

(解説)

HIP 装置の歴史と今後の展望

石井孝彦*・藤川隆男(工博)**・井上陽一**・神田 剛***

*機械カンパニー・高機能商品部 **機械カンパニー・SPE 事業化推進部 ***機械カンパニー・開発部

Past and Future Developments in Hot Isostatic Pressing(HIP)Equipment

Takahiko Ishii・Dr. Takao Fujikawa・Yoh-ichi Inoue・Takeshi Kanda

HIP developmental history in many ways mirrors the research history of advanced materials such as cemented carbide tools, P/M tool steels, ferrite recording heads, and engineered ceramics. The requirements for HIP for each application area calls for special design. For example, to achieve higher productivity, higher working temperatures, and, often, a special atmosphere inside the processing chamber are called for. This paper describes the history and recent trends in this technology and related high pressure equipments at Kobe Steel.

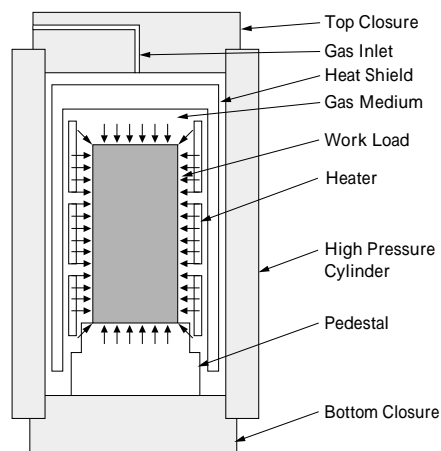
まえがき = 圧力は温度とならぶ重要な熱力学的パラメータである。高圧力を利用することにより、新物質を合成したり加工をおこなうことが可能である。工業的には、固体超高压を利用したダイヤモンド合成、液体超高压を利用したポリマなどの有機物質合成、圧力の力としての側面を利用した粉末成形、加圧焼結や金属材料の押出成形など、加工技術としても広く利用されている。当社は古くよりこの高圧技術のもつ特徴に着目し、本稿で述べる HIP 装置のほか、CIP 装置、熱間静水圧押出装置、圧力晶析装置、固体圧合成・焼結装置などを開発し商品化してきた。

HIP は温度と圧力を合わせて利用する技術であり、アルゴンなどを高温高圧状態として、その等方圧性を利用して粉末材料を高密度に焼結したり、鑄造部材中の巣やガス気孔を潰したり、同種あるいは異種材料を拡散接合したりする技術である。この特徴が高付加価値材料の分野を中心に注目され、これら分野で工業的に必要不可欠な技術としてその地位を確立するに至っている。

HIP は、1950 年代の半ばに米国の Battelle 記念研究所で核燃料要素集合体を拡散接合により製造することを目的として開発された¹⁾。その後、欧米では航空機関係のエンジン部品など高信頼性が要求される部材の製造に用途が拡大した。わが国では、工具や電子材料などいわゆ

る民生関係の部材を主体に普及が進んだ。このため、国内市場を主対象とした当社での装置の開発・商品化も、日本市場の特徴が反映されたものとなっている。とくに、セラミックスを主体とする新素材処理用の高温 HIP 装置については世界をリードしてきたといってもよい。第 1 表に、我が国における HIP 利用対象分野の歴史的な変遷と当社における HIP 装置技術の開発の経過を示す。

装置の観点からは、第 1 図に示す圧力容器の内部に収納される電気抵抗線加熱炉の設計と製作に、もっとも高度の技術が要求される。圧力は、最高 1GPa 仕様の装



第 1 図 HIP 装置本体の概念図
Fig. 1 Schematic view of HIP vessel

第 1 表 装置開発および利用分野の拡大の経緯

Table 1 Historical review of HIP equipment and applications

	1960's	1970's	1980's	1990's	2000
Equipment	Small R&D High pressure gas equipment	Small HIP unit for equipment research ('74) Production HIP unit for high speed tool steel ('77)	500 preheating HIP unit ('81 : MITI project) 2 000 medium size R&D HIP unit ('81) Modular HIP system for soft ferrite production ('82)	Oxygen HIP unit for R&D of superconductive ceramics ('88) 3 000 ultra-high temperature HIP unit ('91) Clean HIP unit for ULSI fabrication	
Applications		Production HIP for cemented carbide parts ('71) Production of HIP ferrites ('78)	MITI's fine ceramics project ('81) Rapid growth of HIPed castings for aero industries Discovery of superconductive ceramics ('86)		

