

# Korrelation bei beschleunigten Labortests

## Grundlagen, Herausforderungen, Fallstudien

Dr. Andreas Giehl – European Technical and Standards Director

Joachim Neu – Senior Sales Manager

Christiaan Kors – Sales Manager

**Q-Lab Corporation**

[Aufzeichnung abrufen](#)

# Ein paar Anmerkungen vorweg ...

Sie erhalten in Kürze eine Email von

[info@email.q-lab.com](mailto:info@email.q-lab.com)

mit den weiterführenden Links zu einer Umfrage, Anmeldung zu den weiteren Webinaren, und zum Download Bereich

- Diese Webinar Serie ist abrufbar unter:  
[q-lab.com/webinarseries](https://q-lab.com/webinarseries)
- Unsere archivierten Webinare finden Sie:  
[q-lab.com/webinars](https://q-lab.com/webinars)
- Bitte benutzen Sie die **F&A Funktion in Zoom** für Ihre heutigen Fragen!

# Die Mutter aller Fragen:

Bei Laborprüfungen hören wir immer wieder.....

**“Wie viele Stunden muß ich testen,  
um xx Jahre im Freien zu garantieren?”**

# Die harte Wahrheit:

## Es gibt keinen universellen Beschleunigungsfaktor, keine “Magic Number,” zwischen Labor und realer Umgebung

- Jedes Material hat in einer bestimmten Umgebung einen anderen Beschleunigungsfaktor
- Laborbewitterungs und Korrosionsprüfungen sind nicht als Vorhersage ausgelegt.

# Warum ist das so schwer?

- Das Problem ist nicht, daß es den perfekten Testapparat nicht geben würde.
- Das größte Problem ist die Variabilität und Komplexität der realen Umgebung, z.B. (unvollständige Auswahl):

## *Einflüsse im Freien*

1. Breitengrad
2. Höhe
3. Geographie
4. Variationen zwischen den Jahren
5. Variationen innerhalb eines Jahres
6. Orientierung der Prüflinge
7. Spezielle Besonderheiten des Standortes

## *Labor Faktoren*

8. Thermische Isolierung des Prüflings
9. Testzyklus
10. Wasser (Feuchte, Regen, Kondensation)
11. Test Temperaturen
12. Lichtquelle

## *Und ganz besonders...*

## **13. Die spezifischen Materialeigenschaften**

# Was kann getan werden:

- Bewitterungsprüfungen kann auch ganz andere Ziele haben als Vorhersagen und Beschleunigungsfaktor.
- Definieren Sie wichtige Materialeigenschaften und legen Sie ein geeignetes Testprogramm fest
- Obwohl viele Tests nicht als **Vorhersage** geeignet sind, können sie die Ergebnisse **vergleichen**
- **Bewitterungs- und Korrosionstests sind Vergleichsprüfungen und Vergleichsdaten sind wertvoll.**

# Labortests sind ein Werkzeug für die Entscheidungsfindung

## Beschleunigte Laborprüfungen können helfen ...

- Welche Additive braucht mein Produkt, welche nicht?
- Ausgangskontrolle vor dem Versenden zum Kunden
- Eingangskontrolle, Auswahl des besten Lieferanten
- Welche Prozess- und Verarbeitungsschritte müssen eingehalten/vermieden werden
- **Bessere und schnellere Entscheidungen machen**

# Welche Prüfungen soll ich durchführen?

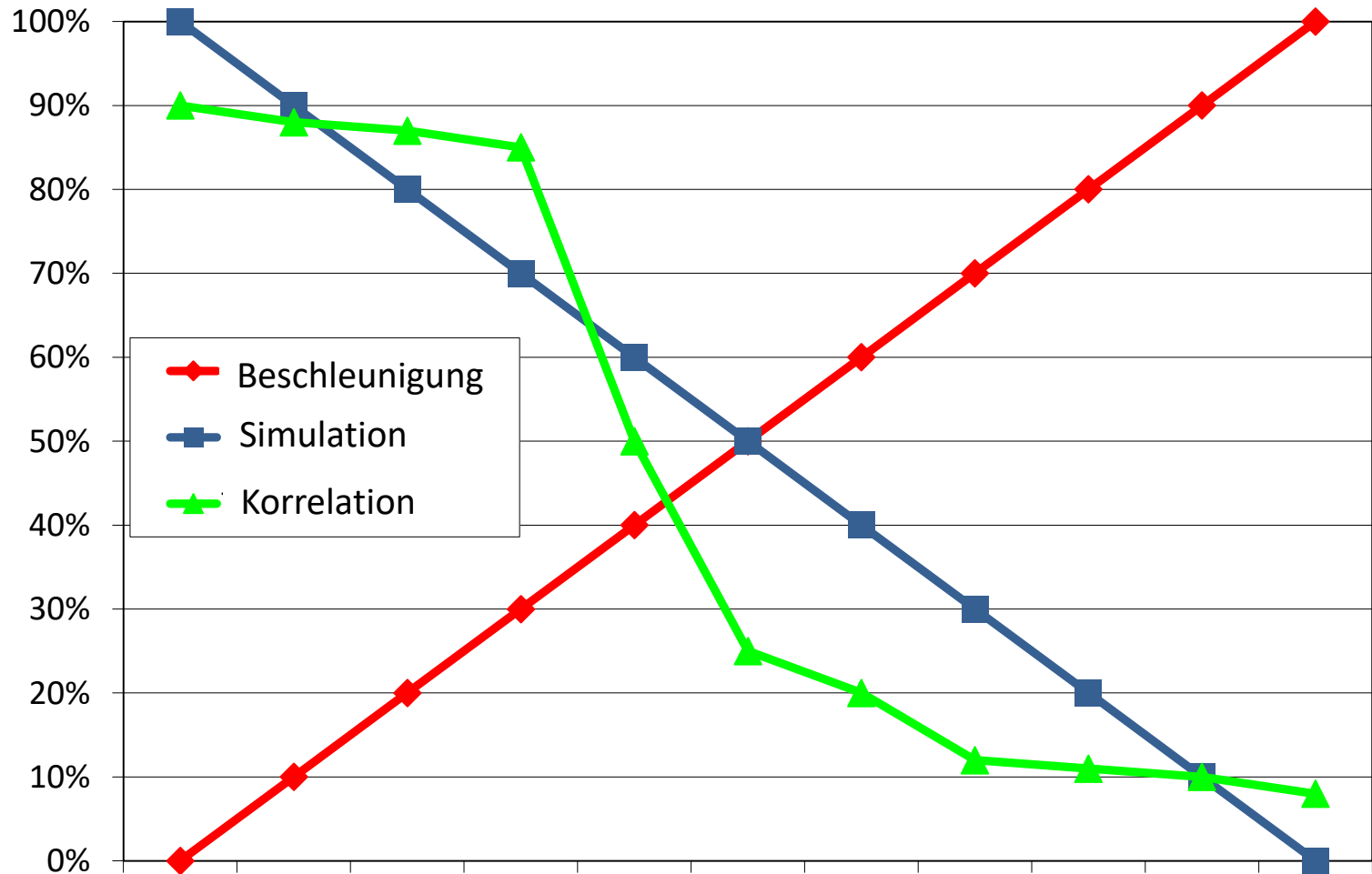
## Was will ich wissen?

