



(10) **DE 10 2012 200 684 A1** 2013.07.18

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2012 200 684.2**

(22) Anmeldetag: **18.01.2012**

(43) Offenlegungstag: **18.07.2013**

(51) Int Cl.: **C08L 27/22** (2012.01)

C08L 27/18 (2012.01)

C08L 51/00 (2012.01)

C08J 3/28 (2012.01)

C08J 3/03 (2012.01)

C08K 5/10 (2012.01)

C08K 5/523 (2012.01)

C10M 107/38 (2012.01)

C10M 109/02 (2012.01)

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

DE 10 2010 038 286 A1

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Arylphosphat-PTFE-Dispersion und Verfahren zu ihrer Herstellung**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Polymerchemie und betrifft Arylphosphat-PTFE-Dispersionen, wie sie beispielsweise als Hydrauliköl zur Anwendung kommen können.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Arylphosphat-PTFE-Dispersion abzugeben, die die Gleitreibung und den Verschleiß bei tribologischen Anwendungen absenkt.

Die Aufgabe wird gelöst durch eine Arylphosphat-PTFE-Dispersion, bestehend aus strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierten PTFE-Partikeln in Arylphosphat oder in einem Arylphosphat-Gemisch, bei dem nach einer reaktiven Umsetzung in einer Dispersion Arylphosphat(e) an die PTFE-Partikeloberfläche kovalent/chemisch gekoppelt vorliegen und die PTFE-Partikel negativ geladen sind.

Die Aufgabe wird weiterhin gelöst durch ein Verfahren, bei dem strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierte PTFE-Partikel mit persistenten Perfluor-(peroxy-)radikalen und/oder funktionellen Gruppen in Form von Carbonylfluorid- und/oder Carbonsäuregruppen und/oder Perfluoralkylen-Gruppen in Arylphosphat oder in einem Arylphosphatgemisch, wobei an mindestens einem Arylphosphat koppelungsaktive Gruppen vorhanden sind und/oder während der reaktiven Dispergierung in-situ gebildet werden, unter mechanischer Beanspruchung reaktiv dispergiert werden.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Polymerchemie und betrifft Arylphosphat-PTFE-Dispersionen, wie sie beispielsweise als Schmierstoff, als Additiv in Schmierstoffen und Kunststoffen oder als Dispersion oder als Hydrauliköl in Hydraulikanlagen im Maschinenbau, in der Fahrzeugtechnik oder in der Luft- und Raumfahrttechnik zur Anwendung kommen können.

[0002] Bekannt sind aus der DE 10 2007 055 927 A1 langzeitstabile Öl-PTFE-Dispersion, die beispielsweise in Getrieben oder Lagern zum Einsatz kommen können. Diese Öl-PTFE-Dispersion bestehen aus PTFE-Partikeln und einem einfach oder mehrfach olefinisch ungesättigtem Öl auf Kohlenwasserstoffbasis, wobei Moleküle des olefinisch ungesättigten Öles an PTFE-(Primär-)Partikeloberflächen über Radikalreaktionen kovalent/chemisch gekoppelt sind, eine permanente Ladungstrennung zwischen den PTFE-Partikeloberflächen und den gekoppelten Ölmolekülen und eine feine Dispergierung der PTFE-Partikel im Öl oder Ölgemisch vorliegt. Hergestellt werden diese langzeitstabilen Öl-PTFE-Dispersionen, indem modifizierte PTFE-(Emulsions-)Polymere mit persistenten Perfluor-(peroxy-)radikalen gemeinsam mit einem olefinisch ungesättigten Öl gemischt und nachfolgend die modifizierten PTFE-(Emulsions-)Polymere einer mechanischen Beanspruchung unterworfen werden.

[0003] Weiterhin ist aus der DE 103 51 813 A1 ein radikalisch gekoppeltes PTFE-Polymer-Pulver bekannt, welches aus strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierten PTFE-Pulvern besteht, an deren Partikeloberfläche Homo-, Co- oder Ter-Polymere über eine reaktive Umsetzung in Dispersion oder in Substanz radikalisch gekoppelt sind. Hergestellt wird ein solches Pulver, indem PTFE-Pulver mit reaktiven Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikal-Zentren nach einer strahlenchemischen und/oder plasmachemischen Modifizierung in Dispersion oder in Substanz unter Zugabe von polymerisierbaren, olefinisch ungesättigten Monomeren reaktiv umgesetzt werden, wobei während der reaktiven Umsetzung eine Polymeraufbaureaktion realisiert wird.

[0004] Aus der DE 103 51 812 A1 sind modifizierte Perfluor-Kunststoffe bekannt, die aus modifizierten Perfluorpolymeren bestehen, deren Oberfläche gleichzeitig -COOH- und/oder -COF-Gruppen und reaktive Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikal-Zentren aufweisen, wobei über die Gruppen und/oder an die Zentren weitere niedermolekulare und/oder oligomere und/oder polymere Substanzen und/oder olefinisch ungesättigte Monomere und/oder Oligomere und/oder Polymere gekoppelt sind. Hergestellt werden diese Kunststoffe, indem modifizierte Perfluorpolymere, die gleichzeitig -COOH- und/oder -COF-Gruppen

und reaktive Perfluoralkyl-(peroxy-) Radikal-Zentren aufweisen, durch Substitutionsreaktionen und/oder durch Additionsreaktionen und/oder durch Radikalreaktionen reaktiv mit weiteren Substanzen umgesetzt werden.

[0005] Und weiterhin sind aus der DE 10 2004 016 876 A1 radikalisch gekoppelte Perfluorpolymer-Polymer-Materialien bekannt, die aus Perfluorpolymeren bestehen, an deren Perfluorpolymerketten olefinisch ungesättigte Monomere und/oder Makromere und/oder Oligomere und/oder Polymere in Dispersion über eine reaktive Umsetzung chemisch radikalisch gekoppelt sind. Hergestellt werden diese Materialien, indem Perfluorpolymere mit persistenten aktiven oder reaktivierbaren Perfluoralkyl-(peroxy-)Radikalen und/oder Radikalen aus thermisch zerfallenen Gruppen, die nicht aus einem Bestrahlungsprozess und/oder einer Plasmabehandlung stammen, in Dispersion unter Zugabe von olefinisch ungesättigten Monomer(en) und/oder Makromer(en) und/oder Oligomer(en) und/oder Polymer(en) reaktiv umgesetzt werden.

[0006] Aus der DE 69 209 168 T2 sind weiterhin organische Phosphate und deren Herstellung bekannt. Diese organischen Phosphate sollen als Verschleißhemmer in Treibstoffen, Schmiermitteln und funktionellen Fluids auf Ölbasis eingesetzt werden.

[0007] Gemäß der GB-A-1,146,173 sind Triarylphosphate bekannt, die durch Umsetzung eines Phenols mit einem Alkylierungsgagens in einer ersten Stufe und die folgende Umsetzung des Gemisches aus alkyliertem und noch enthaltenem nichtalkyliertem Phenol mit einem phosphorylierenden Mittel in einer zweiten Stufe hergestellt werden. Sie werden als Weichmacher, in der Formulierung von hydraulischen oder anderen funktionellen Fluids, als Zündsteuerungsmittel oder als andere Additive für Treibstoffe, sowie als EP-Additiv (EP – extreme pressure) oder andere Additive für Schmiermittel geeignet sind.

[0008] Nachteilig bei den bekannten Lösungen ist, dass Arylphosphate den tribologischen Anforderungen im jeweiligen Einsatzgebiet nicht ausreichend entsprechen können.

[0009] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Arylphosphat-PTFE-Dispersion abzugeben, die die Gleitreibung und den Verschleiß bei tribologischen Anwendungen absenkt, und ein Verfahren zur Herstellung einer solchen Dispersion, welches einfach und kostengünstig realisierbar ist.

[0010] Die Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen angegebene Erfindung gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche.

[0011] Die erfindungsgemäße Arylphosphat-PTFE-Dispersion besteht aus strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierten PTFE-Partikeln in Arylphosphat oder in einem Arylphosphat-Gemisch, bei dem nach einer reaktiven Umsetzung in einer Dispersion Arylphosphat(e) an die PTFE-Partikeloberfläche kovalent/chemisch gekoppelt vorliegen und die PTFE-Partikel negativ geladen sind.

[0012] Vorteilhafterweise liegen Arylphosphat(e) an der PTFE-Partikeloberfläche über Radikalreaktionen und/oder Substitutionsreaktionen und/oder Additionsreaktionen kovalent/chemisch gekoppelt vor.

[0013] Ebenfalls vorteilhafterweise liegen Arylphosphat(e) an der PTFE-Partikeloberfläche über Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindungen und/oder über Kohlenstoff-Stickstoff-Kohlenstoff-Bindungen als Amin- und/oder Imin- und/oder Amid- und/oder Imid-Gruppe und/oder über Kohlenstoff-Sauerstoff-Kohlenstoff-Bindungen als Ether- und/oder Estergruppe und/oder über Kohlenstoff-Schwefel-Kohlenstoff-Bindungen als Thioether- und/oder Thioester-Gruppe kovalent/chemisch gekoppelt vor.

[0014] Weiterhin vorteilhafterweise liegen 50 Ma.-% bis 0,1 Ma.-% PTFE in der Dispersion vor.

[0015] Vorteilhaft ist es auch, wenn als gekoppelte (s) Arylphosphat(e)

$$\text{PTFE}\{-\text{X}-\text{Ar}^1-\text{O}-[\text{PO}(-\text{O}-\text{Ar}^2)-\text{O}-\text{Ar}^3-\text{O}]_m-\text{PO}(-\text{O}-\text{Ar}^4)(-\text{O}-\text{Ar}^5)\}_n$$

mit Ar¹, Ar³... Phenylen, Arylen, vorteilhafterweise Bis-Phenylen-A, Bis-Phenylen-F, O x y-bis-phenylen, Bis-Phenylensulfon, Bis-Phenylensulfid, Diphenylene, substituierte Phenylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenylene, und/oder substituierte Arylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Arylene,

Ar², Ar⁴, Ar⁵... Phenyl, Aryl = substituierte Phenyle, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenyle

X... C-C-Bindung als direkte C_{PTFE}-C_{Alkyl}-Bindung und/oder C-N-C-Bindung als Amin ([-NR-] und/oder [-NR-R*]) und/oder Imin ([=N-] und/oder [=N-R*]) und/oder Amid ([-CO-NR-] und/oder [-CO-NR-R*]) und/oder [-NR-CO-] und/oder [-NR-CO-R*]) und/oder Imid ([-CO-N(-R*-Bindung zu Ar¹)-CO-] und/oder [-CO-N(-Bindung zu Ar¹)-CO-]) und/oder C-O-C-Bindungen als Ether ([-O-] und/oder [-O-R*]) und/oder Ester ([-CO-O-] und/oder [-CO-O-R*]) und/oder [-O-CO-] und/oder [-O-CO-R*]) und/oder C-S-C-Bindungen als Thioether ([-S-] und/oder [-S-R*]) und/oder Thioester ([-CO-S-] und/oder [-CO-S-R*]) und/oder [-S-CO-] und/oder [-S-CO-R*])

m ≥ 0

n > 0

R... H, Alkyl

R*... Alkylen (Alkylenbrücke zu Ar¹ des Arylphosphats) PTFE... PTFE-Partikel vorhanden ist.

[0016] Weiterhin vorteilhaft ist es, wenn die PTFE-Partikel als Primärpartikel eines strahlen- und/oder plasmamodifizierten Emulsions-PTFE in der Arylphosphat-PTFE-Dispersion vorhanden sind.

[0017] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung einer Arylphosphat-PTFE-Dispersion werden strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierte PTFE-Partikel mit persistenten Perfluor-(peroxy-)radikalen und/oder funktionellen Gruppen in Form von Carbonylfluorid- und/oder Carbonsäuregruppen und/oder Perfluoralkylen-Gruppen in Arylphosphat oder in einem Arylphosphatgemisch, wobei an mindestens einem Arylphosphat kopplungsaktive Gruppen vorhanden sind und/oder während der reaktiven Dispergierung in-situ gebildet werden, unter mechanischer Beanspruchung reaktiv dispergiert.

[0018] Vorteilhafterweise werden dem Arylphosphat oder dem Arylphosphatgemisch oder es werden als Arylphosphat oder als Arylphosphatgemisch

$$\text{Y}-\text{Ar}^1-\text{O}-[\text{PO}(-\text{O}-\text{Ar}^2)-\text{O}-\text{Ar}^3-\text{O}]_m-\text{PO}(-\text{O}-\text{Ar}^4)(-\text{O}-\text{Ar}^5)$$

mit Ar¹, Ar³... Phenylen, Arylen vorteilhafterweise Bis-Phenylen-A, Bis-Phenylen-F, Oxybis-phenylen, Bis-Phenylensulfon, Bis-Phenylensulfid, Diphenylene, substituierte Phenylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenylene, und/oder substituierte Arylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Arylene, Ar², Ar⁴, Ar⁵... Phenyl, Aryl = substituierte Phenyle, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenyle

Y... -OH, -R*-OH, -NHR, -R*-NHR, -SH, -R*-SH, -Allyl, -O-Allyl, -R*-O-Allyl, -NR-Allyl, -R*-NR-Allyl, -N(Allyl)₂, -R*-N(Allyl)₂, -S-Allyl, -R*-S-Allyl -O-Oleyl, -R*-O-Oleyl, -O-CO-Oleyl, -R*-O-CO-Oleyl, -CO-O-Oleyl, -R*-CO-O-Oleyl, -NR-Oleyl, -R*-NR-Oleyl, -NR-CO-Oleyl, -R*-NR-CO-Oleyl, -NH-CO-H, -R*-NH-CO-H, -NH-CO-R***, -R*-NH-CO-R**, -NH-CO-OR**, -R*-NH-CO-OR**, -CO-O-Allyl, -R*-CO-O-Allyl, -CO-NR-Allyl, -R*-CO-NR-Allyl, -CO-N(Allyl)₂, -R*-CO-N(Allyl)₂, -CO-NR-Oleyl, -R*-CO-NR-Oleyl, -SO₂-NHR, -SO₂-NHR**

m ≥ 0

R... H, Alkyl

R*... Alkylen

R**... Alkyl, Aryl, Allyl, Oleyl

R***... Alkyl, Allyl, Oleyl

zugegeben.

[0019] Ebenfalls vorteilhafterweise werden dem Arylphosphat oder dem Arylphosphatgemisch oder bei dem als Arylphosphat oder als Arylphosphat-

gemisch einzeln oder im Gemisch o-Allylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder Bis(o-allylphenyl)-phenylphosphat und Derivate und/oder p-Acetamidobenzyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Aminophenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Aminomethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Ölsäureamidophenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Hydroxymethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Thiohydroxymethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder Bisphenol-A-diphenylphosphat und Derivate und/oder Resorcinol-diphenylphosphat und Derivate zugegeben.

[0020] Weiterhin vorteilhafterweise werden dem Arylphosphat oder dem Arylphosphatgemisch einzeln oder im Gemisch Arylphosphate auf der Basis von Phenol und/oder Phenol-Derivaten und/oder Bisphenol-A-bis(diphenylphosphat) und/oder Resorcinol-bis(diphenylphosphat) zugegeben.

[0021] Und auch vorteilhafterweise werden strahlenchemisch und/oder plasmachemisch behandelte PTFE-Emulsionspolymere eingesetzt.

[0022] Vorteilhaft ist es auch, wenn die strahlenchemische Behandlung der PTFE-Partikel unter Sauerstoffeinfluss durchgeführt wird.

[0023] Ebenfalls vorteilhaft ist es, wenn als mechanische Beanspruchung eine Scherbeanspruchung aufgebracht wird, die noch vorteilhafterweise durch einen Ultra-Turrax® und/oder durch einen Zahnscheibenrührer aufgebracht wird.

[0024] Weiterhin vorteilhaft ist es, wenn Dispersionshilfsmittel und Dispersionsstabilisator(en) zugegeben werden.

[0025] Mit der erfindungsgemäßen Lösung ist es erstmals möglich, eine stabile Arylphosphat-PTFE-Dispersion anzugeben, die die Gleitreibung und den Verschleiß bei tribologischen Anwendungen absenkt.

[0026] Erreicht wird dies durch eine Arylphosphat-PTFE-Dispersion, die aus strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierten PTFE-Partikeln in Arylphosphat oder in einem Arylphosphat-Gemisch besteht, und bei dem nach einer reaktiven Umsetzung in einer Dispersion Arylphosphat(e) an die PTFE-Partikeloberfläche kovalent/chemisch gekoppelt vorliegen und die PTFE-Partikel negativ geladen sind.

[0027] Arylphosphat oder die Arylphosphat-Gemische sind in der erfindungsgemäßen Dispersion das Dispergiermittel.

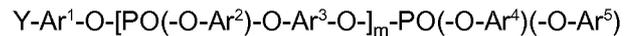
[0028] Dabei kann die kovalente chemische Koppelung über Radikalreaktionen und/oder Substitutions-

reaktionen und/oder Additionsreaktionen durch Ausbildung von Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindungen und/oder über Kohlenstoff-Stickstoff-Kohlenstoff-Bindungen als Amin- und/oder Imin- und/oder Amid- und/oder Imidgruppe und/oder über Kohlenstoff-Sauerstoff-Kohlenstoff-Bindungen als Ether- und/oder Estergruppe und/oder über Kohlenstoff-Schwefel-Kohlenstoff-Bindungen als Thioether- und/oder Thioestergruppe gekoppelt vorliegen.

