

氙灯老化与自然曝晒测试所得颜料耐候性的相关性

袁宏辉 孙杏蕾 张 恒

(1. 赢创德固赛(中国)投资有限公司上海分公司, 2. 美国 Q-Lab 公司中国代表处,)

摘要: 比较了自然户外曝晒与氙灯加速老化测试之间的结果, 试验表明, 其间存在较好的相关性, 用试验室加速老化试验来评估颜料和涂料体系的耐久性是可行的, 并且是可靠的。

关键词: 颜料耐候性; 自然户外曝晒; 氙灯测试; 相关性

前言:

近年来, 人们越来越关心涂料中颜料的耐候老化性能。当室外涂料受到大气条件下光照、温度、潮湿等因素的影响, 会产生褪色、色迁移、色强度变化等老化现象。

自然户外曝晒和加速老化试验箱是测试材料耐候老化性能的主要方法。国内外涂料行业长期开展了户外大气老化测试。国内在海南、广州、敦煌等地都有规模不等的户外曝晒场, 国际上通常作为基准曝晒地点的有美国的佛罗里达和亚利桑那、澳大利亚的阿伦加(Allunga)等。户外曝晒测试有很多优点, 如真实、便宜、易于操作等。

户外曝晒的测试时间相对较长, 所以有必要进行试验室加速老化测试。在加速老化测试方面, 除少数的日本企业仍沿用碳弧灯外, 主要的测试方法有紫外光照和氙灯两种。然而, 氙灯加速老化试验箱不能模拟所有的老化参数, 而且有一些测试变量容易引起错误的试验结果, 从而导致错误的结论。但是可以利用户外曝晒的结果作为参考来检验加速老化测试的真实性, 从而使得加速老化试验更具有实际使用价值。

1. 试验目的

本文试验目的是比较自然户外曝晒与氙灯试验室加速老化测试方法[2]之间的结果, 并通过试验数据及数学计算, 找出两者之间的对应关系。

2 两种测试方法简介

2.1 Allunga 自然户外曝晒

本文所做研究的自然户外曝晒在澳大利亚的 Allunga(纬度 19° , 南半球)进行, 样品架朝北, 与水平面之间的夹角为 19° 。曝晒时间为 24 个月, 并在不同时间段取出样品, 测试它们的颜色变化。测试样品架及曝晒场如图 1 所示。



图1 Allunga户外曝晒场

测试期间 2007 年及 2008 年的气候条件如表 1 所示。

表1 2007及2008年度Allunga的气候情况

年份	平均大气温度/°C	平均露点/°C	平均相对湿度/%	总降雨量/mm	总挥发量/mm	雨/h	晴/h	总辐照度/(MJ/m ²)
2007	24.5	18.4	70	1 533.5	2 422.6	2 841.4	3 109.2	7 267.8
2008	24.5	18.5	71	1 860.8	2 492.9	2 648.2	3 086.5	7 266.0

2.2 Q-Sun 实验室加速测试

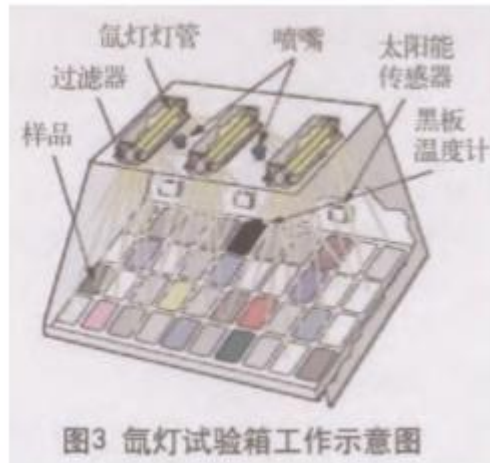
2.2.1 氙灯试验箱的老化原理

氙灯试验箱可以模拟全光谱太阳光,包括紫外线、可见光和红外线。其优点是1 a中任何时候都有重现性,快速,它是与日光源最接近的人工光源。

氙灯产生的光谱必须经过过滤来减少不需要的光谱成分。使用不同类型的玻璃过滤器可得到不同的光谱。有经常使用的3种类型过滤器:日光、窗玻璃和紫外延伸过滤器。本次试验中,采用日光过滤器,图2显示了这种过滤器产生的光谱,同时也显示了295到400nm的紫外线短波段的光谱图。可以看出该光谱较好地模拟了太阳光谱。

大多数氙灯检测设备通过水喷淋或湿度控制系统来模拟湿度的影响。水喷淋可很好地模拟热冲击和机械侵蚀。在测试系统中,为了防止水对样品的污染,试验用高纯度的去离子水。

氙灯试验箱的工作示意图如图3所示。



2.2.2 氙灯试验箱测试条件

按照表2测试条件对测试样板进行曝晒,同样在不同时间段取出待测样板,观察它们的颜色变化。

2.3 样板制备及评估方法

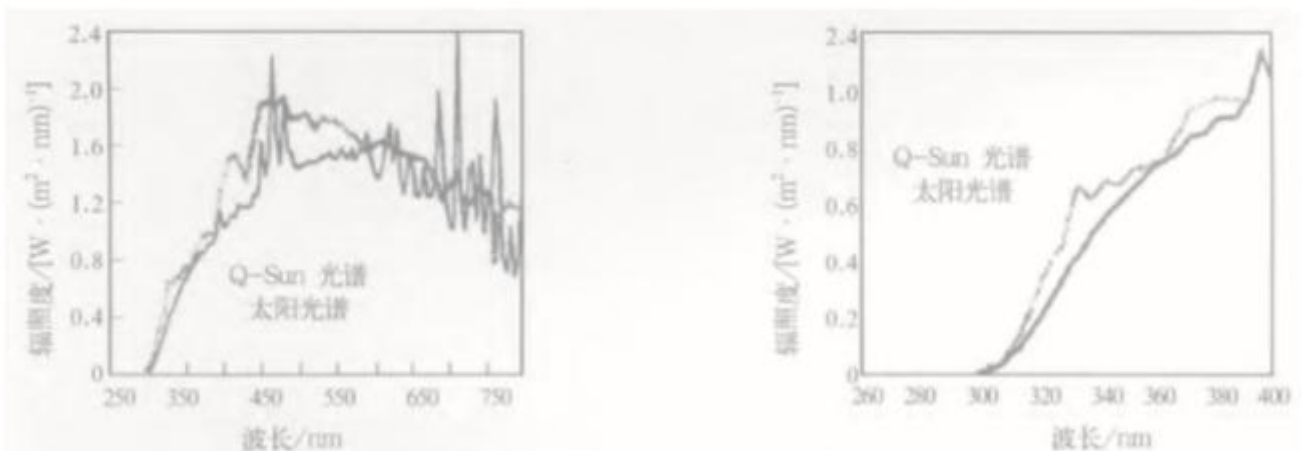


图2 配备了日光过滤器的Q-Sun光谱和太阳光谱之间的比较

将待检测的 COLORTREND1、2、3、4、5、6#共 6 种不同的建筑涂料用色浆,按一定的比例加入到标准检测用平光外墙涂料中,使之达到 1/25 颜色标准深度。在震荡机上震荡 3min 混匀,在预涂了底漆的铝板上用 100 μ m 线棒涂布 2 道。在室温放置 5d 后进行曝晒试验。每种颜色的同一试验各制备 4 块样板,3 块投入试验,1 块作为标准板室内放置。

自然户外曝晒共 24 个月,在 6 个月、9 个月、12 个月、18 个月、24 个月各评估一次;氙灯试验室加速测试按表 2 试验条件运行 2000 h,样板评估间隔周期为 500h。用分光光度计在 D65 标准光源下与标准板对比检测颜色,记录色差的值。目测涂膜表面是否有失光、粉化、开裂、脱落及斑点等现象。本试验中使用了高耐候的平光外墙涂料,经 2000h 氙灯及 24 个月自然曝晒,涂膜表面均无失光、粉化、开裂、脱落及斑点等现象,不影响颜色评判。

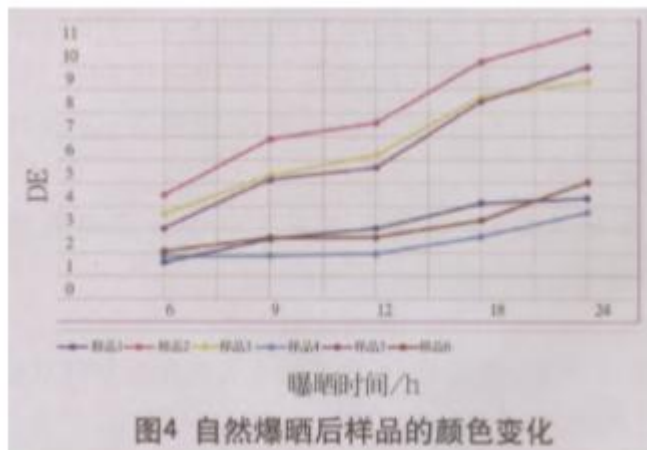
表2 氙灯实验室加速测试程序参数

相对湿度	循环周期	过滤器	光强	黑标温度/℃	箱体空气温度/℃	相对湿度/%
GBT20081865-1997	102 min光照 18 min光照加水喷淋	日光过滤器	0.35 W/m ² /nm @340 nm	65	50	50

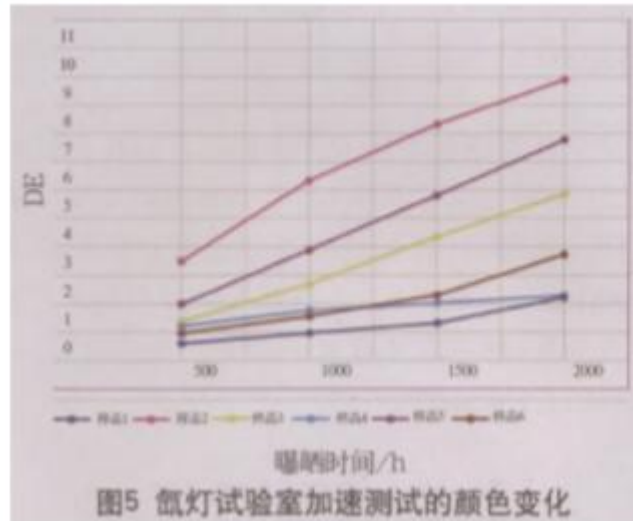
3. 户外曝晒与氙灯试验室加速测试之间的比较

根据所得评估结果的数据,分别计算了自然户外曝晒与氙灯试验室加速测试方法之间的相关系数 rs (spearman)。该相关系数指的是利用两种不同的测试方法对一组样品进行测试,所得试验结果之间的相关性。

相关系数 rs 的计算公式为: $rs = 1 - 6 \sum d_i^2 / [n(n^2 - 1)]$ 其中, n 是样品的个数, Di 是两列排序中每一组排位数之间的差值。rs 越接近于 1,相关性越好。通过以上方法求出自然户外曝晒与氙灯试验室加速老化测试结果之间的相关系数,并对试验数据进行评估,解决大家通常比较关心的问题——对于不同颜料类型,如果试验室加速测试与户外曝晒结果的相关性足够好,那么在氙灯试验箱中测试多少小时相当于在户外曝晒多少个月的结果。6 种样品在户外曝晒的颜色变化 (DE) 的值如图 4 所示。



