

# Elektrochemische Untersuchungsmethoden zur Beurteilung der Schutzeigenschaften von organischen Beschichtungen

Matthias Wanner, Thadeus Schauer  
Fraunhofer Institut für Produktionstechnik und Automatisierung,  
Allmandring 37, 70569 Stuttgart  
E-Mail: mhw@ipa.fraunhofer.de

**Beschichtungen erfüllen ästhetische und spezielle funktionale Anforderungen. Bei letzteren wird der höchste Aufwand für die Ausstattung von Beschichtungen mit Schutzeigenschaften betrieben. Dies rechtfertigt sich aus dem Umstand, dass viele Produkte unter gebrauchstypischer Beanspruchung - vor allem durch Korrosion - starken Wertverlusten ausgesetzt wären, wenn eine zweckmäßige Beschichtung unterbliebe.**

**Die Entwicklung von Schutzbeschichtungen, deren Schutzwirkung sowohl auf die jeweilige gebrauchstypische Beanspruchung als auch auf das zu schützende System hin optimiert ist, ist daher von überragender wirtschaftlicher Bedeutung und wird mit hohem Aufwand betrieben.**

**Die Schutzwirkung von Beschichtungen wird durch Freibewitterungsauslagerung geprüft. Dieses Verfahren weist bei mehrjähriger Dauer, die klimatische Ausnahmeereignisse ausmittelt, eine hohe Bewertungssicherheit auf; allerdings drängt der Markt auf schnellere Verfahren, die kürzere Entwicklungszeiten ermöglichen. Daher existiert mittlerweile eine Vielzahl von Kurzzeittests, die Beschichtungen einer definierten Beanspruchung aussetzen und für die in zumindest einiger Hinsicht eine Korrelierbarkeit zur Freibewitterung nachgewiesen werden konnte. Diese sind häufig standardisiert, so dass weltweit Vergleiche - auch mit in der Vergangenheit erhaltenen Ergebnissen - angestellt werden können.**

**Allerdings erfolgt die Bewertung der durch derartig standardisierte Tests erhaltenen Beschichtungsschutzverlusten überwiegend visuell oder nach Abschluss der Prüfdauer durch zerstörende Prüfverfahren (z.B. Klebebandabriss-Prüfung), so dass über die Mechanismen, die während der Ausbildung der schlussendlich beobachteten Beschichtungsschutzverluste ablaufen, keine Kenntnis erlangt wird.**

**Weiterhin kann das menschliche Auge nur begrenzt quantitative Aussagen zum Schädigungsumfang einer beanspruchten Beschichtung treffen und ist zur Bewertung von Beschichtungsschutzverlusten in der Beanspruchungsfrühphase nicht sensibel genug.**

**Es besteht also nicht nur ein hoher Bedarf an praxiskorrelierenden, zeitraffenden Beanspruchungsverfahren, sondern auch an Detektionsmethoden, die die hierdurch induzierten Beschichtungsschutzverluste möglichst bereits in der Beanspruchungsfrühphase quantitativ und schädigungsspezifisch charakterisieren ohne dass die Probe durch den Detektionsvorgang signifikant beeinflusst wird. Im Folgenden werden hierzu einige Wege aufgezeigt.**

Innerhalb der Entwicklungen im Bereich der elektrochemischen Detektion finden sich mehrere Methoden, die aufgrund ihrer hohen Sensibilität einerseits, des zerstörungsfreien Charakters der Prüfung andererseits sehr gut zur Charakterisierung von Beschichtungsschäden geeignet sind. Zwei dieser Methoden - auch in Kombination mit einer besonders wirkungsvoll zeitraffenden Art der künstlichen Beanspruchung - sollen im Folgenden dargestellt werden.

## Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS)

Bei der Elektrochemischen Impedanzspektroskopie wird der Wechselstromwiderstand (die Impedanz) einer substratapplizierten Beschichtung in Abhängigkeit der Wechselstromfrequenz bestimmt [1]. Technisch werden Impedanzspektren aufgenommen, indem bei geringen Modulationsamplituden (ca. 10 mV) Wechselstromfrequenzen zwischen typischerweise 100 kHz und 0,01 Hz auf eine Beschichtung einwirken. Dabei dient das Substrat als Arbeitselektrode. Die Gegenelektrode wird üblicherweise durch einen Inertleiter realisiert, der in eine die Beschichtung überlagernde Elektrolytlösung eintaucht (Abb. 1, oben links). Impedanzspektren können aufgrund der Wechsel-

stromanregung entweder als Plot des Imaginärteils gegen den Realteil der Impedanz in einem Diagramm dargestellt werden (Nyquist-Plot) oder es erfolgt eine Darstellung in zwei Diagrammen, in denen der Betrag der Impedanz bzw. die Phasenverschiebung gegen die Frequenz aufgetragen wird (Bode-Plots, Abb. 1 rechts).

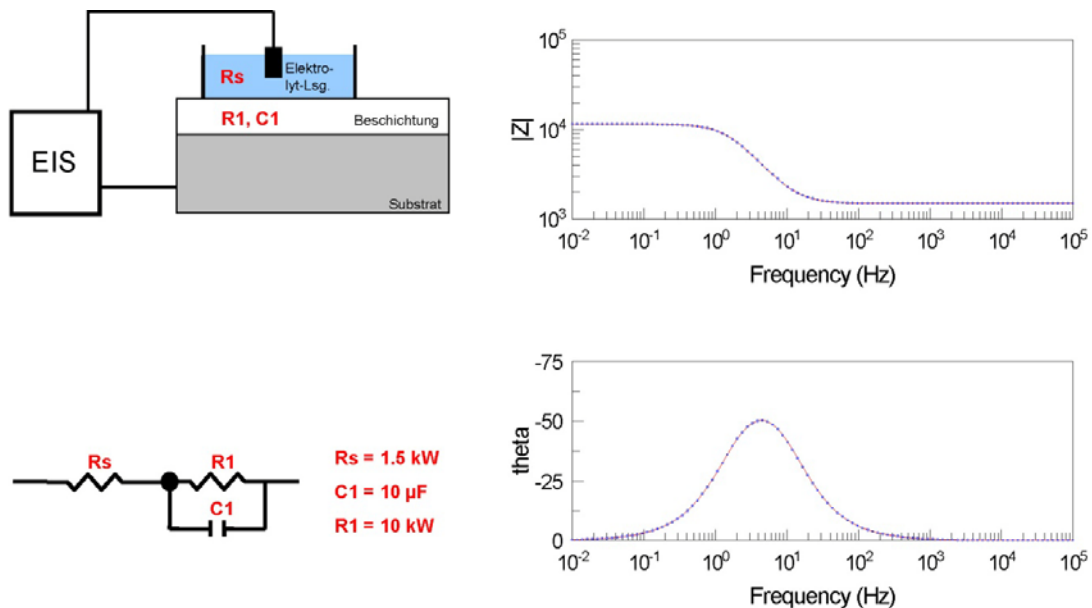


Abb. 1 Messanordnung (links oben) zur Charakterisierung substratapplizierter Beschichtungen durch Impedanzspektren (rechts), aus denen durch Anpassung an geeignete Ersatzschaltbilder (links unten) die Beträge schutzwirkungsrelevanter Parameter extrahiert werden können.

