ICS 71.120;23.100.60
CCS J 77

HG

# 中 华 人 民 共 和 国 化 工 行 业 标 准

XX/T XXXXX—XXXX

# 中药挥发油分离用压力驱动亲水膜

Pressure-driven hydrophilic membranes for volatile oil separation from traditional Chinese medicine

（报批稿）

（本草案完成时间：2023 年 02 月）

XXXX-XX-XX 发布　　XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

工业和信息化部标准报批公示

# 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国分离膜标准化技术委员会（SAC/TC 382）归口。

本文件起草单位：中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究所，山东招金膜天股份有限公司，广州百奥格林生物科技有限公司，三达膜科技（厦门）有限公司，厦门欧圣斯科技有限公司，江苏久吾高科技股份有限公司，广州白云山汉方现代药业有限公司，广州白云山明兴制药有限公司，广州王老吉大健康产业有限公司，沃顿科技股份有限公司，浙江津膜环境科技有限公司，山东产研久膜科技开发有限公司，河南净必滢环境科技有限公司，航膜科技发展集团有限公司。

本文件主要起草人：方望熹，靳健，郭立玮，张伟政，陈慧英，刘锦华，赵士明，许文东，陈红英，张丰源，金焱，许以农，丁晓斌，梁义，席雪洁，相里粉娟，刘洋。

工业和信息化部标准报批公示

# 中药挥发油分离用压力驱动亲水膜

## 1 范围

本文件规定了中药挥发油分离用压力驱动亲水膜（以下简称“亲水膜”）的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存等。

本文件适用于分离、富集芳香水中中药挥发油的压力驱动平板式、中空纤维式、管式亲水膜的生产、科研、检测和使用。

## 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 191 包装储运图示标志

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11538 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法

GB/T 30447—2013 纳米薄膜接触角测量方法

GB/T 32360—2015 超滤膜测试方法

GB/T 32361—2015 分离膜孔径测试方法 泡点和平均流量法

HJ 501－2009 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法

中华人民共和国药典2020年版

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

**中药挥发油 traditional Chinese medicine volatile oil**

存在于植物体中的中药挥发性药效物质的主体，具有挥发性且可被水蒸气蒸馏提取的油状液体，其基本组分为脂肪族、芳香族和萜类化合物等。

3.2

**芳香水 aromatic water**

中药制剂流程中经水蒸汽蒸馏工艺提取的馏出物，为中药挥发油与水的混合物，水相为连续相。

3.3

**水下油粘附力 underwater oil adhesion force**

油在水中附着于分离膜表面的粘附力。

3.4

**油击穿压力 oil breakthrough pressure**

油水分离过程中油滴被挤压变形、穿透亲水膜时所需的最小压力。

3.5

**截油率 oil rejection rate**

分离膜对芳香水中中药挥发油的截留率。

3.6

**气相图谱相似度　gas chromatography profile similarity**

通过分离膜分离、富集所得的中药挥发油与已知特定种类中药挥发油的气相色谱图的相似程度。

## 4　分类

亲水膜按平均孔径范围分为I、II型，见表1。

表 1　亲水膜按平均孔径范围分类

单位为微米

| 类别 | 平均孔径 |
|---|---|
| I | 0.02~0.1 |
| II | >0.1 |

## 5　技术要求

### 5.1　外观

亲水膜应无破损、裂纹、针孔、折痕等机械损伤，膜表面均匀，无肉眼可见的杂质和污物。

### 5.2　性能要求

亲水膜的性能要求应符合表2的规定。

表 2　亲水膜性能要求

| 类别 | I | II |
|---|---|---|
| 水接触角（°） | <30 | <15 |
| 水下油粘附力（μN）[a] | <10 | <10 |
| 油击穿压力（kPa）[a] | >300 | >100 |
| 平均孔径（μm） | 0.02~0.1 | >0.1 |
| 水通量（$L\cdot m^{-2}\cdot h^{-1}$）[b] | >50 | >100 |
| 截油率（%）[a] | >95 | >90 |
| 气相图谱相似度（%）[a] | >90 | >90 |

[a] 应选取青皮、香附、辛夷花、丁香和石菖蒲 5 种中药挥发油中的至少 1 种进行水下油粘附力、油击穿压力、截油率、气相图谱相似度 4 项性能指标测试，所有测试性能均符合表 2 的规定。

[b] I 型亲水膜的水通量应在 100 kPa 压力下进行测试，II 型亲水膜的水通量应在 10 kPa 压力下进行测试。

## 6　试验方法

### 6.1　取样

不同形式的膜产品分别按下列步骤进行取样。

a) 平板膜产品取样时，在同一生产批次的平板膜产品中随机抽取 1 卷，去掉膜卷上最外面 3 层，在平板膜上、中、下三个位置分别切割得到≥100 $cm^2$ 的膜片样品若干；当膜卷宽度过小无法取到足够数量的样品时，在膜卷纵向上与第一次取样内边缘间隔不小于 200 mm 再次按照以上步骤横向取样。

b) 中空纤维膜产品取样时，在同一生产批次的中空纤维膜产品中随机抽取 5~10 根膜丝，并裁剪为长度≥30 cm 的膜丝样品若干。

c) 管式膜产品取样时，在同一生产批次的管式膜产品中随机抽取 3~5 支，并裁剪为长度≥30 cm 的膜管样品若干。

## 6.2 外观

在自然光线或照度不低于400 lx的日光灯下目视检查，视距不高于20 cm。

## 6.3 水接触角

### 6.3.1 仪器和材料

主要仪器和材料如下：

——接触角测试仪；

——试验用水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。

### 6.3.2 测试样制备

按下列步骤进行测试样制备。

a) 选取 6.1 中制备的膜样品，用试验用水洗净，在 25 ℃ 真空烘箱中干燥至恒重。

b) 对于不同形式的膜样品，测试样制备方法如下：

——将平板膜样品裁剪为 1 cm×1 cm 的测试样，亲水功能层面朝外贴于玻璃片上；

——将中空纤维膜样品裁剪为长度 1 cm 的测试样，剖开后亲水功能层面朝外贴于玻璃片上；

——将管式膜样品剖开、裁剪为 1 cm×1 cm 的测试样，亲水功能层面朝外贴于玻璃片上。

### 6.3.3 测试步骤

取 3 个测试样按 GB/T 30447—2013 中 8.1.2 规定的步骤测定水接触角，以 3 个测试样的水接触角测试结果的算术平均值作为膜样品的水接触角。

## 6.4 水下油粘附力

### 6.4.1 仪器和材料

主要仪器和材料如下：

——粘附力测试仪，准确度±0.001 mN/m；

——试验用水，符合GB/T 6682规定的二级水；

——中药挥发油样品，提取方法应符合附录A的规定。

### 6.4.2 测试样制备

按下列步骤进行测试样制备：

a) 选取 6.1 中制备的膜样品，用试验用水洗净；

b) 同 6.3.2 b）。

### 6.4.3 测试步骤

水下油粘附力测试步骤按如下方法进行。

a) 将测试样置于光学透明的样品池中，待测膜表面朝上，并使测试样完全被试验用水浸没。

b) 将 3 μL 油滴置于粘附力测试仪探针针头上，控制探针缓慢下潜接触膜表面并挤压至微变形，随后控制探针缓慢抬升离开膜表面。记录探针接触和脱离膜过程中探针测量到的力变化曲线。油滴脱离膜表面瞬间的力曲线落差值即为水下油粘附力数值。

c) 取 3 个测试样，按步骤 a)~b)进行平行实验，以 3 个测试样的水下油粘附力测试结果的算术平均值作为膜样品的水下油粘附力。

## 6.5 油击穿压力

### 6.5.1 仪器和材料

主要仪器和材料如下：

——油击穿压力测试装置，平板膜示意图见附录B中图B.1，内压式中空纤维膜或管式膜示意图见附录B中图B.2，外压式中空纤维膜或管式膜示意图见附录B中图B.3；

——中药挥发油样品，提取方法应符合附录A的规定；

——试验用水，符合GB/T 6682规定的二级水。

### 6.5.2 测试样制备

按下列步骤进行测试样制备。

a) 选取 6.1 中制备的膜样品，用试验用水洗净。

b) 对于不同形式的膜样品，测试样制备方法如下：

——取有效膜面积不小于 20 $cm^2$ 的平板膜样品置于透明测试膜池中；

——取 10 根中空纤维膜样品以两端浇铸的方式制成具有透明外壳的测试组件，有效长度宜为 25 cm；

——取管式膜样品以两端浇铸的方式制备成具有透明外壳的测试组件，有效长度宜为 25 cm。

### 6.5.3 测试步骤

油击穿压力测试步骤按如下方法进行。

a) 将测试样浸入试验用水中浸泡 30 min 以上，确保试验用水完全浸润膜样品。

b) 对于不同形式的测试样，测试装置连接方法如下：

——平板膜按图 B.1 所示连接油击穿压力测试装置，将中药挥发油样品加入到膜片的亲水功能层一侧，将试验用水注入膜片的另一侧；

——内压式中空纤维膜或管式膜按图 B.2 所示连接油击穿压力测试装置，将中药挥发油样品注入膜丝或膜管内腔，连接测试装置后，将试验用水注入膜丝或膜管的外腔；

——外压式中空纤维膜或管式膜按图 B.3 所示连接油击穿压力测试装置，将中药挥发油样品注入膜丝或膜管外腔，连接测试装置后，将试验用水注入膜丝或膜管的内腔。

c) 对于不同形式的测试样，油击穿压力测试方法如下：

——对于平板膜、内压式中空纤维膜或管式膜，逐步缓慢加压，直至试验用水一侧的膜样品表面出现油滴为止，此时所对应的压力为膜样品的油击穿压力；

——对于外压式中空纤维膜或管式膜，逐步缓慢加压，直至膜丝或膜管内腔连续溢出试验用水为止，此时所对应的压力为膜样品的油击穿压力。

d) 取 3 个测试样，按步骤 a)~c)进行平行实验，以 3 个测试样的油击穿压力测试结果的算术平均值作为膜样品的油击穿压力。

## 6.6 平均孔径

亲水膜平均孔径的测试应按GB/T 32361—2015中第5章的规定执行，管式膜按照平板膜测试方法执行。

### 6.7 水通量

亲水膜水通量的测试应按GB/T 32360—2015中5.1的规定执行。

### 6.8 截油率、气相图谱相似度

#### 6.8.1 仪器和材料

主要仪器和材料如下：

——膜分离性能测试装置，平板膜示意图见附录C中图C.1，内压式中空纤维膜或管式膜示意图见附录C中图C.2，外压式中空纤维膜或管式膜示意图见附录C中图C.3；

——气相色谱仪，色谱条件设定见附录D；

——总有机碳分析仪；

——10 mL容量瓶；

——中药挥发油样品，提取方法应符合附录A的规定；

——乙酸乙酯，分析纯；

——试验用水，符合GB/T 6682规定的二级水。

#### 6.8.2 测试样制备

按6.5.2的规定进行测试样的制备。

#### 6.8.3 测试步骤

截油率和气相图谱相似度测试步骤按如下方法进行。

a) 称取 8.0 g 中药挥发油样品于带盖玻璃瓶中，加水至 1000 g，盖紧瓶盖后置于常温磁力搅拌器上搅拌 3 h，转速为 500 r/min，制成含有中药挥发油的油水混合物，作为模拟芳香水的测试液。

b) 对于不同形式的测试样，测试装置连接方法如下：

——平板膜按图 C.1 所示连接膜分离性能测试装置；

——内压式中空纤维膜或管式膜按图 C.2 所示连接膜分离性能测试装置；

——外压式中空纤维膜或管式膜按图 C.3 所示连接膜分离性能测试装置。

c) 将测试液加入恒温储液槽中，测试装置采用错流过滤的方式运行，按表 3 的规定调节测试条件，稳定运行 30 min。

d) 从进料液取样口和滤过液取样口分别取进料液和滤过液各 20 mL，按 HJ 501－2009 中差减法规定的方法，分别测定进料液和滤过液总有机碳含量，并按公式（1）计算截油率。

e) 继续运行测试装置，从滤过液取样口收集滤过液不少于 900 mL，停止运行测试装置并静置，在储液槽中吸取截留油 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯稀释至刻度线，加盖摇匀，制成截留油的乙酸乙酯溶液。

f) 另吸取中药挥发油样品 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯稀释至刻度线，加盖摇匀，制成中药挥发油样品的乙酸乙酯溶液。

g) 按 GB/T 11538 规定的方法，按附录 D 的设定条件，分别对截留油及中药挥发油样品的乙酸乙酯溶液进行气相色谱分析，采集相应的气相色谱图，并导入至国家药典委员会《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》等图谱数据分析软件，计算得出两者的气相图谱相似度。

h) 取 3 个测试样，按步骤 a)~g)进行平行实验，以 3 个测试样的截油率和气相图谱相似度测试结果的算术平均值作为膜样品的截油率和气相图谱相似度。

表 3　截油率与气相图谱相似度测试条件

| 类别 | I | II |
|---|---|---|
| 挥发油样品种类 | 青皮、香附、辛夷花、丁香、石菖蒲 | 青皮、香附、辛夷花、丁香、石菖蒲 |
| 测试液温度（℃） | 25±1 | 25±1 |
| 跨膜压力（kPa） | 100~300 | 10~100 |
| 膜面流速（m/s） | 0.25~1.0 | 0.25~1.0 |

### 6.8.4　计算方法

亲水膜的截油率应按式(1)计算：

$$R = (1 - \frac{C_p}{C_f}) \times 100 \cdots\cdots (1)$$

式中：

$R$——截油率，%；

$C_f$——进料液总有机碳含量，单位为毫克每升（mg/L）；

$C_p$——滤过液总有机碳含量，单位为毫克每升（mg/L）。

## 7　检验规则

### 7.1　出厂检验

#### 7.1.1　组批规则

采用相同膜材料、工艺和设备，连续生产周期不超过一周的同一规格的产品为一批。

#### 7.1.2　检验项目

每批亲水膜均应进行出厂检验，出厂检验项目按表4规定执行。

表 4　出厂检验项目

| 序号 | 检验项目 | 检验要求章条号 | 检验方法章条号 | 抽样方案 |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 外观 | 5.1 | 6.2 | 每批抽检 1 个独立包装 |
| 2 | 油击穿压力 | 5.2 | 6.5 | 每批抽检 1 个独立包装 |
| 3 | 平均孔径 | 5.2 | 6.6 | 每批抽检 1 个独立包装 |
| 5 | 水通量 | 5.2 | 6.7 | 每批抽检 1 个独立包装 |
| 6 | 截油率 | 5.2 | 6.8 | 每批抽检 1 个独立包装 |

#### 7.1.3　判定规则

全部检验项目合格，则该批产品合格。若有任一指标不合格时，按照抽样方案在该批样品中加倍抽取样品进行复检，复检不合格即判定为该批产品不合格。

### 7.2　型式检验

#### 7.2.1　型式检验条件

有下列情况之一时，应进行型式检验：

a) 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
b) 正式生产后，设备、材料、工艺及主要生产人员有重大改变时；
c) 正常生产时，每年至少进行一次；
d) 转厂或停产半年后复产时；
e) 产品发生严重质量事故时；
f) 国家质量监督检验部门提出要求时。

#### 7.2.2 组批规则

同7.1.1。

#### 7.2.3 检验项目

亲水膜的型式检验项目按表5规定执行。

表 5 型式检验项目

| 序号 | 检验项目 | 检验要求章条号 | 检验方法章条号 | 抽样方案 |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 外观 | 5.1 | 6.2 | 每批抽检 3 个独立包装 |
| 2 | 水接触角 | 5.2 | 6.3 | 每批抽检 3 个独立包装 |
| 3 | 水下油粘附力 | 5.2 | 6.4 | 每批抽检 3 个独立包装 |
| 4 | 油击穿压力 | 5.2 | 6.5 | 每批抽检 3 个独立包装 |
| 5 | 平均孔径 | 5.2 | 6.6 | 每批抽检 3 个独立包装 |
| 6 | 水通量 | 5.2 | 6.7 | 每批抽检 3 个独立包装 |
| 7 | 截油率 | 5.2 | 6.8 | 每批抽检 3 个独立包装 |
| 8 | 气相图谱相似度 | 5.2 | 6.8 | 每批抽检 3 个独立包装 |

#### 7.2.4 判定规则

全部检验项目合格，则型式检验合格。若有任一指标不合格时，按照抽样方案在该批样品中加倍抽取样品进行复检，复检不合格即判定为型式检验不合格。

## 8 标志、包装、运输和贮存

### 8.1 产品标志

亲水膜产品出厂时应有标志，标志的字迹应清晰，且牢固不易擦除。标志至少应包含以下内容：
a) 产品商标、名称、型号；
b) 尺寸、数量；
c) 生产日期；
d) 产品批次；
e) 生产企业的名称和地址；
f) 产品的执行标准号；
g) 合格证；
h) 质量保证书；
i) 产品说明书。

