

CCFA

中国化学纤维工业协会标准

T/CCFA 01034-2017

石墨烯改性锦纶 6 弹力丝

Graphene Modified Polyamide 6 draw textured yarn

2017-9-20 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、烟台华润锦纶有限公司、南通强生石墨烯科技有限公司、常州恒利宝纳米新材料科技有限公司、山东省产品质量检验研究院、青岛雪达集团有限公司、威海德瑞合成纤维有限公司、纺织化纤产品开发中心

本标准主要起草人：唐地源、吕冬生、薛向群、沙晓林、蒋焱、陈浩、王显旗、张金柱、王双成、张秀梅、张治文、马立国、李德利、邓军



# 石墨烯改性锦纶 6 弹力丝

## 1 范围

本标准规定了石墨烯改性锦纶 6 弹力丝产品的术语和定义、产品分级、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 15 dtex~222 dtex 的石墨烯改性锦纶 6 弹力丝，其他类型改性锦纶 6 弹力丝可参照使用。

## 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 3291.1 纺织 纺织材料性能和试验术语 第一部分：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 6502 化学纤维长丝取样方法

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 6506 合成纤维变形丝卷缩性能试验方法

GB/T 6529 纺织品 调湿和试验用标准大气

GB/T 14343 化学纤维 长丝线密度试验方法

GB/T 14344 化学纤维 长丝拉伸性能试验方法

GB/T 14345 化学纤维 长丝捻度试验方法

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

**石墨烯改性锦纶6弹力丝** Graphene Modified Polyamide 6 draw textured yarn

含有多层石墨烯（单层石墨烯、双层石墨烯或多层石墨烯）的锦纶6弹力丝的统称，以己内酰胺为基本原料，添加石墨烯，通过熔融纺丝工艺，制备具有锦纶6弹力丝结构特征及石墨烯功能性为一体的功能性纤维。

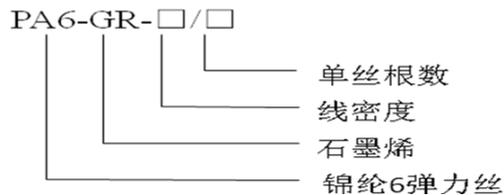
## 4 产品分等和命名规则

## 4.1 产品分等

石墨烯改性锦纶 6 弹力丝分为优等品、一等品和合格品。

## 4.2 产品命名规则

产品以线密度 (dtex) 和单丝根数 (纺丝板孔数, 用 f 表示) 标识, 具体命名规则如下:



示例: PA6-1-50/48 表示线密度为 50 dtex、单丝根数为 48 f 的石墨烯改性锦纶 6 弹力丝。

## 5 技术要求

## 5.1 外观

石墨烯改性锦纶 6 弹力丝的外观应符合表 1 的规定。

表 1 石墨烯改性锦纶 6 弹力丝的外观要求

序号	项目	筒装丝			
		优等品	一等品	合格品	
1	毛丝/(根/卷装表面)	$dpf > 2.2 \text{ dtex}$	4	10	20
		$Dpf \leq 2.2 \text{ dtex}$	15	25	40
2	僵丝/(根/卷装表面)	无	无	少	
3	紧点丝	无	极少	少	
4	油污	0	I	3	
5	成型	好	较好	一般	
6	绊丝(网状丝)/(根/卷装表面)	0	上端面 $\leq 2$	上端面 $\leq 8$	
			下端面 $\leq 0$	下端面 $\leq 2$	
7	筒重/(kg/筒)	满筒名义重量的 90%以上	A、B: 1.5 C: 1.0	0.2	
8	色差	正常	轻微	轻	
9	颜色	黑色			

## 5.2 性能指标

5.2.1 石墨烯改性锦纶 6 弹力丝的物理性能指标应符合表 2 的规定。

表 2 石墨烯改性锦纶 6 弹力丝的物理性能指标

序号	项目	筒装丝					
		单纤 ( $dpf > 2.2 \text{ dtex}$ )			单纤 ( $dpf \leq 2.2 \text{ dtex}$ )		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品

1	线密度偏差率/(%) ±	>72dtex, ≤222dtex	2.5	3.5	4.5	2.5	3.5	4.5
		>33dtex, ≤72dtex	3.0	4.0	5.0	3.0	4.0	5.0
		≤33dtex	3.5	4.5	5.5	3.5	4.5	5.5
2	线密度变异系数/(%) ≤	>72dtex, ≤222dtex	1.20	1.80	2.50	1.20	1.80	2.50
		>33dtex, ≤72dtex	1.20	1.80	2.50	1.20	1.80	2.50
		≤33dtex	1.50	2.00	3.00	1.50	2.00	3.00
3	断裂强度/(cN/dtex)	≥	3.60	3.40	3.20	3.40	3.20	3.00
4	断裂强度变异系数/(%)	≤	8.00	10.00	12.00	8.00	10.00	12.00
5	断裂伸长率/(%)	≥	M <sub>1</sub> ±5.0	M <sub>1</sub> ±6.0	M <sub>1</sub> ±8.0	M <sub>1</sub> ±5.0	M <sub>1</sub> ±6.0	M <sub>1</sub> ±8.0
6	断裂伸长率变异系数/(%)	≤	10.00	12.00	14.00	10.00	12.00	14.00
7	卷曲收缩率/(%) ≥	>72dtex, ≤222dtex	38.0	35.0	30.0	15.0	10.0	5.0
		>33dtex, ≤72dtex	50.0	45.0	40.0	25.0	20.0	15.0
		≤33dtex	55.0	50.0	45.0	30.0	25.0	20.0
8	卷曲稳定性/(%) ≥	>72dtex, ≤222dtex	48.0	44.0	38.0	25.0	20.0	15.0
		>33dtex, ≤72dtex	55.0	50.0	45.0	33.0	30.0	25.0
		≤33dtex	60.0	55.0	50.0	35.0	32.0	28.0
9	复捻捻度		M <sub>2</sub> ±5.0	M <sub>2</sub> ±13.0	M <sub>2</sub> ±15.0	M <sub>2</sub> ±5.0	M <sub>2</sub> ±13.0	M <sub>2</sub> ±15.0
注: M <sub>1</sub> 断裂伸长率中心值,一般在20%-35%之间,由供需双方协商确定,一经确定,不能任意更改。								
M <sub>2</sub> 复捻捻度中心值,由供需双方协商确定,一经确定,不能任意更改。								

5.2.2 石墨烯改性锦纶6弹力丝的功能性能指标应符合表3的规定。

表3 石墨烯改性锦纶6弹力丝的功能性指标

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

5.2.3 石墨烯改性锦纶6弹力丝的含油率、网络度由供需双方协商确定。

## 6 试验方法

### 6.1 通则

#### 6.1.1 预调湿、调湿和试验用标准大气

##### 6.1.1.1 预调湿

温度不超过 50°C;  
相对湿度 5%~25%;  
时间大于30 min。

### 6.1.1.2 调湿和试验用标准大气

#### 6.1.1.2.1 调湿

温度  $(20 \pm 2)$  °C;  
相对湿度  $(65 \pm 2)$  %;  
推荐调湿时间16 h。

#### 6.1.1.2.2 试验

温度  $(20 \pm 2)$  °C;  
相对湿度  $(65 \pm 2)$  %。

#### 6.1.1.2.3 其他

其他规定，按照GB/T 6529规定执行。

### 6.2 线密度偏差率、线密度变异系数

按GB/T 14343规定，测定同一实验室样品的线密度。

### 6.3 断裂强度、断裂强度变异系数、断裂伸长率、断裂伸长率变异系数

按 GB/T 14344 规定执行。

### 6.4 卷缩（伸长）率和卷缩弹性（回复）率试验

#### 6.4.1 仪器

- a) 立式量尺：上端有夹持器，长度为1 m，最小分度值为1 mm；
- b) 电热恒温水浴锅：温度范围0°C~100°C，允许误差 $\pm 2$ °C；
- c) 张力夹：按名义线密度计算，轻负荷为0.0018 cN/dtex，重负荷为0.1 cN/dtex；
- d) 格子盘；
- e) 秒表；

#### 6.4.2 操作步骤

6.4.2.1 从保持卷曲状态并无疵点的绞装试样中剪取长度 30 cm~40 cm 的丝样各两根，分别放入格子盘中，并在  $(40 \pm 2)$  °C 的恒温水浴锅中处理 30 min。

6.4.2.2 将经过热处理的丝样取出，放在干燥的脱脂纱布上，在温度  $(20 \pm 2)$  °C、相对湿度  $(65 \pm 3)$  %条件下平衡 24 h 或放入温度为  $(45 \pm 2)$  °C 的烘箱内烘 30 min，使其水分降到公定回潮率以下，然后取出，放在标准大气下平衡 2 h。

6.4.2.3 取经卷曲显现的调试处理的丝样，在保持其卷缩状态下，分别将其夹在立式量尺的夹持器上端零位处，让其自由下垂，然后在丝样的下端加轻负荷，持续 30 s，在 20 cm 处做红色标记 M，即为丝样的初始长度  $L_0$ 。

6.4.2.4 去掉轻负荷再加重负荷，手缓慢离开张力夹，待丝样消除卷曲，达到伸直状态，持续 30 s 后，测量丝样上红色标记 M 在量尺上的位置，记录其长度，即为丝样加重负荷时长度  $L_1$ 。

6.4.2.5 去掉重负荷，让丝样慢慢回缩 2 min，再加轻负荷，持续 30 s 后，测量红色标记 M 在量尺上的位置，记录其长度，即为丝样回复长度  $L_2$ 。

#### 6.4.3 结果计算

卷缩伸长率按式（1）计算，卷缩弹性回复率按式（2）计算：

$$C_B = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$S_R = \frac{L_1 - L_2}{L_1 - L_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$C_B$ ——卷缩伸长率，%；

$S_R$ ——卷缩弹性回复率，%；

$L_0$ ——初始长度，单位为厘米（cm）；

$L_1$ ——加重负荷后长度，单位为厘米（cm）；

$L_2$ ——去除重负荷后再加轻负荷时的长度，单位为厘米（cm）。

#### 6.5 卷曲收缩率和卷曲稳定性试验

按GB/T 6506规定执行。

#### 6.6 复捻捻度试验

按GB/T 14345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执行。

#### 6.10 网络度

按FZ/T 14344执行。

#### 6.11 公定重量计算

石墨烯改性锦纶6弹力丝的公定回潮率为4.5%，验收时按公式（3）计算：

$$m = m_1 \times \frac{1 + W_0}{1 + W} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m$ ——批产品包装件公定重量，单位为千克（kg）；

$m_1$ ——批产品包装件净重量，单位为千克（kg）；

$W_0$ ——石墨烯改性锦纶6弹力丝的公定回潮率（4.5%）；

$W$ ——实测回潮率，%。

注：石墨烯改性锦纶 6 弹力丝的实测回潮率按照 GB/T 6503 规定执行。  
公定重量差异不超过0.5%时，不予索赔；超过时，按实际超过部分赔偿。

## 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 1 及表 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

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

各性能检验项目的取样按 GB/T 6502 的规定执行。

### 7.5 综合评定

各检验项目的测定值或计算值与表 1、表 2 和表 3 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、表 2 和表 3 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 每个包装箱内的卷装大小应尽量均匀，卷装应定为固定，并有防潮保护层。

8.1.2 不同品种、规格、批号、等级要分别装箱。

8.1.3 每批产品应附重量检验单。必要时应附使用说明书。

### 8.2 标志

8.2.1 产品重量检验合格证明。

8.2.2 包装箱两侧应以醒目的颜色标明按第 4 章要求的产品名称、规格、等级，所含主要成分。

8.2.3 生产者的识别标志如：生产企业名称、批号、净重量、内装卷装个数、执行标准号、详细地址、生产日期。如果是进口的产品，需要标注中文。如果是总经销商经销，还应标注如：商品名、商标、识别标志、详细地址等。

8.2.4 标志还要注明防潮、小心轻放等要求。

### 8.3 运输

运输时需要遮蓬，运输中要防止损坏包装箱，禁止纸箱倒置和不使物品受潮。

### 8.4 贮存

包装箱应按批堆放，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 石墨烯改性锦纶 6 弹力丝中石墨烯定性检测

##### 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 石墨烯改性锦纶 6 弹力丝样品

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

A.1.2.3.1 激光器选用：石墨烯纤维样品可先使用 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。

A.1.2.3.2 功率调试：石墨烯纤维样品在 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

A.1.2.4.1 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.1.2.4.2 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.1.2.5 测试结果及定性分析方法

A.1.2.5.1 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  $1580\text{ cm}^{-1}$  附近；D 峰的峰位在  $1270\text{--}1450\text{ cm}^{-1}$  附近；2D 峰在  $2700\text{ cm}^{-1}$  附近。对比石墨烯改性纤维的测定结果，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 石墨烯定量检测原理

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。石墨烯组成元素为碳元素，因

此石墨烯的含量以固定碳含量来计。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 仪器

热失重分析仪 Q50;  
电子天平（精确到 0.0001 g）。

#### A.2.3 样品制备

分别选取空白锦纶 6 弹力丝样品、石墨烯改性锦纶 6 弹力丝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.2.4 测试步骤

A.2.4.1 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.2.4.2 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.2.4.3 将空白锦纶 6 弹力丝样品、石墨烯改性锦纶 6 弹力丝样品及石墨烯粉末样品分别按如上方法进行测试，分别得到空白锦纶 6 弹力丝样品、石墨烯改性锦纶 6 弹力丝样品及石墨烯粉末样品在 800°C 下的残炭量分别是 a、b、c

#### A.2.5 结果处理

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

- a- 空白锦纶 6 弹力丝样品在 800°C 下的残炭剩余量
- b- 石墨烯改性锦纶 6 弹力丝样品在 800°C 下的残炭剩余量
- c- 粉末状石墨烯样品在 800°C 下的残炭剩余量