

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-201848

(P2005-201848A)

(43) 公開日 平成17年7月28日(2005.7.28)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 15/08	GO 1 N 15/08	2 GO 6 7
GO 1 M 3/00	GO 1 M 3/00	
GO 1 M 3/26	GO 1 M 3/26	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2004-10479 (P2004-10479)  
 (22) 出願日 平成16年1月19日 (2004.1.19)

(71) 出願人 503107130  
 ジーティーアールテック株式会社  
 京都府宇治市横島町目川159番地2  
 (74) 代理人 100116816  
 弁理士 藤原 道彦  
 (72) 発明者 坪井 尚弘  
 京都府宇治市横島町目川159番地2 ジーティーアールテック株式会社内  
 (72) 発明者 辻井 弘次  
 京都府宇治市横島町目川159番地2 ジーティーアールテック株式会社内  
 Fターム(参考) 2G067 AA41 BB03 BB04 CC01 DD02

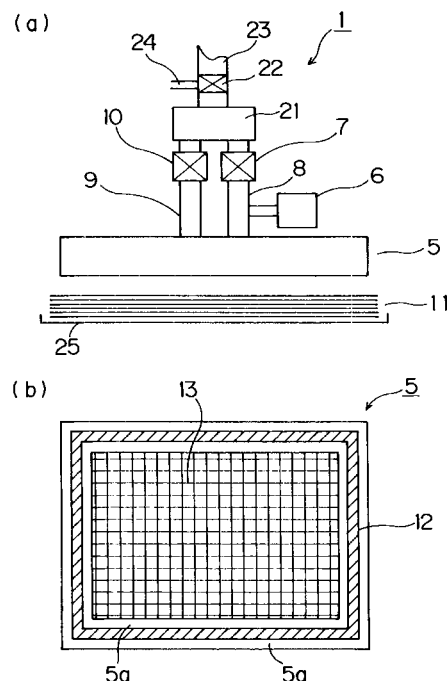
(54) 【発明の名称】 ピンホール検出・透過度測定装置

(57) 【要約】

【課題】 薄膜のピンホールの検出と気体透過度の測定が同時に測定でき、薄膜が容易にセットでき、多層に積層された薄膜の一枚ずつの取り出しも容易にでき、短時間で判定、透過度の測定ができる装置を提供する。

【解決手段】 透過セル5を下方方向に移動させて試験膜11に押し付け、バルブ7、10を開けることにより試験膜を1枚ごとに吸着し上方方向に移動させる。一定時間透過セル5を真空引きした後、バルブ7を閉じ試験膜11を透過してくる透過セル5周辺のガスによる圧力の上昇を圧力センサ6により観察する。圧力測定値の2次微分値が「正の値」から「ゼロまたは負の値」に変化した時点から、ピンホールの有無の検出を開始する。透過度は、透過曲線がほぼ直線になった時点から、透過曲線の傾きを求め、その傾きから算出する。

【選択図】 図2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

透過面を有し前記透過面に被試験体を吸着させる透過セルと、前記透過セル内の圧力を測定する圧力センサと、前記透過セル内を真空吸引する真空ポンプと、前記透過セルを前記真空ポンプにて吸引した後前記透過セル内を閉状態にする開閉手段と、前記圧力センサの計測値を演算し、前記演算値から被試験体のピンホールの有無を判定するとともに被試験体の気体透過度を算出する演算器を備え、前記被試験体の載置面と、前記透過セルの前記透過面との間隔を相対的に変化させる移動手段を設けたピンホール検出・透過度測定装置。

## 【請求項 2】

前記移動手段は、透過セルを上下に移動させる移動手段であることを特徴とする請求項 1 記載のピンホール検出・透過度測定装置。

10

## 【請求項 3】

前記演算器が前記圧力センサ計測値の 2 次微分値を算出する機能を有し、2 次微分値が「正の値」から「ゼロまたは負の値」に変化した時点以後に、ピンホールの有無の検出を行うことを特徴とする請求項 1 乃至 2 いずれか記載のピンホール検出・透過度測定装置。

## 【請求項 4】

前記演算器が前記圧力センサ計測値の 1 次微分値を算出する機能を有し、1 次微分値を予め設定された第 1 基準値と比較し、ピンホールの有無を検出することを特徴とする請求項 1 乃至 3 いずれか記載のピンホール検出・透過度測定装置。

20

## 【請求項 5】

前記演算器により、前記圧力センサ計測値の 1 次微分値を予め設定された第 2 基準値と比較し、1 次微分値が第 2 基準値以下となった時点から、一定時間あたりの前記圧力センサ計測値の変化より被試験体の気体透過度を算出することを特徴とする請求項 1 乃至 4 いずれか記載のピンホール検出・透過度測定装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、プラスチックフィルム等薄膜に存在するピンホールの検出・有無の判定、及び薄膜の気体（ガス）透過度を測定する測定装置に関するものである。

