

特约专栏

面向 3D 打印的连续碳纤维上浆工艺 及其对复合材料性能的影响

张曼玉, 刘腾飞, 田小永, 李涤尘

(西安交通大学机械工程学院, 陕西 西安 710049)

摘要: 对连续纤维增强热塑性复合材料(CFRTPCs)进行 3D 打印能够实现无模具快速制造, 扩展增材制造的实际应用。为进一步提高 3D 打印连续碳纤维增强复合材料制件的性能, 采用热塑性上浆剂对干碳纤维进行上浆处理, 以尼龙 6(PA6)为基体打印连续碳纤维增强复合材料, 对比了上浆前后碳纤维表面性质及复合材料力学和界面性能。结果表明, 上浆后碳纤维表面极性官能团增加, 纤维与树脂浸润性改善; 纤维表面粗糙度增加, 纤维与树脂的机械结合力增强; 上浆后碳纤维增强 PA6 复合材料较原始碳纤维增强 PA6 复合材料层间剪切强度提高 42.2%, 层间结合增强, 弯曲强度提高了 82%, 弯曲模量提高 2.46 倍; 3D 打印的上浆后碳纤维增强 PA6 复合材料试样断面上有明显纤维拔出现象, 界面性能显著改善。

关键词: 3D 打印; 碳纤维; 上浆; 界面; 力学性能; 复合材料; 尼龙 6 基体

中图分类号: TB332; TQ327.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2020)05-0349-07

Sizing Process of Continuous Carbon Fiber for 3D Printing and Its Influence on the Properties of Composites

ZHANG Manyu, LIU Tengfei, TIAN Xiaoyong, LI Dichen

(School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: Continuous fiber reinforced thermoplastic composites (CFRTPCs) by 3D printing technology can realize the rapid manufacture of complex composite parts without mold and promote the practical application of additive manufacturing. In order to further improve the service performance of 3D printed continuous carbon fiber reinforced composites, this paper adopted thermoplastic sizing agent to size dry carbon fiber, and printed continuous carbon fiber reinforced composites with nylon 6 (PA6) as the matrix, and compared the surface properties of carbon fiber before and after sizing and the mechanical and interface properties of the composites. The results showed that the polar functional groups on the surface of sized carbon fiber increased and the infiltration between fiber and resin improved. The surface roughness increased, and the mechanical adhesion between fiber and resin increased. The interlaminar shear strength of the sized carbon fiber reinforced PA6 composites was 42.2% higher than that of the non-sized carbon fiber reinforced; the interlaminar bonding was enhanced, the bending strength was improved by 82%, and the bending modulus was increased by 2.46 times. By comparing and analyzing the fracture microstructure of 3D printed composites, it is found that the fracture section of the sized carbon fiber reinforced composites had obvious fiber pull out phenomenon, and the interface performance was significantly improved.

Key words: 3D printing; carbon fiber; sizing; interface; mechanical property; composites; Nylon 6 matrix

1 前言

碳纤维因其具有高比强度和高模量的优异性能, 已迅速发展成为重要的增强纤维材料。在碳纤维增强复合材料中, 树脂基复合材料具有轻质高强及可设计性等优势^[1], 使其能够作为重要的承力部件, 大大减轻产品的质量, 降低成本, 减少能耗, 因而被广泛应用在航空航天、汽车以及军事工业等领域^[2]。相比于热固性树脂基复合材料, 热塑性树脂基复合材料更加具有竞争优势,

收稿日期: 2019-10-15 修回日期: 2020-01-14

基金项目: 国家重点研发计划项目(2016YFF0202004); 基础加强项目(2017-JCJQ-ZD-035)

第一作者: 张曼玉, 女, 1994 年生, 博士研究生

通讯作者: 田小永, 男, 1981 年生, 教授, 博士生导师, Email: leoxyt@mail.xjtu.edu.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.201910003

比如韧性大、损伤容限性好、易成型加工等^[3], 因此纤维增强热塑性复合材料发展迅猛。与短纤维和长纤维增强热塑性复合材料相比, 连续纤维增强热塑性复合材料具有更加优异的力学性能, 能够作为结构材料使用, 再加上轻质、耐腐蚀等优点, 能够有效替代钢材, 进一步扩大了复合材料的应用领域^[4]。

然而, 传统的连续纤维增强热塑性复合材料成型工艺复杂、制作成本高且无法实现复杂构件的快速制造, 在很大程度上限制了这种材料的应用范围^[5]。随着 3D 打印技术发展成熟及应用领域的不断扩大, 3D 打印技术被创新应用到连续纤维增强热塑性复合材料的制造中。连续纤维增强热塑性复合材料 3D 打印是一种 3D 打印工艺与复合材料工艺交叉融合的创新技术, 该技术同时集成了复合材料制备与成形工艺, 继承了 3D 打印摆脱模具自由成形的特性, 降低了复合材料的加工成本, 是一种具有突破性意义的新型复合材料制造技术。

