

Effekt av glassflak på korrosjonsbeskyttende egenskaper til epoxymaling

Effect of Glass Flakes on the Corrosion Protective Properties of Epoxy Coatings

Prosjektnummer: IMA-B-25-2024

Innleveringsdato: 21.05.2024

Gradering: Åpen

Oppdragsgiver: JOTUN og SINTEF

Forfattere: Sander Aarli, Henrik Bakken og
Lukas Onsrud Buan

Veileder, NTNU: Roald Lilletvedt

Veileder, SINTEF: Ole Øystein Knudsen

Veiledere, JOTUN: Anders Skilbred og Mikael Hansson

Forord

Denne bacheloroppgaven ble gjennomført ved studieprogrammet materialteknologi på NTNU (Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet) i Trondheim under vårsemesteret 2024. Den praktiske delen av oppgaven ble utført på materiallaboratoriet på NTNU Kalvskinnet. Oppgaven ble gjennomført i samarbeid med Jotun A/S (Jotun Performance Coatings avdeling Sandefjord). Fra dem ønsker vi å takke eksternveileder Anders Skilbred, og den ansvarlige for prøveprepareringen, Mikael Hansson, for gode innspill, veiledning og tiden de har valgt å vie til prosjektet.

Vi ønsker å takke veileder Ole Øystein Knudsen i Sintef for tilrettelegging av oppgaven, god veiledning og for lån av utstyr fra laboratoriet deres.

Fra NTNU ønsker vi å takke internveileder Roald Lilletvedt for gode faglige og praktiske råd til bacheloroppgaven. Til slutt ønsker vi å takke Andrey Kosinskiy og Hao Nguyen for opplæring på lab og for at vi kunne bruke materiallaboratoriet på Kalvskinnet.

Vi er takknemlige for alles bidrag gjennom prosessen, som har resultert i svært spennende og lærerik erfaring.

Sander Aarli

Sander Aarli

Henrik Bakken

Henrik Bakken

Lukas Buan

Lukas Buan

Sammendrag

Formålet med oppgaven er å undersøke hvordan tilsetning av glassflak påvirker korrosjonsbeskyttende egenskaper til epoxymaling. Glassflak er ugjennomtrengelige partikler og tvinger vann, oksygen og ioner fra miljøet til å gå rundt dem. Om glassflak ligger parallelt med underlaget forlenger diffusjonsveien gjennom malingen fra miljøet og i teorien vil dette kunne resultere i økt barriereeffekt for malingen.

Forsøket ble metodisk gjennomført ved å undersøke fire malingsystemer med ulik mengde glassflak (0 wt%, 7,5 wt%, 15 wt% og 22,5 wt%). Impedansen til malingsystemene ble målt ved bruk av Elektrokjemisk impedansspektroskopi (EIS). Impedansen ved 0,01Hz ($|Z_{0,01Hz}|$) etter 41 dager i elektrolytten var verdien av interesse siden den initielle vanninntrengning prosessen da er fullført. For å undersøke resultatene fra EIS ytterligere ble systemene sett på i skanningelektronmikroskop (SEM). Fra SEM-bildene ble det gjort en analyse av hvordan glassflakene var orientert i malingen.

Resultatene fra EIS viste at systemet uten glassflak hadde høyest impedansverdier med $|Z_{0,01Hz}| = 2,80$ Gohm. Systemet med mest glassflak hadde marginalt lavere impedans med $|Z_{0,01Hz}| = 2,29$ Gohm. Lavere impedansverdier måles for systemet med 7,5 wt% og lavest for systemet med 15 wt% med $|Z_{0,01Hz}| = 0,836$ Gohm og $|Z_{0,01Hz}| = 0,206$ Gohm respektivt. Resultatene fra SEM og orienteringsanalysen viste at systemet med 22,5 wt% hadde en orientering av glassflakene nærmere parallell med underlaget sammenlignet med systemene med mindre glassflak (7,5 wt% og 15 wt%).

Funnene kan indikere at glassflak har en negativ effekt på barriereegenskapene til malingen hvis ikke orienteringen av glassflakene er nær nok parallell med underlaget. Dette kan forklares av økt diffusjonshastighet langs glassflakene sammenliknet med resten av malingen. Dette kan da indikere at det kun er glassflak under en bestemt vinkel som har en positiv effekt på barriereegenskapene, men hvis vinkelen blir for stor vil det gi en negativ effekt.

Abstract

The purpose of the thesis is to investigate the effect of glass flakes on the corrosion protective properties of epoxy coatings. Glass flakes are impermeable barriers and forces water, oxygen, and ions from the surrounding environment to go around them. If the glass flakes are oriented parallel to the substrate, they will lengthen the path of diffusion from the surrounding environment and could in theory increase the barrier effect of the coating.

The experiment was conducted methodically by analyzing four coating systems containing different amounts of glass flakes (0 wt%, 7,5 wt%, 15 wt% og 22,5 wt%). The impedance of the coating systems was measured using Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS). The impedance at 0.01 Hz ($|Z_{0.01Hz}|$) after 41 days submerged in the electrolyte was the value of interest since the initial water penetration process is completed at that point. To further analyse the EIS-results, the coating systems was examined in a Scanning Electron Microscope (SEM). From the SEM-images, the orientation of the glass flakes in the coating was analysed.

The EIS-results showed that the coating system without the addition of glass flakes had the highest impedance values at $|Z_{0.01Hz}| = 2.80$ Gohm. The coating system that contained the most glass flakes had marginally lower impedance at $|Z_{0.01Hz}| = 2.29$ Gohm. Lower impedance values was measured for the system with 7,5 wt% and lowest for the system with 15 wt% with $|Z_{0.01Hz}| = 0.836$ Gohm and $|Z_{0.01Hz}| = 0.206$ Gohm respectively. The SEM-results and the orientation analysis showed that the system with 22,5 wt% had an orientation of the glass flakes closer to parallel with the substrate compared to the systems with less added glass flakes (7,5 wt% and 15 wt%).

The findings may indicate that the addition of glass flakes has a negative effect on the barrier properties of the coating if the orientation of the glass flakes is not oriented close to parallel with the substrate. This can be explained by an increased diffusion rate along the glass flakes. This can indicate that only glass flakes below a certain angle will have a positive effect on the barrier properties, whereas if the angle is too big the glass flakes will have a negative effect.

Innholdsfortegnelse

Forord	i
Sammendrag	ii
Summary	iii
Liste med forkortelser	v
1 Innledning	1
2 Teori	2
2.1 Korrosjon	2
2.2 Korrosjonsbeskyttelse med maling	2
2.3 EIS	4
2.4 SEM	5
2.4.1 Tilbakespredte elektroner	5
2.4.2 Sekundærelektroner	6
2.4.3 EDS	6
2.5 Degradering av maling: Vannginntrengning, ionetransport og barriereegenskaper	7
3 Metode	9
3.1 Metode for EIS	9
3.2 Metode for SEM	10
3.2.1 Orienteringsanalyse av SEM-bilder	11
4 Resultater	12
4.1 EIS	12
4.2 SEM	16
4.2.1 Glassflak-orientering	20
5 Diskusjon	25
5.1 EIS-resultater	25
5.2 SEM-resultater	25
5.3 Relatere EIS-resultatene med SEM-resultatene	28
6 Konklusjon	31
7 Videre arbeid	32
Vedlegg A Sammensetning til maling	I
Vedlegg B Alle EIS plott	IV
Vedlegg C Alle SEM-bilder til orienteringsanalyse	XIV
Vedlegg D Risikovurdering	XXIV
Vedlegg E Python-skript	XXV

Liste med forkortelser

Forkortelse	Begrep	Engelsk
BEI	Tilbakespredte elektroner	Backscatter Electron Image
EIS	Elektrokjemisk impedansspektroskopi	Electrochemical Impedance Spectroscopy
EDS	Energisprednings røntgenspektroskopi	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
GF	Glassflak	
SEI	Sekundærelektroner	Secondary Electron Image
SEM	Skanningelektronmikroskopi	Scanning Electron Microscope
vol%	Volumprosent	
wt%	Vektprosent	

1 Innledning

Helt siden mennesker begynte å bruke metaller har korrosjon vært en utfordring. Korrosjon er en naturlig form for degradering, der metaller returnerer til en termodynamisk stabil tilstand som oksider. Kostnadene knyttet til korrosjon er betydningsfulle og hvert år brukes det masse ressurser på korrosjonsrelaterte skader på konstruksjoner rundt om i verden. I forbindelse med dette er maling en viktig komponent som kan bidra til å begrense denne nedbrytningensprosessen. I tillegg til å gjøre metalloverflaten estetisk tiltalende, brukes maling til å forlenge metallets levetid i korrosive miljøer. Malingen er nødvendig for å beskytte metallkomponenter mot korrosjon og dermed unngå at metallet mister sine strukturelle egenskaper.

Selve mekanismene for korrosjonsbeskyttelse i maling skjer ved stabilisering av det passiverende overflateoksidet, katodisk beskyttelse, og passiveringspigment. Stabilisering av det passiverende overflatesjiktet forutsetter god adhesjon og gode barriereegenskaper. Ionepenetrasjon av malingen regnes som første steg i degraderingen av maling, og motstanden mot dette avhenger av barriereegenskapene. Motstanden mot ionisk ledningsevne gjennom malingen kan måles ved elektrokjemisk impedansspektroskopi (EIS), og resultatet kan indikere den langvarige korrosjonsbeskyttelsen. Glassflak (GF) fungerer som ugjennomtrengelige barrierer, og tilsatt i maling fører de til at diffusjonsveien fra miljøet blir lengre fordi den må gå rundt GF. Dette er forventet å gi forbedrede barriereegenskaper når GF er orientert vinkelrett på diffusjonsretningen. Med bakgrunn i dette er formålet med oppgaven å undersøke hvilken effekt GF har på korrosjonsbeskyttende egenskaper til epoxymaling. Det vil bli undersøkt hvordan mengde og orientering av GF påvirker barriereegenskapene til malingen, og de observerte resultatene vil bli diskutert.

Oppgaven blir skrevet for Jotun i samarbeid med Sintef. For Jotun er oppgaven aktuell ettersom de bruker lignende malingsystemer som blir undersøkt i bacheloroppgaven og resultatene potensielt kan brukes videre i deres praksis. Både Sintef og Jotun bidrar med ekspertise og veiledning som sørger for en bedre gjennomføring av oppgaven. Utover Jotuns potensielle bruk av resultatene til å utvikle nye malingsystemer, har oppgaven også generell vitenskapelig interesse ved å undersøke hvordan mengden GF, orienteringen til GF og barriereegenskapene henger sammen.

2 Teori

En forståelse av korrosjon er nødvendig for å diskutere korrosjonsbeskyttelse. For å teste korrosjonsbeskyttelse, spesielt til overflatebelegg som maling, er EIS en mye brukt målemetode [1][2]. For å videre undersøke resultatene fra EIS kan skanningelektronmikroskopi (SEM) bli brukt for å undersøke malingens struktur og sammensetning. For å kunne forklare resultatene fra EIS og SEM, er en sammensatt forståelse av korrosjonsmekanismer og degraderingen av malingen nødvendig.

2.1 Korrosjon

Korrosjon er en elektrokjemisk reaksjon der metall i et korrosivt miljø blir nedbrutt ved oppløsning eller dannelse av ikke-metallisk film [3][4]. Om denne ikke-metalliske filmen, ofte metalloksid, har god heft til metallet og ikke er vannløselig vil den føre til passivering av metallet. Passivering betyr at denne filmen hindrer videre elektrokjemisk reaksjon mellom oksygen og metall [5]. Generelt ved korrosjon blir områder på metallet anode og oksiderer. Ved en katode i metallisk kontakt med anoden reduseres reaktanter i elektrolytten. De vanligste oksidasjonsmidlene, som selv reduseres, er hydrogen og oksygen. Tilgang på oksygen ved katoden er ofte hastighetsbestemmende for korrosjonen. Drivende kraft for korrosjonsreaksjoner er potensialforskjell mellom anode og katode. Det fører til elektronflyt fra anoden, hvor metallet oksiderer og elektroner frigjøres, til katoden, hvor det skjer en reduksjonsreaksjon og elektroner forbrukes [4].

Korrosjon resulterer i degradering av metalliske komponenter, og uten god kontroll kan det medføre en stor sikkerhetsrisiko som følge av redusert funksjonalitet eller svekkede strukturelle og mekaniske egenskaper [3]. I tillegg har korrosjon store økonomiske kostnader. Tidligere studier, med ulike utregningstilnærminger, viser at mellom 3% og 5% av industrialiserte lands BNP går til korrosjon [4].

2.2 Korrosjonsbeskyttelse med maling

Korrosjonsbeskyttelse refererer til en rekke tiltak som brukes for å beskytte metaller mot korrosjon. Det spiller en avgjørende rolle i å forlenge levetiden til metalliske strukturer, komponenter og utstyr, samt å bevare deres funksjonalitet og strukturelle integritet. Noen av de mest brukte metodene for korrosjonsbeskyttelse er katodisk og anodisk vern, endring av miljø, materialvalg, bruk av belegg eller overflatebehandling og utforming/design mot korrosjon [4].

Maling er en overflatebehandlingsmetode og en form for korrosjonsbeskyttelse. Maling hindrer korrosjon ved tre hovedmekanismer: Stabilisering av det passiverende overflateoksidet, katodisk beskyttelse, og passiveringspigment [5]. Stabilisering av det passiverende overflateoksidet er av høyest interesse i denne oppgaven, og vil derfor utdypes. Maling som har denne beskyttelsesmekanismen hindrer korrosjon av metaller som danner oksider med dårlig heft til metallet eller som er vannløselige ved at malingen holder oksidet på plass. Barrieren mot oksygen og vann gjennom malingen er begrenset, men fortsatt tilstrekkelig til at betydelig korrosjon kan oppstå. Det som imidlertid skjer er at den katodiske reaksjonen finner sted på toppen av oksidlaget, adskilt fra den anodiske reaksjonen på metalloverflaten. Ettersom reaksjonen går og mer metall går over til å bli metalloksid øker oksidet i tykkelse. Når oksidet når en viss tykkelse hindres transporten av elektroner og ioner gjennom oksidet, og denne transporten er nødt til å skje for at den elektrokjemiske reaksjonen skal oppstå. Når den

stopper er metallet passivert og korrosjonsprosessen stopper.

Maling kan være satt sammen av veldig mange komponenter. Ulike bindemiddel, pigment, fyllstoff, løsemidler og additiver tilsettes for å oppnå ønskede egenskaper [4]. Bindemiddelet utgjør den kontinuerlige polymerfasen og holder alle komponentene sammen. En type bindemiddel er epoxy. Epoxy er et syntetisk bindemiddel og benyttes fordi det har gode mekaniske egenskaper som holdbarhet og robusthet. Epoxy har også god motstandskraft mot støt, kjemikalier og slitasje [6].

Maling trenger bestemte egenskaper avhengig av hva det skal beskytte og miljøet det skal stå i. Det er allikevel mange egenskaper som generelt sett er viktig. En av de er adhesjon, som er en nødvendig egenskap for korrosjonsbeskyttelse, men som ikke i seg selv er en beskyttelsesmekanisme [5]. Vanninntregning, ionetransport, og hindring av dette er viktige faktorer i degraderingen av maling, og dette vil bli tematisert i delkapittel 2.5.

Den molekylære strukturen til organisk maling, gjør til at ioner kan diffundere gjennom, for i praksis er det ikke mulig å hindre dette fullstendig. Diffusjonsraten er avhengig av fyllstoffene, bindemiddelet, tykkelsen og herdingen av malingen. Om permeabiliteten kan reduseres betraktelig, vil belegget kunne oppnå en barriereeffekt. Et mulig fyllstoff som kan brukes for å oppnå dette er GF [7]. GF er brukt i maling for mekaniske egenskaper som styrke og slitasjemotstand, og for forbedrede barriereegenskaper [8]. GF fungerer som ugjennomtrengelige barrierer. De fører til at diffusjonsveien fra miljøet blir lengre fordi den må gå rundt GF. Disse forbedrede barriereegenskapene er forventet når GF er orientert vinkelrett på diffusjonsretningen/parallelt med substratoverflaten.

GF med et høyt aspektforhold, som uttrykker forholdet mellom lengden og tykkelsen på et GF, vil forsterke barriereegenskapene til malingen fordi det er et større øvre overflateareal per GF ved samme wt% GF. GF vil overlappes hverandre og danne en barriere ved å gjøre diffusjonsveien lengre og mer "kronlete", og vil øke motstanden mot gjennomtrenging av ioner. Dette forutsetter at GF ligger parallelt, da GF som er orientert med høye vinkler vil svekke barriereeffekten. Et lavt aspektforhold vil også kunne svekke GF sin barriereeffekt og gjøre diffusjonsveien kortere [7][9][10].

Muligheten for å oppnå så parallell som mulig orientering av flakene med substratoverflaten er avhengig av påføringsmetoden, egenskapene til den våte filmen (spesielt viskositeten), samt størrelse og form på GF. Dersom orienteringen ikke blir tilnærmet parallell med underlaget fører det til at malingen blir mer permeabel fordi elektrolytten får en mindre "kronlete" vei gjennom [9][10][11]. Det reduserer barriereeffekten og effektiviteten av å bruke GF.

Det er to hovedmekanismer for hvordan GF orienterer seg under påføringprosessen av malingen. Den første skjer når dråpene med maling først treffer substratet. Her vil en kombinasjon av det initiale støtet og påfølgende flyt utover føre til at GF orienterer seg parallelt med substratoverflaten. Den andre mekanismen skjer under herdingen av malingen. Når løsemidlene i malingen fordampes krymper filmen. Dette tvinger GF til å orientere seg mer parallelt med substratoverflaten [11][12][13]. Hvorvidt disse mekanismene fører til GF orientert parallell med substratoverflaten avhenger av egenskapene til malingen. Spesielt den førstnevnte mekanismen er avhengig av flyteegenskapene til våtfilmen og størrelsen på GF. En mekanisme som fører til orientering bort fra parallell med substratoverflaten er

at når løsemiddelet fordamper vil det dannes gassbobler som stiger til overflaten. Disse gassboblene vil dytte på GF når de stiger. Hvorvidt dette påvirker orienteringen avhenger av størrelsen på GF, hvor større GF blir mindre påvirket av gassboblene [11].

Det er tidligere vist at økende konsentrasjon av flak i epoxy fører til orientering nærmere parallell med substratoverflaten [9]. Det er grunnet den manglende plassen som oppstår ved høye konsentrasjoner av GF, som fører til mer kollisjon og kan føre til mer ensretting orientering. Store flak er bedre på å innrette seg, i mens mindre flak ofte misorienteres lettere av Brownske bevegelser [10].

Barriereegenskapene kan påvirkes av grenseflaten som dannes etter å ha blandet uorganiske flak med en organisk polymer. Grenseflaten kan være opphav til økt diffusjonshastighet som vil resultere i svekkede barriereegenskaper [10].

2.3 EIS

EIS er en elektrokjemisk metode som brukes til å måle impedansen ved forskjellige frekvenser. Det brukes i forskjellige fagfelt; ett av dem er korrosjon hvor det kan brukes til å studere korrosjonsmekanismer og til å si noe om effektiviteten av korrosjonsbeskyttelse [revie_corrosion_nodate]. Metoden går ut på å påføre en vekselspanning over prøven. Ved å sammenligne amplituden og fasen på vekselspanningen og vekselstrømmen kan impedans beregnes. Impedans er forholdet mellom strøm og spenning i en vekselstrømkrets. Den uttrykkes ofte med Z og består av en reell (Z') og en imaginær del (Z'') som kan ses i Likning 1 [14].

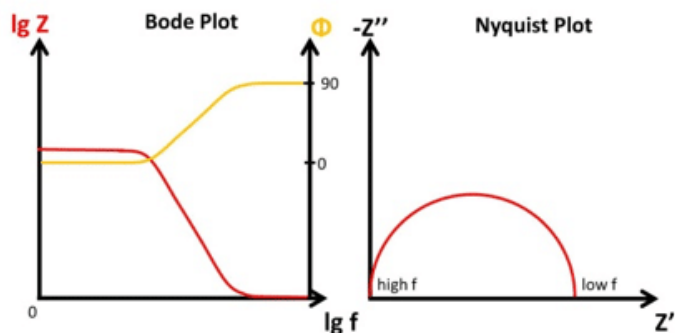
$$Z(\omega) = \frac{E_0 \exp(j\omega t)}{I_0 \exp(j\omega t + \phi)} = |Z| \exp(j\phi) = Z' + jZ'' \quad (1)$$

hvor ω er frekvensen, E_0 er den påførte spenningen, I_0 er strømmen gjennom kretsen, j er den imaginære enheten $\sqrt{-1}$ og ϕ er fasen, som er vinkelforskjellen mellom strømmen og spenningen i kretsen. Likningen definerer impedansen ved en frekvens $Z(\omega)$ som en vektor i det komplekse planet (med lengde $|Z|$) med vinkelen ϕ mellom Z og den reelle (Z') akse [14].

Den mest pålitelige måten å teste korrosjonsmotstand til en overflatebehandling på er å eksponere den for det faktiske miljøet den vil bli utsatt for [14][15]. Dette krever imidlertid betydelig tid i det aktuelle miljøet, og tilnærmingen er derfor svært tidkrevende. Her har bruken av elektrokjemiske evalueringsteknikker, spesielt EIS, vist seg å være veldig nyttig. Impedansen gir informasjon om motstand mot transport av ioner gjennom belegget. Ionepenetrering gjennom belegget er første steg i degraderingen av maling, som forklares i delkapittel 2.5. Sammenhengen mellom ionepenetrasjon og degradering av malingen betyr at malingens impedans kan brukes som en indikator for malingens ytelse og langvarige beskyttelse [5]. Med EIS kan dette tidlig predikeres, før det er mulig med visuell inspeksjon [14][16].

Siden impedans er frekvensavhengig er Z ofte målt over en rekke frekvenser. Endepunktene av impedansvektor-målinger i et frekvensintervall kan bli fremstilt i et komplekst-plan-plott, også kalt Nyquist-plott. Det er også mulig å grafisk fremstille absoluttverdien av impedansen og fasevinkelen som en funksjon av frekvensen. Dette er kalt et Bode-plott og er et todelt plott. Ofte er det fremstilt med logaritmen til absoluttverdien av impedansen (i ohm) mot frekvensen (i Hz) øverst og fasevinkelen (i grader) mot frekvensen (i Hz) under [14]. Et eksempel på et Bode-plott og et Nyquist-plott er vist i

Figur 2. I det Bode-plottet er fasevinkelen vist i samme plott som absoluttverdien til impedansen. For Bode-plottene i rapporten vil kun absoluttverdien av impedansen mot frekvensen bli tatt med.



Figur 2: Eksempel på Bode-plott og Nyquist-plott. Bode-plottet viser to plott i ett, der den røde grafen er absoluttverdien til impedansen, imens den gule grafen er fasevinkelen [17].

EIS-målinger av maling for marin bruk gjøres ofte i frekvensområdet fra 100 kHz ned til 1-10 mHz [14][16][18][19]. Det mest relevante og representative området å se på impedansen er ved lave frekvenser, og absoluttverdien til impedansen ved 10 mHz, $|Z_{0,01\text{Hz}}|$, er vanlig å bruke til sammenlikning og evaluering av maling [15]. Belegg er i flere kilder klassifisert som god hvis den initielle impedansen er $> 10^8 \Omega \text{cm}^{-2}$, og dårlig hvis den er $< 10^6 \Omega \text{cm}^{-2}$ [14][16].

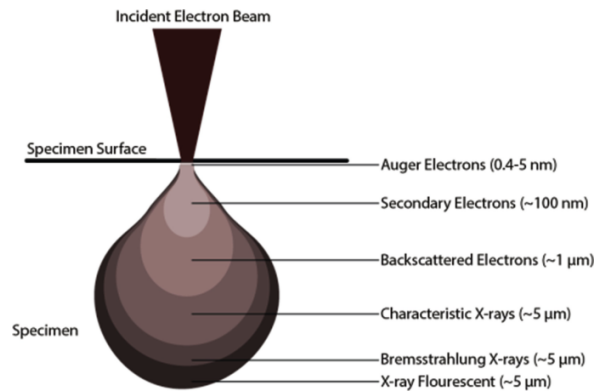
En viktig presisering å gjøre er at høyere impedans ikke nødvendigvis betyr bedre korrosjonsbeskyttende egenskaper [1]. Selve korrosjonsbeskyttelsen til en maling avhenger av de tre beskyttelsesmekanismene forklart i delkapittel 2.2. For at disse skal kunne beskytte malingen må det imidlertid være god adhesjon og barriereeffekt mot ionetransport for å forsikre en intakt maling.

2.4 SEM

I likhet med andre mikroskoper er hovedfunksjonen til SEM å forstørre objekter som er usynlige for mennesker. For å oppnå denne forstørrelsen blir en høy-energi elektronstråle skannet over prøveoverflaten. Det skjer ulike interaksjoner mellom elektronene og prøvematerialet som produserer signaler som kan fanges opp av en detektor. Figur 3 viser interaksjonsvolumet og synliggjør hvor dypt i prøven de ulike signalene genereres. Som følge av den korte bølgelengden på elektronstrålen kan elektronene oppdage mindre strukturer og detaljer enn et lysmikroskop [20]. I SEM er atomnummer- og topografikontrast de to vanligste måtene å generere bilder på. Tilbakespredte elektroner genererer bilder med atomnummerkontrast, mens sekundælektroner gir bilder med topografisk kontrast [21].

2.4.1 Tilbakespredte elektroner

Prøveoverflaten og hvor langt ned i prøven som treffes av elektronstrålen kalles interaksjonsvolumet. To viktige parametere er akselerasjonsspenningen til elektronstrålen og atomnummeret til grunnstoffet som blir truffet [20]. Elektronene som sendes inn avbøyes i vinkler over 90° , og skjer på grunn av tiltrekningen til den positive atomkjernen. Høye atomnummer blir lyse på bildet, og lave atomnummer



Figur 3: Figuren viser hvor i prøven de ulike signalene genereres for SEM. Sekundærelektroner genereres ca. 100 nm ned i prøven og tilbakespredte elektroner dannes ca. 1 mikrometer ned i prøven [20].

genererer mørkere områder. Høyt atomnummer på det truffne atomet vil resultere i flere tilbakespredte elektroner og danner grunnlaget for atomnummerkontrasten i bildet [21]. Dette er fordi grunnstoffer med høyt atomnummer har større tiltrekningskraft på elektronene i substratet på grunn av flere positive ladninger i kjernen. Elektronene fra den opprinnelige elektronstrålen avbøyes i prøven og sendes tilbake og detekteres av en detektor. Resultatet blir et BEI-bilde, og kjennetegnes av atomnummerkontrast [22].

2.4.2 Sekundærelektroner

Sekundærelektroner er elektroner fra atomer i prøven, og er ikke de samme som kommer fra elektronstrålen [20][22]. Elektroner fra primærstrålen treffer elektroner i atomer nær overflaten på prøven. Hvis elektronene blir truffet med tilstrekkelig energi vil de kunne slås ut av prøven og fanges opp av detektoren. Sannsynligheten for at et sekundærelektron slipper ut avhenger av den initielle energien, dybden til det truffne elektronet og prøvematerialet. Elektronene som slås ut og detekteres kalles sekundærelektroner og det påfølgende bildet som dannes kjennetegnes av topografisk kontrast og god dybdeskarphet [21].

2.4.3 EDS

Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) brukes for å undersøke den kjemiske sammensetningen til prøven. Når elektronstrålen treffer prøven, genereres karakteristiske røntgenstråler og "hvit stråling", som sammen danner et røntgensignal. Røntgensignalet er karakteristisk for hvert grunnstoff og det er derfor mulig å bestemme sammensetningen til prøven som undersøkes [20]. Røntgenstrålen fanges opp av en detektor som måler energien og fordelingen av intensiteten på strålen. Dermed blir signalet analysert slik at grunnstoffene og mengden av dem kan identifiseres innenfor det undersøkte området. Dette kalles kvalitativ EDS-analyse. Et stoff som opptar 10 wt% av prøven kalles et hovedelement, mens stoffer som opptar mindre enn 1 wt% av konsentrasjonen blir kalt sporelement. Generelt er den nedre grensen for deteksjon i EDS 0,2 wt% av et stoff. Hvis prøveprepareringen er godt gjennomført og prosedyrene for datainnsamling er gode, er det mulig å bestemme mengder av stoffer med 1-2 % nøyaktighet [20].

2.5 Degradering av maling: Vannginntrengning, ionetransport og barriereegenskaper

Det første steget i degraderingen av maling er ionisk penetrering, som forutsetter vanninntrengning [23]. Malingen er ikke fullstendig impermeabel for vann, og til å begynne med skjer en rask penetrering av vann på grunn av osmotisk trykk. Deretter vil hydrolyse og oppløsning av noen deler av polymerfilmen åpne veier for overføring av ioner gjennom malingen [4][23]. Dermed er permeabilitet av vann i malingen essensiell for, og muliggjør transport av ioner gjennom malingen. Ionisk resistans indikerer resistansen mot ionisk transport gjennom malingen. For maling som får økt elektrolyttopptak blir den ioniske resistansen totalt sett lavere. Resistansen kan blant annet måles ved EIS og er en indikator på malingens ytelse [23].

Dette kan ses igjen i tidligere forskning, der impedansen synker etter økt nedsenkningstid i elektrolytt [1][23][24]. I Bode-plott er den utflatende seksjonen av linjen ved lave frekvenser karakteristisk for elektrolyttpenetrering av en intakt maling. Impedansverdiene ved disse lave frekvensene synker med tid inntil malingen er fylt opp med elektrolytt. Derfor kan disse dataene brukes til å bestemme hastighetene for elektrolyttopptak i malingen [14][16].

Med formål om å undersøke vannopptak i epoxybelegg er det mulig å analysere kapasitansen. Beleggs-kapasitans (C_c) kan beregnes fra Ligning 2:

$$C_c = \epsilon \epsilon_0 \frac{A}{d} \quad (2)$$

hvor ϵ er den elektriske permittiviteten til mediumet, ϵ_0 er permittiviteten i vakuum, A er arealet på belegget og d er tykkelsen på belegget [24]. Når vannmolekyler begynner å trenge inn i belegget endres også beleggs-kapasitansen. Vann har en relativ permittivitet i området 75-85, mens permittiviteten til epoxy som brukes i antikorrosive belegg er i området 2-8 [24][25]. Av Ligning 2 kan det ses at kapasitansen øker med mengde vann absorbert, som har høyere permittivitet.