置が、また温度は最高 3 000 ℃ 仕様の装置が製造され、新素材などの研究開発用として納入されている。また、工業生産用には、処理室内径 850mm 内高 3 000mm で 147MPa、1 500 ℃ 仕様の装置が、鑄造部材の処理などの目的で設置されている。

装置開発の課題は、大きく二つに区分される。一つは新素材などの処理に要求される仕様に関するもので、窒化けい素などの高温高強度セラミックスの処理に必要な 1 700 ℃ 以上の高温発生、窒化けい素を高温下で熱分解を防止しつつ処理するための圧媒としての窒素の使用、あるいは高温酸化物超伝導体処理のための酸素雰囲気 HIP 装置などがある。二つめは生産用装置に関するもので、処理コスト低減のための生産性向上を目的としたものが中心であり、この例として予熱方式 HIP 装置やモジュラ HIP 装置があげられる。

21 世紀における技術革新の達成には、新素材の開発が不可欠という指摘もあり、半導体や電子材料を中心とした高付加価値製品の製造に、HIP がこれまで以上に重要になってくるといふ期待も大きい。本稿においては、当社における HIP の歴史と今後の展望についてその一端を紹介する。

1. 初期の時代

当社の HIP 装置技術は、社内で培われた多様な高圧力技術の基礎の上に、初段の形成がなされていった。それらには、圧力容器技術の基礎をなす圧力容器の静的強度、疲労強度に関する研究²⁾、高圧シール技術に関する研究、圧力計測技術の研究、流体圧力発生器（増圧機）の開発などがある。研究開発の対象となった流体圧力はきわめて高く、最高で 2GPa に達した。

1960 年代初期から、流体圧力と温度とを併用する圧力利用技術として、またセラミックス焼結技術の研究用に、今日の HIP 装置の原形となるガス圧利用の実験機の製作納入をおこない、最高仕様は 1 600 ℃、686MPa に達した。また水熱合成実験用装置として、1 500 ℃、1GPa の仕様を達成した。このような実験機中心の取組みをおこなっている過程で、1960 年代後半に米国 Kennametal 社によって超硬合金の欠陥除去への HIP の工業的応用が試みられ³⁾、製品品質と歩留向上に対する顕著な効果からまたたく間に世界の主要超硬メーカーに普及していった。その第一次実用化の過程において、当社は国産一号機を製作納入はしたが、当初の国内市場は国外メーカーが先行する形で展開した。

写真 1 は、初期に社内用として設置した仕様 1 500 ℃、196MPa の実験装置の外観である。製品の取出しは今日の基礎をなす下方取出し方式となっているが、蓋構造は砲身で使われる段隔ねじ構造の旧形式となっている。本実験機をベースに、装置、とくに内部炉構造の基礎研究と新規開発が進められた。すでに述べたように、HIP 装置の心臓部は圧力容器に内蔵された抵抗加熱炉である。第 2 図に示すように、高圧の Ar ガスは水に近い高密度を有するが、その粘性は第 3 図に示すように大気圧の Ar と同じオーダーである。すなわち高圧 Ar ガスは密度が大

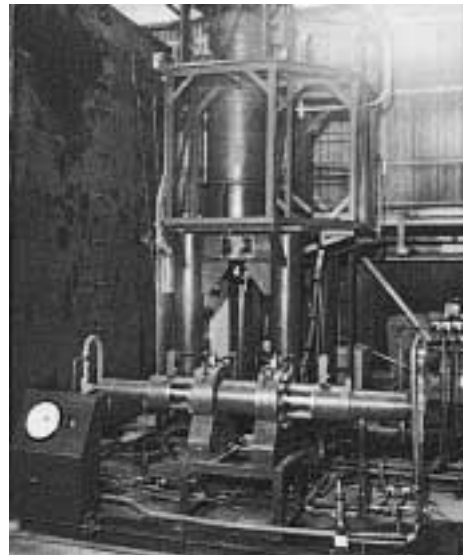
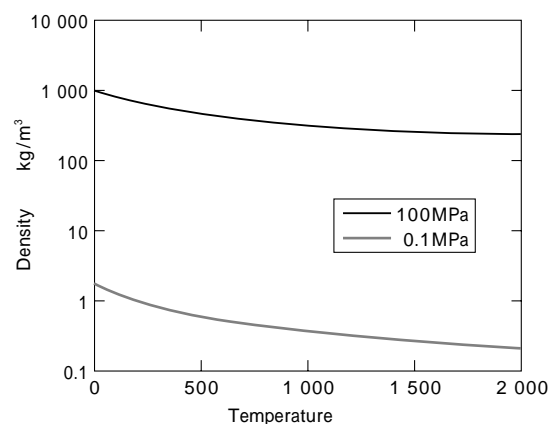
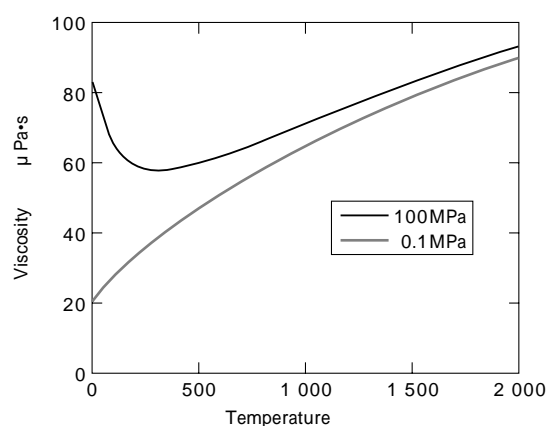


写真 1 試作 HIP 装置
Photo 1 Prototype HIP unit



第 2 図 Ar ガスの密度
Fig. 2 Density of Ar gas



第 3 図 Ar ガスの粘性率
Fig. 3 Viscosity of Ar gas

きくかつ動きやすい流体であり、このような流体を高温まで加熱するときわめて激しい対流が生ずる。このため、HIP 装置の炉設計においては対流抑止が根本的に重要な技術である。

当社は、70 年代初めにはコンパクトで対流抑止性能に優れた断熱層の概念を確立し、またこれを大型機に適用するためのシミュレーション技術の基礎を構築した。また、装置開発と並行して本実験機を使用して社内材料

部門との連携による高速度工具鋼（粉末ハイス）の開発研究が進展，多様な開発史のスタートを切ることとなった。

1976年度に「粉末ハイス工具」プロジェクトがスタートし，当社の技術開発本部，鉄鋼，機械，工具部門がそれぞれの持つ力を結集して実用化が進められた。この中で，ハイス粉末をピレットに加圧焼結⁴するためのツールとして予熱方式HIP装置が開発された。写真2に示すこのHIP装置は当社として初めての本格的生産機である。生産性をあげるために予熱炉でピレットを予熱し熱間でHIP装置に装入するシステムとなっており，400kgピレットを1日最大4本製造する能力を有していた。この粉末ハイス用HIP装置において，鋼板積層型プレスフレーム，下方取出方式，倒立コップ型断熱層，多段式ヒータ，といった当社HIP装置の主要構成要素が生産装置規模で集大成された。また，事業化という観点から，社内ユーザをえて生産機実績をえたことは，その後の装置事業の展開にとって大きな意義のあるプロジェクトでもあった。

2. 事業立上の時代

1981年は当社HIP装置の歴史において忘れえぬ年である。それまでの外販累計は3台であったが，この年一挙に12台を受注製作した。当時は，超硬合金用の500級大型装置，フェライト用生産装置，新素材用の小型研究用装置が需要の3本柱であり，当社はそれぞれに対して特徴ある装置をタイミングよく開発提供することができた。

2.1 モジュラ方式HIP装置

磁気ヘッド用材料である高級ソフトフェライトの緻密化⁵にHIPは不可欠の技術であった。この材料は処理後の冷却速度を速くすると表面にマイクロクラックが発生するため徐冷する必要がある。また大気中では酸化されるため高温で大気中に取出すことができない。いっぽう，生産コストを低減するためには高価な高圧装置の利用効率をあげたい。この相反する要求に応えたのが，当社が基本特許をもつモジュラー方式HIPである。第4図に示すように，モジュラー方式では1台のHIP装置に対して2~3基の冷却ステーションが設けられる。HIP処理終了後，被処理体は炉体に囲われて内部を不活性雰囲気中に保ったまま高圧容器から取出されて冷却ステーションに搬送され必要な温度まで冷却される。

