

Grade 91 材バルブボディの HIP ニアネット成形[†]浦川博史^{*}, 上谷昌史^{*}, 奥脇三男^{**}, 塩川豊人^{**}

1. 緒言

HIP (通称ヒップ) は, Hot Isostatic Pressing (または, Processing) の頭文字をとった呼称で, 和訳すると「熱間等方圧 (または静水圧) 加圧」であり, 高温・高圧に保持した圧力容器内で被加工物を全方向から圧縮する加工法である。

当社は, フランジをはじめとする種々の配管部品を製造しているが, いずれも鍛造で成形したものである。そこで, 今回, 新しいプロセス開発テーマとして, HIP の専門メーカーである金属技研株式会社と共同で, 配管部品への HIP プロセスの適用に取り組んだ。

HIP 処理が適用されているプロセスにはいくつかの種類があるが, 本稿で報告するプロセスは, 金属粉末を製品形状に近い形状 (Near Net Shape) のカプセルに封入して, HIP 処理によって加圧焼結するプロセスであり, PM (Powder Metallurgy) HIP NNS Process と呼んでいる¹⁾

本試作では, このプロセスで, 火力発電プラント用の実物大バルブボディを製作し, 特性を調査した。材質は, 高温強度に優れた 9Cr-1Mo (Grade 91) 材である²⁾。

2. HIP 処理の概要

2.1 HIP 装置

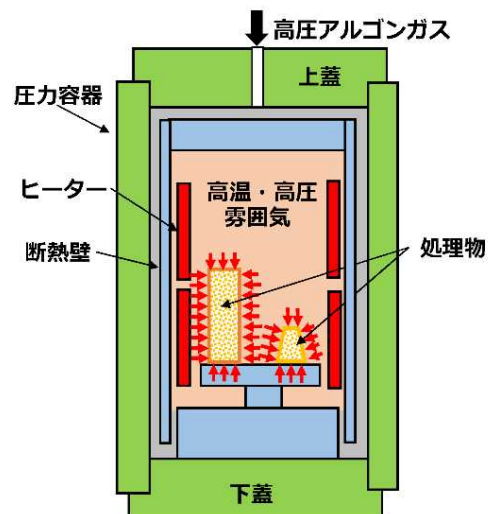
第 1 図に HIP 装置の模式図を示しており, 十分な強度を有する圧力容器の中に, ヒーターを設置して容器内全体を加熱すると同時に, 高圧のアルゴンガスを送り込み, 被処理物を全方向から加圧する装置である。

2.2 HIP による製造プロセス

本稿で報告する PM HIP NNS Process は, 金属粉末を原材料として成形するプロセスである。粉

末は, 当然, 非定形であるため, これを所定の形状に成形するために, 製品に近い形状のカプセルを準備し (通常は, 軟鋼を溶接組立したもの), これに粉末を充填し, 真空中に脱気したのち密閉する。これを HIP 処理することによって, 粉末を焼結し, 一体の成形物が生まれる。処理後, 機械加工や酸溶解によってカプセルを除去し, 機械加工仕上を施して製品が完成する。熱処理は, 通常は, カプセル除去後施工するが, カプセル状態のまま施工する場合もある。

ここで留意すべきこととして, 粉末を HIP 処理する場合は, 被処理物の収縮量が比較的大きいことが挙げられる。粉末の粒子は球体であるため, カプセルに充填した場合には粒子間に隙間ができる。通常, カプセル充填時の密度は 65~70%程度であり, これを HIP 処理によって密度 100%にまで圧縮すると, 寸法で 10 数%の収縮を生じる。しかも, 充填率が, 部位によって異なると, 不均一な収縮を来し, 所期の形状を得られなくなる。したがって, PM HIP NNS プロセスにおいては, カプセル設計における収縮予測と, 充填率の均一化, 安定化が重要な要素である。



