



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 116082108 B

(45) 授权公告日 2024.03.29

(21) 申请号 202211492466.9

C06D 5/00 (2006.01)

(22) 申请日 2022.11.25

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 108529611 A, 2018.09.14

申请公布号 CN 116082108 A

CN 112010885 A, 2020.12.01

CN 112028725 A, 2020.12.04

(43) 申请公布日 2023.05.09

CN 112047793 A, 2020.12.08

(73) 专利权人 西安近代化学研究所

CN 112047795 A, 2020.12.08

地址 710065 陕西省西安市雁塔区丈八东路168号

CN 115323623 A, 2022.11.11

KR 101919495 B1, 2018.11.16

(72) 发明人 汪营磊 陆婷婷 丁峰 赵昱
刘亚静

审查员 王聪

(74) 专利代理机构 西安恒泰知识产权代理事务
所 61216

专利代理师 李婷

(51) Int. Cl.

C06B 45/10 (2006.01)

权利要求书1页 说明书7页 附图9页

(54) 发明名称

一种氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的
制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体 (BAMO-AMMO-ETPE) 复合物的制备方法本发明的制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物可以提高原有BAMO-AMMO-ETPE的力学性能,应力提高1.0MPa~3.54MPa,应变提高0.50~2.62,玻璃化温度降低了0.1℃~0.4℃,促进BAMO-AMMO-ETPE分解,BAMO-AMMO-ETPE热分解后的残渣量降低了3.42%~13.22%,并且制备方法容易,成本较低。

1. 一种氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的制备方法,其特征在于:该方法包括如下步骤:

步骤1:对BAMO-AMMO-ETPE进行预处理;

步骤2:将氧化石墨烯与丙酮混合,再进行超声分散;

步骤3:将预处理后的BAMO-AMMO-ETPE与丙酮进行混合,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;

步骤4:将步骤2得到的氧化石墨烯分散液倒入步骤3得到的BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间,进行均匀搅拌,然后进行超声分散,静置成型,即得到相应的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物。

2. 如权利要求1所述的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的制备方法,其特征在于:所述的步骤1对BAMO-AMMO-ETPE进行预处理方法包括:

步骤1-1:将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;

步骤1-2:过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

3. 如权利要求2所述的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的制备方法,其特征在于:所述的步骤2,氧化石墨烯与丙酮的用量比为:5mg ~ 80mg:12g ~ 220g,氧化石墨烯与丙酮混合后,在20 ~ 35℃的温度范围内超声分散1 ~ 2h。

4. 如权利要求2所述的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的制备方法,其特征在于:所述的步骤3预处理的BAMO-AMMO-ETPE与丙酮用量比为:2g ~ 10g:40g ~ 126g;在20 ~ 35℃的温度范围内搅拌1 ~ 2h,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液。

5. 如权利要求2所述的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的制备方法,其特征在于:所述的步骤4中将步骤2得到的氧化石墨烯分散液倒入步骤3得到的BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间为55-60℃,然后进行均匀搅拌6-8小时,并在20 ~ 35℃温度范围内进行超声分散20 ~ 40min,静置成型。

一种氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于含能材料领域,具体涉及一种氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物及其制备方法。

背景技术

[0002] 含能热塑性弹性体(ETPE)作为固体推进剂粘合剂,可赋予推进剂高能量、钝感、低特征信号和可回收等优点。叠氮类含能热塑性弹性体具有放热量大、分解时不需要耗氧、与硝胺类炸药具有良好的相容性等优点得到了人们广泛关注。聚3,3'-双叠氮甲基环氧丁烷(BAMO)具有很高的能量水平,而3-叠氮甲基-3'-甲基环氧丁烷(AMMO)的机械性能和低温力学性能优异,其共聚物被认为是最具有应用前景的下一代推进剂的首选黏合剂。BAMO-AMMO-ETPE具有较高的玻璃化转变温度与密度,但其力学性能欠佳。

[0003] 目前改善BAMO-AMMO-ETPE力学性能的方法主要是在其制备中引入不同基团的方法。甘孝贤等在《BAMO/AMMO基ETPE的合成与性能》(火炸药学报,2008,31(2):81~85)一文中用Sanderson的合成方法制备了数均分子量在25000左右的了BAMO-AMMO-ETPE。合成出的共聚物具有可熔可溶的特点,室温抗拉强度和延伸率约为5MPa和400%。Chi Zhang等使用碳纳米管(CNT-OH)代替传统添加剂三羟甲基乙烷(TME),制备了CNT-OH/BAMO-AMMO-ETPE,其中抗拉强度达到10.4MPa,热分解温度236℃。目前报道的方法均通过反应改变BAMO-AMMO-ETPE的结构,从而改善其性能,并未通过添加物,对结构确定的BAMO-AMMO-ETPE进行性能改善。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是克服背景技术中存在的缺陷和不足,提供一种氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物的制备方法。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明的整体思路是:通过将氧化石墨烯引入BAMO-AMMO-ETPE中,制备成复合物,在不改变BAMO-AMMO-ETPE合成方法的情况下,通过改变氧化石墨烯的加入量,改善BAMO-AMMO-ETPE力学性能、促进BAMO-AMMO-ETPE分解、降低BAMO-AMMO-ETPE玻璃化温度。

[0006] 为了解决现有技术存在的缺陷或者不足,本申请公开的氧化石墨烯/聚3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物的制备方法,它不需要改进BAMO-AMMO-ETPE合成方法,能够直接改善BAMO-AMMO-ETPE力学性能、促进BAMO-AMMO-ETPE分解、降低BAMO-AMMO-ETPE玻璃化温度、反应高效、生产成本低。

[0007] 为了实现上述技术任务,本发明采用如下技术方案予以解决:

[0008] 一种氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的制备方法,该方法包括如下步骤:

[0009] 步骤1:对BAMO-AMMO-ETPE进行预处理;

- [0010] 步骤2:将氧化石墨烯与丙酮混合,再进行超声分散;
- [0011] 步骤3:将预处理后的BAMO-AMMO-ETPE与丙酮进行混合,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;
- [0012] 步骤4:将步骤2得到的氧化石墨烯分散液倒入步骤3得到的BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间,进行均匀搅拌,然后进行超声分散,静置成型,即得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。
- [0013] 进一步地,所述的步骤1对BAMO-AMMO-ETPE进行预处理方法包括:
- [0014] 步骤1-1:将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;
- [0015] 步骤1-2:过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。
- [0016] 优选地,所述的步骤2,氧化石墨烯与丙酮的用量比为:5mg~80mg:12g~220g,氧化石墨烯与丙酮混合后,在20~35℃的温度范围内超声分散1~2h。
- [0017] 优选地,所述的步骤3预处理的BAMO-AMMO-ETPE与丙酮用量比为:2g~10g:40g~126g;在20~35℃的温度范围内搅拌1~2h,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液。
- [0018] 优选地,所述的步骤4中将步骤2得到的氧化石墨烯分散液倒入步骤3得到的BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间为55-60℃,然后进行均匀搅拌6-8小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型。
- [0019] 本发明与现有技术相比,有益的技术效果如下:
- [0020] 本发明的制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物可以提高原有BAMO-AMMO-ETPE的力学性能,应力提高1.0MPa~3.54MPa,应变提高0.50~2.62,玻璃化温度降低了0.1℃~0.4℃,促进BAMO-AMMO-ETPE分解,BAMO-AMMO-ETPE热分解后的残渣量降低了3.42%~13.22%,并且制备方法容易,成本较低。

