# 《资源综合利用产品 制 Cn 产品用轻质油（轻组分）》
# 《资源综合利用产品 制聚酮类产品用 X 油(重组分)》
# 编制说明

（征求意见稿）

二〇二〇年十二月

# 目　录

一、项目背景.....1
二、项目来源.....1
三、标准制定工作概况.....1
3.1 标准制定相关单位及人员.....1
3.2 主要工作过程.....1
四、现状要求.....2
4.1 环己酮制备路径.....2
4.2 相关管理要求.....3
4.3 相关国家、行业标准要求.....1
4.4 相关团体和企业标准要求.....5
五、标准编制原则、主要内容及确定依据.....14
5.1 编制原则.....14
5.2 主要内容.....14
六、标准先进性体现.....24
七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性.....24
7.1 目前已有的标准情况.....24
7.2 与相关法律、法规、规章、强制性标准相冲突情况.....24
7.3 规范性引用文件情况.....24
八、社会效益.....25
九、重大分歧意见的处理经过和依据.....25
十、废止现行相关标准的建议.....25
十一、提出标准强制实施或推荐实施的建议和理由.....25
十二、贯彻标准的要求和措施建议.....25
十三、其他应予说明的事项.....25

# 一、项目背景

环己酮是重要的有机化工原料，是制备己内酰胺和己二酸的主要中间体，广泛应用于尼龙6、尼龙66及其他树脂的合成。此外，作为性能优良的溶剂，在涂料、油墨、农药、胶粘剂、感光材料等行业也得到了广泛应用。

目前环己酮生产工艺路线按原料分主要有3种，分别是环己烷液相氧化法、苯酚加氢法和环己烯水合法。我国环己酮生产工艺已环己烷液相氧化法和环己烯水合法为主。不管以何种生产工艺，在环己酮提纯分离过程中会存在其他的联产品如环己醇、环戊醇、丁醇等。这些联产品仍可以作为其他企业的原辅材料，进行进一步的分离和提纯，获得相关物质；但对于生产环己酮的企业而言，该类联产品再无国家、行业质量标准的情况下，一般作为固体废物来处理。由此不仅造成了资源浪费，也造成了相关企业的成本增加。为此，需要制定相关的团体标准，对相关联产品质量和相关技术要求进行把关，确保满足生产端与需求端的要求。

# 二、项目来源

由浙江巴陵恒逸己内酰胺有限责任公司向浙江省生态与环境修复技术协会提出立项申请，经省环修协论证通过并印发了《关于下达浙江省生态与环境修复技术协会2020年度第四批团体标准制定计划的通知》（浙环修协〔2020〕68号），项目名称分别是《资源综合利用产品 制Cn产品用轻质油（轻组分）》、《资源综合利用产品 制聚酮类产品用X油（重组分）》。

# 三、标准制定工作概况

## 3.1 标准制定相关单位及人员

本标准牵头组织制定单位：浙江省生态与环境修复技术协会。

本标准主要起草单位：浙江巴陵恒逸己内酰胺有限责任公司。

本标准参与起草单位：杭州昌德实业有限公司、恒逸石化股份有限公司。

本标准起草人为：刘卫东，凌文华，汪达军，周流洋，孟令华，冯凯波，杨立明，吕红杰，卢相斌，黄艳平，李国威。

## 3.2 主要工作过程

### 3.2.1 前期准备工作

2020年10月，浙江省生态与环境修复技术协会与浙江巴陵恒逸己内酰胺有

限责任公司开展团队标准制定的对接工作。整理相关环己酮生产工艺、相关标准以及相关联产品检测方法，初步确定标准框架

2020 年 11 月 7，浙江省生态与环境修复技术协会正式对《资源综合利用产品 制 Cn 产品用轻质油（轻组分）》、《资源综合利用产品 制聚酮类产品用 X 油（重组分）》两项团体标准进行立项。

2020 年 11 月，进行进一步对接沟通，确定相关标准关键指标和参数，以及进一步明确相关检测分析方法，按照相关产品质量要求和检测方法，起草相关标准文本草案。

2020 年 12 月，对标准草案文本进行讨论，进一步修改完成标准文本草案，起草编制说明。

3.2.2 征求意见

2020 年 12 月中旬，团体标准在协会主页上公开征求意见。

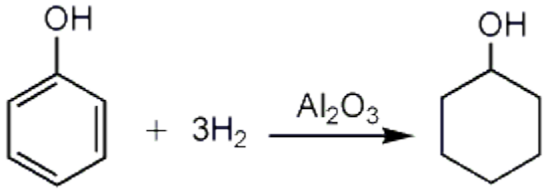
3.2.3 专家评审

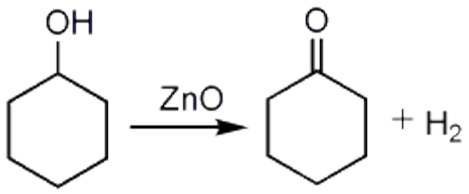
## 四、现状要求

### 4.1 环己酮制备路径

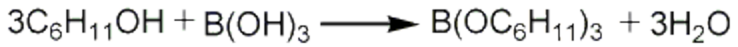
40 年代，环己酮的工业生产采用以苯酚为原料加氢生成环己醇，再脱氢得环己酮。60 年代，随着石油化工的发展，环己烷氧化生产环己酮的方法在工业上逐步占主导地位。1967 年，荷兰国家矿业公司(DSM)研究的苯酚加氢一步制取环己酮的方法实现了工业化。此法生产流程短、产品质量好、产率高，但原料苯酚和催化剂价格较高，因此工业上大多仍采用环己烷氧化法。具体方法简述如下。

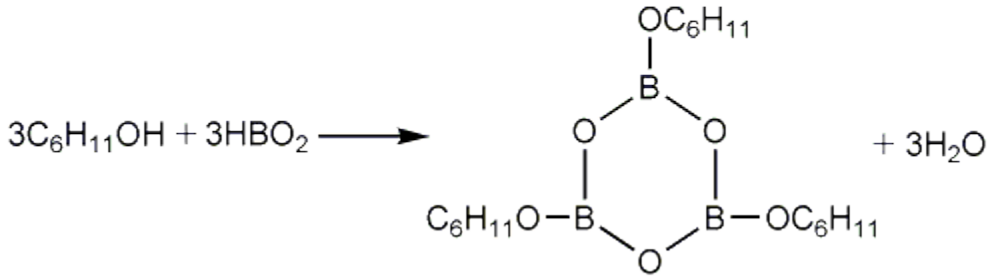
1、苯酚法：以镍作催化剂，由苯酚加氢得**环己醇**，然后以锌作催化剂，脱氢得环己酮。






2、环己烷氧化法：以环己烷为原料，无催化下，用富氧空气氧化为环己基过氧化氢，再在铬酸叔丁酯催化剂存在下分解为**环己醇和环己酮、醇、酮混合物**，经一系列蒸馏精制即得合格产品。




3、苯加氢氧化法：苯与氢气在镍催化剂存在下，在 120-180℃下进行加氢反应生成环己烷，环己烷与空气在 150-160℃，0.908MPa 下进行氧化反应生成**环己醇和环己酮的混合物**，经分离得环己酮产品。环己醇在 350-400℃，有锌钙催化剂存在下进行脱氢反应生成环己酮。

**精制方法**：环己酮是环己烷直接用空气进行催化氧化或环己醇脱氢制得的，主要杂质是**环己醇、水、己二酸**等。精制时用重铬酸钾硫酸溶液（浓度约 5%）处理，使环己醇氧化，再经水洗、无水硫酸钠干燥后分馏。高纯度的制品可用亚硫酸氢钠形成加成化合物，将等量的加成物与碳酸钠溶于热水后进行水蒸气蒸馏。馏出物用食盐饱和，苯萃取，干燥后蒸馏。

## 4.2 相关管理要求

环己酮主要为生产己内酰胺的中间体，并未在相关产业结构、名录中提出相关要求，但己内酰胺、尼龙 6 或尼龙 66 提出了相关的发展政策要求。根据海关总署统计，2020 年前三季度环己酮进口量仅 282 吨左右，较去年同期下降 95.31%，进口均价约 6409.22 美元。由此，可见国内环己酮生产基本可满足下游市场需求。

**（1）产业结构调整指导目录（2019 年本）**

第二类　限制类：

四、石化化工

①新建 10 万吨/年以下己内酰胺。

**（2）环境保护综合名录（2020 年）（征求意见稿）**

根据《环境保护综合名录（2020 年新增部分）》（征求意见稿），规定了环己醇、环己酮相关高污染产品（GHW）、高环境风险产品（GHF）相关要求，具体产品名录和重污染工艺见下表。

| 序号 | 特性 | 产品名称（别名） | 行业代码 行业名称 | 产品代码 | 商品编码（HS 编码） | 列入理由 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 14 | GHW/GHF | 环己醇（六氢苯酚）（环己烯水合法除外） | 2614 有机化学原料制造 | 2602100102 | 2906120090 | 吨产品：产生废气 2090 标准立方米，主要成分为环己烷、环己酮、环己醇等；产生高浓度有机废液 1.82 吨，主要成分为有机羧酸类、环己酮、环己烷和醇类物质，呈黑黄色，色度为 512～1024 度，COD 浓度高达 25～40 克/升，难生物降解。环己醇有毒，有刺激性，遇高热或明火可燃，若泄漏到自然水体中，会污染水体，威胁水中生物。 |
| 15 | GHW/GHF | 环己酮（环己烯水合法除外） | 2614 有机化学原料制造 | 2602251100 | 2914220000 | 吨产品：产生废气 1040 标准立方米，主要成分为环己烷、环己酮、环己醇等；产生高浓度有机废液 0.91 吨，主要成分为有机羧酸类、环己酮、环己烷和醇类物质，呈黑黄色，色度为 512～1024 度，COD 浓度为 25～40 克/升，难生物降解。环己酮有毒、有致癌性、易燃，遇高热或明火有引起燃烧的危险。 |

| 序号 | 产品名称（别名） | 行业代码<br>行业名称 | 产品代码 | 商品编码（HS 编码） | 重污染工艺 | | | | 除外工艺 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | 名称 | 列入理由 | 认定特征 | 目前产量占比 | 名称 | 列入理由 | 认定特征 | 目前产量占比 |
| 14 | 环己醇（六氢苯酚） | 2614<br>有机化学原料制造 | 2602100102 | 2906120090 | 环己烷氧化法 | 吨产品:产生废气2090标准立方米，主要成分为环己烷、环己酮、环己醇等;产生高浓度有机废液 1.82 吨，主要成分为有机羧酸类、环己酮、环己烷和醇类物质，呈黑黄色，色度为512～1024度，COD 浓度高达 25～40 克/升，难生物降解。<br>环己醇有毒，有刺激性，遇高热或明火可燃，若泄漏到自然水体中，会污染水体，威胁水中生物。 | 中间产物环己烷。 | 35% | 环己烯水合法 | 废水 COD 浓度为 250 毫克/升，不产生难以处理的高浓度有机废液。 | 中间产物环己烯。 | 65% |

| | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 15 | 环己酮 | 2614<br>有机化学原料制造 | 2602251100 | 2914220000 | 环己烷氧化法 | 吨产品:产生废气1040标准立方米,主要成分为环己烷、环己酮、环己醇等;产生高浓度有机废液 0.91 吨，主要成分为有机羧酸类、环己酮、环己烷和醇类物质，呈黑黄色，色度为512~1024度,COD浓度为25~40克/升，难生物降解。<br>环己酮有毒，有致癌性，易燃，遇高热或明火有引起燃烧的危险。 | 中间产物环己烷。 | 63% | 环己烯水合法 | 废水COD浓度为210毫克/升，不产生难处理的高浓度有机废液。 | 中间产物环己烯。 | 37% |

**（3）国家危险废物名录（2021 年版）**

根据生态环境部《国家危险废物名录（2021 年版）》危险废物豁免管理清单序号 32，在环境风险可控的情况下，根据省级生态环境部门确定的方案，实行危险废物“点对点”定向利用，即：一家单位产生的一种危险废物，可作为另一家单位环境治理或工业原料生产的替代原料进行使用。

## 4.3 相关国家、行业标准要求

**（1）工业用环己酮（GB/T 10669-2001）**

规定了工业用环己酮的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全等要求。本标准适用于环己烷氧化法制得的工业用环己酮。该产品主要用于制造尼龙的中间体，作为溶剂和工业原料应用于涂料、树脂及医药等行业。具体技术要求见下表。

| 项目 | | 指标 | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 色度（铂-钴色号） | ≤ | 15 | 25 | — |
| 密度（g/cm³） | | 0.946～0.947 | 0.944～0.948 | |
| 在 0、101.3kPa 馏程范围（℃） | ≤ | 153.0～157.0 | | 152.0～157.0 |
| 馏出 95mL 时的温度间隔（℃） | ≤ | 1.5 | 3.0 | 5.0 |
| 水分的质量分数（%） | ≤ | 0.08 | 0.15 | 0.20 |
| 酸度（以乙酸计）的质量分数 | ≤ | 0.01 | | — |
| 折光率 | | 由供需双方协商确定 | | |
| 纯度的质量分数（%） | ≥ | 99.8 | 99.5 | 99.0 |

另外，环己酮纯度测定的色谱柱、色谱操作条件、相对保留时间及典型色谱图见下表和下图。

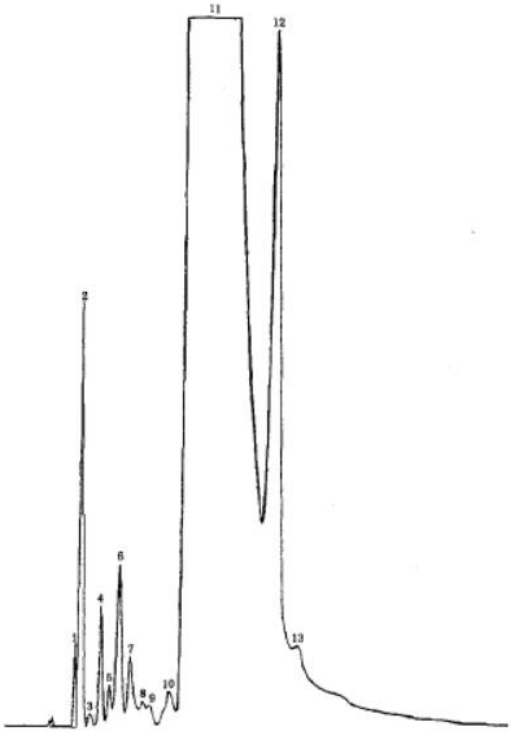
色谱柱及色谱操作条件见下表。

| | |
|---|---|
| 柱管材质 | 不锈钢或玻璃 |
| 柱长 | 3m |
| 柱内径 | 3mm |
| 固定相 | 聚乙二醇 20M：6201 担体=15：100 |
| 外标物 | 正戊醇，环己醇 |
| 柱箱温度 | 120℃ |
| 汽化室温度 | 200℃ |
| 检测室温度 | 200℃ |
| 进样量 | 1μL |
| 氮气流速 | 30mL/min |
| 空气流速 | 300mL/min |
| 氢气流速 | 30mL/min |

相对保留时间见下表

| 峰序 | 组分名称 | 相对保留时间 |
|---|---|---|
| 1 | 未知组分 | 0.35 |
| 2 | 丁醇 | 0.41 |
| 3 | 未知组分 | 0.45 |
| 4 | 3-庚酮 | 0.51 |
| 5 | 2-庚酮 | 0.56 |
| 6 | 环戊酮 | 0.61 |
| 7 | 正戊醇 | 0.67 |
| 8 | 未知组分 | 0.74 |
| 9 | 正丁基环己基醚 | 0.78 |
| 10 | 环戊醇 | 0.88 |
| 11 | 环己酮 | 1.00 |
| 12 | 环己醇 | 1.43 |
| 13 | 未知组分 | 1.56 |

相典型色谱图见下图。




1—未知组分；2—丁醇；3—未知组分；4—3-庚酮；5—2-庚酮；
6—环戊酮；7—正戊醇；8—未知组分；9—正丁基环己基醚；
10—环戊醇；11—环己酮；12—环己醇；13—未知组分

**（2）工业用环己烷（SH/T 1673-1999）**

本标准规定了工业用环己烷的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输、贮存和安全要求。本标准适用于由苯经催化加氢制得的工业用环己烷。相关对环己烷的指标见下表。

| 项目 | 指标 |
|---|---|

| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
|---|---|---|---|---|
| 外观 | | 在 18.3～25.6℃下，无沉淀、无浑浊的透明液体 | | |
| 色度（铂-钴色号） | ≤ | 10 | 15 | 20 |
| 密度（20℃）（g/cm³） | | 0.777～0.782 | | |
| 纯度（%）（m/m） | ≥ | 99.90 | 99.70 | 99.50 |
| 苯（mg/kg） | ≤ | 50 | 100 | 800 |
| 正己烷（mg/kg） | ≤ | 200 | 500 | 800 |
| 甲基环己烷（mg/kg） | ≤ | 200 | 500 | 800 |
| 甲基环戊烷（mg/kg） | ≤ | 150 | 400 | 800 |
| 馏程℃<br>（在 101.3kPa 下，包括 80.7℃） | ≤ | 1.0 | 1.5 | 2.0 |
| 硫（mg/kg） | ≤ | 1 | 2 | 5 |
| 不挥发物（mg/100mL） | ≤ | 1 | 5 | 10 |

另外，纯度和苯、正己烷、甲基环己烷、甲基环戊烷含量的测定按照**《工业用环己烷纯度及烃类杂质的测定　气相色谱法》（SH/T1674-1999）**的规定进行测定。

**（3）工业用环己烯（HG/T 4002-2008）**

本标准规定了工业用环己烯的性状、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。适用于以苯为原料催化选择部分加氢法、氯代环己烷碱解脱氯化氢法和环己醇催化脱水法等技术生产的工业用环己烯的生产、检验和销售。相关技术指标见下表。

| 项目 | | 指标 | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 环己烯的质量分数（%） | ≥ | 99.0 | 97.0 | 95.0 |
| 环己烷的质量分数（%） | ＜ | 1.0 | 1.5 | 2.3 |
| 氯代环己烷的质量分数（%） | ＜ | 1.0 | 1.5 | |
| 苯的质量分数（%） | ＜ | 0.5 | 1.0 | 2.2 |
| 色度（铂-钴色号） | ≤ | 10 | 15 | 20 |
| 水的质量分数（%） | ≤ | 0.03 | 0.05 | 0.10 |

**（4）工业用环己醇（HG/T 4121-2009）**

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。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生产、检验和销售。相关技术要求见下表。

| 项目 | | 指标 | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 环己醇的质量分数（%） | ≥ | 99.5 | 97.0 | 95.0 |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 环己酮的质量分数（%） | ≤ | 0.05 | 2.00 | 3.00 |
| 轻组分（%） | ≤ | 0.3 | 0.5 | 1.0 |
| 重组分（%） | ≤ | 0.2 | 0.4 | 0.5 |
| 色度（铂-钴色号） | ≤ | 10 | 15 | 20 |
| 水的质量分数（%） | ≤ | 0.05 | 0.15 | 0.50 |
| 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；<br>重组分：为色谱保留值比环己醇大的所有组分。 | | | | |

另外，标准对环己醇含量、环己酮含量、轻组分含量和重组分含量的测定进行了规定，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法计算各组分的含量。

气相色谱仪的要求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。推荐的色谱分析条件见下表。

| 色谱柱 | PEG-20M 熔融石英毛细管柱 |
|---|---|
| 柱长×柱内径×液膜厚度 | 50m×0.32mm×0.6μm |
| 柱箱温度 | 初始温度 80℃，保持 15min；以 5℃/min 升温至 140℃，保持 5min；以 5℃/min 升温至 190℃，保持 18min |
| 气化室温度/℃ | 200 |
| 检测器温度/℃ | 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/μL | 0.2～1.0 |

此外，标准也提供了相关组分结果计算，具体如下。

各被测组分的质量分数以%表示，分别按下式计算：

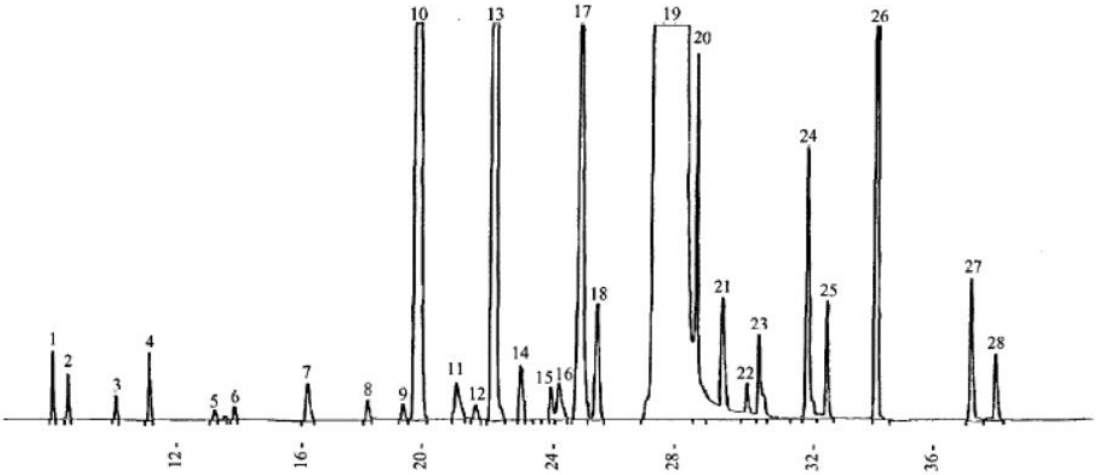
$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i}(100 - w_{水})$$

$A_i$——被测组分 i 的峰面积；

$w_{水}$——测得的水的质量分数的数值；

$\sum A_i$——各组分的校正面积之和。

典型工业用环己醇色谱图见下图。




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

## 4.4 相关团体和企业标准要求

**一、团体标准**

目前，**暂无相关团体标准对环己酮联产物轻组分（轻质油）和重组分（X 油）进行规定。**但对轻质油、重组分中环氧环己烷、正戊醇有相关的标准。2020 年 12 月，中国石油和化学工业联合会对《工业用正戊醇》和《工业用环氧环己烷》进行了意见征求工作。其相关征求稿如下。

（1）工业用环氧环己烷

本标准规定了工业用环氧环己烷的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存、复验期。本标准适用于环己烯催化氧化法和环己烷氧化废液再利用提纯生产的工业用环氧环己烷。具体技术规定如下：

| 项目 | 指标 | |
|---|---|---|
| | 优等品 | 合格品 |
| 外观 | 无色透明液体，无机杂 | |
| 乙醇不溶物 | 清澈透明，无不溶物 | |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 环氧环己烷含量（质量分数）/% | ≥ | 99.4 | 99.0 |
| 色度（铂钴色号）/Hazen 单位 | ≤ | 30 | 30 |
| 氯含量（质量分数）/% | ≤ | 0.0015 | — |
| 硫含量（质量分数）/% | ≤ | 0.0001 | — |
| 酸值（以 KOH 计）/mgKOH/g | ≤ | 0.5 | 0.5 |
| 水分（质量分数）/% | ≤ | 0.2 | 0.2 |

（2）工业用正戊醇

本标准规定了工业用正戊醇的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存、复验期。本标准适用于环己烷氧化废液回收生产的工业用正戊醇。具体技术规定如下：

| 项目 | | 指标 | |
|---|---|---|---|
| | | 合成级 | 溶剂级 |
| 外观 | | 无色透明液体，无机杂 | |
| 正戊醇含量（质量分数）/% | ≥ | 99.0 | 60.0～65.0 |
| 2-甲基丁醇含量（质量分数）/% | | ≤0.2 | 35.0～40.0 |
| 3-甲基丁醇含量（质量分数）/% | ≤ | 0.01 | 0.1 |
| 色度（铂钴色号）/Hazen 单位 | ≤ | 15 | 15 |
| 游离酸（以乙酸计）（质量分数）/% | ≤ | 1.0 | 1.0 |
| 水分（质量分数）/% | ≤ | 0.2 | 0.2 |

