

(705) 高温高圧下での水素透過度の測定

川鉄, 技研 水島 ○今中拓一, 前田洋一

1. 目的

圧力容器用材料の使用中の脆化現象としては、焼戻し脆性をはじめとして色々あるが、化学工業における装置材料についての最大の関心は、水素侵食ならびにステンレス鋼の内面肉盛溶接部の剝離割れにあると思われる。水素を取扱う化学装置の作業条件は通常、温度が200~600°C、水素分圧が10~600kg/cm²である。したがって、このような条件下での炭素鋼や低合金鋼中の水素の挙動を明らかにすることは、装置材料の水素に係る上述の脆化現象を解明する上で重要である。

本報では、これらのことを目的に開発した高温高圧下での水素の透過度測定法とそれを用いて測定した2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo鋼, ステンレス鋼についての結果を報告する。

II 装置の概要

図1に装置のブロック図を示す。装置は、四重極質量分析装置、多重イオン検出器、全イオン検出器、ガスサンプリングシステム、マスフローコントローラー、自動バルブ開閉コントロールシステム、Heキャリアーガス供給部、標準ガス(He+H₂混合ガス)供給部、高圧水素ガス供給部(圧縮機、減圧弁、コントロールバルブ、安全弁)、試料保持部より構成されている。標準ガス、零ガス(高純度Heガス)、サンプルガス(試験片を透過してきたガス)をバルブシーケンスコントローラで自動的にバルブを切換えて指定したサンプリングタイムで四重極質量分析器に取り込み分析して記録計に記録する。透過水素量の検出感度は、Heキャリアーガス流量を50atm.cc/minに設定した場合0.05atm

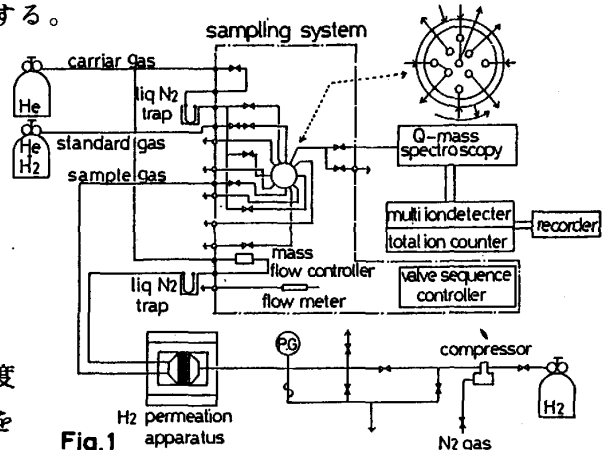


Fig.1

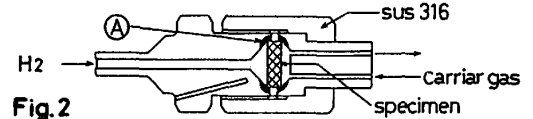


Fig.2

cc/min~0.00005 atm.cc/minである。図2に試料保持部の詳細を示す。治具はSUS316で構成されていて、A部はステライトを肉盛溶接した後成型し、この部分で試験片のエッジ部を容器のネジ締付けによって押える構造となっている。試料保持部の高圧室の圧力調整は蓄圧器、減圧弁、コントロールバルブによって常に一定に保持されている。

III 測定結果

図3は5~500ppmのH₂を含むHe標準ガスについての測定結果を示す。H₂濃度と検出感度には良い直線関係が得られている。

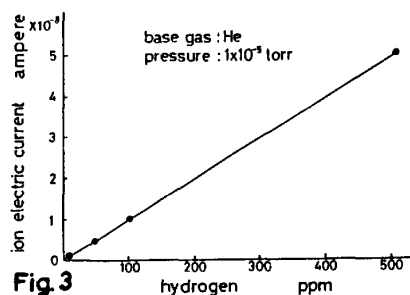


Fig.3

図4は、2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo鋼について水素圧25kg/cm²~300kg/cm²、温度200°C~450°Cにおける水素透過量と水素圧との関係を見たものである。透過量は水素圧の平方根に比例して増加することが分る。この結果より水素の拡散の活性化エネルギーを求めると約8200cal/molが得られた。本報では、2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo鋼の水素透過に及ぼす不純物元素の影響についても報告する。

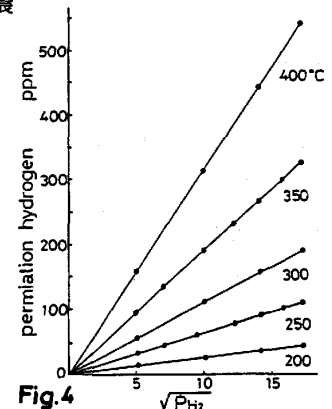


Fig.4