

普及型水蒸気透過度測定装置の開発 (第3報)

— (公財) JKA「公設工業試験研究所等が主体的に取り組む共同研究補助事業」—

飯塚真也* 内田保雄** 佐藤弘** 宇田川博** 関根正裕***

Development of a Popular Type of Water Vapor Permeability Tester (Part 3)

— JKA Auxiliary business —

IIZUKA Shinya*, UCHIDA Yasuo**, SATO Hiroshi**

UDAGAWA Hiroshi**, SEKINE Masahiro***

抄録

水蒸気透過度測定のカップ秤量作業を自動化した測定装置を開発した。カップ法の測定下限値といわれる $1 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$ のポリテトラフルオロエチレンフィルムを測定したところ、従来の手作業による測定値とおおむね一致した値が得られ、さらに従来法では測定に24日を要したが本装置はこれを4日で測定可能とした。

キーワード：水蒸気透過度，透湿度，カップ法，JIS Z 0208，JIS K 7129

1 はじめに

水蒸気透過度（透湿度）とは、フィルムを透過する水蒸気の質量をそのフィルム 1 m^2 あたり、1日あたりに換算して $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$ の単位で表したものである。

JIS Z 0208¹⁾ に定められた「カップ法」は最も基本的かつ安価な水蒸気透過度測定方法であるが、1~4日毎にカップを手作業で秤量する必要があることと、測定に1週間~1ヶ月程度かかることが実用上の問題となる。他方、JIS K 7129²⁾ に定められた「機器測定法」は短時間測定と自動測定が可能な優れた測定方法であるが、測定器が非常に高価であるため、産業界では安価な測定装置が求められている（表1）。

そこで本研究では、安価かつ短時間測定可能な水蒸気透過度測定装置の実用化に向けて、カップ法の測定作業を自動化した測定装置の開発を試みた。

表1 水蒸気透過度測定装置の現状と課題

測定方法	手間・時間	価格	測定範囲 $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$	検出方法
カップ法 (JIS Z 0208)	× 手作業・時間がかかる(1週間)	○ 安価	1~10,000	電子天秤
機器測定法A (JIS K 7129 A)	○ (自動測定、半日)	× 高価	0.03~10,000	湿度センサ
機器測定法B (JIS K 7129 B)	○ (自動測定、半日)	× 高価	0.005~100	赤外線センサ
機器測定法C (JIS K 7129 C)	○ (自動測定、半日)	× 高価	0.1~100	ガスクロマト

※ ハイバリアフィルム評価用途の規格は割愛

2 実験方法

2.1 装置

水蒸気透過度測定装置のコンセプトモデルを図

* 北部研究所 食品・バイオ技術担当

** 株式会社エルテクノ

*** 現 早稲田大学 環境総合研究センター

1に示す。測定機構は前報³⁾で開発したものを採用した。新たに開発したカム式アクチュエータ（非公開）を恒温恒湿セルの下部に設置して、上下動作の安定性を向上させた。また、前報³⁾で開発したガイドを改良して湿気漏れを大幅に低減し、除湿セルを不要とした。



図1 水蒸気透過度測定装置

2.2 計測システム

前報³⁾では装置の制御にシングルマイコンボード（Arduino MEGA）を用いたが、本装置では専用の基板を設計した。また、装置周辺環境（温度、相対湿度、気圧）の変化を検知して電子天秤を自動校正する機構を組み込んだ。

2.3 ソフトウェア

LabVIEW 2017 プロフェッショナル開発システム（National Instruments 社）を用いて測定ソフトウェアを作成した（図2）。

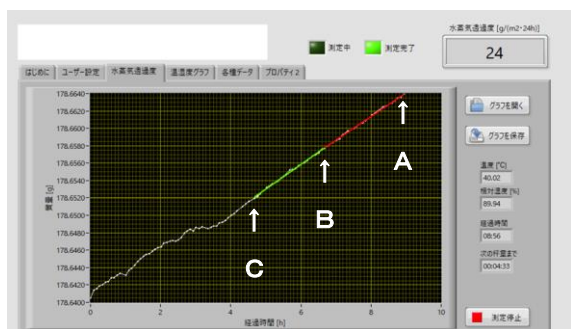


図2 測定ソフトウェア

2.4 試験片

樹脂フィルムとして、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE, ニトフロン No.900UL, 膜厚 0.05 mm, 日東電工製）を用いた。

