

《电子工业用 N-羟乙基哌嗪》“浙江制造”标准编制说明

1 项目背景

“浙江制造”品牌建设为形成集质量、技术、服务、信誉为一体，市场与社会公认的“浙江制造”区域综合品牌，加快浙江制造业转型升级，推动“浙江制造”走向世界。对于企业，“浙江制造”品牌也有助于提升企业质量管理水平，提高产品质量，提升企业服务高端顾客的能力，加快企业业务转型升级，并以“浙江制造”品牌进一步提升公司行业内影响力。

N-羟乙基哌嗪是无色透明液体，带有轻微氨味的重要化工溶剂。N-羟乙基哌嗪主要用在电子化学品的制造生产和脱硫脱碳剂的制造生产中。在电子化学品领域，N-羟乙基哌嗪是剥离剂的重要组成部分，剥离剂主要用于液晶显示屏、TFT 基板的制程；在脱硫脱碳剂中，N-羟乙基哌嗪是重要的活性成分之一，脱硫脱碳剂主要用于石油开采或石化行业。

N-羟乙基哌嗪的生产主要是通过哌嗪和环氧乙烷进行烷基化反应生成，然后通过精馏提纯生产的。调研机构中国产业竞争情报网数据，2019 年全球 N-羟乙基哌嗪市场规模达到 3 亿左右，且继续维持 33%~40%左右的市场增速，到 2022 年市场规模预计可达 5 亿；其中国内生产企业只有绍兴兴欣新材料股份有限公司，N-羟乙基哌嗪占据约 60% 的市场份额。

N-羟乙基哌嗪的早期生产采用的是间歇生产方式，在反应釜中反应后，由精馏塔精馏用于分离未反应的哌嗪、过度反应产物 N,N-二羟乙基哌嗪达到提纯 N-羟乙基哌嗪的目的。该过程生产效率低，能耗较高。绍兴兴欣新材料股份有限公司于 2015 年开始对 N-羟乙基哌嗪进行连续化生产改进，以管式反应器和连续精馏工艺实现了 N-羟乙基哌嗪的连续化生产，生产效率翻倍，产能大幅提升，能耗降低到原来的 2/3，符合节能降耗的绿色制造概念。

目前，N-羟乙基哌嗪用于剥离剂还处于发展阶段，现主要出口韩国东进公司，供应给三星、LG、BOE 等知名客户，用于显示屏制作生产；在石油化工行业，主要替代氮甲基-二乙醇胺，氮甲基-二乙醇胺在脱硫过程中容易发生裂解，导致使用寿命变短，N-羟乙基哌嗪的环状结构能避免裂解，从而延长使用寿命，今后将被大量使用，占据一席之地。

目前，国内暂无 N-羟乙基哌嗪产品的相关行业标准，现行行业内各地区的生产企业

均是以自己制定的企业标准作为产品的质量控制的依据。但随着全球电子芯片行业的蓬勃发展及芯片产品持续的短缺,各大电子产品采购商对作用在光刻胶上的N-羟乙基哌嗪需求也越来越大,对品质要求也越来越高,为进一步规范产品市场、保证和提升产品质量提供强有力的保障,进而满足国内外高端顾客的需求,结合产品实际情况,制定《电子工业用N-羟乙基哌嗪》“浙江制造”标准,有助于提升“浙江制造”的品牌影响力,满足国内外高端顾客的需求,也有助于突出企业社会形象。

2 项目来源

由绍兴兴欣新材料股份有限公司向浙江省品牌建设联合会提出立项申请,经省品牌联论证通过并印发了关于发布2021年第二批“品字标”团体标准(“浙江制造”标准类)制订计划的通知(浙品联[2021]6号),项目名称:《电子工业用N-羟乙基哌嗪》。

