

国产芳纶上浆剂对聚三唑复合材料力学性能的影响

李智鹏^{1,2}, 扈艳红^{1,2}, 杜磊^{1,2}, 刘冬冬^{1,2}

(1. 华东理工大学 材料科学与工程学院, 上海 200237;

2. 特种功能高分子材料及相关技术教育部重点实验室(华东理工大学), 上海 200237)

摘要: **目的** 研究国产芳纶纤维 DAF-III 表面上浆剂的主要成分及其对复合材料界面性能的影响。**方法** 用丙酮溶剂抽提纤维一定时间, 分析对比去除上浆剂前后的纤维和抽提溶液, 并制备 DAF-III 增强的聚三唑树脂复合材料, 测试复合材料的力学性能。**结果** 国产 DAF-III 芳纶纤维的主体结构是聚酰胺苯并咪唑, 表面上浆剂主要组分是脂肪族酯类低聚物。溶剂抽提去除了纤维表面大部分上浆剂, 裸露的纤维本体存在制备过程中形成的沿纤维方向的大量沟壑; 去除上浆剂后, 复合材料的 ILSS 和弯曲强度分别提高了 181.2% 和 56.20%。**结论** 纤维表面上浆剂对纤维以及纤维增强的复合材料力学性能影响显著, 纤维与树脂通过机械锚合和氢键作用改善界面粘接。

关键词: 国产芳纶 DAF-III; 上浆剂; 纤维增强复合材料; 聚酰胺苯并咪唑

中图分类号: TB332; TQ342

文献标识码: A

文章编号: 1001-3660(2014)04-0017-07

Effect of Domestic Aramid Fiber Sizing Agents on Mechanical Properties of Polytriazole Composites

LI Zhi-peng^{1,2}, HU Yan-hong^{1,2}, DU Lei^{1,2}, LIU Dong-dong^{1,2}

(1. School of Materials Science and Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China;

2. Key Laboratory for Specially Functional Polymers and Related Technology of Ministry of Education

(East China University of Science and Technology), Shanghai 200237, China)

ABSTRACT: **Objective** To investigate the main component of the domestic aramid fiber (DAF-III) sizing agents and its effect on the interfacial properties of composites. **Methods** The fibers were extracted by acetone for a certain period of time. The extracts and fibers before and after extraction were characterized. The DAF-III reinforced polytriazole (PTA) composites were prepared, and the mechanical properties were tested. **Results** The results showed that the main molecular structure of domestic DAF-III and surface sizing agent were polyamide benzimidazole and aliphatic ester oligomer, respectively. The majority of the sizing agent was removed and plenty of grooves were formed along the axial direction on the exposed fiber consequently. The mechanical properties (ILSS and flexural strength) of desized fiber reinforced PTA resin composite were increased by 181.2% and 56.20%, comparing with those of the virgin sample. **Conclusion** The sizing agent had a remarkable impact on both fibers and mechanical properties of DAF-III re-

收稿日期: 2014-04-14; 修订日期: 2014-05-13

Received: 2014-04-14; Revised: 2014-05-13

基金项目: 国家自然科学基金项目(51073054)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (51073054)

作者简介: 李智鹏(1989—), 男, 吉林通化人, 硕士生, 研究方向为树脂基复合材料的表界面改性。

Biography: LI Zhi-peng (1989—), Male, from Tonghua, Jilin, Master Student, Research focus: interface modification of resin matrix composites.

inforced PTA composite. The fiber interacted with PTA through the mechanical interlocking and hydrogen bond.

KEY WORDS: domestic aramid fiber (DAF-III); sizing agent; fiber reinforced resin composite; polyamide benzimidazole

高性能纤维,如碳纤维、芳纶纤维、玄武岩纤维、石英纤维等,具有比强度高、比模量高、耐高温、耐疲劳、抗化学腐蚀、抗蠕变等一系列优异性能,在国防、军工、医疗、环境保护等尖端科学领域的应用越来越广泛^[1-4]。芳纶纤维由于其突出的高拉伸强度和韧性,近年来重点应用于航天航空、机电、建筑、汽车、体育用品等国民经济领域^[5-6]。在实际应用过程中,为了减少纤维的拉丝起毛现象,改善集束特性,提高加工性能,甚至促进纤维增强体与基体材料的相互作用,通常会对纤维作上浆处理^[7-10]。与其他高性能纤维一样,芳纶纤维也需进行上浆处理。一般来讲,纤维表面上浆剂中含有与环氧树脂作用的成分,以提高纤维与环氧树脂之间的粘结力。但是针对其他类型树脂而言,上浆剂反而会导致纤维与树脂的粘结性变差,制备复合材料时需对纤维进行抽提处理^[11-13]。

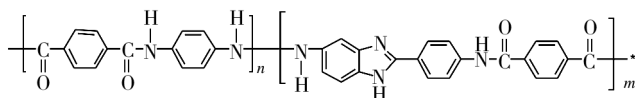
为了打破国外的技术封锁和壁垒,国内一方面积极开展各种高性能芳纶纤维的国产化,另一方面也努力研发新型的高性能树脂基体。聚三唑树脂(PTA)是一种主链结构中含有1,2,3-三唑杂环的新型树脂基体,由华东理工大学于2002年起开始研制。它不仅具备良好的低温固化特性,而且耐热性能、力学性能均十分优异,具有很好的潜在应用前景^[14-15]。

