

团 体 标 准

T

T/TMAC ×××—202X

N-甲基吡咯烷酮回收液提纯技术要求

Technical requirements for purification of N-methylpyrrolidone recovery liquid

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

已授权的专利证明材料为专利证书复印件或扉页，已公开但尚未授权的专利申请证明材料为专利公开通知书复印件或扉页，未公开的专利申请的证明材料为专利申请号和申请日期。

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国技术市场协会 发布

中国技术市场协会（TMAC）是科技领域内国家一级社团，以宣传和促进科技创新，推动科技成果转移转化，规范交易行为，维护技术市场运行秩序为使命。为满足市场需要，做大做强科技服务业，依据《中华人民共和国标准化法》《团体标准管理规定》，中国技术市场协会有序开展标准化工作。本团体成员和相关领域组织及个人，均可提出修订 TMAC 标准的建议并参与有关工作。TMAC 标准按《中国技术市场协会团体标准管理办法》《中国技术市场协会团体标准工作程序》制定和管理。TMAC 标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议多数专家、成员的同意，方可予以发布。

在本文件实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料反馈至中国技术市场协会，以便修订时参考。

本作品著作权归中国技术市场协会所有。除了用于国家法律或事先得到中国技术市场协会正式授权或许可外，不许以任何形式复制本文件。第三方机构依据本文件开展认证、评价业务，须向中国技术市场协会提出申请并取得授权。

中国技术市场协会地址：北京市海淀区复兴路甲 23 号城乡大厦 12 层 1217—1223。

邮政编码：100036 电话：010-68270447 传真：010-68270453

网址：www.ctm.org.cn 电子信箱：136162004@qq.com

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 工作要求	1
4.1 环境要求	1
4.2 人员要求	2
4.3 设备要求	2
5 工作流程	3
5.1 蒸馏与萃取结合法	3
5.2 双塔连续精馏法	3
5.3 多级循环冷却与精馏结合法	3
6 工作步骤	4
6.1 蒸馏与萃取结合法	4
6.2 双塔连续精馏法	4
6.3 多级循环冷却与精馏结合法	5
7 技术要求	5
7.1 蒸馏与萃取结合法	5
7.2 双塔连续精馏法	6
7.3 多级循环冷却与精馏结合法	7
8 检测方法	7
8.1 蒸馏与萃取结合法	7
8.2 双塔连续精馏法	9
8.3 多级循环冷却与精馏结合法	10

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。

本文件由中国技术市场协会归口。

本文件起草单位：山东长信化学科技股份有限公司、北京通标华技术服务有限公司等。

本文件主要起草人：张红军、毛美丽、乐志斌。

N-甲基吡咯烷酮回收液提纯技术要求

1 范围

本文件规定了N-甲基吡咯烷酮回收液提纯技术的工作要求、工作流程、工作步骤、技术要求与检测方法等。

本文件适用于化工、制药、电子材料及新能源等行业中涉及的N-甲基吡咯烷酮溶剂，并采用蒸馏与萃取结合法、双塔连续精馏法、多级循环冷却与精馏结合法三种提纯工艺的回收与再利用过程。

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 616 化学试剂 沸点测定通用方法
- GB/T 618 化学试剂 结晶点测定通用方法
- 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 6324.2 有机化工产品试验方法 第2部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
- GB/T 27563 工业用N-甲基-2-吡咯烷酮
- GB 50058 爆炸危险环境电力装置设计规范(附条文说明)

3 术语和定义

GB/T 27563中界定的术语和定义适用于本文件。

4 工作要求

4.1 环境要求

N-甲基吡咯烷酮回收液提纯技术的环境要求，详见表1。

表1 N-甲基吡咯烷酮回收液提纯环境要求

环境要求	蒸馏与萃取结合法	双塔连续精馏法	多级循环冷却与精馏结合法
通风要求	应配备良好的机械通风系统，防止溶剂蒸气积聚	全封闭通风系统	设置通风设备，保持尾气吸收系统正常运行
环境温度（℃）	15~30	15~30	10~25
环境湿度（%）	≤60	≤60	≤50
防火要求	配备灭火器、防火墙、防静电设施	采用耐高温材料及防火涂层	所有设备应接地，防止静电火花产生