[0029] Zur Ausbildung der kovalenten/chemischen Kopplung ist es notwendig, dass einerseits die PTFE-Partikel kopplungsaktive Gruppen oder Radikale aufweisen. Dies wird durch die strahlenchemische und/oder plasmachemische Modifizierung erreicht.

[0030] Andererseits müssen aber mindestens auch Arylphosphate oder Arylphosphat-Gemische eingesetzt werden, die mindestens teilweise kopplungsaktive und/oder kopplungsaktivierbare Gruppen aufweisen. Kopplungsaktivierbare Gruppen sind solche Gruppen, die in-situ während der reaktiven Dispersion gebildet werden.

[0031] Arylphosphate oder Arylphosphat-Gemische, die solche kopplungsaktiven und/oder kopplungsaktivierbaren Gruppen aufweisen, sind vorteilhafterweise



mit Ar¹, Ar³... Phenylen, Arylen vorteilhafterweise Bis-Phenylen-A, Bis-Phenylen-F, Oxybis-phenylen, Bis-Phenylensulfon, Bis-Phenylensulfid, Diphenylene, substituierte Phenylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenylene, und/oder substituierte Arylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Arylene, Ar², Ar⁴, Ar⁵... Phenyl, Aryl = substituierte Phenyle, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenyle

Y... -OH, -R*-OH, -NHR, -R*-NHR, -SH, -R*-SH, -Allyl, -O-Allyl, -R*-O-Allyl, -NR-Allyl, -R*-NR-Allyl, -N(Allyl)₂, -R*-N(Allyl)₂, -S-Allyl, -R*-S-Allyl -O-Oleyl, -R*-O-Oleyl, -O-CO-Oleyl, -R*-O-CO-Oleyl, -CO-O-Oleyl, -R*-CO-O-Oleyl, -NR-Oleyl, -R*-NR-Oleyl, -NR-CO-Oleyl, -R*-NR-CO-Oleyl, -NH-CO-H, -R*-NH-CO-H, -NH-CO-R***, -R*-NH-CO-R**, -NH-CO-OR**, -R*-NH-CO-OR**, -CO-O-Allyl, -R*-CO-O-Allyl, -CO-NR-Allyl, -R*-CO-NR-Allyl, -CO-N(Allyl)₂, -R*-CO-N(Allyl)₂, -CO-NR-Oleyl, -R*-CO-NR-Oleyl, -SO₂-NHR, -SO₂-NHR**

m ≥ 0

R... H, Alkyl

R*... Alkylen

R**... Alkyl, Aryl, Allyl, Oleyl

R***... Alkyl, Allyl, Oleyl.

[0032] Insbesondere sind solche Arylphosphate oder Arylphosphat-Gemische, die solche kopplungs-

aktiven und/oder kopplungsaktivierbaren Gruppen aufweisen o-Allylphenyldiphenylphosphat und Derivate und/oder Bis(o-allylphenyl)-phenylphosphat und Derivate und/oder p-Acetamidobenzyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Aminophenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Aminomethylphenyldiphenylphosphat und Derivate und/oder p-Ölsäureamidophenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Hydroxymethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Thiohydroxymethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder Bisphenol-A-diphenylphosphat und Derivate und/oder Resorcinol-diphenylphosphat und Derivate, die als Dispergiermittel zugegeben werden.

[0033] Erfindungsgemäß können aber auch andere Arylphosphate oder Arylphosphat-Gemische zugegeben werden, die keine kopplungsaktiven und/oder kopplungsaktivierbaren Gruppen aufweisen, wie Arylphosphate auf der Basis von Phenol und/oder Phenol-Derivaten (beispielsweise Cresol, Dimethylphenol und iso-Propylphenol) und/oder Bisphenol-A-bis(diphenylphosphat) und/oder Resorcinolbis(diphenylphosphat),

[0034] Diese Arylphosphate oder Arylphosphat-Gemische können beispielsweise zur Einstellung des Viskositätsindex VI (der VI beschreibt die Temperaturabhängigkeit der kinematischen Viskosität), d.h. der rheologischen Eigenschaften der Dispersion eingesetzt werden.

[0035] Die erfindungsgemäße Dispersion ist sehr stabil und bleibt als Dispersion über Wochen und Monate weitgehend unverändert bestehen. Diese Stabilität wird einerseits erreicht durch die kovalente Bindung der Arylphosphat(e) an der Partikeloberfläche der PTFE-Partikel und andererseits durch die negative Ladung der PTFE-Partikel, die sich bei Annäherung abstoßen und dadurch die Dispergierung aufrechterhalten.

[0036] Die negative Ladung der PTFE-Partikel entsteht durch „Reibungsaufladung“ während der reaktiven Umsetzung durch Scherung/Scherbeanspruchung in einer Dispersion. Die Ladung, d.h. das Potenzial der PTFE-Partikel in einer Dispersion kann durch Akustophorese bestimmt werden. Die elektrostatische Aufladung von Kunststoffen und speziell von PTFE durch Reib- und Scherbeanspruchung ist dem Fachmann hinreichend bekannt. PTFE gehört zu den besonders stark aufladbaren Materialien [www.kleinwaechtergmbh.de/cms/upload/downloads/allgemein/ESD_Anleitung.pdf]. Die Reibungsaufladung von PTFE wird z.B. bei der Pulverlackierung (Triboverfahren) technisch genutzt.

[0037] Eine Verdichtung der Dispersion ohne Sedimentation tritt im Wesentlichen nur durch die Einwirkung

der Schwerkraft auf und kann leicht aufgewirbelt oder redispergiert werden.

[0038] Die erfindungsgemäße Dispersion besteht dabei aus den strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierten PTFE-Partikeln, die vorteilhafterweise durch Elektronen- und/oder Gammabestrahlung modifiziert worden sind. Weiter vorteilhaft wird als strahlenmodifiziertes PTFE ein in Gegenwart von (Luft-)Sauerstoff bestrahltes PTFE eingesetzt.

