
**Spectroscopie d'impédance
électrochimique (SIE) sur des
échantillons métalliques revêtus et
non revêtus —**

**Partie 2:
Recueil des données**

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

Part 2: Collection of data

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



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

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Cellule électrochimique	2
5.1 Généralités.....	2
5.2 Électrodes.....	3
5.3 Surface exposée.....	4
5.4 Électrolyte.....	4
6 Mode opératoire	4
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
7 Paramètres instrumentaux	8
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
8 Présentation des données	10
8.1 Généralités.....	10
8.2 Diagramme de Bode.....	11
8.3 Diagramme de Nyquist.....	12
9 Format d'échange des fichiers	12
10 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Détermination de l'impédance maximale mesurable lors de l'essai à circuit ouvert	14
Annexe B (normative) Format du fichier d'échange de données	16
Annexe C (informative) Considérations sur la détermination précise de la surface exposée	20
Bibliographie	25

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*.

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

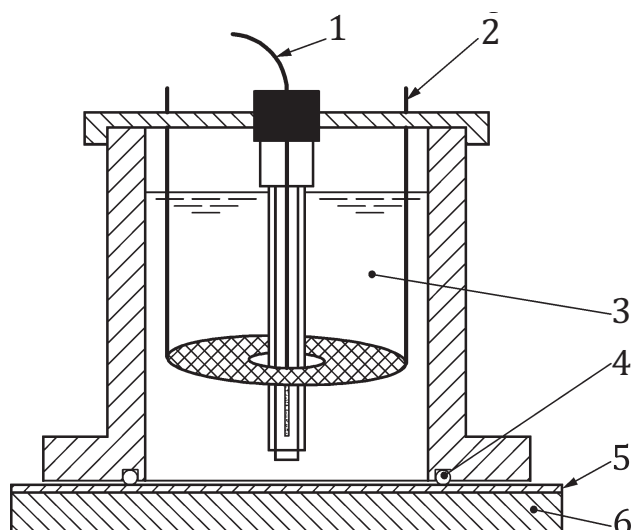
NOTE 1 Il existe différents types de cellules de mesure pouvant convenir à l'utilisation de la présente partie de l'ISO 16773. Les plus courants sont les configurations à deux ou à trois électrodes pour effectuer des mesures dans un électrolyte aqueux.

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

Figure 1 — Exemple de cellule électrochimique

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 sujetile 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 cm², 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 cm², 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 cm².

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.