

## 切向流过滤标准操作方法

### 1. 目的

使用思拓凡公司的切向流膜包以及夹具进行切向流工艺开发。提供该指导文件协助操作者正确完成切向流设备的组装及使用。

### 2. 设备

隔膜泵/蠕动泵，硅胶管，压力表，调节阀，扭力扳手，Centramate 夹具，膜包，天平，计时器。

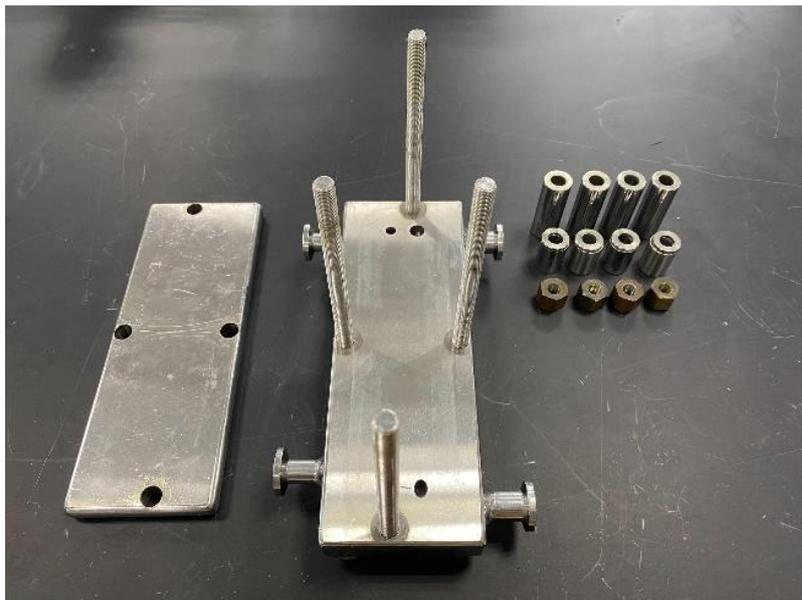
### 3. 设备组装及使用

#### 3.1 使用前处理：膜包安装

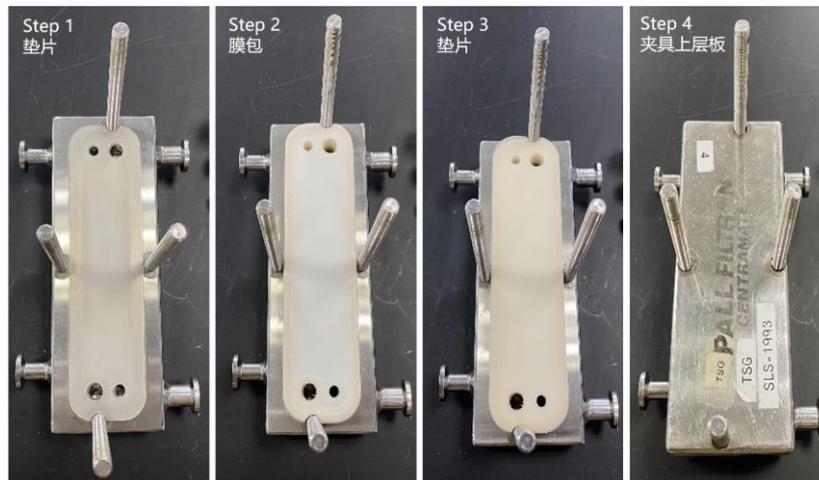
##### 3.1.1 辨别使用膜包膜面积

Part Number (Digits 6 – 8)	Cassette Format, Feed Channel Configuration	Membrane Area (Nominal)
T01	Centramate Screen Channel	93 cm <sup>2</sup> (0.1 ft <sup>2</sup> )
T02	Centramate Screen Channel	186 cm <sup>2</sup> (0.2 ft <sup>2</sup> )
T12	Centramate Screen Channel	0.1m <sup>2</sup> (1.1 ft <sup>2</sup> )
T06	Centrasette Screen Channel	0.5 m <sup>2</sup> (5.4 ft <sup>2</sup> )
T26	Centrasette Screen Channel	2.5 m <sup>2</sup> (27 ft <sup>2</sup> )

3.1.2 将 Centramate 夹具拆开如下图：(使用 T01-T02 膜包建议使用 Centramate LV 夹具，T12 膜包建议使用 Centramate 夹具)

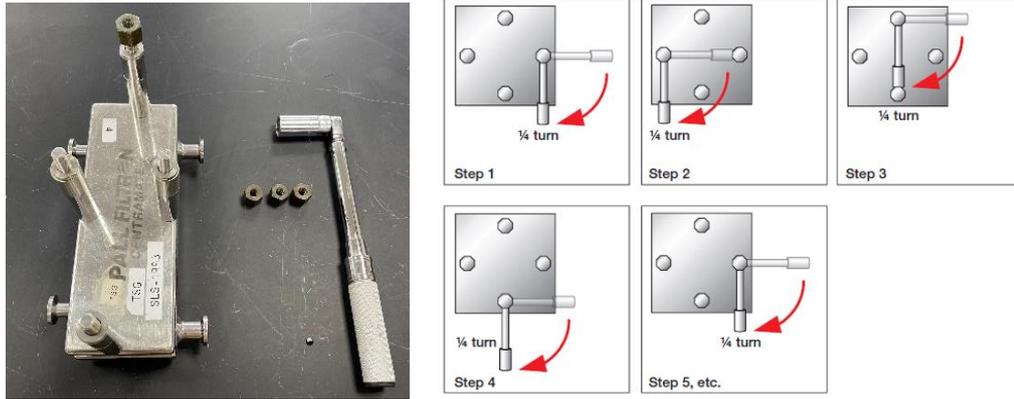


3.1.3 依序放上垫片、膜包、垫片、盖板，如下图

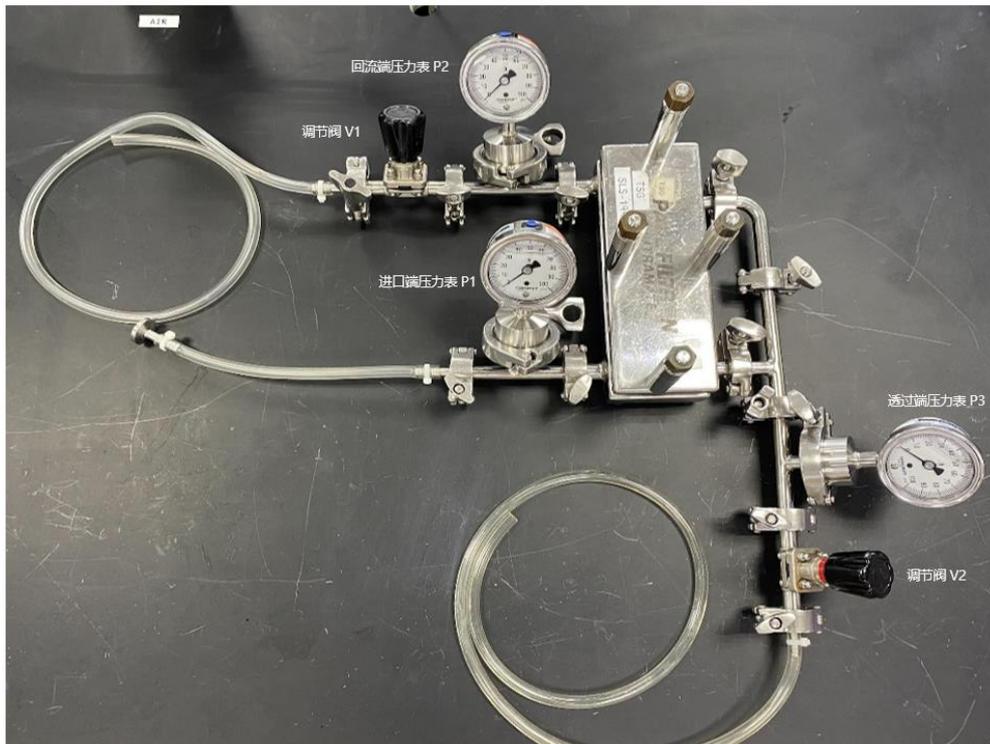


### 3.1.4 依据下表参数锁上螺帽调整扭矩

夹具类型	夹具螺杆数量	手动扭力膜包夹具的推荐力矩范围 <sup>1</sup>	
		(in - lb.)	(Nm)
Centramate LV	4	50 - 70	6 - 8
Centramate	4	70 - 90	8 - 10

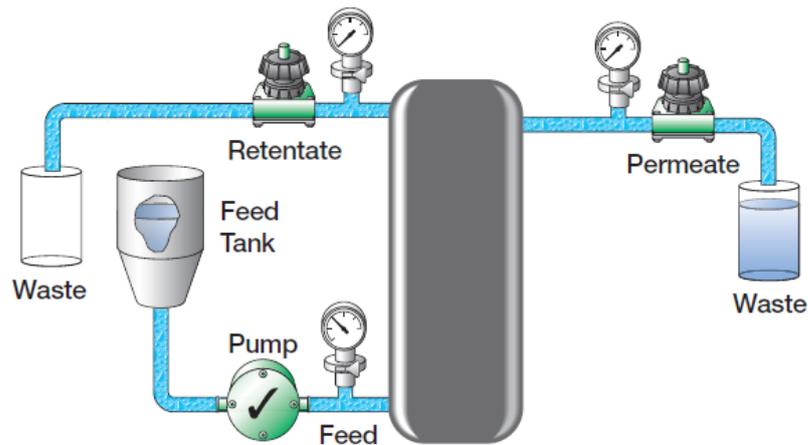


### 3.1.5 连接压力表、调节阀、管路



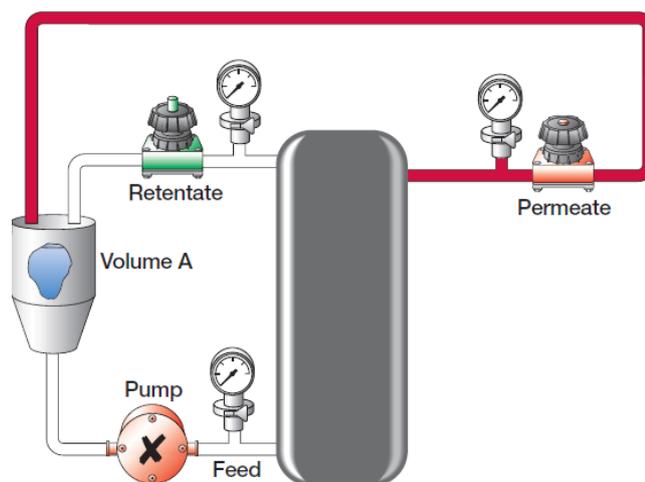
### 3.2 使用前处理：水冲洗

- 3.2.1 将回流端及透过端管路置于废液桶中，在进口罐中加入适当体积的纯水，开启进口泵确认系统内气泡皆被排除（可间歇性关闭回流及透过端帮助排气泡）。
- 3.2.2 使用进口流速  $7-12 \text{ L/min/m}^2$  开始冲洗，并且进口压力不得超过  $2 \text{ bar}$ ，调整回流阀 V1 使得透过端流量大于回流端流量。
- 3.2.3 使用纯水冲洗不小于  $10 \text{ L/m}^2$ 。

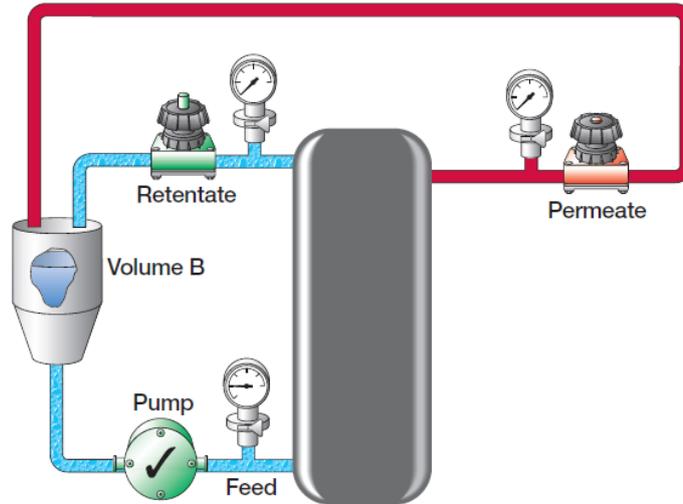


### 3.3 计算系统上游死体积及最小运行体积

- 3.3.1 确认系统液体彻底排空
- 3.3.2 将透过阀 V2 完全关闭，以及回流阀 V1 完全打开



- 3.3.3 将进口端以及回流端放入已定量好的纯水容器中（此时纯水体积记录为  $A \text{ mL}$ ，约  $>100 \text{ mL}$ ）
- 3.3.4 开启进口泵，将纯水泵入系统中循环（进口压力不可超过  $2 \text{ bar}$ ），确认系统中无气泡残留，可间歇性关闭回流端帮助排气



