

中华人民共和国国家标准

塑料燃烧性能试验方法 氧指数法

GB/T 2406—93

Plastics—Determination
of flammability by oxygen index

代替 GB 2406—80

本标准参照采用国际标准 ISO 4589—1984《塑料——氧指数法测定燃烧性》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了在规定的试验条件下,在氧、氮混合气流中,测定刚好维持试样燃烧所需的最低氧浓度(亦称氧指数)的试验方法。

本标准适用于评定均质固体材料、层压材料、泡沫材料、软片和薄膜材料等在规定试验条件下的燃烧性能,其结果不能用于评定材料在实际使用条件下着火的危险性。

本方法不适用于评定受热后呈高收缩率的材料。

2 引用标准

- GB 2828 逐批检查计数抽样程序及抽样表
- GB 2918 塑料试样状态调节和试验的标准环境
- GB 3863 工业用气态氧
- GB 3864 工业用气态氮
- GB 5471 热固性模塑料压塑试样的制备方法
- GB 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性
- GB 9352 热塑性塑料压缩试样的制备
- GB 11997 塑料多用途试样的制备和使用

3 方法提要

将试样垂直固定在燃烧筒中,使氧、氮混合气流由下向上流过,点燃试样顶端,同时计时和观察试样燃烧长度,与所规定的判据相比较。在不同的氧浓度中试验一组试样,测定塑料刚好维持平稳燃烧时的最低氧浓度,用混合气中氧含量的体积百分数表示。

4 试验设备

4.1 氧指数仪

氧指数仪示意图如图 1 所示。

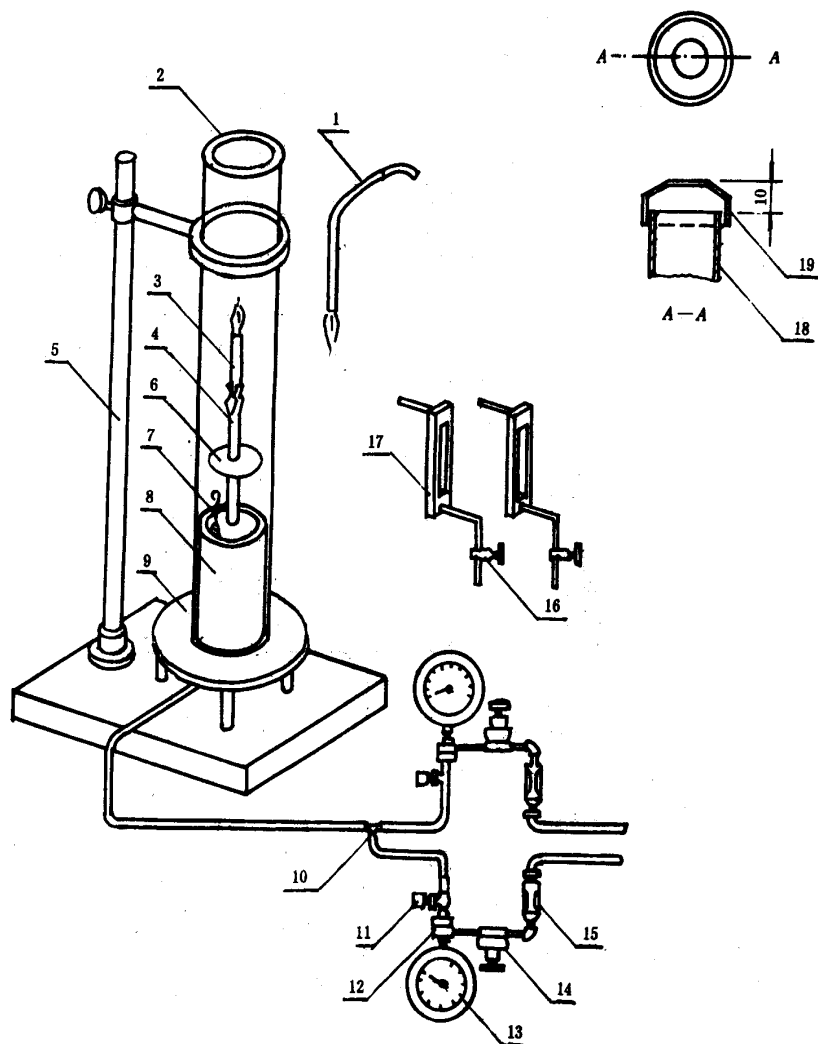


图1 氧指数测定仪示意图

1—点火器；2—玻璃燃烧筒；3—燃烧着的试样；4—试样夹；5—燃烧筒支架；6—金属网；7—测温装置；8—装有玻璃珠的支座；9—基座架；10—气体预混合结点；11—截止阀；12—接头；13—压力表；14—精密压力控制器；15—过滤器；16—针阀；17—气体流量计；18—玻璃燃烧筒；19—限流盖

4.1.1 燃烧筒

最小内径75 mm、高450 mm、顶部出口的内径为40 mm的耐热玻璃管，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的玻璃珠充填，充填高度为80~100 mm。在玻璃珠的上方装有金属网，以防下落的燃烧碎片阻塞气体入口和配气通路。

4.1.2 试样夹

4.1.2.1 自撑材料的试样夹

能固定在燃烧筒轴心位置上，并能垂直夹住试样的构件。

4.1.2.2 非自撑材料的试样夹

采用图2所示的框架，将试样的两个垂直边同时固定在框架上。

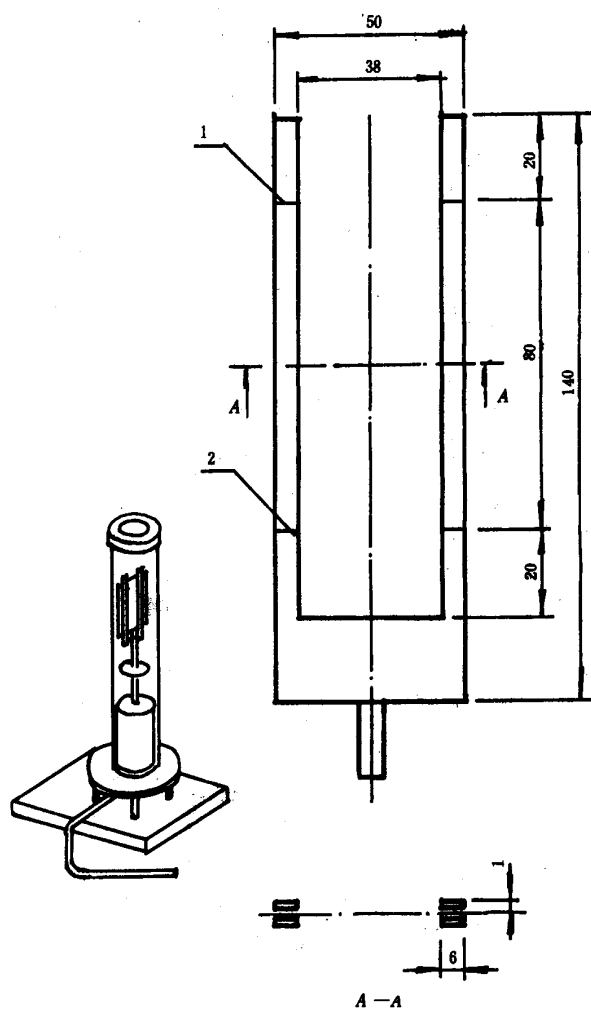


图 2 支撑非自撑试样的框架结构

1—上参照标记;2—下参照标记

4.1.3 流量测量和控制系统

能测量进入燃烧筒的气体流量,控制精度在 $\pm 5\%$ (V/V)之内的流量测量和控制系统,至少2年校准一次。

设备校正,参见附录A。

4.2 气源

用GB 3863中所规定的氧和GB 3864中所规定的氮及所需的氧、氮气钢瓶和调节装置。气体使用的压力不低于1 MPa。

4.3 点火器

由一根金属管制成,尾端有内径为 2 ± 1 mm的喷嘴,能插入燃烧筒内点燃试样。通以未混有空气的丙烷,或丁烷、石油液化气、煤气、天然气等可燃气体。点燃后,当喷嘴垂直向下时,火焰的长度为 16 ± 4 mm。

