

ASTM G148に準拠した単一機器による水素透過試験

Devanathan-Stachurskiセル(または「Hセル」)を使用することで、シートまたは膜を通る水素の透過を評価するのに成功しています。Hセルは、2つの電気化学的区画で構成され、両セルの作用電極(WE)として働くシートにより分離されています。

この設定により、制御された電位または一定の電流を印加することによって、還元側セル内での水素(H_2)の生成が可能になります。

水素は、試料(すなわち、シートまたは膜)を通して拡散し、一定の電位をかけることによって H_2 が酸化される酸化側セルで電気化学的に検出されます[1]。

アノード電流は時間とともに試料を透過する水素量に正比例します。

少量の水素がシートまたは膜を通過すると、その検出に非常に敏感なホテニオスタットが必要になります。さらに、2つの電気化学セルは同じWEを共有するので、カルハニック絶縁を有するフローティングモートにある2つの独立したチャンネルが使用されます。各種の鉄板の水素透過特性の研究を、機器的要求を考慮しながら、本アプリケーションノートで検討しました。

$(J_{ss})(C_0)$:

$$J_{ss} = \frac{J_{ss}/A}{F} = \frac{D_1/C_0}{L} \quad J_{ss} A F D_1 C_0 L$$

:

$$J_{ss} = \frac{D_{eff} C_0}{L}$$

D_{eff}

1. $(t_{lag})(J(t)/J_{ss})^{0.63}$:

$$D_{eff} = \frac{L^2}{6t_{lag}}$$

2. (t_b) :

$$D_{eff} = \frac{L^2}{15.3t_b}$$

3. $\log(|J_{ss} - J(t)|) / 1/t D_{eff}$

Stat-i Multi4(STAT-I-MULTI16Figure 1)(MultiLEIS®)
 Stat-i Multi164.
 H (H-CELL1)2 (250mL)PTFE 1.77 cm²(1.5cm)

(CEPT.SHEET)Ag/AgCl(RE6.0733.100)CE
 (6.0343.110)Ag/AgCl RE (6.0728.120)(H2mmWE-
 DropView 8400MStat-i Multi16



1. H-CELL_μStat-i Multi16

80 °C

()0.1mol/L HCl0.2g/L As₂ O₃0.1mol/L NaOH:

1. +0.30V

2.

3. 0AASTM G148 [1] -1mA/cm 21.8mA/cm₂WE()

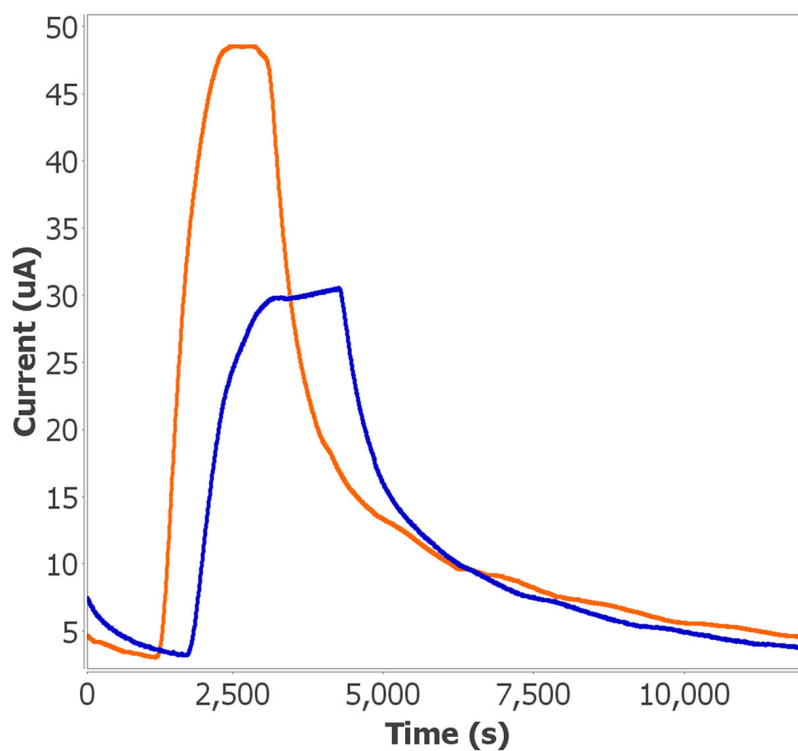
4.

