
Norme internationale



6252

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 sous contrainte de traction constante

Plastics — Determination of environmental stress cracking (ESC) — Constant tensile stress method

Première édition — 1981-12-15

CDU 678.5/.8 : 620.191.33 : 620.193.4

Réf. n° : ISO 6252-1981 (F)

Descripteurs : matière plastique, essai, essai de fissuration, contrainte de traction, réaction chimique, matériel d'essai.

Prix basé sur 8 pages

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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 6252 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en mai 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Pologne
Allemagne, R.F.	France	Roumanie
Belgique	Hongrie	Royaume-Uni
Bésil	Inde	Suède
Canada	Israël	Suisse
Chine	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Jamahiriya arabe libyenne	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	USA
Espagne	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Plastiques — Détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) — Méthode sous contrainte de traction constante

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. Ces 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. Ce phénomène correspond à la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC).

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

- 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 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 peut être plus complexe que celui des éprouvettes d'essai.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné (ESC) des plastiques soumis à une force de traction constante en présence d'agents chimiques.

NOTE — Une méthode de détermination de la fissuration sous contrainte dans un environnement donné, à l'aide d'un essai à déformation constante, est spécifiée dans l'ISO 4600.

2 Références

ISO 150, *Huiles de lin brutes, raffinées et cuites, pour peintures et vernis — Spécifications et méthodes d'essai.*

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

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

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

— *Partie 1 : Éprouvettes sous forme de barreaux parallélépipédiques (Moulage par injection et moulage par compression).*

— *Partie 2 : Éprouvettes sous forme de plaques rectangulaires (Moulage par injection).*

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.*

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

3 Principe

Soumission d'une éprouvette à une force de traction constante, correspondant à une contrainte inférieure à la contrainte de traction au seuil d'écoulement, et immersion simultanée dans un fluide spécifié à la température d'essai choisie. Relevé du temps à l'issue duquel et/ou la contrainte pour laquelle une rupture de l'éprouvette se produit.

La fissuration sous contrainte des éprouvettes dans l'environnement donné est déterminée par l'une des deux méthodes suivantes (A ou B), le choix étant fonction du temps jusqu'à la rupture :

- Méthode A : Détermination de la contrainte de traction provoquant une rupture à l'issue de 100 h d'essai. La contrainte est obtenue par interpolation de la courbe de variation du temps jusqu'à la rupture en fonction de la contrainte appliquée.
- Méthode B : Détermination du temps jusqu'à la rupture sous une contrainte de traction spécifiée. Cette méthode est utilisée lorsque le temps jusqu'à la rupture dépasse 100 h.

4 Appareillage

4.1 Dispositif, permettant de soumettre l'éprouvette simultanément à une contrainte de traction constante et à l'action de l'environnement chimique.

Si le produit chimique est liquide à la température d'essai, l'éprouvette doit être totalement immergée au sein de celui-ci. Si le produit chimique est pâteux à la température d'essai, l'éprouvette peut être enduite d'une couche épaisse (au moins 2 mm) de ce produit (voir chapitre 5).

Les parties du dispositif en contact avec le produit chimique doivent être fabriquées en une matière inerte vis-à-vis de celui-ci, par exemple en acier inoxydable.

La force de traction constante peut être appliquée par des poids (les figures 1 et 2 montrent deux schémas d'appareillage appropriés). La justesse de la force doit être de $\pm 1\%$. S'assurer qu'il n'y a pas de perte de contrainte dans le dispositif, par exemple par frottement dans les supports.

Si le dispositif comporte plusieurs postes d'essai, il est nécessaire de prévoir un amortissement, afin d'éviter la transmission des secousses à l'ensemble de l'appareil.

4.2 Bain thermorégularisé, permettant de maintenir l'éprouvette d'essai à 23 ± 1 °C ou à une température plus élevée allant jusqu'à 105 °C, avec une précision de $\pm 0,5$ °C (voir chapitre 6).

4.3 Dispositif automatique, pour mesurer le temps jusqu'à la rupture de chaque éprouvette avec une précision de 1 min.

4.4 Matériel nécessaire à la préparation des éprouvettes soit par usinage (voir ISO 2818), soit par découpage à l'emporte-pièce.

5 Environnements chimiques

L'environnement chimique utilisé pour l'essai doit être spécifié dans la Norme internationale relative au matériau soumis à l'essai; à défaut, utiliser soit celui qui est destiné à être en contact avec le matériau pour l'application prévue, soit un produit de référence convenu entre les parties intéressées.

NOTE — Exemples de produits de référence :

- a) éthanol à 95 % (V/V), de qualité pharmaceutique;
- b) solution à 1 % (m/m) de nonylphénoxy poly(éthylèneoxy)éthanol¹⁾ dans de l'eau distillée;
- c) huile de lin raffinée (voir ISO 150).

6 Température d'essai

Les températures d'essai préférentielles sont 23 ± 1 °C et $55 \pm 0,5$ °C. Si on le demande, d'autres températures peuvent être utilisées, choisies de préférence parmi les températures suivantes :

$40 \pm 0,5$ °C, $70 \pm 0,5$ °C, $85 \pm 0,5$ °C, $100 \pm 0,5$ °C.

7 Contraintes d'essai

7.1 Contrainte maximale admissible

La contrainte appliquée à l'éprouvette au cours de l'essai doit être inférieure à la contrainte de traction au seuil d'écoulement du matériau à la température d'essai.

NOTE — À titre de guide, la contrainte qui provoque un allongement de 2 % de la partie calibrée après 1 h peut être utilisée comme limite supérieure. Cette contrainte peut être déterminée par des essais préalables, en utilisant plusieurs contraintes de traction différentes. Après maintien de la contrainte durant 1 h, supprimer la charge et mesurer immédiatement l'allongement résiduel de la partie calibrée de l'éprouvette. Voir aussi l'annexe.

7.2 Méthode A

Déterminer la contrainte de traction nécessaire pour provoquer la rupture après 100 h, en appliquant une série de contraintes, la contrainte maximale étant celle qui est définie en 7.1.

¹⁾ Ce détergent est disponible commercialement. Des informations détaillées peuvent être obtenues auprès du secrétariat du comité technique ISO/TC 61 (ANSI) ou auprès du Secrétariat central de l'ISO.

7.3 Méthode B

Déterminer le temps jusqu'à la rupture sous une contrainte unique, la contrainte appliquée étant la contrainte maximale admissible définie en 7.1. D'autres contraintes au-dessous de la contrainte maximale peuvent être utilisées si elle ont fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

8 Éprouvettes

8.1 Forme et dimensions

Utiliser l'éprouvette de traction type B conforme à l'ISO 527 avec un rapport d'homothétie 1 : 2, telle que représentée à la figure 4.

L'épaisseur préférentielle est $2 \pm 0,2$ mm, mais lorsque les éprouvettes sont préparées à partir de produits finis, l'épaisseur peut être celle du produit.

8.2 Nombre

Au moins cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai pour chacune des contraintes de traction utilisées.

Si le matériau est supposé anisotrope, deux jeux d'éprouvettes, découpés perpendiculairement l'un par rapport à l'autre, doivent être préparés.

8.3 Préparation

Les éprouvettes doivent être préparées conformément à la Norme internationale appropriée; à défaut, les éprouvettes doivent être usinées dans des plaques ou des produits finis, conformément aux méthodes spécifiées dans l'ISO 2818.

Si les plaques sont préparées à partir de matière à mouler, elles doivent être moulées conformément à la spécification de la matière concernée, ou selon accord entre les parties intéressées. Les éprouvettes ne doivent être découpées à l'emporte-pièce que si l'usinage n'est pas possible, par exemple pour des matériaux relativement souples.

NOTE — La fissuration sous contrainte dans un environnement donné d'une éprouvette ne dépend pas uniquement du matériau, mais également de sa méthode de préparation. Seuls les résultats obtenus sur des éprouvettes préparées de manière similaire et dans le même état peuvent être comparés. L'attention est attirée sur l'ISO 2557 pour la détermination du niveau de retrait.

9 Conditionnement

En l'absence de spécifications dans la Norme internationale correspondante ou d'accord préalable, les éprouvettes doivent être, avant l'essai, conditionnées dans l'atmosphère 23/50 spécifiée dans l'ISO 291 (23 ± 2 °C et 50 ± 5 % d'humidité relative) durant 24 h.

10 Mode opératoire

10.1 Mesurer, à 0,01 mm près, l'épaisseur et la largeur de la partie calibrée de chaque éprouvette, et calculer la force P , en newtons, qui devra lui être appliquée, à l'aide de la formule

$$G \times A$$

où

G est la contrainte, en mégapascals, choisie pour l'essai (comme indiqué en 7.1);

A est l'aire, en millimètres carrés, de la section transversale de la partie calibrée de l'éprouvette.

NOTE — Pour déterminer l'aire de la section transversale, il est conseillé

- de mesurer l'épaisseur aux deux extrémités de la partie contrôlée et d'adopter la valeur minimale;
- de mesurer la largeur de chaque face à chaque extrémité de la partie centrale et d'adopter la valeur moyenne.

10.2 Porter le bain thermorégularisé (4.2) à la température d'essai choisie.

10.3 Monter les éprouvettes dans les mors du dispositif de traction (4.1) et les immerger dans le liquide d'essai, ou enduire le corps des éprouvettes de la pâte chimique d'essai.

10.4 Après 15 min, appliquer, sans choc, à chaque éprouvette la charge P de façon que la durée de mise en charge soit, de préférence, comprise entre 3 et 5 s après le début de l'application de l'effort, mais toujours inférieure à 10 s. Mettre en route le dispositif automatique de mesurage du temps (4.3) dès le début de l'application de la charge ($t = 0$). Noter le temps jusqu'à la rupture pour chacune des éprouvettes et le type de rupture (fragile ou ductile).

NOTE — Si un environnement chimique liquide est utilisé, il doit être renouvelé avec du liquide du même lot de fabrication pour chaque éprouvette (appareil à un poste), ou chaque groupe d'éprouvettes (appareil à plusieurs postes).

10.5 Si la méthode A est utilisée, effectuer l'essai à plusieurs niveaux de contrainte, jusqu'à et y compris la contrainte maximale admissible définie en 7.1.

NOTE — La contrainte à 100 h est obtenue par interpolation (voir 11.1). Il est nécessaire que les contraintes soient choisies de façon que les moyennes arithmétiques des temps jusqu'à la rupture soient comprises entre 30 et 300 h.

10.6 Si la méthode B est utilisée, effectuer l'essai avec la contrainte maximale admissible définie en 7.1 ou une contrainte spécifiée ou agréée (voir 7.3). S'il ne se produit pas de rupture après 1 000 h, arrêter l'essai et mentionner ce fait dans le procès-verbal d'essai.

10.7 Si on le demande, effectuer une série parallèle d'essais selon 10.5 ou 10.6, dans l'air ou un autre environnement de référence.

11 Calculs et expression des résultats

11.1 Méthode A

Calculer la moyenne arithmétique des temps jusqu'à la rupture pour chaque niveau de contrainte et leur écart-type.

Tracer la courbe du logarithme de chaque valeur moyenne du temps jusqu'à la rupture (en abscisse) en fonction du niveau de contrainte de traction (en ordonnée) et déterminer par interpolation graphique la contrainte, en mégapascals, correspondant à un temps jusqu'à la rupture de 100 h.

11.2 Méthode B

Calculer la moyenne arithmétique des temps jusqu'à la rupture, en heures, obtenus pour les cinq éprouvettes, et l'écart-type.

NOTE — Dans quelques cas, la moyenne géométrique, plutôt qu'arithmétique, peut être utile car les logarithmes des temps jusqu'à la rupture ont souvent une distribution plus proche d'une distribution gaussienne que les temps jusqu'à la rupture.

12 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification complète du plastique soumis à l'essai;
- c) environnements chimiques utilisés;

- d) température d'essai;
- e) nombre d'éprouvettes soumises à l'essai (éventuellement dans chaque sens d'anisotropie) et leurs épaisseur et largeur;
- f) mode de préparation des éprouvettes et, si possible, durée s'étant écoulée entre la préparation de l'éprouvette et le début de l'essai;
- g) état des éprouvettes;
- h) durée et température de conditionnement;
- j) contraintes appliquées;
- k) temps jusqu'à la rupture, valeurs individuelles, valeurs moyennes et écart-type pour chaque contrainte appliquée. Si aucune rupture ne se produit après 1 000 h sous la contrainte maximale admissible définie en 7.1, mentionner ce fait;
- m) pour la méthode A, contrainte correspondant à un temps jusqu'à la rupture de 100 h;
- n) type de rupture, c'est-à-dire fragile ou ductile;
- p) tous détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ainsi que tous incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats;
- q) résultats obtenus au cours d'une série parallèle d'essais dans l'air ou un autre environnement de référence, si on l'a effectuée.

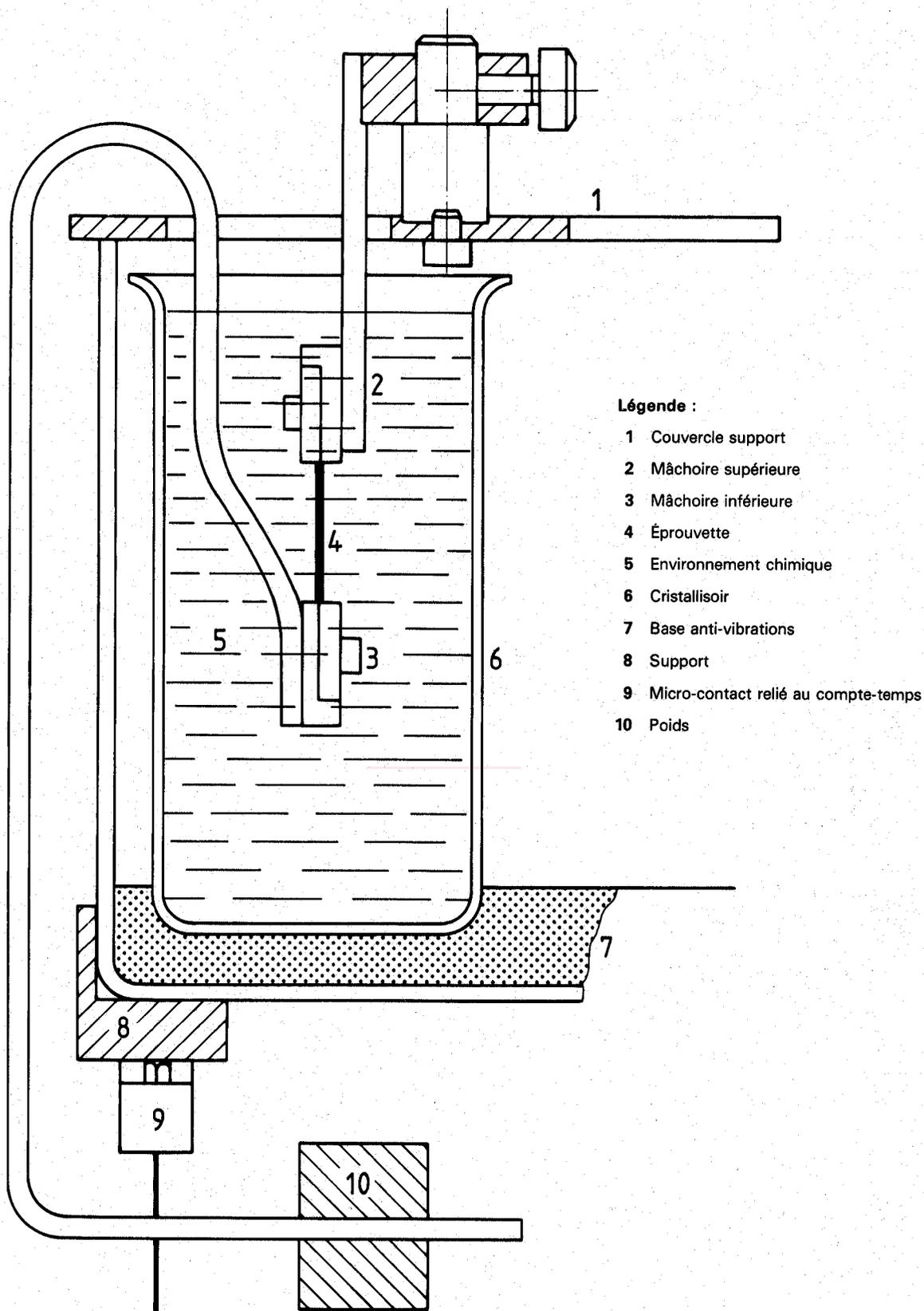
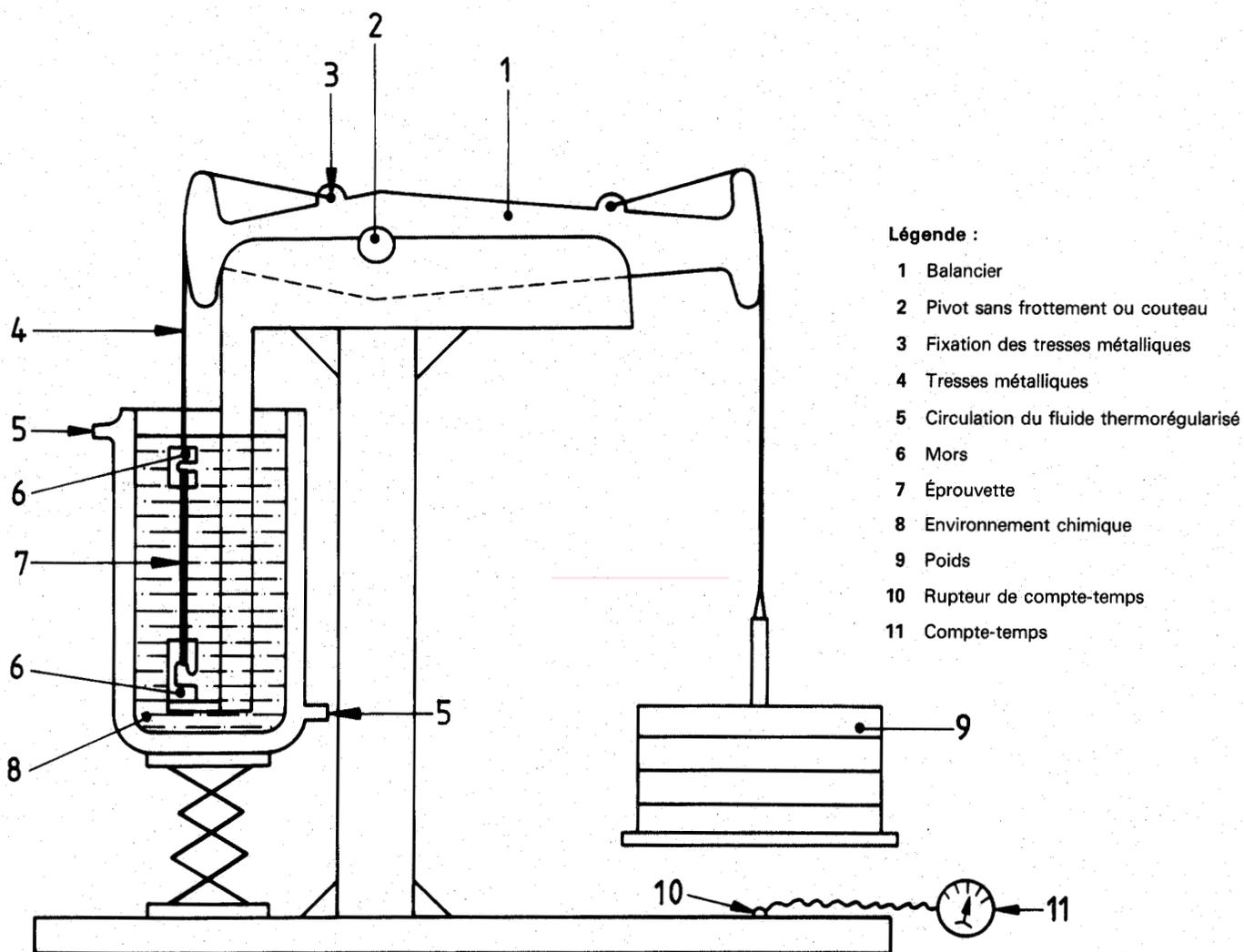


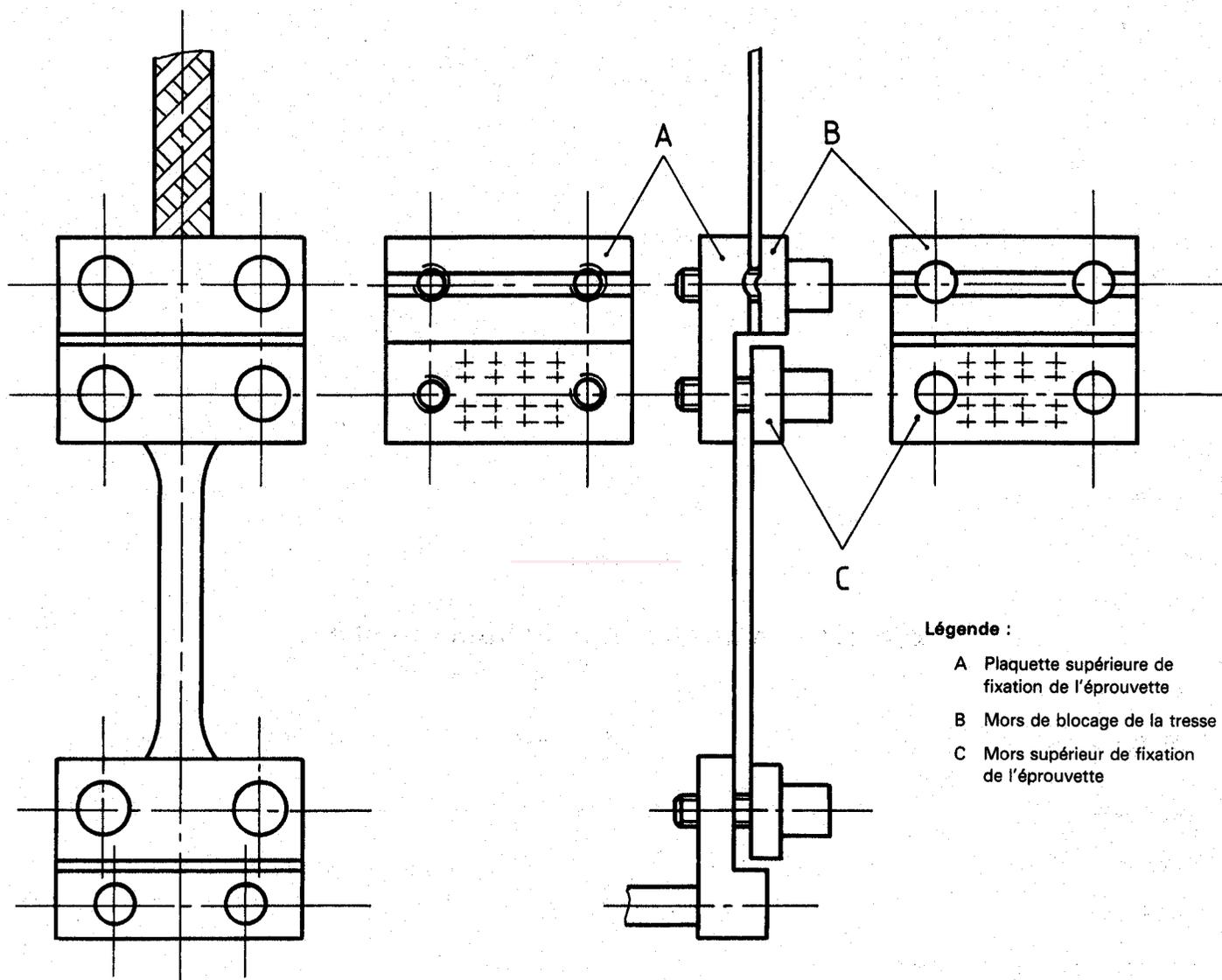
Figure 1 – Type d'appareillage pour mesurer la fissuration sous contrainte constante



Légende :

- 1 Balancier
- 2 Pivot sans frottement ou couteau
- 3 Fixation des tresses métalliques
- 4 Tresses métalliques
- 5 Circulation du fluide thermorégularisé
- 6 Mors
- 7 Éprouvette
- 8 Environnement chimique
- 9 Poids
- 10 Rupteur de compte-temps
- 11 Compte-temps

Figure 2 — Type d'appareil à balance avec rapport d'amplification de la charge de 2 : 1



Légende :

- A Plaquette supérieure de fixation de l'éprouvette
- B Mors de blocage de la tresse
- C Mors supérieur de fixation de l'éprouvette

Figure 3 — Exemple de mâchoires d'essai appropriées

Légende :

- b_3 Longueur totale minimale : 75 mm
- b_1 Largeur des extrémités :
10 ± 0,5 mm
- l_1 Longueur de la partie calibrée :
30 ± 0,5 mm
- b Largeur de la partie calibrée :
5 ± 0,5 mm
- R Rayon minimal : 30 mm
- t Épaisseur : 2 ± 0,2 mm
- l_0 Distance entre marques de référence :
25 mm
- l_2 Distance initiale entre mors : 57 mm

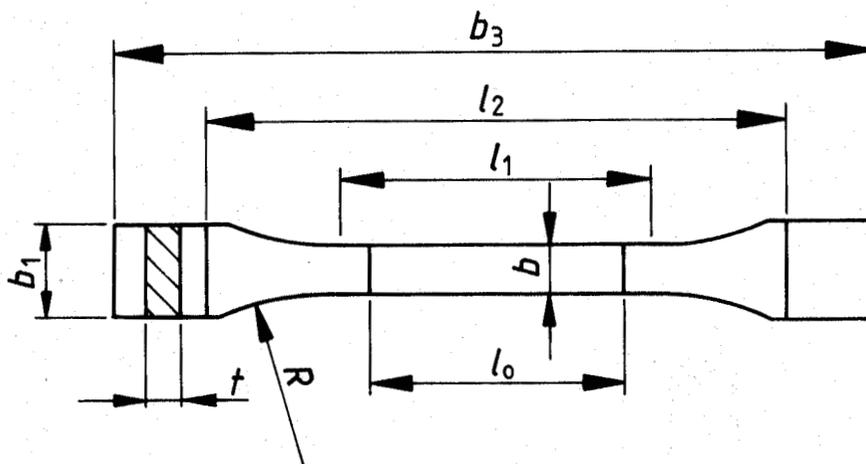


Figure 4 — Éprouvette de type B (rapport d'homothétie 1 : 2)

Annexe

Exemples de contraintes limites utilisables

Type de plastique	Température °C	Contrainte limite utilisable MPa
Polyamide 66	55	30
Polycarbonate	55	40
Polycarbonate	23	50
Poly(chlorure de vinyle) non plastifié	55	21
Polyéthylène haute densité	55	4 à 7 selon la masse moléculaire relative
Poly(méthacrylate de méthyle)	55	25
Poly(méthacrylate de méthyle)	23	40
Polyoxyméthylène	55	28

NOTE — Ces valeurs sont données uniquement à titre indicatif. La contrainte maximale admissible dépend de la masse moléculaire relative du polymère soumis à l'essai.