Society, 76, (2005), 24.
12) S.Kou and Y.Le: *Metall. Trans. A*, **13A** (1982), 1141.
13) H.Inoue, T.Koseki, S.Ohkita, S. and T.Tanaka: *ISIJ Int.*, **35** (1995), 1248.
14) H.Inoue, T.Koseki, S.Ohkita and M.Fuji: *Sci. Technol. Weld. Joining*, **5** (2000), 385.
15) J.W.Elmer, J.Wong and T.Ressler: *Metall. Mater. Trans. A*, **23A** (2001), 1175.
16) J.Wong, M.Froba, J.W.Elmer, P.A.Waide and E.M.Larson: *J. Mater. Sci.*, **32** (1997), 1493.
17) J.W.Elmer, T.A.Palmer, S.S.Babu, W.Zhang and T.Debroy: *Weld. J.*, **83** (2004), 244.
18) S.S.Babu, J.W.Elmer, J.M.Vitek and S.A.David: *Acta Mater.*, **50** (2002), 4763.
19) S.S.Babu, J.W.Elmer, S.A.David and M.A.Quintana: Proc. of Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 458, (2002), 811.
20) S.A.David, S.S.Babu and J.M.Vitek: *Miner. Meta. Mater. Soc.*, **55** (2003), 14.
21) B.Li, H.D.Brody and A.Kazimirov: *Phys. Rev. E*, **70** (2004), 062602–1.
22) R.H.Mathiesen, L.Arnberg, F.Mo, T.Weitkamp and A.Snigirev: *Phys. Rev. Lett.*, **83** (1999), 5062.
23) R.H.Mathiesen and L.Amberg: *Acta Mater.*, **53** (2005), 947.
24) M.Yonemura: Spring-8 TRIALUSE Report 2004, JASRI, Hyogo, Japan, (2005).
25) M.Yonemura, T.Osuki, H.Terasaki, Y.Komizo, M.Sato and A.Kitano: *Mater. Trans.*, **47** (2006), 310.
26) M.Yonemura, T.Osuki, S.Inoue, K.Miyabe, Y.Komizo, H.Terasaki, M.Sato and A.Kitano: SPring-8 User Experiment Report 2004A, JASRI, Hyogo, Japan, (2004), 244.
27) Y.Komizo, H.Terasaki, M.Yonemura and T.Osuki: *Q. J. Jpn. Weld. Soc.*, **24** (2006), 57.
28) Y.Komizo, H.Terasaki, M.Yonemura and T.Osuki: *Trans. JWRI*, **34** (2005), 51.
29) H.Terasaki, Y.Komizo, M.Yonemura and T.Osuki: *Metall. Mater. Trans. A*, **37A** (2006),1261.
30) M.Yonemura, T.Osuki, S.Inoue, K.Miyabe, Y.Komizo, H.Terasaki, M.Sato and A.Kitano: SPring-8 User Experiment Report 2004B, JASRI, Hyogo, Japan, (2005), 233.
31) M.Yonemura, Y.Komizo and H.Toyokawa: Research Frontier 2005, JASRI, Hyogo, Japan, (2006) to be published.
32) Homepage of SPring-8, http://www.spring8.or.jp/e/.
33) R.A.Young: The Rietveld Method, Oxford University Press, Oxford, (1995).
34) F.Izumi and T.Ikeda: *Mater. Sci. Forum*, **321–324** (2000), 198.
35) E.F.Eikenberry, Ch.Bronnimann, G.Hülsen, H.Toyokawa, R.Horisberger, B.Schmitt, C.Schulze-Briese and T.Tomizaki: *Nucl. Instr. Meth.*, **A501** (2003), 260.
36) B.Schmitt, Ch.Bronnimann, E.F.Eikenberry, G.Hulsen, H.Toyokawa, R.Horisberger, F.Gozzo, B.Patterson, C.Schulze-Briese and T. Tomizaki: *Nucl. Instr. Meth.*, **A518** (2004), 436.
37) Ch.Bronnimann, Ch.Buhler, E.F.Eikenberry, R.Horisberger, G. Hulsen, B.Schmitt, C.Schulze-Briese, M.Suzuki, T.Tomizaki, H. Toyokawa and A.Wagner: *Synchrotron Radiation News*, **17** (2004), 23.
38) T.Ichitani and T.Yaguchi: *Microsc. Res. Tech.*, **35** (1996), 320.
39) R.M.Langford and A.K.Petford-Long: *J. Vac. Sci. Technal. A*, **19**

(2001), 2186.
40) J.P.McCaffrey, M.W.Phaneuf and L.D.Madsen: *Ultramicroscopy*, **87** (2001), 97.
41) Y.Omori: *ISIJ Int.*, **41** (2001), 554.
42) A.Ohkawa: Crystal growth, Syokabo, Tokyo, (1977).
43) S.V.Panin, V.E.Panin, V.G.Durakov and S.A.Belyaev: *Trenie i Iznos*, **24** (2003), 71.
44) F.L.Vogel, W.G.Pfann, H.E.Corey and E.E.Thomas: *Phys. Rev.*, **90** (1953), 489.
45) M.Yonemura, T.Osuki, H.Terasaki, Y.Komizo, M.Sato and H.Toyokawa: *Mater. Trans.*, to be accepted.
46) H.Ibach and H.Luth: Solid-State Physics, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, (1998), 100.