

增重法与减重法在不同包装材料中的应用

陈欣¹, 于佳佳¹, 管善国², 陈曦¹

(1. 济南兰光机电技术有限公司, 济南 250031; 2. 济南市计量检定测试院, 济南 250002)

摘要: **目的** 探究基于称重法原理的增重法与减重法在不同包材领域内的应用范围。**方法** 避免人工、环境等引入测试误差导致的对比偏差, 采用透湿试验腔内自动称量的智能检测仪器, 依据 ASTM E96 标准方法中的增重法与减重法, 测试并比较在不同温湿度实验条件下塑料薄膜、纸铝塑复合膜、人造皮革、无纺布等 7 种不同材质与阻湿性样品的水蒸气透过率。**结果** 纸铝塑复合膜、人造皮革及无纺布样品分别利用增重法和减重法所测得的水蒸气透过率结果有明显差别, 而其余 4 种样品差值不明显; 人造皮革样品的增重法实验结果高于减重法的结果, 而纸铝塑复合膜及无纺布这 2 种样品的结果则相反。**结论** 增重法与减重法在测试水蒸气透过率时并非在任何条件下均适用于所有包装材料, 应根据样品的材质、结构、使用环境条件及实际用途等因素合理选用增重法或减重法进行检测。

关键词: 增重法; 减重法; 称重法; 水蒸气透过率; 包装材料; 自动称量

中图分类号: TB487; TB484 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2018)01-0097-04

Application of Desiccant Method and Water Method in Different Packaging Materials

CHEN Xin¹, YU Jia-jia¹, GUAN Shan-guo², CHEN Xi¹

(1. Labthink Instruments Co., Ltd., Jinan 250031, China;

2. Jinan Institute of Measurement and Verification, Jinan 250002, China)

ABSTRACT: The work aims to study the application of desiccant method and water method based on the principle of gravimetric method in the field of different packaging materials. The compared deviation caused by the test error induced by the manpower, environment and other factors was avoided. An intelligent detection instrument which comprised automatic weighing in the water vapor permeability test chamber was adopted. According to desiccant method and water method of ASTM E96, the water vapor transmission rate of seven kinds of different materials and moisture retardant samples at different experimental temperatures and humidity, including plastic film, paper-aluminum-plastic composite film, artificial leather and non-woven fabric were tested and compared. For samples of paper-aluminum-plastic composite film, artificial leather and non-woven fabric, there was significant deviation of results measured respectively in desiccant method and water method, but no obvious difference for other four samples. For artificial leather sample, the test result of desiccant method was obviously greater than that of water method, but the result was opposite for paper-aluminum-plastic composite film and non-woven fabric. The desiccant method and water method cannot be applied to all packaging materials in any condition for the testing of water vapor transmission rate. The desiccant method or water method should be selected reasonably based on some factors, such as the sample material, structure, operation conditions and actual application.

KEY WORDS: desiccant method; water method; gravimetric method; water vapor transmission rate; packaging material; automatic weighing

包装材料的水蒸气透过率反映其阻湿性, 根据不同, 选择不同材质与结构的包装材料来满足相应的水蒸气透过率指标^[1-2], 因此, 如何根据应用条件

及材质情况有效并精确测试各类包装材料的水蒸气透过率指标是包装材料检测领域内极为重要的技术问题, 这种市场需求推动了相关检测方法的研究和发展。

收稿日期: 2017-02-13

作者简介: 陈欣 (1984—), 女, 工程师, 主要研究方向为包装材料与内容物的相容性。

依据国内外广泛采用的标准方法,包装材料水蒸气透过率的测试主要分为称重法^[3-5](又称杯式法)、电解传感器法^[6-7]、湿度传感器法^[8-9]与红外传感器法^[10-11]。称重法是通过试样的两侧(透湿杯内、外)形成一定的环境湿度差后实现水蒸气渗透,再称量透湿杯质量变化,得到样品的水蒸气透过率^[12-13],而上述3种传感器法均先采用参考膜对测试仪器进行校准后,再利用水蒸气与传感器之间的物理或化学反应产生的电信号测试出相应样品的水蒸气透过率^[6-11],因此称重法在众多行业领域内被看作仲裁方法^[14]。另外,称重法克服了传感器法的弊端,例如测试原件易损耗、使用一段时间后会出误差、测试范围窄(测试上限为1000 g/(m²·d))等,可测试各类材质水蒸气透过率,最高测试上限可达10 000 g/(m²·d)。然而,传统称重法的测试过程为人工手动进行,低效且存在一定的误差,因此,这里摒除人工、环境等引入的测试误差,为了保证有效的对比性,采用透湿试验腔内自动称量的智能检测仪器进行测试,并比较使用增重法与减重法测试不同材质与应用环境下样品的水蒸气透过率,探究增重法与减重法在不同包装材料应用领域内的使用范围。

