

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2019.06.010

丙酮蒸汽清洗处理 CF 表面的工艺

李莉萍¹, 吴道义¹, 战奕凯¹, 何敏^{1,2}

(1. 贵州大学材料与冶金学院, 贵阳 550025; 2. 国家复合改性聚合物材料工程技术研究中心, 贵阳 550014)

摘要: 采用纤维强度仪、拉曼光谱和 X 射线衍射, 对比了不同清洗温度下获得的碳纤维 (CF) 的单丝拉伸强度、失重率和表面的无序程度, 通过扫描电子显微镜、原子力显微镜和 X 射线光电子能谱, 对比了清洗前后 CF 表面的形貌和元素含量的变化。CF 的失重率随着清洗温度的升高而增大, 当清洗温度为 125℃ 时, CF 的失重率为 1.27%。伴随着清洗温度的升高, CF 单丝的拉伸强度与表面的无序程度都呈现出先增大后减小的变化趋势, 当清洗温度为 125℃ 时, 单丝拉伸强度和 D 峰与 G 峰的峰面积比值 (I_D/I_G 值) 均达到最大值, 分别为 4692 MPa 和 4.56。清洗后 CF 表面的粗糙度明显降低, 当清洗温度为 125℃ 时, 平均粗糙度由清洗前的 25.9 nm 降低至 3.00 nm, 清洗后 CF 表面的氧元素含量降低了 29.5%。CF 表面的最佳的清洗温度为 125℃。

关键词: 碳纤维; 丙酮蒸汽; 索氏提取器; 表面处理; 无序程度; 石墨微晶

中图分类号: TQ342 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2019)06-0055-05

Process for Cleaning Carbon Fiber Surface by Acetone Vapor

Li Liping¹, Wu Daoyi¹, Zhan Yikai¹, He Min^{1,2}

(1. School of Materials and Metallurgy, Guizhou University, Guiyang 550025, China;

2. National Engineering Research Center for Compounding and Modification of Polymeric Materials, Guiyang 550014, China)

Abstract : The fiber tensile strength meter, Raman spectra and X-ray diffraction were used to compare the tensile strength, weight loss rate and surface disorder of carbon fiber (CF) obtained under different cleaning temperature conditions. The surface morphology and element content of the CF surface before and after cleaning were compared by scanning electron micrograph, atomic force micrograph and X-ray photoelectron spectroscopy. The weight loss rate of CF enhances with the increase of cleaning temperature. When the cleaning temperature is 125℃, the weight loss rate of CF is 1.27%. With the increase of cleaning temperature, the tensile strength of CF monofilament and the disorder degree of CF surface show a trend of increasing first and then decreasing. When the cleaning temperature is 125℃, the tensile strength of the CF monofilament and the peak area ratio of D peak and G peak (I_D/I_G value) reach the maximum value of 4692 MPa and 4.56, respectively. After cleaning, the surface roughness of the CF surface is significantly reduced. When the cleaning temperature is 125℃, the average roughness is reduced from 25.9 nm before cleaning to 3.00 nm, the oxygen content of the CF surface is reduced by 29.5%. The best cleaning temperature is 125℃.

Keywords : carbon fiber ; acetone vapor ; soxhlet extractor ; surface treatment ; degree of disorder ; graphite crystallite

碳纤维 (CF) 通常是由聚丙烯腈纤维、粘胶纤维或沥青纤维先经过预氧化, 再在保护气体氛围下, 经过炭化和石墨化等一系列的处理工艺制得, 其表面结构与石墨晶体相似, 碳原子排列规整, 所以表面整体表现为低活性, 不容易引发化学反应^[1]。经

过炭化后的 CF 表面比较毛躁, 难以集束, 所以商业 CF 的表面通常会涂覆一层上浆剂便于收集和运输。CF 表面的上浆剂成分通常是指环氧树脂、酚醛树脂等热固性树脂, 一定程度上可以促进 CF 与热固性材料之间的界面相容性, 但不能有效地应用于与热

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51663006), 贵州省科技计划项目 (黔科合基础 [2016]1025 号)

通讯作者: 何敏, 教授, 碳纤维表面修饰及其与尼龙复合材料性能的研究 E-mail: hemin851@126.com

收稿日期: 2019-03-21

引用格式: 李莉萍, 吴道义, 战奕凯, 等. 丙酮蒸汽清洗处理 CF 表面的工艺 [J]. 工程塑料应用, 2019, 47(6): 55-59, 65.

