

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF 0000—2024

橡胶助剂 均匀剂 通用技术要求

General technical requirements for rubber additives-homogenizers

（征求意见稿）

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

征求意见稿

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：XXXX、XXXX、XXXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

征求意见稿

征求意见稿

橡胶助剂 均匀剂 通用技术要求

1 范围

本文件规定了橡胶助剂均匀剂的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于橡胶助剂均匀剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制备剂及制品的制备
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 11409 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

3 术语与定义

3.1 橡胶均匀剂主要成分：脂肪烃树脂、环烷烃树脂和芳香烃树脂中的一种或几种的混合物。

3.2 环保型均匀剂：筛选原料物质，剔除廉价的煤焦油馏分，制备的均匀剂，其中 18 种多环芳烃（PAHs）的含量满足指标要求。

4 要求

4.1 橡胶均匀剂产品化学指标

表 1 橡胶均匀剂化学指标要求

项 目	均匀剂	试验方法
外观	粒状	5.2
软化点, °C	100~115	5.3
灰分 (750°C), % ≤	0.5	5.4
加热减量 (105°C), % ≤	1.0	5.5
密度, g/cm ³	1.0~1.2	5.6
红外谱图*	根据特征谱峰定性, 供需双方商定	5.8

4.2 橡胶均匀剂产品多环芳烃指标

表 2 均匀剂多环芳烃含量

项 目		指标			试验方法
		I 级	II 级	III 级	
多 环 芳 烃 (PAHs)	(18 种) 含量/ (mg/kg)	150	200	300	5.7
	苯并[a]芘含量/ (mg/kg)	20			
注：18 种多环芳烃分别为：萘、苊烯、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[a]蒽、䓛、苯并[b]荧蒽、苯并[k]荧蒽、苯并[j]荧蒽、苯并[a]芘、苯并[c]芘、茚并[1,2,3-cd]芘、二苯并[a,h]蒽、苯并[g,h,i]芘。					

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准所用的试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液, 杂质标准溶液、制剂和制品, 在没有注明其他规定时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观

在自然光下, 将样品置于白色衬底的表面皿或白瓷板上目视观察。

5.3 软化点测定

按照 GB/T 11409 中规定的方法测定。温度计: 长约 300mm, 分度值为 0.05°C 的全浸式或局浸式温度计; 样品加热装置: 电热恒温干燥箱; 传热液: 硅油或甘油。

5.4 灰分的测定

按照 GB/T 11409 中规定的方法测定。高温炉：备有控温装置，使炉温保持在 $750^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。试样在 750°C 下灼烧。

5.5 加热减量的测定

按照 GB/T 11409 中规定的方法测定。调节恒温干燥箱至 105°C 进行试验。

5.6 密度

按照 GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定中固体密度的测定方法，测定介质为无水乙醇，温度为 20°C 。

5.7 多环芳烃含量的测定

5.7.1 试剂和仪器

萃取剂：乙酸乙酯（HPLC 级）；

18 种多环芳香烃（PAHs）混合标准溶液；

容量瓶：10 mL；

微型过滤器： $0.45\ \mu\text{m}$

超声波发生器；

注射器：50 μL ；

电子天平：0.1mg；

内标溶液如下：

a) 内标物 1：八氘代萘溶液，用于校正表 2 中 PAH；

b) 内标物 2：十氘代芘溶液，或十氘代蒽溶液，或十氘代菲溶液，用于校正表 2 中 3 号~8 号，10 号~12 号 PAHs；

c) 内标物 3：十二氘代芘溶液，或十二氘代苯芘溶液，三苯基苯，用于校正表 2 中 13 号~17 号，19 号~21 号 PAHs；

内标物混合溶液：

移取适量内标物 1、内标物 2、内标物 3，用萃取剂稀释成含内标物 1 质量浓度为 0.5mg/L 、内标物 2 质量浓度为 1.0mg/L 、内标物 3 质量浓度为 1.0mg/L 的混合内标液，至少使用 3 种内标物质。

5.7.2 样品制备

将样品用研钵研磨粉碎。准确称取 0.2 g（精确至 0.0001g ），放入螺口刻度试管（带密封盖），加入 10 mL 乙酸乙酯并密封试管，置于超声波水浴装置中，在 60°C 水温下超声萃取 60 min。萃取完成后，

取出刻度试管冷却至室温并混合均匀，得到的试样溶液可依据其实际情况直接进样，或者用萃取剂稀释后用于测试。

移取 1 mL 待测液，加入 100 μL 内标物混合溶液，混匀后进行气相色谱-质谱分析。

注 1：高浓度样品可进行两次萃取测试。

注 2：如果试样溶液中有颗粒物质，取一部分试液经 0.45 μm 有机系微孔滤膜过滤后用于检测分析。

5.7.3 绘制标准溶液

移取适量 18 种 PAHs 混合标准溶液，用萃取剂逐级稀释成质量浓度为 0.1 mg/L、0.05 mg/L、0.02mg/L、0.01 mg/L、0.002 mg/L 的系列标准溶液各 1mL，再分别加入 100 μL 内标物混合溶液，混合均匀，对其进行气相色谱-质谱分析，以待测物的质量浓度为横坐标、待测物 and 对应内标物峰面积的比值为纵坐标作图，可得到一条通过原点的直线，即内标标准曲线。

5.7.4 气相色谱—质谱分析条件：

采用气相色谱法测定多环芳烃的含量，推荐的色谱柱和色谱工作条件见表 3，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱工作条件也可使用。

表 3 气相色谱法推荐的色谱柱和色谱工作条件

条件	参数
色谱柱	5%苯基—甲基硅氧烷毛细管柱，30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 μm ；
进样口温度	280 $^{\circ}\text{C}$
柱温	程序升温，50 $^{\circ}\text{C}$ 保持2min，然后以20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至200 $^{\circ}\text{C}$ 再以8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至300 $^{\circ}\text{C}$ 保持5.5min；
质谱接口温度	280 $^{\circ}\text{C}$
离子源接口温度	270 $^{\circ}\text{C}$
电离方式	EI
电离能量	70eV
质量扫描范围	45aum~350aum
测试方式	选择离子监测（SIM）
进样方式	不分流进样
载气	氦气（纯度 $\geq$ 99.999%），流量为1.0 mL/min；
进样量	1.0 μL
溶剂延迟	5 min

5.7.5 定性及定量分析

根据各实验室仪器所适合的分析条件对混合标准溶液及待测液进行分析，根据色谱的保留时间和特征离子的相对丰度进行定性分析。以下条件可用于判定样品中是否含有多环芳烃：

- a) 样品中目标物保留时间与标液中目标物保留时间的偏差在 $\pm 0.5\%$ 或 $\pm 0.1\text{min}$ 范围内；
- b) 特征离子在标液中目标物的保留时间出峰；
- c) 特征离子的相对丰度与标液中目标物的相对丰度一致（相对丰度 $>50\%$ ，允许 $\pm 10\%$ 的偏差；相对丰度 $20\%\sim 50\%$ 之间，允许 $\pm 15\%$ 的偏差；相对丰度 $10\%\sim 20\%$ 之间，允许 $\pm 20\%$ 的偏差；相对丰度 $\leq 10\%$ ，允许 $\pm 50\%$ 的偏差）。

