3357

6 676.5 098 1997

INFORME FINAL
PROYECTO DE INNOVACION TECNOLOGICA

FONTEC- CORFO

CODIGO : 95 – 0671

PROYECTO : OBTENCIÓN DE RESINAS A PARTIR DE DESECHOS DE MADERA

EMPRESA GESTORA : OXIQUIM S.A.

FECHA : Mayo 1997

676.5
098
1997

PRESENTACIÓN

En el último decenio, se constata que el país ha sabido enfrentar con éxito el desafío impuesto por la política de apertura en los mercados internacionales, alcanzando un crecimiento y desarrollo económico sustentable, con un sector empresarial dinámico, innovador y capaz de adaptarse rápidamente a las señales del mercado.

Sin embargo, nuestra estrategia de desarrollo, fundada en el mayor esfuerzo exportador y en un esquema que principalmente hace uso de las ventajas comparativas que dan los recursos naturales y la abundancia relativa de la mano de obra, tenderá a agotarse rápidamente como consecuencia del propio progreso nacional. Por consiguiente, resulta determinante afrontar una segunda fase exportadora que debe estar caracterizada por la incorporación de un mayor valor agregado de inteligencia, conocimientos y tecnologías a nuestros productos, a fin de hacerlos más competitivos.

Para abordar el proceso de modernización y reconversión de la estructura productiva del país, reviste vital importancia el papel que cumplen las innovaciones tecnológicas, toda vez que ellas confieren sustentación real a la competitividad de nuestra oferta exportable. Para ello, el Gobierno ofrece instrumentos financieros que promueven e incentivan la innovación y el desarrollo tecnológico de las empresas productoras de bienes y servicios.

El Fondo Nacional de Desarrollo Tecnológico y Productivo FONTEC, organismo creado por CORFO, cuenta con los recursos necesarios para financiar Proyectos de Innovación Tecnológica, formulados por las empresas del sector privado nacional para la introducción o adaptación y desarrollo de productos, procesos o de equipos.

Las Líneas de financiamiento de este Fondo incluyen, además, el apoyo a la ejecución de proyectos de Inversión en Infraestructura Tecnológica y de Centros de Transferencia Tecnológica a objeto que las empresas dispongan de sus propias instalaciones de control de calidad y de investigación y desarrollo de nuevos productos o procesos.

De este modo se tiende a la incorporación del concepto "Empresa - País", en la comunidad nacional, donde no es sólo una empresa aislada la que compite con productos de calidad, sino que es la "Marca - País" la que se hace presente en los mercados internacionales.

El Proyecto que se presenta, constituye un valioso aporte al cumplimiento de los objetivos y metas anteriormente comentados.

FONTEC - CORFO

OXIQUIM S.A.

3357 ✓

95-0671
676.5
O-98
1997

INFORME FINAL

PROYECTO DE INNOVACION TECNOLOGICA FONTEC

OBTENCION DE RESINAS A PARTIR DE DESECHOS DE MADERA

634.98

Concepción, Mayo de 1997

INDICE

I. Presentación 1

II. Parte experimental 2

II.1. Materias primas y reactivos 2

II.2. Métodos 2

II.2.1 Hidrólisis alcalina de aserrín de pino 2

II.2.2 Preparación de madera líquida para la obtención de resinas 2

II.2.3 Obtención de madera líquida de aserrín pre-hidrolizado, sin residuo sólido 3

II.2.4 Procedimiento general para la obtención de resinas de alta y baja viscosidad a partir de madera líquida 3

II.2.4.1 Obtención de resinas de alta y baja viscosidad a partir de madera líquida 4

II.2.4.2 Obtención de resina baja viscosidad a partir de madera líquida de aserrín pre-hidrolizado sin residuo sólido 7

II.2.4.3 Obtención de resinas de alta y baja viscosidad a partir de madera líquida de aserrín pre-hidrolizado 7

III. Resultados y discusión *9*

III.1 Propiedades generales de las resinas 9

III.2 Análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) 11

III.3 Estudio por DMTA 13

III.4 Propiedades adhesivas de las resinas 15

IV. Conclusiones *16*

V. Anexo *17*

I. PRESENTACION

El presente informe corresponde al tercero, y final, del Proyecto de Innovación Tecnológica FONTEC-OXIQUIN S.A.: "OBTENCION DE RESINAS A PARTIR DE DESECHOS DE MADERA".

En el primer informe, de Julio de 1996, se discutieron las condiciones optimizadas para lograr la licuación del aserrín, mientras que en el segundo, de Octubre de 1996, se presentaron las características de las ligninas licuadas.

En este informe se discuten los resultados obtenidos en la tercera parte del proyecto y dicen relación con las propiedades de las resinas adhesivas preparadas a partir de la madera líquida. También contiene los comentarios finales en relación con el proyecto global.

II. PARTE EXPERIMENTAL

II.1 Materia prima y reactivos

El aserrín proviene de un aserradero que procesa madera de *Pinus radiata* y fue proporcionado por OXIQUIM S.A. Los reactivos químicos empleados y su procedencia se indican a continuación y fueron utilizados sin purificaciones previas.

ácido sulfúrico 95-87 %	Merck
fenol 90 %	Oxiquim
formaldehído 35 %	Merck
formaldehído 37.2 %	Oxiquim
Hidróxido de sodio	Equilab

II.2. METODOS

II.2.1 Hidrólisis alcalina de aserrín de pino

La hidrólisis se realizó mezclando aproximadamente 100 g de aserrín de pino con 1 litro de solución de NaOH 5 %, bajo reflujo, durante 60 minutos y sin agitación. Luego la mezcla fue enfriada, lavada con abundante agua y filtrada sobre vacío. Finalmente, el aserrín prehidrolizado fue secado a 105 °C.

II.2.2 Preparación de madera líquida para la obtención de resinas

La madera líquida fue preparada utilizando tanto aserrín hidrolizado como sin hidrolizar, en las condiciones de licuación establecidas en los informes 1 y 2 de este proyecto. En resumen, estas condiciones son: relación fenol/madera = 3/1, 5 % de H_2SO_4, tiempo de reacción 30 min y temperatura de baño 150 °C. La licuación se realizó en reactor de vidrio.

II.2.3 Obtención de madera líquida de aserrín pre-hidrolizado, sin residuo sólido.

La preparación de madera líquida de aserrín pre-hidrolizado y sin residuo sólido, fue realizada en las condiciones de licuación descritas en el ítem II.2.2. Una vez preparada la madera líquida, esta fue lavada con 200 mL de una mezcla de dioxano : agua = 80:20 y filtrada al vacío. El residuo sólido fue desechado y la fracción líquida resultante, compuesta de madera líquida y solvente, se rotaevaporó hasta eliminar todo el solvente. A partir de esta madera líquida se prepararon las resinas descritas posteriormente en el ítem II.2.4.2.

II.2.4 Procedimiento general para la obtención de resinas de alta y baja viscosidad a partir de madera líquida

Las resinas se prepararon en un reactor de un litro (primer informe, figura 1), y fueron obtenidas en forma similar al procedimiento reportado en el informe 2 (ítem II.2.2).

Para la preparación de las resinas se utilizó madera líquida preparada tanto de aserrín normal como de aserrín previamente hidrolizado. Se emplearon diferentes razones molares de formaldehído/fenol (F/P) y la reacción se avanzó hasta lograr en algunos casos resinas de altas viscosidades y en otros resinas de bajas viscosidades.

Una vez preparada la madera líquida, se agregó agua destilada y se mezcló con agitación mecánica hasta formar una mezcla homogénea. Luego se adicionó NaOH. Posteriormente se agregó HCHO, en la proporción indicada en cada caso, y se aumentó lentamente la temperatura hasta 100 °C. Una vez comenzado el reflujo, se tomaron muestras de resinas cada 10 min, hasta alcanzar la viscosidad deseada.

En las resinas denominadas de baja viscosidad, la reacción fue detenida en viscosidades Gardner entre F-L. En las resinas denominadas de alta viscosidad la reacción fue detenida en viscosidades entre Z-Z_3.

II.2.4.1 Obtención de resinas de alta y baja viscosidad a partir de madera líquida de aserrín.

Para preparar las resinas de alta y baja viscosidad se utilizó el procedimiento general indicado en el ítem anterior (II.2.3).

Para las resinas de baja viscosidad, la reacción fue detenida en viscosidad Gardner K-L para la resina denominada R-30 y en viscosidad F-G para las resinas RBV y RBV2. La diferencia entre las resinas RBV y RBV2 consisten en la relación molar F/P.

En la obtención de resinas de alta viscosidad, la reacción fue llevada hasta viscosidad Gardner Z_3-Z_4 para RAV y Z-Z_1 para RAV2, RAV1.8 y RAV1.6.

En las tablas 1 y 2, se resumen los contenidos de cada material, expresado en gramos, tanto para resinas de baja viscosidad R-30, RBV y RBV2, como para resinas de alta viscosidad RAV, RAV2, RAV1.8 y RAV1.6.

Tabla 1: Contenido de material expresado en gramos para resinas de baja viscosidad.

resina	F/P	fenol 90%	H_2SO_4 95%	aserrín seco	HCHO 37.2%
R-30	2.0	33.33	0.5	10.00	54.70
RBV♦	2.5	225.40	3.55	67.62	462.36
RBV2	2.0	226.65	3.39	67.99	349.94

(♦) resina preparada con HCHO 35%

Tabla 2: Contenido de material expresado en gramos para resinas de alta viscosidad.

resina	F/P	fenol 90%	H_2SO_4 95%	aserrín seco	HCHO 37.2%
RAV	2.5	225.40	3.55	67.62	462.36
RAV2	2.0	226.65	3.39	67.99	349.94
RAV1.8	1.8	226.94	3.58	68.08	315.36
RAV1.6	1.6	226.94	3.58	68.08	280.33

También fueron preparadas otras resinas siguiendo el procedimiento general (II.2.3), introduciendo modificaciones. Estas resinas de alta viscosidad, denominadas RAV2-1 y RAV2-2, fueron preparadas de la forma que se describe a seguir:

Resina RAV2-1:

Preparada la madera líquida en las condiciones de licuación ya establecidas, se agregó agua destilada y se mezcló con agitación hasta obtener una mezcla homogénea y luego se adicionó lentamente

NaOH 50. Se agregó HCHO 37.2 % y se elevó la temperatura a 65 °C y mantuvo durante 30 minutos. Luego se aumento la temperatura a 100 °C y se avanzó la reacción hasta alcanzar una viscosidad Gardner T-U. Posteriormente se agregó 20% más de NaOH 50 % y la reacción se avanzó hasta alcanzar viscosidad Gardner $Z-Z_1$. Finalmente, el sistema fue enfriado a temperatura ambiente.

Resina RAV2-2:

La resina RAV2-2 se preparó mediante un procedimiento similar al utilizado para RAV2-1, pero después de agregar el agua destilada, NaOH 50% y HCHO 37.2%, al igual que en la preparación de RAV2-1, el sistema fue calentado a 100 °C. Luego se avanzó la reacción hasta alcanzar viscosidad Gardner T-U, se enfrió el sistema a 90 °C y se agregó 20% más de NaOH 50 %. Finalmente, se avanzó la reacción hasta alcanzar viscosidad Gardner $Z-Z_1$ y luego se enfrió hasta temperatura ambiente.

En la tabla 3 se muestra el contenido, expresado en gramos, de los componentes de las resinas de alta viscosidad RAV2-1 y RAV2-2.

Tabla 3: Contenido de material expresado en gramos para resinas de alta viscosidad.

resina	F/P	fenol 90%	H_2SO_4 95%	aserrín seco	HCHO 37.2%
RAV2-1	2.0	226.94	3.58	68.08	350.40
RAV2-2	2.0	226.94	3.58	68.08	350.40

II.2.4.2 Obtención de resinas de baja viscosidad a partir de madera líquida de aserrín pre-hidrolizado, sin residuo sólido.

La obtención de este tipo de resina se realizó de acuerdo al procedimiento reportado en el ítem II.2.4 del presente informe. La resina RHSS-30, se preparó llevando la reacción a viscosidad Gardner K-L. En la tabla 4 aparece el contenido de cada material, expresado en gramos, para la resina RHSS-30.

Tabla 4: Contenido de material expresado en gramos para la resina RHSS-30.

resina	F/P	fenol 90%	H_2SO_4 95%	aserrín seco	HCHO 35 %
RHSS 30	2.0	33.33	0.5	10.00	54.70

II.2.4.3 Obtención de resinas de baja y alta viscosidad a partir de madera líquida de aserrín prehidrolizado.

En la obtención de resinas de alta y baja viscosidad se utilizó el procedimiento descrito en el ítem II.2.4. Para las resinas de baja viscosidad, la reacción fue detenida en viscosidad Gardner F-G para RHBV y RHBV2 y viscosidad K-L para RH-30. Para las resinas de alta viscosidad, la reacción se avanzó a viscosidad Gardner Z-Z_1 para RHAV y RHAV2.

En las tablas 5 y 6 se muestra el contenido de material expresado en gramos, para resinas de baja viscosidad RH-30, RHBV y RHBV2 y de alta viscosidad RHAV y RHAV2.

Tabla 5: Contenido de material expresado en gramos, para resinas de baja viscosidad.

resina	F/P	fenol 90%	H_2SO_4 95%	aserrín seco	HCHO 37.2%
RH-30	2.0	33.33	0.5	10.00	54.70
RHBV ♦	2.5	225.40	3.55	67.62	462.3
RHBV2	2.0	226.65	3.39	67.99	349.94

(♦) resina preparada con HCHO 35%

Tabla 6: Contenido de material expresado en gramos, para resinas de alta viscosidad.

resina	F/P	fenol 90%	H_2SO_4 95%	aserrín seco	HCHO 37.2%
RHAV ♦	2.5	225.40	3.55	67.62	462.36
RHAV2	2.0	226.65	3.39	67.99	349.94

(♦) resina preparada con HCHO 35%

III. RESULTADOS Y DISCUSION

III.1. Propiedades generales de las resinas

Una vez preparadas todas las resinas, de acuerdo a los métodos descritos en la parte experimental, fueron determinadas sus propiedades fisico-químicas. Los resultados de estos análisis se muestran en la Tabla 7.

Cabe señalar que las resinas indicadas con la letra H provienen de aserrín pre-hidrolizado. Es decir, estas resinas no contienen carbohidratos hidrolizables (hemicelulosas) y se prepararon con el propósito de disminuir el consumo de formaldehído por parte de los azúcares durante la formación de la resina.

Por otro lado la serie de resinas RAV2 se diferencian entre sí por las fechas en que fueron elaboradas, bajo las mismas condiciones. Esta repetición se realizó para estudiar la reproducibilidad de las propiedades físico-químicas y adhesivas. Como será visto más adelante, esta resina RAV2 presentó las mejores propiedades adhesivas, con un grado de reproducibilidad aceptable.

Los resultados presentados en la tabla 7 se obtubieron de análisis realizados en los laboratorios de OXIQUIM S.A.

TABLA 7. Propiedades de las resinas obtenidas de madera líquida

PROPIEDAD	RBV	RBV2	RAV	RAV18	RAV16	RAV2-1	RAV2-2	RHBV	RHBV2	RHAV	RHAV2	RAV2 3/I	RAV2 16/I	RAV2 24/I	RAV2 27/I	RAV2 28/I
pH	12.1	12.2	12.3	12.4	12.9	13.1	13.1	12.2	12.2	13.4	12.6	11.6	12.2	12.5	12.5	12.4
DENSIDAD		1.20		1.23	1.23	1.23	1.23		1.20		1.23	1.23	1.23	1.23	1.24	1.25
TOLERANCIA				i	i	i	i					i	i	i	i	i
GEL TIME		69.7		38.9	45.9	23.9	28.6		88.4		32.9	30.8	32.0	25.8	29.0	24.5
% SOLIDO	41.4	41.9	42.7	44.3	45.6	45.24	45.1	42.1	43.4	42.4	44.2	43.1	45.0	44.3	44.4	44.7
VISCOSIDAD x 100	2.0	2.5	280	22.5	30	25	27.5	1.85	7.0	37	35.5	Z2(43)	35	57.5	45.5	83.0
%HCOH LIBRE		0.09		0.07	0.07	0.12	0.11		0.37		0.2	0.02	0.03	0.17	0.09	0.096

III.2. Análisis de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El estudio de Calorimetria Diferencial de Barrido fue desarrollado en el Laboratorio de Química de la Madera de la Universidad de Clemson (USA), para estudiar el comportamiento térmico de las resinas de madera líquida. Los resultados de este estudio se encuentran resumidos en la Tabla 8, donde se muestran las temperaturas de transición y las energías de activación de cada resina. En la figura 1 se muestra, como ejemplo, el DSC de la resina RAV2, desde donde se obtuvo la información. Los otros gráficos de DSC se muestran en el anexo, al final del presente informe.

Tabla 8. Propiedades térmicas de las resinas

Resina	Temperatura de transición (° C)	Energía de Activación cal/g
R-30	133.8	9.9
RBV	162.81	127.51
RBV2	166.14	-29.03
RAV2	166.47	-12.53
RAV18	171.25	-23.38
RAV16	176.5	-19.51
RAV2-1	168.79	-7.92
RAV2-2	170.58	-11.57
RHSS-30	165.62	-19.83
RH-30	163.67	-19.34
RHBV	159.37	-17.83
RHBV2	177.81	-19.14
RHAV	160.31	-15.0
RHAV2	167.21	-15.2

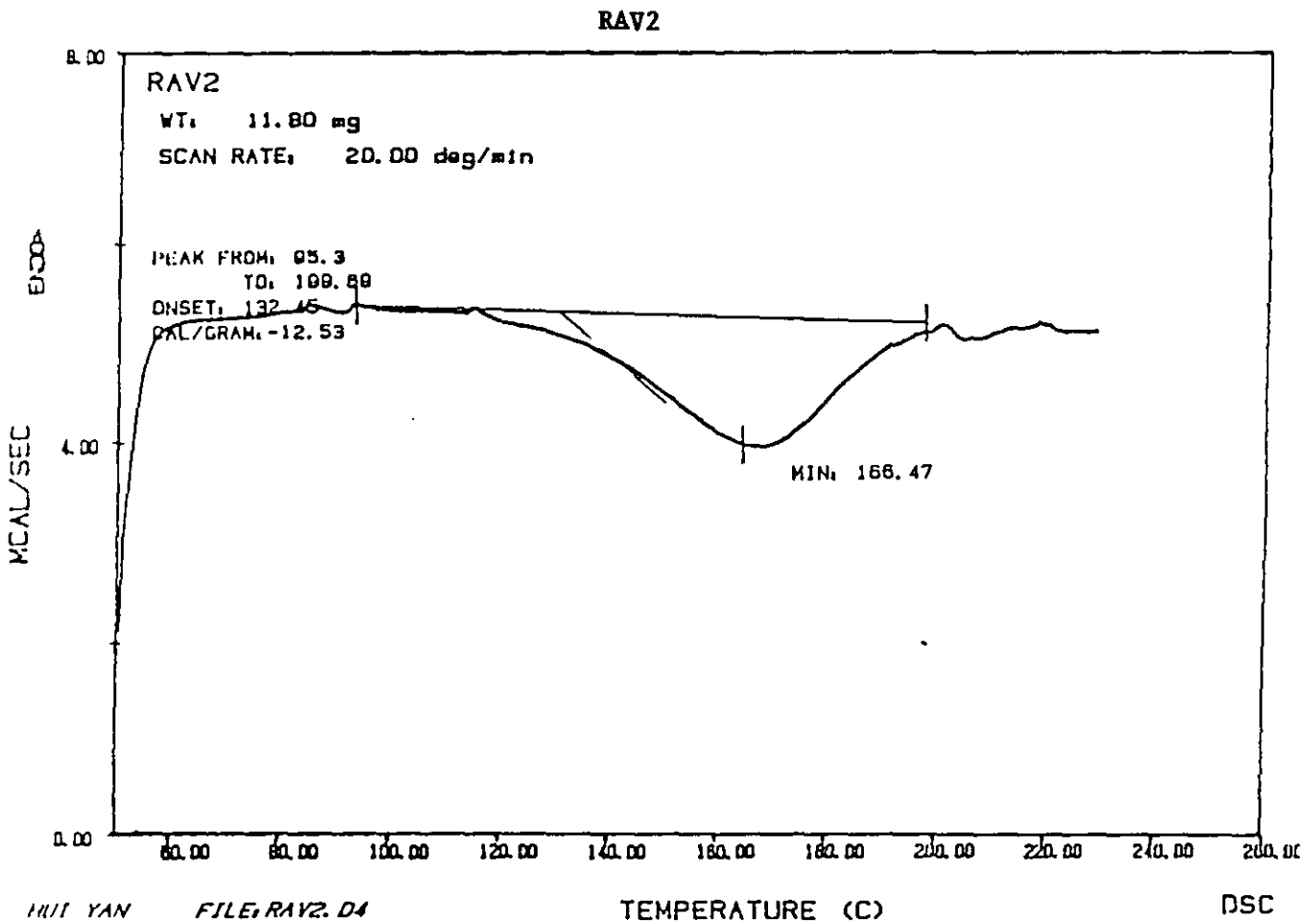


Figura 1. Gráfico de DSC de la resina RAV2

Debido a que el estudio calorimetrico permite monitorear la reacción de polimerización, o curado, que ocurre durante el proceso de calentamiento, fue necesario utilizar cápsulas cerradas para

medir este comportamiento bajo presión. De otra forma, la evaporación de formaldehído y agua presentan un pico exotérmico que puede enmascarar el pico de la reacción exotérmica de curado.

Las resinas de fenol/formaldehído/madera líquida presentaron una serie de temperaturas de transición de vidrio, indicando que diferentes temperaturas de curado ocurren para cada muestra. En general, las temperaturas vítreas están en el rango entre 160 y 170 °C. Estos datos se muestran en la tabla 8. Es obvio que las temperaturas de transición vítrea de las resinas de madera líquida están en un rango mayor que las resinas fenol/formaldehído comerciales, cuyas temperaturas varían entre 145 a 155 °C.

Aparentemente, y debido a la diferencia en la preparación de cada resina de madera líquida, donde se varió el tiempo y la temperatura, se formó una variedad de pre-polímeros diferentes para cada resina. En consecuencia, la energía de activación de curado de cada resina es diferente, como se muestra en la tabla 8. Así, las resinas RAV2-1, RAV2-2 y RAV2 pertenecen al grupo de menor energía de activación. Por el contrario, la resina RBV2 mostró la mayor energía de activación. En otras palabras, esta resina presenta baja viscosidad y contiene menor cantidad de pre-polímero.

III.3. Estudio de las Resinas por Análisis Térmico Mecánico Dinámico (DMTA)

Los análisis de DMTA fueron realizados en el Laboratorio de Química de la Madera de la Universidad de Clemson (USA). El análisis por DMTA permite conocer la dinámica, las formas de relajación y el cambio de estados moleculares durante el proceso de calentamiento de la resina. De esta forma los adhesivos viscosos pueden ser evaluados por DMTA para conocer las propiedades de curado de la resina al transformarse desde un líquido a un sólido rígido. Debido a que la resina de madera liquida se encontraba en estado de solución fue necesario impregnar la resina en un papel de filtro de fibra de vidrio. Durante el calentamiento comienza la

polimerización y la consolidación de la resina da aumento al "storage modulu". De esa forma, la transformación del adhesivo líquido al adhesivo sólido puede ser mmonitoreada por el aumento del "storage modulu". El perfil típico de un análisis de DMTA se muestra como ejemplo, para la resina RAV2, en la figura 2. Los resultados obtenidos por esta técnica para varias resinas de fenol/madera líquida/formaldehído indican que la mayoría de las resinas inician la polimerización alrededor de 95 a 110 °C. Algunas de las muestras mostraron una segunda transición entre 120 y 125 °C y una transición final cerca de 150 y 160 °C. Estos resultados son, en general, concordantes con los obtenidos por DSC. En el anexo, al final de este reporte se encuentran los perfiles de DMTA de las otras resinas.

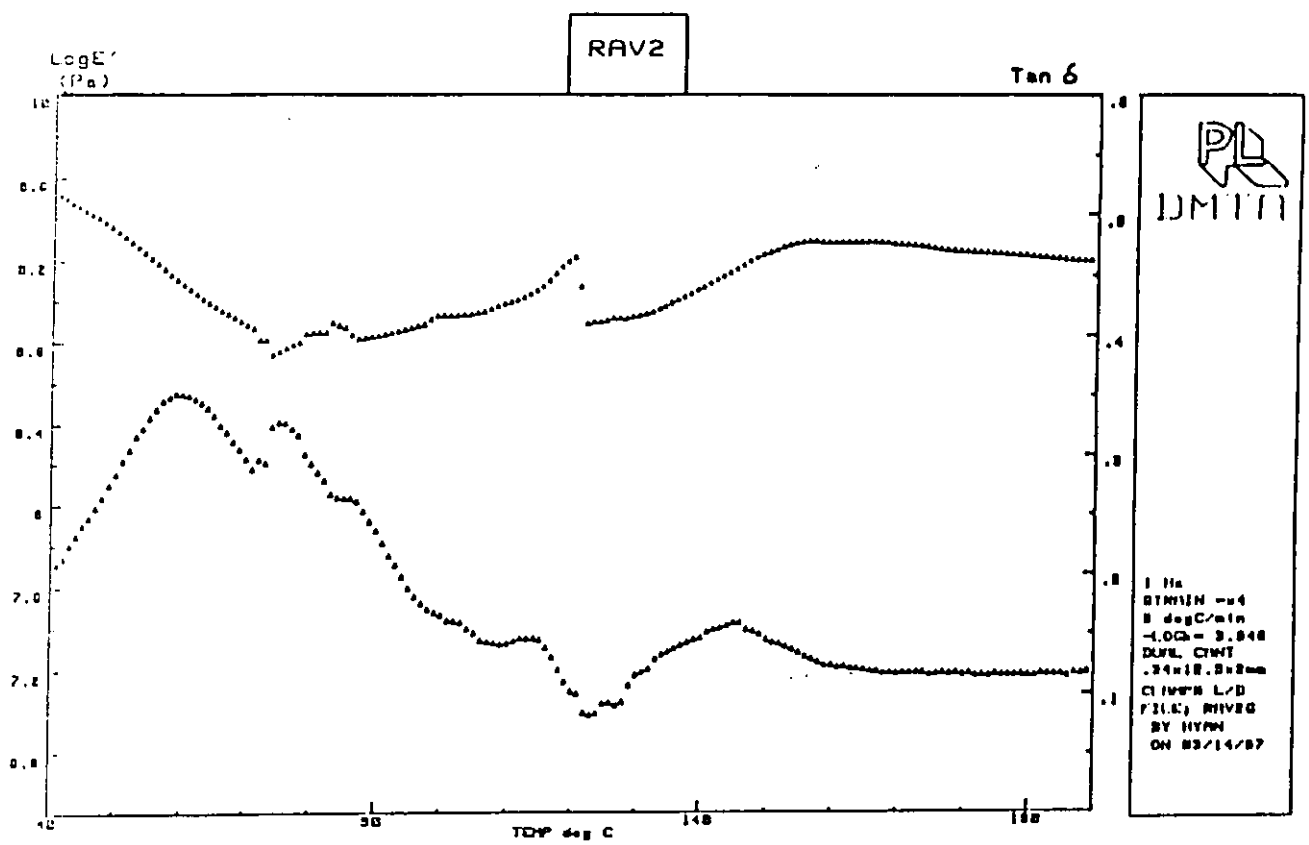


Figura 2. Gráfico de DMTA de la resina RAV2

III.4. Propiedades adhesivas de las resinas

Para las resinas preparadas de madera líquida se realizaron las pruebas de adhesividad del tipo WBP y de Interior en los Laboratorios de Oxiquim S.A., de acuerdo a la Norma Británica (BS EN 314-2: 1993). Los resultados de las mediciones realizadas se muestran resumidas en la tabla 9. En un primer análisis se puede observar que la mayoría de las resinas cumplen las normas establecidas. En esta tabla se puede observar también que la resina RAV2 presenta los mejores valores de desgarro (wood failure), alrededor de 80 % y una buena reproducibilidad. Por otro lado, esta misma resina muestra buenos valores de fuerza de cizalle, colocando a esta resina dentro de las mejores obtenidas desde madera líquida.

Tabla 9. Propiedades adhesivas de las resinas de madera líquida

	WBP		INTERIOR	
RESINA	DESGARRO	FUERZA	DESGARRO	FUERZA
RBV	70.42	1.28	-	-
RBV2	18.34	1.34	-	-
RAV	-	-	-	-
RAV1.8	57.17	1.53	53.96	1.34
RAV1.6	79.58	1.10	61.65	1.52
RAV2-1	55.00	1.31	51.66	1.80
RAV2-2	37.70	1.63	41.67	2.10
RHBV	39.69	1.38	-	-
RHBV2	21.25	1.18	38.33	1.74
RHAV	53.65	1.62	-	-
RHAV2	46.88	1.44	62.50	1.78
RAV2 3/I	73.75	1.32	-	-
RAV2 16/I	65.42	1.54	56.46	1.71
RAV2 24/I	85.42	1.14	87.50	1.69
RAV2 27/I	80.00	1.13	82.50	1.26
RAV2 28/I	78.33	0.94	75.00	1.33

IV. CONCLUSIONES

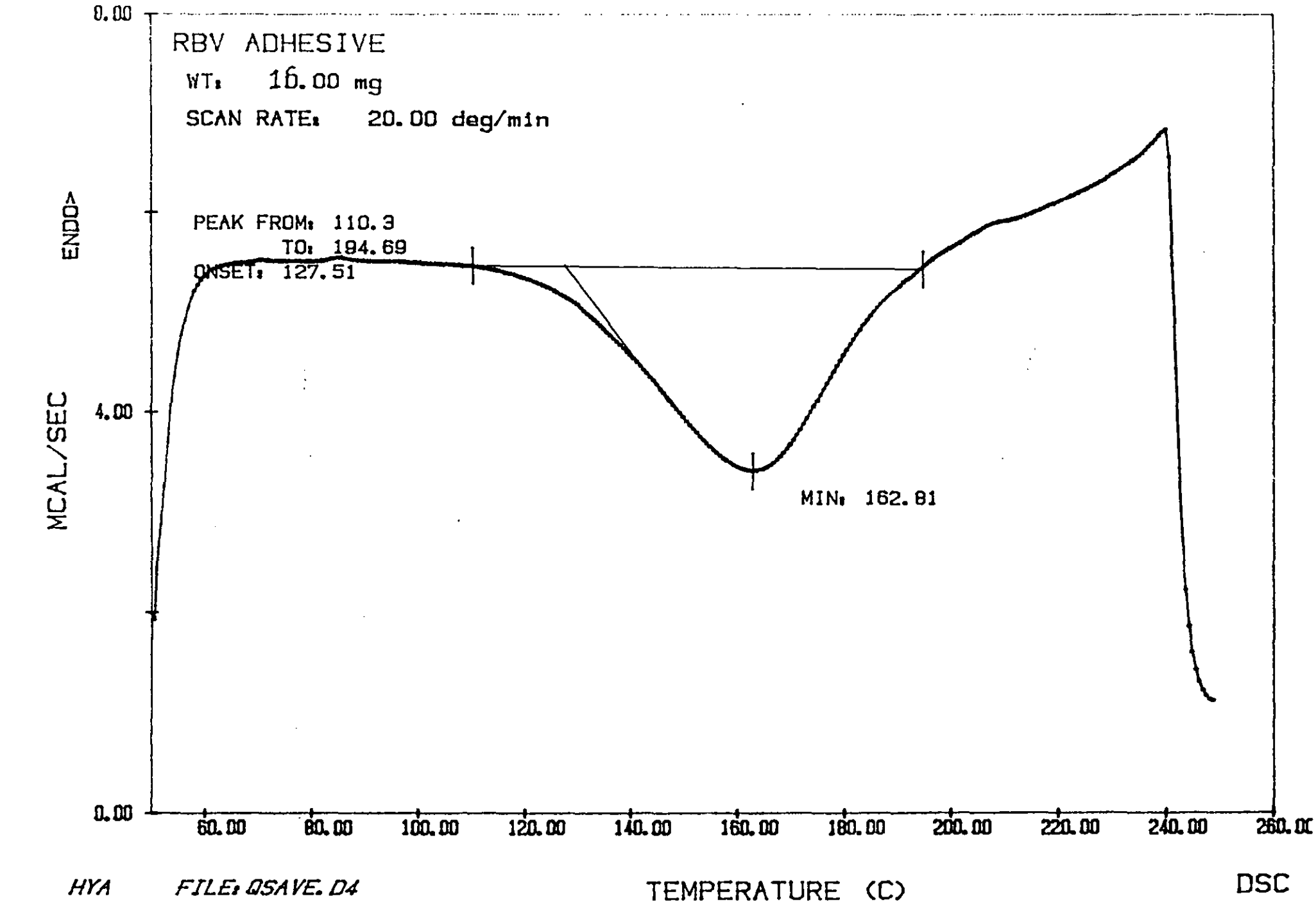
Como se desprende del presente informe, las resinas preparadas desde madera líquida presentan propiedades aceptables desde el punto de vista de adhesividad, a escala de laboratorio. Por otro lado, la reproducibilidad de sus propiedades posibilita el escalamiento a nivel de pruebas piloto, tanto la producción de resinas como de tableros contrachapados.

Los resultados preliminares obtenidos en OXIQUIM en la producción de resinas desde madera líquida, a nivel de escala piloto, indican que se requiere el reajuste de algunas variables de producción, antes de comercializar el producto.

Finalmente, con el término de la ultima etapa de este proyecto, es importante señalar que se cumplieron todas las etapas propuestas inicialmente. Asimismo, se espera, al cabo de un año, tener el estudio de factibilidad económica para la comercialización del producto.

ANEXO

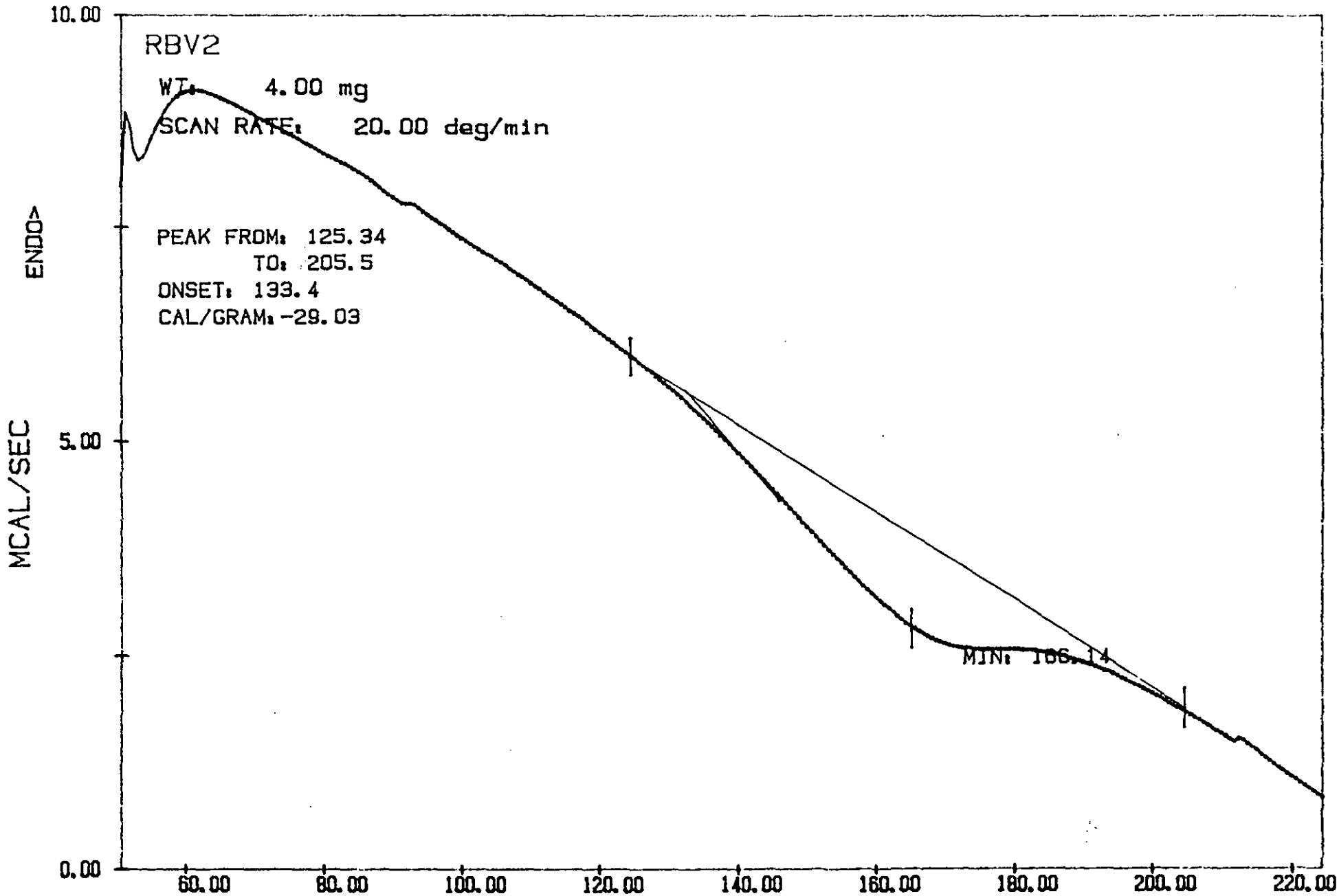
TERMOGRAMAS DSC Y DMTA DE LAS RESINAS ADHESIVAS



HYA *FILE: QSAVE.D4*

DATE: 97/01/16 TIME: 19:28

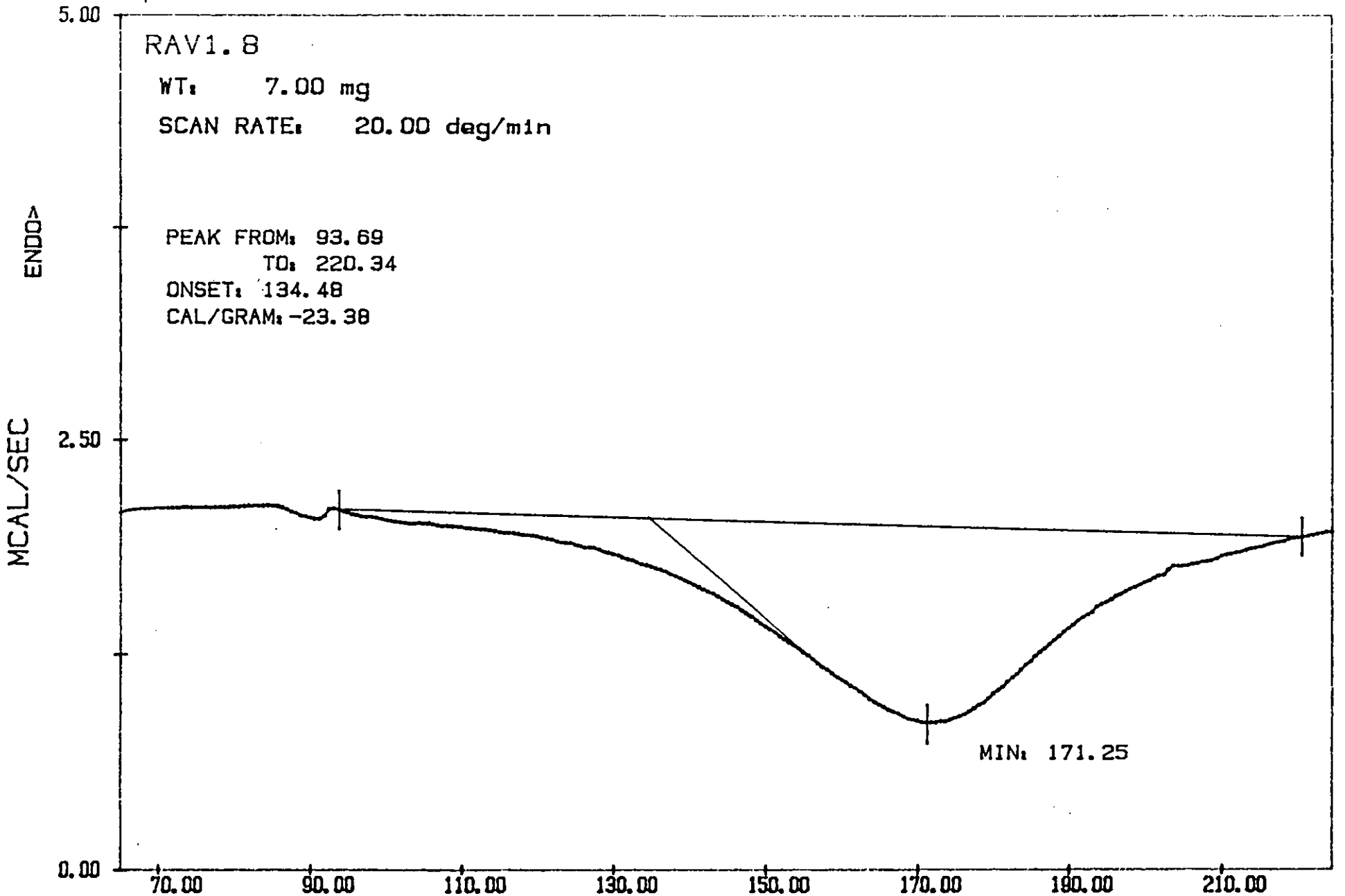
RBV2



HUIYAN FILE: QSAVE.D4

DATE: 97/02/17 TIME: 22:08

RAV1.8



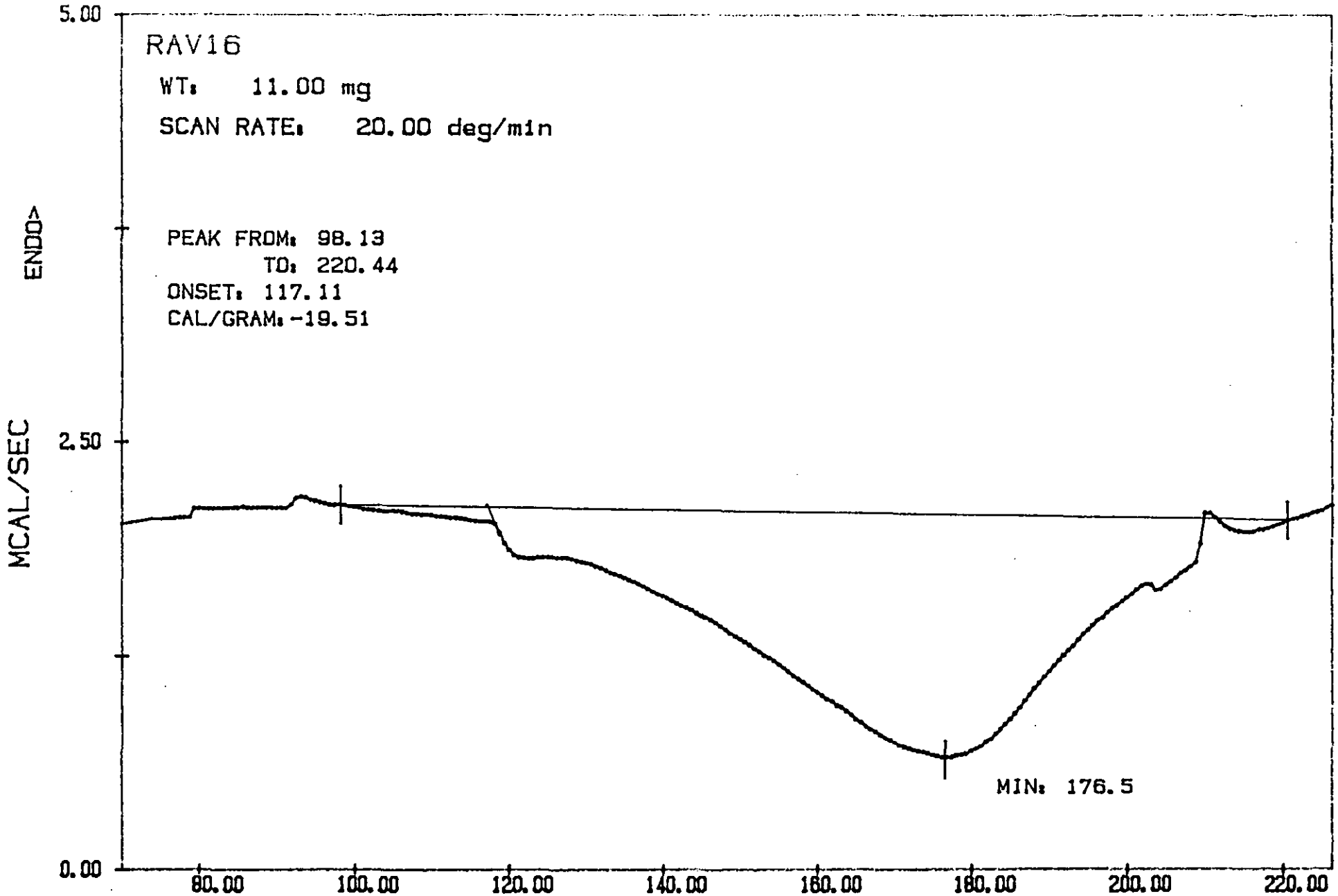
HUI YAN FILE: RAV1B.04

TEMPERATURE (C)

DSC

DATE: 97/02/01 TIME: 20:18

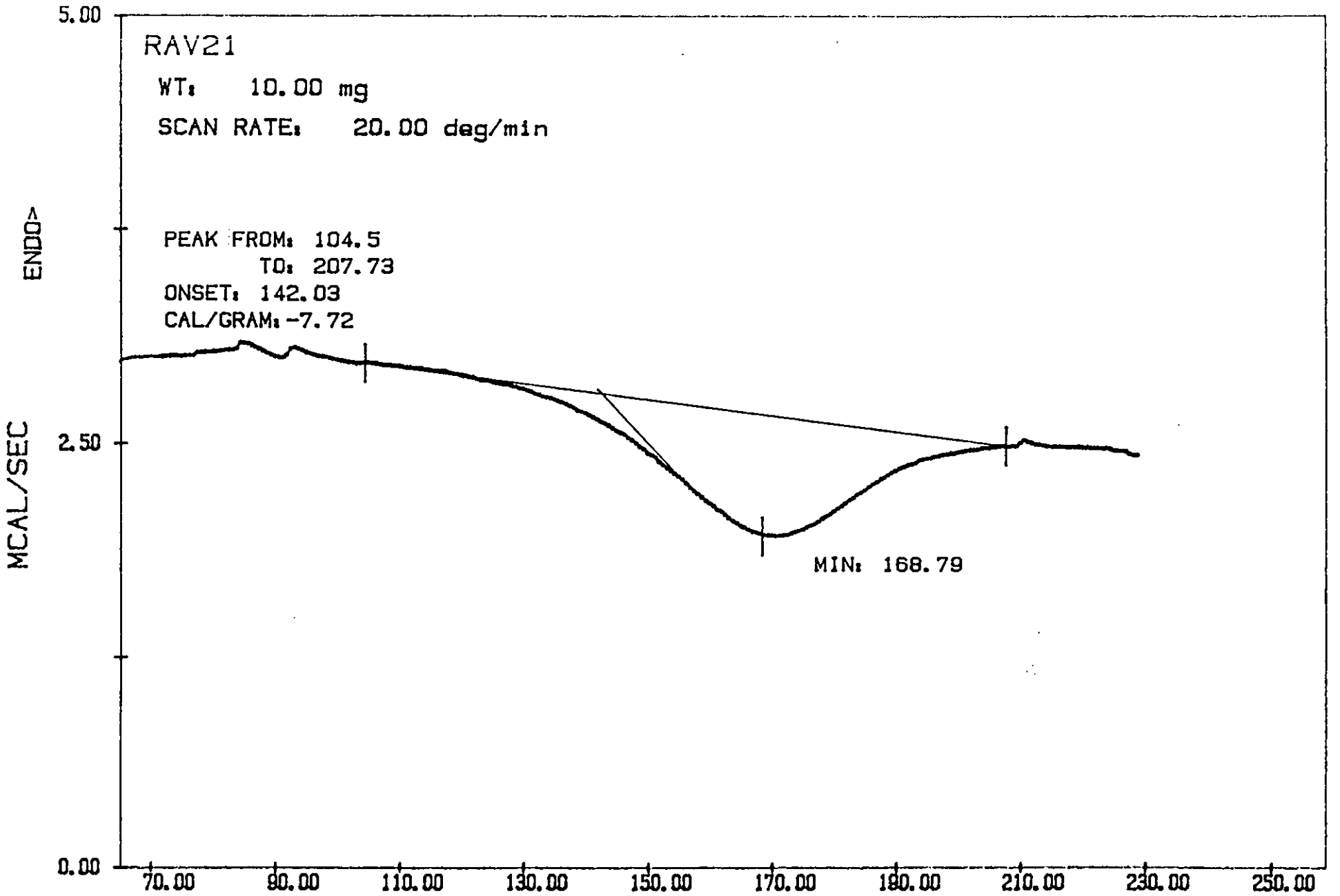
RAV 1.6



HYAN FILE: RAV16.D4

DATE: 97/02/01 TIME: 16:14

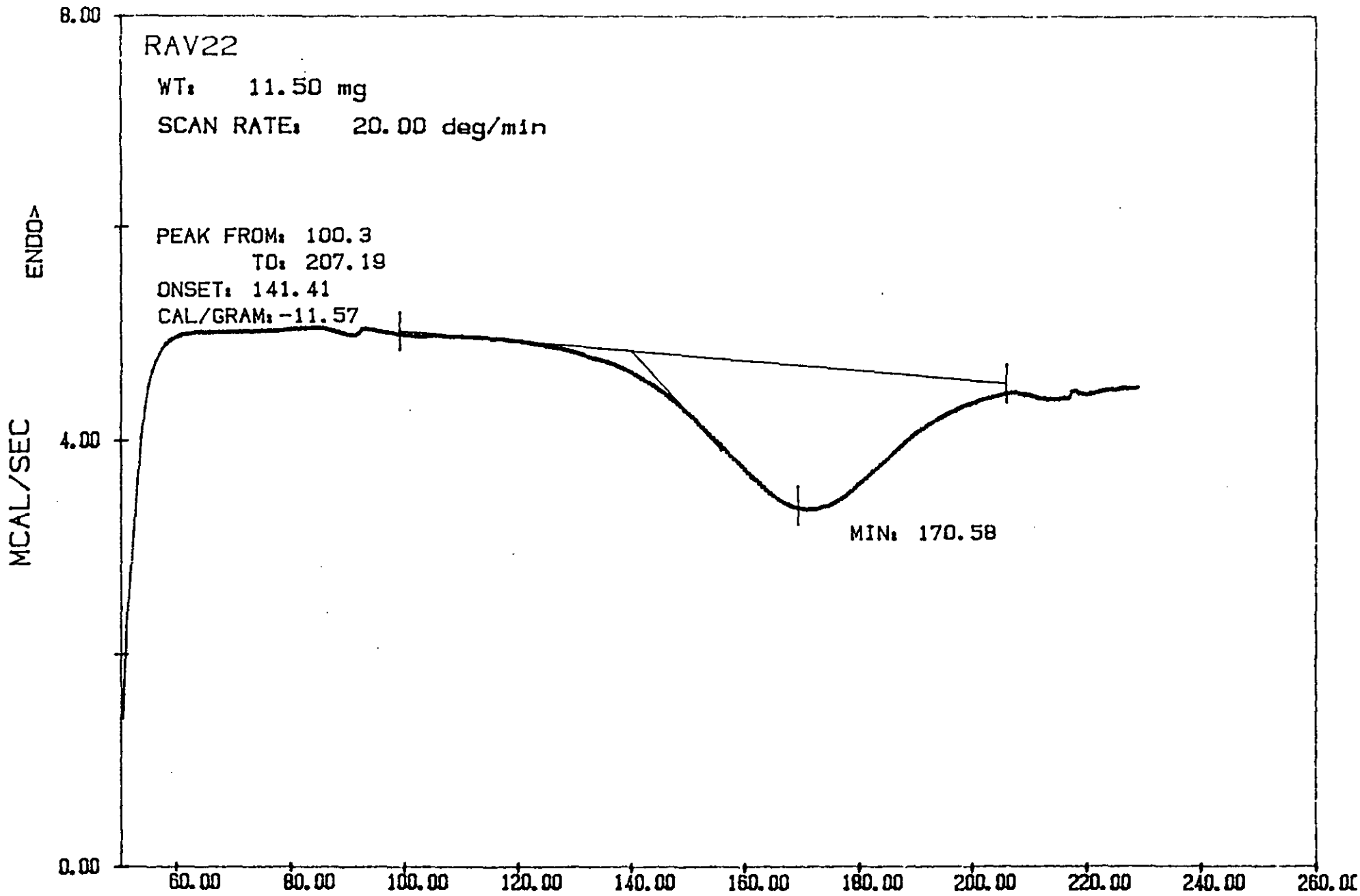
RAV 2-1



HUI YAN FILE: RAV21.D4

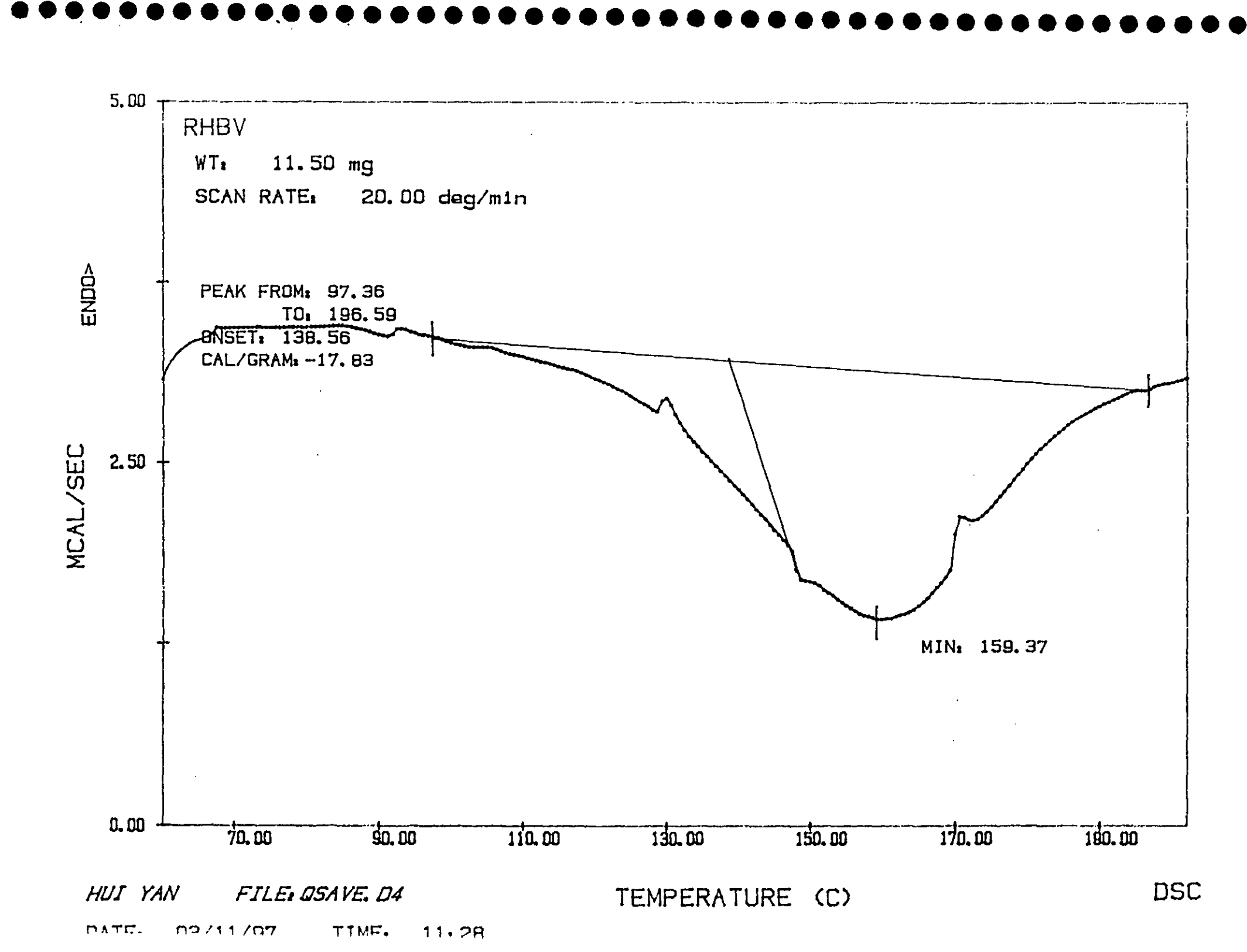
DATE: 97/02/21 TIME: 11:33

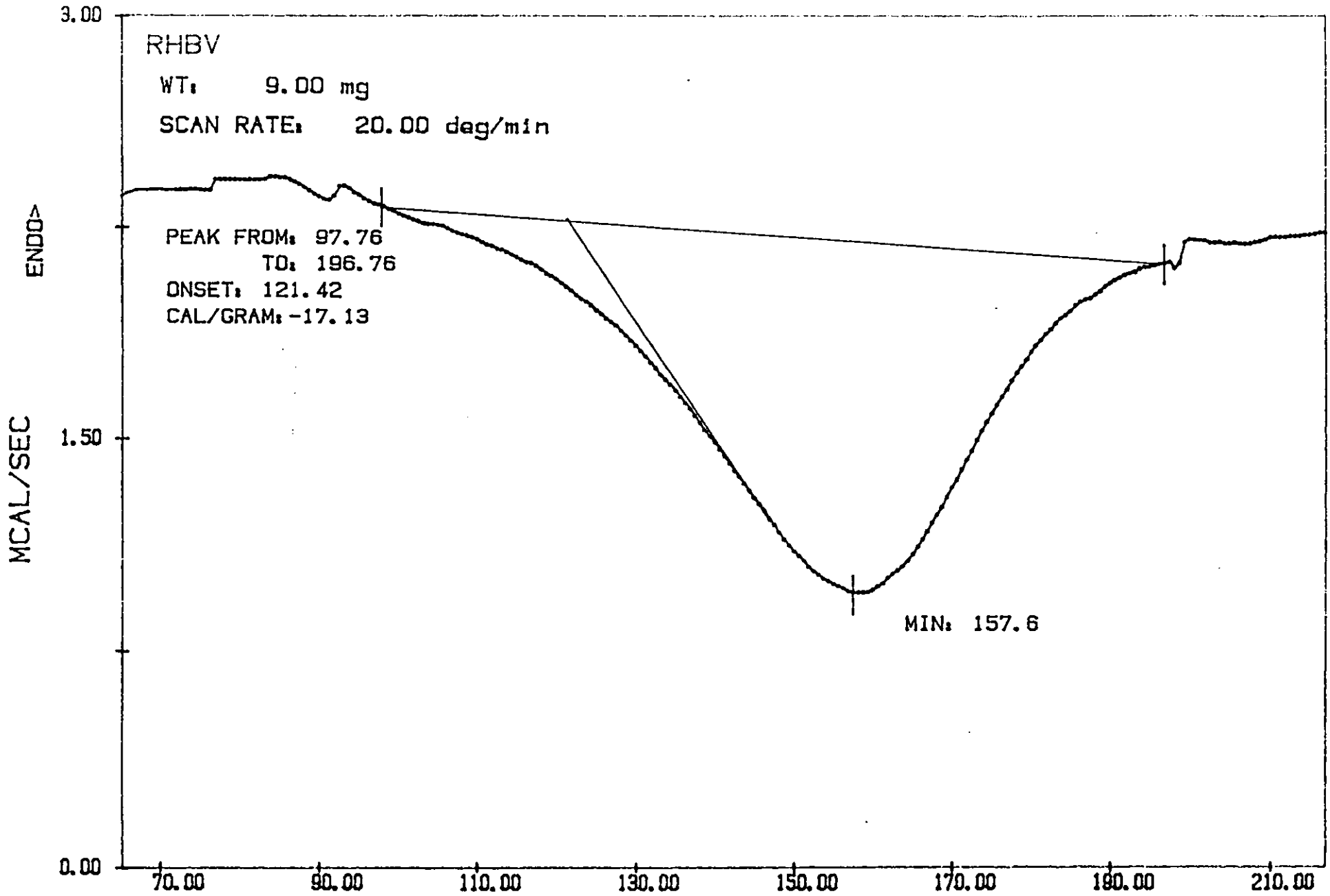
RAV 2-2



HUI YAN FILE: RAV22.D4

DATE: 97/02/21 TIME: 11:56

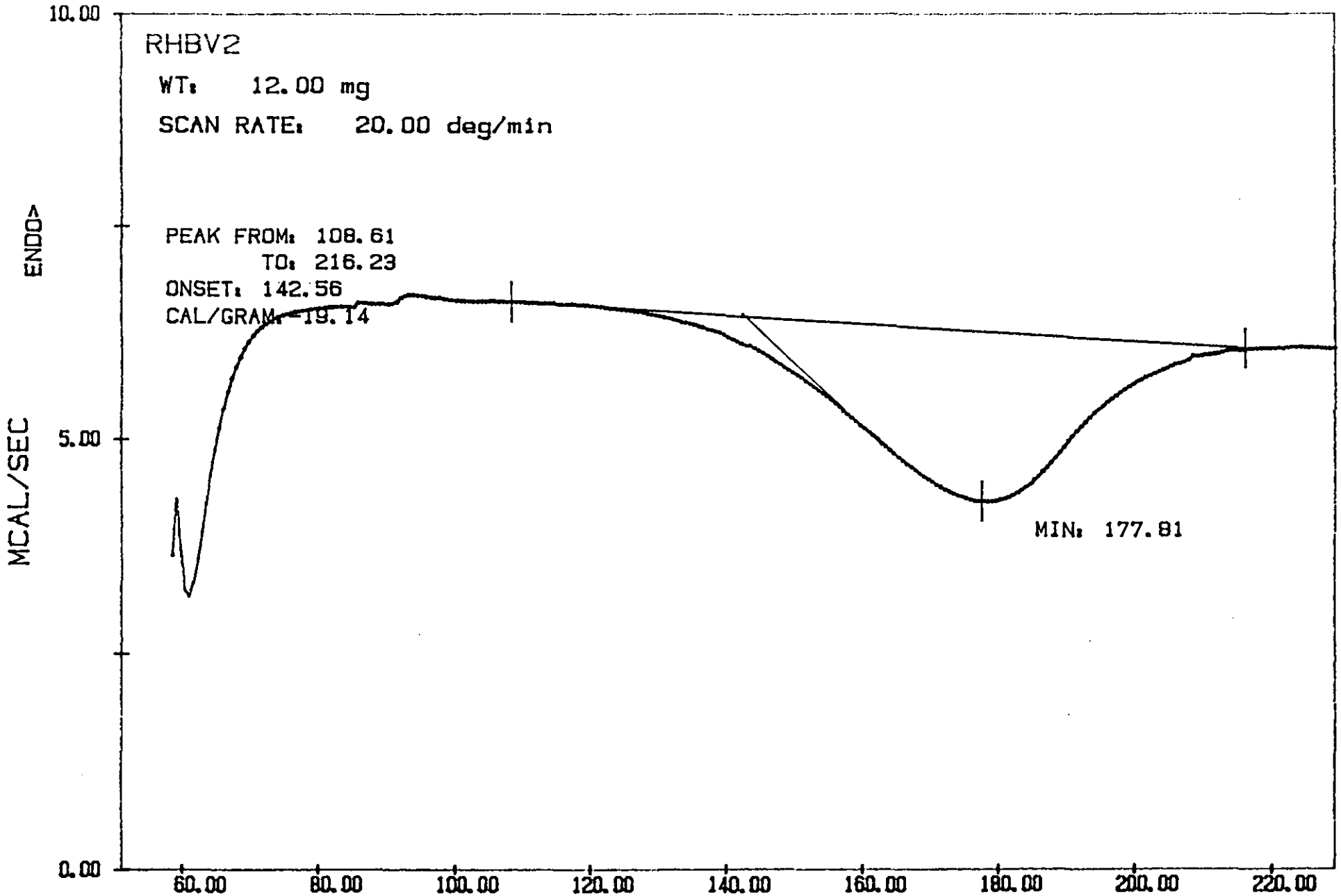

RHBV
WT: 11.50 mg
SCAN RATE: 20.00 deg/min
PEAK FROM: 97.36
TO: 196.59
ONSET: 138.56
CAL/GRAM: -17.83
MIN: 159.37
5.00
2.50
0.00
ENDO>
MCAL/SEC
70.00
90.00
110.00
130.00
150.00
170.00
190.00
TEMPERATURE (C)
DSC
HUI YAN
FILE: QSAVE.D4
DATE: 03/11/97
TIME: 11:28



HUI YAN *FILE: RHBV2.D4*

DATE: 03/11/97 TIME: 10:55

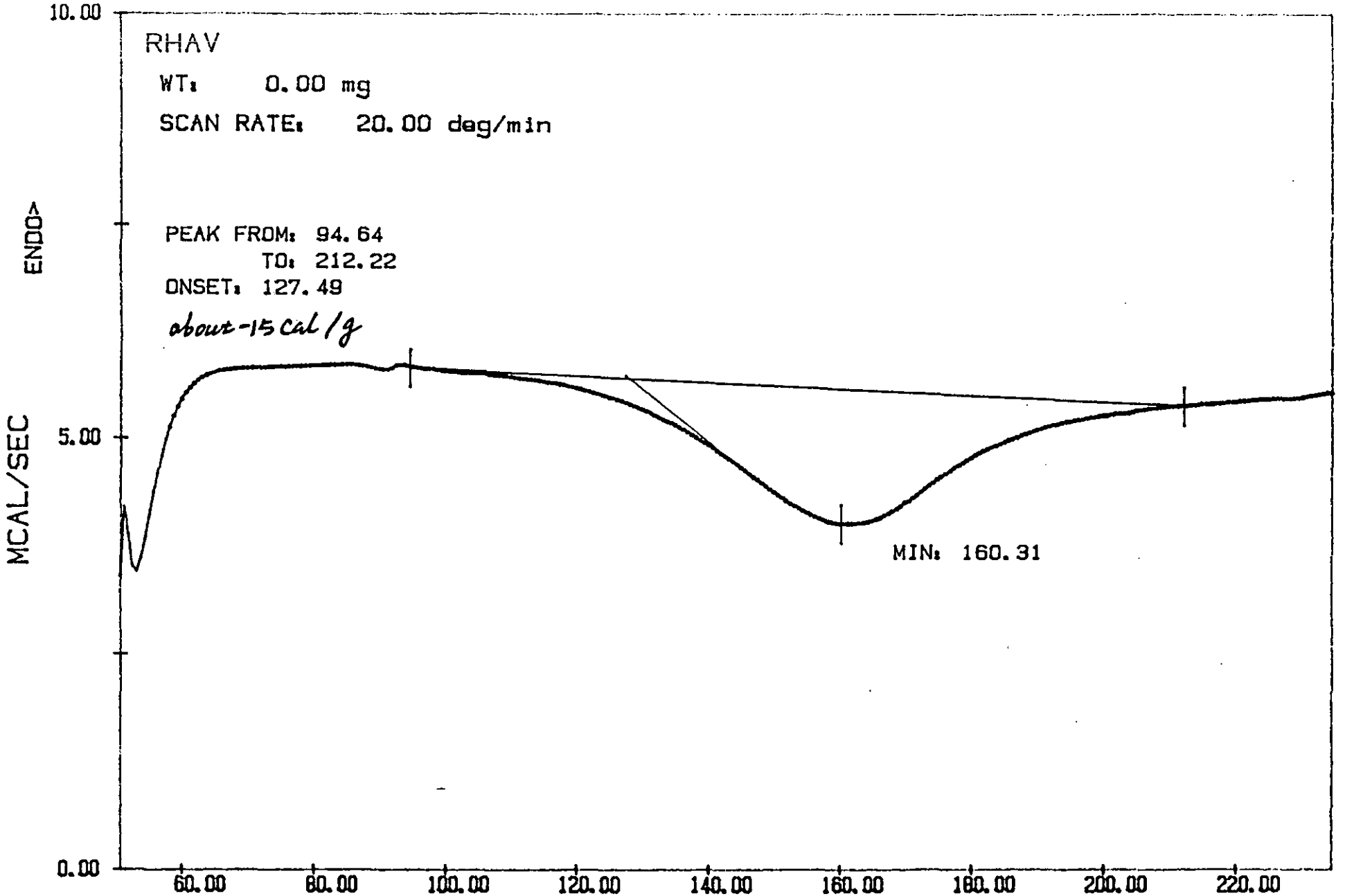
RHBV2



HUI YAN *FILE: RBV2.D4*

DATE: 97/02/17 TIME: 21:42

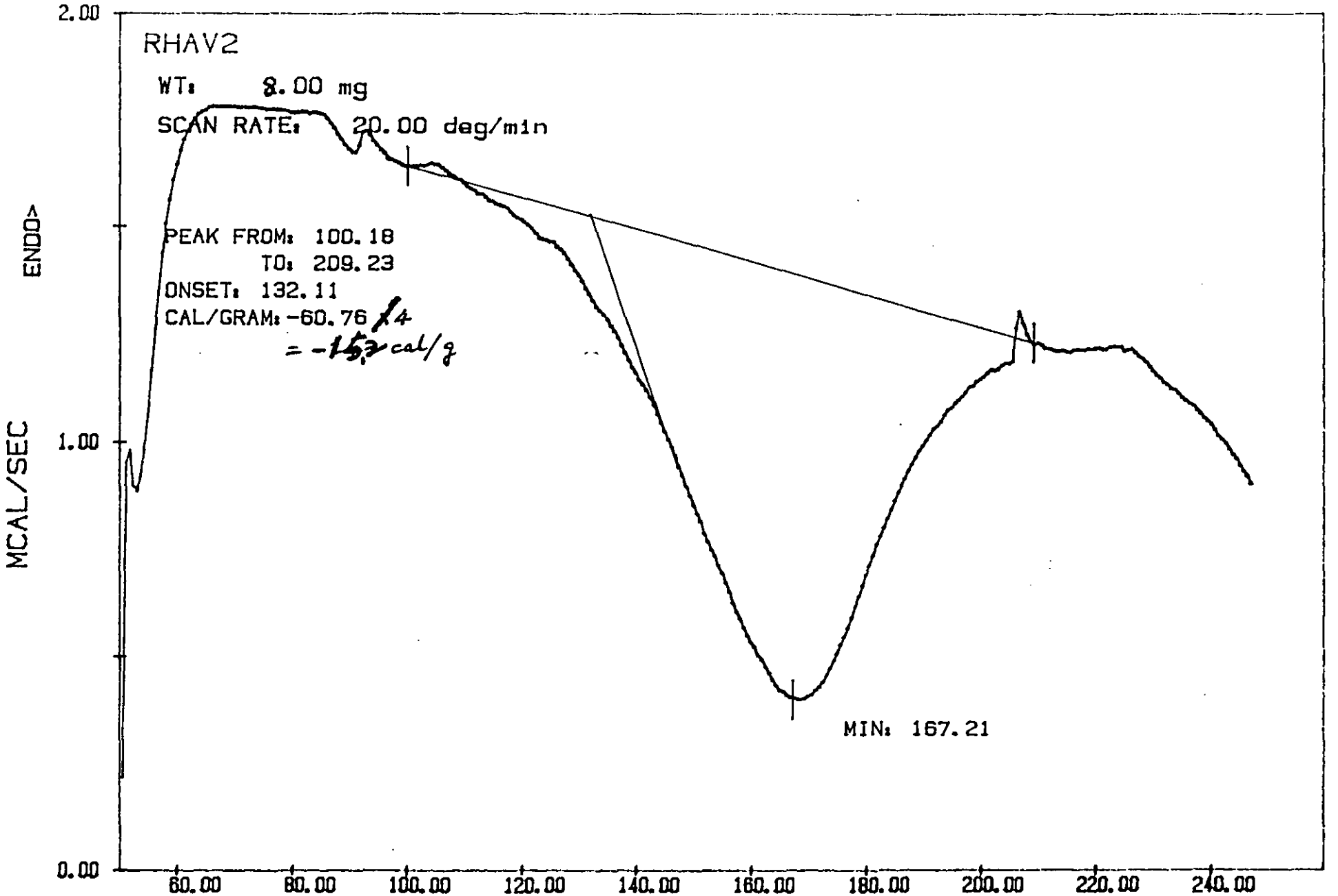
RHAV



HUI YAN FILE: RHAV.D4

DATE: 97/02/01 TIME: 11:11

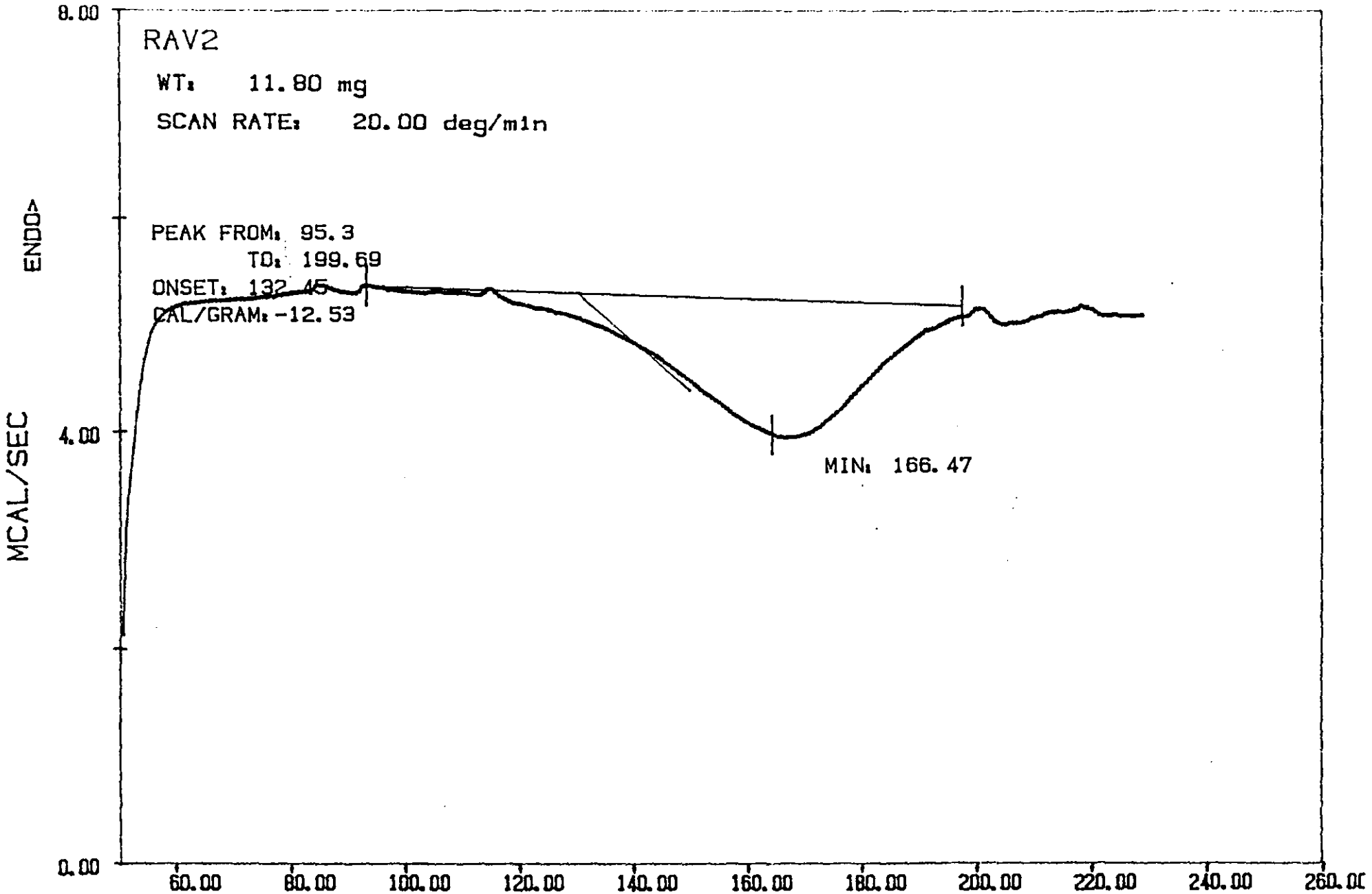
RHAV2



HUI YAN FILE: QSAVE.D4

DATE: 97/02/17 TIME: 21:01

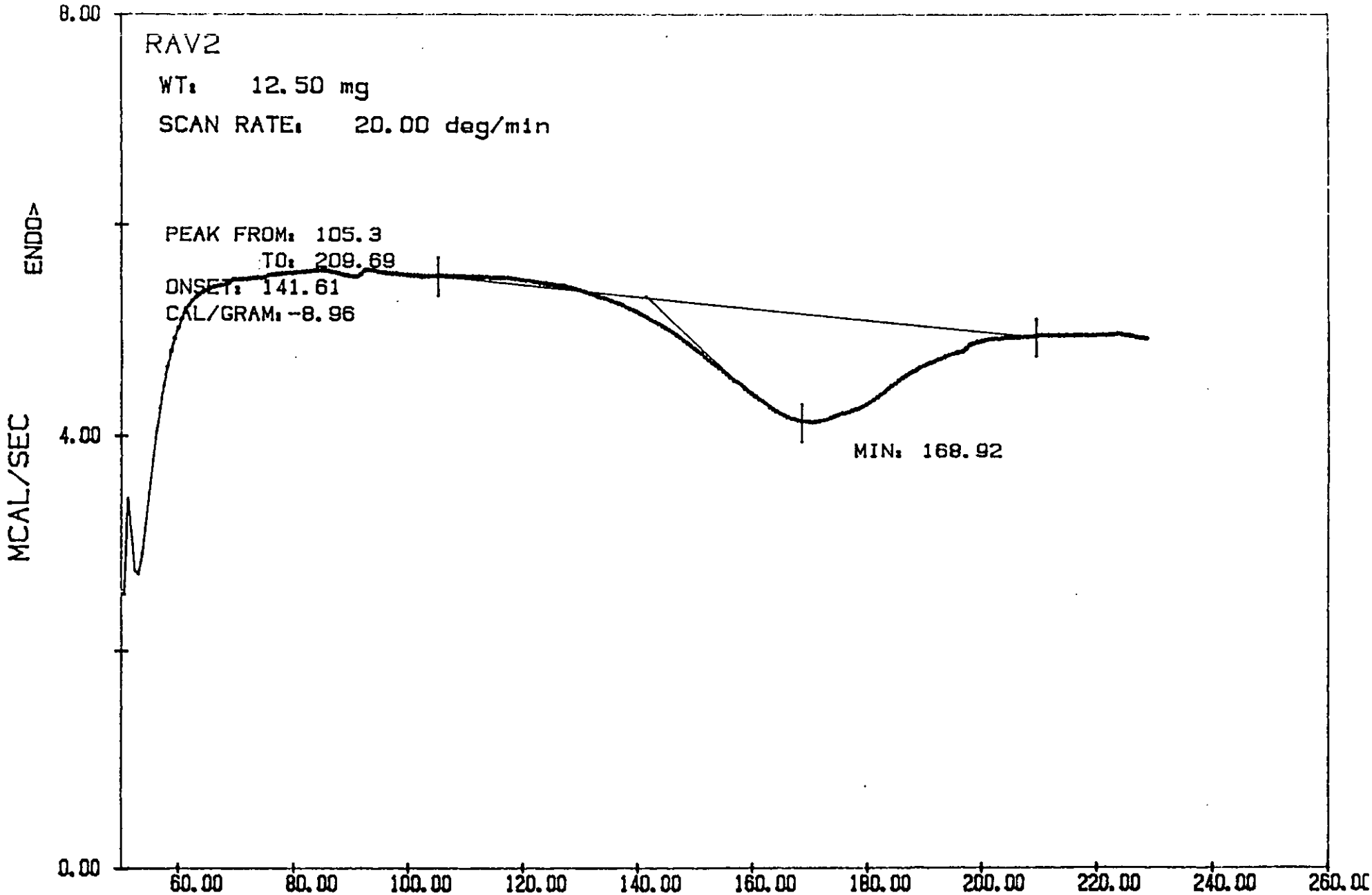
RAV2



HUI YAN FILE: RAV2.D4

DATE: 07/02/01 TIME: 20:41

RAV2 (240197)

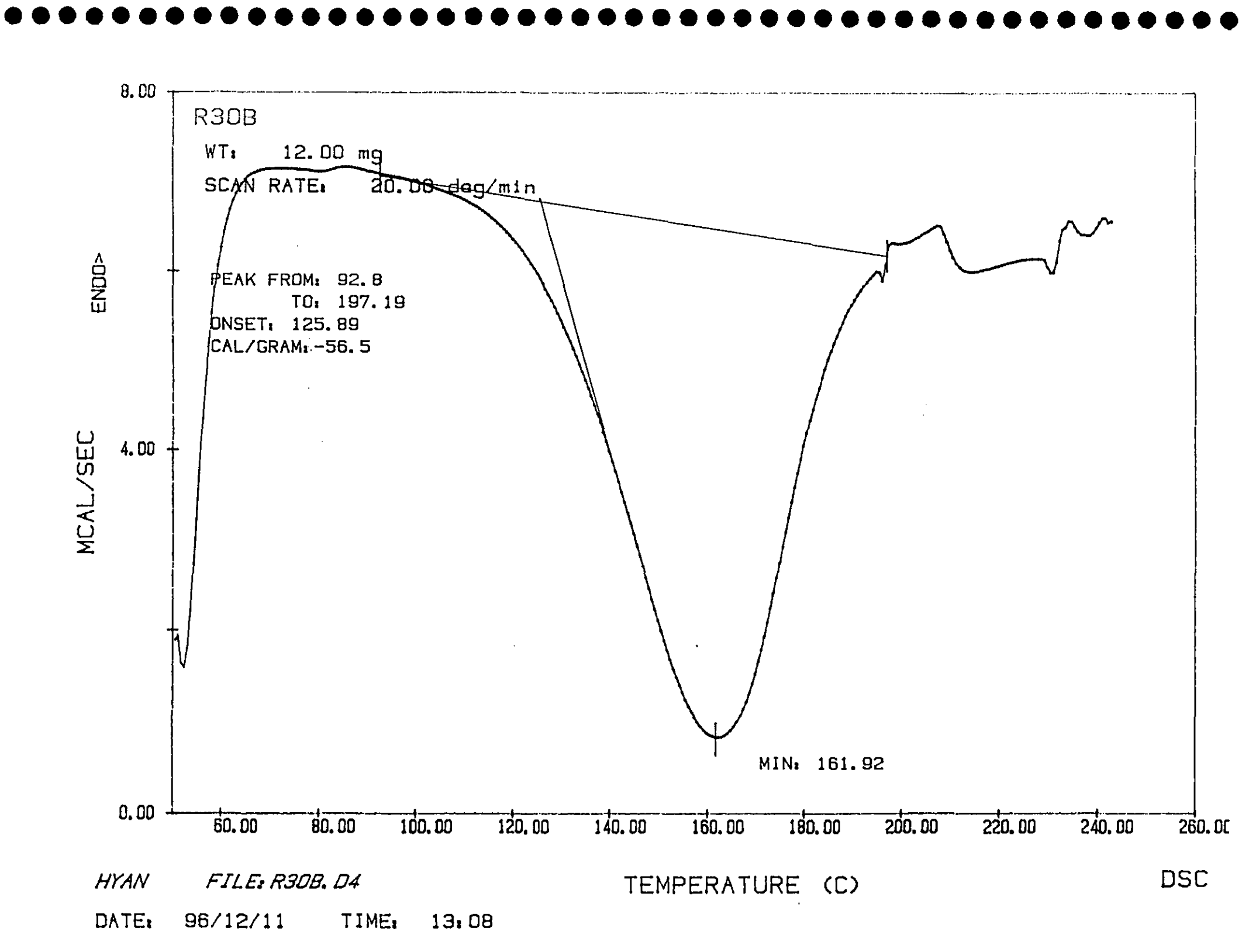


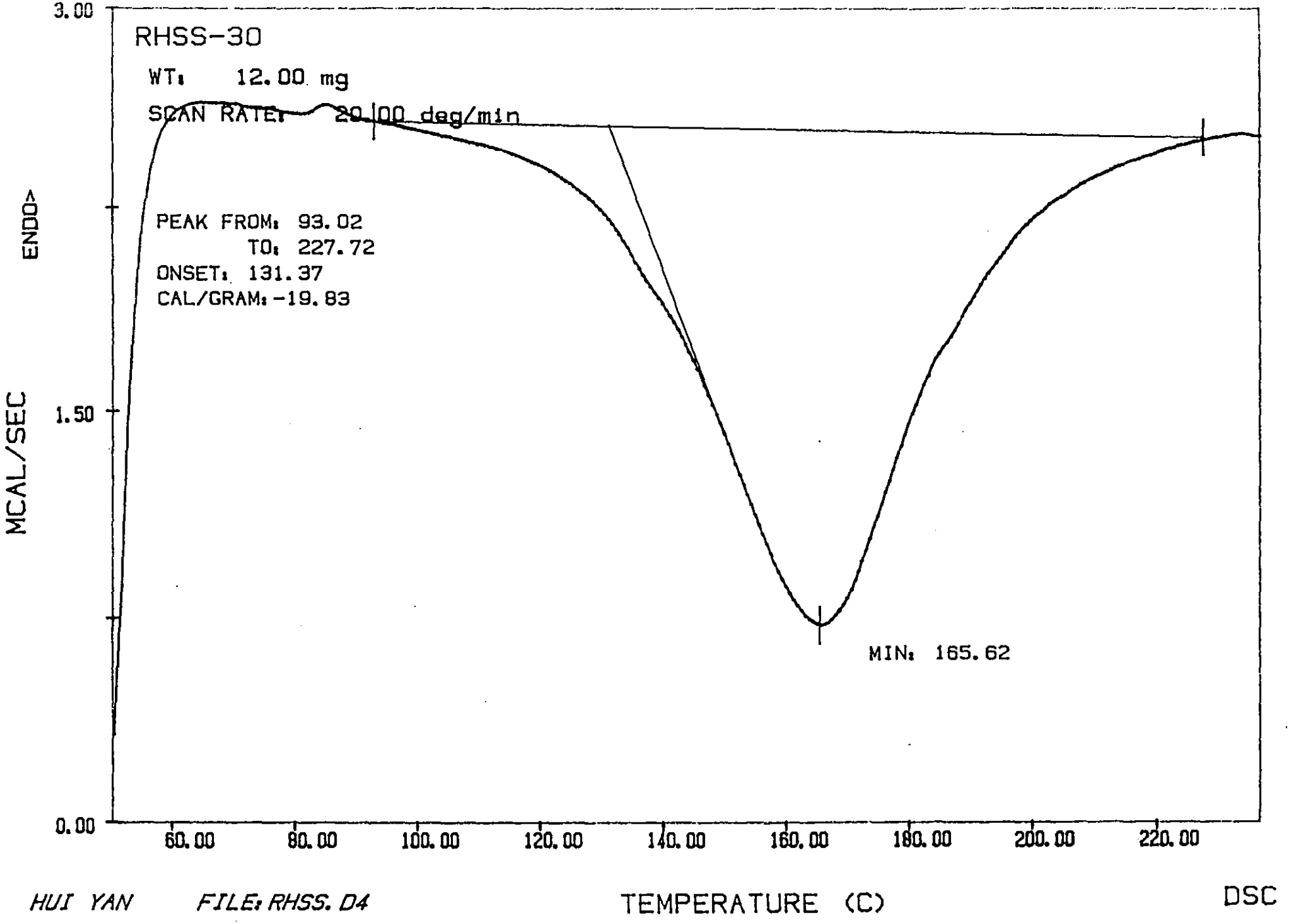
HUI YAN FILE: RAV2'.04

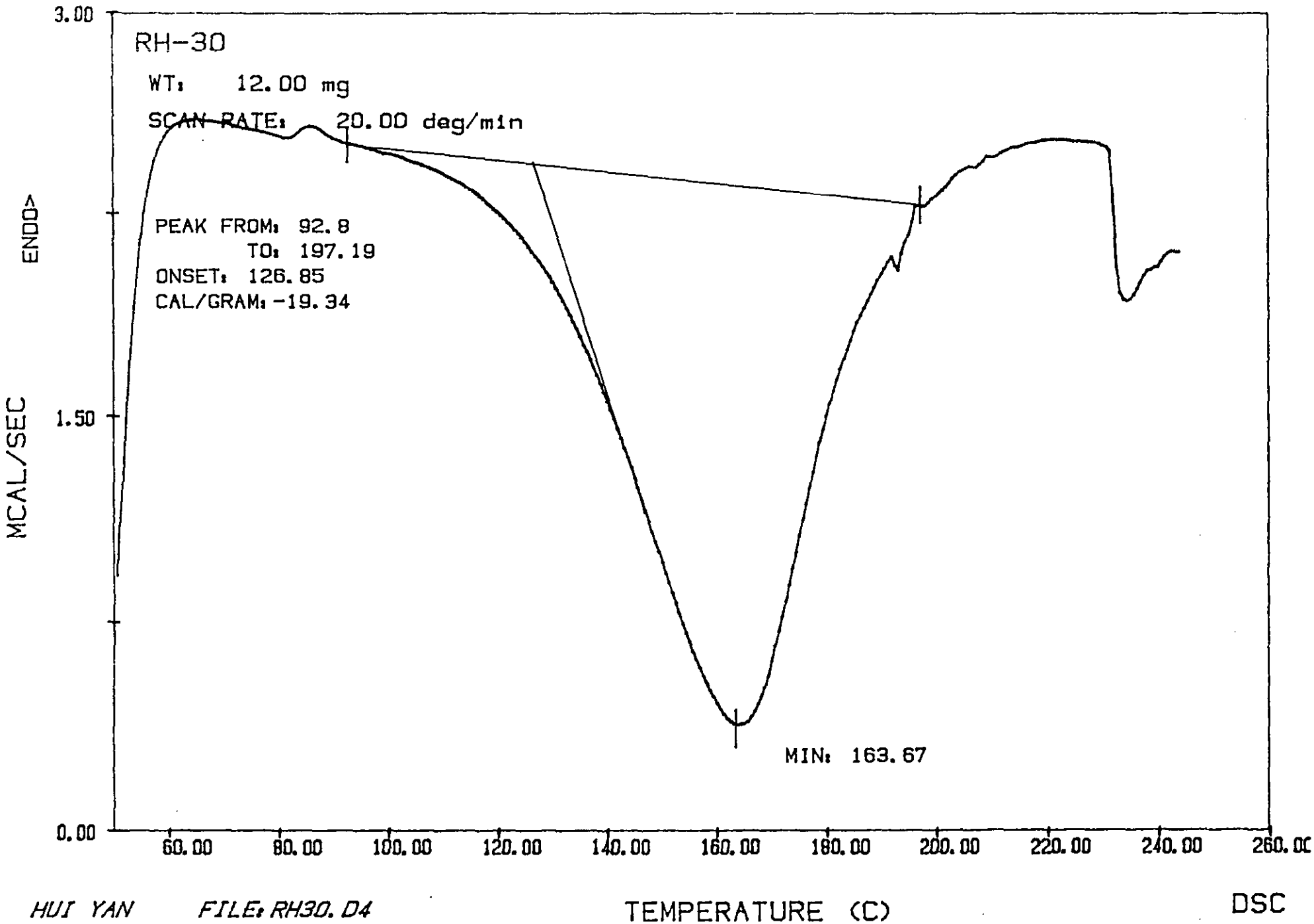
TEMPERATURE (C)

DSC

DATE: 97/02/21 TIME: 11:10

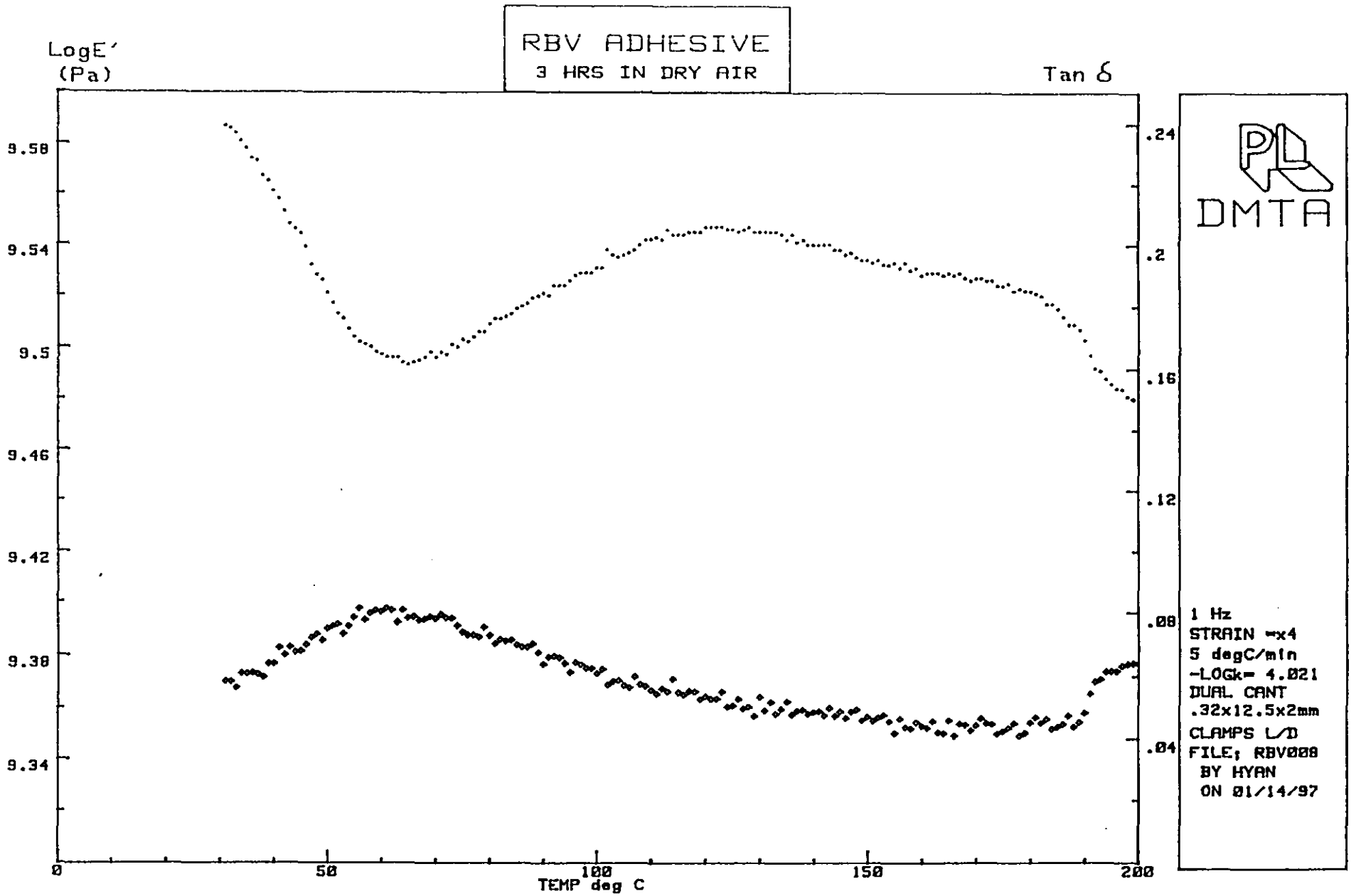

R30B
WT: 12.00 mg
SCAN RATE: 20.00 deg/min
PEAK FROM: 92.8
TO: 197.19
ONSET: 125.89
CAL/GRAM: -56.5
MIN: 161.92
8.00
4.00
0.00
ENDO>
MCAL/SEC
60.00
80.00
100.00
120.00
140.00
160.00
180.00
200.00
220.00
240.00
260.00
TEMPERATURE (C)
DSC
HYAN
FILE: R30B.D4
DATE: 96/12/11
TIME: 13:08

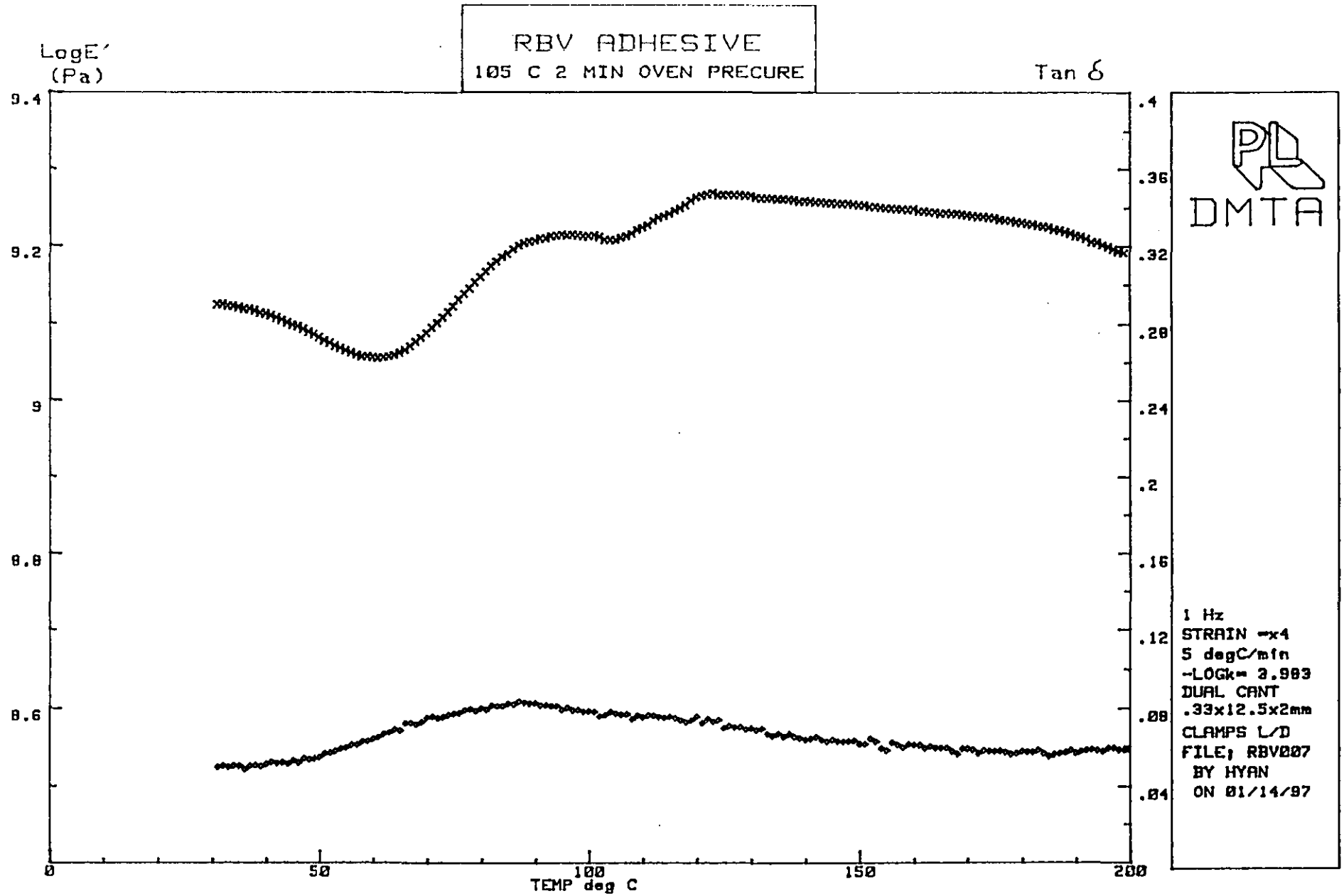

RHSS-30
WT: 12.00 mg
SCAN RATE: 20.00 deg/min
PEAK FROM: 93.02
TO: 227.72
ONSET: 131.37
CAL/GRAM: -19.83
MIN: 165.62
3.00
1.50
0.00
ENDO>
MCAL/SEC
60.00
80.00
100.00
120.00
140.00
160.00
180.00
200.00
220.00
TEMPERATURE (C)
HUI YAN
FILE: RHSS.D4
DSC

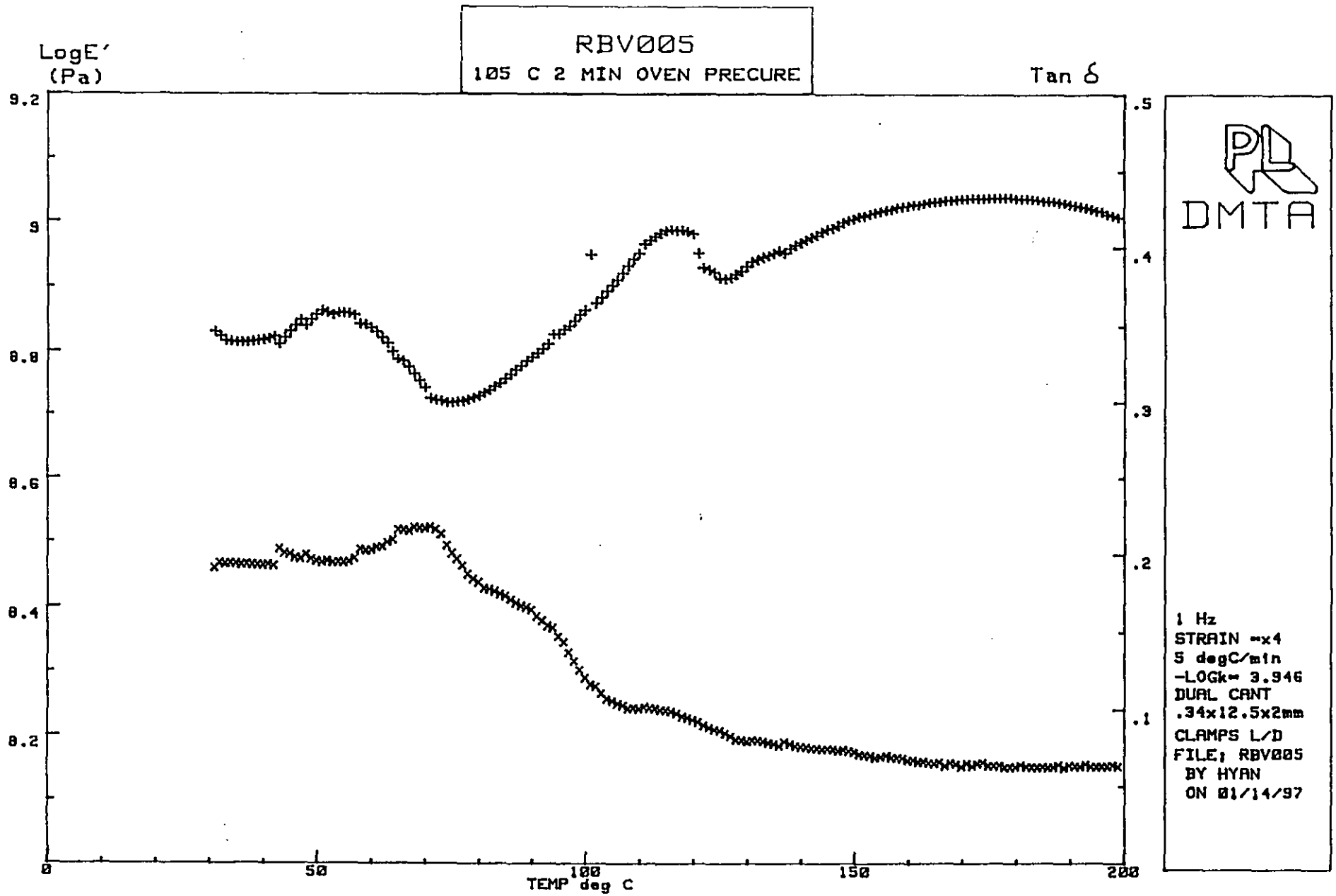


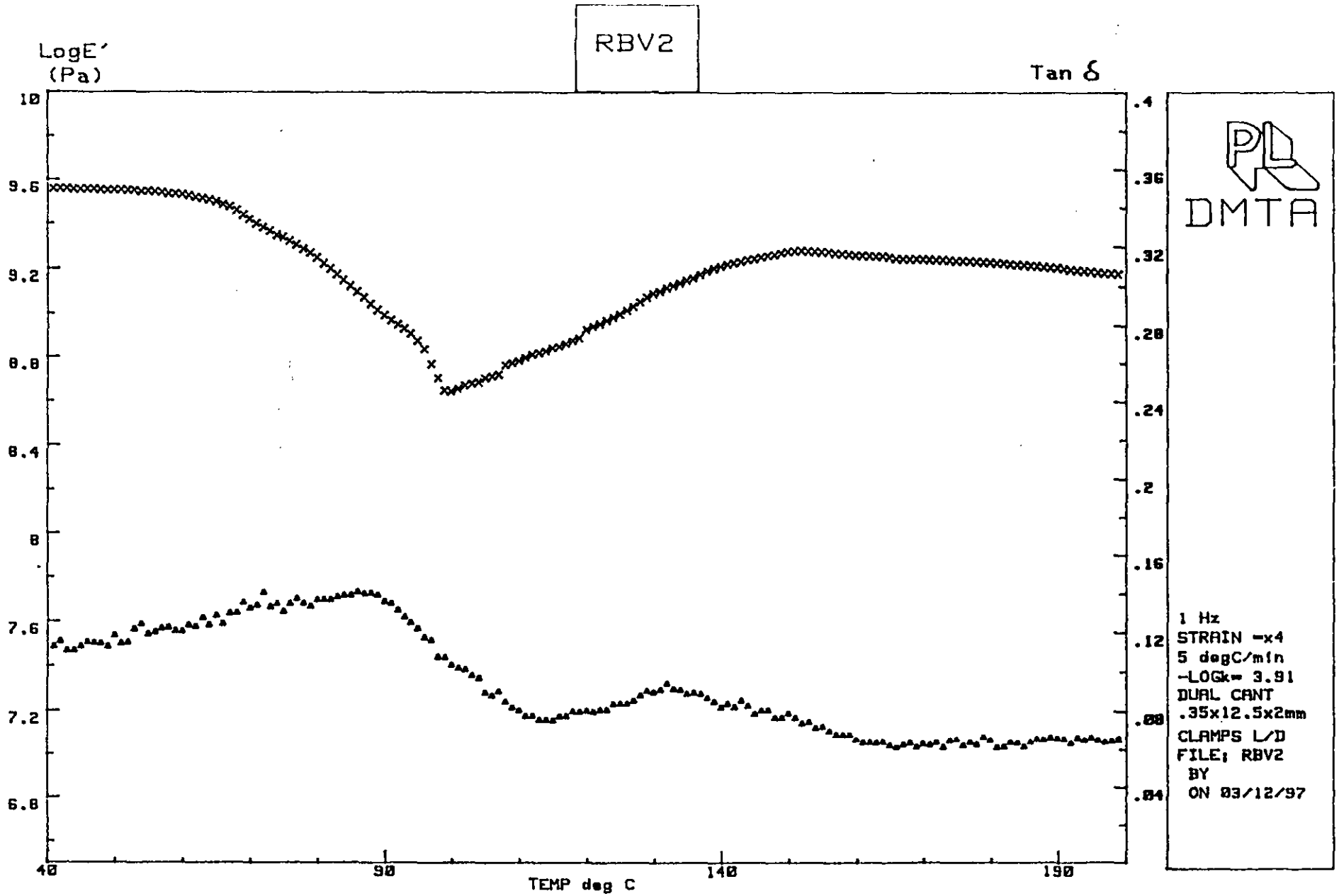
HUI YAN *FILE: RH30.D4*

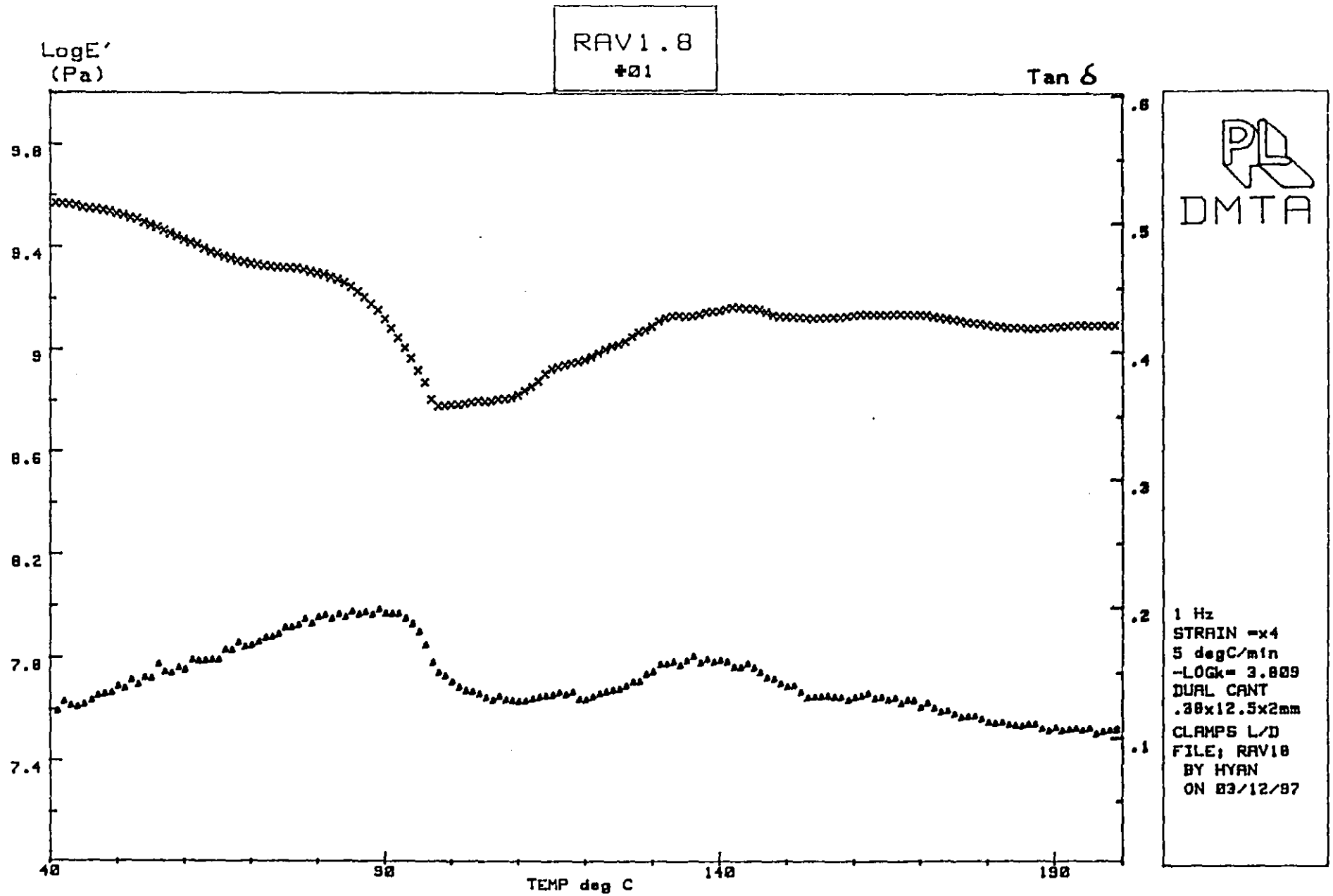
DATE: 96/12/11 TIME: 16:53

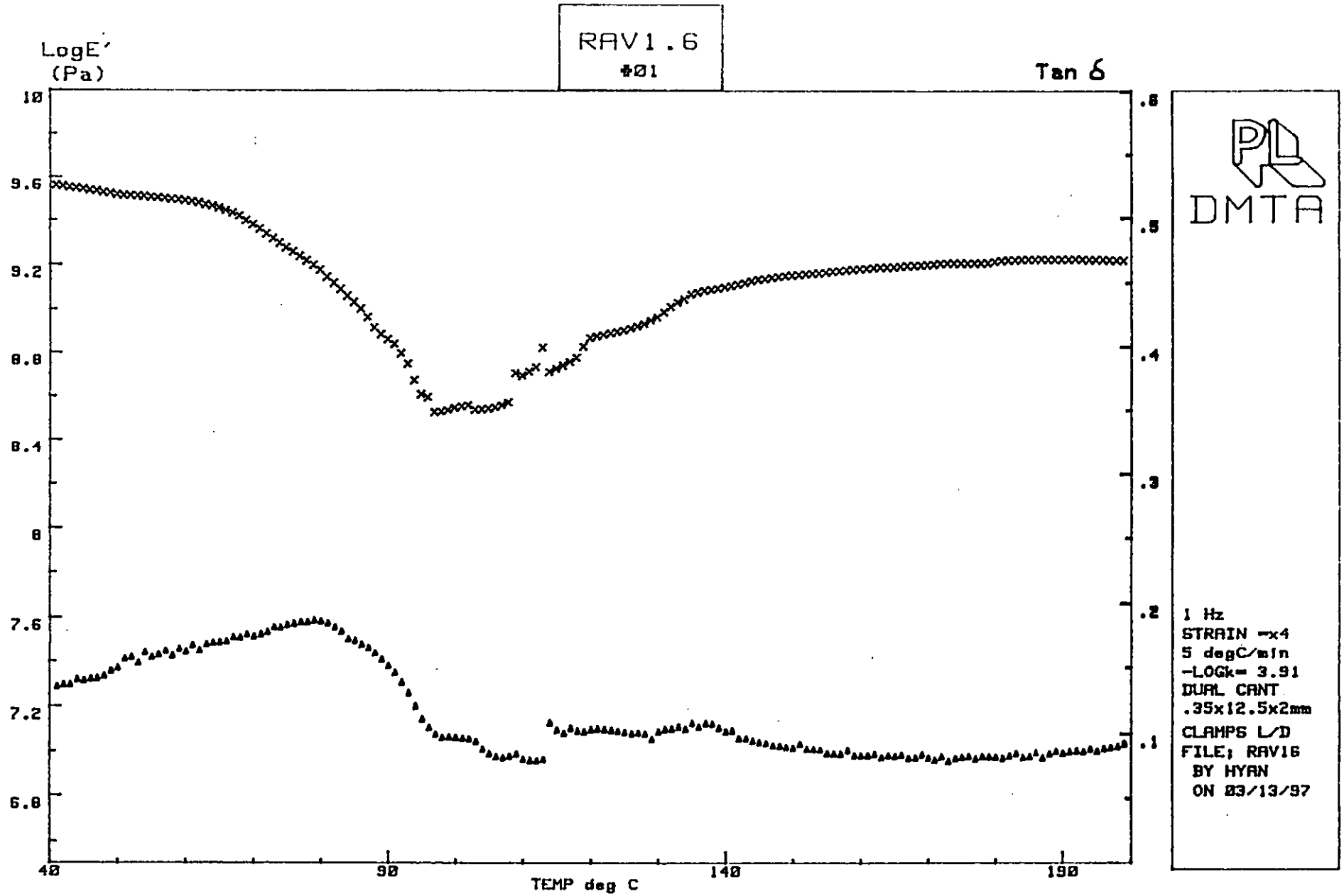

RBV ADHESIVE
3 HRS IN DRY AIR
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.58
9.54
9.5
9.46
9.42
9.38
9.34
.24
.2
.16
.12
.08
.04
0
50
100
150
200
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 4.021
DUAL CANT
.32x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RBV008
BY HYAN
ON 01/14/97

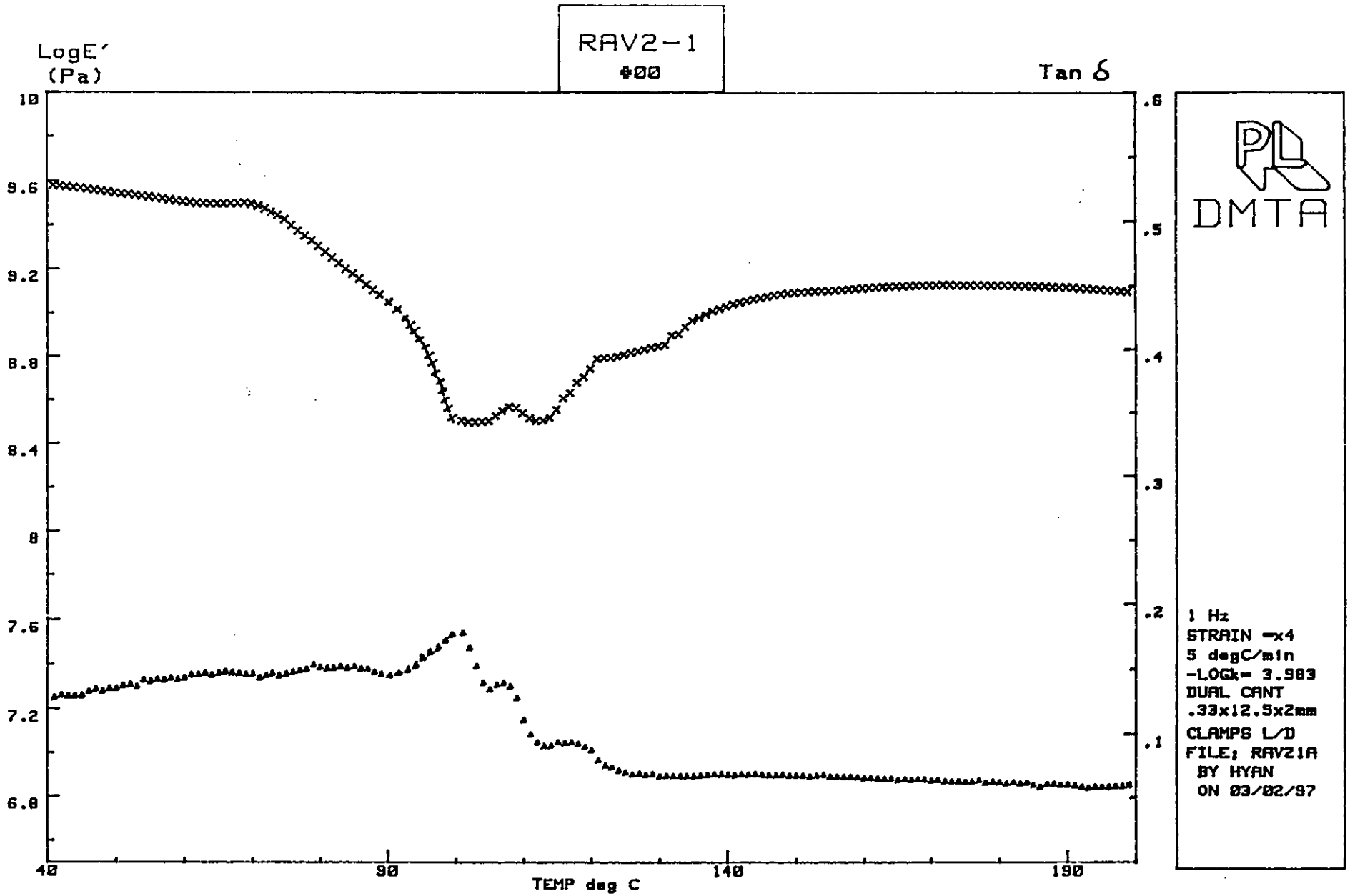

RBV ADHESIVE
105 C 2 MIN OVEN PRECURE
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.4
9.2
9
8.8
8.6
.4
.36
.32
.28
.24
.2
.16
.12
.08
.04
0
50
100
150
200
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.983
DUAL CANT
.33x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RBV007
BY HYAN
ON 01/14/97

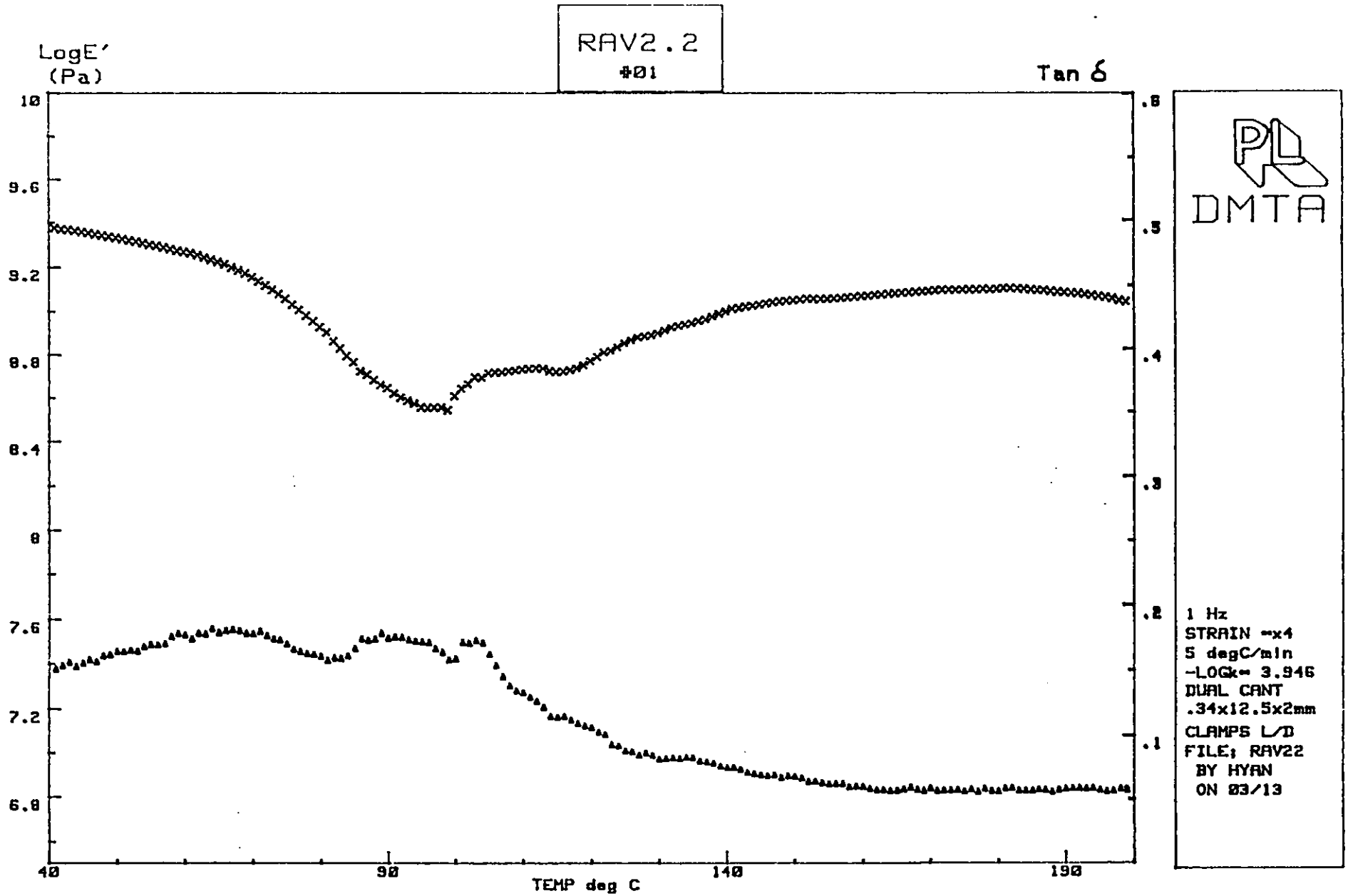

RBV005
105 C 2 MIN OVEN PRECURE
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.2
9
8.8
8.6
8.4
8.2
.5
.4
.3
.2
.1
0
50
100
150
200
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.946
DUAL CANT
.34x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RBV005
BY HYAN
ON 01/14/97

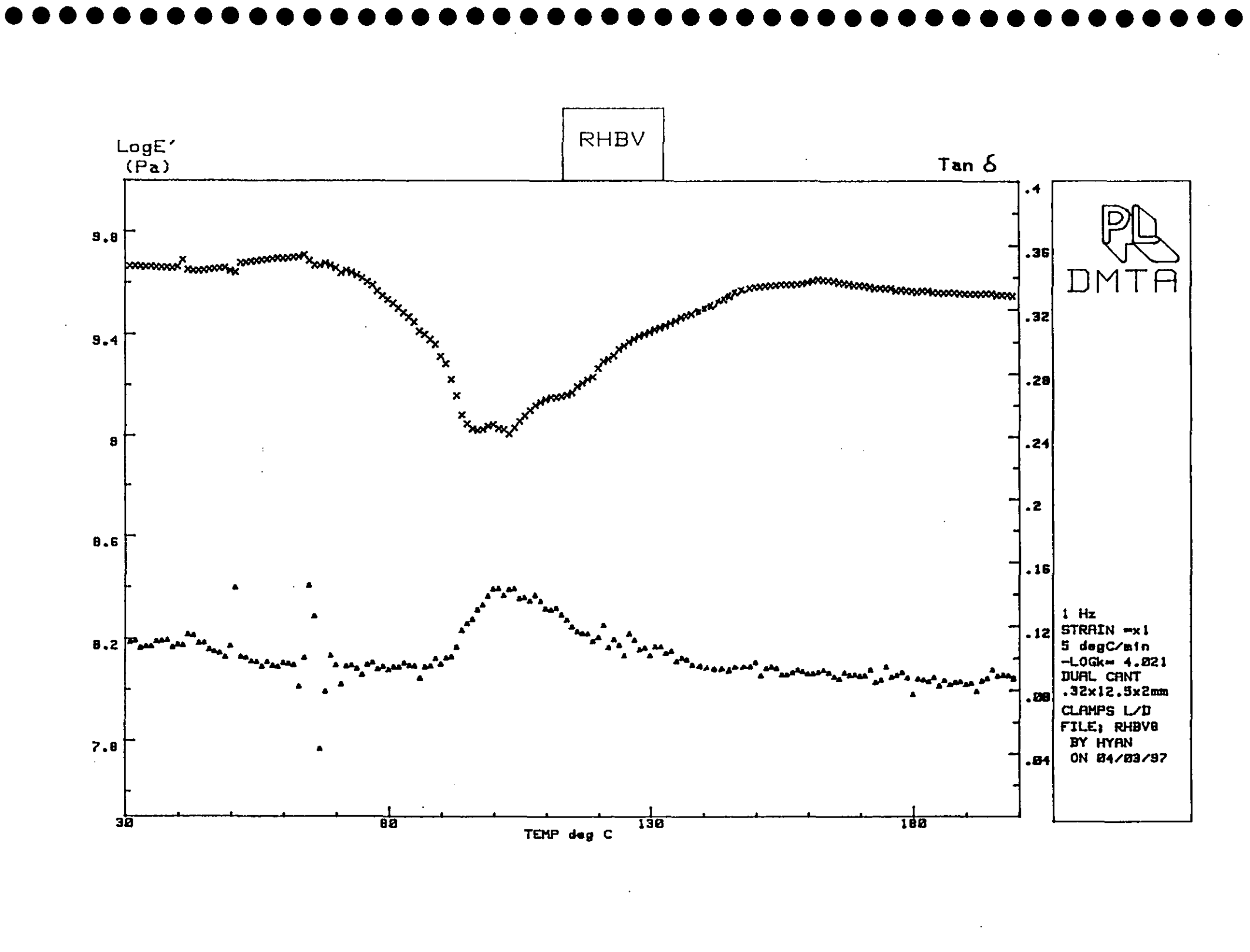

RBV2
LogE'
(Pa)
Tan δ
10
9.6
9.2
8.8
8.4
8
7.6
7.2
6.8
.4
.36
.32
.28
.24
.2
.16
.12
.08
.04
40
90
140
190
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.91
DUAL CANT
.35x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RBV2
BY
ON 03/12/97

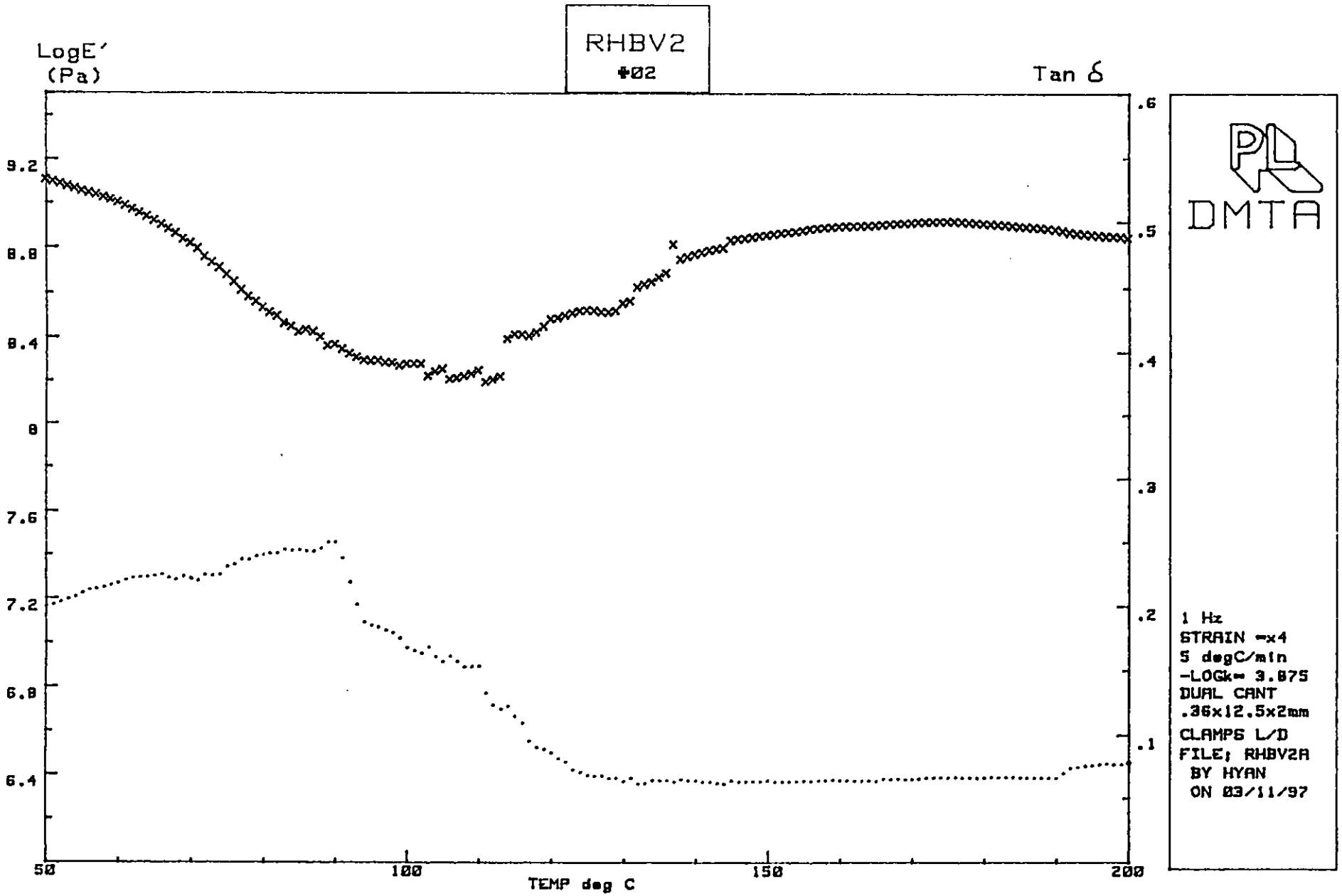

RAV1.8
#01
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.8
9.4
9
8.6
8.2
7.8
7.4
.6
.5
.4
.3
.2
.1
40
90
140
190
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.809
DUAL CANT
.38x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RAV18
BY HYAN
ON 03/12/97

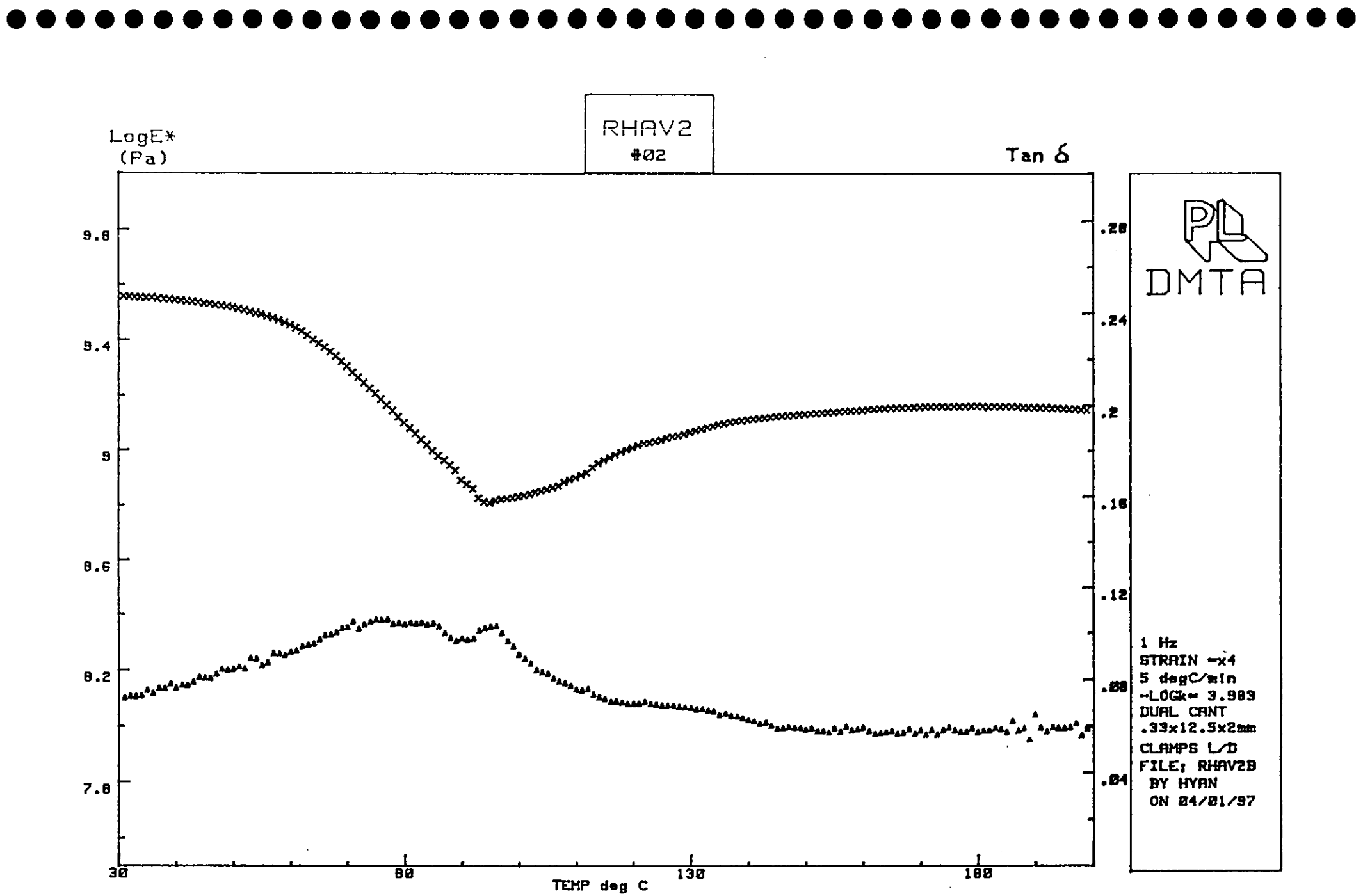

RAV1.6
#01
LogE'
(Pa)
Tan δ
10
9.6
9.2
8.8
8.4
8
7.6
7.2
6.8
.8
.6
.4
.3
.2
.1
40
90
140
190
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.91
DUAL CANT
.35x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RAV16
BY HYAN
ON 03/13/97

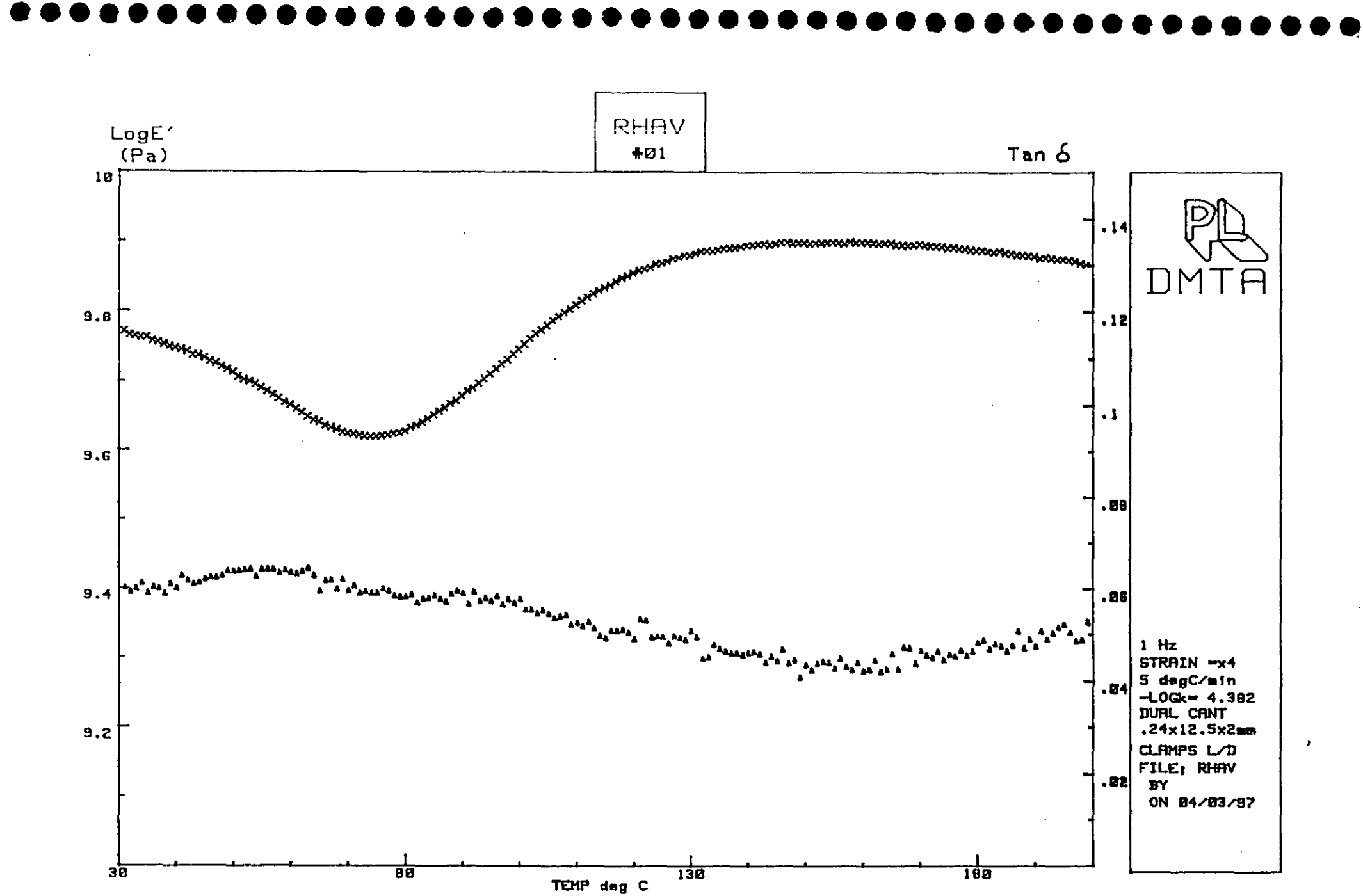

RAV2-1
#00
LogE'
(Pa)
Tan δ
10
9.6
9.2
8.8
8.4
8
7.6
7.2
6.8
.6
.5
.4
.3
.2
.1
40
90
140
190
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.983
DUAL CANT
.33x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RAV21A
BY HYAN
ON 03/02/97

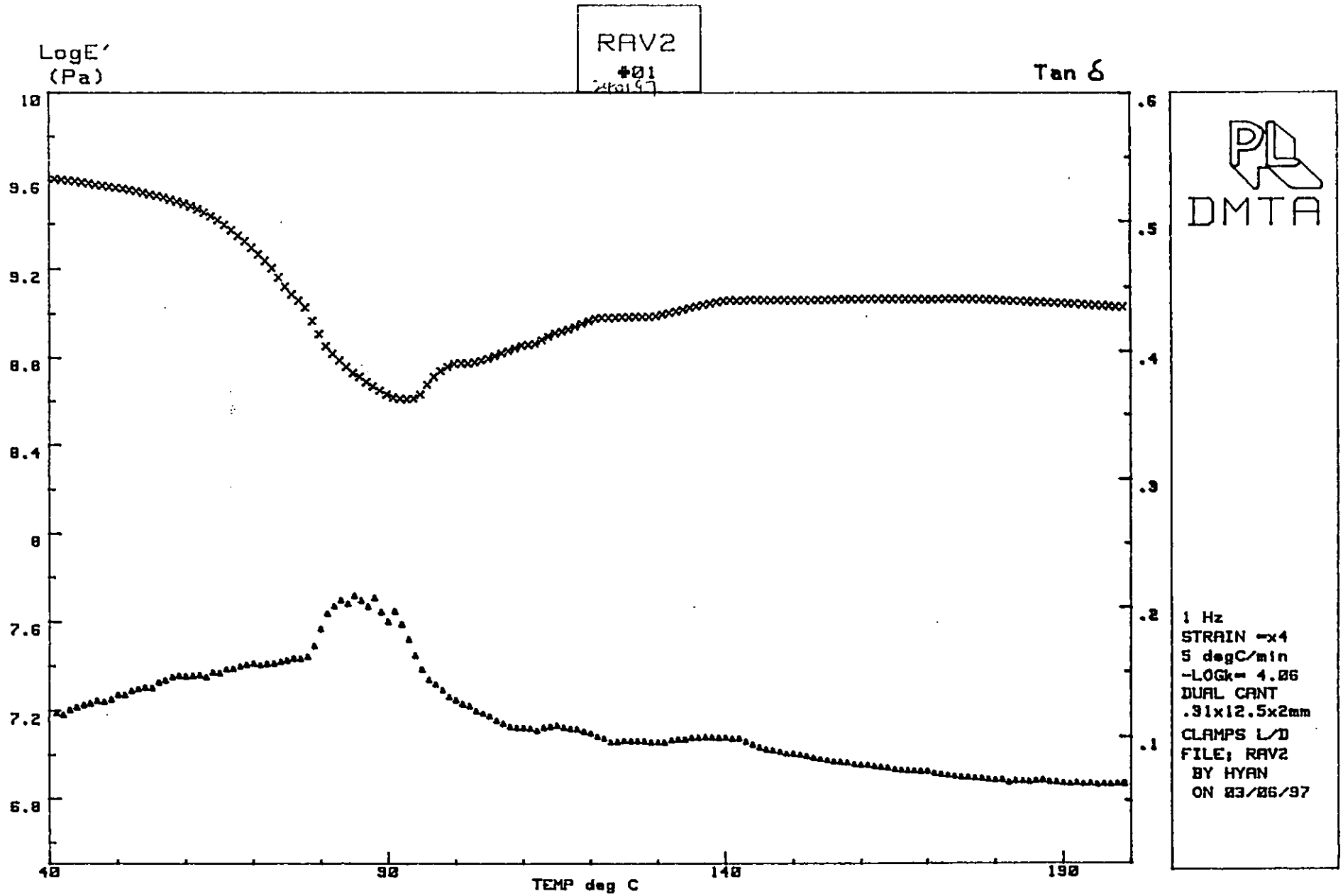

RAV2.2
#01
LogE'
(Pa)
Tan δ
10
9.6
9.2
8.8
8.4
8
7.6
7.2
6.8
.6
.5
.4
.3
.2
.1
40
90
140
190
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.946
DUAL CANT
.34x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RAV22
BY HYAN
ON 03/13

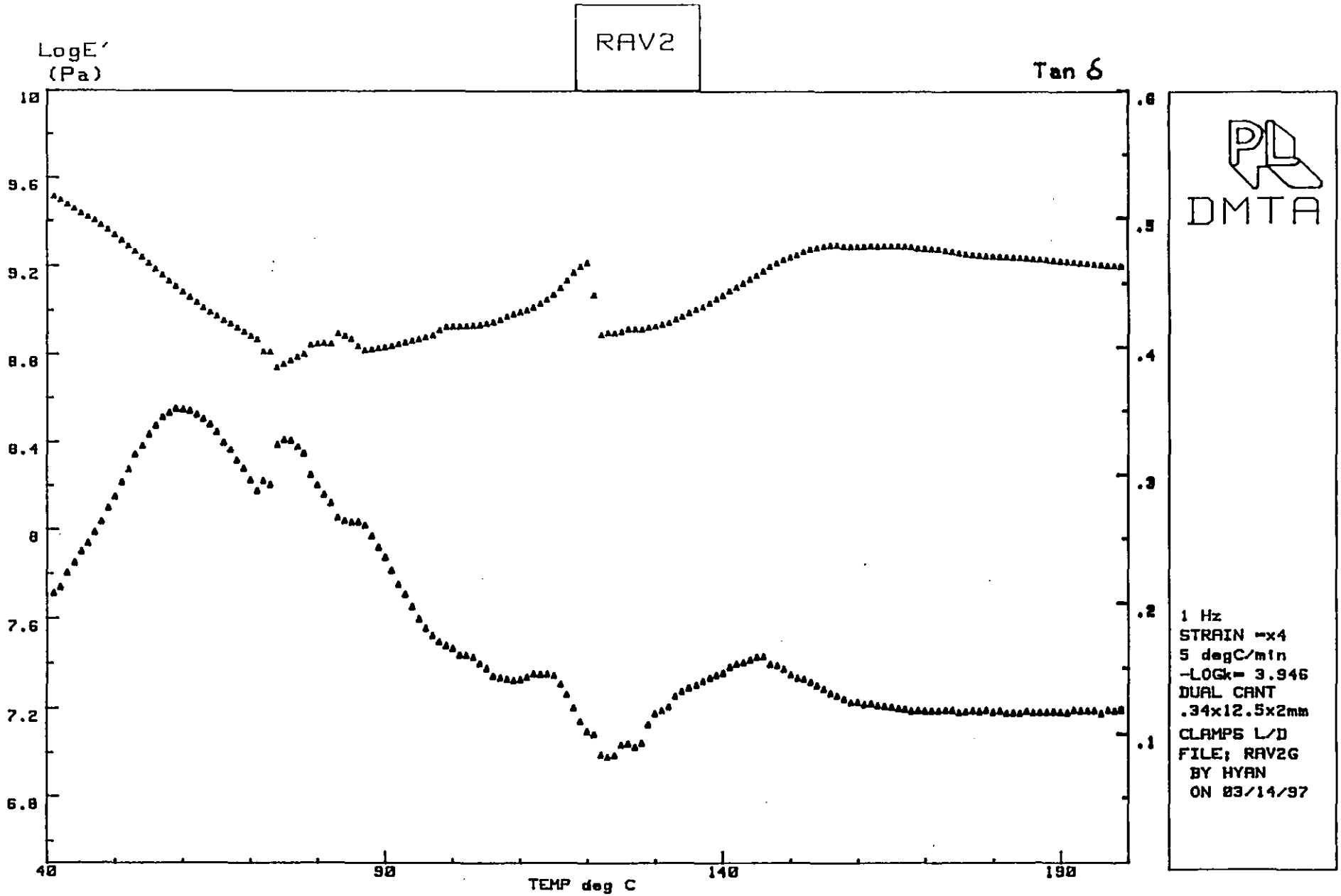

RHBV
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.8
9.4
9
8.6
8.2
7.8
.4
.36
.32
.28
.24
.2
.16
.12
.08
.04
30
80
130
180
TEMP deg C
PL
DMTA
1 Hz
STRAIN =x1
5 degC/min
-LOGk= 4.021
DUAL CANT
.32x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RHBV8
BY HYAN
ON 04/03/97

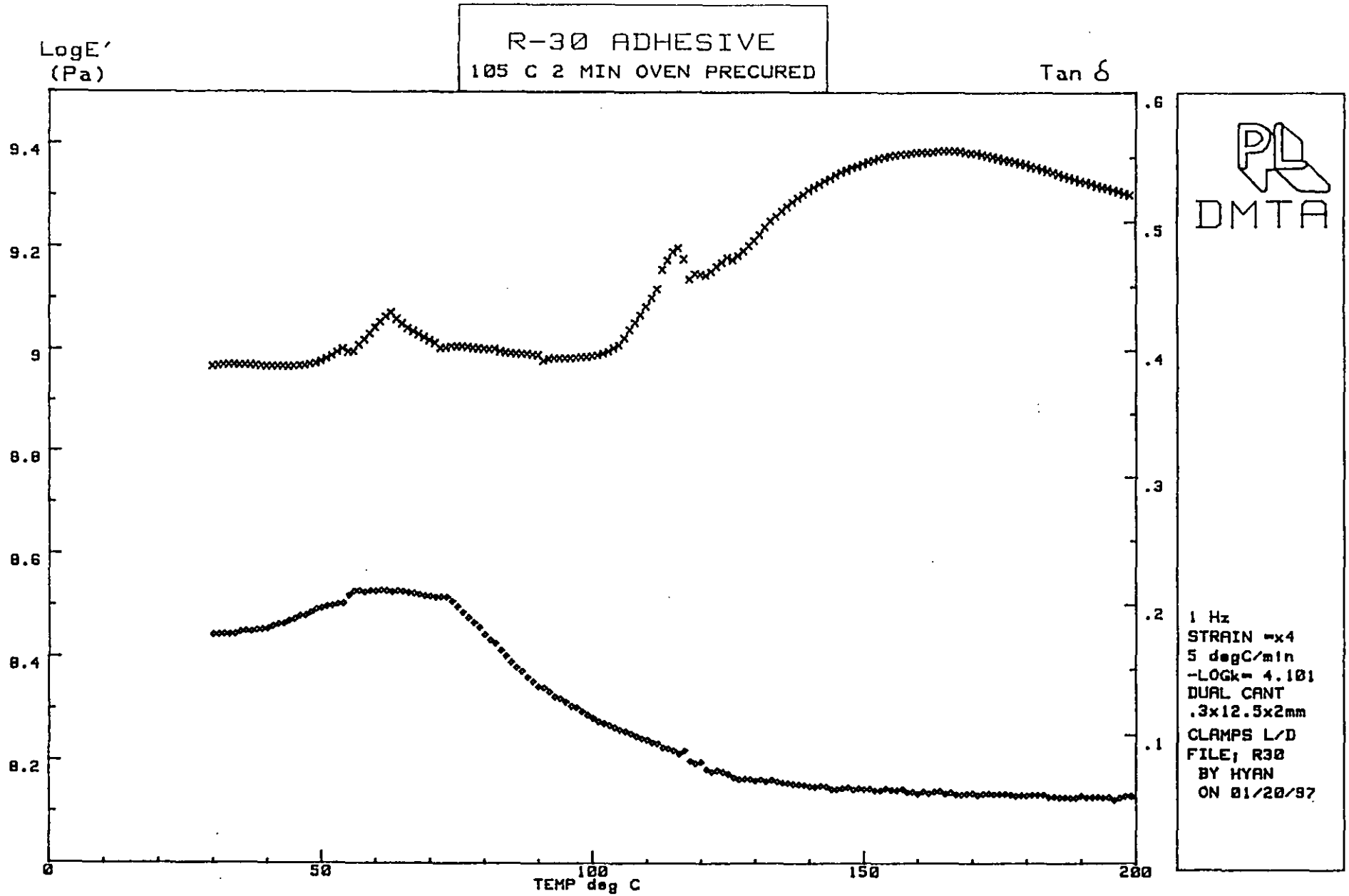

RHBV2
#02
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.2
8.8
8.4
8
7.6
7.2
6.8
6.4
.6
.5
.4
.3
.2
.1
50
100
150
200
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.875
DUAL CANT
.36x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RHBV2A
BY HYAN
ON 03/11/97

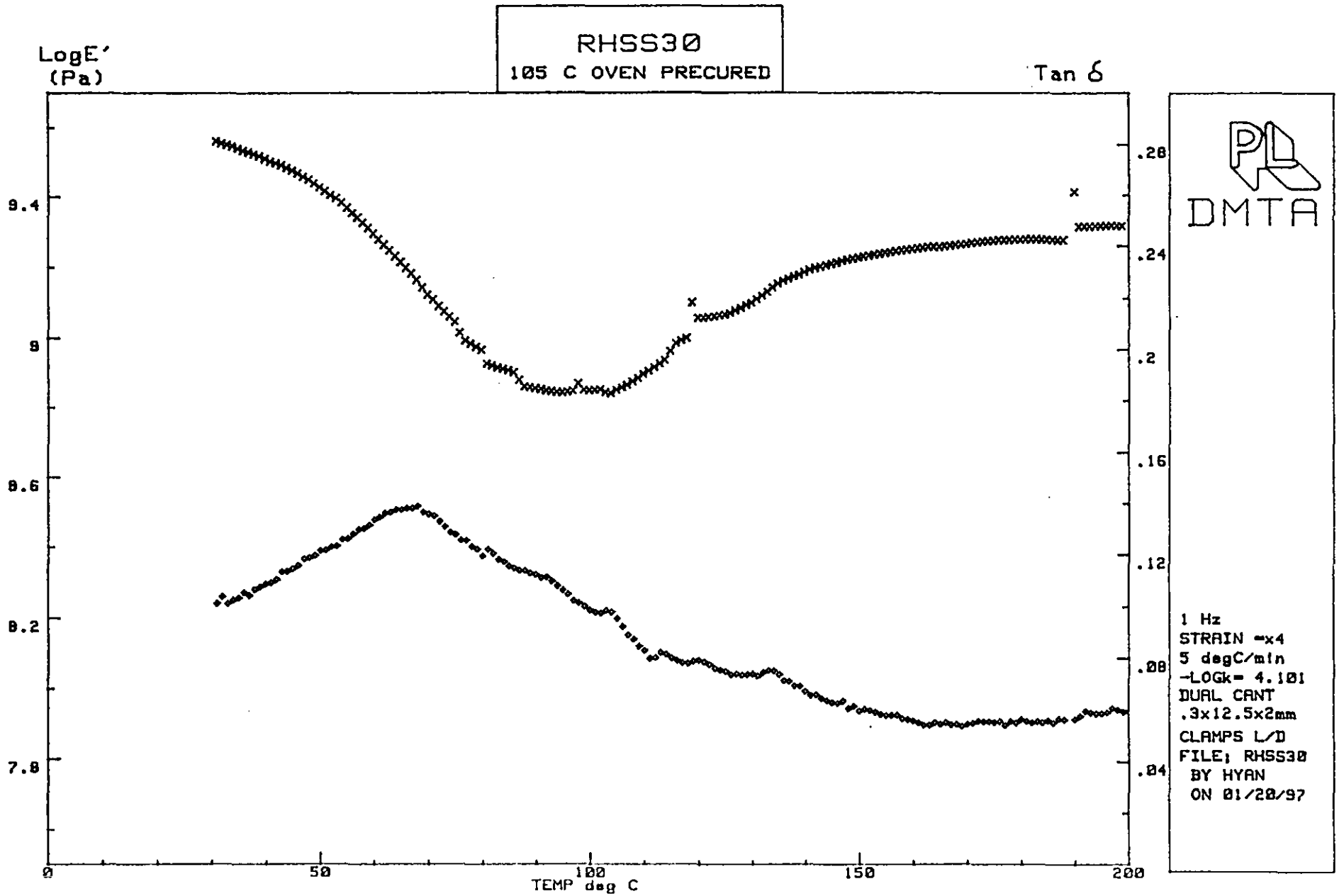

RHAV2
#02
LogE*
(Pa)
Tan δ
9.8
9.4
9
8.6
8.2
7.8
.28
.24
.2
.16
.12
.08
.04
30
80
130
180
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.983
DUAL CANT
.33x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RHAV2B
BY HYAN
ON 04/01/97

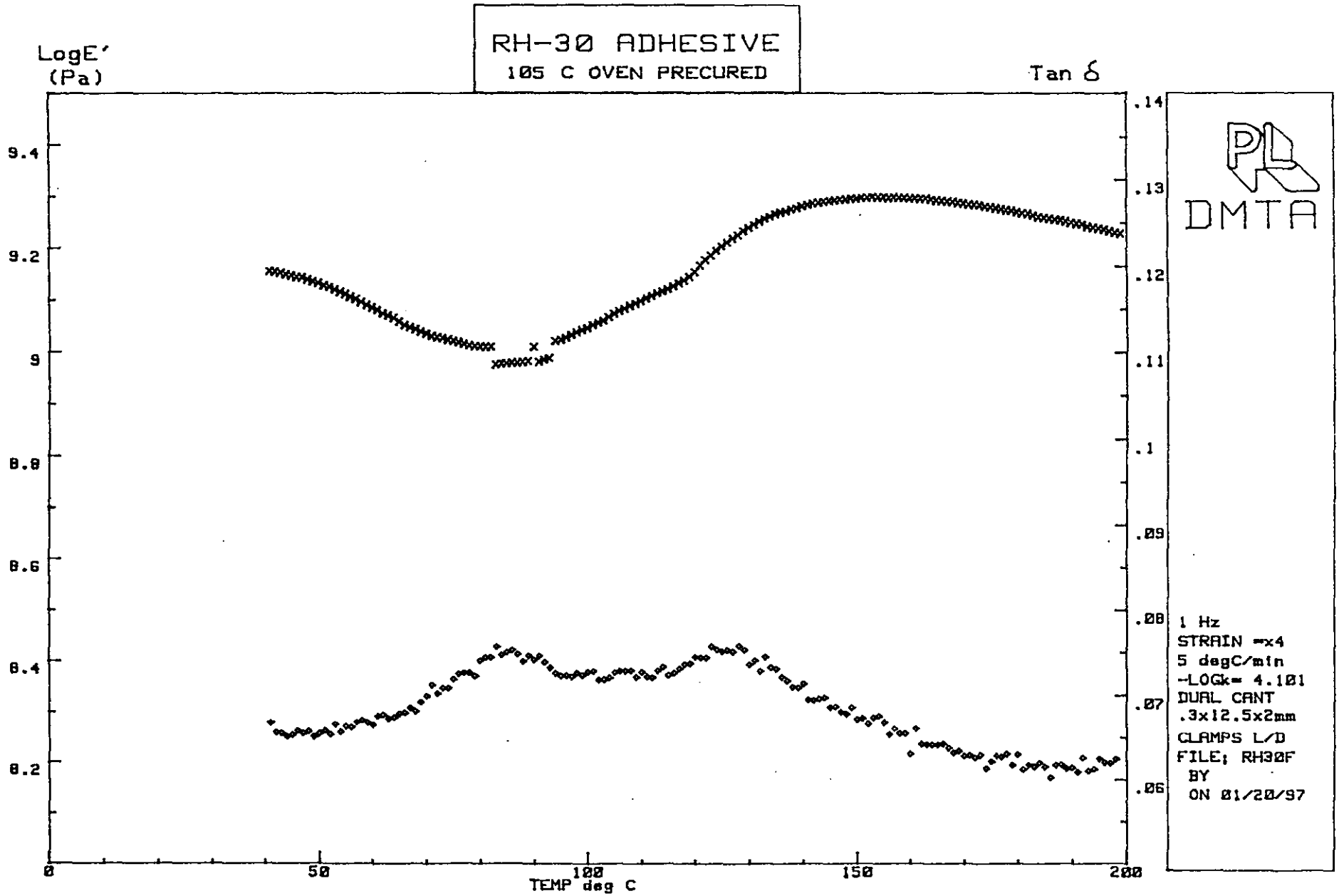

RHAV
#01
LogE'
(Pa)
Tan δ
10
9.8
9.6
9.4
9.2
.14
.12
.1
.08
.06
.04
.02
30
80
130
180
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 4.382
DUAL CANT
.24x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RHAV
BY
ON 04/03/97


RAV2
#01
LogE'
(Pa)
Tan δ
10
9.6
9.2
8.8
8.4
8
7.6
7.2
6.8
.6
.5
.4
.3
.2
.1
40
90
140
190
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 4.06
DUAL CANT
.31x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RAV2
BY HYAN
ON 03/06/97


RAV2
LogE'
(Pa)
Tan δ
10
9.6
9.2
8.8
8.4
8
7.6
7.2
6.8
.6
.5
.4
.3
.2
.1
40
90
140
190
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 3.946
DUAL CANT
.34x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RAV2G
BY HYAN
ON 03/14/97


R-30 ADHESIVE
105 C 2 MIN OVEN PRECURED
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.4
9.2
9
8.8
8.6
8.4
8.2
.6
.5
.4
.3
.2
.1
0
50
100
150
200
TEMP deg C
PL
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 4.101
DUAL CANT
.3x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; R30
BY HYAN
ON 01/20/97


RHSS30
105 C OVEN PRECURED
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.4
9
8.6
8.2
7.8
.28
.24
.2
.16
.12
.08
.04
0
50
100
150
200
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 4.101
DUAL CANT
.3x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE: RHSS30
BY HYAN
ON 01/20/97


RH-30 ADHESIVE
105 C OVEN PRECURED
LogE'
(Pa)
Tan δ
9.4
9.2
9
8.8
8.6
8.4
8.2
.14
.13
.12
.11
.1
.09
.08
.07
.06
0
50
100
150
200
TEMP deg C
DMTA
1 Hz
STRAIN =x4
5 degC/min
-LOGk= 4.101
DUAL CANT
.3x12.5x2mm
CLAMPS L/D
FILE; RH30F
BY
ON 01/20/97