



Q/JSXSJ

江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司企业标准

Q/JSXSJ 008—2022

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 10点30分

阻燃无锑聚酯切片（PET）

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 10点30分

2022—08—18 发布

2022—09—01 实施

江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司 发布



前言

本标准按 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》进行编写。

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这些专利的责任。

本标准参照国家标准 FZ/T 51007-2012《阻燃聚酯切片（PET）》。

本标准中所确定的内容如与强制性标准相悖，应执行强制性标准。

本标准由江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司提出。

本标准起草单位：江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司。

本标准主要起草人：许晓敏、徐锦龙、韦甜、肖文成、吴妍、李昔澄、柳疆梅。

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 10点30分



阻燃无锑聚酯切片（PET）

1 范围

本标准规定了阻燃无锑聚酯切片（PET）的术语和定义、产品分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于以对苯二甲酸、乙二醇和阻燃剂为原料通过共缩聚制得的有光、半消光和全消光阻燃无锑聚酯切片（PET）的出厂检验、用户验收及仲裁检验等。其他类型的阻燃无锑聚酯切片（PET）可参照使用。

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 3863 工业氧

GB/T 3864 工业氮

GB/T 3922 纺织品 色牢度试验 耐汗渍色牢度

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14189 纤维级聚酯切片（PET）

GB/T 14190-2008 纤维级聚酯切片（PET）试验方法

3 术语和定义

GB/T 14189、GB/T 14190 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

氧指数（OI）oxygen index

在规定的试验条件下，试样在氧、氮混合气流中进行有焰燃烧所需的最低氧浓度，以氧气所占混合气体的体积分数表示。

3.2

阻燃无锑聚酯切片（PET）flame-retardant antimony free polyester chip

在规定的条件下测得的氧指数大于或等于 28.0% 的无锑聚酯切片。



4 产品标识

阻燃无锑聚酯切片（PET）根据其二氧化钛含量不同可分为有光、半消光、全消光三大类。

5 技术要求

5.1 产品分等

阻燃无锑聚酯切片（PET）分为优等品、一等品和合格品三个等级。

5.2 性能项目和指标

各等级的性能项目和指标见表 1。

表 1 阻燃无锑聚酯切片（PET）性能项目和指标

序号	项目		有光、半消光			全消光		
			优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
1	特性黏度/（dL/g）		$M_1^a \pm 0.010$	$M_1 \pm 0.013$	$M_1 \pm 0.025$	$M_1 \pm 0.010$	$M_1 \pm 0.015$	$M_1 \pm 0.025$
2	熔点/℃ $\geq$		238	235	230	240	235	230
3	端羧基含量/（mol/t）		$M_2^b \pm 4$	$M_2 \pm 5$	$M_2 \pm 6$	$M_2 \pm 4$	$M_2 \pm 5$	$M_2 \pm 6$
4	色度	L 值	报告值	报告值	报告值	报告值	报告值	报告值
		b 值	$M_3^c \pm 2$	$M_3 \pm 3$	$M_3 \pm 4$	$M_3 \pm 2$	$M_3 \pm 3$	$M_3 \pm 4$
5	凝集粒子（ $\geq 10 \mu\text{m}$ ）/（个/mg） $\leq$		1.0	3.0	6.0	1.0	3.0	6.0
6	水分（质量分数） d % $\leq$		0.4	0.4	0.5	0.4	0.4	0.5
7	异状切片（质量分数）/% $\leq$		0.4	0.5	0.6	0.4	0.5	0.6
8	粉末/（mg/kg） $\leq$		100	100	100	100	100	100
9	二氧化钛含量（质量分数）/%		$M_4^e \pm 0.03$	$M_4 \pm 0.05$	$M_4 \pm 0.06$	$M_4 \pm 0.20$	$M_4 \pm 0.20$	$M_4 \pm 0.30$
10	灰分（质量分数）/% $\leq$		0.06	0.07	0.08	0.07	0.08	0.09
11	铁分（质量分数）/（mg/kg） $\leq$		2	4	6	2	4	6
12	二甘醇含量（质量分数）/%		$M_5^f \pm 0.20$	$M_5 \pm 0.25$	$M_5 \pm 0.30$	$M_5 \pm 0.20$	$M_5 \pm 0.25$	$M_5 \pm 0.30$
13	氧指数/% $\geq$		28.0	28.0	28.0	28.0	28.0	28.0
14	磷含量 g /（mg/kg）		报告值	报告值	报告值	报告值	报告值	报告值

