

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4167900号
(P4167900)

(45) 発行日 平成20年10月22日(2008.10.22)

(24) 登録日 平成20年8月8日(2008.8.8)

(51) Int. Cl. F I
 GO 1 N 27/92 (2006.01) GO 1 N 27/92 A
 GO 1 N 27/26 (2006.01) GO 1 N 27/26 3 5 1 L

請求項の数 24 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2002-551575 (P2002-551575)	(73) 特許権者	590004198
(86) (22) 出願日	平成13年12月13日 (2001.12.13)		ベーリンガー インゲルハイム インター ナショナル ゲゼルシャフト ミット ベ シュレンクテル ハフツング
(65) 公表番号	特表2004-526947 (P2004-526947A)		ドイツ連邦共和国 デー6507 インゲ ルハイムアム ライン (番地なし)
(43) 公表日	平成16年9月2日 (2004.9.2)	(74) 代理人	100059959
(86) 国際出願番号	PCT/EP2001/014638		弁理士 中村 稔
(87) 国際公開番号	W02002/050525	(74) 代理人	100067013
(87) 国際公開日	平成14年6月27日 (2002.6.27)		弁理士 大塚 文昭
審査請求日	平成16年12月9日 (2004.12.9)	(74) 代理人	100082005
(31) 優先権主張番号	100 63 833.3		弁理士 熊倉 禎男
(32) 優先日	平成12年12月21日 (2000.12.21)	(74) 代理人	100065189
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		弁理士 宍戸 嘉一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多層複合材およびこれから作られた容器の試験方法および装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

非導電層を有する試験物品(3)の検査方法であって、前記非導電層の一方の側に導電層(121)が配置され、かつ、前記非導電層の他方の側にガス環境が配置されている方法において、

高電圧が、ガス環境内に配置された電極(13; 113)に印加され、かつ、前記ガス環境内のガスが、前記高電圧を用いて電離され、

前記ガス環境は適当な手段で真空引きされ、

所与の圧力に維持される試験チャンバ(1; 101)内に少なくとも1つの試験物品を配置し、

前記試験チャンバ内に対向電極(5; 105)を存在させ、

試験電流回路内で電離ガスを通して流れる電流を測定し、前記電流は前記非導電層のガス透過可能な損傷箇所のインジケータとして機能し、および、前記試験電流回路が、対向電極(5; 105)と、導電層(121)と、表示装置(8)と、電圧源(9)とを含んでおり、

ガス環境内のガスは、前記非導電層の他方の側で、暗放電としての衝突電離および電気ガス放電により電離され、

前記試験電流回路での電流測定中に、ガス環境内での暗放電を維持し、

前記試験電流回路の電圧源(9)は、非導電層の領域内において、ガス透過可能な損傷箇所が存在しない非導電層の絶縁破壊電界強度より低い電界強度を発生させ、

前記試験チャンバおよび前記試験物品を、ガスを電離させる高電圧フィールドの外側に配置する、
ことを特徴とする方法。

【請求項 2】

導電層と少なくとも 1 つの非導電層とを備えた多層複合材を含む試験物品 (3) を検査することを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

開口を備える容器として存在し、かつ、多層複合材で作られる試験物品 (3) を検査することを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】

非導電フィルムまたは板を含み、かつ、前記フィルムまたは前記板の一方の側に導電層 (1 2 1) が対向して配置されている試験物品 (3) を検査することを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】

電離ガスの圧力は、 $0.5 \text{ hPa} \sim 50 \text{ hPa}$ ($0.5 \text{ ミリバール} \sim 50 \text{ ミリバール}$) であることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 6】

電極 (1 3 ; 1 1 3) により供給される高電圧電気エネルギーによりガス放電を行なうことを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 7】

$0.5 \text{ kV} \sim 10 \text{ kV}$ の直流電圧でガス放電を行なうことを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 8】

$0.5 \text{ kV} \sim 10 \text{ kV}$ の交流電圧でガス放電を行なうことを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 9】

$10 \text{ Hz} \sim 30 \text{ kHz}$ の周波数の交流電圧でガス放電を行なうことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

高周波交流電圧でガス放電を行なうことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

$30 \text{ kHz} \sim 1 \text{ GHz}$ の交流電圧でガス放電を行なうことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

ガス透過可能な損傷箇所が非導電層に存在するときは、 $50 \text{ V} \sim 5000 \text{ V}$ の電圧を印加することにより、試験チャンバ内の電離ガス中に電流を発生させ、前記 $50 \text{ V} \sim 5000 \text{ V}$ の電圧は、非導電層の領域内に、ガス透過可能な損傷箇所の存在しない非導電層の絶縁破壊電界強度より小さい電界強度を発生させることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

試験チャンバ (1 ; 1 0 1) 内で直流電圧および衝突電離によりガスを電離させ、導電層 (1 2 1) と、試験チャンバ内に配置された対向電極 (5 ; 1 0 5) との間に交流電圧を印加することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

試験チャンバ (1) から電氣的にスクリーニングされており、かつ、少なくとも 1 つのチャンネル (1 1) を介して試験チャンバに連結されたガス放電チャンバ (1 0) 内での高電圧および衝突電離によってガスを電離させることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 15】

試験チャンバ (1) から電氣的にスクリーニングされており、かつ、ワイヤグリッドの開口を介して試験チャンバに連結されたガス放電チャンバ (1 0) 内での高電圧および衝

10

20

30

40

50

突電離によってガスを電離させることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 16】

対向電極(105)と導電層(121)との間の領域内の電界強度が、ガス透過可能な損傷箇所が存在しない非導電層の絶縁破壊電界強度より低くなり、かつ、絶縁破壊により、非導電層のガス透過可能な損傷箇所に認識可能な変化が生じ、これにより、ガス透過可能な損傷箇所の位置が光学的にマークされる値に、ガス圧力および試験電流回路の電圧を設定することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 17】

サンプルキャリア(4)として構成され、かつ、非導電性材料からなるカバーによって、容器として形成された試験チャンバ(1)内の試験物品(3)を覆うことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 18】

容器のシームにおいて、内側の導電層、および、外側の各非導電層を備えた3つの層を穿孔することによって、3層の複合材のうちの導電層への電氣的接続を行なうことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 19】

非導電層を有する少なくとも1つの試験物品(3)の検査装置であって、前記非導電層の一方の側に導電層(121)が配置され、かつ、前記非導電層の他方の側にガス環境が配置されている装置において、

暗放電によってガス環境内でガスを電離させる手段を備え、前記ガスを電離させる手段は、高電圧源と、前記ガス環境内に配置された高電圧電極(13; 113)とを含んでおり、

20

さらに、前記ガス環境を真空引きする手段(14~17)と、

少なくとも1つの試験物品(3)を含む試験チャンバ(1; 101)と、

前記試験チャンバ内に配置された対向電極(5; 105)と、

電圧源(9)と、表示装置(8)と、導電層と、対向電極(5; 105)とを含む試験電流回路とを備え、

少なくとも1つの試験物品を含む前記試験チャンバ(1; 101)が、高電圧により生成される電界の外側に配置され、

前記試験チャンバが、電離ガスを含むガス環境に連結される、ことを特徴とする装置。

30

【請求項 20】

ガス放電チャンバ(10)が、ガス放電を発生させる電極を収容し、かつ、少なくとも1つのチャンネル(11)を介して前記試験チャンバに連結されており、

前記ガス放電チャンバ(10)は電氣的スクリーン(12)を備える、ことを特徴とする請求項 19 に記載の装置。

【請求項 21】

前記高電圧電極(113)は、前記試験チャンバのハウジングの底部に取り付けられることを特徴とする請求項 19 に記載の装置。

【請求項 22】

さらに、圧力補償容器(18)を有することを特徴とする請求項 19 に記載の装置。

40

【請求項 23】

前記ガス放電チャンバと前記試験チャンバとの間において、前記チャンネル(11)に設けられた遮断弁を有することを特徴とする請求項 20 に記載の装置。

【請求項 24】

さらに、容器のサンプルキャリアの形態として構成され、かつ、非導電性材料からなるカバー(4)を有することを特徴とする請求項 20 に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(技術分野)

50

本発明は、多層複合材、例えば金属/プラスチック複合フィルムおよび該多層複合材から作られた容器の試験方法に関する。また本発明は、上記方法の実施に適した装置に関する。

本発明の目的は、非導電性を有する層の損傷を受けた箇所を高感度で識別できる方法であって、大量生産工程に特に適した方法を具現することにある。

【0002】

(背景技術)

「損傷箇所 (damaged point)」という表現は、導電性をもたない層の領域を示し、そのサイズは、顕微鏡で見える程度か、それよりやや大きい範囲内にある。損傷箇所は、このような損傷箇所をもたない層の物質の拡散定数より大きい物質の分子透過性を有する。例えば、流体または固体の形態をなす食品または薬剤等のパッケージされた製品を、例えば、空気の内部拡散、空気中の水分、光に対して保護し、またはパッケージから揮発性内容物が損失することから保護するためのパッケージとして、金属/プラスチック複合材、または導電性プラスチックおよび非導電性プラスチックからなる複合材、または内面が非導電性プラスチックで被覆された形状安定容器が使用されている。

10

【0003】

この形式の複合材として、両面が1つ以上のプラスチックフィルムで被覆された薄い金属箔、一般にはアルミニウム箔がある。一般に、アルミニウム箔の一方の面には、このような複合材から作られる気密シール形容器、例えばパッケージング袋を作ることができるシール可能な層が設けられる。

20

純粋なプラスチックフィルムは、ガスおよび蒸気に対する浸透性を有している。しかしながら、金属およびプラスチックからなる複合フィルムは、実際に耐拡散性を有する。このような複合フィルムから作られる容器の場合には、拡散は、一般に、シームの品質により決定される。

【0004】

複合フィルムに十分な可撓性をもたせるため、個々のフィルム、特にパッケージされる製品に対面する内側プラスチックフィルムは非常に薄く維持される。対応する容器に加工するとき、これらの薄い内側フィルムは損傷を受け易く、かつ内側フィルムのガス透過可能な損傷箇所、内側フィルムの下にある金属箔とパッケージされた製品との間に接触が生じる。敏感な製品の場合には、この金属接触が、パッケージされた製品に悪影響を及ぼす。また、パッケージされた製品が腐食により金属箔を破壊し、その後複合フィルムが拡散に対する保証を失うことがある。

30

【0005】

複合材が損傷を受けているか否かについてと、このような複合材から作られた容器のシールの一体性が危険に曝されているか否かについてとを試験する複数の方法が知られている。広く使用されている1つの方法の場合には、充填/密封容器は、減圧されたチャンバ内に置かれる。このチャンバには敏感なマノメータが設けられており、チャンバは弁を介して真空ポンプに連結されている。減圧されたチャンバが特定圧力に真空引きされ、弁が閉じられているときに、容器のシールが破壊し、内容物の一部が容器から出て、真空中でその蒸気圧まで気化すると、マノメータの表示する圧力は上昇する。マノメータに表示される圧力は、故障したシールのインジケータとして使用できる。

40

ドイツ国特許第 D E - 1 9 6 5 1 2 0 8 号には、真空内でのガス放電の輝度が充填容器からの漏洩量を示すインジケータとして使用される試験方法が開示されている。

【0006】

他の非常に敏感な方法の場合には、容器内にヘリウムが充填される。閉鎖された容器を出るヘリウムは、質量分析計により検出される。

他の方法では、金属表面上のプラスチック被覆に微孔が存在しないことが試験される。この場合には、金属表面は電圧源のターミナルに接続される。可撓性電極 (該電極は、例えば導電性エラストマで形成できる) が、測定装置を介して電圧源の他のターミナルに接続される。試験すべき被覆面は、可撓性電極により走査される。可撓性電極と導電性基板と

50

の間の被覆に損傷箇所があると、ガス透過可能な損傷箇所のインジケータとして機能する回路に電流が流れる。

【0007】

他の方法によれば、試験すべき金属表面上を被覆するプラスチックは、電極を浸漬する電解液で濡らされる。他の電極は金属表面により形成される。両電極は、測定装置および電圧源を収容する電気回路に配置される。電解液で濡らされた被覆領域に損傷箇所があると、電圧源が設けられた回路に電流が流れ、この電流は損傷箇所のインジケータとして機能する。プラスチックと金属との複合フィルムの場合には、電極として金属箔が使用される。

【0008】

導電性の内層を備えた形状安定容器も同様な態様で試験される。この場合には、容器には電解液が充填され、電解液中に電極が浸漬される。

電極による表面の走査は、平坦面または僅かに湾曲したアクセス可能な表面についてのみ可能である。小さい容器はこの方法では試験できない。

電解液を使用する場合には、小さい容器も試験できる。しかしながら、問題なく試験できる容器は入念に洗浄されかつ乾燥されなくてはならず、大量の容器の試験は非常に困難である。医薬品用の小型で殺菌された使い捨て容器の場合には、走査方法および電解液方法は実用的でない。

【0009】

(発明の開示)

従って、本発明の目的は、非導電層の一方の側で導電層が対向して配置されかつ非導電層の他方の側でガス環境が対向して配置された構成の非導電層を有する試験物品のガス透過可能な損傷箇所を検出する方法を具現することである。試験物品は、個々の非導電層、または、多層複合材、または、これらから作られた容器として形成できる。

【0010】

本発明の方法では、非導電層の損傷を受けていない性質および非導電層または多層複合材から作られた容器の安定性が試験され、このことは、多層複合材の非導電層の1つのみが損傷を受けた場合にも行なわれる。本発明の方法は、小型容器および大量生産容器にも適用でき、所望ならば自動的に行なうこともできる。

【0011】

本発明によれば、上記目的は、特許請求の範囲の請求項1に記載の特徴を有する方法により解決される。所与の圧力に真空引きされ、かつ、該圧力に維持される試験チャンバ内に少なくとも1つの試験物品が配置される。ガス環境内のガスは、非導電層の他方の側での電気ガス放電、好ましくは、暗放電中の衝突電離により電離される。非導電層の他方の側にある導電層と、試験チャンバ内に配置された対向電極との間に電圧を印加し、この電圧により、非導電層の領域内に、ガス透過可能な損傷箇所の存在しない非導電層の絶縁耐力より小さい電界強度を発生させる。非導電層にガス透過可能な損傷箇所が存在する場合には、導電層と試験チャンバ内に配置された対向電極との間で電離ガスを通して流れる電流を測定する。この電流測定中、電気ガス放電が維持される。

【0012】

暗放電中の衝突電離によるガス放電は、一方では、試験チャンバから電氣的にスクリーニングされ、かつ、少なくとも1つのチャンネルまたはワイヤグリッドを介して試験チャンバに連結されたガス放電チャンバ内で行なわれる。電離ガスの一部はガス放電チャンバから、チャンネルまたはワイヤグリッドを介して試験チャンバ内に搬送される。この構成によれば、試験チャンバ内には、ガス放電チャンバ内の高圧電界から生じる弱電界のみが存在するに過ぎず、試験電流回路に殆ど影響を与えない。一方で、ガス放電は、試験チャンバ自体の中で行なうことができる。

【0013】

両方の場合において、電離ガスは、ガス環境に隣接する非導電層の面のみと接触する。一方の面に被覆された金属箔を備えた2層複合材の場合には、電離ガスは、非導電層が設け

10

20

30

40

50

られた2層複合材の面のみと接触する。

試験チャンバ内のガスは、DC電圧での電気ガス放電により電離させ、導電層と試験チャンバ内に配置された対向電極との間にはAC電圧を印加するのが好ましい。

【0014】

また、試験電流回路の電圧およびガス環境内のガス圧力を、対向電極と導電層との間の領域内の電界強度が、ガス透過可能な損傷箇所が存在しない非導電層の電界強度より低くなり、かつ絶縁破壊により、非導電層のガス透過可能な損傷箇所に認識可能な変化が生じ、これによりガス透過可能な損傷箇所の位置が光学的にマークされる値に設定することが好ましい。この場合には、導電層を意図した用途に使用することはできない。しかしながら、損傷箇所の光学的マーキングは、損傷箇所の空間的位置および損傷箇所が存在する理由に関する更なる調査を簡単化できる。

10

【0015】

試験チャンバ内の電離ガスには、導電層と試験チャンバ内に配置された対向電極との間に電圧を印加することにより電流が発生され、この場合には、これらの間に配置された非導電層にガス透過可能な損傷箇所が存在するといえる。この場合には、電離ガスが、ガス透過可能な損傷箇所のところで導電層と接触しており、試験電流回路の電流は、ガス透過可能な損傷箇所をもたない非導電層の電流より大きい。

ガス放電は、適当な態様、例えば電極により、または静電的に、または誘導的に供給される高電圧電気エネルギーで行なわれる。電極により給電するのが好ましい。ガス放電は、0.5~10kVのDC電圧およびAC電圧により行なうことができる。AC電圧の周波数は、低周波数範囲内にあり、好ましくは10Hz~30kHz、特に好ましくは40~70Hzである。また、AC電圧の周波数は、30kHz~1GHzの高周波数範囲、好ましくは30~100kHz、特に好ましくは30~40kHzの範囲内に定めることができる。

20

【0016】

試験チャンバ内の電離ガス中の電流は、50~5000V、好ましくは500~1500Vの範囲のDC電圧またはAC電圧を印加することにより発生させることができる。非導電層の領域内のこの電圧により発生される電界強度は、ガス透過可能な損傷箇所をもたない非導電層の絶縁耐力より小さい。

ガス環境（ガス環境は、ガス放電チャンバおよび試験チャンバの両者または試験チャンバ単独で構成できる）内の圧力は、0.5~50hPa（0.5~50ミリバール）、好ましくは1~4hPa（1~4ミリバール）である。ガス環境には、窒素、貴ガスまたは好ましくは空気を充填できる。

30

【0017】

試験物品は多層複合材で構成でき、かつ導電層および少なくとも1つの非導電層で構成できる。複合材は、複合長さ部材または複合材セクションとして形成することもできる。また、殆ど全ての厚さのフィルムまたは板の形態をなす単一の非導電層が導電層に対向する一方の側にあり、他方の側に対向するガス環境が試験片として適している。この場合、導電層は、金属で作られた板またはポット状の蓋で構成し、これにより試験チャンバを気密状態でシールすることができる。金属板は、一方の側の非導電層に接触でき、または、好ましくは、金属板は、非導電層の一方の側から小さい距離に配置できる。

40

【0018】

また、試験物品は、多層複合材または単一非導電層から作られかつ開口を備えている容器でもよい。このような容器は、例えば、比較的厚く従って剛性のある多層複合材または剛性プラスチックで形成され、ほぼ形状が安定している。或いは、これらの容器は、比較的薄い多層複合材または比較的薄いプラスチックフィルムで形成され、押し潰すことができる。また、非導電性の内側被覆を備えた形状安定性を有する小型金属容器も適している。このような容器は、敏感な医薬品のパッケージングに使用されている。

【0019】

試験チャンバの形状は試験物品の形状に適合できる。試験物品が、例えばシーム並びにフ

50

ランジおよび該フランジを貫通する開口を備えた容器の形状をなす場合には、フランジの領域において、非導電性材料で作られた適合する開口が設けられたサンプルホルダ内にぴったりと配置される。サンプルキャリアは試験チャンバのカバーとして機能し、この中に置かれる容器より極く僅かに大きいことが好ましい。サンプルキャリアは容器を有しかつ電離ガスを容器の外表面から遮断し、従って任意に設けられた導電層から遮断した状態に維持する。対向電極は容器の開口から容器内に押し込まれ、一般に容器および容器フランジの開口の内壁には接触しない。多層複合材の導電層への給電は、サンプルキャリアを介したガス気密態様で案内され、かつ導電層を備えた容器の外表面領域に電離ガスが存在しない環境内で接続される。2層複合材を有し、かつ、金属箔の内面が非導電層としてのプラスチックフィルムで被覆されている容器の場合には、電気は、シームの領域またはフランジの領域における金属箔の外表面に供給される。非導電層としてのプラスチックフィルムの両面に金属箔が被覆された3層複合材を有する容器の場合には、プラスチックフィルムおよび金属層の両者が、例えば、シーム領域において穿孔針態様で給電され、この場合には金属層への電氣的接触が行なわれる。

10

【0020】

試験物品が押し潰し可能な箔袋である場合には、サンプルキャリアと箔袋の外表面との間の自由空間を箔袋の内部と同じガス圧力に維持して、箔袋が試験中に押し潰されない形状を呈するようにする。

任意であるが、試験チャンバ内には、幾つかの容器を互いに隣接させて配置することができる。試験チャンバ内の電離ガス中に発生された試験電流は、試験チャンバ内に配置される各容器について別々に測定されるか、並列回路の場合には、全ての容器と一緒に測定できる。

20

【0021】

試験物品が多層複合材セクションを備えた形態をなしている場合には、複合材セクションを、非導電性材料からなりかつ複合材セクションの寸法に適合する寸法を有する、例えば、ディスク状サンプルキャリアの一方の側に配置する。ディスク状サンプルキャリア、従って該キャリア上に置かれた複合材セクションは適合する相手の部片に対してぴったりと置かれる。相手の部片には開口が設けられ、該開口のサイズは複合材セクションのサイズに適合している。電離ガスは、ディスク状サンプルキャリアに対面する多層複合材の面から遮断された状態に維持される。対向電極は、相手部片の開口に隣接して電離ガスに対面する多レベル複合材の面上に配置される。すなわち、対向電極が多層複合材に接触することはない。電源は、容器の試験と同様な態様で、多層複合材の外方からアクセスできる縁部領域の多層複合材セクションの導電層に接続できる。

30

【0022】

試験部片が複合長さ部材 (composite length) として形成されている場合には、複合長さ部材は、相手部片の開口を通して段階的態様で移動できる。複合長さ部材は、圧力板により、互いに一領域ずつ相手部片に対してぴったり押付けられ、一領域ずつ試験される。対向電極は電離ガスに対面する複合長さ部材の面上に配置される。多層複合材の導電層への給電は、複合長さ部材の縁部または一端で行なわれる。この場合には、試験チャンバ内の電離ガス中に生じる電流が、例えば各場合に、多層複合材の一領域について測定される。この態様で、電離ガスに露出された非導電層の領域において、ガス透過可能な損傷箇所が検出される。

40

【0023】

本発明による方法は、例えば次のようにして実施される。試験物品が試験チャンバ内に置かれる。試験チャンバは所与のガス圧力に真空引きされ、この圧力に維持される。試験チャンバから電氣的にスクリーニングされているガス放電手段によりガスが電離される。ガス放電は、試験チャンバから空間的に分離されたガス放電チャンバ内で行われる。ガス放電チャンバは細いチャンネルを介して試験チャンバに連結されるか、ガス放電チャンバと試験チャンバとの間に導電性ワイヤネットを配置することもできる。両方の場合において、放電が維持されている限り、電離ガスは試験チャンバ内にも存在する。多層複合材の導電

50

層および対向電極には試験電圧が印加される。対向電極は、電離ガスが充填された試験チャンバ内（好ましくは試験物品の近傍）に配置され、容器の形態をなす試験物品内に貫入される。電離ガスを通して試験チャンバ内に流れる電流が測定される。この電流の大きさは、電離ガスに曝されている非導電層に損傷がないことのインジケータである。非導電層がガス透過可能な損傷箇所（ここで、多層複合材の導電層が電離ガスに接触する）を有する場合には、試験電流は、プラスチック層がガス透過可能な損傷箇所を全く含んでいない場合よりも大きくなる。

試験電流回路内のガス圧力および電圧は、非導電層のガス透過可能な損傷箇所での絶縁破壊が生じる値に設定される。これによって、破壊箇所は、ガス透過可能な損傷箇所の位置を容易に特定できるように、例えば黒くして目に見えるようにするか、測定できるように変更できる。

【 0 0 2 4 】

本発明による試験方法は接触することなく作動する。多層複合材の導電層は、実際には、適当な位置（例えば、容器の場合には複合材の縁部、好ましくは、シーム）で、電源に接続される。しかしながら、試験すべき非導電層は、物体（例えば対向電極）または流体（例えば電解液）のいずれにも接触しない。従って、非導電層が物体により損傷を受けることはない。非導電層上に、残留流体が留まることもない。

【 0 0 2 5 】

本発明の方法は、電離ガス、従って、導電性ガス（電解液の代わり）を用いて作動する。ガスは、試験チャンバから電氣的にスクリーニングされているガス放電により発生できる。試験物品はガス放電チャンバの外部に配置され、ガス放電チャンバ内の高電圧電界には露出されない。試験チャンバは、チャンネルのみを介して、電氣的にスクリーニングされたガス放電チャンバに連結されている。または、ガス放電チャンバの電氣的スクリーニングは、試験チャンバに対する閾値で、導電性ワイヤグリッドまたはワイヤメッシュを有している。これらの両方の構成で、ガス放電チャンバ内で電離されるガスは試験チャンバに流入し、かつガス放電がガス放電チャンバ内で維持される限り、対向電極と導電性を試験すべき非導電層との間に空間を維持する。試験電流は、ガス放電チャンバ内でのスクリーニングされた高電圧電界による影響を受けない。

【 0 0 2 6 】

試験物品がガス放電チャンバの高電圧電界内にある場合には、試験電流回路の電流の測定が影響を受け、試験電流回路の構成部品が危険に曝されることがある。また、例えば、非常に薄い非導電層が貫通されかつ損傷を受ける。試験物品を、電氣的にスクリーニングされるガス放電チャンバの外部に配置することにより、このような困難性が回避される。試験チャンバ内のガスはまた、放射線照射からの電離放射によって電離される。この方法は、広範囲の安全措置を必要とするため実用性が低い。

【 0 0 2 7 】

本発明による方法を実施するには、導電層が非導電層の一方の側に配置され、かつガス環境が非導電層の他方の側に配置された構成の装置が適している。また、ガス環境を真空引きする手段が設けられている。ガス放電を生じさせる電極は、ガス環境内に配置される。ガス環境内には対向電極が設けられており、該対向電極は、電圧源および測定装置を備えた試験電流回路を形成している。

【 0 0 2 8 】

本発明による装置の第一実施形態の場合には、ガス環境の一部を形成するガス放電チャンバが設けられている。ガス放電チャンバは、ガス放電を発生させる電極を収容することが好ましい。ガス放電チャンバは、試験チャンバから電氣的にスクリーニングされている。ガス放電チャンバは試験チャンバに連結されており、該試験チャンバは、少なくとも1つのチャンネルを介してガス環境の他の一部を形成している。また、ガス放電チャンバに取付けられる手段が設けられ、該手段は、ガス放電チャンバおよび試験チャンバを有するガス環境を真空引きしかつ該ガス環境内に所与のガス圧力を設定する。試験電流回路は電圧源と、表示装置と、試験チャンバ内に配置される対向電極と、任意であるが保護抵抗とを有

10

20

30

40

50

している。試験電流回路は、非導電層がガス透過可能な損傷箇所を有している場合に、導電層と試験チャンバ内に配置された対向電極との間で電離ガスを通して流れる電流を測定する機能を有している。

【0029】

本発明の装置の他の実施形態では、ガス環境は試験チャンバを有し、該試験チャンバには、試験チャンバを真空引きしかつ該試験チャンバ内を所与の圧力に設定する手段が取付けられる。試験チャンバ内には、電気によりガス放電を発生させる電極が配置されている。また、試験チャンバ内には対向電極が配置されており、該対向電極は、電圧源と、表示装置と、任意であるが保護抵抗とを有する試験電流回路を形成している。該試験電流回路は、非導電層にガス透過可能な損傷箇所が存在する場合に、試験チャンバ内の電離ガスを通

10

って流れる電流を測定する。試験電流回路の表示装置は、所与の電流閾値を超えると、信号を省略するか、トリガ効果を発揮させるスイッチ装置として構成できる。

【0030】

ガス環境を真空引きする手段とは別に、圧力補償容器を設けることができる。該容器の体積はガス環境の体積に比べて大きく、該容器を介して、試験物品交換後のガス環境の迅速真空引きが達成されかつ試験チャンバが開かれる。また、ガス放電チャンバと試験チャンバとを連結するチャンネルには、遮断弁（例えば気密ソレノイド弁）が設けられて、該遮断弁は、試験チャンバが開かれる前に試験物品が交換されるときに閉じられ、試験チャンバを閉じた後に開かれる。

20

【0031】

容器に似た形状をもつ試験物品を覆うための、非導電性材料で作られたサンプルキャリアが設けられている。

試験物品が押し潰し可能容器であって、該容器が押し潰されない状態で試験すべき場合には、容器の外部でかつ容器のカバー内にある自由空間も、ガス環境内の所与の圧力に真空引きすべきである。このため、この自由空間は配管を介して真空引き装置に連結される。いかなる電離ガスもこの配管を通してガス環境から進入しないようにするため、配管には弁を設けることができる。この弁は、各場合において、真空引き過程の終時に閉じられかつ次の真空引きの始動時に試験物品が交換された後に再び開かれる。短い測定サイクルの場合には、容器の外部と容器カバーの内部との間の自由空間に長い真空引き配管を設ける

30

【0032】

ガス放電チャンバおよび試験チャンバの体積はできる限り小さく維持するのが好ましい。また、ガス放電チャンバと試験チャンバとを合計した体積よりも大きい体積を有する均圧化容器を設けることが更に好ましい。この態様では、試験物品の交換後に、試験チャンバ内に特定圧力を迅速に設定でき、数秒間の短いサイクル時間を達成できる。絶縁破壊に対して敏感な薄い非導電層の場合には、ガス環境内に1hPa（1ミリバール）以下の圧力を選択し、試験電流回路に500V以下の電圧選択するのが好ましい。

【0033】

絶縁破壊に対して敏感性が小さい厚い非導電層の場合には、比較的高い試験電圧を選択できる。

40

ガス環境内のガスを電離させるのに、高いDC電圧と高周波数のAC電圧との組合せを使用できる。本発明の方法および装置は、次のような長所を有している。すなわち、例えばフィルムまたは板のような非導電性材料の単一層にあるガス透過可能な損傷箇所は、これらのガス透過可能な損傷箇所が流体密封性を有する場合でも検出できる。

【0034】

多層複合材のうちの非導電性材料の層のみに存在し、導電性材料の層には存在しないガス透過可能な損傷箇所を検出できる。

容器フランジのシームまたは連結箇所は、これらのガス透過可能な損傷箇所が流体密封性

50

を有する場合でも検出できる。

本発明の方法は、容器、または多層複合材、または単一の非導電層の100%検査が可能である。

多層複合材から作られた容器および複合材のセクションまたは長さ部材の形態をなす多層複合材自体のガス透過可能な損傷箇所を試験できる。容器は、押し潰し可能なものまたは形状安定性のあるもののいずれでもよい。

【0035】

本発明の方法は、添加剤（例えば電解液）を用いることなくおよび試験すべき非導電層を電極に接触させることなく実施できる。

本発明の方法は、電解液の補助による検査よりも高感度の検査ができる。

本発明の方法は、ガス環境内に入れられる空気または他のガスを用いて実施できる。

本発明の方法は、平坦なまたは僅かに湾曲した試験物品および実質的に任意の形状の開口および実際に小さい体積をもつ容器に適用できる。

試験物品は、試験後に洗浄または乾燥させる必要がない。

殺菌された試験物品は、試験後に再び殺菌する必要がない。

検査の短いサイクル時間を達成できる。

【0036】

本発明の装置は、完全な自動作業を行なうように構成できる。

本発明の装置は、多層複合材の容器の製造ライン、または各容器の充填ステーションの上流側に配置できる。

ガス透過可能な損傷箇所の発生が少ない場合に、複数の容器を試験チャンバ内に配置しかつ同時に検査するならば、容器の100%検査が加速される。

ガス透過可能な損傷箇所をもつ容器および複合材セクションは、自動的に拒絶される。

非導電層の損傷箇所は、例えば絶縁破壊の結果として黒くなることにより視認できるようになる。

【0037】

本発明の方法では、試験すべき非導電層の非常に小さいガス透過可能な損傷箇所も検出できる。これらの損傷箇所は、例えば、対向電極と多層複合材の導電層との間に導電性媒体としての電解液を使用する他の方法では検出することはできない。

本発明の方法は、電解液を使用する方法に比べて信頼性が高くかつ高感度でもある。電解液を使用する方法は、例えば気泡により妨げられる。気泡はシーム領域にシームを備えた容器の内面に付着しかつ電解液とこれらの箇所でのシームとの間の接触を防止する。気泡が付着するシーム領域でのガス透過可能な損傷箇所の検出は不可能である。

【0038】

（発明を実施するための最良の形態）

以下、添付図面を参照して、本発明による方法および装置を詳細に説明する。

図1には試験チャンバ(1)が示されており、該試験チャンバ(1)は、例えばガラス、セラミックまたはプラスチック等の非導電性材料からなる側壁およびカバーにより包囲されており、かつ容器形試験物品(3)を受入れるための保持装置(2)を収容している。試験物品(3)は、絶縁カバーとしてのサンプルキャリアにより包囲されている。弾性ブラケットの形状をなす保持装置(2)は、絶縁材料からなるサンプルキャリアを把持する。容器形試験物品のフランジまで延びている絶縁カバーにより、容器形試験物品のシームでの横断面縁部（該縁部上に多層複合材の金属層が開口している）が、電離ガスにより空間に関してスクリーニングされる。多層複合材への電氣的接続は絶縁する必要がない。

【0039】

金属断面縁部が開口していない試験物品の場合には、試験物品の電気絶縁カバーは省略できるが、この場合には、金属層複合材への電氣的接続が、電離ガスに関して覆われなくてはならない。試験電流回路の対向電極(5)が、容器形試験物品(3)の口を通して該容器(3)内に突出している。対向電極(5)はハウジングフランジ(6)内に固定されている。サンプルキャリア(4)は、矢印Aで示すように軸線方向に移動できる。これによ

10

20

30

40

50

り、試験ピースをサンプルチャンバ内で容易に変位させかつ容易に交換することができる。試験チャンバ(1)の壁には、試験物品(3)の導電層を試験電流回路に接続する電線を通す電気導管(7)が配置されている。試験電流回路は、保護抵抗を備えた表示装置(8)と、試験電圧源(9)とを有している。

【0040】

ガス放電チャンバ(10)が試験チャンバ(1)に取付けられており、該ガス放電チャンバ(10)は、ハウジングフランジ(6)のチャンネル(11)を介して試験チャンバに連結されている。チャンネル(11)は、例えば、2mmの直径を有している。チャンネル(11)の横断面のサイズは、ガス放電チャンバ(10)の体積に基いて定められる。金属ハウジングフランジ(6)には、ガス放電チャンバ(10)の電気スクリーニングを行なうための金属ハウジング(12)が配置されている。ガス放電チャンバ(10)内には、高電圧発生機(図示せず)に連結された高電圧電極(13)が突出している。

10

【0041】

また、この装置は、真空ポンプ(14)と、該ポンプの遮断弁(15)と、換気弁(16)と、配給弁(dosing valve)(17)と、均圧化容器(18)と、ガス放電チャンバ(10)および試験チャンバ(1)用の遮断弁(19)とを有している。

遮断弁(15)を開きかつ弁(16、17、19)を閉じた後、ポンプ(14)は、閉じられた遮断弁(19)までの均圧化容器(18)および配管の真空引きを開始する。特定圧力の設定は、圧力調整器または所定量で空気を導入する配合弁(17)により行なうことができる。サンプルチャンバ内に試験物品を配置し、試験物品の多層複合材の導電層を取付け、かつサンプルチャンバを密封シールした後、遮断弁(19)を開いた後、極く短時間経過後に、ガス放電チャンバおよび試験チャンバ内に特定圧力を設定する。次に、例えば2.5kVの高電圧が高電圧電極(13)に印加され、かつガス放電チャンバ内のガスが電離される。電離されたガスは、チャンネル(11)を通過して、試験チャンバ(1)および容器形試験物品(3)内に流入する。

20

【0042】

ガス放電チャンバでのガス放電を維持しつつ、試験電流回路内で電離ガスを通過して流れる試験電流が、表示装置(8)で読取られる。試験電流が特定閾値より低い値にある場合には、試験物品は、内部の非導電層内のガス透過性損傷箇所に関して問題がないと考えられる。試験電流が特定閾値を超える場合には、試験物品は欠陥品として拒絶される。

30

次に弁(19)が閉じられかつ高電圧が遮断されて、別の試験物品がサンプルチャンバ内に配置されかつ試験電流回路に接続される。弁(19)が再び開かれ、別の試験物品について試験サイクルが反復される。

