

二相ステンレス鍛造フランジのNORSOK 認証取得<sup>†</sup>上谷昌史<sup>\*</sup>, 浦川博史<sup>\*</sup>

## 1. 緒言

近年、Oil & Gas の分野では、浅海・良質の油田が枯渇し、次第に、より深く、かつ、腐食性の強い油田を掘削せざるを得なくなってきたり、配管部材の使用環境は益々厳しくなっている。そのため、優れた耐食性ととも、高い靱性と強度を有する二相ステンレス材の需要の増大が期待されている。

当社は、かねてより、化学プラント向けなどに二相ステンレス配管部材の納入実績を積み重ねてきているが、今後の戦略として、Oil & Gas 分野への販路拡大を目指している。しかしながら、二相ステンレスに限らず、Oil & Gas 分野へ製品を納入するためには、その前提条件として、関連する規格や組織による認証の取得が必須である。

この観点から、今般、主に北欧での Oil & Gas 市場を対象とする NORSOK 認証を取得する目標を立てて、実際に鍛造製フランジを製造し、認証試験に供した。その結果、二相ステンレス 2 材質について認証を取得することができたので以下に報告する。

## 2. 対象材質と品種

認証取得の対象として、下記の材質と品種の組み合わせを選択した。

## 2.1 材質

代表的な二相ステンレス材料である下記の 2 材質を選択した。

(1) 22Cr 二相ステンレス : NORSOK M-630 MDS (Material Data Sheet) D44, ASTM A182 F51 (UNS S31803) / F60 (UNS S32205) <sup>1)</sup>

(2) 25Cr 二相ステンレス : NORSOK M-630 MDS D54, ASTM A182 F53 (UNS S32750) <sup>2)</sup>

前者は、二相ステンレスの Standard とされている材質である。なお、F60 の成分規定範囲は、F51 の規定範囲に含まれており、F60 で評価すれば、同時に F51 として評価できるため、本稿では以降 F51/F60 と記載する。

後者はスーパー二相ステンレスと呼ばれる材質で、前者に対し Cr を増量して耐食性を向上させるとともに、オーステナイト生成を促進する Ni と N を増量して、二相組織のバランスを保つコンセプトで成分設計された材質である。<sup>3), 4)</sup>

## 2.2 品種

対象品として、下記のフランジを選択し、上記 2 材質を用いて、ハンマーによる型入鍛造で製造した。

900lbs. 14B WN RF Sch80  
(φ640×φ318×220H)

## 3. 製造プロセス

## 3.1 鋼材

鋼材には、海外素材メーカー (S 社) 製の丸ビレットを用いた。直径は、F51/F60 はφ300, F53 はφ350 である。使用したビレットの化学成分を第 1 表に示す。

素材鋼片は 346kg に切断した。すなわち、F51/F60 用鋼片はφ300×610L, F53 用鋼片はφ350×450L である。

## 3.2 鍛造

フランジの鍛造は鍛造メーカー (Y 社) に委託し、全面拘束金型を用いてハンマーで鍛造した。両材質、各 2 個、合計 4 個を鍛造した。成形の履歴を第 2 表に示す。合わせて、各工程での写真を第 1 図に示す。F51/F60 では合計 3 ヒート、F53 では合計 4 ヒートを要した。いずれにも、表面キズ、欠肉などの欠陥は認められなかった。

†原稿受付 2017 年 10 月

\*業務部 技術管理課 副主任

### 3.3 熱処理

下記の条件で、溶体化熱処理を施工した（熱処理メーカー（T社）に委託）。

1,050℃×2hr→水冷

#### 3.3.1 熱処理炉の検定

処理に先立ち、NORSOKの規定に則って、熱処理炉の実炉検定を行った。使用した炉は、T社のバッチ炉である。

炉の有効加熱ゾーンに、ダミー材としてWNタイプフランジを5山配置し、これらに熱電対を取り付けて、実体測温を実施した（第2図）。加熱温度を1,050℃に設定して加熱した結果を第3図の温度チャートに示しており、保持時間帯での実体の温度範囲は、1,043℃～1,057℃であった。

