

中华人民共和国国家标准

GB/T 42269—2022

分离膜孔径测试方法 气体渗透法

Determination of pore size for membranes—Gas permeation method

2022-12-30 发布

2023-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国分离膜标准化技术委员会(SAC/TC 382)提出并归口。

本文件起草单位：中国科学院大连化学物理研究所、天邦膜技术国家工程研究中心有限责任公司、山东招金膜天股份有限公司、河海大学、三达膜科技(厦门)有限公司、贝士德仪器科技(北京)有限公司、佛山市顺德区质量技术监督标准与编码所、广州先进技术研究所、天津膜天膜科技股份有限公司、浙江泰林生命科学有限公司、北京碧水源分离膜科技有限公司、湖北聚孚膜科技有限公司、安徽中科莘阳膜科技有限公司、中海油节能环保服务有限公司、西安鹰之航航空科技股份有限公司、苏州富森膜科技有限公司、重庆奥思赛斯环保科技有限公司、中化(宁波)润沃膜科技有限公司、万华化学集团股份有限公司、浙江津膜环境科技有限公司、宫奇(郑州)环境科技有限公司、深圳高性能医疗器械国家研究院有限公司、杭州科百特过滤器材有限公司、浙江东瓯过滤机制造有限公司、浙江净源膜科技股份有限公司、浙江汇甬新材料有限公司、湖南澳维科技股份有限公司、江苏诺莱智慧水务装备有限公司、天津膜天膜工程技术有限公司、重庆摩尔水处理设备有限公司。

本文件主要起草人：王丽娜、曹义鸣、徐徜徉、王新艳、龚海晨、丘助国、柳剑峰、王芳、陈顺权、吕晓龙、邹凯伦、裴志强、吴福根、王晓林、刘铭辉、薛进、蔡婷、叶洋、曹春、魏汉辉、许以农、王涛、郑海荣、朱阳、陈本华、沈旭丰、曹毅、胡群辉、于水利、王瀚漪、马兵、介兴明、高旭、张红斌、陈杰、席雪洁、马岚云。

分离膜孔径测试方法 气体渗透法

1 范围

本文件描述了采用气体渗透法测定分离膜平均孔径的方法。

本文件适用于孔径为 $0.01\ \mu\text{m}\sim 0.2\ \mu\text{m}$ 平板膜和中空纤维膜在干态下的平均孔径的测试,其他形式的分离膜可参考执行。

本文件适用于试验气体为氮气,其他非凝聚性气体,如 He、H₂、O₂、Ar 等可参考本文件执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2918—2018 塑料 试样状态调节和试验的标准环境

GB/T 8979—2008 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 20103—2006 膜分离技术 术语

3 术语和定义

GB/T 20103—2006 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

平板膜 flat membrane

外型为平板或纸片状的膜。

注:平板膜通常具有支撑层(如无织物),用于制备板框式、折叠式和螺旋卷式膜元件。

[来源:GB/T 20103—2006,2.1.27]

3.2

中空纤维膜 hollow fiber membrane

外型为纤维状、空心的具有自支撑作用的膜。

注:对于反渗透膜,皮层在外表面;对于超滤膜和微滤膜,皮层在内表面、外表面或内、外表面。

[来源:GB/T 20103—2006,2.1.28]

3.3

孔径 pore diameter

膜孔直径的标称。

[来源:GB/T 20103—2006,2.1.31]

3.4

平均孔径 mean pore size

膜表面孔径的平均值。

[来源:GB/T 20103—2006,5.1.6]

3.5

透气通量 gas permeation flux

气体在膜内扩散至稳态时,单一组分气体在单位时间内透过膜的气体量。

3.6

气体渗透率 gas permeance

气体在膜内扩散至稳态时,单一组分气体在单位时间、单位压差下透过单位膜面积的气体量。

4 试验原理

气体分子在膜孔内扩散,流动状态受努森扩散和黏性流控制,努森扩散透过膜孔的气体渗透率与膜孔直径成正比,与分子量平方根成反比;黏性流透过膜孔的气体渗透率与气体的黏度成反比,与膜孔直径平方及膜两侧压力平均值成正比。因此,测试气体渗透率随平均压力变化,从其截距和斜率比值可计算得到膜的平均孔径。