环境要求	蒸馏与萃取结合法	双塔连续精馏法	多级循环冷却与精馏结合法
防爆要求	设置防爆电气设备及报警装置	防爆区域符合GB 50058相关规定	含溶剂区域应采用防爆型照明及通风设备
废气排放要求	废气应经活性炭或湿式吸收塔处理后排放	轻组分气体应集中冷凝回收，未冷凝部分应达标排放	尾气应经过吸收塔处理
噪声控制 (dB)	≤75	≤75	≤70
泄漏监测	配备液位报警及泄漏检测装置	设置压力泄放阀和在线气体监测设备	吸收塔和精馏塔应安装泄漏报警系统
防护设施	操作区域应配备防护屏、溢流槽和泄漏回收装置	设备周围应设置防护栏及溢流容器	配备紧急喷淋装置及个人防护装备
安全标识	设置警示标志（易燃、禁止烟火、危险化学品）	配备明显的防火防爆和紧急疏散标志	安装指示标牌，包括紧急停机按钮位置
光照要求	室内自然光结合防爆灯光，照度300lx~500lx	使用防爆灯具，照度500lx	防爆型冷光源灯，照度300lx~400lx

4.2 人员要求

4.2.1 人员行业资质要求

技术人员应具备化学工程与工艺或环境工程等相关领域的专业背景，持有化工操作三级以上或高级工程师资格证书，并具备至少3年的化工操作相关经验，熟悉N-甲基吡咯烷酮回收及提纯工艺的各个流程和控制参数，能够准确操作精馏塔、冷凝器、吸收塔等设备。

4.2.2 防护设备要求

技术人员应配备防静电工作服、防护手套、防护眼镜、防毒面具等个人防护装备等，进入操作区域前应穿戴耐腐蚀防护鞋，操作高温设备应使用隔热手套。

4.3 设备要求

N-甲基吡咯烷酮回收液提纯技术的设备要求，详见表2。

表2 N-甲基吡咯烷酮回收液提纯设备要求

提纯方法	设备类型	校准与检定要求	精度要求
蒸馏与萃取结合法	蒸馏塔（20~30层，316L不锈钢）、萃取塔（耐腐蚀材质）、冷凝器（高效换热器）、结晶装置、离心分离机/过滤装置、真空干燥机	蒸馏塔温控仪表每6个月校准，误差±1℃； 萃取塔液位计/流量计每3个月检定，误差±2%； 冷凝器压力表每年检定，误差±5%	蒸馏塔温控±1℃；萃取塔溶剂分配±5%； 冷凝器温控±0.5℃； 干燥机湿度≤1%
双塔连续精馏法	脱轻塔和脱重塔（双塔结构，20层/30层，钛合金或玻璃衬里） 冷凝器、再沸器、回流罐、产品泵	脱轻塔和脱重塔温控仪表每3个月校准，误差±1℃； 冷凝器/再沸器压力表每6个月检定，误差±5%； 产品泵流量计每年检定，误差±3%	精馏塔温控±1℃； 再沸器温度±0.5℃； 产品泵流量±2%
多级循环冷却与精馏法	吸收塔（液气比3:1至5:1，聚四氟乙烯）、精馏塔（双段精馏，20~30层）、冷却装置、除沫器、产品分液罐、缓冲罐	吸收塔液位计/流量计每季度检定，误差±5%； 精馏塔温控仪表每半年校准，误差±1℃；	吸收塔液气比±2%； 精馏塔温控±1℃； 冷却装置温控±0.5℃； 分液罐液位控制±3%

提纯方法	设备类型	校准与检定要求	精度要求
		冷却装置温控系统每年检定, 误差 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$	

