急速冷却を用いた Ni-C 鋼の摩擦攪拌接合部の組織改質*

三浦 拓也**, 上路 林太郎***, 藤井 英俊***

Optimization of Microstructure at Ni-C steel joint by friction stir welding with CO₂ cooling*

by MIURA Takuya**, UEJI Rintaro*** and FUJII Hidetoshi***

The effect of additional cooling by spraying liquid CO₂ during friction stir welding (FSW) on the microstructure change in the stir zone of Fe - 24 wt.%Ni - 0.1 %C alloy steel was investigated. When the cooling rate after the stirring increased by the adoption of a faster welding speed and the use of CO₂ cooling, a larger amount of retained austenite with lath martensite was present in the stir zone. The room temperature tensile test clarified that the retained austenite contributes to the high strength without loss of elongation due to the transformation induced plasticity (TRIP) effect.

Key Words: friction stir welding, CO₂ cooling, Ni-C steel, retained austenite, mechanical properties, transformation induced plasticity

1. 緒 言

摩擦攪拌接合 (Friction stir welding: FSW) は、回転ツールによる摩擦熱と攪拌作用を利用した固相接合技術であり、発案当初はアルミニウム合金等の低融点金属への適用が主に研究されていたが¹⁻⁴⁾、ツール材質の改良などにより、今日では鉄鋼材料等の高融点材料を対象として盛んに研究されている⁵⁻¹⁶⁾。一方で、FSW 中に生じる材料流動やそれに付随して生じる各種の組織形成機構に関する研究は、主に再結晶挙動を議論の対象としており、相変態も併発する炭素鋼のような金属に関しては不明な点も多い。

鉄鋼材料に FSW を施すと、摩擦熱により鋼の高温安定相であるオーステナイトへと相変態を起こし、攪拌後冷却時には逆変態が生じる。特に攪拌後の相変態挙動は、攪拌に伴う塑性変形、最高到達温度および冷却速度といった加工・熱履歴の影響を受ける。その結果、相変態挙動により得られる接合部組織も変化し、継手の機械的特性への影響を及ぼす。そのため、鋼の FSW 中の加工・熱履歴と組織形成過程の関係を理解することは、継手特性を制御する上で重要である。

一方、著者らはこれまでに、機械構造用炭素鋼¹⁷⁾や Ni-C 合金鋼^{18, 19)}に対して適切な条件で FSW を施すことで、攪拌部においてオーステナイトを安定化し、残留オーステナイト量が増大することを明らかにしている¹⁷⁻²⁰⁾。得られた残

留オーステナイトにより引張試験時に変態誘起塑性 (Transformation Induced Plasticity: TRIP) 現象が発現し、強度—伸びバランスを飛躍的に向上できる^{18, 21)}。また、FSW による残留オーステナイトの安定化は、オーステナイト粒内に導入される転位や粒界による Ms 点の低下や相変態界面の移動の抑制によるものと考えられる^{18, 19)}。

ところで、FSW プロセスでは攪拌直後の被加工材は高温状態にあるため、ツール通過後から十分温度が下がるまで焼鈍効果が生じる²⁰⁾。この効果によりオーステナイト中の転位密度の低下や粒成長・粗大化が生じ、オーステナイトの安定度が減少することが予想される。そのため、ツール通過後の冷却速度を十分に大きくすることでより安定な残留オーステナイトが得られることが期待される。FSW の冷却速度を向上する方法として、水中 FSW²²⁾や液体 CO₂ 噴射²³⁻²⁵⁾による急速冷却が挙げられる。特に液体 CO₂ 噴射を用いることで、ツール通過後の残熱による焼鈍効果の大部分を排除することが可能であることが報告されている²⁴⁾。そこで本研究では、すでに FSW によるオーステナイト安定化が確認されている Fe-24%Ni-0.1%C 鋼に対して、液体 CO₂ 噴射を用いた急冷 FSW を実施し、オーステナイトの更なる安定化の可能性を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 接合条件

