# 令和元年度 戦略的基盤技術高度化•連携支援事業 戦略的基盤技術高度化支援事業

石油・天然ガス海洋開発プラント向け 超大型複雑形状粉末焼結部品の HIP-NNS 工法の開発

研究開発成果等報告書

令和2年 5月

担当局 近畿経済産業局 補助事業者 金属技研株式会社

## 目 次

## 第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1-2 研究体制 (研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口

## 第2章 本論一(1)

- 2-1 超大型複雑形状 HIP-NNS 工法の確立
- 2-1-1 二相ステンレスの HIP-NNS 処理条件の確立
- 2-1-2 カプセル設計手法の確立
- 2-1-3 粉末充填方法の確立
- 2-2 超大型二相ステンレス焼結材の熱処理条件の確立
  - 2-2-1 出炉から水冷開始までの時間の最適化
- 2-3 超大型実製品の開発
  - 2-3-1 フランジの機械的強度、耐食性に関する性能評価
  - 2-3-2 バルブボディの性能評価

## 最終章 全体総括

#### 第1章 研究開発の概要

#### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

## (1) 研究開発の背景

従来、中東や北海そしてメキシコ湾やカナダのオイルサンドに代表されるような石油・天然ガス採掘プラント向け二相ステンレス製バルブの機械的な高寿命化および材料学的な耐食性の向上に多くの要望が挙げられているが、近年では、日本近海の海底に埋蔵されているメタンハイドレートの採掘プラントにも多くの高機能化、耐食性が要望されている。その中で、設備の大型化に伴い、製造部品も大型化している。一方、海洋プラントは生産性向上や浅海から深海へ生産のフィールドが拡張しており、プラント設備の大型化と共にメンテナンスフリー化へと傾向してきている。従来、バルブなどの製造法は熱・冷間鍛造などが中心であったが、製品に組み立てる際の溶接部の強度不足や部品点数の多さから部材強度や耐食性など機械的特性の一様性が得られにくかった課題があり、設備のコスト削減や均質な材料特性と製品の溶接レスー体造形が並行して要望されている。

#### (2)研究目標

本事業では世界最大の HIP 装置を用い、超大型複雑形状の粉末焼結品を一体型成形で製造する方法を確立し、従来技術よりも、カプセル設計技術、粉末充填技術、熱処理技術の高度化を図る。

研究課題としては以下の3項目を達成する。

- 【1】超大型複雑形状 HIP-NNS 工法の確立
- 【2】超大型二相ステンレス焼結材の熱処理条件の確立
- 【3】超大型実製品の開発

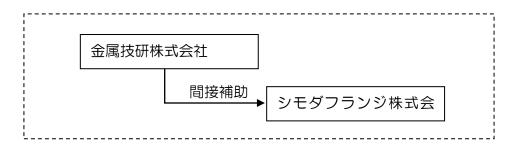
これらの課題を実施し、超大型複雑形状粉末焼結部品の HIP-NNS 工法を確立する。

| 研究開発第 | <b>尾施内容</b>              | 技術的目標                    | 備考        |  |  |  |
|-------|--------------------------|--------------------------|-----------|--|--|--|
| 【1】超大 | 【1】超大型複雑形状 HIP-NNS 工法の確立 |                          |           |  |  |  |
| [1-1] | ニ相ステンレスの                 | 腐食試験(ASTM G38)を満足し、引     | 1-3-1-1 及 |  |  |  |
|       | HIP-NNS 処理条件の確           | 張強度が 750MPa 以上になる HIP 処  | び         |  |  |  |
|       | 立                        | 理条件を確立する。                | 2-1-1     |  |  |  |
| [1-2] | カプセル設計手法の確               | HIP 処理後の目標寸法との差を         | 1-3-1-2 及 |  |  |  |
|       | 立                        | ±2%(1,000mm に対し±20mm)以内に | び         |  |  |  |
|       |                          | する。                      | 2-1-2     |  |  |  |
| [1-3] | 粉末充填方法の確立                | カプセル内部全体が安定して 65%以       | 1-3-1-3 及 |  |  |  |
|       |                          | 上の充填率が得られる手法を確立す         | び         |  |  |  |
|       |                          | る。                       | 2-1-3     |  |  |  |

| 【2】超大 | 型二相ステンレス焼結材の | 熱処理条件の確立            |           |
|-------|--------------|---------------------|-----------|
| [2-1] | 出炉から水冷開始まで   | 出炉から水冷開始までの時間の差に    | 1-3-2-1 及 |
|       | の時間の最適化      | よるシグマ相の析出挙動を確認し、シ   | び         |
|       |              | グマ相析出の発生率を 0%にする。   | 2-2-1     |
| 【3】超大 | 型実製品の開発      |                     |           |
| [3-1] | フランジの機械的強    | 引張試験、衝撃試験、腐食試験等の    | 1-3-3-1 及 |
|       | 度、耐食性に関する性能  | 確性試験を行い、NORSOK 規格値を | び         |
|       | 評価           | 満足する。               | 2-3-1     |
| [3-2] | バルブボディのユーザ   | 実使用環境に耐えられる性能を有す    | 1-3-3-2 及 |
|       | による性能評価      | る。                  | び         |
|       |              |                     | 2-3-2     |