Li Liping, Wu Daoyi, Zhan Yikai, et al. Process for cleaning carbon fiber surface by acetone vapor[J]. Engineering Plastics Application, 2019, 47(6): 55-59, 65.

塑性材料及其它基体材料的复合。CF 表面表现为化学惰性,与基体之间的粘附力较弱,相容性较差,容易形成弱界面层^[2]。因此,有必要对 CF 表面进行修饰,改善 CF 与基体的界面粘附性。CF 表面改性的方法主要可分为化学接枝法^[3],电化学法^[4],等离子体处理^[5]和物理涂覆法^[6]。为了提高改性的效率,通常会在改性之前先对 CF 表面进行清洗处理,去除其表面的商业上浆剂和杂质,得到石墨微结构裸露的 CF,有效地消除商业上浆剂对后期修饰的干扰,提高 CF 表面改性的效率。

若清洗 CF 表面工艺不当,可能会出现 CF 表面清洗不彻底、不均匀、刻蚀等现象,造成二次损伤,从而大大降低 CF 的本体性能;伴随对 CF 的清洗,其表面的石墨微晶结构逐渐裸露,完整的石墨片层结构被打开,边缘和棱角处不饱和的碳原子的数量增加,提高了 CF 的反应活性^[7-8]。CF 的表面清洗工艺主要可以分为丙酮清洗法^[9]、酸刻蚀法^[10]和高温烧蚀法^[11]等,其中最常见的是丙酮清洗法,将 CF 直接放入丙酮溶液中浸泡 24~48 h,实验周期较长;通过增加超声、索氏提取或者超临界可缩短清洗时间,但存在清洗不彻底的现象。酸刻蚀法是将 CF 放入酸溶液中浸泡,利用酸的腐蚀原理刻蚀掉 CF 表面的杂质和上浆剂,但是不能有效把握刻蚀程度,导致 CF 的本体力学性能受到较大影响。采用高温烧蚀法,CF 表面的杂质和上浆剂在高温环境下被清除,清洗效果最佳,但是 CF 也变得更脆,本体性能明显降低。目前,针对 CF 清洗工艺的研究鲜有报道,笔者对其进行了研究,选择的清洗试剂和实验仪器分别是丙酮和索氏提取器,索氏提取器的原理不同于以往通过冷凝回流的丙酮对 CF 进行清洗,而是将 CF 放在提取器的蒸汽口位置,提取瓶中的丙酮溶液加热后形成的丙酮蒸汽氛围对提取器中的 CF 进行充分清洗,并探究了不同清洗温度下,CF 的单丝断裂强度与失重率、表面无序程度、表面微观形貌和元素含量的变化。

1 实验部分

1.1 主要原材料

CF: T700SC-12000-50C, 日本东丽公司;

丙酮: 分析纯, 重庆川东化工有限公司。

1.2 主要仪器与设备

索氏提取器: AG-SXT-02 型, 上海欧戈电子有限公司;

纤维强伸度仪: XQ-1C 型, 上海利浦应用科学

技术研究所;

激光共焦显微拉曼 (Raman) 光谱仪: DXR 型, 赛默飞世尔科技有限公司;

X 射线衍射 (XRD) 仪: Thermo 型, 赛默飞世尔科技有限公司;

扫描电子显微镜 (SEM): Quanta FEG 250 型, 美国 FEI Instruments 公司;

原子力显微镜 (AFM): Bruker Dimension ICON 型, 美国布鲁克公司;

X 射线光电谱 (XPS) 仪: Thermo ESCALAB 250XI 型, 赛默飞世尔科技有限公司。

1.3 实验方法

图 1 是实验原理图。首先截取 5 段长度为 1 m 的 CF, 称重标记, 将 CF 放置在索氏提取器的蒸汽口一端, 提取瓶内加入 150 mL 的丙酮, 设定反应时间为 2 h, 反应系统的温度为变量, 分别为 80℃ (该温度为丙酮蒸汽可以到达提取器内的临界温度), 95℃, 110℃, 125℃, 140℃; 反应结束后取出 CF, 用蒸馏水反复洗涤, 然后放在 100℃ 烘箱中干燥 2 h, 对清洗后的 CF 再次称量, 通过式 (1) 计算得到 CF 清洗前后的失重率。

