



# シリアルセクションニングによる鉄鋼組織の 3次元可視化と解析

榎本 正人\*

Three-dimensional Characterization and Analysis of Steel Microstructure by Serial Sectioning

Masato ENOMOTO

**Synopsis :** In spite of well acknowledged needs for observing microstructure in three dimensions (3D), only sporadic attempts have been made of serial sectioning and 3D visualization of opaque materials microstructure. This situation is changing due to rapid developments of computer hardware and software for data collection and image analysis. This affords an opportunity of 3D characterization and quantification of microstructure with lesser amounts of effort, from which one can check assumptions made in 2D observations, compare results with stereological analyses, precisely determine topological properties and distribution functions, and check more directly various theories in materials science. In this report, recent studies in this area are reviewed with an emphasis on 3D visualization of steel microstructure. A combination of serial sectioning and computer-aided visualization is likely to be used more frequently in materials research in the future.

**Key words :** metallography; serial sectioning; microscopy; computer; phase transformation; recrystallization; grain growth.

## 1. はじめに

材料研究の初歩的かつ基本的な手段として、組織観察が占める位置は非常に大きい。ほとんどの場合2次元観察に限られている。透過電子顕微鏡においても薄膜の厚さ以内でしか観察できず、どちらかと言えば2次元情報に近い。このような状況で、我々は2次元観察に慣れすぎて、その限界について考えたり、それ以上の情報を求めることをしなくなっているのではないだろうか。

近年コンピューターのハードとソフト両面の急速な発達により、大量の画像データが迅速に処理できるようになった。その結果、医療などをはじめとする各方面で、3次元可視化技術が利用されるようになった。この波は材料分野にも及んで、つとに敬遠されてきたシリアルセクションニングによる材料組織の3次元化が、比較的数多く試みられるようになってきた<sup>1,2)</sup>。3次元可視化というと、広い意味では3次元のアトムプローブや、X線による3次元トモグラフィなども入るが、ここでは試料を何回も研磨し、そのつど撮影した2次元断面画像を重ねて、立体的に合成することをさす。実際、米国ではシリアルセクションニングを自動的に行う装置まで開発され (Robo-Met.3D)、この方面での従来の認識を変えつつある。そこで、本報ではこれまでに行われた研究の中から、鉄鋼組織に関するものを中心に3次元可視化、および3次元解析の効用を述べてみたい。

## 2. シリアルセクションニングと3次元可視化

材料組織の3次元解析の方法には、立体統計を用いるもの<sup>3)</sup>、粒界をデコレートしたり、マトリクスを選択的に溶解して対象物を観察するもの<sup>4,5)</sup>、シリアルセクションニングとその合成画像の観察<sup>2)</sup>、高エネルギーX線による3次元の回折顕微鏡 (3DXDM)<sup>6)</sup>などがあげられる。このうち、立体統計は定量的取り扱いには好都合であるが、平均的な数値が得られるのみである。粒界やマトリクスの選択的腐食は、粒界のネット構造や結晶粒のトポロジーなどの観察に好都合であるが、現実に行える系が限られている。粒子線による3次元トモグラフィは今後利用が拡大されていくと思われるが、現段階では分解能がやや不十分である。シリアルセクションニングにももちろん限界はあるが、原則としてどの材料にも適用でき、研磨機器や組織観察の方法が多岐にわたっているため、今後利用される機会は増えると思われる。

ここでは、光学顕微鏡を使用した金属組織の3次元合成について述べる。試料を熱処理後、目的とする対象を決め、硬さ試験機により圧痕を付ける。研磨と腐食の後、CCDカメラで組織写真を撮り、パソコンに取り込む (Fig. 1)。これを必要な枚数だけ繰り返す。1回の研磨により取り除かれる試料の厚さは圧痕の大きさの変化から決めることができる。市販の自動研磨機を用いると、研磨間隔の系統的なずれはあまり起こらず、研磨面の平行性もほぼ保たれて

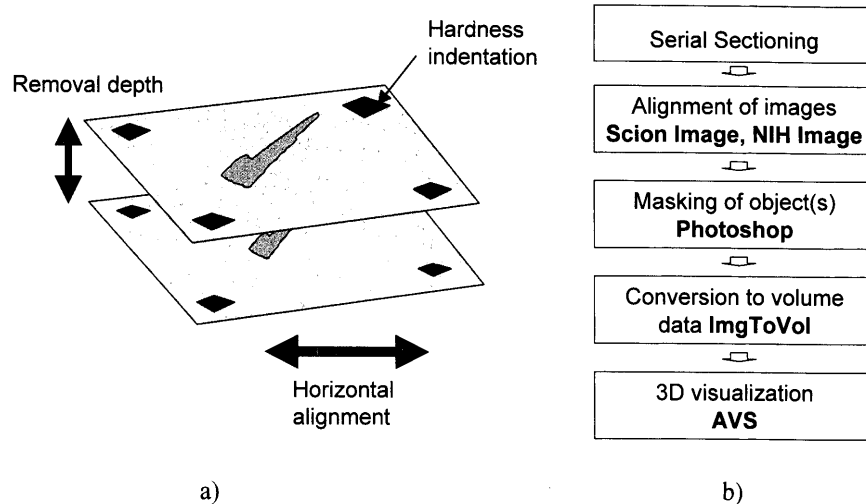


Fig. 1. (a) Schematic illustration and (b) procedure of serial sectioning.

