
**Peintures et vernis — Lignes
directrices pour la détermination
des propriétés anticorrosives de
revêtements organiques par une
technique électrochimique cyclique
accélérée**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Paints and varnishes — Guidelines for the determination of
anticorrosive properties of organic coatings by accelerated cyclic
electrochemical technique*

[ISO 17463:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e98872c-daa1-451b-9ff4-4cc59f752b17/iso-17463-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e98872c-daa1-451b-9ff4-4cc59f752b17/iso-17463-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17463:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e98872c-daa1-451b-9ff4-4cc59f752b17/iso-17463-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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 Principe	2
4.1 Généralités	2
4.2 Mesurage de SIE	3
4.3 Polarisation cathodique	3
4.4 Relaxation de potentiel	3
5 Appareillage	3
6 Éprouvettes	3
6.1 Préparation des échantillons	3
6.2 Maîtrise des conditions opératoires	3
6.3 Nombre d'éprouvettes et répétabilité des résultats	4
7 Mode opératoire	4
7.1 Mesurage de SIE	4
7.2 Polarisation cathodique	4
7.3 Processus de relaxation	4
7.4 Nombre de cycles	5
8 Présentation des données	5
8.1 Graphiques de SIE	5
8.2 Graphique de relaxation du potentiel	5
9 Fidélité	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Exemple type de résultats obtenus sur des revêtements	7
Bibliographie	14

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 attirée 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 www.iso.org/avant-propos.

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 CEN/TC 139, *Peintures et vernis*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17463:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- modification du symbole du potentiel, de U en E ;
- suppression de la mention du montage instrumental dans la liste du Domaine d'application;
- ajout des diagrammes de Bode et des courbes de relaxation dans le Domaine d'application en tant qu'exemples pour la présentation des résultats d'essai;
- suggestion de présentation finale des données en diagrammes de Nyquist équivalents, en [8.1](#);
- remplacement du terme «dégradation» par celui, plus précis, de «modification» en [A.2](#) et [A.3](#);
- révision rédactionnelle du texte et mise à jour des références normatives.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document décrit une méthode de détermination des propriétés anticorrosives de revêtements organiques par une technique électrochimique cyclique accélérée (ACET). La méthode utilisée est fondée sur le mode opératoire CA/CC/CA. Cette technique permet de comparer les propriétés protectrices et anticorrosives de différents systèmes de revêtement sur du métal, en un bref laps de temps et d'un point de vue qualitatif et quantitatif. L'ACET consiste à appliquer des cycles de mesurage de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), de polarisations cathodiques et de relaxation de potentiel. La dégradation du système de revêtement est accélérée par la polarisation cathodique. La SIE et la relaxation de potentiel permettent de surveiller la modification du système de revêtement provoquée par la polarisation cathodique. Cette technique permet d'évaluer la perméabilité du revêtement et les propriétés qui peuvent être associées à l'adhérence au substrat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17463:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e98872c-daa1-451b-9ff4-4cc59f752b17/iso-17463-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e98872c-daa1-451b-9ff4-4cc59f752b17/iso-17463-2022>

Peintures et vernis — Lignes directrices pour la détermination des propriétés anticorrosives de revêtements organiques par une technique électrochimique cyclique accélérée

1 Domaine d'application

Le présent document contient des lignes directrices sur la mise en œuvre de la technique électrochimique cyclique accélérée (ACET) avec des revêtements organiques de protection anticorrosion sur métaux.

Le présent document spécifie le mode de réalisation d'un essai ACET et les dispositions relatives aux échantillons, à la cellule électrochimique, aux paramètres d'essai et au mode opératoire.

Le présent document fournit également des lignes directrices concernant la présentation des résultats d'essai, par exemple, sous forme de diagrammes de Bode ou de courbes de relaxation, et de tout autre type d'informations obtenues.

Des exemples types sont présentés à l'[Annexe A](#).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 2808, *Peintures et vernis — Détermination de l'épaisseur du feuil*

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

ISO 16773-2:2016, *Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) sur des éprouvettes métalliques revêtues et non revêtues — Partie 2: Recueil des données*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 16773-1 ainsi que les suivants 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:

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

3.1

polarisation cathodique

modification du potentiel d'électrode dans le sens négatif provoquée par la circulation d'un courant

[SOURCE: ISO 8044:2020, 7.1.26]

3.2
durée de relaxation

t_{relax}
durée écoulée entre la *polarisation cathodique* (3.1) et le début du mesurage de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

Note 1 à l'article: Cette valeur est définie par l'opérateur.

3.3
décollement cathodique

perte d'adhérence d'un revêtement sur une surface métallique, qui est directement imputable aux conditions de protection cathodique et provient souvent d'un défaut dans le système de peinture tel que endommagement accidentel, application imparfaite ou perméabilité excessive du revêtement

[SOURCE: ISO 15711:2003, 3.1]

3.4
potentiel cathodique

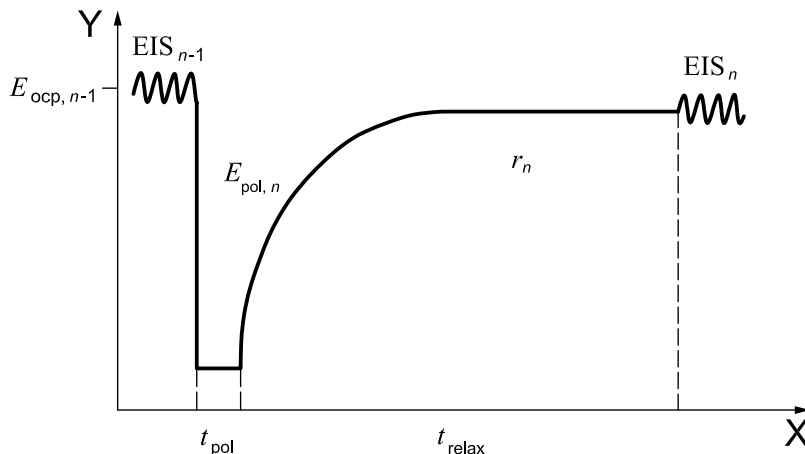
E_{pol}
potentiel appliqué, plus négatif que le potentiel en circuit ouvert E_{ocp}

4 Principe

4.1 Généralités

L'état initial du système de revêtement est caractérisé par un mesurage de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) [SIE_{n-1} – voir [Figure 1](#)]. Ensuite, la surface est polarisée par application du potentiel cathodique, E_{pol} , pendant un certain intervalle de temps, t_{pol} , cette opération étant suivie d'un processus de relaxation, r_n , sur une durée donnée, t_{relax} . Enfin, le nouvel état du système de revêtement est caractérisé par un second mesurage de SIE, SIE_n . Ces étapes constituent un cycle qui peut être répété n fois (n étant le nombre de cycles).

NOTE En général, six cycles sont mis en œuvre.



Légende

- X temps, t
- Y potentiel, E

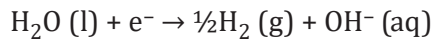
Figure 1 — Cycle ACET

4.2 Mesurage de SIE

Un modèle spécial de potentiostat adapté à la SIE est raccordé à une cellule électrochimique. Appliquer un potentiel ayant une forme d'onde sinusoïdale simple et mesurer le courant alternatif qui en résulte. Recueillir les données relatives au potentiel et celles relatives au courant, et analyser l'amplitude et le déphasage. De plus amples informations concernant le mode opératoire figurent dans l'ISO 16773-2.

4.3 Polarisation cathodique

Appliquer un potentiel cathodique constant, E_{pol} . Pendant la polarisation, l'électrolyse de l'eau peut avoir lieu si E_{pol} est suffisamment négatif:



L'application du potentiel cathodique générera une contrainte sur le revêtement de protection anticorrosion.

Si l'électrolyse a lieu au niveau de l'interface du revêtement et du subjectile métallique, les ions hydroxyde (OH^-) et/ou l'hydrogène (H_2) peuvent provoquer une délamination entre le métal et le revêtement.

4.4 Relaxation de potentiel

Le processus de relaxation a pour but de permettre l'apparition d'un nouvel équilibre stable avant que le mesurage de SIE suivant ne soit réalisé. L'enregistrement du potentiel durant le processus de relaxation permet d'obtenir d'autres informations utiles concernant le revêtement et l'interface revêtement-métal.

5 Appareillage

Utiliser l'équipement électrochimique spécifié dans l'ISO 16773-2.

6 Éprouvettes

6.1 Préparation des échantillons

Il est crucial de préparer et de préconditionner correctement les éprouvettes revêtues pour obtenir des résultats d'essai satisfaisants et fiables.

6.2 Maîtrise des conditions opératoires

Il convient d'appliquer et de laisser durcir le revêtement conformément aux recommandations du fabricant, sauf accord contraire conclu entre les parties intéressées. Il convient que l'épaisseur du feuillet soit aussi uniforme que possible et il convient d'en mesurer et consigner par écrit la valeur exacte (par exemple, conformément à l'ISO 2808). Pour déterminer convenablement la résistance du revêtement, il est essentiel de contrôler la température et l'humidité pendant l'application, la réticulation, le conditionnement et le mesurage des revêtements organiques.

Pour que les mesurages soient fiables, il convient que la température puisse être réglée selon une tolérance inférieure ou égale à ± 1 °C. Pour le conditionnement avant mesurage, une exactitude de ± 2 °C suffit dans la plupart des cas. Il convient de maintenir chaque éprouvette dans des conditions contrôlées de façon à prévenir toute post-réticulation, dégradation ou modification irréversible et involontaire du revêtement.

Il convient de maintenir constante la température des éprouvettes pendant les mesurages à ± 2 °C près, de préférence à ± 1 °C près, à 23 °C, sauf spécification contraire. L'utilisation de valeurs relatives situées en dehors de ces lignes directrices, à des fins de comparaison des éprouvettes, est acceptable si toutes les éprouvettes sont exploitées dans les mêmes conditions. Lorsque la capacité électrique

du revêtement est le principal paramètre étudié, il est très important de maîtriser l'humidité relative pendant le conditionnement de l'éprouvette. À cette fin, il convient que l'humidité soit de $(50 \pm 5) \%$, conformément à l'ISO 3270, sauf accord contraire.

6.3 Nombre d'éprouvettes et répétabilité des résultats

Les revêtements sont des matériaux qui possèdent certaines propriétés intrinsèques: zones non couvertes, épaisseur de feuil non homogène et répartition non uniforme des pigments, charges et autres constituants. Par conséquent, il est nécessaire de soumettre à essai plus d'une éprouvette. Dans la plupart des cas, il est nécessaire de répéter l'essai sur trois éprouvettes au minimum pour obtenir des résultats fiables. Il convient de vérifier si les résultats obtenus sur les différentes éprouvettes sont suffisamment uniformes. Il est très courant que les mesures de capacité électrique entre les différentes éprouvettes présentent une meilleure répétabilité que 10 %, mais cela dépend du type du revêtement et des conditions de mesure. Il peut être nécessaire de répéter l'essai un plus grand nombre de fois pour pallier les problèmes d'uniformité.

Il convient que ces vérifications incombent à l'opérateur et qu'elles fassent l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Les éprouvettes qui subissent une modification rapide, du fait d'un processus de vieillissement aux intempéries ou sous l'effet d'autres types de dégradation, peuvent présenter une plus grande fluctuation et donc une répétabilité plus faible.

7 Mode opératoire

7.1 Mesurage de SIE

Effectuer le mesurage de SIE comme spécifié dans l'ISO 16773-2.

7.2 Polarisation cathodique

Imposer un potentiel en courant continu plus négatif (voir [Figure 1](#)) qui permette l'hydrolyse de l'eau au pH de l'électrolyte, par exemple environ -1 V [ECS (électrode au calomel saturé)] à pH 7. De plus, il convient de déterminer ce potentiel en fonction de l'impédance du revêtement; plus cette dernière est élevée, plus il convient que l'amplitude du potentiel cathodique appliqué soit grande. En général, les potentiels appliqués se situent dans la plage de -2 V à -4 V.

La durée de polarisation cathodique varie en fonction de la qualité du revêtement. Pour les revêtements de haute qualité ayant des propriétés anticorrosives à long terme, la durée de polarisation est généralement comprise entre 20 min et 60 min.

7.3 Processus de relaxation

Déconnecter le potentiostat et mesurer le potentiel de relaxation au cours du temps. Le temps nécessaire est généralement compris entre 160 min et 180 min.

Si la durée de relaxation est trop courte, l'équilibre ne sera pas atteint et le mesurage de SIE ne sera donc pas valide. Si cette durée est trop longue, le système évoluera en raison de la migration des ions et des réactions électrochimiques au niveau du subjectile métallique.

L'étude de la relaxation du potentiel au cours du temps peut fournir des informations utiles concernant la qualité du système de revêtement, par exemple, en indiquant si la réaction cathodique produisant de l'hydrogène (H_2) a eu lieu pendant la polarisation. La production d'hydrogène peut indiquer une mauvaise qualité du revêtement.

Pour l'interprétation des graphiques, voir les Références [3] et [6].

7.4 Nombre de cycles

Le cycle de SIE/polarisation cathodique/relaxation peut être répété soit jusqu'à la dégradation du revêtement, soit en convenant d'appliquer un nombre donné de cycles. Le nombre de cycles généralement utilisé est de six. Si les six cycles ne permettent de détecter aucune différence, il convient d'en augmenter le nombre.

8 Présentation des données

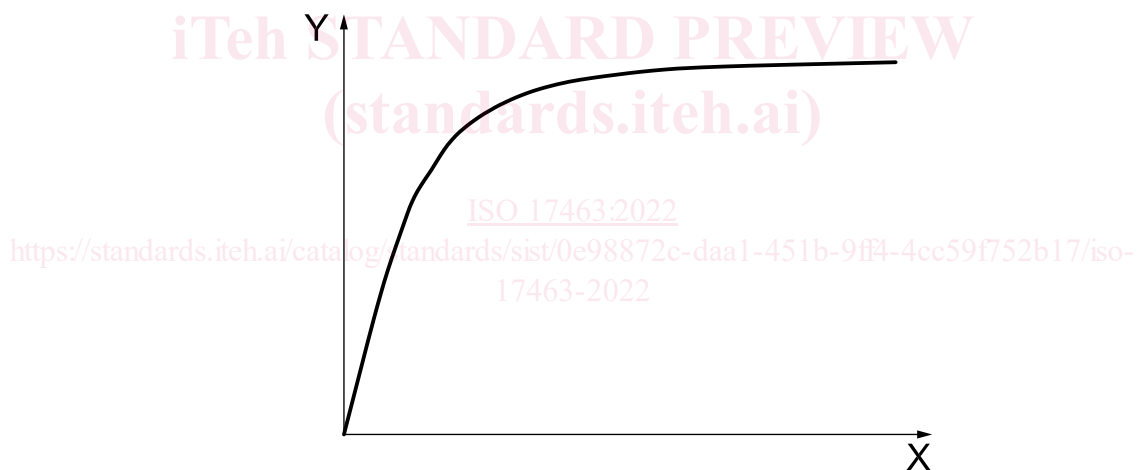
8.1 Graphiques de SIE

Présenter les mesurages de SIE (diagramme de Bode et diagramme de Nyquist équivalent) comme spécifié dans l'ISO 16773-2:2016, Article 6. Il convient d'indiquer le nombre de cycles sur le graphique si plusieurs spectres d'impédance sont représentés sur un même diagramme.

De plus, des valeurs spécifiques peuvent être sélectionnées à partir des mesurages de SIE et représentées graphiquement en fonction du nombre de cycles.

8.2 Graphique de relaxation du potentiel

La relaxation du potentiel est représentée en fonction du temps. Une courbe type est illustrée à la [Figure 2](#).



Légende

X temps, t
Y potentiel, E

Figure 2 — Graphique de la relaxation du potentiel

9 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- a) tous les détails nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- b) une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 17463:2022;