

气-液置换法测定柔软膜材孔径的研究

郑锦维 林泽凡 李昊廷 李开彤 朱锐铤

广州检验检测认证集团有限公司, 广东 广州 511447

摘要:通过试验探究气-液置换法测试柔软膜材孔径的主要影响因素,发现:有效测试面积、浸润液类型、测试模式,以及是否使用支撑网,都会对孔径测试结果产生一定的影响。研究结果有助于深入理解气-液置换法测试柔软膜材孔径的机理,并为相关测试方法的改进和应用提供指导。这对提高柔软膜材孔径测试的准确性和可靠性具有重要意义。

关键词:气-液置换法;柔软膜材;孔径

中图分类号:TS 177

文献标志码:A

文章编号:1004-7093(2024)11-0042-05

Study on measuring aperture of soft film materials with gas-liquid displacement method

Zheng Jinwei, Lin Zefan, Li Haoting, Li Kaitong, Zhu Ruitian

Guangzhou Inspection Testing and Certification Group Co., Ltd., Guangzhou 511447, Guangdong, China

Abstract: The main influencing factors of measuring the aperture of soft film materials with gas-liquid displacement method were investigated through experiments. It was found that the effective test area, type of infiltrating fluid, test mode, and whether the support net was used, would have some influence on the test results of the aperture. The research results are helpful to understand the mechanism of measuring aperture of soft film materials with gas-liquid displacement method, and provide guidance for the improvement and application of related testing methods. It is of great significance to improve the accuracy and reliability of the aperture test of soft film materials.

Keywords: gas-liquid displacement method; soft film material; aperture

孔径是过滤用膜材或可吸收修复膜等柔软膜材的关键参数,可根据孔径大小评估膜材过滤性能或细胞附着能力^[1-3]。对于轻薄的柔软膜材,诸多因素如测试面积、浸润液的性质和流量,以及支撑结构等测试参数,均会对孔径测试结果造成影响,形成偏

差。因此,准确理解和探究这些因素对孔径测试的影响是该领域的重要任务。

本文旨在探究气-液置换法测试柔软膜材孔径的主要影响因素,以期获得准确的柔软膜材孔径测试结果,提高气-液置换法应用效果。气-液置换法

收稿日期:2024-07-22

作者简介:郑锦维,男,1988年生,质量工程师,主要从事产业用纺织品检验、质量技术咨询、测试方法开发设计等方面的工作, zhengjw@gttc.net.cn

测试原理如图 1 所示。首先,使用低表面张力的浸润液充分浸润试样,确保浸润液填满试样的所有孔道。接着,在试样的一侧缓慢通入气体,使气压逐渐升高。随着气压的增大,连通孔中的液体依次被排出,孔道按照孔径从大到小依次被吹通。随着被吹通孔道数量的增多,通过试样的气体流量逐渐增加。最后,根据吹通孔道时的气压及试样的压力-流量曲线^[4-5],计算试样的平均孔径。本文提及的孔径皆为膜材的平均孔径,即基于半干曲线与湿曲线交点的流量值和瞬时压力值计算得到的孔径。

基于多因素考察与试验研究发现,有效测试面积、浸润液类型和测试模式等因素对孔径测试结果影响较大。深入分析这些影响因素可为相关测试方法的改进和应用提供指导。且研究结果有助于深入理解气-液置换法测试孔径的机理,提高柔软膜材孔径测试结果的准确性和可靠性,并为后续研究提供参考。

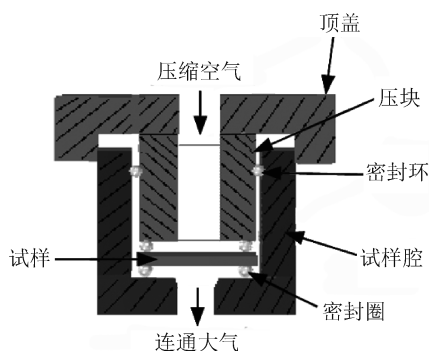


图 1 气-液置换法测试原理示意
Fig. 1 Test principle schematic of gas-liquid displacement method

1 试验部分

1.1 试验样品

柔软膜材样品 1、柔软膜材样品 2,主要成分皆

为聚乳酸。

1.2 测试设备及方法

1.2.1 柔软性(弯曲长度纵横向均值)