NORSOK 規定の要求温度範囲は±14℃であるため、余裕を持って規定を満足できていることが確認できた。

#### 3.3.2 対象品の熱処理

認証申請対象品の処理に当たって、被処理品の表面3点に熱電対を取り付けて、実体測温を実施した。その結果、1,050℃の雰囲気温度設定に対して、概ね±7℃の良好な精度で保持されていることを確認した。2hrの保持後、水冷を行った。水冷に関しては、NORSOK規定で、「出炉から60sec以内に水冷を開始する」ことが求められているが、実測の結果は53secであり、規格要求を満足できた。また、冷却水の温度に関して、「50℃以下」を要求されているが、冷却水温度の実測データは常時50℃未満であった。

第1表 供試材の化学成分 (wt%)

規格	Gr	UNS No.	Spec. Ch.No.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu
ASTM A182	F51	S31803	min. max.	0	0	0	0	0	21.0 23.0	4.5 6.5	2.5 3.5	0.14 <sup>*1</sup> 0.20	-
	F60	S32205		0.030	1.00	2.00	0.030	0.020	22.0 23.0	4.5 6.5	3.0 3.5	0.14 0.20	
	F51/F60		543401	0.014	0.49	0.77	0.018	0.0005	22.53	5.54	3.13	0.161	0.14
	F53	S32750	min. max.	0	0	0	0	0	24.0 26.0	6.0 8.0	3.0 6.0	0.24 0.32	0 0.50
541935				0.014	0.29	0.76	0.023	0.0007	24.89	6.90	3.79	0.285	0.12

\*1: A182 F51はN:0.08-0.20. 0.14はNORSOKの追加規定

第2表 フランジ鍛造の履歴

工程	設備	F51/F60 (鋼片: φ300×610L)		F53 (鋼片: φ350×450L)		写真 (第1図)
		ヒート	温度	ヒート	温度	
鋼片加熱	加熱炉	—	炉温設定 1,250℃	—	炉温設定 1,250℃	a)
据込予備成形	3tonハンマー	1ヒート目	成形時 温度範囲 1,180℃ ～1,245℃	1ヒート目	成形時 温度範囲 1,060℃ ～1,195℃	b)
型入鍛造	8tonハンマー	2ヒート目		2ヒート目		c)
		3ヒート目		3ヒート目		d)
バリ抜き穿孔		4ヒート目				
水冷	冷却槽	—	水冷開始時 最低温度 1,051℃	—	水冷開始時 最低温度 1,033℃	e)

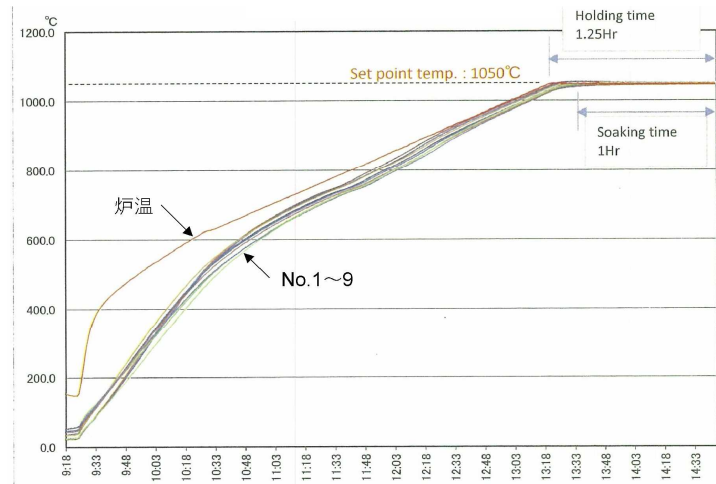


a)鋼片加熱 b)据込み c)型入鍛造 d)バリ抜き穿孔 e)鍛造水冷後

第1図 フランジの鍛造状況



第2図 実体测温用ダミー



第3図 実炉検定测温結果

### 3.4 機械加工

熱処理後、各材質の素材1個を用いて機械加工仕上げを施工した。機械加工の内容は、特に特殊なものではないため、問題なく施工できた。機械加工後、液体浸透探傷試験(PT)によって表面欠陥を検査した結果、いずれの製品にも異常は認められなかった。F51/F60材フランジのPT後の現像液除去前の状態での外観を第4図に示す。F53材フランジも外観は同一である。



第4図 フランジ完成品 (PT後)