5 工作流程

N-甲基吡咯烷酮回收液提纯技术的工作流程, 如图1~图3所示。

5.1 蒸馏与萃取结合法

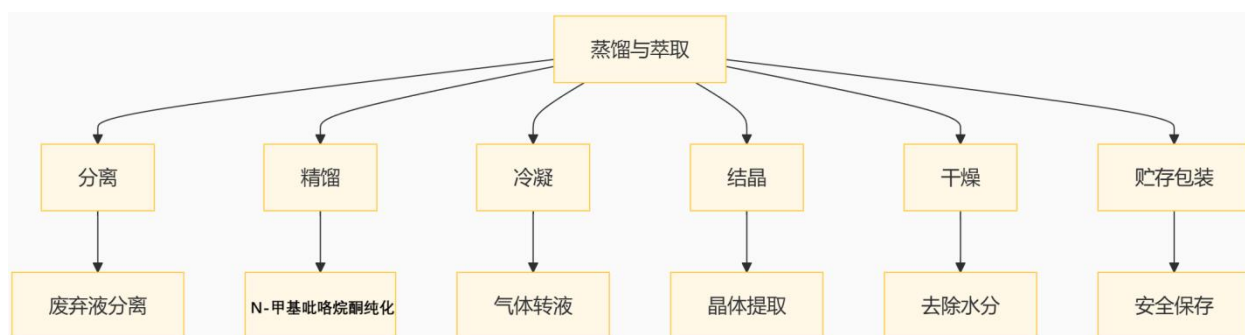


图1 蒸馏与萃取结合法工作流程

5.2 双塔连续精馏法

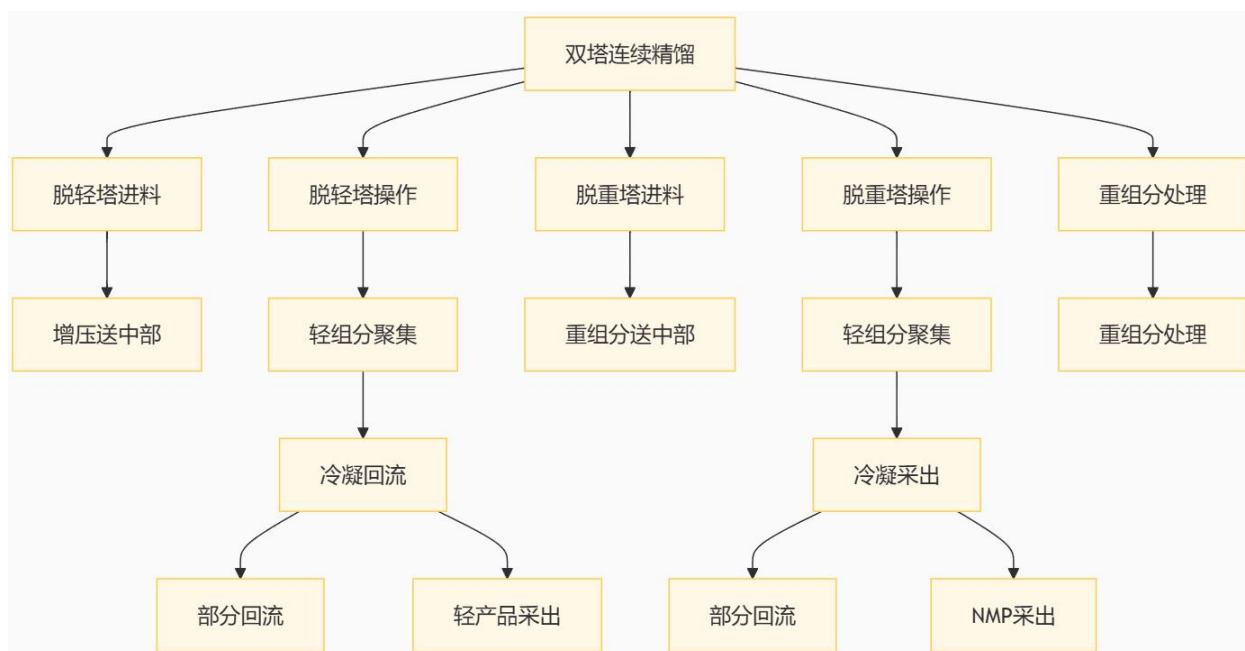


图2 双塔连续精馏法工作流程

5.3 多级循环冷却与精馏结合法

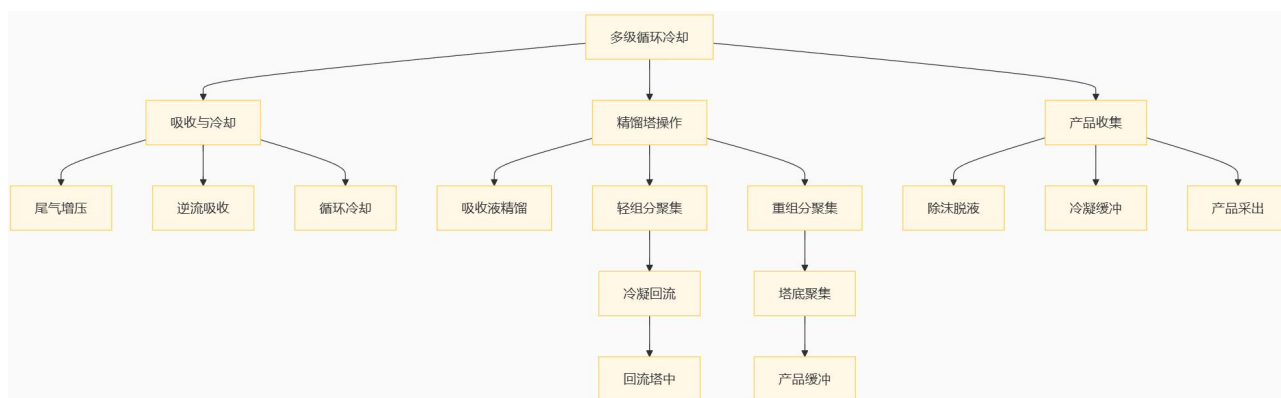


图3 多级循环冷却与精馏法工作流程

6 工作步骤

6.1 蒸馏与萃取结合法

6.1.1 分离

- 6.1.1.1 准备分离装置（包括萃取塔、分配器、溶剂等）。
- 6.1.1.2 将废弃液体N-甲基吡咯烷酮与杂质（如水、溶剂、其他有机物等）混合。
- 6.1.1.3 使用合适的溶剂进行萃取，确保N-甲基吡咯烷酮与其他成分有效分离。
- 6.1.1.4 将液体置于蒸馏塔中，逐步加热至沸点，将N-甲基吡咯烷酮和杂质分离。
- 6.1.1.5 分离后的N-甲基吡咯烷酮液体进入下一个步骤，杂质则排出或处理。

6.1.2 精馏

- 6.1.2.1 将分离得到的N-甲基吡咯烷酮溶液注入精馏塔。
- 6.1.2.2 设置合适的温度与压力，使N-甲基吡咯烷酮和杂质分层蒸发。
- 6.1.2.3 调整塔内的温度梯度，确保较低沸点杂质优先蒸发并冷凝，较高沸点的N-甲基吡咯烷酮留在塔底。
- 6.1.2.4 精馏过程中进行多次分馏，提高N-甲基吡咯烷酮的纯度。
- 6.1.2.5 收集精馏出的高纯度N-甲基吡咯烷酮液体，进入冷凝阶段。

6.1.3 冷凝

- 6.1.3.1 将蒸发的N-甲基吡咯烷酮气体通过冷凝器。
- 6.1.3.2 调节冷凝器的温度，将气体N-甲基吡咯烷酮转化为液态。
- 6.1.3.3 冷凝后的液体通过管道收集，进行进一步处理或储存。

6.1.4 结晶

- 6.1.4.1 将冷凝后的N-甲基吡咯烷酮液体进行降温处理，使其进入结晶状态。
- 6.1.4.2 控制结晶温度和冷却速率，促进N-甲基吡咯烷酮的结晶。
- 6.1.4.3 将晶体与母液分离，确保获得纯度较高的晶体N-甲基吡咯烷酮。
- 6.1.4.4 过滤或离心分离得到的N-甲基吡咯烷酮晶体，去除残余杂质。

6.1.5 干燥

- 6.1.5.1 将结晶得到的N-甲基吡咯烷酮晶体置于干燥装置（如真空干燥机或冷冻干燥机）。
- 6.1.5.2 控制温度和湿度，确保去除晶体中的水分或溶剂。
- 6.1.5.3 干燥至所需的残余水分含量，以确保N-甲基吡咯烷酮的稳定性和高质量。

