

团 体 标 准

TCACE XXX—2020



橡胶用改性裂解炭黑

Modified pyrolysis carbon black for use in rubber products

(征求意见稿)

xxxx-xx-xx 发布

xxxx-xx-xx 实施

中国循环经济协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

本标准首次发布。

CACE 征求意见稿

橡胶用改性裂解炭黑

1 范围

本标准规定了橡胶用改性裂解炭黑的命名方法、技术要求、试验方法、检验规则和标识、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于以废旧橡胶为原料，通过诸如热介质、微波等方式加热裂解，依次经过磁选、研磨、改性、造粒、干燥、包装等工序获得，并可以再次应用于轮胎、输送带等橡胶制品中的橡胶用改性裂解炭黑。

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 191	包装储运图示标志
GB/T 3778	橡胶用炭黑
GB/T 3780.1	炭黑 第 1 部分：吸碘值试验方法
GB/T 3780.2	炭黑 第 2 部分：吸油值的测定
GB/T 3780.7	炭黑 第 7 部分：pH 值的测定
GB/T 3780.8	炭黑 第 8 部分：加热减量的测定
GB/T 3780.10	炭黑 第 10 部分：灰分的测定
GB/T 3780.12	炭黑 第 12 部分：杂质的检查
GB/T 3780.18	炭黑 第 18 部分：在天然橡胶（NR）中的鉴定方法
GB/T 3780.21	炭黑 第 21 部分：橡胶配合剂筛余物的测定 水冲洗法
GB/T 6388	运输包装收发货标志
GB/T 9969	工业产品使用说明书
GB/T 10722	炭黑 总表面积和外表面积的测定 氮吸附法
GB/T 13306	标牌
GB/T 14853.1	橡胶用造粒炭黑 第1部分：倾注密度的测定
GB T 14853.2	橡胶用造粒炭黑 第 2 部分：细粉含量和颗粒磨损量的测定
GB/T 14853.6	橡胶用造粒炭黑 第6部分：单个颗粒破碎强度的测定

3 术语和定义

GB/T 3778、GB/T 3780、GB/T 14853 界定的以及以下术语和定义适用于本文件。

橡胶用改性裂解炭黑 modified pyrolysis carbon black for use in rubber products

以废旧橡胶为原料，通过诸如热介质、微波等方式加热裂解产生，并经过磁选、研磨、改性、造粒、干燥、包装等工序，使其性能发生改变获得的产品。

4 命名方法

橡胶用改性裂解炭黑采用 5 字符命名，第一个字符为字母“E”，是“Environmental-friendly”的首字母，代表环保；第二、三、四、五个字符代表橡胶用的工业炭黑型号。

示例：

EN660，代表该炭黑产品能够满足橡胶用工业炭黑 N660 的使用要求。

5 技术要求

5.1 各品种橡胶用改性裂解炭黑产品的技术指标典型值和试验方法应符合表 1 的要求。

5.2 橡胶用改性裂解炭黑在制品中的试验方法见附录 A。

表1 橡胶用改性裂解炭黑产品技术指标典型值^a

序号	项目名称	产品指标				试验方法
		EN220	EN330	EN550	EN660	
1	外观	黑色颗粒	黑色颗粒	黑色颗粒	黑色颗粒	目测
2	吸碘值, g/kg	≥ 100		≥ 80		GB/T 3780.1
3	吸油值, 10 ⁻⁵ m ³ /kg	≥ 60				GB/T 3780.2
4	总表面积 (NSA), 10 ³ m ² /kg	≥ 70		≥ 60		GB/T 10722
5	外表面积 (STSA), 10 ³ m ² /kg	≥ 60		≥ 50		
6	125℃加热减量, %	≤ 2.0				GB/T 3780.8
7	45 μm 筛余物, mg/kg	≤ 500				GB/T 3780.21
8	灰分, %	≤ 16		≤ 18		GB/T 3780.10
9	杂质 ^b	无				GB/T 3780.12
10	pH 值	6.0-9.0				GB/T 3780.7
11	粒子破碎强度, cN	≤ 45				GB/T 14853.6
12	细粉含量, %	≤ 10				GB/T 14853.2
13	倾注密度, %	500±50				GB/T 14853.1
14	拉断伸长率, %	≥ 420				GB/T 3780.18
15	拉伸强度, MPa	≥ 22	≥ 20	≥ 18	≥ 18	

表 1 橡胶用改性裂解炭黑产品技术指标典型值^a (续)

序号	项目名称	产品指标				试验方法
		EN220	EN330	EN550	EN660	
16	300 %定伸应力, MPa	≥ 11	≥ 9	≥ 10	≥ 8	GB/T 3780.18
<p>注:</p> <p>^a 符合欧盟 ROHS 指令 2011/65/EU 附录 II 的修正指令 (EU) 2015/863 的限值要求, 橡胶用改性裂解炭黑产品中的镉、铅、汞、六价铬、多溴联苯、多溴二苯醚指标均在 ROHS 指令要求限值以内。</p> <p>^b 试样在测定前, 除杂质检查或造粒炭黑特性指标测试外, 均需通过 850 μm 筛。</p>						

6 检验和判定

6.1 出厂检验

出厂检验项目: 外观、吸碘值、吸油值、总表面积 (NSA)、外表面积 (STSA)、加热减量、45 μm 筛余物、灰分、杂质、pH 值、粒子破碎强度、细粉含量、倾注密度、拉断伸长率、拉伸强度、300 % 定伸应力, 共计 16 项。

6.2 型式检验

有下列情况之一时, 宜进行型式检验。

- 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定;
- 生产中如原料、工艺有较大改变、可能影响产品性能时;
- 正常生产时, 周期进行检验, 以考核产品质量的稳定性;
- 产品停产后再恢复生产时;
- 出厂检验结果与上次检验结果有较大差异时;
- 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.3 检验方法

- 吸碘值的测试按 GB/T 3780.1 执行。
- 吸油值的测试按 GB/T 3780.2 执行。
- 总表面积和外表面积的测试按 GB/T 10722 执行。
- 125℃加热减量的测试按 GB/T 3780.8 执行。
- 45μ m 筛余物的测试按 GB/T 3780.21 执行。
- 灰分的测试按 GB/T 3780.10 执行。
- 杂质的测试按 GB/T 3780.12 执行。
- pH 值的测试按 GB/T 3780.7 执行。
- 粒子破碎强度的测试按 GB/T 14853.6 执行。
- 细粉含量的测试按 GB/T 14853.2 执行。
- 倾注密度的测试按 GB/T 14853.1 执行。
- 拉断伸长率、拉伸强度、300%定伸应力的测试按 GB/T 3780.18 执行, 其中炭黑规格选择橡胶用改性裂解炭黑。

6.4 判定规则

6.4.1 产品按技术要求进行检验。表 1 中所有项目均达到技术要求，判定为合格品；任一项目未达到技术要求，产品判定为不合格。拉伸强度和定伸应力未达到技术要求时，允许按照附录 A 规定进行复检，复检结果达到技术要求，判定为合格。产品判定为不合格品的，进行返工处理。

6.4.2 验收期限为产品到达供需双方商定的收货地点之日起 30 日内。

6.4.3 当发生质量争议时，由供需双方协商解决；或由双方共同采样并签封后，送（寄）到双方认可的机构执行仲裁。

7 标识、包装、运输、贮存

7.1 标识

标识除满足 GB/T 13306 与 GB/T 9969 相关要求外，还应满足以下要求：

包装袋正面宜有醒目的标识，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 产品标准代号；
- c) 注册商标；
- d) 净含量；
- e) 质量等级；
- f) 制造日期（编号）或生产批号；
- g) 合格证、质检报告（一个集单元或一个销售批次宜附一份合格证、质检报告）；
- h) 制造厂名和厂址。

7.2 包装

7.2.1 产品包装需要满足 GB/T 191 中的包装储运图示标识要求。

7.2.2 生产过程结束时，产品宜采取适当的包装。对小包装袋，每包产品净含量宜为 20 kg。对集单元等重量超过 100 kg 的包装，其重量精度宜为总重量的 $\pm 0.3\%$ 以内。

7.2.3 产品包装材料必须具备防潮、防污染的能力，并能进行醒目的标示。

7.2.4 包装袋的结构：

- a) 小包装袋：牛皮纸的阀口袋，三层结构，内外层为 80 g/m^2 牛皮纸，中间层为防水 PP 膜；
- b) 吨包袋：全新聚丙烯料，基布克重 220 g/m^2 ，拉筋加棉，4 吊环，带上下料口，双针机加防漏面条缝制工艺；
- c) 半吨包：全新聚丙烯料，基布克重 220 g/m^2 ，拉筋加棉，4 吊环，带上下料口，双针机加防漏面条缝制工艺；
- d) 符合用户要求的其他包装。

7.2.5 包装袋的缝合及缝合材料：

- a) 棉线或合成纤维线缝合材料；
- b) 合适的粘合剂粘合；
- c) 热压合（内袋宜缝合）；

d) 真空自动封口。

7.3 运输

7.3.1 在运输过程中，需满足 GB/T 6388 运输包装收发货标志中的有关要求。

7.3.2 运输工具：火车、汽车、轮船等一律遮篷。

7.3.3 运输过程中不得与可使产品变质或使包装破损的物品在同一车厢（船舱）内混放。

7.4 贮存

7.4.1 产品仓库宜保持干燥、通风、防湿、严防破包造成污染。

7.4.2 不得与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存。

7.4.3 凡漏出包外产品，一律不得再返回包内。

7.4.4 按产品种类、品级分开堆放，每堆不大于 4000 袋，堆间距不得小于 1 m。

7.4.5 成品码放层高要求：吨包、半吨包皆为 1 层。

CACE 征求意见稿

附录 A
(规范性附录)

橡胶用改性裂解炭黑在天然橡胶中的试验方法 (参考 GB/T3780.18)

1. 天然橡胶实验配方

表 A.1 天然橡胶实验配方

材料	规格	质量分数
天然橡胶 (NR)	No.1RSS	100
促进剂 DM	优级品	0.6
硬脂酸	200 型	3
氧化锌	ZnO.X1	5
炭黑	橡胶用改性裂解炭黑	50
硫磺	优等品	2.5
总计	/	161.1

备注：橡胶和炭黑的称量精确至 1 g；硫磺和促进剂的称量精确至 0.02 g；氧化锌和硬脂酸的称量精确至 0.1 g。
炭黑种类采用橡胶用改性裂解炭黑。

2. 采样和样品准备

A.2.1 按GB 3778 规定进行。

A.2.2 橡胶用改性裂解炭黑置于 (125±2) °C烘箱中干燥1h，加热时盛装橡胶用改性裂解炭黑试样的敞口器皿尺寸应保证炭黑厚度不大于10mm。烘干后的橡胶用改性裂解炭黑试样置于一个密封的防潮容器中冷却至室温待用。

3. 工艺流程及参数

A.3.1 混炼设备应符合GB 6038规定。下列混炼程序都适用于橡胶用改性裂解炭黑的检验：

- a) 密炼机法；
- b) 开炼机法。

A.3.2 密炼机法

- 1) 调整密炼机温度，使卸料温度在 (110-125) °C；
- 2) 加入橡胶，混炼 30 s；
- 3) 加入促进剂 DM，混炼 30 s；
- 4) 加入硬脂酸，混炼 60 s；
- 5) 加入氧化锌和 1/2 橡胶用改性裂解炭黑，混炼 90 s；

- 6) 加入剩余橡胶用改性裂解炭黑，混炼 90 s；
- 7) 加入硫磺，清扫密炼机进料口和上顶栓顶部，混炼 60 s；
- 8) 提栓卸料；
- 9) 将开炼机辊距调整至 0.80 mm，温度设定为 (70 ± 5) °C，密炼机卸料后移至开炼机，不包辊薄通 6 遍；
- 10) 调整开炼机辊距 6.0 mm，掉头开炼4遍；
- 11) 调整辊距按 2.2 mm 厚度出片；
- 12) 出片后，在 (23 ± 3) °C 及相对湿度 (50 ± 5) % 条件下放置 (1-24) h 备用。

A. 3. 3 开炼机法

- 1) 混炼前调整两挡胶板间距为 (200 ± 10) mm，辊筒温度控制在 (70 ± 5) °C。混炼时，将开炼机辊距调至 0.8 mm，将生胶不包辊破胶一遍；
 - 2) 将开炼机辊距调至 1.4 mm，加入天然胶包辊从两端交替割刀两次，操作时间为 2 min；
 - 3) 调辊距至 1.65 mm，加入硬脂酸，割刀一次，操作时间为 2.5 min；
 - 4) 加入硫磺、促进剂、氧化锌，割刀两次，操作时间为 2 min；
 - 5) 加入全部炭黑，混炼至表面无明显粉剂时割刀两次，调整辊距至 1.9 mm，把散落的炭黑全部混入，割刀三次；操作时间为 7.5 min；
 - 6) 调整辊距至 0.8 mm，打卷竖立掉头通过辊隙六次，操作时间 2.0 min；
 - 7) 调整开炼机辊距 6.0 mm，掉头通过辊隙开炼 4 遍，操作时间 1.0 min；
 - 8) 1-7 操作时间为 (17.0 ± 0.5) min，并复核胶料质量，损失量不超过胶料总量的 ± 0.5 %；
 - 9) 调整辊距，按 2.2 mm 厚度出片；
 - 10) 出片后，在 (23 ± 3) °C 及相对湿度 (50 ± 5) % 条件下放置 (1-24) h 备用。
-