测试设备:FY207-I 型斜面法弯曲性能测定仪。

测试方法:参照 GB/T 18318.1—2009。

1.2.2 单位面积质量

测试设备:MS303TS 型电子天平。

测试方法:参照 GB/T 24218.1—2009。

1.2.3 厚度

测试设备:YG 141D-II 型膜材厚度仪。

测试方法:参照 GB/T 24218.2—2009 (压力 0.2 kPa)。

1.2.4 透气性

测试设备:FX 3300 型透气仪。

测试方法:参照 GB/T 5453—1997 (压差 100 Pa,测试面积 20 cm²)。

1.2.5 纤维平均直径

测试设备:SU8010 型电子显微镜。

测试方法:参照 GB/T 36422—2018 (计数 100 根)。

1.2.6 液体吸收量

测试设备:FY101 型吸收性能测定装置。

测试方法:参照 GB/T 24218.6—2010 (Galwick 硅油)。

1.2.7 孔径

1.2.7.1 测试设备及材料

使用的主要测试设备及材料如表 1 所示。

1.2.7.2 测试方法

开启仪器电源,接通气源。根据表 2 的参数裁剪试样,确保试样直径比夹具密封圈内径至少大 1 cm,并选择是否使用支撑面料。安装试样,并在仪器测试程序中输入相关测试和技术参数,包括浸润液类型和表面张力、平板夹具密封圈内径、测试模

表 1 主要测试设备及材料明细

Tab. 1 Details of main test equipments and materials

测试设备及材料	明细
毛管孔隙仪	型号 CFP-1200A,含气源
试样夹具	平板夹具 1,密封圈内含金属支撑网,密封圈内径(10.0±0.5)mm;平板夹具 2,密封圈内含金属支撑网,密封圈内径(20.0±0.5)mm
支撑面料	非织造材料,平均孔径>50 μm
润湿液	Galwick 硅油,表面张力 15.9 mN/m;Silwick 硅油,表面张力 20.1 mN/m

式、最大流量值等。启动测试,仪器自动闭合试样腔。气体通入试样的一侧,气压逐渐升高,直至流量达到设置值,仪器记录此过程的压力-流量曲线,简称“干曲线”。根据表2选择浸润液类型,用胶头滴管吸取适量浸润液,滴加3~6滴浸润液至平板夹具密封圈内的试样区域,等待30 s,使试样充分润湿。然后逐渐增大气压,气体开始穿透试样,气体流量和压力线性增加,直至流量达到设置值,仪器记录此过程的压力-流量曲线,简称“湿曲线”。仪器按选择的测试模式依次测试干、湿曲线(先干后湿),或湿、干曲线(先湿后湿干)。将半干曲线(干曲线斜率的

50%)与湿曲线重合处对应的压力值代入式(1)计算孔径,数值修约到0.01 μm:

$$D_i = K\gamma/P_i \quad (1)$$

式中: D_i ——试样中第*i*个孔的孔径,μm;

K ——常数,当压力单位为psi(1 psi = 6.895 kPa)时 K 为0.415;

γ ——润湿液表面张力,mN/m;

P_i ——瞬时压力值,psi。

每种参数组合测试5个平行试样,取5个平行试样孔径数值的算术平均值作为测试结果。重复测试步骤,完成所有比对试样的测试。

表2 孔径测试参数组合

Tab. 2 Combination of aperture test parameters

组合序号	润湿液类型	润湿液表面张力/ (mN·m ⁻¹)	最大流量值/ (L·min ⁻¹)	夹具密封圈内径/ mm	测试模式	支撑面料
1	Galwick 硅油	15.9	50	10.0	先干后湿	有
2	Galwick 硅油	15.9	50	10.0	先干后湿	无
3	Galwick 硅油	15.9	50	10.0	先湿后干	有
4	Galwick 硅油	15.9	100	20.0	先干后湿	有
5	Silwick 硅油	20.1	100	20.0	先干后湿	有

2 结果和讨论

按2.1.1~2.1.6节的内容测定柔软膜材样品的基本属性,结果如表3所示。

表3 柔软膜材样品的基本属性测试结果

Tab. 3 Test results of basic properties of soft film samples

柔软膜材	检测项目	实测结果
样品 1	柔软性(弯曲长度纵横向均值)/cm	1.5
	单位面积质量/(g·m ⁻²)	44.84
	厚度/mm	0.85
	透气率/(mm·s ⁻¹)	35.0
	纤维平均直径/μm	1.14
	液体吸收量/%	2.108
样品 2	柔软性(弯曲长度纵横向均值)/cm	1.3
	单位面积质量/(g·m ⁻²)	40.00
	厚度/mm	0.83
	透气/(mm·s ⁻¹)	49.8
	纤维平均直径/μm	1.54
	液体吸收量/%	2.420

按2.1.7节测得柔软膜材孔径结果数据如图2和图3所示。

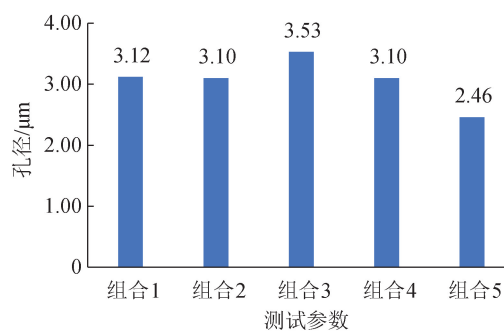


图2 不同测试参数组合测定的样品1的孔径结果
Fig. 2 Pore size results of sample 1 measured under different combinations of test parameters

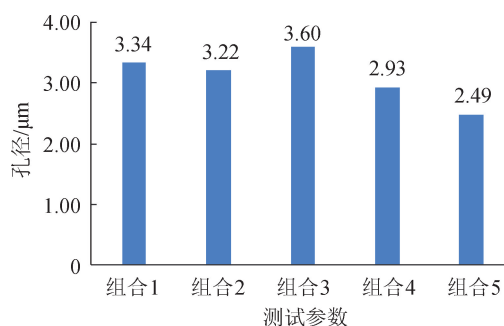


图3 不同测试参数组合测定的样品2的孔径结果
Fig. 3 Pore size results of sample 2 measured under different combinations of test parameters

从图 2 和图 3 可以看出:

(1)当测试参数从组合 1 变化为组合 2 时,测得样品 1 和样品 2 的孔径均有小幅度的减小。组合 1 和组合 2 测试参数的差异在于是否使用支撑面料。当未使用支撑面料时,柔软的样品会因持续受到流量气体的吹压而导致部分嵌入平板夹具内的金属支撑网中,这便相当于少部分试样的孔道被堵塞,故而组合 2 测得的孔径数值稍小。

(2)当测试参数从组合 1 变化为组合 3 时,测得样品 1 和样品 2 的孔径均有明显幅度的增大。组合 1 和组合 3 测试参数的差异在于测试模式即干、湿曲线测试的先后顺序。2 款样品自身都具有较高的液体吸收量。采取组合 3 测试参数时,湿曲线测试完成后,2 块样品有效测试面积区域的边缘可能尚残留有浸润液并发生了回渗现象,导致在后续执行的干曲线测试时样品中残留有一定的液体。在相同流量条件下,样品的瞬时压力值变大,干曲线的斜率变小。因此,在湿曲线不变的情况下,半干曲线(干曲线斜率的 50%)与湿曲线重合处对应的压力值变小。根据式(1)推算出孔径变大。

(3)当测试参数从组合 1 变化为组合 4 时,测得样品 1 的孔径小幅变小,样品 2 的孔径变小幅度明显。组合 1 和组合 4 测试参数的差异在于最大流量值和夹具密封圈内径。最大流量值越大,越能确保样品在湿曲线测试过程中被吹干。从样品 2 的基本属性数据来看,样品 2 较样品 1 更为轻薄和结构稀疏,其结构的不均匀度可能更高,因此不同有效测试面积下的孔径结果会有更明显的差异。

(4)当测试参数从组合 4 变化为组合 5 时,样品 1 和样品 2 的孔径均有明显幅度的变小。组合 4 和组合 5 测试参数的差异在于润湿液表面张力。当浸润液的表面张力增加后,样品可能更难被吹干(样品 2 的干、湿曲线末端的重合程度明显低于样品 1),相同流量下湿曲线的瞬时压力值更高。在干曲线不变的情况下,根据式(1),半干曲线(干曲线斜率的 50%)与湿曲线重合处对应的压力值变大。当压力数值的增长率比表面张力数值的增长率还要大时,就会出现样品孔径变小的现象。因此,对于柔软的膜材,浸润液表面张力不同可能影响孔径测试

结果。

综上,组合 4 是所有测试参数组合中最适用于测试柔软膜材孔径的。

最后,按照组合 4,取上述 2 款柔软膜材样品各 32 个平行试样进行参数验证测试,结果见图 4。

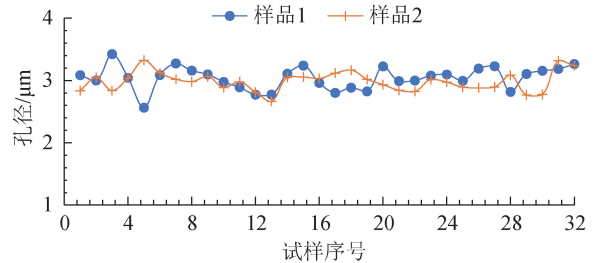


图 4 2 款柔软膜材样品孔径验证测试结果

Fig. 4 Verification test results of pore size of two soft film material samples

计算图 4 的孔径原始数据可得:样品 1 的 32 个单值的变异系数为 0.19%,平均值为 $3.04 \mu\text{m}$,与图 2 中组合 4 的平均值偏差 -1.9% ;样品 2 的 32 个单值的变异系数为 0.16%,平均值为 $2.98 \mu\text{m}$,与图 3 中组合 4 的平均值偏差 $+2.0\%$ 。两者平均值结果都在 $\pm 5\%$ 的偏差率范围内,且变异系数都小于 0.5%,表明测试结果具有良好的稳定性和重现性。

