

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 655—202X
代替YS/T 655—2016

四氯化钛

Titanium tetrachloride

(讨论稿)

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。

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。

本文件代替 YS/T 655—2016《四氯化钛》。本文件与 YS/T655—2016 相比,主要变化如下:

- 增加了产品的化学成分中 C 和 O 杂质元素(见 4.2.1);
- 增加了原四个牌号中总 C 和总 O 的范围(见 4.2.1 中表 1);
- 修改了四氯化钛主含量的计算方法(见 4.2.1 中表 1);
- 增加了四氯化钛中总 C、总 O 含量的红外光谱测定方法(见 A.2)。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件起草单位:XXXX、XXXX, XXXX; XXXX; XXXX; XXXX

本文件主要起草人:XXX, XXX, XXX, XXX, XXX, XXX

本文件所代替文件的历次版本发布情况为:

- YS/T 655—2007;
- YS/T 655—2016。

四氯化钛

警告:本文件中的四氯化钛是腐蚀性物质,可引起灼伤;其烟雾有刺激性,可引起黏膜和上呼吸道刺激症状;使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了四氯化钛的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、质量证明书和合同(或订货单)内容。

本文件适用于以金红石、高钛渣等富钛料为原料,采用氯化、精制工艺生产的四氯化钛。该产品适用于生产海绵钛及相关化工产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 325.1 包装容器 钢桶 第1部分:通用技术要求

GB/T 325.5 包装容器 钢桶 第5部分:200 L及以下闭口钢桶

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数据修约规则与极限数值的表示和判定

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 18564.1 道路运输液体危险货物罐式车辆 第1部分:金属常压罐体技术要求

JT 617.1~617.8 危险货物道路运输规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 产品分类

四氯化钛按化学成分及色度分为 TiCl₄-01、TiCl₄-02、TiCl₄-03、TiCl₄-04 四个牌号。

4.2 化学成分及色度

4.2.1 四氯化钛的化学成分及色度应符合表1的规定。

表 1 化学成分及色度

牌号	化学成分（质量分数）/%								色度不大于
	TiCl ₄ ^a 不小于	杂质，不大于							
		SiCl ₄	FeCl ₃	VOCl ₃	AlCl ₃	SnCl ₄ ^b	总C	总O	
TiCl ₄ -01	99.99	0.003	0.000 5	0.000 5	0.001	0.005	0.002 0	0.005	5 mgK ₂ Cr ₂ O ₇ /L
TiCl ₄ -02	99.98	0.005	0.001 0	0.001 0	0.005	0.010	0.004 0	0.010	5 mgK ₂ Cr ₂ O ₇ /L
TiCl ₄ -03	99.96	0.010	0.002 0	0.001 5	0.010	0.015	0.006 0	0.015	5 mgK ₂ Cr ₂ O ₇ /L
TiCl ₄ -04	99.94	0.020	0.003 0	0.002 0	0.020	0.020	0.008 0	0.020	8 mgK ₂ Cr ₂ O ₇ /L
a四氯化钛的含量为100%减去杂质实测值总和（不包含总C和总O）后的余量。 b金红石作为主要原料时，需进行检测。									

4.2.2 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，并在合同（或订单中）注明。

4.3 外观质量

产品为无色、透明液体，应无目视可见悬浮物。

5 试验方法

5.1 产品化学成分及色度按附录 A 的规定进行，并按 GB/T 8170 的要求对检验结果的数值进行修约和判定。

5.2 产品外观质量采用目视检测法。

6 检验规则

6.1 检查与验收

6.1.1 产品应由供方质量检验部门进行检验，保证产品质量符合本文件或合同(或订货单)的规定，并填写质量证明书。

6.1.2 需方应对收到的产品按本文件或合同（或订货单）的规定进行验收。如检验结果与本文件或合同（或订货单）的规定不符时，应在收到产品之日起 20 d 内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样在需方由供需双方共同进行。

6.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一牌号的产品组成，每批产品重量不大于 35 t。

6.3 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。

6.4 取样方法

6.4.1 四氯化钛取样按 GB/T 6680 的规定执行。

6.4.2 四氯化钛按批取样，每批取一份试样用于检验分析，每份样品不少于 100 mL。特殊情况下，可增加取样份数。

6.5 检验结果的判定

6.5.1 产品化学成分分析结果与本文件的规定不符时，判该批产品不合格。

6.5.2 产品色度分析结果与本文件的规定不符时，判该批产品不合格。

6.5.3 产品外观质量与本文件的规定不符时，判该批产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

7.1 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) 供方名称、地址、电话、传真；
- b) 产品名称；
- c) 批号；
- d) 牌号；
- e) 净重；
- f) 包装日期；
- g) 防雨、防倒置、防碰撞、防挤压标志；
- h) 本文件编号，YS/T 655—202X。

7.2 包装、运输、贮存

7.2.1 包装

7.2.1.1 产品包装按 GB 12463 的规定执行。

7.2.1.2 采用槽车罐装时，槽车罐体容积不大于 20 m³，罐体应符合 GB 18564.1 的规定，材质为耐酸不锈钢。产品直接装入槽车储罐内，并保留一定空间作为缓冲。

7.2.1.3 采用镀锌铁桶（钢桶）包装时，包装桶应满足 GB/T 325.1、GB/T 325.5 的规定，并要求包装桶干燥、清洁。每桶净重量不大于 300 kg，灌装误差不大于 5 kg。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。

7.2.2 运输

7.2.2.1 汽车运输按 GB 13392、JT 617.1~617.8 的规定执行。

7.2.2.2 非罐车车辆载重量不大于10t。

7.2.2.3 运输时应防雨、防倒置、防碰撞、防挤压。

7.2.3 贮存

产品贮存执行GB 15603的相关规定。

7.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书，其上注明以下内容：

- a) 供方名称、地址、电话、传真；
- b) 产品名称；
- c) 批号；
- d) 牌号；
- e) 净重及件数；
- f) 检验结果及检验部门印记；
- g) 本文件编号(或合同号)，YS/T 655—202X；
- h) 包装日期。

8 合同（或订货单）内容

订购本文件所列产品的合同（或订货单）内应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 牌号；
- c) 杂质含量的特殊要求；
- d) 数量；
- e) 本文件编号，YS/T 655—202X；
- f) 其他。

附录 A

(规范性附录)

四氯化钛化学成分及色度分析方法

A.1 四氯化钛中 SiCl₄、FeCl₃、VOCl₃、AlCl₃、SnCl₄含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法

A.1.1 范围

本方法适用于四氯化钛中 SiCl₄、FeCl₃、VOCl₃、AlCl₃、SnCl₄含量的测定。测定范围(质量分数)为 SiCl₄: 0.0005%~1.00%; FeCl₃: 0.0005%~0.50%; VOCl₃: 0.0005%~0.60%; AlCl₃: 0.0005%~1.00%; SnCl₄: 0.0005%~0.50%。

A.1.2 方法提要

试料用盐酸溶解,以水稀释定容后引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,同时测量 Si、Fe、V、Al、Sn元素分析谱线的信号强度,根据校准曲线回归方程计算试样中 SiCl₄、FeCl₃、VOCl₃、AlCl₃、SnCl₄的含量。

A.1.3 试剂与仪器

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上分析实验室用水或纯度相当的水

A.1.3.1 盐酸(1+1)。

A.1.3.2 硅、铁、钒、铝、锡单元素标准储备溶液:浓度为 1000.00 μg/mL。可采用相关行业和国家标准认可的方法配制,或者使用有证标准物质样品。

A.1.3.3 硅、铁、钒、铝、锡混合标准溶液:浓度为 100.0 μg/mL。分别分取硅、铁、钒、铝、锡的单元素标准储备溶液(A.1.3.2)各 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10.0mL(1+1)盐酸(A.1.3.1)以水定容。

A.1.3.4 硅、铁、钒、铝、锡混合标准溶液:浓度为 10.00μg/mL。分取硅、铁、钒、铝、锡的混合标准溶液(A.1.3.3) 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10.0mL(1+1)盐酸(A.1.3.1)以水定容。

A.1.3.5 分析谱线:推荐分析谱线见表 A.1。

表 A.1 推荐分析谱线

待测元素	Si	Fe	V	Al	Sn
测定波长/nm	251.612	259.940	309.311	167.079	189.928

A.1.4 试样

试样应无水解物。

A.1.5 分析步骤

A.1.5.1 试样：移取 1.00 mL 试样，按照 TiCl_4 密度 1.73 g/mL 计算，试样质量为 1.73g。

A.1.5.2 测定次数：至少独立进行两次测定，取其平均值。

A.1.5.3 空白试验：随同试料做空白试验。

A.1.5.4 分析试液：将试样(A.1.5.1)溶于已盛有 25 mL 盐酸(A.1.3.1)的 100 mL 容量瓶中，摇至无烟雾后，用水稀释至刻度，摇匀。

A.1.5.5 校准曲线标准溶液：分取硅、铁、钒、铝、锡的混合标准溶液于 100 mL 容量瓶，加入 25 mL 盐酸(A.1.3.1)，用水稀释至刻度，摇匀。推荐按照表 1 配制校准曲线标准溶液。

表 1 推荐校准曲线标准溶液的配制

序号	混合标准溶液		校准标准溶液
	标液浓度 $\mu\text{g/mL}$	分取体积 mL	Si、Fe、V、Al、Sn浓度 $\mu\text{g/mL}$
1	0.00	0.00	0.00
2	10.00 (A.1.3.4)	0.20	0.02
3	10.00 (A.1.3.4)	0.50	0.05
4	10.00 (A.1.3.4)	1.00	0.10
5	10.00 (A.1.3.4)	2.00	0.20
6	10.00 (A.1.3.4)	4.50	0.45
7	100.0 (A.1.3.3)	1.00	1.00
8	100.0 (A.1.3.3)	2.00	2.00
9	100.0 (A.1.3.3)	10.00	10.00

注 1：根据样品中待测元素的实际含量，可在检测范围内灵活调整校准标准溶液的浓度，但绘制校准曲线的标准溶液浓度点数不应少于 5 个点。

注 2：样品中待测元素的实际含量超出校准曲线标准溶液的浓度范围时，可将分析试液 (A.1.5.4) 进行二次稀释至校准标准溶液浓度范围内后重新测定，仪器测定结果再乘以稀释倍数即可。

A.1.5.6 测定：在仪器选定的工作条件下，由低浓度到高浓度依次测定校准曲线标准溶液中被测元素的发射光强度，随后进行空白试验(A.1.5.3)和分析试液(A.1.5.4)的测定。

A.1.6 分析结果计算

根据试液的光谱信号净强度值从校准曲线的回归方程中计算铁的浓度值，按式 (1) 计算试样中待测物 SiCl_4 、 FeCl_3 、 VOCl_3 、 AlCl_3 、 SnCl_4 的含量，以质量分数 (%) 表示。

$$\omega_M = \frac{V \times (c - c_0) \times 10^{-6}}{m} \times k_{\text{稀}} \times k_{\text{化}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_M ——试样中待测物 SiCl_4 、 FeCl_3 、 VOCl_3 、 AlCl_3 、 SnCl_4 的含量，单位为质量分数（%）；

V ——待测试液的体积，单位为毫升（mL）。按照 A.1.5.4 操作，试液体积为 100 mL；

c ——试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——空白试液中待测物浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m ——试料质量，单位为克（g）。按照 A.1.5.1 操作，试料质量为 1.73 g。

$k_{\text{稀}}$ ——试液的二次稀释倍数；

$K_{\text{化}}$ ——待测物中氯化物分子量与其待测元素原子量的比值；

A.1.7 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 允许差

单位：%

测定项目	测定范围（质量分数）	允许差
SiCl ₄	0.0005~0.001	0.0003
	>0.001~0.005	0.0008
	>0.005~0.010	0.0015
	>0.010~0.030	0.005
	>0.030~0.050	0.010
	>0.050~0.10	0.015
	>0.10~0.50	0.02
	>0.50~1.00	0.03
FeCl ₃	0.0005~0.0010	0.0003
	>0.0010~0.0020	0.0008
	>0.0020~0.010	0.0015
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
VOCl ₃	0.0005~0.0014	0.0003
	>0.0014~0.0024	0.0006
	>0.0024~0.0048	0.0008
	>0.0048~0.010	0.0010
	>0.010~0.050	0.0005
	>0.050~0.10	0.008
	>0.10~0.60	0.015
AlCl ₃	0.0005~0.001	0.0003