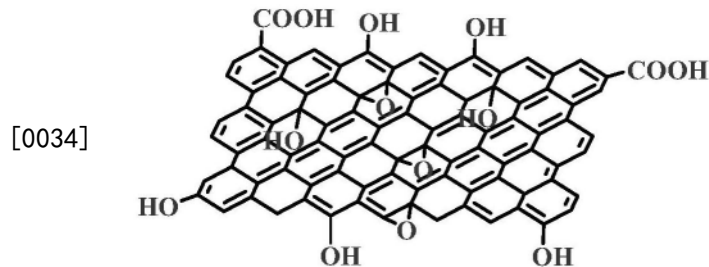
附图说明

- [0021] 图1是本发明的实施例涉及制备的原料BAMO-AMMO-ETPE应变应力图。
- [0022] 图2是本发明的实施例涉及制备的原料BAMO-AMMO-ETPE热分解TG图。
- [0023] 图3是本发明的实施例涉及制备的原料BAMO-AMMO-ETPE玻璃化温度。
- [0024] 图4是本发明的实施例1制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应变应力图。
- [0025] 图5是本发明的实施例1制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物热分解TG图。
- [0026] 图6是本发明的实施例涉及制备的原料氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物玻璃化温度。
- [0027] 图7是本发明的实施例1制备的原料BAMO-AMMO-ETPE复合物SEM图。
- [0028] 图8是本发明的实施例1制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物SEM图。
- [0029] 图9是本发明的实施例涉及制备的原料BAMO-AMMO-ETPE红外图。
- [0030] 图10是本发明的实施例1制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物红外图。
- [0031] 以下结合具体实施方式对本发明的详细内容给与解释说明。

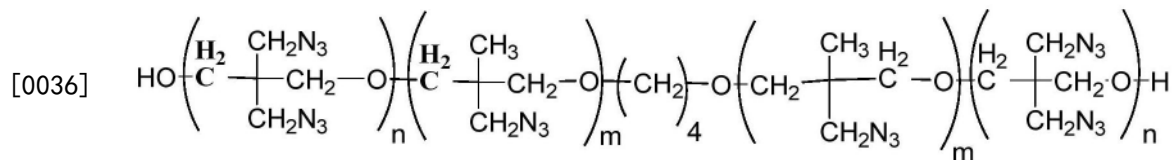
具体实施方式

[0032] 氧化石墨烯作为一种二维的碳纳米结构材料在纳米复合材料、传感器、储氢电容器和电池等领域甚受关注。氧化石墨烯具有极高的力学性能、良好的生物相容性、优越的电子运输能力和优良的电化学性能,使得它成为一种较为理想的改善材料力学性能的化合物。

[0033] 其中氧化石墨烯的分子结构如下所示:



[0035] 另外,BAMO-AMMO-ETPE的分子结构如下所示:



[0037] 其中 $30 \leq n, m \leq 45$,且 m 和 n 为整数。

[0038] 本发明涉及的原料中,氧化石墨烯原料通过经销商北京百灵威科技有限公司购买。本发明原料中的3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体BAMO-AMMO-ETPE均根据《BAMO/AMMO基ETPE的合成与性能》,火炸药学报,31(2):81-85文献中披露的方法制备而成。BAMO-AMMO-ETPE相对分子质量25000,应力为3.26MPa,应变为6.47,TG测试的残渣量16.7%,玻璃化温度(T_g)为-36.3°C。其中图1,2,3分别为制备涉及的原料BAMO-AMMO-ETPE的应变应力图,玻璃化温度图和TG热分解图。

[0039] 实施例1

[0040] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0041] 将5mg氧化石墨烯加入110g丙酮中,在25°C超声分散1.5h,将预处理后的BAMO-AMMO-ETPE 3.0g加入到100g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间55°C,然后进行均匀搅拌6.5小时,并在20~35°C温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,即得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。得到的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为6.80MPa,较BAMO-AMMO-ETPE提高了3.54MPa,应变为9.09,提高了2.62,残渣量为3.48%,较BAMO-AMMO-ETPE下降了13.22%,玻璃化温度为-36.7°C,较BAMO-AMMO-ETPE降低了0.4°C。其中图4,5,6分别为实施例1制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的应变应力图、热分解图和玻璃化温度图。

[0042] 结构分析

[0043] 1.扫描电镜(SEM)分析

[0044] 使用扫描电镜对BAMO-AMMO-ETPE及其复合物的表面形貌进行了研究。纯BAMO-AMMO-ETPE比较光滑,当氧化石墨烯加入后,BAMO-AMMO-ETPE复合物变得比较粗糙,而且可以看见片状的氧化石墨烯,而BAMO-AMMO-ETPE包覆在上面。图7是实施例1制备的原料BAMO-AMMO-ETPE的SEM图。图8是实施例1制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的SEM图。

[0045] 2. 红外分析

[0046] 氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的红外图谱与/BAMO-AMMO-ETPE复合物的红外图谱相似,因为氧化石墨烯加入量少,并且它的特征峰如羟基、羰基、烷氧基等官能团,BAMO-AMMO-ETPE中也有。图9是制备的原料BAMO-AMMO-ETPE的红外图。图10是实施例1制备的氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物的红外图。

[0047] 实施例2

[0048] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0049] 将55mg氧化石墨烯加入120g丙酮中,在30℃超声分散2.0h,将预处理后的BAMO-AMMO-ETPE 5.2g加入到118g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间57℃,然后进行均匀搅拌6.5小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,即得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为5.23MPa,应变为8.54,残渣量为10.89%,玻璃化温度为-36.4℃。

[0050] 实施例3

[0051] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0052] 将45mg氧化石墨烯加入110g丙酮中,在30℃超声分散1.5h,将预处理后的BAMO-AMMO-ETPE 2.2g加入到105g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间57℃,然后进行均匀搅拌8小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为6.14MPa,应变为7.87,残渣量为6.96%,玻璃化温度为-36.6℃。

