



Q/HFHG

重庆华峰化工有限公司企业标准

Q/HFHG J003—2023

代替 Q/HFHG J003—2020

精己二酸

Pure adipic acid

2023-12-15 发布

2024-01-01 实施

重庆华峰化工有限公司 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Q/HFHG J003—2020《精己二酸》，与Q/HFHG J003—2020相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了范围，本文件适用于环己烷氧化法、环己烯水合法生产的精己二酸，删除了原表述（见第1章，2020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，2020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，2020年版的第3章）；
- e) 产品外观由技术要求列表移至要求（见5.1，2020年版的第3章）；
- f) 修改了产品的技术要求，改为一级技术要求，各项指标的技术要求均有适当调整（见5.2，2020年版的第3章）；
- g) 新增二级技术要求，总氮、透光率、杂酸的技术要求（见5.3）；
- h) 修改了产品技术要求关于精己二酸含量、水分的小数点保留，由小数点后保留2位数修改为小数点后保留3位数（见5.2，2020年版的第3章）；
- i) 新增了总氮、透光率、杂酸的检测方法（见6.10、6.11、6.12）；
- j) 修改了检验分类（见7.1，2020年版的5.1）；
- k) 修改了组批规则，删除了班组，增加了包号（见7.2，2020年版的5.2）；
- l) 修改了包装，增加了聚乙烯材质包装（见8.2，2020年版的6.2）；
- m) 将安全信息调整为资料性附录（见附录B，2020年版的第7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。

本文件由重庆华峰化工有限公司提出。

本文件由重庆华峰化工有限公司归口。

本文件起草单位：重庆华峰化工有限公司。

本文件主要起草人：陈恩之、苗迎彬、徐淑媛、谢毅、赵风轩、杨建新、欧竞、于彬、李超、徐令、王旭、王付彤、宁海龙、刘天宇、董成苓、段香龙、常凤、刘长江。



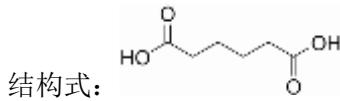
精己二酸

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

本文件规定了精己二酸的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以环己醇或醇酮（环己醇、环己酮混合物）经硝酸氧化生产的粗己二酸，再经活性炭脱色、重结晶、分离、干燥后制得的精己二酸。



分子式：C₆H₁₀O₄

相对分子质量：146.14（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/T 617	化学试剂 熔点范围测定通用方法
GB/T 3723	工业用化学品采样的安全通则
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 6679	固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 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
SH/T 1499.3	精己二酸氨溶液色度的测定 分光光度法
SH/T 1499.4	精己二酸灰分的测定
SH/T 1499.5	精己二酸中铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法
SH/T 1499.7	精己二酸硝酸含量的测定 分光光度法
SH/T 0657	液态石油烃中痕量氮的测定
Q/HFHG J015	精己二酸透光率的测定
Q/HFHG J016	精己二酸杂酸的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。



3.1 总氮 Total nitrogen

己二酸样品中含氮化合物的总称。

4 产品分类

本文件产品按精己二酸生产工艺分为特优品、优等品两个等级，其中优等品分类I型、II型。

5 技术要求

5.1 外观：白色结晶粉末。

5.2 精己二酸应符合表1的一级技术要求。

表1 精己二酸一级技术要求

项目	指标		
	特优品	优等品	
		I型	II型
己二酸, w/%	≥	99.820	99.820
水分, w/%	≤	0.180	0.180
灰分, mg/kg	≤	1.5	2.0
铁, mg/kg	≤	0.10	0.15
硝酸, mg/kg	≤	0.2	0.8
熔点/℃	≥	152.0	152.0
氨溶液色度/（铂-钴色号）	≤	1.5	2.0

5.3 精己二酸的二级技术要求。

表2 精己二酸二级技术要求^a

项目	指标
透光率, %	≥ 92.0
总氮, mg/kg	≤ 3.0
杂酸 ^b , mg/kg	≤ 30.0

^a二级技术要求不作为出厂检验指标，根据客户需求进行检测。

^b杂酸包括己酸、戊二酸、丁二酸之和。

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 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规定的三级水。



6.2 外观的测定

将10mg样品均匀地撒在一平面上，并衬以白色背景，在日光或日光灯下以肉眼观察。

6.3 精己二酸含量的测定

按本部分6.6、6.7和6.9的规定测定精己二酸中各杂质的质量含量，并按下式计算精己二酸的质量含量：

$$X = 100 - (X_1 + X_2 + X_3)$$

式中：

X——精己二酸的质量含量，%；

X₁——精己二酸中水的质量含量，%；

X₂——精己二酸中灰分的质量含量，%；

X₃——精己二酸中硝酸的质量含量，%；

6.4 水分的测定

按照 GB/T 6283 规定进行测定。

取两次重复测定结果的算术平均值为分析结果，精确至 0.001%，两次重复测定所得结果之差不应大于其平均值的 5%。

6.5 灰分的测定

6.5.1 原理

将试样熔融后点燃，使其燃烧到只剩下灰分和残留的碳，碳质残留物再在600±50℃马弗炉中灼烧成灰分，然后冷却并称重。

6.5.2 仪器

分析天平：十万分之一

马弗炉

酒精喷灯

铂皿：150ml

坩埚钳：带铂包头

6.5.3 试剂

硫酸氢钾

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 铂坩埚的清洗

将铂皿洗净，放入少量的硫酸氢钾，用酒精喷灯加热使之熔融并转动铂皿，让其均匀涂在内壁上，冷却后用水浸泡，冲洗，使沾在壁上的硫酸氢钾全部洗掉，此操作可反复进行至铂皿表面光亮。洗好的



