

岩芯保存用パックの試作

(動力炉・核燃料開発事業団 契約業務報告書)

1998年3月

大成基礎設計株式会社

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせ下さい。

〒509-5102 岐阜県土岐市泉町定林寺959-31

動力炉・核燃料開発事業団

東濃地科学センター

技術開発課

Inquires about copyright and reproduction should be addressed to : Exploration and Mining Technology Development Section. Tono Geoscience Center. Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 959-31, Jorinji, Izumi-machi, Toki-shi, Gifu-ken 509-5102, Japan

© 動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation) 1998

岩芯保存用パックの試作

後藤 和幸*

要 旨

本業務は、試錐から得られた岩芯試料の劣化を抑えるために1 m毎に岩芯を収納できるパックを試作した。

本パックの主点は、岩芯収納性および強度、収納後の岩芯の視認性（透明性）・気密性（気体の透過性）・蒸発抑制性（水蒸気の透過性）である。

以上の項目を満足する材質として、KNY/LLDPEの複合フィルムを採用し、岩芯の収納性を確認するために3種試作し寸法を決定した。

本報告書は、大成基礎設計株式会社が動力炉・核燃料開発事業団との契約により実施した業務の成果である。

契 約 番 号 : 09M 1950

事業団担当部課室および担当者 : 東濃地科学センター地質環境研究室 坪田 浩二

*大成基礎設計株式会社 研究開発部

目 次

1. まえがき	1
2. 材質の選定	1
2.1 材質実験	1
2.2 材質実験結果	4
3. 空気除去方の検討	5
3.1 空気除去剤による実験	5
3.2 実験結果	5
4. 寸法の選定	6
4.1 試作検討	6
4.2 検討結果	8
5. 仕切り板の検討	9
5.1 試作検討	9
5.2 検討結果	10
6. 今後の課題	10
巻末資料	
シート材料試験方法	

図 表 写真 目 次

図-4.2	岩芯保存用パックの寸法図	8
表-2.1	フィルム性能一覧表	2
表-2.2-1	KNYフィルム(25 μ)の性能	4
表-2.2-2	LLDPEフィルムの性能	4
写真-2.1-1	水密性実験風景	3
写真-2.1-2	気密性実験(浸入箇所検査)風景	3
写真-3.1	空気除去実験風景	5
写真-4.1-1	プロトタイプ製作風景	6
写真-4.1-2	コア箱収納実験風景	7
写真-4.1-3	まち袋付岩芯保存用パック	7
写真-5.1	仕切り板の試作	9
写真-5.2	仕切り板挿入実験風景	10

1. まえがき

試錐から得られる岩芯資料は、現在1 m毎に5 m分をビニールで覆い、蓋付の木箱に収納している。この方法では岩芯の水分が蒸発し、空気中の酸素で岩芯が酸化するなどの風化が速まっていた。これらの問題を解決し地下深部より採取した岩芯資料の風化を防ぐ目的で、岩芯保存用パックを試作した。

2. 材質の選定

岩芯保存用パックの材料として

- ・岩芯の蒸発を防げる透湿度の低い材質
- ・岩芯の酸化を防げる酸素透過度の低い材質
- ・外気温度に左右されない材質（ここでは、50～-40℃を基準とした。）
- ・パック内の岩芯を観察できる透明性
- ・パックの気密を保てるヒートシール性および開閉チャックの製造可能な材質
- ・岩芯の鋭利部で穴が開きにくい強度および引っ張りで裂けにくい腰の強さを有する材質

を満たすフィルムを調査した。その結果、気密性の有るチャックが加工できるフィルムは、ポリエチレン系（DPE）と塩ビ系（PV）の2種類と判明した。これらのフィルムを性能表（次頁参照）から調べた結果、塩ビ系のPVDCは、シートシール性が少し劣るが上記目的に合う材料と判断された。また、ポリエチレン系の材料はナイロン系（Ny）と張り合わせることが可能なため、KNyとLLDPEを張り合わせることで上記目的を満たす材料となることが判明した。

よって、材質検査用として、PVDC（200μ）用パックとKNy（15μ）/LLDPE（100μ）用パックをを選定した。

2.1 材質実験

材質実験は小袋を用い次の項目を実施した。

- ・気密性実験
- ・水密性実験
- ・視認性実験

<気密性実験>

気密性実験は、PVDCとKNy/LLDPEの2種類の小袋に岩芯を入れ真空ポンプで空気を除去し、その後、袋内に空気が入り込むかを目視で確認する方法で実施した。

その結果両パック共に空気が入り込むことが判明した。そのため、どの箇所から空気が入り込んだかを特定するために、蛍光塗料材を混ぜた水に岩芯を入れたパックを沈め、その状態で再度真空ポンプで空気を抜き、蛍光塗料材が浸入した位置を目視確認した。

PVDCのパックは、ヒートシール部とチャック部から浸入し、KNy/LLDPEのパックは、岩芯の鋭利部が真空ポンプで空気を引くときにフィルムと密着し穴が開くことが判明した。

表2.1 フィルム性能一覧表

性能 種類	透湿度 JIS Z-0208 (g/m ² ・24hr・0.1 mm)	酸素透過度 ASTM D-1434 (cc/m ² ・24hr・0.1 mm)	引張強度 JIS Z-1702 (kg/cm ²)	伸び JIS Z-1702 (%)	耐熱性 (℃)	耐寒性 (℃)	膜の強さ	透明性	ヒートシール性	印刷適性	機械適性	耐油性
セロハン	250~500	6~60	200~1000	15~40	150	-20	◎	◎	×	◎	◎	◎
防湿セロハン	3.5~30	6~60	200~1000	15~90	150	-20	◎	◎	△	◎	◎	◎
HDPE	1.2~2.5	500~900	600~450	660~1000	110	-55	○	×	○	○	○	○
LLDPE	5	1000~3400	250~580	400~800	77	-51	△	△	◎	○	×	○
CPP	2~3.5	600~1200	50~400	400~700	120	0	○	◎	○	△~○	○	◎
OPP	0.7~1.5	200~600	1300~2500	40~150	120	-55	◎	◎	△	△~○	◎	◎
PVC (軟質)	20~50	400~1000	200~500	~300	90	-30	△	◎	△	○	△	○
PVDC	0.4~1.6	~3	100~500	~130	90	-30	△	◎	△	△~○	△	◎
CNy	80~100	~15	300~400	200~400	120	-20	△	○	△	○	△	◎
KNy	0.8	2	500~1300	90	130	-40	○	○	×	○	○	◎
PET	3.8~7.6	20~25	600~1000	~100	150	-60	◎	◎	×	○	◎	◎
PVA	150~450	< 1	350~800	180~350	116	-10	○	○	△	-	○	◎
EVA	8~10	~400	100~250	400~800	90	<-110	×	△~○	◎	-	×	△
EVOH	5.6~16	< 1	~750	~5	90	<-110	◎	◎	△	-	◎	◎
アイオノマー	~7	~3500	~400	250~450	90	<-110	×	△~○	◎	-	×	◎
PC	33~44	500	650~800	60~150	150	<-100	◎	◎	△	○	◎	◎
OPS	25~40	2000~3000	700~800	2~10	80	-60	◎	◎	×	△	◎	◎