## 1-2 研究体制

## (1)履行体制



総括研究代表者(PL)

所属:金属技研株式会社

役職:次長

氏名: 奥脇 三男

副総括研究代表者(SL)

所属:シモダフランジ株式会社

役職:副主任

氏名:浦川 博史

## (2) 管理員、研究員及び補助員

## 【補助事業者】 金属技研株式会社

## 管理員

|    | 氏 名 |      | 所属•役職 |    | 実施内容(番号) |
|----|-----|------|-------|----|----------|
| 鈴木 | 友也  | 姫路工場 | 工場長   |    |          |
| 長澤 | 豊   | 技術本部 | 開発企画部 | 次長 |          |

| 濱崎 千明      | 姫路工場 総務経理係     |             |
|------------|----------------|-------------|
| 尾ノ井 正裕     | 技術本部 新事業推進課 主管 | [1-2] [1-3] |
| 奥脇 三男 (PL) | 姫路工場 技術部 次長    | [1-2] [1-3] |
| 小宮 岳彦      | 姫路工場 技術係 班長    | [1-2] [1-3] |
| 塩川 豊人      | 姫路工場 技術係 主任    | [1-2] [1-3] |
| 歌門 春彦      | 姫路工場 技術係       | [1-2] [1-3] |
| 長町 悠斗      | テクニカルセンター 主務   | [1-2]       |

注:研究員の指示に従い作業を行う者は含めず。

## 【間接補助事業者】

## 研究員

## シモダフランジ株式会社

|      | 氏 名 | 所属•役職          | 実施内容(番号) |
|------|-----|----------------|----------|
| 下田信  | 言治  | 代表取締役 社長       | [3-2]    |
| 木原 羽 | 惟充  | 常務取締役 兼 品質保証部長 | [3-2]    |
| 岡方 彰 | 義則  | 社長付(工学博士)      | [3-2]    |
| 中谷 矢 | 日維  | 業務部 営業課 課長     | [3-2]    |

| 上谷 | 昌史      | 業務部 | 技術管理課 | 副主任 | [3-2] |
|----|---------|-----|-------|-----|-------|
| 浦川 | 博史 (SL) | 業務部 | 技術管理課 | 副主任 | [3-2] |

注:研究員の指示に従い作業を行う者は含めず。

## 1-3 成果概要

1-3-1 超大型複雑形状 HIP-NNS 工法の確立

1-3-1-1 二相ステンレスの HIP-NNS 処理条件の確立

小型カプセルを製作し、数種類の HIP 処理条件にて焼結を行い、引張り試験および腐食試験を実施した。結果、目標とした腐食試験及び引張強度を満足する処理条件を確立した。

1-3-1-2 カプセル設計手法の確立

従来のカプセル設計手法は、金属粉末充填後の HIP 焼結による変形から経験値的にカプセルが設計されていた。新規の取り組みとしては、有限要素法の 1 つである FEM 解析を利用し、シミュレーション模擬サンプルの焼結後の寸法差と観測結果をフィードバックし、カプセル設計した。結果、設計値と焼結後の寸法差を±2%(1,000mm に対し±20mm)以内になる手法を確立した。

## 1-3-1-3 粉末充填方法の確立

小型振動機での予備試験を行った結果、充填率が 70%以上であった。大型振動機を導入し、超大型カプセルに充填される粉末に対しての充填試験を実施した。結果、大容量の粉末に対しても、65%以上の充填率を得ることができた。また、複雑形状のカプセルへの金属粉末充填には、2 種類のフランジ形状とバルブボディ形状で試験を行った。粉末充填箇所を複数に増やして充填した結果、いずれも 70%前後の均一な充填率を得ることができた。