[0053] 实施例4

[0054] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0055] 将36mg氧化石墨烯加入105g丙酮中,在30℃超声分散2.0h,将预处理后的BAMO-AMMO-ETPE 3.2g加入到138g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间56℃,然后进行均匀搅拌7小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-

叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体 (BAMO-AMMO-ETPE) 复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为5.47MPa,应变为7.55,残渣量为5.71%,玻璃化温度为-36.4℃。

[0056] 实施例5

[0057] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0058] 将28mg氧化石墨烯加入95g丙酮中,在25℃超声分散1.5h,将预处理后的BAMO-AMMO-ETPE 4.2g加入到126g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间58℃,然后进行均匀搅拌8小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体 (BAMO-AMMO-ETPE) 复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为5.74MPa,应变为8.54,残渣量为6.89%,玻璃化温度为-36.6℃。

[0059] 实施例6

[0060] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0061] 将18mg氧化石墨烯加入100g丙酮中,在27℃超声分散1.2h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 3.5g加入到106g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间59℃,然后进行均匀搅拌7小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体 (BAMO-AMMO-ETPE) 复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为4.59MPa,应变为8.11,残渣量为11.52%,玻璃化温度为-36.7℃。

[0062] 实施例7

[0063] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0064] 将23mg氧化石墨烯加入76g丙酮中,在26℃超声分散1.1h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 2.7g加入到98g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间60℃,然后进行均匀搅拌6小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体 (BAMO-AMMO-ETPE) 复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为6.42MPa,应变为8.55,残渣量为10.98%,玻璃化温度为-36.4℃。

[0065] 实施例8

[0066] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0067] 将21mg氧化石墨烯加入56g丙酮中,在25℃超声分散1.3h,将预处理后BAMO-AMMO-

ETPE 3.2g加入到88g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间58℃,然后进行均匀搅拌7小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为4.33MPa,应变为6.98,残渣量为13.22%,玻璃化温度为-36.5℃。

[0068] 实施例9

[0069] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0070] 将16mg氧化石墨烯加入46g丙酮中,在25℃超声分散1.4h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 2.2g加入到78g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间59℃,然后进行均匀搅拌7.5小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为5.82MPa,应变为7.38,残渣量为4.52%,玻璃化温度为-36.6℃。

[0071] 实施例10

[0072] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0073] 将12mg氧化石墨烯加入38g丙酮中,在25℃超声分散1.4h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 2.2g加入到78g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间59℃,然后进行均匀搅拌7.6小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为6.24MPa,应变为8.74,残渣量为6.87%,玻璃化温度为-36.5℃。

[0074] 实施例11

[0075] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0076] 将12mg氧化石墨烯加入38g丙酮中,在25℃超声分散1.4h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 2.2g加入到78g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间59℃,然后进行均匀搅拌7.6小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为5.00MPa,应变为7.56,残渣量为7.84%,玻璃化温度为-36.5℃。

[0077] 实施例12

[0078] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0079] 将8mg氧化石墨烯加入28g丙酮中,在24℃超声分散1.9h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 2.6g加入到68g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间60℃,然后进行均匀搅拌8小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为4.47MPa,应变为7.96,残渣量为6.97%,玻璃化温度为-36.6℃。

[0080] 实施例13

[0081] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0082] 将5mg氧化石墨烯加入23g丙酮中,在24℃超声分散2h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 2.1g加入到48g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间60℃,然后进行均匀搅拌7.6小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为6.01MPa,应变为7.59,残渣量为10.85%,玻璃化温度为-36.4℃。

[0083] 实施例14

[0084] 将BAMO-AMMO-ETPE在丙酮中进行回流、沉淀;过滤掉白色絮状沉淀物,得到预处理后的BAMO-AMMO-ETPE。

[0085] 将5mg氧化石墨烯加入12g丙酮中,在24℃超声分散2h,将预处理后BAMO-AMMO-ETPE 3.7g加入到68g丙酮中,过滤到其中不溶物,得到BAMO-AMMO-ETPE清液;将超声分散后的氧化石墨烯分散液倒入BAMO-AMMO-ETPE清液中,将混合溶液提升至BAMO-AMMO-ETPE预处理时的回流温度区间55℃,然后进行均匀搅拌6.6小时,并在20~35℃温度范围内进行超声分散20~40min,静置成型,得到相应的氧化石墨烯/3,3-双叠氮甲基氧丁环基和3-叠氮甲基-3-甲基氧丁环基含能热塑性弹性体(BAMO-AMMO-ETPE)复合物。氧化石墨烯/BAMO-AMMO-ETPE复合物应力为4.85MPa,应变为7.56,残渣量为8.78%,玻璃化温度为-36.5℃。