他方，別に準備された内部に被処理体を装填した炉体を，空になった高圧容器に搬送しHIP処理がおこなわれる。このようなサイクルを繰り返すことにより，従来の同サイズのHIP装置と比較して2~2.5倍の生産が可能となった。

このモジュラ方式HIP装置は主要フェライトメーカー6社に納入され，当社HIP発展の一つの原動力となった。

2.2 防護壁自装型標準小型HIP装置

当時材料の高付加価値化の流れのなかで，コンパクトで使い易い研究用小型HIP装置のニーズが高まっていた。当社はわが国でのニーズに沿って，写真3に示す

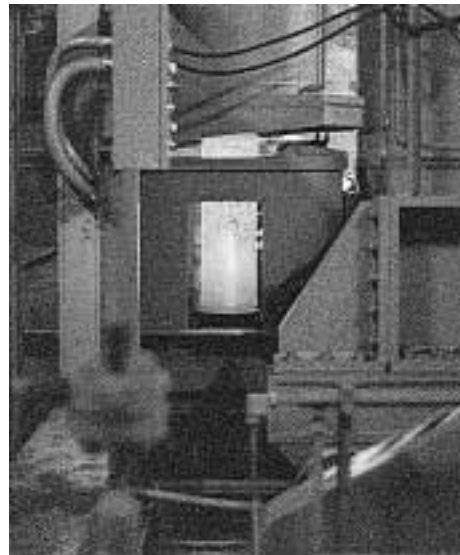
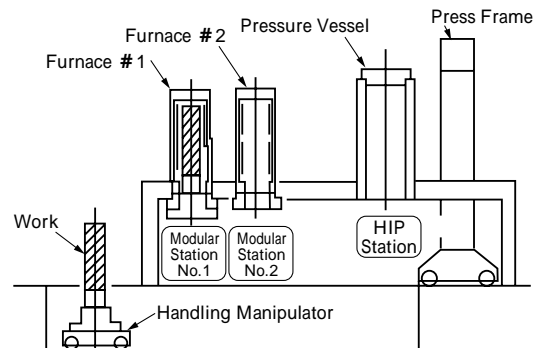


写真2 粉末ハイス用HIP装置
Photo 2 HIP unit for high speed steel product



第4図 モジュラ方式HIP装置概念図
Fig. 4 Concept of modular HIP system



写真3 防護壁自装標準小型HIP装置
Photo 3 Standard compact HIP unit

独自コンセプトの標準小型HIP装置を開発した。我国では高圧ガス保安法の関連でHIP装置の周囲に防護壁を設けることが指導されていた。本装置は鋼板製防護壁で本体をパッケージする構造をとっており，この構造は当社の実用新案である。防護壁ごと搬入据付すればよいため，手軽に設置することができるようになった。

また，心臓部である加熱装置についても大きな特徴を持っていた。当時の研究対象として窒化けい素が脚光を浴びていたが，この材料のHIP処理には従来のArガスよりも窒素ガスが好適であることが当社の研究で示され⁶，29.4MPa以上の窒素ガスでHIPすることは当社の特許でもあった。当時のHIP装置は2000近傍の窒素雰囲気では安定に使用できないとされていた。しかし多

様な発展を遂げつつあった炭素系材料を、ヒータ構造部材および断熱構造部材として使いこなすことにより、当社 HIP 装置は 2000 の窒素ガス雰囲気でも安定に使用することが可能となった。

3. 本格普及の時代

1980 年代後半は HIP の一般産業界への普及が進み、また世の中のファインセラミックスへの期待の高まりのなかで、セラミックス用の高温 HIP 装置、酸素雰囲気 HIP 装置が実用化されていった。さらに後述する Dr. HIP により大学、研究所レベルでの HIP の普及が進んだ時期でもあった。