30

## 【背景技術】

## 【0002】

プラスチックフィルム、プラスチック容器等のピンホールの測定法として、光の透過、反射による方法、静電容量の変化を検出する方法、放電により検出する方法等が知られている。例えば、光源からの光を被検査物に照射し、被検査物からの通過光の光量を光検出器によって検出し、光検出器によって検出された光量値に基づいて被検査物中のピンホールの有無を判定する装置が知られている（例えば、特許文献 1 参照。）。

## 【0003】

また、従来、薄膜の気体透過度測定方法として、フィルムの一部を切り取り、そのフィルムを 2 つのチャンバーの間に挟み込み、両チャンバーを減圧し、その後一方のチャンバーに試験ガスを導入し、もう一方のチャンバーに圧力計を設けフィルムを透過する試験ガスの透過量を測定する方法（差圧法）が知られている。（例えば、非特許文献 1 参照。）

40

## 【0004】

【特許文献 1】特開平 9 - 3 1 8 5 5 8 号公報

【非特許文献 1】J I S K 7 1 2 6 プラスチックフィルム及びシートの気体透過度試験方法

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

50

## 【0005】

従来のピンホールの測定法は、ピンホールの位置検出そのものが主目的であり、膜の気体透過度の測定はできない。

また、薄膜の気体透過度測定装置は、2つのチャンパー間に薄膜を挟み込む作業に時間を要する。

## 【0006】

さらに、従来の差圧法の場合には、測定初期のチャンパー内圧力が薄膜透過ガスの要因のみにより変化するように、測定前に十分真空引きをする。この真空引きに要する時間は、約1時間から2時間である。また、測定を開始すると、チャンパー内の圧力と測定時間の関係(透過曲線)は、下に凸の曲線を描いて立ち上がり、その後直線状態となる。この直線状態すなわち、定常状態に至るのを待って気体透過度の測定を行うので、測定に10分間(透過度の大きい薄膜の場合)から数10時間(透過度の小さい薄膜の場合)必要である。

10

## 【0007】

一方、燃料電池等に用いられる電解質膜の気体透過量(透過度)が燃料電池を構成する上での重要なファクターのひとつとなっており、その量を迅速に測定し、ピンホールの有無、透過量を管理することが求められている。

## 【0008】

このような状況を踏まえ、本発明では、ピンホールの検出、ピンホール有無の判定と気体透過度の測定が同時に測定できる装置を提供するものである。しかも、試験フィルムのセットの容易化及び多層に積層された薄膜の一枚ずつの取り出しも出来る機能も備え、短時間でピンホールの検出、有無の判定、透過度の測定ができる装置を提供するものである。

20

本発明のその他の課題は、以下に述べる発明の説明から明らかになる。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0009】

上記課題を解決するため、本発明は、透過面を有し前記透過面に被試験体を吸着させる透過セルと、前記透過セル内の圧力を測定する圧力センサと、前記透過セル内を真空吸引する真空ポンプと、前記透過セルを前記真空ポンプにて吸引した後前記透過セル内を閉状態にする開閉手段と、前記圧力センサの計測値を演算し、前記演算値から被試験体のピンホールの有無を判定するとともに被試験体の気体透過度を算出する演算器を備え、前記被試験体の載置面と、前記透過セルの前記透過面との間隔を相対的に変化させる移動手段を設けたピンホール検出・透過度測定装置を提供する。

30

## 【0010】

被試験体は、電解質膜、プラスチックフィルム、シート、加工紙、遮光膜などであり、特に限定されない。被試験体の厚さは、特に限定されないが、例えば電解質膜の場合には、50~200 $\mu\text{m}$ の厚さが好ましい。また、その大きさないし面積は特に限定されないが、透過セルの被試験体が吸着される面よりも大きいことが必要である。付言すれば、任意の大きさの被試験体透過面および被試験体を吸着する面を持つ透過セルを作成することができる。被試験体は、積層されている複数枚であることが好ましいが、1枚でも同様に測定できる。

40

## 【0011】

透過セルは、内側が空洞の容器で、空洞の表層部分に被試験体を支持する支持部材を備えてなる。支持部材は、薄膜である被試験体を真空吸着し、さらに、透過セルを真空引きした場合に、被試験体の裂壊、変形などを避けるために設けられる。支持部材としては、気体が通過し被試験体はその表面に止まるものであれば特に限定されない。例えば、焼結フィルタ、セラミックフィルタ、網などを用いることができる。当該フィルタなどの孔径は、通常、数~数百 $\mu\text{m}$ 、好ましくは30~70 $\mu\text{m}$ である。