5 仪器及设备

主要试验仪器及设备如下:

——压力传感器:量程为 0 kPa~1 000 kPa,准确度为 0.2 级,检定周期为 1 a;

——压力表:量程为 0 kPa~600 kPa,准确度为 1.0 级,检定周期为 1 a;

——温度传感器:量程为 0 °C~100 °C,准确度为 ±0.5 °C,检定周期为 1 a;

——皂膜流量计:量程为 5 mL/min~5 000 mL/min,准确度为 1.0 级,检定周期为 2 a;

——平板渗透池:示意图见附录 A 的图 A.1,设计压力为 1 000 kPa;

——中空纤维膜组件:示意图见附录 B 的图 B.1,设计压力为 1 000 kPa;

——光学显微镜:放大率为 400×,检定周期为 1 a;

——气瓶:试验气体为氮气,纯度应符合 GB/T 8979—2008 表 1 中高纯氮的规定。

6 平板膜平均孔径测试方法

6.1 平板膜试样制备

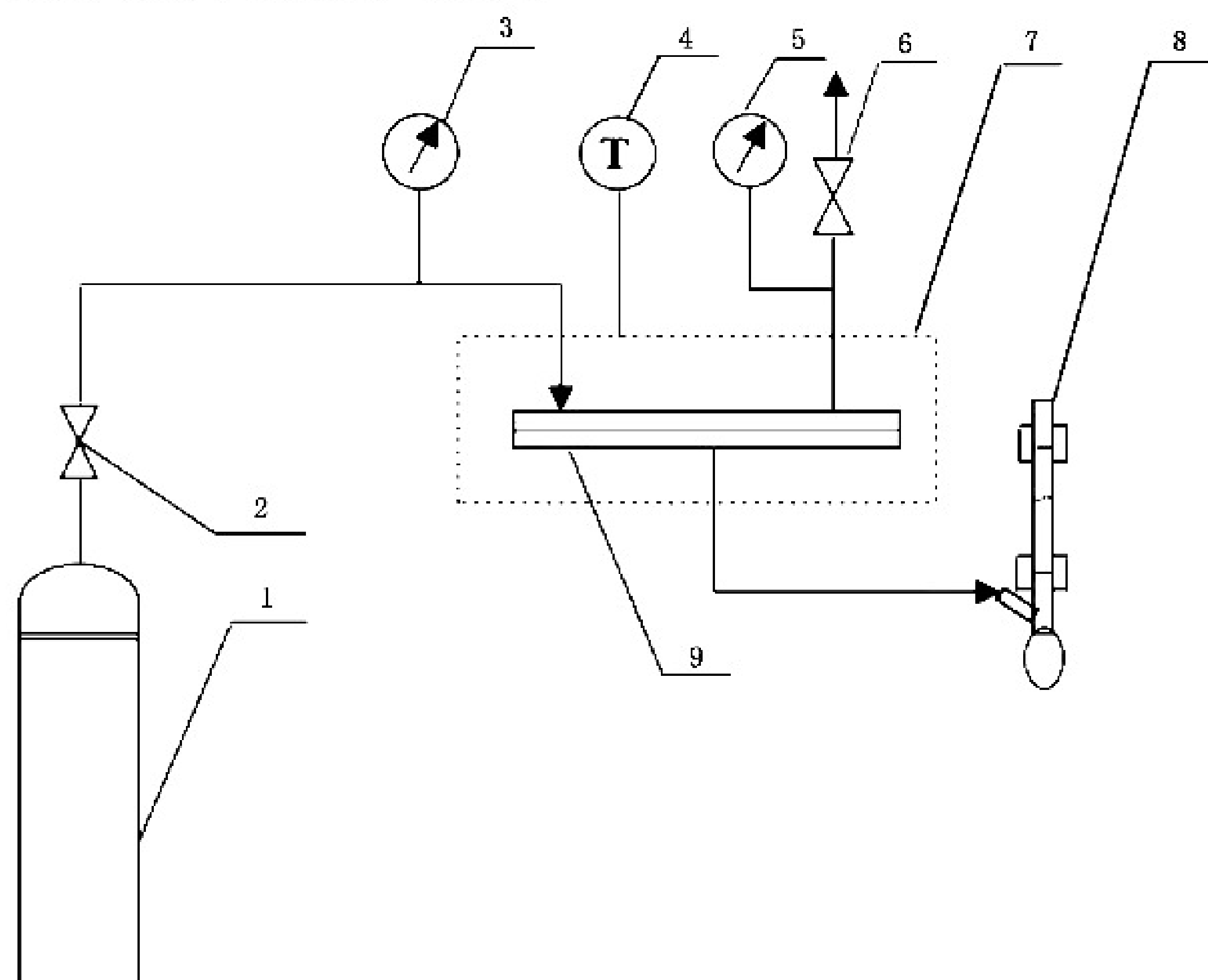
在自然光或照度不低于 1 000 lx 的日光灯下目视检查膜样品表面,无明显缺陷;在 GB/T 2918—2018 表 1 规定的标准环境 23/50 条件下将待测膜样品根据平板膜渗透池的大小裁剪成相同尺寸的 3 个平板膜试样,分别测试 3 个试样的有效膜面积并记录。

