

ICS 07.060; 23.100.60

J 77

备案号: 56344—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5112—2016



2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国分离膜标准化技术委员会 (SAC/TC382) 归口。

本标准起草单位：山东天维膜技术有限公司、合肥科佳高分子材料科技有限公司、天津膜天膜工程技术有限公司、中国科学技术大学、山东省海洋化工科学研究院、中国化工经济技术发展中心。

本标准主要起草人：刘兆明、张勤、赵莹、徐铜文、傅荣强、张委、郑春磊、李传润、王海增、吴亮、薛岩。



扩散渗析阴膜

1 范围

本标准规定了扩散渗析阴膜的术语和定义,型号与命名,要求,试验方法,检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于扩散渗析阴膜产品。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 4456 包装用聚乙烯吹塑薄膜

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9174 一般货物运输包装通用技术条件

GB/T 9969 工业产品使用说明书 总则

GB/T 12464 普通木箱

GB/T 14436 工业产品保证文件 总则

GB/T 20103—2006 膜分离技术 术语

HY/T 166.1—2013 离子交换膜 第1部分:电驱动膜

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

离子交换膜 ion exchange membrane

对离子具有选择性透过的聚合物制成的薄膜。

注:改写 GB/T 20103—2006, 定义 3.1.1。

3.3

阴离子交换膜 anion exchange membrane

膜体固定基团带有正电荷离子,可选择透过阴离子的离子交换膜,简称“阴膜”。

注:改写 GB/T 20103—2006,定义 3.1.3。

3.4

同离子 co-ion

与离子交换膜上固定基团所带电荷相同的离子。

3.5

反离子 counter-ion

与离子交换膜上固定基团所带电荷相反的离子。

3.6

扩散渗析过程 diffusion dialysis process

以浓度梯度为推动力,溶液中反离子通过离子交换膜,并带动尺寸较小且电荷价态较低的同离子优先通过,实现选择性渗析的过程。

3.7

阴膜扩散渗析过程 anion exchange membrane diffusion dialysis process

以浓度梯度为推动力,溶液中阴离子通过阴离子交换膜,并带动尺寸较小且电荷价态较低的阳离子优先通过,实现选择性渗析的过程。

3.8

扩散渗析阴膜 diffusion dialysis anion exchange membrane, DDAM (缩写)

可用于扩散渗析过程的阴离子交换膜。

3.9

渗析液 dialysate

扩散渗析过程中待分离的料液。

3.10

扩散液 diffusate

扩散渗析过程中接收扩散渗析组分的溶液。

3.11

氢离子渗析系数 proton dialysis coefficient

氢离子在单位时间单位浓度梯度通过单位膜面积的物质的量,单位: m/s。

3.12

金属离子泄漏系数 metal ion leakage coefficient

金属离子在单位时间单位浓度梯度通过单位膜面积的物质的量,单位: m/s。

3.13

酸/盐分离因子 acid/salt separation factor

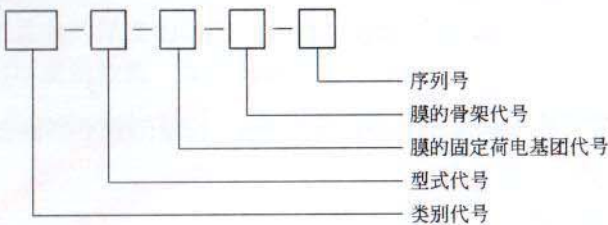
氢离子渗析系数与金属离子泄漏系数的比值。

4 型号与命名

4.1 型号构成

扩散渗析阴膜型号由类别代号、型式代号、膜的固定荷电基团代号、膜的骨架代号、序列号五部分组成。各部分之间以连字符“-”连接。

五部分的表述格式为：



4.2 类别代号

类别代号以扩散渗析阴膜英文名称的缩写 DDAM 表示。

4.3 型式代号

型式代号表示功能基化反应的先后次序，后进行功能基化反应为“Ⅰ”型，先进行功能基化反应为“Ⅱ”型。

4.4 固定荷电基团代号

膜的固定荷电基团代号以阿拉伯数字表示，具体规定见表 1。

表 1 膜的固定荷电基团代号

代号	名 称
1	强碱性固定荷正电基团
2	弱碱性固定荷正电基团
3	带羟基等辅助强碱性固定荷正电基团
4	带羟基等辅助弱碱性固定荷正电基团
5	整合型固定正、负荷电基团交替排列
6	其他