## 二、企业标准

### （一）轻质油

经查询，相关轻质油的企业标准如下表所示。

| 序号 | 企业名称 | 标准名称 | 发布时间 | 状态 | 详细 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | **福建天辰耀隆新材料有限公司** | **Q/tcc2016002-2016《轻质油》** | 2016/1/13 8:17 | 现行有效 | 详细 |
| 2 | **济宁中银电化有限公司** | **Q/0830ZYC002-2017《轻质油》** | 2017/9/4 13:49 | 现行有效 | 详细 |
| 3 | **江苏海力化工有限公司** | **Q/JSHL 001-2018《轻质油》** | 2018/8/2 15:21 | 现行有效 | 详细 |
| 4 | **浙江巴陵恒逸己内酰胺有限责任公司** | **Q/BLHY 003-2018《轻质油》** | 2018/10/30 13:58 | 现行有效 | 详细 |
| 5 | **福建省东鑫石油化工有限公司** | **Q/TCC2017001《轻质油》** | 2017/9/20 12:07 | 现行有效 | 详细 |
| 6 | 山东开元润丰环保科技有限公司 | Q/371626 KYRF002-2017《轻质油》 | 2017/11/14 13:51 | 现行有效 | 详细 |
| 7 | 山东华鲁恒升化工股份有限公司 | Q/371402HHS 008-2019《轻质油》 | 2019/1/21 17:09 | 现行有效 | 详细 |
| 8 | 菏泽鑫丰德化工股份有限公司 | Q/371700XFD002-2019《轻质油》 | 2019/3/12 16:28 | 现行有效 | 详细 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 9 | **山东海力化工股份有限公司** | **Q/0321 SHL 006-2019《轻质油》** | 2019/3/9 9:01 | 现行有效 | 详细 |
| 10 | **阳煤集团太原化工新材料有限公司** | **Q/YMXCL-03-III-04(08)-2020《轻质油》** | 2020/1/7 14:55 | 现行有效 | 详细 |
| 11 | 山东东方华龙工贸集团有限公司 | Q/0523SHL020-2020《轻质油》 | 2020/7/3 11:33 | 现行有效 | 详细 |

与本标准相关的主要有 7 项，具体如下所述。

（1）轻质油（Q/BLHY 003-2018）

浙江巴陵恒逸己内酰胺有限责任公司企业标准制定了《轻质油》企业标准，规定了轻质油的技术要求、试验方法、检验规则、标志、运输、贮存及安全等。**适用于环己烷氧化生产的轻质油**，具体技术要求如下表所示。

| 序号 | 项目 | 指标 |
|---|---|---|
| 1 | 外观 | 透明液体，无可见杂质 |
| 2 | 水分，ω%≤ | 2.0 |
| 3 | 轻组分，ω%≥ | 75.0 |
| 4 | 环己醇，ω%≤ | 5.0 |
| 5 | 环己酮，ω%≤ | 18.0 |

（2）轻质油（Q/TCC-2016002）

福建天辰耀隆新材料有限公司企业标准《轻质油》，规定了工业用轻质油的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于水合法生产环己酮工艺的副产品轻质油**。具体技术指标如下表所示。

| 项目 | 合格品指标 |
|---|---|
| 环己烷，ωt%≥ | 15 |
| 轻组分，ωt%≥ | 60 |
| 总有机组分，ωt%≥ | 99 |
| 水分，ω%≤ | 0.5 |

另外，标准对各组分含量的测定，采用参考**《工业用环己烷》（SH/T1673-1999）**的规定进行。

（3）轻质油（Q/0830ZYC002-2017）

济宁中银点化有限公司企业标准《轻质油》，规定了轻质油的技术要求、含量范围、试验方法等内容，**适用于中银电化生产的轻质油**，具体要求如下：

| 项目 | 合格品技术指标 |
|---|---|
| 外观 | 无色或微黄色透明液体 |
| 水分 | 无明显可见水 |
| 环氧环己烷，ωt% | 10～16 |
| 正戊烷，ωt% | 16～24 |

| | |
|---|---|
| 环己酮，ωt% | 10～40 |
| 轻组分，ωt% | 20～64 |

（4）轻质油（Q/JSHL 001-2018）

江苏海力化工有限公司企业标准《轻质油》，规定了轻质油的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输、贮存及安全，**适用于己内酰胺生产过程中粗笨提炼精苯时产生的副产品轻质油**。具体指标如下。

| 项目 | 指标 |
|---|---|
| 外观 | 无色 |
| 环己烷，%≤ | 3.3 |
| 环乙烯，%≤ | 3.3 |
| 环己醇，%≤ | 3.3 |

（5）轻质油（Q/TCC-2017001）

福建省东鑫石油化工有限公司企业标准《轻质油》，规定了工业用轻质油的要求，试验方法，检测规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于氧化法生产环己酮工艺的副产品轻质油。**具体指标如下。

| 项目 | | 指标 | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 环己酮 | ωt%≥ | 9 | 12 | 15 |
| 其他轻组分 | ωt%≤ | 90 | 88 | 85 |
| 其他重组分 | ωt%≤ | 0.2 | 0.5 | 1 |
| 色度（铂-钴色号） | ≤ | 15 | 20 | 20 |
| 水的质量分数（%） | ω t%≤ | 0.1 | 1 | 3 |

另外，对有机组分含量的测定，参考《工业用环己酮》（GB/T 10669-2001）的规定进行。

（6）轻质油（Q/0321SHL 006-2019）

山东海力化工有限公司企业标准《轻质油》，规定了轻质油的技术要求，取样，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存等要求，**适用于环己酮生产过程中产生含有环己烷、环己醇、环己酮等的混合液体，主要用途：燃料、分离提纯。**具体指标如下。

| 项目 | 指标 |
|---|---|
| 外观 | 无色或淡黄色透明液体，无悬浮物和机械杂质 |
| 环己酮的质量分数，%≤ | 15 |
| 水的质量分数，%≤ | 10 |
| 环己醇的质量分数，%≤ | 60 |
| 环己烷的质量分数，%≤ | 15 |

（7）轻质油（Q/YMXCL-03-III-04(08)-2020）

阳煤集团太原化工新材料有限公司企业标准《轻质油》，规定了轻质油的要求，试验方法，检测规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于环己酮生产过程中环己醇脱氢是产生的副产品轻质油。**具体指标如下。

| 项目 | 指标 |
|---|---|
| 外观 | 无色透明液体，无可见杂质，有强烈的刺激性气味 |
| 环己酮的质量分数，%≤ | 80.0 |
| 水分 | 无目测水 |

（8）清（轻）质油（Q/MHY 002-2017）

洪业化工集团股份有限公司企业标准《清（轻）质油》，规定了清（轻）质油产品的技术要求，试验方法，检测规则和包装、运输、贮存、安全等。**适用于以环己烷无催化氧化生产环己酮过程中分离出的副产清（轻）质油产品，该产品是以混合物的形式存在，主要成分有正戊醇、环氧环己烷、环己酮、环己烷、丁醇、环戊醇、异戊醇、戊醛、己醛、己酮、环己醇、甲基环戊醇、异丁醇、环己烯、环戊酮等，主要用于燃料、调和漆，生产环氧环己烷、正戊醇及 醋酸正戊酯等。**具体指标如下。

| 项目 | | 指标 | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 外观 | | 无色透明、无机械杂质 | | |
| 清（轻）质油 | ωt%≥ | 90 | 85 | 80 |
| 环己酮 | ωt%≤ | 7 | 11 | 15 |
| 环己烷 | ωt%≤ | 3 | 4 | 5 |

**（二）轻组分**

经查询，相关轻组分的企业标准如下表所示。

| 序号 | 企业名称 | 标准名称 | 发布时间 | 状态 | 详细 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 乐陵力维化学品有限责任公司 | Q/371481LW001-2015《轻组分》 | 2016/5/20 8:22 | 现行有效 | 详细 |
| 2 | 临沂福德精细化工有限公司 | Q/1323YFD005-2016《轻组分》 | 2016/9/12 16:18 | 现行有效 | 详细 |
| 3 | 山东兆邦精细化工有限公司 | Q/371728ZGH 002-2017《轻组分》 | 2017/3/20 14:48 | 现行有效 | 详细 |
| 5 | 山东宝运艾科化工有限公司 | Q/370399G00008-2017《轻组分》 | 2017/12/6 10:42 | 现行有效 | 详细 |
| 6 | 东营市俊源石油技术开发有限公司 | Q/370523SJY 021-2019《轻组分》 | 2019/5/27 10:29 | 现行有效 | 详细 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 7 | 北京极易化工有限公司 | Q/FSJYH 0010-2019《轻组分》 | 2019/10/29 11:01 | 现行有效 | 详细 |
| 8 | 朗盛(溧阳)多元醇有限公司 | Q/320481 LSE002-2019《轻组分》 | 2019/12/17 12:48 | 现行有效 | 详细 |
| 9 | 淄博远达化工有限公司 | Q/0305 ZYD 005-2020《轻组分》 | 2020/11/30 16:43 | 现行有效 | 详细 |
| 12 | 德源(中国)高科有限公司 | Q//320682NKF13-2018《脂肪醇轻组分》 | 2018/5/29 17:50 | 现行有效 | 详细 |
| 13 | 辽宁北化鲁华化工有限公司 | Q/LBL 0008-2018《轻烃组分》 | 2018/9/17 17:07 | 现行有效 | 详细 |
| 14 | 河南龙宇煤化工有限公司 | Q/LYMHG001-2018《轻组分醇》 | 2018/2/25 11:14 | 现行有效 | 详细 |

**经详细查询相关企业标准适用范围，发现上述轻组分与本标准所示的轻组分无相关性，故不再叙述相关标准技术指标。**

**（三）其他**

其他相关的标准如下.

（1）Y 油（Q/130163FFXCL 003-2020）

丰梵新材料有限公司企业标准《Y 油》，规定了 Y 油的要求，试验方法，检测规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于水合法生产环己酮工艺的副产品 Y 油。**是水合法生产环己酮的副产物，可用于醇酮分离提纯深加工、清洁燃料及溶剂等方面，具体指标如下。

| 项目 | 指标 |
|---|---|
| 外观 | 透明液体，有刺激性气味 |
| 轻组分的质量分数，%≤ | 50 |
| 环己醇的质量分数，%≤ | 30 |
| 环己酮的质量分数，%≤ | 30 |
| 水份 | 目视无游离水 |

（2）溶剂环己烷（Q/130163FFXCL 002-2020）

丰梵新材料有限公司企业标准《溶剂环己烷》，规定了溶剂环己烷的要求，试验方法，检测规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于水合法生产环己酮工艺的副产品溶剂环己烷。**是水合法生产环己酮的副产物，可用于醇酮分离提纯深加工及溶剂等方面，具体指标如下。

| 项目 | 指标 |
|---|---|
| 外观 | 无色透明液体 |
| 环己烷+甲基环戊烷的质量分数，%≥ | 90 |
| 正己烷的质量分数，%≤ | 10 |

**（三）X 油**

经查询，相关 X 油的企业标准如下表所示。

| 序号 | 企业名称 | 标准名称 | 发布时间 | 状态 | 详细 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | **福建天辰耀隆新材料有限公司** | Q/tcc2016001-2016《x 油》 | 2016/1/12 16:47 | 现行有效 | 详细 |
| 2 | **江苏海力化工有限公司** | Q/JSHL 002-2018《X 油》 | 2018/8/2 15:26 | 现行有效 | 详细 |
| 3 | **浙江巴陵恒逸己内酰胺有限责任公司** | Q/BLHY 002-2018《X 油》 | 2018/10/30 13:56 | 现行有效 | 详细 |
| 4 | **福建省东鑫石油化工有限公司** | Q/TCC2017002《X 油》 | 2017/9/20 12:24 | 现行有效 | 详细 |
| 5 | **丰梵新材料有限公司** | Q/130163FFXCL 001-2020《X-油》 | 2020/4/8 10:09 | 现行有效 | 详细 |
| 6 | **洪业化工集团股份有限公司** | Q/MHY001-2017《X 油（重质油）》 | 2017/5/16 16:59 | 现行有效 | 详细 |
| 7 | **巨化集团有限公司** | Q/JHGS 199-2018《环己醇精馏过程重组分（x 油）》 | 2018/8/13 8:20 | 现行有效 | 详细 |

与本标准相关的主要有 7 项，具体如下所述。

（1）X 油（Q/BLHY 002-2018）

浙江巴陵恒逸己内酰胺有限责任公司企业标准制定了《X 油》企业标准，规定了 X 油的技术要求、试验方法、检验规则、标志、运输、贮存及安全等**。适用于环己烷氧化生产的 X 油**，具体技术要求如下表所示。

| 序号 | 项目 | 指标 |
|---|---|---|
| 1 | 外观 | 黑褐色粘稠状液体 |
| 2 | 水分，ω%≤ | 0.5 |
| 3 | 环己醇，ω%≤ | 8.0 |
| 4 | 环己酮，ω%≤ | 1.0 |

（2）X 油（Q/TCC-2016001）

福建天辰耀隆新材料有限公司企业标准《X 油》，规定了 X 油的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于水合法生产环己酮工艺的副产品轻质油**。是环己醇及环己酮在高温下的聚合产物，可用于醇酮深加工及清洁燃料等方面。具体技术指标如下表所示。

| 项目 | 合格品指标 |
|---|---|
| 环己醇，ωt%≤ | 5 |
| 环己酮，ωt%≤ | 3 |
| 重组分，ωt%≥ | 90 |

| | |
|---|---|
| 水分，ω%≤ | 0.5 |
| 热值，KJ/Kg | ～33500 |

另外，标准对各组分含量的测定，采用参考**《工业用环己酮》（GB/T10669-2001）**的规定进行。

（3）X 油（Q/JSHL 002-2018）

江苏海力化工有限公司企业标准《X 油》，规定了 X 油的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输、贮存及安全，**适用于己内酰胺生产过程中粗笨提炼精苯时产生的副产品 X 油**。具体指标如下。

| 项目 | 指标 |
|---|---|
| 外观 | 黑色 |
| 环己醇，%≤ | 22.5 |
| 环己酮，%≤ | 22.5 |

（4）X 油（Q/TCC-2017002）

福建省东鑫石油化工有限公司企业标准《X 油》，规定了 X 油（或称重质油）的要求，试验方法，检测规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于氧化法生产环己酮工艺的副产品 X 油（或称重质油）。**具体指标如下。

| 项目 | | 指标 | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 环己酮 | ωt%≤ | 9 | 12 | 14 |
| 其他轻组分 | ωt%≤ | 0.2 | 0.5 | 1 |
| 其他重组分 | ωt%≤ | 90 | 88 | 85 |
| 色度（铂-钴色号） | ≤ | 15 | 20 | 20 |
| 水的质量分数（%） | ωt%≤ | 3 | 6 | 10 |

另外，对有机组分含量的测定，参考《工业用环己醇》（HG/T 4121-2009）的规定进行。

（5）X-油（Q/130163FFXCL 001-2020）

丰梵新材料有限公司企业标准《X-油》，规定了 X 油的要求，试验方法，检测规则、标志、包装、贮存和安全。**适用于水合法生产环己酮工艺的副产品 X 油。**是环己醇及环己酮在高温下的聚合产物，可用于醇酮深加工及清洁燃料等方面，具体指标如下。

| 项目 | 指标 |
|---|---|
| 外观 | 褐色粘稠液体，有刺激性气味 |
| 水分的质量分数，%≤ | 1 |
| 环己醇的质量分数，%≤ | 30 |
| 环己酮的质量分数，%≤ | 20 |

（6）X 油（重质油）（Q/MHY 001-2017）

洪业化工集团股份有限公司企业标准《X 油（重质油）》，规定了工业用 X 油的要求，试验方法，检测规则、标志、包装、贮存、安全等。**适用于以环己烷无催化氧化生产环己酮过程中分离出的副产品 X 油产品，该产品是以混合物的形式存在，主要成分有环己烯基环己酮、环己基叉环己酮、环己基环己酮、二环己烯基环己酮、环己醇、双环己基、环己基醚、丁基环己基醚、2,2 过氧化 1-1 二环己烷、苯酚、环己二醇、己二酸二环己酯、羧基酸缩合物等，有用于中间体的，也可作为燃料使用，还可用作气泡剂的原料。**具体指标如下。

| 项目 | | 指标 | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 外观 | | 黑色粘稠液体 | | |
| X 油 | ωt%≥ | 95 | 93 | 90 |
| 环己醇 | ωt%≤ | 5 | 7 | 10 |

（7）环己醇精馏过程重组分（X 油）（Q/JHGS 199-2018）

巨化集团有限公司企业标准《环己醇精馏过程重组分（X 油）》，规定了环己醇精馏过程重组分（X 油）的要求，试验方法，检验规则、标志、包装、运输、贮存及安全。**适用于环己醇精馏过程中产生的重组分（X 油）**。具体指标如下：

| 项目 | 质量指标 | 试验方法 |
|---|---|---|
| 外观 | 棕黑色液体 | 目测 |
| 高位发热量（MJ/Kg）≥ | 10.0 | GB/T 213 |

**（四）重质油（重油）**

| 序号 | 企业名称 | 标准名称 | 发布时间 | 状态 | 详细 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 济宁长胜新能源科技有限公司 | Q/CSBZ05-2017《重苯重质油》 | 2017/9/13 14:35 | 现行有效 | 详细 |
| 2 | 泰州东联化工有限公司 | Q/321202DLH 002-2015《重质油（油浆）》 | 2015/11/9 16:30 | 现行有效 | 详细 |
| 3 | 中海油气(泰州)石化有限公司 | Q/321200EZY040-2016《重质油（油浆）》 | 2016/9/30 13:58 | 现行有效 | 详细 |
| 4 | 鞍钢股份有限公司 | Q/ASB 163-2016《重质洗油》 | 2017/3/17 11:34 | 现行有效 | 详细 |
| 5 | 山东奥尔通化工有限公司 | Q/371425HAT003-2018《重质油》 | 2018/7/6 9:32 | 现行有效 | 详细 |
| 6 | 山东奥尔通化工有限公司 | Q/371425 HAT003—2018-2018《重质油》 | 2018/8/29 8:30 | 现行有效 | 详细 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 7 | 茂名石化巴斯夫有限公司 | Q/MM BMC 005-2018《含氧油（重质）》 | 2018/11/30 12:22 | 现行有效 | 详细 |
| 8 | 邹城市齐发化工有限公司 | Q/0883ZQF 004-2018《重质洗油》 | 2018/11/19 11:44 | 现行有效 | 详细 |
| 9 | 海南富山油气化工有限公司 | Q/HNZH 1-2019《重质油》 | 2019/5/11 12:03 | 现行有效 | 详细 |

**经详细查询相关企业标准适用范围，发现上述重质油与本标准所示的 X 油无相关性，故不再叙述相关标准技术指标。**

**（五）小结**

由上述企业标准可知，目前对轻质油、X 油的具体组成成分未明确，**以综合形式来表征**。为此，本团体标准在制定过程中应对轻质油、X 油中可利用的成分进行明确，以便于以轻质油、X 油为原料企业对原辅材料有个质量的把关。另外，对水分的管控要求是共同的，对于有机产品来讲，水分作为杂质，在使用、利用过程中应该进行有效的管控。此外，对于环己醇、环己酮等含量管控，对于生产方来讲，是需要的成分，应该对所需的成分进行了个质量的把控，减少主产品的损失。

## 五、标准编制原则、主要内容及确定依据

### 5.1 编制原则

**与实际管理相契合。**本团体标准的起草是基于现有生产实际情况，在提取环己酮的过程中会有轻组分（先蒸馏出来部分）和重组分（蒸馏过程中剩下部分），为此，按照系列标准进行编制，分成 2 个部分。

**与相关管理要求相符合。**本团体标准的起草应符合相关法律法规要求，不突破现有法律法规，同时也要满足相关国家、行业的产品质量标准要求。

**强化产品质量管控规程。**从标准的角度进一步强化产品质量的要求，确保供给双方均能满足标准规定的要求，同时对检测方法进行统一认定，确保标准相关指标可检测。

### 5.2 主要内容

两项标准都包括范围，规范性引用文件，术语和定义，要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存，安全以及附录 A～D 等部分组成。具体相关内容如下。

**（一）资源综合利用产品　制 Cn 产品用轻质油（轻组分）**

**（1）适用范围**

本文件适用于环己酮生产过程中联产产品的资源化利用。

**（2）术语和定义**

轻组分：在环己酮生产过程中，经规定的色谱柱分离，出峰时间在环己酮之前的混合物。也称为轻质油。

**（3）要求**

**外观：**透明液体，无可见杂质。

**技术要求：**

| 序号 | 项目 | 要求 |
|---|---|---|
| 1 | pH值 | 4 ~ 10 |
| 2 | 水分的质量分数 | ≤1% |
| 3 | 主成分（环己烷、甲基环戊烷、环氧环己烷、正戊醇、环己酮质量分数之和）的质量分数 | ≥75% |
| 4 | 环己酮的质量分数 | ≤18% |

**（4）试验方法**

**pH 值的测定：**按照 GB 6920 规定方法测定。

**外观：**将试样注入清洁、干燥的 100 mL 具塞比色管中目测。

**水分的测定：**按照附录 A 的方法测定。

**主成分的测定：**按照 GB/T 9722 规定的方法确定，具体方法见附录 B。

**环己酮的测定：**按照附录 B 的方法测定。

**（5）检验规则**

①本文件规定所有项目均为型式检验项目，且所有项目均为出厂检验项目。在正常情况下，每个月至少进行一次出厂检验。

②所有出厂的产品均应符合本文件要求，并按本文件规定的方法进行检验。

③使用单位有权按照本文件的规定对所收到的制 Cn 产品用轻质油(轻组分)进行验收。

④以同等质量的均匀产品为一批。

⑤按 GB/T 6678 及 GB/T 6680 的规定进行采样。每批采样量不得少于 1 L，分装于两个干燥、清洁、磨口的玻璃瓶中，贴上标签并注明：产品名称、批号、取样日期。一瓶用于检验部门的检验，另一瓶封好在 4 ℃以下保存待查，保存期

为两个月。

⑥检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法的规定执行。检验结果中任何一项指标不符合本文件要求时，应重新多点采样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本文件要求，则该批产品应判为不合格。

⑦当生产工艺发生较大变化时，应进行型式检验。

**（6）标志、包装、运输和贮存**

①采用管道输送，并对管道进行保温绝热。

②管道上应有明显标识，包括但不限于：生产厂名、厂址、产品名称、输送量、本文件编号等标志。

③应储存在干燥洁净的容器（如车罐、船罐、镀锌钢桶或钢桶）中，封口必须严密。贮存容器上应有清晰的符合 GB 190 中规定的“易燃液体”标志。

④在装卸及运输过程中，应轻拿轻放，防止猛烈撞击，防止日晒雨淋。

**（7）安全**

①轻质油为易燃物、遇高热、明火及强氧化剂易引起燃烧。

②轻质油为低毒类有机物，其蒸气能刺激人眼、皮肤和呼吸系统。

③轻质油的操作区应有通风设备，在高浓度蒸汽的区域操作时，应配用合适的防毒面具或氧气呼吸器。

④泄漏时，应用沙、泥土或其他惰性物质撒盖，然后用不产生火星的材料制成的工具收拾，再用清水清洗泄漏区。燃烧时，可使用泡沫灭火器、干粉灭火器或二氧化碳灭火器等灭火。

⑤输送时，所有设备及管道必须接地，以免产生静电。

**（二）资源综合利用产品　制聚酮类产品用 X 油（重组分）**

**（1）适用范围**

本文件适用于环己酮生产过程中联产产品的资源化利用。

**（2）术语和定义**

重组分（重质油）：在环己酮生产过程中，经规定的色谱柱分离，出峰时间在环己酮之后的混合物。也称为 X 油。

**（3）要求**

**外观：**无块状或絮状物。

**技术要求：**

| 序号 | 项目 | 要求 |
| --- | --- | --- |
| 1 | 水分的质量分数 | ≤1% |
| 2 | 主成分（环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮质量分数之和）质量分数 | ⩾20% |
| 3 | 密度（20℃） | 0.85 g/mL ~ 1.03 g/mL |
| 4 | 运动粘度（50℃） | ≤100 $mm^2/s$ |

**（4）试验方法**

**外观：**目测法。

**水分的测定：**按照附录 A 的方法测定。

**密度：**按照 GB/T 1884 规定的方法测定。

**运动粘度：**按照 GB 265 规定的方法测定。

**主成分的测定：**按照 GB/T 9722 规定的方法确定，具体方法见附录 C。

**（5）检验规则**

①本文件规定所有项目均为型式检验项目，水分、主成分、外观为出厂检验项目。在正常情况下，每个月至少进行一次出厂检验。

②所有出厂的产品均应符合本文件要求，并按本文件规定的方法进行检验。

③使用单位有权按照本文件的规定对所收到的制聚酮类产品用 X 油（重组分）进行验收。

④以同等质量的均匀产品为一批。

⑤按 GB/T 6678 及 GB/T 6680 的规定进行采样。每批采样量不得少于 1 L，分装于两个干燥、清洁、磨口的玻璃瓶中，贴上标签并注明：产品名称、批号、取样日期。一瓶用于检验部门的检验，另一瓶封好在 4 ℃以下保存待查，保存期为两个月。

⑥检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法的规定执行。检验结果中任何一项指标不符合本文件要求时，应重新多点采样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本文件要求，则该批产品应判为不合格。

⑦当生产工艺发生较大变化时，应进行型式检验。

**（6）标志、包装、运输和贮存**

①采用管道输送，并对管道进行保温绝热。

②管道上应有明显标识，包括但不限于：生产厂名、厂址、产品名称、输送

量、本文件编号等标志。

③应储存在干燥洁净的容器（如车罐、船罐、镀锌钢桶或钢桶）中，封口必须严密。贮存容器上应有清晰的符合 GB 190 中规定的“易燃液体”标志。

④在装卸及运输过程中，应轻拿轻放，防止猛烈撞击，防止日晒雨淋。

**（7）安全**

①X 油为易燃物、遇高热、明火及强氧化剂易引起燃烧。

②X 油为低毒类有机物，其蒸气能刺激人眼、皮肤和呼吸系统。

③X 油的操作区应有通风设备，在高浓度蒸汽的区域操作时，应配用合适的防毒面具或氧气呼吸器。

④泄漏时，应用沙、泥土或其他惰性物质撒盖，然后用不产生火星的材料制成的工具收拾，再用清水清洗泄漏区。燃烧时，可使用泡沫灭火器、干粉灭火器或二氧化碳灭火器等灭火，用水无效。

⑤输送时，所有设备及管道必须接地，以免产生静电。

**（三）相关附录**

**（1）附录 A　水分的测定　卡尔费休试剂法**

**仪器：**自动水分分析仪。

**试剂：**卡尔费休试剂，测醛酮专用溶剂。

**测量方法：**

①预滴定

载入标定方法后，启动搅拌，按START键，进行测定水份含量前的预滴定，此过程是去除滴定杯中的湿气。预滴定2次。

②标定

待仪器预滴定完成后，启动搅拌，取10 μl的注射器，用水清洗注射器，内排外排各六次后，吸取4 μl水，马上进样。把针头插入滴定溶液中，进完样后按START键，在样品质量对话框输入水的质量。等待滴定结束，记录下卡尔费休试剂的滴定度。按上方法重复三次。求出滴定度的算术平均值，并输入水分仪。

③样品测量

载入测量方法后，待仪器预滴定完后，启动搅拌，准确称取0.2 g样品，精确至0.0001 g，马上进样，进完样后按START键，在样品质量对话框输入样品的质

量。等待滴定结束，记录下样品中水的质量百分比浓度。按上方法重复三次。求出样品中水含量的算术平均值为最终水分分析结果。

④结果计算

$$D = \frac{V \times F}{m \times 1000} \times 100\%$$

式中：

D：水分的质量分数，%；

V：样品测定时消耗的卡尔费休试剂体积，mL；

F：卡尔费休试剂的滴定度，mg/mL；

m：样品质量，g。

**（2）附录 B 主成分的测定**

**原理**：试样通过色谱柱，环己烷、甲基环戊烷、环氧环己烷、正戊醇、环己酮组分得以分离，用火焰离子化检测器检测，用校正面积归一法分别进行定量、计算后，再将环己烷、甲基环戊烷、环氧环己烷、正戊醇、环己酮的组分进行加和，即为主成分的质量分数。

**试剂和材料**：

——环己烷：色谱纯。

——甲基环戊烷：色谱纯。

——环氧环己烷：色谱纯。

——正戊醇：色谱纯。

——环己酮：分析纯。

——色谱柱：HP-INNOWAX毛细管色谱柱，0.32 mm×0.5 μm×30 m。

——氮气：纯度不小于99.99%。

——氢气：纯度不小于99.9%。

——空气：经净化处理。

**仪器**：

——气相色谱仪：安捷伦 7890或同级别的色谱仪。

——自动进样器：10 μL微量注射器，进样量1 μL。

——柱箱温度：初始温度60 ℃，保持8 min，升温至120 ℃，保持15 min，升温至190 ℃。

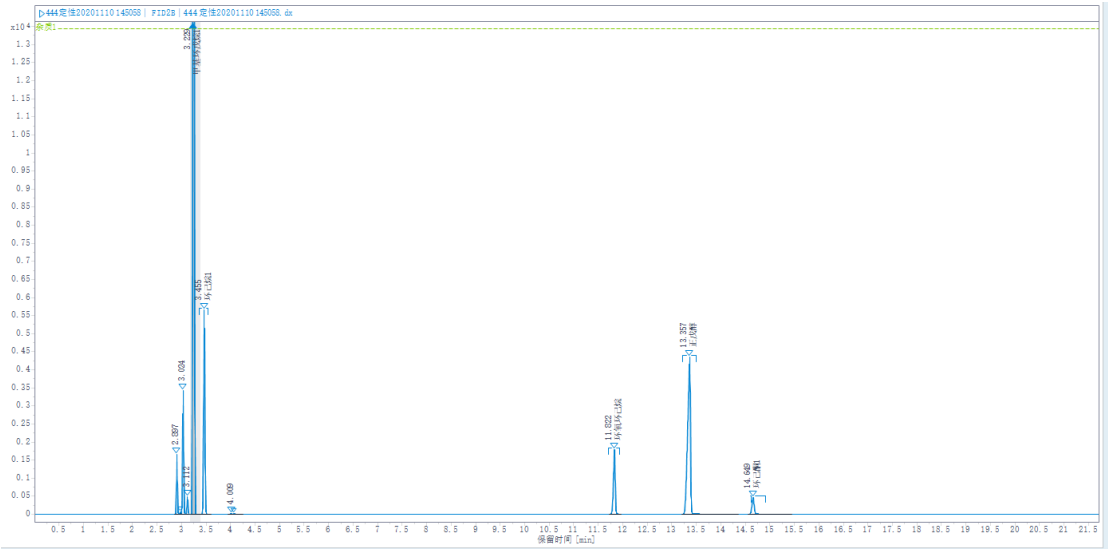
——汽化室温度：220 ℃。

——检测室温度：220 ℃。

**标样的制备**：准确称取一定量的环己烷、甲基环戊烷、环氧环己烷、正戊醇、环己酮标准物质配制成标样，它们的含量与被测样中的组分含量相近似。配好的标样装于安瓿瓶内备用。

**分析步骤**：按照色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器进行5次平行进样后，记录环己烷、甲基环戊烷、环氧环己烷、正戊醇、环己酮峰的面积，以环己烯为1，分别计算出各组分的相对校准因子fi，其余杂质组分的相对校准因子按1计算。

按照色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器进试样，测量环己烷、甲基环戊烷、环氧环己烷、正戊醇、环己酮峰面积，按带校准因子的面积归一化法进行计算。




**典型主成分测定的色谱图**

**结果计算**：

——各组分的质量分数按下式计算。

$$C_i = \frac{f_i \times A_i}{\sum f_n A_i} \times 100\%$$

式中：

$c_i$：仪器测定出样品$i$组分的质量百分含量，%;

$A_i$：标样中$i$组份的峰面积，$cm^2$;

$f_i$：样品中$i$组份的相对校准因子;

$\sum A_n f_n$：各组份峰面积与相对校准因子乘积之总和。

——轻质油主成分的质量分数按下式计算。

$$X_{轻质油} = X_{环己烷} + X_{甲基环戊烷} + X_{环氧环己烷} + X_{正戊醇} + X_{环己酮}$$

式中：

$X_{轻质油}$：样品中轻质油主成分的质量分数，%;

$X_{环己烷}$：样品中环己烷的质量分数，%;

$X_{甲基环戊烷}$：样品中甲基环戊烷的质量分数，%;

$X_{环氧环己烷}$：样品中甲基环戊烷的质量分数，%;

$X_{正戊醇}$：样品中甲基环戊烷的质量分数，%;

$X_{环己酮}$：样品中环己烷的质量分数，%。

**精密度：**

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

两次平行测定结果之差不得大于0.1%。

**（3）附录 C　环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮的测定**

**原理：**试样通过色谱柱，环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮组分得以分离，用火焰离子化检测器检测，用校正面积归一法分别进行定量、计算后，再将环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮的组分进行加和。

**试剂和材料：**

——环己醇：色谱纯。

——环己烯：色谱纯。

——二聚环己酮：色谱纯。

——四聚环己酮：色谱纯。

——环己烷：分析纯。

——色谱柱：HP-INNOWAX 毛细管色谱柱，0.32 mm×0..5 μm×30 m。

——氮气：纯度不小于 99.99%。

——氢气：纯度不小于 99.9%。

——空气：经净化处理。

**仪器：**

——气相色谱仪：气相色谱仪，如安捷伦 7890。

——自动进样器：10 μL 微量注射器。

——进样量：1 μL。

——柱箱温度：初始柱箱温度 60 ℃，保持 8 min，逐步升温至 120℃，保持 15 min，再升温至 190 ℃。

——汽化室温度：220 ℃。

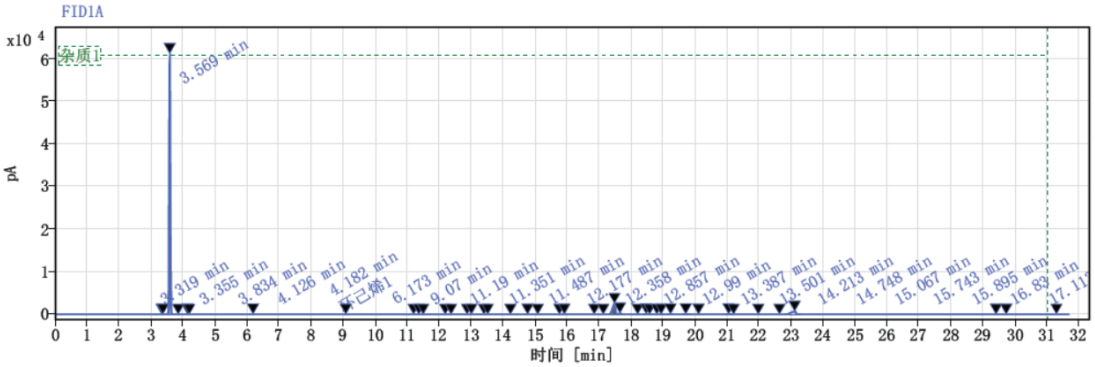
——检测室温度：220 ℃。

**标样的制备：**

准确称取一定量的环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮标准物质配制成标样，它们的含量与被测样中的组分含量相近似。配好的标样装于安瓿瓶内备用。

**分析步骤：**

按照色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器进行 5 次平行进样后，记录环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮峰的面积，以环己烯为 1，分别计算出各组分的相对校准因子 $f_i$，其余杂质组分的相对校准因子按 1 计算。典型的测定环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮的色谱图见下图。




**典型主成分测定的色谱图**

用洁净干燥的具塞三角瓶称取 1 g 左右样品，准确至 0.002 g,准确加入 5 g 环己烷,记下质量，摇匀后备用。

按照色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器进配制好的试样，测量环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮峰面积，按带校准因子的面积归一化法进行计算。

**结果计算**

仪器测定中环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮质量分数 Ci（%）按

下式计算。

$$C_i = \frac{f_i \times A_i}{\sum（f_n \times A_n）} \times 100\%$$

式中：

$c_i$：仪器测定出样品$i$组分的质量百分含量，%;

$A_i$：样品中i组份的峰面积，$cm^2$;

$f_i$：样品中$i$组份的相对校准因子，无量纲;

$\sum（A_n \times f_n）$：各组份峰面积与相对校准因子乘积之总和。

环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮的质量分数计算按下式计算：

$$X_i = \frac{m_{样}}{m_{样} + m_{正己烷}} \times C_i$$

式中：

$X_i$：样品中$i$组分的质量百分数，%;

$m_{样}$：样品质量，g;

$m_{正己烷}$：正己烷质量，g。

环己烯、环己醇、二聚环己酮、四聚环己酮的质量分数之和按下式计算：

$$X_{重组分} = X_{环己醇} + X_{环己烯} + X_{二聚环己酮} + X_{四聚环己酮}$$

式中：

$X_{重组分}$：样品中主成分质量分数，%;

$X_{环己烯}$：样品中环己烯的质量分数，%;

$X_{环己醇}$：样品中环己醇的质量分数，%;

$X_{二聚环己酮}$：样品中二聚环己酮的质量分数，%;

$X_{四聚环己酮}$：样品中四聚环己酮的质量分数，%。

**精密度：**

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

两次平行测定结果之差不得大于0.1%。

## 5.3 自行检测情况

按照上述规定的分析方法，企业开展自行检测，检测数据如下。

轻质油情况：

| 轻质油指标 | 自行检测结果 | 标准要求 | 判断 |
|---|---|---|---|
| 水分 | 0.02% | ≤1% | **符合** |

| | | | |
|---|---|---|---|
| 环己烷+甲基环戊烷+环氧环己烷+正戊醇+环己酮 | 81.2% | ≥75% | 符合 |

重质油情况：

| 重质油指标 | 自行检测结果 | 标准要求 | 判断 |
|---|---|---|---|
| 外观 | 无块状或絮状物 | 无块状或絮状物 | 符合 |
| 水分 | 0.43% | ≤1% | 符合 |
| 环己烯+环己醇+二聚环己酮+四聚环己酮 | 50.1% | ≥20% | 符合 |

## 六、标准先进性体现

本标准的先进性主要体现在以下几方面：

（1）明确了轻质油、X 油中可利用组分物质和质量占比。

相较相关企业标准，本团体标准更为明确了的规定了轻质油、X 油中可资源化利用成分及质量占比。可为其他企业提供相关参考与借鉴。

（2）强化了检测分析方法。

本团体标准配套了相关检测方法，便于企业能一次性检测出相关结果。

## 七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

### 7.1 目前已有的标准情况

目前，国家层面无相关标准。涉及到部分成分已有相关质量标准，如工业用环己烷（SH/T 1673-1999）、工业用环己烯（HG/T 4002-2008）、工业用环己醇（HG/T 4121-2009）等。

### 7.2 与相关法律、法规、规章、强制性标准相冲突情况

无冲突情况。

### 7.3 规范性引用文件情况

引用了以下规范性文件：

GB 190　危险货物包装标志

GB 265　石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法

GB/T 601　化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603　化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1884　原油和液体石油产品密度实验室测定法（密度计法）

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 6682　分析实验室用水规格和试验方法

GB 6920　水质　pH 值的测定　玻璃电极法

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 10669　工业用环己酮

## 八、社会效益

本团体标准的制定，将带动国内相关同类型行业向更高标准靠拢。目前国内外无相关团体标准，本标准的实施较为看好。因此，本团体标准一旦发布实施，将为我省，甚至全国的环己酮生产企业的联产产品，提供一个很好的技术依据和规范，对提高整体制造水平具有重大的作用。另外，标准化的过程是一个动态过程，制定本标准后，可从执行中发现问题，解决问题，不断修改更新，对建立整个行业的标准化体系将起到示范和引领作用。

## 九、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。

## 十、废止现行相关标准的建议

无需废止现行相关标准。

## 十一、提出标准强制实施或推荐实施的建议和理由

本标准为浙江省生态与环境修复技术协会团体标准。

## 十二、贯彻标准的要求和措施建议

本标准将在全国团体标准信息平台（http://www.ttbz.org.cn/）上自我声明采用本标准，其他采用本标准的单位也应在信息平台上进行自我声明。

## 十三、其他应予说明的事项

无。

2020 年 12 月 15 日