

Q/JSLD

企业标准

Q/JSLD001-2023

2024年07月24日 15点12新

N-甲基吡咯烷酮

N-Methyl Pyrrolidone (NMP)



前 言

本标准按照GB/T1.1-2020《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。

工标准按照Gb, . 章。 当本标准与国家法律、法规和强和,标准起草单位: 江苏龙东新材料有限公司。 本标准主要起草人: 李峰、谈逸铖、李秋菊 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。

2024年07月24日 15月125



N-甲基吡咯烷酮

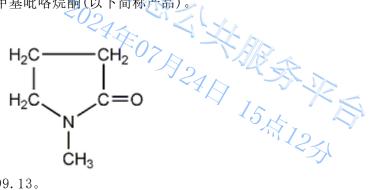
1 范围

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N-甲基吡咯烷酮(以下简称产品)

分子式: C5H9N0

结构式:



相对分子质量: 99.13。

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 601	化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 603	化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 6283	化工产品中水分含量的测定 卡尔 费休法(通用方法)
GB/T 3143	液体化学产品颜色测定法(Hazen单位-铂 钴色号)
GB/T 4472	化工产品密度、相对密度测定
GB/T 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
GB/T 6680	液体化工产品采样通则
GB/T 6682	分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 6488	液体化工产品 折光率的测定(20℃)
GB/T 9724-2007	化学试剂 PH值测定通则
SJ/T 11637-2016	电感耦合等离子体质谱法通则
GB/T 6678	化工产品采样总则

3 技术要求

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。

表1 理化指标

AA		
项目	指标	
坝日	工业级	电子级
纯度/%	≥99.5	≥99.90
水分/%	≤0.10	≤ 0. 02
色度/APHA	≤30	≤15
密度(20℃)/(g/cm³)	1.026~1.035	
游离胺/ppm	≤50	≤30
PH值[(1ml/10ml)水溶液]	6.0~9.0	
折光率n ²⁰ D	1.4680	1. 4720
	15/1/2	SI SI

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.2 一般规定

本文件所有的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级 水。

试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.3 外观的测定

限定制备。

3 外观的测定

取适量样品,置于50mL具塞比色管中,在日光或日光灯照射下,针对白色背景,轴向目测检 查。 15点12分

4.4 含量的测定

4.4.1 方法提要

用气相色谱法, 在选定的工作条件下, 使试样汽化后通过色谱柱, 使各组分得到分离, 用氢 火焰离子化检测器检测,面积归一化法计算定量。

4.4.2 材料试剂

- 4.4.2.1 氮气:纯度≥99.995%,经活性炭和分子筛净化;
- 4.4.2.2 空气:空气压缩泵,经活性炭和分子筛净化;
- 4.4.2.3 氢气: 纯度≥99.995%, 经活性炭和分子筛净化;

4.4.3 仪器设备



4.4.3.1 气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器 (FID), 仪器灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722中的有关规定。

- 4.4.3.2 色谱工作站。
- 4.4.3.3 微量进样器: 10 µL。

4.4.4 试验条件

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×0.53mm×1.0μm (柱长×柱内径×液膜厚度)
固定相	5%-苯基-95%-聚甲基硅氧烷
柱温/℃	初始40℃,保持5min;升温速度10℃/min;升温至230℃,保持5min
气化室温度/℃	250
检测器温度/℃	300
载气 (N ₂) 流量/ (mL/min)	7. 45
氢气流量/(mL/min)	40
空气流量/(mL/min)	400
分流比	30:1
进样量/ μ L	0.2

4.4.5 分析步骤

开启色谱仪,达到上述色谱操作条件并稳定后,用微量进样器取试样溶液注入色谱仪,用色谱工作站记录各组分的峰面积,采用面积归一化法计算结果。

4.4.6 分析结果

纯度按公式(1)计算:

$$C_{\text{KL}} = C_{\text{M}} \times (100 - C_{\text{K}}) / 100 \dots (1)$$

式中:

C#品一被测样品中N-甲基吡咯烷酮含量的最终真实数据(%);

C测一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*一被测样品中水分含量的百分数 (%)。

4.5 水分的测定

按GB/T 6283中第8章的规定进行测定。

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%。

4.6 色度的测定

按GB/T 3143的规定。

4.7 密度

按GB/T 4472的规定。

4.8 游离胺含量的测定

4.8.1 实验器材



- -电子天平, 0.0001g;
- —锥形瓶, 250mL;
- ——量筒, 100mL。

4.8.2 试剂

——盐酸标准溶液: 0.01mol/L

按GB/T 601的规定。

- ——异丙醇: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。

4.8.3 实验步骤

- 4.8.3.1 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;
- 4.8.3.2 向锥形瓶中依次加入50mL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;
 - 4.8.3.3 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; 4.8.3.4 同时作空白试验,记录盐酸标准溶液的消耗体积V。。

4.8.4 计算

游离胺含量按公式(2)计算:

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

式中:

- C-盐酸标准溶液的浓度, mo1/L(要求配制的盐酸浓度在0.01mo1/L);
- V-滴定消耗盐酸标准溶液的体积, mL;
- V。一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。

4.9 PH值的测定

上; 用移液管移取NMP样品10.0mL于100mL容量瓶中,加无二氧化碳水稀释到刻度,摇匀后移入烧 杯中。其余步骤按照GB/T9724-2007中第6章的规定进行测定。

4.10 折光率的测定

按GB/T 6488的规定进行测定。

4.11 金属离子含量的测定

按SJ/T 11637-2016的规定进行测定。

5 检验规则



产品检验分为出厂检验和型式检验。

5.1 出厂检验

- 5.1.1 纯度、水分、色度、密度、游离胺、PH值为出厂检验项目。
- 5.1.2 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。

5.2 型式检验

- 5.2.1 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。
- 5.2.2 型式检验项目为本标准规定的所有项目。

5.3 组批与抽样

5.3.1 组批 以同一天、同一原料、同一工艺、同一成品储罐的产品视为一批。

5.3.2 抽样

按GB/T 6680和GB/T 6678的规定进行抽样。所采样品混匀、分装于洁净干燥的高密度聚乙烯瓶 中,密封。贴上标签,注明产品名称、批号、取样日期、取样人姓名及产品规格等。一瓶检验用, 一瓶留样备查。

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

- d) 净含量:
- 生产日期: e)
- 产品等级; f)
- 本文件编号。 g)

6.2 包装

NMP应采用符合GB/T 325要求的钢桶、PE桶、IBC桶或专用槽罐灌装。

6.3 运输



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

- 6.4.1 NMP应贮存于通风、干燥处,远离火源及其它危险品,避免阳光直射。
- 6.4.2 在符合本文件包装、运输、和贮存条件下,产品自生产之日起,保质期为1年。逾期 按本文件检验合格仍可使用。

本文件包装、仍可使用。 2024年07日24日 15年12日

2024F07 F24F 15 F125