

普及型水蒸気透過度測定装置の開発 (第2報)

飯塚 真也*¹ 関根 正裕*²

Development of a Popular Type of Water Vapor Permeability Testing Equipment (Part 2)

IIZUKA Shinya*¹, SEKINE Masahiro*²

抄録

水蒸気透過度測定 of 秤量作業を自動化した自動水蒸気透過度測定装置について、測定時間の短縮に向けた改良を行った。今年度は、秤量の直前に電子天秤からカップを引き離してゼロ合わせを実施する自動秤量機構を付加し、さらに15分間隔で得た秤量値の経時変化から、水蒸気透過度を決定する自動判定機能を加えた。その結果、従来法では8日を要したポリエチレンナフタレートフィルムの水蒸気透過度測定を20時間で測定可能とした。

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 m²あたり、1日あたりに換算して g/(m²・24h) 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から、産業分野では測定の自動化と迅速化が求められている。

これに対して我々は、カップ法の測定作業を自動化した水蒸気透過度測定装置を開発し、透過性の異なる5種類の樹脂フィルム（6.6～3,700 g/(m²・24h)）に対していずれもJIS Z 0208の測定法と一致した値が得られることを確認した²⁾。

本研究では、測定時間短縮を指向して、開発した水蒸気透過度測定装置に対するいくつかの改良を試みた。

2 実験方法

2.1 装置

水蒸気透過度測定装置は前報²⁾で開発したものをを用いた（図1）。恒温恒湿セルの下部にリニアアクチュエータ（LA003，セイコークロック（株）製）を設置して、図2のとおりアクチュエータの上下動作で脚長設置皿と電子天秤を切り離す機構とした。アクチュエータの動作は、後述のソフトウェアでPC側から任意のタイミングで制御した。

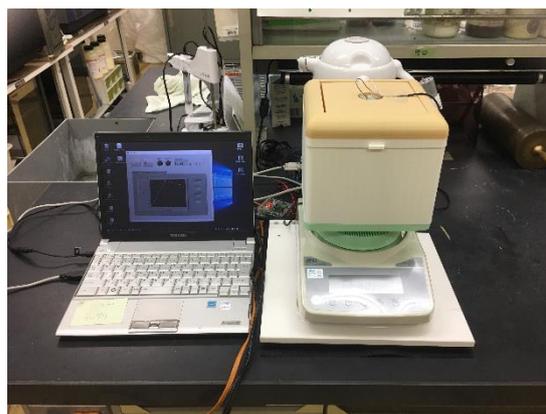


図1 水蒸気透過度測定装置

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当*² 技術支援室

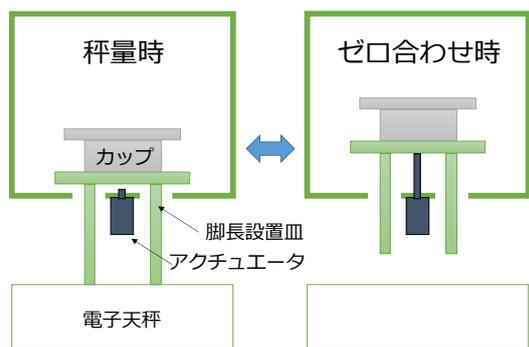


図2 秤量時の自動ゼロ合わせ操作

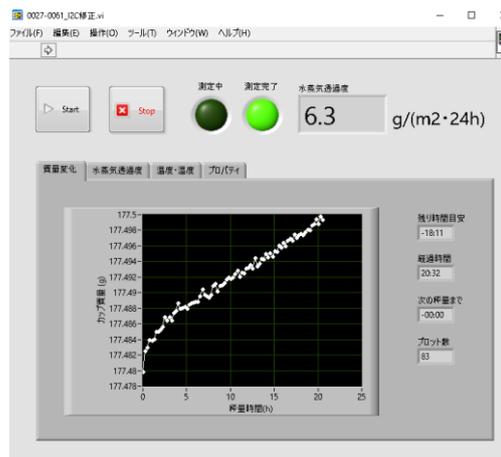


図3 ソフトウェアの測定画面

2.2 計測システム

前報²⁾のとおり、PCに接続したシングルマイコンボード (Arduino MEGA, Arduino SRL社) を用いて周辺機器を一括制御した。

図2に示したとおり、水蒸気透過度測定における毎回の秤量の直前に、直動アクチュエータを用いて、カップを載せた脚長設置皿を電子天秤から引き離し、ゼロ合わせを実施する自動秤量機構を組み込んだ。