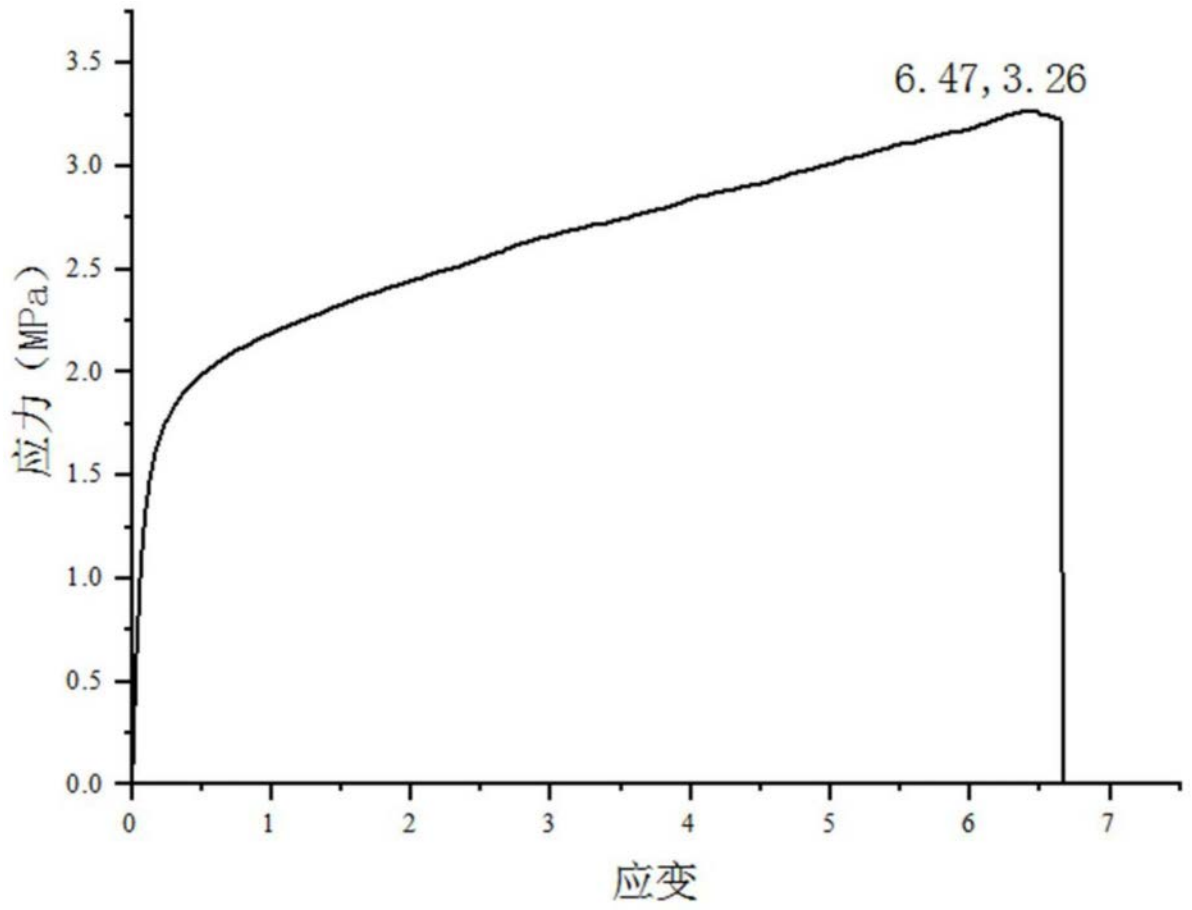


图1

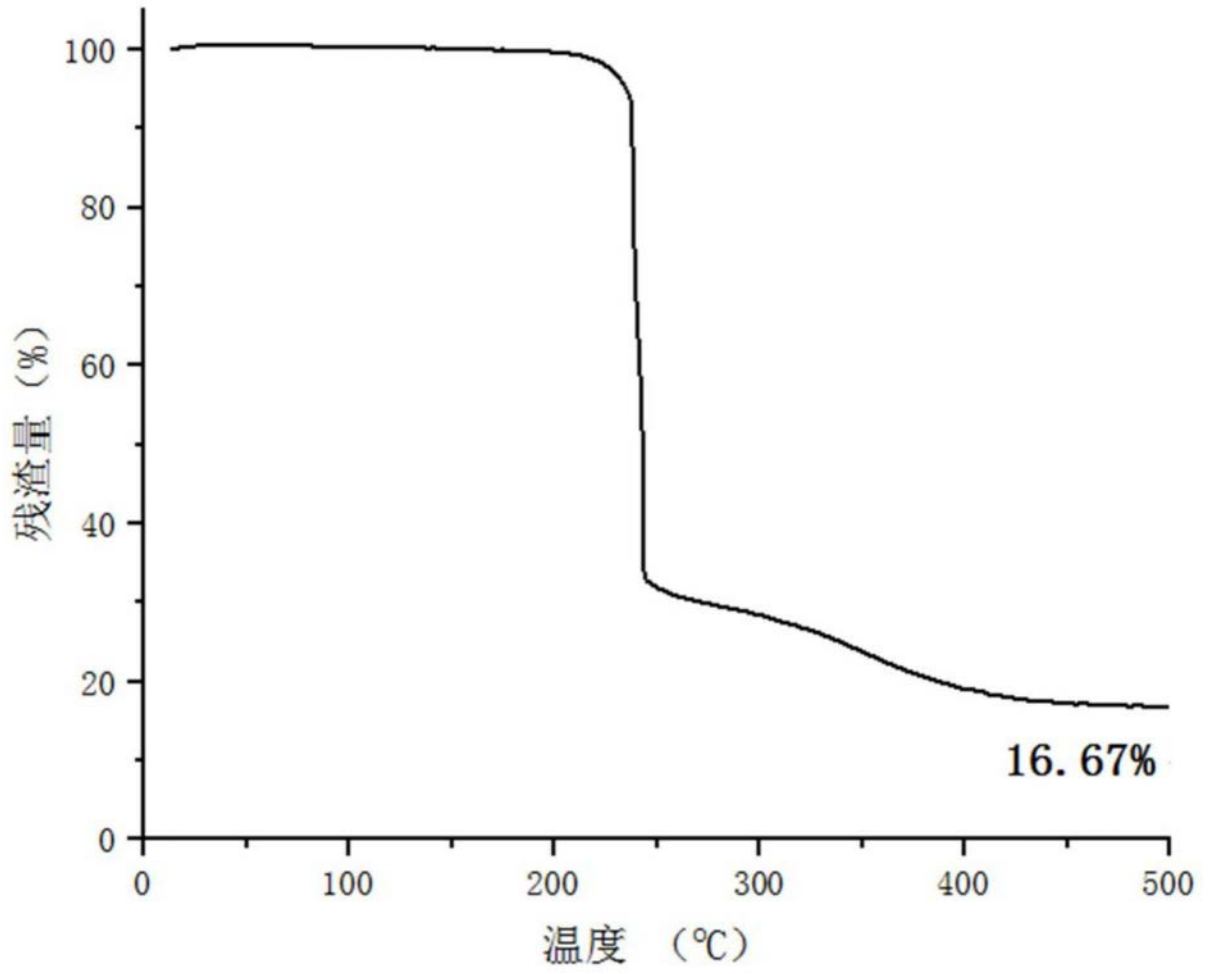


图2

