

氧指数测定仪的改进及其应用

石小丽^a, 吴雪云^b, 赵云^b, 莫小杰^b

(苏州大学 a. 材料与化学化工部; b. 纺织与服装工程学院, 江苏 苏州 215021)

摘要: 氧指数测定仪是用来鉴定聚合物材料难燃性的仪器。现有氧指数仪存在对样品形状有限制和测试数据少等缺陷。改进型氧指数测定仪由氮气测量与控制装置、氧气测量与控制装置、氮气与氧气混合装置、丙烷点火器、燃烧系统、样品温度与时间测量装置构成。改进型氧指数测定仪特别适用于没有固定形状的样品, 测试结果包括氧指数值和燃烧温度-时间曲线, 氧指数大小基于燃烧温度而确定。对于氧指数大于80%的样品, 改进后的氧指数测定仪可以通过样品燃烧温度的高低来判断阻燃性能的相对优劣。改进型氧指数仪适应的样品范围更广、提供测试数据更多和更科学, 也更能适应实验室研究和实验教学的需要。

关键词: 氧指数测定仪; 仪器; 改进; 应用

中图分类号: TQ016.5 + 2; TB94 文献标志码: B doi: 10.3969/j.issn.1672-4550.2012.06.005

New Powder Oxygen Index Tester and Its Usage

SHI Xiao-li^a, WU Xue-yun^b, ZHAO Yun^b, MO Xiao-jie^b

(a. College of Chemical Engineering and Materials Science;

b. Faculty of Textiles and Clothing Engineering, Soochow University, Suzhou 215021, China)

Abstract: The oxygen index test instrument is usually used for the classification of the polymeric flame retardancy. The existing tester demands self support samples and provides reduced test results. The new oxygen index tester includes oxygen flow rate measurement and adjustment, nitrogen flow rate measurement and adjustment, nitrogen and oxygen mixing component, propane igniter, combustion barrel, and temperature and time recorders, which is especially suitable for the samples without solid shape, and supplies with the oxygen index number and the combustion temperature-time curve. The oxygen index number is determined based on the combustion temperature rather than combustion phenomena. What we should mention is the applicability for the materials difficult to be ignited at the oxygen content of even greater than 80%. Therefore, the improved tester can adapt to a variety of samples and offer more results on more scientific bases. The new oxygen index tester can be particularly used for the experimental teaching and the laboratory research activity.

Key words: oxygen index tester; instrument; modification; usage

氧指数仪主要用来测定聚合物等材料燃烧过程所需氧气的百分比, 可作为鉴定这类材料难燃性的手段。国家标准GB/T 5454-1997^[1]和GB/T 2406-1993^[2]分别规定了纺织品与塑料氧指数燃烧性能的测试方法。现有的氧指数仪只适用于匀质固体材料、层压材料、泡沫塑料、织物、软片和薄膜等材料的燃烧性能测试。要测上述材料的氧指数时, 必须先将物体制成标准样片才能进行测试, 需要经过很多工序, 这无疑给开发研究新型阻燃材料增加了困难与成本。另外, 燃烧试验时, 使用者只能通过肉眼观察样品燃烧情况及其外观变化, 无法获得更多和更科学的数据。我们对现有氧指数仪进行了一系列的改进, 不仅适用于其他没有确定形状的样品, 如粉体、液体、膏状样品, 而且能获取更科学

的数据。本实验仪器现已经申报国家发明专利^[3]。

1 改进型氧指数仪的原理与构造

现有氧指数的测试过程中, 将一定尺寸的试样用试样夹持于透明燃烧筒内, 筒中通入一定比例的氧气与氮气混合气流, 点着试样的上端, 观察随后的燃烧现象, 记录持续燃烧的时间或燃烧过的长度。试样的燃烧时间超过3 min或火焰前沿超过50 mm标线时, 就降低氧气浓度; 试样的燃烧时间不足3 min或火焰前沿不到标线时, 就增加氧浓度。如此反复操作, 从上下两侧逐渐接近规定值, 至两者的浓度差小于0.5%, 此时得出的氧气含量就是试样的氧指数。