定量分析参考表 4 中的定量离子，采用内标法定量。

表 4 18 种多环芳烃与内标物定性参考离子和定量选择离子

序号	多环芳烃名称	CAS 编号	化学分子式	特征离子碎片/amu	
				定性参考离子	定量选择离子
1	八氘代萘（内标 1）	1146-65-2	C_{10}D_8	108、136、137	136
2	萘	91-20-3	C_{10}H_8	127、128、129	128
3	萘烯	208-96-8	C_{12}H_8	151、152、153	152
4	萘	83-32-9	$\text{C}_{12}\text{H}_{10}$	152、153、154	153
5	芴	86-73-7	$\text{C}_{13}\text{H}_{10}$	165、166、167	166
6	菲	85-01-8	$\text{C}_{16}\text{H}_{10}$	176、178、179	178
7	蒽	120-12-7	$\text{C}_{16}\text{H}_{10}$	176、178、179	178
8	荧蒽	206-44-0	$\text{C}_{16}\text{H}_{10}$	101、202、203	202
9	十氘代芘（内标 2）	1718-52-1	$\text{C}_{16}\text{D}_{10}$	106、212、213	212
10	芘	129-00-0	$\text{C}_{16}\text{H}_{10}$	101、202、203	202
11	苯并[a]蒽	56-55-3	$\text{C}_{18}\text{H}_{12}$	226、228、229	228
12	䓛	218-01-9	$\text{C}_{18}\text{H}_{12}$	226、228、229	228
13	苯并[b]荧蒽	205-99-2	$\text{C}_{20}\text{H}_{12}$	126、252、253	252
14	苯并[k]荧蒽	207-08-9	$\text{C}_{20}\text{H}_{12}$	126、252、253	252
15	苯并[j]荧蒽	205-82-3	$\text{C}_{20}\text{H}_{12}$	126、252、253	252
16	苯并[a]芘	50-32-8	$\text{C}_{20}\text{H}_{12}$	126、252、253	252
17	苯并[e]芘	192-97-2	$\text{C}_{20}\text{H}_{12}$	125、252、253	252
18	十二氘代芘（内标 3）	1520-96-3	$\text{C}_{20}\text{D}_{12}$	260、264、265	264
19	茚并[1,2,3-cd]芘	193-39-5	$\text{C}_{22}\text{H}_{12}$	138、276、277	276

20	二苯并[a,h]蒽	53-70-3	C ₂₂ H ₁₄	139、278、279	278
21	苯并[g,h,i]芘	191-24-2	C ₂₂ H ₁₂	138、276、277	276

5.7.6 空白试验

除不加试样外，均按照上述分析步骤进行。

5.7.7 结果的计算

按式（1）计算待测液中每种多环芳烃的浓度：

$$c_i = \frac{1}{K_i} \times \frac{A_i}{A_s} \tag{1}$$

式中：

C_i -待测液中第*i*种多环芳烃的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A_i -待测液中第*i*种多环芳烃的峰面积；

K_i -第*i*种多环芳烃标准曲线的斜率；

A_s -待测液中第*i*种多环芳烃所对应内标物的峰面积；

按式（2）中计算出样品中每种多环芳烃含量：

$$\omega_3 = \frac{(c_i - c_{0i}) \times V \times f}{m} \tag{2}$$

式中：

ω_3 -试样中第*i*种多环芳烃的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_i -待测液中第*i*种多环芳烃的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_{0i} -空白试样中第*i*种多环芳烃的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V -待测液的体积，单位为毫升（mL）；

F -待测液的稀释因子；

m -试样的质量，单位为克（g）。

按式（2）计算得到的每种多环芳烃的含量加和即得到试样 18 种多环芳烃总和。

5.7.8 检出限

本方法单个多环芳香烃化合物的参考检出限为 0.1 mg/kg。

5.7.9 精密度

同一实验室相同条件下，在短时间内对同一被测对象，两次独立测定结果的绝对差值不应大于其算术平均值的 15%。

5.8 红外光谱分析

5.8.1 试剂和仪器

傅立叶变换型红外光谱仪(FTIR)或色散型红外光谱仪,波数范围为 4000cm^{-1} ~ 600cm^{-1} ,光谱分辨率为 4cm^{-1} 或更高,扫描次数设定为 32;测试样品前主机预热 30min。

抛光溴化钾盐片,也可以使用在 4000cm^{-1} ~ 600cm^{-1} 范围内有足够红外透射性的其他材料;

检测器为氘化三甘氨酸硫酸酯(DTGS)检测器或碲汞汞(MCT)检测器;

溴化钾(光谱纯);

恒温干燥箱(可控制温度为 $200^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$)或红外烘烤箱;

透射附件和配有金刚石反射晶体的 ATR 附件;

环境调节:温度室温 $\sim\leq 30^{\circ}\text{C}$,湿度 $\leq 60\%$ 。

5.8.2 分析步骤

5.8.2.1 方法A:透射法

取1~2mg样品,加入烘干的100-200mg溴化钾粉末,在玛瑙研钵中充分研磨(颗粒约 $2\mu\text{m}$),混合均匀。取出约80mg混合物均匀铺撒在干净的压模内,于压片机上制成圆形透明薄片,盐片厚度1~1.5mm,盐片需透亮(必要时在红外烘烤箱或恒温干燥箱中烘干除去水分)。将样品片装于固体样品架上,样品架插入透射附件中的指定位置。