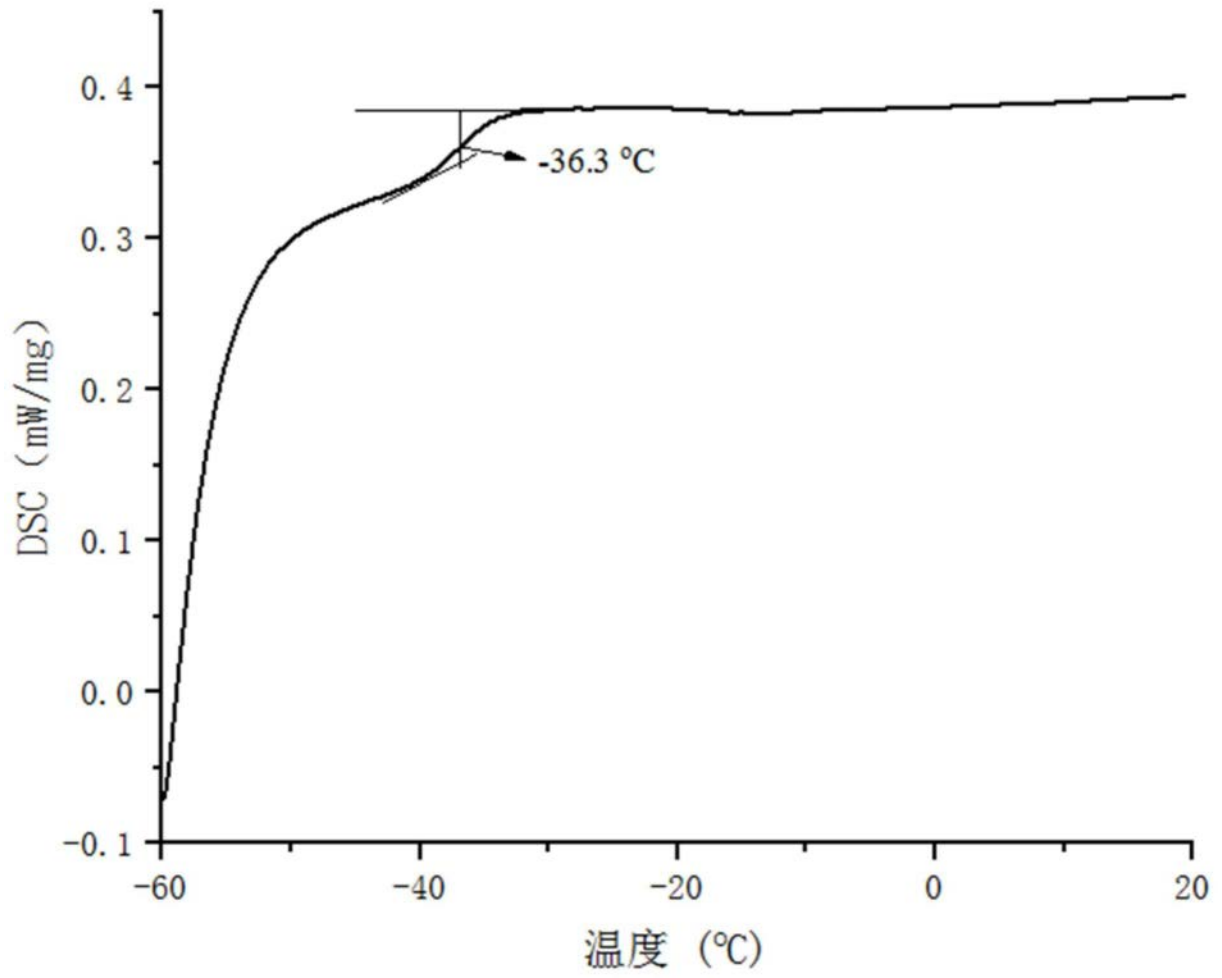


图3

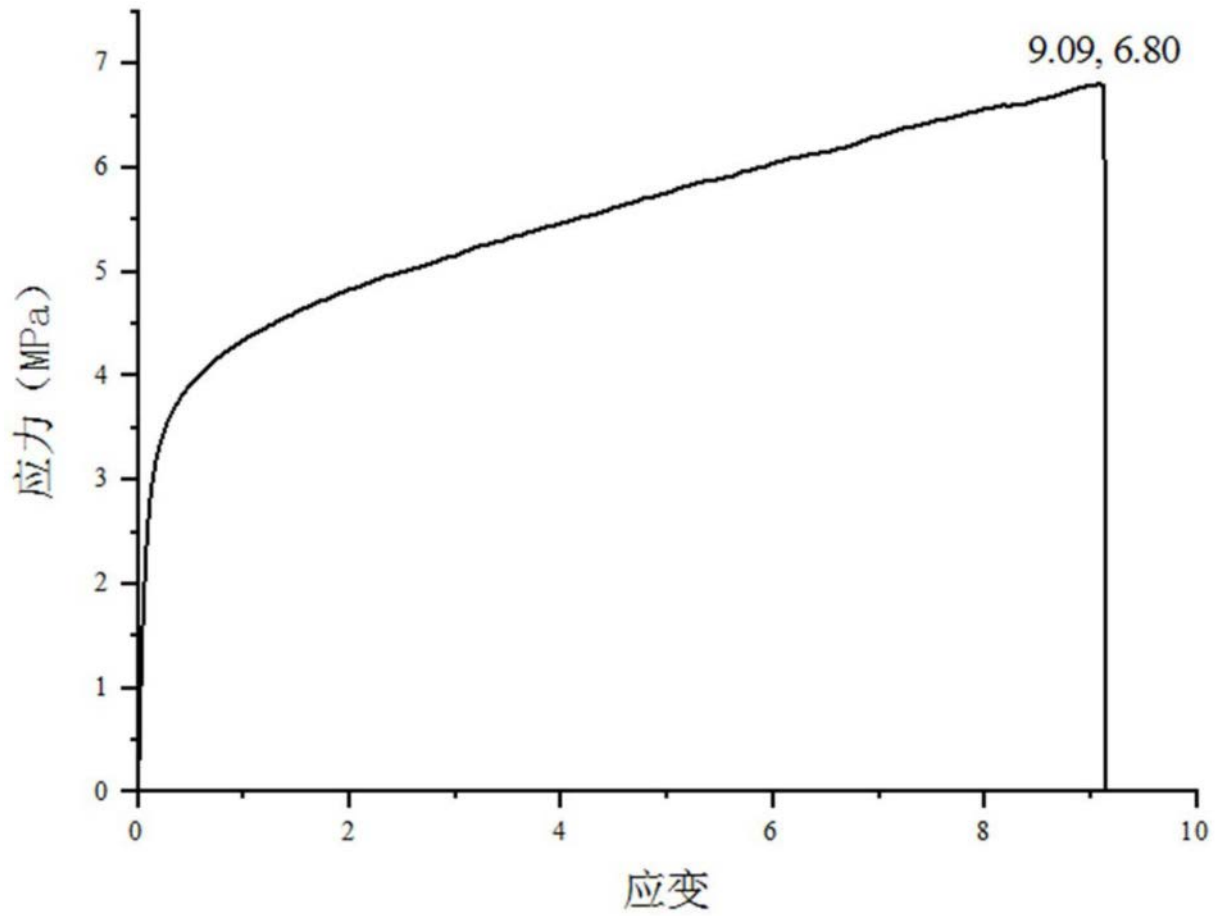


图4

