

氧指数测定仪校准规范 编制说明

重庆市计量质量检测研究院

2022年10月

氧指数测定仪校准规范

编制说明

一、任务来源

根据《市场监督管理总局办公厅关于印发 2022 年国家计量技术规范项目制定、修订及宣贯计划的通知》(2022) 70 号以及全国环境化学计量技术委员会环化委员会(2022) 018 号《关于落实 2022 年国家计量技术规范制定、修订计划的函》的要求,由重庆市计量质量检测研究院、贵州省计量测试院、甘肃省计量研究院等单位共同制定了《氧指数测定仪校准规范》JJF XXX-202X 校准规范。

二、规范制订的目的和意义

氧指数测定仪是检测材料在规定的试验条件下,在氧气和氮气混合气体中刚好维持试样燃烧所需的最低氧气浓度,其主要用于评定聚合物在规定试验条件下的燃烧性能,即测定聚合物刚好维持燃烧的最低氧的体积百分比浓度。氧指数测定仪适用于塑料、橡胶、纤维、泡沫塑料、软片和薄膜及纺织等材料的燃烧性能测定。氧指数测定仪主要由燃烧筒、试样夹、气源、气体减压计、点火器、秒表等构成。当被测试样的氧指数值完全未知时,可将试样在空气中点燃,如果试样迅速燃烧,则氧浓度可以从 18%左右开始。如果试样缓和的燃烧或燃烧的不稳定,选择初始氧浓度大约 21%。若试样在空气中不能继续燃烧,选择初始氧浓度不小于 25%。然后通过调节氧气的含量来测定被测试样的续燃时间、阴燃时间、损毁长度及极限氧浓度等参数。由上可见,氧指数测定仪对于塑料、橡胶、纤维、泡沫塑料、软片和薄膜及纺织等材料的燃烧性能测定有着至关重要的作用,其测量的不准确将直接影响被测样品物理性能的判断偏差,极有可能导致重大的财产及经济损失。随着工业制造业的迅猛发展,响应国家从中国制造向中国质造的转变,各企业已加大对产品氧指数的测定。但是我国对氧指数测定仪的计量溯源体系尚未建立,仪器的计量性能指标长期处于未校准状态,无法保证其测量结果的可靠性和溯源性。因此,为了加强全国氧指数测定仪的计量管理,保证其量值准确可靠,建立全国统一的量值溯源技术规范势在必行。

三、规范编制的原则和依据

本规范制定以国内实际情况为出发点，体现科学性、合理性、先进性、实用性。努力使规范校准项目、技术要求及校准方法与国际建议和国家（行业）标准、技术规范相符合。

本规范制定主要依据及参考了以下文件：

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

JJF 1001-2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

GB/T 2406.1-2008 塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第1部分：导则

GB/T 2406.2-2008 塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第2部分：室温试验

GB/T 5454-1997 纺织品 燃烧性能试验 氧指数法

GB/T 8924-2005 纤维增强塑料燃烧性能试验方法 氧指数法

JJG 257-2007 《浮子流量计》

JJG 52-2013 《弹性元件式一般压力表、压力真空表和真空表》

四、规范制定的主要内容及说明

1、适用范围

通过起草小组查阅文献资料、开展相关校准工作，和市场调研所得到的结果，本规范的内容适用于市面上目前主要在售的基于燃烧法测量原理的氧指数测定仪。所以本规范适用范围定为“本规范适用于基于燃烧法测量原理的氧指数测定仪的校准。”

2、概述

“概述”中强调了对本规范针对地分析仪器原理和应用及一般结构描述。

具体为：氧指数测定仪（以下简称仪器）是指测定纺织品、塑料、纸张等产品在燃烧过程中所需最低氧浓度（体积百分比）的仪器。其工作原理是通过在不同氧浓度中一系列试样的试验，根据其燃烧特性（燃烧时间或损毁长度）测定维持燃烧时的最低氧浓度值（百分含量表示）。氧指数测定仪主要由燃烧筒、试样夹、气源、气体减压计、流量计、氧分析仪、点火器等构成。

3、计量特性

3.1 气流稳定性

GB/T 2406.2-2008 塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第 2 部分：室温试验中对气流稳定性提了来明确要求，规定在流速为 40mm/s 时，气体流速变化不大于 2mm/s，结合该类仪器配置的通常为浮子流量计，检测时要求气流稳定性不超过 5%。且依据国标规定的燃烧筒范围为 75mm~100mm，而目前国内生产氧指数测定仪采用的为 75mm 内径，计算其在流速为 40mm/s 时流量计示值应为 10L/min。因此确定校准方法具体为，打开气源开关，调节气流总流量约为 10L/min，待流量稳定后，每间隔 1min 重复读数，共读数 7 次，按公式（1）计算气流稳定性 L。

$$\Delta L = \frac{L_{max}-L_{min}}{\bar{L}} \quad (1)$$

式中：

ΔL ——气流稳定性，%；

L_{max} ——7 次读数中的最值，L/min；

L_{min} ——7 次读数的中的最小值，L/min；

\bar{L} ——7 次读数的算术平均值，L/min。

3.2 流量示值误差

仪器通常配置的为浮子流量计，其准确度等级 2.5 级，结合实验数据确定其示值误差不超过 $\pm 2.5\%FS$ 。同时依据 GB/T 2406.1-2008 塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第 1 部分：导则、GB/T 2406.2-2008 塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第 2 部分：室温试验中规定测量时调节气体流速为 40mm/s，现行标准规定的燃烧筒内径为 75mm~100mm，而目前国内生产氧指数测定仪采用的为 75mm 内径，计算其在流速为 40mm/s 时流量计示值应为 10L/min，因而选取 8L/min、10L/min、12L/min 三个测量点进行测量，具体方法为依次调节气体总流量至 8L/min、10L/min、12L/min，待读数稳定后重复测量 3 次，按公式（2）计算流量示值误差，取绝对值最大的 ΔQ 为流量示值误差。

$$\Delta Q = \frac{\bar{q}-q}{Q_N} \quad (2)$$

式中：

ΔQ ——流量示值误差，%FS；

\bar{Q} ——被检流量计 3 次测量平均值, L/min;

Q ——标准流量计示值, L/min;

Q_N ——被检流量计满量程, L/min。

3.3 压力示值误差

仪器配置的通常为一般指针压力表, 准确度等级为 2.5 级, 结合实验数据及厂家给定参数, 确定压力示值误差不超过 $\pm 2.5\%FS$ 。由于仪器测量中要求进入混合前的气体压力稳定在 0.1MPa, 其校准方法为将标准压力表连接至被检压力表气路, 连接处应密封不漏气, 打开气源, 调节气源减压阀至标准压力表示值为 0.05MPa, 待读数稳定后重复测量 3 次, 取其算术平均值作为压力测量值。再依次调节标准压力表示值为 0.1MPa、0.15MPa, 待读数稳定后重复测量 3 次, 按公式 (3) 计算压力示值误差 UP 。取绝对值最大的 ΔP 为压力示值误差。

$$\Delta P = \frac{\bar{P} - P}{P_N} \quad (3)$$

式中:

ΔP ——压力示值误差, %FS;

\bar{P} ——被检压力表 3 次测量平均值, MPa;

P ——标准压力表示值, MPa;

