

NISSHA

金属酸化物半導体センサーを搭載した ポータブルGCによる金属中拡散性水素分析

2022年11月18日

NISSHAエフアイエス株式会社

森郁子



本日の内容

1. 水素脆性について
2. 水素脆性の評価方法
3. センサーガスクロマトグラフ (SGC[®])
4. 昇温脱離型水素分析装置 (PDHAシリーズ)
5. 金属サンプルの測定例
6. まとめ

水素脆性について

- 水素脆性とは、水素が金属に吸蔵されることで、金属の靱性が低下し、もろくなる現象
- 製造過程において水素が金属中に侵入しやすい
- 金属中の水素は「水素脆性破壊」の原因となる

水素脆性破壊

応力に対して変形が少なく、突然破断する現象

- 対策としてはベーキング処理
200℃前後の高温で金属を加熱することで多くの水素は放出される
- 金属中の拡散性水素が水素脆性破壊に関与

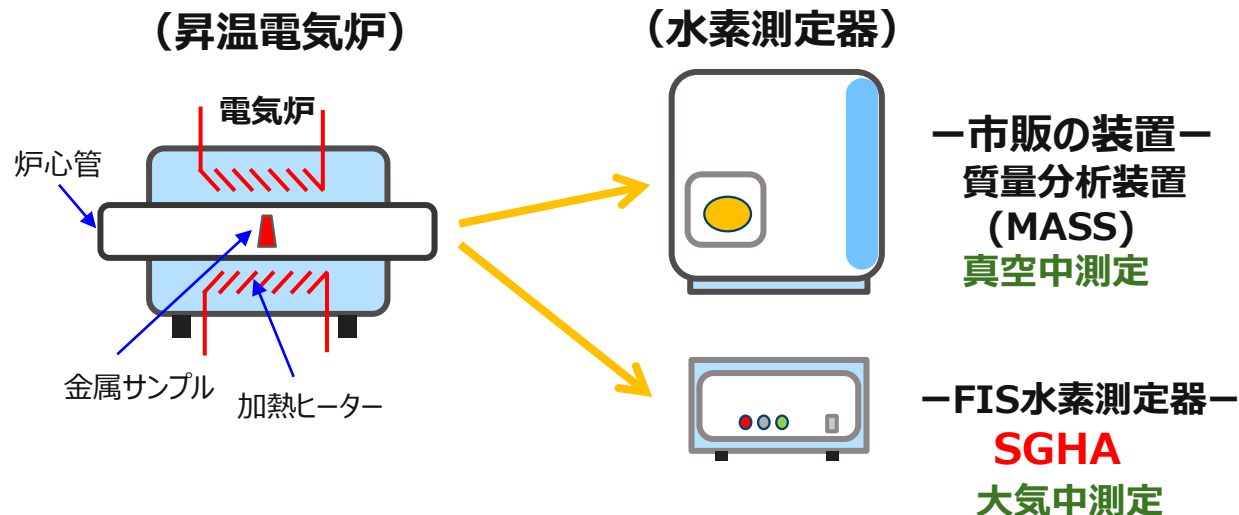
拡散性水素

金属中を移動し容易に脱離する水素。室温～200℃程度で発生する



水素脆性の評価方法

- 金属中の水素量を定量する方法
 - ・水素総量を測定 : 金属を加熱・溶融して水素量を定量
 - ・拡散性水素を測定 : 金属を定速昇温させて発生水素を定量 (昇温脱離ガス分析法)
- 昇温脱離ガス分析法 (Thermal Desorption Spectroscopy)
 - ・金属を定速昇温させて各温度域で発生する水素を順次測定

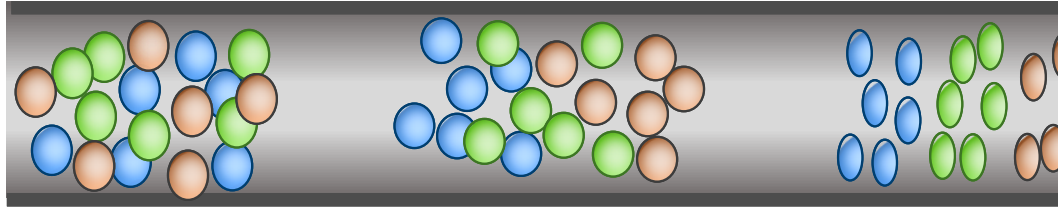
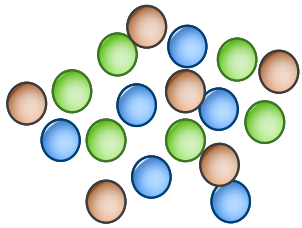