第 1 図 HIP 装置の基本構造

†原稿受付 2018 年 12 月

*業務部 技術管理課 副主任

**金属技研株式会社

2.3 PM HIP NNS プロセスの特長

本プロセスのメリットとして以下が挙げられる。

- (1) 粉末を素材とするため成分設計の自由度が大きい。
- (2) 内部の品質が、全断面で均一で、かつ、異方性がない。
- (3) 溶接組立構造の一体化による工程省略が可能であり、かつ、溶接部での強度や耐食性の劣化を解消できる。
- (4) NNS 化によって歩留が向上し、素材、および、機械加工のコストを大幅に削減できる。特に、Ni 基や Co 基合金など高価な材料に於いて、顕著な効果がある。
- (5) 鍛造+機械加工では成形できない中空形状なども成形できる。
- (6) HIP 装置に入る範囲であれば、大サイズの成形が可能である。

3. バルブボディの製作

3.1 材料規格

本試作品の材質は、高温特性に優れた 9Cr-1Mo 鋼の 1 種であり、HIP プロセスを前提とした材料規格 ASTM A989 K90901 (9Cr-1Mo-0.2V- Nb-

N) として規定されている。この材質は、鍛造品の規格である ASTM A182 F91 の同等材として規定されていることから、本稿では Grade 91 と呼称する。

3.2 製品の選択とプロセスの分担

試作する製品として、電力プラントの高温配管部分で使用されるバルブボディを選択した。

製作のプロセスは、当社が、粉末の手配、カプセルの機械加工による除去、熱処理、仕上加工を施工し、カプセル設計と製作、粉末充填から HIP 処理までを金属技研(株)が分担した。

3.3 粉末の性状

第 1 表に、使用した粉末の化学成分を示す。

第 2 図は、使用した粉末の SEM 写真であり、ほぼ球形を呈しており、粒のサイズは、2~90 μ m であった。

3.4 カプセル設計

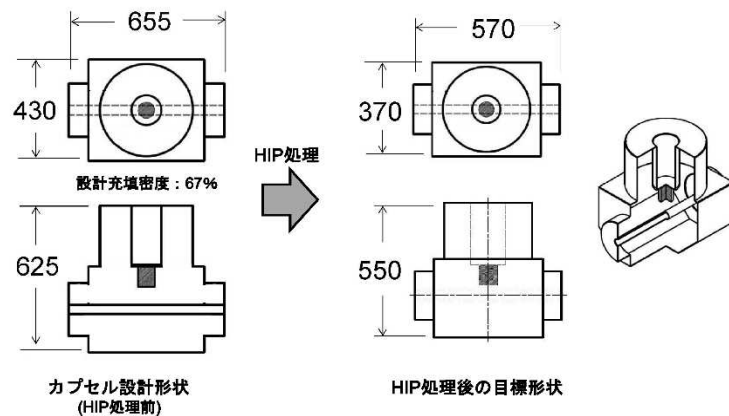
第 3 図に、HIP 後の目標形状・寸法と、これに対応する HIP 前形状、すなわち、カプセル設計形状を示す。粉末充填密度を 67% と想定して平均収縮率を求めたうえで、部位による剛性差などを考慮してカプセルの各部寸法を決定した。

第 1 表 化学成分(wt%)

		C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	N	Nb
A989 K90901	min.	0.08	0.30	0.20	8.0	-	0.85	0.18	0.03	0.06
	max.	0.12	0.60	0.50	9.5	0.40	1.05	0.25	0.07	0.10
Powder		0.10	0.39	0.40	8.77	0.17	0.90	0.25	0.05	0.08



第 2 図 粉末の SEM 写真



第 3 図 バルブボディのカプセル設計

3.5 HIP 処理

カプセルに粉末を充填し、真空に脱気したのち、粉末の投入口を密閉した。HIP 処理前の外観を第4図に示す。これを、金属技研(株)の「GIGA HIP」装置によってHIP 処理を施工した。

3.6 カプセル除去と熱処理

HIP 処理後、機械加工でカプセルを削除し、その後、下記の油焼き入れ焼き戻し処理を施工した。

第5図は、熱処理後の外観である

1,050℃×3hr → 油冷

760℃×4.5hr → 空冷

4. 評価試験

熱処理後のバルブボディ本体から試験片を切り出して、下記の試験を行った。

- (1) 常温引張試験
- (2) 断面ブリネル硬さ
- (3) 高温引張試験



第4図 HIP 処理前外観

- (4) シャルピー衝撃試験 (2V, 室温)
- (5) マクロ組織観察
- (6) ミクロ組織観察
- (7) 結晶粒度
- (8) 非金属介在物
- (9) クリープ試験

4.1 常温引張試験

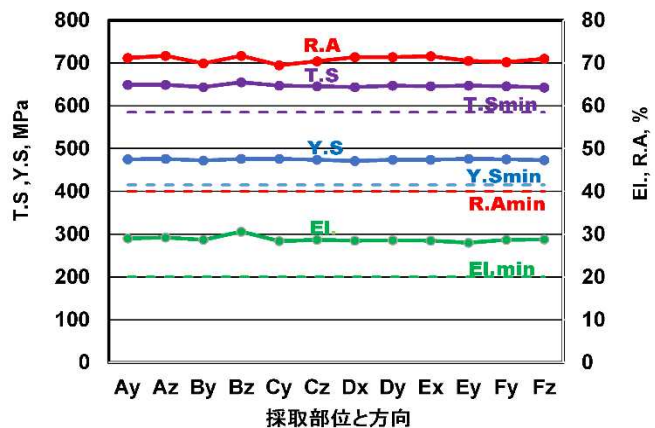
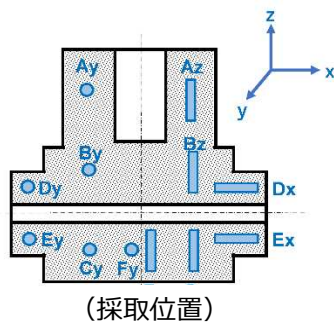
断面の各部、各方向に試験片を採取して引張試験を行った結果を第6図に示す。いずれも、採取部位、方向に関係なく、ほぼ同じ値を示しており、HIP 施工品の重要な特長である全断面均一な特性が得られている。また、A989 の規格値も問題なく満足できている。

4.2 断面硬さ

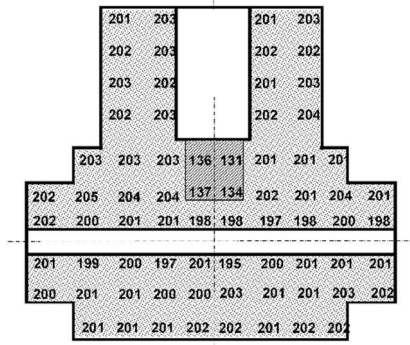
バルブボディの断面 HB 硬さ分布を第7図に示す。中央の軟鋼埋め込み部以外の硬さは、HB200 ±5 である。下部の貫通孔周りにわずかに低い部分があるものの、全72測定点中、88%はHB202±2の範囲内であり、全断面において、非常に均一な硬さ分布である。



第5図 HIP・熱処理後外観



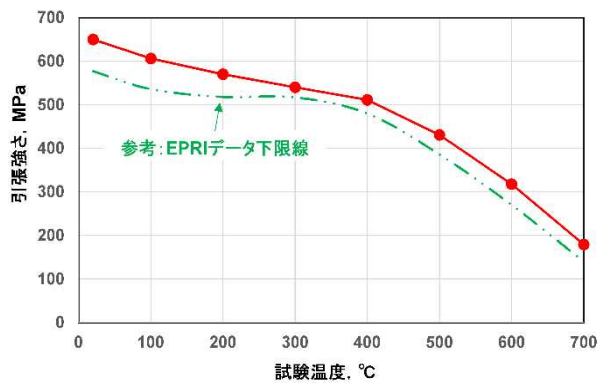
第6図 引張試験結果



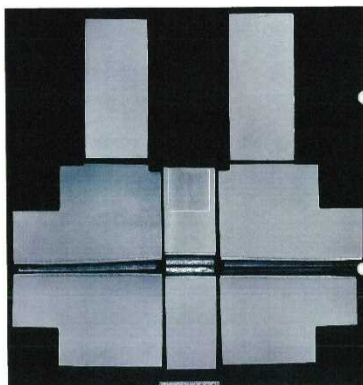
第7図 断面HB分布

4.3 高温引張試験

室温 (20℃) と 100℃ から 700℃ までの高温引張試験での引張強さを第 8 図に示す。図中の二点鎖線は、EPRI (Electric Power Research Institute: 米国電力研究所) のデータ集³⁾ に示されている Gr.91 材の下限線であり、これを上回っている。



第8図 高温引張試験結果



第10図 断面マクロ組織

4.4 シャルピー衝撃試験

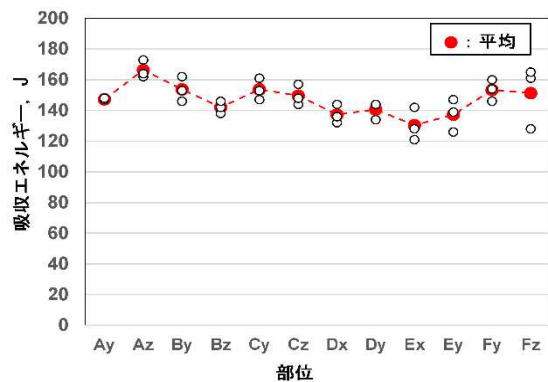
常温引張試験と同じ採取位置から試験片を各 3 個採取して、シャルピー衝撃試験 (2V ノッチ, 室温) を行った結果を第 9 図に示す。いずれの結果も、採取部位、方向にかかわらずほぼ一定の結果となっている。

4.5 マクロ組織観察

王水腐食によるマクロ組織を第 10 図に示す。いずれも、均一な組織であり、偏析などは認められない。また、当然のことながら、メタルフローは全く存在しない。バルブボディの中央の孔の下部の腐食状態の異なる部位は、軟鋼埋め込み部である。

4.6 ミクロ組織

ミクロ組織をナイタール腐食で観察した。どの部位も、ほぼ同様の焼き戻しマルテンサイト組織であり、析出物などの異常組織は認められない。代表的な組織として、中央部の組織を第 11 図に示す。

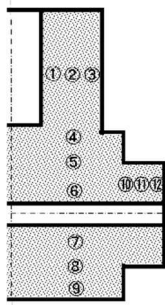


第9図 シャルピー衝撃試験結果



第11図 ミクロ組織

第2表 粒度測定結果



(測定位置)

部位	粒度	部位	粒度
①	10	⑦	10
②	10	⑧	10
③	10	⑨	10
④	10	⑩	10
⑤	10	⑪	9.5
⑥	10	⑫	9.5

第3表 非金属介在物

A系	Thin	0
	Heavy	0
B系	Thin	0
	Heavy	0
C系	Thin	0
	Heavy	0
D系	Thin	0.5~1.0
	Heavy	0.5

4.7 結晶粒度

ピクリン酸腐食により結晶粒度を測定した結果を第2表に示す。全測定部位において粒度は9.5~10であった。

これらの粒度は、同材質の鍛造品の粒度に比べて著しく細粒であり、また、鍛造品では、一般に表面部と内部で粒度に差を生じる（内部が比較的粗粒）のに対し、全部位においてほとんど均一になっており、PM HIP 処理品の特徴がよく表れている。

4.8 非金属介在物

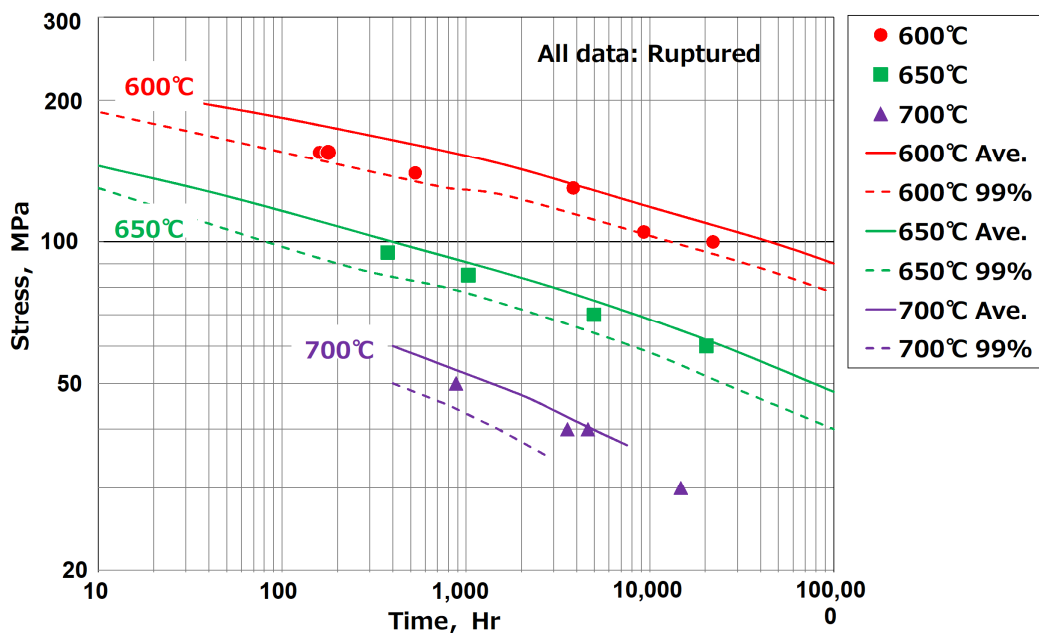
各部位で非金属介在物を測定した結果を第3表に示す。A系、B系、C系の介在物は認められず、D系（粒状酸化物）のみが認められた。

4.9 クリープ試験

バルブボディの内部からサンプルを採取して、クリープ試験を実施した。結果を第12図に示しており、全てが破断データである。最長試験時間は、600℃の約22,000時間（約2年6ヶ月）である。

図中の実線および破線は、NIMS（国立研究開発法人物質・材料研究機構）によって公開されているGr.91材の国内実績に基づく平均（実線）と99%確率での下限線（破線）である。

いずれの試験結果も国内実績の範囲内であることから、HIPプロセスを適用した今回の試作品は、従来品と同等のクリープ強度を有していることが得られた。



第12図 クリープ試験結果

5. 仕上機械加工

第5図に示した熱処理完了品を用いて、仕上機械加工を施工した結果、欠肉などを生じることなく、機械加工を完了できた。完成品の外観を第13図に示す。

従来の一休鍛造品から削り出すプロセスでは、直方体の素材重量が約900kgになるが、HIP処理品の重量は536kgであり、約40%の素材重量削減を図ることができた。このNNS化により、機械加工時間も大幅に短縮され、鍛造一体プロセスの推定所要時間約100hrに対し70hrで加工を終えることができ、30%削減することができた。



第13図 完成品の外観

6. 結言

Grade 91 材の粉末を用いて、PM HIP NNSプロセスによって火力プラント用バルブボディを試作し特性を調査した。

(1) HIP後の寸法・形状は良好であり、NNS成形を実現することができた。これにより、鍛造一体素材を用いる場合に比べて、素材重量削減40%、機械加工工数削減30%の効果を得ることができた。

(2) 種々の特性評価を行った結果、いずれの結果も、全断面、全方向において、均一であり、HIPプロセスの特長を実証することができた。これらの結果は、いずれも、ASTMの規格値を満足している。

(3) クリープ強度は、国内従来品と同等であることが得られた。

以上

【謝辞】

本試作評価に当たり、特に、クリープ強度の評価に関して、株式会社IHI殿に多くのご助言とご協力を賜りました。ここに、心より謝意を表します。

参 考 文 献

- (1) Introduction to PM HIP Technology, EPMA (European Powder Metallurgy Association) 2011 2nd edition.
- (2) 浦川博史：Grade91の超大型粉末焼結部品のニアネット成形，火力原子力発電大会研究発表要旨集，2018.10
- (3) Powder Metallurgy / Hot Isostatic Processing (PM/HIP) Data Package for Grade 91, EPRI