

5. Ergebnisse

5.1 „In-situ“-Polymerisationen ohne Verträglichkeitsvermittler

5.1.1 Morphologien von Polymerblends mit unterschiedlichen PnBA-Konzentrationen

Alle Polymerisationsversuche sind zur Sicherstellung der Reproduzierbarkeit in mindestens zweifacher Ausführung durchgeführt worden. Zur Beurteilung der entstandenen Polymerblendmorphologien wurden Mikrotomschnitte von willkürlich ausgewählten Kugeln angefertigt, deren aussagekräftigste Aufnahmen ausgewählt und abgebildet wurden. Die Anteile der Polymere PMMA, PnBA und der Diblockcopolymeren am Gesamtpolymer werden im folgendem mit z.B. 90/10/0 angegeben. Zur Unterscheidung der nieder- oder hochmolekularen PnBA-Komponente wird die Bezeichnung PnBA^N für das PnBA mit einer Molmasse von 20.710 g mol⁻¹ und PnBA^H für das PnBA mit einer Molmasse von 45.600 g mol⁻¹ verwendet.

In den **Abb. 5-1** und **Abb. 5-2** sind die Morphologien der Polymerblends, hergestellt aus Suspensionspolymerisationen mit einem PnBA^N-Anteil von 10 Gew.% bei 80°C, zu erkennen. Es handelt sich um Phasenkontrastaufnahmen von 500 nm dicken Mikrotomschnitten bei einer 400fachen Vergrößerung.

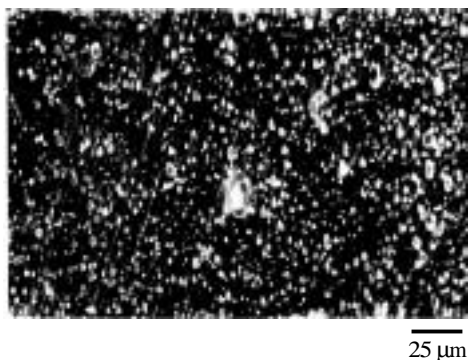


Abb. 5-1: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 8 (90/10/0) mit PnBA^N, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 400fach

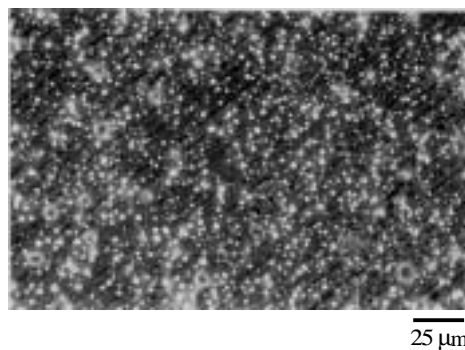


Abb. 5-2: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 9 (91/9/0) mit PnBA^N, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 400fach

Die erhaltenen Morphologien resultieren aus den Produkten separat durchgeführter Suspensionspolymerisationen, verbunden mit allen möglichen Einflüssen, die während der Herstellung auftreten können. Unter Berücksichtigung dieser Tatsache liegt eine gute Reproduzierbarkeit der Versuche vor. Aus beiden Abbildungen ist zu entnehmen, dass eine homogene Verteilung des PnBA^N in der PMMA-Matrix erfolgt ist.

Im Phasenkontrastmikroskop erscheint das PMMA dunkel und das PnBA^N hell. Diese Tatsache begründet sich auf den unterschiedlichen Brechungsindices der beiden Polymeren.

Neben kleinen durchgehend weißen PnBA^N-Domänen sieht man auch dunkle Bereiche, die nur von einem hellen Kranz PnBA^N umgeben sind. Diese dunklen Bereiche sind Löcher im Polymerblendschnitt, aus denen bei der Schnittpäparation die Weichkomponente PnBA^N herausgelöst wurde. Dies trat vornehmlich bei größeren PnBA^N-Domänen auf. Besonders gut sichtbar ist dieses in den TEM-Aufnahmen (siehe **Abb. 4.3**).

Neben der Reproduzierbarkeit sollte auch überprüft werden, wie sich die Morphologien von Kugel zu Kugel innerhalb eines Versuches unterscheiden. Dazu wurden willkürlich Suspensionskugeln aus einem Versuch ausgewählt und aufgearbeitet. Bei den Aufnahmen in **Abb. 5-3** und **5-4** handelt es sich um 500 nm dicke Mikrotomschnitte bei einer 1.000fachen Vergrößerung im Phasenkontrastmikroskop.

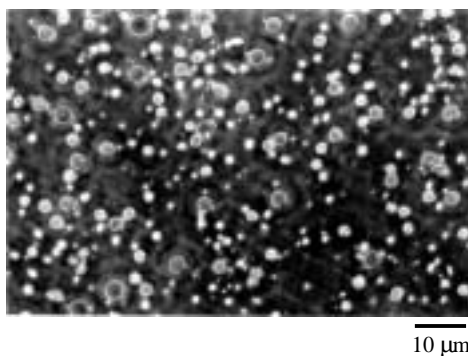


Abb. 5-3: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 9 (91/9/0) mit PnBA^N, Kugel 1, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 1.000fach

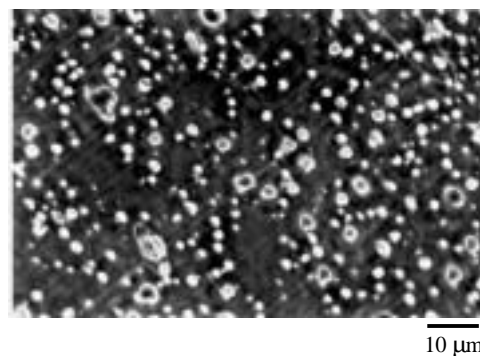


Abb. 5-4: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 9 (91/9/0) mit PnBA^N, Kugel 2, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 1.000fach

Beide Aufnahmen zeigen gleiche Morphologien, so dass von einer homogenen Reaktionsmasse innerhalb eines Versuches und damit innerhalb der vorliegenden Kugeln ausgegangen werden kann.

