

## 阻隔性检测及设备使用的注意事项

**摘要:** 本文对在本次塑料包装材料阻隔性能测试能力验证项目中出现的一些具体测试问题进行了总结,并结合实际设备研发和使用经验对于这些存在问题给予解决方法和建议。

**关键词:** 氧气透过量, 水蒸气透过量, 测试环境, 称重法, 渗透平衡

至今,“塑料包装材料阻隔性能测试——氧气透过量和水蒸气透过量的测试”实验室能力验证项目已经告一段落,通过本次能力验证国家认证认可监督管理委员会(CNCA)圆满地实现了对我国阻隔性检测行业的能力摸底。然而,在本次能力验证中还暴露出了一些在当前阻隔性检测上普遍存在的问题,部分实验室更是因为没有充分认识到这些问题而致使其测试数据被判为“离群”或“可疑”。在此我们对于这些问题进行一下总结。

### 1. 明确阻隔性检测的试验条件

受常规检测项目的误导,有些试验人员误认为 23℃的试验条件也通用于阻隔性检测。实际上,在进行氧气透过量和水蒸气透过量检测时需要完全执行测试方法标准,并采用标准中的试验条件。但是标准中所规定的试验条件有时也不止一种。例如对于水蒸气透过量检测,ISO 2528 中规定的标准试验条件有以下 5 种: 25±1℃、90±2% RH; 38±1℃、90±2%RH; 25±1℃、75±2% RH; 23±1℃、85±2%RH; 20±1℃、85±2% RH。但是 ISO 15106 系列标准中给出的试验条件却是以下 5 种: 25±0.5℃、90±2%RH; 38±0.5℃、90±2%RH; 40±0.5℃、90±2%RH; 23±0.5℃、85±2%RH; 25±0.5℃、75±2% RH。而国标 GB/T 1037 中给出的标准试验条件为 38±0.6℃、90±2%RH; 23±0.6℃、90±2%RH。还有几个水蒸气透过量检测标准中规定的试验条件与以上标准要求都不一致,例如 ASTM E96。不考虑温湿度控制误差的差别,对比可见只有 38℃、90%RH 这个试验条件是满足各个水蒸气透过量检测标准要求的。对于氧气透过量检测也存在类似的情况。因此,在综合考虑各个检测标准的要求后,通常采用 23℃、0%RH 作为氧气透过量检测的试验条件,而采用 38℃、90%RH 作为水蒸气透过量检测的试验条件,但是它们与 GB/T 2918 所规定的标准实验室环境(23℃、50%RH)都不一致。

由于环境温湿度变化会对材料的性能带来影响,同时会显著影响阻隔性检测数据,因此参照国家标准统一试验条件是开展本次能力验证项目的前提。本次能力验证中特别注明要在 23℃、0%RH 的条件下检测材料的氧气透过量,在 38℃、90%RH 的条件下检测材料的水蒸气透过量。部分实验室就是由于没有把握好试验条件,使得实际试验条件与检测要求不一致而致使给出了可疑甚至离群的结果。对于这种情况,这些实验室只要更正了试验条件就能

得到满意的测试结果。

## 2. 非自动称重法检测设备的误差分析

在本次能力验证中, 共有 67 家实验室参加水蒸气透过量测试 (其中提供有效测试数据的有 66 家), 只有 10 家实验室未采用称重法检测设备 (其中有 6 家采用红外线传感器法设备、4 家采用电解传感器法设备), 其中实验室间离群的仅有 2 家, 均非采用称重法设备。尽管从第一次总体测试数据统计结果上看, 在本次能力验证的水蒸气透过量测试中被判为实验室内离群和可疑的实验室多数采用的是称重法检测设备, 但是对于实验室采用设备进行细分后可知使用非自动称重法设备与使用全自动称重法设备的实验室检测情况相差很大。

使用非自动称重法设备的实验室, 其实验室间比对情况是无离群实验室, 但是占可疑实验室总数的 50%, 其实验室内比对情况是占离群实验室总数的 87.5%, 占可疑实验室总数的 62.5%。然而采用全自动称重法设备的实验室无实验室间、内离群的情况, 仅有 3 家实验室的测试数据被判为实验室内可疑(其中还掺杂着试验条件的影响)。因为没有一家采用基于称重法测试原理设备的实验室被判为实验室间离群, 可知称重法检测设备 (无论是全自动检测还是非自动检测) 的系统误差都是在国家认可的范围内。而非自动称重法设备的测试误差却显著影响其测试精度, 因此使用这类检测设备的实验室被判为实验室内离群的数量占到全部离群数量的 87.5%。

称重法是透湿性测试的基础方法, 其测试数据是其他方法数据的基础, 而以增重法为代表的非自动称重法的测试误差是无法避免的, 所以大力发展减重法测试并选择全自动称重法检测设备是称重法唯一的发展方向。过去由于检测方法单一, 使得非自动称重法设备的测试误差表现没有这么突出, 不过随着其它全自动检测设备的广泛使用, 使得非自动称重法检测设备的缺点更加明显。使用非自动称重法检测设备的参加实验室在本次能力验证中所出数据都不理想, 被判为可疑甚至离群的实验室总数占采用非自动称重法设备实验室总数的 52.2%, 这个惊人的数据使得该方法设备的使用现状引起了广泛的关注, 同时也为今后各类检测机构、实验室进行阻隔性设备选购提供了可借鉴的宝贵资料。

## 3. 氧气透过量测试的稳定判断及试验条件

当前用于氧气透过量测试的方法主要有压差法和等压法两类, 压差法的应用更加广泛。在本次能力验证中有 69 家实验室参加氧气透过量测试, 其中只有 13 家实验室采用等压法检测设备。影响氧气透过量测试数据的因素较多, 按照测试方法的不同而有差异。

首先对于压差法, 需要特别注意的是系统所能达到的真空度以及抽真空的时间。试验证明, 抽真空时间过短会影响试验结果。这一方面是由于在试验的过程中, 真空管路的“出气”被算作渗透通过试样的测试气体 (压力传感

器不区分气体的种类), 导致测试数据偏大, 而且测试数据不稳定(重复性不好)。另一方面由于材料虽然进行过预处理, 但是材料表面仍会存在一些杂质并有气体渗入其中, 抽真空时间的长短会影响材料表面杂质以及渗入其中的气体的排除程度。抽真空越彻底, 排除效果越好, 测试数据越稳定。试验腔的体积与抽真空所需的时间有关, 体积缩小, 则所需的抽真空时间也会缩短, 但是对于真空法设备, 当抽真空时间太短时, 系统保压难度较大。透气性检测标准中对于抽真空时间以及系统所应达到的真空度是有明确要求的, 例如国标 GB/T 1038 中要求在真空系统达到标准所要求的真空度(27Pa)后要再持续抽真空 3 小时以上。由于擅自缩短抽真空时间而导致的测试数据离群或可疑的实验室通过延长抽真空时间就可以获得准确而满意的测试数据。

对于等压法来讲, 需要特别注意测试系统的吹扫以及渗透平衡的判定。系统吹扫是将载气引入传感器中持续吹扫以使系统内部的氧含量达到极低的状态, 吹扫的情况可以影响测试精度, 是传感器法测试中非常关键的一步。测试标准中对于系统吹扫时间的要求非常明确, 一般认为至少需要数小时。与压差法不同, 由于标准中相关判定方法的欠缺目前等压法中渗透平衡的判定还完全依赖于试验人员的观察。实际经验表明, 进入试验状态后测试时间越长, 测试数据的稳定性越好, 而在刚刚进入试验状态不久的时间点上取得的试验结果往往会与试样达到渗透平衡的真实试验数据有一定的差距。可见如果渗透是否达到稳定仅仅依靠操作者主观判断的话, 会显著影响测试数据的准确性, 这直接导致了等压法测试数据可能因人而异的现状。在此只能建议尽可能延长测试时间, 尤其是对于高阻隔试样的检测。

## 4. 总结

以上几个问题在本次能力验证中表现比较突出, 然而, 由于阻隔性检测试验是一项比较微观的检测, 因此还有一些事项在具体的试验操作中应引起重视, 例如试样装夹的情况, 等压法吹扫时间的确定, 透湿杯操作、试样准备, 以及对于损耗性传感器的有效保护等等。可喜的是, 通过本次能力验证项目, 多数应注意的操作问题已得到有效解决, 其它问题也已经引起操作人员的密切注意, 这为今后规范操作步骤、降低人为操作误差、统一测试数据做好了铺垫。