

ICS 83.080.01
G 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999
代替 GB/T 16422.1—1996

塑料实验室光源暴露试验方法 第1部分:总则

Plastics—Methods of the exposure to laboratory light sources—
Part 1: General guidance

(ISO 4892-1:1999, IDT)

2006-09-01 发布

2007-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 16422《塑料实验室光源暴露方法》分为四个部分:

- 第1部分:总则;
- 第2部分:氙弧灯;
- 第3部分:荧光紫外灯;
- 第4部分:开放式碳弧灯。

本部分为 GB/T 16422 的第1部分,等同采用国际标准 ISO 4892-1:1999《塑料 实验室光源暴露方法 第1部分:总则》(英文版)。

为了便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “国际标准”一词改为“国家标准”;
- b) 删除了 ISO 4892-1:1999 的前言;
- c) 增加了国家标准的前言;
- d) 用相应的国家标准替代国际标准,GB/T 16422.3 和 GB/T 16422.4 等效采用国际标准,被引用的技术内容与国际标准相同,故在规范性引用文件中替代相应的国际标准;
- e) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。

本部分代替 GB/T 16422.1—1996《塑料实验室光源暴露试验方法 第1部分:通则》。

本部分与 GB/T 16422.1—1996 相比的主要变化如下:

- 增加了目次部分;
- 增加了前言部分;
- 增加了引言部分;
- 将“引用标准”改为“规范性引用文件”,并修订为区分注日期和不注日期的引用文件,增加了部分规范性引用文件(1996年版的第2章;本版的第2章);
- 增加了术语和定义(见第3章);
- 修改了原理的内容(1996年版的第3章;本版的第4章);
- 修改了湿度和润湿的内容(1996年版的4.6;本版的5.3);
- 增加了精度和偏差的内容(见第8章);
- 增加了资料性附录“减少实验室光源加速试验与实际使用暴露之间相关性的因素”(见附录 A);
- 增加了规范性附录“试样暴露区域内辐照度均匀性的测试规程”(见附录 B)。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分的附录 B 为规范性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会老化方法分技术委员会归口。

本部分起草单位:广州合成材料研究院。

本部分参加单位:珠海市远康企业有限公司、广州金发科技股份有限公司、北京建诚机械有限责任公司、山东道恩集团工程塑料有限公司、无锡市锦华试验设备有限公司、翁开尔中国有限公司。

本部分主要起草人:王浩江、邵芳、杨育农、谢振平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 16422.1—1996。

引 言

塑料在室内外使用时,经常长期暴露在日光或玻璃过滤后日光下,因此测定光、热、湿度和其他气候应力对塑料颜色和性能的影响非常重要。ISO 877:1994《塑料 暴露于自然气候、玻璃过滤日光气候和菲涅耳反射加强日光气候的方法》描述了户外日光和玻璃过滤日光下暴露试验。然而,通常需要采用特定实验室光源加速老化试验来更加快速地测定光、热、湿度对塑料物理、化学和光学性能的影响。实验室设备中的暴露在比大气老化有更多的可控条件下进行,用来加速高聚物降解和产品失效。

因为实验室加速暴露与实际使用的差异,且实验室试验往往不能再现实际使用条件下的塑料所受的全部暴露因素,所以很难使两种暴露试验结果相关联。没有任何一种实验室暴露试验可以完全模拟实际使用的暴露条件。

由于紫外线辐射、潮湿时间、温度、污染及其他因素的差异,在材料实际使用条件下的相对耐久性会随不同的地区而大不相同。因此,即使发现一个特定的实验室加速试验结果被用来比较在某一室外或实际使用条件下暴露的材料的相对耐久性,也不能认为此结果适用于判定在不同的室外或不同实际使用条件下暴露的材料的相对耐久性。

塑料实验室光源暴露试验方法

第 1 部分:总则

1 范围

- 1.1 本部分提供了有关在后面各部分详细描述暴露方法中选择和实施的资料和总则,也描述和推荐了测定辐照度和辐射量的方法,并描述了用于监测箱体内气温和深浅色材料表面温度的设备要求。
- 1.2 本部分还提供了加速暴露试验数据说明的资料。更多有关测定暴露后塑料性能变化和结果表示的方法的资料见 ISO 4582。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 16422 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

- GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(idt ISO 291:1997)
- GB/T 16422.2—1999 塑料实验室光源暴露试验方法 第 2 部分:氙弧灯(idt ISO 4892-2:1994)
- GB/T 16422.3—1997 塑料实验室光源暴露试验方法 第 3 部分:荧光紫外灯(eqv ISO 4892-3:1994)
- GB/T 16422.4 1996 塑料实验室光源暴露试验方法 第 4 部分:开放式碳弧灯(eqv ISO 4892-4:1994)
- GB/T 17037.1—1997 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 1 部分:一般原理及多用途试样和长条试样的制备(idt ISO 294-1:1996)
- GB/T 17037.3—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 3 部分:小方试片(idt ISO 294-3:2002)
- ISO 293:1986 塑料 热塑性材料试样的压塑
- ISO 294-2:1996 塑料 热塑性材料试样的注塑 第 2 部分:拉伸小样条
- ISO 295:1991 塑料 热固性材料试样的压塑
- ISO 2557-1:1989 塑料 无定形塑料 具有规定的最大回复率的试样的制备 第 1 部分:样条
- ISO 2818:1994 塑料 机加工法制备试样
- ISO 3167:1993 塑料 多用途试样
- ISO 4582:1993 塑料 暴露于玻璃下日光、自然气候或实验室光源后颜色和性能变化的测定
- ISO 9370:1997 塑料 气候试验辐照量的仪器测定 总则和基本试验方法
- CIE 出版物 No. 85:1989 太阳光光谱辐照度

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 16422 的本部分。

3.1

对照物 control

(气候老化)一种与试验材料有相似成分和结构,并同时暴露后与其进行比较的材料。

注:例如当需评价的配方与当前使用配方不同时则需用对照物,这种情况下对照物由原始配方的塑料制备。

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999

3.2

存放样品 file specimen

存放在稳定的条件下用来比较暴露前后性能变化的部分试验材料。

3.3

参照材料 reference material

一种已知性能的材料。

3.4

参照样品 reference specimen

用来暴露的参照材料的一部分。

4 原理

样品在受控的环境条件下进行实验室光源暴露试验。描述的方法包括用于测量样品表面辐照度和辐照量的方法,以及测量指定白板和黑板温度的程序。

4.1 意义

4.1.1 当利用实验室光源进行暴露时,考虑加速试验条件模拟被测塑料实际使用环境的程度十分重要。此外,在安排暴露试验和整理加速暴露实验结果时,考虑加速试验与实际暴露间差异的影响非常必要。

