

1	EINFÜHRUNG UND ZIELSETZUNG	1
1.1	Einführung	1
1.2	Zielsetzung.....	4
2	STAND DER TECHNIK.....	6
2.1	Chemischer Aufbau von Polyamiden.....	6
2.2	Herstellung von Polyamid 6.....	8
2.2.1	Hydrolytische Polymerisation.....	9
2.2.2	Anionische Polymerisation	9
2.2.2.1	Einfluss der Aktivatorkonzentration.....	12
2.2.2.2	Einfluss der Initiatorkonzentration	13
2.2.2.3	Einfluss der Polymerisationstemperatur	13
2.3	Reaktive Extrusion im Doppelschneckenextruder.....	14
2.4	Eigenschaften von Nanocomposites.....	16
2.5	Schichtsilikat als Füllstoff in Polyamid.....	17
2.6	Verfahren zur Einarbeitung von Schichtsilikaten in Polymere.....	20
2.6.1	Schmelzemischen (melt intercalation)	20
2.6.2	Lösungsmischen (exfoliation adsorption).....	21
2.6.3	In-situ Polymerisation (in situ polymerisation).....	21
3	VERWENDETE MATERIALIEN, ANLAGEN UND ANALYTIK.....	23
3.1	Eingesetzte Materialien	23
3.1.1	Caprolactam	23
3.1.2	Aktivator und Initiator	23
3.1.3	Schichtsilikat.....	23
3.1.4	Hydrolytisch hergestelltes Polyamid.....	24
3.2	Verwendete Anlagen.....	24
3.2.1	Doppelschneckenextruder	24
3.2.2	Spritzgießmaschinen	26
3.2.2.1	Ferromatik Elektra evolution 30.....	26
3.2.2.2	Arburg Allrounder 320 S 500-150	27
3.3	Durchgeführte Analyseverfahren.....	28
3.3.1	Thermogravimetrische Analyse (TGA).....	28
3.3.2	DSC-Messungen	28
3.3.3	pVT-Messungen.....	28
3.3.4	Zugprüfung	29
3.3.5	Lichtmikroskopie	29
3.3.6	Transmissionselektronenmikroskopie.....	30
3.3.7	Messung der Feuchtigkeit	30
3.3.8	Restmonomerbestimmung.....	31
3.3.9	Ermittlung der relativen Viskosität (RV).....	31
3.3.10	Molekulargewichtsermittlung mittels Gel-Permeations-Chromatographie (GPC).....	31

4	AUSLEGUNG DER REAKTIVEN EXTRUSION UND WEITERVERARBEITUNG.....	33
4.1	Auslegung der Extrusion	33
4.1.1	Untersuchung der Schneckengeometrie.....	33
4.1.2	Untersuchung der Extrusionsparameter	36
4.2	Restmonomerentfernung und Materialhandhabung.....	38
4.3	Weiterverarbeitung durch Spritzgießen	39
5	VERSUCHSBEOBSACHTUNGEN.....	41
5.1	Handhabung der Materialien	41
5.2	Besonderheiten bei der reaktiven Extrusion von PA 6-Nanocompounds.....	43
5.3	Beobachtungen bei der Weiterverarbeitung durch Spritzgießen.....	44
6	ERGEBNISSE DER AUSLEGUNG UND FESTLEGUNG DER PARAMETER FÜR WEITERE VERSUCHE.....	46
6.1	Bewertung des Einflusses der Anlagenparameter der Extrusion auf die mechanischen Eigenschaften	46
6.2	Festlegung der Parameter des Doppelschneckenextruders und der Schneckenkonfiguration..	58
6.3	Bewertung des Einflusses der Anlagenparameter auf die mechanischen Eigenschaften bei der Weiterverarbeitung durch Spritzgießen	60
6.4	Festlegung der Parameter der Spritzgießmaschine	63
7	VERSUCHSPLANUNG UND DURCHFÜHRUNG.....	65
7.1	Herstellung von Proben zur Direktverarbeitung	65
7.2	Herstellung unterschiedlicher Masterbatches.....	66
7.3	Herstellung von Referenzmaterialien.....	67
8	ERGEBNISSE UND DISKUSSION DER EINFLUSSPARAMETER	68
8.1	Eigenschaften der Proben aus der Direktverarbeitung.....	68
8.1.1	Bewertung der mechanischen Eigenschaften	68
8.1.1.1	Einfluss des Restmonomergehaltes	68
8.1.1.2	Einfluss des Initiatoranteils.....	69
8.1.1.3	Einfluss des Schichtsilikattyps	71
8.1.2	Bewertung der Morphologie	76
8.2	Bewertung der unterschiedlichen Masterbatches	80
8.2.1	Einfluss der Herstellungsstrategie.....	80
8.2.2	Einfluss des Schichtsilikatzustands.....	84
8.2.3	Einfluss der Verdünnungsmatrix für unterschiedliche Masterbatches	86
8.3	Bewertung der unterschiedlichen resultierenden Morphologien von Granulat und Zugproben von Masterbatch und seinen Verdünnungen.....	89
8.3.1	Aufnahmen mit einem Lichtmikroskop	89
8.3.2	Aufnahmen mit einem Transmissionselektronenmikroskop.....	94
8.4	Materialeigenschaften unterschiedlicher Compounds und anionischer Polyamide	102
8.4.1	Bewertung des kristallinen Gefüges.....	102

8.4.2	Bewertung der Dichte	110
8.4.3	Molekulargewichtsverteilung der hergestellten Polyamide	112
9	FAZIT UND AUSBLICK	116
10	ZUSAMMENFASSUNG/SUMMARY	118
10.1	Zusammenfassung	118
10.2	Summary.....	119
11	ABKÜRZUNGEN, FORMELZEICHEN, INDIZES.....	121
11.1	Abkürzungen	121
12	LITERATUR.....	123
13	ANHANG	130
13.1	Detaillierte Aufschlüsselung der Schneckenkonfiguration	130
13.2	Statistische Auswertung der mechanischen Eigenschaften	134