4.5 膜的骨架代号

膜的骨架代号以阿拉伯数字表示，具体规定见表 2。

表 2 膜的骨架代号

代号	名 称
1	聚苯醚系
2	聚乙烯醇系
3	有机无机杂化系
4	其他

4.6 序列号

序列号表示相同骨架和固定荷电基团的系列产品编号，以阿拉伯数字表示。

4.7 膜型号与命名示例

示例：DDAM-I-1-1-3

DDAM 表示扩散渗析阴膜；I 表示后进行功能基化反应；前面的 1 表示膜中含有强碱性固定荷电基团；后面的 1 表示膜的骨架是聚苯醚；3 表示同一种系列中的第 3 种产品。

5 要求

5.1 外观

扩散渗析阴膜的外观应平整光洁，无机械损伤，无针孔，无折皱，无油污，无杂物。

5.2 技术指标

5.2.1 厚度偏差

单张膜产品各测量点的厚度偏差的绝对值应不超过 10 %。

5.2.2 氢离子渗析系数

氢离子渗析系数应不小于 5×10^{-7} m/s。

5.2.3 酸/盐分离因子

酸/盐分离因子应不小于 15。

6 试验方法

6.1 外观检验

外观用目视法检测。

6.2 厚度偏差检验

6.2.1 平均厚度的测量

湿态膜平均厚度的测量按照 HY/T 166.1—2013 “试验方法 6.2” 执行。

6.2.2 厚度偏差的计算

湿态膜每个测量点的厚度与平均厚度之差除以平均厚度，所得比值的百分数即为膜厚度偏差，按公式(1)计算：

$$T_d = \frac{T - \bar{T}}{\bar{T}} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

T_d ——膜的厚度偏差；

T ——湿态膜每个测量点的厚度的数值，单位为毫米（mm）；

$\bar{T}$ ——湿态膜的平均厚度的数值，单位为毫米（mm）。

6.3 氢离子渗析系数、金属离子泄漏系数、酸/盐分离因子的测定

6.3.1 试验条件

试验用纯水应符合 GB/T 6682 规定的三级水标准，在水温 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、室温 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温室内进行氢离子渗析系数、金属离子泄漏系数、酸/盐分离因子的测定。

6.3.2 试验原理

氢离子渗析系数和金属离子泄漏系数在扩散渗析装置中进行测试。扩散渗析装置包括渗析室和扩散室，两室中间固定扩散渗析阴膜（扩散渗析装置参见附录 A）。当渗析液为酸和盐的混合溶液、扩散液初始为纯水时，由于浓度梯度的存在，酸和盐会扩散透过膜进入扩散液。通过测定扩散液中酸和盐的浓度，计算氢离子渗析系数和金属离子泄漏系数。

6.3.3 仪器设备

试验所需仪器设备如下：

- a) 棕色酸式滴定管：规格 50 mL，分度值 0.1 mL；
- b) 碱式滴定管：规格 50 mL，分度值 0.1 mL；
- c) 具塞三角瓶：规格 250 mL；
- d) 移液器：规格 10 mL，分度值 10 μL ；
- e) 天平：规格 200 g，分度值 0.1 mg；
- f) 秒表。

6.3.4 化学试剂

四水合氯化亚铁、高锰酸钾、碳酸钠、草酸钠、盐酸、硫酸和磷酸。其中碳酸钠和草酸钠为基准试剂，其余为分析纯试剂。

6.3.5 溶液和指示剂

6.3.5.1 盐酸和氯化亚铁的混合溶液 [$c(\text{HCl}) = 3\text{ mol/L}$ 和 $c(\text{FeCl}_2) = 0.3\text{ mol/L}$]

