

ISO/TC 35/SC 9

Secrétariat: BSI

Début de vote:
2015-12-10

Vote clos le:
2016-02-10

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

Partie 3: Traitement et analyse des données obtenues à partir de cellules test

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

Part 3: Processing and analysis of data from dummy cells

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

Veillez consulter les notes administratives en page iii



Numéro de référence
ISO/FDIS 16773-3:2015(F)

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet final a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne. Le projet final a été établi sur la base des observations reçues lors de l'enquête parallèle sur le projet.

Le projet final est par conséquent soumis aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

Les votes positifs ne doivent pas être accompagnés d'observations.

Les votes négatifs doivent être accompagnés des arguments techniques pertinents.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26b70dea-d72f-4653-ab30-a46bc6372ebc/iso-16773-3-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, 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 Description des cellules test	1
2.1 Généralités.....	1
2.2 Composants des cellules test.....	1
2.3 Exigences de précision concernant les composants.....	2
2.4 Description du circuit.....	2
3 Mode opératoire	3
4 Analyse des données	3
5 Présentation des résultats	3
6 Critères d'acceptation du système de mesure	5
7 Rapport d'essai	6
8 Répétabilité et reproductibilité	6
Bibliographie	11

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26b70dea-d72f-4653-ab30-a46bc6372ebc/iso-16773-3-2016>

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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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 16773-3:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principaux changements apportés sont les suivants:

- 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 comme suit: *Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) sur des éprouvettes métalliques revêtues et non revêtues*;
- b) une référence à l'ISO/TR 16208 a été ajoutée pour les cellules test ayant de faibles valeurs d'impédance (de 10 Ω à 1 000 Ω);
- c) une référence à l'ASTM G106 a été ajoutée pour les données de fidélité des mesurages à faible impédance;
- d) un rapport d'essai a été ajouté.

L'ISO 16773 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) sur des éprouvettes métalliques revêtues et non revêtues*:

- *Partie 1: Termes et définitions*
- *Partie 2: Recueil des données*
- *Partie 3: Traitement et analyse des données obtenues à partir de cellules test*
- *Partie 4: Exemples de spectres d'éprouvettes revêtues et non revêtues de polymères*

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

Partie 3:

Traitement et analyse des données obtenues à partir de cellules test

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16773 spécifie un mode opératoire permettant d'évaluer le montage expérimental de la SIE sur des éprouvettes revêtues de haute impédance. Des cellules test sont utilisées à cette fin pour simuler les éprouvettes revêtues de haute impédance. En se basant sur les circuits équivalents décrits, la présente partie de l'ISO 16773 donne des lignes directrices pour l'utilisation de cellules test afin de cautionner le protocole d'essai, y compris le mesurage, l'ajustement de la courbe et la présentation des données.

NOTE En raison de la nature des mesurages, les examens d'éprouvettes revêtues de haute impédance sont plus sensibles aux artefacts provenant des interférences électromagnétiques. Par conséquent, la présente partie de l'ISO 16773 traite des aspects relatifs au mesurage d'éprouvettes de haute impédance au moyen de cellules test appropriées dans une cage de Faraday. La plupart des fabricants proposent toutefois des cellules test complémentaires pour la plage des faibles et moyennes impédances. Ceci permet de vérifier le montage dans la plage de faible impédance correspondante.

2 Description des cellules test

2.1 Généralités

Une série de quatre circuits équivalents (cellules test) est utilisée pour vérifier l'ensemble du dispositif expérimental. Les cellules test sont montées séparément. Deux types de circuit, A et B, sont utilisés comme indiqué à la [Figure 1](#). Les composants électriques spécifiques de ces quatre cellules test sont indiqués dans le [Tableau 1](#). Les cellules test ayant de faibles valeurs d'impédance (de 10 Ω à 1 000 Ω) sont décrites dans l'ISO/TR 16208.

NOTE À l'[Article 7](#), les résultats d'un essai interlaboratoires sont utilisés afin d'étudier la fidélité de cette méthode. Au cours de cet essai, les laboratoires participants ont également mesuré une cinquième cellule test constituée par un circuit équivalent de type B ayant des paramètres inconnus.

2.2 Composants des cellules test

Chaque cellule test est composée d'une combinaison de résistances et de condensateurs soudés directement sur une carte de circuit imprimé (voir [Figures 1](#) et [2](#)). Ces réseaux de résistances et de condensateurs (circuits équivalents) sont souvent utilisés pour les travaux portant sur des éprouvettes revêtues de haute impédance.

NOTE Du fait des valeurs très élevées de résistance globale des circuits A et B, la résistance qui simule l'électrolyte peut être négligée. Normalement, les valeurs de R_1 et R_2 sont supérieures à 100 M Ω tandis que la résistance de l'électrolyte est d'environ 100 Ω à 500 Ω . Par conséquent, la résistance de l'électrolyte n'est pas significative dans ce type d'application de la SIE.

Les valeurs des composants des quatre cellules test sont choisies en fonction des considérations suivantes:

- il convient que la cellule test 1 vérifie la résistance d'entrée aussi bien que la capacité d'entrée de l'équipement de mesurage;

— il convient que les cellules test 2 à 4 vérifient l'aptitude du logiciel d'évaluation et de l'équipement de mesure de l'impédance à analyser des combinaisons résistance-condensateur de valeurs proches.

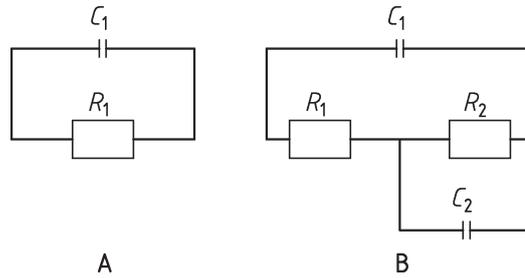


Figure 1 — Circuits équivalents des cellules test

Tableau 1 — Valeurs des composants des cellules test

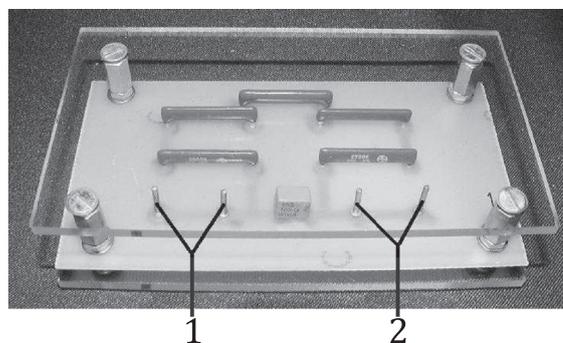
Cellule test	Circuit	$R_1 \times 10^9 \Omega$	$R_2 \times 10^9 \Omega$	$C_1 \times 10^{-9} \text{ F}$	$C_2 \times 10^{-9} \text{ F}$
1	A	50	—	0,15	—
2	B	1	10	0,15	0,47
3	B	1	0,2	0,1	20
4	B	0,1	0,1	10	10

2.3 Exigences de précision concernant les composants

La précision requise pour des résistances inférieures à $10^9 \Omega$ est de $\pm 2 \%$ et celle des résistances supérieures à $10^9 \Omega$ est de $\pm 5 \%$. La précision requise pour les condensateurs est de $\pm 5 \%$. Ces résistances et ces condensateurs sont disponibles dans le commerce.

2.4 Description du circuit

Généralement, le mesurage des revêtements de haute impédance ne nécessite qu'un montage à deux électrodes. Toutefois, les postes de travail électrochimiques permettent de monter trois ou quatre électrodes. Afin de simplifier la connexion des cellules test aux postes de travail électrochimiques, il convient que chaque cellule soit dotée de quatre connecteurs (comme indiqué à la Figure 2), ceux-ci étant raccordés par paires à l'intérieur du circuit. Afin d'éviter la contamination de la carte de circuit imprimé (par exemple par des traces de doigts), des plaques en matière plastique acrylique sont montées au-dessus et en dessous de chaque cellule test.



Légende

1, 2 paires de connecteurs

Figure 2 — Photographie d'une cellule test utilisée dans l'essai interlaboratoires

3 Mode opératoire

Réaliser tous les mesurages à l'intérieur d'une cage de Faraday afin de réduire le plus possible les effets des interférences électromagnétiques.

NOTE Les quatre cellules test permettent de déterminer une technique de protection appropriée (cage de Faraday) et aident à définir à l'intérieur du laboratoire l'emplacement qui présente le moins de bruit électromagnétique.

Réaliser les mesurages selon les recommandations du fabricant, en mode potentiostatique, en courant continu (cc) de tension nulle en utilisant une amplitude de 20 mV (de crête à zéro).

Une plage de fréquences comprise entre 10^4 Hz et 10^{-2} Hz suffit pour mesurer les cellules test 2 à 4 tandis qu'une plage de fréquences de 1 000 Hz à 5×10^{-3} Hz est recommandée pour la cellule test 1. Une durée d'environ 30 min à 40 min est nécessaire pour réaliser un seul mesurage (cette durée est d'environ 1 h pour mesurer la cellule test 1).

Augmenter l'amplitude si les résultats des mesurages ne sont pas satisfaisants avec une amplitude de 20 mV.

4 Analyse des données

Analyser les résultats des mesurages des cellules test avec le circuit équivalent A (voir [Tableau 1](#)) au moyen d'un logiciel approprié, par exemple celui distribué par le fabricant du poste de travail électrochimique. Enregistrer le résultat de l'ajustement de la courbe, les valeurs théoriques des composants du circuit et le potentiel d'excitation appliqué.

NOTE 1 Malheureusement, la spécification de l'erreur d'ajustement de la courbe des données évaluées varie d'un fabricant à l'autre. Par conséquent, une comparaison directe est impossible.

Préparer un diagramme de Bode avec les données mesurées et simulées.

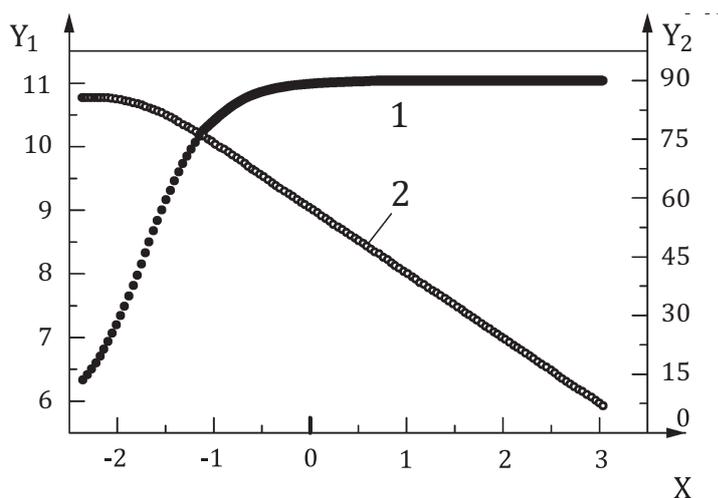
NOTE 2 Bien que les erreurs d'ajustement de la courbe ne soient pas comparables, le diagramme de Bode permet de donner un aperçu de la qualité des données mesurées, en particulier pour les basses fréquences.

Répéter l'analyse avec les résultats des cellules 2 à 4 en utilisant le circuit équivalent B (voir [Tableau 1](#)).

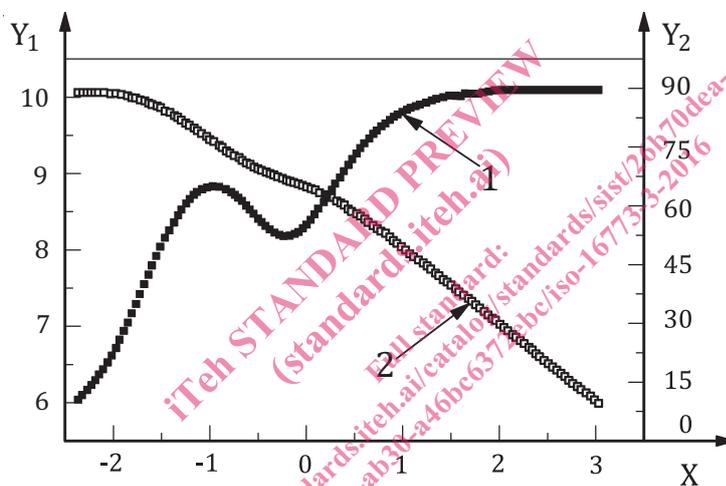
5 Présentation des résultats

Présenter les données mesurées sous forme de diagrammes de Bode à des fins de comparaison.

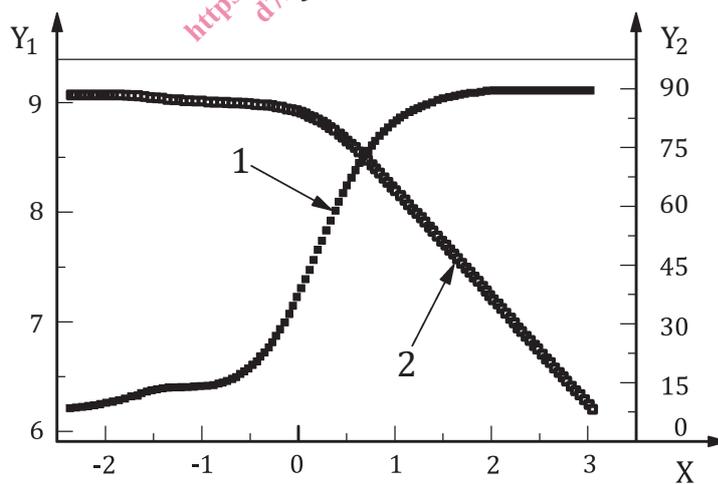
Les diagrammes de Bode à la [Figure 3](#) montrent comment se présentent généralement les données mesurées. Ces diagrammes ont été calculés au moyen d'un logiciel de simulation et peuvent être utilisés pour comparer les résultats des mesurages des cellules test.



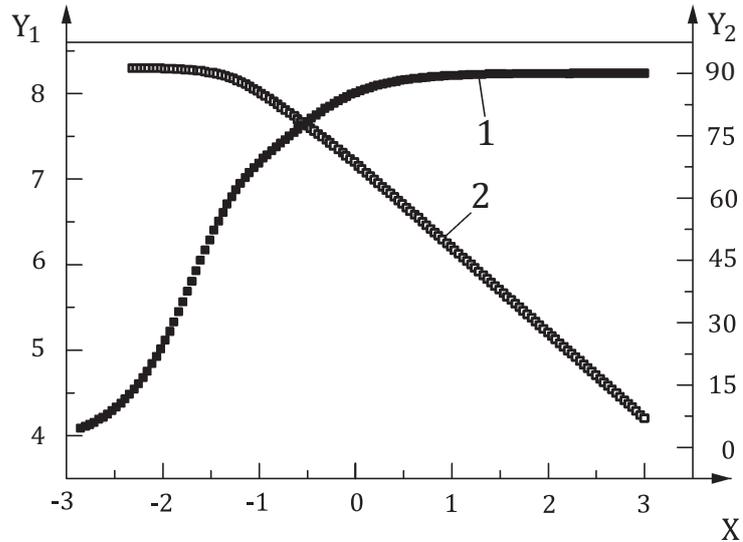
a) Cellule 1



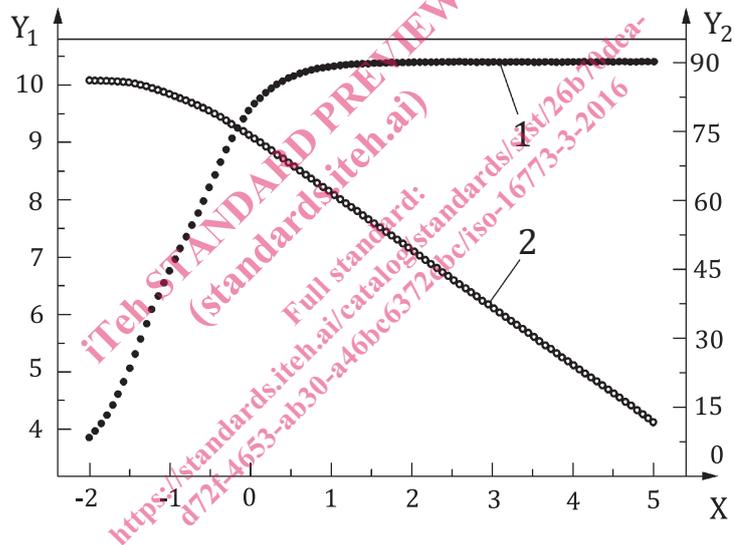
b) Cellule 2



c) Cellule 3



d) Cellule 4



e) Cellule 5 (valeurs de paramètres inconnues)

Légende

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

Figure 3 — Diagrammes de Bode du spectre d'impédance simulé des cellules test et de la cellule inconnue

6 Critères d'acceptation du système de mesure

Le système de SIE doit être capable de mesurer et d'extraire les valeurs des résistances et des condensateurs des cellules test. Il convient que les écarts entre les valeurs ajustées des composants électroniques et les valeurs réelles (voir [Tableau 1](#)) ne dépassent pas les limites de précision des