

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¹, 孙杏蕾², 张恒²

(1. 赢创德固赛(中国)投资有限公司上海分公司, 上海 201108; 2. 美国Q-Lab公司中国代表处, 上海 200436)

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, 用实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

中图分类号: TQ630.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1006-2556(2009)12-0035-04

Correlation of weatherability tested by xenon lamp aging and natural exposure method

Yuan Honghui¹, Sun Xinglei², Zhang Heng²

(1. Shanghai Branch, Evonik Degussa (China) Co., Ltd., Shanghai 201108 ;

2. China Representative Office, American Q-Lab Company, Shanghai 200436)

Abstract: The weatherability of coatings is more and more important. Color retention and gloss retention of coatings are regarded as ones of key indexes. It is practicable and reliable to estimate the weatherability of pigment and coatings in laboratory by accelerated aging method. It is showed that there is good correlation between the results tested by xenon lamp aging and natural exposure method.

Keywords: pigment weatherability, natural exposure, xenon lamp testing, correlation

0 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^[1]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,所以有必要进行实验室加速老化测试。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

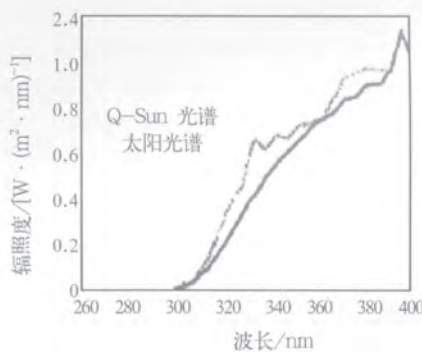
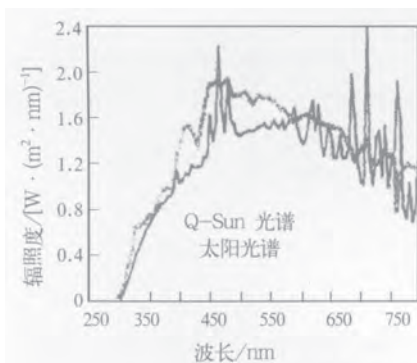


图2 配备有日光过滤器的Q-Sun光谱和太阳光谱之间的比较

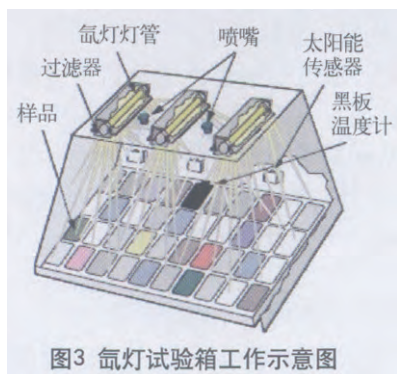


图3 氙灯试验箱工作示意图

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295~400 nm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

将待检测的COLORTREND 1、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3 min混匀,在预涂了底漆的铝板上用100 μm线棒涂布2道。在室温放置5 d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;氙灯实验室加

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

速测试按表2试验条件运行2 000 h,样板评估间隔周期为500 h。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DE值。目测涂膜表面是否有失光、粉化、开裂、脱落及斑点等现象^[3]。本试验中使用了高耐候的平光外墙涂料,经2 000 h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。

3 户外曝晒与氙灯试验室加速测试之间的比较

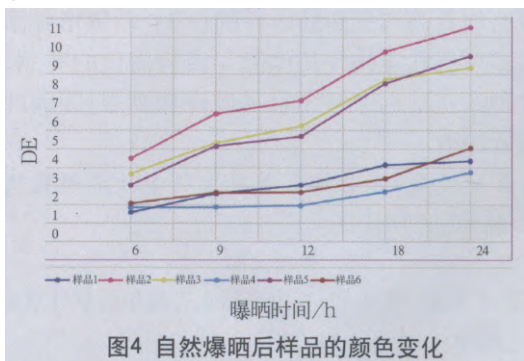
根据所得评估结果的数据,分别计算了自然户外曝晒与氙灯试验室加速测试方法之间的相关系数 $r_s^{[4]}$ (spearman)。该相关系数指的是利用两种不同的测试方法对一组样品进行测试,所得试验结果之间的相关性。

相关系数 r_s 的计算公式为: $r_s=1-6 \sum d_i^2/[n(n^2-1)]$

其中,n是样品的个数, d_i 是两列排序中每一组排位之间的差值。 r_s 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。

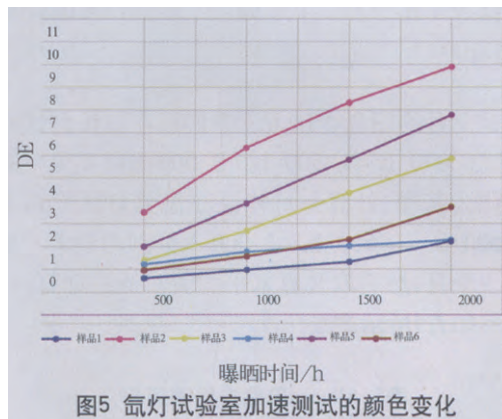
6种样品在户外曝晒的颜色变化(DE)的值如图4所示。



氙灯试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2 000 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2 000 h相当于户外曝晒多少个月才有意义。

由 $r_s=1-6 \sum d_i^2/[n(n^2-1)]$ 计算,得出Allunga自然户外曝晒与氙灯试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

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

例,相关系数 r_s 的计算方法如表3。

依据公式 $r_s=1-6 \times [(1-1)^2+(6-6)^2+(4-5)^2+(3-2)^2+(5-4)^2+(2-3)^2]/6 \times (6^2-1)$

则 $r_s=0.89$

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、2 000 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2 000 h,其样品的颜色变化没有户外

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

曝晒24个月的颜色变化大。我们以在氙弧灯试验箱中测试1 000 h、1 500 h、2 000 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1 000 h、1 500 h、2 000 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。

参考文献

- [1] GB/T 9276-1996,涂层自然气候曝露试验方法
- [2] GB/T 1865-1997,色漆和清漆 人工气候老化和人工辐射暴露(滤过的氙弧辐射)
- [3] GB/T1766-1995,色漆和清漆-涂层老化的评级方法
- [4] ASTM G169,环境试验基本统计方法应用指南

收稿日期 2009-09-16

(上接第34页)

料烘干固化时收缩产生的。在沙粒流体的冲击下,这种疏松结构涂料十分容易破碎和撕裂开,造成冲刷磨损量大。晶须增强涂料试样的微观表面比较致密,无大的疏松和孔洞,说明在涂料烘干固化时,晶须的钉扎连接作用阻止了孔洞的产生。在沙粒流体的冲击下,这种致密结构涂料不容易破碎,晶须的连接骨架也使得撕裂难以进行,因而造成冲刷磨损量较小。

3 结论

将硼酸铝晶须经过充分分散后,添加到环氧酚醛涂料里,配置出晶须增强涂料。在陶瓷砂粒+清水介质里进行冲刷磨损试验,在相同的冲刷时间里,晶须增强涂料试样的冲刷磨损失重量明显小于环氧酚醛涂料,最合理配比为10%硼酸铝晶须+涂料,其

冲刷磨损量为环氧酚醛涂料的1/3。晶须增强涂料里的晶须钉扎连接作用消除了涂料固化的孔洞,使得这种致密结构涂料不容易破碎和撕裂,因而冲刷磨损量较小。

基金项目:黑龙江省教育厅科学技术研究项目资助(编号11531010)。

参考文献

- [1] 贺江,张静,李小朋.长距离输水管线用耐磨环氧涂料的研究[J].中国涂料,2007,22(8):24-25
- [2] 王湃,孙铁军.硼酸铝晶须的应用与制备[J].无机盐工业,2006,38(10):16-17
- [3] 杨洁颖,梁国正,唐玉生.硼酸铝晶须增强氰酸酯树脂的性能[J].材料研究学报,2005,19(6):625-630

收稿日期 2009-08-10