初期试验中发现,当国产芳纶纤维 DAF-III 增强聚三唑树脂时,复合材料的力学性能并未表现出良好的协同效应,甚至低于相似用途的环氧树脂复合材料。为实现 DAF-III 增强聚三唑树脂复合材料(DAF-III/PTA)的实际应用,非常有必要明确纤维表面上浆剂对复合材料力学性能的影响,设计适用于 DAF-III/PTA 体系的界面增效途径。本研究中对纤维表面上浆剂进行抽提,表征 DAF-III 和上浆剂的主要组分结构,对比去浆前后制备的 DAF-III/PTA 的力学性能。

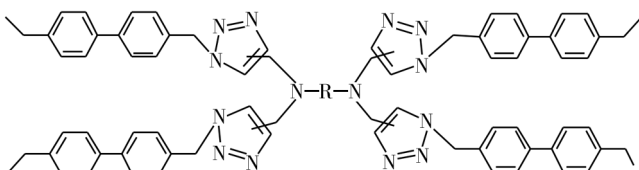
1 实验

1.1 原料

1) 国产芳纶-III(DAF-III,中蓝晨光化工研究院有限公司),其线密度为 150 tex,单丝直径 14 μm ,分子结构如下:



2) 聚三唑树脂(PTA2)为实验室自制,分子结构如下:



3) 丙酮(AR,上海凌峰化学试剂有限公司),其水的质量分数<0.3%。

1.2 测试与表征

1) 用 S-4800 型场发射扫描电子显微镜(SEM)观察纤维表面形貌和复合材料截面形貌。二次电子像分辨率为 1.0 nm(15 kV,WD=4 mm),放大倍率为 1000,2000,5000 倍。

2) 用红外光谱(FT-IR)分析研究纤维抽提前后表面官能团的变化。扫描范围 500~4000 cm^{-1} ,分辨率 4 cm^{-1} ,扫描次数 32 次,采用空气气氛。

3) 用 X 射线光电子能谱(XPS)研究纤维表面元素相对含量。X 射线源为单色 AlK α 射线($h\nu=1486.6$ eV,功率 150 W,500 μm),能量分析器固定透能为 25 eV。

4) 用 DXLL-5000 型电子拉力机进行复合材料力学性能测试,层间剪切强度测试标准为 GB/T 3357—1982。

5) 弯曲强度和弯曲模量测试标准为 GB/T 1449—2005,试验速度为 2 mm/min。

1.3 纤维处理与复合材料制备

1.3.1 纤维上浆剂抽提

称取约 60 g 芳纶样品(标记为 V-DAF-III),置于索氏抽提器中,用丙酮萃取上浆剂 8 h,抽提温度 80 $^{\circ}\text{C}$ 。抽提结束后,将纤维样品烘干,标记为 E-DAF-III。萃取物经常压蒸馏除去溶剂,在真空干燥箱中于 40 $^{\circ}\text{C}$ 烘干,留待分析。

1.3.2 复合材料制备

配制 35% (质量分数) 的 PTA 树脂溶液,将其倒

入 SKPL05-1000 型排布机的胶槽中,芳纶以一定张力和速度经过胶槽,紧密排列在主辊上面。具体排纱过程如图 1 所示,排布机参数为:纱线宽度 2.5 mm,排布速度 4 r/min,张力 6 N。

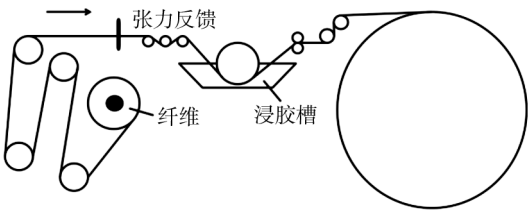


图 1 排布机工作示意

Fig. 1 The operation schematic diagram of weaving machine

溶剂挥发后,将预浸料取下,裁剪,叠层,在 40 ~ 45 ℃ 真空干燥 2 h,最后将 8 层的预浸料平整放入模具中,在 XLB-D350×350×1 型平板硫化机中热压成形。热压成形条件为:80 ℃,0.75 MPa。热压成型工艺为:首先在 80 ℃ 下固化 6 h,然后 120 ℃ 固化 2 h,最后在 150 ℃ 后处理 2 h。

2 结果与讨论

2.1 纤维表面形貌分析

利用扫描电镜观察了 DAF-III 去除上浆剂前后的表面形貌,如图 2 所示。从图 2a 可以看出,未经丙酮抽提过的 V-DAF-III 纤维表面粘附有大量上浆剂,几乎看不到纤维本体,而且上浆剂涂覆不均匀,在纤维表面形成大量“突起物”。从图 2b 可以看出,经丙酮抽提过的 E-DAF-III 表面较为光滑,“突起物”消失,

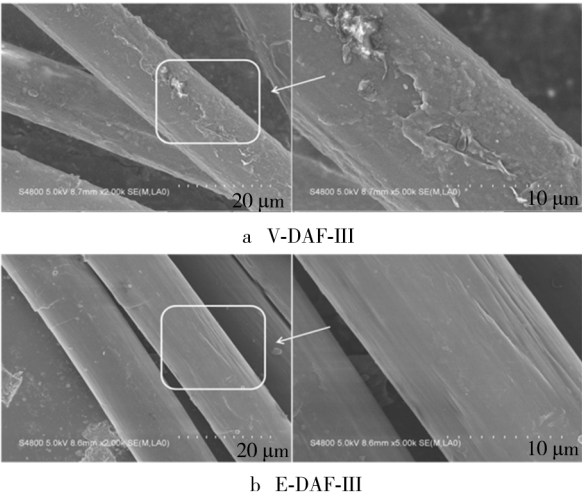


图 2 DAF-III 纤维形貌

Fig. 2 SEM images of DAF-III fibers

露出了部分的纤维本体,沿纤维方向有大量“沟壑”存在,是纤维在制备生产过程中形成的。此外,纤维表面仍存在一层薄薄的涂覆物,这是因为部分上浆剂与纤维发生化学吸附,溶剂不能完全抽提去除。

2.2 纤维表面红外光谱分析

为进一步明确纤维表面上浆剂的主要组成,对抽提前后的纤维进行了全反射红外分析,如图 3 所示。可以看到,抽提前后,全反射红外谱图的出峰信号和位置几乎完全相同,只是峰的强度有所不同。根据红外出峰位置与文献报道可知^[16],2918.1 cm⁻¹及 2849 cm⁻¹处的吸收峰对应—CH₃ 和—CH₂—的非对称及对称伸缩振动(—CH₂—聚合度>4);3294.1 cm⁻¹对应仲胺 N—H 的伸缩振动特征峰;1645.3 cm⁻¹对应酰胺键中的—C—O 振动峰;1518.8 cm⁻¹对应酰胺键中(ν(CN)+δ(NH))NH 弯曲振动峰和—C—N 伸缩振动峰的偶合峰;1419.4,1316.6 cm⁻¹也对应酰胺键中—C—N 的振动峰,是酰胺 III 带;在 1600 ~ 800 cm⁻¹波数范围内的振动吸收峰与苯并咪唑的红外吸收非常类似,表明纤维结构中存在苯并咪唑官能团;1598.9,1490.1,1419.4 cm⁻¹处的吸收峰也可归属于苯环的骨架振动,与酰胺键和苯并咪唑的部分振动峰重叠^[17];1113.9 cm⁻¹处出现的吸收峰归属于酯基中的—C—O—C 振动,来源于上浆剂成分,但并未相应检测到羰基 1700 cm⁻¹处的吸收峰,原因可能是上浆剂含量很低,ATR 红外信号也弱,由于共轭效应与酰胺中的羰基吸收峰重叠而被掩盖;1018.2 cm⁻¹附近是苯环分子平面内 C—H 弯曲振动;719.5 cm⁻¹处中等强度吸收峰是典型的—CH₂—重复单元超过 4 的亚甲基特征吸收。

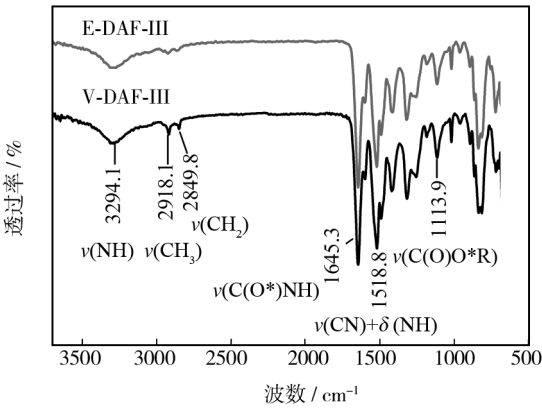


图 3 DAF-III 全反射红外谱图

Fig. 3 ATR-FTIR spectra of DAF-III

图4是抽提纤维后溶于溶剂的上浆剂的红外谱图。与纤维的全反射红外谱图对比,图4中同样出现了 2918.1 cm^{-1} 及 2849 cm^{-1} 处 $-\text{CH}_3$ 和 $-\text{CH}_2-$ 的非对称及对称伸缩振动峰,但没有观测到与N元素相关的振动峰,所以纤维表面的N元素应该主要来源于芳纶纤维本体,而苯环的骨架振动、苯并咪唑环吸收峰也未在上浆剂抽提组分中检测到,它们也来源于纤维本体。 3405.8 cm^{-1} 处有明显的羟基伸缩振动峰,是处理时吸附的空气中或溶剂中的水引起的。 1700.8 , 1119.7 cm^{-1} 分别对应酯基中羰基的伸缩振动和醚键的弯曲振动, 745.3 cm^{-1} 对应典型的 $-\text{CH}_2-$ 重复单元超过4的亚甲基特征吸收。

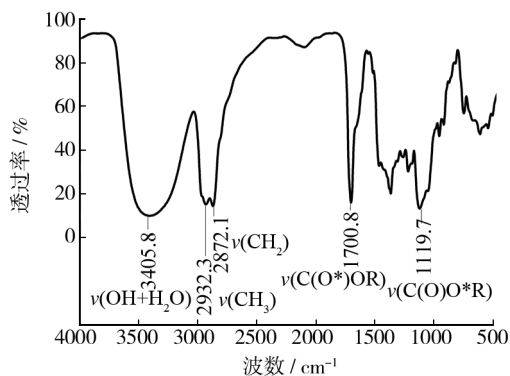


图4 DAF-III 丙酮抽提物红外谱图

Fig.4 FTIR spectrum of DAF-III acetone extract

红外分析结果验证了SEM的形貌观测结果。纤维表面为上浆剂所覆盖,主要成分是含氧类的脂肪族酯类低聚物,而且上浆剂与纤维形成了牢固的作用,即使抽提也不能将上浆剂完全去除。