いる。対象にもよるが、研磨間隔を  $0.2\sim 0.5\ \mu\text{m}$  とし、 $50\sim 200$  回の断面画像を得ようとする、研磨に要する期間は  $2\sim 3$  週間である。

取り込んだ画像は圧痕を目印として、上下、左右方向に整列させる。これには Windows なら Scion Image, Macintosh なら NIH Image ソフトを用いる<sup>7,8)</sup>。いずれもフリーソフトである。圧痕は位置決めには最低3箇所を済むが、数回の研磨で消失するのと、消失間際になると、形もくずれて中心を特定しづらくなるので、ひとつの対象につき、 $4\sim 6$  個は付けておく必要がある。

整列させた画像から photoshop などのソフトを用いて、対象物を黒く塗りつぶす。これをマスキング (masking) と呼ぶ。画像の整列とマスキングに研磨に要したのと同じくらいの時間を要する。マスキングを施した画像はボリュームデータに変換し、AVS を用いて3次元画像を合成する。合成した画像は回転や拡大、縮小はもとより、研磨面とは異なる任意の断面で切断して対象を観察できる。

先に述べた Robo-Met.3D では研磨、腐食を自動的に行い、リアルタイムで断面画像をパソコンに取り込む。手作業に比べると、研磨と画像取り込みに要する時間は2桁ほど短い。今のところは Ni 超合金や Al 合金に限られているが、将来は Ti 合金や Fe 合金にも対象を広げ、EBSP による方位解析もリアルタイムで行えるようにする<sup>9)</sup>。

### 3. パーライトコロニーのシリアルセクションング

シリアルセクションングによる3次元観察が最初に試みられたのはパーライトであって、1920年頃である<sup>1)</sup>。それから半世紀近くたって、Hillert<sup>10)</sup> は  $\sim 1\ \mu\text{m}$  の間隔で240枚以上のパーライトコロニーの断面写真を撮った。そして、それを連続的に観察することにより、セメンタイトのラメラがすべてつながっていて、1つのコロニーは実質的に

2個の結晶、すなわちフェライトとセメンタイトの単結晶から成っていることを示した。この観察をもとに、パーライトコロニーがフェライトとセメンタイトが交互に核生成を起こして生成するものではないと考えられた。最近、このときに撮った写真を使ってパーライトコロニーの3次元合成が試みられたが、セメンタイトラメラの形状や分枝 (ブランチング) の様子が詳細に観察されている<sup>2)</sup>。また、EBSP による方位解析を併用して、生成初期のパーライトノジュールにおけるフェライトとセメンタイトの方位関係<sup>11)</sup> や、19Cr-5Ni 鋼のセル状析出の形態と粒界方位差との関係<sup>12)</sup> などが調べられた。

シリアルセクションングは凝固時に発生する欠陥構造を可視化するのにも用いられている。研磨の方法としては高速化を狙って、機械的研磨のかわりに電解研磨が用いられたこともある<sup>13)</sup>。単結晶 Ni 合金の凝固時に発生する欠陥 (Freckle chain) については、Robo-Met.3D により、その構造と欠陥付近の結晶粒の方位分布まで詳細に解析されている<sup>9)</sup>。

### 4. オーステナイト粒界に生成した初析フェライトの3次元形態

初析フェライトの形態は大きく、高温 (低過冷度) で生成する等軸状のフェライトと高過冷度で生成するプレート状のフェライトに分けられる。前者のうち、オーステナイト粒界に生成するものは粒界アロトリオモルフ (allotriomorph)、粒内に生成するものは粒内イディオモルフ (idiomorph) とに分けられる<sup>14)</sup>。後者は粒界サイドプレートと粒内プレートに分類できるが、変態メカニズムと関連付けて、ウィドマンステッテンフェライト、ベイニティックフェライト、アシキュラーフェライトのように呼ばれることが多い。また、Fe-C-Mo および Cr 合金では TTT 曲線のベイ以下で生成し、ポップコーンのような得意な形態を有