4.1.2 没有一种实验室暴露试验能完全模拟实际使用条件。只有当特定被测材料的等级相关性已建立并且降解类型和机理相同时,才能认为这些实验室加速暴露试验的结果能反映实际使用暴露的特征。由于不同地区紫外线辐射、潮湿时间、相对湿度、温度、污染物及其他因素的差异,材料在实际使用条件下的相对耐久性会随不同的地点而明显不同。因此,即使根据 GB/T 16422 进行的某个特定暴露试验结果能够用于某一环境下暴露的材料相对耐久性的比较,也不能认为该结果能够用来判定相同材料在不同环境下的相对耐久性。

4.1.3 虽然实验室加速试验中“x”小时或兆焦辐照量与实际暴露“y”月或年相关的“加速因子”的计算很有诱惑力,但不推荐。这些加速因子不适用有几个原因。

- a) 加速因子对材料有依赖性,会随材料的不同或相同材料而配方不同产生明显差别。
- b) 实际使用和实验室加速暴露试验中降解速率的差异能够对加速因子的计算产生很大的影响。
- c) 加速因子的计算以实验室光源与日光(甚至在使用相同的带通的情况下)间的辐照度比率为基础,没有考虑因实验室光源与日光之间温度、湿度和光能量分布的差异而产生的影响。

注:尽管在本部分中已有提示,但如果仍希望使用加速因子,那么加速因子仅仅适用于特定的材料,而且这些加速因子是基于足够数量的独立户外或户内环境试验与实验室加速暴露试验数据以确保能够用统计方法分析每个暴露中的破坏和时间关系。J. A. Simms 描述了一个利用多次实验室和实际暴露试验数据对加速因子进行统计分析的例子,见涂料技术期刊(Journal of Coatings Technology)1987 年第 50 卷 45~53 页。

4.1.4 许多因素都可能降低实验室光源加速试验与户外暴露间的相关性(有关每种因素如何改变材料稳定等级的具体资料见附录 A):

- a) 实验室光源与日光光谱分布的差别;
- b) 高于实际使用条件的光照强度;
- c) 实验室光源连续暴露周期试验没有任何暗周期;
- d) 高于实际温度的样品温度;
- e) 导致与事实不符的深浅色样板之间温度差异的暴露条件;
- f) 导致样品温度频繁高低循环或造成不切实际的热效应的暴露条件;
- g) 与实际不符的高或低湿度;
- h) 生物因素和污染物的缺乏。

4.2 实验室光源加速老化试验的应用

4.2.1 按此标准实施的加速暴露试验结果最好用于比较材料的有关性能。一种常见的应用是确定不同批次材料的质量水平与已知性能的对照物是否相同。当材料在同一暴露设备中同时试验时,材料间的比较最为合适。结果可以通过比较材料的特定性能下降到某一特定水平所需的暴露时间或辐照量来表示。

4.2.1.1 为了比较试验材料与对照物的性能,着重推荐每个试验至少有一个对照物被暴露。所选对照物必须具有相似的组成和结构以使其失效模式与被测材料相同。最好采用两个对照物:一个耐久性较好,另一个较差。

4.2.1.2 为获得统计估算结果,每一对照物和被评价的试验材料的平行试验数量要足够多。除非另有规定,否则全部试验材料和对照物至少要进行三次平行试验。进行破坏性试验测试材料性能时,每个暴露期都需要一组独立的样品。

4.2.2 在某些规范试验中,试验材料与气候老化参照材料(如蓝色羊毛织物)同时暴露。试验材料的某一性能或多项性能测试是在参照材料的规定性能达到某一水平后进行的。如果参照材料的成分有别于试验材料,它可能会对导致试验材料失效的暴露作用因素不敏感,或者会对影响试验材料作用很小的暴露作用因素很敏感。参照材料的结果变化可能会远远不同于试验材料。参照材料与试验材料的所有这些差别会导致错误的结果。

注:适用于气候老化试验的对照物与参照材料的定义见第3章。

4.2.3 在某些规范试验中,试验样品性能的评价是在一组规定条件的试验周期下,经过特定暴露时间或辐照量后进行的。除非一个特定暴露周期作用的再现性和性能测试方法的再现性已被确定,否则按照本部分进行的任何加速暴露试验结果均不能根据指定暴露时间或辐照量达到后的特定性能水平来确定材料的“合格或不合格”。

5 实验室暴露设备要求

5.1 光源

5.1.1 暴露设备应规定样品及特定感测件的安放位置,以确保从光源处获得相同的辐照度。

5.1.2 暴露设备的设计应确保在样品暴露区域任何位置的辐照度至少为此区域最大辐照度的70%。辐照均匀性的测试方法见附录B。

注:暴露设备内辐照度均匀性依赖于几个因素,如在光学系统及箱体内壁上形成的沉淀物。此外暴露试验样品的种类和数量也能够影响辐照度均匀性。制造商承诺的辐照度均匀性适用于新设备,并明确规定了测试条件。在许多新型设备内,暴露区域任何位置的辐照度均至少为最大辐照度的80%。

5.1.3 如果样品暴露区域内任何位置的辐照度均至少为最大辐照度的90%,则暴露过程不必进行样品位置的周期性变换。

注:如果设备不能满足5.1.3辐照度均匀性的要求,则需进行样品位置的周期性变换以确保所有样品能够接受到相同的暴露作用。

5.1.4 如果样品暴露区域任何位置的辐照度均为最大辐照度的70%~90%,则在暴露期应进行样品位置的周期性变换以确保每一样品都能获得等量的辐照量。位置变换时间表应由所有相关方协商。

5.1.5 按照设备制造商的说明书进行灯和滤光器的更换以及灯和/或滤光器的预老化。

5.1.6 CIE出版物No.85:1989提供了典型气候条件下的太阳辐射光谱数据,可以作为比较实验室光源与日光光源的根据。例如,对于1个相对大气质量,1.42 cm可沉淀水及0.34 cm臭氧(1大气压,0℃下测试)在300 nm~2 450 nm波段地面阳光辐照度为1 090 W/m²。表1列出了在这些大气条件下在紫外光、可见光和红外光谱区地面阳光辐射的宽波段聚光光谱辐照度。它代表了被暴露材料在春分或秋分的一个晴天近午时的赤道水平面上所经受的最大地面阳光辐照度。

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999

表 1 地面光谱辐照度
(摘自 CIE 出版物 No. 85:1989 表 4)

波长/ nm	辐照度/ (W/m ²)	300 nm~2 450 nm 总百分比/%	300 nm~800 nm 紫外和 可见光百分比/%
300~320	4.1	0.4	0.6
320~360	28.5	2.6	4.2
360~400	42.0	3.9	6.2
300~400	74.6	6.8	11.0
400~800	604.2	55.4	89.0
300~800	678.8	62.2	100.0
800~2 450	411.6	37.8	
300~2 450	1 090.4	100.0	

直接来自氙灯、开放式碳弧灯和某些荧光灯的辐射中含有大量日光中所不存在的短波紫外线。用滤光器对这些光源进行适当过滤能够去除大部分的短波光。但是,有些滤光器允许少量但重要的短波(小于 300 nm)射线通过。荧光灯因具有与日光的某一特定紫外区域相对应的光谱输出而被选用。氙弧被适当过滤后产生的辐照光谱能量分布能够很好地模拟通常日光的整个紫外及可见光区域。

5.1.7 根据 ISO 9370:1997 的要求,辐照仪可以用来测试样品表面辐照度 E 或光谱辐照度 E_{λ} 及辐照量 H 或光谱辐照量 H_{λ} 。

5.1.7.1 如果使用辐照仪,则应将其安装在能够获得与样品表面相同辐照度的位置。如果没有安装在样品平面内,则应有一个足够大的观察区间,并校准至与样品相同距离的辐照度。

5.1.7.2 辐照仪应在所用光源的发射区域内校准,应根据辐射测试设备制造商的说明书进行校准检查。应该由被批准认证的实验室对辐照仪至少每年进行一次全面校准。建议进行更频繁的校准。

5.1.7.3 进行辐照度测试时,应将相关方商定后的所用波长范围写入报告中。有些类型的设备提供了测试特定波长范围(如 300 nm~400 nm 或 300 nm~800 nm)或以一个单波长(如 340 nm)为中心的窄波带的辐照度。

5.2 温度

5.2.1 被暴露材料的表面温度主要依赖于辐射吸收量、样品的辐射率、样品内部的导热率以及样品与空气或样品与样品架之间的热传导。因为监测单个样品表面温度不切实际,所以使用特定的黑板传感器来测量和控制试验箱内温度。着重推荐将黑板温度传感器安装在样品暴露区域的支架上,以使其接受的辐照及冷却条件与同一支架上试验平板表面相同。黑板也可以安装在与光源距离固定但与试样距离不同的位置并校准以获得样品暴露区域温度。但是不推荐此法,因为将黑板安装在远离样品的一个固定位置,即使通过校准获得了样品暴露区域温度,但由于光强度及空气流动的不同,也可能反映不出试样温度真实特征。

5.2.2 可以使用的两类黑板温度传感器

5.2.2.1 黑标准温度计由一块厚约 0.5 mm 的不锈钢平板组成。典型的长度和宽度约为 70 mm×40 mm。平板对光面应涂覆有良好耐老化黑色涂层。涂覆后的平板至少吸收至 2 500 nm 波长总入射光通量的 90%~95%。铂电阻传感器应以很好的热传导连接在平板背光面的中心位置。钢板的金属面应安装在一块 5 mm 厚的未填充聚偏氟乙烯(PVDF)底座上,底座上应加工成有足以容纳铂电阻传感器的空间。传感器与 PVDF 板凹槽间的距离约为 1 mm。PVDF 板的长度和宽度必须足够大以确保涂黑金属板与底座支架间不存在金属之间的热传导。绝缘黑板的金属支架与金属板的边缘至少相距 4 mm。只要暴露设备达到设定的稳定温度和辐照度时,所选用的另一结构的温度计指示的温度为上述指定结构温度计所示温度±1.0℃以内,不同结构的黑标准温度计也可使用。此外,另一结构黑标准温

度计达到稳定状态所需的时间应在指定黑标准温度计达到稳定状态所需时间的 $\pm 10\%$ 以内。

5.2.2.2 黑板温度计由耐腐蚀金属平板组成。典型尺寸分别为长 150 mm、宽 150 mm、厚 1 mm。平板对光面应涂覆具有良好防老化性的黑色涂层。涂覆后的平板应至少吸收至 2 500 nm 总入射光通量的 90%~95%。热敏元件应紧固在暴露表面中心位置。它可以是一个涂黑杆状双金属盘式传感器或电阻传感器。金属板背面应露置在老化箱的空气中。

5.2.3 黑板或黑标准温度计的指示温度依赖于实验室光源产生的辐照度和试验箱内的温度及空气流动速度。黑板温度通常与金属板黑色涂层的温度相当。黑标准温度通常与导热性差的黑色样品暴露表面温度相当。在典型暴露试验条件下,黑标准温度计的指示温度将比黑板温度计的指示温度高 $3^{\circ}\text{C}\sim 12^{\circ}\text{C}$ 。因为黑标准温度计被隔热,所以对温度变化的响应时间略慢于黑板温度计。

在辐射量较少时,黑板或黑标准温度计的指示温度与样品真实温度的差别可能较小。当使用红外线发射量很少的光源进行试验时,两类黑板的指示温度或深浅色样品间的温度差别将会很小。

5.2.4 为评估被暴露样品表面温度范围,更好地控制设备内的辐照度或试验条件,除使用黑板或黑标准温度计外,推荐使用白板或白标准温度计。白板或白标准温度计的制备应与相应的黑板或黑标准温度计相同,不同之处是使用白色耐老化涂层。白色涂层对 300 nm~1 000 nm 波的反射率应至少为 90%,对 1 000 nm~2 500 nm 波的反射率应至少为 60%。

5.2.5 暴露设备应能将黑或白板传感器的温度控制在设定温度 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 以内。暴露设备的设计应确保黑板或白板温度传感器放置在样品暴露区域任何位置所感测到的温度均在设定摄氏温度 $\pm 5\%$ 以内。

5.2.6 试验报告中应写明所使用的是黑标准温度计还是黑板温度计。如果所用温度计(黑或白)不在样品暴露区域内,则需在试验报告中描述其确切位置。

5.3 湿度和润湿

5.3.1 湿气的存在,尤其是以凝露形式存在于样品被暴露面时,可能对实验室加速暴露试验产生严重影响。根据本部分安装的用来模仿湿气影响的任何设备应有以下一种或多种向样品提供湿气的方法:

- a) 使箱内空气润湿;
- b) 形成凝露;
- c) 喷淋水;
- d) 浸润。

5.3.2 样品喷淋用水的纯度非常重要。如果未经适当处理除去水中的阳离子、阴离子和有机物,尤其是硅,则被暴露样品将产生在户外暴露时所不出现的污点。着重推荐样品的喷淋用水中最大固含量为 $1\text{ }\mu\text{g/g}$,最大硅含量为 $0.2\text{ }\mu\text{g/g}$ 。蒸馏或去离子与反渗透的结合使用是获得理想纯度水的有效方法。如果样品喷淋用水的固含量大于 $1\text{ }\mu\text{g/g}$,则应记录其固含量及硅含量。除非循环水的纯度能够达到以上纯度要求,否则不推荐对样品喷淋用水进行循环使用。

5.3.3 如果发现暴露后的样品有沉淀物或污点,则应检测水的纯度是否满足 5.3.2 要求。在有些情况下,被暴露样品可能被在喷淋用纯化水中所生长的细菌产生的沉淀物污染。如果检查出是细菌产生的污染,应使用有氯化作用的溶液如次氯酸钠对整个样品喷淋水系统进行冲洗,并在重新暴露前用清水进行全面清洗。

5.3.4 尽管喷淋用水的电导率并不总与硅含量相关,但推荐对其进行连续监测,并且无论何时只要电导率超过 $5\text{ }\mu\text{S/cm}$,就应停止暴露。

5.3.5 样品喷淋设备的所有部件应由不锈钢或对水不造成污染的其他材料制成,因为有些材料能够吸收紫外线或在试样上形成与实际不符的沉淀物。

5.4 其他设备要求

5.4.1 尽管试验需要使用各种各样的设备,但每种设备均应满足以下要求:

5.4.1.1 在试验箱湿度控制装置内,测湿传感器应安装在空气流动且避免光线直射和水喷淋的位置。

5.4.1.2 在试验箱气温控制装置内,用来感应和控制试验箱内气温的传感器应放置在避免光线直射和

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999

水喷淋的位置。

5.4.1.3 用来模拟湿气影响的任何设备应有样品润湿和非润湿的时间控制程序。

5.4.1.4 模拟光照和暗周期影响的任何设备应有能设定辐射和非辐射时间程序的电子控制装置或机械装置。

5.4.2 为满足特定的实验过程要求,设备需有指示或记录以下操作参数的功能:

- a) 电源电压;
- b) 灯电压;
- c) 灯电流;
- d) 所有绝热或未绝热黑板或白板温度计的指示温度;
- e) 试验箱的空气温度;
- f) 试验箱的相对湿度;
- g) 水喷淋周期的细节;
- h) 光谱辐照度和辐照量;
- i) 暴露持续时间(辐照时间和总暴露时间,如果不同)。

6 试样

6.1 形状和制备

6.1.1 试样的制备方法能够对其表观耐久性产生显著影响,因此试样制备方法应经过相关方协商,最好紧密结合材料在典型应用中的常用加工方法。试验报告中应包括试样制备方法的完整描述。

6.1.2 试样尺寸通常在暴露后相应的性能测试方法中有规定。当要测定特定类型的制品性能时,在可能情况下应暴露制品本身。

6.1.3 如果被测材料是粒状、碎片状、粉末状或其他原料状态经挤出或模塑成型后的聚合物,那么被暴露样品应从以适当方法制备的片材上裁取。样品的确切形状及尺寸按照相关性能的特定测试方法确定。从片材上或制品上加工或裁取单个样品的方法可能影响性能测试结果,并且因此影响样品的表观耐久性。试样的制备方法见 ISO 293:1986、ISO 3167:1993、ISO 294-2:1996、GB/T 17037.1—1997、GB/T 17037.3—2003、ISO 294-2:1996、ISO 295:1991 和 ISO 2557-1:1989。

6.1.4 在某些情况下,需要从暴露后的大样中裁取单个样品进行性能测试。例如,对边缘易分层的材料,需要以大片材形式暴露后进行取样。从暴露后的片材中裁取和制备样品的方法对单个样品性能的影响会更大,此裁样方法对于暴露后易脆化材料的影响尤其明显。ISO 2818:1994 描述了样品的机械加工制备方法。当这一制备方法被特别指明时,只能从已暴露大样上裁取单个试样进行性能测试。

当从已暴露片材或大制品上裁取试样时,最好在离固定材料的夹具或暴露样品边缘至少为 20 mm 的区域内选取。在样品制备过程中决不能去除样品暴露面的任何部分。

6.1.5 当在暴露试验中进行试样比较时,应使用尺寸及暴露面积相似的试验样品。

6.2 试样数量

6.2.1 每一组试验条件或每一个暴露周期的试样数量应在暴露后性能测试方法中规定。

注:就力学性能的测试而言,推荐暴露试样的数量为相关国家标准要求的 2 倍(这是因为在测试气候老化后材料的力学性能时会产生较大的标准偏差)。

6.2.2 如果性能测试方法没有规定暴露试样的数量,推荐每种材料每个暴露阶段所需的重复样品最少为 3 个。

6.2.3 当通过破坏性试验进行试样性能测试时,所需试样总数应由暴露阶段数以及非暴露存放样品是否与暴露试样同时试验来确定。

6.2.4 每个暴露试验最好包括已知耐久性的对照物材料。推荐同时使用耐久性较差和较好的对照物

材料。在进行实验室间比对前,所有相关方需就所用对照物材料进行协商,对照物材料样品数最好与所用试验材料样品数相同。

6.3 贮存与状态调节

6.3.1 如果试验样品和(或)参照样品是从大样材上裁取或切割的,则应按照 GB/T 2918—1998 制备后进行状态调节。在某些情况下,为方便试样制备,可能需在裁取或切割前对片材进行预处理。

