

研究部会紹介

## アルミニウム中の水素研究部会の紹介

### Introduction of the sectional meeting on hydrogen in aluminum alloys

兒島 洋一\*  
Yoichi KOJIMA\*

#### 1. 研究部会の背景と目的

アルミニウム合金中の水素は、ミクロポア中にてガス状、または格子中に原子状態で存在しており、材料の機械的特性や表面品質に影響を及ぼします。このため、水素の量および存在状態を最適化することは、アルミニウム合金の特性および品質向上に不可欠と考えられます。まず、水素の量ですが、その測定法は金属全般についてJIS Z2614に、またアルミニウム合金についてアルミニウム協会規格LIS A06-1993に規定されています。しかしながら、測定値は測定法により異なり、試料の前処理法の影響をうけるという印象が一般的になっています。そこで、本研究部会では水素量測定法の信頼性を向上させる検討から着手しました。

#### 2. 委員の構成

委員の構成について述べます。委員の交代や新たな参加などがありました。2013年10月現在における委員は表1の通りの11機関からの14名です。学界からは、アルミニウム合金中の水素がご専門の3先生方、および分析がご専門の我妻先生にご参加を頂きました。企業は軽圧メーカー5機関、測定機器製造・販売1機関、測定受託1機関です。

#### 3. これまでの活動内容

平成23年の4月号に委員募集の会告を掲載し、当初委員として学界3名、業界8名の計11名で発足しました。以下に、毎回の活動内容を紹介します。

9月1日第1回部会開催。当初の委員は学界3名、業界8名の計11名でした。手始めのフリーディスカッションでは、各機関で実施中の測定における問題点を話し合っ議論しました。主な問題点として、前処理方法、表面ガスと内部ガスの分離、および不活性ガス抽出電気伝導度測定法での校正法などがあげられました。

平成24年1月24日第2回部会開催。各機関における測定手順の詳細を報告し合い、問題点について具体的に話し合いました。不活性ガス抽出電気伝導度測定法は、参加機関のなかでは最も採用数の多い測定方法で、抽出曲線の解釈が問題とされました。各種の検出法についても議論され、実施されているなかでは測圧法や質量分析法のトレーサビリティが高いと考えられました。まずは、前処理方法を完全に統一したラ

ウンドロビンテスト、すなわち、一つの機関で使用していた1000系の校正用試料を、その機関で前処理した後、有機溶媒に浸漬した状態で各機関に送付し、各機関で測定した測定値の比較検討を実施することとなりました。

4月2日第3回部会開催。(株)TYKの大島氏を迎えて「溶湯中水素測定法」のご講演を頂きました。第2回ラウンドロビンテストとして、第1回と同じ試料について、各機関で定常的に実施されている前処理法を用いた測定をそれぞれの機関で実施することとなりました。

6月18日第4回部会開催。前半に、部会メンバーの大阪大学 堀川先生に「半導体センサーガスクロを用いた昇温脱離水素測定」についてご講演頂き、その後第1回および第2回のラウンドロビンテストの結果について議論しました。結果解析の手法は我妻先生にご指導頂き、規格検証を目的としたラウンドロビンテストの結果解析の常套として、JIS Z 8402「分析・試験の許容差通則」によるCochran検定およびGrubbs検定を用い、機関内精度および機関間精度をそれぞれ

表1 アルミニウム中の水素研究部会 構成メンバー  
(平成25年11月)

	所属	氏名
大学	東北大学 金属材料研究所	我妻 和明
	上智大学 理工学部	鈴木 啓史
	茨城大学 工学部	伊藤 吾朗
	大阪大学 基礎工学研究科	堀川 敬太郎
企業	日本軽金属(株) 技術・開発グループ	藤田 剛志
	昭和電工(株) アルミニウム事業部門	萩原 靖久
	昭和電工(株) 喜多方事業所	柳沼 雅章
	(株)UACJ 技術開発研究所	坂口 信人
	(株)神戸製鋼所 真岡製造所	梅田 秀俊
	三菱アルミニウム(株) 富士製作所	村上 歩
	電子科学(株) 営業部	堀川 修平
	(株)大同分析リサーチ 分析試験部	今井 智之
	(株)UACJ 技術開発研究所	清水 ゆかり(幹事)
	(株)UACJ 技術開発研究所	兒島 洋一(部会長)

\*株式会社UACJ 技術開発研究所 (〒366-8511 埼玉県深谷市上野台1351番地)。Research & Development Division, UACJ Corporation (1351 Uwanodai, Fukaya-shi, Saitama 366-8511)。

