

Antiisingsbelegg

Asbjørn Valland Soldal

Undervannsteknologi

Innlevert: juni 2013

Hovedveileder: Ole Øystein Knudsen, IPM

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Institutt for produktutvikling og materialer

MASTEROPPGAVE

Våren 2013

for stud.techn. Asbjørn Valland Soldal

Antiisingsbelegg (Anti-icing Coatings)

Bakgrunn:

Olje- og gassproduksjonen beveger seg nordover etter hvert som drivverdige resurser påvises også der. Dette medfører nye klimatiske utfordringer, spesielt med lave temperaturer store deler av året. Ising er derfor et problem. Akkumulering av is på konstruksjoner kan føre til produksjonsproblemer, produksjonsstans og i verste fall mekanisk overbelastning, sammenbrudd og forlis. Dette er ikke bare en utfordring for olje- og gassnæringen, men også annen maritim virksomhet i nord, som sjøtransport og fiskeri. Offshore vindkraftproduksjon vil også kunne få de samme problemene.

Problemstilling:

For å hindre eller begrense isdannelse på offshore konstruksjoner, kan man påføre belegg som isen hefter dårlig til. På den måten kan man tenke seg at isen faller av på grunn av sin egen vekt, eller at det blir enklere å fjerne den mekanisk. Nøyaktig hvilke egenskaper ved et belegg som påvirker heften til is er ikke fastslått. Ulike beleggtyper er utviklet for å begrense ising, og en sammenlikning og evaluering av disse er interessant.

Oppgaven:

- Gjøre litteratursøk på isofobiske belegg og sammenheng mellom fysiske og kjemiske egenskaper til beleggene og tendensen til isdannelse.
- Måle isadhesjonsstyrke på 10 - 12 ulike belegg med torsjonsmetode implementert på laboratoriet til SINTEF Anvendt mekanikk og korrosjon.
- Studere effekten av slitasje ved å gjenta isadhesjonsmålinger på samme overflate (samme område på en beleggsprøve).
- Karakterisere beleggene med hensyn på overflatespenning (hydrofil/hydrofob), ruhet og mikro-/nanostruktur for å forsøke å forklare isadhesjonsresultater.

Oppgaveløsningen skal basere seg på eventuelle standarder og praktiske retningslinjer som foreligger og anbefales. Dette skal skje i nært samarbeid med veiledere og fagansvarlig. For øvrig skal det være et aktivt samspill med veiledere.

Innen tre uker etter at oppgaveteksten er utlevert, skal det leveres en forstudierapport som skal inneholde følgende:

- En analyse av oppgavens problemstillinger.
- En beskrivelse av de arbeidsoppgaver som skal gjennomføres for løsning av oppgaven. Denne beskrivelsen skal munne ut i en klar definisjon av arbeidsoppgavenes innhold og omfang.
- En tidsplan for fremdriften av prosjektet. Planen skal utformes som et Gantt-skjema med angivelse av de enkelte arbeidsoppgavenes terminer, samt med angivelse av milepæler i arbeidet.

Forstudierapporten er en del av oppgavebesvarelsen og skal innarbeides i denne. Det samme skal senere fremdrifts- og avviksrapporter. Ved bedømmelsen av arbeidet legges det vekt på at gjennomføringen er godt dokumentert.

Besvarelsen redigeres mest mulig som en forskningsrapport med et sammendrag både på norsk og engelsk, konklusjon, litteraturliste, innholdsfortegnelse etc. Ved utarbeidelsen av teksten skal kandidaten legge vekt på å gjøre teksten oversiktlig og velskrevet. Med henblikk på lesning av besvarelsen er det viktig at de nødvendige henvisninger for korresponderende steder i tekst, tabeller og figurer anføres på begge steder. Ved bedømmelsen legges det stor vekt på at resultatene er grundig bearbeidet, at de oppstilles tabellarisk og/eller grafisk på en oversiktlig måte og diskuteres utførlig.

Materiell som er utviklet i forbindelse med oppgaven, så som programvare eller fysisk utstyr er en del av besvarelsen. Dokumentasjon for korrekt bruk av dette skal så langt som mulig også vedlegges besvarelsen.

Eventuelle reiseutgifter, kopierings- og telefonutgifter må bære av studenten selv med mindre andre avtaler foreligger.

Hvis kandidaten under arbeidet med oppgaven støter på vanskeligheter, som ikke var forutsett ved oppgavens utforming og som eventuelt vil kunne kreve endringer i eller utelatelse av enkelte spørsmål fra oppgaven, skal dette straks tas opp med instituttet.

Oppgaveteksten skal vedlegges besvarelsen og plasseres umiddelbart etter tittelsiden.

Innleveringsfrist: 10. juni 2013.

Besvarelsen skal innleveres i 1 elektronisk eksemplar (pdf-format) og 2 eksemplar (innbundet).

Ansvarlig faglærer:

Professor Olav Egeland

Institutt for produksjons- og kvalitetsteknikk

E-post: olav.egeland@ntnu.no

Telefon: 73 59 71 12

Veileder:

Professor II Ole Øystein Knudsen

Institutt for produktutvikling og materialer

E-post: ole.oystein.knudsen@ntnu.no

Telefon: 982 30 420

**INSTITUTT FOR PRODUKSJONS-
OG KVALITETSTEKNIKK**



Per Schjølberg

førstemanuensis/instituttleder



Olav Egeland

ansvarlig faglærer

Forord

Denne masteroppgaven er utarbeidet ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet (NTNU) i Trondheim, i løpet av vårsemesteret 2013. Arbeidet inngår som en obligatorisk del av det 2-årige masterstudieprogrammet Undervannsteknologi. Oppgaven er skrevet i forbindelse med et prosjekt ved SINTEF Materialer og kjemi, med Statoil ASA som overordnet oppdragsgiver.

Det må rettes en stor takk til veileder professor II Ole Øystein Knudsen ved NTNU/SINTEF Materialer og kjemi for verdifull veiledning gjennom arbeidsprosessen. Astrid Bjørgum ved SINTEF Materialer og kjemi har vært prosjektleder, og har således vært til stor hjelp ved igangsetting og koordinering av laboratoriearbeid. Jeg ønsker også å takke Caterina Lesaint på Ugelstadlaboratoriet for effektiv hjelp med laboratoriemålinger. I forbindelse med kjøring av tester vil jeg også rette en takk til laboratorieingeniørene Einar Hassel og Asle Olav Hellesvik for viktig instruksjon og oppmuntring. Til slutt vil jeg takke min kontaktperson i Statoil ASA, Helene Konstantia Vrålstad, for både praktisk og faglig hjelp gjennom prosjektet.

Trondheim, 10.06.2013

Asbjørn Valland Soldal

Sammendrag

Isdannelse og akkumulasjon av is på overflater vil i mange tilfeller representere en fare for liv og materielle verdier. Dette er fra før et kjent problem vedrørende for eksempel fly, kraftnett, vindturbiner, skip og telekommunikasjon. Etter hvert som aktiviteten i de arktiske områdene øker vil dette også medføre utfordringer som følge av ising på offshore konstruksjoner som plattformer og vindturbiner. Ulike forskergrupper har i flere tiår påpekt at isofobiske belegg kan være med på å løse denne problemstillingen. Denne oppgaven tar for seg teorien bak isdannelse og isadhesjon. Enkelte antiisingsbelegg fungerer som antiisingsbelegg ved å frastøte vann og på denne måten hindre at vannet fryser fast til overflaten. Denne oppgaven fokuserer imidlertid på belegg som gir minimal heft til is etter at den er dannet. Som en del av prosjektet har det blitt gjennomført isadhesjonsmålinger på tolv ulike belegg fra ulike leverandører. Resultatene fra disse blir evaluert opp mot eksisterende teorier fra dagens forskningsfront. Isadhesjonsmålingene er gjort med en testrigg som måler maksimalt påført torsjonsmoment i det øyeblikket en sirkulær, fastfrosset isskive løsner fra den aktuelle beleggsprøven. Alle målingene er gjort i kjølekammer ved $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$.

For å vurdere isadhesjonsmålingenes sammenlignbarhet i forhold til referert litteratur, og for å studere hvorvidt beleggenes egenskaper endres som følge av gjentatt isadhesjonstesting (slitasje), er det også gjort målinger for kontaktvinkler og overflateruhet. Dette er gjort før, underveis og etter isadhesjonstesting. Kontaktvinkelmålingene avslører at det nanostrukturerte Belegg E er superhydrofobisk (kontaktvinkel $> 150^{\circ}$), mens de resterende beleggene befinner seg i og rundt definisjonsskillet mellom hydrofobe og hydrofile belegg (90°). Belegg E skiller seg også ut med vesentlig høyere aritmetisk overflateruhet. Isadhesjonsmålingene viser at de testede beleggene presterer svært ulikt som antiisingsbelegg. De tre beleggene med lavest gjennomsnittlig isadhesjonsstyrke er Belegg A (3,2 Nm), Belegg E (17,5 Nm) og Belegg C (19,0 Nm), mens Belegg I (89,4 Nm) fremviser høyest gjennomsnittlig isadhesjonsstyrke.

Tidligere har flere forskergrupper rapportert at belegg med høy kontaktvinkel ofte har lavere isadhesjonsstyrke enn belegg med lav kontaktvinkel. Denne korrelasjonen påvises også for beleggene i dette prosjektet. I denne sammenheng viser det seg at beleggene med lavest isadhesjonsstyrke avviker mest fra denne trenden. Dette kan sannsynligvis relateres til overdimensjonert testutstyr. En del av målingene er samtidig såpass tvetydige at dette tolkes som at isadhesjonsstyrke også må være avhengig av andre parametre enn kontaktvinkel. I følge referert litteratur er lavest mulig kontaktvinkelhysterese en svært viktig egenskap for antiisingsbelegg, spesielt for glatte belegg uten ruhetsstruktur. Antiisegenskapene til flere av beleggene viser godt samsvar med kjent fuktingsteori, der fuktingsregimene beskrevet av Wenzel og Cassie og Baxter er de viktigste. Det mest tydelige eksemplet er det røe, nanostrukturerte og superhydrofobiske Belegg E som trolig oppnår lav isadhesjonsstyrke som en følge av fukting i Cassie-Baxterregimet. Belegg A oppnår trolig lav isadhesjonsstyrke ved å kombinere en ekstremt glatt overflate med svært lav eller ingen kontaktvinkelhysterese.

Ved gjentatt isadhesjonstesting viser de to mykeste beleggene, Belegg A og Belegg E, tegn på endringer i overflaten som følge av mekanisk påkjenning. Målinger på Belegg A indikerer økning i både isadhesjonsstyrke og ruhet som følge av skader i overflaten. Basert på dette stilles det særlig spørsmål ved disse to beleggenes mekaniske egenskaper. Når det gjelder

Belegg E kan det også diskuteres hvorvidt eventuell slitasje oppstår som følge av bruk av en for lite robust ruhetsstruktur på nanonivå.

Det konkluderes med at foretrukne egenskaper for et antiisingsbelegg i stor grad vil være betinget av bruks- og miljøsituasjon. Basert på dette presenteres det tre ulike prinsipp som antiisingsbelegg kan baseres på.

Abstract

The phenomena of formation and accretion of ice on certain surfaces holds the potential for extreme dangers, both for human lives and assets. This is a present problem associated with planes, power grid, ships and telecommunication. With increasing activity in the arctic areas, icing is also assumed to become a challenge for offshore constructions such as platforms and wind turbines. Different research teams have during the last decades pointed out the possibilities for utilizing icephobic coatings to reduce or eliminate adhesion and accretion of icing. This thesis examines the underlying theories of ice adhesion and formation of ice. Some coatings acts like anti-ice coatings by repelling water and keep it from freezing to the surface. This thesis will however focus on coatings which minimize ice adhesion in occurrence of already formed ice on a surface. As a part of the project, there have been performed ice adhesion measurements of twelve different coatings, obtained from four different producers. The results are evaluated with respect to existing theories. The ice adhesion measurements have been performed by using testing equipment which is measuring the maximum torque appearing when a circular disk of icebound ice is separated from the coating sample. All of the measurements are executed inside a cooling chamber keeping the temperature at $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$.

There have also been performed measurements of contact angles and surface roughness. This is in order to be able to evaluate the ice adhesion measurements with respect to literature reported in this thesis, and to examine whether the coatings will deteriorate as a result of the repetitive ice adhesion tests. The measurements of contact angles and surface roughness have been performed in advance of, during and after the ice adhesion tests. The contact angle measurements showed that the nanostructured Coating E is superhydrophobic (contact angle $> 150^{\circ}$), while the other coatings are situated in the area defined as the point of transition between hydrophobic and hydrophilic coatings (90°). Coating E is also standing out from the other coatings by having significantly larger arithmetic average surface roughness. The ice adhesion measurements show that the coatings are performing quite differently as anti-ice coatings. The coatings proving the lowest average ice adhesion strength are Coating A (3,2 Nm), Coating E (17,5 Nm) and Coating C (19,0 Nm), while Coating I (89,4 Nm) is proving the highest average ice adhesion strength.

It has been reported by several research teams that coatings with large contact angle often prove to have lower ice adhesion strength compared to coatings with small contact angle. This correlation is also demonstrated for the coatings in this project. It is also shown that the coatings which prove the lowest ice adhesion strengths are the same coatings which seem to deviate the most from the established trend curve. It is assumed that this deviation can be related to oversized test equipment. However, some the measurements are ambiguous in such high degree that ice adhesion strength seems to be depending on other parameters than simply the contact angle. According to literature reported in this thesis, for anti-icing coatings it is of highly importance to keep the contact angle hysteresis at a low level. This applies in particular for smooth surfaces. The anti-icing properties for several of the tested coatings are proven to correlate with well-known wetting theory, where the wetting regimes described by Wenzel and Cassie and Baxter are considered as the most important. The most significant example of this is established by the rough, nanostructured and superhydrophobic Coating E, which

obtains low ice adhesion strength caused by wetting in the Cassie-Baxter wetting regime. Coating A is presumably obtaining low adhesion strength by combining an extremely smooth surface with low or no contact angle hysteresis.

In the occasion of repetitive ice adhesion testing, the two softest coatings, namely Coating A and Coating E, are showing signs of damage caused by the mechanical treatment. Based on this, the mechanical properties of the two coatings are considered questionable for practical matters. Measurements performed on Coating A indicate an increase in both ice adhesion strength and surface roughness, caused by the surface damages. As for Coating E, it can be discussed whether the possible wear on the surface is a product of vulnerable roughness structure at nanoscale.

It is concluded that preferred anti-icing properties of coating will be highly dependent on usage and environmental situation. Based on this, three possible principles for anti-icing coating are presented.

Innholdsfortegnelse

1	INTRODUKSJON	1
1.1	BAKGRUNN	1
1.2	PROBLEMSTILLING	1
1.3	MÅLSETNING	1
2	TEORI – ISDANNELSE	2
2.1	ATMOSFÆRISK ISDANNELSE	2
2.2	ISDANNELSE SOM FØLGE AV SJØSPRØYT	3
3	TEORI – ISADHESJON PÅ ORGANISKE BELEGG	6
3.1	OVERFLATESPENNING OG KONTAKTVINKEL	6
3.2	TOPOGRAFI OG OVERFLATETEKSTUR	7
3.3	FUKTINGSREGIMER	8
3.4	KONTAKTVINKELHYSTERESE (CAH)	9
4	TEORI - REDUKSJON AV ISADHESJON	12
4.1	KONTAKTVINKEL OG ISADHESJON	12
4.2	KONTAKTVINKELHYSTERESE OG ISADHESJON	12
4.3	NANOSTRUKTUR	14
4.4	FORSINKET INNFRYSNING	15
4.5	BEGRENSNINGER VED VANNEKSPONERING	15
4.6	BEGRENSNINGER VED FUKTIG MILJØ	16
4.7	GJENTATTE SYKLUSER MED ISING/FJERNING AV IS	17
5	TEORI - TESTMETODER FOR ISADHESJON	19
6	EKSPERIMENTELT	22
6.1	PRESENTASJON AV BELEGGENE	22
6.2	MÅLING AV KONTAKTVINKLER	26
6.3	OVERFLATETEKSTUR/RUHETSMÅLING	26
6.4	TESTRIGGEN	27
6.5	FORBEREDELSE	31
6.6	EKSPERIMENTELL PROSEDYRE	31
6.7	UTFORDRINGER/PROBLEMER UNDERVEIS	32
7	RESULTAT	34
7.1	KONTAKTVINKELMÅLINGER	34
7.2	RUHETSMÅLINGER	36
7.3	SAMMENHENG MELLOM CA OG RUHET	40
7.4	ISADHESJONSMÅLINGER	40
7.4.1	Beleggene med lavest IAS	41
7.4.2	Resultat av modifikasjon av belegg	42
7.4.3	Sammenlikning av eksperimentelle belegg og referansebelegg	43
7.4.4	Resultat av gjentatt isadhesjonstesting	43
7.5	SAMMENHENG MELLOM IAS OG CA	44
7.6	SAMMENHENG MELLOM IAS OG OVERFLATERUHET	47
7.7	OBSERVASJONER UNDERVEIS VED ISADHESJONSMÅLING	48

8	DISKUSJON.....	51
8.1	FORETRUKNE EGENSKAPER FOR ET ANTIISINGSBELEGG	51
8.2	KONFIDENSIALITET	52
8.3	BELEGGENES KONTAKTVINKLER OG OVERFLATERUHET	52
8.4	BELEGGENES PRESTASJONER VED ISADHESJONSMÅLING	53
8.5	EFFEKT AV GJENTATT ISADHESJONSTESTING.....	54
8.6	METODE FOR KONTAKTVINKELMÅLING.....	56
8.7	METODE FOR RUHETSMÅLING	56
8.8	TESTMETODE OG TESTRIGG FOR ISADHESJONSTESTING.....	56
9	KONKLUSJON	58
10	VIDERE ARBEID	59
11	REFERANSER	60
VEDLEGG		63
	VEDLEGG A – BILDER AV TESTEDE BELEGG	63
	VEDLEGG B – LOGGEDATA.....	70
	VEDLEGG C – RESULTAT FRA KONTAKTVINKELMÅLINGER.....	71
	VEDLEGG D – BILDER FRA KONTAKTVINKELMÅLINGER	74
	VEDLEGG E – ENKELTRESULTATER FRA ISADHESJONSMÅLINGER.....	80
	VEDLEGG F – SAMLET RESULTAT FOR ALLE ISADHESJONSMÅLINGER.....	92

Figurliste

FIGUR 1: BILDER AV ATMOSFÆRISK DANNET IS; A) "SOFT RIME", B) "HARD RIME", C) "GLAZE ICE" (5).....	3
FIGUR 2: FORDELING AV TYPE ATMOSFÆRISK DANNET IS SOM EN FUNKSJON AV VINDHASTIGHET OG LUFTTEMPERATUR (3)	3
FIGUR 3: ENKEL ILLUSTRASJON AV KREFTENE UTTRYKT I YOUNGS LIKNING	7
FIGUR 4: ILLUSTRASJONER AV VANNDRÅPER MED KONTAKTVINKLER LIK 90°, 95° OG 160° (16)	7
FIGUR 5: ILLUSTRASJON AV DE STATISTISKE PARAMETERNE SKJEVHET (A) OG KURTOSE (B) (18)	8
FIGUR 6: FUKTINGSREGIMER; CASSIE-BAXTER (ØVERST) OG WENZEL (NEDERST) (23)	9
FIGUR 7: OPTISK MÅLING AV DYNAMISKE KONTAKTVINKLER, NEDADGÅENDE («RECEDING») KONTAKTVINKEL TIL VENSTRE OG OPPADGÅENDE («ADVANCING») KONTAKTVINKEL TIL HØYRE (24)	10
FIGUR 8: SKISSE AV DYNAMISKE KONTAKTVINKLER, OPPADGÅENDE («ADVANCING») KONTAKTVINKEL TIL VENSTRE OG NEDADGÅENDE («RECEDING») KONTAKTVINKEL TIL HØYRE (26)	10
FIGUR 9: OVERFLATEPROFIL (A) OG AFM-BILDE (B) AV EN SPIN-COATED PRØVE BELAGT MED ZrO ₂ NANOPULVER-FLUORPOLYMER (17)	13
FIGUR 10: OVERFLATEPROFIL (A) OG AFM-BILDE (B) AV EN SPRAYET PRØVE BELAGT MED ZrO ₂ NANOPULVER-FLUORPOLYMER (17) 13	
FIGUR 11: INNFRYSINGSTID (T, I SEKUNDER) KONTRA DRÅPEVOLUM (Ω, I MIKROLITER) FOR EN GLATT KOBBERPLATE (O), EN GLATT KOBBERPLATE ETTER BEHANDLING MED FLUORTIOL (□), OG EN KOBBERPLATE MED VESENTLIG HØYERE RUHET (SUPERHYDROFOBISK KOBBER) (■). FEILFELTENE UTTRYKKER STANDARDAVVIK FOR EKSPERIMENTENE (21)	15
FIGUR 12: (A) IS PÅ EN OVERFLATE FUKTET I CASSIE-BAXTERREGIMET. PILENE VISER RUHETSTOPPER SOM PENETRERER ISEN. (B) VED GJENTATT ISING SITTER ISEN LAVERE SOM FØLGE AV AT RUHETSTOPPENE ER SKADET (32).....	17
FIGUR 13: SKJÆRSPENNING (KPA) KONTRA ANTALL SYKLUSER MED ISING/ISFJERNING. (A) ZrO ₂ NANOPULVER-FLUORPOLYMER, (B) SYREBEHANDLET ALUMINIUM MED FAS-BELEGG, (C) SYREBEHANDLET ALUMINIUM MED STEARINSYREBELEGG (32)	18
FIGUR 14: (A) BELEGGSPRØVE MED IS FESTET PÅ ROTERENDE ARM. (B) TESTINSTRUMENT MED PRØVE - 1, ROTERENDE ARM - 2, OG MOTVEKT - 3 (23)	19
FIGUR 15: (A) ISADHESJONSTEST FOR STREKKSPENNING. (B) ISADHESJONSTEST FOR SKJÆRSPENNING (12)	20
FIGUR 16: ISADHESJONSTEST MED KONISK TUPP SOM DYTTER FASTFROSSET VANNDRÅPE (34)	20
FIGUR 17: SKJEMATISK FREMSTILLING AV ISAKKUMULASJONSTEST (35)	21
FIGUR 18: CAM 200 - MÅLEINSTRUMENT FOR KONTAKTVINKLER VED UGELSTADLABORATORIET (36)	26
FIGUR 19: TESTRIGG - ØVRE OG NEDRE AKSLING	29
FIGUR 20: TESTRIGG - NEDRE AKSLING MED PRØVEHOLDER.....	29
FIGUR 21: TESTRIGG – EN BELEGGSPRØVE (BELEGG A) PRESSES MOT ISCELLA	29
FIGUR 22: TESTRIGG - ISCELLA MED O-RINGER OG TERMOELEMENT FOR TEMPERATURKONTROLL	29
FIGUR 23: TESTRIGG - ISCELLA SETT OVENFRA MED PÅFYLNINGSHULL FOR VANN	30
FIGUR 24: INSTRON KJØLEKAMMER, UMONTERT	30
FIGUR 25: TESTRIGG - PRØVEHOLDER MED TERMOELEMENT FOR TEMPERATURKONTROLL.....	30
FIGUR 26: OPPSTILLING AV TESTRIGG MED OPPMONTERT KJØLEKAMMER (38).....	31
FIGUR 27: KONTAKTVINKELMÅLINGER FØR OG ETTER ISADHESJONSTESTING.....	35
FIGUR 28: RUHETSMÅLINGER FOR ALLE BELEGG, INKLUDERT BELEGG E.....	37
FIGUR 29: RUHETSMÅLINGER FOR ALLE BELEGG EKSKLUDERT BELEGG E	38
FIGUR 30: TENDENS FOR OVERFLATERUHET VED GJENTATT ISADHESJONSTESTING	39
FIGUR 31: OVERFLATERUHET, R _a (BLÅ SØYLER), KONTRA KONTAKTVINKLER (RØDE SØYLER)	40
FIGUR 32: IAS-MÅLINGER SOM VISER GJENNOMSNIITLIG TORSJONSMOMENT FOR ALLE TOLV BELEGG. FEILFELTENE VISER STANDARDAVVIK.	41
FIGUR 33: ISADHESJONSMÅLINGER FOR BELEGGENE MED LAVEST GJENNOMSNIITLIG IAS.....	42
FIGUR 34: ISADHESJONSMÅLINGER FOR BELEGG B OG BELEGG C	42
FIGUR 35: ISADHESJONSMÅLINGER FOR BELEGG F, BELEGG G OG BELEGG H.....	43
FIGUR 36: TENDENS FOR ISADHESJONSSYRKE VED GJENTATT ISADHESJONSTESTING	44
FIGUR 37: SAMMENFATTET FREMSTILLING AV GJENNOMSNIITLIG IAS OG KONTAKTVINKLER MÅLT FØR ISADHESJONSTESTING.....	45
FIGUR 38: GJENNOMSNIITLIG IAS PLOTTET MOT BELEGGENES KONTAKTVINKLER MÅLT FØR ISADHESJONSTESTING	46

FIGUR 39: GJENNOMSNIITTLIG IAS PLOTTET MOT BELEGGENES KONTAKTVINKLER MÅLT FØR ISADHESJONSTESTING. BELEGG E ER EKSKLUDERT.	47
FIGUR 40: GJENNOMSNIITTLIG IAS PLOTTET MOT OVERFLATERUHET.....	48
FIGUR 41: PILEN VISER EN RIFT I OVERFLATEN PÅ BELEGG A	49
FIGUR 42: SYNLIGE MERKER PÅ BELEGG E ETTER SJU ISADHESJONSTESTER	50

Tabelliste

TABELL 1: TYPISKE EGENSKAPER FOR ATMOSFÆRISK DANNET IS (3)	2
TABELL 2: FORVENTET ISING AV SJØSPRØYT SOM FØLGE AV BEREGNET PPR (6)	5
TABELL 3: OVERSIKT OVER DE TOLV TESTEDE BELEGGENE.....	23
TABELL 4: MÅLEVERDIER FOR KONTAKTVINKELMÅLINGER FØR OG ETTER ISADHESJONSTESTING.....	35
TABELL 5: VERDIER FOR ARITMETISK GJENNOMSNIITTSRUHET (R_A) VED RUHETSMÅLINGER ETTER SAMTLIGE ISADHESJONSTESTER.....	36
TABELL 6: MÅLEVERDIER FOR GJENNOMSNIITTLIG IAS OG KONTAKTVINKLER FØR ISADHESJONSTESTING	45

Liste over forkortelser

Indeks	Forklaring
CA	«Contact Angle»
CAH	«Contact Angle Hysteresis»
IAS	«Ice Adhesion Strenght»
AFM	«Atomic Force Microscopy»
SLIPS	«Slippery, Liquid-Infused Porous Surfaces»
FAS	1H,1H,2H,2H-perfluorodecyl-triethoxysilane
PTFE	Polytetrafluoreten
YD	Ytre diameter
ID	Indre diameter
CAM	«Contact Angle Measurement»

Liste over definisjoner

Indeks	Forklaring
V	Vindhastighet
T_f	Frysepunkt for sjøvann
T_a	Lufttemperatur
T_w	Sjøvannstemperatur
γ_{SL}	Krefter på grenseflatene mellom overflate/væske
γ_{LV}	Krefter på grenseflatene mellom væske/luft (damp)
γ_{SV}	Krefter på grenseflatene mellom overflate/luft (damp)
θ_0	Kontaktvinkel, statisk
R_a	Aritmetisk gjennomsnittsrøhet
S_q	«Root-mean-square»-røhet
S_{sk}	Skjevhet («skewness»)
S_{ku}	Kurtose («kurtosis»)
θ_{rec}	Nedadgående («receding») kontaktvinkel, dynamisk
θ_{adv}	Oppadgående («advancing») kontaktvinkel, dynamisk
R^2	Determinanskoeffisienten ved regresjonsanalyse

1 Introduksjon

1.1 Bakgrunn

Isdannelse og akkumulasjon av is på overflater vil i mange tilfeller representere en fare for liv og materielle verdier. Dette er et kjent problem i industrier og infrastruktur som fly, kraftnett, vindturbiner, skip og telekommunikasjon, og det blir hvert år meldt om en rekke problemer forårsaket av is i land som Island, Norge, Canada, Finland, USA, Russland, Japan og Kina⁽¹⁾⁽²⁾. På samme måte vil dette gjelde olje- og gassproduksjonen, som beveger seg nordover etter hvert som drivverdige resurser påvises også der. Med lave temperaturer store deler av året vil dette medføre nye klimatiske utfordringer. Akkumulering av is på konstruksjoner kan føre til produksjonsproblemer, produksjonsstans og i verste fall mekanisk overbelastning, sammenbrudd og forlis. Dette er ikke bare en utfordring for olje- og gassnæringen, men også annen maritim virksomhet i nordområdene, som sjøtransport og fiskeri. Offshore vindkraftproduksjon vil også kunne få de samme problemene. Dersom problemene med ising kan hindres eller reduseres vil det åpne for et vesentlig potensial for økonomisk vinning. De siste tiårene har mange forskergrupper påpekt at isofobiske belegg kan være med på å løse denne problemstillingen.

1.2 Problemstilling

For å hindre eller begrense isdannelse på offshore konstruksjoner, kan man påføre belegg som isen hefter dårlig til. På den måten kan man tenke seg at isen faller av på grunn av sin egen vekt, eller at det blir enklere å fjerne den mekanisk. Nøyaktig hvilke egenskaper ved et belegg som påvirker heften til is er ikke fastslått ved nåværende forskningsfront. Ulike beleggtypen er utviklet for å begrense ising, og en sammenlikning og evaluering av disse er interessant.

1.3 Målsetning

- Gjøre litteratursøk på isofobiske belegg og sammenheng mellom fysiske og kjemiske egenskaper til beleggene og tendensen til isdannelse.
- Måle isadhesjonsstyrke på 10 - 12 ulike belegg med torsjonsmetode implementert på laboratoriet til SINTEF Anvendt mekanikk og korrosjon.
- Studere effekten av slitasje ved å gjenta isadhesjonsmålinger på samme overflate (samme område på en beleggsprøve).
- Karakterisere beleggene med hensyn på overflatespenning (hydrofil/hydrofob), ruhet og mikro-/nanostruktur for å forsøke å forklare isadhesjonsresultater.

2 Teori – Isdannelse

Is kan oppstå som følge av flere prosesser. Denne oppgaven tar for seg atmosfærisk isdannelse og isdannelse som oppstår ved sjøsprøyt.

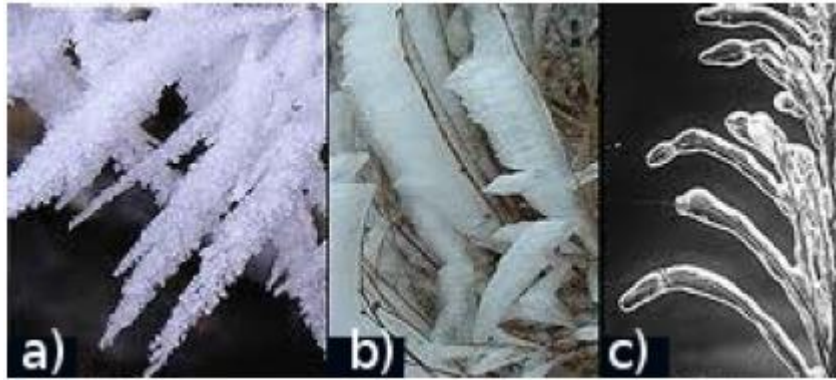
2.1 Atmosfærisk isdannelse

Akkumulering av is på menneskeskapte konstruksjoner på land omtales som atmosfærisk isdannelse. Atmosfærisk isdannelse omfatter alle former for prosesser hvor fallende eller drivende vanndråper, regn, yr eller snø i atmosfæren fester seg og fryser fast på en eksponert overflate. Standarden ISO 12494 deler isdannelse i to klassifiseringer; ising som følge av nedbør («precipitation icing»), og ising som følge av kondensasjon og avsetninger av fuktighet i lave skydekker som for eksempel tåke («in-cloud icing») ⁽³⁾. Tabell 1 viser en oversikt over typiske egenskaper for ulike typer av is dannet ved atmosfærisk isdannelse.

Tabell 1: Typiske egenskaper for atmosfærisk dannet is ⁽³⁾

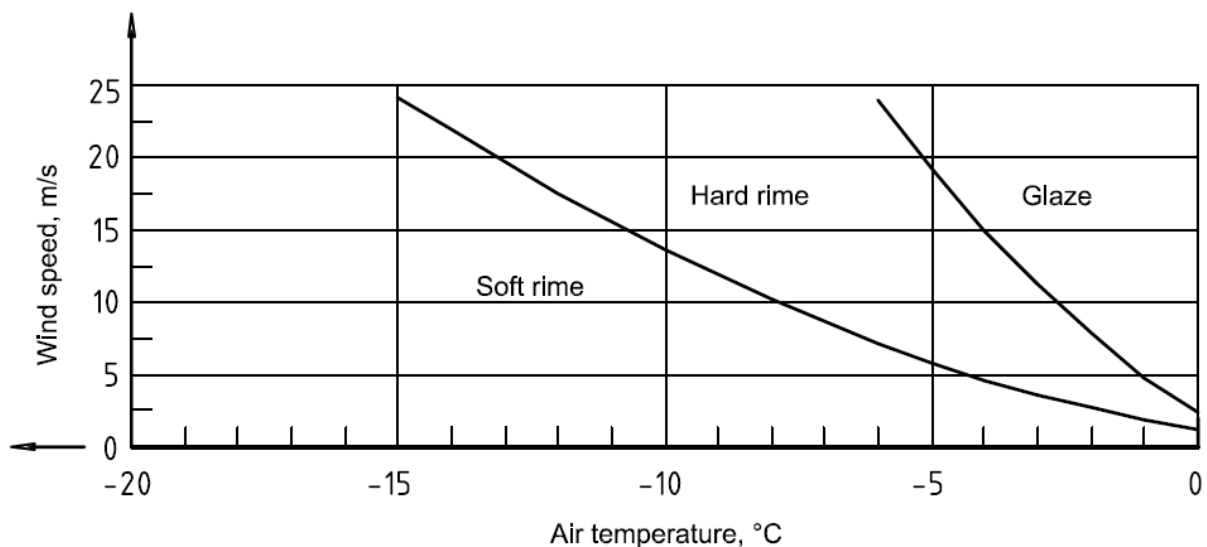
Type of ice	Density kg/m ³	Adhesion and cohesion	General appearance	
			Colour	Shape
Glaze	900	strong	transparent	evenly distributed/ icicles
Wet snow	300 to 600	weak (forming) strong (frozen)	white	evenly distributed/eccentric
Hard rime	600 to 900	strong	opaque	eccentric, pointing windward
Soft rime	200 to 600	low to medium	white	eccentric, pointing windward

Som vist i Tabell 1 kan atmosfærisk dannet is ha nokså varierende egenskaper når det kommer til tetthet og adhesjons- og kohesjonsstyrke. Hvilken istype som blir dannet vil være avhengige av mange metrologiske faktorer, der de viktigste er luftfuktighet, lufttemperatur, vindhastighet, hvor raskt vannet blir tilført den eksponerte overflaten, og størrelsesfordeling av vanndråpene. Ising som følge av nedbør («precipitation icing») vil som regel føre til «glaze ice». Dette er en svært kompakt, gjennomsiktig is med lavt innhold av luft (se Figur 1, c)). Tetthet er i følge standarden ISO 12494 omkring 900 kg/m³ ⁽³⁾. Danning av rim oppstår ved avsetning av underkjølt fuktighet på en overflate med temperatur lavere enn 0 °C, såkalt «in-cloud icing». Rim kan formes som alt i fra et tynt lag til flere meter tykke lag i ekstreme tilfeller ⁽⁴⁾. Avhengig av overnevnte metrologiske faktorer kan tetthet og utseende for atmosfærisk dannet rim variere over et bredt spekter. I ISO 12494 er ytterpunktene i dette spekteret representert ved såkalt «soft rime» (se Figur 1, a)) og «hard rime» (se Figur 1, b)), hvor tettheten varierer fra 200 til 900 kg/m³ avhengig av luftinnholdet ⁽³⁾.



Figur 1: Bilder av atmosfærisk dannet is; a) "soft rime", b) "hard rime", c) "glaze ice" ⁽⁵⁾

Når tilførselen av vanndråper til den eksponerte overflaten er lavere enn frysehastigheten vil hver dråpe fryse før neste dråpe treffer samme punkt. Dette resulterer i tørr isdannelse. Når tilførselen av vanndråper til den eksponerte overflaten derimot er høyere enn frysehastigheten, vil ikke dråpene få tid til å fryse før nye dråper tilføres overflaten. Dette resulterer i våt isdannelse. Generelt kan det sies at tørr isdannelse fører til rim, mens våt isdannelse fører til «glaze ice» ⁽³⁾. Figur 2 indikerer hvilken av de ulike omtalte istypene som vil bli dannet, som en funksjon av vindhastighet og lufttemperatur.



Figur 2: Fordeling av type atmosfærisk dannet is som en funksjon av vindhastighet og lufttemperatur ⁽³⁾

Som en del av ISO 12494 er det også angitt retningslinjer for å beregne omfang av ising, der det tas hensyn til strukturer med ulike geometriske utforminger.

2.2 Isdannelse som følge av sjøsprøyt

I forbindelse med dette prosjektet er det aktuelt å studere teorien bak akkumulasjon av is på marine konstruksjoner, forårsaket av sjøsprøyt.

Denne typen akkumulasjon av is oppstår når vanndråper blir frigjort fra havet og ført mot en overflate på for eksempel et skip eller plattform der vanndråpene fryser fast. Vanndråpene kan virvles opp av vind, eller når vannet treffer et objekt i sjøen. Grad av akkumulasjon på et fartøy er avhengig av vindhastighet, lufttemperatur, sjøvannstemperatur, bølgenes

bevegelseskarakteristikk på sjøoverflaten, samt fart og fartsretning for fartøyet ⁽⁶⁾. Vanligvis vil graden av isakkumulasjon være distribuert etter høyde over havet. Det vil si at det vil samles mest is på overflatene som er nærmest sjøoverflaten. Grunnen til dette er både at gravitasjonen vil sørge for at de største og tyngst vannråpene ikke vil nå høyt opp, i tillegg til at de minste vannråpene vil kunne fordampe ved lang tid i friluft. Samtidig vil det ikke akkumuleres noe is helt nede ved sjøoverflaten, hvor sjøvannet kontinuerlig vil skylle over overflatene og varme de opp ⁽⁷⁾. Is forårsaket av sjøsprøyt vil vanligvis inneholde salt, noe som fører til en svakere is enn ved rent ferskvann. Sjøvannet har også et lavere frysepunkt enn ferskvann, vanligvis i overkant av -2 °C . For at forholdene skal ligge til rette for ising som følge av sjøsprøyt, må følgende klimatiske faktorer inntreffe ^{(8) (9)}:

- Sjøvannstemperatur $< 6 - 7\text{ °C}$
- Lufttemperatur mindre enn frysepunkt for sjøvannet, $\leq -1,7\text{ °C}$
- Sterk vind, $\geq 9\text{ m/s}$

Akkumulasjon av is som en følge av sjøsprøyt har lenge vært en velkjent fare for skip som ferdes i arktiske og nordlige havområder. På små fartøy kan vekten av isen som dannes fort forskyve tyngdepunktet og på denne måten gjøre fartøyet ustabil. Dette har i flere tilfeller ført til forlis og utgjør sådan en alvorlig trussel. Når det gjelder delvis nedsenkbare plattformer og jack-up-rigger kan disse være spesielt sårbare dersom de heves høyt over vannflaten, ettersom større overflate blir tilgjengelig for ising og tyngdepunktet blir hevet. I tillegg til ustabilitet vil ising kunne gjøre det vanskelig eller umulig å benytte utstyr om bord på fartøyer eller plattformer. Eksempler på dette kan være viktig kommunikasjons- og navigeringsutstyr eller utstyr knyttet til fiske-, bore- eller produksjonsvirksomhet. For større båter er faren for forlis noe mindre. Grunnen til dette er at lengre skipslengde medfører at terskelen for vindhastigheter som medfører ising på skipssiden, blir større. Basert på data samlet i Beringhavet har James E. Overland utarbeidet detaljerte tabeller for terskelen for vesentlig ising på overdelen av skipsskroget ⁽⁶⁾. Dersom det antas at sjø- og lufttemperaturer ligger til rette for isdannelse (se overnevnte punkter for klimatiske faktorer), vil vindhastighetsterskelen for vesentlig isakkumulasjon for fartøy med lengde 15 meter være vindhastighet lik $5,0\text{ m/s}$. På samme måte vil terskelen for fartøy med lengde 50 meter og 100 meter være henholdsvis 10 m/s og 15 m/s . I denne modellen forutsettes det en sterk sammenheng mellom vind og bølgehøgde.

I følge Kathleen F. Jones et al. vil ising som følge av sjøsprøyt på stasjonære offshore plattformer være ulik i forhold til ising på skip ⁽⁷⁾. Når det gjelder skip vil mesteparten av sjøsprøyten bli generert av interaksjonen mellom skroget og bølgene, mens for plattformer vil sjøsprøyten i større grad være skapt av bølgene selv.

Det har av ulike forskergrupper blitt utarbeidet flere formelverk i forsøket på å kunne forutsi ising på fartøy. Det kanskje mest brukte bidraget kom gjennom James E. Overlands algoritme fra 1986 ⁽¹⁰⁾. Utviklingen av algoritmen er basert på data fra 85 isobservasjoner på fartøy innhentet i farvann ved Alaska. Alle fartøyene hadde en lengde på mellom 20 og 75 meter, og hadde i tillegg fartsretning rett mot eller rett med vinden. Algoritmen vil følgelig gi mest virkelighetsnære resultater ved bruk for et fartøy i denne størrelsesordenen. Likning 1 viser

Overlands algoritme (1986) som beregner en faktor (PPR = «predictor») for estimering av ising på fartøy, hvor PPR er avhengig av vindhastigheten V , frysepunktet for sjøvannet (som vil være avhengig av det aktuelle saltinnholdet) T_f , lufttemperaturen T_a og sjøtemperaturen T_w ⁽⁶⁾.

$$PPR = \frac{V(T_f - T_a)}{1 + 0,3(T_w - T_f)} \quad \text{(Likning 1)}$$

PPR er kalibrert ut i fra de nevnte 85 ismålingene på fartøy i farvann ved Alaska. Tabell 2 viser korrelasjonen mellom PPR og isakkumulasjon per time på fartøyet. Ettersom PPR hentyder til fartøy med visse lengder, vil også estimatet for ising per tidsenhet automatisk «arve» denne begrensningen. I følge Christa Funk har flere kilder gitt uttrykk for at estimatene må brukes med stor grad av forsiktighet ⁽⁹⁾. Dette grunngis blant annet med at Overland ikke direkte tar hensyn til vindstyrke, men heller implementerer denne gjennom bølgehøyde. Christa Funk mener at Overlands algoritme er best egnet til å forutsi høye isingsgrader, og ikke fullt så egnet når det kommer til lave isingsgrader.

Tabell 2: Forventet ising av sjøsprøyt som følge av beregnet PPR ⁽⁶⁾

PPR	< 0	0 – 22,4	22,4 – 53,3	53,3 – 83,0	> 83,0
Isingsklasse	Ingen	Lett	Moderat	Kraftig	Ekstrem
Grad av ising (cm/time)	0	< 0,7	0,7 – 2,0	2,0 – 4,0	> 4,0

3 Teori – Isadhesjon på organiske belegg

Samtidig som det har blitt aktuelt å installere konstruksjoner i områder med arktisk klima de siste tiårene, har også forskning innenfor antiisingsbelegg blitt en grein med stadig økende aktivitet. Likevel er det diskutert hvor vidt gjeldende forskning har klart å kartlegge hvilke egenskaper ved et organisk belegg som er avgjørende for å minisere vedheft til is/frost/snø. For å unngå akkumulering av is vil et organisk belegg kunne bidra med egenskaper innen to «områder»; frastøte vann og dermed eliminere muligheten for danning av is (hydrofobisk/superhydrofobisk/ultrahydrofobisk), og/eller sørge for lav adhesjon til is etter at den er dannet (isofobisk). I dette prosjektet er det fokus på sistnevnte egenskap, altså det å finne frem til belegg som gir minst mulig heft til isen etter at den dannet. Som nevnt har vitenskapen enda ikke lyktes med å komme til bunns i den fundamentale fysikken som ligger bak det komplekse fenomenet isadhesjon. Likevel er det kjent at isadhesjon hovedsakelig er sammensatt av følgende tre komponenter: kovalente eller kjemiske bindinger, Lifshitz-van der Waals-krefter, og elektrostatiske interaksjoner⁽¹¹⁾. Hvor tungt bidragene fra hver av disse vektet, vil avhenge av overflaten isen skal hefte til.

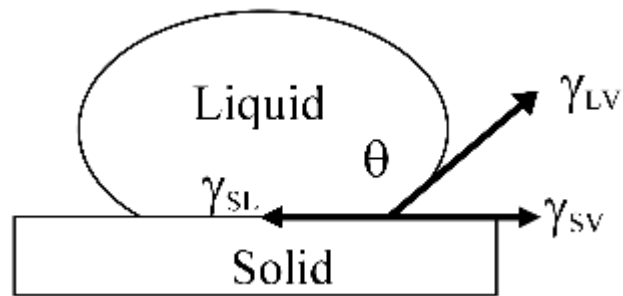
Ved å benytte denne typen antiisingsbelegg er tanken at når isen har redusert heft til underlaget skal den kunne fjerne seg selv ved påvirkning fra vind, gravitasjonskrefter, vibrasjon og andre krefter som vil virke inn i de fleste miljøer hvor slike belegg er aktuelle å benytte. I tillegg vil isen lettere la seg fjerne under påvirkning av mekanisk assistanse fra mennesker eller systemer for isfjerning⁽¹²⁾.

Fra naturens side kan vi finne eksempler på superhydrofobiske overflater på lotusblomsten. På denne plantens blader vil vanndråper ha ekstremt liten kontakt med selve bladet (superhydrofobisk), og vil renne av bladet ved svært liten helningsvinkel. Samtidig vil vannet ta med seg urenheter når det renner av⁽¹³⁾. Denne selvrensende effekten er også bakgrunnen for de største ikke-biologiske bruksområdene for superhydrofobiske overflater, der eksempler kan være billakk, fasader på bygninger og overflater i plaskesonen på maritime konstruksjoner som er utsatt for maritim groing.

3.1 Overflatespenning og kontaktvinkel

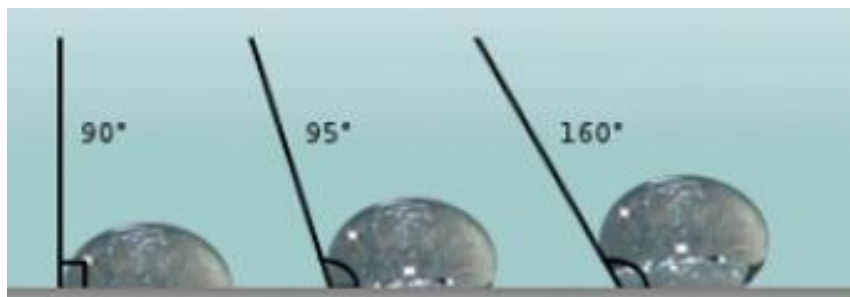
Når en væskedråpe avsettes på en overflate vil overflatespenningen sørge for at den danner en bestemt geometrisk form der det er balanse mellom adhesive og kohesive krefter. Formen på dråpen avhenger av egenskapene til væsken, overflaten dråpen hviler på, samt luften (dampen) som omgir dråpen. Disse forholdene uttrykkes gjerne som funksjonen av kreftene på grenseflatene, og beskrives gjennom Youngs likning (Likning 2)⁽¹⁴⁾ som også er illustrert i Figur 3:

$$\gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta_0 = \gamma_{SV} \quad (\text{Likning 2})$$



Figur 3: Enkel illustrasjon av kreftene uttrykt i Youngs likning

I Likning 2 representerer γ_{SL} , γ_{LV} og γ_{SV} kreftene på grenseflatene mellom henholdsvis overflaten/væsken, væsken/luften og overflaten/luften. Dette vil følgelig også være tilfelle for en vanddråpe som plasseres på en overflate belagt med et organisk belegg. Vanddråpen danner på denne måten en kontaktvinkel (θ_0 i Likning 2) med flaten. Vinkelen vil være avhengig av overflatens hydrofobe/hydrofile karakter. Ved $0^\circ \leq \theta < 90^\circ$ er overflaten definert som hydrofil, og ved $90^\circ < \theta \leq 180^\circ$ er overflaten definert som hydrofob/superhydrofob/ultrahydrofob⁽¹⁵⁾. Figur 4 viser en illustrasjon av en vanddråpes form ved utvalgte kontaktvinkler.



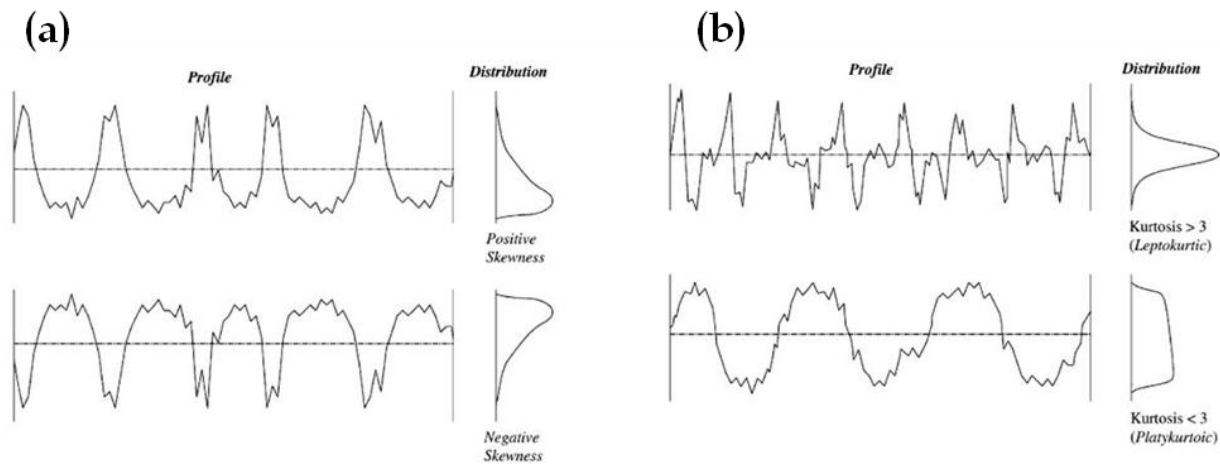
Figur 4: Illustrasjoner av vanddråper med kontaktvinkler lik 90° , 95° og 160° ⁽¹⁶⁾

Dersom vanddråpen avsettes på en hydrofob overflate vil dråpen mer eller mindre ta form som en kulekalott. Kontaktvinkelen (heretter: CA = «contact angle») som oppstår kan dermed ses på som et tallfestet mål på overflatens hydrofobe grad.

3.2 Topografi og overflatetekstur

Rent intuitivt vil mange gå ut i fra at en helt glatt overflate vil gi best egenskaper når det kommer til antiisingsbelegg. Imidlertid har det vist seg at det i visse tilfeller er sannsynlig at røe overflater med ruhetsstruktur på mikro- og nanonivå vil gi like gode eller bedre antiisingsegenskaper. Det blir gjort rede for grunnen til dette i kapittel 4 «Teori - Reduksjon av isadhesjon». Type og grad av ruhetsstruktur som er til stede på en beleggsoverflate er hovedsakelig avhengig av kjemisk sammensetning, forbehandling av underlag og påføringsmetode. Vanlige parametere for å karakterisere ruhet på organiske belegg er aritmetisk gjennomsnittsruhet (R_a) og «root-mean-square»-ruhet (RMS), i tillegg til statistiske størrelser som skjevhet og kurtose (også kjent som spissitet eller kurtosis). RMS-ruhet (S_q) gir

en effektivverdi for fordelingen av ruhetstopper og forsenkninger. Skjevhet (S_{sk}) beskriver hvorvidt overflaten domineres av ruhetstopper ($S_{sk} > 0$) eller ruhetsforsenkninger ($S_{sk} < 0$). Dette er illustrert i Figur 5 (a), der positiv skjevhet («skewness») betegner en overflate tydelig dominert av topper, mens negativ skjevhet betegner en overflate tydelig dominert av forsenkninger. Kurtose (S_{ku}) definerer ruhetstoppenes spisshet⁽¹⁷⁾. Dette er illustrert i Figur 5 (b).

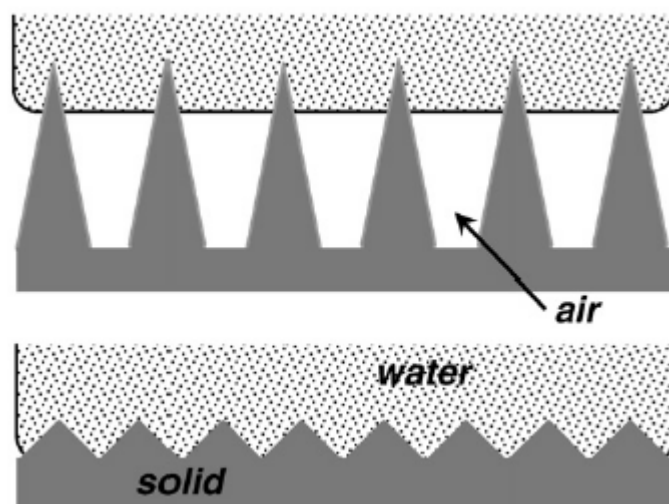


Figur 5: Illustrasjon av de statistiske parameterne skjevhet (a) og kurtose (b)⁽¹⁸⁾

3.3 Fuktingsregimer

Når en vanddråpe fukter en overflate vil kontaktvinkelen som dannes være avhengig av overflatens ruhet og topografiske karakter. Interaksjonen mellom vanddråpe og overflate kan beskrives ved hjelp av ulike fuktingsregimer. På en hydrofobisk, ru overflate er det vesentlig for fuktingen om vanddråpen er i kontakt med hele overflaten den dekker, eller om det finnes luftlommer fanget i forsenkningene mellom vanddråpen og overflaten den dekker. Grunnlaget for studie av fuktingsregimer ble tidlig etablert, med de viktigste bidragene fra Wenzel i 1936⁽¹⁹⁾ og Cassie og Baxter i 1944⁽²⁰⁾. Wenzel presenterte en likning relatert til interaksjonen mellom vanddråpe og overflate der vanddråpen er i kontakt med hele overflaten den dekker. Dette kalles det homogene fuktingsregimet. Wenzel fuktingsregime er illustrert nederst i Figur 6. På samme måte relateres Cassie-Baxter-likningen til en situasjon der vanddråpen delvis hviler på luftlommer fanget mellom ruhetstopper og – forsenkninger, samtidig som den blir penetrert av de høyeste ruhetstoppenes. I følge Tourkine et al. kan kontaktarealet mellom vann og luft være mye større enn kontaktarealet mellom vann og underlaget (10-100 ganger større)⁽²¹⁾. Cassie-Baxterregimet kalles det heterogene fuktingsregimet, komposittregimet, eller fakirregimet^{(2) (21) (22)}. Cassie-Baxter fuktingsregimet er illustrert øverst i Figur 6.

En vanddråpe kan fukte en overflate i hele spekteret av blandingsregimer mellom de to nevnte fuktingsregimene.

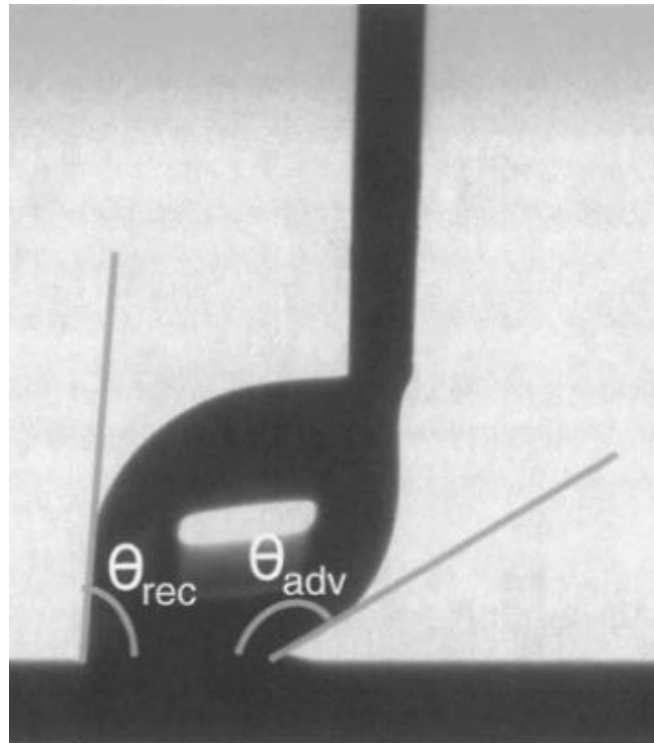


Figur 6: Fuktingsregimer; Cassie-Baxter (øverst) og Wenzel (nederst) ⁽²³⁾

Ifølge Abraham Marmur har det relativt nylig blitt vist at likningene som presenteres av Wenzel og Cassie-Baxter har den felles begrensning at de imidlertid bare kan benyttes dersom størrelsen på vandrdråpen er tilstrekkelig stor i forhold til en typisk ruhetsskala ⁽²²⁾. Videre mener Marmur at dette fører til at likningene ikke nødvendigvis gir et riktig bilde av overgangen mellom homogent og heterogent fuktingsregime ved fukting av hydrofobiske, ru overflater.

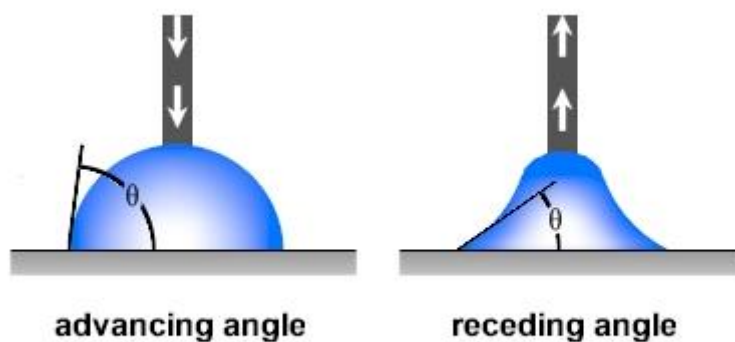
3.4 Kontaktvinkelhysterese (CAH)

Kontaktvinkelhysterese (heretter: CAH = «contact angle hysteresis») omtales som mobiliteten til en vandrdråpe. Økende CAH tilsvarer redusert mobilitet for vandrdråpen. Dette blir sett på som en sentral egenskap for antiisingsbelegg, ettersom CAH er avgjørende for om en vandrdråpe vil bli liggende på en overflate i stedet for å renne/falle av. CAH kan finnes ved måling av dynamiske kontaktvinkler. CAH defineres da som differansen mellom nedadgående («receding») kontaktvinkel, θ_{rec} , og oppadgående («advancing») kontaktvinkel, θ_{adv} ⁽²⁾. Nedadgående og oppadgående kontaktvinkler kan finnes ved at en dråpe på tilnærmet 5 μL blir avsatt på en overflateprøve med en tynn nål. Deretter brukes et datastyrt system for å forflytte overflateprøven sideveis i en retning mens nålen holdes i ro ⁽²⁴⁾. Slik Figur 7 viser vil nedadgående og oppadgående kontaktvinkler kunne måles optisk i øyeblikket før vandrdråpen når sitt maksimale dynamiske punkt uten å forandre kontaktflate med underlaget.



Figur 7: Optisk måling av dynamiske kontaktvinkler, nedadgående («receding») kontaktvinkel til venstre og oppadgående («advancing») kontaktvinkel til høyre ⁽²⁴⁾

Nedadgående og oppadgående kontaktvinkler kan alternativt finnes ved såkalt «dynamic sessile drop method» ⁽²⁵⁾. Denne metoden baserer seg på å endre dråpevolumet maksimalt uten at kontaktarealet mellom vandråpen og overflaten forandres. Minimalt volum og maksimalt volum gir henholdsvis nedadgående og oppadgående kontaktvinkel. Figur 8 viser en skisse av θ_{rec} og θ_{adv} når en vandråpe er avsatt på en overflate, og dråpevolumet blir endret dynamisk ved hjelp av «dynamic sessile drop method».



Figur 8: Skisse av dynamiske kontaktvinkler, oppadgående («advancing») kontaktvinkel til venstre og nedadgående («receding») kontaktvinkel til høyre ⁽²⁶⁾

Organiske belegg blir vanligvis betegnet som superhydrofobiske dersom de dynamiske kontaktvinklene, θ_{rec} og θ_{adv} , er store ($> 150^\circ$) og CAH er liten ($< 10^\circ$) ^{(15) (27)}.

En overflate fuktet i Wenzel fuktingsregimet vil gi høyere CAH enn en overflate fuktet i Cassie-Baxter fuktingsregimet. Grunnen til dette er at den trefasede kontaktlinjen mellom vannet, underlaget og luften vil «adoptere» høyenergibarrierene som finnes mellom de metastabile tilstandene. Ettersom fukting i Wenzelregimet fører til en vesentlig større kontaktlinje mellom de tre fasene, vil energibarrierene som holder dråpen på plass være større. Følgelig vil dette føre til høyere CAH⁽²⁸⁾. En dråpe på en overflate med lav CAH-verdi vil derfor raskt begynne å bevege seg på overflaten ved for eksempel en svak helningsvinkel eller en svak ekstern kraft som vind. I litteraturen betegnes ofte denne egenskapen for en overflate med «roll-off angle», altså minimum helningsvinkel for at dråpen skal renne av.

4 Teori - Reduksjon av isadhesjon

Innenfor miljøer for isadhesjonsforskning har vannets evne til å fukte den aktuelle overflaten lenge vært sett på som den mest vesentlige faktoren for adhesjonsstyrken til isen som oppstår når vannet fryser fast på overflaten ⁽²⁾. Den tradisjonelle oppfatningen har vært at bruk av såkalte superhydrofobiske belegg vil medføre lavere isadhesjonsstyrke (heretter: IAS = «ice adhesion strength») og minst grunnlag for akkumulering av is.

4.1 Kontaktvinkel og isadhesjon

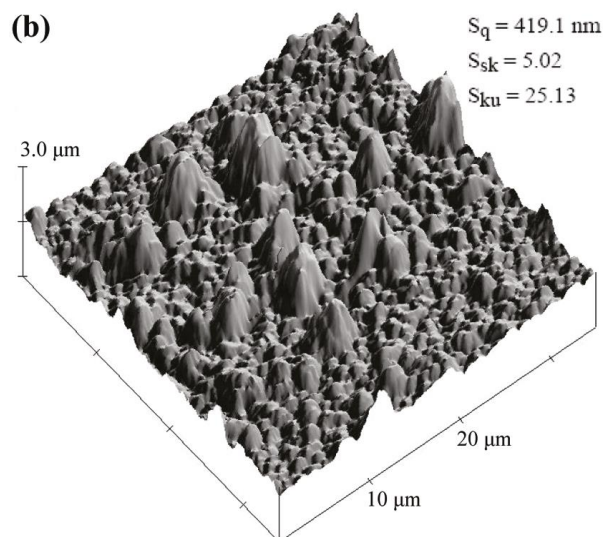
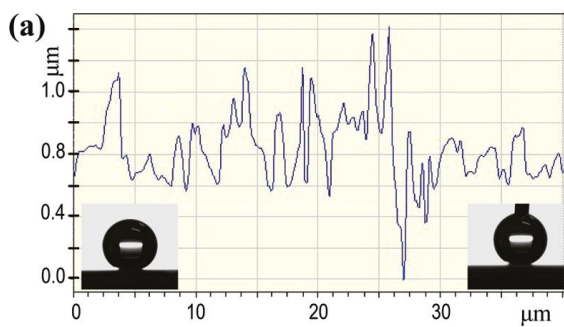
Tidligere har flere forskergrupper rapportert om god korrelasjon mellom vannets kontaktvinkel (CA) og målt IAS. Eksempel på dette er rapporter av Victor F. Petrenko et al. (2003) og H. Saito et al. (1997) hvor det blir beskrevet hvordan IAS reduseres ved økende statisk CA på en ru, superhydrofob overflate ⁽²⁹⁾ ⁽³⁰⁾. Imidlertid har ikke all forskning innenfor temaet som er gjennomført de siste tiårene kunnet bekrefte grunnlaget for denne oppfatningen fullt ut. Ifølge Adam J. Meuler et. al har andre forskergrupper funnet store avvik i relasjonen mellom CA og IAS ⁽²⁾. Selv om tendensen i de ulike testresultatene fra forskergruppene ofte er den samme, nemlig at IAS reduseres med økende CA, så er graden av reduksjon ofte vesentlig forskjellig for sammenlignbare belegg. Ifølge Adam J. Meuler et. al har rapportert IAS vist seg å variere med opptil en faktor lik 10 for belegg der CA har vært tilnærmet de samme ⁽²⁾. I rapporten foreslås det at denne differansen kan være forårsaket av at ett enkelt, antatt statisk ekvilibrium av kontaktvinkler, er brukt som kvantitativt mål på vannets fukting av overflaten.

I 2009 la Kulinich og Farzaneh frem et arbeid der det vises at en god korrelasjon mellom CA og IAS kun kan bevises for røe, hydrofobiske overflater med lav CAH. Dette støtter opp for at det ikke kan generaliseres at høy CA automatisk gir lav IAS, slik det tidligere har vært «tradisjon» for i forskningsmiljøet ⁽¹⁷⁾.

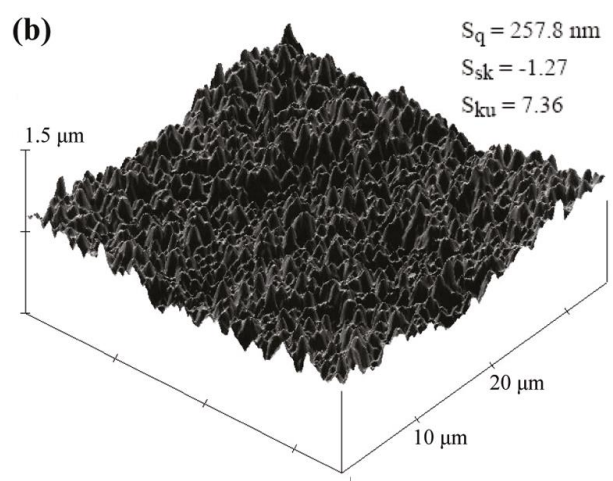
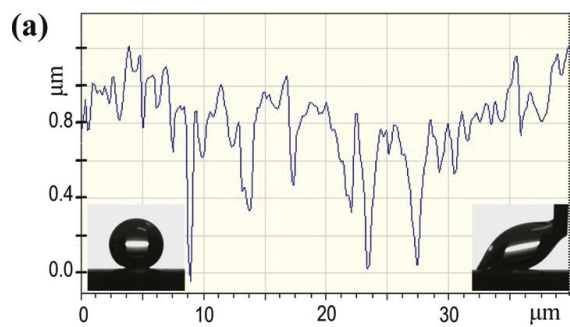
4.2 Kontaktvinkelhysterese og isadhesjon

I senere tid har mye av moderne isadhesjonsforskning beveget seg fra hovedsakelig å se på CA, til å konsentrere seg mer om sammenhengen mellom IAS og CAH. Kulinich og Farzaneh har lagt frem resultater som viser god korrelasjon mellom IAS og CAH ⁽¹⁷⁾. I forsøkene som gir grunnlaget for denne rapporten ble det foretatt isadhesjonsmålinger på to beleggsprøver av samme generiske type - begge belagt med ZrO₂ nanopulver-fluorpolymer. Imidlertid var prøvene belagt med ulike mengder ZrO₂, og ved hjelp av to ulike metoder påføringsmetoder. På denne måten oppnådde prøvene ulik overflatetekstur og ruhet, og dermed også ulik CA og CAH. Figur 9 og Figur 10 viser overflateprofil (a) og et «Atomic Force Microscopy»-bilde (AFM) (b) av henholdsvis en «spin-coated» (en produksjonsmetode der belegget blir påført underlaget mens det roterer ved høy fart) prøve og en sprayet prøve. Ut i fra figurene kan det sies at den spin-coatede prøven har større ruhet (høyere RMS-ruhet, S_q) og har topper som er spissere (høyere kurtosis, S_{ku}) og mer spredt enn den sprayede prøven. Den sprayede prøven er dominert av ruhetsforsenkninger (skjevhet, S_{sk} < 0) og preges av lavere topper som er mer uniformt distribuert enn hva som er tilfelle for den spin-coatede prøven. Ved måling av CA og

CAH viste begge prøvene høye CA-verdier ($> 150^\circ$), mens CAH var lav for den spin-coatede prøven og høy for den sprayede prøven (illustrasjoner av CAH er vist som små bilder innfelt i Figur 9 og Figur 10). Som et resultat av dette ble det forventet at en vanddråpe av et gitt volum på den spin-coatede prøven ville fukte overflaten i Cassie-Baxterregimet, mens en lik vanddråpe ble forventet å fukte overflaten på den sprayede prøven i et blandet regime (Cassie-Baxter og Wenzel). Dermed oppnår vannet et større kontaktareal med overflaten på den sprayede prøven, kontra en lik vanddråpe på overflaten av den spin-coatede prøven. Når vanddråpen blir nedkjølt og fryser til is vil egenskapene til fuktingsregimet før frysing bli videreført til kontaktarealet mellom is og underlag. Ettersom vanddråpen på den spin-coatede prøven fukter overflaten i Cassie-Baxterregimet vil isen på denne ha et mindre kontaktareal med underlaget enn isen på den sprayede prøven, hvor tilfellet er fukting i blandingsregime. IAS på organiske belegg avhenger sterkt av kontaktarealet mellom is og underlag. Dette er i følge Kulinich og Farzaneh velkjent, og kan i tillegg sies å være intuitivt. Kulinich og Farzaneh kunne ved hjelp av overnevnte forskning observere god korrelasjon mellom lav IAS og lav CAH, noe de relaterer til differansen i kontaktareal mellom is og underlag⁽¹⁷⁾.



Figur 9: Overflateprofil (a) og AFM-bilde (b) av en spin-coated prøve belagt med ZrO_2 nanopulver-fluorpolymer⁽¹⁷⁾



Figur 10: Overflateprofil (a) og AFM-bilde (b) av en sprayet prøve belagt med ZrO_2 nanopulver-fluorpolymer⁽¹⁷⁾

Adam J. Meuler et al. utførte i år 2010 et arbeid med å måle IAS på bart stål og 21 ulike organiske belegg⁽²⁾. Ut i fra resultatene fra dette mente forskergruppen at maksimering av den nedadgående vinkelen, θ_{rec} , vil minisere IAS. De mener dessuten at IAS kan forutsies ved å måle θ_{rec} og benytte formelverk utarbeidet i rapporten. På denne måten kan beleggets isofobiske grad forutsies kun ved å måle θ_{rec} for vanndråper. I følge Meuler et al. vil bruk av nåtidens kjente materialer med glatte overflater medføre at maksimal nedadgående kontaktvinkel ligger på opp mot 120°. Videre reduksjon av IAS vil i følge Meuler et al. sannsynligvis måtte basere seg på manipulasjon av overflatetekstur. Dette kan være tekstur på mikro – og nanonivå som har som hensikt å sørge for at vanndråper som treffer overflaten fryser fast mens de fukter overflaten i Cassie-Baxterregimet.

Det er godt samsvar mellom de to arbeidene som det er referert til i dette delkapittelet. Ved maksimering av den nedadgående vinkelen, θ_{rec} , (slik Meuler et al. foreslår) vil verdien for CAH nødvendigvis bli lavere. Dette følger direkte av at CAH er definert som differansen mellom nedadgående og oppadgående kontaktvinkel. Både Kulinich og Farzaneh og Meuler et al. rapporterer med andre ord god korrelasjon mellom lav CAH og lav IAS.

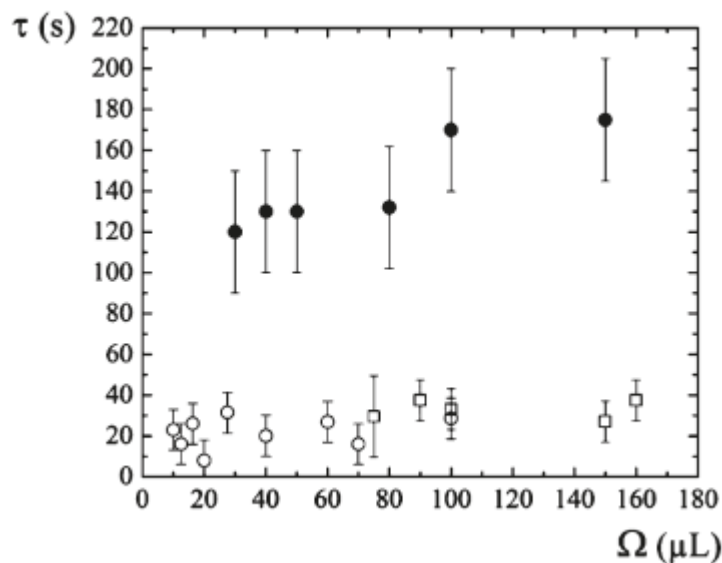
4.3 Nanostruktur

For å oppnå fukting i Cassie-Baxterregimet vil det være avgjørende at ruhetsstrukturen er i stand til å fange luft i lommer under vannet. Bruk av belegg med passende ruhetsstruktur helt ned på nanonivå vil trolig også legge til rette for dette. Flere kilder rapporterer lovende resultater for antiisbelegg som også har nanostruktur, og går langt i å insinuere at dette i nærmeste fremtid vil bli den viktigste grenen innen antiisingsbelegg^{(17) (27) (31)}.

Bruk av nanostrukturerte overflater åpner for innovative og hittil ukjente prinsipp for å redusere heft til is. Kim et al. ved Harvard University og University of Puerto Rico rapporterte i 2012 om såkalte SLIPS («slippery, liquid-infused porous surfaces»)⁽³¹⁾. Konseptet baserer seg på å sette mikro- og nanostrukturen inn med en smørende væske. Denne væsken har som oppgave å minimere CAH. Kim et al. påpeker at den viktigste grunnen til høy CAH er at vanndråpene hefter seg fast i defekter/inhomogeniteter i den eksponerte overflaten. Ved SLIPS vil væsken sørge for en smørende film, slik at overflaten fremstår som fri for denne typen defekter. Underlaget med nanostruktur sørger for å stabilisere væsken, og fungerer som struktur for å holde på væsken. Dette resulterer i følge Kim et al. i en overflate der kondenserende vann har minimal kontakt med underliggende defekter i overflaten, noe som fører til svært liten CAH. Vannet vil dermed renne av overflaten ved svært små helningsvinkler. I et forsøk med SLIPS-belegg basert på aluminium hevder Kim et al. å oppnå CAH lik $2^\circ \pm 1^\circ$, samtidig som de måler CAH på ubehandlet aluminium til $41^\circ \pm 4^\circ$. I sin artikkel foreslår Kim et al. også en metode for produksjon av SLIPS. I forhold til tradisjonell produksjon av belegg fremstår denne som avansert og krevende med en rekke produksjonstrinn, og involverer også kostbare materialer.

4.4 Forsinket innfrysning

I 2009 rapporterte Piotr Tourkine og hans medarbeidere hvordan prosessen med innfrysing av vanndråper kan forsinkes ved bruk av røe, superhydrofobiske overflater ⁽²¹⁾. Som nevnt i delkapittel 4.2 «Kontaktvinkelhysterese og isadhesjon» vil fukting av røe, superhydrofobiske overflater domineres av Cassie-Baxterregimet som fører til et partielt mellomlag av luft mellom vannet og underlaget. Luftlaget vil fungere termisk isolerende og redusere varmeoverføring gjennom store deler av arealet mellom en vanndråpe og underlaget. Ved å utnytte disse egenskapene mener Tourkine og resten av forskergruppen at tiden det tar fra en vanndråpe treffer en nedkjølt overflate, til vanndråpen fryser fast til overflaten, kan forlenges betraktelig. Dette ble vist ved å måle innfrysingstid som en funksjon av dråpevolum, på tre ulike kobberprøver. Figur 11 viser innfrysingstid for en glatt kobberplate (merket med O), en glatt kobberplate etter behandling med fluortiol (merket med □), og en kobberplate med vesentlig høyere ruhet (superhydrofobisk kobber) (merket med ■). Under eksperimentene ble temperaturen senket fra 25 °C til -8 °C. Ut i fra figuren kan det observeres at kobberplaten med vesentlig høyere ruhet gir betraktelig lengre innfrysingstid for vannet, kontra de to andre kobberplatene. Denne trenden viser seg også å være konsekvent, altså uavhengig av dråpevolumet. Dersom en vanndråpes innfrysingstid forlenges, vil det være større sannsynlighet for at vanndråpen renner/faller av den aktuelle overflaten før den rekker å fryse fast. Dette kan igjen hindre eller redusere akkumulering av is på overflaten.



Figur 11: Innfrysingstid (τ , i sekunder) kontra dråpevolum (Ω , i mikroliter) for en glatt kobberplate (O), en glatt kobberplate etter behandling med fluortiol (\square), og en kobberplate med vesentlig høyere ruhet (superhydrofobisk kobber) (\blacksquare). Feilfeltene uttrykker standardavvik for eksperimentene ⁽²¹⁾

4.5 Begrensninger ved vannekspnering

I forbindelse med reduksjon av IAS må det også tas hensyn til at miljøet hvor isingen vil foregå, vil kunne påvirke et beleggs hydrofobiske egenskaper. I enkelte tilfeller kan et belegg kun sørge for fukting i Cassie-Baxterregimet dersom vanndråpene er tilstrekkelig små. Dette er på grunn av fordeling, form og størrelse på ruhetstopper. Når vanndråper treffer en overflate og holdes på plass i et system av ruhetstopper, styres dette av samspill mellom

gravitasjonskraft, eksterne trykkrefter, samt krefter fra overflaten. Dersom vanndråpene er for store kan de kollapse inn i ruhetsstrukturen på overflaten og fortrenge luftflommer, slik at fuktingsregimet forandres og beleggets vannavisende egenskaper forringes midlertidig. Det samme kan skje dersom vanndråper treffer overflaten med stor fart/høyt trykk⁽³²⁾.

4.6 Begrensninger ved fuktig miljø

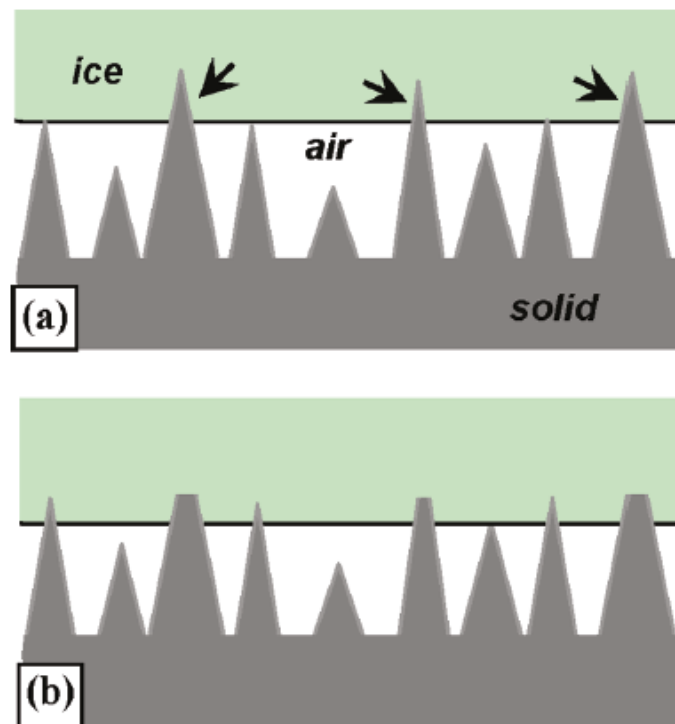
Selv om enkelte forskergrupper opplever at rue, superhydrofobiske belegg i stor grad reduserer IAS i forhold til kjente alternativ, er andre mer kritiske til nytteverdien når det settes lys på begrensningene som bruk av beleggene medfører. Det vil her bli presentert fire rapporter fra ulike forskergrupper som deler denne kritiske oppfatningen.

- Kim et al. går i sin rapport så langt som å påstå at rue, superhydrofobiske belegg i flere tilfeller vil gi høyere IAS enn glatte belegg av ikke-superhydrofobisk karakter⁽³¹⁾. Dette grunnlegges med kondensasjon i ruhetsstrukturen som fører til stor økning i kontaktareal mellom is og underlag. I tillegg vil stort overflateareal (pga. ruhet) også kunne føre til økt frost- og isdannelse ved kondensasjon i fuktig atmosfære. I følge Kim et al. vil frost og is enkelt kunne bygge seg opp ved selv moderate isingsforhold (som ved < -5 °C og > 50 % relativ luftfuktighet). Forskergruppen mener på grunn av dette at dagens kjente løsninger med bruk av superhydrofobiske belegg har en lang vei å gå før de kan kalles isofobiske. De stiller seg midlertidig bak forskning som viser at rue, superhydrofobiske overflater fremviser gode prestasjoner som isofobiske belegg ved tørre og kalde forhold (til og med ved så lavt som -25 °C eller -30 °C).
- Effekten av kondenseringen ved fuktig atmosfære kommer også tydelig til syne gjennom redusert CA ved nedkjøling. Yang et al. har vist dette ved forsøk hvor vanndråper plassert på superhydrofobiske fluorpolymerprøver har blitt kjølt ned fra 20 °C til -8 °C ved høy luftfuktighet (85 ± 5 %)⁽¹²⁾. For prøven med høyest superhydrofobisk grad, ble CA redusert fra $152.8^\circ \pm 2.8^\circ$ to $111.9^\circ \pm 4.5^\circ$. Forskningsgruppen kunne også vise at det var god korrelasjon mellom IAS og reduksjon i CA for de aktuelle fluorpolymerprøvene.
- I en annen rapport legger Wier og McCarthy frem resultater som viser hvordan kondenserende vann kan øke CAH på det de kaller «ultrahydrofobiske» overflater⁽²⁸⁾. I denne rapporten hentyder dette til overflater med hydrofobiske staver av silisium som stikker 40 µm ut fra overflaten. Wier og McCarthy forklarer økningen i CAH med at vann kondenserer både på toppen av stavene og mellom stavene. Wier og McCarthy forklarer også hvordan et ekstremt glatt belegg med lav eller ingen CAH kan være et bedre alternativ til antiisingsbelegg ved fuktig atmosfære. Dette er som følge av belegget ikke vil oppleve økning i CAH selv om overflaten delvis er fuktet av vannkondensat før en vanndråpe legger seg på den.
- Kulinich et al. diskuterer også hvordan et glatt belegg vil prestere bedre som antiisingsbelegg ved eksponering for fuktig atmosfære eller vanndråper med stor fart⁽³²⁾. I tillegg skriver Kulinich et al. at en vanndråpe på en superhydrofobisk overflate med ruhetsstruktur på både mikro- og nanonivå, i større grad vil opprettholde sine fuktningsegenskaper enn hva som har vist seg å være tilfelle på en overflate med ruhetsstruktur på kun mikronivå.

Alle de fire refererte rapportene gir samsvarende forklaringer på hvorfor røe, superhydrofobiske belegg kan få vesentlige reduserte egenskaper som antiisingsbelegg ved fuktig atmosfære. Når en dråpe treffer overflaten, «smelter» denne sammen med det kondenserte vannet og danner en vesentlig lengre trefaset kontaktlinje (se delkapittel 3.4). Vanndråpen hviler ikke lenger i like stor grad på ruhetstopper og luftlommer, men trenger seg også ned mellom ruhetstoppene. Dette vil si at dråpens fukting av overflaten gjennomgår en transformasjon fra Cassie-Baxterregimet til Wenzelregimet. Fukting i blandings- eller Wenzelregimet på røe overflater gir høyere CAH, ettersom dråpene holdes på plass av større energibarrierer. Som forklart i delkapittel 3.4 er økende CAH forbundet med økende IAS.

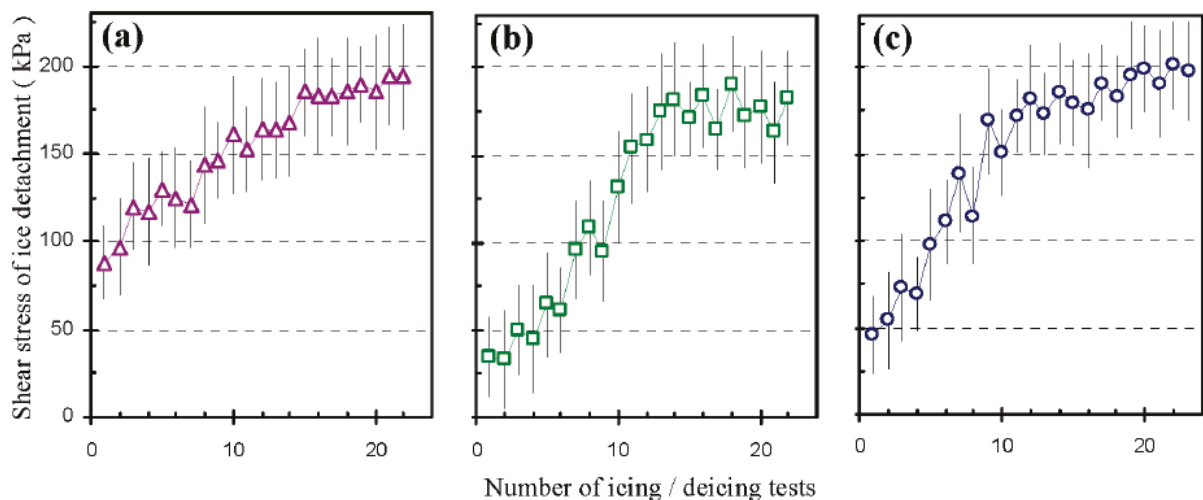
4.7 Gjentatte sykluser med ising/fjerning av is

Når organiske belegg kan fremvise superhydrofobiske egenskaper har dette som regel bakgrunn i at overflaten har ruhetsstruktur på mikro- og nanonivå. Det vil si at mye av ruhetsstrukturen er svært sårbar for ekstern påvirkning fra mekaniske krefter som kan skade ruhetstopper. Dette kan også være et problem når fastfrosset is blir fjernet fra overflaten. Dersom en vanndråpe fukter overflaten i Cassie-Baxterregimet vil mange av de høyeste og spisseste ruhetstoppene penetrere vanndråpen. Når vanndråpen så fryser til is vil disse ruhetstoppene henge fast i isen. Ved fjerning av isen (være seg ved hjelp av naturkrefter, menneskelig assistanse eller mekaniske isfjerningssystem) vil flere av ruhetstoppene knekke under belastningen og bli fjernet sammen med isen. Dette vil gjenta seg med minkende grad ved påfølgende sykluser med ising/isfjerning, og resulterer i en overflate med lavere/mindre spisse ruhetstopper. I noen tilfeller vil det faktisk at vann utvider seg når det fryser til is, være nok til at ruhetstoppene knekker. Som Figur 12 viser vil dette føre til at isen etter hvert legger seg lavere ned mot overflaten og oppnår et større kontaktareal med underlaget.



Figur 12: (a) Is på en overflate fuktet i Cassie-Baxterregimet. Pilene viser ruhetstopper som penetrerer isen. (b) Ved gjentatt ising sitter isen lavere som følge av at ruhetstoppene er skadet ⁽³²⁾

Som det fremkommer under delkapittel 4.2 «Kontaktvinkelhysterese og isadhesjon», vil større kontaktareal mellom is og underlag resultere i høyere IAS. Kulinich et al. har foretatt eksperimenter for å tallfeste denne økningen på tre utvalgte superhydrofobiske overflater⁽³²⁾. Forskergruppen gjennomførte repeterende isadhesjonstester på beleggene. Figur 13 viser målt skjærspenning ved isens løsriving fra underlaget. Ved første isadhesjonstest ble skjærspenningen for IAS målt til 40 - 80 kPa. Etter 24 sykluser med ising/isfjerning hadde skjærspenningen for IAS steget til 180 - 200 kPa. I følge Kulinich et al. er dette verdier for IAS som er sammenlignbare med en glatt fluorpolymeroverflate. Med bakgrunn i resultatene slår Kulinich et al. fast at beleggenes antiisingsegenskaper gradvis forringes i takt med antall sykluser med is/isfjerning, og at IAS dermed vil øke med korresponderende forløp.



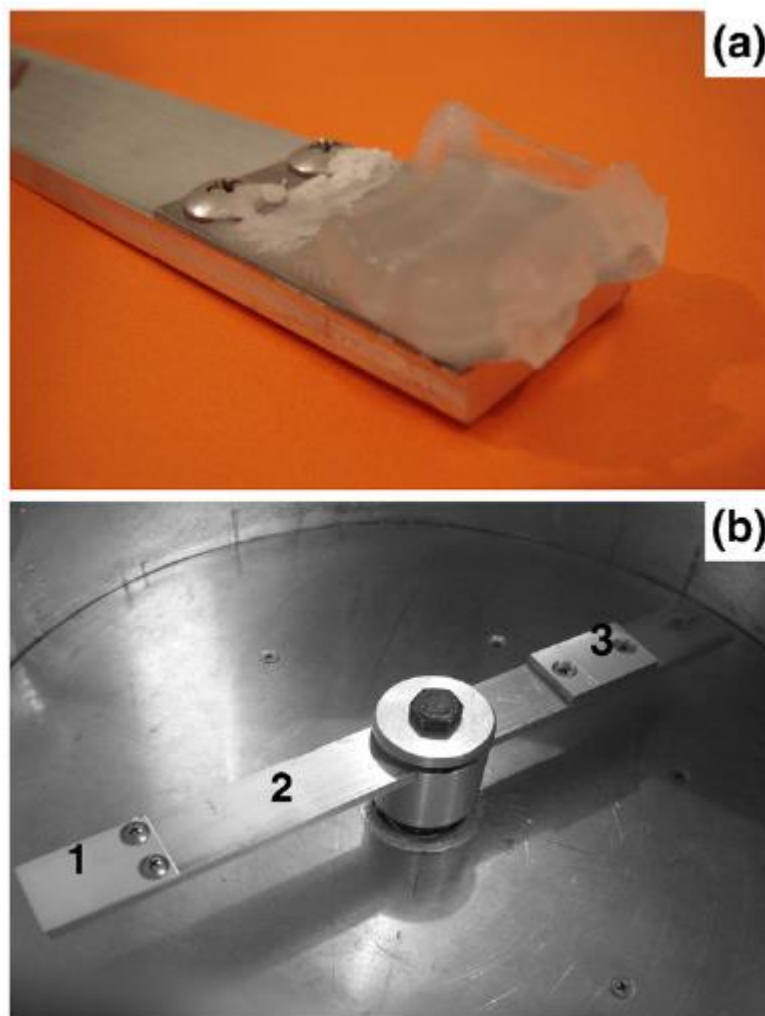
Figur 13: Skjærspenning (kPa) kontra antall sykluser med ising/isfjerning. (a) ZrO_2 nanopulver-fluorpolymer, (b) syrebehandlet aluminium med FAS-belegg, (c) syrebehandlet aluminium med stearinsyrebelegg⁽³²⁾

For å unngå at et belegg mister sin funksjon etter kort tids eksponering i ismiljø, må det skapes en balanse mellom mekaniske egenskaper og antiisingsegenskaper. Belegg som er basert på myke substanser som silikon og andre polymerer vil være utsatt for slitasje og skader ved sammenstøt med andre gjenstander, noe som kan skape rifter i belegget. Dersom dette skjer vil IAS ofte øke som en følge av større kontaktareal mellom belegg og is. Samtidig er det også utviklet enkelte PTFE-belegg som har vist å kunne gjennomgå en rekke sykluser med ising/isfjerning uten å vise tegn til forringelse. Med tanke på bruk på høyspenningsstrømkabler, studerte Menini et al. i 2010 gjentatt isadhesjonstesting på oksidert aluminium med PTFE-belegg⁽³³⁾. I denne sammenhengen er mekanisk slitestyrke en viktig egenskap ettersom strømkablene vil oppleve sammenstøt ved vind og så videre. Ifølge forskerne selv var dette et PTFE-belegg med ekstremt god heft, lagt på et underlag av Al_2O_3 som var produsert ved hjelp av anodisering i en fosforsyre-elektrolytt, med påfølgende etsebehandling for å øke ruheten. Beleggene viste seg å redusere isadhesjon med en faktor på 2,5 i forhold til kjente belegg som Teflon®. Etter over ti sykluser med ising/isfjerning viste beleggene i følge Menini et al. visuelle tegn på at de var blitt glattere (reduert ruhet) ettersom de fremsto som blankere. IAS ble likevel fortsatt målt til tilnærmet samme verdi. Forskergruppen konkluderte med at den gjentatte isadhesjonstesting ikke påvirket beleggenes antiisingsegenskaper.

5 Teori - Testmetoder for isadhesjon

For å måle IAS på et belegg kan det benyttes en rekke ulike metoder. IAS kan måles som skjærspenning, normal strekkspenning eller vridningsmoment. I dette kapitlet blir det gjort rede for noen av metodene som er brukt de siste ti årene.

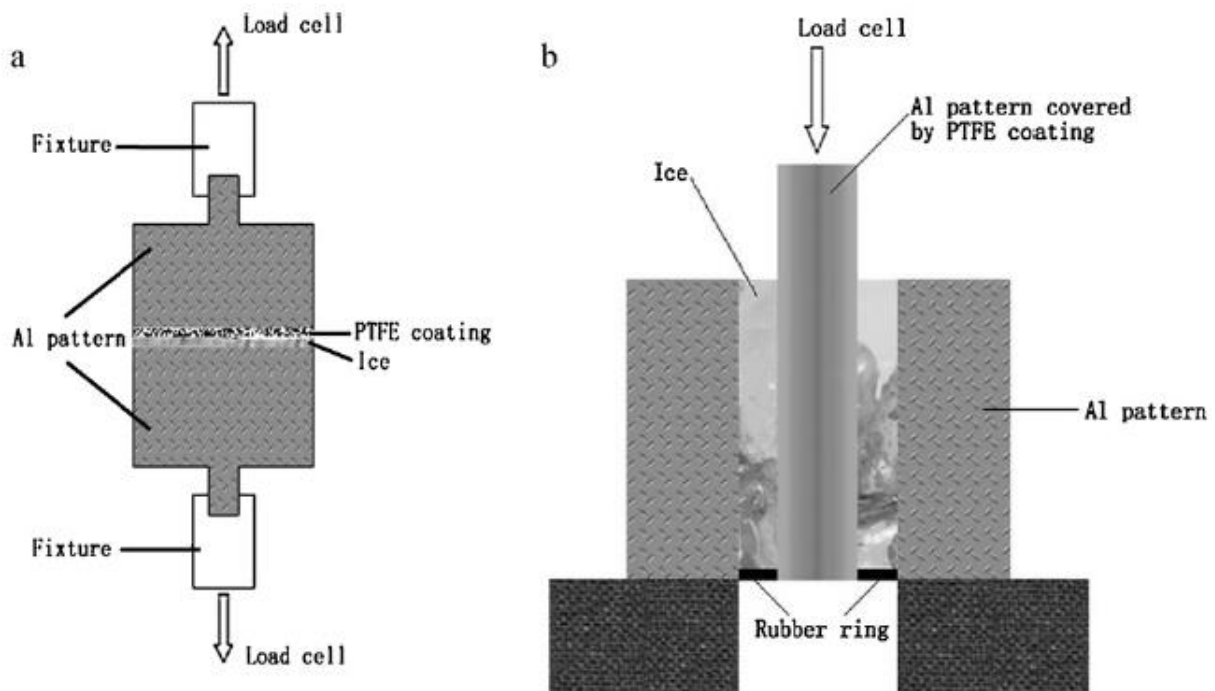
Kulinich og Farzaneh har gjennomført isadhesjonstesting ved hjelp av en selvbygget sentrifugeinnretning hvor isen henger fast ytterst på en roterende arm (se Figur 14)⁽²³⁾. Apparatet blir plassert i et nedkjølt rom, og isen blir påført ved hjelp av vannspray i en vindtunnel. IAS finnes ved å anta at IAS er lik sentrifugalkraften i det øyeblikket hvor isen løsner fra den roterende armen.



Figur 14: (a) Beleggsprøve med is festet på roterende arm. (b) Testinstrument med prøve - 1, roterende arm - 2, og motvekt - 3⁽²³⁾

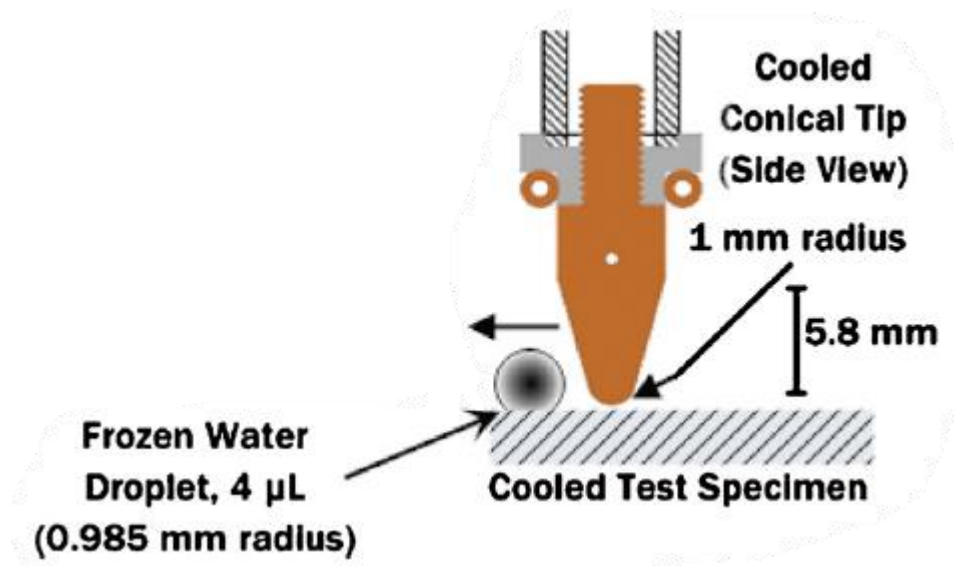
Yang et al. har benyttet en Instron 3366 universell laboratoriemaskin for å måle både strekk- og skjærspenning⁽¹²⁾. Strekkspenning (se Figur 15 (a)) blir målt ved at et mellomrom mellom to flater blir fylt med vann og kjølt ned. Den nedre flaten er bar aluminium som isen skal hefte godt til, mens den øvre flaten er testflaten som er belagt med belegget det skal måles IAS for. IAS måles når flatene blir tvunget bort fra hverandre og isen til slutt løsner fra

prøveflaten. Skjærspenning (se Figur 15 (b)) måles ved at vann fyses ned rundt en sylinder, for så å rotere denne til isen løsner. Sylindren er belagt med belegget det skal måles IAS for.



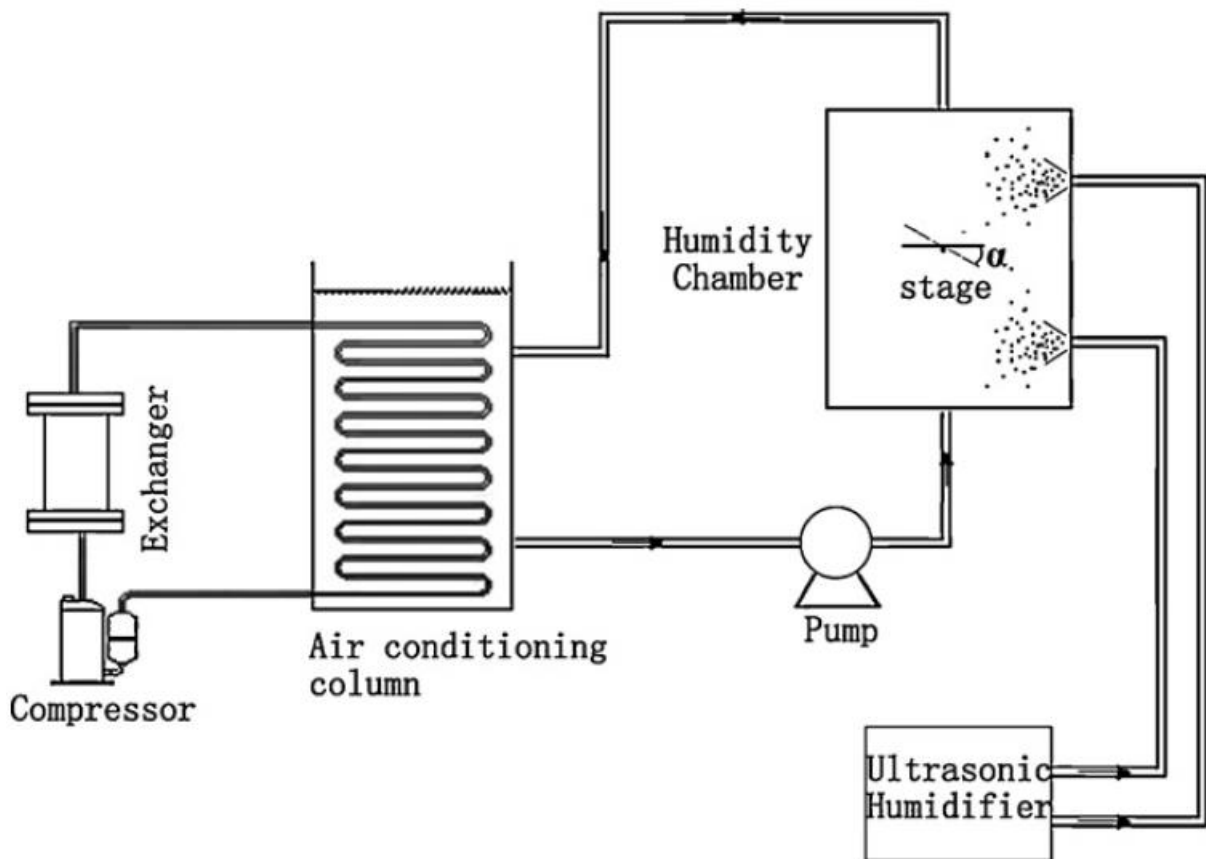
Figur 15: (a) Isadhesjonstest for strekkspenning. (b) Isadhesjonstest for skjærspenning ⁽¹²⁾

Zou et al. har brukt et apparat for isadhesjonstesting som måler IAS på et område tilsvarende en enkelt vanddråpe av en bestemt størrelse ⁽³⁴⁾. Som Figur 16 illustrerer benytter apparatet en konisk metalltupp for å dytte på en fastfrosset vanddråpe, og måler på denne måten skjærspenningen i det isen løsner fra overflaten på belegget som skal testes.



Figur 16: Isadhesjonstest med konisk tupp som dytter fastfrosset vanddråpe ⁽³⁴⁾

I flere sammenhenger kan det også være interessant å studere akkumulasjon av is på belegg. Yin et al. har målt isakkumulasjon ved ulike helningsvinkler for et bestemt superhydrofobisk belegg⁽³⁵⁾. Til dette benyttet forskergruppen et system hvor beleggsprøven plasseres i et kaldt kammer. Prøven blir deretter utsatt for vannspray med underkjølte vanndråper i en bestemt størrelse (mikronivå) over en bestemt tidsperiode. Etter endt testprogram kan isakkumulasjon måles på beleggsprøven. Figur 17 viser en skjematisk fremstilling av oppsettet Yin et al. har brukt for denne type måling.



Figur 17: Skjematisk fremstilling av isakkumulasjonstest⁽³⁵⁾

6 Eksperimentelt

Som en vesentlig del av denne masteroppgaven er det utført gjentatte isadhesjonsmålinger på prøver av ulike organiske belegg. Det praktiske arbeidet rundt og med disse målingene har tatt nærmere 170 arbeidstimer å utføre, og inngår med det som en vesentlig del av arbeidsmengden for denne oppgaven. Målingene ble gjennomført over en periode på fem uker. Forsøkene er utført både i samarbeid med og på oppdrag fra SINTEF Kjemi og materialer, hvor Statoil ASA står som overordnet oppdragsgiver. Det har gjennom kontaktperson i Statoil blitt mottatt tolv ulike beleggsprøver fra fire internasjonale leverandører.

6.1 Presentasjon av beleggene

Det har blitt foretatt isadhesjonsmålinger på samtlige tolv mottatte belegg. Utvalget spenner i fra kommersielle belegg som er i ustrakt bruk i dag, til rent eksperimentelle belegg hvor produsenten ennå ikke har utført særlig testing. Dette betyr også at det for en del av beleggene finnes både tekniske datablad og dokumentasjon av erfaringer fra praktisk bruk, mens andre belegg preges av konfidensialitet fra produsentenes side. Mangel på opplysninger umuliggjør en fullstendig oversikt over informasjon om beleggene, som generisk type og påføringsmetoder. Fokuset med dette arbeidet har heller ikke vært rettet mot formulering av beleggene, men i større grad effekt av fysikalske egenskaper til beleggoverflaten på isadhesjon. Tabell 3 presenterer sentrale innhentede opplysninger om de tolv testede beleggene, der data er hentet fra datablad og personlig kommunikasjon med leverandører. For å ivareta oppdragsgivers og leverandørers interesser er alle beleggene gjennom hele denne rapporten anonymisert. For de kommersielle beleggene inneholder Tabell 3 også anbefalt/typisk filmtykkelse. Som en del av undersøkelser før isadhesjonstesting ble det målt filmtykkelse på mottatte prøver. Disse er presentert i siste kolonne i Tabell 3. Ettersom flere av beleggene inngår som sistestrøk i et malingsystem bestående av ulike belegg, vil målingene vise tykkelsesverdier for hele malingsystemet. Det vil derfor ikke være umiddelbart samsvar mellom verdiene i kolonnene for anbefalt/typisk filmtykkelse og faktisk målt filmtykkelse. Den oppgitte målte filmtykkelsen i siste kolonne er et gjennomsnitt av minst ti målinger per belegg.

Bilder av alle tolv beleggsprøvene kan for øvrig studeres i «Vedlegg A – Bilder av testede belegg».

Tabell 3: Oversikt over de tolv testede beleggene

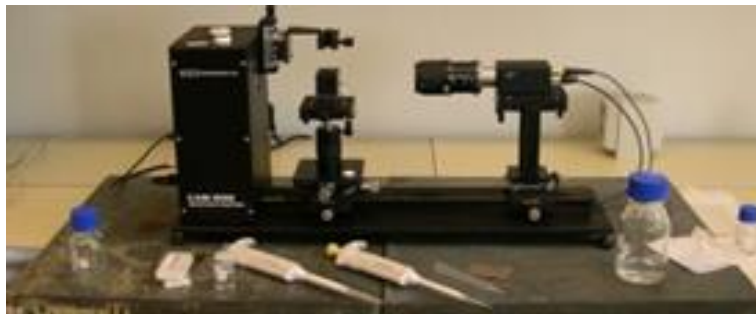
Belegg	Gradering	Generisk type	Bruksområder	Påføringsmetode for beleggsprøve	Utseende på beleggsprøve	Anbefalt/typisk tørrfilmtykkelse for ett strøk [µm]	Målt tørrfilmtykkelse for belegget/komplett malingsystem [µm]
Belegg A	Kommersielt	3-komponents silikoneelastomer begroingshindrende maling, sistestrøk.	Som sistestrøk i begroingshindrende malingsystem.	Høytrykks-sprøyting	Rødt, blankt	150	316
Belegg B	Kommersielt	2-komponent polysiloksan toppstrøk.	Toppstrøk over epokssystem for å oppnå holdbarhet i aggressive atmosfæriske miljø.	Høytrykks-sprøyting	Hvitt	75	303
Belegg C	Eksperimentelt	Modifikasjon av Belegg B. 2-komponents polysiloksan toppstrøk.			Hvitt, store partikler		316
Belegg D	Kommersielt	2-komponents polysiloksan begroingshemmende skipsmaling med høy ripe- og slitestand.	Begroingshemmende maling i dokk og vedlikehold av undervannsarealer. Som sistestrøk på antikorrosive primere som begroingshemmende belegg med robuste mekaniske egenskaper.	Høytrykks-sprøyting	Rødt, blankt	100	331

Belegg E	Kommersielt	Teksturert overflate med nanostruktur.	<ul style="list-style-type: none"> - Antiisingsformål ved vanneksporing ved lav fart og lavt trykk. - Anti-fuktingsformål, holde utstyr tørt. - Antikorrosjonsformål 	Sprayet	Nesten gjennomsiktig, med et svakt matt, grålig slør.	38	50
Belegg F	Kommersielt	2-komponents akrylisk polysiloksan, toppstrøk.	Stålkonstruksjoner som sportsstadia, bruer, boreplattformer til sjøs, FPSO skip, tankfarmer, kjemiske og petrokjemiske anlegg, cellulose- og papirfabrikker og kraftindustrien, samt generelle industrielle og kommersielle stålverk der det er fokus på utseende.	Høytrykks-sprøyting	Hvitt, blankt	50 - 75	307
Belegg G	Ekspérimentelt				Hvitt, blankt		353
Belegg H	Ekspérimentelt				Hvitt, blankt		366
Belegg I	Kommersielt	2-komponents polysiloksan.	Beskyttelsesformål og i marine miljø.	Luftløs høytrykks-sprøyting	Hvitt, blankt	75 - 175	272
Belegg J	Kommersielt	2-komponents abrasjonsresistant epoksybelegg.	Designet for skipsskrog (under vannlinjen) på isgående fartøy og isbrytere.	Luftløs høytrykks-sprøyting	Lysegrått, blankt	400 - 500	1001

Belegg K	Kommersielt	2-komponents abrasjonsresistant epoksybelegg.	Designet for skipsskrog (under vannlinjen) på isgående fartøy og isbrytere.	Luftløs høytrykks- sprøyting	Lysegrått, blankt	400 - 500	550
Belegg L	Ekspérimentelt				Mørkegrått		517

6.2 Måling av kontaktvinkler

For å karakterisere de tolv beleggsprøvene etter hydrofobisk grad har det blitt gjennomført kontaktvinkelmålinger for vann på samtlige prøver. Slike målinger har blitt gjort før isadhesjonsmålinger på beleggene startet, samt etter at det var gjennomført 5-7 isadhesjonsmålinger på beleggene. Etter overensstemmelse med oppdragsgiver ble det avgjort at målingene skulle utføres av personalet på Ugelstadlaboratoriet ved NTNU i Trondheim. Målingene blir her gjort ved hjelp av et CAM 200 – «Optical Surface Tension/Contact Angle Meter» (KSV Instruments Ltd., Finland) utstyrt med høyhastighetskamera⁽³⁶⁾. Figur 18 viser et bilde av instrumentet. Instrumentet er kapabelt til å måle både statiske og dynamiske kontaktvinkler. I dette prosjektet er det likevel valgt og kun måle statiske kontaktvinkler, ettersom personalet ved Ugelstadlaboratoriet ikke har tilstrekkelig erfaring med måling av dynamiske kontaktvinkler. I forkant av CA-målingene ble alle prøvene vasket med etanol for å fjerne eventuelle urenheter som kan stamme fra emballasje, transport og lignende. Målingene ble foretatt i et rom ved normal luftfuktighet for laboratorieforhold, og temperatur ved ~24 °C.



Figur 18: CAM 200 - måleinstrument for kontaktvinkler ved Ugelstadlaboratoriet⁽³⁶⁾

Måleprosedyre: Det må først etterstrebtes at overflaten på beleggsprøven ligger helt horisontalt. Dette gjøres ved å plassere prøven på en flate på instrumentet hvor små skruer kan justeres inntil horisontal posisjon oppnås. Deretter dryppes det en vanddråpe (5 μ L) på overflaten fra en tynn nål. En lampe gir tilstrekkelig lys, slik at høyhastighetskameraet nå kan ta bilder av vanddråpen. Ut i fra denne optiske informasjonen lager dataverktøyet et datasett med en venstre og en høyre kontaktvinkel for opp i mot 40 bilder av vanddråpen. For å sikre korrekte resultater ble denne måleprosedyren gjentatt 3-6 ganger per beleggsprøve.

6.3 Overflatetekstur/ruhetsmåling

Et sentralt delmål for dette prosjektet er å studere effekten av slitasje på belegg ved gjentatt påføring og fjerning av is. Belegg som er tiltenkt brukt som antiisingsbelegg vil i løpet av sin levetid gjennomgå et stort antall sykluser med ising/isfjerning. Påkjenningsene vil selvsagt variere stort etter bruksmønster, men en viss grad av slitasje vil forekomme ved de fleste praktiske brukssituasjoner. Ved å måle ruhetsstrukturen for beleggene før, underveis og etter isadhesjonstesting vil dette gi en pekepinn på de testede beleggenes robusthet (eller mangel på sådan).

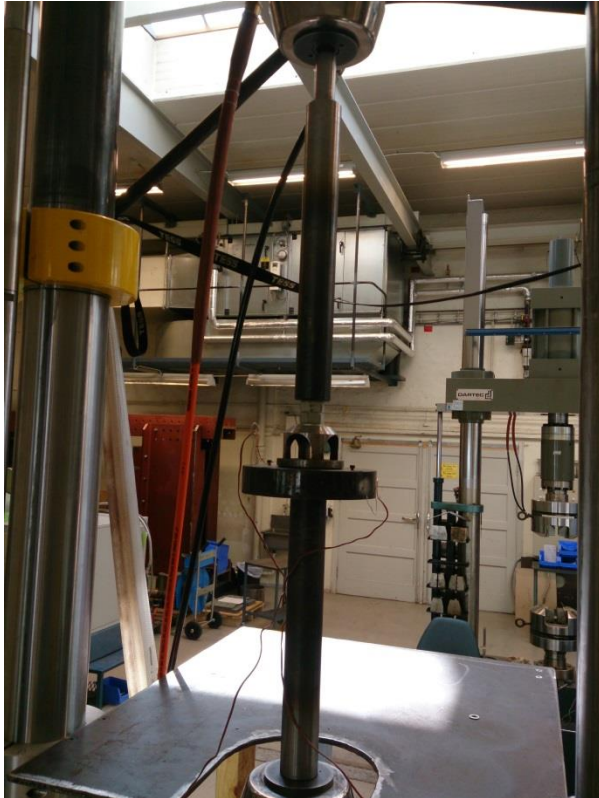
Tidlig i prosjektfasen ble det besluttet å studere overflatetekstur og overflatetopografi på beleggprøvene ved hjelp av et konfokalt, optisk 3D-mikroskop (Alicona, Østerrike) tilgjengelig på SINTEFs lab ved NTNU i Trondheim⁽³⁷⁾. 3D-mikroskopet bruker lysrefleksjon for å lage 3D-bilder av overflatene. Ut i fra disse bildene kan det så hentes data om ruhet og andre overflateparametere. Som det fremkommer i Tabell 3 er de fleste av de testede beleggene blanke (meget reflekterende). I tillegg er flere av beleggene hvite. Dette førte til at 3D-mikroskopet fikk problemer med å ta bilder som kunne brukes til undersøkelser. Det ble på dette tidspunkt vurdert å sende prøvene til SINTEF i Oslo for undersøkelser ved bruk av såkalt «White light interferometry» (eller Wyco). Instrumentet som benytter denne metoden vil klare å ta gode bilder til tross for utfordrende forhold vedrørende farge og refleksjon på belegget. Bruk av Wyco ble likevel vurdert som uaktuelt ettersom sending av beleggprøver frem og tilbake ville bli lite praktisk. Dessuten ville det ved bruk av Wyco kun blitt mulig å foreta et fåtall målinger per prøve. Videre ble det derfor besluttet å benytte en langt enklere metode for å måle ruhet – ved hjelp av et profilometer med diamantnål (Mitutoyo Corporation, Japan). Hver måling ble av profilometeret tatt over en distanse på beleggsoverflaten lik 0,8 mm ganger 5. Dette tilfredsstillende standarden JIS2001 som er en standard for måling av overflateruhet. Med denne lite tidkrevende metoden har det latt seg gjøre å måle ruheten på samtlige beleggprøver etter hver eneste isadhesjonstest, noe som også har blitt gjennomført.

6.4 Testriggeren

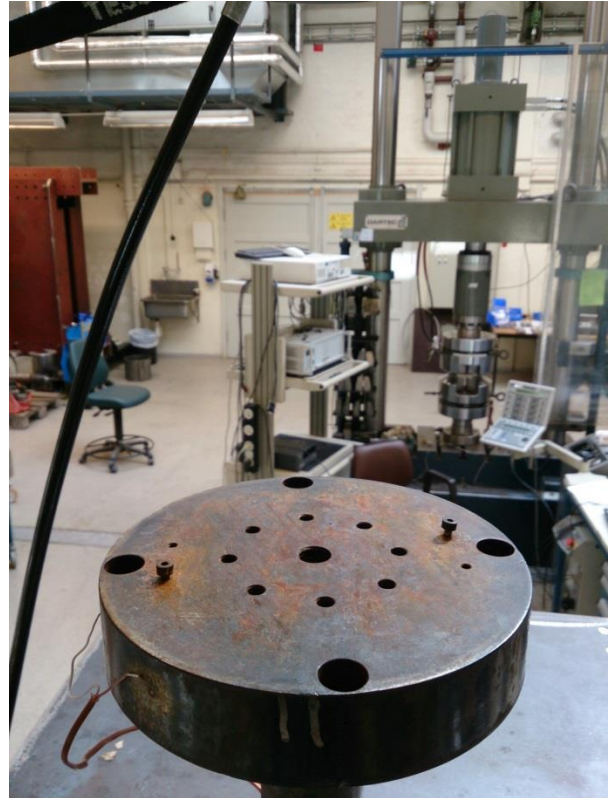
For å måle isens heft til de aktuelle beleggene har det i dette prosjektet blitt benyttet en testmetode som måler IAS som vridningsmoment. I regi av laboratorieingeniører ved SINTEF Anvendt mekanikk og korrosjon har det blitt sammenstilt en testrigg i deres lokaler ved NTNU i Trondheim. Hovedkomponentene til riggen har tidligere vært i bruk til samme type isadhesjonstesting, men den gangen med et litt annet motiv. I 2009 brukte Aws Yonis Faisal riggen da han studerte degresjon av korrosjonsbeskyttende belegg ved arktiske forhold⁽³⁸⁾.

Testriggeren tar utgangspunkt i en Instron 8800 kombinert torsjons- og strekk/kompresjonsmaskin som sørger for last i tre dimensjoner. Maskinen består enkelt forklart av to vertikale akslinger, slik Figur 19 viser. Beleggprøven med is befinner seg i midten, hvor akslingene møtes. Den nedre akslingen holder beleggprøven (se Figur 20) og kan beveges opp og ned i vertikalretning og sørger på denne måten for last i vertikalretning. Samtidig kan den nedre akslingen også rotere om sin egen akse og dermed påføre torsjonsmoment. Den øvre akslingen holder innretningen (iscella) som presses mot beleggprøven (se Figur 21), hvor det fylles på vann som siden fryser til is på overflaten av beleggprøven. Beleggprøven blir presset mot iscella med en bestemt aksiallast, slik at to O-ringer (se Figur 22) vil danne et avgrenset område for vannet på overflaten. Dimensjoner for O-ringene: indre O-ring; YD = 86 mm og ID = 80 mm, ytre O-ring; YD = 50 mm og ID = 44 mm. Videre fylles det på med vann gjennom påfyllingshullene på toppen av iscella (se Figur 23). De to akslingene møtes i midten av et Instron kjølekammer med vifte (se Figur 24) som ved hjelp av tilførsel av flytende nitrogen sørger for nedkjøling. Ved nedkjølingen sørger iscella med O-ringene for at vannet fryser fast som en sirkulær isskive på overflaten av

beleggsprøven. Når det er tid for isadhesjonstesting holdes den øvre akslingen med iscella helt stasjonær mens den nedre akslingen med beleggsprøven roterer, slik at en lastcelle i toppen av testtriggen kontinuerlig måler det påførte torsjonsmomentet. Ettersom både begge akslingene, prøveholderen og iscella befinner seg inne i kjølekammeret, vil all masse som er i kontakt med beleggsprøven holde samme temperatur ved isadhesjonstesting. Figur 22 viser også sveisepunkter for termoelementer for temperaturkontroll på iscella. På samme måte er det også sveiset på termoelementer for temperaturkontroll på prøveholderen, se Figur 25. Prøveholderen har vesentlig større masse enn iscella, og vil derfor oppleve større forsinkelse når temperaturen forandres i kjølekammeret. Temperaturkontroll over alle legemer som er i kontakt med isen og beleggsprøven sikrer riktig kondensjonering av isen, og like forhold under alle isadhesjonstestene. Figur 26 viser den helhetlige oppstillingen av hele testtriggen med oppmontert kjølekammer (dette bildet er hentet fra Faisals isadhesjonstesting i 2009 ⁽³⁸⁾).



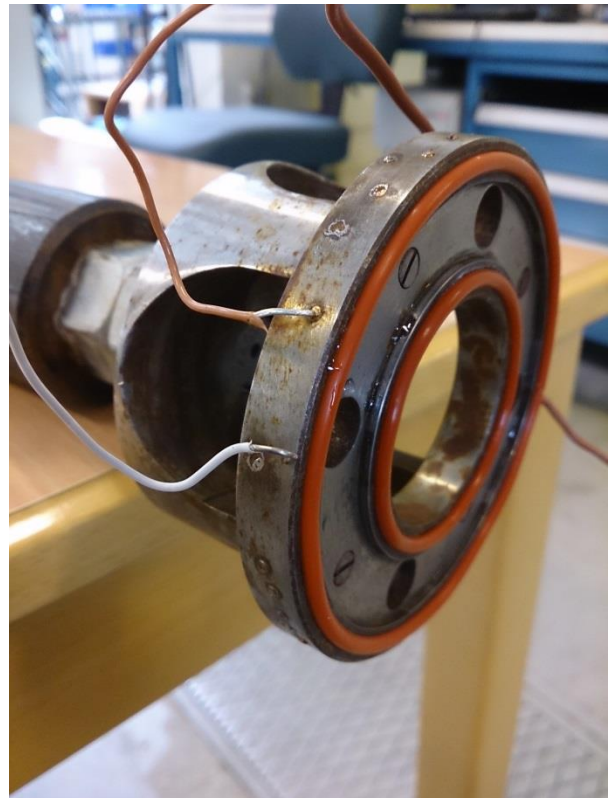
Figur 19: Testrigg - Øvre og nedre aksling



Figur 20: Testrigg - Nedre aksling med prøveholder



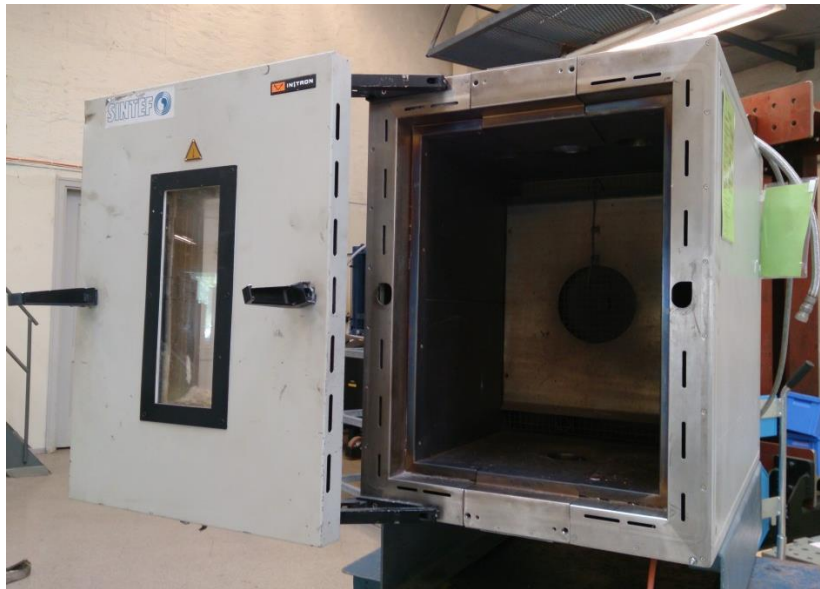
Figur 21: Testrigg – En beleggspørve (Belegg A) presses mot iscella



Figur 22: Testrigg - Iscella med O-ringer og termoelement for temperaturkontroll



Figur 23: Testrigg - Iscella sett ovenfra med påfyllingshull for vann



Figur 24: Instron kjølekammer, umontert



Figur 25: Testrigg - Prøveholder med termoelement for temperaturkontroll



Figur 26: Oppstilling av testrigg med oppmontert kjølekammer ⁽³⁸⁾

6.5 Forberedelser

De mottatte beleggsprøvene kom i to ulike størrelsesformat: 120 x 150 mm og 110 x 110 mm. For å få beleggsprøvene til å passe inn i systemet som holder prøvene fast, var det på enkelte av prøvene nødvendig å file ut små hakk i kantene. Dette påvirker på ingen måte belegget. På flere av prøvene var det også nødvendig å slipe vekk overflødig maling på en del av baksiden for å få prøvene til å ligge horisontalt i prøveholderen. Det å få prøveoverflaten mest mulig horisontal er essensielt for at O-ringene skal klare å tette mot beleggsprøven. Sliping ble utført med en standard båndslipemaskin tilgjengelig på SINTEFs laboratorium/verksted. Etter sliping ble prøvene grundig spylt under springvann, før de ble skylt med destillert vann og lagt til tørk. Under hele forberedelsesprosessen ble det enten benyttet hansker, eller utvist konsekvent aktsomhet for ikke å berøre testoverflaten med bar hud, ettersom dette kan etterlate uønskede fettrester.

6.6 Eksperimentell prosedyre

Beleggsprøven ble lagt på prøveholderen, sentrert og skrudd fast i horisontal posisjon med to små skruer. Skruene var plassert slik at de tok opp kreftene og hindret at prøven flyttet seg når torsjonsmoment ble påført. Den nedre akslingen med prøven ble deretter sakte hevet opp inntil kontakt med iscella. Det ble deretter satt på en konstant aksiallast lik 0,4 kN. Videre ble destillert vann fylt på gjennom påfyllingshullene, inntil vannet nådde opp til toppen av iscella. Kjølekammeret ble deretter lukket og satt på nedkjøling (tilførsel av nitrogen). Etter ønske fra oppdragsgiver skulle isadhesjonstestene utføres ved $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$. Denne temperaturen har grunnlag

i klimatiske forhold for det tiltenkte bruksområdet for beleggene. Etter at temperaturen i kjølekammeret hadde nådd predefinert temperatur lik -18 °C ble isen kondisjonert. Basert på tidligere erfaringer med denne type testing (Faisal, 2009⁽³⁸⁾) var det forhånd bestemt å kondisjonere isen i 30 minutter ved -18 °C før måling av IAS. Da predefinert kondisjoneringstid var overstått ble det foretatt måling av IAS ved å starte rotasjon av den nederste akslingen. Rotasjonshastigheten var konstant lik $0,1\text{ grader/sekund}$. For logging av resultatene ble det benyttet programvare med navn Fluke NetDAQ Logger. Dette var satt opp til å registrere aksialkraft i vertikalretning (kN), iscellas posisjon i vertikalretning (mm), iscellas posisjon i horisontalplanet (grader) og påført torsjonsmoment (Nm). Programmet registrerte ti datasett per sekund. Et eksempel for produsert loggedata for en isadhesjonsmåling er vist i «Vedlegg B – Loggedata». Etter måling ble prøven og isen fjernet fra kjølekammeret, før hele prosedyren ble gjentatt med en ny beleggsprøve. Ved kontinuerlig testkjøring lå tidsbruken per isadhesjonstest på noe i underkant av en time.

Også under hele eksperimentfasen ble beleggsprøvene enten håndtert med hansker, eller det ble utvist konsekvent aktsomhet for ikke å berøre testoverflaten med bar hud.

6.7 utfordringer/problemer underveis

Som tidligere nevnt har testtriggen og dens hovedkomponenter tidligere vært brukt til lignende eksperimenter. Til tross for dette bød sammenstillingen raskt på utfordringer da det viste seg at enkelte gjengede overganger manglet, og det følgelig måtte maskineres nye. Videre var det i oppstartsfasen problemer med å få iscella til å sitte tilstrekkelig fast. Dette førte til at den roterte ved påført torsjonsmoment. Problemet avslørte seg ved at logging av torsjonsmoment ikke viste noen «peak-verdi», og at det oppsto brudd i isen når beleggsprøven ble fjernet fra testtriggen. Etter at problemet var løst førte testene alltid til komplett adhesivt brudd mellom isskiven og beleggsprøven.

En kort periode (2 - 3 dager) var testtriggen ute av stand som følge av at en hydraulikkobling knakk. Hendelsen var sannsynligvis et resultat av utmattingsbrudd i hydraulikknippelen, og situasjonen løste seg ved montering av ny hydraulikknippel.

Under et fåtall av isadhesjonstestene unnlot O-ringene å tette tilstrekkelig mot overflaten av beleggsprøven, slik at vann lekket ut og ble liggende utenfor det tiltenkte sirkulære måleområdet på prøven. Ved slike hendelser ble nedkjølingen stoppet og måling av IAS ikke gjennomført. Isadhesjonsmålinger gjort under slike forhold vil ikke være sammenlignbare med normale målinger ettersom kontaktarealet mellom is og underlag vil være vesentlig større. Tetningsproblemet kunne sannsynligvis vært utbedret ved å øke aksiallasten ved IAS-målinger på problematiske prøver. Større aksiallast ville nødvendigvis også ha påført større friksjonskraft mellom O-ringer og prøvebelegget. For å sikre like forhold under alle målinger ble aksiallasten holdt ved samme verdi under alle målinger.

Etter gjennomføring av 76 vellykkede isadhesjonsmålinger ble O-ringene av silikon utsatt for utilsiktet stor aksiallast, slik at de sprakk opp og ble ubrukelige. Det ble gjort et forsøkt på å skaffe nye O-ringer av silikon, men når disse ankom viste det seg at leverandøren ikke hadde

hatt mulighet til å levere riktige dimensjoner. I mangel på O-ringer av korrekt type ble det først forsøkt med gummiringer, og deretter med hjemmelagde silikonringer som var limt sammen av silikon i metervare. Ingen av disse O-ringene var imidlertid i stand til å tette i tilfredsstillende grad mot beleggprøvene.

Samtidig som fremgangen i prosjektet var hindret av problematikken med O-ringer, sviktet også hydraulikkaggregatet som leverer trykk til sylindrene som driver den nedre akslingen i testtriggen opp og ned. Ettersom den predefinerte tidsrammen for gjennomføring av isadhesjonsmålingene nærmet seg, ble det på dette tidspunkt besluttet å avslutte målingene.

7 Resultat

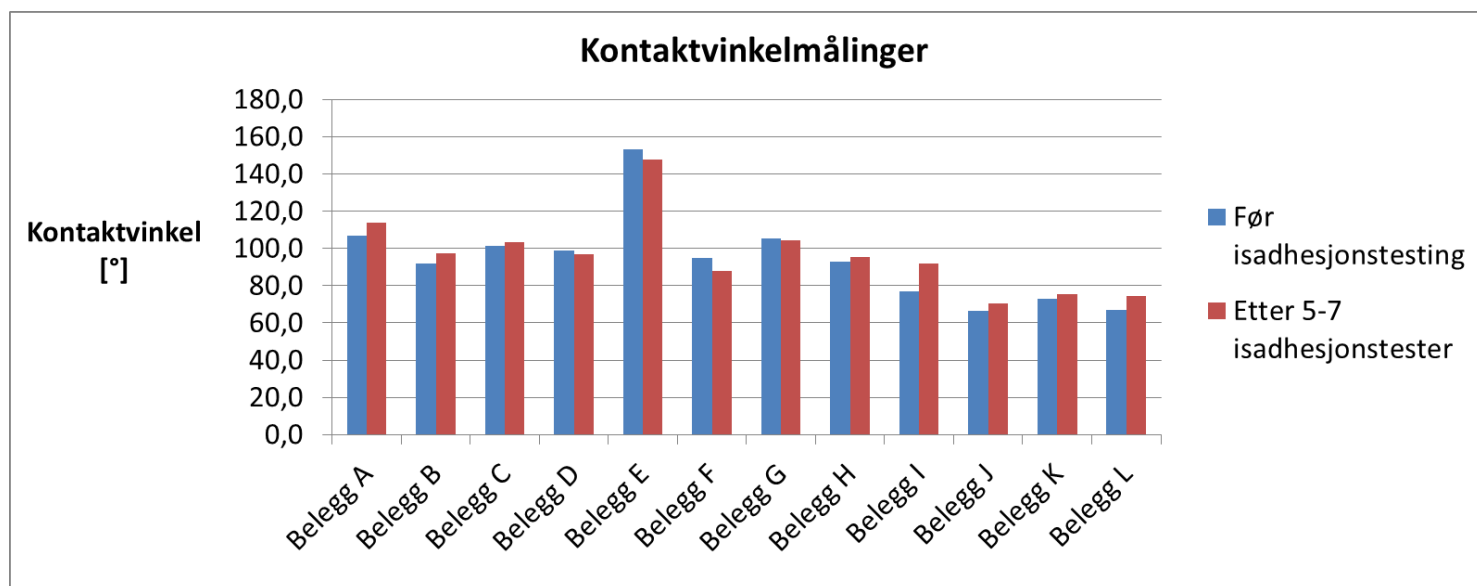
Da dette prosjektet ble startet opp var målet å gjennomføre opp til 10 isadhesjonsmålinger på alle de tolv beleggene. Ved avslutning av prosjektet har utfordringer og utstyrssvikt underveis imidlertid redusert dette til 5 målinger på tre av beleggene, 6 målinger på to av beleggene, og 7 målinger på syv av beleggene. I tillegg til diverse testkjøringer er det altså totalt gjennomført 76 vellykkede isadhesjonsmålinger på de tolv beleggene.

7.1 Kontaktvinkelmålinger

Som nevnt i delkapittel 6.2 «Måling av kontaktvinkler», kommer utdata fra CA-målingene i form av en venstre og en høyre kontaktvinkel for vanndråpen på overflaten. I dette prosjektet er CA tatt ut som et gjennomsnitt av venstre og høyre kontaktvinkel. Tabell 4 viser CA-målinger utført før isadhesjonstesting startet, og CA-målinger utført etter at det var gjennomført 5-7 isadhesjonstester på beleggsprøvene. I tillegg er endringen fra før til etter testing oppgitt som prosent i siste kolonne. Figur 27 viser kontaktvinklene i en grafisk fremstilling. Fullstendige data for kontaktvinkelmålingene og bilder av kontaktvinkler både før og etter isadhesjonstesting kan studeres i henholdsvis «Vedlegg C – Resultat fra kontaktvinkelmålinger» og «Vedlegg D – Bilder fra kontaktvinkelmålinger».

Resultatene fra kontaktvinkelmålingene avslører at de fleste beleggene har langt fra superhydrofobisk karakter ($CA > 150^\circ$). I tråd med teorien fra kapittel 3 «Teori – Isadhesjon på organiske belegg», kan flere av beleggene ikke en gang defineres som hydrofobiske ($CA > 90^\circ$). Kun Belegg E er superhydrofobisk, mens Belegg A, Belegg C, Belegg D og Belegg G er godt innenfor definisjonen for hydrofobiske belegg. Belegg B, Belegg F, Belegg H og Belegg I har alle CA som befinner seg i området rundt 90° . De siste beleggene, Belegg J, Belegg K og Belegg L kan faktisk betegnes som hydrofile belegg ($CA < 90^\circ$).

Tabell 4 og Figur 27 viser at det for de fleste belegg er svært liten differanse mellom kontaktvinklene før og etter isadhesjonstesting. Det største unntaket er Belegg I som går fra CA lik $77,2^\circ$ før testing, til CA lik $92,0^\circ$ etter testing, tilsvarende en endring på over 19 %.



Figur 27: Kontaktvinkelmålinger før og etter isadhesjonstesting

Tabell 4: Måleverdier for kontaktvinkelmålinger før og etter isadhesjonstesting

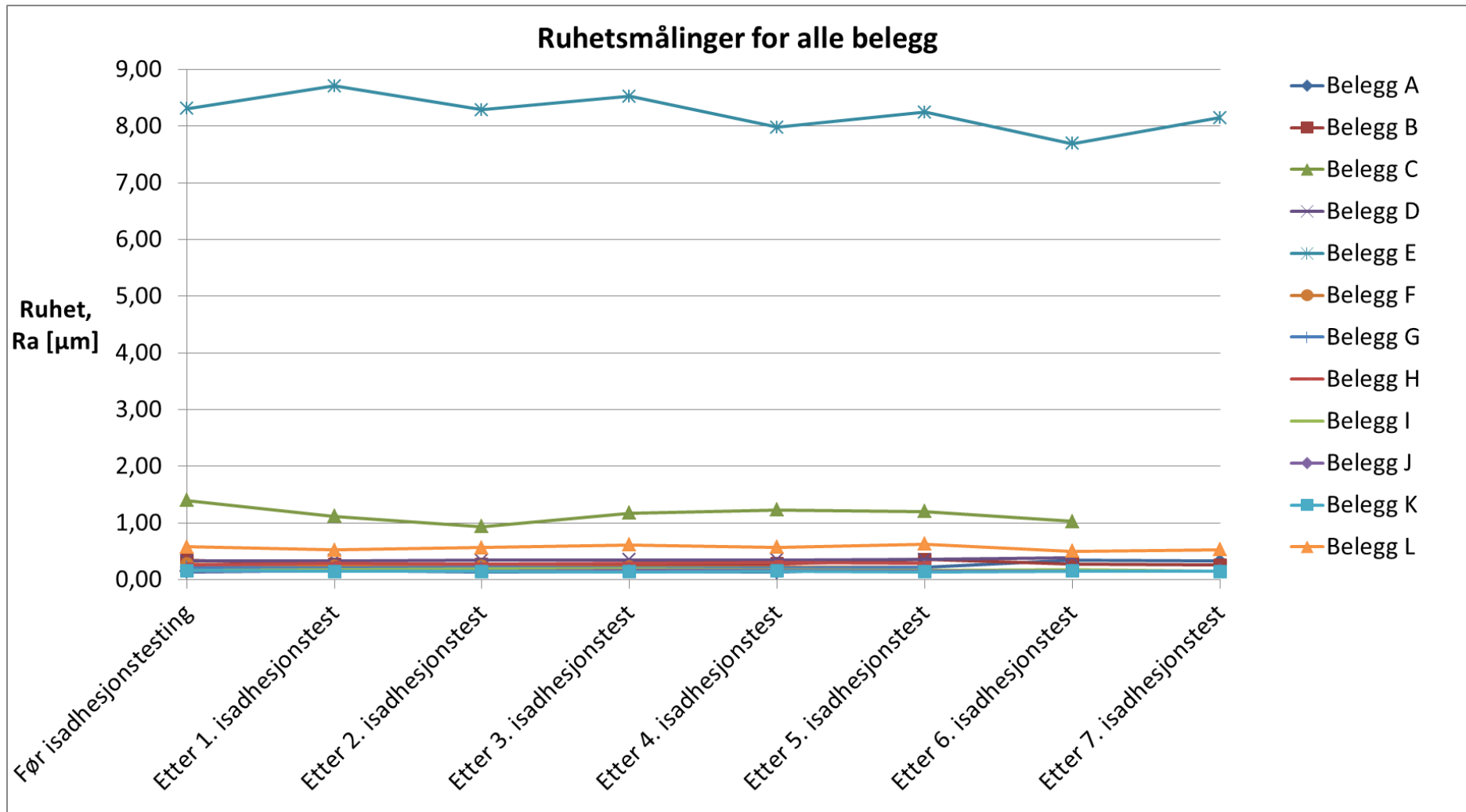
Belegg	Kontaktvinkel før isadhesjonstesting [°]	Kontaktvinkel etter 5-7 isadhesjonstester [°]	Endring [%]
Belegg A	106,7	113,8	6,7
Belegg B	91,7	97,4	6,2
Belegg C	101,6	103,4	1,8
Belegg D	98,7	97,1	-1,7
Belegg E	153,3	147,6	-3,7
Belegg F	95,1	87,9	-7,5
Belegg G	105,3	104,5	-0,8
Belegg H	92,9	95,5	2,8
Belegg I	77,2	92,0	19,2
Belegg J	66,6	70,4	5,7
Belegg K	73,1	75,5	3,2
Belegg L	66,8	74,2	11,2

7.2 Ruhetsmålinger

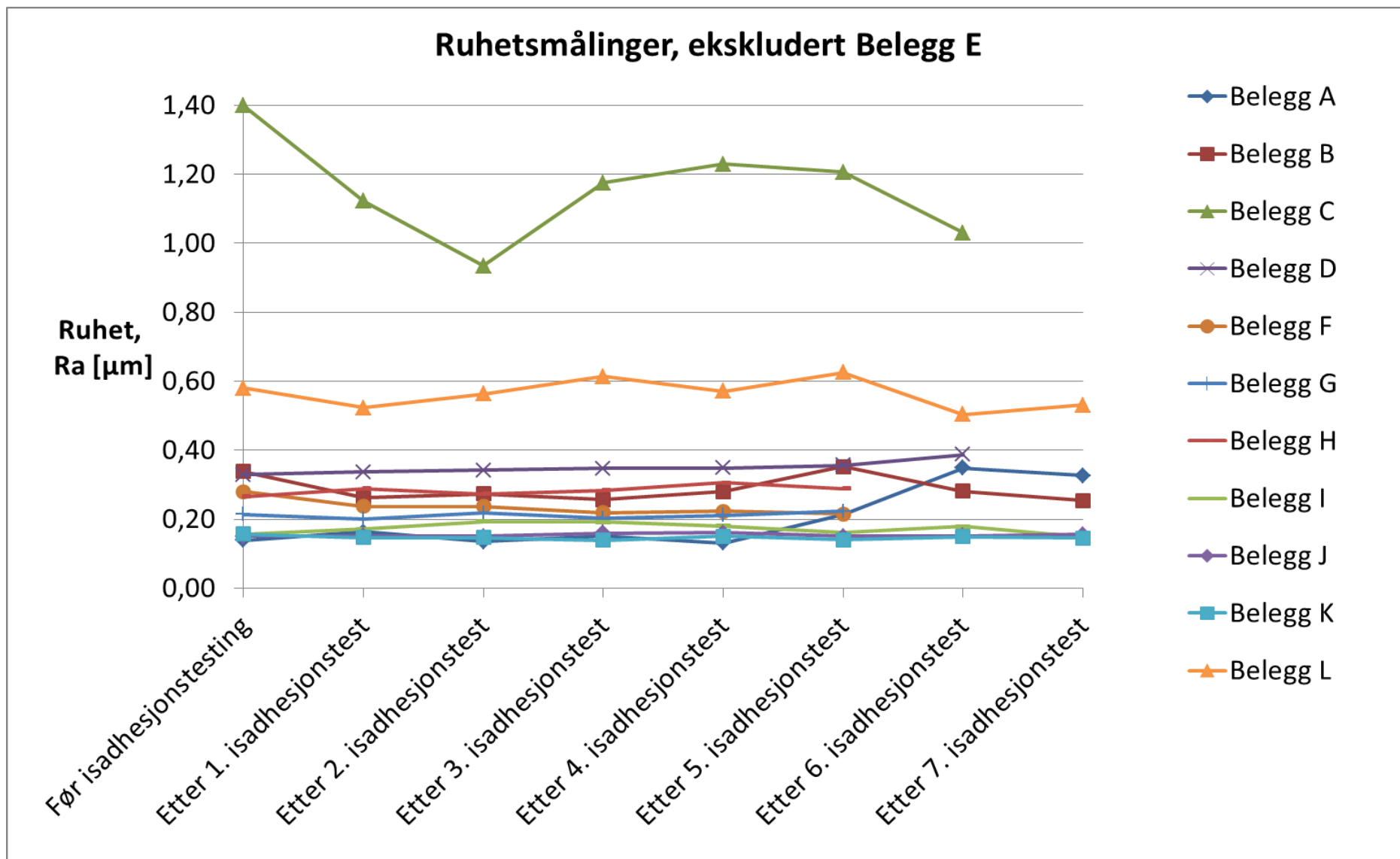
Det ble foretatt ruhetsmålinger før oppstart av isadhesjonstesting, i tillegg etter hver enkelt isadhesjonstest på hvert belegg. Dette vil si at det gjort 6-8 ruhetsmålinger per belegg, avhengig av antall gjennomførte isadhesjonstester. Resultatene fra ruhetsmålingene kan studeres i Tabell 5 der ruhet er oppgitt som aritmetisk gjennomsnittsruehet, R_a , i mikrometer. Når det kommer til målt ruhet, R_a , skiller Belegg E seg ut med en vesentlig høyere verdi. For å sette beleggenes ulike grader av ruhet i perspektiv viser Figur 28 ruhetsmålingene for alle de tolv testede beleggene i samme grafiske fremstilling. Figur 29 viser alle beleggene utenom Belegg E, ettersom dette gjør det lettere å studere ruheten for de resterende elleve beleggene.

Tabell 5: Verdier for aritmetisk gjennomsnittsruehet (R_a) ved ruhetsmålinger etter samtlige isadhesjonstester

	Før testing	Etter 1. test	Etter 2. test	Etter 3. test	Etter 4. test	Etter 5. test	Etter 6. test	Etter 7. test
Belegg A	0,14	0,16	0,14	0,15	0,13	0,21	0,35	0,33
Belegg B	0,34	0,26	0,27	0,26	0,28	0,35	0,28	0,25
Belegg C	1,40	1,12	0,93	1,18	1,23	1,21	1,03	-
Belegg D	0,33	0,34	0,34	0,35	0,35	0,36	0,39	-
Belegg E	8,31	8,71	8,29	8,52	7,98	8,25	7,69	8,14
Belegg F	0,28	0,24	0,24	0,22	0,22	0,22	-	-
Belegg G	0,21	0,20	0,22	0,20	0,21	0,22	-	-
Belegg H	0,27	0,29	0,27	0,28	0,31	0,29	-	-
Belegg I	0,16	0,17	0,19	0,19	0,18	0,16	0,18	0,15
Belegg J	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,15	0,15	0,16
Belegg K	0,16	0,15	0,15	0,14	0,15	0,14	0,15	0,15
Belegg L	0,58	0,52	0,56	0,61	0,57	0,63	0,50	0,53



Figur 28: Ruhetsmålinger for alle belegg, inkludert Belegg E



Figur 29: Ruhetsmålinger for alle belegg ekskludert Belegg E

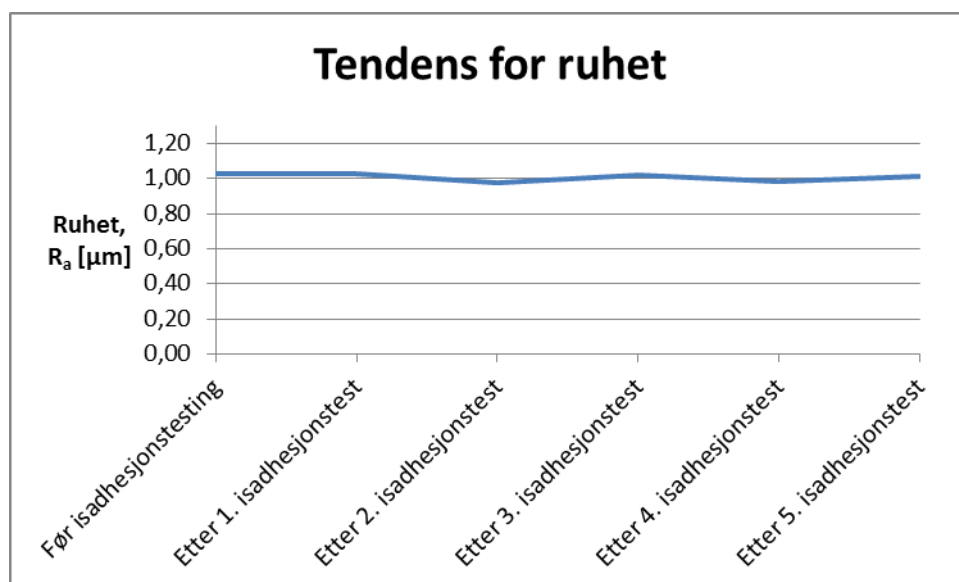
Som Figur 28 viser ligger Belegg E i et helt annet segment enn de øvrige beleggene når det kommer til ruhet. Ruheten på Belegg E er målt til rundt 8 μm . Belegg E er (som presentert i Tabell 3) et sprayet belegg med høy grad av teksturering som også inkluderer ruhetsstruktur på nanonivå. Slik Figur 29 viser har også Belegg C ($1 \mu\text{m} < R_a < 1,4 \mu\text{m}$) og Belegg L ($R_a \sim 0,6 \mu\text{m}$) noe større ruhet enn de fleste andre beleggene som ligger i området $0,15 \mu\text{m} < R_a < 0,35 \mu\text{m}$.

For de fleste av de tolv testede beleggene er det liten eller ingen tendens til forandring i ruhet som følge av isadhesjonstesting. Av mulige interessante avvik kan følgende belegg dras frem:

Belegg C: Ruhetsmålingene følger et uregelmessig mønster, der ruheten tilsynelatende stuper raskt ned mot laveste punkt etter 1. og 2. isadhesjonstest, for så å stabilisere seg noe høyere.

Belegg A: Det måles svært jevn ruhet på belegget frem til etter 4. isadhesjonstest. Etter 5. isadhesjonstest begynner ruheten å stige. Denne utvikling fortsetter ved ruhetsmåling etter de påfølgende isadhesjonstestene.

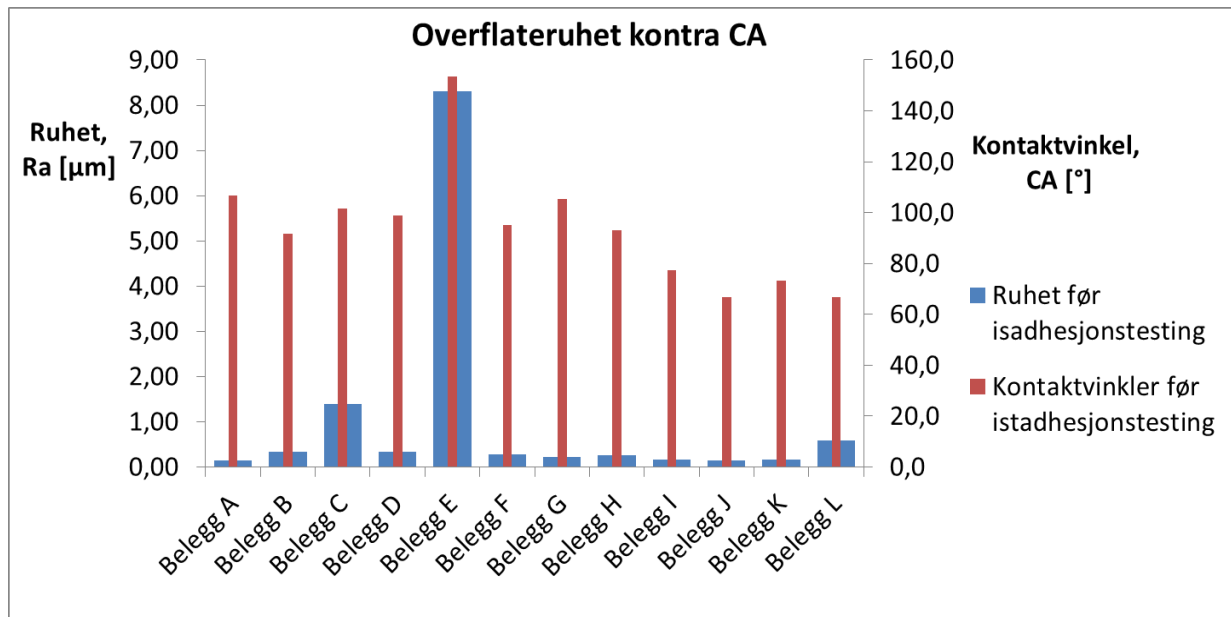
For å studere den generelle tendensen til utvikling av ruhet ved isadhesjonstesting, har det blitt beregnet gjennomsnitt for R_a for alle beleggene før isadhesjonstesting, etter 1. isadhesjonstest, etter 2. isadhesjonstest, og så videre. Denne tendensen er vist i Figur 30. Beregningene avsluttes etter 5. isadhesjonstest ettersom det kun er gjennomført fem isadhesjonstester for enkelte av beleggene. I tråd med mesteparten av de andre resultatene under dette delkapittelet viser ruheten liten eller ingen tendens til å forandre seg med isadhesjonstesting.



Figur 30: Tendens for overflateruhet ved gjentatt isadhesjonstesting

7.3 Sammenheng mellom CA og ruhet

For å studere hvorvidt teorien angående ruhet og fukting stemmer overens med beleggernes målte overflateruhet, er det laget en fremstilling som viser sammenhengen mellom kontaktvinkler og overflateruhet på alle tolv beleggene. Begge parametere er målt før isadhesjonstesting er startet. Sammenhengen vises i Figur 31, hvor overflateruhet målt før isadhesjonstesting (blå søyler) leses av på venstre y-akse (R_a i μm), mens kontaktvinkel før isadhesjonstesting (røde søyler) leses av på høyre y-akse (kontaktvinkel i grader).



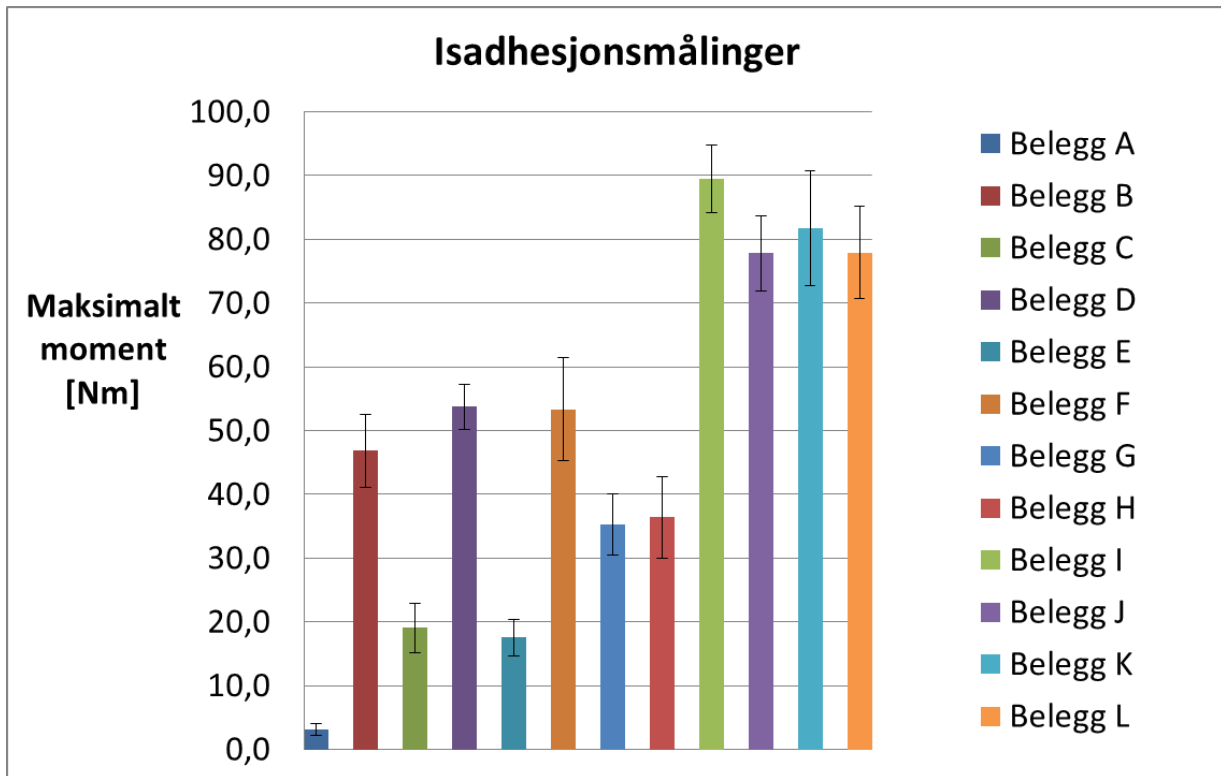
Figur 31: Overflateruhet, R_a (blå søyler), kontra kontaktvinkler (røde søyler)

7.4 Isadhesjonsmålinger

Det har blitt gjennomført 5-7 målinger av isadhesjonsstyrke på hvert av de tolv mottatte beleggene. Resultatene fra målingene viser at de testede beleggene presterer svært ulikt som antiisingsbelegg. Figur 32 viser gjennomsnittlig torsjonsmoment [Nm] i det øyeblikket hvor den sirkulære isskiven løsner fra belegget. Søylen med fargekoder representerer hvert av de tolv ulike beleggene. Gjennomsnittlig torsjonsmoment er beregnet fra 5-7 isadhesjonsmålinger, avhengig av det aktuelle belegget. Enkelte av målingene avviker noe fra resten av målingene på samme belegg. Noen av beleggene hadde flere/større slike avvikende målinger enn andre belegg, men generelt kan det sies at målingene preges av en del uregelmessigheter. Avvikene er illustrert ved hjelp av feilfelt på søylene på Figur 32 som viser standardavvik (i både positiv og negativ retning). Resultat for målinger på hvert enkelt av beleggene kan studeres i detalj i «Vedlegg E – Enkeltresultater fra isadhesjonsmålinger». For sammenlikning finnes også alle grafene for utvikling av IAS samlet i én fremstilling i «Vedlegg F – Samlet resultat for alle isadhesjonsmålinger».

Belegg A skiller seg klart ut med lavest målte IAS (gjennomsnittlig 3,2 Nm). Dette er et silikoneelastomer begroingshindrende belegg, og det eneste av denne generiske typen blant de testede beleggene. Belegg E er det eneste belegget som er tilsatt en eller flere komponenter for å få en bestemt nanostruktur, og for øvrig også det eneste superhydrofobiske belegget

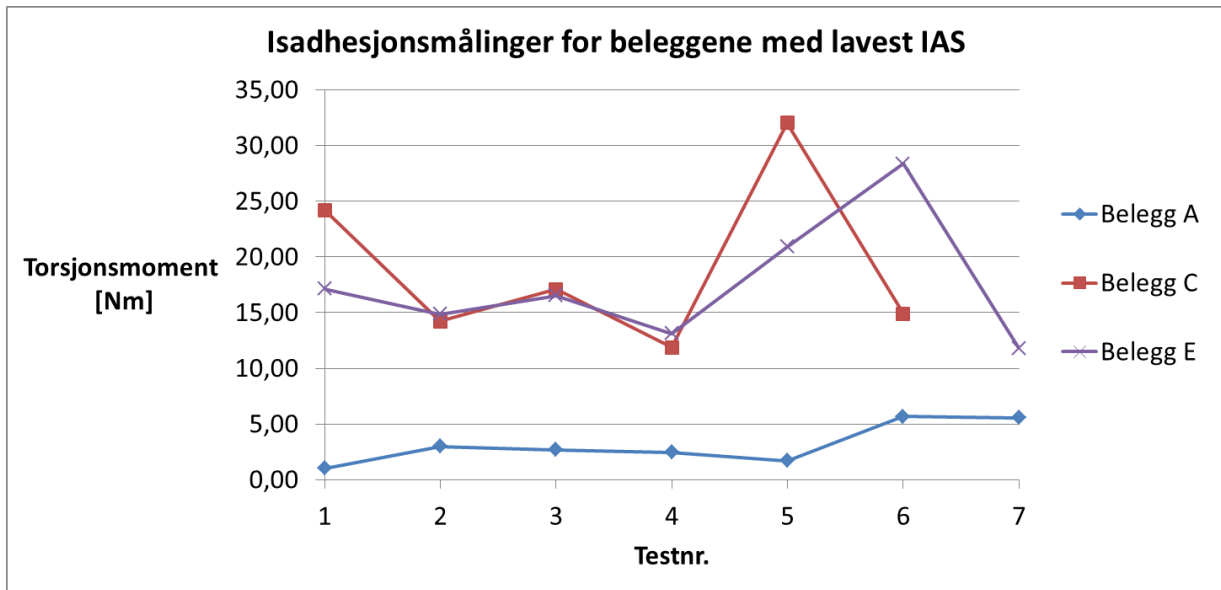
blant de testede beleggene. Isadhesjonsmålingene gjort på Belegg E ligger gjennomsnittlig på 17,5 Nm. Belegg C viser også interessante målinger (gjennomsnittlig 19,0 Nm). Dette belegget er et resultat av en modifikasjon basert på Belegg B. Belegg B er et standard polysiloksanbelegg som gjerne brukes som toppstrøk i malingsystem med epoksy.



Figur 32: IAS-målinger som viser gjennomsnittlig torsjonsmoment for alle tolv belegg. Feilfeltene viser standardavvik.

7.4.1 Beleggene med lavest IAS

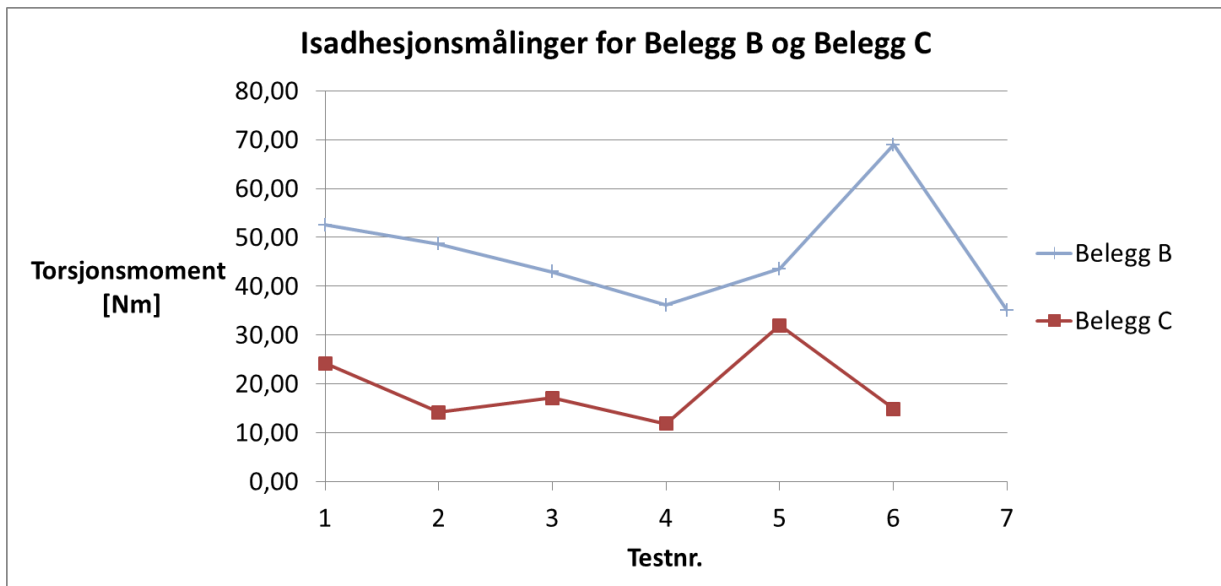
De tre beleggene med lavest gjennomsnittlig IAS er Belegg A, Belegg E og Belegg C. Utviklingen for målingene gjort på disse tre beleggene er vist som grafer i Figur 33. For Belegg A er det interessant å legge merke til at IAS holder seg tilnærmet konstant til og med 5. måling. Deretter øker IAS til mer enn det dobbelte. Av figuren kan man se at kurvene for IAS for Belegg E og Belegg C har nokså lik utvikling. Begge kurvene opplever en uregelmessighet mot slutten av målingene, hvor IAS øker mot sitt høyeste nivå. Den uregelmessige økningen er for begge beleggene hovedsakelig resultat av kun én måling. Dette vil si at det er mer sannsynlig at de øvrige målingene viser et mer korrekt nivå for reell IAS.



Figur 33: Isadhesjonsmålinger for beleggene med lavest gjennomsnittlig IAS

7.4.2 Resultat av modifikasjon av belegg

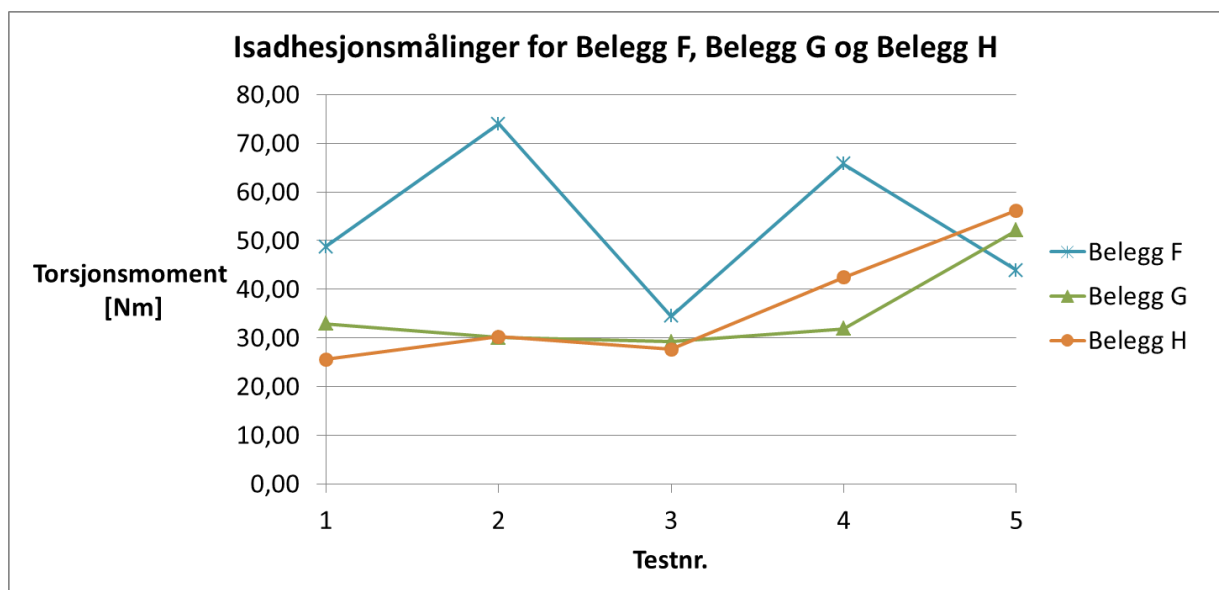
Det eksperimentelle Belegg C er et resultat av en modifikasjon av det kommersielle Belegg B. I likhet med slik det var ønske fra leverandøren, er det interessant å studere differansen mellom disse to beleggene. Figur 34 viser grafer for utvikling av IAS-målinger for begge beleggene. Utvikling for IAS er nokså lik for de to beleggene, men IAS ligger hele tiden betydelig lavere for Belegg C enn for Belegg B. Det er tydelig å se at modifikasjonen produsenten har gjort er vellykket med tanke på beleggets egenskaper som antiisingsbelegg.



Figur 34: Isadhesjonsmålinger for Belegg B og Belegg C

7.4.3 Sammenlikning av eksperimentelle belegg og referansebelegg

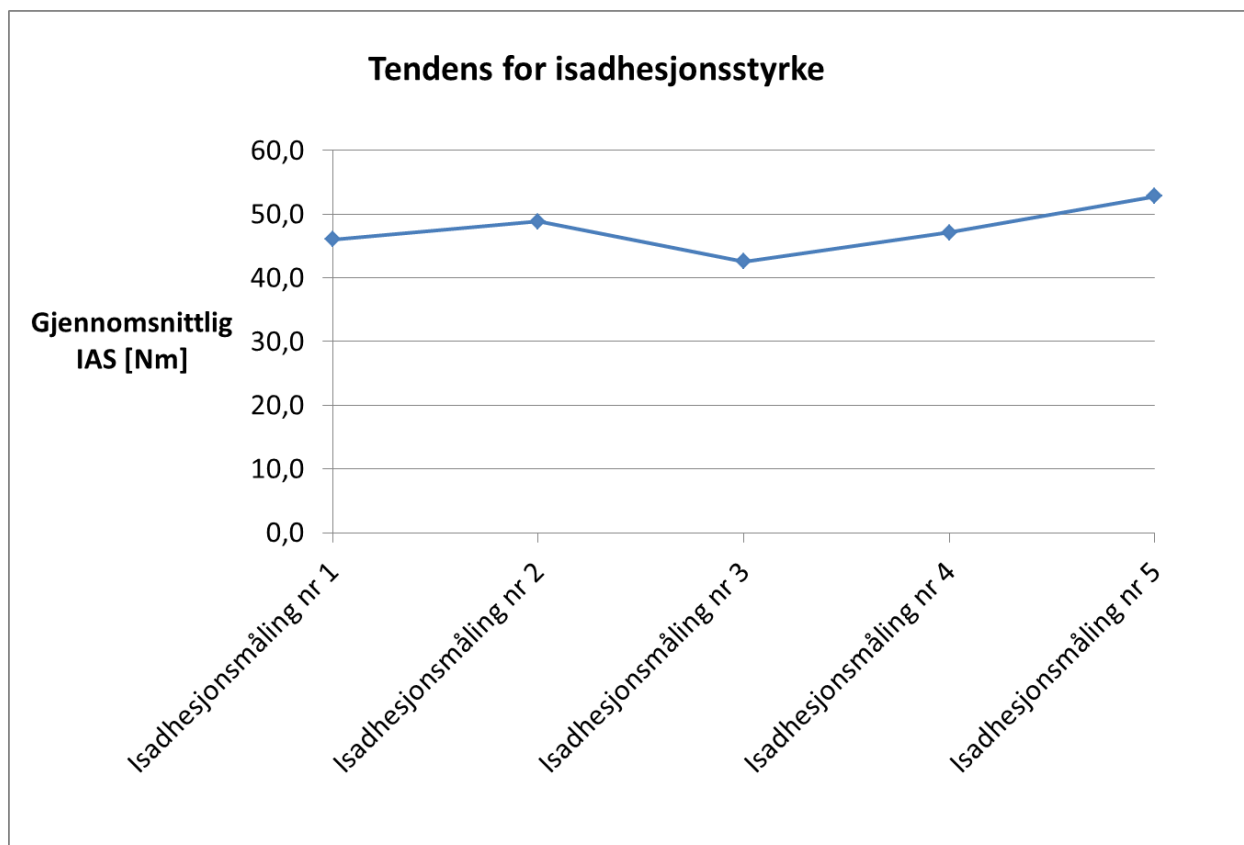
Belegg G og Belegg H er to eksperimentelle belegg. Belegg F er med blant de testede beleggene i dette prosjektet som et referansebelegg fra samme leverandør. Det er derfor interessant å studere disse tre beleggene opp mot hverandre med tanke på IAS. Figur 35 viser grafer for utvikling av IAS-målinger for de tre beleggene. Ut i fra figuren kan man se at IAS-målingene Belegg G og Belegg H er nesten identiske, men at Belegg H opplever marginalt lavere IAS ved første måling, og like marginalt høyere IAS ved de to siste målingene. Ved de to siste målingene øker IAS for begge de to eksperimentelle beleggene, og etter fem isadhesjonstester ender målingene på tilnærmet samme verdi som for referansebelegget Belegg F.



Figur 35: Isadhesjonsmålinger for Belegg F, Belegg G og Belegg H

7.4.4 Resultat av gjentatt isadhesjonstesting

Det er grunn til å tro at slitasje på beleggene som følge av gjentatt ising/isfjerning kan føre til forandring i belegggenes egenskaper som antiisingsbelegg. I et forsøk på å finne ut om dette er tilfelle kan man studere den generelle tendensen for utvikling i IAS ved gjentatt isadhesjonstesting. For å undersøke dette har det blitt beregnet gjennomsnittlig IAS for alle beleggene ved 1. isadhesjonstest, ved 2. isadhesjonstest, og så videre. Tendensen er vist i Figur 36. Beregningene avsluttes etter 5. isadhesjonstest ettersom det kun er gjennomført fem isadhesjonstester på enkelte av beleggene. Som figuren viser starter tendensen for IAS-målingene med en svak økning, etterfulgt av en svak reduksjon, og avsluttes med å øke ved 4. og 5. isadhesjonsmåling. Beregninger viser at IAS rent prosentvis øker med 15 % fra 1. til 5. isadhesjonstest.

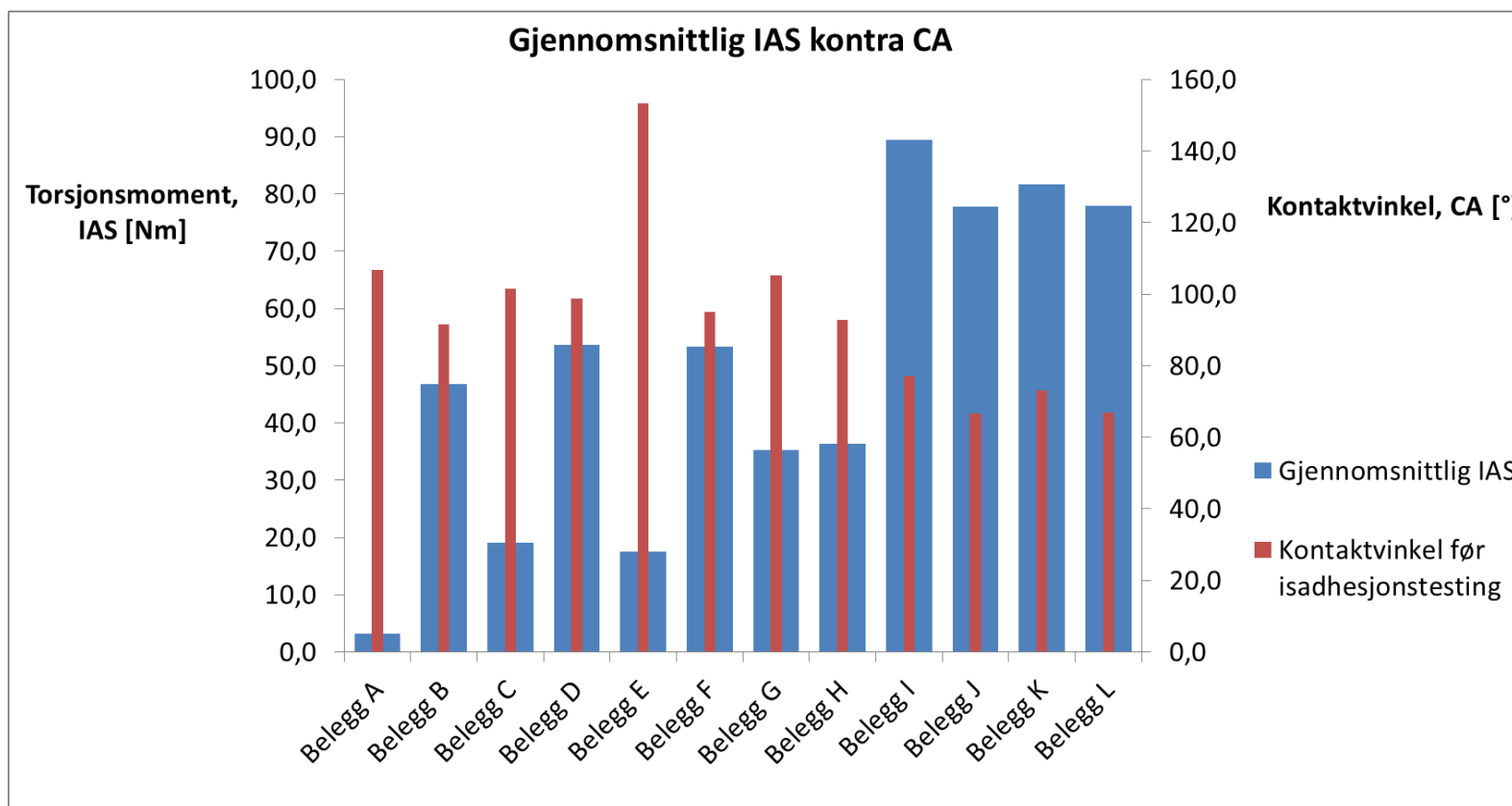


Figur 36: Tendens for isadhesjonsstyrke ved gjentatt isadhesjonstesting

7.5 Sammenheng mellom IAS og CA

I kapittel 4 «Teori - Reduksjon av isadhesjon», refereres det til litteratur som slår fast at reduksjon av IAS viser god korrelasjon med reduksjon av CAH. CAH beregnes ved hjelp av dynamiske kontaktvinkler. Som en følge av mangel på personell med nødvendig kompetanse har det i dette prosjektet kun blitt gjort målinger på statiske kontaktvinkler. I mangel på data for CAH velges det her og heller studere en eventuell sammenheng mellom IAS og statisk kontaktvinkel, CA. Dette er også interessant ettersom flere forskergrupper i miljøet for antiisingsbelegg tidlig påviste en korrelasjon mellom lav IAS og høy CA.

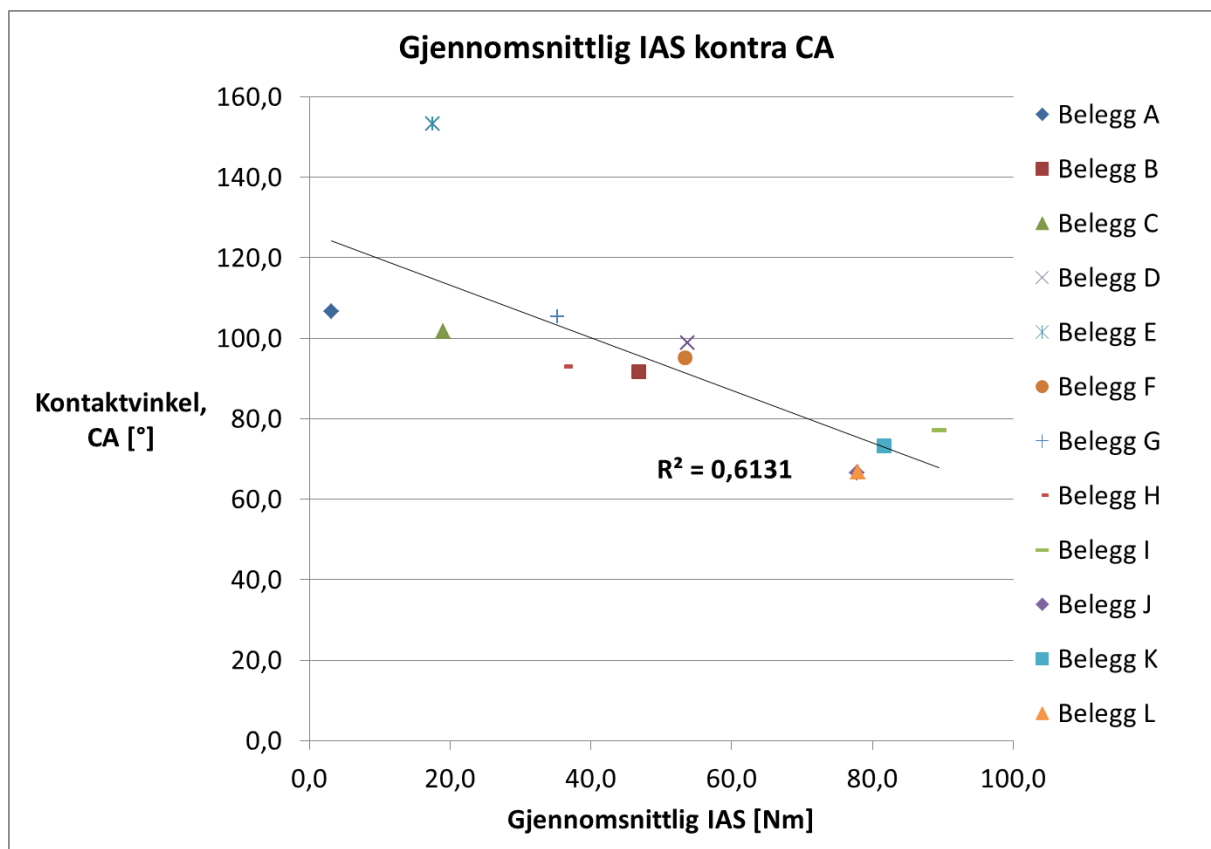
For å studere sammenhengen mellom IAS og CA er det interessant å se hvorvidt beleggene med høyest CA også er beleggene med lavest IAS. Sammenhengen er vist ved hjelp av to ulike grafiske fremstillinger. Figur 37 viser søyler for gjennomsnittlig IAS, kontra søyler for CA før oppstart av isadhesjonstesting, for alle de tolv beleggene. Gjennomsnittlig IAS (blå søyler) leses av på venstre y-akse (torsjonsmoment i Nm), mens kontaktvinkel før isadhesjonstesting (røde søyler) leses av på høyre y-akse (kontaktvinkel i grader). Den samme sammenhengen er vist i Figur 38 der IAS er plottet mot CA som punkt. De tolv datapunktene i figuren representerer resultater for hvert enkelt av de tolv testede beleggene. En lineær trendlinje er satt inn i diagrammet for å søke lineær korrelasjon. I forbindelse med trendlinjen viser figuren også resultatet av en lineær regresjonsanalyse. Dette er determinanskoefisienten, R^2 , som betegner forklaringskraften til dataserien, altså hvor sterk korrelasjonen er. R^2 lik 1 angir en perfekt lineær korrelasjon, mens R^2 lik 0 angir at dataserien ikke har noen lineær korrelasjon i det hele.



Figur 37: Sammenfattet fremstilling av gjennomsnittlig IAS og kontaktvinkler målt før isadhesjonstesting

Tabell 6: Måleverdier for gjennomsnittlig IAS og kontaktvinkler før isadhesjonstesting

	Belegg A	Belegg B	Belegg C	Belegg D	Belegg E	Belegg F	Belegg G	Belegg H	Belegg I	Belegg J	Belegg K	Belegg L
Gjennomsnittlig IAS [Nm]	3,2	46,8	19,0	53,7	17,5	53,4	35,2	36,4	89,4	77,8	81,7	77,9
Kontaktvinkel før isadhesjonstesting	106,7	91,7	101,6	98,7	153,3	95,1	105,3	92,9	77,2	66,6	73,1	66,8

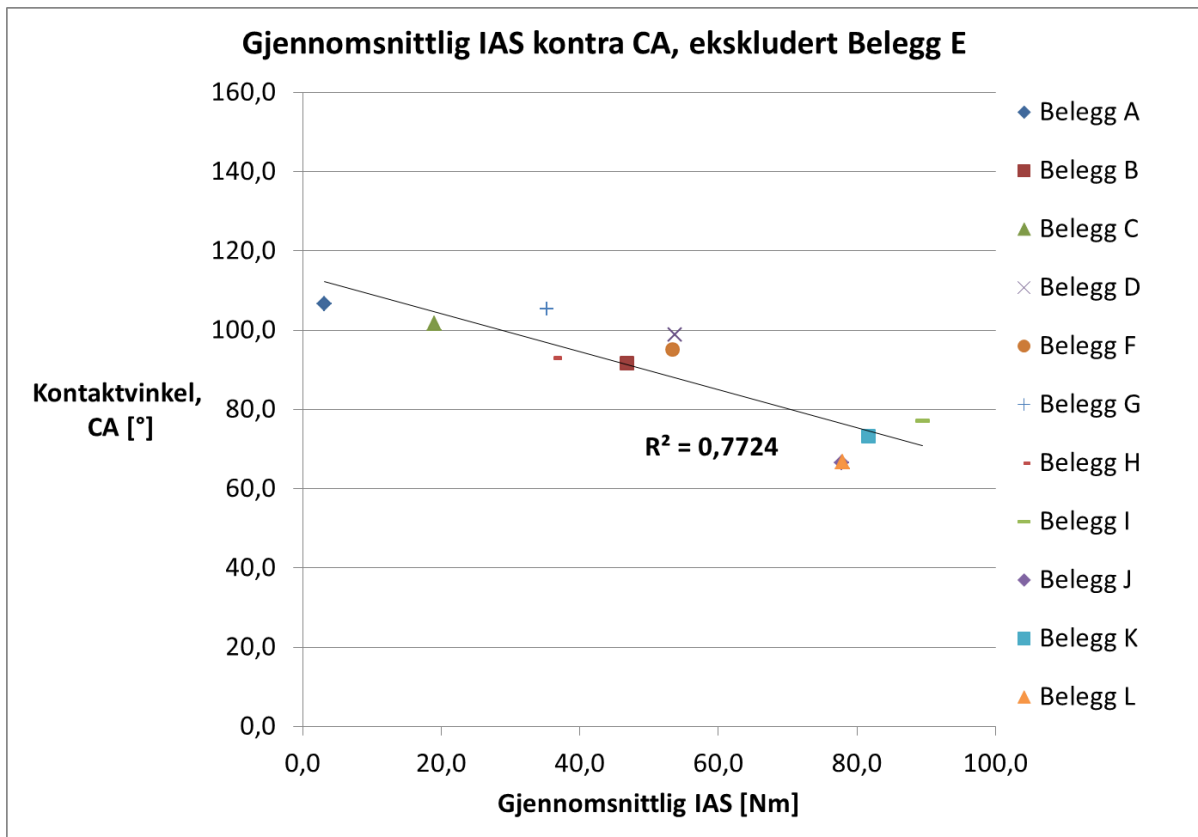


Figur 38: Gjennomsnittlig IAS plottet mot beleggenes kontaktvinkler målt før isadhesjonstesting

Ut i fra Figur 37 er det vanskelig å observere noen umiddelbar sammenheng mellom høy CA og lav IAS. Belegg A har lavest IAS samtidig som nest høyest CA, men riktignok bare marginalt høyere CA enn andre belegg som har betydelig høyere IAS (for eksempel Belegg G). Belegg E har CA som er svært mye høyere enn alle de andre beleggene. Belegget rangeres riktignok som nummer to når det gjelder IAS, men bare marginalt lavere enn Belegg C, som igjen har betydelig lavere CA enn Belegg E. Videre har belegg som Belegg D og Belegg F til sammenlikning tilnærmet like verdier for CA som Belegg C, men langt over dobbelt så høy IAS. Til tross for at resultatene i søylediagrammet i Figur 37 fremstår som tvetydige, kan en lineær korrelasjon mellom lav IAS og høy CA påvises ved introduksjon av Figur 38. Fra trendlinjen viser det seg at R^2 for lineær korrelasjon er lik 0,61. Dette tyder på at resultatene fra isadhesjonstestene indikerer en signifikant lineær sammenheng, der IAS vil reduseres når CA øker. Ut i fra Figur 38 kan man se at de tre beleggene med lavest IAS også er beleggene som avviker mest fra trenden. Belegg E har det klart største avviket. IAS-målingene for dette belegget ligger ca. 31 % høyere enn trendlinjen. IAS-målingene for Belegg A ligger ca. 14 % lavere enn trendlinjen. På samme måte ligger IAS-målingene for Belegg C ca. 12 % lavere enn trendlinjen. De resterende ni beleggene har mindre grad av avvik.

Ettersom Belegg E har vesentlig høyere CA enn alle de andre testede beleggene, er det interessant å se hvordan dette store avviket påvirker resultatet av regresjonsanalysen. Figur 39 viser resultater for situasjonen der Belegg E er ekskludert. Dersom Belegg E holdes utenfor sammenlikningen vil R^2 øke fra 0,61 til 0,77. Dette vil tilsi en vesentlig forsterking av

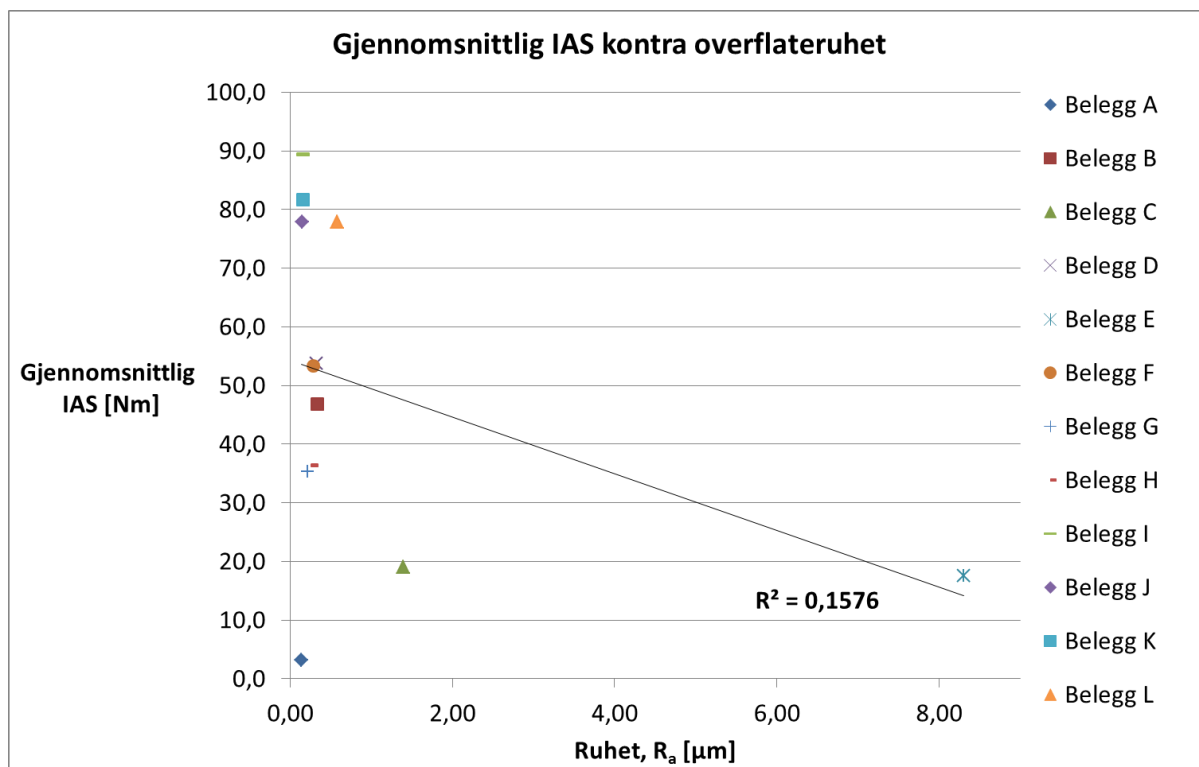
korrelasjonen mellom lav IAS og høy CA. I denne situasjonen vil Belegg D avvike mest fra trenden, med IAS-målingene som ligger ca. 11 % høyere enn trendlinjen.



Figur 39: Gjennomsnittlig IAS plottet mot beleggenes kontaktvinkler målt før isadhesjonstesting. Belegg E er ekskludert.

7.6 Sammenheng mellom IAS og overflateruhet

Til tross for at teorien bak IAS ikke danner særlig grunnlag for å tro at IAS har direkte korrelasjon med overflateruhet på belegget, har dette likevel blitt undersøkt som en del av denne oppgaven. Figur 40 viser aritmetisk gjennomsnittsrughet, R_a , for beleggene målt før isadhesjonstesting, plottet mot beleggenes gjennomsnittlige IAS. På samme måte som i delkapittel 7.5 er det brukt en lineær trendlinje for å søke lineær korrelasjon. Ved lineær regresjonsanalyse finnes determinanskoeffisienten R^2 til å være så lav som 0,16.



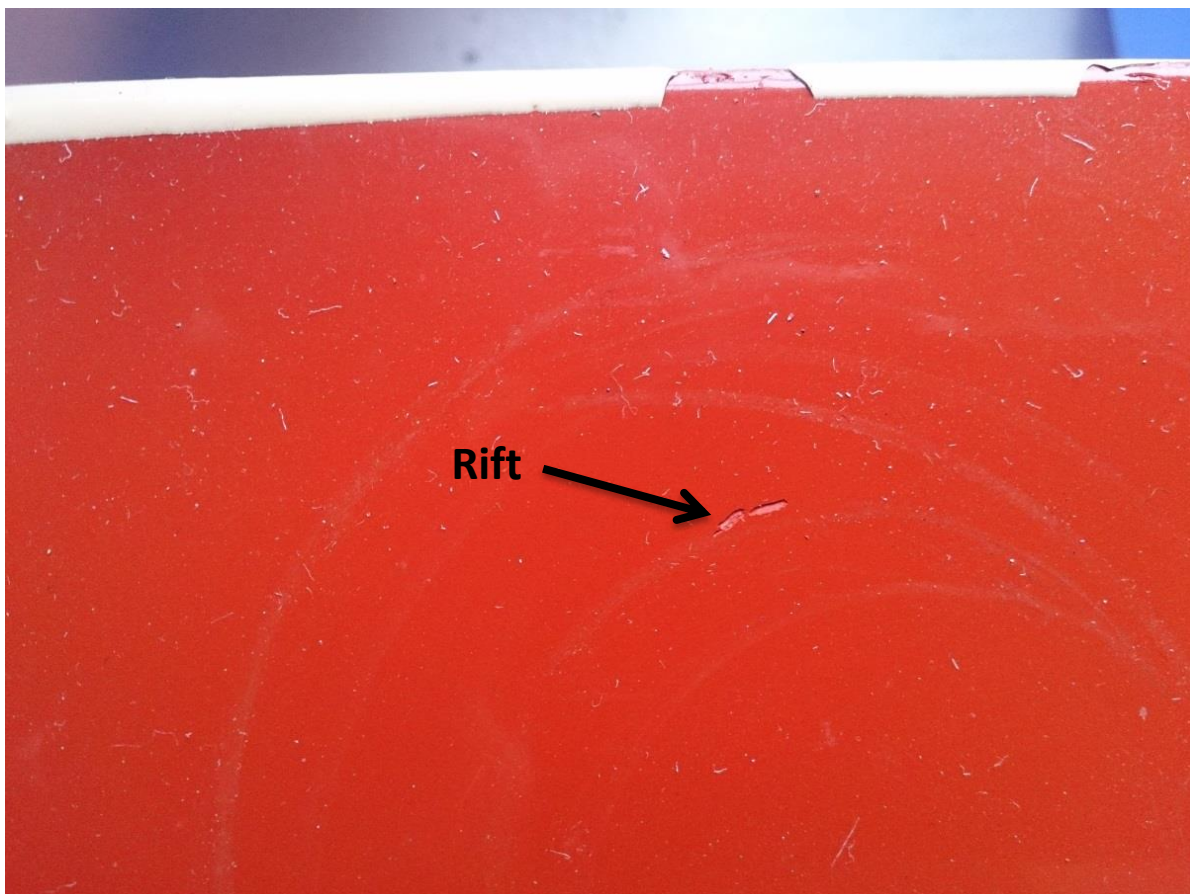
Figur 40: Gjennomsnittlig IAS plottet mot overflateruhet

Ruheten til Belegg E ligger i et helt annet størrelsesområde enn resten av de tolv beleggene. I regresjonsanalysen blir Belegg E derfor totalt dominerende. Det er dermed interessant å søke korrelasjon i et plott der målingene for Belegg E er neglisjert. En ny regresjonsanalyse viser at dersom Belegg E blir ekskludert, vil R^2 bli redusert fra 0,16 til 0,11. Basert på resultatene som fremkommer under dette delkapitlet, er det ingenting som tyder på at det finnes en direkte korrelasjon mellom IAS og aritmetisk gjennomsnittsrughet.

7.7 Observasjoner underveis ved isadhesjonsmåling

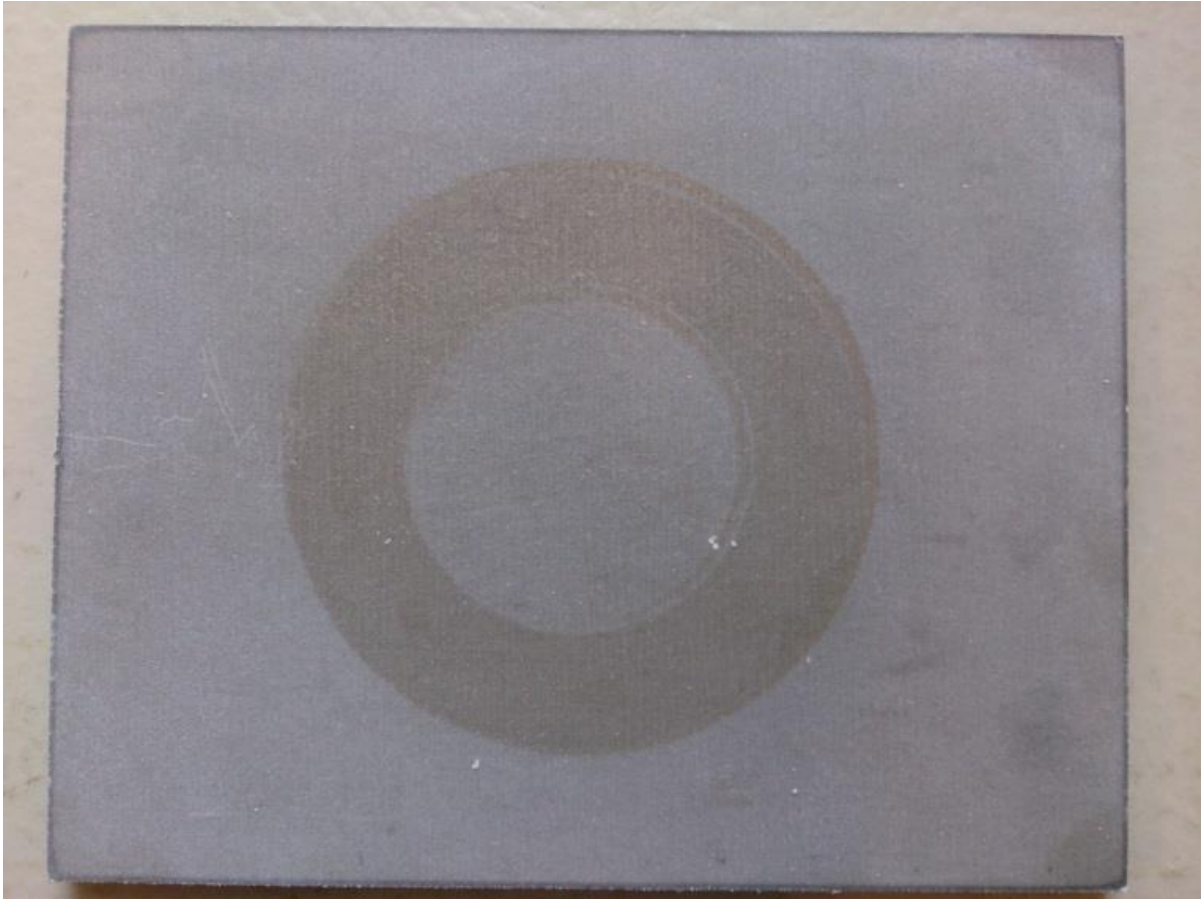
I forbindelse med rughetsmåling etter isadhesjonstestene ble samtlige belegg også studert med tanke på slitasje og eventuelle visuelle tegn etter påvirkning som følge av testene. Ti av beleggene viste ingen synlige tegn, mens spor etter testene var tydelige på de to resterende beleggene:

Belegg A: Etter første test på Belegg A hadde belegget fått en liten rift, ca. 4 mm lang og ca. 1 mm bred. Se bilde i Figur 41 (det bør legges merke til at overflaten på bildet er belagt med støv fra emballasje, noe som ikke var tilfelle ved isadhesjonstesting). Riften oppstod med stor sannsynlighet som følge av at en stor partikkel (sannsynligvis en urenhet) i silikoneelastomerbelegget stakk ut fra overflaten, og dermed ble sittende fast i isen. Når isen startet å rotere fulgte partikkelen med og skrapet opp belegget. Riftens geometri stemmer overens med denne teorien. Selv om denne ene riften sannsynligvis kan forklares med en utilsiktet partikkel, ble belegget likevel etter flere isadhesjonstester etter hvert preget av et økende antall små rifter.



Figur 41: Pilen viser en rift i overflaten på Belegg A

Belegg E: Slik «Tabell 3: Oversikt over de tolv testede belegg» forteller fremsto Belegg E før testkjøring som nesten gjennomsiktig med et grålig slør. Etter de første isadhesjonstestene på Belegg E var isen som ble fjernet fra iscella noe grålig. Det var med andre ord tydelige spor etter belegget i isen, i form av svært små grålige partikler. Dette var tilfelle etter 1., 2. og delvis 3. isadhesjonstest. På Belegg E var det også tydelig å se at isen hadde påvirket overflaten, ettersom det var et tydelig sirkulært merke etter isen. Her hadde fargen forandret seg fra grålig til et mer brunlig utseende. Forandringen kan sees på Figur 42 som viser et bilde av Belegg E tatt etter den 7. (den siste) isadhesjonstesten. Overflaten rundt det sirkulære merket viser beleggets farge/utseende slik det var før isadhesjonstestene. På figuren vises det også noen steder tydelige merker etter O-ringene. Det faktum at merkene etter O-ringene ikke er av like kraftig karakter rundt hele omkretsen kan tyde på at beleggsprøven har ligget noe skjevt i prøveholderen, slik at lasten på beleggsprøven i aksiell retning i prøveriggen har vært ulikt fordelt på overflaten.



Figur 42: Synlige merker på Belegg E etter sju isadhesjonstester

8 Diskusjon

8.1 Foretrukne egenskaper for et antiisingsbelegg

Det er tydelig at forskningsmiljøet for antiisingsbelegg foreløpig ikke har klart å komme til bunns i alle mekanismer som styrer et organisk beleggs egenskaper for heft til is. Tanken om at overflater med lav fuktingsgrad kan redusere IAS har eksistert lenge. Teorien oppstod da flere kilder kunne rapportere at belegg med høy CA ofte har lavere IAS enn belegg med lav CA. Senere har det vist seg at det absolutt eksisterer en indikasjonen, men at teorien ikke kan generaliseres i såpass enkel grad som at økning i CA automatisk resulterer i reduksjon av IAS. Indikasjoner på en sammenheng mellom CA og IAS ble påvist også i dette prosjektet. Alle utenom ett datapunkt for beleggene viser seg å ligge innenfor $\pm 14\%$ i forhold til en lineær trendlinje funnet ved regresjonsanalyse. Som forklart i delkapittel 7.5 «Sammenheng mellom IAS og CA», er en del av målingene likevel såpass tvetydige at dette tolkes som at IAS også må være avhengig av andre parametere enn CA, slik det også påstås av Kulinich og Farzaneh⁽¹⁷⁾. I rapporter fra de siste ti årene konsentrerer forskergruppene seg om CAH. Det presiseres hvordan CAH må holdes lavest mulig, slik at dråpene som legger seg på overflaten har svært høy mobilitet. I en situasjon hvor en vandråpe legger seg på en overflate med lav CAH skal det svært liten helningsvinkel til før dråpen renner av. Lav CAH fører med andre ord til at «roll-off angle» blir liten. Alternativt til gravitasjonskraft kan dråpen selvsagt også bli satt i bevegelse av en ekstern kraft som vind eller vibrasjon.

Rent intuitivt sett er det en utbredt oppfatning at et belegg tiltenkt antiisingsformål bør være så glatt som overhodet mulig. Rapporter av Kulinich og Farzaneh⁽¹⁷⁾ og Meuler et al.⁽²⁾ peker derimot en ganske annen retning. Disse rapportene favoriserer røe, superhydrofobiske belegg som antiisingsbelegg, og baserer dette på gode resultater ved isadhesjonstesting. Resultatene begrunnes med at røe, superhydrofobiske belegg i de fleste tilfeller vil ha høyere CA og lavere CAH enn glatte belegg. Under denne termen «røe, superhydrofobiske» inngår utstrakt bruk av ruhetsstruktur på nanonivå. Flere nye eksperimentelle produksjonsteknikker ser ut til å gi gode resultater når det kommer til å produsere belegg med kontrollert tekstur/ruhetsstruktur på nanonivå.

Gjennomført litteratursøk kan også tyde på at foretrukne fysikalske egenskaper for et antiisingsbelegg i stor grad vil være betinget av brukssituasjon. Rapportene av Kim et al.⁽³¹⁾, Yang et al.⁽¹²⁾, Wier og McCarthy⁽²⁸⁾, og Kulinich et al.⁽³²⁾ tyder på at et belegg basert på en røe, superhydrofobisk overflate, kun presterer tilfredsstillende som antiisingsbelegg ved visse miljø. Rapportene beskriver hvordan kondensasjon av vann ved fuktig atmosfære midlertidig forringer fuktningsegenskapene for belegget, slik at IAS øker. Bakgrunnen og problemstillingen for denne oppgaven bygger på tanken om antiisingsbelegg tiltenkt bruk på offshore konstruksjoner. I et offshore miljø vil ikke høy luftfuktighet være noe sjeldent fenomen. I tillegg vil mange overflater på en offshore konstruksjon kunne bli eksponert for vann med stor hastighet/høyt trykk. Begrensningene som de røe, superhydrofobiske beleggene fremviser ved denne type miljø, gjør dette til en høyst bekymringsverdig brukssituasjon.

Med bakgrunn i litteraturen som er presentert i oppgaven, argumenteres det her for at et antiisingsbelegg kan baseres på tre ulike prinsipper:

1. Et ekstremt glatt belegg med lav eller ingen CAH vil kunne fremvise gode antiisingsegenskaper, også ved bruk i svært fuktig atmosfære. Med dagens produksjonsmetoder er dette imidlertid vanskelig å få til i praksis, ettersom det alltid vil være en viss tilstedeværelse av urenheter/inhomogeniteter som vil øke CAH og sørge for feste til vanndråper.
2. Et superhydrofobisk belegg med kontrollert ruhetsstruktur på både mikro- og nanonivå, som sørger for lav CAH. Dette belegget vil sannsynligvis fremvise bedre antiisingsegenskaper enn glatte belegg ved tørr atmosfære og vanneksposering uten høy fart/stort trykk.
3. Nanostrukturerte belegg med konfigurasjon for SLIPS, slik det er beskrevet i delkapittel 4.3 «Nanostruktur». Selv om SLIPS ser ut til å gi lovende resultater som antiisingsbelegg, kommer det også klart frem gjennom rapporten fra Kim et al. ⁽³¹⁾ at produksjonen av SLIPS-belegg er krevende og avansert. I forbindelse med eventuell kommersialisering vil dette være en stor ulempe.

8.2 Konfidensialitet

Konfidensialiteten rundt de eksperimentelle beleggene medfører at det for noen av beleggene ikke er sikkert hvilken generisk type de hører inn under. Dette gjelder Belegg G, Belegg H og Belegg L. I noen tilfeller vil dette naturlig nok svekke muligheten for å forklare resultatene av forskningen som er gjort på beleggene.

8.3 Beleggenes kontaktvinkler og overflateruhet

Kontaktvinkelmålingene for beleggene avslører at kun ett belegg er superhydrofobisk, og at flertallet av beleggene ligger i området som defineres som overgangen mellom hydrofobe og hydrofile overflater. Utvalget av testede belegg skiller seg dermed noe ut i forhold til hva som vanligvis er tilfelle ved isadhesjonstester av denne typen. Resultatet av litteratursøk viser at mesteparten av eksperimentell aktivitet foregår på superhydrofobiske belegg. Verdiene fra kontaktvinkelmålingene som ble gjort før isadhesjonstesting oppleves som noe overraskende lave, ettersom enkelte av beleggene er maling som markedsføres som hydrofobe belegg til blant annet antiisingsformål. I tråd med teorien observeres det at Belegg E, som er det eneste belegget som er tilsatt en eller flere komponenter for å oppnå en bestemt nanostruktur, fremviser klart høyest CA. På dette belegget vil det være tilstrekkelig ruhetsstruktur til at Belegg E antas å være fullstendig fuktet i Cassie-Baxterregimet. Etter Belegg E er det Belegg C og Belegg L som har størst ruhet. Likevel viser kontaktmålingene at Belegg C har kontaktvinkler tilsvarende belegg som er langt glattere, mens Belegg L faktisk fremviser de nest laveste kontaktvinklene blant utvalget på tolv belegg. Belegg C er et modifisert polysiloksanbelegg, mens generisk type for Belegg L ikke er oppgitt. Det antas at formuleringen (kjemien) for Belegg C og Belegg L i manglende grad er hydrofobisk, slik at overflatene blir fuktet i et blandingsregime (Wenzel og Cassie-Baxter), noe som i mange tilfeller gir lavere CA enn ved fukting i Cassie-Baxterregimet. Sammenlikningen setter tydelig lys på hva formuleringen (kjemien) til belegget har å si for et beleggs hydrofobe grad, og dermed beleggets kontaktvinkler.

8.4 Beleggenes prestasjoner ved isadhesjonsmåling

Resultatene etter isadhesjonsmålingene viser først og fremst at IAS for de tolv beleggene er spredt over en stor skala. Gjennomsnittlig IAS for belegget med høyest IAS, Belegg I, er nesten 30 ganger større enn gjennomsnittlig IAS for belegget med lavest IAS, Belegg A. Rangert som nummer to og tre med lavest gjennomsnittlig IAS ligger Belegg E og Belegg C. Med bakgrunn i teorien er det ikke overraskende at røe, superhydrofobiske Belegg E er blant beleggene som viser best egenskaper når det gjelder å skape minst mulig heft til isen etter at den er dannet. Med fukting i Cassie-Baxterregimet vil beleggets ruhetsstruktur sørge for at størsteparten av arealet til vannet vil hvile på luftlommer. Når vannet fryser til is vil dette sørge for en liten kontaktflate mellom is og underlag, og resulterer i relativt lav IAS, på samme måte som blant annet Kulinich og Farzaneh rapporter⁽¹⁷⁾. Etersom Belegg C og Belegg L som har størst ruhet etter Belegg E, skulle man kanskje tro at fuktings situasjonen på disse to beleggene ville føre til lignende IAS som for Belegg E. Dette er noe som åpenbart ikke inntreffer. Bakgrunnen ligger sannsynligvis i ruhetsstrukturen til de ulike beleggene. Belegg C, og spesielt Belegg L, har ruhetsstruktur på et mye større nivå enn nanostrukturerte Belegg E. Kurtosen (S_{ku}) er også mye mindre enn for Belegg E. Det vil si at spissheten på ruhestoppene og ruhetsforsenkningene er mye mindre (se Figur 5). Dette gjør at ruhetsstrukturen på Belegg C og Belegg L er sannsynligvis mindre forenlig med danning av luftlommer. Følgelig blir disse to beleggene i større grad fuktet i et blandingsregime, noe som resulterer i høyere CAH og høyere IAS. Ulikhetene i ruhet og resulterende CAH mellom Belegg E og Belegg C kan i stor grad sammenliknes med et tilfelle rapportert av Kulinich og Farzaneh⁽¹⁷⁾. Dette er beskrevet under delkapittel 4.2 «Kontaktvinkelhysterese og isadhesjon», og involverte to generisk like belegg som ved hjelp av ulike påføringsmetoder oppnådde vidt forskjellige egenskaper vedrørende CA og CAH.

Det kanskje mest overraskende resultatet fra isadhesjonsmålingene er at Belegg A har lavest gjennomsnittlig IAS av alle de tolv beleggene. Belegg A er (etter kjent informasjon) utvalgets eneste elastomerbelegg, og er sammen med Belegg J og Belegg K de glatteste beleggene. Aritmetisk overflateruhet for disse ligger rundt $0,15 \mu\text{m}$. Dette betyr at Belegg A ikke har noen ruhetsstruktur som skulle tilsi at overflaten blir fuktet i Cassie-Baxterregimet. Med bakgrunn i de tre prinsippene for antiisingsbelegg presentert under delkapittel 8.1 tyder IAS-målingene for Belegg A på at belegget har egenskaper som plasserer det i kategori 1. Det vil si et ekstremt glatt belegg med lav eller ingen CAH. En svakhet i dette prosjektet er at det kun har blitt utført målinger for statiske kontaktvinkler. Det er dermed umulig å beregne CAH for Belegg A eller for noen av de andre elleve beleggene. Basert på nevnte kategorisering kan Belegg E plasseres i kategori 2: et superhydrofobisk belegg med kontrollert ruhetsstruktur på både mikro- og nanonivå, som sørger for lav CAH.

De øvrige åtte beleggene i utvalget (Belegg B, Belegg D, Belegg F, Belegg G, Belegg H, Belegg I, Belegg J og Belegg K) er alle nokså glatte belegg, med varierende grad av høyere gjennomsnittlig IAS enn hva som er tilfelle for Belegg A. Det antas at IAS-målingene for disse ni beleggene kan forklares med en av to årsaker, eller en kombinasjon av disse:

- De ni beleggene har ikke tilstrekkelig/egnet ruhetsstruktur på mikro- og/eller nanonivå til å kunne sikre fukting i Cassie-Baxterregimet.

- Beleggene har høy CAH (høyere enn Belegg A). Grunnen til høy CAH kan i mange tilfeller skyldes urenheter/inhomogeniteter i belegget som vann kan feste seg til, og på denne måten redusere vanddråpenes mobilitet på overflaten.

Belegg C er resultatet av en modifikasjon av Belegg B, som er et 2-komponents toppstrøk av polysiloksan. Det har ikke lyktes å få klarhet i hva modifikasjonen går ut på. Ved visuell undersøkelse er den umiddelbare forskjellen at Belegg C har vesentlig større ruhet, og er preget av store partikler/pigmenter i belegget. Sistnevnte kan virke utilsiktet. Endringene som er gjort i overflatestrukturen viser også igjen på ruhetsmålingene, hvor Belegg C har ca. 4 ganger større aritmetisk overflateruhet (R_a) enn Belegg B. Med en kontaktvinkel på $\sim 102^\circ$ er Belegg C i tillegg mer hydrofob enn Belegg B ($CA \sim 92^\circ$). Beregninger gjort fra målingene for gjennomsnittlig IAS viser at Belegg B har 2,5 ganger større IAS enn Belegg C. Det bør legges merke til at Belegg C har vesentlig lavere IAS enn andre belegg av samme generiske type (polysiloksan). Med fokus på antiisingsegenskaper betyr dette at produsenten har lyktes med modifikasjonen. Redusert IAS for Belegg C kontra Belegg B kan sannsynligvis forklares med at endringene i ruhetsstrukturen sørger for økt grad av fukting i Cassie-Baxterregimet.

De to beleggene med lavest IAS (Belegg A og Belegg E) er begge myke belegg. Belegg A er en silikonelastomer, mens det for Belegg E ikke er oppgitt generisk type. Det erfares likevel at Belegg E føles som en polymer ved berøring. Alle de ti andre beleggene er harde. Med bakgrunn i dette faktum, summert med andre overnevnte betraktninger angående isadhesjonsresultater, kan det tilsynelatende sies noe om formulering (kjemi) for overflater. Selv om grunnlaget er noe vagt, kan resultatene tyde på at myke belegg av annen generisk type enn polysiloksan, gir overflater med bedre antiisingsegenskaper enn harde belegg som for eksempel polysiloksanbelegg. I denne sammenheng kunne det også vært interessant å teste hardhet for beleggene og søke en eventuell korrelasjon med IAS.

8.5 Effekt av gjentatt isadhesjonstesting

En av målsetningene for dette prosjektet er å studere effekten av flere sykluser med ising og isfjerning på beleggene. I et praktisk brukstilfelle for et antiisingbelegg vil det alltid måtte balanseres mellom mekaniske egenskaper og antiisingsegenskaper. Gjentatt isadhesjonstesting gir noen viktige indikatorer på hvorvidt de tolv beleggene også innehar robusthet som kan gjøre de tilpasset bruk på for eksempel en offshore konstruksjon. Spesielt to av beleggene viste tydelige tegn på forandringer som følge av den mekaniske behandlingen forbundet med isadhesjonstesting. Som det er beskrevet under delkapittel 7.7 «Observasjoner underveis ved isadhesjonsmåling», oppstod det et stort antall små rifter i overflaten på Belegg A. Det er interessant å legge merke til at IAS holder seg tilnærmet konstant til og med 5. måling. Deretter øker IAS til mer enn det dobbelte. Samtidig viser ruhetsmålingene gjort på belegget at ruheten starter å øke etter ved 5. isadhesjonsmåling. Det kan dermed argumenteres for at økt IAS er et resultat av skadene på belegget og påfølgende økt ruhet. På en annen side kan det også ses at kontaktvinkelen har økt med 7 % ved måling etter isadhesjonstesting. Dette kan være at som følge av at skadene faktisk fungerer som en ruhetsstruktur som i større grad fremmer fukting i Cassie-Baxterregimet, men dette vil i så fall ikke være forenlig med økt IAS. En alternativ grunn kan være at de to målingene ikke er tatt

på samme sted på overflaten, og at disse to stedene ikke har fullstendig lik struktur. Urenheter i belegget kan være med å påvirke dette. Denne problemstillingen vil for øvrig være aktuell for alle beleggene. Basert på riftskadene stilles det uansett spørsmål ved silikonelastomerbeleggets mekaniske egenskaper. Videre isadhesjonstester vil være nødvendig for å kunne avdekke om skadene er symptomatisk for belegget, og om belegget derfor er uegnet til praktisk bruk hvor det kreves en høyere grad av mekanisk slitestyrke.

Ved isadhesjonstesting av Belegg E oppstod det også tydelige tegn på at belegget ble påvirket av den mekaniske behandlingen. Det ble observert partikler som hang igjen i isen, i tillegg til at belegget i økende grad gikk fra å være grålig til brunlig. Forandringene kan tilsynelatende ikke settes i sammenheng med IAS-målingene, da disse følger en nokså uregelmessig utvikling som inkluderer både økning og reduksjon. På samme måte er også ruhetsmålingene såpass uregelmessige at det er vanskelig å si hvorvidt disse avdekker forandringer i overflaten. Det er dermed vanskelig å vurdere slitasjen på Belegg E opp mot resultatene Kulinich et al. ⁽³²⁾ fikk ved gjentatt testing av tre andre superhydrofobiske belegg, slik det er beskrevet i delkapittel 4.7 «Gjentatte sykluser med ising/fjerning av is». Selv om målingene ikke avslører noe, kan det tenkes at de grålige partiklene i isen er ruhestopper som knekt av som følge av isens bevegelse, slik teorien beskriver det i delkapittel 4.7 «Gjentatte sykluser med ising/fjerning av is». Det kan uansett stilles spørsmål ved nanostrukturerte Belegg E sin robusthet, og hvorvidt eventuell mekanisk svakhet skyldes beleggets nanostruktur. En interessant problemstilling vil være om en eventuell svak robustheten kan økes ved å endre fordelingen mellom mikro- og nanostruktur, og hvordan dette vil påvirke belegget antiisingsegenskaper. Videre isadhesjonstester vil sannsynligvis kunne avdekke om Belegg E sine antiisingsegenskaper blir forringet av de mekaniske påkjenningene testene medfører, og hvorvidt belegget dermed er egnet til praktisk bruk.

Det er sannsynlig at de ti resterende beleggene vil ha bedre mekaniske egenskaper enn Belegg A og Belegg E. Samtlige av disse er hardere, og noen markedsføres også som abrasjonsresistente belegg (Belegg D, Belegg J og Belegg K). Grafen for generell tendens for ruhetsmålinger (Figur 30) viser ingen åpenbar endring etter opp til sju isadhesjonstester. Ved fortsettende gjentatt testing kan det diskuteres hvorvidt de harde beleggene vil dominere en slik tendens. Dersom eventuell videre økning i ruhet på belegg som Belegg A skal kunne registreres, bør dette studeres uavhengig av ruheten på de resterende beleggene.

Tendensen for utvikling av IAS ved gjentatt isadhesjonstesting er nokså konstant, men viser ved de siste målingene en svak økning. Etersom tendensen kun baserer seg på fem datapunkter, anses det som et svakt grunnlag for å dra noen slutninger angående den generelle effekten av gjentatt isadhesjonstesting. Tendensen understreker heller bare behovet for videre isadhesjonstesting.

8.6 Metode for kontaktvinkelmåling

Som tidligere nevnt gir statiske kontaktvinkler en brukbar indikasjon på et beleggs antiisingsegenskaper. Referert litteratur tyder likevel på dynamiske kontaktvinkelmålinger vil gi mer verdifull informasjon, ettersom dette også gir grunnlag for beregning av CAH. Verdier for CAH på beleggene kunne spesielt gitt sterkere grunnlag for å vurdere glatte belegg som Belegg A, ettersom resultatene fra isadhesjonsmålingene tyder på at dette er et belegg med svært lav eller ingen CAH.

8.7 Metode for ruhetsmåling

En studie av overflatetekstur og overflatetopografi på beleggsprøvene ved hjelp av et konfokalt, optisk 3D-mikroskop slik det var planlagt ved oppstart av dette prosjektet, ville sannsynligvis gitt mer nøyaktige ruhetsmålinger. Likevel er det klart at metoden på grunn av praktiske grunner kun ville gitt rom for et fåtall målinger. Dette ville svekket muligheten for å følge utviklingen av overflateruhet som funksjon av antall isadhesjonstester. Ruhetsmåling med profilometer er enkel og effektiv, men målingene blir svært betinget av hvor på overflaten prøven tas. På belegg som Belegg C, som er preget av store partikler/pigmenter, blir dette nokså tydelig i form av varierende ruhetsmålinger. På enkelte av beleggene blir ruhetsmålingene dermed av mindre verdi.

8.8 Testmetode og testtrigg for isadhesjonstesting

Måleresultatene fra isadhesjonsmålingene viser tydelig at testtriggen som er brukt i dette prosjektet ikke er spesielt godt tilpasset formålet. For flere av beleggene er kurvene som viser utviklingen av IAS som funksjon av antall tester, preget av store uregelmessigheter. Et eksempel på dette er Belegg C, hvor IAS øker med en faktor lik 2,7 fra 4. til 5. måling, for så og reduseres til utgangspunktet ved 6. måling. Samme type uregelmessighet kan finnes for Belegg F, hvor IAS synker med en faktor lik 2,1 fra 2. til 3. måling, for så å øke igjen tilbake til tilnærmet samme verdi som ved 2. måling. Det bør poengteres at uregelmessighetene er ikke like store for alle beleggene. Slik Figur 35 viser utvikler IAS-målingene for Belegg G og Belegg H seg nokså jevnt. Ettersom dette er to belegg av ukjent (med sannsynligvis nokså lik) generisk type fra samme leverandør, kan det tenkes at testtriggen produserer mer jevne måledata for utvalgte generiske typer.

I forbindelse med påvist korrelasjon mellom IAS og CA viser det seg at beleggene med lavest målte IAS er de samme beleggene som avviker mest fra den lineære trendlinjen funnet ved regresjonsanalyse. Avvikene kan muligens settes i sammenhengen med at den brukte torsjons- og strekk/kompresjonsmaskinen er overdimensjonert i forhold til torsjonsmomentet som trengs for å rive isskiven løs fra beleggene. Instron-maskinen kan maksimalt påføre et torsjonsmoment lik 1200 Nm. I følge laboratorieingeniører ved SINTEF skal det aldri opereres i lastområdet under 1 % av maksimalt, samtidig som det er ikke anbefalt å operere i lastområdet 1-5 % av maksimalt. Dersom gjennomsnittlig målte IAS legges til grunn, vil dette si at bare fire av de tolv beleggene har IAS som er innenfor anbefalt måleområde ($IAS > 5\%$ av 1200 Nm) for maskinen. Konsekvensene av å operere i for lavt lastområde kan være at systemet ikke nødvendigvis klarer å skille mellom signaler for torsjonsmåling fra lastcellen

som registrerer moment, og andre signaler som elektronisk «støy». Dersom dette skulle være tilfelle for beleggene med lavest IAS, kan det tenkes at korrekte målinger ville vist en sterkere korrelasjon mellom IAS og CA.

Det er mulig at testmetoden til en viss grad favoriserer glatte belegg. Etersom IAS måles som moment der isen presses med konstant kraft mot belegget, kan det tenkes at de røe beleggene yter større motstand mot isens bevegelse. Resultatet vil selvsagt være korrekt for denne konkrete situasjonen, der is blir rotert for å løsne fra belegget. Likevel kan det tenkes at beleggene vil vise andre resultater relativt til hverandre ved for eksempel en testmetode der isen blir trukket av belegget med en normal strekkraft. Eksempel på en slik test er strekkspenningstesten til Yang et al. (se Figur 15 (a)), beskrevet under kapittel 5 «Teori - Testmetoder for isadhesjon».

Selv om fokuset for denne oppgaven ligger på belegg som fungerer som antiisingsbelegg ved å skape minimal heft til isen etter at den er dannet, fremstår hovedideen bak belegg som Belegg E klar: skape en superhydrofobisk overflate slik at vannet fjernes før det fryser fast.. Med testmetoden brukt i dette prosjektet vil det ikke være mulighet for å studere sistnevnte egenskap. Belegg E demonstrerer denne egenskapen tydelig ettersom vann renner av belegget ved svært liten helningsvinkel Det ville derfor være interessant å utføre tester som gir rom for å studere isakkumulasjon på de tolv beleggene. Dette kan for eksempel gjøres ved bruk av vannspray med underkjølt vann i et kaldt kammer, slik det er beskrevet at Yin et al. har gjort det under kapittel 5 «Teori - Testmetoder for isadhesjon».

Et usikkerhetsmoment ved torsjonsmetoden brukt i dette prosjektet ligger i bruken av O-ringer for å tette mot overflatene på beleggsprøvene. Aksiallasten settes riktignok lik for alle beleggene, men friksjonskoeffisienten mellom silikonringene og det aktuelle beleggsmateriale vil variere. Det kan tenkes at dette vil ha størst innvirkning på IAS-målingene for beleggene med lavest IAS, som Belegg A. Usikkerhetsmomentet med O-ringene kunne ha vært eliminert dersom det var mulig å fjerne O-ringene etter at vannet var nedfrost, og før isadhesjonstesten startet.

På generelt grunnlag kan det poengteres at alle betraktninger gjort i denne evalueringen er basert på måledata for én prøve av hvert belegg. Dette gir rom for at små avvik og feilmålinger kan gi store utslag. For å luke ut feil bør det kjøres identiske tester med parallelle prøver.

9 Konklusjon

Slik forskningsfronten står i dag, ser det ut til at et antiisingsbelegg kan basere seg på tre ulike prinsipper. En mulighet er å lage et ekstremt glatt belegg med svært lav eller ingen CAH. Dette belegget vil fremvise gode antiisingssegenskaper, også ved bruk i svært fuktig atmosfære. Problemet er imidlertid at det med dagens produksjonsmetoder er svært vanskelig å oppnå et belegg uten urenheter og inhomogeniteter som skaper feste for vandrdåper (og dermed øker CAH). Et annet alternativ for antiisingsbelegg er å lage røe, svært hydrofobiske («superhydrofobiske»/«ultrahydrofobiske») belegg med lav CAH. Dette oppnås ved bruk av nye eksperimentelle produksjonsteknikker som gir overflater med kontrollert ruhetsstruktur på både mikro- og nanonivå. Svakheter for slike belegg er følsomhet for fuktig atmosfære, og sårbar ruhetsstruktur. Det tredje og siste alternativet for antiisingsbelegg er bruk av nanostrukturerte belegg med konfigurasjon for SLIPS. Dette fremstår imidlertid som krevende og dyrt å produsere.

Det har lenge eksistert en teori om korrelasjon mellom IAS og CA. Den samme korrelasjonen indikeres ved hjelp av isadhesjonsmålingene som er utført som en del av dette prosjektet. En del av målingene er samtidig såpass tvetydige at dette tolkes som at IAS også må være avhengig av andre parametere enn CA. Referert litteratur tyder på at CAH er en slik parameter. Beregning av CAH for beleggene kunne dermed ha gitt sterkere grunnlag for å forklare mange av resultatene ytterligere.

For å redusere isadhesjon på røe, hydrofobiske belegg er det viktig at kontaktarealet mellom is og underlag holdes minst mulig. Dette kan oppnås dersom vannet fukter overflaten i Cassie-Baxter fuktingsregimet. Samtidig er det viktig at CAH er lavest mulig. For glatte belegg er lavest mulig CAH avgjørende for gode antiisingssegenskaper.

Ved gjentatt isadhesjonstesting påvises det slitasje på Belegg A og Belegg E. For Belegg A indikeres det økning i både IAS og ruhet som følge av skader i overflaten, mens det for Belegg E ikke kan påvises noen endring. Med tanke på praktisk bruk stilles det spørsmål ved Belegg A og Belegg E sine mekaniske egenskaper.

Ved avsluttende testing påvises det en svak økning i gjennomsnittlig IAS som funksjon av antall isadhesjonstester. Videre testing er nødvendig for å vise om dette er reelt.

Det konkluderes med at utstyret som brukt er overdimensjonert og lite egnet i prosjektet. Dette medfører at IAS-målingene kan være påvirket av feilmålinger.

Det poengteres at det bør kjøres identiske isadhesjonstester på parallelle prøver av beleggene for å verifisere isadhesjonsmålinger.

10 Videre arbeid

Som det fremgår av både diskusjon og konklusjon bør det arbeides videre med isadhesjonstesting for å verifisere målingene som allerede er gjort. I tillegg vil videre testing vise hvordan kontaktvinkler, ruhet og IAS vil utvikle seg for beleggene. Det vil være spesielt interessant å følge utviklingen på Belegg A og Belegg E ettersom disse viste tegn til å ta skade av testingen. For verifisering av resultater vil det være nødvendig å benytte samme testmetode. Dersom dette også medfører bruk av samme testtrigg bør det vurderes å investere i en lastcelle som er mer egnet for bruk i lavere lastområder. For å luke ut uregelmessigheter blant målingene bør det dessuten også det kjøres identiske isadhesjonstester på parallelle prøver av beleggene.

I dette prosjektet har fokuset ligget på belegg som fungerer som antiisingsbelegg ved å skape minimal heft til isen etter at den er dannet. Videre arbeid med beleggene bør inkludere tester som tar for seg den andre viktige egenskapen for et antiisingsbelegg: evnen til å fjerne vann fra overflaten før det fryser.

Et belegg som skal benyttes i en praktisk brukssituasjon bør kunne bevise gode egenskaper innen flere områder enn kun IAS. I denne sammenheng kan det være interessant å arbeide videre med en studie av beleggenes egenskaper ved fuktig atmosfære, mekanisk robusthet og egenskaper for forsinket innfrysing av vann på overflaten.

Et fremtidig utvalg av belegg for isadhesjonstesting bør også inneholde et SLIPS-belegg. Dette er et innovativt og svært interessant konsept som trolig vil fange mye oppmerksomt innen forskningsmiljøet for antiisingsbelegg de kommende årene.

11 Referanser

1. **Farhadi, S., Farzaneh, M. og Kulinich, S. A.** *Anti-icing performance of superhydrophobic surfaces.* Saguenay : Applied Surface Science, 2011.
2. **Meuler, Adam J., et al., et al.** *Relationships between Water Wettability and Ice Adhesion.* s.l. : ACS Applied Materials and Interfaces, 2010.
3. **International Organization for Standardization.** *ISO 12494-1:2001 Atmospheric icing of structures.* 2001.
4. **Arianpour, Faranak.** *Water and ice-repellent properties of nanocomposite coatings based on silicone rubber.* Québec : s.n., 2010.
5. [Internett] [Sisert: 14. 5. 2013.]
http://t1.gstatic.com/images?q=tbn:ANd9GcRz9ywdrFfzPVAQMKPE_a1S_nTyHjJN5ypi1FfnGkpS-OklOSJcEjLL1KAN.
6. **Overland, James E.** *Prediction of Vessel Icing for Near-Freezing Sea Temperatures.* Seattle : Weather and Forecasting, 1989.
7. **Jones, Kathleen F. og Andreas, Edgar L.** *Sea Spray Icing of Drilling and Production Platforms.* s.l. : US Army Corps of Engineers Engineer Research and Development Center, 2009.
8. **Guest, Peter.** *Vessel Icing.* s.l. : Mariners Weather Log, 2005.
9. **Funk, Christa.** *Freezing Spray and Ice Accretion on Vessels: A Comprehensive Summary.* New London : United States Coast Guard Academy, 2012.
10. **Overland, J. E., et al., et al.** *Prediction of Vessel Icing.* Seattle : American Meteorological Society, 1986.
11. **Petrenko, Victor F. og Qi, Suogen.** *Reduction of ice adhesion to stainless steel by ice electrolysis.* Hanover : American Institute of Physics, 1999.
12. **Yang, Shuqing, et al., et al.** *Research on the icephobic properties of fluoropolymer-based materials.* s.l. : Applied Surface Science, 2010.
13. **Lafuma, Aurélie og Quéré, David.** *Superhydrophobic states.* s.l. : Nature Materials, 2003.
14. **Young, Thomas.** *An Essay on the Cohesion of Fluids.* s.l. : Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 1805.
15. **Zhang, Xi, et al., et al.** *Superhydrophobic surfaces: from structural control to functional application.* Beijing : Journal of Materials Chemistry, 2007.
16. **NanoSpray Nederland.** Product Characteristics. [Internett] 2013. [Sisert: 15. 5. 2013.]
http://nanospray.nl/index.php?main_page=page&id=9.
17. **Kulinich, S. A. og Farzaneh, M.** *How Wetting Hysteresis Influences Ice Adhesion Strength on Superhydrophobic Surfaces.* Saguenay : American Chemical Society, 2009.

18. **Giraldez, Maria Jesus og Yebra-Pimentel, Eva.** *Hydrogel Contact Lenses Surface Roughness and Bacterial Adhesion*. s.l. : Ocular Diseases, Dr. Adedayo Adio (Ed.), 2012.
19. **Wenzel, Robert N.** *Resistance of solid surfaces to wetting by water*. Pittsburgh : Industrial and engineering chemistry, 1936.
20. **Cassie, A. B. D. og Baxter, S.** *Wettability on porous surfaces*. s.l. : Transactions of the Faraday Society, 1944.
21. **Tourkine, Piotr, Le Merrer, Marie og Quéré, David.** *Delayed Freezing on Water Repellent Materials*. Paris : American Chemical Society, 2009.
22. **Marmur, Abraham.** *Wetting on Hydrophobic Rough Surfaces: To Be Heterogeneous or Not To Be?* Haifa : Langmuir, 2003.
23. **Kulinich, S. A. og Farzaneh, M.** *On ice-releasing properties of rough hydrophobic coatings*. Saguenay : Cold Regions Science and Technology, 2011.
24. **Noormohammed, Saleema.** *Nanostructured Thin Films for Icephobic Applications*. Québec : University of Québec at Chicoutimi, 2009.
25. **Lin, Shi Yow, et al., et al.** *Measurement of dynamic/advancing/receding contact angle by video enhanced sessile drop tensiometry*. Taipei : American Institute of Physics, Review of Scientific Instrument, 1996.
26. **ramé-hart instrument co.** *Contact angle goniometers and tensiometers. Information on Contact Angle*. [Internett] ramé-hart instrument co., 2012. [Siter: 11. 2. 2013.] <http://www.ramehart.com/images/ca4.jpg>.
27. **Wang, Hong, He, Guogeng og Tian, Qiqi.** *Effects of nano-fluorocarbon coating on icing*. Wuhan : Applied Surface Science, 2012.
28. **Wier, Kevin A. og McCarthy, Thomas J.** *Condensation on Ultrahydrophobic Surfaces and Its Effect on Droplet Mobility: Ultrahydrophobic Surfaces Are Not Always Water Repellant*. Amherst : American Chemical Society, 2006.
29. **Petrenko, Victor F. og Peng, S.** *Reduction of ice adhesion to metal by using self-assembling monolayers (SAMs)*. s.l. : Canadian Journal of Physics, 2003.
30. **Saito, H., Takai, K. og Yamauchi, G.** *Water- and ice-repellent coatings*. s.l. : Surface Coatings International, 1997.
31. **Kim, Philseok, et al., et al.** *Liquid-Infused Nanostructured Surfaces with Extreme Anti-Ice and Anti-Frost Performance*. Washington : American Chemical Society, 2012.
32. **Kulinich, S. A., et al., et al.** *Superhydrophobic Surfaces: Are They Really Ice-Repellent?* s.l. : American Chemical Society, 2010.
33. **Menini, Richard, Ghalmi, Zahira og Farzaneh, Masoud.** *Highly resistant icephobic coatings on aluminum alloys*. Québec : Cold Regions Science and Technology, 2010.

34. **Zou, M., et al., et al.** *Effects of surface roughness and energy on ice adhesion strength*. s.l. : Applied Surface Science, 2010.
35. **Yin, Long, et al., et al.** *In situ investigation of ice formation on surfaces with representative wettability*. s.l. : Applied Surface Science, 2010.
36. **Norwegian University of Science and Technology** . Instrumentation at Ugelstad Laboratory. *CAM 200*. [Internett] [Siter: 21. 5. 2013.] <http://www.ntnu.edu/chemeng/instrumentation>.
37. **Norwegian University of Science and Technology**. Optical 3D microscope - Tribology Lab. *Confocal Microscope (IFM)*. [Internett] [Siter: 26. 5. 2013.] <http://www.ntnu.edu/ipm/tribology-lab/ifm>.
38. **Faisal, Aws Yonis**. *Degradation of Corrosion Protective Coatings under Artic Conditions*. Trondheim : Norwegian University of Science and Technology, 2009.

Vedlegg

Vedlegg A - Bilder av testede belegg

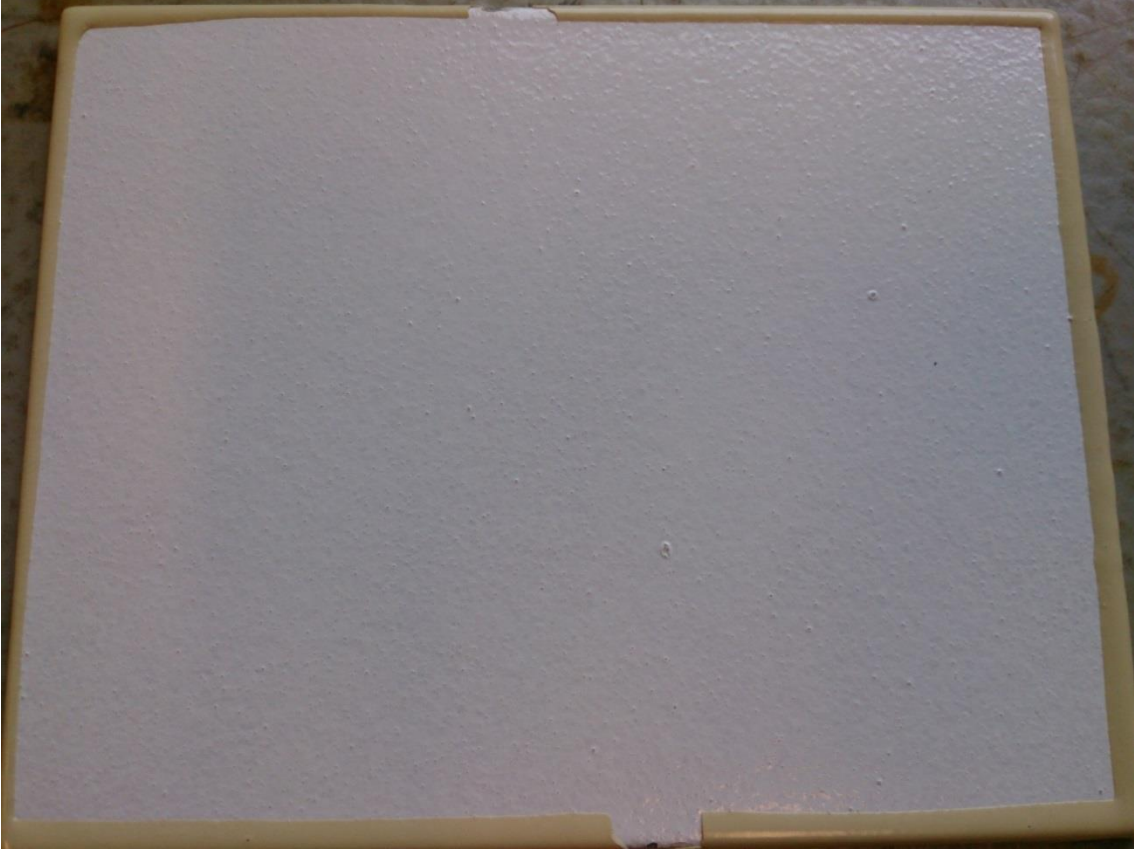
BELEGG A



BELEGG B



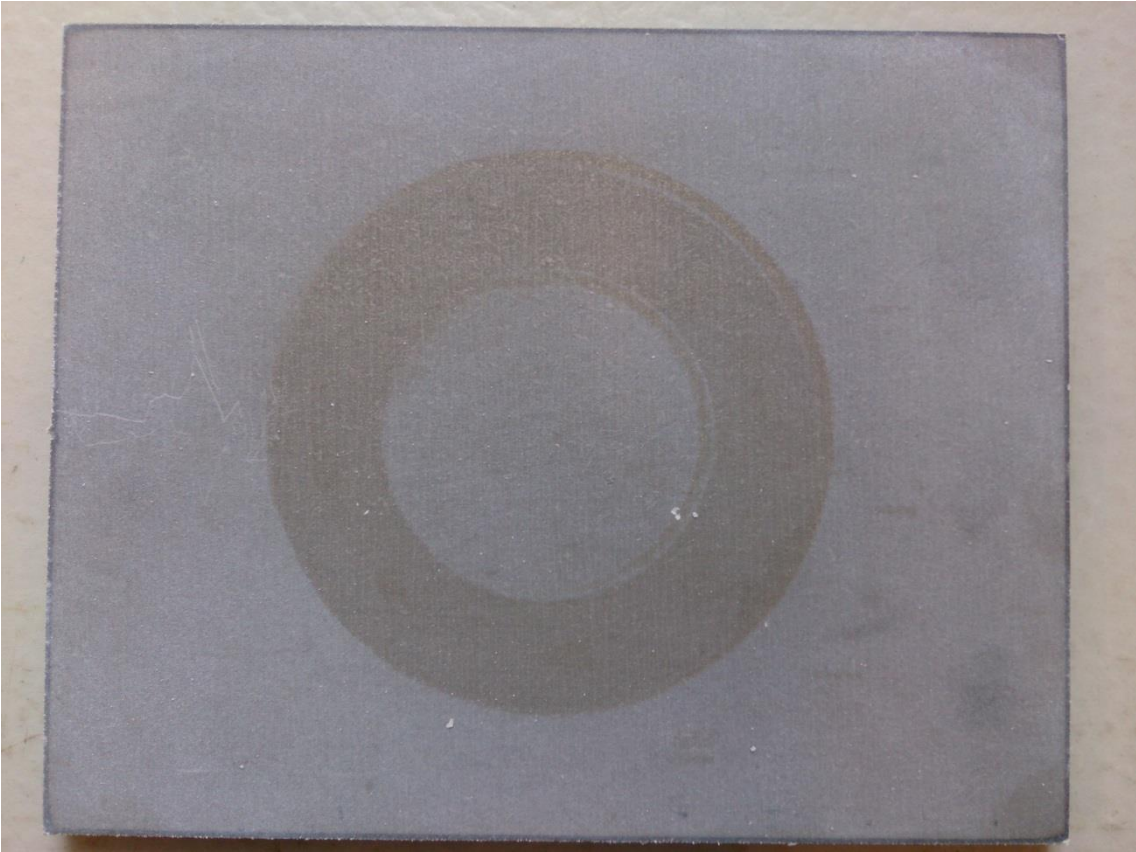
BELEGG C



BELEGG D



BELEGG E



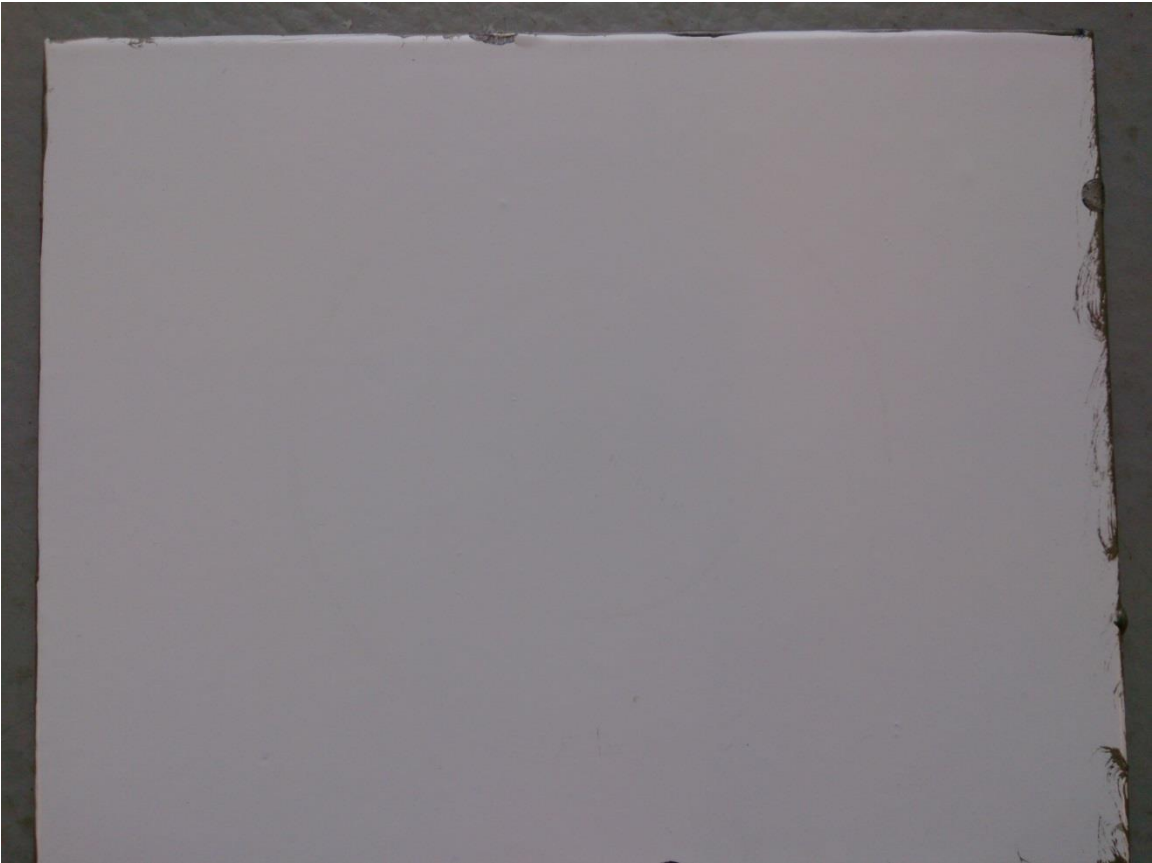
BELEGG F



BELEGG G



BELEGG H



BELEGG I



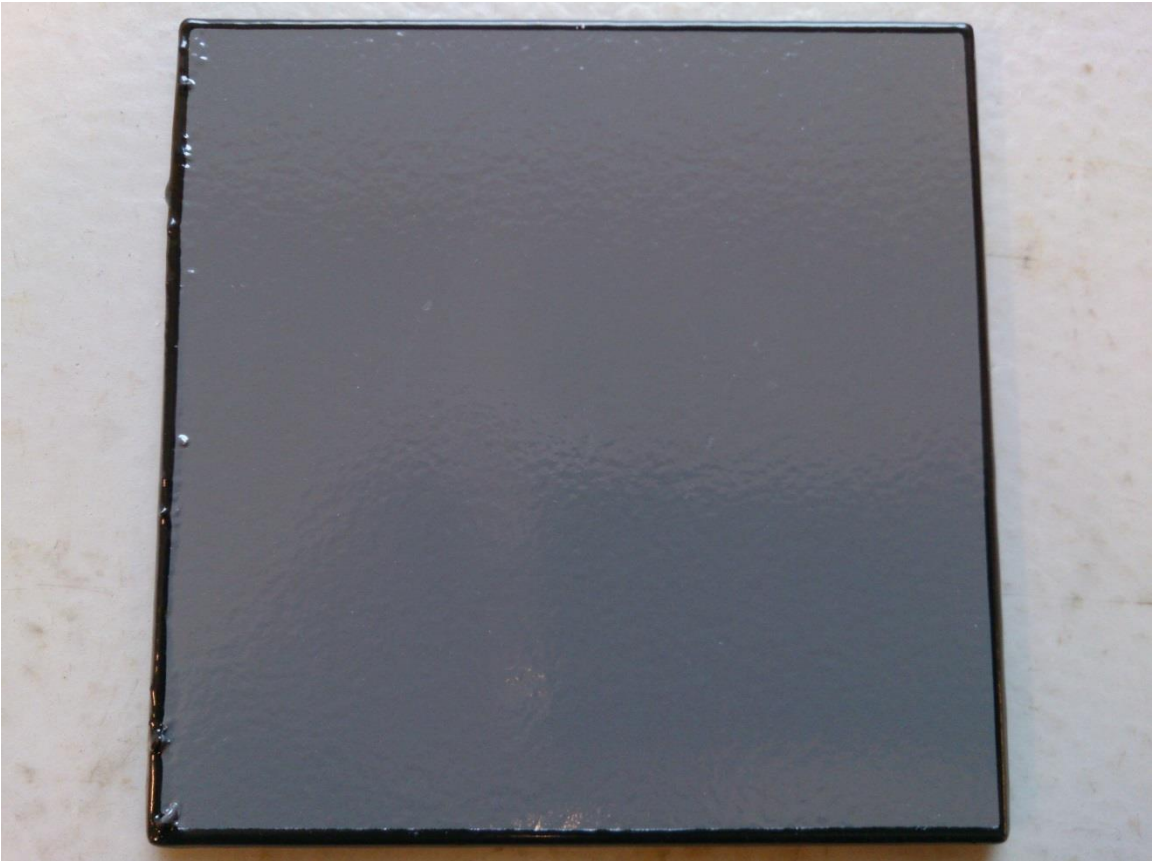
BELEGG J



BELEGG K



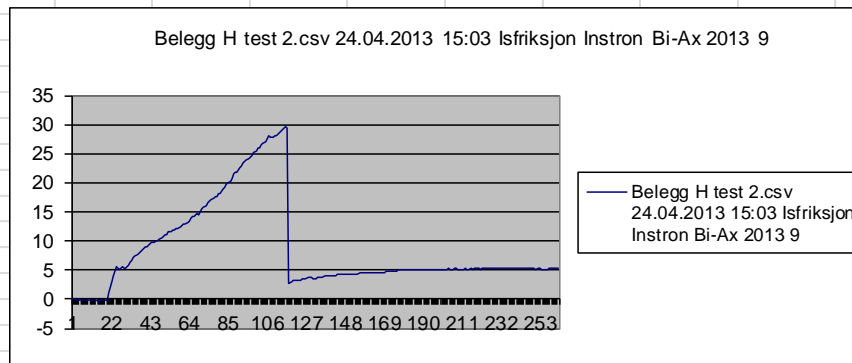
BELEGG L



Vedlegg B – Loggedata

Figuren viser deler av et dataark eksportert fra Excel med loggedata for isadhesjonsmåling nummer 2 for Belegg H.

TIME	"Force kN	"Stroke m	"Torque N	"Rot deg"
41388,63	-0,40754	-0,14756	-0,27766	-0,04606
41388,63	-0,40016	-0,147	-0,26724	-0,04606
41388,63	-0,40385	-0,14646	-0,26579	-0,04422
41388,63	-0,39941	-0,14839	-0,23761	-0,04459
41388,63	-0,40151	-0,14664	-0,23567	-0,04299
41388,63	-0,4073	-0,14572	-0,23075	-0,0436
41388,63	-0,40694	-0,14572	-0,24407	-0,04396
41388,63	-0,40397	-0,14543	-0,2515	-0,04545
41388,63	-0,40976	-0,1459	-0,28944	-0,04681
41388,63	-0,40532	-0,14673	-0,29388	-0,04384
41388,63	-0,40412	-0,1461	-0,28171	-0,04485
41388,63	-0,40349	-0,14564	-0,28953	-0,04497
41388,63	-0,40682	-0,14481	-0,29841	-0,04536
41388,63	-0,40313	-0,14591	-0,28664	-0,04497
41388,63	-0,40643	-0,14673	-0,25102	-0,04497
41388,63	-0,40238	-0,14535	-0,25102	-0,04275
41388,63	-0,40607	-0,14673	-0,22284	-0,04681
41388,63	-0,40187	-0,14553	-0,23722	-0,04372
41388,63	-0,40446	-0,14581	1,21259	-0,03744
41388,63	-0,40409	-0,14553	3,03399	-0,0241
41388,63	-0,40458	-0,14617	4,00497	-9,79E-03
41388,63	-0,40938	-0,14756	4,75579	3,53E-03
41388,63	-0,40545	-0,14821	5,49869	3,77E-03
41388,63	-0,41481	-0,14608	4,98425	0,017355
41388,63	-0,41001	-0,14191	5,28046	0,029203
41388,63	-0,40853	-0,13775	5,54261	0,035477
41388,63	-0,40347	-0,13478	5,274	0,047228
41388,63	-0,40643	-0,13395	5,42505	0,063515
41388,63	-0,40079	-0,135	5,80446	0,078041
41388,63	-0,40436	-0,13408	6,47585	0,079272
41388,63	-0,40325	-0,13518	6,60615	0,094812
41388,63	-0,40361	-0,13352	7,17039	0,107407
41388,63	-0,40569	-0,13786	7,29085	0,111244
41388,63	-0,4094	-0,13536	7,58851	0,119014



Vedlegg C – Resultat fra kontaktvinkelmålinger

Belegg		Før isadhesjonstesting			Etter 5-7 isadhesjonstester			Gjennomsnittlig kontaktvinkel før testing	Gjennomsnittlig kontaktvinkel etter 5-7 tester
		Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt		
Belegg A	Parallell							106,7	113,8
	1	104,4	104,5	104,4	114,0	113,9	113,9		
	2	108,1	107,8	108,0	114,1	114,2	114,2		
	3	107,4	107,3	107,3	113,5	113,1	113,3		
	4	106,9	106,8	106,9	114,2	113,5	113,8		
Belegg B	Parallell							91,7	97,4
	1	93,6	91,9	92,7	95,4	94,4	94,9		
	2	90,0	88,8	89,4	97,7	98,6	98,1		
	3	94,6	95,0	94,8	98,2	96,3	97,2		
	4	93,4	92,2	92,8	98,1	96,1	97,1		
	5	90,4	88,4	89,4	99,2	99,9	99,5		
	6	92,3	89,6	90,9					
Belegg C	Parallell							101,6	103,4
	1	102,9	101,4	102,2	101,6	99,6	100,6		
	2	102,4	100,3	101,3	103,6	104,8	104,2		
	3	103,4	102,5	102,9	105,3	104,6	105,0		
	4	101,6	99,4	100,5	104,9	102,9	103,9		
	5	101,1	100,9	101,0					

Belegg D	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt		
	1	98,8	98,0	98,4	99,9	99,2	99,6	98,7	97,1
	2	100,3	99,0	99,6	97,4	97,2	97,3		
	3	102,6	101,9	102,3	95,8	92,4	94,1		
	4	99,2	90,7	94,9	96,1	97,9	97,0		
	5	98,0	99,0	98,5	96,2	98,7	97,4		
Belegg G	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	105,3	104,5
	1	105,1	105,1	105,1	106,7	107,2	107,0		
	2	105,8	105,8	105,8	104,5	104,2	104,3		
	3	105,8	105,8	105,8	103,4	102,2	102,8		
	4	104,2	104,9	104,5	104,7	103,2	104,0		
Belegg H	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	92,9	95,5
	1	96,0	96,0	96,0	98,2	96,1	97,1		
	2	90,4	91,2	90,8	95,3	91,7	93,5		
	3	94,7	95,2	95,0	93,0	93,0	93,0		
	4	90,4	90,4	90,4	98,8	97,7	98,3		
	5	92,9	91,9	92,4					
Belegg F	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	95,1	87,9
	1	92,5	93,1	92,8	88,6	88,6	88,6		
	2	93,8	93,8	93,8	91,1	89,0	90,1		
	3	97,4	98,0	97,7	88,8	88,5	88,7		
	4	96,0	97,0	96,5	86,4	84,0	85,2		
	5	93,7	95,3	94,5	87,4	87,0	87,2		
Belegg E	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	153,3	147,6
	1	140,9	139,7	140,3	136,2	135,6	135,9		
	2	157,3	159,1	158,2	146,5	146,1	146,3		
	3	160,8	162,1	161,5	161,5	165,4	163,4		
	4				143,2	146,6	144,9		

Belegg I	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	77,2	92,0
	1	78,8	79,9	79,3	90,2	90,9	90,6		
	2	72,6	70,6	71,6	95,4	93,8	94,6		
	3	78,3	75,1	76,7	90,7	90,7	90,7		
	4	81,1	81,1	81,1	91,5	89,2	90,4		
	5				94,3	93,2	93,8		
Belegg J	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	66,6	70,4
	1	68,1	66,7	67,4	72,0	71,3	71,6		
	2	66,5	66,2	66,3	71,2	67,0	69,1		
	3	73,1	68,5	70,8	69,8	70,9	70,4		
	4	61,8	61,8	61,8					
	5								
Belegg K	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	73,1	75,5
	1	73,3	74,9	74,1	74,5	71,7	73,1		
	2	70,8	68,7	69,7	72,8	72,2	72,5		
	3	77,7	77,3	77,5	77,0	77,0	77,0		
	4	71,3	71,0	71,2	79,8	79,8	79,8		
	5				74,8	75,0	74,9		
Belegg L	Parallell	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	Venstre	Høgre	Gjennomsnitt	66,8	74,2
	1	68,4	64,4	66,4	74,9	72,4	73,6		
	2	67,1	64,7	65,9	73,7	73,7	73,7		
	3	70,2	70,6	70,4	77,4	74,6	76,0		
	4	64,6	62,9	63,8	73,0	72,6	72,8		
	5	68,4	66,5	67,5	75,8	74,5	75,1		

Vedlegg D – Bilder fra kontaktvinkelmålinger

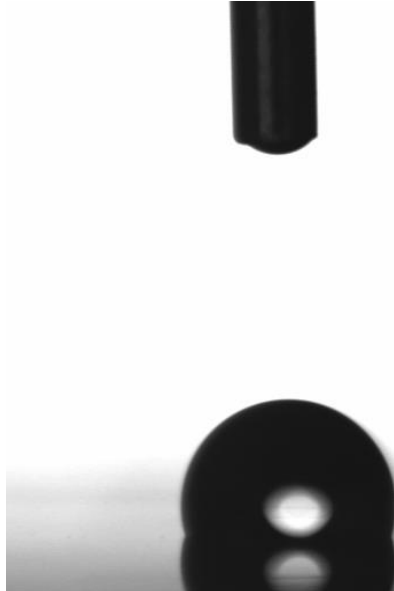
Verdien over bildene viser kontaktvinkel.

FØR ISADHESJONSTESTING

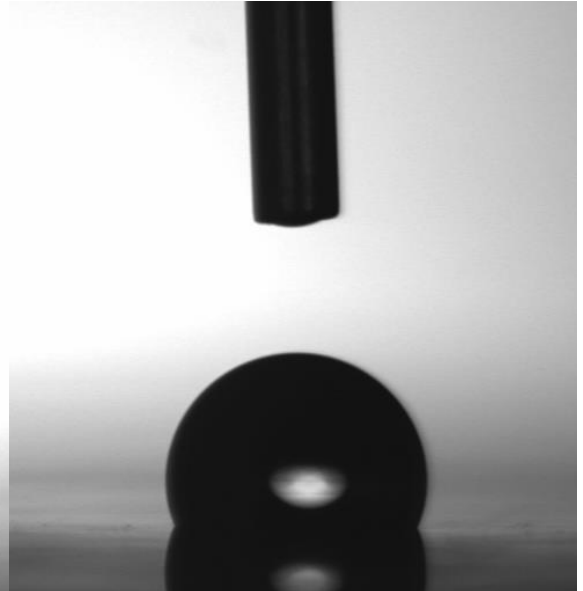
ETTER 5-7 ISADHESJONSTESTER

Belegg A

106,7°

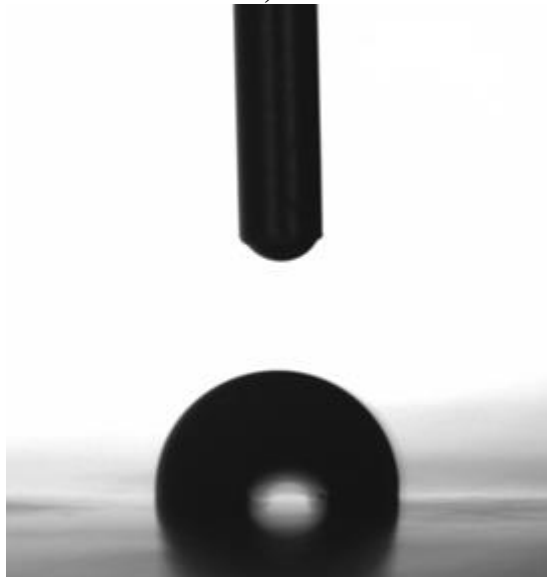


113,8°

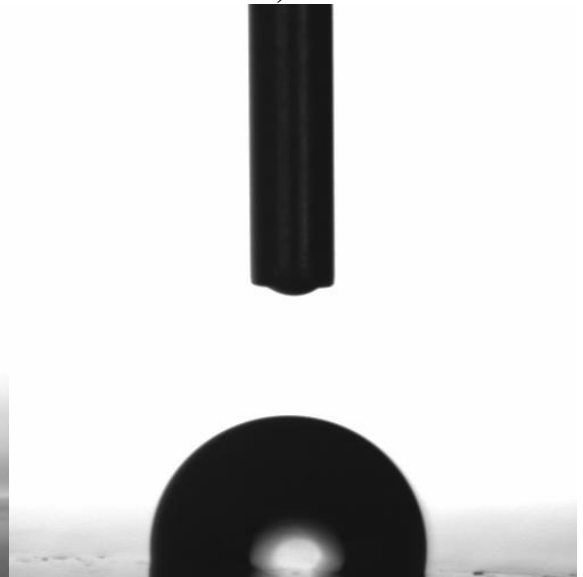


Belegg B

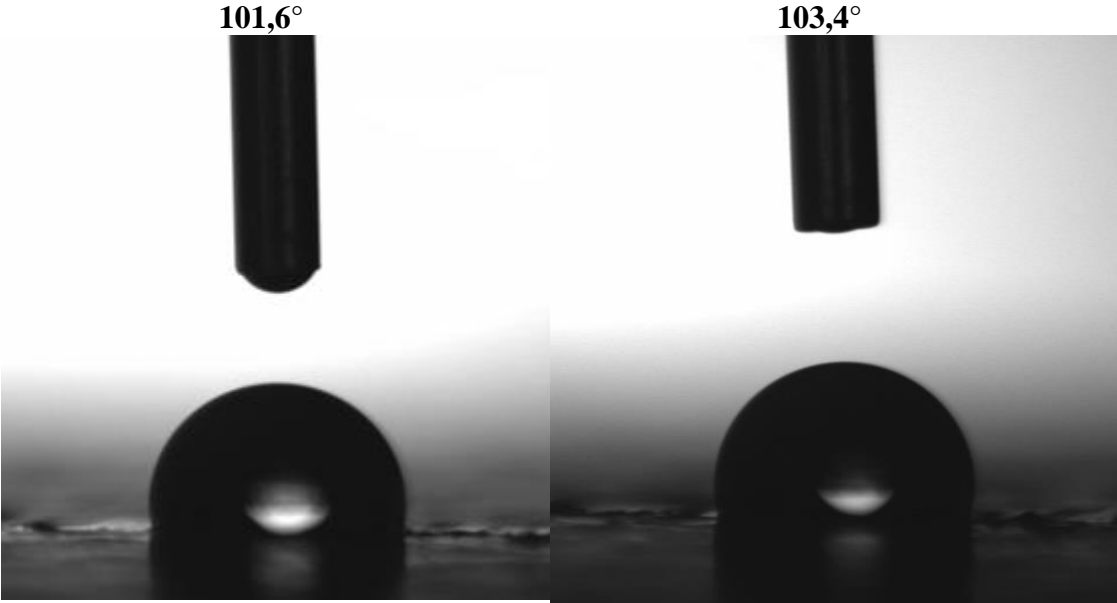
91,7°



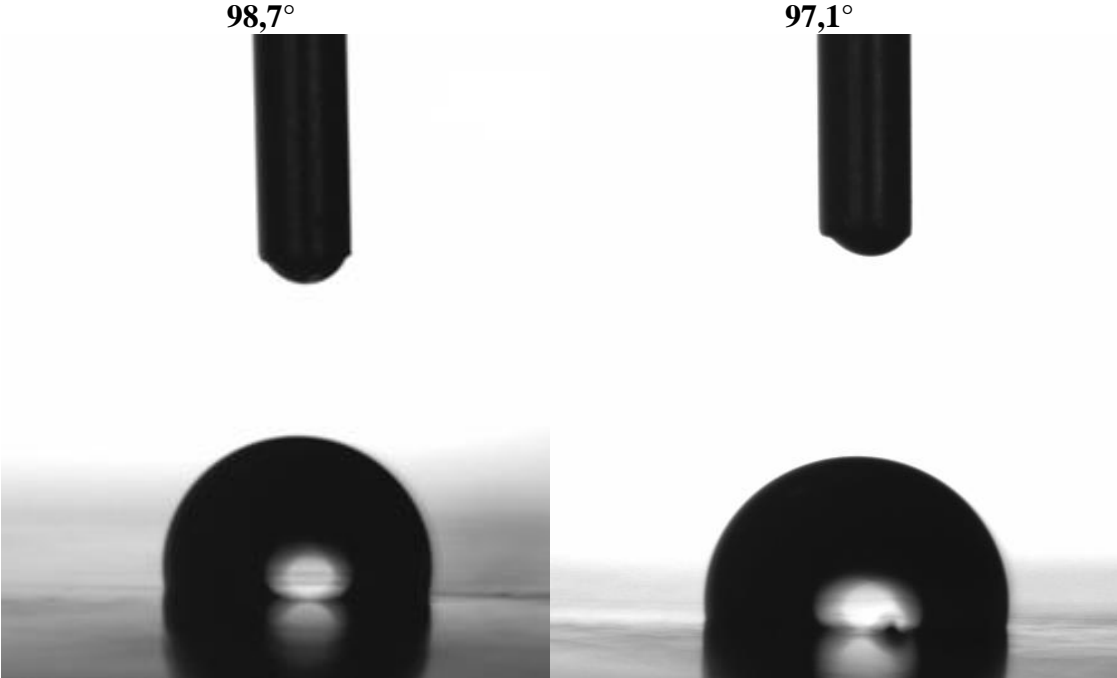
97,4°



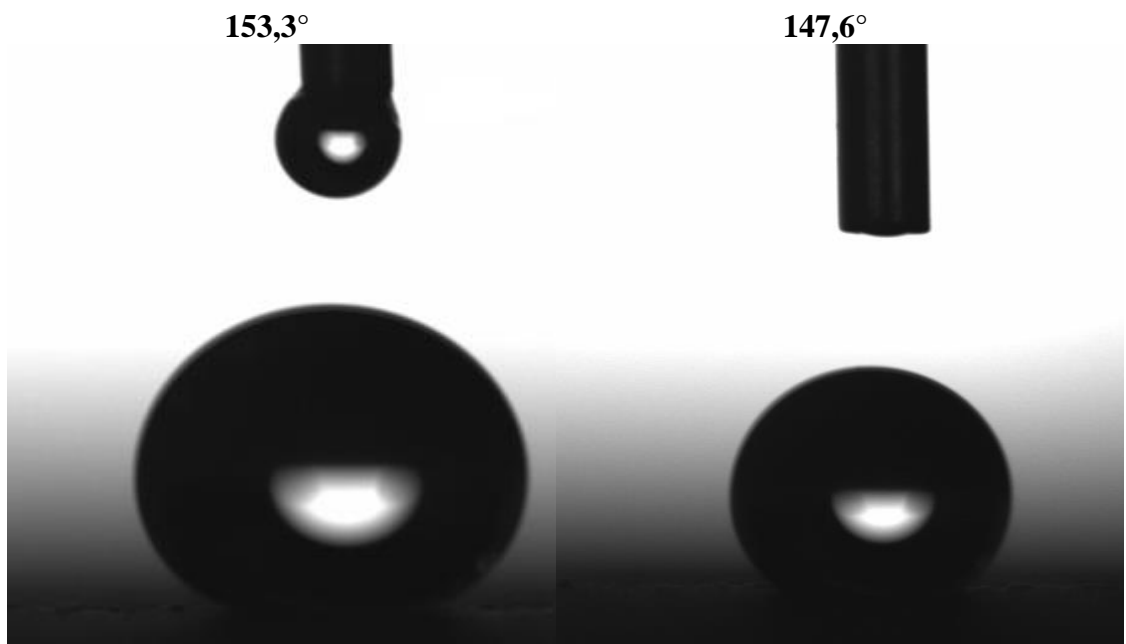
Belegg C



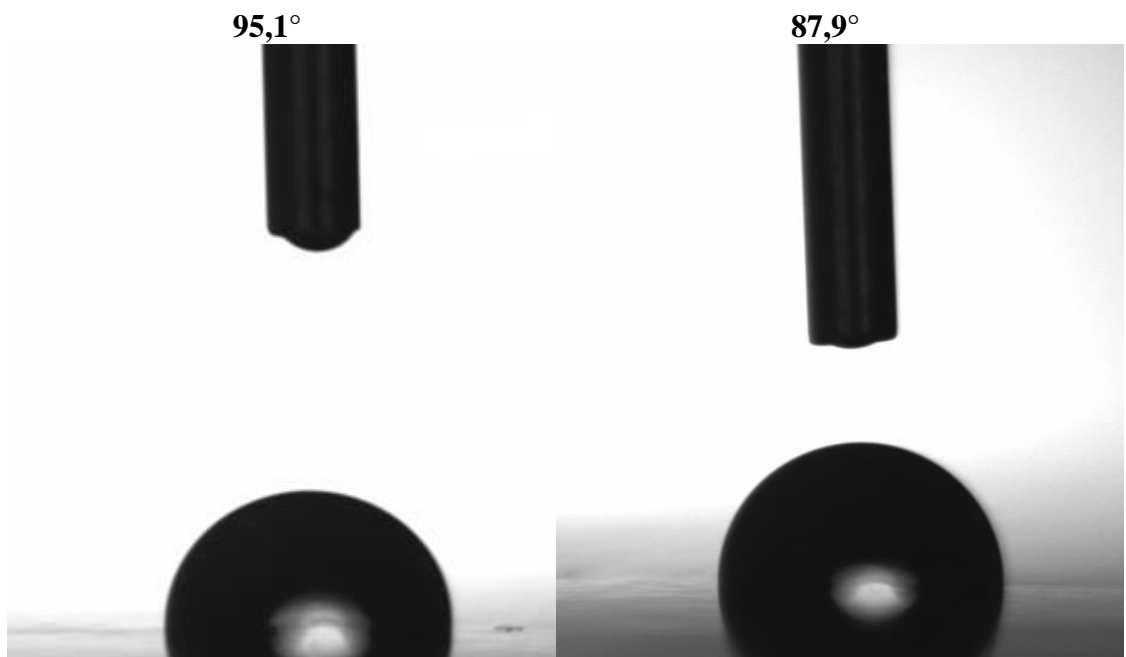
Belegg D



Belegg E



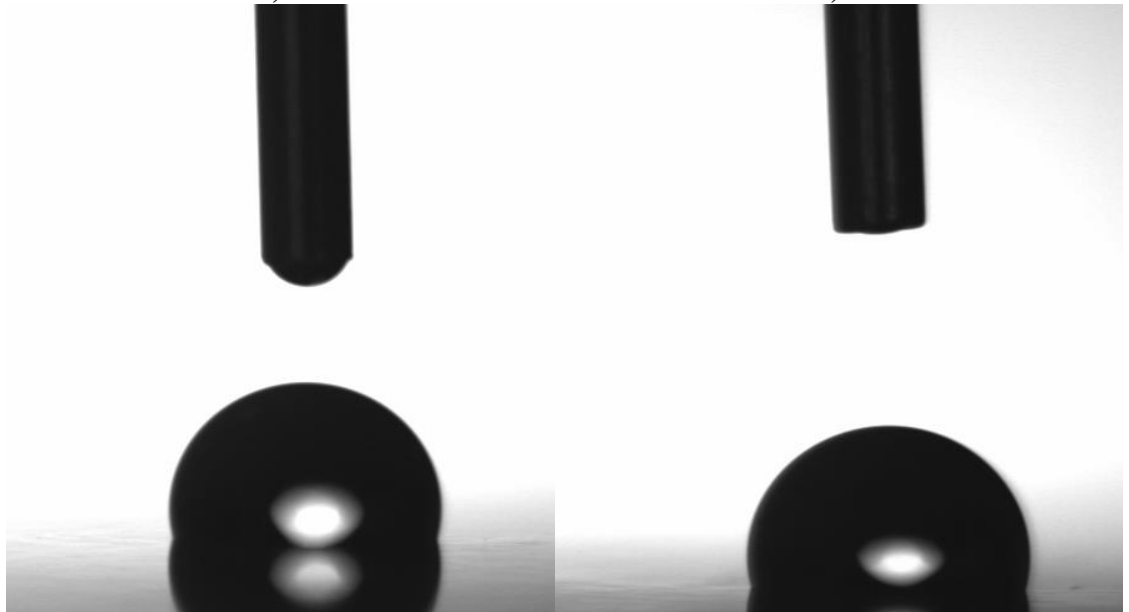
Belegg F



Belegg G

105,3°

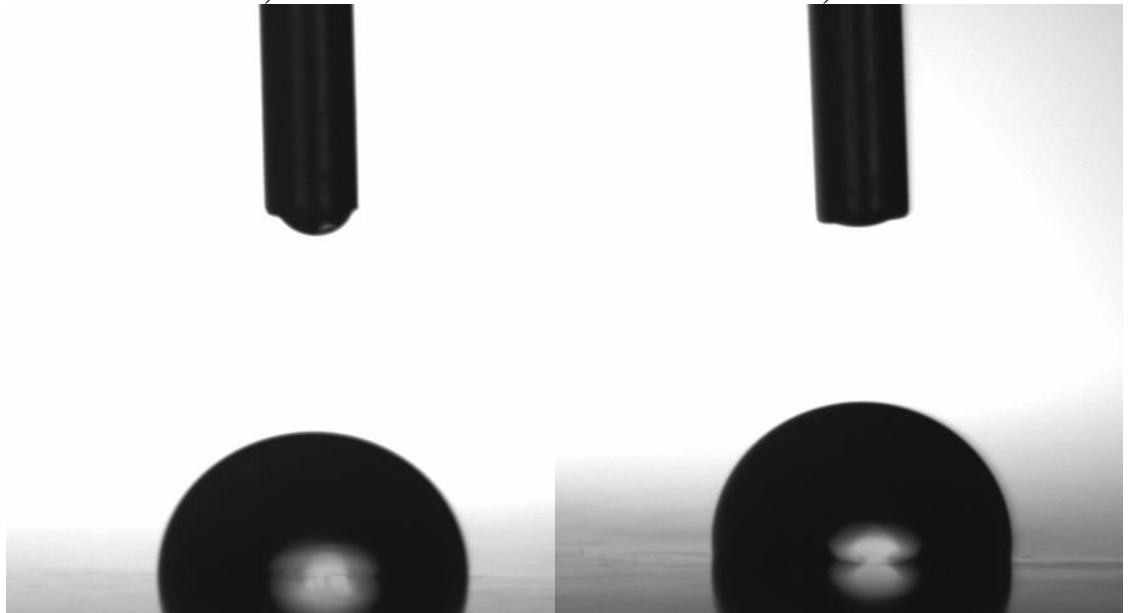
104,5°



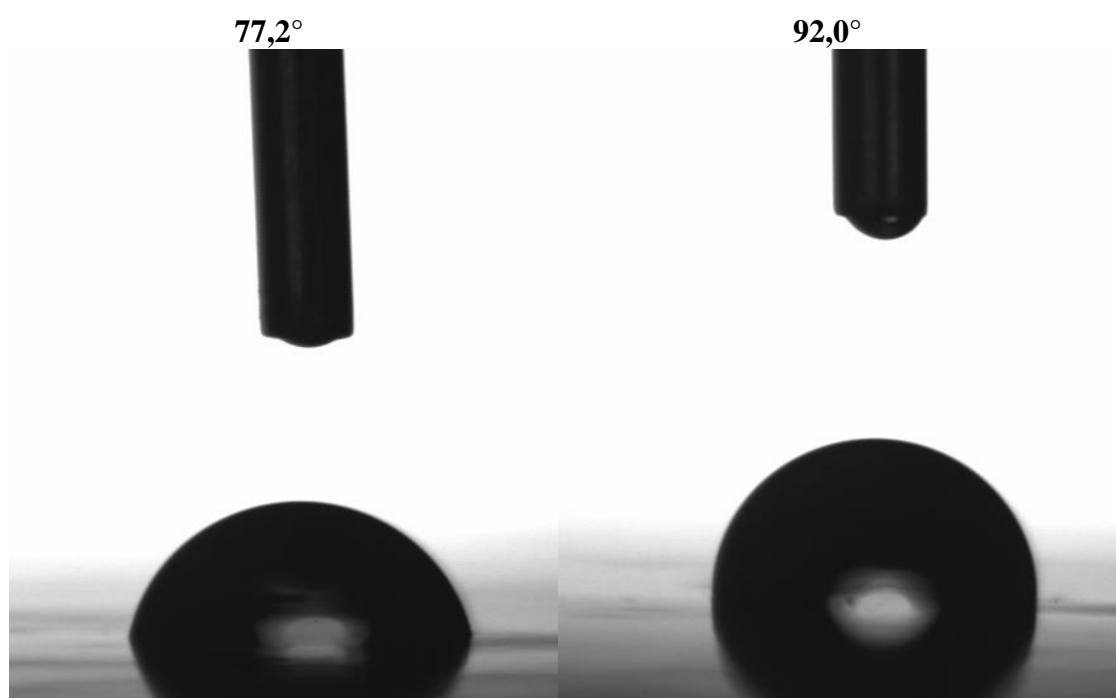
Belegg H

92,9°

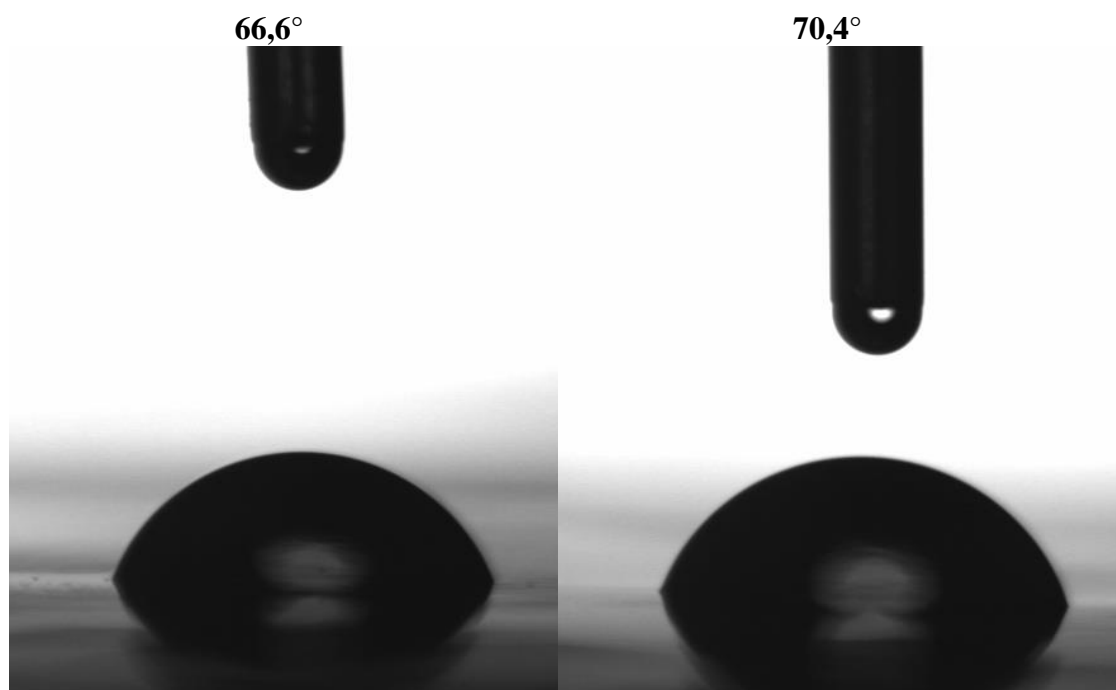
95,5°



Belegg I



Belegg J



Belegg K

73,1°



75,5°



Belegg L

66,8°



74,2°

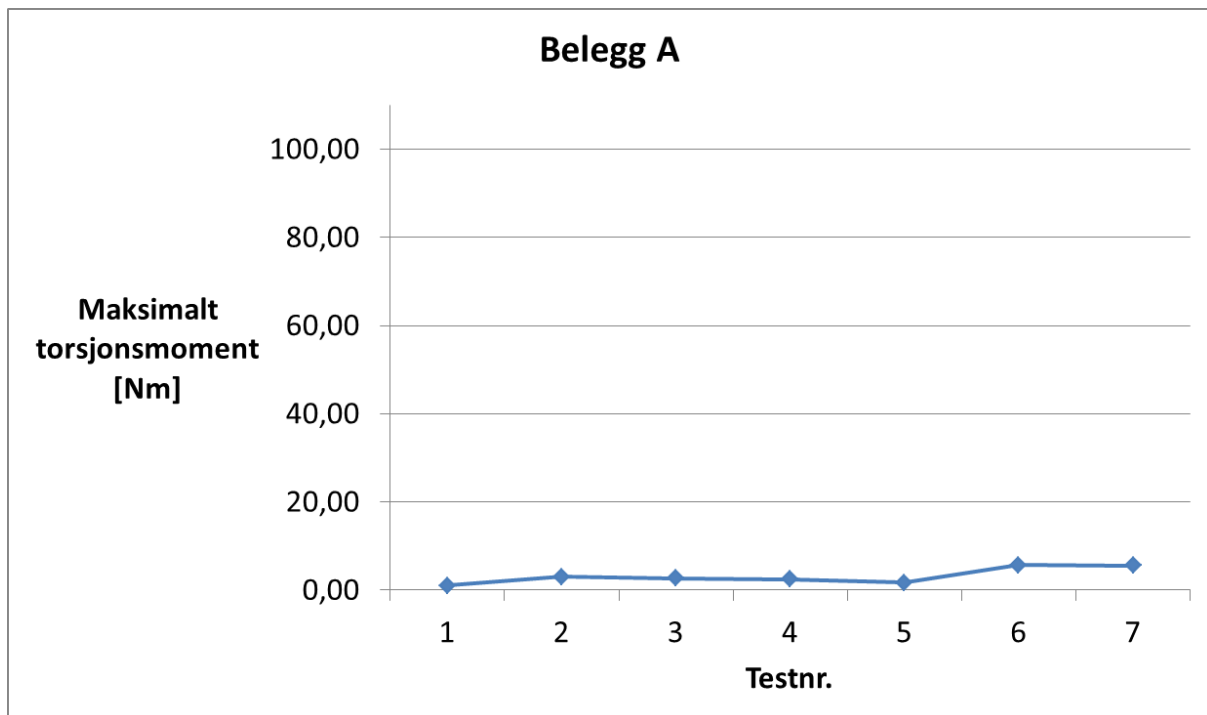


Vedlegg E - Enkeltresultater fra isadhesjonsmålinger

Tabellene viser torsjonsmoment [Nm] for korresponderende testnummer.

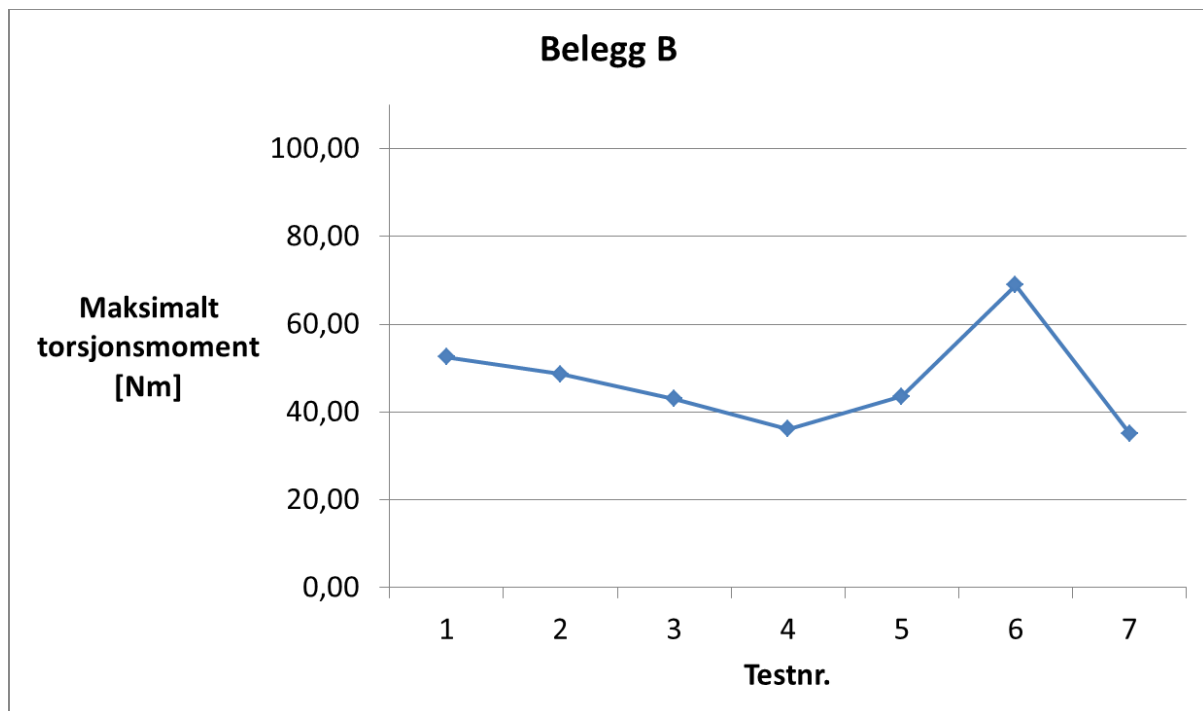
BELEGG A

Testnummer	Målt moment
1	1,01
2	2,99
3	2,70
4	2,44
5	1,72
6	5,68
7	5,57



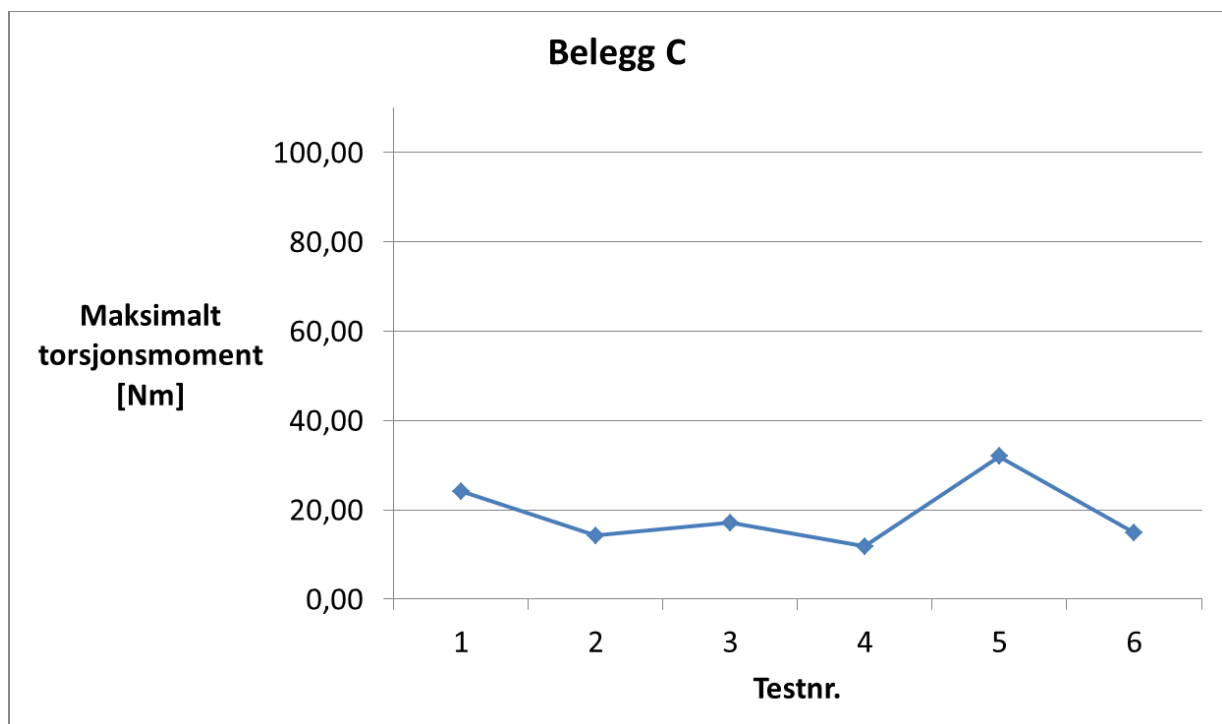
BELEGG B

Testnummer	Målt moment
1	52,50
2	48,65
3	42,95
4	36,13
5	43,52
6	68,97
7	35,09



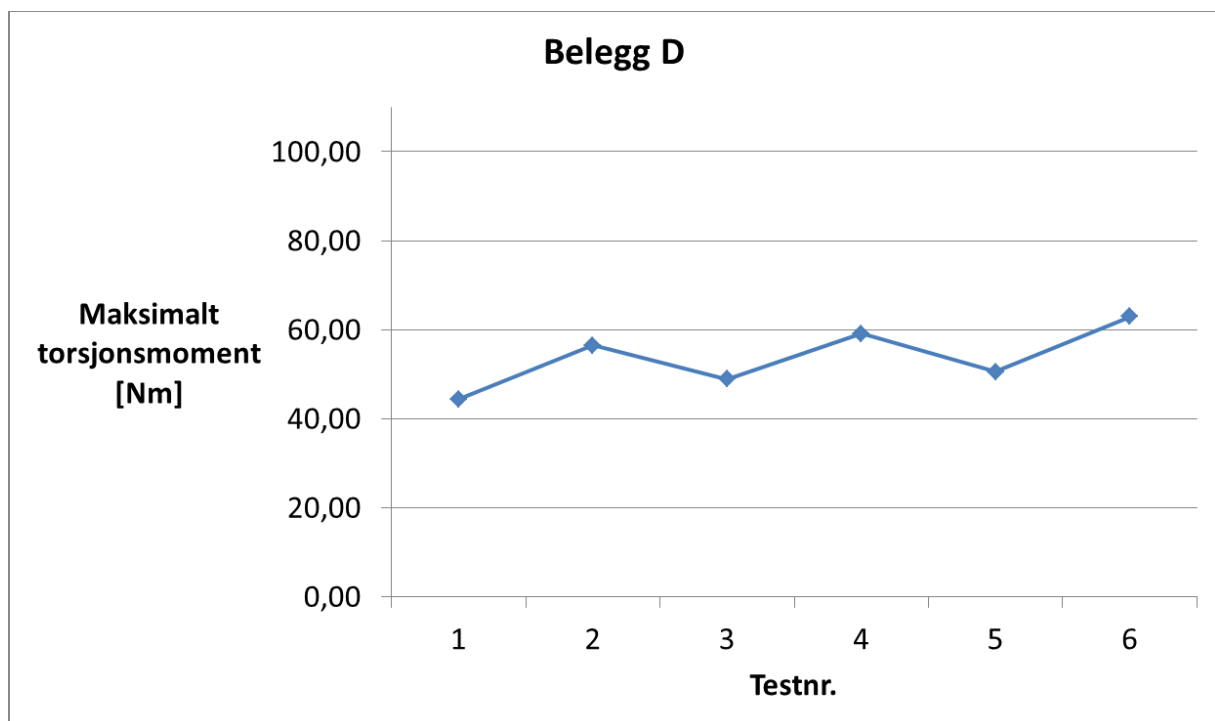
BELEGG C

Testnummer	Målt moment
1	24,20
2	14,21
3	17,10
4	11,86
5	32,01
6	14,89



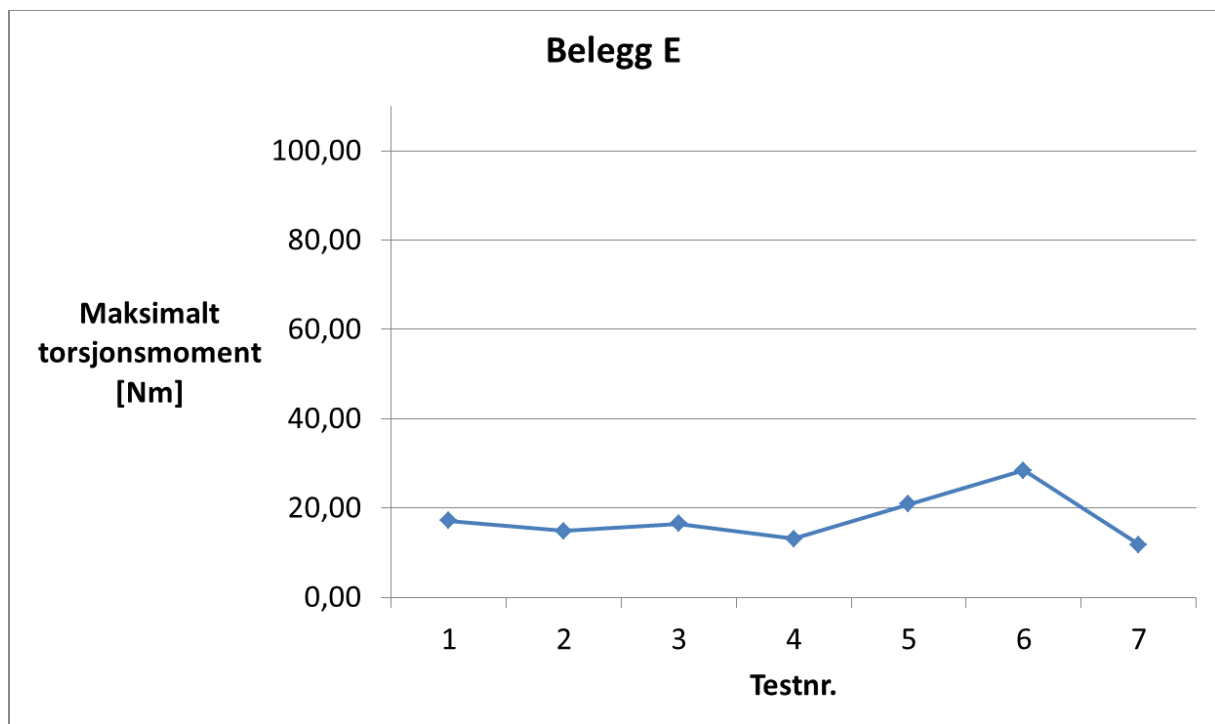
BELEGG D

Testnummer	Målt moment
1	44,41
2	56,47
3	48,86
4	59,12
5	50,55
6	62,90



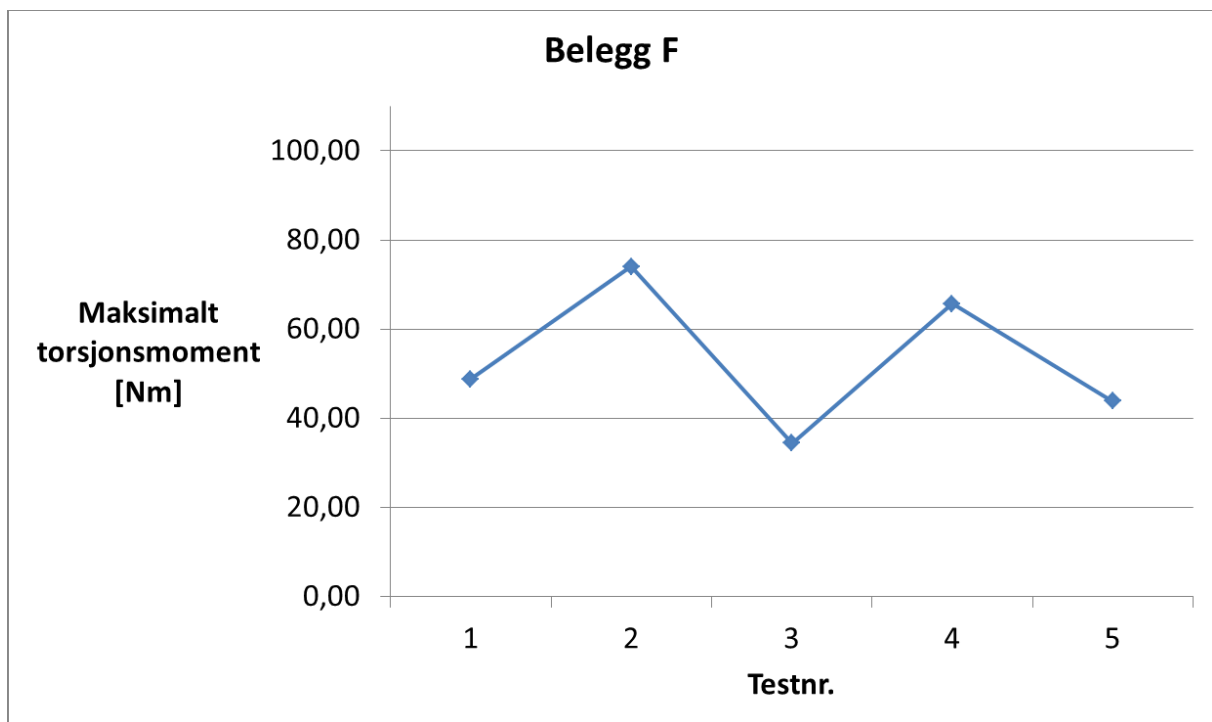
BELEGG E

Testnummer	Målt moment
1	17,13
2	14,84
3	16,52
4	13,13
5	20,91
6	28,37
7	11,81



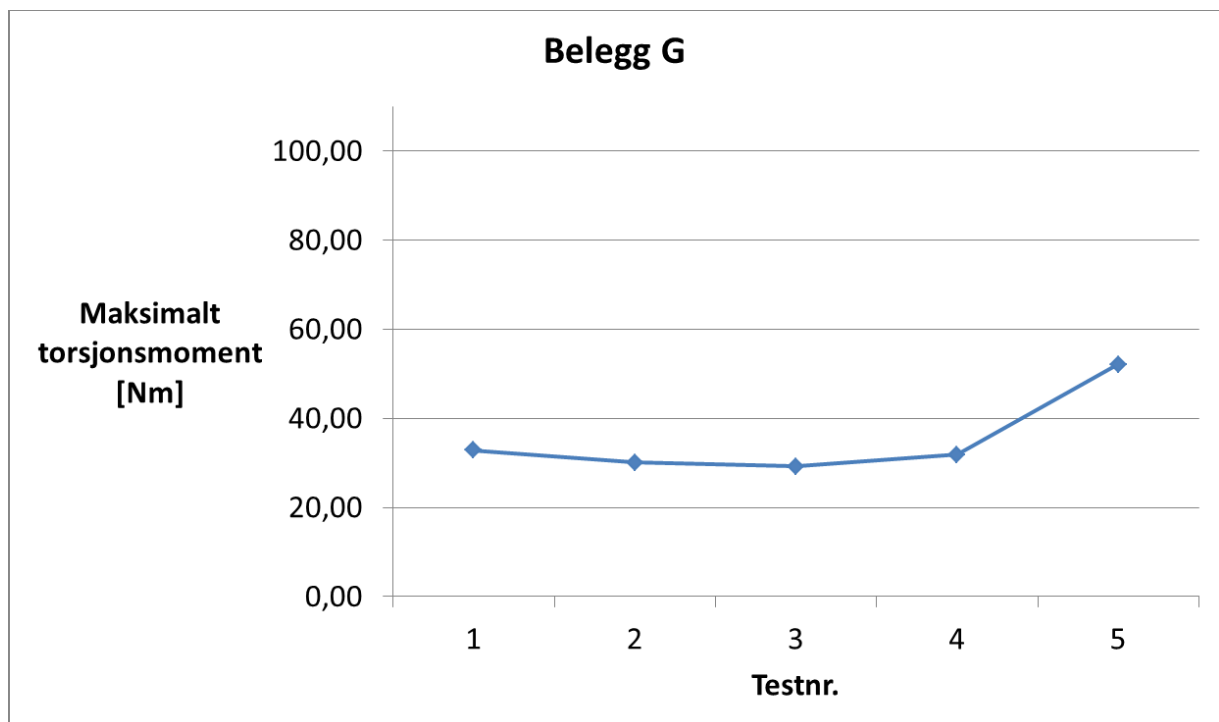
BELEGG F

Testnummer	Målt moment
1	48,76
2	74,00
3	34,45
4	65,74
5	43,88



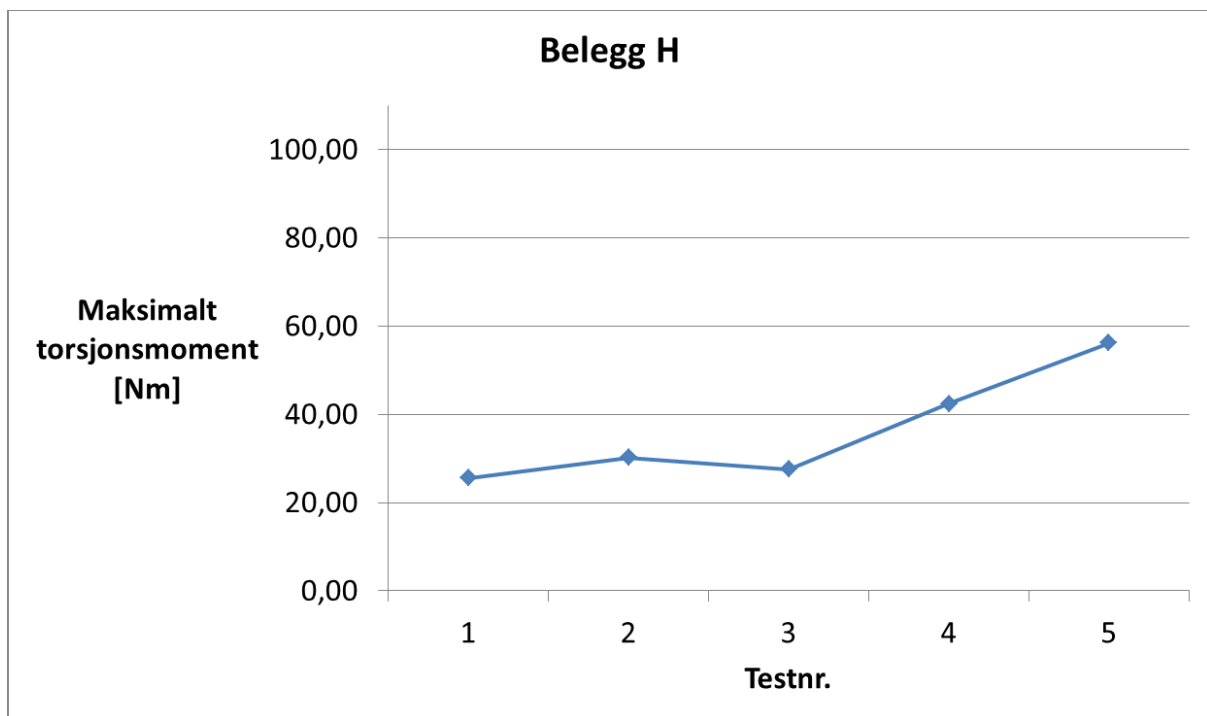
BELEGG G

Testnummer	Målt moment
1	32,89
2	30,07
3	29,22
4	31,90
5	52,13



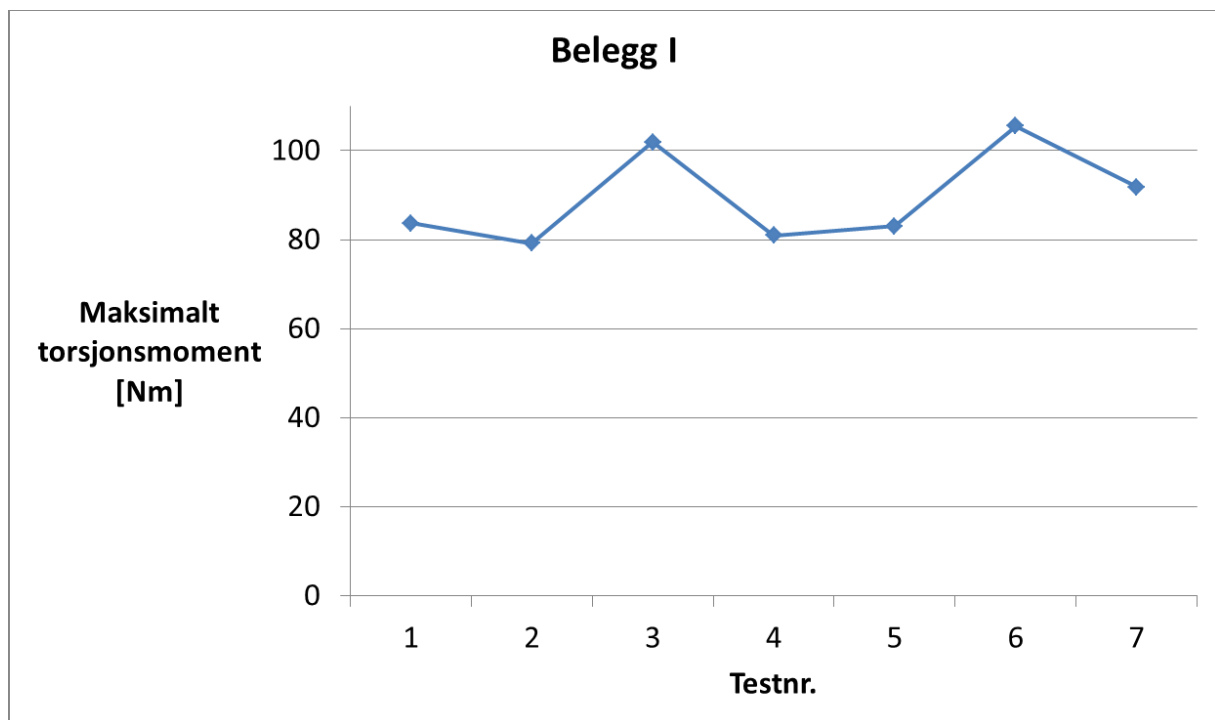
BELEGG H

Testnummer	Målt moment
1	25,55
2	30,24
3	27,61
4	42,45
5	56,17



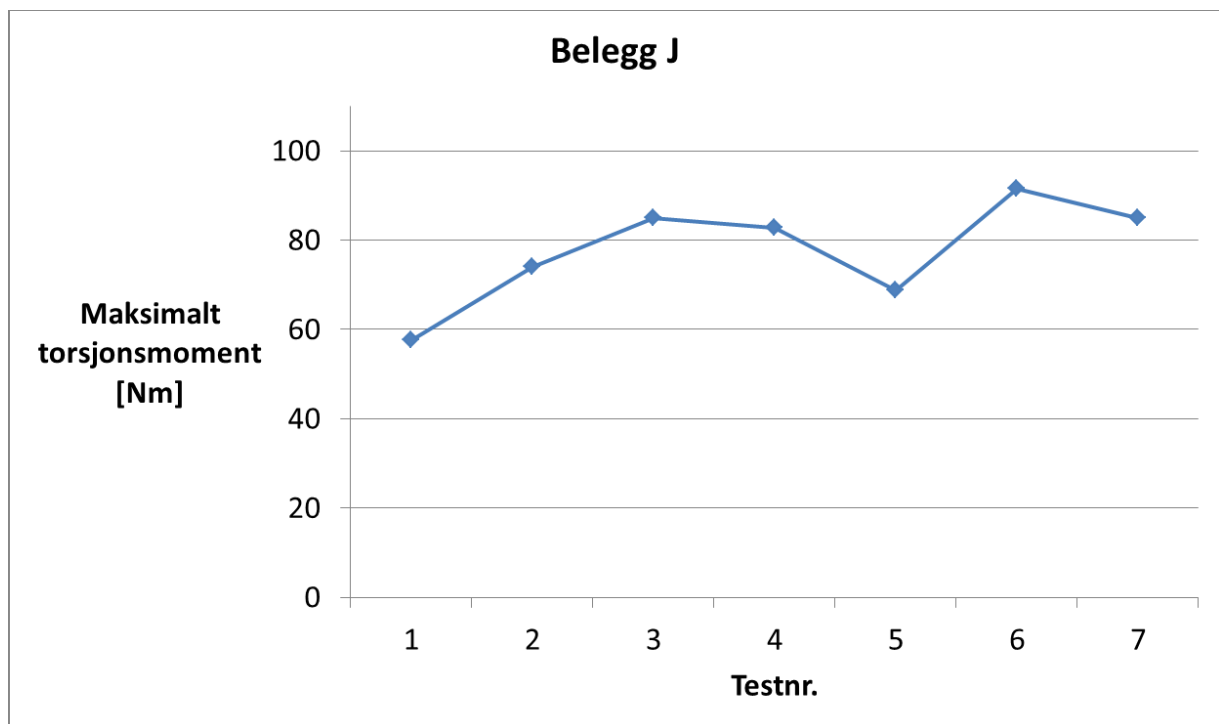
BELEGG I

Testnummer	Målt moment
1	83,63
2	79,20
3	101,9
4	80,95
5	83,07
6	105,5
7	91,78



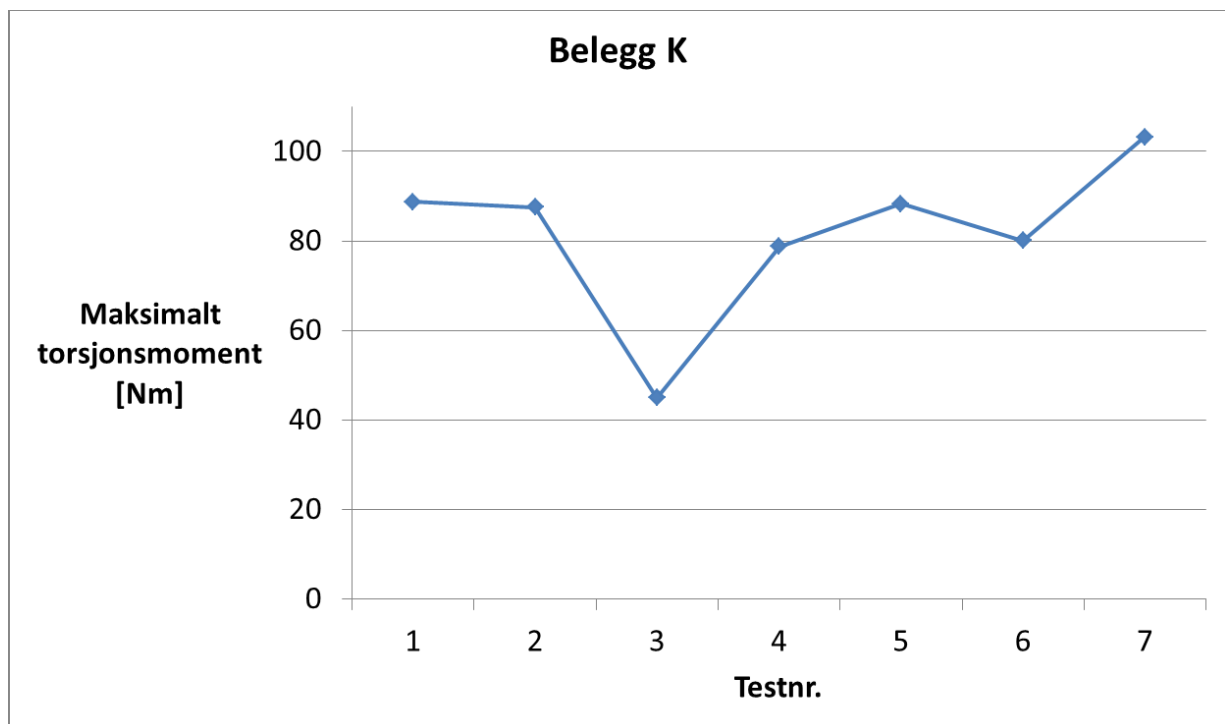
BELEGG J

Testnummer	Målt moment
1	57,59
2	74,06
3	84,96
4	82,79
5	68,78
6	91,51
7	85,01



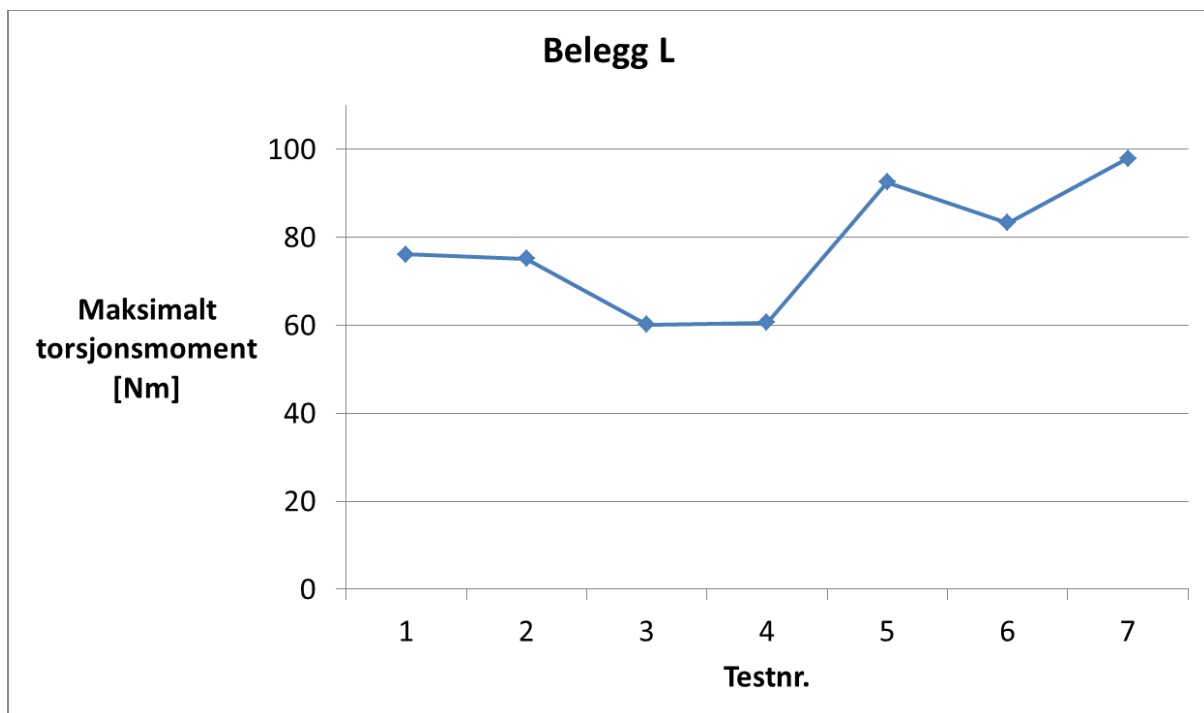
BELEGG K

Testnummer	Målt moment
1	88,78
2	87,57
3	44,99
4	78,77
5	88,27
6	80,06
7	103,2



BELEGG L

Testnummer	Målt moment
1	76,1
2	75,15
3	60,14
4	60,54
5	92,47
6	83,26
7	97,9



Vedlegg F - Samlet resultat for alle isadhesjonsmålinger

