

《白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶》

团体标准编制说明

(征求意见稿阶段)

一、工作简况

(一) 立项必要性和依据

白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶是将白炭黑与天然胶乳及相关配合助剂按规定比例充分混合分散后，经共沉淀法，再通过洗涤、压片、造粒、干燥等工艺步骤制成的母炼胶。湿法混炼技术最早是由美国卡博特公司于 2001 年提出，首先应用于天然橡胶/炭黑复合材料的制备，可大幅提高炭黑的分散，该技术已实现产业化，并被法国米其林公司独家买断，市场上无相关产品的销售。相较于传统炭黑填料的生产主要依赖于不可再生的石油资源，白炭黑主要生产原料为石英砂、稻壳、纯碱和硫酸，属于天然矿物和可再生资源，不消耗碳资源，且以白炭黑为主要填料制备的轮胎具有更好的抗湿滑性能和更低的滚动阻力，因此白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶是为适应未来绿色轮胎（低滚阻、抗湿滑、耐磨性）发展需求应运而生的新技术产品。该产品的特点是将原本在下游轮胎厂进行的干法混炼胶料，前移到天然橡胶初加工企业，可有效降低干法混炼能耗，减少混炼段数，改善填料吃料难、生热高、分散差等难题。目前国内白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶仅有少数企业可规模化量产，基本都是按下游客户要求进行定制化生产，仅有各自的企业标准，尚未制定相应的团体/行业/国家产品技术标准，也没有相应的国际标准或国内外标准可以参考借鉴。因此，为促进国家绿色轮胎用新材料、新产品的开发，推动

轮胎行业及相关下游应用企业的发展，迫切需要制定统一的产品技术标准，打破国外技术垄断，实现白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶新产品标准零的突破，为上游初加工企业和下游轮胎企业提供产品参考依据。

（二）国内外相关标准情况

目前国内生产企业仅有云南天然橡胶产业集团有限公司和勐腊县曼庄橡胶有限公司制定了相应的企业标准，分别为《纳明白炭黑湿法混炼复合母胶》(Q/YJ 13-2023)《天然橡胶白炭黑共存胶料》(Q/MZR 001-2017)，加工企业有济源鸿辛橡胶复合材料科技有限公司的《二氧化硅/天然橡胶湿法母胶》(Q/JYHX 0002-2024)企业标准。国际标准或国内外标准则没有其他的可以参考借鉴，且采用白炭黑制备绿色轮胎的技术在国外严格保密，国内也仅以专利形式报道，团体/行业/国家标准尚属空白，不存在与已发布标准项目交叉重复情况。

（三）工作基础

云南天然橡胶产业集团有限公司作为云南省唯一的省属橡胶产业集团，业务范围涉及天然橡胶种植、加工、贸易、电子商务、技术研发等三产融合发展，橡胶种植基地、橡胶加工厂分布在省内的西双版纳、普洱、红河等州市以及老挝、缅甸等国家和地区，拥有“云南天然橡胶加工工程技术研究中心”和“张立群专家工作站”两个省级技术创新平台，先后承担完成多项国家、省级重大项目，依托北京化工大学先进弹性体中心团队雄厚的技术力量，对天然胶/白炭黑湿法混炼胶的生产工艺、产品性能、检测方法和应用情况等进行了系统的探索和总结，相关产品技术经三方科技成果评价获评达到国内领先水平，并形成相应的专利、论文、企业标准

等技术文件，并在下游轮胎企业进行了测试和应用验证，这都为本标准的制定奠定了坚实的基础。

(四) 进度安排

2023 年 11 月-2024 年 02 月，成立标准制定小组，拟定工作大纲，进行任务分工。

2024 年 03 月-2024 年 05 月，制定相应工作方案，对相关生产企业进行调研，完成标准初稿编制工作。

2024 年 06 月-2024 年 08 月，根据调研情况，完成标准讨论稿，广泛征集相关单位意见，形成标准征求意见稿工作。

2024 年 09 月-2024 年 12 月，征求意见稿发各参与单位征求意见，进行修订形成标准送审稿。

(五) 项目经费预算

本项目经费预算总额为 10.00 万元，牵头单位自筹 5.00 万元，其他 5.00 万元。其中：材料费 1.00 万元，主要用于实验材料购买；设备费 0 万元；测试化验加工费 1.50 万元，主要用于样品验证委托检验；燃料动力费 0 万元；出版/文献/信息传播/知识产权事务费 0 万元；劳务费 0 万元；专家咨询费 1.00 万元，主要用于标准评审聘请专家费用；差旅费 6.00 万元，主要用于生产调研、工艺验证出差费用；会议费 0 万元；国际合作与交流费 0 万元；维护（维修）费 0 万元；其他费用 0.50 万元，主要用于标准材料的印刷和装订费用。

(六) 主要起草单位

云南天然橡胶产业集团有限公司由负责起草，青岛中科华瑞纳科技有限公司、双星集团有限责任公司、海南天然橡胶产业集团股份有限公司、

云南天然橡胶产业集团西双版纳景阳有限公司、西双版纳合盛橡胶科技有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司、广东省广垦橡胶集团有限公司、西双版纳大迈橡胶有限公司、风神轮胎股份有限公司、浦林成山（山东）轮胎有限公司、中国天然橡胶协会绿色橡胶发展研究院参与起草。

（七）编写人员与分工

标准制定过程主要由云南天然橡胶产业集团有限公司、青岛中科华瑞纳科技有限公司、双星集团有限责任公司、海南天然橡胶产业集团股份有限公司、云南天然橡胶产业集团西双版纳景阳有限公司、西双版纳合盛橡胶科技有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司、广东省广垦橡胶集团有限公司、西双版纳大迈橡胶有限公司、风神轮胎股份有限公司、浦林成山（山东）轮胎有限公司、中国天然橡胶协会绿色橡胶发展研究院等单位的人员参与资料收集、文本完成、市场调研、数据整理等工作。

表1 主要起草人员信息及任务分工

姓名	单位	职称	专业特长及分工
阮林光	云南天然橡胶产业集团有限公司	高级农艺师	项目负责人，橡胶工艺
刘瑞强	青岛中科华瑞纳科技有限公司	高级工程师	橡胶加工及助剂
王宏霞	双星集团有限责任公司	高级工程师	橡胶配方及轮胎工艺
唐海龙	海南天然橡胶产业集团股份有限公司	高级农艺师	橡胶加工工艺
张荣华	云南天然橡胶产业集团西双版纳景阳有限公司	农艺师	橡胶加工工艺
彭兰英	西双版纳合盛橡胶科技有限公司	高级农艺师	橡胶加工工艺
陆铭	北京橡胶工业研究设计院有限公司	高级工程师	橡胶复合材料及助剂
杨耀华	广东省广垦橡胶集团有限公司	高级农艺师	橡胶加工工艺

郎波	西双版纳大迈橡胶有限公司	农艺师	橡胶初加工
刘磊	风神轮胎股份有限公司	高级工程师	橡胶配方及轮胎工艺
李崇兵	浦林成山（山东）轮胎有限公司	高级工程师	橡胶配方及轮胎工艺
郑文荣	中国天然橡胶协会绿色橡胶发展研究院		天然橡胶标准化
朱严瑾	云南天然橡胶产业集团有限公司	正高级工程师	高分子材料加工
宋维晓	中国天然橡胶协会绿色橡胶发展研究院		天然橡胶标准化管理
柯维典	海南天然橡胶产业集团股份有限公司		橡胶加工工艺
荣瑞兰	中国天然橡胶协会绿色橡胶发展研究院		天然橡胶标准化管理
马志斌	中国天然橡胶协会绿色橡胶发展研究院		天然橡胶标准化管理

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

（一）标准的编写原则

本文件严格按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》的技术要求进行编写，编制说明按中国天然橡胶协会团体标准的基本要求编写。

在文件名称、技术要求和内容、用语等方面与天然橡胶系列标准保持一致。力求做到合理、简洁和权威。

（二）提出本标准主要内容的依据

根据目前国内白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶的生产现状，结合我国相关母炼胶的生产现状，遵循科学性、合理性、经济性和可行性的原则，制订《白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶》的产品级别、性能指标和检验规则等团体标准。

（三）新旧标准对比

无。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

（一）试验验证的分析、综述报告

1. 试验的主体

本标准文件的参与单位：云南天然橡胶产业集团有限公司、云南天然橡胶产业集团西双版纳景阳有限公司、北京化工大学、风神轮胎股份有限公司、玲珑轮胎集团股份有限公司、万力轮胎股份有限公司、云南省橡胶产品质量监督检验站。

2. 试验的方法、手段

本标准文件起草单位通过与北京化工大学先进弹性体中心团队合作，在云胶集团景阳公司开展了对白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶的生产工艺、产品性能等系统的探索，相关性能指标在三方检测机构进行了测试，并在下游轮胎企业进行了应用验证，还对勐腊县曼庄橡胶有限公司等生产企业进行了调研，取得了相应详实的数据。

3. 试验结果的统计分析

3.1 生产工艺流程

白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶的制备采用乳液共沉淀法，生产工艺如下图 1 所示，主要分为白炭黑改性工艺和母胶制备工艺。白炭黑改性工艺需配置一定质量分数的白炭黑的水分散体系，经高速剪切分散进而获得均匀稳定的白炭黑水浆，再加入改性剂，在特定温度反应得到改性白炭黑浆液。母胶制备工艺是将改性白炭黑水浆与天然胶乳进行混合得到白炭黑水浆与天然胶乳稳定的混合溶液，经絮凝、压片、破碎、洗涤、

干燥等步骤得到母炼胶成品。

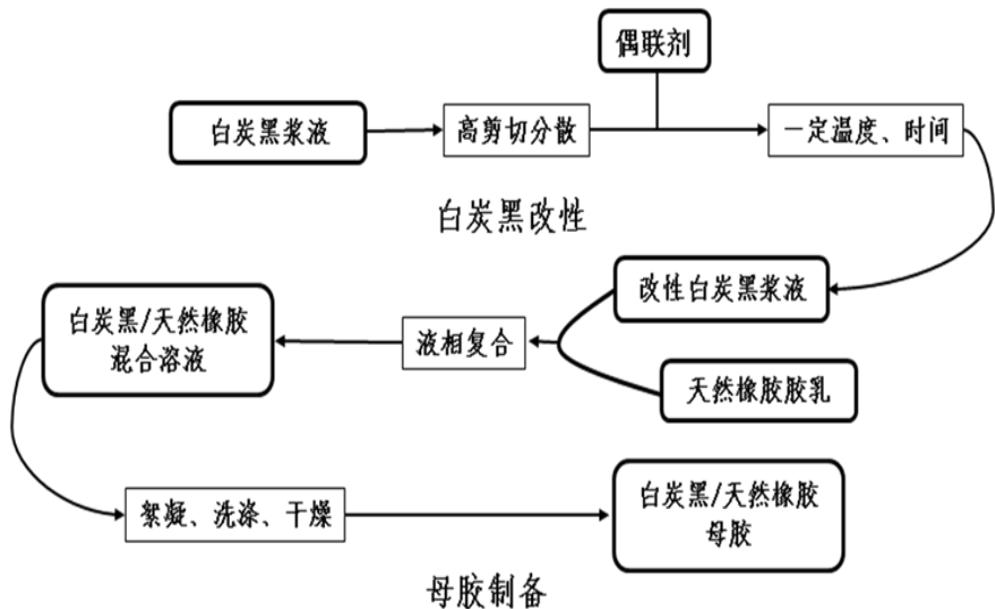


图 1 湿法混炼制备白炭黑/天然橡胶母炼胶

3.2 性能指标

采用湿法混炼和干法混炼技术分别制备了 5 份、15 份、25 份及 35 份白炭黑/天然橡胶母炼胶，分别对母炼胶的挥发分、门尼黏度以及其硫化胶的拉伸强度、300%定伸应力、拉断伸长率、撕裂强度、阿克隆磨耗、压缩生热、硬度等指标进行了检测，对母炼胶综合性能进行对比测试，结果详见表 1。实验研究结果表明，湿法混炼技术可有效提高白炭黑在天然橡胶基体中的分散性，提高母炼胶的静态力学性能，如拉伸强度、定伸应力，降低填料网络结构，减少填料间的摩擦，降低轮胎滚动阻力，降低材料的内部生热。此外，母炼胶制备过程中，白炭黑的改性方法、改性剂种类的选择以及用量等与其表面结构和活性息息相关，从而直接影响母炼胶的最终性能，前期实验中课题组考察了 Si69、KH550、KH570、KH590、AEO-9 等不同改性剂对母炼胶性能的影响，并将相应优化后的结果汇总至表 1。

表 1 白炭黑/天然橡胶母炼胶性能对比

指标 样品	5 份		15 份		25 份		35 份	
	干法	湿法	干法	湿法	干法	湿法	干法	湿法
母炼胶挥发分	0.73	0.68	0.77	0.75	0.95	0.92	1.16	1.11
母炼胶门尼黏度, ML (1+4) 100°C	68	65	72	67	78	69	81	75
硫化胶拉伸强度/MPa	25.2	25.6	27.5	28.4	29.8	30.3	30.8	31.5
硫化胶300%定伸应力/MPa	3.7	3.9	10.6	12.5	12.3	13.5	12.7	14.3
硫化胶拉断伸长率/%	578	576	564	553	558	547	537	503
硫化胶撕裂强度/kN/m	33.4	35.8	108	111	108	112	96	104
阿克隆磨耗/cm ³	0.301	0.285	0.293	0.271	0.278	0.258	0.263	0.247
压缩生热/°C	5.3	4.3	8.9	11.7	11.4	14.2	13.3	16.5
硫化胶硬度(邵尔, A)/度	47	47	63	66	65	68	63	68

3.3 应用验证

3.3.1 风神轮胎

30 份白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶送往风神轮胎, 针对工艺性能应用做了大量的试验检测研究, 在生产混炼车间开展大配合工艺性能测试, 试验数据如下总结报告。

表 2 白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶应用研究报告

一、实验说明						
采用实用配方——全钢载重轮胎面全天然橡胶配方						
二、原材料检测						
检测项目	标准	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5
门尼粘度 MS (2+3) 120°C (小转子)	72-86	91.3、88.3	83.2、82.6	85.8、 87.1	80.5、83.3	82.1、 83.0
挥发分 (105°C) /%	≤2	1.23	1.21	1.18	1.12	1.02
灰分 (550°C) /%	21-25	23.61	23.80	22.95	22.35	23.85

结果分析:

原材料样品门尼粘度检测结果有一定差异, 挥发分检测结果较为一致, 可认为白炭黑在橡胶基体里的分散较为均匀。

三、试验情况												
1、实验方案												
原材料名称			正常配方			实验配方						
天然橡胶 (STR)			100			57.14						
白炭黑母胶			—			57.86						
白炭黑 B 级品 (沉淀法)			15			—						
TESPT (含 50% si69)			4									
2、大配合实验结果												
母炼胶 (6月 21 日-6月 22 日, 4-1#GK400)												
胶料	日期	班次	机台	车次	门尼	密度	类型					
MB000368	17.06.21	乙班	4-1#GK400	1	46.4	1.085	实验					
MB000368	17.06.21	乙班	4-1#GK400	2	46.5	1.085	实验					
MB000368	17.06.21	乙班	4-1#GK400	3	45.2	1.085	实验					
MB000368	17.06.21	乙班	4-1#GK400	1		1.085	正常					
MB000368	17.06.21	乙班	4-1#GK400	2		1.085	正常					
MB000368	17.06.21	乙班	4-1#GK400	3	35.3	1.085	正常					
MB000370	17.06.22	乙班	4-1#GK400	1	38.3	1.125	实验					
MB000370	17.06.22	乙班	4-1#GK400	2	38.6	1.125	实验					
MB000370	17.06.22	乙班	4-1#GK400	3	37.9	1.125	实验					
MB000370	17.06.22	乙班	4-1#GK400	1		1.115	正常					
MB000370	17.06.22	乙班	4-1#GK400	2		1.115	正常					
MB000370	17.06.22	乙班	4-1#GK400	3	36.6	1.115	正常					
结果分析:												
湿法白炭黑母胶大配合门尼、密度显示混炼一致性较好。												

试验结论：

湿法白炭黑母胶大配合门尼、密度显示混炼一致性较好，白炭黑在橡胶基体里的分散较为均一。

3.3.2 万力轮胎

万力轮胎对云胶集团送检的 25 份白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶进行试验测试，试验测试数据如下表 3：

表 3 白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶试验测试报告

配 方	干法混炼	湿法母胶
胶料代号	TA197T1	TA197T2
天然胶	100.00	0
湿法胶	0	125.00

N234 炭黑		27.00	27.00
白炭黑		25.00	0
硅烷		4.00	0
性 能		TA197T1	TA197T2
100%定伸应力, MPa		3.2	4.0
200%定伸应力, MPa		8.2	9.9
300%定伸应力, MPa		14.3	16.5
拉伸强度, MPa		27.2	28.1
拉断伸长率, %		549	538
永久变形 %		23.6	22.4
硬度 (at25°C) , 邵尔 A		68	71
撕裂强度 kN/m		108.3	111.5
ML(1+4) , 100 °C	(1#门尼机)	66.0	67.6
起始门尼值 (125°C) MI		39.7	43.7
门尼焦烧时间 (125°C) t3		17.30	16.58
门尼焦烧时间 (125°C) t10		19.89	18.45
门尼焦烧时间 (125°C) t18		20.89	19.20
硫化特性 (150°C × 30')	ML (1b-in)	2.47	2.46
	MH (1b-in)	18.41	20.70
	t10 min	4.45	2.55
	t25 min	5.44	3.25
	t50 min	6.57	4.10
	t90 min	11.00	8.58
RPA2000 600 cpm 0.5 deg Temp. Sweep tan δ	60°C	0.118	0.110
	70°C	0.115	0.106
	80°C	0.104	0.102
	90°C	0.091	0.090
	阿克隆磨耗量 (6#机) cm³/1.61km	0.245	0.190
磨耗指数		26.9	31.2
兰伯恩磨耗量	cm³	0.265	0.268
动态压缩温升值 °C		21.4	24.2
密度 Mg/m³		1.137	1.153
球性回弹 (at25°C) , %		54.8	52.7
动态耐切割		2.779	2.463
炭黑分散等级(X值)		6.0	9.9
炭黑分散等级(Y值)		10.0	10.0

试验结论：（对比配方 TA197T1 为干法混炼胶，对比配方 TA197T2

为湿法白炭黑/天然橡胶母胶)

湿法白炭黑/天然橡胶母胶 TA197T2 与对比白炭黑干法混炼胶 TA197T1 的性能特点如下：

- 1.拉伸强度、(100%、200%、300%) 定伸应力、撕裂强度性能较好；
- 2.硬度略高，约 3 个值；
- 3.磨耗方面，阿克隆磨耗比对比胶 TA197T1 要略低，但兰波恩磨耗与对比胶基本相当；
- 4.滚阻方面，60°C 时 $\tan \delta$ 值比对比胶 TA197T1 要略低；
- 5.动态耐切割指数也优于对比 TA197T1 胶，有较好的耐切割性能；
- 6.炭黑分散等级也较好，在原有生产工艺的条件下，湿法胶能达到较好的分散。

3.3.3 玲珑轮胎

玲珑轮胎集团股份有限公司对送样单位送检的 15 份白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶试验检测，检测数据如下表 3 “白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶检测报告”。

表 4 白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶检测报告

产品名称	白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶	样品编号	2#
		白炭黑份数	15 份
送样单位	云南农垦集团有限责任公司	送样人	/
生产单位	景阳橡胶有限公司勐捧第二制胶厂	送样时间	2017.03.12
检测项目	拉伸强度、扯断伸长率、100%定伸强度、300%定伸强度、DIN 磨耗、硬度（邵尔 A）、直角撕裂强度、门尼焦烧、耐老化性能		
检测结果			
样品名称		1#正常	2#白炭黑/天然橡胶母胶
白炭黑用量/phr		15	15
127°C 焦烧		20.28	18.97

加硫条件°C × min	151 × 30	
硬度 (邵尔 A)	64.2	67.0
扯断伸长率%	632	612
扯断强度 Mpa	29.92	30.43
100%定伸强度 Mpa	2.29	2.71
300%定伸强度 Mpa	10.75	12.57
直角撕裂强度 KN/m	112	115
DIN 磨耗指数 (ARI) %	151	156
耐切割指数%	172	174
100°C回弹率	68	65
老化条件°C × h	100 × 48	
硬度 (邵尔 A)	64.9	67.8
扯断伸长率%	516	489
扯断强度 Mpa	22.81	24.19
100%定伸强度 Mpa	2.92	3.41
300%定伸强度 Mpa	12.55	14.71
直角撕裂强度 KN/m	88	91
DIN 磨耗指数 (ARI) %	95	109
报告日期: 2017 年 4 月 12 日		
备注:		

根据检测结果分析:

老化前, 2#白炭黑/天然橡胶母胶的 100%、300%定伸应力、拉伸强度、硬度较高, DIN 磨耗、直角撕裂强度、耐切割指数性能较好。老化后, 2#白炭黑/天然橡胶母胶的 100%、300%定伸应力、拉伸强度、撕裂强度、DIN 磨耗性能保持较好。

(二) 技术经济论证

本标准文件的实施可以填补国内在白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶产品上的空白, 为上游初加工企业和下游轮胎企业提供产品参考依据, 有利于上下游企业间互通融合, 促进整体行业可持续发展。

(三) 预期的经济效益、社会效益和生态效益

制定白炭黑/天然橡胶共沉淀湿法混炼母炼胶团体标准, 可促进行业

整体可持续发展。以万吨级规模测算，每吨售价较传统颗粒标胶增加至少500元，新增产值1.2亿元，具有较为显著的社会效益和经济效益。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

无。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准（草案）遵守国家相关的法律法规，与国家法律法规和强制性标准没有冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准（草案）在制定过程中尚未出现重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准（草案）不涉及具体专利技术没有冲突。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

实施国家标准时要求：①充分了解制订标准的原因、过程及意义；②充分对相关初加工企业进行调研并听取意见；③充分考虑到实施过程中可能遇到的问题及解决的措施。

十、其他应予说明的事项

无。

相关附件:

检 验 报 告

报告编号: R142017074

样品名称	白炭黑母胶	检验类别	委托检验
受检单位	云南农垦产业研究院有限公司	送样日期	2017-05-10
委托单位	云南农垦产业研究院有限公司	送样人员	罗建宇
抽样单位	/	抽样日期	/
抽样地点	/	样品编号	/
生产单位	云南农垦集团有限责任公司	生产日期	2017-02-20
样品数量	试片2片	注册商标	/
型号规格	/	样品等级	/
检验编号	YX17-074	检验日期	2017年05月10日至2017年05月16日
检验依据	见检验报告附页。		
检验项目	硫化特性、常温下及老化后(100℃ × 48h): 硬度、拉伸强度、扯断伸长率、直角撕裂强度、定伸应力。		
检验结论	/		
	报告日期: 2017年05月16日		
备注	1、此报告仅对本次送检样品有效。 2、报告附页必须与同编号的检验报告同时使用，并加盖骑缝章。		

批准: 

审核: 

主检: 

检 验 报 告 附 页

报告编号：R142017074

打印日期: 2017-05-16

检 验 报 告

报告编号: R142017075

样品名称	干法改性胶	检验类别	委托检验
受检单位	云南农垦产业研究院有限公司	送样日期	2017-05-10
委托单位	云南农垦产业研究院有限公司	送样人员	罗建宇
抽样单位	/	抽样日期	/
抽样地点	/	样品编号	/
生产单位	云南农垦集团有限责任公司	生产日期	2017-02-20
样品数量	试片2片	注册商标	/
型号规格	/	样品等级	/
检验编号	YX17-075	检验日期	2017年05月10日至2017年05月16日
检验依据	见检验报告附页。		
检验项目	硫化特性、常温下及老化后(100℃×48h): 硬度、拉伸强度、扯断伸长率、直角撕裂强度、定伸应力。		
检验结论	/		
报告日期: 2017年05月16日			
备注	1、此报告仅对本次送检样品有效。 2、报告附页必须与同编号的检验报告同时使用，并加盖骑缝章。		

批准: 杨群

审核: 谭晓东

主检: 库焱

检 验 报 告 附 页

报告编号：R142017075

打印日期: 2017-05-16