Eine andere Morphologie (**Abb. 5-5**) zeigt sich dagegen bei den Polymerblends, die unter gleichen Bedingungen mit 10 Gew.% PnBA^H hergestellt wurden.

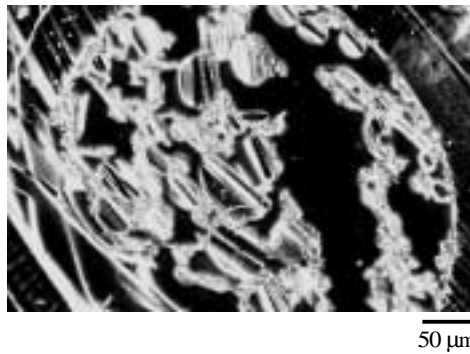


Abb. 5-5: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 11 (90/10/0) mit PnBA^H,
Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 200fach

Bei diesen Polymerblends ist keine dunkle PMMA-Matrix mit eingelagerten hellen PnBA^H-Domänen entstanden, vielmehr zeigt der Schnitt große helle PnBA-Bereiche, die mit großen schwarzen Löchern durchsetzt sind.

Die Matrix wies eine so geringe Festigkeit auf, dass bei der Schnitanfertigung ein „zerbröseln“ des Materials auftrat, wodurch generell (bis auf diesen einzigen abgebildeten Schnitt) keine Schnitanfertigung möglich war. Dadurch sind genauere Aussagen über mögliche Polymerverteilungen bei diesen Versuchsbedingungen nicht möglich.

Beide gezeigten Versuche unterscheiden sich allein in der Molmasse des verwendeten PnBA. In beiden Polymerblends ist der Anteil des PnBA mit 10 Gew.% gleich. Anscheinend verhindert die höhere Viskosität des PnBA^H eine gleichmäßige Verteilung innerhalb der PMMA-Matrix bei 10 Gew.% PnBA^H, woraus auch die geringe Stabilität resultiert. Wenn der Anteil der PnBA^H-Komponente im Polymerblend auf 5 % reduziert wird ergeben sich die bekannten und in **Abb. 5-6** und **5-7** gezeigten Morphologien

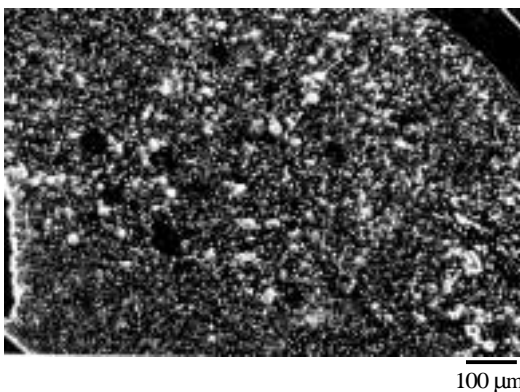


Abb. 5-6: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 19 (93/7/0) mit PnBA^H,
Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 100fach

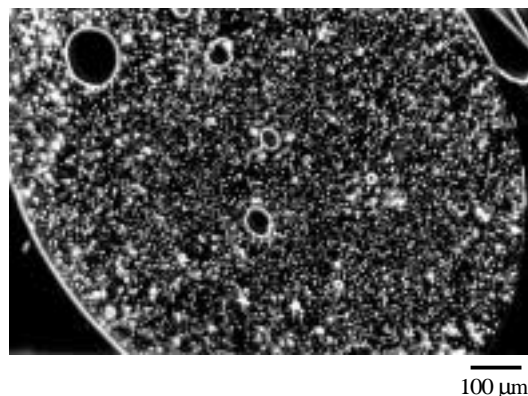


Abb.5-7: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 20 (94/6/0) mit PnBA^H,
Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 100fach

Hier ist wieder deutlich die dunkle PMMA-Matrix mit hell eingelagertem PnBA^H zu erkennen. Unter Berücksichtigung möglicher Einflüsse während der Versuche wie Schwankungen der Rührerdrehzahl, Temperaturschwankungen usw. läßt sich anhand der vorliegenden Ergebnisse festhalten, dass der Versuchsaufbau und –ablauf geeignet erscheint, reproduzierbare Ergebnisse bei der Herstellung von Polymerblends mit Hilfe der Suspensionspolymerisation zu erhalten. Bei 5 Gew.% PnBA^H ergeben sich Polymerblends mit einer dunklen PMMA-Matrix, in die fein verteilt PnBA eingelagert ist, welches hell erscheint. Die Verwendung des höhermolekularen PnBA^H mit 10 Gew.% führt zu Polymerblendmorphologien, die nicht mit den üblichen Verteilungen (PnBA-Domänen in einer PMMA-Matrix) verglichen werden können.

5.1.2 Einfluß der Reaktionstemperatur

Eine Annahme bei den Polymerisationsversuchen war, dass sich die Polymerblend-Morphologie aufgrund von Diffusionsvorgängen durch die Temperatur beeinflussen läßt. Daher wurden Polymerisationsversuche bei 80°C als Standardtemperatur und 60°C als Vergleichstemperatur durchgeführt. In **Abb. 5-8** und **5-9** sind die Aufnahmen der Polymerblendmorphologien aus Polymerisationen mit beiden Reaktionstemperaturen abgebildet.