15	锑含量/(mg/kg)	ND	ND	ND	ND	ND	ND
注 1: 表中第 9 项对有光聚酯切片的考核由供需双方确定。 注 2: 色度用亨特色度系统表示。							
^a M ₁ 为特性黏度中心值, 根据供需双方确定, 确定后不得任意变更。 ^b M ₂ 为端羧基含量中心值, 由供需双方在 12 mol/t~40 mol/t 范围内确定, 确定后不得任意变更。 ^c M ₃ 为色度 b 值中心值, 由供需双方在 ≤ 8 范围内确定, 确定后不得任意变更。 ^d 水分为参考值, 不作为出厂产品的考核项目。 ^e M ₄ 为二氧化钛含量中心值, 半消光聚酯切片在 0.12%~0.50% 范围内确定, 全消光聚酯切片在 ≥ 1.8% 范围内确定, 确定后不得任意变更。 ^f M ₅ 为二甘醇含量中心值, 由供需双方在 ≤ 4.00% 范围内确定, 确定后不得任意变更。 ^g 磷含量为供需双方约定值。							

6 试验方法

- 6.1 表 1 中第 1~12 项性能指标项目按 GB/T 14190-2008 规定执行。
- 6.2 氧指数试验方法按附录 A 规定执行。
- 6.3 磷含量试验方法按附录 B 或附录 C 规定执行。
- 6.4 锑含量试验按照附录 D、附录 E 规定进行。
- 6.5 所有性能指标的表示结果均按表 1 规定的有效位数进行修约。
- 6.6 除磷含量外仲裁时如有项目涉及到 GB/T 14190-2008 中两种以上试验方法时原则上采用方法 A, 如利益双方协商一致可采用方法 B。

7 检验规则

7.1 检验类型

检验分为型式检验和出厂检验。

当有下列情况之一时, 应进行型式检验:

- 正式生产过程中, 原材料或工艺有较大改变, 可能影响产品性能时;
- 生产装置检修, 恢复生产时;
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- 上级质量监督机构提出进行型式检验要求时。

7.2 检验项目

- 7.2.1 表 1 中的各项性能项目均为型式检验项目。



7.2.2 表 1 中特性黏度、端羧基含量、色度、异状切片、粉末、二氧化钛含量、二甘醇含量、凝集粒子等 8 项性能项目均为出厂检验项目。

7.3 组批规则

一个生产批可由一个检验批或由若干检验批组成。

7.4 取样规则

7.4.1 取样方法按 GB/T 6679 规定执行。

7.4.2 取样包数按 GB/T 6678-2003 中的 7.6.1 规定执行。

7.4.3 试验用样品量不低于 0.5 kg，仲裁时样品量为 1 kg。

7.5 等级评定

除水分外各性能项目的测定值或计算值按 GB/T 8170 中修约比较法与表 1 各项指标的极限数值比较，按最低一项的等级定为该批等级。

7.6 复验规则

7.6.1 通则

7.6.1.1 产品到收货方时应及时检查包装件的外包装质量、件数、重量与货单是否相符。如外观是由于运输或贮存过程中出现的问题，需查明原因，由责任方负责。

7.6.1.2 三个月内，如发现产品品质最不符合质量报告单或数量不符合时可提交复验。若该批产品的数量使用了三分之一以上时，不应申请复验。

7.6.1.3 如果是由于该批产品质量影响了后续加工产品质量，并造成损失时，供需双方应分析原因，明确责任、协商处理。必要时，可申请仲裁。

7.6.2 检验项目

按表 1 中所有的性能项目。

7.7 组批规定

按原生产批组批。

7.8 取样规定

同 7.4。



7.9 复验评定

按 7.5 评定，高于或等于原等级则判为符合，低于原等级则判为不符合。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

