

Nøjagtig måling af prøvetemperatur i accelererede xenonapparater til vejrpåvirkningstest

Af Matthew McGreer og Dr. Jacob Zhang
Atlas Material Testing Technology LLC

Resumé

Materialetemperaturen under en vejrrægtighedstest er én af de vigtigste faktorer til bestemmelse af nedbrydningshastigheden og en præcis forudsigtelse af brugslevetiden. Berøringsfri termisk infrarød måling giver nøjagtige temperaturprofiler under eksponeringen. Fra Atlas fås nu et system der bruger den såkaldte S³T-teknologi (prøvespecifik overfladetemperatur) og tager nøjagtige overfladetemperaturmålinger på en række forskellige materialer under forskellige testbetingelser.

Temperaturens betydning

Når materialer forvitrer, skyldes det primært belastninger fra solindstråling, temperatur og fugt. Skønt solstråling (primært UV-bølgelængder mellem 300-400 nm) er den primære katalysator for de fleste kemiske reaktioner, er prøvetemperaturen ofte en dominerende faktor. Prøvetemperaturens effekt på nedbrydningshastigheden kan bestemmes ved hjælp af Arrhenius' ligning.

Ligningen viser at temperaturen er den afgørende parameter ved bestemmelse af materialenedbrydningshastighed. Under en vejrrægtighedstest varierer den faktiske prøvetemperatur, primært pga. emissionsfaktoren eller solabsorbtionsevnen og prøveoverfladens varmeledningsevne. Prøveemner med forskellige farver eller af forskellige materialer har varierende temperaturer, og det kan have afgørende betydning. Ved samtidige vejrrægtighedstest af aluminiumsplader med forskellige farvede organiske malinger så man fx temperaturvariationer på op til 25 °C ^[1]. Sådanne observationer kan kompromittere mange af de prognoser for levetiden der afhænger af en accelereret test.

En stor del af den absorberede stråling konverteres til varme, og den absorberede mængde afhænger i en vis grad af farven da hvide materialer kun absorberer omkring 20 % af det synlige lys mens sorte absorberer ca. 90 %. Det vil sige at jo mørkere farven er, des højere er temperaturen. Overfladetemperaturer på eksponerede plastikemner kan nå op på 77 °C ^[2], og prøveemner inde i en lukket bil eksponeret for sollys kan nå op på 120 °C ^[3].

Høje temperaturer kan have betydelig indflydelse på lysets destruktive effekter på polymermaterialer da de accelererer hastigheden af de sekundære reaktioner og ændrer de reaktionsforløb der følger efter det primære fotokemiske trin i form af bindingsbrud. Fx kan en øget ilt-diffusionshastighed, samt den begrænsede mulighed for at rekombinere de frie radikaler, ændre den vigtigste nedbrydningsmekanisme. Derfor er temperaturvariationerne i forskellige klimazoner for en stor del ansvarlige for vejrskift uanset mængden af solstråling pr. år. Fx udsættes de kølige højder i det centrale New Mexico for meget høje strålingsniveauer, men skader generelt ikke materialer lige så hurtigt som det sker i det sydlige Arizona ^[4], ^[5] som er referenceklima for vejrpåvirkning (se figur 1 og 2).

Pga. afvigelserne mellem forskellige materialer hvad angår temperaturens effekt på de sekundære reaktioner, kan kategoriseringen af materialers stabilitet ændre sig i takt med at temperaturen stiger.

Selv om såvel den højeste og laveste som den gennemsnitlige lufttemperatur måles dagligt til bestemmelse af temperaturforholdene ved naturlig vejrpåvirkning af prøveemner, når materialerne temperaturer der overstiger den omgivende atmosfære.