3.3.5 关闭进口泵，记录容器中残留纯水体积（此时残留纯水体积记录为 B mL）

3.3.6 计算上游死体积为 A-B mL

3.3.7 记录进口罐中能够较搅动并且进口端及回流端可置于液面下的最小纯水体积（体积记录为 C mL）

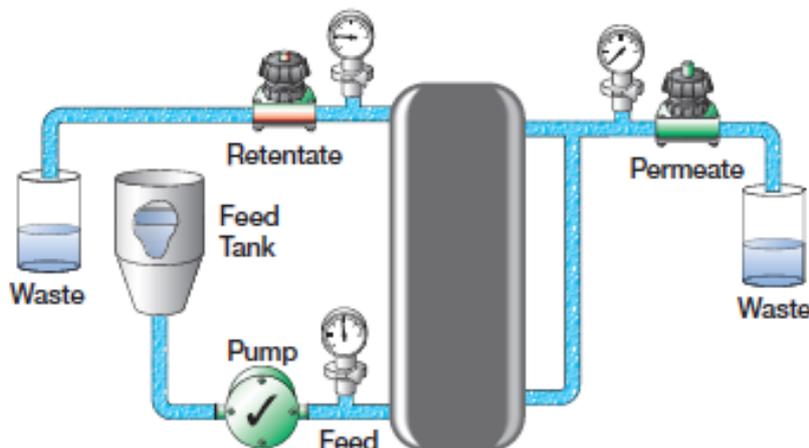
3.3.8 最小运行体积则为上游死体积 + C mL

### 3.4 使用前处理 – 膜包消毒

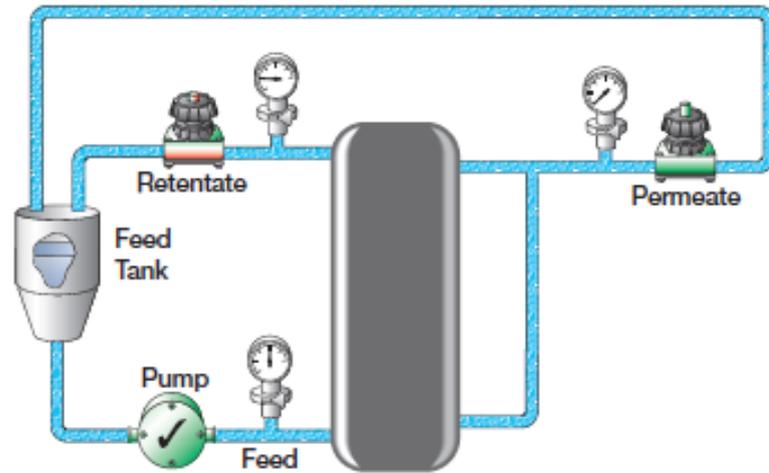
膜包	消毒液
Omega 聚醚砜 PES	0.5 M NaOH @ 25-40 °C
Delta 再生纤维素 RC	0.1 M NaOH @ 25-40 °C

3.4.1 将回流端及透过端管路置于废液桶中，在进口罐中加入适当体积的消毒液，开启进口泵确认系统内气泡皆被排除

3.4.2 使用进口流速 7-12 L/min/m<sup>2</sup> 开始冲洗，控制回流阀至回流端压力至 0.14 bar (2 psi)，并且进口压力不得超过 2.8 bar (40 psi)，使用消毒液冲洗 5 L/ m<sup>2</sup>，



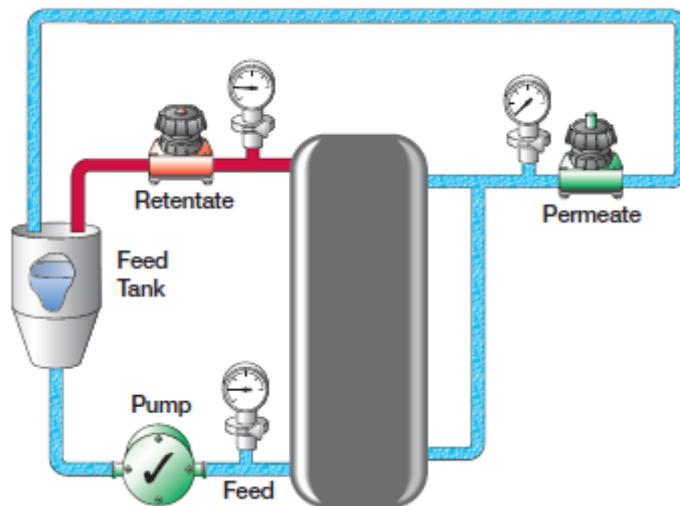
3.4.3 将回流端与透过端放入进口罐中，继续循环 30 分钟



### 3.5 使用前处理 – 水冲洗及水通量检测

3.5.1 重复步骤 3.2 使用纯水将膜包中的消毒液完全清洗干净，并且系统中无残留气泡

3.5.2 采取死端过滤检测法，完全关闭回流阀 V1，将进口管路及透过管路放置与进口罐中



3.5.3 调整进口泵速至推荐的 TMP 数值，待压力值稳定

膜包 - 截留分子量大小	跨膜压差 TMP
Omega - ≤ 100 kD	0.7 bar (10 psi)
Omega - > 100 kD	0.3 bar (5 psi)

3.5.4 记录泵速、进口压力 P1、回流压力 P2、透过压力 P3、每分钟透过端流量、液体温度

3.5.5 计算跨膜压差 TMP:  $TMP = [(P1 + P2) / 2] - P3$

3.5.6 计算水通量 NWP:  $NWP_{20^{\circ}\text{C}} = \text{透过端流速}_{(\text{LMH})} / TMP_{(\text{bar 或 psi})} \times \text{温度补偿因子 TCF}$

Temperature Correction Factors (TCF<sub>20 °C</sub>)

T °C	TCF <sub>20 °C</sub>	T °C	TCF <sub>20 °C</sub>
4	1.57	28	0.83
5	1.52	29	0.81
6	1.47	30	0.80
7	1.43	31	0.78
8	1.39	32	0.76
9	1.35	33	0.75
10	1.31	34	0.73
11	1.27	35	0.72
12	1.24	36	0.70
13	1.20	37	0.69
14	1.17	38	0.68
15	1.14	39	0.66
16	1.11	40	0.65
17	1.08	41	0.64
18	1.05	42	0.63
19	1.03	43	0.62
20	1.00	44	0.61
21	0.98	45	0.60
22	0.95	46	0.59
23	0.93	47	0.58
24	0.91	48	0.57
25	0.89	49	0.56
26	0.87	50	0.55
27	0.85		

### 3.6 使用前 - 完整性检测

3.6.1 将系统中液体排空

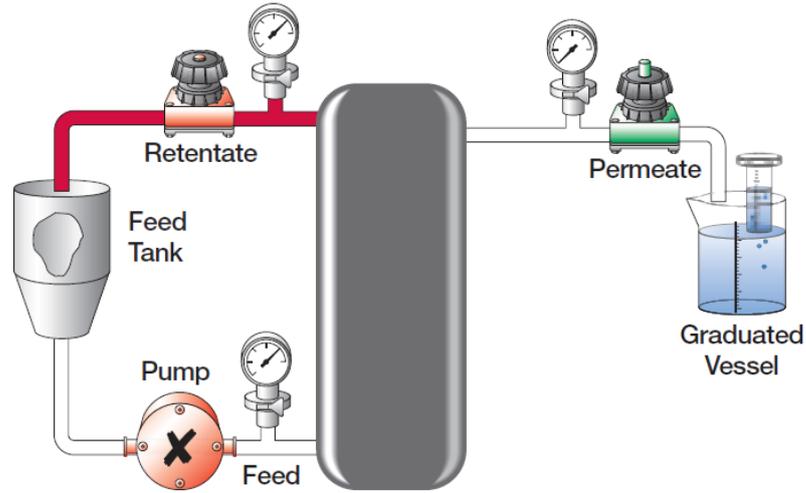
3.6.2 将进口端连接至完整性检测仪，关闭回流端，完全开启透过端

3.6.3 设置前进流检测

膜包	前进流测试压力	前进流数值上限
Omega 聚醚砜 PES	2 bar (30 psi)	< 1600 mL/m <sup>2</sup> /min
Delta 再生纤维素 RC	4 bar (58 psi)	< 500 mL/m <sup>2</sup> /min

3.6.4 若无完整性检测，可采用排水集气法，将进口端连接至压缩气源或是使用泵驱动

3.6.5 关闭回流端，完全开启透过端，准备一个装满水的量筒，倒置放入一个装满水的容器内，记录量筒此时液体位置



3.6.6 开始计时，记录每分钟排水体积

### 3.7 切向流工艺 – 膜包平衡

3.7.1 将回流端及透过端管路置于废液桶中，在进口罐中加入适当体积的平衡缓冲液，开启进口泵确认系统内气泡皆被排除

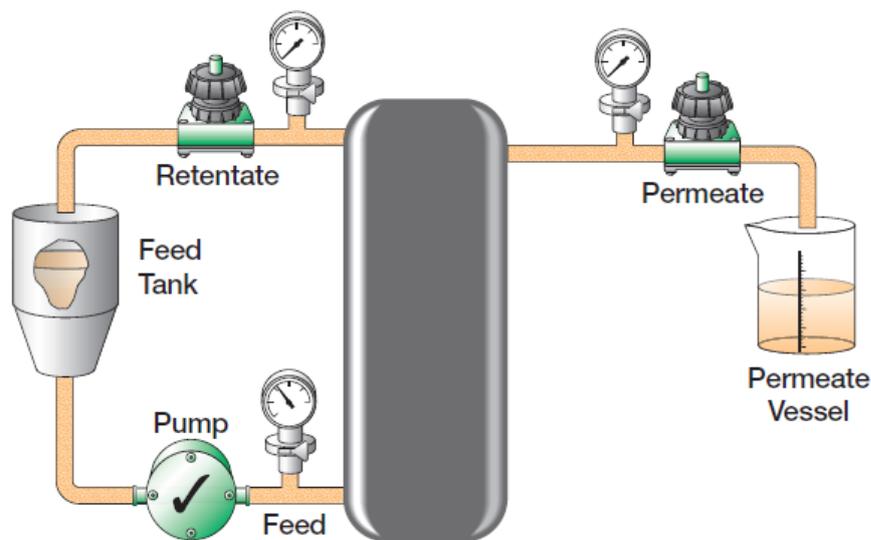
3.7.2 使用进口流速  $5-8 \text{ L/min/m}^2$  开始冲洗，并且进口压力不得超过  $2 \text{ bar}$

3.7.3 使用缓冲液冲洗  $5-20 \text{ L/m}^2$  冲洗至 pH 及电导率达到缓冲液水平

### 3.8 切向流工艺 – 优化工艺参数

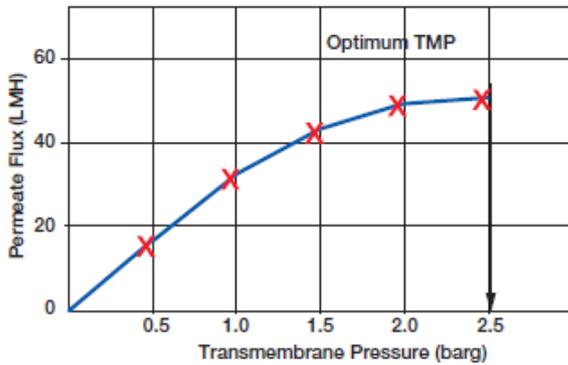
3.8.1 在进口罐中加入测试料液，将回流端及透过端管路置入进口罐中，调整泵至需求的切向流速

3.8.2 循环几分钟至状态稳定，记录进口压力 P1、回流压力 P2、透过压力 P3、回流流速、过端流速



3.8.3 将透过端管路置回与进口罐中继续循环，并且缓慢关闭回流端阀门来增加 TMP，适当调整泵来维持切向流速

3.8.4 重复 3.4.2-3.4.3 步骤直至曲线完成



**Equations**

$$TMP = ([P_F + P_R]/2) - P_P$$

To convert mL/min/ft<sup>2</sup> to LMH:

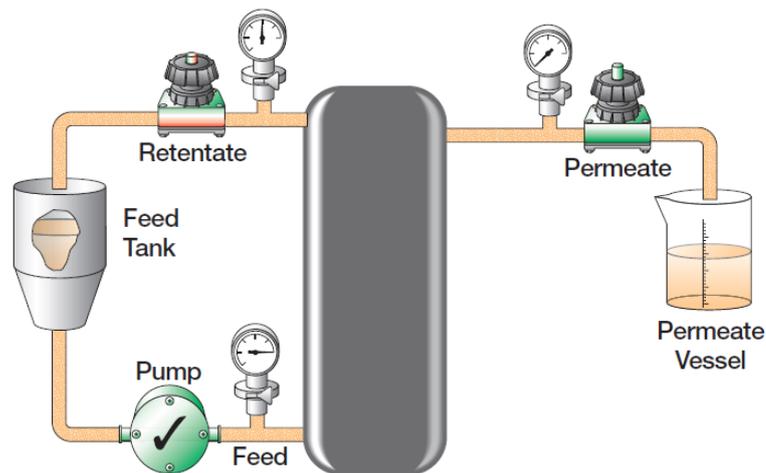
$$mL/min/ft^2 \times 0.6456 = LMH$$

**Conversion**

$$1 \text{ barg} = 14.5 \text{ psig}$$

**3.9 切向流工艺 - 浓缩工艺**

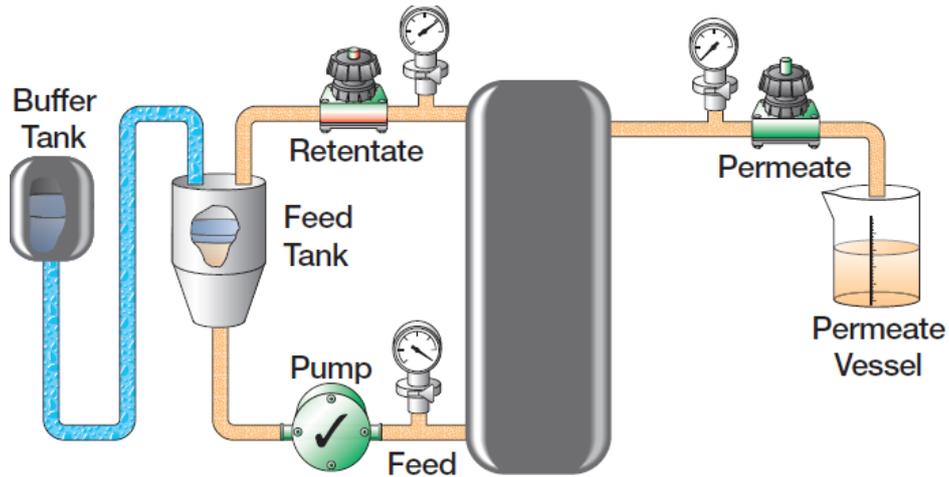
3.9.1 依据优化的工艺参数 TMP 及切向流速，调整泵及阀门，将回流端管路置入罐中，透过端置入废液桶



3.9.2 记录透过端液体收集重量与时间关系数据，包含运行时间对应的进口压力 P1、回流压力 P2、透过压力 P3、透过累计重量，直至达到目标浓缩倍数（需注意是否大于最小运行体积）

**3.10 切向流工艺 - 连续洗滤换液工艺**

3.10.1 使用泵将缓冲液补充至进口罐中，与透过速度保持一致，确认罐中料液混匀情况



3.10.2 记录透过端液体收集重量与时间关系数据，包含运行时间对应的进口压力 P1、回流压力 P2、透过压力 P3、透过累计重量

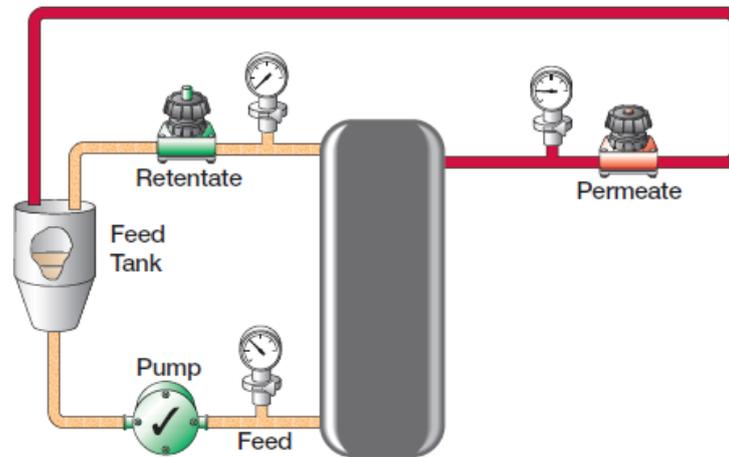
3.10.3 直至透过端体积达到需求洗滤体积倍数或达到目标电导率

3.10.4 结束换液后，将透过端管路置入罐中，循环料液

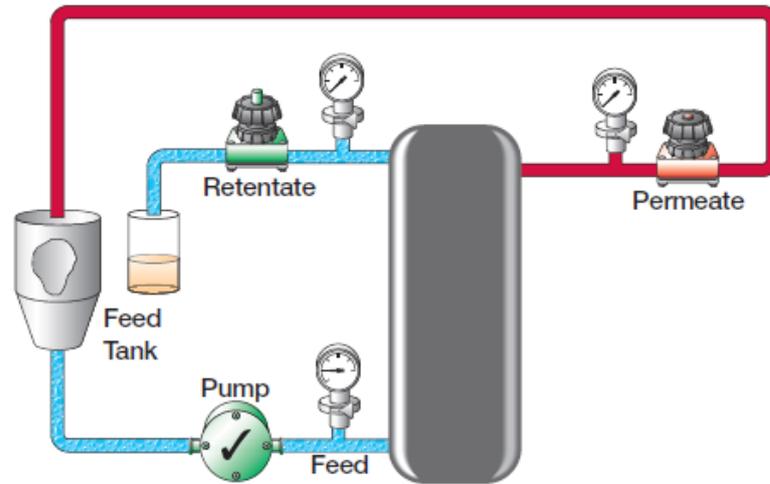
### 3.11 切向流工艺 – 料液回收

3.11.1 完全开启回流端阀门，透过端阀门完全关闭

3.11.2 调整切向流速（避免进口压力超过 2 bar），料液循环运行 10 分钟后关闭泵



3.11.3 将回流端置入收集瓶中，缓慢打开泵收集料液，待系统处于接近排空状态时(尽量避免气泡引入)，关闭泵



3.11.4 加入一倍的上游死体积缓冲液到罐中，重复 3.7.2-3.7.3

3.11.5 可重复 2-3 次来增加回收率

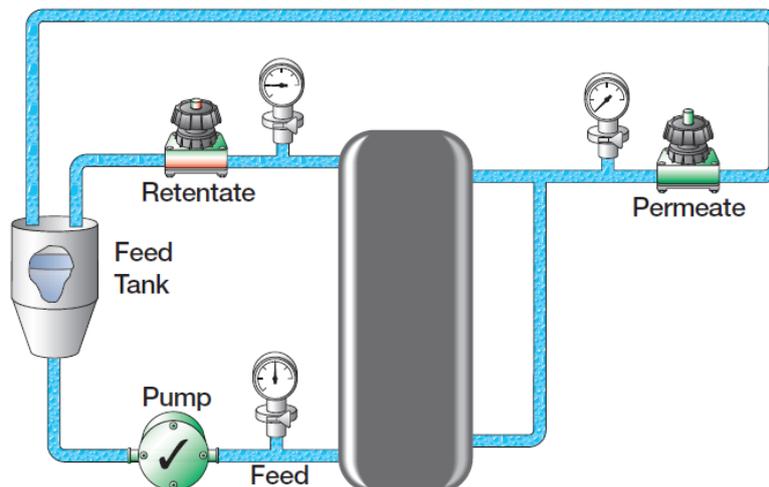
### 3.12 使用后处理 – 缓冲液及水冲洗

3.12.1 回流阀 V1 及透过阀 V2 完全打开，将回流端及透过端管路置于废液桶中，开启泵排空液体

3.12.2 在罐中加入 10-40 L/m<sup>2</sup> 适当体积的缓冲液或纯水

3.12.3 使用流速 7-12 L/min/m<sup>2</sup> 开始冲洗，进口压力不超过 2 bar，回流端冲洗量至少 15-20 L/m<sup>2</sup>

