

## 9. Anhang

### Chemikalien

#### Methylmethacrylat (MMA)

Das von der Degussa AG bezogene MMA wurde über  $\text{CaH}_2$  getrocknet und anschließend im Vakuum destilliert und unter Schutzgas bis zur Verwendung aufbewahrt.

#### n-Butylacrylat (nBA)

Das n-Butylacrylat wurde von der BASF AG zur Verfügung gestellt. Die Reinigung erfolgte ebenfalls durch Trocknen über  $\text{CaH}_2$  und anschließende Destillation im Vakuum und Aufbewahrung unter Schutzgas.

#### Tetrahydrofuran (THF)

Das THF wurde über  $\text{CaH}_2$  getrocknet und vor dem Einsatz destilliert.

#### Xylol

Das Xylol wurde von der Firma Fluka als p.a. Ware bezogen und direkt verwendet.

#### Polyvinylpyrrolidon K90 (PVP)

Das PVP wurde von der Firma Fluka bezogen und direkt verwendet.

#### Dibenzoylperoxid (BPO)

Das BPO wurde von der Firma Fluka bezogen und ohne weitere Reinigung direkt eingesetzt.

### Dodecylmercaptan

Das Dodecylmercaptan wurde von der Firma Fluka bezogen und wurde ohne weitere Reinigung direkt verwendet.

### Araldite CY212

Das Araldite wurde bei der Firma Plano bezogen.

## Polymere

### Polymethylmethacrylat (PMMA)

Das PMMA (Lucryl:  $M_n = 52.270 \text{ g mol}^{-1}$ ,  $M_w = 87.807 \text{ g mol}^{-1}$ ,  $D = 1,68$ ) wurde von der BASF AG zur Verfügung gestellt und lag als Granulat vor.

### Poly(*n*-butylacrylat) (PnBA)

Das unter dem Handelsnamen Acronal 4F erhältliche PnBA ( $M_n = 20.710 \text{ g mol}^{-1}$ ,  $M_w = 82.580 \text{ g mol}^{-1}$  und  $D = 4$ ) wurde von der BASF AG zur Verfügung gestellt. Neben diesem Produkt standen noch zwei weitere zur Verfügung, das Acronal 4Fvar1 ( $M_n = 45.600 \text{ g mol}^{-1}$ ,  $M_w = 123.600 \text{ g mol}^{-1}$  und  $D = 2,7$ ), sowie das Acronal 4var2 ( $M_n = 50.900 \text{ g mol}^{-1}$ ,  $M_w = 147.400 \text{ g mol}^{-1}$  und  $D = 2,9$ ) welche ebenfalls von der BASF AG zur Verfügung gestellt wurden.

## **Geräte:**

### **<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum**

Die <sup>1</sup>H-NMR-Spektren wurden an einem 300 MHz Gerät der Firma Varian (Typ XL-200) aufgenommen.

### **Gelpermeationschromatographie (GPC)**

**Detektor** : Knauer Differentialrefraktometer / Viscometer

**Eluent** : Chloroform p.a

**Temperatur** : 30°C

**P** : 5 bis 10 MPa (normal) und 16 MPa maximal

**Säulen** : MZ SDplus, 1816263, 5 µm, 300/8 mm, 1,4 MPa,  
linear 100 – 2.000000 (g mol<sup>-1</sup>)

MZ SDplus, 1816264, 5 µm, 300/8 mm, 1,4 MPa,  
linear 100 – 2.000000 (g mol<sup>-1</sup>)

MZ SDplus, 1816265, 5 µm, 300/8 mm, 1,4 MPa,  
linear 100 – 2.000000 (g mol<sup>-1</sup>)

**Theoretische Bodenzahl** (Tangentenmethode / Basislinie) : N = 61.500 (/1000 mm)  
(DIN 55672) : N = 68.200 (/1000 mm)

### **Kalibrierungen**

#### ***Universelle Kalibrierung:***

Die Kalibrierungsfunktion ist erstellt aus 49 Substanzen, davon 3 im Oligomerbereich. Die restlichen 46 sind Polymerstandards aus Poly(styrol), Poly(methylmethacrylat), Poly(butadien) und Poly(isopren).