溶解および熱間圧延により作製した、Fe-24wt.%Ni-0.1%C の 1.8 mm 厚板材に対して、シオルダー径 12 mm、プローブ径 4 mm、プローブ長 1.4 mm の形状を有する WC 超硬合金製のツールを用い、スターインプレートで FSW を施した。ツール回転速度、接合速度、押込み荷重を 200 rpm、

*受付日 平成27年 8 月 3 日 受理日 平成27年11月 9 日 平成26年度秋季全国大会で発表

**学生員 大阪大学接合科学研究所 Student member, Joining and welding research institute, Osaka University

***正 員 大阪大学接合科学研究所 Member, Joining and welding research institute, Osaka University

200 mm/min, 3500 kg とする条件を基本として、接合速度を増大させた 200 rpm, 400 mm/min, 3700 kg, 回転速度を増大させた 400 rpm, 200 mm/min, 2000 kg の3つの接合条件において、通常の FSW とツール後方約 10 mm に向かって液体 CO_2 を噴射する急冷 FSW をそれぞれ実施し、オーステナイト安定性に及ぼす接合速度、ツール回転速度および液体 CO_2 噴射による急速冷却の有無の影響を調査した。液体 CO_2 は 2.5 MPa, 約 -20°C のサイフォン付低温容器から配管を通じて直接噴射した。本稿では、板面方向を ND, 接合方向を WD, それぞれに垂直な方向を TD と称することにする。また、ツールの回転方向と接合方向が一致する側を前進側 (AS), 反対を向いている側を後退側 (RS) とする。

2.2 組織解析

得られた接合部に対して、WD と垂直な断面において、SEM (Scanning Electron Microscope) による組織観察と EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) 測定を行った。放電加工により切り出した試料片を機械研磨後、 $\text{HClO}_4:\text{CH}_3\text{COOH} = 1:9$ (体積比) 溶液中において 20 V で電解研磨を行い SEM および EBSD 測定用試料とした。EBSD 測定は、加速電圧 15 kV にて接合中心部の表面から 0.7 mm の深さの $80\ \mu\text{m} \times 80\ \mu\text{m}$ の領域を $0.1\ \mu\text{m}$ ピッチで測定し、CI 値が 0.1 以下の測定点を排除して解析を行った。

2.3 機械的特性の評価

WD と垂直な断面内においてビッカース硬度分布の測定を行った。また、TD を引張軸として、測定平行部が攪拌部のみからなる平行部幅 2 mm, 長さ 2 mm の引張試験片を作製し、引張試験を行った。FSW 部分の減厚の影響を排除するために表裏面を研磨し、厚さ 1.2 mm とした。試験条件は、継手間の引張変形挙動の差異をより明瞭に観察するため、予備実験の結果を参考に、試験温度 20°C , 引張速度 100 mm/min の比較的高ひずみ速度となる条件を採用した。

3. 実験結果および考察

3.1 母材組織

Fig. 1 に EBSD により取得した母材の結晶方位カラーマップを示す。BCC 相および FCC 相の TD に平行な結晶方位を標準ステレオ三角形の色を用いてそれぞれのマップ上を示しており、各相が占める面積率を各マップの右上に示している。また、CI 値 < 0.1 の測定点は黒い点で示しているが、その多くは各相の境界や粒界付近に見られた。また、 15° 以上の方位差を持つ大角結晶粒界を黒い線で示している。母材は FCC 構造を有する残留オーステナイトが面積率で 20% 程度観察され、残分は伸長形状を有するラスマルテンサイトであった。旧オーステナイト粒径は $30\sim 40\ \mu\text{m}$ 程度であった。