Grundsätzlich kann jeder intakten, wenig elektroleitfähigen Beschichtung sowohl eine Kapazität als auch ein Widerstand zugewiesen werden, während die bei der Messung darüberstehende Elektrolytschicht aufgrund ihres deutlich geringeren Eigenwiderstands keine kapazitiven Eigenschaften aufweist. Damit lässt sich die Messanordnung im einfachsten Fall durch das in Abb. 1 unten links dargestellte Ersatzschaltbild approximieren. Auf diese Weise können die schutzwirkungsrelevanten Parameter Barrierewirkung bzw. Wasseraufnahme, die mit dem Porenwiderstand R1 bzw. der Wasseraufnahme C1 der Beschichtung korrelieren, quantitativ erhalten werden [1].

Wird eine Beschichtung einer Beanspruchung unterworfen, erfolgt in deren Verlauf eine Verminderung der Schutzwirkungseigenschaften. Aus während der Beanspruchung aufgenommenen Impedanzspektren kann Umfang und Art der induzierten Schutzwirkungsverluste ermittelt werden. In Abb. 2 (links) ist exemplarisch eine Abfolge von Impedanzspektren (Bode-Plot,  $|Z|$  vs.  $f$ ) dargestellt, die während einer Beanspruchung aufgenommen wurden. Man erkennt, dass nach 36-stündiger Beanspruchung ein Wendepunkt (grüner Pfeil) im Spektrum auftritt. Auf der Grundlage des in Abb. 1 dargestellten Ersatzschaltbildes können derartige Spektren nicht approximiert werden. Dies gelingt nur dann, wenn dieses Ersatzschaltbild um ein weiteres RC-Parallelelement erweitert wird, das Veränderungen in der Substrat/Beschichtungs-Grenzschicht widerspiegelt. Solche Veränderungen treten typischerweise dann auf, wenn die überlagernde Elektrolytlösung das Substrat erreicht hat und dort Korrosion und/oder Delamination auslösen kann. Entsprechend dem Fortschritt der jeweiligen Schädigung verändert sich der Polarisationswiderstand ( $R_{POL}$ , Unterrostung) bzw. die Doppelschichtkapazität ( $C_{EDS}$ , Delamination).

Die Leistungsfähigkeit der Elektrochemischen Impedanzspektroskopie besteht also darin, dass sie bereits in der Beanspruchungsfrühphase Schädigungsunterschiede signifikant detektieren kann, und dass diese auf konkrete Ereignisse in der Beschichtung und/oder der Substrat/Beschichtungs-Grenzschicht zurückgeführt werden können. Die erhaltenen Daten sind quantitativ und ermöglichen somit eine eindeutige Bewertung der Schutzwirkungseigenschaften. Die Methode ist aller-

dings nicht bildgebend und erlaubt aufgrund ihrer integralen Messtechnik in der gezeigten Ausprägung keine Charakterisierung von Kleinstflächen.

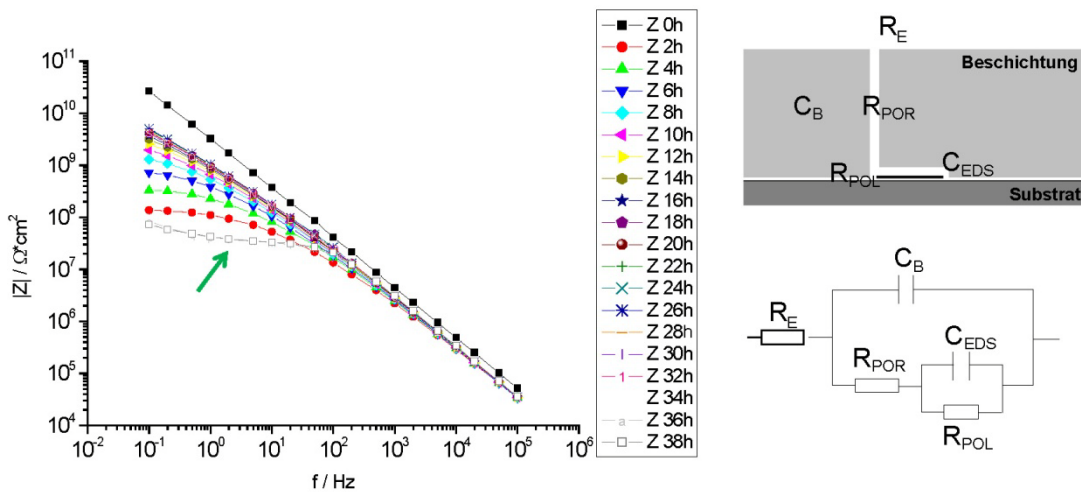


Abb. 2 Bode-Plot ( $|Z|$  vs.  $f$ ) einer Serie von Impedanzspektren von einem kontinuierlich beanspruchten Beschichtungssystem (links); der grüne Pfeil zeigt das Auftreten eines Wendepunkts im 38 h - Spektrum an; derartige Spektren können unter Zugrundelegung erweiterter Ersatzschaltbilder (rechts unten) approximiert werden.

### Raster-Kelvin-Sonde (Scanning Kelvin Probe, SKP)

Mittels SKP [2,3] können Elektronenaustrittsarbeiten (work functions) aus Oberflächen bestimmt werden. Ist eine Beschichtung auf ein elektroleitfähiges Substrat appliziert, liefert die über der Beschichtung gemessene Elektronenaustrittsarbeit Information über Veränderungen in der Substrat/Beschichtungs-Grenzschicht, sofern das zum Austritt der Elektronen anzulegende Potenzial hierdurch beeinflusst wird. Der in Abb. 3 skizzierte Messaufbau zeigt, dass das zur Kompensation der Austrittsarbeitdifferenzen zwischen dem Inertmetall der Sonde und dem Metall der Probe erforderliche Volta-Potenzial  $V_c$  zur Charakterisierung der jeweiligen Differenzen der Fermi-Niveaus ausgenutzt werden kann.

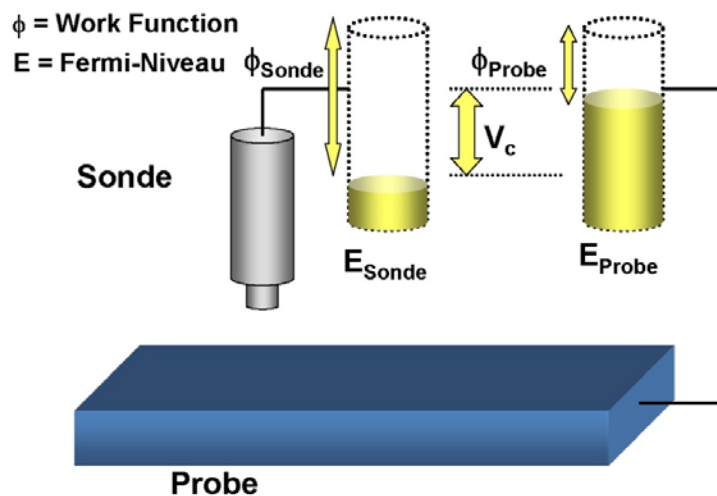


Abb. 3 Schematischer Aufbau einer Raster-Kelvin-Sonde

Mit der Sonde können in Mikrometervorschüben definierte Bereiche der zur charakterisierenden Oberflächen dicht abgerastert werden. Da hierbei das System Sondenspitze/Probenoberfläche die

Platten eines Kondensators darstellen, muss zur Vermeidung von Feldinhomogenitäten auf im Verhältnis zur Sondenspitze kleine Abstände zwischen Sonde und Probenoberfläche geachtet werden. Gleichwohl erfolgt die Messung berührungslos und gänzlich zerstörungsfrei. Aus diesem Grund eignet sich die SKP sehr gut zur Charakterisierung von lokal auftretenden Beschichtungsdefekten, wenn deren weitere Ausbildung mechanistisch untersucht und verstanden werden soll.

In Abb. 4 sind exemplarisch SKP-Aufnahmen eines epoxybeschichteten Stahlsubstrats dargestellt. Die roten Kreise zeigen dabei die Position einer Durchbohrung der Beschichtung bis zum Substrat an. Im links abgebildeten Scan erkennt man an dieser Stelle gegenüber den unverletzten Bereichen eine erhebliche Absenkung des mit der work function korrelierenden elektrochemischen Potentials, im rechten Scan, der denselben Probenbereich darstellt, liegt eine signifikante Erhöhung des Potentials vor, die von der zwischenzeitlich ausgeführten thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung herrührt. Diese bewirkt offenbar nicht nur eine Korrosion des im Bohrloch freiliegenden Metallsubstrats (Potenzialerhöhung) sondern auch eine Absenkung der Potenziale in den dem Bohrloch angrenzenden Bereichen in der Substrat/Beschichtungs-Grenzschicht. Diese indizieren die Anbahnung von Beschichtungsdelamination. Der Probe kann in diesem Zustand - mit Ausnahme der Korrosion im Loch - kein optisch wahrnehmbarer Unterschied zum Ausgangszustand angesehen werden.

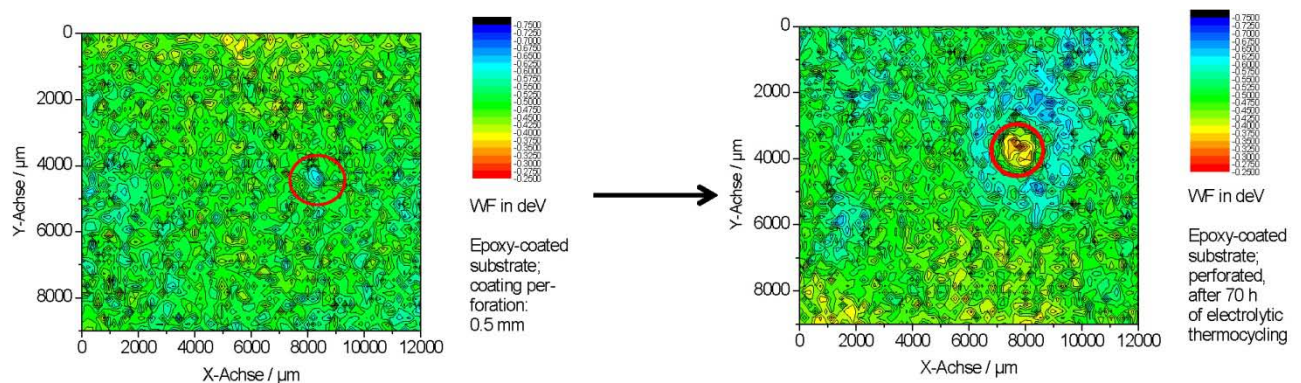


Abb. 4 SKP-Aufnahmen eines epoxybeschichteten Stahlsubstrats mit Bohrung bis zum Substrat ( $\varnothing$  0,5 mm) vor (links) und nach (rechts) einer 70-stündigen thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung

Die hohe Sensibilität der Raster-Kelvin-Sonde, die eine Detektion von Beschichtungsschutzverlusten bereits in der Beanspruchungsfrühphase ermöglicht, kann daher mit hoher Praxisrelevanz zur Aufklärung lokaler, beanspruchungsinduzierter Veränderungen im Beschichtungssystem ausgenutzt werden. Die berührungslose Detektionstechnik erlaubt die Fortsetzung der Beanspruchung nach der Durchführung einer Messung. Ein weiterer Vorzug der SKP besteht darin, dass Phänomene, die an Grenzphasen auftreten (z.B. Wechsel des Substrats oder der Beschichtungszusammensetzung) in Lokalauflösung elektrochemisch charakterisiert werden können.

### Thermozyklisch-elektrolytische Beanspruchung - der FPL-Test

Thermozyklen stellen die Grundlage der natürlichen Bewitterung dar. Jedes Jahr, letztlich auch jeder Tag weist in gemittelter Auftragsweise ein Temperaturmaximum bzw. -minimum auf. Aus Klimadaten kann ermittelt werden, dass die Maxima und Minima in natürlichen Temperatur/Zeit-Diagrammen angenähert in sinusförmigen Verläufen miteinander verbunden sind. Daher sollen aus Korrelationsgründen bevorzugt sinusförmige Temperaturzyklen in künstlich beschleunigten Beanspruchungsvorrichtungen einwirken. Ein wesentliches Prinzip der beschleunigten Herbeiführung von Beschichtungsschutzverlusten ist der auch unter natürlicher Thermozyklisierung induzierte Aufbau von inneren Spannungen. Werden Thermozyklen beschleunigt durchgeführt, sinkt die Wahrscheinlichkeit der schädigungsfreien Relaxation der induzierten inneren Spannungen, weil den Polymerketten der Beschichtungsmatrix weniger Zeit bleibt, den thermisch vorgegebenen Ex-

pansionen und Kontraktionen durch kettenbruchfreies „Enthaken“ zu folgen. Auf diese Weise kann die natürlich eintretende thermozyklisch induzierte Beschichtungsdegradation zeitgerafft herbeigeführt werden. In Abb. 5 ist für zwei Beschichtungen S1 und S2 der Aufbau von inneren Spannungen im Verlauf einer sinusförmigen Thermozyklisierung zwischen 25°C und 70°C dargestellt.

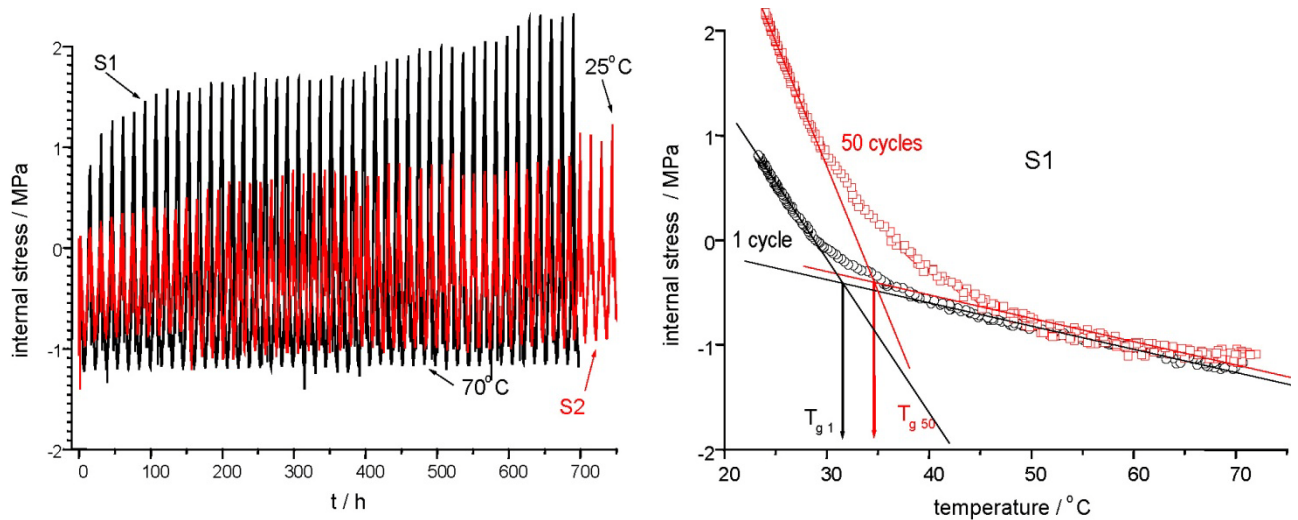


Abb. 5 Aufbau von inneren Spannungen in zwei Beschichtungen S1 und S2 während einer Thermozyklisierung zwischen 25°C und 70°C (links); aus den Tangentenschnittpunkten der Verlaufskurven von S1 können beispielhaft Veränderungen der Glasübergangstemperatur entnommen werden (rechts).

Die Systeme S1 und S2 unterscheiden sich deutlich hinsichtlich des Umfangs der beanspruchungsinduziert aufgebauten inneren Spannungen. Offenbar relaxieren diese in S2 wesentlich leichter als in S1. Der Fortschritt der Beschichtungsdegradation kann beispielsweise aus der Veränderung der Glasübergangstemperatur, die aus den Tangentenschnittpunkten der in Abb. 5 (rechts) für S1 dargestellten Verlaufskurven der temperaturabhängigen inneren Spannung zu ermitteln ist, erschlossen werden.

Auf dieser Grundlage wurde eine Vorrichtung entwickelt, mit der kurzperiodische Thermozyklisierungen in hoher Variationsbreite realisiert und mit einer elektrolytischen Beanspruchung kombiniert werden können [4]. Die technische Umsetzung dieses Verfahrens kann aus Abb. 6 ersehen werden.

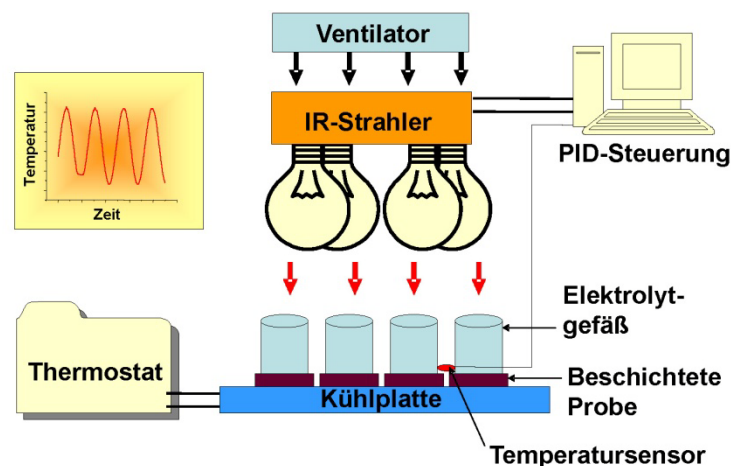


Abb. 6 Schematischer Aufbau der Vorrichtung zur kurzperiodischen, thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung von substratapplizierten Beschichtungen („FPL-Test“)

Die zu prüfenden substratapplizierten Beschichtungen werden hierzu mit Hohlzylindern beklebt, in die im Fall von Korrosionsschutzprüfungen korrosive Lösungen eingefüllt werden. Die Prüfbleche werden homogen von IR-Strahlern erwärmt; ein Temperatursensor liest die aktuelle Temperatur auf der Prüfblechoberseite - oder alternativ in der Beanspruchungslösung - ein. Mittels PID-Steuerung werden diese Messwerte mit den durch ein Computerprogramm vorgegebenen Sollwerten abgeglichen, so dass eine reproduzierbare Steuerung der Thermozyklen erfolgen kann. Die beschichteten Proben werden durch eine Kühlplatte von unten gekühlt, so dass eine rasche Wärmeabfuhr und damit kurzperiodische Thermozyklen möglich werden.