1 实验

1.1 方法与原理

现行以称重法为原理的水蒸气透过率测试标准(GB 1038—1988与ISO 2528—1995)中仅规定了增重法,无减重法相关要求,并且发布实施年数较为久远,未根据不断发展的检测需求进行更新。文中研究依据最新的ASTM E96—2016标准中规定的增重法、减重法这2种称量方法对样品进行实验。

增重法,即透湿杯内侧为干燥环境(通常为干燥剂,环境相对湿度约为0%),外侧为加湿环境,水蒸气的渗入引起透湿杯质量增加。减重法则相反,透湿杯内侧为高湿环境(通常为蒸馏水,环境相对湿度为100%),外侧为低湿环境,实验过程中透湿杯质量减轻。如测试环境相对湿度为90%实验条件下的水蒸气

透过率,则增重法与减重法的透湿杯内环境相对湿度分别为0%,100%,测试腔内环境相对湿度分别为90%,10%。具体原理见图1。

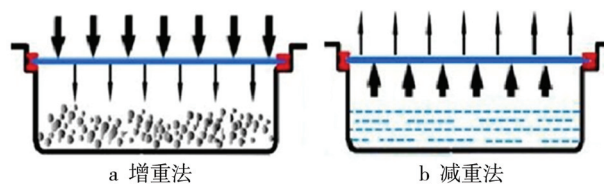


图1 称重法原理

Fig.1 Principle of gravimetric method

1.2 试样及设备

为了验证增、减重法对不同范围水蒸气透过率样品的应用情况,共选用聚氯乙烯(PVC)片材、纸铝塑复合膜、聚氨酯(PU)薄膜、聚碳酸酯(PC)薄膜、人造皮革、光伏用PVF薄膜、无纺布这7种不同材质与结构的样品,包含高、中、低各类阻隔材料以及水蒸气透过率高于1000 g/(m²·d)的非阻隔类材料。为了消除不同设备在控温、控湿、称量等方面的差异对实验结果的影响,确保2种称重法在水蒸气透过率方面的可比性,以W3/062水蒸气透过率测试系统作为实验设备,试样处理及裁取依据ASTM E96—2016中的相关规定执行。

在进行实验之前,采用标准砝码将智能检测仪器的结果偏差及稳定性与传统人工检测进行对比,确定其是否满足测试需求,见表1—2。对比表1与表2中的校准偏差、平均偏差(反映精度)及方差(反映稳定性)可以看出,智能检测设备称量结果的精度与稳定性均可满足研究的需求。

1.3 条件

因高湿实验时水蒸气透过率易出现偏差,同时为了验证湿度与温度的变化是否对增重法与减重法实验结果存在影响,参考ASTM E96—2016,文中研究选定的实验条件分别为温度为23℃、相对湿度为90%(条件1),温度为38℃、相对湿度为70%(条件2),温度为38℃、相对湿度为90%(条件3)。

表1 自动化设备测试结果的分析
Tab.1 Analysis on the test results of automatic equipment

标准砝码 质量/g	自动化设备测试结果与标准砝码之间的差值($\times 10^{-4}$)/g					校准偏差最大 绝对值($\times 10^{-4}$)	平均偏差 ($\times 10^{-4}$)	方差 ($\times 10^{-4}$)
1	1	-1	0	1	1	1.00	0.72	0.80
10	-2	-2	1	-1	1	2.00	1.28	1.36
50	2	1	1	-2	1	2.00	1.04	1.36
100	1	1	-2	0	-1	1.00	1.04	1.17
200	-1	0	1	-2	-1	1.00	0.88	1.02

表 2 传统人工称量结果的分析
Tab.2 Analysis on the test results of traditional manual weighing

标准砝码 质量/g	传统人工称量结果与标准砝码之间的差值($\times 10^{-4}$)/g					校准偏差最大 绝对值($\times 10^{-4}$)	平均偏差 ($\times 10^{-4}$)	方差 ($\times 10^{-4}$)
1	3	10	-8	6	-9	10.0	7.12	7.61
10	13	-11	8	14	-14	14.0	11.6	12.1
50	-14	6	13	-8	11	14.0	10.1	10.7
100	3	-12	9	7	-8	12.0	7.84	8.33
200	11	7	-8	-11	4	11.0	8.08	8.59

2 结果与讨论

测试不同材质与结构的 7 种样品在 3 种实验条件下的增重法与减重法的水蒸气透过率结果(每个结果为相应条件下 3 组平行测试数据的平均值),见表 3。

表 3 7 种不同样品水蒸气透过率测试结果对比
Tab.3 Comparison of test results of water vapor transmission rate of seven different samples $g/(m^2 \cdot d)$

样品 名称	试验方法	条件1	条件2	条件3
PVC 片材	增重法	0.631	0.965	1.314
	减重法	0.616	0.974	1.268
	差值(绝对值)	0.015	0.009	0.046
纸铝 塑复 合膜	增重法	0.476	0.409	0.481
	减重法	0.539	0.621	0.663
	差值(绝对值)	0.063	0.212	0.182
PU 薄膜	增重法	2.301	5.269	6.901
	减重法	2.257	5.083	6.903
	差值(绝对值)	0.044	0.186	0.002
PC 薄膜	增重法	12.171	16.882	22.936
	减重法	11.988	16.667	22.463
	差值(绝对值)	0.183	0.215	0.473
人造 皮革	增重法	20.309	43.217	59.112
	减重法	12.476	21.369	29.345
	差值(绝对值)	7.833	21.848	29.767
光伏 用PVF 薄膜	增重法	17.612	47.017	64.360
	减重法	17.343	48.276	62.407
	差值(绝对值)	0.269	1.259	1.953
无纺布	增重法	1008.026	2541.097	3647.023
	减重法	1219.113	2905.523	4328.708
	差值(绝对值)	211.087	364.426	681.685

从表 3 可看出,在以上 7 种包装材料样品中,纸铝塑复合膜、人造皮革及无纺布在 3 种实验条件下采用增重法和减重法所测试得到的水蒸气透过率结果有明显偏差,差值(绝对值)均大于所测水蒸气透过率的 10%,已超过通常方法比较所要求的 $\pm 10\%$ 偏差指标,特别是纸铝塑复合膜和人造皮革甚至超过了

20%的偏差;其余 4 种样品 2 种称重法之间的差值不明显,差值占比低于 5%。其中,人造皮革样品采用增重法测试的结果高于减重法结果,而纸铝塑复合膜及无纺布这 2 种样品则相反,但在实际测试过程中纸铝塑复合膜减重法数据平行性差于增重法数据。由此,初步分析增重法适合用于中高阻隔性的包装材料的检测,例如在环境温度为 23 °C、相对湿度为 90%的条件下,测试水蒸气透过率低于 15 $g/(m^2 \cdot d)$ 的阻隔性材料时,结果较为稳定。在测试类似无纺布等水蒸气透过率较大的样品时,因透湿杯内干燥剂吸附量有限,吸附能力随着水蒸气透过的增加而逐渐衰减,因此,在测试低阻隔或水蒸气透过量较大的样品时,容易引起数据误差。同时,随着温湿度的上升,水蒸气透过率增大^[15],从无纺布样品可以看出,增重法与减重法测试数据随着温湿度升高均在增大,但差值也愈来愈明显,也进一步说明了对于水蒸气透过率较大的样品,增重法透湿杯内的干燥剂吸附能力更易趋向于饱和,测试数据偏差更大。虽然相关增重法的现有标准方法中规定了在干燥剂所吸附的水分超过其初始质量的 10%前应中止实验或更换干燥剂,但这种极限值无法准确测定,需要经验者很好的判断。由此,减重法更适合用于测试低阻隔或水蒸气透过率较大的包装材料,另外,对于因温湿度增大导致透过率明显增大的包装材料,也应该根据实际情况优先选用减重法。

减重法因其所使用的透湿杯内为长时间的饱和和水蒸气环境,始终在相对湿度为 100%的环境下,不存在增重法干燥剂吸附饱和的问题,通常可用于各类阻隔性样品的测试。该研究中的纸铝塑复合膜的减重法测试数据平行性较差,以环境温度为 23 °C、相对湿度为 90%条件为例,相应 3 组平行试样测试数据分别为 0.719, 0.381, 0.517 $g/(m^2 \cdot d)$,平均偏差约为 30%,因此该法不适合测试自身材质吸湿性较高且吸湿面积不均匀的样品,例如纸铝塑材料、其他吸湿性较强的塑料材料或水溶性薄膜等。由此可见,增重法与减重法在测试包装材料水蒸气透过率时并非完全等同,应根据样品具体材质、结构、使用环境及实际用途等因素合理选用增重法或减重法进行检测。