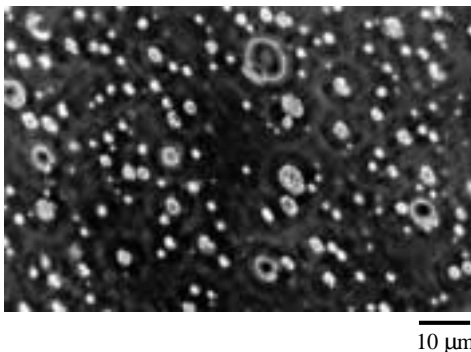


Abb. 5-8: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 20 (94/6/0) mit PnBA^H, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung 1.000fach, $T = 80^{\circ}\text{C}$

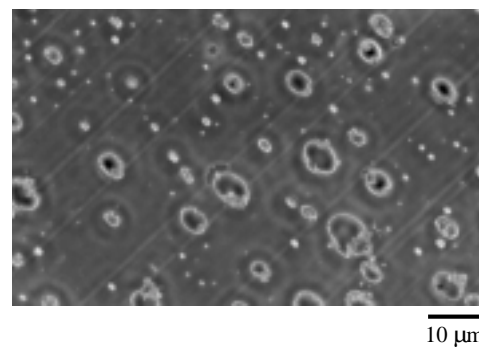


Abb. 5-9: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 24 (93/7/0) mit PnBA^H, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung 1.000fach, $T = 60^{\circ}\text{C}$

Der Vergleich beider Aufnahmen zeigt, dass mit Verringerung der Reaktionstemperatur größere PnBA^H-Domänen gebildet werden. Dies bestätigt die Annahme, dass die Polymerblendmorphologie durch Diffusion der Polymeranteile bestimmt und damit über die Temperatur beeinflusst werden kann. Der Vergleich der Domänengrößenverteilung (**siehe Kap. 5.4**) bestätigt den visuellen Eindruck. Im Vergleich zu den Produkten aus Versuchen bei 60°C enthalten die Produkte aus Versuchen bei 80°C mehr kleinere Domänen. Hierbei muß ebenfalls berücksichtigt werden, dass durch die Verringerung der Reaktionstemperatur eine Verlängerung der Reaktionszeit einhergeht, so dass die Reaktionskomponenten wesentlich mehr Zeit zur Bildung der Morphologie haben.

5.2 „In-situ“-Polymerisationen mit Verträglichkeitsvermittler

5.2.1 Morphologien von Polymerblends mit unterschiedlichen PnBA-Konzentrationen

Um dem Einfluß von Verträglichkeitsvermittlern auf die Polymerblendstruktur zu untersuchen wurden Versuche, wie in **Kap. 5.1** beschrieben, mit Zusatz von Verträglichkeitsvermittlern durchgeführt. Die Standardreaktionstemperatur betrug 80°C. Die Anteile der einzelnen Polymere PMMA, PnBA und Verträglichkeitsvermittler im Polymerblend werden mit z.B. 85/10/5 angegeben. Für dieses Beispiel ergibt sich ein Verhältnis der Komponenten PMMA und PnBA von 90/10, bezogen auf die Summe beider Anteile ohne Berücksichtigung des Verträglichkeitsvermittler.

In **Abb. 5-10** ist ein Polymerblend mit PnBA^N ohne Verträglichkeitsvermittler, in **Abb. 5-11** mit Verträglichkeitsvermittler dargestellt.

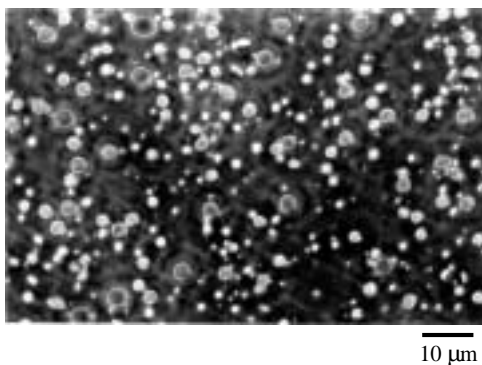


Abb. 5-10: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 9 (91/9/0) mit PnBA^N, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 1.000fach

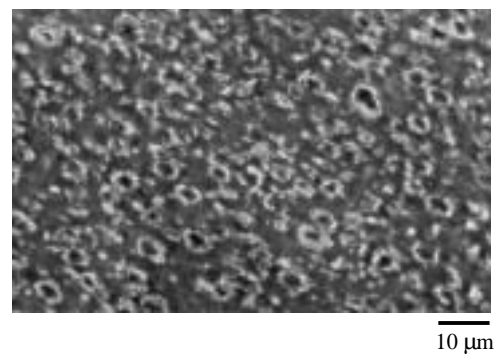


Abb. 5-11: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 10 (85/10/5) mit PnBA^N, Schnittdicke: 500 nm, Vergrößerung: 1000fach; DB 4

Zwischen den beiden erhaltenen Morphologien ohne und mit Verträglichkeitsvermittler liegt ein Unterschied vor. Das anders aussehende, eher deformierte Erscheinungsbild der PnBA^N-Domänen in **Abb. 5-11** ist jedoch eher auf Schwierigkeiten bei der Produktaufarbeitung sowie der Schnittpäparation zurückzuführen als das eine Aussage über die Wirkung des Verträglichkeitsvermittlers möglich wäre. Aufgrund dieser Problematik ist eine Aussage bezüglich der erhaltenen Morphologie reine Spekulation. Inwieweit eventuell ein Unterschied im mechanischen Verhalten vorliegt wird im **Kap. 5.5** untersucht.

Ganz andere Strukturen zeigen Aufnahmen von Polymerblends mit 10 Gew.% der höhermolekularen PnBA^H-Komponente (**Abb 5-12**). In **Abb. 5-13** ist ein vergrößerter Ausschnitt des gleichen Schnittes abgebildet.

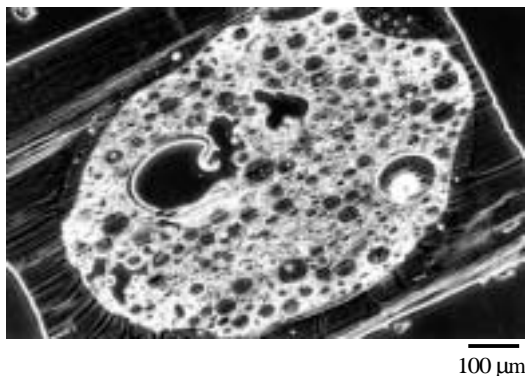


Abb. 5-12: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 16 (84/11/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 200 nm, Vergrößerung: 100fach, DB 3

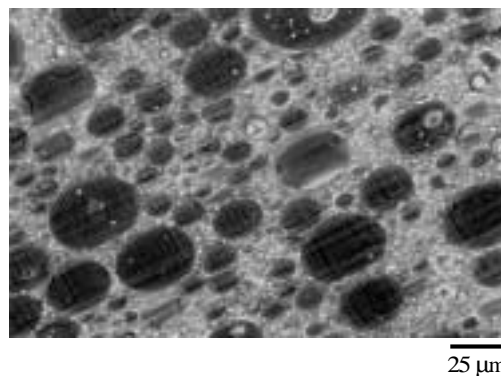
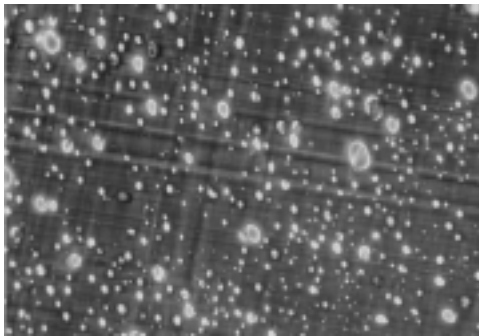


Abb. 5-13: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 16 (84/11/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 200 nm, Vergrößerung: 400fach, DB3

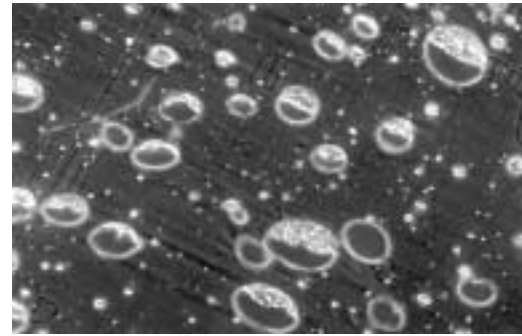
Im Vergleich zum Polymerblend ohne Verträglichkeitsvermittler (Versuch 11 (**Abb. 5-5**)) konnte bei Versuch 16 mit Verträglichkeitsvermittler eine guter Schnitt angefertigt werden. Dies spricht für eine verbesserte Stabilität des Polymerblends durch den Zusatz des Verträglichkeitsvermittlers. Die Ausschnittvergrößerung (**Abb. 5-13**) zeigt, dass im Polymerblend nicht die übliche PMMA-Matrix mit eingelagerten PnBA-Domänen vorliegt. Vielmehr hat sich eine nicht näher beschreibbare, „schwammartige“ Matrix mit eingelagerten PMMA-Domänen gebildet. Ähnliche Strukturen sind vom HIPS-System bekannt, wenn die Reaktionsmasse nicht gerührt wird.

Wird die gleiche PnBA^H-Komponente mit nur 5 Gew.% und Verträglichkeitsvermittler versetzt, zeigen sich wieder die bekannten und erwarteten, in **Abb. 5-15** wiedergegebenen, Strukturen. Das Polymerblend zeigt eine dunkle PMMA-Matrix mit eingelagerten PnBA^H-Domänen, was der Polymerblendmorphologie gleicht, die ohne Verträglichkeitsvermittler erzielt wird (**Abb. 5-14**). Die PnBA^H-Domänen im Polymerblend mit Verträglichkeitsvermittler sind aber wesentlich größer als ohne Verträglichkeitsvermittler, was bei der Schnittpräparation dazu führte, dass das weiche PnBA^H durch den Schneidprozeß herausgelöst wurde. Deutlich sind die verbliebenen Reste des PnBA^H an den Domänenrändern und die entstandenen Löcher zu erkennen. Demnach läßt sich hier eine Domänenverkleinerung durch den Zusatz des Verträglichkeitsvermittlers nicht beobachten.



25 μm

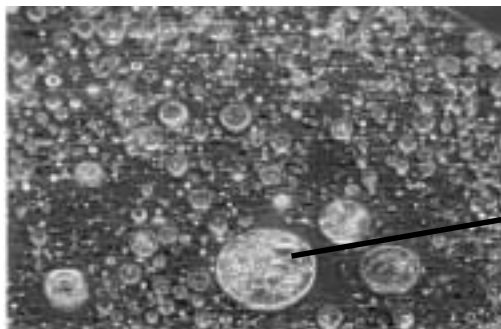
Abb. 5-14: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 19 (95/5/0) mit PnBA^H, Schnittdicke: 200 nm, Vergrößerung 400fach



25 μm

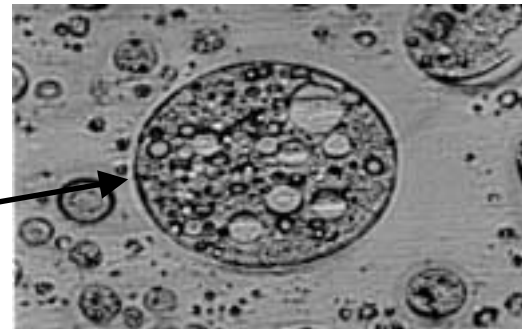
Abb. 5-15: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 22 (90/5/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 200 nm, Vergrößerung 400fach, DB3

Aus dem Schnitt eines anderen Polymerblends mit den gleichen Polymeranteilen (**Abb. 5-16**) wurde eine große PnBA^H-Domäne erhalten, die durch die Schnittpreparation nicht beeinträchtigt worden ist. Eine vergrößerte Abbildung dieser Domäne (**Abb. 5-17**) zeigt, dass diese nicht aus reinem PnBA^H besteht, sondern weitere Unterstrukturen aufweist.



25 μm

Abb. 5-16: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 23 (90/5/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 1.000 nm, Vergrößerung 400fach, DB 1



10 μm

Abb. 5-17: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie (mit umgekehrtem Kontrast) des Versuches 23 (90/5/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 1.000 nm, Vergrößerung 1.000fach, DB 1

Durch den umgekehrten Kontrast erscheint hier PMMA hell und PnBA^H dunkel. Innerhalb der einzelnen Domäne zeigen sich neben PnBA^H- auch eingelagerte PMMA-Domänen. Da die Bildung dieser Domänenform nicht bei Polymerblends ohne Verträglich-

lichkeitsvermittler beobachtet wurde kann dieses Ergebnis nur auf eine Wirkung des Verträglichkeitsvermittlers zurückgeführt werden. Es liegt die Vermutung nahe, dass der Verträglichkeitsvermittler nicht eine PnBA^H-Domänenverkleinerung, sondern eine Vergrößerung bewirkt. Da der Verträglichkeitsvermittler während der Polymerblendherstellung durch MMA solvatisiert vorliegt, könnte es durch die Anlagerung an die Phasengrenze PMMA / PnBA^H zu einer Einschleusung des MMA kommen, was eine Vergrößerung der Domänen zur Folge hat. Dieses sollte dementsprechend auch eine Auswirkung auf die Charpy-Schlagzähigkeit dieser Produkte (siehe Kap. 5.5) haben.

5.2.2 Einfluß der Diblocklänge auf die Polymerblendmorphologie

Für diesen Vergleich wurden zwei Verträglichkeitsvermittler mit unterschiedlichen Molmassen verwendet. Die Molmasse der einzelnen Blöcke im Verträglichkeitsvermittler DB1 lagen oberhalb der Verschlaufungsmolmassen von PMMA und PnBA. Im Verträglichkeitsvermittler DB3 lag die Molmasse der einzelnen Blöcke unterhalb der jeweiligen Verschlaufungsmolmassen. **Abb. 5-18** (Versuch 23) und **Abb. 5-19** (Versuch 22) zeigen die resultierenden Morphologien.

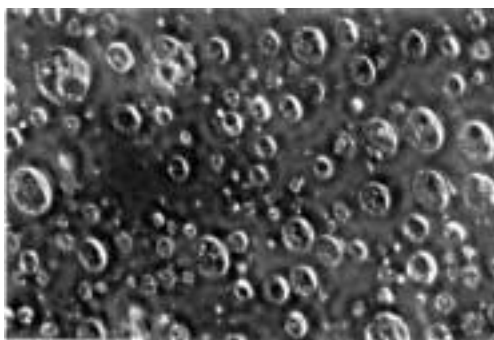


Abb. 5-18: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 23 (90/5/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 500 nm; Vergrößerung 1.000fach; DB 1



Abb. 5-19: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 22 (90/5/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 500 nm; Vergrößerung 1.000fach; DB 3

Hier zeigt sich, dass ein Verträglichkeitsvermittler mit höherer Molmasse als der Verschlaufungsmolmasse eine homogenere Verteilung gleich großer PnBA^H- Domänen in der PMMA-Matrix bewirkt, als der Verträglichkeitsvermittler mit einer niedrigeren Molmasse, der die Bildung von wenigen großen Domänen verursacht. Dieses Verhalten stimmt recht gut mit theoretischen Ansätzen zum Verhalten von Verträglichkeitsvermittlern überein. Diese Theorien besagen, dass Molmassen oberhalb der Verschlaufungsmolmassen zu einer wesentlich besseren Verhakung der einzelnen Blöcke in den entsprechenden Homopolymerphasen führen und somit die Bildung kleinerer PnBA^H- Domänen fördern.

5.2.3 Einfluß der Reaktionstemperatur

Wie sich schon bei den Polymerblends ohne Verträglichkeitsvermittler eine Abhängigkeit der Polymerblendmorphologie von der Temperatur gezeigt hat, spielt die Polymerisationstemperatur auch bei den Polymerblends mit Verträglichkeitsvermittler eine Rolle. In **Abb. 5-20** und **Abb. 5-12** sind die Schnitte der Polymerblends mit 5 Gew.% der PnBA^H-Komponente bei 60°C und 80°C gegenübergestellt.

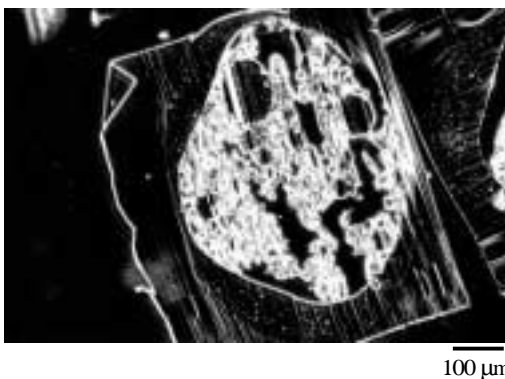


Abb. 5-20: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 18 (86/9/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 100 nm; Vergrößerung 100fach; DB 2; T=60°C

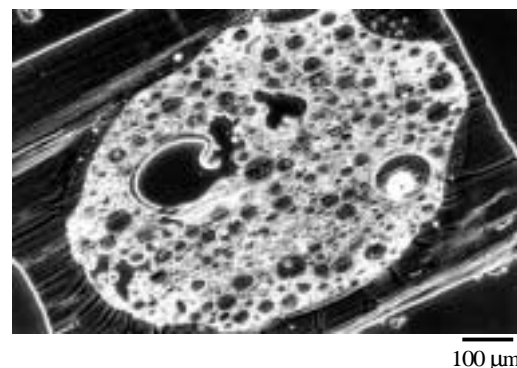


Abb. 5-12: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 16 (84/11/5), Schnittdicke: 200 nm; Vergrößerung 100fach; DB 3; T = 80°C

Bei dem Polymerblend, das bei 80°C polymerisiert wurde, zeigt sich eine Vermischung beider Komponenten, wobei nicht von einer PMMA-Matrix und PnBA^H-Domänen gesprochen werden kann, sondern die schon erwähnte „schwammartige“ Matrixstruktur vorliegt. Das Polymerblend, hergestellt bei einer Reaktionstemperatur von 60°C, bildet analog zu den Versuchen ohne Verträglichkeitsvermittler eine instabile Matrix, die beim Anfertigen der Mikrotomschnitte zerstört wird und keine weitere Schnittpräparation zuläßt. Beide Morphologien lassen keine Schlußfolgerung bezüglich des Einflusses des Verträglichkeitsvermittlers auf die Domänengrößenverteilung zu. Vielmehr werden beide Polymerblendstrukturen stark durch Diffusionsvorgänge und damit durch die Temperatur beeinflusst. Obwohl bei 60°C eine Reaktionszeit von 24 h vorlag konnte bei der geringen Reaktionstemperatur aufgrund der geringeren kinetischen Energie der Polymermoleküle keine Stabilisierung des Polymerblends durch Diffusion und damit durch Verteilung der Komponenten eintreten. Nur die Erhöhung der Reaktionstemperatur ermöglicht eine feinere Verteilung und damit eine Stabilisierung.

