

Pellicon[®] 2 盒式膜包 使用指南

Pellicon, Durapore, Ultracel 和 Biomax 是德国达姆施塔特的默克公司的注册商标，M 的标识是德国达姆施塔特的默克公司的商标，Tween 是美国 ICI 公司的注册商标，Tergazyme 是 Alconox 公司的注册商标，Triton 是美国联合碳化物公司的注册商标。

© 2013 美国马萨诸塞 EMD 密理博公司，保留所有的权利。

P35430CN Rev D, 07/2013

前言.....	3
膜类型.....	3
膜包之间的垫片.....	3
泵流量.....	3
水的质量要求:	4
安装.....	6
冲洗操作.....	7
进液流道 (Feed Channel) 冲洗.....	7
透过流道冲洗.....	7
清洗操作.....	8
进液流道清洗.....	8
透过流道的清洗.....	8
冲洗.....	9
消毒操作.....	10
除热原操作	11
完整性测试操作.....	12
标准水通量(NWP)测量	14
保存步骤.....	16
进液流道冲洗.....	16
透过流道冲洗.....	16
故障排除.....	18
一般有限保修条款	19
技术支持.....	19

前言

本使用手册提供 Pellicon[®]2 膜包安装和维护程序。并不提供验证程序或支持验证目的的数据。这方面的信息请参考验证指南。

膜类型

在一个膜夹具上一次只能安装一种类型的膜包。不能将不同孔径或名义截留分子量的膜包混装在一起。膜的数量取决于特定应用所需的过滤面积。避免用手接触滤膜表面。

膜包之间的垫片

所有的 Pellicon[®]2 盒式膜包 (0.5 m²) 和 Maxi 膜包 (2.5 m²) 的包装盒中都装有两个硅胶垫片，用于膜包安装过程中安装在膜包之间。

泵流量

当操作 Pellicon[®]2 膜包，应确保选择能够提供足够流量的泵，推荐的切向流速是：

A 和 C 流道装置：4-6L/min/m²

V 流道装置：5-35L/min/m²

优化的切向流速应参照实际的超滤的溶液和产品。

水的质量要求：

高品质的水，如下表格所定义，必要用于适当的步骤中

组分	可接受的浓度
铁	< 0.05 ppm
钙，镁	< 25 ppm
锰	< 0.05 ppm
浊度	< 1.0 JTU
铝	< 0.5 ppm
SDI 15(污染指数)	最好 <3
活性二氧化硅	< 2 ppm
颗粒	无
胶体二氧化硅	0
油脂等	无

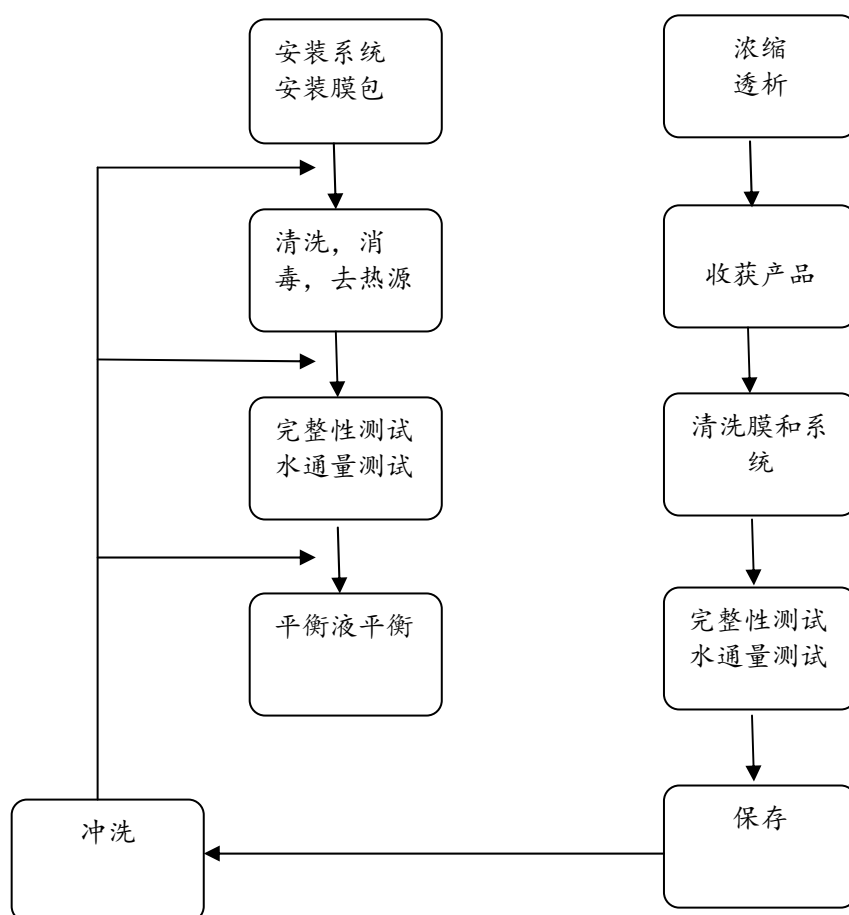
反渗透水和注射用水是推荐用水。

名义截留分子量 (NMWL)

膜	NMWL(道尔顿)
Biomax[®]膜 聚醚砜	
Biomax [®] 5	5,000
Biomax [®] 8	8,000
Biomax [®] 10	10,000
Biomax [®] 30	30,000
Biomax [®] 50	50,000
Biomax [®] 100	100,000
Biomax [®] 300	300,000
Biomax [®] 500	500,000
Biomax [®] 1,000	1,000,000
Ultracel[®]膜 (PLC 系列) 复合再生纤维素	
PLCCC(PC005)	5,000
PLCGC(PC010)	10,000
PLCTK(PC030)	30,000
PLCHK(PC100)	100,000
PLCMK(PC300)	300,000
PLCXK(PC01M)	1,000,000
Ultracel[®]膜 (PL 系列) 复合再生纤维素	
PLAC	1,000
PLBC	3,000
PLCC	5,000
PLGC	10,000
PLTK	30,000
PLHK	100,000
PLMK	300,000
PT 系列 聚醚砜	
PTGC	10,000
PHSA-G	10,000
PHSA-T	高流速 10,000
PTTK	30,000
PTHK	100,000
PTMK	300,000
膜	孔径
Durapore[®]膜 PVDF 材质	
VVPP	0.10µm
GVPP	0.22µm
HVMP	0.45µm
DVPP	0.65µm

安装

Pellicon[®]2 膜包应安装于一个 Pellicon[®]2 夹具中，安装请参考夹具安装手册。
下边流程图显示了推荐流程，清洗和测试步骤在本使用指南中有具体说明。



冲洗操作

Pellicon®2 盒式膜包在溶液或悬浊液过滤和超滤工艺前后均要进行冲洗操作，在清洗、去除热源或消毒步骤前后均要进行冲洗。

进液流道（Feed Channel）冲洗

进液流道的冲洗是为去除膜上游的保存剂。

1. 加入纯水到 Pellicon®2 系统(见第 4 页);
2. 完全打开回流阀，直接将回流口液体排放;
3. 打开进液泵，将水泵入 Pellicon® 夹具的进口端。Pellicon®A 和 C 流道膜包进口端切向流速达到 4-6L/min/m²，Pellicon®V 流道膜包的切向流速达到 5-35 L/min/m²。
4. 按回流口流量达到每平方米 2-5L 的流量冲洗膜包，同时也会有一部分水流出透过端，透过端的流量在此步骤并不是十分重要，根据安装膜包类型不同透过端的流量会有变化。

透过流道冲洗

透过端冲洗是为了除去膜和透过液流道中的保存液。

1. 部分关闭回流阀，使回流端的压力达到列表所显示的数值，膜孔比较开放的膜包不能达到这个数值。对于孔径比较小的膜进口压力可以达到 5bar(80psi)。目标是使透过端的流速达到 100L/h/m² 或者大约 30% 的进口流量通过透过端流出。
2. 冲洗膜包到透出液达到 10-20L/m²（所安装的膜包面积），根据个别的去除保护剂的要求，冲洗量可以被调整。
3. 排空回流端和透过端管道中的液体。

膜截留分子量	回流口压力
1,3,5kD	1.1-1.4 bar(16-20psi)
10kD	0.6-1.0bar(8.7-14.5psi)
30kD	0.3-0.6bar(4.4-8.7psi)
>50kD	通过控制透过液阀门和透过液泵速使透过端流速达到 100LMH

清洗操作

清洗操作是指清洗液在一段时间内接触整个系统的所有部件情况。膜的再生，系统消毒，系统去热原和系统保存都需要清洗操作。

有些应用需要两步清洗操作，在此情况下必须完全冲洗首先使用的清洗剂，避免清洗剂之间的化学反应，一个完整的清洗操作程序应该包括冲洗和循环来达到膜性能的再生，系统的消毒，去除热原和残留物去除。

从清洗剂选择表中选择清洗方法，找出类似的应用或可能存在的污染物。选择跟膜化学兼容的清洗剂，找出对应的清洗剂的操作条件。

消毒剂，去热原试剂和保存液选择相似，在有些情况下，消毒和去热原可以在一步完成。

进液流道清洗

1. 直接将回流管路和透过管路放进清洗罐中，关闭罐子的排水阀，打开回流阀，（如果有透过阀，打开透过阀）
2. 向清洗罐中加入温水（40-50 摄氏度），从清洗表中选择能够去除系统中可能存在的污染物的清洗剂，加入清洗剂，使浓度达到推荐浓度。
3. 完全打开回流阀。
4. 开启进口泵，将溶液泵进 Pellicon[®] 夹具的进口，Pellicon[®]A 和 C 流道达到进液切向流速 4-6L/min/m²，Pellicon[®]V 流道的切向流速达到 5-35 L/min/m²。

透过流道的清洗

1. 部分关闭回流阀，使回流端的压力达到列表所显示的数值，膜孔比较开放的膜包不能达到这个数值。对于孔径比较小的膜进口压力可以达到 5bar(80psi)。目标是使透过端的流速达到 100L/h/m² 或者大约 30% 的进口流量通过透过端流出。

让清洗剂在系统中循环到指定的时间，如果使用挥发性清洗剂如氯时，在整个清洗循环过程中要定时监测清洗剂的浓度，当浓度下降时需要补充清洗剂至推荐的浓度。

膜截留分子量	回流端压力
1,3,5kD	1.1-1.4 bar(16-20psi)
10kD	0.6-1.0bar(8.7-14.5psi)
30kD	0.3-0.6bar(4.4-8.7psi)
>50kD	通过控制透过液阀门和透过液泵速使透过端流速达到 100LMH

2. 如果系统比较复杂有多个歧管，要确保所有接触料液的表面都能被清洗剂清洗干净，同样所有接触料液的阀门也要清洗干净，一个比较好的方法是，将阀门开大-关小两次以上，保证阀体内接触料液的内表面全部都能接触到清洗剂。

冲洗

在清洗循环结束后将回流管和透过管直接排放直到清洗罐排空，然后关机，同时排空回流管路和透过管路的液体。

清洗条件

主要清洗剂列表，主要应用于有机物，生物膜，生物多聚物，蛋白和多酚污染物。

膜类型	膜系列	清洗剂	浓度	温度℃	pH	时间 (min.)
Biomax®	PT	NaOH	0.1-1.0 N	40-50	13-13.7	30-60
		NaOCl	2500-500 ppm 活性氯	40-50	10-11	30-60
		NaOH/NaOCl	0.1 N/250 ppm	40-50	13	30-60
Durapore®		NaOCl	250 ppm 活性氯	40-50	10-11	30-60
Ultracel	PLAC PLBC, PLCC, PLCCC	NaOH	0.1 N	20-25	13	30-60
	PLGC, PLCGC, PLTK, PLCTK, PLCHK, PLCMK, PLCXK	NaOH	0.1 N	25-40	13	30-60
膜	污 染 物	清 洗 剂	浓 度	温 度℃	pH	时 间 (min.)
全部	生物多聚物， 蛋白，胶体， 多酚油脂，油 类，油脂，消 泡剂	Tergazyme®	0.2%	40-50	9-10	30-60
全部	蛋白，脂质	Triton®-X100	0.1%	40-50	5-8	30-60
全部	脂多糖	SDS	0.1%	40-50	5-8	30-60
全部	油类，消泡剂	Tween® 80	0.1%	40-50	5-8	30-60
全部	蛋白，蛋白沉 淀	尿素	7M	40-50	8	60
全部	矿物质					
全部	核酸	硝酸，磷酸	0.1N， 0.1N	40-50	1.0	30
全部	铁，锰	柠檬酸	1.0%	室温	调节 pH 至 3	40-50

消毒操作

消毒步骤通常在膜系统完全清洗和冲洗来降低生物负荷步骤之后。

消毒步骤的压力，流速和体积与清洗步骤一致。

根据膜的兼容性，从下表选择合适的消毒剂：

消毒条件和消毒剂表

膜类型	消毒剂	浓度	温度℃	pH	时间 (min.)
全部	NaClO	20-50 ppm(活性氯离子)	20-50	7-8	15-30
全部	过乙酸	100-200ppm(0.25-0.4%)	10-40	3.5	15
PT 系列	NaOH	0.1-0.5N	30-50	13-13.7	30
PL 系列	NaOH	0.1N	40-50	13	30
Biomax	NaOH	0.1-0.5N	30-50	13-13.7	30
全部	甲醛（福尔马林溶液）	1-2%	20-30	5-8	30

* 如果要监控消毒剂的有效性，建议使用中间浓度。

为延长膜包使用寿命，对于 PLAC, PLBC, PLCC 和 PLCCC 膜消毒温度 20-25 度为佳。PLGC 消毒温度 25-40 度为佳。

除热原操作

去热原步骤应该在系统清洗，消毒和冲洗步骤之后。

去热原流速，压力和体积与清洗步骤一致，请参照清洗步骤。

在去热原步骤应使用注射用水。

根据膜的化学兼容性，从下表中选择合适的去热原试剂。

除热原条件和试剂：

膜类型	去热源试剂	浓度	温度℃	pH	时间 (min.)
PT 系列 Biomax®	NaOH	0.1-1.0N	30-50	13-13.7	30
PL 系列	NaOH	0.1N	30-50	13	30
PT 系列 Biomax® Durapore	NaOCl	300ppm 活性 氯离子 (600ppm NaOCl)	30-50	10-11	30
全部	磷酸	0.1N	30-50	1.0	30

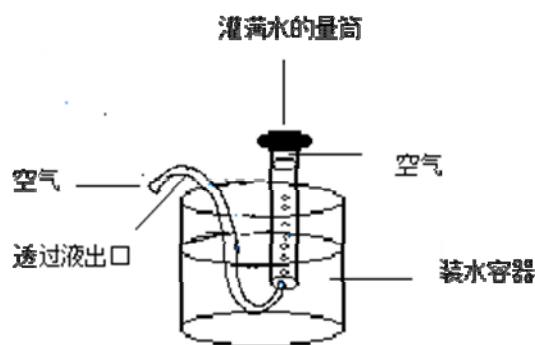
* 如果要监控除热原的有效性，建议使用中间浓度。

为延长膜包使用寿命，对于 PLAC, PLBC, PLCC 和 PLCCC 膜消毒温度 20-25 度为佳。PLGC 消毒温度 25-40 度为佳。

完整性测试操作

膜包的完整性测试应该在系统完全清洗和冲洗之后进行，残留的清洗剂的会严重影响完整性测试的结果。

1. 首先保证系统完全清洗，膜完全湿润。可以通过使用跨膜压力在 2.1bar(30psi)条件下用水循环 5 分钟。
2. 排空系统中的水，排空系统回流端很重要。
3. 把经过过滤的并且压力可调的气源接到进液口或回流口，最好选择位置较高的那一端。
4. 把没有接气源的进口或回流口的阀门关闭，如果没有阀门用其他办法封闭。
5. 透过端应完全打开。
6. 慢慢打开气源到达推荐的压力，稳定 5 分钟，把透过管路中残余的水排空，不要超过推荐的压力，它会吹出膜孔中的水，致使空气扩散流增加，如果发生这种现象，请重新润湿滤膜。
7. 测量并记录气体压力，温度和从透出口中流出的气体流量，空气流量可用空气流量计测量或如图测量一段时间内倒置的灌满水的量筒中有多少体积的水被排出。



手动测量扩散流示意图

8. 比较测量的流量与表格中的指标，如果大于指标值，请参考故障排除。

确认 Pellicon® 膜堆完整性的空气扩散流指标：

膜	完全湿润膜的空气流量 (ml/min)				
	0.1m ² (1.1ft ²)	0.5m ² (5.4ft ²)	2.0m ² (21.5ft ²)	2.5m ² (26.7ft ²)	测试压力 bar (psi)
	Mini	Cassette	Maxi	Maxi	
Biomax® 膜					
Biomax® 5	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
Biomax® 8	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
Biomax® 10	<4	<18	<72	<90	2.4 (30)
Biomax® 30	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
Biomax® 50	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
Biomax® 100	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
Biomax® 300	<12	<60	<240	<300	0.68 (10)
Biomax® 500	<12	<60	<240	<300	0.68 (10)
Biomax® 1000	<12	<60	<240	<300	0.68 (10)
Ultracel® 膜 (PLC 系列)					
PLCCC	<7	<35	<145	<175	2.4(30)
PLCGC	<7	<35	<145	<175	2.4(30)
PLCTK	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
PLCHK	<3	<12	<48	<60	0.68 (10)
PLCMK	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
PLCXK	<4	<18	<72	<90	0.68 (10)
Ultracel® 膜 (PL 系列)					
PLAC	<3	N/A	<192	N/A	0.34(5)
PLBC	<3	N/A	<192	N/A	0.34(5)
PLCC	<3	<12	<192	N/A	0.34(5)
PLGC	<10	<46	<125	N/A	0.34(5)
PLTK	<12	<60	<240	N/A	0.34(5)
PLHK	<12	<60	<240	N/A	0.34(5)
Durapore® 膜					
VVPP	<3	<12	<48	N/A	0.68 (10)
GVPP	<3	<12	<48	N/A	0.68 (10)
HVMP	<3	<12	<48	<60	0.68 (10)
DVPP	<3	N/A	<48	N/A	0.68 (10)

标准水通量(NWP)测量

Pellicon® 盒式滤膜应该在第一次使用之前先测量标准水通量，先对新膜进行清洗，冲洗，消毒和去除热源过程后再测量 NWP，首次测量的 NWP 可以作为一个基准，以后每次使用后的 NWP 可以和最初值来比较来判断清洗的效果。

1. 把回流管和透过管直接引回至清洗罐中，关闭罐的排液口，完全打开回流阀，如果有透过阀门，也完全打开。
2. 向 Pellicon® 2 系统内加水，应使用去离子水，注射用水或反渗透水，冲洗用水必须完全纯净，避免污染膜包或将其他污染物带入系统。
3. 打开进液泵，将水泵入 Pellicon® 夹具的进液端，Pellicon® A 和 C 流道达到进口切向流速 4-6 L/min/m²，Pellicon® V 流道的切向流速达到 5-35 L/min/m²。每次测量 NWP 的条件必须保持一致来确保测量的准确性。
4. 循环 5-10 分钟，保证整个系统压力和温度的稳定。
5. 记录进液和透过液的流速，进口端，回流端和透过端压力值和水温。
6. 循环结束之后，关闭进液泵，排空系统中的水。
7. 计算 NWP:

$$NWP = \frac{R \times F}{A \left\{ \left(\frac{P_{in} + P_{out}}{2} \right) - P_p \right\}}$$

单位 LMH/bar(升/m²×小时×bar)

$$\frac{J_f F}{TMP}$$

J_f= 透过端流量

TMP=跨膜压力

参数:

R=透过端流速 (L/H)

P_{in} =进口压力 (bar)

P_{out} =回流口压力 (bar)

P_p =透进口压力 (如果没有通常是数值 0, bar)

T=水温°C

A=总体过滤面积(m²)

F=温度校正因子

8. 第一次使用后的水通量通常比最初水通量下降 10-20%，这种减少是正常的，几次工艺运行之后水通量应该不会继续减少。

在清洗之后，如果膜的标准水通量与运行前的变化在±20%左右，说明工艺过程的重现性良好。可接受的清洗效果的标准是膜和工艺参数指定的，不同厂家之间可能不同，关键是稳定的流量和没有超载。详情见技术文件 TB1502EN00《超滤膜清洗效果评价的技术》。

如果水通量在每批之间有明显下降，清洗可能不够，建议改变清洗剂和清洗程序，请联系技术支持代表得到帮助。

NWP 温度校正因子 (F)

温度		F	温度		F	温度		F
°F	°C		°F	°C		°F	°C	
125.6	52	0.595	96.8	36	0.793	68.0	20	1.125
123.8	51	0.605	95.0	35	0.808	66.2	19	1.152
122.0	50	0.615	93.2	34	0.825	64.4	18	1.181
120.2	49	0.625	91.4	33	0.842	62.6	17	1.212
118.4	48	0.636	89.6	32	0.859	60.8	16	1.243
116.6	47	0.647	87.8	31	0.877	59.0	15	1.276
114.8	46	0.658	86.0	30	0.896	57.2	14	1.310
113.0	45	0.670	84.2	29	0.915	55.4	13	1.346
111.2	44	0.682	82.4	28	0.935	53.6	12	1.383
109.4	43	0.694	80.6	27	0.956	51.8	11	1.422
107.6	42	0.707	78.8	26	0.978	50.0	10	1.463
105.8	41	0.720	77.0	25	1.000	48.2	9	1.506
104.0	40	0.734	75.2	24	1.023	46.4	8	1.551
102.2	39	0.748	73.4	23	1.047	44.6	7	1.598
100.4	38	0.762	71.6	22	1.072	42.8	6	1.648
98.6	37	0.777	69.8	21	1.098	41.0	5	1.699

*Based on Water Fluidity Relative to 25 °C (77 °F) Fluidity Value $F = (\mu T^{\circ}C / \mu 25^{\circ}C)$ or $(\mu T^{\circ}F / \mu 77^{\circ}F)$

保存步骤

把透过管和回流管引回至清洗罐中。

进液流道冲洗

1. 关闭清洗罐排水阀，打开回流阀（如存在透过阀门，打开透过阀）。
2. 加入干净的热水（40-50°C）到清洗罐中，从保存试剂表中选择和膜兼容的保存剂，选择推荐的浓度，将选择的保存剂加入罐中配置到推荐浓度。
3. 完全打开回流阀。
4. 打开进液泵，将溶液泵至 Pellicon® 夹具的进口端，Pellicon® A 和 C 流道达到进口切向流速 4-6L/min/m²，Pellicon® V 流道的切向流速达到 5-10L/min/m²。

透过流道冲洗

部分关闭回流阀使回流端压力达到下表所列数值，膜孔比较开放的膜包不能达到这个数值。

对于孔径比较小的膜进口压力可以达到 5bar(80psi)。目标是使透过端的流速达到 100L/h/m² 或者大约 30% 的进口流量通过透过端流出。

1.

膜截留分子量	回流端压力
1,3,5kD	1.1-1.4 bar(16-20psi)
10kD	0.6-1.0bar(8.7-14.5psi)
30kD	0.3-0.6bar(4.4-8.7psi)
>50kD	通过控制透过液阀门或透过液泵速使透过端流速达到 100LMH

2. 将保存液循环 5-10 分钟。
3. 在保存液循环完成后，直接将回流管和透过管处于排放状态，继续运行直到罐体排空，然后关闭泵，排空回流管路和透过管路。

适合的储存容器包括带有拉链式密封条的塑料冷藏袋子，聚乙烯或聚丙烯的冷藏容器中，或带锁紧和密封盖子的塑料桶中。膜包可以保存在 2-8 °C 条件下。

Pellicon®2盒式滤器保存剂

保存液	膜类型	浓度	pH	推荐周期 (月)
NaOH	PT 系列 Biomax	0.1 N @最大 温度 20°C	13	6
	PLAC,PLBC,PLCC,PLCCC	不要使用 NaOH, 选择其他试剂		
	PLGC	0.1 N @最大 温度 20°C	13	4
		0.05 N@最大 温度 20°C	12.7	8
	其他所有 PL 膜	0.1 N@最大温 度 20°C	13	6
		0.05 N@最大 温度 20°C	12.7	12
Roccal-II(笨 扎 氯烷	全部	0.1%	7	12
醋酸/磷酸	全部	1%/0.12M	2-3	6
磷酸	全部	0.1N	2	6
亚硫酸氢钠	全部	1.0%	4-8	2
叠氮钠	全部	0.05%	4-8	2

以上推荐的保存剂会保证膜的充分湿润，同时在不损坏膜的条件下抑制微生物的生长。

再次使用前，要对膜包进行冲洗，清洗和消毒。

膜包应该保存在塑料袋或容器中，在 4-25°C 温度下保存，避免结冰。

大部分膜可以保存在保存液中而不会发生膜损坏，在推荐的保存周期后，换上新鲜的保存液，抑制微生物生长。保存在 NaOH 溶液中的 Ultracel®PL 系列和 PLC 系列膜只能保存在推荐的周期内，过长时间保存可能会导致膜包的损坏。

故障排除

问题	可能的原因	解决方法
完整性测试失败或低截留	膜表面没有完全润湿；用水冲洗，重新测试	用 10-20% 乙醇溶液循环 5-10 分钟
	泵能力不足	当润湿时，使用大一点的泵（17L/min/m ² ）
	滤器压得不够紧实	重紧夹具，重测，增加扭矩，检查膜包之间垫片，检查螺母，螺杆
	温度改变从上次安装好后	重新安装，重新测量
	化学兼容性问题	重新审查所使用的化学试剂与滤器的化学兼容性，更换膜包
	膜损坏	目视检查滤器，如有必要更换滤器
	不适合的膜选择	
	错误的膜包	更换膜包
过低标准水通量值	系统没有正确排气	确保系统排气，以便空气全部排出
	系统和膜包没有完全冲洗	冲洗系统和膜包
	系统和膜包没有完全清洗干净	清洗系统和膜包
	错误的膜包	更换膜包
过高标准水通量值	系统和膜包没有被正确清洗	清洗系统和膜包
	系统压力过高	降低系统压力
	错误的膜包	更换膜包

一般有限保修条款

默克密理博（“Merck Millipore”）担保，在其产品自发货之日起一年内将符合规范要求。除此之外，默克密理博不做其他任何明示或暗示的担保，也不做针对特定用途的任何适用性。除非默克密理博管理人员签署明确的书面协议同意更改，否则本质量保证和默克密理博发布的产品目录和产品数据库中的默克密理博产品数据，技术规格和说明均不得修改。与本或上诉出版物不符的口头或书面声明均未经过授权，如有此类声明，不得相信其中的内容。

如果出现上述担保的情况，在客户及时通知的条件下，默克密理博的唯一责任就是选择对相关产品或零件进行维修或更换。如果经过适当的努力后，默克密理博无法修复或更换产品或零件，则默克密理博应退还客户购买此产品或零件的全部费用。对于客户因使用产品而遭受的间接损失、附带损失、特殊损失或其他由于经济或财产损失导致的间接损失，默克密理博不承担责任。

技术支持

如需更多信息，请联系最靠近您的默克密理博办事处。在美国，可拨打电话 1-800-645-5476。在欧洲，可以拨打+33 (3) -90 46 89 50或者访问我们的技术支持网站：www.merckmillipore.com/techservice。

中国区联系方式：400-889-1988 分机 3，邮箱：China.BPS.TS@Merckgroup.com