2.3 表面元素 XPS 分析

2.3.1 全谱分析

为进一步明确纤维表面上浆剂的化学组分,利用XPS分析了纤维表面。XPS全谱(图5)表明纤维表面不仅含有C、N和O元素,还含有一定量的Cl和Si元素。Cl元素来源于合成纤维时未反应完全的单体酰氯, Si元素来源于硅油整理剂(硅油常作为纺织助剂(润滑作用)使用,可以减少纺丝过程中纤维的毛刺和损伤^[18])。

表1给出了纤维表面的元素含量。可以看到,与未处理的DAF-III表面元素状态相比,丙酮抽提处理后,DAF-III表面的元素含量发生了明显变化。这是因为XPS的探测深度只有4~10 nm,抽提纤维前,检测到的主要是上浆剂的组分;抽提纤维后,检测到的

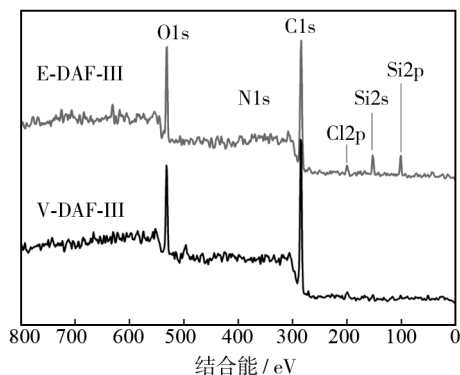


图5 DAF-III 纤维 XPS 全谱

Fig.5 XPS survey spectra of DAF-III fibers

主要是纤维的组分。由于部分上浆剂被抽提去除,DAF-III表面的O元素含量明显下降,O/C比从0.30降低到0.21,O元素的原子数分数从23.20%降低到17.19%,但是仍然高于芳纶本体结构中的理论值(11%~7.4%)。这表明上浆剂中的含O基团并没有完全被溶剂抽提去除,证明部分上浆剂与树脂形成了紧密的作用。而DAF-III表面的N元素原子数分数提高,从0.17%提高到了2.44%,N/C比从0.002显著增加到0.030。这是由于纤维表面覆盖的上浆剂大部分被去除后,纤维本体中的含N基团(酰胺结构和苯并咪唑结构)裸露了出来。

表1 E-DAF-III 和 V-DAF-III 表面元素含量

Tab.1 Surface Elements Content of V-DAF-III and E-DAF-III

纤维	元素的原子数分数/%			原子数之比	
	C	O	N	O/C	N/C
V-DAF-III	76.63	23.20	0.17	0.30	0.002
E-DAF-III	80.37	17.19	2.44	0.21	0.030

2.3.2 分峰拟合分析

图6是对纤维表面Cl1s元素进行分峰处理的拟合谱峰,表2给出了拟合峰的归属和相对含量。抽提前后,纤维表面Cl1s的结合能是一样的,只是含量不同。 284.6 eV 处的碳峰为内标,表明纤维表面C—C和C—H的存在; 286.00 eV 处的峰主要为C—N键,抽提后含量提高是因为更多的纤维裸露; 286.48 eV 处主要为酯基中的醚键(C—O—C), 288.7 eV 处主要是酯基(COOR)^[19],它们是上浆剂的主要组分,所以抽提后在纤维表面的相对含量下降。

图7是对纤维表面O1s元素进行分峰处理的拟

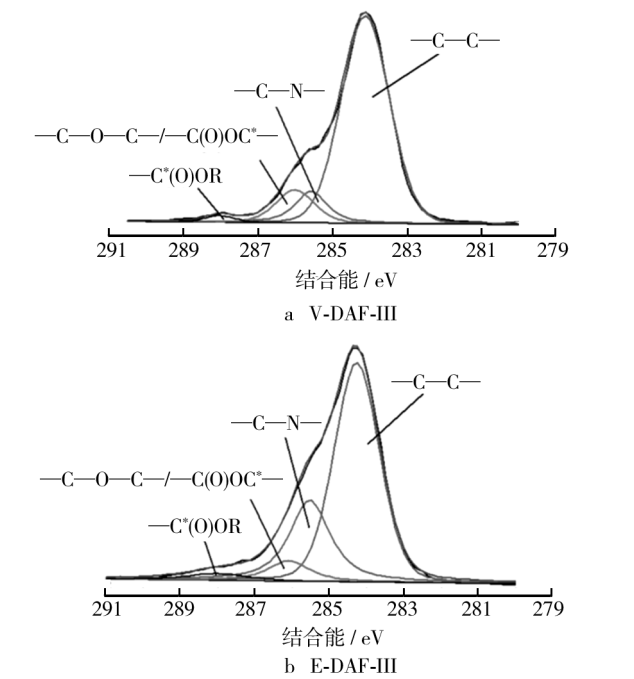


图 6 C1s 谱图

Fig. 6 C1s spectra of DAF-III

表 2 抽提前后 C1s 官能团含量

Tab. 2 Concentrations of C1s correlative functional groups before and after extraction