Das Verfahren lässt sich mit weiteren Beanspruchungsfaktoren (z.B. mechanische oder UV-Einwirkung) kombinieren. Weiterhin hat sich die Integration einer rechnergesteuerten EIS-Detektion in das Verfahren als besonders erfolgreich erwiesen. Bei Verwendung eines Multiplexers können auf diese Weise mehrere Proben während der kontinuierlich ablaufenden thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung impedanzspektroskopisch charakterisiert werden. Damit kann mit geringem Arbeits- und Zeitaufwand ein hohes Maß an schädigungsmechanistischer Information generiert und anschließend hinsichtlich der Verläufe schutzwirkungsrelevanter Parameter interpretiert werden.

### Detektion von Veränderungen in der Beschichtung und kinetische Untersuchungen

Die Möglichkeit zur Aufnahme von Impedanzdaten während einer kontinuierlichen Thermozyklisierung erlaubt kinetische Untersuchungen mit hoher Zeitaufösung. Wird eine substratapplizierte Beschichtung mit Wasser überlagert und Thermozyklen ausgesetzt, so wird diese Beschichtung während der Phase der Temperaturerhöhung verstärkt Wasser aufnehmen. In der anschließenden Abkühlphase erfolgt mit der Kontraktion des Systems eine teilweise Abgabe des aufgenommenen Wassers. Diese Prozesse können gut anhand der aus den Hochfrequenzimpedanzen ableitbaren Kapazitäten verfolgt werden, weil die Beschichtungskapazitäten wesentlich über die Dielektrizitätszahl der Beschichtung bestimmt werden. Organische Beschichtungen weisen Dielektrizitätszahlen in der Größenordnung von etwa 6 auf, die Dielektrizitätszahl von Wasser liegt dagegen bei 80. Daher führt eine Wasseraufnahme von organischen Beschichtungen zu einem signifikanten Anstieg der Beschichtungskapazität. Dieser Zusammenhang wird im Folgenden exemplarisch zur Ermittlung der Reversibilität der Wasseraufnahme von zwei KTL-Beschichtungen ausgenutzt. Der eigentlichen kinetischen Untersuchungen geht zur Ermittlung der Barrierewirkung der Systeme jedoch zunächst eine typische Korrosionsschutzprüfung mittels FPL-Test voraus.

In Abb. 7 und 8 sind die Ergebnisse der impedanzspektroskopischen Untersuchungen an den beiden KTL-beschichteten Stahlblechen A und B dargestellt, wie sie vor, während und nach Abschluss der achtstündigen thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung erhalten wurden.

Man erkennt, dass das System B trotz höherer Schichtdicke bereits vor Beginn der thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung im Unterschied zu A keinen rein kapazitiven Verlauf des Impedanzspektrums und niedrigere Impedanzwerte zeigt. Dies sind charakteristische Hinweise auf verminderte Barriereigenschaften dieses Systems und damit auf erhöhte Anfälligkeit des metallischen Substrats gegen Korrosion.

Während bei A nach vierstündiger Beanspruchung der kapazitive Verlauf des Impedanzspektrums eine nach wie vor intakte Beschichtung belegt, wird im 4 h - Spektrum von B ein Wendepunkt gefunden, so dass der Verlauf dieses Spektrums nur durch Hinzufügung einer weiteren korrosionsprozessrelevanten Zeitkonstanten angemessen wiedergegeben werden könnte. Dies deutet auf beginnende Unterrostung bzw. Delamination hin.

Die hieraus abzuleitende Annahme, dass im Fall des Systems B der Elektrolyt nach 4 h das Substrat erreicht hat und dort bereits korrosiv wirksam ist, wird durch das nach achtstündiger Beanspruchung aufgenommene EIS-Spektrum bestätigt. Die Impedanz ist hier bis auf etwa  $10^2 \Omega\text{cm}^2$  gefallen; das System besitzt keine relevanten Schutzwirkungseigenschaften mehr.

Umgekehrt konnte durch identische, achtstündige Beanspruchung von A keine signifikante Verminderung der Barrierewirkung induziert werden. Aus der Verminderung der Hochfrequenz-Impedanzwerte kann lediglich eine geringfügige Wasseraufnahme erschlossen werden, die aber innerhalb der Beanspruchungsdauer von keiner bedeutenden Schutzwirkungsverminderung begleitet war.

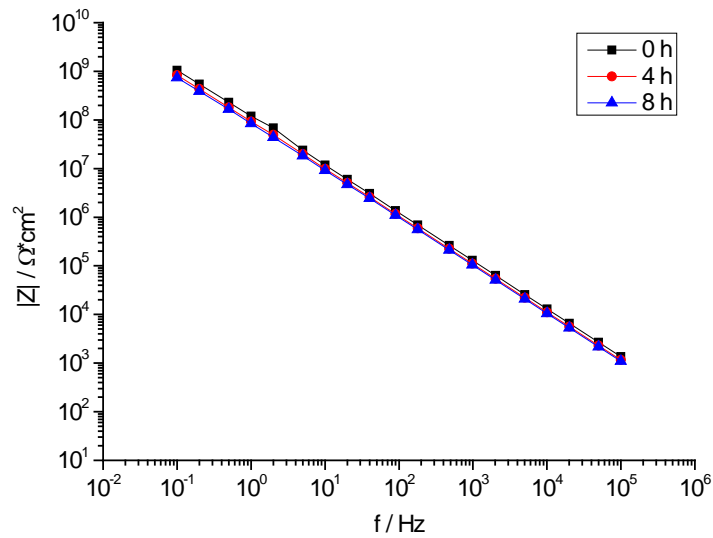


Abb. 7  $|Z|(f)$ -EIS-Spektren vom System A, erhalten vor, während und nach der achtstündigen thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung

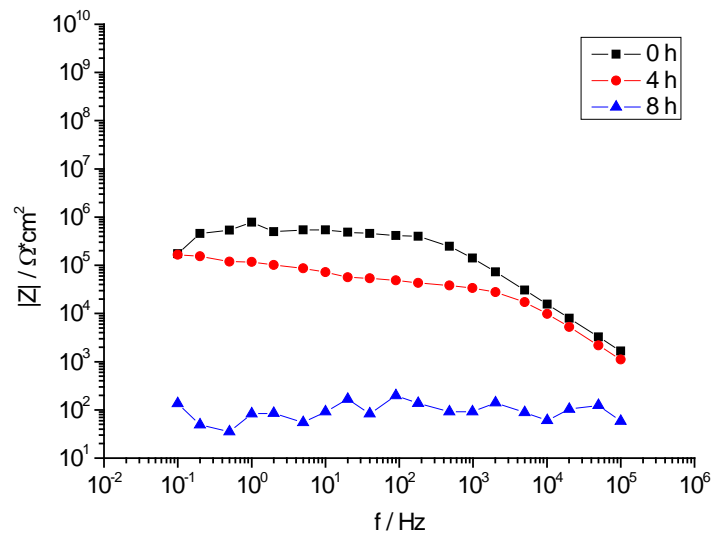


Abb. 8  $|Z|(f)$ -EIS-Spektren vom System B, erhalten vor, während und nach der achtstündigen thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung

In Abb. 9 und 10 ist das Verhalten der beiden unbeanspruchten Systeme während einer kontinuierlichen, sinusförmigen Thermozyklisierung zwischen 20°C und 50°C bei einer Periodendauer von 30 min anhand der aus der Hochfrequenzimpedanz ( $f = 100 \text{ kHz}$ ) berechneten Kapazitäten, sowie dem zugehörigen Realteil dieser Impedanzen, die im Minutentakt eingelesen wurden, dargestellt. Die acht halbständigen Thermozyklen bewirken in A eine geringfügige Verminderung des Realteils der Impedanz, die auf die aus den Kapazitätsdaten zu erschießende Wasseraufnahme zurückzuführen ist. Sowohl die Maxima als auch die Minima der Kapazitäten nehmen mit fortschreitender Zyklisierungsdauer zu; der Volumenanteil des Wassers schwankt am Ende der Thermozyklisierung zwischen hoher und niedriger Temperatur offenbar stärker als nach dem ersten Kontakt mit Wasser. Möglicherweise werden in geringem Umfang lösliche Bestandteile ausgeschwemmt und/oder es wird die thermisch bedingte Kontraktion und Expansion natürlicher vorhandener Poren vergrößert.

Wie aus dem Vergleich mit Bild 5 zu ersehen ist, sind die diesbezüglichen Veränderungen bei A jedoch deutlich schwächer als bei B.

Bei B erfolgt eine stärkere Abnahme des Realteils der Impedanz; der Umfang der thermisch bedingten Impedanzschwankungen nimmt jedoch mit fortschreitender Dauer nicht zu. Im Gegensatz hierzu wächst der Maximum-Minimum-Abstand bei der Kapazität beständig und in gegenüber Abb. 9 erhöhtem Umfang an. Offenbar kann das Wasser bei B während der Hochtemperaturphasen in sehr viel stärkerem Umfang in die Beschichtung vordringen als bei A; je weiter die Zyklisierung fortschreitet, desto höher bleibt der Wassergehalt auch während der Tieftemperaturphasen. Daher ist B bereits im unbeanspruchten Zustand durch eine gegenüber A signifikant verminderte Reversibilität der Wasseraufnahme gekennzeichnet.

Nach Abschluss der achtstündigen thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung wurde die vierstündige, milde Thermozyklisierung wiederholt. Aus Abb. 11 und 12 sind die Verläufe der Kapazität und des Realteils der Impedanz für die Systeme A und B dargestellt.

Bei Probe A ändert sich die Oszillation der Kapazität wie auch des Realteils der Impedanz im Verlauf der acht Zyklen nur unwesentlich. Insbesondere der Maximum-Minimum-Abstand bleibt nahezu konstant. Dies deutet darauf hin, dass das System keine weiteren Veränderungen, z.B. Ausschwemmungen oder Porenvergrößerungen, erlitten hat.

Grundsätzlich besagt dies auch das in Abb. 12 dargestellte Diagramm; allerdings liegen hier die Oszillationen der Kapazität signifikant niedriger. Weiterhin fallen die Maximum-Minimum-Abstände der Kapazitätsoszillationen deutlich geringer aus als in Abb. 9 und 10. Eine vergleichende Darstellung der Kapazitäten, wie sie aus den vier Untersuchungen erhalten wurden, ist in Abb. 13 dargestellt. Aus dieser kann ersehen werden, dass die Kapazitätsoszillationen für die achtstündig thermozyklisch-elektrolytisch beanspruchte Probe B sowohl hinsichtlich ihrer Amplitude als auch ihrer Absolutbeträge deutlich niedriger ausfallen als bei den drei anderen Untersuchungen. Dies kann insbesondere auf dem Hintergrund von Abb. 8 verstanden werden, aus der hervorgeht, dass die thermozyklisch-elektrolytische Beanspruchung von B eine weitestgehende Zerstörung der Barrierewirkung in dieser Probe induzierte. Dies bewirkt eine erhebliche Verminderung der Kapazität, da die Beschichtung aufgrund der Durchdringung mit Elektrolyt kaum noch Dielektrikum wirken kann.

