

Q/AHSJ

企业标准

Q/0523AHSJ001—2018

N-甲基吡咯烷酮

安徽晟捷新能源科技有限公司

前 言

本标准按照 GB/T1.1—2009 给出的规则起草。

当本标准与国家法律、法规和强制性标准相抵触时，以国家法律、法规和强制性标准为准。

标准起草单位：安徽晟捷新能源科技有限公司

本标准主要起草人：张华，刘兴荣，杨义龙，陆林荣。

N-甲基吡咯烷酮

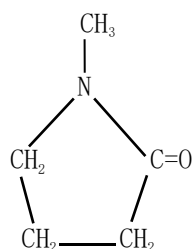
1 范围

本标准规定了N-甲基吡咯烷酮（缩写代号NMP）的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和储存。

本标准适用于由 γ -丁内酯与一甲胺反应而制得的N-甲基吡咯烷酮(以下简称产品)。

分子式： C_5H_9NO

结构式：



2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用时必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所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）使用于本文件。

GB/T 325.1 包装容器 钢桶 第1部分：通用技术要求

GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen单位-铂-钴色号）

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（库仑法）

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

3 要求

3.1 外观

常温下产品为无色或微黄色透明液体。

3.2 理化指标

产品的理化指标应符合表1的规定。

项目	指标			
	工业级	医药级	电子级	微电级
纯度/%	≥99.50	≥99.80	≥99.90	≥99.90
水分/%	≤0.05	≤0.03	≤0.02	≤0.01
色度/APHA	≤25	≤20	≤10	≤10
密度(20℃)/(g/cm ³)	1.026~1.036			
游离胺/ppm	/	≤50	≤10	≤10
折光率 n _D ²⁰	1.465~1.475			

表1 理化指标

4 试验方法

4.1 外观

取适量样品于洁净玻璃容器中，在自然光下目视观察。

4.2 纯度

4.2.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法，在选定的色谱操作条件下，使样品汽化后经色谱柱分离，用氢火焰离子检测器（FID）检测，采用面积归一法定量，去除水分后得到N-甲基吡咯烷酮的含量。

4.2.2 仪器

4.2.2.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子检测器（FID），整机灵敏度、稳定性符合GB/T9722的规定，线性范围满足分析要求。

4.2.2.2 数据处理系统：N2000工作站或其他满足要求的色谱工作站。

4.2.2.3 进样器：10 μ L微量进样器。

4.2.2.4 色谱分析条件

本标准的色谱柱和色谱操作条件见表2，其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱条件也可使用。

表2 色谱柱和色谱操作条件

毛细管色谱柱	30m \times 0.53mm \times 2.65 μ m（柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度）
固定相	（5%苯基）-甲基聚硅氧烷
柱温/ $^{\circ}$ C	180
气化室温度/ $^{\circ}$ C	240
检测器温度/ $^{\circ}$ C	260
载气（N ₂ ）流量/（mL/min）	1.0
氢气流量/（mL/min）	30
空气流量/（mL/min）	300
分流比	25:1
进样量/ μ L	0.2

4.2.3 分析结果

纯度按公式（1）计算：

$$C_{\text{样品}} = C_{\text{测}} \times (100 - C_{\text{水}}) / 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$C_{\text{样品}}$ —被测样品中 N-甲基吡咯烷酮含量的最终真实数据（%）；

$C_{\text{测}}$ —色谱工作站所显示的被测样品中的 N-甲基吡咯烷酮含量数据（%）；

$C_{\text{水}}$ —被测样品中水分含量的百分数（%）。

4.3 水分

按 GB/T 6283 的规定。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.002%。

4.4 色度

按GB/T 3143的规定。

4.5 密度

按GB/T 4472的规定。

4.6 游离胺

4.6.1 实验器材

——电子天平，0.0001g；

——锥形瓶，250mL；

——量筒，100mL。

4.6.2 试剂

——盐酸标准溶液：0.01mol/L

按GB/T 601的规定。

——无水乙醇：含量≥99.7%。

——溴甲酚绿-甲基红指示剂：

溶液 I：准确称取0.1g溴甲酚绿，溶于无水乙醇，用无水乙醇稀释至100mL。

溶液 II：准确称取0.2g甲基红，溶于无水乙醇，用无水乙醇稀释至100mL。

取30mL溶液 I、10mL溶液 II，混合均匀即可。

4.6.3 实验步骤

4.6.3.1 将锥形瓶放在电子天平上，去皮，用量筒量取 50mLNMP 倒入锥形瓶中，准确称取 NMP 的质量，记为 m；

4.6.3.2 向锥形瓶中依次加入 50mL 无水乙醇（或异丙醇）和 3-4 滴溴甲酚绿-甲基红指示剂，平稳摇动使其均匀；

4.6.3.3 用 0.01mol/L 的盐酸标准溶液滴定由绿色至微黄色，记录盐酸标准溶液的消耗体积 V；

4.6.3.4 同时作空白试验，记录盐酸标准溶液的消耗体积 V_0 。

4.6.4 计算

游离胺含量按公式（2）计算：

$$\text{游离胺含量 (ppm)} = \frac{C \times (V - V_0) \times 1000 \times M}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C—盐酸标准溶液的浓度，mol/L(要求配制的盐酸浓度在 0.01mol/L)；

V—滴定消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

V_0 —空白实验消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

M—一甲胺的摩尔质量，31.06g/mol；

m—称取的 NMP 样品的质量，g。

4.7 折光率

按照 GB/T6488 规定的方法进行测定，试验温度为 20℃。

5 检验规则

5.1 组批与抽样

5.1.1 组批：以每天同一成品储罐的产品为一批。

5.1.2 抽样：按 GB/T 6680 的规定。

5.2 出厂检验

5.2.1 纯度、水分、色度、密度、游离胺为出厂检验项目。

5.2.2 产品应经本厂检验部门检验合格，并附有质量检验单后方可出厂。

5.3 型式检验

5.3.1 在下列情况下应进行型式检验：

——新产品鉴定时；

——原产品配方工艺有重大变化时；

——长期停产（1年以上）后再生产时；

——国家质量监督检验机构提出型式检验要求时。

5.3.2 型式检验项目为本标准规定的所有项目。

5.4 判定规则

经检验若有一项不符合标准要求，应重新加倍抽样进行复验，复验后该项仍不符合标准要求，则判该批为不合格品，不合格品不准出厂。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

产品在包装桶侧面应贴有纸质标签，标签上应标明以下内容：厂名、厂址、产品名称、净重、批号、出厂日期、贮存期及标准编号。

6.2 包装

工业用 NMP 应采用符合 GB/T325 要求的钢桶、PE 桶、IBC 桶或专用槽车包装。

6.3 运输

工业用 NMP 运输过程中应确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。搬运时应轻装轻卸，防止包装容器损坏。运输过程中应防止日晒雨淋，远离火种、热源、高温区域。

6.4 贮存

NMP 贮存地点应干燥、通风、远离火源及其它危险品，避免阳光直射。在规定的贮存条件下，产品保质期为 1 年。
