

CCFA

中国化学纤维工业协会标准

T/CCFA 01032-2017

石墨烯改性粘胶短纤维

Graphene modified viscose staple fiber

2017-09-06 发布

2017-10-01 实施

中国化学纤维工业协会 发布

前 言

本标准由中国化学纤维工业协会提出。

本标准由中国化学纤维工业协会标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：济南圣泉集团股份有限公司、青岛大学、唐山三友兴达化纤有限公司、南通强生石墨烯科技有限公司、山东省产品质量检验研究院、德州华源生态科技有限公司、青岛雪达集团有限公司、纺织化纤产品开发中心

本标准主要起草人：唐地源、吕冬生、曲丽君、么志高、沙晓林、柳永杰、李玉斌、王显旗、张金柱、王双成、张秀梅、马立国、李德利、蔡逸康

石墨烯改性粘胶短纤维

1 范围

本标准规定了石墨烯改性粘胶短纤维产品的术语和定义、分类、产品分级和标识、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于线密度为 1.10 dtex~6.70 dtex 的石墨烯改性粘胶短纤维，其他类型的石墨烯改性粘胶短纤维可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 3921.1 纺织 纺织材料性能和试验术语 第1部分：纤维和纱线
- GB/T 3291.3 纺织 纺织材料性能和试验术语 第3部分：通用
- GB/T 3521 石墨化学分析方法
- GB/T 4146 纺织名词术语（化纤部分）
- GB/T 6503 化学纤维 回潮率试验方法
- GB/T 6504 化学纤维 含油率试验方法
- GB/T 14334 化学纤维 短纤维取样方法
- GB/T 14335 化学纤维 短纤维线密度试验方法
- GB/T 14336 化学纤维 短纤维长度试验方法
- GB/T 14337 化学纤维 短纤维拉伸性能试验方法
- GB/T 14338 化学纤维 短纤维卷曲性能试验方法
- GB/T 14339 化学纤维 短纤维疵点试验方法
- GB/T 20944.3 纺织品 抗菌性能的评价 第3部分：振荡法
- GB/T 30127 纺织品 远红外性能的检测和评价
- T/CGIA 001-2017 石墨烯材料的术语、定义及代号

3 术语和定义

GB/T 3291.1、GB/T 3291.3、GB/T 4146和T/CGIA 001-2017中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨烯改性粘胶短纤维 Graphene Modified Viscose Staple Fiber

以纤维素纤维用浆粕为基本原料共混石墨烯（单层石墨烯、双层石墨烯或多层石墨烯），通过湿法纺丝工艺，制备的具有粘胶短纤维结构特征及石墨烯功能特性的改性纤维。

4 产品分类、分等和命名

4.1 产品分等

石墨烯改性粘胶短纤维的产品等级分为优等品、一等品和合格品，低于合格品的为等外品。

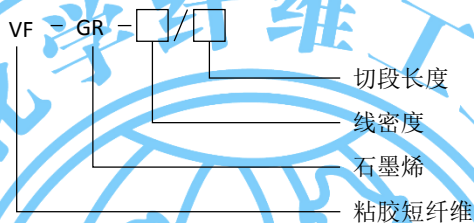
4.2 产品分类

表 1 石墨烯改性粘胶短纤维的分类

产品名称	分类
石墨烯改性粘胶短纤维（棉型）	1.10 dtex~2.20 dtex
石墨烯改性粘胶短纤维（中长型）	>2.20 dtex~<3.30 dtex
石墨烯改性粘胶短纤维（毛型）	3.30 dtex~6.70 dtex