## 4. 確性試験結果

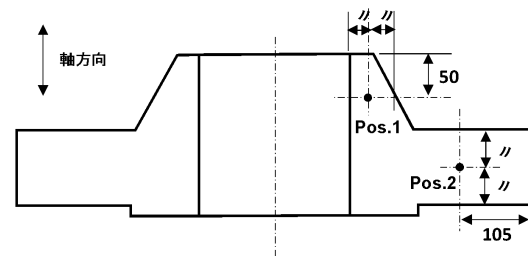
NORSOK standard M-630 および M-650の規定に従って、認証のための各種の試験を実施した。試験項目は下記である。

- (1) 引張試験
- (2) 衝撃試験
- (3) 腐食試験
- (4) ミクロ組織観察
- (5) フェライト量
- (6) 硬さ試験 (F53のみ)

硬さ試験以外の試験片は、第5図に示す Pos.1 (ハブ部) と Pos.2 (フランジ部) の2ヶ所から採取した。

### 4.1 引張試験結果

引張試験結果を、規定値とともに第3表に示す。両材質共に、問題のない結果が得られた。



第5図 試験片採取位置

### 4.2 衝撃試験結果

2V ノッチ試験片によるシャルピー試験結果を第4表に示す。NORSOK規格で要求される衝撃試験には、量産時に必ず実施する出荷試験と、認証のための追加試験の2種類があり、それぞれ、採取位置、方向が異なり、規定値も相違している。

試験の結果は、いずれも、合格したが、F51/F60のフランジにおいて、認証追加試験のフランジ部軸方向の結果は余裕のない値である。したがって、量産に当たっては、軸方向の靱性改善対策を検討する必要がある。

### 4.3 腐食試験

NORSOK 規格が要求している ASTM G48 Method A にしたがって 6%塩化第二鉄孔食試験を行った。結果を第 5 表に示しており、F53 では腐食減量はゼロであり、F51/F60 に於いても、規定値 4.0g/m<sup>2</sup> に対して、小数点以下の全く問題ない結果であった。

### 4.4 ミクロ組織

指定された 2 ケ所の位置で、ミクロ組織を観察した結果を第 6 図に示す。基本的には、オーステ

ナイト（白色部分）とフェライト（灰色部分）の二相組織である。いずれにおいても、フェライト中に、二次オーステナイトの点在が認められたが、σ相は認められなかった。

### 4.5 フェライト量

フェライト量を測定した結果を第 6 表に示す。F53 は、F51/F60 に比べて低い値となっているが、NORSOK の規定値 35~55% に対しては、いずれも合格している。

第 3 表 引張試験結果

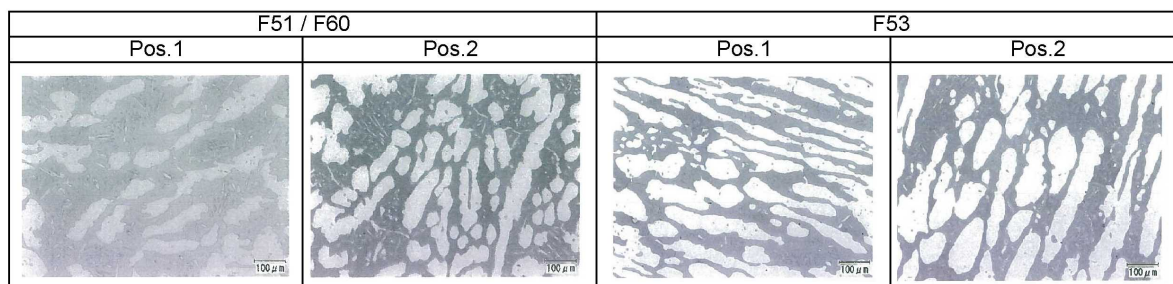
材質	区分	位置	方向	Y.S MPa	T.S MPa	El. %	R.A %
F51 F60	規定値	—		≥450	≥655	≥25	≥45
	試験結果	Pos.1	円周	519	728	37	75
		Pos.2		533	714	28	71
F53	規定値	—		≥550	≥750	≥25	—
	試験結果	Pos.1	円周	578	789	41	68
		Pos.2		565	770	35	65

第 4 表 シャルピー試験結果

採取位置	方向	NORSOK規定 (J)				F51/F60結果(J)				F53結果(J)			
		試験区分	温度	最小	平均	最小		平均	最小		平均		
Pos.1 ハブ部	軸	出荷試験	-46°C	≥35	≥45	227	269	319	272	221	267	292	260
	円周			認証時 追加試験	≥20	≥27	125	145	205	158	140	147	213
Pos.2 フランジ部	軸	21			30	34	28	55	58	60	58		
	円周	167		171	203	180	103	117	122	114			