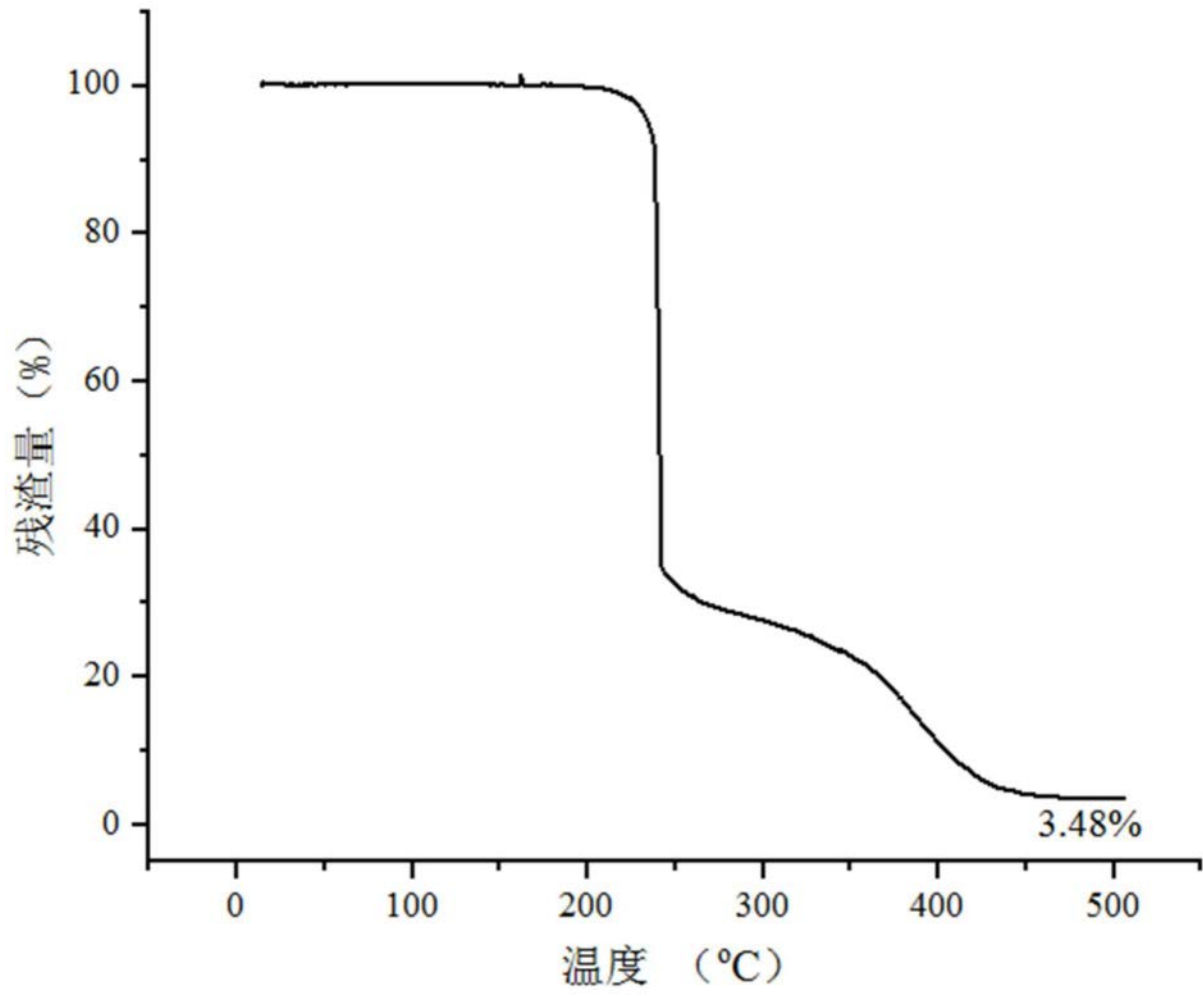


图5

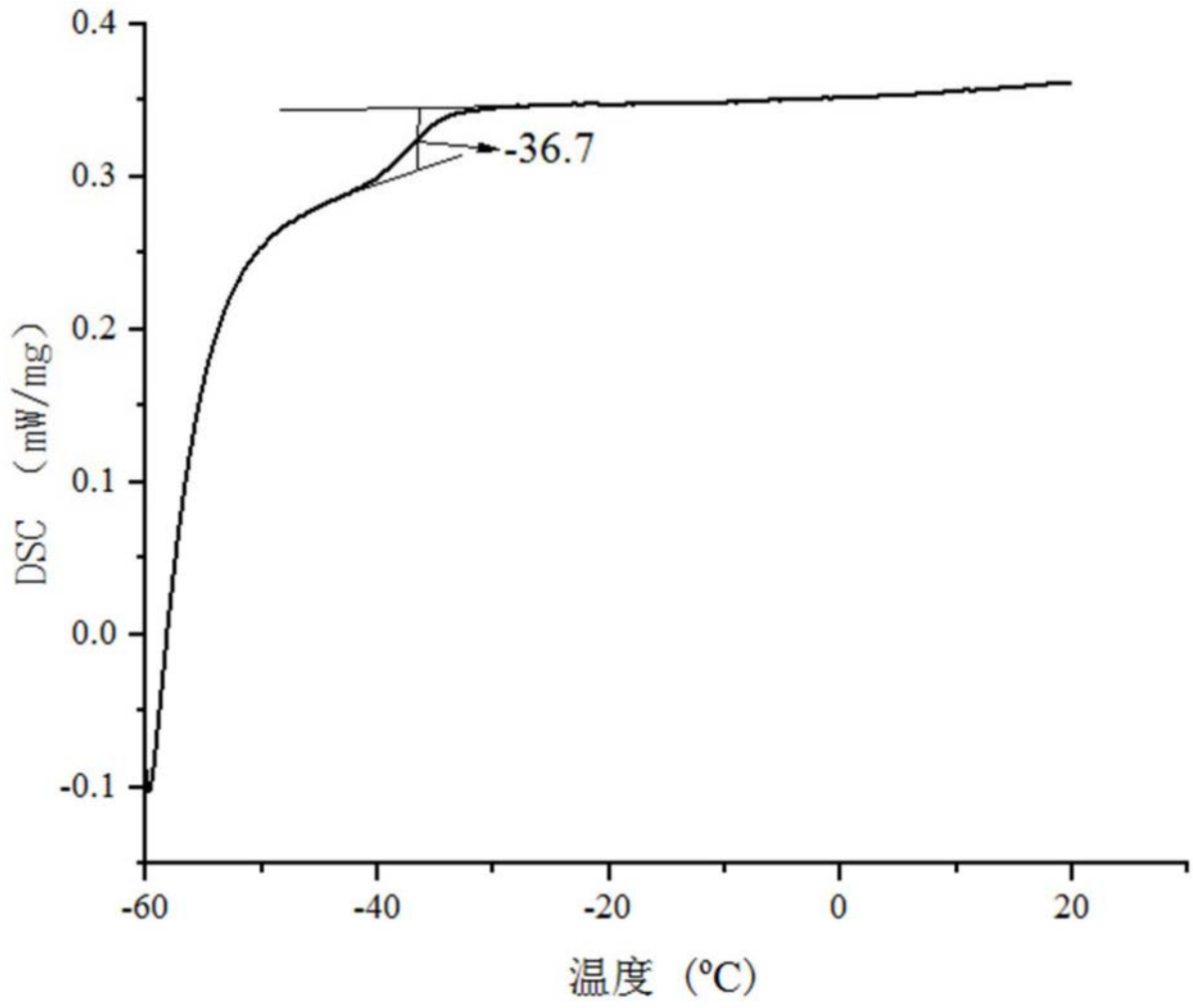


图6

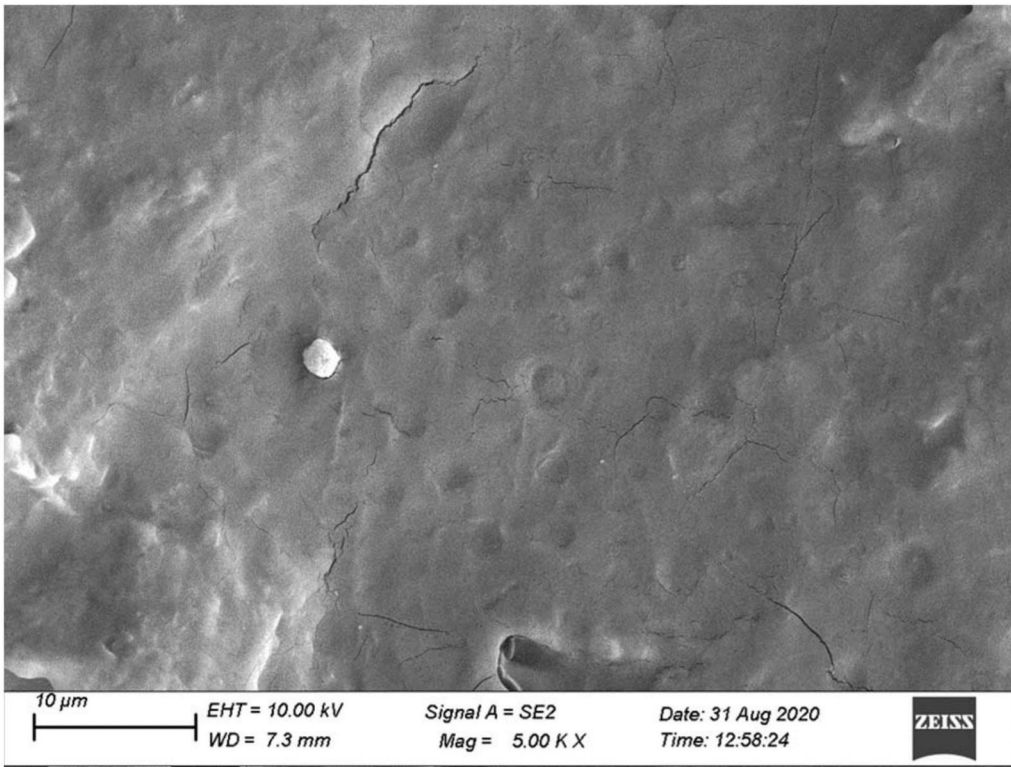


图7

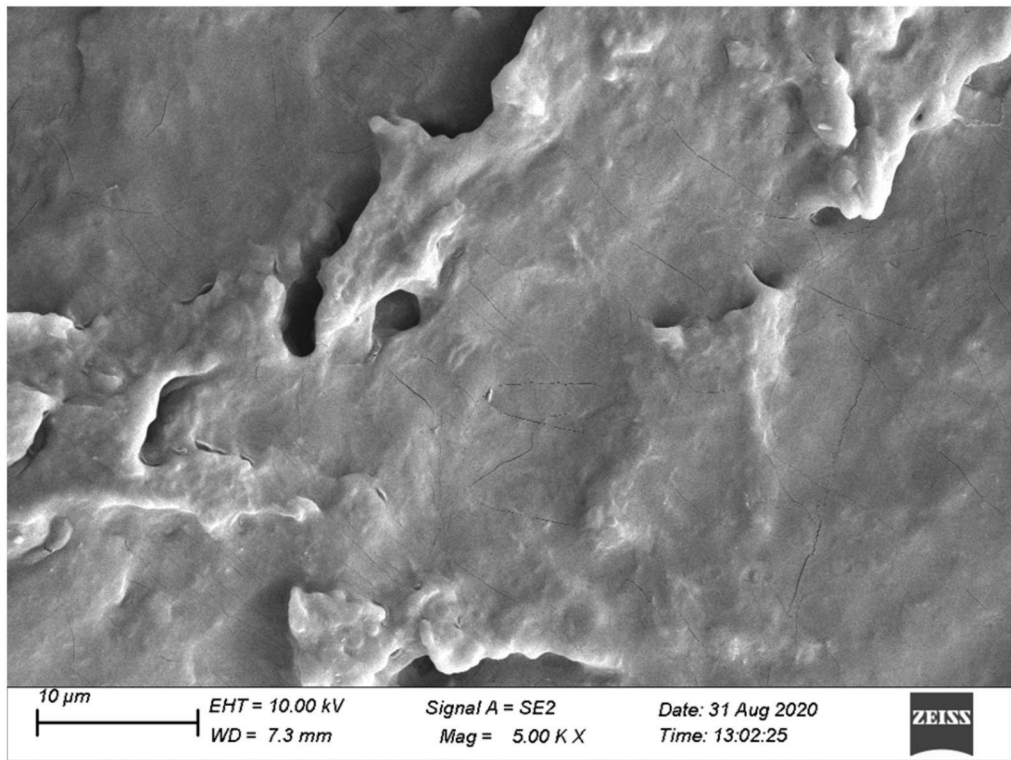


图8

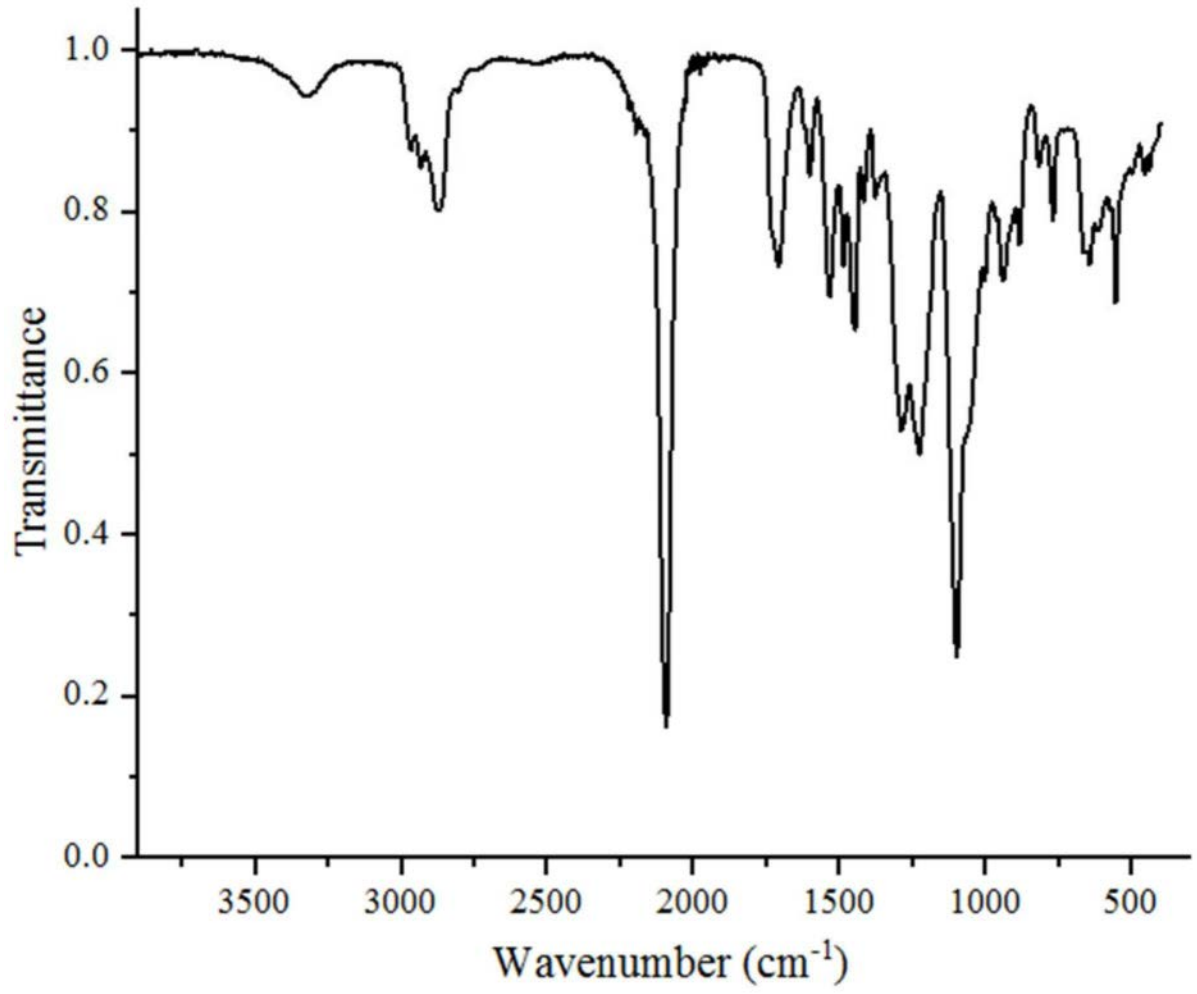


图9

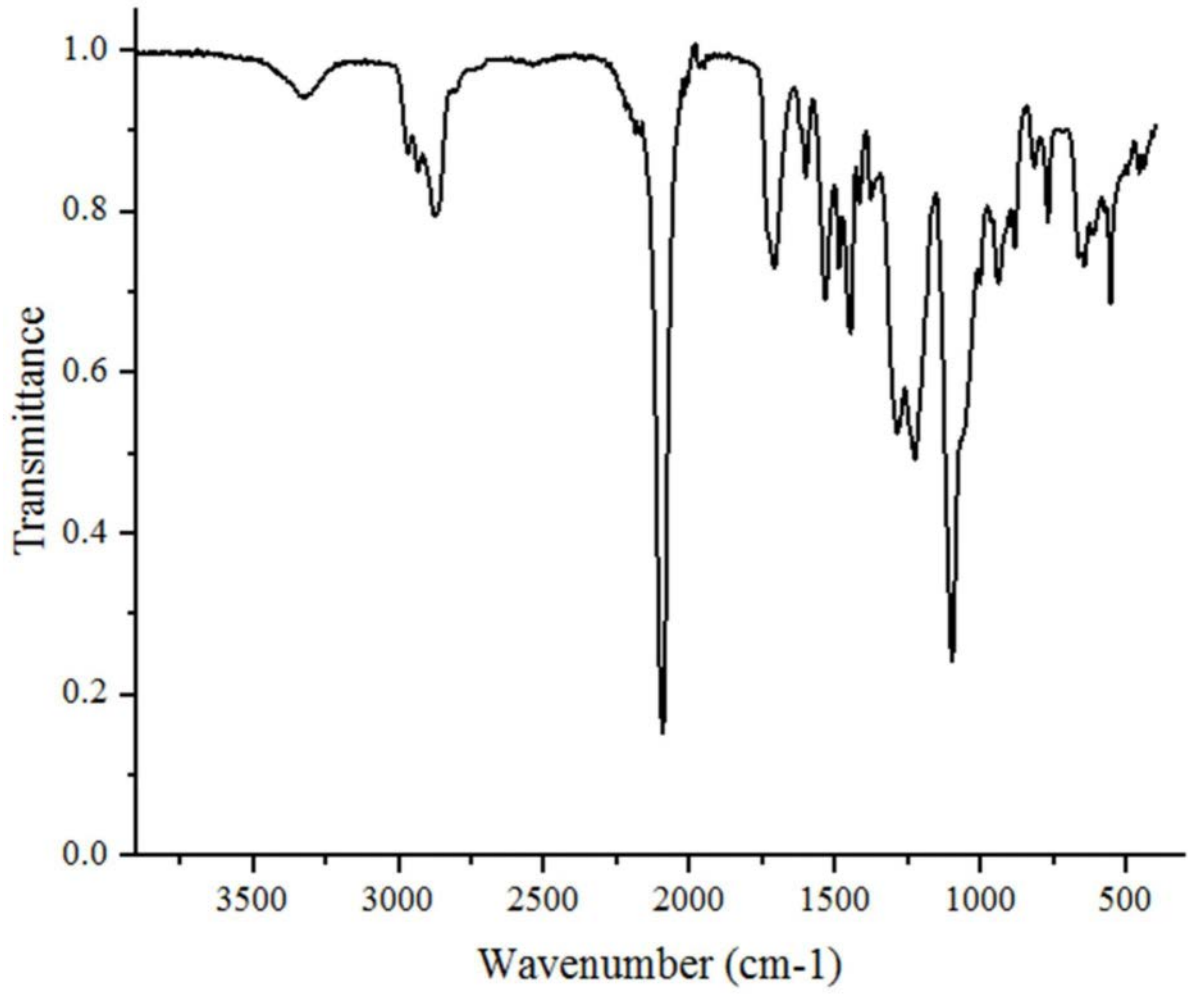


图10