

Figura 5.3.2. Representació del grau de conversió respecte a la temperatura de l'IHPO-Gly curat amb (a) HMDA, (b) DAT, (c) DDM, (d) BAMPO, (e) 2DOPO-A.

En el segon escalfament realitzat als productes resultants del curat, es van poder observar les Tg dels diferents materials obtinguts per a cadascun dels agents de curat, i els valors obtinguts van des de 24°C a 119°C (**taula 5.3.1.**). Observem un augment de la Tg en augmentar la rigidesa de l'agent de curat, tal i com era d'esperar. A més a més, també es pot observar, com ja s'havia esmentat, l'efecte que produeix la presència del grup P=O, d'elevada polaritat que restringirà la mobilitat de les cadenes tant per interaccions dipolars com per la possibilitat de formació d'enllaços per ponts de hidrogen.

Agent de	Tg	Tonset	Tmax	ΔΗ
curat	(°C)	(°C) ^a	$(^{\circ}C)^{b}$	(KJ/mol epòxid) ^c
HMDA	24	45	100	104
DAT	72	88	165	131
DDM	88	89	164	154
BAMPO	92	98	188	175
2DOPO-A	119	152	211	100

Taula 5.3.1. Entrecreuament d'IHPO-Gly amb amines primàries.

^a Temperatura d'inici de l'exoterma d'entrecreuament.

^b Temperatura a la que la velocitat de despreniment de calor es màxima.

^c Entalpia de la reacció expresada en KJ per mol d'epòxid.

A la taula **5.3.1.** també podem veure els valors de les entalpies de les diferents reaccions de curat que són semblants a les descrites a la literatura per aquest tipus d'agents entrecreuants i semblants a les trobades en el cas del DGEBA.

A la **figura 5.3.3.** hi ha representada l'energia d'activació en funció del grau de conversió per a la reacció de l'HPO-Gly amb cadascuna de les cinc amines emprades en el seu curat. Podem observar que en tots els casos l'energia d'activació es manté gairebé constant durant tot el proces, fet que concorda amb el que hi ha descrit a la literatura¹⁰⁸⁻¹¹², i que confirma que la reacció que es produeix, és l'addició de l'amina primària



Figura 5.3.3. Representació de l'energia d'activació respecte al grau de conversió de l'IHPO-Gly

També es pot veure que les corbes que s'obtenen són similars a les que s'obtenien en el cas del curat del DGEBA amb les mateixs amines, i que només varia el valor de l'energia d'activació, essent aquest major en tots els casos.

5.4. Curat de l'HEDGE

El curat de l'HEDGE amb les amines esmentades anteriorment es va estudiar mitjançant DSC (**figura 5.4.1**). A l'igual que en els casos anteriors, amb l'IHPO-Gly i el DGEBA, les diferents exotermes obtingudes per a cada experiment apareixen centrades a una temperatura cada vegada més elevada quan passem d'una amina alifàtica, a una amina aromàtica i a una amina aromàtica que a més conté un o més àtoms de fòsfor. L'única diferència que es pot observar entre els diferents glicidils es troba en el cas en que s'empra el DAT com a agent de

curat amb (a) HMDA, (b) DAT, (c) DDM, (d) BAMPO, (e) 2DOPO-A.

curat, ja que en el cas de l'HEDGE la reacció s'inicia abans que en el cas de l'IHPO-Gly o del DGEBA.

Figura 5.4.1. Corbes de DSC realitzades a 10°C/min de l'HEDGE curat amb (a) HMDA, (b) DAT, (c) DDM, (d) BAMPO, (e) 2DOPO-A.

A la **figura 5.4.2.** hi ha representades les corbes de conversió respecte a la temperatura per a cada una de les amines emprades en el curat de l'HEDGE. Podem observar la diferència de reactivitat de la mostra curada amb DAT, que en els casos anteriors presentava un comportament molt similar al del DDM, i que en aquest cas en canvi, el seu comportament s'aproxima més al de l'HMDA.



Figura 5.4.2. Representació del grau de conversió respecte a la temperatura de l'HEDGE curat amb (a) HMDA, (b) DAT, (c) DDM, (d) BAMPO, (e) 2DOPO-A.

A la **taula 5.4.1.** es recullen les Tg dels materials obtinguts, les quals, com s'havia observat anteriorment, augmenten en passar de l'amina alifàtica a les aromàtiques, i de les aromàtiques a les fosforades. Cal destacar els baixos valors de Tg del material obtingut del curat de l'HEDGE amb HMDA i DAT comparats amb el curat de l'IHPO-Gly amb aquestes mateixes amines, fet que posa de manifest la influència de les unitats d'òxid de fosfina que afavoreix la formació d'enllaços per ponts d'hidrogen, i produeix una major interacció entre cadenes. A la **taula 5.4.1.** també hi podem veure les entalpies de la reacció del curat de l'HEDGE amb les diferents amines, de valors semblants als comentats anteriorment.

Taula 5.4.1. Dades de l'entrecreuament de HEDGE i amines primàries.

Agent de	Tg	Tonset	Tmax	ΔΗ
curat	(°C)	(°C) ^a	$(^{\circ}C)^{b}$	(KJ/mol epòxid) ^c

HMDA	-11	52	115	126
DAT	10	50	124	129
DDM	50	69	160	165
BAMPO	82	123	184	169
2DOPO-A	106	148	220	97

^a Temperatura d'inici de l'exoterma d'entrecreuament.
^b Temperatura a la que la velocitat de despreniment de calor és màxima.
^c Entalpia de la reacció expresada en KJ per mol d'epòxid.

Igual que en el cas de l'IHPO-Gly, es realitzà l'anàlisi isoconversional del curat de l'HEDGE amb cada una de les amines citades. A partir de les quatre corbes de curat a diferents temperatures (2, 5, 10 i 15°C/min) de l'HEDGE amb cada una de les cinc amines, s'obté la representació de l'energia d'activació en funció del grau de conversió (figura 5.4.3.).