

中华人民共和国国家标准

GB/T 27563—2011

工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮

N-Methyl-2-Pyrrolidone for industrial use

2011-12-05 发布

2012-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准负责起草单位:中盐安徽红四方股份有限公司、濮阳迈奇科技有限公司、南京金龙化工有限公司。

本标准参加起草单位:泰州延龄精细化工有限公司。

本标准主要起草人:朱阳光、徐苏皖、闫广学、谢中平、罗斌、施康、宋国全。

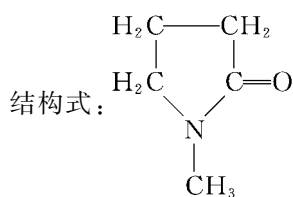
工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮

1 范围

本标准规定了工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于 γ -丁内酯和甲胺合成制得的 N-甲基-2-吡咯烷酮。

化学式: C_5H_9ON



相对分子质量: 99.13 (按 2007 年国际相对原子质量)

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 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 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(ISO 760:1978, NEQ)

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定(20 °C)

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

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/T 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 9725—2007 化学试剂 电位滴定法通则(ISO 6353-1:1982, NEQ)

3 要求

3.1 外观

常温下为无色或微黄色透明液体。

3.2 要求

工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
N-甲基-2-吡咯烷酮, $w/\%$	≥ 99.80	99.50
水, $w/\%$	≤ 0.05	0.10
色度, Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 20	30
折光率 n_D^{20}	1.468 0~1.472 0	
总胺(以 CH_3NH_2 计), $w/\%$	≤ 0.01	—
pH 值[(1 mL/10 mL)水溶液]	7~10	—

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验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

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。
分析中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 的规定制备。

4.3 外观

取适量实验室样品于比色管中,在自然光下目视观察。

4.4 N-甲基-2-吡咯烷酮含量的测定

4.4.1 方法提要

采用气相色谱法。在选定的色谱条件下,试样经汽化通过毛细管色谱柱,使其中各组分分离,用火焰离子化检测器(FID)检测,校正面积归一化法定量,减去水分和总胺,计算得到 N-甲基-2-吡咯烷酮的含量。

4.4.2 试剂

- 4.4.2.1 氮气:体积分数 $\geq 99.995\%$ 。
- 4.4.2.2 氢气:体积分数 $\geq 99.99\%$ 。
- 4.4.2.3 空气:经活性炭、蓝色硅胶净化、干燥。
- 4.4.2.4 N-甲基-2-吡咯烷酮:色谱纯。
- 4.4.2.5 γ -丁内酯:色谱纯。
- 4.4.2.6 1,4-丁二醇:色谱纯。
- 4.4.2.7 2-吡咯烷酮:色谱纯。

4.4.3 仪器

- 4.4.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),整机灵敏度、稳定性符合 GB/T 9722 的规定,线

性范围满足分析要求。

4.4.3.2 数据处理系统:色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.3.3 进样器:1.0 μL 微量注射器或自动进样器。

4.4.4 色谱分析条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分的相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.2。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

毛细管色谱柱	30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.5 μm (柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚度)
固定相	25%氰乙基-25%苯基-50%甲基硅氧烷
柱温	初始 100 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min;升温速度 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,升温到 160 $^{\circ}\text{C}$,保持 10 min
气化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
载气(N_2 或 He)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/ μL	0.2

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 校正因子的测定

4.4.5.1.1 校准用标准溶液的配制

用称量法配制 N-甲基-2-吡咯烷酮加欲测杂质的校准用标准溶液。各组分的称量精确至 0.000 1 g,组分含量的质量分数计算精确至 0.001%。所配制的校准用标准溶液中杂质含量应与待测试样相近。

4.4.5.1.2 相对校正因子的测定

根据仪器说明书,调节仪器至表 2 所示的操作条件,将 N-甲基-2-吡咯烷酮(色谱纯)和校准用标准溶液依次注入气相色谱仪,各平行测定 4 次,取 4 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。依据所得的峰面积及标准溶液中杂质组分含量,计算各组分的相对校正因子 f_i 。

4.4.5.1.3 相对校正因子的计算

组分 i 相对 N-甲基-2-吡咯烷酮的校正因子 f_i ,按式(1)计算:

$$f_i = \frac{A_B c_i}{(A'_i - A_i) c_B} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_B ——标准溶液中 N-甲基-2-吡咯烷酮的峰面积;

A_i ——N-甲基-2-吡咯烷酮(色谱纯)中杂质组分 i 的峰面积;

A'_i ——标准溶液中组分 i 的峰面积;

c_B ——标准溶液中 N-甲基-2-吡咯烷酮的质量分数的数值;

c_i ——标准溶液中组分*i*的质量分数的数值。

试样中未知组分或得不到标准物质的组分的相对校正因子取值为1。

4.4.5.2 试样的测定

根据表2所示的仪器操作条件测定样品,采用校正面积归一化法定量。

4.4.5.3 结果计算

N-甲基-2-吡咯烷酮的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A_N}{\sum f_i A_i} \times (100 - w_{\text{水}} - w_2) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_N ——试样中 N-甲基-2-吡咯烷酮的色谱峰面积;

A_i ——组分*i*的色谱峰面积;

f_i ——组分*i*的相对校正因子;

$w_{\text{水}}$ ——按4.5测得的以质量分数表示的水分的数值;

w_2 ——按4.8测得的以质量分数表示的总胺含量的数值。

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0.03%。

4.5 水分的测定

按GB/T 6283—2008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0.003%。

4.6 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行测定。

4.7 折光率的测定

按GB/T 6488的规定进行测定。

4.8 总胺含量的测定

4.8.1 方法提要

试样用异丙醇溶解,以盐酸标准滴定溶液滴定试样中的碱性物质,电位计或酸度计指示滴定终点,总胺含量以一甲胺计,计算得到总胺含量。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 异丙醇。

4.8.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.8.3 仪器

4.8.3.1 电位计:电位计的精度为 $\pm 0.01 \text{ mV}$ 。

4.8.3.2 酸度计:酸度计的精确为 $\text{pH} \pm 0.01$,具有温度补偿功能。

4.8.4 分析步骤

称取实验室样品65 g,精确至0.01 g,置于250 mL烧杯中,加入100 mL异丙醇溶解,摇匀。以下

步骤按照 GB/T 9725—2007 中第 6 章的规定进行测定。

4.8.5 结果计算

总胺含量以一甲胺(CH_3NH_2)计的质量分数 w_2 , 数值以 % 表示, 按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{VcM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V —— 试料消耗盐酸标准滴定溶液(4.8.2.3)体积的数值, 单位为毫升(mL);

c —— 盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m —— 试料质量的数值, 单位为克(g);

M —— 一甲胺(CH_3NH_2)摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=31.06$)。

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 0.001%。

4.9 pH 值的测定

用移液管移取样品 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加无二氧化碳水稀释到刻度, 摇匀后移入烧杯中。以下步骤按照 GB/T 9724—2007 中第 6 章的规定进行测定。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中 3.1 和 3.2 表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验应逐批进行。

5.2 工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮以一贮槽或槽车(船)的量为一批, 或以同等质量的产品为一批。

5.3 工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮的采样方法和采样单元数按 GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定进行。采样量不少于 400 mL, 分装在一个清洁、干燥的玻璃瓶中, 密封。贴上标签, 注明产品名称、批号或生产日期、取样日期、取样地点、取样人姓名等。一瓶供检验用, 一瓶留样备查。

5.4 工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮应由生产厂的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书, 内容包括: 生产厂名称、产品名称、生产日期或者批号、产品等级和本标准编号等。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求, 则整批产品作不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮的包装容器上应有明显牢固的标志, 内容包括: 产品名称、生产厂名称、厂址、生产日期或批号、产品等级、净含量和本标准编号等。