写真-2.1-1 水密性実験風景
(右よりPVDC, KNy/LLDPE)

<水密性実験>

水密性実験は、PVDCとKNy/LLDPEの2種類の小袋に岩芯と水を入れ、その後、袋内から水が漏れるかを10日間放置し重量変化で確認する方法とした。

その結果、両バックは共に水分漏れがないと判明した。



写真-2.1-2 気密性実験(浸入箇所検査)風景

<視認性実験>

視認性の実験は、PVDCとKNy/LLDPEの2種類の小袋に岩芯を入れ、袋の外から岩芯を観察できるかを実験した。

PVDCおよびKNy/LLDPEのバックは、共に透明性が高く岩芯観察するに問題ないと判断された。

2.2 材質実験結果

材質実験の結果、PVDC材質はしなやかで且つ穴の開きにくい材質ではあるが、シートシール部とチャック部に気密性を上げることができないことが判明した。

KNy/LLDPEの材質は、岩芯と密着させると岩芯の鋭利部で穴が開く欠点がある。材質から袋に仕上げる場合に必要なヒートシールに気密性が得られないPVDCは、採用することができない。残るKNy/LLDPEの材質は真空ポンプで完全に空気を除去する方法を変更すれば岩芯保存用パックのフィルムとして適していることが判明した。また、空気除去用に針が刺せるゴムを焼き付ける仕様であったが、KNy/LLDPEフィルムにゴムが接着できないことが判明したため次章で空気除去方法を検討した。

KNy/LLDPEは、KNyが気密性・水密性を保つ役割を、LLDPEがしなやかさとヒートシール性の役割を分担しているフィルムである。気密性・水密性はフィルムの厚みに比例することから、KNyは複合フィルムに適する最大厚みの25 μ を採用する。また、LLDPEは厚みを増すとしなやかさもヒートシール性も低下するため原反材料として80 μ と120 μ を選択し、KNy(25 μ)/LLDPE(80 μ)、KNy(25 μ)/LLDPE(120 μ)の2種類の原反を製作した。以下に各フィルムの性能を示す。

表2.1.2 KNYフィルム(25 μ)の性能

		検査基準	単位	ナイロン	
				KNY (PVC片面コート)	
水蒸気透過率		JIS Z-0208	g/m ² ·24hr 38℃ 90% RH	3. 2	
ガス透過率	O ₂	ASTM D-1434	cc/m ³ ·24hr 23℃ 0% RH 1 atm	8	
	CO ₂			2 2	

表2.1.3 LLDPEフィルムの性能

		検査基準	単位	LLDPE (リニアデンポリエチレン)	
				80 μ	120 μ
水蒸気透過率		JIS Z-0208	g/m ² ·24hr 38℃ 90% RH	6. 2	4. 2
ガス透過率	O ₂	ASTM D-1434	cc/m ³ ·24hr 23℃ 0% RH 1 atm	1250~ 4200	840~ 2820
	CO ₂			2500~ 25000	1650~ 16700

※検査基準の方法は、巻末資料を参照

3. 空気除去方の検討

前章の気密性実験から真空ポンプで完全に空気を除去すると岩芯の鋭利部がフィルムに食い込み穴を開けることが判明し、また空気除去用のゴムが焼き付けられないため、酸化に関与する酸素を酸素除去剤で除去できるかを実験した。

3.1 空気除去剤による実験

空気除去剤として三菱ガス化学株式会社製のエージレス（酸素除去剤）と同社の酸素検知剤のエージレスアイを実験に使用した。両剤の選定理由は共に水分に対し影響されず、且つ1～2分間は酸素吸着せずバックに挿入する作業時間が確保できるためである。

実験は長さ約25cmのバックに約15cmの岩芯を収納しエージレス（1袋当たり1000mLの酸素を除去できるZ-200）とエージレスアイを入れ、手で空気を押し出してからチャックを閉めてエージレスアイの色の变化から酸素除去を確認する方法を用いた。

3.2 実験結果

バック内の残留酸素はエージレスで、約7時間かかるが除去（吸着）できることが確認された。エージレスの能力は1袋当たり1000mLの酸素を除去できるため、実際に袋の中に残った空気量が約125mLであるので、実際には1mの岩芯当たり1個で能力としては十分である。ただし、1mの場合、空気が残存し易い両端部が離れているため2個使用した方が効率よく酸素を除去できることが判明した。



写真-3.1 空気除去実験風景

4. 寸法の選定

寸法は、HQの岩芯と同径のコアチューブとPQの岩芯と同径の塩ビ管継ぎ手を用い、実際に使用するコア箱に収納させながら検討改良し決定した。

4.1 試作検討

<第1試作(プロトタイプA、B)>

2重チャックを焼き付けた市販品(KNy10/LLDPE50)を裁断しハンドシーラーを用い手作りで寸法を割り出した。

HQ用寸法(A) 長さ1130mm、有効幅 150mm

PQ用寸法(B) 長さ1150mm、有効幅 170mm

また、長期保管時に2重チャック上部をハンドシーラーで密封できるように、2重チャック上部を30mm長くすることとした。

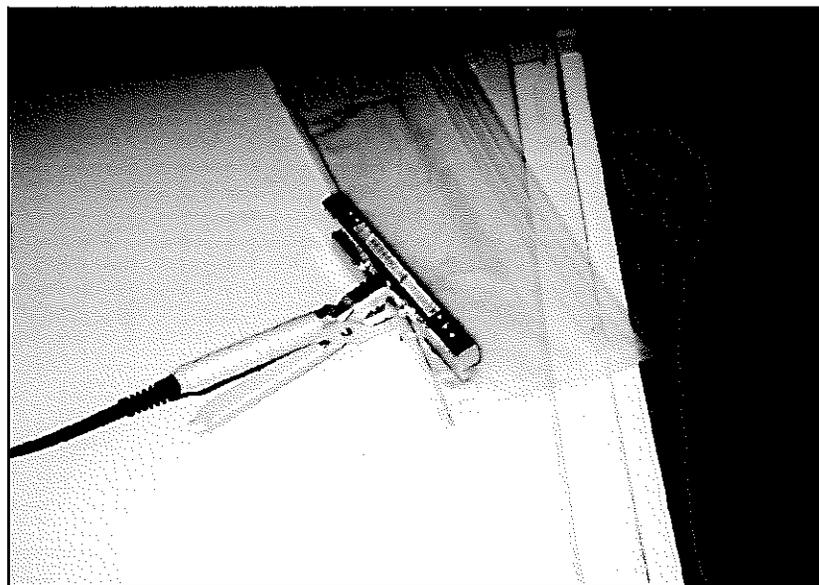


写真-4.1-1 プロトタイプ製作風景

<第2試作(A-1、B-1)>

材質試験で決定した原反(KNy25/LLDPE80)を用い上記寸法でバックを製作した。完成したバックを用いてコア箱に収納させた結果、幅が長くコア箱上端で折り曲げるが重なるところでは厚くなりコア箱の蓋が閉めにくい結果となった。また折り曲げた箇所のフィルムに傷が付いた。

<第3試作(A-2、4、B-2、4)>

第2試作の結果を踏まえ以下の寸法に変更した。

HQ用寸法 長さ1130mm、有効幅 120mm

PQ用寸法 長さ1150mm、有効幅 150mm

また、折り曲げ部に傷が付いたため、材質をLLDPEを40μ厚くしたKNy25/LLDPE120を追加し、KNy25/LLDPE80と共にバックを作製した。

完成したバックを用いてコア箱に収納させた結果、コア箱の蓋は閉め易くなったが、岩芯を

収納しにくくなってしまった。折り曲げた箇所フィルムに傷が付いた問題は、無理に蓋を閉めなくなったことから材質の厚さに関係なく解決した。

<第4試作(A-3, B-3)>

第3試作の結果から、バックの幅は短く且つ岩芯を収納し易いバック形状を検討した。その結果、バックの下部(コア箱の底に当たる部分)を袋状にしたまち袋構造ならば、岩芯も収納しやすく且つバックの幅も短くなると判断し以下の寸法に変更した。また、第3試作で用いたKNy25/LLDPE120は、フィルムが堅いため製作を中止した。