2.3 ソフトウェア

LabVIEW 2014 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3)。アドオンツールキットの LINX³⁻⁵⁾で Arduino MEGA をリモート制御し、Arduino MEGA の DIO, I2C, および UART で接続された上記の周辺機器にアクセスした。セル内の温湿度測定、湿度制御、秤量、ゼロ合わせ、ファンの ON-OFF 動作、エアポンプの流量制御、アクチュエータの上下動作、水蒸気透過度の計算は全て LabVIEW プログラム側から制御した。

2.4 試験片

樹脂フィルムとして、ポリエチレンナフタレート (PEN, テオネックス Q51, 膜厚 25 μm , 帝人フィルムソリューション製)、ポリエチレンテレフタレート (PET, ルミラー-T60, 膜厚 25 μm , 東レ製) を用いた。

2.5 水蒸気透過度測定

開発装置を用いた測定 (以下、開発法) では、15分毎に秤量を行い、現時点と現時点より質量が 5mg 少ない秤量時の間における近似曲線の傾きと、現時点より 5mg 少ない秤量時と 10mg 少ない秤量時の間における近似曲線の傾きが誤差 3%以内で一致した時点で水蒸気透過度を決定した (自動判定機能)。

比較として、JIS Z 0208 に基づいた測定 (以下、JIS法) を行った。

3 結果及び考察

3.1 アクチュエータの課題と解決

脚長設置皿に何も載せていない状態で、アクチュエータの上下動作と脚長設置皿の秤量を繰り返したところ、秤量値のばらつきが生じる場合があった。これは、アクチュエータの上下動作の際に脚長設置皿の設置位置がずれ、脚部が恒温恒湿セル下面の貫通穴内壁に接触したためであった。

そこで、図4のとおり脚長設置皿の脚部に球状のガイドを設けたところ、アクチュエータの上昇時はガイドがセル下面の貫通穴と重なって脚部が貫通穴の中心に誘導され (図4右図)、その状態からアクチュエータを下降させることで、脚部が小穴壁面に触れることなく脚長設置皿を電子天秤の秤量皿上へ静置できた (図4左部)。

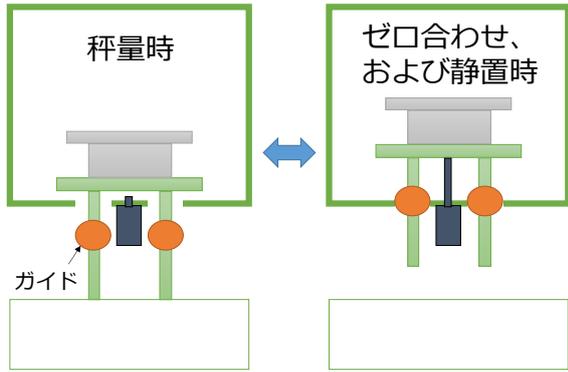


図4 ガイドによる壁面接触回避の模式図

ガイドを設けた状態で自動秤量におけるアクチュエータの上下動作とカップを載せた脚長設置皿の秤量を繰り返した結果、連続してばらつきのない安定した秤量が可能であった。

さらに、秤量時以外はアクチュエータを上昇させておくことで、ガイドが貫通穴を塞ぎ、穴の隙間からの湿気漏出を防ぐことができた。前報では、湿気漏れによる結露を防止する目的で恒温恒湿セルの下部に除湿セルを設けたが、今回のガイドによって除湿セルが不要となり、装置の簡素化が可能となった。

3.2 秤量間隔の最適化

JIS Z 0208 ではカップの秤量間隔を「24 時間、48 時間、または 96 時間」と定めている。また、水蒸気透過度測の測定完了判断として「二つの連続する秤量間隔で得られた単位時間当たりの質量増加のばらつきが 5%以内になるまで試験を続ける」としている。前者について、JIS 法のカップ秤量は「カップを恒温恒湿槽からとりだし、室温まで冷却し、秤量して、槽内へ戻す」操作を行うため、実質的な恒温処理時間の誤差を無視できる長時間の秤量間隔を設けている。後者では、少ない秤量回数で水蒸気透過度を求めることが可能であるが、天秤の測定誤差を考えると多くの秤量値（例えば 6 点以上⁹⁾ から近似直線から水蒸気透過度を求める方が望ましいと考えられる。

今回の開発により、カップを恒温恒湿セルから取り出さずに秤量可能となったため、短時間で秤

量を繰り返しても恒温処理時間の誤差はなく、多数の秤量値から近似直線を得て、短時間かつ高精度な水蒸気透過度測定が実施可能となった。

今回開発した装置を用いて PEN フィルムを測定したときの質量と時間の関係を図 5 に示す。測定開始から 5 時間後には秤量値は経過時間に対してほぼ直線状に分布し、近似直線の傾きから水蒸気透過度を算出できた。プロットの細かいバラツキは電子天秤の測定誤差 ($\pm 0.002\text{g}$)²⁾ の範囲内であり、近似により無視できるものと判断された。

従来法と本測定装置を用いて得られた水蒸気透過度測定の結果の比較を表 1 に示す。開発法で得られた水蒸気透過度は JIS 法とほぼ一致した。また、JIS 法と比べて開発法の測定時間は大幅に短縮され、PET で 1/6、PEN で 1/10 の時間で測定は完了した。自動判定機能のない前報の装置と比較しても PEN の測定時間が 2/3 程度となった。本装置の測定では、前報に対して秤量毎に電子天秤のゼロ合わせを行う点と近似直線から水蒸気透過度を求める点を変更したが、短時間測定に向けたこれらの変更が妥当であると考えられた。

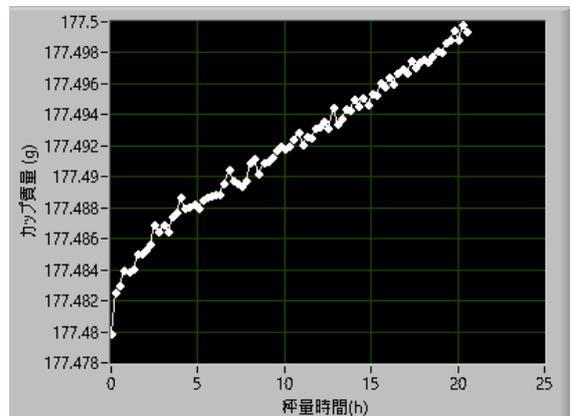


図5 PEN フィルムの測定結果

表 1 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
PEN	6.6	6.3	8 日	20 時間
PET	24.2	24.5	4 日	16 時間

4 まとめ

前報²⁾の水蒸気透過度測定装置に対して、アクチュエータの搭載および秤量間隔の最適化によって短時間測定が可能な水蒸気透過度測定装置が設計できた。今後は本研究の成果を企業との共同研究および実用化を通して産業支援へ活用していく。

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) 飯塚真也, 関根正裕, 普及型水蒸気透過度測定装置の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告 第15巻 (2017).
- 3) LINX, LabVIEW MakerHub
<https://www.labviewmakerhub.com/>
- 4) Interface 2017年 6月号
<http://shop.cqpub.co.jp/hanbai/books/MIF/MIF201706.html>
- 5) トランジスタ技術 2018年 2月号
<http://shop.cqpub.co.jp/hanbai/books/MTR/MTR201802.html>
- 6) ASTM E96 / E96M - 16 Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials.