

FORSCHUNGSBERICHT

Tribologisch wirksame Pseudofeststoffe für mechanisch und thermisch hoch belastbare Thermoplastbauteile

Schmierstoffmikrokapseln II

Moritz Grünewald, Alexandra Latnikova, Michael Heilig, Michael Bosse, Andreas Köppel, Johannes Rudloff, Benjamin Baudrit, Gunnar Engelmann, Martin Bastian

SKZ – Das Kunststoff-Zentrum

Danksagung

Das Vorhaben 21707 BG der Forschungsvereinigung Fördergemeinschaft für das Süd-deutsche Kunststoff-Zentrum e.V. (FSKZ) wurde über die Arbeitsgemeinschaft industri-eller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Kurzfassung

Hohe Reibungskräfte sind eine der häufigsten Ursachen für Schadensfälle bei tribologisch beanspruchten Bauteilen. Ziel des Forschungsprojekts war es durch Schmierstoffmikrokapseln Reibung und Verschleiß zu reduzieren. Aufbauend auf dem Vorgängerprojekt, lag das Ziel in diesem Projekt auf der Einarbeitung der Mikrokapseln in technische Kunststoffe. Hierfür war die Entwicklung von thermisch beständigeren Mikrokapseln notwendig. Um den Rückgang der mechanischen Eigenschaften durch die Einbringung von Mikrokapseln entgegenzuwirken, wurde beispielsweise die Compoundierung von faserverstärkten Kunststoffen mit Mikrokapseln untersucht. Außerdem wurden Untersuchungen zum Mehrkomponentenspritzgießen durchgeführt.

Mikrokapseln wurden mit vier unterschiedlichen Kapselwandmaterialien (MF, PU, PA und PVA) synthetisiert. Es wurde demonstriert, dass Mikrokapseln bestehend mit einem breiten Spektrum an physikochemischen Eigenschaften, wie z.B. Größe, thermische Stabilität und Wandmaterialanteil, effizient im Technikumsmaßstab hergestellt und in Form eines trockenen Pulvers (Lufttrocknung oder Sprühtrocknung) isoliert werden können.

Die Einarbeitung dieser Kapseln erfolgte auf einem Doppelschneckenextruder. Mittels Spritzgießen wurden die hergestellten Compounds hinsichtlich dieses bedeutenden Formgebungsverfahrens validiert. Es konnten Compounds basierend auf POM, PBT, PA6 und PA6.6 bei Verarbeitungstemperaturen von bis zu 265 °C hergestellt werden. Die zusätzliche Einarbeitung von Verstärkungsfasern war möglich.

Die tribologischen Prüfungen zeigten, dass durch den Einsatz von Schmierstoffmikrokapseln die Reibung stark reduziert werden kann. Insbesondere zeigten POM und Polyamide einen hohen Rückgang der Reibwerte. Der tribologische Effekt bei PBT war demgegenüber gering. Der Rückgang des Verschleißes war je nach Matrixpolymer weniger stark ausgeprägt. Der Zusatz von Carbonfasern zeigte sich vorteilhaft, um Reibung und Verschleiß darüber hinaus zu minimieren.

Abstract

High frictional forces are one of the most common causes of damage to tribologically stressed components. The aim of the research project was to reduce friction and wear using lubricant filled microcapsules. Based on the previous project, the aim of this project was to incorporate the microcapsules into technical plastics. This required the development of more thermally stable microcapsules. To counteract the reduction in mechanical properties caused by the incorporation of microcapsules, for example, the compounding of fiber-reinforced plastics with microcapsules was investigated. Studies were also carried out on multi-component injection molding.

Microcapsules were synthesized with four different capsule wall materials (MF, PU, PA and PVA). It was demonstrated that microcapsules consisting of a wide range of physicochemical properties, such as size, thermal stability and wall material content, can be efficiently produced on a pilot plant scale and isolated in the form of a dry powder (air drying or spray drying).

These capsules were incorporated on a twin-screw extruder. Injection molding was used to validate the compounds produced with regard to this important shaping process. Compounds based on POM, PBT, PA6 and PA6.6 were produced at processing temperatures of up to 265 °C. The additional incorporation of reinforcing fibers was possible.

The tribological tests showed that friction can be greatly reduced by using lubricant microcapsules. In particular, POM and polyamides showed a high reduction in friction values. In contrast, the tribological effect of PBT was low. The reduction in wear was less pronounced depending on the matrix polymer. The addition of carbon fibres was beneficial in minimizing friction and wear.

Projektsteckbrief	II
1 Einleitung	1
1.1 Anlass für Forschungsvorhaben	1
1.2 Problemstellung.....	1
1.3 Zielsetzung	3
2 Stand der Technik	4
2.1 Tribologie	4
2.2 Synthese Schmierstoffmikrokapseln	5
2.3 Kunststoffverarbeitung.....	7
2.3.1 Compoundieren.....	7
2.3.2 Spritzgießen	8
3 Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels	10
4 Durchgeführte Arbeiten	11
4.1 Eingesetzte Rezepturkomponenten	11
4.1.1 Schmierstoffe	11
4.1.2 Kapselwandmaterialien.....	11
4.1.3 Mikrokapseln	13
4.1.4 Kunststoffe.....	14
4.1.5 Kompatibilisatoren.....	15
4.1.6 Verstärkungsfasern	15
4.2 Verfahrenstechnik	16
4.2.1 Mikroverkapselung	16
4.2.2 Kunststoffverarbeitung	22
4.3 Charakterisierungsmethoden.....	26
4.3.1 Thermogravimetrische Analyse	26
4.3.2 Partikelgrößenverteilung.....	26
4.3.3 Rasterelektronenmikroskopie	26
4.3.4 Tribometer.....	26
4.3.5 Zugprüfung	27
5 Diskussion der Ergebnisse	28
5.1 Mikrokapseln und deren Charakterisierung	28
5.2 Untersuchungen zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften von Mikrokapsel/Kunststoff-Verbänden	32
5.2.1 Einsatz von Kompatibilisatoren.....	32
5.2.2 Oberflächenmodifikation der Kapselwand	37

5.2.3 Mehrkomponentenspritzgießen mit Schmierstoffmikrokapsel-Compounds	38
5.3 Verarbeitungsverhalten, tribologische und mechanische Eigenschaften von Schmierstoffmikrokapseln in Kunststoffen	42
5.3.1 PP	43
5.3.2 POM	45
5.3.3 PBT	58
5.3.4 PA6	65
5.3.5 PA6.6	71
5.4 Schmierstoffmikrokapselcompounds in Demonstrator-Bauteilen	76
5.4.1 Mikrozahnräder	76
5.4.2 Gleitlager	76
5.4.3 Axialgleitlager zur Vibrationsreduktion	79
6 Zusammenfassung	80
6.1 Schmierstoffmikroverkapselung	80
6.2 Verarbeitung	80
6.3 Mechanische Eigenschaften	81
6.4 Tribologische Eigenschaften	82
6.5 Weiterer Forschungsbedarf	82
7 Abbildungsverzeichnis	84
8 Literaturverzeichnis	90
9 Anhang	93

Projektsteckbrief

Dieses Forschungsvorhaben beschäftigt sich mit der Entwicklung von Kunststoffen für tribologisch und mechanisch hochbelastbare Bauteile. Die tribologische Funktionalisierung erfolgt mittels schmierstoffgefüllter Mikrokapseln. Dieser innovative intern eingebrachte Schmierstoff ermöglicht die dauerhafte Schmierung von Kunststoffbauteilen. Aufbauend auf dem Vorgängerprojekt, in dem erstmalig nachgewiesen werden konnte, dass Schmierstoffmikrokapseln in größerem Maßstab in Thermoplaste eingearbeitet werden können, lag das Ziel in diesem Folgeprojekt auf der Einarbeitung der Schmierstoffmikrokapseln in technische Kunststoffe, die bei höheren Temperaturen aufschmelzen. Hierfür war die Entwicklung von thermisch beständigeren Mikrokapseln notwendig. Um den Rückgang der mechanischen Eigenschaften durch die Einbringung von Mikrokapseln entgegenzuwirken, wurden unterschiedliche Ansätze erprobt. Es wurde beispielsweise die Compoundierung und Verarbeitung von faserverstärkten Kunststoffen mit Mikrokapseln untersucht. Umfangreiche Untersuchungen konnten die Leistungsfähigkeit und Grenzen von Schmierstoffmikrokapseln aufzeigen.

AiF/IGF-Projekt 21707 BG:

„Tribologisch wirksame Pseudofeststoffe für mechanisch und thermisch hoch belastbare Thermoplastbauteile“

Dauer: 01.03.2021 – 31.08.2023

Unterstützt durch den projektbegleitenden Ausschuss:

- | | |
|--|--|
| ▪ Advanced Compounding
Rudolstadt GmbH | ▪ IKV Tribologie GmbH |
| ▪ BASF SE | ▪ Innowep GmbH |
| ▪ Brenntag GmbH | ▪ Kunststofftechnik ROS
GmbH & Co. KG |
| ▪ Carl Bechem GmbH | ▪ Lehmann&Voss & Co. KG |
| ▪ Chemie-Technik GmbH | ▪ Mocom GmbH & Co. KG |
| ▪ Emery Oleochemicals GmbH | ▪ Perlon Nextrusion Monofil GmbH |
| ▪ Ensinger GmbH | ▪ Riedel GmbH |
| ▪ Evonik Resource Efficiency GmbH | ▪ Tecnaro GmbH |
| ▪ Follmann GmbH | ▪ Dr. Tillwich GmbH Werner Stehr |
| ▪ Fuchs Schmierstoffe GmbH | ▪ Treffert GmbH & Co. KG |
| ▪ Gaudlitz GmbH | ▪ Trelleborg Sealing Solutions Ger-
many GmbH |
| ▪ GHD Präzisions-Formenbaur
GmbH & Co. KG | ▪ TUNAP GmbH & Co. KG |
| ▪ Hilti Corporation | ▪ ZF Friedrichshafen AG |
| ▪ HESA Kunststofftechnik
GmbH & Co. KG | |

1 Einleitung

1.1 Anlass für Forschungsvorhaben

Um den Ressourcenbedarf zu reduzieren, sind langlebige und energiesparende Produkte von zentraler Bedeutung. Kunststoffbauteile, die Reibung und Verschleiß ausgesetzt sind, sind somit im Besonderen von dieser Zielsetzung betroffen. Innovative Kunststoffe und deren Formgebung können einen wichtigen Beitrag dazu leisten, die Energieeffizienz zu steigern und reibbedingten Verschleiß zu minimieren. Ein verringerter Kunststoffverschleiß ist darüber hinaus mit verringerter Mikroplastikemission verbunden.

Im Vorgängerprojekt konnte eine für Thermoplaste einzigartige Art der Schmierung entwickelt werden. Durch den Einsatz von Schmierstoffmikrokapseln wurde eine neuartige Schmierung von Kunststoffen demonstriert. Die Freisetzung des Schmieröls erfolgt nach Bedarf durch reibbedingte Zerstörung der Kapselwand an der Oberfläche des Bauteils. Es konnte gezeigt werden, dass unterschiedliche Öle verkapselt und in Thermoplaste eingearbeitet werden können. Die Mikrokapseltechnologie eröffnet somit die Möglichkeit verschiedene Schmierstoffe in Kunststoffe einzuarbeiten. Erste Untersuchungen mit Polypropylen (PP) und Polyoxymethylen (POM) konnten einen hohen Rückgang von Reib- und Verschleißkennwerten demonstrieren. Derzeitige reibungsmindernde feststoffförmige Additive sind überwiegend auf das in der Kritik (PFAS) stehende, fluorhaltige PTFE begrenzt. Die Forschungsergebnisse zeigten auch, dass die Einarbeitung von Mikrokapseln zu einem deutlichen Rückgang der mechanischen Eigenschaften führt. Weiterhin besteht Forschungsbedarf bei der Optimierung der Leistungsfähigkeit der Mikrokapseln und deren Einarbeitung in weitere technisch relevante Polymere, um unterschiedliche Einsatzgebiete adressieren zu können.

1.2 Problemstellung

Das Projekt hatte zum Ziel zwei Forschungslücken zu schließen. Erstens die Einsatzmöglichkeiten der entwickelten Mikrokapsel/Kunststoffverbände in unterschiedlichen Thermoplasten zu erforschen. Im Vorgängerprojekt wurden die Schmierstoffmikrokapseln nur in eine kleine Auswahl an thermoplastischen Kunststoffen eingearbeitet und deren Wirkung untersucht. Daher ist noch unbekannt, in welche weiteren technischen Kunststoffe Schmierstoffmikrokapseln eingearbeitet werden können. Zweitens wurde im vorangegangenen Projekt ein Rückgang der mechanischen Eigenschaften der mit Mikrokapseln gefüllten Kunststoffe festgestellt. Es sollten unterschiedlichste Lösungsansätze erforscht werden, um hohe mechanische Kennwerte bei gleichbleibend geringen tribologischen Reibkoeffizienten zu erreichen.

Kompatibilisatoren:

Es wurden kommerziell erhältliche Kompatibilisatoren untersucht, welche die Verbundhaftung aus Kapselwand und thermoplastischer Matrix steigern sollten. Dazu musste untersucht werden, welche Art und Anteile an Kompatibilisatoren geeignet sind, um ver-

schiedenartige Kapselwandmaterialien (Polyurethan, Melaminharz) an die thermoplastischen Materialien PP und POM verstärkt zu binden. Die verbesserte Anbindung von Mikrokapseln an Thermoplaste stellt eine nicht gängige Praxis dar und muss deshalb grundlegend erforscht werden.

Oberflächenmodifikation:

Es wurde untersucht, inwieweit eine Änderung der Oberflächenplarität der Mikrokapseln zu einer erhöhten Verbundhaftung führen. Ob durch eine Oberflächenmodifikation von Mikrokapseln die mechanische Verbundhaftung gesteigert werden kann, ist nicht bekannt.

Faserverstärkung

Eine weitere Möglichkeit die mechanische Stabilität der Kunststoffe zu steigern, ist die Einarbeitung von Verstärkungsfasern. Jedoch kann die Einarbeitung von Schmierstoffmikrokapseln in faserverstärkte Kunststoffe dazu führen, dass es zu einer verfrühten Freisetzung von Schmierstoff kommt. Durch die harten Verstärkungsfasern können Mikrokapseln in der Compoundierung mechanisch geschädigt werden. Es ist nicht bekannt, welche Faserarten und Anteile nötig sind, um die mechanischen Eigenschaften von Schmierstoffmikrokapselcompounds zu steigern. Für die Verarbeitung von Fasern und Mikrokapseln galt es die Verfahrensparameter anzupassen. Es sollte außerdem getestet werden, inwieweit die Faserverstärkung einen Einfluss auf die tribologischen Eigenschaften hat.

Mehrkomponentenspritzgießen

Neben der Steigerung von mechanischen Materialkennwerten sollte auch untersucht werden, welchen Einfluss eine veränderte Konstruktion eines Bauteils mit Schmierstoffmikrokapseln auf dessen tribologische Eigenschaften hat. Durch die gezielte Platzierung von Mikrokapseln in den Randbereichen eines Bauteils kann der reduzierende Einfluss der Kapseln auf die Mechanik stark reduziert werden. Eine bereits industriell weit verbreitete Methode Kunststoffbauteile mit unterschiedlichen Materialien herzustellen, ist das Mehrkomponentenspritzgießen. Das Mehrkomponentenspritzgießen wird für tribologische Kunststoffe wenig genutzt. Der stoffschlüssige Verbund zweier Kunststoffe kann insbesondere durch reibmindernde Additive verringert werden. Inwieweit Kunststoffe mit Schmierstoffmikrokapseln für das Mehrkomponentenspritzgießen geeignet sind, musste deshalb grundlegend erforscht werden. Erforderliche Verfahrensparameter für das Mehrkomponentenspritzgießen mussten umfangreich ermittelt werden.

Einarbeitung in hochschmelzende Thermoplaste

Um das Einsatzspektrum von Schmierstoffmikrokapseln zu erweitern, sind Untersuchungen zur Einarbeitung in weitere thermoplastische Kunststoffe notwendig. Bisherige Untersuchungen wurden überwiegend an PP und POM durchgeführt, wobei maximale

Schmelztemperaturen von 190 °C erreicht wurden. Es ist nicht bekannt, ob Schmierstoffmikrokapseln in hoch schmelzende Kunststoffe eingearbeitet werden können. Es soll daher der Einsatz von Schmierstoffmikrokapseln in technisch relevante Thermoplaste untersucht werden, welche Schmelztemperaturen von bis zu 260 °C aufweisen. Dazu sollen geeignete Kapselwandmaterialien entwickelt werden, die für diesen Einsatz geeignet sind und ohne Schädigung eingearbeitet werden können.

Tribologisches Systemverhalten

Das tribologische Verhalten von Schmierstoffmikrokapsel additivierten Kunststoffen ist bislang nur sehr unzureichend untersucht. Es ist beispielsweise nicht bekannt, unter welchen tribologischen Systemparametern der reibungsmindernde Effekt der Mikrokapseln hervorgerufen wird. Dazu sollen neben rotierenden Prüfmethode auch oszillierende Prüfungen durchgeführt werden. Der Vergleich der tribologischen Koeffizienten mit Literaturwerten ist aufgrund der meist unterschiedlichen Systemparameter nur unzureichend möglich. Das tribologische Verhalten soll deshalb an einem Prüfstand mit verschiedenen tribologisch optimierten Kunststoffen untersucht werden. Erst daraus kann das tribologische Potenzial von Schmierstoffmikrokapseln besser bewertet werden.

1.3 Zielsetzung

Die Ziele des Projekts bestehen in der Überführung der Schmierstoffmikrokapsel-Technologie in technische Kunststoffe mit höheren Erweichungstemperaturen und Faserverstärkung und eine Annäherung an die industrielle Marktreife, insbesondere für klein- und mittelständische Unternehmen. Compounds mit Schmierstoffmikrokapseln sollen durch Kompatibilisatoren, Verstärkungsfasern oder durch eine spezielle konstruktive Auslegung der Bauteile mechanisch belastbarer gestaltet werden. Da bei tribologischen Belastungen von Kunststoffbauteilen häufig die thermische Belastungsgrenze erreicht wird, sollen die Schmierstoffmikrokapseln so optimiert werden, dass sie auch in Thermoplaste mit Schmelztemperaturen von bis zu 260 °C eingesetzt werden können. Umfangreiche tribologische Untersuchungen sollen zeigen, unter welchen Systemparametern neuartige tribologische Compounds mit Schmierstoffmikrokapseln sich vom derzeitigen Stand der Technik abheben.

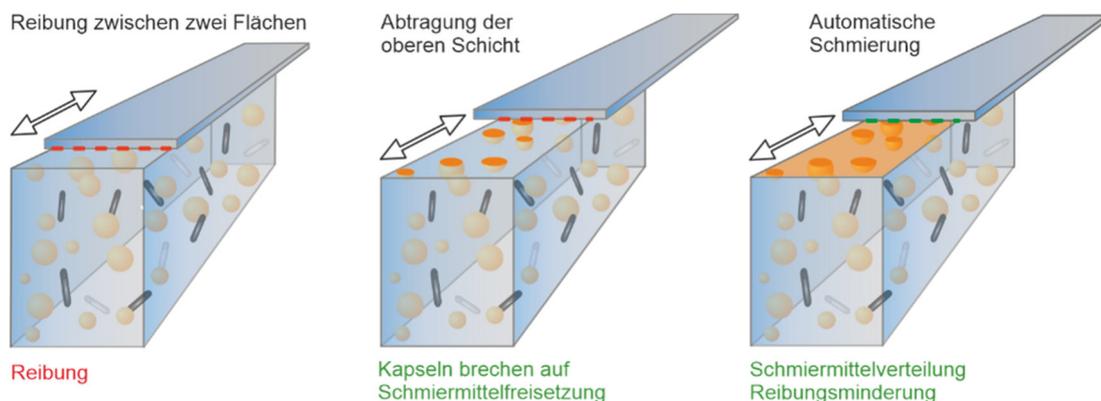


Abbildung 1: Prinzipdarstellung der Reibungsminderung von Schmierstoffmikrokapsel funktionalisierten Kunststoffbauteilen.

2 Stand der Technik

2.1 Tribologie

Die Tribologie beschäftigt sich mit den Themengebieten Reibung, Verschleiß und Schmierung. Da tribologische Vorgänge immer zwischen verschiedenen sich relativ zueinander bewegenden Körpern stattfinden, handelt es sich bei tribologischen Eigenschaften um Systemeigenschaften. Dadurch können tribologische Eigenschaften nicht durch eine Kennzahl für ein spezifisches Material charakterisiert werden. Um einen Werkstoff hinsichtlich seiner Eignung in tribologischen Anwendungen bewerten zu können, sind umfangreiche Analysen notwendig. Je nach Belastungsart (Auflast, Geschwindigkeit, Gegenkörper, Kontaktfläche, Rauheit, ...) und Bewegungsform (Rotation, Oszillation, ...) können sich Reibbedingungen stark verändern und somit das Reib- und Verschleißverhalten maßgeblich beeinflussen (siehe Abbildung 2). Die Übertragbarkeit zwischen unterschiedlichen Modellprüfungen ist meist sehr gering. Das Ziel vieler Forschungsaktivitäten im Bereich der Tribologie ist die Steigerung der Wirtschaftlichkeit von Bewegungssystemen und der Erhalt von langlebigen und energieeffizienten Systemen. Der Reibungskoeffizient μ beschreibt das Verhältnis von auftretender Reibkraft F_R zur wirkenden Normalkraft F_N und gilt als ein Maß zur Beschreibung des Reibverhaltens:

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} \quad (1)$$

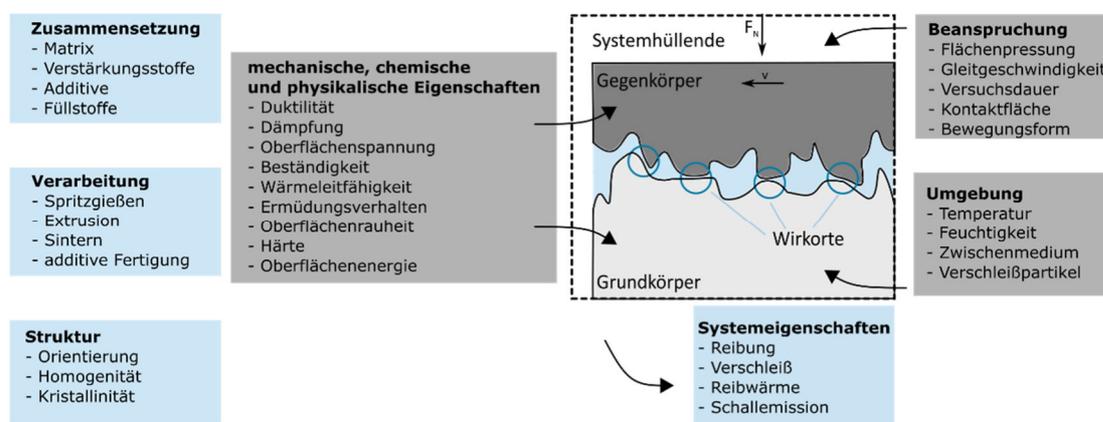


Abbildung 2: Tribologisches System bestehend aus Grund-, Gegenkörper, Zwischenstoff und einer Systemhüllenden.

Kunststoffe werden vermehrt in tribologisch beanspruchten Bauteilen eingesetzt. Kunststoffbauteile wie Zahnräder, Umlenkrollen oder Gleitschienen zeichnen sich durch ihre geringe Dichte (Leichtbau), elektrische Isolation, hohe Medienbeständigkeit, reibungs- und geräuscharmen Betrieb auch ohne Schmierung aus. Der Einsatz von Kunststoffen wird durch deren im Vergleich zu anderen Werkstoffen geringe Härte und geringe Wärmeleitfähigkeit begrenzt. Dadurch sind Kunststoffe anfällig gegenüber abrasivem Verschleiß. Eine hohe Dauerbelastung oder ein erhöhtes Belastungskollektiv kann zum starken Erwärmen und zum Bauteilversagen führen. Durch die Zugabe von Additiven in der Compoundierung werden Kunststoffe ihrem Belastungskollektiv angepasst.

HDPE, UHMWPE, Polyamide, POM, Fluorpolymere und verschiedene Hochleistungskunststoffe werden häufig für tribologische Kunststoffanwendungen verwendet. Um

Reib- und Verschleißkennwerte zu minimieren werden Festschmierstoffe wie PTFE, MoS₂ und Graphit dem Kunststoff zugesetzt. Gegenüber flüssig/pastösen Schmiermitteln, welche auf die Reibfläche aufgebracht werden, ist das Potential von Festschmierstoffen tribologische Kennwerte zu senken deutlich geringer. Schmieröle können in der Regel nur schwer bis gar nicht in einen Kunststoff eingearbeitet werden. Um Schmieröle als internes Additiv für Kunststoffe zugänglich zu machen, konnte bereits in mehreren Studien die Mikroverkapselung zum Erhalt von Pseudofeststoffen demonstriert werden. Die Einarbeitung der Schmierstoffmikrokapseln erfolgte bislang überwiegend in duroplastische Epoxidharzsystemen [1–5]. Durch die Funktionalisierung mit Schmierstoffmikrokapseln konnte die hohe Wirksamkeit des Schmierersystems demonstriert werden. Der derzeitige Kenntnisstand zur Verarbeitung von Schmierstoffkapseln in thermoplastische Systeme ist als gering einzuschätzen. Neben dem Vorgängerprojekt (IGF 19921 BG) sind nur wenige Fachpublikationen bekannt, welche sich mit thermoplastischen Systemen befassen [5–9]. Hervorzuheben ist, dass der Einsatz von Schmierstoffmikrokapseln in dem für tribologische Anwendungen häufig verwendetem technischen Thermoplasten Polyoxymethylene (POM) in der Fachliteratur noch nicht beschrieben wurde. Die Einarbeitung und Verarbeitung erfolgte überwiegend auf Laborgeräten, sodass Fragestellungen zur Übertragbarkeit in die industrielle Praxis noch nicht beantwortet wurden. Um den Rückgang der mechanischen Festigkeit durch Kapseladditivierung entgegenzuwirken, wurde für Epoxidharzsysteme der Einsatz von Verstärkungsfasern untersucht [10–12]. Für thermoplastische Materialien fehlen derartige Untersuchungen hingegen vollständig.

2.2 Synthese Schmierstoffmikrokapseln

Mit Hilfe von Mikroverkapselung können flüssige Schmiermittel als „Pseudo-Feststoffe“, d. h. pulverartige Feststoffpartikel mit einem Anteil an Flüssigschmiermittel von bis zu ca. 90 Gew.-%, formuliert werden.

Unter Mikroverkapselung versteht man allgemein die Umhüllung einer feinteiligen flüssigen, festen oder gasförmigen Komponente mit einer Wand aus einem natürlichen oder synthetischen Material. Die Techniken, die zur Mikroverkapselung eingesetzt werden, sind sehr vielfältig. Die Auswahl der Mikroverkapselungstechnik wird u.a. bestimmt durch die physikochemischen Eigenschaften des zu verkapselnden Materials (Kernmaterial), das zur Mikroverkapselung einzusetzende Wandmaterial sowie der angestrebten Anwendung. Entsprechend vielfältig sind die in der Fachliteratur beschriebenen Methoden [13]. Praxisrelevant und technisch umgesetzt sind aber nur wenige dieser Methoden. Es handelt sich dabei ausschließlich um Prozesse, die diskontinuierlich oder im Batch-Prozess ablaufen, entsprechend günstig sind und zu leicht-isolierbaren Produkten führen. Ein typisches Beispiel aus der Technik sind kohlefreie Reaktionsdurschreibepapiere (SD-Papiere), wie man sie z.B. in Quittungsblöcken finden kann (Unterseite des Originalblattes mit einem flüssigen Farbgeber enthaltenden Mikrokapseln / Oberfläche des darunterliegenden Blattes imprägniert mit einem Entwickler / beim Schreiben Zerstörung der Mikrokapseln / Farbstoff + Entwickler ergeben einen sichtbaren Schriftzug auf dem Durchschlag).

Die aus der Mikroverkapselung von Flüssigkeiten resultierenden Pseudo-Feststoffe (meist im Größenbereich von 1 - 50 μm ,) sind prinzipiell, wie andere feste Kunststoffadditive, einsetzbar. Somit lassen sich die Vorteile von flüssigen und festen Schmiermitteln kombinieren. Ein weiterer Vorteil der Mikroverkapselung ist auch [13], dass Wirksubstanzen vor kritischen Umgebungsbedingungen geschützt werden können (z.B. Temperatur, Feuchtigkeit, Wechselwirkung mit weiteren Komponenten der Formulierung). Im vorangegangenen Projekt konnte gezeigt werden, dass die mikroverkapselten Wirksubstanzen „on demand“, d.h. im Bedarfsfall, durch mechanische Beanspruchung freigesetzt werden. Neben dem im Vorgängerprojekt verfolgten Forschungsansatz werden in der Fachliteratur [3,9,14–17] weitere Arbeiten zur Mikroverkapselung von flüssigen Schmiermitteln und deren Einsatz für die Herstellung von sogenannten selbst-schmierenden Kunststoffkompositen (engl. „self-lubricating composites“) beschrieben.

Yang, Z. et al. [18] verkapselten N, N'-ethylen Bis-stearamid bzw. Erucasäureamid mit einem Aminoharz auf der Basis von Harnstoff und Formaldehyd. Aus HDPE und den Mikrokapselfüllstoffen wurden unter Einsatz eines Doppelschneckenextruders Compounds hergestellt und anschließend mittels Spritzgießen bei 220 °C zu Probekörpern verarbeitet. Bei Reibtests an diesen Probekörpern wurde eine Reduzierung des Reibkoeffizienten um ca. 70 % festgestellt [18]. Zur Untersuchung des thermischen Abbaus wurden thermogravimetrische Messungen durchgeführt. Die Mikrokapselfüllstoffe aus Harnstoffharz waren bis ca. 275 °C thermisch stabil, ab 275 °C erfolgte ein schneller Masseabbau mit einer vollständigen Zersetzung bei 340 °C.

In der Patentliteratur wird die Nutzbarkeit von Mikrokapselfüllstoffen in Kunststoffbauteilen mit dem Ziel einer (lebenslangen) Reibungsminderung „on demand“ bereits für verschiedene Anwendungen beansprucht. Anzumerken ist jedoch, dass diese Patente in den meisten Fällen lediglich das Prinzip darlegen und auf „Mikrokapselfüllstoffe nach dem Stand der Technik“ verweisen [19–22].

Typische Einsatzgebiete sind mikroverkapselte chemische Additive für Motor- und Getriebeöle und die Anwendung für eine externe Schmierung in Form eines Aerosols.

Kunststoffkomposite, die andere mikroverkapselte Additive bzw. Wirkstoffe enthalten, werden in der Patentliteratur ebenfalls erwähnt. Beispielhaft seien genannt: [23] und [24] – mikroverkapselte Farbstoffe; [25] – mikroverkapselte Klebstoffkomponenten in einem Mehrschichtsystem; [26] und [27] – mikroverkapselte PCMs, [28] – mikroverkapselte Geruchsstoffe.

Obwohl einige, vor allem US-amerikanische Unternehmen, auf ihrer Homepage Schmiermittel gefüllte Mikrokapselfüllstoffe benennen (z.B. 3M, Microtek, AVEKA, Encapso sowie die deutschen Unternehmen Follmann und Bechem), ist eine universelle Verfügbarkeit dieser Produkte nicht gegeben. Mikroverkapselte Schmierstoffe gehören nicht zur standardmäßig angebotenen Produktpalette.

Zusammenfassend kann damit festgehalten werden, dass die grundsätzliche Idee des Einsatzes von mikroverkapselten Schmiermitteln bereits in der Fachliteratur umfassend beschrieben wurde. Das verdeutlicht das Interesse an diesem Thema. Jedoch beschränkt sich nach aktuellem Kenntnisstand eine praktische Umsetzung bisher auf sehr wenige Anwen-

dungen, die zudem im Bereich der Beschichtungen („Gleitlack mit Mikroverkapselungstechnologie“, BERUCOAT MC, BECHEM Lubrication Technology) angesiedelt sind. Folgende Gründe können für die noch nicht erfolgte kommerzielle Einarbeitung von Mikrokapselfüllstoffen in Kunststoffe benannt werden:

- keine bzw. stark eingeschränkte Verfügbarkeit von mit Schmiermitteln gefüllte Mikrokapselfüllstoffen
- unzureichende Informationen zur Verarbeitbarkeit von Mikrokapselfüllstoffen in Kunststoffcompounds bzw. zu den Möglichkeiten, die relevanten Verarbeitungsprozesse und Eigenschaften der Mikrokapselfüllstoffe entsprechend anzupassen

Daraus schlussfolgernd: Zur Erreichung eines höheren Grades an technischer Reife sind weitere Fragestellungen hinsichtlich der mechanischen, thermischen und chemischen Stabilität der Mikrokapselfüllstoffe bei der Verarbeitung in Kunststoffschmelzen sowie des Einflusses dieses Additivtyps auf die Eigenschaften der Komposite und letztlich auch die zusätzlichen Kosten zu beantworten.

2.3 Kunststoffverarbeitung

2.3.1 Compoundieren

Die Aufbereitung von thermoplastischen Kunststoffen erfolgt in der industriellen Praxis meist auf gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextrudern. Der schematische Aufbau einer Compoundierlinie ist in Abbildung 3 dargestellt. Das Kernstück bildet der Doppelschneckenextruder, welcher aus zwei baugleichen, symmetrisch angeordneten Schnecken betrieben wird. Je nach Anforderung an das Material und den Mischvorgang können die Schneckenelemente wie Förderer, Knetblöcke, Zahnmischelemente oder Schneckenmischelemente variabel aufgebaut werden. Förderer dienen dem Materialtransport innerhalb des Zylinders. Der Einsatz von Knetblöcken, Zahnmischelementen und Schneckenmischelementen dienen der scherbedingten Plastifizierung des Polymers und einer dispersiven bzw. distributiven Durchmischung der Füllstoffe/Additive in der Polymerschmelze.

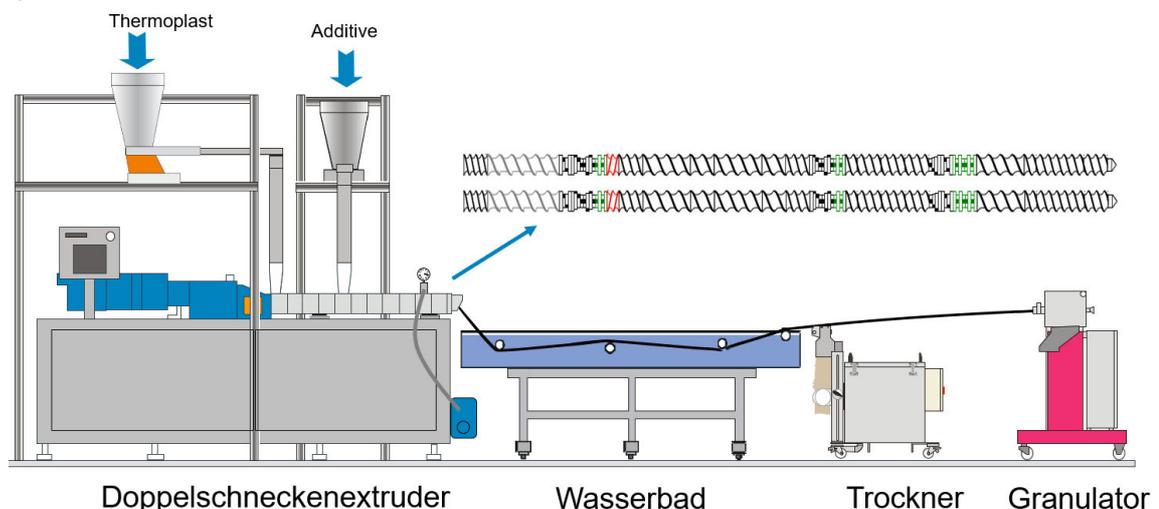


Abbildung 3: Schematischer Aufbau einer Compoundieranlage.

Die polymere Matrix einer Kunststoffrezeptur wird über den Haupteinzug des Extruders zugegeben. Weitere Bestandteile können ebenfalls über den Haupteinzug zugegeben werden. Bei verarbeitungssensitiven Rezepturbestandteilen, wie zum Beispiel Schmierstoffmikrokapseln oder Fasern, kann die Zugabe auch über Seitendosierungen geschehen. Dadurch erfolgt die Zugabe direkt in die Schmelze des Kunststoffes und die Verweildauer im Extruder kann dadurch reduziert werden. Außerdem können scherintensive Schneckenelemente, welche für das Aufschmelzen nötig sind, umgangen werden. Die Dosierung der einzelnen Rezepturbestandteile erfolgt meist über gravimetrisch geregelte Dosiervorrichtungen. Bei der Auslegung der Schneckenengeometrie muss prinzipiell darauf geachtet werden, dass eine hinreichend hohe Scherenergie erzeugt wird, um die Bestandteile dispersiv und distributiv zu mischen. Bei zu hoher Scherung der Materialien kommt es zu einer Schädigung der Rezepturbestandteile und einem Kettenabbau der polymeren Matrix. Daher muss ein Kompromiss zwischen optimaler Verteilung und geringer Materialschädigung gefunden werden. Neben der Variation der Schneckenkonfiguration kann der Mischprozess auch durch die Schneckendrehzahl und der Zylindertemperaturen variiert werden. Eine eventuell vorhandene Restfeuchte der Ausgangsmaterialien oder anfallende Zersetzungsgase können über Entgasungen dem Prozess entzogen werden. Diese niedermolekularen Stoffe mindern die Prozessstabilität und senken die Qualität des Kunststoffes. Auf Grund der hohen Schmelzeoberfläche innerhalb eines Doppelschneckenextruders sind diese für Entgasungsprozesse gut geeignet.

Die Verarbeitung der Kunststoffschmelze erfolgt in der Regel zu einem Granulat. Dies kann wie in Abbildung 3 dargestellt über eine Stranggranulierung erfolgen. Dabei wird die strangförmige Kunststoffschmelze über ein Wasserbad abgekühlt, getrocknet und mittels Granulator zu zylinderförmigem Granulat zerkleinert. Alternativ kann die Granulierung auch direkt an der Düse des Doppelschneckenextruders über eine Unterwassergranulierung (UWG) erfolgen. Hierbei wird der schmelzeartige Kunststoff in Wasser zerkleinert, abgekühlt und anschließend getrocknet.

