



(10) **DE 10 2011 083 076 A1** 2013.03.21

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2011 083 076.6**

(22) Anmeldetag: **20.09.2011**

(43) Offenlegungstag: **21.03.2013**

(51) Int Cl.: **C08J 3/11** (2011.01)

**C10M 101/00** (2011.01)

**C10M 147/02** (2011.01)

(71) Anmelder:

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

(74) Vertreter:

**Rauschenbach, Marion, Dipl.-Ing., 01187,  
Dresden, DE**

(72) Erfinder:

**LEHMANN, Dieter, 01640, Coswig, DE; Hoffmann,  
Thorsten, 01139, Dresden, DE; Engelhardt,  
Thomas, 01217, Dresden, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

**DE 10 2007 055 927 A1**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung stabiler Öl-PTFE-Dispersionen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Chemie und betrifft ein Verfahren zur Herstellung stabiler Öl-PTFE-Dispersionen, wie sie beispielsweise als Konzentrat für Schmierstoffe im Maschinenbau, in der Fahrzeugtechnik oder in der Luft- und Raumfahrttechnik dienen können.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von stabilen Öl-PTFE-Dispersionen anzugeben, bei welchem PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien für die Herstellung vorbereitet und angewandt werden.

Die Aufgabe wird gelöst, durch ein Verfahren zur Herstellung von stabilen Öl-PTFE-Dispersionen, 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.

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Chemie und betrifft ein Verfahren zur Herstellung stabiler Öl-PTFE-Dispersionen, wie sie beispielsweise als Konzentrat für Schmierstoffe im Maschinenbau, in der Fahrzeugtechnik oder in der Luft- und Raumfahrttechnik dienen können.

**[0002]** Öl-PTFE-Dispersionen sind sehr zahlreich beschrieben. Eine Dispergierung von PTFE in Öl führte, sowohl mit als auch ohne Zusatzmittel, in kurzen Zeiten zur Sedimentation des PTFE, das sich dann meist nur noch schwer aufwirbeln/redispergieren lässt.

**[0003]** Sehr viele Publikationen befassen sich aber nur mit der Zusammensetzung der Dispersionen bzw. mit dem Einsatz spezieller Additive zur besseren Dispergierung und Dispersionsstabilisierung, wobei nicht die Dispersionsstabilität im Vordergrund steht.

**[0004]** Aus dem FR 2857373 A1 ist ein PTFE-enthaltendes Mineralöl mit 80 bis 97 (vorzugsweise 95 bis 97) Ma.-% an Mineralöl und 0,5 bis 1,5 (vorzugsweise ca. 1) Ma.-% an submicron PTFE, sowie Duftstoff- und Farbstoffzusatz, in der Dispersion für Haushalt und Werkstatt bekannt.

**[0005]** Ebenfalls bekannt sind die Untersuchungen nach M. G. Ivanov et al., Ural. Gos. Tekh. Univ. UPI, Yekaterinburg, Russia. Trenie i Iznos (2004), 25(1), S. 99–103 zu den tribologischen Eigenschaften eines Schmiermittels, bestehend aus Öl, PTFE und ultra-dispergierten Diamanten, in einer Stahl-auf-Stahl Reibpaarung.

**[0006]** Diese Veröffentlichungen geben keine Auskunft zur Dispersionsstabilität. Weiterhin ist nach JP 11021577 A ein Schmiermittel bekannt, das aus einem Basisöl (1), ausgewählt aus Pflanzenölen, tierischen Fetten, Mineralölen, Esterölen, gemischten Ölen und modifizierten Ölen, und PTFE-Pulver (2) besteht, das im Basisöl in Gegenwart eines multivalenten Metallsalzes einer höheren Fettsäure, das im Basisöl gelöst ist, dispergiert wurde.

**[0007]** Weiterhin ist aus der DE 36 42 617 C1 ein Verfahren zur Herstellung einer PTFE-Dispersion bekannt, welches in Öl als Schmieröl oder seine Additive, in denen PTFE in Pulverform oder als wässrige Dispersion in Gegenwart von nichtionischen Tensiden (Antistatika) in einem kommerziellem Mineralöl gemischt wird.

**[0008]** Auch aus diesen Offenbarungen ist nur bekannt, dass eine gewisse Dispersionsstabilität erst durch Zusatz von Additiven überhaupt erreicht oder erhöht werden kann.

**[0009]** Weiterhin ist nach der RU 2212418 C1 eine Dispersion aus ultrafeinem PTFE bekannt, hergestellt durch thermischen Abbau von PTFE bei 480 bis 540°C in Gegenwart einer Sauerstoff enthaltenden Verbindung, die thermodynamisch zur PTFE-Oxidation geeignet ist, unter der Atmosphäre der gasförmigen Abbauprodukte. Die Abbau-/Zersetzungsprodukte aus dem Abbauprozess werden gekühlt und beim Durchleiten durch ein Mineralöl kondensiert, wodurch eine PTFE-Dispersion (12,9 g trockenes PTFE mit einem Sauerstoff-Gehalt von 1,7%) gebildet wird. Das gebildete ultrafeine PTFE ist lyophil und bildet stabile Dispersionen ohne Zusatz von Stabilisatoren oder Tensiden.

**[0010]** Dabei sind die beschriebenen gasförmigen oxidierten Abbauprodukte des PTFE tatsächlich kein PTFE mehr, da sie nicht mehr die vorteilhaften Eigenschaften des PTFE im vollen Umfang aufweisen.

**[0011]** Das Prinzip der reaktiven Kopplung/Oberflächenmodifizierung von PTFE-Nano-/Mikropulver-Partikeln mit olefinisch ungesättigten Monomeren/Verbindungen ist bereits aus DE 103 51 812 A1, DE 103 51 813 A1 und DE 10 2004 016 876 A1 bekannt.

**[0012]** Weiterhin ist aus der DE 10 2007 055 927 A1 eine langzeitstabile Öl-PTFE-Dispersion bekannt. Danach sind die Moleküle von olefinisch ungesättigten Ölen an den PTFE-(Primär-)Partikeloberflächen kovalent/chemisch gekoppelt, wobei eine Ladungstrennung zwischen den PTFE-Partikeloberflächen und den gekoppelten Ölmolekülen vorliegt. Hergestellt werden solche Dispersionen nach der DE 10 2007 055 927 A1, indem PTFE-(Emulsions-)Polymere mit persistenten Perfluor-(peroxy-)radikalen gemeinsam mit olefinisch ungesättigten Ölen gemischt und einer mechanischen Beanspruchung unterzogen werden. Die Radikale werden durch die strahlenchemische Behandlung der PTFE-(Emulsions-)Polymere erzeugt.

**[0013]** Die reaktive Kopplung/Oberflächenmodifizierung von PTFE-Nano-/Mikropulverpartikeln mit olefinisch ungesättigten Monomeren/Verbindungen ist bereits aus DE 103 51 812, DE 103 51 813 und DE 10 2004 016 876 bekannt.

**[0014]** Allgemein bekannt ist, dass olefinisch ungesättigte Öle, wie Oliven-, Sonnenblumen- oder Rapsöl, nicht zu den polymerisierbaren Monomeren oder Oligomeren zählen. Unstabilisiert neigen diese Öle zur langsamen Verharzung, werden aber nicht als Monomer oder Comonomer in Polymerisationsprozesse eingesetzt.

**[0015]** Weiterhin ist seit den 1950-er Jahren bekannt, dass PTFE durch hochenergetische Strahlen abgebaut wird [A. Heger, „Technologie der Strah-

lenchemie von Polymeren“, Hanser-Verlag München Wien, ISBN 3-446-15630-5 (und dort referierte Literatur)].

**[0016]** Auch von D.-W. Lee, Kunststoffe 84 (1994) 277–280 wird beschrieben, dass ionisierende Strahlen PTFE-Abfälle wieder verwertbar machen. Die nach der Bestrahlung vorliegenden PTFE-Materialien sind relativ niedermolekular und entsprechend der Strahlendosis betragen die Molmassen von 30.000 bis 500.000. Die Bestrahlung von PTFE-Recyclaten erfolgt nach Lee mit Dosierungen von 200 bis 400 kGy. Klumpige Fehlchargen aus der PTFE-Polymerisation werden bestrahlt und unter starker Scherung zur Verringerung der Teilchengröße gemischt. Mit Glasfasern, Bronze oder Molybdändisulfid gefüllte PTFE-Abfälle sind für eine Wiederverwertung problematisch. Z. B. glasfasergefüllte PTFE-Abfälle verfärben sich während der Bestrahlung.