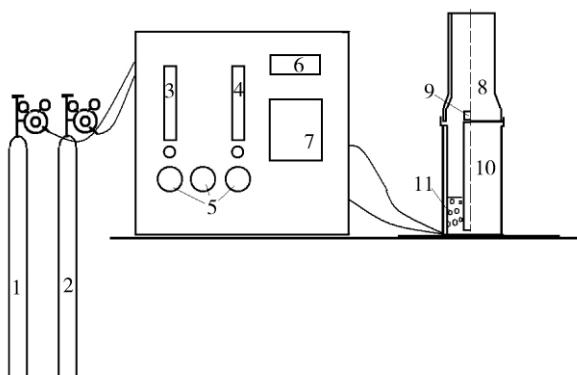
改进型氧指数仪所测阻燃性能参数包括粉体氧指数(POI)和样品温度(T_r) - 时间曲线。粉体氧指数测定方法类似于上述氧指数测定方法, 采用氧气占氧-氮气混合体积比。当燃烧时间达到3 min时, 样品背面温度达到最大时所对应氧气含量, 称

收稿日期: 2012-05-18

作者简介: 石小丽(1972-), 女, 在读博士, 实验师, 主要从事无机非金属材料的实验教学和科研工作。

为粉体氧指数。样品温度测定时，将温度传感器(热电偶)固定在样品池的底部，当样品点燃时间结束后开始计时，并同时记录样品燃烧温度，实验结果为燃烧时间-样品温度曲线。

改进型氧指数测定装置由氮气测量与控制装置、氧气测量与控制装置、氮气与氧气混合装置、丙烷点火器、燃烧系统、样品温度与时间测量装置所构成(见图1)。其中，燃烧测量系统采用类似于氧指数仪的玻璃烟囱，燃烧器的耐热玻璃烟囱为筒状组合结构，分为上、下两部分，上端的直径较小、下端直径较大，中间为渐变区域。筒体的尺寸基于筒中气体处于层流状态，避免筒体直径变化时流动状态的变化。样品池则采用具有壁面绝热保温圆柱形容器，材质主体可为不锈钢、陶瓷、玻璃容器等。壁面热绝缘层可保证样品池底部所测温度是由于样品层的热传导作用(膨胀后可能包含对流作用)而造成的温度升高，避免由样品池壁面直接热传递而引起的温度升高。



1, 2 – 氮气和氧气瓶; 3, 4 – 氮气与氧气流量计; 5 – 压力表; 6 – 温度显示器; 7 – 温度-时间记录仪; 8 – 耐热玻璃圆筒; 9 – 样品池; 10 – 不锈钢圆筒底座; 11 – 玻璃微珠

图1 改进型氧指数测试仪

2 改进型氧指数仪的实验方法

样品点火方式(气源、火焰高度)与常规氧指数的测定方法基本相同。混合气体的总流量10 L/min，氧气、氮气以及混合气体的表前压力均为0.15 MPa左右，但点燃时间为30 s、60 s和90 s。对某些极其难燃的样品，氧指数值可以设定在约80%，点燃时间为180 s，同时测定样品燃烧温度，比较燃烧温度的高低，判断阻燃性能的相对优劣。

测试时，打开氧气瓶和氮气瓶，将样品放入样品池，通气一段时间后，点燃点火器，对样品进行

加热，点火器火焰长度为20~40 mm；打开温度记录仪与计时器，达到规定时间后停止点火，并同时开始记录燃烧温度。实验结束时，观察温度时间曲线在“点燃时间+燃烧时间180 s”处的斜率，根据斜率适当地调整氧气比例，使斜率基本为0，此直线所对应的氧气所占比例即为氧指数；若不能使恰好在该点处斜率为0，可取斜率最接近的上下两条线氧指数的平均值，即斜率稍大于0和稍小于0的两条曲线。这是由于样品持续燃烧时，会不断地产生热量，从而引起温度持续上升，则温度时间曲线斜率会大于0；而燃烧停止时，不再产生热量，温度通常会下降，温度曲线斜率会小于0，所以可以通过曲线的斜率来判断燃烧是否已停止。