6.1.6 贮存和包装

- 6.1.6.1 将干燥后的纯化N-甲基吡咯烷酮转移至适当的储存容器中，确保储存容器密封，避免污染。
- 6.1.6.2 对纯化N-甲基吡咯烷酮进行包装，标注相关信息，确保安全运输和长期保存。
- 6.1.6.3 贮存环境需要控制温度、湿度，以保证N-甲基吡咯烷酮的稳定性。

6.2 双塔连续精馏法

- 6.2.1 脱轻塔进料
- 6.2.1.1 将N-甲基吡咯烷酮回收液通过进料泵增压，送入脱轻塔中部进行精馏。
- 6.2.1.2 通过精馏分离，得到脱轻塔的轻组分和重组分。
- 6.2.2 脱轻塔操作
- 6.2.2.1 脱轻塔轻组分通过精馏段向脱轻塔顶部聚集。
- 6.2.2.2 轻组分经过脱轻塔冷凝器冷凝后，进入脱轻塔回流罐。
- 6.2.2.3 部分冷凝后的轻组分作为回流返回脱轻塔上部，保持塔内的操作稳定。
- 6.2.2.4 剩余部分作为轻组分产品采出。
- 6.2.3 脱重塔进料
- 6.2.3.1 脱轻塔重组分通过脱轻塔提馏段向脱轻塔底部聚集。
- 6.2.3.2 部分重组分经过脱轻塔再沸器加热后返回脱轻塔下部，以维持塔内热平衡。
- 6.2.3.3 剩余部分作为脱重塔进料送入脱重塔中部进行精馏。
- 6.2.4 脱重塔操作
- 6.2.4.1 脱重塔轻组分通过精馏段向脱重塔顶部聚集。
- 6.2.4.2 轻组分依次经过脱轻塔再沸器换热和脱重塔冷凝器冷凝后，进入脱重塔回流罐。
- 6.2.4.3 部分冷凝后的轻组分作为回流返回脱重塔上部，以维持塔内的操作稳定。
- 6.2.4.4 另外部分作为N-甲基吡咯烷酮产品采出。
- 6.2.5 重组分处理
- 6.2.5.1 脱重塔重组分在塔底聚集。
- 6.2.5.2 通过脱重塔塔底泵增压，部分重组分作为重组分产品采出。
- 6.2.5.3 剩余部分经过脱重塔再沸器加热后返回脱重塔下部。
- 6.3 多级循环冷却与精馏结合法
- 6.3.1 吸收与冷却
- 6.3.1.1 将含N-甲基吡咯烷酮的尾气通过进料风机增压，送入吸收塔下部。
- 6.3.1.2 吸收塔内的净化液从上部流入，与尾气逆向接触。
- 6.3.1.3 经至少三级循环冷却装置对吸收塔中的吸收液进行循环冷却，促使尾气中的N-甲基吡咯烷酮被有效吸收。
- 6.3.1.4 通过吸收过程，得到达标排放的尾气和含N-甲基吡咯烷酮的吸收液。
- 6.3.2 精馏塔操作
- 6.3.2.1 将含N-甲基吡咯烷酮的吸收液送入精馏塔中部进行精馏。
- 6.3.2.2 吸收液在精馏段中分离，轻组分向塔顶聚集。
- 6.3.2.3 轻组分通过塔顶冷凝器冷凝，进入回流罐。
- 6.3.2.4 经回流泵增压后，部分轻组分返回精馏塔中部作为回流液。
- 6.3.2 重组分通过提馏段向精馏塔底部聚集。
- 6.3.3 产品收集
- 6.3.3.1 重组分在塔底经过除沫器脱除大液滴，确保精馏塔内操作稳定。
- 6.3.3.2 经产品分液罐脱除小液滴，进一步净化重组分。
- 6.3.3.3 重组分通过产品冷凝器冷凝后，进入产品缓冲罐储存。
- 6.3.3.4 经产品泵增压后，将纯化的N-甲基吡咯烷酮产品采出。