#### 1-3-2 超大型二相ステンレス焼結材の熱処理条件の確立

1-3-2-1 出炉から水冷開始までの時間の最適化

試験片による出炉から水冷開始までの時間経過によるシグマ相の析出挙動を確認した。結果、最適な冷却時間を得ることができ、シグマ相が析出しない熱処理条件を確立した。

また、超大型部品に対しても、確立した熱処理条件を可能とする搬送装置を導入することで、シグマ相の析出を無くすことができた。

## 1-3-3 超大型実製品の開発

1-3-3-1 フランジの機械的強度、耐食性に関する性能評価

HIP-NNS 工法で試作した粉末焼結フランジに対し、次の確性試験を行い、NORSOK 規格値を満足することを確認した。

- ①引張試験 ②シャルピー衝撃試験 ③腐食試験
- ◎NORSOK 規格値

引張試験およびシャルピー衝撃試験規格値

| 品名   | 材質            | 耐力<br>(Mpa) | 引張強さ<br>(MPa) | 伸び<br>(%) | 絞り<br>(%) | 硬さ<br>(HBW) | シャルピー衝撃値<br>(J) |          |
|------|---------------|-------------|---------------|-----------|-----------|-------------|-----------------|----------|
|      |               |             |               |           |           |             | 平均              | 最小       |
| フランジ | UNS<br>S32750 | 550<br>以上   | 750<br>以上     | 25<br>以上  | _         | 310<br>以下   | 45<br>以上        | 35<br>以上 |

・腐食試験規格値(ASTM G48 METHOD-A)

試験条件:6%第二塩化鉄溶液、50℃、24 時間浸漬

腐食減量: 4.0g/m2/day 以下

フェライト量:35~55%

1-3-3-2 バルブボディの性能評価

フランジと同様、確性試験を行った結果、NORSOK 規格値を満足した。また、実使用環境に基づく製品評価としてヒューイ試験を実施した。結果、メーカー基準値を満足することができた。

## 1-4 当該研究開発の連絡窓口

金属技研株式会社 姫路工場

技術係 塩川 豊人

電話:079-269-1331

FAX: 079-269-0161

e-mail: tshiokawa@kinzoku.co.jp

#### 第2章 本論

## 2-1 超大型複雑形状 HIP-NNS 工法の確立

## 2-1-1 二相ステンレスの HIP-NNS 処理条件の確立

図-1 に示すカプセルに粉末充填を行い、表-1 の条件にて HIP 処理を行なった。 図-2 に粉末充填状況を示し、図-3 にHIP後の外観を示す。また、HIP 後の腐食試験結果を表-2 に示し、引張り試験および密度の結果を表-3 に示す。

結果、いずれの粉末および処理条件においても目標とした腐食試験(ASTM G48 Method A)による腐食量Oおよび引張強度 750MPa 以上を満足した。HIP処理温度に幅を持たせることができたことから、カプセルの形状やクリープ特性や衝撃などの、その他物性が必要な際にHIP処理温度による調整が期待できる。



図-1 カプセル

|   | 粉詞  | <b>卡種別</b> | 処理条件           |
|---|-----|------------|----------------|
| 1 | UNS | S32750     | 1,100°C×118MPa |
| 2 | UNS | S32750     | 1,150°C×118MPa |
| 3 | UNS | S32750     | 1,200°C×118MPa |
| 4 | UNS | S32505     | 1,100°C×118MPa |
| 5 | UNS | S32505     | 1,150°C×118MPa |

1,200°C×118MPa

UNS S32505

6

表-1 小型試験片による処理条件



図-2 粉末充填状況(カプセリング)



図-3 HIP後状態

表-2 腐食試験結果

| 試験片番号 | 寸法<br>(mm)      | 試験温度<br>(℃) | 浸漬時間<br>(h) | 腐食減量<br>(g) | 腐食速度<br>(g/m2/day) |
|-------|-----------------|-------------|-------------|-------------|--------------------|
| 1)    | 50.03×3.01×8.10 | 50.0        | 24          | 0.000       | 0.000              |
| 2     | 50.02×3.05×8.08 | 50.0        | 24          | 0.000       | 0.000              |
| 3     | 50.03×3.06×8.09 | 50.0        | 24          | 0.000       | 0.000              |
| 4     | 50.05×3.03×8.10 | 50.0        | 24          | 0.000       | 0.000              |
| 5     | 50.02×3.02×8.09 | 50.0        | 24          | 0.000       | 0.000              |
| 6     | 50.04×3.01×8.09 | 50.0        | 24          | 0.000       | 0.000              |

表-3 引張試験および密度調査結果

| 試験片番号 | 引張強度(MPa) | 密度(g/cc) |
|-------|-----------|----------|
| 1)    | 879       | 7.790    |
| 2     | 867       | 7.786    |
| 3     | 850       | 7.788    |
| 4     | 867       | 7.814    |
| 5     | 848       | 7.813    |
| 6     | 828       | 7.808    |

## 2-1-2 カプセル設計手法の確立

## (1)フランジカプセル設計

2 つの大きさの異なる 12 インチおよび 14 インチのフランジに関して、全体が均一に 収縮するモデルにて、カプセル設計を行った。図-4 に HIP 後の目標形状、図-5 にカプ セル組立ておよび HIP 処理状態を示す。

