

粉末 HIP 処理を適用した二相ステンレス材バルブボディの 製造プロセスの開発[†]

浦川博史^{*}, 塩川豊人^{**}

1. 緒言

当社は、金属技研株式会社と共同で、金属粉末を原材料とする HIP (Hot Isostatic Pressing) プロセスを適用した配管部品の実用化に取り組んでおり、本「シモダ技報」の No.4 報告書で、火力プラント向け Grade 91 材バルブボディの試作評価結果を報告した¹⁾。本稿で報告する内容は、この HIP プロセスを、石油・天然ガス海洋プラント向けの二相ステンレス製バルブボディに適用したものである。

石油・天然ガスの海洋掘削においては、浅海領域での資源枯渇に伴い、より深海で、かつ、腐食性の強い流体に耐え得る配管部材が必要とされてきており、これらのニーズに対応できる材質として、高強度で高耐食性を有する二相ステンレス材の適用が有望である。一般に、バルブボディなどに代表される複雑形状品は、鋳造プロセスで製造されている。より高い強度と信頼性を得るためには、鍛造品が望ましいが、歩留が著しく低下するだけでなく、物理的に機械仕上できない部位がある場合も多く、現実的に適用は不可能である。

一方、HIP プロセスによれば、鍛造品並の強度や靱性を得られるとともに、鋳造品に近い形状に成形することができる。そこで、石油配管に用いられるバルブボディを対象として、二相ステンレス鋼粉末を用いて HIP NNS (Near Net Shape) 品を試作し、特性を調査したので、以下に報告する。なお、本開発は、経済産業省の「戦略的基盤技術高度化支援事業」の補助を受けて行ったものである(平成 29 年度採択)。

2. 材料粉末

2.1 材質

今回対象とした二相ステンレス材は、25Cr 系のスーパー二相ステンレスと呼ばれているもので、特に、耐食性の優れた材質である。試作評価した材質は、UNS S32505 であり、HIP 品に適用する規格である ASTM A988²⁾に規定されている。

粉末は輸入品であり、化学成分の規格値とミルシート値を第 1 表に示す。

2.2 粉末の性状

第 1 図に示すように、粉体は概ね 70~300 μ m の球体であり、表面に小径の粒(サテライトと呼ぶ)が付着している。また、第 2 図 a), b) の粉体の断面ミクロ組織観察では、1 μ m ほどの非金属介在物 (Al, Si, Mg) が点在している。組織は、粒径が 20 μ m 程度の二相組織である。

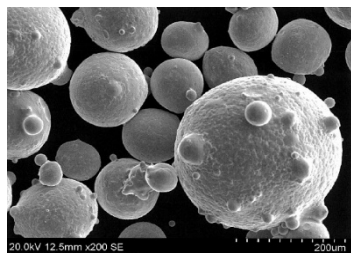
第 1 表 化学成分 (%)

	ASTM A988 S32505		Ladle
	min.	max.	
C	-	0.030	0.017
Si	-	1.00	0.52
Mn	-	1.50	0.63
Ni	4.5	7.0	6.45
Cr	24.0	27.0	25.8
Mo	2.9	3.9	3.07
N	0.25	0.30	0.28
Cu	1.50	2.50	1.67

