

普及型水蒸気透過度測定装置の開発

飯塚 真也*¹ 関根 正裕*²

Development of an Automatic Measuring Instrument for Water Vapor Permeability

IIZUKA Shinya*¹, SEKINE Masahiro*²

抄録

カップ法による水蒸気透過度測定技術を基本とする自動水蒸気透過度測定装置の開発を試みた。恒温恒湿容器内に設置された分析用電子天秤の秤量部と直結する試料カップ台に無水塩化カルシウムを詰めて樹脂フィルムを組付けた試験カップを置き、カップ質量を所定時間毎に自動測定することにより、樹脂フィルムの水蒸気透過量を求め、水蒸気透過度を算出した。水蒸気透過度が6.6～3,700 g/(m²・24h)の範囲にある5種類の樹脂フィルムを測定したところ、いずれもJIS Z 0208の測定法と一致した値が得られた。

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。食品包装フィルムや電子部材の防湿性、あるいは衣服生地や医療用テープの透湿性など、薄膜材料の性能を定量的に示すパラメータとして利用されている。

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を行い、測定終了までには1週間～1ヶ月の長い時間を要する。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、測定機が非常に高価なため³⁻⁵⁾、産業分野における普及は進んでいない。

そこで本研究では、安価かつ短時間で自動測定が可能な水蒸気透過度測定装置を産業界に提供することを目的として、カップ法による水蒸気透過度測定を自動化した測定装置の開発を試みた。

開発にあたり、

1. 安価に製造できる測定装置であること。
2. カップ法で1週間かかる試験片に対してこれを2日以内で測定できること。
3. カップ法と同等の結果が得られること。

の三点を目標とした。

2 実験方法

2.1 恒温恒湿セル

分析用電子天秤の秤量皿上部に、恒温恒湿槽、補助温調室を図1のとおり設置した。各セルの中仕切り部分に小穴を開けて脚長秤量皿を通し、恒温恒湿セル内に置かれたカップを秤量できるようにした。恒温恒湿セル、および恒温セルの内部は40±0.2℃で一定となるようにフィルムヒーター

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 技術支援室

で加熱制御した。恒温恒湿セル内部には攪拌ファン、温湿度センサ、および後述する湿潤空気の導出入口を備え付けた。

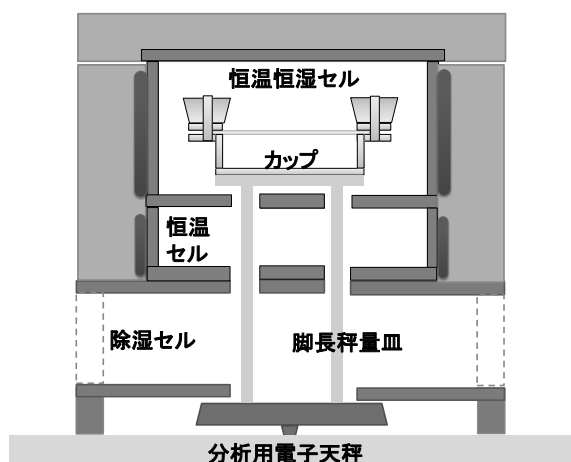


図1 恒温恒湿セルの模式図

2.2 湿潤空気

エアポンプを用いて、一定温度に保持した蒸留水槽内に空気を通過させ、得られた湿潤空気を図1の恒温恒湿セル内へ導入した。温湿度センサで測定した恒温恒湿セル内の相対湿度が $90 \pm 2\%$ となるように、エアポンプ出力をフィードバック制御した。

2.3 制御システム

温湿度測定、攪拌ファン制御、エアポンプ制御、および天秤による秤量は、PCに接続したシングルマイコンボード（Arduino UNO、Arduino SRL社）により一括制御した。温湿度調整操作では、まず、恒温恒湿槽内攪拌ファンとエアポンプを起動し、その後、セル内相対湿度が90%となるようにエアポンプの駆動出力を制御した。所定時間ごとに、攪拌ファンおよびエアポンプを停止させた状態でカップの秤量を繰り返し、カップ質量増加量を求めた。

