
**SBR polymérisé en solution —
Méthodes d'évaluation des propriétés
viscoélastiques**

*Solution-polymerized SBR — Evaluation methods of viscoelastic
properties*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23508:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-a78af37b3531/iso-23508-2021)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-
a78af37b3531/iso-23508-2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-a78af37b3531/iso-23508-2021)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23508:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-a78af37b3531/iso-23508-2021>



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	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Formules d'essai	2
5 Mode opératoire pour la préparation des échantillons	3
5.1 Généralités	3
5.2 Première étape	3
5.3 Seconde étape	4
5.4 Troisième étape	4
6 Essai de mélange non vulcanisé	5
7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation	5
7.1 Généralités	5
7.2 Évaluation selon l'essai du rhéomètre à disque oscillant	5
7.3 Évaluation selon l'essai du rhéomètre sans rotor	5
8 Évaluation des propriétés viscoélastiques dynamiques	6
8.1 Généralités	6
8.2 Préparation de l'échantillon	6
8.3 Équipement d'essai et mode de déformation	6
8.4 Évaluation de la dépendance à la déformation	6
8.5 Évaluation de la dépendance à la température	7
8.6 Expression des résultats d'essai	8
9 Fidélité	8
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Évaluation de la dispersibilité de la charge	10
Annexe B (informative) Fiabilité des données	11
Annexe C (informative) Exemples de mesures viscoélastiques	13
Annexe D (informative) Effet Payne	16
Annexe E (informative) Fidélité	17
Bibliographie	19

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.

(standards.iteh.ai)

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 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

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

Une variété de caoutchouc styrène-butadiène polymérisé en solution (S-SBR) a été développée et utilisée pour les pneumatiques car elle présente un excellent équilibre entre la résistance au roulement et la résistance au dérapage.

Il est bien connu que ce S-SBR peut réagir fortement avec les charges, ce qui entraîne une meilleure dispersion et contribue à la faible résistance au roulement du pneu. Ces phénomènes peuvent s'expliquer par les propriétés viscoélastiques.

En d'autres termes, afin de décrire les performances du S-SBR, il est nécessaire d'évaluer les propriétés viscoélastiques. Par conséquent, une norme spécifiant la formulation du mélange modèle, le mode opératoire de mélangeage, la préparation des échantillons, les conditions d'essai, etc. pour évaluer les propriétés viscoélastiques du mélange S-SBR est utile pour les industries du caoutchouc.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 23508:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-a78af37b3531/iso-23508-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-a78af37b3531/iso-23508-2021>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23508:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-a78af37b3531/iso-23508-2021>

SBR polymérisé en solution — Méthodes d'évaluation des propriétés viscoélastiques

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la formulation d'essai normalisée, le mode opératoire de mélangeage et les méthodes d'essai pour l'évaluation des propriétés viscoélastiques dans un mélange à base de caoutchouc styrène-butadiène polymérisé en solution (S-SBR), y compris le S-SBR fonctionnalisé^[Z].

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 289-1, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et modes opératoires*

ISO 4664-1, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des propriétés dynamiques — Partie 1: Lignes directrices*

ISO 6502-2, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 2: Rhéomètre à disque oscillant*

ISO 6502-3, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 3: Rhéomètre sans rotor*

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 4664-1 s'applique.

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/>

4 Formules d'essai

Les formules d'essai normalisées données dans le [Tableau 1](#) doivent être utilisées pour l'évaluation de tout type de S-SBR.

La formule A est une formule de S-SBR étendu à l'huile. La formule B est une formule de S-SBR non étendu à l'huile.

Les produits chimiques normalisés internationaux ou nationaux doivent être utilisés s'ils sont disponibles. Les matériaux utilisés doivent être chimiquement équivalents à ceux indiqués dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Formules d'essai normalisées

Matériau	ppc (parties par centaine d'un élastomère) ^a	
	Formule A	Formule B
Première étape		
S-SBR, étendu à l'huile	70 + X ^b	—
S-SBR	—	70
BR ^c	30	30
Silice précipitée ^d	70	70
Noir de carbone N234	10	10
Agent de couplage silane TESPDE ^e	5,6	5,6
ZnO ^f	3	3
Acide stéarique ^g	2	2
Huile TDAE ^h	31,25 - X	31,25
Antioxygène (6PPD) ⁱ	1,5	1,5
Cire ^j	1,0	1,0
Seconde étape (aucun ingrédient supplémentaire)		
Troisième étape		
DPG ^k	2	2
CBS ^l	1,5	1,5
Soufre ^m	2,0	2,0
Total	229,85	229,85

^a L'abréviation, ppc, est définie dans l'ISO 1382:2020, 3.345.

^b X = parties d'huile, fraction massique, pour 100 parties de polymère de base dans le caoutchouc étendu à l'huile.

^c Caoutchouc butadiène, fabriqué avec un catalyseur au néodyme ou au cobalt, teneur en *cis* 1,4 de 96 % (fraction massique).

^d Une surface du CTAB de 150 m²/g à 180 m²/g est utilisée. Le CTAB est mesuré conformément à l'ISO 5794-1.

^e Bis(triéthoxysilylpropyl)disulfure.

^f Oxyde de zinc, type indirect, classe B1a conformément à l'ISO 9298:2017, Tableau D.1.

^g Acide stéarique, stéarique/palmitique 65/30, classe B conformément à l'ISO 8312:2015, Tableau L.1.

^h Extrait traité de distillat aromatique.

ⁱ N-(1,3-Diméthylbutyl)-N'-phényle-p-phénylènediamine.

^j Cire, mélange d'hydrocarbures raffinés.

^k N,N'-Diphényleguanidine.

^l N-Cyclohexyl-2-benzothiazylsulfénamide.

^m Soufre, soluble (orthorhombique), qualité W conformément à l'ISO 8332:2018, Tableau A.1.

5 Mode opératoire pour la préparation des échantillons

5.1 Généralités

L'équipement et le mode opératoire pour la préparation, le mélangeage et la vulcanisation doivent être conformes à l'ISO 2393. Le mode opératoire suivant est un exemple qui a été jugé approprié pour un mélangeur interne de laboratoire de 600 cm³.

Au début de chaque série de mélanges d'essai, un mélange de conditionnement de la machine doit être obtenu en utilisant la même formule que les mélanges soumis à essai.

5.2 Première étape

- Facteur de remplissage: 0,70.
- Vitesse de rotation: 50 r/min.
- Température de démarrage: 90 °C ± 3 °C.
- Friction: 1:1,14.
- Pression du piston: 0,5 MPa.

Le mode opératoire de la première étape est décrit du 5.2 a) au 5.2 f).

La température du mélange déchargé à la fin du mélangeage doit être comprise entre 155 °C et 165 °C. Si nécessaire, ajuster la température de démarrage, la vitesse de rotation et/ou le facteur de remplissage pour atteindre la température de décharge.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler la température du mélangeur interne de laboratoire à une température de démarrage de 90 °C ± 3 °C. Fermer la porte de décharge, régler la vitesse du rotor, et relever le piston.	—	—
b) Introduire le caoutchouc, abaisser le piston, et laisser se faire la mastication du caoutchouc.	0,5	0,5
c) Relever le piston et charger la moitié de la silice, de l'agent de couplage silane, de l'huile. Abaisser le piston et laisser le mélange se faire.	1,5	2,0
d) Relever le piston et charger la moitié de la silice, l'antioxygène, la cire, le ZnO, l'acide stéarique, et le noir de carbone. Abaisser le piston et laisser le mélange se faire.	1,5	3,5
e) Relever le piston et nettoyer le col du mélangeur et la partie supérieure du piston. Abaisser le piston et laisser le mélange se faire.	1,5	5,0
f) Décharger le mélange (température du mélange: 155 °C à 165 °C).		

Une fois le mélange déchargé, en contrôler immédiatement la température à l'aide d'un dispositif de mesure approprié. Si la température mesurée se situe en dehors de la plage de 155 °C à 165 °C, éliminer le mélange. Passer trois fois le mélange entre les cylindres écartés de 2,5 mm et à une température des cylindres de 50 °C ± 5 °C.

Déterminer la masse du mélange. Si la masse diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.

Laisser reposer le mélange pendant au moins 3 h et jusqu'à 24 h à température ambiante, si possible à une température et une humidité normales telles que définies dans l'ISO 23529.

5.3 Seconde étape

- Facteur de remplissage: 0,69.
- Vitesse de rotation: 50 r/min.
- Température de démarrage: 90 °C (régler de sorte que la température de décharge soit comprise entre 155 °C et 165 °C).
- Friction: 1:1,14.
- Pression du piston: 0,5 MPa.

Le mode opératoire de la deuxième étape est décrit du 5.3 a) au 5.3 c).

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Plastifier le mélange de la première étape.	2,0	2,0
b) Maintenir la température du mélange à 160 °C en réglant la température de démarrage	3,0	5,0
c) Décharger le mélange (température du mélange: 155 °C à 165 °C).		

Passer trois fois le mélange entre les cylindres écartés de 2,5 mm et à une température de cylindres de 50 °C ± 5 °C.

iTech STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Laisser reposer le mélange pendant au moins 3 h et jusqu'à 24 h à température ambiante avant de procéder à la troisième étape, si possible à une température et une humidité normales définies dans l'ISO 23529.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d96323e5-387f-4467-bc92-a78af37b3531/iso-23508-2021>

5.4 Troisième étape

- Facteur de remplissage: 0,70.
- Vitesse de rotation: 30 r/min.
- Température de démarrage: 50 °C ± 3 °C.
- Friction: 1:1,14.
- Pression du piston: 0,5 MPa.

Le mode opératoire de la troisième étape est décrit du 5.4 a) au 5.4 e).

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler la température du mélangeur interne de laboratoire à une température de démarrage de 50 °C ± 3 °C. Fermer la porte de décharge, régler la vitesse du rotor, et relever le piston.	—	—
b) Charger le mélange de la seconde étape, abaisser le piston, et laisser se faire la mastication du caoutchouc.	0,5	0,5
c) Relever le piston et charger le DPG, le CBS, et le soufre. Abaisser le piston et laisser le mélange se faire.	1,0	1,5

d) Relever le piston et nettoyer le col du mélangeur et la partie supérieure du piston. Abaisser le piston et laisser le mélange se faire. 0,5 2,0

e) Décharger le mélange (température du mélange: 90 °C à 110 °C).

Le mélange est transféré du mélangeur. Former une feuille pendant 20 s avec les cylindres écartés de 3 mm à 4 mm. Pendant les 40 s suivantes, faire 3 fois une coupe aux 3/4 de chaque côté. Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement des cylindres à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en l'introduisant alternativement par chaque extrémité. Finalement, tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm.

Conditionner le mélange au moins 24 h à température ambiante après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales telles que définies dans l'ISO 23529.

6 Essai de mélange non vulcanisé

Déterminer la viscosité à 100 °C en utilisant le consistomètre à disque de cisaillement conformément à l'ISO 289-1.

7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation

7.1 Généralités

L'évaluation des caractéristiques de vulcanisation est effectuée conformément au 7.2 ou au 7.3.

7.2 Évaluation selon l'essai du rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

M_L , M_H , t_c' (10), t_c' (50) et t_c' (90)

Conformément à l'ISO 6502-2, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

- fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute);
- amplitude d'oscillation: $\pm 1^\circ$ d'arc;
- sélectivité: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H ;
- température de la matrice: 160,0 °C \pm 0,3 °C;
- durée de préchauffage: aucune.

7.3 Évaluation selon l'essai du rhéomètre sans rotor

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

M_L , M_H , t_c' (10), t_c' (50) et t_c' (90)

Conformément à l'ISO 6502-3, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

- fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute);
- amplitude d'oscillation: 0,5° d'arc;
- sélectivité: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H ;
- températures des demi-chambres: 160,0 °C \pm 0,3 °C;
- durée de préchauffage: aucune.