2.3.2 Spritzgießen

Der Spritzgießprozess gehört nach DIN 8580 zu den urformenden Fertigungsverfahren. Der Kunststoff wird über eine Plastifizierschnecke durch Konduktion und Friktion aufgeschmolzen und über den Schneckengang gefördert. Gleichzeitig wird die Plastifiziereinheit zurückgezogen, um Schmelze an der Düse anzusammeln. Wenn genügend Schmelze an der Schneckenspitze vorhanden ist, endet die Rotation der Schnecke. Die Formgebung wird Einspritzen durch die Düse in eine Werkzeugkavität bewerkstelligt, indem sich die Schnecke mit einer definierten Geschwindigkeit oder Druck vorwärtsbewegt. Durch Anlegen eines Nachdrucks kann Material nachfließen, damit stattfindende Schwindung kompensiert werden kann. Die Spritzgießverarbeitung ermöglicht die wirtschaftliche Massenproduktion komplexer Formteile mit hoher Qualität und Reproduzierbarkeit. Die Eignung eines Materials hinsichtlich der Verarbeitbarkeit über den Spritzgießprozess stellt somit eine wichtige Materialeigenschaft dar.

Das Mehrkomponenten-Spritzgießen stellt ein Spritzgießsonderverfahren dar und dient der Herstellung von Bauteilen mit hoher Funktionsintegration. In diesem Verfahren wer-

den oftmals verschiedene Werkstoffe miteinander kombiniert. Dadurch können aufwendige Verbindungstechniken eingespart und komplexe Teile innerhalb eines Prozesses hergestellt werden. Es können beispielsweise Kunststoffe mit unterschiedlichen Farben, Härten (hart-weich-Verbindungen) oder mechanischen Eigenschaften (verstärkt-unverstärkt) miteinander kombiniert werden. In der Industrie sind unterschiedlichste Verfahren etabliert. Prinzipiell können die Verfahren darin unterschieden werden, ob die Formteile seriell oder simultan hergestellt werden. Der Verbund der Materialien kann auf Stoff-, Kraft- oder Formschluss basieren. Grundvoraussetzung für das Erreichen einer definierten Haftung ist eine ausreichende Benetzung, um eine Annäherung der Moleküle zu gewährleisten. Die Kompatibilität verschiedener Materialien wurde bereits vielfach untersucht und kann in Matrizen und Fachbüchern nachgeschlagen werden. Dabei ist jedoch zu beachten, dass diese Tabellen nur einen Anhaltspunkt liefern können und die tatsächliche Haftung stark von der verwendeten Kunststofftype, Additiven und bspw. Verstärkungsfasern abhängen. Additive für tribologisch optimierte Kunststoffe haben das Ziel die Haftung zu verringern und bedürfen deshalb besonderer Beachtung bei der Konzeption von mehrkomponentigen Bauteilen. Die Haftungseigenschaften von Kunststoffen mit Schmierstoffmikrokapseln wurden bislang nicht untersucht. Durch die Verkapselung und einer möglichst zerstörungsfreien Verarbeitung kann eine Passivierung des Schmieröls erreicht werden, wodurch die Haftungseigenschaften wenig bis gar nicht beeinflusst werden.

In Abbildung 4 ist beispielhaft das Sandwich-Moulding-Verfahren dargestellt. Hierbei wird das gleiche Angussystem für beide Komponenten verwendet. Dazu wird zuerst das Material in die Kavität gespritzt, welches später die Randschicht bilden soll. Anschließend wird über eine zweite Plastifiziereinheit das Kernmaterial eingespritzt. Auf Grund des Quellflusses und dem raschen Erstarren der Schmelze an der Werkzeugwand entsteht ein Bauteil mit Bauteilwand und Kernmaterial. Für tribologisch beanspruchte Bauteile kann dieses Verfahren genutzt werden, um nur die Außenschicht mit tribologischen Modifikatoren auszustatten. Dadurch wird ein funktionsgerechter Einsatz der tribologischen Additive erreicht und der Einfluss auf andere Eigenschaften wie beispielsweise die Mechanik wird minimiert.

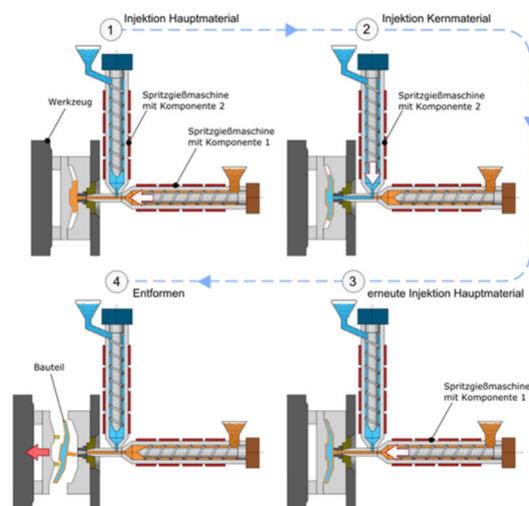


Abbildung 4: Schematische Darstellung der Vorgehensweise beim Sandwich-Moulding-Verfahren [29].

3 Lösungsweg zur Erreichung des Forschungsziels

Zur Erreichung des angestrebten Forschungsziels wurden verschiedene Projektphasen durchlaufen. In Arbeitspaket 1 (AP1) erfolgte die dezidierte Versuchsplanung und Materialauswahl gemeinsam mit den Projektbegleitern aus der Industrie. Neben relevanten Matrixpolymeren wurden geeignete Schmierstoffe, Kompatibilisatoren und Füllstoffe ausgewählt. In AP2 wurden unterschiedliche Lösungen zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften untersucht. Neben der Verwendung von Kompatibilisatoren wurden oberflächenmodifizierte Mikrokapseln synthetisiert und getestet. Außerdem wurden Versuche zum Mehrkomponentenspritzgießen durchgeführt. Damit die Schmierstoffmikrokapseln auch in Thermoplasten mit erhöhter Schmelztemperatur eingebracht werden können, wurde in AP3 an der Synthese von Polyamid (PA) als Kapselwandmaterial geforscht. Diese wurden in einer ersten Optimierungsschleife (AP4) über einen Mikrocompounder in verschiedene Thermoplaste eingearbeitet und tribologisch charakterisiert. Basierend auf den Ergebnissen im Labormaßstab wurden als geeignet identifizierte Mikrokapseln in ein Scale-up überführt (AP5). Im folgenden AP6 wurden Mikrokapsel-Compounds mit zusätzlicher Faserverstärkung hergestellt. Hierzu musste ein geeigneter Verfahrensaufbau entwickelt werden, um die Mikrokapseln und Fasern möglichst materialschonend in die Kunststoffmatrix einzuarbeiten. Als geeignet identifizierte Compounds wurden in AP7 in einem größeren Maßstab hergestellt, um sie für Praxisversuche bei teilnehmenden Projektausschussmitgliedern in industrienäheren Versuchen zu testen. In AP8 wurden verschiedene Verfahren zur Charakterisierung der Proben durchgeführt. Es wurden sowohl die Mikrokapseln als auch die Compounds hinsichtlich ihrer mechanischen und tribologischen Eigenschaften untersucht. Anhand von rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (REM) wurde die Verteilung, Anbindung und Intaktheit der Mikrokapseln untersucht. Im letzten AP9 erfolgte die Zusammenstellung der Ergebnisse in Form von Berichten, Präsentationen und Publikationen.

4 Durchgeführte Arbeiten

4.1 Eingesetzte Rezepturkomponenten

Schmierstoffe, Verstärkungsfasern und Matrixmaterialien wurden von den Projektbegleitern zur Verfügung gestellt. Weitere Rezepturkomponenten, insbesondere die Chemikalien für die Mikroverkapselung (flüssigen Schmierstoffe), wurden ebenfalls von den Projektbegleitern bereitgestellt.

4.1.1 Schmierstoffe

Die Auswahl und Qualifizierung von geeigneten Schmierstoffen war Fokus des Vorgängerprojektes. In diesem Projekt wurde sich auf wenige, im Vorprojekt als geeignet identifizierte Öle, konzentriert, um die möglichen Einflussparameter zu minimieren. Bei dem überwiegenden Teil der Schmierstoffmikrokapseln wurde der Schmierstoff Food Lube verkapselt. Dabei handelt es sich um ein Ölgemisch, welches PTFE als Feststoffadditiv beinhaltet. Food Lube zeigte im Vorgängerprojekt eine besonders hohe thermische Stabilität. Die Information, dass PTFE mit im Öl enthalten ist, wurde erst während des Projekts bekannt. Vergleichende Messungen haben gezeigt, dass tribologische Ergebnisse auch mit alternativen Schmierstoffen ohne PTFE erzielt werden können. Alle verwendeten Öle sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Übersicht der verwendeten Schmierstoffe.

Muster	Bereitgestellt von	Bemerkung
Food Lube	Schmieranlagen Ralf Neustadt	R-5555; Ölgemisch mit PTFE als Additiv; Hersteller: Riedel Schmierstoffe Schallstadt
FM01	FUCHS Schmierstoffe GmbH	Grundöl (Ester)
Staroil	Bechem GmbH	Mineralöl

4.1.2 Kapselwandmaterialien

Es wurden insgesamt vier Kapselwandmaterialien getestet (Tabelle 2). Melaminharz wurde als „Benchmark“ für die Industrie und beteiligte Unternehmen genutzt, obwohl es im Vorgängerprojekt bereits eine nicht ausreichend hohe thermische Stabilität für hochschmelzende Polymere zeigte. Polyharnstoffkapseln haben im Vorgängerprojekt die höchsten thermischen Eigenschaften gezeigt; Polyharnstoff als Kapselwandmaterial wurde daher auch in diesem Projekt weiter genutzt. Um Mikrokapseln mit noch höherer thermischer und mechanischer Stabilität herzustellen, wurden Polyamid und Polyvinylalkohol (jeweils hochvernetzt) in diesem Projekt als Kapselwandmaterialien eingesetzt und die zugehörigen Mikroverkapselungstechnologien entwickelt und optimiert.

Tabelle 2: Übersicht der verwendeten Kapselwandmaterialien

Wandmaterial Abkürzung	Wandmaterial Name	Herstellungsverfahren, Zusammensetzung, Eigenschaften
MF	Melaminharz Duromer	In-situ Polymerisation, Kondensationsprodukt zwischen Melamin und Formaldehyd. Wenn ausgehärtet, kann Spuren von Formaldehyd während der Verarbeitung und Anwendung freisetzen.
PU	Polyharnstoff Duromer	Oberflächenpolymerisation, Polyaddition zwischen Polyisocyanat und Polyamin. Könnte einen Anteil an Polyurethan erhalten im Fällen wenn Polyvinylalkohol als Emulsionsstabilisator eingesetzt wurde. Wenn Isocyanat vollständig polymerisiert wurde, ist Freisetzung von reaktiven/toxischen Produkten während der Verarbeitung und Anwendung nahezu ausgeschlossen.
PA	Polyamid Duromer	Oberflächenpolymerisation, Polyaddition zwischen Säure Chlorid (≥ 2 Gruppen pro Molekül) und Polyamin. Wenn Säure Chlorid vollständig polymerisiert wurde, ist Freisetzung von reaktiven/toxischen Produkten während der Verarbeitung und Anwendung nahezu ausgeschlossen.
PUPVA	Polyvinylalkohol Duromer	Reaktive Vernetzung während Sprühtrocknung. Kondensationsprodukt zwischen Polyalkohol und Polyaldehyd. Potenzial für die Freisetzung von toxischen Substanzen während der Verarbeitung und Herstellung ist unbekannt.

4.1.3 Mikro kapseln

Die im Rahmen dieses Projekts verwendeten Mikro kapseln sind in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3: Übersicht zu den verwendeten Schmierstoffmikro kapseln.

Bezeichnung	Kapselwand	Schmierstoff	Schmierstoffanteil / Gew.-%	Kapselgröße D-90 Wert / μm	Hersteller	Bemerkung
MFLupa-Palm_FM01	MF	FM01	90-95	109	IAP	MF oberflächenmodifiziert
MF_FM01	MF	FM01	90-95	32		MF Benchmark vor Modifizierung
PULupa-Palm_FoodLube	PU	Food Lube	80	44		PU oberflächenmodifiziert, viele Amine auf der Oberfläche
PULupa-FoodLube	PU	Food Lube	80	30		Benchmark vor Modifizierung
MF-T1	MF	Food Lube	90-95	25		IAP Technikum
MF-T2	MF	FM01	90-95	29		IAP Technikum
PU-L3	PU	FM01	80	238		Große PU Partikel
PU-L5	PU	Food Lube	80	258		Große PU Partikel
PU_FL	PU	Food Lube	80	50		Optimierte PU Rezeptur aus Vorprojekt
PU_FLk	PU	Food Lube	80	10		Wie PU_FL, kleiner
PUPVA_Flub-5	PU	Food Lube	80	5		Ähnlich PU_FL, sehr klein
FM01_PAst	PA	FM01	30	16		Trocknung mit Sprühtrocknung
FL_PVAst	PVA	Food Lube	30	16		Herstellung mit Sprühtrocknung
FOLCO Smartcaps	MF	Food Lube	90	9		Follmann
MCStaroil	MF	Staroil	80	28	Bechem	Industrieller Benchmark

Um den Einfluss von Partikeln auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen, wurden außerdem Partikel ohne Schmierstoffbeladung hergestellt. Diese sind in Tabelle 4 gegenüber dargestellt.

Tabelle 4: Übersicht zu den verwendeten Mikropartikeln.

Bezeichnung	Kapselwand	Partikelgröße D-90 Wert / μm
MF Partikel	MF	28,0
PU Partikel	PU	91,2

4.1.4 Kunststoffe

In Tabelle 5 sind die verwendeten Matrixpolymere dargestellt, welche für die Compounding verwendet wurden.

Tabelle 5: Übersicht zu den verwendeten Matrixpolymeren.

Polymer	Handelsname	Hersteller	Bereitgestellt von
Polypropylen (PP)	BF970MO	Borealis	Borealis AG
Polyoxymethylen (POM), Copolymer	Ultraform N2320	BASF	Lehmann&Voss&Co. KG
	Kepital F30-03	Korea Engineering Plastics Co.	Hilti AG
Polybutylenterephthalat (PBT)	Toraycon 1200M	Toray Resins Europe GmbH	Hilti AG
	Ultradur B4520	BASF	Lehmann&Voss&Co. KG
Polyamid 6 (PA6)	Alphalon 27C	Grupa Azoty	Perlon GmbH
	Ultramid B3L	BASF	Lehmann&Voss&Co. KG
Polyamid 6.6 (PA6.6)	Radipol A40	Radici Group	Ensinger GmbH

Um die Leistungsfähigkeit der Schmierstoffmikrokapseln besser bewerten zu können, wurden verschiedene auf dem Markt etablierte Compounds vergleichend untersucht. In Tabelle 6 sind die verschiedenen Polymere und deren Additive aufgelistet. Alle Compounds wurden von der MOCOM Compounds GmbH & Co. KG bereitgestellt.

Tabelle 6: Übersicht der untersuchten tribologisch optimierten Vergleichskunststoffe.

Matrixpolymer	Additiv	Handelsname	Bereitstellung von
Polyoxymethylen (POM), Copolymer	15 % PTFE	ALCOM POM 770/1 PTFE15	MOCOM Compounds GmbH & Co. KG
Polyoxymethylen (POM), Copolymer	2 % Molybdändisulfid	ALCOM POM 770/1 MO2	

Polybutylenterephthalat (PBT)	30 % Glasfasern, 15 % PTFE, 2 % Silikon	ALCOM PBT 700/1 GF30 TF15 SI2	
Polypropylen (PP)	30 % Glasfasern, 15 % PTFE	ALCOM PP 620/8 GF30 PTFE15	

4.1.5 Kompatibilisatoren

Tabelle 7 zeigt kommerziell erhältliche Kompatibilisatoren, die untersucht wurden, um Schmierstoffmikrokapseln stärker an die polymere Matrix anzubinden.

Tabelle 7: Übersicht der verwendeten Kompatibilisatoren.

Nummer	Handelsname	Hersteller	funktionelle Gruppe	Trägerpolymer
1	Scona TSPP 10213 GB	BYK -Chemie GmbH	2 % Maleinsäureanhydrid	PP
2	Scona TPPE 1212 PAHD	BYK -Chemie GmbH	1,4 % Maleinsäureanhydrid	HDPE
3	PRIEX 20097	BYK -Chemie GmbH	0,45 % Maleinsäureanhydrid	PP
4	SCONA TSPOE 1002 GBLL	BYK -Chemie GmbH	1,6 % Maleinsäureanhydrid	Ethylen-Octen-Copolymer
5	Levapren NPG VP	Arlanxeo GmbH	7 % Epoxy	Glycidyl-methacrylate
6	PB1001N	Addivant GmbH	6 % Acrylsäure	PP
7	PB 3000	Addivant GmbH	1,2 % Maleinsäureanhydrid	PP

4.1.6 Verstärkungsfasern

Als Verstärkungsfasern zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften wurden Glas- und Carbonkurzfasern verwendet (siehe Tabelle 8).

Tabelle 8: Übersicht zu den verwendeten Verstärkungsfasern.

Typ	Faserlänge	Bereitgestellt von	Bemerkung
Glasfasern	4 mm	TITK-Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung e.V.	Schlichte für unpolare Kunststoffe
Carbonfasern	4 mm	Ensinger GmbH	Schlichte für polare Kunststoffe

4.2 Verfahrenstechnik

4.2.1 Mikroverkapselung

Alle Prozesse zur Mikroverkapselung wurden aus einer Emulsion initiiert. Die Emulsion besteht aus einer kontinuierlichen wässrigen Phase (ca. 60-90 Gew.%) und einer nicht mischbaren Öl Phase (10-40 Gew.%), die in dem konkreten Fall flüssigen Schmierstoff oder Schmierstoffformulierung enthält.

Melamin-Formaldehyd Mikrokapseln werden durch eine In-situ Polymerisation hergestellt (Abbildung 5). Die reaktive Komponente (Melaminharzvorkondensat) wird in der wässrigen Phase gelöst, der Schmierstoff bzw. die Schmierstoffformulierung wird als zweite nicht mischbare Phase zugegeben und dann mit einem Rotor-Stator System (Ultraturrax, IKA-Werke GmbH & CO. KG) homogenisiert. Es entsteht eine Öl-in-Wasser Emulsion. Da Melaminharz als Netzmittel oberflächenaktive Eigenschaften besitzt, ist die Nutzung eines Tensids nicht notwendig. Nach der Einstellung des pH-Werts (≤ 5) und der Erhöhung der Temperatur ($40-90^{\circ}\text{C}$), beginnt das Melaminharz zu kondensieren, fällt in der Form von Nanopartikeln aus und verfilmt an der Grenzfläche der Emulsion. Dadurch entsteht eine hochvernetzte, harte und spröde polymere Kapselwand.

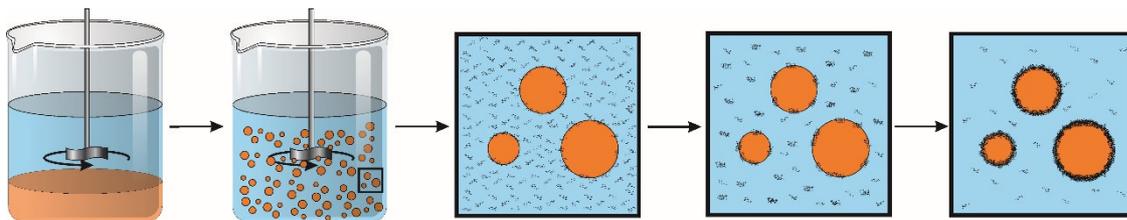


Abbildung 5: Schematische Darstellung des Verkapselungsprozesses mit Melamin-Formaldehyd als Kapselwand. Orange ist die Öl Phase, schwarz das MF Polymer.

Für die Oberflächenpolymerisation (aktuell für PA, Abbildung 6 und PU, Abbildung 7) werden zwei reaktive Komponenten benötigt. Eine in Öl lösliche, reaktive Komponente wird in der Schmierstoffformulierung gelöst und die resultierende Öl Phase wird in der wässrigen Phase, die ein Tensid enthält, dispergiert. Die Größe der Öltröpfchen kann durch die Intensität der Homogenisation (Rotor-Stator System) eingestellt werden. Eine zweite reaktive Komponente wird in der wässrigen Phase gelöst, sodass es an der Grenzfläche zu einer Reaktion der beiden Komponenten kommt und eine polymere Kapselwand entsteht.

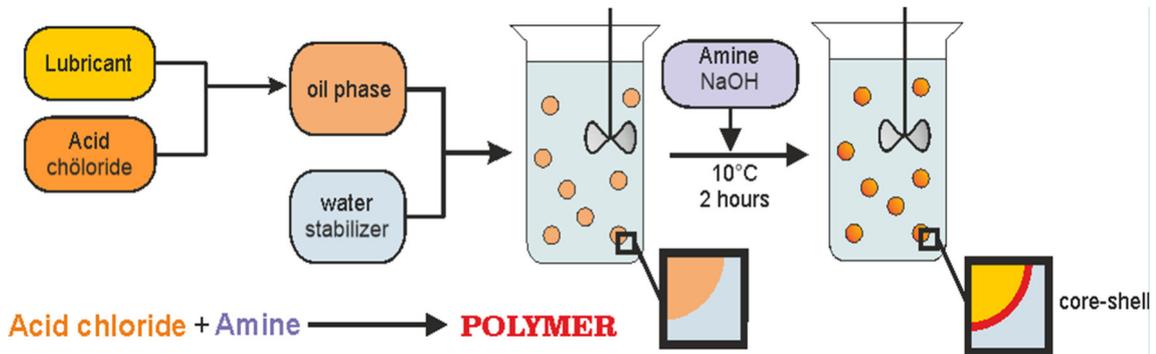


Abbildung 6: Schematische Darstellung des Verkapselungsprozesses mit Polyamid als Kapselwand.

Im Fall von Polyamid, wurden Säuredi- und trichloride (Ölphase) und unterschiedliche Polyamine (wässrige Phase) als Reaktivkomponenten eingesetzt (Abbildung 6). Säurechloride können in der wässrigen Phase relativ schnell zu weniger reaktiven Säuren hydrolysiert werden. Um das zu vermeiden, wird der Ansatz während der Homogenisation und der Zugabe des Amins gekühlt. Das Amin wird langsam der wässrigen Phase hinzugegeben, diffundiert in die Öltröpfchen und wird dort mit dem Säurechlorid zu Polyamid umgesetzt. Durch diese Reaktion entsteht Salzsäure, welches durch die Zugabe von Natronlauge in die wässrige Phase neutralisiert wird. Im Reaktionsverlauf entsteht eine relativ flexible, mit Wasser gequollene, aber mechanisch stabile Kapselwand.

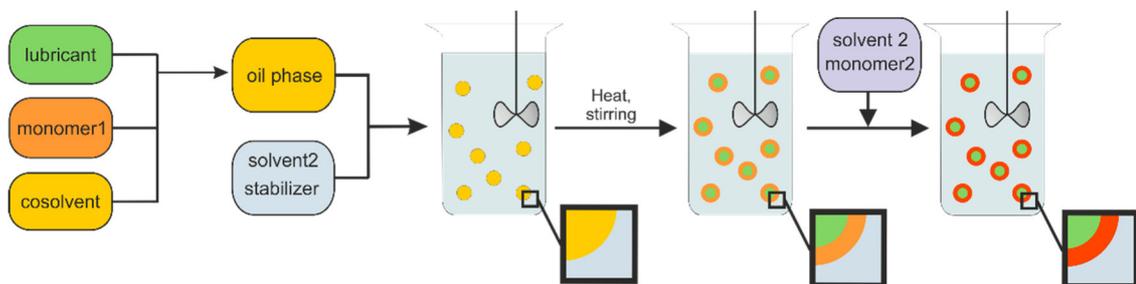


Abbildung 7: Schematische Darstellung des Verkapselungsprozesses mit Polyurethan/Polyharnstoff gekoppelt mit Lösungsmittelverdampfung.

Bei der Verkapselung von Schmierstoffen mit Polyurethan/Polyharnstoff wurden unterschiedliche Di- und Triisocyanate sowie Polyisocyanate als Monomere in der Ölphase gelöst. Als reaktive, wasserlösliche Komponenten können Polyalkohole und besonders oberflächenaktive Di- und Polyamine eingesetzt werden. Werden Polyalkohole als Stabilisatoren eingesetzt werden, entsteht auf der Tröpfchenoberfläche ein Gemisch aus Polyurethan und Polyharnstoff. Werden nur Amine eingesetzt, entsteht ein Polyharnstoff. Die Grenzflächenpolymerisation mit Isocyanaten ist in der Literatur nahezu ausschließlich für PU beschrieben, sodass für eine leichtere Wahrnehmung alle Isocyanat-basierten Mikroapseln in diesem Bericht als PU bezeichnet werden, auch wenn es sich zum Teil um Polyharnstoffkapseln handelt.

Polyisocyanate wurden in diesem Projekt bevorzugt eingesetzt, da diese einen niedrigeren Dampfdruck als Diisocyanate haben und dadurch, je nach Herstellungsverfahren, weniger gesundheitsgefährdend in der Prozessierung sind [30]. Polyisocyanate sind oft nicht mit sehr hydrophoben Schmierölformulierungen mischbar. Hier kann ein leicht flüchtiger Co-

Solvent eingesetzt werden, um die Mischbarkeit/Dispergierbarkeit in der Ölphase zu gewährleisten. Der Co-Solvent wird während des Prozesses zur Kapselherstellung (vor oder nach der Zugabe von wasserlöslichen Reaktivkomponente) durch Verdampfung entfernt, sodass am Ende des Prozesses nur Schmieröl bzw. eine Schmierölformulierung im Kapselkern verbleibt. Die Zugabe und Entfernung von Co-Solvents kann als zusätzliche Hürde für einen industriellen Prozess gesehen werden, da es die Komplexität des Verkapselungsprozesses erhöht. Dieser Prozess bringt aber technische Vorteile, da mit Co-Solvents oft stabilere Mikro kapseln entstehen. Diese Kapseln zeichnen sich durch einen höheren Vernetzungsgrad des Kapselwandmaterial aus, haben dadurch bessere Barriereigenschaften und eine höhere mechanische sowie thermische Stabilität.

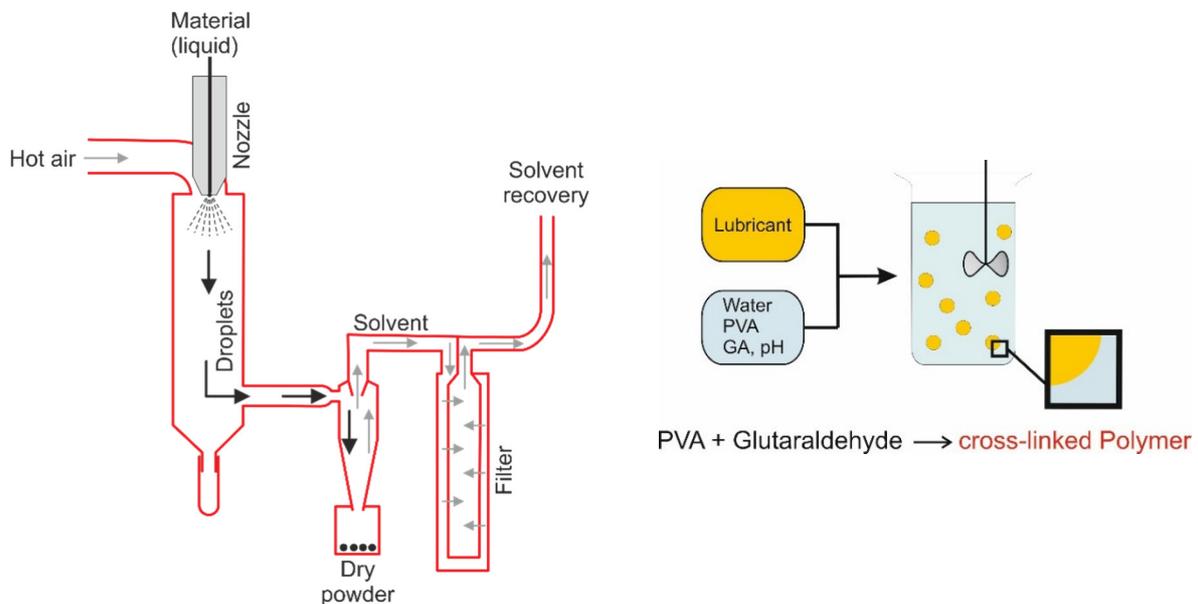


Abbildung 8: Schematische Darstellung des Mikroverkapselungsprozesses mit vernetztem Polyvinylalkohol unter Verwendung der Sprühtrocknung. Links: Funktionsweise der Sprühtrocknung; Rechts: Herstellung der Emulsion für die Sprühtrocknung.

Die vernetzten Polyvinylalkoholkapseln wurden durch eine Reaktion zwischen Polyalkohol und Glutaraldehyd hergestellt, die in der wässrigen Phase stattfindet. Flüssiger Schmierstoff wurde in der wässrigen Phase, die sich aus Wasser, Polyalkohol und Glutaraldehyd zusammensetzt, mit einem Stator-Rotor Homogenisator (Ultra-Turrax) dispergiert (Abbildung 8: Schematische Darstellung des Mikroverkapselungsprozesses mit vernetztem Polyvinylalkohol unter Verwendung der Sprühtrocknung. Links: Funktionsweise der Sprühtrocknung; Rechts: Herstellung der Emulsion für die Sprühtrocknung. Danach wird der pH-Wert eingestellt (≤ 5) und die Mischung in einem Sprühtrockner (Abbildung 9) bei erhöhten Temperaturen versprüht. Durch die schnelle Verdampfung von Wasser wird die Konzentration von reaktiven Komponenten in der wässrigen Phase schlagartig erhöht, wobei der pH-Wert sinkt. Dadurch wird die Reaktion beschleunigt und am Ende vernetzte Polyvinylalkoholpartikel erhalten, die sich nicht in Wasser lösen und nicht quellen.



Abbildung 9: Foto von einem Laborreaktor (links) und einem Laborsprühtrockner (rechts).

4.2.1.1 Oberflächenmodifizierung von Mikrokapseln

MF und PU Mikrokapseln wurden hydrophobiert, um deren Kompatibilität mit der Polymermatrix zu verbessern. Für diesen Zweck wurden spezielle Mikrokapseln hergestellt, die einen höheren Anteil an Aminogruppen (primär und sekundär) auf deren Oberfläche tragen. Hierfür wurden bei der Synthese lineare und verzweigte Polyamine in die wässrige Phase zugegeben. Diese Partikel wurden isoliert, gewaschen und in einem zweiten Schritt in einer Lösung von Palmitinsäure in Ethanol dispergiert. Palmitinsäure wurde auf der Kapseloberfläche durch elektrostatische Interaktionen abgeschieden. Diese elektrostatischen Wechselwirkungen konnte man durch Agglomeration der Partikel in der wässrigen Suspension gut beobachten.

In einem dritten Schritt wurden die Mikrokapseln isoliert, getrocknet und im Ofen bei 200 °C für 30 Minuten behandelt, um eine Umwandlung von Carboxylat in Amid zu erreichen. Dadurch wurde eine kovalente Bindung zwischen Partikeloberfläche und Palmitinsäure ausgebildet, die durch Extrusionsprozesse nicht zerstört werden sollte (Abbildung 10).

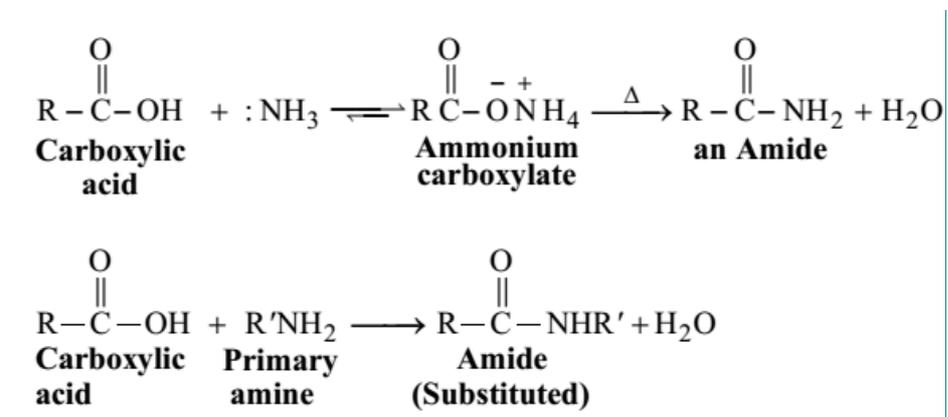


Abbildung 10: Schematische Darstellung von der Reaktion zwischen Palmitinsäure und Aminogruppen auf der Kapseloberfläche nach einer thermischen Behandlung.

4.2.1.2 Laboruntersuchungen

Im Labormaßstab wurde die Herstellung der Kapseln zuerst in einem 20 g Maßstab optimiert und stufenweise auf 500 mL Ansätze übertragen.

Bei der Herstellung von MF-Mikrokapseln wurden folgenden Parameter variiert:

- Konzentration Wandmaterial/Melaminharzvorkondensat
- pH-Wert
- Säure, die für Anstellung des pH-Wertes eingesetzt wurde
- Verhältnis Öl Phase/ wässrigen Phase
- Rührgeschwindigkeit
- Temperatur

Bei der Herstellung von PU-Mikrokapseln wurden folgenden Parameter variiert:

- Typ Isocyanat
- Konzentration von Isocyanat in der Öl Phase
- pH-Wert
- Typ Katalysator
- Konzentration von Öl Phase in der wässrigen Phase
- Typ Tensid
- Rührgeschwindigkeit
- Temperatur

Bei der Herstellung von PA-Mikrokapseln wurden folgenden Parameter variiert:

- Typ Säure Chlorid
- Konzentration von Säure Chlorid in der Öl Phase
- pH-Wert/Menge NaOH
- Dosierungsprofil Amin und NaOH
- Konzentration von Öl Phase in der wässrigen Phase
- Rührgeschwindigkeit
- Temperatur

Bei der Herstellung von PUPVA-Mikrokapseln wurden folgenden Parameter variiert:

- Konzentration von Öl Phase in der wässrigen Phase
- Rührgeschwindigkeit
- Eingangstemperatur bei der Sprühtrocknung
- Ausgangstemperatur bei der Sprühtrocknung
- Dosierungsrate bei der Sprühtrocknung

Bei der Mikrokapselhydrophobierung wurden folgenden Parameter variiert:

- Konzentration von Palmitinsäure im Ethanol
- Menge an der Lösung, die zu einer definierten Suspensionsmenge zugegeben wurde

- Rührgeschwindigkeit
- Temperatur
- Reaktionszeit

4.2.1.3 Scale-up von der Synthese und Übertragung auf den Technikumsmaßstab

Ausgewählte Reaktionen wurden auf einen 10 L Maßstab übertragen (Abbildung 11). Diese Größe war für die Herstellung von 1-3 kg Mikrokapseln pro Synthese-Batch ausreichend.



Abbildung 11: Foto von dem Reaktor mit Kühlung für die Herstellung von PA Mikrokapseln. Es sind 2 Rotor-Stator Homogenisatoren, ein Ankermixer und ein Dosierschlauch für die Aminlösung gezeig.

Im Vorprojekt wurde auch ein 60 L Reaktor für die Mikrokapselsynthese eingesetzt (Abbildung 12). Dieser ist aber nur dann wirtschaftlich vorteilhaft, wenn mehr als 30 kg der Mikrokapseln benötigt werden.



Abbildung 12: Foto eines 60 L Reaktors. links: innen, rechts: außen.

4.2.1.4 Isolierung und Trocknung der Mikro kapseln

Die Isolierung der Mikro kapseln erfolgte durch Filtration, entweder auf einer Nutsche mit einem Papierfilter oder in einer Waschzentrifuge. Es entsteht ein Filterkuchen, der mit der dreifachen Menge an Wasser gewaschen wurde.

Je nach Art der Partikel wurden die Mikro kapseln entweder durch Sprühtrocknung (Abbildung 13) isoliert oder an der Luft getrocknet. Bei der Trocknung wurden folgenden Beobachtungen gemacht:

- **MF-Mikro kapseln** können grundsätzlich luftgetrocknet werden und bilden dabei ein rieselfähiges Pulver.
- **PU-Mikro kapseln** mit der Größe $< 10 \mu\text{m}$ müssen grundsätzlich mit Sprühtrocknung isoliert werden, um ein rieselfähiges Pulver zu erhalten. Partikel mit der Größe $> 10 \mu\text{m}$ und $< 30 \mu\text{m}$ und einer weiten Größenverteilung müssen mit Sprühtrocknung getrocknet werden. Mikro kapseln mit der gleichen Größe und engen Größenverteilung sowie Mikro kapseln mit der Größe $> 30 \mu\text{m}$ ließen sich an der Luft zu einem rieselfähigen Pulver trocknen.
- **PA-Mikro kapseln** konnten unabhängig von deren Größe nur mit Sprühtrocknung zu einem rieselfähigen Pulver getrocknet werden.
- **PUPVA-Mikro kapseln** kommen als rieselfähiges Pulver direkt aus dem Sprühtrockner.



Abbildung 13: Foto des Sprühtrockners (Technikum), der für die Trocknung von größeren Mengen von Mikro kapseln benutzt wurde.

4.2.2 Kunststoffverarbeitung

Je nach Versuchsziel und vorhandenen Rohstoffmengen wurde zwischen zwei unterschiedlichen Prozessverfahren gewählt. Im Vorprojekt hat sich ein Mikrocompounder bewährt, um Batchmengen von 7 cm^3 zu compoundieren und mit der angeschlossenen Spritzgießeinheit zu Probekörpern zu verarbeiten. Dadurch konnten neuartige Mikro kapseln hinsichtlich ihrer Kompatibilität zu verschiedenen Thermoplasten charakterisiert

werden. Außerdem war die ressourcenschonende Herstellung von einer hohen Anzahl an Versuchspunkten möglich.

Für die kontinuierliche Herstellung von größeren Mengen an Compound wurde ein Doppelschneckenextruder gewählt. Dieser gewährleistete die Compounderstellung in größeren Maßstäben (> 1 kg). Diese industrienähere Verarbeitungsmethode ermöglichte zudem die Einarbeitung weiterer, nicht pulverförmiger, Bestandteile wie Fasern. Das hergestellte Granulat musste im Gegensatz zum Microcompounder für die Verarbeitung zu Probekörpern im Spritzgießprozess erneut aufgeschmolzen werden.