HQ用寸法 長さ1130mm、有効幅 110mm、まち袋付

PQ用寸法 長さ1150mm、有効幅 140mm、まち袋付

完成したバックを用いてコア箱に収納させた結果、コア箱の蓋は更に閉め易く且つ岩芯も収納し易くなった。

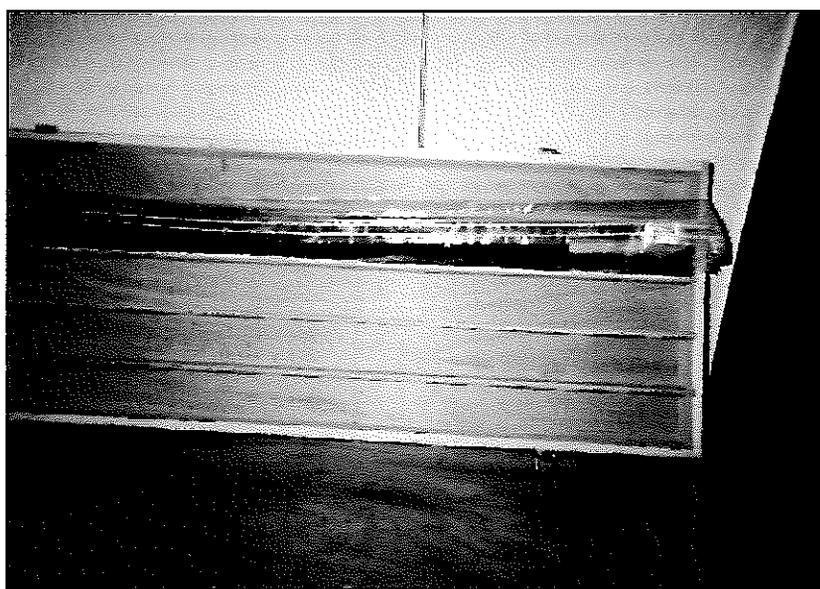


写真-4.1-2 コア箱収納実験風景



写真-4.1-3 まち袋付岩芯保存用バック

4.2 検討結果

岩芯保存用パックの寸法を試作実験した結果、下図4.2で示す形状が適していると判断した。

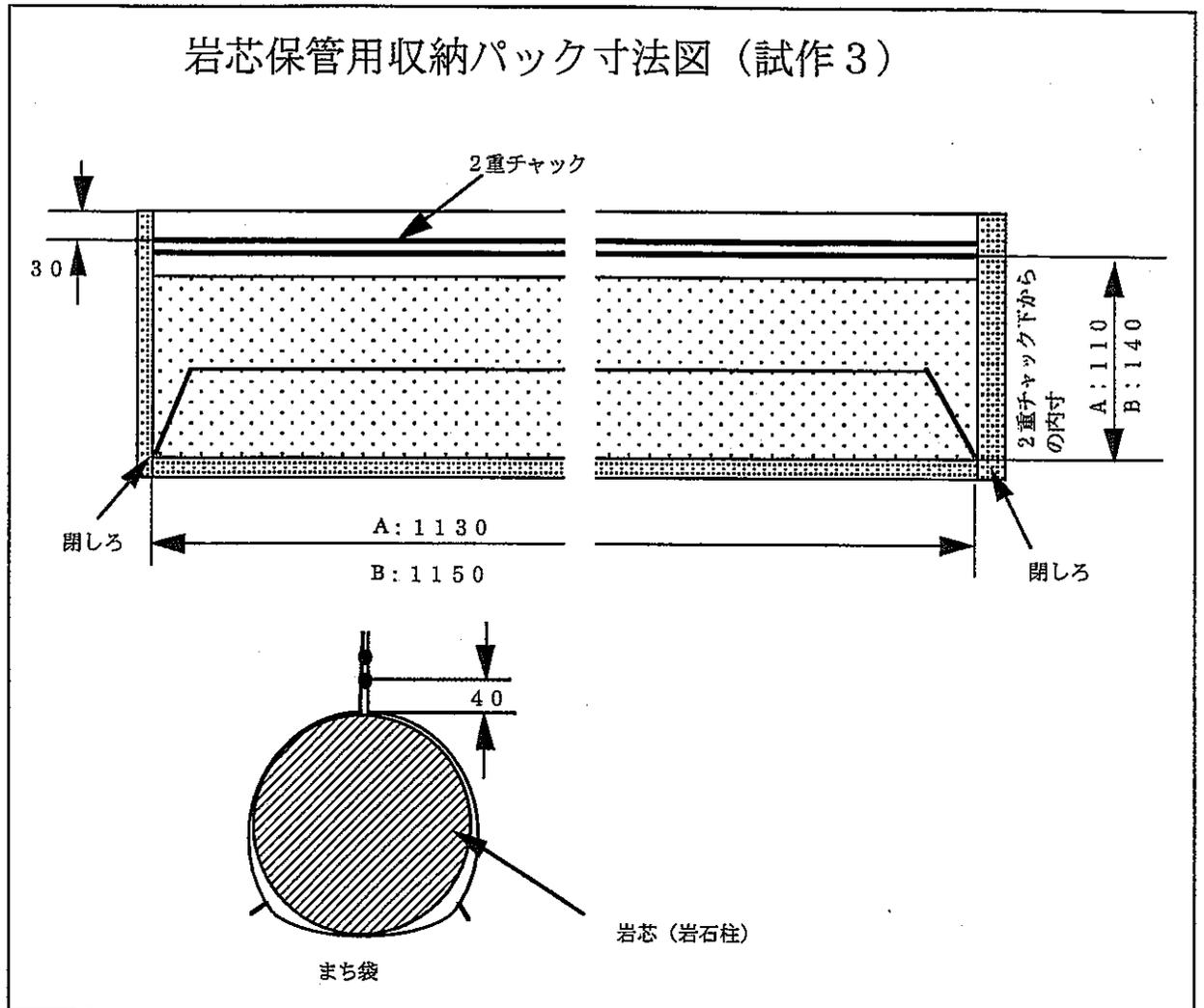


図4.2 岩芯保存用パックの寸法図

フィルム材質	: KNy25/LLDPE80
チャック	: 2重
HQ用寸法 (A)	: 長さ1130mm、有効幅 110mm
PQ用寸法 (B)	: 長さ1150mm、有効幅 140mm
形状	: まじ袋付

5. 仕切り板の検討

仕切り板の目的は、地層の変わり目、岩芯採取の区切り等はその深度を記入し、その後の岩芯観察時のデータとするものである。今回、仕切り板として岩芯保存用バックのフィルムを痛めない材質のゴム、段ボール紙を用いて実験した。

5.1 試作検討

試作するにあたり円盤状で側方に油性ペンで深度を記入でき柔軟なシリコンゴム（白色）が適していると判断したが、市場を調査した結果シリコンゴムは、約200円/1枚と高価であるため、側方に深度は記入できないが安価な段ボール紙も共に実験材料として選定した。試作はシリコンゴム（白色）と段ボール紙を円形に切りだして製作し、実験はこれらの試作品を64度の岩芯割れ目に挟んで仕切り板として機能するかを調べた。



写真-5.1 仕切り板の試作
(右より従来品、シリコンゴム、段ボール紙)

5.2 検討結果

実験の結果、バック内の岩芯に挟み込む作業および、その後の深度識別は円形に文字を記入するためコア箱に入れると全体が読めず困難であった。ただし、仕切り板は岩芯に深度を記入しにくいために用いるが、バックに岩芯を収納すればバックの上から油性ペンで深度を記入できることから、仕切り板を使用しなくても目的は達することが判明した。

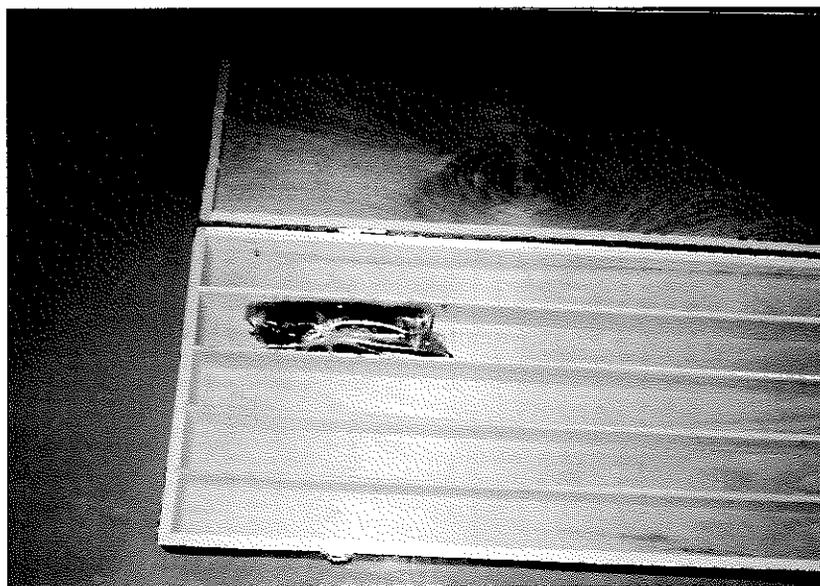


写真- 5.2 仕切り板挿入実験風景

6. 今後の課題

今後、製作した2種各4試作品は実際の現場で使用することで、今回発見できなかった問題点が明らかになると考えられる。問題点を抽出した時点で岩芯保存用バックは、改良することが望ましい。

卷末資料

シート材料試験方法

防湿包装材料の透湿度試験方法 (カップ法)

Z 0208-1976

Testing Methods for Determination of the Water Vapour Transmission Rate of Moisture-Proof Packaging Materials (Dish Method)

1. 適用範囲 この規格は、プラスチックフィルム、加工紙など、防湿を目的とする包装材料の透湿度を試験するため透湿カップを使用する方法について規定する。
2. 定義 透湿度とは、一定時間に単位面積の膜状物質を通過する水蒸気の量をいい、この規格では、温度 25°C 又は 40°C において防湿包装材料を境界面とし、一方の側の空気を相対湿度 90%、他の側の空気を吸湿剤によって乾燥状態に保ったとき、24 時間にこの境界面を通過する水蒸気の質量 (g) を、その材料 1 m² 当たり換算した値をその材料の透湿度と定める。

なお、透湿度に対する温度及び湿度の影響は単純ではないので、この規格で規定した試験条件と異なる温湿度条件下における測定値から推定したものは、この規格でいう透湿度と見なすことはできない。

3. 装置

3.1 透湿カップ 透湿カップ(以下カップという。)は、次の条件を満たすものでなければならない。

なお、カップ及び附属品の一例を付図にする。

- (1) 透湿面積は 25 cm² 以上とし、その透湿面積を明確に規定できるようなものであること。透湿面積はリングの内径から計算する。
- (2) 材質は水蒸気が不透過性のものであって、かつ試験条件において腐食などを生じないものであること。
- (3) 操作中に変形しないような十分な剛性を持つものであること。
- (4) 試験片の周縁の密封は完全にできるものであること。