Temperaturforskellene mellem overfladen og den polymere masse der beror på materialernes ringe varmeledningsevne og varmekapacitet, er skyld i de fysiske belastninger. Daglige og sæsonmæssige temperaturvariationer kan forårsage en fysisk belastning af kompositssystemer, fx mellem en coating og et underlag eller

Ligning 1

$$K_d = Ae^{-\frac{E}{kT}}$$

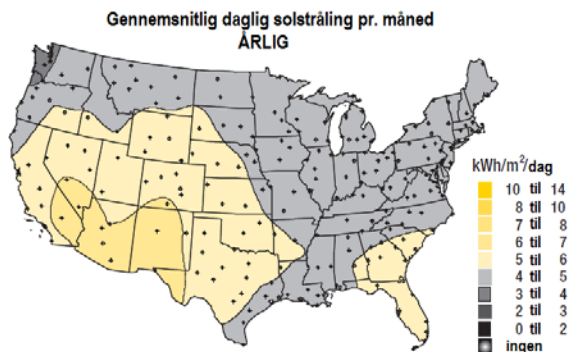
- K_d = hastighedskonstant for kemisk reaktion
- E = aktiveringsenergi
- A = reaktionskonstant som relaterer til materialeegenskaber og testbetingelser
- k = Boltzmann konstant
- T = absolut temperatur

Arrhenius' ligning

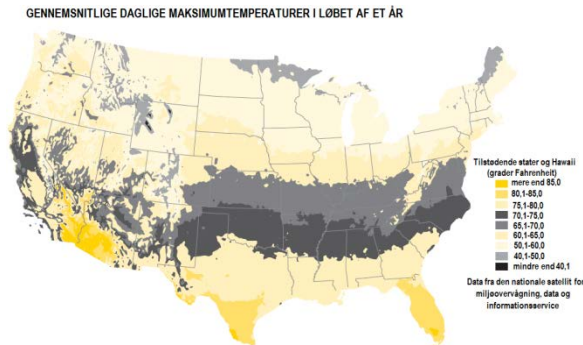
mellem forskellige coatinglag. Dette skyldes et misforhold i varmeudvidelseskoefficienten, og resulterer ofte i at coatingen krakelerer og mister klæbeevne.

Ved at påvirke effekten af fugt har temperatur og temperaturcyklusser også indflydelse på forvitringen af polymermaterialer. En temperaturstigning vil accelerere hydrolysereaktionerne mens en temperatursænkning vil resultere i kondens eller dug på materialet. Fryse/tø-cykluser eller termisk chok der skyldes at kold regn rammer varme, tørre overflader, forårsager mekaniske belastninger som kan føre til konstruktionsfejl i visse systemer eller fremskynde en nedbrydning som allerede er begyndt.

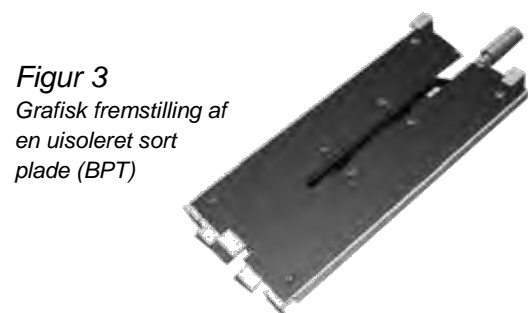
Ofte vil det være upraktisk at måle overfladetemperaturen på de individuelle prøveemner. Det skyldes det eksponerede prøveemnes placering i forhold til de tilgængelige dataopsamlingsystemer og/eller de ekstra omkostninger og den ekstra arbejdskraft det vil kræve at montere temperaturfølere på hvert enkelt panel.



Figur 1
USA-kort over solstråling – årlig dosis; ved breddegrad.



Figur 2
USA-kort gennemsnitlige daglige maksimumtemperaturer - årligt.



Figur 3
Grafisk fremstilling af en uisoleret sort plade (BPT)

Prøvetemperatur i apparater til accelererede test

Formålet med kunstige vejrpåvirkningstest er at simulere og derefter accelerere de naturlige forvitningsprocesser hhv. vejrforhold ved slutbrugen. Derfor er måling og kontrol af prøvetemperaturer logisk nok vigtige faktorer i de accelererede prøvekamre. Som det er tilfældet ved naturlig vejrpåvirkning, anvender man ofte sorte plader til at opnå de højeste temperaturer.

Disse sorte plader defineres i mange internationale standarder. Fx giver både "ASTM G151, Standard Practice for Exposing Nonmetallic Materials in Accelerated Test Devices that Use Laboratory Light Sources" og "ISO 4892-2, Plastics – Methods of Exposure to Laboratory Light Sources – General Guidance" en detaljeret beskrivelse af disse pladers karakteristikker.

Producenter af prøvekamre tilføjer disse plader som en standardfunktion; og test der køres i disse apparater definerer typisk en referenceværdi for den sorte pladetemperatur som én af mange parametre.