### 8.2 包装

8.2.1　内包装宜采用双层包装，若膜为干膜出厂，第一层为防水薄膜袋；若膜为湿膜出厂，第一层为保水薄膜袋；第二层为塑料袋。

8.2.2　外包装宜为纸箱；按照组批规则，将装有膜的塑料袋用夹板支撑置于纸箱内；装有同一批次膜产品的纸箱应按照 8.1 进行标记；外包装箱的显著位置应有符合 GB/T 191 规定的怕湿、怕热、小心轻放等标志。

## 8.3　运输

运输时应防止撞击、挤压和污损，并注意防潮、防火、防晒和防冻等。

## 8.4　贮存

亲水膜应储存在不受阳光直接照射的清洁库房内，温度范围5 ℃~45 ℃，妥善堆放，保持干燥、洁净，远离热源和化学溶剂，严禁露天堆放、日晒雨淋。

工业和信息化部标准报批公示

# 附 录 A
（规范性）
中药挥发油提取方法

A.1 所选药材性状应符合《中华人民共和国药典》2020 年版一部要求，经过清洗、粉碎预处理。

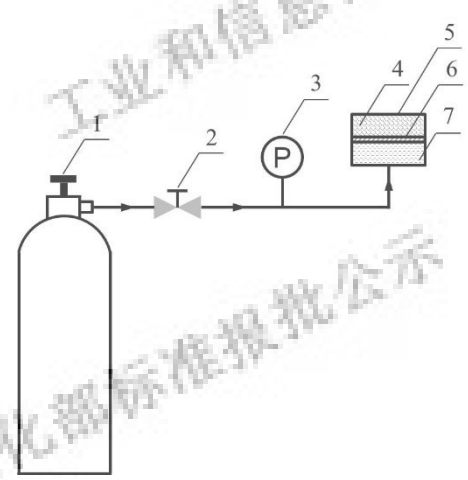
A.2 挥发油的提取应按照《中华人民共和国药典》2020 版四部通则“2204 挥发油测定法”进行。其中，青皮油、香附油、辛夷花油的提取应按照《中华人民共和国药典》2020 年版四部通则 2204 挥发油测定法甲法进行，丁香油、石菖蒲油的提取应按照《中华人民共和国药典》2020 年版四部通则 2204 挥发油测定法乙法进行。