**[0017]** Nachteilig bei den bekannten Lösungen des Standes der Technik ist, dass einerseits nur PTFE eingesetzt wird, welches nach der Herstellung noch nicht verarbeitet worden ist, und andererseits im Falle der Wiederverwendung von bereits verarbeitetem PTFE oder Abfällen aus der PTFE-Bearbeitung keine allgemein funktionalen Verfahren zur Behandlung dieser PTFE-Materialien für die Wiederverwendung bekannt sind.

**[0018]** Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von stabilen Öl-PTFE-Dispersionen anzugeben, bei welchem PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien für die Herstellung vorbereitet und angewandt werden.

**[0019]** Die Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen angegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche.

**[0020]** Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von stabilen Öl-PTFE-Dispersionen werden 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, wobei Öl oder Ölgemische eingesetzt werden, welche mindestens 5 Ma.-% olefinisch ungesättigte Öle enthalten.

**[0021]** Vorteilhafterweise werden PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Füllstoffen und/oder Verstärkungstoffen und/oder Additiven eingesetzt.

**[0022]** Ebenfalls vorteilhafterweise werden als PTFE-Abfall-Materialien PTFE-Abfälle aus der spanenden Bearbeitung von PTFE-Teilen, Abfälle aus der PTFE-Bandherstellung oder aus der PTFE-Formteilherstellung eingesetzt.

**[0023]** Weiterhin vorteilhafterweise werden als PTFE-Recyclat-Materialien PTFE-Abfälle aus verschlossenen oder zerstörten Formteilen eingesetzt.

**[0024]** Und auch vorteilhafterweise werden die PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien für eine Bearbeitung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung durch magnetische Abscheidung, Zerkleinerung, wie Schreddern oder Mahlen, Waschen, Trocknen auf die Bestrahlung vorbereitet.

**[0025]** Vorteilhaft ist es auch, wenn die PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Gammastrahlung oder Röntgenstrahlung behandelt werden.

**[0026]** Ebenfalls vorteilhaft ist es, wenn die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung mit einer Strahlendosis von > 400 bis 10000 kGy, vorteilhafterweise von 500 bis 1000 kGy, durchgeführt wird.

**[0027]** Weiterhin vorteilhaft ist es, wenn die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einem gasdichten Behälter durchgeführt wird.

**[0028]** Und auch vorteilhaft ist es, wenn die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung unter Sauerstoff oder Sauerstoffanteilen in der Atmosphäre oder unter Inertgasatmosphäre durchgeführt wird.

**[0029]** Von Vorteil ist es auch, wenn die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einer Stickstoff- und/oder Argonatmosphäre durchgeführt wird.

**[0030]** Ebenfalls von Vorteil ist es, wenn die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einer Atmosphäre durchgeführt wird, die Reaktivkomponente in einem Konzentrationsbereich von 0,1 bis 99,9 Vol.-%, vorteilhafterweise in einem Bereich von 5,0 bis 70,0 Vol.-%, noch vorteilhafterweise in einem Bereich von 15,0 bis 30,0 Vol.-% enthält.

**[0031]** Weiterhin von Vorteil ist es, wenn die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einer Atmosphäre durchgeführt wird, die als Reaktivkomponente Sauerstoff und/oder Schwefeldioxid und/oder Schwefeltrioxid und/oder Feuchtigkeit/Wasserdampf enthält.

**[0032]** Und auch von Vorteil ist es, wenn Öle oder Ölgemische mit einem Anteil von 5 bis 95 Ma.-% an olefinisch ungesättigten Ölen eingesetzt werden.

**[0033]** Eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung ist es, wenn maximal 50 Ma.-%, noch vorteilhafterweise 0,1 bis 30 Ma.-%, an bestrahlten PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Öl oder Ölgemischen homogenisiert werden.

**[0034]** Ebenfalls eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung ist es, wenn 5 bis 30 Ma.-% an bestrahlten PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Öl oder Ölgemischen homogenisiert werden, die reines PTFE oder teilweise oder vollständig gefülltes und/oder verstärktes und/oder additiviertes PTFE enthalten, wobei noch vorteilhafterweise bestrahlte PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien eingesetzt werden, die als Füll- und/oder Verstärkungsstoffe und/oder Additive Glasfasern, Glasmehl, Glaskugeln, Kohlenstofffasern, Hartbrandkohle, Bronzepulver, Ruß, Graphit, MoS<sub>2</sub>, Kunststoffpulver, wie Polyamidpulver, PPE-Pulver, PEEK-Pulver, Polysulfonpulver, PPS-Pulver, Polyamidimidpulver, Polyetherimidpulver, Polyimidpulver, enthalten.

**[0035]** Weiterhin eine vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung ist es, wenn die Homogenisierung der PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Öl oder Ölgemischen mittels Ultra-Turrax-Rührern oder Zahnscheibenrührern durchgeführt wird.

**[0036]** Vorteilhaft ist es auch, wenn die mechanische Beanspruchung durch Rühren oder Scheren, noch vorteilhafterweise mit einer Schereinwirkung von mindestens 15 m/s Umfangsgeschwindigkeit, realisiert wird.

**[0037]** Und auch vorteilhaft ist es, wenn der PTFE-Öl-Dispersion weitere Öle oder Ölgemische und/oder mit Öl mischbare und/oder Wasser und/oder Lösungsmittel zugemischt und homogenisiert werden.

**[0038]** Mit der erfindungsgemäßen Lösung wird es erstmals möglich, eine stabile Öl-PTFE-Dispersion unter Einsatz von anteilig oder vollständig aus PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien herzustellen.

**[0039]** Bei den eingesetzten Ausgangsstoffen handelt es sich um PTFE-Abfall und PTFE-Recyclat. Auch Mischungen aus PTFE-Abfall- und PTFE-Recyclat sind einsetzbar, was vorteilhaft ist, da eine Erfassung nach PTFE-Sorten und/oder Erfassung nach Füll- und Verstärkungsstoffen sowie Additiven und/oder eine Erfassung nach Zusammensetzungen und Herstellern extrem schwierig oder nicht möglich ist.

**[0040]** Diese PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien müssen erfindungsgemäß für die Homogenisierung und Reaktion mit den Ölen vorbereitet werden. Diese Vorbereitung ist erfindungswesentlich und erfolgt durch an sich bekannte Verfahrensschritte, wie Zerkleinern, Abtrennen von Nicht-PTFE-Materialien, Waschen und/oder Trocknen und mindestens eine Bestrahlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung. Nach der Strahlenbehandlung werden die bestrahlten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit einem Öl oder einem Ölgemisch oder einer Flüssigkeit, die mindestens Öl enthält, homogenisiert und reaktiv umgesetzt. Dabei muss das Öl oder Ölgemisch mindestens 5 Ma.-% olefinisch ungesättigte Öl-Anteile, bezogen auf den eingesetzten Anteil an bestrahltem PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Material, enthalten. Weiterhin muss die Homogenisierung und reaktive Umsetzung von bestrahlten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien und Öl unter mechanischer Beanspruchung, vorteilhafterweise Scherbeanspruchung, durchgeführt werden.

**[0041]** Im Falle, dass die eingesetzten bestrahlten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien Glaskugeln und/oder Glasmehl und/oder weitere Füllstoffe, wie beispielsweise Bronzepulver und/oder Graphit, und/oder Verstärkungsstoffe, wie beispielsweise Glasfasern und/oder Kohlenstofffasern, und/oder feindispers verteilte Additive, wie beispielsweise Ruß und/oder MoS<sub>2</sub>, enthalten, müssen die erfindungsgemäßen Verfahrensschritte entsprechend den Inhaltsstoffen konzipiert und ausgelegt werden.

**[0042]** Erfindungsgemäß können die PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien, die Ruß und/oder MoS<sub>2</sub> und/oder Fremdpolymerbestandteile enthalten, nach der Zerkleinerung durch beispielsweise Schreddern und/oder Mahlen ohne Abtrennung dieser Bestandteile zur erfindungsgemäßen Öl-PTFE-Dispersion verarbeitet werden.

**[0043]** Nach der Bestrahlung und Homogenisierung und reaktiven Umsetzung liegt die erfindungsgemäße Öl-PTFE-Dispersion vor, die sich zeitabhängig verdichtet, in der aber das PTFE aufgrund der Kopplung von Ölmolekülen an der PTFE-Partikeloberfläche und die elektrostatische Aufladung und Abstoßung der PTFE-Partikel nicht sedimentiert. Die PTFE-fremden Bestandteile verbleiben zuerst in dieser Öl-PTFE-Dispersion und sedimentieren dann in einer Sedimentationsgeschwindigkeit, die beispielsweise von der Fremdpartikelgröße, dem Dichteunterschied zwischen Fremdpartikel und Ölmedium und der Viskosität der Öl-PTFE-Dispersion abhängig ist. Beispielsweise durch Absaugen der überstehenden Öl-PTFE-Dispersion oder durch Absaugen der PTFE-fremden Bestandteile können diese PTFE-fremden Bestandteile teilweise oder vollständig abgetrennt werden.

