

ICS 71.040.01
J 77



中华人民共和国国家标准

GB/T 38949—2020

多孔膜孔径的测定 标准粒子法

Determination of pore size for porous membranes—Standard particle method

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 测试原理	2
5 试剂与仪器	2
6 测试步骤	2
7 测试报告	3
附录 A (资料性附录) 国家一级粒度标准物质	4
附录 B (资料性附录) 国家二级粒度标准物质	5
附录 C (规范性附录) 多孔膜测试装置	6
附录 D (资料性附录) 标准粒子质量浓度测试方法	7
附录 E (资料性附录) 多孔膜平均孔径的测试示例	8
参考文献	9



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国分离膜标准化技术委员会(SAC/TC 382)提出并归口。

本标准起草单位：自然资源部天津海水淡化与综合利用研究所、杭州安诺过滤器材有限公司、三达膜科技(厦门)有限公司、天津工业大学、山东招金膜天股份有限公司、烟台金正环保科技有限公司、广州中国科学院先进技术研究所、苏州立升净水科技有限公司、天津膜天膜科技股份有限公司、宁波水艺膜科技发展有限公司、上海一鸣过滤技术有限公司、浙江津膜环境科技有限公司、天津膜天膜工程技术有限公司。

本标准主要起草人：张艳萍、潘献辉、李宗雨、王旭亮、何本桥、范云双、张俊伟、陈慧英、王乐译、李越彪、王希、陈忱、胡晓宇、沈立强、吴昌飞、孙文挺、许以农、王瀚漪、马岚云。



多孔膜孔径的测定 标准粒子法

1 范围

本标准规定了利用标准粒子法测定多孔膜孔径的原理、试剂、仪器和方法。
本标准适用于中空纤维式、平板式、管式等多孔膜平均孔径的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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。为了便于使用,以下重复列出了GB/T 20103—2006 中的一些术语和定义。

3.1

膜 membrane

表面有一定物理或化学特性的薄的屏障物,它使相邻两个流体相之间构成了不连续区间并影响流体中各组分的透过速度。

[GB/T 20103—2006,定义 2.1.1]

3.2

多孔膜 porous membrane

具有多孔和开口结构的膜。

[GB/T 20103—2006,定义 2.1.19]

3.3

孔径 pore diameter

膜孔直径的标称。

[GB/T 20103—2006,定义 2.1.31]

3.4

平均孔径 mean pore size

膜表面孔径的平均值。

[GB/T 20103—2006,定义 5.1.6]

3.5

标准粒子 standard particle

粒径分布集中均一、物理化学性质稳定的球形粒子,可作为测定多孔膜孔径的“量具”。

3.6

错流膜过程 crossflow membrane process

压力推动给料平行于膜表面流动(切向流),而透过液垂直透过膜(垂直流)的分离过程。

注：改写 GB/T 20103—2006，定义 2.2.9。

3.7

截留率 retention

表示脱除特定组分的能力。

注：改写 GB/T 20103—2006，定义 2.1.35。

4 测试原理

配制一系列不同粒径的标准粒子测试液，测试多孔膜对不同粒径标准粒子的截留率，绘制粒径-截留率关系曲线，取截留率为 90% 所对应的标准粒子粒径作为该多孔膜的平均孔径。

5 试剂与仪器

5.1 试剂

主要试剂如下：

——水：应采用 GB/T 6682 中三级或三级以上纯度的水；

——标准粒子：应选用具有标物编号的粒度标准物质，参见附录 A 和附录 B；以及经检测粒径相对标准偏差小于 10% 或粒径分散指数小于 0.25 的普通粒子或荧光粒子。

5.2 装置和仪器

测试所需主要装置和仪器如下：

a) 多孔膜测试装置，配有水槽、泵、压力表、恒温装置等，示意图见附录 C 中图 C.1；

b) 分析天平：感量 0.1 mg；

c) 散射光浊度仪：准确度 0.01 NTU；

d) 荧光分光光度计：荧光值分辨率 0.01；

e) 压力表：准确度等级 0.4 级；

f) 温度计：量程 0 °C ~ 50 °C，准确度 0.1 °C。

6 测试步骤

多孔膜平均孔径的测试步骤如下：

a) 将待测膜制备成相同规格的 3 个膜样品，用水洗净，待用。

b) 选择粒径适宜的标准粒子，配制成质量浓度为 (10 ± 1) mg/L 的分散液，作为多孔膜孔径评价的测试液使用。

c) 将 a) 中 1 个膜样品置于膜测试装置中，按图 C.1 所示连接膜测试装置，将测试液加入恒温水槽中。

d) 为减少膜面浓差极化影响，膜测试装置的运行采用错流膜过程，调节测试液温度为 (25 ± 0.5) °C，调节跨膜压差为 0.10 MPa，调节测试系统内膜面流速不低于 0.25 m/s，待系统稳定运行 5 min 后收集滤过液和进料液。

e) 分别测定滤过液和进料液中标准粒子的质量浓度，测试方法参见附录 D。

f) 取 a) 中另外两个膜样品按步骤 b) ~ e) 进行平行测试。

g) 截留率按式(1)计算，结果取三次平行测试的平均值，三次平行测试的截留率结果的相对标准偏差不超过 10%；

$$R = \left(1 - \frac{\rho_p}{\rho_f}\right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

R ——截留率；

ρ_p ——滤过液中标准粒子质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

ρ_f ——进料液中标准粒子质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)。

h) 同一个多孔膜样品，应选择多种不同粒径的标准粒子，按 a)~g)进行测试。以标准粒子的粒径为横坐标，多孔膜对标准粒子的截留率为纵坐标，得到粒径-截留率测试曲线，截留率为 90%对应的粒径即为多孔膜的平均孔径。多孔膜平均孔径的测试示例参见附录 E。

7 测试报告

测试报告应包括以下内容：

- a) 送样日期、测试日期、测试者；
- b) 测试样品的名称、编号；
- c) 样品的预处理条件；
- d) 标准粒子信息；
- e) 测试条件、测试仪器、测试结果。



附 录 A
(资料性附录)
国家一级粒度标准物质

国家一级粒度标准物质信息如表 A.1 所示。

表 A.1 国家一级粒度标准物质

序号	标准物质编号	标准值/ μm	相对不确定度/%	材质
1	GBW12011a	0.079 1	1.90	PS
2	GBW12016a	0.164	1.83	SiO ₂
3	GBW12015a	0.281	1.42	SiO ₂
4	GBW12010a	0.333	0.90	PS
5	GBW12014a	0.459	1.09	SiO ₂
6	GBW12009a	0.855	0.82	PS
7	GBW12013a	0.943	0.96	SiO ₂
8	GBW12012a	2.061	0.88	SiO ₂
9	GBW12028	2.521	0.68	PS
10	GBW12029	4.228	0.62	PS
11	GBW12032	4.855	0.50	SiO ₂
12	GBW12030	7.428	0.66	PS



附录 B
(资料性附录)
国家二级粒度标准物质

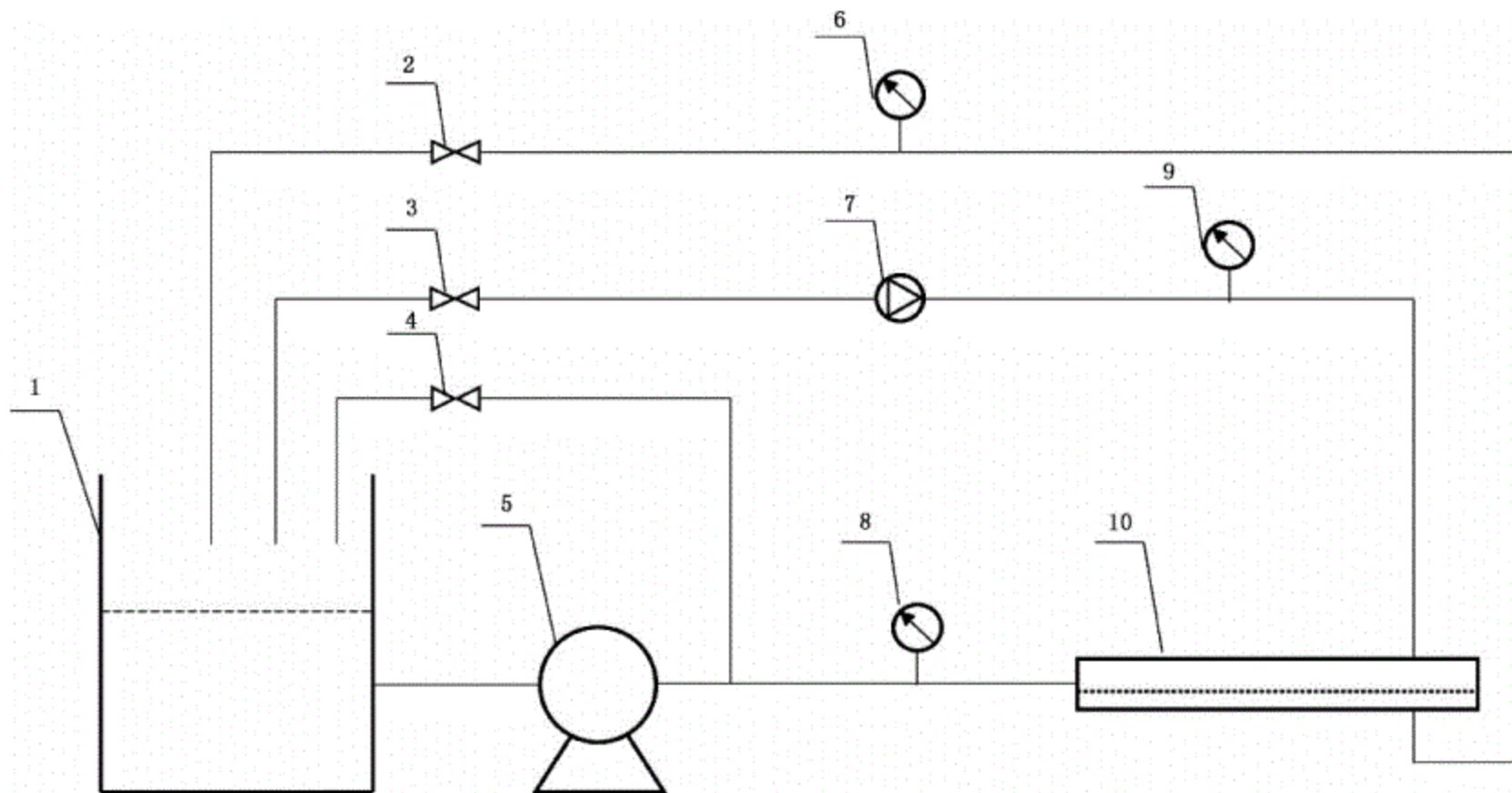
国家二级粒度标准物质信息如表 B.1 所示。

表 B.1 国家二级粒度标准物质

序号	标物编号	标准值/ μm	相对不确定度/%	材质
1	GBW(E)120064	0.117	6.0	PS
2	GBW(E)120059	0.145	5.5	SiO ₂
3	GBW(E)120058	0.292	4.4	SiO ₂
4	GBW(E)120063	0.299	4.3	PS
5	GBW(E)120057	0.438	3.9	SiO ₂
6	GBW(E)120062	0.582	3.4	PS
7	GBW(E)120061	0.763	3.1	PS
8	GBW(E)120056	0.819	3.2	SiO ₂
9	GBW(E)120055	0.928	4.3	SiO ₂
10	GBW(E)120060	1.089	2.9	PS
11	GBW(E)120054	1.973	3.7	SiO ₂
12	GBW(E)120001	1.98	2.6	PS
13	GBW(E)120002	3.26	2.5	PS
14	GBW(E)120003	4.91	2.7	PS
15	GBW(E)130382	7.0	5.7	PS
16	GBW(E)130383	9.1	4.4	PS
17	GBW(E)120004	9.88	2.3	PS
18	GBW(E)130384	11.9	3.4	PS
19	GBW(E)130385	14.1	2.8	PS
20	GBW(E)120005	16.32	3.4	PS

附录 C
(规范性附录)
多孔膜测试装置

多孔膜测试装置如图 C.1 所示。



说明：

- 1 —— 恒温储液箱；
- 2,3,4 —— 调节阀；
- 5 —— 泵；
- 6,8,9 —— 压力表；
- 7 —— 流量计；
- 10 —— 样品池。

图 C.1 多孔膜测试装置示意图

附录 D

(资料性附录)

标准粒子质量浓度测试方法

D.1 浊度法

本方法适用于标准粒子质量浓度的测定,标准曲线的测试步骤如下:

- a) 标准粒子充分分散后,配制成质量浓度为 100 mg/L 的标准粒子分散液;
- b) 移取 D.1 a) 中配制的分散液 0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 分别于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度线,摇匀,配制成质量浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、5.0 mg/L、8.0 mg/L、10 mg/L、15 mg/L 标准粒子分散液;
- c) 用浊度仪分别测定 D.1 b) 中配制分散液的浊度值;
- d) 以标准粒子质量浓度为横坐标,浊度值为纵坐标,绘制标准粒子质量浓度-浊度标准曲线,并得出回归方程;
- e) 用浊度仪分别测定滤过液和进料液的浊度值,代入 D.1 d) 的回归方程,计算出标准粒子的质量浓度。

D.2 荧光分光光度法

本方法适用于荧光粒子质量浓度的测定,标准曲线的测试步骤如下:

- a) 荧光粒子充分分散后,配置成质量浓度为 100 mg/L 的荧光粒子分散液;
- b) 移取 D.2 a) 中配制的荧光粒子分散液 0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 分别于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度线,摇匀,配制成质量浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、5.0 mg/L、8.0 mg/L、10 mg/L、15.0 mg/L 荧光粒子分散液;
- c) 用荧光分光光度计分别测定 D.2 b) 中配制分散液的荧光值;
- d) 以荧光粒子质量浓度为横坐标,荧光值为纵坐标,绘制荧光粒子质量浓度-荧光值标准曲线,并得出回归方程。
- e) 用荧光分光光度计分别测定滤过液和进料液的荧光值,代入 D.2 d) 的回归方程,计算出荧光粒子的质量浓度。

附录 E
(资料性附录)

多孔膜平均孔径的测试示例

多孔膜平均孔径的测试示例：

- a) 选用粒径为 $d_1 = 0.164 \mu\text{m}$ 的标准粒子,按第 6 章 a)~g)进行测试,多孔膜的截留率为 $R_1 = 10.0\%$;
- b) 选用粒径为 $d_2 = 0.281 \mu\text{m}$ 的标准粒子,按第 6 章 a)~g)进行测试,多孔膜的截留率为 $R_2 = 15.0\%$;
- c) 选用粒径为 $d_3 = 0.438 \mu\text{m}$ 的标准粒子,按第 6 章 a)~g)进行测试,多孔膜的截留率为 $R_3 = 40.0\%$;
- d) 选用粒径为 $d_4 = 0.819 \mu\text{m}$ 的标准粒子,按第 6 章 a)~g)进行测试,多孔膜的截留率为 $R_4 = 87.0\%$;
- e) 选用粒径为 $d_5 = 0.943 \mu\text{m}$ 的标准粒子,按第 6 章 a)~g)进行测试,多孔膜的截留率为 $R_5 = 92.0\%$;

f) 以标准粒子的粒径为横坐标,多孔膜对标准粒子的截留率为纵坐标,得到粒径-截留率测试曲线,如图 E.1 所示。由曲线回归方程得,截留率为 90% 时, $d_{90} = 0.893 \mu\text{m}$,即为多孔膜样品的平均孔径。

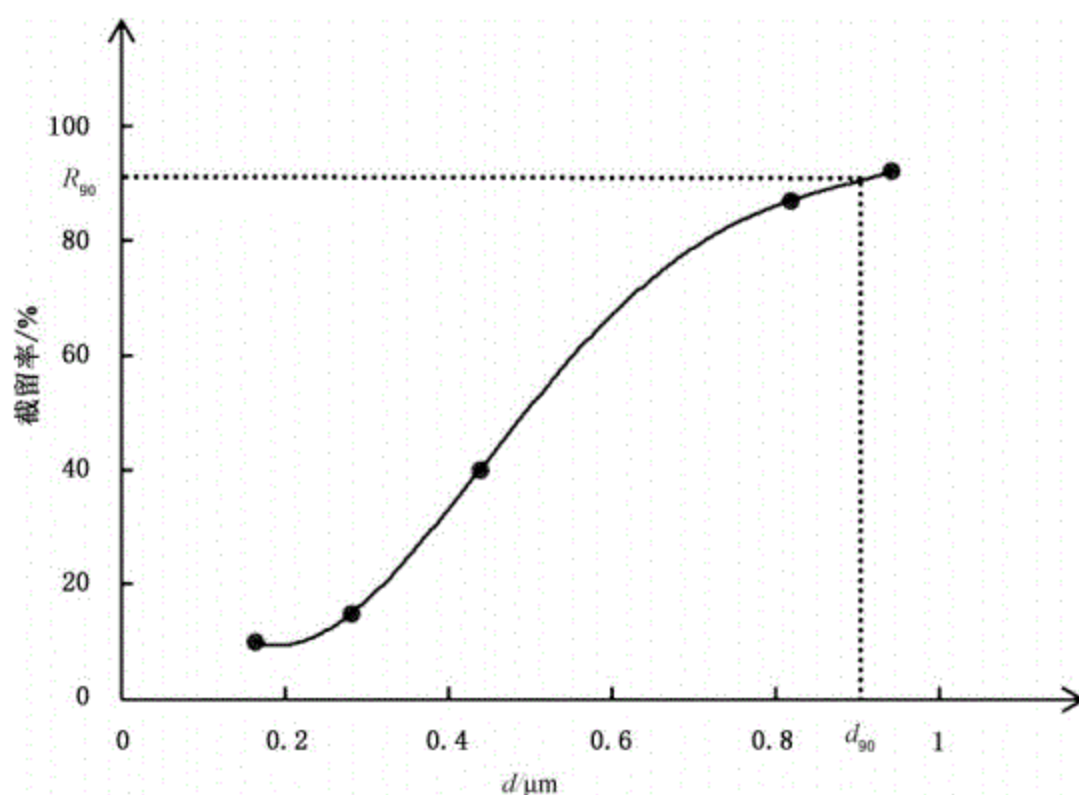


图 E.1 多孔膜平均孔径的计算曲线图

参 考 文 献

- [1] GB/T 32360 超滤膜测试方法
 - [2] GB/T 32361 分离膜孔径测试方法 泡点和平均流量法
 - [3] CJ/T 169 微滤水处理设备
 - [4] YY 0286.1 专用输液器 第1部分:一次性使用微孔过滤输液器
 - [5] ASTM D6908 Standard practice for integrity testing of water filtration membrane systems
 - [6] BS EN 14652 Water conditioning equipment inside buildings—Membrane separation devices— Requirements for performance, safety and testing
 - [7] Arkhangelsky E., Duek A., Gitis V., Maximal pore size in UF membranes. *Journal of Membrane Science*, 2012, 394-395: 89-97
-