センサーガスクロマトグラフ(SGC[®])の原理

混合ガス

オリジナル小型カラム

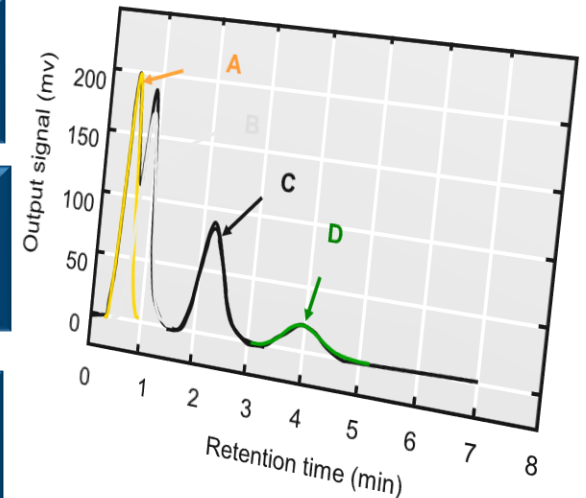
半導体ガスセンサー



小型カラムでガスをすばやく**分離**

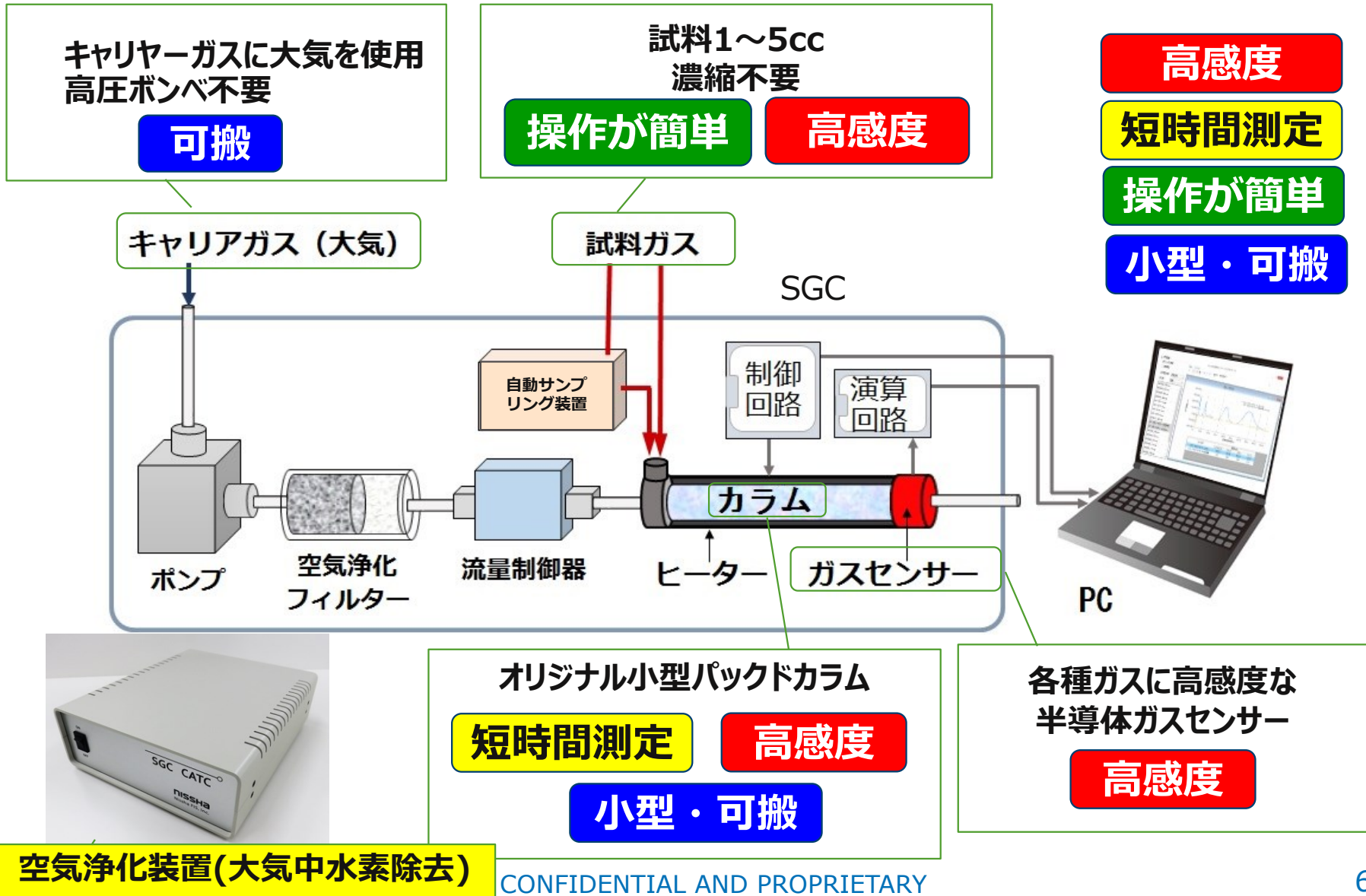