3 结束语

本研究对气-液置换法测试柔软膜材孔径的影响因素进行了探究,并总结出以下主要结论:

首先,有效测试面积对柔软膜材的孔径测试结果有一定影响。膜材的孔径可能分布不均匀,这会导致孔径测试结果的分布范围较大。因此,测试过程中要考虑这一影响因素,建议适当选取较大的有效测试面积。

其次,测试浸润液的性质也会对孔径测试结果产生影响。液体的黏度和表面张力等性质会直接影响液体在膜材孔隙中的渗透性以及排液难易程度,进而影响孔径测试结果。因此,建议适当选择表面张力更低的浸润液。此外,流量也会对孔径测试结果产生影响。选择的最大流量值应能确保试样在湿曲线测试后能被彻底吹干。

最后,测试模式也会对孔径测试结果产生一定的影响。先测试干曲线,再测试湿曲线,能有效避免

浸润液回渗引起的误差。

综上,对于柔软膜材,推荐使用测试参数:润湿液表面张力 15.9 mN/m、最大流量值 100 L/min、夹具密封圈内径 20.0 mm、测试模式先干后湿、使用支撑面料。

本文的研究结果有助于进一步理解气-液置换法测试柔软膜材孔径的机理,并为相关测试方法的改进和应用提供指导。未来,可进一步探讨存在的不足,并继续完善测试方法,以提高柔软膜材孔径测试的准确性和可靠性。



期刊采编平台



中国知网下载

参考文献

- [1] 董泽亮,张艳萍,李宗雨,等.气-液置换法测量聚乳酸生物膜的孔隙率[J].膜科学与技术,2023,43(3):74-80.
- [2] 董泽亮,潘献辉,张艳萍,等.气-液置换法测量多孔滤膜孔隙率的方法评价[J].膜科学与技术,2024,44(2):112-117.
- [3] 吕欢,李姗姗,赵岩,等.静电纺纳米纤维膜在蛋白质吸附领域的应用进展[J].国际纺织导报,2022,50(2):20-25.
- [4] 李晓明,张慧峰,吕经烈,等.基于气-液置换方式的毛细管流动孔径分析仪及其应用[J].分析仪器,2016(6):49-54.
- [5] 袁英,董领峰.多孔材料孔径及孔径分布测试方法[J].世界有色金属,2020(6):243-244.

欢迎订阅 2025 年《中国纤检》

权威性:行业政策与标准解读。

新锐性:质量问题深度评析。

专业性:检验检测实用论文。

■刊物简介

《中国纤检》是国家市场监督管理总局主管、中国纤维质量监测中心主办的国内外公开发行的综合性学术期刊,国内统一出版物号 CN 11-4772/T,邮发代号 80-420,大 16 开本,月刊,全彩印刷,每期定价 25.00 元,全年 12 期共 300.00 元。

《中国纤检》致力于宣传贯彻国家纺织纤维及纤维制品质量监测的政策、法律法规、相关标准,交流质量监测和管理经验,传播学术科研成果,推广优秀企业及名牌产品,是纤维及纺织品检验检测行业的权威刊物。目前,已被知网、万方、维普、EBSCO 等国内外数据库全文收录,入选 RCCSE 中国学术期刊目录(第 7 版),CACJ 中国应用型入库期刊。

■主要栏目

专题述评:纤维及纺织品行业热点话题的专题介绍和专家观点评论

质量监测:纤维及纺织品质量监测政策、风险监测和质量分析结果发布

检测技术:纤维及纺织品检验检测技术研究、经验交流分享及发展展望

标准论坛:纺织纤维相关行业标准的解读

纤纺广角:纺织行业技术进展及产业发展研究

■本刊机构

开户银行:工商银行北京和平里北街支行

开户单位:《中国纤检》杂志社有限公司

账号:0200004209200115197

地址:北京市东城区安定门

东大街 5 号

邮编:100007

电话:010-87998953

网址:www.xianjian315.com