3.2 カバー カバーの使用を必要とする場合〔6. の (10) 参照〕は、組み立てたカップの試験片面を完全におおふことのできるもので、その材質はカップと同一のものであることが望ましい。

3.3 恒温恒湿装置 規定の温湿度に保たれた空気が試験片上を 0.5~2.5 m/s の速度で循環できる装置であること。試験を行う温湿度条件は次のとおりとする。

条件 A 温度 25±0.5°C 相対湿度 90±2%

条件 B 温度 40±0.5°C 相対湿度 90±2%

3.4 化学はかり カップの質量を 0.1 mg までひょう量できるものであること。

4. 用剤

4.1 吸湿剤 JIS K 8123〔塩化カルシウム(無水)〕で、粒度は JIS Z 8801(標準ふるい)の呼び寸法 2380 μm を通過し、590 μm にとどまるものを用いること。

4.2 封ろう剤 封ろう剤は、次の条件を満たすものを用いること。

なお、充てん剤及び不溶性固形分を含まないことが望ましい。

- (1) 試験片及びカップの内縁から容易にはく離せず、封かん操作が容易であること。
- (2) 室温で、もろくなく、吸水、吸湿性がなく、酸化の恐れのないもの。
- (3) 封ろう剤は温湿度条件 B のもとに露出して、軟化変形がなく、その露出表面積が 50 cm² の場合、24 時間で 1 mg 以上質量変化のないことが必要である。

備考 封ろう剤の配合(質量比)の一例を示すと次のようなものがある。

(a) 微結晶ワックス 60% と精製結晶パラフィンワックス 40%

(b) 融点 50~52°C のパラフィンワックス 80% と粘性ポリイソブチレン(重合度の低いもの) 20%

(c) 融点 60~75°C で油分 1.5~3% のワックス類の混合物

5. 試験片 試験片はその試料を代表するよう十分注意をはらって採り、使用するカップの内径より約 10 mm 大きい直径をもつ円形のもので、同一試料からは 3 枚以上の試験片を切り取って試験に供する。

供試材の表裏の区別が明りょうである場合には、試験片をカップに取りつける際、その材料の用途に応じて試験片の面の向きを一定にすることができる。両面について測定を行うときは、それぞれの面について 3 枚以上の試験片を準備する。

6. 操作 付図に示したカップを使用する場合には、次のような操作で試験片をカップに取り付けて試験を行う。

なお、他のカップを使用する場合はこの要領に準じて試験操作を行う。

- (1) カップを清浄にし乾燥したのち約 30~40°C まで温める。
- (2) 吸湿剤を入れたさらをカップに入れて水平に保ったカップ台にのせる。このとき吸湿剤の表面はできるだけ平らにして、試験片の下面との距離が約 3 mm となるようにする。
- (3) 試験片をカップと同心円になるような位置にのせる。
- (4) ガイドをカップ台のみぞに合わせてかぶせる。
- (5) ガイドに合わせて試験片がカップの上縁に密着するまでリングを付図のように押し込み、その上におもりをのせる。
- (6) リングが移動しないように注意してガイドを垂直に引き上げて取り除く。
- (7) カップを水平に回転しながら、溶融した封ろう剤⁽¹⁾をカップの周縁のみぞに流し込み試験片の縁を封かんする。この際、き裂、あわなどの発生がないように注意する。
- (8) 封ろう剤が固化してからおもり及びカップ台を取り除き、封かん部分以外に付着した封ろう剤(カップの側面及び底面など)は適当な溶剤をしみ込ませた布により清浄して取り除き試験体とする。
- (9) 試験体を所定の試験条件に保った恒温恒湿装置中に入れる。
- (10) 16 時間以上試験体を恒温恒湿装置中に置いたのち取り出して室温と平衡させ、化学はかりでその質量を測定する。

試験片の外側に向いた面が吸湿性の大きい材料である場合には、試験体を恒温恒湿装置から取り出したのち、直ちにカバーをして水分の変動をできるだけ少なくすること⁽²⁾。

- (11) 試験体を再び恒温恒湿装置中に入れ、適当な時間間隔でカップを取り出してひょう量する操作を繰り返してカップの質量増加を測定する。このとき二つの連続するひょう量でそれぞれ単位時間当たりの質量増加を求め、それが 5% 以内で一定になるまで試験を続ける。

ひょう量の間隔は、24 時間、48 時間 又は 96 時間とし、その質量増加は少なくとも 5 mg 以上であること。またカップに入れた吸湿剤が、その質量に対して 10% の吸湿をする以前に試験を終了する必要がある。

- (12) 試料の透湿度が小さい場合、又は試料に吸湿性がある場合には、二つ以上のブランクカップを、吸湿剤を入れないで同じ操作で作製し、これを試験体に加えて同様に試験を行い、各時間間隔の試験体の質量増加を、ブランクカップの質量の変化の平均値で補正することが望ましい。

注 (1) 溶融した封ろう剤の温度は試験片の透湿面積に相当する部分が溶融したり、収縮したりするような測定に支障をきたさない温度であることが必要である。

(2) 紙、板紙、セロハンなどの材料を含む試験片で、これらの材料がほかに向けられた場合にはカバーの使用が必要である。

7. 算出 透湿度は次の式によって各試験体について算出し、JIS Z 8401 (数値の丸め方) によって有効数字 2 けたに丸める。

$$\text{透湿度 (g/m}^2\cdot\text{24h)} = \frac{240 \times m}{t \cdot s}$$

ここに s : 透湿面積 (cm²)

t : 試験を行った最後の二つのひょう量間隔の時間の合計 (h)