3.2 FSW 中の熱履歴

Fig. 2 に液体 CO_2 を用いた急冷 FSW の様子を示す。配管から噴射された液体 CO_2 が気化潜熱と急激な膨張により冷却され、約 -70°C のドライアイスパウダーを含む噴流となってツール後方へと吹き付けられている²⁶⁾。Fig. 3 に 200 rpm-200 mm/min の条件で接合中の各継手の温度測定の結果を示す。測定は試料裏面中央に設置した熱電対により行った。接合中の最高到達温度は通常 FSW では 701°C , 急冷 FSW では 588°C であり、液体 CO_2 噴射による急速冷却により約 110°C 低下している。接合後の 500°C から 200°C までの冷却速度はそれぞれ 30°C/s と 111°C/s であり、急速冷却により冷却速度は 4 倍近くとなり、約 80°C/s 大きくなった。

Fig. 1 Orientation color maps of the base metal of 24%Ni-0.1%C steel sheet. The distributions of orientation parallel to TD are separately displayed for the BCC (a) and FCC (b) phases. The black line corresponds to the high angle boundaries having misorientation angles higher than 15° . The area fraction of these phases are denoted on each image.

Fig. 2 Appearance of the FSW with CO_2 cooling.

Fig. 3 Results of temperature measurement at bottom of welding center during FSW for tool rotation rate of 200 rpm and welding speed of 200 mm/min without or with CO_2 cooling.

Fig. 4 Back scatter electron images of a cross section perpendicular to the welding direction for each sample welded at the tool rotation rate of 200 rpm and at the welding speed of 200 mm/min without (a) or with CO₂ cooling (b).

急速冷却時には、接合前には約-50℃まで冷却され、接合後も一旦0℃以下まで冷却されている。以上の結果より、液体CO₂噴射による急速冷却の効果は十分に板材裏面まで達していることがわかる。

3.3 断面マクロ組織および硬度分布

Fig. 4に、200 rpm-200 mm/minの各継手の接合部横断面の反射電子像を示す。いずれの継手でも、母材と同様のコントラストを有する領域I、攪拌部に相当する領域IIIおよび攪拌部と母材の間の領域IIの3つの領域に区別することができる。比較的明るいコントラストを有する領域IIの幅は、(a)の通常FSWと比べ、(b)の急冷FSWの場合に狭くなっている。これは領域IIでの組織変化がプロセス中の相変態によるものであり、急速冷却を用いた場合に変態する領域が狭くなったことに対応する。

Fig. 5に200 rpm-200 mm/minの接合条件で得られた継手のWDに垂直な接合部断面の硬度分布を示す。(a)に接合部表面から0.7 mmの深さ位置におけるTDの硬度分布、(b)に接合中心でのNDの硬度分布を示す。いずれの継手でも母材から接合中心に向かって硬度が低下している。軟化領域の幅はFig. 4で見られた領域IIよりもやや大きいものの、急速冷却の有無による、軟化領域と領域IIの幅の変化は同様な傾向にあった。接合中心付近では、通常FSWでは200 Hv程度、急冷FSWでは250 Hv程度の硬度を示し、プローブの幅の範囲ではほぼ一定の硬度分布を示している。急冷FSWの接合中心付近の硬度が通常FSWよりも高いのは、後述するオーステナイトの安定化と関連があるものと考えられる。Fig. 5(b)に示す板厚方向の硬さ分布では、わずかに生じる温度分布に起因して表面から離れるにしたがって硬度がわずかに上昇する傾向が見られるが、おおむねプローブ長さの範囲ではほぼ一定の硬度を示している。以上のように、プローブによる攪拌部の内部の微細組織分布は比較的均一であると考えられる。

3.4 攪拌部の残留オーステナイト量および微細組織

200 rpm-200 mm/min, 200 rpm-400 mm/min, 400 rpm-200 mm/minそれぞれの接合条件で、通常FSWあるいは急

Fig. 5 Hardness distributions of the weld along the TD in the middle position of the thickness (a) and along the ND at the weld center (b) of the cross section perpendicular to the WD.

