

聚苯乙烯作为参考材料在氙灯老化试验中的应用

王 俊

(广州电器科学研究院环境技术研究中心, 广东 广州 510300)

摘要: 研究了在按 ASTM D 4459—1999 进行的氙灯老化试验中, 聚苯乙烯样板的色差和光泽保持率随辐照度的变化。结果表明: 聚苯乙烯样板色差随辐照度的变化, 符合相关系数接近于 1 的线性回归方程。在按 ASTM D4459—1999 进行的氙灯老化试验中, 聚苯乙烯样板可作为参考材料, 以色差为老化指标, 监控老化设备的运转, 保证在试样在规定条件下老化。

关键词: 聚苯乙烯; 参考材料; 人工老化; 氙灯; 色差

中图分类号: TQ325.2; TQ317.6

文献标识码: B

文章编号: 1005-5770(2005)07-0043-03

Application of PS as Reference Material in Xenon Lamp Aging Test

WANG Jun

(METRC, Guangzhou Electrical Appliances Science Research Institute, Guangzhou 510300, China)

Abstract: When aging test was running under ASTM D4459 - 1999, the change of color-difference and gloss retention rate of PS with radiation were studied. The results showed that the change of PS color-difference with radiation was conformed to linear regression equation, and its correlation coefficient went near to 1. In the test under ASTM D4459 - 1999 using xenon lamp, PS samples could be used as reference material to control the running of aging apparatus and assured the testing samples were aged under normal conditions.

Keywords: PS; Reference Material; Artificial Aging; Xenon Lamp; Color-difference

老化是高聚物的自然特性, 是高聚物在合成、改性和应用中必须要考虑到的一项重要指标。自然大气暴露试验是衡量高聚物老化性能的最真实的方法, 但自然大气暴露试验周期长、环境因素无法控制。因此, 人工加速老化试验便得到了越来越广泛的应用。

人工加速老化试验按光源的不同分为多种类型, 如碳弧灯、荧光紫外灯、氙灯等。氙灯自 20 世纪 50 年代发明以来, 以其过滤后的光谱分布同日光最接近、可模拟户内外的日光、辐照强度可控制、使用寿命长等优点, 逐步取代了碳弧灯和荧光紫外灯, 成为世界上普遍使用的人工加速老化光源。

在氙灯老化试验中, 氙灯的光谱分布、箱内温度、黑板温度、水的纯度等因素的变动都会对试验结果造成影响。为保证试验结果的准确性, 监控氙灯老化试验机的运转, 除了提高氙灯老化试验机所用机电设备的稳定性外, ISO、ASTM、SAE 等标准组织均提出了在氙灯老化试验中放置参考材料的要求^[1~5]。

参考材料是一种在确定老化条件下, 其某种老化性能随时间或辐照度的变化已知且具有重复性的材

料。试验过程中, 通过比较在相同时间或辐照度水平时参考材料的老化指标来考察设备的运转状况。目前, 国际上常用的参考材料主要是蓝色羊毛^[6], 而聚苯乙烯样板作为参考材料在 SAE J1960 和 J1885 两项标准中得到应用。

本次试验中, 研究了聚苯乙烯 (PS) 样板在模拟室内环境下颜色和光泽的变化规律, 确定了聚苯乙烯样板在 ASTM D 4459—1999 中作为参考材料的性能变化指标。

1 实验部分

1.1 原料与设备

聚苯乙烯 (PS): 通用级, 747R, 日本 JPS 公司。

氙灯试验机: ATLAS Ci5000, 美国 ATLAS 公司; 色差仪: 948, 美国 X-Rite 公司; 光泽计: 160, 美国 Sheen 公司。

1.2 氙灯试验

氙灯光谱的波长范围从 270 nm 的短波紫外区, 经可见区直到红外区。通过配备不同内外滤管, 可以模拟户内、外的日光。采用硼硅玻璃内滤光罩和钠钙

玻璃外滤光罩,可使试样表面所受辐照的光谱低端截止值与户内透过窗玻璃的日光值相近。图 1 为采用硼硅玻璃内滤光罩和钠钙玻璃外滤光罩的氙灯与户内日光的光谱比较图。

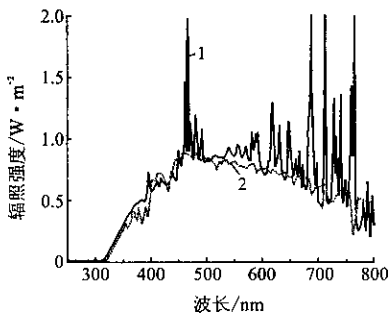


图 1 氙灯与户内日光的光谱分布

Fig 1 Spectral power distribution of xenon lamp and indoor sunlight

1- 氙灯光谱 (内: 硼硅玻璃; 外: 钠钙玻璃); 2- 户内日光光谱 (美国迈阿密平均值)

1.4 试验方法

制样: 按 GB/T 17037.1—1997 进行, 样板尺寸为 50 mm × 70 mm × 2 mm。

状态调节: 按 GB/T 2918—1998 进行, 样板试验前在标准环境 23/50, 等级 2 下预处理 24 h 以上; 试验期间, 颜色和光泽的测定应在样板于标准环境 23/50, 等级 2 下放置 1 h 后进行。

颜色测量和色差计算: 按 GB/T 3979—1997 和 GB/T 7921—1997 进行, 测量条件为 D₆₅ 标准光源, 10°视角, 选用 CIELAB 色差公式。

光泽测量: 按 GB/T 8807—1988 进行, 黑色底板作为聚苯乙烯样板的背衬, D₆₅ 标准光源, 入射角为 60°。

氙灯试验: 按 ASTM D 4459—1999 进行, 采用硼硅玻璃内滤光罩和钠钙玻璃外滤光罩, 辐照控制点为 340 nm, 辐照强度 (0.3 ± 0.02) W/m², 黑板温度为 (55 ± 2)°C, 相对湿度为 (55 ± 5)%。试验过程采用连续光照, 不喷水。

2 结果与讨论

2.1 PS 的颜色和光泽变化

图 2 为 PS 样板在老化期间色差和光泽保持率的散点图。从图 2 来看, 随辐照度的增长, PS 样板的颜色逐渐变深, 光泽下降。图 2 中, PS 样板的色差和光泽保持率均有密集于某直线的趋向。因此, 通过最小二乘法准则在辐照度与色差和光泽保持率之间建立起线性回归关系^[7]。

色差的线性回归方程为: $Y_a = 0.336 43 + 0.017$

$04 X_a$, 相关系数 $R^2 \approx 0.99$ 。

光泽保持率的线性回归方程为: $Y_b = 96.425 - 0.04609 X_b$, 相关系数 $R^2 \approx 0.87$ 。

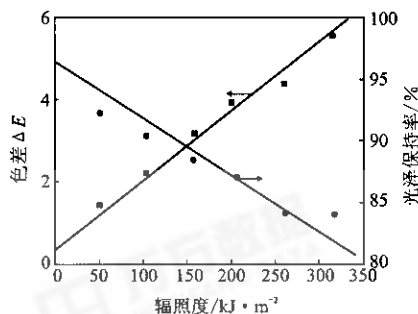


图 2 老化期间 PS 样板色差和光泽保持率的变化

Fig 2 Changes of color-difference and gloss retention rate of PS samples during aging test

从两个线性回归方程的相关系数来看, 色差同辐照度有良好的线性拟合, 而光泽保持率同辐照度的线性拟合程度较差。

2.2 PS 样板的老化指标

作为参考材料, 需要具备以下几个特点: 1) 参考材料老化指标的测量必须是非破坏性的, 这样就可以保证同一参考材料能反复测量, 需要量少, 误差也小; 2) 参考材料的老化指标对辐照度要相当敏感, 能准确反应出氙灯辐照对参考材料的作用; 3) 参考材料老化指标的测量要相对容易、快速, 以保证老化试验不被中断太长时间; 4) 最重要的是参考材料的老化指标不能随辐照度的增加而呈现出诱导期, 最好是能随辐照度的增加而线性变化, 这样就保证了在各个辐照度水平下, 参考材料的老化指标都有明显的变化。图 3 为 ASTM G 151—2000 附录中推荐的参考材料性能变化图^[2]。