包装件上应标明产品名称、规格、等级、批号、净含量、生产日期、产品标准编号、商标、生产企业名称、地址等标志，同时应标明产品防护、搬运等警示标志。

8.2 包装

8.2.1 产品以包装袋包装或槽车装运的形式出厂，包装袋应为带有内衬的编织袋。装运产品的槽车应清洁、干燥。

8.2.2 每批产品应附产品合格证。

8.3 运输

产品运输和装卸时应按产品警示标志规定执行，应采取防范措施防止产品受潮、曝晒、受污染和包装受损，禁止抛卸。

8.4 贮存

产品按批堆放，应置于阴凉、干燥、通风处贮存，避免日光直射。



附录 A

（规范性附录）

氧指数的试验方法

A.1 范围

本标准适用于无铈聚酯切片氧指数的测定。

A.2 原理

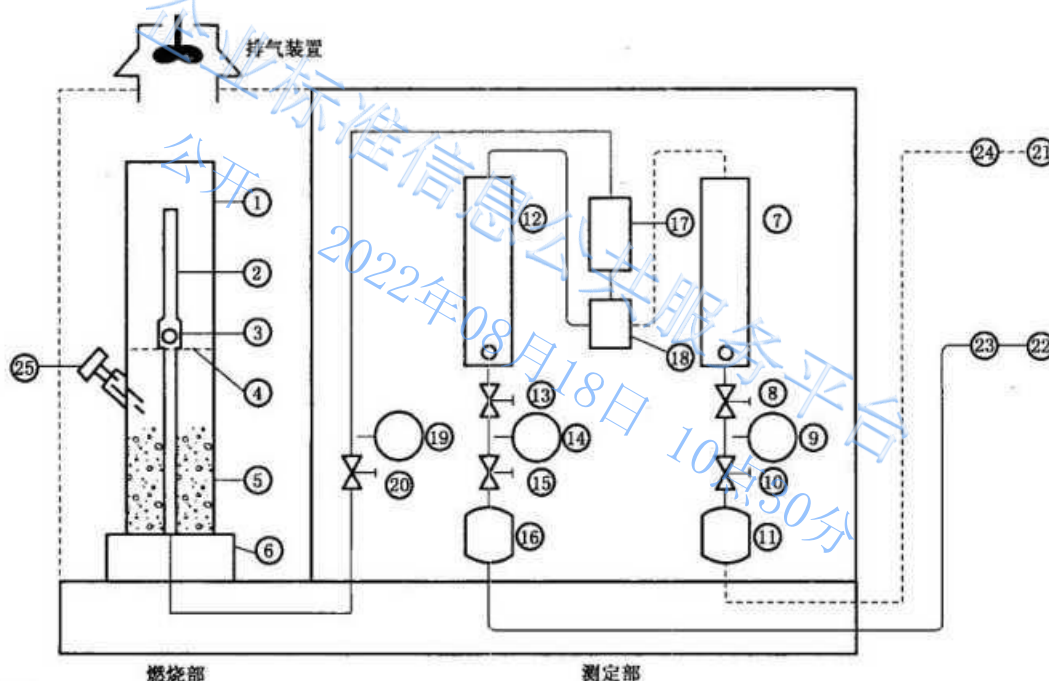
将一根试样垂直固定在向上流动的氧、氮混合气体的透明燃烧筒里，点燃试样顶端，并观察试样的燃烧特性，把试样燃烧长度与给定的判据相比较，估算氧浓度的最小值。

A.3 仪器设备

A.3.1 氧指数仪

A.3.1.1 氧指数仪示意图

如图 1 所示。同等效果的仪器也可使用。



说明：

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—氧气流最调节器；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



A.3.1.2 燃烧筒

由内径 75 mm~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。

A.3.1.3 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。试样夹及支撑物的轮廓应光滑,以使上升气流受到的干扰最小。

A.3.2 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%。

注:较适宜的测量或控制系统包括下列部件:

- a) 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;
- b) 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。

A.3.3 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。

A.3.4 点火器

由一根金属管制成,尖端有内径为 (2±1) mm 的喷嘴,能插入燃烧筒内点燃试样,火焰长度可以随意控制。通以未混合空气的丙烷或丁烷、石油液化气、天然气灯可燃气体等。点燃后,当喷嘴垂直向下时,火焰长度控制为 (16±4) mm。

注:仲裁试验时,应以未混有空气的丙烷作为点燃气体。

A.3.5 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。

A.3.6 其他仪器和设备

A.3.6.1 熔体流动速率仪或同类挤出机,温度控制范围: 0℃~400℃,口模内径 ϕ 1.4 mm。

A.3.6.2 天平:分度值 0.01 g。

A.3.6.3 干燥箱。



A.3.6.4 钢直尺：分度值 1 mm。

A.4 试验通则

A.4.1 取样

取样按 GB/T 6679 规定。

A.4.2 试验环境

试验环境应无强空气对流，试验条件：

——温度 $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ；

——相对湿度 30%~80%。

A.5 试样制备

A.5.1 将样品放入干燥箱中，在 $(135 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 下烘 2 h 后，取出冷却。

