

Correlatie in versnelde verouderingstesten

Principes, uitdagingen en casestudies

Wilfred Versteeg Product Specialist Q-Lab Producten

[Klik hier om de presentatie te bekijken.](#)



Huishoudelijke mededelingen

- U ontvangt een vervolg e-mail van info@email.q-lab.com met links om u in te schrijven voor toekomstige webinars en om de slides te downloaden.
 - Onze toekomstige webinars zijn te vinden op: q-lab.com/webinars
 - Onze gearchiveerde webinars zijn te vinden op: q-lab.com/webinars
 - Gebruik de Q&A-functie in Zoom om ons vandaag uw vragen te stellen!

Thank you for attending our webinar!

We hope you found our webinar on *Correlation in Accelerated Weathering Testing* to be helpful and insightful. The link below will give you access to the slides and recorded webinar.

You can help us continue to provide valuable and high quality content by completing our [3-question survey](#) about your webinar experience. Every piece of feedback is carefully reviewed by a member of our team.

De vraag der vragen

- Bij verwering en corrosie komen we steeds weer dezelfde fundamentele vraag tegen...
- "Hoeveel uur in mijn testkamer komt overeen met ___ jaar veroudering in de open lucht?"

De harde waarheid

- Er is geen universele versnellingsfactor, of "magisch getal", tussen versnelde tests en tests in openlucht
- Verschillende materialen in verschillende gebruiksomgevingen hebben verschillende versnellingsfactoren
- Verouderings- en corrosietests geven geen kwantitatieve voorspelling van de levensduur

Waarom is dit zo moeilijk?

- Het probleem is niet dat we nog niet de perfecte verwerkingstester hebben ontwikkeld.
- Het grootste probleem is de onvermijdelijke variabiliteit en complexiteit van blootstellingen buitenshuis. Denk maar aan enkele van de vele factoren in de relaties tussen testen in openlucht en versnelde testen:

Factoren buitenshuis

1. Breedtegraad
2. Hoogte
3. Geografie
4. Variaties van jaar tot jaar
5. Seizoensgebonden variaties
6. Oriëntatie van het monster
7. Aanwezigheid fijnstoffen

Laboratorium factoren

8. Isolatie monster
9. Type Testcyclus
10. Afgifte van water
11. Testtemperaturen
12. Type Lichtbron

En daarnaast...

13. Het geteste specifieke materiaal

Wat kan er aan gedaan worden?

- Het testen op verwerking en corrosie kan vele andere doelen hebben dan het bepalen van versnellingsfactoren en levensduur.
- Definieer doelstellingen, stel verwachtingen op, en kies van daaruit een geschikt testprogramma
- Hoewel verwerings- en corrosietests gewoonlijk niet voorspellend zijn, kunnen zij vaak wel correlatief zijn
- Verouderings- en corrosietests zijn vergelijkend, en vergelijkende gegevens kunnen krachtig zijn.

Versneld testen is een middel voor besluitvorming

Versnelde testen kunnen u helpen beslissen ...

- Welke bestanddelen wel of niet in een product mogen zitten
- Of een batch of lot OK is om naar klanten te verzenden
- Van welke leveranciers moet ik kopen?
- Welke verwerkings- en productieparameters moeten worden geselecteerd
- Betere en snellere beslissingen nemen

Versnelde Test Types

Wat is het doel van het testprogramma?

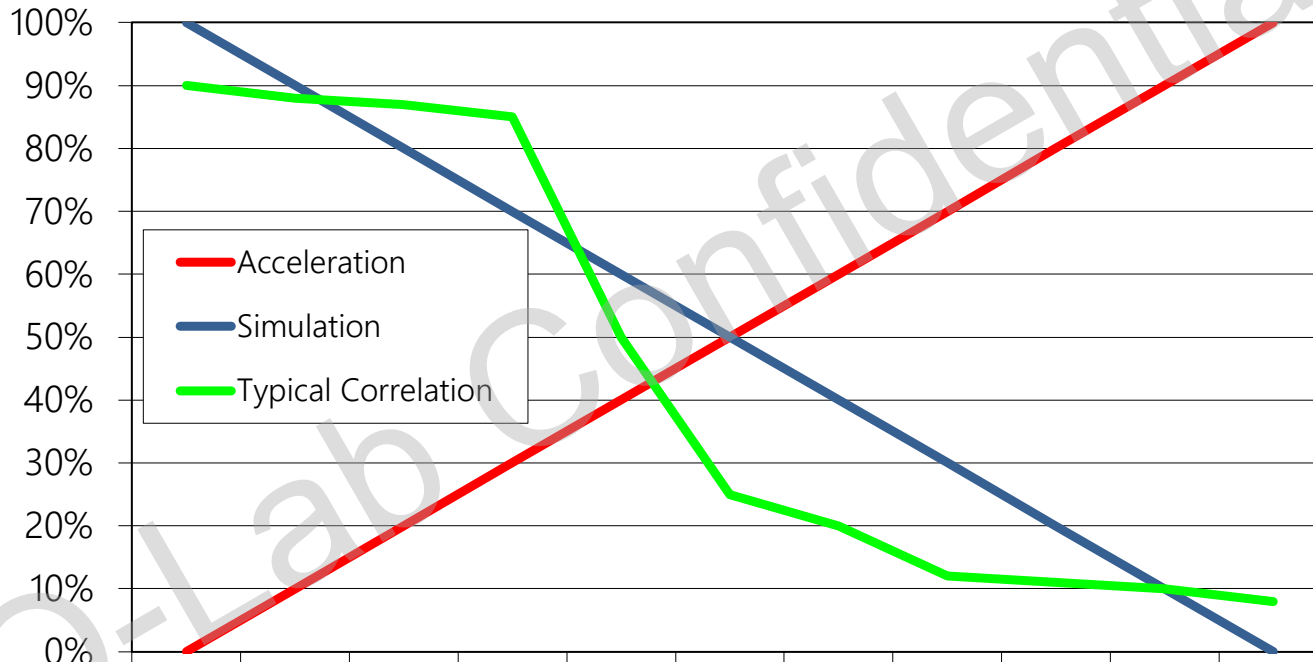
Type versnelde test	Resultaat	Testduur	Resultaten vergeleken met
Kwaliteitscontrole	Pass / fail	<ul style="list-style-type: none">• Gedefinieerd• Kort	Material specification
Kwalificatie / validatie	Pass / fail	<ul style="list-style-type: none">• Gedefinieerd• Middellang	Referentiemateriaal of specificatie
Correlatief	Gerangschikte data	<ul style="list-style-type: none">• Open einde• Middellang	Natuurlijke blootstelling (Benchmark site)
Voorspellend	Levensduur Versnellingsfactor	<ul style="list-style-type: none">• Open einde• Lang	Natuurlijke blootstelling (Service environment)

Versnelde Test Types

Wat is het doel van het testprogramma?