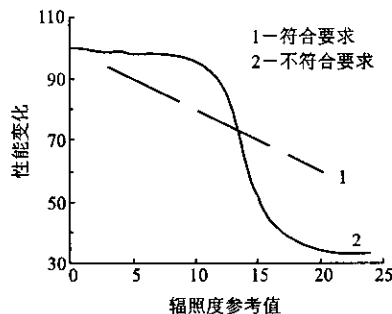


图 3 参考材料所测性能的典型变化图

Fig 3 Typical plot of measured property for reference materials

通过图 3 可看到, 在按 ASTM D 4459—1999 进行的氙灯老化试验中, 聚苯乙烯样板色差的变化能满足参考材料的要求。聚苯乙烯样板的色差随辐照度线性

增加，颜色的仪器测量相当简单、快速，不会对聚苯乙烯样板造成破坏，测量完后的样板可继续进行老化试验。但还需要对聚苯乙烯样板各个辐照度水平下的色差计算出 95% 置信区间^[8]。表 1 为计算出的各辐照度水平下的聚苯乙烯样板色差的 95% 置信区间。

表 1 各辐照度水平下聚苯乙烯样板色差的 95% 置信区间

Tab 1 95% confidence interval of color-difference of PS samples under different radiation levels

辐照度/ kJ·m ⁻²	色差 ΔE 最小	色差 ΔE 平均	色差 ΔE 最大
51.84	1.02	1.45	1.88
103.68	1.04	2.20	3.36
155.52	2.01	3.12	4.23
207.36	3.50	4.04	4.58
259.20	4.07	4.50	4.93
311.04	5.34	5.60	5.86

在按 ASTM D 4459—1999 进行的氙灯老化试验中，每当达到表 1 所规定的辐照度水平时，就暂时中断试验，取出聚苯乙烯样板进行颜色测量，并计算色差。当聚苯乙烯样板的色差落在相应辐照度水平的色差范围之内时，就认为氙灯老化设备运转正常，在试样品是在规定的条件下进行老化；但当聚苯乙烯样板的色差落在相应辐照度水平的色差范围之外时，就表明设备运转可能出现的问题，在试样品没有规定的条件下进行老化，其结果是不可信的，应立刻终止试验，查找原因。

必须注意到，不同牌号的聚苯乙烯样板的色差随辐照度的变化会同本次试验有所不同；另外，本次试验并未进行深入的可再现性研究。因此，表 1 必须是在同一类型的聚苯乙烯样板和氙灯老化试验机的基础

上应用。

3 结论

1) 在按 ASTM D 4459—1999 进行的氙灯老化试验中，聚苯乙烯样板的色差随辐照度的变化，符合相关系数接近于 1 的线性回归方程。

2) 聚苯乙烯样板以色差为老化指标，可作为按 ASTM D 4459—1999 进行的氙灯老化试验的参考材料。明确了在各个辐照度水平下，聚苯乙烯样板色差的 95% 置信区间后，可以通过对聚苯乙烯样板色差的测量，来衡量氙灯老化试验是否运转正常，保证了在试样品结果的准确、可信。

参 考 文 献

- 1 ISO 4892-2: 1994, Plastics—Methods of exposure to laboratory light sources—Part 2: Xenon-arc sources
- 2 ASTM G 151—2000, Standard Practice for Exposing Nonmetallic Materials in Accelerated Test Devices that Use Laboratory Light Sources
- 3 ASTM G 155—2000, Standard Practice for Operating Xenon Arc Light Apparatus for Exposure of Non-Metallic Materials
- 4 SAE J 1885—1992, Accelerated Exposure of Automotive Interior Trim Components Using a Controlled Irradiance Water Cooled Xenon-Arc Apparatus
- 5 SAE J1960-2001, Accelerated Exposure of Automotive Exterior Materials Using a Controlled Irradiance Water-Cooled Xenon Arc Apparatus
- 6 ASTM G 156-1997, Standard Practice for Selecting and Characterizing Weathering Reference Materials Used to Monitor Consistency of Conditions in an Exposure Test
- 7 盛骤, 谢式干, 潘承毅. 概率论与数理统计. 北京: 高等教育出版社, 2004. 294

(本文于 2005 - 03 - 08 收到)