A.5.2 从中取约 7 g 左右样品放入熔体流动速率仪的料筒中升温进行制样。

A.5.3 将制成的样条裁取 75 mm 长度，作为试样。

A.6 试验步骤

A.6.1 设备检查

试验前，应转动阀门，检查连接处是否漏气。

A.6.2 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。

A.6.3 安装试样

将试样装在试样夹中间并加以固定，样品的顶端距夹持处至少 65 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。

A.6.4 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 $(40 \pm 2) \text{ mm/s}$ 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 30 s, 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。

A. 6. 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。施加火焰时间不超过 10 s, 其间每隔 5 s 移开点火器观察一次。看试样是否被点燃。如果试样整个顶端面都燃烧起来, 就认为试样已被点燃, 立即移去点火器, 并观察试样的燃烧长度。

A. 6. 6 燃烧行为的观察和记录

A.6.6.1 如果试样点燃后燃烧长度不到 30 mm 时, 表明氧浓度过低, 记录反应符号为“○”; 如果试样点燃后燃烧长度超过 30 mm 时, 表明氧浓度过高, 记录反应符号为“×”。

A.6.6.2 应记下材料燃烧特性, 例如: 熔滴、燃烧或其他需要记录的特性。

A.6.6.3 移出试样, 清洁燃烧筒及点火器, 冷却或更换燃烧筒。

注: 如果试样足够长, 可以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。

A. 6. 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。

A. 6. 8 初始氧浓度的确定

以任意合适的步长, 重复 A.6.3~A.6.7 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。

A. 6. 9 氧浓度的改变

A.6.9.1 利用由 A.6.8 得到的初始氧浓度, 按 A.6.3~A.6.7 的操作, 测试一个试样, 记录所用的氧浓度和反应符号。

A.6.9.2 取氧浓度改变的步长 $d=0.2\%$, 重复 A.6.3~A.6.7 的操作, 测得一系列氧浓度值及对应符号, 直到得到与 A.6.9.1 的反应符号不同为止, 记录这些氧浓度及相应的反应符号。

A.6.9.3 保持 $d=0.2\%$, 重复 A.6.3~A.6.7 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。

A.7 计算和结果的表示

A.7.1 氧指数的计算

以体积分分数表示氧指数 OI , 按式(A.1)计算:

$$OI = C_F + Kd \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

OI ——氧指数, %;

C_F ——A.6.9.3 中最后一个氧浓度, %;

d ——A.6.9 中使用和控制的氧浓度间隔, %;

K ——系数, 查表 A.1。

A.1 用于计算氧指数浓度的 K 值

1	2	3	4	5	6
最后五个测定的反应符号	(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)				最后五个测定的 反应符号
	×	× ×	× × ×	× × × ×	

报告 OI 取一位小数, 不修约。计算标准偏差 δ 时, OI 值应计算到两位小数。

A.7.2 K 值的确定

K 值和符号取决于按 A.6.9 试验的试样的反应类型, 先将 A.6.9.2~A.6.9.3 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:

- 如果第一个反应符号是“×”, 则在表 A.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 A.6.9.1~A.6.9.2 中得到的反应符号是“○”的总数, 从表 A.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。
- 如果第一个反应符号是“○”, 则在表 A.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 A.6.9.1~A.6.9.2 中得到的反应符号是“×”的总数, 从表 A.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。

A.7.3 氧浓度间隔的校验

氧浓度间隔校验按式 (A.2) 计算:

$$\frac{2}{3}c < d < \frac{3}{2}c \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

d —A.6.9 中所用的氧浓度的间隔, %;

c —标准偏差。

标准偏差按式 (A.3) 计算:

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

式中:

δ —标准偏差;

c_i —A.6.9.2~A.6.9.3 中最后 6 个试样氧浓度, %;



OI——按式 (A.1) 计算所得的氧指数值, %;

n——测定试样的次数.