6.3.2 当利用试验来表征被暴露材料力学性能时,应在所有的性能测试前对样品进行适当的状态调节。所用条件见 GB/T 2918—1998。一些塑料的性能对水分含量非常敏感,并且状态调节的持续时间可能要比 GB/T 2918—1998 规定的时间长,尤其是暴露在恶劣气候条件下的样品。

6.3.3 存放样品应避光保存在标准实验室环境中,最好是 GB/T 2918—1998 规定的某一标准大气环境中。

6.3.4 某些材料,尤其是老化后的材料,在避光保存时会发生变色,因此其暴露表面一旦变干就必须尽快进行颜色测定或目测对比。

7 试验条件和步骤

7.1 暴露试验的条件和步骤依赖于所选的特定试验方法,见 GB/T 16422.2~16422.4 的适合部分。

7.2 根据 ISO 4582:1993 描述的步骤测试暴露前后试样的性能并表示暴露后性能的变化。对于以下测试样品性能的特定方法参照相关国家标准。

7.2.1 如果采用非破坏性试验测试材料性能,则应在开始暴露前进行。在每个暴露周期结束后测试同一性能。应注意每个暴露周期后的同一性能的测试要在试样的相同位置。

注:为监测所需性能测试仪器的灵敏度,应在每次使用测试仪器时对参照或校准样品进行测试。

7.2.2 如果采用破坏性试验测试材料的性能,则每个暴露周期均需独立的一组试验样品。对每组被暴露样品进行性能测试,比较暴露前后的性能值。另一方面,测试被暴露样品性能的同时对一组独立的存放样品进行性能测试,然后将存放样品和被暴露样品的测试结果进行比较。

8 精度和偏差

8.1 精度

8.1.1 根据本部分进行的暴露结果的重复性和再现性会随被测材料、被测性能、特定的试验条件和所用周期的不同而不同。在 ASTM 委员会 G3.03 进行的循环式研究¹⁾中,将相同的 PVC 样条在不同的实验室中进行暴露试验,采用相同试验设备和暴露周期,其 60°光泽度呈现出显著差异。这种在循环式研究中表现出的变化限制了“绝对规范”的应用,例如要求在一个特定暴露周期后有特定的性能水平。

8.1.1.1 如果一般使用的标准或规范要求根据本试验操作进行特定时间或辐照量的暴露后达到一个确定的性能水平,那么这个特定的性能水平应基于在循环式研究中得出的结论,这个循环研究需考虑暴露和相关性能测试方法引起的变化。循环研究应按照相关的循环暴露国家标准进行,并且应包括一个能够进行常规的暴露或性能测试的所有实验室或组织的统计代表样本。

8.1.1.2 如果在双方或三方之间使用的标准或规范要求根据本操作进行特定时间和辐照量的暴露后有一个确定的性能水平,那么这个特定的性能水平应基于对每个实验室中至少两个独立的暴露试验结论的统计分析。用于确定规范的试验设计应考虑因暴露和相关性能测试方法而引起的变化。

8.1.2 在 8.1.1 中所述的相同的循环式研究说明实验室间一系列材料光泽度的重复性很高。如果根

1) Fischer, R. M“光和水暴露标准试验结果”有机材料加速和户外耐久性试验。ASTM STO 1202 warren D. Ketola 和 Douglass Grossmar(编辑),美国材料试验学会,费城,1993。

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999

据本部分进行暴露试验的结果的重复性并非通过循环式试验确定,材料的性能要求应根据与对照材料的比较(如等级)而规定。所用的对照材料的样品应和试样同时暴露于同一设备中。所用的特定对照材料应经相关方协商。

8.2 偏差

因没有适合的标准的氣候老化参照材料,所以不能进行偏差测定。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

9.1 样品描述

- a) 样品及其来源的完整描述;
- b) 复合物细节、处理时间和温度;
- c) 试样制备方法的完整描述。

注:如果暴露试验通过分包进行,则通常将样品编号。在这种情况下,源实验室有责任在试验报告中对样品进行完整描述。

9.2 暴露试验描述

根据 GB/T 16422.2~16422.4,应包括:

- a) 暴露设备和光源的描述,包括:
 - 1) 设备和光源类型;
 - 2) 所用滤光器的描述;
 - 3) 如果需要,还应包括样品表面的辐照度(包括辐照度测试的带通);
 - 4) 暴露开始前滤光器和光源的已被使用的小时数。
- b) 所用的黑板和(或)白板温度传感器类型及其未被安装在样品暴露区域时的确切位置。
- c) 如果需要,应包括测湿装置的类型。
- d) 所用暴露周期的完整描述,包括下述每个光照及暗周期内容:
 - 1) 所用黑板温度传感器指示温度的平均值及公差范围;
 - 2) 流过试样的空气相对湿度的平均值和公差范围;
 - 3) 对于包含水喷淋周期的试验,应记录水喷淋的持续时间及水是被喷在样品的暴露面、背光面还是两面均喷淋;如果喷淋用水的总固含量超过 $1\text{ }\mu\text{g/g}$,应记录总固含量及硅含量;
 - 4) 对于样品上的凝露试验,应报告冷凝期的时间;
 - 5) 光照及暗周期的时间。
- e) 暴露架上样品安放方法的描述,包括对用作试样衬垫的任何材料的描述。
- f) 如果进行了样品位置的变换,应写明变换方法。
- g) 如果使用辐照仪测试光辐照量,则应包括对辐照仪的描述。

9.3 试验报告

- a) 所有性能测试方法的完整描述。
- b) 根据 ISO 4582:1993 所提出的,结论应包括:
 - 1) 试验样品的性能测试结果;
 - 2) 对照样品的性能测试结果;
 - 3) 如果测定了未被暴露的存放样品,则应包括其性能测试结果;
 - 4) 暴露周期(按小时计的时间或辐照能 J/m^2 以及测试所用带通)。

9.4 试验日期

附录 A

(资料性附录)

减少实验室光源加速试验与实际使用暴露之间相关性的因素

A.1 实验室光源与日光光谱分布的差异

在实验室光源加速暴露试验中,常采用在比正常波长短的光源下进行暴露来获得较快的破损率。就室外暴露而言,通常认为短波紫外线的界限约为 300 nm。材料暴露在波长小于 300 nm 的紫外线下可能会发生其在户外使用时所不会发生的降解反应。如果加速试验所用的实验室光源产生的紫外线波长比实际使用条件下的波长短,那么试验材料的降解机理和稳定等级将会明显不同。

如果已知使被测材料产生相应降解的特定光线波段,则可能不需要模拟整个日光光谱。但是,在紫外或可见光谱区以外的狭窄波段内,实验室光源产生非常强烈的辐射,这可能产生一个较其他反应更为重要的特殊反应。此类光源也可能不产生在日光下暴露引起的变化。在仅产生紫外线的光源下暴露时可能不会出现可见光下发生的褪色现象,但可能发生较日光下暴露更为显著的聚合物黄变现象。

A.2 高于实际使用条件的光强度

实验室光源暴露试验一般采用高于实际使用条件的光强度来加速降解。相对于实际使用环境条件,采用异常高的光强度会改变材料的降解机理有几个原因(因某些材料对光强度比其他材料更为敏感,因此异常高的光强度能够改变材料的稳定等级):

- a) 在室外暴露中,因吸收了高能量光子而处于激发态的聚合物一般会在吸收另一个高能量光子前衰变为基态。然而,在实验室光源暴露中能产生异常高的光通量,光子吸收速率非常高,只要聚合物处于激发态就会经常吸收高能量光子。
- b) 在紫外光下暴露的材料往往产生自由基。当自由基与材料相互作用时发生降解反应。在非降解反应中,自由基也能够与其他自由基相互结合。在高辐照度条件下产生的高浓度自由基由于相互距离很近其再结合率较高。在这种情况下,降解不是辐照度的线性函数。
- c) 在异常高的辐照度(或异常高的样品温度)下进行加速试验时,氧气的扩散有时可能限制聚合物氧化的速度。这能够使降解反应机理产生不同,也可能导致表面向内部氧化率的异常,结果可能造成异常色移或物理性能的改变。

A.3 没有暗周期的实验室光源持续暴露

常采用实验室光源持续暴露来实现相对于实际应用时的加速降解,然而,持续暴露可能会消除在室外暴露或室内使用中周期性无光照时发生的临界暗反应。

A.4 异常高于实际使用条件的样品温度

在实验室加速试验中常采用高于实际使用条件的温度来获得较快的降解。热效应的存在使得某些塑料远比其他塑料更易降解。对于具有相同光降解速率和类型的材料来说,暴露在异常高温条件下时,温度敏感性高的材料比温度敏感性低的材料的耐久性差。此外,与暴露在低于玻璃化转变温度时相比,在高于玻璃化转变温度条件下暴露将显著地改变聚合物的降解机理及稳定等级。实验室加速试验中所用的黑板温度应维持在一个适当范围,通常不高于实际使用条件下的黑板温度最大值。

A.5 使深浅色样品间产生与实际不符的温度差异的暴露条件

有些实验室光源产生大量红外线。为防止样品过热,经常通过使用红外吸收或反射滤光器来减少

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999

红外线,或向试样箱通入大量空气使试样降温。如果所用的方法不足以控制到达被暴露样品的红外线量,那么相同材料的深浅色样品间的温度差异将比自然暴露时更大。

有些实验室光源产生的红外线很少。当使用这些光源时,深浅色试样间温度差异可能比室外暴露时小。

A.6 与实际使用条件不同的温度循环条件

通常高频率温度循环能够机械性地产生诱发裂纹或其他在使用条件下暴露时所看不到的降解类型。暴露设备对光照中的样品进行水喷淋时,样品能够产生异常快速的温度变化从而也可能产生在使用环境中不产生的裂纹。

A.7 与实际不符的高或低湿气水平

湿气对很多聚合物降解的产生非常重要。如果湿气量或样品在受湿气影响的加速实验中的暴露方式与实际使用条件下不同,那么降解机理和速率可能会有很大差别。这对材料稳定等级的影响非常大。

A.8 生物因素及污染物的缺乏

暴露在湿、热场所下的塑料经常会受到生物因素如真菌、细菌和藻类的迅速生长的作用。在很多户外环境中存在的污染物会对某些塑料的降解机理和速率产生严重影响。如果在加速实验室暴露试验中不包括这些影响,那么材料的机理和稳定等级可能明显不同于户外暴露时。

附录 B (规范性附录)

试样暴露区域内辐照度均匀性的测试规程

B.1 将试样放在暴露设备内的鼓状架上,并使其围绕光源旋转,测试试样鼓状架上离光源最近的一个位置(图 B.1 中位置 A)及离光源最远的两个位置(图 B.1 中位置 B)处的辐照度。B 位置与 A 位置辐照度之间的关系如下:

$$E_B \geq 0.7E_A$$

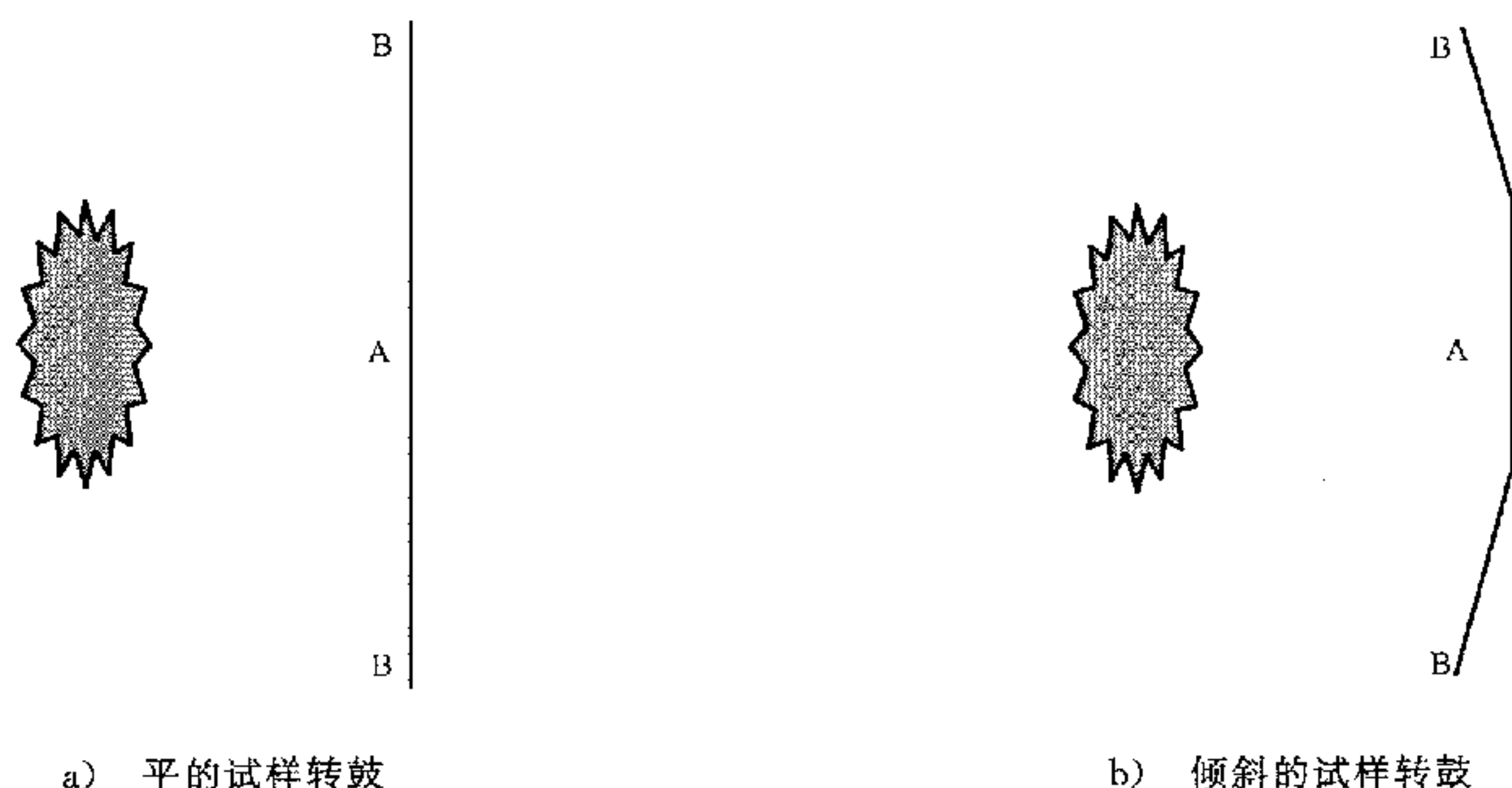


图 B.1 使用样品转鼓的设备中辐照度的测试

B.2 将试样放置在暴露设备光源前的平板上,测试试样平面内离光源最近处(见图 B.2 中位置 X)及两个对角点(见图 B.2 中位置 Y)处的辐照度。位置 Y 与位置 X 处的辐照度关系如下:

$$E_Y \geq 0.7E_X$$

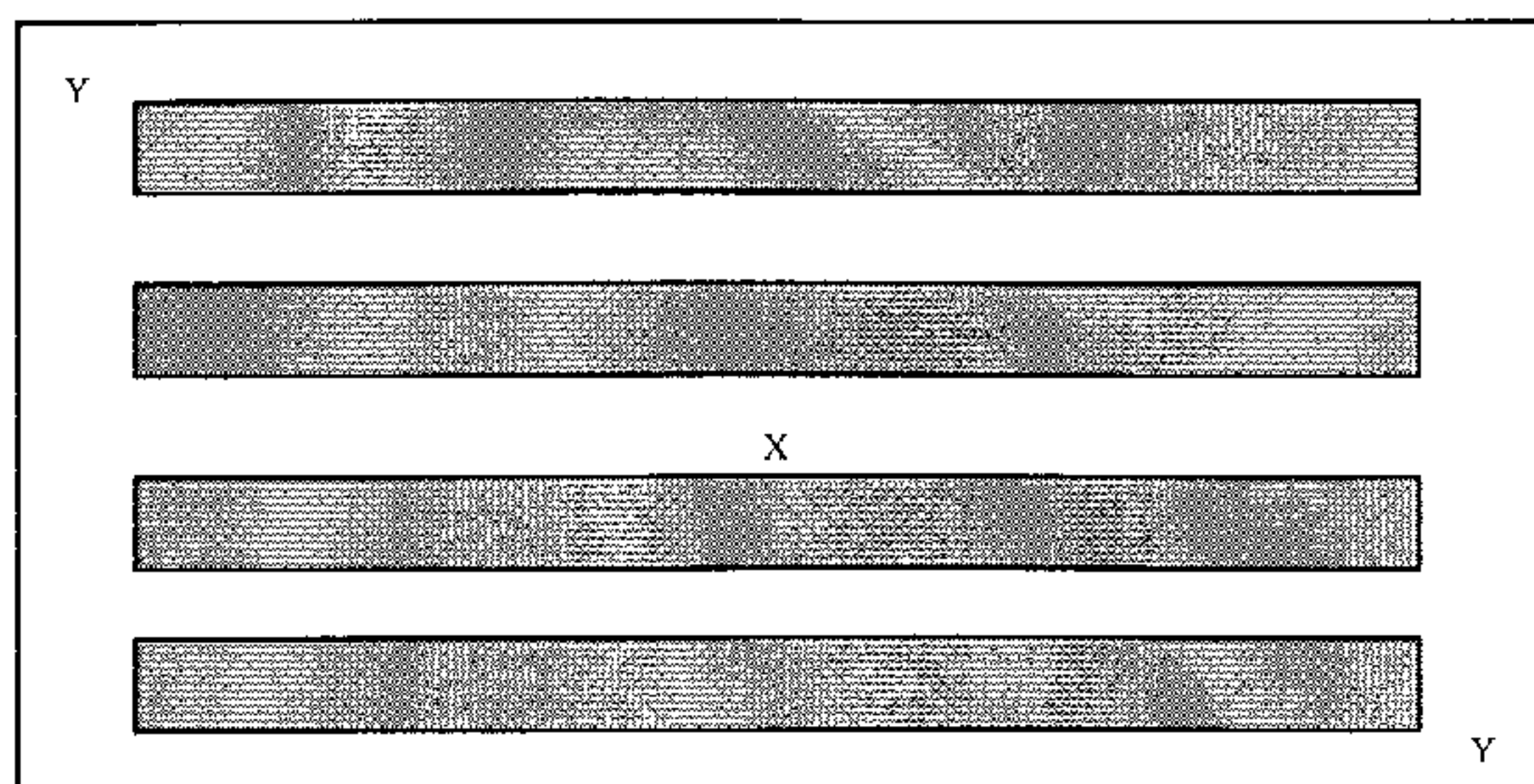


图 B.2 带有样品平板的设备中辐照度均匀性的测试
(阴影区域表示光源)

