

(19)



Deutsches
Patent- und Markenamt



(10) **DE 10 2014 225 671 A1** 2016.06.16

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2014 225 671.2**

(22) Anmeldetag: **12.12.2014**

(43) Offenlegungstag: **16.06.2016**

(51) Int Cl.: **C10M 177/00 (2006.01)**

C10M 107/38 (2006.01)

C10M 147/02 (2006.01)

(71) Anmelder:

**Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden
e.V., 01069 Dresden, DE**

(72) Erfinder:

Lehmann, Dieter, 01640 Coswig, DE

(74) Vertreter:

Patentanwälte Rauschenbach, 01187 Dresden, DE

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE 10 2007 055 927 A1

DE 10 2012 200 684 A1

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe und Verfahren zu deren Herstellung**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Chemie und betrifft Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe, welche beispielsweise als Additive eingesetzt werden können oder das Basismaterial für Öl-PTFE-Dispersionen, Öl-PTFE-Fette oder Öl-PTFE-Schmierstoffpasten, die als Spezienschmierstoffe und auch in oder als Festschmierstoff für beispielsweise Öl-freie Getriebe in den Einsatzgebieten Maschinenbau, Fahrzeugtechnik, Luft- und Raumfahrt eingesetzt werden können, bilden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe anzugeben, die sich leichter handhaben und dosieren lassen und gut weiterverarbeitbar sind, und ein einfaches und kostengünstiges Verfahren zu deren Herstellung.

Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren, bei dem modifiziertes PTFE-Mikropulver mit mindestens Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen in einem Dispersionsmittel und ein Öl oder ein Ölgemisch, welches mindestens teilweise olefinisch ungesättigte Doppelbindungen aufweist, in einem Masseverhältnis von modifiziertem PTFE-Mikropulver zu Öl oder Ölgemisch von 100 zu maximal 30 gemischt und unter mechanischer Beanspruchung reaktiv umgesetzt werden, und nachfolgend mindestens das Dispersionsmittel entfernt wird.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Chemie und betrifft Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe, welche beispielsweise als Additive eingesetzt werden können oder das Basismaterial für Öl-PTFE-Dispersionen, Öl-PTFE-Fette oder Öl-PTFE-Schmierstoffpasten, die als Spezialschmierstoffe und auch in oder als Festschmierstoff für beispielsweise Öl-freie Getriebe in den Einsatzgebieten Maschinenbau, Fahrzeugtechnik, Luft- und Raumfahrt eingesetzt werden können, bilden.

[0002] Bekannt sind langzeitstabile Öl-PTFE-Dispersion, die aus PTFE-Partikeln und mindestens einem einfach oder mehrfach olefinisch ungesättigtem Öl oder Ölgemisch bestehen, wobei die Moleküle des olefinisch ungesättigten Öles oder der olefinisch ungesättigten Anteile des Ölgemisches an PTFE-(Primär-)Partikeloberflächen über Radikalreaktionen kovalent/chemisch gekoppelt sind, und wobei eine permanente Ladungstrennung zwischen den PTFE-Partikeloberflächen und den gekoppelten Ölmolekülen vorliegt und eine feine Dispergierung der PTFE-Partikel im Öl oder Ölgemisch vorliegt (DE 10 2007 055 927 A1). Hergestellt werden derartige langzeitstabile Öl-PTFE-Dispersionen, indem modifizierte PTFE-(Emulsions-)Polymere mit persistenten Perfluor-(peroxy-)radikalen gemeinsam mit mindestens einem olefinisch ungesättigten Öl oder Ölgemisch, welches mindestens olefinisch ungesättigte Öl-Anteile aufweist, gemischt und nachfolgend die modifizierten PTFE-(Emulsions-)Polymere einer mechanischen Beanspruchung unterworfen werden, wodurch die eingesetzten modifizierten PTFE-(Emulsions-)Polymere deagglomeriert und fein dispergiert werden.

[0003] Weiterhin ist ein Verfahren zur Herstellung von stabilen Öl-PTFE-Dispersionen bekannt, bei dem PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien für eine Bearbeitung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung vorbereitet, die Materialien danach mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung behandelt, und nachfolgend mindestens die bestrahlten PTFE-Materialien gemeinsam mit Öl oder Ölgemischen unter mechanischer Beanspruchung homogenisiert und reaktiv umgesetzt werden, wobei Öl oder Ölgemische eingesetzt werden, welche mindestens 5 Ma.-% olefinisch ungesättigte Öle enthalten (DE 10 2011 083 076 A1).

[0004] Es wurden bereits Silikonöl-PTFE-Dispersionen vorgeschlagen, die aus Silikonöl und PTFE-Partikeln mit funktionellen Gruppen und/oder mit Radikalen bestehen, wobei Silikonölmoleküle mit den PTFE-Partikeloberflächen physikalisch in Wechselwirkung stehen und/oder Silikonölmoleküle über eine Reaktion mit funktionellen Gruppen mit den PTFE-Partikeloberflächen über kovalente Bindungen und/oder

Salzbindungen chemisch gekoppelt sind und/oder Silikonölmoleküle über eine Reaktion mit Radikalen am PTFE mit den PTFE-Partikeloberflächen über kovalente Bindungen chemisch gekoppelt sind, und die PTFE-Partikel elektrostatisch aufgeladen sind, und weiterhin freie funktionelle Gruppen und/oder Radikale des PTFE und/oder am PTFE für kovalente Bindungen und/oder für chemische Kopplungen über Salzbindungen mit einer Substratoberfläche vorhanden sind. Hergestellt werden diese Silikonöl-PTFE-Dispersionen, indem PTFE-(Mikro-)Pulver und Silikonöl unter Schereinwirkung dispergiert werden.

