
**Spectroscopie d'impédance
électrochimique (SIE) sur des
éprouvettes métalliques revêtues et
non revêtues —**

Partie 4:

**Exemples de spectres d'éprouvettes
revêtues de polymères et non revêtues**
(standards.iteh.ai)

*Electrochemical impedance spectroscopy (EIS) on coated and
uncoated metallic specimens —*

*Part 4: Examples of spectra of polymer-coated and uncoated
specimens*



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16773-4:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Bases théoriques	1
4.1 Considérations fondamentales	1
4.2 Exemples de modèles	2
4.2.1 Revêtement capacitif pur	2
4.2.2 Circuit équivalent de Randles	3
4.2.3 Circuit équivalent de Randles étendu	3
Annexe A (informative) Exemples	5
Annexe B (informative) Composition de l'eau de pluie synthétique concentrée	37
Bibliographie	38

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16773-4:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 9, *Méthodes générales d'essais des peintures et vernis*, en collaboration avec le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 16773-4:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique, avec les modifications suivantes.

- a) L'élément introductif du titre, *Peintures et vernis*, a été omis car le domaine d'application a été élargi pour inclure les métaux et les alliages. L'élément principal du titre a été modifié en *Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) sur des éprouvettes métalliques revêtues et non revêtues*.
- b) Une référence à l'ISO/TR 16208 et à l'ASTM G106 a été ajoutée pour des exemples de spectres de systèmes à faible impédance (dans la plage allant de 10 Ω à 1 000 Ω).
- c) Des exemples ont été ajoutés pour les éprouvettes non revêtues.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 16773 est disponible sur le site web de l'ISO.

Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) sur des éprouvettes métalliques revêtues et non revêtues —

Partie 4:

Exemples de spectres d'éprouvettes revêtues de polymères et non revêtues

1 Domaine d'application

Le présent document fournit des exemples type de spectres d'impédance d'éprouvettes revêtues de polymères et non revêtues (voir [Annexe A](#)). Des recommandations pour l'interprétation de ces spectres sont également fournies. Des exemples supplémentaires de spectres de systèmes à faible impédance (dans la plage allant de 10 Ω à 1 000 Ω) sont donnés dans l'ISO/TR 16208 et dans l'ASTM G106. L'ISO 16773-2 fournit des lignes directrices pour l'optimisation du recueil des données de SIE en se focalisant en particulier sur les systèmes de haute impédance.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 16773-4:2017

ISO 16773-1, *Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) sur des éprouvettes métalliques revêtues et non revêtues — 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 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp/>

4 Bases théoriques

4.1 Considérations fondamentales

Une introduction fondamentale à la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), notamment concernant la corrosion, est fournie dans l'ASTM G106.

L'intention n'est pas de limiter l'interprétation des mesurages de SIE aux modèles indiqués ci-après. D'autres interprétations peuvent être justifiées. Le choix du modèle approprié nécessite d'autres considérations expérimentales et théoriques.

4.2 Exemples de modèles

4.2.1 Revêtement capacitif pur

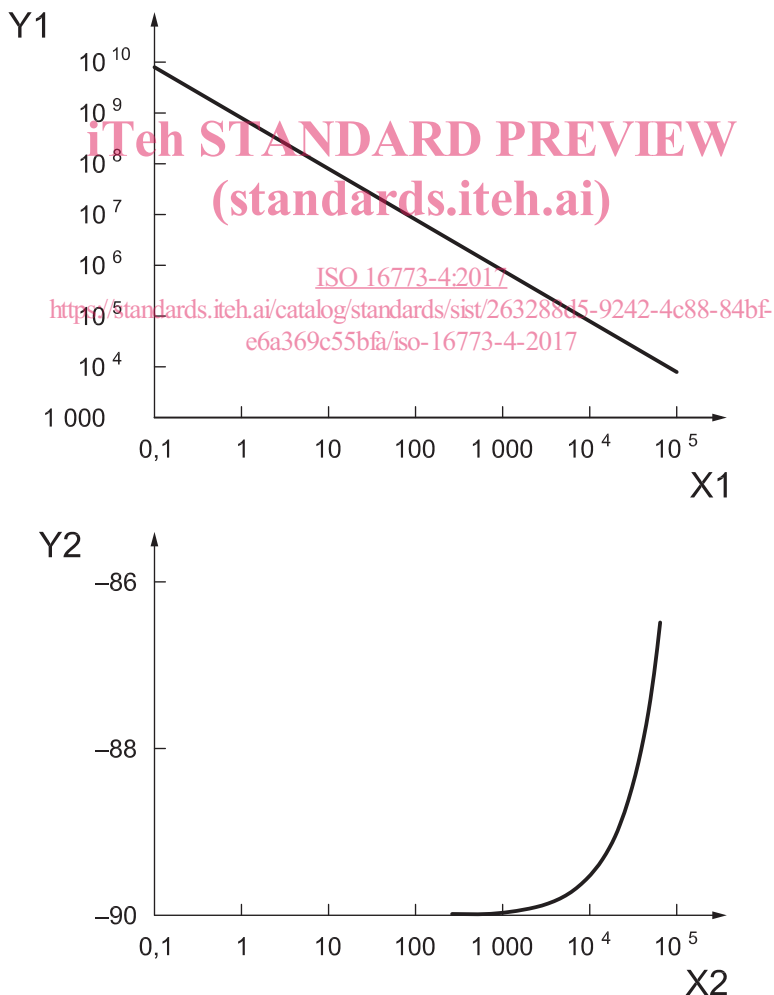
En règle générale, un métal recouvert d'un revêtement intact a une impédance très élevée. Le circuit équivalent correspondant est représenté à la [Figure 1](#).



Figure 1 — Circuit équivalent d'un revêtement capacitif pur

Ce modèle est composé d'une résistance représentant la résistance R_s de la solution et d'un condensateur représentant la capacité C_r du revêtement, le tout monté en série.

En pratique, il arrive souvent que la résistance d'un revêtement parfait ne soit pas visible dans la plage de fréquences indiquée. Tout écart par rapport au graphique donné dans le diagramme de Bode à la [Figure 2](#) provient soit d'un modèle modifié, soit des limites d'entrée du dispositif d'impédance (voir l'ISO 16773-2:2016, Annexe A).



Légende

X1 fréquence f , en Hz
Y1 impédance Z , en Ω

X2 fréquence f , en Hz
Y2 angle de phase φ , en degrés

Figure 2 — Diagramme de Bode d'un revêtement parfait

4.2.2 Circuit équivalent de Randles

Le circuit équivalent de Randles comprend la résistance R_S de la solution, la capacité du revêtement C_r et la résistance ohmique du revêtement R_r , comme illustré à la [Figure 3](#).

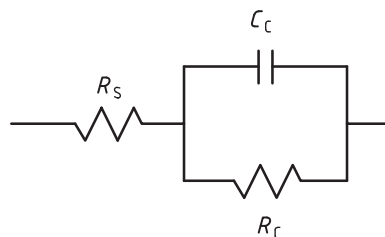
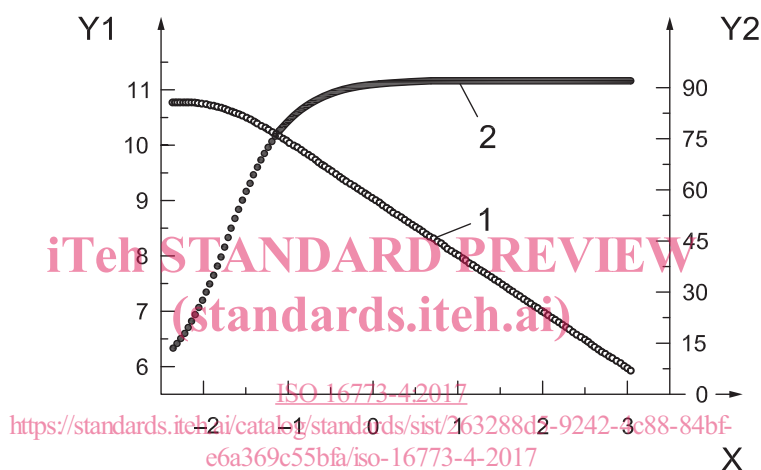


Figure 3 — Circuit équivalent de Randles

Le diagramme de Bode d'un circuit équivalent de Randles est représenté à la [Figure 4](#).



Légende

- X $\log f$ (f en Hz)
- Y1 $\log|Z|$ (Z en Ω)
- Y2 $|\varphi|$ (en degrés)
- 1 impédance Z
- 2 angle de phase φ

Figure 4 — Diagramme de Bode d'un circuit équivalent de Randles

4.2.3 Circuit équivalent de Randles étendu

Il est assez fréquent que les données expérimentales présentent des écarts systématiques par rapport au modèle de la [Figure 3](#). Dans ce cas, la littérature montre qu'il est possible d'utiliser le modèle illustré à la [Figure 5](#) pour obtenir une meilleure correspondance.

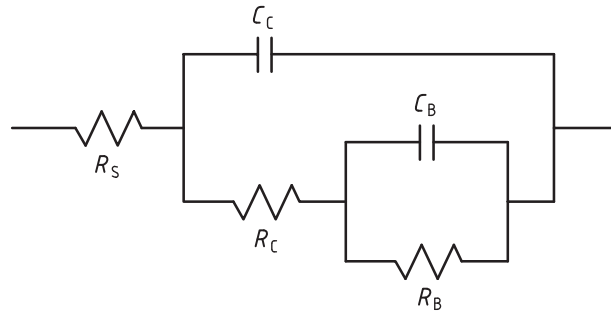
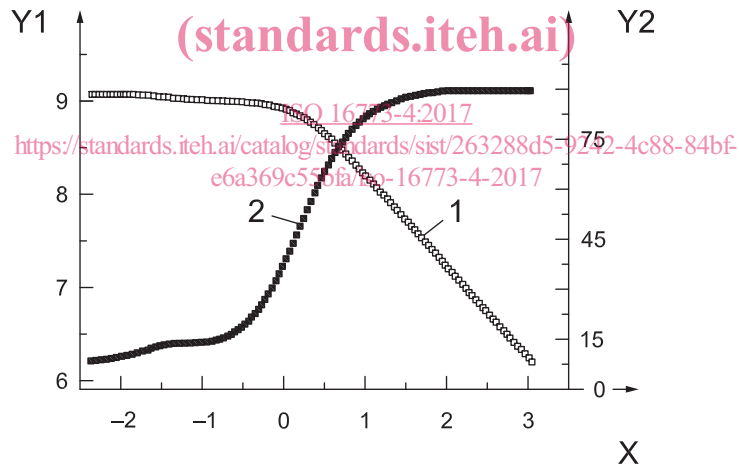


Figure 5 — Circuit équivalent de Randles étendu

NOTE Ce modèle n'est pas nécessairement le plus adapté et d'autres modèles sont envisageables.

Pour les revêtements de haute impédance, dans la plupart des cas R_B et C_B sont respectivement la résistance au transfert de charge R_{tc} et la capacité de la double couche C_{dc} du circuit de Randles étendu et elles correspondent aux propriétés du revêtement plutôt qu'au processus de corrosion du métal sous-jacent.

Le diagramme de Bode de la Figure 6 montre clairement la contribution apportée par ces deux éléments supplémentaires. Cette fois encore, le diagramme de Bode ne va pas assez haut dans les fréquences pour mesurer la résistance de la solution. Cela ne constitue pas un problème en pratique car la résistance de la solution est une propriété de la solution d'essai et la géométrie des cellules d'essai et pas une propriété du revêtement.



Légende

- X $\log f$ (f en Hz)
- Y1 $\log|Z|$ (Z en Ω)
- Y2 $|\varphi|$ (en degrés)
- 1 impédance Z
- 2 angle de phase φ

Figure 6 — Diagramme de Bode d'un circuit équivalent de Randles étendu

Annexe A (informative)

Exemples

A.1 Généralités

La présente annexe contient un ensemble de spectres obtenus à partir de matériaux décrits brièvement dans l'article correspondant. Les exemples proviennent de plusieurs laboratoires utilisant une gamme d'équipements et de matériaux différents.

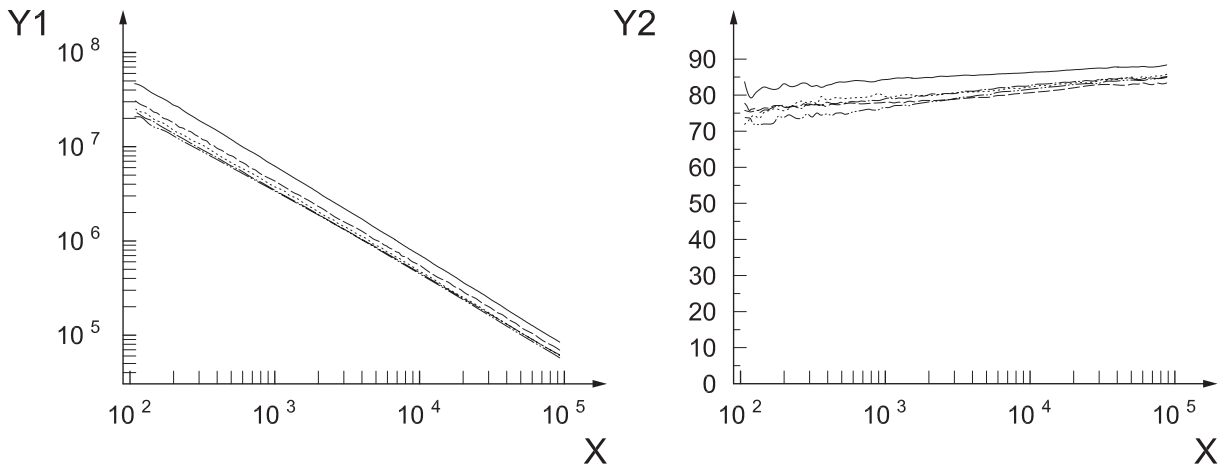
Cet ensemble de spectres n'implique pas que tous les matériaux mentionnés présentent nécessairement des spectres similaires ou que les spectres indiqués ici sont exempts d'erreurs expérimentales. Il n'est pas représentatif d'un éventail complet de peintures.

A.2 Exemple 1

Cet exemple montre comment une épaisseur d'une peinture à haut extrait sec plus faible que celle habituellement appliquée peut être utilisée pour étudier l'influence de la durée d'immersion sur les mesurages de SIE (voir [Figure A.1](#)).

Détails: Peinture époxy à deux composants habituellement utilisée dans les constructions (navales) en acier, au-dessous et au-dessus du niveau de la mer. Application par pulvérisation sans air. Épaisseur de feuil sec (EFS) selon les recommandations du fabricant: de 1 000 µm à 3 000 µm.

Les mesurages ont été effectués avec une couche de 200 µm EFS sur de l'acier, sur une surface de 10 cm², à une température de 21 °C, avec de l'eau de pluie synthétique concentrée (voir [Annexe B](#)). Un montage à trois électrodes en position verticale, avec une électrode de référence Ag/AgCl saturée, a été utilisé. Les spectres ont été enregistrés après des durées d'immersion définies.



Légende

X	fréquence f , en Hz
Y1	module d'impédance $ Z $, en $\Omega \cdot \text{cm}^2$
Y2	module de l'angle de phase $ \varphi $, en degrés
—————	$t = 0$ h
-----	$t = 2$ h
.....	$t = 24$ h
—————	$t = 168$ h
—————	$t = 504$ h

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure A.1 — Diagramme de Bode d'une peinture à haut extrait sec en immersion

[ISO 16773-4:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017)

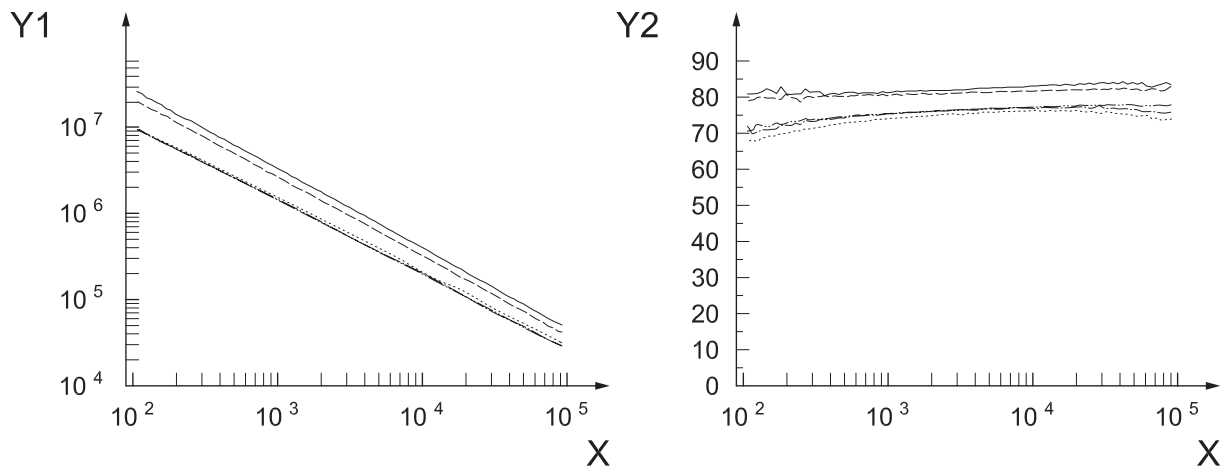
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017>

A.3 Exemple 2

Cet exemple concerne une peinture «surface tolérante» qui ne nécessite pas le même niveau de traitement de surface que dans l'exemple 1 (voir [Figure A.2](#)). L'élimination des oxydes de fer à l'aide d'outils mécaniques est généralement utilisée de préférence au grenailage.

Détails: Peinture époxy à deux composants «surface tolérante» utilisée dans les constructions (navales) en acier, au-dessous et au-dessus du niveau de la mer. Peut être appliquée sur de l'acier corrodé, de l'acier grenailé et d'anciennes couches de peinture (en bon état). L'application se fait par pulvérisation sans air ou classique, à la brosse ou au rouleau. EFS selon les recommandations du fabricant: de 100 μm à 200 μm .

Les mesurages ont été effectués avec une couche de 250 μm EFS sur de l'acier, sur une surface de 10 cm^2 , à une température de 21 °C, avec de l'eau de pluie synthétique concentrée (voir [Annexe B](#)). Un montage à trois électrodes en position verticale, avec une électrode de référence Ag/AgCl saturée, a été utilisé. Les spectres ont été enregistrés après des durées d'immersion définies.



Légende

X	fréquence f , en Hz
Y1	module d'impédance $ Z $, en $\Omega \cdot \text{cm}^2$
Y2	module de l'angle de phase $ \varphi $, en degrés
—————	$t = 0$ h
-----	$t = 2$ h
.....	$t = 24$ h
- · - · - · -	$t = 168$ h
— · — · — · —	$t = 504$ h

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

Figure A.2 — Diagramme de Bode d'une peinture «surface tolérante» en immersion

[ISO 16773-4:2017](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017)

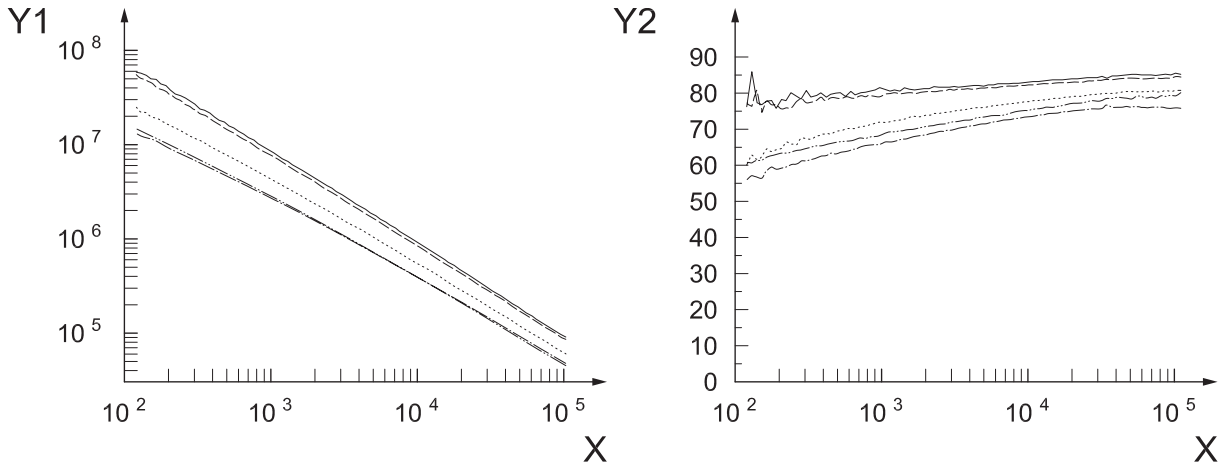
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017>

A.4 Exemple 3

Il s'agit d'un exemple représentatif d'une peinture à haut extrait sec, sans solvant, de résistance élevée à l'abrasion, appliquée en une seule couche (voir [Figure A.3](#)).

Détails: Peinture époxy sans solvant à deux composants pour métaux traités par grenailage, béton et matériaux composites à base de fibres de verre dans des environnements agressifs. Résistance élevée à l'abrasion et protection anti-corrosion. L'application se fait par pulvérisation sans air et à la brosse. EFS selon les recommandations du fabricant: de 500 μm à 1 000 μm en une couche.

Les mesurages ont été effectués avec une couche de 230 μm EFS sur de l'acier, sur une surface de 10 cm^2 , à une température de 21 °C, avec de l'eau de pluie synthétique concentrée (voir [Annexe B](#)). Un montage à trois électrodes en position verticale, avec une électrode de référence Ag/AgCl saturée, a été utilisé. Les spectres ont été enregistrés après des durées d'immersion définies.



Légende

X	fréquence f , en Hz
Y1	module d'impédance $ Z $, en $\Omega \cdot \text{cm}^2$
Y2	module de l'angle de phase $ \varphi $, en degrés
—————	$t = 0 \text{ h}$
-----	$t = 2 \text{ h}$
.....	$t = 24 \text{ h}$
— · — · —	$t = 168 \text{ h}$
-----	$t = 504 \text{ h}$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure A.3 — Diagramme de Bode d'une peinture sans solvant en immersion

[ISO 16773-4:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017)

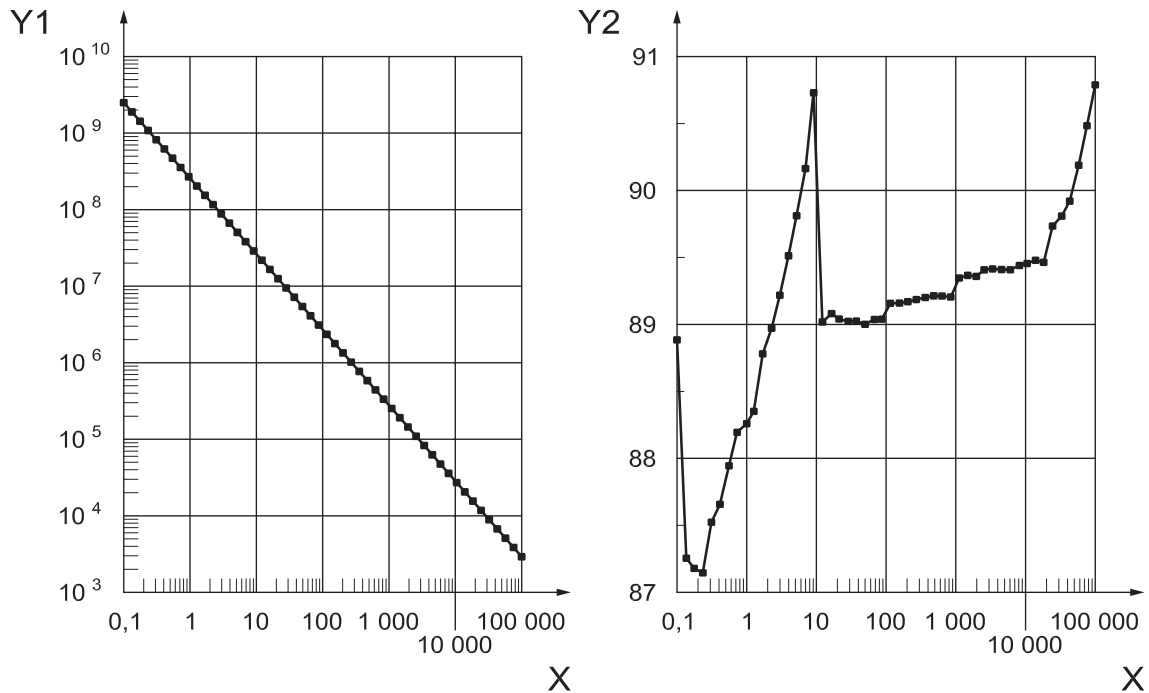
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-e6a369c55bfa/iso-16773-4-2017>

A.5 Exemple 4

Cet exemple concerne un revêtement en poudre représentatif appliqué par pulvérisation sur de l'aluminium (voir [Figure A.4](#)). Une surface de mesure assez grande de 16,5 cm² a permis d'utiliser un montage à trois électrodes, mais le potentiel à circuit ouvert n'a pas été fourni avec les spectres. Les discontinuités du déphasage sont dues aux changements de plages de mesure actuelles du potentiostat combinées à la faible capacité du dispositif de mesure, indiquant un réglage incorrect du dispositif de mesure.

Détails: Revêtement réalisé par pulvérisation de poudre polyester sur des cadres d'aluminium chromaté, en une couche d'EFS de $(93 \pm 3) \mu\text{m}$, sans vieillissement.

Les mesures ont été effectuées à une température de 25 °C dans une solution de Na₂SO₄ à 3 g/l, sur une surface de 16,5 cm². Un montage à trois électrodes, avec une électrode de référence Ag/AgCl, dans un tube vertical en plastique, a été utilisé.



Légende

X fréquence f , en Hz

Y1 module d'impédance $|Z|$, en $\Omega \cdot \text{cm}^2$

Y2 module de l'angle de phase $|\varphi|$, en degrés

Figure A.4 — Diagramme de Bode d'un revêtement en poudre avant vieillissement

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/263288d5-9242-4c88-84bf-6c569c5328/iso-16773-4-2017>

Les spectres présentés à la [Figure A.5](#) ont été obtenus après vieillissement par huit cycles thermiques, le revêtement restant en contact continu avec l'électrolyte.

Un cycle est constitué d'une phase de chauffage de 25 °C à 75 °C en 1 h, d'une période de 4 h à 75 °C, puis d'un refroidissement à température ambiante. La durée entre chaque cycle est d'environ 24 h. La température pendant les mesurages est de 25 °C.