6.2 工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮应采用符合 GB/T 325.1 要求的钢桶或专用槽车包装。钢桶包装的每桶净含量 200 kg; 或在符合安全要求的条件下, 根据用户要求包装。工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮遇空气易吸潮, 应充入符合工业氮气国家标准要求的经硅胶干燥的氮气密封。

6.3 工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮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。禁止与有毒、腐蚀性物品混运。运输过程中应防止日晒雨淋, 远离火种、热源、高温区域。

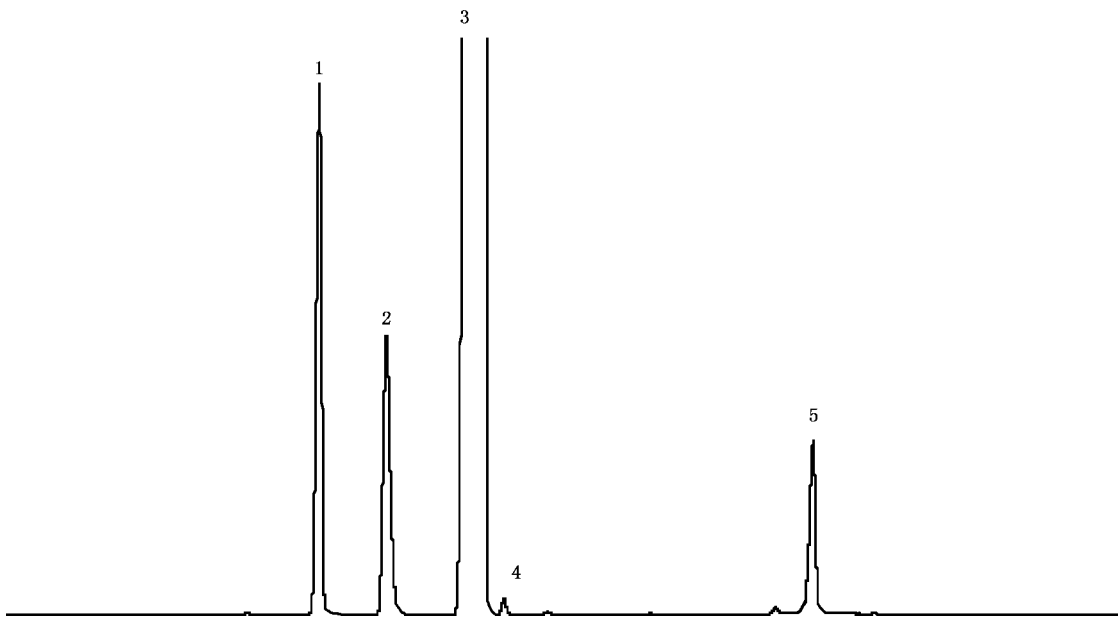
6.4 工业用 N-甲基-2-吡咯烷酮储存地点应干燥、通风、远离火源及其他危险品, 避免阳光直射, 应具备消防器材和救护设施。

附 录 A
(规范性附录)

N-甲基-2-吡咯烷酮含量测定的典型色谱图、相对保留值、相对校正因子

A.1 N-甲基-2-吡咯烷酮含量测定的典型色谱图。

典型色谱图见图 A.1。



- 1—— γ -丁内酯；
- 2——1,4-丁二醇；
- 3——N-甲基-2-吡咯烷酮；
- 4——二甲基吡咯烷酮；
- 5——2-吡咯烷酮。

图 A.1 N-甲基-2-吡咯烷酮毛细管柱典型色谱图

A.2 各组分相对保留值和相对校正因子

各组分相对保留值和相对校正因子见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值和相对校正因子

序号	组分名称	相对保留值	相对校正因子
1	γ -丁内酯	0.87	1.11
2	1,4-丁二醇	0.95	1.04
3	N-甲基-2-吡咯烷酮	1.00	1.00
4	二甲基吡咯烷酮	1.03	—
5	2-吡咯烷酮	1.23	1.09