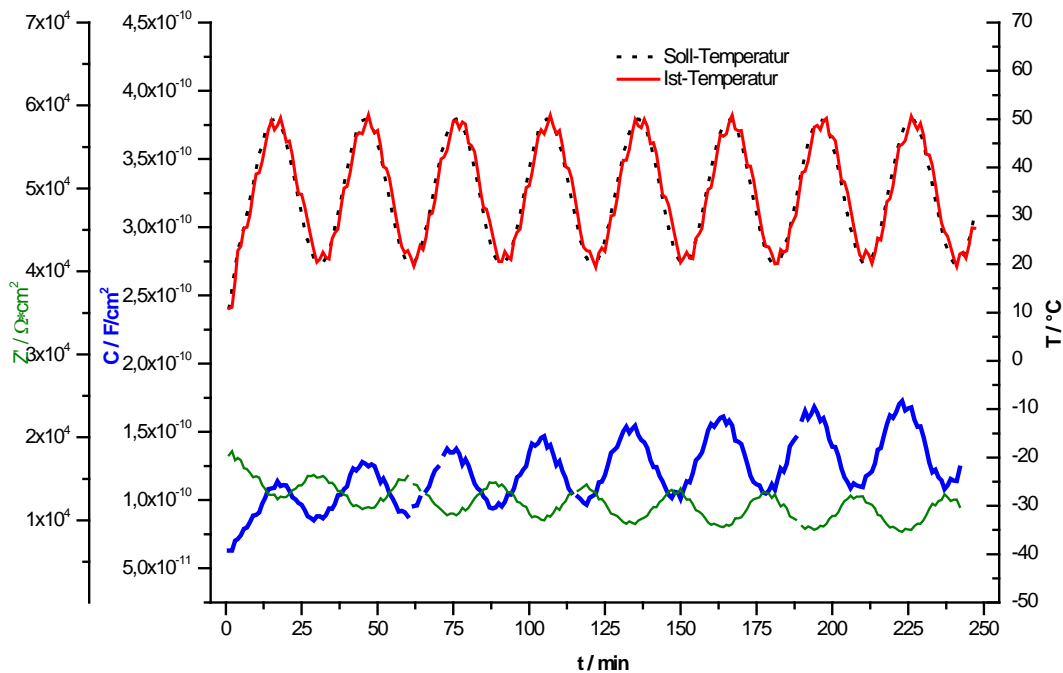


Abb. 9 Oszillationen des Realteils der Impedanz ( $Z'$ ) sowie der Kapazität ( $C$ ) während der milden Thermozyklisierung von A

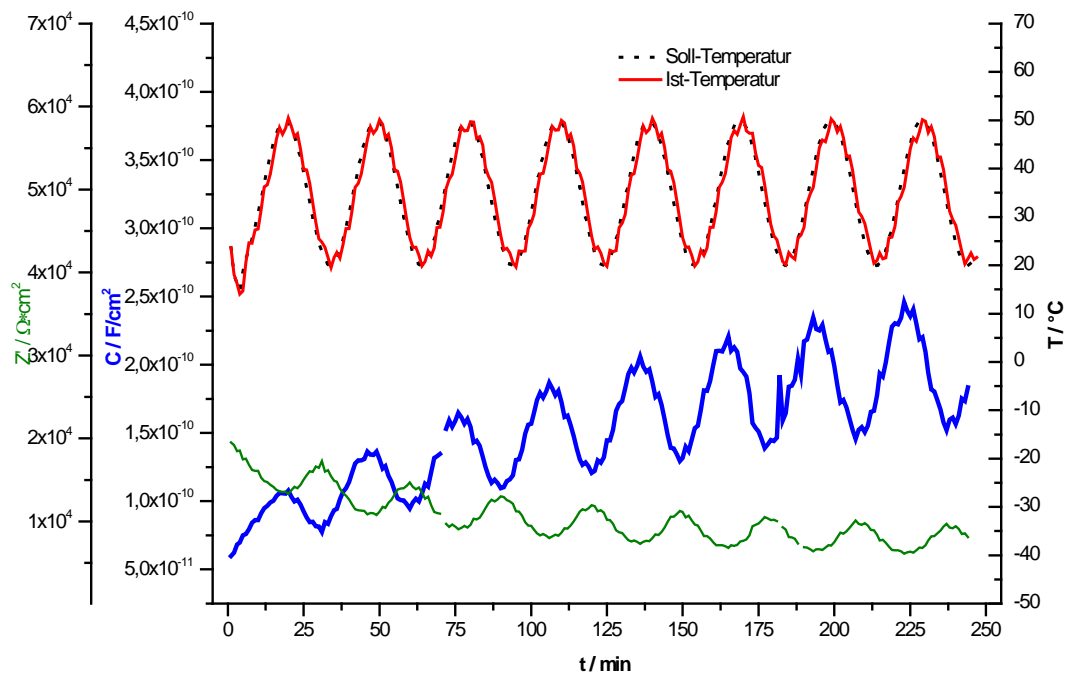


Abb. 10      Oszillationen des Realteils der Impedanz ( $Z'$ ) sowie der Kapazität ( $C$ ) während der milden Thermozyklisierung von B

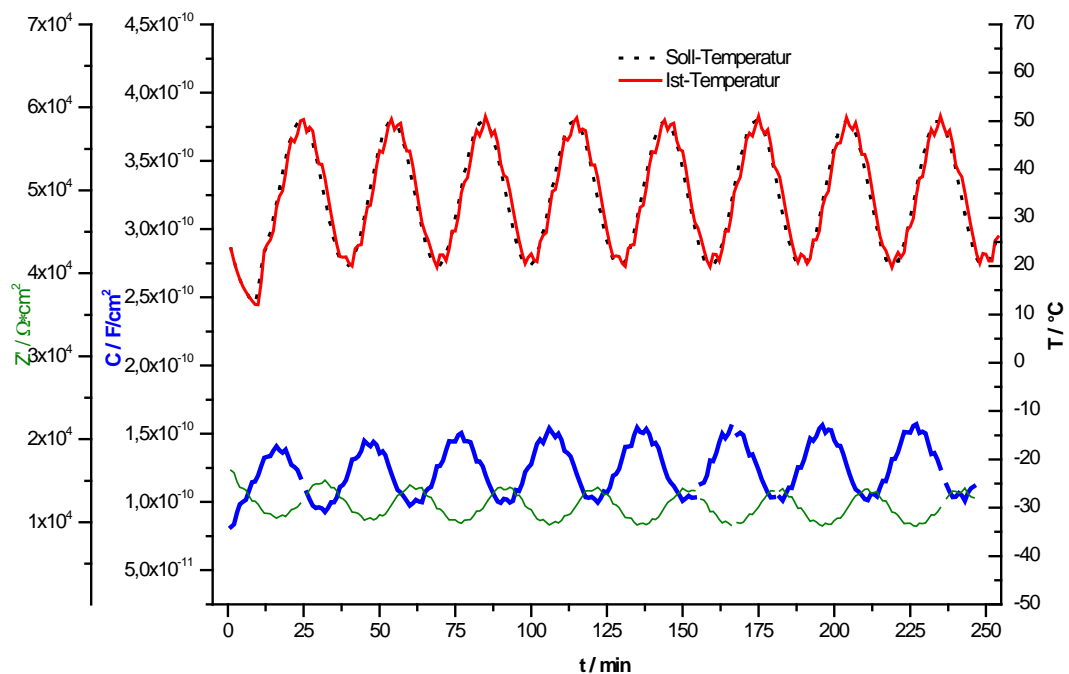


Abb. 11      Oszillationen des Realteils der Impedanz ( $Z'$ ) sowie der Kapazität ( $C$ ) während der milden Thermozyklisierung der zuvor thermozyklisch-elektrolytisch beanspruchten Probe A