目的ガス濃度を短時間測定

半導体ガスセンサーで高感度測定



センサーガスクロマトグラフ(SGC®)の構成と特徴

◆ 半導体ガスセンサーを検出器に用いた小型ガスクロマトグラフ

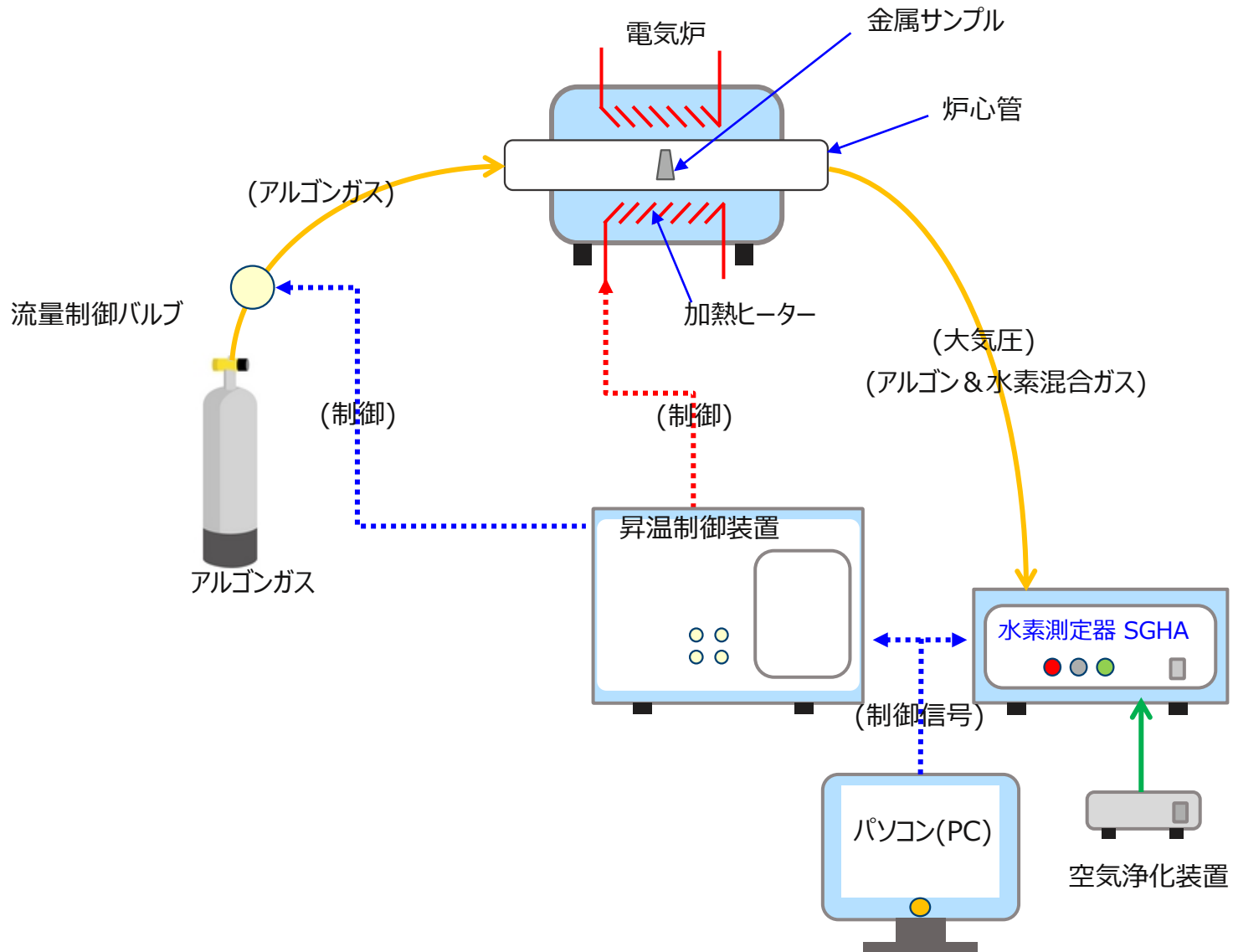


昇温脱離型水素分析装置（PDHAシリーズ）

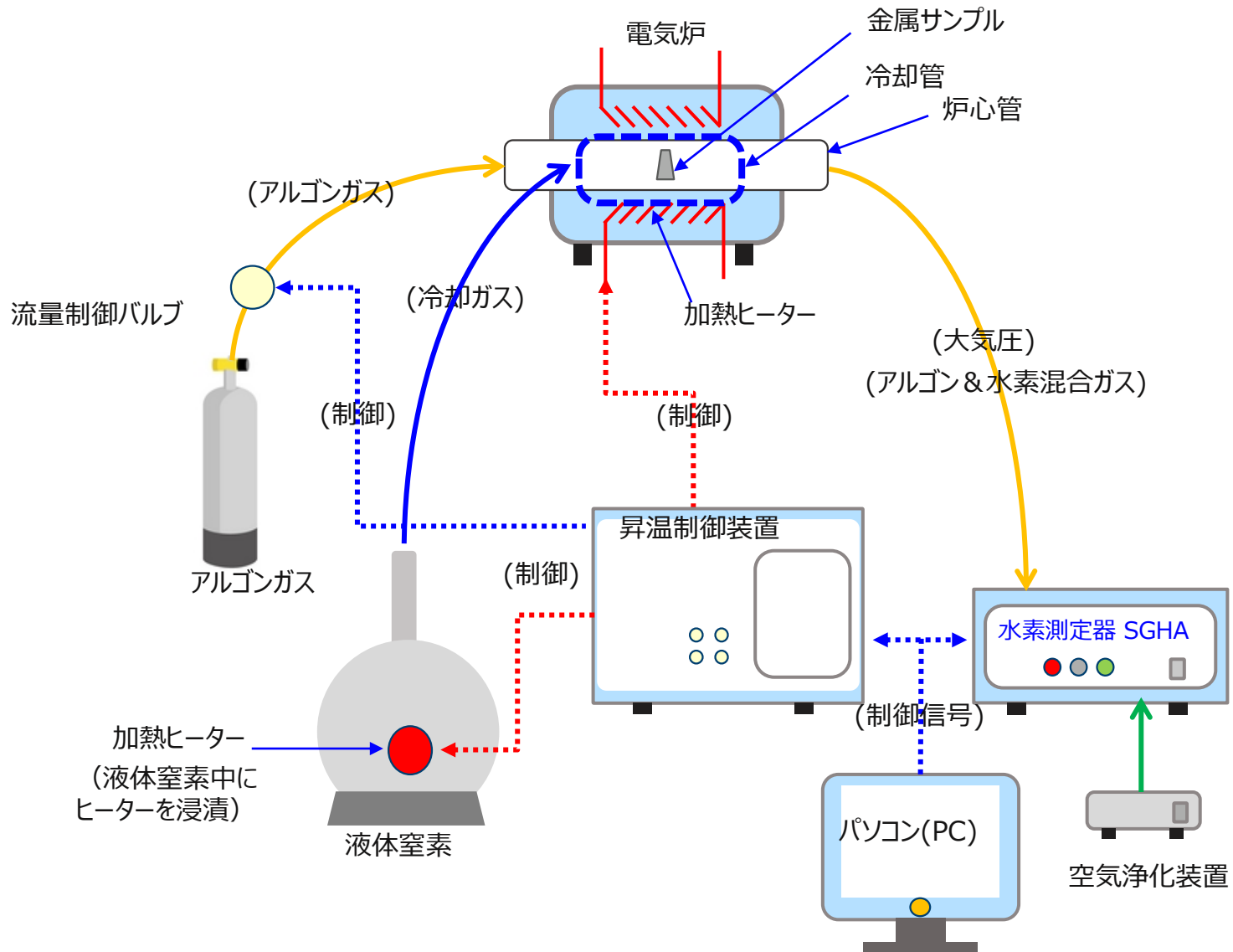
PDHAシリーズのラインナップ

- PDHA-1000 : 測定温度域 室温～600℃
- PDHA-2000 : 測定温度域 室温～800℃
- PDHA-3000 : 測定温度域 室温～1000℃
- PDHA-4000 : 測定温度域 -100～800℃（冷却機能付き）