## 【0012】

圧力センサは、経時的に圧力測定が可能な圧力センサ、例えば圧電素子を用いた真空計

50

、隔膜型電子センサ、熱伝導の変化を利用する真空計などを用いることができる。

真空ポンプは、透過セル内の気体を  $0.00X$  K P s 程度の圧力に排気できるポンプが好ましく、ターボ分子ポンプ、油回転ポンプなどを用いることができる。

開閉手段は瞬時に開閉操作を行うことができるバルブ、例えば電磁バルブやエアバルブなどを用いることができ、遠隔操作をしてもよい。

【0013】

演算器は、圧力計の計測値から被試験体の気体透過度を算出する。また、算出された気体透過度の値を判断して、ピンホールの有無を判定する。演算器は、例えば、コンピュータとプログラムから構成される。

【0014】

被試験体の載置面の面方向は特に限定されず、水平面でもあってもよく、垂直面であってもよい。好ましくは、載置面の面方向は水平面と  $\pm 30$  度以下の交角で交差する面とする。載置面が垂直ないし垂直に近い面である場合には、被試験体を保持する為に、適宜の保持手段を設けることが好ましい。

また、載置面は平面であることが好ましいが、曲面であってもよい。

【0015】

透過セルの透過面は、載置面と接触する状態で、載置面との交角が、通常  $\pm 30$  度以下、好ましくは  $\pm 15$  度以下、より好ましくは  $\pm 5$  度以下の関係である面とする。被試験体の全面が透過面に略同時に吸着されてもよく、透過面に最近接した部分から順に吸着されてもよいからである。

さらに、透過セルおよび / 又は載置面をチルト手段を介して保持してもよい。このようにすれば、透過面と載置面を平行状態で接触させることができる。チルト手段は、例えば載置面を形成するトレイの裏面側を3個のつまみばねのような弾性体で保持するものである。

【0016】

被試験体の載置面と、透過セルの透過面との間隔を変化させる移動手段は、被試験体の載置面と、透過セルの透過面との間隔を相対的に変化させる。積層状態に載置された複数枚の被試験体の最上部にある一枚を真空吸着し、当該吸着された一枚と残りの被試験体との間隔を開けて、当該被試験体の透過面に吸着されている面の反対側の面を開放した状態で、測定を行うものである。

当該移動手段は、被試験体の載置面を移動する構造とすることができる。また、透過セルを移動する構造とすることができる。さらには、被試験体の載置面と透過セルの両者を移動する構造とすることができる。

載置面を水平にした場合には、これらの移動方向は上下方向である。また、載置面を垂直にした場合には、これらの移動方向は左右方向である。

【0017】

本発明は、上記構成により、透過セルを被試験体に接触させ、減圧効果により被試験体を透過セルの透過面に引き付け固定する。このように構成することで従来被試験体のセットに長時間を要していたものが短時間でかつ自動でセットできる。

【0018】

つぎに、透過セルに吸着された当該一枚の被試験体と、残りの被試験体ないし被試験体の載置面との間隔を開けて、当該被試験体の裏面が大気に開放される状態とし、同時におよび / 又は引続いて透過セル内を真空引きする。

真空ポンプを動作させた状態で開閉手段を閉じて、透過セル内の真空引きを停止する。被試験体を透過してくるガス(空気)、又ピンホールからもれてくるガスは透過セルの圧力を上昇させる。当該圧力は、圧力センサで計測され、圧力計測値からピンホールの有無が判断され、また、被試験体の気体透過度が算出される。

【0019】

ピンホールが検出された場合には、その時点で測定を終了し、次の被試験体の測定に移行するようプログラムすることができる。

10

20

30

40

50

測定が終了した時点で、透過セルの開閉手段を操作して透過セルに大気を導入すれば、被試験体は自然落下する。当該大気の導入は、真空ポンプの動作を止めて、透過セル内が大気圧になり被試験体が落下するまで待つことにしてもよい。

このように構成することで、薄膜のピンホールの検出および透過度の測定を迅速に行うことができる装置が提供される。

#### 【0020】

本ピンホール検出・透過度測定装置の好ましい実施形態にあつては、前記移動手段は、透過セルを上下に移動させる移動手段であってもよい。このようにすれば、特別の被試験体載置面（すなわち載置台）を備えなくてもよい。透過セルのみを上下移動させる構成とした場合には、圧力センサと開閉手段などは、フレキシブルパイプにより透過セルと接続

10

#### 【0021】

本ピンホール検出・透過度測定装置の好ましい実施形態にあつては、透過セル、圧力センサと開閉手段を一体構造にしてもよい。一体構造とは、透過セル、圧力センサおよび開閉手段を一つの移動手段で移動できる構造をいい、必ずしも一つの筐体で作製されている必要はない。

複数枚の被試験体の測定を連続して行う場合に、合格品用トレイと不合格品用トレイを準備し、1枚の被試験体の測定終了毎に、透過セルが上に移動した状態で、測定結果に応じた1のトレイを透過セルの直下に位置付け、被試験体の真空吸着を解除して、被試験体をトレイに落下させ、被試験体を区分けすることができる。このトレイの選択と位置付け

20

#### 【0022】

また、本発明の好ましい実施形態にあつては、上下軸（Z軸）およびZ軸と直交する1軸の、二軸方向に移動可能な移動手段を備えて、透過セルないし透過セル、圧力センサと開閉手段の一体構造体を、2軸方向に移動可能としてもよい。さらに当該移動手段を空間の三軸方向に移動可能な手段とすることができる。ここで空間の三軸とは、上下軸（Z軸）、縦軸（X軸）、横軸（Y軸）、（X、Y、Z軸は各々交角90度で交わる）をいう。

#### 【0023】

このような移動手段は、例えば、X、Y、Z軸方向に延設される第1、第2、第3ガイド部材と、各ガイド部材により案内されて移動可能な第1、第2、第3移動部材とを有して

第1、第2、第3ガイド部材は、それぞれ基台、第1移動部材、第2移動部材に取り付けられている。第3移動部材には、透過セルないし前述の一体構造体のいずれかを保持するための器具ホルダが取り付けられている。各移動部材には、それぞれの移動方向に駆動するための駆動手段が設けられている。したがって、駆動手段の駆動量を制御することにより、器具ホルダを3次元に移動させることが可能となる。駆動手段としては、たとえば、移動部材の移動方向に延設されるねじ軸と、移動部材に固定され、ねじ軸に螺合するナットと、ねじ軸を回転駆動するステッピングモータとから構成することができる。また、駆動手段としてコイルと磁石とを利用した電磁力駆動方式を採用することもできる。この他に、油圧駆動方式やメカニカル方式等が採用され得る。

30

#### 【0024】

また、前記の第1、第2、第3ガイド部材は、各々交角90度で交わるものが好適であるが、任意の角度で交わるものであつてもよい。

40

さらに、上記に限定されず、ロボットアームで挟持して三軸方向に移動させてもよい。

#### 【0025】

二軸ないし三軸の移動手段は、被試験体である薄膜が多層に重ねて載置されている場合に、最上部の1枚を透過セル開口部に密着させて引き上げ（Z移動）、測定を行い、測定後に、Xおよび/又はY移動して、薄膜を、所定の測定終了薄膜の載置位置に積層する用途として利用できる。

#### 【0026】

本ピンホール検出・透過度測定装置の好ましい実施形態にあつては、前記開閉手段が、

50

電磁バルブまたはエアバルブであってもよい。エアバルブとは圧縮空気で駆動されるバルブをいう。これらのバルブを採用すれば、開閉動作を瞬時に行うことができ、また、開閉動作を遠隔操作で行うことができ、開閉動作の自動化も容易となる。

【0027】

また、本ピンホール検出・透過度測定装置の好ましい実施形態にあつては、前記演算器が前記圧力センサ計測値の2次微分値を算出する機能を有し、2次微分値が「正の値」から「ゼロまたは負の値」に変化した時点以後に、ピンホールの有無の検出を行うようにしてもよい。本ピンホール検出・透過度測定装置にあつては、測定時の透過曲線（時間-圧力計測値の関係）は、上に凸の曲線を描いて急激に立ち上がり、その後なだらかな曲線となり、最後に直線状態となる。演算器は、圧力センサ計測値の2次微分値を算出し、2次微分値を監視して透過曲線の変曲点を検出する。変曲点以後で、ピンホールの有無を検出・判定する。

10

【0028】

本実施形態により、透過セルの真空引きを停止した直後の急激な圧力上昇を、ピンホールの存在に起因するものと誤判定する危険性が軽減される。

ここで、前記変曲点の直後にピンホールの有無を検出すれば測定時間が短縮できる。しかし、誤判定の軽減を達成するには、当該時点以後の任意の時点で判定することにすればよい。

【0029】

さらに、本ピンホール検出・透過度測定装置の好ましい実施形態にあつては、前記演算器が前記圧力センサ計測値の1次微分値を算出する機能を有し、1次微分値を予め設定された第1基準値と比較し、ピンホールの有無を検出するようにしてもよい。

20

被試験体のピンホールの有り無しにより透過セル内の圧力上昇速度、すなわち圧力計測値の1次微分値が異なる。予め、ピンホール有り、無しの被検体の気体透過度を測定し、有りの場合の代表値と無しの場合の代表値の間の値を第1基準値とすることができる。ピンホール有りの判定により以後の透過度測定を中止すれば、測定時間を短縮できる。

【0030】

また、本ピンホール検出・透過度測定装置の好ましい実施形態にあつては、前記演算器により、前記圧力センサ計測値の1次微分値を予め設定された第2基準値と比較し、1次微分値が第2基準値以下となった時点から、一定時間あたりの前記圧力センサ計測値の変化より被試験体の気体透過度を算出するようにしてもよい。

30

第2基準値は、典型的な被試験体が定常状態（透過度曲線が直線になる状態）になる場合の、当該直線の傾きよりも、少し大きい値に定める。これにより、気体の透過が定常状態になる前に、簡易的に透過度測定を行うことができるので、透過度測定に費やす時間を短縮することができる。

【0031】

以上説明した本発明の好ましい実施形態は可能なかぎり組み合わせることができる。

【発明の効果】

【0032】

本発明によれば、被試験体のピンホールの検出・有無の判定と、透過度の測定を同時に行うことができる。しかも、被試験体のセットが容易化され、また、多層に積層された薄膜の一枚ずつの取り出しも自動化できる。さらに本発明の好ましい実施形態によれば、薄膜の気体透過量が定常状態に達する前に測定を行うので、短時間でピンホールの検出、有無の判定が可能となる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0033】

以下に実施例により、本発明にかかるピンホール検出・透過度測定装置をさらに説明する。この発明の実施例に記載されている部材や部分の寸法、材質、形状、その相対位置などは、とくに特定の記載のない限りは、本発明の範囲をそれらのみ限定する趣旨のものではなく、単なる説明例にすぎない。

50

## 【0034】

図1は第1の実施例にかかるピンホール検出・透過度測定装置のブロック図である。図中、1は透過セル、圧力センサ、開閉バルブを含む透過セルアッセンブリー、2は上記透過セルアッセンブリーをXYZ方向に移動するための移動機構であるロボットアーム、3は演算器を兼ねる制御演算部、4は真空ポンプである。制御演算部3は、コンピュータであり、ロボットアーム2の制御、装置全体の制御、圧力センサ(6)計測値の演算、測定値の算出、判定などを行う。

## 【0035】

図2は、透過セルアッセンブリー1の説明図であり、(a)は正面図、(b)は底面図である。図中、5は透過セルであり、その底面の大きさはA4用紙程度で、厚さは、1cmである。透過セル5の上部には管8、管9が接続されており、管8、管9は開閉バルブ7、10を介して2分配マニホールド21に接続されている。開閉バルブ7、10は電磁バルブである。マニホールド21は大気導入バルブ22を介して管23に接続されている。

10

## 【0036】

管23は、図示しないフレキシブル継ぎ手を介して、真空ポンプ4(図2では図示せず)に接続されている。大気導入バルブ22は切り替え電磁バルブであり、大気導入管24とマニホールド21間の導通状態と、管23とマニホールド21間の導通状態を切り替える。

管8には圧力センサ6が接続されており、透過セル5内の圧力が計測される。圧力センサ6は圧電素子を用いた真空計である。圧力センサ6の計測値は、制御演算部3にて演算処理される。

20

また、制御演算部3は、開閉バルブ7、10の開閉、大気導入バルブ22の位置制御も行う。

## 【0037】

透過セルアッセンブリー1の個々の構成部品(透過セル5、開閉バルブ7、10、圧力センサ6など)は、図示しない一の枠体に固定されており、当該枠体の一部分がロボットアーム2に取付けられている。透過セルアッセンブリー1は、ロボットアーム2により、XYZの3軸方向に移動する。

図中、25は薄膜の載置面であるトレイであり、11は測定される薄膜が積層載置されている状態を図示している。

30

## 【0038】

なお、開閉バルブ7、10と大気導入バルブ22として、エアーバルブを用いることもできる。

## 【0039】

(b)は、底面図であり、透過セル5の薄膜に接する面が表れている。13は透過面で、その表相部に焼結フィルタが取付けられ、内側は空洞となっている。この焼結フィルタは、透過セルに吸着される薄膜を支持する部材であり、焼結フィルタの平均孔径は約50 $\mu$ mである。

透過面13に対応する空洞は管8と接続されていて、圧力センサ6とつながっている。

40

## 【0040】

12は薄膜支持部であり、透過面13を取り囲むように配置されている。薄膜支持部12の表相部には、透過面13に取付けたと同様の焼結フィルタがとりつけられている。薄膜支持部12の内部は、透過面13につながる空洞と区分された空洞であり、管9と接続されている。

透過面13は平面であり、薄膜支持部12も平面である。透過面13、薄膜支持部12および透過セルの枠体表面5aは面一になっている。また、透過面13とトレイ25の表面は平行である。