结合能 /eV	官能团	元素的原子数分数/%	
		V-DAF-III	E-DAF-III
284.60	—C—C—	77.31	64.59
286.00	—C—N—	10.22	26.97
286.48	—C—O—C—/—C(O)OC*—	10.85	7.05
288.40	—C*(O)OC—	1.62	1.39

合谱峰。纤维抽提前后,表面均有 530.5 eV 结合能,分别归属于上浆剂中酯基的羰基 O 以及纤维所含酰胺键中的羰基 O,531.9 eV 处的峰是酯基中的醚键 O,见表 3。纤维抽提前表面 533.0 eV 处的结合能峰在抽提后消失。该峰归属于—Si—O—基团,来源于 V-DAF-III 纤维表面上浆剂中的硅油整理剂,纤维抽提后,硅油整理剂也同时被除去,所以 E-DAF-II 表面不再有它的结合能信号。

图 8 是 N1s 分峰拟合谱图。可以看到,由于 XPS 检测深度的原因,N 元素在纤维中的相对含量较低,结合能信号峰灵敏度不高,分峰拟合后发现主要包括 3 种 N 的键合方式:400.11 eV 是酰胺—NHCO—中的—NH— 结合能,398.50 eV 是纤维结构苯并咪唑环

—NH— 结合能,

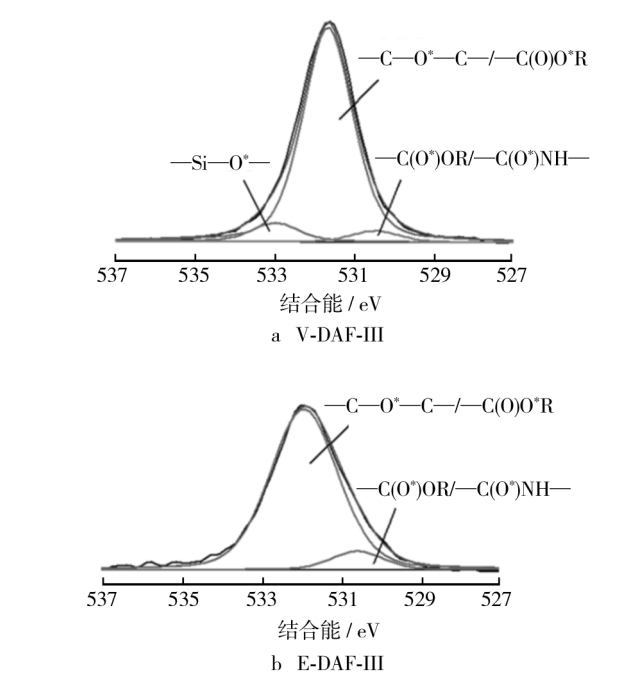


图 7 O1s 谱图

Fig. 7 O1s spectra of DAF-III

表 3 抽提前后 O1s 官能团含量

Tab. 3 Concentrations of O1s correlative functional groups before and after extraction

结合能 /eV	官能团	元素的原子数分数/%	
		V-DAF-III	E-DAF-III
530.50	—C(O*)OR/—C(O*)NH—	4.23	8.10
531.90	—C—O*—C—/—C(O)O*R	87.90	91.90
533.00	—Si—O*—	7.87	

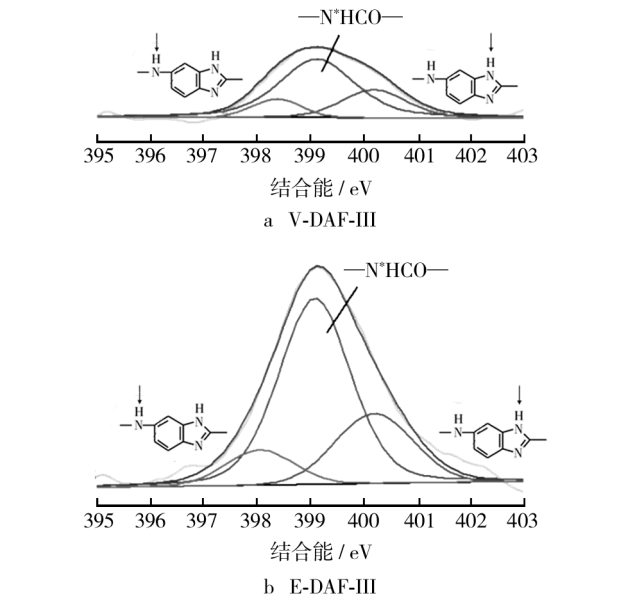


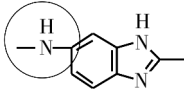
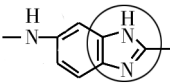
图 8 N1s 谱图

Fig. 8 N1s spectra of DAF-III

400.90 eV 是咪唑环上共轭的—C—N 的结合能。根据表 4 数据,后两种键和方式 N 元素的原子数分数比例正好接近 1 : 2,与苯并咪唑环结构中的比例一致^[20]。

表 4 抽提前后 N1s 官能团含量

Tab. 4 Concentrations of N1s correlative functional groups before and after extraction