Bei Verringerung des PnBA^H-Anteils auf 5 Gew.% im Polymerblend kann die Wirkung der Verträglichkeitsvermittler wieder besser beobachtet werden, da die Morphologie in diesen Polymerblends wieder durch eine schwarze PMMA-Matrix mit eingelagerten PnBA^H-Domänen gekennzeichnet ist. In **Abb. 5-18** und **Abb. 5-21** sind beide Polymerblendmorphologien bei unterschiedlichen Temperaturen abgebildet.

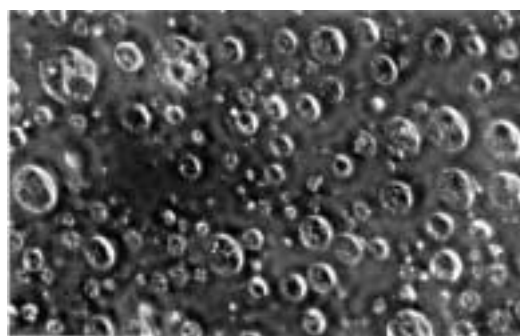


Abb. 5-18: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 23 (90/5/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 500 nm; Vergrößerung 1.000fach; DB 1, T = 80°C

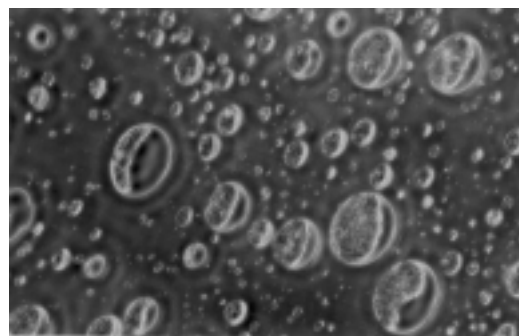


Abb. 5-21: Phasenkontrastaufnahme der Morphologie des Versuches 25 (89/6/5) mit PnBA^H, Schnittdicke: 500 nm; Vergrößerung 1.000fach; DB 1, T = 60°C

Man könnte hier eine gleichbleibende oder feinere Verteilung der PnBA^H-Komponente bei 60°C erwarten, denn während der 3fach längeren Reaktionszeit bei 60°C steigt der Umsatz und damit die Viskosität der Mischung langsamer an, so dass eher ein stabiles Gleichgewicht gebildet werden kann als bei 80°C, bei der die Reaktionszeit nur 8 h beträgt und der Umsatz und die Viskosität schneller ansteigen. Tatsächlich zeigt sich aber auch hier eine Vergrößerung der PnBA^H-Domänen mit Verringerung der Reaktionstemperatur. Gleichzeitig muß hier davon ausgegangen werden, dass sich in beiden Polymerblends die einzelnen Domänen aus Unterstrukturen mit eingelagertem PMMA zusammensetzten (**siehe Kap. 5.2.1**). Dies verdeutlicht, dass der Strukturbildungsprozeß wesentlich stärker durch diffusionsbedingte Verteilungen geprägt ist und somit über die Temperatur beeinflusst werden kann, als dass die Wirkung eines Verträglichkeitsvermittlers im Vordergrund steht.

5.3 Vergleich der Domänengrößenverteilung

Um den visuellen Eindruck der Phasenkontrastaufnahmen zu bestätigen erfolgte von allen Phasenkontrastaufnahmen eine Domänengrößenbestimmung, indem 50 Domänen ausgewählt und vermessen wurden.

In **Abb. 5-22** sind die Domänengrößenverteilungen der Versuche 20, 22 und 23 dargestellt. Alle Versuche wurden bei 80°C mit einem PnBA^H-Anteil von 5 Gew.% mit und ohne Verträglichkeitsvermittler durchgeführt.