冷FSWを行い、得られた継手の攪拌部中心部でのEBSD結晶方位マップを、それぞれFig. 6, 7に示す。Fig. 1と同様にBCC相およびFCC相それぞれのTDと平行な結晶方位をマップ中の色で示し、15°以上の高角度粒界を黒線で示している。各マップ上に各相の面積率を示しているが、いずれの測定領域においても20個以上の旧オーステナイト粒が含まれていたことから、誤差は数%程度と見積もられる。Fig. 6に示すように、通常FSWの攪拌部中央の残留オーステナイト量は、200 rpm-200 mm/minでは約30%、200 rpm-400 mm/minでは約50%、400 rpm-200 mm/minでは約40%となっており、いずれの継手においても母材と比較すると残

Fig. 6 Orientation color maps at the center of the stir zones welded without liquid CO_2 cooling at the tool rotation rate and welding speed of 200 rpm and 200 mm/min (a, b), 200 rpm and 400 mm/min (c, d), and 400 rpm and 200 mm/min (e, f), respectively. The distributions of orientation parallel to TD are separately displayed for the BCC (a, c, e) and FCC (b, d, f) phases. The black line corresponds to the high angle boundaries having misorientation angles higher than 15° . The area fraction of these phases are denoted on each image.

Fig. 7 Orientation color maps at the center of the stir zones welded with CO_2 cooling at the tool rotation rate and welding speed of 200 rpm and 200 mm/min (a, b), 200 rpm and 400 mm/min (c, d), and 400 rpm and 200 mm/min (e, f), respectively. The distributions orientation parallel to TD are separately displayed for the BCC (a, c, e) and FCC (b, d, f) phases. The black line corresponds to the high angle boundaries having misorientation angles higher than 15° . The area fraction of these phases are denoted on each image.

留オーステナイトが増加している。残留オーステナイトの増加が最も顕著な 200 rpm-400 mm/min では、残留オーステナイト粒や一つ一つのマルテンサイト粒が数 μm 程度と非常に微細となっている。このことは接合速度の向上による接合温度の低下と冷却速度の増加によるオーステナイトの微細化促進および粒成長抑制が、オーステナイトの安定化に対して有効であることを示唆している。一方、200 rpm-200 mm/min と 400 rpm-200 mm/min を比較すると、接合温度の低い 200 rpm-200 mm/min の方が残留オーステナイト量が少ない傾向が見られる。200 rpm-200 mm/min において組織がより微細化している傾向が見られるものの、非常に不均

一な組織分布を有しているために測定領域内の残留オーステナイトが少なくなったものと考えられる。

Fig. 7 に示すように、急冷 FSW の攪拌部中央の残留オーステナイト量は、200 rpm-200 mm/min では約 70%、200 rpm-400 mm/min では約 90%、400 rpm-200 mm/min では約 30% となっている。通常 FSW と比較すると、200 rpm-200 mm/min と 200 rpm-400 mm/min の条件においては残留オーステナイト量が顕著に増加している。一方、400 rpm-200 mm/min では急速冷却を用いることによる残留オーステナイトの増加は見られず、むしろ減少する傾向が見られた。残留オーステナイト粒や一つ一つのマルテンサイト粒に着目すると、通

常 FSW で微細化が見られた 200 rpm-400 mm/min に加え、200 rpm-200 mm/min でも微細化が見られるが、400 rpm-200 mm/min ではほとんど変化が見られなかった。また、200 rpm-400 mm/min の条件で急速冷却を行った場合には、最も多くの残留オーステナイトが得られたが、接合温度が過剰に低下したために材料流動不足を生じ、ビードの一部に溝状欠陥が発生した。

