

CCFA

中国化学纤维工业协会标准

T/CCFA 01033-2017

石墨烯改性腈纶短纤维和丝束

Graphene modified polyacrylonitrile (acrylic) staple fiber
and filament bundle

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：济南圣泉集团股份公司、青岛大学、山东省产品质量检验研究院、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、官杰、张金柱、王双成、张秀梅、李德利、王永生

石墨烯改性腈纶短纤维和丝束

1 范围

本标准规定了石墨烯改性腈纶短纤维和丝束产品的术语和定义、分类、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 1.0 dtex~6.67 dtex 的石墨烯改性腈纶短纤维和丝束。其他类型的腈纶短纤维和丝束可参照使用。

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 3291.1 纺织 纺织材料性能和试验术语 第1部分：纤维和纱线
- GB/T 3291.1 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则
- 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
- FZ/T 50004 涤纶短纤维干热收缩率试验方法
- 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

石墨烯改性腈纶短纤维和丝束 Graphene Modified Polyacrylonitrile (Acrylic) Staple Fiber and Filament Bundle

含有石墨烯（单层石墨烯、双层石墨烯或多层石墨烯）的腈纶纤维的统称，分为短纤维和丝束。以丙烯腈为基本原料，添加石墨烯粉体，通过纺丝工艺得到具有腈纶纤维特征的，集石墨烯功能性为一体的纤维。

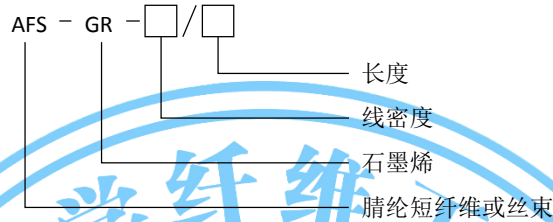
4 产品的分级和命名规则

4.1 产品的分级

石墨烯改性腈纶短纤维和丝束按照性能指标分为优等品、一等品和合格品。

4.2 产品命名规则

石墨烯改性腈纶短纤与丝束以线密度（dtex）和短纤长度（mm）标识，具体命名规则如下：



示例：AFS-GR-2.5/64 表示线密度为 2.5 dtex 切断长度为 64 mm 的石墨烯改性腈纶短纤维。

5 技术要求

5.1 性能指标

5.1.1 石墨烯改性腈纶短纤维的性能指标应符合表 1 的规定。

表1 石墨烯改性腈纶短纤维物理性能指标

序号	项目		优等品	一等品	合格品
1	断裂强度 (cN/dtex)	≥	$M_1 \pm 0.5$	$M_1 \pm 0.6$	$M_1 \pm 0.8$
2	断裂伸长率 (%)		$M_2 \pm 8$	$M_2 \pm 10$	$M_2 \pm 14$
3	线密度偏差率 (%)	±	8	10	14
4	长度偏差率 (%)	±			
		≤76	6	10	14
		>76	8	10	14
5	倍长纤维含量(mg/100 g)	≤			
		1.11dtex~2.21dte	40	60	600
		2.22dtex~11.11dte	80	300	1000
6	疵点含量(mg/100 个)	≤			
		1.11dtex~2.21dte	20	40	100
		2.22dtex~11.11dte	20	60	200
7	卷曲数(个/25 mm)		$M_3 \pm 2.5$	$M_3 \pm 3.0$	$M_3 \pm 4.0$

注 1: M_1 为断裂强度中心值, 由各生产单位根据品种自定。
注 2: M_2 为断裂伸长率中心值, 由各生产单位根据品种自定。
注 3: M_3 为卷曲数中心值, 由各生产单位根据品种自定。

5.1.2 石墨烯改性腈纶丝束的性能指标应符合表 2 的规定。

表2 石墨烯改性腈纶丝束物理性能指标

序号	项目		优等品	一等品	合格品
1	断裂强度 (cN/dtex)	≥	$M_1 \pm 0.5$	$M_1 \pm 0.6$	$M_1 \pm 0.8$
2	断裂伸长率 (%)		$M_2 \pm 8.0$	$M_2 \pm 10.0$	$M_2 \pm 14.0$
3	线密度偏差率 (%)	±	8	10	14
4	疵点含量(mg/100 个)	≤	20	40	100

5	卷曲数(个/25 mm)	$M_3 \pm 2.5$	$M_3 \pm 3.0$	$M_3 \pm 4.0$
M_1 为断裂伸长率中心值, 由各生产单位根据品种自定。 M_2 为卷曲数中心值, 由各生产单位根据品种自定。 M_3 为卷曲数中心值, 由各生产单位根据品种自定。				

5.1.3 石墨烯腈纶短纤维和丝束的功能性能指标应符合表 3 的规定。

表3 石墨烯腈纶短纤维和丝束的功能性指标

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/ $^{\circ}\text{C}$ \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	70	70

5.2 其他性能项目

石墨烯改性腈纶短纤维和丝束的含油率、回潮率由供需双方协商确定。

6 试验方法

6.1 通则

6.1.1 试样的调湿按 GB/T 14334 执行。

6.1.2 试样的取样

短纤维的批样品和试验样品的抽取与制备按 GB/T 14334 或 6.1 和 6.2 规定执行, 试样的抽取按 GB/T 14334 中 6.3 规定执行。

丝束批样品的抽取与制备按 GB/T 14334 中 6.1 或 6.2 规定执行, 试样的制备按 GB/T 14334 中 6.3 规定执行。

6.2 断裂强度、断裂伸长率

断裂强度、断裂伸长率按 GB/T 14337 执行。

6.3 线密度偏差率

线密度偏差率按 GB/T 14335 执行。

6.4 长度偏差率、倍长纤维含量

长度偏差率、倍长纤维含量按 GB/T 14336 执行。

6.5 疵点含量

疵点含量按 GB/T 14339 执行。

6.6 卷曲数

卷曲数按 GB/T 14338 执行。

6.7 远红外

T/CCFA 01033-2017

远红外按 GB/T 30127 执行。

6.8 抗菌抑菌

抗菌抑菌按 GB/T 20944.3 执行。洗涤方法依据 GB/T 20944.3 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

含油率按 GB/T 6504 执行。

6.10 回潮率

含油率按 GB/T 6503 执行。

6.11 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 1、表 2 中全部检验项目为出厂检验项目。

7.2.2 表 1、表 2 及表 3 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 组批原则

在一定范围内采用周期性取样组成检验批。一个生产批可由一个检验批组成，也可由若干检验批组成。

7.4 综合评定

各性能检验项目的测定值或计算值与表 1 或表 2 中的极限值比较，其等级分别按 GB/T 1250 中的修约值比较，逐项判定是否符合表 1 或表 2 中的指标，以各项质量指标中最低的等级判定该产品的等级，达不到合格品等级定为等外品。

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，并用包装袋捆扎实。

8.1.2 不同规格、批号、等级的产品应分别包装。

8.1.3 非定重产品每包装件重量与同批定重产品名义重量的差异应不超过 $\pm 5\%$ ，如用户另有要求，可不受此限。

8.1.4 每批产品应附重量检验单。

8.1.5 标志

8.1.6 包装件应以醒目的颜色标明产品的名称、规格、等级。

8.1.7 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。

8.1.8 包装上应有防潮、小心轻放等标志。

8.2 运输

运输中应采取防潮、防雨、防晒、防污损等措施，不应损坏外包装。

8.3 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 石墨烯改性腈纶短纤/丝束中石墨烯定性检测

A.1.2.1.1 实验仪器

智能型全自动显微拉曼光谱仪

A.1.2.2 样品准备

A.1.2.2.1 石墨烯改性腈纶短纤/丝束样品

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.1.2.3 实验条件

激光器选用：石墨烯改性腈纶短纤/丝束样品可先使用 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：石墨烯的纤维样品在 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.1.2.4 测试步骤

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。

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.1.2.5 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。对比石墨烯改性腈纶短纤/丝束的测定结果，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。纤维中石墨烯含量的测定通过扣除空白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

分别选取空白腈纶短纤/丝束样品、石墨烯改性腈纶短纤/丝束样品和对应的粉状石墨烯样品，各称取 $0.005\sim 0.006\text{ g}$ （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 将空白腈纶短纤/丝束样品、石墨烯改性腈纶短纤/丝束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，分别得到空白腈纶短纤/丝束样品、石墨烯改性腈纶短纤/丝束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- 空白腈纶短纤/丝束样品在 800°C 下的残碳剩余量
 - b- 石墨烯改性腈纶短纤/丝束样品在 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
-