

研究进展

基于压差法的薄膜透气性测试装置研究现状

刘孝锋^{1,2}, 汪仁煌¹

(1. 广东工业大学, 广州 510090; 2. 泉州师范学院, 泉州 362000)

摘要: 分析了国内外基于压差法的塑料薄膜透气性测试装置的研究现状, 总结了影响满足国家标准要求的透气性测试装置测试性能的主要因素。指出了单密封结构的测试装置难以满足高阻隔性薄膜透气性的测试要求, 提出了合理处理高阻隔性薄膜透气性测试问题的途径。

关键词: 薄膜; 透气性; 测试装置; 高阻隔性

中图分类号: TB484.3; TS807 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2011)09-0115-04

Research Status of Film Permeability Test Device Based on Differential Pressure Method

LIU Xiao-feng^{1,2}, WANG Ren-huang¹

(1. Guangdong University of Technology, Guangzhou 510090, China; 2. Quanzhou Normal University, Quanzhou 362000, China)

Abstract: Research status of plastic film permeability test device based on differential pressure method at domestic and abroad was reviewed. The main factors influencing test performance of test device meeting national standard were analyzed. It was concluded that single-sealed structure can not meet the requirements of high barrier film permeability test. The way to deal with the measurement of high barrier property test was proposed.

Key words: film; permeability; test device; high barrier

由于塑料薄膜和薄片等软包装材料具有成本低、质量轻、加工易的优点, 在食品、药品等各种日用产品包装中具有广泛的应用。根据不同的工程和应用需要, 对塑料薄膜和薄片等软包装材料的阻隔性要求不同, 有时需要阻隔氧气的高阻隔性, 以防止氧气的侵入, 有时需要透氧性较好的低阻隔性, 以利于包装内外氧气的交换^[1-2]。以透氧量为例, 一般把 $0 \sim 5 \text{ cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 0.1 \text{ MPa} \cdot \text{d})$ 为高阻隔, $5 \sim 200 \text{ cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 0.1 \text{ MPa} \cdot \text{d})$ 之内为中阻隔, $200 \text{ cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot 0.1 \text{ MPa} \cdot \text{d})$ 以上为低阻隔。高阻隔性的塑料薄膜主要用于真空绝热材料、显示器用的密封薄膜、特殊药品、牛奶和保鲜膜等包装领域; 中阻隔性的塑料薄膜主要用于一般食品、药品的包装领域; 低阻隔性的塑料薄膜主要用于需要蒸煮消毒但无需透气性能要求的包装领域。塑料薄膜和薄片等软包装材料的透气性能直接影响其包装产品的质量, 特别是在医药行业, 我国药品制

造厂生产许可证的一项重要技术指标就是是否具备塑料薄膜和薄片透气性能的测试能力^[5-6]。为了更好地把塑料薄膜和薄片等软包装材料应用于不同的包装行业中, 需要对塑料薄膜和薄片等软包装材料的透气性能进行测试。对此, 早在 1970 年, 我国就提出了 GB/T 1038-70 塑料薄膜透气性试验方法。根据新的具体需要和计算机水平的快速发展, 国家于 2000 年又对原 GB/T 1038-70 国家标准进行了修改, 目前执行的 GB/T 1038-2000 塑料薄膜和薄片气体透过量试验方法——压差法, 就是原 GB/T 1038-70 的修改版^[7]。

1 国内外研究现状

目前, 处理塑料薄膜透气性测试的方法有压力法(压差法和等压法)、浓度法、体积法、气相色谱法和热

收稿日期: 2011-03-11

作者简介: 刘孝锋(1973-), 男, 湖南人, 博士生, 泉州师范学院讲师, 主要从事计算机测控技术研究。

传导法。根据不同的测试方法,国内外已研制出类型不同的塑料薄膜透气性测试装置。其中压差法是塑料薄膜透气性测试中的首要方法^[8]。国际上基于压差法的薄膜透气性测试标准有 ASTM D1434, ISO 15105-1, ISO 2556-2001, JIS K7126 等,我国执行的标准为 GB/T 1038-2000。