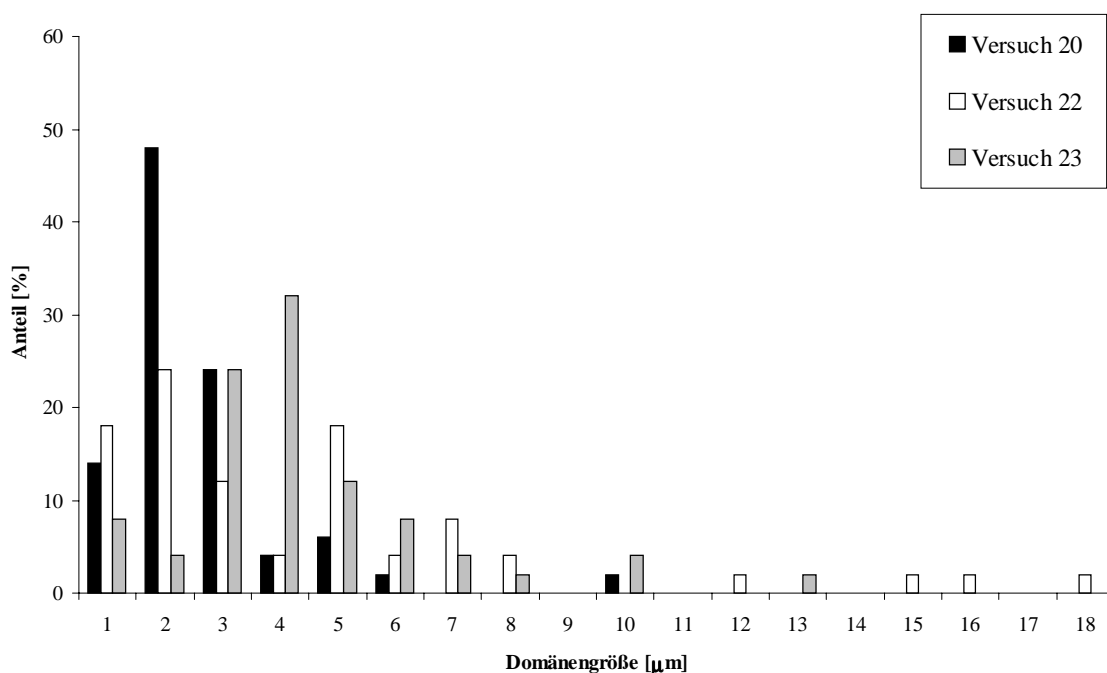


Abb. 5-22: PnBA^H-Domänengrößenverteilung der Versuche ohne (Versuch 20 (94/6/0)) und mit Verträglichkeitsvermittler (Versuch 22 (90/5/5), DB 3) und Versuch 23 (90/5/5), DB 1) mit einem PnBA^H-Anteil von 5 Gew.% bei 80°C

Ohne Verträglichkeitsvermittler (Versuch 20) besitzen fast 50 % aller PnBA^H-Domänen eine Größe von 2 μm mit einer recht engen Verteilung. Im Gegensatz dazu haben bei den Versuchen mit Verträglichkeitsvermittler (Versuch 22 und 23) nur ca. 25 % aller PnBA^H-Domänen eine Größe von 2 μm . Der Großteil der Domänen ist größer als 2 μm , zudem sind die Verteilungen breiter. Somit bestätigt sich durch die Bestimmung der Domänengrößenverteilung, dass ein Zusatz von Verträglichkeitsvermittler nicht zu einer Verringerung der Domänengröße geführt hat, sondern sich unter Zusatz der Verträglichkeitsvermittler aus verschiedenen Gründen größere Domänen gebildet haben. In

Abb. 5-23 sind die Domänengrößenverteilungen für die Versuche bei 60°C mit und ohne Verträglichkeitsvermittler dargestellt.

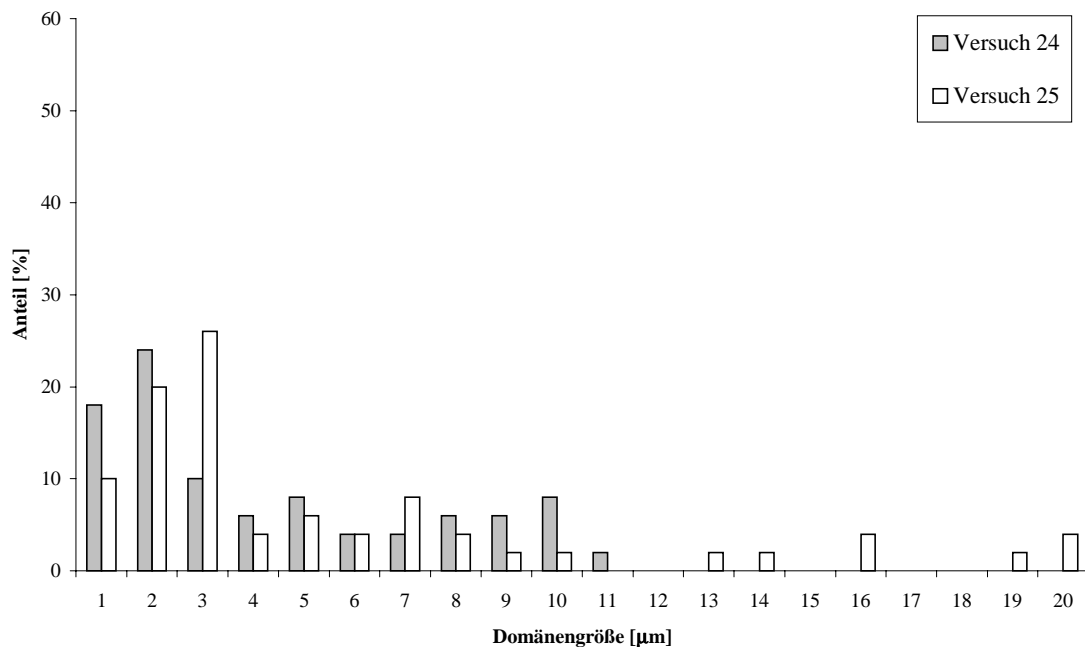


Abb. 5-23: PnBA^H-Domänengrößenverteilung der Versuche ohne (Versuch 24 (93/7/0)) und mit Verträglichkeitsvermittler (Versuch 25 (89/6/5), DB 1) mit einem PnBA^H-Anteil von 5 Gew.% bei 60°C

Auch bei 60°C erfolgt eine Verschiebung der PnBA^H-Domänen von 1-2 µm ohne Verträglichkeitsvermittler zu 3 µm mit Verträglichkeitsvermittler. Beide Verteilungen sind relativ breit. Im Vergleich zu den Polymerblends bei 80°C sind die Domänengrößenverteilungen der Polymerblends bei 60°C breiter.

In **Abb. 5-24** ist die Domänengrößenverteilung für Polymerblends mit und ohne Verträglichkeitsvermittler mit einem PnBA^N-Anteil von 10 Gew.% bei 80°C dargestellt.

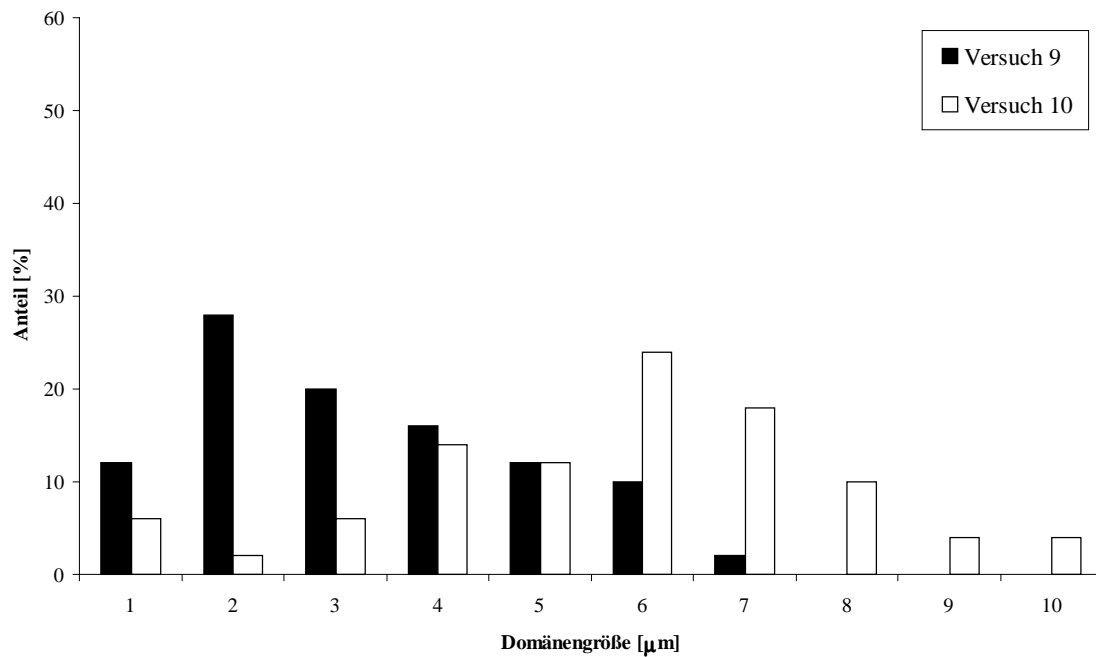


Abb. 5-24: PnBA^N-Domänengrößenverteilung der Versuche 9 (91/9/0) und Versuch 10 (85/10/5) mit DB4 und einem PnBA^N-Anteil von 10 Gew.% bei 80°C

In **Abb. 5-24** ist zu erkennen, dass der Zusatz des Verträglichkeitsvermittlers ebenfalls zu einer Verschiebung der PnBA^N-Domänengrößenverteilung führt. Der Anteil an PnBA^N-Domänen $\leq 5 \mu\text{m}$ beträgt ohne Verträglichkeitsvermittler ca. 85 % und mit Verträglichkeitsvermittler nur noch 40 %. Außerdem hat sich das Maximum der Verteilungskurve zu größeren PnBA^N-Domänen hin verschoben.

Damit spiegeln die PnBA-Domänengrößenverteilungen den visuellen Eindruck der Morphologieaufnahmen der vorangegangenen Kapitel wieder.

In **Abb. 5.25** ist der Vergleich der Domänengrößenverteilung der Polymerblends mit und ohne Verträglichkeitsvermittler bei 60°C und 80°C dargestellt.

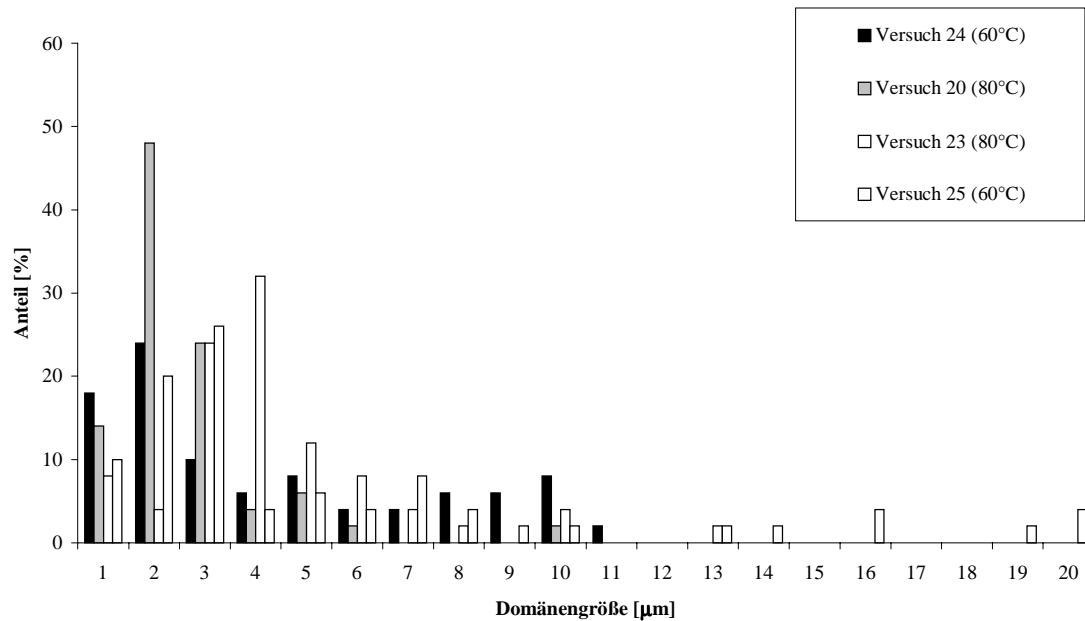


Abb. 5-25: PnBA^H-Domänengrößenverteilung der Versuche ohne (Versuch 20 (94/6/0) und Versuch 24 (93/7/0)) und mit Verträglichkeitsvermittler (Versuch 23 (90/5/5) mit DB 1 und Versuch 25 (89/6/5) mit DB1) mit PnBA^H bei 80 und 60°C

Bei den Polymerblends ohne Verträglichkeitsvermittler wird mit sinkender Temperatur die Verteilung der PnBA^H-Domänen breiter, wobei der Hauptanteil der Domänen im Bereich von 3-4 µm liegt. Im Vergleich dazu besitzen 50 % der Domänen bei 80°C eine Größe von 2 µm. Bei Zusatz von Verträglichkeitsvermittlern zeigt sich die gleiche Temperaturabhängigkeit der Domänenverteilung. Bei 60°C liegt ein Maximum bei 3 µm Domänen vor wohingegen bei 80°C eine breite Verteilung bis zu 20 µm großen Domänen vorliegt.