氙灯实验室加速测试的颜色变化(DE)的值如图 5 所示。



观察图 4、图 5 的数据,可以看出,不管是户外曝晒还是氙灯加速测试,每种样品的颜色均发生变化,而且随着试验时间的增长,DE 的值都在增加。在计算氙灯测试 2000 h 相当于户外曝晒多少个月之前,我们需要知道它们之间的相关性如何。只有在相关性好的情况下,计算氙灯测试 2000 h 相当于户外曝晒多少个月才有意义。由 $rs=1-6\sum di^2/[n(n^2-1)]$ 计算,得出 Allunga 自然户外曝晒与氙灯实验室加速测试之间的相关系数。以 500 h 氙灯与 6 个月自然曝晒之间的相关性为例,相关系数 rs 的计算方法如表 3。

表3 500 h氙灯与6个月自然曝晒颜色变化DE排序表

样品号	曝晒时间/h	DE	排序
样品1	500	0.55	1
样品2	500	3.44	6
样品3	500	1.30	4
样品4	500	1.13	3
样品5	500	1.95	5
样品6	500	0.89	2
样品1	6个月	1.53	1
样品2	6个月	4.39	6
样品3	6个月	3.54	5
样品4	6个月	1.86	2
样品5	6个月	2.92	4
样品6	6个月	1.94	3

依据公式 $rs=1-6 \times [(1-1)^2+(6-6)^2+(4-5)^2+(3-2)^2+(5-4)^2+(2-3)^2]/6 \times (6^2-1)$ 则 $rs=0.89$ 所有相关系数的数值如表 4 所示。从表 4 可以看出,Allunga 户外曝晒 6 个月、9 个月、12 个月、18 个月、24 个月的结果与氙灯试验箱 500 h、1 000 h、1 500 h、2000 h 各时间段的相关性都比较好。根据图 4、图 5 的颜色变化数据可知,在氙弧灯试验箱中测试 2000 h,其样品的颜色变化没有户外曝晒 24 个月的颜色变化大。我们以在氙弧灯试验箱中测试 1000 h、1500 h、2000 h 样品发生的颜色变化为基准,计算每种样品在氙弧灯试验箱中测试 1000 h、1500 h、2000 h 分别相当于户外曝晒多少个月,然后取其算术平均值。通过计算,其对应关系如表 5 所示。

表4 Allunga自然户外曝晒与氙灯实验室加速测试之间的相关系数

户外曝晒时间	6个月	9个月	12个月	18个月	24个月
氙灯500 h	0.89	0.76	0.71	0.71	0.83
氙灯1 000 h	0.89	0.76	0.71	0.71	0.83
氙灯1 500 h	0.94	0.89	0.77	0.77	0.94
氙灯2 000 h	0.94	0.89	0.77	0.77	0.94

表5 Allunga 自然户外曝晒与氙灯实验室加速测试时间的对应关系

加速测试时间	氙灯1 000 h	氙灯1 500 h	氙灯2 000 h
Allunga 曝晒月数	5个月	9个月	15个月

4. 结论

户外测试是试验室加速老化测试的基础。通过本文研究,我们认为两者试验数据间有一定的关联性。我们也进一步认识到积极开展户外老化测试,并用以指导试验室加速测试的重要性。当然两者之间的对应关系会因户外测试的地理位置、气候变化、底材种类的变化等而有所不同。更重要的是颜料与涂料作为一个整体进行试验。不同的涂料体系会得到不同的结果。如果涂料体系、颜料类型、或颜料含量等任意一项发生改变,我们只能对最终结果作推测。因为这些改变可能对最终结果产生较大的影响。

[上海罗中科技发展有限公司](#)

地址: 上海市江场西路 299 弄中铁中环 4 号楼 906B

Tel: +86-21-61485255

Fax+86-21-61485258

E-mail: info@roachelab.com

www.roachelab.com

RoacheLab
TEST EQUIPMENT SOLUTIONS