3 标准制定工作概况

3.1 标准制定相关单位及人员

3.1.1 本标准牵头组织制订单位:绍兴市质量技术监督检测院。

3.1.2 本标准主要起草单位:绍兴兴欣新材料股份有限公司。

3.1.3 本标准参与起草单位:绍兴市质量技术监督检测院、浙江中欣氟材股份有限公司。

3.1.4 本标准起草人为:刘帅、王建刚、盛亦斌、孙昱蒙。

3.2 主要工作过程

3.2.1 前期准备工作

按照“浙江制造”标准工作组构成要求,组建标准研制工作组,明确标准研制重点和提纲,明确各参与单位或人员职责分工、研制计划、时间进度安排等情况,具体如下:

(1) 2021年4月绍兴兴欣新材料股份有限公司对浙江制造标准的具体要求进行认真研究,为了提升产品的竞争力,成立“浙江制造立项工作组”,立项工作小组在调研国内外N-羟乙基哌嗪生产、应用现状的基础上,结合目前绍兴兴欣新材料股份有限公司N-羟乙基哌嗪产品的生产水平和经营情况编制《电子工业用N-羟乙基哌嗪》“浙江制造”标准的立项申请资料,并向浙江省品牌建设联合会提出立项申请。

(2) 2021年5月省品牌联论证通过并印发了关于发布2021年第二批“品字标”团

体标准（“浙江制造”标准类）制订计划的通知（浙品联[2021]6号），《电子工业用 N-羟乙基哌嗪》项目得到批准。

（3）绍兴市质量技术监督检测院牵头组织起草单位绍兴兴欣新材料股份有限公司和浙江中欣氟材股份有限公司对浙江制造标准制定的具体工作进行认真研究，确定了总体工作方案，并于 2021 年 6 月组建了标准起草工作小组。

（4）本标准起草人为：刘帅、王建刚、盛亦斌、孙昱蒙。起草人员负责标准制定工作的组织、协调，相关资料的查阅、收集，标准文本及编制说明的起草、撰写，组织召开评审会，通过电子邮件、传真等方式，征集、整理和归纳相关的意见和建议。

3.2.2 标准草案研制

标准起草小组在深入调研 N-羟乙基哌嗪行业要求和生产水平后，结合浙江制造的先进性要求，确定了该浙江制造标准草案的基本框架和内容，着重突出该产品在研发设计、原材料、生产工艺及设备、检测能力、质量指标以及质量承诺等方面的先进性体现内容，并通过邮件交流、专题会议等方式，多次对该标准草案进行研讨并修改文件，于 2021 年 6 月召开《电子工业用 N-羟乙基哌嗪》“浙江制造”标准启动会、研讨会，专题研讨标准草案文件，在进一步采纳相关建议的基础上，形成标准征求意见稿。

3.2.3 征求意见

3.2.4 专家评审。

3.2.5 标准报批。

按照专家评审意见修改。

4 标准编制原则、主要内容及确定依据

4.1 编制原则

4.1.1 合规性原则

尤其目前，国内暂无 N-羟乙基哌嗪产品的相关行业标准，现行行业内各地区的生产企业均是以自己制定的企业标准作为产品的质量控制的依据，本标准主要按照行业最大生产企业绍兴兴欣新材料股份有限公司企标 Q/XX 02-2019 《N-羟乙基哌嗪》为基础编写标准，标准中均引用现行有效的国家标准方法。标准框架按照“浙江制造”标准要求增加了“基本要求”和“质量承诺”，标准编写规则符合 GB/T 1.1-2020 的要求。

4.1.2 必要性原则

N-羟乙基哌嗪本身特性在其使用用途上，主要体现为对基板上未溶解的光刻胶的溶解性与绝缘性上。纯度越高，水分越低溶解性越好，作为剥离剂的效果就越好。为避免基板经过剥离剂工序后，上面残留的剥离剂的导电能力过强，通电后将基板击穿。由于基板上的集成二极管的密度极高，相邻二极管之间的距离以纳米计，因而对剥离剂的离子含量要求极为严格。本标准编制过程中从N-羟乙基哌嗪的应用场景和用户使用角度出发，重点关注溶解性与绝缘鞋质量特性，并围绕核心质量特性提出了相应的技术指标。

4.1.3 先进性原则

本标准编制过程中对标了行业最大生产企业绍兴兴欣新材料股份有限公司 Q/XX 02-2019 《N-羟乙基哌嗪》为基础，同时对标了国际知名生产企业陶氏化学的生产要求，充分反映产品的特点和关键技术指标，做到国内一流、国际先进的水平，详见第5章。

4.1.4 可操作性原则

本标准起草过程对各项技术要求的检测或试验方法均做出了规定，纯度、杂质、水分、重金属元素要求等均有现行的国、行标准做检测支撑，标准所有技术要求均可由第三方实验室检测、验证、核实，质量承诺要求可追溯。

4.1.5 经济性原则

本标准起草过程中对色谱纯度与重金属进行了综合评判，适当提高要求，能够大大提高产品的性能，本省的一流企业均可实现，其他企业通过提高装备自动化水平，提高工艺精度能够实现标准要求。

4.2 主要内容及确定依据

4.2.1 标准名称

标准立项计划中，立项名称为《电子工业用N-羟乙基哌嗪》，在标准研制过程中，该产品现行无相应国行标，在标准研制过程中，考虑到为体现标准名称更加准确、规范，同时更好的适用于行业习惯，与行业内保持一致，因此名称修改为《电子工业用N-羟乙基哌嗪》。

4.2.2 范围

根据本标准的实际编制内容和产品的实际生产情况以及电子工业用 N-羟乙基哌嗪的理化性质规定了范围的内容。

4.2.3 关于规范性引用文件

本标准的规范性引用文件主要参考 GB/T 9722 化学试剂气相色谱法通则等相关标准的相关内容，并根据实际情况，增加了引用标准“GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备、GB/T 603 化学试剂 实验方法中所用试剂及制品的制备、GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位-铂-钴色号)、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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定、GB/T 9722 化学试剂气相色谱法通则、GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件、GB/T 13098—2006 工业用环氧乙烷、GB/T 38212—2019 哌嗪。”

4.2.4 技术要求

电子工业用 N-羟乙基哌嗪产品目前没有国标、行标。针对 N-羟乙基哌嗪的应用特点，本标准在技术要求中主要以 Q/XX 02-2019 《N-羟乙基哌嗪》为基础，同时对标了国际知名生产企业陶氏化学的生产要求。规定了色度、色谱纯度及杂质、重金属元素等要求；提升了电子工业用 N-羟乙基哌嗪的纯度和相关杂质要求；加严了产品色度、哌嗪、最大单一未知杂质的限量要求；新增了重金属元素的限量要求。

4.2.5 试验方法

产品检验方法与技术要求一一对应，色度按 GB/T 3143 的规定进行确定，色谱纯度按照 GB/T 9722 中归一法的规定进行确定，并明确了试验的试剂、材料与色谱条件。水分按 GB/T 606 的规定进行确定，重金属元素按 GB/T 39486 的规定进行确定。

4.2.6 检验规则

产品检验分出厂检验和型式检验，标准中规定了检验项目、判定规则等内容，其中抽样规定方法以批为单位，按 GB/T 6680 中规定进行，总取样量不少于 200 g。将所取样品分装于二只清洁、干燥、可密封的试剂瓶中，贴上标签。一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

4.2.7 标签、包装、运输、贮存

标准按照相关国家要求规定了产品标识、包装、运输、贮存、安全的内容。

5 标准先进性体现

5.1 型式试验内规定的所有指标对比分析情况。

目前国内暂无电子工业用 N-羟乙基哌嗪产品的相关行业标准, 现行行业内各地区的生产企业均是以自己制定的企业标准作为产品的质量控制的依据。本标准主要依据企业标准 Q/XX 02-2019 《N-羟乙基哌嗪》、国际知名企业陶氏化学的生产指标相比, 性能有以下提升:

5.1.1 为保证产品色泽稳定性: 加严了色度的限定指标, 保证产品的色度为无色透明液体, 无颗粒物, 主要是在肉眼感官上体现色泽稳定性和质量的稳定性。

5.1.2 为保证产品溶解性: 提升了产品纯度与水分的要求, 纯度从 99.5% 提升到 99.7%; 水分从 $\leq 0.5\%$ 控制到 $\leq 0.3\%$, 主要体现的是 N-羟乙基哌嗪的有效含量, 在其用途上, 主要体现为对基板上未溶解的光刻胶的溶解性, 纯度越高, 水分越低溶解性越好, 作为剥离剂的效果就越好。

5.1.3 为保证产品绝缘性: 增加了金属离子的限量要求, 金属离子主要是体现在绝缘性上, 主要是避免基板经过剥离剂工序后, 上面残留的剥离剂的导电能力过强, 通电后将基板击穿。由于基板上的集成二极管的密度极高, 相邻二极管之间的距离以纳米计, 因而对剥离剂的离子含量要求极为严格, 要求 $\leq 20\text{ppb}$ 。

5.1.5 《电子工业用 N-羟乙基哌嗪》“浙江制造”标准与国内外知名客户要求及企业标准 Q/XX 02-2019 具体对比情况见下表:

《电子工业用 N-羟乙基哌嗪》浙江制造标准与现有相关标准主要性能指标对比表

项目		本标准拟定指标	企业标准	国际知名企业陶氏 实物指标	备注	
色泽 稳定度	色度, Hazen 单位 (铂- 钴色号)	≤15	≤30	≤30	体现产品色泽稳定性, 相对 Q/XX 02-2019 与陶氏 化学有所提升	
溶解性	N-羟乙基哌 嗪 (色谱纯 度) /%	≥99.70	≥99.50	≥99.70	体现产品溶解 性, 相对 Q/XX 02-2019 与陶氏 化学有所提升	
	哌嗪 (色谱纯 度) /%	≤0.10	≤0.20	≤0.12		
	N,N-二羟基 哌嗪 (色谱 纯度) /%	≤0.10	≤0.10	≤0.10		
	最大单一未 知杂质 (色谱 纯度) /%	≤0.10	≤0.20	≤0.12		
	水分 w/%	≤0.30	≤0.30	≤0.30		
绝缘性	离子浓 度	钠 /ppb	≤20	/	30.5	为保证产品绝缘 性, 新增离子溶 度指标
		钾 /ppb	≤20	/	35.2	
		铁 /ppb	≤20	/	28.6	
		镁 /ppb	≤20	/	13.4	
		铝 /ppb	≤20	/	10.8	
		锰 /ppb	≤20	/	5.6	
		钴 /ppb	≤20	/	7.8	
		镍 /ppb	≤20	/	24.6	
		铜 /ppb	≤20	/	28.4	
		锌 /ppb	≤20	/	20.3	
		锑 /ppb	≤20	/	5.7	
		锡 /ppb	≤20	/	4.2	

5.2 基本要求(型式试验规定技术指标外的产品设计、原材料、关键技术、工艺、设备等方面)、质量承诺等体现“浙江制造”标准“四精”特征的相关先进性的对比情况。

按照“浙江制造”品质卓越、自主创新、产业协调、社会责任四个方面的基本理念,确定了标准基本要求中的具体内容。

5.2.1 设计研发

从电子工业用N-羟乙基哌嗪产品的全生命周期出发,其设计主要包含合成、除杂和脱色等关键工艺设计及优化。

5.2.2 原材料

电子工业用N-羟乙基哌嗪的用料主要包含哌嗪和环氧乙烷。其中哌嗪应符合GB/T 38212—2019中I型的要求,环氧乙烷应符合GB/T 13098—2006中一等品的要求。