	>0.001~0.005	0.0007
	>0.005~0.010	0.0013
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.50	0.02
	>0.50~1.00	0.03
SnCl ₄	0.0005~0.001	0.0003
	>0.001~0.005	0.0008
	>0.005~0.010	0.0017
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03

A.2 四氯化钛中总 C、总 O 含量的测定 红外光谱法

A.2.1 范围

本方法适用于四氯化钛中 C-H、TiOCl₂、CO₂、CH₂ClCOCl、CHCl₂COCl、CCl₃COCl、CS₂、CCl₄、COS、COCl₂、C₆Cl₆、SOCl₂、SO₂Cl₂、Si₂OCl₆、VOCl₃的测定。测定范围(质量分数)为 C-H: 0.000 5%~1.00%; TiOCl₂: 0.000 5%~0.50%; CO₂: 0.000 5%~0.60%; CH₂ClCOCl: 0.000 5%~1.00%; CHCl₂COCl: 0.000 5%~0.50%; CCl₃COCl: 0.000 5%~1.00%; CS₂: 0.000 5%~1.00%; CCl₄: 0.000 5%~1.00%; COS: 0.000 5%~1.00%; COCl₂: 0.000 5%~1.00%; C₆Cl₆: 0.000 5%~1.00%; SOCl₂: 0.000 5%~1.00%; SO₂Cl₂: 0.000 5%~1.00%; Si₂OCl₆: 0.000 5%~1.00%。

A.2.2 方法提要

采用红外光谱法测定试样和标准溶液中 C-H、TiOCl₂、CO₂、CH₂ClCOCl、CHCl₂COCl、CCl₃COCl、CS₂、CCl₄、COS、COCl₂、C₆Cl₆、SOCl₂、SO₂Cl₂、Si₂OCl₆的特征峰强度,从而计算试样中 C-H、TiOCl₂、CO₂、CH₂ClCOCl、CHCl₂COCl、CCl₃COCl、CS₂、CCl₄、COS、COCl₂、C₆Cl₆、SOCl₂、SO₂Cl₂、Si₂OCl₆的含量。具体的,外标法测定四氯化钛中 TiOCl₂、C-H 含量,内标法测定四氯化钛中 CO₂、CH₂ClCOCl、CHCl₂COCl、CCl₃COCl、CS₂、CCl₄、COS、COCl₂、C₆Cl₆、SOCl₂、SO₂Cl₂、Si₂OCl₆含量。

A.2.3 试剂与仪器

如无特别说明,所用试剂均为优级纯试剂或由优级纯试剂配制。

A.2.3.1 四氯化钛。

A.2.3.2 CO₂、CH₂ClCOCl、CHCl₂COCl、CCl₃COCl、CS₂、CCl₄、COS、COCl₂、C₆Cl₆、SOCl₂、SO₂Cl₂、Si₂OCl₆标准四氯化钛溶液:浓度分别为 10 μg/mL~750 μg/mL。

A.2.3.3 红外分光光谱仪:仪器工作条件见表 A.3。

表 A.3 仪器工作条件

波长范围		分辨率		扫描次数		辅助气流量	
4000~400 cm^{-1}		4 cm^{-1}		32 次		0.5 L/min	
待测物质	TiOCl ₂	C-H	CO ₂	CH ₂ ClCOCl	CHCl ₂ COCl		
测定峰/ cm^{-1}	1184	2950	2338	1820	1809		
待测物质	CCl ₃ COCl	CS ₂	CCl ₄	COS	COCl ₂		
测定峰/ cm^{-1}	1802	1520	1550	2043	1651		
待测物质	C ₆ Cl ₆	SOCl ₂	SO ₂ Cl ₂	Si ₂ OCl ₆			
测定峰/ cm^{-1}	1301	1241	1422	1110			

A.2.3.4 带观察口石英比色皿：12.5 mm×12.5 mm×45 mm，观察口径径 8 mm，带盖子；

A.2.3.5 ZnSe 盐窗片：厚 1.0 mm，直径 10 mm。

A.2.3.6 红外吸收池：将 ZnSe 盐窗片（A.2.3.5）边缘用万能胶粘在石英比色皿（A.2.3.4）透光面，窗片中心与仪器光路通过中心重合，制作成红外吸收池。

A.2.3.7 四氯化钛：高纯试剂，≥99.9%（m/m）， ρ ：1.73 g/ml；

A.2.3.8 除钒有机试剂： ρ ：0.910 g/ml。

A.2.3.9 氧系列标液配置：选取 5 个 100 mL 干燥容量瓶，在干燥密封箱中分别用四氯化钛（A.2.3.7）定容，依次用微量取样器移取 2、5、10、20、50 微升去离子水于上述四氯化钛定容后的容量瓶中，摇匀，塞上瓶塞备用。对应氧的浓度分别为 10.3、25.7、51.5、103.0、257.5 mg/kg。

A.2.3.10 碳系列（C-H）标液配置：选取 5 个 100 mL 干燥容量瓶，在干燥密封箱中分别用精四氯化钛（A.2.3.7）定容，依次用微量取样器移取 1 μl 、2 μl 、3 μl 、4 μl 、5 μl 除钒有机试剂于上述四氯化钛定容后的容量瓶中，摇匀，塞上瓶塞备用。对应碳的浓度分别为 32.7、65.3、98.0、131.0、163.0 mg/kg。

A.2.4 试样

试样应透明、无可见杂物、无水解物。

A.2.5 分析步骤

A.2.5.1 试样：移取 5.00 mL 试样（TiCl₄密度按 1.73 g/mL 计算）。

A.2.5.2 测定次数：独立地进行两次测定，取其平均值。

A.2.5.3 空白试验：随同试料做空白试验。

A.2.5.4 分析试液：将试样（A.2.5.1）移液至吸收池中，用聚四氟乙烯薄膜密封加样口。

A.2.5.5 工作曲线标准溶液：红外吸收池中通入干燥的氮气，用盖子密封后，对红外吸收池进行背景扫描。将氧系列标液（A.2.3.9）移入红外吸收池中，液面高于 ZeSn 窗片少许，用盖子密封，依次进行红外测试，测得红外光谱图谱在二氯氧钛吸收峰（波数 1183 cm^{-1} ）峰高，以浓度（mg/kg）为横坐标，峰高为纵坐标作标准曲线，绘制出 TiOCl_2 标准曲线；红外吸收池中通入干燥的氮气，用盖子密封后，对红外吸收池进行背景扫描。将碳系列标液（A.2.3.10）移入红外吸收池中，液面高于盐窗片少许，用盖子密封，依次进行红外测试，测得红外光谱图谱在 C-H 吸收峰（波数 2950 cm^{-1} ）峰高，以浓度（mg/kg）为横坐标，峰高为纵坐标作标准曲线，绘制出 C-H 检测标准曲线；红外吸收池中通入干燥的氮气，用盖子密封后，对红外吸收池进行背景扫描，分别移取浓度为 $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $50\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $200\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $400\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $750\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的 CO_2 、 CH_2ClCOCl 、 CHCl_2COCl 、 CCl_3COCl 、 CS_2 、 CCl_4 、 COS 、 COCl_2 、 C_6Cl_6 、 SOCl_2 、 SO_2Cl_2 、 Si_2OCl_6 标准四氯化钛溶液 5 ml 至红外吸收池中，测得红外光谱图谱中 CO_2 、 CH_2ClCOCl 、 CHCl_2COCl 、 CCl_3COCl 、 CS_2 、 CCl_4 、 COS 、 COCl_2 、 C_6Cl_6 、 SOCl_2 、 SO_2Cl_2 、 Si_2OCl_6 特征峰强度，以浓度（mg/kg）为横坐标，峰高为纵坐标作标准曲线，绘制出 CO_2 、 CH_2ClCOCl 、 CHCl_2COCl 、 CCl_3COCl 、 CS_2 、 CCl_4 、 COS 、 COCl_2 、 C_6Cl_6 、 SOCl_2 、 SO_2Cl_2 、 Si_2OCl_6 标准曲线。