PDHA-1000,2000,3000の構成

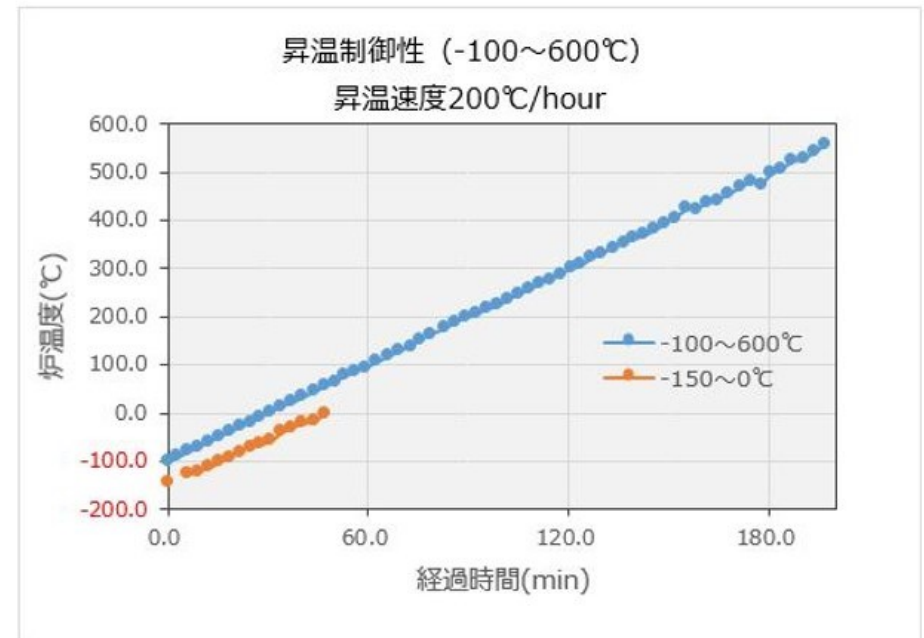


PDHA-4000の構成

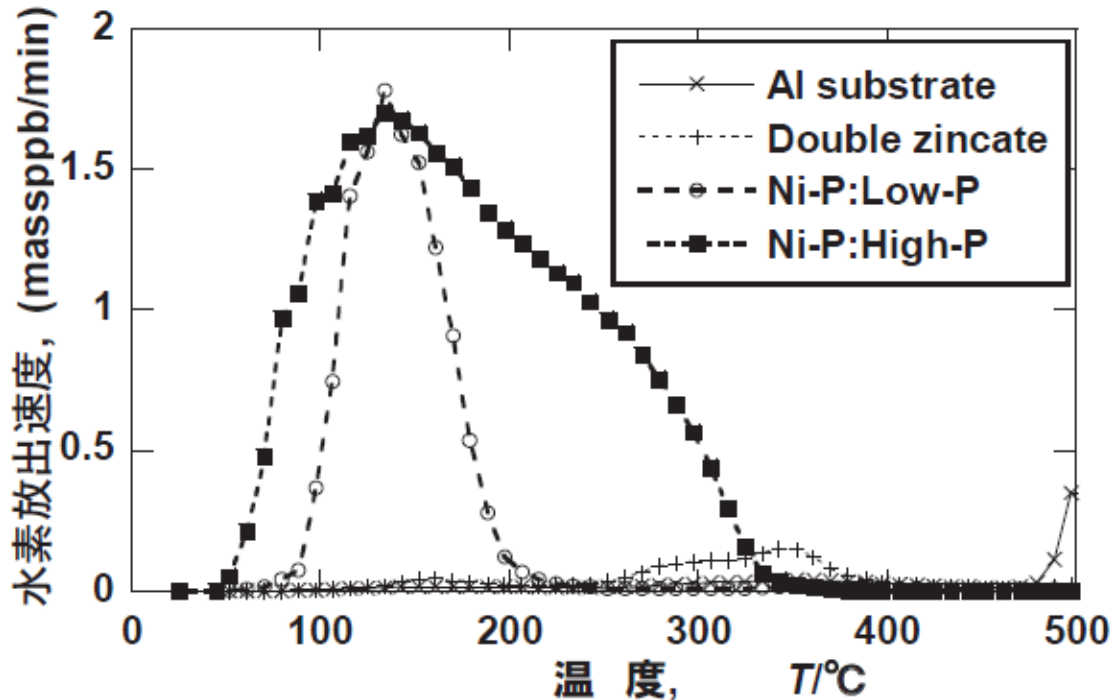


PDHAシリーズの特徴

- ① 真空チャンバー不要 / 大気圧下での分析に対応
- ② 測定下限10ppb / 極微量の脱離水素を高感度に検出
- ③ 小型・簡便 / ポータブルな分析装置で短時間測定
- ④ $-100^{\circ}\text{C}\sim 800^{\circ}\text{C}$ /
広い温度域での分析が可能



金属サンプルの測定例（1）



- 検出器にSGHAを使用
- 室温～500°C域を測定
- 200°C/hourで定速昇温

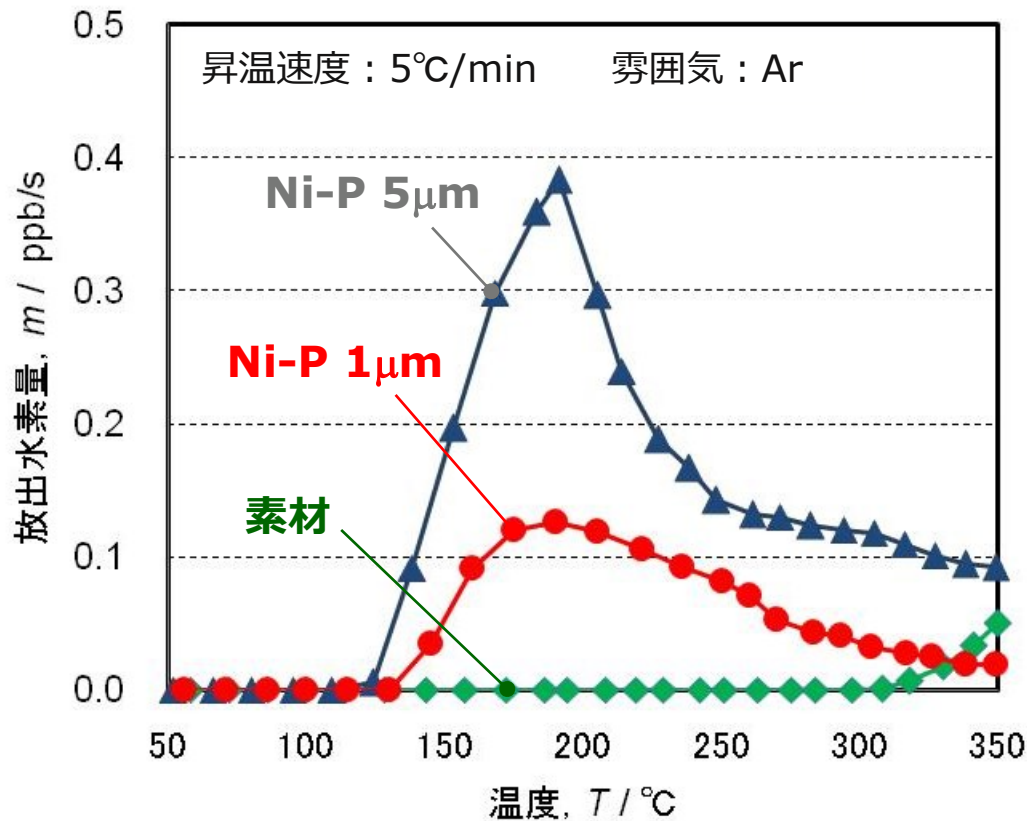
数ppbの水素放出データを取得できている

堀川敬太郎, 日野実, 福室直樹,
「表面改質手法に基づくアルミニウム合金の水素脆化感受性の改善」
軽金属, 第71巻第10号(2021), 456-465

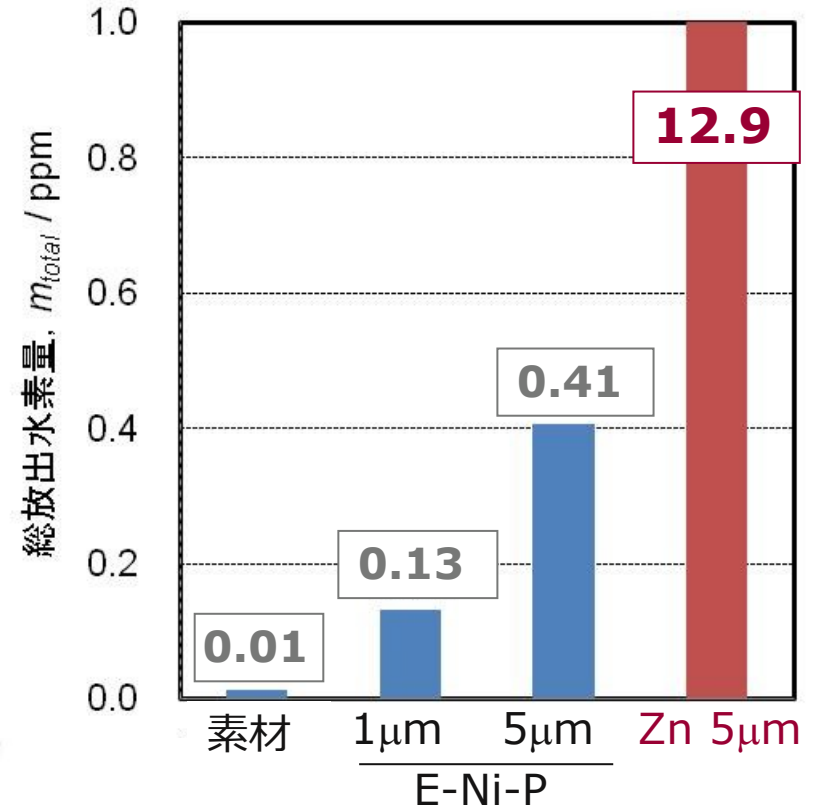
金属サンプルの測定例（2）

無電解Ni-Pめっきを施した炭素工具鋼板（667 HV，酸処理なし）の水素量測定結果

山口篤（兵庫県立工業技術センター）ら 第14回 関西表面技術フォーラム発表資料

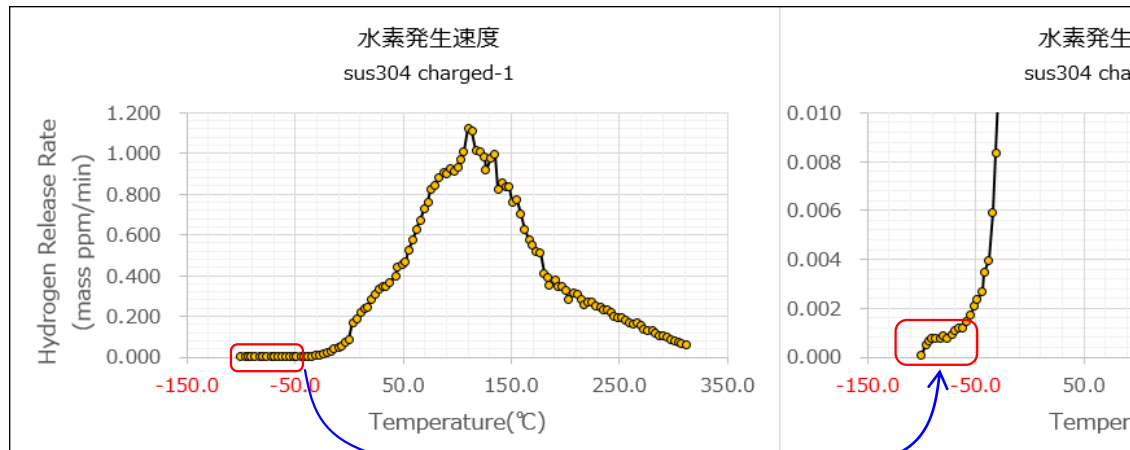


(a) 昇温脱離特性



(b) 総放出量（350°Cまで）

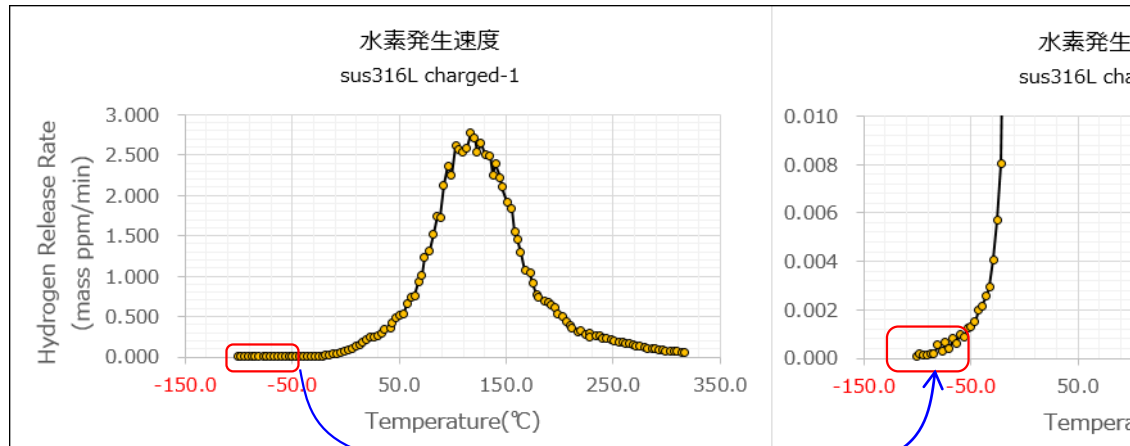
金属サンプルの測定例（3）



拡大図

- -100～300℃域を測定
- 金属サンプルには強制的に水素を注入（水素チャージ）

測定条件 : -100℃で10分間 維持後、
100℃/hour で定速昇温