结合能/eV	官能团	元素的原子数分数/%	
		V-DAF-III	E-DAF-III
400.11	—N ⁺ HCO—	64.50	65.16
398.50		11.08	10.98
400.90		24.42	23.86

XPS 的分峰拟合结果与纤维的红外分析结果吻合较好。

2.4 DAF-III 增强 PTA 树脂复合材料性能分析

为了考察上浆剂对复合材料界面强度的影响,分别制备了抽提上浆剂前后的芳纶纤维增强聚三唑树脂的复合材料,它们的部分力学性能数据列于表 5。可以看到,抽提上浆剂后,复合材料的 ILSS 和弯曲强度都显著提高,分别提高了 181.2% 和 56.20%。由前文分析可知,未抽提上浆剂时,纤维表面覆盖了大量含有酯类的低聚物上浆剂及硅油整理剂。亲脂肪族的上浆剂主要针对于环氧树脂体系而应用,与新的聚三唑树脂间缺乏相互作用的官能团,无法形成良好的作用,而且硅油被认为起到了阻碍树脂和纤维结合的作用,只能形成弱界面,所以复合材料的力学性能较低。抽提上浆剂后,大部分的纤维表面裸露,纤维结构中的极性—NH 键很容易与聚三唑树脂结构中的—N—形成氢键,同时表面大量沟壑的存在增加了纤维的表面粗糙度,有利于树脂在纤维表面的机械锚合,两种作用促使纤维与树脂形成良好界面^[21](如图 9 所示),层间剪切强度明显提高。不过复合材料的弯曲模量略有降低,可能是因为抽提后,纤维受损,或者失去上浆剂的保护,纤维在制备复合材料的过程中受损。

表 5 DAF-III/PTA 复合材料力学性能

Tab. 5 Mechanical properties of DAF-III/PTA composite material

样品	ILSS/MPa	弯曲强度/MPa	弹性模量/GPa
V-DAF-III	21.97±2.40	402.0±13.1	51.50±4.37
E-DAF-III	61.79±0.83	627.9±5.41	49.60±2.97

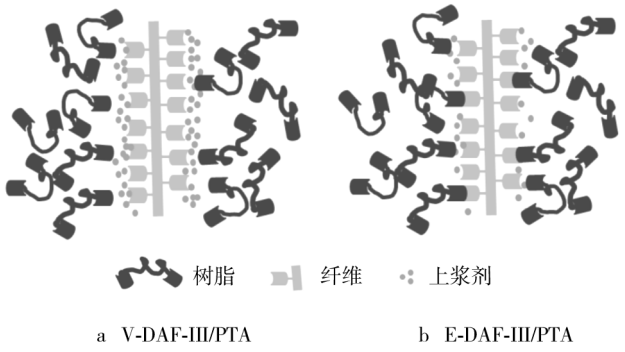


图 9 复合材料界面示意

Fig. 9 Schematic diagram of composite interface

图 10 为复合材料的断面形貌。如图 10a 所示,未抽提的纤维增强的复合材料断面出现空洞,断面出现纤维拔出后留下的光滑凹槽,证明树脂与纤维之间的粘结性能较差,属于典型的界面脱粘。图 10b 中,抽提后的纤维增强的复合材料断面上未发现裸露的纤维,纤维包埋在树脂中,证实纤维与树脂间形成了较强的作用力。

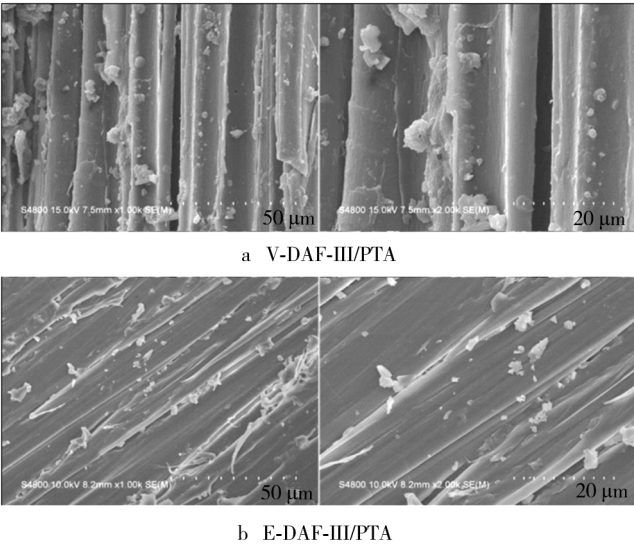


图 10 DAF-III/PTA 复合材料界面形貌

Fig. 10 SEM images of DAF-III/PTA composite interface

3 结论

1) 国产 DAF-III 芳纶纤维的主体结构是聚酰胺苯并咪唑,纤维表面涂覆有上浆剂,其主要组分是脂肪族酯类低聚物,还有硅氧烷类的硅油整理剂。

2) 溶剂抽提可去除纤维表面大部分的上浆剂,裸露出纤维本体,纤维表面在制备过程中形成了沿纤维方向的大量沟壑。

3) 上浆剂影响 DAF-III 增强聚三唑树脂复合材料的界面粘接强度。去除上浆剂后,复合材料的力学性能提高,ILSS 和弯曲强度分别提高了 181.2% 和 56.20%,这源于机械锚合和氢键作用。