3 结语

为了消除因设备、人工测试过程、实验环境变化引入的误差,选用智能检测设备探究应如何合理选择不同性能包装材料水蒸气透过率的测试方法。研究发现,对于低阻隔或水蒸气透过率较大的包装材料,减重法更适用于测试,增重法更适合测试自身材质吸湿性较高且吸湿面积不均匀的样品,对于其他中高阻隔且非吸湿性的材料,这2种方法均可采用。另外,GB 1037—1988以及ISO 2528—1995中仅要求增重法测试包装材料的水蒸气透过率,而忽略了减重法的必要性,因此相关方法标准亟待修订更新。增重法与减重法在水蒸气透过率测试领域中的共存发展与应用,将对包装材料的监测、质量提升及创新起着至关重要的作用。

参考文献:

- [1] 陈守江,王海鸥,张李阳. 果蔬平衡调湿包装设计及其试验验证[J]. 农业工程学报, 2014, 30(19): 309—315. CHEN Shou-jiang, WANG Hai-ou, ZHANG Li-yang. Design of Equilibrium Modified Humidity Package for Postharvest Fruits and Vegetables and Validation Test[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering, 2014, 30(19): 309—315.
- [2] 宋树鑫,梁敏,王羽,等. 聚乳酸/SiO_x薄膜的制备及对气体的透过性和选择性[J]. 高分子材料科学与工程, 2016, 32(11): 135—139. SONG Shu-xin, LIANG Min, WANG Yu, et al. Preparation of Poly(L-lactic Acid)/SiO_x Film and Its Gas Permeability and Permselectivity[J]. Polymer Materials Science and Engineering, 2016, 32(11): 135—139.
- [3] GB 1037—1988, 塑料薄膜和片材透水蒸气性试验方法 杯式法[S]. GB 1037—1988, Test Method for Water Vapor Transmission of Plastic Film and Sheet: Cup Method[S].
- [4] ISO 2528: 1995, Sheet Materials: Determination of Water Vapor Transmission Rate-gravimetric (Dish) Method[S].
- [5] ASTM E96/E96—2016, Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials[S].
- [6] GB/T 21529—2008, 塑料薄膜和薄片水蒸气透过率的测定 电解传感器法[S]. GB/T 21529—2008, Determination of Water Vapor Transmission Rate for Plastic Film and Sheeting: Electrolytic Detection Sensor Method[S].
- [7] ISO 15106-3: 2003, Plastics-film and Sheeting: Determination of Water Vapor Transmission Rate, Part 3: Electrolytic Detection Sensor Method[S].
- [8] GB/T 30412—2013, 塑料薄膜和薄片水蒸气透过率的测定 湿度传感器法[S]. GB/T 30412—2013, Determination of Water Vapor Transmission Rate for Plastic Film and Sheeting: Humidity Detection Sensor Method[S].
- [9] ISO 15106-1: 2003, Plastics-film and Sheeting: Determination of Water Vapor Transmission Rate, Part 1: Humidity Detection Sensor Method[S].
- [10] GB/T 26253—2010, 塑料薄膜和薄片水蒸气透过率的测定 红外检测器法[S]. GB/T 26253—2010, Determination of Water Vapor Transmission Rate for Plastics: Film and Sheeting-infrared Detection Sensor Method[S].
- [11] ISO 15106-2: 2003, Plastics-film and Sheeting: Determination of Water Vapor Transmission Rate, Part 2: Infrared Detection Sensor Method[S].
- [12] BIFANI V, RAMÍREZ C, IHL M, et al. Effects of Murta Extract on Gas and Water Vapor Permeability of Carboxymethylcellulose-based Edible Films[J]. LWT-Food Science and Technology, 2007, 40(8): 1473—1481.
- [13] KOŁODZIEJSKA I, PIOTROWSKA B. The Water Vapor Permeability, Mechanical Properties and Solubility of Fish Gelatin-chitosan Films Modified with Transglutaminase or 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl) Carbodiimide (EDC) and Plasticized with Glycerol[J]. Food Chemistry, 2007, 103(2): 295—300.
- [14] 张目清. 透湿杯测试称重法的现状分析以及发展趋势[J]. 包装工程, 2008, 29(6): 209—210. ZHANG Mu-qing. Analysis of the Current State and Development Trend of Gravimetric Method of Moisture Permeability Test[J]. Packaging Engineering, 2008, 29(6): 209—210.
- [15] 范昌改,帅茂兵,周元林,等. 气体分子在 Parylene AF4 和 Parylene AF8 中的渗透行为数值模拟研究[J]. 功能材料, 2014, 45(8): 97—101. FAN Chang-gai, SHUAI Mao-bing, ZHOU Yuan-lin, et al. Numerical Simulation Study on the Penetration of Gas Molecules in Parylene AF4 and Parylene AF8[J]. Journal of Function Materials, 2014, 45(8): 97—101.