相对而言,国外的软包装材料基于压差法的透气性测试技术发展早,其相应的透气性装置发展也较为成熟。芬兰推出的新型纸张透气度测量仪,它能在检测抄纸过程中纸幅的透气性能,使用该透气度测量仪,取代纸产品的实验室检测方法,既可提高测试效率和节约测试成本,也可便于测试管理^[9]。德国 BRUGGER 公司生产的 GDP-C 气体透过率测试仪,既能检测气体的透过性能,也能检测气体的扩散系数和溶解度。丹麦 PBI Dansensor 公司也生产了 LYSSY L100-5000 全自动气体渗透分析仪。二者都满足 ASTM D1434 标准,比较而言,LYSSY L100-5000 的灵活性比 GDP-C 更好,但 GDP-C 能测试的参数比 LYSSY L100-5000 多,而且适合于一些有毒气体、潮湿气体等特殊气体透气性能的检测。日本“东洋精机”公司生产了塑料薄膜透气性能测试仪^[1-2]。这些基于压差法的测试装置有相似之处:一是其校正仪器一般使用标准物质,由于标准物质保存要求较为严格,因此校准相对比较困难,符合各自标准的测试装置对测试性能的测试结果可比性不强,而且都需要比较长的测试时间,价格也较高昂;二是其测试容器由试验气体腔体和测试腔体组成,试验气体腔体设有高压室,测试腔体设低压室,高压室导入一个大气压的气体,低压室抽成真空,低压室的泄漏直接影响测试装置的测试结果^[6,10-11]。

由于压差法仍然是软包装材料透气性测试的首要方法,我国积极引进国际先进标准,制定了新的 GB/T 1038-2000 塑料薄膜和薄片气体透过量试验方法——压差法,与国际上现有的压差法薄膜透气性测试标准 ASTM D1434, ISO 15105-1, ISO 2556-2001, JIS K7126 等相比,其主要的检测性能指标完全与它们相同。国内的软塑包装行业正积极研制薄膜透气性测试装置,以替代高昂的进口产品。国内山东济南兰光于 2002 年开发出了一款基于压差法原理的塑料薄膜透气性能测试仪,该仪器已用于包装行业薄膜、复合膜、薄片等包装材料的氧气、氮气和二氧化碳等气体透过率的测试。直到今天,为满足各种不同的

包装需要,以济南兰光和广州标际等为龙头的软包装基地和包装厂仍然大力发展和研究透气性测试装置。国内已研制出满足国标而型号不同的薄膜透气性测试装置。其测试数据准确性、数据稳定性以及检测精度等测试性能与国外先进的同类产品已达同一水平^[12-13]。目前,国内的基于压差法的薄膜透气性测试装置往往采用常压压差法与真空压差法,即“2”,“1”压差法与“1”,“0”压差法。“2”,“1”压差法是在塑料薄膜的高压侧加 2 个大气压,低压侧为常压状态,通过长时间透气检测薄膜的气体透过量和透气系数。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,但这与薄膜在真空包装、常压下使用有差别,与实际使用情况不符。“1”,“0”压差法是在塑料薄膜高压侧加一个大气压,低压侧干燥后抽真空,通过长时间透气检测薄膜的气体透过量和透气系数。满足 GB/T 1038-2000 的这种真空压差法,对测试装置的气密性要求非常高^[14]。为了减少系统泄漏对测试结果的影响,一些研究结构通过测试与被测气体质量数不同但化学性质相同的同位素气体透气性,来推算测试气体透气性,但需要特殊的同位素测试气体^[15]。

2 影响基于压差法透气性测试装置性能的因素

由于 GB/T 1038-2000 明确规定:测试时,真空泵对测试装置低压侧的真空抽至 27 Pa 以下。系统的泄漏对测试的结果影响很大,泄漏越小,测试结果越精准,反之,测试结果越粗糙,塑料薄膜的阻隔性越高。对测试装置的气密性程度要求越高;同时国标 GB/T 1038-2000 规定的透气性测试方法对温度的控制也有较高的要求,因此影响透气性测试装置测试结果的因素有很多,如测试装置的密封性能、测试环境的温度、真空泵的量程与精度、高低压检测装置的量程与精度(特别是真空规的量程、精度及稳定性)和温度传感器的精度与稳定性等。其中,真空泵、真空规和温度传感器的规格直接影响透气性测试装置的测试结果,通过提高它们的精度和稳定性,可以直接提高透气性测试装置的精准度。但以目前的真空技术能力,必然会导致其测试成本的剧烈增长。

在密封材料和密封技术一定的情况下,影响测试装置的密封性能的关键因素是其密封结构。在温度

传感器一定的情况下,要使测试环境的温度达到国标要求,需要采用合适的恒温控制技术。目前透气性测试装置采用单层密封结构,其优点是结构简单,缺点是气体的泄漏量相对较大,引起压强的变化也会相对较大,针对高阻隔性薄膜的测试,其密封性能很难到达工程应用要求;另外,由于透气性测试装置的温度控制系统是一种具有纯滞后特性的非线性时变惯性系统,针对工程中的这种纯滞后惯性系统的控制问题,尽管目前有较多的理论成果,比如把传统的 Smith 预估补偿控制与智能控制相结合^[16-19]、预测控制理论与智能控制相结合^[20-31]、传统的 PID 控制与内模控制、预测控制、模糊控制等相互结合^[32-40],这些理论都得到了相当程度的应用,能解决某一些纯滞后惯性系统的控制问题,但在具体的工程应用中,纯滞后惯性系统的控制问题仍然是难题之一。

基于此,国内满足 GB/T 1038-2000 要求的薄膜透气性测试装置仍然难以直接较精准测试高阻隔性塑料薄膜的透气性^[13]。

3 合理处理高阻隔性薄膜透气性测试问题

利用基于压差法的薄膜透气性测试装置对高阻隔性薄膜的透气性进行测试,要求其测试装置具有很好的密封性能,国内外目前的单密封结构的测试装置已难以满足需要,有必要进行多层密封结构设计的理论研究。尽管透气性测试装置密封的层次越多其气密性相对会越好,但其结构将越复杂^[41-44],需要根据实际应用要求研究合适层次的密封结构,比如对双层密封结构和三层串联密封结构因泄漏而引起的压强变化规律的研究,然后再根据具体的工程应用与限制,对密封结构进行进一步的优化,以得出符合国标气密性要求的最优密封结构。另外,透气性测试中测试结果受温度影响很大,需要合适的恒温环境。目前获得恒温的方式常常有采用半导体进行恒温控制、通过水流进行恒温控制及采用温度补偿方法进行恒温控制等等。考虑到透气性测试装置系统的具体特点,可采用半导体作为温控元件,其体积小、重量轻,可以通过改变半导体的通电电流方向来改变半导体制冷或制热模式,另外半导体制冷器是固体化电子器件,可微型化和易于实现高精度的温控^[45-47]。由于透气性装置的温度控制系统是一种具有纯滞后特性的非线性时变惯性系统,要使系统获得满意的温控效果,

有必要对透气性测试装置测试腔的传热模型进行较深入的研究,分析建立传热模型的可行性,并以此为基础,深入研究既能补偿该系统温度的纯滞后和惯性,又能在线辨识参数的恒温控制算法。比如先建立测试装置密封结构传热模型,再以此模型作为预测模型进行预测控制算法设计,以处理该系统的纯滞后与惯性,使整个测试装置系统达到预期的恒温状态。

4 结语

介绍了塑料薄膜和薄片气体透过量实验的用途和首要方法,分析了国内外基于压差法的透气性测试装置的研究现状,提出了影响透气性测试装置性能的几个因素,需要合理处理高阻隔性薄膜透气性测试问题。以目前的真空技术和密封技术能力,不急增加测试成本,可通过改变单密封结构设计和合适的恒温控制技术,来研制满足国标要求且能直接较精准测试高阻隔性薄膜透气性的测试装置。

参考文献:

- [1] 苏远,赵德坚.压差对塑料薄膜透气性能的影响[J].包装工程,2003,24(3):49-53.
- [2] 苏远.塑料薄膜透气性能的测试[J].中国包装工业,2003(2):44-45.
- [3] 涂志刚,吴曾青,麦堪成.阻隔性塑料包装薄膜的发展[J].包装工程,2003,24(6):1-13.
- [4] 史兆侠.阻隔性塑料包装的最新应用[J].国外塑料,2008(11):76-77.
- [5] 周加彦,赵江.正确认识材料的阻隔性[J].包装工程,2007,28(8):238-239.
- [6] 康亚芬,汪仁煌.透气性测试技术研究[D].广州:广东工业大学,2009.
- [7] GB/T 1038-2000,塑料薄膜和薄片气体透过量试验方法——压差法[S].
- [8] 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].中国制药装备,2008(2):30-32.
- [9] 蒋忠道.芬兰开发出新型透气度测量仪[J].造纸信息,2007(7):35.
- [10] 判上诚司,市田郁.透气性测试装置[Z].日本烟草产业株式会社.(余不详)
- [11] 姜允中.气体阻隔性检测装置:中国,200820174120.3 [P].2009-07-22.
- [12] 王蓉佳,赵江,张为胜.阻隔性检测设备发展现状[J].塑料包装,2010(1):23-26.

- [13] 张为胜. 隔阻性测试技术最新进展[J]. 塑料包装, 2007(3): 25-29.
- [14] 康亚芬, 汪仁煌, 蔡建新, 等. 一种透气性测试装置[J]. 广东工业大学, 2009(1): 51-54.
- [15] 越后纪康, 奥村英树. 透气性测量方法及透气性测量装置: 中国, 200310124712. 6[P]. 2004-07-07.
- [16] 孙建平. 大纯滞后系统的模糊-Smith 控制及参数优化[J]. 仪器仪表学报, 2006, 27(4): 427-429.
- [17] TIAN F, WANG H H. A Kind of Fuzzy-Smith Control for the Long Time-delay System[J]. Industry Instrument and Automation, 2004(1): 36-38.
- [18] 刘川来. Fuzzy-Smith 控制器在蒸汽煅烧炉温控中应用[J]. 微计算机信息, 2006, 22(12): 34-36.
- [19] 季春光. 基于神经网络的时变大滞后系统的 Smith 预估控制[J]. 哈尔滨工业大学学报, 2003, 35(3): 303-306.
- [20] 席裕庚. 预测控制性能研究的新进展[J]. 控制理论与应用, 2000, 17(4): 469-475.
- [21] 华志刚, 吕剑虹. 状态变量与预测控制在 600MW 机组再热汽温控制中的研究与应用[J]. 中国电机工程学报, 2005, 25(12): 103-107.
- [22] 杨鹏. 基于 RBF 神经网络的改进多变量预测控制[J]. 控制工程, 2009, 16(1): 39-41.
- [23] 张燕, 王繁珍. 基于递归神经网络的多变量系统预测控制[J]. 南开大学学报(自然科学版), 2006, 39(1): 49-53.
- [24] 张日东, 王树青. 基于神经网络的非线性系统多步预测控制[J]. 控制与决策, 2005, 20(3): 332-336.
- [25] 王国玉. 预测函数及应用研究[J]. 系统仿真学报, 2002, 14(8): 1087-1091.
- [26] 张泉灵, 王树青. 化学反应温度跟踪预测函数控制的研究与应用[J]. 控制理论与应用, 2001, 18(4): 559-563.
- [27] 宁瑾. 多变量一阶加纯滞后系统的预测函数控制[J]. 信息与控制, 2007, 36(6): 702-707.
- [28] GALLESTEY E, STOTHERT A, ANTOINE M, et al. Model Predictive Control and the Optimization of Power Plant Load While Considering Lifetime Consumption[J]. IEEE Trans Power Systems, 2002, 17(2): 186-191.
- [29] 郑威, 石红瑞. PI 型广义预测控制算法在模拟氯化聚乙烯生产温度控制中的应用[J]. 化工自动化与仪表, 2009, 36(1): 23-26.
- [30] 张云广, 沈炯. 基于多模型切换的过热汽温广义预测控制[J]. 华东电力, 2009, 39(1): 164-168.
- [31] 周猛飞, 王树青. 先进控制技术在延迟焦化装置的应用[J]. 化工自动化与仪表, 2009, 36(1): 79-82.
- [32] 王蕊, 苗宝增. 啤酒发酵过程 P-Fuzzy-PI 结合 Smith 预估补偿控制[J]. 酿酒科技, 2007, 156(6): 65-67.
- [33] 刘红军. 时变大滞后系统的自适应灰色预测 PID 控制[J]. 华北电力大学学报, 2004, 31(5): 44-47.
- [34] 孙慧, 张燕. 大滞后非线性系统 PID 型多步预测控制[J]. 河北师范大学学报, 2007, 31(6): 734-737.
- [35] 李华, 侯岩松. 不稳定大时滞过程的串级 PID 控制[J]. 电机与控制学报, 2006, 10(6): 601-604.
- [36] 李学明, 李志军. 电厂过热汽温系统 DMC-PID 控制仿真研究[J]. 热力发电, 2005(2): 24-26.
- [37] 刘娜, 汪仁煌. 薄膜透气性测试中基于半导体的恒温控制[J]. 广东工业大学学报, 2008(1): 69-70.
- [38] REZNIK L, BOURMISTROV A. PID Plus Fuzzy Controller Structures as a Design Base of Industrial Applications[J]. Engineering Application of Artificial Intelligence, 2000, 13(4): 419-430.
- [39] HU B G, GEORGE K I, RAYMOND G. New Methodology for Analytical and Optimal Design of Fuzzy PID Control[J]. IEEE Trans on Fuzzy Systems, 1999, 7(5): 521-538.
- [40] AVISIOLO. Tuning of PID Controllers with Fuzzy Logic[J]. IEEE Proc Control Theory Application, 2001, 148(1): 1-8.
- [41] DANIELS C C, OSWAKI J J. Experimental Investigation of Elastomer Docking Seal Compression Set Adhesion, and Leakage[R]. NASA/TM-2008-215023, 2008. (余不详)
- [42] KATUSUBE T J, LSSLER D R. Texture Characteristics of Tight Formations with Hydrocarbon Seal and Leakage Mechanisms[R]. 2008 CSPG CSEG CWLS Convention. (余不详)
- [43] 刘阳. 双密封结构的泄漏理论及其应用研究[J]. 中国空间科学技术, 2003(6): 38-45.
- [44] 刘阳. 多极串联密封系统泄漏仿真与实验研究[J]. 真空科学与技术学报, 2005(2): 127-133.
- [45] 徐德胜. 半导体制冷与应用技术[M]. 第 2 版. 上海: 上海交通大学出版社, 1999.
- [46] 于繁迪. 基于半导体制冷器的小型黑体参考源设计[J]. 激光与红外, 2008, 38(1): 44-46.
- [47] 肖建军. 半导体制冷控温酶反应检测仪[J]. 仪器仪表学报, 2002, 23(6): 551-555.