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

デュボンフィルム製）、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）、ポリイミド（PI、カプトン 50H、膜厚 12.5 μm 、東レ・デュボン製）、三酢酸セルロース（CTA、高品質アセテートフィルム、膜厚 80 μm 、ホルベイン画材製）、および粘着剤付きポリウレタン（PU、エアウォール、共和製）をそのまま用いた。

2.5 水蒸気透過度測定

JIS Z 0208 に基づいた測定（以下、JIS法）を行った。ただし、水蒸気透過度の大きいCTAおよびPUは、秤量間隔をそれぞれ2時間および1時間とした。

開発した装置による測定（以下、開発法）では、2秤量間のカップ質量増加が0.0200 g以上となるように10分～96時間の範囲でカップ秤量間隔を変動させ、2秤量間の質量増加が5%以内で一定となったところで水蒸気透過度を決定した。

3 結果及び考察

恒温恒湿セル内の温湿度測定結果を図2に示す。セル内は 40 ± 0.2 °C、 $90 \pm 2\%$ RHで一定となり、フィルムヒーターによる加熱制御、およびエアポンプ出力のフィードバック制御によって一定温度・湿度が維持できることが確認された。

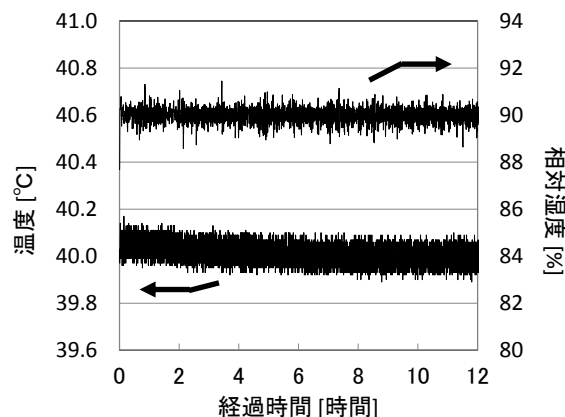


図2 恒温恒湿セル内の温湿度測定結果

40 °C、90% RH に保たれた恒温恒湿セル内に設置された脚長秤量皿の質量経時変化を図3に示す。脚長秤量皿の吸湿、および分析用電子天秤のドリフト等によって測定値は変化したが、その値は±0.0020 g の範囲内に収まり、カップを設置しないゼロ点における安定性が確認された。水蒸気透過度測定時には、図3の変動を考慮して、2秤量間のカップ質量増加量が 0.0200 g 以上となる間隔で秤量を行うこととした。

開発法で PI を測定した際のカップ質量と経過時間の関係を図4に示す。前処理は 1.4 時間、本測定の秤量間隔は 1.5 時間であり、測定開始から 5.9 時間で水蒸気透過度が決定できた。