注:仲裁试验时,须以未混有空气的丙烷作为点燃气体。

4.4 排烟系统

能排除燃烧产生的烟尘和灰粒,但不应影响燃烧筒中的温度和气体流速。

4.5 计时装置

具有±0.25 s精度的计时器。

5 试样

5.1 取样

按产品标准或按 GB 2828 的有关规定取样。

5.2 试样制备

按产品标准的有关规定或按 GB 5471、GB 9352、GB 11997 等有关标准，模塑或切割符合尺寸规定要求的试样。

5.3 试样类型、尺寸和用途

表 1

mm

类型	型式	长		宽		厚		用途
		基本尺寸	极限偏差	基本尺寸	极限偏差	基本尺寸	极限偏差	
自撑材料	I	80~150	—	10	±0.5	4	±0.25	用于模塑材料
	II					10	±0.5	用于泡沫材料
	III					<10.5	—	用于原厚的片材
	IV			70~150		6.5	3	±0.25
非自撑材料	V	140	-5	52	—	≤10.5	—	用于软片或薄膜等

注：不同型式、不同厚度的试样，测试结果不可比。

5.4 试样数量

每组试样至少 15 条。

5.5 外观要求

试样表面清洁，无影响燃烧行为的缺陷，如：气泡、裂纹、溶胀、飞边、毛刺等。

5.6 试样的标线

对 I、II、III、IV 型试样，标线划在距点燃端 50 mm 处，对 V 型试样，标线划在框架上（见图 2 所示）或划在距点燃端 20 mm 和 100 mm 处。

5.7 状态调节与试验环境

状态调节按 GB 2918 中有关规定进行。

试验环境应在 GB 2918 所规定的常温、常湿下进行，即环境温度为 10~35℃，相对湿度为 45%~75%。如有特殊要求，在产品标准中规定。

6 试验程序

6.1 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%。

6.2 调整仪器和点燃试样

6.2.1 安装试样

将试样夹在夹具上，垂直地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,其暴露部分最低处应高于燃烧筒底部配气装置顶端至少 100 mm。

6.2.2 调节气体控制装置

调节气体混合及流量控制装置,使混合气中的氧浓度为 6.1 所确定的氧浓度,以 40 ± 10 mm/s 的速度流经燃烧筒,洗涤燃烧筒至少 30 s。

6.2.3 点燃试样

6.2.3.1 方法 A 顶端点燃法

使火焰的最低可见部分接触试样顶端并覆盖整个顶表面,勿使火焰碰到试样的棱边和侧表面。在确认试样顶端全部着火后,立即移去点火器,开始计时或观察试样烧掉的长度。

点燃试样时,火焰作用的时间最长为 30 s,若在 30 s 内不能点燃,则应增大氧浓度,继续点燃,直至 30 s 内点燃为止。

6.2.3.2 方法 B 扩散点燃法

充分降低和移动点火器,使火焰可见部分施加于试样顶表面,同时施加于垂直侧表面约 6 mm 长。点燃试样时,火焰作用时间最长为 30 s,每隔 5 s 左右稍移开点火器观察试样,直至垂直侧表面稳定燃烧或可见燃烧部分的前锋到达上标线处,立即移去点火器,开始计时或观察试样燃烧长度。

若 30 s 内不能点燃试样,则增大氧浓度,再次点燃,直至 30 s 内点燃为止。

方法 B 也适用于 I、II、III、IV 型试样,标线应划在距点燃端 10 mm 和 60 mm 处。

注:① 点燃试样是指引起试样有焰燃烧,不同点燃方法的试验结果不可比。

② 燃烧部分包括任何沿试样表面滴下的燃烧滴落物。

6.3 燃烧行为的评价

6.3.1 评价准则

燃烧行为的评价准则,见表 2 所示。

表 2

试样型式	点燃方式	评价准则(两者取一)	
		燃烧时间,s	燃烧长度
I II III IV	A 法	180	燃烧前锋超过上标线
	B 法		燃烧前锋超过下标线
V	B 法		燃烧前锋超过下标线

