

mol) d'òxid de P-diclorofenilfosfina. Tot el material de vidre és prèviament flamegat i refredat sota argó, ja que la reacció es realitza en atmosfera d'argó. Es posa el matràs del muntatge en un bany de CO₂ sòlid i metanol, i s'obre la bombona d'NH₃, que en entrar en contacte amb el dit fred es condensa al matràs. Quan s'han liquat 150 ml d'amoníac es comença l'addició del reactiu molt lentament. Un cop acabada l'addició es deixa una corrent d'NH₃ per assegurar que el reactiu de partida reacciona totalment. El producte es va formant de forma immediata, precipitant en forma de sòlid blanc. Quan ja no s'observa més reactiu de partida (que és un líquid grogós) s'atura el corrent d'NH₃ i es substitueix per un corrent d'argó. Es treu el bany de metanol i CO₂, i es deixa que el matràs arribi a temperatura ambient, deixant d'aquesta manera que s'evapori l'NH₃ que hagi pogut quedar sense reaccionar. Es recristal·litza en etanol absolut sota atmosfera d'argó (rendiment del 70 %) obtenint uns cristalls blancs que fonen a 195-198°C. **C₁₃H₁₅ON₂P (156)**: Calculat: C 46.16%; H 5.81%; N 17.94%; P 19.84%; Experimental: C 45.35%; H 6.19%; N 18.55%; P 18.67%. **³¹P RMN (MetOH-d₆, d(ppm), H₃PO₄)**: 14.2(s). **¹H RMN (MetOH-d₆, d(ppm))**: 7.7-7.4 (m, 5H); 4.8 (s, 4H). **¹³C RMN (MetOH-d₆, d(ppm))**: 135.5 (d, 176.3 Hz); 130.7 (d, 2.3 Hz); 130.1 (d, 9.2 Hz); 128.3 (d, 13.8 Hz).

7.4. Reaccions de polimerització

Les mostres per a les reaccions de polimerització es van preparar a partir de la mescla d'una dissolució de monòmer glicidílic en un dissolvent volàtil, i la dissolució de l'agent de curat en el mateix dissolvent. Després s'evapora el dissolvent a temperatura ambient i s'asseca al buit.

En el cas de les mescles realitzades amb el DAPPO, com que és una diamina insoluble en tots els dissolvents orgànics habituals, les mescles es feien el més homogènies possibles emprant un morter.

Les barreges van ser curades en petites quantitats (uns 5 mg) en càpsules d'alumini al DSC. En més grans quantitats es van introduir en vials de vidre prèviament silanitzats, i es van curar a l'estufa de buit, realitzant un tractament d'escalfament progressiu en el buit per assegurar que no quedaven bombolles d'aire, i després trencant el buit i pujant la temperatura a la del curat. Posteriorment es realitza un postcurat per tal d'assegurar el curat total de les mostres.

Un cop tallades les mostres rectangulars es van utilitzar per a realitzar l'estudi de les propietats mecàniques, de les propietats tèrmiques i de les propietats d'inflamabilitat.