**[0044]** Erfindungsgemäß können die PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien auch Glasfasern und/oder Glasmehl und/oder Glaskugeln enthalten. Diese werden beispielsweise durch Schreddern und/oder Mahlen zerkleinert, wodurch die Glasfasern weiter zerkleinert und in Abhängigkeit vom Grad der Zerkleinerung zu einer Art Glasmehl umgewandelt werden. Da die Glasbestandteile nahezu dieselbe Dichte wie PTFE besitzen, ist es vorteilhaft, diese Bestandteile erst nach der Bestrahlung und Homogenisierung und der reaktiven Umsetzung der PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit dem Öl und/oder Ölgemisch aus dem Reaktionssystem abzutrennen. Ein erhöhter Verschleiß während der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung ist aufgrund der Glasbestandteile unvermeidbar. Nach der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung liegt eine Öl-PTFE-Dispersion vor, die sich zeitabhängig verdichtet, in der aber das PTFE aufgrund der Kopplung von Ölmolekülen an der PTFE-Partikeloberfläche und die elektrostatische Aufladung nicht sedimentiert. Die Glasbestandteile dagegen sedimentieren und können als Feststoff/Sediment aus dem Reaktionssystem abgetrennt werden, indem beispielsweise die überstehende Öl-PTFE-Dispersion abgesaugt wird. So wird eine von Glasbestandteilen nahezu freie bis freie Öl-PTFE-Dispersion erhalten.

**[0045]** Erfindungsgemäß können die PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien auch Kohlenstofffasern enthalten. Diese werden beispielsweise durch Schreddern und/oder Mahlen zerkleinert, wodurch in Abhängigkeit vom Grad der Zerkleinerung die Kohlenstofffasern zu einer Art Kohlenstoffpulver umgewandelt werden. Da die Kohlenstoffbestandteile eine ähnliche Dichte wie PTFE aufweisen, ist eine Abtrennung der Kohlenstoffbestandteile vor der Bestrahlung und Homogenisierung und reaktiven Umsetzung nicht vorteilhaft.

**[0046]** Bevorzugt werden auch PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Kohlenstofffasern eingesetzt, die erhöhte Graphit-Anteile aufweisen. Ein erhöhter Verschleiß während der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung ist aufgrund der Bestandteile unvermeidbar. Nach der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung liegt eine Öl-PTFE-Dispersion vor, die sich zeitabhängig verdichtet, in der aber das PTFE aufgrund der Kopplung von Ölmolekülen an der PTFE-Partikeloberfläche und die elektrostatische Aufladung nicht sedimentiert. Die Kohlenstoffbestandteile dagegen sedimentieren langsam und können als Feststoff/Sediment aus dem Reaktionssystem abgetrennt werden, indem beispielsweise die überstehende Öl-PTFE-Dispersion vorsichtig abgesaugt wird. So wird zeitabhängig eine Öl-PTFE-Dispersion erhalten, die von Kohlenstoffbestandteilen abgereichert ist oder weitgehend frei oder frei ist von Kohlenstoffbestandteilen.

**[0047]** Erfindungsgemäß können die PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien auch Bronzepulver enthalten. Diese werden beispielsweise durch Schreddern und/oder Mahlen zerkleinert, wodurch das Bronzepulver schon weitestgehend getrennt/separiert vom PTFE anfällt. Beispielsweise durch Sichten wird das PTFE vom Bronzepulver abgetrennt. Das Bronzepulver wird einer Verwertung zugeführt. Das abgetrennte, vom Bronzepulver befreite PTFE wird erfindungsgemäß bestrahlt und zu einer Öl-PTFE-Dispersion weiterverarbeitet. Sollten noch geringe Bestandteile an feinteiligem Bronzepulver enthalten sein, sedimentieren diese Bronzebestandteile durch die hohe Dichte. Ein erhöhter Verschleiß während der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung tritt aufgrund noch vorhandenen, weicheen Bronzebestandteile nicht ein. Nach der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung liegt eine Öl-PTFE-Dispersion vor, die sich zeitabhängig verdichtet, in der aber das PTFE aufgrund der Kopplung von Ölmolekülen an der PTFE-Partikeloberfläche und die elektrostatische Aufladung nicht sedimentiert. Die eventuell vorhandenen Bronzebestandteile dagegen sedimentieren aufgrund des Dichteunterschiedes schnell und können als Feststoff/Sediment aus dem Reaktionssystem abgetrennt werden, indem beispielsweise die überstehende Öl-PTFE-Dispersion abgesaugt wird. So wird eine Öl-PTFE-Dispersion erhalten, die frei ist von Bronzebestandteilen.

**[0048]** Erfindungsgemäß können auch Mischungen von PTFE-fremden Bestandteilen in den PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien zu erfindungsgemäßen Öl-PTFE-Dispersionen verarbeitet werden. Dabei ist zu beachten, dass insbesondere abrasiv wirkende Bestandteile, wie beispielsweise Glasfasern und/oder Glasmehl und/oder Kohlenstofffasern, bei der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung unter mechanischer Beanspruchung stark negative, d. h. abrasive Auswirkungen auf die Homogenisierungsvorrichtungen haben. Im Falle des Einsatzes von Rührern wie Ultra-Turrax und/oder Zahnscheibenrührer als Homogenisierungsvorrichtungen werden diese beispielsweise durch einen Glasfaseranteil stark auf Verschleiß beansprucht. Vorteilhafterweise ist daher der Einsatz von bestrahlten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialmischungen, die nur geringe oder vorzugsweise keine Anteile von Glasfaser- und/oder Glasmehl-gefülltem PTFE und/oder PTFE, das weitere, bekannte abrasiv wirkende Füllstoffkomponenten enthält, beinhalten. Andere PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien, die nicht abrasiv wirkende Füllstoffe enthalten, können prinzipiell auch in größeren Anteilen in den bestrahlten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialmischungen enthalten sein. Solche anderen Füllstoffe können aber auch andere negative Auswirkungen auf die Homogenisierungsvorrichtungen und/oder die stabile Öl-PTFE-Dispersion haben, wie beispielsweise auf die Färbung.

**[0049]** Ein Vorteil der erfindungsgemäßen Lösung besteht auch darin, dass nach der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung der Öl-PTFE-Dispersion die Füllstoffe und/oder Verstärkungsstoffe und/oder Additive, die in den eingesetzten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien in einer mechanischen/physikalischen Mischung vorgelegen haben, nun sedimentieren und daher von der Öl-PTFE-Dispersion abgetrennt werden können. Dies ist beispielsweise im Falle von Glasfasern und/oder Glasmehl besonders vorteilhaft, da diese aus der Dispersion ausgetragen werden können und beim nachfolgenden Einsatz der erfindungsgemäß hergestellten Öl-PTFE-Dispersion keine negativen Auswirkungen auf die Anwendung der Dispersion mehr haben können.

**[0050]** Einflüsse auf die Stabilität der Öl-PTFE-Dispersion haben Füllstoffe und/oder Verstärkungsstoffe und/oder Additive, die in den eingesetzten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien in einer mechanischen/physikalischen Mischung vorliegen, nicht.

**[0051]** Die Stabilität der Öl-PTFE-Dispersion wird erzeugt durch eine kovalente Bindung von Ölmolekülen an die PTFE-Partikeloberfläche und die durch Akustophorese nachweisbare elektrostatische Aufladung/negative Ladung der PTFE-Partikel während der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung. Die kovalente Bindung wird durch die während der Bestrahlung der PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien entstandenen Radikale und/oder funktionellen Gruppen realisiert.

**[0052]** Während der Bestrahlung des PTFE mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in Inertgasatmosphäre entstehen bekanntermaßen Perfluoralkylradikale an den PTFE-Partikeln, die zu einer kovalenten Bindung mit den Doppelbindungen der olefinisch ungesättigten Öle fähig sind.

**[0053]** Erfolgt die Bestrahlung beispielsweise unter Sauerstoff oder in Inertgasatmosphäre mit einem Anteil an Sauerstoff, entstehen neben den Perfluoralkylradikalen auch Perfluoralkylperoxyradikale sowie COF- und COOH-Gruppen als funktionelle Gruppen. In diesem Fall können die Perfluoralkylradikale und/oder Perfluoralkylperoxyradikale mit den Doppelbindungen der olefinisch ungesättigten Öle eine Koppelung eingehen.

**[0054]** Die erfindungsgemäße stabilen Öl-PTFE-Dispersionen können vollständig oder anteilig oder auch als Konzentrat für die Herstellung von Schmierstoffen eingesetzt werden, insbesondere für Spezialschmierstoffe und/oder Hochleistungsschmierstoffe für den Einsatz in bewegten Teilen mit tribologischen Anforderungen. Schmierstoffe unter Einsatz der erfindungsgemäßen stabilen Öl-PTFE-Dispersion

on können beispielsweise in Getrieben, insbesondere Steuergetrieben oder Getrieben zur Kraftübertragung, oder in Lagern, insbesondere in Kugellagern, Wälzkörperlagern, Gleitlagern oder hydrostatischen oder hydrodynamischen Gleitlagern, oder in Kolbenmaschinen eingesetzt werden. Vorteilhafterweise kann die erfindungsgemäße stabile Öl-PTFE-Dispersion, konfektioniert in Hochleistungsschmierstoffen, für die Realisierung von Einlauf- und Notlaufeigenschaften durch die elektrostatische Wechselwirkung und die adhäsive Wechselwirkung auf der Basis von funktionellen Gruppen der PTFE-Komponente der Dispersion mit dem Reibkontaktpartner angewandt werden.

**[0055]** Vorteilhafterweise ist der Einsatz von Dispersionsstabilisatoren nicht notwendig, aber ohne Auswirkungen auf die Eigenschaften oder Stabilität der erfindungsgemäßen Öl-PTFE-Dispersion möglich.

**[0056]** Nach der Herstellung der erfindungsgemäßen stabilen Öl-PTFE-Dispersionen kann es aufgrund der Schwerkraft zu einer Verdichtung der Dispersion kommen, jedoch kommt es in keinem Fall zu einer Sedimentation des PTFE. Dies ist durch die chemische Kopplung von Ölmolekülen auf der PTFE-Oberfläche und die elektrostatische/negative Ladung der PTFE-Partikel nicht möglich. Die chemisch gekoppelten Öl-Moleküle auf der Oberfläche der PTFE-Partikel sind kovalent gebunden, wodurch die Oberfläche der PTFE-Partikel mehr oder weniger vollständig modifiziert vorliegt. Der Bedeckungsgrad der Oberfläche hängt von der Konzentration an Radikalen sowie der Zugänglichkeit zu diesen Radikalen am bestrahlten PTFE, der Struktur und folglich der Zugänglichkeit der olefinisch ungesättigten Ölmoleküle zu diesen Radikalen, von den Temperatur- und Scherbedingungen während der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung sowie vom Anteil der olefinisch ungesättigten Öle im eingesetzten Öl ab. Die so modifizierten und geladenen PTFE-Partikel stoßen sich gegenseitig ab, und es kann somit zu keiner Agglomeration der PTFE-Partikel sowie auch zu keiner Sedimentation kommen. Die Schwerkraft bedingte Verdichtung führt daher nur zu einer Aufkonzentrierung der Öl-PTFE-Dispersion. Die erfindungsgemäße stabile Öl-PTFE-Dispersion ist zu jeder Zeit leicht aufwirbelbar und hinsichtlich der Aufkonzentrierung auch leicht redispersierbar und führt zu einer hohen Stabilität im Schmierstoff und der Schmierstoffe, in denen sie eingesetzt ist.

**[0057]** Von besonderer Bedeutung für die vorliegende Erfindung ist die Bestrahlung der PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien. Diese muss so erfolgen, dass Perfluor-(peroxy-)Radikale und/oder COF- und/oder COOH-Gruppen als funktionelle Gruppen entstehen und in solcher Menge entstehen, dass eine kovalente/chemische Bindung der PTFE-Partikel mit den Doppelbindungen der ole-

finisch ungesättigten Öle oder Ölanteile über eine radikalische Kopplung realisiert wird.

**[0058]** Dazu ist eine ausreichende und vorteilhafterweise eine möglichst gleichmäßige Bestrahlung der PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien pro Volumeneinheit notwendig.

**[0059]** Um dies realisieren zu können, ist es vorteilhaft, die eingesetzten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien vor der Bestrahlung hinsichtlich ihrer Abmessungen zu homogenisieren. Dies kann beispielsweise durch Mahlung bis zu einem Feinpulver realisiert werden.

**[0060]** Eine derartige Homogenisierung ist umso wichtiger, je unterschiedlicher die Ausgangsmaterialien in ihren Abmessungen sind. Die erfindungsgemäß eingesetzten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien können aus kompaktiertem PTFE und/oder PTFE-Spänen bestehen, welche nach einer vorherigen Halbzeugproduktion oder spanender Verarbeitung von PTFE-Halbzeug aus der Ram-Extrusion ohne oder mit anschließender Halbzeug-Temperung als PTFE-Späneabfall mit nicht einheitlichen/definierten Geometrien und nicht einheitlicher Vorgeschichte anfallen. Diese PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien weisen folglich durch die verschiedenen Herstellungs- und Bearbeitungsverfahren (Sägen, Bohren, Drehen, Fräsen, Hobeln, Raspeln usw.) auch unterschiedliche PTFE-Spanformen und Materialdicken in den verschiedenen Dimensionen auf, was einen gravierenden Einfluss auf die Bestrahlung hinsichtlich Halbwertsdicke und Eindiffusion von Agenzien in das PTFE-Spaninnere und folglich auf die Eigenschaften des bestrahlten PTFE-Finalproduktes besitzt. Diese Probleme werden mit dem erfindungsgemäßen Verfahren gelöst.

**[0061]** Vorteilhaft ist der Einsatz von PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien aus der spanenden Verarbeitung mit mittleren Spandicken von 0,05 bis max. 2,0 mm, vorzugsweise von 0,1 bis 0,5 mm, die in einem Zerkleinerungsprozess, wie z. B. Schreddern und/oder Mahlprozess, zu Partikelgrößen von < 20 mm, vorzugsweise < 5 mm und besonders bevorzugt < 2 mm, verarbeitet werden.

**[0062]** Vorteilhaft ist auch der Einsatz möglichst sortenreiner PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien, möglichst ohne Füllstoffe, Verstärkungsstoffe und Additive. Sind Füllstoffe und/oder Verstärkungsstoffe in der PTFE-Abfall- oder der PTFE-Recyclatmischung vorhanden, sind die Schredder- und/oder Mahlprozesse entsprechend anzupassen. Vorteilhaft ist, den PTFE-Abfall oder solche Mischungen nach dem Bestrahlungsprozess erneut zu vermahlen. Dadurch werden Feinpulver erhalten und mechanisch/physikalisch eingemischte Fremdbestandteile im PTFE freigelegt.

**[0063]** Da bekanntermaßen das Durchdringungsvermögen von hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung aufgrund der Halbwertsdicke mit zunehmender Materialdicke und Materialmenge im Bestrahlungsgefäß abnimmt, kann die Bestrahlung leicht zu einer inhomogenen Verteilung der bestrahlten Materialien führen. Daher ist es vorteilhaft, kleinere Mengen in kleineren Behältern zu bestrahlen oder in einem kontinuierlichen Prozess eine kleinere Volumeneinheit zu bestrahlen. Vorteilhaft ist die Bestrahlung in einem Behälter in Tonnenform aus Edelstahl, der noch vorteilhafterweise gasdicht ausgeführt ist.

**[0064]** Vorteilhafterweise kann erfindungsgemäß die Bestrahlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlen und vorzugsweise mit Gammastrahlen in einem Behälter mit einer mittleren Schüttdichte zwischen 200 bis 800 g/dm<sup>3</sup>, vorzugsweise von 300 bis 600 g/dm<sup>3</sup>, durchgeführt werden. In den Bestrahlungsbehälter kann vorteilhafterweise ein Additiv als HF-Absorber, wie MgO, CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Mg(OH)<sub>2</sub>, Ca(OH)<sub>2</sub>, Al(OH)<sub>3</sub>, MgCO<sub>3</sub>, CaCO<sub>3</sub>, Aerosil, Kieselgur, Kieselgel, Glasmehl eingesetzt werden, womit das während der Bestrahlung entstehende HF aus dem Prozess separiert werden kann.

**[0065]** Dabei wurde festgestellt, dass die Art des eingesetzten Additivs einen direkten Einfluss auf die Konzentration an funktionellen Gruppen und die Radikalkonzentration im bestrahlten PTFE hat. Dabei haben sich CaO, CaCO<sub>3</sub> und Aerosil einen positiven Einfluss durch Erhöhung der Konzentration der funktionellen Gruppen und der Radikalkonzentration.