6.3.2 “○”与“×”反应的确定

点燃试样后,立即开始计时,观察试样燃烧长度及燃烧行为。若燃烧中止,但在 1 s 内又自发再燃,则继续观察和计时。

如果试样的燃烧时间或燃烧长度均不超过表 2 的规定,则这次试验记录为“○”反应,并记下燃烧长度或时间。

如果二者之一超过表 2 的规定,扑灭火焰,记录这次试验为“×”反应。

还要记下材料燃烧特性,例如:熔滴、烟灰、结炭、漂游性燃烧、灼烧、余辉或其他需要记录的特性。

如果有无焰燃烧,应根据需要,报告无焰燃烧情况或包括无焰燃烧时的氧指数。

6.3.3 下次试验准备

取出试样,擦净燃烧筒和点火器表面的污物,使燃烧筒的温度回复至常温或另换一个为常温的燃烧筒,进行下一个试验。

如果试样足够长,可以将试样倒过来或剪掉燃烧过的部分再用。但不能用于计算氧浓度。

6.4 逐次选择氧浓度

采用“少量样品升-降法”这一特定的条件,以任意步长做为改变量,按 6.2~6.4 条,进行一组试样的试验。

- a. 如果前一条试样的燃烧行为是“X”反应,则降低氧浓度。
- b. 如果前一条试样的燃烧行为是“O”反应,则增大氧浓度。

6.5 初始氧浓度的确定

采用任一合适的步长,重复 6.2~6.4,直到以体积百分数表示的二次氧浓度之差不大于 1.0%,并且一次是“O”反应,一次是“X”反应为止。将这组氧浓度中得“O”反应的记作初始氧浓度 ϕ_0 。

注:一张记录本条和下条试验结果的表格示于附录 B。

6.6 氧浓度的改变

6.6.1 用初始氧浓度 ϕ_0 重复 6.2~6.3 操作,记录在 ϕ_0 时所对应的“X”或“O”反应。即为 N_L 系列的第一个值。

6.6.2 用混合气浓度的 0.2%(V/V)为步长,重复 6.2~6.4 操作,测得一组氧浓度值及对应的反应。直至得到不同于 6.6.1 的反应为止,记下这些氧浓度值及其反应。

6.6.1 和 6.6.2 测得的结果,即为 N_L 系列。

6.6.3 仍以 0.2%(V/V)为步长,重复 6.2~6.4,再测试四条试样,记下各次的氧浓度及所对应的反应,最后一条试样的氧浓度,用 ϕ_F 表示。

6.6.1~6.6.3 试验结果,组成 N_T 系列。

7 结果的计算

7.1 氧指数的计算

以体积百分数表示的氧指数,按式(1)计算:

$$OI = \phi_F + Kd \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: OI——氧指数, %;

ϕ_F —— N_T 系列最后一个氧浓度,取一位小数, %;

d ——6.6 使用和控制的一个氧浓度之差,即步长,取一位小数;

K ——查表 3 所得的系数。

报告 OI 时,取一位小数,不能修约,为了计算 7.3 的标准偏差 $\hat{\sigma}$, OI 应计算到二位小数。

表 3

1	2	3	4	5	6
最后五次 试验的反应	a. N_L 前几次测试的反应如下时的 K 值				
	○	○○	○○○	○○○○	
X○○○○	-0.55	-0.55	-0.55	-0.55	○XXXX
X○○○X	-1.25	-1.25	-1.25	-1.25	○XXX○
X○○X○	0.37	0.38	0.38	0.38	○XXOX
X○○XX	-0.17	-0.14	-0.14	-0.14	○XX○○
X○X○○	0.02	0.04	0.04	0.04	○XOXX
X○X○X	-0.50	-0.46	-0.45	-0.45	○XOX○
X○XX○	1.17	1.24	1.25	1.25	○X○○X
X○XXX	0.61	0.73	0.76	0.76	○X○○○
XX○○○	-0.30	-0.27	-0.26	-0.26	○○XXX
XX○○X	-0.83	-0.76	-0.75	-0.75	○○XX○
XXOX○	0.83	0.94	0.95	0.95	○○XOX
XXOXX	0.30	0.46	0.50	0.50	○○X○○
XXX○○	0.50	0.65	0.68	0.68	○○○XX
XXXOX	-0.04	0.19	0.24	0.25	○○○X○
XXX○X	1.60	1.92	2.00	2.01	○○○○X
XXXXX	0.89	1.33	1.47	1.50	○○○○○
	b. N_L 前几次试验的反应如下时的 K 值				最后五次 试验的反应
	X	XX	XXX	XXXX	

7.2 K 值的确定

a. 按 6.6.1 条试验的试样如为“○”反应,则第一个相反的反应是“X”反应,从表 3 第一栏中找出所对应的反应,并按 N_L 系列的前几个反应,查出所对应的行数,即为所需 K 值,其符号与表中符号相同。

b. 按 6.6.1 条试验的试样如为“X”反应,则第一个相反的反应是“○”反应,从表 3 第六栏中找出所对应的反应,并按 N_L 系列的前几个反应,查出所对应的行数,即为所需 K 值,其符号与表中符号相反。

7.3 步长 d 值的校验

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

式中: d ——7.1 中所用的步长, %;

$\hat{\sigma}$ ——标准偏差。

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

式中： ψ_i —— N_T 系列中最后六个试样所对应的氧浓度值，%；

n ——计入 $\sum(\psi_i - OI)^2$ 的氧浓度测定次数。

若 d 满足式(2)的条件或者 $d=0.2$ 时， $d > \frac{2}{3}\hat{\sigma}$ ，则 OI 有效。

若 $d < \frac{2}{3}\hat{\sigma}$ ，则增大 d ，重复 6.6 操作，直至满足(2)式为止。

若 $d > \frac{3}{2}\hat{\sigma}$ ，则减小 d ，重复 6.6 操作，直至满足条件为止。一般不应将 d 减少至小于 0.2，除非相应的产品标准有规定。

注：对于本标准， $n=6$ 。若 $n < 6$ ，则方法失去精密性。若 $n > 6$ ，则需另选统计方法。

7.4 结果的精密度

对易点燃和燃烧稳定的材料，本方法具有表 4 所示的精确度。

表 4

95%置信度近似值	实验室内	实验室间
标准偏差	0.2	0.2
重复性 r	0.5	—
再现性 R	—	1.4

注：表 4 所示的数据，是于 1978~1980 年间，由 16 个实验室和 12 个样品所做的国际实验室间试验所确定的。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 注明采用本国家标准；
- b. 材料的鉴别特征，名称、牌号、批号、生产厂、出厂日期等；
- c. 试样制备方法、型式、尺寸、状态调节情况；
- d. 试样点燃方式，点燃气体种类；
- e. 氧指数 OI 和步长 d ；
- f. 燃烧特性；
- g. 无焰燃烧情况或包括无焰燃烧时的氧指数；
- h. 试验环境、日期和试验人员；
- i. 声明本试验结果仅供评定在规定条件下材料的燃烧特性，不能用于推断该材料在其他条件下或其他形状下着火的危险性；
- j. 其他需要注明的事项。

附录 A
设备的校正
(参考件)

A1 气体流速控制的校正

流经燃烧筒的气体流速,可用水封鼓式旋转计或其他等效装置进行校验。其准确度为流经燃烧筒流速的 ± 2 mm/s。也可用式(A1)计算:

$$F = 1.27 \times 10^6 \frac{Q_v}{D^2} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: F ——流经燃烧筒的气体流速,mm/s;

Q_v ——在 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 下流经燃烧筒的气体总流量,L/s;

D ——燃烧筒内径,mm。

A2 氧浓度控制的校正

进入燃烧筒的混合气体中的氧浓度应校准至混合气体的 0.1%(V/V)。校准方法可以从燃烧筒中取样进行分析,也可以使用校正过的氧分析仪就地进行分析。至少校核三个不同的浓度,分别代表设备所要用的氧浓度范围的最大、最小和中间值。