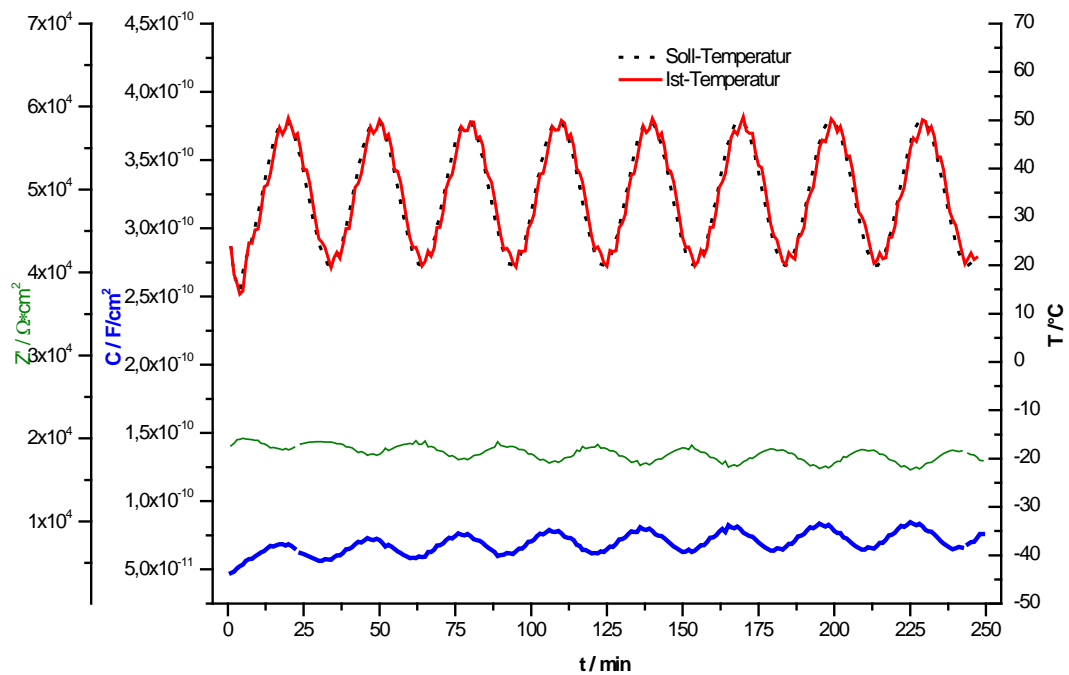


Abb. 12      Oszillationen des Realteils der Impedanz ( $Z'$ ) sowie der Kapazität ( $C$ ) während der milden Thermozyklisierung der zuvor thermozyklisch-elektrolytisch beanspruchten Probe B

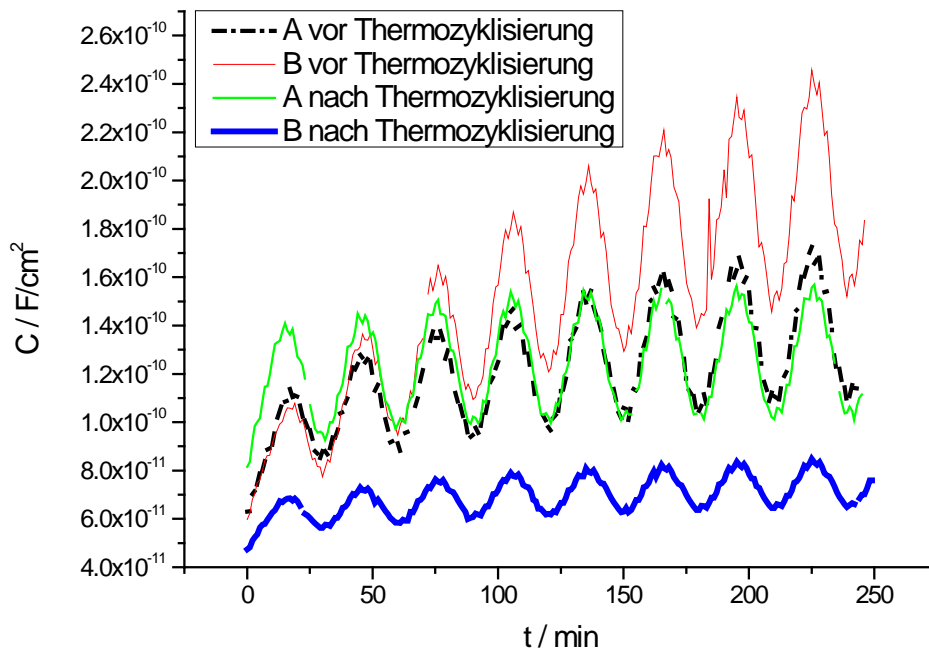


Abb. 13      Oszillationen der Kapazität ( $C$ ) während der milden Thermozyklisierung der beiden Proben, durchgeführt vor und nach der achtstündigen thermozyklisch-elektrolytischen Beanspruchung

### Literatur:

- [1] D. Loveday, P. Peterson, B. Rodgers, „Evaluation of Organic Coatings with Electrochemical Impedance Spectroscopy“, J. Coat. Techn. 8 (2004) 46
- [2] M. Stratmann, H. Streckel, R. Feser, „Ein neues Verfahren zur Untersuchung der Delamination von Polymerbeschichtungen“, Farbe + Lack 97 (1) (1991) 9
- [3] H. Baumgärtner, H.D. Liess, „Micro Kelvin Probe for Local Work Function Measurements“, Rev. Sci. Instrum. 59 (5) (1988) 802
- [4] M. Fernandez Gonzales, M. Hickl, F. Hezel, T. Schauer, A. Miszczyk, „Vorrichtung und Verfahren zur beschleunigten Durchführung von Korrosionstests“, DE 10 2004 027 792 A1