[0005] Bekannt ist auch die reaktive Kopplung/Oberflächenmodifizierung von PTFE-Mikropulverpartikeln mit olefinisch ungesättigten Monomeren, Oligomeren und Polymeren (DE 103 51 812 A1, DE 103 51 813 A1, DE 10 2004 016 876 A1). Aus der DE 10 2010 038 286 A1 ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung von modifizierten Perfluor-Kunststoffen bekannt, bei dem strahlenchemisch und/oder plasmachemisch und/oder thermomechanisch modifizierte Perfluorpolymere und niedermolekulare und/oder oligomere und/oder polymere Verbindungen mit mindestens einer Hydroxygruppe in Form von Phenolgruppen und/oder Hydroxyarylgruppen und/oder Hydroxyalkylgruppen und/oder mindestens einer phenolischen und mindestens einer aliphatischen Hydroxygruppe homogenisiert und in Pulverform oder in Pastenform oder in Schmelze unter Scherbedingungen reaktiv umgesetzt werden.

[0006] Nachteilig bei den Lösungen des Standes der Technik ist, dass zur Herstellung von Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffen immer erst Öl-PTFE-Dispersionen hergestellt und diese stabilen Öl-PTFE-Dispersionen nachfolgend durch eine aufwändige Abtrennung der überschüssigen Öl-Komponente separiert werden müssen. Durch die elektrostatische Aufladung der Öl-modifizierten PTFE-Partikel in der Dispersion ist diese Abtrennung der Öl-modifizierten PTFE-Festprodukte oft sehr schwierig und kostenaufwändig, insbesondere dadurch, dass durch die Manipulationen während und nach der Separation beispielsweise Agglomeratbildung und Kompaktierung der Festprodukte auftreten, die sich bei einer späteren (Weiter-)Verarbeitung nur schwer wieder rückgängig machen lassen und sich dadurch negativ auf die Produkteigenschaften auswirken.

[0007] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe anzugeben, die sich leichter handhaben und dosieren lassen und gut weiterverarbeitbar sind, und ein einfaches und kostengünstiges Verfahren zu deren Herstellung.

[0008] Die Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen angegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche.

[0009] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffen wird modifiziertes PTFE-Mikropulver mit mindestens Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen in einem Dispersionsmittel und ein Öl oder ein Ölgemisch, welches mindestens teilweise olefinisch ungesättigte Doppelbindungen aufweist, in einem Masseverhältnis von modifiziertem PTFE-Mikropulver zu Öl oder Ölgemisch von 100 zu maximal 30 gemischt und unter mechanischer Beanspruchung reaktiv umgesetzt, und nachfolgend mindestens das Dispersionsmittel entfernt.

[0010] Vorteilhafterweise werden nach der Entfernung des Dispersionsmittels die Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe einer Wärmebehandlung bis maximal unterhalb der niedrigsten Zersetzungstemperatur einer Komponente der Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe unterzogen.

[0011] Weiterhin vorteilhafterweise wird als modifiziertes PTFE-Mikropulver ein aus dem Polymerisationsverfahren vorliegendes PTFE-Mikropulver und/oder ein mittels hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung und/oder Teilchenstrahlung und/oder plasmachemisch modifiziertes PTFE-Mikropulver mit Perfluoralkyl-(peroxy-)radikalen und/oder ein nach dem Polymerisationsverfahren vorliegendes PTFE-Mikropulver mit Gruppen, die während der reaktiven Umsetzung Perfluoralkyl-(peroxy-/oxy-)radikale bilden, eingesetzt.

[0012] Ebenfalls vorteilhafterweise wird als modifiziertes PTFE-Mikropulver ein mit Elektronen- und/oder Gamma- und/oder Röntgenstrahlung modifiziertes PTFE-Emulsionspolymer und/oder PTFE-Suspensionspolymer und/oder PTFE-Regenerat/Recyclat/Abfall ohne partikuläre und/oder faserförmige Inhaltsstoffe (Füll- und/oder Verstärkungsstoffe) eingesetzt.

[0013] Und auch vorteilhafterweise wird als modifiziertes PTFE-Mikropulver ein mit einer Strahlendosis von > 100 kGy, vorteilhafterweise von 250 bis 10.000 kGy, und besonders vorteilhafterweise von 500 bis 2.000 kGy, modifiziertes PTFE-Mikropulver eingesetzt.

[0014] Vorteilhaft ist es auch, wenn ein modifiziertes PTFE-Mikropulver mit einer Radikalkonzentration an Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen von $> 10^{16}$ Spin/g, vorteilhafterweise mit $> 10^{17}$ Spin/g, eingesetzt wird.

[0015] Und auch vorteilhaft ist es, wenn als Öl oder Ölgemisch Öle oder Ölgemische mit mindestens einer oder mehreren Doppelbindungen im (Öl-)Molekül, vorteilhafterweise alle Öle oder Ölgemische mit mindestens einer Doppelbindung im (Öl-)Molekül, eingesetzt werden.

[0016] Ebenfalls vorteilhaft ist es, wenn als Öl oder Ölgemisch Mineralöle und/oder Polyalphaolefine (POA) und/oder Esteröl(e) und/oder Polyalkylenglycolöle (PAG) und/oder Silikonöl(e) und/oder ölartige EP(extrem pressure)-Verbindungen und/oder ölartige AW(antiwear)-Verbindungen eingesetzt werden.

[0017] Weiterhin vorteilhaft ist es, wenn als EP(extrem pressure)-Verbindungen und/oder AW(antiwear)-Verbindungen Diolelylhydrogenphosphit und/oder Oleyldihydrogenphosphat und/oder Diolelylhydrogenphosphat oder Gemische eingesetzt werden, die nach der reaktiven Umsetzung mindestens teilweise an das PTFE gekoppelt vorliegen und im Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoff EP- und AW-Eigenschaften aufweisen.

[0018] Von Vorteil ist es auch, wenn modifiziertes PTFE-Mikropulver und Öl oder Ölgemische in einem Masseverhältnis von modifiziertem PTFE-Mikropulver zu Öl oder Ölgemisch von 100 zu ≤ 10 , vorteilhafterweise von 100 zu ≤ 5 , eingesetzt werden.

[0019] Weiterhin von Vorteil ist es, wenn als Dispersionsmittel ein organisches Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch und/oder Wasser eingesetzt wird.

