
**Sources d'erreur dans l'utilisation
de la spectroscopie d'impédance
électrochimique pour l'étude des
revêtements et autres matériaux**

*Sources of error in the use of electrochemical impedance spectroscopy
for the investigation of coatings and other materials*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 5602:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 5602:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Erreur dans la composition de la cellule de mesure	1
4.1 Rugosité de la surface	1
4.2 Joint torique — Considérations sur la détermination précise de la zone exposée	3
4.3 Composition de cellule défectueuse	7
4.3.1 Fuites détectables visuellement	7
4.3.2 Causes non détectables visuellement	7
4.4 Électrodes de référence	9
4.4.1 Informations générales sur la distance entre les électrodes de référence et de travail	9
4.4.2 Blindage	11
4.4.3 Bulle d'air dans l'électrode de référence	11
4.4.4 Empoisonnement de l'électrode de référence	11
4.4.5 Saignement de l'électrode de référence	11
4.5 Contre-électrodes	11
4.5.1 Tailles relatives	11
4.5.2 Contre-électrodes réactives	11
4.6 Inclusions de gaz dans la cellule de mesure	11
5 Défaillances causées par l'électronique, y compris le blindage	12
5.1 Cage de Faraday	12
5.2 Câble prolongé (sans blindage actif)	15
5.3 Ruptures de câble	16
5.4 Résistances de contact entre les contacts métalliques et l'électrode de travail/contre-électrode	17
5.5 Inductivités	18
5.6 Commutation de la plage de mesure	19
5.7 Signaux de dispersion dans l'alimentation électrique	20
5.8 Rapport signal/bruit insuffisant	22
5.9 Influence des dispositifs périphériques	22
6 Sélection des paramètres, limites de la plage de mesure	24
6.1 Essai de circuit ouvert	24
6.2 Note sur les cellules de simulation — ISO 16773-3	24
6.3 Amplitude inadéquate	24
6.4 Plage de fréquences insuffisante	26
6.5 Taux de répétition pour les mesurages ultérieurs	27
7 Conditions de mesurage non stationnaires	28
7.1 Généralités	28
7.2 Fluctuation de la température	29
7.3 Conductivité électrolytique	31
7.4 Gonflement	31
7.5 Dérive du potentiel en circuit ouvert	32
7.6 Corrosion de l'électrode de travail	34
7.7 Contre-électrodes réactives	34
7.8 Formation de gaz à la contre-électrode	34
8 Conception et sélection de schémas de circuits équivalents	34
8.1 Élément à phase constante	34
8.2 Multiples possibilités de sélection de circuits équivalents	35

8.3	Impédance de Warburg.....	37
9	Signification des valeurs de mesure des circuits équivalents.....	37
9.1	Incertitude de mesure.....	37
9.2	Analyse de plausibilité.....	38
10	Interprétation des valeurs de mesure de divers systèmes de revêtement.....	39
10.1	Prétraitement.....	39
10.2	Épaisseur du feuillet et surface de mesure.....	40
10.3	Nombre de couches.....	41
10.4	Conditionnement.....	45
10.5	Type générique de liant.....	45
11	Présentation des données.....	45
Annexe A (informative) Calcul de la capacité du revêtement.....		48
Annexe B (informative) Informations supplémentaires sur l'influence de la capacité à double couche.....		49
Annexe C (informative) Estimation de l'ordre de grandeur d'une capacité apparente causée par la corrosion.....		50
Bibliographie.....		52

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 5602:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021>

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*.

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

La spectroscopie d'impédance électrochimique est décrite en détail de l'ISO 16773-1 à l'ISO 16773-4. Il est apparu lors de l'utilisation de ces normes que les sources d'erreur et les artefacts de mesure qui conduisent à des interprétations incorrectes ne sont pas traités de manière exhaustive. Le présent document complète la série de normes ISO 16773 pour traiter de cette problématique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 5602:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021>

Sources d'erreur dans l'utilisation de la spectroscopie d'impédance électrochimique pour l'étude des revêtements et autres matériaux

1 Domaine d'application

Le présent document décrit les principales sources d'erreur dans l'utilisation de la spectroscopie d'impédance électrochimique pour l'étude des revêtements et autres matériaux. Les sources d'erreur énumérées ici comprennent toutes les étapes du processus, de la mise en place de l'échantillon avec la cellule de mesure jusqu'à l'évaluation.

NOTE Les sources d'erreur évoquées ici ne constituent pas une liste exhaustive.

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 4618, *Peintures et vernis — Termes et définitions*

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 les définitions de l'ISO 4618, 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

impédance limite

impédance minimale ou maximale qui peut être mesurée à l'aide du spectromètre d'impédance

3.2

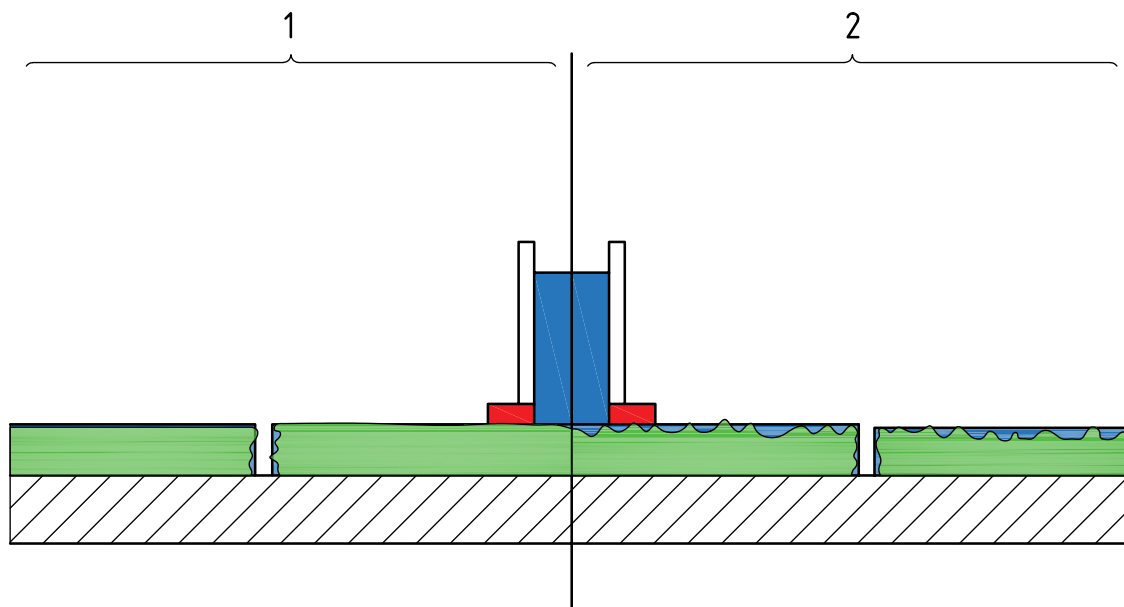
fréquence limite

fréquence minimale ou maximale qui peut être réglée sur le spectromètre d'impédance

4 Erreur dans la composition de la cellule de mesure






4.1 Rugosité de la surface

Une surface humide et rugueuse peut conduire des courants vagabonds vers une rayure ou un défaut artificiel, voir [Figure 1](#). Cela pourrait aboutir à un spectre montrant une résistance beaucoup plus faible que la réalité. Des exemples de spectres sont représentés à la [Figure 2](#).



Légende

- 1 sans rayonnement UV
- 2 après un rayonnement UV

-  tube en PMMA
-  joint
-  enrobage
-  électrolyte
-  acier

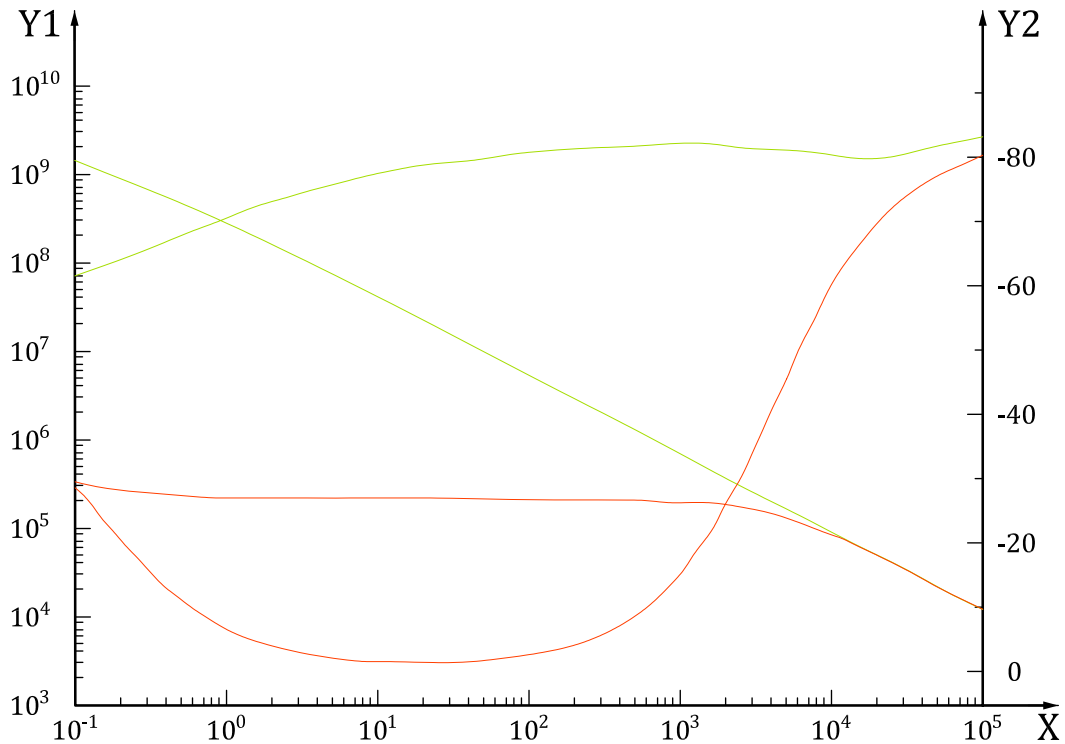
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 5602:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021>

Figure 1 — Trajet conducteur de la contre-électrode à la rayure en raison de la rugosité de la surface

La surface rugueuse a été mesurée sur la zone non rayée. Bien que la surface rugueuse ait été séchée avec un tissu, la quantité d'eau résiduelle était suffisante pour produire un trajet conducteur passant par la rayure jusqu'au subjectile. Par conséquent, le spectre de l'échantillon a entraîné l'identification incorrecte d'un revêtement défectueux. Après 2 h d'immersion continue dans la cellule, la surface extérieure de la cellule avait séché et le trajet conducteur avait été interrompu, ce qui a donné lieu à un spectre type d'un revêtement intact.



Légende

- X fréquence, f , en Hz
 Y1 impédance, Z , en Ω
 Y2 angle de phase, φ , en degrés

— 2 h de séchage

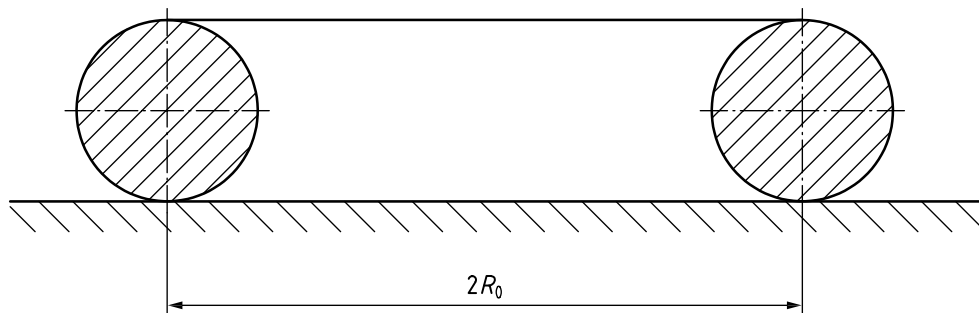
— humide

ISO/TR 5602:2021
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/026192f1-91fd-46c5-ba1a-adaf96ca295c/iso-tr-5602-2021>

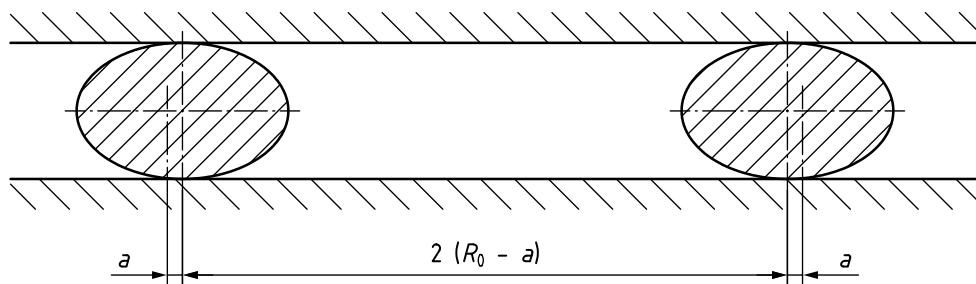
Figure 2 — Spectres SIE du revêtement initialement humide et 2 h après le séchage

4.2 Joint torique — Considérations sur la détermination précise de la zone exposée

Dans le cas où un joint torique est utilisé pour sceller la cellule, la zone exposée est plus petite que la zone théoriquement présumée, car le joint torique est comprimé et, par conséquent, la zone exposée est réduite (voir Figure 3).



a) Situation idéale, non comprimé



b) Situation réelle, comprimé

Légende

R_0 rayon du joint torique non comprimé

a différence du rayon du joint torique en raison de la compression

Figure 3 — Joint torique non comprimé et comprimé

Ce comportement peut être facilement visualisé en utilisant deux plaques en PMMA (poly méthylène méthacrylate) transparentes qui ont été comprimées avec 4 vis. Les vis ont été délicatement serrées à la main et sans aucun outil.

La [Figure 4](#) présente la mise en place et la [Figure 5](#) ainsi que la [Figure 6](#) illustrent les joints toriques comprimés de 1,2 cm et 5 cm de diamètre, respectivement.



Figure 4 — Compression du joint torique à l'aide de 4 vis

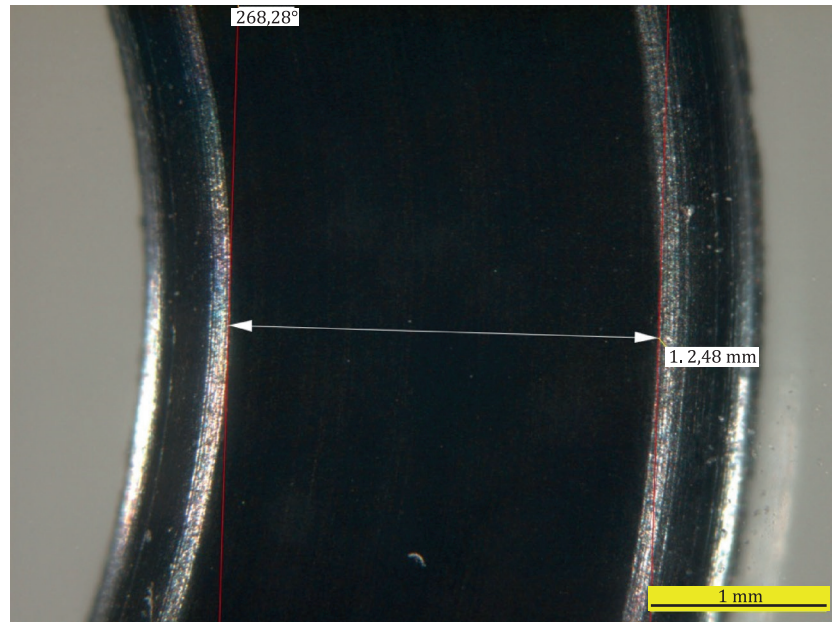


Figure 5 — Joint torique comprimé de 1,2 cm de diamètre

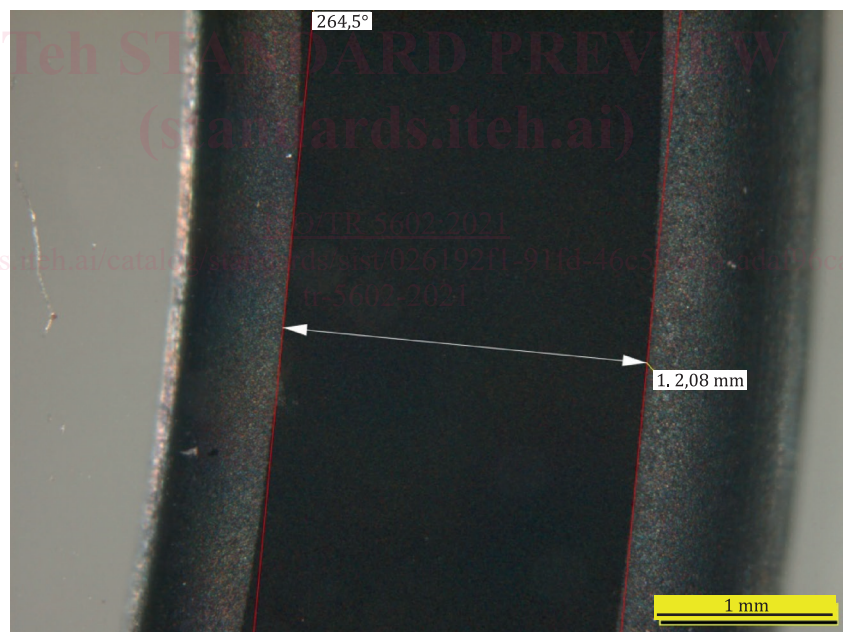
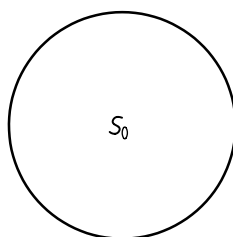


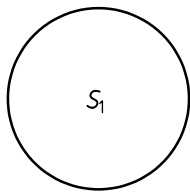
Figure 6 — Joint torique comprimé de 5 cm de diamètre

La surface exposée peut être calculée comme illustré dans la [Figure 7](#).



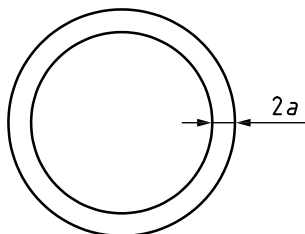
$$S_0 = \pi \cdot R_0^2$$

a) Joint torique non comprimé — Surface de contact de l'éprouvette avec la solution d'essai



$$S_1 = \pi \cdot (R_0 - a)^2$$

b) Joint torique comprimé — Surface de contact de l'éprouvette avec la solution d'essai



$$\Delta S = S_0 - S_1 = \pi \cdot R_0^2 - \pi \cdot (R_0 - a)^2$$

c) Réduction de la surface de contact de l'éprouvette due à la compression du joint torique

Légende

- S_0 surface géométrique avec le joint torique non comprimé
- S_1 surface exposée avec le joint torique comprimé
- ΔS différence $S_0 - S_1$
- R_0 rayon du joint torique non comprimé
- a différence du rayon du joint torique en raison de la compression

Figure 7 — Calcul de la surface exposée

L'erreur dS entre la surface exposée S_1 et la surface géométrique S_0 peut être estimée en fonction du rayon du joint torique, R_0 , et du contact mesuré, $2a$, en utilisant la [Formule \(1\)](#):

$$dS = \frac{\Delta S}{S_0} \cdot 100 = \frac{2 \cdot a \cdot R_0 \cdot a^2}{R_0^2} \cdot 100 \tag{1}$$

Quelques exemples de calcul de l'erreur de la surface exposée sont présentés dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Estimation approximative de l'erreur de la surface de contact des éprouvettes dans les cellules de corrosion

Rayon du joint torique non comprimé	Différence du rayon du joint torique en raison de la compression		Surface géométrique avec le joint torique non comprimé (surface théorique)	Surface exposée avec le joint torique comprimé (surface réelle)	Erreur de la surface exposée
R_0 mm	a mm	$R_0 - a$ mm	S_0 mm ²	S_1 mm ²	dS %
6	0,8	5,2	113	85	25
12	0,8	11,2	452	394	13
24	0,8	23,2	1 809	1 690	7
30	0,8	29,2	2 826	2 677	5
6	1	5	113	79	31
12	1	11	452	380	16
24	1	23	1 809	1 661	8
30	1	29	2 826	2 641	7
6	1,25	4,75	113	71	37
12	1,25	10,75	452	363	20
24	1,25	22,75	1 809	1 625	10
30	1,25	28,75	2 826	2 595	8

4.3 Composition de cellule défectueuse

4.3.1 Fuites détectables visuellement

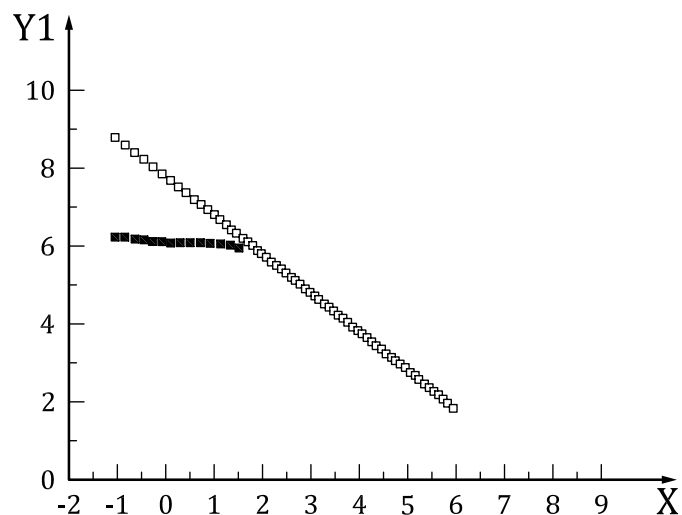
Les fuites détectables visuellement dans la cellule de mesure sont évidentes et ne sont pas traitées ici.

4.3.2 Causes non détectables visuellement

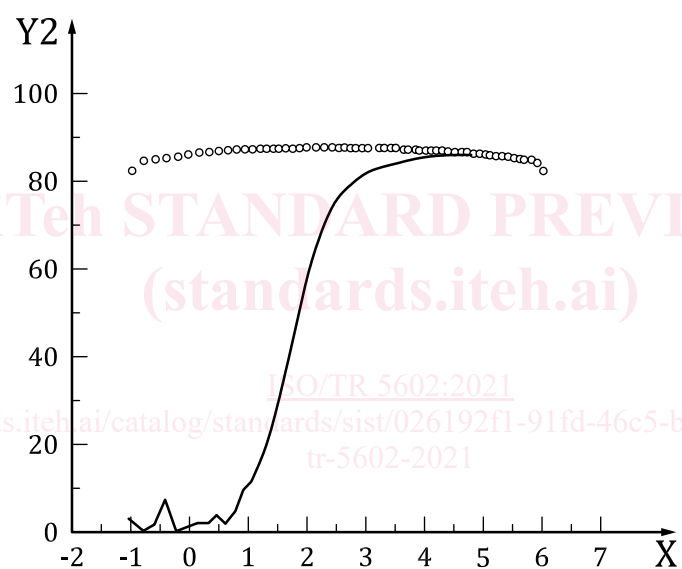
Le comportement illustré à la [Figure 8](#) a été observé de manière non reproductible pour un revêtement très bien documenté (revêtement à électrodéposition cathodique [e-coat]) qui est d'usage courant dans la technologie de mesure. Ce comportement a été observé avec des pressions variables sur la cellule de mesure à différents endroits sur les mêmes panneaux d'essai; cependant, une relation directe n'a pas été détectée.

Si le comportement illustré à la [Figure 8](#) est observé dans une cellule de mesure, celle-ci n'est pas adaptée.

En général, chaque configuration de mesure est soumise à essai pour détecter les erreurs avec un système connu avant que cette cellule de mesure ne soit utilisée sur un système inconnu.



a) Magnitude de l'impédance en fonction de la fréquence



b) Angle de phase en fonction de la fréquence

Légende

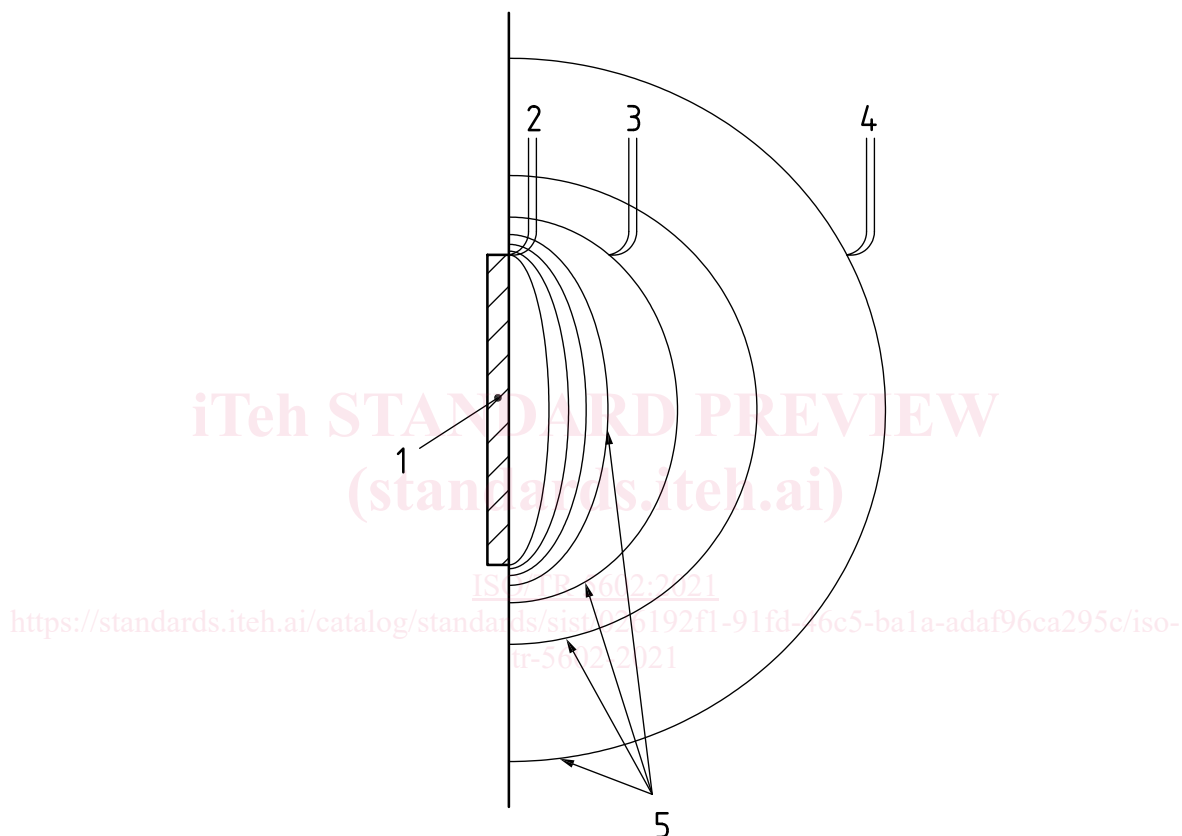
- X logarithme de la fréquence, $\log f$, en Hz
- Y1 logarithme du module de l'impédance, $\log |Z|$, en $\Omega \cdot \text{cm}^2$
- Y2 valeur absolue de l'angle de phase, φ , en degrés
- mauvaise étanchéité
- étanchéité correcte
- mauvaise étanchéité
- étanchéité correcte

Figure 8 — Influence possible d'une configuration de cellule défectueuse

4.4 Électrodes de référence

4.4.1 Informations générales sur la distance entre les électrodes de référence et de travail

RE1, RE2 et RE3, comme indiqué sur la [Figure 9](#), sont les différentes positions où l'électrode de référence RE peut être placée pour mesurer le potentiel. À des distances très proches de l'électrode de travail, les lignes équipotentielles sont rapprochées et de petites variations dans la position de l'électrode de référence peuvent entraîner de grandes variations de la chute ohmique. Cela s'applique en particulier pour les échantillons non revêtus. Dans certains cas, il est préférable de ne pas utiliser un capillaire de Luggin et de placer plutôt l'électrode de référence loin de l'électrode de travail et de mesurer et compenser la chute ohmique.



Légende

- 1 électrode de travail (WE)
- 2 électrode de référence 1 (RE 1)
- 3 électrode de référence 2 (RE 2)
- 4 électrode de référence 3 (RE 3)
- 5 lignes équipotentielles

Figure 9 — Lignes équipotentielles représentées à proximité de l'électrode de travail

L'influence de la distance de l'électrode de référence est négligeable pour les mesurages sur des échantillons dont le revêtement présente une haute résistance. Voir [Figure 10](#).