Der findes 2 almindelige typer af sorte plader. Den ene er uisoleret og består af en flad metalplade belagt med et sort lag som har en god ældningsbestandighed og absorberer mindst 90 % af den bestråling der modtages under eksponeringen samt et termisk følsomt element der fastgøres i midten af den eksponerede overflade [6]. Den anden type er isoleret og belagt på samme måde, men har temperaturføleren fastgjort i den modsatte side i forhold til lyskilden. Metallet fastgøres til en 5 mm tyk basisplade som er lavet af ikke-fuldt polyvinylidenfluorid (PVDF) [7]. I almindelig forvitringsterminologi kaldes den uisolerede sorte plade for "BPT" mens den isolerede sorte plade kaldes "BST" hhv. "sort standardtermometer".

Skønt beskrivelserne giver en generel basisviden om kammerets konstruktion, udelades visse detaljer som fx pladens tykkelse, typen af metal der er anvendt samt typen af temperaturføler og hvordan denne er monteret. Derudover kan forskellige producenter af vejrægthedsapparater bruge forskellige teknikker til montering af den sorte plade, alt afhængigt af placeringen af lyskilden og de eksponerede prøveemner.

Som nævnt ovenfor er det upraktisk at måle overfladen på de enkelte prøver. Dette forstærkes blot af at prøvekarusellen drejer under eksponeringen og/eller at det ville være nødvendigt at føre ledninger gennem kammerdøren eller andre åbninger hvilket kunne udgøre en sikkerhedsrisiko.

At prøvernes faktiske overfladetemperaturer ikke måles, er en iboende svaghed ved almindelige test med kunstig vejrpåvirkning. Dette gælder i særdeleshed når forskningens formål er at bestemme testens accelerationsfaktor eller at forudse testmaterialets omtrentlige levetid ved slutbrugen. Det skyldes at temperaturen, som allerede fastslået, er en primær faktor for et materiales nedbrydningshastighed.

Ny metode til bestemmelse af prøvetemperatur under kunstige test

Alle materialer udsender et temperaturafhængigt strålingspektrum. Plancks lov (ligning 2) og dens afledte former beskriver den spektrale fordeling for et ideelt sort legeme (vises på figur 4 for forskellige temperaturer). Emissionen sker primært i det infrarøde område. Virkelige materialer har ikke samme adfærd som et ideelt sort legeme, og derfor skal man regelmæssigt vurdere udstrålingsfaktoren (defineret som forholdet mellem materialets spektrale udstråling ved en specifik bølgelængde og temperatur og den spektrale udstråling fra et ideelt sort legeme). Til alt held kan en simpel kalibrering redegøre for en materialeafhængig udstrålingsfaktor. Målingen af (infrarød) emission danner basis for temperaturmåling.

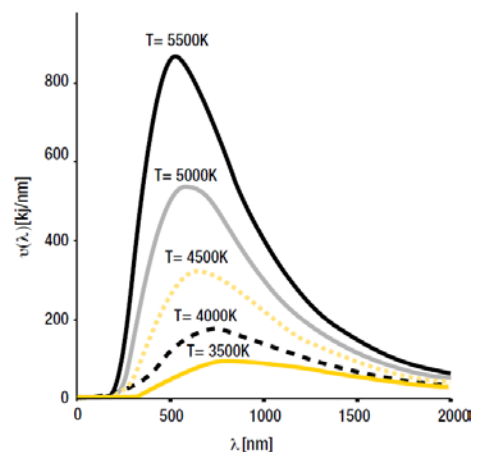
Ligning 2

$$M_{\text{BB}}(\lambda, T) = \frac{2\pi c^2 h}{\lambda^5 \left(\exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1 \right)}$$

M_{BB} = spektral udstråling fra et sort legeme
 h = Plancks konstant
 k = Boltzmanns konstant
 c = lysets hastighed og
 T = absolut temperatur

Baseret på denne basale præmis iværksatte Atlas' forskningsstab et projekt der skulle integrere eksisterende temperatursensorteknik i Weather-Ometer®, et xenonapparat med roterende karrusel til kunstig vejrpåvirkning. Et egnet IR-pyrometer blev valgt ud fra følgende kriterier:

- **Sensorhovedets størrelse** – Skal være lille nok til ikke i betydelig grad at forstyrre (skygge for) strålingen fra xenonlampen.
- **Svartid** – Skal være hurtigt nok til at give adskillige målinger hen over overfladen på et typisk prøveemne med en bredde på 2,5".
- **Spektral reaktion** – Må ikke påvirkes af xenonlampens spektralområde.
- **Opløsningsevne** – Skal give et tilstrækkeligt lille måleområde til kun at inkludere prøveemnets overflade og ikke kammervæggen eller prøveholderen.
- **Rumtemperatur på arbejdsområdet** – Skal kunne modstå det barske miljø i kammeret under de faktiske vejrægthedstest.



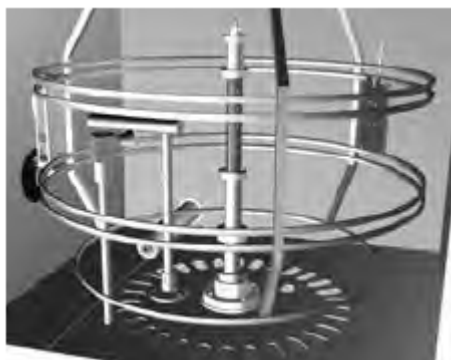
Figur 4
Spektrale fordelinger fra et sort legeme ved forskellige temperaturer^[9].

Som forberedelse validerede man det valgte IR-pyrometer, og herefter blev der forsket i at udvikle en metode der gjorde det muligt for instrumentet at bestemme hvilken prøvetemperatur der blev målt på et givet tidspunkt. Man overvejede forskellige metoder til prøveindeksering for til sidst at vælge almindelig RFID-teknologi (radiofrekvensidentifikation). For at kunne anvende denne teknologi var det nødvendigt at inkorporere en RFID-læser der kunne identificere de mærker på prøveholderen som refererede til de specifikke prøveemner. På figur 5 ses en grafisk fremstilling af disse komponenter som de bruges i et xenonapparat med roterende karrusel.

De eksponerede prøveemner roterer omkring lyskilden med én omdrejning i minuttet. IR-pyrometret tager konstante målinger hvert 0,2 sekund. Efterhånden som prøveemnerne passerer inden for pyrometrets synsfelt, tages som minimum 5 målinger vandret langs prøveemnets overflade. Samtidig monteres RFID-mærket på bagsiden af prøveholderen så det er synligt for RFID-læseren der sidder uden for kammeret bag beskyttende glas. Dette "udløser" den behørigte temperaturmåling fra IR-pyrometret hvorefter måleresultatet vises på apparatets grafiske brugerflade. Temperaturer kan vises i en tabel eller som en trendgraf, og begge de udløste prøvetemperaturmålinger kan gemmes sammen med de rå data fra de vedvarende målinger fra IR-pyrometret og hentes frem ved hjælp af almindelige dataopsamlingsmetoder.

Validering af S³T-systemet

Da først komponenterne var valgt og al hardware/software inkorporeret i Weather-Ometers® design, skulle adskillige produkttegenskaber godkendes. Dette omfattede:



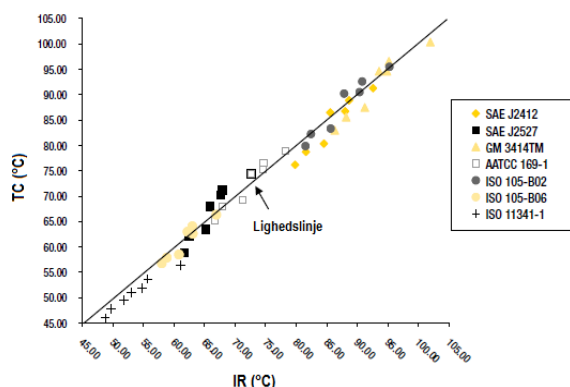
Figur 5

Komponenter fra det specifikke prøveoverfladetemperatursystem (S³T).

