



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114736525 B

(45) 授权公告日 2023.01.31

(21) 申请号 202210431914.8

C08K 3/04 (2006.01)

(22) 申请日 2022.04.23

C08K 9/02 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C08G 81/00 (2006.01)

申请公布号 CN 114736525 A

C08L 23/12 (2006.01)

C09K 5/14 (2006.01)

(43) 申请公布日 2022.07.12

(56) 对比文件

(73) 专利权人 广东安拓普聚合物科技有限公司

CN 104672495 A, 2015.06.03

地址 523000 广东省东莞市东城街道同沙

CN 110028775 A, 2019.07.19

科技园广汇工业区2号楼B2区、D区、E2

CN 114369337 A, 2022.04.19

区

CN 101336208 A, 2008.12.31

CN 107083163 A, 2017.08.22

(72) 发明人 李同兵 钟荣栋 刘悦

JP 2005264059 A, 2005.09.29

(74) 专利代理机构 深圳市华盛智荟知识产权代

WO 2020055691 A1, 2020.03.19

理事务所(普通合伙) 44604

WO 2016050209 A1, 2016.04.07

专利代理师 胡国英

施泽华等. 树枝状大分子液晶的分子设计及

其自组织超结构.《化学进展》.2009,第21卷(第7/8期),1534-1545.

(51) Int. Cl.

审查员 成澄

C08L 87/00 (2006.01)

C08K 9/12 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

C08K 9/06 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

一种应用于高导热弹性体的导热填料

(57) 摘要

本发明涉及一种应用于高导热弹性体的导热填料,属于复合材料技术领域,包括以下步骤制成:步骤一、复合导热材料的制备;步骤二、接枝氧化石墨烯的制备;步骤三、将复合导热材料、接枝氧化石墨烯加入乙醇和水的混合溶剂中,并超声分散20-40min,然后研磨1-1.5h,再转移至反应容器中,加入水合肼,室温搅拌还原6-24h,静置陈化,沉淀洗涤,干燥,得应用于高导热弹性体的导热填料。所述复合导热材料为改性超支化聚酯负载羟基氧化铝的导热材料,该材料中存在由羟基氧化铝和液晶基元组成的导热网络,且在该复合导热材料表面组装有接枝氧化石墨烯,使得所得的导热填料具有高导热性能。

1. 一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:包括以下步骤:

步骤一、将改性超支化聚酯和去离子水混合均匀后,搅拌下加入氯化铝溶液,并调节溶液pH值为10,加热至回流,搅拌3-4h,降至室温,静置陈化,沉淀洗涤,干燥,得复合导热材料;

步骤二、将氧化石墨烯加入乙醇中,超声分散20-40min,随后加热至40-60℃,缓慢滴加氨基硅氧烷,滴加完全后,搅拌反应2-4h,停止反应,过滤,洗涤,真空干燥,得接枝氧化石墨烯;

步骤三、将复合导热材料、接枝氧化石墨烯加入乙醇和水的混合溶剂中,并超声分散20-40min,然后研磨1-1.5h,再转移至反应容器中,加入水合肼,室温搅拌还原6-24h,静置陈化,沉淀洗涤,干燥,得应用于高导热弹性体的导热填料;

所述改性超支化聚酯包括以下步骤制成:

B1、将AB2型单体和对甲苯磺酸混合均匀后,氮气保护下加热至90-100℃,搅拌反应2-2.5h,再减压反应1.5-2h,再升温至110-120℃,搅拌反应2-2.5h,得超支化聚酯;

B2、将超支化聚酯、甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚和四氢呋喃混合均匀后,加入氢氧化钠的乙醇溶液,调节溶液pH为10-11,然后加热至90-95℃,搅拌反应10-16h,降至50℃,减压旋蒸,得改性超支化聚酯;

所述AB2型单体包括以下步骤制成:

C1、氮气保护、0-5℃下,将液晶单元A、二环己基碳二压胺和二甲基甲酰胺混合均匀后,并室温搅拌活化1-1.5h,加热至40-50℃,缓慢滴加三羟甲基氨基甲烷的二甲基甲酰胺溶液,加完后,继续搅拌反应6-8h,得含有液晶基元A的三元醇;

C2、将液晶基元A的三元醇和二甲基甲酰胺/四氢呋喃的混合溶剂混合均匀后,加入己二酸、对甲苯磺酸和甲基氢醌,打开冷凝水,加热至80-90℃,搅拌反应4-6h,经后处理,得AB2型单体。

2. 根据权利要求1所述的一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:步骤一中改性超支化聚酯、去离子水、氯化铝的用量比为100g:200-250mL:10-25g。

3. 根据权利要求1所述的一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:步骤二中氧化石墨烯、乙醇、氨基硅氧烷的用量比为10g:30-40mL:2.6-3.5g。

4. 根据权利要求1所述的一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:步骤三中,复合导热材料、接枝氧化石墨烯的质量比为85-100:15-30,水合肼的加入质量为接枝氧化石墨烯质量的1.5-3倍。

5. 根据权利要求1所述的一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:步骤B1中对甲苯磺酸的加入质量为AB2型单体加入质量的1-3%。

6. 根据权利要求1所述的一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:步骤B2中甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚和超支化聚酯的质量比为20-30:100。

7. 根据权利要求1所述的一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:步骤C1中液晶单元A、二环己基碳二压胺、三羟甲基氨基甲烷的摩尔比为1:1.5-2:1.3-1.5。

8. 根据权利要求1所述的一种应用于高导热弹性体的导热填料,其特征在于:步骤C2中液晶基元A的三元醇、己二酸的摩尔比为1.05-1.1:1。

## 一种应用于高导热弹性体的导热填料

### 技术领域

[0001] 本发明属于复合材料技术领域,具体地,涉及一种应用于高导热弹性体的导热填料。

### 背景技术

[0002] 随着电子器件的微型化和高功率化的发展,器件内部的温度显著升高,热管理成为决定其寿命及功率的关键因素。目前,在导热散热工业中传统的是使用金属材料或者合金作为导热材料。由于金属导热制品比重大、机械加工成本高、易于腐蚀、易导电等特点,限制了其在导热领域的进一步发展。而聚合物因其良好的加工性能、较低的密度、较好的化学稳定性以及绝缘性等,在导热领域受到广泛的关注。

[0003] 热塑性塑料如聚丙烯、聚乙烯、尼龙等因其化学性质稳定、机械加工性能良好以及可以多次加热循环重复使用等特点被广泛应用。普通聚合物的热导率低于 $0.3\text{W/mK}$ ,使其在使用过程中热量不能及时耗散、零部件发热现象严重、导致部件老化等问题,严重影响器件的使用寿命和稳定性,进而影响产品的使用性能。因此,在利用热塑性塑料应用于电子器件时,一般是需要向其添加大量的导热填料,以提高最终获得复合材料的导热性能。但是向树脂基材料中添加大量的导热填料时,导热填料的分散性成为该种导热弹性体加工中的难题,因导热填料一般为无机材料,与树脂基的有机材料存在相容性差,难以均匀分散,且分散后易在加工过程中团聚的问题,这些问题都影响着导热弹性体中均匀导热网络的形成,造成弹性体导热增强效果不理想的问题。

[0004] 因此,本发明提供了一种导热填料,对导热填料进行表面改性,使得其可以在树脂基弹性体中均匀稳定分散,使得树脂基弹性体中形成稳定的导热网络,获得高导热弹性体。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种应用于高导热弹性体的导热填料,以解决背景技术中的问题。

[0006] 本发明的目的可以通过以下技术方案实现:

[0007] 一种应用于高导热弹性体的导热填料,包括以下步骤制成:

