# THE EFFECT OF CURING CONDITIONS ON THE VOLUMETRIC EXPANSION OF BISPHENOL-A AND ANILINE-BASED POLYBENZOXAZINE

Ms. Mantana Kanchanasopa

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science

The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michican, The University of Oklahoma
and Case Western Reserve University

1996
ISBN 974-633-590-1

Thesis Title : The Effect of Curing Conditions on the Volumetric

Expansion of Bisphenol-A and Aniline-based

Polybenzoxazine

By : Ms. Mantana Kanchanasopa

Program : Polymer Science

**Thesis Advisors**: 1. Prof. Hatsuo Ishida

2. Dr. Nantaya Yanumet

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfillment of the requirements for the Degree of Master of Science.

Director of the College

(Prof. Somchai Osuwan)

Thesis Committee

( Prof. Hatsuo Ishida)

(Dr. Nantaya Yanumet)

N. Janunet.

(Dr. Suwabun Chirachanchai)

## **ABSTRACT**

##942003 : PROGRAM POLYMER SCIENCE

KEY WORDS: BENZOXAZINE / VOLUMETRIC EXPANSION

MANTANA KANCHANASOPA: THE EFFECT OF CURING

CONDITIONS ON THE VOLUMETRIC EXPANSION OF

BISPHENOL-A AND ANILINE-BASED POLYBENZOXAZINE.

THESIS ADVISORS: PROF. HATSUO ISHIDA AND DR.

NANTAYA YANUMET, 34 PP. ISBN 974-633-590-1

The volumetric expansion of bisphenol-A and aniline-based polybenzoxazine (B-a) has been studied by comparing the room temperature density of the cured B-a at different curing conditions with the amorphous B-a monomer. The glass transition temperatures ( $T_g$ ) of B-a at various degrees of polymerization have been investigated by differential scanning calorimetry (DSC). A 1-2% volumetric expansion after polymerization of B-a was found as a function of curing conditions. The degrees of conversion at different curing temperatures are compared with the respective glass transition temperatures. It was found that a substantial increase in  $T_g$  occurs even at low degree of conversion.

### บทคัดย่อ

มัณทนากาญจนโสภา: การศึกษาถึงผลกระทบของสภาวะการบ่ม ต่อ การขยายตัว ทางปริมาตรของโพลีเบนซอกซาซีนจากสารตั้งต้นบีสฟืนอล-เอ และอนิลีน (The Effect of Curing Conditions on the Volumetric Expansion of Bisphenol-A and Aniline-based Polybenzoxazine) อ.ที่ปรึกษา:ศ. ตร. ฮัดสุโอะ อิชิดะ, และ ดร. นันทยายานุเมศ, 34 หน้า ISBN 974-633-590-1

การขยายตัวทางปริมาตรของโพลีเบนซอกชาซีนที่ได้จากสารตั้งต้น คือ บีสฟีนอลเอ และอะนิลีน สามารถศึกษาได้โดยเปรียบเทียบความหนาแน่นที่อุณหภูมิห้อง ของสารประ
กอบเบนซอกชาซีนที่บ่มในสภาวะต่างกันกับความหนาแน่นที่อุณหภูมิห้องของเบนชาซีน
โมโนเมอร์ อุณหภูมิที่อ่อนตัวของสารประกอบเบนซอกชาซีนที่มีปริมาณการเกิดโพลีเมอร์
ไรเซชั่นต่างกัน สามารถวิเคราะห์ได้จากเครื่องดีเอสซี จากการศึกษานี้พบว่าสารประ
กอบเบนซอกชาซีนชนิดนี้หลังการเกิดโพลีเมอร์ไรเซชั่น จะมีการขยายตัวทางปริมาตร 1-2%
ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสภาวะการบ่มที่ต่างกัน จากการเปรียบเทียบปริมาณการเกิดโพลีเมอร์ไรเซชั่น
กับอุณหภูมิที่อ่อนตัวของสารประกอบชนิดนี้ พบว่าอุณหภูมิที่อ่อนตัวมีการเพิ่มสูงขึ้นมาก
แม้ในภาวะที่มีปริมาณการเกิดโพลิเมอร์ไรเซชั่นต่ำ

### **ACKNOWLEDGEMENTS**

The author wishes to thank National Science and Technology Development Agency and USAID for their financial support without which she would not have received such a good experience.

She also would like to dedicate the success of this work to her thesis advisor, Prof. Hatsuo Ishida. Without his help, advice, and suggestions, this work would not have been finished.

Moreover, she would like to thank Dr. Nantaya Yanumet, her co-advisor, for her useful help. And she wishes to express her thanks to the students in Prof. Ishida's group at CWRU for training her in so many important things.

Special thanks are given to Thai students at CWRU. She really appreciates everything received from all of them.

Beyond those whom she has described, there are so many people, including the Petroleum and Petrochemical College's staff, her friends in this College, etc., who have all contributed to the success of her work.

Finally, she wishes to express her deep gratitude to her parents for their love, understanding, and encouragement. Without all of them, she would not have withstood many difficulties that she had to encounter.

# TABLE OF CONTENTS

CHA	APTER	PAGE	
	Title	Pagei	
	Abst	ractii	
	Ackr	nowledgementsiv	
	Table	e of Contentsv	
	List	of Figuresvii	
I	INTRODUCTION		
	1.1	Background1	
	1.2	Objective4	
П	EXPERIMENTAL PART5		
	2.1	Materials5	
	2.2	Monomer Synthesis5	
	2.3	Curing Procedure6	
	2.4	Characterization7	
		2.4.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)7	
		2.4.2 Size Exclusion Chromatography (SEC)7	
		2.4.3 Differential Scanning Calorimetry (DSC)7	
	2.5	Density Measurement8	
Ш	RES	ULTS AND DISCUSSION9	
	3.1	Characterization of Benzoxazine Monomer9	
		3.1.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)9	

CHAPTER		
	3.1.2 Size Exclusion Chromatography (SEC)	10
3.2	Effect of Curing Conditions on Thermal Properties of Polybenzoxazine	11
3.3	Volumetric Study	18
IV CON	CLUSIONS	24
REF	ERENCES	25
APP	ENDICES	27