2016 年, 美国 Mark Forged 公司提出了以纤维预浸丝为原材料的连续碳纤维增强热塑性树脂复合材料 3D 打印工艺与装备, 实现了连续纤维增强尼龙复合材料制造^[6]。同年, 西安交通大学田小永教授团队提出了基于原位熔融浸渍与成形一体化的连续纤维增强热塑性复合材料 (CFRTPCs) 3D 打印工艺方法, 原理如图 1 所示。该工艺以纤维和树脂丝材为原料, 连续纤维被熔融树脂浸渍包覆形成复合材料预浸丝后从 3D 打印机喷嘴处挤出, 冷却固化, 层层累积成型^[7]。2016 年, 东京理科大学研究人员进行连续碳纤维增强聚乳酸 (PLA) 的 3D 打印工艺研究, 所制备复合材料试样拉伸强度达 200 MPa, 弹性模量达 20 GPa^[8]。2018 年, 上海大学张海光研究团队将纤维与熔融树脂在过螺杆挤出机的压力下浸渍形成预浸丝, 然后制备 3D 打印连续纤维增强树脂复合材料^[9]。

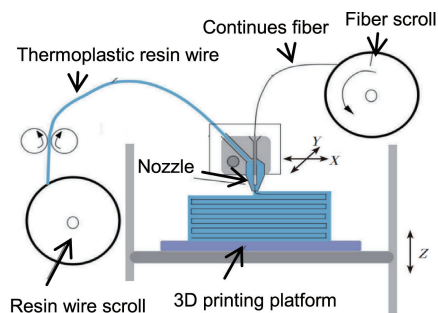


图 1 3D 打印 CFRTPCs 工艺原理图^[5]

Fig. 1 Schematic representation of 3D printing process for CFRTPCs^[5]

现阶段的研究主要集中在对 3D 打印工艺参数优化方面。以 3D 打印连续碳纤维增强尼龙复合材料为例, 可以通过对工艺参数如温度、层厚、扫描间距的调控, 获得

宏观层面力学性能较高的制件。然而, 从复合材料界面结构分析, 影响 3D 打印复合材料构件力学性能的主要原因在于, 碳纤维丝束内部并没有与树脂进行充分浸润 (如图 2), 形成了弱界面结合, 使得复合材料的实际力学强度远小于理论强度。碳纤维与树脂的界面问题很难通过改变 3D 打印工艺参数来改善, 采用熔融预浸工艺和 3D 打印技术制备的连续纤维复合材料界面和力学性能有所改善, 但未解决界面结合的根本问题, 且制备预浸丝工艺复杂、成本高, 降低了 3D 打印复合材料技术优势。

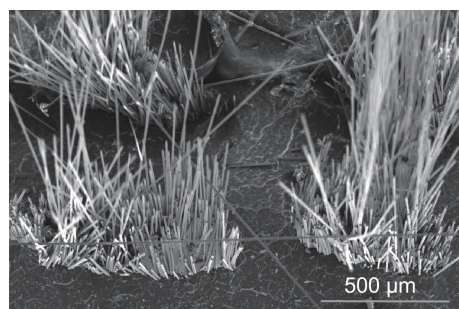


图 2 3D 打印碳纤维/PLA 复合材料断面 SEM 照片

Fig. 2 Section SEM image of 3D printed carbon fiber/PLA composites

文献调研表明, 对碳纤维增强树脂基复合材料界面改善主要通过碳纤维表面处理来实现^[10]。碳纤维的表面处理方法大致可以归结为涂层法、热处理法、氧化法、接枝法、上浆法等^[11, 12]。上浆法具有碳纤维表面易于处理、环境限制小等优势而被广泛采用。上浆剂可提高纤维的集束性, 改善纤维表面的浸润性能, 缩短树脂浸润时间, 同时也能起到类似偶联剂作用, 提高纤维与树脂之间的化学与机械结合水平, 在碳纤维与树脂基体间形成良好的过渡界面区域, 改善复合材料界面性能, 使得碳纤维增强复合材料的综合性能得到极大提高^[13, 14]。

因此, 针对 3D 打印连续纤维增强尼龙 6 (PA6) 复合材料界面结合不足的缺点, 本文提出一种适用于 3D 打印的碳纤维上浆工艺, 系统研究了上浆工艺对碳纤维表面形态结构及 3D 打印连续碳纤维增强复合材料力学性能的影响规律。

2 实验

2.1 碳纤维上浆工艺及复合材料制备

目前商业化碳纤维材料表面涂覆热固性环氧类上浆剂, 这种环氧类上浆剂与 3D 打印所用热塑性基体材料无法兼容, 增强体与基体不能良好地结合在一起, 在受力时碳纤维轻易地从树脂基体上脱落。本研究采用一种乳液型上浆剂 (型号 Hydrosize PA845H, 美国麦可门公司), 其主要成分是尼龙 (PA845H) 颗粒, 与基体是同族物质, 满足化学层面的“相似相容”。采用日本东丽公司 T300B 碳纤维, 其表面涂覆环氧类上浆剂。要解决碳纤维的上