[0020] Ebenfalls von Vorteil ist es, wenn das modifizierte PTFE-Mikropulver mit mindestens Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen und das Öl oder Ölgemisch mit dem Dispersionsmittel ≥ 5 min dispergiert wird.

[0021] Und auch von Vorteil ist es, wenn die Dispergierung bei Temperaturen bis zu 200 °C durchgeführt wird.

[0022] Vorteilhaft ist es auch, wenn die Dispergierung gleichzeitig mit der reaktiven Umsetzung unter mechanischer Beanspruchung durchgeführt wird.

[0023] Weiterhin vorteilhaft ist es, wenn die Dispergierung und/oder die reaktive Umsetzung unter Scherbeanspruchung durchgeführt werden.

[0024] Ebenfalls vorteilhaft ist es, wenn die Scherbeanspruchung durch einen Rührer, vorteilhafterweise einen Ultra-Turrax, Zahnscheibenrührer, und/oder durch eine Mühle, vorteilhafterweise eine Kolloidmühle, und/oder durch Eintrag von Ultraschall aufgebracht wird.

[0025] Und auch vorteilhaft ist es, wenn die Wärmebehandlung unter Schutzgas und bei Temperaturen bis 200 °C, vorzugsweise bis 150 °C, noch vorteilhafterweise zwischen 120 und 150 °C, durchgeführt wird.

[0026] Von Vorteil ist es auch, wenn die Wärmebehandlung innerhalb von 1 bis 8 Stunden, in einem Temperaturbereich von 130 °C bis 140 °C unter Argonatmosphäre durchgeführt wird.

[0027] Die erfindungsgemäßen Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe werden erfindungsgemäß hergestellt.

[0028] Die erfindungsgemäßen Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe, die erfindungsgemäß hergestellt worden sind, werden erfindungsgemäß zur direkten Schmierung von tribologischen Gleitpaarungen/Systemen oder als Additiv und/oder als Basismaterial für Öl-PTFE-Dispersionen oder Öl-PTFE-Schmierstoffe in Form von Fetten oder Pasten verwendet.

[0029] Vorteilhaft ist auch die Verwendung der erfindungsgemäßen Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe, die erfindungsgemäß hergestellt worden sind, als Öl-freier PTFE-Festschmierstoff zur direkten Schmierung von bewegten Teilen wie in Getrieben und/oder in Lagern oder als Additiv zur Verbesserung der AW- und/oder EP-Eigenschaften von Fetten.

[0030] Mit der erfindungsgemäßen Lösung wird es erstmals möglich, Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe anzugeben, die sich leichter handhaben und dosieren lassen und gut weiterverarbeitbar sind, und durch ein einfaches und kostengünstiges Verfahren herstellbar sind.

[0031] Insbesondere werden erfindungsgemäß schonend in kurzen Zeiten in einem Direktverfahren Öl(e) mit olefinisch ungesättigten Doppelbindungen im Unterschuss zu einer Dispersion von PTFE-Mikropulvern in einem Dispersionsmittel gegeben und zusammen reaktiv umgesetzt.

[0032] Als Dispersionsmittel werden Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemische und/oder Wasser, bevorzugt organische Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemische oder besonders bevorzugt Wasser, eingesetzt. Wird Wasser als Dispersionsmittel eingesetzt, ist es vorteilhaft, dass das PTFE-Mikropulver vor der Wasserzugabe mit einem (Lösungs-)Mittel benetzt wird, wodurch eine gute Dispergierung des PTFE-Mikropulvers in Wasser erreicht wird. Das zu der PTFE-Mikropulver-Dispersion zugesetzte Öl oder Öl-Gemisch im Unterschuss, bezogen auf die eingesetzte Menge an PTFE-Mikropulver, enthält mindestens teilweise oder vollständig Ölmoleküle mit olefinisch ungesättigten Doppelbindungen im Ölmolekül, wobei auch mehrere olefinisch ungesättigte Doppelbindungen in einem Ölmolekül vorhanden sein können.

[0033] Das Verhältnis PTFE zu Öl oder Ölgemisch in der Dispersion beträgt 100 zu ≤ 30 Masse-% und be-

vorzugt 100 zu < 10 Masse-% und besonders bevorzugt 100 zu < 5 Masse-%. Dadurch wird der Unterschuss von Öl in dem Gemisch aus Öl und PTFE-Mikropulver realisiert. Die Dispergierung der Mischung aus PTFE-Mikropulver-Dispersion und Öl oder Ölgemischen erfolgt durch Scherung mittels Rührer und hier bevorzugt mittels Ultra-Turrax und/oder Zahnscheibenrührer. Zusätzlich kann die Dispergierung noch durch eine Ultraschallbehandlung unterstützt werden.

[0034] Die mechanische Beanspruchung, die vorzugsweise eine Scherbeanspruchung ist, die während der Dispergierung der Mischung durchgeführt wird, dient der Deagglomeration der PTFE-Agglomerate im PTFE-Mikropulver und zur homogenen Verteilung des Öls oder Ölgemisches auf den PTFE-Partikeloberflächen der eingesetzten PTFE-Mikropulver.

[0035] Die Dispergierung der PTFE-Mikropulver-Dispersion mit dem Öl oder Ölgemischen, die mindestens teilweise Ölmoleküle mit olefinisch ungesättigten Doppelbindungen im Ölmolekül aufweisen, erfolgt bei Temperaturen ≤ 200 °C und vorzugsweise < 150 °C und besonders bevorzugt < 130 °C, wobei die Dispergierung in Abhängigkeit vom verwendeten Medium und der Temperatur auch unter Druck erfolgen kann.

[0036] In Abhängigkeit von der Wahl der Dispersionsmittel sind beispielsweise folgende Verfahrensläufe möglich.

(a) Werden als Dispersionsmittel Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemische eingesetzt, in denen das Öl oder Ölgemisch löslich oder teilweise löslich ist, wird während und/oder nach der Dispergierung die Mischung aus PTFE-Mikropulver-Dispersion und Öl oder Ölgemischen in einem Verhältnis PTFE-Mikropulver zu Öl von 100 zu maximal 30 unter mechanischer Beanspruchung reaktiv umgesetzt und nachfolgend das Lösungsmittel bei Normaldruck oder auch vermindertem Druck abdestilliert. Dies geschieht beispielsweise in einem Dünnschicht- oder Vakuum-(rotations-)verdampfer. Weiterhin kann auch nach dem Abkühlen der Reaktionsmischung und dem Sedimentieren/Absetzen des Feststoffanteils der Öl-modifizierte PTFE-Mikropulver-Feststoff nach einem bekannten Verfahren der Stofftrennung, wie beispielsweise Filtration, Fritten, Zentrifugieren, Dekantieren etc., abgetrennt, gereinigt und getrocknet werden.

(b) Werden als Dispersionsmittel Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemische eingesetzt, in denen das Öl oder Ölgemisch unlöslich ist, wird während und/oder nach der Dispergierung die Mischung aus PTFE-Mikropulver-Dispersion und Öl oder Ölgemischen in einem Verhältnis PTFE-Mikropulver zu Öl von 100 zu maximal 30 unter mechanischer Beanspruchung reaktiv umgesetzt und der Fest-

stoff vom Lösungsmittel nach einem bekannten Verfahren der Stofftrennung, wie beispielsweise Filtration, Fritten, Zentrifugieren, Dekantieren etc., abgetrennt, gereinigt und getrocknet. Bevorzugt wird der Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoff in einer Filterpresse abgetrennt und in einem Trockner, wie z.B. einem Taumeltrockner, bei Normaldruck oder vorzugsweise vermindertem Druck vorzugsweise unter Schutzgas getrocknet.

(c) Wird als Dispersionsmittel Wasser eingesetzt und ist das Öl oder Ölgemisch in Wasser unlöslich, so wird vor der Wasserzugabe zum PTFE-Mikropulver das PTFE bevorzugt mit (Lösungs-)Mittel, wie beispielsweise Methanol, Ethanol, Aceton, Propylenglycolmonobutylether, benetzt, wodurch eine problemlose Dispergierung des PTFE-Mikropulvers in Wasser erreicht wird. Durch die Dispergierung in Wasser wird eine elektrostatische Aufladung der PTFE-Partikel weitgehend vermieden und der Feststoff sedimentiert nach Beendigung des Dispergiervorganges. Dadurch treten die Probleme nach dem Stand der Technik, die durch elektrostatische Aufladung der PTFE-Partikel in der Öl-PTFE-Dispersion beim Separieren des modifizierten PTFE aus der Dispersion erst gar nicht auf, so dass die erfindungsgemäßen Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe bessere Eigenschaften für die Handhabung, Dosierung und (Weiter-)Verarbeitung aufweisen. Nach der Fertigstellung der Dispersion aus PTFE-Mikropulver und Öl oder Ölgemischen in Wasser in einem Verhältnis von PTFE-Mikropulver zu Öl oder Ölgemisch von 100 zu maximal 30 wird der Öl-modifizierte PTFE-Feststoff nach einem bekannten Verfahren der Stofftrennung, vorzugsweise durch Filtration bei vermindertem Druck oder durch Zentrifugieren oder eine Filterpresse, abgetrennt und in einem Trockner bei Normaldruck oder vorzugsweise vermindertem Druck vorzugsweise unter Schutzgas getrocknet.

[0037] Die Dispergierung der Mischung aus PTFE-Mikropulver und Öl oder Ölgemischen mit mindestens teilweise olefinisch ungesättigten Doppelbindungen im Ölmolekül in einem Verhältnis PTFE-Mikropulver zu Öl von 100 zu maximal 30 wird vorteilhaft mindestens 5 Minuten durchgeführt, um eine homogene Zer- und Verteilung des PTFE-Mikropulvers und des Öls oder Ölgemisches im Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch und bevorzugt im Wasser zu realisieren. Versuche haben gezeigt, dass je nach Ansatzgröße und eingesetztem Dispergierwerkzeug eine Dispergierdauer von 20 Minuten bis zu 2 Stunden, in Einzelfällen auch länger, sinnvoll sind. Die optimale Dispergierdauer in Abhängigkeit vom gewählten Dispergiersystem kann problemlos in wenigen Versuchen ermittelt werden. Wird die Dispergierung im Temperaturbereich von > 80 °C gegebenenfalls unter Druck durchgeführt, findet schon in Abhängigkeit von der Dispergierdauer eine reaktive Kopp-

lung des PTFE mit olefinisch ungesättigten Ölmolekülen im Öl oder Ölgemisch statt.

[0038] Vorteilhafterweise wird das abgetrennte, trockene Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffprodukt vorzugsweise unter Schutzgas, wie (Reinst-)Stickstoff oder Argon, thermisch zur weiteren Kopplung von Ölmolekülen im Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffprodukt nachbehandelt. Die thermische Nachbehandlung wird vorteilhafterweise im Temperaturbereich von 100 bis 200 °C und bevorzugt bei 130 bis 150 °C durchgeführt. Auch hat sich als vorteilhaft erwiesen, diese thermische Nachbehandlung unter Bewegen oder Mischen des pulverigen Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffproduktes, beispielsweise in einem beheizbaren Taumeltrockner oder in einem (Vakuum-)Rotationsverdampfer mit Heizung (beheizbarem Ölbad), durchzuführen. Als praktisch vorteilhaft hat sich die thermische Nachbehandlung der pulverigen Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffprodukte in einem Vakuumrotationsverdampfer mit Ölbadheizung unter Mischen (durch Rotation des Kolbens als Ersatz für einen beheizten (Taumel-)Mischer) von 4 Stunden bei Temperaturen im Bereich von 140 bis 150 °C (Ölbadtemperatur) unter Reinststickstoff-Atmosphäre erwiesen. Auch vorteilhaft hat sich für die Lagerstabilität dieser Produkte erwiesen, wenn die Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffprodukte gekühlt unter Schutzgas gelagert werden.

[0039] Als PTFE-Mikropulver werden PTFE-Mikropulver aus PTFE-Primärware (PTFE-Emulsionspolymer und/oder PTFE-Suspensionspolymer) und/oder PTFE-Sekundärmaterial (PTFE-Regenerat ohne partikuläre Inhaltsstoffe > 1 Mikrometer und/oder faserförmige Inhaltsstoffe/Füll- und Verstärkungsstoffe, wobei aber MoS_2 /Molybdändisulfid, Graphit und/oder Nanopartikel vorhanden sein können) mit Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen und vorzugsweise PTFE-Emulsionspolymere mit Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen zur chemischen Kopplung der Öl-Moleküle eingesetzt.

[0040] Bevorzugt eingesetzt werden PTFE-Mikropulver, die strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifiziert sind und eine Radikalkonzentration an Perfluoralkyl-(peroxy-)radikalen von $> 10^{16}$ Spin/g und vorzugsweise $> 10^{17}$ Spin/g aufweisen. Es können aber auch PTFE-Mikropulver aus einer Direktpolymerisation eingesetzt werden, die nicht oder nachträglich noch strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifiziert sind, aber nach dem Polymerisationsverfahren Perfluoralkyl-(peroxy-)radikale besitzen und/oder aus dem Herstellungsprozess/Syntheseverfahren Gruppen zur Bildung von Perfluoralkyl-(peroxy-/oxy-)radikalen besitzen und vor und/oder während der reaktiven Umsetzung eine Radikalkonzentration von $> 10^{16}$ Spin/g und vorzugsweise $> 10^{17}$ Spin/g aufweisen.

[0041] Die strahlenchemische Modifizierung erfolgt durch hochenergetische elektromagnetische und/oder Teilchen-Strahlung wie Gamma- und/oder Röntgenstrahlung und/oder Elektronen-Strahlung. Bevorzugt werden strahlenchemisch modifizierte PTFE-Mikropulver mit Bestrahlungsdosen > 100 kGy und vorzugsweise im Bereich 250 bis 10.000 kGy und besonders bevorzugt von 500 bis 2.000 kGy und/oder plasmachemisch modifizierte PTFE-Mikropulver eingesetzt.

[0042] Es konnte chemisch-analytisch über IR-Spektroskopie nachgewiesen werden, dass überraschenderweise nach der Dispergierung der PTFE-Mikropulver in Wasser und ihrer Mischung und reaktiven Umsetzung mit Öl oder Ölgemischen mit mindestens teilweise olefinisch ungesättigten Doppelbindungen im Ölmolekül und nach der Abtrennung von nichtgekoppelten Öl-Anteilen eine Kopplung von Ölmolekülen mit dem PTFE stattgefunden hat. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen dass nach der reaktiven Dispergierung eine Temperung der PTFE-Mikropulver zur Nachreaktion im Temperaturbereich von 100 bis < 200 °C und vorzugsweise 130 bis 150 °C abgeschlossen wird.

[0043] Als Öl- oder Öl-Gemisch werden olefinisch ungesättigte Öle oder Öl-Gemische mit olefinisch ungesättigten Ölanteil(en), die eine und/oder mehrere Doppelbindungen im Ölmolekül besitzen, eingesetzt.

[0044] Bei Ölen oder Ölgemischen mit einer einfachen olefinisch ungesättigten Doppelbindung weist das Ölmolekül eine C-C-Doppelbindung pro Ölmolekül auf. Öle oder Ölgemische mit mehrfach olefinisch ungesättigten Doppelbindungen weisen zwei oder mehr olefinisch ungesättigte Doppelbindungen pro Ölmolekül auf.

[0045] Als Öl oder Öl-Gemisch werden olefinisch ungesättigte Öle oder Öl-Gemische wie Mineralöl(e) und/oder Polyalphaolefin(e) (PAO) und/oder Esteröl(e) und/oder Polyalkylenglykol(e) (PAG) und/oder Silikonöl(e) oder EP(extreme pressure)- und/oder AW(antiwear)-Verbindungen als Reinsubstanz oder im Gemisch mit Mineralöl(en) und/oder Polyalphaolefin(en) (PAO) und/oder Esteröl(en) und/oder Polyalkylenglykol(en) (PAG) und/oder Silikonöl(en), die auch Anteile an olefinisch ungesättigten Doppelbindungen im Öl aufweisen können, eingesetzt.

[0046] Unter Öl oder Ölgemischen in den erfindungsgemäßen Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffen werden im Rahmen dieser Erfindung neben den oben genannten Ölen auch ölarartige EP(extreme pressure)- und/oder AW(antiwear)-Verbindungen mit mindestens einer olefinisch ungesättigten Doppelbindung im Molekül als Reinsubstanz oder im Gemisch mit Mineralöl(en) und/oder Polyalphaolefin(en) (PAO) und/oder Esteröl(en) und/oder Polyalkylengly-

kol(en) (PAG) und/oder Silikonöl(en), die auch Anteile an olefinisch ungesättigten Doppelbindungen im Öl aufweisen können, verstanden. Als EP/AW-Additive werden beispielsweise Diolelylhydrogenphosphit und/oder Oleyldihydrogenphosphat und/oder Diolelylhydrogenphosphat oder Gemische eingesetzt, die mindestens teilweise an das PTFE gekoppelt vorliegen und im Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoff EP- und AW-Eigenschaften aufweisen. Die beispielsweise mit EP- und/oder AW-Öl-modifizierten PTFE-Partikel in Fetten und Pasten lagern sich bevorzugt auf einer Metall-(oxid-)Oberfläche an und reagieren unter Kopplung mit der Oberfläche, was durch Brugger- und die VKA-Untersuchungen nachweisbar ist. Unter den Bedingungen der Festkörperreibung wird zwar das Öl im Fett oder der Paste aus dem Spalt verdrängt, jedoch wirken die fixierten PTFE-Partikel mit den antiadhäsiven Eigenschaften als Festschmierstoffkomponente und lokaler Ölspeicher im Reibspalt zur Senkung von Reibung und Verschleiß. Zusätzlich wirken die im PTFE durch Modifizierung in Gegenwart von Sauerstoff generierten (Carbonylfluorid- und/oder Carbonsäure-)Gruppen unter Druck zwischen den Komponentenoberflächen, so dass sich vorteilhaft in der Reibfläche ein chemisch gekoppelter, gleitreibungsvermittelnder PTFE-Film ausbildet.

[0047] Mit den Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffen als Additiv in Festsubstanz stehen Konzentrate für vielfältige Anwendungen im Schmierstoffbereich bis hin als Festschmierstoffkomponente in Öl-freien Getrieben zur Verfügung. Ferner besitzen diese Öl-modifizierten PTFE-Additive ein besonderes Potenzial für die Realisierung von Einlauf- und Notlauf-eigenschaften.

[0048] Zur Verarbeitung der Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe zu Dispersionen, Fetten und Pasten werden die üblichen Verfahren angewandt. So können stabile Öl-PTFE-Dispersionen aus diesen erfindungsgemäßen Öl-modifizierten PTFE-Additiven verfahrenstechnisch nach DE 10 2007 055 927 und DE 10 2011 083 076 hergestellt werden. Fette und Pasten werden nach kommerziellen Verfahren der Fett- und Pastenherstellung realisiert. Die Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe üben in Fetten und Pasten gleichzeitig die Funktion eines Verdickers aus und gewährleisten die Minimierung von Energieverlusten durch Reibung und Verschleiß.

[0049] Nachfolgend wird die Erfindung an mehreren Ausführungsbeispielen näher erläutert.

Beispiel 1

[0050] In einem 250 ml Dreihalskolben mit Ultraturrax, Rückflusskühler mit Bunsenventil und Reinstickstoff-Zuleitung werden 25 g PTFE-Mikropulver Zonyl® MP 1100 (DuPont, strahlenchemisch modifiziert mit Elektronenbestrahlung bei ca. 500 kGy, Ra-

dikonzentration von $1,5 \cdot 10^{18}$ Spin/g PTFE) vorgelegt und mit Aceton benetzt. Anschließend werden 150 ml destilliertes Wasser zugegeben und das PTFE-Mikropulver bei einer Drehzahl von 5.000 U/min und Reinststickstoff-Spülung in Wasser dispergiert. Nach 5 Minuten wird die Drehzahl des Ultra-Turrax auf 15.000 U/min erhöht und es wird tropfenweise 1 ml Esteröl Synative ES TMP 05/68 zugegeben. Nach der TMP-Zugabe wird der Kolbeninhalt mittels Ölbad (Ölbadtemperatur 100 °C) erwärmt und 2 Stunden dispergiert, wobei sich die Innentemperatur im Kolben auf 99 °C erhöht. Nach dem Abkühlen wird das Festprodukt durch Filtrieren abgetrennt und bei Raumtemperatur vakuumgetrocknet.

[0051] 2 g des Festproduktes werden dann 1 Stunde in 20 ml Benzin bei 50 °C gerührt und abfiltriert. Mit diesem Feststoff wird diese Extraktion weitere 4 Mal durchgeführt. Anschließend wird der Filterrückstand vakuumgetrocknet und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Die IR-Absorptionen des extrahierten Feststoffpulvers werden nach der Basislinienkorrektur mittels der CF_2 -Absorption bei 2365 cm^{-1} zum PTFE-Ausgangsprodukt auf 1,0 normiert. Nach der Extraktion wurde im IR-Spektrum neben den CH_2 -Absorptionsbanden eine Ester-Carbonyl-Absorptionsbande des Esteröls am PTFE bei 1745 cm^{-1} mit 0,60 detektiert, was auf eine reaktive Kopplung des Esteröls mit dem PTFE in der Dispersion hinweist.

[0052] Weitere 10 g des Festproduktes werden in einem Rundkolben evakuiert und mit Reinststickstoff gespült. Diese Prozedur wird 3× wiederholt. Das unter Reinststickstoff gelagerte Festprodukt wird nun 6 Stunden bei 150 °C getempert. 2 g dieses getemperten Festproduktes werden wie oben beschrieben in Benzin gereinigt, getrocknet und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Nach der Extraktion wurde im IR-Spektrum neben den CH_2 -Absorptionsbanden eine wesentlich stärkere Ester-Carbonyl-Absorptionsbande des Esteröls am PTFE bei 1742 cm^{-1} mit 1,05 detektiert, was auf die zusätzliche reaktive Kopplung durch diese Temperung hinweist.

Beispiel 2

[0053] In einem 250 ml Dreihalskolben mit Ultra-Turrax, Rückflusskühler mit Bunsenventil und Reinststickstoff-Zuleitung werden 25 g PTFE-Mikropulver Zonyl® MP 1200 (DuPont, strahlenchemisch modifiziert mit Elektronenbestrahlung bei ca. 500 kGy, Radikalkonzentration von $7,8 \cdot 10^{17}$ Spin/g PTFE) vorgelegt und mit Methanol benetzt. Anschließend werden 150 ml destilliertes Wasser zugegeben und das PTFE-Mikropulver bei einer Drehzahl von 5.000 U/min und Reinststickstoff-Spülung in Wasser dispergiert. Nach 5 Minuten wird die Drehzahl des Ultra-Turrax auf 15.000 U/min erhöht und es wird tropfenweise 1 ml Esteröl Synative ES TMP 05/68 zugegeben. Nach

der TMP-Zugabe wird der Kolbeninhalt mittels Ölbad (Ölbadtemperatur 100 °C) erwärmt und 1 Stunde dispergiert, wobei sich die Innentemperatur im Kolben auf 99 °C erhöht. Nach dem Abkühlen wird das Festprodukt durch Filtrieren abgetrennt und bei Raumtemperatur vakuumgetrocknet.