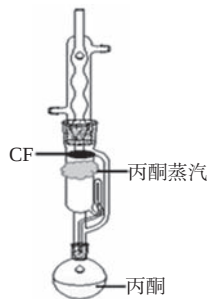


图 1 实验原理图

$$w = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: w ——CF 的失重率;

M_0 ——清洗前 CF 的质量;

M_1 ——清洗后 CF 的质量。

1.4 性能测试

(1) 单丝拉伸强度测试。

将单根 CF 两端粘贴在单丝拉伸测试模板上, 使用纤维强伸度仪, 功率为 70 W, 每组 CF 测 40 个样品, 计算取平均值即为 CF 单丝的破坏负荷。通过式 (2) 计算 CF 的单丝拉伸强度:

$$\sigma = \frac{4F}{\pi d^2} \quad (2)$$

式中: σ ——CF 单丝的拉伸强度, MPa;

F ——破坏载荷, N;

d ——CF 单丝直径, m。

(2) Raman 光谱测试。

采用激光共焦显微 Raman 光谱仪分析 CF 表面的无序程度和石墨微晶结构, 激光波长为 532 nm, 激光能量为 10 mW。

(3) XRD 测试。

使用 XRD 仪分析 CF 表面的晶面取向, 扫描范围为 $5^\circ \sim 60^\circ$ 。

(4) CF 表面的微观形貌分析。

在真空状态下, 用 SEM 分析 CF 表面微观形貌; 在 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ 扫描范围内, 用 AFM 对 CF 表面粗糙度进行定性和定量分析。

(5) CF 表面的元素种类和含量测试。

利用 XPS 仪测试 CF 表面的元素种类和含量, 入射角为 90° , 射线源为 Al-K_α (1486.6 eV)。

2 结果与分析

2.1 失重率与单丝拉伸强度分析

设定清洗时间为 2 h, 不同温度下清洗后 CF 的失重率和单丝拉伸强度的变化如图 2 所示。

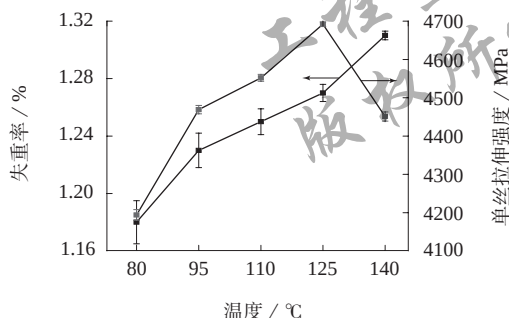


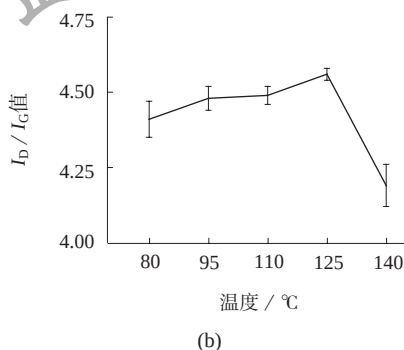
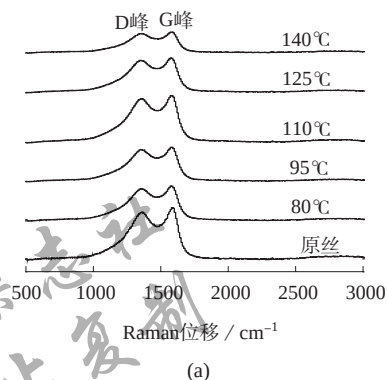
图 2 不同温度下 CF 的失重率和单丝拉伸强度

由图 2 可知, CF 的失重率随着清洗温度的升高而增大。当清洗温度为 80°C 时, CF 的失重率最小, 为 1.18%; 当清洗温度为 125°C 时, CF 的失重率为 1.27%; 当温度为 140°C 时, CF 的失重率最大, 为 1.31%。说明清洗温度越高, CF 表面上浆剂的清洗程度越好。CF 的单丝拉伸强度随温度的升高先增大后减小, 当清洗温度为 125°C 时, 清洗后 CF 的单丝拉伸强度最大, 为 4692 MPa。这是因为清洗温度较低时, 丙酮蒸汽分子运动缓慢, 渗透 CF 表面相对较难, 不能有效缓解 CF 表面的残余应力, 清洗温度升高, 丙酮蒸汽分子运动变得剧烈, 容易渗透 CF 表面, 有效缓解 CF 表面的残余应力。当清洗温度高达 140°C 时, CF 的单丝拉伸强度为 4451 MPa,

较 125°C 时有所下降, 归因于渗透 CF 表面的丙酮蒸汽分子密度过高, 造成表面结构紊乱和破坏^[12]。

2.2 Raman 光谱分析

Raman 光谱通常用于表征样品的无序程度、石墨微晶结构和晶界活性。D 峰与 G 峰的峰面积比值 (I_D/I_G) 表征 CF 相结构的变化^[13]。 I_D/I_G 值越大表明 CF 的无序程度越大, 微晶尺寸越小, 边界活性越大^[14]。图 3a 是 CF 原丝和不同清洗温度处理后得到的 CF 的 Raman 光谱, 对 D 峰和 G 峰的峰面积计算得到 I_D/I_G 值, 结果如图 3b 所示。



a—Raman 光谱; b— I_D/I_G 值

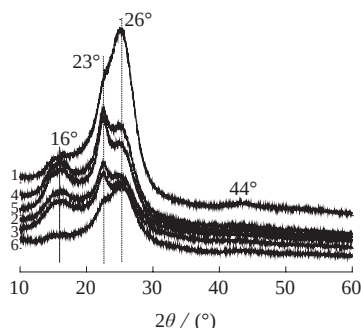
图 3 不同清洗温度下 CF 的 Raman 光谱和 I_D/I_G 值

原丝的表面被上浆剂包裹, 因此其表面的结构活性和无序程度较低, I_D/I_G 值较低, 为 2.54。由图 3 可以看出, 在不同清洗温度条件下, CF 表面的上浆剂被不同程度地清除, 表面的无序程度和晶界活性得到提高, 且随着清洗温度的升高, I_D/I_G 值呈现出与 CF 单丝拉伸强度相同的变化趋势。当清洗温度为 125°C 时, CF 的 I_D/I_G 值最大, 为 4.56, 与原丝的 I_D/I_G 值相比增加了 79.5%。通过 Raman 光谱分析表明, 当清洗温度为 125°C 时, 可以最大程度地促进 CF 表面石墨微结构的裸露、无序程度的提高和晶界活性的增大。