サンプル重量 : SUS304/ 0.0417 g
SUS316/ 0.0515 g
水素チャージ : 100A/m²×72h at 37.5℃



拡大図

-70℃近傍から水素が
発生していることがわかる

まとめ

- センサーガスクロマトグラフ(SGC)は、ppb低濃度の特定ガスを測定することに特化したガスクロである。
- PDHAは電気炉と水素測定器の組み合わせであり、金属を加熱して、金属内部から発生する水素を測定する装置である。
- PDHAでは-100℃の低温域から800℃の高温域まで、幅広い温度域での昇温脱離水素分析が可能。
- 金属からの水素放出量を10ppbの低濃度から検出できるPDHAシリーズは、水素脆化問題の課題解決の新しいブレークスルーとなる可能性を秘めている。

ご清聴ありがとうございました

NISSHA

Nissha FIS, Inc.

NISSHAエフアイエス株式会社

技術部 技術一グループ 森 郁子

〒532-0027 大阪市淀川区田川2-4-28

Tel : 06-7176-3913

URL: <http://www.fisinc.co.jp/>

E-mail: i-mori@nissha.com

This document contains confidential information and all rights regarding the document belong to Nissha Group. Therefore, any disclosure and/or leakage of the document to any third parties other than recipients of the documents, and copy, transfer and/or citation of the document without the prior authorization of Nissha Group are strictly prohibited. In addition, any use of the document for the purpose other than original purpose for the disclosure of the document is also prohibited.

本資料には機密情報が掲載され、一切の権利はNISSHAグループに帰属しているため、NISSHAグループの事前の許可なく、本資料を受領者以外の第三者に開示、漏洩したり、複写、転送、引用することを固く禁止いたします。また、本資料の開示目的以外での使用は同様に禁止いたします。