A.2.5.6 测定：在仪器选定的工作条件下，外吸收池中通入干燥的氮气，用盖子密封，首先对红外吸收池进行背景扫描。在干燥密封箱中将样品（A.2.4）移入红外吸收池中，液面高于 ZeSn 窗片少许，用盖子密封，进行红外测试，测得红外光谱图谱在 C-H、 TiOCl_2 、 CO_2 、 CH_2ClCOCl 、 CHCl_2COCl 、 CCl_3COCl 、 CS_2 、 CCl_4 、 COS 、 COCl_2 、 C_6Cl_6 、 SOCl_2 、 SO_2Cl_2 、 Si_2OCl_6 的特征峰强度。

A.2.6 分析结果计算

由仪器配置的计算机和软件自动计算出试样中的 C-H、 TiOCl_2 、 CO_2 、 CH_2ClCOCl 、 CHCl_2COCl 、 CCl_3COCl 、 CS_2 、 CCl_4 、 COS 、 COCl_2 、 C_6Cl_6 、 SOCl_2 、 SO_2Cl_2 、 Si_2OCl_6 的含量。由 C-H、 CO_2 、 CH_2ClCOCl 、 CHCl_2COCl 、 CCl_3COCl 、 CS_2 、 CCl_4 、 COS 、 COCl_2 、 C_6Cl_6 中各组分的碳元素占比累计计算出总碳含量，由 TiOCl_2 、 CO_2 、 CH_2ClCOCl 、 CHCl_2COCl 、 CCl_3COCl 、 COS 、 COCl_2 、 SOCl_2 、 SO_2Cl_2 、 Si_2OCl_6 、 VOCl_3 [ICP 测定值] 中各组分的氧元素占比累计计算出总氧含量。

A.2.7 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 允许差

测定项目	测定范围（质量分数）	允许差
C-H	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 5
	>0.010~0.030	0.005
	>0.030~0.050	0.010
	>0.050~0.10	0.015

	>0.10~0.50	0.02
	>0.50~1.00	0.03
TiOCl ₂	0.000 5~0.001 0	0.000 3
	>0.001 0~0.002 0	0.000 8
	>0.002 0~0.010	0.001 5
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
CO ₂	0.000 5~0.001 4	0.000 3
	>0.001 4~0.002 4	0.000 6
	>0.002 4~0.004 8	0.000 8
	>0.004 8~0.010	0.001 0
	>0.010~0.050	0.0005
	>0.050~0.10	0.008
	>0.10~0.60	0.015
CH ₂ ClCOCl	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 7
	>0.005~0.010	0.001 3
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.50	0.02
	>0.50~1.00	0.03
CHCl ₂ COCl	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
CCl ₃ COCl	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
CS ₂	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
CCl ₄	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7

	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
COS	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
COCl ₂	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
C ₆ Cl ₆	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
SOCl ₂	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
SO ₂ Cl ₂	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03
Si ₂ OCl ₆	0.000 5~0.001	0.000 3
	>0.001~0.005	0.000 8
	>0.005~0.010	0.001 7
	>0.010~0.10	0.005
	>0.10~0.20	0.02
	>0.20~0.50	0.03

A.3 色度的测定 目视比色法

A.3.1 范围

本方法适用于四氯化钛中色度的测定。测定范围(以每升溶液中所含重铬酸钾的质量来表示):0~30 mg/L。

A.3.2 方法提要

将试样与重铬酸钾模拟色阶进行目视比较,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,测定结果以相当于每升重铬酸钾溶液中含重铬酸钾的毫克数表示。

A.3.3 试剂

重铬酸钾标准溶液:准确称取 0.5000 g 优级纯重铬酸钾溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 0.5 mg 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 标准色阶的配制:移取 0.5 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL 重铬酸钾标准溶液(A.2.3)于一组 50 mL 比色管中,用水稀释至刻度,摇匀。其表示的色度依次为 5 mg/L、8 mg/L、10 mg/L、15 mg/L、20 mg/L、25 mg/L、30 mg/L。

A.3.5.3 用干燥移液管吸取 50 mL 四氯化钛于 50 mL 比色管中,与标准色阶进行目视比较。

A.3.6 分析结果

以与试样颜色相一致的重铬酸钾溶液的质量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质量(mg)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.5 所列的允许差。

表 A.5 允许差

色度/(mg/L)	允许差/(mg/L)
5~10	3
>10~20	3

>20~30	6
--------	---