浆及后续与树脂的界面结合,首先需要去除环氧类上浆剂,为后续碳纤维的上浆工艺做准备。丙酮是环氧类材料的良好溶剂,将原始碳纤维(VCF)在丙酮溶液充分浸泡48 h后,以去离子水清洗数次去除碳纤维表面残留的丙酮。将清洗后的碳纤维放置在电鼓风干燥箱内恒温100 ℃干燥2 h。最后在乳液型上浆剂中浸泡24 h,使碳

纤维充分挂浆后在室温下固化成型,得到3D打印专用上浆纤维(SCF),其制备过程如图3所示。采用陕西斐昂科技有限公司COMBT-1型连续纤维复合材料3D打印机,分别打印VCF和SCF增强PA6复合材料样件,采用如表1所示的工艺参数,打印出纤维体积含量为15.8%的连续碳纤维/PA6复合材料力学性能测试标准件。

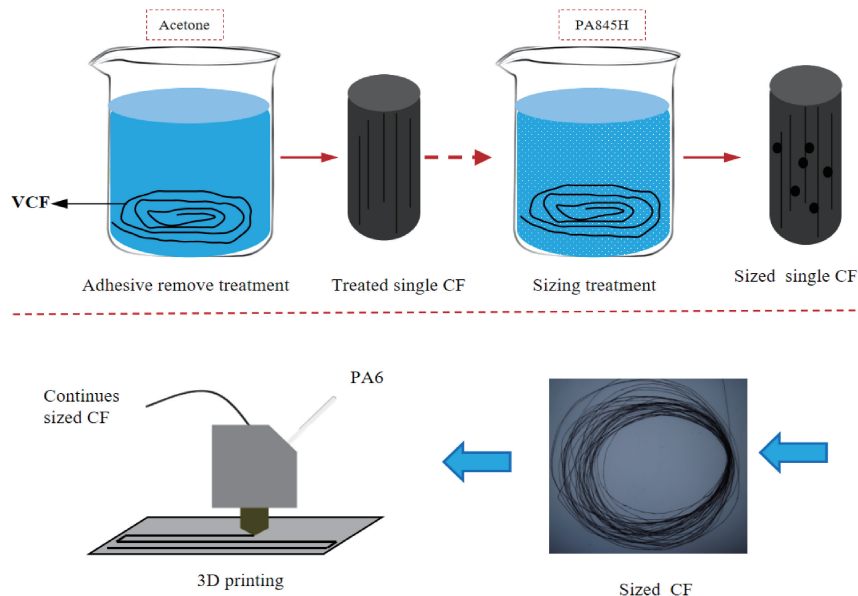


图3 碳纤维上浆工艺及复合材料制备示意图

Fig. 3 Schematic of sizing process of carbon fiber and preparation of composite materials

表1 连续碳纤维/PA6 复合材料3D打印参数

Table 1 Parameters of 3D printing for CF/PA6 composites

Parameters	Printing temperature, $T/^{\circ}\text{C}$	Feed rate, $F/(\text{mm}/\text{min})$	Hatch spacing, H/mm	Layer thickness, L/mm
Value	250	150	0.3	1

2.2 性能表征

2.2.1 上浆碳纤维表面性质测试

采用美国 ThermoFisher Scientific 公司 Nicolet iS50 型红外光谱仪研究 VCF 和 SCF 的表面化学成分,红外光谱波数区域为 $400\sim 6000\text{ cm}^{-1}$ 。将 VCF 在索氏提取装置中 $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ 沸腾丙酮回流 72 h,提取 VCF 表面上浆剂,将其制成透射溴化钾压片,后测试红外光谱。利用全反射红外光谱法直接测试 SCF 的表面化学成分。采用美国 ThermoFisher Scientific 公司 ESCALAB250Xi 型号 X 射线光电子能谱(XPS)仪,对上浆前后碳纤维束样品进行全谱扫描,确定样品表面的元素种类,并分析各元素含量变化。采用美国 INNOVA 型号原子力显微镜(AFM)对上浆前后碳纤维表面形貌进行观测,将碳纤维单丝固定在试样台上,采用非接触式方法表征纤维表面三维形貌,扫描范围为 $1\text{ }\mu\text{m}\times 1\text{ }\mu\text{m}$ 。