P_N ——被检压力表满量程, MPa。

3.4 氧浓度示值误差

氧浓度示值误差直接关系到氧指数测量结果, 因此其准确度十分关键, GB/T 2406.1-2008 塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第 1 部分: 导则、GB/T 2406.2-2008 塑料 用氧指数法测定燃烧行为 第 2 部分: 室温试验中规定氧分析仪精度为 0.5%。目前仪器通常采用顺磁式氧分析仪, 结合仪器厂家技术指标及实验数据, 确定仪器计量特性氧浓度示值最大允许不超过 $\pm 0.5\%$ 。具体校准方法为待仪器预热完毕后按照从低浓度点至高浓度点的顺序, 在规定流量下将已知浓度的氮中氧气体标准物质通入仪器, 待读数稳定后读数, 每个点重复测量 3 次, 取其算术平均值作为仪器的氧浓度测量值, 按公式 (4) 计算氧浓度示值误差 ΔA , 取绝对值最大的 ΔA 为仪器的氧浓度示值误差。

$$\Delta A = \bar{A} - A \quad (4)$$

式中：

ΔA ——氧传感器的示值误差，%；

\bar{A} ——3次测量的算术平均值，%；

A ——氧气标准物质参考值，%。

3.5 氧指数测量误差

氧指数反映了材料的阻燃性能，其以空气氧浓度为界限可分为低氧区、高氧区，同时结合现有氧指数实验材料氧指数分布，将氧指数示值误差校准点分为20%以下、20%~35%时、35%以上三个区间。结合实验数据和厂家技术指标，确定氧指数为20%以下时，氧指数示值误差不超过±2%；氧指数为20%~35%时，氧指数示值误差不超过±4%；氧指数为35%以上时，氧指数示值误差不超过±5%。具体校准方法为待仪器预热完毕后分别选取氧指数为25%以下、氧指数为25%~35%及氧指数为35%以上的三种标准物质，根据仪器操作说明书的要求，分别测量其氧指数，重复测量3次，取其算术平均值作为仪器的测量值，按公式（5）计算仪器的氧指数示值误差 MOI ，取绝对值最大的 MOI 为仪器的氧指数示值误差。

$$\Delta OI = \bar{OI} - OI_s \quad (5)$$

式中：

ΔOI ——氧指数测量误差，%；

\bar{OI} ——3次测量的算术平均值，%；

OI_s ——氧指数标准物质的参考值，%。

3.6 氧指数测量重复性

实验数据显示，大部分仪器的重复性1%~3%，故定为不大于3%。

4、环境条件

GB/T 2406.1-2008 、GB/T 2406.2-2008 中规定环境温度：(23±2) °C，相对湿度：55%~65%。

5、校准用计量器具及配套设备

5.1 标准流量计

根据仪器流量范围及要求，确定标准流量计测量范围为（1.5~15）L/min，准确度等级不低于 1 级。

5.2 标准压力表

根据仪器压力范围及要求，确定标准压力计测量范围为（0~0.25）MPa，准确度等级不低于 0.5 级。

5.3 氮中氧气体标准物质

氧浓度值约为 18%、25%、35%， $U_{rel}=1\%$ ， $k=2$ 。

5.2.3 氧指数标准物质

氧指数为 35% 以下时，其定值的相对扩展不确定度不大于 3%（ $k=2$ ）；氧指数为 35% 以上时，其定值的相对扩展不确定度不大于 4%（ $k=2$ ）。国内现有氧指数标准物质参数见表 1。

表 1 国内现有氧指数标准物质参数

标准物质编号	标准值	相对扩展不确定度（ $k=2$ ）	研制单位
GBW（E） 130565	17.8%	3%	国防科技工业应用化学一级计量站
GBW（E） 130519	18.4%	2%	国防科技工业应用化学一级计量站
GBW（E） 130566	23.3%	3%	国防科技工业应用化学一级计量站
GBW（E） 130567	44.3%	4%	国防科技工业应用化学一级计量站

五、总结

在本规范的制定过程中，起草小组依据相关标准、相关资料和大量实验数据，本着科学合理、易于操作和普遍适用的原则，制定完成了氧指数测定仪校准规范。本规范制定以实际情况为出发点，体现科学性、合理性、实用性。努力使规范的校准项目、技术要求及校准方法与国家（行业）标准、技术规范相符合。