

# HX

## 中国化学纤维工业协会标准

HX/T 50003—2011

---

### 聚酯切片阻燃性能试验方法 ——氧指数法

Testing method for flame retardant property of polyester chip  
by oxygen index

2011-12-20 发布

2012-01-01 实施

---

中国化学纤维工业协会

发布

# 前 言

本标准由中国化学纤维工业协会提出。

本标准由上海市纺织工业技术监督所归口。

本标准起草单位：上海市纺织工业技术监督所。

本标准主要起草人：陆秀琴、周祯德。

# 聚酯切片阻燃性能试验方法——氧指数法

## 1 范围

本标准规定了聚酯切片阻燃性能试验方法——氧指数法。

本方法适用于聚酯切片氧指数的测定。其它类型的切片可参照采用。

本标准仅用于测定在实验室条件下材料的燃烧性能，控制产品质量，而不能作为评定实际使用条件下着火危险性的依据，或只能作分析某特殊用途材料发生火灾时所有因素之一。

## 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 3291.1 纺织材料性能和试验术语 第1部分：纤维和纱线

GB/T 3291.3 纺织材料性能和试验术语 第3部分：通用

GB/T 3863 工业氧

GB/T 3864 工业氮

GB/T 6678 化工产品采样总则

## 3 术语和定义

GB/T 3291.1和GB/T 3291.3界定的以及下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**氧指数 (OI) oxygen index**

在规定的试验条件下，通入的氧、氮混合气体时，材料燃烧的最低氧浓度，以体积分数表示。

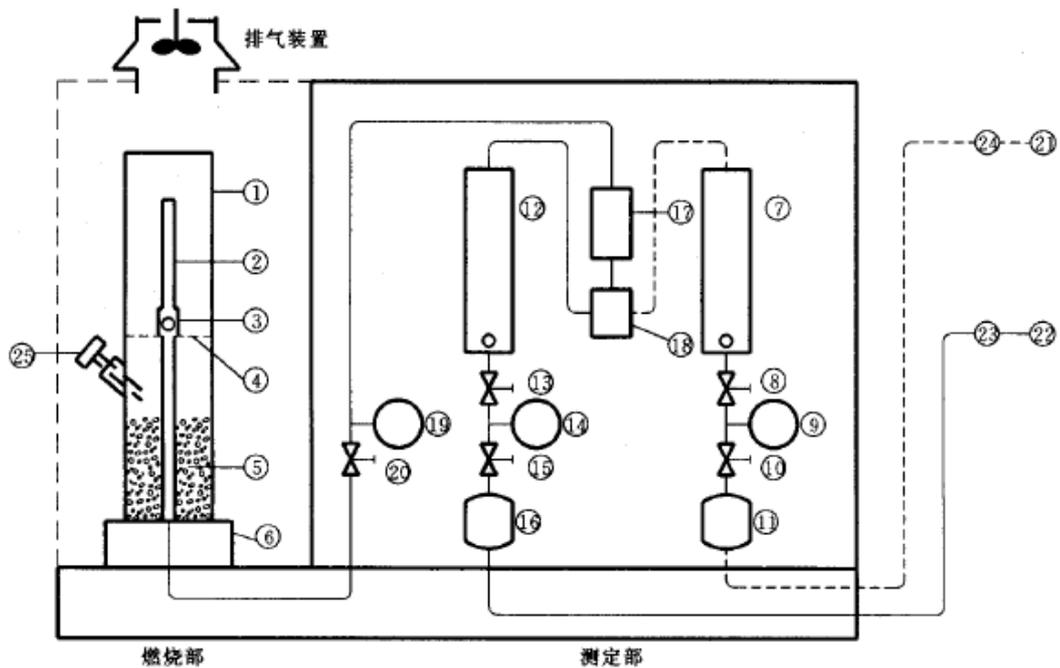
## 4 原理

将试样垂直固定在向上流动的氧、氮混合气体的透明燃烧筒里，点燃试样顶端，并观察试样的燃烧特性，把试样的连续燃烧长度与给定的判定依据相比较，通过在不同氧浓度下的一系列试验，得到氧浓度的最小值。

## 5 仪器和设备

### 5.1 氧指数仪

5.1.1 氧指数仪示意图如图1所示。同等效果的仪器也可使用。



1—燃烧筒；2—试样；3—试样支架；4—金属网；5—玻璃珠；6—燃烧筒支架；7—氧气流量计；8—氧气流量调节器；9—氧气压力计；10—氧气压力调节器；11、16—清净器；12—氮气流量计；13—氮气流量调节器；14—氮气压力计；15—氮气压力调节器；17—混合气体流量计；18—混合器；19—混合气体压力计；20—混合气体供给器；21—氧气钢瓶；22—氮气钢瓶；23、24—气体减压计；25—混合气体温度计

图 1 氧指数测定仪装置示意图

### 5.1.2 燃烧筒

由内径(75~100)mm、高度(500±50)mm的耐热透明玻璃管构成。垂直固定在可通过氧、氮混合气流的基座上，底部用直径为(3~5)mm的玻璃珠填充，填充高度为(80~100)mm。在玻璃珠的上方放置一金属网，以防下落的燃烧碎片阻塞气体入口和配气通路。

### 5.1.3 试样夹

能固定在燃烧筒轴中心位置上，并能垂直夹住试样的构件。试样夹及其支撑物的轮廓应光滑，使上升气流受到的干扰最小。

### 5.1.4 气体测量和控制装置

合适的气体流量计，测量混合气体中氧气浓度(体积分数)，准确至±0.5%。当通过燃烧筒的气流为(40±2)mm/s时，调节浓度的精度为±0.4%

注：较适宜的测量或控制系统包括下列部件：

- 在各个供气管路上针形阀、经校准的接口、气体压力调节器、压力表和流量计；
- 能连续取样的顺磁氧分析仪(或等效的分析仪)和能指示通过燃烧筒内的气流流速在要求范围内的流量计。

## 5.2 气源

用GB/T 3863中所规定的氧和GB/T 3864中所规定的氮及所需的氧、氮气钢瓶和调节装置。

## 5.3 点火器

由一根金属管制成，尖端为内径 $(2\pm 1)$  mm的喷嘴。火焰长度可以随意控制，并能进入燃烧筒上方点燃试样，当喷嘴垂直向下时，火焰的长度为 $(16\pm 4)$  mm。热源为丙烷或丁烷、石油液化气、煤气，天然气等。

#### 5.4 排烟系统

能排除燃烧产生的烟尘和灰粒，但不影响燃烧筒中气体的流速和温度。

#### 5.5 其它仪器和设备

5.5.1 恒温烘箱，控温范围 $0^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.2 制条机：可制成直径 $1.2\text{mm}\sim 1.4\text{mm}$ (或相同截面积的正方形)、长度大于 $75\text{mm}$ 的试样条。

5.5.3 钢直尺：精度为 $1\text{mm}$ 。

### 6 试验通则

#### 6.1 取样

取样按下列规定抽取：

- 散件实验室样品按需取出，不得低于 $100\text{g}$ ；
- 批量样品中实验室样品抽取按GB/T 6678规定。

#### 6.2 试验环境

试验环境条件如下：

- 温度 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ；
- 相对湿度 $(30\sim 80)\%$ 。

### 7 试样

#### 7.1 试样制备

7.1.1 取 $10\text{g}$ 左右聚酯切片，放入 $(135\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘2小时。

7.1.2 将切片放入制条机中，制成直径 $1.2\text{mm}\sim 1.4\text{mm}$ (或相同截面积的正方形)、长度大于 $75\text{mm}$ 的试样条。

7.1.3 将试样条裁成 $75\text{mm}$ 即为测试样品。

#### 7.2 试样数量

每组试样不少于15根。

注：对于已知氧指数在 $\pm 2$ 范围内波动的材料，需15根试样。对于未知氧指数的材料或燃烧特征不稳定的材料，需15根~30根试样。

#### 7.3 外观要求

试样挺直，表面光滑。

### 8 试验步骤

#### 8.1 设备检查

试验前，应转动阀门，检查连接处是否漏气。

## 8.2 开始试验时氧浓度的确定

根据经验或试样在空气中点燃的情况，估计开始试验时的氧浓度。如在空气中迅速燃烧，则开始试验时的氧浓度(体积分数)为18%左右；在空气中缓慢燃烧或时断时续，则为21%左右；在空气中离开点火源即灭，则至少为25%以上。