Figur 6

Test brugt til at validere S³T-systemet

Testnavn	BPT/BST (°C)	Kammer-temp (°C)	RH (%)	Irradians (W/m ²)
SAE J2412	BPT 89	62	50	0.55 @ 340 nm
SAE J2527	BPT 70	47	50	0.55 @ 340 nm
GM 3414TM	BPT 105	65	25	2.20 @ 420 nm
AATCC 169-1	BPT 77	52	70	0.35 @ 340 nm
ISO 105-B02	BST 63	42	30	1.10 @ 420 nm
ISO 105-B06	BST 100	65	30	1.20 @ 420 nm
ISO 11341-1	BST 65	38	70	60 @ 300-400 nm



Figur 7

Resultater fra S³T-valideringstest der ved hjælp af traditionelle opsamlingsmetoder viser god korrelation med temperaturer.

- **Sammenligning med traditionelle temperaturmålingsteknikker** – For at bestemme om der kunne opnås sammenlignelige temperaturmålinger blev der udført test med et standardmaterialesæt med termoelementer og/eller RTD'er monteret på overfladen.
- **Temperaturområde** – Systemet blev brugt med en lang række forskellige almindeligt anvendte referenceværdier for sort pladetemperatur, fra lave temperaturer i AATCC16 (63 °C) til SAE J2412 (89 °C).
- **Materiale-/farveområde** – Forskellige materialetyper (tekstiler, coatinger, plastik) blev sammen med en række forskellige farver brugt til at bestemme om der kunne opnås gyldige temperaturer med systemet.
- **IR-pyrometermålinger af BPT/BST** – Der blev foretaget test hvor man sammenlignede målingen på hhv. isolerede og uisolerede sorte standardplader for at sikre at der var overensstemmelse med standardmetoden til dataopsamling.
- **Stresstest** – Systemet blev testet til ekstremerne af Weather-Ometers® ydelsesstruktur hvad angår irradiansniveauer, kammertemperatur, relativ fugtighed, lys/mørkecyklusser og spray.

Følgende er specifikke data fra valideringstest der er indsamlet mens systemet blev udviklet. I det første eksempel kombineres de første 3 af ovennævnte produkttegenskaber^[9].

Til disse test benyttede man 7 aluminiumsplader belagt med farvede PVC-film og type T termoelementer indlejret mellem coatingerne. Farverne var hvid, gul, orange, rød, grøn, blå og sort. Testene i denne validering ses på listen i figur 6.

Ved hver test blev overfladetemperaturen registreret for hver af de 7 farvede plader og sporet af både S³T-systemet og termoelementerne. For hver farvet prøve blev gennemsnittet af de målte temperaturer beregnet i løbet af 10-minutters perioder under stabile testfaser. Resultaterne ses på figur 7.

En anden validering blev udført med en alkyd monocoating på rustfrit stål. Alkydcoating er det primære valg af oliebaseret coating, især inden for arkitektoniske belægninger. 5 malede prøver af forskellig farve med indlejret RTD blev testet i forhold til de cyklusser der er noteret i figur 8 og 9. Testen blev foretaget i et Atlas Ci5000 Weather-Ometer® med 2 distinkte sorte pladetemperaturindstillinger. S³T-temperaturmålingerne blev sammenlignet med RTD-målingerne, og resultaterne viste at de 2 måleteknologier har god overensstemmelse (inden for ± 2 °C).

Mens ovennævnte test fungerede godt på malede metalprøver, var det nødvendigt at tilføje et ekstra valideringstrin for at kunne teste plastkofangere fra førende producenter af originale autokomponenter. Prøven med den indlejrede RTD repræsenterer forskellige brugerbetingelser – fra relativt nye til temmelig forældede. Temperaturmålinger fra den lyse cyklus sammenlignedes med S³T og RTD. Igen indfangede S³T præcist temperaturgradienten hos prøver med forskellige farver og overfladebetingelser.

Begrænsninger ved S³T-systemet

Mens integrering af S³T-systemet i et vejrægthedsapparat er et revolutionerende fremskridt, har systemet visse begrænsninger som er værd at nævne:

- **Materialets udstrålingsfaktor** – Principielt fungerer brugen af IR-temperaturmåling bedst med materialer der har en relativt høj udstrålingsfaktor. Dette omfatter et stort udvalg af materialer fra plastik til tekstiler til malinger/coatinger. De fleste uigennemsigtige materialer har en udstrålingsfaktor over 0,85, og IR-pyrometret der anvendes i S³T-systemet, kan kalibreres til specifikke udstrålingsniveauer. Men bare metaller og coatinger med lav udstrålingsfaktor der fx anvendes til fenestrering, egner sig ikke til S³T.
- **Prøveemnernes placering** – I Weather-Ometer® har den roterende standardkarrusel 3 etager hvorpå prøveemnerne kan monteres. Da IR-pyrometret kan skygge, er det kun muligt at måle prøveemnerne på den midterste etage.
- **Karusellens rotationshastighed/høj irradians** – For at opretholde en passende temperatur- og irradiansensartethed under en test, roterer karusellen i Weather-Ometer® ved højere hastigheder i forbindelse med test der kræver høje irradiansniveauer. På trods af IR-pyrometrets hurtige svartid (0,2 sekunder), skal karusellen have en rotationshastighed på 1 omdrejning i minuttet hvis RFID-komponenterne og IR-pyrometret skal synkronisere korrekt.

Figur 8

Testparametre til valideringstest af malet rustfrit stål.

Cyklusinformation			
Segment	Fase 1	Fase 2	Fase 3
Irradians (W/m ²)	0,38	0	0,69
BPT (°C)	50	38	120
CHT (°C)	40	38	85
Fugtighed	85%	95%	10%
Spray - karrusel	Off	Off	Off
Spray - prøveemne	Off	Off	Off
Tid (minutter)	90	30	90

Figur 9

Resultater fra valideringstest af malet rustfrit stål.

Farve	Fase 1			Fase 3		
	S ³ T	RTD	Delta	S ³ T	RTD	Delta
Sort	53,47	52,99	0,48	122,04	122,08	-0,04
Blå	49,65	48,80	0,85	114,64	113,36	1,28
Rød	50,41	49,49	0,91	115,51	114,95	0,56
Gul	45,86	44,74	1,12	105,68	104,33	1,34
Hvid	45,53	44,32	1,21	105,27	103,61	1,66

Kilder og bidragydere

Forfatterne vil gerne takke følgende kollegaer hos Atlas for deres værdifulde bidrag til udviklingen af S³T-systemet inklusive arbejdet med at indsamle mange af de data der refereres til i artiklen: Richard Schultz, Paula Henn, Maria Almader, Richard Donato og Kurt Scott.

Figur 10

Testresultater fra valideringstest af plastikkofangere.

Farve	S ³ T	RTD	Delta
Hvid	73,78	73,69	0,09
Sølv	85,71	84,82	0,89
Rød	92,69	92,80	-0,10
Blå	100,00	97,93	2,07
Sort	101,69	100,63	1,06

Bibliografi

- [1] Richard M. Fischer og andre, "Surface Temperatures of Materials in Exterior Exposures and Artificial Accelerated Test". *Accelerated and Outdoor Durability Testing of Organic Materials*. ASTM STP 1202, Warren D. Ketola og Douglas Grossmann, Eds. ASTM, Philadelphia, 1994.
- [2] B. L. Garner og P. J. Papillo, "Accelerated Outdoor Exposure Testing in Evaluation of Ultraviolet Light Stabilizers for Plastics", *Industrial and Engineering Chemistry Product Research and Development* 1 (1962): 249-53.
- [3] D. Clausen, Textile Technology Forum, 75. årlige IFAI-kongres (St. Paul, MN: Industrial Fabrics Association International, 988), 96-110.
- [4] National Renewable Energy Laboratory, "Photovoltaic Solar Resource: Flat Plate Tilted South at Latitude", november 2008, http://www.nrel.gov/gis/images/map_pv_us_annual10km_dec2008.jpg
- [5] Cynthia J. O'Hora, "High Temperature Records by State", marts 2008, <http://www.mrsoshouse.com/puzpro/weatherhigh.html>.
- [6] ASTM International, *Standard Practice for Exposing Nonmetallic Materials in Accelerated Test Devices That Use Laboratory Light Sources*, ASTM G151 (West Conshohocken, PA: ASTM International, 2010).
- [7] International Organization for Standardization, *Plastics - Methods of Exposure to Laboratory Light Sources, part 1, General Guidance*, ISO 4892-1 (Geneve, Schweiz, ISO, 2006).
- [8] "Wien's Displacement Law, "Science Photo Library, adgang 18. januar 2012, <http://www.sciencephoto.com/media/146802/enlarge>.
- [9] Jacob Zhang, "SST Research Summary" (intern Atlas FoU-forskningsrapport, 2007).