

称重法透湿仪的突破

摘要: 本文介绍了称重法的测试原理, 并对早期称重法设备检测数据的主要影响因素进行了分析, 详细介绍了当前的全自动减重法透湿仪的改良和检测突破。

关键词: 称重法, 透湿性检测, 减重法

1. 称重法

使用分析天平称量装夹有试样的透湿杯质量的变化是称重法 (Gravimetric Method) 的检测机理。由于水蒸气相对透湿杯透过的方向不同, 称重法有增重法 (Desiccant Method) 和减重法 (Water Method) 两种, 它们的测试原理相同, 但测试环境不同。增重法 (参见图 1) 的透湿杯中放有干燥剂, 可认为透湿杯内部为 0%RH, 进行试验的恒温恒湿箱的环境为 38/90; 减重法 (参见图 2) 中透湿杯内盛有蒸馏水或饱和盐溶液, 如果使用蒸馏水可以认为透湿杯内部为 100%RH, 进行试验的恒温恒湿箱的环境为 38/10。

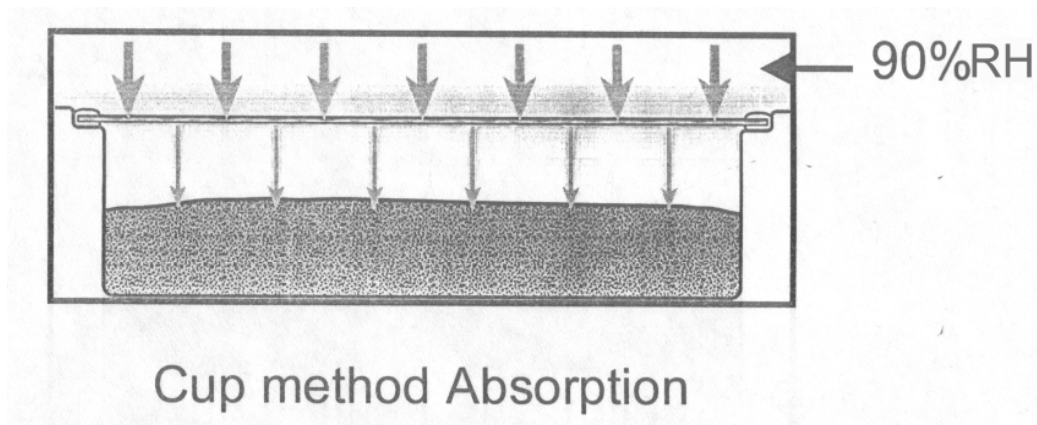


图 1. 增重法原理图

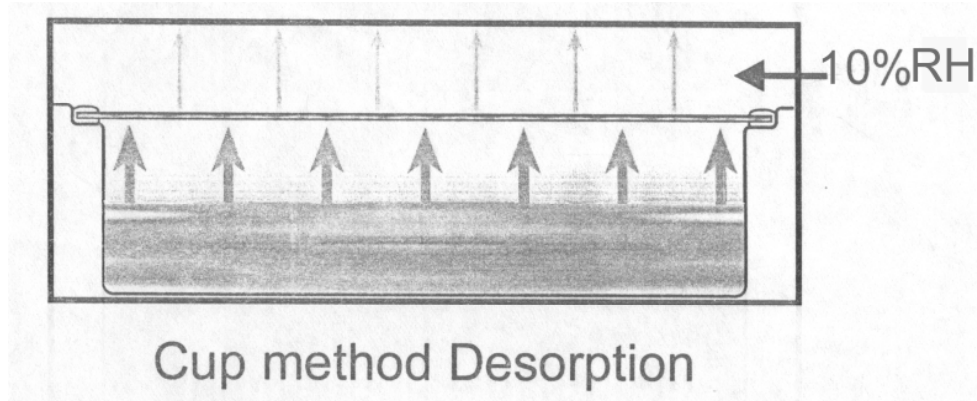


图 2. 减重法原理图

早期称重法透湿仪主要由透湿杯、分析天平以及恒温恒湿箱三个独立的部分组成，测试环境和称量环境分离，测试时间较长。在 20 世纪 70 年代，针对当时称重法设备测试时间较长的缺点，开发出了应用红外检定技术的传感器法透湿仪。随着检测技术的进步、检测元器件精度的不断提升，称重法透湿仪不但实现了自动试验，测试时间大大缩短，而且数据稳定性及测试精度与传感器法设备相比毫不逊色，并且在测试过程分析上更具优势。

2. 传统称重法分析

事实上，完全按照称重法测试标准中规定的步骤进行试验仍然存在一些影响结果的因素，其中影响最大的是透湿杯的测试环境和称量环境不一样。透湿杯在整个试验过程中需要交替放置在这两种环境中，它的移动要依靠人工完成，这正是试验误差最主要的来源。一方面，由于测试环境和称重环境不同（一般称重实验室中进行，使用的环境是 23/50，而常用的减重法测试环境是 38/10，增重法测试环境是 38/90），透湿杯的移动会使得水蒸气对试样的渗透平衡被破坏，平衡的恢复需要一定的时间，不过无论这段时间的长短却都没有从总的渗透时间中扣除，这样不但延长了渗透平衡时间，而且成为试验误差的主要来源。另一方面，透湿杯的移动操作对操作人员的依赖性较大，若在试验过程中更换了操作人员，可能会对试验结果造成影响。

3. 减重法透湿仪的改良以及检测突破

3.1 为什么选择减重法

尽管在中国增重法更为大多数软包装从业者所接受，但所有与增重法有关的标准中都明确写出

了这种测试方法存在增重上限（即对测试时间以及试样透湿量的大小有限制），例如：GB 1037-1988 中规定透湿杯中的干燥剂吸湿总增量不得超过 10%；ASTM E96 中规定增重法在试验过程中吸湿增重限制在 4% 之内。而且，由于干燥剂是固态（或粉态）的堆积，为了保证干燥剂的吸湿能力需要在试验过程中每隔一段时间轻微振动干燥剂使其上下混合，而这步操作离开操作人员是无法进行的。可见增重法很难实现全自动检测，主要原因是一定量的干燥剂对于控制透湿杯内部环境的贡献是有限的，无法持久保持 90%RH 的水蒸气压差。

于是，减重法成为全自动称重法设备的首选。令人意外的是对于减重法，实现全自动检测后减少了很多以前容易引起误差的操作，并可有效避免透湿杯的震动，减少杯内溶液与试样接触的机会。同时，使用蒸馏水或饱和盐溶液控制透湿杯内的测试环境效果稳定可靠，能够持久保持试样两侧稳定的水蒸气压差。

3.2 减重法透湿仪的改良基础

首先，随着时代的发展，称重传感器的精度获得了巨大的提高。由于称重传感器是称重法设备的核心，所以它的进步可直接提升称重法设备（无论是增重法设备还是减重法设备）的测试精度，有效缩短试验过程中渗透平衡的判断时间，进而有效缩短整个试验的时间。目前，Labthink 兰光在制造 TSY-T1 型和 T3 型透湿性测试仪时采用的称重传感器分辨率高达 0.1mg，完全满足国标以及 ISO 标准的要求。

其次，可以将温湿度控制技术与称重技术联合设计，实现在测试环境中称量透湿杯的重量，使得减重法的试验过程完全不受外界因素的干扰，有效避免了之前提到的由于测试环境和称量环境不同给试验带来的影响，试验结果更加准确。传感器法曾经以试验过程不受干扰作为其主要优点，然而现在的减重法设备也能实现无干预的试验过程，并且能将试样两侧的湿度差控制地非常稳定。

第三，计算机应用的推广使操作人员可以通过软件监控整个试验过程，并可通程序设定对有价值的直接测试数据进行自动记录，记录的时间间隔可调、数据更加精确、信息更加丰富。虽然传感器法透湿仪也可以使用软件操作，但用参考膜标定设备并将标定系数用于计算是获得试验数据的前提，而且传感器直接测量输出的是电流或电压信号，这个信号需要经过转换才能成为我们通常所需的透湿量、透湿率等数据，所以获得传感器法设备的实时测量数据不如称重法的意义显著。

3.3 改良减重法透湿仪的突破

有一些文献认为称重法测量精度低、数据重复性差,不适合用于高阻湿材料的检测,实际上,随着减重法设备在以上几方面的改良,它完全可以满足高阻湿材料的检测要求,而且数据重复性非常好。表 1 是兰光实验室使用 TSY-T1 减重法透湿仪检测试样透湿性的部分试验数据:

表 1. 兰光实验室数据

试样	试样编号	WVT 实测数据			WVT (mean)	S	CV%
A	58-01	0.35	0.44	0.40	0.40	0.05	11.32
B	5E-08	0.96	0.92	0.92	0.93	0.02	2.52
C	45-04	1.98	2.07	2.02	2.02	0.04	1.75
D	67-01	2.40	2.35	2.45	2.40	0.05	2.08
E	54-03	3.44	3.30	3.30	3.35	0.08	2.42
F	5F-01	7.73	7.54	7.92	7.73	0.19	2.46
G	4E-01	92.28	91.90	93.04	92.41	0.58	0.63

注: WVT 的单位是 $\text{g/m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

由上表数据可以看出, TSY-T1 减重法透湿仪在高阻湿材料的透湿性测试中表现出色,数据波动一般都稳定在 3% 以内。当然,试样的均匀性能显著影响试验结果的稳定性,尤其是对于高阻湿试样。而且对于高阻湿试样,它的标准偏差即使与其他试样相同,计算得到的数据波动百分比 CV 也相差很大,如试样 A 和 D,标准偏差均为 0.5,但 CV 相差 5 倍有余,因此在讨论数据的波动百分比时应结合试样的透湿性才能获得更加合理的分析结果。

4. 展望

材料的水蒸气透过量是由称重法来定义的,称重法在透湿性测试领域具有无可替代的地位,影响力非常大,它是获得全球认可的测试方法,因此称重法设备的进步能促进全球透湿性检测的发展。尽管传感器法检测设备的发展也很迅速,但检测原理使它们无法脱离标准膜的标定,而在部分传感器法检测标准(如 ASTM F 1249-01、ASTM E 398-03 等)中都明确指出标准膜的数据要由称重法测得。