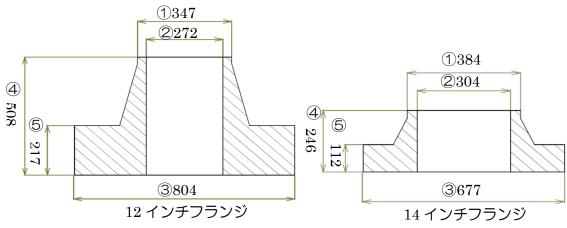


図-4 フランジ目標形状

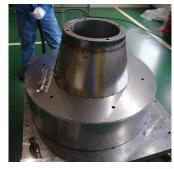






図-5 カプセル組み立ておよび HIP 処理状態

## (2)フランジの HIP 後の収縮解析

HIP 処理後の製品の状態を図-6 に示し、HIP 後の収縮解析として HIP 処理前後の寸法と目標寸法に対する差を表-4 および表-5 に示す。結果、目標寸法に対して 12 インチフランジでは最大 1.4%、14 インチフランジでは最大 2.0%の誤差でであった。いずれのフランジにおいても目標としていた 2.0%を満足している結果であった。

また、全体形状での寸法誤差を確認するために三次元デジタルアナライザーを用い計 測を行った。三次元デジタルアナライザーの結果を図-7 および図-8 に示す。

三次元デジタルアナライザーの結果で、目標寸法に対するズレとしては 12 インチフランジでは 5.6mm、 14 インチフランジでは 7.2mm となっていた。







12 インチフランジ

14 インチフランジ

デジタルアナライザー計測

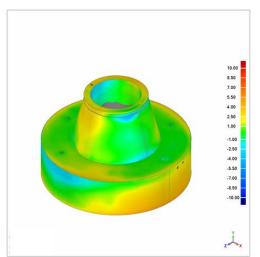
図-6 HIP後 製品状態

表-4 12 インチフランジ HIP 前後の寸法と目標寸法に対する差

|             | 1   | 2     | 3     | 4   | (5) |
|-------------|-----|-------|-------|-----|-----|
| HIP 前寸法(mm) | 386 | 303   | 896.5 | 567 | 242 |
| HIP 後寸法(mm) | 349 | 273.5 | 807   | 515 | 219 |
| 目標寸法(mm)    | 347 | 272   | 804   | 508 | 217 |
| 目標寸法との誤差(%) | 0.6 | 0.6   | 0.4   | 1.4 | 0.9 |

表-5 14 インチフランジ HIP 前後の寸法と目標寸法に対する差

|             | 1   | 2     | 3     | 4   | (5) |
|-------------|-----|-------|-------|-----|-----|
| HIP 前寸法(mm) | 431 | 343   | 761.5 | 277 | 126 |
| HIP 後寸法(mm) | 391 | 309.5 | 690.5 | 250 | 112 |
| 目標寸法(mm)    | 384 | 304   | 677   | 246 | 112 |
| 目標寸法との誤差(%) | 1.8 | 1.8   | 2.0   | 1.6 | 0   |



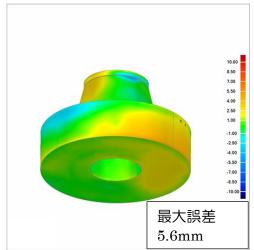
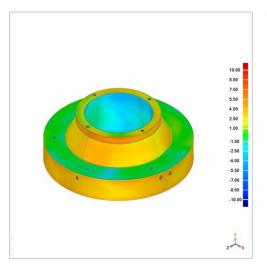


図-7 12 インチフランジ寸法



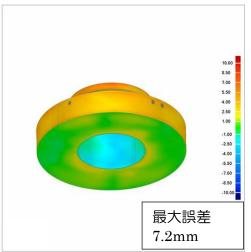
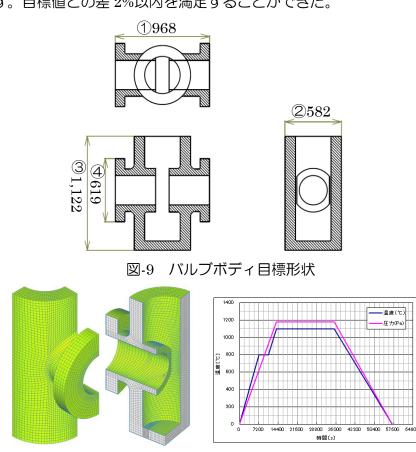


