

光引发合成聚丙烯腈研究

李立山^{1,2,3}, 刘沛沛^{1,2}, 苏亚男^{1,2,3}, 张兴华^{1,2,*}, 张寿春^{1,2,3}

(1. 中国科学院山西煤炭化学研究所, 炭材料重点实验室, 山西 太原 030001;

2. 中国科学院山西煤炭化学研究所, 碳纤维制备技术国家工程实验室, 山西 太原 030001;

3. 中国科学院大学, 材料与光电研究中心, 北京 100049)

摘 要: 调控聚丙烯腈分子量及其分布一直是碳纤维制备的重要问题。本文以丙烯腈为反应单体, 二甲基亚砜为溶剂, 采用光引发方式结合溶液聚合方法研究聚丙烯腈的合成。分别用乌氏黏度计和凝胶色谱仪测定了聚合物的分子量和分子量分布, 并用红外光谱仪以及核磁共振仪对聚合物的分子结构进行了分析。结果表明, 不含化学引发剂的光引发溶液聚合方法所合成的产物为聚丙烯腈; 随着反应温度的不断上升或者单体浓度的持续增加, 转化率和黏均分子量均增大; 与传统化学引发剂引发的丙烯腈自由基聚合相比, 采用光引发丙烯腈聚合体系, 能够大幅度降低聚合物的分子量分布指数, 制得分子量大、分布指数较窄的聚丙烯腈。

关键词: 丙烯腈; 光引发聚合; 分子量; 分子量分布

文章编号: 1007-8827(2021)02-0429-06

中图分类号: TQ342⁺.74

文献标识码: A

1 前言

聚丙烯腈(PAN)基碳纤维具有一系列优点, 如高强度、高模量、耐腐蚀、低密度等, 因此被航空航天、国防工业等领域广泛应用^[1, 2]。PAN 碳纤维前驱体分子的结构组成、聚合物的分子量及聚合产物的分子量分布等特性, 对于后续原丝生产、碳纤维的制备及其性能具有非常重要的影响。东丽公司的研究表明, PAN 聚合体的特性黏度为 1.5 ~ 5.0, 分子量分布越窄, 越有利于碳纤维制备过程中纺丝工艺的稳定性^[3]。因此, 开展前驱体制备技术的改进和新方法探索研究, 合成具有分子量较高、分子量分布指数较窄的前驱体, 受到该领域的关注^[4]。

传统采用热引发自由基聚合的方式, 可以得到聚丙烯腈, 但分子量较低, 分子量分布也较宽^[5]。例如, Ezgi Ismar 等^[6]采用丙烯腈和丙烯酸双组分为聚合单体, 添加了过硫酸铵为反应引发剂, 在溶剂 DMF 中聚合, 得到重均分子量(M_w)为 150 000 g/mol 的 PAN 共聚物。原子基团的转移聚合成为目前研究者常用来进一步提高 PAN 的分子量的制备方法^[7-8], 但原子基团转移聚合的缺点是过渡金属所形成的络合物在聚合过程中不被消耗, 难以提纯, 易残留, 导致聚合物老化。

除了传统化学引发剂引发的自由基聚合和原子基团转移聚合外, 采用光引发方式聚合制备 PAN 也成为当前研究的热点课题^[9-14]。研究人员常添加引发剂或催化剂等来促进光聚合反应, 如 Norman G 等^[15]使用三乙基铝作引发剂, 光引发三元组分苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯和丙烯腈共聚。Chen Hou 等^[16]以溴化亚铁和间苯二甲酸双组分为催化剂, 2-溴丙腈为化学引发剂, 在微波辐射的作用下, 成功合成了分子量分布(PDI)为 1.19 ~ 1.75 的 PAN。Jia Li 等^[17]以 2-氰基-2-丙十二基三硫代碳酸盐为引发剂, 在双组分体系中进行了丙烯腈的光聚合, 制备了高分子量(数均分子量 28 600 g/mol)和窄分布(分布指数 1.20)的聚丙烯腈。上述采用光引发方式得到了 PAN, 但添加了各种化学引发剂^[18-19]制备得到含金属离子残留的聚合物, 给提纯产物提出了难题^[20]; 上述反应属于光引发方式结合可逆加成-断裂聚合的方法, 该聚合方式对反应系统中残留的微量水、痕量氧气均极为敏感, 因此不利于稳定化制备。关于丙烯腈光引发聚合和机理方面, 蒋佳玉等^[21]研究了可见光照射下两种不同引发剂聚合体系的聚合行为和聚合产物的结构, 推测了该聚合的机理为光引发的原子转移自由基聚合。何斌鸿等^[22]采用自由基聚合机理, 在光照射条件下, 偶氮二异

收稿日期: 2019-03-06; 修回日期: 2019-05-17

通讯作者: 张兴华, 副研究员. E-mail: zhangxh@sxicc.ac.cn

作者简介: 李立山, 硕士研究生. E-mail: 18335164300@163.com

丁腈为引发剂,并在其它助剂作用下,成功制备了聚丙烯腈。

由于光引发聚合具有活化能低、引发的量子效率比较高同时该反应较易控制等优点^[23-24],在聚合物可控、高效的合成等方面具有广阔的应用发展空间。针对目前已有的研究,采用含化学引发剂体系光聚合制备聚丙烯腈所带来的缺点,进一步开展无化学引发剂直接采用光引发方式聚合的研究,对于探索 PAN 碳纤维前驱体的合成新工艺具有比较重要的价值。笔者研究了光引发丙烯腈溶液聚合方法,结果表明在不添加化学引发剂的前提下,丙烯腈能够通过单纯的光引发合成聚丙烯腈,并探讨了基本反应规律以及聚合产物的分子量分布特点,对光引发合成聚丙烯腈具有一定的指导意义。

2 实验

2.1 材料及主要实验设备

丙烯腈(AN, 吉林石化公司),精馏至 99.99% 纯度后使用;二甲基亚砜(DMSO, 分析纯, 天津丰川化工科技有限公司);光化学反应器(型号: ZQ-GHX-II, 汞灯光源, 上海争巧科学仪器有限公司)。

2.2 实验条件

温度范围为 20 ~ 60 °C, 时间范围为 4 ~ 12 h, 单体质量浓度范围为 10% ~ 25%。

2.3 PAN 的制备

准确称取质量比为 20:80 的丙烯腈和二甲基亚砜,配置混合溶液。将配置好的溶液加入到反应器中,并将反应器的风扇打开,同时打开高压汞灯和冷却水循环系统,在高纯氮气气氛中进行光引发聚合丙烯腈反应。反应一定时间后,使用去离子水水洗,将聚合的产物沉淀析出。聚合产物经过滤、洗涤、干燥、研磨等一系列处理后,得到白色的 PAN 粉末状聚合物。

图 1 为聚丙烯腈制备过程中发生的光引发聚合反应原理示意图。

2.4 表征方法

采用 NICOLET iS10 型傅里叶红外光谱仪测定聚合产物的官能团种类,制样方法为 KBr 压片法,分辨率 2 cm^{-1} ,扫描范围 $400 \sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$;核磁分析用 Bruker AV-III 型 400 MHz 核磁共振波谱仪测定,采用氘代 DMSO 为溶剂,配置聚合物浓度为 3% ~ 5%;聚合物的黏均分子量,用乌氏黏度计测定;重均分子量及分子量分布由 Shimadzu 10AD 凝胶色谱仪测定,DMF 为流动相溶剂,样品浓度 4 mg/mL,流动相添加浓度 5 mmol/L 的溴化锂溶液。

3 结果与讨论

3.1 聚合物结构

图 2 为在不同的浓度、温度及不同的反应时

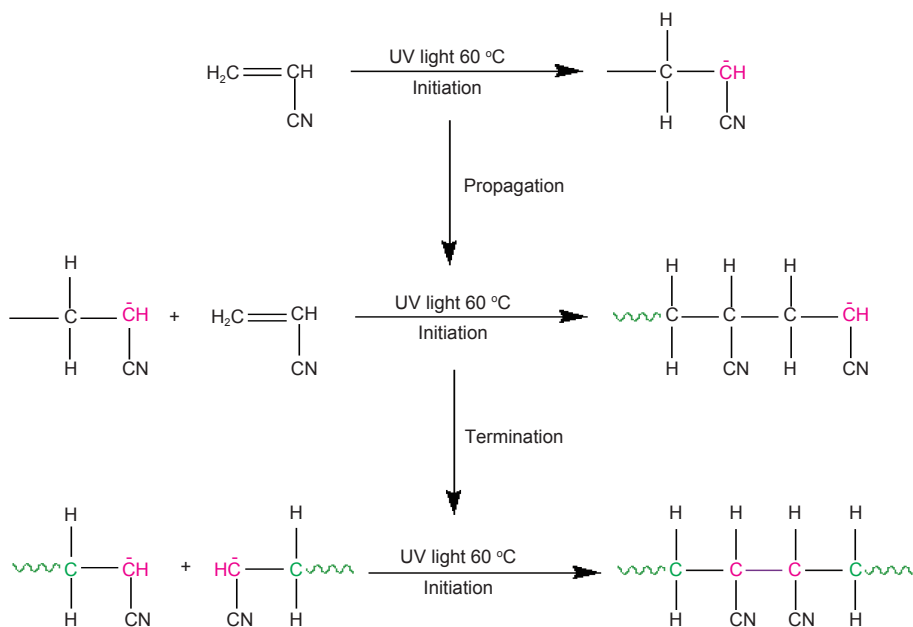
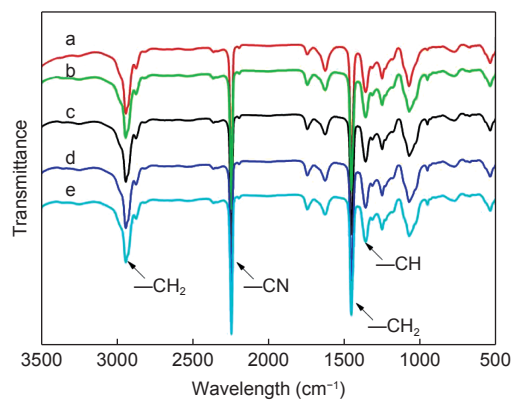


图 1 聚丙烯腈的光引发制备示意图

Fig. 1 Schematic diagram of photo-induced acrylonitrile polymerization.

间条件下,光直接引发丙烯腈聚合制备得到的产物红外光谱图。在 $2\,243\text{ cm}^{-1}$ 处有明显的吸收峰,代表该聚合物中有腈基($\text{C}\equiv\text{N}$)的伸缩振动峰, $1\,454\text{ cm}^{-1}$ 处的吸收峰表明聚合物中有亚甲基($-\text{CH}_2$)弯曲振动峰, $1\,360$ 、 $2\,939\text{ cm}^{-1}$ 处的吸收峰则验证了该聚合物中有次甲基($-\text{CH}$)面内变形振动和伸缩振动峰。通过对不同反应条件下的聚合物与丙烯腈单体的红外光谱图^[25]进行全面对比,证明了在本实验条件范围内,紫外光可以引发丙烯腈单体产生单体自由基,从而进行连锁聚合反应生成 PAN。

图3为单体浓度20%、反应温度60℃的聚合条件下,光引发得到丙烯腈聚合产物的 ^{13}C -NMR核磁谱图。 27.2×10^{-6} ~ 28.4×10^{-6} 、 32.8×10^{-6} ~ 33.3×10^{-6} 、 120.1×10^{-6} ~ 120.5×10^{-6} 处分别对应次甲基、亚甲基和腈基的化学位移。这表明光引发



(a. 60℃/20%/6 h; b. 20℃/20%/12 h; c. 40℃/20%/6 h; d. 60℃/10%/6 h; e. 60℃/25%/6 h).

图2 丙烯腈光引发聚合产物的红外吸收光谱图

Fig. 2 Infrared spectra of photo-induced polymerization products from acrylonitrile.

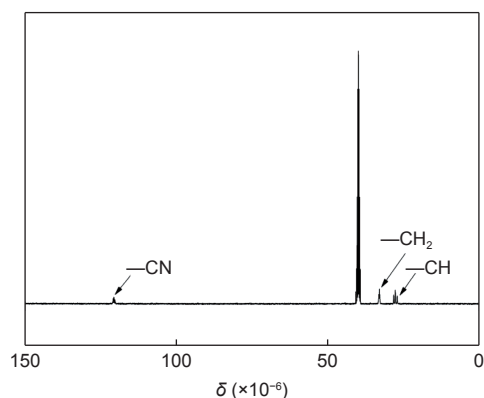


图3 丙烯腈光引发聚合产物的 ^{13}C -NMR谱图

Fig. 3 ^{13}C -NMR spectrum of photo-induced polymerization products from acrylonitrile.

聚合所得到的产物为 PAN。

3.2 聚合温度对聚合反应及产物性能的影响

聚合温度是影响产物性能的重要因素之一,本实验在保持单体浓度20%,聚合反应的时长控制6 h,电流保持5 A以及电压维持110 V不变的条件下,改变聚合温度,研究了不同温度对光引发丙烯腈聚合反应的转化率、反应的黏均分子量的影响。

聚合温度对转化率的影响关系如图4所示。在20~60℃内,转化率随着温度的变化而增大。这可能是光引发丙烯腈聚合的反应是与分子链段运动有关的反应,在单体激发态寿命的期间内,两个可以反应的基团必须处于合适的距离才有可能发生反应。随着该聚合反应体系温度的升高,体系中分子的链段运动速度加快导致单体的碰撞几率增大,从而加快了聚合反应的速率,因此转化率增大。

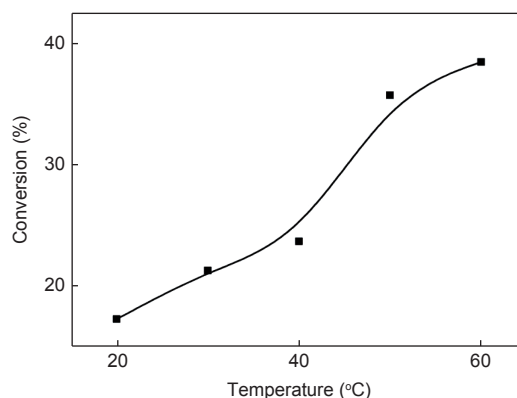


图4 聚合温度对转化率的影响

Fig. 4 The effect of temperature on the monomer conversion.

图5是聚合温度对聚合物的黏均分子量影响关系曲线。可以看出,在20~60℃温度范围内,随着反应温度的升高,采用光引发丙烯腈聚合得到反应产物的黏均分子量(M_v)呈现出了增大的趋势,该规律与传统引发剂引发的自由基聚合体系得到产物的分子量变化规律完全相反。这是由于采用传统化学引发剂引发的自由基聚合体系中,引发剂的分解所产生的活性种浓度随聚合温度的升高而显著增大,从而会导致聚合度下降;而在光引发聚合体系中,聚合应温度升高对活性种浓度几乎不会产生影响,但会加快反应速率,从而导致聚合度增大。

由聚合温度对转化率和黏均分子量的影响

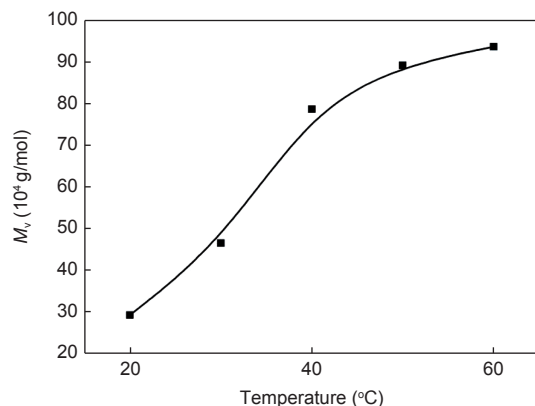


图 5 聚合温度对黏均分子量的影响

Fig. 5 The effect of temperature on the viscosity average molecular weight.

规律可以看出:采用光引发的方式合成 PAN, 在其他条件不变的情况下, 通过提高反应体系温度, 能够同时提高聚合反应速率和产物的分子量, 从而避免了传统引发剂引发合成 PAN 的聚合反应, 通过升高反应体系温度无法同时增加聚合反应速率和产物分子量的问题。

3.3 单体浓度对聚合反应及产物性能的影响

单体浓度在单体的转化率和产物的黏均分子量等方面影响较大。在保持聚合温度 60 °C, 聚合反应时间 6 h, 电流和电压分别保持 5 A 和 110 V 不变的条件下, 改变单体浓度, 考察了不同丙烯腈单体浓度对聚合反应的转化率、聚合产物黏均分子量的影响。

单体转化率和黏均分子量随着反应单体浓度的变化如图 6 和图 7 所示。在 15% ~ 20% 的浓度范围内, 光引发聚合反应的转化率随着单体浓度的增加而不断增大, 聚合物的黏均分子量也随单体浓度的增加而增大。这是由于在光引发丙烯腈聚合的反应中, 随着单体浓度的增加, 聚合发生单体有效碰撞的频率增加, 聚合反应的速率也随之加快, 从而导致了聚合物的转化率和黏均分子量均有所增大。

3.4 光引发合成聚丙烯腈的分子量分布

分子量分布对 PAN 纺丝液流变性、纤维表面沟槽结构等具有显著影响, 因此获取低分子量分布指数的 PAN 聚合物^[26-27]对后续的纺丝过程具有重要意义。如图 8 所示, 在固定反应时间、温度和紫外光照射强度条件下, 不同单体浓度时所合成的 PAN 聚合物都具有较低的分子量分布指数。随着单体浓度的增加, 聚丙烯腈的重均分

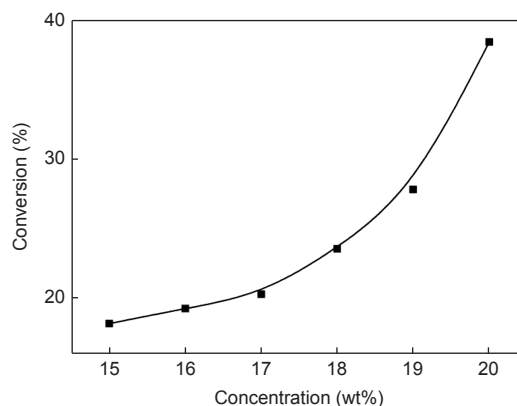


图 6 单体浓度对转化率的影响

Fig. 6 The effect of the monomer concentration on the conversion.

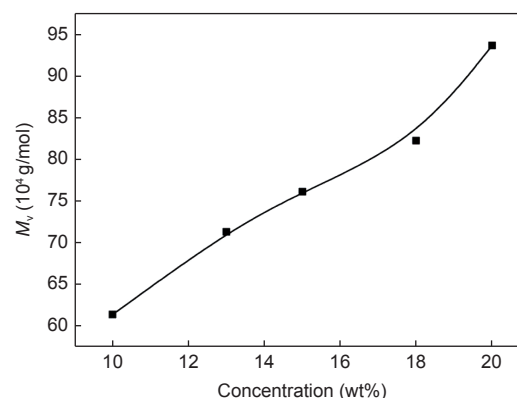


图 7 单体浓度对黏均分子量的影响

Fig. 7 The effect of the monomer concentration on the viscosity average molecular weight.

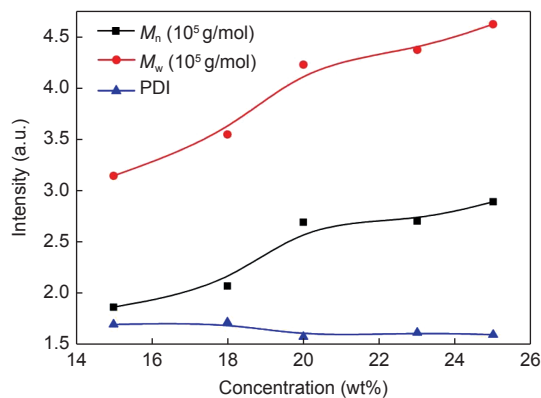


图 8 单体浓度对分子量及分子量分布的影响

Fig. 8 The effect of concentration on the molecular weight and its polydispersity index.

子量(M_w)及数均分子量(M_n)都随着反应温度的升高而逐步增大, 而聚合物的分子量分布减小。这是由于单体浓度增大时, 反应过程中消耗的单体可以得到及时补充, 因此 M_w 和 M_n 不断增大。单体浓度由 15% 增大到 20% 时, 分子量分布由 1.65 降低到 1.51; 随着单体浓度的进一步增大, 分

子量分布基本保持稳定。采用现有体系,能够合成高分子量($M_w=461\ 800\text{ g/mol}$)、低分子量分布指数($D=1.59$)的PAN。在传统的化学引发剂热引发丙烯腈自由基聚合体系中^[28-30],分子量分布指数通常为2.2~3.5。与之相比,采用光引发丙烯腈聚合体系,能够明显降低产物的分子量分布指数。

4 结论

论述了不含引发剂的丙烯腈光引发合成方法。通过红外光谱图和核磁谱图对反应产物的结构进行了分析,并探讨了聚合反应温度和单体浓度对转化率及分子量影响,以及光引发合成聚丙烯腈分子量分布特征。结果表明丙烯腈能够通过单纯的光引发合成制备PAN。采用光引发方式合成PAN时,通过升高该反应体系的温度能够同时提高聚合反应速率和产物分子量,这一规律与传统的化学引发剂热引发合成PAN存在显著差异。在光引发条件下,得到的产物具有分子量高、分布较窄的特点。

本工作是对光引发丙烯腈聚合的一个初步探索,由于制备PAN基碳纤维前驱体聚丙烯腈,是一个涉及到多种组分的聚丙烯腈共聚物复杂体系,仅有初步的探索还远不够,后续的工作需要增加聚丙烯腈多元共聚体系的光引发聚合过程以及共聚产物的性能进行全面研究。同时,由于单纯的光引发丙烯腈聚合的反应能垒较高,从提高反应转化率角度出发,可考虑采用含有光引发剂的反应体系。

致谢

感谢国家自然科学基金(U1510119);中科院重点部署项目(CXJJ-16M127);中科院青年创新促进会优秀会员资助(2012140);山西省重点研发计划项目(202003D111002);中国科学院战略性先导科技专项(A类)子课题(XDA17040519);山西省重点研发计划(201803D121042)对本研究的支持。

参考文献

- [1] 陈祥宝. 聚合物基复合材料手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 121-309.
(Chen X B. Polymer Matrix Composites Handbook[M]. Beijing: Chemical industry press, 2004: 121-309.)
- [2] 贺福, 王茂章. 碳纤维及其复合材料[M]. 北京: 科学出版社, 1995: 1-65.
- [3] 王鹏. PAN/DMSO溶液的流变性能及干湿纺可纺性能研究[D]. 东华大学硕士学位论文, 2005.
(Wang P. Study on the rheological properties of PAN/DMSO solution and the defensibility of dry and wet spinning[D]. Dong Hua University, 2005.)
- [4] Lin X, Wang C G, Yu M J, et al. The effect of molecular weight on the structure and properties of PAN precursor[J]. Adv Mater Res, 2013, 781: 2609-2613.
- [5] Chung DDL. Carbon Fiber and Composites[M]. Butterworth-Heinemann, Boston, 1994: 1-121.
- [6] Ismar E, Sarac A S. Synthesis and characterization of poly (acrylonitrile-co-acrylic acid) as precursor of carbon nanofibers[J]. Polymers for Advanced Technologies, 2016, 27(10): 1383-1388.
- [7] Kaur J, Millington K, Smith S. Producing high-quality precursor polymer and fibers to achieve theoretical strength in carbon fibers: A review[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2016, 133(38): 1-14.
- [8] Krishnan G S, Thomas P, Murali N. Synthesis, characterization, and thermo-mechanical properties of poly(acrylonitrile-co-2,3-dimethyl-1,3-butadiene-co-itaconic acid) as carbon fibre polymer precursors[J]. RSC Adv, 2016, 6(8): 6182-6190.
- [9] El-Sawy, Naeem M. Radiation-induced graft polymerization of acrylonitrile onto isotactic polypropylene and poly(tetrafluoroethylene-ethylene) copolymer films[J]. Polymer international, 1996, 40(3): 193-199.
- [10] Zou J T, Wang Y S, Pang W M, et al. Radiation-induced inclusion polymerization of acrylonitrile in urea canals: Toward synthesis of completely isotactic polyacrylonitrile with controlled molecular weight[J]. Macromolecules, 2013, 46(5): 1765-1771.
- [11] Norman G, Matyjaszewski K, Paik H, et al. Synthesis of well-defined polyacrylonitrile by atom transfer radical polymerization[J]. Macromolecules, 1997, 30: 6398-6400.
- [12] Jia Li, Chiantore O, Mendichi RMA, et al. López-quintela. Synthesis of polyacrylonitrile-block-polystyrene copolymers by atom transfer radical polymerization[J]. Macromol Chem Phys, 2005, 206: 1382-1388.
- [13] Mah S, Park S, Nam H, et al. Photopolymerization of acrylonitrile in concentrated aqueous zinc halide solutions[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2000, 77: 2588-2594.
- [14] Wang G X, Lu M, Hou ZH, et al. Photo-induced single-electron transfer living radical polymerization (SET-LRP) of MMA in the presence of ZnO[J]. Iranian Polymer Journal, 2015, 24(5): 359-365.
- [15] Gaylord N G, Dixit S, Patnaik B K, et al. Photochemically initiated copolymerization of styrene with methyl methacrylate and acrylonitrile in presence of triethylaluminum[J]. Polymer letters, 1971, 9: 927-930.
- [16] Jo SM, Matyjaszewski K, Paik H, et al. An investigation into the CuX/2,2-bipyridine (X = Br or Cl) mediated atom transfer radical polymerization of acrylonitrile[J]. Macromolecules, 1999, 32: 6431-6438.
- [17] Li J, Ding C, Zhang Z, et al. Photo-induced reversible addition-fragmentation chain transfer (RAFT) polymerization of acrylonitrile at ambient temperature: A simple system to obtain high-molecular-weight polyacrylonitrile[J]. Reactive and Functional Polymers, 2017, 113: 1-5.
- [18] Tang W, Dong H, Matyjaszewski K. Well-defined high-molecular-

- weight polyacrylonitrile via activators regenerated by electron transfer ATRP[J]. *Macromolecules*, 2007, 40: 2974-2977.
- [19] Lamson M, Kopeć M, Ding H, et al. Synthesis of well-defined polyacrylonitrile by ICAR ATRP with low concentrations of catalyst[J]. *Polym Sci, Part A: Polym Chem*, 2016, 54: 1961-1968.
- [20] Hou C, Guo Z, LIU J, et al. Atom-transfer radical polymerization of acrylonitrile under microwave irradiation[J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2007, 104(3): 1382-1385.
- [21] 蒋佳玉. 基于可见光引发的丙烯腈自由基聚合体系研究[D]. 江南大学硕士学位论文, 2017.
(Jiang J Y. Study on free radical polymerization of acrylonitrile based on visible light[D]. Jiangnan university, 2017.)
- [22] 何斌鸿. 光照射下丙烯腈活性自由基聚合的研究[J]. 湖南理工学院学报, 2015, 28(1): 62-66.
(He B H. Study on active radical polymerization of acrylonitrile under light irradiation[J]. Hunan University of Science and Technology, 2015, 28(1): 62-66.)
- [23] Pan X, Lamson M, Yan J, et al. Photoinduced metal-free atom transfer radical polymerization of acrylonitrile[J]. *ACS Macro Letters*, 2015, 4(2): 192-196.
- [24] Chen M, Zhong M, Johnson J A. Light-controlled radical polymerization: Mechanisms, methods, and applications[J]. *Chem Rev*, 2016, 116(17): 10167-10201.
- [25] 李鑫, 羊梦诗, 徐灿, 等. 丙烯腈单体自由基反应及光谱分析的研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2014, 34(9): 2331-2336.
(Li X, Yang M S, Xu C, et al. Study on free radical reaction and spectrum analysis of acrylonitrile monomer[J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2014, 34(9): 2331-2336.)
- [26] Frank E, Steudle L M, Ingildeev D, et al. Carbon fibers: Precursor systems, processing, structure, and properties[J]. *Angew Chem Int Ed Engl*, 2014, 53(21): 5262-5299.
- [27] Bol'bit N M, Dubova E A, Duffot V R, et al. The effect of the polymerization mechanism on the microstructure of chains and the rheology of polyacrylonitrile solutions[J]. *Polymer Science Series A*, 2011, 53(4): 289-295.
- [28] Kuz'min N I, Makarov A V, Podol'skaya T I, et al. Rheological properties of concentrated solutions of high-molecular-weight polyacrylonitrile in dimethyl sulfoxide[J]. *Fibre Chemistry*, 2011, 43(1): 104.
- [29] Zhang S C, Wen Y F, Yang Y G, et al. Effect of itaconic acid content on the thermal behavior of polyacrylonitrile[J]. *New Carbon Materials*, 2003, 18(4): 315-318.
- [30] Morris E A, Weisenberger M C, Bradley S B, et al. Synthesis, spinning, and properties of very high molecular weight poly(acrylonitrile-co-methyl acrylate) for high performance precursors for carbon fiber[J]. *Polymer*, 2014, 55(25): 6471-6482.

Preparation and characterization of polyacrylonitrile for carbon fiber manufacture by photo-induced polymerization

LI Li-shan^{1,2,3}, LIU Pei-pei^{1,2}, SU Ya-nan^{1,2,3}, ZHANG Xing-hua^{1,2,*}, ZHANG Shou-chun^{1,2,3}

(1. Key Laboratory of Carbon Materials, Institute of Coal Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Taiyuan 030001, China;

2. National Engineering Laboratory for Carbon Fiber Technology, Institute of Coal Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Taiyuan 030001, China;

3. Center of Materials Science and Optoelectronics Engineering, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: The control of the molecular weight of polyacrylonitrile and its distribution is important for carbon fiber preparation. Polyacrylonitrile was synthesized by photo-induced solution polymerization using acrylonitrile as the monomer and dimethyl sulfoxide as a solvent. The molecular weight and molecular weight distribution of the polyacrylonitrile were respectively determined by a viscosity method with an Ubbelohde viscometer and gel permeation chromatography. The functional groups on and the chain structure of polyacrylonitrile were analyzed by infrared spectroscopy and nuclear magnetic resonance spectroscopy. Results showed that with an increase of polymerization temperature or monomer concentration, the conversion of the monomer and the molecular weight increased. Compared with the traditional initiator-induced radical polymerization of acrylonitrile, photo-induced polymerization significantly narrows the molecular weight distribution. Polyacrylonitrile with both a high molecular weight and a relatively narrow molecular weight distribution was manufactured by photo-induced solution polymerization.

Key words: Acrylonitrile; Photo-induced polymerization; Molecular weight; Molecular weight distribution

Received data: 2019-03-06; **Revised date:** 2019-05-17

Foundation item: National Natural Science Foundation of China (U1510119); Key Development Projects for Chinese Academy of Sciences (CXJJ-16M127); Youth Innovation Promotion Association Funds for Chinese Academy of Sciences (2012140); Key R & D project of Shanxi Province (202003D111002); Special Project of Strategic Leading Science and Technology of Chinese Academy of Sciences(A) Sub Topic (XDA17040519), and Key R & D Projects of Shanxi Province (201803D121042)

Corresponding author: ZHANG Xing-hua, Associate Professor. E-mail: zhangxh@sxicc.ac.cn

Author introduction: LI Li-shan, Master Student. E-mail: 18335164300@163.com