2.3 XRD 分析

CF 是由沿轴取向的石墨微晶构成的, 通过

XRD 谱图进一步表征 CF 表面的无序碳结构。图 4 为不同清洗温度下 CF 的 XRD 谱图,不同的衍射角对应不同的晶面。



1—原丝; 2—80℃; 3—95℃; 4—110℃; 5—125℃; 6—140℃

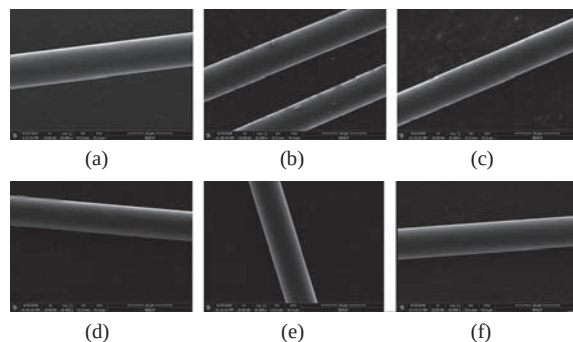
图 4 不同清洗温度下 CF 的 XRD 谱图

由图 4 可以看出, CF 原丝在 26° 有一个明显的特征峰, 对应 (002) 晶面^[15], 16° 和 44° 处的馒头峰分别对应石墨的 (101) 和 (100) 晶面; 80, 95, 110℃ 和 125℃ 下清洗后, CF 的 XRD 谱图形状相似, 伴随清洗温度的增加, 16° 处的馒头峰增强变为特征峰, 26° 处的特征峰的左边 23° 处分裂出一个新的特征峰, 对应 (200) 晶面, 当 XRD 谱图中一个特征峰分裂为两个相邻的特征峰时, CF 表面的石墨结构会择优取向较强特征峰对应的晶面^[16]; 23° 处的特征峰明显高于 26° 处的特征峰, 说明 CF 表面的晶面趋向发生了变化, 石墨结构取向 (200) 晶面。温度为 110℃ 和 125℃ 对应的衍射峰强度明显高于温度为 80℃ 和 95℃ 对应的衍射峰强度, 并且 16° 和 23° 处的特征峰变强, 26° 处的特征峰相对变弱。新特征峰的出现表明, 通过丙酮蒸汽清洗 CF 导致其表面的晶面种类增加, 结构从长程有序转变为长程无序^[17]。当温度继续升高到 140℃ 时, 衍射峰强度大幅度下降, 新特征峰强度较弱, 形状与原丝的衍射图谱相似, 整体取向 (002) 晶面, 表明过高的清洗温度可能会抑制 CF 表面向长程无序转变。

2.4 SEM 和 AFM 分析

显微图可以直观表征 CF 表面的微观形貌, 图 5 为不同清洗温度下 CF 的 SEM 照片。

从图 5 可以明显看到, CF 原丝表面 (图 5a) 明显有一层上浆剂附着及一些细小的杂质颗粒; 清洗温度为 80℃ 时, CF 表面的上浆剂清洗不彻底, 可以明显看到上浆剂的残渣 (图 5b); 随着清洗温度的升高, CF 表面残留的上浆剂明显减少, 只有局部残留少量的杂质, 表面变得光滑 (图 5c、图 5d); 清洗温度为 125℃ 时, CF 表面基本上看不到上浆剂的存在

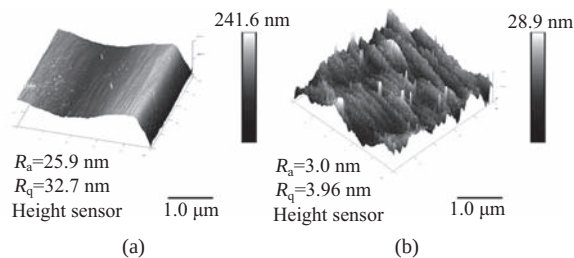


a—原丝; b—80℃; c—95℃; d—110℃; e—125℃; f—140℃

图 5 不同清洗温度下 CF 的 SEM 照片

在, 石墨微结构完全裸露在外面, 显示出光滑和规整的微观形貌 (图 5e); 温度继续升高到 140℃ 时, CF 表面的形貌没有再发生明显的变化 (图 5f)。说明 125℃ 的清洗温度足够可以将 CF 表面的上浆剂和杂质彻底清除。整体来看, 随着系统温度的增加, CF 表面的上浆剂被清洗的更彻底, 石墨微结构裸露的更完全, 表面更光滑。

图 6 为 CF 的 AFM 的 3D 形貌图, 可以更加直观地表征 CF 的表面形貌, 从图 6 可以看到, 原丝表面有类似“沙滩波纹”的上浆剂涂层的形貌及一些细小的颗粒杂质 (图 6a); 清洗温度为 125℃ 时, CF 表面形貌变得规整有序, “沙滩波纹”形貌消失 (图 6b)。通过平均粗糙度 (R_a) 和均方根粗糙度 (R_q) 对 CF 表面的粗糙度进行定量分析, 结果表明, CF 的 R_a 由原丝的 25.9 nm 下降到 3.00 nm, R_q 由 32.7 nm 下降到 3.96 nm, 说明清洗后的 CF 表面粗糙度明显降低, 表面的上浆剂被清洗干净, 石墨微结构裸露, 表面形貌变得平整有序。



a—原丝; b—清洗温度 125℃

图 6 CF 的 AFM 的 3D 形貌图

2.5 XPS 分析

通过 XPS 分析 CF 表面的元素组成和含量^[18]。CF 原丝和清洗温度为 125℃ 时 CF 的 XPS 谱图如图 7 所示。由图 7 可以看出, 在 285.0 eV 和 531.8 eV 处有两个明显的元素特征峰, 分别代表 C1s 的 O1s^[19]。原丝的 O1s 特征峰明显高于清洗温度为 125℃ 时的 CF, 与原丝相比, 清洗温度为 125℃