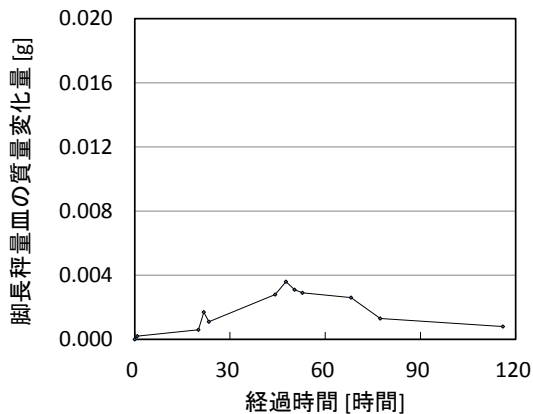


図3 脚長秤量皿の質量変化

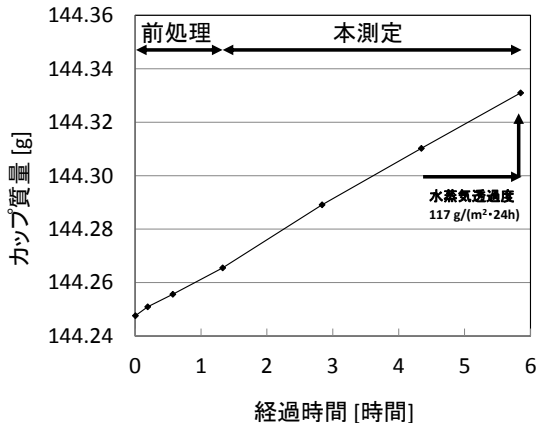


図4 PI を組み付けたカップの質量変化

5 種類の試験片について、開発法および JIS 法で得られた水蒸気透過度、および測定に要した時間を表1に示す。また、開発法および JIS 法による測定値の関係を図5に示す。開発法は、水蒸気透過度 6.6~3,700 g/(m²·24h)の試料に対して JIS 法と同等の結果が得られた。また、開発法の測定時間は、いずれの試料に対しても JIS 法の 1/4 以下となった。

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	6.8	8 日	2 日
PET	24.2	24.1	4 日	1 日
PI	113	117	4 日	5.9 時間
CTA	607	594	8 時間	1.4 時間
PU	3660	3780	3 時間	0.6 時間

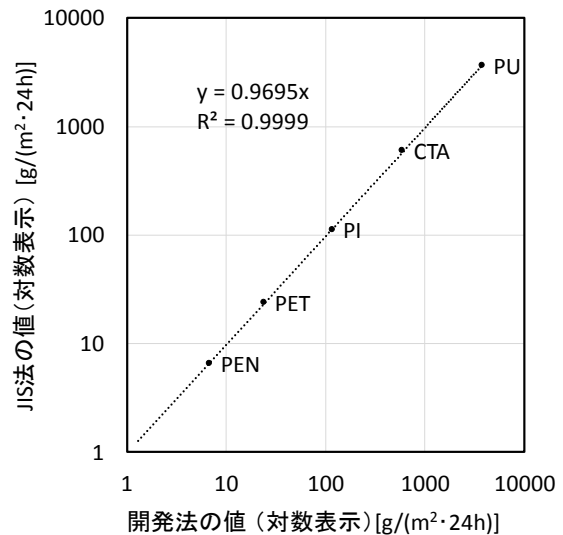


図5 開発法と JIS 法の測定値の関係

JIS 法および開発法におけるカップ秤量間隔の概略図を図6に示す。JIS 法のカップ秤量は、「カップを恒温恒湿槽から取り出し、室温まで冷却し、秤量して、槽内へ戻す」ため、一連の作業に 15 分程度を要する。この間にカップ周辺の温度および湿度が変動して測定誤差につながるた

め、この誤差が無視できるように透過時間を24時間(≒1500分)以上とする必要がある⁶⁾。一方、開発法のカップ秤量は15秒程度と極めて短く、秤量中も環境中の温度および湿度はほぼ変動しないため、JIS法のような長期の透過時間を必要としない。したがって、試験片の水蒸気透過度に合わせて秤量間隔を調整でき、質量変化が計測できる範囲で測定時間の短縮が可能になるものと考えられる。

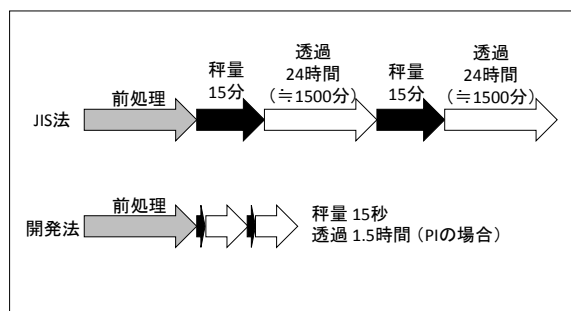


図6 秤量間隔の概略図

4 まとめ

カップ法の測定作業を自動化することで、開発目標を達成する水蒸気透過度測定装置が得られた。本研究の成果は技術指導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 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) ISO
- 3) Lissy L80-5000, Systech Illinois
<https://www.systechillinois.com>
- 4) PERMATRAN-W® Model 3/33, MOCON
<http://www.mocon.com>
- 5) GTR-30X, GTR テック
<http://www.gtr-tec.com>
- 6) ASTM E96 / E96M - 16 Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials.