



团 体 标 准

T/CACM 1379—2022

中药注射剂超滤工艺技术规范

Technical specification for ultrafiltration process of traditional
Chinese medicine injection

2022 - 01 - 11 发布

2022 - 03 - 11 实施

中 华 中 医 药 学 会 发 布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 超滤膜选择	3
4.1 材质选择	3
4.2 切割分子量确认	3
4.3 溶出物测试	3
4.4 兼容性	4
4.5 标准水通量测定	4
4.6 完整性测试	4
5 超滤前流体性质要求	4
5.1 分子量分布	4
5.2 澄清度	4
5.3 黏度	4
5.4 pH 值	4
5.5 温度	5
6 超滤工艺参数选择	5
6.1 超滤工艺关键参数	5
6.2 流体预处理	5
6.3 切割分子量	5
6.4 流速参数	5
6.5 黏度范围	5
6.6 温度范围	5
6.7 超滤工艺验证	5
7 超滤效果的判定	6
7.1 溶液澄清度	6
7.2 溶液颜色	6
7.3 蛋白质	6
7.4 树脂	6
7.5 鞣质	6
7.6 高分子物质	6

7.7	细菌内毒素	6
7.8	热原	7
7.9	主要成分含量	7
7.10	指纹图谱	7
8	超滤膜清洗维护	7
8.1	清洗维护方法	7
8.2	清洗操作步骤	7
8.3	清洗效果确认	8
8.4	保存	8
8.5	废弃及更换	8
附录 A	(规范性) 技术路线示意图	9
附录 B	(规范性) 模型溶剂选择	10
附录 C	(规范性) 标准水通量计算	11
附录 D	(规范性) 完整性测试	13
参考文献		14

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。

请注意本文件中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。

本文件由创新天然药物与中药注射剂国家重点实验室、南京中医药大学共同提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：创新天然药物与中药注射剂国家重点实验室、南京中医药大学、江西青峰药业有限公司、上海中医药大学、暨南大学、中国中医科学院中药研究所、神威药业集团有限公司、广西梧州中恒集团股份有限公司、天津天士力之骄药业有限公司、山东丹红制药有限公司、无锡济煜山禾药业股份有限公司、丽珠集团利民制药厂、上海凯宝药业股份有限公司、华润三九（雅安）药业有限公司、安徽华润金蟾药业股份有限公司、默克化工技术（上海）有限公司、杭州科百特过滤器材有限公司。

本文件主要起草人：谢宁、彭国平、刘尧奇、张卫东、叶文才、刘地发、邓双炳、李存玉、王章伟、姜国志、陈明、李德坤、王臣臣、黄冰峰、王云、朱音、黄文华、刘绍勇、董礼、罗川、王立志、龚玲莉、严永武、王振、方礼、刘芳芳。

引 言

为贯彻落实《国务院关于加快培育和发展战略性新兴产业的决定》等文件指示精神，全面提高中药注射剂质量，更好满足人民群众的健康需求，推进中药注射剂产业链标准体系建设，引领中药注射剂产业整体提质增效，特编制本文件。

中药注射剂大多由植物药或动物药提取精制而成，存在蛋白质、多糖、鞣质等高分子物质，高分子物质给中药注射剂带来过敏反应/类过敏反应等不良反应风险（注：部分小分子物质也会带来不良反应风险，不在本文件技术范围），采用溶剂沉淀、萃取技术、树脂纯化等传统工艺很难将高分子物质彻底去除。国食药监办[2010]395号颁布的《中药注射剂安全性再评价生产工艺评价技术原则（试行）》中要求“中药注射剂生产工艺过程中应对高分子杂质进行控制”，并对超滤工艺方法去除注射剂中高分子杂质明确了基本技术要求。

超滤技术自20世纪80年代以来越来越多地应用于中药注射剂的生产，对中药注射剂高分子物质、热原或细菌内毒素、可见异物等安全性质量控制起到了关键作用，显示出独特的技术优势。但是超滤工艺基础研究薄弱，没有统一的技术标准与超滤工艺技术规范，指导行业的推广应用。

本文件规定了超滤工艺中超滤膜的选择、超滤工艺参数选择、超滤膜的清洗及维护等关键工艺参数，并结合中药注射剂关键质量控制项（澄清度、溶液颜色、树脂、鞣质、高分子物质、热原或细菌内毒素、主要成分含量、指纹图谱）规范超滤效果判定，为超滤技术在中药注射剂领域的应用提供技术规范。

中药注射剂超滤工艺技术规范

1 范围

本文件界定了超滤法制备中药注射剂工艺过程中的术语和定义，规定了超滤膜选择、超滤前流体性质要求、超滤工艺参数选择、超滤效果判定、超滤膜清洗维护等技术内容。

本文件适用于科研单位、药品生产及研发企业、设备制造企业，采用超滤技术去除中药注射剂中高分子物质、热原、细菌内毒素及微粒等可能引起产品安全性风险的物质。

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；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 20103—2006 膜分离技术 术语

GB/T 32360—2015 超滤膜测试方法

中华人民共和国药典（2020年版二部）

中华人民共和国药典（2020年版四部）

中药色谱指纹图谱相似度评价系统（2012版）

USP40<88> 体内生物反应性测试

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。

3.1

超滤 ultrafiltration; UF

以压力为驱动力，分离分子量范围为几百至几百万的溶质和微粒的过程。

[来源：GB/T 20103—2006，5.2.1]

3.2

切割分子量 molecular weight cutoff; MWCO

超滤膜在规定条件下对某一已知分子量物质的截留率达到90%时，该物质分子量为该膜的切割分子量。

[来源：GB/T 20103—2006，5.1.4]

3.3

吸附率 adsorption rate; AR

溶质在超滤膜中达到吸附平衡时，根据溶液中溶质浓度变化，按公式（1）计算吸附率：

$$A = (C_0 - C') / C_0 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A —— 吸附率；

C_0 —— 原溶液中溶质浓度；

C' —— 平衡液中溶质浓度。

3.4

透过率 transmittance; T

溶质在超滤膜中达到吸附平衡时，根据溶液中溶质在超滤起始阶段、中间阶段、结束阶段成分浓度变化，按公式（2）计算透过率：

$$T = (C_{1\text{ 滤液}}/C_1 + C_{2\text{ 滤液}}/C_2 + C_{3\text{ 滤液}}/C_3) / 3 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$C_{1\text{ 滤液}}$ —— 起始阶段超滤液中溶质浓度；

C_1 —— 起始阶段平衡液中溶质浓度；

$C_{2\text{ 滤液}}$ —— 中间阶段超滤液中溶质浓度；

C_2 —— 中间阶段平衡液中溶质浓度；

$C_{3\text{ 滤液}}$ —— 结束阶段超滤液中溶质浓度；

C_3 —— 结束阶段平衡液中溶质浓度。

3.5

浓差极化 concentration polarization; CP

分离过程中，料液中的溶液在压力驱动下透过膜，溶质（离子或不同分子量溶质）被截留，在膜与本体溶液界面或临近膜界面区域浓度越来越高；在浓度梯度作用下，溶质又会由膜面向本体溶液扩散，形成边界层，使流体阻力与局部渗透压增加，从而导致溶剂透过通量下降的现象。

注1：减少浓差极化的方法有粗滤或离心。

注2：超滤的浓差极化会影响成分透过率的准确性，在测定膜分子量及成分透过率时，操作上应尽量避免浓差极化影响。

3.6

标准水通量 normalized water permeability; NWP

在单位面积、单位时间、单位跨膜压力（Transmembrane Pressure, TMP）在标准温度下水通过膜的通量。

注：单位为升每平方米每小时每巴（L/m²/h/bar）。

3.7

温度校正系数 temperature correction factor; TCF

因膜或组件的产水量随水温度变化而变化，为把不同温度下的产水量校正到以25℃为基础的标称产水量，从实验得出的换算系数。

[来源：GB/T 20103—2006，4.2.5]

4 超滤膜选择

4.1 材质选择

根据中药注射液中主要成分，应以吸附率为指标，筛选符合工艺要求（如温度、pH、切割分子量，等）的超滤膜，超滤膜材质包括但不限于聚砜（PS）、聚醚砜（PES）、改性聚醚砜（mPES）、聚偏氟乙烯（PVDF）及纤维素等，参考 USP40<88>体内生物反应性测试，超滤膜的组成材料应无生物毒性；所选用的超滤膜应对中药注射剂主要成分无显著影响，对主要成分的吸附率应小于10%。