3 实验结果与讨论

图2为不同氧含量条件下粉体聚丙烯燃烧温度与燃烧时间的关系(引燃时间为30 s)。由此可见，引燃时间为30 s，在三种不同氧含量条件下，聚丙烯燃烧温度随着燃烧时间增加，燃烧温度先增大，然后再减小。而氧气含量为24.0%时，背面温度最低，在引燃后3 min时，温度时间曲线的斜率基本为0，所以粉体聚丙烯的POI为24.0%；不过，固体聚丙烯样品的氧指数为18.5%。两者完全不同，造成这种明显差异的原因与样品形态有关，粉体氧指数的样品表观体积大，点燃时热损失大。

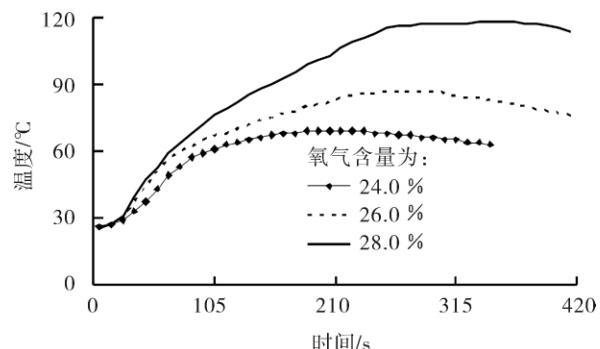


图2 纯聚丙烯燃烧温度与时间的关系(引燃时间为30 s)

图3和图4为引燃时间分别为60 s和90 s时的燃烧温度与燃烧时间的关系。由两图可见，氧气含量为24.0%时，最高背面温度为最小，在引燃后3 min时温度时间曲线的斜率基本为0，即粉体聚丙烯的POI仍为24.0%。可见，引燃时间的不同，并没有引起粉体氧指数的明显变化。相比较而言，引燃时间为90 s时，背面温度曲线规律性最好。

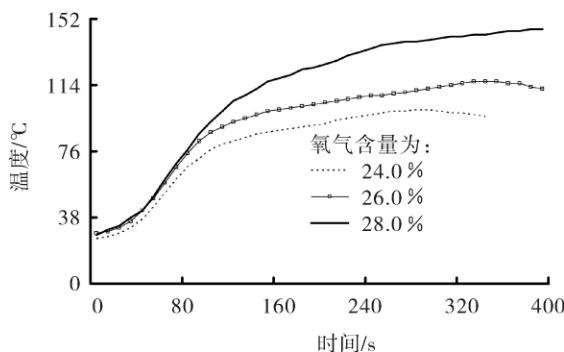


图3 纯聚丙烯燃烧温度与时间的关系(引燃时间为60 s)

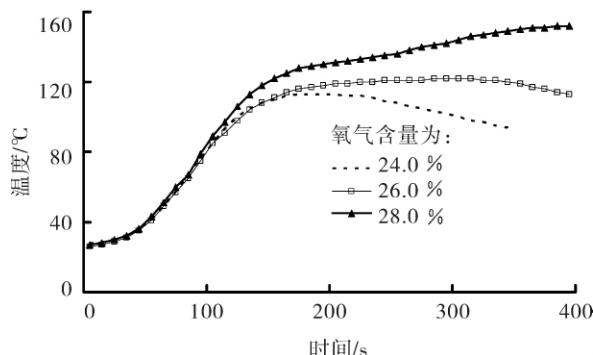


图4 纯聚丙烯燃烧温度与时间的关系(引燃时间为90 s)

图5为含质量有20%经典阻燃膨胀体系(聚磷酸铵质量:三聚氰胺质量:季戊四醇质量=2:1:1)的阻燃粉体聚丙烯的粉体氧指数测试结果^[4]。由此可见,当氧气含量为41.0%时,在引燃后180 s时,阻燃粉体聚丙烯背面燃烧温度出现最大值,温度时间曲线的斜率基本为0。所以,含有20%经典阻燃膨胀体系的粉体聚丙烯的POI为41.0%。

