

ブローホールガス分析技術のご紹介

はじめに

溶接部のブローホール、鋳造品の巣など材料中の気泡や表面のフクレ（ピンホール、ポロシティ、ポイドなどとも呼ばれる。以下、ブローホール：BHと略記する）は、強度的、美的にその材料の欠陥となる場合が多く、BH内ガス成分の調査は欠陥生成原因を知る上で重要である。このBH内部のガス分析方法について紹介する。

分析装置および測定方法

分析装置の模式図および外観写真を図1に示す。超高真空の試料室でドリルを用い試料を切削、穿孔しBHに到達すると内部のガスが放出される。切削開始時の装置内圧力（約 5×10^{-6} Pa、室温）では、例えば運動している N_2 分子同士が衝突し次の分子に衝突するまでの平均距離は約1.3kmであり、BHから放出されたガス分子は互いにほとんど衝突することなく分析室へ進む。分析室の四重極型質量分析計により、ガス分子のイオン化、質量分離（質量電荷比： $m/z \sim 100$ ）、イオン検出が順に行われる。

表面のフクレや透明なガラスのように外部からBH位置が確認できない場合は、図2のように予め直交する二方向からX線透過試験を行い、BH位置を決定する。装置内に設置可

能な試料サイズは約40mm×20×10t、ドリルの径は1, 2, 3mmφ、ドリルで切削可能な深さは4mm程度迄である。図2に示すようにBHがBH1、BH2、BH3のように存在している場合には、それぞれのBHに対応して順にガスが検出される。

分析例

ガラス中の気泡を分析した例として、市販のおはじきの分析結果を図3に示す。この測定で最も多く検出されたガスは N_2 である。その他のガスとして CO_2 、 SO_2 、Arなどが検出された。

金属の溶接部に形成されたBH中のガス分析は多くの実例があり、シールドガスのArや、溶接金属中の H_2 が検出されるケースが多い。

ガス成分組成と概算ガス量の算出

BH内のガス組成やそのガス量（容積）は内部のガス分子が何個かを元に算出する。図4にガス放出前後の状態（圧力P、容積V、温度T、気体分子数N）の一例を示す。ここでは簡略化のため、BH内を単一ガス成分X、標準試料を容積既知の N_2 としたが、実際はBH内に複数の種類のガスが含まれる場合が多く、標準試料として空気を用いる。

理想気体の状態方程式（図4の(1)、(2)式）により、図4に示した前提ではBH内の容積は、 $V_{0(X)} = N_{(X)} / N_{(N_2)} \times V_{0(N_2)}$ となり、これを検出強度 $I_{(X)}$ 、 $I_{(N_2)}$ および標準試料の容積から算出する。質量分析計の感度係数はガスの種類により異なるが、実用上、同じ（ $S_{(X)} = S_{(N_2)}$ ）として、図4の式(3)、(4)、(5)、(6)により $I_{(X)} / I_{(N_2)} = N_{(X)} / N_{(N_2)}$ となる。検出強度比がガス分子数の比を示すこの式を用いてBH内ガス組成（%）を算出する（図3中の表）。

一方、BH内のガス量（容積）は $V_{0(X)} = I_{(X)} / I_{(N_2)} \times V_{0(N_2)}$ により算出する。

おわりに

本装置によれば、鉄、非鉄金属、ガラス等の中に存在するブローホール（フクレ）内ガスを比較的容易に高感度で分析することができるほか、パッケージ内部のガス分析も可能である。

お問い合わせ先

富津事業所 解析ソリューション部
化学解析室
太田 典明
TEL 0439-80-2687
FAX 0439-80-2733
E-mail ohta-noriaki@nsst.jp