工业和信息化部标准报批公示

# 附 录 B
（资料性）
油击穿压力测试装置示意图

## B.1 平板膜油击穿压力测试装置

中药挥发油分离用压力驱动亲水平板膜的油击穿压力测试装置如图B.1所示：




标引序号说明：

1——氮气钢瓶；

2——阀门；

3——压力表；

4——试验用水；

5——膜片测试膜池；

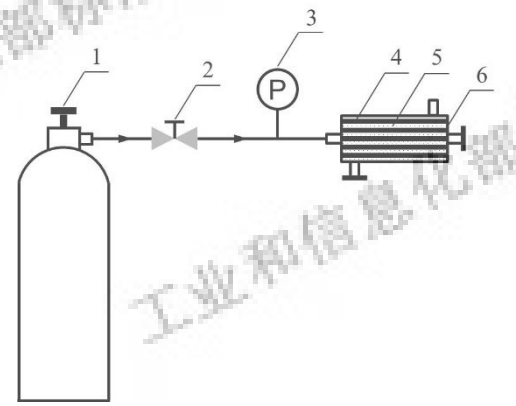
6——测试膜片；

7——中药挥发油。

图 B.1 平板膜油击穿压力测试装置示意图

## B.2 内压式中空纤维膜或管式膜油击穿压力测试装置

中药挥发油分离用压力驱动内压式亲水中空纤维膜或管式膜的油击穿压力测试装置如图B.2所示：



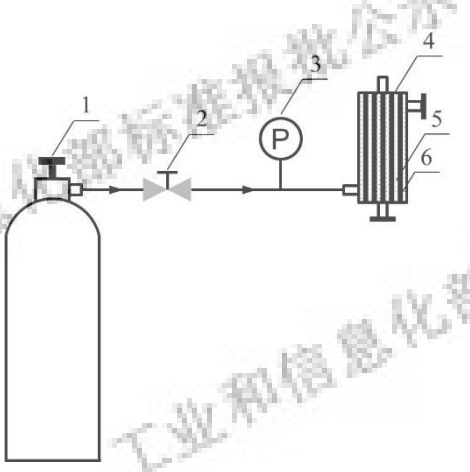

标引序号说明：

1 ——氮气钢瓶；
2 ——阀门；
3 ——压力表；
4 ——内压式膜丝或膜管（内腔充满中药挥发油）；
5 ——试验用水；
6 ——内压式膜丝或膜管测试组件。

图 B.2 内压式中空纤维膜或管式膜油击穿压力测试装置示意图

## B.3 外压式中空纤维膜或管式膜油击穿压力测试装置

中药挥发油分离用压力驱动外压式亲水中空纤维膜或管式膜的油击穿压力测试装置如图B.3所示：




标引序号说明：
1 ——氮气钢瓶；
2 ——阀门；
3 ——压力表；
4 ——外压式膜丝或膜管测试组件；
5 ——中药挥发油；
6 ——外压式膜丝或膜管（内腔充满试验用水）。

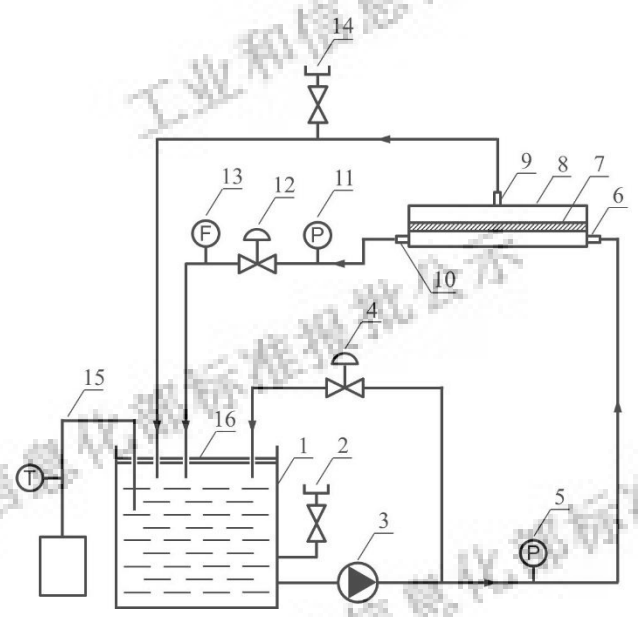
图 B.3 外压式中空纤维膜或管式膜油击穿压力测试装置示意图

工业和信息化部标准报批公示

# 附 录 C
（资料性）
膜分离性能测试装置示意图

## C.1 平板膜截油率及气相图谱相似度测试装置

中药挥发油分离用压力驱动亲水平板膜的分离性能测试装置如图C.1所示：




标引序号说明：

1——恒温储液槽；

2——进料液取样口；

3——蠕动泵；

4，12——截止阀；

5，11——压力表；

6——料液进口；

7——亲水膜；

8——测试膜池；

9——滤过液出口；

10——浓缩液出口；

13——流量计；

14——滤过液取样口；

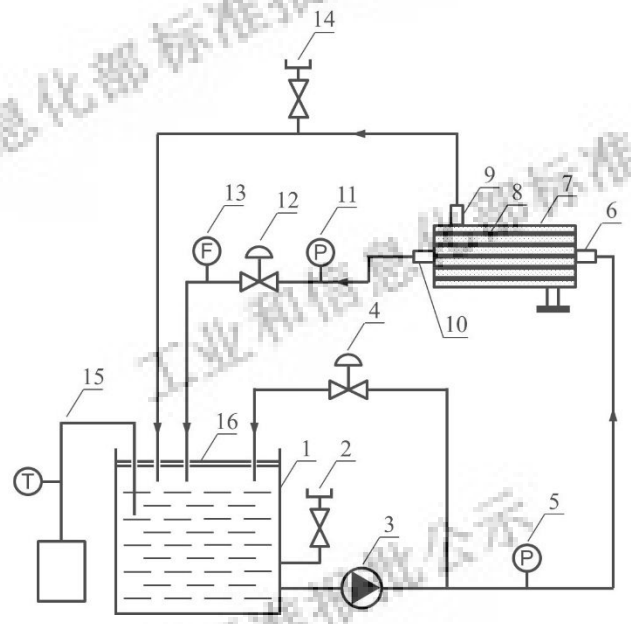
15——温度控制系统；

16——封口盖。

图 C.1 平板膜截油率及气相图谱相似度测试装置示意图

## C.2 内压式中空纤维膜或管式膜截油率及气相图谱相似度测试装置

中药挥发油分离用压力驱动内压式亲水中空纤维膜或管式膜的分离性能测试装置如图C.2所示：




标引序号说明：

1——恒温储液槽；

2——进料液取样口；

3——蠕动泵；

4，12——截止阀；

5，11——压力表；

6——料液进口；

7——内压式膜丝或膜管测试组件；

8——膜丝或膜管（内腔充满测试液）；

9——滤过液出口；

10——浓缩液出口；

13——流量计；

14——滤过液取样口；

15——温度控制系统；

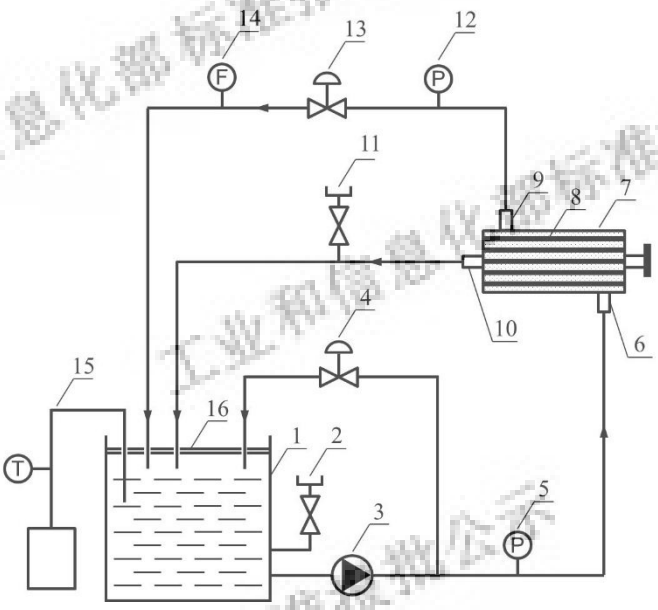
16——封口盖。

图 C.2 内压式中空纤维膜或管式膜截油率及气相图谱相似度测试装置示意图

## C.3 外压式中空纤维膜或管式膜截油率及气相图谱相似度测试装置

中药挥发油分离用压力驱动外压式亲水中空纤维膜或管式膜的分离性能测试装置如图C.3所示：

工业和信息化部标准报批公示




标引序号说明：

1——恒温储液槽；

2——进料液取样口；

3——蠕动泵；

4，13——截止阀；

5，12——压力表；

6——料液进口；

7——外压式膜丝或膜管测试组件；

8——膜丝或膜管（内腔充满滤过液）；

9——浓缩液出口；

10——滤过液出口；

11——滤过液取样口；

14——流量计；

15——温度控制系统；

16——封口盖。

图 C.3 外压式中空纤维膜或管式膜截油率及气相图谱相似度测试装置示意图

工业和信息化部标准报批公示

# 附 录 D
（资料性）
## 中药挥发油气相色谱条件设定

中药挥发油气相色谱条件按以下内容设定：

——色谱柱：HP-5 毛细管柱（30.0 m×0.530 mm，2.56 μm）、HP-5MS 毛细管柱（30.0 m×0.35 mm，0.65 μm）或 HP-INNOWAX 毛细管柱（30.0 m×0.530 mm，1.0 μm）等相当者；

——色谱柱温度：程序升温，初始温度 50 °C 保持 3min，以 5 °C/min 的速率升至 60℃，再以 4 °C/min 的速率升至 90 °C，最后以 10 °C/min 的速率升至 240 °C 并保持 5min；

——检测器：氢焰离子化检测器（FID）；

——进样口温度：220 °C；

——进样方式：不分流进样；

——检测器温度：250 °C；

——流量：空气 300 mL/min，氢气 30 mL/min；

——载气：氮气，3 mL/min；

——进样量：1 μL。

工业和信息化部标准报批公示