[0008] 步骤一、将改性超支化聚酯和去离子水混合均匀后,搅拌下加入氯化铝溶液,并用 $1\text{mol/L}$ 的氢氧化钠溶液调节pH值为10,加热至回流,搅拌3-4h,升至,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得复合导热材料,其中,改性超支化聚酯、去离子水、氯化铝的用量比为 $100\text{g}:200\text{-}250\text{mL}:10\text{-}25\text{g}$ ;

[0009] 在上述反应中,利用了改性超支化聚酯的亲水性特点,在水中能够稳定分散,加入氯化铝溶液时,铝离子均匀分散在水中,能够进入改性超支化聚酯的空腔中,且该空腔中含有酰胺基、醚键、羰基等亲水键,促进了含有铝离子的水进行入,然后在碱性、水热条件下,该铝离子生产羟基氧化铝,通过改性超支化聚酯空腔可控制形成羟基氧化铝的粒径,使得形成的羟基氧化铝的粒径均匀,且实现了改性超支化聚酯对羟基氧化铝的负载,稳定了羟

基氧化铝的分布,而且改性超支化聚酯中含有大量的空腔,可实现羟基氧化铝的高负载量,同时改性超支化聚酯中含有液晶基元,具有一定的导热性能,因此,所得的复合导热材料中存在由均匀且稳定分散的羟基氧化铝和液晶基元组成的导热网络;

[0010] 步骤二、将氧化石墨烯加入乙醇中,超声分散20-40min,随后加热至40-60℃,缓慢滴加氨基硅氧烷,滴加完全后,搅拌反应2-4h,停止反应,过滤,去离子水洗,真空干燥,得接枝氧化石墨烯,其中,氧化石墨烯、乙醇、氨基硅氧烷的用量比为10g:30-40mL:2.6-3.5g,氨基硅氧烷为氨基硅烷偶联剂中的一种;

[0011] 步骤三、将复合导热材料、接枝氧化石墨烯加入乙醇和水的混合溶剂(乙醇和水任意比构成)中,并超声分散20-40min,然后转移至研磨机中研磨1-1.5h,再转移至反应容器中,加入水合肼,室温搅拌还原6-24h,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得应用于高导热弹性体的导热填料,复合导热材料、接枝氧化石墨烯的质量比为85-100:15-30,水合肼的加入质量为接枝氧化石墨烯质量的1.5-3倍。

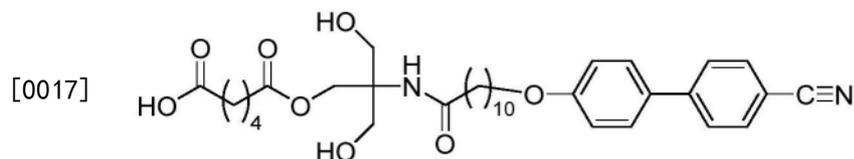
[0012] 在上述反应中,利用复合导热材料中的酰胺基、酯基、醚基易与接枝氧化石墨烯中的氨基产生氢键作用,利用超声分散和研磨技术,使得复合导热材料和接枝氧化石墨烯发生自组装,使得复合导热材料表面组装有接枝氧化石墨烯,利用石墨烯的高导热性能,进一步提高复合导热材料中导热网络的导热性能,同时利用复合导热材料中的有机分子链和石墨烯表面接枝的有机物之间的缠绕和氢键作用,促进石墨烯在树脂基材料中的均匀分散,以及提高分散的稳定性,随后利用水合肼为还原剂,使得氧化石墨烯还原,进一步提高了导热填料的导热性。

[0013] 进一步地,所述改性超支化聚酯包括以下步骤制成:

[0014] B1、将AB2型单体和对甲苯磺酸混合均匀后,氮气保护下加热至90-100℃,搅拌反应2-2.5h,再减压反应1.5-2h,再升温至110-120℃,搅拌反应2-2.5h,得超支化聚酯,对甲苯磺酸的加入质量为AB2型单体加入质量的1-3%;