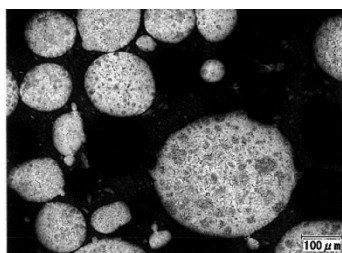
[†] 原稿受付 2020 年 6 月

^{*} 業務部 技術管理課 副主任

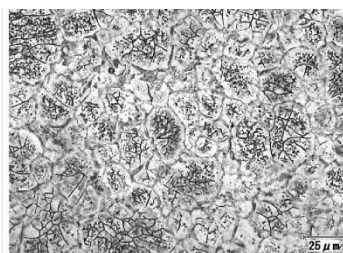
^{**} 金属技研株式会社



第 1 図 粉体の拡大写真



a) 断面組織



b) 同左拡大

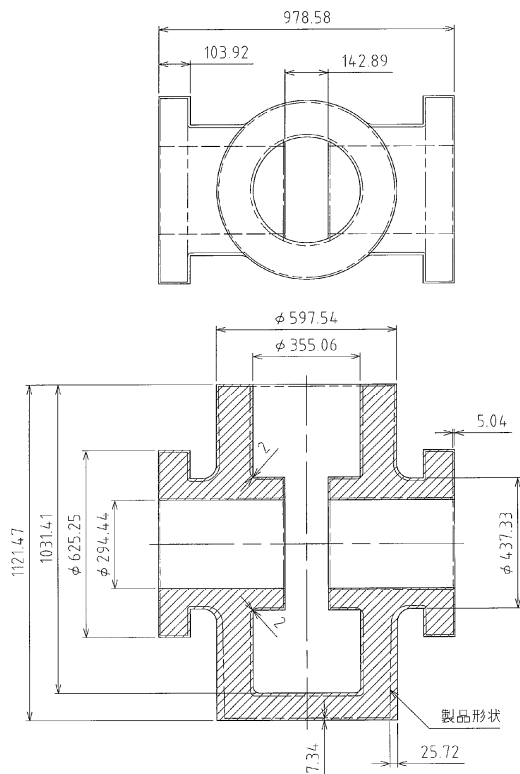
第 2 図 粉体のミクロ組織

3. 試作品の形状

試作したバルブボディは、ゲートバルブ（仕切弁）の 1 種であるコンジットタイプと呼ばれるものである。このタイプの特長は、全開時の流路断面が一定となるため流路損失が小さいことである。一方、全閉時には、弁体を下部に下げる構造になるため、下部に弁体を収納するスペースが必要になる。

試作バルブボディの仕様は、耐圧力 900lbs.、流路内径 12"であり、第 3 図に形状を示す。完成品のサイズは、（高さ）1,121mm×（幅）979mm×（胴部直径） $\phi 598$ mmである。

試作数は 2 個とし、1 個は特性調査用の供試材、1 個は最終仕上加工まで施工した。



第 3 図 試作バルブボディの形状

4. カプセルの製作と粉末充填

4.1 カプセルの製作

カプセルの製造には、厚さ 3.2mm の軟鋼板材を用いた。板切り、板曲げののち、手溶接で組み立てた。

第 4 図は、中子の組み立ての様子である。

当 HIP プロセスでは、製品個数分のカプセルが必要であり、2 個製作した。

4.2 粉末充填

今回の試作に際して新たに導入した振動装置を用いて、粉末充填を実施した。充填率は 72%の予想に対して、1 個目の実績は 70.6%、2 個目は 69.0%であった。

4.3 脱気・シール

脱気に用いるノズル以外のノズル先端にプラグを挿入して溶接・閉口したのち、脱気用ノズルにパイプを溶接して、真空ポンプで脱気した。脱気完了後、延長パイプをかしめて密閉した。



第 4 図 中子の組み立て

5 HIP 処理

5.1 HIP 処理条件

金属技研(株)の Giga-HIP 装置により HIP 処理を行った。

バルブボディの製作に先立って実施した同材質の最適 HIP 処理条件に関する予備試験結果に基づき、処理条件は、温度 1,150℃、圧力 118MPa、保持時間 6hr とした。昇温時間は 4 時間、冷却時間は 6 時間である。

5.2 HIP 処理による収縮率

HIP 処理による各部の収縮率（ $=1 - (\text{HIP 後寸法} / \text{HIP 前寸法})$ ）の実績を第 2 表に示す

各部の実績収縮率は、No.1 は 9.7～10.3%の範囲、No.2 は 10.4～11.1%の範囲で、概ね一定しており、粉末がどの部位にも均一に充填された結果と思われる。

第 2 表 収縮率の実績

試作品No.		No.1	No.2	
充填率	予想	72.0%		
	実績	70.6%	69.0%	
収縮率	実績充填率に基づく理論値 ^(注)		11.0%	11.6%
	実績	全長	10.0%	10.9%
		全幅	10.2%	10.6%
		胴部外径	10.3%	10.4%
		胴部内径	10.3%	11.1%
		フランジ外径	10.0%	10.8%
		フランジ内径	9.7%	10.5%
		平均	10.1%	10.7%

(注)：理論収縮率 $=1 - (\text{実績充填率の三乗根})$

6 酸洗・熱処理

6.1 酸洗

全面機械加工仕上を施工する製品の場合は、仕上加工と同時にカプセルを切削除去することができるが、本製品のように全面機械加工を施工できない形状の場合は、機械加工前にカプセルを除去する必要がある。したがって、HIP 後熱処理前に酸洗によって表面のカプセル層を溶解除去した。

第 5 図は、酸洗後の外観である。



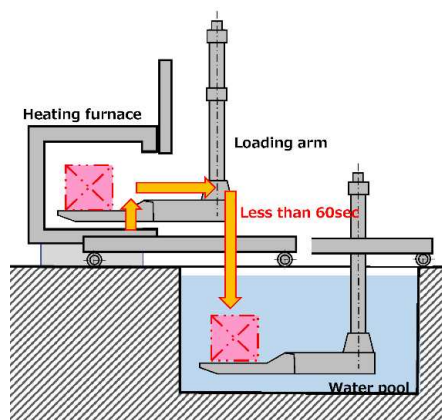
第 5 図 酸洗後外観

6.2 熱処理

カプセル除去後、つづいて下記の条件で固溶化熱処理を施工した。

熱処理条件： 1,100℃×4hr→水冷

当熱処理炉は、迅速水冷によってσ相の発生を防止するための自動冷却機構を備えており（第 6 図参照）、実測の結果、扉全開時から水冷までの時間は 28 秒であった。石油関連部品の規格である NORSOK 規格では、水冷開始までの時間は 60 秒以内と規定されており、これに対して、十分な性能を備えていることが確認できた。