[0039] Die Anwendung von Arylphosphat als schwer entflammbare Hydraulikflüssigkeit (Spezialschmierstoff) in bewegten Teilen mit tribologischen Anforderungen führt zur Senkung von Gleitreibung und Verschleiß. Zur Verbesserung der Schmierstoffeigenschaften von Arylphosphat soll die Festschmierstoffkomponente PTFE als in Arylphosphat stabil feindispersiertes Additiv eingesetzt werden.

[0040] Dieser Arylphosphat-PTFE-Spezialschmierstoff besitzt ein erhöhtes Potenzial zur Verbesserung der Einlauf- und Notlaufeigenschaften von bewegten Komponenten durch elektrostatische und/oder adhäsive Wechselwirkungen der modifizierten PTFE-Komponente mit den Reibkontaktpartnern.

[0041] Die Anwendung von Arylphosphat als Additiv, beispielsweise als EP-Additiv, in Schmierstoffen für tribologische Anforderungen führt bekanntermaßen zur Senkung von Gleitreibung und Verschleiß. Zur Verbesserung dieser Eigenschaften im Schmierstoff-System wird an Stelle des Arylphosphats die erfindungsgemäße Arylphosphat-PTFE-Dispersion als Additiv ein- oder zugesetzt. Die Arylphosphatmodifizierte PTFE-Festschmierstoffkomponente der Arylphosphat-PTFE-Dispersion liegt im Schmierstoff-System ebenfalls feindispersiert vor und verbessert durch elektrostatische und/oder adhäsive Wechselwirkungen der Arylphosphatmodifizierten PTFE-Partikel mit den Reibkontaktpartnern die Triboeigenschaften im Schmierstoff-System hinsichtlich Gleitreibung und Verschleiß. Diese erhöhte Wechselwirkung wird neben der elektrostatischen Aufladung der PTFE-Partikel durch die am PTFE gekoppelten Arylphosphat(e) erreicht, so dass durch die kombinierten Wechselwirkungen im System verbesserte Gleitreibungs- und Verschleißigenschaften realisiert werden.

[0042] Unter feindispersiert soll im Rahmen dieser Erfindung ein fein zer- und verteiltes PTFE verstanden werden, das stabil in einem Medium, wie beispielsweise Arylphosphat oder Schmierstoff, dispergiert vorliegt und nahezu nicht oder nicht agglomeriert.

[0043] Vorteilhaft ist, wenn das Arylphosphat vollständig oder nur teilweise, d.h. im Konzentrationsbereich von 100 bis 0,1 Ma.-% mit funktionellen/kopp-

lungsaktiven und/oder kopplungsaktivierbaren Gruppen am Arylphosphat ausgerüstet eingesetzt wird, wobei das Arylphosphat als reine Substanz oder als Arylphosphat-Gemisch eingesetzt werden kann.

[0044] Als funktionelle oder kopplungsaktive Gruppen am Arylphosphatmolekül werden vorzugsweise aromatische Hydroxygruppen/Phenolgruppen verwendet. Beispielsweise können auch als kopplungsaktive Agenzien Arylphosphate mit olefinisch ungesättigten Doppelbindungen, wie z.B. mit gekoppelten Allyl- und/oder Oleyl-Gruppen und/oder mit aliphatischen und/oder alkylaromatischen und/oder aromatischen Hydroxygruppen und/oder mit aliphatischen und/oder aromatischen Thiolgruppen und/oder mit aliphatischen und/oder aromatischen Aminogruppen und/oder mit aliphatischen Amidgruppen und/oder mit aliphatischen und/oder aromatischen Imidgruppen als reine Substanz oder als Substanzgemisch oder als Zusatz zu einem nicht funktionalisierten Arylphosphat eingesetzt werden.

[0045] Wichtig für die reaktive Dispergierung ist der Einsatz eines Dispergierwerkzeuges, welches eine ausreichende mechanische Beanspruchung auf die Dispersion ausübt. Insbesondere soll als mechanische Beanspruchung eine Scherbeanspruchung eingesetzt werden. Vorzugsweise werden Zahnscheibenrührer und/oder Ultra-Turrax® mit einer Umfangsgeschwindigkeit von $v_u \geq 15$ m/s und vorzugsweise $v_u \geq 20$ m/s und ganz bevorzugt $v_u \geq 23$ m/s eingesetzt.

[0046] PTFE wurde und wird als Additiv in breitem Umfang in Ölen und Schmierstoffen eingesetzt, jedoch bisher vorrangig in physikalischer Mischung. Chemisch kompatibilisierte Öl-/Fett-PTFE-Produkte wurden nur in DE 10 2007 055 927 beschrieben, die durch reaktive Dispergierung von strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifiziertem PTFE in olefinisch ungesättigten Ölen hergestellt wurden.

[0047] Eine Dispergierung von PTFE in Arylphosphat ohne mechanische Beanspruchung führte sowohl mit als auch ohne Dispergierhilfsmittel oder Zusatz-/Hilfsmittel zu einem Arylphosphat-PTFE-Produkt, bei dem sich das PTFE schon nach kurzer Zeit absetzte. Dieses sedimentierte PTFE lässt sich meist nur schwer aufwirbeln/redispergieren. Dies entspricht den bekannten physikalischen Mischungen.

[0048] In den erfindungsgemäßen, reaktiv dispergierten, stabilen Arylphosphat-PTFE-Dispersionen dagegen verdichtet sich das reaktiv dispergierte PTFE im Arylphosphat oder Arylphosphat-Gemisch ausschließlich durch die Schwerkraft entsprechend der PTFE-Konzentration langsam auf eine bestimmte Dispersionsschicht-Dicke oder Dispersionskonzentration, ohne dass eine Sedimentation eintritt oder eine Sedimentschicht entsteht.