【0043】

図2は、上記方法と同様な態様で本発明の方法を実施するのに適した装置の他の実施形態を示すものである。この装置は、試験チャンバ(101)とは別体のガス放電チャンバをもたないことである。試験チャンバの金属ハウジングベース(106)内には高電圧電極(113)が配置されており、試験チャンバから電氣的にスクリーニングされていない。前記チャンバの壁は、例えばガラス、セラミックまたはプラスチック等の非導電性材料を有している。試験チャンバ内には対向電極(105)が突出しており、該対向電極(105)は棒状または板状に形成できる。対向電極は、電圧源(9)と、表示装置(8)と保護抵抗とを備えた試験電流回路内に設けられている。試験物品(103)は単一の非導電層からなり、試験チャンバ内に配置される。この層の一方の側には、ポット状金属蓋の形態をなす導電層(121)が試験チャンバに対向して配置され、他方の側は電離されたガスを入れる試験チャンバの一部である。

40

【0044】

空間(122)が非導電層(103)と試験チャンバの蓋(121)との間に存在し、この空間(122)には、ガス放電により直接電離されないガスが充満される。任意であるが、非導電層(103)の種類によっては、空間(122)は、弁(123)を介して真空引き装置に連結されかつ試験チャンバ(101)と同じ圧力に真空引きされる。

50

【 0 0 4 5 】

空間 (1 2 2) は、残りの部分を無視できるようになるまで、平ディスクの形状をなす試験チャンバ蓋により減らされる。この場合には、任意であるが、空間 (1 2 2) を真空引きする必要はない。

ガス環境 (1 0 1) および任意であるが空間 (1 2 2) を真空引きする手段は、図 1 の実施形態と同様に構成できる。

図 2 による装置では、非導電層 (1 0 3) がガスを透過できる損傷箇所 (該損傷箇所を通過して電離ガスが試験チャンバ (1 0 3) から空間 (1 2 2) 内に流入し、試験電流回路を閉じる) を有している場合には、試験電流回路内に明白な電流が測定される。

【 0 0 4 6 】

表 1 は、複数の試験物品についての測定結果を示すものである。これらの結果は、本発明の方法が、試験物品のガス透過可能な損傷箇所の検出に使用できるものであることを示している。

表 1 には、本発明による方法から得られる測定結果と、電解液として 5 % 食塩溶液 (各容器には該溶液が目一杯に充填されている) を用いて得られた測定結果とが含まれている。この電解液試験では、これまで電離ガスを用いて試験されたのと同じ試験物品が使用された。電解液試験では、多層複合材の導電層と電解液中に浸漬された電極との間のオーム抵抗値が測定された。

容器の損傷を受けていない内面層では、オーム抵抗は無限大になる。しかしながら、損傷を受けていない層の場合でも、電離ガスでは小さい電流が測定される。

【 0 0 4 7 】

電解液を用いた試験では、試験物品 1 ~ 4 のみが欠陥品として評価される。本発明のより高感度な試験では、試験物品 1 ~ 4 以外に、試験物品 7、8、10、13 および 14 も欠陥品として評価される。本発明の方法を用いて試験された試験物品 5、6、9、11、12 および 15 は、欠陥がないものと判断された。

これらの測定を行うのに使用された本発明の装置および観察された散乱電流についての考察によれば、本発明の方法により試験電流回路で約 0 . 4 m A より小さい電流が測定された場合には、試験物品は欠陥がないものと判断された。

【 0 0 4 8 】

【 表 1 】

10

20

30

	電離ガスでの試験	電解液での試験
試験物品番号	試験電流：mA	抵抗：MΩ
1	0.6	2.0
2	3.0	2.5
3	3.0	2.5
4	1.5	2.0
5	0.01	∞
6	0.01	∞
7	3.0	∞
8	4.5	∞
9	0.01	∞
10	0.5	∞
11	0.01	∞
12	0.01	∞
13	5.0	∞
14	1.5	∞
15	0.1	∞

10

20

30

【図面の簡単な説明】

【図1】 容器形試験物品を受入れる保持装置を収容する試験チャンバを示す図面である。

【図2】 本発明の方法の実施に適した他の実施形態による装置を示す図面である。

フロントページの続き

- (74)代理人 100074228
弁理士 今城 俊夫
- (74)代理人 100084009
弁理士 小川 信夫
- (74)代理人 100082821
弁理士 村社 厚夫
- (74)代理人 100086771
弁理士 西島 孝喜
- (74)代理人 100084663
弁理士 箱田 篤
- (72)発明者 ヘニング カルステン
ドイツ 4 5 6 6 3 レックリングハウゼン デュッペルシュトラッセ 8
- (72)発明者 ヴィッテキント ユールゲン
ドイツ 6 0 5 9 6 フランクフルト アム マイン クラナッハシュトラッセ 2 0
- (72)発明者 クラッデルス ヘインリッヒ
ドイツ 4 5 4 6 8 ミュールハイム ルドヴィヒ - ヴォルカー - シュトラッセ 3 0
- (72)発明者 ハウスマン マティアス
ドイツ 4 4 2 8 7 ドルトムント シュヴェルテル シュトラッセ 3 0 6
- (72)発明者 クーネル アンドレアス
ドイツ 6 1 4 4 0 オーベルルセル タウヌスシュトラッセ 7 1
- (72)発明者 レンゲル ハイコ
ドイツ 5 5 2 7 0 オーベル - オルム ビッツェル プファット 1アー

審査官 島田 英昭

- (56)参考文献 国際公開第95/023326 (WO, A1)
国際公開第95/009351 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N27/92

G01M3/40

G01N27/26