

# Inorganic Application Note

## Hydrogen Determination in Aluminum and Aluminum Alloys アルミ及びアルミ合金中の水素分析

### 装置

RHEN602

### バックグラウンド

アルミには、建設、宇宙開発、エレクトロニクス、コンテナ、及び自動車工業等で利用される、それぞれに適した特性が有ります。これら特性には、低密度、高強度、高伝導性、優れた外見及び耐腐食性が挙げられます。一方、アルミには比較的高価格である、鉄鋼製品の柔軟性の向上によりアルミの代替が可能となってきている事、水素溶解力が高いという好まれない性質も有ります。

水素ガスは溶融アルミに高い濃度で溶解する性質が有り、アルミの製造過程でこの現象が起こります。アルミの凝固が始まると、溶解力は20分の1に減少し、水素ガスがアルミから放出されます。従って、水素の大半は拡散され、数パーセントのみがアルミ中にトラップされ、水素ホールを形成します。この残留水素ガスは、鑄造製品の空孔や、シートに膨れを生じる等のアルミ製品の多くの不良原因となっています。従って、正確に水素を測定出来る装置はアルミ製品の品質管理には必須なものとなっています。

LECO社のRHEN602型は、電極炉、アルゴンキャリアガス、熱伝導度検出器を使用した、アルミ工業用に特別にデザインされた水素分析装置です。RHEN602のソフトウェアは現状機にあるステップ昇温分析機能を用いて、表面及びバルクの水素を別々に測定し、報告出来るような仕様となっています。

各ステップにはアルミ分析に必要なそれぞれの目的があります。

ステップ1：表面水素を放出させます。

ステップ2：バルクの水素と表面水素を分離するための時間です。

ステップ3：バルク分析の前に、表面水素を完全に取り去るためのステップです。（オプション）

ステップ4：バルクの水素を放出させます。

ステップ5：アルミが上部電極に蒸着するのを防ぐために、パワーを落とします。

RHEN602ソフトウェアはミニマムアナリシスタイム（積分時間）と表面及びバルク分析のためのアナリシスディレイを別々にプログラミング出来ます。分析画面では二つの異なる画面（表面とバルク）に抽出ピークがプロットされます。

以下に述べるアプリケーションノートは、LECO RHEN602 専用に作られたものです。

### サンプリング及び試料前処理

このアプリケーションはアルミの固体試料用に書かれたものです。試料を切り出して、均一な形状に旋盤で加工します。この工程は、水素の表面/バルク分析を行う上で重要な工程です。通常、サンプリングには空洞の生成を避けるため、ランズレー鑄型を用います。楔部分を水冷カッターで棒部分から切り離します。さらに棒部分を水冷カッターで切り分け、旋盤で最終加工をします。旋盤のチャックや刃には潤滑油等の汚れが付着しないよう注意して下さい。通常、旋盤のスピードは600~700RPMとし、削りだし速度は~0.04mm/回転とします。初期表面が全て除去される事が重要です。試料の最大形状は10.5φ×24mmです。分析の前にアセトンで洗浄し、温風乾燥します。前処理後の試料は表面汚染を避けるため、出来るだけ早く分析を行って下さい。また、取扱は清浄なピンセットで行って下さい。

### アクセサリー

764-330 黒鉛ルツボ, 783-568 電極チップ

## キャリブレーション試料

NIST 又はその他適当な標準物質。ガスドージング法。

## 分析パラメーター

### Analysis Parameters

Outgas Cycles	4
Analysis Delay	120 seconds
Analysis Delay Comparator	1.000
Analysis Type	Semi-Auto Analysis
Pre-Analysis Crucible Outgas	Disabled

### Element Parameters

	<b>Hydrogen Surface</b>	<b>Hydrogen Bulk</b>	<b>Standards*</b>
Minimum Analysis Time	130 seconds	280 seconds	70 seconds
Significant Digits	7	7	7
Conversion Factor	1.000000	1.000000	1.000000
Integration Delay	30 seconds	155 seconds	32 seconds
Comparator Level	2.000000 %	2.000000%	2.000000%

\* 鉄鋼標準試料でキャリブレーションを行う場合

### Gas Dose Parameters

	<b>Hydrogen</b>
Minimum Gas Dose Time	40 seconds
Integration Delay	30 seconds
Comparator Level	1.000000%
Bypass Furnace	Yes (check box)
Gas Dose Cycles	1

### Furnace Parameters

		<b>Standards*</b>
Furnace Control Mode	Power	Power
Purge Time	15 seconds	15 seconds
Outgas Time	30 seconds	15 seconds
Outgas Cool Time	5 seconds	5 seconds
Outgas Low Power	4500 watts	4500 watts
Outgas High Power	4500 watts	4500 watts
Outgas Ramp Rate	0 watts/sec	0 watts/sec
Analyze Low Power	0 watts	3700 watts
Analyze High Power	1400 watts	3700 watts
Analyze Ramp Rate	0 watts/sec	0 watts/sec
Sample Prep Time	0 seconds	0 seconds
Sample Prep Power	0 watts	0 watts
Furnace On Time	300 seconds	70 seconds

\*鉄鋼又はチタン標準物質をキャリブレーションに用いた場合。

### Temperature Sustain

Step	Time	Start Power	End Power
1	20 seconds	900 watts	900 watt
2	60 seconds	0 watts	0 watts
3	70 seconds	450 watts	450 watt
4	30 seconds	1400 watts	1400 watt
5	150 seconds	0 watts	0 watts

Temperature Sustain Standards: None

## 手 順

マニュアルを参考にして装置の準備を行います。

ブランクを測定します。(安定を確認)

ブランク値の設定をします。

検量線作成用又はドリフト補正用標準物質の分析をします。(安定を確認)

検量線の作成又はドリフト補正を行います。

実試料の分析を行います。

### \*アルミニウム中の水素分析例

Sample	Mass g	Surface H ppm	Bulk H ppm	Total H ppm
6061	5.8061	0.017	0.065	0.082
Aluminum Alloy	5.9035	0.026	0.057	0.083
	5.3544	0.022	0.058	0.080
	5.1521	0.026	0.061	0.087
		X = 0.023	0.060	0.083
		s = 0.0043	0.0033	0.0029
AlMg 5%				
Aluminum Alloy	3.8328	0.050	0.150	0.200
0.16 ppm H (bulk)	3.9159	0.047	0.174	0.221
Reference Standard**	3.4060	0.059	0.160	0.219
	3.9018	0.049	0.166	0.215
		X = 0.051	0.163	0.214
		s = 0.0054	0.0101	0.0095
AlMgSi 0.5%				
Aluminum Alloy	6.3068	0.026	0.133	0.159
0.14 ppm H (bulk)	6.1883	0.037	0.128	0.165
Reference Standard**	6.0590	0.034	0.140	0.174
	5.7480	0.020	0.138	0.158
		X = 0.029	0.135	0.164
		s = 0.0080	0.0051	0.0073

\*キャリブレーション試料 : LECO 501-529 steel pin.

\*\*アルミリファレンス材料 : Industriforskning, Oslo, Norway.