按式 (A.3) 计算的标准偏差 δ 如果满足式 (A.2), 则按式 (A.1) 计算的氧指数结果有效, 否则

a) 如果 $d < \frac{2}{3}\delta$ 值, 重复 A.6.9.1~A.6.9.3 的步骤, 直到满足式 (A.2) 为止。

b) 如果 $d > \frac{2}{3}\delta$, 则减小 d 值, 重复 A.6.9.1~A.6.9.3 的步骤, 直到满足式 (A.2) 为止。除非相关材料标准有要求, 一般 d 值不低于 0.2%。

A.7.4 结果的精密度

由于尚未得到实验室间试验数据, 故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据, 则在下次修订时加上精密度说明。

A.8 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: 包括纤维类型、产品规格, 生产批号等;
- c) 试样的制备方法和调湿处理条件等情况;
- d) 试样的氧指数值;
- e) 试样点燃气体种类;
- f) 燃烧特征, 如熔滴、烟灰等;
- g) 试验环境、日期和试验人员;
- h) 其他需要注明的事项;
- i) 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危险性。



附录 B

(资料性附录)

磷含量的试验方法—等离子发射光谱法(ICP 法)

B.1 范围

本方法适用于阻燃无锑聚酯切片磷含量的测定。

B.2 原理

利用 $\text{HSO}_4\text{-HNO}_3$ 湿法灰化法对样品进行预处理后,用硝酸溶液定容,得到澄清溶液。利用等离子体原子发射光谱仪测定消解液中磷元素的光谱强度(以峰面积计),通过标准曲线计算样品中磷元素的含量。

本方法最低检出限: 10 mg/kg。

B.3 仪器

B.3.1 等离子体原子发射光谱仪: 由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出光谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的:

- 射频功率 1300 W;
- 等离子气体流量 15 L/min;
- 辅助气流量 0.2 L/min;
- 雾化器气流量 0.8 L/min;
- 径向观测,样品提升量 1.5 mL/min,分析谱线 213.617 nm。

B.3.2 天平: 分度值 0.0001 g;

B.3.3 电炉: 最高温度 600 °C;

B.3.4 具塞三角烧瓶: 100 mL;

B.3.5 容量瓶: 50 mL, 100 mL;

B.4 标准溶液和试剂

B.4.1 磷标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$), 国家二级标准物质。

B.4.2 HNO_3 (65%), 优级纯;

B.4.3 H_2SO_4 (98%), 优级纯;

B.4.4 二级水。

B.5 绘制标准曲线



B.5.1 分别移取适量的磷标准储备溶液(1000 µg/mL)于加有 5 mL 的 HNO₃ 的 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度摇匀, 分别配制成 0.00 µg/mL、0.50 µg/mL、1.00 µg/mL、3.00 µg/mL、5.00 µg/mL、10.00 µg/mL、20.00 µg/mL 的溶液

B.5.2 将按 B.5.1 配制的溶液, 按浓度由低到高的顺序, 用 B.3.1 规定的仪器测定磷标准溶液光谱强度, 以光谱强度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制工作曲线。

B.6 试验步骤

B.6.1 称取样品约 0.1 g(精确至 0.0001 g)于 100 mL 三角烧瓶中, 加入 3 mL H₂SO₄ 和 2 mL HNO₃ 摇匀, 在电炉上加热至 NO₂ 气体散尽, 继续加热蒸发至约 2 mL, 冷却, 加入 10 mL(1+1)硝酸溶液, 移入 50 mL 容量瓶中, 用二级水少量多次洗涤, 定容, 混匀, 作为消解液。同时制作空白溶液。

B.6.2 用 B.3.1 规定的仪器分别测定空白溶液和消解液的光谱强度。

B.7 结果计算

样品中磷元素的含量, 按式(B.1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

X ——样品中磷元素的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——消解液中磷元素的质量浓度, 单位为微克每毫升(µg/mL);

c_0 ——空白溶液中磷元素的质量浓度, 单位为微克每毫升(µg/mL);

V ——消解液的总体积, 单位为毫升(mL);

m ——样品的质量, 单位为克(g)。

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果。其数值按 GB/T 8170 规定修约至整数位。两次重复测定结果的绝对差值应不大于算术平均值的 5%。

B.8 精密度

两次重复测定结果的绝对差值应不大于算术平均值的 5%。



附录 C

(资料性附录)

磷含量的试验方法——X-荧光光谱法

C.1 范围

本方法适用于阻燃无锑聚酯切片磷含量的测定。

C.2 方法原理

样品经液氮冷冻后粉碎过筛，取一定粗细的粉末压成片，置于 X-荧光光谱仪上测出磷元素 K，谱线的荧光强度，根据预先制作的磷元素荧光强度与含量工作曲线求得样品磷含量。

