

# (480) 四重極型質量分析装置による透過水素状態分析

新日本製鐵(株) 基礎研究所 ○滝本憲一, 田口 勇  
松本龍太郎

## 1. 緒 言

従来、鋼の透過水素測定には電気化学的測定法が用いられていたが、この方法ではパラジウムメッキも含めて、試料設定やその前処理操作が複雑で長時間を要し、検出下限も十分でない場合もあった。そこで、本研究では質量分析装置を適用し、試料を専用溶液セルに設定するだけで迅速に、高感度で測定できる方法を確立したので、その結果について報告する。

## 2. 実験方法

図1に本実験に用いた装置の概略を示した。溶液セルのフランジと本体のフランジの間にOリングを介して鋼板をはさみネジ止めし、配管内を排気したのち分液漏斗から腐食溶液を注入する。鋼試料面で発生した水素は鋼を透過して真空系内に入り、四重極型質量分析装置によって、その量を測定する。

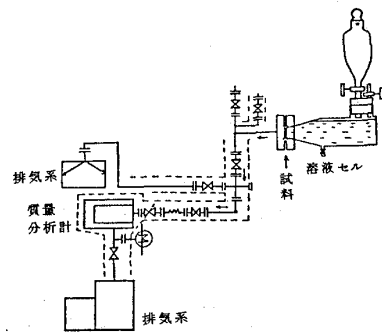


図1 本装置の概略図

## 3. 実験結果

本法は従来法(電気化学的測定法)に対して、つぎの点を改良して迅速化、高感度化をはかった。

- ① 四重極型質量分析装置を水素専用として、水素検出下限を従来の  $1 \times 10^{-3} \text{cc}$  から  $6 \times 10^{-6} \text{cc}$  と向上させた。
- ② 前処理操作はパラジウムメッキ、溶液セルと試料との複雑な固定方法をなくしたことにより、所要時間を従来の約10時間から約4時間に短縮した。

1) 図2は塩酸電解鉄(C: <0.002, Si: <0.01, Mn: <0.01, P: <0.003, S: <0.002, 15 Kg真空溶解, as roll, 試料形状:  $37\phi \times 1$ 各mm, 両面研磨: 600番仕上)を用いて、本法と従来法とを比較した結果であるが、侵入初期の短時間から長時間にかけてほとんど一致した結果が得られた。

2) 図3は試料溶解鋼(Fe - 0.5 Cu, 1 Kg溶解, as roll, 試料形状:  $37\phi \times 1$ 各mm, 両面研磨: 600番仕上)を用いて測定した結果であるが、3時間経過してから低くなり始めて、約15時間後にはバックグラウンドの値に近ずき、ほぼ一定値を示すようになる。

## 4. 結 言

本法によれば前処理操作が簡略、迅速化され、検出下限は約3桁も高く、高感度で安定して透過水素を測定できることがわかった。

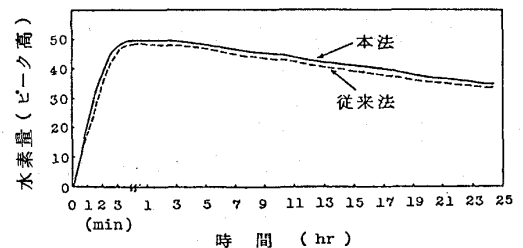


図2 透過水素の測定例(その1)

溶液: NACE (5% NaCl + 0.5% CH<sub>3</sub>COOH + H<sub>2</sub>S, pH3)

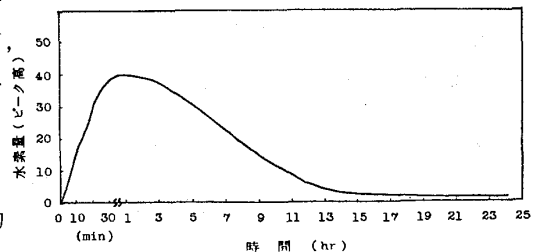


図3 透過水素の測定例(その2)

溶液: BP (人工海水 + H<sub>2</sub>S, pH5)