时 CF 表面的 O 元素含量降低了 29.5%, O 与 C 元素含量比 (O/C) 下降至 20.34%。清洗温度为 125℃ 时 CF 表面 O 元素含量降低,表明上浆剂得到有效地清洗,石墨微晶结构裸露在表面,边缘和棱角处不饱和的碳原子的含量增加。证实了丙酮蒸汽处理对 CF 表面具有较好的清洗效果。

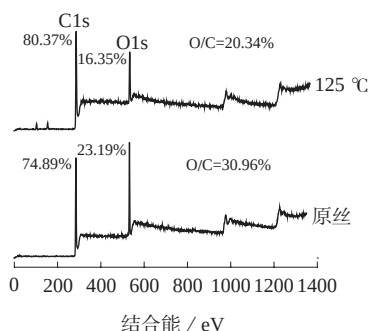


图7 CF 原丝和清洗温度为 125℃ 时 CF 的 XPS 谱图

3 结论

探究了不同温度下,索氏提取丙酮蒸汽清洗工艺对 CF 原丝清洗效果的影响:

(1) 随着清洗温度的升高,CF 的失重率增大。当清洗温度为 125℃ 时,CF 的失重率为 1.27%。

(2) 随着清洗温度的升高,CF 的单丝拉伸强度与表面无序程度都先增大后减小,当清洗温度为 125℃ 时,单丝拉伸强度和 I_D/I_G 值均达到最大值,分别为 4692 MPa 和 4.56,无序程度和石墨微晶的边界活性提高。