3.5 攪拌部の微細組織形成過程への CO₂ 冷却の効果

今回の実験では、液体 CO₂ 噴射による急速冷却の効果として、200 rpm ではいずれの接合速度においても残留オーステナイトが増加する一方、400 rpm では効果が見られないという結果が得られた。Fe-Ni の 2 元系平衡状態図において 24 wt%Ni での A₃ 点はおよそ 550℃ であり²⁷⁾、さらに C によって A₃ 点が低下することと考えると、今回使用した材料の A₃ 点は 550℃ よりも低いと考えられる。200 rpm-200 mm/min の通常 FSW および急冷 FSW での温度測定の結果や最も接合温度が低いと考えられる 200 rpm-400 mm/min の急冷 FSW において残留オーステナイトが約 90% であったことを踏まえると、今回の実験においては全ての接合条件において全面オーステナイト状態で攪拌が行われていると考えることができる。

FSW 中の昇温によるオーステナイト化後の攪拌部の組織形成は、大きく 3 つの過程に分けることができる。すなわち、(1) ツール直下での攪拌過程、(2) ツール通過後の残熱による焼鈍過程、さらにその後室温への冷却時の (3) オーステナイトからマルテンサイトやフェライト等への相変態過程である。(1) の攪拌過程では塑性変形による転位密度の上昇、動的再結晶による結晶粒の微細化が生じ、(2) 焼鈍過程では回復・再結晶による転位の消失や粒成長が生じる。これらの 2 つ過程を経た後、オーステナイト中に残存している転位や結晶粒界などの高密度の格子欠陥によってオーステナイトの力学的安定化が生じ、(3) の相変態過程でのマルテンサイト変態が抑制されることで残留オーステナイトが増加する¹⁷⁾。したがって、攪拌過程の温度が高く、転位密度の上昇や微細化が十分でない場合、焼鈍過程での転位の消失や粒成長を抑制してもオーステナイトを安定化させることはできないと考えられる。

通常 FSW の場合、接合温度が低く冷却速度が大きい 200 rpm-400 mm/min の条件でオーステナイトが最も安定化している。接合温度は低いが冷却速度は小さい 200 rpm-200 mm/min の条件では、攪拌過程での微細化は生じていると考えられるが、焼鈍過程での回復や粒成長が進行し、オーステナイトの安定化はあまり顕著ではなかったと考えられる。液体 CO₂ 噴射による冷却を併用することによってオーステナイトを顕著に安定化できたことは、冷却速度が大きく増大し、高転位密度や微細組織をマルテンサイト変態温度以下まで保つことができたことを示している。一方、400 rpm-200 mm/min の場合は、入熱が大きすぎるために液

体 CO₂ 噴射による冷却を用いても接合中の攪拌部の温度を十分低下させることができず、攪拌過程での転位密度の上昇や微細化が十分生じなかったと考えられる。そのため、液体 CO₂ 噴射による冷却によって冷却速度を増加させても、オーステナイトの安定化は促進されなかった。すなわち、液体 CO₂ 噴射による冷却の効果を十分に得るためには、あらかじめ接合温度をある程度低下しておく必要があることが明らかとなった。

3.6 攪拌部の引張特性

Fig. 8 に継手の攪拌部での引張試験による応力-ひずみ曲線を示す。(a) に示す 200 rpm-200 mm/min では、急速冷却により降伏強度および最大強度が向上している。全伸びは大きな変化はないものの、均一伸びは向上している。この降伏強度の向上は組織の微細化やオーステナイトの安定化による降伏前応力誘起変態の抑制によるものと考えられる。一方、200 rpm-400 mm/min では、通常 FSW において降伏強度は比較的高く、急冷 FSW を施した場合も大きな変化を示さない。しかし、先に述べた FSW により導入される欠陥により加工硬化中に破断が生じている。(c) に示した 400 rpm-200 mm/min の攪拌部は比較的低い応力で降伏し、その後、急激な加工硬化を示す。そのため均一伸びは低い最大強度は比較的高くなっている。また、急速冷却による応力-ひずみ曲線への影響はほとんど見られない。以上のような引張特性の傾向は、Fig. 5 で示した攪拌部の硬度値や Fig. 6, 7 に示した攪拌部のオーステナイトの安定性の傾向とよく対応しており、接合条件や急速冷却によってオーステナイトの安定性を制御することで継手特性を向上することが可能であることがわかった。