[0015] B2、将超支化聚酯、甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚和四氢呋喃混合均匀后,加入氢氧化钠的乙醇溶液,调节溶液pH为10-11,然后加热至90-95℃,搅拌反应10-16h,降至50℃,减压旋蒸,得改性超支化聚酯,其中,甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚和超支化聚酯的质量比为20-30:100,甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚的相对分子量为2000。在上述反应中,利用超支化聚酯分子中的羟基和甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚中的环氧基反应,进而在超支化聚酯的分子链中引入聚乙二醇链,提高改性超支化聚酯的水溶性。

[0016] 进一步地,所述AB2型单体的分子结构式如下所示,可知A为羧基,B为羟基:

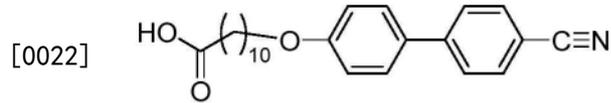


[0018] 进一步地,所述AB2型单体包括以下步骤制成:

[0019] C1、氮气保护、0-5℃下,将液晶单元A、二环己基碳二压胺和二甲基甲酰胺混合均匀后,并室温搅拌活化1-1.5h,加热至40-50℃,缓慢滴加三羟甲基氨基甲烷的二甲基甲酰胺溶液,加完后,继续搅拌反应6-8h,得含有液晶基元A的三元醇,其中,液晶单元A、二环己基碳二压胺、三羟甲基氨基甲烷的摩尔比为1:1.5-2:1.3-1.5;

[0020] C2、将液晶基元A的三元醇和二甲基甲酰胺/四氢呋喃的混合溶剂(二甲基甲酰胺、四氢呋喃的体积比为2:3)混合均匀后,加入己二酸、对甲苯磺酸和甲基氢醌,打开冷凝水,加热至80-90℃,搅拌反应4-6h,降至50℃减压旋蒸浓缩,水洗后,用乙醇重结晶,得AB2型单体,其中,液晶基元A的三元醇、己二酸的摩尔比为1.05-1.1:1,对甲苯磺酸的加入质量为液晶基元A的三元醇、己二酸总质量的0.5-2%,甲基氢醌的加入质量为液晶基元A的三元醇、己二酸总质量的2-4%。

[0021] 进一步地,所述液晶单元A的分子机构式如下所示:



[0023] 进一步地,所述液晶单元A通过以下步骤制成:

[0024] 将溴十一酸和丙酮混合均匀后,加入4'-氰基-4-羟基联苯、四丁基溴化铵和碳酸钾,加热至回流,并搅拌反应24h,停止反应,冷至室温,盐酸酸化、过滤,得固体,再将中间体溶于四氢呋喃中,再加入氢氧化钠溶液中,室温搅拌反应3d,停止反应,0℃下盐酸中和,抽滤、水洗,乙醇重结晶,得液晶单元A,其中,溴十一酸、4'-氰基-4-羟基联苯、碳酸钾、氢氧化钠的用量比为0.15-0.2mol:0.1mol:0.45-0.5mol:0.5mol,四丁基溴化铵的加入质量为溴十一酸、4'-氰基-4-羟基联苯总重量的4-7%。

[0025] 本发明的有益效果:

[0026] 为解决背景技术中提到的问题,本发明采用自制的改性超支化聚酯对羟基氧化铝进行负载,得复合导热材料,且改性超支化聚酯的分子结构中含有液晶基元,使得复合导热材料中形成由均匀分散的羟基氧化铝和液晶基元组成的导热网络,属于一种有机-无机导热复合填料,解决了无机导热填料在树脂基中分散不均匀以及分散不稳定的问题,为进一步增强该复合导热材料的导热性,本发明利用了酰胺基、酯基、醚基易与氨基产生氢键作用的原理,在复合导热材料表面组装有接枝氧化石墨烯,利用石墨烯的高导热性能,进一步提高复合导热材料中导热网络的导热性能,同时利用复合导热材料中的有机分子链和石墨烯表面接枝的有机物之间的缠绕和氢键作用,促进石墨烯在树脂基材料中的均匀分散,以及提高分散的稳定性,随后利用水合肼为还原剂,使得氧化石墨烯还原,进一步提高了导热填料的导热性,最后,因该导热填料中因含有大量的液晶基元,且该液晶基元含有氰基,其的引入能够提高树脂基材料的韧性,同时氰基在活泼氢(氨基)的作用下,易形成三嗪环的结构,提高了树脂基材料的耐化学性和热稳定性;

[0027] 综上所述,本发明所得的导热填料在树脂基料中能够均匀分散且稳定分散,具有高导热性能,以及提高树脂基料的韧性。

## 具体实施方式

[0028] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其它实施例,都属于本发明保护的范围。

[0029] 实施例1

[0030] 所述液晶单元A通过以下步骤制成：

[0031] 将0.2mol溴十一酸和300mL丙酮混合均匀后，加入0.1mol 4'-氰基-4-羟基联苯、3.63g四丁基溴化铵和0.5mol碳酸钾，加热至回流，并搅拌反应24h，停止反应，冷至室温，盐酸酸化、过滤，得固体，再将中间体溶于四氢呋喃中，再加入100mL 5mol/L的氢氧化钠溶液中，室温搅拌反应3d，停止反应，0℃下盐酸中和，抽滤、水洗，乙醇重结晶，得液晶单元A。

[0032] 实施例2

[0033] 改性超支化聚酯的制备：

[0034] B1、氮气保护、0℃下，将0.1mol液晶单元A、0.15mol二环己基碳二压胺和80mL二甲基甲酰胺混合均匀后，并室温搅拌活化1h，加热至40℃，缓慢滴加0.13mol三羟甲基氨基甲烷的二甲基甲酰胺溶液，加完后，继续搅拌反应6h，得含有液晶基元A的三元醇；

[0035] B2、将0.105mol实施例1制备的液晶基元A的三元醇和100mL二甲基甲酰胺/四氢呋喃的混合溶剂（二甲基甲酰胺、四氢呋喃的体积比为2:3）混合均匀后，加入0.1mol己二酸、对甲苯磺酸和甲基氢醌，打开冷凝水，加热至80℃，搅拌反应6h，降至50℃减压旋蒸浓缩，水洗后，用乙醇重结晶，得AB2型单体，对甲苯磺酸的加入质量为液晶基元A的三元醇、己二酸总质量的0.5%，甲基氢醌的加入质量为液晶基元A的三元醇、己二酸总质量的2%；

[0036] B3、将100g AB2型单体在氮气保护下加热熔融后，搅拌下加入1g对甲苯磺酸，搅拌5min，继续在氮气保护下，用冷凝水控制反应温度为90℃，搅拌反应2.5h，再减压反应1.5h，再升温至110℃，搅拌反应2.5h，得超支化聚酯；

[0037] B4、将100g超支化聚酯、20g甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚和200mL四氢呋喃混合均匀后，加入氢氧化钠的乙醇溶液，调节溶液pH为10，然后加热至90℃，搅拌反应16h，降至50℃，减压旋蒸，得改性超支化聚酯，甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚的相对分子量为2000。

[0038] 实施例3

[0039] 改性超支化聚酯的制备：

[0040] B1、氮气保护、5℃下，将0.1mol液晶单元A、0.2mol二环己基碳二压胺和80mL二甲基甲酰胺混合均匀后，并室温搅拌活化1.5h，加热至50℃，缓慢滴加0.15mol三羟甲基氨基甲烷的二甲基甲酰胺溶液，加完后，继续搅拌反应6h，得含有液晶基元A的三元醇；