第 5 表 腐食試験結果

材質	位置	試験片				腐食条件	腐食減量	
		幅 mm	長さ mm	厚み mm	表面積 cm <sup>2</sup>		減重量 mg	腐食減量 g/m <sup>2</sup>
NORSOK規定値						下記	—	<4.0
F51	Pos.1	40.27	10.21	3.04	11.29	25°C	0.0	0.000
F60	Pos.2	40.27	10.22	3.10	11.36	24h	0.2	0.176
F53	Pos.1	40.23	10.26	3.05	11.34	50°C	0.0	0.000
	Pos.2	40.23	10.26	3.06	11.35	24h	0.0	0.000



第 6 図 ミクロ組織

第 6 表 フェライト量

材質	位置	フェライト量
		%
NORSOK規定		35-55
F51	Pos.1	50
F60	Pos.2	50
F53	Pos.1	42
	Pos.2	39

#### 4.6 硬さ試験

硬さに関しては、NORSOK の要求はないが、ASTM A182 によって、F53 のみ max.HB300 が規定されているため、F53 材について、断面 HB 測定を行った。断面全体の 25 点で測定した結果、HB238~260 の範囲であり、規定値に対して問題ない結果であった。

### 5. 認証取得

#### 5.1 認証内容

以上の結果、両材質ともに規定値を満足することができたため、これらの結果に基づいて、NORSOK への認証申請を行った。審査の結果、2017 年 8 月付けで、両材質に関して認証を取得することができた。

認証状に相当する QTR (Qualification Test Record) の主な記載内容を第 7 表に示す。

#### 5.2 その他の NORSOK 認証

当社では、本稿で報告した鍛造製フランジに加えて、NORSOK 認証の他品種への拡大を進めており、既に、F51/F60 材を用いたリングローリング圧延品の認証も取得している。更に、目下、新しいプロセスである HIP (Hot Isostatic Pressing : 熱間等方圧加圧) プロセスで製造した配管部材についても、取得に向けての試作評価を進めている。

### 6. 結言

22Cr (F51/F60)、および、25Cr (F53) の二相ステンレス材の NORSOK 認証取得を目指して、型鍛造製フランジを製造し評価した。

(1) 両材質のフランジをハンマーによる型入鍛造で熱間成形した結果、それぞれ数ヒートを要したものの、良好な品質で成形することができた。

(2) 溶体化処理時の実体測温結果は良好であった。

(3) 機械加工は、特に問題なく施工することができた。

(4) NORSOK 規定に基づいて、特性を評価した結果、いずれも規定値を満足することができた。

(5) 以上の結果に基づき、F51/F60、および、F53 材の型鍛造製フランジについて NORSOK の認証を取得することができた。

以上

第 7 表 QTR の内容

Qualification Test Report		
QTR No.	SF-51QTR	SF-53QTR
Reference standard	NORSOK M-650, Edition 4	
Material designation and MDS No.	ASTM A182 Grade F51, UNS S31803 / F60, UNS S32205: MDS D44 Rev.5 Ferrite/ Austenitic Stainless Steel Forgings, Type 22Cr Duplex	ASTM A182 Grade F53, UNS S32750; MDS D54 Rev.5 Ferrite/ Austenitic Stainless Steel Forgings, Type 25Cr Duplex
Production and manufacturing process(es)	Die forged flange, Production route No.1	
Qualified date	4th August, 2017	
Qualification expired	3rd August, 2022	

---

**参 考 文 献**

- (1) NORSOK standard M-630 Material Data Sheet MDS D44 Rev.5, Edition 6, 2013.10
- (2) NORSOK standard M-630 Material Data Sheet MDS D54 Rev.5, Edition 6, 2013.10
- (3) 小川, 二相ステンレス鋼の発展と最近の動向, (社) 日本溶接協会, WE-COM マガジン 第17号, 2015.7
- (4) 二相ステンレス加工マニュアル, IMO A, 2009
- (5) 中出ほか, スーパー二相ステンレス鋼におけるシグマ相の析出機構, 高温学会 第33巻 第2号, 2007.3
- (6) A.J.Ramirez et al., The Relationship between Chromium Nitride and Secondary Austenite Precipitation in Duplex Stainless Steels, Metallurgical and Materials Transaction, Vol.34A, 2003.8