[0049] Diese verdichtete Arylphosphat-PTFE-Dispersion bleibt dann über lange Zeiträume als stabile Dispersion in diesem Zustand ohne Ablagerung eines PTFE-Sedimentes bestehen. Auch bei Verdünnung zeigen stabile Arylphosphat-PTFE-Dispersionen nur eine Verdichtung, verursacht durch die Schwerkraft, und bilden auch nur eine „verdichtete“ Dispersionsschicht ohne Sedimentationserscheinungen. Dadurch bleibt das so modifizierte/dispergierte PTFE auch ohne zusätzliche (Dispersionshilfs-)Mittel oder zusätzlichen Redispergieraggregaten im System aktiv im Schwebezustand oder zirkuliert aktiv im (Schmier-)Stoffkreislaufsystem. Durch die Funktionalisierung und Aufladung der PTFE-Partikel gehen diese verstärkte Wechselwirkungen mit einem Substrat ein.

[0050] Solche Dispersionen/Konzentrate lassen sich vorteilhaft auch zu Fetten weiterverarbeiten, die die Eigenschaft besitzen, dass das PTFE nicht mehr agglomeriert und/oder phasensepariert.

[0051] Das Phänomen der Dispersionsstabilität wird wie bereits angeführt auf die Kopplung von Arylphosphat(en) an der PTFE-Partikeloberfläche und die elektrostatische Aufladung der PTFE-Partikel unter Scherbedingungen während der reaktiven Dispergierung durch Ladungstrennung zurückgeführt, was analog in DE 10 2007 055 927 für die reaktiv dispergierten, stabilen Öl-PTFE-Dispersionen beschrieben wurde, und was für Arylphosphate aufgrund der Polarität so nicht zu erwarten war. Die Polarität der Phosphorsäureestermoleküle beruht auf der tetraedrischen Struktur. Arylphosphate können als Moleküle mit aprotisch dipolaren Eigenschaften an den Phosphorsäureester-Zentren angesehen werden. Im Gegensatz zu den Arylphosphaten sind Mineralöle und PAO als unpolar und Esteröle als wenig polar einzustufen.

[0052] Der Vorteil gegenüber dem Stand der Technik ist die Herstellung und Bereitstellung stabiler Arylphosphat-PTFE-Dispersionen aus modifiziertem PTFE durch reaktive Dispersion/Umsetzung mit Arylphosphat oder einem Arylphosphat-Gemisch zur Herstellung von Konzentraten, die konzentriert oder verdünnt zur Anwendung wie z.B. als schwer entflammables Spezialöl für den Hydraulikbereich kommen können.

[0053] Dieses Arylphosphat-PTFE-Stoffsystem ist ohne weitere Additive/Zusatzstoffe und/oder Hilfseinrichtungen zur Redispergierung in mit Arylphosphat ausgerüsteten Tribosystemen stabil.

[0054] Solche erfindungsgemäßen Arylphosphat-PTFE-Konzentrate können konzentriert oder verdünnt beispielsweise als Additiv in Schmierstoffen wie Ölen, Fetten und Wachsen oder als Additiv in Kunststoffen eingesetzt werden.

[0055] Analog zu DE 10 2007 055 927 wirkt sich dieses (Schmier-)Stoffsystem vor allem bei langsam laufenden Aggregaten, d.h. bei niedrigen Gleitgeschwindigkeiten vorteilhaft aus. Wird das Arylphosphat durch den Druck der Aggregat-Komponenten aus dem Reibspalt verdrängt, reiben die Komponenten mehr oder minder stark durch Festkörperreibung/im direkten Kontakt sowie im Mischreibungsbereich miteinander. Die erhöhte Reibung führt zu Energieverlusten und zu einem erhöhten Verschleiß.

[0056] Die modifizierten PTFE-Partikel als Festschmierstoffkomponente in den stabilen Arylphosphat-PTFE-Dispersionen oder in den daraus hergestellten Schmierstoffen und Fetten gewährleisten die Senkung der Energieverluste durch Reibung und Verschleiß sowie die Senkung des Verschleißes insgesamt. Unter den Bedingungen der Festkörperreibung wird zwar das Arylphosphat im Spalt verdrängt, jedoch leisten die PTFE-Partikel mit den antiadhäsiven Eigenschaften als Festschmierstoffkomponente im Reibspalt einen Beitrag zur Senkung von Reibung und Verschleiß.

[0057] Unter Druck zwischen den Komponentenoberflächen bildet sich vorteilhaft auf den Reibflächen ein fixierter, gleitreibungsvermindernder PTFE-Film aus.

Vergleichsbeispiel 1:

[0058] Zu 17 g PTFE-Mikropulver TF 9205 (Dyneon) (mit Aceton benetzt) werden 173 g Arylphosphat ISO VG 100 zudosiert. Unter Rühren mit einem Flügelrührer und unter Reinststickstoff-Begasung wird auf 180 °C erwärmt und 6 Stunden bei 180 °C gerührt. Nach dem Abstellen des Rührers und dem Abkühlen der Dispersion beginnt die Sedimentation des PTFE.

[0059] Die erneut aufgerührte/homogenisierte Dispersion aus Arylphosphat-TF9205 wird in einer Brugger-Test-Apparatur untersucht. Ähnlich dem reinen Arylphosphat werden mit dieser Dispersion/physikalischen Mischung Brugger-Werte von 22 bis 27 MPa erhalten.

Beispiel 1:

[0060] 17 g PTFE-Mikropulver Zonyl® MP1100 (DuPont) werden mit Aceton benetzt und es werden 173 g Arylphosphat ISO VG 100 zudosiert. Unter Rühren und unter Reinststickstoff-Begasung wird auf 180 °C erwärmt und diese Reaktionsmischung mit einem Ultra-Turrax® 2 Stunden bei 180 °C reaktiv dispergiert. Nach dem Abstellen des Ultra-Turrax® und dem Abkühlen der Dispersion ist keine Sedimentation zu beobachten. Nach 7 Tagen Stehen hat sich die Dispersion sehr langsam und nur leicht nach unten „verdichtet“, d.h. bei dieser Dispersion hat sich ohne Sedi-

mentation des PTFE oberhalb eine klare Arylphosphat-Schicht gebildet.

