

附件

## 2024 年度山东省科学技术奖拟提名项目

### 一、基于产业基础技术创新的连续法不溶性硫磺生产体系构建与工程应用

#### (一) 提名者及提名意见

提名者：聊城市

提名意见：“连续法高性能不溶性硫磺关键技术创新与特种轮胎开发”由山东阳谷华泰化工股份有限公司联合青岛科技大学、山东玲珑轮胎股份有限公司、山东大学、聊城大学共同承担，主要是在我国橡胶工业整体迈向高端制造的大背景下，实现基础橡胶助剂品种不溶性硫磺品质性能提升和绿色生产，化解行业关键材料“卡脖子”风险，解决关键零部件生产等制约行业发展的瓶颈性难题具有重要意义。

#### (二) 提名等级

对照山东省科学技术进步奖授奖条件，拟提名该项目为2024 年度山东省科学技术进步奖二等奖。

#### (三) 项目简介

我国轮胎及橡胶制品产能与消费世界第一，但不是技术强国。橡胶助剂的研发水平及技术成果产业化，相当程度上决定着轮胎及橡胶制品行业的发展水平。我国橡胶助剂占全球总产量的70%以上，但在工艺研发上存在着严重的发展不均衡的问题。特别是在橡胶助剂最基础、最关键的硫化剂领域，最具代表性的不溶性硫磺产品无论技术综合性能还是产

品规模，均与发达国家存在着明显的差距。

硫化剂在硫化过程中与生胶发生化学作用，橡胶分子之间形成交联网状结构，赋予轮胎及橡胶制品特定使用功能与加工性能。硫化剂分为硫磺和不溶性硫磺两大类，因不溶性硫磺可大幅提高综合性能，代表了硫化剂发展方向，因而构成了目前国际上橡胶助剂领域高技术战略制高点。我国不溶性硫磺均采用间歇法，与连续法比较存在着热稳定性低、分散性差，特别是制备高品质轮胎和特种轮胎更凸显出问题的严重性，同时还存在着高耗能与污染严重等制约行业发展的瓶颈性难题。国际上仅有美国伊士曼化学和日本四国化学两家公司掌握连续法生产技术。目前我国需要依赖每年进口三万吨连续法产品。连续法不溶性硫磺是我国目前唯一需要依赖进口的橡胶助剂品种，已成为我国橡胶助剂工业迈向高端制造的短板，也是我国橡胶助剂行业亟待解决的“卡脖子”难题，因此本项目的实施满足国家重大需求。主要内容与创新点如下：

1. 开发了两温段升温控制与淬冷-熟化-萃取融合技术的工艺体系，实现了万吨级连续法绿色产业化，为行业国产化有效替代提供了技术途径。

2. 开发了稳定剂、聚合度控制技术和抗静电高分散改性材料，解决了熟化过程晶型调整、热稳定性控制和微米级不溶性硫磺极易产生静电与难以分散的难题。

3. 阐明了轮胎粘合失效与硫化过程增粘机理，开发了新粘合层强度测试方法与粘合层表征方法，为连续法不溶性硫

磺应用性能表征奠定理论基础，同时为采用不溶性硫磺制备高品质轮胎和特种轮胎提供了坚实的基础。

本项目在国内率先实现了万吨级连续法不溶性硫磺绿色产业化，产品粒径分布窄，热稳定性和分散性好；硫磺可循环使用，硫原子利用率提升 40-60%；单位产品溶剂消耗量降低 90%；与国际上最具代表性公司同类产品相比，产品粒子形态、热稳定性和有效含量等关键技术指标指标领先。

连续法不溶性硫磺助力了高品质轮胎和特种轮胎的开发制造，且已应用于美国固特异、德国大陆、日本普利司通等世界一流轮胎企业。获授权发明专利 14 件。近三年内实现新增销售额 32.11 亿元，新增利润 5.41 亿元。

本项目打破了国外技术封锁和市场垄断，实现了国产化替代。连续法不溶性硫磺产品在橡胶助剂角度上为我国高品质轮胎和特种轮胎的开发提供了强有力的技术支撑，有力的推动了我国橡胶助剂产业的科学技术进步。

#### （四）主要知识产权和标准规范等目录

知识产权（标准）类别	知识产权（标准）具体名称	国家（地区）	授权号（标准编号）	授权（标准发布）日期	发明专利（标准）有效状态	第一完成人是否为发明人（标准起草人）	第一完成单位是否为权利人（标准起草单位）
发明专利权	一种不溶性硫磺的粒径控制方法	中国	ZL202111302753.4	2022-08-09	有效	是	是
发明专利权	一种改善不溶性硫磺分散性的方法	中国	ZL201510396736.X	2017-07-04	有效	是	是

发明专利权	一种不溶性硫黄的连续化熟化方法	中国	ZL201510380252.6	2018-02-23	有效	是	是
发明专利权	一种不溶性硫磺的生产工艺	中国	ZL201110210853.4	2012-09-19	有效	是	是
发明专利权	一种不溶性硫磺的气化淬冷工艺	中国	ZL201410623868.7	2016-11-30	有效	是	是
发明专利权	一种不溶性硫磺的制备方法及其所用的抗返原稳定剂	中国	ZL201811300736.5	2022-03-15	有效	是	是
发明专利权	一种不溶性硫磺的干燥工艺及其工艺设备	中国	ZL201410624497.4	2016-4-13	有效	是	是
发明专利权	一种不溶性硫磺的萃取方法及所用设备	中国	ZL202110537208.7	2022-8-26	有效	是	是
发明专利权	一种超强全程水下粘结剂及其制备方法与应用	中国	ZL202111043885.X	2022-11-22	有效	否	否
发明专利权	一种橡胶双轴动态性能测试装置、方法及系统	中国	ZL 2017 10887452.X	2023-9-29	有效	否	否

### (五) 主要完成人情况

#### 1. 王维民，山东阳谷华泰化工股份有限公司

负责项目整体设计、制订总体技术方案。主要贡献为：创建了淬冷熟化萃取一体化技术和连续化流程，研发了产品分散性和粒径控制方法。对创新点一、二做出了创造性贡献。支持材料为发明专利《一种不溶性硫黄的连续化熟化方法》（第一位发明人）、发明专利《一种不溶性硫磺的粒径控制方法》（第一位发明人）、发明专利《一种改善不溶性硫磺

分散性的方法》（第一位发明人）。

## 2. 王文博，山东阳谷华泰化工股份有限公司

负责项目产业化工作，开发了淬冷萃取一体化工艺，为项目中试线和万吨级产线的产业化设计提出重要建议，对创新点一、二作出了创造性贡献。支撑材料为发明专利《一种不溶性硫磺的萃取方法及所用设备》（第六位发明人），实用新型专利《不溶性硫磺的生产装置》（第一位发明人）。

## 3. 魏承磊，山东阳谷华泰化工股份有限公司

负责工艺装备的研究开发和应用。主要负责干燥过程、气化淬冷过程产业化技术研究，共同开发了硫磺高温裂解可控技术，对创新点一作出了创造性贡献。支持材料为发明专利《一种不溶性硫磺的干燥工艺及其工艺设备》（第一位发明人）、发明专利《一种不溶性硫磺的粒径控制方法》（第二位发明人）、发明专利《一种不溶性硫磺的气化淬冷工艺》（第三位发明人）。

## 4. 黄俊，山东大学

负责开发抗静电高分散改性材料，使微米级分散的不溶性硫磺具有高抗静电和高分散性，对创新点二作出了突出贡献，支撑材料为发明专利《一种超强全程水下粘结剂及其制备方法与应用》（第一位发明人），论文

《Substrate-Independent, Mechanically Tunable, and

Scalable Gelatin Methacryloyl Hydrogel Coating with Drag- Reducing and Anti-Freezing Properties》。

5.史新妍，青岛科技大学

揭示了不溶性硫黄硫化橡胶与钢丝骨架材料粘合界面的增粘机理；阐明了不溶性硫黄硫化胶料与聚合物帘线骨架材料的 粘合失效机理；利用 MTS 弹性体测试系统开发了在线跟踪硫化橡胶与骨架材料粘合界面动态疲劳的测试方法。对创新点三作出了突出贡献，支撑材料为发明专利《一种测试硫化橡胶钢丝帘线动态粘合性能的方法》（第一位发明人）、《一种橡胶与纤维帘线粘合的动态疲劳演变测试方法》（第一位发明人）。

6.李云峰，山东阳谷华泰化工股份有限公司

负责项目产品应用性能测试方法确认和理论研究。结合产业化关键技术研发，对产品 在橡胶中的应用性能进行评价，为各项项目关键技术研发和推进提供重要支撑数据，对创新点三作出了重要贡献。支撑材料为发明专利《一种废硫磺预分散体及其制备方法》（第二位发明人）。

7.王才朋，山东阳谷华泰化工股份有限公司

负责本项目的车间建设和设备调试，参与产品应用评价与市场推广。结合产业化关键技术研发，参与对产品 在橡胶中的应用性能进行评价，和其他完成人共同完成粘合表征测试方法的研究和开发，对创新点三作出了贡献。

#### 8.张丽丽，山东玲珑轮胎股份有限公司

负责对连续法不溶性硫磺在特种轮胎带束层等关键配方中工业试验及批量应用。通过材料开发、粘合层设计等进行集成，成功开发了热氧老化条件下的粘合关键技术，完成了该产品在高性能乘用车子午胎、特种轮胎关键配方中的工业化验证及应用工作，为翻新难题的解决提供了基础和方案，取得了良好的社会及经济效益，对创新点三作出重要贡献，支撑材料为发明专利《一种橡胶双轴动态性能测试装置、方法及系统》（第三位发明人）、论文《电子放大镜和扫描电子显微镜评价不溶性硫磺的分散性能》。

#### 9.王鹤，青岛科技大学

负责利用不溶性硫磺的高分散高活性提升浸渍液胶乳与橡胶基体间的共硫化和分子链缠结能力，从而改善橡胶帘线界面粘合性能，实现了传统高毒性浸渍处理体系有效替代，为不溶性硫磺在高性能绿色橡胶复合材料中设计和制造提供了坚实基础，为创新点三作出了贡献。支撑材料为论文《Nylon 66 fibers coated with environmentally friendly dopamine-modified adhesives and their interfacial adhesion with neoprene rubber》。

#### 10.黄现强，聊城大学

使用温和条件利用多种溶剂体系完成了长效稳定剂稳定机理的研究，通过反应条件调控可实现不溶性硫磺长效稳

定处理，对创新点二作出了重要贡献。支撑材料为论文《Microwave-assisted controllable synthesis of 2-acylbenzothiazoles and bibenzo[b][1,4] thiazines from aryl methyl ketones and disulfanediyl dianilines》。

#### （六）主要完成单位情况

##### 1. 山东阳谷华泰化工股份有限公司

山东阳谷华泰化工股份有限公司主要负责项目关键技术的理论研发和成果产业化，对本项目技术创新和应用的主要贡献：

1) 负责制订项目总体技术方案、项目协调和产业化工作；

2) 负责工艺装备的研究开发和应用。主要负责干燥过程、气化淬冷过程产业化技术研究；

3) 开发了淬冷-熟化-萃取一体化技术和连续化流程；

4) 开发了不溶性硫磺聚合度及其晶态多尺度结构调控技术，研发了产品分散性和粒径控制方法，实现了产品关键技术指标的提升；

5) 研发了新型封端剂，结合回收硫磺可控高温裂解技术，实现了硫磺高效低能耗循环利用，提高了不溶性硫磺的绿色生产水平；

6) 负责项目产品应用性能测试方法确认和理论研究。结合产业化关键技术研发，对产品 in 橡胶中的应用性能进行评价。对创新点一、二作出了重要贡献。

## 2. 青岛科技大学

研究以不溶性硫磺为橡胶硫化剂，以硫化橡胶与钢丝和聚合物帘线骨架材料的粘合界面为主要研究对象，利用 MTS 弹性体测试系统开发了在线跟踪硫化橡胶与骨架材料粘合界面动态疲劳的测试方法；揭示了不溶性硫磺硫化橡胶与钢丝骨架材料粘合界面的增粘机理；阐明了不溶性硫磺硫化胶料与聚合物帘线骨架材料的粘合失效机理，为提升半钢子午胎的使用寿命以及翻新成为可能提供了理论与技术指导。

## 3. 山东省玲珑轮胎股份有限公司

山东玲珑轮胎股份有限公司负责对连续法不溶性硫磺的在特种轮胎带束层等关键配方中工业试验及批量应用。通过将连续法不溶性硫磺材料开发、粘合层设计等进行集成，成功开发了热氧老化条件下的高负荷长寿命超粗钢丝与胶料粘合关键技术，完成了该产品在高性能乘用车子午胎、特种轮胎关键配方中的工业化验证及应用工作，研制开发了矿山宽体自卸车专用特种轮胎，实现了苛刻环境使用的高附加值特种轮胎国产化替代，为翻新难题的解决提供了基础和方案，取得了良好的社会及经济效益，对创新点三作出重要贡献。

## 4. 山东大学

山东大学负责利用分子动力学模拟了硫和不溶性硫磺在二硫化碳溶剂中的溶解行为，并利用不同模拟方法研究了改性活性炭吸附二硫化碳的机理，探索了最佳吸附性能条件；负责开发抗静电高分散改性材料，使微米级分散的不溶

性硫磺具有高抗静电和高分散性，对创新点一和创新点二作出了突出贡献

#### 5.聊城大学

聊城大学负责使用温和条件利用多种溶剂体系完成了长效稳定剂稳定机理的研究，通过反应条件调控可实现不溶性硫磺长效稳定处理，对创新点二作出了重要贡献。