6.2 平板膜平均孔径测试步骤

平板膜平均孔径按如下步骤进行测试。

- 平板膜平均孔径测试装置按图 1 连接,将 6.1 中的 1 个试样置于图 1 的平板膜渗透池中。将平板膜渗透池置于恒温箱中。
- 调节恒温箱的温度至测试温度 $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ 。
- 缓慢打开减压阀使气瓶中的试验气体充入平板膜渗透池。
- 调节减压阀使进气侧压力传感器读数(绝对压力)不高于测试压力,关闭减压阀。缓慢打开排空阀,减压至压力表读数(表压)不低于 10 kPa 后,迅速关闭排空阀。
- 重复 c)~d) 过程 5 次,直至试验气体完全置换平板膜渗透池中气体。
- 打开并调节减压阀,使进气侧压力传感器读数(绝对压力)至测试压力,待气体体积流量稳定

- 后,记录皂膜流量计的气体体积流量。
- g) 调节减压阀至不同测试压力,记录不同测试压力下皂膜流量计的气体体积流量。
- h) 测试完成后,关闭减压阀,打开排空阀,待压力表读数为当地大气压值后取出试样。
- i) 将 6.1 中的另外 2 个试样按 a)~ h)步骤分别测试。
- j) 平板膜试样在不同测试压力下的透气通量 N 按公式(1)计算,气体渗透率 J 按公式(2)计算,平均压力 \bar{p} 按公式(3)计算。绘制气体渗透率 J 与平均压力 \bar{p} 的线性关系图,见附录 C 的图 C.1,从图中可得出截距 B_0 和斜率 k_0 ,试样的平均孔径 d 按公式(4)计算。取 3 个试样平均孔径的平均值作为该平板膜的平均孔径。



标引序号说明:

- 1——气瓶;
 2——减压阀;
 3——压力传感器;
 4——温度传感器;
 5——压力表;
 6——排空阀;
 7——恒温箱;
 8——皂膜流量计;
 9——平板膜渗透池。

图 1 平板膜平均孔径测试装置示意图

7 中空纤维膜平均孔径测试方法

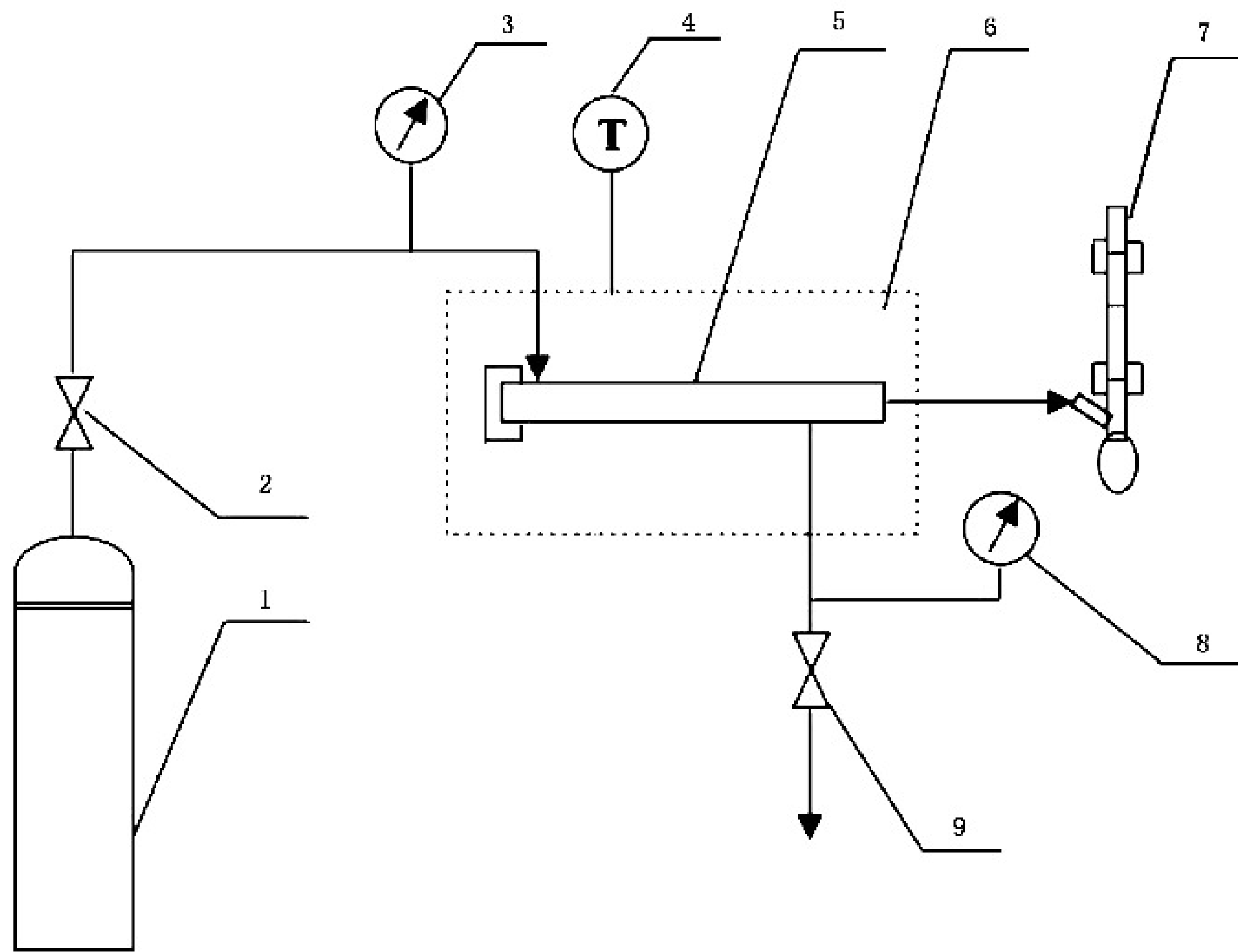
7.1 中空纤维膜组件制备

用光学显微镜观察中空纤维膜样品表面,无明显缺陷;在 GB/T 2918—2018 表 1 规定的标准环境 23/50 条件下将待测膜样品制备成相同规格 3 个中空纤维膜组件试样,分别测试 3 个试样的有效膜面积并记录。

7.2 中空纤维膜平均孔径测试步骤

中空纤维膜平均孔径按如下步骤进行测试。

- a) 中空纤维膜平均孔径测试装置按图 2 连接,将 7.1 中的 1 个试样置于恒温箱内。
- b) 调节恒温箱的温度至测试温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 缓慢打开减压阀使气瓶中的试验气体充入中空纤维膜组件。
- d) 调节减压阀使进气侧压力传感器读数(绝对压力)不高于测试压力,关闭减压阀。缓慢打开排空阀,减压至压力表读数(表压)不低于 10 kPa ,迅速关闭排空阀。
- e) 重复 c)~d) 过程 5 次,直至试验气体完全置换中空纤维膜组件中气体。
- f) 打开并调节减压阀,使进气侧压力传感器读数(绝对压力)至测试压力,待气体体积流量稳定后,记录皂膜流量计的气体体积流量。
- g) 调节减压阀至不同测试压力,记录不同测试压力下皂膜流量计的气体体积流量。
- h) 测试完成后,关闭减压阀,打开排空阀,待压力表读数为当地大气压值后取出试样。
- i) 将 7.1 中的另外 2 个试样按 a)~ h) 步骤分别测试。
- j) 中空纤维膜组件试样在不同测试压力下的透气通量 N 按公式(1)计算,气体渗透率 J 按公式(2)计算,平均压力 \bar{p} 按公式(3)计算。绘制气体渗透率 J 与平均压力 \bar{p} 的线性关系图,见附录 C 的图 C.1,从图中可得出截距 B_0 和斜率 k_0 ,试样的平均孔径 d 按公式(4)计算。取 3 个试样平均孔径的平均值作为该中空纤维膜的平均孔径。



标引序号说明：

- 1——气瓶；
- 2——减压阀；
- 3——压力传感器；
- 4——温度传感器；
- 5——中空纤维膜组件；
- 6——恒温箱；
- 7——皂膜流量计；
- 8——压力表；
- 9——排空阀。

图 2 中空纤维膜平均孔径测试装置示意图

8 试验数据处理

8.1 透气通量

透气通量按公式(1)计算：

$$N = \frac{p_2 v}{R(t + 273.15)} \times 10^{-3} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- N ——透气通量,单位为摩尔每秒(mol/s)；
- p_2 ——当地大气压值,单位为千帕斯卡(kPa)；
- v ——皂膜流量计的气体体积流量,单位为毫升每秒(mL/s)；
- R ——理想气体常数 8.314,单位为立方米帕斯卡每摩尔开尔文[(m³ · Pa)/(mol · K)]；
- t ——测试温度,单位为摄氏度(℃)。

8.2 气体渗透率

气体渗透率按公式(2)计算:

$$J = \frac{N}{A(p_1 - p_2)} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

J ——气体渗透率,单位为摩尔每平方米帕斯卡秒[$\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{Pa} \cdot \text{s})$];

N ——透气通量,单位为摩尔每秒(mol/s);

A ——有效膜面积,单位为平方米(m^2);

p_1 ——进气侧压力传感器读数,单位为千帕斯卡(kPa);

p_2 ——当地大气压值,单位为千帕斯卡(kPa)。

8.3 平均压力

膜两侧平均压力按公式(3)计算:

$$\bar{p} = \frac{p_1 + p_2}{2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

\bar{p} ——平均压力,单位为千帕斯卡(kPa);

p_1 ——进气侧压力传感器读数,单位为千帕斯卡(kPa);

p_2 ——当地大气压值,单位为千帕斯卡(kPa)。

8.4 平均孔径

以平均压力 \bar{p} 为横坐标,气体渗透率 J 为纵坐标作直线,可得气体渗透率与平均压力关系图,得到截距 B_0 和斜率 k_0 。分离膜平均孔径 d 按公式(4)计算:

$$d = \frac{32}{3} \frac{k_0}{B_0} \left[\frac{8R(t + 273.15)}{\pi M} \right]^{0.5} \eta \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

d ——平均孔径,单位为微米(μm);

B_0 ——气体渗透率 J 与平均压力 \bar{p} 关系图中直线的截距,单位为摩尔每平方米帕斯卡秒 [$\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{Pa} \cdot \text{s})$];

k_0 ——气体渗透率 J 与平均压力 \bar{p} 关系图中直线的斜率,单位为摩尔每平方米帕斯卡秒千帕斯卡 [$\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{Pa} \cdot \text{s} \cdot \text{kPa})$];

R ——理想气体常数 8.314,单位为立方米帕斯卡每摩尔开尔文[$(\text{m}^3 \cdot \text{Pa})/(\text{mol} \cdot \text{K})$];

π ——取值 3.142;

t ——测试温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

M ——试验气体摩尔质量,单位为千克每摩尔(kg/mol);

η ——试验气体黏度,单位为帕斯卡秒($\text{Pa} \cdot \text{s}$)。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本文件编号;

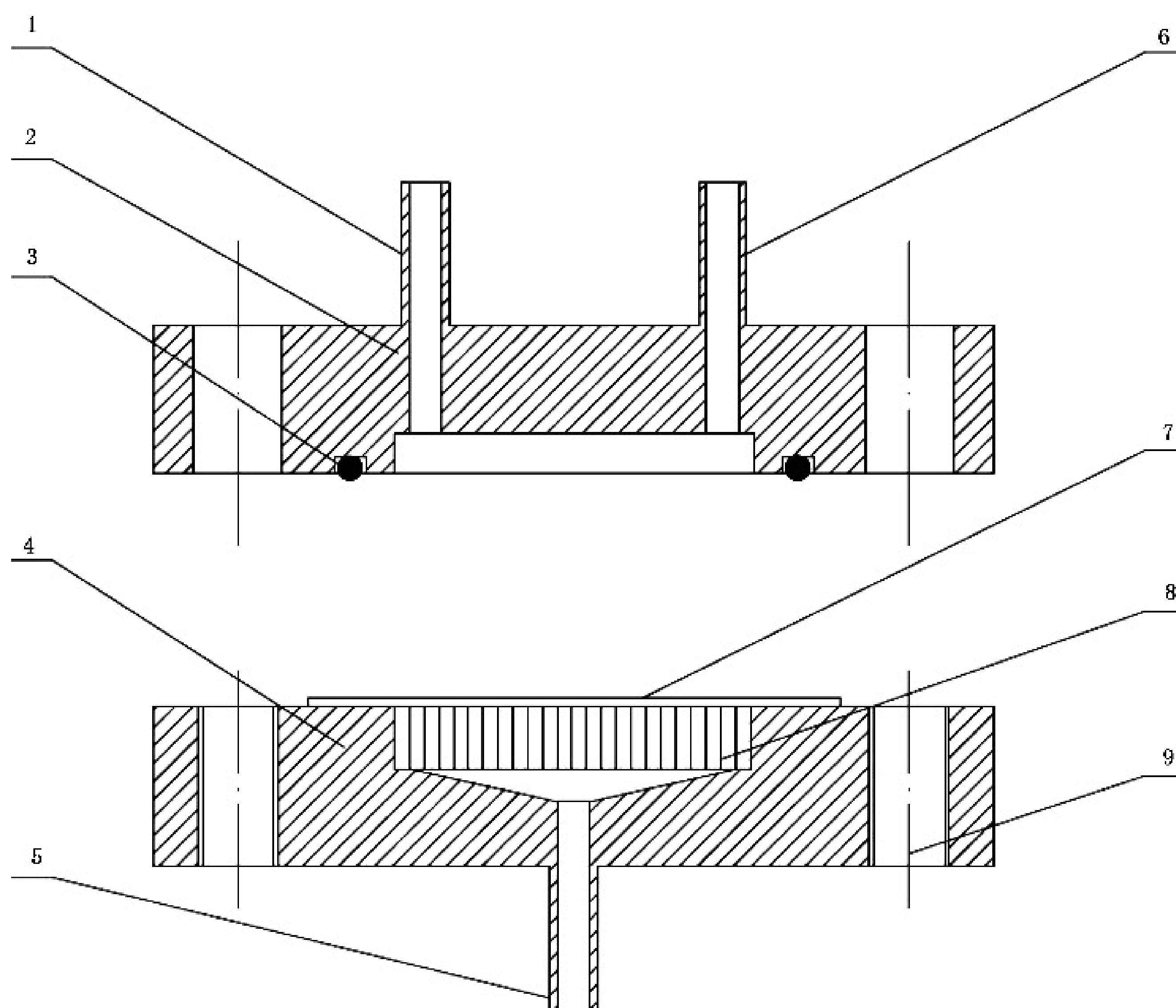
- b) 分离膜测试试样的名称、编号；
- c) 测试温度、测试压力范围；
- d) 平均孔径计算结果；
- e) 测试日期、测试者。

附录 A

(资料性)