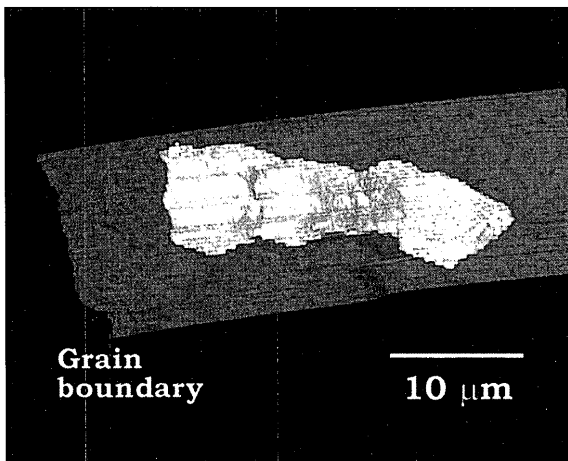


Fig. 2. 3D-reconstruction of grain boundary ferrite allotriomorph formed in an Fe-0.1wt%C-1.5wt%Mn alloy, austenitized at 1200°C and isothermally reacted at 690°C for 10 s.



Fig. 3. 3D-reconstructed image of ferrite precipitates at austenite grain boundaries in an Fe-0.12wt%C-3.28wt%Ni alloy austenitized at 1100°C for 30 s and isothermally reacted at 650°C for 2~3 s.<sup>17)</sup> The length of the bottom side is about 100 μm.

するフェライトをディジェネレートフェライト（縮退フェライト）と読んでいる<sup>15)</sup>。

Fig. 2 は Fe-0.1wt%C-1.5wt%Mn 合金をオーステナイト化後、690°C で 10 秒間等温保持した試料でオーステナイト粒界に生成したフェライト粒の 3 次元画像を示す。粒界アロトリオモルフの形態はアスペクト比  $\sim 1/3$  の扁平回転楕円体 (oblate ellipsoid) と近似されることが多いが<sup>16)</sup>、この図のように細長く偏長楕円体 (prolate ellipsoid) に近いものも多く観察される。粒界をはさむ 2 つの母相粒の方位差によっても形態はかわると考えられるが、詳細は明らかでない。

Fig. 3 は Fe-C-Ni 合金を Fig. 2 よりやや大きい過冷度でオーステナイト粒界に生成したフェライト粒の 3 次元合成画像である<sup>17)</sup>。それぞれのフェライト粒は互いに接触しておらず、個別に核生成していることがわかる。これらは 2 次元断面上の形態からは粒界サイドプレート (grain boundary side plate) と分類される。図からわかるように、実際の形態はプレートというより、ラス状、もしくは角錐に近いものである。

Fig. 4 は Fe-0.28wt%C-3.0wt%Mo 合金をオーステナイト化後、550°C で 10<sup>4</sup> 秒間等温保持した試料で観察されたディジェネレートフェライトの 3 次元合成画像である<sup>18)</sup>。粒界から細長く伸びたフェライトはロッド状を呈してお

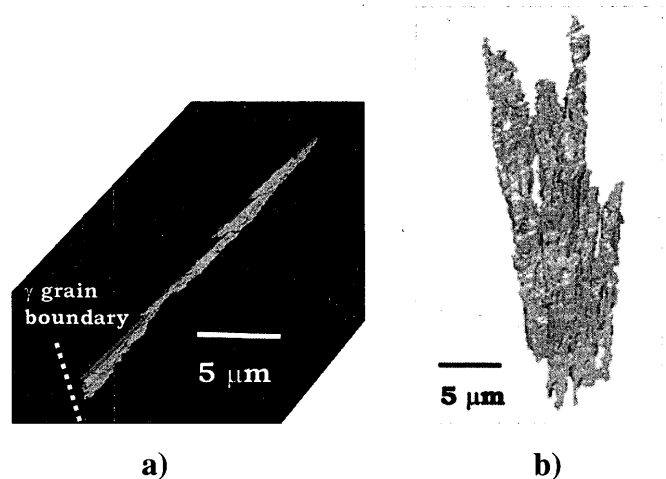


Fig. 4. (a) 3D-reconstruction of degenerate ferrite formed below the TTT-diagram bay in an Fe-0.28wt%C-3wt%Mo alloy, austenitized and reacted at 550°C for 10 ks<sup>18)</sup>. (b) Appearance of degenerate ferrite within the austenite matrix.

り、複数個のサブユニットから構成されている (Fig. 4(a))。このようなロッド状のフェライトがオーステナイト粒界から何本も協調的に成長し、一部合体を起こしてディジェネレートフェライトと称される不規則な形状を呈すると考えられる (Fig. 4(b))。Fe-C-W 合金でもシリアルセクションングによりディジェネレートフェライトの 3 次元観察が行われている<sup>19)</sup>。

## 5. 介在物に生成した粒内フェライトの 3 次元形態

粒内介在物に核生成したフェライトは花びら状や放射状に伸びた特徴ある形態を示す。それらは  $\alpha/\gamma$  界面エネルギーや界面易動度の結晶方位依存性を反映しており、粒内フェライトの形態は粒界に生成するフェライトとの比較の意味でも興味深い。また、粒内に観察されるフェライトは、実際は粒界とつながっているのではないかという疑問は根強くあり、核生成サイトやフェライト粒相互の連結性なども明確にする必要がある。