**[0066]** Das Additiv kann separat in einem Gefäß oder auch direkt den eingesetzten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien während der Zerkleinerung und/oder Homogenisierung zugegeben werden.

**[0067]** Die Atmosphäre im Bestrahlungsbehälter weist vorteilhafterweise Sauerstoff oder Sauerstoffanteile auf oder besteht aus Inertgas. Als Inertgas werden vorteilhafterweise Stickstoff und/oder Argon eingesetzt. Sie können auch im Gemisch mit einem oder mehreren Reaktivkomponenten im Konzentrationsbereich von 0,1 % bis 99,9 %, vorzugsweise 5 bis 70 % und weiterhin bevorzugt von 15 bis 30 % eingesetzt werden. Die Reaktivkomponente kann auch direkt als Atmosphäre in Substanz oder als Mischung von Reaktivkomponenten eingesetzt werden. Als Reaktivkomponente können Sauerstoff und/oder Schwefeldioxid und/oder Schwefeltrioxid und/oder Feuchtigkeit oder Wasserdampf eingesetzt werden. Vorteilhafterweise sollte der Feuchtigkeitsgehalt im Bestrahlungsgefäß mit eingesetzten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien < 5 Ma.-% und vorzugsweise < 1 Ma.-% und ganz bevorzugt < 0,1 Ma.-% betragen.

**[0068]** Die Bestrahlung kann vorteilhafterweise mit einer Strahlendosis von  $> 400$  bis  $10.000$  kGy, vorzugsweise von  $500$  bis  $1.000$  kGy mit einer Dosisleistung zwischen  $1$  bis  $10$  kGy/h und vorzugsweise zwischen  $4$  bis  $6$  kGy/h erfolgen. Ebenfalls vorteilhafterweise wird  $^{60}\text{Co}$ -Gamma-Strahlung eingesetzt.

**[0069]** Bei einer derartigen Bestrahlung der eingesetzten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien entstehen mittlere Radikalkonzentration von  $5 \cdot 10^{16}$  bis  $10^{20}$  Spin/g PTFE und vorzugsweise  $10^{17}$  bis  $5 \cdot 10^{18}$  Spin/g PTFE und ganz bevorzugt  $0,8$  bis  $3 \cdot 10^{18}$  Spin/g PTFE.

**[0070]** Nach der Bestrahlung kann das PTFE-Material vorteilhafterweise einer weiteren Homogenisierung durch Mahlung zu Feinpulver zugeführt werden.

**[0071]** Durch thermische Behandlung/Tempern, das aus dem Stand der Technik bekannt ist, kann die Radikalkonzentration auf  $0,8$  bis  $3 \cdot 10^{18}$  Spin/g PTFE eingestellt werden.

**[0072]** Daher kann vorteilhafterweise der Bestrahlungsbehälter auch beheizt sein.

**[0073]** Die Homogenisierung und reaktive Umsetzung der bestrahlten PTFE-Produkte erfolgt in speziellen, beheizbaren/temperierbaren Reaktionsbehältern. Hinsichtlich der Größe und Art der Reaktionsbehälter kann gesagt werden, dass

(a) bei kleinen Ansätzen (Laboransätze bis  $1$  kg Dispersion) die bestrahlten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien vorgelegt und das Öl oder Ölgemisch unter Rühren zugegeben, auf die vorgegebene Reaktionstemperatur erhitzt und dann unter mechanischer Beanspruchung durch Rühren reaktiv zur erfindungsgemäßen Öl-PTFE-Dispersion dispergiert und umgesetzt wird, oder

(b) bei größeren Ansätzen (kleintechnischer Maßstab  $> 1$  kg Dispersion oder in der Produktion) wird das Öl oder das Ölgemisch vorgelegt und unter Rühren die bestrahlten PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien zugegeben, die Mischung auf die vorgegebene Reaktionstemperatur erhitzt und dann unter mechanischer Beanspruchung durch Rühren reaktiv zur erfindungsgemäßen Öl-PTFE-Dispersion dispergiert und umgesetzt wird.

**[0074]** Für das erfindungsgemäße Verfahren ist es von Bedeutung, dass die Homogenisierung und reaktive Umsetzung unter mechanischer Beanspruchung, beispielsweise Scherung, durchgeführt wird. Dazu sind Vorrichtungen, wie beispielsweise Zahnscheibenrührer und/oder Ultra-Turrax-Rührer mit Umfangsgeschwindigkeiten von  $v_u \geq 15$  m/s, vorzugsweise  $v_u \geq 20$  m/s, und besonders bevorzugt  $v_u \geq 23$  m/s, einsetzbar.

**[0075]** Sofern flüchtige, gegebenenfalls auch toxische Bestandteile während der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung oder in einem anderen Verfahrensschritt entstehen, so müssen an sich bekannte Vorkehrungen zur Rückflusskühlung und/oder Abdestillation und/oder Separation dieser flüchtigen Substanzen getroffen werden.

**[0076]** Von besonderer Bedeutung für diese Erfindung ist, dass erstmals jede Art sowie unterschiedliche Arten auch als Mischungen von PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien zu einer stabilen Öl-PTFE-Dispersion verarbeitet und damit einer Wiederverwendung zugeführt werden können. Im Falle von verschmutzten, ungleichmäßig großen, gefüllten oder ungefüllten, ungleichen Arten von PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien ist eine umfangreichere Vorbereitung der PTFE-Materialien durchzuführen und unter Umständen auch zusätzliche, an sich bekannte, Verfahrensschritte in den Verfahrensablauf einzufügen.

**[0077]** Für hinsichtlich Größe, Art und Verschmutzung gleiche PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien kann das erfindungsgemäße Verfahren verkürzt und vereinfacht werden, indem beispielsweise nur ein Mahlschritt zur Verringerung der Partikelgröße erforderlich ist.

**[0078]** Der entscheidende Unterschied zu den bekannten Lösungen des Standes der Technik hinsichtlich Öl-PTFE-Dispersionen ist für die vorliegende Lösung hinsichtlich des Einsatzes von PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien gegeben. Der anteilige Einsatz von PTFE-Neuware ist erfindungsgemäß aber auch möglich. Weiterhin sind die bekannten Öl-PTFE-Dispersionen in den meisten Fällen des Standes der Technik lediglich physikalische Mischungen, bei denen keine kovalente Bindung zwischen den PTFE-Partikeln und Ölmolekülen und keine elektrostatische Aufladung der modifizierten PTFE-Partikel vorliegt, und die damit nicht stabil sind und zum Absetzen der PTFE-Partikel führen.

**[0079]** Die erfindungsgemäß hergestellte Öl-PTFE-Dispersion ist dagegen stabil und es kann auch auf den Einsatz von Dispersionshilfsmitteln oder Redispersierungsvorrichtungen verzichtet werden. Die Schmiermittel mit der erfindungsgemäß hergestellten Öl-PTFE-Dispersion bleiben aktiv und zirkulieren aktiv in einem Schmierstoffkreislaufsystem.

**[0080]** Die Dispersionsstabilität wird erreicht durch die kovalente/chemische Kopplung von Ölmolekülen an der PTFE-Partikeloberfläche und die elektrostatische Aufladung der PTFE-Partikel unter den Scherbedingungen während der Homogenisierung und reaktiven Umsetzung durch Ladungstrennung. Dieser Wirkmechanismus ist auch aus der DE 10 2007 055 927 bekannt.



**[0081]** Erste Untersuchungen an Öl-PTFE-Dispersionen allgemein mittels Akustophorese, die als einzige Methode zur Bestimmung/Messung der ladungscharakterisierenden Größe von Dispersionen mit höheren Partikelkonzentrationen (Einsatz im Konzentrationsbereich von 1 bis 60 %) zur Verfügung steht, haben ein Potenzial von  $-600$  bis  $-700$  mV ergeben, das analytisch belegt, dass die PTFE-Partikel eine negative Ladung aufweisen. Die Messung der elektrophoretischen Partikelwanderung im elektrischen Feld ist bei den PTFE-Partikel-Konzentrationen, die in den Öl-PTFE-Dispersionen vorliegen, nicht möglich.