Schnellbewitterungsprüfung	Ergebnis	Dauer der Prüfung	Ergebnisabgleich mit
Qualitätskontrolle	bestanden / nicht bestanden	<ul style="list-style-type: none"> <li>• fix</li> <li>• kurz</li> </ul>	Materialspezifikationen
Qualifikation / Validierung	bestanden / nicht bestanden	<ul style="list-style-type: none"> <li>• fix</li> <li>• mittel bis lang</li> </ul>	Referenzmaterial oder Spezifikation
Korrelationsprüfung	nach Rang gewichtete Daten	<ul style="list-style-type: none"> <li>• unbegrenzt</li> <li>• mittel</li> </ul>	natürliche Freibewitterung (Referenzstandort)
Prognose	Lebensdauer Beschleunigungsfakt or	<ul style="list-style-type: none"> <li>• unbegrenzt</li> <li>• lang</li> </ul>	natürliche Freibewitterung (Einsatzumgebung)



# Warum ist Korrelation so schwer?

## Simulation vs. Beschleunigung



# Korrelation

***Ist das Maß dafür, wie gut Daten von verschiedenen Tests und Prüfungen miteinander übereinstimmen***

- Beschl. Laborprüfung vs. Freibewitterung
- Beschl. Labortests untereinander
- Freibewitterungen untereinander

# Warum ist Korrelation so wichtig?

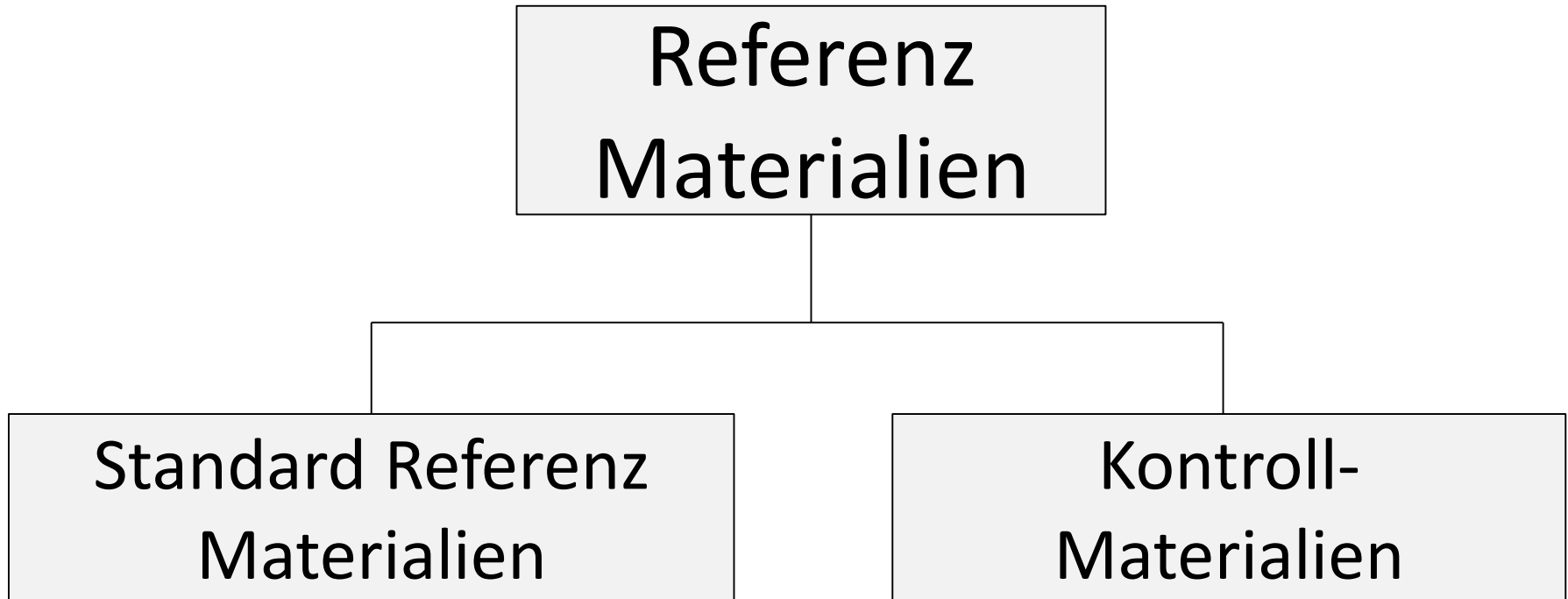
- Das Werkzeug zur Entscheidungsfindung muss validiert werden (immer wieder neu!)
- Es gibt einen inhärenten Konflikt zwischen Beschleunigung und Realitätstreue
- Der einzige Weg für eine Validierung ist der Vergleich mit realen Daten oder einer Freibewitterung. **Teste den Test!**

# Methoden für die Festlegung der gewünschten Korrelation

Zwei bewährte Wege, um Ergebnisse aus zwei Prüfungen zu korrelieren (üblicherweise Labor- und Freibewitterung)

- Referenz- und Kontrollmaterialien
- Reihenfolge evaluieren (Rank Order)

# Referenz- und Kontrollmaterialien

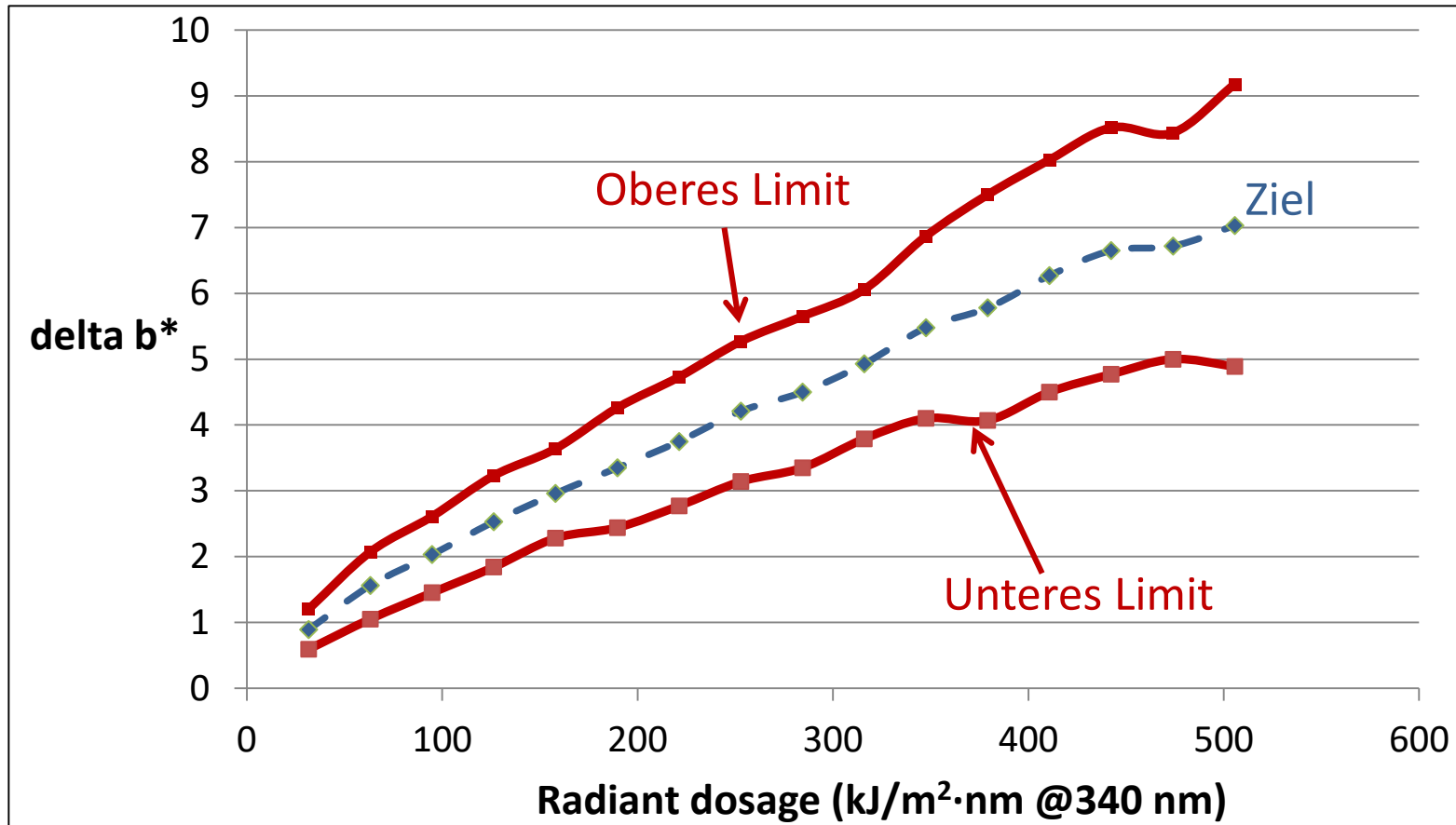


- Bekannte Eigenschaften im Testumfeld
  - Nicht unbedingt ähnlich zum Prüfling
  - Eigenschaften können sehr unterschiedlich sein gegenüber dem Prüfling
- => Gute Verifizierung des Testers

- Ähnlich wie der Prüfling
  - Ggf. Ein Wettbewerberprodukt
- => Gibt Vertrauen in die Laborabläufe

# Standard Referenz Material

## Polystyrolchip (PS) – Vergilben nach SAE J2527



Der Referenz PS-Chip validiert die Leistungsfähigkeit des Testers

# Was eignet sich zur Kontrolle?

- Die Eigenschaft der Kontrolle muß bekannt sein
  - Für die Freibewitterung
  - beim Labortest
- Ähnlicher physischer Aufbau wie das Testmaterial
- Ähnlicher Abbauweg wie das Testmaterial
- Gute Laborpraxis: Starkes und schwaches Vergleichsmaterial mittesten

# Rangfolge festlegen

- Reihenfolge vom Besten zum Schlechtesten  
Muster für Labor und Freibewitterung
- Korrelationskoeffizient berechnen, z.B. nach der **Spearman Methode**
  - Quantitative Aussage, wie gut Labor und Freibewitterung zusammenpassen
  - Korrelationsfaktor “1” ist perfekt, “-1” wäre eine perfekte, aber umgekehrte Reihenfolge

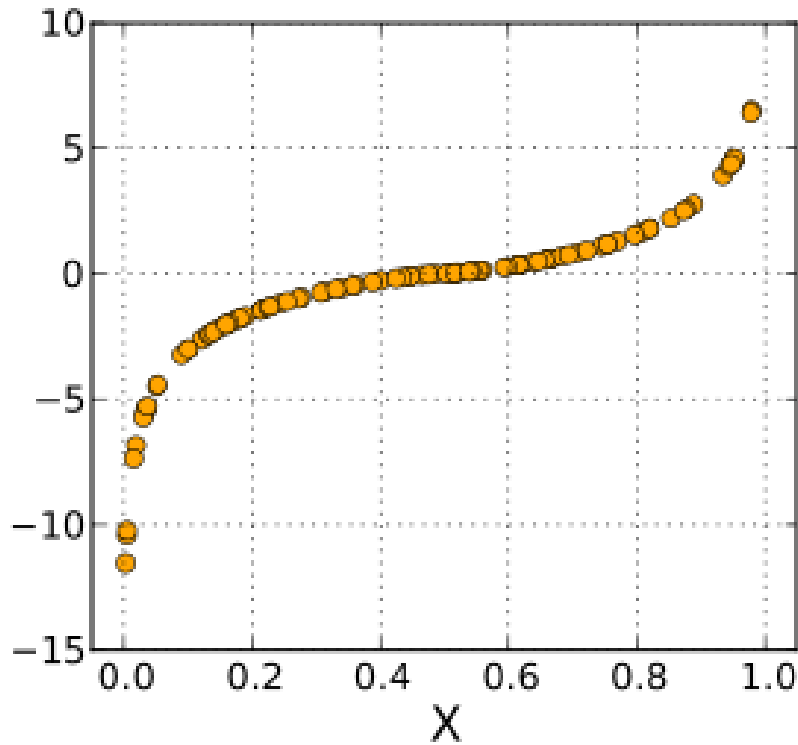




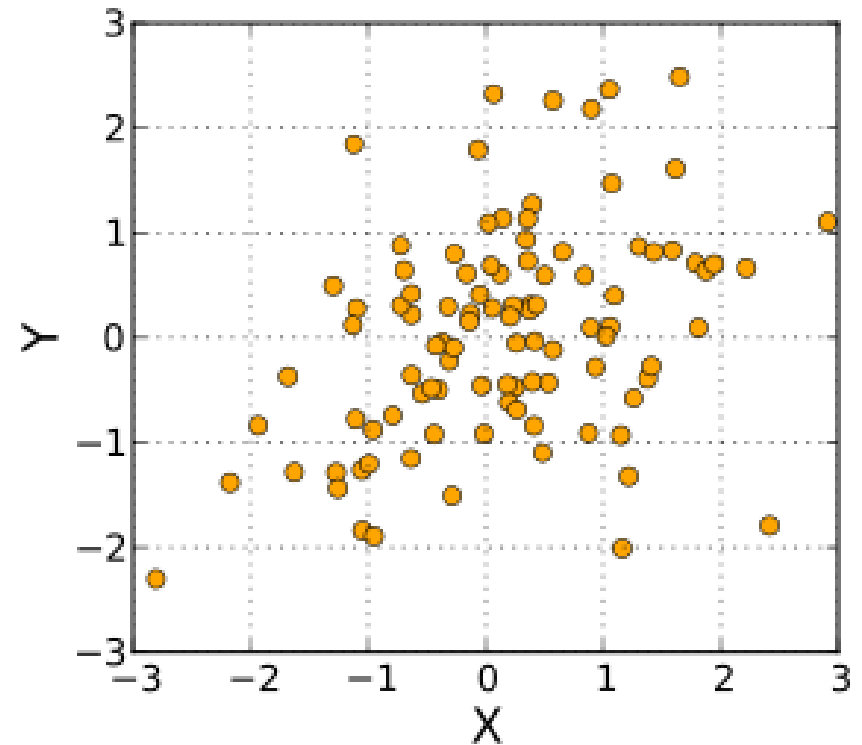
# Wie funktioniert die Rangfolge?

## Spearman Koeffizient

Spearman Koeffizient = 1.0



Spearman Koeffizient = 0,35



# Aussagen aus der Reihenfolge:

- Belegt oder bestätigt eine Vergleichbarkeit zwischen zwei Testmethoden.
- Erzeugt Vertrauen in die Realitätstreue einer Laborprüftechnik
- Liefert eine fundierte Grundlage für eine (langfristige) Richtungsentscheidung für F&E

# Warum nicht die Pearson Methode?

- Pearson vergleicht jeweils 2 Werte  
(z.B. *Exposition gegen Abbau*)
- Die meisten Abbaumechanismen sind nicht linear und der Pearson Faktor daher of schlecht
- Die Pearson Methode kann aber wertvoll sein, ein Produkt zu verbessern, nachdem der Test (z.B. mit der Reihenfolge) validiert ist!

# Perfekte Korrelation



Perfekte Korrelation zwischen Labor und Realität ist eher die Ausnahme als die Regel

# Korrelation Fall Studie #1:

## Flexible Bulk Intermediate Containers (FIBC)

# Flexible Transport Behälter (FIBC)

## Situation

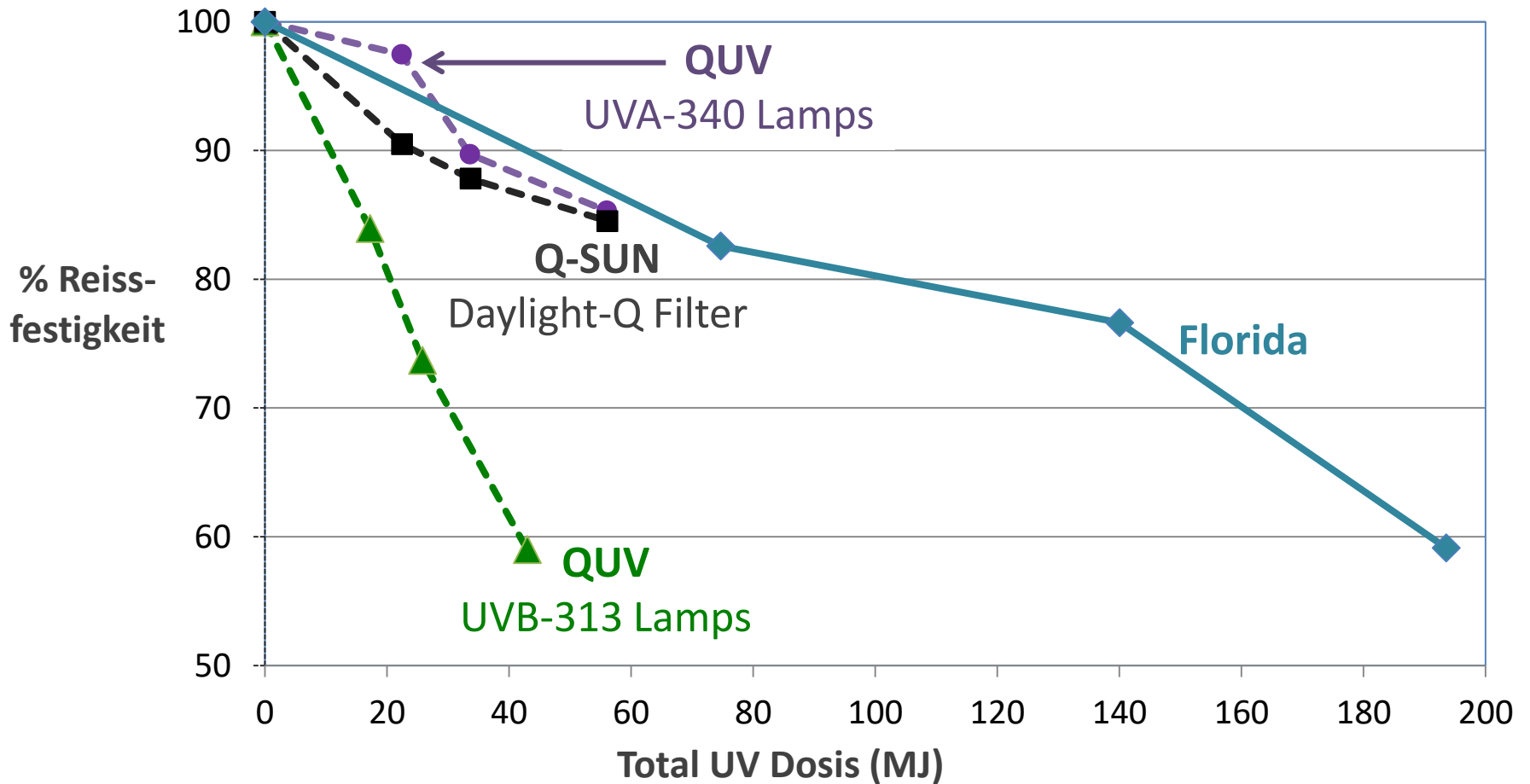
Die flexiblen Transportsäcke sind für 12 Monate harten Einsatz ausgelegt und dürfen dabei 50% der Reißfestigkeit nicht unterschreiten.

Verschiedene Testmethoden mit Xenon und UV wurden gegen Freiversuche in Florida und Arizona verglichen

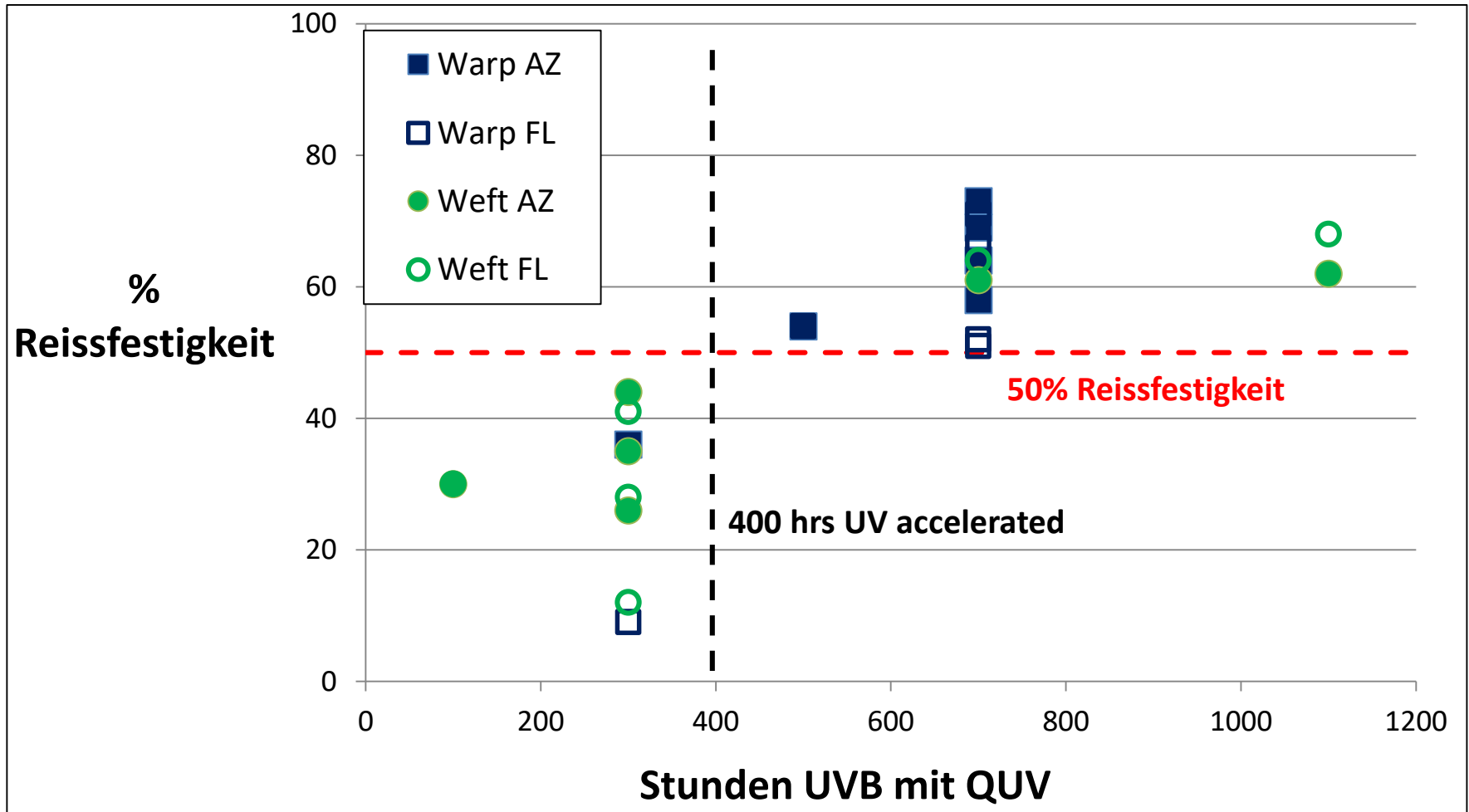


# FIBC Korrelation

## Labor vs. Freibewitterung nach Dosis



# FIBC: Labor/Freibewitterung Korrelation



Sehr gute Übereinstimmung (kein falsch/positiv), all Muster in weniger als 9 Monaten  
Im Freien bestehen auch 400hrs Test mit UVB



# FIBC Korrelation Zusammenfassung:

- Xenon und UV geben beide eine gute Übereinstimmung mit den Freibewitterungsergebnissen
- Realitätsnahe Lampen (UVA, Xenonbogen mit Tageslichtfilter) ergeben Reissfestigkeitswerte, die mit der Freibewitterung auf Basis der **Dosis** korreliert
  - Beschleunigungsfaktor  $\sim 7$ : 250 Stunden Xenon Test entsprechen 2.5 Monaten in Florida.
- Qualitätskontrolle (pass/fail) kann sehr gut mit UVB-313 Lampen vorausgesagt werden.
  - Beschleunigungsfaktor  $\sim 16$ : 400 Stunden UVB entsprechen 9 Monaten im Freien. =>Einfache Qualitätstests “Pass/Fail” sind oftmals viel schneller!

# Korrelation Fall Studie #2:

## Farbige Künstler Zeichenstifte

# Farbstifte Korrelation Studie:

## Hintergrund

- Es gibt keinen einheitlichen, aussagekräftigen Test für die **Lichtechtheit** von Zeichenstiften

## Ziel

- Einen Prüfstandard entwickeln und die Korrelation zum natürlichen Ausbleichen bestimmen.
- Prüfgröße ist Delta E – Gesamtfarbabstand

# Farbstifte Korrelation Studie: Xenonbogen Test Daten

Color	delta E		Color	delta E		Color	delta E
Red-1	5.7		Yellow	45.6		Blue-1	10.9
Red-1	5.7		Yellow	45.9		Blue-1	11.2
Red-2	26.7		Green-1	6.1		Blue-2	26.8
Red-2	28.5		Green-1	7.0		Blue-2	28.2
Orange-1	79.7		Green-2	5.8		Purple-1	23.0
Orange-1	79.3		Green-2	7.9		Purple-1	22.3
Orange-2	34.8		Green-3	19.3		Purple-2	23.1
Orange-2	34.8		Green-3	19.9		Purple-2	22.9
Beige	19.7		Aqua	5.8		Black	2.7
Beige	19.7		Aqua	5.7		Black	2.1

15 Materialien getestet –  
mindestens 10 (besser 20 oder mehr) sind für eine gute Korrelationsstudie nötig

# Farbstifte Korrelation Studie: Vergleich mit der Freibewitterung

	Arizona (unter Glas)		Florida (unter Glas)		Xenon	
Muster	$\Delta E$	Rank	$\Delta E$	Rank	$\Delta E$	Rank
Red Pigment A	10.9	1	1.3	1	5.7	1
Red Pigment B	45.8	2	36.6	2	27.6	2
Orange Pigment	79.9	3	80.4	3	79.5	3

(Hier nur exemplarische Auswahl der erste 3 Farben)

# Berechnung der Reihenfolge

Vergleich der Prüfungen	Spearman Koeffizient
Arizona – Florida	0.94
Xenon – Arizona	0.95
Xenon – Florida	0.93

Sehr gute Übereinstimmung der Reihenfolge aller Muster und entsprechend hoher Koeffizient

# Korrelation Fallstudie #3:

## Lithographische Tinten

# Korrelationsstudie Druckfarben



## Zweck

- Bestimmung der Lichtechtheit von Druckerzeugnissen



## Testprogramm

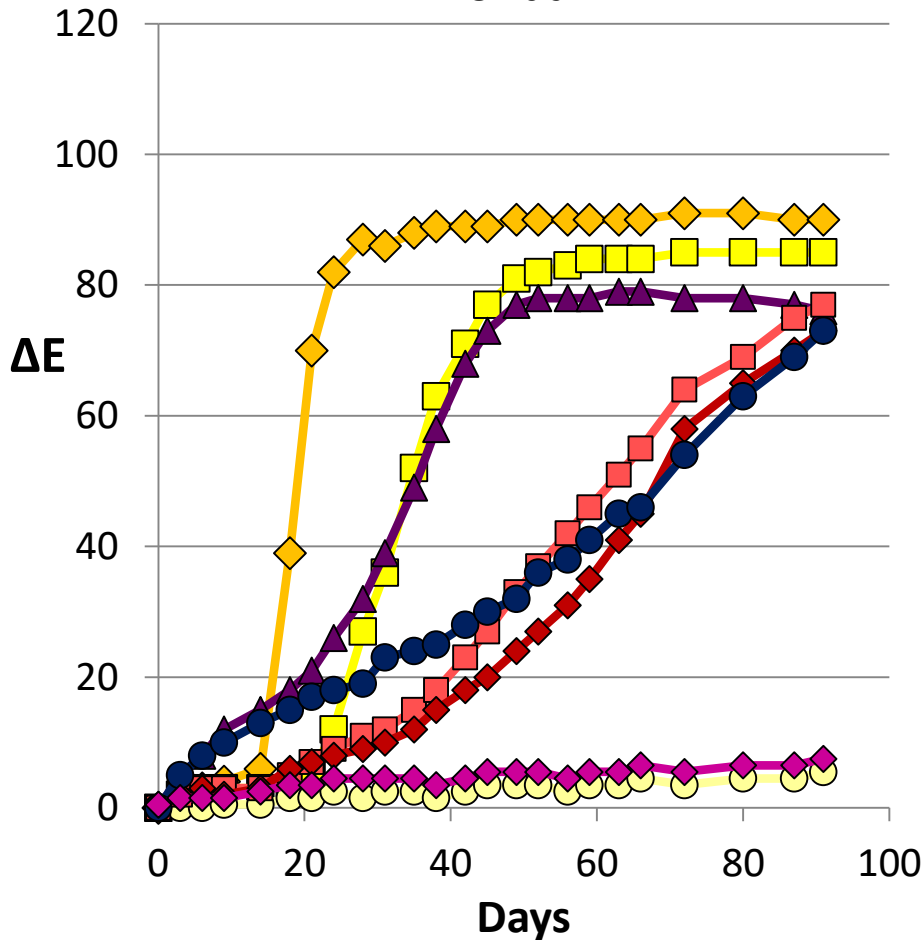
- Freibewitterung
- Q-SUN Xenonbogentest



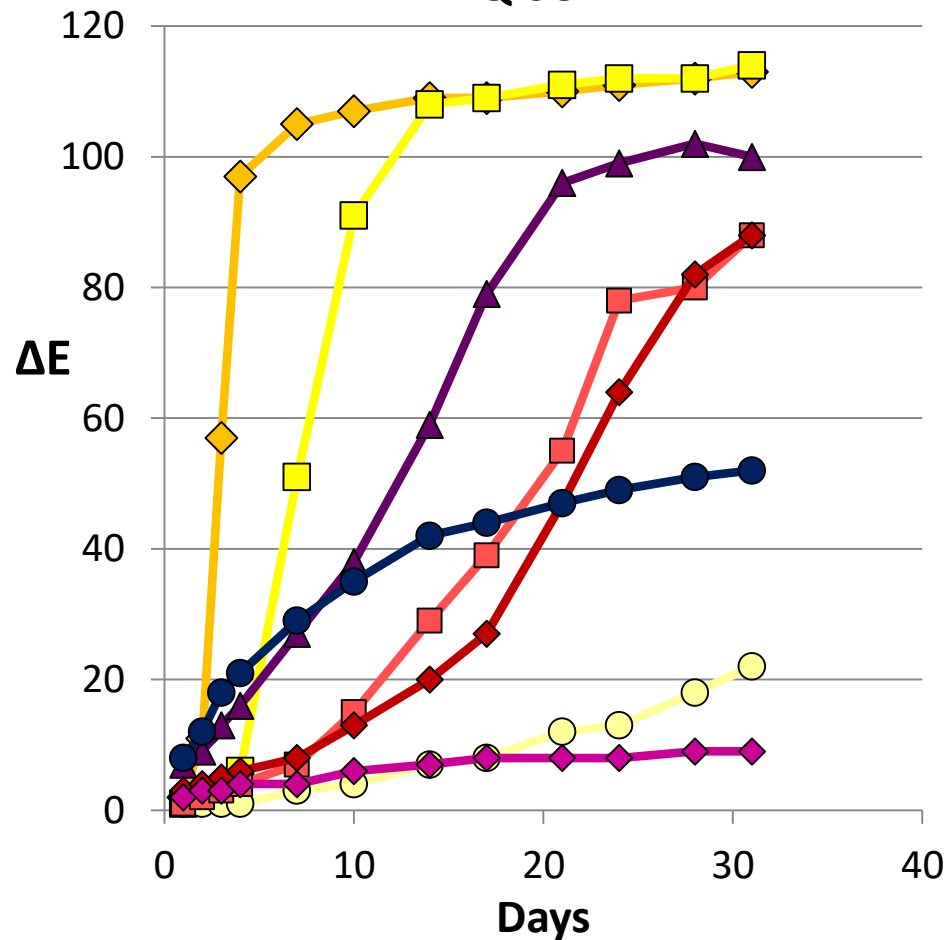
# Korrelationsstudie 8 Druckfarben

## Delta E - Farbmessung

Florida



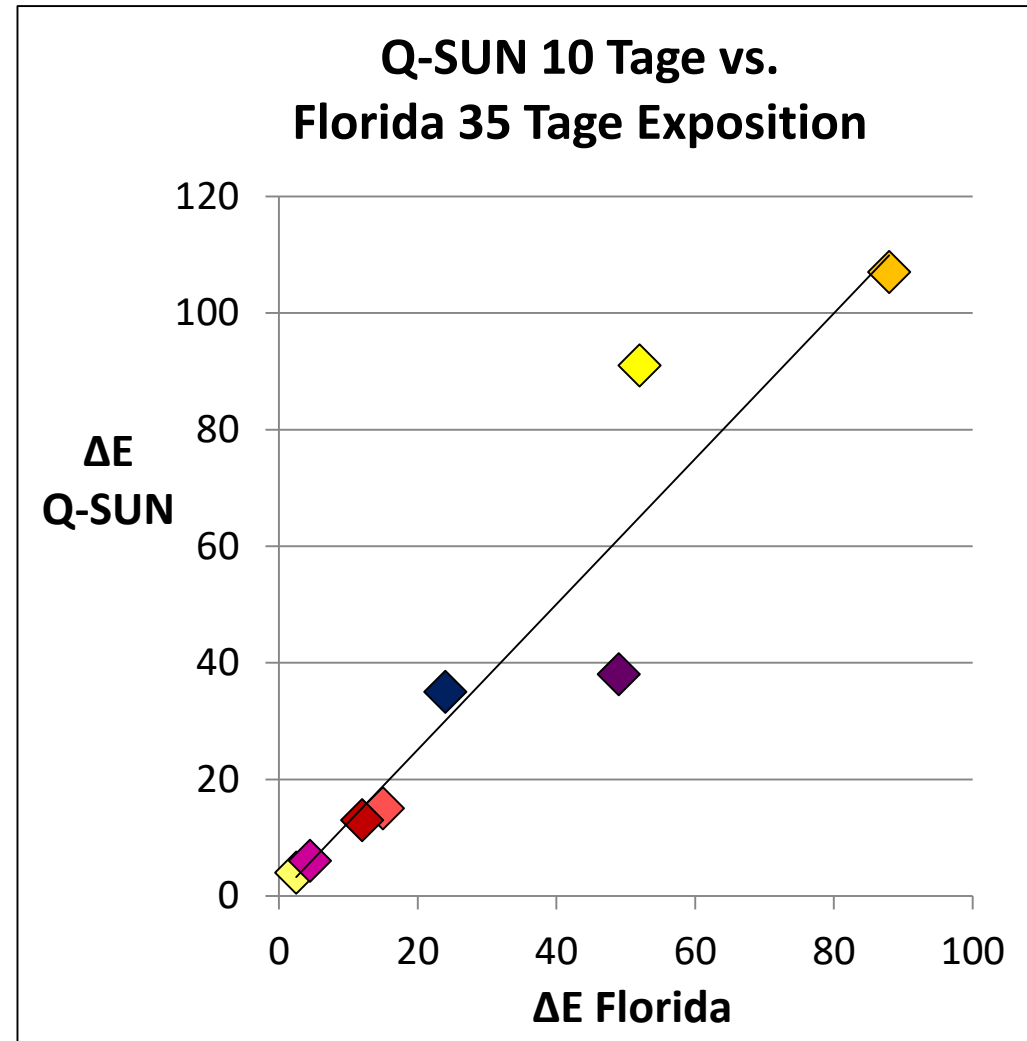
Q-SUN



# Korrelationsstudie Druckfarben

## Zusammenfassung

- Exzellente Übereinstimmung der **Reihenfolge**
- Der Test kann so auf jede andere Farbe/Substrat - Kombination angewendet werden
- Beschleunigungsfaktor  $\sim 3.5$  (für diese Materialart und diese Test Bedingungen)



# Korrelation Fallstudie #4:

Automobile Lacke, getestet  
nach ASTM D7869

# Lacke von Transportfahrzeugen

## Korrelationsstudie

### Situation

- Gebräuchlichster Laborschnelltest, SAE J2527, reproduziert nicht alle wesentlichen Außenergebnisse. Schwache Korrelation!
- ASTM D7869 wurde mit dem Ziel entwickelt, eine deutlich verbesserte Korrelation mehrerer Verwitterungsbilder zu liefern
- Realistischerer Einsatz von Licht, Hitze und Wasser

### Test Programm

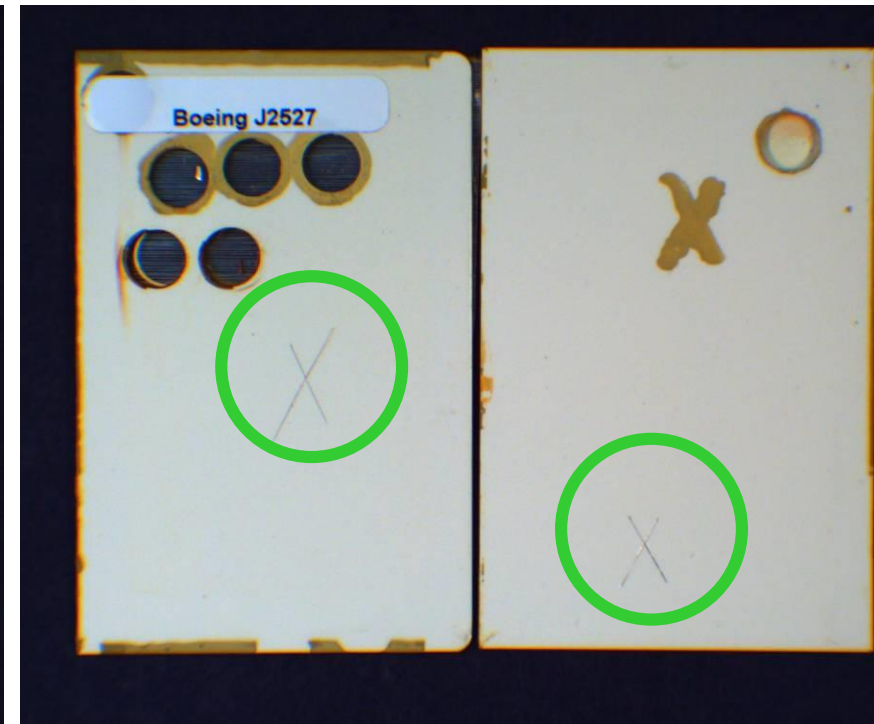
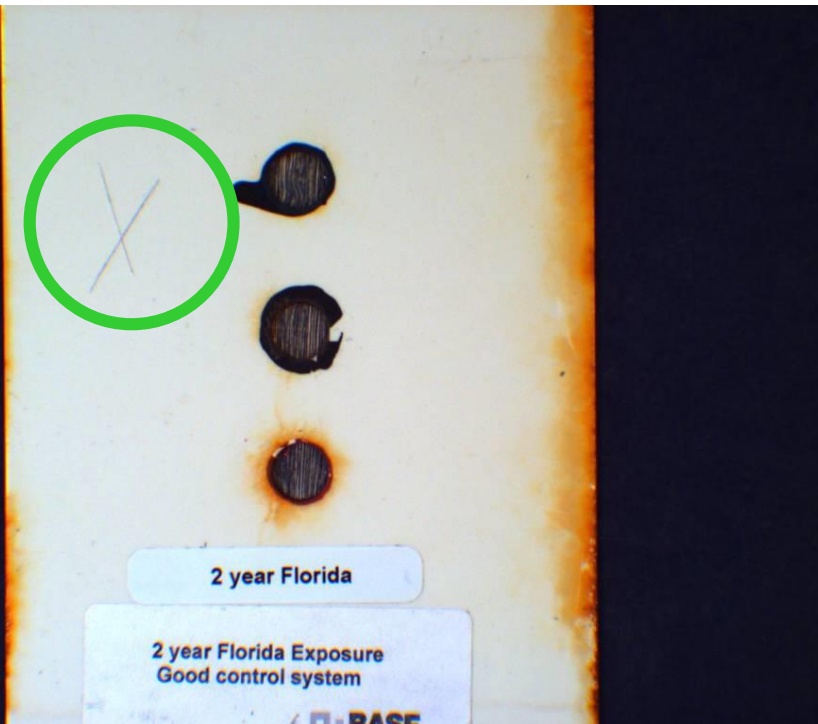
- Mehr als 100 Auto- und Flugzeuglacke wurden für 2 Jahre im Freien geprüft (~16000 h)
- Komplexer Labortest wurde entwickelt und läuft für 3000 kJ (~1800 hours ASTM D7869, ~2300 hours SAE J2527)

# Korrelation I: Das Kontrollmaterial

Florida

SAE J2527

ASTM D7869

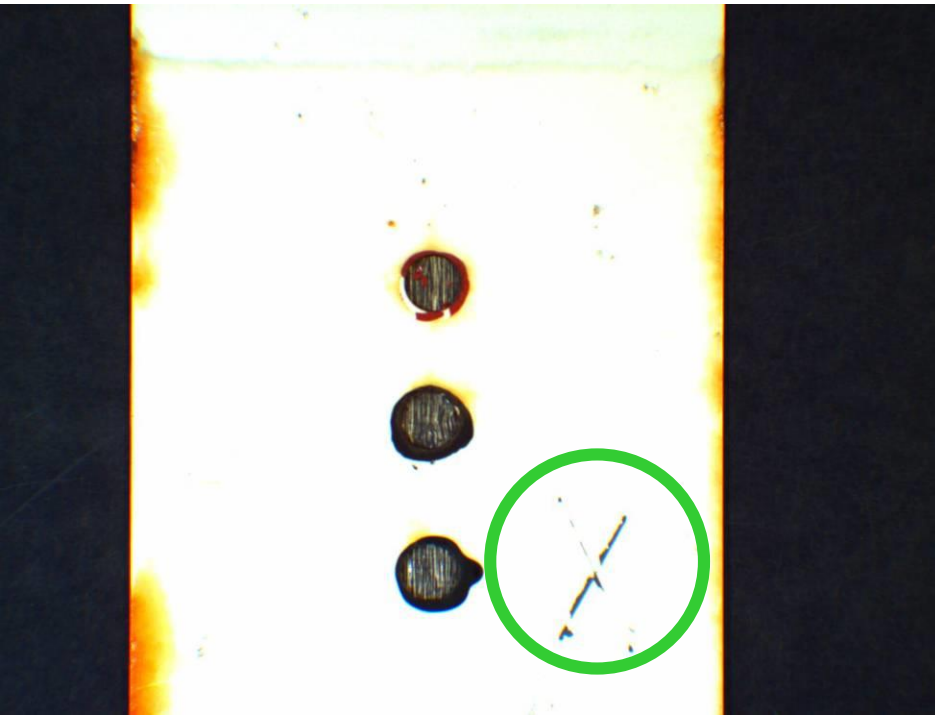


**Erwartung:** Kein Versagen - positive Kontrolle

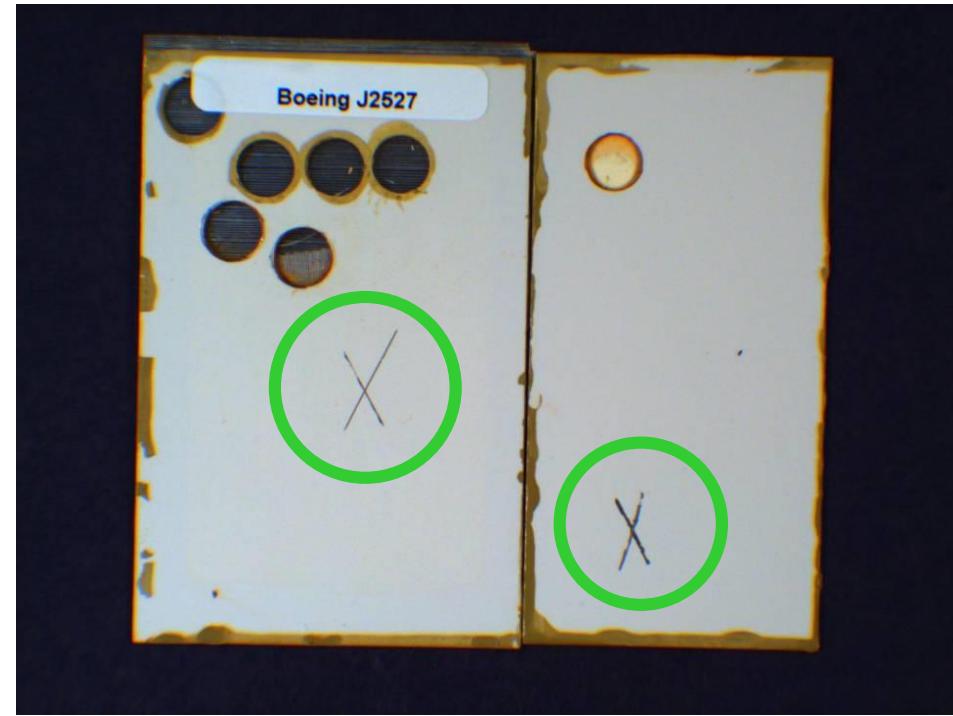
**Beobachtung:** Exzellente Leistung bei allen Tests

# Korrelation II: Abblättern

Florida



SAE J2527 ASTM D7869

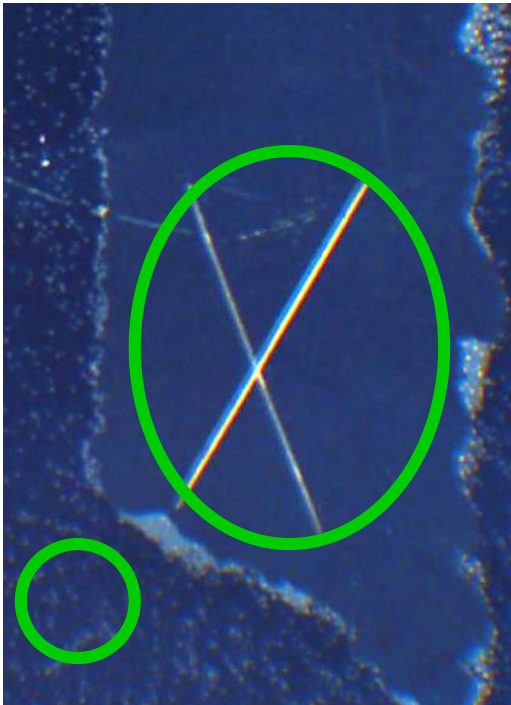


**Erwartung:** Geringes Abblättern

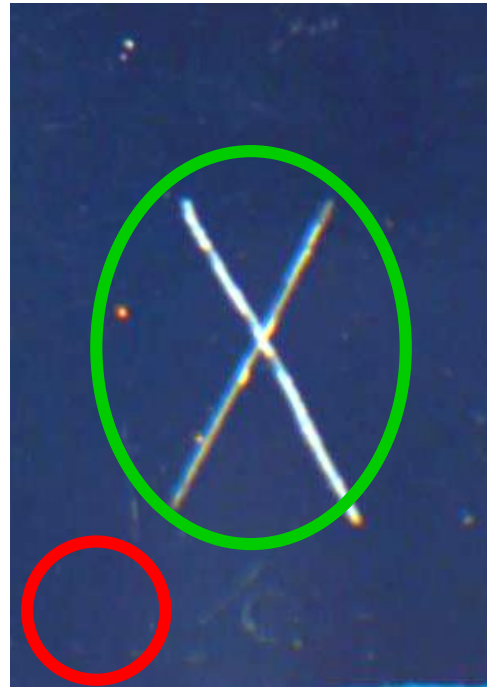
**Beobachtung:** Falsch positiv für J2527, D7869 gute Korrelation

# Korrelation III: Blasen & Delamination

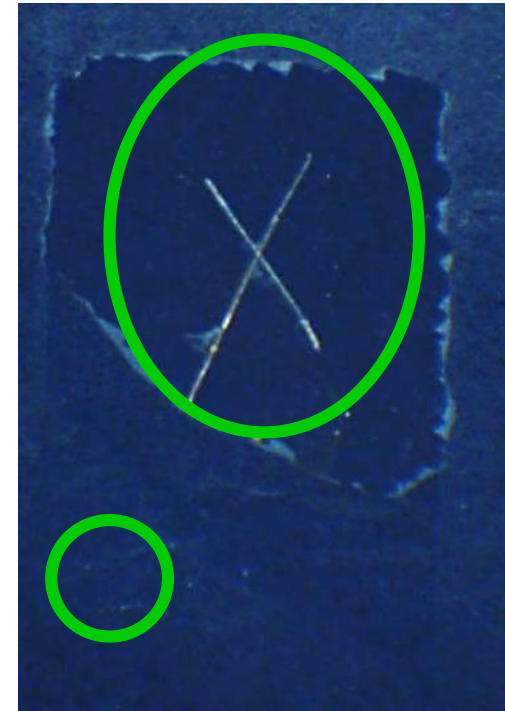
Florida



J2527



ASTM D7869



**Erwartung:** Blasen, Glanz- und Haftungsverlust

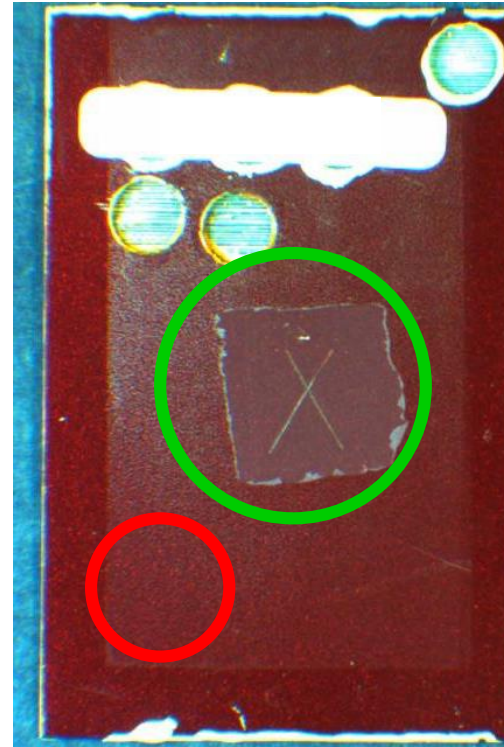
**Beobachtung:** Blasen Falsch negativ für J2527, D7869 gut

# Korrelation IV: Blasenbildung

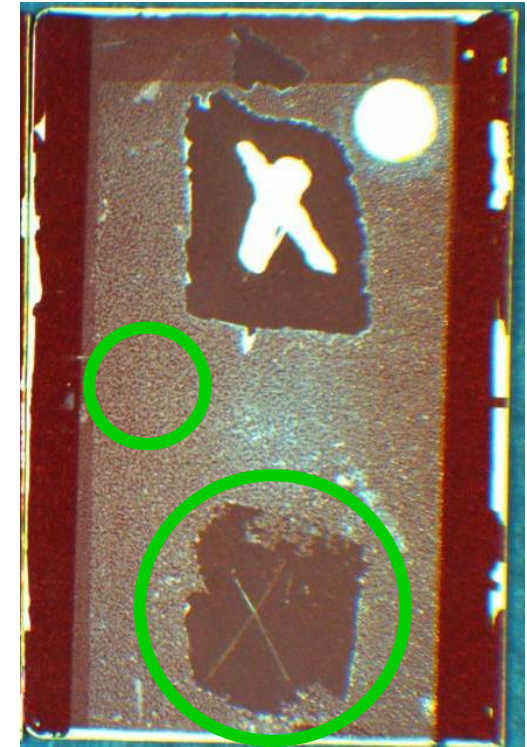
Florida



SAE J2527



ASTM D7869



**Erwartung:** Blasen, Glanz- und Haftungsverlust

**Beobachtung:** Blasen ähnlich bei J2527, bei D7869 besser



# Korrelationsstudie für LKW Lacke

- ASTM D7869 reproduziert alle wesentlichen Fehlermechanismen – wichtig für Korrelation
- **Korrelationsgrad** zwischen den Mustern ist nur dann gut, wenn die Abbauwege identisch sind!
- 1800 Std Laborbewitterung entsprechen bei vielen der getesteten Lacke 2 Jahre Florida (Beschleunigungsfaktor ~10)
- Eventuell auch für andere Materialien anwendbar, aber das muß erst durch **eigene Freibewitterungsdaten verifiziert** werden.

# Korrelation Fallstudie #5:

## Wandverkleidungen (Vinyl Siding)

# Was sind Vinyl Panele?

- Co-extrudiertes Gebäudeverkleidungen
  - Hauptsächlich aus PVC hergestellt
  - Oberschicht ist besonders haltbar und UV-stabilisiert
- Entwickelt in 1960ern, besonders populär in den 1970ern
- In den USA das am meisten verwendete Verkleidungsmaterial (20 million m<sup>2</sup> p.a.)



# US Vinyl Siding Institute

## Freibewitterungsprogramm

- Groß angelegte Langzeitstudie
- Freibewitterungsdaten seit 1984
- Neue Test Serie started alle 5 Jahre mit Tausenden von Proben und Replikaten
- Abbaumechanismus ist jetzt gut bekannt.



**Ziel: Korrelation zu einer relativ kurzen Freibewitterung**

# US Vinyl Siding Institute

## Gebrauchsdauer-Zertifikat

- Die 25jährige Gebrauchsdauer wird an Hand einer 2jährigen Exposition abgeschätzt
  - Wenn die Farbänderung nach 2 Jahren kleiner  $DE < 1$ , dann ist sie nach 25 Jahren vermutlich nicht größer als  $DE = 4$
  - Beschleunigungsfaktor 12:1
- 2 jähriges Zertifizierungsprogramm
  - Durch eine unabhängige ISO 17025 akkreditierte Prüfstelle
  - Exposition in FL, AZ, OH
  - Testsdurchführung gemäß ASTM / ISO Standards
  - Zertifikat und Siegel des Verbandes für eine 25 Jahre Garantie

# Weitere Qualifikation / Korrelation

## US Vinyl Siding Institute (VSI)

- **Das nächste Ziel:** Ein Labortest für das 2 Jahresergebnis
- Sechs unabhängige Labore erarbeiteten Schnelltests für Xenon und für UV
- Ein einzigartiger (nicht veröffentlichter) UV Zyklus zeigte die beste Übereinstimmung
  - Die heiße Kondensationsphase des QUV hat einen wesentlichen Einfluß auf die realitätsnahe Alterung
  - Nur UV wichtig; VIS & IR haben keinen signifikanten Einfluss
  - Niedrige UV Temperaturen und höhere Kondensationstemperaturen ergeben das beste Resultat
- UV ist derzeit noch nicht für die Zertifizierung zugelassen, wird aber bereits erfolgreich in F&E eingesetzt

# Zusammenfassung

# Die verschiedenen Arten der beschleunigten Prüfungen

Schnellbewitterungsprüfung	Ergebnis	Dauer der Prüfung	Ergebnisabgleich mit
Qualitätskontrolle	bestanden / nicht bestanden	<ul style="list-style-type: none"> <li>• fix</li> <li>• kurz</li> </ul>	Materialspezifikationen
Qualifikation / Validierung	bestanden / nicht bestanden	<ul style="list-style-type: none"> <li>• fix</li> <li>• mittel bis lang</li> </ul>	Referenzmaterial oder Spezifikation
Korrelationsprüfung	nach Rang gewichtete Daten	<ul style="list-style-type: none"> <li>• unbegrenzt</li> <li>• mittel</li> </ul>	natürliche Freibewitterung (Referenzstandort)
Prognose	Lebensdauer Beschleunigungsfakt or	<ul style="list-style-type: none"> <li>• unbegrenzt</li> <li>• lang</li> </ul>	natürliche Freibewitterung (Einsatzumgebung)



# Was man aus den Fallstudien lernen kann:

**Alle Beschleunigungsfaktoren sind unterschiedlich  
und hängen ab von:**

1. Dem speziellen Material im Test.
2. Der Testmethode, die mit der Freibewitterung korreliert wurde: UV, Xenon, Beschleunigte Freibewitterung
3. Den speziell ausgewählten Testzyklen und Temperaturen.
4. Dem Freibewitterungsgelände und der Art der Montage der Muster (rückseitig offen, auf Holz, Winkel)
5. Den ausgewerteten Fehlerbildern (Glanz, Festigkeit, u.s.w.)

# Korrelation zwischen Labor und Freibewitterung

**Oftmals und für viele Materialien kann eine Korrelation bestimmt werden, aber.....**

- Ein Beschleunigungsfaktor ist niemals allgemeingültig und oft nur für einen Abbauweg gültig
- Vergleichstests geben oft nur Rangfolgen. Aber das können sehr wertvolle Informationen sein
- Ohne eine Freibewitterung kann es keine Korrelation geben. **“Teste den Test”**

# Vielen Dank für Ihre Teilnahme !



Fragen ?  
[info@q-lab.com](mailto:info@q-lab.com)