

Kurzfassung

Die Einarbeitung von nanoskaligen Füllstoffen zur Steigerung von polymeren Eigenschaftsprofilen ist sehr viel versprechend und stößt daher heutzutage sowohl in der Forschung als auch in der Industrie auf großes Interesse. Bedingt durch ausgeprägte Oberflächen und hohe Anziehungskräfte, liegen Nanopartikel allerdings nicht singulär sondern als Partikelanhäufungen, so genannten Agglomeraten oder Aggregaten, vor. Zur Erzielung der gewünschten Materialverbesserungen gilt es, diese aufzuspalten und homogen in der polymeren Matrix zu verteilen.

Bei thermoplastischen Kunststoffen ist die gleichläufige Doppelschneckenextrusion eines der gängigsten Verfahren zur Einarbeitung von Additiven und Füllstoffen. Aus diesem Grund war es Ziel dieser Arbeit, mittels dieses Verfahrens verbesserte Verbundwerkstoffe mit Polyamid 66- und Polyetheretherketon-Matrix, durch Einarbeitung von nanoskaligem Titandioxid (15 und 300 nm), zu generieren.

In einem ersten Schritt wurden die verfahrenstechnischen Parameter, wie Drehzahl und Durchsatz, sowie die Prozessführung und damit deren Einfluss auf die Materialeigenschaften beleuchtet.

Der spezifische Energieeintrag ist ausschlaggebend zur Deagglomeration der Nanopartikel. Dieser zeigte leichte Abhängigkeiten von der Drehzahl und dem Durchsatz und verursachte bei der Einarbeitung der Partikel keine wesentlichen Unterschiede in der Aufspaltung der Partikel sowie gar keine in den resultierenden mechanischen Eigenschaften. Die Prozessführung wurde unterteilt in Mehrfach- und Einfachextrusion. Die Herstellung eines hochgefüllten Masterbatches, dessen mehrfaches Extrudieren und anschließendes Verdünnen, führte zu einer sehr guten Deagglomeration und stark verbesserten Materialeigenschaften. Mittels Simulation des Extrusionsprozesses konnte festgestellt werden, dass das Vorhandensein von ungeschmolzenem Granulat in der Verfahrenszone zu einer Schmelze/Nanopartikel/Feststoffreibung führt, die die Ursache für eine sehr gute Aufspaltung der Partikel zu sein scheint. Durch Modifikation des Extrusionsprozesses erreichte die Einfachextrusion annähernd den Grad an Deagglomeration bei Mehrfachextrusion, wobei die Materialien bei letzterem Verfahren die besten Eigenschaftsprofile aufwiesen.

In einem zweiten Schritt wurde ein Vergleich der Einflüsse von unterschiedlichen Partikelgrößen und -gehalten auf die polymeren Matrices vollzogen. Die 15 nm Par-

tikel zeigten signifikant bessere mechanische Ergebnisse auf als die 300 nm Partikel, und die Wirkungsweise des 15 nm Partikels auf Polyetheretherketon war stärker als auf Polyamid 66. Es konnten Steigerungen in Steifigkeit, Festigkeit und Zähigkeit erzielt werden. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen bestätigten diese Ergebnisse.

Eine Berechnung der Plan-Selbstkosten von einem Kilogramm PEEK-Nanoverbundwerkstoff im Vergleich zu einem Kilogramm unverstärktem PEEK verdeutlichte, dass ein Material kreiert wurde, welches deutlich verbesserte Eigenschaften bei gleichem Preis aufweist.

Zusammenfassend konnte in dieser Arbeit ein tieferes Verständnis des Extrusionsvorganges zur Herstellung von kostengünstigen und verbesserten Thermoplasten durch das Einbringen von Nanopartikeln gewonnen werden.

Abstract

The implementation of nano-scaled fillers to enhance polymeric properties seems to be promising and, therefore, it is of high interest in research and industry. Due to large surface area and high adhesion forces, nanoparticles are not existent as single particles but as agglomerations or aggregations. To achieve the desired material improvements it is necessary to split-up these agglomerations and to distribute them as single particles within the polymeric matrix.

Twin screw extrusion is one of the most commonly used techniques for implementation of fillers and additives into polymers. Therefore, this method is used within this work to generate improved polyamide 66- and polyetheretherketone-matrix composites via an incorporation of titanium dioxide particles (15 and 300 nm).

In a first step processing parameters, such as throughput and screw speed, as well as process management and thus their influence on material properties were examined.

The specific energy input is crucial for the deagglomeration of nanoparticles. It showed, however, only small dependencies on the throughput and screw speed, and after the insertion of particles it led to almost no changes in the degree of deagglomeration and no improved mechanical properties. Process guiding was divided into multi pass and single pass extrusion. Production of a highly filled masterbatch, its multiple extrusion and dilution resulted in a very good deagglomeration and highly enhanced material performance. Via simulation of the twin screw extrusion process, it could be proved that the existence of non-molten granulates inside the extrusion zones causes a melt/ nanoparticles/ solid-friction, which seems to be the reason for well dispersed particles. Modification of the single pass extrusion process reached almost the degree of deagglomeration of the multi pass extrusion process, but at the end, the materials gained by multi pass extrusion processing exhibited the highest material improvements.

In a second step a variation of particle sizes and content was performed. 15 nm particles showed significantly better mechanical property improvements than 300 nm particles. The effectiveness of the 15 nm particle was better for polyetheretherketone than for polyamide 66. Enhancements in stiffness, strength, and toughness could be achieved. Scanning electron microscopy confirmed these results.

The calculation of planned-net costs of one kilogram PEEK nanocomposite in comparison to one kilogram neat PEEK clarified that the material created offers improvements in mechanical properties at the same costs.

In summary, it can be pointed out that this work has led to a deeper understanding of the extrusion process for generating more cost and property effective thermoplastic materials via an insertion of nanoparticles.