4.2.2.1 Mikrocompounder

Der Mikrocomopounder (MiniLab II, Thermo Fischer Inc., Waltham (USA)) verfügt über eine konische Doppelschnecke zur Plastifizierung, einen Bypass-Kanal zur Verweilzeiteinstellung, einen beheizten Schmelzespeicher zum Transport der Schmelze zur Spritzgießeinheit (Abbildung 14). Es können sowohl Granulate als auch Pulver verarbeitet und über einen Trichter in die Compoundiereinheit gegeben werden. Um eine Vormischung des Compounds zu erzielen, wurden alle Bestandteile vor der Verarbeitung als Pulver händisch vorgemischt.

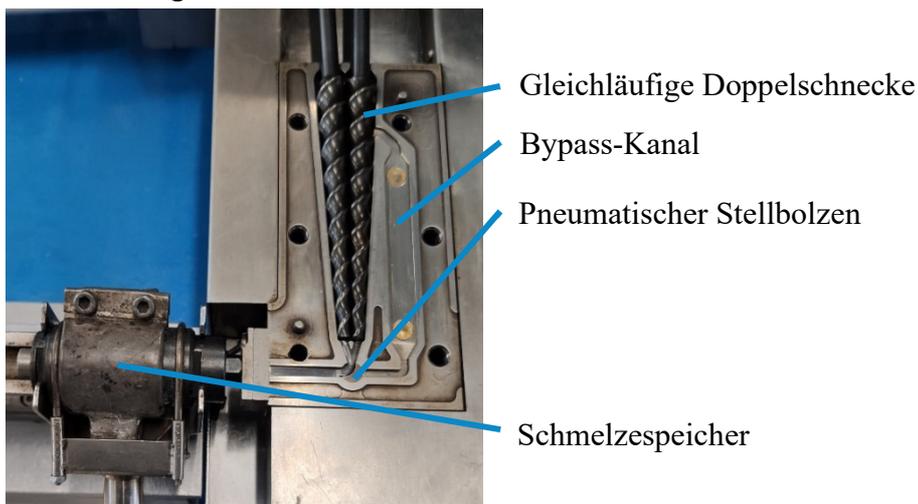


Abbildung 14: Compoundiereinheit des MiniLab II.

Die für die unterschiedlichen Matrixpolymere eingestellten Verfahrensparameter sind in Tabelle 9 aufgeführt.

Tabelle 9: Verfahrensparameter des Mikrocompounders.

Parameter \ Polymer	PP	POM	PBT
Schneckendrehzahl / min^{-1}	100	100	100
$T_{\text{Compounder}} / ^\circ\text{C}$	200	200	250
$T_{\text{Schmelzespeicher}} / ^\circ\text{C}$	170	185	230
$T_{\text{Spritzgießwerkzeug}} / ^\circ\text{C}$	40	40	50

Die Spritzgießeinheit fährt einen Pneumatikzylinder aus, sodass der am Schmelzespeicher befindliche Bolzen hereingedrückt wird und Kunststoffschmelze in das Werkzeug gespritzt wird (siehe Abbildung 15). Anschließend kann das Werkzeug entnommen werden und der Probekörper über Öffnen der Werkzeughälften entformt werden. Die im Schmelzespeicher befindliche Menge an Kunststoff ist ausreichend, um das Werkzeug mehrmalig zu füllen (2 - 4 Mal). Es besteht die Wahl zweier verschiedener Werkzeugeinsätze (siehe Abbildung 16).

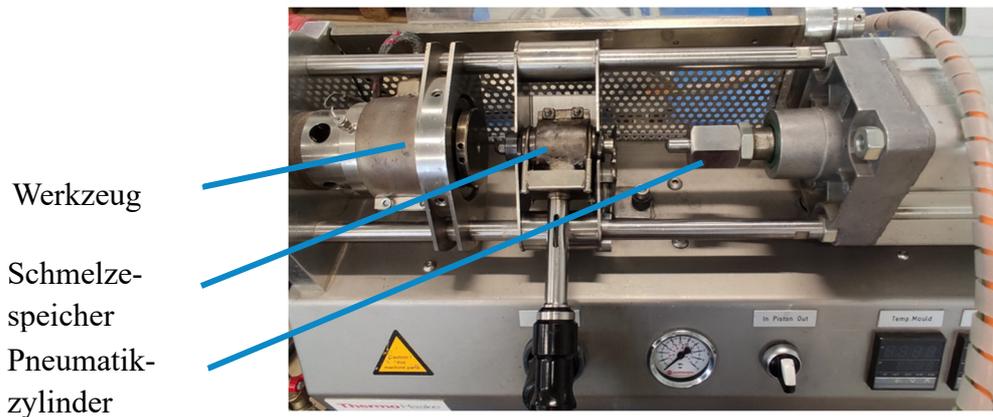


Abbildung 15: Spritzgießeinheit des MiniLab II.

Ein Werkzeug ermöglichte die Herstellung von Zugstäben des Typs 5A (DIN EN ISO 527-2) zur Charakterisierung mechanischer Eigenschaften. Das zweite Werkzeug diente zur Herstellung von runden Plättchen (Durchmesser: 25 mm; Wandstärke: 1,65 mm). Anhand dieser Plättchen wurden tribologische Prüfungen durchgeführt.



Abbildung 16: Werkzeugeinsätze der Spritzgießeinheit.

4.2.2.2 Doppelschneckenextruder

Die Einarbeitung im Technikumsmaßstab wurde auf einem gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextruder (Typ: ZSK 26 Mcc, Fa. Coperion, Deutschland) durchgeführt. Das Matrixpolymer wurde über den Haupteintrag gravimetrisch dosiert. Die pulverförmigen Schmierstoffmikrokapseln wurden über eine ZS-B-Seitenbeschickung mit Feed Enhancement Technologie (FET) zugeführt. Der Einsatz des FET-Gehäuses ist nötig, um die Mikrokapseln verbessert fördern zu können. Auf Grund der geringen Schüttdichte und der Neigung zur Agglomeratbildung kann es sonst verstärkt zu Dosierunregelmäßigkeiten

durch Brückenbildung bis hin zum Verstopfen der Seitenbeschickung kommen. Die Zudosierung der Verstärkungsfasern erfolgte über eine vom SKZ entwickelte Seitenfaserbeschickung. Die Schneckengeometrie wurden speziell auf die Versuche ausgelegt, um eine möglichst gleichmäßige Durchmischung der Additive mit den Polymeren zu gewährleisten. Die Scherbelastung auf die Mikrokapseln musste allerdings gering genug sein, damit es nicht zu einer vorzeitigen Freisetzung des Schmieröls kommt. Die Compoundiersversuche wurden mit Durchsätzen zwischen 10 – 20 kg/h durchgeführt. Die Polymerstränge wurden über ein Wasserbad abgekühlt und als Strang kaltgranuliert. Die vollständigen Verfahrensparameter zur Herstellung der einzelnen Compounds sind dem Anhang beigefügt.

4.2.2.3 Spritzgießen

Die Herstellung von Zugprüfstäben vom Typ 1A erfolgte an einer Spritzgießanlage (Typ: 160 – 750PX, Fa. Krauss Maffei, München). Die Spritzgießparameter wurden an das jeweilige Material angepasst. Dabei wurde auf eine möglichst materialschonende Verarbeitung geachtet. Die verwendeten Parameter befinden sich im Anhang.

Für Versuche im Mehrkomponentenspritzgießen wurde eine 2K-Spritzgießanlage (Typ: Arburg 570A, Fa. Arburg, Loßburg) verwendet. Zur Untersuchung der Haftung von zwei Materialien wurde ein Zweikomponenten-Spritzgießwerkzeug verwendet (siehe Abbildung 17). Die Plastifizierung erfolgte über zwei separate Einschnecken und Angussysteme. Die beiden Polymere wurden seriell in das Werkzeug eingespritzt. Vor dem Einspritzen der zweiten Komponente wurden der Bolzen verschoben, um die beiden Kavitäten miteinander zu verbinden.

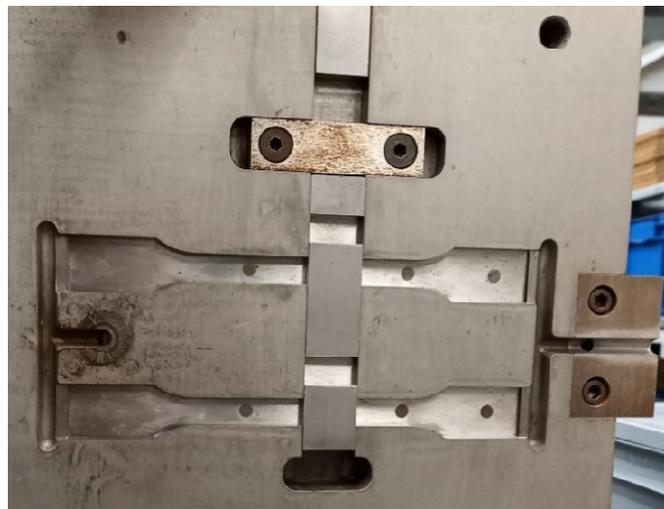


Abbildung 17: Mehrkomponenten-Spritzgießwerkzeug zur Untersuchung der Materialhaftung.

4.3 Charakterisierungsmethoden

4.3.1 Thermogravimetrische Analyse

Die thermogravimetrischen Messungen wurden mit dem Gerät TGA Q500 der Firma TA Instruments unter Stickstoffspülung durchgeführt. Die Probe wurde in einen Standard-Tiegel der Firma Thepro aus Aluminium eingewogen. Die Probenmenge betrug jeweils 4-8 mg. Es wurde standardmäßig die folgende Methode verwendet: 10 K/min bis 550°C.

4.3.2 Partikelgrößenverteilung

Partikelgrößenverteilung wurde mit einem LS 13 320 Laser Diffraction Particle Size Analyzer bestimmt. Die Mikrokapselsuspensionen wurden mit einer Tensid Lösung verdünnt und im Ultraschallbad für eine Minute dispergiert und danach analysiert.

4.3.3 Rasterelektronenmikroskopie

Für mikroskopische Aufnahmen mit einer bis zu 10.000-fachen Vergrößerung wurde ein Rasterelektronenmikroskop (REM) (Typ: Supra 40 VP, Fa. Carl Zeiss, Oberkochen) eingesetzt. Durch Sputtern wurde eine oberflächliche Leitfähigkeit der polymeren Proben erhalten.

4.3.4 Tribometer

Die tribologischen Systemeigenschaften wurden mit Hilfe eines Stift-Scheibe-Tribometers (Typ: TRB; Fa. Anton Paar, Ostfildern) geprüft. Die Bestimmung des Reibkoeffizienten wurde über einen Querkraftsensor durchgeführt und über die gesamte Reibstrecke gemittelt. Für die Bestimmung des Verschleißes war die Kunststoffprobe im Fokus der Untersuchungen. Insbesondere bei nicht faserverstärkten Materialien kann in guter Näherung davon ausgegangen werden, dass der Hauptverschleiß am Kunststoff stattfindet. Die tribologische Prüfstelle an einem Zugprüfkörper ist in Abbildung 18 dargestellt. Der Stahlkugel-Gegenkörper bestand aus 100Cr6 und hatte einen Durchmesser von 6 mm. Geschwindigkeit, Versuchsdauer und Auflast wurden systematisch variiert. Die Verschleißbestimmung wurde falls nicht anderes angegeben optisch anhand der Verschleißspurbreite ermittelt. Beim Versuchsaufbau aus Stahlkugel und Kunststoffplatte wurde aus der mikroskopisch bestimmten Spurbreite s , dem Kugelradius r und des Spurradius R das Verschleißvolumen nach ASTM G99-17 wie folgt berechnet:

$$V_{Platte} = \frac{\pi \cdot s^3 \cdot R}{6 \cdot r} \quad (2)$$

Die spezifische Verschleißrate ergibt sich aus dem Verhältnis des Verschleißvolumens zur Belastung (Produkt aus Normalkraft F_N und der Strecke S):

$$w_s = \frac{V_{Platte}}{F_N \cdot S} \quad (3)$$

Die Messung des Verschleißvolumens bei Oszillationsprüfungen wurden anhand von 3D-Profilometrie berechnet. Dazu wurde die Oberflächenanalysesoftware MountainsMap (Digital Surf SARL, Frankreich) verwendet.

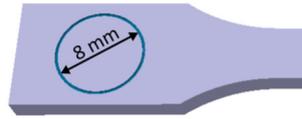


Abbildung 18: Tibologische Prüfzelle auf einem Zugprüfkörper.

4.3.5 Zugprüfung

Der Einfluss der eingearbeiteten Mikrokapseln auf die mechanischen Kennwerte der Mikrokapsel-Kunststoff-Verbunde wurde mittels Zugprüfung nach DIN EN ISO 527 analysiert. Für die Untersuchungen kam eine Universal-Prüfmaschine (Typ: Z010, Fa. Zwick-Roell, Ulm) mit einer 10 kN-Kraftmessdose zum Einsatz. Die Prüfkörper wurden mit einer Vorkraft von 5 N (Laborprüfkörper 1 N) und einer Prüfgeschwindigkeit von 50 mm/min gemessen. Das E-Modul wurde bei einer Geschwindigkeit von 1 mm/min bestimmt.

5 Diskussion der Ergebnisse

5.1 Mikrokapseln und deren Charakterisierung

Alle Kapseln wurden anhand thermogravimetrischer Analyse (TGA) untersucht. Abbildung 19 zeigt TGA-Kurven für unterschiedlichen MF Mikrokapseln und unverkapselte Schmierstoffformulierungen als Referenz.

Der FM01 Schierstoff ist weniger thermisch stabil (bis ca. 230 °C) als das Food Lube (ca. 350 °C). MF Mikrokapseln, die an Luft getrocknet wurden, haben einen Restwassergehalt von 1-2 Gew. %, was der ersten Gewichtsabnahme unter 100 °C entspricht. Die zweite Gewichtsabnahmestufe von 0-3 Gew. % ist zwischen 150 und 220 °C zu beobachten. In der Literatur wird diese Stufe der Nachkondensation des Melaminharzes zugeordnet [31].

Der FM01 Schierstoff zeigt keine Reaktionen bzw. enthält keine flüchtige Komponenten, da bis 300 °C kein Gewichtsverlust zu beobachten ist. Die dritte Gewichtsabnahme passiert bei ca. 300°C und liegt im thermischen Abbau von Melaminharz begründet. Im Fall von verkapselten FM01 passiert das zeitgleich mit der Verdampfung des Schmierstoffs. Beim thermisch sehr stabilen Food Lube beginnt bei den Kapseln zuerst der Abbau des Wandmaterials (300 °C) und dann verdampft oder zersetzt sich erst das Kernmaterial (350 °C).

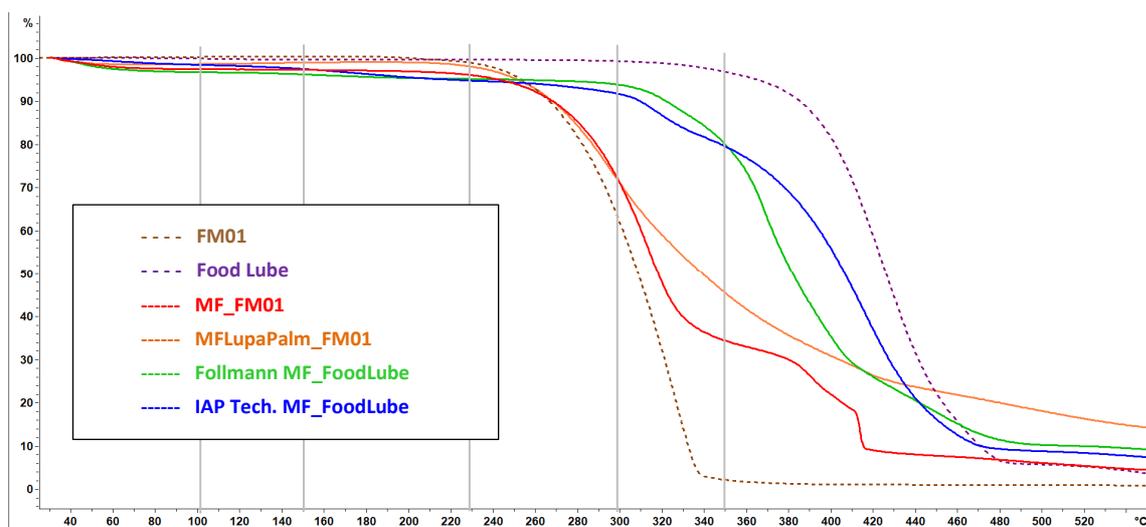


Abbildung 19: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für MF-basierten Mikrokapseln.

Abbildung 20 zeigt TGA-Kurven für unterschiedlichen PU Mikrokapseln mit Food Lube Kern, PU Partikel (kein Schmierstoff) und unverkapseltes Food Lube als Referenz. Die Polyharnstoffpartikel zeigt eine leichte Gewichtsabnahme von ca. 2 Gew.% unter 100 °C (Wasser) und eine weitere fast lineare Gewichtsabnahme von ca. 2 Gew.% bis 300 °C und erreichen ca. 40 % Gewichtsverlust bis 380 °C, gefolgt von einer weiteren langsamen fast linearen Abbauphase. Die 2 Gew.% bei Temperaturen zwischen 100 °C und 300 °C könnten durch nicht ausreagierte Isocyanatgruppen erklärt werden. Dieses Gewichtsabnahmemuster fehlt bei Mikrokapseln, was die Hypothese bestätigen würde. Alle PU Mikrokapseln sind bis ca. 280°C thermisch stabil und verhalten sich mit einer Abweichung

von ± 5 °C im Abbauverhalten ähnlich, unabhängig von Größe, eingesetzten Stabilisatoren, Wandanteil und Oberflächenmodifikation. TGA für PA-Mikrokapseln ist zum direkten Vergleich auch in Abbildung 20 dargestellt. PA-Mikrokapseln zeigen eine noch höhere thermische Stabilität und den ersten Abbau von 2 % erst bei 330 °C.

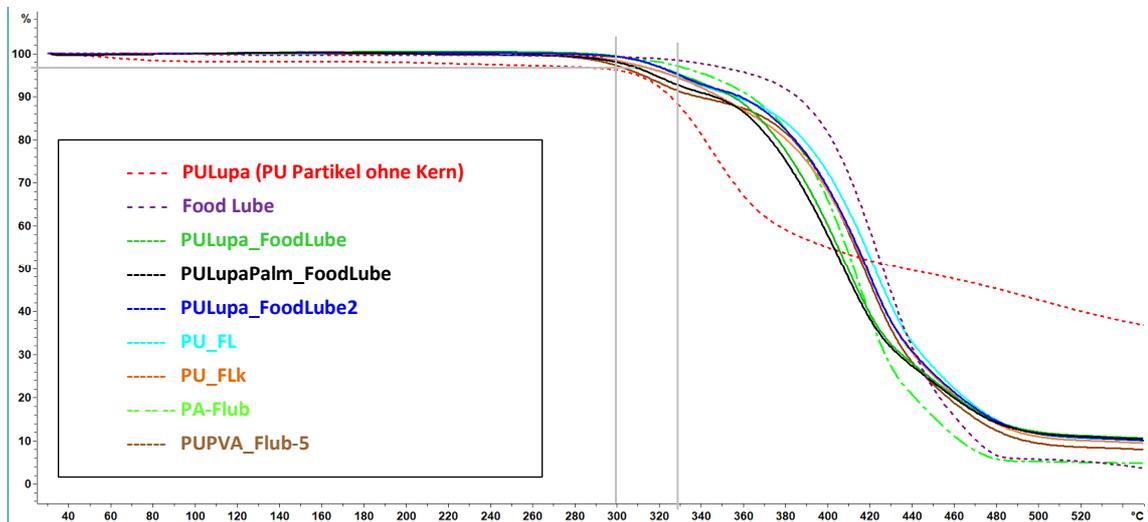


Abbildung 20: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für PU-basierten Mikrokapseln und PA Mikrokapseln im Vergleich.

Abbildung 21 vergleicht die Schmierstoffe FM01 und Food Lube mit den jeweiligen Mikrokapseln davon. Es ist sehr deutlich, dass die thermische Stabilität der Schmierstoffe eine entscheidende Rolle für die Stabilität der entsprechenden Mikrokapseln spielt. Die Thermogravimetrische Stabilität von PA-Mikrokapseln gefüllt mit zwei unterschiedlichen Schmierstoffen unterscheiden sich um 100 °C.

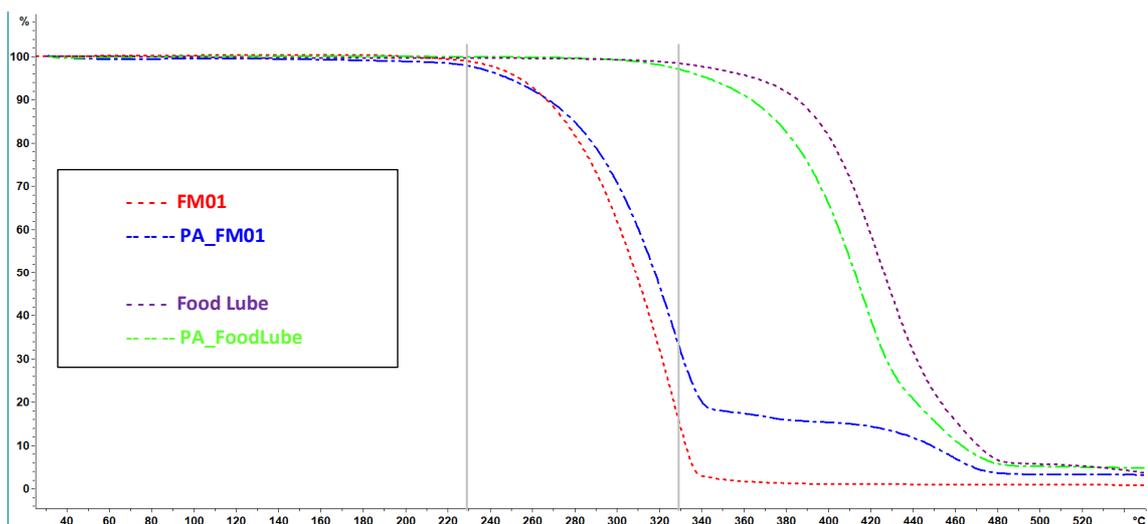


Abbildung 21: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für PA-basierten Mikrokapseln mit unterschiedlichen Kernmaterialien.

In der Abbildung 22 sind TGA-Kurven von FM01 und dessen Mikrokapseln in unterschiedlichen Wandmaterialien dargestellt. Interessanterweise verhalten sich MF und PA-Mikrokapseln im Bereich bis 230 °C fast identisch. Es kann hier nur spekuliert werden,

dass die hohe Sprödigkeit beider Materialien dafür ursächlich ist. PVA ist weniger thermisch stabil als MF und PA, wobei PU-Mikrokapseln die größte Stabilität bis 280 °C zeigen. Dies ist ca. 50 °C höher als bei MF und PA-Mikrokapseln.

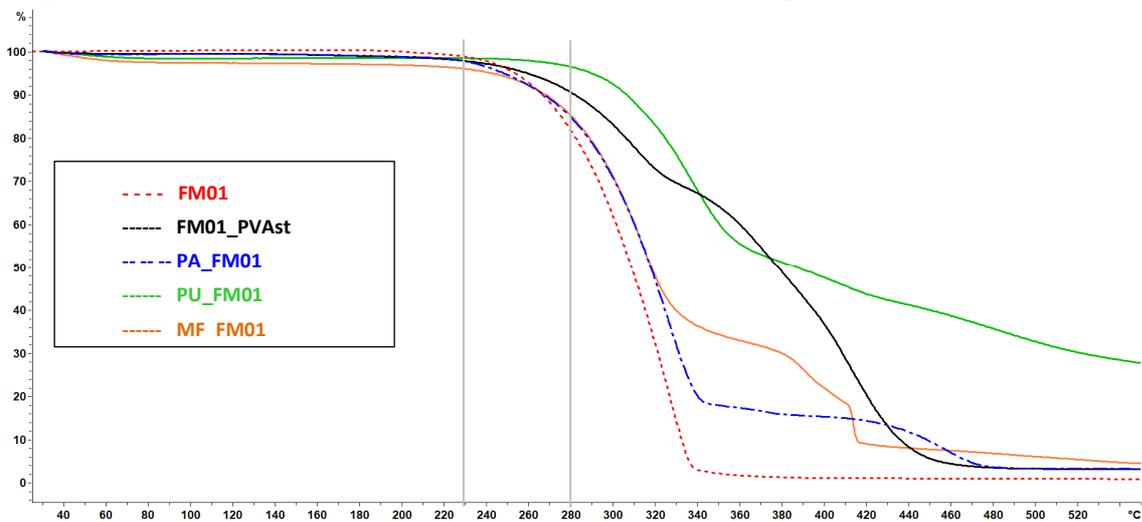


Abbildung 22: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für Mikrokapselformulierungen mit FM01 Kern und unterschiedlichen Wandmaterialien.

Die Größe der Mikrokapselformulierungen wurde systematisch variiert. Die Mikrokapselformulierungen konnten zwischen 7 und 70 µm im Durchmesser (D90) hergestellt und anhand unterschiedlicher Methoden zur Isolation in trockene, gut dosierbare Pulver mit 70-90 % Anteil an Kernmaterial überführt werden.

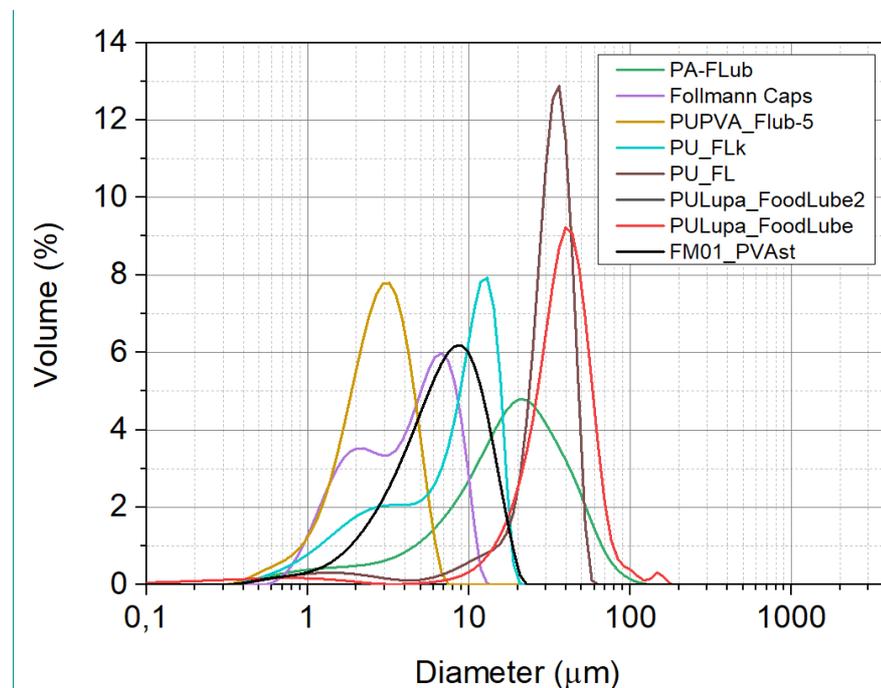


Abbildung 23: Ausgewählte Partikelgrößenverteilungen für Mikrokapselformulierungen unterschiedlicher Wand- und Kernmaterialien. Viele unterschiedliche Größen der Mikrokapselformulierungen konnten realisiert werden.

In Abbildung 24 sind optische Mikroskopaufnahmen von ausgewählten Mikrokapselformulierungen dargestellt.

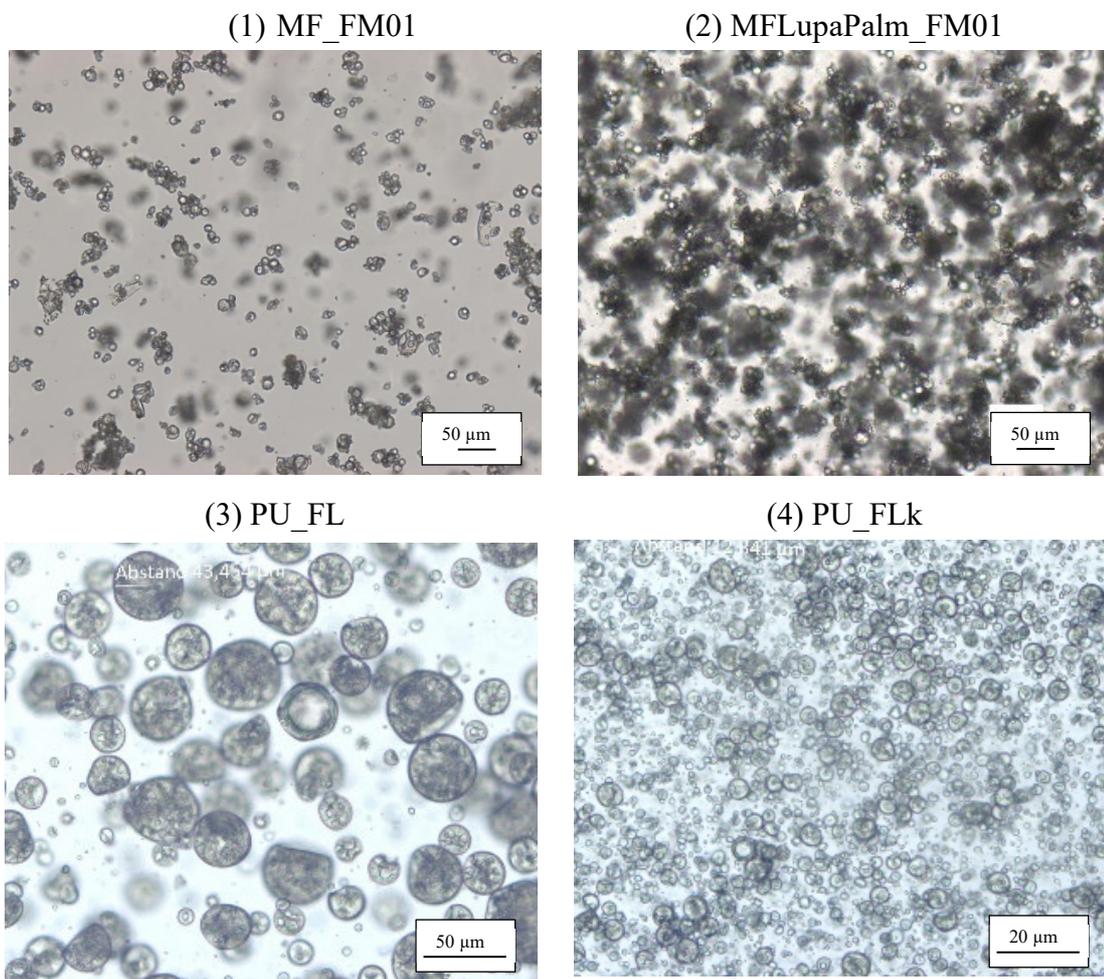


Abbildung 24: Optische Mikroskopaufnahmen für ausgewählte Mikrokapselformulierungen.

In Abbildung 25 sind REM-Aufnahmen von ausgewählten Mikrokapselformen dargestellt.

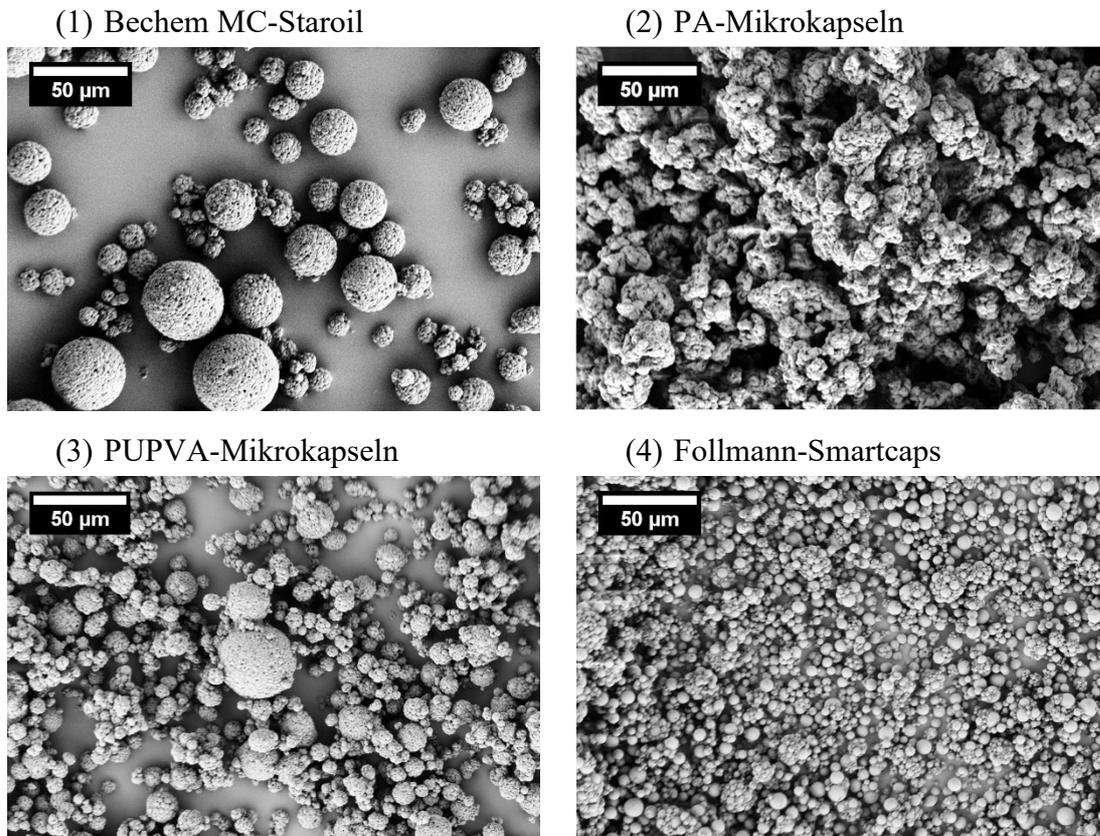


Abbildung 25: Darstellung verwendeter Mikrokapselformen im Forschungsprojekt.

5.2 Untersuchungen zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften von Mikrokapselformen/Kunststoff-Verbänden

In diesem Kapitel wird der Einsatz von Kompatibilisatoren, oberflächenmodifizierten Mikrokapselformen und Untersuchungen zum 2K-Spritzgießen dargestellt. Diese Versuche haben zum gemeinsamen Ziel die mechanischen Eigenschaften zu steigern. Untersuchungen zum Einsatz von Verstärkungsfasern werden im Kapitel 5.3 dargestellt.

5.2.1 Einsatz von Kompatibilisatoren

5.2.1.1.1 PP-Compounds

Um die mechanischen Eigenschaften zu steigern, wurde untersucht, inwieweit Kompatibilisatoren die Anbindung von Schmierstoffmikrokapselformen an die polymere Matrix steigern können. Für alle Versuche wurde PP vom Typ BF970MO von Borealis (Österreich), MF-Mikrokapselformen vom Typ MF-T2 (IAP) oder PU-L3 (IAP) verwendet. Anhand von Mikrokapselformen mit einer Melaminharz Kapselwand wurden sechs unterschiedliche Kompatibilisatoren untersucht. Basierend auf Vorversuchen und den Empfehlungen der Hersteller wurde ein Kompatibilisatoranteil von 2 Gew.-% gewählt. In Abbildung 26 sind die mechanischen Eigenschaften von Zugprüfkörpern (Herstellung über Mikrocompounder) gegenüber dargestellt. Die Zugabe von MF-Mikrokapselformen führt zu einer deutlichen Reduzierung der Mechanik (Probe PP-MF). Die Zugabe von Kompatibilisatoren führt teil-

weise zu einer geringfügigen Steigerung der mechanischen Eigenschaften. Die Kompatibilisatoren 3, 6 und 7 weisen gegenüber der Probe mit Mikrokapseln und ohne Kompatibilisatoren erhöhte E-Moduln und Maximalspannungen auf. Hierbei handelt es sich um Kompatibilisatoren mit funktionellen Gruppen auf Basis von Maleinsäureanhydrid (MAH) (Proben 3 & 7) und Acrylsäure (Probe 6).

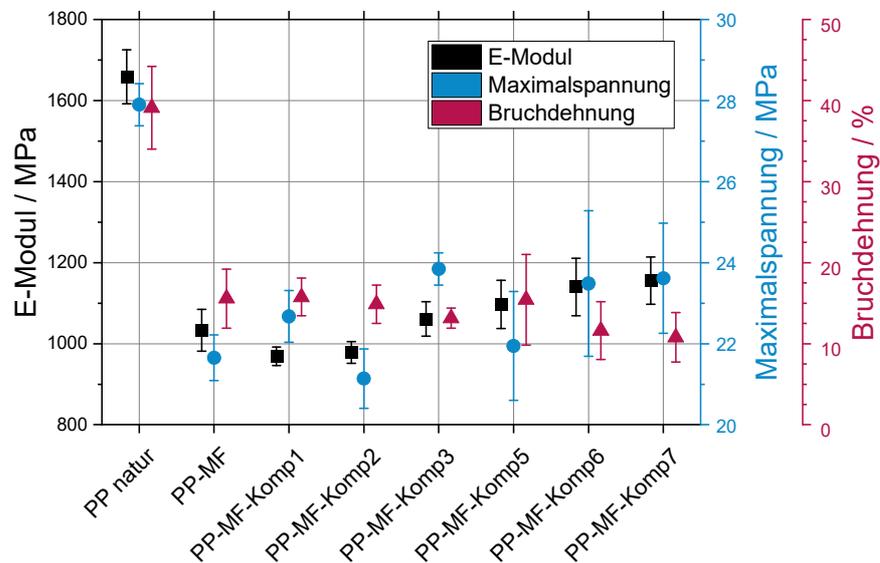


Abbildung 26: Mechanische Kennwerte von PP-Compounds mit einem 2 Gew.-% Kompatibilisator und 10 Gew.-% MF-Mikrokapseln (Typ: MF-T2).

Es wurde außerdem untersucht, inwieweit Mikrokapseln mit einer Polyurethankapselwand mit Hilfe von Kompatibilisatoren stärker an die polymere Matrix gebunden werden können. Hierzu wurden drei verschiedene Kompatibilisatoren untersucht. Durch die Zugabe von 2 Gew.-% an Kompatibilisator konnten die mechanischen Eigenschaften tendenziell leicht erhöht werden gegenüber der Probe (PP-PU) ohne Kompatibilisator.

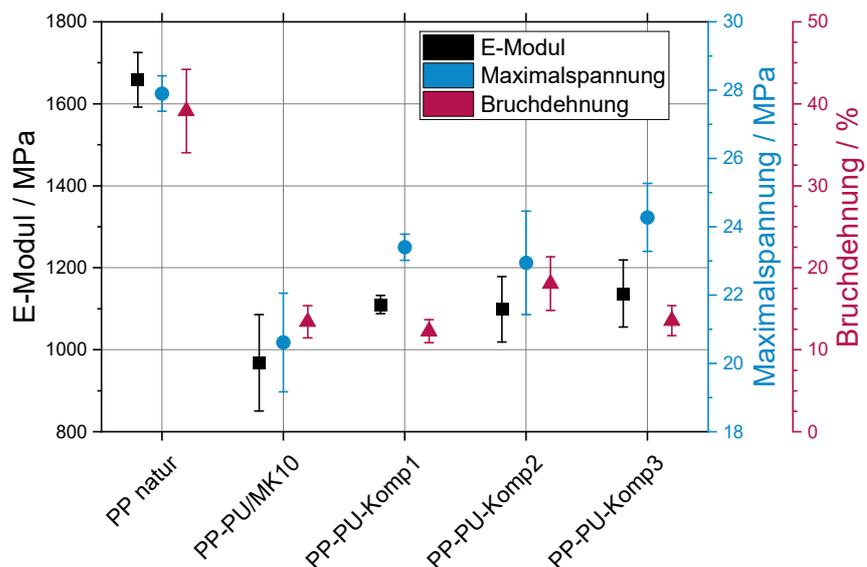


Abbildung 27: Mechanische Kennwerte von PP-Compounds mit einem 2 Gew.-% Kompatibilisator und 10 Gew.-% PU-Mikrokapseln (Typ: PU-L3).

In Abbildung 28 wird der Einfluss des Kompatibilisators 1 auf die mechanischen Eigenschaften von MF-Partikel gefüllten PP-Compounds dargestellt. Anhand dieser Versuche sollte der Einfluss des Kompatibilisators ohne Einwirkung des Schmiermittels untersucht werden. Gegenüber der Mikrokapselgefüllten Probe fällt der Rückgang der mechanischen Eigenschaften bei Verwendung von Vollpartikeln deutlich geringer aus. Durch die Zugabe des Kompatibilisators konnte die Maximalspannung gesteigert werden. Der Einfluss auf Bruchdehnung und E-Modul ist gering. Durch Steigerung des Kompatibilisatoranteils von 2 Gew.-% auf 4 Gew.-% konnte keine weitere Steigerung der mechanischen Eigenschaften erzielt werden. Insgesamt können bei Verwendung von Vollpartikeln und des Kompatibilisators im Vergleich zur ungefüllten Referenz höhere mechanische Eigenschaften erzielt werden.

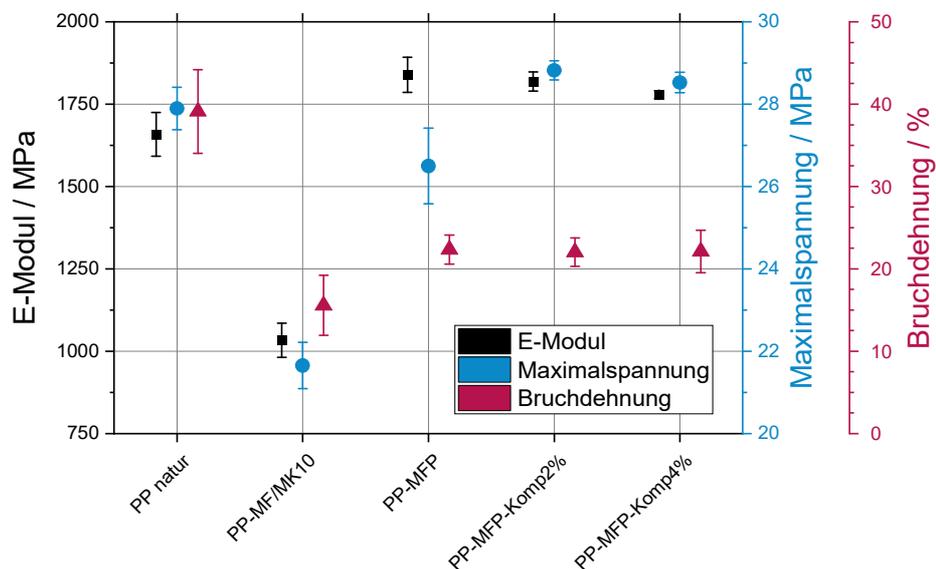


Abbildung 28: Einfluss von Kompatibilisator 1 auf die mechanischen Eigenschaften von MFP-Partikel gefüllten PP Compounds gegenüber der ungefüllten PP-Referenz und PP mit 10 % MF-Mikrokapseln (Typ: MF-T2).

Vergleichbar zu den Versuchen mit MF-Partikeln wurden Untersuchungen mit PU-Partikeln (PUP) durchgeführt. Die in Abbildung 29 dargestellten Ergebnisse zeigen ein ähnliches Bild zu den Ergebnissen mit MF-Partikeln. Die Zugabe von Vollpartikeln führt zu einem geringeren Rückgang an mechanischen Eigenschaften im Vergleich zu Mikrokapseln. Durch die Zugabe des Kompatibilisators 1 kann die Maximalspannung gesteigert werden. Der E-Modul bleibt konstant wohingegen die Zugabe des Kompatibilisators zu einem Rückgang der Bruchdehnung führt. Die Steigerung des Kompatibilisatoranteils von 2 Gew.-% auf 4 Gew.-% führt zu keinen erhöhten mechanischen Kennwerten.

Insgesamt zeigen diese Versuche, dass Vollpartikel im Gegensatz zu Mikrokapseln bei gleichem Gewichtsanteil zu einem geringeren Rückgang der mechanischen Eigenschaften führen. Durch die Zugabe eines MAH-Kompatibilisators kann insbesondere die Maximalspannung der Partikel-Compounds gesteigert werden. Diese Steigerung der Maximalspannung konnte bei Mikrokapselcompounds nicht erzielt werden. So kann davon ausgegangen werden, dass trotz hinreichender Anbindung der Kapseln an die Matrix, die

mechanischen Eigenschaften von Mikrokapselcompounds mit Kompatibilisatoren nicht weiter gesteigert werden kann.

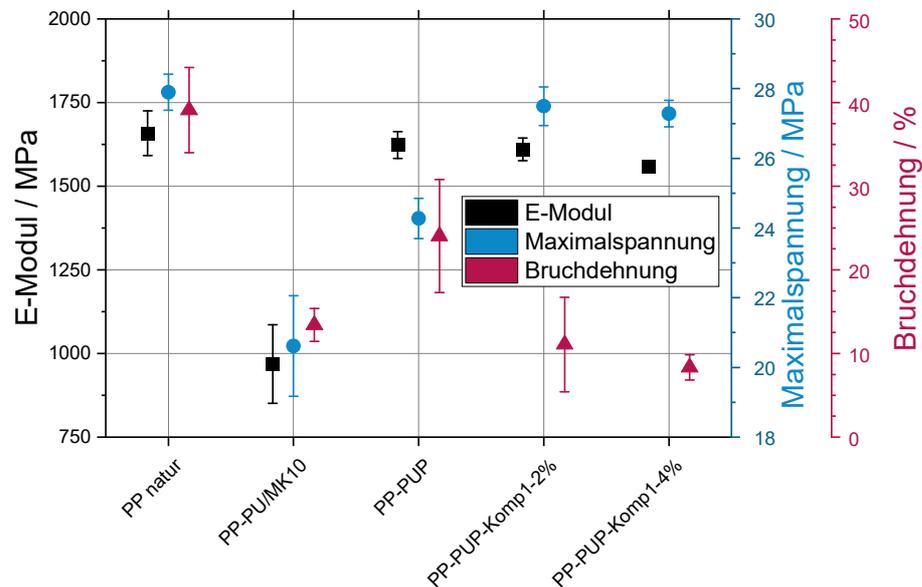


Abbildung 29 Einfluss von Kompatibilisator 1 auf die mechanischen Eigenschaften von PU-Partikel gefüllten PP Compounds gegenüber der ungefüllten PP-Referenz und PP mit 10 % PU-Mikrokapseln (Typ: PU-L3).

5.2.1.1.2 POM-Compounds

Für alle hier im Kapitel aufgeführten Versuche wurde POM vom Typ Hostaform C 9021 von Celanese (USA) und Schmierstoffmikrokapseln vom Typ PU-L5 (IAP) verwendet. In Abbildung 30 werden die mechanischen Kennwerte von POM/Mikrokapsel-Compounds dargestellt. Der jeweilige Schmierstoffanteil beträgt 10 Gew.-%. Es wurden insgesamt sieben verschiedenen Kompatibilisatoren hinsichtlich ihrer Wirksamkeit untersucht. Die Kompatibilisatoren unterscheiden sich hinsichtlich Basispolymer, Art und Anteil der funktionellen Gruppe. Die Versuche zeigen, dass es keine Kompatibilisatorart gibt, welche zu einer insgesamten Steigerung der mechanischen Eigenschaften führt. Kompatibilisator 6 zeigt unter den additivierten Compounds den höchsten E-Modul. Maximalspannung und Bruchdehnung sind hingegen vergleichbar bis geringer als das Compound ohne Kompatibilisator. Insgesamt ist der Effekt der Kompatibilisatoren auf die mechanischen Eigenschaften als gering einzuschätzen.

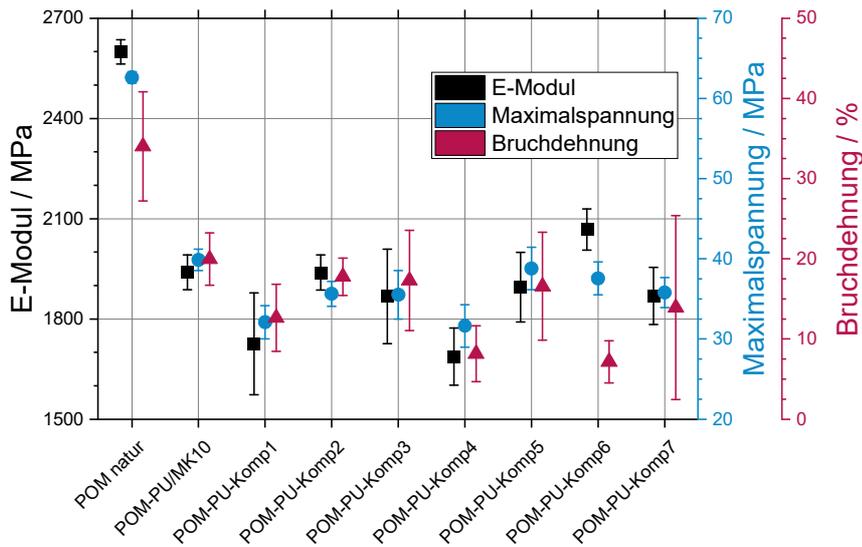


Abbildung 30: Mechanische Kennwerte von PU-Mikrokapsel-Kompatibilisator-Compounds mit einem Schmierstoffanteil von 10 Gew.-% (Typ: PU-L5).

Neben PU-Mikrokapseln wurden außerdem PU-Partikel mit Kompatibilisator 1 untersucht. Hier konnte beobachtet werden, dass durch den Einsatz des Kompatibilisators keine Steigerung mechanischer Kennwerte erzielt werden konnte. Vergleichbar zu den PP-Proben konnte mit Vollpartikeln höhere mechanische Eigenschaften erzielt werden, als mit Mikrokapsel-Compounds. Insgesamt ist der Kompatibilisator 1 in POM-Compound mit PU-Partikeln ungeeignet, um die mechanischen Eigenschaften zu steigern.

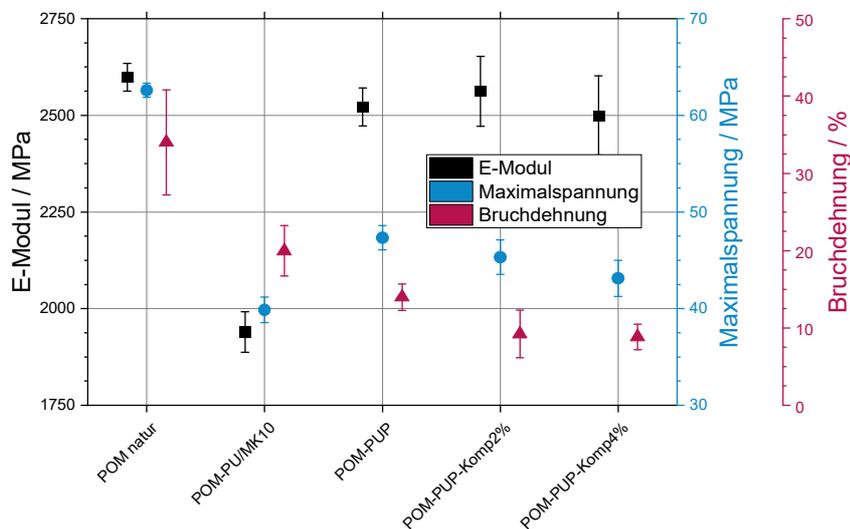


Abbildung 31: Einfluss von Kompatibilisator 2 auf die mechanischen Eigenschaften von PU-Partikel gefüllten POM Compounds gegenüber der ungefüllten POM-Referenz und POM mit 10 % PU-Mikrokapseln. (Typ: PU-L5).

5.2.2 Oberflächenmodifikation der Kapselwand

Neben der Verwendung von Kompatibilisatoren wurden die Oberflächen von MF und PU- Mikrokapseln gezielt modifiziert, um die Polarität der Mikrokapseln an die Matrix anzupassen.

5.2.2.1.1 PP-Compounds

Um die Wirkung der Oberflächenmodifikation bei MF-Mikrokapseln auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen, wurde diese im Labormaßstab in PP eingearbeitet. Als Referenz wurden MF-Mikrokapseln der gleichen Type ohne Oberflächenbehandlung untersucht. Die Ergebnisse der Zugprüfung zeigen, dass durch die Modifikation der Oberfläche keine gesteigerten mechanische Kennwerte erzielt werden konnten. Die mechanischen Eigenschaften beider Mikrokapselcompounds liegen in ähnlichen Wertebereichen. Die Oberflächenmodifikation der Kapselwand war für PP somit nicht erfolgreich.

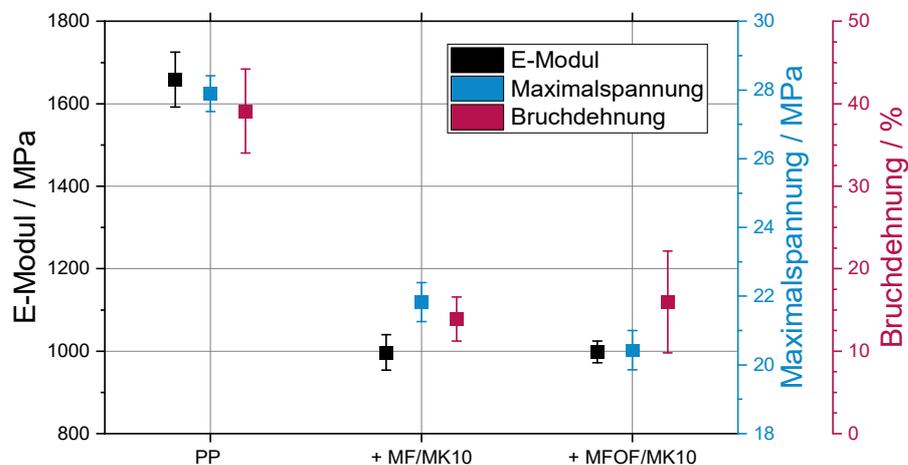


Abbildung 32: Mechanische Eigenschaften von oberflächenmodifizierten Mikrokapseln (MFOF/MK10) in PP im Vergleich zu PP (natur) und PP-Mikrokapselcompound (MF/MK10) ohne Oberflächenmodifikation. PP-Type: BF970MO (Borealis).

5.2.2.1.2 POM-Compounds

In einer weiteren Versuchsreihe wurden die mechanischen Eigenschaften von Compounds mit oberflächenmodifizierten PU-Kapseln untersucht. Gegenüber dem Compound mit nicht modifizierten Mikrokapseln konnten gleiche E-Moduln und Maximalspannungen gemessen werden. Die Oberflächenmodifikation führt tendenziell zu einer höheren Bruchdehnung. Der insgesamt Effekt der Oberflächenmodifikation kann als gering festgestellt werden, so dass ein zusätzlicher Prozessschritt zur Oberflächenmodifikation nicht positiv bewertet werden kann.

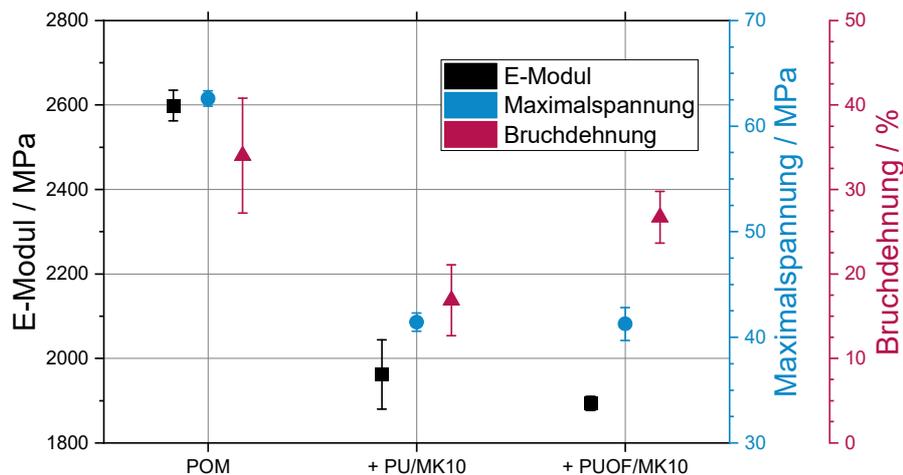


Abbildung 33: Mechanische Eigenschaften von oberflächenmodifizierten Mikrokapseln (PUOF/MK10) in POM im Vergleich zu POM (natur) und POM-Mikrokapselcompound (PU/MK10) ohne Oberflächenmodifikation. POM-Type: Hostaform C9021 (Celanese).

5.2.3 Mehrkomponentenspritzgießen mit Schmierstoffmikrokapsel-Compounds

Neben der Steigerung von mechanischen Materialkennwerten sollte auch untersucht werden, inwieweit konstruktiv die Mechanik eines Bauteils mit Schmierstoffmikrokapseln gesteigert werden kann. Eine Möglichkeit stellt das Mehrkomponentenspritzgießen dar. Mit diesem Spritzgießverfahren können beispielsweise Bauteile mit unterschiedlichen Kunststoffen ausgestattet werden. So ist es möglich, ein Bauteil mit einer Außenschicht zu fertigen, welches über optimierte Gleiteigenschaften verfügt. Der Bauteilkern kann hingegen aus einem mechanisch hochfesten Material bestehen oder einem nachhaltigen Recyclingmaterial. Um Bauteilkern und Außenschicht dauerhaft miteinander zu verbinden, sind neben formschlüssigen Verbindungen (mechanische Adhäsion) stoffschlüssige Verbände (spezifische Adhäsion) mit hoher Haftung von hohem Interesse. Untersuchungen im 2K-Spritzgießen mit schmierstoffmikrokapselgefüllten Compounds im Speziellen und von tribologisch modifizierten Compounds im Allgemeinen sind in der Literatur rar bis gar nicht beschrieben. Um die Verbundhaftung von Mikrokapselcompounds bewerten zu können, wurden 2K-Spritzgießuntersuchungen an einem speziellen Werkzeug durchgeführt (siehe Abbildung 17). Dieses besitzt Zugstabformen, welche über einen Sperrschieber in jeweils zwei Kammern unterteilt werden kann. Mittels zwei separaten Plastifiziereinheiten können die Kammern nacheinander befüllt werden. Durch Öffnen des Sperrschiebers, kann die zuletzt eingespritzte Komponenten mit dem ersten Material in Verbund gebracht werden. Einspritzgeschwindigkeit und Nachdruckzeit stellen die Verfahrensparameter dar, welche den größten Einfluss auf den Prozess hatten. Die Nachdruckzeit der ersten Komponente bestimmte maßgeblich die Temperatur der Kontaktfläche. Durch kürzere Nachdruckzeiten können höhere Kontaktflächentemperaturen erhalten werden (nicht quantifiziert). Bei zu geringer Nachdruckzeit ist die plastische Seele des Kunststoffes noch vorhanden, sodass die zweite Komponente in die erste hineingedrückt wird. Für jede Materialpaarung mussten spezifisch Verfahrensparameter entwickelt werden, um reproduzierbare Probekörper mit Verbundhaftung herstellen zu können. Durch eine anschließende Zugprüfung kann die Verbundhaftung quantifiziert werden.

Die Freisetzung von Schmierstoffen während der Verarbeitung kann dazu führen, dass eine Haftung der zwei Materialien komplett unmöglich wird. Wenn der Schmierstoff komplett gekapselt vorliegt und damit inaktiv ist, ist von einer nur geringfügigen Auswirkung auf die Verbundhaftung auszugehen. Dies kann ein Vorteil gegenüber Festschmierstoffen darstellen, welche dauerhaft aktiv in der Matrix eingebettet sind.

Im Projekt wurden die vier Kunststoffe PP, POM, PBT und PA6 hinsichtlich der Verbundhaftung untersucht. Als Referenz dienten 2K-Zugstabe, deren beiden Komponenten aus dem gleichen unmodifiziertem Basispolymer bestanden. Neben Compounds mit Schmierstoffmikrokapseln wurden auch kommerziell erhältliche tribologische Compounds untersucht (siehe Abbildung 34). Als maßgeblicher Kennwert zur Beurteilung der Verbundhaftung wird die Bruchspannung verwendet. Im Rahmen des Projekts wurden außerdem Vorversuche auf einem Mikrocompounder durchgeführt sowie die Oberflächenenergien der Einzelmaterialien untersucht, um die Verbundhaftung abschätzen zu können. Beide Methoden lieferten keine verlässlichen Ergebnisse, um die Untersuchungen auf der 2K-Spritzgießmaschine vorherzusagen. Es wurde beobachtet, dass die Verbundhaftung zu komplex ist, um sie durch diese einfachen Methoden abschätzen zu können. Diese Ergebnisse werden deshalb hier nicht weiter diskutiert.



Abbildung 34: 2K-Zugstab zur Untersuchung der Verbundhaftung zweier Kunststoffe.

5.2.3.1 PP

Mit PP (BF970MO, Borealis, Österreich) wurde die Verbundhaftung mit einem Mikrokapselcompound mit 10 Gew.-% Schmierstoffanteil (Mikrokapseltyp: MF-T1) und eine glasfaserverstärkte und mit PTFE modifizierte PP-Type (Alcom PP620/8 GF30 PTFE15; Mocom, Deutschland) untersucht. Die Bruchspannung von 2K PP-PP ist mit $21,9 \pm 0,34$ MPa am höchsten (siehe: Abbildung 35). Bei Verwendung von modifizierten Compounds kommt es zu einem Rückgang der Bruchspannungen um 20 % (+ PP-GF/PTFE) und 17 % (+ PP-MF/MK10). Somit können ausreichend stabile 2K-Verbunde erhalten werden.

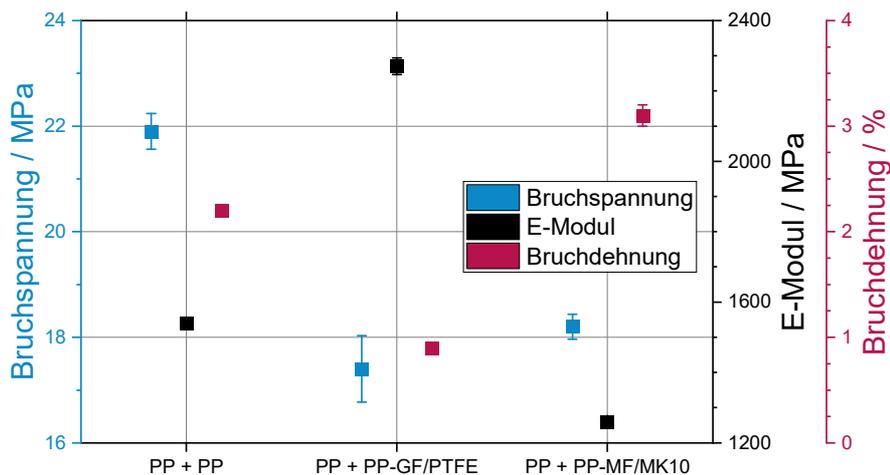


Abbildung 35: Mechanische Eigenschaften von tribologisch optimierten PP-2K-Zugstäben.

5.2.3.2 POM

Mit POM (Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics, Südkorea) als Basismaterial konnte trotz umfangreicher Verfahrensparametervariation keine oder nur eine sehr geringe Verbundhaftung erzielt werden. Es ist bekannt [32], dass POM unzureichend geeignet ist, um hohe Verbundhaftungen zu erzielen. Mit den tribologisch modifizierten Compounds (MoS₂, PTFE und Schmierstoffmikrokapseln) konnten ebenfalls keine Verbundhaftungen erreicht werden. Die Nachdruckzeit wurde so weit reduziert, dass ein Einspritzen der zweiten Komponente in die erste Komponente möglich ist. In Abbildung 36 ist ein Probekörper dargestellt, in dem schwarzes POM in naturfarbene POM, ähnlich dem Biinjektionsspritzgießen, eingespritzt wurde. Damit kann demonstriert werden, wie ein Bauteil mit Kern/Hülle-Aufbau aussehen kann.



Abbildung 36: POM 2K Bauteil Einspritzen des schwarzen POM (Ultraform N2320 003) in das naturfarbene POM (Kepital F30-03).

5.2.3.3 PBT

Mit PBT (Basistype: Toraycon 1200M, Toray Industries, Japan) und PBT-Compounds konnten Verfahrensparameter identifiziert werden, mit denen die Herstellung von Probekörpern mit Verbundhaftung möglich ist. Als tribologische Compounds diente eine mit Glasfasern, PTFE und Silikon modifizierte Type (Alcom PBT700/1 GF30 TF15 SI2) und ein Compound mit 5 Gew.-% gekapseltem Schmierstoff. Die Bruchspannung von PBT-Zugstäben ist mit 46 MPa am höchsten. Die Verwendung von Tribocompounds führen zu einem Rückgang der Bruchspannungen um bis zu 48 % (+ PBT-MF/MK5) und 59 % (+ PBT-GF/PTFE). Unter Beachtung des Fehlers, kann die höhere Bruchspannung mit Mikrokapseln nur als Tendenz bewertet werden. Neben der Bruchspannung wird in Abbildung 37 E-Modul und Bruchdehnung dargestellt.

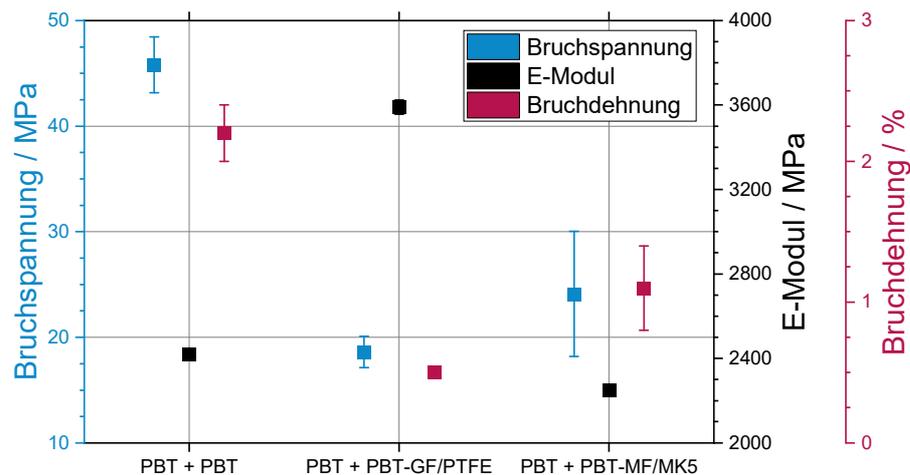


Abbildung 37: Mechanische Eigenschaften von tribologisch optimierten PBT-2K-Zugstäben.

5.2.3.4 PA6

Für PA6 (Ultramid B3L, BASF, Deutschland) basierte Compounds konnten Verfahrensparameter zur Herstellung von 2K-Zugstäben entwickelt werden. Neben PA6 wurde in dieser Versuchsreihe der Einfluss des Schmierstoffanteils (Mikrokapseltyp: MC Staroil, Bechem GmbH, Deutschland) auf die Verbundhaftung untersucht. Es wurden drei Compounds mit Schmierstoffanteilen von 2,5 Gew.-%, 5 Gew.-% und 7,5 Gew.-% untersucht und anschließend mechanisch analysiert. Abhängig vom Mikrokapselanteil mussten die Verfahrensparameter geringfügig angepasst werden, um einen reproduzierbaren Prozess darstellen zu können.

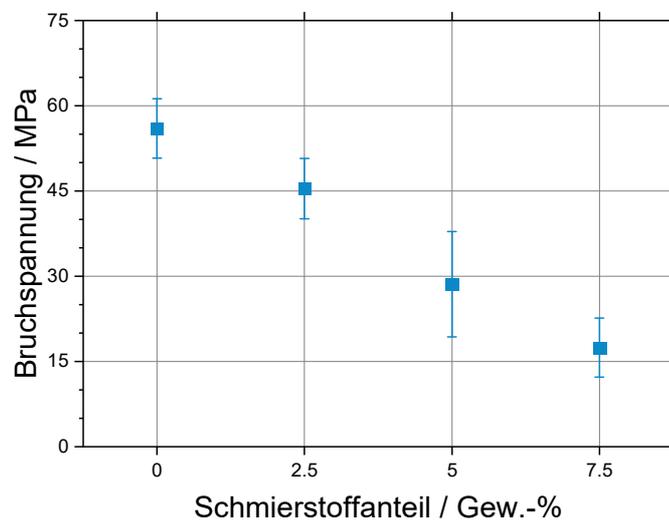


Abbildung 38: Bruchspannung von 2K-PA6 Zugstäben in Abhängigkeit vom gekapselten Schmierstoffanteil (Mikrokapseltyp: MC-Staroil).

Abbildung 38 zeigt die Werte der Bruchspannung der 2K gefertigten Zugstäbe mit steigendem Schmierstoffanteil in einer Komponente. Die Kombination von PA6 mit PA6 führt zu einer maximalen Bruchspannung von 56 MPa. Mit steigendem Schmierstoffanteil reduziert sich die Bruchspannung. Bei einem Schmierstoffanteil von 7,5 Gew.-% wird

ein starker Rückgang der Bruchspannung auf 17 MPa erzielt. Abbildung 39 zeigt die Bruchdehnung und E-Modul der Zugprüfungen mit steigendem Schmierstoffanteil.

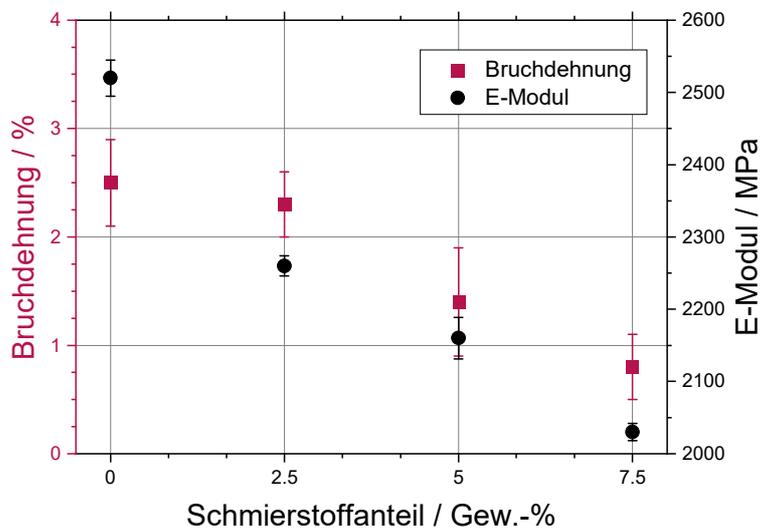


Abbildung 39: Bruchdehnung und E-Modul von 2K-Zugstäben mit Schmierstoffmikrokapseln (Typ: MC Staroil).

Die Ergebnisse aus den orientierenden Untersuchungen zum 2K-Spritzgießen zeigen, dass mit Ausnahme von POM 2K-Bauteile im Haftverbund hergestellt werden können. Sofern konstruktiv möglich sind zusätzliche formschlüssige Verbindungen zu bevorzugen, um eine hinreichende Haftung gewährleisten zu können. Weiterführende Untersuchungen zum 2K-Spritzgießen für tribologische Anwendungen sind insbesondere für großvolumigere Bauteile von Interesse.

5.3 Verarbeitungsverhalten, tribologische und mechanische Eigenschaften von Schmierstoffmikrokapseln in Kunststoffen

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse zur Einarbeitung von Schmierstoffmikrokapseln in technischen Kunststoffen dargestellt. Es wurden unterschiedliche Schmierstoffmikrokapseln verarbeitet und hinsichtlich ihrer Eignung in technischen Kunststoffen geprüft. Die Auswahl an Matrixkunststoffen wurde gemeinsam mit dem projektbegleitenden Ausschuss definiert und spiegelt Kunststoffe wider, welche bereits in tribologischen Anwendungen etabliert sind. Die Verarbeitungstemperaturen bei der Compoundierung lagen zwischen 190 °C (PP) bis 265 °C (PA6.6). Für jedes Matrixmaterial wird das Verarbeitungsverhalten in der Compoundierung und im Spritzgießen diskutiert. Außerdem werden die tribologischen und mechanischen Eigenschaften der hergestellten Compounds dargestellt. Den hier dargestellten Ergebnissen aus Versuchen im Technikumsmaßstab gingen umfangreiche Vorarbeiten auf dem Laborcompounder voraus. Diese dienten dazu neue Mikrokapseln in ihrer prinzipiellen Eignung zu bewerten. Die Ergebnisse aus den Voruntersuchungen werden aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht mit aufgeführt.

5.3.1 PP

5.3.1.1 Verarbeitbarkeit

Die ersten orientierenden Versuche zur Einarbeitung von Fasern und Schmierstoffmikrokapseln in eine thermoplastische Matrix wurden mit PP und Glasfasern durchgeführt. Die Compoundierung wurde auf einem gleichdrehenden Doppelschneckenextruder vom Typ ZSK26 (Coperion, Deutschland) ausgeführt. Die Schneckenkonfiguration wurde so ausgelegt, dass nach dem Aufschmelzen des Matrixpolymers die Fasern hinzugegeben wurden. Die Einarbeitung erfolgte über Knetblöcke. Die Mikrokapseln wurden über das vorletzte Gehäuse zugegeben. Die Einarbeitung wurde mittels eines kleinen, wenig Scherbeanspruchenden Knetblocks durchgeführt. Weitere Verfahrensparameter wurden möglichst materialschonend ausgewählt.

Für alle Versuche wurde ein Schmierstoffanteil (Mikrokapseltyp: MF-T2) von 10 Gew.-% gewählt. Der Glasfaseranteil wurde von 10 Gew.-%, 20 Gew.-% auf 30 Gew.-% gesteigert. Während der Compoundierung konnte keine Freisetzung von Schmieröl beobachtet werden. Die Analyse der Kapseln wurde mittels REM an Bruchflächen durchgeführt (siehe Abbildung 40). In den betrachteten Probenausschnitten konnten keine zerstörten Mikrokapseln detektiert werden. Vergleichbare Aufnahmen konnten auch mit höheren Glasfaseranteilen aufgenommen werden.

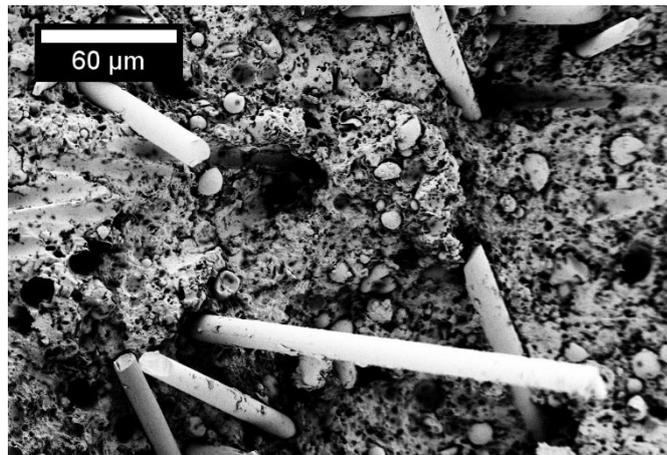


Abbildung 40: REM-Aufnahme an einer PP-Probenausschnittfläche mit je 10 Gew.-% Anteil an Glasfasern und Schmierstoff.

Die Verarbeitung der Compounds erfolgte auf einer Spritzgießanlage vom Typ BA 1300 (Wittmann-Battenfeld, Deutschland). Ein Aufschmelzen des Materials war auf dieser Anlage nicht möglich. Es konnte kein Verfahrensparametersatz entwickelt werden, welcher die Herstellung von Zugstäben ermöglichte. Im Projektverlauf stellte sich heraus, dass die verwendete Anlage auch bei anderen Materialien Schwierigkeiten bei der Plastifizierung besitzt. Nachfolgende Versuche wurden auf einer anderen Spritzgießanlage (KM 160 – 750PX, Krauss Maffei, Deutschland) durchgeführt. Auf Grund von Materialknappheit wurden die Versuche mit glasfaserverstärktem PP nicht wiederholt. Es ist mit hoher Wahrscheinlichkeit davon auszugehen, dass das Spritzgießen mit Schmierstoffmikrokapseln und glasfaserverstärktem PP prinzipiell möglich ist, da sich PP durch seine einfache Verarbeitbarkeit auszeichnet. Vergleichbare Versuche an anderen faserverstärkten Matrixpolymeren konnten erfolgreich durchgeführt werden.

5.3.1.2 Tribologische Eigenschaften

Der Vergleich tribologischer und mechanischer Eigenschaften erfolgte an nicht faserverstärkten Mikrokapselcompounds gegenüber dem PP-Grundmaterial und einer kommerziellen faserverstärkten, PTFE modifizierten Type.