[0054] 2 g des Festproduktes werden wie im Beispiel 1 gereinigt und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Nach der Extraktion wurde im IR-Spektrum neben den CH_2 -Absorptionsbanden eine Ester-Carbonyl-Absorptionsbande des Esteröls am PTFE bei 1745 cm^{-1} mit 0,30 als Schulter detektiert, was auf eine reaktive Kopplung des Esteröls mit dem PTFE in der Dispersion hinweist. Weitere 10 g des Festproduktes werden in einem Rundkolben evakuiert und mit Reinststickstoff gespült. Diese Prozedur wird 3× wiederholt. Der Kolben wird an einem Vakuumrotationsverdampfer fixiert und unter Reinststickstoff wird die im Ölbad temperierte und unter Rotation gemischte Feststoff 6 Stunden bei 150 °C getempert. 2 g dieses getemperten Feststoffes werden wie in Beispiel 1 beschrieben in Benzin gereinigt, getrocknet und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Nach der Extraktion wurde im IR-Spektrum neben den CH_2 -Absorptionsbanden eine wesentlich stärkere Ester-Carbonyl-Absorptionsbande des Esteröls am PTFE bei 1745 cm^{-1} mit 0,80 detektiert, was auf die zusätzliche reaktive Kopplung durch diese Temperung hinweist.

Beispiel 3

[0055] In einem 250 ml Dreihalskolben mit Ultra-Turrax, Rückflusskühler mit Bunsenventil und Reinststickstoff-Zuleitung werden 25 g PTFE-Mikropulver TF 2025 (3M/Dyneon, strahlenchemisch nachträglich mit 700 kGy Gammastrahlung modifiziert, Radikalkonzentration von $4,8 \cdot 10^{18}$ Spin/g PTFE) vorgelegt und mit Dipropylenglycolmonobutylether benetzt. Anschließend werden 150 ml destilliertes Wasser zugegeben und das PTFE-Mikropulver bei einer Drehzahl von 5.000 U/min und Reinststickstoff-Spülung in Wasser dispergiert. Nach 5 Minuten wird die Drehzahl des Ultra-Turrax auf 15.000 U/min erhöht und es wird tropfenweise 1 ml Polyalphaolefin PAO-8 zugegeben. Nach der PAO-8-Zugabe wird der Kolbeninhalt mittels Ölbad (Ölbadtemperatur 100 °C) erwärmt und 4 Stunden dispergiert. Nach dem Abkühlen wird das Festprodukt durch Filtrieren abgetrennt und bei Raumtemperatur vakuumgetrocknet.

[0056] 2 g des Festproduktes werden wie im Beispiel 1 gereinigt und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Nach der Extraktion wurden im IR-Spektrum die CH_2 -Absorptionsbanden des Polyalphaolefins am PTFE bei 2930 und 2859 cm^{-1} mit 0,18 und 0,11 detektiert, was auf eine reaktive Kopplung von Polyalphaolefin am PTFE in der Dispersion hinweist.

[0057] Weitere 10 g des Festproduktes werden in einem Rundkolben evakuiert und mit Reinststickstoff gespült. Diese Prozedur wird 3× wiederholt. Der Kolben wird unter Reinststickstoff in einem Ölbad temperiert und das Festprodukt wird 8 Stunden bei 130 °C getempert. 2 g dieses getemperten Festproduktes werden wie in Beispiel 1 beschrieben in Benzin gereinigt, getrocknet und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Nach der Extraktion wurde im IR-Spektrum die CH₂-Absorptionsbanden des Polyalphaolefins in PTFE bei 2930 und 2859 cm⁻¹ wenig erhöht mit 0,25 und 0,17 detektiert, was auf die zusätzliche reaktive Kopplung durch diese Temperung hinweist.

Beispiel 4

[0058] In einem 250 ml Dreihalskolben mit Ultra-Turrax, Rückflusskühler mit Bunsenventil und Reinststickstoff-Zuleitung werden 25 g PTFE-Mikropulver TF 2025 (3M/Dyneon, strahlenchemisch mittels Elektronenbestrahlung nachträglich mit 1000 kGy modifiziert, Radikalkonzentration von $6,3 \cdot 10^{19}$ Spin/g PTFE) vorgelegt und mit Methanol benetzt. Anschließend werden 125 ml NMP (N-Methyl-2-pyrrolidon; frisch destilliert) zugegeben und das PTFE-Mikropulver bei einer Drehzahl von 5.000 U/min und Reinststickstoff-Spülung dispergiert. Nach 5 Minuten wird die Drehzahl des Ultra-Turrax auf 15.000 U/min erhöht und es wird tropfenweise 1 ml Duraphos® AP-240L (Diolelylhydrogenphosphit) zugegeben. Nach der Zugabe wird der Kolbeninhalt mittels Ölbad (Ölbadtemperatur 150 °C) erwärmt und 2 Stunden dispergiert. Nach dem Abkühlen werden unter Rühren 50 ml destilliertes Wasser zugegeben und das Festprodukt durch Filtrieren abgetrennt, mit destilliertem Wasser gewaschen und bei Raumtemperatur vakuumgetrocknet.

[0059] 2 g des Festproduktes werden wie im Beispiel 1 gereinigt und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Nach der Extraktion wurden im IR-Spektrum die Absorptionsbanden des Diolelylhydrogenphosphit am PTFE, was auf eine reaktive Kopplung des Diolelylhydrogenphosphit am PTFE in der Dispersion hinweist.