技术路线示意图见附录 A。

4.2 切割分子量确认

按照 GB/T 32360—2015 超滤膜测试方法，如：聚乙二醇法、卵清蛋白法、牛血清白蛋白法或葡聚糖法测定切割分子量，确认超滤膜切割分子量范围。

4.3 溶出物测试

4.3.1 模型溶剂选择

根据待超滤流体溶液的乙醇浓度及 pH 值，选择合适的模型溶剂（见附录 B），按第 4 章 4.3.2 的方法进行提取试验。

4.3.2 提取试验

提取试验步骤如下：

- a) 配制模拟溶剂；
- b) 取超滤系统最小滞留体积的模拟溶剂，作为对照溶液；
- c) 每个超滤膜包用模拟溶剂循环一定时间，平衡系统后，完全排空系统，弃去溶液；
- d) 再用模拟溶剂循环一定时间，停泵，关闭所有阀门，提取实验开始计时，在生产工艺的温度条件下静态提取至少 24h；
- e) 当提取完全时，超滤膜包内的提取溶液再循环约 5min，以确保提取溶液的均一性；
- f) 完全排空系统，收集提取溶液。

4.3.3 检测与分析

按照《中华人民共和国药典》2020 年版二部纯化水的质量标准，检测提取溶液的不挥发物。

按照《中华人民共和国药典》2020 年版四部通则“0682 制药用水中总有机碳测定法”，检测提取

溶液的总有机碳。

参照《中华人民共和国药典》2020年版四部通则“0402 红外分光光度法”，检测提取溶液。

参照《中华人民共和国药典》2020年版四部通则“0512 高效液相色谱法”，检测提取溶液。

4.3.4 可接受标准

提取溶液中不得检出超滤膜组成材料及其他相关的化合物，确定超滤膜对 pH 和乙醇浓度的耐受范围。

4.4 兼容性

4.4.1 溶出物

超滤膜在待超滤流体溶液环境中，按照第 4 章 4.3.3 的方法进行检测，不得检出超滤膜组成材料及其他相关的化合物。

4.4.2 主要成分吸附率

根据各品种含量测定的方法进行检测，超滤膜对中药注射剂主要成分吸附率应小于 10%。

4.5 标准水通量测定

按照附录 C 的方法测定标准水通量。初次清洗后的标准水通量记为 NWP_0 ，第 n 次清洗后的标准水通量记为 NWP_n ， NWP_n 应为 NWP_0 的 50% 以上， NWP_n 应为 NWP_{n-1} 的 80%~120%。

4.6 完整性测试

按照附录 D 的方法，对超滤膜的完整性进行测试，应完整。

5 超滤前流体性质要求

5.1 分子量分布

参照《中华人民共和国药典》2020年版四部通则“0514 分子排阻色谱法”，对超滤前的流体进行分子量分布情况测定。

5.2 澄清度

参照《中华人民共和国药典》2020年版四部“0902 澄清度检查法”（第一法），对超滤前的流体进行检测，应不超过 3 号浊度标准液的浊度。

5.3 黏度

参照《中华人民共和国药典》2020年版四部“0633 黏度测定法”，对超滤前的流体进行检测，黏度标准根据具体品种进行规定。

5.4 pH 值

超滤前流体 pH 值应在超滤膜耐受的范围内，耐受范围应参照超滤膜的使用说明书。

5.5 温度

超滤膜耐受温度一般在 4℃～50℃，流体在不同温度下应无明显浑浊，若有明显浑浊应按照第 6 章 6.2 进行预处理。

6 超滤工艺参数选择

6.1 超滤工艺关键参数

超滤工艺关键参数应包括（但不限于）超滤膜的切割分子量、流速、流体的黏度、温度、跨膜压力等。应根据具体品种选择性对比超滤前后流体的蛋白质、树脂、鞣质、高分子物质、热原、细菌内毒素、主要成分含量、指纹图谱等指标，确定合适工艺参数。

6.2 流体预处理

预处理方法包括过滤、水提醇沉、醇提水沉、高速离心等。预处理后流体澄清度应达到的标准见第 5 章 5.2。

6.3 切割分子量

根据第 5 章 5.1 测定的流体分子量分布情况，选取超滤膜孔径一般应为拟去除物质最小分子量的 1/5～1/3；选取一定的流速、跨膜压力、温度及黏度的条件下进行预超滤，参照附录 C 的方法计算单位面积、单位时间下流体的通量；按照第 7 章中 7.6、7.9 及 7.10 检测超滤前流体、回流液及透过液，考察高分子物质去除情况、主要成分截留情况及指纹图谱相似度情况，选取适宜切割分子量的膜进行后续考察。