3 4

結果

前項で説明した手順で厚さ2mmの鉄シート2枚を評価します。図2は、これらのサンプルで得られた水

素チャージと過渡減衰を示しています。



2.

1(2)2(2)

DropView 8400MH₂2

«Analysis»

1. Data Analysis «H₂ Permeation»(3)

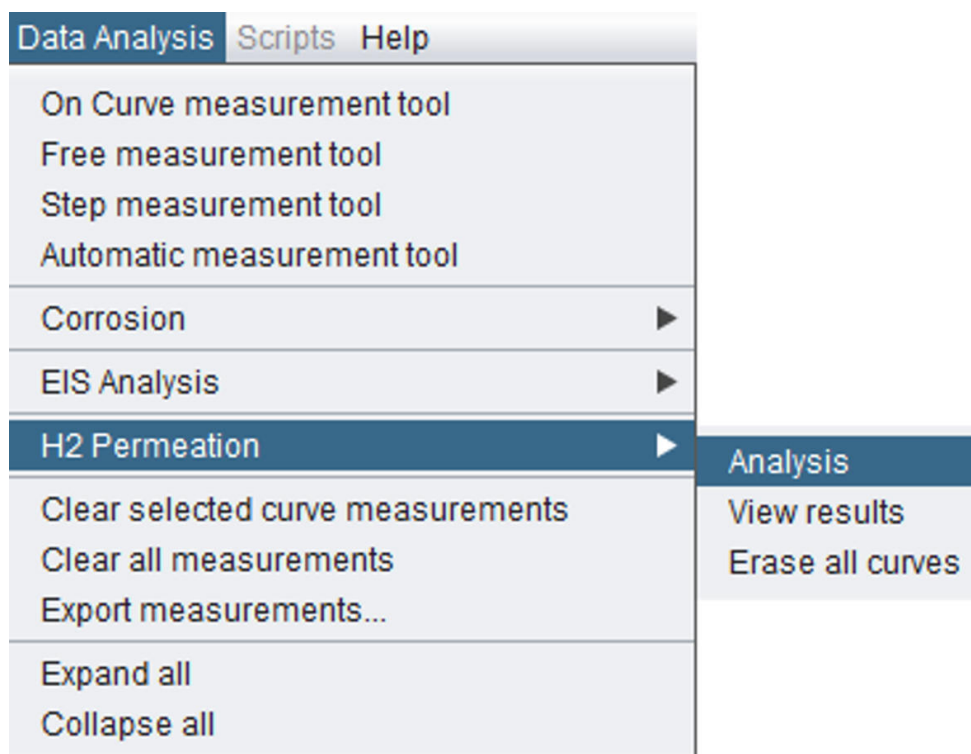


Figure 3. Select the «Analysis» option for «H2 Permeation» in the Data Analysis drop-down menu.

2. (4)«Calculate»

The image shows a dialog box titled 'H2 Permeation Analysis' with a close button (X) in the top right corner. The dialog contains two input fields: 'Specimen thickness' with a value of '2.0' and unit 'mm', and 'Exposed area' with a value of '1.77' and unit 'cm2'. To the right of these fields are four buttons: 'Calculate', 'Fit', 'Save parameters' (which is highlighted with a blue border), and 'Close'.

Figure 4. Type in the specimen thickness and the exposed area.

データ解析

3. 水素チャージ過渡が始まる前の最初の点と、システムが定常状態に達したときの2点を

選択する必要があります(図5)。

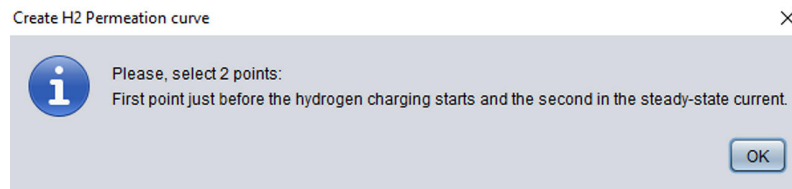


Figure 5. Select two points in the charging transient to apply the fitting analysis.

4. 次に、水素原子の実効拡散係数(D_{eff})、水素チャージ側の水素原子の表面下濃度(C_0)、規格化された水素原子流速

($J(t)/J_{ss})=0.63(t_{lag})$ に達する時間などの種々のパラメータが自動的に計算されます(図6)。

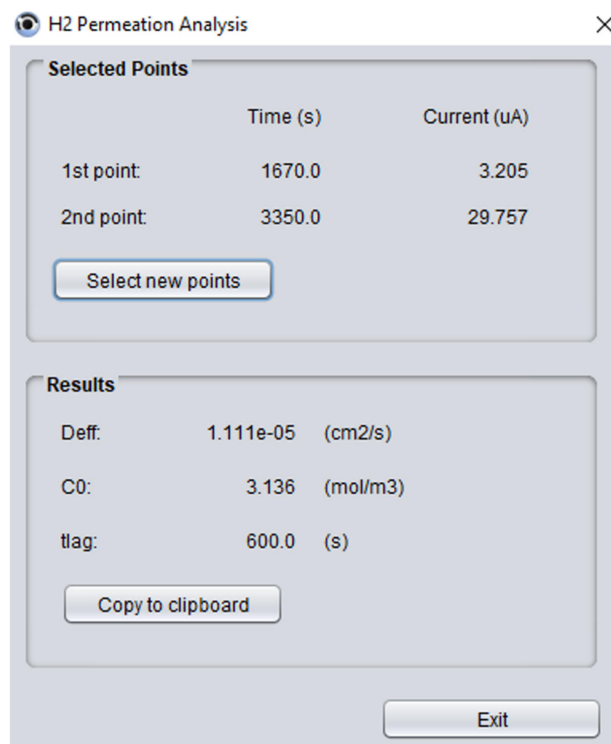


Figure 6. Characteristic parameters are automatically calculated in the software.