5.2.3 工艺及装备

电子工业用N-羟乙基哌嗪作为电子产品制造业,当前正在经历转型升级、质量提升的阶段,而高端的自动化设备是必不可少的,故在本条列出一体化的自动生产线,充分保证产品质量的一致性。生产企业应采用烷基化反应、精馏分离和脱色工艺,应配备管式反应器、精馏塔等设备,采用全自动集散控制系统(DCS)进行生产控制,应采用树脂吸附法和微生物法处理废水等工艺处理废水。

5.2.4 检验检测

本条主要体现在企业设计研发、出厂检验中对产品指标的严格把控,列出的检测设备及检验项目均为一流企业应当必备的。应配备气相色谱仪、卡尔·费休和色度仪等设备,应开展表2中出厂检验项目的检测。

5.2.5 质量承诺的先进性

为解决客户的后顾之忧,本标准从质量问题的更换,至使用不当的协助处理,以及对质量问题投诉的响应时间等三个方面入手,定义一流服务水平。生产的每批产品均有留样,保证产品的可追溯性,在产品质量有异议时,应在24小时内作出处理响应,72小时内为用户提供服务和解决方案;在正常包装运输、贮存和使用条件下,产品经检测后却有质量问题的免费为客户提供退换货服务。综上所述,本标准关键技术指标高于国内相关企业及客户要求,并达到同类产品国际先进要求,产品真材实料、客户至上、工艺控制、环保耐用,符合“浙江制造”的“精良选材、精心设计、精工制造、精诚服务”的内涵要求。

5.3 标准中能体现“智能制造”、“绿色制造”先进性的内容说明。

浙江制造电子工业用 N-羟乙基哌嗪产品从原料到成品已实现连续化和自动化生产，生产全过程采用 DCS 在线自动化控制，车间设计时采用先进的环保理念，生产过程中产生的废气依次经过二次水吸收、一次碱液吸收、再经天然气热风炉焚烧后排放，安全环保水平及理念达到国际水平，在国内处于领先地位。在当下国内外安全环保要求日趋严格的情况，能保证保质保量的正常生产，可以更充分准备迎战全球竞争化市场。

6 与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

6.1 目前国内主要执行的标准有：

国内暂无产品产品的相关国家标准、行业标准，现行行业内各地区的生产企业均是以自己制定的企业标准作为产品的质量控制的依据。

6.2 本标准与相关法律、法规、规章、强制性标准相冲突情况。

不存在标准低于相关国标、行标和地标等推荐性标准的情况。

6.3 本标准引用了以下文件：

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 实验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位-铂-钴色号)

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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂气相色谱法通则

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

7 社会效益

该标准的制定，有助于电子工业用 N-羟乙基哌嗪产品制造行业技术的进步，为提升产品档次和产品推广，提供系列高性价比的产品，将有助于行业和管理和监督，使行业能得到有序、健康的发展，规范市场，促进和提升我国相关制

造业的水平，拉动区域经济增长，具有显著的经济效益和社会效益。也有助于推动“浙江制造”品牌为更多人们了解、服务，促进左旋苯甘氨酸产业整体质量水平的提升，推动此行业的发展。

8 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

9 废止现行相关标准的建议

本标准为首次制定，无需废止其他标准。

10 提出标准强制实施或推荐实施的建议和理由

本标准为浙江省品牌建设联合会团体标准。

11 贯彻标准的要求和措施建议

已批准发布的“浙江制造”标准，文本由浙江省品牌建设联合会在官方网站 (<http://www.zhejiangmade.org.cn/>) 上全文公布，供社会免费查阅。

标准主要起草单位将在全国团体标准信息平台 (<http://www.ttbz.org.cn/>) 上自我声明采用本标准，其他采用本标准的单位也应在信息平台上进行自我声明。

12 其他应予说明的事项

无。

《电子工业用 N-羟乙基哌嗪》标准研制工

作组

2022 年 6 月 22 日