2.2.2 上浆碳纤维增强尼龙复合材料力学性能测试

采用深圳世纪天元公司 CMT4304 型多功能静力学试验机对 3D 打印复合材料样件进行拉伸性能测试,根据 GB/T 1447—2005 采用挤塑塑料拉伸性能的测试方法进行测试^[15],每组测试样件 5 个,拉伸速度为 $2\text{ mm}/\text{min}$ 。弯曲性能测试根据国标 GB/T 1449—2005 每组测试样件 5 个^[16],压头速度为 $2\text{ mm}/\text{min}$ 。层间剪切强度(ILSS)测试根据国标 JC/T 773—2010 进行^[17]。采用河北承德金和仪器公司 XJJ-50 简支梁冲击试验机进行冲击试验,根据国标 GB/T 10433—1993 采用挤塑冲击性能的测试方法^[18],每组测试样件 5 个。以上测试的样件如图 4 所示。

2.2.3 上浆碳纤维增强尼龙复合材料断面形貌表征

为研究上浆前后复合材料界面性能,将力学破坏后复合材料断面喷金,采用日立公司 SU-8010 型场发射扫描电子显微镜观测断面组织形貌。

3 实验结果与分析

3.1 上浆工艺对碳纤维表面性质影响

影响树脂基复合材料力学性能的重要因素是碳纤维与树脂基体的界面微观结构及界面结合强度,而碳纤维

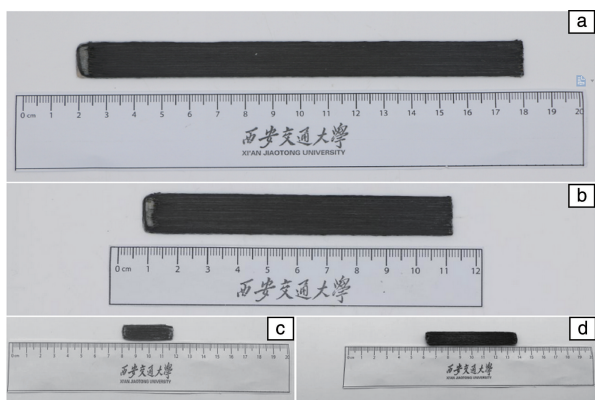


图 4 3D 打印连续纤维/PA6 复合材料样件: (a) 拉伸性能测试件, (b) 弯曲性能测试件, (c) 层间剪切强度测试件, (d) 冲击性能测试件

Fig. 4 3D printed specimens of CF/PA6 composites: (a) tensile property test, (b) bending property test, (c) ILSS property test, (d) impact property test

表面性质包括表面活性官能团和表面粗糙度等影响界面结合强度。

图 5 为碳纤维上浆处理前后的红外光谱, 在 2920 和 2850 cm^{-1} 附近的吸收峰分别对应甲基和亚甲基的伸缩振动, VCF 的红外光谱在 1250, 915 和 830 cm^{-1} 处吸收峰表明环氧化合物的存在, 在 3420 cm^{-1} 处的峰值为 O—H 键的伸缩振动。SCF 的红外光谱出现两个强峰, 分别为 1640 cm^{-1} 处的 C=O 的伸缩振动和 1540 cm^{-1} 处的 N—H 的弯曲振动, 3300 cm^{-1} 处吸收峰对应着 N—H 的伸缩振动, 这些吸收峰为酰胺基官能团的特征峰, 表明 SCF 表面成功涂覆 PA845H 上浆剂。

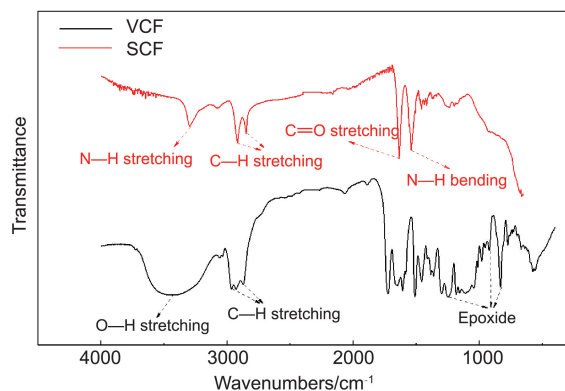


图 5 碳纤维上浆前后的红外光谱

Fig. 5 Infrared spectra of the VCF and SCF

从图 6 的 XPS 谱图和表 2 的统计可以看出, 上浆后碳纤维表面的 O 含量由 17.38% 降低到 9.46%, N 含量由 0.5% 升高到 7.38%, 初步确定是因为, 在上浆处理的过程中用丙酮浸泡去掉了纤维表面的环氧类热固性上浆剂,

导致 O 元素含量下降; 在经过上浆剂 PA845H 浸泡后, 碳纤维表面引入了酰胺基使得 N 元素含量升高。上浆后的碳纤维表面酰胺基含量升高, 表明表面活性官能团含量升高, 将增加碳纤维与树脂基体的界面结合力。

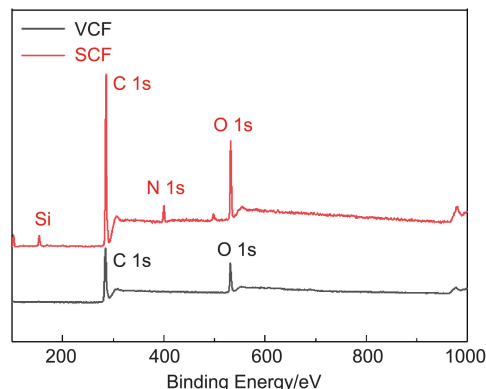


图 6 碳纤维上浆前后 XPS 谱图

Fig. 6 XPS spectra of the VCF and SCF

表 2 碳纤维上浆前后主要元素含量变化

Table 2 Contents of main elements of the VCF and SCF

Elements	C 1s/%	O 1s/%	N 1s/%
VCF	82.11	17.38	0.5
SCF	83.16	9.46	7.38

上浆前后碳纤维的 AFM 照片 (图 7) 显示, 丙酮浸泡去除了原始纤维表面的环氧上浆剂, 经上浆处理后纤维束表面上浆剂附着使纤维表面沟壑变浅; 纤维表面粗糙度增大, 可能是因为上浆剂中存在无机粒子, 从图 6 可以看出上浆后引入 Si 元素。这有利于纤维与基体的浸润和机械啮合, 减少纤维与基体之间的空隙, 提高界面结合力。

3.2 上浆工艺对复合材料力学性能的影响

3.2.1 对层间剪切强度的影响

层间剪切强度是复合材料界面结合性能的综合宏观体现, 既能反映树脂与纤维间的粘结界面的结合性能, 又能反映层间界面结合性能。两种复合材料层间剪切强度测试结果如图 8a 所示, VCF/PA6 平均层间剪切强度为 18.04 MPa, SCF/PA6 的平均层间剪切强度增加到 25.65 MPa, 提升 42.2% 左右。图 8b 为两种复合材料短梁剪切试验中的应力-应变曲线, 对比发现 SCF/PA6 的具有更大的斜率, 在同一应力条件下发生的应变更小, 说明 SCF/PA6 传递外部载荷的效率增加, 纤维能更加有效地起到增强的作用, 样件抵抗变形的能力提高。此外, VCF/PA6 样件在承载过程中首先发生线弹性变形, 当应变超过 6.5% 左右时开始出现屈服变形, 应力增加速度变

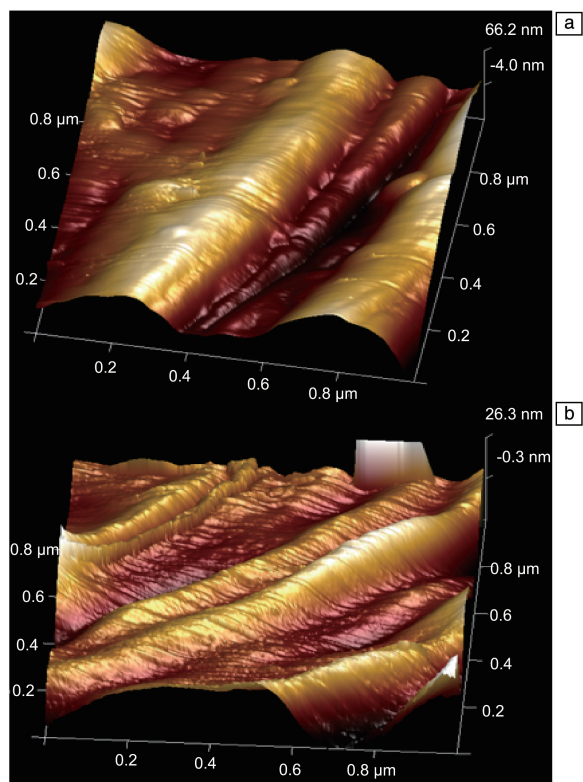


图7 碳纤维上浆前后的 AFM 照片: (a) VCF, (b) SCF

Fig. 7 AFM images of VCF (a) and SCF (b)

缓, 可能的原因是复合材料内部开始逐渐发生纤维拔出现象; 而 SCF/PA6 的应力-应变关系都近似为线弹性关系, 说明树脂与纤维之间的脱粘程度比较小。两种复合材料的应力-应变曲线末端都存在一段锯齿状的变化趋势, 这是由于样件发生了层间分离破坏, 不同的是 VCF/PA6 在发生第一次层间破坏后, 在很短的时间内就发生了彻底的断裂失效; 而 SCF/PA6 样件发生了多次层间破坏, 但样件并没有立即失效, 而是仍能够以几乎相同的趋势保持应力继续增加。这说明 SCF/PA6 的层间结合性能也得到了改善, 局部的层间分离破坏并未导致整体的失效, 未发生破坏的区域仍能够继续承担外部载荷, 而 VCF/PA6 的层间分离严重, 可能发生了应力集中等现象, 加剧了裂纹的扩展。综上所述, 短梁剪切试验结果初步验证了上浆表面处理工艺对 3D 打印的 CFRTPs 复合材料层间结合性能和树脂与纤维之间的界面性能都有所改善。

3.2.2 对其他力学性能的影响

对两种 3D 打印复合材料的弯曲性能、拉伸性能及无缺口冲击强度也分别进行测试对比, 结果如图 9 所示。采用上浆处理后的碳纤维, 平均拉伸强度由 235.62 提高到 304.11 MPa, 平均拉伸模量由 25.21 提高到 39.08 MPa; 平均弯曲强度由 229.32 提高到 417.47 MPa, 提高了 82%; 平均弯曲模量从 9.9 提高到 34.23 GPa, 提高了 246%;

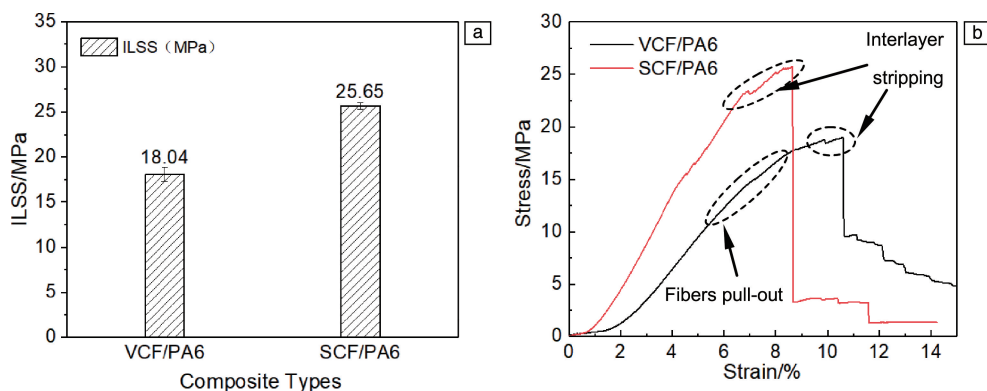


图8 3D 打印 VCF/PA6 和 SCF/PA6 复合材料短梁剪切试验结果: (a) 层间剪切强度(ILSS), (b) 应力-应变曲线

Fig. 8 The short beam shear test results of 3D printed VCF/PA6 and SCF/PA6 composites: (a) interlaminar shear strength, (b) strain-stress curves

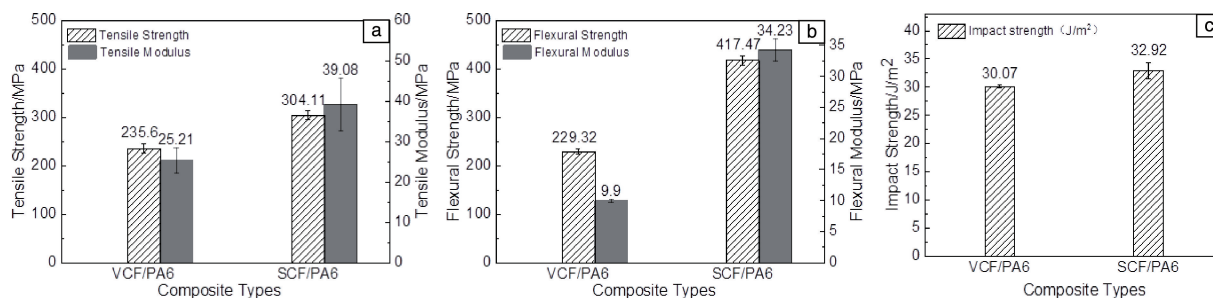


图9 3D 打印 VCF/PA6 和 SCF/PA6 复合材料的力学性能: (a) 拉伸性能, (b) 弯曲性能, (c) 冲击强度

Fig. 9 Mechanical properties of 3D printed VCF/PA6 and SCF/PA6 composites: (a) tensile properties, (b) flexural properties, (c) impact strength

平均冲击强度由 30.07 提高到 32.92 J/m²。综上, 采用上浆处理后的碳纤维的 3D 打印复合材料力学性能普遍提高。纤维增强复合材料在加载时除了纤维与基体受力外, 界面起到了非常重要的作用, 只有通过界面的应力传递才能使纤维与基体两相起到协同作用。上浆工艺处理使碳纤维表面活性官能团增加, 使得纤维与树脂浸润性增加, 界面结合力增加。同时, 碳纤维表面上浆剂的附着填补了纤维与树脂的空隙, 减少复合材料内部缺陷, 减少复合材料在受力时的应力集中。

3.3 上浆工艺对复合材料界面性能的影响

图 10 为上浆工艺处理前后的碳纤维增强尼龙复合材料的断面 SEM 照片。图 10a~10c 为 VCF/PA6 的断面形貌, 从图 10a 可以看出, 由于打印过程中压力不足以及纤维与基体浸润时间短, 树脂并未进入原始碳纤维束内部, 基体与增强体之间只是形成了部分原始接触面, 且 VCF 表面环氧上浆剂与热塑性树脂不相容, 从而导致复

合材料界面处产生大量空隙, 层间结合性能差, 在受力时发生层间剥离。从图 10b 中可以看出复合材料纤维束内部并没有树脂进入, 基体与纤维体之间的浸润性不足, 且纤维束相对独立, 在外载荷作用下应力无法在界面处传递, 导致复合材料力学性能差。图 10c 显示 VCF 表面光滑、无残留树脂, 纤维与树脂间的粘接力不足, 在受力过程中基体所受的力无法传递到增强体上。图 10d~10f 为 SCF/PA6 的断面形貌。图 10d 显示复合材料中纤维束内部浸润充足, 很大程度上减少纤维束内部空隙的存在, 提高复合材料层间结合性能。从图 10e 可以更清晰地看出树脂充分包裹纤维单丝, 纤维与树脂间形成良好界面, 外载荷作用在复合材料上时, 应力通过界面传递到增强体上, 大大提高了复合材料的力学性能。图 10f 显示纤维束上有残留的树脂, 纤维与树脂界面处形成化学键与物理吸附的协同作用, 界面结合力增强, 在复合材料变形过程中起到传递应力和阻碍裂纹扩展的作用。

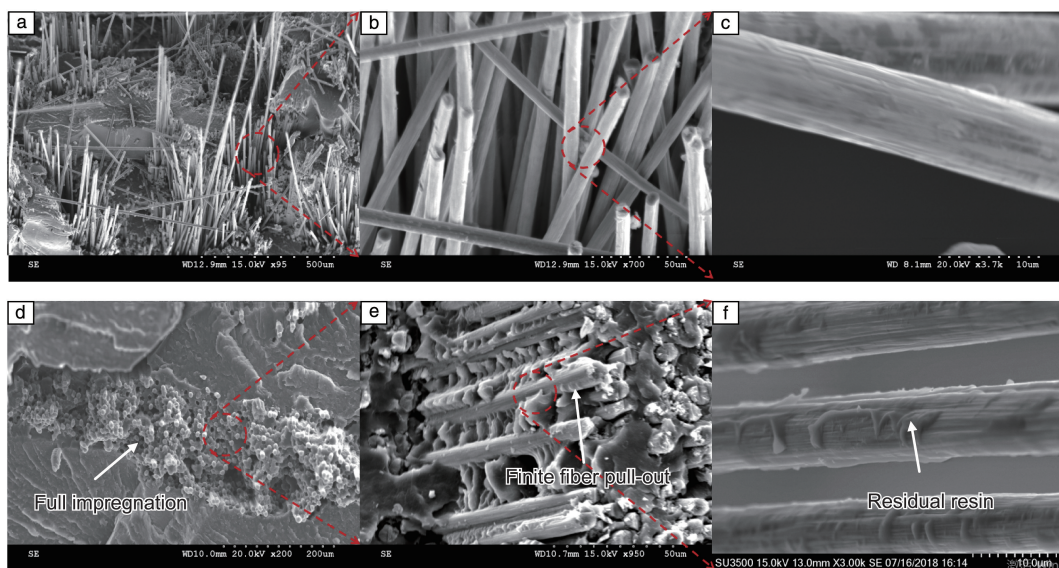


图 10 3D 打印 VCF/PA6 (a~c) 和 SCF/PA6 (d~f) 复合材料的断面 SEM 照片

Fig. 10 The fractured surface SEM images of 3D printed VCF/PA6 (a~c) and SCF/PA6 (d~f) composites

对上浆前后的碳纤维增强复合材料的断面形貌对比可知, 上浆后碳纤维增强的复合材料中, 纤维与树脂浸渍良好且纤维与树脂间结合力增大。碳纤维经上浆处理后去除了原始纤维表面热固性上浆剂, 引入热塑性上浆剂, 其与基体相似相容, 有利于纤维与树脂良好浸渍; 同时, 在打印过程中碳纤维表面热塑性上浆剂融化可填补碳纤维束内部空隙, 增强了层间结合。

4 结 论

对碳纤维用含尼龙颗粒的热塑性上浆剂处理后, 去除了其表面的热固性上浆剂且引入极性酰胺基, 碳纤维

表面热塑性上浆剂与基体相似相容, 有助于提高纤维与树脂的浸润性, 表面粗糙度增加, 有利于纤维与树脂的机械啮合。3D 打印制备的上浆后碳纤维增强尼龙复合材料层间剪切强度提高 42.2%, 复合材料层间结合性能及纤维与树脂粘接性能改善, 力学性能普遍提高, 弯曲力学性能提高最为明显。上浆后碳纤维增强复合材料的断面组织照片显示, 纤维与树脂充分浸润, 复合材料断面有明显纤维拔出现象, 纤维与树脂界面结合力增加。

参考文献 References

- [1] 徐秋红, 谭臻, 闫烨. 工程塑料应用[J], 2014, 42(07): 122-126.

- XU Q H, TAN Z, YAN Y. *Engineering Plastics Application* [J], 2014, 42(07): 122-126.
- [2] 益小苏, 张明, 安学锋. *工程塑料应用* [J], 2009, 37(10): 72-76.
YI X S, ZHANG M, AN X F. *Engineering Plastics Application* [J], 2009, 37(10): 72-76.
- [3] 田振生, 刘大伟, 李刚. *玻璃钢/复合材料* [J], 2013, 10(S2): 119-124.
TIAN Z S, LIU D W, LI G. *Fiber Reinforced Plastics /Composite Material* [J], 2013, 10(S2): 119-124.
- [4] 张瑜, 张伟, 胡天辉. *电力机车与城轨车辆* [J], 2015, 38(S1): 70-73.
ZHANG Y, ZHANG W, HU T H. *Electric Locomotive and City Rail Vehicle* [J], 2015, 38(S1): 70-73.
- [5] TIAN X, LIU T F, YANG C C, *et al.* *Composites Part A: Applied Science & Manufacturing* [J], 2016, 88: 198-205.
- [6] KLIFT F V D, KOGA Y, TODOROKI A, *et al.* *Open Journal of Composite Materials* [J], 2016, 6(1): 18-27.
- [7] 田小永, 刘腾飞, 杨春成. *航空制造技术* [J], 2016(15): 26-31.
TIAN X Y, LIU T F, YANG C C. *Aviation Manufacturing Technology* [J], 2016(15): 26-31.
- [8] MATSUZAKI R, UEDA M, NAMIKI M, *et al.* *Scientific Reports* [J], 2016, 6(1): 23058.
- [9] HU Q, DUAN Y, ZHANG H, *et al.* *Journal of Materials Science* [J], 2018, 53(3): 1887-1198.
- [10] KARGER-KOCSIS J, MAHMOOD H, PEGORETTI A. *Progress in Materials Science* [J], 2015, 73(1): 1-43.
- [11] 张雅璐. *国产碳纤维二次上浆工艺及性能研究* [D]. 天津: 天津工业大学, 2016.
ZHANG Y L. *The Technology and Performance of China Carbon Fiber Secondary Sizing* [D]. Tianjin: Tianjin Polytechnic University, 2016.
- [12] 马小龙. *乳液型碳纤维上浆剂的制备与性能研究* [D]. 济南: 济南大学, 2016.
MA X L. *Preparation and Properties of Emulsion Type Carbon Fiber Sizing Agent* [D]. Jinan: Jinan University, 2016.
- [13] 刘赋瑶, 董余兵, 傅雅琴. *复合材料学报* [J], 2017, 34(10): 2156-2163.
LIU F Y, DONG Y B, FU Y Q. *Acta Materiae Compositae Sinica* [J], 2017, 34(10): 2156-2163.
- [14] 张焕侠. *碳纤维表面和界面性能研究及评价* [D]. 上海: 东华大学, 2014.
ZHANG H X. *Research and Evaluation of Carbon Fiber Surface and Interface Properties* [D]. Shanghai: Donghua University, 2014.
- [15] 中国国家标准化管理委员会(标准制定单位). *纤维增强塑料拉伸性能试验方法: GB/T 1447—2005* [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
Standardization Administration of the People's Republic of China. *Fiber-Reinforced Plastics Composites—Determination of Tensile Properties: GB/T 1447—2005* [S]. Beijing: China Standards Press, 2005.
- [16] 中国国家标准化管理委员会(标准制定单位). *纤维增强塑料弯曲性能试验方法: GB/T 1449—2005* [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
Standardization Administration of the People's Republic of China. *Fiber-Reinforced Plastics Composites—Determination of Flexural Properties: GB/T 1449—2005* [S]. Beijing: China Standards Press, 2005.
- [17] 中国国家标准化管理委员会(标准制定单位). *纤维增强塑料 短梁法测定层间剪切强度: JC/T 773—2010* [S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
Standardization Administration of the People's Republic of China. *Fiber-Reinforced Plastics Composites—Determination of Apparent Interlaminar Shear Strength by Short-Beam Method: JC/T 773—2010* [S]. Beijing: China Standards Press, 2005.
- [18] 中国国家标准化管理委员会(标准制定单位). *硬质塑料简支梁冲击试验方法: GB/T 1043—1993* [S]. 北京: 中国标准出版社, 1993.
Standardization Administration of the People's Republic of China. *Plastics—Determination of Charpy Impact Strength of Rigid Materials: GB/T 1043—1993* [S]. Beijing: China Standards Press, 1993.

(编辑 惠 琼)