## 8.3 安装试样

将测试样品装在试样夹中间并加以固定，样品的顶端距夹持处至少50 mm，然后将试样夹垂直安装在燃烧筒的中心位置上，保证试样顶端低于燃烧筒顶端至少100 mm，试样暴露部分的最底端应高于燃烧筒底部至少100 mm。

## 8.4 调节气体控制装置

调节气体混合及流量控制装置至氧浓度设定值，让调节好的混合气流以 $(40 \pm 2)$  mm/s的流速通过燃烧筒。在点燃试样前用混合气体冲洗燃烧筒至少30s，以除去燃烧筒中的空气。在点火和燃烧过程中保持此流量不变。

## 8.5 点燃试样

将点火器的火焰调到规定的长度，把点火器喷嘴伸入燃烧筒内。让火焰充分接触试样顶端表面，但不能与侧面接触。施加火焰时间为5s，移开点火器观察试样是否被点燃。如果试样整个顶端面都燃烧起来，就认为试样已被点燃，并开始观察试样的燃烧长度。

## 8.6 燃烧行为的观察和记录

8.6.1 如果移开点火器后试样未点燃、试样点燃后立即自熄，或者燃烧长度不到30 mm时，表明氧浓度过低，记录反应符号为“○”；如果燃烧长度超过30 mm时，表明氧浓度过高，记录反应符号为“×”。  
注：如在试样表面燃烧超过30mm，但火焰熄灭后仍有残留试样，也表明氧浓度过低，记录反应符号为“○”。

8.6.2 移出试样，清洁燃烧筒及点火器。冷却或更换燃烧筒。

## 8.7 逐步选择氧浓度

用“少量样品升-降法”这一特定条件，试验中按下述原则选择所用的氧浓度：

- a) 如果上一次试验反应符号是“○”，则提高氧浓度；
- b) 如果上一次试验反应符号是“×”，则降低氧浓度。

## 8.8 初始氧浓度的确定

以任意合适的步长，重复8.3~8.7的操作，直到所得两个氧浓度相差 $\leq 1.0\%$ ，其中一个反应符号为“○”，另一个反应符号为“×”。这两个相反的结果不一定是连续出现的，反应符号为“○”的氧浓度不一定比反应符号为“×”的氧浓度低。用这对氧浓度中反应符号为“○”的作为初始氧浓度。

## 8.9 氧浓度的改变

8.9.1 利用由8.8得到的初始氧浓度，按8.3~8.6的操作，测试一个试样，记录所用的氧浓度和反应符号。

8.9.2 取氧浓度改变的步长 $d = 0.2\%$ ，重复8.3~8.7的操作，测得一系列氧浓度值及对应符号，直到得到与8.9.1的反应符号不同为止，记录这些氧浓度及相应的反应符号。

8.9.3 保持 $d = 0.2\%$ ，重复8.3~8.7的操作，再测试四个试样，记下各次的氧浓度及其所对应的反应符号，最后一个试样的氧浓度用 $c_F$ 表示。

## 9 结果计算和表示

### 9.1 氧指数的计算

以体积分数表示的氧指数(OI)，按式(1)算：

$$OI = c_F + kd \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

OI——氧指数，%；

$c_F$ ——8.9.3中最后一个氧浓度，%；

$d$ ——8.9中使用和控制的氧浓度间隔，%；

$k$ ——系数，查表1；

报告OI时，取一位小数，不修约。计算标准偏差 $\sigma$ 时，OI应计算到二位小数。

### 9.2 $K$ 值的确定

$K$  值和符号取决于按8.9试验的试样的反应类型，先按将8.9.2~8.9.3 进行试验得到的最后五个反应符号按原序排列，再按下述方法确定：

a) 如果第一个反应符号是“×”，则在表1第1列中找出与最后五个反应符号一致对应的那一行，再根据8.9.1~8.9.2中得到的反应符号是“○”的总数，从表1(a)项中找出与“○”数目相同的那一列。行列交叉处即为所求 $K$  值。

b) 如果第一个反应符号是“○”，则在表1第6列中找出与最后五个反应符号一致对应的那一行，再根据8.9.1~8.9.2中得到的反应符号是“×”的总数，从表1(b)项中找出与“×”数目相同的那一列，行列交叉处即为所求 $K$  值，但其符号相反。