Vannopptaket for polymerbaserte belegg består av to stadier av absorpsjon. Det første, og initiale, stadiet går raskt og følger Ficks lov for diffusjon. Det er her størsteparten av vannopptaket skjer. Det påfølgende stadiet går saktere og er relatert til stabilisering av belegget. Ved bruk av denne tilnærmingen er det antatt av prosessene i belegget er uavhengige av hverandre. For måling av dette er det vanlig å måle beleggs-kapasitansen over tid, som øker relativt med vannopptaket [26][27].

Når det gjelder nedbrytning av organiske belegg, er katodisk delaminering en viktig prosess og en vanlig nedbrytningsårsak. Katodisk delaminering innebærer at adhesjonen i grensesjiktet mellom metalloksidet og belegget svekkes som følge av katodisk oksygenreduksjon [18][28]. Denne prosessen kan skje på strukturer med belegg og som er katodisk beskyttet, men også på strukturer med belegg under vanlige forhold (fritt korrosjon potensial). På grunn av kontinuerlig transport av oksygen, vann og kationer, kan prosessen fortsette og utvikle seg videre. Oksygen og vann er viktige for den katodiske reaksjonen, mens kationene bidrar til å balansere den elektriske ladningen lokalt. Derfor er både diffusjon av kationer, vann og oksygen vesentlig når det gjelder hastigheten til delamineringsprosessen [18]. Gode barriereegenskaper vil senke transporten av oksygen, vann og kationer gjennom malingen og derfor bidra til å forsinke katodisk delaminering. Dette fører til mer langvarig beskyttelse ved

gode barriereegenskaper.

Barriereegenskaper er altså viktige for malingens ytelse og langvarige beskyttelse. Barrierene er ikke i seg selv en beskyttelsesmekanisme mot korrosjon (forklart i delkapittel 2.2), men er sammen med adhesjon med på å forsikre en intakt maling. For dårlig adhesjon eller barriereegenskaper kan føre til rask nedbrytning av malingen. Da reduseres beskyttelsen som holder elektrolytten vekk fra oksidet og korrosjon kan skje raskt. Det vesentlige å ha barriereeffekt mot er ionetransport. Gode barriereegenskaper reduserer den ioniske ledningsevnen og gir høyere motstand/impedans.

Ikke-metalliske fyllstoff som GF vil kunne redusere permeabiliteten til oksygen, vann og ioner i maling. Det skjer fordi GF fungerer som ugjennomtrengelige barrierer og diffusjonsveien må gå rundt GF. Ioner som kan penetrere gjennom malingen må gjennom en ”kronglete” og lengre vei, som vil være med å betraktelig øke gjennomtrengningstiden for ioner ned til den passiverende oksidsjiktet og videre til substratoverflaten. Dette medfører en tregere nedbrytning av malingen og oksidsjiktet, som hindrer initiering av korrosjon og fører til økt langvarig beskyttelse [29]. Likevel er det vesentlig å bemerke at selv om GF er ugjennomtrengelige for diffusjon så danner de ikke en kontinuerlig barriere i malingen. Det betyr at selv om GF kan forbedre barriereeffekten betydelig, så kan det ikke gjøre at diffusjonen gjennom selve bindemiddelet forbedres. Derfor er bindemiddelet også vesentlig for barriereeffekten [7]. Kalsiumkarbonat ($CaCO_3$) er et annet ikke-metallisk fyllstoff som ofte er brukt i maling. Det er tidligere vist at $CaCO_3$ -partikler tilsatt epoksy gir litt bedre barriereegenskaper enn epoxy alene. Det er mulig med modifiserte og umodifiserte $CaCO_3$ -partikler, der modifiserte gir betydelig høyest barriereeffekt, men selv umodifiserte er altså vist å gi litt bedre barriereegenskaper [30][31].

Defekter som porer og sprekker i maling vil være foretrukkede diffusjonsveier for oksygen, vann og ioner. Diffusjon av disse og da spesielt korrosive ioner, er svært uønsket. Det fører til både lokale og totalt reduserte barriereegenskaper i malingen [10][23]. Det samme kan grenseflaten mellom GF og epoxyen føre til, som nevnt i delkapittel 2.2. Utilstrekkelig heft kan gi økt diffusjonshastighet som vil resultere i svekkede barriereegenskaper. Dette kan løses ved å gjøre grenseflaten mellom GF og bindemiddel mer vannavstøtende, og silane er eksempel på et stoff som pleier å tilsettes for å oppnå dette [10][29].

3 Metode

Jotun leverte 36 prøver som skulle testes. De var delt inn i fire ulike systemer der hvert system inneholdt ni prøver for henholdsvis EIS, SEM og referanse. Tabell 1 nedenfor viser innholdet i hvert system. $CaCO_3$ er brukt som fyllstoff i alle systemene. Når wt% GF øker, reduseres wt% $CaCO_3$ tilsvarende slik at dette er den eneste variasjonen mellom systemene. Fullstendig oversikt over sammensetningen til malingen finnes i Vedlegg A. Systemene inneholdt ulike mengder GF, og hvor mye hvert system inneholdt kan ses i Tabell 2. For å undersøke prøvene ble det benyttet EIS og SEM. Kapitlene som følger under forklarer hvordan disse testmetodene ble utført.

Tabell 1: Hvert system inneholder tre prøver for SEM og tre prøver for EIS. Det ble også produsert tre referanseprøver innenfor hvert system.

Hvert system inneholder:
3 EIS-prøver
3 SEM-prøver
3 referanseprøver

Tabell 2 viser en oversikt over innhold av GF i de ulike malingsystemene. Vektprosent GF er oppgitt for komponent A. Den blandes i et 100:17,5 forhold etter vekt med amin addukt (komponent B). Volumprosent GF er for det totale systemet (A+B) for tørr film, altså etter løsningsmidlene har fordampet.

Tabell 2: Oversikt over GF-innhold i System 1-4 oppgitt i vektprosent GF for komponent A og volumprosent GF for det totale systemet (A+B) for tørr film.

System nr.	Vektprosent GF i komponent A (wt%)	Volumprosent GF i total sammensetning (komponent A+B) for tørr film (vol%)
1	0	0
2	7,5	4,8
3	15	9,6
4	22,5	14,3

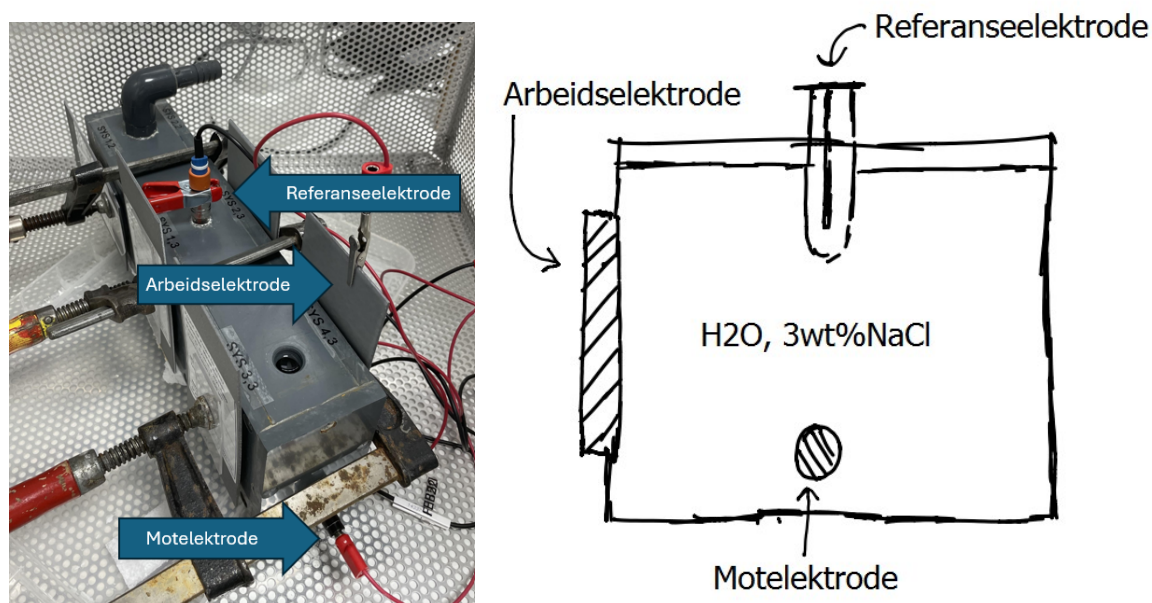
I delkapitlene 3.1 og 3.2 nedenfor forklares metodene som ble brukt for å utføre EIS-målinger og for å ta SEM-bilder. Fremgangsmåten for hvordan SEM-bildene ble analysert blir også presentert.

3.1 Metode for EIS

Til EIS-målingene ble det brukt en Gamry Reference 600 som potensiostat. Det ble brukt en sølv-sølvklorid referanseelektrode og en platina motelektrode. Både motelektroden og referanseelektroden, samt arbeidselektroden kan ses i Figur 4. En 3 wt% NaCl-elektrolytt ble laget ved å tilsette 52,5 g NaCl til 1,75 L ionebyttet vann. Elektrolytten ble tilsatt en testcelle med 6 prøver. Prøvene ble deretter målt sekvensielt ved å feste en krokodilleklemme på prøven (arbeidselektroden), som er tilkoblet potensiostaten. Den første dagen ble det utført to målinger på alle prøvene. Målingen på den første prøven ble utført omtrent umiddelbart etter tilsetning av elektrolytt. Hver måling tok omtrent 30 minutter å gjennomføre og ble gjort ved å igangsette målingen i programvaren Gamry Framework. Ettersom det bare kunne utføres måling på én prøve om gangen betyr det at den første målingen på den sjette prøven i hver celle ble gjort ca. 3 timer etter den første. Det er årsaken til at de to første målingene på alle plottene i Figur 7 er oppgitt med forskjellige starttider. Tiden mellom målinger

for hver prøve ble likevel den samme, ettersom det ble benyttet samme rekkefølge på målingene hver gang. Etter utførelsen av de to første målingene, ble det deretter utført målinger etter 24 timer, 48 timer, 6 dager, 15 dager, 23 dager og 41 dager.

Figur 4 viser oppsettet som ble brukt for å utføre EIS-målingene. Én celle hadde plass til seks prøver så det ble brukt to like celler under forsøket for å gjøre målinger på alle 12 prøvene.



a. EIS-prøvene montert på testcellen. b. Skisse av tversnittet til cellen med elektrodene. Motelektroden er en platina-tråd som går langs hele lengden av cellen.

Figur 4: Figurene viser oppsettet av test-cellen. (b) viser tversnittet av cellen med elektrodene. Hvilken prøve som fungerer som arbeidselektrode kan raskt endres ved å flytte på krokodilleklemmen.

I Tabell 3 er det oppgitt eksperimentelle verdier som ble brukt under utførelsen av EIS-målingene. De ble ført inn i eksperimentparameterne i Gamry Framework for testtypen Potentiostatic EIS^o (potentiostatisk EIS).

Tabell 3: Tabellen viser data og verdier for det eksperimentelle oppsettet som ble brukt under EIS-målingene.

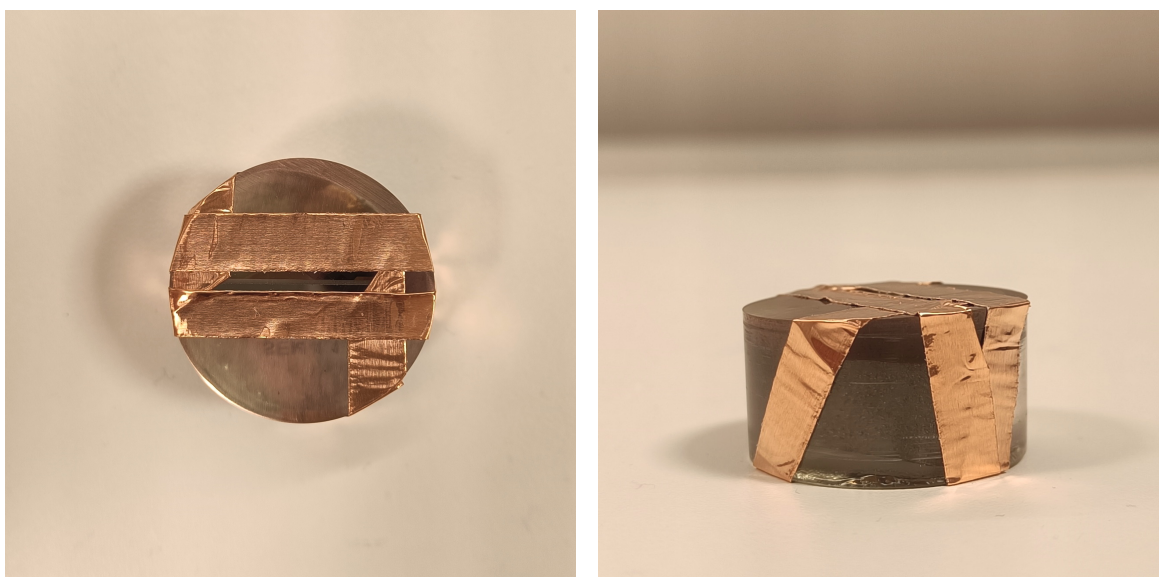
Prøveareal	19,63 cm ²
Frekvensintervall	100 kHz - 10 mHz
DC Voltage	0,45 V vs. Eref
AC Voltage	50 mV rms

3.2 Metode for SEM

Totalt ble 12 prøver preparert for undersøkelse i SEM. Som vist i Tabell 1 er dette 12 nye prøver og er forskjellige fra de som ble brukt for EIS. Først ble prøvene kuttet ved bruk av en Struers Labotom-5 kuttemaskin for å oppnå riktig størrelse. Deretter ble prøvene støpt inn i epoxy. Dette ble gjort ved å

blande 25 deler EpoFix Resin og tre deler EpoFix Hardener. Blandingen ble forsiktig rørt i ett minutt til den var jevnt blandet. Videre ble prøvene lagt i formen med blandingen og var tørket ferdig 12 timer senere. Som neste trinn ble prøvene pusset med sandpapir med 220-, 500-, 800-, 1200- og 2400- og 4000-grit for å gradvis redusere overflateruheten.

For å unngå landingsopphopping i SEM-bildene var det nødvendig å gjøre overflaten på prøvene elektrisk ledene. For å oppnå dette ble et tynt gullbelegg påført prøvene ved bruk av sputterbelegg. Prøvene ble belagt med gull i 60 sekunder ved bruk av en SC7620 Mini Sputter Coater. Dette ga et tilstrekkelig tykt belegg uten tap av detaljer i SEM-bildene. Kobberteip ble så påført slik at det ble god ledningsevne fra prøveflaten til prøveholderen. Teipen ble påført nøyaktig og veldig nært malingen som skulle undersøkes. SEM-mikroskopet som ble brukt for å fremstille bildene var en JEOL JCM-6000 Plus Neoscope SEM. Figur 5 viser en prøve som er ferdig preparert og er klar for å bli analysert i SEM.



a. Ferdig preparert SEM-prøve sett ovenifra.

b. Ferdig preparert SEM-prøve sett fra siden.

Figur 5: En av prøvene klare til SEM-analyse.

3.2.1 Orienteringsanalyse av SEM-bilder

Bildeanalyse-programvaren MIPAR ble brukt i analyse av SEM-bildene. En linje ble manuelt tegnet over alle GF i tillegg til en linje over overflaten til malingsbelegget [32]. Vinkelen mellom linjen og x-retningen på bildet ble målt. Vinkelen til overflaten ble brukt for å finne vinkelen til GF i forhold til malingen ved bruk av Ligning 3.

$$\text{Justert vinkel på GF} = \text{Vinkel på GF} - \text{Vinkel på overflate} \quad (3)$$

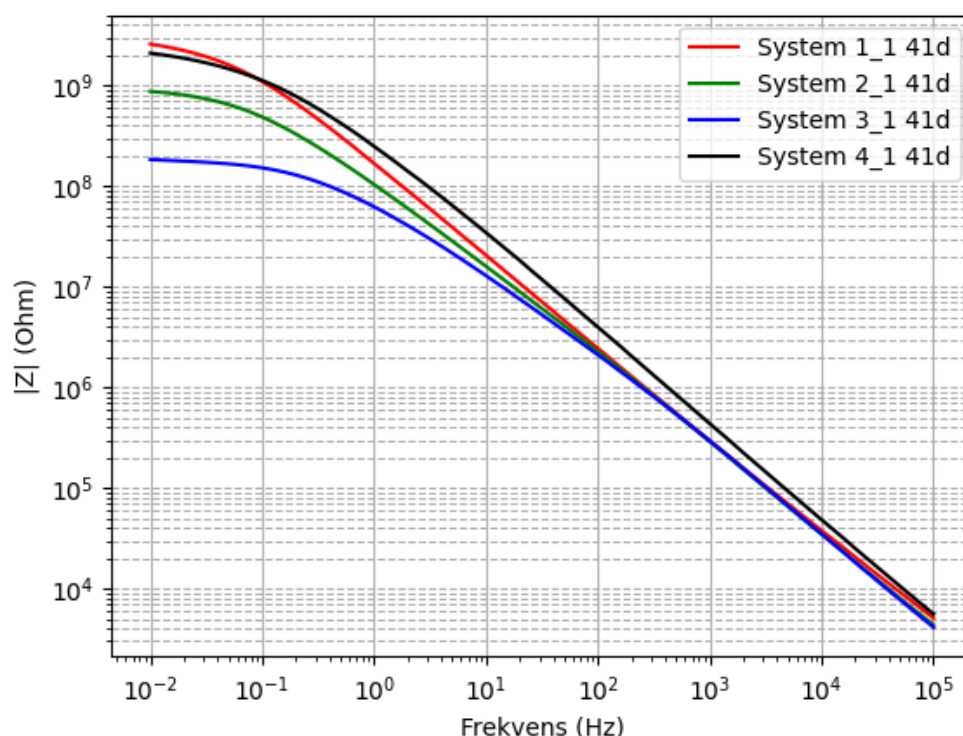
Vinkelverdiene målt i MIPAR ligger mellom -90° og 90° . Fordi det er irrelevant hvilken vei GF er vinklet ble absoluttverdien av vinkelen brukt. Vedlegg C inneholder alle SEM-bildene brukt med de tegnede strekene.

4 Resultater

Dataen samlet inn fra eksperimenter er EIS målinger og SEM-bilder. EIS målingene blir plottet sammen slik at de lettere kan sammenlignes visuelt. SEM-bildene blir brukt i en orienteringsanalyse for å kartlegge hvordan GF er orientert i forhold til substratoverflaten i de ulike systemene.

4.1 EIS

Impedansdata fra Gamry600 ble grafisk framstilt ved bruk av matplotlib i Python. Resultatet ble modulisdelen av et Bode-plott. I Figur 6 vises dette for System 1-4 etter 41 dager nedsenkningstid i elektrolytten, 3 wt% NaCl-løsning. I Figur 6 vises resultatet fra Parallell 1, som er EIS-prøve nummer 1 for alle systemene. Resterende paralleller finnes i Vedlegg B.



Figur 6: Bode-plott for System 1-4 etter 41 dager for Parallell 1.

I Figur 6 observeres det at System 1 viser høyest impedans ved lave frekvenser, etterfulgt av System 4 som viser noe lavere verdier. Impedansverdiene ved de laveste frekvensene er lavere for System 2 og lavest for System 3. Dette er også tilfellet for de to andre parallellene presentert i Vedlegg B.

Impedansverdiene ved 0,01 Hz ($|Z_{0,01\text{Hz}}|$) som fremgår øverst til venstre i plottet, er presentert i Tabell 4. Det er impedansverdiene ved 0,01 Hz som vil bli diskutert.

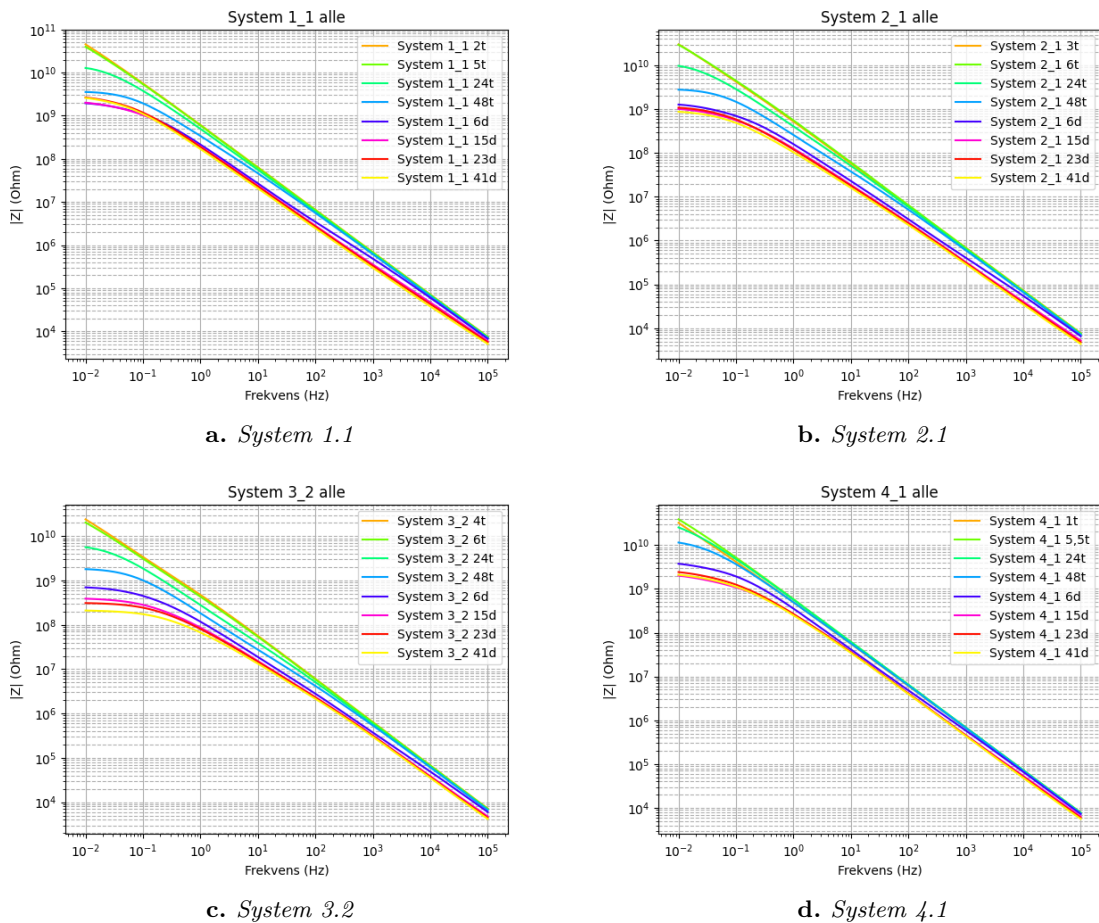
System 1 har høyeste $|Z_{0,01\text{Hz}}|$ -verdier og System 4 har nesten like høye verdier. System 2 har lavere verdier enn disse to og System 3 har lavest. Innenfor hvert system er det en variasjon i verdiene til prøvene. Variasjonen mellom systemene er betydelig høyere enn forskjellen mellom prøvene innenfor et system, kanskje med unntak av at System 1 og 4 er ganske like. Dette er vist i Tabell 4 der gjennomsnittsverdiene varierer betydelig fra System 3 til System 1, mens de lave verdiene for standardavvik

Tabell 4: Tabell over $|Z_{0,01\text{Hz}}|$ oppgitt i Gohm (10^9 ohm). Verdier for gjennomsnitt og standardavvik for alle systemene er også presentert.

	Parallell 1	Parallell 2	Parallell 3	Gjennomsnitt	Standardavvik
System 1	2,58	2,97	2,85	2,80	0,163
System 2	0,874	0,757	0,877	0,836	0,0559
System 3	0,184	0,211	0,224	0,206	0,0167
System 4	2,10	2,24	2,53	2,29	0,179

tilsier at variasjonen i målingene innenfor et system er lav.

Impedansmålinger er gjort etter forskjellige nedsenkningstider i 3 wt% NaCl-løsning for alle prøvene. Den første målingen utføres innen 4 timer, og den andre innen 6 timer. Deretter er målinger gjort etter 24 timer, 48 timer, 6 dager, 15 dager, 23 dager og 41 dager. I Figur 7 er modulisdelen av Bode-plottet presentert for de ulike nedsenkningstidene. En parallell fra hvert system er valgt og resten kan ses i Vedlegg B.

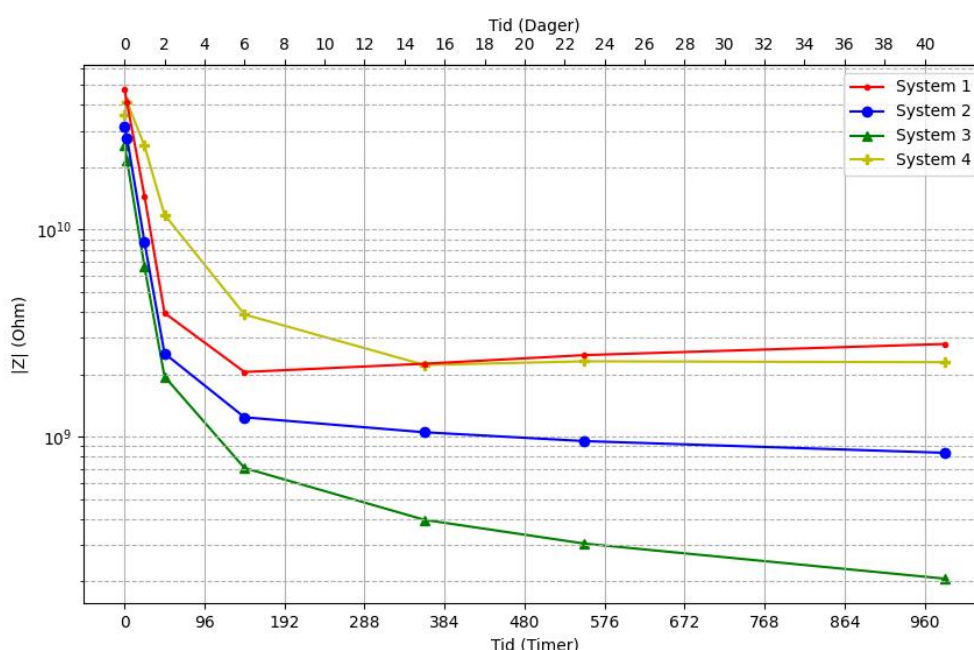


Figur 7: Bode-plott av alle systemene etter forskjellige nedsenkningstider i 3 wt% NaCl-løsning. Målinger er gjort innen første 3t og innen første 6t og deretter etter 24t, 48t, 6d, 15d, 23d og 41d.

Hovedsakelig synker impedansverdien med økende nedsenkningstid i 3 wt% NaCl-løsning. Alle syste-

mene følger denne utviklingen i Figur 7 og det er tilfellet for alle parallellene som kan ses i Vedlegg B. Ut ifra Figur 7 vises det at System 1 og 4 er tilnærmet stabilisert etter 15 dager. System 3 sine impedansverdier fortsetter å synke etter 15 og 23 dager. Dette gjelder også for de andre parallellene i System 3. Prøve 3.1 hadde avvik på de første to målingene, så Prøve 3.2 er presentert, da den er mer representativ og resultatene gjenspeiles i de andre målingene.

I Figur 8 er endringen i gjennomsnittlig $|Z_{0,01Hz}|$ over tid for alle systemene presentert. Figuren viser impedans logaritmisk på y-aksen. På x-aksen vises tiden fra prøvene ble satt i elektrolytt til målingen ble gjennomført. Det presiseres at de to første målingene på Prøve 3.1 ikke er inkludert i beregningen av gjennomsnittet grunnet store avvik. Tabell 5 viser verdiene brukt i Figur 8 i tillegg til $\Delta|Z_{0,01Hz}|$, som er differansen mellom start- og sluttverdi. Alle verdier for $|Z_{0,01Hz}|$ og standardavvik finnes i Vedlegg B.



Figur 8: Plottet viser endringen i impedans over tid for alle systemene. Y-aksen viser gjennomsnittlig impedans for alle prøvene innenfor et system på en logaritmisk skala. X-aksen viser tidspunktet for målingene.

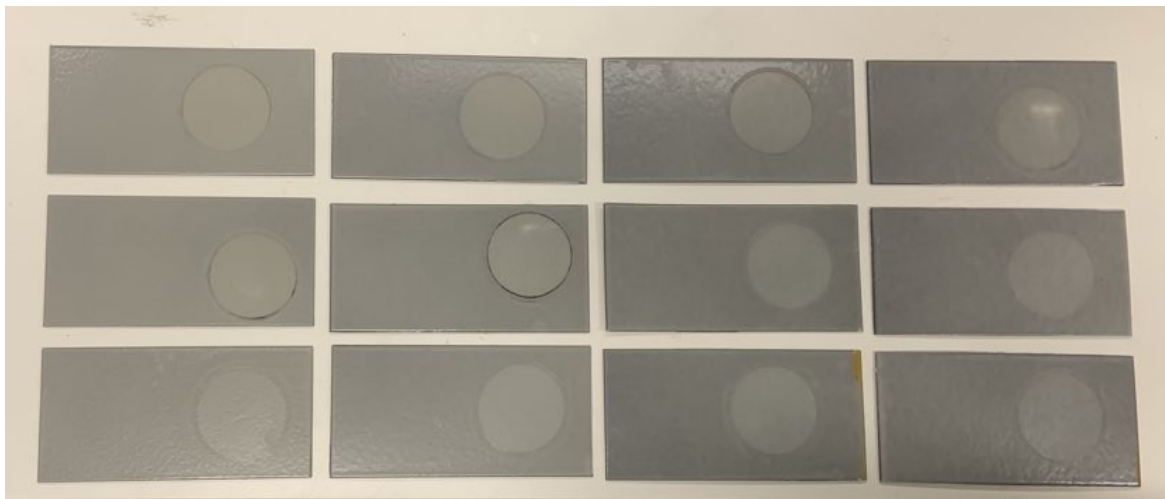
De første målingene som ble utført viser at System 1 har høyest impedans etter kort tid. Deretter har System 4 litt lavere impedans, etterfulgt av System 2 og deretter System 3. Etter to dager har System 4 betraktelig høyere impedansverdier enn de andre systemene. Det er også tydelig at alle systemene gjennomgår en reduksjon i impedans de første seks dagene og at etter seks dager er det System 4 som har den høyeste impedansverdien etterfulgt av System 1. Det kan også observeres at impedansverdiene for System 1 begynner å øke ved dette tidspunktet. Impedansen i System 4 øker etter 15 dager, men med så lite at det kan forklares av støy i målingene. Videre fremgår det at forskjellen i impedansverdier for System 1 og 4 jevner seg ut og etter 15 dager viser målingene at impedansen er lik. Impedansen for System 2 og 3 synker kontinuerlig og etter 41 dager har System 3 lavest impedans og System 2 nest lavest. System 2 og 3 viser en tydelig tendens mot at impedansverdiene flater ut med tid, men kommer

Tabell 5: Gjennomsnittsverdien til $|Z_{0,01Hz}|$ av alle prøvene i hvert system ble beregnet. Verdiene i denne tabellen er brukt til å tegne grafen i Figur 8.

