

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX—200X

四氯化钛

Titanium tetrachloride

(送审稿)

200X-XX-XX 发布

200X-XX-XX 实施

国家发展与改革委员会 发布

## 前 言

本标准为新制定的有色金属工业行业标准。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由遵义钛业股份有限公司负责起草。

本标准由山东德州鹏源科技有限公司、抚顺钛业有限公司参与起草。

本标准主要起草人：梁强、龚仕成、罗霖、赵以容、余毅、刘禹明。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

# 四氯化钛

## 1 范围

本标准规定了四氯化钛的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、储存。

本标准适用于以金红石、高钛渣等富钛料为原料，采用氯化—除钒、精馏精制工艺生产的，适用于生产海绵钛及相关化工产品的四氯化钛。

## 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 12463	危险货物运输包装通用技术条件
GB 13392	道路运输危险货物车辆标志
GB 15603	常用化学危险品贮存通则
GB 18564	汽车运输液体危险货物常压容器（罐体）通用技术条件
GB/T 3723	工业用化学产品采样安全通则
GB/T 325	包装容器 钢桶
GB/T 8170	数值修约规则
JT 617	汽车运输危险货物规则
JT 618	汽车运输、装卸危险货物作业规程

## 3 要求

### 3.1 产品分类

四氯化钛按化学成分及色度分为三个级别。

### 3.2 化学成分及色度

3.2.1 四氯化钛的化学成分及色度应符合表 1 的规定。

表 1 四氯化钛的化学成分及色度

品级	化学成分，%				色度 不大于
	TiCl <sub>4</sub> 不小于	杂质，不大于			
		SiCl <sub>4</sub>	FeCl <sub>3</sub>	VOCl <sub>3</sub>	
一级	99.97	0.01	0.001	0.0012	5mgK <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> /L
二级	99.96	0.01	0.002	0.0024	5mgK <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> /L
三级	99.95	0.03	0.003	0.0024	8mgK <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> /L

注：四氯化钛的含量为 100% 减去杂质实测值总和后的余量。

3.2.2 需方如对四氯化钛的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

### 3.3 外观

四氯化钛为无色、透明的液体，日光灯照射下无明显肉眼可见的悬浮物。

## 4 试验方法

### 4.1 化学成分及色度分析方法

4.1.1 产品化学成分及色度的分析方法按附录 A《四氯化钛化学分析方法》的规定进行。附录 A 中未

包括的元素的分析方法，由供需双方商定。

4.1.2 分析结果按 GB/T 8170 的数值修约规则进行修约。

#### 4.2 外观质量检验方法

产品外观质量检验采用目测法。

### 5 检验规则

#### 5.1 检查与验收

5.1.1 四氯化钛应由供方质量检验部门进行检验，保证产品质量符合本标准（或合同）的规定，并填写质量证明书。

5.1.2 需方可对收到的产品按本标准（或合同）的规定进行检验，如检验结果与本标准（或合同）的规定不符时，应在收到产品之日起 20 日内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应在需方进行仲裁取样，以仲裁结果为最终结果。

#### 5.2 组批

四氯化钛应成批提交验收。每批产品重量不大于 30000kg。

#### 5.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、色度和外观质量的检验。

#### 5.4 取样和制样

5.4.1 四氯化钛采样按 GB/T 3723 的规定执行。

5.4.2 四氯化钛取样用洁净、干燥、带磨口塞的广口瓶。

5.4.3 四氯化钛以批为取样单元，每批取 1 个样进行检验，份样量不小于 100g，每次 2 份，一份检验分析用，另一份保留存查。特殊情况下，可增加取样份数。样品上注明生产单位、产品名称、批号、生产时间。

#### 5.5 检验结果的判定

5.5.1 化学成分检验不合格，判该批产品不合格。

5.5.2 色度检验不合格，判该批产品不合格。

5.5.2 外观检验不合格，判该批产品不合格。

### 6 标志、包装、运输、贮存

#### 6.1 标志

在检验合格的四氯化钛贮罐(或包装桶)上，应有如下标志：

- a) 生产单位名称；
- b) 产品名称及商标；
- c) 批号；
- d) 等级；
- e) 毛重；
- f) 净重；
- g) 包装日期；
- h) 防雨、防倒置、防碰撞、防挤压标志。

#### 6.2 包装、运输、贮存

##### 6.2.1 槽车罐装

6.2.1.1 槽车罐体容积不大于 20m<sup>3</sup>，罐体应符合 GB 18564 的规定，材质为不锈钢。

6.2.1.2 产品直接装入槽车储罐内，并保留一定空间作为缓冲。

##### 6.2.2 镀锌铁桶（钢桶）包装

6.2.2.1 包装桶应满足 GB/T 325 的规定，并要求干燥、无杂质。

- 6.2.2.2 每桶净重量为 250kg，灌装误差不大于 5kg。
- 6.2.2.3 完成灌装后，用金属旋塞密封灌装孔，并对桶身进行清洁处理，保证桶身无产品飞溅物粘附。
- 6.2.3 包装按 GB12463 的规定执行。
- 6.2.4 运输
  - 6.2.4.1 非罐式车辆载重量不大于 10000Kg。
  - 6.2.4.2 汽车运输按 GB 13382、JT 617、JT 618 的规定执行。
  - 6.2.4.3 运输时应防雨、防倒置、防碰撞、防挤压。
- 6.2.5 产品贮存执行 GB 15603 的规定。

### 6.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书，其上注明：

- a) 供方单位名称、地址、电话、传真；
- b) 产品名称；
- c) 批号；
- d) 等级；
- e) 净重及件数；
- f) 检验结果及检验部门印记；
- g) 本标准号（或合同号）；
- h) 包装日期。

## 7 订货单（或合同）内容

订货单（或合同）内应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 质量要求；
- c) 数量；
- d) 本标准编号；
- e) 其他。

附录 A  
(资料性附录)  
四氯化钛化学分析方法

### A.1 四氯化硅量的测定 硅钼蓝光度法

#### A.1.1 范围

本标准规定了四氯化钛中四氯化硅的测定方法。

本标准适用于四氯化钛中四氯化硅的测定。测定范围 0.003%~1.00%。

#### A.1.2 方法提要

试样用盐酸溶解,在 PH=1.2~1.3 的溶液中,钼酸铵与硅生成硅钼黄,然后提高酸度使钼酸钛溶解,并破坏磷钼黄和砷钼黄,用 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸钠将硅钼黄还原为硅钼兰,于分光光度计波长 700nm 处测定其吸光度。

#### A.1.3 试剂

如无特别说明,所用试剂均为分析纯或由分析纯试剂配制

A.1.3.1 盐酸(1+1)。

A.1.3.2 硫酸(1+1)。

A.1.3.3 钼酸铵(100g/L):称取 10.0g 钼酸铵,溶于 100ml 热水中,冷却至室温,保存在塑料瓶中。

A.1.3.4 还原剂:称取 1.0g 无水亚硫酸钠,溶于 100ml 水中,加入 0.1g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸钠,搅拌溶解。当日配制。

A.1.3.5 硅标准贮备溶液:称取 0.2142g 二氧化硅(99.95%),置于铂坩埚中,加入 5g 优级纯无水碳酸钠,混匀,加盖,置于 400℃ 马弗炉中,升温至 900℃,熔融 1h,取出冷却,用水洗净坩埚外壁,置于聚四氟乙烯杯中,加 100mL 热水,低温溶解,冷至室温,移入 1L 容量瓶中,用水定容,立即移入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1mL 含 100 μg 硅。

A.1.3.6 硅标准溶液:移取 10.00mL 硅标准贮备(A.1.3.5)于 100mL 的容量瓶中,以水定容。立即移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1mL 含 10 μg 硅。

#### A.1.4 仪器

分光光度计

#### A.1.5 试样

试样应无水解物。

#### A.1.6 分析步骤

A.1.6.1 测定数量:分析时应取不少于 2 份试样进行测定。

A.1.6.2 空白试验:随同试样作空白试验。

##### A.1.6.3 测定

A.1.6.3.1 移取 0.80ml 四氯化钛于 100mL 聚四氟乙烯杯中,加 25mL 盐酸(A.1.3.1)溶解,冷却至室温,移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

A.1.6.3.2 移取 5mL 试液(A.1.6.3.1)于 100mL 塑料烧杯中,加入 5mL 水,5mL 钼酸铵(A.1.3.3),摇匀,放置 15min(室温保持 10℃ 以上)。

A.1.6.3.3 加入 4mL 硫酸(A.1.3.2),摇匀,使钼酸钛溶解,加入 2mL 还原剂(A.1.3.4),移入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5min。

A.1.6.3.4 移取部分试样溶液(A.1.6.3.3)于 3cm 比色皿中,以随同试料的空白溶液为参比,在分光光度计波长 700nm 处测定其吸光度。从工作曲线上查得相应的硅量。

A.1.6.4 工作曲线的绘制:

移取 0.0mL、0.2mL、0.4mL、0.6mL、0.8mL、1.0mL 硅标准溶液(A. 1. 3. 6)分别于一组 100mL 塑料杯中，分别准确加入 5.0ml 水、5.0ml 钼酸铵(A. 1. 3. 3)，摇匀，放置 15min，以下步骤按 A. 1. 6. 3. 3 进行。以试剂空白为参比测量其吸光度。以硅量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

#### A. 1. 7 分析结果的计算

按式 (A. 1) 计算四氯化硅的质量分数：

$$w = \frac{m_1 \times V_0 \times 6.048 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

- $m_1$ ——自工作曲线上查得的硅量，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；
- $V_0$ ——试液总体积，单位为毫升 (mL)；
- 6.048——由硅换算为四氯化硅的系数；
- $m_0$ ——试料的质量 ( $\text{TiCl}_4$  密度按 1.73g/ml 计算)，单位为克 (g)；
- $V_1$ ——分取试液体积，单位为毫升 (mL)。

#### A. 1. 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A. 1 所列允许差。

表 A. 1

SiCl <sub>4</sub> 含量, %	允许差, %
0.01 ~0.03	0.01
0.03~0.05	0.025
0.1~0.5	0.10
0.50~1.00	0.20

### A. 2 三氯氧钒量的测定 目视比色法

#### A. 2. 1 范围

本标准规定了四氯化钛中三氯氧钒量的测定方法。

本标准适用于四氯化钛中三氯氧钒的测定。测定范围 0.0005%~0.020%。

#### A. 2. 2 方法提要

试样溶解于硫酸、硝酸混合酸，蒸发至冒硫酸烟，钒被氧化为黄色的钒酸，颜色的深度与钒的含量成正比。用目视比色法测定钒量。

#### A. 2. 3 试剂

如无特别说明，所用试剂均为分析纯或由分析纯试剂配制。

##### A. 2. 3. 1 硫酸 (1+1)。

##### A. 2. 3. 2 硝酸 ( $\rho$ 1.42g/mL)。

##### A. 2. 3. 3 钒标准贮存溶液：称取 0.2296g 优级纯钒酸铵，溶于水中并准确稀释 1L，此溶液 1mL 含 0.1mg 钒。

##### A. 2. 3. 4 钒标准溶液：移取 10.0ml 钒标准贮存溶液(A. 2. 3. 3)置于 100ml 容量中，加水稀释至刻度，此溶液 1mL 含 0.01mg 钒。

#### A. 2. 4 试样

试样应无水解物。

#### A. 2. 5 分析步骤

##### A. 2. 5. 1 测定数量：分析时取不少于 2 份试料进行测定。

A.2.5.2 试样量：TiCl<sub>4</sub>取 0.40mL。

### A.2.5.3 测定

A.2.5.3.1 按试样量(A.2.5.2)移取四氯化钛于盛有 20mL 硫酸(A.2.3.1)的烧杯中,摇动使四氯化钛完全溶解。

A.2.5.3.2 于试液(A.2.5.3.1)中加入 5mL 浓硝酸,蒸发至冒浓硫酸烟,停止加热,冷至室温,移入 25mL 比色管,与标准色阶比较。

A.2.5.3.3 标准色阶的制备:取钒标溶液(A.2.3.4) 0.50, 1.00, 1.50, 2.00mL 于 100mL 烧杯中,加入 20mL 硫酸(A.2.3.1),加入 5mL 硝酸(A.2.3.2)以下步骤按 A.2.5.3.2 条进行。

### A.2.6 分析结果的计算

按式(A.2)计算三氯氧钒的质量分数:

$$w = \frac{m_1 \times 10^{-3} \times 3.042}{m_0} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$m_1$  —— 与标准色阶比较所得的钒量,单位为毫克(mg);

$m_0$  —— 试料的质量(TiCl<sub>4</sub>密度按 1.73g/ml 计算),单位为克(g)。

3.402—— 钒换算为三氯氧钒的系数。

### A.2.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A.2 所列允许差。

表 A.2

三氯氧钒含量, %	允许差, %
0.0005 ~0.0024	0.001
0.0024~0.010	0.003
0.010~0.020	0.005

## A.3 目视比色测定色度

### A.3.1 范围

本标准规定了四氯化钛色度的测定方法。

本标准适用于四氯化钛中色度的测定。测定范围(以每毫升溶液中所含重铬酸钾的质量来表示): 0~30mgK<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>/L。

### A.3.2 方法提要

色度的测定是将试样与重铬酸钾模拟色阶进行目视比较,与试样颜色相一致的重铬酸钾溶液的浓度表示试样的色度,测定结果以相当于每升水中含重铬酸钾的毫克数表示。

### A.3.3 试剂

如无特别说明,所用试剂均为分析纯或由分析纯试剂配制。

A.3.3.1 重铬酸钾标准溶液:准确称取 0.5000g 优级纯重铬酸钾溶于水、移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释刻度,摇匀,此溶液 1mL 含 0.5mg 重铬酸钾。

### A.3.4 试样

试样应无水解物

### A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 测定数量:分析时取不少于 1 份试样进行比较测定。

A.3.5.2 试样量:吸取四氯化钛 50ml

A.3.5.3 分析步骤



A.3.5.3.1 模拟标准色阶的配制：在 7 支 100mL 带塞比色管中，分别准确加入 0.5、0.8、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0mL 重铬酸钾标准溶液（A3.3.1）用水稀释至 50mL，混匀。其表示的色度依次为 5、8、10、15、20、25、30mg/L。

A.3.5.3.2 用干燥移液管吸取 50ml 四氯化钛于 100mL 比色管中，与标准模拟色阶进行目视比较。

#### A.3.6 分析结果

以与试样颜色相一致的重铬酸钾溶液的浓度表示试样的色度，测定结果以每升重铬酸钾溶液中含重铬酸钾的毫克数表示。

#### A.3.7 允许差

实验室之间色度分析结果的差值应不大于表 A.3 所列允许差。

表 A.3

色度(mg/L)	允许差 ( mg/L)
5~10	3
10~20	3
20~30	6

### A.4 三氯化铁量的测定 硫氰酸盐光度法

#### A.4.1 范围

本标准规定了四氯化钛中三氯化铁的测定方法。

本标准适用于四氯化钛中三氯化铁（FeCl<sub>3</sub>）的测定。测定范围 0.001%~0.200%。

#### A.4.2 方法提要

试样用盐酸溶解，移取少量试液，在 0.36mol/L 的盐酸溶液中，铁（III）与 CNS 生成红色的络合物，于分光光度计上 480nm 处测定溶液的吸光度；根据工作曲线求出试样中的铁含量并换算成三氯化铁的百分含量。

#### A.4.3 试剂

A.4.3.1 盐酸（1+1）。

A.4.3.2 硫氰酸铵（400g/L）。

A.4.3.3 铁标准贮备溶液（0.1g/L）：称取硫酸高铁铵（GR）0.8634g 溶于水中，加入 40ml 盐酸（A.4.3.1），移入 1000ml 容量瓶中，稀至刻度，摇匀。此溶液 1ml 含 0.10mg 铁。

A.4.3.4 铁标准溶液：移取 10.0mL 铁标准贮备溶液（A4.3.3）置于 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，此溶液 1mL 含 0.01mg 铁。

#### A.4.4 仪器

72/721/722 型分光光度计。

#### A.4.5 试样

试样应无水解物。

#### A.4.6 分析步骤

A.4.6.1 测定数量：分析时应取不少于 2 份试样进行测定。

A.4.6.2 空白试验：随同试样作空白试验。

A.4.6.3 试样量：四氯化钛取 2.00mL。

##### A.4.6.4 测定

A.4.6.4.1 按试样量用干燥移液管移取四氯化钛缓慢滴入盛有 30mL 盐酸（A.4.3.1）的 100mL 容量瓶中，摇动，冷至室温，用水稀至刻度。

A.4.6.4.2 吸取试样溶液（A.4.6.4.1）10.00mL 放入 50mL 容量瓶中，加入 8.0mL 硫氰酸铵（A.4.3.2），用水稀释至刻度，摇匀。

A. 4. 6. 4. 3 移取部分溶液 (A. 4. 6. 4. 2) 于 3cm 比色皿中, 以试剂空白为参比溶液, 于分光光度计波长 480nm 测定其吸光度。

A. 4. 6. 5 工作曲线的绘制:

A. 4. 6. 5. 1 在一组 50mL 容量瓶中, 分别准确加入 0. 00、0. 10、0. 20、0. 40、0. 60、0. 80mL 铁标准溶液 (A. 4. 3. 4), 加入 10. 00mL 空白溶液, 8. 0mL 硫氰酸铵 (A. 4. 3. 2)。

A. 4. 6. 5. 2 以下步骤按 6. 4. 3 条的规定进行。以铁含量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

A. 4. 7 分析结果的计算

按式 (A. 3) 计算三氯化铁的质量分数:

$$w = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-3} \times 2.9391}{m_0 \times V_1} \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的铁量, 单位为毫克 (mg);

$V_0$ ——试液总体积, 单位为毫升 (mL);

2. 9391——由铁换算为三氯化铁的系数。

$m_0$ ——试料的质量 ( $TiCl_4$  密度按 1. 73g/ml 计算), 单位为克 (g);

$V_1$ ——分取试液体积, 单位为毫升 (mL)。

A. 4. 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A. 4 所列允许差。

表 A. 4

FeCl <sub>3</sub> 含量, %	允许差, %
0. 002~0. 01	0. 008
0. 01~0. 2	0. 08