7 技术要求

7.1 蒸馏与萃取结合法

蒸馏与萃取结合法的技术要求，详见表3。

表3 蒸馏与萃取结合法技术要求

工作环节	技术要求
------	------

工作环节	技术要求
分离	使用萃取塔：塔内压力1bar~2bar，温度20℃~30℃； 萃取液流速：10L/h~50L/h； 溶剂与废液的体积比：1:2~1:3； 分配器设置：间隔1~2min添加溶剂，确保N-甲基吡咯烷酮充分分配； 蒸馏塔温度：180℃~200℃。
精馏	精馏塔温度：上塔口120℃~140℃，下塔口180℃~200℃； 塔内压力：0.1bar~0.5bar； 塔板数：20层~30层； 回流比：3:1~5:1； 温度梯度控制：每升降温度≤10℃； 分馏次数：至少2次，提高纯度。
冷凝	冷凝器温度：10℃~20℃； 冷凝器压力：常压或略低于常压； 冷却水温度：10℃~15℃； 冷凝时间：30min~60min。
结晶	结晶温度：-5℃~0℃； 冷却速率：0.5℃/min~1℃/min； 结晶时间：4h~6h； 结晶体纯度：≥99%； 分离方式：离心或过滤。
干燥	干燥温度：40℃~50℃； 湿度：≤1%； 干燥时间：6h~12h； 干燥设备：真空干燥机或冷冻干燥机； 残留溶剂含量：≤0.1%。
贮存和包装	储存温度：5℃~25℃； 储存湿度：≤50%；

7.2 双塔连续精馏法

双塔连续精馏法的技术要求，详见表4。

表4 双塔连续精馏法技术要求

工作环节	技术要求
脱轻塔进料	进料泵增压：0.5MPa~2MPa； 进料温度：20℃~30℃； 进料流速：10L/h~50L/h； 脱轻塔进料位置：塔中部； 进料浓度：N-甲基吡咯烷酮含量≥90%。
脱轻塔操作	精馏塔温度：上塔口100℃~120℃，下塔口160℃~180℃； 回流比：3:1~5:1； 回流液流量：15L/h~30L/h； 冷凝器温度：15℃~20℃； 轻组分采出量：10%~20%作为产品； 轻组分回流量：80%~90%。
脱重塔进料	进料温度：150℃~170℃； 进料流量：10L/h~30L/h；

工作环节	技术要求
	进料位置：脱轻塔重组分送入脱重塔中部； 进料浓度：N-甲基吡咯烷酮含量 $\geq 85\%$ 。
脱重塔操作	精馏塔温度：上塔口 $110^{\circ}\text{C}\sim 130^{\circ}\text{C}$ ，下塔口 $180^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ ； 回流比：2:1~4:1； 回流液流量：10L/h~20L/h； 冷凝器温度： $20^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ ； 轻组分采出量：15%~25% 作为N-甲基吡咯烷酮产品； 轻组分回流量：75%~85%。
重组分处理	重组分聚集温度： $180^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ ； 塔底泵增压：1MPa~3MPa； 重组分采出量：5%~15%作为重组分产品； 重组分再沸器温度： $200^{\circ}\text{C}\sim 220^{\circ}\text{C}$ ； 处理时间：10min~30min。

7.3 多级循环冷却与精馏结合法

多级循环冷却与精馏结合法的技术要求，详见表5。

表5 多级循环冷却与精馏结合法技术要求

工作环节	技术要求
吸收与冷却	进料风机增压：0.5MPa~2MPa； 吸收塔温度： $20^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ ； 吸收塔压力：常压； 吸收塔进料流量：10L/h~50L/h； 吸收液流量：20L/h~100L/h； 循环冷却装置温度： $5^{\circ}\text{C}\sim 15^{\circ}\text{C}$ ； 吸收塔液气比：3:1~5:1； 吸收液PH值：5~7。
精馏塔操作	精馏塔进料流量：10L/h~30L/h； 精馏塔温度：上塔口 $100^{\circ}\text{C}\sim 120^{\circ}\text{C}$ ，下塔口 $160^{\circ}\text{C}\sim 180^{\circ}\text{C}$ ； 精馏塔压力：0.1bar~0.5bar； 回流比：3:1~5:1； 回流液流量：15L/h~30L/h； 轻组分采出率：10%~20%作为产品； 重组分进料浓度：N-甲基吡咯烷酮含量 $\geq 85\%$ 。
产品收集	除沫器操作压力：常压； 除沫器流量：5L/h~15L/h； 产品分液罐温度： $15^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ ； 产品冷凝器温度： $20^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ ； 产品冷凝器压力：常压； 产品冷凝液流量：10L/h~20L/h； 产品缓冲罐温度： $5^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ ； 产品泵增压：1MPa~3MPa； 纯化产品采出量：15%~25%。

8 检测方法

8.1 蒸馏与萃取结合法

蒸馏与萃取结合法的检测方法，详见表6。

表6 蒸馏与萃取结合法检测方法

检测项目	检测方法
萃取塔压力	GB/T 27563
萃取塔温度	GB/T 27563
萃取液流速	GB/T 27563
溶剂与废液体积比	GB/T 6678 GB/T 27563
分配器设置	GB/T 6678 GB/T 27563
蒸馏塔温度	GB/T 616
精馏塔温度	GB/T 616
塔内压力	GB/T 616
塔板数	GB/T 27563
回流比	GB/T 27563
温度梯度控制	GB/T 616
分馏次数	GB/T 616
冷凝器温度	GB/T 27563
冷凝器压力	GB/T 27563
冷却水温度	GB/T 27563
冷凝时间	GB/T 27563
结晶温度	GB/T 618
冷却速率	GB/T 618
结晶时间	GB/T 618
结晶体纯度	GB/T 618
分离方式	GB/T 618

检测项目	检测方法
干燥温度	GB/T 6324.2
湿度	GB/T 6324.2
干燥时间	GB/T 6324.2
干燥设备	GB/T 6324.2
残留溶剂含量	GB/T 6324.2

8.2 双塔连续精馏法

双塔连续精馏法的检测方法，详见表7。

表7 双塔连续精馏法检测方法

检测项目	检测标准
进料泵增压	GB/T 616 GB/T 27563
进料温度	GB/T 616 GB/T 27563
进料流速	GB/T 616 GB/T 27563
脱轻塔进料位置	GB/T 616 GB/T 27563
进料浓度	GB/T 616 GB/T 27563
精馏塔温度	GB/T 6324.2
回流比	GB/T 6324.2
回流液流量	GB/T 6324.2
冷凝器温度	GB/T 6324.2
轻组分采出量	GB/T 6324.2
轻组分回流量	GB/T 6324.2
进料温度（脱重塔）	GB/T 616
进料流量（脱重塔）	GB/T 6680

检测项目	检测标准
进料位置（脱重塔）	GB/T 616
进料浓度（脱重塔）	GB/T 616
精馏塔温度（脱重塔）	GB/T 27563
回流比（脱重塔）	GB/T 27563
回流液流量（脱重塔）	GB/T 6680
冷凝器温度（脱重塔）	GB/T 27563
轻组分采出量（脱重塔）	GB/T 27563
轻组分回流量（脱重塔）	GB/T 27563
重组分聚集温度	GB/T 616
塔底泵增压	GB/T 616
重组分采出量	GB/T 616
重组分再沸器温度	GB/T 616
处理时间	GB/T 616

8.3 多级循环冷却与精馏结合法

多级循环冷却与精馏结合法的检测方法，详见表8。

表8 多级循环冷却与精馏结合法检测方法

检测项目	检测标准
进料风机增压	GB/T 27563
吸收塔温度	GB/T 27563
吸收塔压力	GB/T 27563
吸收塔进料流量	GB/T 6680
吸收液流量	GB/T 6680

检测项目	检测标准
循环冷却装置温度	GB/T 27563
吸收塔液气比	GB/T 27563
吸收液PH值	GB/T 9724
精馏塔进料流量	GB/T 6680
精馏塔温度	GB/T 616 GB/T 27563
精馏塔压力	GB/T 616 GB/T 27563
回流比	GB/T 27563
回流液流量	GB/T 6680
轻组分采出率	GB/T 27563
重组分进料浓度	GB/T 27563
除沫器操作压力	GB/T 27563
除沫器流量	GB/T 27563
产品分液罐温度	GB/T 27563
产品冷凝器温度	GB/T 27563
产品冷凝器压力	GB/T 27563
产品冷凝液流量	GB/T 6680
产品缓冲罐温度	GB/T 27563
产品泵增压	GB/T 27563
纯化产品采出量	GB/T 6283