#### ***Klassische Kalibrierung:***

PB, PI, PS, PMMA, PMA, PBA, PVAc

Auswertung erfolgt mit Hilfe eines Computers und entsprechenden Softwareprogrammen.

### **Mikroskop**

Zur Bestimmung der Morphologien der Suspensionsprodukte (Polymerblends) wurde ein Olympus System Mikroskop CX 40 verwendet. Dieses konnte als Phasenkontrast-, Dunkelfeld- und Hellfeldmikroskop verwendet werden. Es standen folgende Olympus Objektive zur Verfügung: Ach: 4x, 10x, 20x, 40x und 100x. Als Okular wurde ein CWH 10x verwendet. Aufgrund dieser Konstellation ergaben sich Vergrößerungen von 40, 100, 200, 400 und 1.000fach. Das Mikroskop war mit einer Kamera vom Typ Olympus OM System Sc 35 ausgestattet. Es wurde eine automatische Belichtungszeit ausgewählt und ein Iso 50 / 18° PanF 36exp Film verwendet. Mit dieser Ausrüstung war es möglich, bei 1.000facher Vergrößerung eine Auflösung bis zu 1 µm zu erhalten (1.000fache Vergrößerung: 1 cm = 10 µm).

### **Ultramikrotom**

Die Schnitte bei Zimmertemperatur wurden an dem Ultramikrotom UCT der Firma Leica angefertigt.

### Umsatz-Zeit-Kurven von PMMA und PnBA bei der GTP

Hier sind beispielhaft die Umsatz-Zeit-Kurven von PMMA und PnBA dargestellt, die bei der GTP erhalten wurden.

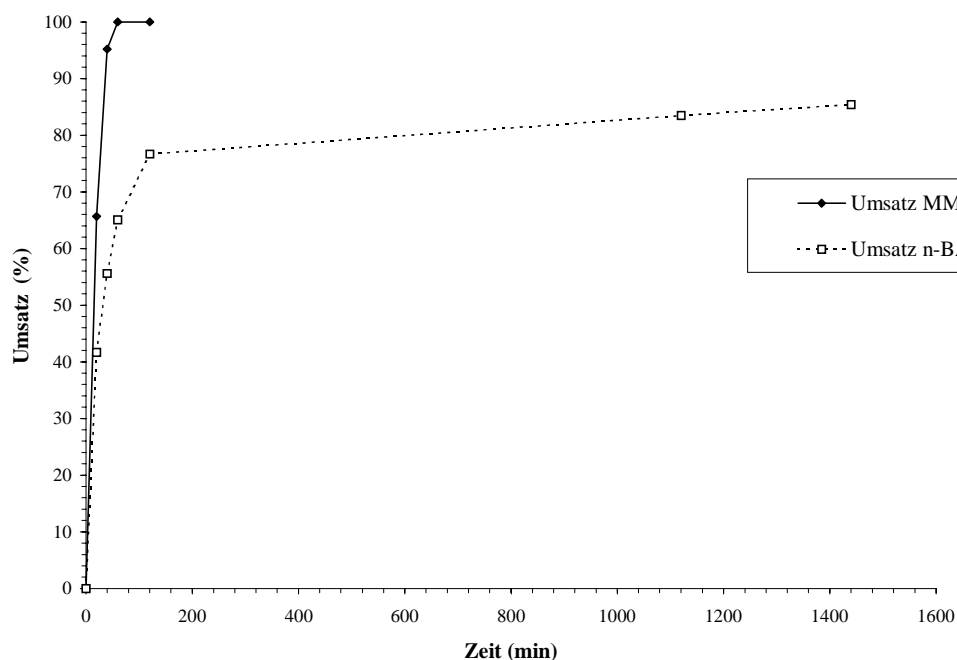


Abb. A-1: Umsatz-Zeit-Kurve von PMMA und PnBA bei der GTP

Den Kurven ist zu entnehmen, dass eine Reaktionszeit von 60 Minuten bei der Herstellung des PMMA-Blocks ausreicht, um einen 100%igen Umsatz zu erreichen. Im Gegensatz dazu wird beim PnBA-Block eine Reaktionszeit von 24 Stunden benötigt um einen Umsatz von mindestens 80 % zu erhalten. Diese Ergebnisse sind noch einmal in der **Tab. A-1** dargestellt. Es wurde nachfolgend aufgeführter Reaktionsansatz verwendet:

c (nBA)	=	1,79 mol L <sup>-1</sup>
c (MMA)	=	1,79 mol L <sup>-1</sup>
c (TBABB)	=	5,95 * 10 <sup>-5</sup> mol L <sup>-1</sup>
c (MTS)	=	5,95 * 10 <sup>-3</sup> mol L <sup>-1</sup>
V (THF)	=	210 ml

Tab. A-1: Umsatz-Zeit-Daten der PMMA- und PnBA-Herstellung mit Hilfe der GTP

Zeit [min]	Umsatz (MMA) [%]	Umsatz (nBA) [%]
0	0	0
20	65,7	41,7
40	95,2	55,6
60	99,97	65,1
120	100	76,7
1120	-	83,5
1440	-	85,4

### Reaktionsansätze zur Herstellung der Polymerblends

Nachfolgend werden die Reaktionsansätze aufgeführt, die bei der Suspensionspolymerisation verwendet wurden. Dabei sind folgende Werte, die konstant gehalten wurden, nicht aufgeführt: V (MMA) = 150 ml und V (Wasser) = 450 ml.

Tab. A-2: Reaktionsansätze zur Polymerblendherstellung

Versuch	Polymerverhältnis	$c$ (Dodecylmercaptan) [mol L <sup>-1</sup> ]	$c$ (PVP) [g L <sup>-1</sup> ] *	$c$ (BPO) [mol L <sup>-1</sup> ]	$m$ (PnBA) [g]	$m$ (DB) [g]	$T$ [°C]
1	PMMA	-	2,00*	0,020	-	-	80
2	PMMA	0,010	2,00*	0,020	-	-	80
3	PMMA	0,021	2,00	0,020	-	-	80
4	PMMA	0,031	0,31	0,020	-	-	80
5	PMMA	0,031	1,01	0,020	-	-	80
6	PMMA	0,031	0,50	0,020	-	-	80
7	PMMA	0,031	0,31	0,019	-	-	80
8	90/10/0	0,048	0,29	0,019	7,46	-	80
9	91/9/0	0,048	0,30	0,019	7,42	-	80
10	85/10/5	0,048	0,30	0,019	7,28	7,13	80
11	90/10/0	0,020	0,34	0,019	14,4	-	80
12	87/12/1	0,025	2,00*	0,020	14,9	1,62	80
13	88/11/1	0,022	0,30	0,020	7,22	1,65	80
14	85/10/5	0,020	0,33	0,019	15,2	7,86	80
15	89/10/1	0,022	0,30	0,020	14,3	1,55	80
16	84/11/5	0,020	0,31	0,019	14,49	7,81	80
17	90/10/0	0,020	0,30	0,019	14,1	-	60
18	86/9/5	0,020	0,32	0,020	7,05	7,41	60
19	93/7/0	0,025	0,30	0,019	7,13	-	80
20	94/6/0	0,020	0,33	0,020	7,15	-	80
21	93/6/1	0,020	0,30	0,019	7,08	1,48	80
22	90/5/5	0,020	0,34	0,020	7,13	7,48	80
23	90/5/5	0,020	0,31	0,019	7,54	7,55	80
24	93/7/0	0,020	0,30	0,019	8,19	-	60
25	89/6/5	0,020	0,30	0,019	7,44	7,57	60

\* Hierbei setzt sich die Dispergatorkonzentration zu gleichen Anteilen aus PVP und Hydroxylapatit zusammen