**[0082]** Die elektrostatischen Ladungen in Kombination mit den funktionellen Gruppen haben sich in verschiedenen tribologischen Anwendungen als sehr vorteilhaft erwiesen. Die PTFE-Partikel gehen durch die Aufladung der PTFE-Partikel verstärkte Wechselwirkungen mit der Substratoberfläche ein, die durch die Reaktion/Kopplung der funktionellen COF- und/oder COOH-Gruppen an der PTFE-Partikeloberfläche mit der Metall- oder Metalloxidschicht an der Substratoberfläche durch Salzbindungen zusätzlich verstärkt werden. Gleichzeitig wirkt das PTFE als Verdickeragens und bindet Öl in dieser Grenzschicht. Die vorteilhaften Eigenschaften hinsichtlich der verbesserten Festschmierstoffwirkung basieren auf diesen, sich komplex überlagernden Wirkmechanismen.

**[0083]** Die geladenen und modifizierten PTFE-Partikel lagern sich – bildlich gesprochen – auf der Metall-(oxid-)Oberfläche als „Erdungs- oder Gegenpol“ an, was die Brugger- und die VKA-Untersuchungen allgemein unterstützen.

**[0084]** Die erfindungsgemäß hergestellten stabilen Öl-PTFE-Dispersionen sind vorteilhaft vor allem als Schmierstoffe in langsam laufenden Aggregaten, dass heißt bei niedrigen Gleitgeschwindigkeiten, einsetzbar.

**[0085]** Ebenso können die erfindungsgemäß hergestellten stabilen Öl-PTFE-Dispersionen auch in Fetten eingesetzt werden.

**[0086]** Zusammenfassend zur Wirkung wird unter den Bedingungen der Festkörperreibung zwar das Öl im Spalt verdrängt, jedoch wirken die PTFE-Partikel mit den antiadhäsiven Eigenschaften als Festschmierstoffkomponente im Reibspalt zur Senkung von Reibung und Verschleiß. Zusätzlich kommen im PTFE die durch Modifizierung in Gegenwart von Sauerstoff generierten (Carbonylfluorid- und/oder Carbonsäure-)Gruppen unter Druck zwischen den Komponentenoberflächen zur Wirkung, so dass sich vorteilhaft in der Reibfläche ein chemisch gekoppelter, gleitreibungsvermittelnder PTFE-Film ausbildet. Dieser PTFE-Film wird unterstützend und vorteilhaft an der Oberfläche der Reibpartner über zusätzliche

Salzbindungen fixiert, die sich durch Reaktion der funktionellen Gruppen ausbilden.

**[0087]** Nachfolgend wird die Erfindung an mehreren Ausführungsbeispielen näher erläutert. Für alle Beispiele ist ein Bestrahlungsbehälter aus Edelstahl in Tonnenform eingesetzt worden, welcher gasdicht ausgeführt ist, und eine Blechstärke von 1,25 mm aufweist.

#### Beispiel 1

**[0088]** PTFE-Späne/Abfälle (PTFE\*) aus der spannenden Bearbeitung mit einer Spandicke von 0,2 bis 0,5 mm werden in einer Kunststoffschneidmühle (D2-05, Fa. Wanner-Technik GmbH) grob gemahlen (Partikelgröße  $< 1$  mm) und in einen 35 l Edelstahlbehälter abgefüllt. Nach Zugabe des HF-Absorbers (CaO) in einem Gefäß mit semipermeablem Deckel wird der Behälter verschlossen, evakuiert ( $p = 50000$  Pa) und danach Sauerstoff eingeleitet.

**[0089]** Der Behälter wird gasdicht verschlossen und die PTFE-Abfälle mit 500 kGy  $^{60}\text{Co}$  Gamma bestrahlt.

**[0090]** Nach der Bestrahlung wird der Behälter erneut evakuiert, mit Luft befüllt und geöffnet. Das bestrahlte PTFE\*-Mahlgut (I) wird in einer Rotorschneidmühle (Fa. Fritsch, Pulverisette 14) zu PTFE\*-Feinpulver (I) mit Korngrößen  $< 50$   $\mu\text{m}$  vermahlen. Dieses PTFE\*-Feinpulver (I) wird für die Herstellung der Öl-PTFE\*-Dispersionen eingesetzt.

**[0091]** In einem 250 ml Dreihalskolben mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung, einem Ultra-Tur-rax und einem kurzen Rückflusskühler mit Bunsenventil werden 15 g PTFE\*-Feinpulver (I) und 135 g Esteröl (Synative TMP 05) (10 Ma.-% PTFE\* im Öl) vorgelegt und 5 min unter Stickstoffspülung bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 5 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt.

**[0092]** Nach dem Abkühlen verdichtet sich die Öl-PTFE\*-Dispersion über Nacht ohne Sedimentation des PTFE\*.

#### IR-Analyse:

**[0093]** 10 ml der homogenisierten Dispersion werden abgenommen und 5 Mal mit Benzin unter Rühren bei 50 °C extrahiert (rühren, absaugen, mit Benzin waschen), dann abgesaugt, mit Aceton und Methanol gewaschen und getrocknet. Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind die Banden von Synative TMP 05 neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0094]** Während das reine Synative-Öl Brugger-Werte von 24 bis 28 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*-Dispersion mit 10 Ma.-% an PTFE\* auf 183 bis 205 MPa, während die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE\* 123 bis 135 MPa betragen.

Beispiel 2

**[0095]** 15 g des gemäß Beispiel 1 hergestellten PTFE\*-Feinpulvers (I) werden mit 135 g Polyalpha-olefin(PAO)-Öl in dem Behälter vorgelegt und 5 min unter Stickstoffspülung bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 6 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt. Nach dem Abkühlen verdichtet sich die Öl-PTFE\*-Dispersion über Nacht ohne Sedimentation des PTFE\*.

IR-Analyse (Aufarbeitung analog Beispiel 1):

**[0096]** Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind die Banden des PAO neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0097]** Während das reine PAO-Öl Brugger-Werte von 22 bis 25 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die PAO-PTFE\*-Dispersion mit 10 Ma.-% an PTFE\* auf 210 bis 235 MPa, während die Brugger-Werte für die PAO-PTFE\*-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE\* 145 bis 155 MPa betragen.

Beispiel 3

**[0098]** In einem 250 ml Dreihalskolben mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung, einem Zahnscheibenrührer und einem kurzen Rückflusskühler mit Bunsenventil werden 15 g PTFE\*-Feinpulver (I) und 135 g Allylpolyglycol (A32/550, Clariant) vorgelegt und 5 min unter Stickstoffspülung bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wird unter Rühren auf 125 °C Innentemperatur erwärmt und 10 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt. Nach dem Abkühlen verdichtet sich die Öl-PTFE\*-Dispersion über Nacht ohne sichtbare Sedimentation des PTFE\*.

IR-Analyse:

**[0099]** 10 ml der homogenisierten Dispersion werden abgenommen und 5 Mal mit Methanol unter Rühren bei 50 °C extrahiert (rühren, absaugen, mit Methanol waschen), dann abgesaugt, mit Aceton und Methanol gewaschen und getrocknet. Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind die Banden

von Polyglycol neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0100]** Während das reine A32/550-Öl Brugger-Werte von 25 bis 27 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die A32/550-Öl-PTFE\*-Dispersion mit 10 Ma.-% an PTFE\* auf 153 bis 165 MPa, während die Brugger-Werte für die A32/550-Öl-PTFE\*-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE\* 93 bis 105 MPa betragen.

Beispiel 4

**[0101]** In einem 2,5 l Doppelmantelgefäß mit Deckel mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung und mit einem Ultra-Turrax (T50basic, Fa. IKA) werden 1230 g Esteröl (Synative TMP 05) vorgelegt und unter langsamen Rühren 270 g PTFE\*-Feinpulver (I) zugegeben. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 6 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt. Nach dem Abkühlen wird die Öl-PTFE\*-Dispersion in einen PE-Kanister abgefüllt. Beim Stehen über Nacht zeigte sich, dass sich die Öl-PTFE\*-Dispersion ohne Sedimentation des PTFE\* verdichtet hat.

IR-Analyse (Aufarbeitung analog Beispiel 1):

**[0102]** Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind die Banden des Synative TMP 05 Esteröls neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0103]** Während das reine Synative-Öl Brugger-Werte von 24 bis 28 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*-Dispersion mit 18 Ma.-% an PTFE\* auf 243 bis 265 MPa, während die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE\* analog zu Beispiel 1 im Bereich von 125 bis 133 MPa liegen.

Beispiel 5

**[0104]** PTFE-Späne/Abfälle (PTFE\*\*, enthält 20 Ma.-% PTFE mit 2 Ma.-% MoS<sub>2</sub> modifiziert) aus der spanenden Bearbeitung mit einer Spandicke von 0,2 bis 0,5 mm werden in einer Kunststoffschneidmühle (D2-05, Fa. Wanner-Technik GmbH) grob gemahlen (Partikelgröße < 1 mm) und in einen 35 l Edelstahlbehälter abgefüllt.