Die tribologischen Ergebnisse in Abbildung 41 zeigen für das unmodifizierte Material die höchsten tribologischen Kennwerte. Der Rückgang des Reibkoeffizienten war bei der kommerziellen Type deutlich stärker ausgeprägt als durch die Einarbeitung von Schmierstoffmikrokapseln. Die Modifizierung durch Glasfasern und PTFE führen zu einem Rückgang der Reibung von 56 %. Durch die Einarbeitung von Schmierstoffmikrokapseln konnte ein Rückgang der Reibung von 16 % erzielt werden. Beim Verschleiß ist ein ähnliches Bild zu beobachten. Hier muss allerdings beachtet werden, dass durch die harten Glasfasern am Stahlgegenkörper verstärkter Verschleiß durch Riefenbildung beobachtet werden konnte. Je nach Freilegung und Orientierung der Glasfasern, wurde bei den Proben ein stark schwankender Verschleiß gemessen.

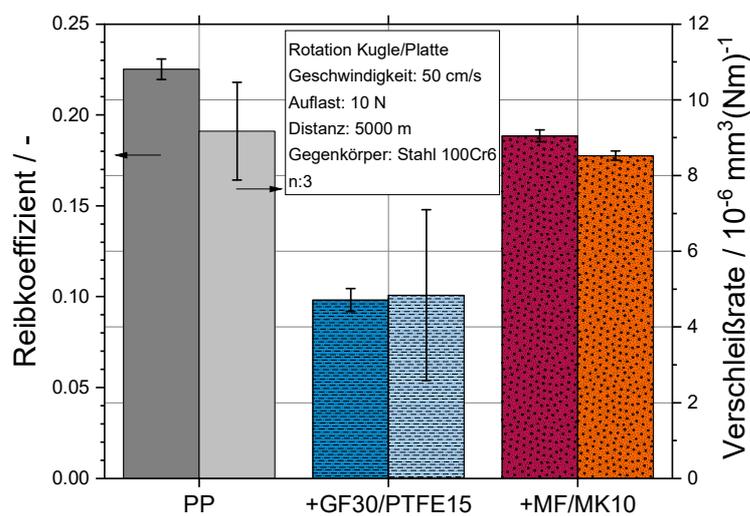


Abbildung 41: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PP natur (Typ: BF970 MO, Borealis), PP +GF30/PTFE15 (Typ: Alcom PP 620/8 GF30 PTFE15, Mocom) und PP +MF/MK10 mit Mikrokapseln vom Typ: MF-T1 gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel.

5.3.1.3 Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften der drei PP-Proben sind in Abbildung 42 dargestellt. Durch die Faserverstärkung wurde die Festigkeit deutlich erhöht und ein spröderes Bruchverhalten gemessen. Die Einarbeitung von Schmierstoffmikrokapseln führt zu verringertem E-Modul und Maximalspannung bei gleichbleibender Bruchdehnung.

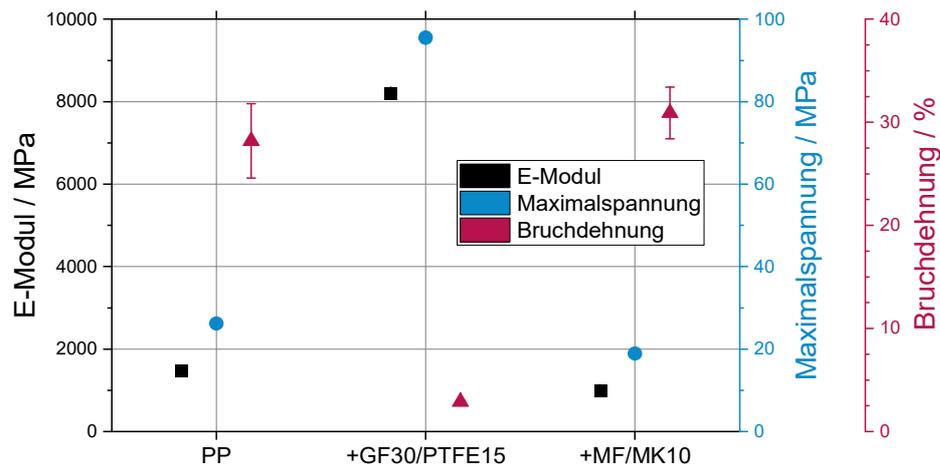


Abbildung 42: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PP natur (Typ: BF970 MO, Borealis), PP +GF30/PTFE15 (Typ: Alcom PP 620/8 GF30 PTFE15, Mocom) und PP +MF/MK10 mit Mikrokapselformung vom Typ: MF-T1 gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel.

5.3.1.4 Ergebniszusammenfassung PP

- Schmierstoffmikrokapselformung lassen sich in hoher Qualität in PP einarbeiten. Die zusätzliche Einarbeitung von Glasfasern ist ohne Zerstörung der Mikrokapselformung möglich.
- Der reib- und verschleißreduzierende Effekt von Schmierstoffmikrokapselformung ist gegenüber anderen Matrixkunststoffen weniger stark ausgeprägt.
- Eine marktverfügbare PP-Tribocompound mit Glasfasern und PTFE Zusatz zeigt in Rotationsprüfungen geringere Verschleiß- und Reibwerte.

5.3.2 POM

5.3.2.1 Verarbeitbarkeit

Bei der Verarbeitung von POM mit Schmierstoffmikrokapselformung war die teilweise auftretende Gasentwicklung mit Melaminharzkapseln auffällig. Diese Beobachtung ist mit unterschiedlichen POM- und Mikrokapselformungstypen aufgetreten. Die Gasentwicklung beschränkte sich allerdings auf Mikrokapselformung mit einer Melaminharzkapselwand. Konnte aber auch mit unterschiedlichen Schmierstoffen beobachtet werden. Bei anderen Kapselwandmaterialien wie Gelatine/ Gummi arabicum, Polyurethan oder PUPVA war dieser Effekt nicht zu beobachten. Der stechend riechende Geruch während der Einarbeitung lässt auf die Freisetzung von Formaldehyd schließen, welches ein Abbauprodukt von POM darstellt.

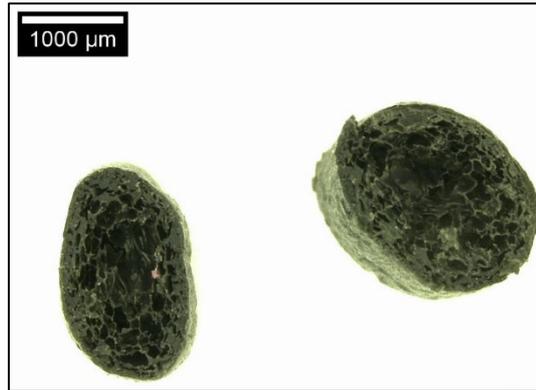
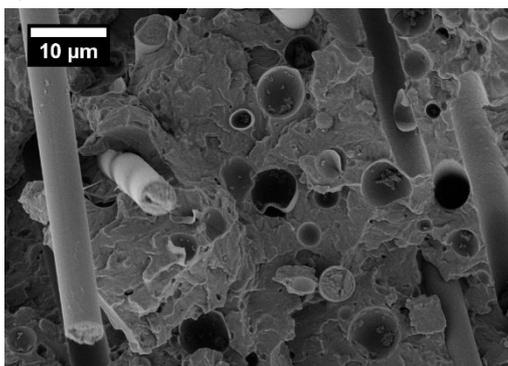


Abbildung 43: Mikroskopieaufnahmen von POM-Granulat mit Poren durch Gasentwicklung mit MF-Mikrokapseln.

Die Compoundierung von POM mit Mikrokapseln und zusätzlichen Carbon- oder Glasfasern war ohne Freisetzung von Öl während der Compoundierung möglich. Die Verarbeitungstemperaturen lagen im Bereich von 200 °C. Die Verarbeitungsqualität im Spritzgießen des POM/Mikrokapsel-Granulats war abhängig von der verwendeten Anlage. Eine hohe Mikrokapsel- oder Faserbeladung führt dazu, dass die Plastifizierung erschwert wird. Ein gleichmäßiges Aufdosieren war somit nur unzureichend möglich. Um eine verbesserte Verarbeitung zu ermöglichen, wurden für die faserverstärkten Proben geringere Schmierstoffanteile von 5 Gew.-% gewählt. Gegenüber dem unmodifizierten POM müssen Spritzgießparameter angepasst werden, um den Prozess konstant durchführen zu können.

In Abbildung 44 sind REM-Aufnahmen von Bruchflächen aus dem Zugversuch von faserverstärkten und Mikrokapseladditivierten Proben gezeigt. Neben den Fasern können die Mikrokapseln erkannt werden, welche größtenteils unzerstört in der Matrix vorliegen. Ob die Kapseln erst bei der Zugprüfung zerstört wurden, kann nicht geschlussfolgert werden.

a) POM+MF/MK5-CF5



b) POM+MF/MK5-GF20

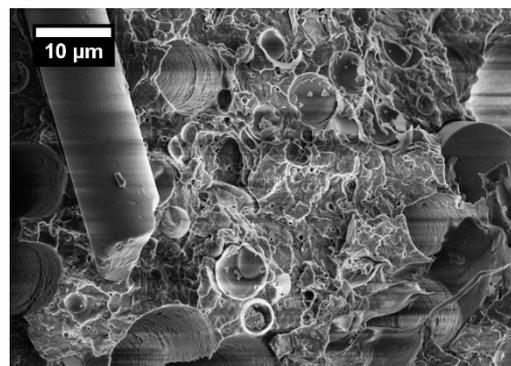


Abbildung 44: REM-Aufnahmen von a) carbonfaser- und b) glasfaserverstärktem POM mit Melaminharz-Schmierstoffmikrokapseln.

5.3.2.2 Tribologische Eigenschaften

5.3.2.2.1 Vergleich zum Stand der Technik

An POM-Schmierstoffmikrokapselcompounds mit 10 Gew.-% Schmierstoff wurden tribologische Messungen durchgeführt und diese mit marktverfügbaren tribologischen Compounds verglichen. Als zusätzliche Referenzen dienten POM-Compounds mit PTFE und MoS₂ als interner Festschmierstoff. Die Reibverläufe sind in Abbildung 45 beispielhafter Proben gegenüber dargestellt.

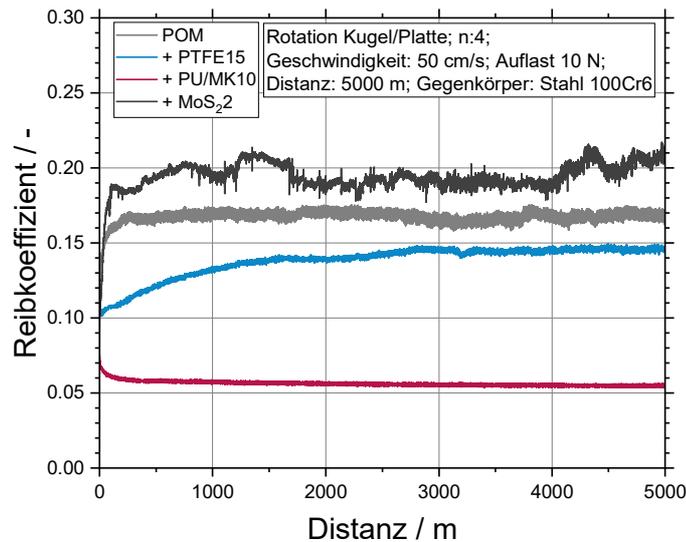


Abbildung 45: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizientenverläufe von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS₂. (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

In Abbildung 46 sind die mittleren Reibkoeffizienten von POM und mit Festschmierstoffen modifizierten Typen dargestellt. Die tribologischen Rotationsprüfungen wurden bei Auflasten von 5, 10 und 20 N durchgeführt. Es konnte ein nur geringer Einfluss der Auflast auf die Reibwerte gemessen werden. Einzig die mit MoS₂ gefüllten POM-Proben zeigten mit einer Steigerung der Auflast verringerte Reibwerte. Für alle Auflasten wurde für die Schmierstoffmikrokapsel gefüllten Proben der geringste Reibwert gemessen. Proben mit PTFE zeigten einen geringfügig niedrigeren Reibwert als POM ohne Modifizierung. Auffällig bei der Versuchsreihe ist, dass durch MoS₂ höhere Reibwerte im Vergleich zu allen Proben gemessen wurden.

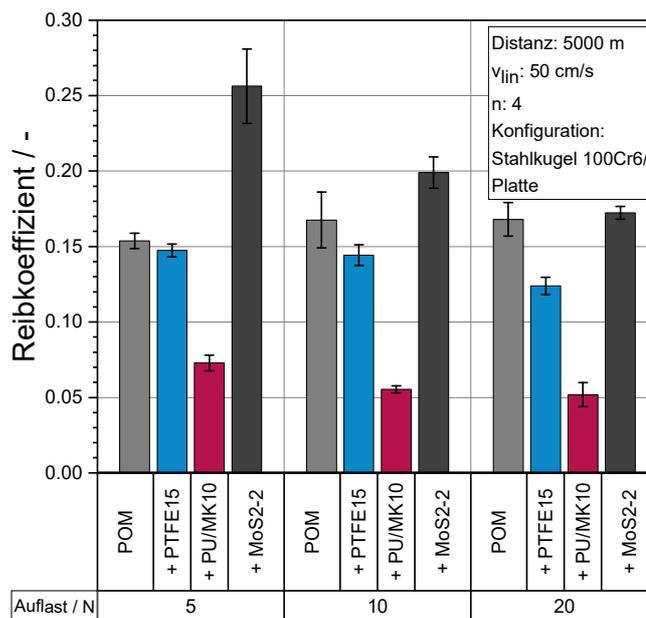


Abbildung 46: Darstellung der mittleren Reibkoeffizienten bei unterschiedlichen Auflasten von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS₂. (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

Die Verschleißraten der vier verschiedenen POM-Kunststoffe bei den Auflasten 5, 10 und 20 N sind in Abbildung 47 gezeigt. Mit steigender Auflast ist kein einheitlicher Trend über alle Kunststoffe messbar. Die geringste Verschleißrate ist bei POM (natur) und einer Auflast von 5 N gemessen worden. Bei einer geringen Auflast zeigten die modifizierten Polymere deutlich höhere Verschleißraten als POM (natur). Bei einer Auflast von 10 N wurden tendenziell geringere Verschleißraten gemessen werden als mit einer Auflast von 5 N. Mit weiter ansteigender Auflast auf 20 N wurden steigende Verschleißraten detektiert. Der Anstieg der Verschleißrate für die Probe mit Schmierstoffmikrokapseln zeigten gegenüber den anderen Proben einen nur moderaten Anstieg im Verschleiß. Die Ergebnisse weisen darauf hin, dass erhöhte Auflasten und damit Flächenpressungen vorteilhaft sind, um die Effektivität der Mikrokapselcompounds zu erhöhen. Durch die erhöhte Auflast könnte die Freisetzung des Öls verbessert hervorgerufen werden.

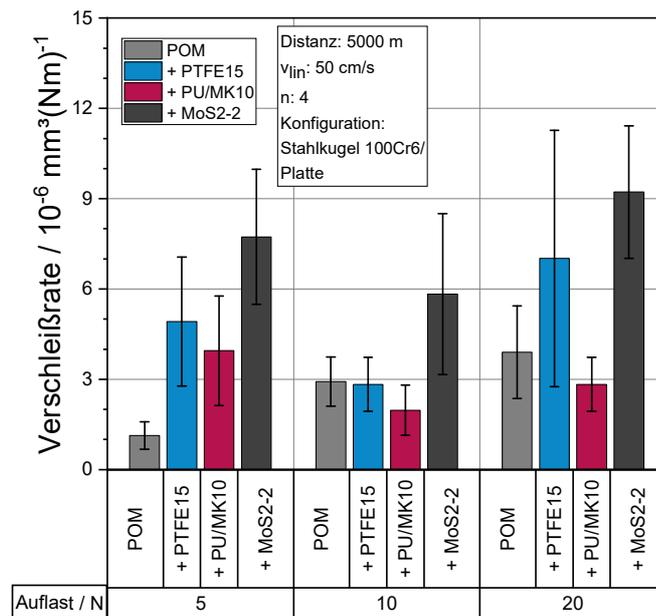


Abbildung 47: Darstellung der mittleren Verschleißraten bei unterschiedlichen Auflasten von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS₂-2. (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

Neben der Auflast wurde auch die Reibgeschwindigkeit bei einer festen Auflast von 10 N und einer Reibstrecke von 5000 m variiert (siehe Abbildung 48). Die Geschwindigkeit wurde von $12,5 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ auf $25 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ bis $50 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ gesteigert. Die Reibkoeffizienten zeigen bei allen Reibgeschwindigkeiten Werte in einem ähnlichen Bereich. Die Werte von POM und POM + PTFE liegen bei etwa 0,15. Die Proben mit Schmierstoffmikrokapseln zeigen Reibwerte bei allen Reibgeschwindigkeiten von 0,06. Einzig bei POM + MoS₂-2 wurde mit steigender Reibgeschwindigkeit ein geringerer Reibkoeffizient detektiert. Diese sind für alle Reibgeschwindigkeiten über den der anderen drei untersuchten Kunststoffproben.

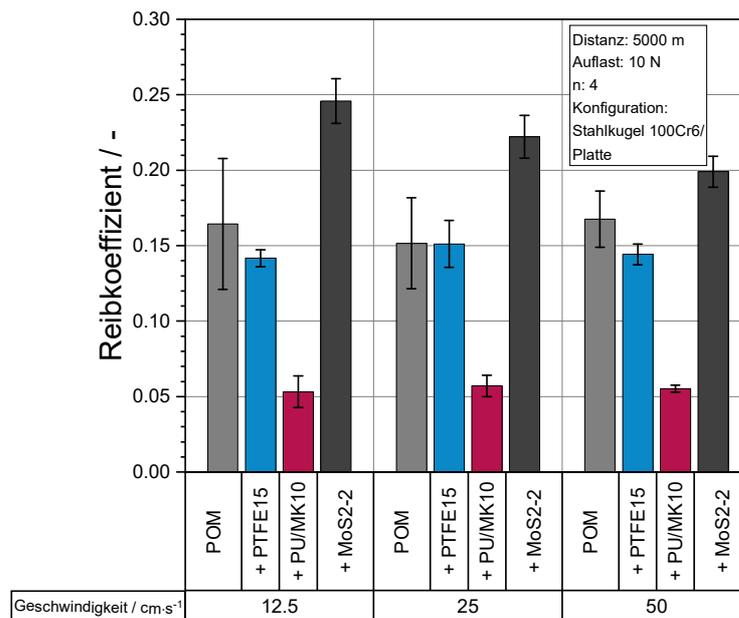


Abbildung 48: Darstellung der mittleren Reibkoeffizienten bei unterschiedlichen Reibgeschwindigkeiten von POM, POM + PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS₂-2. (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

In Abbildung 49 sind die mittleren Verschleißraten für die vier untersuchten POM-Proben bei unterschiedlichen Reibgeschwindigkeiten dargestellt. Für alle Geschwindigkeiten konnte mit steigender Reibgeschwindigkeit ein erhöhter Verschleiß gemessen werden. Der Verschleiß für die Proben POM + PU/MK10 konnte bei den Reibgeschwindigkeiten 12,5 cm·s⁻¹ und 25 cm·s⁻¹ nicht optisch quantifiziert werden auf Grund von zu geringem Verschleißvolumen. Bei allen Reibgeschwindigkeiten besitzt POM + MoS₂-2 den höchsten Verschleißkoeffizienten. Bei einer Reibgeschwindigkeit von 50 cm·s⁻¹ besitzen die untersuchten POM-Typen im Rahmen des Fehlers einen vergleichbaren Verschleiß. Um das Verschleißverhalten verbessert bewerten zu können sind längere Reibdistanzen notwendig.

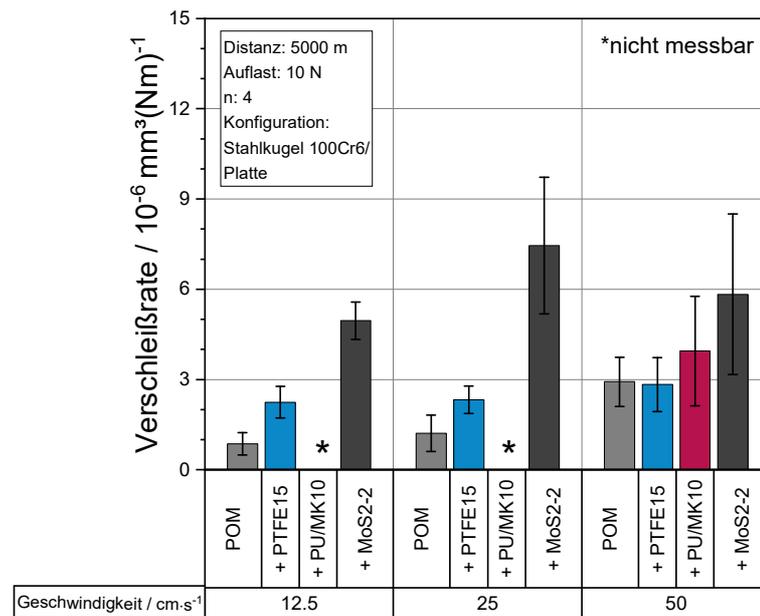


Abbildung 49: Darstellung der mittleren Reibkoeffizienten bei unterschiedlichen Reibgeschwindigkeiten von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS₂. (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

Neben Messungen in Rotation wurden auch Prüfungen in oszillierender Bewegungsform durchgeführt, um die tribologische Leistungsfähigkeit der Schmierstoffmikrokapseln besser bewerten zu können. Die Reibverläufe der POM-Proben in natur und mit Schmierstoffmikrokapseln sind in Abbildung 50 dargestellt.

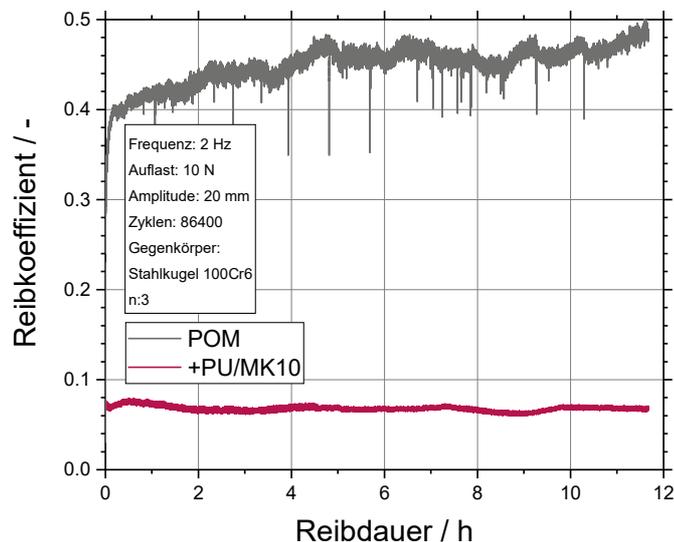


Abbildung 50: Reibverlauf von POM und POM+PU/MK10 von tribologischen Oszillationsprüfungen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube).

Die mittleren Reibkoeffizienten und Verschleißvolumen sind in Abbildung 51 zusammengefasst. Gegenkörper und Auflast sind identisch zu den Standard-Rotationsprüfungen. Auffällig bei dem Reibkoeffizient ist, dass dieser bei der reinen POM Referenz etwa

doppelt so hoch ausfällt wie bei Rotationsprüfungen. Der Reibkoeffizient der Probe mit Mikrokapseln liegt in etwa in der Höhe der Rotationsprüfung. Durch die Einarbeitung von 10 Gew.-% an Schmierstoff konnte ein Rückgang des Reibkoeffizienten von 85 % und des Verschleißvolumens von 93 % gemessen werden.

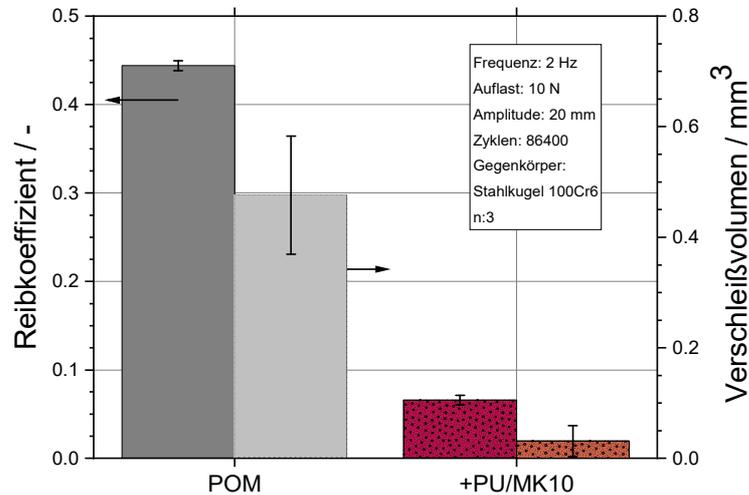


Abbildung 51: Mittlere Reibkoeffizienten und Verschleißvolumen von POM und POM+PU/MK10 von tribologischen Oszillationsprüfungen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube). Messung des Verschleißvolumen über 3D-Profilometrie.

5.3.2.2.2 Faserverstärkung

Repräsentative Reibkoeffizientenverläufe von POM mit Carbon- oder Glasfaserverstärkung sowie der nicht faserverstärkten Referenz und POM natur sind in Abbildung 52 dargestellt. Der Reibkoeffizient der glasfaserverstärkten Type besitzt über die gesamte Distanz einen ansteigenden Reibkoeffizienten. Die übrigen Proben weisen einen annähernd konstanten Reibverlauf nach dem Einreibvorgang auf.

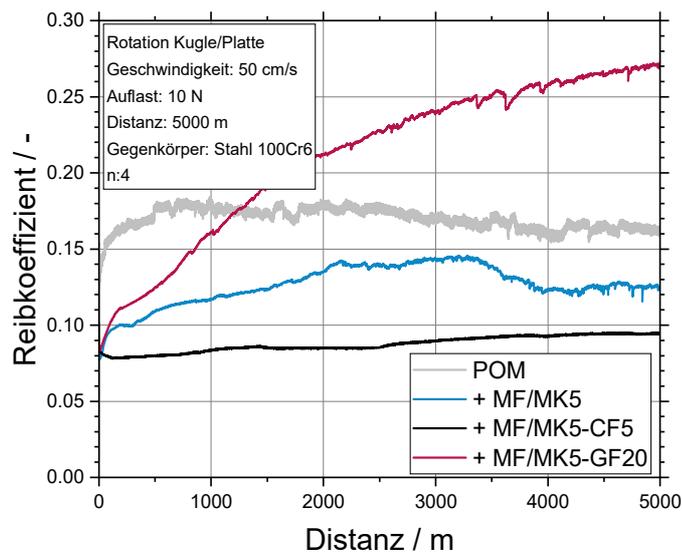


Abbildung 52: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizientenverläufe von POM, POM +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

In Abbildung 53 sind die gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von faserverstärkten und Schmierstoffmikrokapselgefüllten POM-Proben dargestellt. Die Probe mit Schmierstoffmikrokapseln führen zu verringerten Reibkoeffizienten. Durch zusätzliche Einarbeitung von Carbonfasern, kann der Reibkoeffizient weiter reduziert werden. Durch die Einarbeitung von Glasfasern werden im Vergleich zur unmodifizierten POM-Probe erhöhte Reib- und Verschleißraten gemessen. Die über die Verschleißspur ermittelten Verschleißraten zeigen insgesamt hohe Fehler. Tendenziell werden die geringsten Verschleißraten bei den Proben POM und POM +MF/MK5-CF5 gemessen.

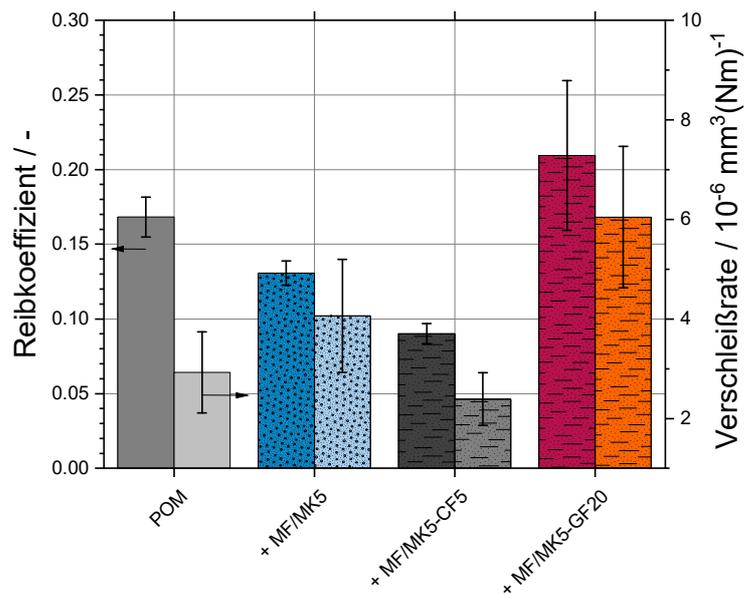


Abbildung 53: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von POM, POM +MF/MK5 und zusätzlich Carbon-Glasfaserverstärkten Typen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikroapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).

Die simultane Einarbeitung von Verstärkungsfasern und Schmierstoffmikroapseln in POM ist möglich. Die tribologische Rotationsprüfungen zeigten, dass Carbonfasern, tribologische Kennwerte weiter reduzieren können. Glasfasern zeigen einen gegenteiligen Effekt und weisen erhöhte Reib-Verschleißraten auf.

5.3.2.2.3 Neue Kapselwandmaterialien

Neben der zusätzlichen Faserverstärkung wurden neuartige Kapselwandmaterialien in POM untersucht. In POM vom Typ Ultraform N2320 (BASF, Deutschland) wurden Schmierstoffmikroapseln mit einer Kapselwand aus PUPVA und Food Lube als Schmiermittel eingearbeitet. Der Schmierstoffanteil wurde bei 8 Gew.-% gewählt, was einem Mikroapselanteil von 10 Gew.-% entspricht. Über die gesamte Reibdistanz von 5 km konnte durch die Einarbeitung der Schmierstoffmikroapseln ein konstanter Reibwert von etwa 0,07 erhalten werden. Die verwendete POM-Type zeigt dem gegenüber mit fortlaufender Reibdistanz einen leicht ansteigenden Reibwert.

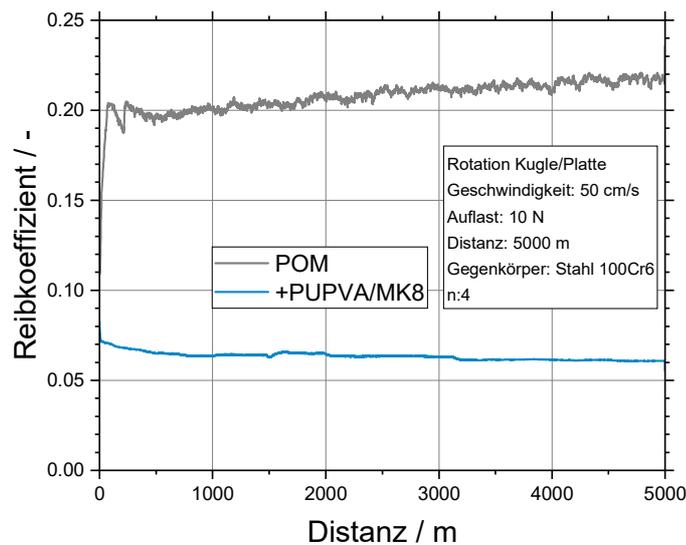


Abbildung 54: Darstellung ausgewählter Reibkoeffizientenverläufe von POM und POM + PUPVA/MK8. (POM-Matrix-Type: Ultraform N2320, BASF; Mikrokapseln vom Typ: PUPVA gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

Die Einarbeitung der Schmierstoffkapseln führen zu einem Rückgang des Reibkoeffizienten um 63 %. Der Verschleiß zeigt tendenziell geringere Werte bei der Verwendung von Schmierstoffmikrokapseln. Hier sind weniger fehleranfällige Analysemethoden oder längere Reibbelastungen notwendig, um die Verschleißrate exakter bestimmen zu können.

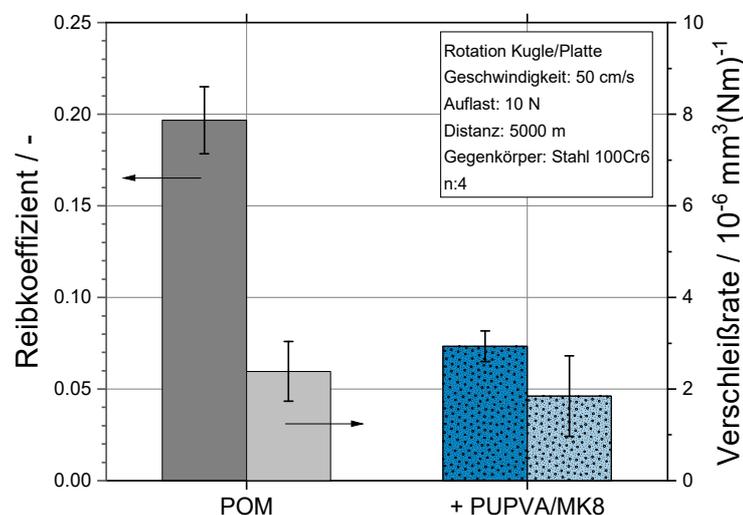


Abbildung 55: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten von POM und POM + PUPVA/MK8. (POM-Matrix-Type: Ultraform N2320, BASF; Mikrokapseln vom Typ: PUPVA gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

Die Schmierstoffmikrokapseln mit einer Kapselwand aus PUPVA zeigen sich hinsichtlich Verarbeitung und tribologischer Wirkung geeignet, um als Pseudofeststoff zur Reibreduktion in POM eingesetzt werden zu können.

5.3.2.3 Mechanische Eigenschaften

In Abbildung 56 sind die mechanischen Eigenschaften einer unmodifizierten POM-Referenz gegenüber tribologisch modifizierten POM-Typen dargestellt. Es wurden drei tribologische Compounds untersucht. Ein Compound mit Schmierstoffmikrokapseln wurde am SKZ hergestellt und enthält 12,5 Gew.-% Schmierstoffmikrokapseln. Dieses wurde gegenüber zwei industriell verfügbaren Referenzen untersucht. Diese Compounds stammen von der Mocom GmbH und enthalten 15 Gew.-% PTFE oder 2 Gew.-% MoS₂. Die Einarbeitung von PTFE-Partikeln und von Schmierstoffmikrokapseln führen zu einem deutlichen Rückgang der mechanischen Eigenschaften. Der Rückgang des E-Moduls beträgt 16 % für die PTFE gefüllte Probe und 23 % für die Probe mit Schmierstoffmikrokapseln. Der Rückgang der Maximalspannung liegt bei 25 % für PTFE und 42 % bei Schmierstoffmikrokapseln. E-Modul und Bruchspannung des mit MoS₂ modifizierten POMs liegen im Bereich der ungefüllten Referenz. Die Bruchdehnung der tribologisch modifizierten Materialien liegen bei ca. 17 %. Im Vergleich zu den beiden marktverfügbaren Compounds weist das mit Schmierstoffmikrokapseln additivierte POM die geringsten mechanischen Kennwerte auf.

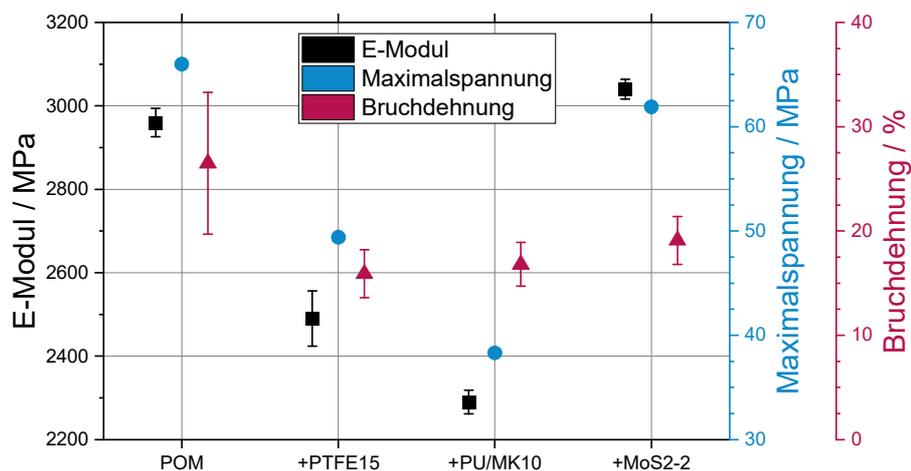


Abbildung 56: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS₂. (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Anteil Mikrokapseln 12,5 Gew.-% mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

In Abbildung 57 sind die mechanischen Kennwerte der faserverstärkten POM-Proben gegenüber der unverstärkten Referenz und einer mit Mikrokapseln verstärkten Type dargestellt. Durch die Modifizierung mit Mikrokapseln (+MF/MK5) reduziert sich die Maximalspannung von $66 \pm 0,2$ MPa auf $55,1 \pm 0,5$ MPa. Durch die Einarbeitung von Verstärkungsfasern kann der E-Modul auf 7700 ± 1540 MPa (+ MF/MK5-CF5) und 7830 ± 215 MPa (+ MF/MK5-GF20) gesteigert werden. Die Bruchdehnung geht mit der Einarbeitung von Mikrokapseln und Verstärkungsfasern zurück. Diese Zusatzstoffe stellen Störstellen in der Matrix dar oder verspröden das Material.

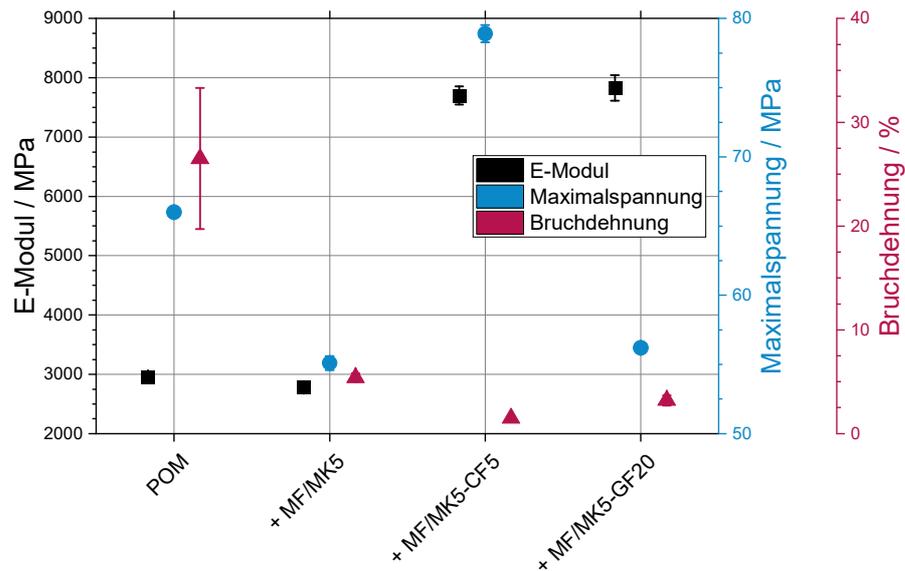


Abbildung 57: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von POM, POM +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smartcaps gefüllt mit Food Lube).