2.5 水蒸気透過度測定

本装置を用いた測定（以下、開発法）では、所定時間毎に秤量を行い、以下の自動判定機能に従って水蒸気透過度を求めた。すなわち、現時点（図2, A）と現時点より質量が 10 mg 少ない秤量時（図2, C）の間における近似直線の傾きを求め、この近似直線に対して前半部分（現時点より質量が 5mg 少ない秤量時（図2, B）の間における近似直線 AB）と後半部分（近似直線 BC）の傾きがいずれも 2%以内で一致した時点で、前半部分の傾きから水蒸気透過度を決定した。比較として、JIS Z 0208 に基づいた測定（以下、JIS 法）を行った。開発法および JIS 法で用いたカップは、JIS L 1099⁴⁾で示されたねじ締め式のものとし、シール部分にオイルコンパウンド（HIVAC-G、信越化学工業製）を塗布してカップの気密性を高めた。

3 結果及び考察

JIS 法および開発法で測定した PTFE の結果を表2に示す。水蒸気透過度は両測定法でおおむね一致した。また、開発法の測定時間は JIS 法の1/6となる4日に短縮された。

表2 水蒸気透過度および測定時間の比較

試験片	水蒸気透過度 [g/(m ² ·24h)]		測定時間	
	JIS 法	開発法	JIS 法	開発法
PTFE	1.6 (1.2, 1.6, 1.8)	1.0	24 日	4 日

カップ法の測定下限値は 1 g/(m²·24h) 程度と言われている⁵⁾。これは、測定下限値を下回る試料をカップ法で測定すると、分析用電子天秤で質量変化が検出できる程度の水蒸気透過量を得るために長時間を要し、結果として非実用的な測定時

間となるためである。JIS 法で PTFE を測定した場合も 24 日と長時間を要した。これに対して開発法は、前報³⁾で示した理由により短時間測定が可能であり、PTFE の測定が 4 日で完了できた。したがって、JIS 法では測定時間の長さが問題となる $1 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$ 程度のフィルムに対して、本装置は短時間で評価できることが示された。

また、JIS 法で PTFE を 3 点測定したところ、水蒸気透過度が 1.24, 1.63, 1.79 $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$ となり、相対標準偏差(RSD)18.2%とばらつきが大きかった。これは、ねじ締め式カップを使用したことが原因の 1 つと予想された。ねじ締め式カップ (図 3 上) は試料の装着がしやすく取り扱いが容易である反面、締め付け時に試料が撓みやすいことと、カップ端部からの湿気漏れの懸念がある。ねじ締め式カップに $30 \mu\text{m}$ 厚のアルミホイル ($0 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$ とみなせる試料) を装着して測定した水蒸気透過度は $0.02 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$ 以下であり、端部漏れの影響は小さいと考えられるが、試料の凹凸や作業者の熟練度によってはカップ端部の封止が達成されない。一方、封ろう式カップ (図 3 下) は溶融した“ろう”を注いで試料を固定するた

め、撓みや端部漏れの課題が大きく改善されており PTFE のような水蒸気透過度の小さい試料の測定に適している。本装置においても、試料のバリア性に合わせてカップの選択が必要と考えられた。

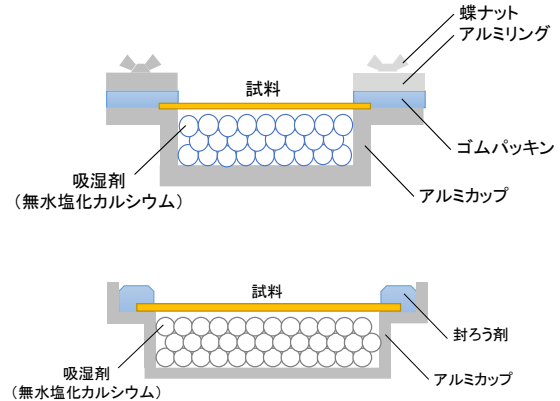


図 3 ねじ締め式カップと封ろう式カップ

開発法による PTFE の測定完了画面を図 4 に示す。秤量値 (白点) はほぼ近似直線 (赤線および緑線) 上に分布しており、安定した秤量により水蒸気透過度が確実に判定された。また、図 4 では

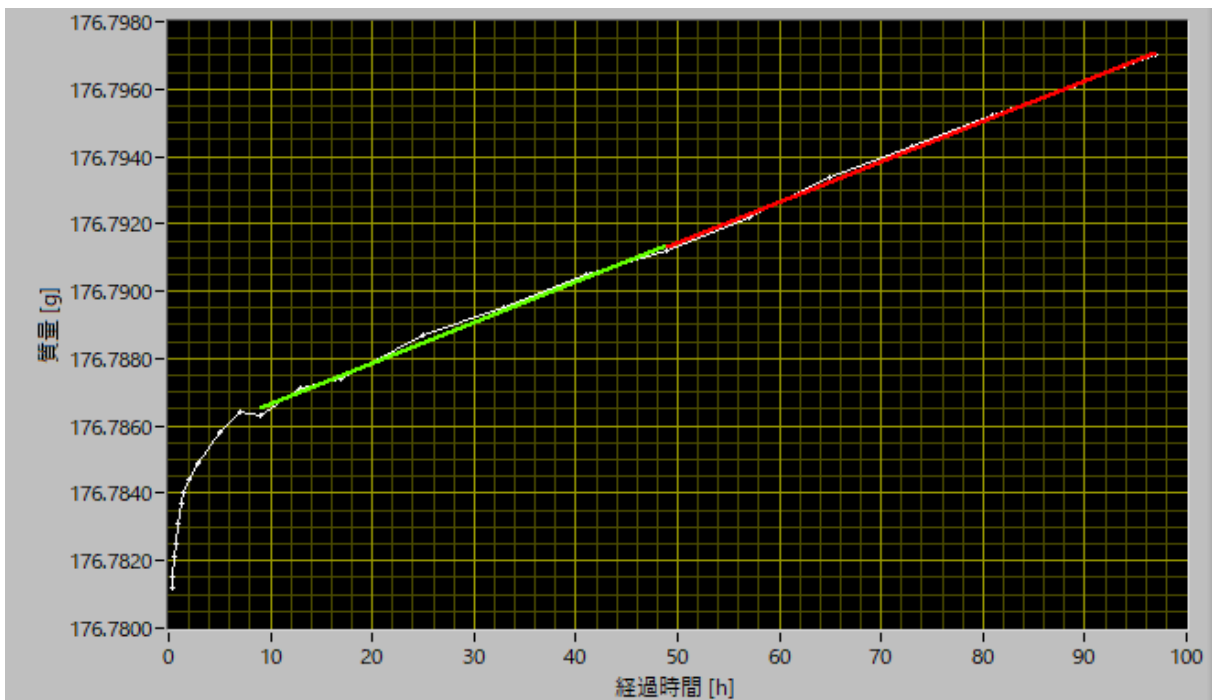


図 4 開発法による PTFE の測定完了画面

10 mg の質量変化から近似直線と水蒸気透過度を求めたが、今回のように秤量値が安定する場合はより小さな（例えば 5 mg の）質量変化から水蒸気透過度を求めることで、さらに短時間の測定が実施できると予想された。

試料の水蒸気透過度に対して所定の質量変化を得るまでに必要な時間を表 3 に示す。水蒸気透過度 1 g/(m²・24h) の試料は 10 mg の質量変化を得るまでに 3.5 日を要するため、本装置が PTFE を 4 日で測定できたことはカップ法の測定原理として妥当であった。

また、本装置が 1 mg の質量変化で水蒸気透過度を決定できると仮定した場合、表 3 より水蒸気透過度 1 g/(m²・24h) の試料が最短 0.4 日、0.1 g/(m²・24h) の試料が最短 3.5 日で評価できることが確認された。手作業の JIS 法では測定に長時間を要して評価が困難な 0.1～1 g/(m²・24h) のバリアフィルムに対しても、本装置は実用的な測定時間で評価できる可能性が示された。また、バリアフィルムの測定に向けて、本装置は次の改善が有効と考えられた。

1. 0.01 mg の秤量が可能な電子天秤を用いる。
2. 装置の測定環境を整えて秤量を安定させる。
3. カップの透過面積を拡大する。

表 3 所定の質量変化を得るまでの所要日数

試料の水蒸気透過度 (g/m ² ・24h)	質量変化に要する日数 (日)			
	10 mg	5 mg	2 mg	1 mg
1	3.5	1.8	0.7	0.4
0.5	7.1	3.5	1.4	0.7
0.2	17.7	8.8	3.5	1.8
0.1	35.4	17.7	7.1	3.5

※ 試料の透過面積 28.3 cm² (60 mmΦ) の場合

4 まとめ

カップ法で水蒸気透過度 1 g/(m²・24h) を下回るバリアフィルムを測定する場合、測定時間が長時間となるため評価が困難であったが、自動秤量と近似計算によって短時間測定が可能な本装置は、バリアフィルムを実用的な測定時間で評価できることが示唆された。今後は測定下限値の改善と

もに本装置の実用化を目指す。

謝 辞

本研究は、平成 30 年度に公益財団法人 JKA の「公設工業試験研究所等が主体的に取り組む共同研究補助事業」（オートレースの補助、2018M-098）を受けて実施したものです。

参考文献

- 1) JIS Z 0208:1976 防湿包装材料の透湿度試験方法（カップ法）
- 2) JIS K 7129:2008 プラスチックフィルム及びシート -水蒸気透過度の求め方（機器測定法）-
- 3) 飯塚真也，関根正裕，普及型水蒸気透過度測定装置の開発（第 2 報），埼玉県産業技術総合センター研究報告 第 16 巻 (2018)。
- 4) JIS L 1099 :2012 繊維製品の透湿度試験方法
- 5) 高分子学会・高分子と水に関する委員会：“高分子と水分”，幸書房 p.274 (1972)