Tidspunkt	System 1	System 2	System 3	System 4
0t	4.76E+10	3.15E+10	2.56E+10	3.60E+10
3t	4.10E+10	2.77E+10	2.16E+10	4.14E+10
24t	1.45E+10	8.69E+09	6.61E+09	2.54E+10
48t	3.96E+09	2.53E+09	1.95E+09	1.18E+10
144t (6 dager)	2.05E+09	1.24E+09	7.06E+08	3.89E+09
360t (15 dager)	2.25E+09	1.05E+09	3.97E+08	2.22E+09
552t (23 dager)	2.48E+09	9.53E+08	3.05E+08	2.31E+09
984t (41 dager)	2.80E+09	8.36E+08	2.06E+08	2.29E+09
$\Delta Z_{0,01Hz} $	-4.48E+10	-3.06E+10	-2.54E+10	-3.37E+10

aldri til et område hvor de fullstendig flater ut, slik som System 1 og 4 tydelig gjør. System 3 ser ut som den vil fortsette å synke etter 41 dager. Verdiene for $\Delta|Z_{0,01Hz}|$ i Tabell 5 viser at differansen mellom start- og sluttverdi er størst for System 1 og nest størst for System 4. System 2 har nest minst differanse og System 3 har minst.

Prøvene ble etter EIS visuelt inspisert, og fotografert som vist i Figur 9. Da bildet ble tatt hadde prøvene stått i elektrolytten i 64 dager.

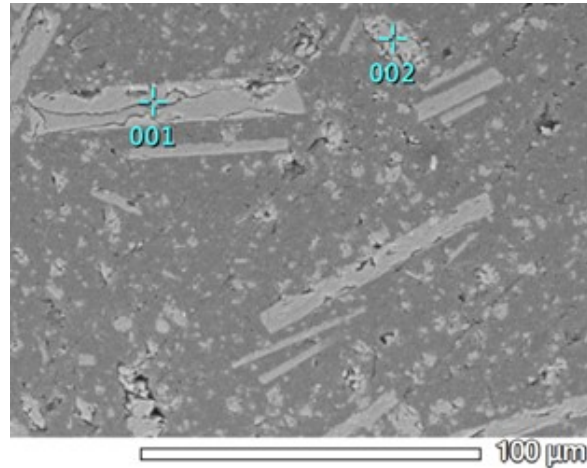


Figur 9: Alle EIS-prøver etter å ha stått i elektrolytten i 64 dager. Systemene er plassert i kolonner fra 1 til venstre og opp til 4 på høyre side. Nedover i en kolonne ligger første parallel på første rad, andre parallel på andre rad og tredje parallel på tredje rad.

Figur 9 viser ingen korrosjon på prøveflaten og lite tegn til betydelig degradering. Alle prøvene er litt misfarget etter å ha vært i kontakt med elektrolytten og noen har noen lyse flekker.

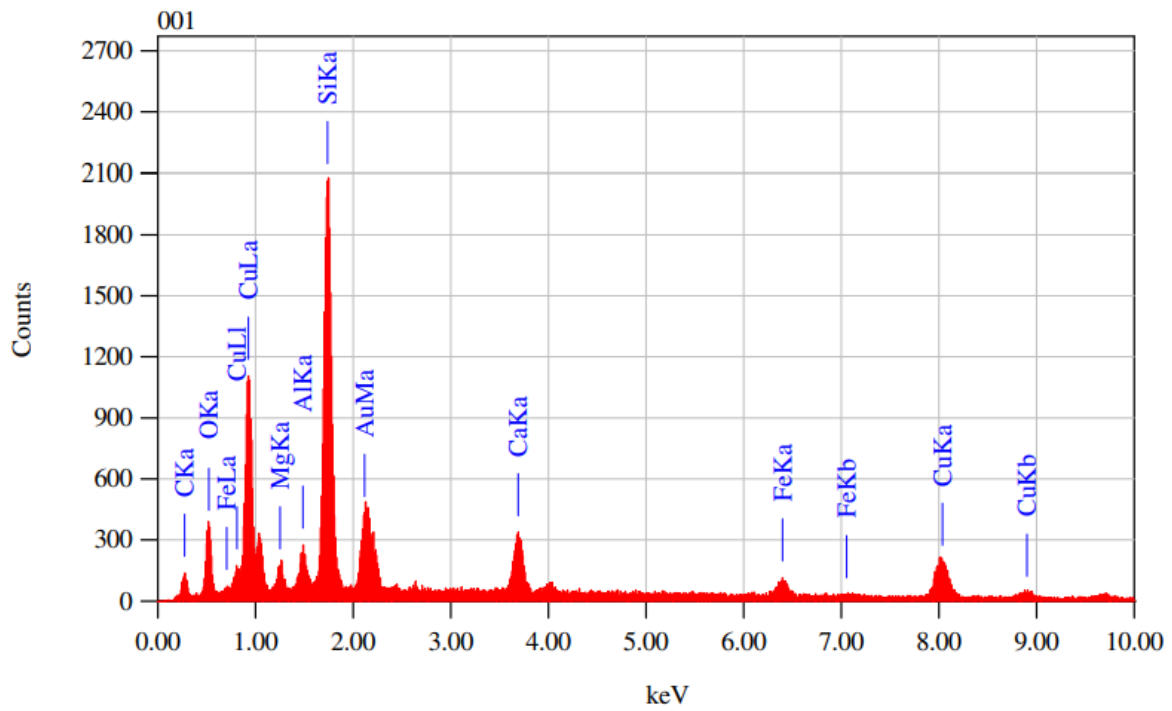
4.2 SEM

For å analysere den kjemiske sammensetningen og strukturen til malingen ble EDS brukt. Figur 11 viser spot-analyse for System 3 og Figur 12 viser mapping fra System 4. Figur 10 viser SEM-bildet brukt til EDS spot-analyse.

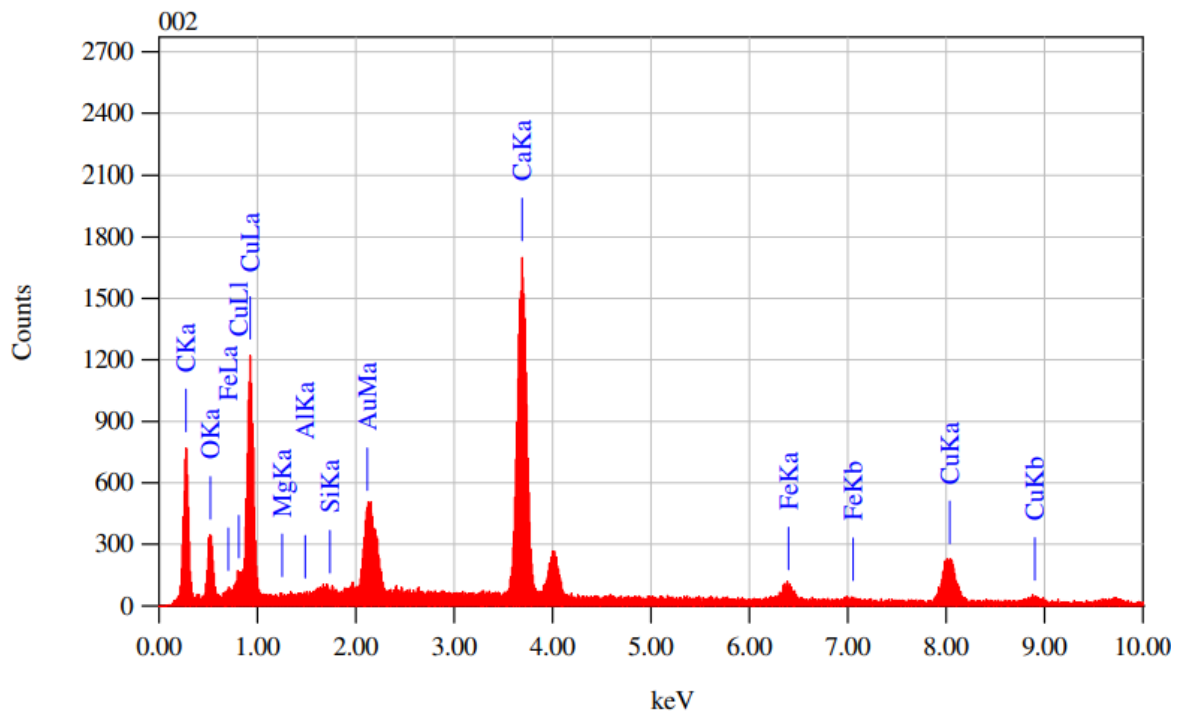


Figur 10: SEM-bildet brukt til EDS spot-analyse i Figur 11.

SEM-bildet i Figur 10 er tatt med BEI og viser to markeringer på bildet. Det ene punktet, markert som 001, er plassert på et GF og den andre markeringen, 002, er lokalisert på en $CaCO_3$ -partikkel. Begge partiklene framtrer som lysere enn epoxyen på grunn av atomnummerkontrasten i bildet. Figur 11a og Figur 11b i viser hvilke stoffer som detekteres på markeringene i Figur 10. Antall tellinger, som kan ses på y-aksen i Figur 11a og Figur 11b, sier noe om hvor mye det er av stoffene på markeringene i Figur 10. En høy topp indikerer at det er mange tellinger og dermed høy forekomst av stoffet på markeringen. Figur 11a viser mye silisium som påpeker at det er et GF og Figur 11b viser mye kalsium som tilsier at det er en $CaCO_3$ -partikkel.



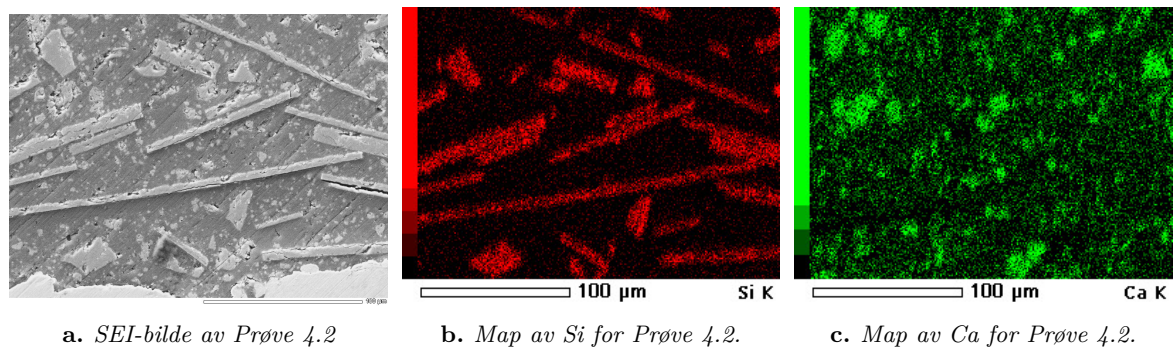
a. EDS i punkt 001.



b. EDS i punkt 002.

Figur 11: EDS-målinger i to punkter.

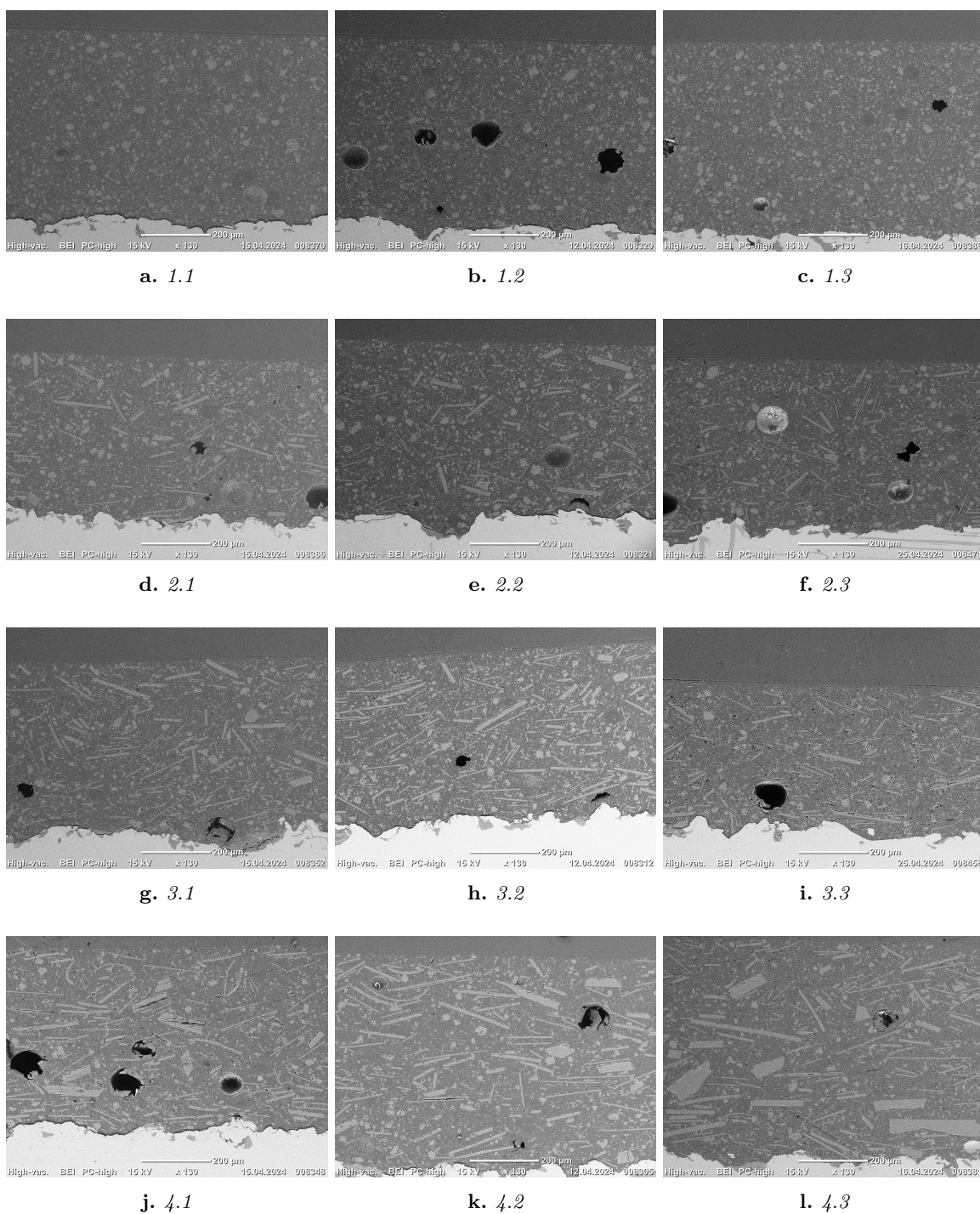
For å videre illustrere hva som kan ses i SEM er det lagt ved et bilde i SEI av malingen i 500x zoom i Figur 12. Tilhørende følger to kart, et som detekterer silisium og et som detekterer kalsium i bildet.



Figur 12: SEM-bilder i SEI av Prøve 4.2 med tilhørende maps.

Figur 12a viser GF og $CaCO_3$ som tydelig skiller seg ut fra epoxy-harpiksen. Figur 12b viser silisium sin forekomst i bildet, og den tydeliggjør hva som er GF. Figur 12c viser forekomsten av kalsium i bildet.

Figur 13 viser SEM-bilder av alle fire systemene. Hver rad inneholder bilder fra ett system og det er brukt et bilde fra alle tre parallellene. Systemene er plassert i rekkefølge nedover og begynner med System 1 på øverste rad. Det blir benyttet BEI og det brukes 130x forstørrelse på alle bildene.



Figur 13: I figuren er det tre bilder fra hvert system med ett bilde fra hver parallell. Bilde a-c viser System 1, d-f viser System 2, g-i viser System 3 og j-l viser System 4. Alle bildene er tatt på 130x zoom med BEI og det brukes en akselerasjonsspenning på 15 kV.

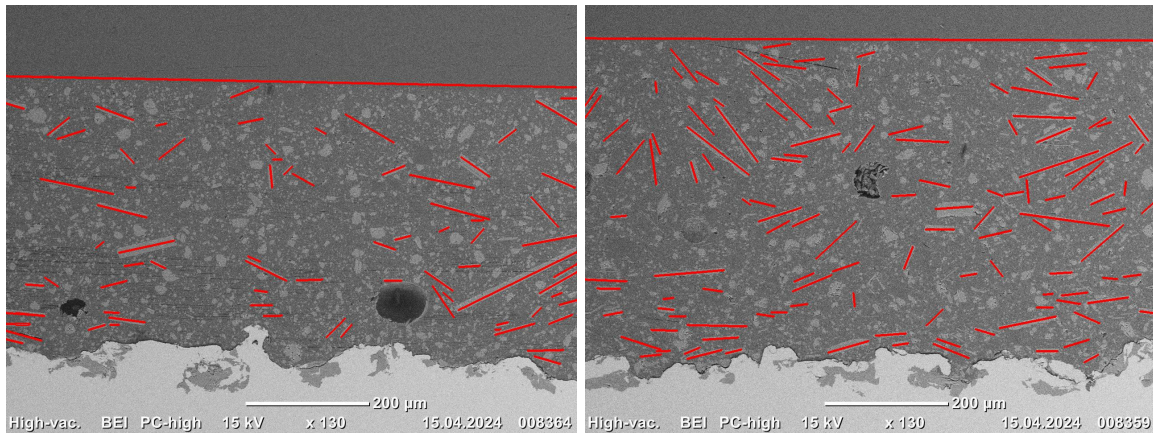
Felles for prøvene i Figur 13 er at stålet er synlig nederst på bildene og malingsbelegget er den tykke delen med partikler som ligger ovenfor. Øverst ligger et epoxy-lag fra innstøpingen av prøvene. De svarte flekkene på bildene er porer i malingen og de lyse irregulære partiklene er $CaCO_3$. GF i malingen forekommer som lyse, lange og rektangulære objekter. De kan observeres på bildene i Figur 13d-l, altså i System 2, 3 og 4.

Figur 13a-c viser System 1, som ikke inneholder GF. Her kan det observeres små og irregulære partikler, som er $CaCO_3$ og skal oppta 29,4 vol% (Vedlegg A). Figur 13d-f viser de tre parallellene for System 2, som inneholder 4,8 vol% GF. Figur 13g-i viser de tre parallellene for System 3, som inneholder 9,6 vol% GF. Figur 13j-l viser de tre parallellene for System 4, som inneholder 14,3 vol% GF. På bildene i Figur 13 er mange av GF tykkere enn forventet, og det kan se ut som enkelte GF har en tykkelse opp mot 70 μm .

4.2.1 Glassflak-orientering

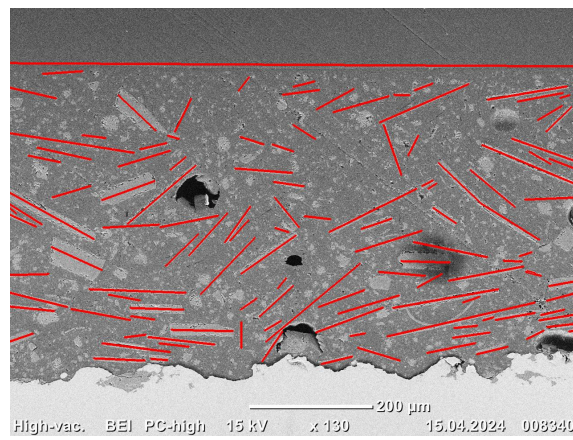
For hvert system er orienteringen i forhold til malingsoverflaten kartlagt. Figur 14 viser SEM-bilder av System 2, 3 og 4 med linjer tegnet som beskrevet i delkapittel 3.2.1. Det ble gjort for å synliggjøre lengden og vinkelen på glassflakene slik at dette kunne bli brukt til å lage histogram. Det ble gjort for fem SEM-bilder av alle prøvene med 130x zoom. Det er totalt 45 SEM-bilder som er analysert. Resterende SEM-bilder finnes i Vedlegg C.

Resultatet fra orienteringsanalysen blir presentert som histogram av vinkelen til GF i de forskjellige systemene, og kan ses i Figur 15 og Figur 16. Figur 15 tar hensyn til lengden på GF slik at hver søyle viser den totale lengden av GF innenfor et intervall på 5°. I Figur 16 viser søylene antall GF, oppgitt i prosent, innenfor en vinkel på 5°. En høy søyle forteller at det er mange GF for det tilhørende vinkelintervallet. Total lengde av GF er forskjellig i systemene grunnet ulik wt% GF. For å se på orienteringen isolert sett er den faktiske høyden på søylene mindre viktig, og den relative fordelingen mellom de ulike vinklene det mest interessante.



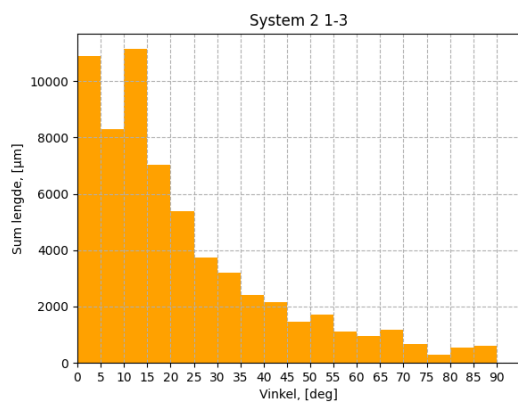
a. Prøve 2.1

b. Prøve 3.1

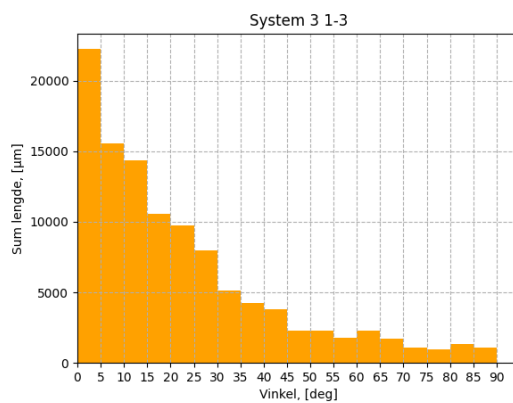


c. Prøve 4.1

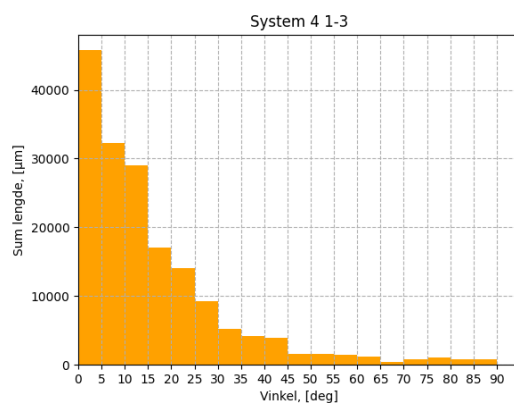
Figur 14: De røde strekene er tegnet for å synliggjøre lengden og vinkelen på alle GF.



a. System 2



b. System 3

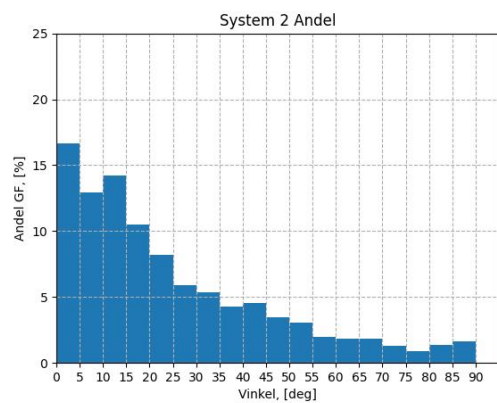


c. System 4

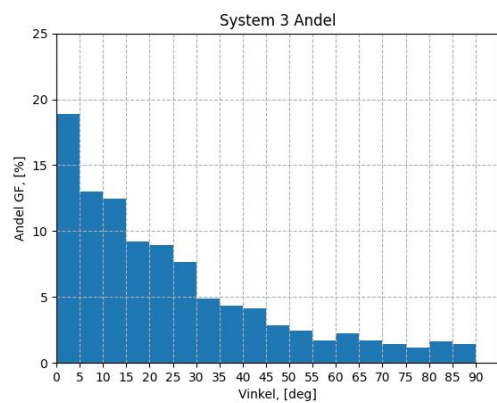
Figur 15: Histogram av orienteringen til systemene hvor hver søyle representerer den totale lengden av GF som er orientert innenfor et intervall på 5°.

Histogrammene i Figur 15 viser at orienteringen av GF er fordelt mellom 0° og 90° relativt til malingsoverflaten, der en overvekt av GF er orientert nærmere 0° enn 90°.

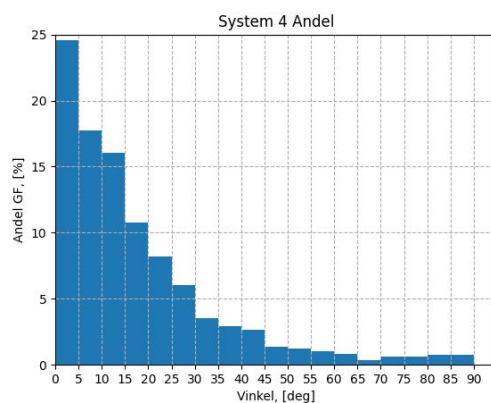
Av visuell avlesning ser det ut som System 4 har en fordeling av GF nærmere 0°, altså at mange GF har orientering ved lave vinkler og nærmere parallelt med malingsoverflaten. Det kan også se ut til at System 2 og 3 har relativt stor andel GF ved større vinkler, som går mer på tvers av malingen. I tillegg ser det ut som System 2 har en større relativ andel av GF mellom 0° og 15° enn System 3.



a. System 2



b. System 3



c. System 4

Figur 16: Histogrammene viser andel GF som er orientert innenfor et intervall på 5° . Hver søyle viser antall GF som er innenfor hvert intervall.

I Figur 16 kan det ses at den mest vanlige orienteringen av GF, og typetallet, er innenfor 5° , men at orienteringen varierer mye. Hovedtrenden for alle systemene er at det blir lavere andel GF ved høyere vinkler. System 2 (Figur 16a) og System 3 (Figur 16b) har en fordeling av orienteringfordeling med ved høyere andel GF ved høye vinkler enn System 4 (Figur 16c). Altså er fordelingen av et at for GF i System 4 nærmere parallell med malingsoverflaten enn for System 2 og 3. Dette fremkommer også i Tabell 6 i raden “Gjennomsnittlig vinkel”.

Nøkkeltall fra orienteringsanalysen er beregnet og blir presentert i Tabell 6. Beregningene er gjort for systemene som inneholder GF.

Tabell 6: Nøkkeltall for orientering og målt lengde av GF er presentert for System 2, 3 og 4.

	System 2	System 3	System 4
Antall GF	1151	1851	2167
Gjennomsnittlig vinkel	24,6°	24,3°	17,5°
Standardavvik, vinkel	21,5	21,7	17,5
Gjennomsnittlig målt lengde (μm)	54,6	58,6	78,6
Standardavvik, målt lengde	36,3	37,0	55,6
Total lengde (μm)	62 831	108 503	170 326

Ut ifra raden med antall GF kan det ses at mengden GF øker fra System 2 til 4. Gjennomsnittlig vinkel i Tabell 6 viser at GF i System 4 er orientert mere horisontalt enn i System 2 og 3. Dette gjennomsnittet er beregnet ut ifra antall GF uten å ta hensyn til lengden på dem. Den gjennomsnittlige vinkelen i System 4 er omtrent 17,5°, mens for System 2 og 3 er den gjennomsnittlige vinkelen høyere, med orientering på omtrent 24,6° og 24,3°. Standardavviket til vinklene er også beregnet og det kan ses at standardavviket er mindre for System 4 enn for System 2 og 3. Den gjennomsnittlige målte lengden og gjennomsnittlig vinkel er veldig like for System 2 og 3. Gjennomsnittlig målt lengde i System 4 er lengre selv om det er like store GF som er brukt i alle systemene. Standardavviket er høyt til både vinkelen og lengden, så det er mye variasjon i målingene. Total lengde er målt lengde av alle GF summert. Som forventet øker den totale lengden med økende wt% fra System 2 til 4. Det påpekes at verdiene er veldig like for System 2 og 3 med unntak av Antall GF og Total lengde.

Ved bruk av Figur 16 kan det bestemmes ved hvilken vinkel omtrent 50% og 20% av GF ligger under. Dette blir presentert i Tabell 7. I tillegg vises det også hvor stor andel av GF som har en vinkel lavere enn 20° for hvert system. 20° er valgt siden i alle systemene er minst 50% av GF under 20°.

	System 2	System 3	System 4
Vinkel 50%	20°	20°	15°
Faktisk andel	54,4%	53,5%	58,4%
Vinkel 20%	10°	10°	5°
Faktisk andel	29,6%	31,9%	24,6%
Andel GF under 20°	54,4%	53,5%	69,1%

Tabell 7: Tabellen viser ved hvilken vinkel en gitt andel av GF har orientering mellom 0° og denne gitte vinkelen. I tillegg vises den faktiske andelen under denne vinkelen da fordelingen ikke er kontinuerlig.