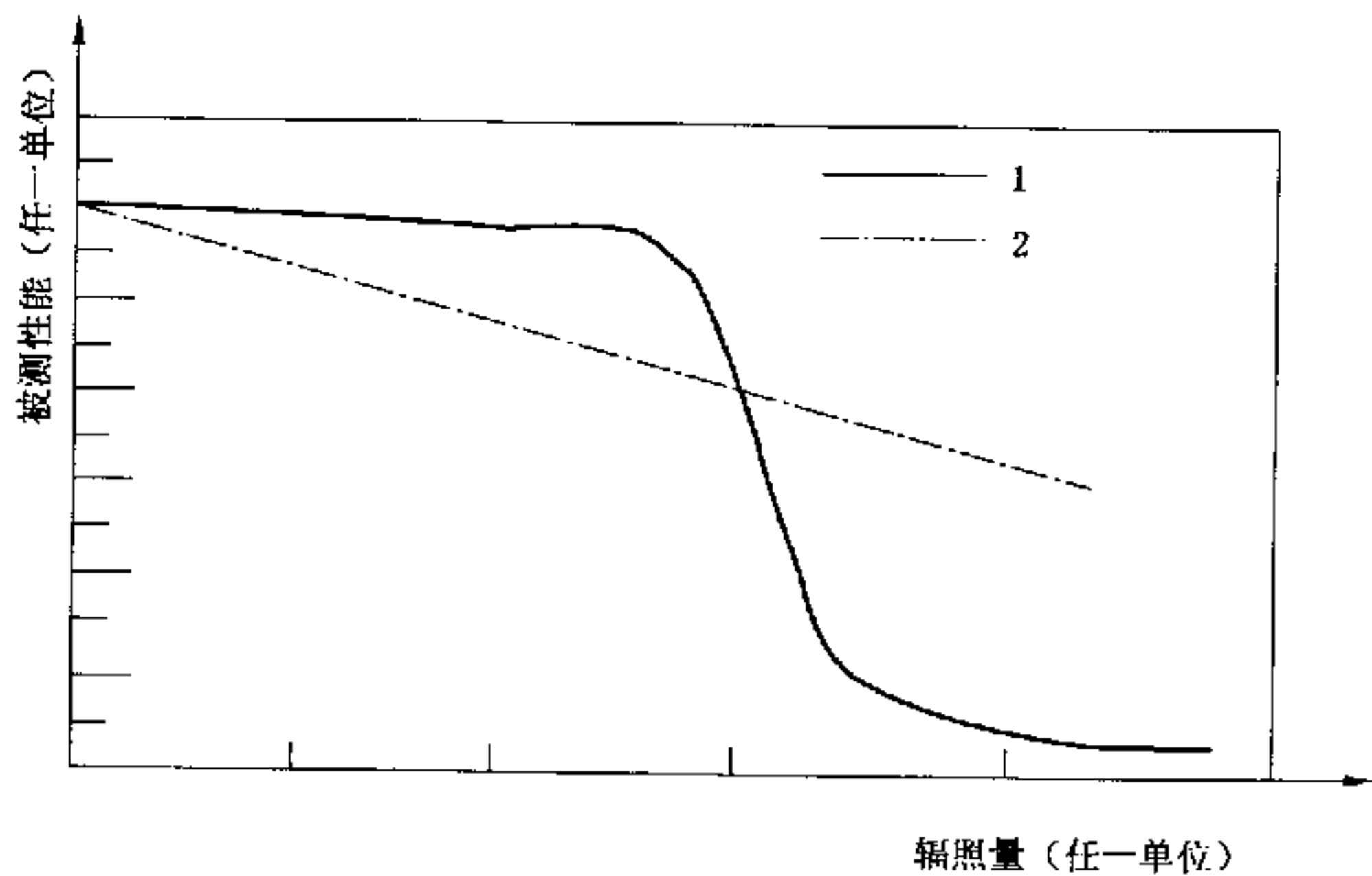
B.3 如果设备设计的最大辐照度不在暴露区域中心处,或最小辐照度不在离中心最远位置处,那么图 B.1 及 B.2 中等式中的 E_A 或 E_X 应为实际最大辐照度,而 E_B 或 E_Y 为最小辐照度。暴露区域其他位置辐照度的补充测试也需进行。然而,无论在任何情况下,这些位置所测得的辐照度应至少为最大辐照度的 70%。

B.4 作为辐照度测试的一个选择方案,可以通过选用参照材料来测试辐照度均匀性。参照材料的特

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999

性变化应是一个有关辐照量的已知函数(最好为线性),并且作为一个辐照量函数最好不应在性能变化很小时显示诱导期,图 B. 3 是合格与不合格参照材料被测性能关于辐照量函数的典型曲线。当使用参照材料时,所有样品应为同一批。参照材料样品应暴露在暴露区域中心处以及离中心最远处。所有样品应同时暴露。参照样品应暴露至监测特性发生可测量变化时为止。离暴露中心最远处参照材料的被测性能变化应至少为中心位置处的 70%。

注:辐照度的实际测试优于使用参照材料,因为参照材料暴露在暴露区域边缘及中心处的性能变化的不同可能会受到不同温度和(或)湿气条件的严重影响,因而所测得的辐照度一样受到影响。



图例:
1——不合格的;
2——合格的。

图 B. 3 被测性能随辐照量呈现线性变化的参照材料和被测性能变化前出现诱导期的参照材料典型曲线

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料实验室光源暴露试验方法
第 1 部分:总则

GB/T 16422.1—2006/ISO 4892-1:1999

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 27 千字
2007 年 2 月第一版 2007 年 2 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-28801 定价 13.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 16422.1-2006