図-8 14 インチフランジ寸法

## (3)バルブボディのカプセル設計および FEM 解析

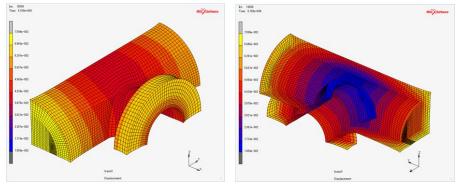
フランジよりも複雑で大型であるバルブボディについて、カプセル設計を行い、FEM 解析を実施した。バルブボディの目標形状を図-9 に示し、FEM 解析結果を図-10に示す。

カプセルは解析で目標形状に対して 1%以内となるように設計を行った。解析上の結果と目的形状の差を表-6 に示す。また、HIP 処理前後の寸法と目標寸法に対する差を表-7 に示す。目標値との差 2%以内を満足することができた。



解析モデル

HIP 処理条件



外面変位

内面变位

図-10 バルブボディ FEM 解析結

表-6 FEM 解析による目標形状との差

|              | 1   | 2   | 3     | 4   |
|--------------|-----|-----|-------|-----|
| 目標寸法(mm)     | 968 | 582 | 1,122 | 619 |
| FEM 解析結果(mm) | 960 | 577 | 1,117 | 617 |
| 目標寸法との誤差(%)  | 0.8 | 0.9 | 0.4   | 0.3 |

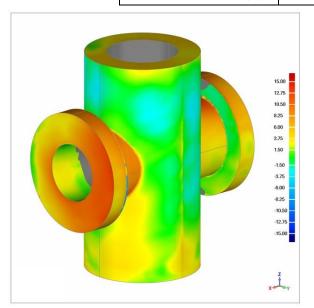




図-11 バルブボディ HIP 処理前後

表-7 HIP 処理前後の寸法と目標寸法に対する差

|             | 1     | 2   | 3     | 4   |
|-------------|-------|-----|-------|-----|
| HIP 前寸法(mm) | 1,068 | 644 | 1,253 | 691 |
| HIP 後寸法(mm) | 949   | 571 | 1,110 | 610 |
| 目標寸法(mm)    | 968   | 582 | 1,122 | 619 |
| 目標寸法との誤差(%) | 2.0   | 1.9 | 1.1   | 1.5 |



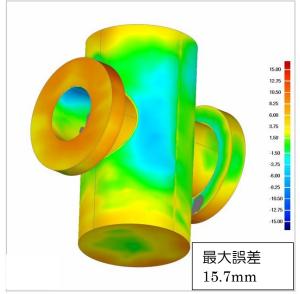


図-12 バルブボディ寸法

#### 2-1-3 粉末充填方法の確立

## (1)粉末性状調査及び小型振動機による試験

粉末の性状調査について、粉末の SEM 観察結果を図-13 に示す。小型振動試験の 充填試験について試験状況を図-14 に示し、結果を表-8 に示す。粉末の性状調査では、 粉末の直径は 70~300μmのほぼ球体であり、高い充填密度を得られると考えられ る。

小型振動機による充填試験では、異なる3種類のカプセル形状において、各種パラメータを調整し充填状態の確認を実施した。結果、いずれの形状であっても 70%と高い充填率を得ることができた。

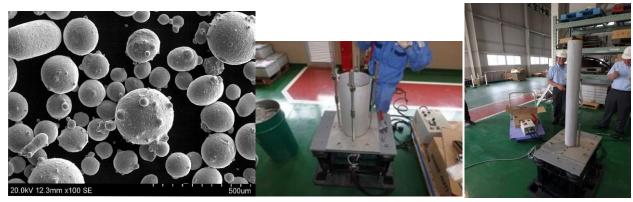


図-13 粉末 SEM 観察像

図-14 小型振動機充填試験

|   |   | カプセル形状    |        | 方·古变 (0/)     |
|---|---|-----------|--------|---------------|
|   |   | 径 (mm)    | 高さ(mm) | ·     充填率 (%) |
|   | 1 | 310.5     | 226    | 70.6          |
|   | 2 | 210.7 452 |        | 71.6          |
| ĺ | 3 | 110.1     | 1,052  | 71.5          |

表-8 小型振動機試験結果

## (2)大型振動機による試験

大型振動機による充填試験結果を表-9に示す。大型振動機による充填試験実製品で使用される粉末を用いて、大型単純形状において大重量の粉末充填を行った。結果、65%以上の充填率を得ることができた。

| 表-9          | 大型振動機試験結果 |
|--------------|-----------|
| <b>衣マ・</b> り | 人主派到该训练和未 |

| 粉末種類                   | 粉末充填体積(m³) | 粉末重量(kg) | 充填率(%) |
|------------------------|------------|----------|--------|
| S32505 Pearl 2505      | 0.383      | 1,995    | 66.9   |
| S32750 Micro-Melt 2507 | 0.190      | 995      | 67.1   |
| S32505 Micro-Melt 2505 | 0.861      | 4,395    | 65.5   |

## (3)大型振動機によるパラメータ調査

大型単純カプセルにて、2 種類の粉末における周波数と充填率の関係の調査を実施した。試験状況を図-15 に示し、試験結果を表-10 に示す。

結果、周波数を上げることで充填率は上昇するが、大型化に伴い共振が発生した。当該粉末ではいずれも30Hz以上において65%以上の充填密度を得る事ができた。

表-10 粉末充填試験結果

| 周波  | 数(Hz)  | 30   | 35   | 37   |
|-----|--------|------|------|------|
| 充填率 | S32750 | 67.1 | 70.5 | 71.2 |
| %   | S32505 | 65.5 | 69.8 | 70.1 |



図-15 充填試験状況

## (4)フランジにおける充填口調査

12 インチおよび 14 インチフランジにおいて 2 種類の粉末を用い、粉末充填を行った。粉末の充填口は、フランジ上面へ 4 箇所、下面へ 6 箇所の計 10 箇所へ配置し、35Hz にて充填を行った。試験状況を図-16 へ示し、充填結果を表-11に示す。



図-16 フランジ粉末充填

12 インチフランジにおいては、69.4%と大型単純カプセルと同程度の結果であった。 14 インチフランジに関しては 72.2%と大型単純カプセル以上の充填率を得る事ができ た。上部がテーパ形状になっており単純円筒よりも充填率が増したと推測される。

単純形状と同等以上の充填率が得られたことより、充填口については問題ないと考えられる。

|            | 粉末種別   | 充填率(%) |
|------------|--------|--------|
| 12 インチフランジ | S32505 | 69.4   |
| 14 インチフランジ | S32750 | 72.2   |

表-11 フランジにおける粉末充填率

## (5)バルブボディにおける充填口調査

アクリルカプセルによる事前検証を計画していたが、(4)フランジにおける充填口調査 の結果、単純カプセルと同等以上の充填率で目標値の 65%を大きく超えていたことか ら、バルブボディへの充填調査を実施することとした。

粉末の充填口は上面へ 8 箇所、左右のフランジ上面へ各 1 箇所の計 10 箇所とした。試験状況を図-17 へ示し、充填結果を表-12 へ示す。

結果、複雑形状のバルブボディにおいても、問題なく目標である 65%をこえる充填率を達成することができた。当該粉末は流動性が良く、本プロジェクトで導入した振動機によってバルブボディのような複雑形状においても対応できることが確認できた。また、粉末の種類を変えても、同様の充填率を得ることができた。

表-12バルブボディにおける粉末充填率粉末種別充填率(%)S3250569.0

図-17 バルブボディ粉末充填

## 2-2 超大型二相ステンレス焼結材の熱処理条件の確立

2-2-1 出炉から水冷開始までの時間の最適化

S32750

70.6

HIP 処理温度を振り分けて製作した S32505 の試験片に対し、表-13 に示す熱処理を行った。熱処理後の製品に対してシグマ相の確認およびフェライト測定を実施した。結果を表-14 に示す。なお、フェライト測定は、1-A,2-A,3-A のみ実施した。熱処理した試験片の水冷開始温度 1,000℃である 1-A, 2-A, 3-A にはシグマ相は全く認められなかった。熱処理した試験片の水冷開始温度 950℃である 1-B, 2-B に少しのシグマ相が認められた。熱処理した試験片の水冷開始温度 700℃である 1-B, 2-B に少しのシグマ相が認められた。熱処理した試験片の水冷開始温度 700℃である 1-C, 2-C,3-C にシグマ相が認められた。以上により、水冷開始温度 1,000℃つまり出炉から水冷開始までの時間が 51 秒以内であれば、シグマ相は析出しないことがわかった。その他、全ての組織がフェライトーオーステナイトの二相組織になっており、多少の黒点(炭化物)が認められるが微細に点在しており、悪影響は無いと考えられる。フェライト量は 1-A, 2-A, 3-A とも約50%前後で規定値内であり問題は無かった。

| HIP 処理条件           | 試験片 No. | 固溶化熱処理温度×保持時間 | 水冷開始時温度 | 出炉から水冷までの時間 |
|--------------------|---------|---------------|---------|-------------|
|                    | 1-A     | 1,050℃×15 分   | 1000℃   | 51 秒        |
| 1,100℃<br>×118MPa  | 1-B     | 1,050℃×15 分   | 950℃    | 1分27秒       |
| 1101111 0          | 1-C     | 1,050℃×15 分   | 700℃    | 5分14秒       |
|                    | 2-A     | 1,050℃×15 分   | 1000℃   | 51 秒        |
| 1,150℃<br>×118MPa  | 2-B     | 1,050℃×15 分   | 950℃    | 1分27秒       |
| ATTOMIT &          | 2-C     | 1,050℃×15 分   | 700°C   | 5分14秒       |
|                    | 3-A     | 1,050℃×15 分   | 1000℃   | 51 秒        |
| 1,200°C<br>×118MPa | 3-B     | 1,050℃×15 分   | 950℃    | 1分27秒       |
| 1131111            | 3-C     | 1,050℃×15 分   | 700℃    | 5分14秒       |