本方法最低检出限：20 mg/kg。

C.3 仪器

C.3.1 X-荧光光谱仪：波长色散型。

C.3.2 压片机：能施加压力至 15 t。

C.3.3 天平：分度值 0.1 g。

C.3.4 粉碎机。

C.3.5 液氮生物容器。

C.3.6 筛子：420 μm 。

C.4 试剂

混合气体；甲烷（10%）、氩气（90%）。

C.5 试验条件

C.5.1 X-光管：功率不低于 200 W。

C.5.2 测量时间：60 s。

C.6 工作曲线的制作

C.6.1 选取磷含量在 0~7 000 mg/kg 范围内的阻燃聚酯切片五个以上作为标准样品。用 ICP 法分别进行定量。

C.6.2 将上述样品置于液氮中冷冻 10 min，然后用粉碎机将样品粉碎约 1 min，再将其过筛，过筛后的颗粒作为试样。



C.6.3 取适量上述试样置于压片机中,在 15 t 下冷压 90 s,制成直径 40 mm、厚度约为 5 mm 的压片备用。

C.6.4 在 X-荧光光谱仪上测出磷元素 K。谱线的荧光强度,根据磷含量及对应的荧光强度绘制工作曲线。

C.7 试验步骤

C.7.1 仪器设置:在使用 X-荧光光谱仪之前,必须按说明书将仪器设定好。

C.7.2 根据 C.6.2~C.6.3 制得待测样品的压片,用 X-荧光光谱仪测出磷元素的 K_{α} 谱线强度,根据预先制作的磷元素 K_{α} 。谱线强度与含量工作曲线求得样品磷含量。

C.8 结果表示

取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果,单位为毫克每千克 (mg/kg),其数值按 GB/T 8170 规定修约至整数位。

C.9 精密度

两次重复测定结果的绝对差值应不大于算术平均值的 5%。



附录 D

(规范性附录)

铈含量测定方法

D.1 范围

本标准适用于以对苯三甲酸和乙醇为原料而生产的聚酯中铈含量的测定。

D.2 原理

试样用酸性溶液萃取，在对应的原子吸收波长下，用石墨炉原子吸收分光光度计测量萃取液中铈的吸光度，或用火焰原子吸收分光光度计测量萃取液中铈的吸光度，对照标准工作曲线确定相应重金属离子的含量，计算出试样中酸性溶液可萃取重金属含量。

D.3 仪器设备

D.3.1 石墨炉原子吸收分光光度计：附有镉、钴、铬、铜、镍、铅、铈空心阴极灯。

D.3.2 火焰原子吸收分光光度计：附有铜、铈、锌空心阴极灯。

D.3.3 具塞三角烧瓶：150 mL。

D.3.4 恒温水浴振荡器：(37±2)℃，振荡频率为 60 次/min。

D.4 测试步骤

D.4.1 酸性溶液制备

根据 GB/T 3922 的规定配制酸性溶液，试液应现配现用。

D.4.2 铈 (Sb) 标准储备溶液 (100 μg/mL) 制备

称取 0.274 g 酒石酸钾 ($C_4H_4KO_7Sb \cdot 1/2H_2O$)，溶于盐酸溶液 (10%)，移入 1000 mL 容量瓶中，用盐酸溶液 (10%) 稀释至刻度。

D.4.3 标准工作溶液 (10 μm/mL)

根据需要，移取适量铈标准储备溶液于加有 5 mL 浓硝酸的 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，配制成浓度为 10 μm/mL 的铈标准工作溶液。

注：此溶液有效期为一周，若出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时，应重新配制。

D.4.4 萃取液制备

取有代表性样品，剪碎至 5 mm×5 mm，以下，混匀，称取 4 g 试样两份 (供平行试验)，精确至 0.01



g, 置于具塞三角烧瓶中。加入 80 mL 酸性溶液 (A.4.1), 将纤维充分浸湿, 放入恒温水浴振荡器中振荡 60 min 后取出, 静置冷却至室温, 过滤后作为样液供分析用。

D.4.5 测定

D.4.5.1 将标准工作溶液用水逐级稀释成适当浓度的系列工作溶液。分别在 217.6 nm (Sb) 波长下, 用石墨炉原子吸收分光光度计, 按浓度由低至高的顺序测定系列工作溶液中锑的吸光度; 或用火焰原子吸收分光光度计, 按浓度由低至高的顺序测定系列工作溶液中锑的吸光度, 以吸光度为纵坐标, 元素浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标, 绘制工作曲线。

