

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
4600

Deuxième édition  
1992-08-15

---

---

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Plastics — Determination of environmental stress cracking (ESC) — Ball  
or pin impression method*

ISO 4600:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15a3ae0-25d2-4b2b-b464-000329911249/iso-4600-1992>



Numéro de référence  
ISO 4600:1992(F)

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4600 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 6, *Vieillessement et résistance aux agents chimiques et environnants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4600:1981), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

## Introduction

La fissuration sous contrainte dans un environnement donné est présentée par de nombreux matériaux, y compris les plastiques. Lorsqu'un plastique est soumis, 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. Ces contraintes peuvent être internes ou externes, ou une combinaison des deux. L'exposition simultanée à un milieu chimique avec la même contrainte ou déformation peut conduire à une réduction spectaculaire du temps de rupture. Ce phénomène correspond à la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC); la contrainte ou déformation à long terme admissible peut être considérablement réduite de ce fait.

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 l'ESC est complexe parce qu'elle est influencée par de nombreux paramètres comprenant

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f5a3ae0-25d2-4b2b-b464-000329911249/iso-4600-1992>  
 — 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;
- le milieu chimique;
- la méthode d'essai;
- le critère de défaillance.

En gardant tous les paramètres constants, à l'exception d'un seul, l'influence du paramètre variable sur l'ESC peut être évaluée. L'objectif principal des mesures de l'ESC est de déterminer l'effet des milieux (environnements) chimiques sur les plastiques (éprouvettes d'essai et objets). Les mesures peuvent également être utilisées pour évaluer l'influence des conditions de moulage sur la qualité d'un objet, quand le mode de rupture correspond à celui qui est obtenu en service. Quoiqu'il en soit, il n'est pas possible d'établir de corrélation directe entre les résultats de mesure d'ESC de courte durée sur des éprouvettes d'essai et le comportement réel d'objets en service, parce que le comportement de ce dernier risque d'être plus complexe que celui des éprouvettes d'essai.

Page blanche

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

ISO 4600:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f5a3ae0-25d2-4b2b-b464-000329911249/iso-4600-1992>

# Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode par enfoncement de billes ou de goupilles

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) des plastiques à l'aide d'un essai à déformation constante.

L'essai est applicable aux produits finis et aux éprouvettes, préparés par moulage et/ou usinage, et peut être utilisé pour l'évaluation de l'ESC d'un produit ou d'une matière plastique, exposés à différents environnements et pour la détermination de l'ESC de différentes matières plastiques exposées à un environnement spécifique.

NOTE 1 Une méthode pour la détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné, à l'aide d'un essai sous contrainte de traction constante, est prescrite dans l'ISO 6252. Une autre méthode pour la détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné, à l'aide d'un essai à déformation constante, est également prescrite dans l'ISO 4599.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 178:1975, *Matières plastiques — Détermination des caractéristiques de flexion des matières plastiques rigides.*

ISO 291:1977, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 293:1986, *Plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

ISO 294:1975, *Matières plastiques — Moulage par injection des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

ISO 468:1982, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et les règles générales de la détermination des spécifications.*

ISO/R 527:1966, *Matières plastiques — Détermination des caractéristiques en traction.*

ISO 2557-1:1989, *Plastiques — Thermoplastiques amorphes — Préparation des éprouvettes à niveau de retrait maximal spécifié — Partie 1: Barres.*

ISO 2818:1980, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage.*

ISO 3167:1983, *Plastiques — Préparation et utilisation d'éprouvettes à usages multiples.*

ISO 4599:1986, *Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode de l'éprouvette courbée.*

ISO 6252:1992, *Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode sous contrainte de traction constante.*

### 3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

**3.1 surdimensionnement ( $d_d$ ):** Différence entre le diamètre ( $d_b$ ) d'une bille ou d'une goupille en acier, qui ont été introduites, et le diamètre ( $d_h$ ) du trou percé dans l'éprouvette:

$$d_d = d_b - d_h$$

**3.2 échelon de déformation:** Détermination effectuée à un surdimensionnement défini.

**3.3 échelon de déformation nulle:** Détermination effectuée en utilisant des éprouvettes seulement percées et alésées, c'est-à-dire sans introduction de bille ni de goupille.

**3.4 gamme de déformations:** Nombre d'échelons de déformation successifs à partir de l'échelon de déformation nulle.

NOTE 2 Normalement, une gamme de déformations comporte sept échelons de déformation de sévérité croissante.

**3.5 limite de défaillance:** Surdimensionnement qui, dans la gamme de déformations, entraîne la défaillance comme prescrit ci-après.

Critères de défaillance:

a) dans la méthode A (pour des éprouvettes de produits), comme des fissures visibles, observables à l'œil nu;

b) dans la méthode B (pour des éprouvettes moulées ou usinées), à l'aide des critères suivants (voir figure 1):

- 1) comme une réduction de 5 % de l'effort maximal de traction mesuré à l'échelon de déformation nulle (critère B<sub>1</sub>),
- 2) comme une réduction de 5 % de l'effort maximal de traction mesuré à l'échelon de déformation nulle (critère B<sub>2</sub>),
- 3) comme une réduction de 20 % de l'allongement à la rupture en traction mesuré à l'échelon de déformation nulle (critère B<sub>3</sub>).

S'il ne se produit pas de rupture immédiatement après l'application de l'effort maximal de traction, l'allongement en traction correspondant à 50 % de l'effort maximal précédent (voir figure 1) peut être mesuré. La défaillance est définie comme une réduction de 20 % de la valeur obtenue à l'échelon de déformation nulle (critère B<sub>4</sub>).

NOTE 3 Il est suffisant de mesurer l'allongement entre les mâchoires de la machine.

Si l'on désire la valeur de la contrainte de traction ou de flexion, rapporter l'effort à l'aire de la plus petite section transversale de l'éprouvette au niveau du trou.

ISO 4600:1992

**3.6 facteur relatif de fissuration sous contrainte:** Rapport de la limite de défaillance dans l'environnement d'essai, à celle dans un environnement de référence, par exemple l'air, mesurées à la même température d'essai après la même durée d'essai.

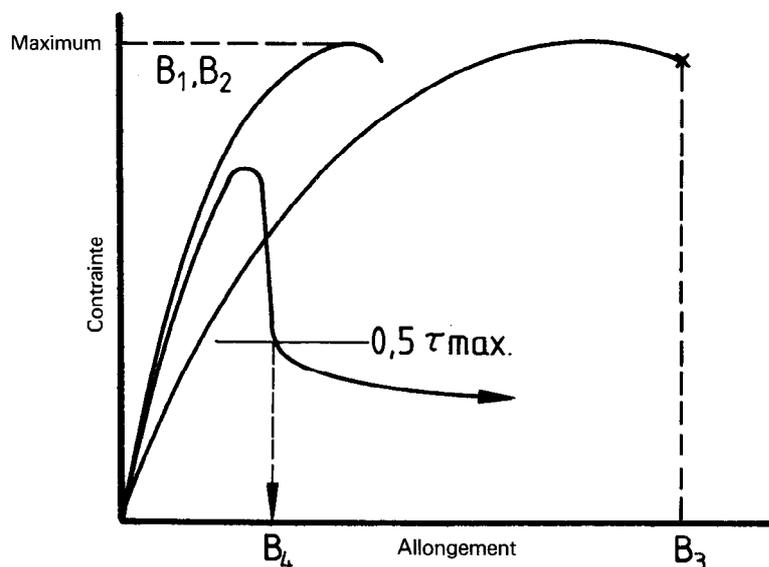


Figure 1 — Critère de défaillance pour la méthode B

## 4 Principe

Une déformation constante, produite par des billes ou des goupilles enfoncées dans une éprouvette immergée dans un environnement d'essai, produit souvent des microfissures qui peuvent se développer dans le temps en fissures visibles. Pour diminuer la durée de l'essai, la défaillance peut être accélérée à l'aide d'un essai mécanique ultérieur. Si les produits essayés ne peuvent pas être soumis à des essais mécaniques, l'examen visuel des fissures autour des billes ou des goupilles doit être entrepris.

Un trou de diamètre prescrit est percé dans l'éprouvette, une bille ou une goupille en acier, surdimensionnée, est enfoncée dans le trou et l'éprouvette est mise en contact avec un milieu chimique. Cette opération est répétée en utilisant des billes ou des goupilles de diamètre croissant progressivement. Après un temps prescrit, l'effet de l'interaction peut être déterminé par examen visuel (méthode A) ou par détermination des caractéristiques de traction ou de flexion (méthode B). Une série parallèle d'essais peut être effectuée en n'exposant les éprouvettes qu'à l'action de l'air et en déterminant comparativement le comportement.

NOTE 4 Les goupilles sont à préférer pour les simples séries d'éprouvettes ou d'objets d'épaisseur supérieure à 1 mm. La déformation de l'éprouvette est égale sur toute la longueur du trou.

Les billes sont à préférer pour un nombre de séries d'éprouvettes ou d'objets et pour les essais de routine si les éprouvettes ont une épaisseur de 2 mm à 4 mm. La déformation de l'éprouvette est maximale au niveau de l'équateur de la bille.

En raison des différences de déformation, les résultats des essais avec des billes et des essais avec des goupilles peuvent être différents.

## 5 Appareillage

**5.1 Perceuse**, fonctionnant à une fréquence de rotation convenable, par exemple  $1\ 000\ \text{min}^{-1}$ .

**5.2 Forets**, de diamètre 2,8 mm.

**5.3 Alésoir**, convenant à l'alésage d'un trou de diamètre  $(3,00 \pm 0,05)$  mm.

NOTE 5 Un alésoir  $3^{\text{H7}}$  (3,004 mm à 3,008 mm) convient.

**5.4 Jauges d'alésage**, ou autres dispositifs convenables, pour mesurer le diamètre des trous alésés, à 0,005 mm près.

**5.5 Micromètre**, pour déterminer le diamètre des billes ou des goupilles avec une justesse de 0,001 mm.

**5.6 Billes ou goupilles en acier.**

NOTE 6 Si l'acier est attaqué dans l'environnement d'essai, d'autres matériaux durs appropriés, par exemple le verre, peuvent être utilisés pour les billes ou les goupilles.

**5.6.1 Billes ou goupilles polies**, dont les tolérances sont de  $\pm 0,001$  mm sur des diamètres inférieurs ou égaux à 4 mm et de  $\pm 0,01$  mm sur des diamètres supérieurs à 4 mm.

**5.6.2 Goupilles**, exemptes de rugosités et de bords coupants, ayant une partie cylindrique d'une longueur de 10 mm à 50 mm et une extrémité conique (1:5) réduisant le diamètre d'entrée à 2,5 mm (voir 8.3.2). La rugosité de surface des goupilles doit être égale, de préférence avec  $R_a \leq 0,02\ \mu\text{m}$  (voir ISO 468).

NOTE 7 Une longue partie cylindrique de la goupille permettra le montage de plusieurs éprouvettes sur la même goupille.

L'utilisation de la gamme de diamètres donnée dans le tableau 1 est recommandée.

Tableau 1 — Gamme de diamètres recommandée

Dimensions en millimètres

Diamètre	Accroissement
2,98 à 3,2	0,01
3,2 à 3,5	0,05
3,5 à 4,0	0,10
4,0 à 6,0	0,50

**5.7 Gabarit**, pour le perçage.

**5.8 Appareil pour enfoncer les billes ou les goupilles dans le trou.**

Le mandrin d'une perceuse ou la machine de traction elle-même peuvent être utilisés.

**5.9 Récipients**, pour immerger les éprouvettes.

**5.10 Compteur de temps.**

**5.11 Machine d'essai de flexion ou de traction** (voir ISO 178 et ISO/R 527), pour déterminer les caractéristiques de flexion ou de traction.

## 6 Éprouvettes

### 6.1 Forme

En général, utiliser la forme d'éprouvette et la méthode de préparation prescrites dans la Norme internationale relative au matériau ou au produit concerné.

Si la Norme internationale correspondante ne contient pas de telles spécifications, utiliser les formes d'éprouvettes suivantes.

#### 6.1.1 Méthode A

Utiliser comme éprouvette le produit ou une partie de celui-ci.

#### 6.1.2 Méthode B

Utiliser des éprouvettes moulées (voir ISO 293 et ISO 294) ou usinées (voir ISO 2818).

Les éprouvettes ne doivent pas être usinées sur les faces où le trou sera percé. Si les dimensions des éprouvettes ne sont pas précisées pour l'essai de flexion, utiliser un barreau de dimensions 80 mm × 10 mm × 4 mm, comme prescrit dans l'ISO 178, et, pour l'essai de traction, utiliser l'éprouvette d'essai appropriée prescrite dans l'ISO/R 527. On attire l'attention sur l'éprouvette à usages multiples prescrite dans l'ISO 3167.

### 6.2 État

Pour les essais destinés à être comparés, les éprouvettes doivent être dans le même état. On attire l'attention sur l'ISO 2557-1 pour la détermination du niveau de retrait et sur l'ISO 294 pour l'état des éprouvettes. Si l'essai est effectué sur des produits finis, les trous et les goupilles doivent être mis en œuvre au même emplacement ou à un emplacement agréé entre les parties intéressées, en particulier si des régions critiques, telles que les lignes de ressoudure, sont examinées.

Le niveau de retrait des éprouvettes, qu'elles soient moulées par compression, par injection ou usinées à partir d'une plaque, doit être déterminé sur cinq éprouvettes avant de les percer et de les aléser.

Pour l'examen de matières à mouler de polymères cristallins, tels que le polyéthylène et le polypropylène, le taux de cristallinité doit être défini par un recuit, comme prescrit dans la Norme internationale relative au matériau concerné ou comme agréé entre les parties intéressées.

**NOTE 8** La valeur numérique de la limite de défaillance dépend de la méthode de détermination et de la distance

entre la paroi du trou et le bord de l'éprouvette. La valeur diminue lorsque cette distance devient plus petite.

### 6.3 Nombre

Le nombre d'éprouvettes nécessaire dépend de la durée de l'essai, c'est-à-dire courte (voir 8.4.1) ou longue (voir 8.4.2), et de la méthode utilisée. Trois échelons de déformation doivent être situés de part et d'autre de la limite de défaillance approximative présumée.

**6.3.1 Essai de courte durée** (jusqu'à 20 h dans l'environnement d'essai) (voir 8.4.1).

#### 6.3.1.1 Méthode A

Trois gammes complètes de déformations doivent être utilisées pour l'essai dans l'environnement choisi. Le nombre d'éprouvettes nécessaires dépend donc du nombre de trous qui peuvent être percés dans la région homogène d'un produit.

#### 6.3.1.2 Méthode B

Cinq éprouvettes doivent être utilisées pour chaque échelon de déformation.

#### 6.3.2 Essai de longue durée

Le nombre d'éprouvettes dépend des conditions d'essai (voir 8.4.2).

## 7 Conditionnement et conditions d'essai

### 7.1 Conditionnement

Sauf accord différent entre les parties intéressées (par exemple pour les polyamides ou les polyoléfines), les éprouvettes doivent être conditionnées avant préparation et essai durant au moins 24 h à  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  et  $(50 \pm 5) \%$  d'humidité relative (voir ISO 291).

### 7.2 Température d'essai

**7.2.1** Sauf accord différent entre les parties intéressées (par exemple pour le polyéthylène), la température pendant l'opération d'enfoncement de la bille ou de la goupille doit être de  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

**7.2.2** Sauf prescription contraire, la température pendant l'immersion doit être de  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  et les éprouvettes doivent être stockées dans l'air à  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  et  $(50 \pm 5) \%$  d'humidité relative.

**7.2.3** L'essai de flexion ou de traction doit être effectué à  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  et  $(50 \pm 5) \%$  d'humidité relative, ou seulement à  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  si l'humidité relative n'a pas d'influence.

### 7.3 Environnement chimique

L'environnement chimique utilisé pour l'essai doit être celui qui est prescrit dans la Norme internationale correspondante. S'il n'existe pas une telle spécification, utiliser soit l'environnement chimique avec lequel le matériau sera en contact dans l'application envisagée, soit un produit entre les parties intéressées.

## 8 Mode opératoire

Les éprouvettes, les billes et les goupilles doivent être propres et exemptes de graisse, de matière grasse, de sueur ou de toute autre substance qui peut influencer le résultat de l'essai.

NOTE 9 L'exposition des éprouvettes à une forte lumière artificielle ou naturelle peut aussi modifier le résultat.

### 8.1 Percement des éprouvettes

#### 8.1.1 Méthode A

Percer des trous de diamètre 2,8 mm dans chaque éprouvette conditionnée et les aléser à 3 mm. Les trous doivent être perpendiculaires à la surface des éprouvettes, au moins à 15 mm les uns des autres et à 15 mm des bords de l'éprouvette. Utiliser un agent réfrigérant pour cette opération (par exemple l'air comprimé, l'eau ou un autre agent connu pour n'avoir aucune influence sur le matériau soumis à l'essai).

NOTE 10 La préparation des éprouvettes est difficile et importante et exige beaucoup de soin (voir 6.2).

#### 8.1.2 Méthode B

Percer un trou de diamètre 2,8 mm dans chaque éprouvette conditionnée et l'aléser à 3 mm. Percer le trou perpendiculairement à la surface de l'éprouvette de sorte qu'il se situe à l'intersection des axes de symétrie, avec une tolérance de 0,2 mm longitudinalement et de 0,02 mm transversalement. Percer à la suite les unes des autres toutes les éprouvettes nécessaires pour chaque gamme de déformations, en réduisant les intervalles de temps au minimum et en utilisant un agent réfrigérant (voir 8.1.1).

NOTE 11 Pour centrer le trou au perçage, le type de dispositif représenté à la figure 2 est recommandée.

#### 8.2 Mesurage du diamètre du trou (Méthodes A et B)

Stocker les éprouvettes percées et alésées durant  $(24 \pm 2)$  h dans l'atmosphère prescrite en 7.2.2.

Mesurer le diamètre de cinq trous pris au hasard, à 0,005 mm près. Vérifier que l'écart entre les valeurs extrêmes est inférieur à 0,01 mm et calculer la moyenne arithmétique. Cette valeur moyenne doit être prise comme diamètre du trou pour la gamme.

#### 8.3 Introduction des billes ou des goupilles (Méthodes A et B)

##### 8.3.1 Billes

Enfoncer une bille dans chaque trou en utilisant un appareil d'introduction des billes ou d'autres moyens adaptés, par exemple le mandrin d'une perceuse (voir 5.8). S'assurer que les billes sont placées symétriquement par rapport à l'épaisseur des éprouvettes.

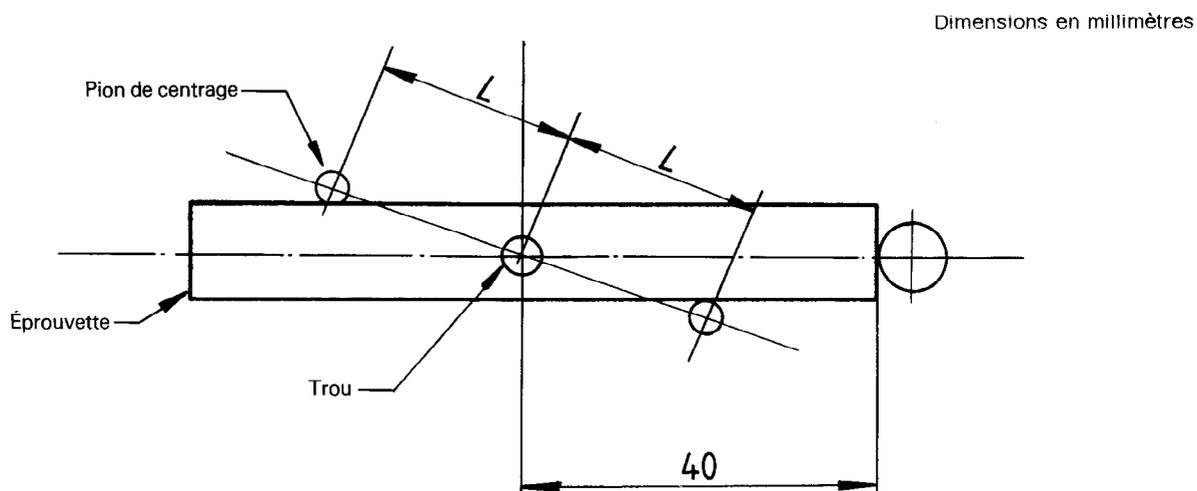


Figure 2 — Dispositif pour percer des trous dans les éprouvettes