

一种透气性测试装置

康亚芬, 汪仁煌, 蔡建新, 王蓉芳

(广东工业大学 自动化学院, 广东 广州 510090)

摘要: 对材料透气性的国标压差测试法进行探讨, 设计了一种透气性装置, 给出了系统的软件测试界面和透气性检测流程, 介绍了装置的压力检测、温度检测以及温度的控制方法. 通过氮气透过性试验测试气体透过量、气体渗透系数受环境温度的影响, 列出了装置实验的试验曲线.

关键词: 薄膜; 透气性; 压差法; 测试装置

中图分类号: TP206

文献标识码: A

文章编号: 1007-7162(2009) 01-0051-04

软包装材料透气性的测试研究在包装测试中是非常重要的. 按照迁移理论, 气体分子之所以能透过塑料薄膜, 是因为气体分子被薄膜吸附后, 分子受到高分子材料内的化学势能驱动, 因而在高分子材料内部移动, 最后从另一边释放出来(称“解吸附”). 气体透过薄膜的通量取决于薄膜横截面上的分压力梯度. 因此, 人们通常都是通过测试塑料薄膜两边的压差来确定其透气性能^[1]. 国外的公司设计了各种透气性装置, 具有代表性的如: 德国 BRUGGERF 公司生产的 GDP-C 气体透过率测试仪; 美国膜康公司(MOCON)的测试仪; 丹麦 PBI Damsensor 公司生产的 LYSSY L100-5000 全自动气体渗透分析仪. 这些进口产品投资大, 而且测试标准不一样. 我国国家标准所规定的是用压差法测试塑料薄膜的透气性^[2]. 本文对压差测试法中的各个环节进行了探讨和研究, 设计了一种透气性测试装置, 并通过试验证实了该装置的实用性.

1 透气性测试原理

气体对正常的塑料薄膜的透气性, 从热力学观点来看, 是单分子扩散的过程, 如图 1 所示, 即气体

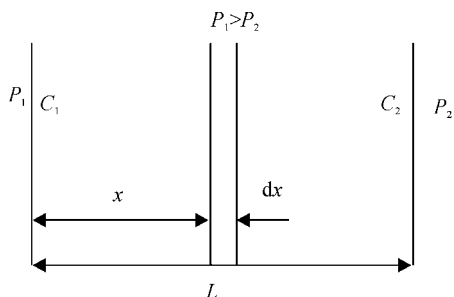


图 1 塑料薄膜的透气过程

在高压侧的压力作用下先融解于塑料薄膜内表面, 然后气体分子在塑料薄膜中从高浓度向低浓度扩散, 最后在低压侧向外散发. 可是从化学动力学的观点来看这一过程却比较复杂, 因为这一反应是由若干个基元反应组成的. 若塑料薄膜两侧保持一个恒定的压力差, 气体将以恒定的速率透过薄膜^[3]. 设塑料薄膜厚度为 L , 薄膜高压侧气压是 P_1 , 溶于薄膜中的气体浓度是 C_1 , 低压侧气压是 P_2 , 溶于薄膜中的气体浓度是 C_2 . 根据费克第一扩散定律(Fick's first law of diffusion), 单位时间、单位面积的气体透过量与浓度梯度成正比, 即

$$q = -D \frac{dC}{dx} \quad (1)$$

式中, q 为在单位时间、单位面积内的气体透过量; D 为扩散系数; dC/dx 为浓度梯度.

根据亨利定律(Henry's law), 在一定温度下, 气体或水蒸气溶解在包装材料中的浓度 C 与该气体的分压力 P 成正比, 即

$$C = SP, \quad (2)$$

式中, C 为气体浓度; S 为溶解度系数; P 为分压力.

将式(2)代入式(1)积分求得

$$q = DS \frac{(P_1 - P_2)}{l}. \quad (3)$$

令 $P_g = DS$ 为透气系数, 由式(3)得透气系数为

$$P_g = \frac{ql}{P_1 - P_2}. \quad (4)$$

式中, P_g 为透气系数; l 为试样的厚度; P_1 为透气室高压侧气压; P_2 为透气室低压侧气压.

收稿日期: 2008-09-27

作者简介: 康亚芬(1983-), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为微型计算机控制.

2 测试方法的选择

目前,国内的透气性能检测仪器大多采用常压压差法与真空压差法检测.对于真空压差法,装置的气密性要求非常高,透气性测试仪需要配备抽真空能力较高的真空泵.由于真空度的高低与试样的状态直接相关,因此,能否达到标准要求的真空度会对测试数据产生一定的影响.其次,真空规 (Vacuum Gauge)精度直接影响测试结果的精度,而且精度的选择会对真空规的量程有一定限制^[4].所以本装置在设计中采用了常压压差法,在测试室中充入一个大气压的气体,而高压室则充入两个大气压的测试气体.这样,既能满足国标规定的一个大气压的压差,又避免了抽真空可能导致的外界气体进入低压室.由常压法得到的气体透过量计算公式如下:

$$Q_g = \frac{\Delta p}{\Delta t} \times \frac{V}{S} \times \frac{T_g}{p_g T} \times \frac{24}{(P_1 - P_2)}$$

(5)

式中, Q_g 为材料的气体透过量, $\text{cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot \text{d} \cdot \text{Pa})$; $\Delta p / \Delta t$ 为在稳定透过时,单位时间内低压室气体压力变化的算术平均值, Pa/h ; V 为低压室体积, m^3 ; S 为试样的试验面积, m^2 ; T 为试验温度, K ; $P_1 - P_2$ 为试样两侧的压差, Pa ; T_g, p_g 为标准状态下的温度和压强.

3 压力检测设计

装置采用上下气腔的组合设计,用压力传感器检测下气腔的压力,差压传感器检测上下气腔之间的压差.测试气体从高压侧透过薄膜传到低压侧,在透气性测试过程中,当上下气腔之间的差压增大时,透气量有增大的趋势.

压力测试实时曲线图如图 2 所示.

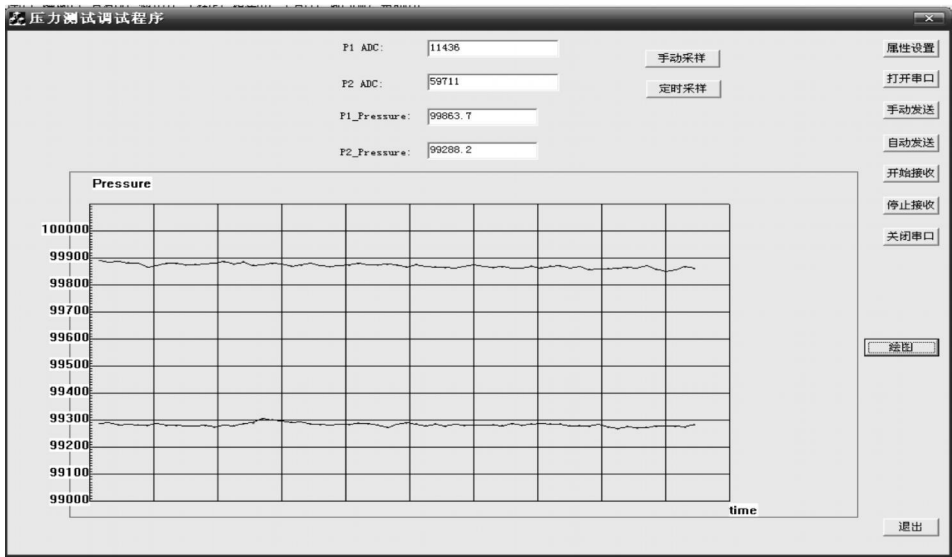


图 2 上下气腔压力显示界面

4 温度检测及控制的设计

透气性实验过程中,无机气体对聚合物的渗透过程受温度波动的影响较明显,为使实验得到可靠、准确的参数值,需要在恒温环境下测试各种参数,因此系统需要较高精度的温度控制系统.装置采用一种基于 MSC1210 的高精度温度测量系统,采用 MSC1210 集成芯片,内带高精度的基准源以及 24 bit 高精度 A/D 转换器,设计了一种改进型的比例测量电路,并采用适当的抗干扰措施,实现了温度的高精度测量.对于温度控制装置应用了一种基于 PWM 控制的温度控制系统的设计和实现方法.控制

算法为智能 PID 恒温控制,结合运用半导体制冷技术,为测试提供均匀的恒温环境,达到了实用的控温效果,温度控制系统图如图 3 所示.

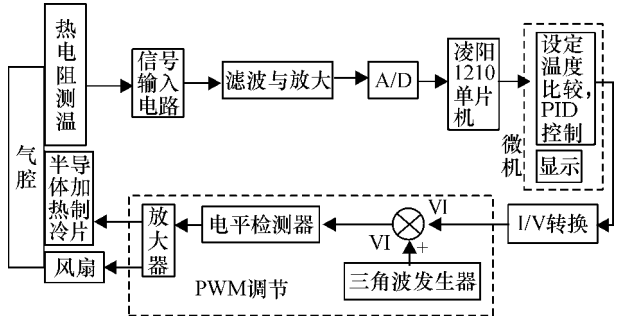


图 3 温度控制硬件组成框图

5 系统装置与工作流程

透气性测试装置设计原理如图 4所示。

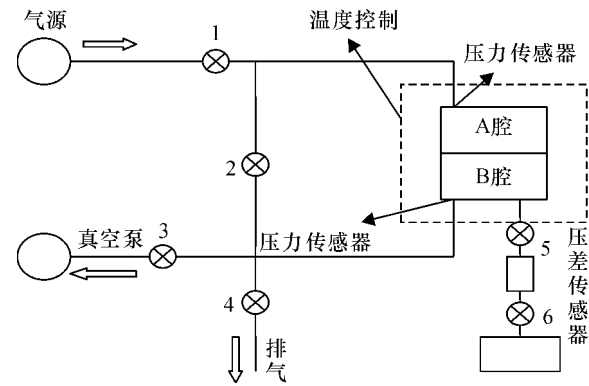


图 4 透气性测试系统工作原理

该装置对塑料薄膜的透气性检测流程如下：

1)系统上电复位, 3号、2号电子阀打开, 真空泵抽空上下气腔 10 m in, 3号、2号电子阀关闭 (抽气 10 m in是为了排除其他气体, 并可使气室干燥, 因湿度对薄膜的透气性有影响);

2)1号、2号电子阀打开, 气源给上下气腔充气到 1个表压, 1号、2号电子阀关闭;

3) 4号电子阀打开, 下气腔 B稳定到常压 3 s, 4号电子阀关闭;

4) 1号电子阀打开, 气源给上气腔 A 稳定供气到 1个表压, 1号电子阀关闭;

5) 5~ 10 m in后, 打开 4号电子阀 1 s 平衡 B腔至常压, 4号电子阀关闭 (等 5~ 10 m in 是预透气过程, 剔除开始试验时的非线性阶段; 电子阀打开 1 s这是一个经验时间, 使如因压差而产生形变的薄膜回复);

6) 1号、6号、5号电子阀打开, 气源稳定给 A腔供气, 开始检测。

6 测试结果

PC 机 V isual C ++ 软件界面设计如图 5所示, 测试数据图形实时显示, 试验文件、数据的数据库存储、打印、查询、参数设置一目了然。用氮气在此薄膜透气性测试装置中进行了大量的实验, 随机抽取一组数据如表 1所示。

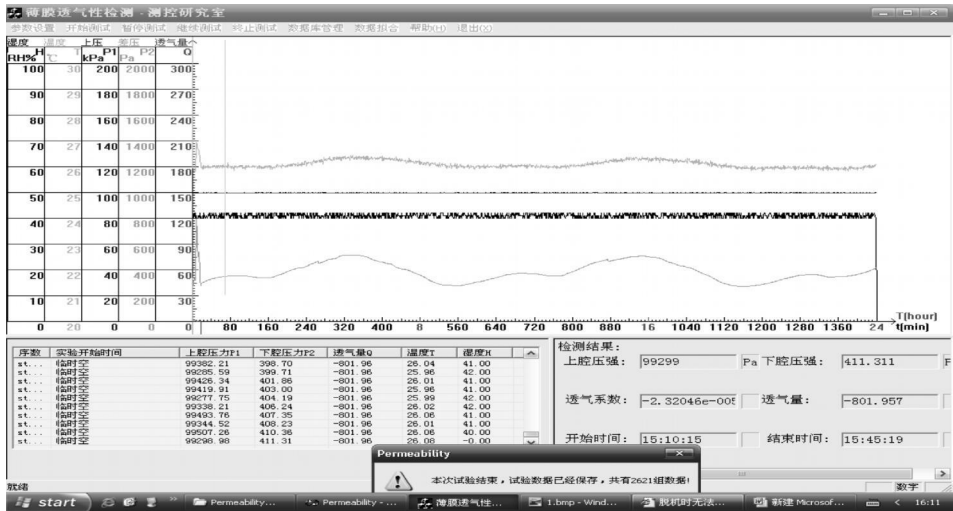


图 5 薄膜氧气渗透量与温度曲线

表 1 薄膜的氮气渗透测试表

温度 /℃	湿度(23℃) /%	上腔压强 /Pa	下腔压强 /Pa	氮气 GTR/[$\text{m}^3 \cdot (\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot 0.1 \text{ MPa})^{-1}$]	氮气渗透系数 p
25	42.00	99 841.5	245 903	152.996	4.42694×10^{-6}
26	41.00	99 299.0	411.311	801.957	2.32046×10^{-5}
27	42.00	99 856.9	358.094	172.194	4.98242×10^{-6}

透气性试验的影响因素较多, 例如传感器的精度、有效量程、系统泄露、试验环境等, 其中试验环境

的波动、试样脱气状态和系统的泄露的影响较为显著。采用基于 PWM 的模糊 PID 温度控制方法实现了测试环境对温度的要求, 试验结果达到了预期目标。

7 结论

本文设计开发的透气性测试装置能适用于包装行业薄膜、复合膜、薄片等包装材料、以及聚合物产

品的氧气、氮气、二氧化碳等气体透过率的测试. 装置采用计算机全自动监控, 实现了测试数据图形实时显示, 实验文件存储、打印, 查询方便, 参数设置简洁, 测试稳定可靠. 如果选择更合适的传感器、准确计算有效量程, 并考虑试验环境和压差法本身的影响, 将进一步提高测试精度.

参考文献:

[1] 赵江. 压差法是药品用软包装材料透气性测试的首选方

法 [J]. 全球软包装工业, 2007(9): 111-112

[2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 19789-2005 包装材料塑料薄膜和薄片氧气透过性试验, 库仑计检测法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005

[3] 徐梅林. 衡量透气性测试的两项指标 [J]. 广东包装, 2005(2): 55-56

[4] 张红普. 软包装材料的透气性测试与控制的应用 [J]. 广东包装, 2003(5): 4-5

Permeability Measurement Equipment

Kang Ya-fen, Wang Ren-huang, Cai Jian-xin, Wang Rong-fang

(Faculty of Automation, Guangdong University of Technology, Guangzhou 510090, China)

Abstract It introduces the national standard pressure test and designs permeability measurement equipment. It has provided the system's interface, permeability testing process, the detection of pressure, temperature detection, and the design of the temperature control. Through the test of nitrogen gas, the data have been obtained and the test curve of the experimental device has been displayed.

Key words membrane, permeability, differential-pressure method, measurement equipment

简讯

我校《工业工程》被教育部评为优秀科技期刊

由教育部科技司举办的“第二届中国高校精品·优秀·特色科技期刊”评比活动已于 2008 年评比结束并公布结果, 我校主办的《工业工程》被评为“中国高校优秀科技期刊”. 这是我校《工业工程》学术期刊继 2004 年获教育部“全国高校优秀科技期刊奖”之后再次获得的全国性奖项.

本次评比全国共评出精品科技期刊 76 种, 优秀科技期刊 118 种, 特色科技期刊 53 种. 其中广东省获精品科技期刊 5 种, 优秀科技期刊 6 种, 特色科技期刊 4 种.

《广东工业大学学报》编辑部