4.3 产品命名规则

产品以线密度（dtex）和切断长度（mm）标识。具体命名规则如下：



示例：VF-GR-1.33/38 表示，线密度为 1.33 dtex、切断长度为 38 mm 的石墨烯改性粘胶短纤维（棉型）。

5 技术要求

5.1 性能指标

5.1.1 石墨烯改性粘胶短纤维（棉型）的物理性能指标应符合表 2 的规定。

表 2 石墨烯改性粘胶短纤维（棉型）的物理性能指标

序号	项目	优等品	一等品	合格品
1	干断裂强度/(cN/dtex) \geq	2.15	2.00	1.90
2	湿断裂强度/(cN/dtex) \geq	1.20	1.10	0.95
3	干断裂伸长率/%	$M_1 \pm 2.0$	$M_1 \pm 3.0$	$M_1 \pm 4.0$
4	线密度偏差率/% \pm	4.00	7.00	11.00
5	长度偏差率/% \pm	6.0	7.0	11.0
6	超长纤维率/% \leq	0.5	1.0	2.0
7	倍长纤维含量/(mg/100 g) \leq	4.0	20.0	60.0
8	残硫量/(mg/100 g)	12.0	18.0	28.0
9	疵点/(mg/100 g)	4.0	12.0	30.0
10	干断裂强度变异系数 (CV) /% \leq	18.0	—	

注 1: M_1 为干断裂伸长率中心值，不得低于 19%。

注 2: 筒装加捻丝卷曲收缩率、卷曲稳定性、复捻捻度由供需双方协商。

5.1.2 石墨烯改性粘胶短纤维（中长型）的物理性能指标应符合表 3 的规定。

表3 石墨烯改性粘胶短纤维（中长型）的物理性能指标

序号	项目名称	优等品	一等品	合格品
1	干断裂强度/ (cN/dtex) \geq	2.10	1.95	1.80
2	湿断裂强度/ (cN/dtex) \geq	1.15	1.05	0.90
3	干断裂伸长率/%	$M_1 \pm 2.0$	$M_1 \pm 3.0$	$M_1 \pm 4.0$
4	线密度偏差率/% \pm	4.0	7.0	11.0
5	长度偏差率/% \pm	6.0	7.0	11.0
6	超长纤维率/% \leq	0.5	1.0	2.0
7	倍长纤维/ (mg/100g) \leq	4.0	30.0	80.0
8	残硫量/ (mg/100g) \leq	12.0	18.0	28.0
9	疵点/ (mg/100g) \leq	4.0	12.0	30.0
10	干断裂强力变异系数 (CV) /% \leq	17.0	-	

注1: M1 为干断裂伸长率中心值, 不得低于 19%。
注3: 中心值亦可根据用户需求确定, 一旦确定, 不得随意修改。

5.1.3 石墨烯改性粘胶短纤维（毛型）的物理性能指标应符合表4的规定。

表4 石墨烯改性粘胶短纤维（毛型）的物理性能指标

序号	项目名称	优等品	一等品	合格品
1	干断裂强度/ (cN/dtex) \geq	2.05	1.90	1.75
2	湿断裂强度/ (cN/dtex) \geq	1.10	1.00	0.85
3	干断裂伸长率/%	$M_1 \pm 2.0$	$M_1 \pm 3.0$	$M_1 \pm 4.0$
4	线密度偏差率/% \pm	4.0	7.0	11.0
5	长度偏差率/% \pm	7.0	9.0	11.0
6	倍长纤维/ (mg/100g) \leq	8.0	50.0	120.0
7	残硫量/ (mg/100g) \leq	12.0	20.0	35.0
8	疵点/ (mg/100g) \leq	6.0	15.0	40.0
9	干断裂强力变异系数 (CV) /% \leq	16.0	-	

注1: M1 为干断裂伸长率中心值, 不得低于 19%。
注3: 中心值亦可根据用户需求确定, 一旦确定, 不得随意修改。

5.1.4 石墨烯改性粘胶短纤维的功能性能指标应符合表2的规定。

表5 石墨烯改性粘胶短纤维的功能性指标

序号	检测项目		测试结果	
			水洗次数/次	
			0	50
1	远红外	远红外发射率 \geq	0.88	
		远红外辐照温升/°C \geq	1.7	
2	抗菌抑菌	大肠杆菌抑菌率/(%) \geq	80	75
		金黄色葡萄球菌抑菌率/(%) \geq	80	75
		白色念珠菌抑菌率/(%) \geq	75	70

5.2 含油率

石墨烯改性粘胶短纤维的含油率由供需双方协商决定。

5.3 回潮率

石墨烯改性粘胶短纤维的公定回潮率为 13%，产品回潮率应控制在 8% ~ 13%之间。

6 试验方法

6.1 取样及试样制备

按GB/T 14334的规定执行。

6.2 干断裂强度、湿断裂强度、干断裂伸长率、干断裂强度变异系数

按GB/T 14337的规定执行。

6.3 线密度偏差率

按GB/T 14335的规定执行。

6.4 长度偏差率、超长纤维率、倍长纤维含量

按 GB/T 14336 的规定执行。

6.5 硫残量

按FZ/T 50014的规定执行。

6.6 疵点

按GB/T 14339的规定执行。

6.7 远红外

远红外按GB/T 30127执行。

6.8 抗菌抑菌

抗菌抑菌按GB/T 20944.3-2008执行。洗涤方法依据GB/T 20944.3-2008中10.1.1耐洗色牢度试验机洗涤方法洗涤，浴比1:30。

6.9 含油率

按GB/T 6504的规定执行。

6.10 回潮率

按GB/T 6503的规定执行。

6.11 重量计算

复验时按 GB/T 14334 规定称取和计算批产品包装件的净重量，并按式（1）计算：

$$m = m_1 \times \frac{1 + R_0}{1 + R} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——批产品包装件公定重量，单位为克（kg）；

m_i ——批产品包装件净重量，单位为克（kg）；

R_0 ——粘胶纤维的公定回潮率，其值为13%；

R ——实测回潮率，%。

6.12 石墨烯定性定量检测

石墨烯定性定量检测见附录A。

7 检验规则

7.1 检验类型

检验分为型式检验和出厂检验。

7.2 检验项目

7.2.1 表2、表3、表4所规定的项目为出厂检验项目。

7.2.2 表2、表3、表4及表5中的全部检验项目为型式检验项目。

7.2.3 当有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 正式生产过程中，原材料或工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- b) 生产装置检修，恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 上级质量监督机构提出型式检验要求时。

7.3 组批规则

同一原辅材料、同一工艺、同一规格、同一天内生产的产品为一批。

7.4 取样规则

各性能项目取样按GB/T 14334规定的方法执行。

7.5 综合评定

各性能项目的测定值和计算值按GB/T 1250中修约值比较法与表2、表3、表4规定性能项目指标的极限值比较，评定每项等级。最终以检验批中性能项目中最低项的等级定为该产品的等级。

8 包装、标志、运输和贮存

8.1 包装

8.1.1 包装材料及包装重量应保证纤维不受损伤。包装完整，纤维不裸露，并用包装袋捆扎结实。

8.1.2 不同规格、批号、等级的产品应分别包装。

8.1.3 每包重量（净重或毛重）与规定重量的差异应不超过 $\pm 5\%$ ，如用户另有要求，可不受此限。

8.2 标志

8.2.1 包装件应以醒目的颜色标明产品的名称、规格、等级。

T/CCFA 01032-2017

8.2.2 生产者的识别标志：如商标、生产企业名称、批号、包号、净重或毛重、执行标准号、生产日期、详细地址等。

8.2.3 包装上应有防潮、小心轻放等标志。

8.2.4 每批产品应附有质量检验单。

8.3 运输

运输中应采取防潮、防雨、防晒、防污损等措施，严禁损坏外包装。

8.4 贮存

包装件按批堆放，贮存在干燥、清洁、通风的仓库内。

附录 A
(规范性附录)
石墨烯定性、定量检测方法

A.1 石墨烯定性检测

A.1.1 石墨烯定性检验原理

用拉曼光谱定性石墨烯的结构特征；

A.1.2 检测方法

A.1.2.1 石墨烯改性粘胶短纤维中石墨烯定性检测

A.1.2.1.1 实验仪器

智能型全自动显微拉曼光谱仪

A.1.2.1.2 样品准备

A.1.2.1.2.1 石墨烯改性粘胶短纤维样品

随机选取符合质量标准的纤维，剪断后粘在贴有双面胶的载物台上固定。

A.1.2.1.3 实验条件

激光器选用：石墨烯改性粘胶短纤维样品可先使用 532 nm 激光器，如若光谱荧光背底较大，则切换 785 nm 激光器进行测试。

功率调试：石墨烯改性粘胶短纤维样品在 0.4 MW 功率条件下测试，在调试过程中需要循序渐进的增加功率，不可以一次性加到高功率。

A.1.2.1.4 测试步骤

A.1.2.1.4.1 开机预热，选择激光波长、调整参数，使仪器达到测试要求。测定石墨烯改性粘胶短纤维，将出峰时间和出峰高度进行对比，定性改性纤维中是否含有石墨烯。

A.1.2.1.4.2 参数设定。

通过显微镜选择测试区域。

在 $(1000\sim 3500)\text{ cm}^{-1}$ 范围内测试，并记录结果。

A.1.2.1.5 测试结果及定性分析方法

明确选区面扫描和/或选点扫描所选区域与位置，石墨烯 G 峰的峰位在 1580 cm^{-1} 附近；D 峰的峰位在 $1270\sim 1450\text{ cm}^{-1}$ 附近；2D 峰在 2700 cm^{-1} 附近。对比石墨烯改性粘胶短纤维的测定结果，如果出峰位置吻合，且 $I_{2D}/I_G \geq 0.35$ ，说明纤维中含有石墨烯。

A.2 石墨烯定量检测

A.2.1 石墨烯定量检验原理

石墨烯组成元素为碳元素，因此石墨烯的含量以固定碳含量来计。

A.2.2 石墨烯改性粘胶短纤维中石墨烯含量测定

A.2.2.1 原理

在已知添加物为石墨烯的前提下，定量检测纤维中的石墨烯含量。石墨烯改性粘胶短纤维中石墨烯含量的测定通过扣除空白粘胶短纤维和添加的石墨烯粉末在 800°C 下的残碳及损耗进行准确定量。

A.2.2.2 仪器

热失重分析仪 Q50；

电子天平（精确到 0.0001 g）。

A. 2. 2. 3 样品制备

分别选取空白粘胶短纤维样品、石墨烯改性粘胶短纤维样品和对应的粉状石墨烯样品，各称取 0.005-0.006 g（精确到 0.0001 g），并将纤维样品剪成长度小于 2 mm 的细小样品，待测。

A. 2. 3 测试步骤

A. 2. 3. 1 开机预热，选择氮气吹扫，并设置方法程式，使仪器达到测试要求；

A. 2. 3. 2 按如下方法程式设定

1) 40° C达到平衡

2) 等温10分钟

3) 然后以10° C/min 速率升温至 800° C

A. 2. 3. 3 将空白粘胶短纤维样品、石墨烯改性粘胶短纤维样品及石墨烯粉末样品分别按如上方法进行测试，按照 GB/T 3521 中方法，分别得到空白粘胶短纤维样品、石墨烯改性粘胶短纤维样品及石墨烯粉末样品在 800°C 下的残碳量分别是 a、b、c

A. 2. 4 结果处理

$$\text{纤维中石墨烯含量} = \frac{b-a}{c-a} \times 100\%$$

a- 空白粘胶短纤维样品在 800°C 下的残碳剩余量

b- 石墨烯改性粘胶短纤维样品在 800°C 下的残碳剩余量

c- 粉末状石墨烯样品在 800°C 下的残碳剩余量