6.4 流速参数

根据待超滤流体的批量及超滤时间，并结合超滤膜推荐的进液流速，选择合适的初始流速，调节回流阀和透过液阀门，参照附录 C 的方法计算单位面积、单位时间下流体的通量，确定合适的流速、跨膜压力等参数。

6.5 黏度范围

根据上述确定流速、跨膜压力参数，对不同黏度的流体进行考量，参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部“0633 黏度测定法”对超滤前的流体进行检测，记录透过液流量、压力等参数，计算单位面积、单位时间下流体的通量，选取适宜的黏度范围。

6.6 温度范围

根据上述确定流速、跨膜压力参数，对不同温度的流体进行考量，记录透过液流量、压力等参数，计算单位面积、单位时间下流体的通量，选取适宜的温度范围。

6.7 超滤工艺验证

根据上述确定的工艺参数，推荐采用中试以上批量，对流体的预处理、切割分子量、流速、黏度及温度等关键工艺参数进行三批验证，确认超滤工艺稳定性及超滤后流体的质量情况。超滤工艺参数

应稳定可控，超滤后流体的质量应稳定均一，应满足第 7 章超滤效果的判定标准。

7 超滤效果的判定

7.1 溶液澄清度

参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部通则“0902 澄清度检查法(第一法)”进行检测，超滤后流体应不超过 2 号浊度标准液的浊度。

7.2 溶液颜色

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部通则“0901 溶液颜色检查法(第一法)”进行检测，超滤前后流体色差应不超过 ± 3 。

7.3 蛋白质

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部“2400 注射剂有关物质检查法”进行检测，应不得出现浑浊。或参照 BCA (bicinchoninic acid) 蛋白质浓度测定试剂盒操作规程进行检测，超滤后流体中不得检出蛋白质。

7.4 树脂

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部“2400 注射剂有关物质检查法”进行检测，不应出现沉淀。

7.5 鞣质

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部“2400 注射剂有关物质检查法”进行检测，不应出现浑浊或沉淀。

7.6 高分子物质

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部通则“0514 分子排阻色谱法”下测定法(3) 高分子杂质测定法③限量法，需进行相应方法学验证。推荐测定方法如下：

以凝胶为填充剂(TSK G2000 SWx1 凝胶色谱柱，7.8 mm×300 mm，5 μ m)；以乙腈-0.03%三氟乙酸溶液(30：70)为流动相；检测波长为 214nm。采用生长抑素作为对照品，分子量为 1638；在凝胶色谱柱上，理论上分子量越大保留时间越小。除另有规定外，不应在生长抑素峰之前检出分子量大于 1638 的色谱峰。

7.7 细菌内毒素

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020 年版四部“1143 细菌内毒素检查法”进行检测，超滤后流体每 1 mL 含细菌内毒素的量不应大于 0.50 EU 或单次给药剂量含细菌内毒素应不得大于 25 EU。

7.8 热原

细菌内毒素检查法如不适用，除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020年版四部“1142热原检查法”进行检测，超滤后流体的热原应符合规定。

7.9 主要成分含量

根据各品种项下的含量测定方法进行检测，超滤后流体主要成分含量应不低于超滤前流体主要成分含量的90%。

7.10 指纹图谱

除另有规定外，根据各品种项下指纹图谱的检测方法进行测定，采用国家药典委员会发布的《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012版)，以超滤前流体的指纹图谱为对照图谱，超滤后流体的指纹图谱相似度应不低于0.90，各主成分峰面积的相应比值应不低于0.90。

8 超滤膜清洗维护

8.1 清洗维护方法

先用纯化水或注射用水进行冲洗，关闭透过端阀门，完全开放回流端阀门，循环清洗至符合第8章8.3的要求；如无效，达不到第4章4.5标准水通量的要求时，可参照表1推荐清洗试剂进行清洗。

清洗用的纯化水或注射用水应符合《中华人民共和国药典》2020年版二部纯化水或注射用水的质量要求。

注：以下清洗剂并不适用于所有类型的超滤膜，清洗试剂种类及化学试剂浓度均需进行充分的验证或评估。

表1 推荐清洗试剂

污染物质	推荐化学试剂	推荐化学试剂浓度
有机物络合物	NaOH	1%以下
无机络合物	H ₃ PO ₄	0.1N
菌类、有机物	NaClO	5000 mg/L 以下