参考文献

- [1] 熊佳,黄英,王琦洁.高性能纤维的发展和应[J]. 玻璃钢/复合材料,2004(5):49—52.
XIONG Jia, HUANG Ying, WANG Qi-jie. Development and Application of High Performance Fiber [J]. Fiber Reinforced Plastics/Composites, 2004(5):49—52.
- [2] YUAN H, WANG C G, ZHANG S, et al. Effect of Surface Modification on Carbon Fiber and Its Reinforced Phenolic Matrix Composite [J]. Applied Surface Science, 2012, 259: 288—293.
- [3] 王云英,孟江燕,陈学斌,等. 复合材料用碳纤维的表面处理 [J]. 表面技术, 2007, 36(3): 53—60.
WANG Yun-ying, MENG Jiang-yan, CHEN Xue-bin, et al. Surface Treatment of Carbon Fiber for Composites [J]. Surface Technology, 2007, 36(3): 53—60.
- [4] LEAL A A, DEIZELA J M, MCKNIGHT S H, et al. Interfacial Behavior of High Performance Organic Fibers [J]. Polymer, 2009, 50(5): 1228—1235.
- [5] WANG J, CHEN P, LI H, et al. The Analysis of Armos Fibers Reinforced Poly(Phthalazinone Ether Sulfone Ketone) Composite Surfaces after Oxygen Plasma Treatment [J]. Surface & Coatings Technology, 2008, 202(20): 4986—4991.
- [6] PENG T, CAIR Q, CHEN C F, et al. Surface Modification of Para-aramid Fiber by Direct Fluorination and Its Effect on the Interface of Aramid/Epoxy Composites [J]. Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics, 2012, 51(3): 538—550.
- [7] 封彤波,肇研,罗云烽,等. 不同上浆剂的国产碳纤维复合材料湿热性能研究 [J]. 材料工程, 2009(10): 36—40.
FENG Tong-bo, ZHAO Yan, LUO Yun-feng, et al. Hygrothermal Property of CCF/BMI Composites with Different Sizing on the Carbon Fiber [J]. Journal of Materials Engineering, 2009(10): 36—40.
- [8] 贺福,王茂章. 碳纤维及其复合材料 [M]. 北京: 科学出版社, 1997.
HE Fu, WANG Mao-zhang. Carbon Fiber and Its Composites [M]. Beijing: Science Press, 1997.
- [9] 张西萍,张为芹,田艳红,等. 碳纤维用上胶剂的研究 [J]. 纤维复合材料, 2001, 3(3): 3—4.
ZHANG Xi-ping, ZHANG Wei-Qin, Tian Yan-hong, et al. Study on Sizing Agents for Carbon Fiber [J]. Fiber Composites, 2001, 3(3): 3—4.
- [10] 席玉松,李艳华,陈秋飞,等. 不同种类碳纤维上浆剂的研究 [J]. 高科技纤维与应用, 2011, 36(6): 5—8.
XI Yu-song, LI Yan-hua, CHEN Qiu-fei, et al. Study on Different Types of Sizing Agents for Carbon Fiber [J]. Hi-tech Fiber & Application, 2011, 36(6): 5—8.
- [11] DAI Z S, SHI F H, ZHANG B Y, et al. Effect of Sizing on Carbon Fiber Surface Properties and Fibers/Epoxy Interfacial Adhesion [J]. Applied Surface Science, 2011, 257(15): 6980—6985.
- [12] YAO L R, LI M, WU Q, et al. Comparison of Sizing Effect of T700 Grade Carbon Fiber on Interfacial Properties of Fiber/BMI and Fiber/Epoxy [J]. Applied Surface Science, 2012, 263(15): 326—333.
- [13] 程平,扈艳红,黄诚,等. 碳纤维不同表面处理及其对聚三唑基复合材料界面性能的影响 [J]. 工程塑料应用, 2013, 41(3): 5—10.
CHENG Ping, HU Yan-hong, HUANG Cheng, et al. Different Surface Treatments of Carbon Fibers and Their Effects on Interfacial Performance of Polytriazole Composite [J]. Engineering Plastics Application, 2013, 41(3): 5—10.
- [14] WANG X F, WAN L Q, HUANG F R, et al. A New Triazole-maleimide Resin via Azide-alkyne Click Chemistry: Synthesis and Characterization [J]. Materials Letters, 2011, 65(2): 268—270.
- [15] XUE L, WAN L Q, HU Y H, et al. Thermal Stability of a Novel Polytriazoleresin [J]. Thermochimica Acta, 2006, 448(2): 147—153.
- [16] JIN H, WANG Y Y. Synthesis and Characterization of the Novel Meta-modified Aramid Fibers with Liquid Crystalline Properties [J]. Polymer Composites, 2012, 33(9): 1620—1627.
- [17] 蔡仁钦,彭涛,王凤德,等. Kevlar49 纤维与芳纶 III 的结构与性能研究 [J]. 合成纤维工业, 2010, 33(6): 28—31.
CAI Ren-qin, PENG Tao, WANG Feng-de, et al. Structure and Properties of Kevlar 49 Fiber and Aramid Fiber III [J]. China Synthetic Fiber Industry, 2010, 33(6): 28—31.