铂皿放入 $600\pm50^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉内灼烧至恒重（连续两次称量差值不大于 0.05mg ）。

6.5.4.2 试样的测定

称取 200g （精确至 0.5g ）试样放入已恒重的坩埚内，置坩埚于泥三角上，用酒精喷灯从底部及四周加热至试样全部熔融，然后点燃，撤去加热器，让其自然燃烧至熄灭。将坩埚放入 $600\pm50^{\circ}\text{C}$ 马弗炉内灼烧 30 分钟后取出，置于干燥器中冷却 30 分钟后取出称量（精确至 0.01mg ）。为检查残留物是否已灼烧至恒重，应重复上述灼烧及称量的操作步骤，直至恒重（连续两次称量差值不大于 0.05mg ）。

6.5.5 分析结果

试样中灰分含量 ω (mg/kg) 按下式计算：

$$\omega = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 10^6$$

式中：

m_1 ——空皿质量， g

m_2 ——灰分和皿的质量， g

m ——试样质量， g

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果，应精确至 0.1mg/kg 。

在同一实验室由同一操作人员使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得两次独立测试结果的绝对差值应不大于 0.7mg/kg 。

6.6 铁含量的测定

按照SH/T 1499.5的规定进行测定。

6.7 硝酸含量的测定

6.7.1 原理

水杨酸钠在硫酸介质中与硝酸根进行硝化反应，生成的硝化物于碱性介质中呈黄色，用异尿素消除亚硝酸根的干扰，在 415nm 波长处测量其吸光度，根据工作曲线计算试样中硝酸的含量。

6.7.2 仪器

分光光度计

比色皿： 50mm

恒温水浴

分析天平：万分之一



6.7.3 试剂

氢氧化钠溶液：0.3g/mL

硫酸：1.84g/cm³

尿素溶液：0.2g/mL

水杨酸钠溶液：0.1g/mL

NO³⁻标准溶液

1mL 标准溶液中含有 0.1mg 的 NO³⁻, 按 GB/T 602 中 4.29 制备。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

向 7 个 50mL 容量瓶分别加入 0.00、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50mL 硝酸根离子标准溶液和 2.00、1.95、1.90、1.80、1.70、1.60、1.50mL 水, 使其总体积为 2.00mL。再向每个容量瓶中加入 0.50mL 异尿素溶液和 0.25mL 乙水杨酸钠溶液, 摆匀。将容量瓶放入 80 ± 2°C 水浴中加热 5 分钟, 并定期摇动。然后小心地向每个容量瓶中加入 3.5mL 硫酸, 摆匀。1 分钟后再依次加入 10~15mL 热水和缓慢加入 25mL 氢氧化钠溶液, 摆匀, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摆匀。

在波长 415nm 处, 以水为参比测量各溶液的吸光度。以硝酸根离子的质量 (μg) 为横坐标, 相应的净吸光度 (扣除试剂空白的吸光度) 为纵坐标绘制工作曲线。

6.7.4.2 试样测定

称取 2~3g (精确至 0.0002g) 试样, 置于 50mL 容量瓶中, 再分别加入 2.00mL 水、0.50mL 异尿素溶液和 0.25mL 水杨酸钠溶液, 摆匀, 放入 80±2°C 水浴中加热 5 分钟, 并定期摇动。然后小心地向容量瓶中加入 3.5mL 硫酸, 摆匀。1 分钟后再加入 10~15mL 热水, 并缓慢加入 25mL 氢氧化钠溶液, 摆匀, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摆匀后测量其吸光度。同时作一空白试验。

根据试样的净吸光度在工作曲线上查得硝酸根离子的质量 (μg)。

6.7.5 分析结果

试样中的硝酸含量 ω (mg/kg), 按下式计算:

$$\omega = \frac{1.016 \times m_1}{m}$$

式中:

1.016——硝酸根离子换算成硝酸的系数;



m_1 ——试样的净吸光度从工作曲线上查得的硝酸根离子的质量, μg ;

m ——试样的质量, g 。

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果, 应精确至 0.1mg/kg 。

在同一实验室由同一操作人员使用相同设备, 对同一试样相继进行两次重复测定所得结果之差应不大于其平均值的 10%。

6.8 熔点的测定

按照GB/T 617中4.2仪器法的规定进行测定。

6.9 氨溶液色度的测定色度

6.9.1 方法

将适量试样溶解于一定浓度的氨水溶液中, 用分光光度计于波长 390nm 处进行色度测定, 并与铂-钴标准溶液比较, 计算试样色度。

6.9.2 仪器

分光光度计

比色皿: 50mm

分析天平: 万分之一

6.9.3 试剂

盐酸: 溶液: 0.1mol/L

铂-钴比色母液

500 黑曾单位, 按 GB/T 605 的规定制备

氨水: 10% (m/m)