表-13 熱処理条件

- 熱電対を試験片内部に埋め込み、温度と保持時間を測定する。
- ・水冷開始までの間も実体温度を測定する。
- · C はシグマ相が析出しやすい温度域まで放冷する。

#### ※シグマ相とは・・・・・・

二相ステンレスを約700~900℃の範囲で長時間保持した際に析出する硬くて脆い非磁性の金属化合物。シグマ相は鋼の延性を著しく低下させ、水素脆化を引き起こしやすい。特に溶接部で生じ易い。

表-14 シグマ相およびフェライト量測定結果

| HIP 処理条件          | 試験片 No. | シグマ相有無 | フェライト量 | 組織写真<br>※丸印はシグマ相  |
|-------------------|---------|--------|--------|-------------------|
|                   | 1-A     | 無      | 50.3%  | 1-A               |
| 1,100℃<br>×118MPa | 1-B     | 有      | П      | 1-B 29⋅x          |
|                   | 1-C     | 有      | П      | 1-C               |
|                   | 2-A     | 無      | 48.1%  | 79 <sub>8</sub> m |
| 1,150℃<br>×118MPa | 2-B     | 有      | _      | 2-B               |
|                   | 2-C     | 有      | _      | 2-c               |
|                   | 3-A     | 無      | 51.1%  | 3-A               |
| 1,200℃<br>×118MPa | 3-B     | 無      | —      | 3-B               |
|                   | 3-C     | 有      | _      | 3-C               |

## 2-3 超大型実製品の開発

2-3-1 フランジの機械的強度、耐食性に関する性能評価

## (1)フランジの機械加工及び検査

熱処理したフランジは規定寸法へ仕上げるため機械加工を実施した。機械加工前の状態を図-18、機械加工後の状態を図-19 に示す。HIP 処理による収縮が想定より小さかったことにより、内径側の加工取り代が少なかった。



図-18 機械加工前



図-19 機械加工後

加工完了後、浸透探傷検査を行い、表面に大きな傷や欠陥が無いことを確認した。また、寸法検査により全ての規定部位が寸法公差内であることを確認した。

## (2)各種物性調査

フランジに対し、製品内部から採取した試験片で引張試験・シャルピー衝撃試験・腐食試験等を行い以下の各物性値が NORSOK 規格値を満足するか確認した。

|            |       | 引張試験  |     |     |       |                 | ピー衝撃値    |
|------------|-------|-------|-----|-----|-------|-----------------|----------|
|            |       |       |     |     |       | (J)             |          |
|            | 耐力    | 引張強さ  | 伸び  | 絞り  | 硬さ    | <del></del> .+5 | <b>=</b> |
|            | (Mpa) | (Mpa) | (%) | (%) | (HBW) | 平均              | 最小       |
| 規格値        | 550   | 750   | 25  | _   | 310   | 45              | 35       |
| 况恰但<br>    | 以上    | 以上    | 以上  |     | 以下    | 以上              | 以上       |
| 12 インチフランジ | 620   | 874   | 37  | 71  | 256.9 | 119             | 66       |
| 14 インチフランジ | 594   | 843   | 39  | 73  | 249.0 | 158             | 106      |

• 腐食試験規格値(ASTM G48 METHOD-A)

試験条件:6%第二塩化鉄溶液 50℃ 24 時間浸漬

腐食減量:4.0g/m²/day 以下

フェライト量:35~55%

|            | 腐 食 減 量 (g/m²/day) | フェライト量<br>(%) |
|------------|--------------------|---------------|
| 14 インチフランジ | 0.000              | 42.4          |
| 12 インチフランジ | 0.000              | 43.6          |

結果、全ての項目において規格を満足することができた。

## 2-3-2 バルブボディの性能評価

## (1)バルブボディの機械加工及び検査

熱処理したバルブボディは規定寸法へ仕上げるため機械加工を実施した。超大型複雑形状であるため、デジタイザーを購入し、これを用い加工前の寸法を確認し、必要なところのみ加工をおこなった。デジタイザーを図-20、熱処理後の状態を図-21、機械加工後の状態を図-22に示す。