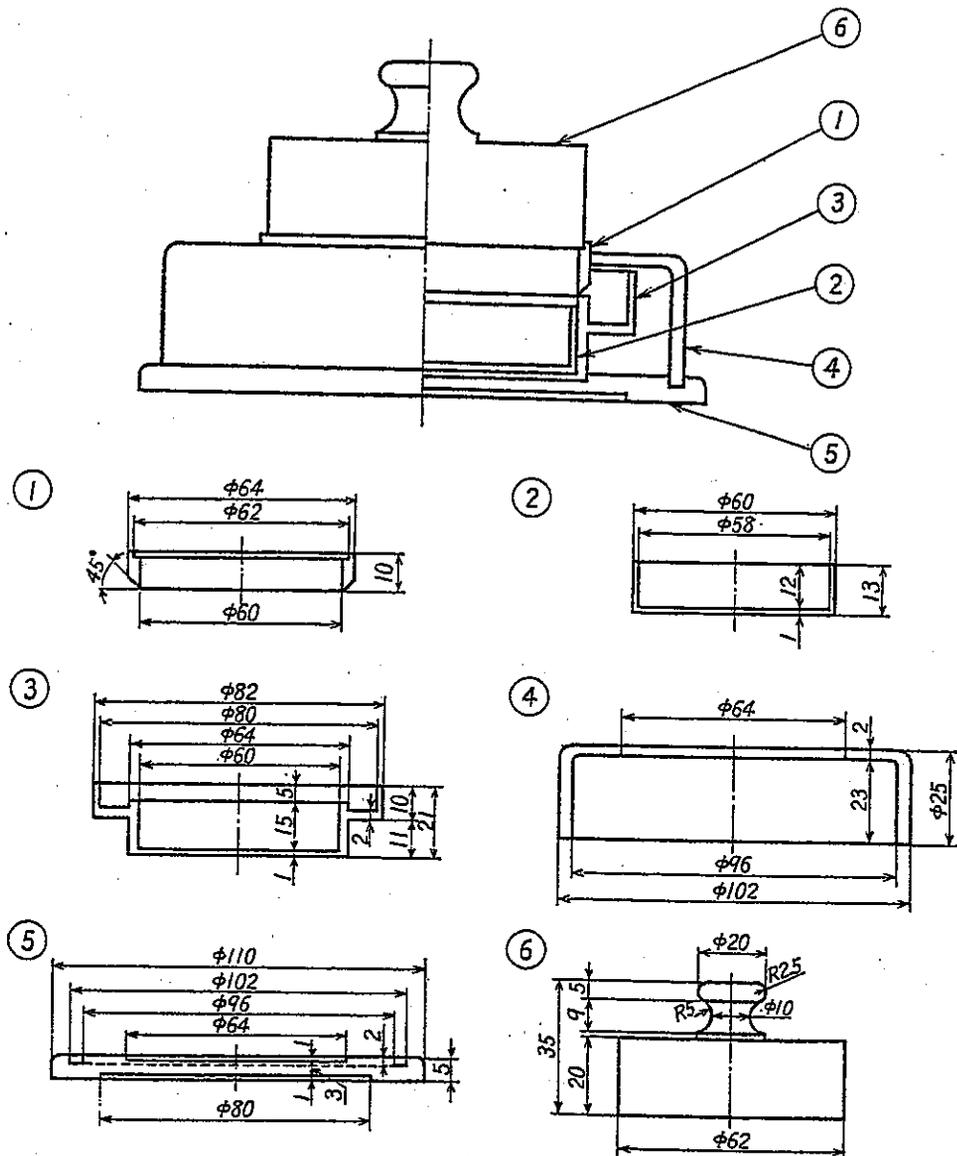
m : 試験を行った最後の二つのひょう量間隔の増加質量の合計 (mg)

8. 報告 試験結果は、JIS Z 0208 による透湿度 (g/m²·24 h) として、その平均値、最小値及び最大値と測定個数、並びに使用したふん囲気の温湿度条件 (A・B の区分) を報告し、特に次の事項があればその詳細を付記する。

- (1) カップに取りつけた際の試験片の向きの区別。
- (2) 試験片をあらかじめ前処理 又は 前処置して試験した場合。

付 図 透湿カップと附属品の一例

単位 mm



番号	名称	備考
1	リング	アルミニウム材, 陽極酸化蒸気処理を施したものなど。
2	さら	ガラス製などで軽量なもの。
3	カップ	アルミニウム材, 陽極酸化蒸気処理を施したものなど。
4	ガイド	黄銅鋳物製など。
5	カップ台	黄銅鋳物製など。
6	おもり	黄銅鋳物製など質量約 500 g。

プラスチックフィルム及びシートの K 7126-1987 気体透過度試験方法

Testing Method for Gas Transmission Rate through Plastic Film and Sheeting

1. 適用範囲 この規格は、プラスチックフィルム、シート、加工紙などの気体透過度を測定する方法について規定する。ただし、原則として揮発性の著しい物質を含むものについては、除外する。

備考 この規格の中で()を付けて示してある単位及び数値は、従来単位によるものであって、参考として併記したものである。

2. 用語の意味 この規格で用いる主な用語の意味は、JIS K 6900 (プラスチック用語) によるほか、次による。

(1) 気体透過度(GTR) 単位分圧差で単位時間に単位面積の試験片を通過する気体の体積であり、気体が酸素の場合は特に酸素透過度 (O_2 GTR) と表す。

(2) 気体透過係数(P) 気体透過度に試験片の厚さを乗じて、単位厚さ当たりの透過量に換算したもので、気体が酸素の場合は酸素透過係数 (PO_2) と表す。

3. 試験方法の種類 試験方法の種類は、次の2種類とする。

(1) A法(差圧法) この方法は、使用する試験装置の仕様範囲内のあらゆる気体の透過度を測定する方法で、試験片によって隔てられた一方(低圧側)を真空に保ち、もう一方(高圧側)に試験気体を導入し、低圧側の圧力の増加によって気体透過度を測定する方法。

ASTM D-1934 (2) B法(等圧法) この方法は、酸素透過度だけを測定する方法で、試験片の一方に酸素を供給し、もう一方に等圧で窒素キャリアーガスを流し、透過した酸素を酸素検知器を用いて測定するものである。

4. 試験片の状態調節及び試験温度

4.1 状態調節 試験片は、デシケーター内で塩化カルシウム又はその他の乾燥剤を用いて、試験温度と同じ温度で48時間以上乾燥を行う。

4.2 試験温度 試験は、原則として、JIS K 7100(プラスチックの状態調節及び試験場所の標準状態)の標準温度状態2級 ($23 \pm 2^\circ C$) の室内で行う。

備考 状態調節及び試験温度を4.1及び4.2以外の条件で測定した場合は、その旨記録する。

5. 試験片

5.1 試験片は、材料を代表し、しわ、折り目、ピンホールなどの欠点がなく、厚さが均一のものでなければならない。試験片は、測定に使用するセルの透過面積より大きく、密封して装着できなければならない。

5.2 試験片の数は、原則として3枚とする。これ以外の場合は、当事者間の協定による。

5.3 試験片の厚さは、試験片表面に影響のないように均等に3か所測定し、平均値を求める。フィルムの厚さの測定は、それぞれの樹脂別フィルムの当該日本工業規格に定められている場合はそれによることとし、当該日本工業規格に定められていない場合については当事者間の協定による。