受付日：平成25年11月6日

れ評価しました。機関間ばらつきは、前処理の統一なしでは不合格、統一により合格となり、機関内ばらつきは、いずれの試験でも1%の有意差において合格となり、機関間ばらつきの解消には前処理の統一が必要であることが示されました。こうした全機関の測定値を対象とした検定とは別に、大半の機関が装置を有する不活性ガス抽出電気伝導度測定法の測定値に着目すると、無視できないバイアスが認められる場合もありました。

9月11日第5回部会開催。前半に、当部会メンバーの電子科学(株)の堀川氏に「昇温脱離法による水素測定装置」についてご講演頂き、後半で、部会での改訂案作成を目指している現行のアルミニウム協会規格LIS A06-1993における、前処理に関する問題点を議論しました。部会を二つのワーキンググループ(WG)に分け、その一つを前処理WG、もう一つを不活性ガス抽出電気伝導度測定法のWGとし、最適前処理法の決定および不活性ガス抽出電気伝導度測定法の機関間差の収束をそれぞれの目的として活動していくこととしました。

12月4日第6回部会開催。これまでの活動経緯を踏まえ、あらためて当部会の目標について議論しました。信用できる標準資料が見当たらないことを鑑み、少なくとも各種測定法間、および同種測定機器の機関間にみられる測定値差を修正できる方法が必要であり、また、真値と測定値との誤差の要因を全て洗い出して部会としての標準資料をもつことは現状からのゴールとしては遠い、との意見で一致しました。抽出電気伝導度測定法WGでは、加熱状況やブランク測定等に機関間差があり、通常のカリブレーション法の精度が疑問視されました。

平成25年3月15日第7回部会開催。前処理WGでは、1000系では旋盤加工、および旋盤加工+苛性処理が適した前処理で、前処理後のエタノールへ長時間浸漬は影響しないことがわかり、第3回ラウンドロビンテストとして5000系合金についてこれら前処理を全機関でそれぞれ実施して測定することとなりました。不活性ガス抽出電気伝導度測定法WGでは、カリブレーション法と検量線の機関間差への影響について精査することとなりました。

6月28日第8回部会開催。第3回ラウンドロビンテストでは、5000系合金の場合は苛性処理では測定値が高く、ばらつきも大きくなり不適で、旋盤加工+溶剤洗浄が最適とわかりました。そこで、規格改定案に記載する前処理法は“原則として旋盤加工+溶剤洗浄を推奨する”が、“旋盤加工が困

難な試料でのヤスリがけ”や、“純Al系の苛性処理”についても記載することとなりました。

9月5日第9回部会開催。抽出電気伝導度測定法WGでは、通常のカリブレーション法では個体差が解消されないことが明確になり、各機関で同一試料を暫定標準試料として使用してカリブレーションすることで機関間差がかなり解消されることがわかりました。抽出電気伝導度測定法以外についても同様に暫定標準試料でカリブレーションすることで機関間差が解消されるかを検討することとなりました。

#### 4. 今後の活動予定

以上のような経緯で得られた旋盤を用いた前処理法および暫定標準試料を採用したカリブレーション法により、測定値の機関内・機関間差を解消に向かわせる目処がつくことになりました。しかし、信頼できる標準値をもつ標準試料を共有し、各機関で真値を測定することは遠い課題として意識されています。今後、これまでの活動のまとめにとりかかるとともに、測定値の真値からの誤差要因の基礎的検討を、部会メンバーの茨城大学の伊藤先生に委託し、その結果を待って誤差要因解消の検討方針を再考することとしました。

次に、アルミニウム合金中の水素の存在状態に関するのですが、X線CT撮像や昇温式水素脱離測定により、製造プロセス中に複雑に変化することが確認されています。こうした水素存在状態がアルミニウム合金の力学的特性に大きく影響していると考えられます。そこで、九州大学の戸田裕之先生に世話人をお願いして、水素存在状態を制御することによる力学的特性改善法などを対象とする力学特性WGを立ち上げます。WGの活動内容の詳細としては、まず、水素存在状態、水素ポアからの水素吸脱挙動、 casting条件と水素ポア発生、塑性加工による水素ポア消滅、および水素ポアがアルミニウム合金の力学特性に及ぼす影響についてこれまでの学理、知見を整理・検討します。平成26年度以降は、以下に挙げる項目の中で共通試料等を用いた研究が可能か検討します。 casting条件制御による水素低減、水素トラップサイトの増加による水素ポア低減、熱処理による水素ポアの成長・合体・消滅挙動、塑性加工による水素ポア消滅挙動、および水素ポアがアルミニウムの力学特性に及ぼす影響(強度、延性、破壊靱性、高温強度、応力腐食割れ、疲労、腐食疲労などのうちから重要なものを選定)です。10月23日の研究委員会でWGを設立することが承認され、平成25年度内に初回を開催すべく、委員を募集中です。