**[0105]** Nach Zugabe des HF-Absorbers (CaCO<sub>3</sub>) in einem Gefäß mit semipermeablem Deckel wird der Behälter gasdicht verschlossen und das PTFE\*\* mit 750 kGy <sup>60</sup>Co Gamma bestrahlt.

**[0106]** Nach der Bestrahlung wird der Behälter evakuiert, mit Luft befüllt und geöffnet. Das bestrahlte PTFE\*\*-Mahlgut (II) wird in einer Rotorschnellmühle (Fa. Fritsch, Pulverisette 14) zu PTFE\*\*-Feinpulver (II) mit Korngrößen < 50 µm vermahlen. Dieses PTFE\*\*-Feinpulver (II) wird für die Herstellung der Öl-PTFE\*\*-Dispersionen eingesetzt.

**[0107]** In einem 250 ml Dreihalskolben mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung, einem Ultra-Turrax und einem kurzen Rückflusskühler mit Bunsenventil werden 30 g PTFE\*\*-Feinpulver (II) und 120 g Esteröl (Synative TMP 05) (20 Ma.-% PTFE\*\*(II) im Öl) vorgelegt und 5 min unter Stickstoffspülung bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 5 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt. Nach dem Abkühlen verdichtet sich die Öl-PTFE\*\*-Dispersion über Nacht ohne Sedimentation des PTFE\*\*. Aufgrund der höheren PTFE\*\*-Konzentration ist die überstehende Ölschicht über der verdichteten Dispersion geringer als in Beispiel 1.

IR-Analyse (Durchführung analog zu Beispiel 1):

**[0108]** Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind analog zu Beispiel 1 die Banden von Synative TMP 05 neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0109]** Während das reine Synative-Öl Brugger-Werte von 24 bis 28 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*\*-Dispersion mit 20 Ma.-% an PTFE\*\* auf 263 bis 295 MPa. Die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*\*-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE\*\* fallen mit 138 bis 162 MPa etwas höher aus als in Beispiel 1 und 4.

Beispiel 6

**[0110]** In einem 2,5 l Doppelmantelgefäß mit Deckel mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung und mit einem Ultra-Turrax (T50basic, Fa. IKA) werden 1230 g PAO-Öl vorgelegt und unter langsamen Rühren 270 g PTFE\*\*-Feinpulver (II) zugegeben. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 8 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt. Nach dem Abkühlen wird die Öl-PTFE\*\*-Dispersion in einen PE-Kanister abgefüllt. Beim Stehen über Nacht zeigte sich, dass sich die Öl-PTFE\*\*-Dispersion ohne Sedimentation des PTFE\*\* verdichtet hat. Aufgrund der höheren PTFE\*\*-Konzentration ist die überstehende PAO-Ölschicht über der verdichteten Dispersion geringer als in Beispiel 3.

IR-Analyse (Aufarbeitung analog Beispiel 2):

**[0111]** Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind die Banden des PAO neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0112]** Während das reine PAO-Öl Brugger-Werte von 22 bis 25 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die PAO-PTFE\*\*-Dispersion mit 18 Ma.-% an PTFE\*\* auf 290 bis 335 MPa. Die Brugger-Werte für die PAO-PTFE\*\*-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE\*\* fallen mit 158 bis 175 MPa etwas höher aus als in Beispiel 2.

Beispiel 7

**[0113]** In einer 200 l (beheizbaren Doppelwand-) Kesselanlage mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung und mit einem integrierten Ultra-Turrax (ULTRA TURRAX Inline Typ UTL 2000/05-IKA, Fa. IKA) werden 90 kg Esteröl (Synative TMP 05) vorgelegt und unter langsamen Rühren 30 kg PTFE\*\*-Feinpulver (II) zugegeben. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 10 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren über Nacht abgekühlt. Nach dem Abkühlen wird die Öl-PTFE\*\*-Dispersion in PE-Kanister abgefüllt. Beim Stehen zeigte sich, dass sich die Öl-PTFE\*\*-Dispersion ohne Sedimentation des PTFE\*\* verdichtet.

IR-Analyse (Aufarbeitung analog Beispiel 1):

**[0114]** Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind die Banden des Synative TMP 05 Esteröls neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0115]** Während das reine Synative-Öl Brugger-Werte von 24 bis 28 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*\*-Dispersion mit 20 Ma.-% an PTFE\*\* aus dem Kesselansatz auf 255 bis 283 MPa, während die Brugger-Werte für die Öl-PTFE\*\*-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE\*\* analog zu Beispiel 1 im Bereich von 125 bis 133 MPa liegen.

Beispiel 8

**[0116]** PTFE-Späne/Abfälle (PTFE\*\*\*, enthält 10 Ma.-% PTFE mit 15 Ma.-% Glasfaser modifiziert) aus der spanenden Bearbeitung mit einer Spandicke von 0,1 bis 0,7 mm werden in einer Kunststoffschneidmühle (D2-05, Fa. Wanner-Technik GmbH) grob gemahlen (Partikelgröße < 1 mm) und in einen 35 l Edelstahlbehälter abgefüllt.

**[0117]** Nach Zugabe des HF-Absorbers (Glasmehl) in einem Gefäß mit semipermeablem Deckel wird der Behälter gasdicht verschlossen und das PTFE<sup>\*\*\*</sup> mit 600 kGy <sup>60</sup>Co Gamma bestrahlt.

**[0118]** Nach der Bestrahlung wird der Behälter evakuiert, mit Luft befüllt und geöffnet. Das bestrahlte PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Mahlgut (III) wird in einer Rotorschnellmühle (Fa. Fritsch, Pulverisette 14) zu PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Feinpulver (III) mit Korngrößen < 50 µm vermahlen. Dieses PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Feinpulver (III) wird für die Herstellung der Öl-PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Dispersion eingesetzt.

**[0119]** In einem 250 ml Dreihalskolben mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung, einem Ultra-Turax und einem kurzen Rückflusskühler mit Bunsenventil werden 30 g PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Feinpulver (III) und 120 g Esteröl (Synative TMP 05) (20 Ma.-% PTFE<sup>\*\*\*</sup>(III) im Öl) vorgelegt und 5 min unter Stickstoffspülung bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 5 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt. Nach dem Abkühlen verdichtet sich die Öl-PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Dispersion über Nacht ohne Sedimentation des PTFE<sup>\*\*\*</sup>. Dagegen sedimentiert der Glasfaseranteil, der zu Glasmehl zerkleinert wurde. Durch leichtes/vorsichtiges Rühren wird die Öl-PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Dispersion redispersiert, der Rührer abgestellt und die überstehende Öl-PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Dispersion über dem Glasmehl vorsichtig (ohne das Glasmehl) abgesaugt. Die Öl-PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Dispersion verdichtet sich beim Stehen wieder ohne PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Sedimentation. Aufgrund der höheren PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Konzentration ist die überstehende Ölschicht über der verdichteten Dispersion geringer als in Beispiel 1.

IR-Analyse (Durchführung analog zu Beispiel 1):

**[0120]** Im IR-Spektrum des extrahierten Rückstandes sind analog zu Beispiel 1 die Banden von Synative TMP 05 neben den sehr starken PTFE-Absorptionen nachweisbar.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0121]** Während das reine Synative-Öl Brugger-Werte von 24 bis 28 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die Öl-PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Dispersion mit 20 Ma.-% an PTFE<sup>\*\*\*</sup> auf 242 bis 250 MPa. Die Brugger-Werte für die Öl-PTFE<sup>\*\*\*</sup>-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE<sup>\*\*\*</sup> besitzen mit 120 bis 132 MPa ähnliche Werte wie die Beispiele 1 und 4.

Beispiel 9

**[0122]** Kohlenstofffaserverstärkte PTFE-Späne/Abfälle (PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>, enthält 15 Ma.-% Kohlenstofffaser) aus der spanenden Bearbeitung mit einer Spandicke von 0,3 bis 0,5 mm werden in einer Kunststoffschneidmühle (D2-05, Fa. Wanner-Technik GmbH)

grob gemahlen (Partikelgröße < 1 mm) und in einen 35 l Edelstahlbehälter abgefüllt. Nach Zugabe des HF-Absorbers (CaCO<sub>3</sub>) in einem Gefäß mit semipermeablem Deckel wird der Behälter gasdicht verschlossen und das PTFE<sup>\*\*\*\*</sup> mit 700 kGy <sup>60</sup>Co Gamma bestrahlt.