Vinkel 50% og Vinkel 20% viser ved hvilken vinkel 50% og 20% av GF har en vinkel mellom 0° og denne vinkelen. Faktisk andel viser den nøyaktige andelen som ligger i dette intervallet, siden søylene ikke nødvendigvis går opp i 50 og 20. For Vinkel 50% og 20% er verdiene for orientering til System 2 og 3 nesten like, slik som også er tilfellet for gjennomsnittlig vinkel i Tabell 6.

5 Diskusjon

Resultatene fra EIS var overraskende da det ut ifra teorien så ut som GF ville føre til høyere impedans selv ved lavt innhold. I denne diskusjonen vil SEM-bildene og orienteringsanalysen bli brukt til å prøve å forklare dette resultatet på EIS målingene. Det blir også utdypet hva som er avbildet på SEM-bildene og hvilken betydning dette har for resultatet.

5.1 EIS-resultater

Det ble funnet ved EIS-forsøket at System 1 hadde høyest impedansverdier ved 10 mHz ($|Z_{0,01\text{Hz}}|$) etter 41 dager. System 4 hadde omtrent like høy impedans som System 1. System 2 hadde lavere impedansverdier enn System 4 og System 3 hadde lavest. Dette er noe overraskende, da mer GF vil kunne bety større barriereeffekt, og derfor vil gi en høyere impedans [10]. En mulig forklaring er orienteringen til GF, som er blitt undersøkt i SEM og vil bli diskutert blant andre mulige forklaringer i delkapittel 5.3.

I Figur 7 og Vedlegg B observeres det at impedansverdien synker med økende nedsenkningstid i 3 wt% NaCl-løsning. Det stemmer overens med resultater i tidligere forskning og kan forklares av teori om elektrolyttinntrenging i maling [24][23][27]. Det er første del av degraderingen av maling og fører til økt ionisk ledningsevne, og derav minkende ionisk resistans [23]. Utflating mot en horisontal del av kurven ved lave frekvenser i Bode-plottet er karakteristisk for elektrolyttpenetrering av en intakt maling, og impedansverdiene ved disse lave frekvensene synker med tid inntil malingen er mettet med elektrolytt [16][14].

Det ble videre observert at System 1 og 4 sine impedansverdier var omtrent stabilisert etter 15 dager, imens System 2 og 3 sine impedansverdier fortsatte å synke selv etter 23 dager (Figur 7, Figur 8 og Tabell 5). Den initiale raske nedgangen i impedansverdier med påfølgende stabilisering kan forklares av teori for vanninntrenging. Diffusjonen går først raskt og følger Ficks lov, for så å skje mer langsomt i det påfølgende stadiet som er relatert til stabilisering av belegget [27][26]. System 2 og 3 sine impedansverdier fortsatte å synke selv etter 23 dager. Hva dette skyldes er ikke fastslått, men om det skyldes høyere vannopptak er det mulig å beregne dette fra beleggs kapasitansen (Ligning 2) og ut ifra den videre beregne vannopptaket.

5.2 SEM-resultater

På SEM-bildene i Figur 10, Figur 12 og Figur 13 kan partiklene skilles i to kategorier ut ifra fasong: rektangulær og irregulær. Sammensetningen til disse partiklene er bestemt med to EDS-metoder, spotanalyse og mapping. Spotanalysen vist i Figur 11 viser at de rektangulære partiklene inneholder mye silisium mens de irregulære inneholder mye kalsium. Dette tilsier at de rektangulære partiklene er GF mens de irregulære er CaCO_3 , som er et fyllstoff brukt i malingen. Mappingen i Figur 12 viser også at de rektangulære partiklene inneholder silisium mens de irregulære inneholder kalsium. Wt% CaCO_3 minker med økt wt% GF. Dette er tydelig på SEM-bildene (Figur 13) da det klart er mindre av de irregulære partiklene i System 4 enn i System 1. I System 1 er det ingen rektangulære partikler noe som tilsier at de rektangulære partiklene er GF, siden System 1 ikke inneholder GF.

Det er tydelige tegn til kobber i begge spot-analysene. Hvor denne kobbereren kommer fra er ikke åpenbart da det ikke skal være noe vesentlig innhold i malingen. Årsaken kan være at kobberet ble ført

over fra kobberteipen til prøveoverflaten under prepareringen og gir derfor utslag på EDS-spekteret i spot-analysen. Dette er en sannsynlig forklaring ettersom kobber ikke er en vanlig komponent i maling.

Vedrørende SEM-bildene er det flere faktorer som kan påvirke kvaliteten. Både lysstyrke, kontrast og fokus varierer for alle SEM-bildene som vises i Figur 13. Disse innstillingene ble justert for hver prøve for å framheve GF i prøven. Kontrasten mellom epoxy og GF var utfordrende å fininnstille og hver prøve krevde forskjellige innstillinger for å oppnå god kontrast. Det var også noe forskjell i fokuset som kunne oppnås på prøvene. Det kan forklares med at høyden på prøvene varierte noe, og fordi fokuset ble dårligere langs prøveoverflaten som ikke var helt plan med prøveholderen. Utover dette ble bildene mørkere over tid og det er en av årsakene til at enkelte av bildene ser mørkere ut, selv om kontrasten fremdeles er god.

Filamentet som ble brukt hadde innvirkning på bildedannelsen. Ettersom SEM-bildene ble tatt over en to-ukers periode ble filamentet byttet underveis av labansvarlig. Etter det ble skiftet ble det merkbart lettere å få gode bilder, spesielt med hensyn på kontrasten i bildet. Selv om SEM-bildene i resultatdelen ser forholdsvis like ut, bidrar disse innstillingene og faktorene til en viss forskjell i bildene som kan være med å svekke sammenligningsgrunnlaget mellom dem.

Det ble tegnet to histogrammer i Resultater som viser orienteringsfordelingen til GF, Figur 15 og Figur 16. De er basert på de samme målingene, men Figur 15 tar hensyn til lengden på GF. Forskjellen i disse to for System 4 er minimal. I System 2 og 3 er søylene i Figur 16 lavere. Dette kommer av at y-aksen i Figur 16, hvor det ikke tas hensyn til lengde, er lik for alle systemene. Fasongen på kurven ser allikevel lik ut. Grunnen til at y-aksen i Figur 15, hvor det tas hensyn til lengden, ikke er lik i alle systemene er at søylene blir vesentlig lavere i System 2 og 3 fordi det summeres færre GF. Antall GF målt i hvert system er avhengig av hvor mange GF det er på hvert bilde. Det er åpenbart færre GF i System 2 og 3 enn i system 4, så summen av lengden til GF blir klart lavere. Alternativt kunne det blitt målt vinkler på GF i flere bilder for System 2 og 3 slik at antall GF målt i alle systemene hadde blitt omtrent lik. Dette ble ikke gjort fordi det ble heller valgt å se på et likt totalt tverrsnittsareal av alle prøvene.

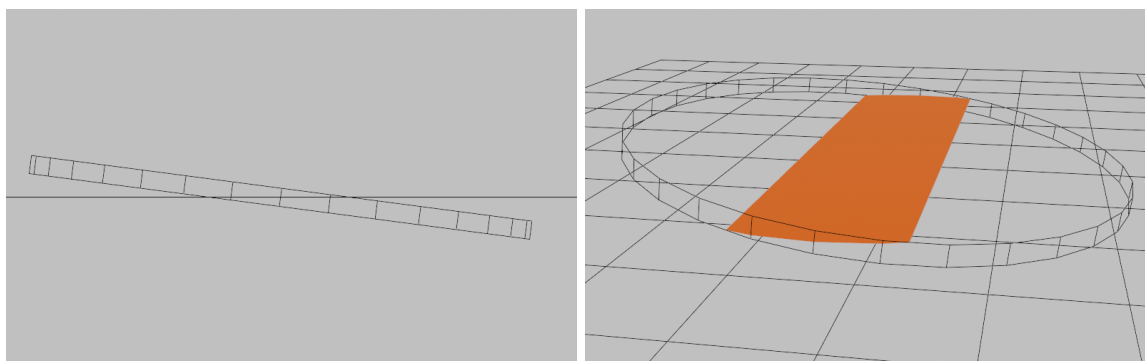
Fra orienteringsanalysen i Figur 15, Figur 16, Tabell 6 og Tabell 7 ble det i System 4 observert en orientering av GF som var mer forskjøvet mot lavere vinkler enn i System 2 og 3. Det vil si at orienteringen av GF er nærmest parallell med substratoverflaten i System 4. Gjennomsnittsvinkelen i System 4 er 17.5° , 24.3° i System 3 og 24.6° i System 2. I Tabell 7 blir det sett nærmere på fordelingen av vinklene til GF. Her bekreftes det at orienteringen til System 2 og 3 er veldig lik, slik som gjennomsnittsvinkelen også indikerer.

Det er forskjellig mengde GF i systemene, og det er en mulig faktor som avgjør hvordan flakene orienterer seg. I System 4, som har orientering nærmest parallell med substratoverflaten, er det flere GF, og de vil interagere mer med hverandre. Det kan være tilfelle at denne interaksjonen mellom GF fører til bedre orientering. At fordelingen i System 2 og 3 er like motsier dette, men likheten observert i dette forsøket kan være tilfeldig. Det er mange faktorer som virker inn på orienteringen:

- Økt interaksjon fører til mer ensretting orientering, og den mest vanlige retningen glassflakene vil ha er nærmere parallelt grunnet flytretningen [9].

- I systemene med lite GF er det mer kalsiumkarbonat, og de kan havne i veien og påvirke orienteringen til GF.
- Små glassflak er mer påvirket av Brownske bevegelser enn store glassflak [10]. I tillegg er det i system med færre GF, mer sannsynlig at disse ligger for seg selv og ikke interagerer med andre GF. Det vil kunne bety at andelen GF med en orientering mer på langs diffusjonsretningen vil være større med mindre wt% GF tilsatt.
- Dråpestørrelse og hastighet på dråpene i påføringsmetoden påvirker hvordan malingen flyter utover substratet. Dette kan i tillegg påvirkes av viskositeten til filmen og tettheten til glassflakene [11].
- Mengden løsemiddel påvirker hvor mye filmen krymper under herdingen i tillegg til hvor mye gassbobler som blir dannet og forlater filmen. Dette kan påvirke orienteringen både mot og ifra en orientering nærmere parallell med substratoverflaten [11].

Enkelte av GF i Figur 13 ser tykkere ut, med tykkelser tilsynelatende langt over $5\ \mu\text{m}$, som skal være gjennomsnittsverdien. Tykkelsen på GF skal ligge innenfor intervallet $3\text{--}7\ \mu\text{m}$, og det vil være naturlig med en spredning innefor disse verdiene. Forklaringen på dette er at disse flakene er orientert med en helning enten fra eller mot innsynsvinkelen slik at de ble kuttet på en vinkel og gir inntrykk av at flaket er tykkere enn det er. Figur 17 viser hvordan GF som er nært parallell med tverrsnittsplanet vil se mye tykkere ut. Noen av flakene, spesielt i Prøve 4.3 i Figur 13l, har en tykkelse opp mot $70\ \mu\text{m}$. Disse er GF med helning, og ikke veldig tykke GF. Dette betyr at GF som fremstår som tykke på SEM-bildene har en orientering nært vinkelrett på substratoverflaten, noe som ikke blir tatt i betraktning i orienteringsanalysen. Disse GF kan framstå som parallell med substratoverflaten på SEM-bildene, men i realiteten står de nærmere 90° .



a. Den diagonale formen er GF som krysser den horisontale linjen, som er tverrsnittplanet.
b. Samme 3d-illustrasjon som (a) sett fra en annen vinkel. Det som er farget oransje viser hvor tverrsnittplanet krysser GF.

Figur 17: Den oransje formen i (b) viser hva som er synlig av GF på SEM-bildene. Her er GF orientert nesten parallellt med tverrsnittplanet slik at GF ser veldig tykt ut på SEM-bildet.

Da lengden til GF ble målt ut ifra SEM-bildene var det lengden av GF som skjærer tverrsnittsplanet som ble målt. Forenklet kan GF illustreres som en ellipse med lav en eksentrisitet. Når ellipsen skjæres av tverrsnittsplanet vil lengden av skjæringslinjen avhenge av hvor tverrsnittsplanet skjærer ellipsen. Dette representerer ikke størrelsen på GF da lengden avhenger av hvor denne skjæringslinjen

er på GF. I tillegg vil det med flere partikler målt være større sannsynlighet for at den statistiske gjennomsnittlige tverrsnittlengden blir truffet. Mengden som ble målt for de ulike systemene var ganske ulike. Dette tyder på at ulikheten i den målte lengden til System 4 tilsier at det ikke er gjort nok målinger til å si at målingene representerer faktisk størrelse på GF. Videre blir det derfor antatt at størrelsen på GF er like i de ulike systemene.

5.3 Relatere EIS-resultatene med SEM-resultatene

EIS-resultatene etter 41 dager viste at System 1 hadde høyest impedans og at impedansverdiene til System 4 var marginalt lavere. System 2 viste betydelig lavere impedansverdier og System 3 lavest. Systemene har ulik wt% GF, og i tillegg som orienteringsanalysen fra SEM-bildene viste, ulik orientering i forhold til substratoverflaten. GF i System 4 hadde en orientering nærmere parallell med substratoverflaten enn i System 2 og 3. Orienteringen i System 2 og 3 er veldig lik, og det kan derfor ikke fastslås en direkte sammenheng mellom orienteringen og impedans. Det er heller ikke vist noen direkte sammenheng mellom antall GF og impedansen.

Orientering av GF kan allikevel være med å forklare impedansmålingene om GF har en negativ effekt på barriereegenskapene til malingen når orienteringen av GF er nær parallell med diffusjonsretningen. Dette kan indikere at det kun er GF under en bestemt vinkel som har en positiv effekt på barriereegenskapene, men hvis vinkelen blir for stor vil det gi en negativ effekt. Ved en antagelse om at diffusjonen går like raskt langs GF, skal GF uansett orientering gi høyere barriereeffekt enn å ikke ha GF [33]. Resultatene viser det motsatte, da System 2 og 3 opplever redusert barriereeffekt sammenlignet med System 1 uten GF. Hvis antagelsen ovenfor hadde vært rimelig ville GF i system 2 og 3 gjort impedansverdiene høyere, og resultert i at System 1 hadde vært systemet med lavest impedans og dårligst barriereegenskaper. Dette kan indikere en økt diffusjonshastighet for ioner langs GF som gjør at GF orientert mer på tvers av substratoverflaten fører til lavere impedansverdier. Om dette stemmer vil diffusjonshastigheten langs GF og orienteringen være avgjørende for om høyere GF-innhold fører til økt barriereeffekt. Det vil isåfall føre til at GF over en viss vinkel vil transportere ionene raskere gjennom malingen. Denne vinkelen avhenger av differansen mellom diffusjonshastigheten i epoxyen og langs GF. Minimeres denne akselererte diffusjonshastigheten langs GF vil de negative effektene av GF orientert langs diffusjonsretningen reduseres. GF orientert langs diffusjonsretningen vil uansett gi mindre økning i barriereeffekt uavhengig av dette da effekten av en lengre diffusjonsvei forsvinner. Dette kan forklare hvorfor System 2 har høyere impedans enn System 3. Orienteringsfordelingen er tilnærmet lik i begge systemene, men System 3 inneholder betydelig flere GF. Om GF har en negativ innvirkning på barriereeffekten med denne orienteringsfordelingen vil den økte mengden GF føre til lavere impedans for System 3.

Det er andre mulige forklaringer på EIS-resultatene enn høyere diffusjonshastighet langs GF og derfor sammenhengen mellom orientering og impedans som foreslått over. Blant de er sprekker og porer som er observert på SEM-bildene. Sprekker er observert i Figur 18, SEM-bildet av Prøve 2.3, der to GF ligger inntil hverandre uten bindemiddel imellom. Defekter som dette og porer vil være foretrukkede diffusjonsveier og føre til reduserte barriereegenskaper i malingen. Det er registrert sprekker og porer i alle systemene, men det er ikke blitt gjennomført en kvantitativ analyse av det i de ulike systemene. Om det viser seg at System 3 har flest sprekker, etterfulgt av 2, 4 og 1, kan dette forklare EIS-resultatet.



Figur 18: Utklipp fra 13f. Her kan det tydelig observeres to sprekker. Den til høyre ligger åpenbart mellom to GF. Den til venstre er vanskeligere å fastslå; den kan også ligge mellom GF og epoxy.

I tillegg kan muligens noe av forklaringen ligge i $CaCO_3$ -partiklene. Barriereeffekten av disse er ikke isolert testet i forsøket her, men er vist til å være litt høyere enn epoxy alene i tidligere forskning [30][31]. Barriereeffekten kan da muligens være høyere med $CaCO_3$ -partikler enn for GF over en viss orientering. Hvorvidt det stemmer er ikke testet, og uten nok informasjon og resultater er det tidligere forslaget som sier at diffusjonshastigheten er raskere langs GF slik at GF gir mindre barriereeffekt ved en høy vinkel, et bedre forslag.

At System 4 har høyere impedansverdier enn System 2 og 3 er da trolig fordi det har orientering av GF nærmere parallell med substratoverflaten. Det fører til bedre barriereeffekt i System 4 enn i System 2 og 3. At System 3 har lavere impedansverdier enn System 2 selv om de har omtrent lik orientering kan skyldes av at når orienteringen blir for langt fra parallell gir GF verre barriereegenskaper sammenlignet med å ikke ha tilsatt GF. Det at System 3 har flere GF ved denne orienteringen fører til økt ionisk ledningsevne gjennom malingen.

At System 1 får litt høyere impedansverdier enn System 4 kan skyldes at System 4 også har en andel GF som er orientert nærmere på tvers av malingen. Det avhenger av det tidligere forslaget om at diffusjonen langs GF har en økt hastighet. Så selv om System 4 har en stor andel GF orientert nært parallelt med overflaten, så vil det ha en redusert barriereeffekt sammenlignet med System 1, grunnet GF som har orientering langs diffusjonsretningen. Dette betyr at orienteringsfordelingen i System 4 er slik at den nesten nøyaktig utligner de positive og negative effektene fra GF. Om Orienteringsfordelingen i System 4 var lik System 2 og 3 vil Systemet få lavest impedans siden det da er systemet med flest GF som gir økt diffusjonshastighet.

Det er flere ting som er viktig å presisere som har innvirkning på resultatene i forsøket. GF er av typen c-glass med $5\ \mu\text{m}$ tykkelse i snitt. Høyere aspektforhold eller tynnere GF i malingen vil kunne gi mer barrieremotstand ved samme wt% enn en maling med tykkere GF siden det øvre overflatearealet til GF er det avgjørende siden GF er en ugjennomtrengelig barriere uavhengig av tykkelse.

Orientering av GF er blant annet et resultat av påføringsmetoden og filmdannelsen. Dette vil derfor være avhengig av spraypåføringen, løsemiddel og herdeprosessen. Tilsetningsstoffene og epoxyen vil også ha stor betydning for utfallet av resultatene. Den varierende mengden $CaCO_3$ i de ulike systemene

vil kunne være med å påvirke orienteringen til GF. Det er fordi $CaCO_3$, i likhet med GF, også er en partikkel som skal finne sin plass i malingen og vil derfor interagere med GF.

Mengde silane tilsatt og forhåndbehandling av GF er også vesentlig da dette påvirker heften mellom epoxy og GF. Områder med dårlig heft blir foretrukkede diffusjonsveier og øker diffusjonshastigheten langs GF. Det fører til reduserte barriereegenskaper [10]. Denne diffusjonshastigheten påvirker ved hvilken orientering effekten av GF på barriereegenskapene går fra positiv til negativ. Dette er gitt at det tidligere nevnte forslaget for hvordan orienteringen påvirker impedans stemmer.

Dette arbeidet gir ikke et åpenbart svar på hvilket malingsystem som har best korrosjonsbeskyttende egenskaper. Som gått inn på i delkapittel 2.2, er selve korrosjonsbeskyttelsen til en maling avhengig av de tre beskyttelsesmekanismene: Stabilisering av det passiverende overflateoksidet, katodisk beskyttelse, og passiveringspigment. I systemene i dette forsøket er det ikke noe katodisk beskyttelse eller passiveringspigment brukt, og stabilisering av det passiverende overflateoksidet er den eneste beskyttelsesmekanismen. Det som resultatene imidlertid har vist er at impedansen som en indikasjon på barriereeffekten er høyest i System 1. Omtrent like høy er den i System 4, lavere i System 2 og lavest i System 3. Barriereeffekten sier noe om den langvarige beskyttelsen av malingen mot ionetransport, degradering, og uten den vil korrosjon kunne skje kjapt. Om resultatene ville blitt like i praksis avhenger av flere andre faktorer, deriblant adhesjon og miljøet malingen utsettes for.

Ut ifra resultatene i 6 og Tabell 7 for orientering av GF, og resultatene fra EIS-målingene i Tabell 4 ser det ut som at orientering av GF kan være med å forklare impedans-målingene. Forslaget til hvordan de henger sammen er at GF over en bestemt vinkel vil gi en negativ barriereeffekt på grunn av høyere diffusjonshastighet langs GF. Dette kan ikke konkluderes fra dette forsøket, så videre eksperiment vil være nødvendig. Med bedre kontroll av orienteringen på GF kan det gjennomføres et eksperiment hvor det varieres på orienteringsfordelingen istedenfor wt% for å få et bedre bilde på sammenhengen mellom orientering av GF og impedans. Forsøket kan også gjentas med flere systemer med mindre forskjell i wt% GF og med høyere wt% GF enn i dette forsøket vil det kunne gi et tydeligere bilde på hvordan wt% GF påvirker orienteringen til GF. I tillegg kunne en gjort forsøk der en undersøker hvordan ulike påføringsmetoder, viskositet og herdingstid påvirker orienteringen til GF.

6 Konklusjon

Det har blitt undersøkt hvordan glassflak i maling påvirker korrosjonsbeskyttende egenskaper, spesifikt barriereegenskapene ved ulike mengder glassflak.

System 1, som ikke inneholdt glassflak, hadde den høyeste impedansen ved 0,01Hz ($|Z_{0,01Hz}|$) etter 41 dager, med en gjennomsnittsverdi på 2,80 Gohm. $|Z_{0,01Hz}|$ for System 4, som har høyest innhold av glassflak, var ikke betydelig lavere enn System 1, med en gjennomsnittsverdi på 2,29 Gohm. Betydelig lavere var System 2 og 3 med $|Z_{0,01Hz}|$ etter 41 dager på 0,84 Gohm og 0,21 Gohm respektivt.

System 4 hadde den laveste gjennomsnittsvinkelen for glassflakene med 17.5° , imens System 2 og 3 hadde omtrent like med 24.3° og 24.6° respektivt. Andelen glassflak under 20° for System 2, 3 og 4 var 54,4%, 53,5% og 69,1% respektivt. System 2 og 3 hadde veldig like verdier, selv om impedansen varierte betydelig.

De like orienteringene på glassflakene i System 2 og 3 betyr at det ikke er observert en direkte sammenheng mellom impedans og mengde glassflak eller impedans og orientering av glassflak. Om de trekkes sammen kan de indikere at det er mengden glassflak over en bestemt vinkel som er avgjørende. Funnene kan indikere at glassflak har en negativ effekt på barriereegenskapene til malingen hvis ikke orienteringen av glassflakene er nær nok parallell med underlaget. Dette kan muligens forklares av høyere diffusjonshastighet langs glassflakene enn i resten av malingen. Det vil isåfall bety at det kun er glassflak under en bestemt vinkel som har en positiv effekt på barriereegenskapene, men hvis vinkelen blir for stor vil det gi en negativ effekt. Når orienteringsfordelingen er slik at den negative effekten fra glassflak overveier den positive vil et større innhold glassflak føre til lavere impedans. Kontroll over hvordan glassflakene orienterer seg vil derfor være kritisk for malingens barriereegenskaper og for den langvarige korrosjonsbeskyttelsen.

7 Videre arbeid

- Om orienteringsfordelingen er mulig å holdes lik i alle systemene, kan forsøket gjentas og resultatet vil da bare vise sammenhengen mellom impedans og mengde glassflak.
- Variere på orienteringsfordelingen til glassflakene uten å variere på mengden glassflak. Dette kan gi et bedre bilde på hvordan orienteringsfordelingen påvirker impedansen. Orienteringsfordelingen kan trolig endres ved justeringer i påføringsmetoden.
- Undersøke hvordan wt% glassflak påvirker orienteringen til glassflak. Ved å kun variere mengden glassflak slik som i dette forsøket, men med mindre inkremitter og til høyere wt% GF kan sammenhengen mellom wt% glassflak og orienteringen til glassflakene undersøkes nøyere. Da er det kun nødvendig å gjennomføre orienteringsanalyse fra SEM-bilder da sammenhengen med impedans ikke undersøkes.

Referanser

- [1] I.C.P. Margarit-Mattos. «EIS and organic coatings performance: Revisiting some key points». I: *Electrochimica Acta* 354 (sep. 2020), s. 136725. ISSN: 00134686. DOI: 10.1016/j.electacta.2020.136725. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S001346862031118X> (sjekket 28.02.2024).
- [2] P.L. Bonora, F. Deflorian og L. Fedrizzi. «Electrochemical impedance spectroscopy as a tool for investigating underpaint corrosion». I: *Electrochimica Acta* 41.7 (mai 1996), s. 1073–1082. ISSN: 00134686. DOI: 10.1016/0013-4686(95)00440-8. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0013468695004408> (sjekket 28.02.2024).
- [3] W.D. Callister og D.G. Rethwisch. *Callister's Materials Science and Engineering*. Wiley, 2020. ISBN: 978-1-119-45391-8. URL: <https://books.google.no/books?id=sE84zQEACAAJ>.
- [4] E. McCafferty. *Introduction to Corrosion Science*. Springer Science & Business Media, 4. jan. 2010. 583 s. ISBN: 978-1-4419-0454-6.
- [5] O.Ø. Knudsen og A. Forsgren. *Corrosion Control Through Organic Coatings*. Corrosion Technology. CRC Press, 2017. ISBN: 978-1-351-64922-3. URL: <https://books.google.no/books?id=BHzCDgAAQBAJ>.
- [6] T. Ramakrishnan mfl. «Study of Various Epoxy-Based Surface Coating Techniques for Anticorrosion Properties». I: *Advances in Materials Science and Engineering* 2022 (13. jan. 2022). Publisher: Hindawi, e5285919. ISSN: 1687-8434. DOI: 10.1155/2022/5285919. URL: <https://www.hindawi.com/journals/amse/2022/5285919/> (sjekket 22.03.2024).
- [7] Graham Greenwood-Sole og Charles J. Watkinson. «New Glassflake Coating Technology For Offshore Applications». I: *CORROSION* 2004. OnePetro, 28. mar. 2004. URL: <https://dx.doi.org/> (sjekket 16.05.2024).
- [8] Bryan B. Pajarito mfl. «Effective Diffusion in Flake-Polymer Composites with Accelerated Interphase Transport». I: *Journal of the Society of Materials Science, Japan* 61.10 (2012), s. 860–866. ISSN: 0514-5163, 1880-7488. DOI: 10.2472/jsms.61.860. URL: https://www.jstage.jst.go.jp/article/jsms/61/10/61_860/_article (sjekket 16.05.2024).
- [9] L. J. van Rooyen mfl. «Helium gas permeability reduction of epoxy composite coatings by incorporation of glass flakes». I: *Journal of Membrane Science* 430 (1. mar. 2013), s. 203–210. ISSN: 0376-7388. DOI: 10.1016/j.memsci.2012.11.083. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376738812009313> (sjekket 09.05.2024).
- [10] Bryan Pajarito og Masatoshi Kubouchi. «Flake-Filled Polymers for Corrosion Protection». I: *JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN* 46.1 (2013), s. 18–26. ISSN: 0021-9592, 1881-1299. DOI: 10.1252/jcej.12we133. URL: https://www.jstage.jst.go.jp/article/jcej/46/1/46_12we133/_article (sjekket 09.02.2024).
- [11] Eric Kirchner. «Flow-induced orientation of flakes in metallic coatings – II. The orientation mechanism». I: *Progress in Organic Coatings* 124 (1. nov. 2018), s. 104–109. ISSN: 0300-9440. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2018.07.032. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944018303618> (sjekket 18.05.2024).
- [12] Hans-Joachim Streitberger og Karl-Friedrich Dossel. *Automotive Paints and Coatings*. Google-Books-ID: 7Iq5VJrnOkwC. John Wiley & Sons, 8. sep. 2008. 519 s. ISBN: 978-3-527-62238-2.

- [13] Eric Kirchner. «Film shrinkage and flake orientation». I: *Progress in Organic Coatings* 65.3 (1. jul. 2009), s. 333–336. ISSN: 0300-9440. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2009.01.006. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944009000174> (sjekket 18.05.2024).
- [14] Wilhelmus Maria Bos. *Prediction of coating durability: early detection using electrochemical methods*. OCLC: 840401071. S.l.: s.n., 2008. ISBN: 978-90-90-22815-0.
- [15] Andrea Cristoforetti mfl. «On the Limits of the EIS Low-Frequency Impedance Modulus as a Tool to Describe the Protection Properties of Organic Coatings Exposed to Accelerated Aging Tests». I: *Coatings* 13 (11. mar. 2023), s. 598. DOI: 10.3390/coatings13030598.
- [16] John M. McIntyre og Ha Q. Pham. «Electrochemical impedance spectroscopy; a tool for organic coatings optimizations». I: *Progress in Organic Coatings* 27.1 (jan. 1996), s. 201–207. ISSN: 03009440. DOI: 10.1016/0300-9440(95)00532-3. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0300944095005323> (sjekket 28.02.2024).
- [17] Bode Plot Palmsens. *Bode and Nyquist Plot*. PalmSens. URL: <https://www.palmsens.com/knowledgebase-article/bode-and-nyquist-plot/> (sjekket 19.05.2024).
- [18] Flavio Deflorian og Stefano Rossi. «An EIS study of ion diffusion through organic coatings». I: *Electrochimica Acta* 51.8 (jan. 2006), s. 1736–1744. ISSN: 00134686. DOI: 10.1016/j.electacta.2005.02.145. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S001346860500839X> (sjekket 28.02.2024).
- [19] J. M Hu, J. Q Zhang og C. N Cao. «Determination of water uptake and diffusion of Cl ion in epoxy primer on aluminum alloys in NaCl solution by electrochemical impedance spectroscopy». I: *Progress in Organic Coatings* 46.4 (1. jun. 2003), s. 273–279. ISSN: 0300-9440. DOI: 10.1016/S0300-9440(03)00010-9. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944003000109> (sjekket 21.05.2024).
- [20] Anwar Ul-Hamid. *A Beginners' Guide to Scanning Electron Microscopy*. Cham: Springer International Publishing, 2018. ISBN: 978-3-319-98481-0 978-3-319-98482-7. DOI: 10.1007/978-3-319-98482-7. URL: <http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-98482-7> (sjekket 09.04.2024).
- [21] Weilie Zhou mfl. «Fundamentals of Scanning Electron Microscopy». I: (2007). URL: https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/978-0-387-39620-0_1.pdf.
- [22] Joseph I. Goldstein mfl. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. New York, NY: Springer New York, 2018. ISBN: 978-1-4939-6674-5 978-1-4939-6676-9. DOI: 10.1007/978-1-4939-6676-9. URL: <https://link.springer.com/10.1007/978-1-4939-6676-9> (sjekket 11.04.2024).
- [23] A. Jalali Kandeloo og M. M. Attar. «The diffusion and adhesion relationship between free films and epoxy coated mild steel». I: *Progress in Organic Coatings* 179 (1. jun. 2023), s. 107561. ISSN: 0300-9440. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2023.107561. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944023001571> (sjekket 18.04.2024).

- [24] Jorge Andrés Calderón-Gutierrez og Franky Esteban Bedoya-Lora. «BARRIER PROPERTY DETERMINATION AND LIFETIME PREDICTION BY ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY OF A HIGH PERFORMANCE ORGANIC COATING». I: *DYNA* 81.183 (22. jan. 2014), s. 97. ISSN: 2346-2183, 0012-7353. DOI: 10.15446/dyna.v81n183.37609. URL: <http://www.revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/article/view/37609> (sjekket 28.02.2024).
- [25] K. Darowicki og A. Miszczyk. *Water uptake in protective organic coatings and its reflection in measured coating impedance*. 2023. URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0300944017308342?fr=RR-2&ref=pdf_download&rr=87fc080a297a56ae.
- [26] Changfeng Fan, Jianmin Shi og Klaus Dilger. «Water uptake and interfacial delamination of an epoxy-coated galvanized steel: An electrochemical impedance spectroscopic study». I: *Progress in Organic Coatings* 137 (des. 2019), s. 105333. ISSN: 03009440. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2019.105333. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0300944019300955> (sjekket 28.02.2024).
- [27] Rui Ding mfl. «Study of impedance model and water transport behavior of modified solvent-free epoxy anti-corrosion coating by EIS II». I: *Journal of Coatings Technology and Research* 13.6 (1. nov. 2016), s. 981–997. ISSN: 1935-3804. DOI: 10.1007/s11998-016-9810-8. URL: <https://doi.org/10.1007/s11998-016-9810-8> (sjekket 29.04.2024).
- [28] P. A. Sørensen mfl. «Cathodic delamination of seawater-immersed anticorrosive coatings: Mapping of parameters affecting the rate». I: *Progress in Organic Coatings* 68.4 (1. aug. 2010), s. 283–292. ISSN: 0300-9440. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2010.03.012. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944010000901> (sjekket 22.04.2024).
- [29] Barbara Biegańska, Malgorzata Zubielewicz og Edward Smieszek. «Influence of barrier pigments on the performance of protective organic coatings». I: *Progress in Organic Coatings* 16.3 (3. nov. 1988), s. 219–229. ISSN: 0300-9440. DOI: 10.1016/0033-0655(88)80017-7. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0033065588800177> (sjekket 16.05.2024).
- [30] Ali Dastgheib, Arman Zarebidaki og Mohammadreza Mohammadzadeh Attar. «Enhanced barrier properties of epoxy coating containing CaCO₃ microparticles modified with cerium nitrate». I: *Progress in Organic Coatings* 144 (1. jul. 2020), s. 105660. ISSN: 0300-9440. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2020.105660. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944020301387> (sjekket 20.05.2024).
- [31] Weilin Liu mfl. «Corrosion Protection of Q235 Steel Using Epoxy Coatings Loaded with Calcium Carbonate Microparticles Modified by Sodium Lignosulfonate in Simulated Concrete Pore Solutions». I: *Materials* 14.8 (15. apr. 2021), s. 1982. ISSN: 1996-1944. DOI: 10.3390/ma14081982. URL: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC8071326/> (sjekket 20.05.2024).
- [32] John M. Sosa mfl. «Development and application of MIPAR™: a novel software package for two- and three-dimensional microstructural characterization». I: *Integrating Materials and Manufacturing Innovation* 3.1 (1. des. 2014), s. 123–140. ISSN: 2193-9772. DOI: 10.1186/2193-9772-3-10. URL: <https://doi.org/10.1186/2193-9772-3-10> (sjekket 23.04.2024).
- [33] Glenn Fredrickson og Jozef Bicerano. «Barrier properties of oriented disk composites». I: *Journal of Chemical Physics* 110 (22. jan. 1999), s. 2181–2188. DOI: 10.1063/1.477829.

Vedlegg A

Oversikt over systemene gitt av Jotun og teknisk data for glassflakene

System 1 (0wft% GF)								
Comp A	Raw material	Separate Components		Comp A+Comp B = TOTAL SYSTEM				PVC
		Weight Share in Comp A	Weight%	Volume%	Dry film weight solid%	Dry film Volume Solid%		
	EPOXY	33	28.08	34.16	33.79	46.45		
	THIXOTROPIC AGENT	1.7	1.45	1.98	1.74	2.7		
	SILANE	1	0.85	1.11	1.02	1.51		
	SOLVENT A	11.5	9.79	15.73	0	0		
	SOLVENT B	3.5	2.98	5.14	0	0		
	CALCIUM CARBONATE	49	41.7	21.6	50.17	29.37		
	GLASS FLAKES	0	0	0	0	0		
	ADDITIVE	0.3	0.26	0.44	0.02	0.01		
Total		100						
Comp B	Raw material	Weight Share in Comp B						
Total	AMINE ADDUCT	100	14.89	19.84	13.26	19.96		
Total			100	100	100	100	30,09	
Mixing ratio by volume		4:1						
Mixing ratio by weight		100:17.5						

System 2 (7,5wft% GF)								
Comp A	Raw material	Separate Components		Comp A+Comp B = TOTAL SYSTEM				PVC
		Weight Share in Comp A	Weight%	Volume%	Dry film weight solid%	Dry film Volume Solid%		
	EPOXY	33	28.08	34.07	33.79	46.3		
	THIXOTROPIC AGENT	1.7	1.45	1.98	1.74	2.69		
	SILANE	1	0.85	1.11	1.02	1.51		
	SOLVENT A	11.5	9.79	15.7	0	0		
	SOLVENT B	3.5	2.98	5.13	0	0		
	CALCIUM CARBONATE	41.5	35.32	18.25	42.49	24.8		
	GLASS FLAKES	7.5	6.38	3.53	7.68	4.8		
	ADDITIVE	0.3	0.26	0.44	0.02	0.01		
Total		100						
Comp B	Raw material	Weight Share in Comp B						
Total	AMINE ADDUCT	100	14.89	19.79	13.26	19.9		
Total			100	100	100	100	30,33	
Mixing ratio by volume		4:1						
Mixing ratio by weight		100:17.5						

System 3 (15wft% GF)								
Comp A	Raw material	Separate Components		Comp A+Comp B = TOTAL SYSTEM				PVC
		Weight Share in Comp A	Weight%	Volume%	Dry film weight solid%	Dry film Volume Solid%		
	EPOXY	33	28.07	33.99	33.79	46.16		
	THIXOTROPIC AGENT	1.7	1.45	1.97	1.74	2.68		
	SILANE	1	0.85	1.11	1.02	1.5		
	SOLVENT A	11.5	9.79	15.66	0	0		
	SOLVENT B	3.5	2.98	5.12	0	0		
	CALCIUM CARBONATE	34	28.94	14.92	34.81	20.25		
	GLASS FLAKES	15	12.77	7.05	15.36	9.57		
	ADDITIVE	0.3	0.26	0.44	0.02	0.01		
Total		100						
Comp B	Raw material	Weight Share in Comp B						
Total	AMINE ADDUCT	100	14.89	19.74	13.26	19.83		
Total			100	100	100	100	30,58	
Mixing ratio by volume		4:1						
Mixing ratio by weight		100:17.5						

System 4 (22,5wt% GF)							
		Separate Components		Comp A+Comp B = TOTAL SYSTEM			
Comp A	Raw material	Weight Share in Comp A	Weight%	Volume%	Dry film weight solid%	Dry film Volume Solid%	PVC
	EPOXY	33	28.08	33.91	33.79	46.01	
	THIXOTROPIC AGENT	1.7	1.45	1.97	1.74	2.67	
	SILANE	1	0.85	1.1	1.02	1.5	
	SOLVENT A	11.5	9.79	15.62	0	0	
	SOLVENT B	3.5	2.98	5.11	0	0	
	CALCIUM CARBONATE	26.5	22.55	11.6	27.13	15.73	
	GLASS FLAKES	22.5	19.15	10.55	23.04	14.31	
	ADDITIVE	0.3	0.26	0.44	0.02	0.01	
Total		100					
Comp B	Raw material	Weight Share in Comp B					
Total	AMINE ADDUCT	100	14.89	19.7	13.26	19.77	
Total			100	100	100	100	30,82
Mixing ratio by volume		4:1					
Mixing ratio by weight		100:17.5					

Project	Responsible	System	Number	Test	Coating/Note	Coating1	DFT1			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1937	REF 1	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1938	REF 2	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500			NTNU Students to test barrier properties containing GF
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1939	REF 3	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1940	SEM 1	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500		Product	1 epoxy coating
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1941	SEM 2	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500		Systems	4
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1942	SEM 3	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500		REF panels	3
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1943	EIS 1	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500		SEM panels	3
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1944	EIS 2	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500		EIS panels	3
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 1	2023-1945	EIS 3	Sa 2½ 1,5mm	0wt% GF	500		Total panels per system	9
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1949	REF 1	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500		Total panels	36
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1950	REF 2	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1951	REF 3	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500		Curing condition 1 month at RT	
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1952	SEM 1	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500		Volume Solid 80%	
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1953	SEM 2	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500		PVC 30-40%	
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1954	SEM 3	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500		DFT 500µm average	
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1955	EIS 1	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500		1,5 mm Sa 2½ steel	
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1956	EIS 2	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 2	2023-1957	EIS 3	Sa 2½ 1,5mm	7,5wt% GF	500		1 small box of Glass flakes also sent for analysis if needed	
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1961	REF 1	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1962	REF 2	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1963	REF 3	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1964	SEM 1	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1965	SEM 2	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1966	SEM 3	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1967	EIS 1	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1968	EIS 2	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 3	2023-1969	EIS 3	Sa 2½ 1,5mm	15wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1973	REF 1	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1974	REF 2	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1975	REF 3	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1976	SEM 1	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1977	SEM 2	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1978	SEM 3	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1979	EIS 1	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1980	EIS 2	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			
GF Project for NTNU	Mikael Hansson	System 4	2023-1981	EIS 3	Sa 2½ 1,5mm	22.5wt% GF	500			

Technical data glassflakes

Properties	International test method	Reference for QA/QC	Specification values	Target value
Physical form	Visual inspection	-	High aspect ratio, white platelets	-
Topcut D98 (μm)	ISO 13320:2009*	-	250-450	400
Median D50 (μm)	ISO 13320:2009*	-	85-175	150
Sieving	BS812-103.1:1985	-	1700-450 μm = 0% 450-300 μm < 10% 300-45 μm > 65% < 45 μm < 25%	-
Thickness	SEM	-	3-7	5
Softening point ($^{\circ}\text{C}$)	ASTM C338-93(2008)	-	700	-
Moisture content (%)	ASTM E203	-	$\leq 0,025$	-
Sp. density (g/cm^3)	ASTM C729	-	$2,6 \pm 0,05$	-
C-glass composition (%)	XRF	-	$\text{SiO}_2 = 64-72$ $\text{Al}_2\text{O}_3 = 0-7$ $\text{CaO} = 3-11$ $\text{MgO} = 0-5$ $\text{B}_2\text{O}_3 = 0-8$ $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O} = 9-13$ $\text{ZnO} = 0-6$	-

Vedlegg B

Tabeller med resultater fra EIS målinger.

Tabell B1: Gjennomsnittlig $|Z_{0.01Hz}|$ ved alle tidspunkt for System 1.

Tidspunkt	0	3	24	48	144	360	552	984
1_1	4.52E+10	3.95E+10	1.28E+10	3.55E+09	1.95E+09	2.00E+09	2.66E+09	2.58E+09
1_2	4.31E+10	3.74E+10	1.07E+10	3.29E+09	2.04E+09	2.34E+09	2.50E+09	2.97E+09
1_3	5.44E+10	4.60E+10	2.01E+10	5.03E+09	2.17E+09	2.41E+09	2.28E+09	2.85E+09
Gjennomsnitt:	4.76E+10	4.10E+10	1.45E+10	3.96E+09	2.05E+09	2.25E+09	2.48E+09	2.80E+09
Standardavvik:	7.02E+04	6.06E+04	6.33E+04	2.77E+04	9.43E+03	1.33E+04	1.24E+04	1.27E+04

Tabell B2: Gjennomsnittlig $|Z_{0.01Hz}|$ ved alle tidspunkt for System 2.

Tid:	0	3	24	48	144	360	552	984
2_1	3.03E+10	2.96E+10	9.78E+09	2.79E+09	1.28E+09	1.01E+09	1.09E+09	8.74E+08
2_2	2.76E+10	2.31E+10	5.36E+09	1.87E+09	1.11E+09	9.79E+08	8.58E+08	7.57E+08
2_3	3.65E+10	3.05E+10	1.09E+10	2.91E+09	1.33E+09	1.16E+09	9.15E+08	8.77E+08
Gjennomsnitt:	3.15E+10	2.77E+10	8.69E+09	2.53E+09	1.24E+09	1.05E+09	9.53E+08	8.36E+08
Standardavvik:	6.12E+04	5.74E+04	4.90E+04	2.16E+04	9.58E+03	8.82E+03	9.83E+03	7.47E+03

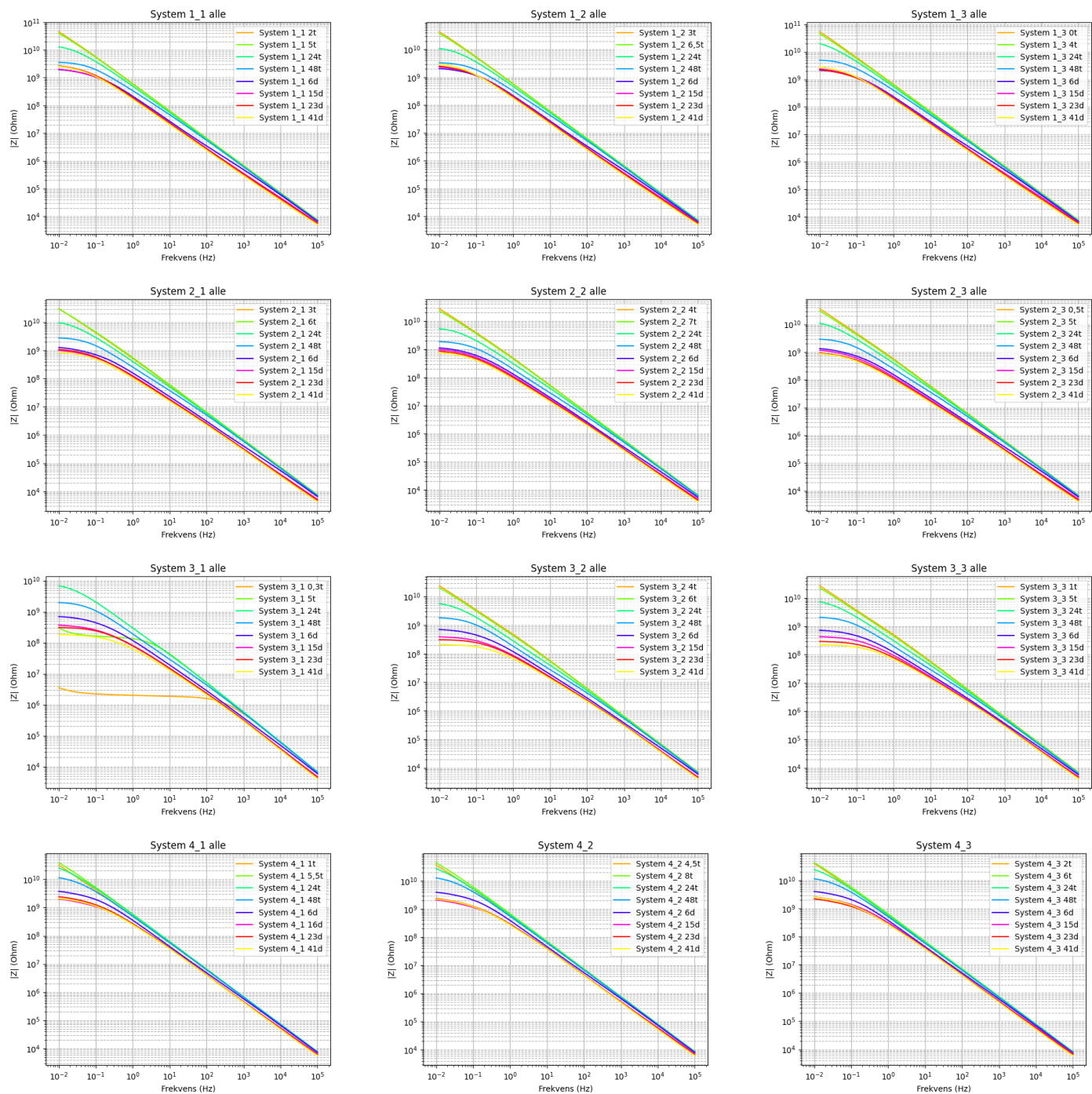
Tabell B3: Gjennomsnittlig $|Z_{0.01Hz}|$ ved alle tidspunkt for System 3. Verdiene markert i rødt er ikke med i beregning av gjennomsnitt siden de er uteliggere.

Tid:	0	3	24	48	144	360	552	984
3_1	3.52E+06	3.04E+08	6.85E+09	1.97E+09	6.92E+08	3.68E+08	3.09E+08	1.84E+08
3_2	2.41E+10	2.04E+10	5.66E+09	1.81E+09	7.03E+08	3.91E+08	3.11E+08	2.11E+08
3_3	2.72E+10	2.28E+10	7.32E+09	2.08E+09	7.24E+08	4.32E+08	2.95E+08	2.24E+08
Gjennomsnitt:	2.56E+10	2.16E+10	6.61E+09	1.95E+09	7.06E+08	3.97E+08	3.05E+08	2.06E+08
Standardavvik:	3.93E+04	3.46E+04	2.64E+04	1.05E+04	3.64E+03	5.16E+03	2.70E+03	4.10E+03

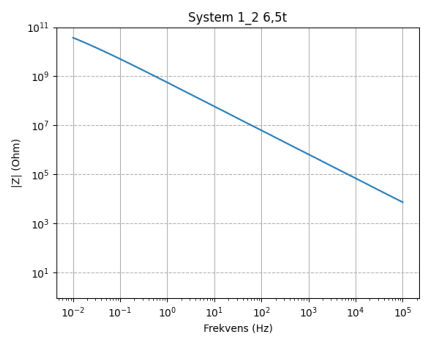
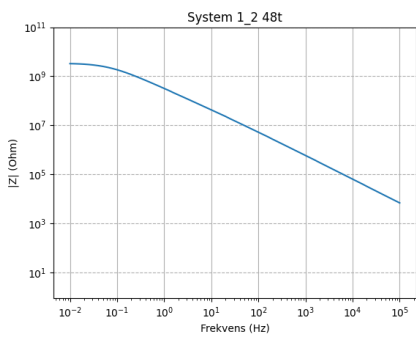
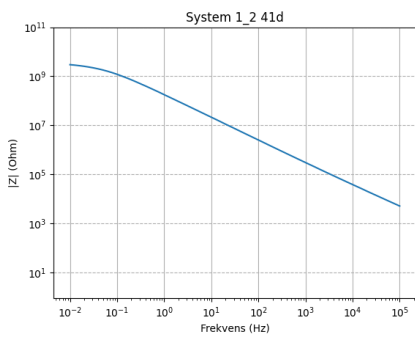
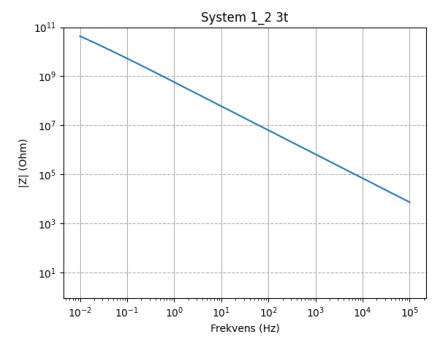
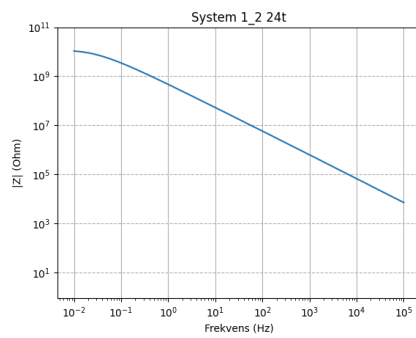
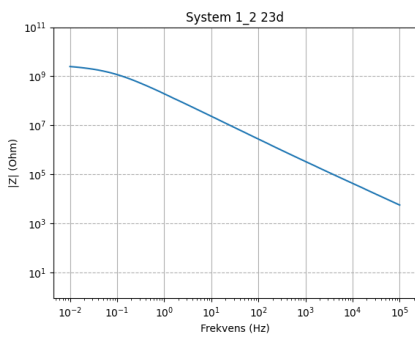
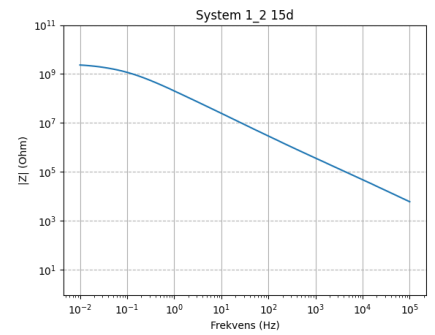
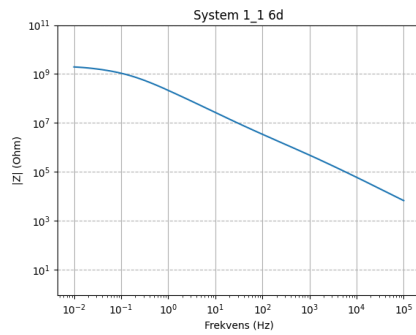
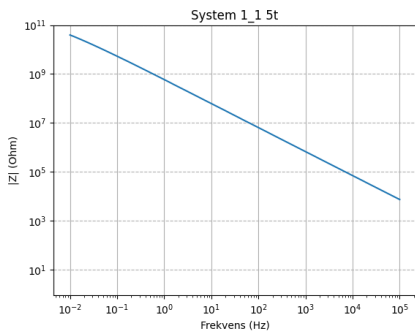
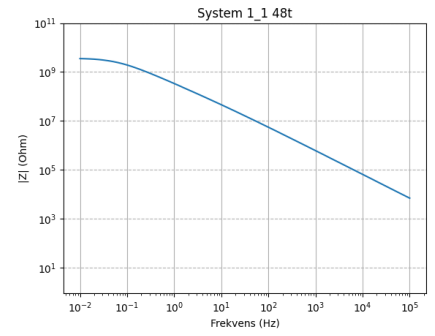
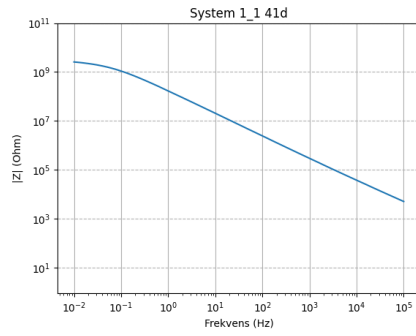
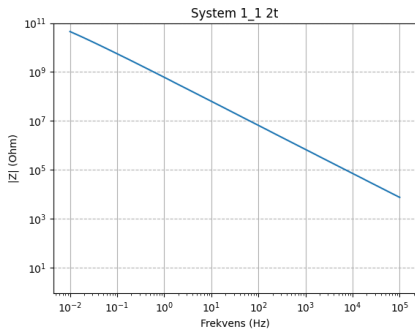
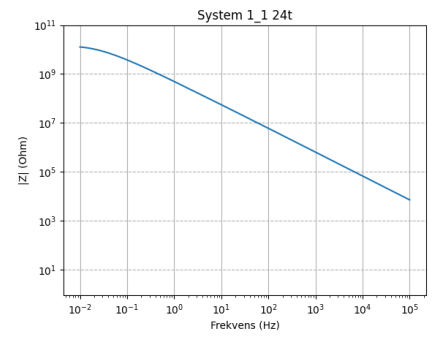
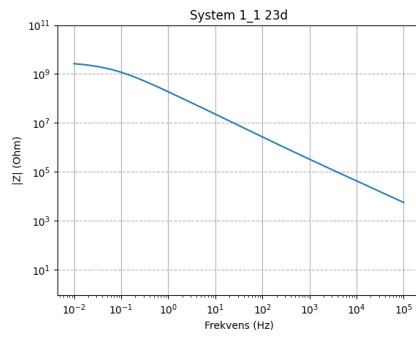
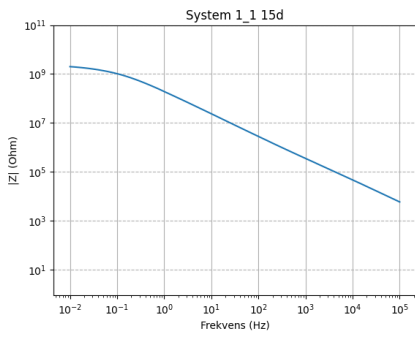
Tabell B4: Gjennomsnittlig $|Z_{0.01Hz}|$ ved alle tidspunkt for System 4.

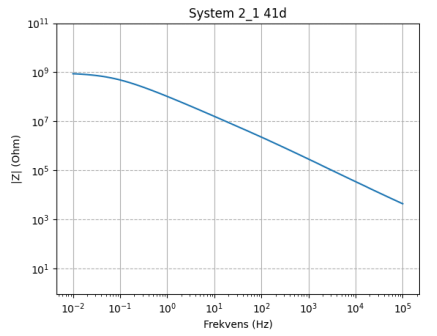
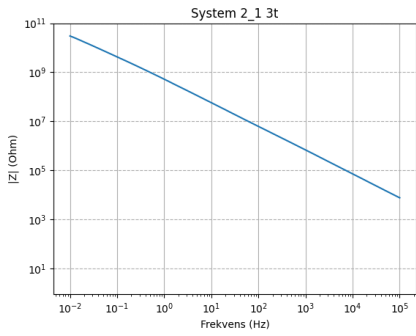
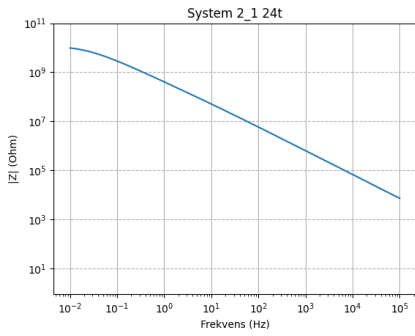
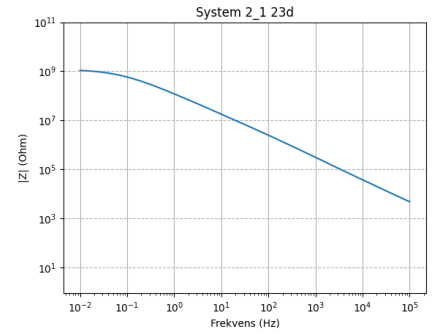
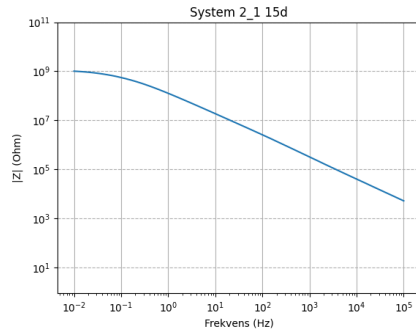
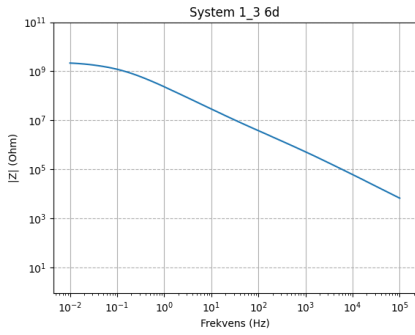
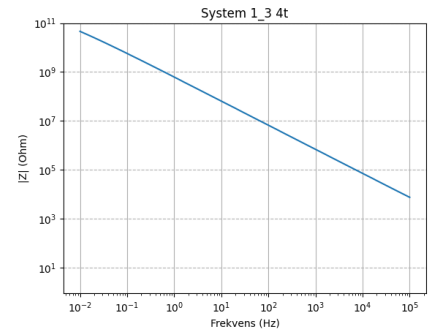
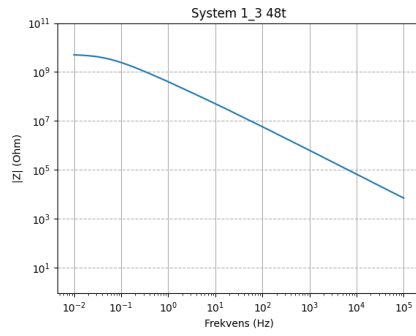
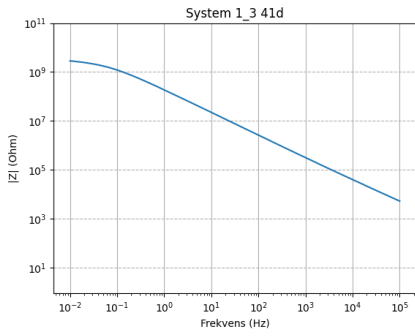
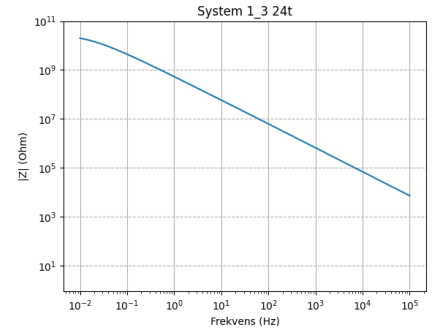
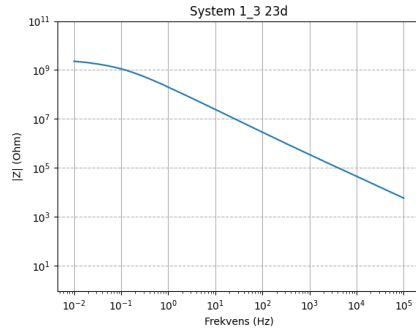
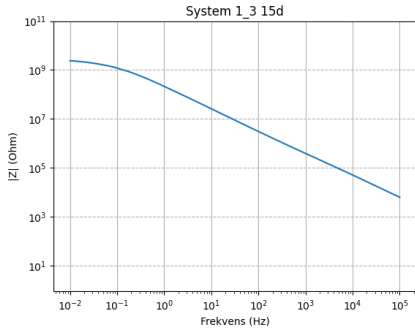
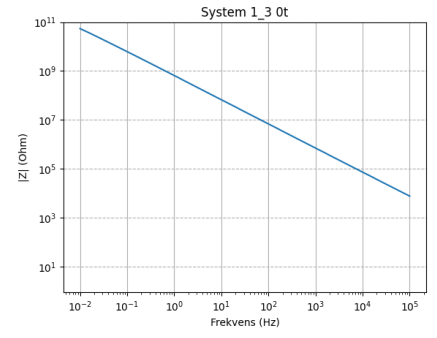
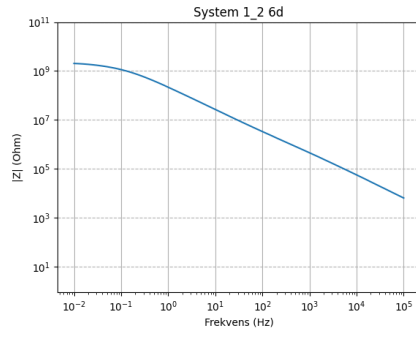
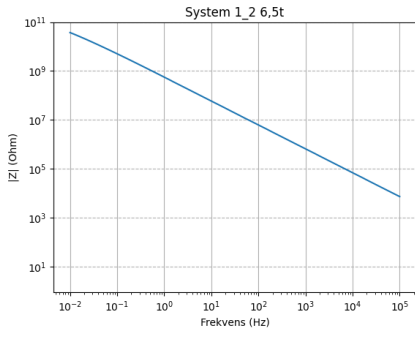
Tid:	0	3	24	48	144	360	552	984
4_1	3.22E+10	3.87E+10	2.53E+10	1.14E+10	3.75E+09	2.01E+09	2.42E+09	2.10E+09
4_2	3.65E+10	4.39E+10	2.69E+10	1.27E+10	3.94E+09	2.11E+09	2.33E+09	2.24E+09
4_3	3.92E+10	4.16E+10	2.40E+10	1.13E+10	3.99E+09	2.55E+09	2.18E+09	2.53E+09
Gjennomsnitt:	3.60E+10	4.14E+10	2.54E+10	1.18E+10	3.89E+09	2.22E+09	2.31E+09	2.29E+09
Standardavvik:	5.36E+04	4.64E+04	3.47E+04	2.55E+04	1.03E+04	1.53E+04	9.86E+03	1.33E+04

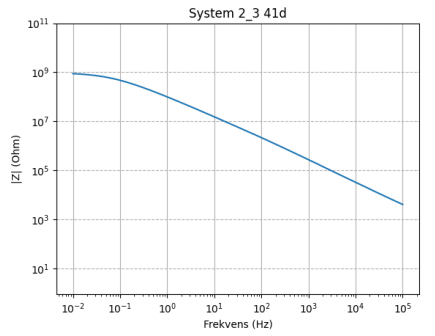
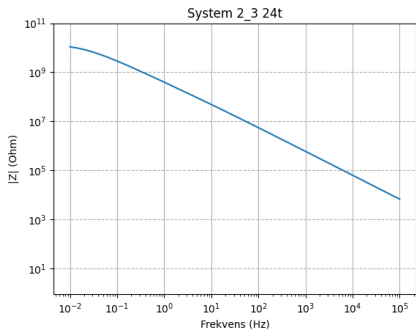
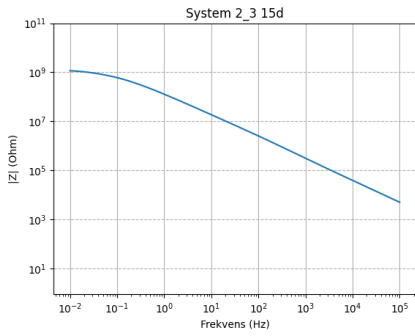
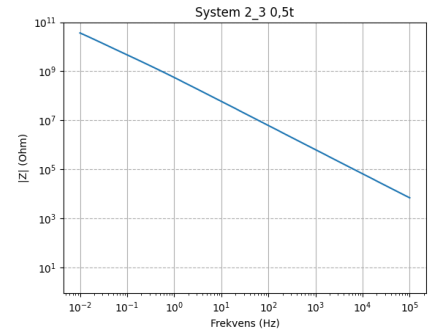
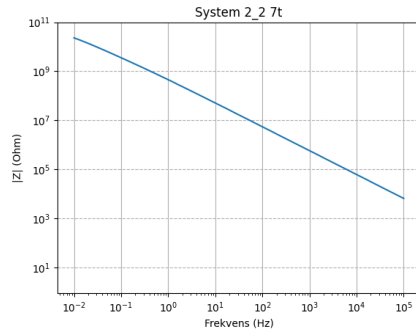
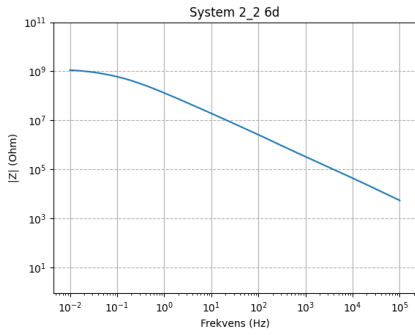
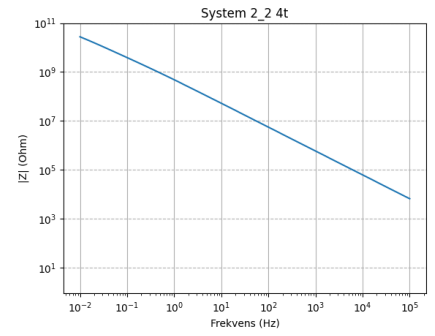
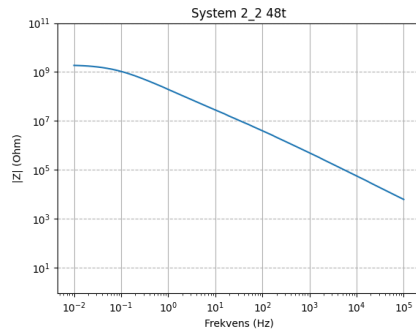
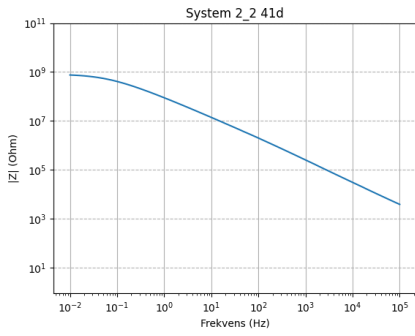
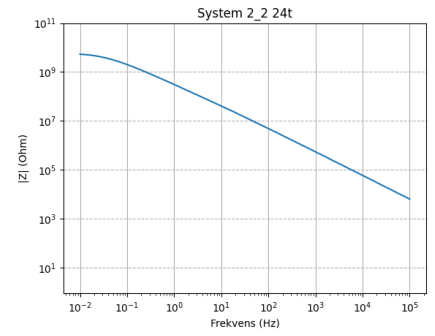
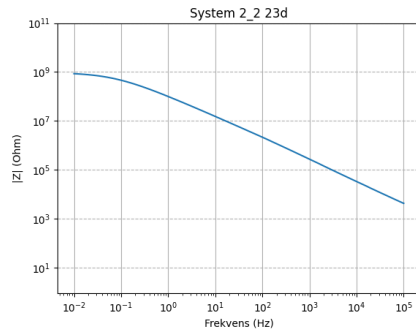
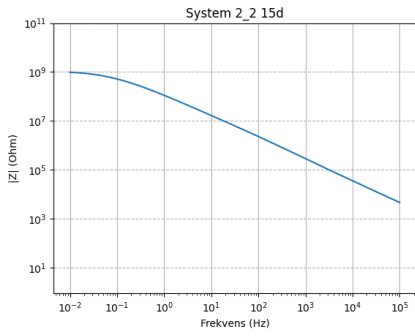
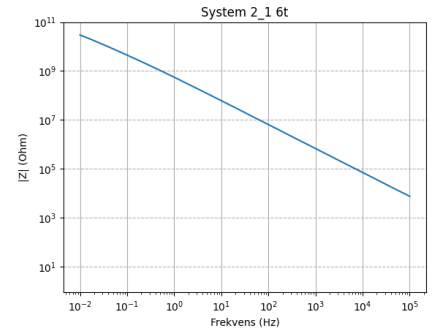
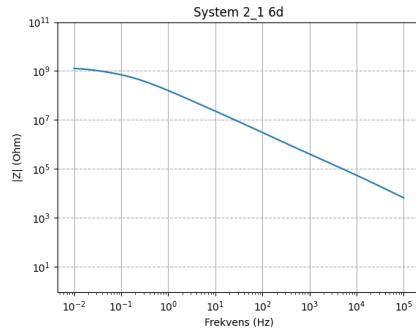
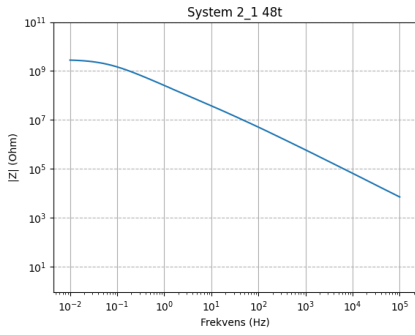
Alle EIS plot

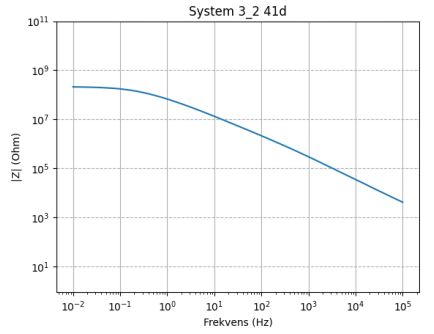
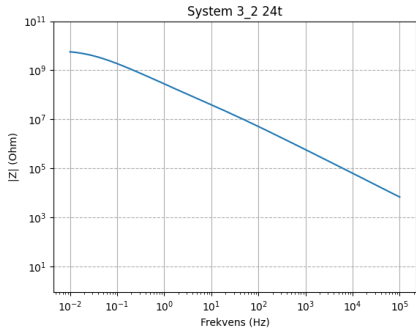
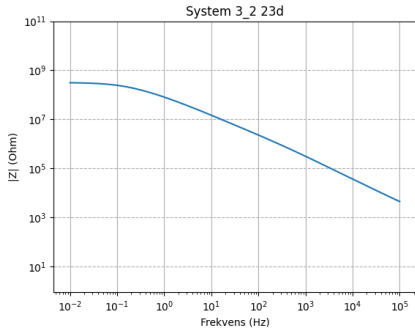
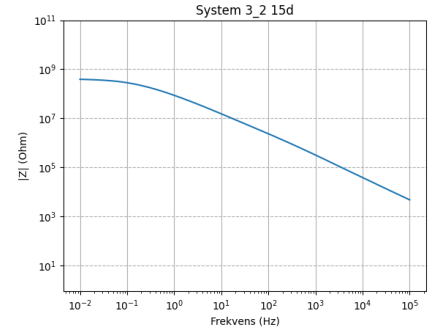
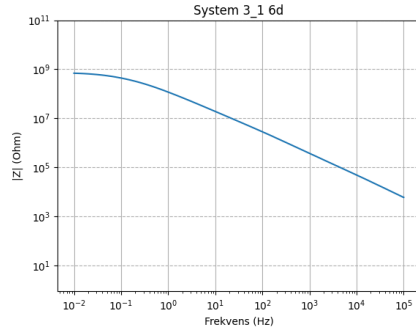
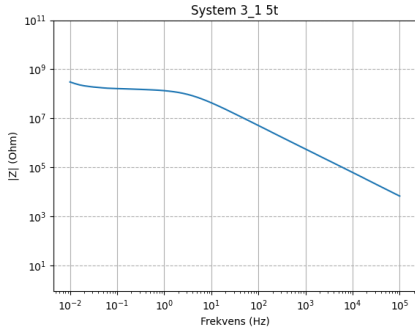
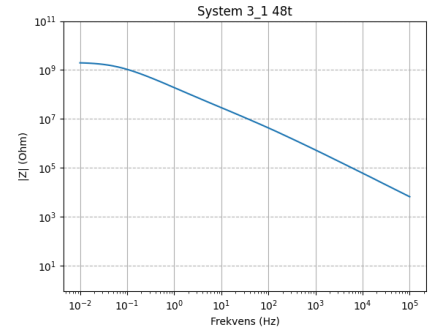
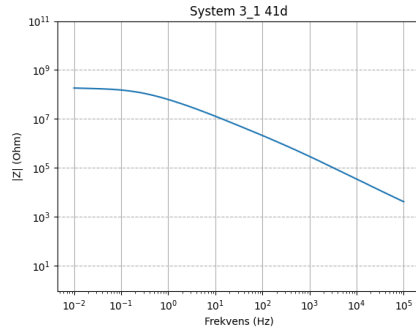
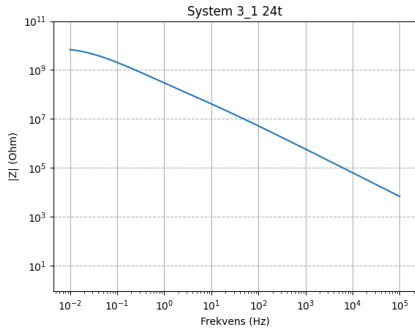
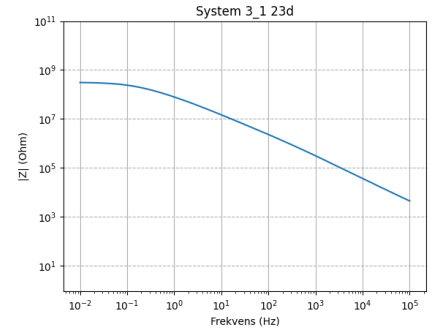
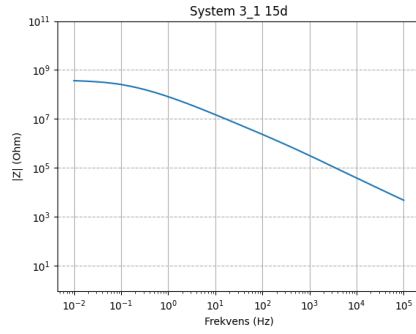
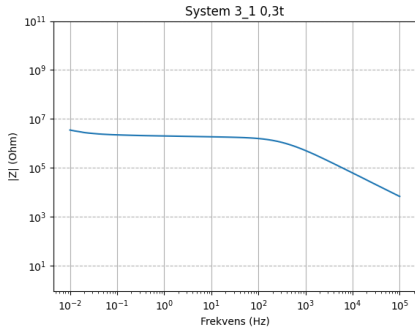
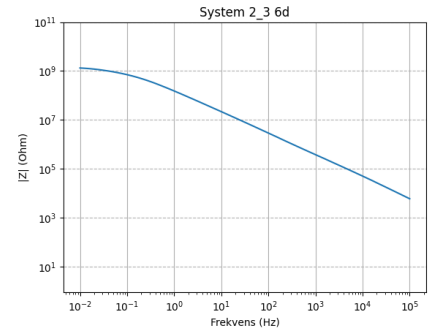
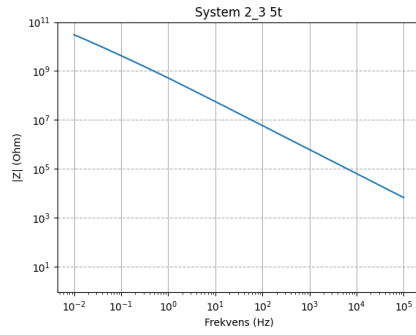
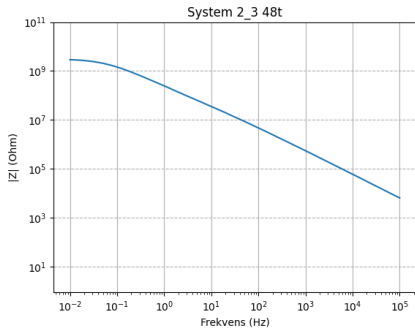


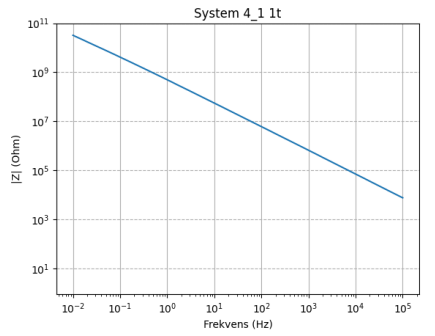
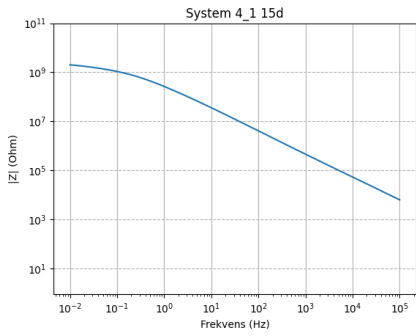
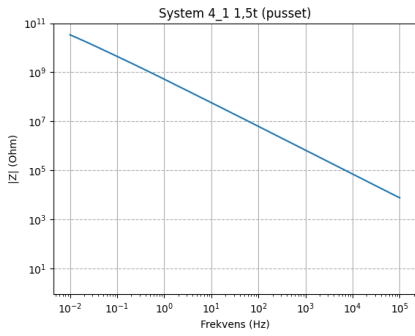
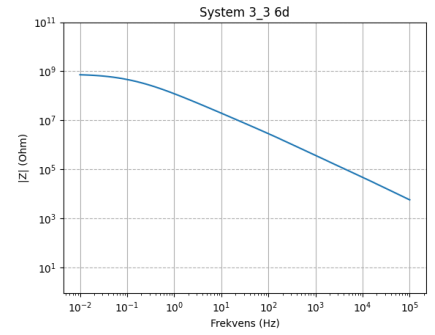
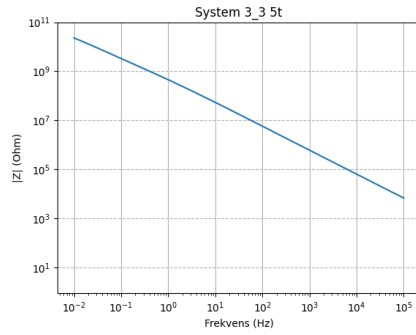
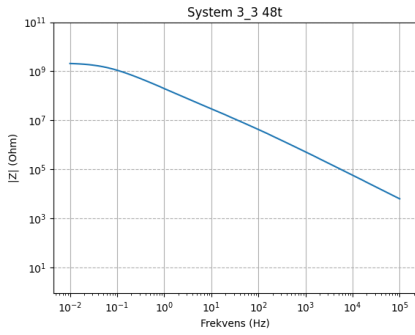
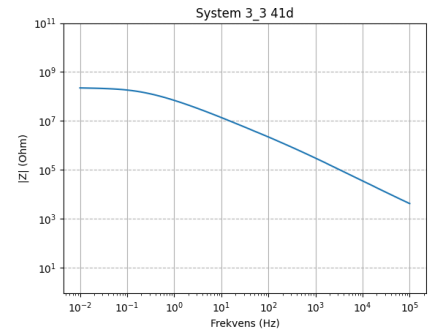
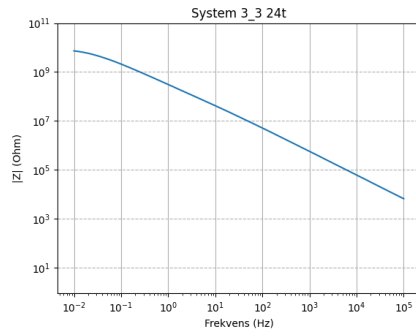
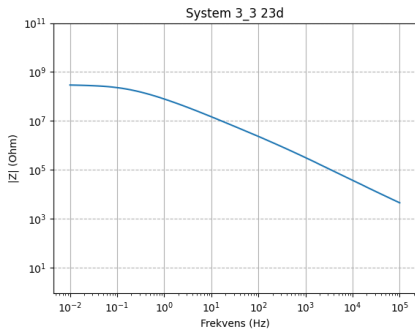
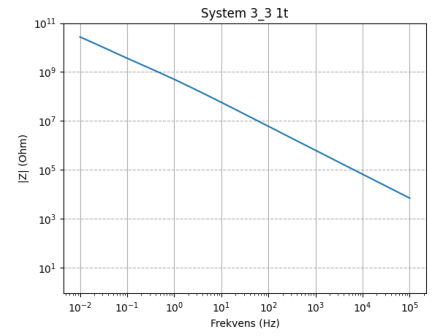
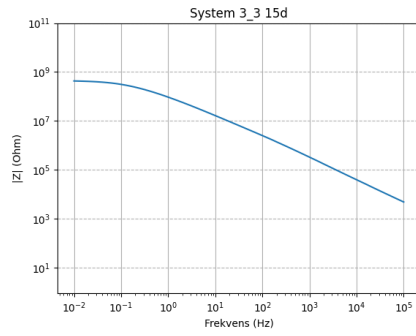
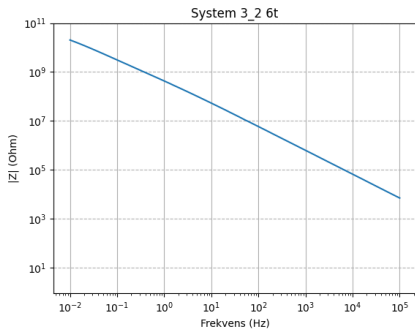
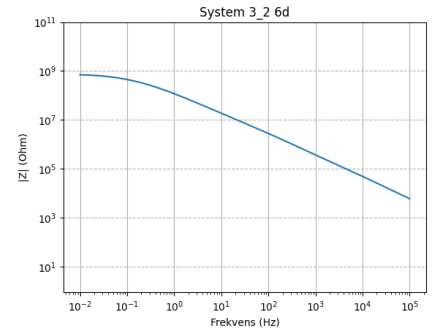
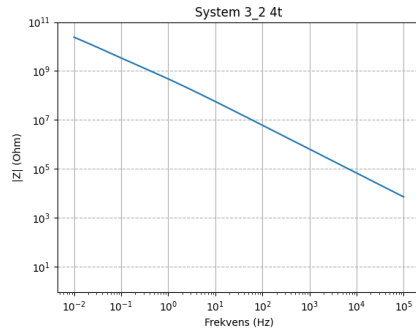
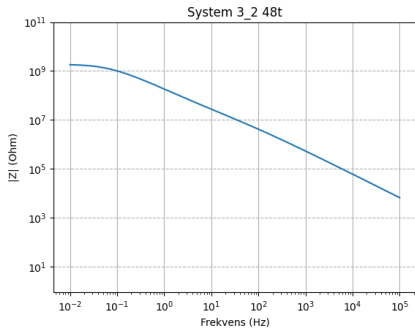
Figur 19: Alle målingene gjort på en parallell plottet sammen. Dette gir totalt 12 grafer som viser endringen i impedans over tid

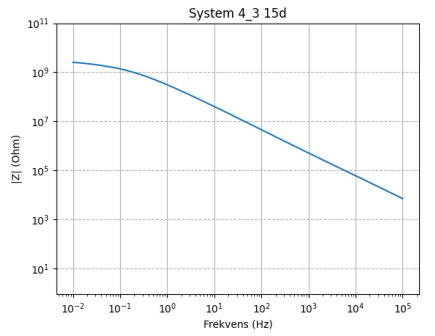
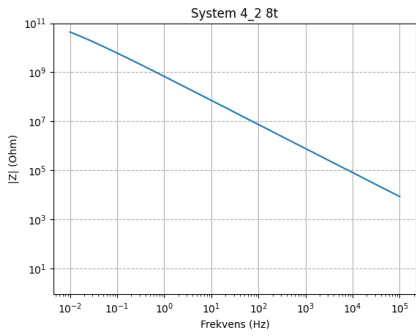
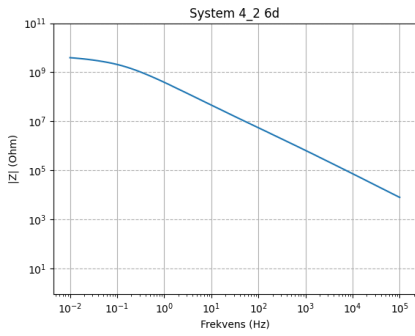
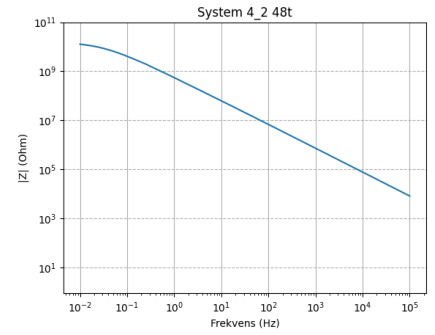
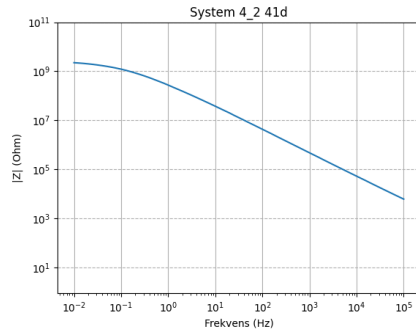
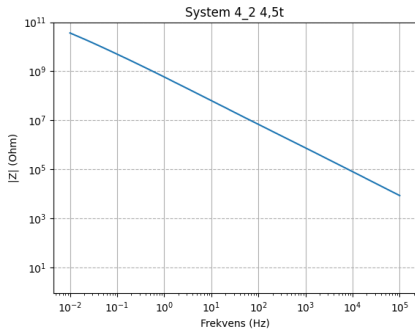
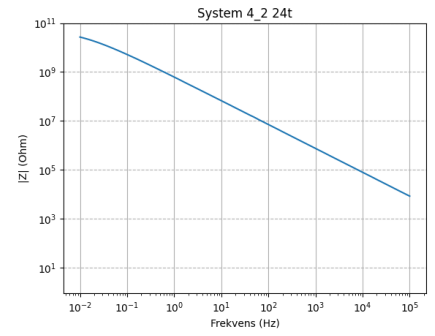
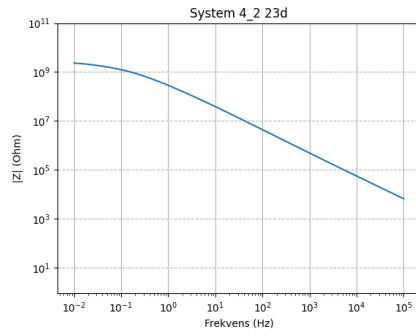
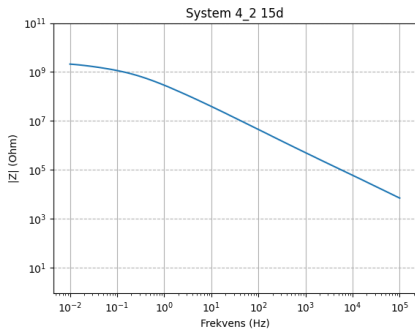
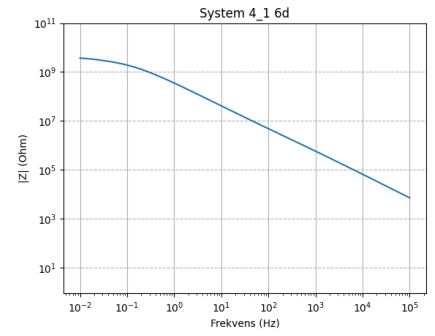
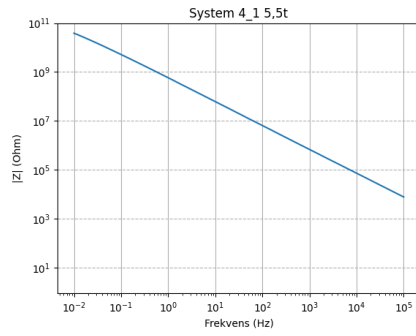
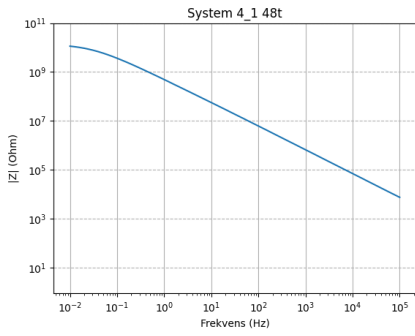
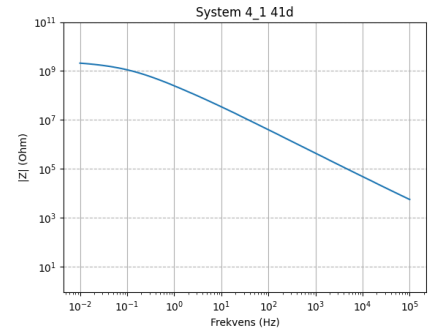
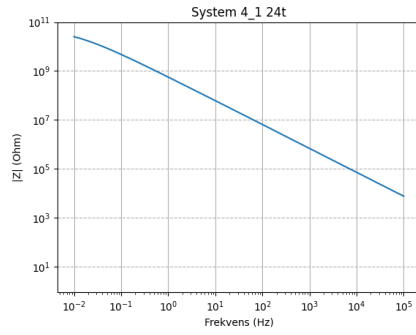
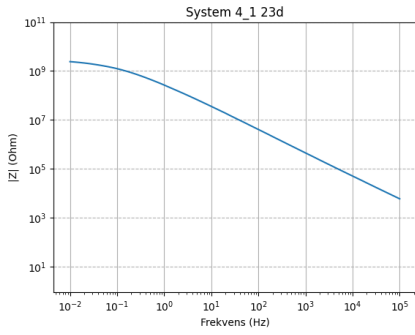


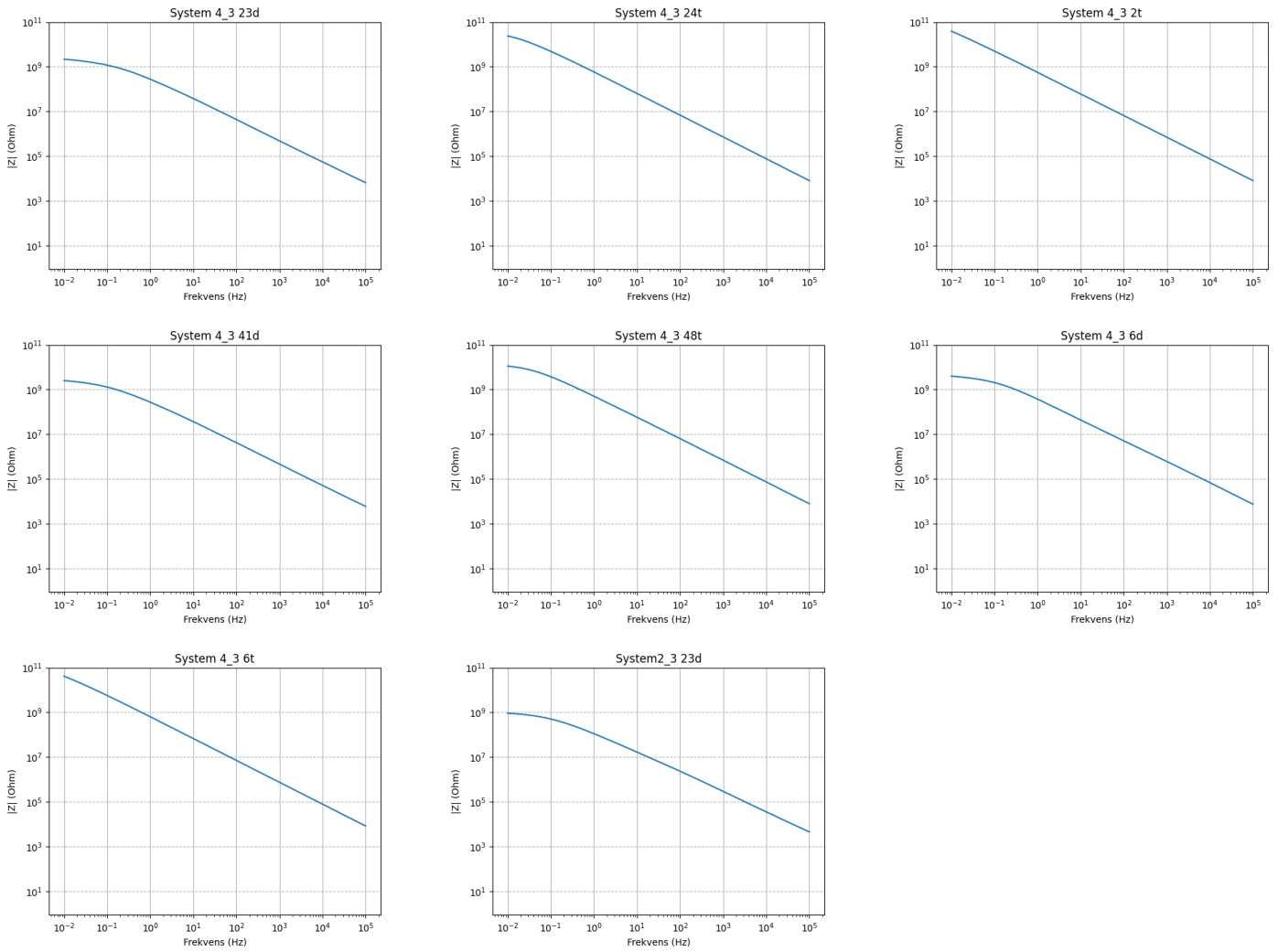




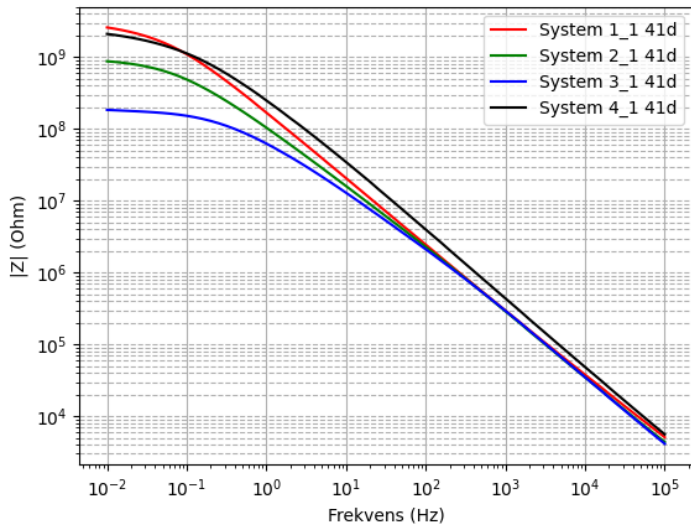




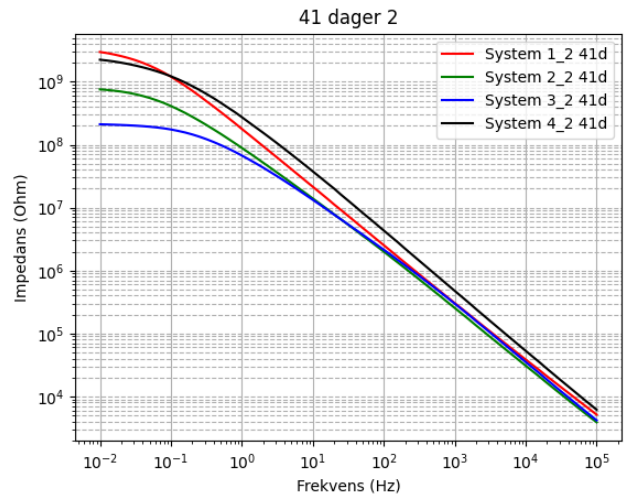




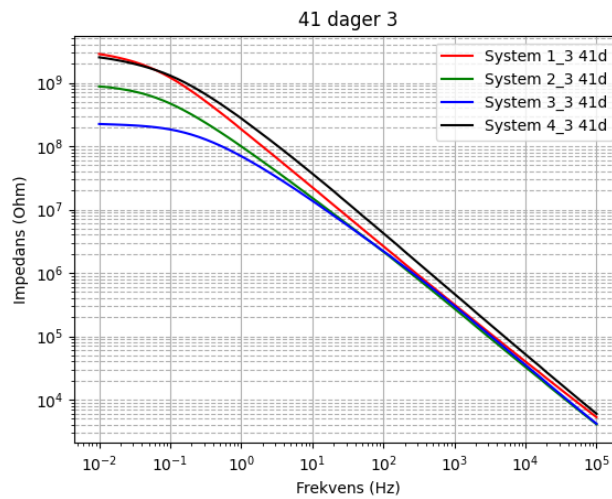
Figur 20: Alle EIS målingene plottet alene.



a. Parallell 1



b. Parallell 2

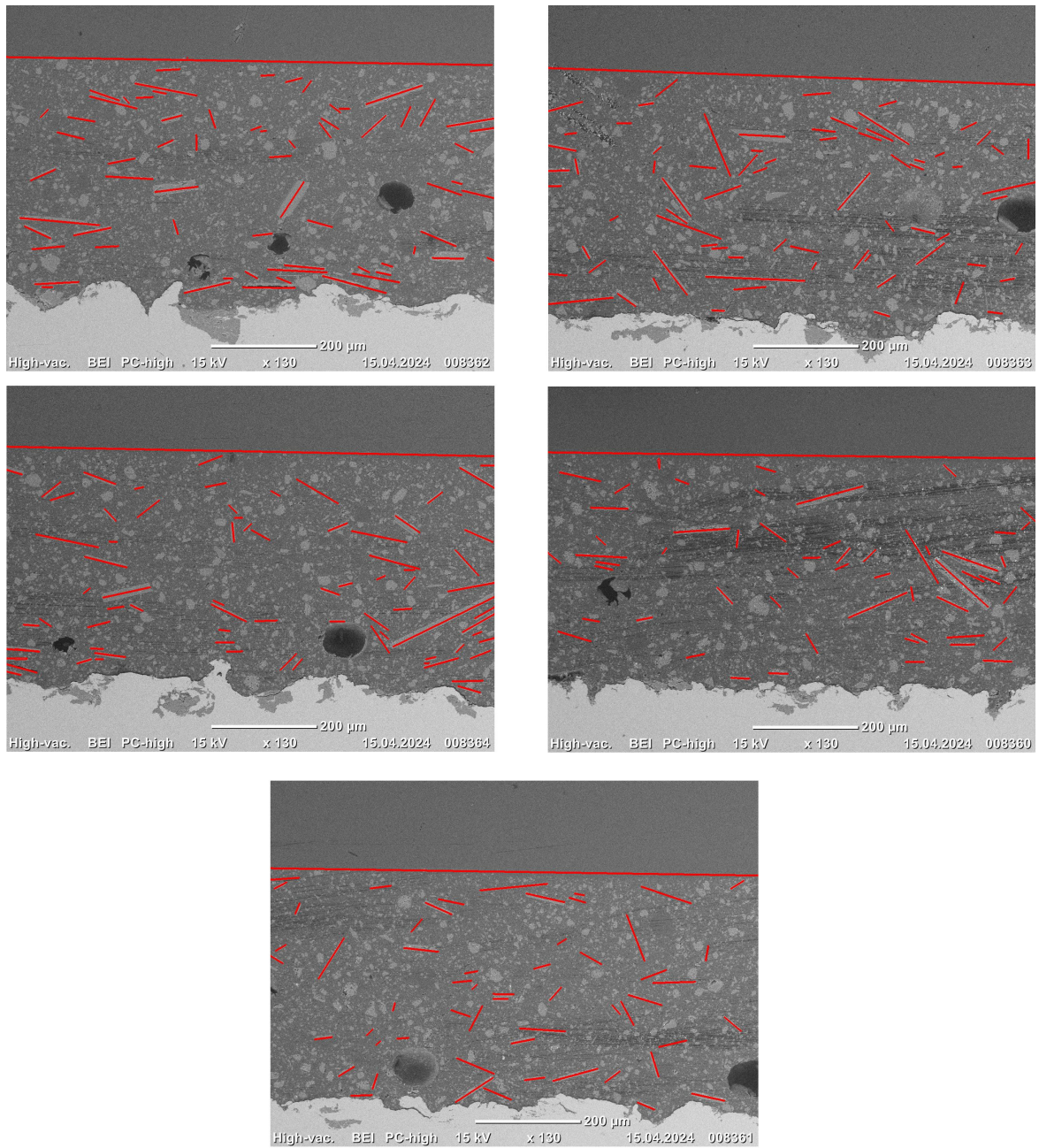


c. Parallell 3

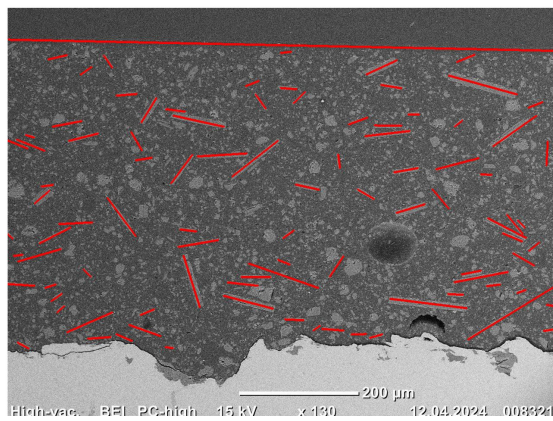
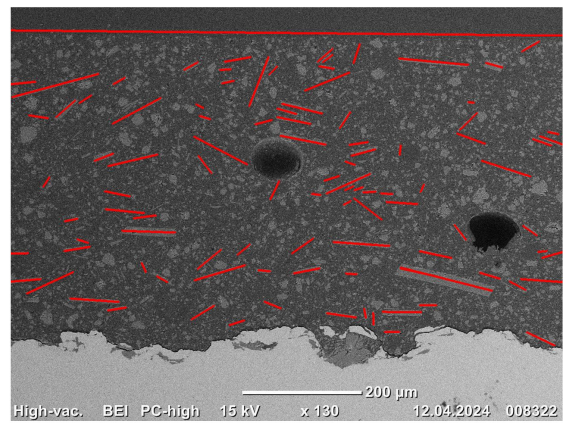
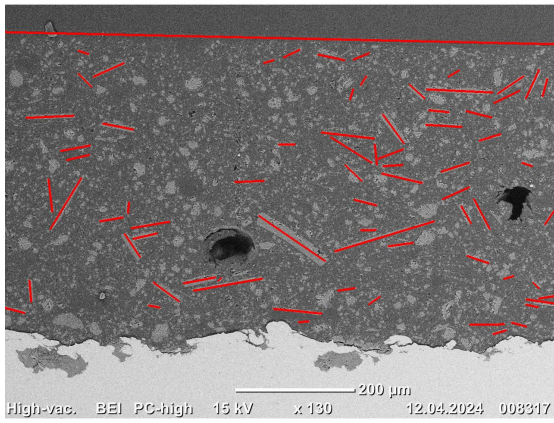
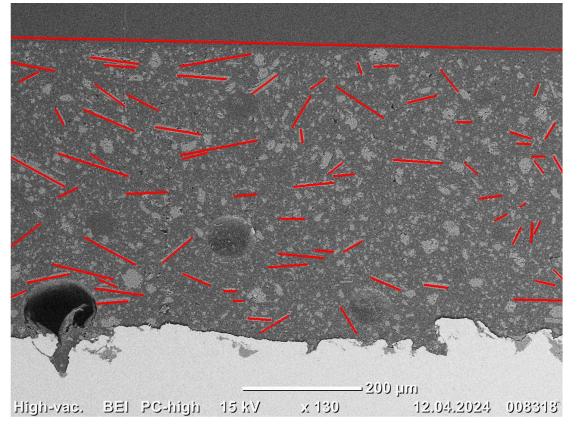
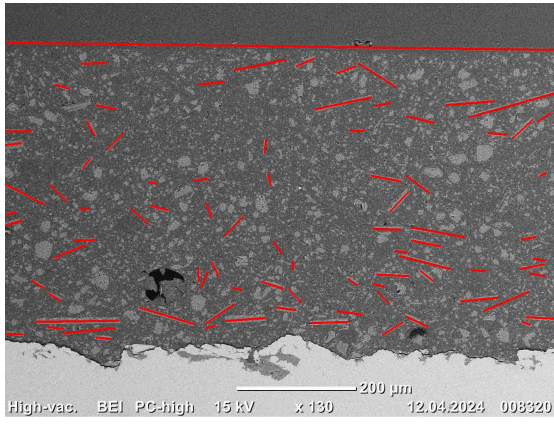
Figur 21: Bode-plott for system 1-4 etter 41 dager for alle tre paralleller og totalt 12 prøver

Vedlegg C

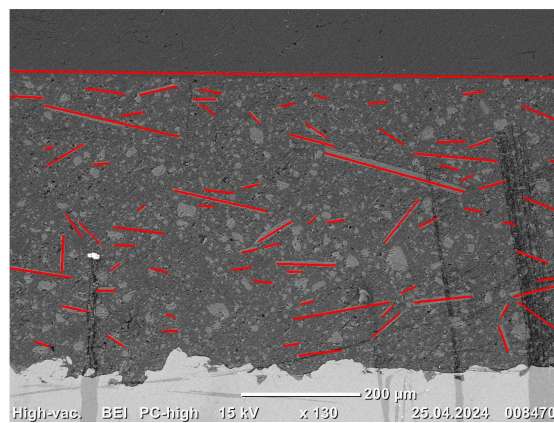
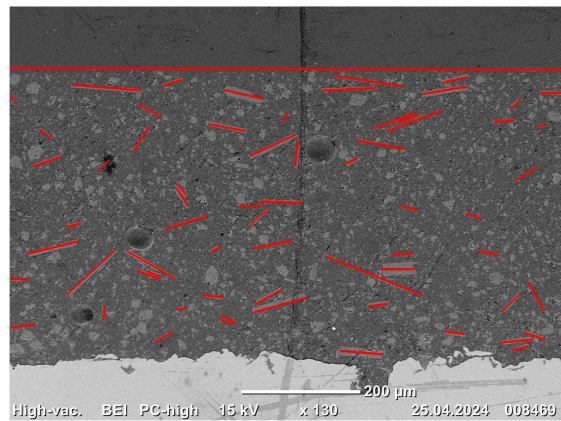
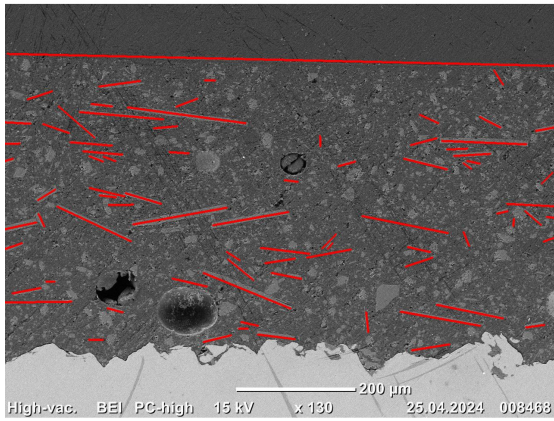
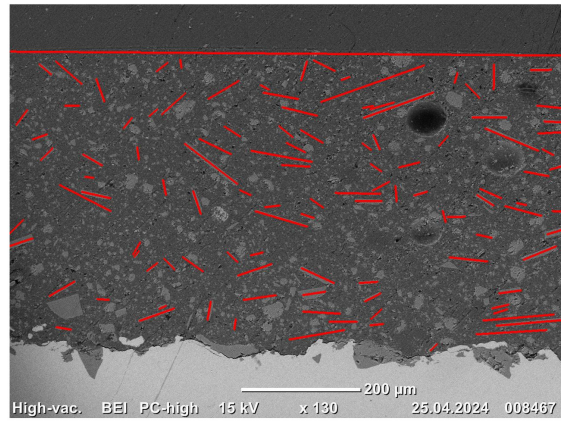
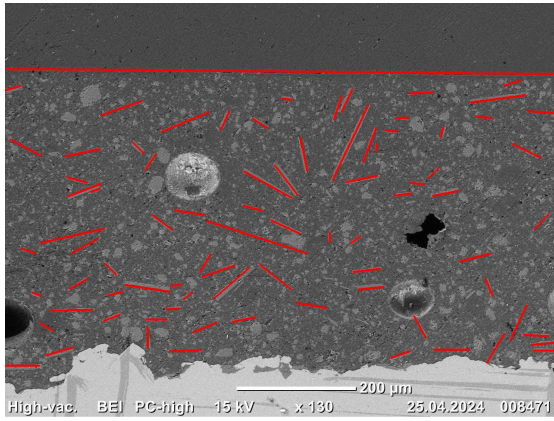
Alle SEM-bilder til orienteringsanalyse



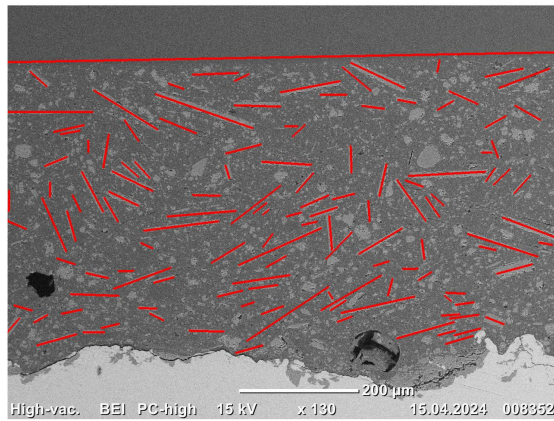
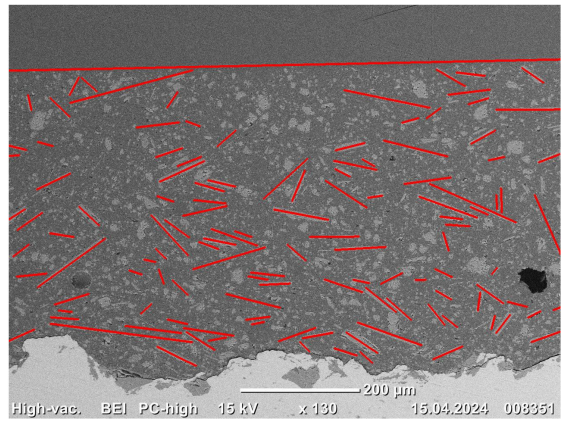
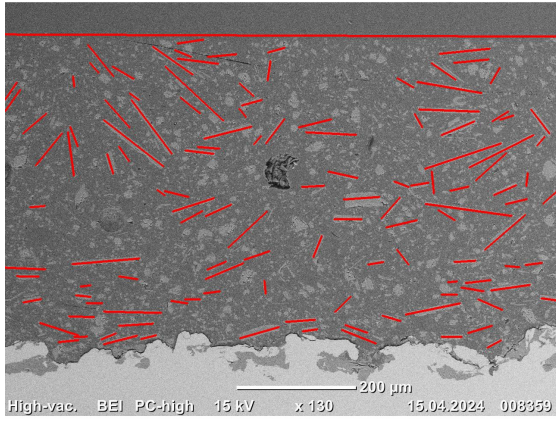
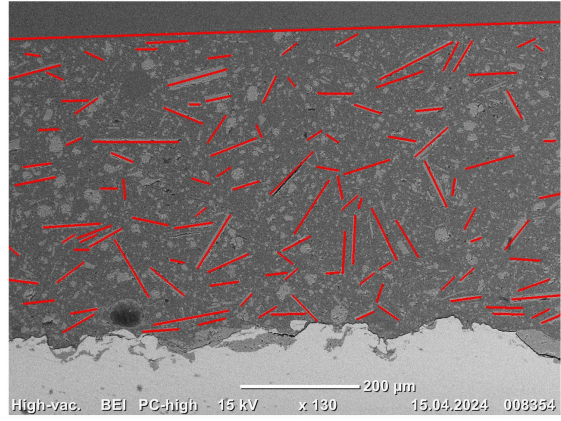
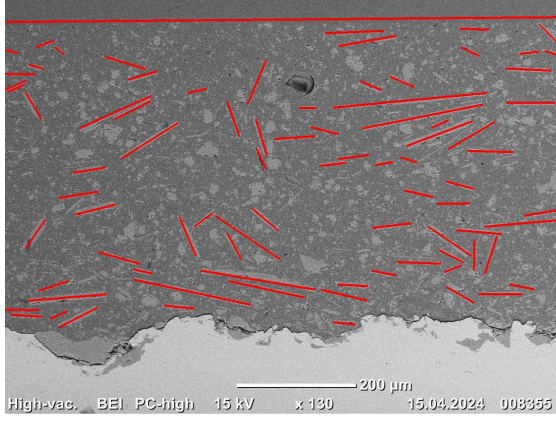
Figur 22: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 2.1.



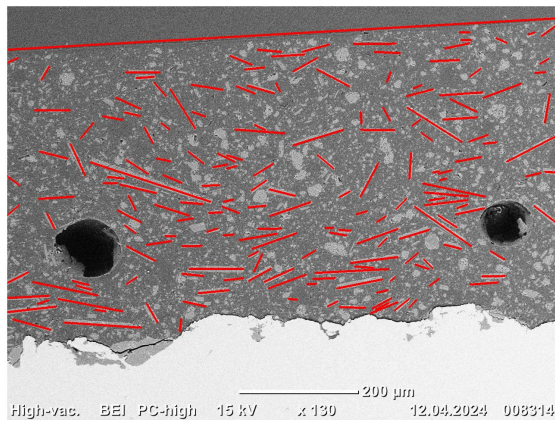
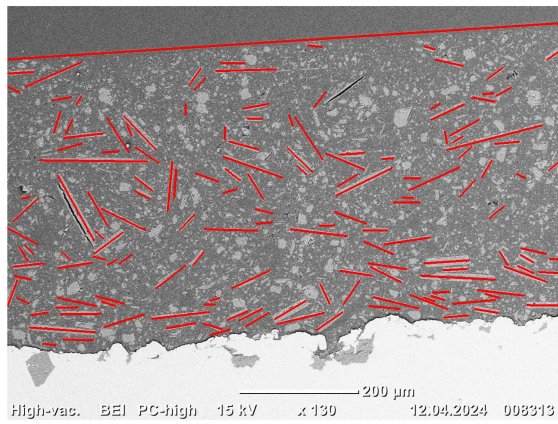
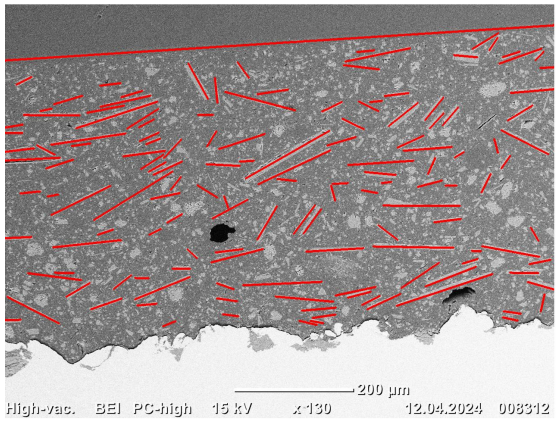
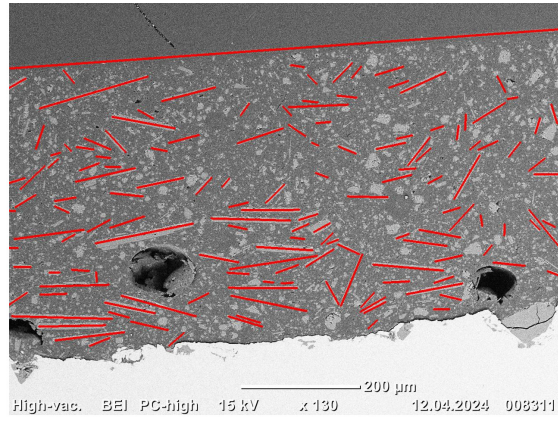
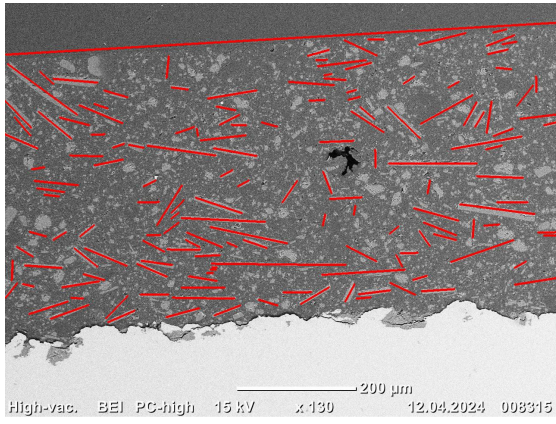
Figur 23: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 2.2.



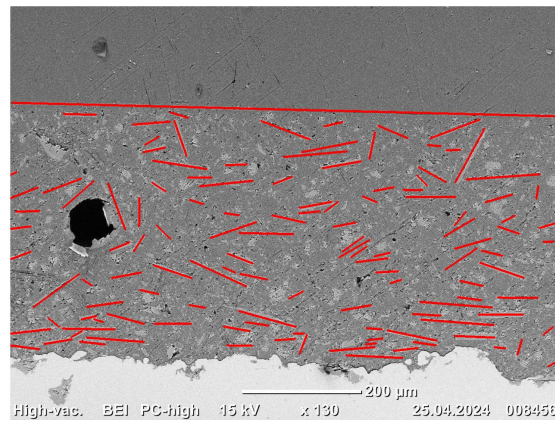
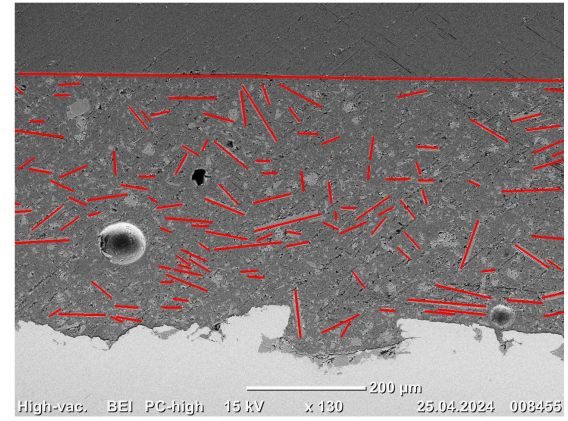
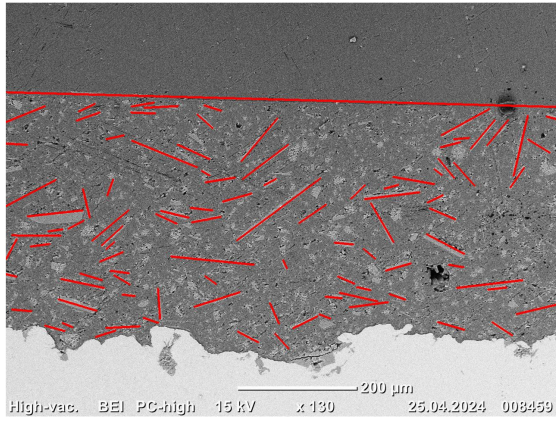
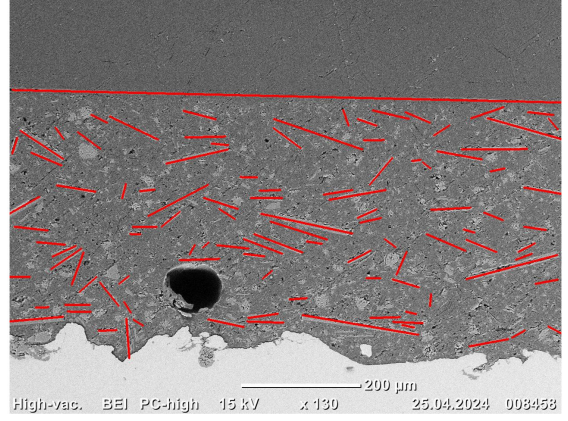
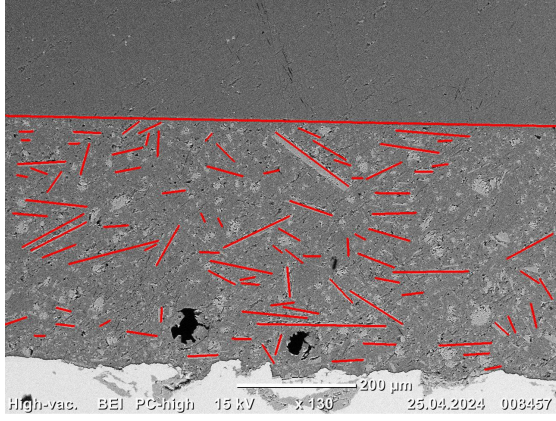
Figur 24: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 2.3.



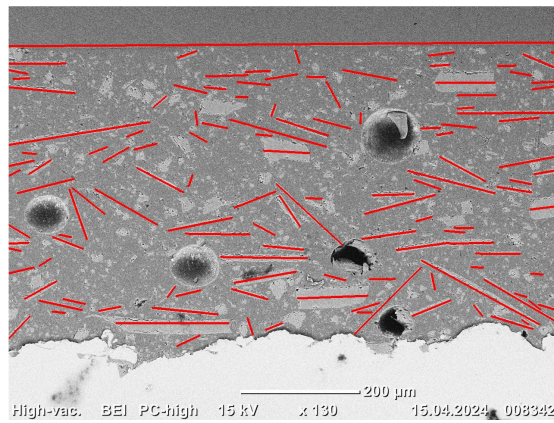
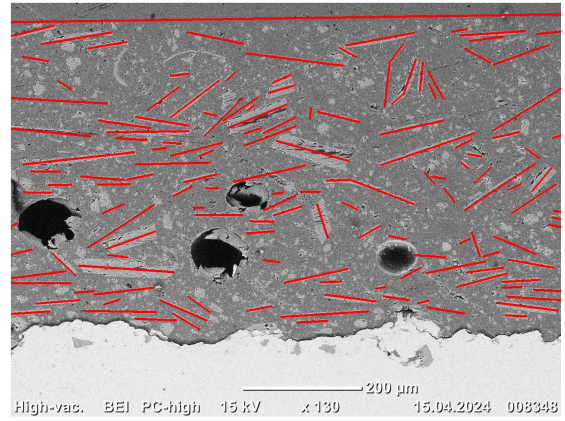
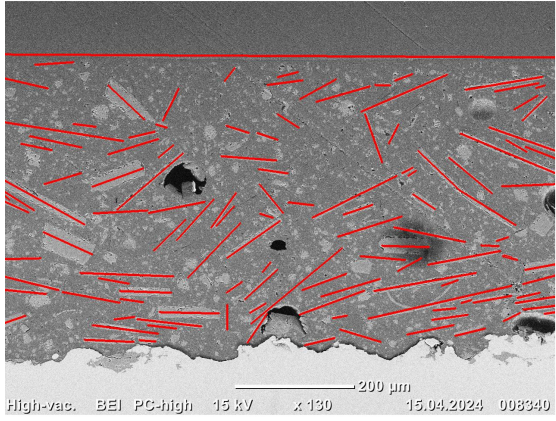
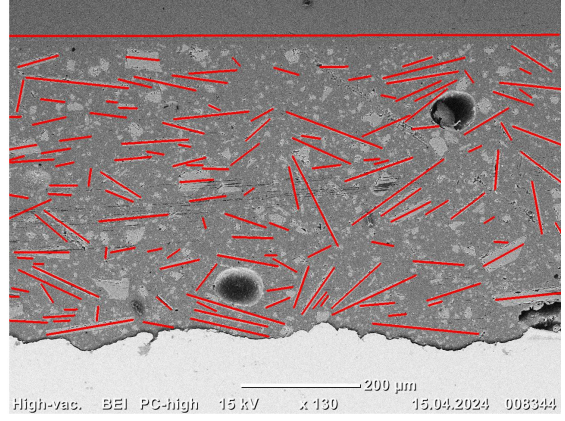
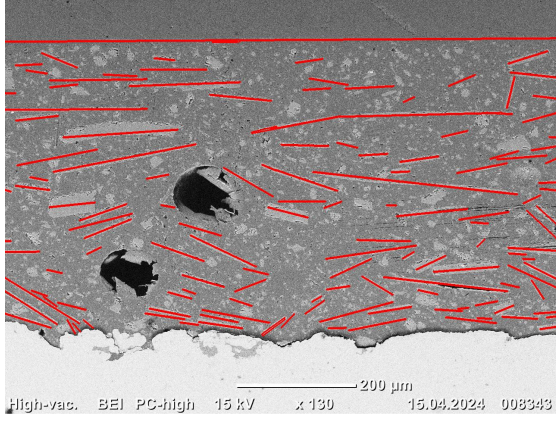
Figur 25: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 3.1.



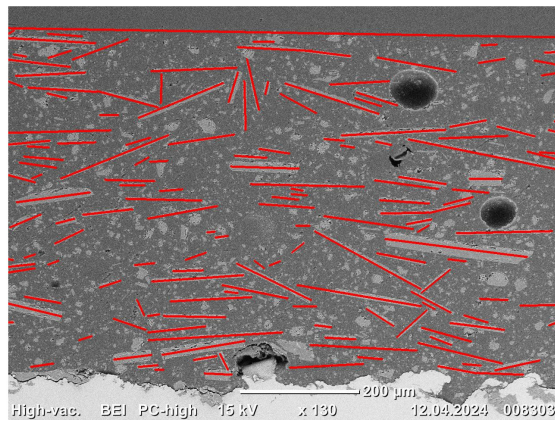
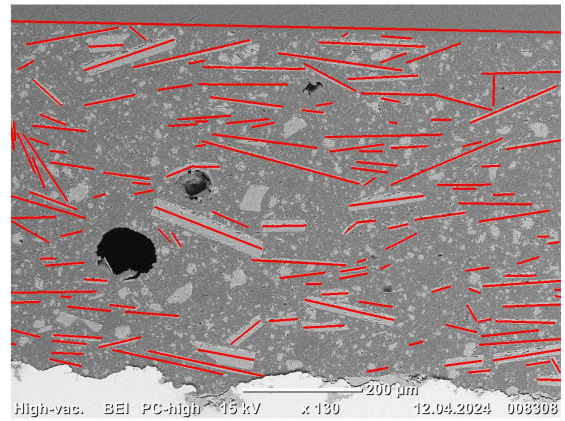
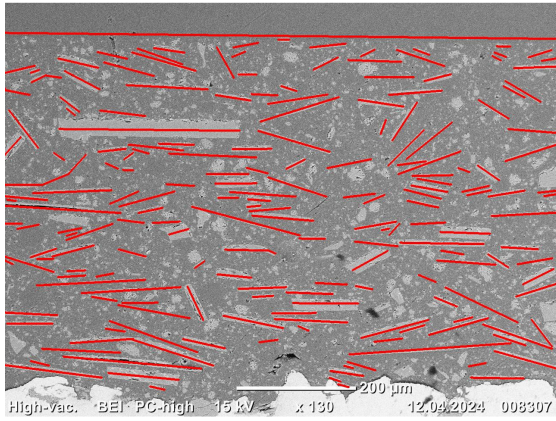
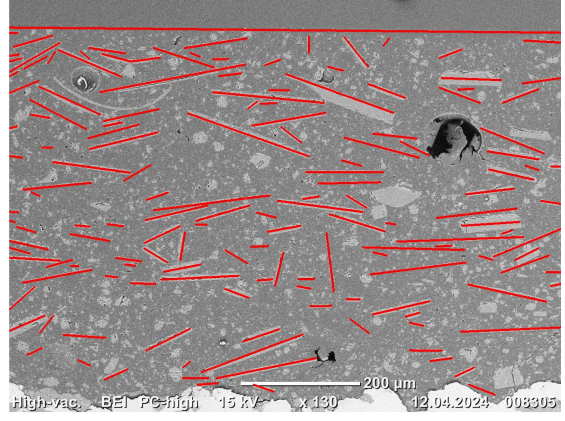
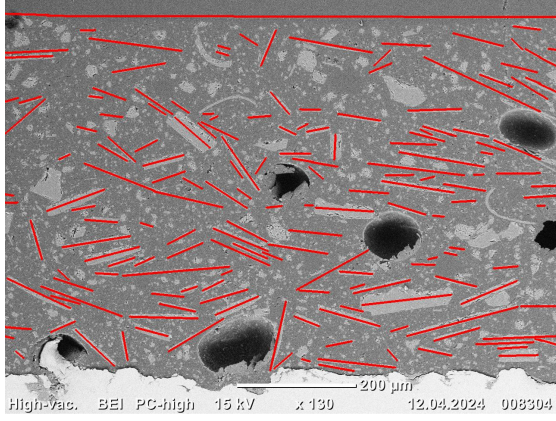
Figur 26: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 3.2.



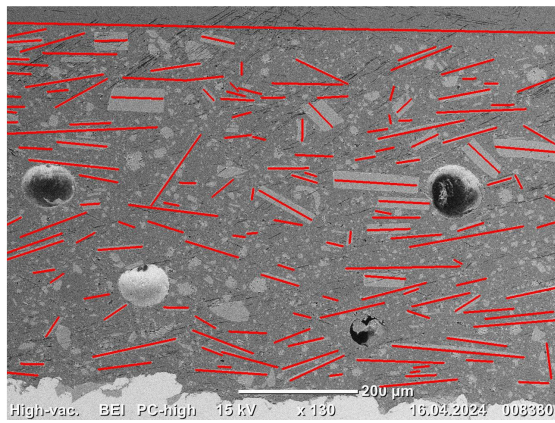
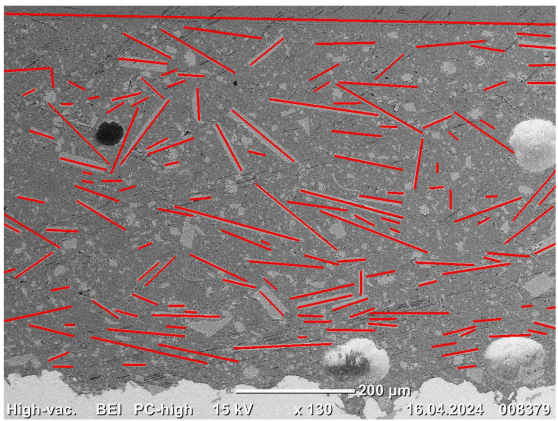
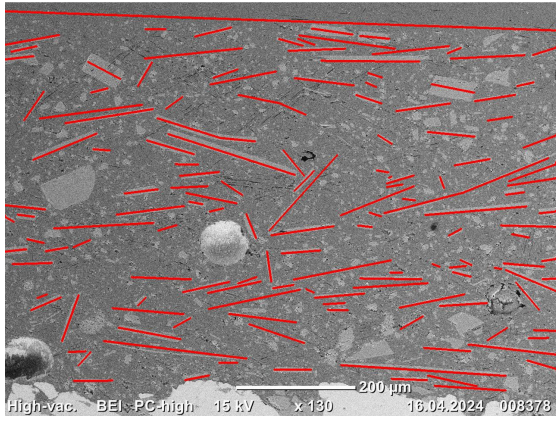
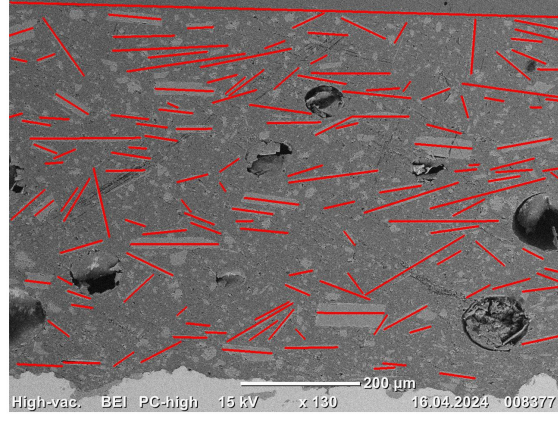
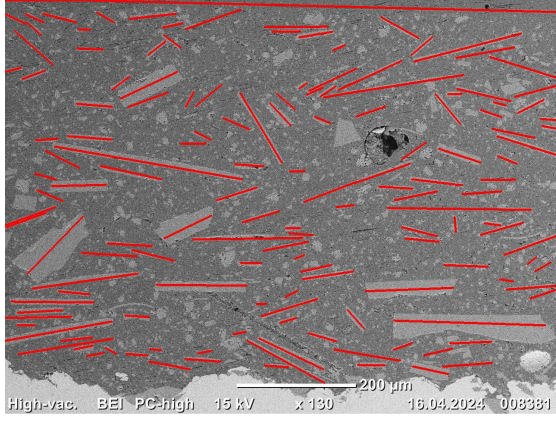
Figur 27: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 3.3.



Figur 28: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 4.1.

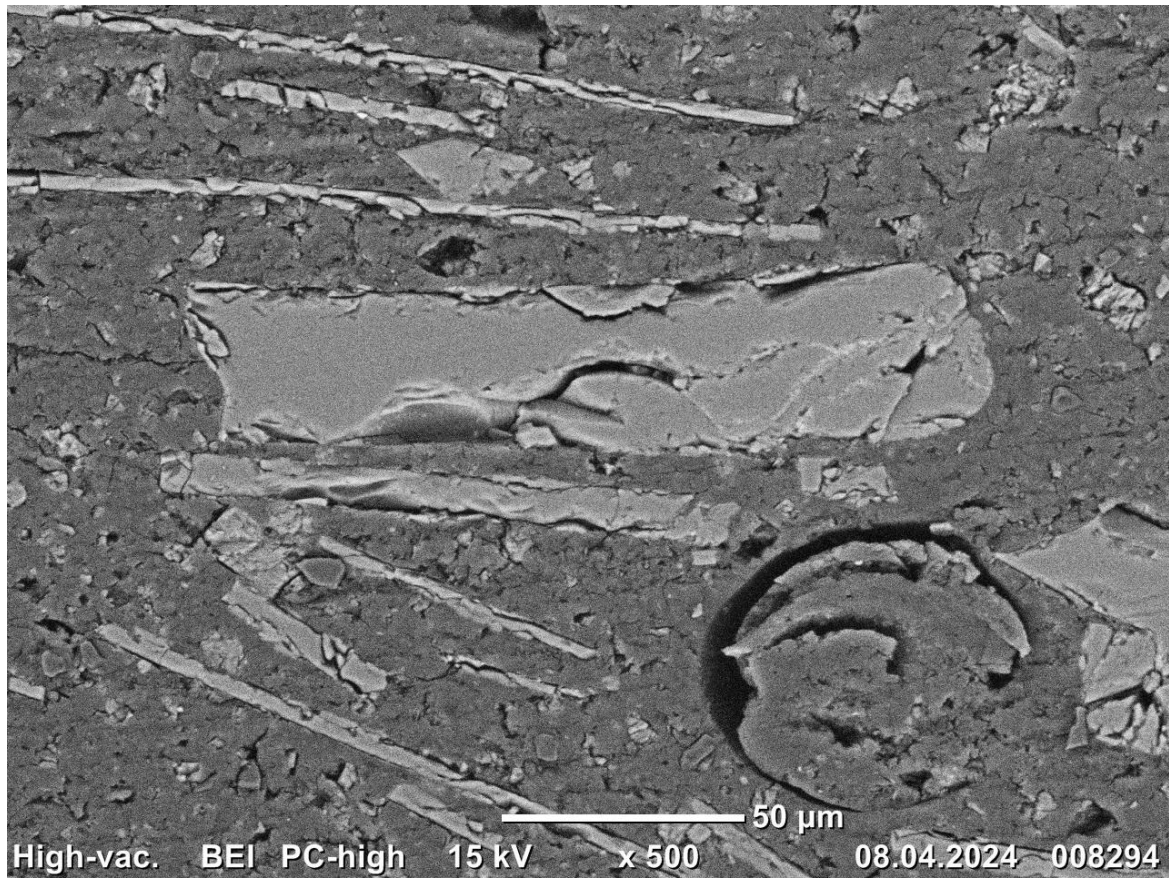


Figur 29: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 4.2.



Figur 30: Alle bildene brukt i orienteringsanalyse til Prøve 4.3.

Nærbilde av et glassflak i System 2



Vedlegg D

Risikovurdering

Enhet/institutt:	Institutt for materialteknologi
Ansvarlig linjeleder (navn):	IDA WESTERMANN
Ansvarlig for aktiviteten som risikovurderer (navn):	Roald Lillevold, Sander Mathias Blomli Aarli, Lukas Onsrud Buan, Henrik Bakken
Deltakere (navn):	Sander Mathias Blomli Aarli, Lukas Onsrud Buan, Henrik Bakken

Beskrivelse av den aktuelle aktiviteten, området mv:
 Stålpåver med epoxy maling med varierende mengde glasspartikkelinnhold skal undersøkes. Dette vil bestå av EIS, SEM og lysmikroskopi. Glassstøvet brukt i malingen er også vedlagt og kan observeres i SEM og lysmikroskop om ønskelig.

Aktivitet/arbeidsoppgave	Mulig uønsket hendelse	Eksisterende risikoreducerende tiltak	Vurdering av sannsynlighet (S) (1-5)	Vurdering av konsekvens (K) Vurder en konsekvenskategori om gangen. Menneske skal alltid vurderes.				Risikoverdi (S x K)	Forslag til forebyggende og/eller korrigerende tiltak Prioriter tiltak som kan forhindre at hendelsen inntreffer (sannsynlighetsreducerende tiltak) foran skjerpet beredskap (konsekvensreducerende tiltak)	Restrisiko etter tiltak (S x K)
				Menneske (1-5)	Øk/materiell (1-5)	Ytre miljø (1-5)	Omdømme (1-5)			
Prøvepreparering for SEM	Prøvepolering Polering av finger	Bruke hansker	2	1	1	0	1	2		
SEM og Mikroskop	Skade på instrument	Behandle utstyret forsiktig og etter prosedyre	2	1	2	0	2	2		
Undersøkelse av glassflak	Utføring av måling Mikro-glasspartikler	Arbeide i avtrekkskap.	1	3	0	0	3	3	Bruke maske, evt. vurdere om undersøkelse av glassflak er nødvendig for utføring av oppgaven.	2
EIS	Under forsøk Støt	Unngå fuktighet og ikke ta på to poler samtidig. Sjekk etter fell og gjøre regelmessig vedlikehold og inspeksjon av utstyret.	1	1	0	0	1	1		
Oppsett av forsøk	Søt på utstyr	Forberede elektrolytt og testceller bort fra instrumentet.	2	1	4	1	4	2		
Elektrolytt, NaCl	SECTION 2: Hazards Identification 2.1. Classification of the substance or mixture GHS classification codes: Not classified 2.2. Label elements 2.3. Other hazards H411 (PPE) If a substance/mixture does not meet the full criteria of REACH regulation, article 37, it is considered to have been tested for the purpose of REACH regulation, article 37. Other hazards: None under normal conditions. The substance is not included in the list of substances in accordance with Article 37(1) of REACH for which a specific derogating provision can be considered making it necessary to derogate from the application of the criteria set out in Commission Regulation (EC) No 1272/2008 (REACH) Classification, Labelling and PPE (CLP). SECTION 4: First aid measures 4.1. Description of first aid measures General: Have a doctor examine if you feel any symptoms. Inhalation: No specific first aid measures advised. Allow the victim to rest. Skin contact: No specific first aid measures advised. Remove affected clothing and wash all exposed skin areas with mild soap and water. Follow up with a doctor if necessary. Eye contact: No specific first aid measures advised. Rinse cautiously with water for several minutes. If eye irritation persists, seek medical attention. Ingestion: Rinse mouth. Do not induce vomiting unless advised by a doctor. 4.2. Most important symptoms and effects, both acute and delayed General symptoms and effects: Irritation effects. No specific symptoms noted. Irritation effects after ingestion/ingestion of large amounts may cause discomfort.	Bruke hansker, løbfrakk og briller	1	1	0	1	1	1		
Under forsøk	Vannlekkasje på testceller	Sørge for at PC og instrumentet står høyere enn målesystemet slik at den ikke blir skadet ved sølging.	2	1	2	1	1	2		

Vedlegg E

Python skript til plotting av data.

Histogram til orienteringsanalyse med andel GF på y-aksen

Dataen brukt i histogrammene kommer fra MIPAR.

```
import matplotlib.pyplot as plt
import matplotlib.ticker as mticker
import numpy as np
import os

def SorterListe(data,intervaler):
    sortert = []
    for i in intervaler:
        sortert.append(i)

    for i in data:
        for idx, interval in enumerate(intervaler):
            if i > interval[idx] and i <= interval[idx+1]:
                sortert[idx].append(i)
                break

    return (sortert)

title = "System X Andel"
files = []
for i in os.listdir():
    if i.find(".csv") != -1:
        files.append(i)

data = []
lengths = []
for file in files:
    tempData = []
    tempLengths = []
    f = open(file)
    f.readline()

    for line in f:
        tempData.append(float(line.split(",")[1]))
        tempLengths.append(float(line.split(",")[2]))

    offset = tempData[tempLengths.index(max(tempLengths))]
```

```

tempData.pop(tempLengths.index(max(tempLengths)))
tempData = abs(np.asarray(tempData)-offset)
for i in tempData:
    if i > 90:
        data.append(90-(i-90))
    else:
        data.append(i)

f.close()

#Sortere data til histogram
xLable = np.arange(0,91,5)
counts, bins = np.histogram(data,bins = 18, range = (0,90))
counts = counts/sum(counts)*100

#sorterer dataen
sortertListe = SorterListe(data,bins)
lengdeSøyler = []
for i in sortertListe:
    lengdeSøyler.append(len(i))

lengdeSøyler = (np.asarray(lengdeSøyler)/sum(lengdeSøyler))*100

sum = 0
for idx, value in enumerate(bins):
    if value < 20:
        sum += lengdeSøyler[idx]
    else:
        break
print("Andel GF under 20°: %s"%(sum))

sum = 0
for idx, value in enumerate(bins):
    if sum < 50:
        sum += lengdeSøyler[idx]
    else:
        print("50 prosent av GF ligger under %s°"%(bins[idx]))
        print("Nøyaktig andel under %s° er %s"%(bins[idx],sum))
        break

sum = 0
for idx, value in enumerate(bins):
    if sum < 20:

```

```

        sum += lengdeSøyler[idx]
    else:
        print("20 prosent av GF ligger under %s°"%(bins[idx]))
        print("Nøyaktig andel under %s° er %s"%(bins[idx],sum))
        break

#Tegner histogram fra np.hist
plt.stairs(counts, bins, fill = True)
plt.title(title)
plt.xlim(0,95)
plt.ylim(0,25)
plt.grid(axis = "y", linestyle = "--")
plt.grid(axis="x", linestyle = "--")
plt.xlabel("Vinkel, [deg]")
plt.ylabel("Andel GF, [%]")
plt.xticks(xLable)
plt.savefig("%s.jpg"%(title), format = "JPG")

```

Histogram til orienteringsanalysen med lengden av GF på y-aksen

Dataen brukt i histogrammene kommer fra MIPAR.

```

import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np
import os
import math
import scipy as sp
import statistics as stat

titel = "System X 1-3 lengde"
files = []
for i in os.listdir():
    if i.find(".csv") != -1:
        files.append(i)

data = np.array([[[]],[[]])
lengthy = []
avgAngles = []
totLength = 0

for file in files:
    temp = []
    f = open(file)
    f.readline()

```

```

for line in f:
    value = line.replace("\n","").split(",")
    temp.append(value)

lengths = []
scaleFactor = 0.72202
for i in temp: #legger alle lengdene i egen liste
    lengths.append(float(i[2])*scaleFactor)

ref = temp[lengths.index(max(lengths))][1]
temp.pop(lengths.index(max(lengths)))
lengths.pop(lengths.index(max(lengths)))
angles = []
for i in temp:
    j = abs(float(i[1])-float(ref))
    if j > 90:
        j = 90-(j-90)
    angles.append(j)

temp2 = np.array([np.asanyarray(angles),np.asanyarray(lengths)])
temp2 = temp2.astype(float)
for i, v in enumerate(lengths):
    lengthy.append(lengths[i]*math.sin(math.radians(angles[i])))
    totLength += lengths[i]

data = np.append(data,temp2,axis = 1)
avgAngles.append(sum(angles)/len(angles))

f.close()

avgAngle = sum(avgAngles)/len(avgAngles)
lengthFrac = sum(lengthy)/totLength
avgLength = sum(data[1])/len(data[1])
varLength = stat.stdev(data[1])
varAngle = stat.stdev(data[0])

print("#GF: %s"%(len(data[1])))
print("Avg. length: %s"%(avgLength))
print("Stdev. length: %s"%(varLength))
print("Avg. angle: %s"%(avgAngle))
print("Stdev. angle: %s"%(varAngle))

```

```

print("Length, y: %s"%(sum(lengthy)))
print("Length, tot.: %s"%(totLength))
print("Length, frac: %s"%(lengthFrac))

sort_basis = data[0, :]

# Define the range boundaries
ranges = [(i, i + 5) for i in range(0, 90, 5)]

# Create a list of subarrays, each containing columns where the first row's values fall within a sp
subarrays = [data[:, (sort_basis >= low) & (sort_basis <= high)] for low, high in ranges]

# Print each subarray to see the output
lengthSum = np.array([])
variansSum = 0
for idx, subarray in enumerate(subarrays):
    lengthSum = np.append(lengthSum, np.sum(subarray[1]))

#subaryays [Subarray/vinkelgruppe] [0:vinkel/1:lengde] [index i vinkel eller lengde]

x = np.arange(2.5,92.5,5)
xLable = np.arange(0,91,5)

plt.bar(x,lengthSum, width=5, color = "orange")
plt.xlim(0,95)
plt.grid(axis = "y", linestyle = "--")
plt.grid(axis="x", linestyle = "--")
plt.xlabel("Vinkel, [deg]")
plt.ylabel("Sum lengde, [µm]")
plt.xticks(xLable)
plt.title(titel)
plt.savefig("%s.jpg"%(titel), format = "JPG")

np.savetxt("sys2Data.txt",np.array([x,lengthSum]),delimiter=",")
np.savetxt("sys2.txt", data, delimiter=",")

```

Plotting av EIS data

```

import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np
import colorsys
import os

title = ""
plt.title(title)

```

```

plt.yscale("log")
plt.xscale("log")
plt.xlabel("Frekvens (Hz)")
plt.ylabel("|Z| (Ohm)")
plt.grid(axis = "y", linestyle = "--")
plt.grid(axis = "x")
plt.grid(which='minor', axis = "y", linestyle = "--")

def hsv_to_hex(h, s, v):
    # Convert HSV to RGB
    r, g, b = colorsys.hsv_to_rgb(h / 360, s, v)
    # Convert RGB from 0-1 to 0-255
    r, g, b = int(r * 255), int(g * 255), int(b * 255)
    # Format into a hex string
    hex_color = "#{:02x}{:02x}{:02x}".format(r, g, b)
    return hex_color

dir = os.listdir()
files = []
for i in dir:
    if i.find(".gpf") != -1:
        files.append(i)

colores = ["red", "green", "blue", "#000000"]

count = 0
for i in files:
    f = open(files[count], "r")
    data = f.readline()
    startIndex = data.find("TABLEROW", data.find("TABLEROW")+11)+13
    endIndex = data.find("ROWS", data.find("ROWS")+10)-5
    Data = data[startIndex:endIndex].split(",")
    frek = []
    ohm = []
    for line in Data:
        line = line.replace("'", '')
        Line = line.split(",")
        frek.append(float(Line[2]))
        ohm.append(float(Line[6]))

    x = frek
    y = ohm

plt.plot(x, y, color = colores[count], label = i.replace(".gpf", ""))

```

```

    count+=1

plt.legend()
plt.savefig(title)

Plotting av impedans mot tid.

import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np
import colorsys
import os

dir = os.listdir()
files = []
for i in dir:
    if i.find("Gjennomsnitt impedans") != -1:
        files.append(i)

fmt = [".-r", "o-b", "^-g", "P-y"]

x = np.asfarray([0,3,24,48,144,360,552,984])

fig, ax = plt.subplots()
fig.set_figwidth(10)
fig.set_figheight(6)
ax.set_yscale("log")
ax.set_xlabel("Tid (Timer)")
ax.set_ylabel("|Z| (Ohm)")
ax.grid(axis = "y", linestyle = "--")
ax.grid(axis = "x")
ax.grid(which='minor', axis = "y", linestyle = "--")
ax.set_xticks(np.arange(0,24*42,24*4))

for idx, file in enumerate(files):
    f = open(file)
    y = f.readline().replace("\n","").split("\t")
    y = np.asfarray(y)

    ax.plot(x,y, fmt[idx], zorder = 3-idx, label = file.replace(", Gjennomsnitt impedans.csv",""))

def dager(x):
    return x/24

def timer(x):
    return x

```



```
plt.legend()
secax = ax.secondary_xaxis('top', functions=(dager, dager))
secax.set_xticks((np.arange(0,41,2)))
secax.set_xlabel('Tid (Dager)')
plt.savefig("ImpedansVStid AVG.jpg")
```