In POM wurden mit PUPVA-Mikrokapseln ein neuartiges Kapselwandmaterial untersucht. Die Ergebnisse der Zugprüfung von POM-natur und POM mit PUPVA/MK8 sind in Abbildung 58 dargestellt. Durch die Modifizierung des Kunststoffes mit Mikrokapseln kommt es zum Rückgang von E-Modul und Maximalspannung. Die Bruchdehnung bleibt im Rahmen der Messunsicherheit erhalten. Der E-Modul geht von 2840 ± 21 MPa auf 2310 ± 45 MPa zurück. Die Maximalspannung reduziert sich durch die Zugabe von Mikrokapseln von $63 \pm 0,7$ MPa auf $45 \pm 0,2$ MPa. Der Rückgang der mechanischen Kennwerte in diesem Größenbereich stellt ein für Mikrokapseln in diesem Anteil beigemischten Anteil typische Größenordnung dar. Die Mikrokapseln sind somit auch aus mechanischer Sicht für den Einsatz in POM geeignet.

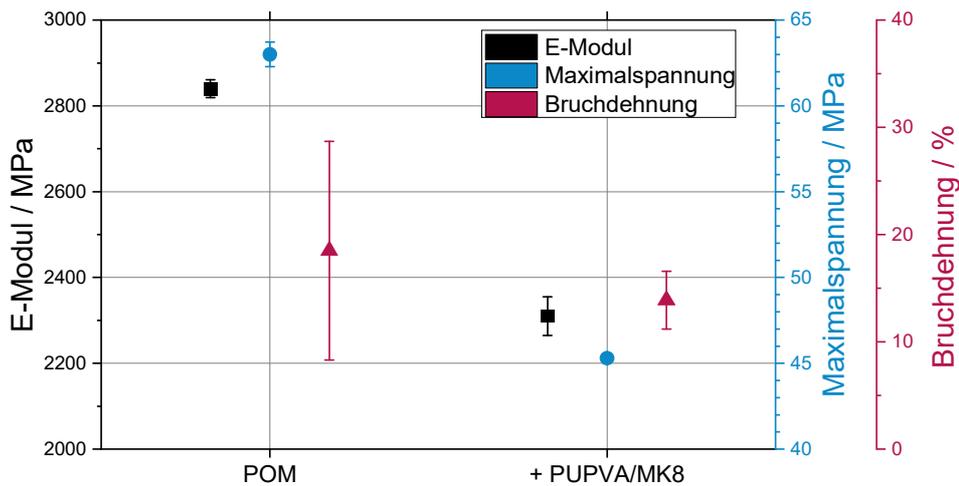


Abbildung 58: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von POM und POM + PUPVA/MK8. (POM-Matrix-Typ: Ultraform N2320, BASF; Mikro kapseln vom Typ: PUPVA gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

5.3.2.4 Ergebniszusammenfassung POM

- Untersuchungen zur Materialkompatibilität zeigten, dass Mikro kapseln mit Melaminharzkapselwand in manchen POM-Typen zur Gasentwicklung führen.
- Die Verarbeitung von POM mit hohen Füllgraden an Schmierstoffmikro kapseln und Verstärkungsfasern können die Verarbeitung im Spritzgießen beeinflussen. Je nach Anlage, konnten Compounds teilweise nur schlecht plastifiziert werden.
- Compoundiersuche zeigten, dass die zerstörungsfreie Herstellung von Mischungen bestehend aus Fasern und Mikro kapseln möglich ist.
- Umfangreiche tribologische Untersuchungen zeigten, dass die Additivierung mit Schmierstoffmikro kapseln zu einem hohen Rückgang des Reibungskoeffizienten führen. Der reibreduzierende Effekt konnte sowohl in Rotation als auch in Oszillation gemessen werden.
- Compounds mit zusätzlichen Glas- und Carbonfasern zeigten gesteigerte mechanische Eigenschaften. In tribologischen Untersuchungen zeigte sich, dass Carbonfasern einen zusätzlich positiven Effekt auf Reibung und Verschleiß haben. Glasfasern führen dagegen zu erhöhtem Verschleiß and Grund- und Gegenkörper.
- Mit PUPVA-Kapseln wurde ein neuartiges Kapselwandmaterial untersucht. Die Mikro kapseln zeigten positive Ergebnisse sowohl hinsichtlich der Verarbeitung als auch in den resultierenden tribologischen und mechanischen Eigenschaften

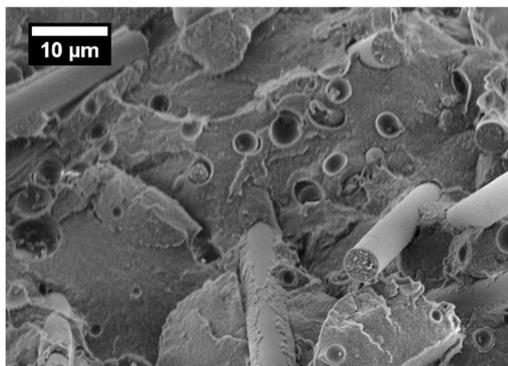
5.3.3 PBT

5.3.3.1 Verarbeitbarkeit

Die Einarbeitung von verschiedenen Schmierstoffmikro kapseln in PBT zeigten keine Auffälligkeiten hinsichtlich Materialinkompatibilitäten. Es wurden Schmierstoffmikro kapseln mit Melaminharz, Polyurethan sowie den in diesem Projekt entwickelten Mikro kapseln mit einer Kapselwand aus PA und PUPVA in PBT untersucht. In Vorversuchen im Labormaßstab konnte gezeigt werden, dass auch höhere Anteile bis zu 15 Gew.-% an Schmierstoffmikro kapseln zu keiner verfrühten Freisetzung von Schmierstoff führt. Es

wurde außerdem ermittelt, dass mit einem Schmierstoffanteil zwischen 5-10 Gew.-% Reib- und Verschleißwerte deutlich reduziert werden können. Die Versuche im Labormaßstab sind in [33] publiziert. Die hier dargestellten Versuche zeigen nur Ergebnisse aus dem Technikumsmaßstab. Die Compoundierung auf dem Doppelschneckenextruder erfolgte bei Schmelzetemperaturen zwischen 235 °C (+PA/MK5) und 251 °C (+MF/MK5-GF20) und liegen somit etwa 40 °C über den Verarbeitungstemperaturen von PP und POM. Vergleichbar zu POM konnte beobachtet werden, dass das Spritzgießen mit höheren Anteilen an Schmierstoffmikrokapseln eine technische Herausforderung darstellen kann. Bei Verwendung von hohen Anteilen an Mikrokapseln oder zusätzlichen Verstärkungsfasern wurden erhöhte Dosierzeiten festgestellt. Um die Herstellung von PBT-Compounds mit Schmierstoffmikrokapseln realisieren zu können, wurde ein mit 5 Gew.-% vergleichsweise geringer Schmierstoffanteil gewählt. Für unterschiedliche PBT-Materialcompounds konnten Spritzgießparameter entwickelt werden, welche die reproduzierbare Herstellung von Zugprüfkörpern vom Typ 1A ermöglichten (siehe Anhang). Auf Grund der positiven Verarbeitbarkeit der PBT-basierten Materialien ist davon auszugehen, dass der Schmierstoffanteil hin zu höheren Anteilen gesteigert werden kann. In Abbildung 59 sind PBT-Proben von Bruchflächen aus dem Zugsversuch dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Mikrokapseln unzerstört und homogen verteilt in der Matrix vorliegen.

a) PBT+MF/MK5-CF5



b) PBT+MF/MK5-GF20

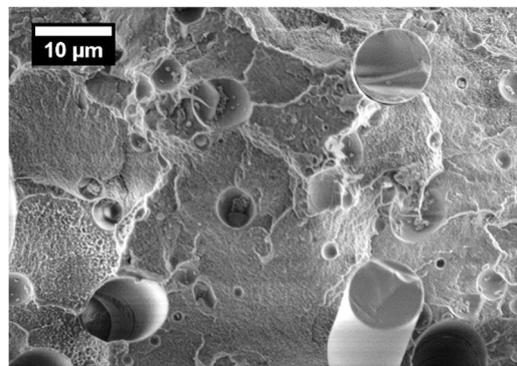


Abbildung 59: REM-Aufnahmen von a) carbonfaser- und b) glasfaserverstärktem PBT mit Melaminharz-Schmierstoffmikrokapseln.

5.3.3.2 Tribologische Eigenschaften

5.3.3.2.1 Faserverstärkung

In Abbildung 60 sind beispielhafte Reibkoeffizientenverläufe von PBT und PBT mit Schmierstoffmikrokapseln sowie einer zusätzlichen Faserverstärkung dargestellt. Die Probe mit Glasfasern zeigt über die gesamte Reibdistanz den höchsten Reibwert. Das unmodifizierte PBT weist kurzzeitig hohe Schwankungen auf. Dieses Phänomen wurde bei mehreren Proben gemessen und geht häufig mit verstärktem Verschleiß einher. Die Proben PBT+MF/MK5 und PBT+MF/MK5-CF5 zeigen über die Reibdistanz gleichmäßige Reibwerte. Die Proben ohne Faserverstärkung zeigt einen leicht abfallenden Verlauf.

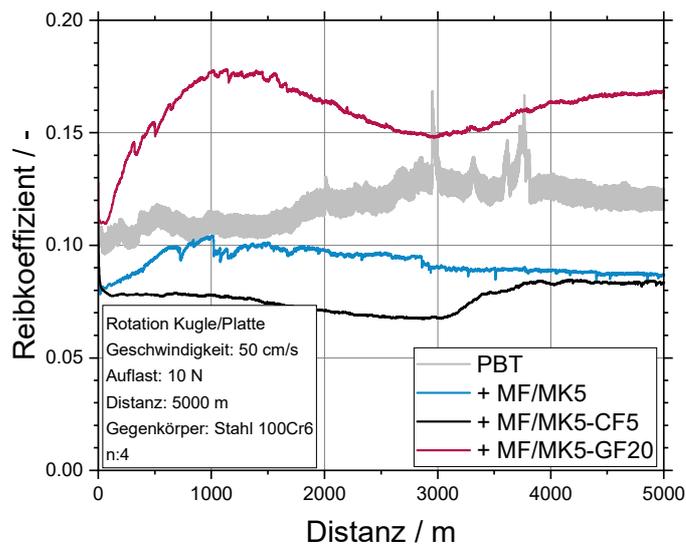


Abbildung 60: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizientenverläufe von PBT, PBT +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).

Die mittleren Reibkoeffizienten und Verschleißraten der PBT-Proben der Rotationsprüfung sind in Abbildung 61 dargestellt. Die unmodifizierte PBT-Probe zeigt mit $0,13 \pm 0,01$ einen geringen Reibwert. Durch die Zugabe von Schmierstoffmikrokapseln wurde ein Reibwert von $0,09 \pm 0,01$ erhalten. Mit zusätzlicher Carbonfaserverstärkung wurde ein mittlerer Reibkoeffizient von $0,07 \pm 0,01$ erhalten. PBT mit Glasfaserverstärkung und Schmierstoffmikrokapseln weist mit $0,16 \pm 0,03$ einen erhöhten Reibwert auf. Die erhöhten Fehler der Verschleißkoeffizienten bei allen Proben erschweren Aussagen zum Verschleißverhalten der Proben. Auch bei der unverstärkten Proben wurden wiederholt hohe Abweichungen in der Verschleißspur gemessen, welche zu Fehlerwerten in der Verschleißrate führt. Bei Proben mit Schmierstoffmikrokapseln konnten reproduzierbarere Ergebnisse erzielt werden. Bei der Probe PBT+MF/MK5-GF20 wurde auch leichter Verschleiß am Stahlkugelgegenkörper beobachtet. Neben den in Abbildung 61 dargestellten Materialien wurde auch ein mit 30 % Glasfasern und 15 % PTFE tribologisch modifizierten PBT-Compound (ALCOM PBT 700/1 GF30 TF15 SI2) untersucht. Bei der tribologischen Prüfung ist es zu einem katastrophalen Verschleiß gekommen mit Verschleißbreiten bis zu 2 mm Auf Grund des extremen Verschleißes wurde das Material nicht mit in die tribologische grafische Auswertung mit aufgenommen. Bei der tribologischen Prüfung wurde ein mittlerer Reibkoeffizient von $0,15 \pm 0,01$ ermittelt.

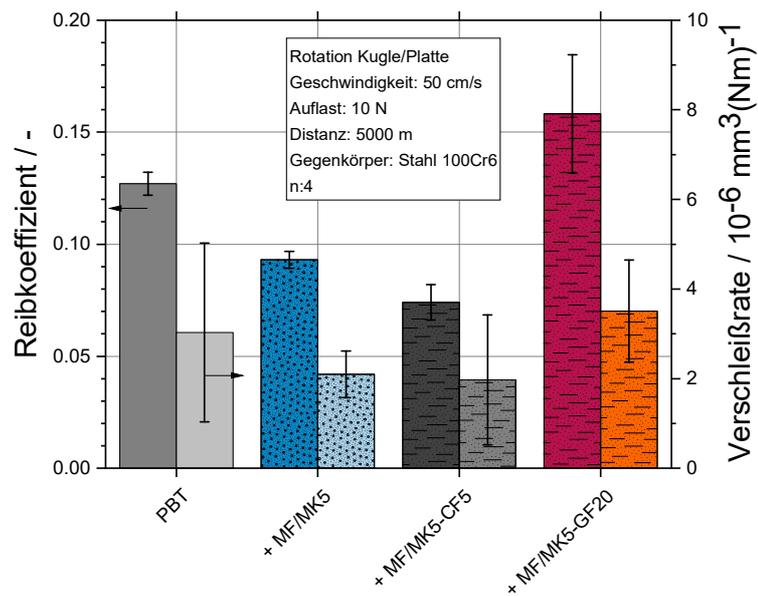


Abbildung 61: Darstellung der mittleren Reib- und Verschleißkennwerte von PBT, PBT +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).

5.3.3.2.2 Neue Kapselwandmaterialien

In Abbildung 62 sind die Reibkoeffizientenverläufe von PBT natur sowie jeweils mit 5 Gew.-% an Schmierstoff modifizierten Typen dargestellt. Es wurden Kapselwandmaterialien bestehend aus PA und PUPVA tribologisch geprüft. Auffällig ist, dass bei dem Reibverlauf der Probe PBT+PA/MK5 ein stark schwankender Reibverlauf gemessen wurde. Die mit PUPVA-Mikrokapseln untersuchten Proben zeigten demgegenüber einen deutlich gleichmäßigeren Verlauf des Reibkoeffizienten.

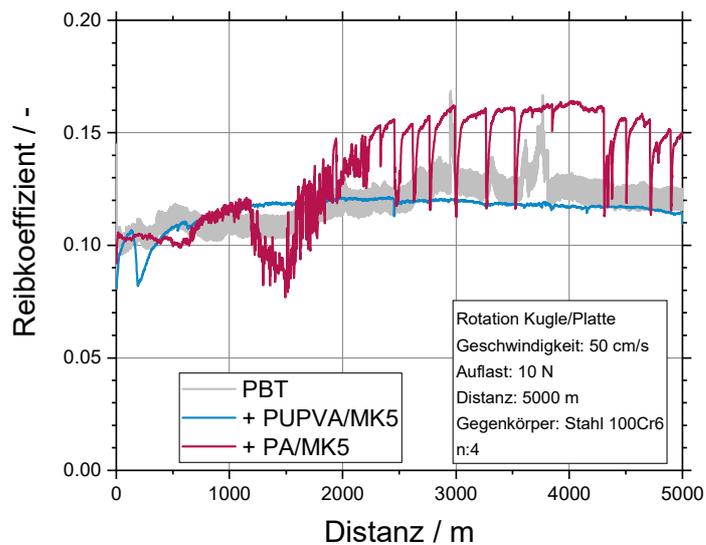


Abbildung 62: Darstellung des Reibkoeffizientenverlaufs von PBT, PBT + PUPVA/MK5 und PBT + PUPVA/MK5. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln jeweils gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

Die gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten der Compounds mit den neuen Schmierstoffmikrokapseln sowie der ungefüllten Referenz sind in Abbildung 62 gegenübergestellt. Beide Schmierstoffmikrokapseltypen weisen mit $0,11 \pm 0,01$ (PBT+PUPVA/MK5) und $0,14 \pm 0,02$ (PBT+PA/MK5) gegenüber der ungefüllten Referenz einen ähnlichen Reibkoeffizienten auf. Im Vergleich zu den MF-Schmierstoffmikrokapseln, welche bei den faserverstärkten Proben untersucht wurden, ist das Potential den Reibkoeffizienten zu reduzieren geringer. Bei allen Proben wurden sehr hohe Abweichungen bei den Verschleißspurbreiten gemessen. Somit sind verlässliche Aussagen zum Verschleißverhalten nicht möglich. Von einer starken Reduktion des Verschleißes hin zu gleichmäßig geringen Verschleißspuren konnte somit bei PBT nicht detektiert werden.

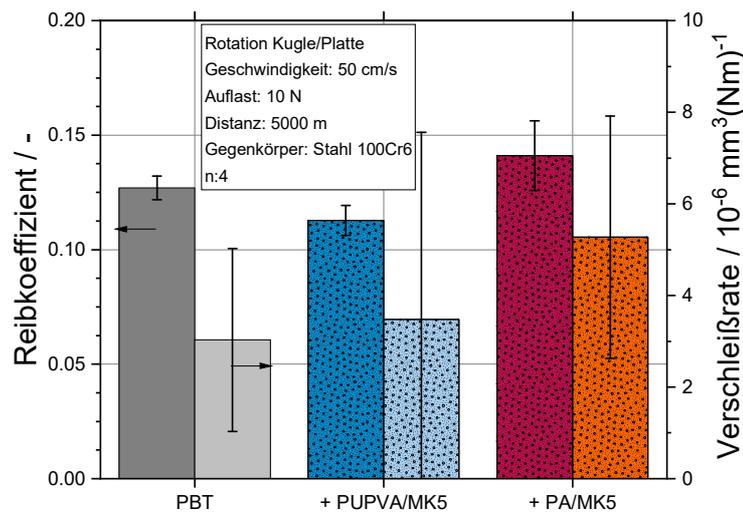


Abbildung 63: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PBT, PBT + PUPVA/MK5 und PBT + PUPVA/MK5. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln jeweils gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

5.3.3.3 Mechanische Eigenschaften

In Abbildung 64 sind die mechanischen Zugeigenschaften von faserverstärkten PBT-Mikrokapselcompounds dargestellt. Durch die Einarbeitung der Carbon- oder Glasfasern werden erhöhte E-Moduln von $6060 \pm 60 \text{ MPa}$ (PBT+MF/MK5-CF5) und $6410 \pm 50 \text{ MPa}$ (PBT+MF/MK5-GF20) erreicht. Die maximal erreichte Spannung ist bei Carbonfaserverstärkung höher ($92 \pm 0,2 \text{ MPa}$) als mit Glasfaserverstärkung ($63 \pm 0,4 \text{ MPa}$). Durch die Modifizierung kommt es zu einem starken Rückgang der Bruchdehnung auf unter 8 %.

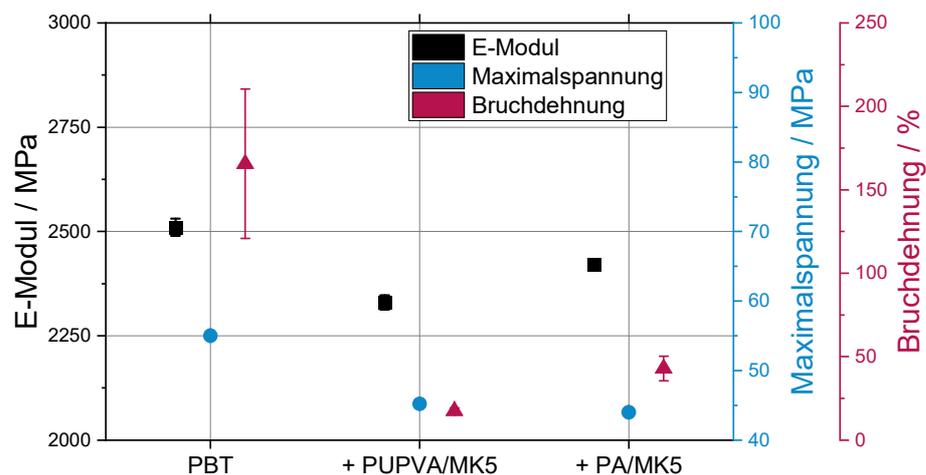


Abbildung 64: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PBT, PBT +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).

Die mechanischen Eigenschaften der Compounds mit PUPVA und PA-Mikrokapsel sind in Abbildung 65 dargestellt. Durch die Einarbeitung der Kapseln zu einem Schmierstoffanteil von 5 Gew.-% kommt es zu einem Rückgang der mechanischen Kennwerte. Am

stärksten ist der Rückgang der Bruchdehnung ausgeprägt. Durch die Einbringung der Mikrokapseln sinkt die Bruchdehnung von 166 ± 45 % auf 17 ± 2 (PBT+PUPVA/MK5) respektive 43 ± 8 (PBT+PA/MK5). Der Rückgang des E-Moduls ist insbesondere bei den PA-Mikrokapseln weniger stark ausgeprägt. Die Maximalspannung geht unabhängig von der Kapseltype um etwa 20 % zurück.

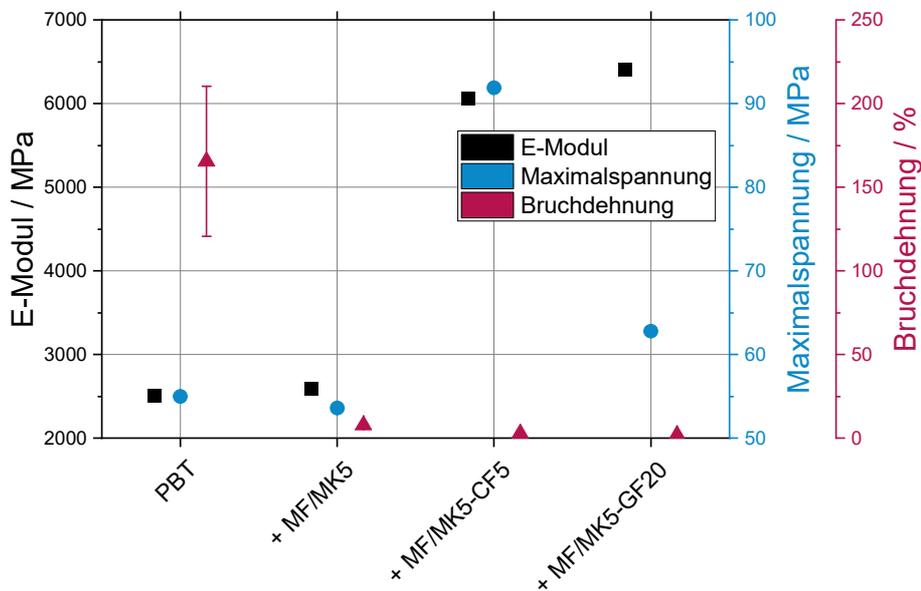


Abbildung 65: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PBT, PBT + PUPVA/MK5 und PBT + PUPVA/MK5. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln jeweils gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).

5.3.3.4 Ergebniszusammenfassung PBT

- Die Einarbeitung der Schmierstoffmikrokapseln konnte trotz gesteigerter Verarbeitungstemperaturen durchgeführt werden.
- Die Verarbeitung im Spritzgießen mit Verstärkungsfasern ist möglich.
- Schmierstoffmikrokapseln erschweren das Aufdosieren im Spritzgießprozess. Durch hohe Kapsel- und Faseranteile wird der Prozess zusätzlich erschwert.
- PBT weist im gewählten tribologischen System bereits geringe Reibwerte auf. Der Zusatz von Schmierstoffmikrokapseln führt zu einer leichten Reduzierung der Reibung.
- Die im Vergleich zu anderen Kunststoffen moderate Verschleißrate ist bei allen untersuchten Proben mit hohen Abweichungen behaftet.
- Die Kapselwandmaterialien PUPVA und PA konnte in PBT eingearbeitet werden und führen zu nur geringem positivem tribologischen Effekt.
- Durch Einarbeitung von Verstärkungsfasern können die mechanischen Eigenschaften gesteigert werden.
- Carbonfasern weisen gegenüber Glasfasern verbesserte tribologische Eigenschaften auf.

5.3.4 PA6

5.3.4.1 Verarbeitbarkeit

Die Einarbeitung der Mikrokapseln und Verstärkungsfasern erfolgte auf einem gleichdrehenden Doppelschneckenextruder vom Typ ZSK 26 von Coperion (Deutschland). Für die Versuche zur Einarbeitung von Zusatzfasern, wurden Schmierstoffmikrokapseln der Follmann GmbH (Deutschland) mit dem verkapselten Schmierstoff Food Lube verwendet. Die Einarbeitung der Carbon- und Kurzglasfasern hatte einen Anstieg der Schmelztemperatur von 234 °C auf 240 °C (CF) und 243 °C (GF) bei annähernd gleichbleibenden Schmelzedruck zur Folge. Auch die Compoundiersuche mit den neuartigen Mikrokapseln mit den Kapselwandmaterialien PA und PUPVA konnte ohne Auffälligkeiten mit den im Anhang aufgeführten Verfahrensparametern hergestellt werden.

Die Herstellung von Zugstäben über das Spritzgießen (KM 160 -750PX, Krauss Maffei, Deutschland) konnte mit hoher Reproduzierbarkeit durchgeführt werden. Je nach Materialzusammensetzung mussten allerdings Anpassungen in den Verfahrensparametern vorgenommen werden. Die nötigen Anpassungen waren im Vergleich zu den anderen Matrixmaterialien weniger stark ausgeprägt.

In Abbildung 66 sind REM-Aufnahmen von Bruchflächen aus dem Zugversuch dargestellt. Es konnte keine Freisetzung von Öl bei Proben mit Faserverstärkung oder bei den erstmals getesteten PA-Kapseln beobachtet werden.

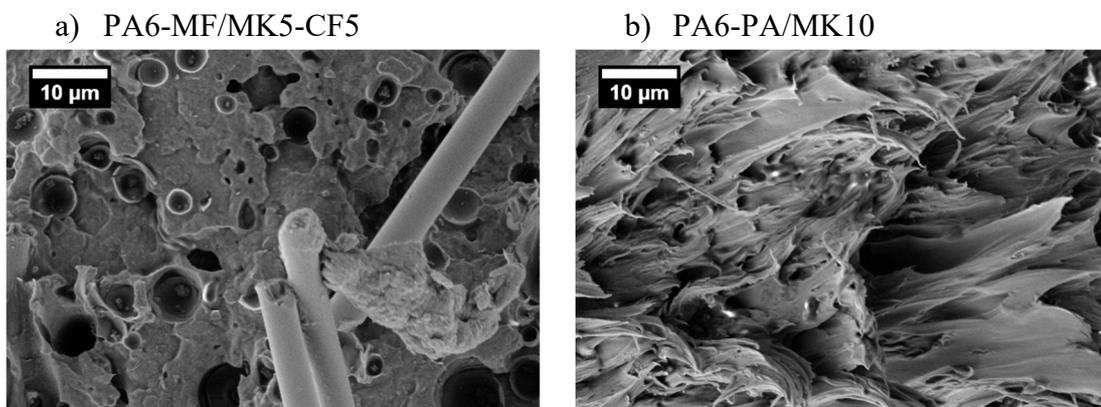


Abbildung 66: REM-Aufnahmen von PA6-Zugstabbruchflächen von a) MF-Kapseln und Carbonfasern und b) PA-Kapseln.

5.3.4.2 Tribologische Eigenschaften

5.3.4.2.1 Faserverstärkung

Die Prüfung der tribologischen Eigenschaften erfolgte nach den hier im Projekt standardmäßig verwendeten Parametern. Durch Verwendung der Schmierstoffmikrokapseln mit einem Schmierstoffanteil von 5 Gew.-% wird der Reibkoeffizient von $0,34 \pm 0,04$ auf $0,11 - 0,12$ reduziert. Dies entspricht einer Reibreduzierung von 67 %. Die zusätzliche Verwendung von Verstärkungsfasern haben keinen ersichtlichen Einfluss auf den Reibverlauf.

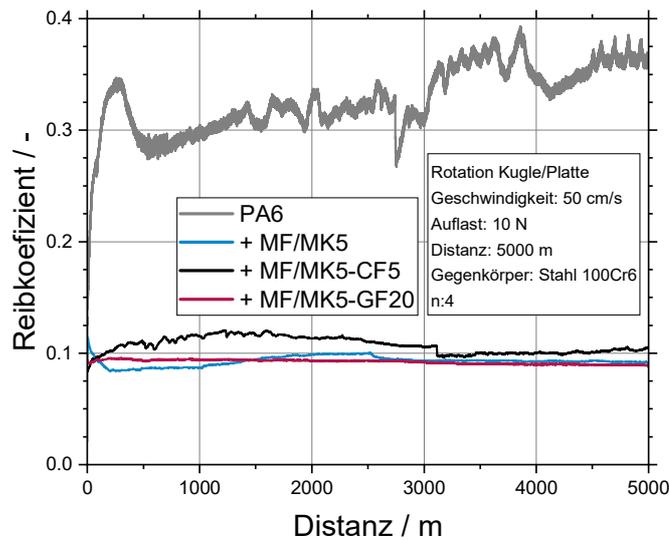


Abbildung 67: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizienten von PA6 (Ultradid B3L, BASF), PA6 +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PA6-Matrix-Type: Alphaslon 27C, Grupa Azoty; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).

In Abbildung 68 sind die gemittelten Reib- und Verschleißwerte für PA6 und Schmierstoff modifizierten Materialien dargestellt. Durch die Verwendung von 5 Gew.-% an Schmierstoff konnten deutlich reduzierte Reibwerte erhalten werden. Unabhängig davon, ob das Material eine zusätzlich Faserverstärkung besitzt, werden Reibwerte von etwa 0,11 erhalten. Durch Zugabe von Glasfasern werden erhöhte Standardabweichungen erhalten. Neben einem Rückgang der Reibkoeffizienten werden auch verminderte Verschleißraten bei Verwendung von Schmierstoffmikrokapseln erhalten. Die geringste Verschleißrate konnte bei der Verwendung von Mikrokapseln und Carbonfasern gemessen werden. Der Verschleiß erhöht sich tendenziell bei der Verwendung von Kurzglasfasern. Es ist davon auszugehen, dass die Auswirkungen der unterschiedlichen Verstärkungsfasern sich bei längeren Versuchsdauern stärker auswirken, wenn Fasern zunehmend freigelegt werden.

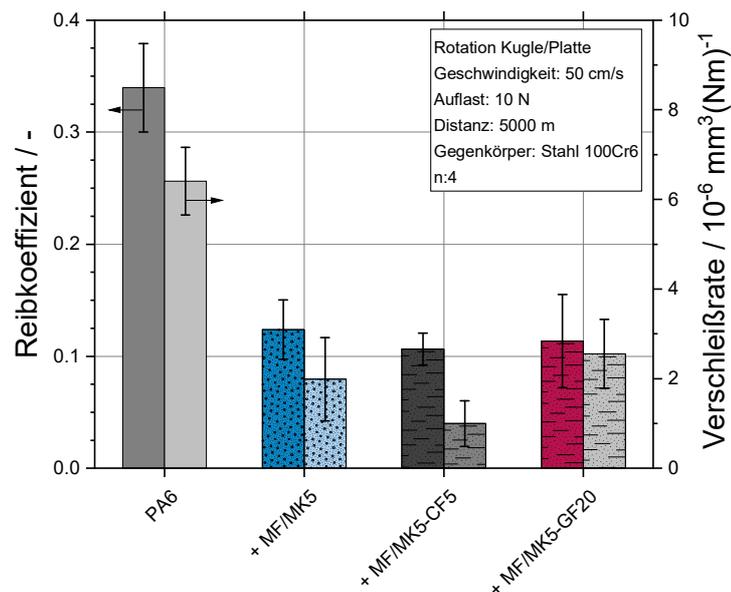


Abbildung 68: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).

5.3.4.2.2 Neue Kapselwandmaterialien

Neben der Untersuchung von zusätzlichen Verstärkungsfasern wurden auch in PA6 mit PA und PUPVA-Kapselwandmaterialien zwei neue Kapseltypen untersucht. Die Reibverläufe beispielhafter Proben sind in Abbildung 69 dargestellt. Die Proben mit den beiden Mikrokapseltypen zeigen einen nahezu identischen Reibverlauf über die ermittelte Reibdistanz. Mit Beginn der Messung wurden konstante Reibwerte im Bereich von 0,07 gemessen.

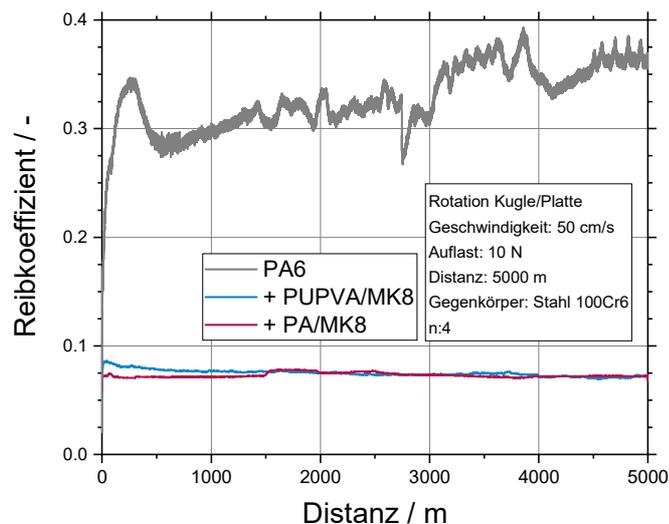


Abbildung 69: Darstellung des Reibkoeffizientenverlaufs von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 + PUPVA/MK8 und PA6+ PA/MK8. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Verwendung von neuartigen Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube. Kapselwandmaterialien bestehen aus PUPVA und PA).

In Abbildung 70 sind die gemittelten Reib- und Verschleißwerte für die PA6 basierten Materialien mit Schmierstoffmikrokapseln dargestellt. Die mikrokapselmodifizierten Proben besitzen jeweils einen Schmierstoffanteil von 8 Gew.-% was einem Mikrokapselanteil von 10 Gew.-% entspricht. Durch die Zugabe der Schmierstoffmikrokapseln reduzierten sich die Reibwerte auf $0,07 \pm 0,01$ für beide Mikrokapselmaterialien. Auch die mittleren Verschleißraten sind im Rahmen des hohen Fehlers mit etwa $10^{-6} \text{ mm}^3(\text{Nm})^{-1}$ als gleich anzusehen. Somit können bei Kapselwandmaterialien in dieser ersten Prüfung als geeignet bewertet werden.

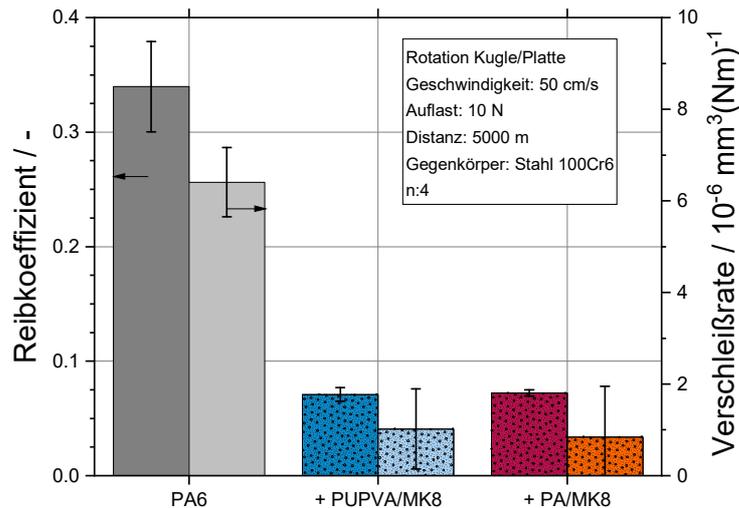


Abbildung 70: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PA6 (Ultramid B3L, BASF), und PA6-Compounds (PA6-Matrix-Type: Alphon 27C, Grupa Azoty). Verwendung von neuartigen Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube. Kapselwandmaterialien bestehen aus PUPVA und PA. Verschleißermittlung über Spurbreitenmessung.

Abbildung 71 zeigt die Reibkoeffizientenverläufe aus Messungen in Oszillation. Die Referenzprobe weist bis zu 8.000 Zyklen einen steigenden Reibungskoeffizienten (COF) auf, während die mit Mikrokapseln gefüllte Probe während des gesamten Tests einen nahezu konstanten Reibkoeffizienten beibehält.

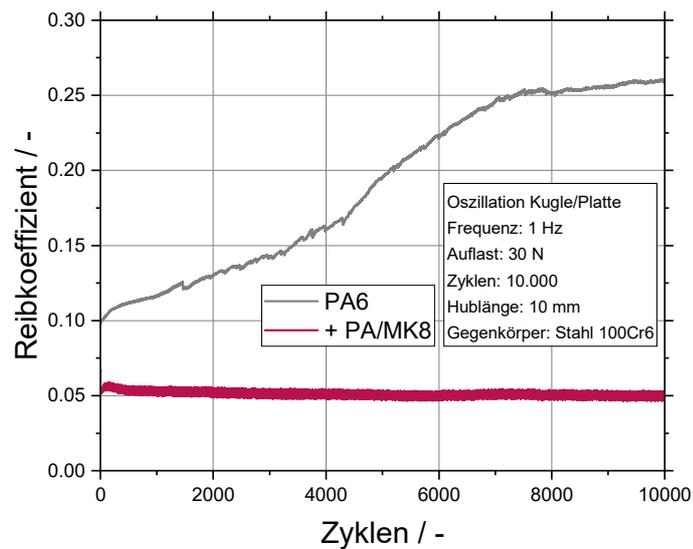


Abbildung 71: Darstellung des Reibkoeffizientenverlaufs von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 und PA6 + PA/MK8. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty). Verwendung von Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube und dem Kapselwandmaterial PA. Verschleißermittlung über 3D-Profilometrie.

