

## 透气性测试方法及设备

**摘要:** 本文介绍了透气性测试的发展过程, 详细介绍了透气性测试的两类方法——压差法和等压法, 并对选购相关设备给出了一些建议。

**关键词:** 透气性, 压差法, 等压法, 真空法, 传感器法

包装材料阻隔性能的优劣是决定其使用领域及内容物质量的主要因素之一。渗透通过包装材料的氧气、二氧化碳等气体会显著影响产品的品质, 因此在进行产品的包装设计时需要结合产品预计的保质期选择阻隔性能适当的材料。透气性检测设备是近几年包装材料制造商以及使用商主要选购的高端检测设备之一。

### 1. 透气性测试的发展

透气性测试, 也称作气体阻隔性测试或是气体透过性测试, 主要是考察薄膜、薄片对常见无机气体的阻隔性能, 是材料主要的阻隔性能指标之一。通常检测的是材料的透氧性, 由于气调包装的广泛使用也需对包装材料的二氧化碳、氮气透过性能进行检测。

透气性测试方法可分为压差法 (Differential-pressure method) 与等压法 (Equal-pressure method)。广泛使用的是压差法, 可分为真空压差法和正压差法 (体积法)。随着微量氧探测技术的发展, 微量氧传感器逐步应用在材料的透氧性测试领域中, 即透气性测试中的传感器法, 利用不同的气体传感器可以检测不同气体对材料的渗透性能, 目前对氧气和二氧化碳的传感器法检测工艺已经成熟。另外还可以利用气象色谱法检测材料的透气性。传感器法和气象色谱法都可归为透气性测试的等压法。

### 2 压差法

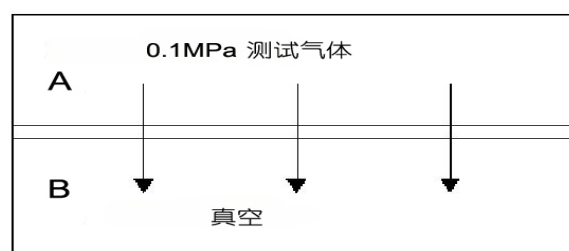


图 1. 真空法测试原理图

真空法是压差法中最具代表性的一种测试方法。它的测试原理（见图 1）是利用试样将渗透腔隔成两个独立的空间，先将试样两侧都抽成真空，然后向其中一侧（A 高压侧）充入 0.1MPa（绝压）的测试气体，而另一侧（B 低压侧）则保持真空状态，试样两侧形成 0.1MPa 的测试气体压差。测试气体渗透通过薄膜进入低压侧并引起低压侧压力的变化，用高精度真空规测量低压侧压力的变化量就可以利用公式计算得到测试气体的气体透过量（GTR）。相关标准有 ISO 2556、ISO 15105-1、ASTM D 1434（M 法）、GB 1038、JIS K 7126（A 法）等。ISO 15105-1 提供的气体透过量（GTR）计算公式如下：

$$GTR = \frac{V_c}{R \times T \times p_u \times A} \times \frac{dp}{dt}$$

式中：V<sub>c</sub>——低压侧的体积；

T——试验温度（热力学温度）；

p<sub>u</sub>——高压侧的气体压强；

A——有效渗透面积；

dp/dt——当渗透状态稳定后，在低压侧单位时间内压强的变化量；

R——气体常数。

真空法是采用负压差方法来实现试样两侧 0.1MPa 的压差，当然也可以通过正压差的方法来实现，最常用的正压差法是体积法。由于体积法无需对渗透腔抽真空，也不用进行真空度的保持，所以降低了设备制造及试验的难度。相关的测试标准有 ASTM D 1434（V 法）等。

压差法对测试气体的通用性非常好。由于膜技术理论的支持，真空法在透气性测试中一直作为基础方法使用，科研检测机构多采用这种方法。随着真空规检测技术的进步、以及高真空技术在设备设计上的应用，大大提高了设备的检测精度以及测试数据的重复性。它的突出优点是能够通过一次测试得出材料的渗透系数、扩散系数、溶解度系数 3 项阻隔性指标。

在选购真空压差法透气性测试设备时，需要注意以下参数指标：测试腔能达到的真空度、真空规的精度及量程、“空白试验”数据及测试数据重复性，以及设备是否具备自控温功能。测试腔真空度不但体现了所采用真空泵的抽真空能力，还体现了测试腔体以及相关管路的密封性能，如果机械结构中存在泄漏点，则试验结果将会受到严重的干扰，无法体现材料的真实阻隔性。如果只有某一次试验

达不到要求的真空度,极有可能是由于试样装夹密封不当所引起的。标准要求真空规的精度应不低于 6Pa,目前比较优秀的真空规的分辨率是其满量程的 0.1%,由于测试元件的分辨率都要优于它的测试精度,因此真空规的量程一般要小于 6kPa。“空白试验”数据以及测试数据的重复性是衡量设备经各种因素影响的综合指标,试验环境的温湿度控制情况对测试结果也有影响,尤其是温度对阻隔性测试的影响最为显著,可以参阅 2005 年 1 月 17 日及 2 月 21 日兰光实验室论坛文章。选购正压差法设备时,由于这种方法无须抽真空,因而只需要关注压力传感器的精度和量程、“空白试验”数据以及测试数据的重复性等指标就可以了。

### 3 等压法

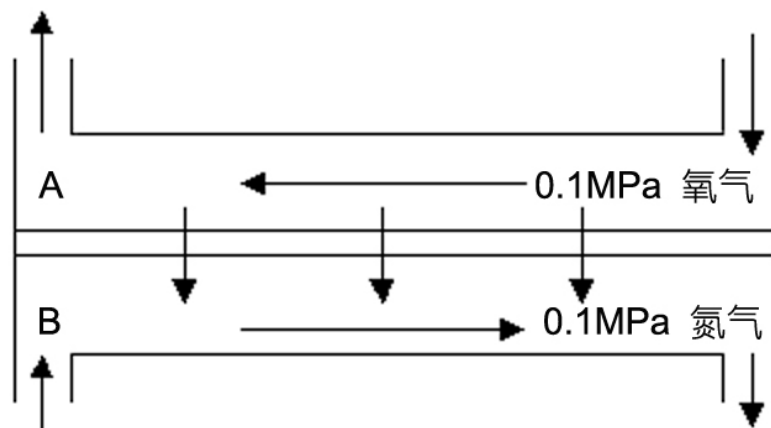


图 2. 传感器法测试原理图

目前用于包装材料透气性检测的等压法主要是传感器法,它以检测材料的透氧性为主,该方法对试验气体有选择性,测试原理(参见图 2)如下:利用试样将渗透腔隔成两个独立的气流系统,一侧为流动的测试气体(A,可以是纯氧气或是含氧气的混合气体),另一侧为流动的干燥氮气(B)。试样两边的压力相等,但氧气分压不同。氧气在浓度差作用下透过薄膜进入氮气流,被送至氧传感器中,由氧传感器精确测量出氮气流中携带的氧气量,从而计算出材料的氧气透过率。传感器法设备在正式试验之前需要使用标准膜进行设备标定,确定设备的校正因子,并将它用于正式试验的计算中。传感器法的相关标准有 ISO 15105-2, ASTM D 3985, ASTM F 1927, ASTM F 1307 等。ISO 15105-2 提供

的氧气透过量 ( $O_2GTR$ ) 计算公式如下:

$$O_2GTR = \frac{k(U - U_0)}{A} \times \frac{p_a}{p_0}$$

式中:  $U$ ——试样测试时的输出电压信号;

$U_0$ ——电压零信号;

$k$ ——设备的校正因子;

$p_a$ ——环境大气压;

$p_0$ ——测试气体中的氧气分压差;

$A$ ——有效渗透面积。

在检测材料的氧气透过率时使用的是氧传感器, 只能对氧气的渗透性进行分析, 由于氮气作为载气用于输送渗透通过试样的测试气体, 所以目前利用这种测试结构检测氮气透过率还是无法实现的。

传感器法是随着氧探测器技术的不断成熟而出现的。相对于真空法测试, 它的试验时间有一定的缩短, 更常用于国际贸易中高阻隔性材料的检测。另外, 由于使用的传感器属消耗型元件, 所以设备标定所得的校正因子并不是长期有效的, 需要根据要求进行周期性设备标定。当传感器的损耗达到一定程度时必须更换, 因此传感器法设备的检测成本比压差法设备的检测成本要高一些。不同厂商的设备其传感器的使用寿命会有较大差别, Labthink TOY-C1 所采用的氧传感器在正常使用情况下预计能够使用 12—30 个月, 算是使用时间比较长的了。等压法在测试试样两侧保持常压, 使得试样两侧的压力相等, 这给容器透气性检测奠定了基础, 可避免由于容器壁两侧压差过大导致容器爆裂的情况。ASTM F 1307 是检测容器透氧性的测试标准, 它与 ASTM D 3985 (检测薄膜、薄片的透氧性) 对设备结构的设计以及氧传感器的使用方式相近, 将容器检测附件拆卸之后, 同一款设备完全可以按照 ASTM D 3985 进行薄膜、片材的透氧性测试。目前市场上已经有几款同时具有容器、薄膜透氧性检测双重功能的检测设备, 如 Labthink TOY-C1 容器/薄膜透氧仪。

#### 4 测试设备的选择

压差法和等压法的测试原理不同, 测试条件不同, 试验结果的单位也不相同 (压差法单位是:  $\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot 0.1\text{MP}$ , 等压法单位是:  $\text{cm}^3/\text{m}^2 \cdot \text{d}$ ), 所以由这两种方法得到的未经校正的原始数据,

从理论上说不具备可比性。但通过使用标准膜标定等压法设备并将校正因子用于正式试验后，压差法和等压法的试验结果就可以比较了。

在我国，压差法设备的市场占有率要远高于等压法设备，这一方面是由于我国现行标准中仅采用压差法检测材料的透气性，另一方面也是与压差法的深厚理论基础有关。在欧洲、日本，尽管在这些地区两种透气性检测方法都得到认可，但压差法设备更受科研、检测机构的青睐。

有时，选购者在选购透气性测试设备时无法判定哪一类测试设备更贴近自己的实际检测用途，这里给出一些建议，希望能够给有意选购透气性检测设备的人士提供一些帮助。首先，一般对于研究机构（如研究所、高等院校等）多选购真空压差法设备，这类设备可同时检测材料的渗透系数、扩散系数、溶解度系数，对材料渗透性能的研究有一定的指导意义，而且压差法设备对测试气体的通用性非常好。其次，对于充气、气调等包装来讲，包装材料的实际使用环境更接近等压法的测试环境，但对真空包装材料还是使用真空压差法检测更优，因为真空包装材料的使用环境与真空压差法的试验环境更加接近。再看测试对象的集中性和测试频率，如果检测项目专一而且测试频率不高，如仅检测透氧性，可考虑采用等压法的透氧仪；如果检测项目类别较多（像材料对氧气、氮气、二氧化碳的阻隔性），就需要采用压差法设备；如果测试频率较高，也可考虑采用压差法设备，因为等压法设备的传感器是消耗型的，检测任务越多，使用时间越短，而且更换传感器所需费用较高，压差法设备的检测成本相对要低一些。