3.1 2000 級高温用長寿命熱電対

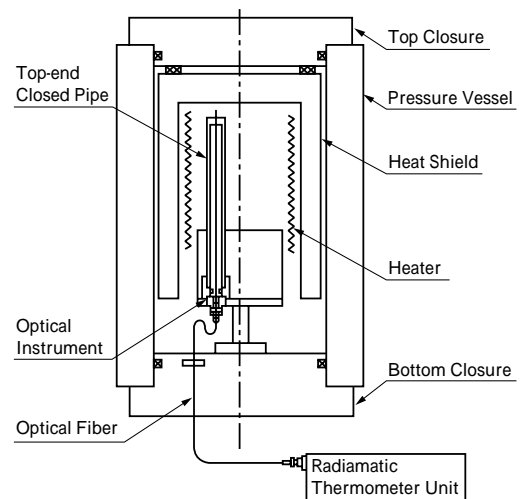
小型実験用 HIP 装置で窒化けい素への HIP 処理の効果が確認され、それを受けて大型 HIP 装置による量産化が図られた。当時、生産用 2000 級 HIP 装置の最大の技術課題は測温技術であった。市販の高温用熱電対を使用した場合には、たかだか数回、ひどい場合には 1 回も寿命がもたなかった。このため窒化けい素の生産用装置の開発においては、熱電対の長寿命化が早急に解決すべき課題となった。1981 年から 1983 年にかけて、先行していた当社機械研究所での高温用長寿命熱電対の開発成果を活用する形で、窒素ガスを使用した 2000 級 HIP 装置として当時世界最大の直径 350mm 装置を受注製作した。この装置向けに開発された高温長寿命熱電対は、2000 で数十回の寿命をもち、常用される 1800 程度では生産に使用できるレベルのものであった。

その後、この技術はさらに改良され現在も使用されている。また、この装置の製作により大型高温用炉構造、使用材料についても多くの知見、経験がえられ、その後のファインセラミックスブームのなかでの高温 HIP 装置のベースが築かれた。

高温 HIP 技術はその後も拡張され、第 5 図に示す光測温技術⁷⁾が開発された。これは炉内に設置された閉端管の先端部からの放射光をレンズによって(光ファイバ先端に)集光し、光ファイバによって安定かつ確実に压力容器外に導出し、変換器によって演算処理して温度に換算、測定する技術である。ガスの屈折率の圧力依存性と対流によるゆらぎを回避した点、また安全な導光を確立した点に特徴があり、最終的に 3000 で運転可能な装置が製作された。

3.2 酸素雰囲気 HIP 装置

通常の HIP 処理では雰囲気ガスとして不活性ガスであるアルゴンガスがもちいられ、また窒化けい素については分解抑制のために窒素ガスが使用される。いっぽう高温で分解しやすい酸化物セラミックスや酸化物超伝導セラミックスなどの材料については、適当な量の酸素を混合したガスを使用することが好ましいものとして期待された。必要とされる混合ガスとして、安全上の観点から Ar ガスに最大 20vol% の酸素を混合したものが使用された。この場合、雰囲気圧力を 196MPa とすると最大酸素分圧は 39MPa となる。装置技術的には、高酸素分圧下で運転可能な加熱装置の開発が進められ、ヒータ



第 5 図 光学的測温装置概念図
Fig. 5 Schematic diagram of optical temperature measurement system

エレメントとして使用温度域により、耐酸化性鉄基合金、白金ロジウム合金、ジルコニアの開発が順次進められた。白金ロジウム合金を使用した装置は 1500 まで常用可能で、酸素 HIP 装置の標準機として実験用だけでなく小型生産装置として実用化された。

また、使用温度が一番高いものはジルコニアで、最高 2000 の装置が製作された。ジルコニアヒータエレメントは、低温域で比抵抗値が高いため、1300 程度まで白金ロジウム合金ヒータをもちいて予熱しておき、その後通電して昇温に使用されるが、ジルコニアに対する電極接続の構成などは重要な開発課題であった。

3.3 Dr. HIP

1980 年代中頃までに HIP 装置は、広く産業界で認知されるようになっていたが、実験用途として大学、研究機関でテストピース作製用に気軽に設置、使用できるものではなかった。そこで大学、研究機関にターゲットを絞り、炉内直径が 40mm 程度で JIS のセラミック試験片を HIP 処理できる最高使用温度 2000、最高使用圧力 196MPa の R&D 用超小型 HIP 装置、Dr. HIP (写真 4) を 1987 年に上市した。その後、酸素 HIP 装置として使用できる O₂-Dr. HIP を新たに開発し、現在においても国内における R&D 用途の標準装置として広く普及し HIP 利用分野の拡大に貢献している。



写真 4 Dr. HIP
Photo 4 Dr. HIP

4. 1990年代

1990年代はバブルの崩壊、経済の低迷期であった。そのような流れのなかで、HIP装置は高級素材の開発用途からより生産用装置としての高生産性、経済性が重視されるようになった。その一つの現われが、委託HIP処理の増加であり、多くのユーザから集められた製品が委託HIP処理用の大型装置で集中的に処理される形態が増大した。このような形でHIP処理品の総量は金属製品を中心に着実に増加しつつある。また後半にはHIP装置の新たな用途が電子分野で種々模索され、光学素子用の単結晶製造⁸⁾や半導体の配線膜の製作工程への適用⁹⁾が図られ、専用装置が開発された。ここでは大型生産装置と半導体用HIP装置を紹介する。

4.1 大型生産装置

HIP処理品の用途および生産量拡大により、生産性が高くまた操作性の良い委託処理用大型HIP装置が必要とされた。写真5に示すものは炉内径850mm 炉内高さ3000mmの大型委託処理用のHIP装置である。精密製造品などの機械部品のHIP処理には、より大型で生産性の高い委託処理用HIP装置が、今後先行している欧米同様国内でもさらに増加すると思われる。

4.2 半導体用クリーンHIP装置

通常半導体製造工程は真空および常圧のプロセスで構成されているが、HIP技術をもちいた高压の適用が模索されている。写真6に示す装置は8インチウェーハを13枚バッチ処理できる半導体用HIP装置である。この装置はCu配線膜のなかの残留空孔処理および電気特性改善にもちいられる。半導体プロセスではウェーハの残留ダストパーティクルおよび金属汚染が非常に嫌われるため、クリーンな装置、処理が必須である。そのため、この用途のHIP装置では使用材料、構造についてとくに配慮が必要である。装置はクリーンルーム内に設置され、パッケージ内はクラス1以下とし、処理後のウェーハは0.2 μ 以上のダストパーティクルを30個以下にすることができる。

むすび=HIPは等方圧的な高压力と温度という他のプロセスにはみられないユニークな特徴をもっている。しかしながら高压ガスを使うことによる規制、コストの問題を常に抱え、それゆえにHIPでなければできない高付加価値が求められる用途で使用されている。

当社におけるHIPの開発は、欧米と異なり民需向けのプロセス技術、装置技術が一体となり進展してきた。HIPの発展にはこのような取組みが不可欠で、現在新たに取組んでいる半導体、電子部品への用途の開拓においても、プロセス技術とそれに向けた装置技術の両面に渡る開発が必要で、ユーザ各位とともにHIP技術史¹⁰⁾に新たな足跡を残しうることを期待している。

また、当社はHIPを含む超高压技術の日本における草分け的存在であり¹¹⁾、圧力技術分野のリーディングカ



写真5 大型HIP装置
Photo 5 Large scale HIP unit



写真6 半導体用HIP装置
Photo 6 HIP unit for LSI application

ンパニーとして、今後とも科学技術の進歩に貢献していきたいと考えている。

参考文献

- 1) H. D. Hanes et al. : Metals and Ceramics Information Center Report MCIC-77-34 (1977).
- 2) 山口喜弘ほか：日本機械学会論文集，Vol.42, No.353 (1976) p.8.
- 3) Journal of Metals, Oct. (1971) p.40.
- 4) 河合伸泰ほか：粉体および粉末冶金，Vol.25, No.6 (1978).
- 5) 高間栄三：粉体および粉末冶金，Vol.25, No.8 (1978) p.295.
- 6) 本間克彦ほか：材料，Vol.30 (1981) p.1005.
- 7) 坂下由彦ほか：R&D 神戸製鋼技報，Vol.40, No.4 (1990) p.16.
- 8) 上原一浩ほか：電子材料，Vol.37, No.11 (1998) p.63.
- 9) 藤川隆男ほか：電子材料，Vol.38, No.3 (1999) p.85.
- 10) 小泉光恵ほか：等方加压技術，(1988)，日刊工業新聞社．
- 11) 座談会：R&D 神戸製鋼技報，Vol.40, No.4 (1990) p.1.