Fig. 5 はそのような目的で Fe-0.09wt%C-1.5wt%Mn 合金をオーステナイト化後、640°C で 40 秒間保持し、母相粒内に生成したフェライト粒子の 3 次元化を試みたものである<sup>20)</sup>。粒内核生成を促進するために多量の S を添加しており、MnS 粒子は赤で示した。また、V と N も添加されており、MnS 上に析出してフェライト核生成を促進したものと考えられる。この試料では光顕で観察できる大きさのほとんどの MnS 粒子にフェライトが生成している。フェライトの形状は全体的には等軸的と言えるが、通常考えられるような粒内イデオモルフの形状よりは不規則である。保持温度を 610°C に下げると、フェライトの形状はますます不規則になり、特定の方向に伸びたものも多く見られ

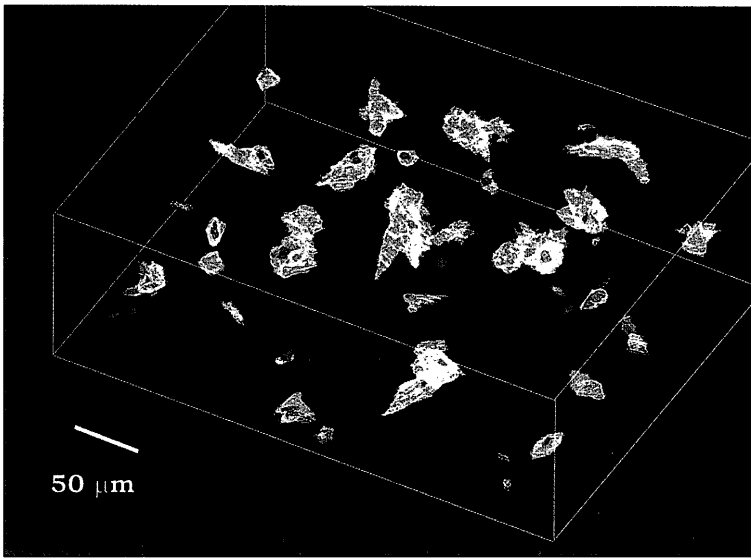


Fig. 5. 3D-reconstructed image of intragranular ferrite idiomorphs formed in an Fe-0.09wt%C-1.5wt%Mn alloy containing 0.011 wt% S, 0.05 wt% V and 0.0066 wt% N, austenitized at 1250°C for 10 min and isothermally reacted at 640°C for 40 s. MnS particles are shown in red.<sup>20)</sup>

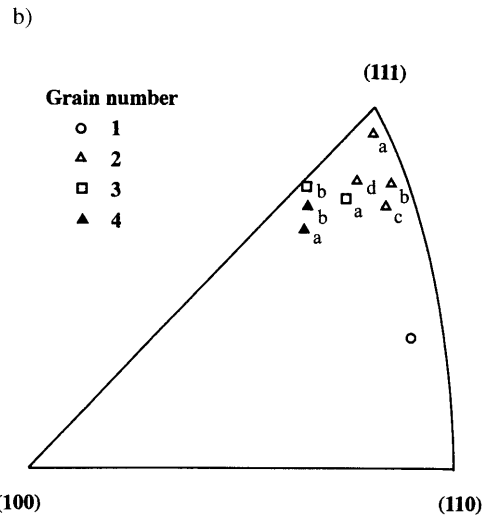
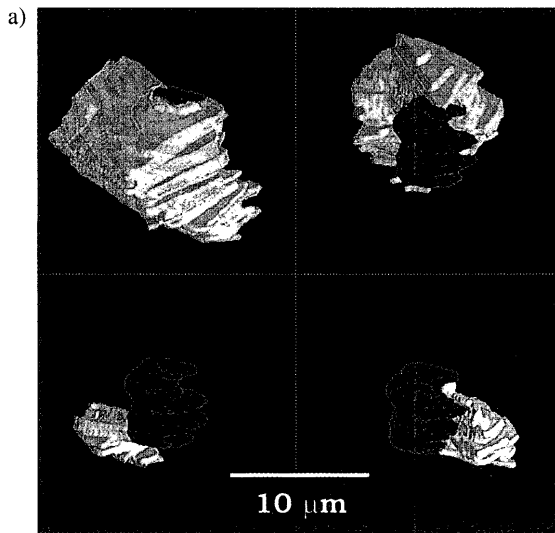


Fig. 6. (a) 3D-reconstructed image of ferrite (sub)grains formed at an intragranular MnS particle in the same specimen as in Fig. 5. MnS particle is shown in red. (b) Distribution of orientations of ferrite (sub)grains formed at an intragranular inclusion in the same alloy as in Fig. 5, but not the same ferrite grains as in Fig. 6a.<sup>20)</sup> a~d indicate regions of different orientation in one ferrite particle.

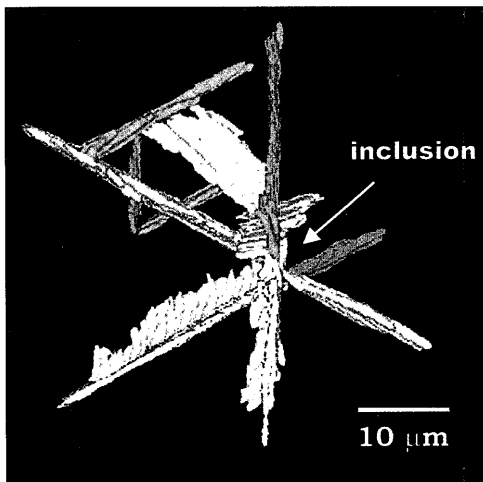


Fig. 7. 3D-reconstructed image of acicular ferrite in a specimen taken from the weld deposit, which was austenitized at 1300°C and reacted at 570°C for 1 s.<sup>21)</sup>

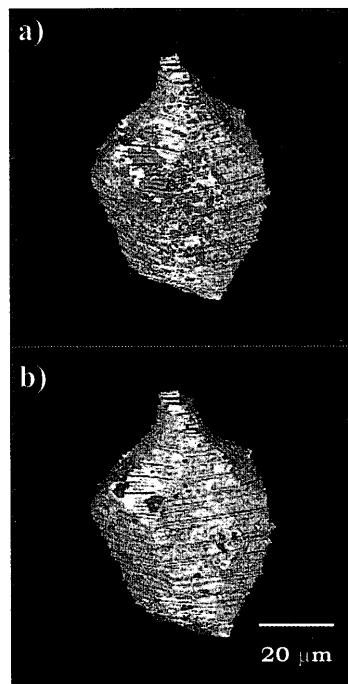


Fig. 11. Spatial distribution of MnS particles in an Fe-0.8wt%Mn-0.03 wt%S alloy, cold rolled and held at 850°C for 48 h. (a) MnS particles in the  $\alpha$ -iron matrix and (b) MnS particles associated with grain boundary faces, edges and corners.<sup>35)</sup>

た。

フェライト粒の中には粒界を含んでいるものがあり、粒界で区切られた領域（おそらく亜結晶粒）を別々に表示したものが Fig. 6(a) である<sup>20)</sup>。どの結晶粒も MnS に接していることがわかる。また、このような領域の方位を EBSP で測定したところ Fig. 6(b) に示すようにほとんど小傾角粒界であった。

Fig. 7 は低炭素鋼の溶接デポ部から採取した試料 (Fe-0.08wt%C-1.6wt%Mn-0.9wt%Si-0.032wt%O) をオーステナイト化後、きわめて短時間等温保持した試料で観察されたアシキュラーフェライトの3次元画像を示す<sup>21)</sup>。プレートが交差する点（矢印）には介在物粒子が観察されており、この粒子を起点として、放射状にフェライトプレートが成長していることがわかる。この試料で ~50 枚のプレートの長さや幅を3次元画像から測定したところ、それらの比の平均は ~4 であった。従って、形状としてはプレートよりラスといった方が適切であろう。ラスの平坦な面はほぼオーステナイトの {111} 面に平行であり、長手方向は <110> に近い。

実用 Al 合金の中には鉄を含んだ介在物が再結晶の核生成サイトとして働き、結晶粒径や集合組織形成に大きな影響を及ぼすと考えられている。そこで、冷間加工、再結晶焼鈍した Al-Mn 合金で、結晶粒界や変形帯とともに介在物である  $Al_6(Fe, Mn)$  粒子がどれくらい有効に核生成サイトとして働いているかを定量的に把握することを目的としてシリアルセクションングが行われた<sup>22)</sup>。これに関しては立体統計による推算も可能であるが、再結晶粒が介在物上に核生成しているか否かをひとつずつ見ていく必要があるためである。その結果、再結晶粒のほぼ50%が介在物を起点とする PSN (particle stimulated nucleation) によって発生したものであると結論された。

## 6. セメントタイトの3次元形態

初析セメントタイトもフェライトと同様の形態分類が適用できる。セメントタイトはフェライトよりも腐食によるコントラストがつき易いので、精力的に3次元合成が試みられた<sup>23,24)</sup>。Fig. 8 は Fe-1.34wt%C-13.1wt%Mn 合金を 1100°C でオーステナイト化後、650°C で 50 秒保持した試料のセメントタイトを3次元合成したものである。粒界にフィルム状に析出したセメントタイトと粒内に成長した3枚のセメントタイトプレートが見える。2次元断面ではこれらのプレートは粒内に生成しているように見えるが、実際にはすべてオーステナイト粒界から成長したものであることがわかる。また、Ti-Mo 合金の  $\alpha$  プレートでも、2次元では母相粒界と接触していないが、マルチプルセクションングの結果、粒界から成長したものとみられるものがあつた<sup>25)</sup>。

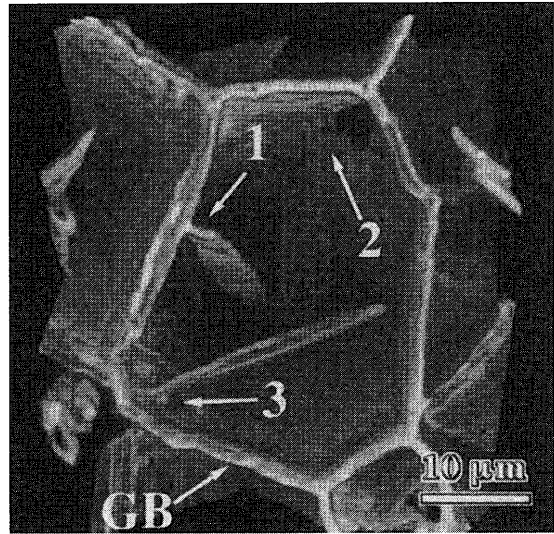


Fig. 8. 3D-reconstructed image of an austenite grain containing proeutectoid cementite laths in an Fe-1.34wt%C-13.1wt%Mn alloy.<sup>24)</sup>

## 7. 多結晶粒のトポロジーと介在物粒子のピンニング効果

多結晶材料における結晶粒の平均サイズや幾何学的形状を明らかにすることは材料学の基本課題の一つである。材料の機械的性質や粒成長挙動が平均粒径だけでなく、粒径のばらつきにも依存することから、多結晶粒構造の正確なキャラクター化は実用的に重要である。特に、単相で粒成長途上にある組織は、周長則、アボアブ-ウェア則、ノイマン-マリンス則などが成り立つことが理論的に予測されており、学術的にも多くの興味もたれている<sup>26)</sup>。

結晶粒組織を3次元的に観測する手段としては、粒界を選択的に腐食させて結晶粒をばらばらにする方法や<sup>5)</sup>、粒界に析出物をフィルム状に析出させ、オートラジオグラフにより粒界構造を撮影する方法<sup>4)</sup> などがあるが、適用できる合金系が限られており、3次元の粒成長挙動はもっぱらコンピューターシミュレーション<sup>26)</sup> によって研究されているのが実情である。これに対し、シリアルセクションングは原則としてどの材料にも適用できる<sup>27,28)</sup>。実際、Rhines ら<sup>27)</sup> は2次元断面に現れた粒界配列の変化から、粒界コーナーの位置を特定し、系統的に記録（ブックキーピング）することによって、結晶粒の数、粒界面の数、粒界エッジやコーナーの数を測定することを提案している。

Fig. 9(a) は冷間圧延、再結晶焼鈍した純鉄で見られた18面体の結晶粒の3次元画像である<sup>29)</sup>。Fig. 9(b) は定量組織解析ソフト (ImagePro Plus) を併用して測定した、結晶粒の体積と表面積の分布を示す。白四角は球の表面積と体積の関係を示す。白四角より下に位置する点が少なからずあるが、これは研磨幅の誤差に由来するものと考えられる。単相組織の粒径分布関数としては、対数正規分布 (log-normal

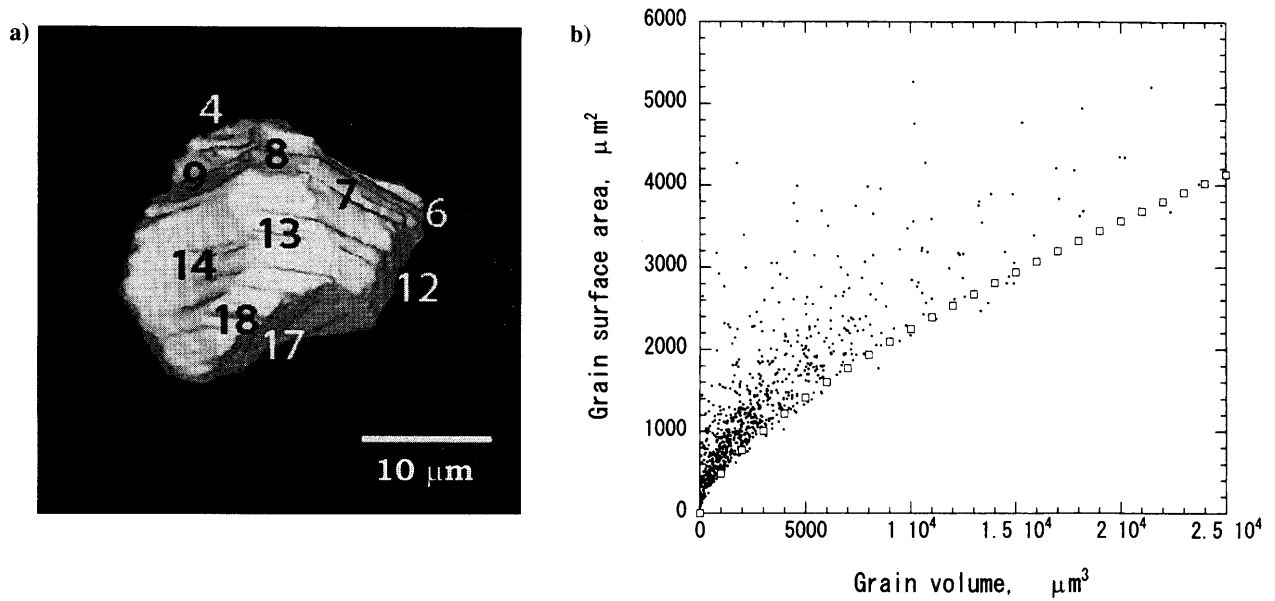


Fig. 9. (a) 3D-reconstructed image of an 18-faced grain in a cold rolled and recrystallized  $\alpha$ -iron. The face numbers of the other side are not shown.<sup>29)</sup> (b) Grain surface area plotted against grain volume of about 800 grains in cold rolled and recrystallized pure iron. The surface area of a spherical grain is shown by squares.

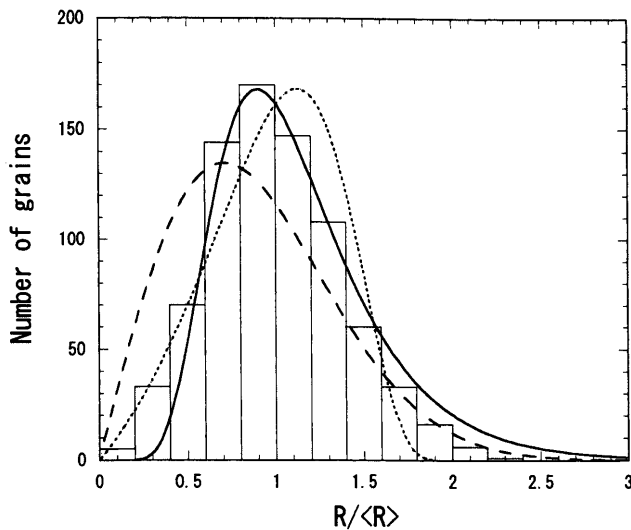


Fig. 10. Comparison of measured grain radius distribution with log-normal (solid curve), Hillert (dotted curve) and Louat (dashed curve) distributions.<sup>29)</sup>

distribution), Hillert の分布関数, Louat の分布関数などが知られている<sup>30)</sup>。そこで, 各々の結晶粒の形状を球と仮定したときの粒径分布を理論と比較したものが, Fig.10 である<sup>29)</sup>。これらの理論はいずれも平均場理論であって, 理論と実測のずれは隣接粒の相関を考慮することによって改善されると考えられる。結晶粒径については立体統計を使えば, 2次元断面の粒径分布からある程度推定できるが, 結晶粒の面数の測定は境界腐食法やシリアルセクションングに拠らざるをえない。特に, 隣接粒の面数相関を表すアボアブ-ウェア-則<sup>31,32)</sup> が3次元でも成り立つか否かは大いに興味を持たれるところである。

シリアルセクションングの応用として介在物粒子のピンニングサイトの観察なども考えられる。Zener のピン止め

理論から多くの理論が派生した<sup>33,34)</sup>。その中には介在物粒子がランダム以上の割合で粒界にトラップされるとするものや粒界のエッジやコーナーに優先的にトラップされるとするものなどがある。光学顕微鏡で観察されるような粒子であれば, シリアルセクションングによって, これらの理論の検証も可能と思われる。Fig.11に光学顕微鏡で観察される大きさの MnS の分布の様子を3次元画像で示す<sup>35)</sup>。すでに, FIB (Focused Ion Beam)-SEM のように自動研磨と走査電子顕微鏡を組合わせた装置も開発されており, サブミクロン粒子の3次元分布も観測可能と思われる。

## 8. おわりに

シリアルセクションングの効用は早くから認識されていたが, 研磨に要する多大の労力と断面画像を統合して可視化する技術が未発達であったため, 散発的にしかそのような努力は払われてこなかった<sup>1,27)</sup>。これらの足枷のうち, コンピューターの発達により後者はほとんど問題がなくなり, 前者についても通常予想するよりは少ない労力で済むようになってきている。今後, この技術が材料研究の確固たる研究手段として位置付けられることを期待する。

本研究に携わった学生に謝意を表す。Fig. 2 は林豊(現YKK)の卒業論文から取ったものである。また, 有益な討論をして頂いた張弛博士(現清華大)にも謝意を表す。

## 文 献

- 1) R.T.DeHoff: *J. Microscopy*, **131** (1983), 259.
- 2) M.V.Kral, M.A.Mangan, G.Spanos and R.O.Rosenberg: *Mater. Charact.*, **45** (2000), 17.

- 3) E.E.Underwood: Quantitative Stereology, Addison-Wesley, Mass, (1970).
- 4) W.M.Williams and C.S.Smith: *Trans. AIME*, **194** (1952), 755.
- 5) F.C.Hull: *Mater. Sci. Technol.*, **4** (1988), 778.
- 6) X.Fu, H.F.Poulsen, S.Schmidt, S.F.Nielsen, E.M.Lauridsen and D.J.Jensen: *Scr. Mater.*, **49** (2003), 1093.
- 7) <http://www.scioncorp.com/>, (accessed Jan., 2004).
- 8) <http://rsb.info.nih.gov/nih-image/>, (accessed Jan., 2004).
- 9) J.E.Spowart, H.M.Mullens and B.T.Puchala: *JOM*, **55** (2003) No. 10, 35.
- 10) M.Hillert: Decomposition of Austenite by Diffusional Process, ed. by V.F.Zackay and H.I.Aaronson, Interscience, New York, (1962), 197.
- 11) M.A.Mangan and G.J.Shiflet: Proc. Int. Conf. on Solid-Solid Phase Transformations (PTM'94), TMS, Warrendale, PA, (1994), 547.
- 12) S.Matsuoka, M.A.Mangan and G.J.Shiflet: Proc. Int. Conf. on Solid-Solid Phase Transformations (PTM'94), TMS, Warrendale, PA, (1994), 521.
- 13) R.H.Hopkins and R.W.Kraft: *Trans.TMS-AIME*, **233** (1965), 1526.
- 14) C.A.Dubé, H.I.Aaronson and R.F.Mehl: *Rev. Metal.*, **55** (1958), 201.
- 15) P.G.Boswell, K.R.Kinsman, G.J.Shiflet and H.I.Aaronson: Mechanical Properties and Phase Transformations in Engineering Materials, ed. by S.D.Antolovich, R.O.Ritchie and W.W.Gerberich, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1986), 445.
- 16) J.R.Bradley, J.M.Rigsbee and H.I.Aaronson: *Metall. Trans. A*, **8A** (1977), 323.
- 17) G.Spanos and M.V.Kral: Proc. Int. Conf. on Solid-Solid Phase Transformations (PTM'99), Japan Institute of Metals, Sendai, (1999), 1497.
- 18) K.M.Wu and M.Enomoto: *Scr. Mater.*, **46** (2002), 569.
- 19) R.E.Hackenberg, D.P.Nordstrom and G.J.Shiflet: *Scr. Mater.*, **47** (2002), 357.
- 20) T.Yokomizo, M.Enomoto, O.Umezawa, G.Spanos and R.O.Rosenberg: *Mater. Sci. Eng. A*, **A344** (2003), 261.
- 21) 呉 開明, 稲川庸平, 榎本正人, 村上俊夫, 難波茂信: 「溶接技術の高度化による高効率・高信頼性溶接技術の開発」成果報告書, 宇宙環境利用推進センター, 東京, (2003), 266.
- 22) H.Weiland, T.N.Rouns and J.Liu: *Z. Metallkd.*, **85** (1994), 592.
- 23) M.A.Mangan, P.D.Lauren and G.J.Shiflet: *J. Microsc.*, **188** (1997), 36.
- 24) M.V.Kral and G.Spanos: *Acta Mater.*, **47** (1999), 711.
- 25) H.Guo and M.Enomoto: *Acta Mater.*, **50** (2002), 929.
- 26) Grain Growth in Polycrystalline Materials III, Proc. of 3rd Int. Conf. on Grain Growth (ICGG-3), ed. by H.Weiland, B.L.Adams and A.D.Rollett, TMS, Warrendale PA, (1998).
- 27) F.N.Rhines, K.R.Craig and D.A.Rousse: *Metall. Trans. A*, **7A** (1976), 1729.
- 28) D.A.Hull, D.McCammond, D.W.Hoepfner and W.G.Hellier: *Mater. Charact.*, **26** (1991), 63.
- 29) A.Suzuki and M.Enomoto: *CAMP-ISIJ*, **16** (2003), PS-19.
- 30) H.V.Atkinson: *Acta Metall.*, **36** (1988), 469.
- 31) D.A.Aboav: *Metallography*, **13** (1980), 43.
- 32) D.Weaire: *Metallography*, **7** (1974), 157.
- 33) C.S.Smith: *Trans. AIME*, **175** (1948), 15.
- 34) P.A.Manohar, M.Ferry and T.Chandra: *ISIJ Int.*, **38** (1998), 913.
- 35) M.Uno and M.Enomoto: *CAMP-ISIJ*, **15** (2002), PS-33.