## 【0041】

続いて、ピンホール検出・透過度測定装置の動作を説明する。

50

透過セルアッセンブリー 1 を Z 軸方向（下方向）に移動させて薄膜 1 1 に押付ける。大気導入バルブ 2 2 を、管 2 3 とマニホールド 2 1 が導通する位置にして、真空ポンプを作動し、開閉バルブ 7 と 1 0 を開けた状態とする。透過セル 5 内が減圧され、薄膜 1 枚が透過セル 5 の表面に吸着する。そして、透過セルアッセンブリー 1 を上方向に移動させる。一定時間透過セル 5 を真空引きした後、開閉バルブ 7 を閉じ薄膜を透過してくる透過セル 5 周辺のガスによる透過セル 5 内の圧力の上昇を圧力センサ 6 により計測し、透過度などを測定する。開閉バルブ 1 0 は測定中も開けた状態に保たれ、薄膜は薄膜支持部 1 2 で透過セル 5 に真空吸着されている。

#### 【 0 0 4 2 】

測定終了後、透過セルアッセンブリー 1 を X Y 移動して、薄膜を測定終了後の載置位置（図示せず）上方に位置付け、さらに、必要に応じて下方向に移動する。真空ポンプ 4 の動作を止め、大気導入バルブ 2 2 を、大気導入管 2 4 とマニホールド 2 1 が導通する位置にして、開閉バルブ 7 を開にする。透過セル 5 内が大気圧になり、吸着力がなくなるので、薄膜が落下する。

以上の動作を繰り返し、積層された試験膜 1 1 の全てを測定する。

#### 【 0 0 4 3 】

続いて、透過度測定などについて説明する。

制御演算部 3 は圧力センサ 6 の圧力計測値をモニターし、その 1 次微分値、2 次微分値を算出する。圧力測定値のサンプリング間隔は、通常 3 0 m s（ミリ秒）（以下同じ）～ 3 0 0 m s、好ましくは 5 0 m s ～ 2 0 0 m s であり、連続する 2 回の計測値から 1 次微分値を算出し、また連続する 2 回の 1 次微分値から 2 次微分値を算出する。本実施例では圧力測定値のサンプリング間隔は 1 0 0 m s とした。

#### 【 0 0 4 4 】

図 3 は第 1 の実施例にかかるピンホール検出・透過度測定装置で測定した透過曲線の説明図である。図 3 中、横軸は時間（T）（単位秒）を、縦軸は圧力値（P）を示す。

被試験体薄膜として、燃料電池用の電解質膜（大きさ 3 2 c m × 2 4 c m、厚さ 1 3 0 μ m）を用いた。測定前の真空引きに費やした時間は約 2 0 秒であり、測定開始時のセル内圧力は、0 . 0 0 X K P s 程度である。

#### 【 0 0 4 5 】

図 3 中、1 4 は圧力センサ 6 の計測値を時間 - 圧力値で示した透過曲線で、1 6 はバルブ 7 を閉じた時点を示す線である。透過曲線 1 4 は、バルブを閉めた初期段階で上に凸の曲線を描く。これは、従来の差圧法（JIS K 7126）では、測定初期の不安定期間には、圧力変化は下に凸の曲線状態で現れるのと明確に異なる点である。

よって、圧力計測値の 2 次微分値が「正の値」から「ゼロまたは負の値」に変化した時点（変曲点）から、ピンホールの有無の検出を開始する。ピンホールの有無の測定は、圧力測定値の 1 次微分値を、予め設定した第 1 基準値と比較することにより行う。第 1 基準値は、ピンホールが存在しない基準薄膜の気体透過度から決定することができる。

#### 【 0 0 4 6 】

続いて変曲点以後で、前記 1 次微分値が予め設定された第 2 基準値以下となる時点を検出し、当該時点から一定時間の圧力上昇値を求め、これより被試験体である薄膜の気体透過度を求める。

#### 【 0 0 4 7 】

なお、従来の差圧法で測定を行う場合には、透過曲線が一定の傾きになった後に、その直線の傾きを求め、この傾きの値から透過度を算出している。1 5 にその直線（傾きが一定状態になった透過曲線とその延長線）を示す。

従って、本発明にかかるピンホール検出・透過度測定装置により測定した透過度は、従来の差圧法で測定した値よりも大きい値になるが、その差は微小である。さらに、従来の差圧法による測定値と比較する場合には、一定の係数を掛ければよい。本発明では、気体の透過が定常化する前に透過度測定を終了することが可能となる。