[0061] Die stabile Dispersion aus Arylphosphat-MP 1100 wird durch kurzes Aufrühren erneut homogenisiert in einer Brugger-Test-Apparatur analog Vergleichsbeispiel 1 untersucht. Mit dieser reaktiv dispergierten Arylphosphat-MP1100-Dispersion wurden Brugger-Werte von 145 bis 150 MPa erhalten. Eine auf 3 Ma.-% PTFE-verdünnte Arylphosphat-MP1100-Dispersion lieferte noch Brugger-Werte von 57 bis 65 MPa.

Beispiel 2:

[0062] Zu 17 g PTFE-Mikropulver Zonyl® MP1100 (DuPont) (mit Aceton benetzt) werden 173 g Arylphosphat ISO VG 100 zudosiert. Unter Rühren und unter Reinststickstoff-Begasung wird auf 180 °C erwärmt und diese Reaktionsmischung mit einem Dissolver (Dispermat, Zahnscheibenrührer) 6 Stunden bei 180 °C reaktiv dispergiert. Nach dem Abstellen des Dissolvers und dem Abkühlen der Dispersion ist analog Beispiel 1 keine Sedimentation zu beobachten. Nach 7 Tagen Stehen hat sich die Dispersion langsam, jedoch etwas stärker als in Beispiel 1 nach unten „verdichtet“, d.h. bei dieser Dispersion hat sich ohne Sedimentation des PTFE oberhalb eine etwas größere, klare Arylphosphat-Schicht gebildet.

[0063] Die stabile Dispersion aus Arylphosphat-MP 1100 wird durch kurzes Aufrühren erneut homogenisiert in einer Brugger-Test-Apparatur analog Vergleichsbeispiel 1 untersucht. Mit dieser reaktiv dispergierten Arylphosphat-MP1100-Dispersion wurden Brugger-Werte von 125 bis 133 MPa erhalten.

Beispiel 3

[0064] 17 g PTFE-Mikropulver TF2025 (Dyneon/3M), das mit 700 kGy unter Luftatmosphäre Gamma bestrahlt wurde [TF2025(700y)], werden mit Aceton benetzt und es werden 173 g Arylphosphat ISO VG 100 zudosiert. Unter Rühren und unter Reinststickstoff-Begasung wird auf 180 °C erwärmt und diese Reaktionsmischung mit einem Ultra-Turrax® 2 Stunden bei 180 °C reaktiv dispergiert. Nach dem Abstellen des Ultra-Turrax® und dem Abkühlen der Dispersion ist analog zu Beispiel 1 keine Sedimentation zu beobachten. Nach 7 Tagen Stehen hat sich die Dispersion sehr langsam und nur leicht nach unten „verdichtet“, d.h. bei dieser Dispersion hat sich ohne Sedimentation des PTFE oberhalb eine klare Arylphosphat-Schicht gebildet.

[0065] Die stabile Dispersion aus Arylphosphat-TF 2025(700y) wird durch kurzes Aufrühren erneut homogenisiert in einer Brugger-Test-Apparatur analog Vergleichsbeispiel 1 untersucht. Mit dieser reaktiv dispergierten Arylphosphat-TF2025(700y)-Dis-

person wurden Brugger-Werte von 185 bis 195 MPa erhalten. Eine auf 3 Ma.-% PTFE-verdünnte Arylphosphat-TF2025(700γ)-Dispersion lieferte noch Brugger-Werte von 80 bis 85 MPa.

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

- DE 102007055927 A1 [0002]
- DE 10351813 A1 [0003]
- DE 10351812 A1 [0004]
- DE 102004016876 A1 [0005]
- DE 69209168 T2 [0006]
- GB 1146173 A [0007]
- DE 102007055927 [0046, 0051, 0055]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- www.kleinwaechtergmbh.de/cms/upload/downloads/allgemein/ESD_Anleitung.pdf [0036]
- ISO VG 100 [0058]
- ISO VG 100 [0060]
- ISO VG 100 [0062]
- ISO VG 100 [0064]

Patentansprüche

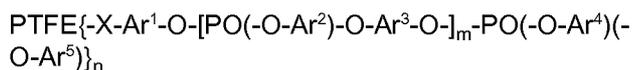
1. Arylphosphat-PTFE-Dispersion, bestehend aus strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierten PTFE-Partikeln in Arylphosphat oder in einem Arylphosphat-Gemisch, bei dem nach einer reaktiven Umsetzung in einer Dispersion Arylphosphat(e) an die PTFE-Partikeloberfläche kovalent/chemisch gekoppelt vorliegen und die PTFE-Partikel negativ geladen sind.

2. Arylphosphat-PTFE-Dispersion nach Anspruch 1, bei dem Arylphosphat(e) an der PTFE-Partikeloberfläche über Radikalreaktionen und/oder Substitutionsreaktionen und/oder Additionsreaktionen kovalent/chemisch gekoppelt vorliegen.

3. Arylphosphat-PTFE-Dispersion nach Anspruch 1, bei dem Arylphosphat(e) an der PTFE-Partikeloberfläche über Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindungen und/oder über Kohlenstoff-Stickstoff-Kohlenstoff-Bindungen als Amin- und/oder Imin- und/oder Amid- und/oder Imid-Gruppe und/oder über Kohlenstoff-Sauerstoff-Kohlenstoff-Bindungen als Ether- und/oder Estergruppe und/oder über Kohlenstoff-Schwefel-Kohlenstoff-Bindungen als Thioether- und/oder Thioester-Gruppe kovalent/chemisch gekoppelt vorliegen.