5. 図7では、2つの追加の曲線が生データの曲線(青色)とは別にグラフ表示でプロットされています。«CalcFlux» (赤色の線)はアルコリ

スムが適用されたものに対応し、«NormFlux» (黒色の線)は規格化された水素流速(二次軸)に関連しています。

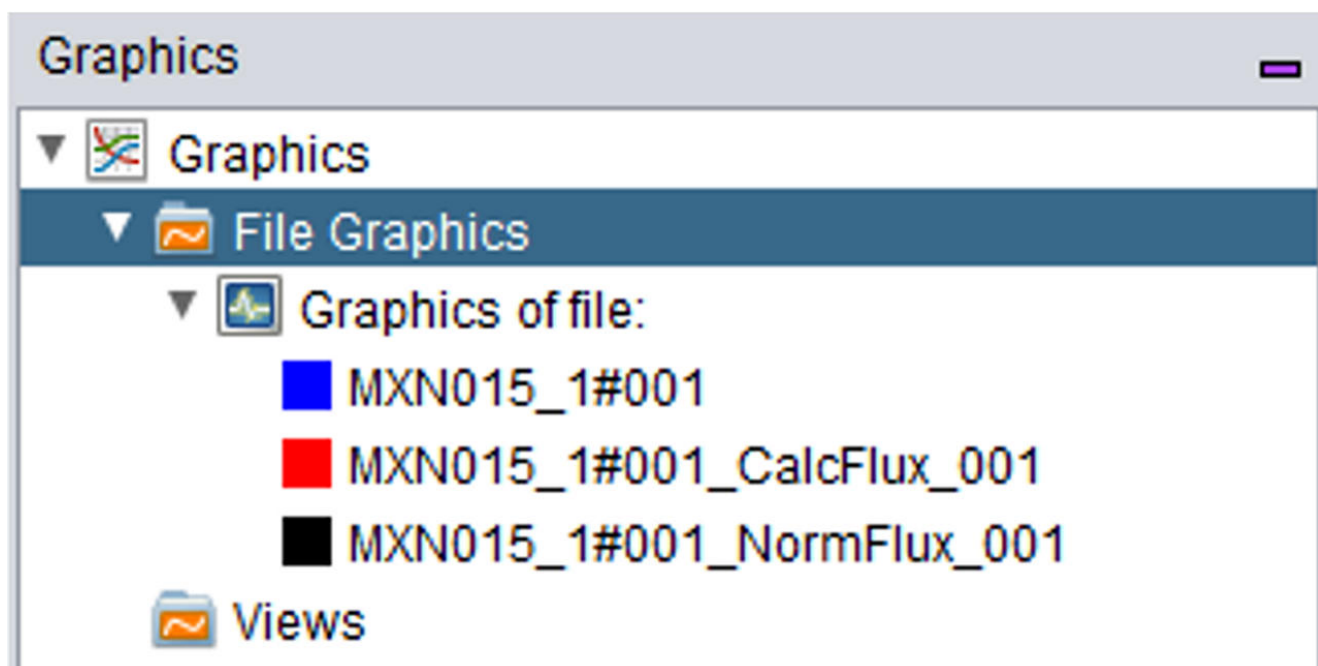
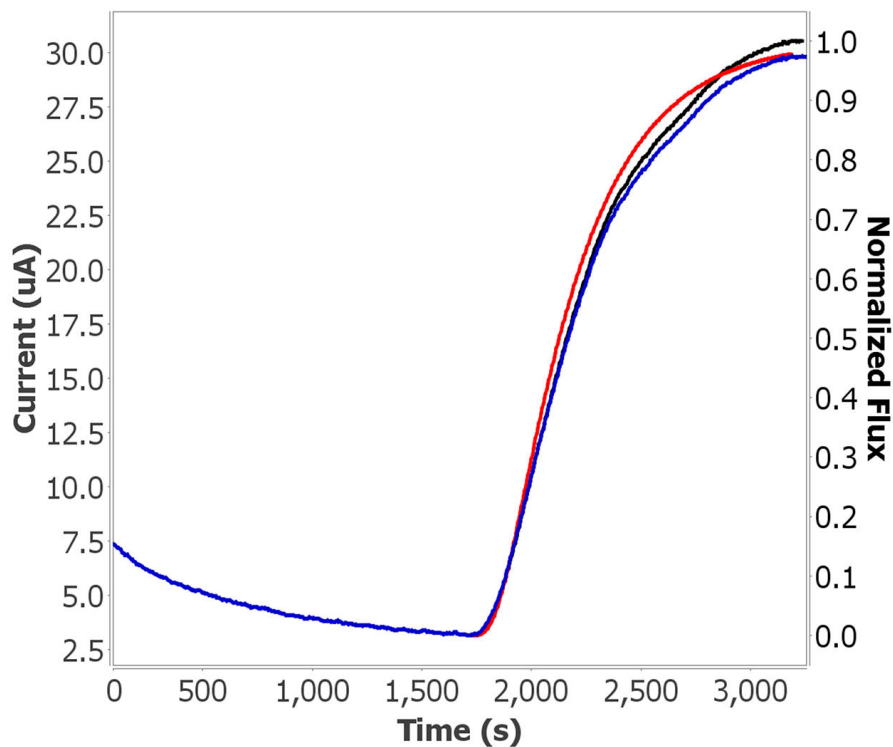


Figure 7. «CalcFlux» (red line) and «NormFlux» (black line) curves are displayed.

得られた結果は、「CalcFlux」カーブ(図7、赤色)とH₂透過モジュールに含まれる「View results」オフション(図3)を選択するだけで利用できます。

2つの鉄シートサンプルについて、記載したステップ、 D_{eff} 、 C_0 、および t_{lag} を得られます(表1)。

Table 1. Characteristic parameters obtained from the hydrogen charging transient.

Sample	D_{eff} (cm ² /s)	C_0 (mol/m ³)	t_{lag} (s)
1	1.35×10^{-5}	4.231	500
2	1.11×10^{-5}	3.136	600

Metrohm DropSens Stat-i Multi16ASTM G1482
Stat-i Multi1618H
H2

2()
DropView 8400M H₂-

1. ASTM International. *Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique*; ASTM G148-97(2018); ASTM International, 2018. DOI:10.1520/G0148-97R18

CONTACT

143-0006 6-1-1
null 9

metrohm.jp@metrohm.jp

装置紹介



Platinum sheet electrode

This electrode consists of a thin sheet of platinum embedded into a glass shaft. This electrode can be used as a counter electrode for most electrochemical measurements. The surface area is approximately 1 cm².



Ag/AgCl

参照電解質として $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ を含む銀/塩化銀参照電極。

この参照電極は水性アプリケーションに適しており、すり合わせ14/15により、取り付けが簡単です。



CVS AE



Ag/AgCl

$c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ 6.1245.010