#### 【 0 0 4 8 】

10

20

30

40

50

しかし、本発明にかかるピンホール検出・透過度測定装置を使用して、透過曲線が一定の傾きになる状態まで待って、傾きを測定し、透過度を算出することもできる。

【0049】

図4はピンホールがある薄膜を測定する場合の時間-圧力値で示した透過曲線の説明図である。図4中、横軸は時間(T)(単位秒)を、縦軸は圧力値(P)を示す。

図中19は前記変曲点を示す線である。17は小さいピンホールを有する薄膜の透過曲線、18は大きいピンホールを有する薄膜の透過曲線を示す。14はピンホールがない薄膜の透過曲線(図3中の14と同一)を示す。

【0050】

さらに、ピンホールが検出された場合は、測定を中止し次の薄膜の測定に移行するように、制御演算部にプログラムされている。 10

【0051】

なお、上記の例では透過セルを大気に開放して測定したが、特定ガス(例えばヘリウム)の気体透過度を測定したい場合は、ロボットアーム2も含めた透過セルアッセンブリ-1を密閉箱に入れ特定ガス雰囲気によればよい。

【0052】

次に第2の実施例にかかるピンホール検出・透過度測定装置を説明する。

図5は、第2の実施例にかかる透過セルアッセンブリ-101の説明図であり、(a)は正面図、(b)は底面図である。

図中45は透過セルであり、半球形状である。48は透過セル45と開閉バルブ47をつなぐ接続管である。接続管48に圧力センサ46が接続されている。圧力センサ46は透過セル内の圧力を計測することができる。開閉バルブ47は大気導入バルブを兼ねており、大気導入管54と接続管48間の導通状態と、管53と接続管48の導通状態を切り替える。 20

【0053】

管53は、図示しないフレキシブル継ぎ手を介して、真空ポンプ4に接続されている。

透過セルアッセンブリ-101の個々の構成部品(透過セル45、開閉バルブ47、圧力センサ46など)は、図示しない一の枠体に固定されており、当該枠体の一部分がロボットアーム2に取付けられている。透過セルアッセンブリ-101は、ロボットアーム2により、XYZの3軸方向に移動する。 30

図中56は薄膜の載置面であるトレイであり、41は測定される薄膜が積層載置されている状態を図示している。

【0054】

(b)は、底面図であり、透過セル45の薄膜に接する面が表れている。43は透過面で、その表相部に網が取付けられ、内側は空洞となっている。この網は、透過セル開口部に吸着される薄膜を支持する部材であり、網の平均孔径は約50 $\mu$ mである。

透過面43に対応する空洞は管48と接続されている。

55は、透過セル45の枠体の下端面であり、ゴム、柔軟性のある合成樹脂などで作られる。

透過面43は平面である。透過面43と枠体の下端面55は面一になっている。また、透過面43とトレイ56の表面は平行である。 40

【0055】

ピンホール検出・透過度測定装置のその他の構成部分、すなわち、移動機構であるロボットアーム2、制御演算部3、真空ポンプ4は、先に述べた透過セルアッセンブリ-1を用いる第1の実施例と同様である。

【0056】

続いて、透過セルアッセンブリ-101を用いたピンホール検出・透過度測定装置の動作を説明する。

【0057】

透過セルアッセンブリ-101をZ軸方向(下方向)に移動させて薄膜41に押付ける 50

。開閉バルブ 47 を、接続管 48 と管 53 が導通する位置にして、真空ポンプを作動する。透過セル 45 内が減圧され、薄膜 1 枚が透過セル 45 の表面に吸着する。そして、透過セルアッセンブリ 101 を上方向に移動させる。一定時間透過セル 45 を真空引きした後、開閉バルブ 47 を閉じ薄膜を透過してくる透過セル 45 周辺のガスによる圧力の上昇を圧力センサ 46 で計測し、透過度などを測定する。

【0058】

測定終了後、透過セルアッセンブリ 101 を X Y 移動して、薄膜を測定終了後の載置位置（図示せず）上方に位置付け、さらに、必要に応じて下方向に移動する。真空ポンプ 4 の動作を止め、開閉バルブ 47 を、大気導入管 54 と接続管 48 が導通する位置にする。透過セル 5 内が大気圧になり、吸着力がなくなるので、薄膜が落下する。

10

以上の動作を繰り返し、積層された試験膜 41 の全てを測定する。

【0059】

透過度測定などについては、第 1 の実施例について説明したと同様である。

【0060】

第 1 の実施例にかかる透過セル 5 は、薄膜の吸着を 2 重に行うものであり、薄膜の材質を問わない汎用性があり、また、透過セルの下端面をアルミニウム、ステンレススチールなど、透過セル枠体の材質と同じにできる。

第 2 の実施例にかかる透過セル 45 は、薄膜の吸着を透過面 43 のみで行うものであり、柔らかい材質の薄膜に適する。透過セルの内部構造が単純になり、開閉バルブの数が減るなどの利点がある。