4. 結 言

Fe-24%Ni-0.1%C 鋼に対して、液体 CO₂ 噴射を用いた急冷 FSW を行い、残留オーステナイトの安定化と機械的特性への影響を調査した結果、以下の知見を得た。

1. 急速冷却を行わない通常の FSW においては、接合温度が低く、大きな冷却速度が得られる低回転速度-高接合速度の場合に残留オーステナイトが最も安定化する。
2. 液体 CO₂ 噴射による急速冷却を用いることで、接合温度を低下、冷却速度を大きく向上させることができ、オーステナイトの安定性向上に有効である。
3. ツール回転速度 200 rpm の場合、急速冷却を用いることで低接合速度においてもオーステナイトの安定性が向上し、残留オーステナイト量を増加させることができる。その結果、攪拌部の降伏強度、最大強度および均一伸びが向上する。
4. 400 rpm の場合、液体 CO₂ 噴射を用いた急速冷却によるオーステナイトの安定化および引張挙動への影響はほとんど見られなかった。これは入熱量が大きすぎ、接合温

Fig. 8 Tensile stress - strain curves of the stir zones welded at 200 rpm - 200 mm/min (a), 200 rpm - 400 mm/min (b) and 400 rpm - 200 mm/min (c), and appearance of the tensile specimen (d).

度を十分低下させることができなかったことに起因する
と考えられる。

謝 辞

本研究は、(独) 科学技術振興機構 (JST) による産学共
創基礎基盤研究「ヘテロ構造制御」の支援、グローバル
COE プログラム、(独) 日本学術振興会の科研費の助成を
受けたものである。ここに謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham and M. G. Murch: P. Temple-Smith (1991) International Patent Application No. PCT/GB92/02203.
- 2) H. Okamura, K. Aota, Y. Sakamoto, M. Esumi and K. Ikeuti: Behavior of Oxide during Friction Stir Welding of Aluminum Alloy and Its Influence on Mechanical Properties, Quarterly Journal of the Japan Welding Society, 19 (2001), 446-456.
- 3) M. Enomoto: Application of Friction Stir Welding for Aluminum Alloys, Journal of Light Metal Welding & Construction, 36 (1998), 75-79.
- 4) H. J. Liu, H. Fujii, M. Maeda and K. Nogi: Tensile Properties and Fracture Locations of Friction Stir Welded Joints of 2017-T351 Aluminum Alloy, Journal of Material of Process and Technology, 142 (2003), 692-696.
- 5) H. Fujii, R. Ueji, Y. Takada, N. Tsuji, K. Nakata and K. Nogi: Friction Stir Welding of Ultrafine Grained Interstitial Free Steels, Materials Transactions, 47 (2006), 239-242.
- 6) W. M. Thomas: Friction Stir Welding of Ferrous Materials, 1st International Symposium Friction Stir Welding, 14-16 June (1999).
- 7) L. Cui, H. Fujii, N. Tsuji and K. Nogi: Friction Stir Welding of a High Carbon Steel, Scripta Materialia 56 (2007), 637-640.
- 8) H. Fujii: Friction Stir Welding of Steels, Journal of the Japan Welding Society 77 (2008), 19-32. (in Japanese)
- 9) T. Ishikawa, H. Fujii, K. Genchi, L. Cui, S. Matsuoka and K. Nogi: Joint Properties of Friction Stir Welded Austenitic Stainless Steels, Quarterly Journal of the Japan welding Society, 24 (2006), 174-180. (in Japanese)
- 10) Y. D. Chung, H. Fujii, R. Ueji and N. Tsuji: Friction Stir Welding of High Carbon Steel with Excellent Toughness and Ductility, Scripta Materialia 63, 2, (2010), 223-226.
- 11) K. Kitamura, H. Fujii, Y. Iwata, Y. S. Sun and Y. Morisada: Flexible Control of the Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Welded Ti-6Al-4V Joints, Materials and Design 46 (2013), 348-354.
- 12) R. Rai, A. De, H. K. D. H. Bhadeshia and T. DebRoy: Review; Friction Stir Welding Tools, Science and Technology of Welding and Joining 16 (2011), 325-342.
- 13) A. P. Reynolds, W. Tang, T. Gnaupel-Herold and H. Park: Structure, Properties, and Residual Stress of 304L Stainless Steel Friction Stir Welds, Scripta Materialia 48 (2003), 1289-1294.
- 14) Y. S. Sato, T. W. Nelson and C. Sterling: Recrystallization in Type 304L Stainless Steel during Friction Stirring, Acta Materialia 53 (2005), 637-645.
- 15) Z. Y. Ma, A. L. Pilchak, M. C. Juhas and J. C. Williams: Microstructural Refinement and Property Enhancement of Cast Light Alloys via Friction Stir Processing, Scripta Materialia 58 (2008), 361-366.
- 16) J. Jeon, S. Mironov, Y. S. Sato and H. Kokawa, H. Park: Friction Stir Spot Welding of Single-crystal Austenitic Stainless Steel, Acta