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 计算系数 K 的测定

铂-钴标准系列溶液的制备按下表移取相应的铂-钴比色母液到 100mL 容量瓶中, 用 0.1mol/L 的稀盐酸溶液稀释至刻度。

表3 铂-钴色号配制表

铂-钴比色母液/500 Hazen mL	0.1mol/L 盐酸溶液 mL	铂-钴色号
0.6	99.4	3.0



铂-钴比色母液/500 Hazen mL	0.1mol/L 盐酸溶液 mL	铂-钴色号
1.0	99.0	5.0
2.0	98.0	10.0
2.5	97.0	12.5
5.0	95.0	25.0

在波长 390nm 处, 用 50mm 比色皿, 以盐酸溶液为参比, 测定表 1 中各标准溶液的吸光度。系数 K_i 和 K 按下式计算

$$K_i = \frac{N_i}{A_i}$$
$$K = \frac{\sum_{i=1}^n K_i}{n}$$

式中:

N_i ——稀铂-钴标准溶液的色号;

A_i ——稀铂-钴标准溶液的吸光度;

n ——稀铂-钴标准溶液的个数。

6.9.4.2 试样测定

称取 10.0000 ± 0.0001 g 试样置于 200mL 烧杯中, 再加入 95mL 氨水, 使试样溶解, 以氨水为参比, 在波长 390nm 处, 用 50mm 比色皿测定其吸光度。

6.9.5 分析结果

以铂-钴色号表示的溶液色度 X 按下式计算:

$$X = A \times K$$

式中:

A ——试样的吸光度, A ;

K ——计算系数。

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果, 精确至 0.1 铂-钴色号。

在同一实验室由同一操作人员使用相同设备, 按相同的测试方法对同一试样相继进行两次重复测定所得结果之差应不大于 1 铂-钴色号。

6.10 总氮的测定

按照SH/T 0657的规定进行。



6.11 透光率的测定

参照Q/HFHG J015的规定进行。

6.12 杂酸的测定

参照Q/HFHG J016的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 本文件表1中所有项目为出厂检验项目。

7.1.2 本文件表2中所有项目根据客户需求或约定进行检测。

7.2 组批规则

批号按生产日期、生产进行组批，包号按产线顺序号组批。

7.3 取样方式

按GB/T3723、GB/T6679规定的要求进行取样，取样量应不少于1000g。

将样品混合均匀后分装与两个聚乙烯塑料袋中，密封并粘贴标签，注明：产品名称、批号、采样日期和采样者姓名等内容。一袋供检验，另一袋保存备查，留样保存期为半年。

7.4 判定规则

产品由质量检验部门按照第6章规定的方法进行检验，检验结果的判定按GB/T 8170中规定的修约值比较法进行。

7.5 检验结果

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，应重新加倍取样复验，复验结果仍不符合本文件表1中相应型号的技术要求时，则判断该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 精己二酸包装袋或安全标签卡上有清晰、明显的标志，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) 危险性说明等。

8.1.2 每批出厂的产品都附有质量证明书，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) 产品型号;
- e) 检验结果;
- f) 本文件编号。

8.2 包装

精己二酸产品采用聚丙烯为原料制作的1000kg/500kg包装袋、聚乙烯为原料制作的25kg包装袋，或采用按供需双方协商并符合安全规定的包装。

8.3 运输

精己二酸在运输时应防雨、防潮、防尘、装卸时不得抛掷和使用铁器，以免破损或影响产品质量。

8.4 贮存

精己二酸应贮存于通风、干燥、阴凉、清洁的库房中，不得露天堆放。



附录 A
(资料性)
安全信息

A. 1 基本信息

精己二酸为白色固体粉末。
精己二酸粉尘对眼睛、黏膜或皮肤有刺激性。

A. 2 急救措施

皮肤接触：立即脱去污染的衣物，用大量流动清水冲洗。
眼睛接触：立即提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗。就医。
吸入：脱离现场至空气新鲜处。如呼吸困难，必要时输氧，就医。
食入：漱口，催吐。就医。

A. 3 灭火方法

灭火器应站在上风向，避免吸入烟气或被灼伤，灭火时尽可能将容器从火场转移至空旷处并对其进行冷却，也可以通过雾状水降低环境温度。设置警戒线，尽可能疏散下风向可能受影响的人员。

灭火剂为干粉、二氧化碳、砂土、雾状水、泡沫。

A. 4 泄漏处置

消除现场所有点火源，避免粉尘生成。隔离泄漏污染区，限制出入。建议应急处理人员正确穿戴劳动防护用品（防尘口罩、手套、工作服、防护眼镜）。避免使用水冲洗流入下水道，应设法回收。

小量泄漏：避免扬尘，小心扫起，置于袋中转移至安全场所。

大量泄露：用塑料布、帆布覆盖。收集回收或运至废物处理场所处置。