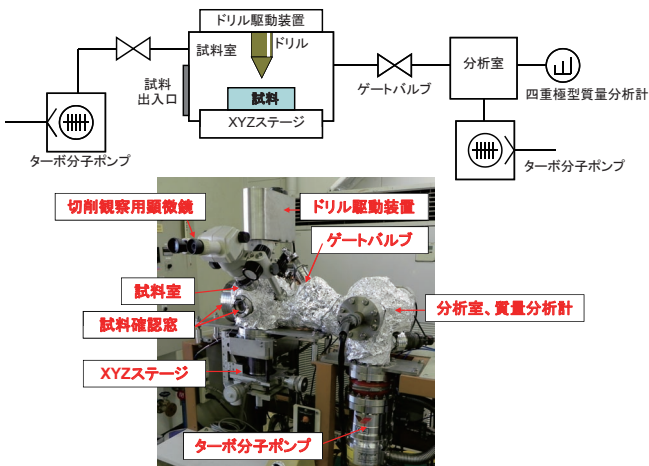
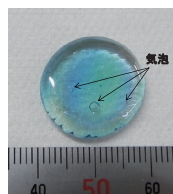
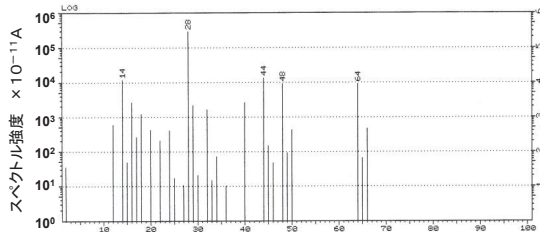


図1 ブローホールガス分析装置の模式図（上）および装置外観写真（下）



おはじき中の気泡

気泡内ガスの成分組成（スペクトル積算強度比）

質量数(成分)	スペクトル積算強度比 [%]
m/z 28(COまたは N_2)	90
m/z 44(CO_2)	5
m/z 64(SO_2)	4
m/z 40(Ar)	1

図3 ガラス（市販のおはじき）中の気泡から放出したガス成分の分析例

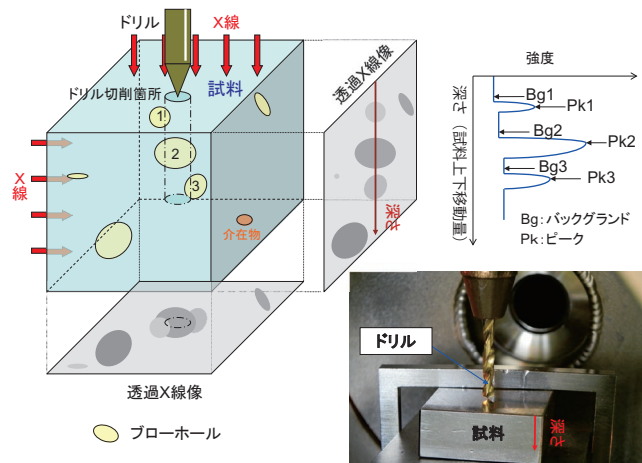


図2 X線透過試験およびドリル切削によるガス検出

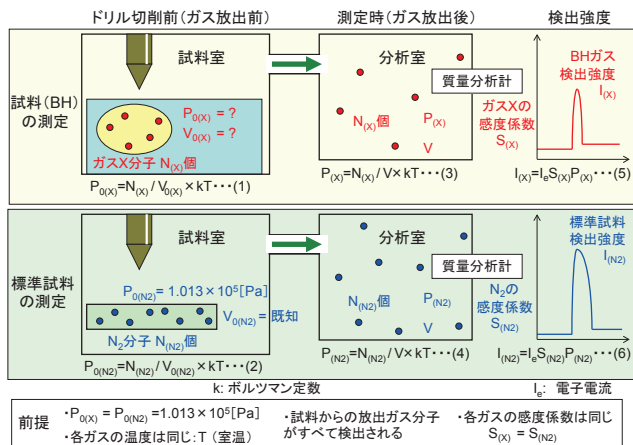


図4 ブローホール内ガス成分組成およびガス量の算出