

---

---

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

**Partie 2:  
Recueil des données**

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

*Part 2: Collection of data*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/829d938e-6d86-4c8c-b587-40b0f45c2362/iso-16773-2-2016>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 16773-2:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/829d938e-6d86-4c8c-b587-40b0f45c2362/iso-16773-2-2016>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2016, 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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Cellule électrochimique</b> .....	<b>2</b>
5.1   Généralités.....	2
5.2   Électrodes.....	3
5.3   Surface exposée.....	4
5.4   Électrolyte.....	4
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
6.1   Mise à la terre.....	4
6.2   Blindage.....	5
6.3   Mise à la terre des câbles de la cellule.....	5
6.4   Environnement.....	5
6.5   Caractéristiques de l'appareillage de mesure.....	6
6.6   Test de confiance.....	6
6.6.1   Généralités.....	6
6.6.2   Utilisation des cellules lors de l'essai interlaboratoires pour le test de confiance.....	6
6.6.3   Estimation de l'erreur et précision.....	6
6.7   Éprouvettes.....	7
6.7.1   Conditionnement préalable des éprouvettes.....	7
6.7.2   Maîtrise de l'environnement.....	7
6.8   Évaluation des éprouvettes revêtues en laboratoire et sur site.....	7
6.9   Nombre d'éprouvettes et répétabilité des résultats.....	8
<b>7</b> <b>Paramètres instrumentaux</b> .....	<b>8</b>
7.1   Généralités.....	8
7.2   Potentiel de conditionnement et durée de conditionnement.....	8
7.3   Spectre de fréquences.....	9
7.4   Espacement des données de mesure et données de mesure par décade.....	9
7.5   Contrôle du potentiel du courant continu.....	9
7.6   Amplitude de perturbation.....	10
7.7   Réglages de la gamme de courant.....	10
7.8   Réglages pour le calcul de la moyenne des résultats.....	10
<b>8</b> <b>Présentation des données</b> .....	<b>10</b>
8.1   Généralités.....	10
8.2   Diagramme de Bode.....	11
8.3   Diagramme de Nyquist.....	12
<b>9</b> <b>Format d'échange des fichiers</b> .....	<b>12</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe A (informative) Détermination de l'impédance maximale mesurable lors de l'essai à circuit ouvert</b> .....	<b>14</b>
<b>Annexe B (normative) Format du fichier d'échange de données</b> .....	<b>16</b>
<b>Annexe C (informative) Considérations sur la détermination précise de la surface exposée</b> .....	<b>20</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>25</b>

## 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](http://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](http://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](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/629d938e-6d86-4c8c-b387-40b0f45c2362/iso-16773-2-2016).

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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 16773-2:2007), 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 et 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;
- c) des considérations sur la détermination précise de la surface exposée ont été ajoutées dans une annexe informative;
- 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 2: Recueil des données

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16773 fournit des lignes directrices pour l'optimisation du recueil des données de SIE en se focalisant en particulier sur les systèmes de haute impédance. Dans le contexte des revêtements intacts, «haute impédance» se réfère à des systèmes ayant une impédance supérieure à  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}^2$ . Cela n'empêche pas le mesurage de systèmes d'impédance inférieure. En ce qui concerne les éprouvettes non revêtues, l'ISO/TR 16208 peut être consulté pour obtenir des informations complémentaires.

La présente partie de l'ISO 16773 traite:

- du montage instrumental: exigences et problèmes;
- de la validation des données: vérification de la plage de mesure et de la précision des données;
- de l'exécution d'un mesurage de SIE: dispositions relatives à l'éprouvette et paramètres instrumentaux;
- des résultats expérimentaux: les différentes méthodes de présentation des données de SIE.

Ces lignes directrices visent à garantir l'acquisition de données de SIE utilisables pour étudier les performances de l'éprouvette. La présente partie de l'ISO 16773 ne donne aucune ligne directrice concernant l'interprétation des données.

### 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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, *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.

### 4 Principe

Un test dit «de confiance» est décrit pour contrôler l'adéquation de l'ensemble du montage, et des recommandations sont données sur la façon de réaliser des essais de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE). Pour des raisons pratiques, ne sont décrites que des mesures de SIE à tension imposée mais il est également possible d'effectuer des mesures de SIE à courant imposé.

Le potentiostat est raccordé soit à une cellule test, soit à une cellule électrochimique (avec des électrodes de travail et de référence, et une contre-électrode). Une tension sinusoïdale simple ou multiple, associée ou non à une tension continue, est appliquée par le potentiostat à la cellule test ou à la cellule électrochimique, et le courant alternatif résultant est mesuré. Les valeurs de la tension et du courant alternatif sont recueillies simultanément et leur amplitude ainsi que leur déphasage sont analysés. Cela peut se faire de différentes manières, en fonction du type d'équipement utilisé. Toutes les données sont représentées et comparées graphiquement ou elles peuvent être ramenées numériquement par ordinateur à des circuits équivalents. Dans le cas de la cellule test, les valeurs de ces composants équivalents sont comparées à celles des composants de la cellule réelle raccordés au potentiostat et leur cohérence est évaluée.

## 5 Cellule électrochimique

### 5.1 Généralités

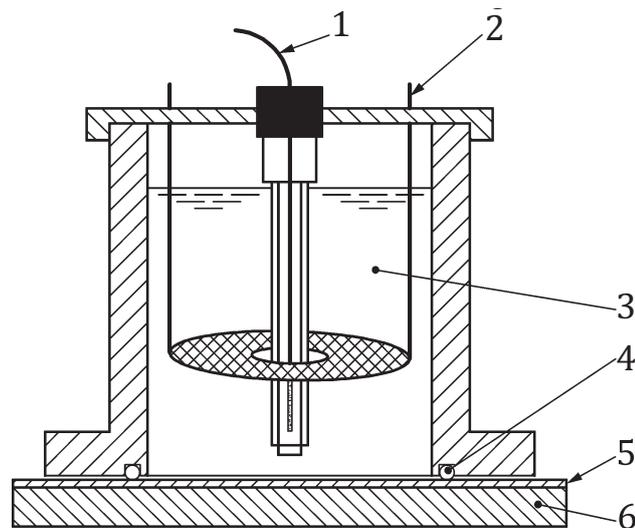
NOTE 1 Il existe différents types de cellules de mesure pouvant convenir à l'utilisation de la présente partie de l'ISO 16773. Les plus courants sont les configurations à deux ou à trois électrodes pour effectuer des mesures dans un électrolyte aqueux.

La cellule doit être construite en matériaux insensibles à la corrosion, qui ne détériorent pas et ne contaminent pas la solution (par exemple PMMA, PTFE ou verre). Il convient de procéder au contrôle de la compatibilité des matériaux.

La cellule doit être étanche pour garantir que la surface géométrique de l'éprouvette ne varie pas dans le temps. Pour le colmatage, utiliser un matériau de joint isolant électriquement (joint torique, etc.), c'est-à-dire ayant une résistance à travers l'épaisseur largement supérieure à celle du revêtement.

Il convient que la conception de la cellule permette d'introduire les éléments suivants dans la chambre contenant l'électrolyte: l'électrode de travail, l'électrode de référence, la contre-électrode, un thermomètre (pour le contrôle de la température) et des tuyaux d'entrée et de sortie des gaz pour modifier la teneur en oxygène de l'électrolyte. Si l'on utilise un gaz inerte, il est recommandé d'utiliser un épurateur pour gaz.

Un exemple de cellule électrochimique est représenté à la [Figure 1](#).



### 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)

ISO 16773-2:2016  
**Figure 1 — Exemple de cellule électrochimique**  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/829d938e-6d86-4c8c-b587-40b0f45c2362/iso-16773-2-2016>

NOTE 2 D'autres conceptions peuvent convenir.

Pour les éprouvettes métalliques non revêtues, il convient de prendre en considération la chute ohmique.

Les composants de la [Figure 1](#) sont décrits de [5.2](#) à [5.4](#).

## 5.2 Électrodes

Le dispositif le plus classique pour réaliser la SIE en solution aqueuse se compose d'un montage à trois électrodes: une électrode de travail, une électrode de référence et une contre-électrode.

**Électrode de travail:** Un subjectile conducteur recouvert du revêtement à étudier. Une grande superficie est préférable pour mieux tenir compte des défauts et réduire l'impédance du système et avoir un meilleur rapport signal-bruit.

**Contre-électrode:** Matériau inerte, tel que le platine, de grande superficie, orienté parallèlement à l'électrode de travail pour permettre une distribution homogène du courant.

**Électrode de référence:** Il est recommandé d'utiliser une électrode de référence de faible impédance et de faible bruit, conformément au manuel d'utilisation du fournisseur [pour l'essai des revêtements organiques, un pont salin (par exemple siphon capillaire) n'est pas nécessaire]. Il convient que le potentiel de l'électrode de référence soit vérifié périodiquement pour contrôler la précision de

l'électrode et sa stabilité dans le temps. À très haute fréquence, la présence de l'électrode de référence peut induire de faux effets.

NOTE 1 Pour améliorer la qualité du signal à haute fréquence, un fil de platine avec un condensateur peut être placé en parallèle de l'électrode de référence. Le condensateur garantit que le potentiel du courant continu provient de l'électrode de référence et que le potentiel du courant alternatif provient du fil de platine.

NOTE 2 Pour des applications spécifiques, il peut être acceptable d'utiliser une pseudo-électrode de référence constituée d'un matériau inerte, tel qu'un alliage à forte teneur en nickel ou un fil d'argent chloruré. Les pseudo-électrodes de référence sont utiles pour les mesurages sur site, là où une électrode de référence peut facilement se briser.

### 5.3 Surface exposée

Il convient que la surface exposée soit connue et constante dans le temps; il convient également qu'elle soit appropriée à l'examen. Plus la surface exposée est étendue, plus le mesurage est sensible aux défauts isolés (pores) et meilleur est le rapport signal-bruit.

Si un joint torique est utilisé, la surface exposée précise doit être déterminée sous compression (voir l'[Annexe C](#) pour une technique recommandée).

NOTE Par exemple, en cas d'utilisation d'un joint torique avec un diamètre de 1,2 cm et une surface exposée d'environ 1,13 cm<sup>2</sup>, une erreur allant jusqu'à 37 % peut se produire. En cas d'utilisation d'un joint torique avec un diamètre de 4,7 cm et une surface exposée d'environ 18 cm<sup>2</sup>, une erreur allant jusqu'à 8 % peut se produire.

Il est recommandé à l'utilisateur de choisir la plus grande surface possible qui ne présente aucun défaut. Une surface type est d'un ordre de grandeur de 10 cm<sup>2</sup>.

### 5.4 Électrolyte

Il est recommandé que la résistance de la solution soit faible comparée à l'impédance du système étudié. Différents types d'électrolytes peuvent être utilisés. Des électrolytes non agressifs peuvent être employés pour caractériser les propriétés du système sans introduire de corrosion. Une solution agressive peut être choisie pour caractériser la résistance à la corrosion du système. Il convient de choisir l'électrolyte en gardant à l'esprit l'usage final.

NOTE 1 Pour l'usage final souhaité, le pH, la concentration et la composition de l'électrolyte peuvent être des paramètres importants.

Lorsque la teneur en oxygène influe sur la corrosion, le conditionnement préalable doit être choisi de manière à permettre d'établir un état d'équilibre.

NOTE 2 Une purge avec de l'oxygène ou un gaz inerte pourrait être nécessaire pour obtenir l'état d'équilibre.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Mise à la terre

Un appareil de SIE se compose d'un potentiostat, d'un ordinateur et d'un module ou d'un instrument supplémentaire spécifiquement requis pour le mesurage de l'impédance.

Les dispositions électriques de mise à la terre entre les instruments, l'éprouvette et l'environnement sont importantes à la fois pour la sécurité de l'opérateur et pour l'acquisition de données de SIE aussi précises et exemptes de bruit que possible.

- a) La sécurité de l'opérateur est primordiale. Il convient de relier le châssis de l'appareil de SIE à la terre pour prévenir tout choc électrique potentiellement mortel en cas de dysfonctionnement de l'appareillage. Le châssis est normalement mis à la terre par le raccordement à l'alimentation en courant alternatif. En aucun cas, il n'y a lieu de contourner ce raccordement à la terre.

- b) Dans la plupart des cas, l'éprouvette revêtue est soumise à l'essai au laboratoire dans une cellule électrochimique telle que celle décrite en 5.1, dans laquelle l'éprouvette est électriquement isolée de la terre, ou montée suivant une configuration «flottante». Ceci est le cas le plus simple qui ne nécessite pas de considération particulière en ce qui concerne le raccordement de l'instrument à l'éprouvette.
- c) Si, toutefois, l'éprouvette revêtue est mise à la terre, les considérations de mise à la terre deviennent plus complexes. Cela peut être le cas si l'on applique la SIE à l'essai de structures revêtues sur site, telles que réservoirs ou pipelines. Si l'éprouvette revêtue est mise à la terre, il est recommandé que l'appareil de SIE soit électriquement isolé de cette dernière de façon à obtenir des données précises de SIE. Ce point n'a rien d'évident et en général il est pris en considération lors de la conception du système de SIE. Un montage flottant du système de SIE en omettant le raccordement protecteur à la terre constitue un risque pour la sécurité et n'est pas acceptable.
- d) Lors du raccordement de plusieurs appareils et ordinateurs, il peut arriver de raccorder, par inadvertance, à la terre un appareil «flottant» par le branchement à un appareil relié à la terre. Cela peut engendrer du bruit à travers des «mises à la terre en boucle» ou même entraîner des dysfonctionnements.

## 6.2 Blindage

Le blindage est très important pour le bruit lors des mesurages de SIE sur des éprouvettes de haute impédance. Une enceinte de blindage adéquate protège les câbles et les électrodes de la cellule contre l'action du rayonnement électromagnétique provenant de l'environnement extérieur. Il convient de placer la cellule électrochimique à l'intérieur d'une cage de Faraday et de relier la cage de Faraday à la masse du potentiostat. Si le potentiostat est équipé d'un électromètre externe, il convient également de placer ce dernier à l'intérieur de la cage de Faraday. Il convient de se reporter à la notice du fabricant pour assurer un câblage adéquat.

## 6.3 Mise à la terre des câbles de la cellule

Il convient que les raccordements entre les câbles de la cellule et la cellule soient propres et que la longueur des câbles soit aussi restreinte que possible afin de réduire le plus possible la capacité parasite.

## 6.4 Environnement

Les conditions suivantes au voisinage de l'expérience de SIE peuvent jouer sur la qualité des mesures.

- a) L'alimentation en courant alternatif de l'appareil de SIE peut être génératrice de bruit ou présenter d'importantes fluctuations de tension, ce qui peut provoquer du bruit dans les données électrochimiques. Si le bruit est important, l'utilisateur peut installer un régulateur de ligne à courant alternatif. Les données brutes relatives au potentiel et au courant sont généralement moyennées par l'appareil de SIE et ne sont pas aussi sensibles au bruit de circuit que lors des essais en courant continu.
- b) Le bruit électromagnétique émanant des dispositifs électriques (par exemple, moniteurs d'ordinateurs) situés au voisinage de l'installation d'essai SIE peut également contribuer au bruit lors de l'essai. Là encore, le traitement des données préserve de ce bruit. Les appareils ou équipements à fonctionnement intermittent (tels que congélateurs, étuves, nettoyeurs à ultrasons, agitateurs magnétiques, bains-marie etc.) sont particulièrement perturbateurs car ils peuvent introduire du bruit dans le circuit électrique quand ils sont activés. Il convient, si possible, de faire fonctionner ces appareils sur un autre circuit. Étant donné les faibles intensités généralement observées lors des essais de SIE sur éprouvettes revêtues, il convient de toujours enfermer l'éprouvette dans une cage de Faraday reliée à la masse de l'appareil approprié.
- c) L'humidité relative dans l'environnement peut aussi être une source de problèmes. Si elle est élevée, une micro-condensation provoquant une ligne de fuite de faible impédance peut apparaître dans l'électronique de l'appareil de SIE. Aux faibles intensités généralement observées lors des essais de SIE sur éprouvettes revêtues, cela peut induire des erreurs de mesurage du courant.

## 6.5 Caractéristiques de l'appareillage de mesure

Une cellule électrochimique a des valeurs d'impédance qui peuvent s'échelonner de 1 mΩ à plus de 1 TΩ ( $10^{12}$  Ω). L'impédance mesurée sur les éprouvettes revêtues peut atteindre jusqu'à  $10^{12}$  Ω.

Une éprouvette de haute impédance présente un courant de très faible intensité lors de l'essai de SIE. C'est pourquoi il faut que l'appareil utilisé pour mesurer la SIE des éprouvettes revêtues soit capable de mesurer ces faibles intensités. L'essai décrit en 6.6 est utile pour s'assurer qu'un appareil de SIE a la capacité de mesurer des éprouvettes revêtues.

Il convient que la totalité des appareils permette de mesurer les cellules test décrites en 6.6.1.

Parfois, il peut être recommandé d'effectuer un essai à circuit ouvert de façon à déterminer les limites du montage complet dans les conditions données. L'Annexe A indique une méthode qui permet d'évaluer l'impédance maximale mesurable lors de l'essai à circuit ouvert.

NOTE Les mesurages de SIE sur revêtements de haute impédance ne sont pas limités aux modèles de cellules susmentionnés.

## 6.6 Test de confiance

### 6.6.1 Généralités

Pour avoir confiance dans l'ensemble de la configuration expérimentale, il est recommandé d'effectuer un test de confiance avant les mesurages sur des éprouvettes réelles. La confiance peut être obtenue en réalisant des essais de référence au moyen de circuits test câblés ayant des valeurs connues de capacité et de résistance. Il convient que ces valeurs soient d'un ordre de grandeur pouvant être attendu de l'éprouvette revêtue réelle étudiée. Étant donné que les revêtements de haute impédance atteignent facilement des valeurs de plusieurs gigaohms, en association avec une faible capacité d'environ 100 pF, il est recommandé d'utiliser comme référence le circuit illustré par la Figure 2.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/829d938e-6d86-4c8c-b587-70b0f45c2362/iso-16773-2-2016>



#### Légende

- R1 50 GΩ
- C1 150 pF
- Rs 50 Ω

Figure 2 — Cellule test pour le test de confiance

### 6.6.2 Utilisation des cellules lors de l'essai interlaboratoires pour le test de confiance

Étant donné la somme d'informations qui a pu être recueillie lors d'un essai croisé entre laboratoires, des circuits similaires ayant donné des valeurs similaires à celles utilisées lors de l'essai interlaboratoires ont pu être utilisées pour le test de confiance.

NOTE Des détails sont donnés dans l'ISO 16773-3.

### 6.6.3 Estimation de l'erreur et précision

Aucune donnée n'est encore disponible concernant l'estimation de l'erreur, la précision, la reproductibilité et la répétabilité. Des informations seront fournies une fois l'essai interlaboratoires terminé.

## 6.7 Éprouvettes

### 6.7.1 Conditionnement préalable des éprouvettes

Il est primordial de préparer et de préconditionner convenablement les éprouvettes revêtues pour réussir à obtenir des données de SIE fiables.

### 6.7.2 Maîtrise de l'environnement

Il convient que le revêtement soit appliqué et ait durci conformément aux recommandations du fabricant, sauf spécification contraire des parties intéressées.

Il est recommandé que l'épaisseur de film soit aussi uniforme que possible. Il convient que sa valeur exacte soit mesurée et consignée (par exemple conformément à l'ISO 2808).

La maîtrise de la température et de l'humidité pendant l'application, le durcissement, le conditionnement et le mesurage de l'impédance des revêtements organiques est absolument primordiale pour déceler correctement la résistance du revêtement.

NOTE La température et l'humidité relative normalisées pour l'application, le conditionnement et l'essai des revêtements organiques sont spécifiées dans l'ISO 3270 et sont de  $(23 \pm 2)$  °C et de  $(50 \pm 5)$  % d'humidité relative.

Il convient de maintenir constante la température des éprouvettes pendant les mesurages d'impédance, à  $\pm 2$  °C près ou, de préférence, à  $\pm 1$  °C près. L'utilisation de valeurs relatives pour la comparaison d'éprouvettes sortant de ces recommandations est acceptable si toutes les éprouvettes sont exploitées dans les mêmes conditions.

Lorsque la capacité du revêtement est d'une importance primordiale, il est absolument essentiel de contrôler l'humidité relative de l'éprouvette durant son conditionnement.

Pour que le mesurage soit fiable, il convient de maîtriser la température à  $\pm 1$  °C près ou mieux. Pour le conditionnement avant mesurage, une précision de  $\pm 2$  °C est suffisante dans la plupart des cas. Il convient de conserver chacune des éprouvettes dans des conditions contrôlées de façon à prévenir tout post-traitement, toute dégradation ou modification involontaire irréversible du revêtement.

## 6.8 Évaluation des éprouvettes revêtues en laboratoire et sur site

Des mesurages d'impédance peuvent être utilisés pour caractériser ultérieurement la dégradation des revêtements pendant un essai de vieillissement. L'impédance est mesurée sur des éprouvettes distinctes au bout de différents laps de temps pendant l'essai et à la fin de celui-ci. Ces essais de vieillissement peuvent consister en des expositions à un brouillard salin conformément à l'ISO 9227 ou à l'humidité dans une enceinte conformément à l'ISO 6270-1, ou en des essais cycliques tels que par exemple ceux décrits dans l'ISO 20340:2009, Annexe A. D'autres méthodes d'essai sont également utilisées.

Lorsqu'ils sont retirés de l'enceinte d'essai en vue de mesurer leur impédance, les panneaux revêtus subissent en général un changement de température et d'humidité. Il peut se produire un certain dessèchement s'ils restent plus de quelques minutes en dehors de l'enceinte. Le revêtement est exposé en outre dans la cellule électrochimique à un électrolyte qui peut être différent du fluide présent dans l'enceinte d'essai. C'est pourquoi il convient d'accorder une attention particulière à la précision du mode opératoire et à la chronologie lorsque l'on modifie, retire ou remplace des éprouvettes pour les mesurer. Il convient de consigner les détails de la procédure avec les résultats.

Si le mesurage de l'impédance est réalisé dans un électrolyte agressif (par exemple un solvant organique), l'exposition du revêtement dans l'électrolyte peut être considérée comme un complément de l'essai de vieillissement aux intempéries.

Dans le cas des essais cycliques de vieillissement, les mesurages de l'impédance dépendent du cycle spécifique dans lequel se situent les panneaux d'essai. Pour qu'il soit possible de comparer les tendances et les variations des mesures d'impédance, il convient de réaliser des mesurages séquentiels d'impédance au même stade d'une même partie du cycle. Des courants parasites peuvent se produire

lorsque l'impédance est mesurée sur une surface humide, même lorsque la surface mesurée se trouve à une certaine distance d'une incision ou de toute autre porosité artificielle. Ces courants parasites peuvent simuler un revêtement endommagé, même si le revêtement est en excellent état. De ce fait, il est recommandé de prendre des mesures préventives, par exemple de sécher la surface non mesurée aussi complètement que possible pour éviter les courants parasites et toute autre source potentielle d'erreurs.

## 6.9 Nombre d'éprouvettes et répétabilité des résultats

Les revêtements sont des matériaux qui présentent certaines propriétés inhérentes: des porosités, une épaisseur de film non homogène et une répartition non uniforme en pigments, charges et autres constituants. En conséquence, il est nécessaire de soumettre à l'essai plus d'un panneau. Dans la plupart des cas, il est nécessaire de répéter l'essai au minimum trois fois pour obtenir des résultats fiables. Il convient de vérifier si l'uniformité entre les différentes plaques d'éprouvettes est suffisante. Il est tout à fait courant de trouver une répétabilité de plus de 10 % entre les capacités d'éprouvettes dupliquées, mais cela dépend du type du revêtement et des conditions de mesure. Il peut être nécessaire de dupliquer l'essai un plus grand nombre de fois pour surmonter les problèmes d'uniformité.

NOTE La précision de la détermination de la surface exposée pourrait avoir un impact significatif sur la répétabilité des paramètres du revêtement déterminés par SIE.

Il convient que ces vérifications soient de la responsabilité de l'opérateur et qu'elles fassent l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Les éprouvettes qui subissent une modification rapide en raison d'intempéries ou d'autres contraintes de dégradation, peuvent présenter une plus grande fluctuation et donc une répétabilité plus faible.

La plupart des cellules de mesurage contiennent un électrolyte qui est le milieu entre le revêtement et la contre-électrode. Cela signifie que le processus dominant dans les premières 24 h est l'absorption d'électrolyte par le revêtement. Pour suivre ce processus, il convient de mesurer l'impédance du revêtement plus fréquemment au début, la fréquence exacte dépendant du système.

Il convient de déterminer la précision, la fiabilité et la répétabilité du montage expérimental sur la cellule test.

## 7 Paramètres instrumentaux

### 7.1 Généralités

Avant de procéder à un essai d'impédance, entrer un certain nombre de paramètres nécessaires pour démarrer le mesurage. La plupart des appareils commandés par ordinateur sont dotés d'un logiciel qui assure l'établissement de ces paramètres. À ce stade, supposer que ces paramètres sont correctement exécutés et que les signaux appliqués à l'électrode sont en cohérence avec la mise en route requise. Bien que les différents fabricants aient chacun leur manière de faire pour établir ces paramètres, la présente partie de l'ISO 16773 ne se concentre que sur les paramètres importants pour l'essai et nécessitant un contrôle spécifique.

La présente partie de l'ISO 16773 décrit seulement la méthode normalisée qui est fondée sur des techniques d'ondes sinusoïdales simples. Elle ne s'applique pas aux autres modes de recueil des spectres SIE, tels que les techniques d'ondes sinusoïdales multiples. Elle se limite également au relevé des spectres d'impédance dans le mode de fonctionnement à potentiel imposé. Cela signifie que le potentiel sera contrôlé au niveau de l'électrode de travail et le courant mesuré en fonction de la perturbation du potentiel.

### 7.2 Potentiel de conditionnement et durée de conditionnement

Dans le cas où l'essai est réalisé sur une cellule test, le potentiel de conditionnement et la durée de conditionnement n'ont pas besoin d'être entrés. Ils assurent le traitement électrochimique à l'éprouvette