量取 500 mL 纯水于干燥的烧杯中，加入 250 mL 盐酸溶液，搅匀，再加入 59.64 g 四水合氯化亚铁于同一烧杯中，搅匀，稀释至 1 000 mL。由于 2 价铁在酸性条件下极不稳定，盐酸和氯化亚铁的混合溶液需现配现用。

6.3.5.2 磷酸溶液

由 1 份体积磷酸和 6 份体积纯水配制而得。

6.3.5.3 高锰酸钾标准溶液 [$c(\text{KMnO}_4) = 0.002 \text{ mol/L}$]

按 GB/T 601—2002 中 4.12.1 配制。按 GB/T 601—2002 中 4.12.2 标定。

6.3.5.4 碳酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.05 \text{ mol/L}$]

按 GB/T 601—2002 中 4.4.1 配制。

6.3.5.5 甲基橙指示剂

按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.8 配制。

6.3.6 膜预处理

取 $3 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$ 膜样品 3 份, 置于盐酸和氯化亚铁的混合溶液中浸泡至少 24 h。

6.3.7 试验步骤

氢离子渗析系数和金属离子泄漏系数的测试步骤如下:

- 取出预处理过后的膜, 用纯水冲洗膜表面 3 遍, 然后用滤纸擦除表面液滴, 将其夹于渗析室与扩散室中间, 并用橡皮圈密封, 参见附录 A;
- 准确量取盐酸与氯化亚铁的混合溶液和纯水各 100 mL, 分别倒入渗析室和扩散室内;
- 启动搅拌, 运行 1 h 之后, 分别测定渗析室和扩散室内的氢离子和亚铁离子浓度, 氢离子和亚铁离子浓度的分析方法参见附录 B。

6.3.8 数据处理

氢离子渗析系数 U_{H} , 按公式 (2) 计算:

$$U_{\text{H}} = \frac{M_{\text{H}}}{At \Delta c_{\text{H}}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

U_{H} ——氢离子渗析系数的数值, 单位为米每秒 (m/s);

M_{H} ——扩散到扩散室的氢离子的物质的量的数值, 单位为摩尔 (mol);

A ——膜的有效面积 (参见图 A.1) 的数值, 单位为平方米 (m^2);

t ——扩散渗析运行的时间的数值, 单位为秒 (s) (通常取 $t=3600$);

Δc_{H} ——两隔室溶液中氢离子的对数平均浓度的数值, 单位为摩尔每立方米 (mol/m^3)。

其中, Δc_{H} 表达式见公式 (3):

$$\Delta c_{\text{H}} = \frac{c_{\text{D,H}}^0 - (c_{\text{D,H}}^t - c_{\text{d,H}}^t)}{\ln [c_{\text{D,H}}^0 / (c_{\text{D,H}}^t - c_{\text{d,H}}^t)]} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c_{\text{D,H}}^0$ ——起始时渗析室中氢离子的浓度的数值, 单位为摩尔每立方米 (mol/m^3);

$c_{\text{D,H}}^t$ ——运行 1 h 后渗析室中氢离子的浓度的数值, 单位为摩尔每立方米 (mol/m^3);

$c_{\text{d,H}}^t$ ——运行 1 h 后扩散室中氢离子的浓度的数值, 单位为摩尔每立方米 (mol/m^3)。

金属离子泄漏系数 U_{Fe} , 按公式 (4) 计算:

$$U_{\text{Fe}} = \frac{M_{\text{Fe}}}{At \Delta c_{\text{Fe}}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

U_{Fe} ——金属离子泄漏系数的数值, 单位为米每秒 (m/s);

M_{Fe} ——扩散到扩散室的亚铁离子的物质的量的数值,单位为摩尔(mol);

Δc_{Fe} ——两隔室溶液中亚铁离子的对数平均浓度的数值,单位为摩尔每立方米(mol/m^3)。

其中, Δc_{Fe} 的表达式见公式(5):

$$\Delta c_{\text{Fe}} = \frac{c_{\text{D,Fe}}^0 - (c_{\text{D,Fe}}^t - c_{\text{d,Fe}}^t)}{\ln [c_{\text{D,Fe}}^0 / (c_{\text{D,Fe}}^t - c_{\text{d,Fe}}^t)]} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$c_{\text{D,Fe}}^0$ ——起始时渗析室中亚铁离子的浓度的数值,单位为摩尔每立方米(mol/m^3);

$c_{\text{D,Fe}}^t$ ——运行1h后渗析室中亚铁离子的浓度的数值,单位为摩尔每立方米(mol/m^3);

$c_{\text{d,Fe}}^t$ ——运行1h后扩散室中亚铁离子的浓度的数值,单位为摩尔每立方米(mol/m^3)。

酸/盐分离因子 S , 按公式(6)计算:

$$S = \frac{U_{\text{H}}}{U_{\text{Fe}}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

S ——酸/盐分离因子。

7 检验规则

7.1 出厂检验

7.1.1 检验项目

每批扩散渗析阴膜均应进行出厂检验,检验合格方可出厂。出厂检验项目按表3的规定进行。

表3 出厂检验

序号	检验项目	要求章条号	试验方法章条号
1	外观	5.1	6.1
2	厚度偏差	5.2.1	6.2
3	氢离子渗析系数	5.2.2	6.3
4	酸/盐分离因子	5.2.3	6.3

7.1.2 组批规则

以相同原料生产的膜卷为一批。

7.1.3 抽样方法

抽样检验同一批次的膜卷,每10支膜卷抽取2支。

7.1.4 判定方法

检验各项目结果全部符合本标准要求,则判定该批产品合格。检验各项目结果中如有不合格项,从原批产品中加倍抽取样品,对不合格项目进行复检,如仍有不合格项,则判定该批产品不合格。

7.2 型式检验

7.2.1 检验条件

在下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 正常生产 1 年时;
- b) 材料或工艺有较大改变时;
- c) 新产品定型鉴定或老产品转产鉴定时;
- d) 停产半年以上, 恢复生产时;
- e) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

7.2.2 检验项目

型式检验项目应为第 5 章规定的全部项目。

7.2.3 抽样方法

抽样检验同一批次的膜卷, 每 10 支膜卷抽取 5 支。

7.2.4 判定方法

检验各项目结果全部符合本标准要求, 则判定该批产品合格。检验各项目结果中如有不合格项, 则判定该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

扩散渗析阴膜出厂时内包装上应有标志, 标志内容包括:

- a) 产品名称、型号;
- b) 商标、产品编号;
- c) 生产日期;
- d) 生产企业名称和地址;
- e) 产品的执行标准编号。

8.2 包装

扩散渗析阴膜的包装应符合 GB/T 191 的规定。

采用聚乙烯吹塑薄膜作为内包装, 聚乙烯吹塑薄膜应符合 GB/T 4456 的规定。采用木箱作为外包装, 应符合 GB/T 12464 的规定。

包装箱内应附带装箱单、检验合格证、使用说明书等文件, 检验合格证的编写应符合 GB/T 14436 的规定, 使用说明书的编写应符合 GB/T 9969 的规定。

8.3 运输

扩散渗析阴膜的运输应符合 GB/T 9174 的规定。

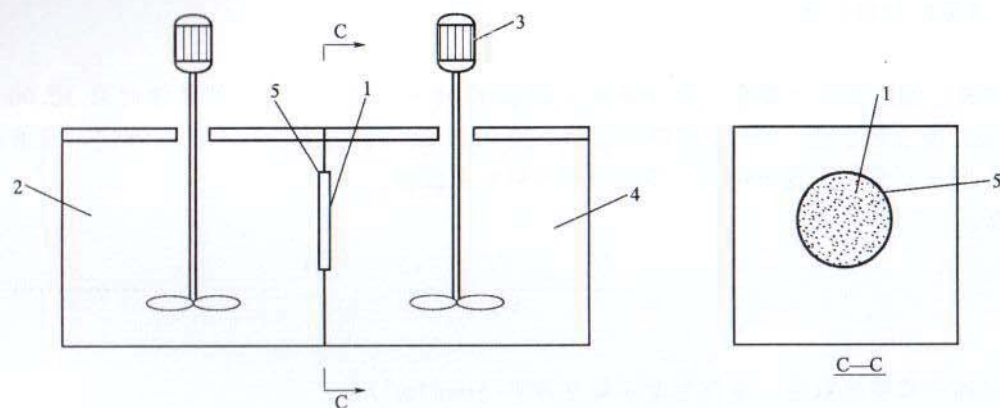
运输、装卸过程不应受到剧烈的撞击、颠簸、投掷和重压, 同时避免与有腐蚀性的化学试剂接触。

8.4 贮存

产品应贮存在干净、通风、干燥的空间内, 温度在 5℃~40℃之间, 并要求远离热源、火源和化学药品, 不应与溶剂、具有氧化性或还原性的物品一同存放。

附 录 A
(资料性附录)
扩散渗析装置示意图

扩散渗析装置示意图见图 A.1。



说明：

- 1——扩散渗析阴膜；
- 2——渗析室；
- 3——搅拌器；
- 4——扩散室；
- 5——橡胶圈。

注 1：起始时，渗析室装入 100 mL 渗析液，扩散室装入 100 mL 纯水，使溶液完全浸没膜样品。

注 2：膜的有效扩散面积为直径 2.5 cm 的圆面积。

注 3：右图是左图中 C 位置的剖面侧视图。

图 A.1 扩散渗析装置示意图

附 录 B

(资料性附录)

氢离子和亚铁离子浓度的分析方法

B.1 氢离子浓度的分析方法

氢离子用碳酸钠标准溶液滴定：测定渗析液时取 1.00 mL 溶液，测定扩散液时取 10.00 mL 溶液，加入 50 mL 纯水和 2 滴~3 滴甲基橙指示剂，用 0.05 mol/L 碳酸钠标准溶液滴定，溶液由红色变为橙黄色且 30 s 不变色则视为终点。同时用纯水做空白试验。

结果计算：

$$c_{\text{H}} = \frac{2c_{\text{Na}_2\text{CO}_3}(V_1 - V_2)}{V_0} \quad \text{..... (B.1)}$$

式中：

c_{H} ——氢离子浓度的数值，单位为摩尔每立方米 (mol/m^3)；

$c_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ ——碳酸钠标准溶液的浓度的数值，单位为摩尔每立方米 (mol/m^3)；

V_1 ——滴定消耗碳酸钠标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——空白试验过程中滴定消耗碳酸钠标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——被滴定溶液的取样量的数值，单位为毫升 (mL)。

B.2 亚铁离子浓度的分析方法

亚铁离子用高锰酸钾标准溶液滴定：测定渗析液时取 1.00 mL 溶液，测定扩散液时取 10.00 mL 溶液，各加入 50 mL 水，各加入 10 mL 磷酸溶液，渗析液使用 0.002 mol/L 高锰酸钾标准溶液滴定，扩散液使用 0.0004 mol/L 高锰酸钾标准溶液（由 0.002 mol/L 高锰酸钾标准溶液稀释 5 倍而得）滴定，溶液变为粉红色且 30 s 不变色则视为终点。同时用纯水做空白试验。

结果计算：

$$c_{\text{Fe}} = \frac{5c_{\text{Mn}}(V_1 - V_2)}{V_0} \quad \text{..... (B.2)}$$

式中：

c_{Fe} ——亚铁离子浓度的数值，单位为摩尔每立方米 (mol/m^3)；

c_{Mn} ——高锰酸钾标准溶液的浓度的数值，单位为摩尔每立方米 (mol/m^3)；

V_1 ——滴定消耗高锰酸钾标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——空白试验过程中滴定消耗高锰酸钾标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——被滴定溶液的取样量的数值，单位为毫升 (mL)。