8.2 清洗操作步骤

清洗操作步骤如下：

- a) 按照第8章8.1先用纯化水或注射用水冲洗整个超滤系统，清洗时间一般为15min~60min，温度不宜超过50℃，再用清洗试剂进行清洗，具体品种的清洗时间、次数、温度及清洗试剂均应经过验证；
- b) 测定标准水通量，若达到第4章4.5的要求，则可按照第8章8.4的方法进行保存；
- c) 若标准水通量未达到第4章4.5的要求，则需更换清洗试剂进行清洗；
- d) 再用纯化水或注射用水冲洗，除去清洗试剂；
- e) 再次测定标准水通量，若达到第4章4.5的要求，则可按照第8章8.4的方法进行保存。

8.3 清洗效果确认

8.3.1 标准水通量确认

按照第4章4.5测定超滤膜清洗后的标准水通量值，应符合要求。

8.3.2 完整性确认

按照第4章4.6选择合适的方法测定超滤膜的完整性，应符合要求。

8.3.3 总有机碳确认

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020年版四部“0682 制药用水中总有机碳测定法”，取清洗后回流端和透过端的水检测总有机碳，推荐应不大于0.5 mg/mL。

8.3.4 电导率确认

除另有规定外，参照《中华人民共和国药典》2020年版四部“0681 制药用水电导率测定法”，取清洗后回流端和透过端的水检测电导率，应符合纯化水或注射用水的限度值。

8.3.5 其他项目确认

应根据选用的不同清洗试剂，建立相应的方法，规定其残留限度值。其他项目根据不同品种而定，但应进行方法学研究。

8.4 保存

超滤膜长时间不用或在生产间隙期间的保存，选择超滤膜可耐受的保存试剂见表2，浸泡在保存试剂溶液中，推荐在2℃~18℃（但注意不能结冰）进行保存。

表2 保存试剂

化学试剂	推荐浓度	pH值	推荐保存时限
NaOH	0.1N	13	6个月
H ₃ PO ₄	0.1N	2	6个月
NaHSO ₃	1.0%	4~8	2个月

注：以上推荐的保存试剂并不适用于所有类型的超滤膜，保存试剂的种类、浓度及保存时限均需进行充分的验证或评估。从保存试剂中取出超滤膜先参照第8章8.1的方法进行冲洗，并根据第8章8.3.5的要求建立清洗试剂残留限度值的方法，确保无残留，方可使用。

