

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 VERSUCHSBEZOGLICHENEN.....	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