Type versnelde test	Resultaat	Testduur	Resultaten vergeleken met
Kwaliteitscontrole	Pass / fail	<ul style="list-style-type: none">• Gedefinieerd• Kort	Material specification
Kwalificatie / validatie	Pass / fail	<ul style="list-style-type: none">• Gedefinieerd• Middellang	Referentiemateriaal of specificatie
Correlatief	Gerangschikte data	<ul style="list-style-type: none">• Open einde• Middellang	Natuurlijke blootstelling (Benchmark site)
Voorspellend	Levensduur Versnellingsfactor	<ul style="list-style-type: none">• Open einde• Lang	Natuurlijke blootstelling (Service environment)

Waarom is correlatie zo'n uitdaging?



Correlatie

De mate waarin gegevensreeksen van afzonderlijke tests met elkaar overeenstemmen

- Versnelde verwerking tegenover verwerking in openlucht
- De ene versnelde testmethode tegenover een andere
- Eén buitenomgeving tegenover een andere

Waarom correlatie belangrijk is

- Besluitvormingsinstrumenten moeten worden gevalideerd
- Er is een tegenstrijdigheid tussen versnelling en realisme
- De enige manier om een versnelde verwerkingstest te valideren is met gegevens uit de buitenlucht/echte wereld
- Met andere woorden... test de test!

Methoden om de correlatie vast te stellen

Twee hoofdmethoden voor het correleren van twee tests (gewoonlijk buitenshuis en versneld)

- Referentie- en controlemateriaal
- Rangorde-evaluatie

Referentie en Controle Materialen

Referentiemateriaal

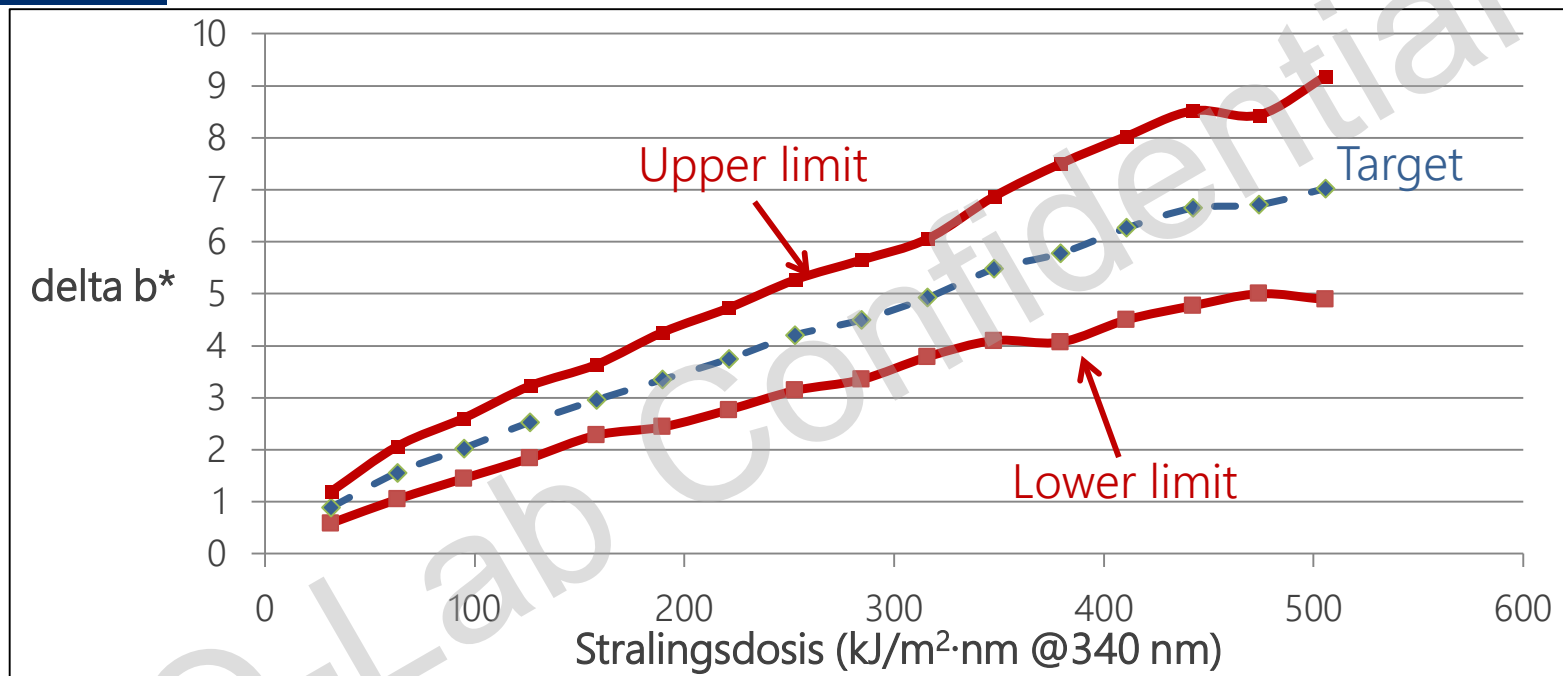
Referentiestandaarden

Controlemonsters

- Bekende prestaties in testomgevingen
- Niet persé vergelijkbaar met testmonsters
- Prestaties komen mogelijk niet overeen met testmonsters
- Controle of het testapparaat goed werkt

- Gelijksoortige kenmerken als testmonsters
- Kunnen eigen producten of die van concurrenten zijn
- Geeft vertrouwen in lab blootstelling

Standaardreferentiemateriaal (Polystyreen)



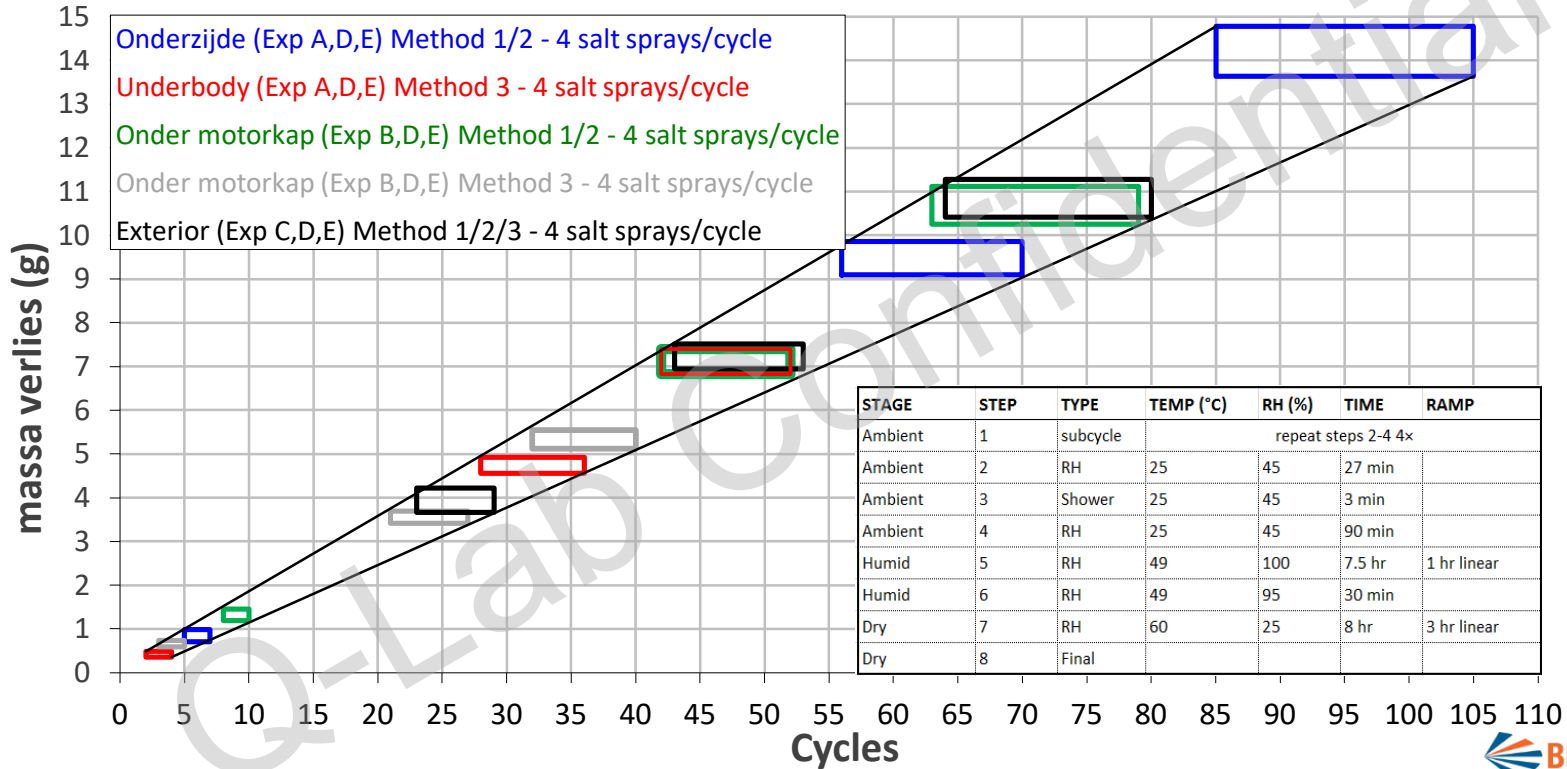
Vergelijking van polystyreen als referentie valideert testerprestaties in SAE J2527

Corrosie Coupons



- Gestandaardiseerde metalen specimens
- Massaverlies als gevolg van corrosie wordt gemeten tijdens een test
- GMW 14872 vereist een specifieke snelheid van massaverlies gedurende een test
- Zorgt ervoor dat de corrosiekamer de juiste condities handhaaft en dat de operator de test correct uitvoert

Toleranties massaverlies in GMW 14872



Richtlijnen voor controlemateriaal

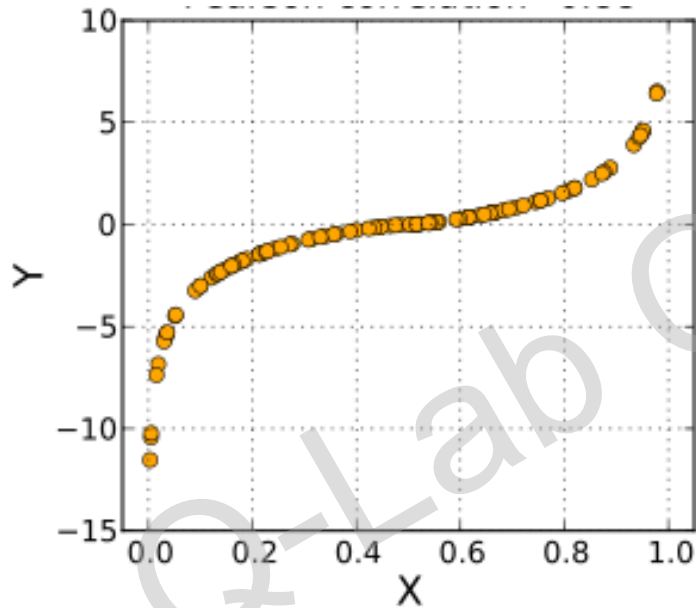
- De controlematerialen moeten een bekende duurzaamheid hebben. Dit kan afkomstig zijn van:
 - Prestaties buiten
 - Prestaties in het laboratorium
 - Een combinatie van deze
- Vergelijkbare samenstelling als het testmateriaal
- Verwachte degradatie lijkt op die van het testmateriaal
- Beste werkwijze is om zowel zwak- als sterk presterend controlemateriaal te gebruiken

Correlatie in rangorde

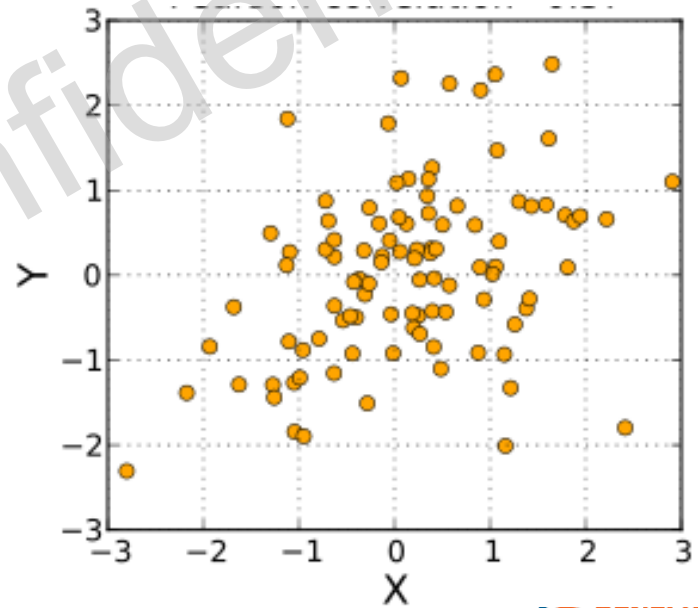
- Rangschik materialen van beste tot slechtste buiten en in labtest
- Bereken correlatiecoëfficiënt met behulp van **Spearman's Rank Correlatiecoëfficiënt**
 - Kwantitatieve maatstaf van hoe goed de labtest overeenkomt met de buitenlucht
 - Een correlatie van 1 is perfect (dus in zekere zin ook -1)
 - Correlatie van 0 is willekeurig

Rangorde: Spearman Coëfficiënt

Spearman coëfficiënt:
1.0



Spearman coëfficiënt:
0.35



Voordelen van rangorde correlatie

- Bepaalt of bevestigt het verband tussen verschillende belichtingstechnieken
- Ontwikkelt vertrouwen in het realisme van laboratoriumtechnieken
- Biedt een basis voor richtinggevende besluitvorming in onderzoek en ontwikkeling

Waarom niet Pearson's Product-Moment Correlatie?

- Pearson vergelijkt slechts twee variabelen op geschiktheid (*b.v. belichtingsduur en degradatie*)
- Aangezien de meeste afbraakmechanismen niet-lineair zijn, is de Pearson-coëfficiënt gewoonlijk slecht
- Kan nog nuttig zijn bij herformulering, zodra een test is geverifieerd met rangorde correlatie!

Perfekte Correlatie



Een perfecte correlatie tussen versnelde en buitenprestaties komt slechts zelden voor

Correlatie Case Studie #1

Flexible Intermediate Bulk Containers (FIBC)
Big bag's

Flexible Intermediate Bulk Containers (FIBC)

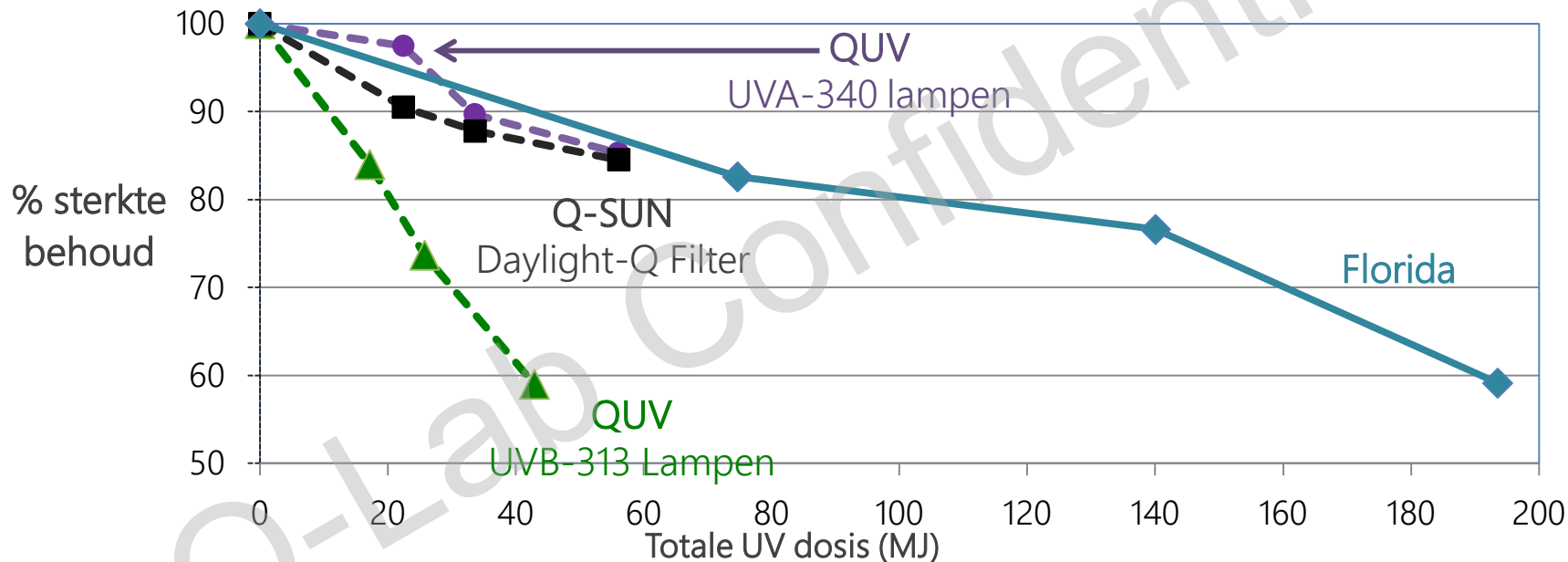
Situatie

- FIBC's worden gebruikt om goederen te vervoeren. Zij moeten tot 12 maanden op een bouwplaats kunnen overleven zonder aan treksterkte in te boeten.
- Verschillende testmethodes met Xenon en Fluorescerende UV werden vergeleken met de prestaties bij buitengebruik.

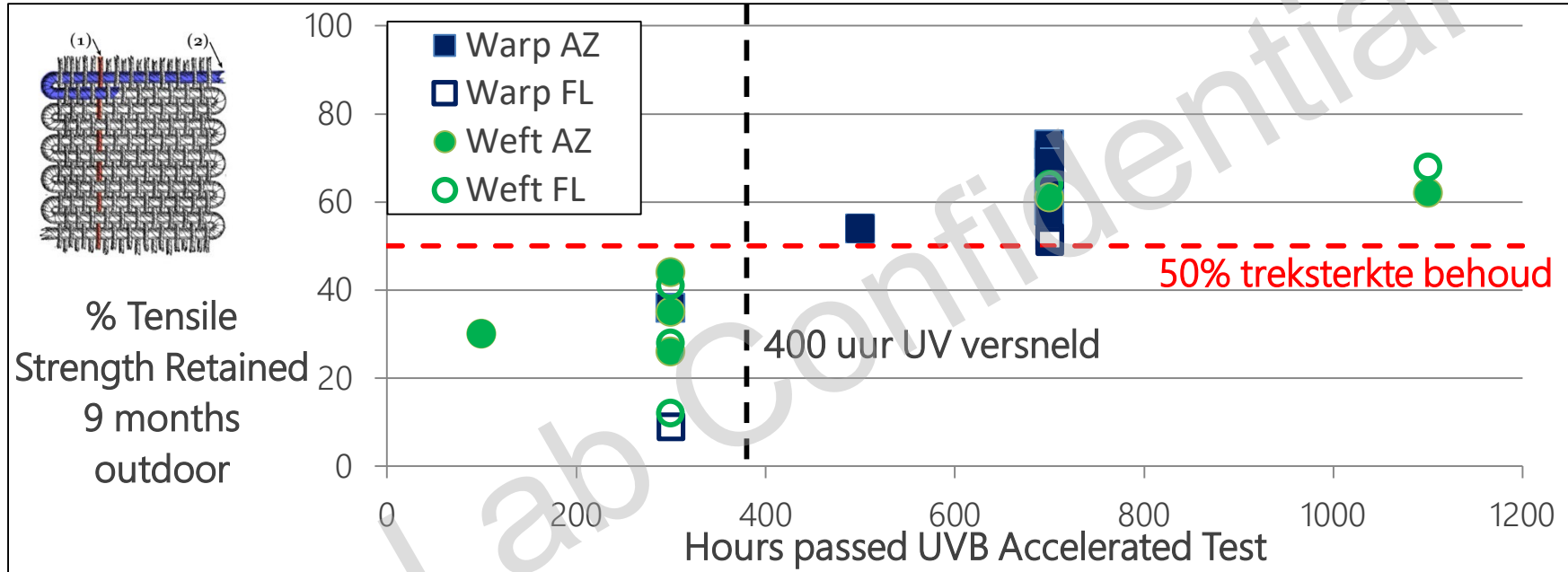


FIBC Correlatieve Test

Versnelde testen en testen in openlucht – Stralingsdosis



FIBC resultaten: Buiten/versneld correlatie



Zeer goede pass/fail correlatie tussen versnelde verwerking en verwerking buiten
Elk monster dat >400 uur versneld overleefde, overleefde 9 maanden buiten

FIBC Correlatie Conclusies

- Versnelde xenon- en fluorescentietests gaven beide een goede correlatie met evaluatie buitenshuis
- Realistische lichtbronnen (UVA-fluorescentie, xenon met daglichtfilter) gaven resultaten voor sterktebehoud die kunnen worden gecorreleerd aan blootstelling buitenshuis op basis van stralingsdosis
 - Versnellingsfactor ~7: >250 uur xenontests gecorreleerd aan 2,5 maanden in Florida
- Pass/fail-gedrag van FIBC over 6-9 maanden goed voorspeld door UVB-313 QUV-test
 - Versnellingsfactor ~16: >400 uur laboratoriumtest gecorreleerd met 9 maanden buiten. Pass/fail testen kunnen vaak sneller!

Correlatie Case Studie #2:

Kleurpotloden voor kunstenaars

Q-Lab Confidential

Kleurpotloden Correlatie Studie

Achtergrond

- Er was geen norm om de lichtstabiliteit van kleurpotloden te onderscheiden

Doelstelling

- Ontwikkel een norm en bepaal de correlatie tussen natuurlijke en versnelde blootstellingen
- Gemeten eigenschap is ΔE - totale kleurverandering

Kleurpotloden Correlatie Studie

Versnelde Xenontest data

Kleur	delta E	Kleur	delta E	Kleur	delta E
Rood-1	5.7	Geel	45.6	Blauw-1	10.9
Rood-1	5.7	Geel	45.9	Blauw-1	11.2
Rood-2	26.7	Groen-1	6.1	Blauw-2	26.8
Rood-2	28.5	Groen-1	7.0	Blauw-2	28.2
Oranje-1	79.7	Groen-2	5.8	Paars-1	23.0
Oranje-1	79.3	Groen-2	7.9	Paars-1	22.3
Oranje-2	34.8	Groen-3	19.3	Paars-2	23.1
Oranje-2	34.8	Groen-3	19.9	Paars-2	22.9
Beige	19.7	Aqua-blauw	5.8	Zwart	2.7
Beige	19.7	Aqua-blauw	5.7	Zwart	2.1

15 materialen - minimaal 10 (20 is beter!) nodig voor correlatie



Kleurpotloden Correlatie Studie

Vergelijking tussen versneld en buiten

Specimen	Arizona onder glas		Florida onder glas		Xenon	
	ΔE	Score	ΔE	Score	ΔE	Score
Rood Pigment A	10.9	1	1.3	1	5.7	1
Rood Pigment B	45.8	2	36.6	2	27.6	2
Oranje Pigment	79.9	3	80.4	3	79.5	3

Resultaten - Rangorde Correlatie

Vergeleken testresultaten	Spearman Rangorde Coëfficiënt
Arizona - Florida	0.94
Xenon – Arizona	0.95
Xenon – Florida	0.93

Uitstekende correlatie tussen de natuurlijke en de versnelde blootstellingsresultaten van alle specimens

Correlatie Case Studie #3:

Steendrukinkten

Q-Lab Confidential

Steendrukinkt Correlatieve studie

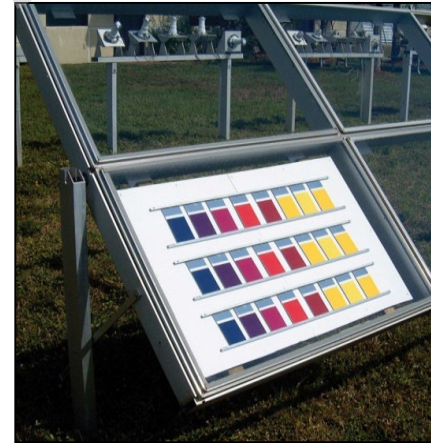
Doel

- De lichtstabiliteit van lithografische inkten beoordelen



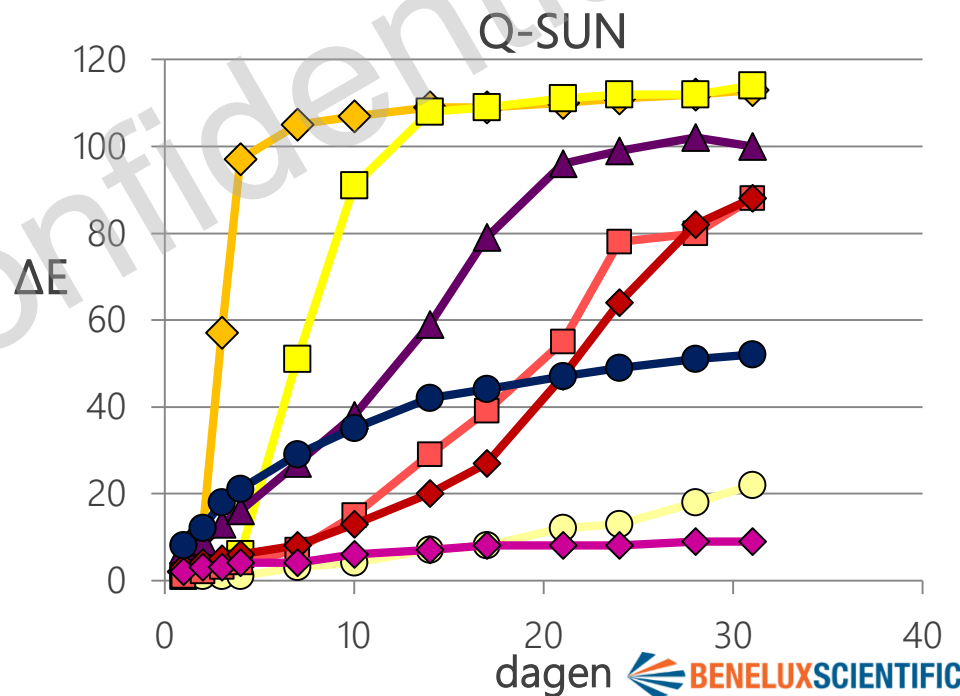
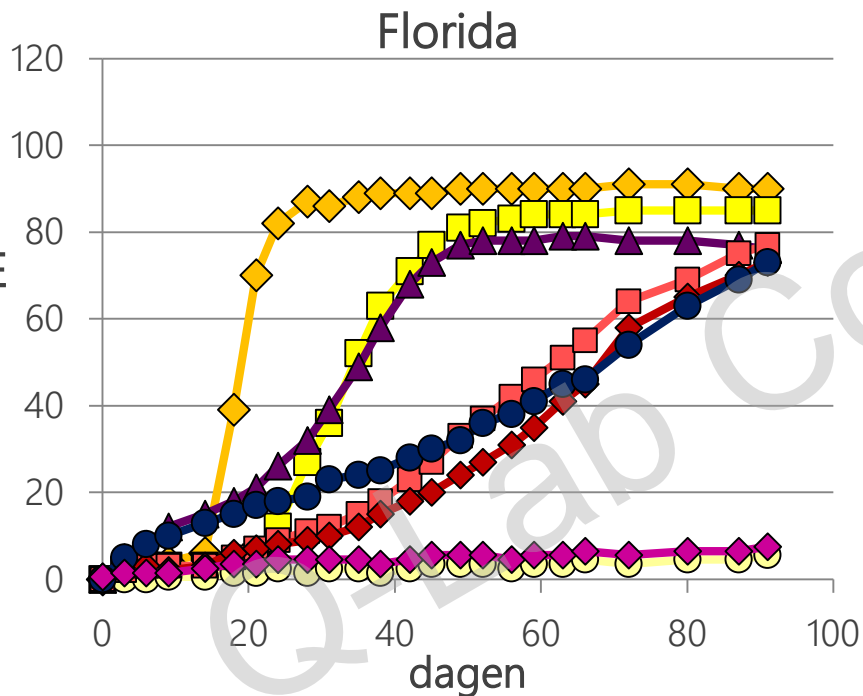
Testprogramma

- Natuurlijke buitentests
- Q-SUN xenon tests



Steendrukinkt Correlatieve studie

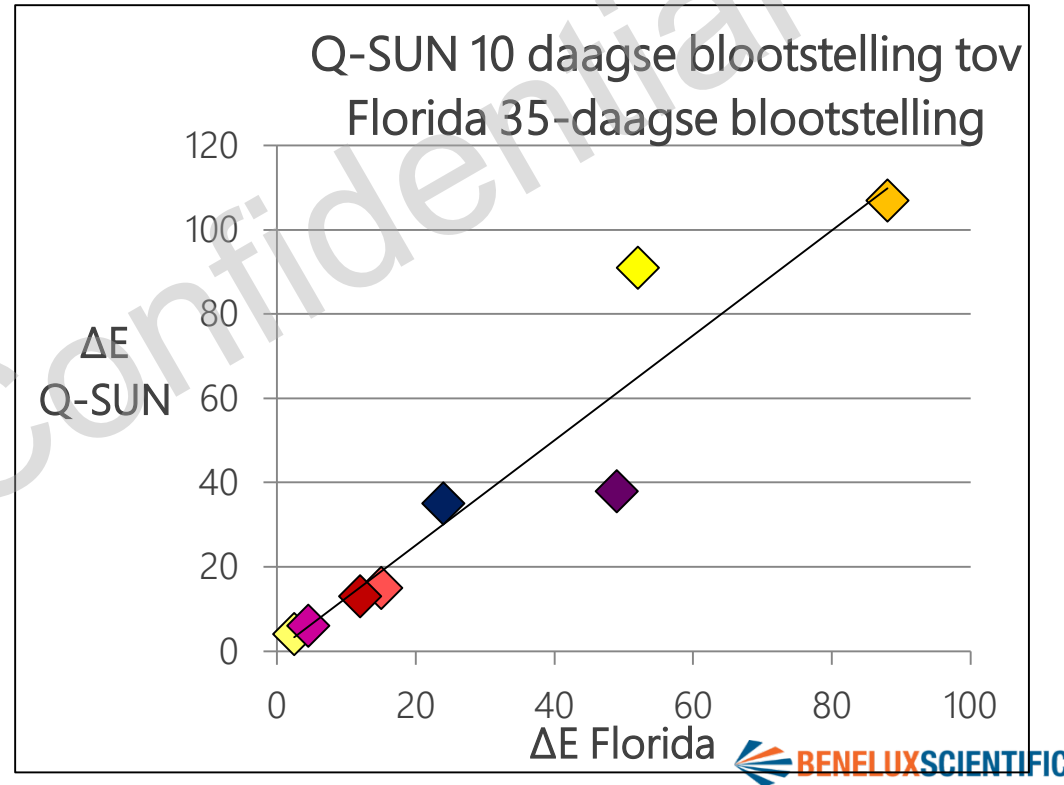
delta E Kleurvervaging metingen



Steendrukinkt Correlatieve studie

Conclusies

- Uitstekende rangordecorrelatie tussen buiten- en laboratoriumresultaten
- Testtechniek kan worden toegepast op elke inkt, inkt/substraat combinatie
- Versnellingsfactor ~ 3.5 voor deze materialen onder deze testomstandigheden



Correlatie Case Studie #4:

Gekleurde kunststoffen

Q-Lab Confidential

Gekleurde kunststoffen Correlatie Studie

Situatie

- Anorganische kleuradditieven in kunststoffen zoals PVC worden steeds meer vervangen door organische additieven.
- Betere veiligheid, verminderde lichtechtheid.
- Behoefte om beter buitenlicht / kleurvastheid te begrijpen

Testprogramma

- Versnelde verwerkingstest van gekleurde PVC-kunststoffen uitgevoerd, kleurverandering (ΔE) gemeten
- Blootstelling buiten gedurende 2 maanden (Florida)
- Versnelde labtest gedurende 200 uur (UV-fluorescentie en xenon)

PVC Verwerkingstestprogramma

- Buitenlicht blootstelling
 - Florida
 - Monsters zonder rugbeplakking, oriëntatie 45° zuid
 - 57 dagen
- QUV
 - UVA-340 en UVB-313 lampen
 - 4 uur licht; 0.72 W/m²/nm, 45 °C
 - 4 uur condensatie, 40 °C
 - 200 uur
- Xenon arc
 - Daylight-Q and Extended UV-Q/B filters
 - 5uur licht, 0.68 W/m²/nm, 35-45 °C
 - 20 min spray, 40 °C
 - 200 uur



Resultaten

Groen



Results

Purple

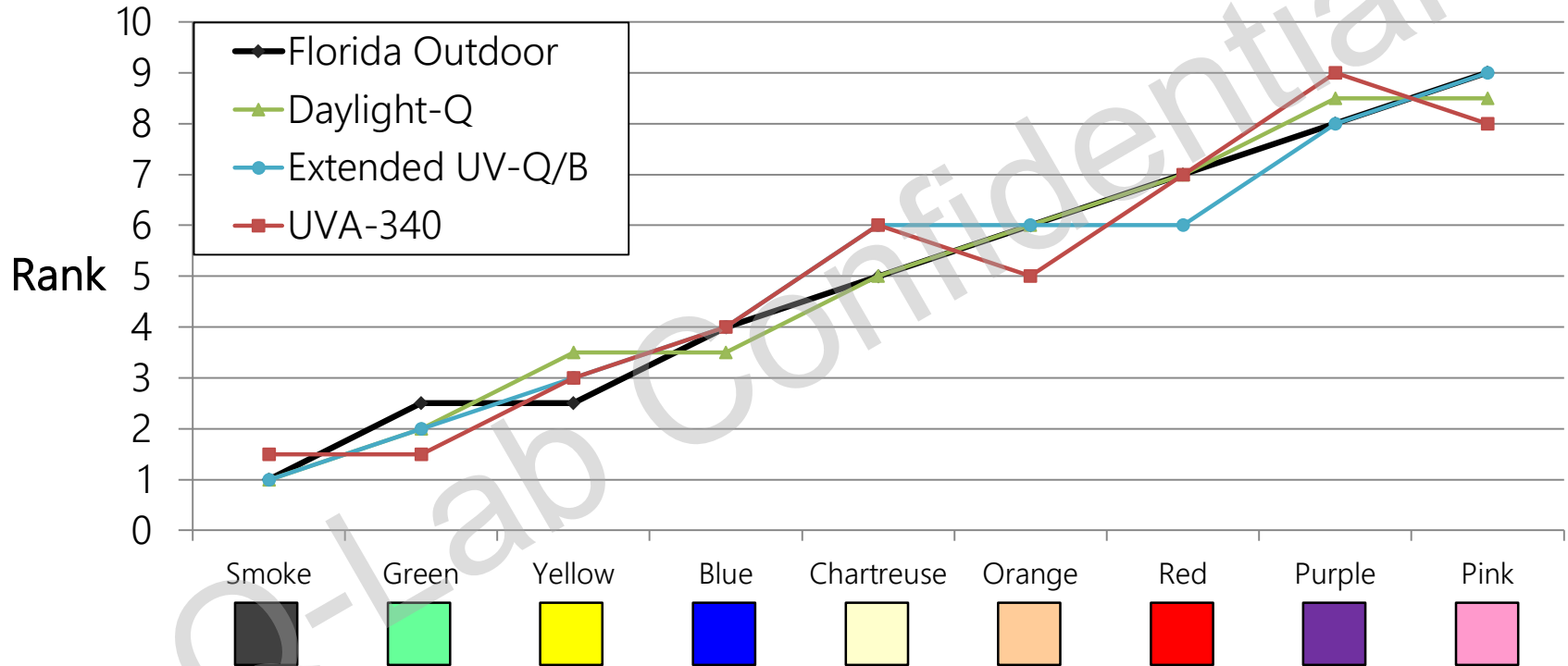


Correlation: Accelerated vs Outdoor

Color	Florida buiten		Daglicht		Extended UV		UVA-340		UVB-313	
	ΔE	Score	ΔE	Score	ΔE	Score	ΔE	Score	ΔE	Score
Rook-grijs	0.6	1	1.0	1	1.8	1	1.3	1	3.6	1
Groen	2.0	2.5	2.0	2	5.6	2	1.8	1	16.7	3.5
Geel	2.5	2.5	5.0	3.5	6.3	3	4.7	3	43.0	7
Blauw	4.7	4	5.2	3.5	7.2	4	5.7	4	21.0	5
Gebr. wit	5.6	5	7.7	5	11.0	6	11.9	6	25.5	6
Oranje	8.6	6	11.2	6	11.4	6	10.2	5	17.7	3.5
Rood	14.0	7	35.0	7	11.8	6	16.8	7	14.3	2
Paars	39.0	8	42.0	8.5	40.7	8	26.6	9	50.7	8.5
Roze	71.9	9	41.3	8.5	65.3	9	19.7	8	49.7	8.5
Rangorde correlatie met Buitenblootstelling --->			0.98		0.96		0.95		0.54	

Uitstekende correlatie tussen FL buiten en versneld (behalve UVB-313)

Rangorde correlatie: Versneld t.o.v. buiten



Conclusies

- Correlatie voor kleurverandering tussen versnelde en buitentests
 - Uitstekende rangordecorrelatie voor xenon (daglicht of uitgebreide UV-filter) en UV-fluorescentielampen (UVA-340 lampen)
 - Versnellingsfactor voor 57 dagen buiten en 200 uur versneld (7:1)
 - Slechte correlatie voor UV-fluorescentielampen UVB-313
- Verschillende degradatie waargenomen voor pigmenten en basiskunststoffen
 - Vergeling van plastic door korte golf UV
 - verbleking door afbraak van pigmenten als gevolg van zichtbaar licht
 - Verschillen het meest uitgesproken voor roze en rode monsters
 - Illustreert de noodzaak van een grondige kleurkarakterisering die verder gaat dan ΔE

Correlatie Case Studie #5:

Gevelbekleding van vinyl

Q-Lab Confidential

Wat is vinyl gevelbekleding?

- Co-extrusie gevelbekledingsmateriaal
 - Voornamelijk vervaardigd uit polyvinylchloride (PVC)
 - Toplaag (capstock) is duurzaam en UV-gestabiliseerd
 - In sommige regio's ook bekend als PVC-weerbestendige panelen
- Ontwikkeld in de Jaren '60, maar werd populair in de Jaren '70
- Het meest gebruikte gevelbekledingsmateriaal voor woningen in de VS en Canada - ongeveer 20 miljoen m² gebruikt per jaar



Vinyl Siding Instituut

Buitentestprogramma

- Grootschalig, langetermijnonderzoek
- Gegevensverzameling in openlucht loopt sinds 1984
- Elke 5 jaar nieuwe tests gestart; duizenden specimens en replicaten getest
- Mechanismen voor materiaaldegradatie op lange termijn zijn nu goed begrepen



De correlatie is hier tussen korte- en langetermijntesten buitenshuis

Vinyl Siding Institute

Service Life Certification

- Nauwkeurige schatting van de levensduur gebaseerd op tests van 2 jaar in openlucht
 - Als na 2 jaar blootstelling de kleurverandering <1 is, dan is er na 25 jaar een hoge waarschijnlijkheid van kleurverandering <4
 - Versnelling voor levensduurvoorspelling van 12:1
- 2-jarig Buiten certificatie programma
 - Beheerd door ISO 17025-geaccrediteerde, onafhankelijke derde partij
 - Blootstellingen in FL, AZ, OH
 - Tests uitgevoerd in overeenstemming met ASTM-testnormen
 - Krijgen een VSI-stempel, geeft betrouwbaarheid aan een garantie van 25 jaar

Qualification / Correlation Case Study

Vinyl Siding Institute (VSI)

- New Goal: Correlate accelerated test to 2-year outdoor results
 - Six rounds of accelerated testing conducted by multiple labs – examined test cycles of both UV fluorescent and xenon
- Unique Fluorescent UV cycle provided best correlation for PVC siding material
 - Hot condensation best for accelerating realistic moisture attack synergistically with UV
 - Long wave and visible had little impact
 - Reduced UV temps and increase condensation temps gave better results
- UV fluorescent test not adopted for certification program, but used by members for product development

Samenvatting van de correlatietesten

Q-Lab Confidential

Versnelde Test Types

Type versnelde test	Resultaat	Testduur	Resultaten vergeleken met
Kwaliteitscontrole	Pass / fail	<ul style="list-style-type: none"> • Gedefinieerd • Kort 	Material specification
Kwalificatie / validatie	Pass / fail	<ul style="list-style-type: none"> • Gedefinieerd • Middellang 	Referentiemateriaal of specificatie
Correlatief	Gerangschikte data	<ul style="list-style-type: none"> • Open einde • Middellang 	Natuurlijke blootstelling (Benchmark site)
Voorspellend	Levensduur Versnellingsfactor	<ul style="list-style-type: none"> • Open einde • Lang 	Natuurlijke blootstelling (Service environment)

Wat hebben we geleerd van die correlatiestudies?

Alle versnellingsfactoren waren verschillend! Ze zijn niet algemeen of universeel en ze hangen af van:

- Het specifieke geteste materiaal
- Het type test dat wordt gecorreleerd aan natuurlijke buitenresultaten - fluorescerende UV, xenon, versnelde buitenlucht
- De specifieke set van lab testcyclus en temperatuur
- De specifieke plaats van blootstelling buitenshuis en monteer methode
- Het (de) te evalueren defectmechanisme(n)

Correlatie tussen versnelde tests en tests in openlucht

Correlatie tussen testen in de open lucht en versnelde testen kan worden bepaald voor een verscheidenheid van materiaalsystemen. Echter...

- Versnellingsfactoren zijn niet algemeen en vaak slechts geldig voor één type degradatie
- Vergelijkende tests leveren meestal gerangschikte gegevens op, wat krachtige gegevens kunnen zijn
- Het is van cruciaal belang buitenproeven uit te voeren om versnelde proeven te valideren - "Test de test"

Bedankt voor uw aandacht!

Zijn er vragen?

Stuur uw vraag naar:
info@q-lab.com of q-lab@benelux-scientific.nl