

ICS 71.080.10

CCS G 17

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4002—202X

代替 HG/T 4002—2008

工业用环己烯

Cyclohexene for industrial use

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(报批稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 HG/T 4002—2008《工业用环己烯》，与 HG/T 4002—2008 标准相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

- a) 修改了范围，删除了“氯代环己烷解碱解脱氯化氢法和环己醇催化脱水法”（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；
- b) 对规范性引用文件进行了更新和补充（见第 2 章，2008 年版的第 2 章）；
- c) 增加了术语和定义（见第 3 章）；
- d) 增加了产品分类（见第 4 章）；
- e) 将性状修改为外观，并移至技术要求（见 5.1，2009 版的第 3 章）；
- f) 修改产品的分类方式和技术要求，产品分类方式按产品的纯度分为 I 型、II 型和 III 型，取消了氯代环己烷的技术指标；各项技术指标均有适当调整（见第 5 章，2008 年版的第 4 章）；
- g) 增加了外观的测定方法（见 6.1）；
- h) 删除了氯代环己烷的测定，修改了环己烯、环己烷、苯的测定方法，优化了色谱条件，定量方法由原来的校正面积归一化法修改为面积归一化法，结果计算不再扣除水分（见 6.2，2008 版的 5.3）；
- i) 修改了组批的规定（见 7.2，2008 年版的 6.2）；
- j) 删除了采样中“留样保存期为半年”的规定。（见 7.3，2008 版的 6.5）；
- k) 修改了“保质期”的规定（见 8.4.3，2008 年版的 6.5）；
- l) 修改了灌装时包装的规定，明确充氮用氮气质量规格“氮气纯度不低于 99.9%”的规定（见 8.2.2，2008 版的 7.2.2）；
- m) 附录 A 工业用环己烯典型色谱图由原来的标准物质色谱图修改为环己烯实样色谱图（见附录 A，2008 年版的附录 A）；
- n) 删除了相对校正因子的测定（见 2008 年版的附录 B）；

o) 将安全信息调整为资料性附录（见附录 B，2008 年版的第 8 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本文件起草单位：河南神马尼龙化工有限责任公司、重庆华峰化工有限公司、山东华鲁恒升化工股份有限公司、唐山中浩化工有限公司、鲁西化工集团股份有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司、聊城鲁西聚酰胺新材料科技有限公司、河南神马催化科技股份有限公司、济源市金源化工有限公司、内蒙古庆华集团腾格里精细化工有限公司。

本文件主要起草人：史红军、苗迎彬、张燕丽、卢磊、毕静利、张乐、吕献然、邹柯柯、原冬燕、刘水侠、王一郎、孙维本、吴科学、邓亚丽、唐跃兵、侯炳臣、张立娟、李国忠、郭平、梁巍、卫晓辉、赵文学。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

本文件于2008年首次发布，本次为第一次修订。

工业用环己烯

警示——本文件并未指出所有可能存在的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业用环己烯的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以苯为原料催化选择部分加氢技术生产的工业用环己烯。

分子式： C_6H_{10}

相对分子质量：82.14(按2018年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 190 危险货物包装标志

GB/T 3143 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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语或定义。

4 产品分类

本文件所属产品按环己烯纯度分为 I 型、II 型和 III 型三个型号。

5 技术要求

5.1 外观：透明液体，有特殊刺激性气味。

5.2 工业用环己烯应符合表 1 的技术要求。

表 1 工业用环己烯技术要求

| 项 目 | 指 标 | | |
|-------------------|--------|--------|--------|
| | I | II | III |
| 环己烯, w/% | ≥99.00 | ≥98.00 | ≥96.00 |
| 环己烷, w/% | ≤0.80 | ≤1.00 | ≤2.00 |
| 苯, w/% | ≤0.50 | ≤1.00 | ≤2.00 |
| 色度/Hazen单位(铂-钴色号) | ≤10 | ≤15 | ≤20 |
| 水分, w/% | ≤0.03 | ≤0.05 | ≤0.10 |

6 试验方法

警示——试验方法规定的一些实验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

6.1 外观的测定

取试样注入 100mL 纳氏比色管中，在充足的自然光下，目测观察。保留比色管中的试样供测定色度（6.3）时用。

6.2 环己烯、环己烷和苯的测定

6.2.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经汽化通过毛细管色谱柱，使其中各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测，按面积归一化法进行计算。

6.2.2 试剂

6.2.2.1 氢气：体积分数不低于 99.99%。

6.2.2.2 氮气：体积分数不低于 99.99%。

6.2.2.3 氢气：体积分数不低于 99.99%。

6.2.2.4 空气：经活性炭和分子筛净化。

6.2.3 仪器

6.2.3.1 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。

6.2.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

6.2.3.3 进样器：1 μ L或10 μ L微量注射器。

6.2.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和典型色谱分析条件见表2。典型色谱图参见附录A图A.1，各组分的相对保留值参见附录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 | 聚乙二醇毛细管柱 |
| 色谱柱规格（柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度） | 50m \times 0.32mm \times 0.6 μ m |
| 柱箱温度 | 初始温度 70 $^{\circ}$ C，保持 15 min，5 $^{\circ}$ C/min 升温速率，最终温度 190 $^{\circ}$ C，保持 5 min |
| 汽化室温度/ $^{\circ}$ C | 200 |
| 检测器温度/ $^{\circ}$ C | 220 |
| 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）流量/（mL/min） | 0.5~2 |
| 分流比 | 100:1 |
| 进样量 / μ L | 1.0 |

6.2.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按 6.2.4 的色谱分析操作条件进行测定，记录各组分峰面积，采用面积归一化法进行结果计算。

6.2.6 允许差

各被测组分的质量分数 w_i ，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i —— 被测组分 i 的色谱峰面积；

$\sum A_i$ —— 各组分的色谱峰面积之和。

6.2.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

环己烯含量两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。杂质测定的两次平行测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 5%。

6.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

6.4 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果绝对差值不大于其算术平均值的 20%。

7 检验规则

7.1 检验分类

本文件表 1 中的所有项目均为出厂检验项目。

7.2 组批

同等质量的、均匀的产品为一批，可按生产周期、生产班次或产品储罐进行组批。

7.3 采样

采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。将所取实验室样品混匀分别装入两个洁净、干燥的磨口玻璃中，密封保存，并粘贴标签，注明产品名称、批号或生产日期、取样时间等，一瓶供检验用，另一瓶封存，置于阴凉避光处，留样备查。

7.4 判定规则

检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件表 1 相应型号的技术要求时，则判定该批产品合格。

7.5 复验规则

如果检验结果有某项指标不符合本文件表 1 中相应型号的技术要求时，应重新加倍取样进行复验，如果复验结果仍不符合本文件相应型号要求时，则判定该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 工业用环己烯包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，内容包括：

- a) 生产厂名称及地址；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本文件编号；
- f) 安全标签及按 GB 190 规定的“易燃液体”标志¹⁾。

8.1.2 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：

- a) 生产厂名称、厂址；
- b) 产品名称；
- c) 产品型号；
- d) 批号或生产日期；

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

e) 产品质量检验结果；

f) 本文件编号。

8.2 包装

8.2.1 工业用环己烯采用镀锌铁桶、塑料桶或专用包装，或采用按供需双方协商并符合安全规定的包装。

8.2.2 工业用环己烯在灌装时，为防止静电积聚，应配备接地装置。装完后充氮密封，隔绝空气，氮气纯度不低于 99.9%。

8.3 运输

工业用环己烯在运输时应轻装轻卸，防止猛烈撞击，防雨、防晒。

8.4 贮存

8.4.1 工业用环己烯贮存于通风、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。

8.4.2 在符合本文件包装、贮存和运输的条件下，自出厂之日起，工业用环己烯保质期为至少 3 个月。

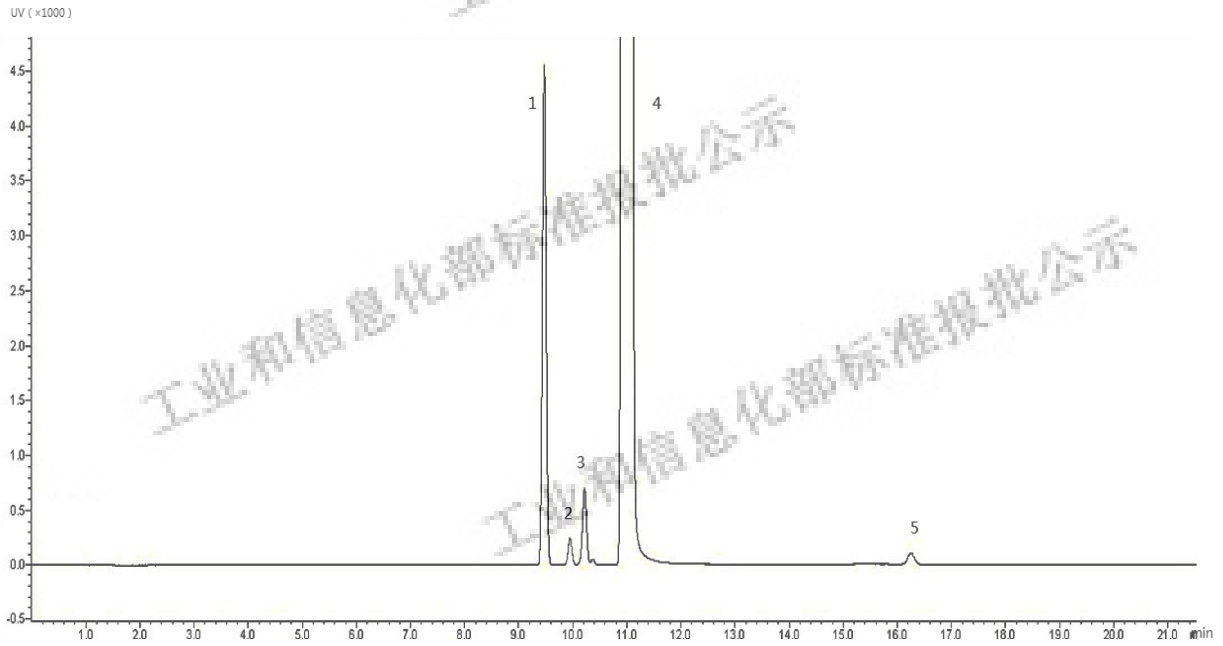
8.4.3 超过保质期可重新检验，检验结果符合本文件要求时产品仍可使用。

附录 A
(资料性)

工业用环己烯典型色谱图及相对保留值

A.1 工业用环己烯典型色谱图

环己烯典型色谱图参见图A.1。



标引序号说明：

1 — 环己烷；

2 — 未知物1；

3 — 未知物2；

4 — 环己烯；

5 — 苯。

图 A.1 工业用环己烯典型色谱图

A.2 工业用环己烯各组分相对保留值

工业用环己烯各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 工业用环己烯各组分相对保留值

| 峰号 | 组分名 | 相对保留值 |
|----|-------|-------|
| 1 | 环己烷 | 0.814 |
| 2 | 未知物 1 | 0.873 |
| 3 | 未知物 2 | 0.906 |
| 4 | 环己烯 | 1 |
| 5 | 苯 | 1.653 |

附录 B

(资料性)

安全信息

B.1 基本信息

环己烯沸点为83℃；熔点为-104℃；闪点为-6℃（闭杯）；自燃温度为244℃。环己烯为易燃液体，其蒸汽与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热极易燃烧爆炸，与氧化剂能发生强烈反应，引起燃烧或爆炸。在空气中久置生成有爆炸性的过氧化物。其蒸汽比空气重，能在较低处扩散到相当远的地方，遇火源会着火回燃。环己烯有刺激性气味，对眼、粘膜或皮肤有刺激性。

B.2 急救措施

皮肤接触：脱去污染的衣服，冲洗，然后用水和肥皂清洗皮肤。眼睛接触：先用大量水冲洗几分钟（如可能易行，摘除隐形眼镜），然后就医。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，然后就医。食入：漱口、饮大量温水，催吐，给予医疗护理。

B.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，必须马上撤离。灭火剂为泡沫、干粉、二氧化碳和砂土。

B.4 泄漏处置

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。少量泄漏用砂土、蛭石或其它惰性材料吸收，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。