

ICS 71.080.60

G 17

备案号:27360—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4121—2009

工业用环己醇

Cyclohexanol for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。
本标准由中国石油和化学工业协会提出。
本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC63/SC2)归口。
本标准起草单位:中国神马集团有限责任公司。
本标准主要起草人:王良、齐建华、李晓辉、何泽涵、张文广、姜继锁、崔媚娟。

工业用环己醇

1 范围

本标准规定了工业用环己醇的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于苯部分加氢水合法和环己烷氧化法生产的工业用环己醇的生产、检验和销售。
化学式： $C_6H_{12}O$
相对分子质量：100.16(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 2366—2008 化工产品中水含量的测定 气相色谱法
- GB/T 3143—1982 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, idt ISO 3165 : 1976)
- 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)(neq ISO 760 : 1978)
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 性状

工业用环己醇室温下为透明液体或固体，有特殊刺激性气味。

4 要求

工业用环己醇质量应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 工业用环己醇技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
环己醇 $w/\%$	≥ 99.5	97.0	95.0
环己酮 $w/\%$	≤ 0.05	2.00	3.00
轻组分 ^a $w/\%$	≤ 0.3	0.5	1.0
重组分 ^b $w/\%$	≤ 0.2	0.4	0.5
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10	15	20
水 $w/\%$	≤ 0.05	0.15	0.50
^a 轻组分为除环己酮之外色谱保留值比环己醇小的所有组分。			
^b 重组分为色谱保留值比环己醇大的所有组分。			

5 试验方法

5.1 警示

工业用环己醇为易燃品,进行分析时应注意安全。

5.2 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 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

5.3 环己醇含量、环己酮含量、轻组分含量和重组分含量的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经气化通过色谱柱,使其中各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测,修正水含量后用面积归一化法计算各组分的含量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氦气:体积分数不低于 99.99 %。

5.3.2.2 氮气:体积分数不低于 99.99 %。

5.3.2.3 氢气:体积分数不低于 99.99 %。

5.3.2.4 空气:经活性炭和分子筛净化。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中的有关规定。对样品中 0.001 % (质量分数) 的组分所产生的峰高应大于噪声的两倍。

5.3.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.3.3.3 进样器:1 μ L 或 10 μ L 微量注射器。

5.3.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和典型色谱分析条件见表 2。毛细管柱典型色谱图见附录 A 图 A.1,各组分的相对保留值见附录 A 表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和典型色谱分析条件

色谱柱	PEG-20M 熔融石英毛细管柱
柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度	50 m \times 0.32 mm \times 0.6 μ m
柱箱温度	初始温度 80 $^{\circ}$ C,保持 15 min;以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 140 $^{\circ}$ C,保持 5 min;以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 190 $^{\circ}$ C,保持 18 min
气化室温度/ $^{\circ}$ C	200
检测器温度/ $^{\circ}$ C	220
柱前压/MPa	0.05
燃气(氢气)流量/(mL/min)	30~50
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300~500
补充气(氮气)流量/(mL/min)	10~30
载气(氦气或氮气)流量/(mL/min)	1~2
分流比	70 : 1
进样量/ μ L	0.2~1.0

5.3.5 分析步骤

按照色谱操作条件调整仪器,基线稳定后,用微量注射器进样,测量各峰面积,校正水含量后按面积归一化法进行计算。

5.3.6 结果计算

各被测组分的质量分数 w_i ,数值以 % 表示,分别按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} (100 - w_{\text{水}}) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- A_i ——被测组分 i 的峰面积；
- $w_{\text{水}}$ ——5.5 测得的水的质量分数的数值；
- $\sum A_i$ ——各组分的校正峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。环己醇含量两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %；杂质的质量分数 ≥ 0.5 % 时，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5 %；杂质的质量分数 < 0.5 % 时，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10 %。

5.4 色度的测定

按 GB/T 3143—1982 的规定进行。

5.5 水含量的测定

按 GB/T 6283—2008 或 GB/T 2366—2008 的规定进行。以 GB/T 6283—2008 规定的试验方法为仲裁法。按 GB/T 6283—2008 规定的方法测定含有环己酮杂质的样品时，卡尔·费休试剂使用醛酮专用试剂。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，按 GB/T 6283—2008 的规定进行测定时，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 25 %；按 GB/T 2366—2008 的规定进行测定时，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 35 %。

6 检验规则

- 6.1 表 1 中的所有项目均为出厂检验项目。
- 6.2 工业用环己醇应由生产厂质量检验部门按本标准检验，生产厂应保证出厂的产品均符合本标准的要求，每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：生产厂名称、产品名称、产品等级、批号或生产日期和本标准的编号。
- 6.3 可按生产线序号、包装规格和包装日期等组批。
- 6.4 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678—2003 和 GB/T 6680—2003 的规定进行。将所采实验室样品混匀，分别装入两个洁净、干燥的磨口玻璃瓶中，密封并粘贴标签，注明产品名称、批号、生产日期、采样时间等，一瓶供检验用，另一瓶封存，置于阴凉避光处，留样备查，留样保存期至少为 3 个月。
- 6.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如果有某项指标达不到标准要求时，应重新自两倍数量的包装单元中采样进行复验，复验结果有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装容器上应有牢固的标志，其内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称、产品等级、批号、净含量、生产日期、本标准编号及按 GB 190 规定的“易燃液体”标志。

7.2 包装

- 7.2.1 工业用环己醇采用镀锌铁桶、塑料桶或专用槽车包装，或采用按供需双方协商并符合安全规定的包装。
- 7.2.2 工业用环己醇在灌装时应注意流速，并有接地装置，防止静电积聚。装完后充氮密封，隔绝空气。

7.3 运输

工业用环己醇在运输时应轻装轻卸，防止猛烈撞击。防雨、防晒。

7.4 贮存

工业用环己醇贮存于通风、阴凉、干燥的库房内,防止阳光直射,远离火种及热源,保持容器密封;应与氧化剂分开存放。

7.5 保质期

在符合本标准包装、贮存和运输的条件下,自出厂之日起,工业用环己醇保质期为至少3个月。

8 安全

8.1 重要数据

环己醇沸点为 161.1 °C;凝固点为 25.15 °C;闪点为 67.2 °C(开杯);环己醇为中闪点易燃液体,遇明火、高热及强氧化剂易引起爆炸,在空气中久置生成有爆炸性的过氧化物。环己醇有刺激性气味,对眼、黏膜或皮肤有刺激性,有烧伤危险。

8.2 急救措施

皮肤接触:脱去污染的衣服,用大量水冲洗皮肤。眼睛接触:先用大量水冲洗数分钟(如可能易行,摘除隐形眼镜),就医。吸入:迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸道通畅,必要时输氧,人工呼吸,就医。食入:漱口,大量饮水,就医。

8.3 灭火方法

喷水冷却容器,可行时将容器从火场移至空旷处。处在火场中的容器若已变色或从安全泄压装置中产生声音,人员必须马上撤离现场。灭火剂为抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳和沙土。

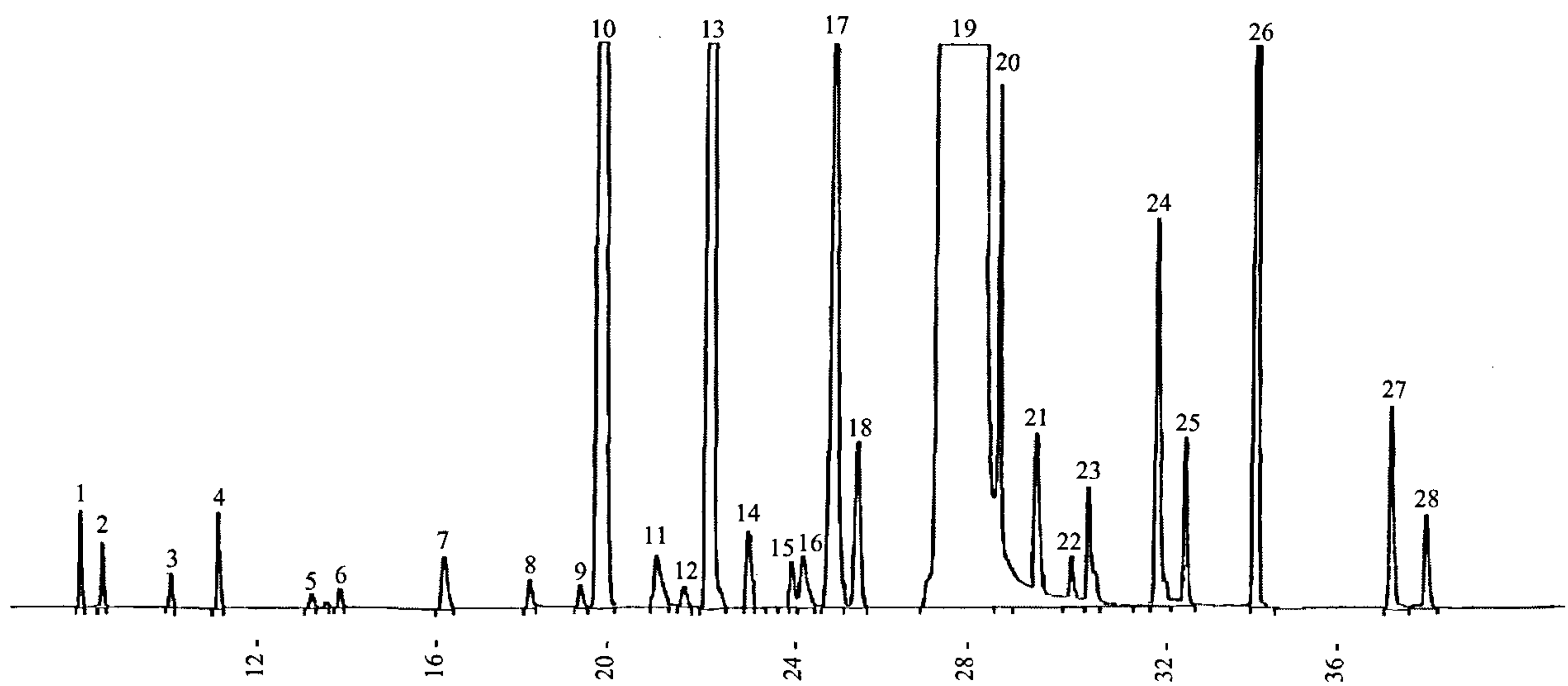
8.4 泄漏处置

发生泄漏时,迅速撤离泄漏污染区人员至安全区,并进行隔离,严格限制出入。切断火源。建议应急处理人员戴自给正压式呼吸器,穿消防防护服,不要直接接触泄漏物。尽可能切断泄漏源,防止进入下水道、排洪沟等限制性空间。小量泄漏用沙土、蛭石或其他惰性材料吸收,也可以用不燃性分散剂制成的乳液刷洗,洗液稀释后放入废水系统。大量泄漏要构筑围堤或挖坑收容,用泡沫覆盖,降低蒸气灾害,用防爆泵转移至槽车或专用收集器内,回收或运至废物处理场所处置。

附录 A
(规范性附录)

工业用环己醇典型色谱图及相对保留时间推荐值

A.1 图 A.1 给出了工业用环己醇典型色谱图。



- | | |
|----------------------|--------------------|
| 1——未知物 1; | 15——3-甲基环戊醇; |
| 2——正戊醛; | 16——甲酸己酯; |
| 3——未知物 2; | 17——乙酸环己酯; |
| 4——正己醛; | 18——未知物 6; |
| 5——未知物 3; | 19——环己醇; |
| 6——未知物 4; | 20——丙酸环己酯; |
| 7——环己基戊烷; | 21——2-环己烯醇; |
| 8——1-甲基环戊醇; | 22——未知物 7; |
| 9——正戊醇; | 23——未知物 8; |
| 10——(E)1-丁氧基-2-己烯; | 24——四氢糠醇; |
| 11——2,5-二甲基-3-己烯甲酸酯; | 25——5-丁基-二氢呋喃-2-酮; |
| 12——未知物 5; | 26——双环己基醚; |
| 13——环己酮; | 27——5-甲基-二氢呋喃-2-酮; |
| 14——己酸丙酯; | 28——4-羟基丁酸。 |

图 A.1 工业用环己醇典型色谱图

A.2 表 A.1 给出了工业用环己醇各组分相对保留时间

表 A.1 工业用环己醇各组分相对保留时间

峰号	组分名	相对保留时间	保留时间
1	未知物 1	0.146	8.20
2	正戊醛	0.167	8.69
3	未知物 2	0.231	10.18
4	正己醛	0.277	11.24
5	未知物 3	0.367	13.36
6	未知物 4	0.395	14.00
7	环己基戊烷	0.488	16.19
8	1-甲基环戊醇	0.570	18.11
9	正戊醇	0.619	19.23
10	(E)1-丁氧基-2-己烯	0.637	19.67
11	2,5-二甲基-3-己烯甲酸酯	0.688	20.86
12	未知物 5	0.716	21.50
13	环己酮	0.742	22.12
14	己酸丙酯	0.785	23.03
15	3-甲基环戊醇	0.816	23.84
16	甲酸己酯	0.830	24.16
17	乙酸环己酯	0.860	24.86
18	未知物 6	0.884	25.42
19	环己醇	1	28.14
20	丙酸环己酯	1.020	28.60
21	2-环己烯醇	1.055	29.43
22	未知物 7	1.088	30.20
23	未知物 8	1.105	30.60
24	四氢糠醇	1.170	32.12
25	5-丁基-二氢呋喃-2-酮	1.198	32.76
26	双环己基醚	1.262	34.26
27	5-甲基二氢呋喃-2-酮	1.390	37.24
28	4-羟基丁酸	1.422	38.01

中华人民共和国
化工行业标准
工业用环己醇

HG/T 4121—2009

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数17千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0851

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。