第 6 図 自動冷却機構

7 機械加工

製作した2個の素材のうち、1個を後述する確性試験に供試し、残りの1個を機械加工仕上した。本製品は形状的に、全面機械加工は困難であり、下記の部分について機械加工を施工した。

(1) フランジ部：合わせ面，フランジ外周，ボルト孔，内径面を旋削。

(2) 胴部開口側：外周面を端部から約 80mm，内径面，端部を旋削し，ネジ孔を施工。

(3) 胴部底面：全面旋削。

被削性に問題は認められなかった。第7図 a)は機械加工後の外観，同図 b)は，白色塗装を施工した最終の外観である。



a) 機械加工後



b) 塗装完成品

第7図 機械加工後の外観

8. 特性調査

8.1 適用規格

特性調査は，石油・天然ガスの海洋プラント用部品の認証規格である NORSOK 規格にしたがって実施した。適用した規定は，NORSOK 規格 MDS D54 の「HIP product ASTM A988 UNS S32505」である。

8.2 調査項目

下記の評価試験を行った。

- (1) 常温引張試験
- (2) 低温衝撃試験
- (3) フェライト量測定
- (4) ミクロ組織観察
- (5) 腐食試験（塩化第二鉄腐食）

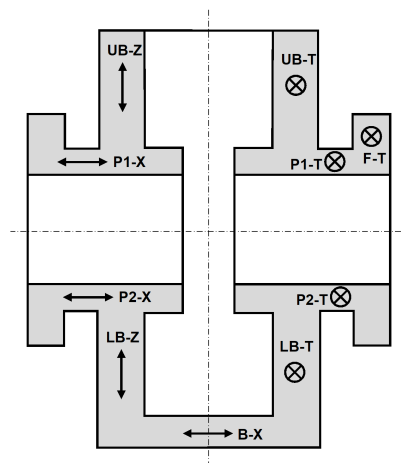
8.3 調査結果

8.3.1 調査部位

調査のための試験片を，第8図に示す部位と方向で採取した。図において，部位の記号は，それぞれ，上部ボディ部（UB），パイプ部上側（P1），パイプ部下側（P2），下部ボディ部（LB），および，ボトム部（B）を表す。また，Z は軸方向を，X は軸と直角方向を，T は円周方向を示す。

8.3.2 引張試験結果

引張試験の結果を，第9図に示しており，NORSOK の要求値に対して全く問題のない結果になっているばかりでなく，部位や方向にかかわらず，ほぼ一定の値を示している。このように異方性の少ない特性を得られることは，HIP プロセスの重要な特長である。



第8図 試験片の採取部位と方向

8.3.3 低温衝撃試験結果

NORSOK の要求に従って、マイナス 46℃で 2mm-V ノッチシャルピー試験を行った結果を第 10 図に示す。

NORSOK の要求値に対して、十分な余裕をもって合格している。一般に、衝撃試験では、同じ条件での 3 試験片の結果がばらつくことが多いが、これらの結果では、同条件 3 個の結果のばらつきが比較的小さくなっており、HIP 製品の均一な特性を実証している。

8.3.4 ミクロ組織とフェライト量

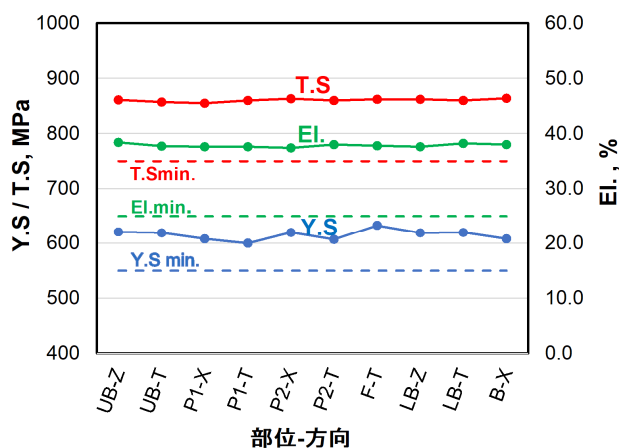
NORSOK の要求では、ミクロ組織に金属間化合物が認められないこと、および、フェライト量は 40～60%と

されている。第 3 表に、これらの調査結果を示しており、いずれも問題ない結果が得られた。

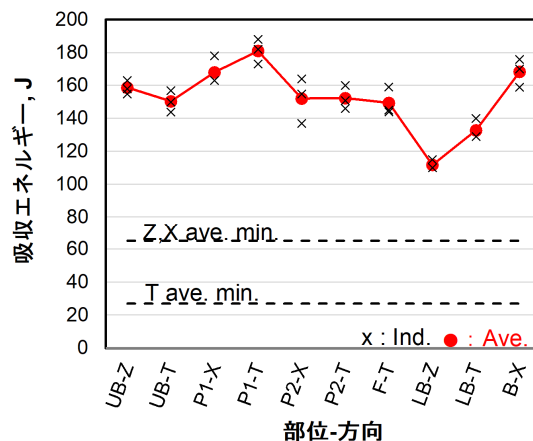
第 11 図は、参考に調査したミクロ組織であり、部位にかかわらず、ほぼ同一サイズの二相細粒組織が得られている。また、当然のことながら、鍛造品でしばしば観察されるメタルフロー（組織の方向性）は全く認められない。

8.3.5 耐食性

NORSOK の要求にしたがって、塩化第二鉄腐食試験を行った。50℃×24hr での腐食減量は、要求値の 1/10 以下であり、優れた耐食性が確認された。



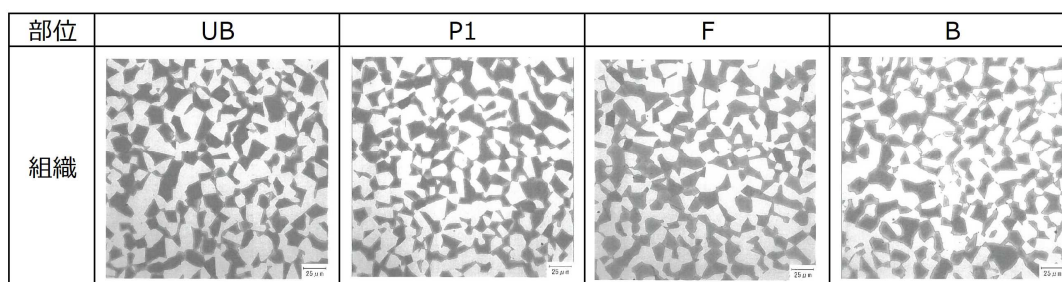
第 9 図 引張試験結果



第 10 図 衝撃試験結果

第 3 表 ミクロ組織と腐食試験結果

部位	ミクロ組織			塩化第二鉄腐食試験 50℃ 24hr	
	金属間化合物	組織写真	フェライト量 (%)	孔食	腐食量 (g/m ²)
NORSOK要求	なきこと	(参考)	40-60	なきこと	≤4.0
UB	なし	第11図	42.9	なし	0.3
P1	なし		44.7	なし	0.4
F	なし		43.5		
B	なし		43.8		



第 11 図 ミクロ組織

8.3.6 NORSOK 要求に対する結論

上述の通り、NORSOK 要求の全てに合格しており、本プロセスによる製品は、NORSOK MDS D54 の「HIP product ASTM A988 UNS S32505」として、問題のない特性を有していることを確認することができた。

9 結言

HIP-NNS プロセスにより石油・天然ガス海底プラント用バルブボディの試作評価を行った結果、下記の知見が得られた。

(1) カプセルへの粉末充填において、新規導入した振動装置を用いることにより、約 70%の充填率を得ることができた。また、HIP 前後の収縮率に部位による差がほとんどないことから、各部位に均一に充填されたことが判った。

(2) 固溶化熱処理を、自動冷却機構付き新熱処理炉で施工した結果、出炉から水冷開始までの時間は 28 秒であり、NRSOK 要求値「60 秒以内」を余裕をもってクリアした。

(3) 試作した 2 個のうち 1 個を供試材として、各種の調査を行った。引張試験、衝撃試験の結果はいずれも、NORSOK 要求値に合格しているばかりでなく、試験部位によらず安定した結果が得られ、部位差も異方性も小さいとされる HIP 製品の特長が証明された。

(4) ミクロ組織は、いずれも同サイズの二相細粒組織であり、 σ 相は全く認められなかった。また、耐食性も十分であることが確認された。

(5) 結論として、本試作品は、石油・天然ガス海底プラント用製品としての NORSOK 要求を全て満足していることを確認することができた。

参 考 文 献

(1) 浦川博史：Grade 91材バルブボディのHIPニアネット成形、シモダ技報 No.4, 2018.12

(2) ASTM A988-15, Standard Specification for Hot Isostatically-Pressed Stainless Steel Flanges, Fittings, Valves, and Parts for High Temperature Service, S32505