6. A法(差圧法)

6.1 試験装置 気体透過度測定装置の一例を図1に示す。

主な装置は、試験片に気体を透過させるための透過セル、透過した気体による圧力変化を検知する圧力検出器、透過セルに気体を供給するための試験気体供給器、セル容積可変器、真空ポンプなどから構成される。

6.1.1 透過セル 透過セルは、上部と下部とから構成され、これに試験片を取り付けたとき透過面積が一定になるものでなければならない。上部セルは、試験気体の導入口をもち、下部セルは、圧力検出器に接続している。試験片装着面は、リークが起こらないように滑らかで、平らでなければならない。透過面の直径は、10~150 mmとする。

6.1.2 圧力検出器 圧力検出器は、低圧側の圧力変化を5 Pa {0.04 mmHg} 以下の精度で測定できるものとする。圧力検出には水銀を用いた真空計、その他のマンオメータ、隔膜型電子センサーなどを使用する。水銀を用いた圧力検出器を使用する場合、水銀は、3回まで蒸留し直して使用することができるが、絶えず汚れをチェックし、必要があれば、新しいものに取り替えなければならない。

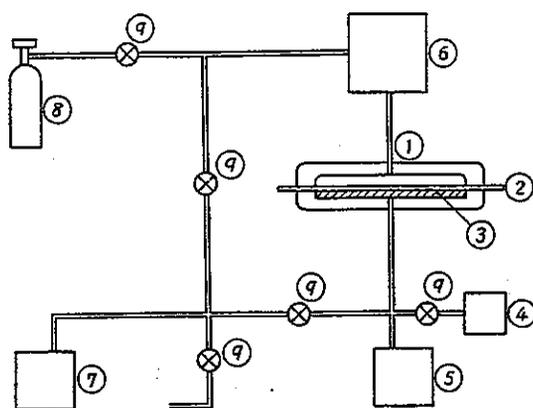
6.1.3 試験気体供給器 試験気体をためておくタンクで、ここから高圧側セルに気体を供給する。タンク内の圧力を測定するために、100 Pa {0.75 mmHg} 以下の精度の圧力計をもち、透過によって高圧側の圧力が低下するのを防止できる容量が必要である。

6.1.4 セル容積可変器 透過度の測定範囲を広げるために、増量タンクやセルアダプターなどのセル容積可変器を使用し、低圧側の容積を調節してもよい。

6.1.5 試験気体 試験気体は、日本工業規格で制定された純度をもつものが望ましいが、それ以外のものは当事者間の協定による。

6.1.6 真空ポンプ 測定系内を 10 Pa {0.08 mmHg} 以下の圧力に排気できる真空ポンプを用いる。

図 1 気体透過度測定装置 (差圧法) の一例



- ① 透過セル
- ② 試験片
- ③ ろ紙
- ④ セル容積可変器
- ⑤ 圧力検出器
- ⑥ 試験気体供給器
- ⑦ 真空ポンプ
- ⑧ 試験気体
- ⑨ ストップバルブ

6.2 操作

6.2.1 透過面積と同じ大きさのろ紙を下部セルに敷く。

6.2.2 試験片装着面に真空グリースを薄く均一に塗り、その面に試験片をしわ及びたるみが生じないように装着する。

6.2.3 試験片の上にパッキンをセットし、空気漏れが生じないように均一な圧力で固定する。

6.2.4 真空ポンプを作動させ、初めに低圧側、次に高圧側を排気する。排気時間は、試験片の種類及び状態調節の方法によって異なるので、注意を要する。

6.2.5 低圧側の排気を止め、真空中に保つ。

6.2.6 低圧側の圧力に変動がある場合は、空気漏れ又は脱ガスの可能性があるので、更に 6.2.4 及び 6.2.5 の操作を繰り返す。

6.2.7 試験気体を高圧側に約 1 気圧導入する。このときの高圧側の圧力 (P_u) を記録する。低圧側の圧力が上昇し始め、透過が確認される。

6.2.8 透過曲線を描き、透過の定常状態を示す直線部分が確認されるまで測定を続ける。

6.2.9 透過曲線の直線部分の傾きから (d_p/d_t) を求める。透過曲線は、自動記録されたものを用いてもよい。

6.3 計算 気体透過度及び気体透過係数は、次の式(1)～(4)によって算出する。

(1) 気体透過度

$$GTR = \frac{V_c}{R \times T \times P_u \times A} \times \frac{d_p}{d_t} \dots\dots\dots (1)$$

ここに、GTR: 気体透過度 (mol/m²·s·Pa)

V_c : 低圧側容積 (l)

T : 試験温度 (K)

P_u : 供給気体の差圧 (Pa)

A : 透過面積 (m²)

d_p/d_t : 単位時間(s)における低圧側の圧力変化 (Pa)

R : 8.31×10^3 (l·Pa/K·mol)

参考 気体透過度 GTR を従来単位 {cm³/m²·24 h·atm} によるときは次の式(2)によって算出する。

$$GTR = \frac{273 \times V_c \times 24}{T \times P_u \times A} \times \frac{d_h}{d_t} \dots\dots\dots (2)$$

ここに、GTR: 気体透過度 (cm³/m²·24 h·atm)

V_c : 低圧側容積 (ml)

T : 試験温度 (K)

P_u : 供給気体の差圧 (mmHg)

A : 透過面積 (m²)

d_h/d_t : 単位時間(h)における低圧側の圧力変化 (mmHg)

(2) 気体透過係数

$$P = GTR \times d \dots\dots\dots (3)$$

ここに、 P : 気体透過係数 (mol·m/m²·s·Pa)

GTR : 気体透過度 (mol/m²·s·Pa)

d : 試験片の厚さ (m)

参 考 気体透過係数 P を従来単位 {cm³·cm/cm²·s·cmHg} によるときは次の式(4)によって算出する。

$$P = 1.523 \times 10^{-12} GTR \times d \dots\dots\dots (4)$$

ここに、 P : 気体透過係数 (cm³·cm/cm²·s·cmHg)

GTR : 気体透過度 (cm³/m²·24 h·atm)

d : 試験片の厚さ (mm)

7. B法 (等圧法) = ASTM D-1434

7.1 試験装置 酸素透過度測定装置の一例を図2に示す。

主な装置は、試験片に酸素を透過させるための透過セル、透過した酸素を検知する酸素検知器、検知した出力電圧と酸素透過度とを対応させるための負荷抵抗器、触媒管、流量計、記録計などによって構成される。

7.1.1 透過セル セルは上部と下部とから構成され、これに試験片を取り付けたとき、透過面積が一定になるものでなければならない。上部セルには試験用酸素、下部セルには窒素キャリアーガスがほぼ大気圧で流れる。試験片装着面は、空気漏れが起こらないように滑らかで、平らでなければならない。透過面の直径は、10~150 mm とする。

7.1.2 酸素検知器 酸素検知器は、検知器に入った酸素の分子に比例して電子を放出し、電流を検知する構造のものでなければならない。

備 考 酸素検知器の保守管理及び性能の劣化については検知器の方式によって異なるので、検知器の取扱説明書に従って行わなければならない。

7.1.3 負荷抵抗器 負荷抵抗器は、酸素検知器で発生した電流を電圧に変換する装置であり、出力電圧と酸素透過度とを対応させる抵抗値にセットできる装置でなければならない。

7.1.4 触 媒 管 触媒管は、キャリアーガスの精製をするために、アルミナの上に0.5%の白金又はパラジウム触媒3~5gを入れた管で、透過セルの窒素キャリアーガス入口に取り付ける。

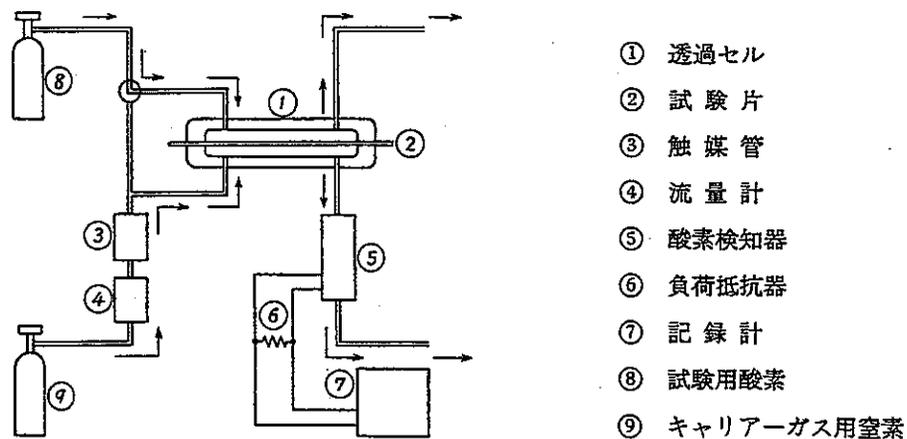
7.1.5 窒素キャリアーガス 窒素キャリアーガスは、次に示すいずれかを用いる。

(a) JIS K 1107 (高純度窒素) の表に規定する1級及び2級

(b) 0.5~3.0容量%の水素を含み、乾燥していること。この場合、100 ppm を超える酸素を含んでいてはならない。

7.1.6 試験用酸素 試験用酸素は、JIS K 1101 (酸素) 又はこれと同等以上のものを用いる。

図2 酸素透過度測定装置 (等圧法) の一例



- ① 透過セル
- ② 試験片
- ③ 触 媒 管
- ④ 流 量 計
- ⑤ 酸素検知器
- ⑥ 負荷抵抗器
- ⑦ 記 録 計
- ⑧ 試験用酸素
- ⑨ キャリアーガス用窒素

7.2 操 作

7.2.1 試験片を透過セルに取り付ける。密封のため試験片装着面にグリースなどを薄く均一に塗り、しわ及びたるみがないように装着する。

7.2.2 上部及び下部のセルから空気を追い出すために、窒素ガスで十分な時間置換する。

備 考 毎分50~60 mlの流量で3~4分間置換した後、更に毎分5~15 mlの流量で30分間保持する。

7.2.3 キャリアーガスの流れを酸素検知器の系に切り換え、ベースラインが安定したところで電圧を確認する (E_0 : ベースライン電圧)。

備 考 ベースラインが測定値に対し、十分に低いことを確認する。

7.2.4 ベースラインが安定したら、上部透過セルに酸素が流れるように切り換える。

7.2.5 酸素導入後、ゆっくりと電圧が増加していく。透過が定常状態に達し、電圧が安定するまで測定を続ける (E_e : 測定電圧)。

7.3 計算 酸素透過度及び酸素透過係数は、次の式(5)～(7)によって算出する。

7.3.1 酸素透過度

$$O_2GTR = \frac{(E_e - E_0) \times Q}{A \times R} \dots\dots\dots (5)$$

ここに、 O_2GTR : 酸素透過度 (mol/m²·s·Pa)
 E_e : 測定電圧 (V)
 E_0 : ベースライン電圧 (V)
 Q : 校正定数
 A : 透過面積 (m²)
 R : 負荷抵抗値 (Ω)

参考 酸素透過度 O_2GTR を従来単位 {cm³/m²·24 h·atm} によるときは、次の式(6)によって算出する。

$$O_2GTR = \frac{(E_e - E_0) \times Q}{A \times R} \dots\dots\dots (6)$$

ここに、 O_2GTR : 酸素透過度 (cm³/m²·24 h·atm)
 E_e : 測定電圧 (V)
 E_0 : ベースライン電圧 (V)
 Q : 校正定数
 A : 透過面積 (cm²)
 R : 負荷抵抗値 (Ω)

- 備考 1. レコーダーに直接、酸素透過度の値が直読できるように負荷抵抗値が決定されている。
 2. 微小電流計を用いて、直接酸素透過度を求める場合は、次の式(7)によって算出する。

$$O_2GTR = \frac{(I_e - I_0) \times Q}{A \times P_2} \dots\dots\dots (7)$$

ここに、 I_e : 測定電流 (A)
 I_0 : ベースライン電流 (A)
 Q : 校正定数
 A : 透過面積 (cm²)
 P_2 : 供給酸素分圧 (cmHg)

7.3.2 酸素透過係数は、6.3(2)気体透過係数の式(3)又は式(4)によって算出する。

8. 試験結果 試験結果は、個々に算出して、その結果の平均値を JIS Z 8401 (数値の丸め方) によって、有効数字3けたに丸める。

9. 報告 報告には、次の事項を必要に応じて記録する。

- (1) 測定に用いた試験機の名称
- (2) 圧力検出器の種類 (差圧法の場合)
- (3) 酸素検知器の種類 (等圧法の場合)
- (4) 試験片の種類及び状態
- (5) 試験片の試験気体供給面
- (6) 試験片の平均厚さ
- (7) 試験片の数
- (8) 試験片の状態調節の方法
- (9) 試験気体の圧力、組成及び純度 (差圧法の場合)
- (10) 試験室の温度及び湿度
- (11) 試験結果
- (12) 試験年月日
- (13) その他必要とする事項