表 1 用于计算氧指数浓度的  $k$  值

| 1               | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 最后五次测定的<br>反应符号 | (a)   |       |       |       |       |
|                 | ○     | ○○    | ○○○   | ○○○○  |       |
| ×○○○○           | -0.55 | -0.55 | -0.55 | -0.55 | ○×××× |
| ×○○○×           | -1.25 | -1.25 | -1.25 | -1.25 | ○×××○ |
| ×○○×○           | 0.37  | 0.38  | 0.38  | 0.38  | ○××○× |
| ×○○××           | -0.17 | -0.14 | -0.14 | -0.14 | ○××○○ |
| ×○×○○           | 0.02  | 0.04  | 0.04  | 0.04  | ○×○×× |
| ×○×○×           | -0.50 | -0.46 | -0.45 | -0.45 | ○×○×○ |
| ×○××○           | 1.17  | 1.24  | 1.25  | 1.25  | ○×○○× |
| ×○×××           | 0.61  | 0.73  | 0.76  | 0.76  | ○×○○○ |
| ××○○○           | -0.30 | -0.27 | -0.26 | -0.26 | ○○××× |
| ××○○×           | -0.83 | -0.76 | -0.75 | -0.75 | ○○××○ |
| ××○×○           | 0.83  | 0.94  | 0.95  | 0.95  | ○○×○× |
| ××○××           | 0.30  | 0.46  | 0.50  | 0.50  | ○○×○○ |
| ×××○○           | 0.50  | 0.65  | 0.68  | 0.68  | ○○○×× |
| ×××○×           | -0.04 | 0.19  | 0.24  | 0.25  | ○○○×○ |
| ××××○           | 1.60  | 1.92  | 2.00  | 2.01  | ○○○○× |

|       |      |      |      |      |             |
|-------|------|------|------|------|-------------|
| ××××× | 0.89 | 1.33 | 1.47 | 1.50 | ○○○○○       |
|       | (b)  |      |      |      | 最后五次测定的反应符号 |
|       | ×    | ××   | ×××  | ×××× |             |

### 9.3 氧浓度间隔的校验

氧浓度间隔校验按式(2)计算:

$$\frac{2}{3}\hat{\sigma} < d < \frac{3}{2}\hat{\sigma} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$d$  ——8.9中所用的氧浓度的间隔, % ;

$\hat{\sigma}$  ——标准偏差。

标准偏差按式(3)计算:

$$\hat{\sigma} = \left[ \frac{\sum (c_i - OI)^2}{n-1} \right]^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\hat{\sigma}$  ——标准偏差;

$c_i$  ——8.9.2~8.9.3 中最后6个试样的氧浓度, %;

OI ——按式(1)计算所得的氧指数值, %;

$n$  —— 计入  $\sum (c_i - OI)^2$  的氧浓度的测定次数。

按式(3)计算的标准偏差  $\hat{\sigma}$  如果满足式(2), 则按式(1)计算的氧指数结果有效。否则, 重复8.9.1~8.9.3的步骤。

### 10.0 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 注明试验采用本标准方法, 如有改变, 应说明细节;
- b) 试验的描述: 产品规格, 生产批号和日期等;
- c) 试样的质量;
- d) 试样的氧指数值;
- e) 试样点燃气体种类;
- f) 试验环境、日期和试验人员;
- g) 其它需要注明的事项;
- h) 声明本试验结果仅供评价在本试验条件下材料的燃烧特性, 不能用于评价在其他形式或其他条件下材料着火的安全性。