A3 整台仪器的校正

通过试验一组已知氧指数的材料,用所得结果与预期结果相比较。

附录 B
试验结果记录
(参考件)

B1 采用 GB 2406 测出的氧指数,试验结果记录可用如下型式:

材料:酚醛层压板
 试样型式:Ⅲ(厚度 4 mm)
 点燃方法:A
 点燃气体:丙烷
 状态调节:按 GB 2918 进行
 试验日期:1980年10月13日

第一部分 初始氧浓度的测定结果,记于表 B1:

表 B1

氧浓度, %	25.0	35.5	30.0	32.0	31.0	
燃烧时间, s	10	>180	140	>180	>180	
燃烧长度, mm	—					
反应(“○”或“×”)	○	×	○	×	×	

氧浓度间隔不大于 1% 的一对“×”和“○”反应中,“○”反应的氧浓度 $\phi_0=30.0$, 该值再次用于第二部分的首次测定。

第二部分 氧指数的测定结果, 记于表 B2:

表 B2

N_T 系列的测定

N_L 系列测定					ϕ_F					
氧浓度, %	30.0	29.8	29.6	29.4		29.4	29.6	29.4	29.6	29.8
燃烧时间, s	>180	>180	>180	150		150	>180	110	165	>180
燃烧长度, mm	—	—	—	—		—	—		—	—
反应	×	×	×		→ ○	×	○	○	○	×

查表 3 得, $K=-1.25$

$$\begin{aligned}
 OI &= \phi_F + Kd = 29.8 + (-1.25 \times 0.2) \\
 &= 29.55\% \\
 &= 29.5\%
 \end{aligned}$$

第三部分 步长 d 的校验
标准偏差:

$$\hat{\sigma} = \left(\frac{\sum(\phi_i - OI)^2}{n-1} \right)^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (B1)$$

计算过程, 记于表 B3:

表 B3

最后六个 试验结果	氧 浓 度			
	ϕ_i	OI	$\phi_i - OI$	$(\phi_i - OI)^2$
1	29.6	29.55	0.05	0.0025
2	29.4	29.55	-0.15	0.0225
3	29.6	29.55	0.05	0.0025

续表 B3

最后六个 试验结果	氧 浓 度			
	ψ_i	OI	$\psi_i - \text{OI}$	$(\psi_i - \text{OI})^2$
4	29.4	29.55	-0.15	0.022 5
5	29.6	29.55	0.05	0.002 5
ψ_F 6	29.8	29.55	0.25	0.062 5

$$\Sigma(\psi_i - \text{OI})^2 = 0.115$$

$$\hat{\sigma} = \left(\frac{0.115}{5} \right)^{\frac{1}{2}} = 0.152$$

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

$$d = 0.2$$

$$\frac{3}{2} \hat{\sigma} = 0.227$$

OI = 29.5 有效。

附 录 C 氧 浓 度 的 计 算 (参考件)

C1 当需要更准确地计算氧浓度时,氧浓度应按式(C1)计算:

$$\psi_0 = \frac{100V_0}{V_0 + V_N} \dots\dots\dots (C1)$$

式中: ψ_0 ——以体积百分数表示的氧浓度, %;

V_0 ——在 23°C 时单位体积混合气体内的氧气体积;

V_N ——在 23°C 时单位体积混合气体内的氮气体积。

当考虑氧、氮所组成的混合气流中,各气体内所含氧的比率时,例如:混合气是由含氧量 98.5% (V/V) 的氧气和含氧量 0.5% (V/V) 的氮气组成,则氧浓度按式(C2)计算:

$$\psi_0 = \frac{98.5 V'_0 + 0.5 V'_N}{V'_0 + V'_N} \dots\dots\dots (C2)$$

式中: V'_0 ——单位体积混合气中氧体积;

V'_N ——单位体积混合气中氮体积。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会物理力学方法分技术委员会归口。

本标准由化学工业部晨光化工研究院一分院负责起草。

本标准主要起草人邱丽霞。