### Bestimmung der Charpy-Schlagzähigkeiten

Nachfolgend werden die bei der Messung der Schlagzähigkeit nach der Charpy-Methode erhaltenen Meßwerte sowie die ermittelten Stäbchendicken, die zur Berechnung der Charpy-Schlagzähigkeiten benötigt wurden, aufgeführt. Die Charpy-Schlagzähigkeit wurde nach folgender Gleichung berechnet:

$$(\text{Meßwert/Stäbchendicke}) * 100 = \text{Charpy-Schlagzähigkeit [J]}$$

#### Meßwerte:

Tab. A-3: Erhaltene Meßwerte bei der Charpy-Schlagzähigkeitsmessung

<b>Versuch</b>	<b>Polymerverhältnis</b>	<b>1.Messung [J]</b>	<b>2.Messung [J]</b>	<b>3.Messung [J]</b>	<b>4.Messung [J]</b>
3	PMMA	0,322	0,157	0,124	-
4	PMMA	0,103	0,076	0,094	-
9	91/9/0	0,04	0,085	0,07	-
10	85/10/5(DB 4)	0,088	0,236	0,243	-
11	90/10/0	0,112	0,161	0,157	-
14	85/10/5(DB 1)	0,134	0,144	0,147	-
17	90/10/0	0,138	0,144	-	-
19	93/7/0	0,425	0,164	0,210	0,318
20	94/6/0	0,326	0,359	0,330	-
22	90/5/5(DB 3)	0,128	0,154	0,141	0,151
23	90/5/5(DB 1)	0,106	0,100	0,091	-
24	93/7/0	0,154	0,192	0,171	-
25	89/6/5(DB 1)	0,154	0,151	0,134	-
THF	94/6/0	0,265	0,26	0,263	-
THF	89/6/5(DB 1)	0,36	0,358	0,356	-

**Stäbchendicken**

Die Stäbchendicken wurden mit Hilfe einer elektronischen Schieblehre ermittelt.

*Tab.A-4: Dicke der Meßstäbchen zur Bestimmung der Charpy-Schlagzähigkeiten*

<b>Versuch</b>	<b>Polymerverhältnis</b>	<b>1.Messung [mm]</b>	<b>2.Messung [mm]</b>	<b>3.Messung [mm]</b>	<b>4.Messung [mm]</b>
<b>3</b>	<b>PMMA</b>	4,23	4,24	4,24	-
<b>4</b>	<b>PMMA</b>	4,30	4,36	4,31	-
<b>9</b>	<b>91/9/0</b>	4,16	4,20	4,18	-
<b>10</b>	<b>85/10/5(DB 4)</b>	4,28	4,18	4,21	-
<b>11</b>	<b>90/10/0</b>	3,90	4,21	4,28	-
<b>14</b>	<b>90/10/5(DB 1)</b>	4,23	4,13	4,40	-
<b>17</b>	<b>90/10/0</b>	4,20	4,13	-	-
<b>19</b>	<b>93/7/0</b>	4,21	4,29	4,34	4,21
<b>20</b>	<b>94/6/0</b>	4,22	4,18	4,18	-
<b>22</b>	<b>90/5/5(DB 3)</b>	4,22	4,20	4,20	4,25
<b>23</b>	<b>90/5/5(DB 1)</b>	4,26	4,15	4,11	-
<b>24</b>	<b>93/7/0</b>	4,26	4,18	4,15	-
<b>25</b>	<b>89/6/5(DB 1)</b>	4,29	4,26	4,27	-
<b>THF</b>	<b>94/6/0</b>	4,20	4,13	4,17	-
<b>THF</b>	<b>89/6/5(DB 1)</b>	4,18	4,16	4,14	-



**Tab. A-5:** Reaktionsansätze zur Herstellung der Diblockcopolymeren mit Hilfe der GTP

DB	c (MMA) [mol L <sup>-1</sup> ]	c (n-BA) [mol L <sup>-1</sup> ]	c (MTS) [mol L <sup>-1</sup> ]	c (TBABB) [mol L <sup>-1</sup> ]	P <sub>theo</sub> (DB)	Mn <sup>*theo</sup> (DB) [g mol <sup>-1</sup> ]	T [°C]	t 1.Block [min]	t 2.Block [min]	V (THF) [ml]	Mn <sub>prak</sub> (DB) [g mol <sup>-1</sup> ]	Mn <sup>1</sup> <sub>prak</sub> PMMA [g mol <sup>-1</sup> ]	Mn <sub>prak</sub> PnBA [g mol <sup>-1</sup> ]	Umsatz n-BA [%]
1	2,00	2,00	6,64 10 <sup>-3</sup>	6,64 10 <sup>-5</sup>	602	68.875	20	60	1.440	113	53.571	28.393	25.178	80
2	2,00	2,00	7,50 10 <sup>-3</sup>	6,80 10 <sup>-5</sup>	534	61.092	20	60	1.440	113	56.370	30.440	25.930	83
3	1,33	1,33	0,01	6,80 10 <sup>-5</sup>	266	30.432	20	60	2.880	135	26.260	13.393	12.867	84
4	1,33	1,33	6,00 10 <sup>-3</sup>	6,80 10 <sup>-5</sup>	444	50.796	20	60	2.880	135	42.630	23.873	18.757	76
5	1,34	1,34	0,0133	6,82 10 <sup>-5</sup>	202	23.110	20	60	2.880	37,4	19.680	10.037	9.643	78
6	0,80	1,33	7,80 10 <sup>-3</sup>	6,80 10 <sup>-5</sup>	273	32.319	20	60	1.440	150	26.560	11.952	14.608	73
7	1,33	1,33	7,00 10 <sup>-3</sup>	7,26 10 <sup>-5</sup>	380	43.474	20	60	1.440	24,6	26.940	17.511	9.429	40

---

\* Hierbei ist zu berücksichtigen, dass dieser Wert nicht erreicht werden kann, da der PnBA-Block keinen 100%igen Umsatz liefert  
1 Der MMA-Umsatz betrug immer 100 %

Referent : Prof. Dr. F. Bandermann  
Korreferent : Prof. Dr. H. Rehage

*„Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln durchgeführt habe“.*

Andreas Strunk-Westermann



# Lebenslauf

## Persönliche Daten

Name : Andreas Strunk-Westermann, geb. Strunk  
Anschrift : Rotenbühlerweg 50  
66123 Saarbrücken

Geburtsdatum : 22.07.1968  
Geburtsort : 44536 Lünen  
Staatsangehörigkeit : Deutsch  
Familienstand : Verheiratet

## Schulausbildung

1975 – 1979 : Grundschule Lünen  
1979 – 1985 : Realschule Lünen  
1988 – 1989 : Fachoberschule 1 für Technik, Bochum  
**Abschluß: Fachhochschulreife**

## Berufsausbildung

1985 – 1988 : Berufsfachschule 1 für Technik, Bochum  
**Abschluß: Chemisch-Technischer Assistent**

## Hochschulausbildung

10/89 – 09/91 : Grundstudium Chemische Ingenieurwissenschaften  
10/91 – 01/93 : Grundstudium Chemie mit Vordiplom  
02/93 – 09/95 : Hauptstudium Chemie  
11/95 – 07/96 : Diplomarbeit  
**Thema: Radikalische Lösungscoolymerisation von Butadien mit Acrylnitril (in Chlorbenzol unter nicht-azeotropischen Bedingungen)**  
07/96 **Abschluß: Diplom-Chemiker**  
10/96 – 09/99 : Dissertation am Institut für Technische Chemie der Universität GH Essen unter der Anleitung von Herrn Prof. Dr. F. Bander mann  
**Thema: „In-situ“-Polymerisation von Methylmethacrylat in Gegenwart von Poly(n-butylacrylat) mit Poly(methylmethacrylat-block-n-butylacrylat) als Verträglichkeitsvermittler**  
10/96 – 09/99 : Wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. F. Bander mann, Technische Chemie, UGH Essen  
seit 10/99 : Industrietätigkeit bei der Fa. Tresphaphan GmbH, Neunkirchen