In Abbildung 72 sind die mittleren Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PA6 und PA6+PA/MK8 dargestellt. Durch die Zugabe der mit Schmiermittel gefüllten Mikrokapseln wird der Reibkoeffizient um 80 % von $0,22 \pm 0,05$ auf $0,05 \pm 0,01$ reduziert. Die Verschleißrate des Polymerpartners verringert sich durch Zugabe der Mikrokapseln um 38 % von $34,2 \pm 11,0 \text{ mm}^{-3} \cdot (\text{Nm})^{-1}$ auf $21,0 \pm 2,3 \text{ mm}^{-3} \cdot (\text{Nm})^{-1}$.

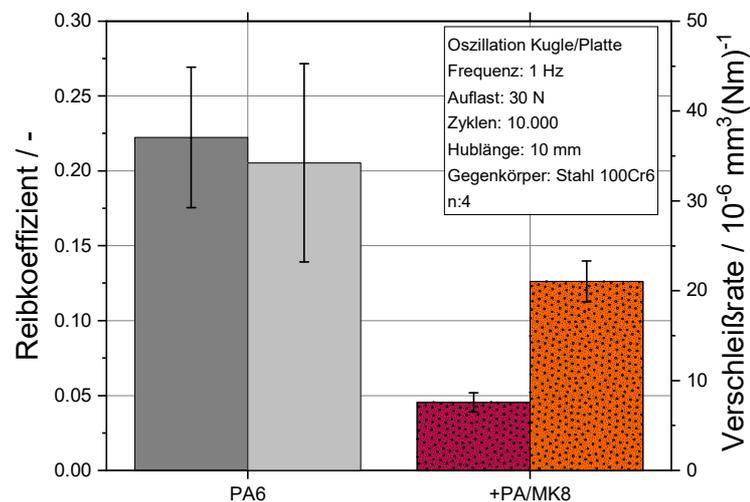


Abbildung 72: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PA6 (Ultramid B3L, BASF), und PA6-Compounds (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty). Verwendung von Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube und dem Kapselwandmaterial PA. Verschleißermittlung über 3D-Profilometrie.

5.3.4.3 Mechanische Eigenschaften

In Abbildung 73 sind die mechanischen Eigenschaften der mikrokapsel- und faserverstärkten Proben dargestellt. Gegenüber der ungefüllten Referenz kommt es zu einem Rückgang der mechanischen Eigenschaften durch die Einarbeitung von Schmierstoffmikrokapseln. E-Modul, Maximalspannung und Bruchdehnung liegen mit 2230 ± 36 MPa, 53 ± 1 MPa und $26,5 \pm 5,6$ % unter dem ungefüllten Referenzmaterial. Die 5 Gew.-%ige Carbonfasermodifizierung führt zu einer Steigerung des E-Moduls auf 5230 ± 47 MPa und der Maximalspannung auf 95 ± 1 MPa. Die Glasfaserverstärkung führt zu einem E-Modul von 5530 ± 54 MPa und einer Maximalspannung von 66 ± 1 MPa. Durch die Faserverstärkung kommt es zu einer Versprödung des Compounds und einem Rückgang der Bruchdehnung auf $5,1 \pm 0,2$ % und $3,0 \pm 0,2$ %.

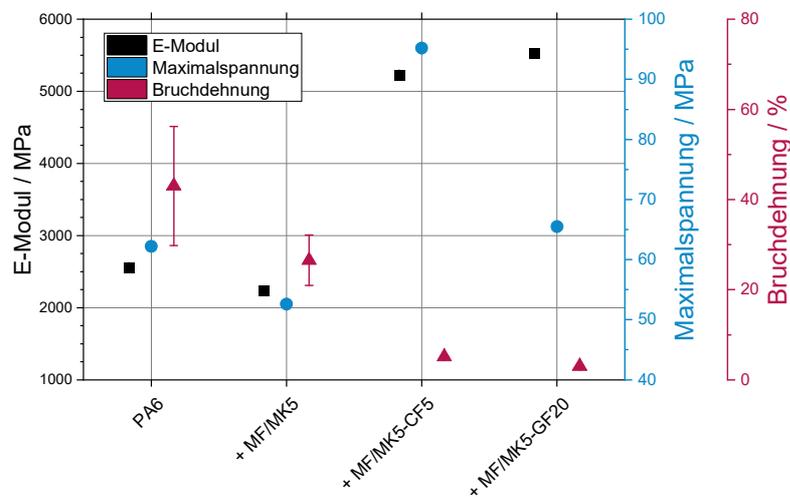


Abbildung 73: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).

Die mechanischen Eigenschaften von PA6 mit neuartigen Kapselwandmaterialien sind in Abbildung 74 dargestellt. Bei beiden Kapseltypen kommt es zu einem Rückgang der mechanischen Eigenschaften. Der Rückgang der mechanischen Eigenschaften ist für beide Kapseltypen sehr ähnlich. Die E-Module liegen mit 1970 ± 32 MPa (PA6+PUPVA/MK8) und 2030 ± 35 MPa (PA6+PA/MK8) nahe beieinander. Auch die erzielten Maximalspannungen sind mit 49 ± 2 MPa (PA6+PUPVA/MK8) und 47 ± 1 MPa (PA6+PA/MK8) auf ähnlichem Niveau. Auffällig ist die hohe Bruchdehnung der PA6+PUPVA/MK8-Probe.

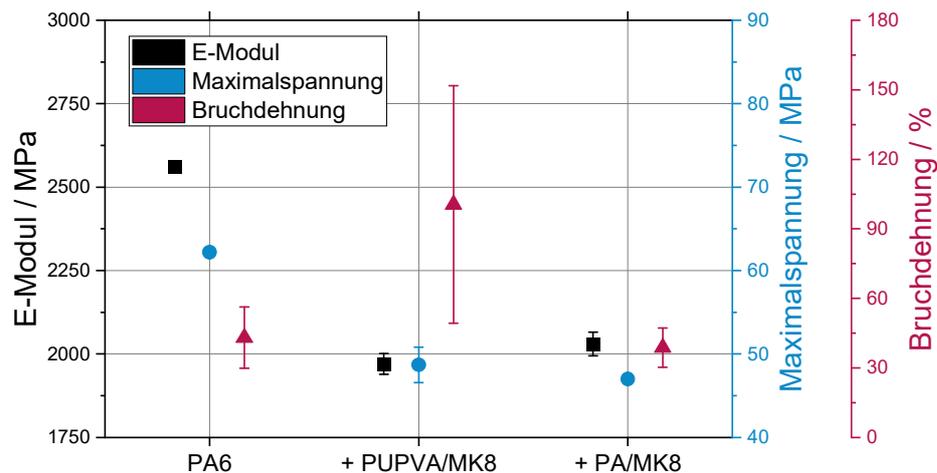


Abbildung 74: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 + PUPVA/MK5 und PA6 + PUPVA/MK5. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Verwendung von neuartigen Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube. Kapselwandmaterialien bestehen aus PUPVA und PA).

5.3.4.4 Ergebniszusammenfassung PA6

- Die Einarbeitung der Schmierstoffmikrokapseln erfolgte bei Verarbeitungstemperaturen um 240 °C
- Die frühzeitige Freisetzung von Öl konnte nicht detektiert werden
- Die Verarbeitung im Spritzgießen konnte auch bei höheren Schmierstoffanteilen und mit Verstärkungsfasern mit hoher Prozessstabilität durchgeführt werden.
- Die dazu nötigen Anpassungen waren im Spritzgießen waren im Vergleich zu POM und PBT deutlich weniger ausgeprägt.
- Die Schmierstoffmikrokapseln führten auch bei einem Anteil von 5 Gew.-% zu einem deutlichen Rückgang von Reibung und Verschleiß.
- PUPVA und PA-Mikrokapseln konnte als tribologisch und mechanisch geeignet qualifiziert werden.

5.3.5 PA6.6

5.3.5.1 Verarbeitbarkeit

Die Compoundierung wurde auf einem gleichdrehenden Doppelschneckenextruder vom Typ ZSK26 von Coperion (Deutschland) durchgeführt. Es konnten keine Anzeichen von Inkompatibilitäten beobachtet werden. Bei der Compoundierung wurde eine Schmelztemperatur von 264 °C bei einem Schmelzedruck von 13 bar gemessen. Die Schmierstoffkapseln mit PA-Kapselwand wurden zu einem Gewichtsanteil von 6,25 Gew.-% dem Basispolymer Radipol A40 (Radici Group, Italien) zugefügt. Während der Compoundierung konnten keine Auffälligkeiten beobachtet werden. Das Spritzgießen wurde auf einer KM 160 -750PX (Krauss Maffei, Deutschland) mit einer 35 mm Plastifizierschnecke durchgeführt. Bei der Dosierung des Materials gab es mit Schmierstoffmikrokapseln keine Dosierschwankungen und konnte mit konstanten Verfahrensparametern verarbeitet werden. Einzelheiten zum Spritzgießen sind dem Anhang beigelegt. Abbildung 75 zeigt REM-Aufnahmen der Bruchflächen aus dem Zugversuch. Neben den intakten Kapseln

können auch Schlieren in der Matrix beobachtet werden, die auf Freisetzung von Öl während der Verarbeitung hindeuten. Da die erhaltenen Zugstäbe eine grifftrockene Oberfläche hatten, kann davon ausgegangen werden, dass die Schmierstofffreisetzung moderat war. Die Verarbeitungstemperatur von PA6.6 stellt somit das derzeit ober Limit dar.

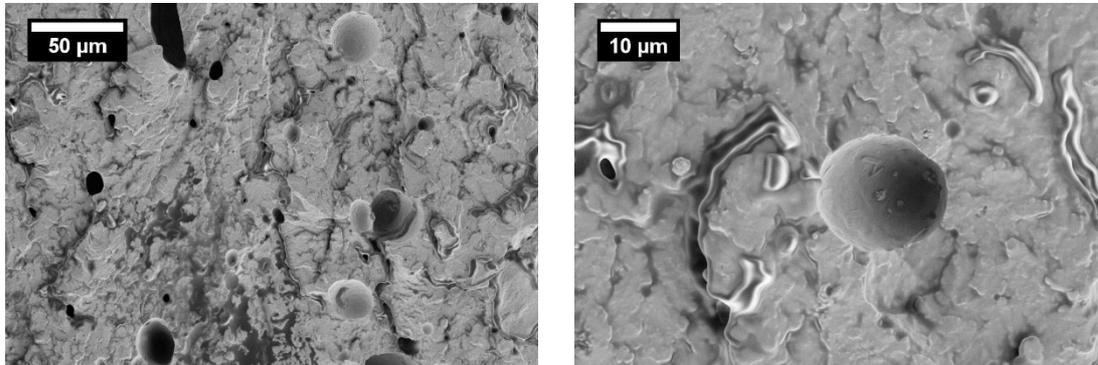


Abbildung 75: REM-Aufnahmen von PA6.6-Zugstab-Bruchflächen mit a) 1.000-facher und b) 4.000-facher Vergrößerung.

5.3.5.2 Tribologische Eigenschaften

Die tribologische Prüfung erfolgte in Rotation nach den hier im Projekt standardmäßig verwendeten Parametern. Durch Einarbeitung der Schmierstoffmikrokapseln wird der Reibkoeffizient von $0,36 \pm 0,02$ auf $0,08 \pm 0,02$ reduziert. Der Verlauf des Reibkoeffizienten war ab Beginn geringer als der der Referenz. Die Reibkoeffizienten beispielhafter Proben sind in Abbildung 76 dargestellt. Einhergehend mit der Senkung der Reibung wurde die Verschleißrate von $5,52 \pm 1,71$ auf $2,03 \pm 1,05$ gesenkt. Dies entspricht einem Rückgang der Reibung um 78 % und des Verschleißes um 63 %.

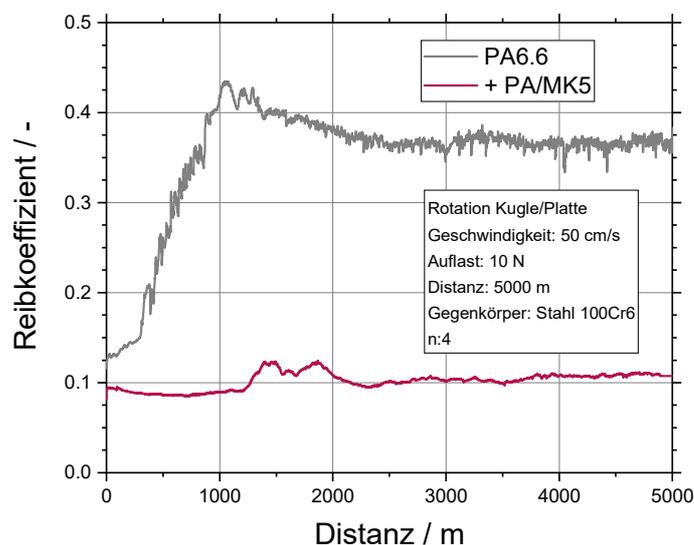


Abbildung 76: Reibverlauf von PA6.6 basierten Compounds. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube).

Da keine Erfahrungen mit PA6.6 mit Mikrokapseln vorhanden waren, wurde zu Beginn mit einem Mikrokapselanteil von 6,25 Gew.-% (entspricht einem Schmierstoffanteil von

5 Gew.-%) ein geringer Anteil gewählt. Auf Grund der guten Verarbeitbarkeit im Spritzgießen ist ein Mikrokapselanteil von ca. 10 Gew.-% anzustreben, um Reibungs- und Verschleißwerte weiter zu reduzieren.

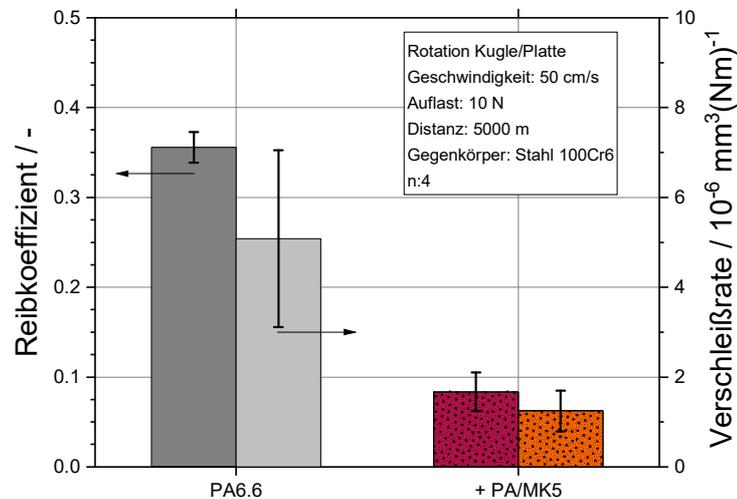


Abbildung 77: Mittlere Reibkoeffizienten- und Verschleißraten von PA6.6 basierten Compounds. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube).

Neben den Rotationsversuchen wurden tribologische Untersuchungen auch in oszillierender Bewegungsform bei gleichbleibendem Gegenkörper durchgeführt. Gegenüber den Rotationsversuchen wurde die Auflast auf 30 N gesteigert, um die Reibbelastung zu steigern und Verschleißeffekte stärker abbilden zu können. Über die gesamte Zyklenzahl besitzt das mit Schmierstoffmikrokapseln modifizierte PA6.6 einen deutlich geringeren Reibkoeffizienten (siehe Abbildung 78). Das unmodifizierte PA6.6 besitzt während der tribologischen Prüfung einen annähernd konstanten Reibkoeffizienten. Der Reibkoeffizient des mit Mikrokapseln gefüllten PA6.6 verringert sich während der Prüfung leicht auf Werte unter 0,04. Im Vergleich zu den Rotationsprüfungen besitzen beide Probentypen geringere Reibkoeffizienten, wobei der Rückgang der ungefüllten Probe deutlich stärker ausgeprägt ist.

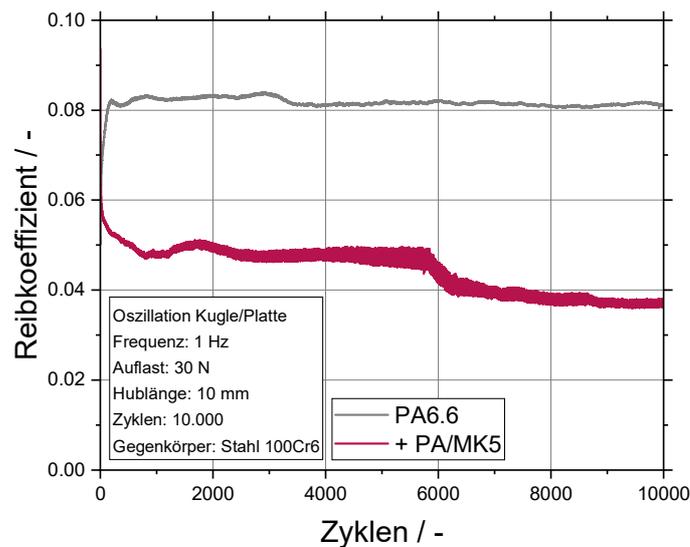


Abbildung 78: Reibverlauf von PA6.6 basierten Compounds. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube) in Oszillation.

Die gemittelten Reib- und Verschleißkennwerte sind in Abbildung 79 dargestellt. Der mittlere Reibkoeffizient wird durch die Zugabe von Mikrokapseln um 54 % von $0,09 \pm 0,02$ auf $0,04 \pm 0,01$ reduziert. Auch wenn sich der Reibkoeffizient halbiert, bleibt die Verschleißrate unverändert und liegt mit $13,9 \pm 2,8 \text{ mm}^{-3} \cdot (\text{Nm})^{-1}$ (PA6.6) und $16,5 \pm 3,1 \text{ mm}^{-3} \cdot (\text{Nm})^{-1}$ (PA6.6 + PA/MK5) in der gleichen Größenordnung wie bei der Referenz. Die spezifischen Verschleißraten sind etwa halb so hoch wie die Verschleißraten der PA6-Proben.

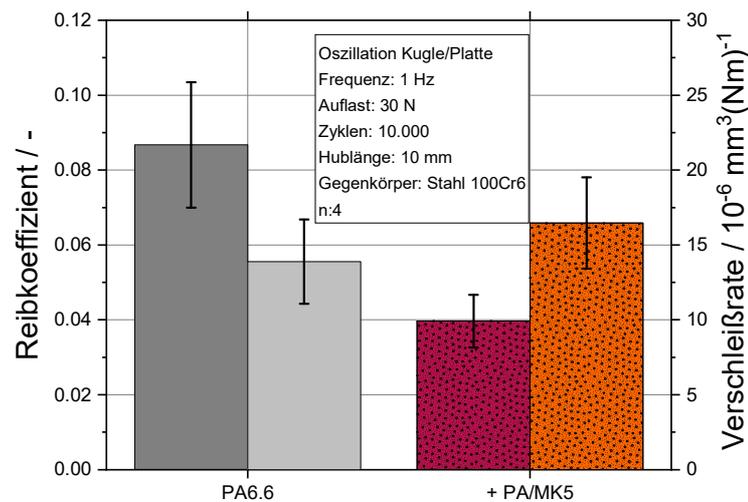


Abbildung 79: Mittlere Reibkoeffizienten- und Verschleißraten von PA6.6 basierten Compounds aus tribologischen Oszillationsmessungen. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube).

5.3.5.3 Mechanische Eigenschaften

In Abbildung 80 sind die mechanischen Eigenschaften von PA6.6 natur und PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil dargestellt. Durch die Einbringung der Schmierstoffmikrokapseln kommt es zu einem Rückgang aller untersuchten mechanischer Kennwerte. Die Werte des unmodifizierten PA6.6 zeigen eine hohe Übereinstimmung mit den Werten des Datenblatts. Durch die Schmierstoffmikrokapseln reduziert sich der E-Modul um 8 % auf 2900 MPa, die Maximalspannung um 18 % auf 64,3 MPa und die Bruchdehnung um 82 % auf 4,5 %. Der Rückgang von E-Modul und Maximalspannung fällt somit verhältnismäßig gering aus.

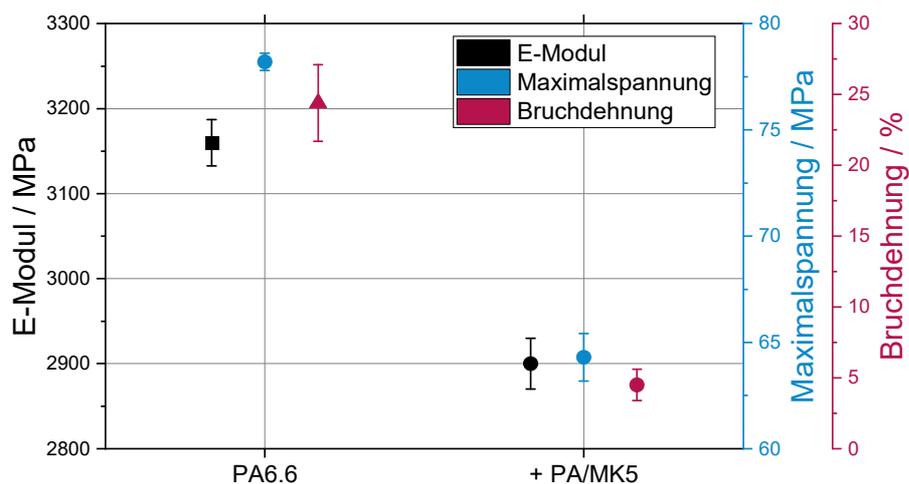


Abbildung 80: Gegenüberstellung der mechanischen Eigenschaften von PA6.6 und PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil.

5.3.5.4 Ergebniszusammenfassung PA6.6

- Die Einarbeitung der Mikrokapseln erfolgte bei Schmelzetemperaturen von 264 °C ohne die sichtbare Freisetzung von Schmierstoff während der Compounding.
- Das hergestellte Material konnte als spritzgießfähig qualifiziert werden.
- Tribologisch Rotationsprüfungen mit Stahlkugel-Gegenkörper zeigten einen hohen Rückgang von Reibung- und Verschleißkennwerten.
- Die Mikrokapseln führten zu einem moderaten Rückgang der mechanischen Kennwerte.
- Das Material zeigt ein hohes tribologisches Potential. Weitere tribologische Untersuchungen sowie gesteigerte Kapselanteile sind von hohem Interesse.

5.4 Schmierstoffmikrokapselcompounds in Demonstrator-Bauteilen

5.4.1 Mikrozahnräder

Es wurden der Mocom GmbH zwei Compounds zur Verfügung gestellt, um die Überführung der Spritzgießversuche am SKZ auf andere Maschinen und Verarbeitungsanforderungen untersuchen zu können. Die Mocom GmbH stellte die in Abbildung 81 auf PP und POM basierenden Kunststoffzahnäder her. Im Gegensatz zu den am SKZ gängiger Weise gefertigten Zugstäbe, weisen die Zahnäder deutlich geringere Fließkanäle auf, welche zu erhöhter Scherbeanspruchung der Mikrokapseln führen. Trotz der gestiegenen Materialanforderungen konnten reproduzierbar Zahnäder hergestellt werden.

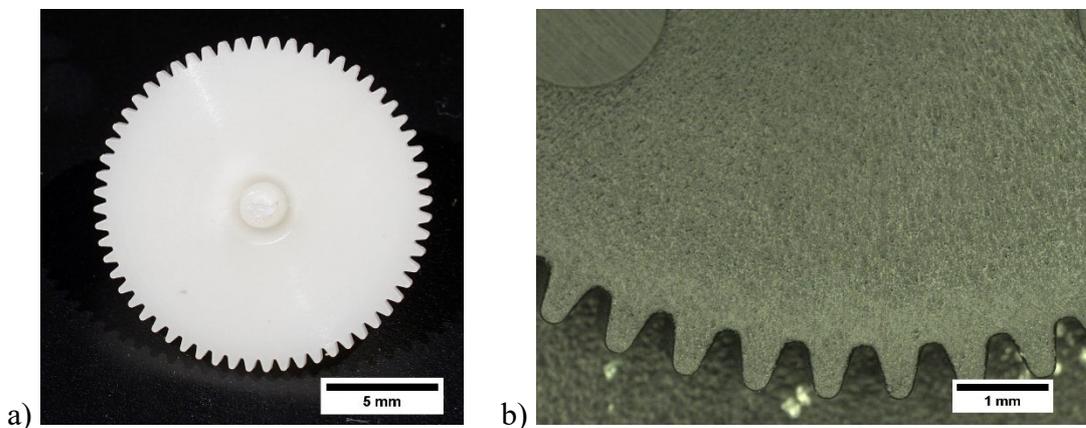


Abbildung 81: Mikrozahnäder hergestellt über Spritzgießen durch die Mocom GmbH. Schmierstoffanteil je 10 Gew.-% in a) PP (BF970MO, Borealis) und b) POM (Ultraform N2320, BASF).

5.4.2 Gleitlager

Die HESA Kunststofftechnik GmbH & Co. KG hat im Rahmen des Projekts PP-Schmierstoffmikrokapselcompound verwendet, um Gleitlager über den Spritzgießprozess herzustellen. Der Prozess konnte so eingestellt werden, dass die Hochpräzisionsbauteile mit hoher Wiederholgenauigkeit hergestellt werden konnte. Die in Abbildung 82 dargestellten Gleitlager wurden anschließend von der Dr. Tillwich GmbH auf einem Eigenbau-

Spezialprüfstand gegenüber Gleitlagern geprüft, welche aus PP natur (BF970MO, Borealis) oder einem tribologischen PP-Compound (Alcom PP620/8 GF30 PTFE15, Mocom GmbH) bestanden.



Abbildung 82: Gleitlager aus PP/Schmierstoffmikrokapselcompound hergestellt durch die HESA Kunststofftechnik GmbH & Co. KG.

Der Gegenkörper in der Gleitlagerprüfung besteht aus eine Welle mit einem Durchmesser von 5 mm aus Stahl 100Cr6. Die tribologischen Systemparameter sind in Tabelle 10 dargestellt. Es wurden 20 μ L Food Lube als Initialschmierung für die PP (natur) Probekörper verwendet.

Tabelle 10: Tribologische Systemparameter Untersuchungen Gleitlagerprüfung.

Parameter	Wert
Gegenkörper	100Cr6
Durchmesser / mm	5
Schmierstoff	trocken
Drehzahl / U/min	0 – 100
Prüfzyklen	1.000

Um die Belastung des Lagers beim Starten und Stoppen zu simulieren, umfasst ein Zyklus den in Tabelle 11 und Abbildung 83 dargestellten Drehzahlzyklus. Der Verschleiß wurde optisch befundet.

Tabelle 11: Parameter Prüfzyklus.

Parameter	Wert
Dauer steigende Rampe / s	120
Dauer 1. Haltezeit / s	5
Dauer fallende Rampe / s	10
Prüfzyklen	1.000
Dauer 2. Haltezeit / s	1
Gleitstrecke / m	440

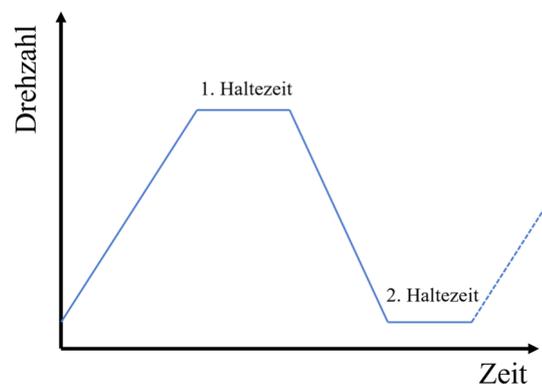


Abbildung 83: Ablauf eines Messzyklus.

In den Abbildung 84 bis Abbildung 86 sind die Reibkoeffizienten der Zyklusversuche sowie die Gleitlager nach tribologischer Beanspruchung dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass unter dem dargestellten Belastungsfall der Einsatz von Mikrokapseln keinen reibmindernden Effekt hat und die ermittelten Reibwerte über den Werten der PP Type mit Glasfasern/PTFE und der initial geschmierten Probe liegt. Der optisch ermittelte Verschleiß ist bei der Probe PP +GF30/PTFE15 am höchsten. Die Probe mit Mikrokapseln zeigt keine Auffälligkeiten in der Verschleißspur.

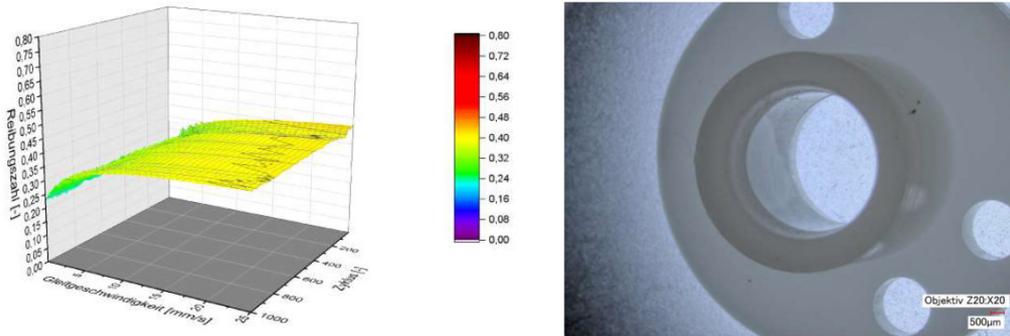


Abbildung 84: Darstellung der Reibkoeffizienten (links) und des Lagers (rechts) bei der Gleitlagerprüfung des Materials PP+MK/MF10.

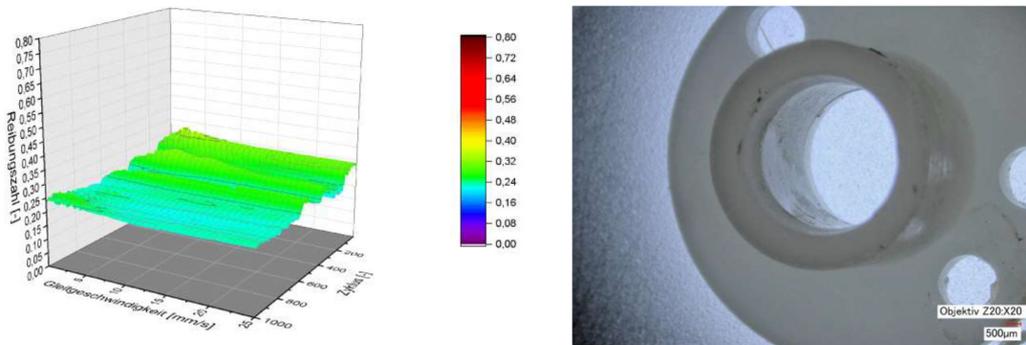


Abbildung 85: Darstellung der Reibkoeffizienten (links) und des Lagers (rechts) bei der Gleitlagerprüfung des Materials PP + Initialschmierung.

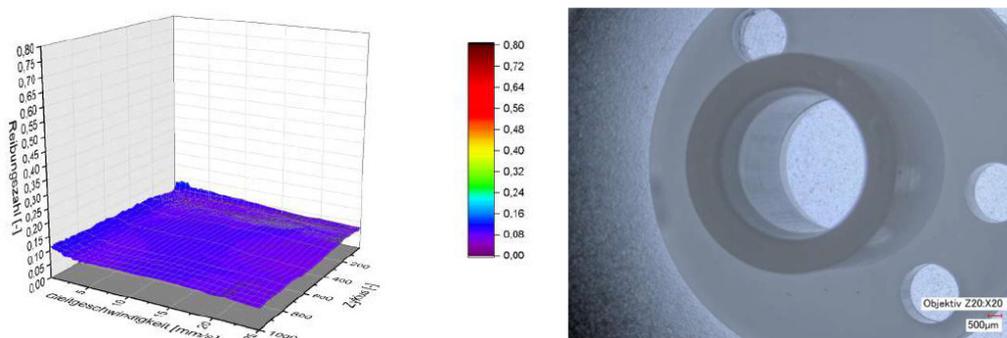


Abbildung 86: Darstellung der Reibkoeffizienten (links) und des Lagers (rechts) bei der Gleitlagerprüfung des Materials PP mit Food Lube Initialschmierung.

Zusätzlich zu den rotierenden Lager-, Wellenprüfungen wurden auch oszillierende Kugel/Platte Prüfungen durchgeführt (hier nicht dargestellt). Hier konnte beobachtet werden, dass der Verschleiß bei den Proben mit Mikrokapseln gegenüber den beiden Referenzen vor allem bei höheren Auflasten geringer ausfällt. Unterschiede im Reibwert sind weniger stark ausgeprägt. Der reib- und verschleißmindernde Effekt von Mikrokapseln ist somit bei PP nur unter bestimmten tribologischen Systemparametern vorhanden. Es kann davon ausgegangen werden, dass insbesondere hohe Flächenpressungen/Auflasten notwendig sind, damit die Kapselschale gebrochen wird und somit die Schmierwirkung erzielt werden kann.

5.4.3 Axialgleitlager zur Vibrationsreduktion

Die Hilti AG hat basierend auf Zugstäben ein Testbauteil erstellt und in einen Demonstrator überführt (siehe Abbildung 87). Das Schmierstoffmikrokapselcompound dient als Axialgleitlager in Bohrmaschinen. Durch das Gleitlager können Vibrationen reduziert werden. Das Testbauteil wurde gegenüber dem derzeitigen Bauteil (PA6.6 CF30) getestet. Durch Verwendung der Mikrokapseln konnte in einer standardisierten Prüfung (ISO 5349) eine um 25 % reduzierte Reibung gemessen werden. Durch hohe Reibkräfte während des Einsatzes kommt es zu starken Vibrationen, die sich auf die Hände des Nutzers übertragen und ggf. massive Durchblutungsstörungen in Fingern (Weißfingerkrankheit) auslösen können, die als Berufskrankheit anerkannt ist. Wenn das Blut zurück in die Finger strömt, ist dies meist mit unangenehmen Schmerzen verbunden. Bei chronischer Dauerbelastung des Maschinenbedieners können verringerte Muskelkraft oder beständige Taubheitsgefühle die Folge sein. Durch die Verwendung von Kunststoffmaterial mit Schmierstoffmikrokapseln konnten die stark negativen Folgen der Vibrationen deutlich reduziert werden.

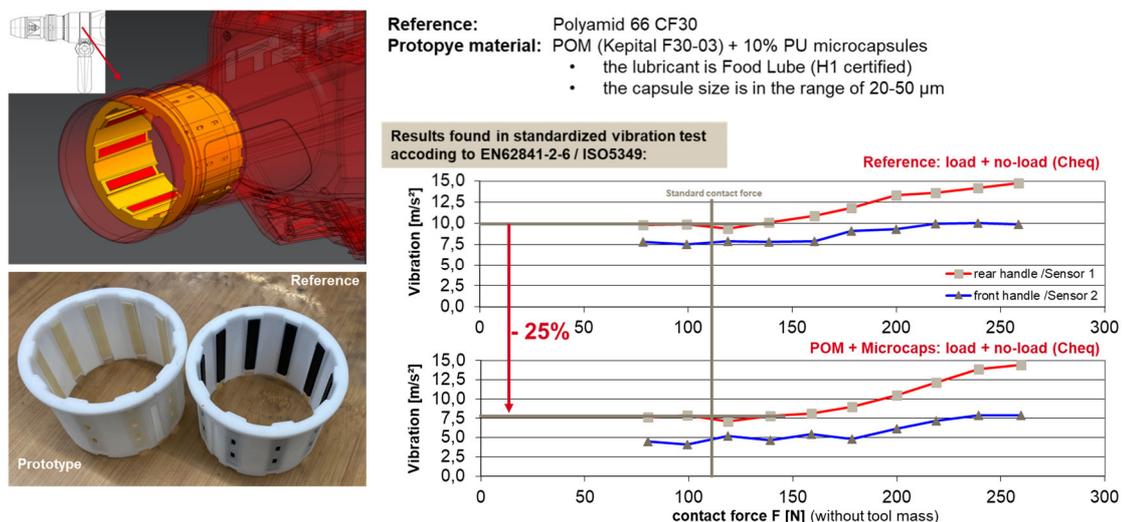


Abbildung 87: Vibrationsprüfung nach ISO 5349 des Schmierstoffmikrokapselcompounds (POM/PUMK10) in einem Axialgleitlager im Vergleich zum derzeitigen Standard aus PA6.6 CF30.

6 Zusammenfassung

Aufbauend auf dem Vorgängerprojekt wurde in diesem Forschungsprojekt der Einsatz von Schmierstoffmikrokapseln in Thermoplasten untersucht. Im Vorgängerprojekt konnte erstmals gezeigt werden, dass eine Vielzahl an Öltypen im Scale-Up-Maßstab verkapselt und im Technikumsmaßstab in Thermoplaste eingearbeitet werden kann.

In diesem Folgeprojekt lag der Fokus darauf das Anwendungsspektrum der Mikrokapseln zu erweitern. Die folgenden Projektziele waren:

- Schmierstoffmikrokapseln in faserverstärkte Kunststoffe einzuarbeiten.
- Schmierstoffmikrokapseln in höher schmelzende Kunststoffe einzuarbeiten und im Spritzgießen zu formen.
- Entwicklung von neuartigen Mikrokapseln mit hochtemperaturstabilen Kapselwandmaterialien.
- Verbesserte Anbindung der Mikrokapseln durch Verwendung von Kompatibilisatoren und Modifikation der Oberflächeneigenschaften der Mikrokapseln.
- Anwendungsnahe Bauteile herzustellen und diese tribologisch zu prüfen.

6.1 Schmierstoffmikroverkapselung

Innovative Synthesewege zur Herstellung von mit flüssigem Schmierstoff gefüllten Mikrokapseln wurden untersucht und optimiert. Mikrokapseln mit zwei flüssigen Schmierstoffformulierungen, dem Food Lube und FM01, in vier unterschiedlichen Kapselwandmaterialien (MF, PU, PA und PVA) wurden synthetisiert. Die Syntheseparameter für jedes Verfahren wurden optimiert. Es wurde praktisch demonstriert, dass Mikrokapseln bestehend aus unterschiedlichen Wandmaterialien und mit einem breiten Spektrum an physikochemischen Eigenschaften, wie z.B. Größe, thermische Stabilität und Wandmaterialanteil, effizient auf Labor- und Technikum Maßstab hergestellt und in Form eines trockenen Pulvers (Lufttrocknung oder Sprühtrocknung) isoliert werden können.

Für die mikroverkapselten Schmierstoffe mit dem Dampfdruck oder Zersetzungstemperatur $< 290\text{ °C}$ wird die thermische Stabilität der Mikrokapseln durch die Schmierstoffkomponente dominiert. MF und PA Mikrokapseln verbessern die thermische Stabilität der Schmierstoffe nicht. PVA zeigt eine geringere Verbesserung, wobei die effektivste thermische Stabilisierung ($> 30\text{ °C}$ stabiler) von Schmieröl FM01 wurde mit PU (Gemisch/Copolymer von Polyurethan und Polyharnstoff) erreicht.

Für die mikroverkapselten Schmierstoffe mit dem Siedepunkt oder der Zersetzungstemperatur $> 290\text{ °C}$ ist die thermische Stabilität der Mikrokapseln durch die Kapselwandkomponente dominiert. Die größte thermische Stabilität zeigten die PA Mikrokapseln (330 °C), gefolgt von PU und MF (beide $290\text{--}300\text{ °C}$).

6.2 Verarbeitung

Die Compoundierung der Mikrokapseln wurde im Technikumsmaßstab in höher schmelzende technische Kunststoffe, wie PBT, PA6 und PA6.6 bei Schmelztemperaturen von bis zu 265 °C durchgeführt. Es wurden außerdem zusätzliche Verstärkungsfasern mit in die Matrix eingearbeitet. Die Mikrokapseln konnten so konzipiert werden, dass diese eine hohe Rieselfähigkeit besitzen und gleichmäßig zu Anteilen von 10 Gew.-% eingearbeitet

werden. REM-Aufnahmen zeigten, dass die Mikrokapseln auch bei erhöhten Temperaturen nicht zerstört werden. Es sind keine hohen Scherkräfte notwendig, um Mikrokapseln distributiv und dispersiv zu verteilen. Dadurch ist es möglich, die Mikrokapseln nahe des Schneckenendes zuzugeben und die thermische Belastung auf Grund der geringen Verweilzeitdauer gering zu halten.

Die Verarbeitung des hergestellten Compounds im Spritzgießen ist je nach Compoundzusammensetzung schwierig. Durch Reibung in der Einzugszone des Einschneckenextruders in der Spritzgießanlage können Mikrokapseln aufbrechen und Schmierstoff freigesetzt werden. Wenn der freigesetzte Schmierstoffanteil zu groß ist, kann die notwendige Reibung zu gering sein, um den Kunststoff zu plastifizieren. In den Versuchen zeigte sich, dass das Verarbeitungsverhalten stark maschinenabhängig ist und Anlagen mit größeren Schneckendurchmessern besser geeignet sind, um Mikrokapselcompound aufzuschmelzen. Insbesondere bei den Kunststoffen mit Faserverstärkung, POM und PBT sind Probleme beim Spritzgießen aufgetreten. Anhand von Spritzgießversuchen von Firmen aus dem pbA konnte demonstriert werden, dass die Fertigung von kleinteiligen Bauteilen wie Zahnrädern oder Gleitlagern möglich ist. Damit konnte demonstriert werden, dass auch veränderte Fließgeometrien und damit Scherbeanspruchungen möglich sind, um Mikrokapselcompound zu verarbeiten.

Versuche im 2K-Spritzgießen zeigten, dass der Haftverbund von Kunststoffen mit Mikrokapseln mit unmodifizierten Kunststoffen möglich ist. Im Vergleich zum Haftverbund aus zwei unmodifizierten Kunststoffen, sinkt die Bruchspannung beim Einsatz von Schmierstoffmikrokapseln. Durch das 2K-Spritzgießen sind Bauteile möglich, welche nur in der belasteten Außenschicht, Schmierstoffmikrokapseln beinhalten und dadurch effizienter eingesetzt werden können.

6.3 Mechanische Eigenschaften

In diesem Projekt wurden unterschiedliche Strategien verfolgt, um die mechanischen Eigenschaften von Kunststoffen mit Schmierstoffmikrokapseln zu steigern. Anhand von PP und POM basierten Kunststoffen konnte gezeigt werden, dass der Einsatz unterschiedlicher marktverfügbarer Kompatibilisatoren keine Steigerung der mechanischen Eigenschaften zur Folge hat. Es wurden Kompatibilisatoren mit unterschiedlichen funktionellen Gruppen getestet, um die Mikrokapseln mit Melaminharz und Polyurethanharzkapselwand stärker an die Matrix anzubinden.

Neben der Verwendung von Kompatibilisatoren wurden auch die Kapselwandmaterialien modifiziert, um die Polarität an die Matrixkunststoffe anzupassen. Die mechanischen Prüfungen zeigten keinen Einfluss der Oberflächenmodifizierung auf die Mechanik im Zugversuch.

Um den Rückgang der mechanischen Eigenschaften durch die Einarbeitung von Mikrokapseln zu kompensieren, können Verstärkungsfasern eingearbeitet werden. Es konnte gezeigt werden, dass sowohl Carbon- als auch Glasfasern verwendet werden können, um die Mechanik zu steigern. Darüber hinaus kann durch ein Umspritzen eines Bauteils mit einem Kunststoff mit Schmierstoffmikrokapseln die Mechanik eines Bauteils nur geringfügig beeinflusst werden bei gleichzeitig minimalem Einsatz von Mikrokapseln.

6.4 Tribologische Eigenschaften

Mit allen hergestellten Prüfkörpern wurden tribologische Prüfungen durchgeführt. Um die Materialien vergleichend bewerten zu können, wurden standardmäßig Tests im Stahlkugel (100Cr6)/ Platte-Kontakt durchgeführt. Die Auflast betrug 10 N bei einer Linear- geschwindigkeit von 50 cm/s. Der Verschleiß wurde anhand der Verschleißspurbreite bewertet. Die Messmethodik ist teilweise mit hohen Fehlern verbunden und kann daher nur Trends im Verschleiß anzeigen. Vereinzelt wurden Messungen mit weiteren Parametern oder in oszillierender Bewegungsform durchgeführt. Die tribologischen Prüfungen zeigten, dass durch den Einsatz von Schmierstoffmikrokapseln die Reibung stark reduziert werden kann. Insbesondere zeigten POM und Polyamide einen hohen Rückgang der Reibwerte. Der tribologische Effekt bei PBT war demgegenüber gering. Der Rückgang des Verschleißes war je nach Matrixpolymer weniger stark ausgeprägt als der der Reibung. Der Zusatz von Carbonfasern zeigte sich vorteilhaft, um Reibung und Verschleiß darüber hinaus zu minimieren. Die Verwendung von Glasfasern führte zu erhöhtem Verschleiß am Kunststoff sowie dem Stahlgegenkörper. Basierend erster Versuche von Kunststoffen in Demonstratorbauteilen konnte gezeigt werden, dass auch außerhalb von Modellprüfbedingungen Reibung, Verschleiß und Vibrationen reduziert werden können.

6.5 Weiterer Forschungsbedarf

Nach Abschluss des Projekts wird der weitere Forschungsbedarf wie folgt bewertet. Es ist noch nicht umfänglich untersucht, welche tribologischen Systemparameter vorliegen müssen, damit Reibung und Verschleiß reduziert werden. So sind beispielsweise veränderte Flächenpressungen, Gegenkörpergeometrien und Materialien wie Kunststoffe oder Keramiken von Interesse.

Da auch bei erhöhten Verarbeitungstemperaturen von PA6.6 noch gute Verarbeitungsbedingungen erreicht werden konnten sind auch weitere technische und Hochleistungskunststoffe von Interesse. So ist beispielsweise die Einarbeitung von Schmierstoffmikrokapseln in die Kunststoffe PEEK, PPA oder auch UHMWPE noch wenig bis gar nicht erforscht. Für technische Hochleistungskunststoffe ist die thermische Stabilität der Mikrokapseln von größter Bedeutung, sodass neben den bereits optimierten Polymeren dieses Projektes, neue Ansätze erforscht werden müssten. Für noch thermisch stabilere Kapselwandmaterialien und Materialkomposite erscheint aktuell die Kombinationen aus organischen und anorganischen Materialien vielversprechend. So könnten Verfahren zur Carbonisierung von Mikrokapseln, Polymerkompositwände mit hohen anorganischen Anteil oder Metallmikrokapseln die thermische Stabilität weiter erhöhen. Es gibt bereits Vorarbeiten in die entsprechenden Richtungen, da das Interesse und Bedarf seitens KMUs gegeben ist.

Da es immer wieder zu Schwierigkeiten im Spritzgießen gekommen ist, sind systematische Untersuchungen notwendig, welche Spritzgießparameter erforderlich sind, um ein materialschonendes Aufschmelzen der Mikrokapselcompounds zu ermöglichen. Die Entwicklung von neuen Spritzgießkonzepten sind möglicherweise zielführend, um hohe Anteile an Schmierstoffen im Spritzgießprozess auch bei anspruchsvoll zu verarbeitenden Materialien verwenden zu können.

Während des ganzen Projekts zeigte sich, dass Aussagen zum Anteil der intakten Mikrokapseln teilweise nur schwer möglich sind. Die Bewertung mittels REM-Aufnahmen sind je nach Matrixmaterial nur schwer auszuwerten. Außerdem kann nicht ausgeschlossen werden, dass Mikrokapseln erst bei der Probenpräparation zerstört werden. Um quantitative Aussagen zur Kapselintaktheit in einem Kunststoff treffen zu können, sind weitere Analysekonzepte zu untersuchen. Mithilfe eines Heitzischmikroskops konnte bei größeren Mikrokapseln die Intaktheit festgestellt werden. Bei Mikrokapseln im Größenbereich von kleiner 10 μm ist die Auflösungsgrenze des Mikroskops erreicht, so dass die Intaktheit nur unzureichend bewertet werden kann.

7 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Prinzipdarstellung der Reibungsminderung von Schmierstoffmikrokapsel funktionalisierten Kunststoffbauteilen.	3
Abbildung 2: Tribologisches System bestehend aus Grund-, Gegenkörper, Zwischenstoff und einer Systemhüllenden.	4
Abbildung 3: Schematischer Aufbau einer Compoundieranlage.	7
Abbildung 4: Schematische Darstellung der Vorgehensweise beim Sandwich-Moulding-Verfahren [29].	9
Abbildung 5: Schematische Darstellung des Verkapselungsprozesses mit Melamin-Formaldehyd als Kapselwand. Orange ist die Öl Phase, schwarz das MF Polymer.	16
Abbildung 6: Schematische Darstellung des Verkapselungsprozesses mit Polyamid als Kapselwand.	17
Abbildung 7: Schematische Darstellung des Verkapselungsprozesses mit Polyurethan/Polyharnstoff gekoppelt mit Lösungsmittelverdampfung.	17
Abbildung 8: Schematische Darstellung des Mikroverkapselungsprozesses mit vernetztem Polyvinylalkohol unter Verwendung der Sprühtrocknung. Links: Funktionsweise der Sprühtrocknung; Rechts: Herstellung der Emulsion für die Sprühtrocknung.	18
Abbildung 9: Foto von einem Laborreaktor (links) und einem Laborsprühtrockner (rechts).	19
Abbildung 10: Schematische Darstellung von der Reaktion zwischen Palmitinsäure und Aminogruppen auf der Kapseloberfläche nach einer thermischen Behandlung.	19
Abbildung 11: Foto von dem Reaktor mit Kühlung für die Herstellung von PA Mikrokapseln. Es sind 2 Rotor-Stator Homogenisatoren, ein Ankermixer und ein Dosierungsschlauch für die Aminlösung gezeigt.	21
Abbildung 12: Foto eines 60 L Reaktors. links: innen, rechts: außen.	21
Abbildung 13: Foto des Sprühtrockners (Technikum), der für die Trocknung von größeren Mengen von Mikrokapseln benutzt wurde.	22
Abbildung 14: Compoundiereinheit des MiniLab II.	23
Abbildung 15: Spritzgießeinheit des MiniLab II.	24
Abbildung 16: Werkzeugeinsätze der Spritzgießeinheit.	24
Abbildung 17: Mehrkomponenten-Spritzgießwerkzeug zur Untersuchung der Materialhaftung.	25
Abbildung 18: Tribologische Prüfstelle auf einem Zugprüfkörper.	27
Abbildung 19: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für MF-basierten Mikrokapseln.	28
Abbildung 20: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für PU-basierten Mikrokapseln und PA Mikrokapseln im Vergleich.	29
Abbildung 21: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für PA-basierten Mikrokapseln mit unterschiedlichen Kernmaterialien.	29

Abbildung 22: Zusammenfassung der thermogravimetrischen Untersuchungen für Mikrokapseln mit FM01 Kern und unterschiedlichen Wandmaterialien.	30
Abbildung 23: Ausgewählte Partikelgrößenverteilungen für Mikrokapseln unterschiedlicher Wand und Kernmaterialien. Viele unterschiedliche Größen der Mikrokapseln konnten realisiert werden.....	30
Abbildung 24: Optische Mikroskopaufnahmen für ausgewählte Mikrokapselsuspensionen.....	31
Abbildung 25: Darstellung verwendeter Mikrokapseln im Forschungsprojekt.....	32
Abbildung 26: Mechanische Kennwerte von PP-Compounds mit einem 2 Gew.-% Kompatibilisator und 10 Gew.-% MF-Mikrokapseln (Typ: MF-T2).	33
Abbildung 27: Mechanische Kennwerte von PP-Compounds mit einem 2 Gew.-% Kompatibilisator und 10 Gew.-% PU-Mikrokapseln (Typ: PU-L3).	33
Abbildung 28: Einfluss von Kompatibilisator 1 auf die mechanischen Eigenschaften von MFP-Partikel gefüllten PP Compounds gegenüber der ungefüllten PP-Referenz und PP mit 10 % MF-Mikrokapseln (Typ: MF-T2).....	34
Abbildung 29 Einfluss von Kompatibilisator 1 auf die mechanischen Eigenschaften von PU-Partikel gefüllten PP Compounds gegenüber der ungefüllten PP-Referenz und PP mit 10 % PU-Mikrokapseln (Typ: PU-L3).	35
Abbildung 30: Mechanische Kennwerte von PU-Mikrokapsel-Kompatibilisator-Compounds mit einem Schmierstoffanteil von 10 Gew.-% (Typ: PU-L5).	36
Abbildung 31: Einfluss von Kompatibilisator 2 auf die mechanischen Eigenschaften von PU-Partikel gefüllten POM Compounds gegenüber der ungefüllten POM-Referenz und POM mit 10 % PU-Mikrokapseln. (Typ: PU-L5).	36
Abbildung 32: Mechanische Eigenschaften von oberflächenmodifizierten Mikrokapseln (MFOF/MK10) in PP im Vergleich zu PP (natur) und PP-Mikrokapselcompound (MF/MK10) ohne Oberflächenmodifikation. PP-Type: BF970MO (Borealis).....	37
Abbildung 33: Mechanische Eigenschaften von oberflächenmodifizierten Mikrokapseln (PUOF/MK10) in POM im Vergleich zu POM (natur) und POM-Mikrokapselcompound (PU/MK10) ohne Oberflächenmodifikation. POM-Type: Hostaform C9021 (Celanese).	38
Abbildung 34: 2K-Zugstab zur Untersuchung der Verbundhaftung zweier Kunststoffe.	39
Abbildung 35: Mechanische Eigenschaften von tribologisch optimierten PP-2K-Zugstäben.....	40
Abbildung 36: POM 2K Bauteil Einspritzen des schwarzen POM (Ultraform N2320 003) in das naturfarbene POM (Kepital F30-03).	40
Abbildung 37: Mechanische Eigenschaften von tribologisch optimierten PBT-2K-Zugstäben.....	41
Abbildung 38: Bruchspannung von 2K-PA6 Zugstäben in Abhängigkeit vom gekapselten Schmierstoffanteil (Mikrokapseltyp: MC-Staroil).....	41

Abbildung 39: Bruchdehnung und E-Modul von 2K-Zugstäben mit Schmierstoffmikrokapseln (Typ: MC Staroil).	42
Abbildung 40: REM-Aufnahme an einer PP-Probenbruchfläche mit je 10 Gew.-% Anteil an Glasfasern und Schmierstoff.	43
Abbildung 41: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PP natur (Typ: BF970 MO, Borealis), PP +GF30/PTFE15 (Typ: Alcom PP 620/8 GF30 PTFE15, Mocom) und PP +MF/MK10 mit Mikrokapseln vom Typ: MF-T1 gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel.	44
Abbildung 42: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PP natur (Typ: BF970 MO, Borealis), PP +GF30/PTFE15 (Typ: Alcom PP 620/8 GF30 PTFE15, Mocom) und PP +MF/MK10 mit Mikrokapseln vom Typ: MF-T1 gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel.	45
Abbildung 43: Mikroskopieaufnahmen von POM-Granulat mit Poren durch Gasentwicklung mit MF-Mikrokapseln.	46
Abbildung 44: REM-Aufnahmen von a) carbonfaser- und b) glasfaserverstärktem POM mit Melaminharz-Schmierstoffmikrokapseln.	46
Abbildung 45: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizientenverläufe von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS ₂ . (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).	47
Abbildung 46: Darstellung der mittleren Reibkoeffizienten bei unterschiedlichen Auflasten von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS ₂ . (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).	48
Abbildung 47: Darstellung der mittleren Verschleißraten bei unterschiedlichen Auflasten von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS ₂ . (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).....	49
Abbildung 48: Darstellung der mittleren Reibkoeffizienten bei unterschiedlichen Reibgeschwindigkeiten von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS ₂ . (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).	50
Abbildung 49: Darstellung der mittleren Reibkoeffizienten bei unterschiedlichen Reibgeschwindigkeiten von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS ₂ . (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).	51
Abbildung 50: Reibverlauf von POM und POM+PU/MK10 von tribologischen Oszillationsprüfungen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube).....	51

Abbildung 51: Mittlere Reibkoeffizienten und Verschleißvolumen von POM und POM+PU/MK10 von tribologischen Oszillationsprüfungen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube). Messung des Verschleißvolumen über 3D-Profilometrie.....	52
Abbildung 52: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizientenverläufe von POM, POM +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).....	53
Abbildung 53: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von POM, POM +MF/MK5 und zusätzlich Carbon-Glasfaserverstärkten Typen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).....	54
Abbildung 54: Darstellung ausgewählter Reibkoeffizientenverläufe von POM und POM + PUPVA/MK8. (POM-Matrix-Type: Ultraform N2320, BASF; Mikrokapseln vom Typ: PUPVA gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).....	55
Abbildung 55: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten von POM und POM + PUPVA/MK8. (POM-Matrix-Type: Ultraform N2320, BASF; Mikrokapseln vom Typ: PUPVA gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).....	55
Abbildung 56: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von POM, POM +PTFE15, POM + PU/MK10 und POM + MoS ₂ . (POM und POM + PU/MK10 Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Anteil Mikrokapseln 12,5 Gew.-% mit PU-Kapselwand gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).....	56
Abbildung 57: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von POM, POM +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (POM-Matrix-Type: Kepital F30-03, Korea Engineering Plastics Co; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).	57
Abbildung 58: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von POM und POM + PUPVA/MK8. (POM-Matrix-Type: Ultraform N2320, BASF; Mikrokapseln vom Typ: PUPVA gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).....	58
Abbildung 59: REM-Aufnahmen von a) carbonfaser- und b) glasfaserverstärktem PBT mit Melaminharz-Schmierstoffmikrokapseln.	59
Abbildung 60: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizientenverläufe von PBT, PBT +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).	60
Abbildung 61: Darstellung der mittleren Reib- und Verschleißkennwerte von PBT, PBT +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).	61
Abbildung 62: Darstellung des Reibkoeffizientenverlaufs von PBT, PBT + PUPVA/MK5 und PBT + PUPVA/MK5. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln jeweils gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).	62

Abbildung 63: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PBT, PBT + PUPVA/MK5 und PBT + PUPVA/MK5. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln jeweils gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).	63
Abbildung 64: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PBT, PBT +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).	63
Abbildung 65: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PBT, PBT + PUPVA/MK5 und PBT + PUPVA/MK5. (PBT-Matrix-Type: Toraycon 1200M, Toray Resins Europe; Mikrokapseln jeweils gefüllt mit Food Lube als Schmiermittel).	64
Abbildung 66: REM-Aufnahmen von PA6-Zugstabbbruchflächen von a) MF-Kapseln und Carbonfasern und b) PA-Kapseln.	65
Abbildung 67: Darstellung beispielhafter Reibkoeffizienten von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).	66
Abbildung 68: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).	67
Abbildung 69: Darstellung des Reibkoeffizientenverlaufs von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 + PUPVA/MK8 und PA6+ PA/MK8. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Verwendung von neuartigen Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube. Kapselwandmaterialien bestehen aus PUPVA und PA).	67
Abbildung 70: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PA6 (Ultramid B3L, BASF), und PA6-Compounds (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty). Verwendung von neuartigen Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube. Kapselwandmaterialien bestehen aus PUPVA und PA. Verschleißermittlung über Spurbreitenmessung.	68
Abbildung 71: Darstellung des Reibkoeffizientenverlaufs von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 und PA6 + PA/MK8. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty. Verwendung von Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube und dem Kapselwandmaterial PA. Verschleißermittlung über 3D-Profilometrie.	69
Abbildung 72: Darstellung der gemittelten Reibkoeffizienten und Verschleißraten von PA6 (Ultramid B3L, BASF), und PA6-Compounds (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty). Verwendung von Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube und dem Kapselwandmaterial PA. Verschleißermittlung über 3D-Profilometrie.	69
Abbildung 73: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 +MF/MK5 und zusätzlich carbon- und glasfaserverstärkten Typen. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Mikrokapseln vom Typ: FOLCO Smart-caps gefüllt mit Food Lube).	70

Abbildung 74: Darstellung der mechanischen Eigenschaften von PA6 (Ultramid B3L, BASF), PA6 + PUPVA/MK5 und PA6 + PUPVA/MK5. (PA6-Matrix-Type: Alphalon 27C, Grupa Azoty; Verwendung von neuartigen Mikrokapseln mit dem Schmiermittel Food Lube. Kapselwandmaterialien bestehen aus PUPVA und PA).	71
Abbildung 75: REM-Aufnahmen von PA6.6-Zugstab-Bruchflächen mit a) 1.000-facher und b) 4.000-facher Vergrößerung.	72
Abbildung 76: Reibverlauf von PA6.6 basierten Compounds. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube).	72
Abbildung 77: Mittlere Reibkoeffizienten- und Verschleißraten von PA6.6 basierten Compounds. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube).	73
Abbildung 78: Reibverlauf von PA6.6 basierten Compounds. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube) in Oszillation.	74
Abbildung 79: Mittlere Reibkoeffizienten- und Verschleißraten von PA6.6 basierten Compounds aus tribologischen Oszillationsmessungen. Gegenüberstellung von PA6.6 natur gegen PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil (Food Lube).	75
Abbildung 80: Gegenüberstellung der mechanischen Eigenschaften von PA6.6 und PA6.6 mit 5 Gew.-% Schmierstoffanteil.	75
Abbildung 81: Mikrozahnräder hergestellt über Spritzgießen durch die Mocom GmbH. Schmierstoffanteil je 10 Gew.-% in a) PP (BF970MO, Borealis) und b) POM (Ultraform N2320, BASF).	76
Abbildung 82: Gleitlager aus PP/Schmierstoffmikrokapselcompound hergestellt durch die HESA Kunststofftechnik GmbH & Co. KG.	77
Abbildung 83: Ablauf eines Messzyklus.	77
Abbildung 84: Darstellung der Reibkoeffizienten (links) und des Lagers (rechts) bei der Gleitlagerprüfung des Materials PP+MK/MF10.	78
Abbildung 85: Darstellung der Reibkoeffizienten (links) und des Lagers (rechts) bei der Gleitlagerprüfung des Materials PP + Initialschmierung.	78
Abbildung 86: Darstellung der Reibkoeffizienten (links) und des Lagers (rechts) bei der Gleitlagerprüfung des Materials PP mit Food Lube Initialschmierung.	78
Abbildung 87: Vibrationsprüfung nach ISO 5349 des Schmierstoffmikrokapselcompounds (POM/PUMK10) in einem Axialgleitlager im Vergleich zum derzeitigen Standard aus PA6.6 CF30.	79

8 Literaturverzeichnis

- [1] Q. Guo, K. Lau, B. Zheng, M. Rong, M. Zhang: *Imparting Ultra-Low Friction and Wear Rate to Epoxy by the Incorporation of Microencapsulated Lubricant?*, *Macromol. Mater. Eng.* 1, 294, 20–24, (2009).
- [2] N. Khun, D. Sun, M. Huang, J. Yang, C. Yue: *Wear resistant epoxy composites with diisocyanate-based self-healing functionality*, *Wear* 1-2, 313, 19–28, (2014).
- [3] H. Li, Q. Wang, M. Li, Y. Cui, Y. Zhu, B. Wang, H. Wang: *Preparation of high thermal stability polysulfone microcapsules containing lubricant oil and its tribological properties of epoxy composites*, *J. Microencapsul.* 3, 33, 286–291, (2016).
- [4] H. Li, Y. Cui, H. Wang, Y. Zhu, B. Wang: *Preparation and application of polysulfone microcapsules containing tung oil in self-healing and self-lubricating epoxy coating*, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 518, 181–187, (2017).
- [5] A. Imani, H. Zhang, M. Owais, J. Zhao, P. Chu, J. Yang, Z. Zhang: *Wear and friction of epoxy based nanocomposites with silica nanoparticles and wax-containing microcapsules*, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 107, 607–615, (2018).
- [6] B. Mu, Z. Jiang, B. Yang, J. Cui, X. Wang, J. Guo, X. Bao, L. Chen: *Tribological and Mechanical Properties of PBT Composites with Microcapsules and Potassium Titanate Whiskers*, *Polym Eng Sci*, (2018).
- [7] Y.-J. Mao, P.-P. Gao, Z.-B. Sun, J.-H. Tang, K. Dai, H. Lin, G.-J. Zhong, Z.-M. Li: *Tribological Properties of Self-Lubricating Thermoplastic Polyurethane/Oil-Loaded Microcapsule Composites Based on Melt Processing*, *Ind. Eng. Chem. Res.*, (2021).
- [8] Z. Guo, S. Dong, Z. Yang, W. Ouyang: *Tribological Properties of Aramid Fiber-Microcapsule Modified Ultra-high Molecular Weight Polyethylene Composites for Water Lubrication*, *J. of Materi Eng and Perform*, (2022).
- [9] H. Li, Y. Ma, Z. Li, J. Ji, Y. Zhu, H. Wang: *High temperature resistant polysulfone/silica double-wall microcapsules and their application in self-lubricating polypropylene*, *RSC Adv* 79, 7, 50328–50335, (2017).
- [10] N. Khun, H. Zhang, D. Sun, J. Yang: *Tribological behaviors of binary and ternary epoxy composites functionalized with different microcapsules and reinforced by short carbon fibers*, *Wear*, 350-351, 89–98, (2016).
- [11] Q. Guo, K. Lau, M. Rong, M. Zhang: *Optimization of tribological and mechanical properties of epoxy through hybrid filling*, *Wear* 1-2, 269, 13–20, (2010).
- [12] N. Khun, H. Zhang, J. Yang, E. Liu: *Mechanical and tribological properties of epoxy matrix composites modified with microencapsulated mixture of wax lubricant and multi-walled carbon nanotubes*, *Friction* 4, 1, 341–349, (2013).
- [13] A. Lamprecht, R. Bodmeier: *Microencapsulation*, 2000.

- [14] H. Li, S. Li, F. Li, Z. Li, H. Wang: *Fabrication of SiO₂ wrapped polystyrene microcapsules by Pickering polymerization for self-lubricating coatings*, J. Colloid Interface Sci., 528, 92–99, (2018).
- [15] Z. Yang, Z. Guo, C. Yuan: *Tribological behavior of polymer composites functionalized with various microcapsule core materials*, Wear, 426-427, 853–861, (2019).
- [16] N. Espallargas, L. Vitoux, S. Armada: *The wear and lubrication performance of liquid–solid self-lubricated coatings*, Surface and Coatings Technology, 235, 342–353, (2013).
- [17] B. Mu, X. Li, B. Yang, J. Cui, X. Wang, J. Guo, X. Bao, L. Chen: *Tribological behaviors of polyurethane composites containing self-lubricating microcapsules and reinforced by short carbon fibers*, J. Appl. Polym. Sci. 43, 134, 45331, (2017).
- [18] Z. Yang, Z. Guo, C. Yuan: *Tribological behavior of polymer composites functionalized with various microcapsule core materials*, Wear, 426-427, 853–861, (2019).
- [19] **Beckmann, C. and J. Brand** EP 1088028 (Fraunhofer).
- [20] J. Maxam, F. Ghasripor, M. Aksit:
- [21] N. Cont, F. Mercx, R. Borst:
- [22] R. Gorges, J. Carey, A. Rathod PN:WO14180916A1 PD:20141113.
- [23] S. Langer Robert, E. Mathiowitz, A. Warshawsky, E. Edelman PN:WO8907935A1 PD:19890908.
- [24] F. Berens, L. Varnoux, O. Verbe PN:DE102015208296A1 PD:20151112.
- [25] H. Bostian David, H. Lang Matthew, D. Gagne Joseph PN:US2010323134AA PD:20101223.
- [26] S. Altmann, P. Desbois, M. Schmidt, T. Schroeder Grimonpont PN:WO12010537A3 PD:20120426.
- [27] M. Weng Chih, **Cheng Yi, L. U. N.**, L. Lin Chun PN:US2014367607AA PD:20141218.
- [28] A. Peters, M. Gearing, B. O, L. Monahan, S. Abbott PN:US2012157275AA PD:20120621.
- [29] S. User, Mehrkomponentenspritzgießen, 2023. <https://www.maschinenbau-wissen.de/skript3/werkstofftechnik/kunststoffe/414-mehrkomponentenspritzguss>.
- [30] European Agency for Safety and Health at Work, Isocyanates - OSHwiki | European Agency for Safety and Health at Work, 2023. <https://oshwiki.osha.europa.eu/en/themes/isocyanates>.
- [31] D. Merline, S. Vukusic, A. Abdala: *Melamine formaldehyde: curing studies and reaction mechanism*, Polym J 4, 45, 413–419, (2013).
- [32] S. Brinkmann, Verbesserte Vorhersage der Verbundfestigkeit von 2-Komponenten-Spritzgießbauteilen: = Improved prediction of adhesion of two-shot moulded parts. Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 1996, S. Brinkmann, first. Aufl., (1996).

-
- [33] M. Grünewald, A. Latnikova, K. Hohmann, A. Sanger, J. Rudloff, M. Bosse, T. Hochrein, M. Bastian: *Tribological and mechanical properties of lubricant filled microcapsules in thermoplastic composites*, innoTRAC, 2, 25–44, (2022).

9 Anhang

Tabelle 12: Verfahrensparameter Compoundherstellung am Doppelschneckenextruder ZSK26 (Coperion) (*Haupteinzug -Düse)

Parameter Probe	Schmelztempera- tur / °C	Schmelzdruck / bar	Schneckenre- hzahl / min ⁻¹	Drehmoment / %	Vakumdruck / mbar	Gesamtdurchsatz / kg	Gehäusetemperatur * / °C
POM+MF/MK5	190	16	300	57	700	20	190-180
POM+MF/MK5-CF5	201	18		60	600	15	190-180
POM+MF/MK5-GF20	200	16		44	500	15	190-180
POM+PUPVA/MK5	199	20		74	500	20	190-180
PBT+MF/MK5	241	31		67			235-220
PBT +MF/MK5-CF5	247	25		70			235-220
PBT +MF/MK5-GF20	251	33		66			235-220
PBT+PUPVA/MK5	242	34		64			235-220
PBT+PA/MK5	235	26		65			235-220
PA6+MF/MK5	234	30		64	600	15	235-220
PA6+MF/MK5-CF5	240	29		61			235-220
PA6+MF/MK5-GF20	243	28		56			235-220
PA6+PUPVA/MK8	235	21		54			235-220
PA6+PA/MK8	225	19		53			235-220
PA6.6+PA/MK5	264	13		46			275-265

Tabelle 13: Verfahrensparameter zu Herstellung von Zugstäben aus POM/Mikrokapselcompound mittels der Spritzgießmaschine KM 160 -750PX.

Parameter			POM +MF/MK5	POM +MF/MK5-CF5	POM +MF/MK5-GF20	POM +PUPVA/MK5
Geschw.	Umfangsgeschwindigkeit	mm/s	100	100	100	100
	Einspritzgeschwindigkeit	cm ³ /s	30	30	30	30
Wege	Umschalt- punkt auf p _N	cm ³	10	10	10	10
	Dosierweg	cm ³	46,0	46,5	46	46,5
	Massepolster	cm ³	3,07	6,71	4,87	5,91
Zeiten	Zykluszeit	s	40,06	40,23	50,01	40,06
	Einspritzzeit	s	1,42	1,60	1,35	1,44
	Nachdruckzeit	s	15,	15,	15,	15,0
	Restkühlzeit	s	15,0	15,0	15,0	15,0
	Dosierzeit	s	8,49	9,62	10,16	9,07
Drücke	Einspritzdruck	bar	483	562	500	579
	Nachdruck	bar	350	400	400	650
	Staudruck	bar	30	30	30	30
Temperaturen	Einzugszone	°C	70	70	70	70
	Zylindertemperatur 4	°C	185	185	185	185
	Zylindertemperatur 3	°C	190	190	190	190
	Zylindertemperatur 2	°C	195	195	195	195
	Zylindertemperatur 1	°C	200	200	200	200
	Düsentemperatur	°C	200	200	200	200
Kraft	Schließkraft	kN	800	800	800	800
Trocknung	Trockenzeit	h	4	4	4	4
	Trockentemperatur	°C	100	100	100	100
	Materialfeuchtigkeit bei Verarbeitung	%	0,029	0,021	0,024	0,036

Tabelle 14: Verfahrensparameter zu Herstellung von Zugstäben aus PBT /Mikrokapselcompound mittels der Spritzgießmaschine KM 160 -750PX.

Parameter			PBT +MF/MK5	PBT +MF/MK5-CF5	PBT +MF/MK5-GF20	PBT +PUPVA/MK5	PBT +PA/MK5
Geschw.	Umfangsgeschwindigkeit	mm/s	100	100	100	100	100
	Einspritzgeschwindigkeit	cm ³ /s	30	30	30	30	30
Wege	Umschalt- punkt auf p _N	cm ³	10	10	10	10	10
	Dosierweg	cm ³	45,5	46,5	46,0	46,0	46,0
	Massepolster	cm ³	5,92	5,68	5,16	5,80	5,25
Zeiten	Zykluszeit	s	39,97	40,00	42,24	39,97	39,99
	Einspritzzeit	s	1,4	1,44	1,36	1,42	1,42
	Nachdruckzeit	s	15	15	15	15	15
	Restkühlzeit	s	15	15	15	15	15
	Dosierzeit	s	9,7	12,68	15,11	10,25	12,17
Drücke	Einspritzdruck	bar	698	687	585	600	502
	Nachdruck	bar	450	450	400	400	350
	Staudruck	bar	30	30	30	30	30
Temperaturen	Einzugszone	°C	70	70	70	70	70
	Zylindertemperatur 4	°C	245	245	245	245	245
	Zylindertemperatur 3	°C	250	250	250	250	250
	Zylindertemperatur 2	°C	255	255	255	255	255
	Zylindertemperatur 1	°C	260	260	260	260	260
	Düsentemperatur	°C	260	260	260	260	260
Kraft	Schließkraft	kN	800	800	800	800	800
Trocknung	Trockenzeit	h	4	4	24	4	4
	Trockentemperatur	°C	120	120	120	130	120
	Materialfeuchtigkeit bei Verarbeitung	%	0,002	0,041	0,068	0,029	0,007

Tabelle 15: Verfahrensparameter zu Herstellung von Zugstäben aus PA6 /Mikrokapselcompound mittels der Spritzgießmaschine KM 160 -750PX.

Parameter			PA6 +MF/MK5	PA6 +MF/MK5-CF5	PA6 +MF/MK5-GF20	PA6 +PUPVA/MK8	PA6 +PA/MK8
Geschw.	Umfangsgeschwindigkeit	mm/s	100	100	100	100	100
	Einspritzgeschwindigkeit	cm ³ /s	30	30	30	30	30
Wege	Umschalt- punkt auf p _N	cm ³	10	10	10	10	10
	Dosierweg	cm ³	47	46	47	47	47
	Massepolster	cm ³	8,41	7,17	6,42	6,47	8,25
Zeiten	Zykluszeit	s	49,13	41,03	52,68	52,69	52,70
	Einspritzzeit	s	1,46	1,35	1,35	1,39	1,39
	Nachdruckzeit	s	15	15	15	15	15
	Restkühlzeit	s	25	15	15	15	15
	Dosierzeit	s	52,17	10,14	11,59	11,79	12,4
Drücke	Einspritzdruck	bar	578	617	685	931	440
	Nachdruck	bar	400	450	500	600	300
	Staudruck	bar	30	30	40	404	40
Temperaturen	Einzugszone	°C	70	70	70	70	70
	Zylindertemperatur 4	°C	245	230	230	230	230
	Zylindertemperatur 3	°C	250	235	235	235	235
	Zylindertemperatur 2	°C	255	240	240	240	240
	Zylindertemperatur 1	°C	260	245	245	245	245
	Düsentemperatur	°C	260	245	245	245	245
Kraft	Schließkraft	kN	800	500	500	500	500
Trocknung	Trockenzeit	h	4	4	4	4	4
	Trockentemperatur	°C	100	100	100	100	100
	Materialfeuchtigkeit bei Verarbeitung	%	0,071	0,046	0,025	0,060	0,037

Tabelle 16: Verfahrensparameter zu Herstellung von Zugstäben aus PA6.6A /Mikrokapselcompound mittels der Spritzgießmaschine KM 160 -750PX.

Parameter			PA6.6	PA6.6 +PA/MK-5
Geschw.	Umfangsgeschwindigkeit	mm/s	100	150
	Einspritzgeschwindigkeit	cm ³ /s	30	30
Wege	Umschalt- punkt auf p _N	cm ³	9,5	10
	Dosierweg	cm ³	46	46
	Massepolster	cm ³	7,36	7,35
Zeiten	Zykluszeit	s	44,52	46,09
	Einspritzzeit	s	1,44	1,42
	Nachdruckzeit	s	15	15
	Restkühlzeit	s	20	10
	Dosierzeit	s	14,06	14,80
Drücke	Einspritzdruck	bar	278	304
	Nachdruck	bar	200	200
	Staudruck	bar	30	30
Temperaturen	Einzugszone	°C	70	70
	Zylindertemperatur 4	°C	255	255
	Zylindertemperatur 3	°C	260	260
	Zylindertemperatur 2	°C	265	265
	Zylindertemperatur 1	°C	270	270
	Düsentemperatur	°C	270	270
Kraft	Schließkraft	kN	500	500
Trocknung	Trockenzeit	h	4	4
	Trockentemperatur	°C	9	9
	Materialfeuchtigkeit bei Verarbeitung	%	0,074	0,081