

流動性材料に対する水蒸気透過度測定方法の検討 —三酢酸セルロース保持基材を用いた測定—

飯塚 真也*¹ 村田 一英*¹ 関根 正裕*²

Study of Water Vapor Transmission Rates Measurement for Flowable Material - Measurement Using Cellulose Triacetate Substrate -

IIZUKA Shinya*¹、MURATA Kazuhide*¹、SEKINE Masahiro*²

抄録

塗料や接着剤など、自立薄膜の調整が困難な流動性材料の水蒸気透過度測定方法を検討した。これらの材料を水蒸気透過性の高い三酢酸セルロースフィルム上に成膜して積層試験片を調製し、水蒸気透過度測定を行った。積層試験片および三酢酸セルロースフィルムの水蒸気透過度の実測値から、積層膜の透過を表す一般式 ($1/J = \Sigma[1/J_i]$) を用いて成膜試料の水蒸気透過度を算出したところ、遊離塗膜の実測値との間で誤差が生じた。そこで、三酢酸セルロースフィルムの透湿係数の湿度依存性に基づく補正を行ったところ、遊離塗膜の実測値とほぼ一致した結果を得ることができた。

キーワード：水蒸気透過度、透湿度、カップ法、塗料、接着剤

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量をそのフィルム1 m²当たり、24時間あたりに換算して g/(m²・24h) の単位で表したものである。衣服や医療用テープなどの透湿性能、食品包装の保湿性能、エレクトロニクス部品の防湿皮膜の水蒸気バリア性能など、薄膜材料の性能を決定する上で水蒸気透過度は重要なパラメータであり、いくつかの測定条件が JIS 等で定められている^{1)~6)}。

しかし、塗料、接着剤、コーティング剤及び美爪料のような薄膜形成用流動材料は、測定に用いる自立薄膜を容易に調製できないために水蒸気透過性の評価が困難であった。これらの材料に対し

ては剥離紙に塗布して薄膜を形成させ剥がし取る方法⁴⁾、⁵⁾や濾紙などの多孔性基板上に薄膜を形成させる方法⁵⁾、⁶⁾などが定められているが、前者では剥離時に試料が破損しやすく、後者では基材表面の凹凸によって塗膜厚が均一になりにくいなどの問題があった。

そこで本研究では、薄膜試験片調整の簡易化を目的として、平滑性と高い水蒸気透過性を有する三酢酸セルロースフィルムを保持基材とした水蒸気透過度測定方法を検討した。

2 実験方法

2.1 試験片調整

保持基材には膜厚 80 μm の三酢酸セルロースフィルム（水蒸気透過度 $J_{sub} = 607.3 \text{ g/(m}^2 \cdot 24\text{h)}$ 、ホルベイン画材、以後 CTA と記す）を用いた。

水蒸気透過度測定試料として表 1 に示したフィ

*¹ 北部研究所 技術支援交流室

*² 技術支援室 戦略プロジェクト推進担当

フィルム、粘着剤、接着剤、塗料を用いた。試料と保持基材からなる積層試験片を作成し、透過度測定に用いた。PET、PP フィルムは保持基材と重ねて積層試験片とした。アクリル粘着剤とブチルゴム粘着剤は剥離テープで保持基材に貼り付けてローラーで圧着し片側の剥離テープを剥がして積層試験片とした。クロロブレン系接着剤と防湿塗料はアプリケーションを用いて保持基材に均一の厚さで塗布し積層試験片とした。比較試料としてフィルムと粘着剤はそのまま試験片とし、接着剤と防湿塗料は剥離紙へ塗布して剥がし取った遊離塗膜を試験片とした。

表 1 測定試料

試料名	メーカー	型番
PETフィルム	リガク	3377F3
PPフィルム	リガク	3377P3
アクリル粘着剤	ホームケアプロダクツ	9483PL
ブチルゴム粘着剤	マクセルスリオンテック	5983
クロロブレン系接着剤	コニシ	G17
防湿塗料	サンハヤト	AY-L1003

2.2 水蒸気透過度測定

水蒸気透過度は JIS Z 0208 に従い測定した。すなわち、試料を装着した吸湿剤入りネジ式カップ (図 1) を 40 °C、90 %RH の恒温恒湿槽内に設置し、所定の時間間隔でカップ重量を測定し、その重量変化から水蒸気透過度を求めた。



図 1 ネジ式カップ (JIS L 1099)

フィルム試料と粘着剤はサンプル 3 点の平均質量変化からブランク 1 点の質量変化を差し引くことで水蒸気透過度を求め、塗料と接着剤はサンプル 1 点から水蒸気透過度を求めた。

CTA に成膜した積層試験片は、成膜試料がカップ外側 (高温側) に、保持基材がカップ内側 (低温側) になるように装着した。

3 結果及び考察

3.1 CTA の湿度依存性

測定カップの模式図を図 2 に示した。試料、CTA 保持基材、積層試験片について、それぞれ水蒸気透過度を J , J_{sub} , J_t とすると、基本的な透過関係式⁷⁾より

$$1/J_t = 1/J + 1/J_{sub} \quad \dots (1)$$

が成り立ち、理想的には J_t , J_{sub} の測定値から J が算出できる。

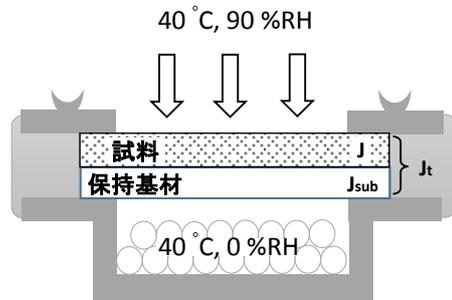


図 2 測定カップの模式図

しかし、式(1)は各々の透過係数が一定であることを前提として導かれた式であり、CTA 保持基材に適用するのは不適切である。カップ外側 (高温側) の相対湿度を変えて CTA の水蒸気透過度を測定すると、図 3 のとおり高湿度側で上昇の割合が高くなり、CTA の透湿係数が湿度によって変化すること (湿度依存性) が分かる⁸⁾。具体的に示すと、45-0 %RH の湿度差で測定した水蒸気透過度は、90-0 %RH の湿度差で測定した値 ($J_{sub} = 607.3 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h})$) の 1/2 となるはずだが、CTA はその関係が成り立たない。図 2 のように CTA をカップ内側へ設置した場合には CTA の高温面が 90 %RH より低くなるため、式(1)で J_{sub} をそのまま代入すると誤差が生じる。

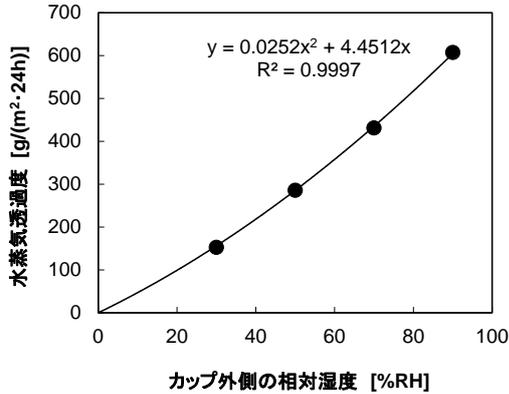


図3 CTAの水蒸気透過度と高湿側相対湿度

そこで、図3の関係を二次関数で近似させ、その係数を用いて式(1)を修正し、式(2)の補正透過関係式を導いた⁹⁾。

$$J = J_t \{ 2a + b + (b^2 + 4aJ_t)^{0.5} \} / 2(a + b - J_t) \quad \dots (2)$$

$$(a = A \times 90^2, b = B \times 90, A = 0.025189, B = 4.4512)$$

3.2 フィルム及び粘着剤の測定

各試料をCTA保持基材に積層して J_t を測定し、式(1)および式(2)から試料の水蒸気透過度 J を算出した結果を表2に示した。

表2 フィルム及び粘着剤の水蒸気透過度

試料名	水蒸気透過度 [g/(m ² ·24h)]		
	試料単独の測定値	式(1)の計算値	式(2)の計算値
PETフィルム	105.3	98.3	104.8
PPフィルム	22.6	22.0	22.4
アクリル粘着剤	184.3	171.4	188.5
ブチルゴム粘着剤	2.4	2.4	2.4

PETフィルム、PPフィルムについて、式(1)から算出した水蒸気透過度は試料単独の測定値より小さくなったが、式(2)から算出することで両者はほぼ一致した。これは、式(1)ではCTA保持基材の湿度依存性による誤差が生じており、式(2)は湿度依存性に基づく補正を行ったことで誤差が解消されたものと推察された。

自立薄膜の取扱いが難しいアクリル粘着剤につ

いても、PETフィルムやPPと同様の傾向が見られた。このときの誤差は2.3%であったが、JISにおける水蒸気透過度は有効数字2桁で表すことから、実用上、許容される範囲である。

ブチルゴム粘着剤の場合は、式(1)、(2)のいずれの算出値も単独の測定値と一致した。これはブチルゴム粘着剤の水蒸気透過度が小さく、保持基材の影響を受けなかったためと推察された。

3.3 接着剤及び塗料の測定

クロロプレン系接着剤及び防湿塗料の測定結果を図4に示した。塗料や接着剤では塗膜厚をそろえることが難しいため、膜厚 20 μm~60 μm のCTA 積層試験片及び遊離塗膜を作成し、水蒸気透過度測定を行った。

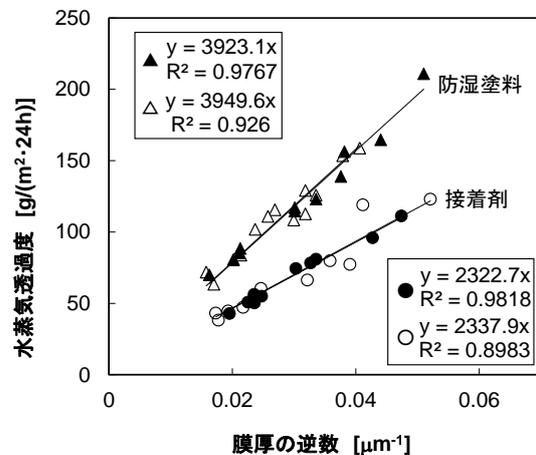


図4 塗料および接着剤の水蒸気透過度

●▲…式(2)から算出した値
○△…遊離塗膜の測定値

横軸に膜厚の逆数をとると、両試料ともに直線関係が見出され、式(2)から算出した水蒸気透過度が遊離塗膜の測定値と同様の近似直線を形成した。

また、近似直線に対する相関係数 R^2 は、両試料ともに式(2)から算出した値の方が大きかった。CTA 保持によって遊離塗膜の測定よりも実質的に高精度な測定が可能となることが示された。

クロロプレン系接着剤の遊離塗膜と、CTA に塗布した積層試験片の写真を図5に示した。両者と

も接着剤の膜厚が約 40 μm のものであるが、積層試験片の方が明らかに均一な膜を形成しており、膜厚の均一性が図4における測定精度の向上につながったものと推察された。

Difficult to Prepare a Thin Film, J. Jpn. Soc. Colour Mater., **87**, 4(2014)

(<http://doi.org/10.4011/shikizai.87.114>)



図8 接着剤の遊離塗膜(左)と積層試験片(右)

4 まとめ

流動性材料の水蒸気透過度測定において、CTAを保持基材とすることで簡単かつ確実に試験片を調整することができ、安定した測定結果を得ることができた。この研究成果は依頼試験等を通して企業へ提供し、産業支援へ繋げるものとした。

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 L 1099:2012 繊維製品の透湿度試験方法
- 3) JIS K 7129:2008 プラスチックフィルム及びシートー水蒸気透過度の求め方 (機器測定法)
- 4) JSCE-K 522-2010 表面被覆材の透湿度試験方法 (案)
- 5) JIS K 5400:1990 塗料一般試験方法 (旧規格)
- 6) ISO 7783:2008 Paints and varnishes - Determination of water-vapour transmission properties - Cup method
- 7) 高分子学会・高分子と吸湿委員会：“材料と水分ハンドブック”，共立出版(1968).
- 8) 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(1972)
- 9) Shinya I. , Kazuhide M. , Masahiro S. , Chiaki S. : Measurement of Water Vapor Transmission Rates by Using Cellulose Triacetate Substrate for Materials