20

【産業上の利用可能性】

【0061】

本発明は、プラスチックフィルム、シート、加工紙などのあらゆる薄膜のピンホール検出、ガス透過度の検出に利用できる。

【図面の簡単な説明】

【0062】

【図 1】第 1 の実施例にかかるピンホール検出・透過度測定装置のブロック図である。

【図 2】透過セルアッセンブリ 1 の説明図である。

【図 3】ピンホール検出・透過度測定装置で測定した透過曲線の説明図である。

【図 4】ピンホールがある場合の時間 - 圧力値の説明図である。

30

【図 5】第 2 の実施例にかかる透過セルアッセンブリ 101 の説明図である。

【符号の説明】

【0063】

- 1、101 透過セルアッセンブリ
- 2 移動機構であるロボットアーム
- 3 演算器を兼ねる制御演算部
- 4 真空ポンプ
- 5、45 透過セル
- 6、46 圧力センサ
- 7、10、47 開閉バルブ
- 8、9 管

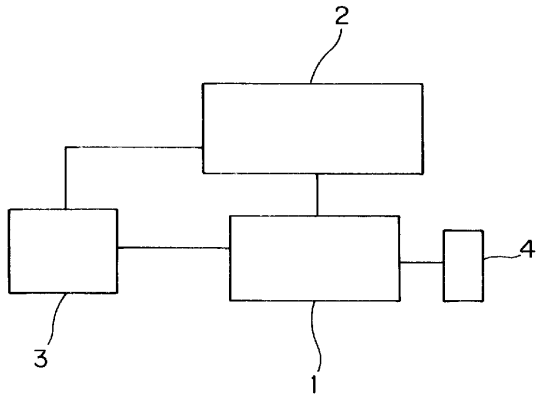
40

【0064】

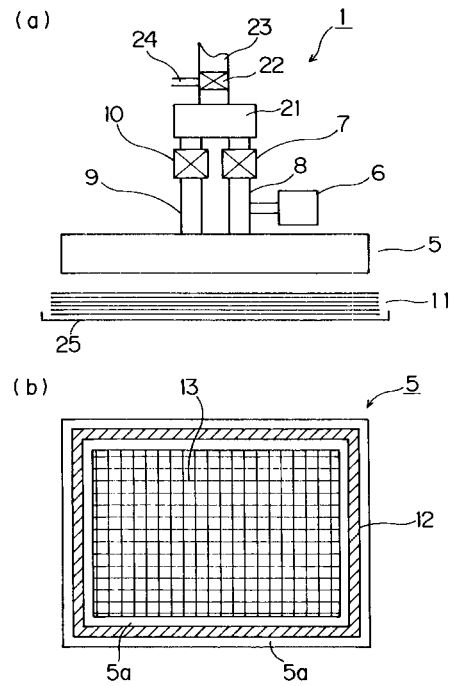
- 11、41 積層された薄膜
- 12 薄膜支持部
- 13、43 透過面
- 14 透過曲線
- 16 開閉バルブ 7 閉時点を示す線
- 22 大気導入バルブ
- 24、54 大気導入管
- 25、56 被試験体の載置面であるトレイ

50

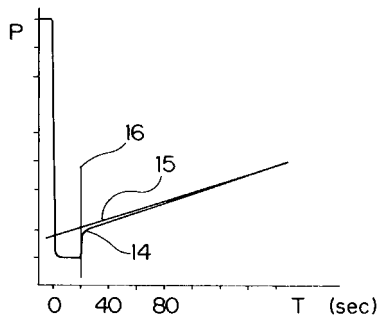
【 図 1 】



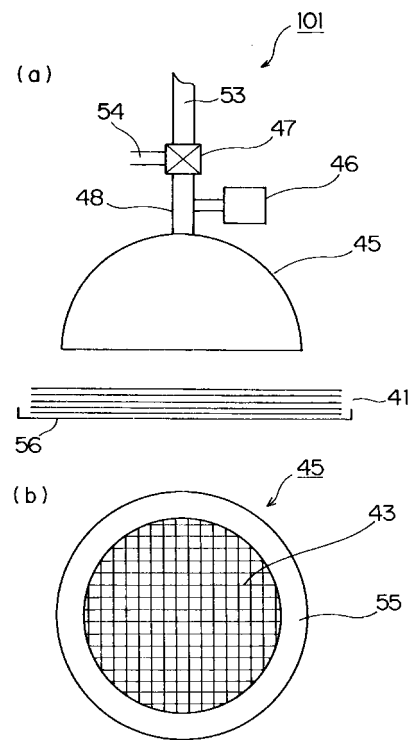
【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 5 】



【 図 4 】