## 附录 A

(资料性附录)

## 试验结果示例

采用×××××标准测出的氧指数，试验结果记录可用如下形式：

材料：阻燃切片

规格：

试样：质量0.16g

试验环境：温度23℃，相对湿度58%

点燃气体：丙烷

氧浓度变量：0.2%

氧指数结果：29.5%

试验日期：2009年8月10日。

第一部分 初始氧浓度的测定结果，记于表C.1。

表 C.1 初始氧浓度记录

|                   |      |      |      |      |      |
|-------------------|------|------|------|------|------|
| 氧浓度(体积分数)/%       | 25.0 | 35.0 | 30.0 | 32.0 | 31.0 |
| 燃烧长度/mm           | 10   | >30  | 20   | >30  | >30  |
| 燃烧时间/s            |      |      |      |      |      |
| 反应符号<br>("○"或"×") | ○    | ×    | ○    | ×    | ×    |

氧浓度间距不大于1%的一对“×”和“○”反应中，“○”反应符号的氧浓度=30.0的就是初始氧浓度，作为第二部分的首次测定值。

第二部分 氧指数测定(按8.9)，记于表C.2。

表 C.2 氧浓度的改变记录

|                   | 8.9.1 | 8.9.2 |      |      |  | 8.9.3 |      |      |      | $C_F$ |
|-------------------|-------|-------|------|------|--|-------|------|------|------|-------|
| 氧浓度(体积分数)/%       | 30.0  | 29.8  | 29.6 | 29.4 |  | 29.6  | 29.4 | 29.6 | 29.8 |       |
| 燃烧长度/mm           | >30   | >30   | >30  | 22   |  | >30   | 20   | 27   | >30  |       |
| 燃烧时间/s            |       |       |      |      |  |       |      |      |      |       |
| 反应符号<br>("○"或"×") | ×     | ×     | ×    | ○    |  | ×     | ○    | ○    | ×    |       |

先将8.9.2~8.9.3 进行试验得到的最后五个反应符号按原序排列：○×○○×，再根据9.2(b)从表1找到“○×○○×”所在行，“×××”所在栏，行列交叉处为1.25，符号取反，得 $k=-1.25$

$$OI = c_F + kd = 29.8 + (-1.25 \times 0.2)$$

$$= 29.5\% \text{ (取一位小数, 氧指数测定值)}$$

$$= 29.55\% \text{ (取二位小数, 供第三部分计算和验证d用)}$$

第三部分 氧浓度间隔 $d\%$ 的验证。

$$\text{标准偏差: } \hat{\sigma} = \left[ \frac{\sum (c_i - \text{OI})^2}{n-1} \right]^{\frac{1}{2}}$$

计算过程，记于表C.3。

表 C.3 氧浓度标准差计算表

| 最后 6 个试验结果 | $c_i$ | OI    | $c_i - \text{OI}$ | $(c_i - \text{OI})^2$ |
|------------|-------|-------|-------------------|-----------------------|
| 1          | 29.8  | 29.55 | 0.25              | 0.0625                |
| 2          | 29.6  | 29.55 | 0.05              | 0.0025                |
| 3          | 29.4  | 29.55 | -0.15             | 0.0225                |
| 4          | 29.6  | 29.55 | 0.05              | 0.0025                |
| 5          | 29.4  | 29.55 | -0.15             | 0.0225                |
| 6          | 29.6  | 29.55 | 0.05              | 0.0025                |

表中  $c_i$  栏包括用于测定  $c$  和前 5 次的氧浓度， $n = 6$

$$\hat{\sigma} = \left[ \frac{\sum (c_i - \text{OI})^2}{n-1} \right]^{\frac{1}{2}} = \left( \frac{0.1150}{5} \right)^{\frac{1}{2}} = 0.152$$

$$\frac{2}{3} \hat{\sigma} = 0.101$$

$$d = 0.2$$

$$\frac{3}{2} \hat{\sigma} = 0.228$$

符合公式  $\frac{2}{3} \hat{\sigma} < d < \frac{3}{2} \hat{\sigma}$ ，OI=29.5 有效。

---