- Materialia 59 (2011), 7439-7449.
- 17) T. Miura, R. Ueki, H. Fujii, Y. Morisada and H. Fujii: Effect of Strain Rate on Phase Transformation Behavior in Cr-Mo Steel during Friction Stir Welding, 10th International Symposium Friction Stir Welding, 19-23 May, (2014).
- 18) T. Miura, R. Ueki and H. Fujii: Enhanced Tensile Properties of Fe-Ni-C Steel Resulting from Stabilization of Austenite by Friction Stir Welding, Journal of Materials Processing Technology, 216 (2015), 216-222.
- 19) T. Miura, R. Ueki and H. Fujii: Stabilization of the Retained Austenite in Steel by Friction Stir Welding, Friction Stir Welding and Processing VIII, John Wiley & Sons, Inc. (2015), 47-54.
- 20) H. Fujii, R. Ueki, Y. Morisada and H. Tanigawa: High Strength and Ductility of Friction-stir-welded Steel Joints due to Mechanically Stabilized Metastable Austenite, Scripta Materialia 70 (2014), 39-42.
- 21) K. Sugimoto, M. Kobayashi and S. Hashimoto: Ductility and Strain-induced Transformation in a High-strength Transformation-induced Plasticity-aided Dual-phase Steel, Metallurgical Transactions A, 23A (1992), 3085-3091.
- 22) M. Terada, T. Sugahara, V. F. Pereira, A. J. Ramirez, R. R. Marinho and M. T. P. Paes: Microstructural Characterization of Underwater Friction Stir Welded API X80 Steel, ASM Proceedings of the International Conference, Trends in Welding Research (2013), 392-396.
- 23) H. Fujii, Y. D. Chung and Y. F. Sun: Friction Stir Welding of AISI 1080 Steel Using CO₂ for Enhanced Toughness and Ductility, Science and Technology of Welding and Joining 18 (2013), 500-506.
- 24) N. Xu, R. Ueki, Y. Morisada and H. Fujii: Modification of mechanical properties of friction stir welded Cu Joint by Additional Liquid CO₂ Cooling, Materials and Design 56 (2014), 288-294.
- 25) N. Xu, R. Ueki and H. Fujii: Enhanced Mechanical Properties of 70/30 Brass Joint by Rapid Cooling Friction Stir Welding, Material Science and Engineering A, 610A (2014), 132-138.
- 26) K. Amagai, N. Sekiguchi, S. Takahashi and K. Ijima: Fundamental Study of Dry-ice Powder Jet Formed by Issuing of liquid CO₂, Atomization: Journal of the ILASS-Japan, 16 (2007), 63-69. (in Japanese)
- 27) 長崎誠三, 平林真: 二元系合金状態図集, 第2版, アグネ技術センター, (2002).
- ~~~~~