**[0123]** Nach der Bestrahlung wird der Behälter evakuiert, mit Luft befüllt und geöffnet. Das bestrahlte PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Mahlgut (IV) wird in einer Rotorschnellmühle (Fa. Fritsch, Pulverisette 14) zu PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Feinpulver (IV) mit Korngrößen < 20 µm vermahlen. Dieses PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Feinpulver (IV) wird für die Herstellung der Öl-PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Dispersion eingesetzt.

**[0124]** In einem 250 ml Dreihalskolben mit Reinststickstoff-Begasung/Gaszuführung, einem Ultra-Turax und einem kurzen Rückflusskühler mit Bunsenventil werden 30 g PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Feinpulver (IV) und 120 g Esteröl (Synative TMP 05) (20 Ma.-% PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>(IV) im Öl) vorgelegt und 5 min unter Stickstoffspülung bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend wird unter Rühren auf 130 °C Innentemperatur erwärmt und 6 Stunden intensiv gerührt. Die Dispersion wird unter Rühren abgekühlt. Nach dem Abkühlen verdichtet sich die Öl-PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Dispersion über Nacht ohne Sedimentation des PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>. Dagegen sedimentiert der Kohlenstofffaseranteil, der zu Kohlenstoffpulver zerkleinert wurde. Durch leichtes/vorsichtiges Rühren wird die Öl-PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Dispersion redispersiert, der Rührer abgestellt und die überstehende, noch schwarz gefärbte Öl-PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Dispersion über dem sedimentierten Kohlenstoffpulver vorsichtig abgesaugt. Die Öl-PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Dispersion verdichtet sich beim Stehen wieder ohne PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Sedimentation. Aufgrund der höheren PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Konzentration ist die überstehende Ölschicht über der verdichteten Dispersion geringer als in Beispiel 1.

Tribologie – Bestimmung der Brugger-Werte:

**[0125]** Während das reine Synative-Öl Brugger-Werte von 24 bis 28 MPa aufweist, erhöhen sich die Brugger-Werte für die Öl-PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Dispersion mit ca. 17 Ma.-% an PTFE<sup>\*\*\*\*</sup> auf 192 bis 225 MPa. Die Brugger-Werte für die Öl-PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>-Dispersion mit 3 Ma.-% an PTFE<sup>\*\*\*\*</sup> besitzen mit 115 bis 130 MPa ähnliche Werte wie die Beispiele 1, 4 und 8.

Beispiel 10

**[0126]** Bronzepulvergefüllte PTFE-Späne/Abfälle (PTFE<sup>\*\*\*\*</sup>, enthält 30 Ma.-% Bronzepulver) aus der spanenden Bearbeitung mit einer Spandicke von 0,5 bis 0,8 mm werden in einer Kunststoffschneidmühle (D2-05, Fa. Wanner-Technik GmbH) gemahlen (Partikelgröße < 0,5 mm) und in einen 35 l Edelstahlbehälter abgefüllt. Nach Zugabe des HF-Absorbers (CaCO<sub>3</sub>) in einem Gefäß mit semipermeablem Deckel

wird der Behälter gasdicht verschlossen und das PTFE\*\*\*\*\* mit 1000 kGy  $^{60}\text{Co}$  Gamma bestrahlt.

**[0127]** Nach der Bestrahlung wird der Behälter evakuiert, mit Luft befüllt und geöffnet. Das bestrahlte PTFE\*\*\*\*\*-Mahlgut (V) wird in einer Mahl- und Sichteranlage zu PTFE\*\*\*\*\*-Feinpulver (IV) mit Korngrößen  $< 20 \mu\text{m}$  vermahlen und gleichzeitig vom Bronzeanteil getrennt. Dieses PTFE\*\*\*\*\*-Feinpulver (V) wird für die Herstellung der Öl-PTFE\*\*\*\*\*-Dispersion eingesetzt.

**[0128]** Die Herstellung der Öl-PTFE\*\*\*\*\*-Dispersion erfolgt analog Beispiel 1. Es werden vergleichbare Ergebnisse zu Beispiel 1 erhalten.

**ZITATE ENHALTEN 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**

- FR 2857373 A1 [0004]
- JP 11021577 A [0006]
- DE 3642617 C1 [0007]
- RU 2212418 C1 [0009]
- DE 10351812 A1 [0011]
- DE 10351813 A1 [0011]
- DE 102004016876 A1 [0011]
- DE 102007055927 A1 [0012, 0012]
- DE 10351812 [0013]
- DE 10351813 [0013]
- DE 102004016876 [0013]
- DE 102007055927 [0080]

**Zitierte Nicht-Patentliteratur**

- M. G. Ivanov et al., Ural. Gos. Tekh. Univ. UPI, Yekaterinburg, Russia. Trenie i Iznos (2004), 25(1), S. 99–103 [0005]
- A. Heger, „Technologie der Strahlenchemie von Polymeren“, Hanser-Verlag München Wien, ISBN 3-446-15630-5 [0015]
- D.-W. Lee, Kunststoffe 84 (1994) 277–280 [0016]

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung von stabilen Öl-PTFE-Dispersionen, 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.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem PTFE-Abfall- und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Füllstoffen und/oder Verstärkungstoffen und/oder Additiven eingesetzt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem als PTFE-Abfall-Materialien PTFE-Abfälle aus der spanenden Bearbeitung von PTFE-Teilen, Abfälle aus der PTFE-Bandherstellung oder aus der PTFE-Formteilherstellung eingesetzt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem als PTFE-Recyclat-Materialien PTFE-Abfälle aus verschlissenen oder zerstörten Formteilen eingesetzt werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien für eine Bearbeitung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung durch magnetische Abscheidung, Zerkleinerung, wie Schreddern oder Mahlen, Waschen, Trocknen auf die Bestrahlung vorbereitet werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Gammastrahlung oder Röntgenstrahlung behandelt werden.

7. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung mit einer Strahlendosis von > 400 bis 10000 kGy, vorteilhafterweise von 500 bis 1000 kGy, durchgeführt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einem gasdichten Behälter durchgeführt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung unter Sauerstoff oder Sauerstoffanteilen in der Atmosphäre oder unter Inertgasatmosphäre durchgeführt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einer Stickstoff- und/oder Argonatmosphäre durchgeführt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einer Atmosphäre durchgeführt wird, die Reaktivkomponente in einem Konzentrationsbereich von 0,1 bis 99,9 Vol.-%, vorteilhafterweise in einem Bereich von 5,0 bis 70,0 Vol.-%, noch vorteilhafterweise in einem Bereich von 15,0 bis 30,0 Vol.-% enthält.

12. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Behandlung mit hochenergetischer elektromagnetischer Strahlung in einer Atmosphäre durchgeführt wird, die als Reaktivkomponente Sauerstoff und/oder Schwefeldioxid und/oder Schwefeltrioxid und/oder Feuchtigkeit/Wasserdampf enthält.

13. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem Öle oder Ölgemische mit einem Anteil von 5 bis 95 Ma.-% an olefinisch ungesättigten Ölen eingesetzt werden.

14. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem maximal 50 Ma.-%, vorteilhafterweise 0,1 bis 30 Ma.-%, an bestrahlten PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Öl oder Ölgemischen homogenisiert werden.

15. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem 5 bis 30 Ma.-% an bestrahlten PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Öl oder Ölgemischen homogenisiert werden, die reines PTFE oder teilweise oder vollständig gefülltes und/oder verstärktes und/oder additiviertes PTFE enthalten.

16. Verfahren nach Anspruch 15, bei dem bestrahlten PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien eingesetzt werden, die als Füll- und/oder Verstärkungstoffe und/oder Additive Glasfasern, Glasmehl, Glaskugeln, Kohlenstofffasern, Hartbrandkohle, Bronzepulver, Ruß, Graphit, MoS<sub>2</sub>, Kunststoffpulver, wie Polyamidpulver, PPE-Pulver, PEEK-Pulver, Polysulfonpulver, PPS-Pulver, Polyamidimidpulver, Polyetherimidpulver, Polyimidpulver, enthalten.

17. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Homogenisierung der PTFE-Abfall-Materialien und/oder PTFE-Recyclat-Materialien mit Öl oder Ölgemischen mittels Ultra-Turrax-Rührern oder Zahnscheibenrührern durchgeführt wird.

18. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die mechanische Beanspruchung durch Rühren oder Scheren, vorteilhafterweise mit einer Schereinwirkung von mindestens 15 m/s Umfangsgeschwindigkeit, realisiert wird.

19. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem der PT-FE-Öl-Dispersion weitere Öle oder Ölgemische und/oder mit Öl mischbare und/oder Wasser und/oder Lösungsmittel zugemischt und homogenisiert werden.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen