



中华人民共和国国家标准

GB/T 26602—2011

工业用 2-吡咯烷酮

2-Pyrrolidone for industrial use

2011-06-16 发布

2011-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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化工分会(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、南京金龙化工有限公司。

本标准参加起草单位：濮阳迈奇科技有限公司、泰州延龄精细化工有限公司。

本标准主要起草人：徐苏皖、朱阳光、谢中平、施康、罗斌、闫广学、曹宗元。

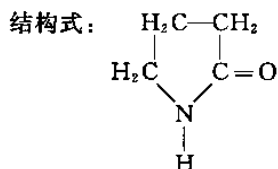
工业用 2-吡咯烷酮

1 范围

本标准规定了工业用 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 -丁内酯和氨合成制得的 2-吡咯烷酮。

分子式: C_4H_7ON



相对分子质量: 85.11 (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。凡是注日期的引用文件,仅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 第一部分:通用技术要求

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(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℃)

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

3 要求

3.1 外观

温度不低于 25℃ 时,为无色或微黄色透明液体,无可见杂质。

3.2 要求

工业用 2-吡咯烷酮应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术指标

项 目	优等品	一等品	合格品
2-吡咯烷酮, $w/\%$	≥ 99.50	99.00	98.50
水, $w/\%$	≤ 0.10	0.20	
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	20	30	
折光率 n_D^{25}	1.482 0~1.486 0		

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。

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 2-吡咯烷酮含量的测定

4.4.1 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,用火焰离子化检测器(FID)检测,采用校正面积归一化法定量,减去水分,计算得到 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 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。

4.4.3 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 μ L 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相对保留值见附录 A 中图 A.1

和表 A.1。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×0.32 mm×0.5 μm(柱长×柱内径×液膜厚度)
固定相	5%二苯基 95%二甲基聚硅氧烷
柱温	初始温度 100 ℃,保持 1 min;升温速度 10 ℃/min,升温到 160 ℃,保持 10 min
气化室温度/℃	250
检测器温度/℃	250
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 2-吡咯烷酮加欲测杂质的标准溶液,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 2-吡咯烷酮(色谱纯)和配制的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。

4.4.5.1.3 相对校正因子的计算

组分*i*相对 2-吡咯烷酮的校正因子 f_i ,按式(1)计算:

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

式中:

- A_B ——标准溶液中 2-吡咯烷酮的峰面积;
- A_i ——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 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

按表 2 所示的色谱操作条件调节仪器,待仪器稳定后,注入实验室样品进行测定。采用校正面积归一化法定量。

4.4.5.3 结果计算

2-吡咯烷酮的质量分数 w_1 , 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A_B}{\sum f_i A_i} \times (100 - w_w) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_B ——试样中 2-吡咯烷酮的色谱峰面积;

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

A_i ——组分 i 的色谱峰面积;

w_w ——按 4.5 测得的以质量分数表示的水分的数值。

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 0.002%。

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

按照 GB/T 6488 规定的方法进行测定。试验温度为 25℃。

5 检验规则

5.1 第 3 章要求中 3.1 外观和 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 2-吡咯烷酮以一贮罐或一槽车的量为一批, 或以同等质量的产品为一批。

5.3 工业用 2-吡咯烷酮的采样单元数和采样方法按 GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定进行。采取具有代表性的样品, 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、生产企业名称、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, 一瓶备查。

5.4 工业用 2-吡咯烷酮应由生产企业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的要求。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、产品等级、生产日期或批号和本标准编号等。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。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 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 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 2-吡咯烷酮遇空气易吸潮, 包装时应

充入干燥氮气密封。

6.3 工业用 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。槽车装产品应保持温度不低于 25℃,利于装卸。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。

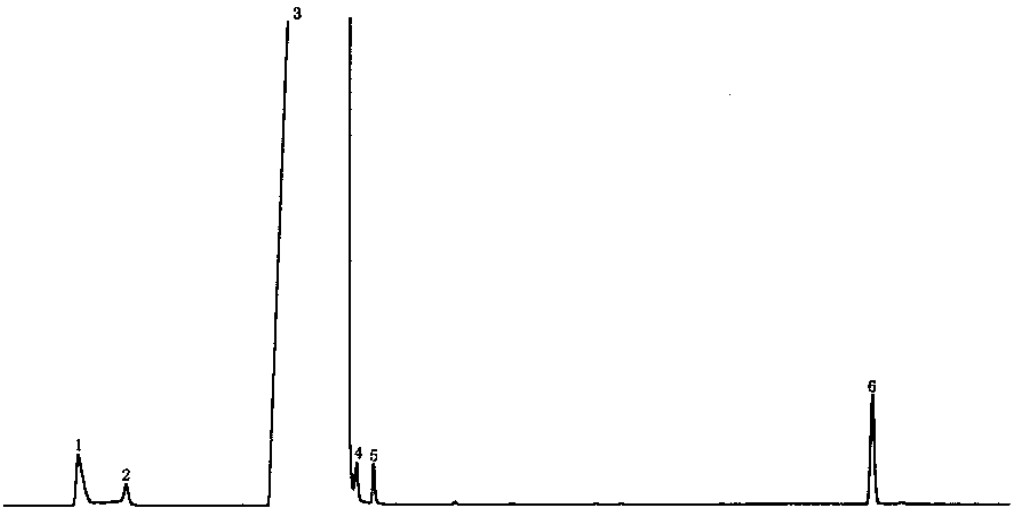
6.4 工业用 2-吡咯烷酮贮存地点应干燥、通风、远离火源及其他危险品,避免阳光直射,应具备消防器材和救护设施。

附 录 A
(规范性附录)

2-吡咯烷酮含量测定的典型色谱图、相对保留值和相对校正因子

A.1 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——2-吡咯烷酮；
- 4——3-甲基吡咯烷酮；
- 5——4-甲基吡咯烷酮；
- 6——低聚物。

图 A.1 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	0.76	1.01
2	1,4-丁二醇	0.88	0.89
3	2-吡咯烷酮	1.00	1.00
4	3-甲基吡咯烷酮	1.04	—
5	4-甲基吡咯烷酮	1.09	—
6	低聚物	1.92	1.20