

气相色谱法测定工业用 N- 甲基吡咯烷酮含量

GC-226

摘要：本文利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，参考国家标准，采用校正面积归一法，建立了测定工业用 N-甲基吡咯烷酮含量的方法。对 N- 甲基吡咯烷酮及其杂质，连续 6 次进样，N- 甲基吡咯烷酮及其杂质峰面积 RSD 值均小于 2%，完全满足日常检测的要求。

关键词：气相色谱法 N- 甲基吡咯烷酮 杂质

N- 甲基吡咯烷酮别名 N- 甲基 -2- 吡咯烷酮，简称 NMP。具有毒性低、沸点高、溶解力强、不易燃、可生物降解、可回收利用、使用安全和适用于多种配方用途等优点，是一种选择性强和稳定性好的溶剂。

N- 甲基吡咯烷酮广泛应用于石油化工、塑料工业、药品、农药、染料以及锂电池制造业等。NMP 是生产锂电池非常重要的辅助材料，比如配料阶段：NMP 作为 PVDF 溶剂，参与浆料分散，形成介质均匀，在一定粘度范围内长时间保持稳定的浆料。在涂布阶段：NMP 作为浆料的主要液体载体，以稳定的厚度均匀涂敷在金属基材上，要求和金属基材有非常好的润湿性

和流动性。在涂布烘烤阶段：湿膜在烘箱中匀速运行，溶剂有规律性挥发，NMP 承担造孔功能，NMP 以稳定的速度从湿膜中挥发，形成孔径均匀，分布均匀的多孔微电极结构。因此，锂电池制备中，要求 N- 甲基吡咯烷酮纯度至少要达到 99.85% 以上，以减少杂质对锂电池性能的影响。

本文参考国家标准 GB/T27563-2011《工业用 N-甲基 -2- 吡咯烷酮》，利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，采用校正面积归一法，建立了工业用 N- 甲基吡咯烷酮及其杂质的检测方法，可为各生产厂商对 N- 甲基吡咯烷酮质量的控制提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Stabilwax-DA，30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：100°C (1 min)_10°C /min_160°C (10 min) _30°C /min_220°C (3 min)

进样口温度：250°C

进样量：0.2 μL

载气：氦气

检测器：FID 检测器

载气控制模式：恒线速度

检测器温度：280°C

线速度：27.5 cm/sec

空气流量：400 mL/min

进样方式：分流进样

氢气流量：40 mL/min

分流比：25:1

尾吹气流量：30 mL/ min

■ 样品前处理

样品无需处理，直接进样分析。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

取纯度为 99.920% 的 N- 甲基吡咯烷酮标准溶液，经气相色谱仪测定，得到 N- 甲基吡咯烷酮标液色谱图如下。

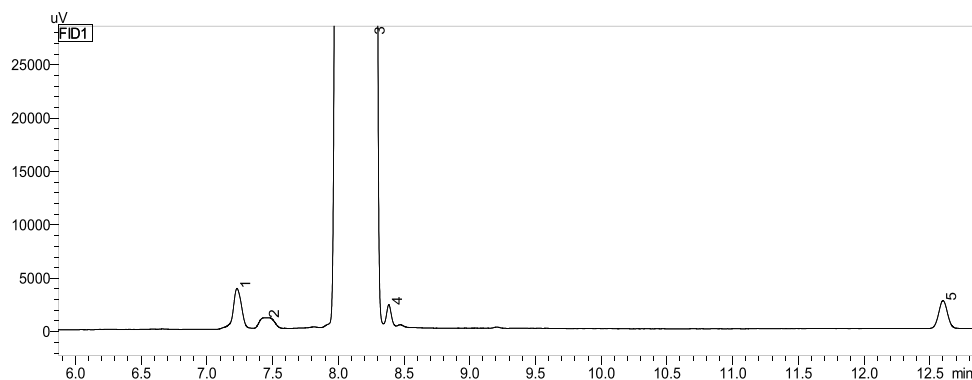


图 1 N-甲基吡咯烷酮标液色谱图

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	校正因子
1	γ-丁内酯	1,4-Butyrolactone	96-48-0	7.231	1.11
2	1,4-丁二醇	1,4-Butanediol	110-63-4	7.441	1.04
3	N-甲基吡咯烷酮	1-Methyl-2-pyrrolidinone	872-50-4	8.248	1.00
4	二甲基吡咯烷酮	2,5-dimethyl-pyrrolidine	3378-71-0	8.382	—
5	2-吡咯烷酮	2-pyrrolidone	616-45-5	12.599	1.09

3.2 重复性测试

取纯度为 99.920% 的 N-甲基吡咯烷酮标准溶液，连续 6 次进样，考察重复性。结果见表 2。

表 2 重复性结果

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	γ-丁内酯	16406	16168	16331	16463	16019	16377	1.1
2	1,4-丁二醇	7538	7464	7305	7397	7435	7345	1.2
3	N-甲基吡咯烷酮	46601528	46295583	45806998	46538459	44808517	46278279	1.5
4	二甲基吡咯烷酮	5724	5820	5828	5837	5711	5744	1.0
5	2-吡咯烷酮	11670	11569	11622	11765	11609	11734	0.7

3.3 样品检测

取不同厂商提供的工业用 NMP 溶剂进行测定。某厂商 NMP 溶剂色谱图见 2。按标准要求，计算 NMP 纯度时需要扣除水分及总胺含量（水分和总胺含量由厂商提供），采用校正面积归一化方法计算得到 NMP 含量，具体测定结果见表 3。

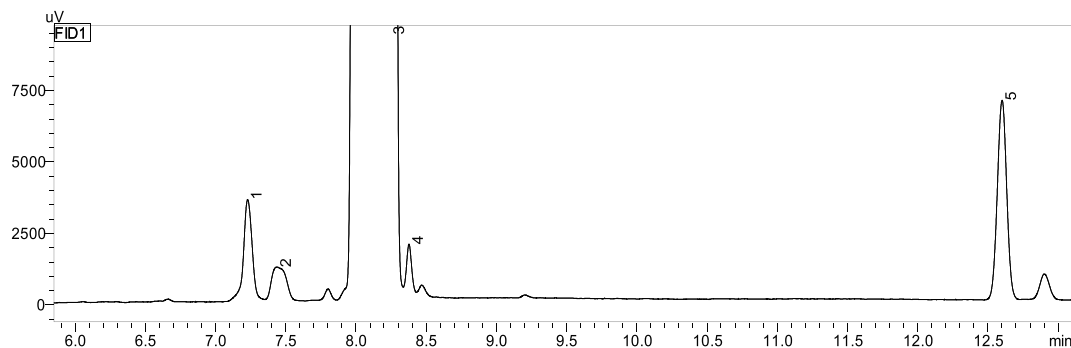


图 2 某厂商 NMP 溶剂色谱图

表 3 不同厂商提供的 NMP 溶剂测定结果

样品名称	NMP 含量 (%)
NMP#1 溶剂	99.835
NMP#2 溶剂	99.813
NMP#3 溶剂	99.917
NMP#4 溶剂	99.852

■ 结论

本文使用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，参考国家标准，采用校正面积归一法，建立了测定工业用 N- 甲基吡咯烷酮含量的方法。取纯度为 99.920% 的 N- 甲基吡咯烷酮标准溶液，连续 6 针进样，N- 甲基吡咯烷酮及其杂质峰面积 RSD 值均小于 2%，完全满足日常检测的要求。该方法可为各厂商工业用 N- 甲基吡咯烷酮纯度的测定提供参考。

岛津应用云