図-20 デジタイザー



図-21 熱処理後



図-22 機械加工後

加工完了後、表面に大きな傷や欠陥が無いことを確認した。

また、寸法検査により全ての規定部位が寸法公差内であることを確認した。

## (2)各種物性調査

バルブボディに対し、製品内部から採取した試験片で引張試験・シャルピー衝撃試験・腐食試験等を行い以下の各物性値が NORSOK 規格値を満足することを確認した。また、実使用環境に基づく製品評価としてヒューイ試験を実施した。結果、メーカーの基準値を達成することができた。

|  |             | 引張試験          |           |           |             |     | シャルピー衝撃値 |  |
|--|-------------|---------------|-----------|-----------|-------------|-----|----------|--|
|  |             |               |           |           |             | (J) |          |  |
|  | 耐力<br>(Mpa) | 引張強さ<br>(Mpa) | 伸び<br>(%) | 絞り<br>(%) | 硬さ<br>(HBW) | 平均  | 最小       |  |
| 規格値  | 550         | 750           | 25        | _         | 310         | 45  | 35       |  |
| スページ スペー | 以上          | 以上            | 以上        |           | 以下          | 以上  | 以上       |  |
| バルブボディ                                       | 620         | 874           | 37        | 71        | 256.9       | 119 | 66       |  |

• 腐食試験規格値(ASTM G48 METHOD-A)

試験条件:6%第二塩化鉄溶液 50℃ 24時間浸漬

腐食減量:4.0g/m²/day 以下

フェライト量:35~55%

|        | 腐<br>(g/n | 食<br>n²/day | 減<br>y) | 量    | フェライト量<br>(%) |
|--------|-----------|-------------|---------|------|---------------|
| バルブボディ |           |             | 0       | .000 | 42.9          |

・ヒュー試験規格(ASTM A262 Practice C)

試験条件:沸騰 65%硝酸 48 時間浸漬 5 回

最大粒界腐食深さ:≦0.05mm

各回腐食度: ≦0.25g/m2/h

対前回比:≦150%

平均腐食度: ≦0.20g/m2/h

| Ī |        | 最大粒界腐食深さ | 各回腐食度(最大) | 対前回比(最大) | 5 回平均腐食度 |
|---|--------|----------|-----------|----------|----------|
|   |        | (mm)     | (g/m2/h)  | (%)      | (g/m2/h) |
| Ī | バルブボディ | 0.010    | 0.12      | 120      | 0.10     |

#### 最終章 全体総括

#### 1. 補助事業の成果及びその効果

平成 29 年度に実施した事項により、適切な HIP 処理条件を見出すことができた。また、大型振動機を導入し、超大型品でも粉末充填が可能であることがわかった。平成 30 年度に実施した熱処理試験により、シグマ層が析出しない冷却条件を見出し、その条件を可能とするマニプレータを導入した。また、超大型複雑形状品として、フランジとバルブボディの製作を開始し、フランジについては、NORSOK 規格を取得した。バルブボディについては、この年は、脱力プセルまでで終了した。フランジとバルブボディの製作にあたり充填口の位置や振動条件を調査し、安定して 65%以上の充填率を得ることが出きる様になった。寸法については、目標寸法と HIP 後の寸法差を 2%以内にすることができた。

令和元年度は、バルブボディの機械加工及び、性能評価を行った。デジタイザーを導入し、加工が必要な箇所のみ機械加工し、各種検査を行った。その結果、NORSOK 規格値を満足していた。また、実使用環境の評価としてヒューイ試験も実施し、満足する結果を得ることができた。

本事業により開発した技術は、海洋掘削部品において超大型複雑形状の一体成形及び高耐久性かつメンテナンスフリー部品の製造で活用される。



図-23 バルブボディ完成形状

#### 2. 補助事業の成果に係る事業化展開について

(1) 想定している具体的なユーザ、マーケット及び市場規模等に対する効果

海外の北海油田、メキシコ湾、ブラジル沖といった有名な海洋開発市場では、実績重視 の市場で欧米のメーカーがほぼ独占しており、世界の海洋掘削市場において日本のメー

カーはほとんど参入できておらず、二相ステンレスの製造技術も欧米諸国と比べて遅れをとっている。

しかし、将来日本においても排他的経済水域内のメタンハイドレートや海底鉱物資源開発を睨み、国策として深海開発を All JAPAN で対応できる体制を作る必要に迫られている。

そのため、日本のメーカーが参入するためには新技術の開発が必須であり、まだ成熟していない東南アジアやアフリカの海洋開発市場は他の市場と比較して参入障壁が低く、日本企業の参画を歓迎しているため、本事業により従来よりも製品の機械的性質及び耐久性が向上し、大型であらゆる複雑形状で高度化した製品が製造できれば、ユーザに採用される可能性は高い。