8.5 废弃及更换

按照第8章8.2的清洗操作步骤进行清洗，若标准水通量及完整性达不到第4章4.5及4.6条的要求，应更换新的超滤膜。

附录 A
(规范性)
技术路线示意图

技术路线示意图见图 A.1。

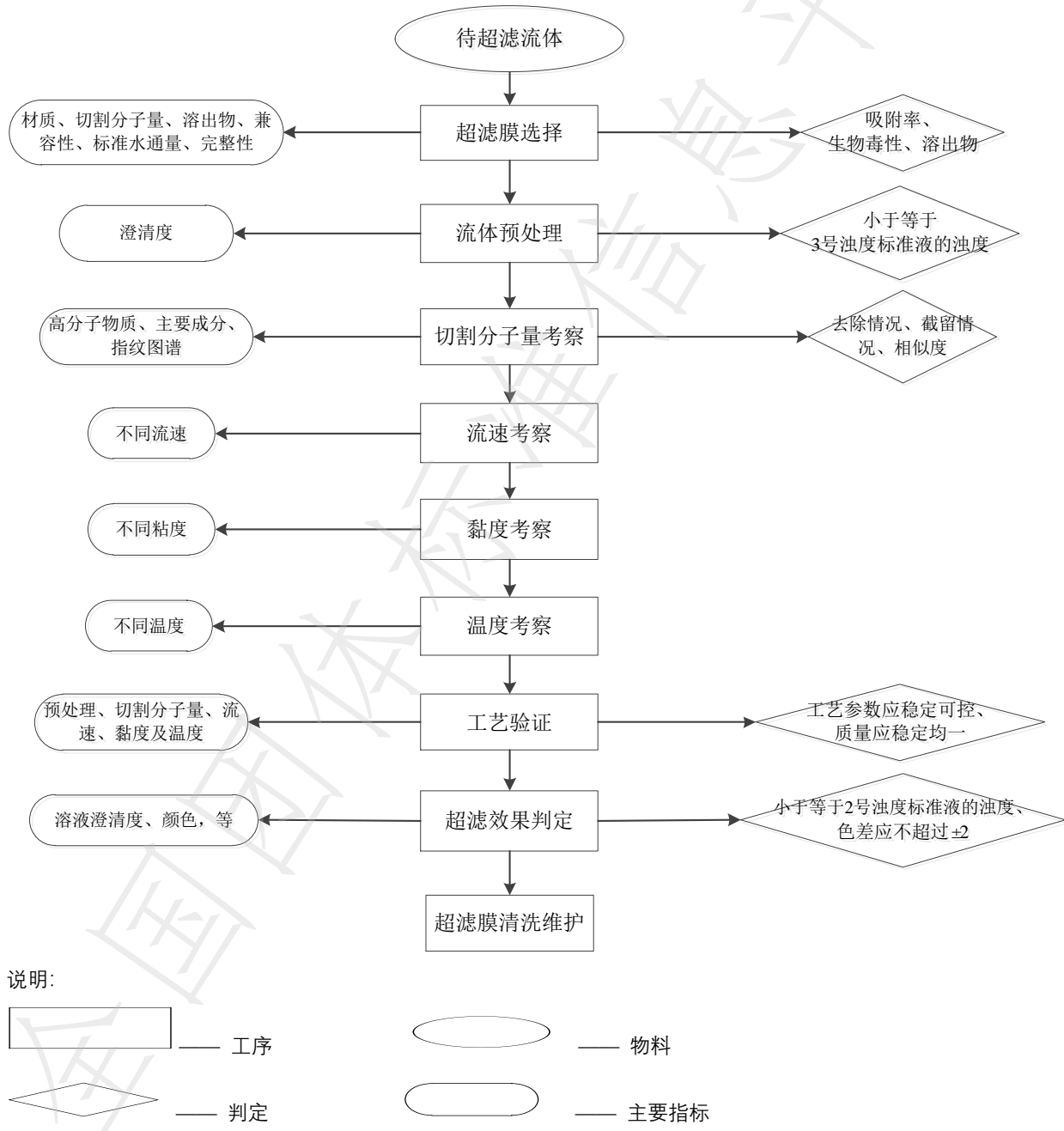


图 A.1 技术路线示意图

附录 B
(规范性)
模型溶剂选择

模型溶剂选择见表 B.1。

表 B.1 模型溶剂选择

流体关键特性	模型溶剂
pH=6.0~8.0水相流体	pH=6.0~8.0的超纯水
pH<6.0水相流体	盐酸调节pH<6.0的超纯水
pH>8.0水相流体	氢氧化钠调节pH>8.0的超纯水
pH=6.0~8.0乙醇水相流体	盐酸或氢氧化钠调pH=6.0~8.0的不同浓度乙醇水溶液
pH<6.0乙醇水相流体	盐酸调节pH<6.0的不同浓度乙醇水溶液
pH>8.0乙醇水相流体	氢氧化钠调节pH>8.0的不同浓度乙醇水溶液
注：水：为纯化水或注射用水； 乙醇：达到分析级以上要求； 盐酸：达到分析级以上要求； 氢氧化钠：达到分析级以上要求。	

附录 C
(规范性)
标准水通量计算

C.1 标准水通量的计算

标准水通量的计算见公式 (C.1)。

$$NWP=R \times TCF/A/TMP \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- NWP —— 标准水通量, 单位为升每平方米每小时每巴 (L/m²/h/bar);
 R —— 透过端流速, 单位为升每小时 (L/h);
 TCF —— 温度校正系数 (通常以 25℃ 为标准温度, 温度校正系数为 1) 见表 C.1;
 A —— 膜包总面积, 单位为平方米 (m²);
 TMP —— 跨膜压力, 单位为巴 (bar)。

其中 TMP 的计算见公式 (C.2)。

$$TMP=(P_{in}+P_{out})/2-P_p \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

- P_{in} —— 进口端压力, 单位为巴 (bar);
 P_{out} —— 回流端压力, 单位为巴 (bar);
 P_p —— 透过端压力, 单位为巴 (bar) (如果透过端完全开放, 则为 0bar)。

表 C.1 温度校正系数 TCF (以 25℃ 为基准)

T/℃	TCF	T/℃	TCF	T/℃	TCF	T/℃	TCF
44	0.682	34	0.852	24	1.023	14	1.310
43	0.694	33	0.842	23	1.047	13	1.346
42	0.707	32	0.859	22	1.072	12	1.333
41	0.720	31	0.877	21	1.098	11	1.422
40	0.734	30	0.896	20	1.125	10	1.463

