

# Entwicklung eines NIR-basierten Verfahrens zur schnellen Prognose der Witterungsbeständigkeit von Holzbeschichtungen im Außenbereich

## Development of a NIR-based method for the rapid prognosis of the weather resistance of wood coatings in outdoor use

### Projektleiterin

Project leader:  
Dr. Jana Peters

### Projektbearbeiter

Persons in charge:  
Uta Sokol  
Jens Uhlemann

### Fördermittelgeber

Co-funded by:  
BMW i (ZIM)

### Projektpartner

Project partner:  
Lichtblau e.K.

### AUSGANGSSITUATION UND ZIELSTELLUNG

Eine wesentliche Aufgabe von Beschichtungssystemen für Holz im Außenbereich ist der Schutz vor Witterungseinflüssen und somit der Erhalt der Funktionstüchtigkeit des Materials. Dabei ist die Beständigkeit einzelner Beschichtungen in langwierigen Bewitterungszyklen zu prüfen. Konventionelle Prüfverfahren liefern jedoch erst dann aussagekräftige Ergebnisse, wenn die Schutzwirkung der Beschichtung bereits beeinträchtigt ist.

Ziel des Forschungsvorhabens war die Entwicklung eines Nahinfrarot(NIR)-basierten Prüfverfahrens und darauf basierenden Vorhersage-Algorithmen zur Prognose der UV- und Witterungsbeständigkeit von Holzbeschichtungen, noch bevor makroskopische Schäden erkennbar sind. Dabei sollte eine Analyseverfahren entwickelt werden, die zerstörungsfrei arbeitet und zu einem frühen Zeitpunkt der künstlichen Bewitterung (< 300 h) Funktionsverluste der Beschichtung zuverlässig anzeigt.

### VORGEHENSWEISE

Ausgangspunkt zur Realisierung der Aufgabenstellung war die witterungsbegleitende Analyse von Holzbeschichtungen durch Bestimmung sensitiver chemisch-physikalischer Parameter (CPP) und Spektrenaufnahme mittels NIR-Spektroskopie.

### INITIAL SITUATION AND OBJECTIVE

The principle purpose of coating systems in outdoor areas is to provide protection against weathering impact, thus maintaining the functionality of the material. In that context, the resistance of individual coatings needs to be tested in lengthy weather exposure cycles. Conventional test methods, however, yield conclusive results only when the protective effect of the coating is already impaired.

The goal of the research project was to develop a near-infrared(NIR)-based test method and prediction algorithms based on it to forecast the UV and weathering resistance of coatings on wood, even before macroscopic damage becomes evident. Therefore, an analytical and non-destructive method was to be developed, reliably indicating functional losses of the coating at an early point in time of artificial weather exposure (< 300 h).

### APPROACH

The starting point of tackling the task was the analysis of wood coatings during weather exposure by determining sensitive chemical-physical parameters (CPP) and spectral imaging by means of NIR spectroscopy.

Several coatings based on bonding-agent systems varying in material, pigmentations and contents of light-protection agents (LSM) were investigated for a so-called set

Für einen sogenannten Kalibrationsdatensatz wurden verschiedene Beschichtungen auf Basis stofflich unterschiedlicher Bindemittelsysteme, Pigmentierungen und Lichtschutzmittelgehalte untersucht. Im Ergebnis wurden 2 Bindemittelsysteme für eine finale Kalibrationsmatrix ausgewählt (Abb. 1).

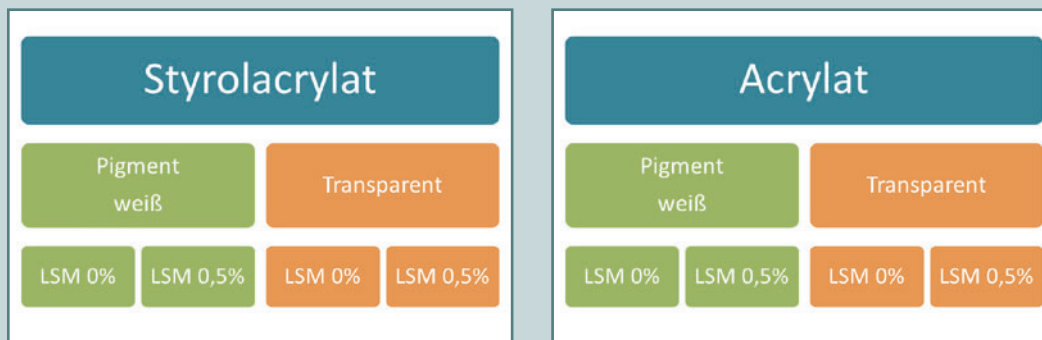


Abb. 1: Finale Kalibrationsmatrix aus 2 Bindemitteln mit Variation der Pigmentierung und des Lichtschutzmittelgehalts

Fig. 1: Ultimate calibration matrix of two bonding agents varying in pigmentation and light-protection content

Damit wurden folgende initiale CPP sowie deren Änderung infolge von photochemischen Abbauprozessen bei künstlicher Bewitterung (Probennahmen zwischen 50 h und 3000 h) registriert:

- Farbänderung und Mikroskopie
- Glanzgrad
- Glasübergangstemperatur
- Mikrohärtigkeit
- Chemilumineszenzintensität
- IR- und UV/VIS-Spektroskopie

Durch eine modellhafte Verknüpfung aller Daten mit den korrespondierenden NIR-Spektren wurden über die Methode der kleinsten Fehlerquadrate (PLS) quantitative chemometrische Methoden erstellt. Mit diesen wurden die CPP identifiziert, die sich für die Prognose der witterungsinduzierten Alterung besonders eignen. Auf Grundlage eines Feldtestes erfolgte die Prüfung der Wirksamkeit der quantitativen chemometrischen Methoden und die Bewertung der Umsetzbarkeit in ein NIR-basiertes Prognosetool.

of calibration data. This resulted in the selection of two bonding-agent systems for an ultimate calibration matrix (Fig. 1).

Thereby, the following initial CPP as well as their change due to photochemical degradation processes in artificial weather exposure (sampling between 50 h and 3,000 h) were recorded:

- discolouration microscopy
- degree of gloss
- glass transition temperature
- microhardness
- chemiluminescence intensity
- IR and UV/VIS spectroscopy

By correlating all data with the corresponding NIR spectra in a model, quantitative chemometric methods were generated using the method of Partial Least Squares (PLS). They helped to identify the CPP, which are especially suitable for predicting weather-induced ageing. On the basis of a field test, the effectiveness of the quantitative chemometric methods was tested and the implementability of an NIR-based forecast tool evaluated.

## ERGEBNISSE

Festzustellen war, dass sich die untersuchten CPP unterschiedlich gut zur Erstellung quantitativer chemometrischer Methoden eignen. Für die betrachteten Beschichtungssysteme war die Glasübergangstemperatur als CPP ungeeignet, da nur wenige Systeme definierte Erweichungspunkte zeigten und dadurch die Datenmatrix für eine Modellierung entsprechend unvollständig war. Auch die Chemilumineszenzintensität musste als

## RESULTS

It became evident that the CPPs in question were differently well suited for generating quantitative chemometric methods.

For the coating systems under consideration, the glass transition temperature was inappropriate as a CPP, as only few systems showed defined softening points, thereby leaving the data mix for modelling correspondingly incomplete. Also, the chemiluminescence intensity had to be excluded as a

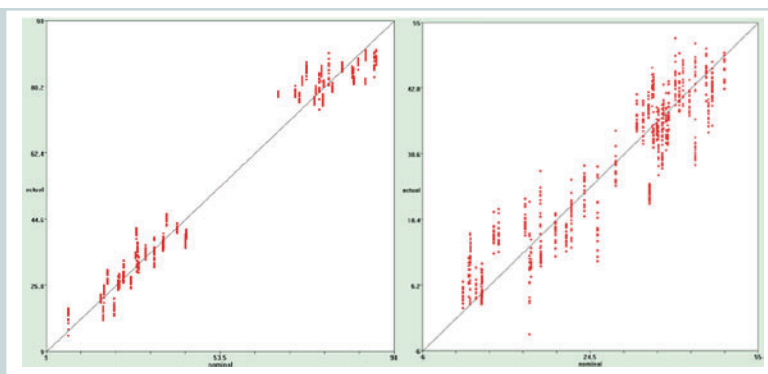


Abb. 2: Nominal-Actual-Diagramme für Glanzgrad (links) und Mikrohärtigkeit (rechts); (gemessene Referenzwerte = x-Achse, chemometrisch bestimmte Werte = y-Achse)

Fig. 2: Nominal-actual charts for the degree of gloss (left) and microhardness (right); (referential values measured = x axis, chemometrically determined values = y axis)

CPP ausgeschlossen werden, da eine generelle Erfassung dieses Messwertes stark abhängig vom Bindemittel und Pigment ist. Dunkel pigmentierte Beschichtungen konnten außerdem nicht vermessen werden. Bessere Korrelationen gab es für die CPP Farbänderung, Glanzgrad und Mikrohärtigkeit, wobei auch hier vom Beschichtungssystem abhängige Einschränkungen zu verzeichnen waren (Abb. 2). So hängt zum Beispiel die Aussagekraft der Farbänderung ganz entscheidend von der Pigmentierung ab; bei transparenten Beschichtungen dominiert die Farbänderung des Substrates. Letztendlich ließ sich auf Grundlage der Ergebnisse des Kalibrationsdatensatzes lediglich die Mikrohärtigkeit uneingeschränkt als geeigneter CPP für die Korrelation mit der NIR-Spektroskopie identifizieren.

Im Rahmen eines Feldversuches wurden verschiedene kommerzielle Beschichtungen auf

CPP, as logging this variable depends heavily on the bonding agent and pigment. Besides, dark pigmented coatings could not be measured.

The CPPs of discolouration, degree of gloss and microhardness yielded better correlation, whereby restrictions were noticed here depending on the coating system (Fig. 2). For example, the significance of discolouration depends quite decisively on the pigmentation; with transparent coatings, the discolouration of the substrate dominates.

Ultimately, based on the results of the calibration data set, only the microhardness could be identified without any restriction as a suitable CPP for correlation with NIR spectroscopy.

Within the scope of the field trial, several commercial coatings were applied on wood and exposed to weathering for 500 h. By means of this sample matrix, the PLS meth-

Holz appliziert und 500 h künstlicher Bewitterung ausgesetzt. Anhand dieser Probenmatrix wurden die PLS-Methoden für den Glanzgrad und die Mikrohärtigkeit auf Anwendbarkeit geprüft. Dabei wurde festgestellt, dass beide PLS-Methoden nicht auf kommerzielle Holzbeschichtungen übertragbar sind. Wie man Abb. 3 entnehmen kann, zeigen in beiden Fällen die Nominalwerte der Laboruntersuchungen keine Übereinstimmung mit der Punktwolke der chemometrisch bestimmten Werte.

ods for the degree of gloss and microhardness were checked for their applicability. This revealed that neither PLS method is transferrable to commercial wood coatings. As can be learned from Fig. 3, in neither case do the nominal values of the laboratory investigations show any agreement with the dotted cloud of the chemometrically determined values.

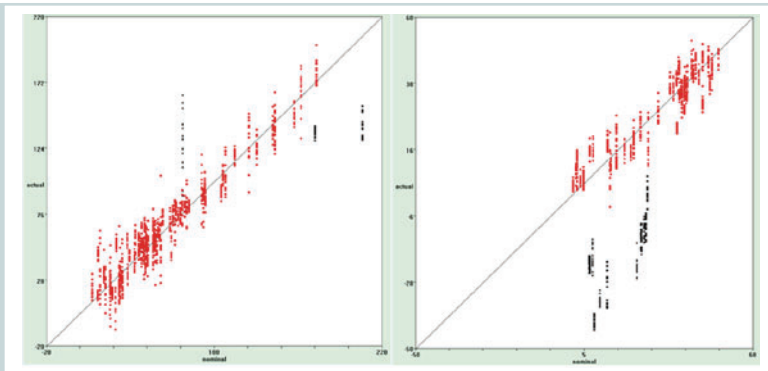


Abb. 3: Anwendung der PLS-Methode auf kommerzielle Holzbeschichtung nach künstlicher Bewitterung für Glanzgrad (links) und Mikrohärtigkeit (rechts); (gemessene Referenzwerte = schwarze Punktwolke; chemometrisch bestimmte Werte = rote Punktwolke)

Fig. 3: Application of the PLS method to commercial wood coatings after artificial weather exposure for the degree of gloss (left) and microhardness (right); (referential values measured = black dotted cloud; chemometrically determined values = red dotted cloud)

Final war aus den Ergebnissen zu schlussfolgern:

- Witterungsbegleitende Analyse von Beschichtungssystemen durch Bestimmung chemisch-physikalischer Parameter und NIR-Spektroskopie ist prinzipiell möglich,
- In ausgewählten Fällen war die Entwicklung quantitativer chemometrischer Methoden zur Identifizierung von chemisch-physikalischen Parametern (Mikrohärtigkeit, Glanzgrad) erfolgreich. Für ein verlässliches Verfahren wird allerdings eine umfangreichere Datenbasis benötigt,
- Entwicklung eines allgemeingültigen Algorithmus, der anhand von NIR-gestützten chemometrischen Methoden die Witterungs-/Alterungsbeständigkeit von Beschichtungsstoffen prognostiziert, konnte im Rahmen des Forschungsvorhabens nicht umgesetzt werden.

Eventually, the results allowed to conclude:

- An analysis accompanying the weather exposure of coating systems by determining chemical-physical parameters and NIR spectroscopy is principally possible.
- In selected cases, the development of quantitative chemometric methods to identify chemical-physical parameters (microhardness, degree of gloss) was successful. However, a more comprehensive data basis is required for a reliable method.
- The development of a generally valid algorithm that predicts the weathering/ageing resistance of coating materials by means of NIR-assisted chemometric methods was not impossible to be implemented within the scope of the research project.