平板膜渗透池结构示意图

平板膜渗透池结构示意图见图 A.1。



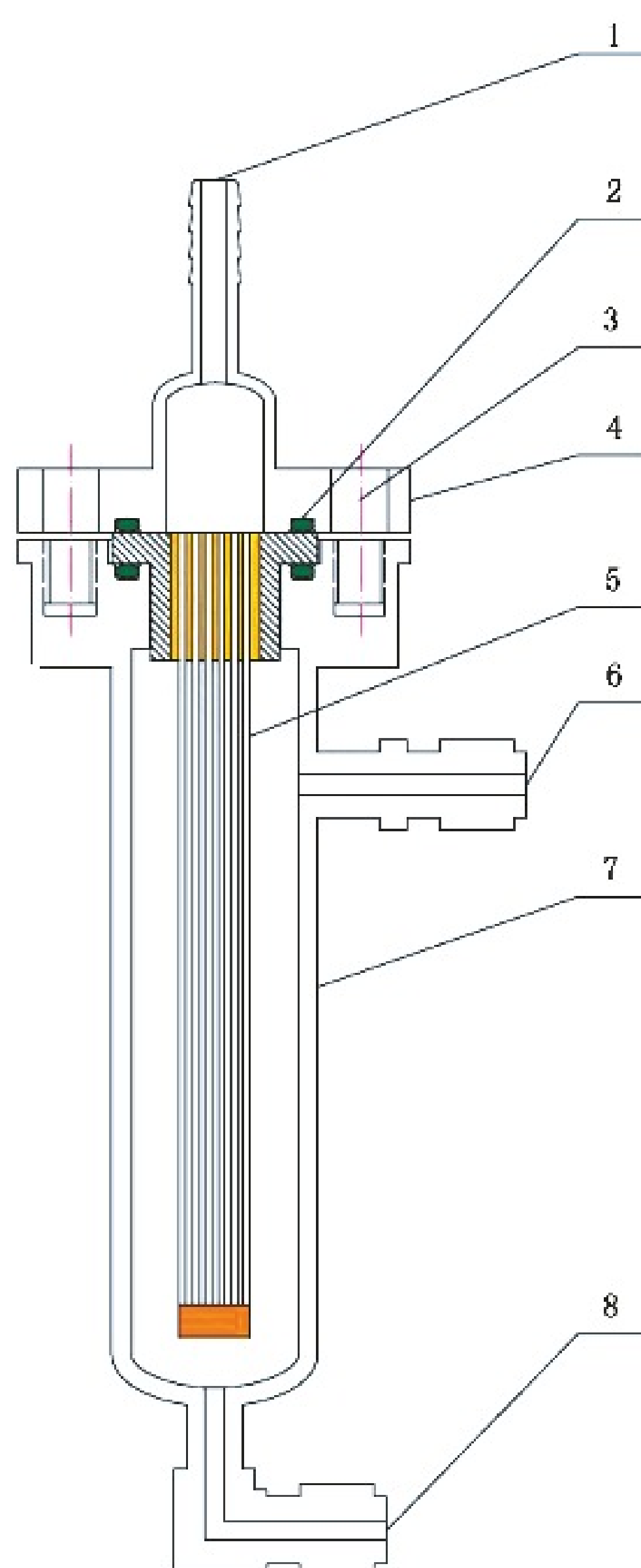
标引序号说明：

- 1——气体入口；
- 2——渗透池上腔盖体；
- 3——O型密封圈；
- 4——渗透池下腔盖体；
- 5——渗透气出口；
- 6——气体排空出口；
- 7——平板膜试样；
- 8——多孔支撑板；
- 9——螺栓孔。

图 A.1 平板膜渗透池结构示意图

附录 B
(资料性)
中空纤维膜组件示意图

中空纤维膜组件示意图见图 B.1。



标引序号说明：

- 1——渗透气出口；
- 2——O 型密封圈；
- 3——螺栓孔；
- 4——法兰；
- 5——中空纤维膜；
- 6——气体入口；
- 7——罐体；
- 8——气体排空出口。

图 B.1 中空纤维膜组件示意图

附录 C

(资料性)

气体渗透率与平均压力关系图

气体渗透率 J 与平均压力 \bar{p} 关系图见图 C.1。

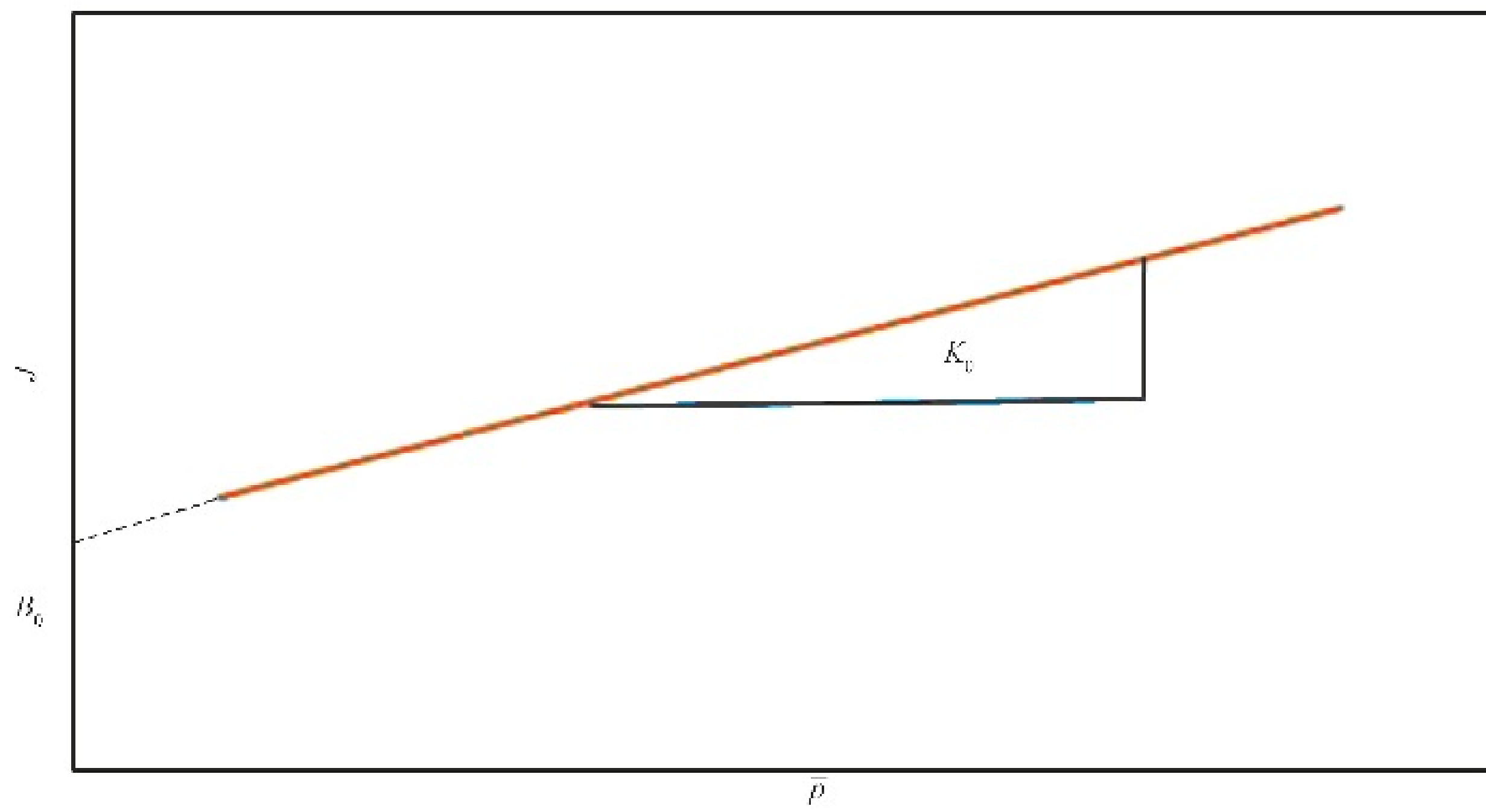


图 C.1 气体渗透率与平均压力关系图