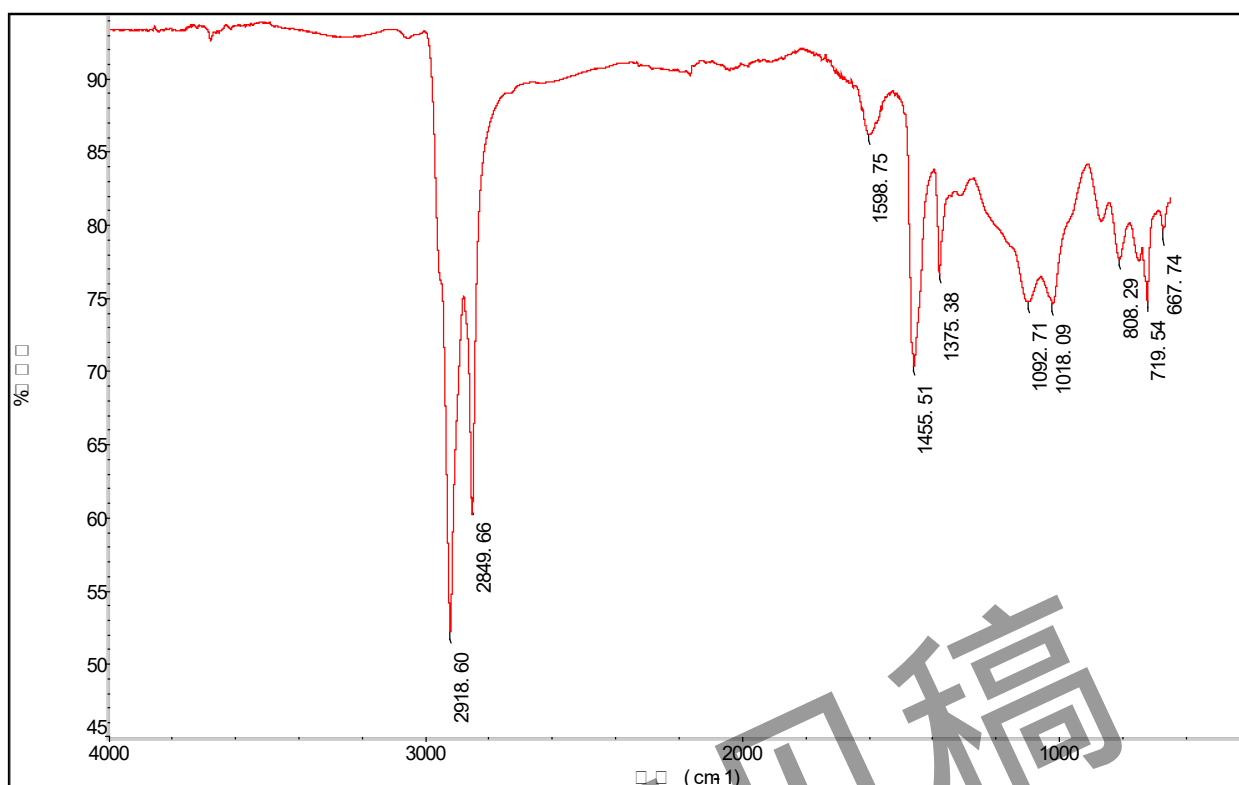
5.8.2.2 方法B:衰减全反射(ATR)法

取1~2mg样品,在玛瑙研钵中充分研磨成粉末(粒径约 $2\mu\text{m}$)。测试前清洁晶体表面。测试样品时将粉末置于晶体上,利用压头保证样品与晶体的良好接触。

5.8.2.3 样品红外光谱测试

依次进行背景和样品红外光谱采集(红外光谱图透过率范围在100~10%之间,基线在100~80%之间,最强峰在10~20%之间;无平头峰,无毛刺)。

5.8.3 谱图分析



特征谱峰:

2918cm⁻¹、2849cm⁻¹, -CH₂-反对称和对称伸缩振动峰; 1455cm⁻¹、1375cm⁻¹, CH₃-的不对称变角和对称变角; 1598cm⁻¹, 苯环骨架的C=C振动伸缩吸收峰; 1092cm⁻¹、1018cm⁻¹, -C-C-的伸缩振动吸收峰; 719cm⁻¹, -CH₂-的面内摇摆吸收峰; 865cm⁻¹、808cm⁻¹, CH₃-的摇摆振动吸收峰; 746cm⁻¹, 苯环特征峰; 667cm⁻¹, 苯环上的-CH-面外弯曲振动吸收峰。

根据特征谱峰, 以及谱峰强度, 判定样品是烷烃树脂和少量芳香烃树脂的混合物。

根据特征谱峰或者将所得的谱图与计算机上的标准谱图匹配进行分析。

注: 实验室通常用红外光谱匹配度来进行样品质量控制, 通常匹配度大于95%, 认为两批样品化学结构一致。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验

项目包括外观、软化点、灰分、加热减量、密度、18种多环芳烃含量、红外谱图等。

6.1.2 型式检验

按产品标准中规定的技术指标对产品进行全项检验。项目包括本文件表 1 中所列的全部技术要求。在正常生产情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时，也应进行型式检验。

- (1) 当原、辅材料及生产工艺发生较大变动时。
- (2) 长期停产后恢复生产时。
- (3) 客户提出要求时。
- (4) 质量监督机构提出型式检验要求时。

6.2 检验结果的判定

检验结果的判定按GB/T 8170中修约值比较法的规定进行。

所有项目的检验结果均符合本文件要求时，该批产品为合格品。检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时，应重新从同批产品两倍量的包装中采样进行复检，复检结果中有一项指标不符合本文件要求，则判该批产品为不合格。

所有项目的检验结果均达到本标准要求时，该试验样品为符合本标准要求。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品包装上应印有牢固、清晰的标志，包括生产厂名称、厂址、产品名称、注册商标、标准编号、净含量、产品型号、保质期等，并附有产品质量合格证，标明生产批号或生产日期。

7.2 包装

产品采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用牛皮纸袋，包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋采用缝包机缝合，缝合牢固，无漏缝或跳线现象。也可根据用户的要求进行包装。

7.3 运输

运输、装卸时要求轻装、轻卸，应防止碰撞和破裂，在运算过程中，防止雨淋、受热、受潮。

7.4 贮存

产品应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。在符合本标准规定的包装、运输和贮存的条件下，有效贮存期为24个月，期满后按本标准规定进行检验，如达到本标准各项要求时，可继续使用。

征求意见稿

团体标准

《橡胶助剂 均匀剂 通用技术要求》

编制说明

征求意见稿

北京橡院橡胶轮胎检测技术服务有限公司
国家橡胶轮胎质量检验检测中心

2024 年 10 月

橡胶助剂 均匀剂 通用技术要求

1、工作简况

根据中国石油和化学工业联合会 2022 年关于印发 2022 年第二批的通知（中石化联质发[2023]07 号函）要求，由北京橡院橡胶轮胎检测技术有限公司牵头起草《橡胶助剂 均匀剂 通用技术要求》，由中国石油和化学工业联合会归口，预计完成时间为 2024 年 12 月。

均匀剂是一种天然橡胶和合成橡胶在混炼过程中的加工助剂，其主要功能是解决不同胶料共混时遇到的分散不良的问题，且在轮胎气密层中广泛使用，但均匀剂成分复杂且无统一的产品标准，国外产品占据相当份额，为了弥补标准缺失的空白，提出国产化水平，提出本团体标准。

本团体标准填补了橡胶行业用高端化学品均匀剂的国家 and 行业标准空白，引领橡胶助剂均匀剂的发展和提升，并规范该行业市场，加强该产品在橡胶行业的推广与应用。

均匀剂主要是脂肪烃、环烷烃和芳香烃等由不同极性的低分子树脂组成的混合物，与各种橡胶都有良好的相容性。主要用于改善不同极性和不同粘度橡胶之间的共混均匀性，使不同极性的橡胶之间或者橡胶与类橡胶或其他聚合物之间更好的分散。在不影响胶料力学性能和硫化性能的前提下。均匀剂除了改善聚合物的共混和稳定相态结构外，并具有增塑、增粘和润滑功能，能提高共混胶料的加工性，降低能耗，同时还能有效提高轮胎内衬层胶料的气密性，是一类非常有效的加工助剂。

近年来，我国轮胎产业和合成橡胶产业迅猛发展，合成橡胶在轮胎中用量不断增加，均匀剂在国内需求量快速增加，成为需求量增加最快的加工助剂品种。橡胶均匀剂的产能情况在全球范围内呈现稳步增长的趋势，尤其是在中国，均匀剂的产能和市场需求都在不断扩大，已经成为世界生产和需求大国，但在关键产品技术方面还存在技术及标准的缺失。长期以来，不同胶种之间的共混和并用成为橡胶工业中最有意义的研究课题之一。

目前，橡胶均匀剂没有国家标准、行业标准及团体标准，造成市场比较混乱的局面，在入场检验过程中标准不一，给客户、商家带来不必要的麻烦，本团体标准的制定可以规范橡胶均匀剂市场，为均匀剂在橡胶行业的应用与推广提供依据，起到引领和规范该行业发展的作用。

2、标准制定原则和依据

中华人民共和国《采用国际标准管理办法》明确规定：“制定我国标准应当以相应国际标准为基础。对于国际标准中通用的基础性标准、试验方法标准应当优先采用”。

本团体标准没有国家标准、行业标准，因此在制定过程中，征集各企业标准，开展试验，

广泛征集大家的意见，完善草案，制定出我国的橡胶用均匀剂团体标准。

4、主要工作过程

2023 年 4 月，完成团体标准项目建议书。

2023 年 5 月，征集起草单位、收集样品、整理企业标准。

2023 年 7 月，在北京召开本团体标准的讨论会，讨论标准的制定意义，工作会议上汇报工作进展，各企业参会代表对关键草案提出建议。

2024 年 4 月~2024 年 6 月，项目组根据讨论会的意见，制定方案，组织各个参加企业开展试验工作。

2024 年 7 月，在沂水召开本团体标准的草案会，项目组完成标准征求意见稿（标准文本和编制说明）。

2024 年 8 月~2024 年 9 月，补充试验阶段，对不完整的数据，开展补充试验，补充标准内容及编制说明。

2024 年 9 月~2025 年 01 月，将本团体标准的征求意见稿提交石化联合会，项目组整理汇总意见，并且根据意见进行回复和修改。

5、国内外技术分析

5.1 国内外对该技术研究情况简要说明：

我国均匀剂早期主要依赖进口，国外均匀剂的主要牌号有德国 Schill-Seilacher 公司的 Struktol 40MS, 60NS, 40MSF, 60NSF, TH10A, 德国 DOG 公司的 H501B, 马来西亚 Performance Additives 公司的 UB4000, UB5000, UB6000 等。均匀剂 UB4000 对应于 Struktol 40MSF, 适用于深色胶料，现已被国内一些轮胎企业指定使用。近年来国内科研机构和橡胶助剂厂家一直都在进行均匀剂的相关研究和探索，一些企业立足于国产原料，以独特的工艺研制成功国产均匀剂，一些产品已与国外产品性能相当，但国外均匀剂仍占据相当份额。我国目前是全球最大的轮胎生产国之一，按照我国 2023 年轮胎产量 7.86 亿估算，均匀剂的用量一般为 3~6 份，年消费量估算在 7 万吨以上，市场前景广阔。

组织单位北京橡院橡胶轮胎检测技术服务有限公司（国家橡胶轮胎质量检验检测中心）曾参加科技部橡胶助剂平台项目，对橡胶助剂进行过系统的梳理和分析，其中就包括橡胶均匀剂的可行性报告分析。主起草单位江苏锐巴新材料科技有限公司是全球领先的橡胶用均匀剂生产企业，公司深耕产业多年，对橡胶均匀剂的研发、生产、分析、应用等具有丰富的经验。为了更好地服务于企业，检测机构与龙头企业联合申请本团体标准的制定工作，可以引领和规范橡胶均匀剂行业发展，为轮胎、制品等下游企业选择合适的产品提供有力的技术支持，避免使用

过程中出现问题被投诉和召回的风险。

5.2. 项目与国际标准或国外先进标准采用程度的考虑：

无对应的国际标准或国外先进标准。

5.3. 与国内相关标准间的关系：

国内没有国家标准、行业标准，本标准在制定过程中结合工作生产中有的新思路、新方法以及企业标准，制定成团体标准，为橡胶轮胎行业服务。

5.4. 指出是否发现有知识产权的问题：

无

6、标准内容的说明

（1）本团体标准适用于橡胶中使用的均匀剂（含环保型均匀剂），包括以芳香烃、脂肪烃、环烷烃类石油产品和活性物聚合而成的均匀剂。

（2）本团体标准表征项目：外观、软化点、灰分、加热减量、密度、红外光谱分析、多环芳烃含量。

7、本标准的评价

本团体标准的制定，为橡胶均匀剂的规范，为助剂企业、轮胎企业、质检机构、科研院所等单位提供一个与国际接轨的测定方法，有助于产品的研究、新产品开发和产品质量控制等工作，对提升我国橡胶均匀剂产品质量具有重要意义。

8、本标准的性质

本标准为团体标准。根据国务院印发的《深化标准化工作改革方案》（国发【2015】13号），改革措施中指出，政府主导制定的标准由6类整合精简为4类，分别是强制性国家标准和推荐性国家标准、推荐性行业标准、推荐性地方标准；市场自主制定的标准分为团体标准和企业标准。政府主导制定的标准侧重于保基本，市场自主制定的标准侧重于提高竞争力。同时建立完善与新型标准体系配套的标准化管理体制。

附件

橡胶助剂 均匀剂 通用技术要求

1、 分类

目前市场上的橡胶助剂均匀剂，脂肪烃树脂、环烷烃树脂和芳香烃树脂中的一种或几种的混合物。

2、 性能表征项目

外观、软化点、灰分、加热减量、密度、红外光谱谱图、多环芳烃含量。

3、 收集样品

收集 7 个企业，8 个产品，开展性能表征和物理胶料评价工作。

4、 性能表征结果及分析

表 1 均匀剂化学测试结果

样品编号	外观	灰分/%	加热减量/%	软化点/℃	密度/（g/cm ³ ）
2013-J-01	灰黑色颗粒	0.54	0.016	110	1.08
2013-J-02	白色颗粒	41.72	1.77	—	1.69
2013-J-03	深褐色颗粒	0.052	0.046	103	1.11
2013-J-04	黑色颗粒	0.73	0.080	105	1.12
2013-J-05	黑色颗粒	0.16	0.030	103	1.12
2013-J-06	黑色颗粒	0.14	0.024	100	1.13
2013-J-07	黑色颗粒	0.26	0.042	106.5	1.07
2013-J-08	黑色颗粒	0.20	0.018	108	1.08

分析：收集样品的测试结果见表 1，收集的 8 个均匀剂来源于 7 个厂家，外观测试分为三个维度，颜色、形状、色泽，收集样品的相同点都是合成后进行了造粒，样品都呈现颗粒状，但颜色和色泽根据样品的原料存在一定的差异；灰分测试主要体现产品的中和剂等，产品灰分的最大值 J-02、最小值 J-02；加热减量体现产品小分子化合物以及水分的含量，与放置时间也有关；软化点采用环球法测试，与产品的分子量以及水分都有一定的相关性；橡胶均匀剂的密度不仅影响其物理性能，还影响共混过程的流动性和最终产品的质量。通过调整均匀剂的密度，可以优化其在橡胶混合和加工中的应用效果。

表 2 均匀剂多环芳烃含量测试结果

项目 名称	2023-J-0 1	2023-J-0 2	2023-J-0 3	2023-J-0 4	2023-J-0 5	2023-J-0 6	2023-J-0 7	2023-J-0 8
	含量	含量	含量	含量	含量	含量	含量	含量

	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
萘	1.26	0.08	1.67	0.26	5.84	1.31	0.17	0.38
芴烯	0.21	0.08	111.94	2.45	0.53	0.33	0.26	0.21
芴	0.38	0.08	19.74	0.57	0.13	0.12	0.09	0.13
芘	0.42	0.08	40.64	0.87	0.31	0.37	0.35	0.67
菲	2.36	0.12	198.79	1.05	1.25	1.11	1.09	0.92
蒽	0.67	0.28	61.77	0.48	0.22	0.20	0.35	0.25
荧蒽	0.08	0.04	72.46	0.13	1.87	1.39	0.22	0.21
芘	0.21	0.08	164.42	0.09	21.13	19.98	0.57	0.88
苯并[a]蒽	0.46	1.45	4.18	0.96	6.15	3.11	2.74	3.95
苯并菲	1.35	1.25	4.27	0.74	5.35	5.08	3.79	3.11
苯并[b]荧蒽 苯并[k]荧蒽 苯并[j]荧蒽	0.08	0.08	7.48	0.09	2.54	3.52	0.26	0.21
苯并[a]芘	1.01	0.16	24.29	0.31	25.95	27.51	1.44	1.26
苯并[e]芘	0.97	0.28	40.18	0.57	21.53	15.80	0.87	0.71
茚并[1,2,3-cd]芘	0.76	0.32	26.34	1.36	29.42	26.20	1.87	1.72
二苯并[a,h]蒽	1.77	0.04	14.86	2.58	22.29	21.69	3.18	2.35
苯并[g,h,i]花	0.97	0.08	205.29	0.39	317.43	288.17	2.48	3.49
总和/(mg/kg)	12.96	4.50	998.33	12.90	461.97	415.88	19.71	20.45

结果分析：对收集样品开展了 18 种多环芳烃含量的检测项目，从表中可以看出，J-01，J-02，J-04，J-07 和 J-08 均匀剂的 18 种 PAHs 总含量小于 50 mg•kg⁻¹，其他 3 种均匀剂的 18 种 PAHs 总含量严重超标。

图 3-1 均匀剂 2023-J-01 质谱图

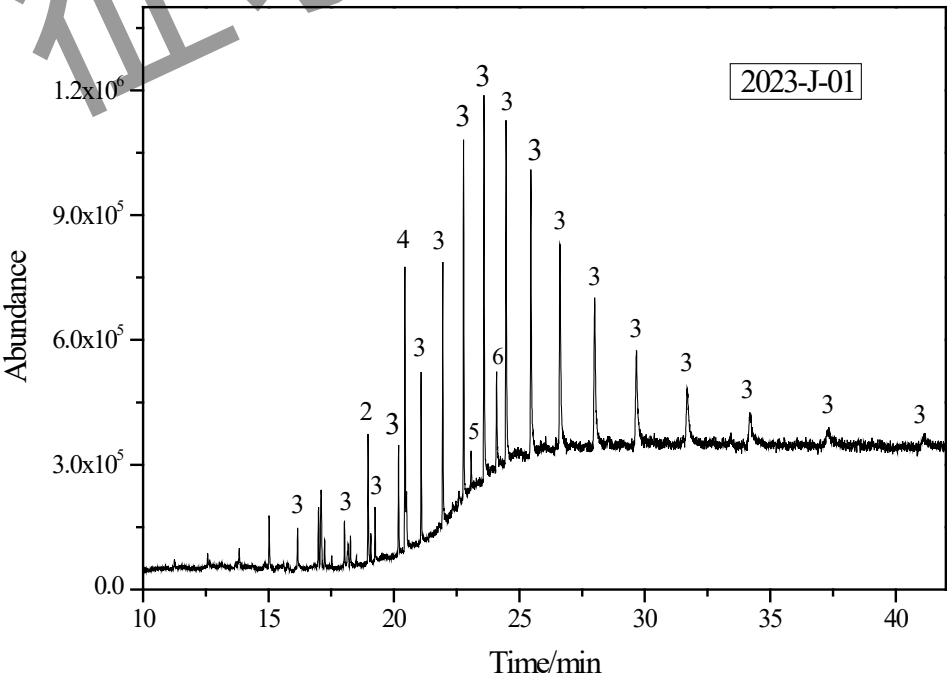


图 3-1 均匀剂 2023-J-01 质谱图

2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP); 3-石蜡; 4-辛酸酐; 5-抗氧剂 2246; 6-增塑剂 (含 DBP 类)

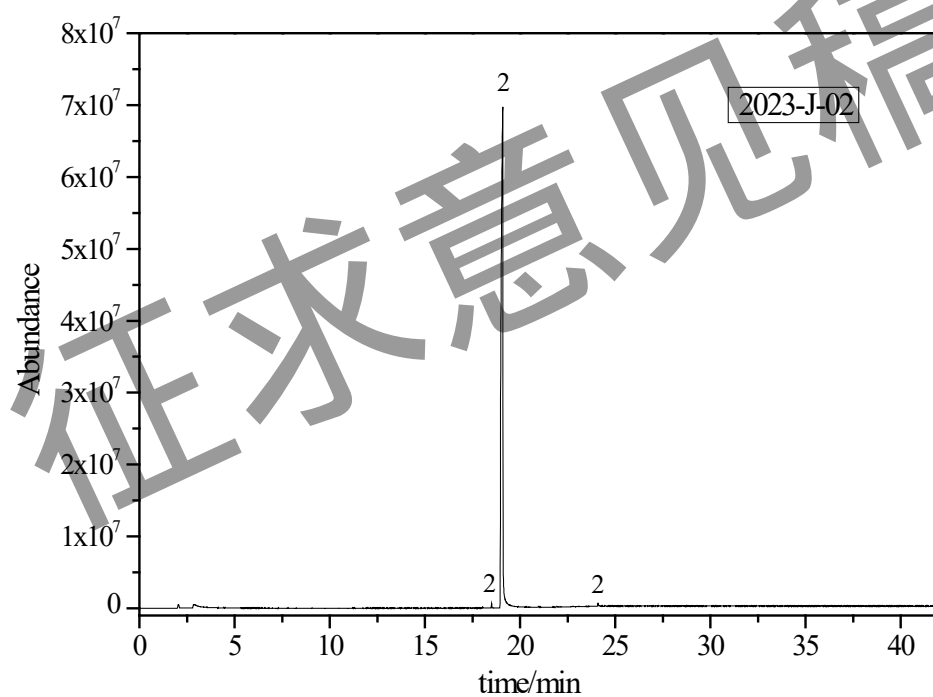


图 3-2 均匀剂 2023-J-02 质谱图

2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP);

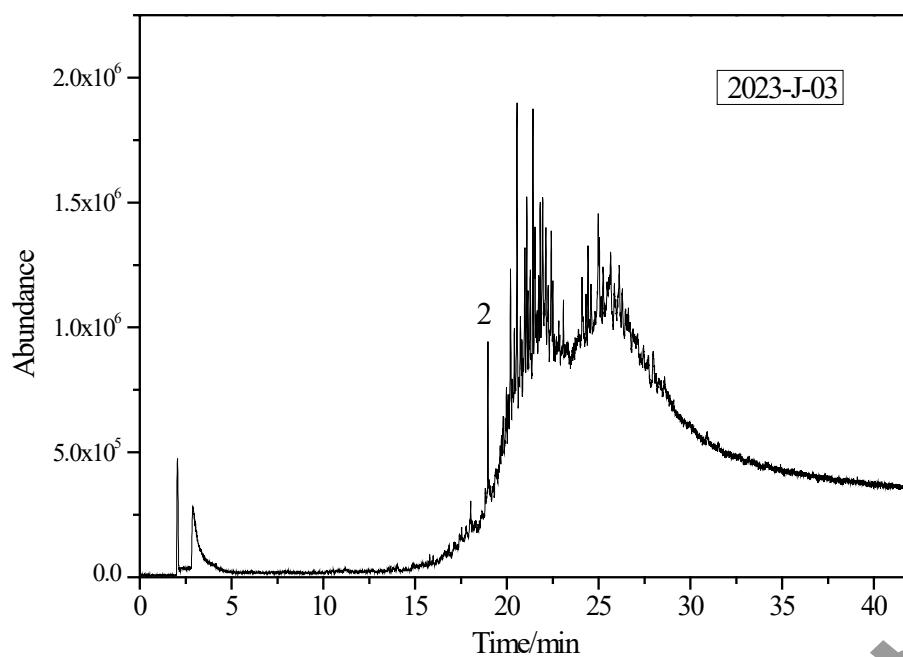


图 3-3 均匀剂 2023-J-03 质谱图

2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP);

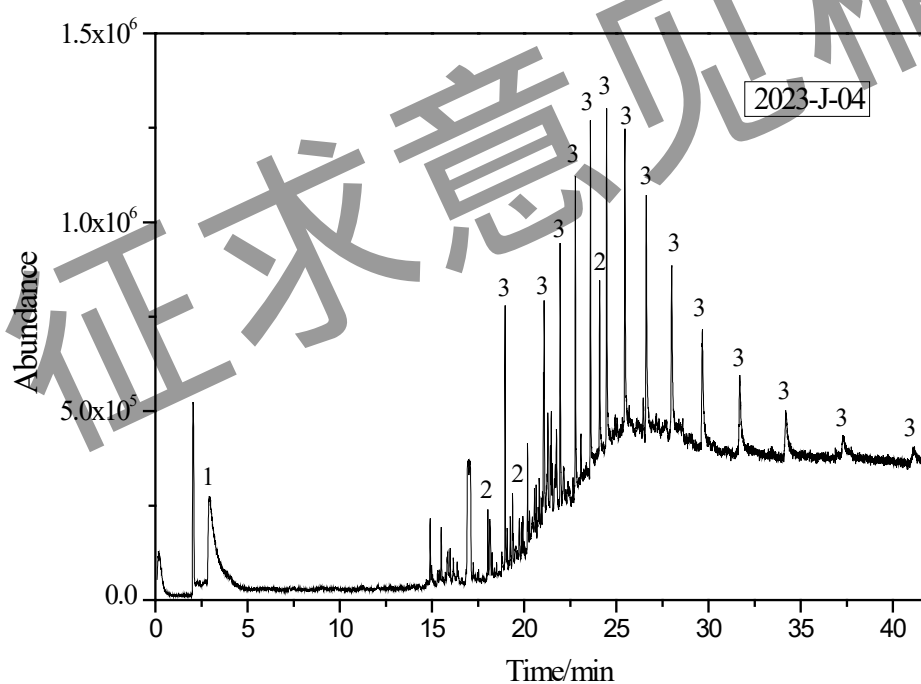


图 3-4 均匀剂 2023-J-04 质谱图

1-乙酸乙酯; 2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP); 3-石蜡;

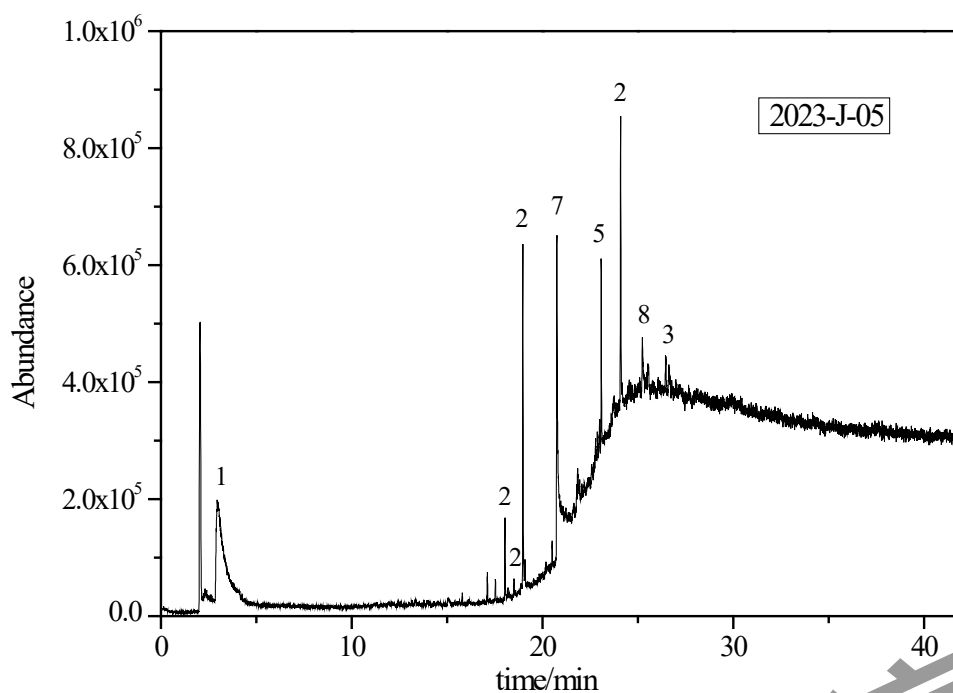


图 3-5 均匀剂 2023-J-05 质谱图

2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP); 5-抗氧剂 2246; 7-硬脂酸; 8-多环芳烃 (PAHs)

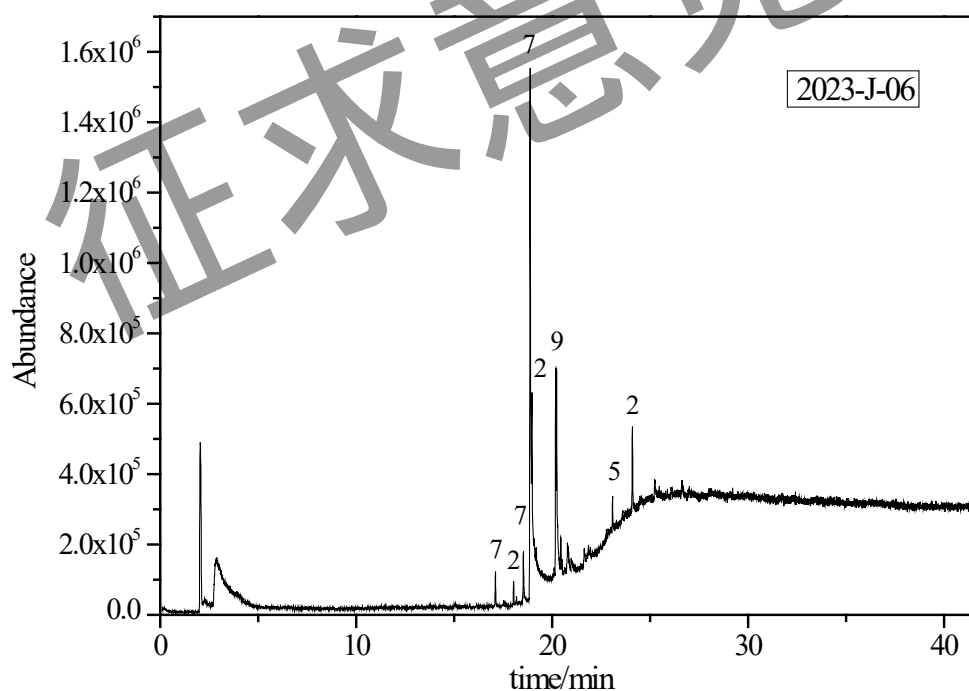


图 3-6 均匀剂 2023-J-06 质谱图

2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP); 5-抗氧剂 2246; 7-硬脂酸; 9-亚油酸甲酯

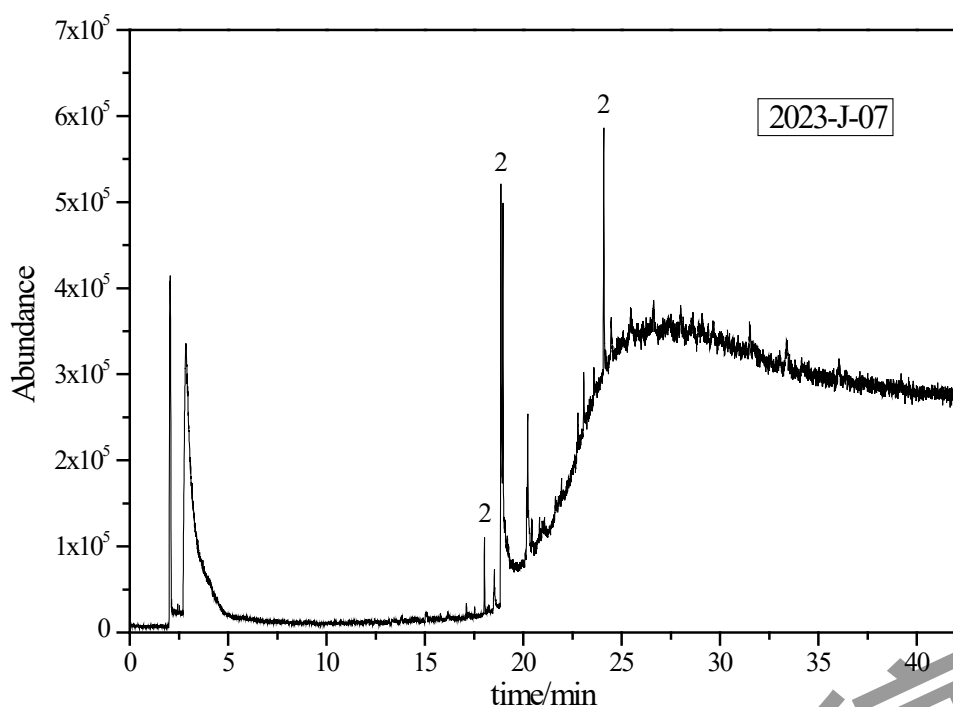


图 3-7 均匀剂 2023-J-07 质谱图

2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP);

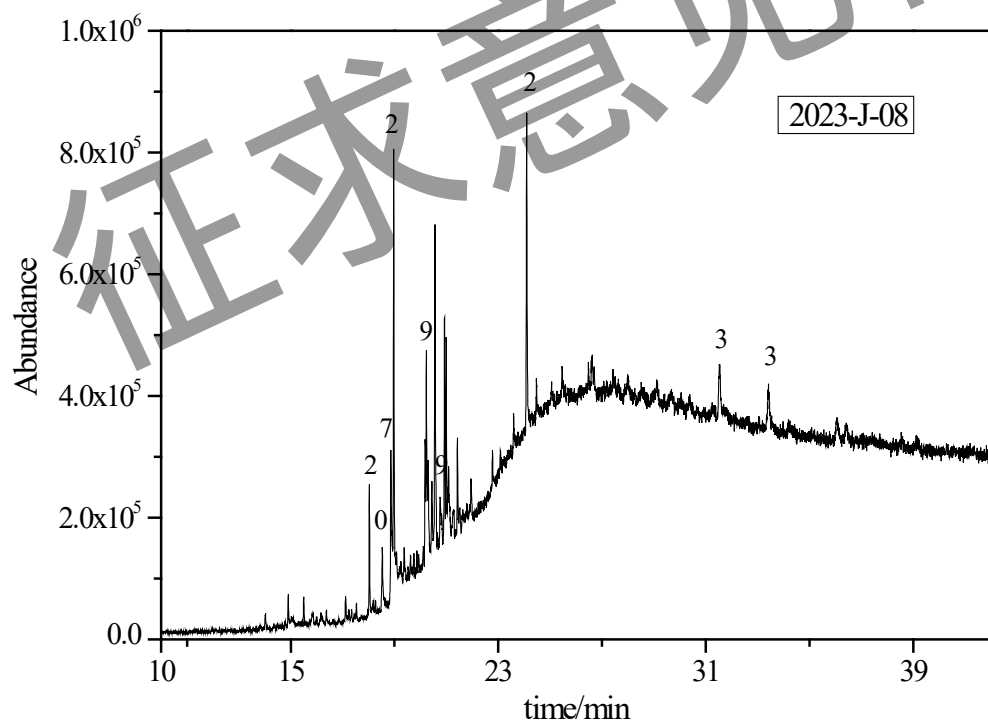


图 3-8 均匀剂 2023-J-08 质谱图

0-硬脂酸甲酯; 2-邻苯二甲酸二丁酯 (DBP); 3-石蜡; 7-硬脂酸; 9-亚油酸甲酯;

结果分析: 对收集的样品进行气相色谱质谱分析, 由质谱图可以看出样品均含有致癌物质 DBP, J-01, J-05 和 J-06 含有抗氧化剂 2246, J-05、J-06 和 J-08 还有硬脂酸。均匀剂中 PAHs 含

量超标会给下游产品如轮胎及非轮胎橡胶制品的使用带来不良影响。因此,测定均匀剂中 PAHs 含量具有重要意义。

2023-J-01

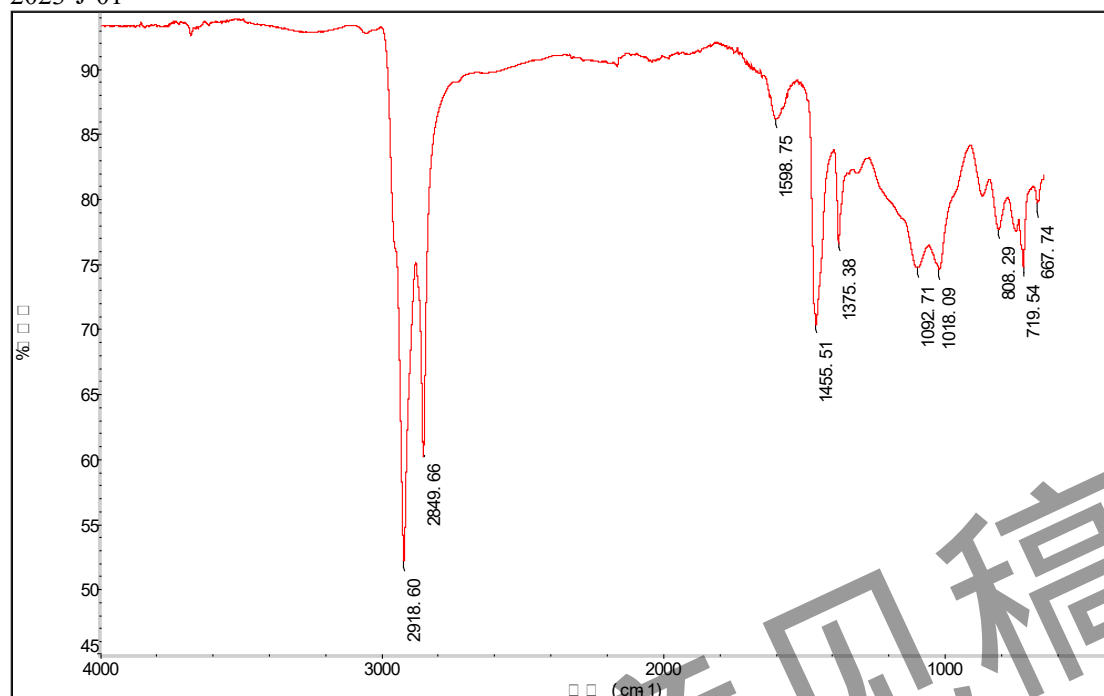


图 4 橡胶助剂均匀剂 2023-J-01 红外光谱图

2023-J-02

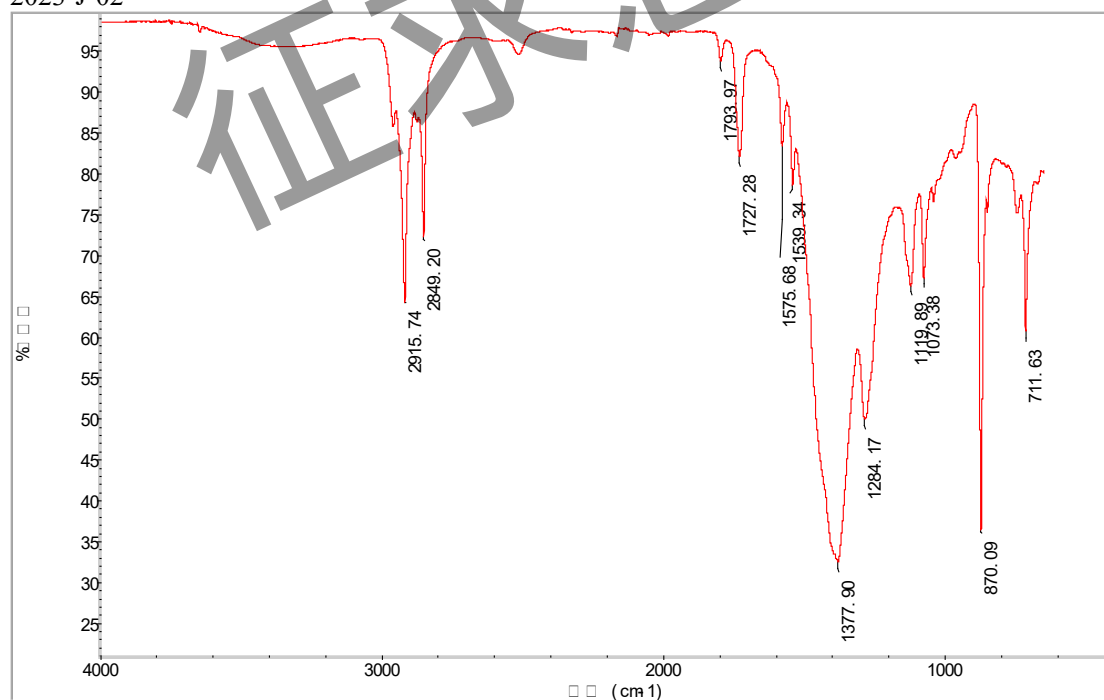


图 5 橡胶助剂均匀剂 2023-J-05 红外光谱图

结果分析：根据图4橡胶助剂均匀剂2023-J-01红外光谱图进行分析，2918cm⁻¹、2849cm⁻¹，-CH₂-反对称和对称伸缩振动峰；1455cm⁻¹、1375cm⁻¹，CH₃-的不对称变角和对称变角；1598cm⁻¹，苯环骨架的C=C振动伸缩吸收峰；1092cm⁻¹、1018cm⁻¹，-C-C-的伸缩振动吸收峰；719cm⁻¹，-CH₂-的面内摇摆吸收峰；865cm⁻¹、808cm⁻¹，CH₃-的摇摆振动吸收峰；746cm⁻¹，苯环特征峰；667cm⁻¹，苯环上的-CH-面外弯曲振动吸收峰。根据特征谱峰，以及谱峰强度，判定样品是烷烃树脂和少量芳香烃树脂的混合物。

征求意见稿