3.12.4 控制回流阀 V1 至 0.5-1 bar，进口压力不超过 2 bar，透过端冲洗量至少 15-20 L/m<sup>2</sup>



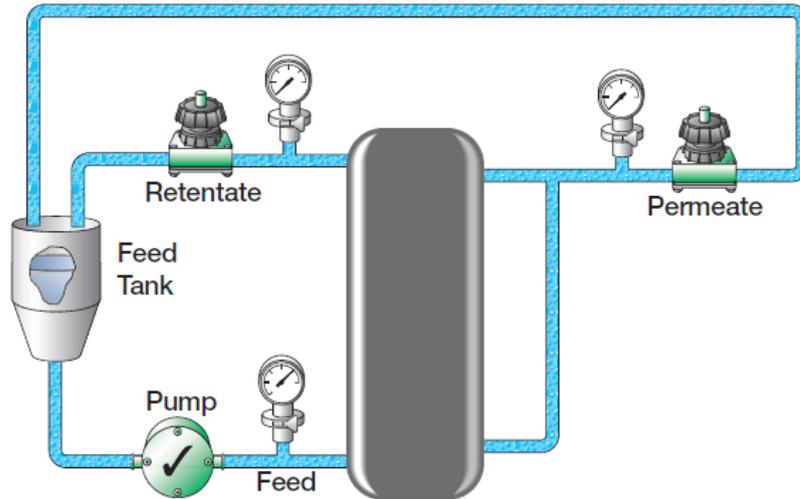
### 3.13 使用后处理 – 膜包消毒

3.13.1 将回流端及透过端管路置于废液桶中，在进口罐中加入适当体积的消毒液，开启进口泵确认系统内气泡皆被排除

膜包	消毒液
Omega 聚醚砜 PES	0.5 M NaOH @ 25-40 °C
Delta 再生纤维素 RC	0.1 M NaOH@ 25-40 °C

3.13.2 使用进口流速 7-12 L/min/m<sup>2</sup> 开始冲洗，控制回流阀 V1 至回流端压力至 0.14 bar (2 psi) ，并且进口压力不得超过 2.8 bar (40 psi) ，使用消毒液冲洗 15-20 L/ m<sup>2</sup>

3.13.3 将回流端与透过端放入进口罐中，继续循环 45-60 分钟



### 3.14 使用后处理 – 水冲洗及水通量恢复检测

3.14.1 重复步骤 3.5 使用纯水将膜包中的消毒液完全清洗干净

3.14.2 采用相同泵速进行水通量恢复检测

3.14.3 记录进口压力 P1、回流压力 P2、透过压力 P3、每分钟透过端流量、液体温度

3.14.4 进行水通量恢复计算  $Recovery (\%) = \text{使用后水通量} / \text{使用前水通量} \times 100\%$

建议水通量恢复率达到 80%以上，若无请联系 Pall 技术工程师

### 3.15 使用后处理 – 膜包保存

膜包	保存液
Omega 聚醚砜 PES	0.1 M NaOH @ 25-40 °C
Delta 再生纤维素 RC	0.1 M NaOH@ 25-40 °C

3.15.1 将回流端及透过端管路置于废液桶中，在罐中加入适当体积的保存液

3.15.2 打开回流端及透过端阀门，使用流速 5 - 8 L/min/m<sup>2</sup> 开始冲洗，进口压力不超过 2 bar

3.15.3 使用保存液冲洗 2 倍系统死体积

3.15.4 膜包保存于夹具中，需关闭进口、回流、透过阀门，或膜包拆下后浸泡于含保存液的密封容器中

**4. 附件：数据记录表**

<b>项目基本信息</b>			
样品名称/类型			
分子量		工艺位点	
<b>所用料液信息</b>			
样品体积		样品浓度/滴度	
初始缓冲液成份		预期浓缩倍率	
换液缓冲液成份		预期换液倍率	
<b>实验参数</b>			
膜包货号/序列号			
上游死体积	<b>mL</b>	最小运行体积	<b>mL</b>
使用前水通量	进口压力 _____ bar/psi	回流压力 _____ bar/psi	透过压力 _____ bar/psi
	跨膜压差 TMP _____ bar/psi	透过流量 _____ mL/min	温度 _____ °C
	水通量 _____ LMH/bar or psi @ 20°C		
使用后水通量 恢复率 _____ %	进口压力 _____ bar/psi	回流压力 _____ bar/psi	透过压力 _____ bar/psi
	跨膜压差 TMP _____ bar/psi	透过流量 _____ mL/min	温度 _____ °C
	水通量 _____ LMH/bar or psi @ 20°C		
完整性检测	测试压力	bar/psi	前进流数值 _____ ml/m <sup>2</sup> /min
<b>实验结果</b>			
运行载量	<b>L/m<sup>2</sup></b>	操作顶洗回收体积	<b>mL</b>
实际浓缩倍率		平均浓缩滤速	<b>LMH</b>
实际换液倍率		平均换液滤速	<b>LMH</b>
初始样品体积	<b>mL</b>	初始样品浓度/滴度	
最终样品体积	<b>mL</b>	最终样品浓度/滴度	
收率计算			
<b>备注</b>			