- of the Anodizing Temperature on the Porosity and the Mechanical Properties of the Porous Anodic Oxide Film[J]. Surface and Coatings Technology, 2007, 201: 7310—7317.
- [5] 郑丽, 魏晓伟, 罗松. 铝基体对阳极氧化膜的影响[J]. 表面技术, 2013, 42(1): 39—42.
- ZHENG Li, WEI Xiao-wei, LUO Song. Effect of the Aluminum Matrix on Anodic Oxidation Film[J]. Surface Technology, 2013, 42(1): 39—42.
- [6] CHEN S Y, KANG C, WANG J, et al. Synthesis of Anodizing Composite Films Containing Superfine Al_2O_3 and PTFE Particles on Al Alloys[J]. Applied Surface Science, 2010, 256(22): 6518—6525.
- [7] 张栋, 张文静, 乐永康, 等. 铝合金表面阳极氧化膜的制备及其摩擦性能[J]. 材料保护, 2009, 42(3): 10—14.
- ZHANG Dong, ZHANG Wen-jing, LE Yong-kang, et al. Preparation and Tribological Properties of Anodic Aluminum Alloy Surface Oxide Film[J]. Materials Protection, 2009, 42(3): 10—14.
- [8] 陈岁元, 杨永泽, 梁京. 铝合金表面高耐磨自润滑硬质阳极氧化膜的制备[J]. 东北大学学报, 2010, 31(12): 1722—1724.
- CHEN Sui-yuan, YANG Yong-ze, LIANG Jing. Preparation of High Wearability and Self-lubricating Anode Oxide Film on Al Alloy[J]. Journal of Northeastern University, 2010, 31(12): 1722—1724.
- [9] MA S L, LUO P, ZHOU H H, et al. Preparation of Anodic Film on 2024 Aluminum Alloy in Boric Acid-containing Mixed Electrolyte[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China: English Edition, 2008, 18(4): 825—830.
- [10] SANTOS A, FORMENTIN P, FERRE-BORRULL J, et al. Nanoporous Anodic Alumina Obtained without Protective Oxide Layer by Hard Anodization[J]. Materials Letters, 2012, 67(1): 296—299.
- [11] WEI Xiao-wei, CHEN Chao-yin. Influence of Oxidation Heat on Hard Anodic Film of Aluminum Alloy[J]. Transaction of Nonferrous Metals Society of China (English Edition), 2012, 22(11): 2707—2712.
- [12] ZHANG W J, ZHANG D, LE Y K, et al. Fabrication of Surface Self-lubricating Composites of Aluminum Alloy[J]. Applied Surface Science, 2008, 255(2): 2671—2674.
- [13] 刘莉, 周英杰, 赵冬梅. 双脉冲电源在铝合金硬质阳极氧化中的应用研究[J]. 涂装与电镀, 2011(6): 28—30.
- LIU Li, ZHOU Ying-jie, ZHAO Dong-mei. Application of Double Pulse Power Supply in the Hard Anodic Oxidation of Aluminum Alloy[J]. Coating and Electroplating, 2011(6): 28—30.
- [14] 钱建才, 李兵, 敖辽辉. 2A12 铝合金表面聚苯胺/阳极氧化膜复合层电化学性能研究[J]. 表面技术, 2009, 38(5): 20—23.
- QIAN Jian-cai, LI Bing, AO Liao-hui. Electrochemical Behavior of Polyaniline/Anodized Composite Coating on 2A12 Aluminum Alloy[J]. Surface Technology, 2009, 38(5): 20—23.
- [15] 黄燕滨, 仲流石, 宋高伟. 阳极氧化在铝合金表面粘接技术中的应用综述[J]. 装备环境工程, 2012, 9(3): 71—75.
- HUANG Yan-bin, ZHONG Liu-shi, SONG Gao-wei. Application of Anodic Oxidation in Surface Bonding Technology of Aluminum[J]. Equipment Environmental Engineering, 2012, 9(3): 71—75.

(上接第 23 页)

- [18] 宋义斌, 朱文苑. 芳纶涂敷物及其对芳纶复合材料性能的影响[J]. 合成纤维, 2008(8): 14—18.
- SONG Yi-bin, ZHU Wen-yuan. Coating of the Aramid Fiber and Its Effects on the Performance of Reinforced Composite[J]. Synthetic Fiber in China, 2008(8): 14—18.
- [19] 余锦涛, 郭占成, 冯婷, 等. X 射线光电子能谱在材料表面研究中的应用[J]. 表面技术, 2014, 43(1): 119—124.
- YU Jin-tao, GUO Zhan-cheng, FENG Ting, et al. Application of X-ray Photoelectron Spectroscopy in Material Surface Research[J]. Surface Technology, 2014, 43(1): 119—124.
- [20] ZHANG S H, HE G Q, LIANG G Z, et al. Comparison of F-12 Aramid Fiber with Domestic Aramid Fiber III on Surface Feature[J]. Applied Surface Science, 2010, 256(7): 2104—2109.
- [21] 姚明, 刘志雷, 周建萍, 等. 碳纤维表面接枝纳米 SiO_2 的工艺研究[J]. 表面技术, 2013, 42(3): 70—74.
- YAO Ming, LIU Zhi-lei, ZHOU Jian-ping, et al. Process Research of Nano-silica Grafting onto Carbon Fiber Surface[J]. Surface Technology, 2013, 42(3): 70—74.