
**Peintures et vernis — Mesurage
électrochimique de la protection
apportée à l'acier par des revêtements
de peinture — Technique du courant
interrompu (CI), voltamétrie de relaxation
(VR) et mesurages de courants continus
transitoires (CCT)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Paints and varnishes — Electrochemical measurement of the
protection provided to steel by paint coatings — Current interrupter (CI)
technique, relaxation voltammetry (RV) technique and DC transient
(DCT) measurements*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-a4f50e27a924/iso-13129-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13129:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-a4f50e27a924/iso-13129-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Appareillage	2
4.1 Cage de Faraday	2
4.2 Cellule à échantillon avec support d'électrode	2
4.3 Générateur de courant	3
4.4 Potentiostat	3
4.5 Électrodes	3
4.6 Électrolyte	4
5 Échantillons	4
5.1 Préconditionnement des échantillons	4
5.2 Contrôle de l'environnement	4
5.3 Évaluation des échantillons exposés au vieillissement climatique en laboratoire et sur le terrain	4
5.4 Nombre d'échantillons et répétabilité des résultats	5
6 Mode opératoire expérimental	5
6.1 Généralités	5
6.2 Technique du courant interrompu	6
6.3 Voltamétrie de relaxation	6
6.4 Mesurages de courants continus transitoires	7
7 Expression des résultats	8
8 Fidélité	8
9 Rapport d'essai	9
Annexe A (normative) Description de la cellule test	10
Annexe B (informative) Considérations supplémentaires relatives aux mesurages effectués sur des revêtements	12
Annexe C (informative) Exemples de résultats	14
Bibliographie	16

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 13129 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 9, *Méthodes générales d'essais des peintures et vernis*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13129:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-a4f50e27a924/iso-13129-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-a4f50e27a924/iso-13129-2012>

Introduction

L'évaluation quantitative des performances des revêtements organiques en matière de protection a été requise dans l'industrie, par exemple pour évaluer la durabilité des revêtements organiques ou juger de l'évolution dans le temps des revêtements protecteurs. Les méthodes électrochimiques peuvent être utilisées à cet effet. La technique du courant interrompu (CI), la voltamétrie de relaxation (RV) et les mesurages de courants continus transitoires (CCT) sont des techniques simples qui fournissent des données pertinentes comparables à celles de la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) dans leur principe.

La simplicité du principe et la rapidité de mesurage font partie des avantages de ces techniques.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13129:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-a4f50e27a924/iso-13129-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-a4f50e27a924/iso-13129-2012>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13129:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-a4f50e27a924/iso-13129-2012>

Peintures et vernis — Mesurage électrochimique de la protection apportée à l'acier par des revêtements de peinture — Technique du courant interrompu (CI), voltamétrie de relaxation (VR) et mesurages de courants continus transitoires (CCT)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie le mode opératoire pour évaluer la mise en place expérimentale de mesures électrochimiques effectuées sur des échantillons revêtus de haute impédance par des méthodes basées sur la technique du courant interrompu (CI), la voltamétrie de relaxation (VR) ou les mesurages de courants continus transitoires (CCT).

Elle fournit des définitions spécifiques et des lignes directrices pour optimiser la collecte de résultats en CI, VR et CCT à partir de systèmes de haute impédance. La haute impédance, dans le contexte de revêtements en bon état, concerne des systèmes d'impédance supérieure à $10^9 \Omega/\text{cm}^2$. La réalisation de mesurages sur des systèmes à impédances plus faibles demeure possible. La présente Norme internationale traite en particulier de:

- conditions instrumentales: exigences et limites;
- validation des données: vérification des plages de mesures et de la précision des données;
- mise en œuvre de mesurages par CI, VR, CCT: considérations sur les échantillons et paramètres instrumentaux;
- résultats expérimentaux: différentes méthodes de présentation des résultats en CI, VR et CCT.

Le respect des recommandations devrait permettre l'acquisition de données par les techniques de CI, VR et CCT pouvant être utilisées pour l'étude de la performance de l'échantillon. La présente Norme internationale ne donne aucunes lignes directrices pour l'interprétation des résultats.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 16773-1, *Peintures et vernis — Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) sur des éprouvettes revêtues de haute impédance — Partie 1: Termes et définitions*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 16773-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

excitation

application d'une tension, U_{exc} , ou d'un courant, I_{exc} , pour amener le système dans un nouvel état

3.2

méthode du courant interrompu

méthode CI

technique électrochimique permettant d'enregistrer la tension de relaxation d'un système électrochimique en fonction du temps juste après l'interruption du courant d'excitation et d'analyser la courbe de décroissance du potentiel obtenue

**3.3
voltamétrie de relaxation**

VR
technique électrochimique dans laquelle une tension est appliquée pendant une durée donnée d'excitation puis où le courant est interrompu et seulement la tension est enregistrée en fonction du temps

**3.4
mesurage de courants continus transitoires
mesurage CCT**

technique électrochimique dans laquelle un échantillon revêtu est chargé de sorte que son potentiel soit décalé puis l'échantillon isolé et la tension enregistrée en fonction du temps pendant qu'elle revient au potentiel de circuit ouvert

**3.5
courbe de décroissance potentiel/temps**

courbe du potentiel, $U(t)$, en fonction du temps montrant l'évolution du potentiel après l'arrêt d'une excitation donnée

**3.6
taux d'échantillonnage**

nombre de points de données sur un intervalle de temps

**3.7
constante de temps**

produit de la résistance par les valeurs de la capacité d'un circuit équivalent, ayant la dimension d'un temps

4 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1 Cage de Faraday

La cage de Faraday doit être constituée d'une feuille métallique destinée à réduire les interférences électromagnétiques sur la cellule électrochimique (ou sur le circuit), et doit être reliée à la terre de l'instrument.

4.2 Cellule à échantillon avec support d'électrode

NOTE 1 Il existe différents types de cellules de mesure dont l'usage convient pour la présente Norme internationale. Les plus couramment utilisées sont des montages à deux électrodes ou à trois électrodes dans un électrolyte aqueux.

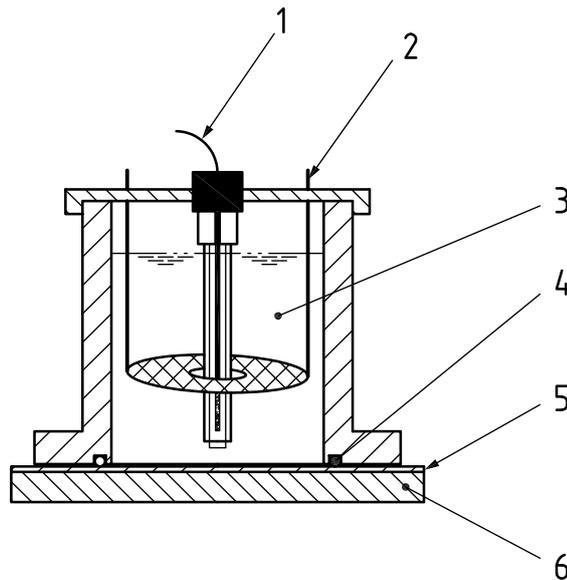
Il convient que la cellule soit formée de matériaux insensibles à la corrosion qui sinon se dégradent ou polluent la solution (par exemple en PMMA, PTFE ou verre). Il convient d'effectuer un essai de compatibilité du matériau.

La cellule doit être étanche afin de garantir que la géométrie de la surface de l'échantillon ne varie pas dans le temps.

Il convient que la cellule soit conçue de préférence pour permettre d'introduire dans le réservoir à électrolyte les composants suivants: l'électrode de travail, l'électrode de référence, la contre-électrode.

Parfois, un thermomètre (pour le contrôle de la température) et des tubes entrée/sortie de gaz pour modifier la concentration en oxygène sont utilisés. Si l'on utilise un gaz inerte, il convient d'employer un laveur de gaz.

La Figure 1 montre un exemple de cellule électrochimique.



Légende

- 1 électrode de référence
- 2 contre-électrode
- 3 électrolyte
- 4 joint torique
- 5 revêtement
- 6 électrode de travail

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

Figure 1 — Exemple de cellule électrochimique

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea-514059000000/iso-13129-2012>

Les composants représentés à la Figure 1 sont décrits dans l'ISO 16773-2.

NOTE 2 Ce schéma n'implique pas que d'autres conceptions soient inappropriées.

4.3 Générateur de courant

Utiliser un générateur de courant imposant une intensité dont le signal est de forme rectangulaire et dont le temps de retour à zéro est au moins dix fois plus rapide que la constante de temps de l'échantillon.

4.4 Potentiostat

Le potentiostat contrôle le potentiel de l'électrode de travail en ce qui concerne l'électrode de référence. L'impédance d'entrée du potentiostat doit être élevée et le temps de réponse doit être rapide.

4.5 Électrodes

4.5.1 Électrode de travail

Utiliser comme électrode de travail un subjectile conducteur recouvert du revêtement à étudier. Il convient que la surface de la zone exposée soit connue avec précision, constante dans le temps, et appropriée à l'étude. Une surface importante rend le mesurage plus sensible aux défauts singuliers (pores) et fournit un meilleur rapport signal sur bruit.

4.5.2 Électrode de référence

Il est recommandé d'utiliser une électrode de référence à faible impédance et à faible bruit (une sonde de Luggin n'est pas nécessaire). Il convient de contrôler périodiquement le potentiel de l'électrode de référence afin de vérifier sa précision et sa stabilité dans le temps.

4.5.3 Contre-électrode

Utiliser un conducteur inerte comme le platine, de préférence ayant une surface importante orientée parallèlement à l'électrode de travail afin d'assurer une distribution de courant homogène.

4.6 Électrolyte

Il convient que la résistance de la solution soit faible en comparaison de l'impédance du système étudié. Différents types d'électrolyte peuvent être utilisés. Des électrolytes non agressifs peuvent être utilisés pour la caractérisation des propriétés du système sans provoquer de corrosion. Une solution agressive peut être choisie pour caractériser la résistance du système à la corrosion. Il convient de choisir l'électrolyte en ayant à l'esprit l'utilisation finale du revêtement.

5 Échantillons

5.1 Préconditionnement des échantillons

Une préparation et un preconditionnement de qualité des échantillons revêtus sont critiques pour la réussite des expériences et la fiabilité des résultats.

5.2 Contrôle de l'environnement

Il convient d'appliquer et de faire polymériser le revêtement conformément aux recommandations du fabricant, sauf accord contraire entre les parties intéressées. Il convient que l'épaisseur du feuillet soit aussi uniforme que possible. Il convient que l'épaisseur exacte du feuillet soit mesurée et consignée (par exemple conformément à l'ISO 2808). Le contrôle de la température et de l'humidité pendant l'application, la polymérisation, le conditionnement et le mesurage des revêtements organiques est crucial pour déterminer correctement la résistance du revêtement.

Il convient de maintenir la température des échantillons constante à $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ durant les mesurages, de préférence à $\pm 1 \text{ °C}$ près, à défaut d'autre spécification. Des valeurs relatives à titre de comparaison entre échantillons sont acceptables, en-dehors de ces lignes directrices, si tous les échantillons sont traités dans les mêmes conditions. Lorsque la capacité du revêtement est le principal paramètre à suivre, le contrôle de l'humidité relative pendant le conditionnement de l'échantillon est très important. Afin d'assurer un conditionnement reproductible, il convient que l'humidité soit de $(50 \pm 5) \%$, sauf accord contraire.

Pour la fiabilité des mesurages, il convient que la température soit contrôlée au moins à $\pm 1 \text{ °C}$ près. Pour le conditionnement préalable aux mesurages, une précision de $\pm 2 \text{ °C}$ suffit dans la plupart des cas. Il convient que chaque échantillon soit maintenu dans des conditions contrôlées afin d'éviter l'excès de polymérisation, la dégradation ou toute autre modification involontaire irréversible du revêtement.

5.3 Évaluation des échantillons exposés au vieillissement climatique en laboratoire et sur le terrain

Des mesurages peuvent être réalisés pour caractériser les dégradations subies par un revêtement lors d'un essai de vieillissement climatique. Des échantillons sont mesurés après différentes durées écoulées durant l'essai et à l'issue de l'essai. Ces essais climatiques peuvent être l'exposition au brouillard salin conformément à l'ISO 9227, l'exposition en étuve humide conformément à l'ISO 6270-1, ou des essais cycliques. D'autres méthodes d'essai sont également utilisées.

Il peut être souhaitable d'utiliser des échantillons distincts pour les différentes durées écoulées car une discontinuité dans le vieillissement climatique peut influencer les résultats. Lorsque les échantillons revêtus

sont retirés de l'enceinte d'essai pour mesurage, ils subissent typiquement un changement de température et d'humidité. Un séchage peut intervenir s'ils sont retirés pendant plus de quelques minutes. De plus, le revêtement est exposé dans la cellule électrochimique à un électrolyte qui peut être différent du fluide de l'enceinte d'essai. C'est pourquoi il convient d'apporter une attention particulière à la précision du mode opératoire et des durées des étapes lors du chargement, du retrait et de la remise en place des échantillons pour le mesurage. Il convient de consigner les détails du mode opératoire avec les résultats.

Si le mesurage est réalisé dans un électrolyte agressif (contenant par exemple un solvant organique), l'exposition du revêtement à l'électrolyte peut être considérée comme une composante supplémentaire de l'essai de vieillissement climatique. Dans le cas des essais de vieillissement climatique cycliques, les mesurages dépendent des cycles spécifiques dans lesquels sont placés les échantillons. Afin de permettre la comparaison des mesurages pour révéler les tendances et les modifications, il convient de réaliser des mesurages séquentiels au même moment et à la même étape du cycle.

Des courants vagabonds peuvent survenir lors des mesurages sur une surface humide, même lorsque la zone de mesure se trouve à une certaine distance d'une blessure ou de tout autre défaut artificiel. Ces courants vagabonds peuvent simuler un revêtement endommagé, même si celui-ci est en excellent état. C'est pourquoi il est recommandé que des mesures préventives, telles le séchage aussi complet que possible des zones non mesurées, soient prises pour s'affranchir des courants vagabonds ou de toute autre source potentielle d'erreur.

5.4 Nombre d'échantillons et répétabilité des résultats

Les matériaux de revêtement possèdent des propriétés intrinsèques: manques de matière, épaisseur de feuil hétérogène et distributions non uniforme des pigments, des matières de charge et d'autres composants. Il est donc nécessaire d'effectuer les essais sur plus d'un échantillon. Dans la plupart des cas, un minimum d'échantillons en triple est nécessaire pour obtenir des résultats fiables. Il convient de vérifier si l'uniformité entre les supports d'échantillons est suffisante. Il est assez fréquent d'obtenir une répétabilité supérieure à 10 % entre les capacités d'échantillons différents, mais cela dépend du type de revêtements et des conditions de mesurage. Un nombre plus important de répliques peut être nécessaire pour résoudre les problèmes d'uniformité.

ISO 13129:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/766aa784-fd94-42cd-9fea->

Il convient que ces vérifications soient de la responsabilité de l'opérateur et qu'elles soient également convenues entre les parties intéressées.

Les échantillons subissant des modifications rapides, causées par le vieillissement climatique ou d'autres causes provoquant leur dégradation, peuvent présenter des fluctuations plus importantes et en conséquence une répétabilité inférieure.

La plupart des cellules de mesure contiennent un électrolyte qui constitue le milieu entre le revêtement et la contre-électrode. Cela a pour conséquence que le phénomène dominant dans les premières 24 h est l'absorption de l'électrolyte par le revêtement. Pour suivre ce phénomène, il convient que les mesurages sur le revêtement soient réalisés plus fréquemment au début, l'intervalle exact entre les mesurages dépendant du système.

Il convient que la précision, la fiabilité et la répétabilité du protocole expérimental soient déterminées sur les cellules test (voir Annexe A).

6 Mode opératoire expérimental

6.1 Généralités

Il y a trois choix possibles pour réaliser les mesurages. Les trois méthodes sont décrites de 6.2 à 6.4.

Avant de commencer l'essai avec des échantillons réels, les conditions expérimentales doivent être vérifiées avec cinq cellules test normalisées (voir Annexe A).

Dans tous les cas et pour toutes les méthodes, des interférences électromagnétiques ou des charges électrostatiques se produiront dans une certaine mesure. Il est fortement recommandé de permettre aux échantillons de se décharger complètement une fois la cage de Faraday fermée. Cela nécessite de laisser