[0060] Weitere 10 g des Festproduktes werden in einem Rundkolben evakuiert und mit Reinststickstoff gespült. Diese Prozedur wird 3× wiederholt. Der Kolben wird unter Reinststickstoff in einem Ölbad temperiert und das Festprodukt wird 8 Stunden bei 130 °C getempert. 2 g dieses getemperten Festproduktes werden wie in Beispiel 1 beschrieben in Benzin gereinigt, getrocknet und mittels IR-Spektroskopie charakterisiert. Nach der Extraktion wurden im IR-Spektrum stärkere Absorptionsbanden des Diolelylhydrogenphosphit als im Ausgangsfeststoff detektiert, was auf die zusätzliche reaktive Kopplung durch diese Temperung hinweist.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- DE 102007055927 A1 [0002]
- DE 102011083076 A1 [0003]
- DE 10351812 A1 [0005]
- DE 10351813 A1 [0005]
- DE 102004016876 A1 [0005]
- DE 102010038286 A1 [0005]
- DE 102007055927 [0048]
- DE 102011083076 [0048]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffen, bei dem modifiziertes PTFE-Mikropulver mit mindestens Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen in einem Dispersionsmittel und ein Öl oder ein Ölgemisch, welches mindestens teilweise olefinisch ungesättigte Doppelbindungen aufweist, in einem Masseverhältnis von modifiziertem PTFE-Mikropulver zu Öl oder Ölgemisch von 100 zu maximal 30 gemischt und unter mechanischer Beanspruchung reaktiv umgesetzt werden, und nachfolgend mindestens das Dispersionsmittel entfernt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem nach der Entfernung des Dispersionsmittels die Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe einer Wärmebehandlung bis maximal unterhalb der niedrigsten Zersetzungstemperatur einer Komponente der Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe unterzogen werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem als modifiziertes PTFE-Mikropulver ein aus dem Polymerisationsverfahren vorliegendes PTFE-Mikropulver und/oder ein mittels hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung und/oder Teilchenstrahlung und/oder plasmachemisch modifiziertes PTFE-Mikropulver mit Perfluoralkyl-(peroxy-)radikalen und/oder ein nach dem Polymerisationsverfahren vorliegendes PTFE-Mikropulver mit Gruppen, die während der reaktiven Umsetzung Perfluoralkyl-(peroxy-/oxy-)radikale bilden, eingesetzt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, bei dem als modifiziertes PTFE-Mikropulver ein mit Elektronen- und/oder Gamma- und/oder Röntgenstrahlung modifiziertes PTFE-Emulsionspolymer und/oder PTFE-Suspensionspolymer und/oder PTFE-Regenerat/Recyclat/Abfall ohne partikuläre und/oder faserförmige Inhaltsstoffe (Füll- und/oder Verstärkungsstoffe) eingesetzt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 3, bei dem als modifiziertes PTFE-Mikropulver ein mit einer Strahlendosis von > 100 kGy, vorteilhafterweise von 250 bis 10.000 kGy, und besonders vorteilhafterweise von 500 bis 2.000 kGy, modifiziertes PTFE-Mikropulver eingesetzt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem ein modifiziertes PTFE-Mikropulver mit einer Radikalkonzentration an Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen von $> 10^{16}$ Spin/g, vorteilhafterweise mit $> 10^{17}$ Spin/g, eingesetzt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem als Öl oder Ölgemisch Öle oder Ölgemische mit mindestens einer oder mehreren Doppelbindungen im (Öl-) Molekül, vorteilhafterweise alle Öle oder Ölgemische

mit mindestens einer Doppelbindung im (Öl-)Molekül, eingesetzt werden.

8. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem als Öl oder Ölgemisch Mineralöle und/oder Polyalphaolefine (POA) und/oder Esteröl(e) und/oder Polyalkylenglycolöle (PAG) und/oder Silikonöl(e) und/oder ölartige EP(extrem pressure)-Verbindungen und/oder ölartige AW(antiwear)-Verbindungen eingesetzt werden.

9. Verfahren nach Anspruch 8, bei dem als EP (extrem pressure)-Verbindungen und/oder AW(antiwear)-Verbindungen Diolelylhydrogenphosphit und/oder Oleyldihydrogenphosphat und/oder Diolelylhydrogenphosphat oder Gemische eingesetzt werden, die nach der reaktiven Umsetzung mindestens teilweise an das PTFE gekoppelt vorliegen und im Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoff EP- und AW-Eigenschaften aufweisen.

10. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem modifiziertes PTFE-Mikropulver und Öl oder Ölgemische in einem Masseverhältnis von modifiziertem PTFE-Mikropulver zu Öl oder Ölgemisch von 100 zu ≤ 10 , vorteilhafterweise von 100 zu ≤ 5 , eingesetzt werden.

11. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem als Dispersionsmittel ein organisches Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch und/oder Wasser eingesetzt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das modifizierte PTFE-Mikropulver mit mindestens Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen und das Öl oder Ölgemisch mit dem Dispersionsmittel ≥ 5 min dispergiert wird.

13. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Dispergierung bei Temperaturen bis zu 200 °C durchgeführt wird.

14. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Dispergierung gleichzeitig mit der reaktiven Umsetzung unter mechanischer Beanspruchung durchgeführt wird.

15. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Dispergierung und/oder die reaktive Umsetzung unter Scherbeanspruchung durchgeführt werden.

16. Verfahren nach Anspruch 15, bei dem Scherbeanspruchung durch einen Rührer, vorteilhafterweise einen Ultra-Turrax, Zahnscheibenrührer, und/oder durch eine Mühle, vorteilhafterweise eine Kolloidmühle, und/oder durch Eintrag von Ultraschall eingebracht wird.

17. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Wärmebehandlung unter Schutzgas und bei Temperaturen bis 200 °C, vorzugsweise bis 150 °C, noch vorteil-

hafterweise zwischen 120 und 150 °C, durchgeführt wird.

18. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Wärmebehandlung innerhalb von 1 bis 8 Stunden, in einem Temperaturbereich von 130 °C bis 140 °C unter Argonatmosphäre durchgeführt wird.

19. Öl-modifizierte PTFE-Festschmierstoffe, hergestellt nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18.

20. Verwendung der nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18 hergestellten Öl-modifizierten PTFE-Festschmierstoffe zur direkten Schmierung von tribologischen Gleitpaarungen/Systemen oder als Additiv und/oder als Basismaterial für Öl-PTFE-Dispersionen oder Öl-PTFE-Schmierstoffe in Form von Fetten oder Pasten.

21. Verwendung nach Anspruch 20 als Öl-freier PTFE-Festschmierstoff zur direkten Schmierung von bewegten Teilen wie in Getrieben und/oder in Lagern oder als Additiv zur Verbesserung der AW- und/oder EP-Eigenschaften von Fetten.

Es folgen keine Zeichnungen