表 C.1 温度校正系数 TCF (以 25 °C 为基准) (续)

T/°C	TCF	T/°C	TCF	T/°C	TCF	T/°C	TCF
39	0.748	29	0.915	19	1.152	9	1.506
38	0.762	28	0.935	18	1.181	8	1.551
37	0.777	27	0.956	17	1.212	7	1.598
36	0.793	26	0.978	16	1.243	6	1.648
35	0.808	25	1.000	15	1.276	5	1.699

C.2 初始水通量测定

初始标准水通量记为 NWP_0 ， NWP_0 的测定推荐选取以下 a)、b)、c) 三种方式的一种，其中聚醚砜材质及聚砜材质超滤膜的 NWP_0 的测定推荐选用方法 b) 或者 c)。

- a) 新超滤膜安装完毕且按照清洗规程完成清洗后测定的标准水通量值。
- b) 新超滤膜第 1 次使用之后且按照清洗规程完成清洗后测定的标准水通量值。
- c) 新超滤膜前 2 次至 4 次使用之后且按照清洗规程完成清洗后测定的标准水通量值的平均值。

C.3 标准水通量判定

超滤膜第 n 次清洗后测定的标准水通量记为 NWP_n ，应当与上一次清洗后测定的标准水通量记为 NWP_{n-1} 和初始水通量 NWP_0 进行比较，评估超滤膜的清洗效果。

NWP_n 应为 NWP_{n-1} 的 80%~120%，若低于 80%，清洗效果未达到要求，需进一步处理；若超过 120%，建议进行完整性测试，以排除系统泄露或者膜包破损风险。

NWP_n 应为 NWP_0 的 50% 以上，若 NWP_n 低于 NWP_0 的 50%，则推荐更换超滤膜。

附录 D
(规范性)
完整性测试

D.1 完整性测试方法

D.1.1 扩散空气流法

可在跨膜压力在 2.1 bar (30 psi) 条件下用水循环膜组件 5 min, 保证膜完全湿润。排空系统中的水, 把经过滤的并且压力可调的气源接到进液口或回流口, 关闭未接气源的端口阀门, 透过端应完全打开。慢慢打开气源到达推荐的压力, 稳定 5 min, 把透过管路中残余的水排空, 测量并记录气体压力、温度和从透过口中流出的气体流量, 空气流量可用空气流量计测量或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。

D.1.2 泡点压力测试

将超滤膜组件中充满水, 使超滤膜完全浸润, 所有孔中都充满。在超滤膜组件的进水侧缓慢通入压缩空气 (透过端阀门处于打开状态), 逐渐提高进气压力, 同时观察超滤膜透过端是否有气泡连续溢出, 记下进水侧通入空气的压力值, 即为超滤膜的泡点压力。

D.1.3 保压值测试

将超滤膜组件中充满水, 使超滤膜完全浸润, 所有孔中都充满。在超滤膜组件的进水侧缓慢通入压缩空气 (透过端阀门处于打开状态), 逐渐提高进气压力至设定值。进水侧的水会受压透过超滤膜, 等压力稳定在设定值时, 进气阀门关闭 (透过端阀门处于打开状态) 密封保持测试压力, 静止保压 10 min。

D.2 超滤膜完整性判定

比较测量的流量与厂家给定超滤膜组件的指标, 如果大于指标值, 需进行完整性测试故障排除, 排除故障后, 如果依然大于指标值, 说明膜组件不完整。

应按照上述的一种方法对超滤膜使用前进行清洗并测定完整性, 通常根据泡点压力判定超滤膜的完整性, 厂家在超滤膜出厂前应测试泡点压力, 使用过程中监测的泡点压力若低于出厂前测试的泡点压力, 说明超滤膜组件存在缺陷。若未给定的, 在超滤膜使用前应测试泡点压力。

按照保压值测试的方法测定超滤膜的完整性, 若保持压力测试 10min 后进气侧压力下降不大于 0.5 bar, 则表明超滤膜完整, 没有缺陷; 若压力下降大于 0.5 bar, 则表明超滤膜存在泄漏、缺陷, 应更换超滤膜。

参 考 文 献

- [1] GB/T 36137—2018 中空纤维超滤膜和微滤膜组件完整性检验方法
-

全国团体标准信息平台