D.4.5.2 按 A.4.5.1 所设定的仪器及相应波长上, 测定空白溶液和样液 (A.4.4) 中待测元素的吸光度, 从工作曲线上计算各待测元素的浓度。

D.5 结果计算

试样中可萃取重金属元素 i 的含量, 按式 (A.1) 计算:

$$x_i = \frac{(c_i - c_{i0}) \times V \times F}{m} \quad (\text{A.1})$$

式中:

X_i 一试样中可萃取重金属元素 i 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

C_i 一样液中被测元素 i 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

C_{i0} 一空白溶液中被测元素 i 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V 一样液的总体积, 单位为毫升 (mL);

m 一试样的质量, 单位为克 (g);

F 一稀释因子。

取两次测定结果的算数平均值作为试验结果, 计算结果表示到小数点后两位。



附录 E

(规范性附录)

锑含量测定方法

E.1 范围

本标准适用于以对苯三甲酸和乙醇为原料而生产的聚酯中锑含量的测定。

E.2 原理

试样用酸性溶液萃取，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在对应的分析波长下测量萃取液中重金属元素锑的发射强度，对照标准工作曲线确定该重金属锑的发射强度，对照标准工作曲线确定锑离子的浓度，计算出试样中酸性溶液可萃取重金属锑含量。

E.3 仪器设备

E.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP)：氩气纯度 $\geq 99.9\%$ ，已提供稳定清澈的等离子体焰炬，在仪器合适的工作条件下进行测定。

E.3.2 具塞三角烧瓶：150 mL。

E.3.3 恒温水浴振荡器： $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，振荡频率为 60 次/min。

E.4 测试步骤

E.4.1 酸性溶液制备

根据 GB/T 3922 的规定配制酸性溶液，试液应现配现用。

E.4.2 锑 (Sb) 标准储备溶液 (100 $\mu\text{g/mL}$) 制备

称取 0.274 g 酒石酸钾 ($\text{C}_4\text{H}_4\text{KO}_7\text{Sb} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)，溶于盐酸溶液 (10%)，移入 1000 mL 容量瓶中，用盐酸溶液 (10%) 稀释至刻度。

E.4.3 标准工作溶液 (10 $\mu\text{m/mL}$)

根据需要，移取适量锑标准储备溶液于加有 5 mL 浓硝酸的 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，配制成浓度为 10 $\mu\text{m/mL}$ 的锑标准工作溶液。

注：此溶液有效期为一周，若出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时，应重新配制。

E.4.4 萃取液制备

取有代表性样品，剪碎至 5 mm $\times$ 5 mm，以下，混匀，称取 4 g 试样两份 (供平行试验)，精确至 0.01



g, 置于具塞三角烧瓶中。加入 80 mL 酸性溶液 (A.4.1), 将纤维充分浸湿, 放入恒温水浴振荡器中振荡 60 min 后取出, 静置冷却至室温, 过滤后作为样液供分析用。

E. 4. 5 测定

E.4.5.1 将标准工作溶液用水逐级稀释成适当浓度的系列工作溶液。根据试验要求和仪器情况, 设置仪器的分析条件, 点燃等离子体焰炬, 待焰炬稳定后, 在相应波长下, 按浓度由低至高的顺序测定系列工作溶液中铈的光谱强度。以光谱强度为纵坐标, 元素浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标, 绘制工作曲线。

E.4.5.2 按 B.4.5.1 所设定的仪器条件, 测定空白溶液和样液 (B.4.4) 中待测铈元素的光谱强度, 从工作曲线上计算各待测铈元素的浓度。

E. 5 结果计算

试样中可萃取重金属元素 i 的含量, 按式 (B.1) 计算:

$$x_i = \frac{(c_i - c_{i0}) \times V \times F}{m} \quad (\text{B.1})$$

式中:

X_i 一试样中可萃取重金属元素 i 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

C_i 一样液中被测元素 i 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

C_{i0} 一空白溶液中被测元素 i 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V 一样液的总体积, 单位为毫升 (mL);

m 一试样的质量, 单位为克 (g);

F 一稀释因子。

取两次测定结果的算数平均值作为试验结果, 计算结果表示到小数点后两位。