(3) 当清洗温度不大于 125℃ 时,随着清洗温度的升高,CF 的 XRD 特征峰和晶面种类增加,表面结构的晶面趋向选择也发生了变化,由长程有序变为长程无序。

(4) 当清洗温度为 125℃ 时,CF 表面的微观形貌变得平整光滑,平均粗糙度下降了 88.42%,表面的氧元素含量也发生了明显的降低,降低了 29.5%。

(5) 丙酮蒸汽清洗 CF 的最佳温度为 125℃。

参考文献

- [1] Xiong Lei, Zhan Feng, Liang Hongbo, et al. Chemical grafting of nano-TiO₂ onto carbon fiber via thiol-ene click chemistry and its effect on the interfacial and mechanical properties of carbon fiber / epoxy composites[J]. Journal of Materials Science, 2018, 53(4):2594-2603.
- [2] Chinkanjanarot S, Radue M S, Gowtham S, et al. Multiscale thermal modeling of cured cycloaliphatic epoxy / carbon fiber composites[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2018, 135(25):doi:10.1002/app.46371.
- [3] Islam M S, Deng Yan, Tong Liyong, et al. Grafting carbon nanotubes directly onto carbon fibers for superior mechanical stability:Towards next generation aerospace composites and energy storage applications[J]. Carbon, 2016, 96:701-710.
- [4] Feng Lanxiang, Wang Kai, Zhang Xiong, et al. Flexible solid-state supercapacitors with enhanced performance from hierarchically graphene nanocomposite electrodes and ionic liquid incorporated gel polymer electrolyte[J]. Advanced Functional Materials, 2017, 28(4):doi:10.1002/adfm.201704463.
- [5] Hao Lifeng, Peng Ping, Yang Fan, et al. Study of structure-mechanical heterogeneity of polyacrylonitrile-based carbon fiber monofilament by plasma etching-assisted radius profiling[J]. Carbon, 2017, 114:317-323.
- [6] Li Fei, Qu Chengbing, Hua Yang, et al. Largely improved dimensional stability of short carbon fiber reinforced polyethersulfone composites by graphene oxide coating at a low content[J]. Carbon, 2017, 119:339-349.
- [7] Vickers P E, Watts J E, Perruchot C, et al. The surface chemistry and acid-base properties of a PAN-based carbon fibre[J]. Carbon, 2000, 38(5):675-689.
- [8] Park S J, Jang Y S, Rhee K Y. Interlaminar and ductile characteristics of carbon fibers-reinforced plastics produced by nanoscaled electroless nickel plating on carbon fiber surfaces[J]. J Colloid Interface Sci, 2002, 245(2):383-390.
- [9] Meng Linghui, Fan Dapeng, Huang Yudong, et al. Comparison studies of surface cleaning methods for PAN-based carbon fibers with acetone, supercritical acetone and subcritical alkali aqueous solutions[J]. Applied Surface Science, 2012, 261(22):415-421.
- [10] Wang Le, Liu Na, Guo Zheng, et al. Nitric acid-treated carbon fibers with enhanced hydrophilicity for candida tropicalis immobilization in xylitol fermentation[J]. Materials, 2016, 9(3):doi:10.3390/ma9030206.
- [11] Ho K K C, Kolliopoulos A, Lamoriniere S, et al. Atmospheric plasma fluorination as a means to improve the mechanical properties of short-carbon fibre reinforced poly (vinylidene fluoride) [J]. Composites Part A:Applied Science & Manufacturing, 2010, 41(9):1115-1122.
- [12] Li Honglong, Jin Lin, Dong Jinglong, et al. Tribological performance and thermal conductivity of graphene-Fe₃O₄ / poly(phenol-formaldehyde resin) hybrid reinforced carbon fiber composites[J]. Rsc Advances, 2016, 6(65):doi:10.1039/C6RA04102G.
- [13] 张敏,朱波,王成国,等. 碳纤维在电化学处理中的拉曼光谱研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2010, 30(1):105-108.
Zhang Min, Zhu Bo, Wang Chengguo, et al. Raman spectra of carbon fiber during electrochemical treatment[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2010, 30(1):105-108.
- [14] 曹伟伟,朱波,井敏,等. PAN 基碳纤维在表面处理中的拉曼光谱研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2008, 28(12):2885-2889.

- outside the glove box cover[J]. *Automobile Applied Technology*, 2018(6):76-78.
- [2] 王滨,蒋顶军. 车用内饰填充改性聚丙烯材料耐刮擦性研究[J]. *化工新型材料*, 2018, 46(S1):47-50.
- Wang Bin, Jiang Dingjun. Study on the scratch resistance of filled PP compound for automotive interior[J]. *New Chemical Materials*, 2018, 46(S1):47-50.
- [3] 张皎,陈桂宏,李建辉,等. 车用改性聚丙烯材料耐刮擦性能研究进展[J]. *化学与生物工程*, 2017, 34(12):1-3, 9.
- Zhang Jiao, Chen Guihong, Li Jianhui, et al. Research progress in scratch-resistant property of automotive modified polypropylene materials[J]. *Chemistry & Bioengineering*, 2017, 34(12):1-3, 9.
- [4] 黄险波,罗忠富,杨波. 车用聚丙烯改性材料技术及应用[M]. 北京: 科学出版社, 2016.
- Huang Xianbo, Luo Zhongfu, Yang Bo. Technology and application of modified polypropylene material for automobiles[M]. Bei Jing: Science Press, 2016.
- [5] 蒋团辉,刘运锦,张纯,等. 注射温度对 ABS 复合材料发泡行为及力学性能的影响[J]. *塑料科技*, 2015, 43(9):23-28.
- Jiang Tuanhui, Liu Yunjin, Zhang Chun, et al. Influence of injection temperature on the foaming behavior and mechanical properties of ABS composites[J]. *Plastics Science and Technology*, 2015, 43(9):23-28.
- [6] 何跃,蒋团辉,刘阳夫,等. 橡胶粒子对微发泡聚丙烯复合材料发泡行为与力学性能的影响[J]. *材料工程*, 2017, 45(2):80-87.
- He Yue, Jiang Tuanhui, Liu Yangfu, et al. Influence of rubber powder in foaming behavior and mechanical properties of foamed polypropylene composites[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2017, 45(2):80-87.
- [7] 赵丽萍,殷嘉兴,张祥福,等. 聚丙烯/滑石粉微发泡材料力学性能及发泡行为的研究[J]. *上海塑料*, 2016(3):55-58.
- Zhao Liping, Yin Jiaxing, Zhang Xiangfu, et al. Study of mechanical properties and foaming behavior of microcellular foamed PP / talcum composites[J]. *Shanghai Plastics*, 2016(3):55-58.
- [8] 何跃. 高韧性聚烯烃微发泡结构材料的研究[D]. 贵阳: 贵州大学, 2016.
- He Yue. The study of high toughness polyolefin microcellular foaming structural materials[D]. Guiyang: Guizhou University, 2016.
- [9] 何跃,郝明洋,张纯,等. 聚丙烯/无机纳米粒子复合材料的发泡行为[J]. *高分子通报*, 2016(4):80-87.
- He Yue, Hao Mingyang, Zhang Chun, et al. The foaming behavior of polypropylene / inorganic nonoparticles composites[J]. *Chinese Polymer Bulletin*, 2016(4):80-87.
- [10] 郝明洋,段焕德,张纯,等. 聚丙烯/有机蒙脱土复合材料的发泡行为[J]. *高分子材料科学与工程*, 2015, 31(10):81-86.
- Hao Mingyang, Duan Huande, Zhang Chun, et al. Foaming behavior of polypropylene / organic montmorillonite composites[J]. *Polymer Materials Science & Engineering*, 2015, 31(10):81-86.
- [11] Wang Lijun, Zhang Chun, Gong Wei, et al. Preparation of microcellular epoxy foams through a limited-foaming process: A contradiction with the time-temperature-transformation cure diagram[J]. *Advanced Material*, 2018, 30:doi:10.1002/adma.201703992.
- [12] 徐琳洁. 超临界二氧化碳辅助受限发泡调控薄层聚丙烯孔洞结构及其在压电材料中的应用[D]. 杭州: 浙江大学, 2017.
- Xu Linjie. Constrained foaming behavior of polypropylene film assisted with supercritical carbon dioxide and its application in piezoelectret[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2017.
- [13] 黄文举. 柔性导电热塑性聚氨酯基取向多孔复合材料的制备及性能研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2017.
- Huang Wenju. Study on preparation and properties of thermoplastic polyurethane based flexible foam with aligned structure[D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2017.
- [14] 李芳芳. 纳米填充物对聚苯乙烯发泡性能的影响研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2016.
- Li Fangfang. Study on the effect of nanofillers on the foaming behavior of polystyrene[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2016.
- [15] 陈明,高山俊,巴丽,等. PP/POE 微发泡材料的制备和性能[J]. *工程塑料应用*, 2019, 47(1):49-54.
- Chen Ming, Gao Shanjun, Ba Li, et al. Preparation and properties of PP / POE micro-foamed materials[J]. *Engineering Plastics Application*, 2019, 47(1):49-54.

(上接第 59 页)

- Cao Weiwei, Zhu Bo, Jing Min, et al. Raman Spectra of PAN-based carbon fibers during surface treatment[J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2008, 28(12):2 885-2 889.
- [15] Geng Guoliang, Ma Xiaofei, Geng Hongbin, et al. Effect of thermal cycles on the thermal expansion behavior of T700 carbon fiber bundles[J]. *Chemical Research in Chinese Universities*, 2018, 10(2):1-6.
- [16] Garima M, Rhee K Y. Chemical vapor deposition-based grafting of CNTs onto basalt fabric and their reinforcement in epoxy-based composites[J]. *Composites Science & Technology*, 2018, 165:84-94.
- [17] Lin Xue, Wang Chengguo, Yu Meijie, et al. Study on the local structure of PAN-based carbon fiber using radial distribution function based on XRD[J]. *Advanced Materials Research*, 2013, 664:614-619.
- [18] Jiao Weiwei, Liu Wenbo, Yang Fan, et al. Improving the interfacial property of carbon fiber / vinyl ester resin composite by grafting modification of sizing agent on carbon fiber surface[J]. *Journal of Materials Science*, 2017, 52(24):13 812-13 828.
- [19] Wang Caifeng, Li Jun, Sun Shaofan, et al. Electrophoretic deposition of graphene oxide on continuous carbon fibers for reinforcement of both tensile and interfacial strength[J]. *Composites Science & Technology*, 2016, 135:46-53.