
Norme internationale



4599

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode de l'éprouvette courbée

Plastics — Determination of resistance to environmental stress cracking (ESC) — Bent strip method

Première édition — 1986-04-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 4599:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f4bd0bd-dc0b-4c33-b541-e9b84a6ecee3/iso-4599-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f4bd0bd-dc0b-4c33-b541-e9b84a6ecee3/iso-4599-1986>

CDU 678.5/.8 : 620.191.33

Réf. n° : ISO 4599-1986 (F)

Descripteurs : plastique, essai, essai aux conditions ambiantes, essai de fissuration, détermination, résistance au craquelage, coefficient d'intensité de contrainte.

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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4599 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

[ISO 4599:1986](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode de l'éprouvette courbée

0 Introduction

La fissuration sous contrainte dans un environnement donné est présentée par de nombreux matériaux, y compris les plastiques. Lorsqu'une matière plastique est soumise, dans l'air, à une contrainte ou une déformation en dessous de son seuil d'écoulement, la fissuration peut se produire après une durée qui peut être très longue. Les contraintes peuvent être internes ou externes, ou une combinaison des deux. L'exposition simultanée à un environnement chimique avec la même contrainte ou déformation peut conduire à une spectaculaire réduction du temps de rupture. La fissuration accélérée de cette façon correspond à la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC).

Outre la fissuration sous contrainte, d'autres modes de rupture peuvent conduire à une réduction du temps de rupture au cours de l'essai; toutefois, de tels modes sont inclus dans l'expression «fissuration sous contrainte dans un environnement donné» comme il est connu dans la profession.

Les fissures produites peuvent avoir une profondeur égale à l'épaisseur de la matière, la divisant en deux ou plusieurs morceaux, ou elles peuvent être arrêtées par la rencontre de régions où la contrainte est plus faible, ou bien la morphologie de la matière différente.

La détermination de la résistance à l'ESC est une méthode complexe parce qu'elle est influencée par de nombreux paramètres comprenant:

- les dimensions de l'éprouvette;
- l'état de l'éprouvette (orientation, structure, contraintes internes);
- la contrainte et la déformation;
- la température d'essai;
- la durée de l'essai;
- l'environnement d'essai;
- le critère de défaillance.

En gardant tous les paramètres constants, à l'exception d'un seul, on peut évaluer l'influence de celui-ci sur la résistance à l'ESC. L'objectif principal des mesures de l'ESC est de déterminer l'effet des environnements chimiques sur les plastiques (éprouvettes et objets d'essai). Les mesures peuvent être utilisées pour évaluer l'influence des conditions de moulage sur la qualité d'un objet, quand le mode de rupture correspond à celui obtenu en service.

Quoiqu'il en soit, il peut ne pas être possible d'établir de corrélation directe entre les résultats de mesure ESC de courte durée sur des éprouvettes et le comportement en service à long terme.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la résistance des plastiques à la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC), à l'aide d'un essai à déformation constante. L'ESC sera figurée par la variation d'une propriété indicative convenablement choisie des éprouvettes, lesquelles ont été soumises à une déformation pendant une durée définie dans l'environnement donné. La méthode convient pour déterminer la résistance de feuilles et de surfaces d'éprouvettes à la fissuration sous contrainte dans un environnement donné, en particulier la sensibilité à l'ESC de régions localisées de la surface des éprouvettes. Pour la détermination de la sensibilité à l'ESC de produits finis ou du gros d'un matériau soumis à une déformation constante, voir ISO 4600.

La méthode de l'éprouvette courbée est souhaitable pour la détermination de l'ESC due aux gaz et aux liquides aussi bien que pour les solides contenant des substances pouvant migrer (par exemple adhésifs polymériques et matériaux contenant des plastifiants) en contact avec un polymère spécifique.

Préférentiellement, cette méthode est utilisée pour déterminer l'ESC de plastiques rigides ayant un temps modéré de relaxation de contrainte.

Pour un essai sous déformation constante, voir ISO 4600. Pour un essai sous contrainte constante, voir ISO 6252.

2 Références

ISO 178, *Matières plastiques — Détermination des caractéristiques de flexion des matières plastiques rigides.*

ISO 179, *Plastiques — Détermination de la résistance au choc Charpy des matières rigides.*

ISO 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 294, *Matières plastiques — Moulage par injection des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

ISO 527, *Plastiques — Détermination des caractéristiques en traction.*¹⁾

ISO 2557, *Matières plastiques — Matières à mouler thermoplastiques amorphes — Préparation d'éprouvettes à niveau défini de retrait.*

ISO 2818, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage.*

ISO 4600, *Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode par enfoncement de billes ou de goupilles.*

ISO 6252, *Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode sous contrainte de traction constante.*

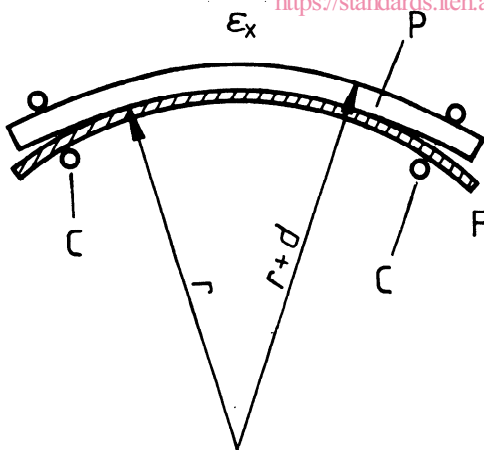
3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 déformation par flexion, ϵ_x : Valeur nominale de l'allongement pour cent de la surface en extension d'une éprouvette plane d'épaisseur d , lorsqu'elle est courbée sur un segment de circonférence de rayon r , calculée à l'aide de l'équation

$$\epsilon_x = \frac{d}{2r + d} \times 100$$

(Voir figure 1.)



- P : éprouvette
- d : épaisseur de l'éprouvette
- F : conformateur
- r : rayon du conformateur
- c : brides
- ϵ_x : allongement nominal à la surface en extension

Figure 1 — Éprouvette P avec un allongement défini de la fibre superficielle

3.2 échelon d'allongement: L'un d'une série de niveaux d'allongement appliqués à des éprouvettes successives au cours de l'exposition.

3.3 gamme d'allongement: Nombre de valeurs d'échelon de déformation, y compris zéro.

NOTES

1 Normalement, les résultats de l'essai mécanique sur les éprouvettes de l'échelon d'allongement nul sont équivalents, qu'ils soient déterminés dans l'eau ou dans un milieu donné. Si la valeur de la propriété mesurée après exposition dans ce milieu, sous allongement nul, est différente de celle après exposition dans l'air sous allongement nul, une fragilisation ou un ramollissement dû au milieu d'essai devrait être suspecté.

2 Il est recommandé que l'éprouvette, pour l'échelon d'allongement nul, soit bridée sur un conformateur plan pour prévenir un gauchissement sous l'action du milieu d'essai.

3.4 échelon d'allongement à la défaillance, ϵ_F : Échelon d'allongement le plus faible dans la gamme des échelons d'allongement auquel la défaillance est observée.

3.5 propriété indicative, I : Propriété examinée pour déterminer la défaillance selon un critère donné dans le tableau.

3.6 facteur relatif d'allongement, M : Rapport de la valeur de l'échelon d'allongement à la défaillance, déterminée dans le milieu d'essai, à celle déterminée dans le milieu de référence (généralement l'air) pour la même durée d'exposition.

3.7 période de l'échelon d'allongement, t : Durée au cours de laquelle les éprouvettes sont en contact avec l'environnement d'essai sous allongement.

3.8 température de l'échelon d'allongement, T : Température à laquelle les éprouvettes sont en contact avec l'environnement d'essai spécifié tandis qu'elles sont sous contrainte.

3.9 environnement d'essai: Liquide chimique, gaz, pâte, solide ou autre milieu sélectionné pour la mise en contact avec les éprouvettes au cours de la période de l'échelon d'allongement.

4 Principe

Une éprouvette adaptée à la détermination de la propriété indicative est bridée à plat sur un conformateur à rayon constant et mise en contact avec l'environnement d'essai. Sous l'influence de l'environnement et en raison de l'allongement, des fendillements peuvent prendre naissance et quelquefois se développer avec le temps en fissures visibles.

En utilisant une gamme de conformateurs de rayon décroissant, on obtient une série d'éprouvettes dont les allongements des surfaces extérieures sont croissantes.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 527-1966.)

Après la durée de contact convenue avec l'environnement d'essai, les éprouvettes sont observées visuellement, débridées et soumises à des essais mécaniques ou autres. L'allongement de défaillance qui correspond au critère de défaillance est obtenu directement à partir des valeurs notées ou d'un graphique.

Généralement, on détermine

- l'allongement de défaillance;
- le facteur relatif d'allongement.

NOTES

- 1 L'échelon d'allongement maximal doit être inférieur à l'allongement au seuil d'écoulement (voir ISO 527).
- 2 Les allongements de défaillance obtenus avec des propriétés indicatives différentes peuvent différer.

5 Appareillage

5.1 Conformateurs, réalisés avec un matériau résistant aux produits chimiques, soit par usinage, soit par courbure de plaques métalliques (par exemple plaque en acier inoxydable). Pour des éprouvettes de 2 à 4 mm d'épaisseur, des rayons de courbure de 30 à 500 mm conviennent. L'arc du conformateur doit avoir à peu près la même longueur que l'éprouvette.

Pour accroître le mouillage de l'éprouvette par le milieu d'essai, le conformateur peut être perforé.

NOTE — Le rayon r d'un segment d'arc circulaire de hauteur h et de longueur de corde s est donné par l'équation

$$r = \frac{s^2}{8h} + \frac{h}{2}$$

Tableau — Propriétés indicatives et critères de défaillance

(Voir note 1)

Désignation	Propriété indicative (observée visuellement)	Norme internationale	Critère de défaillance
A 1	Qualité de la surface (observée visuellement)	—	Craquelure ou fissure des arêtes
A 2	Qualité de la surface (observée visuellement)	—	Craquelure ou fissure de la surface
A 3	Qualité de la surface (observée visuellement)	—	Toutes autres observations, par exemple changement observé de couleur et d'aspect
B 1	Contrainte de traction à la rupture	ISO 527	80 % de la valeur obtenue sur une éprouvette sans contrainte et non exposée
B 2	Contrainte de flexion à la charge maximale	ISO 178	80 % de la valeur obtenue sur une éprouvette sans contrainte et non exposée
B 3	Pourcentage d'allongement à la rupture	ISO 527	50 % de la valeur obtenue sur une éprouvette sans contrainte et non exposée
B 4	Résistance au choc Charpy non entaillée	ISO 179	50 % de la valeur obtenue sur une éprouvette sans contrainte et non exposée
B 5	Résistance au choc en traction	Voir note 2	50 % de la valeur obtenue sur une éprouvette sans contrainte et non exposée
B 6	Toute autre propriété convenue	—	Par accord

NOTES

- 1 L'état des éprouvettes, la propriété indicative et le critère de défaillance doivent être sélectionnés en vue des conditions pratiques en service.
- 2 En cours d'étude.

5.2 Brides, réalisées avec un matériau résistant aux produits chimiques. Brider légèrement l'éprouvette; il n'est pas nécessaire que le contact entre l'éprouvette et le conformateur s'étende au-delà des brides, mais il doit s'étendre sur toute la longueur de l'éprouvette qui sera soumise aux plus fortes contraintes lors de l'essai mécanique qui suit. En aucun cas, la partie en contact (mesurée dans le sens de la longueur de l'éprouvette) ne doit être inférieure à 10 fois l'épaisseur de l'éprouvette.

5.3 Récipients, en verre, soigneusement nettoyés avec des couvercles bien ajustés, pour contenir les éprouvettes montées et l'environnement d'essai. D'autres récipients conviennent, s'il n'y a pas d'interaction entre leur matière et celle des éprouvettes ou de l'environnement d'essai. Lorsque le contact entre les éprouvettes et le milieu d'essai se produit dans d'autres conditions, telle que dans la vapeur ou sous une pulvérisation d'eau, ce fait doit être mentionné dans le procès-verbal d'essai.

5.4 Environnements d'essai, de pureté analytique si besoin est. Si des produits techniques sont utilisés, ils doivent être d'une origine et d'une qualité agréées et il faut prendre garde d'effectuer tous les essais avec le même lot.

NOTE — Après une longue exposition, en particulier à température élevée, la nature et la composition de l'environnement d'essai peuvent être modifiées. Ceci doit être pris en considération. Il faut convenir d'un renouvellement après des temps définis.

5.5 Micromètre, étalonné, permettant de déterminer l'épaisseur des éprouvettes à 0,01 mm près.

5.6 Appareillage pour déterminer la propriété indicative

(Voir 8.6.)

6 Éprouvettes

6.1 Forme et dimensions

Celles-ci doivent être conformes aux exigences de la norme appropriée de la matière. S'il n'existe pas de norme de matière, la forme et les dimensions doivent être conformes à la norme de méthode d'essai.

NOTE — Si les éprouvettes sont usinées dans des plaques ou des objets, leur épaisseur doit être celle de ces produits. Ceci doit alors être mentionné dans le procès-verbal d'essai ainsi que leur emplacement d'origine dans la plaque ou dans l'objet.

6.2 État

Dans le cas des thermoplastiques amorphes, celui-ci doit être déterminé selon l'ISO 2557 sur cinq éprouvettes. Dans le cas de thermoplastiques partiellement cristallins et pour les autres matériaux plastiques durcissables, les conditions de moulage doivent être mentionnées dans le procès-verbal d'essai.

Pour obtenir des résultats comparables, les éprouvettes utilisées doivent avoir les mêmes dimensions, le même état, le même mode de préparation et le même âge. Lorsqu'elles sont découpées ou usinées (voir ISO 2818) dans des plaques ou des objets finis, elles doivent être découpées à partir des endroits correspondants et dans les directions correspondantes. Les arêtes découpées doivent avoir une bonne présentation.

6.3 Nombre

Pour chaque échelon d'allongement il est nécessaire de disposer d'au moins trois éprouvettes, et cinq pour l'échelon d'allongement zéro, à moins qu'un nombre différent ne soit prescrit dans la norme de matière ou d'essai.

7 Atmosphère de conditionnement et d'essai

7.1 Atmosphère de conditionnement

À moins d'un accord différent entre les parties intéressées (par exemple pour les polyamides), les éprouvettes doivent être conditionnées durant 48 h dans l'atmosphère 23 ± 2 °C et (50 ± 5) % d'humidité relative (voir ISO 291) avant bridage sur les conformateurs et exposition dans l'environnement d'essai ou de référence.

7.2 Atmosphère d'essai

À moins d'un accord différent entre les parties intéressées, la propriété indicative doit être déterminée dans l'atmosphère 23 ± 2 °C et (50 ± 5) % d'humidité relative (voir ISO 291).

8 Mode opératoire

8.1 Précautions

À tous les stades, les éprouvettes doivent être protégées des gaz nuisibles, des vapeurs ou liquides (autres que celui de l'environnement d'essai), de la lumière artificielle ou naturelle intense et du contact direct avec la peau humaine.

8.2 Températures

Au cours de l'immersion des éprouvettes montées dans l'environnement d'essai, la température doit normalement être de 23 ± 2 °C, mais elle peut être de 40 ± 2 °C ou 55 ± 2 °C ou une autre valeur spécifiée. Au cours du séjour dans l'environnement de référence (normalement l'air), la température doit être identique.

8.3 Montage des éprouvettes

Brider les éprouvettes nettoyées sur les conformateurs en commençant par l'échelon zéro d'allongement et en terminant par le conformateur ayant le plus petit rayon.

NOTE — Veiller à ce que seules les extrémités des éprouvettes soient manipulées. Si les éprouvettes ne sont pas propres, elles doivent être nettoyées avant montage avec un liquide qui n'influence pas leur comportement.

8.4 Contact avec l'environnement d'essai

Immédiatement après le montage, mettre les éprouvettes en contact avec l'environnement d'essai.

Le contact avec les liquides et les gaz est obtenu par immersion. Les pâtes doivent être soigneusement étalées, en épaisseur de 2 à 4 mm, sur la partie exposée de l'éprouvette. Les solides, tels que les élastomères ou les feuilles plastifiées, doivent être plaqués sur la surface de l'éprouvette et placés en sandwich entre celle-ci et une seconde éprouvette. Ceci assure un contact sous pression définie (voir figure 2).

8.5 Séjour au contact de l'environnement d'essai

8.5.1 Essai à court terme

Maintenir les éprouvettes montées au contact du milieu d'essai durant 22 à 24 h.

8.5.2 Essai à long terme

Maintenir les éprouvettes montées au contact du milieu d'essai pendant une durée convenue ou jusqu'à ce qu'un accroissement de la durée n'entraîne plus de changement de la propriété indicative concernée.

NOTES

- 1 Un essai préliminaire peut être effectué avec seulement une éprouvette pour chaque échelon d'allongement, afin de situer l'allongement de défaillance. Alors, de part et d'autre de celui-ci, on doit avoir le même nombre d'échelons d'allongement.
- 2 Pour la plupart des besoins pratiques, une durée d'allongement de 1 000 h est suffisante.
- 3 Si les éprouvettes se soulèvent au centre ou se déforment sous l'influence du milieu d'essai, défaire les brides et rebrider les éprou-

vettes de façon que leur partie centrale soit en contact avec le conformateur. Si cela n'est pas possible, effectuer un nouvel essai.

8.6 Détermination de la propriété indicative

Conduire la détermination selon la norme de la matière ou, s'il n'en existe pas, selon la norme de la méthode d'essai. Toutefois, ne pas tenir compte des indications de conditionnement, mais substituer le mode opératoire suivant.

Après la durée de l'échelon d'allongement convenue, examiner l'éprouvette visuellement. Si le milieu d'essai est un solide, celui-ci et l'éprouvette de plaquage (voir figure 2) doivent être mis à l'écart.

Démonter l'éprouvette du conformateur et déterminer la propriété indicative en commençant par les éprouvettes d'échelon d'allongement le plus bas. Conduire cette détermination sans enlever la substance résiduelle du milieu d'essai, dans le cas où celle-ci est un liquide qui ne se draine pas de la surface.

Déterminer la propriété indicative dès que possible après le démontage de l'éprouvette pour les essais à court terme et dans les 22 à 24 h qui suivent le démontage dans le cas d'essais à long terme.

Pour l'essai de flexion ou l'essai de Charpy, la surface de l'éprouvette qui n'était pas en contact avec le conformateur doit être placée sur les supports.

NOTE — S'il n'existe pas de norme de matière, utiliser les conditions d'essai suivantes:

- essai de flexion (voir ISO 178): contrainte de flexion à la charge maximale;
- essai de traction (voir ISO 527): contrainte de traction à la rupture, $v = 50$ mm/min.

9 Expression des résultats

9.1 Calculs

Calculer les valeurs moyennes de la propriété mécanique indicative pour chaque échelon d'allongement.

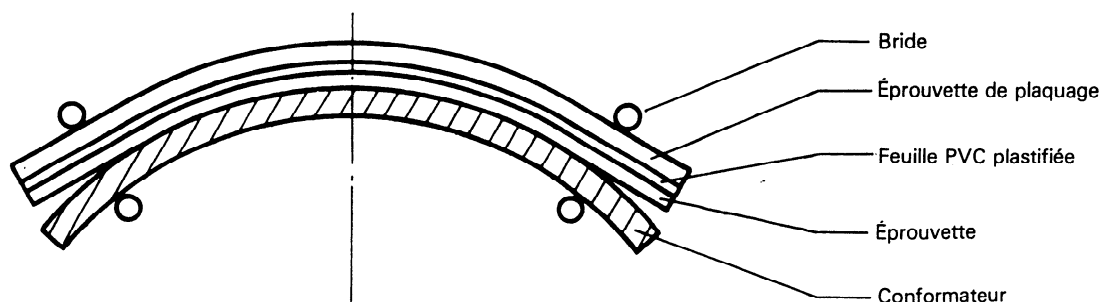


Figure 2 — Exemple d'éprouvette de type sandwich

9.2 Représentation graphique

Porter chaque valeur moyenne sur un diagramme comportant l'allongement imposé en abscisse et la valeur mécanique de la propriété indicative en ordonnée. Tracer la meilleure courbe passant au milieu de ces points et déterminer par interpolation l'allongement de défaillance (voir figure 3).

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de la matière;
- c) type, nombre et dimensions des éprouvettes;
- d) état des éprouvettes;
- e) méthode de nettoyage des éprouvettes;
- f) mode de conditionnement et/ou de recuit;

- g) nature de l'environnement d'essai et de l'environnement de référence;
- h) durée et température d'exposition à l'environnement d'essai et à l'environnement de référence;
- j) propriété indicative et sa méthode de détermination;
- k) critère de défaillance adopté;
- m) valeurs individuelles et valeur moyenne de la propriété indicative;
- n) présentation graphique des résultats;
- p) allongement de défaillance;
- q) facteur relatif d'allongement, si un environnement de référence a été utilisé;
- r) observations visuelles (changements de couleur, fendillement, gonflement, lustre);
- s) autres observations;
- t) tout écart par rapport aux conditions prescrites dans la présente Norme internationale.

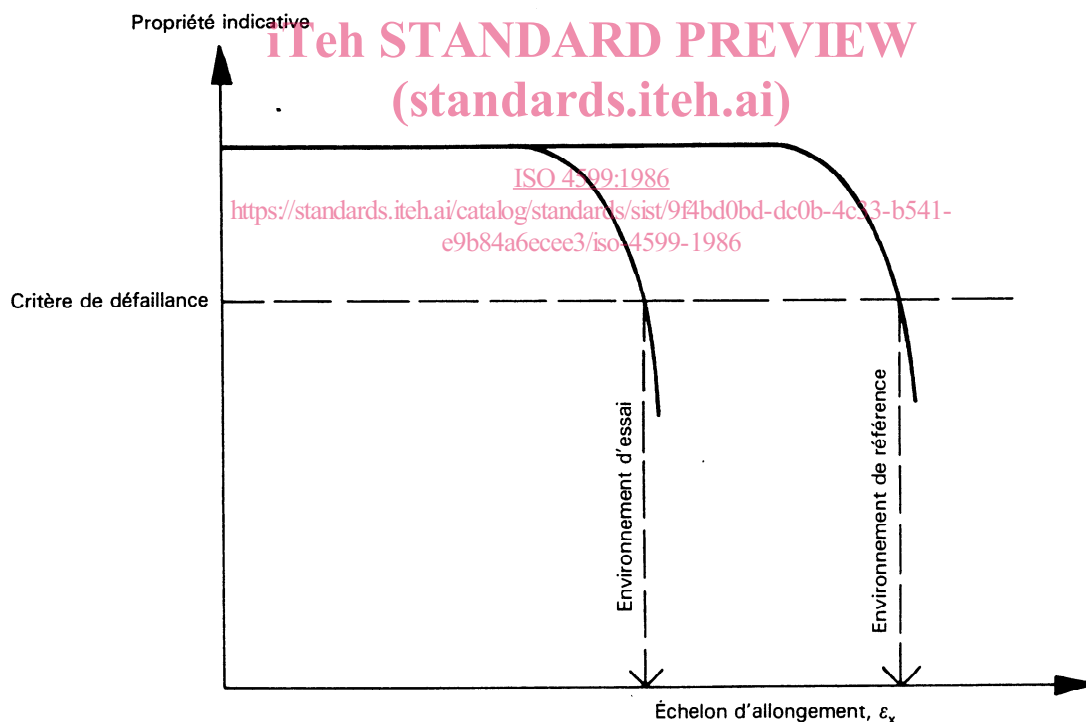


Figure 3 — Évaluation graphique des résultats d'essai

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4599:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f4bd0bd-dc0b-4c33-b541-e9b84a6ecee3/iso-4599-1986>