4. Arylphosphat-PTFE-Dispersion nach Anspruch 1, bei der 50 Ma.-% bis 0,1 Ma.-% PTFE in der Dispersion vorliegen.

5. Arylphosphat-PTFE-Dispersion nach Anspruch 1, bei der als gekoppelte(s) Arylphosphat(e)



mit Ar¹, Ar³... Phenylen, Arylen, vorteilhafterweise Bis-Phenylen-A, Bis-Phenylen-F, Oxy-bis-phenylen, Bis-Phenylensulfon, Bis-Phenylensulfid, Diphenylene, substituierte Phenylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenylene, und/oder substituierte Arylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Arylene, Ar², Ar⁴, Ar⁵... Phenyl, Aryl = substituierte Phenyle, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenyle

X... C-C-Bindung als direkte C_{PTFE}-C_{Alkyl}-Bindung und/oder C-N-C-Bindung als Amin ([-NR-] und/oder [-NR-R*]) und/oder Imin ([=N-] und/oder [=N-R*]) und/oder Amid ([-CO-NR-] und/oder [-CO-NR-R*]) und/oder [-NR-CO-] und/oder [-NR-CO-R*]) und/oder Imid ([-CO-N(-R*-Bindung zu Ar¹)-CO-] und/oder [-CO-N(-Bindung zu Ar¹)-CO-]) und/oder C-O-C-Bindungen als Ether ([-O-] und/oder [-O-R*]) und/oder Ester ([-CO-O-] und/oder [-CO-O-R*]) und/oder [-O-CO-] und/oder [-O-CO-R*]) und/oder C-S-C-Bindungen als Thioether ([-S-] und/oder [-S-R*]) und/

oder Thioester ([-CO-S-] und/oder [-CO-S-R*] und/oder [-S-CO-] und/oder [-S-CO-R*])

m ≥ 0

n > 0

R... H, Alkyl

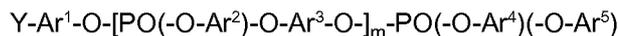
R*... Alkylen (Alkylenbrücke zu Ar¹ des Arylphosphats) PTFE... PTFE-Partikel

vorhanden ist.

6. Arylphosphat-PTFE-Dispersion nach Anspruch 1, bei der die PTFE-Partikel als Primärpartikel eines strahlen- und/oder plasmamodifizierten Emulsions-PTFE in der Arylphosphat-PTFE-Dispersion vorhanden sind.

7. Verfahren zur Herstellung einer Arylphosphat-PTFE-Dispersion, bei dem strahlenchemisch und/oder plasmachemisch modifizierte PTFE-Partikel mit persistenten Perfluor-(peroxy-)radikalen und/oder funktionellen Gruppen in Form von Carbonylfluorid- und/oder Carbonsäuregruppen und/oder Perfluoralkylen-Gruppen in Arylphosphat oder in einem Arylphosphatgemisch, wobei an mindestens einem Arylphosphat kopplungsaktive Gruppen vorhanden sind und/oder während der reaktiven Dispergierung in-situ gebildet werden, unter mechanischer Beanspruchung reaktiv dispergiert werden.

8. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem dem Arylphosphat oder dem Arylphosphatgemisch oder bei dem als Arylphosphat oder als Arylphosphatgemisch



mit Ar¹, Ar³... Phenylen, Arylen vorteilhafterweise Bis-Phenylen-A, Bis-Phenylen-F, Oxybis-phenylen, Bis-Phenylensulfon, Bis-Phenylensulfid, Diphenylene, substituierte Phenylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenylene, und/oder substituierte Arylene, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Arylene, Ar², Ar⁴, Ar⁵... Phenyl, Aryl = substituierte Phenyle, vorzugsweise alkylsubstituierte und/oder alkylensubstituierte Phenyle

Y... -OH, -R*-OH, -NHR, -R*-NHR, -SH, -R*-SH, -Allyl, -O-Allyl, -R*-O-Allyl, -NR-Allyl, -R*-NR-Allyl, -N(Allyl)₂, -R*-N(Allyl)₂, -S-Allyl, -R*-S-Allyl -O-Oleyl, -R*-O-Oleyl, -O-CO-Oleyl, -R*-O-CO-Oleyl, -CO-O-Oleyl, -R*-CO-O-Oleyl, -NR-Oleyl, -R*-NR-Oleyl, -NR-CO-Oleyl, -R*-NR-CO-Oleyl, -NH-CO-H, -R*-NH-CO-H, -NH-CO-R***, -R*-NH-CO-R**, -NH-CO-OR**, -R*-NH-CO-OR**, -CO-O-Allyl, -R*-CO-O-Allyl, -CO-NR-Allyl, -R*-CO-NR-Allyl, -CO-N(Allyl)₂, -R*-CO-N(Allyl)₂, -CO-NR-Oleyl, -R*-CO-NR-Oleyl, -SO₂-NHR, -SO₂-NHR**

m ≥ 0

R... H, Alkyl

R*... Alkylen

R**... Alkyl, Aryl, Allyl, Oleyl

R***... Alkyl, Allyl, Oleyl

zugegeben werden.

9. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem dem Arylphosphat oder dem Arylphosphatgemisch oder bei dem als Arylphosphat oder als Arylphosphatgemisch einzeln oder im Gemisch o-Allylphenyldiphenylphosphat und Derivate und/oder Bis(o-allylphenyl)-phenylphosphat und Derivate und/oder p-Acetamidobenzyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Aminophenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Aminomethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Ölsäureamidophenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Hydroxymethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder p-Thiohydroxymethylphenyl-diphenylphosphat und Derivate und/oder Bisphenol-A-diphenylphosphat und Derivate und/oder Resorcinol-diphenylphosphat und Derivate zugegeben werden.

10. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem dem Arylphosphat oder dem Arylphosphatgemisch einzeln oder im Gemisch Arylphosphate auf der Basis von Phenol und/oder Phenol-Derivaten und/oder Bisphenol-A-bis(diphenylphosphat) und/oder Resorcinol-bis(diphenylphosphat) zugegeben werden.

11. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem strahlenchemisch und/oder plasmachemisch behandelte PTFE-Emulsionspolymere eingesetzt werden.

12. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem die strahlenchemische Behandlung der PTFE-Partikel unter Sauerstoffeinfluss durchgeführt wird.

13. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem als mechanische Beanspruchung eine Scherbeanspruchung aufgebracht wird, die vorteilhafterweise durch einen Ultra-Turrax® und/oder durch einen Zahnscheibenrührer aufgebracht wird.

14. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem Dispersionshilfsmittel und Dispersionsstabilisator(en) zugegeben werden.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen