

中华人民共和国海洋行业标准

HY/T 064—2002

管式陶瓷微孔滤膜测试方法

Test methods for tubular ceramic microporous filtration membrane

2002-12-30 发布

2003-02-01 实施

国家海洋局 发布

前 言

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准由中国膜工业协会提出。

本标准由国家海洋标准计量中心归口。

本标准起草单位：南京工业大学膜科学技术研究所、江苏久吾高科技股份有限公司。

本标准主要起草人：邢卫红、黄培、范益群、王怀林、柏文静、景文珩。

1 范围

本标准规定了管式(包括单管和多通道两种形式)陶瓷微孔滤膜的测试方法:最大孔径和纯水通量、平均孔径、孔隙率、弯曲强度以及耐酸碱腐蚀性能的测试方法。

本标准适用于测试管式陶瓷微孔滤膜元件。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1966—1996 多孔陶瓷显气孔率、容重试验方法

GB 17323—1998 瓶装饮用纯净水

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 干膜 dry membrane

干膜是指孔内无浸润剂,并充满渗透剂的陶瓷微孔滤膜。

3.2 湿膜 wet membrane

用浸润剂充分浸润后的陶瓷微孔滤膜称为湿膜。

4 主要试剂和材料

本方法中所用下列试剂均为分析纯。

——纯净水:符合 GB 17323 各项技术指标。

——固体 NaOH。

——浓度为 98% 的硫酸。

——异丁醇。

——异丙醇。

——甲基红指示剂:0.1% 的甲基红指示剂。

——酚酞指示剂:1% 的酚酞指示剂。

5 仪器和设备

——分析天平:感量为 0.001 g。

——工业天平:最大称量 1 kg,感量为 0.01 g。

——超声清洗仪。

——电热干燥箱:(0~300)℃。

- 干燥器。
- 材料实验机。
- 夹具,见附录 A(标准的附录)图 A1 弯曲强度试验。
- 游标卡尺,精度为 0.02 mm。
- 纯水通量和最大孔径的测量装置,见附录 A(标准的附录)图 A2。
- 平均孔径测试装置,见附录 A(标准的附录)图 A3。
- 耐酸、碱腐蚀性能测试装置,见附录 A(标准的附录)图 A4。
- 锥形瓶和烧杯等。

6 测试方法

微孔滤膜测试方法包括:

- 6.1 纯水通量、最大孔径测试;
- 6.2 平均孔径测试;
- 6.3 孔隙率测试;
- 6.4 弯曲强度测试;
- 6.5 耐酸碱腐蚀性能测试。

7 检验规则

7.1 纯水通量及最大孔径的测试

采用纯水通量和最大孔径测量装置进行测量,见附录 A(标准的附录)图 A2 所示。

7.1.1 纯水通量测试与计算

将电导率小于 $10 \mu\text{m} \cdot \text{cm}^{-1}$ 、浊度小于 0.1 NTU 的纯净水,在操作压力为 0.1 MPa、温度为 25°C 的条件下,压过陶瓷微孔滤膜,单位时间、单位膜面积透过滤膜的纯水体积,即为纯水通量,按公式(1)计算:

$$F = \frac{Q}{A} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: F ——膜的纯水通量, $\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$;

Q ——单位时间的膜的纯水透过量, $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$;

A ——有效膜面积, m^2 。

7.1.2 最大孔径测试与计算

首先将膜用选定的浸润剂浸润,以氮气为气源,逐步增大膜两侧的压差,测出最小出泡压力,并计算出最大孔径。

$$D_{\max} = \frac{4\sigma}{\Delta P_{\min}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: D_{\max} ——测试膜的最大孔径, m;

σ ——溶剂的表面张力, N/m;

ΔP_{\min} ——出泡压差, Pa。

7.2 平均孔径测试

采用平均孔径测试装置测定。

7.2.1 原理

对不同孔径的陶瓷微孔滤膜元件可选用气体排除法和液-液排除法测定,如表 1 所示。气体排除法是指利用气体排除陶瓷微孔滤膜孔中的浸润剂,通过测定气体的流量和膜两侧的压差,得到平均孔径的方法。液-液排除法则是用另一种与浸润液不相溶的浸润性稍低的液体来代替气体,以排除样品中孔内

的浸润液体,通过测定液体的流量和膜两侧的压差,得到平均孔径的方法。

表 1 不同孔径范围所用浸润剂和渗透剂

方 法	渗透剂	浸润剂	可测孔径范围/ μm
气体排除法	氮气	水	10~0.2
	氮气	异丁醇	0.2~0.05
液-液排除法	异丁醇-水饱和油相	异丁醇-水饱和水相	0.05~0.004

膜孔中的毛细作用根据 Laplace 方程确定:

$$D_m = \frac{4\sigma}{\Delta P_m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: D_m ——平均孔径, μm ;

ΔP_m ——湿膜流量为干膜流量一半时所对应的膜两侧的压力, MPa;

σ ——两种液体间界面张力, N/m。

7.2.2 试样制备

将陶瓷微孔滤膜元件两端烧釉,以免渗透剂从端面渗透而影响测试结果。

7.2.3 测试方法

7.2.3.1 气体排除法试验

a) 将洗净后的陶瓷微孔滤膜测试元件放入 120℃ 烘箱中,烘 3 h,以除去水分及其他挥发性成分。

b) 将陶瓷微孔滤膜安装在渗透器中,渗透器结构如附录 B(提示的附录)中图 B1 所示。以氮气为气源,逐渐加压,使氮气流过干膜,测得不同压力下相应的气体通量,作图得干膜流量曲线。

c) 从漏斗向渗透器腔体中加入浸润剂并用真空泵抽吸,至整个渗透器中充满渗透剂。以氮气为气源,逐渐加压,使氮气流过湿膜,测得不同压力下相应的气体通量,作图得湿膜流量曲线。

d) 当湿膜流量为干膜流量一半时所对应的孔径就是平均孔径。

7.2.3.2 液-液排除法

a) 将洗净后的陶瓷微孔滤膜测试元件放入 120℃ 烘箱中,烘 2 h~3 h,以除去水分及其他挥发性成分。

b) 从漏斗向渗透器腔体中加入异丁醇-水饱和水相,并用真空泵抽吸,使渗透器中充满渗透剂,在储液罐内加入异丁醇-水饱和油相,以氮气为气源,逐渐加压,使异丁醇-水饱和油相流过水相浸润得湿膜,精确记录压差和相应的流量值,作图可得湿膜流量曲线。

c) 当压力上升到 0.7 MPa,此时可认为膜孔完全打开,排除渗透侧的浸润剂后,减压测定不同压力下的渗透液流量,作图可得干膜流量曲线。

d) 当湿膜流量为干膜流量一半时所对应的孔径就是平均孔径。

7.3 孔隙率测试

7.3.1 试样的制备

从检测样品中部和两端各取一块试样,每块试样长度不小于 25 mm,试样用水超声清洗 5 min 后,置于电热干燥箱中于 110℃ 下烘干至恒重,取出置于干燥器中,称量精确到 0.01 g。

7.3.2 试验步骤

按 GB/T 1966 中 5.2 给出的有关细则操作。

7.3.3 结果计算

按 GB/T 1966 第 6 章给出的细则计算。

7.4 弯曲强度测试

7.4.1 试样的制备

截取 3 根长度为 120 mm 的陶瓷微孔滤膜。

7.4.2 试验步骤

a) 试样用纯水超声清洗 5 min 后,置于电热干燥箱中于 110℃ 下烘干至恒重,取出置于干燥器中冷却至室温。

b) 调节支座之间的距离为 100 mm,把试样放在支座上,以 10 N/s 的速度施加负荷直至试样破坏,读出破坏时的负荷值 $F(N)$ 。

7.4.3 数据处理原则

以全部试样的算术平均值作为最终结果。

7.5 耐酸、碱腐蚀性能测试

7.5.1 试样的制备

截取 6 根长度为 120 mm 的陶瓷微孔滤膜。

7.5.2 试验步骤

a) 将试样用蒸馏水超声清洗 5 min;

b) 110℃ 下干燥 2 h,称量后,各取 3 根分别置于两个 3 000 mL 的锥形瓶内;

c) 在两锥形瓶中分别加入 2 000 mL 的 20% 的硫酸和 10% 的 NaOH 溶液;

d) 装上回流冷凝器。用带有调压器的电炉加热溶液和试样,控制在 20 min 内达到微沸状态。调整电压,在微沸状态下保持 1 h,关闭电炉;

e) 冷却 30 min 后,从冷凝器上端加入蒸馏水 100 mL,取下锥形瓶,倾出液体后,将试样取出,置于搪瓷盘中用大量水冲洗 1 h,用指示剂测试为中性后,停止水冲洗;

f) 110℃ 下干燥 2 h,准确称量;

g) 进行弯曲强度测试。

7.5.3 计算方法

酸、碱腐蚀质量损失率按式(4)计算:

$$L_m = \frac{m_0 - m'}{m_0} \times 100 \quad (4)$$

式中: L_m ——质量损失率, %;

m_0 ——腐蚀前试样质量, g;

m' ——酸或碱腐蚀后的质量, g。

酸、碱腐蚀强度损失率按式(5)计算:

$$L_t = \frac{F_0 - F'}{F_0} \times 100 \quad (5)$$

式中: L_t ——强度损失率, %;

F_0 ——腐蚀前试样的强度, N;

F' ——酸或碱腐蚀后的强度, N。

取平均值作为最终结果。

8 试验报告

报告应包括以下内容:

a) 测试陶瓷微孔滤膜的型号;

b) 试验测试时室温;

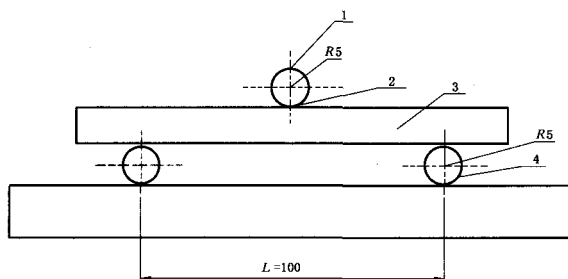
c) 试验结果;

d) 试验日期;

e) 操作人员和实验单位。

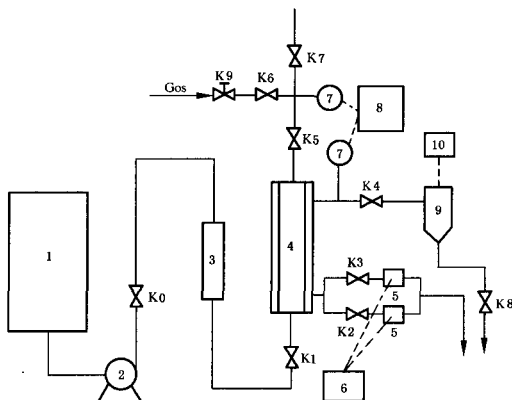
附录 A
(标准的附录)
试验装置

试验中使用的试验装置见图 A1~A4。



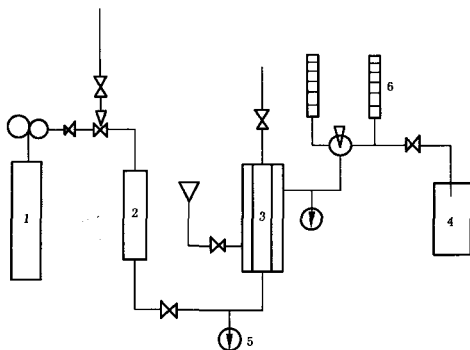
1—上加荷刀口；2—不锈钢夹具；3—试样；4—下支承刀口

图 A1 弯曲强度试验图



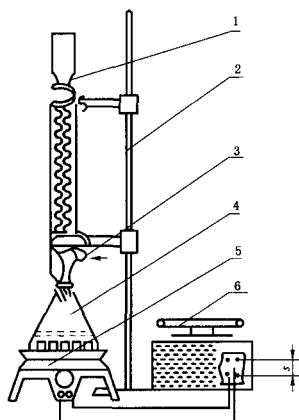
1—纯水槽；2—不锈钢泵；3—精密过滤器(0.2 μm)；4—渗透器；5—流量传感器；6—流量积算仪；
7—压力传感器；8—压力显示仪；9—分离器；10—气体感应器；K0~K8—截止阀；K9—压力调节阀

图 A2 纯水通量和最大孔径的测试装置



1—氮气钢瓶；2—贮液罐；3—渗透器；4—回收罐；5—精密压力表；6—流量计

图 A3 平均孔径测试装置



1—出水口；2—铁架台；3—进水口；4—锥形瓶；5—电炉；6—调压器

图 A4 耐酸、碱腐蚀性能测试装置

附录 B
(提示的附录)
渗透器结构图

渗透器结构见图 B1。

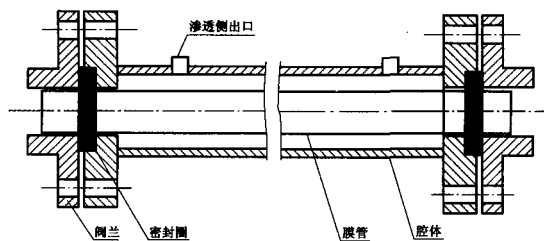


图 B1 渗透器