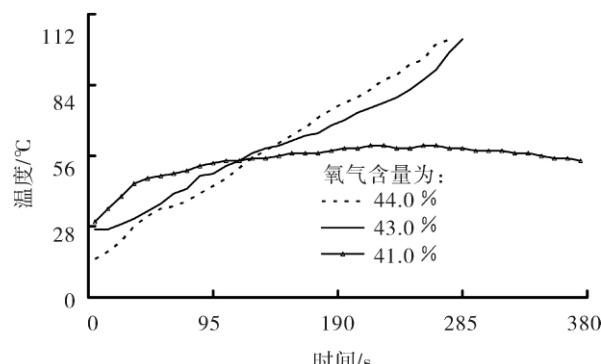


图5 含经典膨胀体系20%的改性聚丙烯燃烧温度与时间的关系(引燃时间为30 s)

图6则为纯经典膨胀体系燃烧温度与燃烧时间的关系。由于纯经典阻燃体系本身根本不能燃烧,因此,在测定粉体氧指数时,将氧气与氮气流量比设定在80%(相当于表观氧指数为80%),持续引燃时间180 s后撤移点火源,横坐标燃烧时间含引

燃时间180 s。由图6可见,引燃时间后,几乎立刻停止温度升高,这表明,经典体系本身是不会燃烧的。比较三条曲线发现,当三聚氰胺、聚磷酸铵和季戊四醇三者重量比例为55:88:33(任意设置的比例)时,样品底部温度最低,表明阻燃作用最优。而这比例接近公认的比例1:2:1。这也间接证明了改进型氧指数仪测试结果的科学性与可靠性。

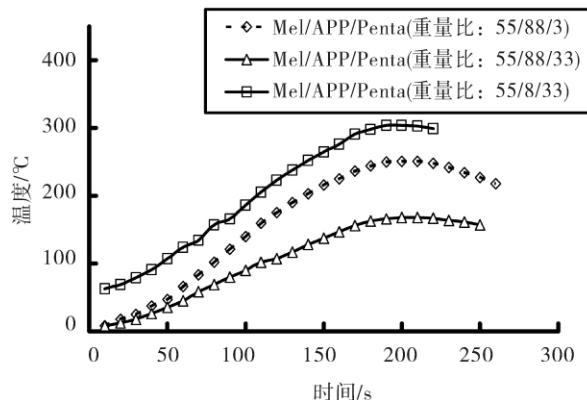


图6 经典膨胀体系燃烧温度与燃烧时间的关系(引燃时间180 s后撤移点火源, 燃烧时间含引燃时间。Mel为三聚氰胺, APP为聚磷酸铵, Penta为季戊四醇)

4 结 论

改进型氧指数测定仪测试原理同样基于氧气的相对消耗量而确定,但其所用样品形式可以为液体、粉体、膏状等没有固定形状的样品,且所测结果同时包括氧指数值和燃烧温度-燃烧时间曲线。特别是对那些阴燃性样品,由于阴燃同样会释放热量、引起燃烧温度升高,故这种氧指数测试结果更具有说服力。更值得一提的是,对于通常认为氧指数大于80%就无法测试的样品,这种氧指数仪仍可以通过样品燃烧温度的高低而判断阻燃性能的相对优劣。因此,改进型氧指数仪适应的样品范围更广、提供的测试数据更多和更科学。

参 考 文 献

- [1] 国家技术监督局. GB/T 5454 - 1997 纺织品燃烧性能试验方法 氧指数法 [S]. 北京: 国家技术监督局.
- [2] 国家技术监督局. GB/T 2406 - 1993 塑料燃烧性能试验方法 氧指数法 [S]. 北京: 国家技术监督局.
- [3] 吴雪云, 赵云, 莫小杰, 等. 一种氧指数测定方法及其装置 [P]. 中国, 201110435319.3. 2011.
- [4] 李小建, 朱新生, 周正华, 等. 添加剂对膨胀阻燃低密度聚乙烯性能的影响 [J]. 材料工程, 2006(Z1): 66 -71.