[0041] B2、将0.11mol实施例1制备的液晶基元A的三元醇和100mL二甲基甲酰胺/四氢呋喃的混合溶剂（二甲基甲酰胺、四氢呋喃的体积比为2:3）混合均匀后，加入0.1mol己二酸、对甲苯磺酸和甲基氢醌，打开冷凝水，加热至90℃，搅拌反应4h，降至50℃减压旋蒸浓缩，水洗后，用乙醇重结晶，得AB2型单体，对甲苯磺酸的加入质量为液晶基元A的三元醇、己二酸总质量的0.5-2%，甲基氢醌的加入质量为液晶基元A的三元醇、己二酸总质量的2-4%；

[0042] B3、将100g AB2型单体在氮气保护下加热熔融后，搅拌下加入3g对甲苯磺酸，搅拌5min，继续在氮气保护下，用冷凝水控制反应温度为100℃，搅拌反应2h，再减压反应2h，再升温至120℃，搅拌反应2h，得超支化聚酯；

[0043] B4、将100g超支化聚酯、30g甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚和200mL四氢呋喃混合均匀后，加入氢氧化钠的乙醇溶液，调节溶液pH为11，然后加热至95℃，搅拌反应10h，降至50℃，减压旋蒸，得改性超支化聚酯，甲氧基聚乙二醇缩水甘油醚的相对分子量为2000。

[0044] 实施例4

[0045] 一种应用于高导热弹性体的导热填料的制备：

[0046] 步骤一、将100g实施例2制备的改性超支化聚酯和200mL去离子水混合均匀后,搅拌下加入100g含有10g氯化铝的水溶液,并用1mol/L的氢氧化钠溶液调节pH值为10,加热至回流,搅拌3h,升至,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得复合导热材料;

[0047] 步骤二、将10g氧化石墨烯加入30mL乙醇中,超声分散20min,随后加热至40℃,缓慢滴加2.6g氨基硅氧烷,滴加完全后,搅拌反应2h,停止反应,过滤,去离子水洗,真空干燥,得接枝氧化石墨烯,其中,氨基硅氧烷为KH550硅烷偶联剂;

[0048] 步骤三、将85g复合导热材料、15g接枝氧化石墨烯加入乙醇和水的混合溶剂(乙醇和水体积比2:1)中,并超声分散20min,然后转移至研磨机中研磨1h,再转移至反应容器中,加入水合肼,室温搅拌还原6h,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得应用于高导热弹性体的导热填料,其中,水合肼的加入质量为接枝氧化石墨烯质量的1.5倍。

[0049] 实施例5

[0050] 一种应用于高导热弹性体的导热填料的制备:

[0051] 步骤一、将100g实施例3制备的改性超支化聚酯和250mL去离子水混合均匀后,搅拌下加入100g含有20g氯化铝的水溶液,并用1mol/L的氢氧化钠溶液调节pH值为10,加热至回流,搅拌4h,升至,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得复合导热材料;

[0052] 步骤二、将10g氧化石墨烯加入40mL乙醇中,超声分散40min,随后加热至60℃,缓慢滴加3g氨基硅氧烷,滴加完全后,搅拌反应4h,停止反应,过滤,去离子水洗,真空干燥,得接枝氧化石墨烯,其中,氨基硅氧烷为KH540硅烷偶联剂;

[0053] 步骤三、将90g复合导热材料、20g接枝氧化石墨烯加入乙醇和水的混合溶剂(乙醇和水体积比1:1)中,并超声分散40min,然后转移至研磨机中研磨1.5h,再转移至反应容器中,加入水合肼,室温搅拌还原12h,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得应用于高导热弹性体的导热填料,其中,水合肼的加入质量为接枝氧化石墨烯质量的2倍。

[0054] 实施例6

[0055] 一种应用于高导热弹性体的导热填料的制备:

[0056] 步骤一、将100g实施例2制备的改性超支化聚酯和250mL去离子水混合均匀后,搅拌下加入100g含有25g氯化铝的水溶液,并用1mol/L的氢氧化钠溶液调节pH值为10,加热至回流,搅拌4h,升至,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得复合导热材料;

[0057] 步骤二、将10g氧化石墨烯加入40mL乙醇中,超声分散40min,随后加热至60℃,缓慢滴加3.5g氨基硅氧烷,滴加完全后,搅拌反应4h,停止反应,过滤,去离子水洗,真空干燥,得接枝氧化石墨烯,其中,氨基硅氧烷为KH792硅烷偶联剂;

[0058] 步骤三、将100g复合导热材料、30g接枝氧化石墨烯加入乙醇和水的混合溶剂(乙醇和水体积比3:1)中,并超声分散40min,然后转移至研磨机中研磨1.5h,再转移至反应容器中,加入水合肼,室温搅拌还原24h,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得应用于高导热弹性体的导热填料,其中,水合肼的加入质量为接枝氧化石墨烯质量的3倍。

[0059] 对比例1

[0060] 一种应用于高导热弹性体的导热填料的制备:

[0061] 步骤一、将10g氧化石墨烯加入30mL乙醇中,超声分散20min,随后加热至40℃,缓慢滴加2.6g氨基硅氧烷,滴加完全后,搅拌反应2h,停止反应,过滤,去离子水洗,真空干燥,得接枝氧化石墨烯,其中,氨基硅氧烷为KH550硅烷偶联剂;

[0062] 步骤二、将85g实施例2制备的改性超支化聚酯、15g接枝氧化石墨烯加入乙醇和水的混合溶剂(乙醇和水体积比2:1)中,并超声分散20min,然后转移至研磨机中研磨1h,再转移至反应容器中,加入水合肼,室温搅拌还原6h,静置陈化24h,沉淀用去离子水洗涤数次,干燥,得应用于高导热弹性体的导热填料,其中,水合肼的加入质量为接枝氧化石墨烯质量的1.5倍。

[0063] 对比例2

[0064] 一种应用于高导热弹性体的导热填料的制备:为实施例5步骤一制备的复合导热材料。

[0065] 对比例3

[0066] 一种应用于高导热弹性体的导热填料的制备:为实施例6步骤二制备的接枝石墨烯。

[0067] 实施例7

[0068] 将实施例4-6或对比例1-3获得的导热填料应用于聚丙烯树脂导热改性,其中,导热填料的加入质量为聚丙烯树脂的35%,然后进行以下性能测试:

[0069] 导热系数:根据ASTM D5470测试标准进行测试;DRL-111型导热系数测试仪;并且将上述获得的弹性体放置在模拟箱中100天后,测试其导热系数,模拟箱内设置温度为25℃,湿度为30%;

[0070] 拉伸强度和断裂伸长率:按照ASTM D412标准测试;

[0071] 空表组为聚丙烯树脂;

[0072] 上述测试数据如表1所示。

[0073] 表1

	起始导热系数 (W/(m·k))	100 天后导热系数 (W/(m·k))	拉伸强度 (MPa)	断裂伸长率 (%)
实施例 4	1.57	1.41	26.8	654
实施例 5	1.68	1.54	27.3	644
[0074] 实施例 6	1.73	1.61	28.1	632
对比例 1	1.05	0.97	26.7	649
对比例 2	0.96	0.85	27.0	647
对比例 3	0.77	0.45	23.2	546
空白组	0.23	0.22	19.1	535

[0075] 从表1中的数据可以看出,实施例4-5所得的导热填料引入聚丙烯树脂中可以极大地提高聚丙烯树脂基体的导热性能,以及弹性性能。

[0076] 在说明书的描述中,参考术语“一个实施例”、“示例”、“具体示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不一定指的是相同的实施例或示例。而

且,描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任何的一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。

[0077] 以上内容仅仅是对本发明所作的举例和说明,所属本技术领域的技术人员对所描述的具体实施例做各种各样的修改或补充或采用类似的方式替代,只要不偏离发明或者超越本权利要求书所定义的范围,均应属于本发明的保护范围。