



TAMPEREEN
AMMATTIKORKEAKOULU

HENKILÖHYGIENIATUOTTEEN VISKO- SITEETTIIN JA SEN MITTAAMISEEN VAI- KUTTAVAT TEKIJÄT

Saila Mäkinen

Opinnäytetyö
Maaliskuu 2019
Laboratoriotekniikan koulutus



TIIVISTELMÄ

Tampereen ammattikorkeakoulu
Laboratoriotekniikan koulutus

MÄKINEN, SAILA:
Henkilöhygieniatuotteen viskositeettiin ja sen
mittaamiseen vaikuttavat tekijät

Opinnäytetyö 41 sivua, joista liitteitä 4 sivua
Maaliskuu 2019

Opinnäytetyö tehtiin KiiltoClean Oy:n Turun toimipisteessä, joka on yrityksen päätoimipiste. Yritys on yksi johtavista kotimaisista puhtaus- ja hygieniatuotteiden toimittajista. Työssä tutkittiin nestemäisen henkilöhygieniatuotteen viskositeettiin ja sen mittaukseen vaikuttavia tekijöitä sekä eri tekijöiden vaikutuksen merkittävyyttä. Mahdollisuuksien mukaan tuloksia käytettäisiin viskositeetin mittauksen sekä säädön optimointiin tuotanto-olosuhteissa.

Työn tarkoituksena oli muodostaa yleiskuva aineen virtauskäyttäytymisestä sekä siihen vaikuttavista tekijöistä tarkastelemalla reologian teoriaa sekä erilaista kirjallisuutta. Työn kokeellisessa osassa suoritettiin erilaisia mittaussarjoja vaihdellen parametrejä, jotka tulivat esille teoriaa läpi käytäessä. Tuloksista oli tärkeää saada luotettavia sekä vertailukelpoisia. Laitteena käytettiin Brookfieldin LV- ja RV- rotaatioviskosimetrejä, joista RV-malli sopii suuren viskositeetin näytteisiin ja LV-malli juoksevampien näytteiden analysointiin. Mittaustuloksista muodostettujen kuvaajien avulla voitiin havainnollistaa tulosten erilaisuutta sekä arvioida eri tekijöiden vaikutuksen merkittävyyttä viskositeettiin ja tuloksen muodostumiseen.

Henkilöhygieniatuotteen valmistus on monivaiheinen viskositeetin säädön osalta. Ensin sekoitetaan reseptin mukaan kaikki ainesosat kokonaisuudessaan lukuun ottamatta puhtaan ruokasuolan kokonaismäärää, josta lisätään ensin vain tietty osuus. Seuraavaksi tuotteesta viedään näyte laadunvalvontaan, jossa mitataan sen hetkinen viskositeetti. Tämän tuloksen perusteella lasketaan lisättävän suolan kokonaismäärä, jotta viskositeetti saadaan asettumaan tuotteelle reseptissä määritetyn viskositeetin mukaiseksi.

ABSTRACT

Tampereen ammattikorkeakoulu
Tampere University of Applied Sciences
Degree Programme in Laboratory Engineering

MÄKINEN, SAILA:

Factors Affecting Viscosity and its Measurement of the Personal Hygiene Product

Bachelor's thesis 41 pages, appendices 4 pages
March 2019

The subject of the thesis was the factors affecting the viscosity of the hygiene product and its measurement, since it had not been widely investigated in the past. However, viscosity is an essential part of quality control and product development.

Viscosity is part of rheology. Thesis work began by going through different publications about rheology, viscosity and measuring of it. Various kind of internet articles were also used as a part of the source of the theory.

Based on the theory of rheology, factors affecting viscosity and its measurement could be listed. Thereafter, measurement kits could be designed which were carried out so that the results were reliable and reproducible. Generally there were two different kind of samples in viscosity measurements which had a clear viscosity difference.

By looking at the generated graphs from the measurement results, the effect of the various factors could be noted. In order to compare the results, the measurement conditions had to be similar. The sample temperature, result recording time, spindle size, sample container, and rpm were part of the important factors.

Viscosity measurements can be reproducible and reliable when considering the same measurement conditions between different samples and measurements. The accuracy of different viscometer models also varies.

Key words: viscosity, personal hygiene product, viscometer

SISÄLLYS

1	JOHDANTO.....	5
2	REOLOGIA.....	6
	2.1 Reologia tieteenä.....	6
	2.2 Nestemäisten aineiden jaottelu	7
	2.3 Ei-Newtonisten nesteiden jaottelu virtaustyyppin mukaan	10
3	VISKOSITEETTI.....	12
	3.1 Viskositeetin määritelmä	12
	3.2 Viskosimetri.....	12
	3.3 Viskositeetin mittaamiseen vaikuttavat tekijät	13
4	HENKILÖHYGIENIATUOTE.....	18
	4.1 Pinta-aktiiviset aineet.....	18
	4.2 Muut henkilöhygieniatuotteen komponentit	19
5	TYÖN SUORITUS	20
	5.1 Tulosten toistettavuus ja laitteiden keskinäinen vertailu	20
	5.2 Tuloksen kirjaaminen	20
	5.3 Lämpötilan muutos	21
	5.4 Kierrosnopeuden muutos	21
	5.5 Näytteenkäsittely	22
	5.6 Mittapäiden vertailu.....	22
	5.7 Suolauskäyrien vertailu eri raaka-aine-erien välillä	23
6	TULOKSET	24
	6.1 Tulosten toistettavuus ja laitteiden keskinäinen vertailu	24
	6.2 Tuloksen kirjaaminen	26
	6.3 Lämpötilan muutos	28
	6.4 Kierrosnopeuden muutos	29
	6.5 Näytteenkäsittely	30
	6.6 Mittapäiden vertailu.....	32
	6.7 Suolauskäyrien vertailu eri raaka-aine-erien välillä	33
7	POHDINTA.....	35
	LÄHTEET	37
	LIITTEET	38
	Liite 1. Esimerkit mittauspöytäkirjoista eri mittaussarjoissa	38

1 JOHDANTO

Opinnäytetyö tehtiin KiiltoClean Oy:n Turun toimipisteessä, jossa valmistetaan mm. tunnettuja Erisan-, Serto- ja Aisti- tuoteperheitä eri asiakaskohteille. Yritys on johtava puhdistus- ja hygieniatuotteiden toimittaja. Yrityksen tavoitteena on yhdistää korkea laatu käyttö- ja ympäristöturvallisuuteen saaden lopputuloksena kilpailukykyisen tuotteen. Tuotteiden valmistuksessa sekä tutkimus- ja kehitystyössä on periaatteena ylläpitää korkeaa vaatimustasoa.

Opinnäytetyön tavoitteena oli olla tutkiva, selvittävä ja kehittävä. Reologian teorian sekä kirjallisuuden pohjalta muodostuneen käsityksen perusteella suunniteltiin mittaussarjoja, joissa vaihtelivat eri parametrit. Näin voitiin tutkia eri parametrien vaikutuksen merkittävyyttä viskositeettiin sekä sen mittaukseen. Työssä yhtenä tavoitteena oli mahdollisesti myös kehittää tuotteen viskositeetin säätöä tuotanto-olosuhteissa ajan niin salliessa. Työn tarkoituksena oli suorittaa suunnitellut mittaussarjat siten, että tuloksista saatiin luotettavia ja vertailukelpoisia. Näytteinä oli yleensä yksi tai kaksi eri tuotetta, joiden reseptissä asetettu viskositeetti erosi selkeästi toisistaan. Yhtenä tehtävänä oli tehdä myös niin sanotut suolauskäyrät yhdestä yrityksen tuotteesta tehdyille kuudelle erilaiselle näytteelle, joissa vaihteli anionisten ja kationisten ainesosien erät tai valmistajat kahden vuoden ajalta. Näin saatiin lisättyä tuloksiin myös mahdollinen raaka-aine-erien vaikutus viskositeettiin. Työn teoriaosuudessa on pääpaino henkilöhygieniatuotteen kemiassa ja rakenteessa, polymeeriliuoksen rakenteen vaikutuksessa viskositeettiin sekä rotaatioviskosimetrin toiminnan käsittelyssä.

Henkilöhygieniatuotteen valmistuksessa puhtaan ruokasuolan määrällä säädetään tuotteen juoksevuuutta. Viskositeetti vaikuttaa oleellisesti kuluttajan käyttökokemukseen; jos tuote olisi hyvinkin juoksevaa, ei tuote palvelisi lianpoistamistarkoitustaan, vaan olisi heikommin annosteltavissa kuin viskoosisempi tuote. Myös tuotanto-olosuhteissa aineen virtausominaisuuksilla on oleellinen vaikutus mm. suunniteltaessa putkistoja ja erilaisia pumppaussysteemejä. Laadunvalvonnassa viskositeetin mittaaminen on yksi oleellisimmista ja helposti määritettävissä olevista tuotteen laatua mittaavista suureista. Tuloksen perusteella tuotteelle säädetään lopullisen puhtaan ruokasuolan määrä, jotta saavutetaan reseptiikan mukainen valmiin tuotteen viskositeetti.

2 REOLOGIA

2.1 Reologia tieteenä

Reologia tutkii aineen virtaus- ja muodonmuutuskäyttäytymistä kohdistettaessa siihen tunnettu määrä rasitusta. Aineeseen kohdistettava rasitus voi olla esimerkiksi leikkausnopeus eli millä nopeudella tai voimalla ainetta leikataan (sekoitetaan), leikkausaika, lämpötila tai sisäinen näytteen muutos esimerkiksi proteiinkonsentraation osalta. Reologisten mittauksien perusteella voidaan ennustaa ja saada tietoa nesteen käyttäytymisestä. Tutkimalla nesteen virtausta, saadaan tietoa myös siitä, kuinka paljon reseptinmuutos, tuotteen vanhenemiskäyttäytyminen tai valmistusprosessi vaikuttavat tuotteen viskositeettiin. (More solutions to sticky problems n.d.)

Reologisia ominaisuuksia voidaan mitata nesteistä, kaasuista ja kiinteistä aineista. Mitattavat aineet ovat monimutkaisia proteiineja tai polymeerejä sisältäviä nesteitä, osittain kiinteitä aineita, kuten hammastahnat ja voiteet sekä asfaltti. Ketsuppi on kiinteän aineen kaltaista lepotilassa, mutta ravistettaessa sen viskositeetti laskee.

Aineilla on neljää erilaista käyttäytymistyyppiä. Viskoosisen aineen muodonmuutos jatkuu niin kauan, kuin siihen kohdistetaan ulkoista, ainetta liikuttavaa voimaa. Elastinen aine ei virtaa, vaan sen muotoutumista tapahtuu ulkoisen voiman määrästä riippuen, kunnes voiman loputtua aine palautuu ennalleen. Plastinen aine alkaa virtaamaan kuten viskoosinen aine, kun ulkoinen voima on saavuttanut ns. kynnyspisteen ja vastaavasti virtaus loppuu, kun voima on alentunut kynnyspisteen alle. Viskoselastiset aineet käyttäytyvät kuten viskoosiset ja elastiset aineet riippuen aineeseen kohdistettavasta ulkoisesta voimasta. (Rantamäki 2005.)

Mittalaitteina reologisissa mittauksissa käytetään yleisesti viskosimetriä ja monipuolisempaa viskosimetriä, reometriä. Viskosimetrillä ja reometrillä saavutetaan sama tulos samoilla asetuksilla, reometri on sovellettavissa laajemmin ohjelmistonsa osalta. (Viskositeetin mittaus n.d.)

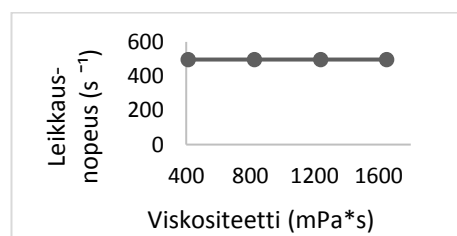
Viskositeetti on yksi aineen reologisia ominaisuuksia kuvaava suure. Laadunvarmistuksessa voidaan tuotteen tasaisuutta ja laatua tarkkailla epäsuorasti virtauskäyttäytymisen perusteella. Tulosta hyödynnetään esimerkiksi valmistettavan tuotteen paksuuden säädössä. Teollisuuden tuotanto-olosuhteissa nesteen reologisilla ominaisuuksilla on tärkeä rooli arvioitaessa ja ennustettaessa tuotteen prosessoitavuutta, kun suunnitellaan esimerkiksi putkistoja raaka-aineiden sekoituslinjoille ja pumppaussysteemeille. Myös pakkauslinjaston toiminnan kannalta nesteen reologisten ominaisuuksien täytyy olla optimaaliset näytteen annostelussa. (Rantamäki 2005.) Taulukosta 1 nähdään viskositeettiarvoja erilaisille aineille (Viskositeetin mittausta n.d.).

TAULUKKO 1. Viskositeettiarvoja erilaisille aineille

Aine	Viskositeetti (mPas)
Lasi	10^{22}
Bitumi	10^{11}
Sula polymeeri	1000000
Hunaja	10000
Glyseroli	1000
Oliiviöljy	100
Ihovoide	10
Vesi	1
Ilma	0,01

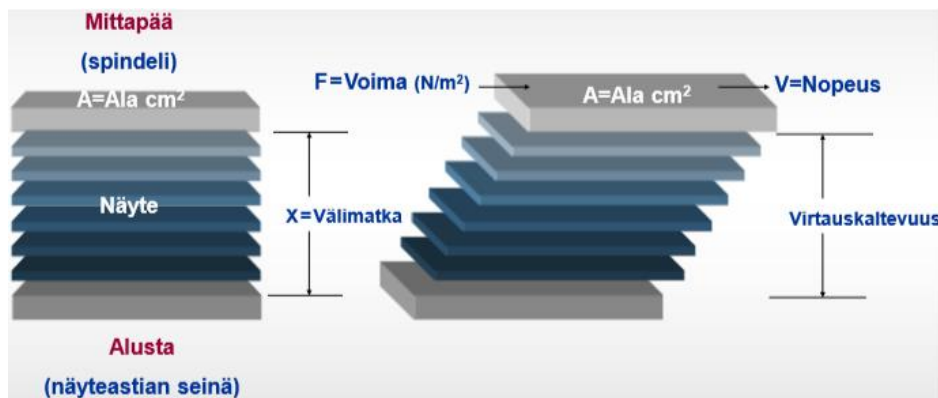
2.2 Nestemäisten aineiden jaottelu

Nestet jaotellaan karkeasti Newtonisiin ja ei-Newtonisiin nesteisiin. Newtonisten nesteiden viskositeettiin ei vaikuta leikkausaika, kun lämpötila ja leikkausnopeus ovat vakioita. Tuloksista piirretty kuvaaja on lineaarinen, kuten kuviosta 1 (Domingo 1995, 240, muokattu) voidaan havaita.



KUVIO 1. Newtoniselle nesteelle tyypillinen lineaarinen kuvaaja (Domingo 1995, 240, muokattu)

Newtonisia nesteitä ovat mm. vesi, orgaaniset liuottimet, öljyt ja hunaja. Newtonisilla nesteillä liikettä vastustava kitka on vakio ja mitattavaa viskositeettia kutsutaan dynaamiseksi viskositeetiksi. Newtonisilla nesteillä virtauskäyttäytyminen on yksinkertaista. Aikoinaan Isaac Newton teki oletuksen, että viskositeetti on vakio, jolloin siihen ei vaikuta leikkausnopeus tai -aika. Newtonin postulaatin mukaan aineeseen kohdistettu leikkausvoima on verrannollinen leikkausnopeuteen. Huolimatta rasituksen määrästä, viskositeetti ei muutu. Aineeseen kohdistetuilla ulkoisilla voimilla ei pystytä vaikuttamaan aineen viskositeettiin. (Jyväskylän Yliopisto n.d.) Kuvassa 1 (Viskositeetin mittausta n.d.) on havainnollistettu, miten leikkausjännityksen, leikkausnopeuden ja viskositeetin kaavoihin johdetaan lukuarvot.



KUVA 1. Virtauskaava (Viskositeetin mittausta n.d)

Newtonin laissa yhtälön (1) mukaisesti leikkausjännitys σ on liikkuvaan levyyn kohdistettavan voiman F suhde liikutettavan levyn pinta-alaan A .

$$\begin{aligned}\sigma &= \frac{F}{A} & (1) \\ &= Nm^{-2} \\ &= Pa\end{aligned}$$

Yhtälössä (2) on esitetty kaava leikkausnopeudelle $\dot{\gamma}$, mikä on mittapään nopeuden suhde välimatkaan X . Matka on mittapään ja näyteastian välinen etäisyys.

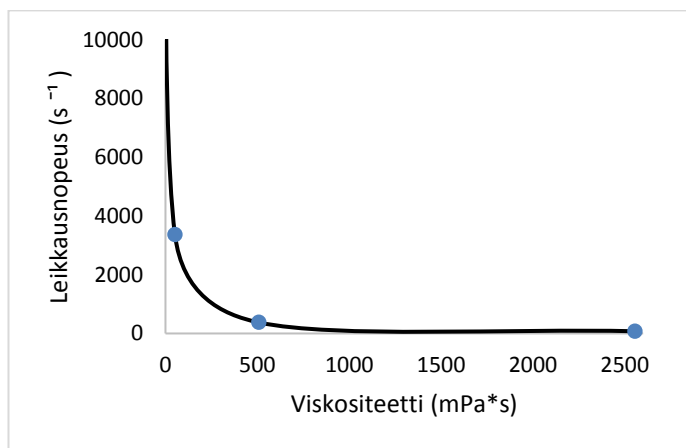
$$\begin{aligned}\dot{\gamma} &= \frac{1}{s} & (2) \\ &= s^{-1}\end{aligned}$$

Yhtälössä (3) viskositeetti η saadaan johdettua leikkausjännityksen σ suhteesta leikkausnopeuteen $\dot{\gamma}$

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (3)$$

$$= mPas (cP)$$

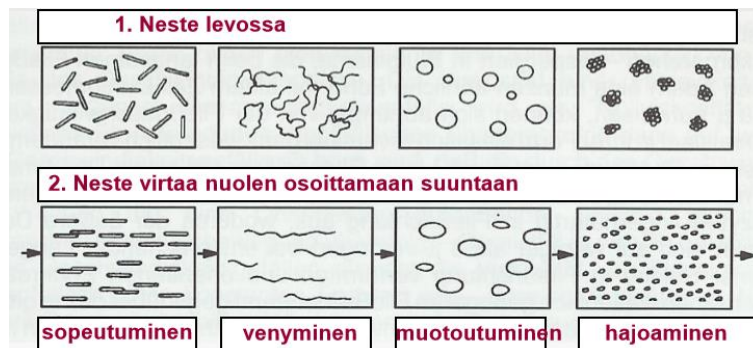
Ei-Newtonisen aineen viskositeettiin vaikuttaa lämpötilan ja paineen lisäksi leikkausnopeus ja aika. Mitattavaa viskositeettia kutsutaan suhteelliseksi viskositeetiksi. Pinta-aktiivisilla aineilla suhteelliseen viskositeettiin vaikuttaa pinta-aktiivisten aineiden konsentraatiot, lämpötila, mineraalisuolojen konsentraatio sekä muut tuotteen ainesosat. Yleisimmin polymeeriliuokset ja -nesteet kuuluvat tähän ryhmään niiden monimutkaisen rakenteensa vuoksi. Toisin kuin Newtonisten nesteiden kuvaajien ollessa lineaarinen, ei-Newtonisten nesteiden kuvaaja on epälineaarinen, kuten kuviosta 2 havaitaan. Leikkausjännityksen ja leikkausnopeuden suhde ei ole vakio, kuten Newtonisilla aineilla (More solutions to sticky problems n.d.) Ryhmän aineet jaetaan vielä riippuen aineen käyttäytymisestä lämpötilan muuttuessa tai ulkoisen voiman vaikuttaessa aineeseen. (Domingo 1995, 233, 235, 236.)



KUVIO 2. Ei-Newtoniselle aineelle tyypillinen ei-lineaarinen kuvaaja (Domingo 1995, 241, muokattu)

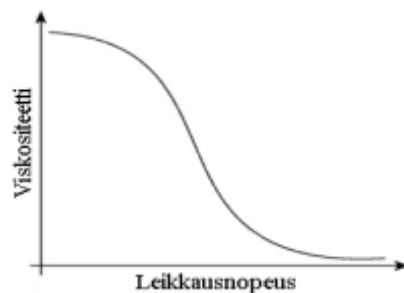
2.3 Ei-Newtonisten nesteiden jaottelu virtaustyyppin mukaan

Ei-Newtonisilla nesteillä on erilaista virtauskäyttäytymistä. Virtauskäyttäytymiseen vaikuttaa lämpötila, leikkausaika tai -voima. Pseudoplastinen aine käyttäytyy leikkausohenevasti eli leikkausnopeuden kasvaessa viskositeetti pienenee. Satunnaisesti orientoitunut pitkäketjuinen molekyyli rakenne muotoutuu liikkeen suuntaiseksi, jolloin viskositeetti laskee. Kuvioista 3 nähdään erilaisten partikkelien uudelleen järjestäytymistä, kun aineeseen kohdistetaan ulkoista rasitusta. Toisinaan neste palautuu tilanteeseen ennen virtausta, kun siihen ei enää kohdisteta ulkoista voimaa, minkä kaltaisia nesteitä henkilöhygieniatuotteet ovat (Kousa n.d.). (Rantamäki 2005.)



KUVIO 3. Aineessa olevien partikkeleiden uudelleen järjestäytymistä kohdistettaessa aineeseen ulkoista rasitusta (Viskositeetin mittausta n.d.)

Kuvioista 4 voidaan nähdä, että erittäin pienillä ja erittäin suurilla nopeuksilla viskositeetti on lähes vakio. Alueita kutsutaan pseudoplastisen eli leikkausohenevan nesteen ensimmäiseksi ja toiseksi Newtoniseksi alueeksi. Näiden alueiden tuloksia on mahdotonta saavuttaa käytännön kokeissa. Tulokset muodostuvat pääasiassa kuvaajan eksponentiaalisesta keskivaiheesta. (Jyväskylän Yliopisto n.d.)

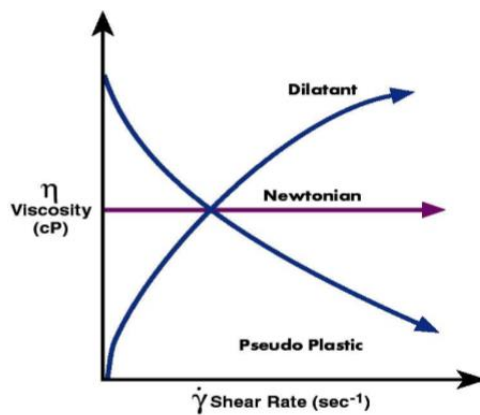


KUVIO 4. Pseudoplastisen eli leikkausohenevan nesteen kuvaaja (Jyväskylän Yliopisto n.d.)

Plastinen aine on lepotilassa kiinteän aineen kaltaista. Plastinen aine koostuu molekyylien tai partikkelien muodostamasta verkostosta. Jotta aine virtaisi, täytyy siihen kohdistaa tietty voima. Rakenteen hajoamiseen tarvitaan sidosvoimia suurempi voima, ns. kynnysarvon ylittävä voima, jotta neste alkaa virrata. (Rantamäki 2005.) Virtaus loppuu välittömästi, kun voima alenee kynnysarvon alle. Esimerkiksi hammastahnan puristaminen kuvaa hyvin kyseistä tilannetta. (Viskositeetin mittaus n.d.)

Dilatantin aineen viskositeetti kasvaa, kun leikkausnopeus kasvaa. Aineessa olevat molekyylit ovat lepotilassa pakkautuneina, mutta leikkausjännityksen kasvaessa ne levittäytyvät toistensa lomiin, jolloin viskositeetti kasvaa. Tästä hyvänä esimerkkinä on kerma-vaaho. (Kousa n.d.)

Tiksotrooppisen aineen viskositeetti pienenee, kun lepotilassa olevaan aineeseen tuodaan ulkoista energiaa. Viskositeettiin vaikuttaa myös aika. Leikkausnopeuden ollessa vakio, viskositeetti pienenee ajan kuluessa. Kuviossa 5 on esitetty eri virtaustyyppien eroavaisuuksia kuvaajien suhteen. (Viskositeetin mittaus n.d.)



KUVIO 5. Eri virtaustyypeille ominaiset kuvaajat ja niiden keskinäinen ero (Viskositeetin mittaus n.d.)

3 VISKOSITEETTI

3.1 Viskositeetin määritelmä

Aineessa tapahtuu jatkuvaa uudelleen muotoutumista kohdistettaessa siihen tunnettu määrä rasitusta. Viskositeetti on yksi aineen reologisia ominaisuuksia kuvaavista suureista ja se kuvaa aineen sisäistä kitkaa eli kuinka paljon aine pystyy vastustamaan liikettä. Tarkastelun kohteena on aineen sisältämien molekyylien väliset vetovoimat, jotka vaikuttavat hiukkasten liikkeeseen toisiinsa nähden. (Domingo 1995, 233.) Kun lämpötila nousee, nesteiden viskositeetti laskee ja kaasun viskositeetti nousee. Vastaavasti kun paine kasvaa, nesteiden viskositeetti nousee, mutta kaasun viskositeettiin se ei taas vaikuta. (Oulun Yliopisto n.d.) Kitkaa muodostuu aina käsiteltäessä nestettä, kuten sumutuksessa, sekoituksessa tai levitettäessä. Kitkaa muodostuu myös silloin, kun nestettä pumpataan putkistoissa tai pakkauslinjastoilla erilaisten suuttimien läpi. Viskoosisten nesteiden pumpaamiseen vaaditaan enemmän energiaa kuin matalaviskoosisten nesteiden. Tapahtumaa voisi verrata esimerkiksi veden ja siirapin sekoitukseen, jossa tarvittavan voiman suuruuksissa on eroa. (Rantamäki 2005.)

3.2 Viskosimetri

Brookfieldin viskosimetreillä voidaan mitata tuloksia väliltä noin $0,5 - 10^8$ mPas mittauslämpötilan ollessa jopa $300\text{ }^\circ\text{C}$. Leikkausnopeutta voidaan säädellä $0,01 - 13\,333$ 1/s:n välillä. Mitattavaa viskositeettia kutsutaan suhteelliseksi. Mittaus on nopea, tarkka ja toistettava. Menetelmä on edullinen ja maailmanlaajuisesti hyväksytty. Brookfield-viskosimetri mittaa vääntömomenttia, mikä johtuu aineen viskositeetin vastustaessa pyörivää liikettä. Laitteessa oleva pyörivä anturi monitoroi berylliumkuparijousen taipumaa, mikä on verrannollinen viskositeettiin. (Viskositeetin mittaus n.d.)

Viskositeetin määrittäminen on helppo ja nopea mittaus suoritettavaksi tuotekehityksessä ja laadunvalvonnassa. Laitteen antamat tulokset ovat tarkkoja, joiden perusteella pystytään valvomaan tuotteen laatua kustannustehokkaasti. Viskositeettiä voidaan säädellä kehityksen eri vaiheissa saaden resepti sopivaksi ennen siirtymistä suurempien määrien valmistamiseen. (Viskositeetin mittaus n.d.)

3.3 Viskositeetin mittaamiseen vaikuttavat tekijät

Lämpötila on erittäin merkittävä tekijä viskositeetin mittauksessa. Jo 0,1 °C:n ero voi aiheuttaa viskositeettiin merkittävän muutoksen. Ei ole olemassa kuitenkaan yleispätevää lämpötilankorjauskerrointa, sillä lämpötilan vaikutuksen suuruus riippuu aineen kemiallisesta koostumuksesta. Pseudoplastisen nesteen viskositeetti on leikkausohenevaa eli nopeuden kasvaessa viskositeetti laskee. Myös leikkausaika vaikuttaa viskositeettiin. Jos näytettä mitataan esimerkiksi 30 minuutin ajan tunnetulla leikkausnopeudella, voi viskositeetti laskea tai nousta hiljalleen. (Viskositeetin mittaus n.d.)

Brookfieldin viskosimetreissä on erilaisia vääntömomenteja ja mittaalueita, LV- ja RV-mallit (kuva 2), jotka soveltuvat alhaisen ja suuren viskositeetin näytteille. (Viskositeetin mittaus n.d.)



KUVA 2. 1. RV-viskosimetri 2. LV-viskosimetri. Viskosimetreihin on liitetty piennäyteadapterit, vesikierto sekä lämpötilaa mittaavat anturit (Mäkinen, 2017)

Mittausalueeseen vaikuttaa laitteessa oleva jousi, joka pyörittää mittapäätä näytteessä ja anturoi pyörivästä liikkeestä aiheutuvaa vääntöä. Näin ollen mittausalueeseen vaikuttavat myös valittu mittapää sekä kierrosnopeus (rpm). Kuvassa 3 on esitetty RV- ja LV-mallien tulosten erilaisuus saman näytteen seitsemän mittauksen välillä, kun kierrosnopeutta on muutettu. Kierrosnopeuden muuttuessa muuttuu myös vääntö-% (Torque). Lämpötila on vakio. (Viskositeetin mittaus n.d.)

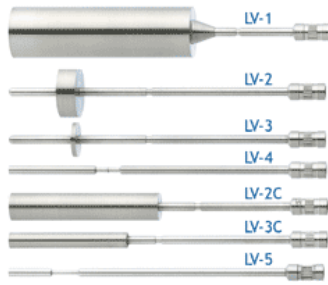
Model: RV Spindle: RV3 Date: 4/14/99 Time: 13:22 Sample: Product "A"					Model: LV Spindle: LV3 Date: 4/14/99 Time: 10:39 Sample: Product "A"				
#	RPM	Torque %	Viscosity cP	Temp	#	RPM	Torque %	Viscosity cP	Temp
001	1.0	33.8	33,800	25.0	001	1.5	35.2	28,154	25.0
002	2.5	39.2	15,680	25.0	002	3.0	41.6	16,636	25.0
003	5.0	46.3	9,260	25.0	003	6.0	45.9	9,178	25.0
004	10.0	55.9	5,590	25.0	004	12.0	51.2	5,119	25.0
005	5.0	45.7	9,140	25.0	005	6.0	43.4	8,678	25.0
006	2.5	38.3	15,320	25.0	006	3.0	36.7	14,677	25.0
007	1.0	32.1	32,100	25.0	007	1.5	32.8	26,234	25.0

KUVA 3. RV- ja LV-viskosimetrien tulosten vertailu (Viskositeetin mittaus n.d, muokattu)

Mittapään sekä kierrosnopeuden yhdistelmän valinta on tehtävä kokeilumittausten kautta. Laitteen näytöllä näkyvä vääntö-% on oltava välillä 10-100 %, mieluiten kuitenkin lähempänä 100 %. Tulos on tällöin luotettavampi virhemarginaalin ollessa alhaisempi. Käytettäessä samaa mittapäästä samalle näytteelle samalla kierrosnopeudella LV- ja RV-viskosimetreissä, voivat tulokset olla hyvinkin erilaiset. Näytteelle sopiva mittapää löytyy kokeilemalla erilaisia mittapäitä laitteen vääntömomentista riippuen, jotta vääntö-% asetuu mahdollisimman lähelle aiemmin mainittua 100 %. Kuvissa 4 ja 5 on esitetty erilaisia mittapäitä RV- ja LV-viskosimetreille. (Viskositeetin mittaus n.d.)

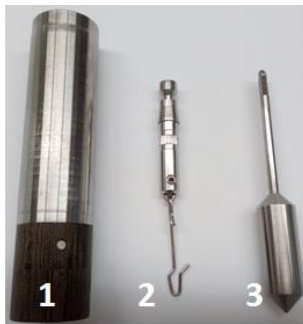


KUVA 4. RV-mittapäitä (Brookfield Ametek n.d)



KUVA 5. LV-mittapäitä (The Quality Control Laboratory Ltd n.d)

Näyteastian koon on oltava sama eri mittauksen välillä samalla näytteellä tulosten vertailukelpoisuutta ajatellen. Näyteastian halkaisijan vaihtelu astian vetoisuuden ja muodon lisäksi muuttaa mittapään etäisyyttä näyteastian seinämään nähden. Tästä syystä myös mittapää on asetettava keskelle näytettä. Piennäyteadapteriin (kuva 6) tarvitaan näytettä vain noin 10 ml esimerkiksi 500 ml:n dekanterilasın sijaan. Näytteen lämpötila saadaan asettumaan myös nopeammin ja tarkemmin haluttuun lämpötilaan. (Viskositeetin mittaus n.d.)



KUVA 6. 1. Piennäyteadapteri 2. Mittapään liitinkappale, EZ-lock 3. Piennäyteadapteriin sopiva mittapää (Mäkinen, 2017)

Adapteriin voidaan liittää myös lämpötila-anturi sekä vesikierto (kuva 7), jolloin vesi lämmitetään tai jäädytetään näytettä veden kiertäessä mittaussylinterin ympärillä olevassa vaipassa. (Viskositeetin mittaus n.d.)



KUVA 7. 1. Vesihaude kierrätävän veden lämpötilan säädöllä 2. Piennäyteadapteri liitettyä viskosimetriin (Mäkinen, 2017)

Näytteenkäsittelyn on oltava samanlaista ennen mittausten suoritusta. Kaikki näytettä leikkaava toimi, kuten sekoitus ja ravistelu tai lämpötilan erilaisuus ennen mittausten aloitusta voivat vaikuttaa tulosten erilaisuuteen näytteestä riippuen. Etenkin näytteessä olevat ilmakuplat on hyvä poistaa ennen viskositeetin mittausta käyttäen esimerkiksi ultraäänihaudetta. Näytteen annostelu mittaussastiaan saattaa vaikuttaa viskositeettiin aiheuttaessaan näytettä leikkaavaa rasitusta, joten tulosten tarkkuuden ja toistettavuuden kannalta on näytteenkäsittelyn oltava myös toistettavaa. Annostelussa voi käyttää ruiskua tai kertakäyttöpipettiä, jotka ovat käteviä käytettäessä piennäyteadapteria. (Viskositeetin mittaus n.d.)

Ajalle, jonka jälkeen tulos luetaan viskosimetrin näytöltä, ei ole olemassa yksiselitteistä sääntöä. Erilaiset näytteet asettuvat mittaustilanteessa eri lailla lämpötilan ollessa vakio. Jotta tulokset ovat luotettavia ja toistettavia, on ajan oltava kuitenkin sama eri mittausten välillä. (Viskositeetin mittaus n.d.)

Viskositeetin mittauksesta kirjataan ylös vääntö-%:n ja viskositeetin lisäksi viskosimetrin malli, mittapään numero/malli, käytetty kierrosnopeus, käytetty näyteastia ja sen koko, mittauslämpötila ja mittapään pyörimisaika ennen tuloksen kirjausta. (Viskositeetin mitaus n.d.) Kuvassa 8 on esitetty modernin LV- rotaatioviskosimetrin näyttö mittauksen jälkeen. Näyttöön jää näkyviin kaikki tarvittava tieto tulosten kirjaukseen. Viskositeetti on ilmoitettu senttipoiseina (cP), joka on vastaava, kuin mPas. Näytöltä nähdään viskositeetin lisäksi vääntö-% (torque), anturin mittaama lämpötila piennäyteadapterin ulkovaipasta, kierrosnopeus sekä käytetty mittapää.



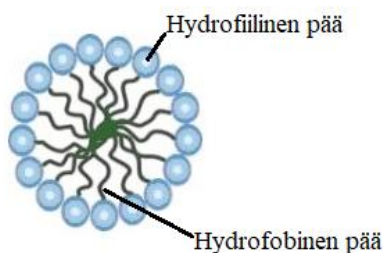
KUVA 8. Brookfield LVDV-I viskosimetri (Mäkinen, 2017)

4 HENKILÖHYGIENIATUOTE

4.1 Pinta-aktiiviset aineet

Pinta-aktiiviset aineet eli tensidit ovat orgaanisia molekyyliä, joiden ketjumaisten rakenteiden päissä on hydrofiiliset ja hydrofobiset ryhmät. Pinta-aktiivisen molekyylin päätyessä veteen, sen hydrofiilinen pää on veden ympäröimänä ja hydrofobinen pää hakeutuu vesi-ilma rajapintaan. Kun molekyyli­rakenteessa on vähintään 8 hiiltä, on sen mahdollista muodostaa rasvaa ja likaa sitovia misellejä. Tensidimolekyylit alkavat muodostaa misellejä, kun tensidi on saavuttanut tietyn misellinmuodostamiskonsentraation, jolloin pesuaineliuos saavuttaa optimaalisimman suorituskykynsä.

Miselleillä ei ole pinta-aktiivisuutta, vaan pinta-aktiivisten aineiden konsentraatio vaikuttaa misellien muotoon. Misellinmuodostamiskonsentraatioon taas vaikuttaa pinta-aktiivisen aineen rakenne, liuoksessa olevat elektrolyytit, orgaaniset apuaineet, liuoksen lämpötila sekä muut yhteensopivat pinta-aktiiviset aineet. (Domingo 1995, 21–28.) Tällöin molekyyli­it orientoituvat siten, että niiden hydrofiiliset päät osoittavat vesifaasiin ja hydrofobiset rasvafaasiin. Näin tensidimolekyylit saartavat likaa ja rasvapartikkeleita muodostaen kapseloituneita misellejä, kuten kuvassa 9 (Kousa n.d.)



KUVA 9. Miselli (University Federico II of Naples, Italy n.d, muokattu)

Nesteen pintajännitys johtuu nesteen molekyylien vetäessä toisiaan puoleensa. Esimerkiksi vesimolekyylien negatiivisten ja positiivisten päiden väliset koheesivoimat aiheuttavat pintajännitystä. Veden ja ilman rajapinnalla vetovoimat kohdistavat vetoa alas- ja sivuille päin molekyylien pyrkiessä liikkumaan pinnalta nesteeseen. Pinnan supistuessa nestepisarat hakeutuvat pallomaiseen muotoon, sillä silloin kappaleen pinta-ala on pienin. Van der Waalsin voimat ja vetysidokset ylläpitävät pintajännitystä. (Aulanko 2010.)

Tensidien tehtävä on pienentää veden pintajännitystä eli laajentaa veden pintaa. Veden pintajännityksen ollessa riittävän pieni, saadaan vesi vaahtoutumaan. Lämpötilan nostaminen kiihdyttää molekyylien liikettä, mikä osaltaan vähentää vetovoiman vaikutusta molekyylien välillä. (Mortimer 2001.)

Miselleillä on suuri merkitys liuottaessaan veteen sellaisia aineita, joita ei muuten saataisi liukenemaan. Tällaiset aineet ovat liuenneina misellien sisään. Pesuaineliuoksessa olevat misellit pystyvät sitomaan runsaasti poolittomia orgaanisia aineksia (Aulanko 2010.) Misellien ollessa öljyssä, on niiden hydrofobisten ja hydrofiilisten ryhmien sijoittuminen päinvastaista, kuin vesiliuoksessa. (Mortimer 2001.)

Tensidit luokitellaan anionisiksi, kationisiksi ja ei-ionisiksi niiden hydrofiilisen ryhmän mukaan. Anionisissa tensideissä kyseisessä ryhmässä on negatiivinen varaus, kationisissa positiivinen ja ei-ionisten tensidien hydrofiilinen ryhmä sitoutuu vesimolekyyliin vetysidoksella. (Mortimer 2001.)

4.2 Muut henkilöhygieniatuotteen komponentit

Pesuaineissa olevan, helposti pilaantuvan veden vuoksi, on tuotteeseen lisättävä tietyn verran säilöntäainetta. Valmistusprosessissa tuote altistuu ympäristössä oleville mikrobeille, mikäli tuotanto-olosuhteet eivät ole steriilejä. Raaka-aineista vesi, öljyt ja rasvat ovat herkimmin mikrobeille altistuvia. Hyvän säilöntäaineen ominaisuudet ovat mm. tehokkuus erilaisiin mikrobeihin laajalla pH-alueella, pysyä stabiilina valmistusprosessissa ja olla riittävän vesiliukoinen. Viskositeetin säädöllä saadaan tuotteesta helposti annosteltava sekä käyttötarkoituksensa mukainen annosteltavuus. (Kousa n.d.)

5 TYÖN SUORITUS

Työn tarkoituksena oli tutkia henkilöhygieniatuotteen viskositeettiin ja sen mittaamiseen vaikuttavia tekijöitä. Kuten teoriaosuudessa on todettu, on nestemäinen henkilöhygieniatuote monimutkainen rakenteeltaan. Virtausominaisuuksiltaan se on pseudoplastinen eli leikkausoheneva. Kun leikkausnopeus kasvaa, viskositeetti pienenee.

Mittauksista oli työn onnistumisen kannalta tavoitteena saada luotettavia ja toistettavia. Tuloksiin kirjattiin käytetyn laitteen malli, mittapää, anturin osoittama lämpötila joko viskosimetrin tai vesikierron näytöltä riippuen käytetystä laitteesta, käytetty näyteastia, lukeman kirjaamiseen kulunut aika sekä mikä näyte oli kyseessä. Näytteiksi valikoitui kaksi erilaista tuotetta, joiden viskositeetit erosivat selkeästi toisistaan. Näyteastianäytteenä oli myös päivittäisissä mittauksissa käytössä ollut piennäyteadapteri.

5.1 Tulosten toistettavuus ja laitteiden keskinäinen vertailu

Yrityksessä on käytössä kaksi erilaista Brookfieldin rotaativiskosimetriä. Erona laitteissa on niiden soveltuvuus alhaisen ja korkeamman viskositeetin näytteille. Viskosimetrit ovat jokapäiväisessä käytössä, joten ensin haluttiin selvittää tulosten toistettavuus perättäisin mittauksin käyttäen näytteenä vain yhtä tuotetta. Samasta tuotteesta tehtiin myös mittaussarja, jossa näytteinä oli tuotteen 10 eri erää viimeisen vuoden ajalta. Laitteet olivat RVDV-I ja LVDV-II.

5.2 Tuloksen kirjaaminen

Tuloksen kirjaamiseen kuluvaa aikaa ei voida määrittää tietyn kaavan tai säännön perusteella (Viskositeetin mittaus n.d.). Lukeman tasoittumiseen menee eri aika riippuen näytteen juoksevuudesta. Lämpötila on tärkeä parametri myös. Viskositeetin mittauksen työohjeessa ohjeistetaan kirjaamaan tulos, kun viskositeetilukema on tasoittunut vesihauheen tai piennäyteadapterin anturin osoittaessa 25,0 °C:tta, mikä antaa tulkinnanvaraa mittauksen suorittamiseen.

Mittaussarja suunniteltiin siten, että näytteen saavuttaessa haluttu lämpötila, lukemien kirjaus aloitettiin hetkestä 0 jatkaen kirjausta viiden minuutin välein kokonaisuudessaan yhden tunnin ajalta. Mittaussarjan edetessä saadut tulokset oli mahdollista tulkita siten, että viskositeetin muutos oli suurinta ensimmäisen viiden minuutin aikana siitä, kun laite käynnistettiin. Muutoksen suuruuden analysointia tarkennettiin seuraavaksi kirjaamalla lukema 30 sekunnin välein rinnakkaisissa mittauksissa alkaen hetkestä 0 kokonaismittausajan ollessa viisi minuuttia. Näytteinä oli koko ajan kaksi juoksevuudeltaan toisistaan poikkeavaa näytettä sekä laitteet RVDV-I ja LVDV-II.

5.3 Lämpötilan muutos

Mittauksilla haluttiin tutkia tarkemmin lämpötilan aiheuttamaa muutosta viskositeettiin sekä muutoksen merkittävyyttä. Mittaus suoritettiin aloittamalla niin matalasta lämpötilasta, kuin olosuhteet sen vain mahdollistivat. Viskosimetriin liitettyssä vesikierrossa ei ollut jäähdystä, joten vesi vaihdettiin aina kylmään vesijohtoveteen ennen mittausta ja lämpötilaa nostettiin sopivalla nopeudella. Näytettä pidettiin myös kylmässä vedessä omassa astiassaan ennen mittausta. Laitteena oli LVDV-II ja kaksi juoksevuudeltaan erilaista näytettä.

5.4 Kierrosnopeuden muutos

Kierrosnopeuden muutoksen kohti suurempaa pitäisi teorian mukaan pienentää pseudo-plastisen näytteen viskositeettia. Kierrosnopeuden muutos suunniteltiin tehtäväksi pienestä nopeudesta suurempaan. Toisessa mittaussarjassa haluttiin tutkia näytteen palautumista lähtötilanteeseen rasituksen loputtua. Kierrosnopeutta nostettiin ensin mahdollisimman ylös ja sitten laskettiin lähtötilanteeseen. Laitteena oli LVDV-II ja kaksi juoksevuudeltaan erilaista näytettä. Näyteastianä oli piennäyteadapteri. Tulos kirjattiin kohdan 5.2 tulosten perusteella kahden minuutin kuluttua lämpötilan tasaannuttua 25,0 °C:een ensimmäisessä mittauspisteessä, jonka jälkeen lukeman kirjaus tehtiin minuutin kuluttua kierrosnopeuden muutoksen jälkeen.

5.5 Näytteenkäsittely

Henkilöhygieniatuotteen on tarkoitus olla helposti vaahtoavaa vähäisessäkin käsittelyssä. Näytettä käsiteltäessä on mahdollista, että ilmakuplia muodostuu eri määrä. Yleisenä mallina on annostella tuotetta ruiskulla tai pasteur-pipetillä. Kokeessa vertailtiin viskositeetin mahdollista muutosta riippuen näytteen ilmakuplaisuudesta. Laitteena oli LVDV-II ja kaksi juoksevuudeltaan erilaista näytettä. Kuvissa 10 ja 11 on havainnollistettu kahden eri näytteen ilmakuplien määrää.



KUVA 10. Näytteen ilmakuplaisuus. 1. Ei yhtään, 2. Muutama, 3. Paljon ilmakuplia



KUVA 11. Näytteen ilmakuplaisuus. 1. Ei yhtään, 2. Muutama, 3. Paljon ilmakuplia

Näytettä annostellaan yleensä ruiskulla. Seuraavassa osiossa vertailtiin tuloksia eri annostelutyötylien välillä. Annostelu tehtiin kaatamalla, pipetoimalla ja ruiskulla. Laitteena oli myös LVDV-II ja kaksi juoksevuudeltaan erilaista näytettä.

5.6 Mittapäiden vertailu

Kokeessa vertailtiin kahta LV-mittapäätä näytteen ollessa 600 ml:n näyteastiassa sekä isompaa piennäyteadapterin mittapäätä käyttäen piennäyteadapteria näyteastian. Laitteena oli LVDV-II ja näytteenä yksi tuote. Näytteen lämpötila oli koko ajan 25,0 °C.

5.7 Suolauskäyrien vertailu eri raaka-aine-erien välillä

Tuotteelle tehdyllä suolauskäyrällä selvitetään suolan maksimilisäysmäärä. Tietyssä pisteessä ei nesteen viskositeetti enää kasva, vaan alkaa laskea takaisin kohti lähtötilannetta huolimatta liuenneen suolan määrästä.

Tarkoituksena oli verrata kuuden erilaisen anionisen ja kationisen tensidiyhdistelmän käyttäytymistä yhdelle näytteelle tehdyillä suolauskäyrillä. Tensidien erät olivat viimeisen kahden vuoden ajalta. Lopulta näytteinä oli viisi erilaista yhdistelmää ja yksi yhdistelmä kahdesti.

Suolan lisäys aloitettiin 2,0 %:sta ja sitä lisättiin 0,25 %:n välein 4,0 %:n asti, jolloin viskositeetti nousi ja laski selkeästi. Suolan lisäysmäärät oli mukailtu aiemmin tehdyn saman tuotteen suolauskäyrän perusteella. Taulukossa 2 on esitetty aiemmin tehdyn suolauskäyrän suolalisäykset grammoina ja sen vastaavuus prosentteina. Lisäysmääriä käytettiin pohjana tulevan testin suoritukseen. Laitteena käytettiin LVDV-II:ta.

TAULUKKO 2. Aiemmin tehdyn suolauskäyrän suolalisäykset grammoina ja prosentteina

Suolan lisäys <i>m</i> (g)	Suolan lisäys (%)
6,0	2,0
6,9	2,3
7,5	2,5
9,0	3,0
10,5	3,5
12,0	4,0

6 TULOKSET

6.1 Tulosten toistettavuus ja laitteiden keskinäinen vertailu

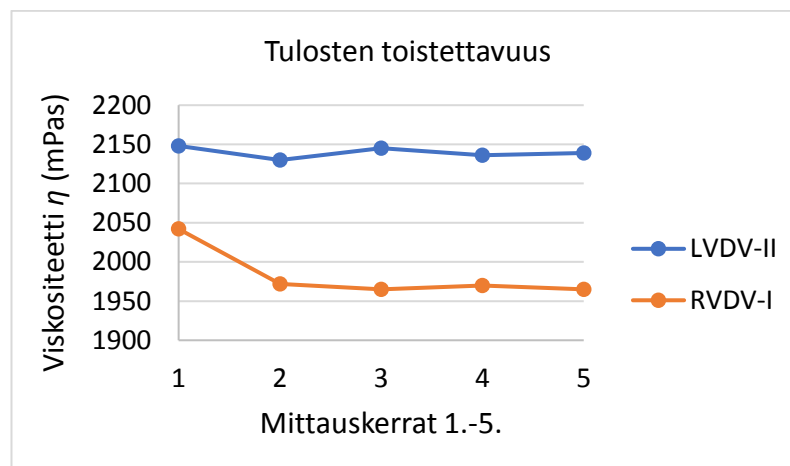
Mittausten välisistä tuloksista tuli laitekohtaisesti lähes toisintojaan, joten voitiin huomata millä skaalalla tulokset vaihtelevat liittyen laitteen mittaustarkkuuteen, näytteen lämpötilaan ja näytteenkäsittelyyn. Taulukossa 3 on laitteen LVDV-II ja taulukossa 4 RVDV-I:n tulokset. Kuviossa 6 on esitetty laitteiden välinen vertailu mittauskertojen tulosten vaihtelevuudesta.

TAULUKKO 3. Näyte 1, LVDV-II, mittapää 31, 10 rpm

Mittauskerta	Vääntö-%	η (mPas)
1.	72,0	2148
2.	71,1	2130
3.	71,5	2145
4.	71,2	2136
5.	71,2	2139

TAULUKKO 4. Näyte 1, RVDV-I, mittapää 21, 20 rpm

Mittauskerta	Vääntö-%	η (mPas)
1.	81,6	2042
2.	78,8	1972
3.	78,6	1965
4.	78,8	1970
5.	78,6	1965



KUVIO 6. Näytteen mittaustulosten toistettavuus sekä laitteiden välinen ero

Taulukossa 5 ja 6 on esitetty saadut tulokset eri laitteilla, kun viskositeetti on mitattu saman tuotteen eri eristä kuluvan vuoden ajalta. Tuloksista voidaan havaita eri laitteiden antamien tulosten samankaltaisuus sopivilla mittapää-kierrosnopeus-yhdistelmillä.

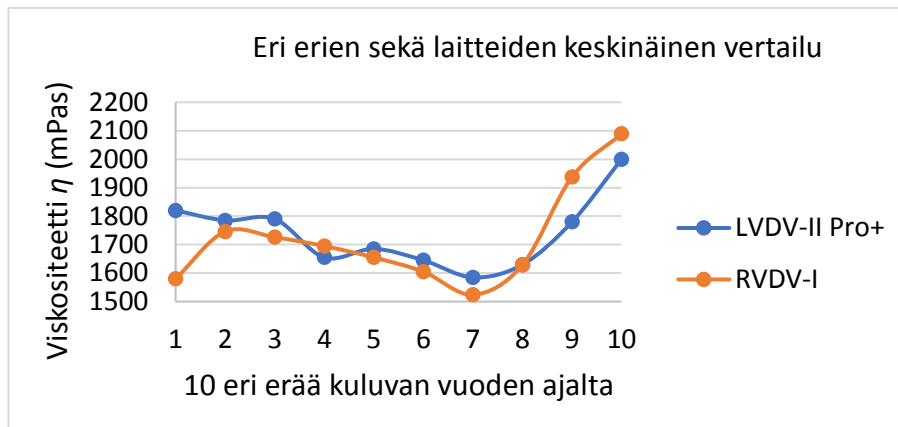
TAULUKKO 5. Näytteen 10 eri erää kuluvan vuoden ajalta, LVDV-II, mittapää 31, 10 rpm

Näyte	Lämpötila (°C)	Vääntö-%	η (mPas)
1.	25,9	52,7	1580
2.	26,0	58,5	1746
3.	25,9	57,5	1726
4.	25,9	56,5	1695
5.	25,9	55,5	1655
6.	26,0	53,4	1605
7.	26,0	50,8	1524
8.	26,0	54,4	1629
9.	26,0	64,7	1938
10.	26,0	69,8	2089

TAULUKKO 6. Näytteen 10 eri erää kuluvan vuoden ajalta, RVDV-I, mittapää 21, 20 rpm

Näyte	Lämpötila (°C)	Vääntö-%	η (mPas)
1.	25,0	36,4	1820
2.	25,0	35,7	1785
3.	25,0	35,8	1790
4.	25,0	33,1	1655
5.	25,0	33,7	1685
6.	25,0	32,9	1645
7.	25,0	31,7	1585
8.	25,0	32,6	1630
9.	25,0	35,6	1780
10.	25,0	40,0	2000

Kuviossa 7 on tuotu esille selventämään tulosten samankaltaisuutta eri laitteilla. Eri erien välillä on eroavaisuutta viskositeetissä, mikä erottuu selkeästi molempien laitteiden tuloksista.



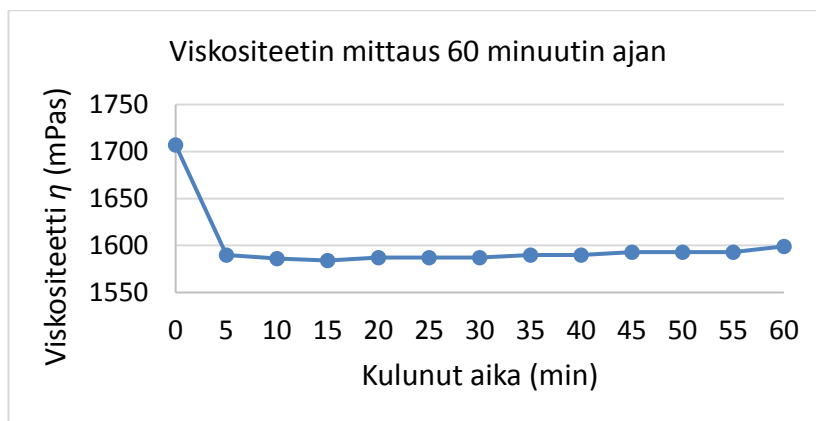
KUVIO 7. Tulosten vertailu näytteen eri erien sekä laitteiden välillä kuluvan vuoden ajalta

6.2 Tuloksen kirjaaminen

Taulukossa 7 ja kuviossa 8 on esitetty saadut tulokset näytteelle 1 laitteella LVDV-II. Saatujen tulosten perusteella tuloksen kirjaamiseen kuluva aikaa tarkennettiin seuraavassa mittaussarjassa lyhyemmällä aikavälillä. Silloin otettiin mukaan myös viskoosimpi näyte (näyte 2), jotta tulosten erot saatiin selkeämmiksi.

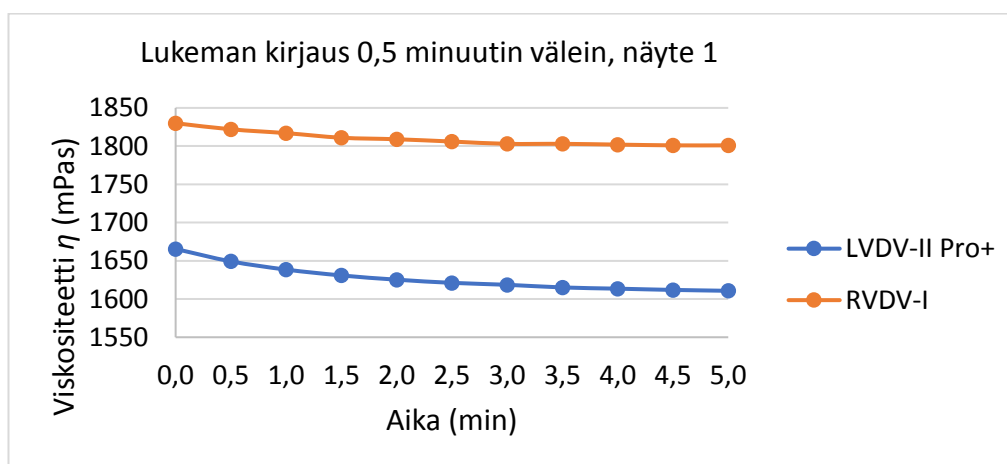
TAULUKKO 7. Näyte 1, LVDV-II, mittapää 31, 10 rpm

Aika (min)	Lämpötila (°C)	Vääntö-%	η (mPas)
0	26,0	56,7	1707
5	26,1	53,0	1590
10	26,1	52,9	1586
15	26,1	52,8	1584
20	26,1	52,9	1587
25	26,0	52,9	1587
30	26,1	52,9	1587
35	26,0	53,0	1590
40	26,0	53,0	1590
45	26,0	53,1	1593
50	26,0	53,1	1593
55	26,0	53,1	1593
60	26,0	53,3	1599

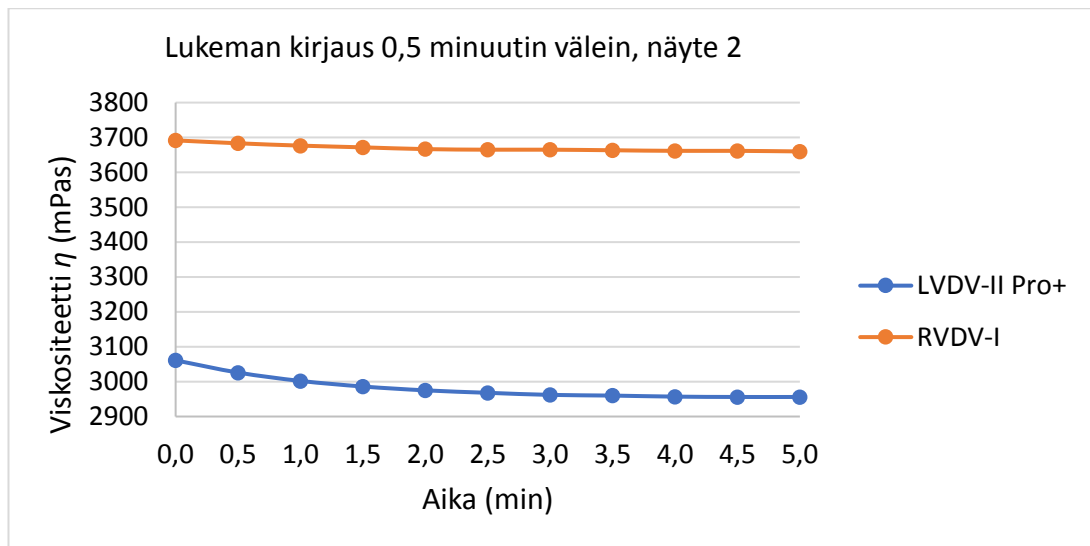


KUVIO 8. Näyte 1, mittaustulokset 60 minuutin ajalta viiden minuutin välein, LVDV-II

Tuloksista havaittiin viskositeetin muutoksen olevan suurinta ensimmäisen viiden minuutin aikana siitä lähtien, kun näytteen lämpötila oli asettunut 25,0 °C:een. Uusintamittauksissa muutos oli suurinta ensimmäisen kahden minuutin aikana. Kuviossa 9 on näytteen 1 ja kuviossa 10 näytteen 2 tulokset, joissa on verrattu myös laitteiden välistä eroa näytteen ollessa sama.



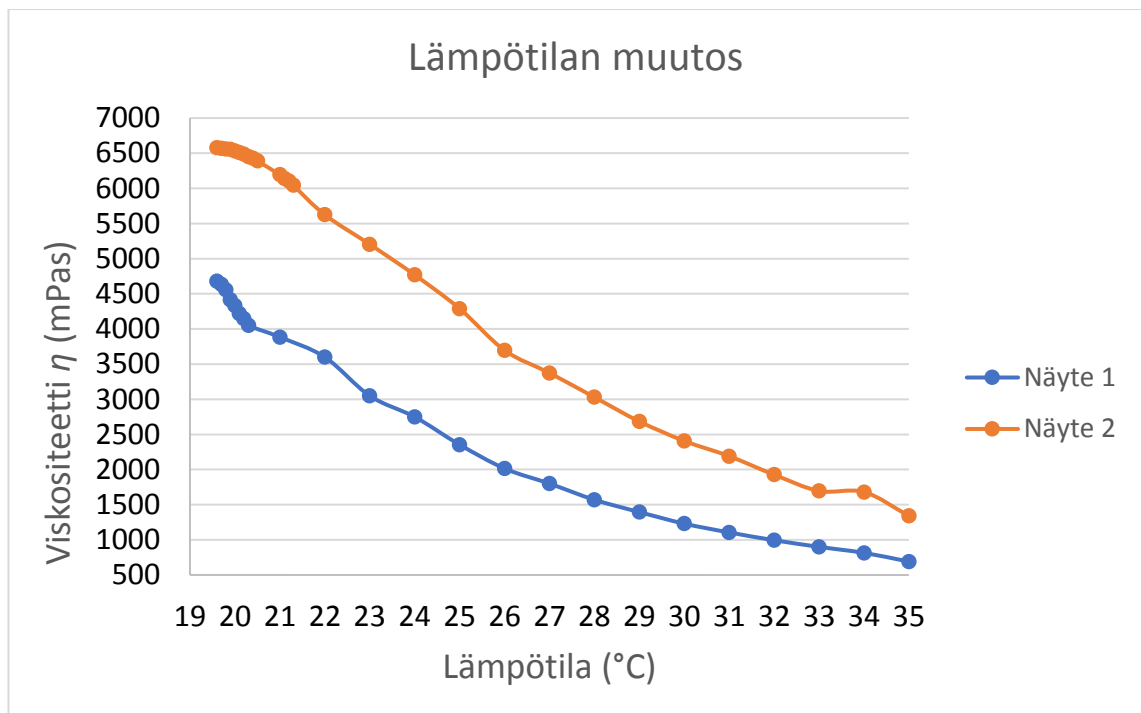
KUVIO 9. Näyte 1, lukeman kirjaus viiden minuutin ajan 0,5 minuutin välein eri laitteilla



KUVIO 10. Näyte 2, lukeman kirjaus viiden minuutin ajan 0,5 minuutin välein eri laitteilla

6.3 Lämpötilan muutos

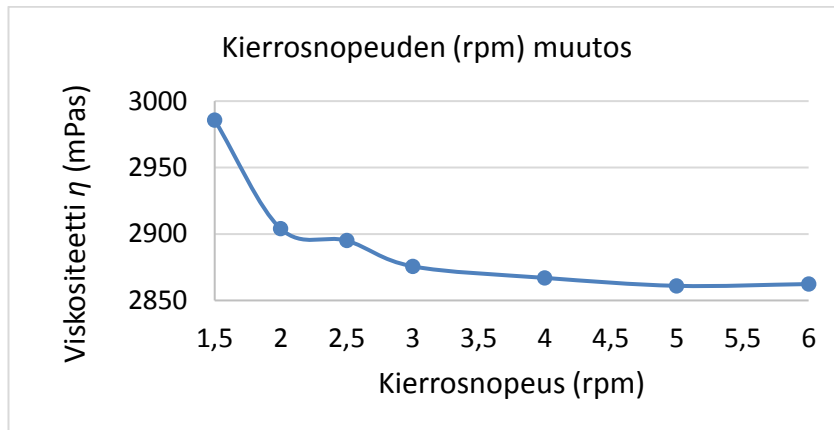
Lämpötilan muutoksen vaikutus viskositeettiin on todettu merkittäväksi kirjallisuudessa. Kuvion 11 tuloksista voidaan huomata myös suuri kontrasti näytteen lämpötilan vaihdeltaessa noin 15 asteen välillä. Näytteen viskositeetin taso vaikuttaa myös vaihtelun tasoon.



KUVIO 11. Näytteiden 1 ja 2 viskositeetin muutoksen vertailu lämpötilaa nostettaessa, laite LVDV-II

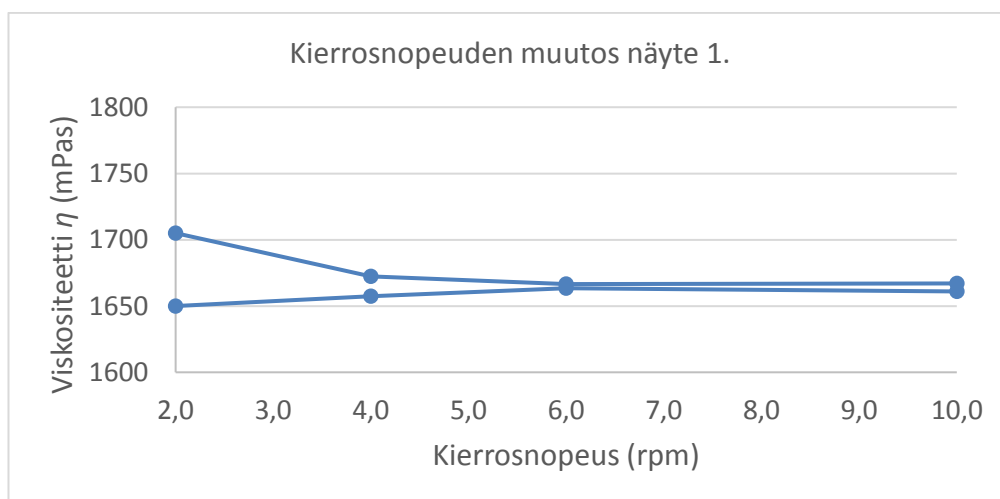
6.4 Kierrosnopeuden muutos

Kuviosta 12 voidaan havaita mitatun viskositeetin laskevan selkeästi kierrosnopeutta nostettaessa suurimpaan mahdolliseen, kun käytössä on piennäyteadapteri mitta-astiana. Tulos antaa viitteitä myös näytteen pseudoplastisuudesta, jolloin näytteen viskositeetti laskee kierrosnopeutta nostettaessa.

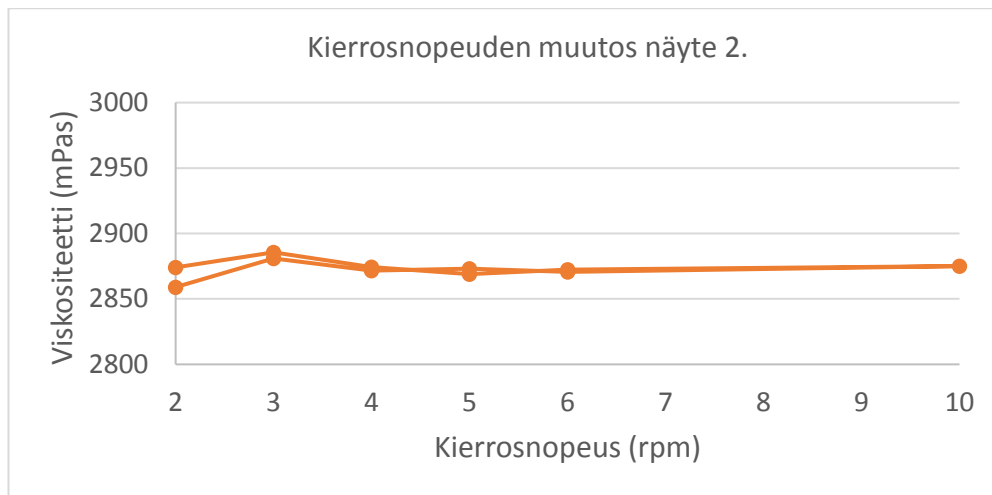


KUVIO 12. Näyte 2, laite LVDV-II

Kierrosnopeuden muutos alimmasta mahdollisesta suurimpaan ja takaisin kohti lähtötillannetta osoitti kahden näytteen erilaisuuden palautumiskykynsä osalta, kun näytteeseen kohdistettava rasitus loppui. Erot alku- ja lähtötillanteen välillä ei ollut suuri, mutta visuaalisesti havainnollistettavia kuvioissa 13 ja 14.



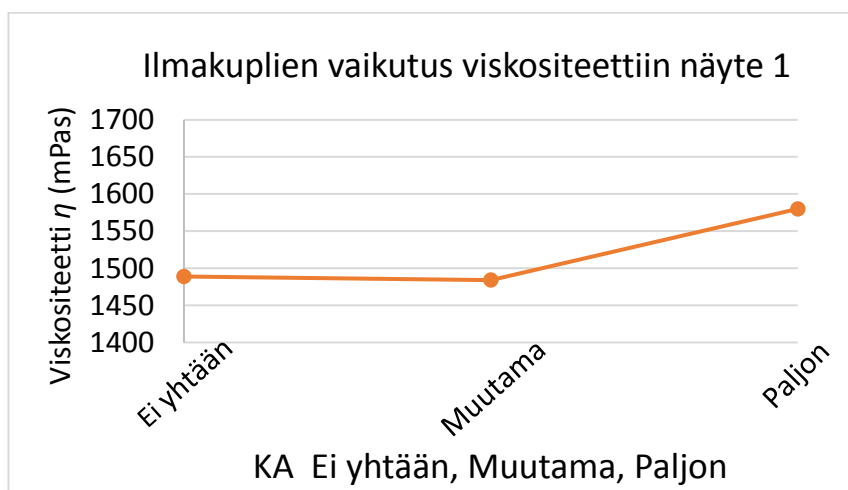
KUVIO 13. Näyte 1, kierrosnopeuden muutos pienestä suurimpaan mahdolliseen ja takaisin lähtötillanteeseen, laite LVDV-II



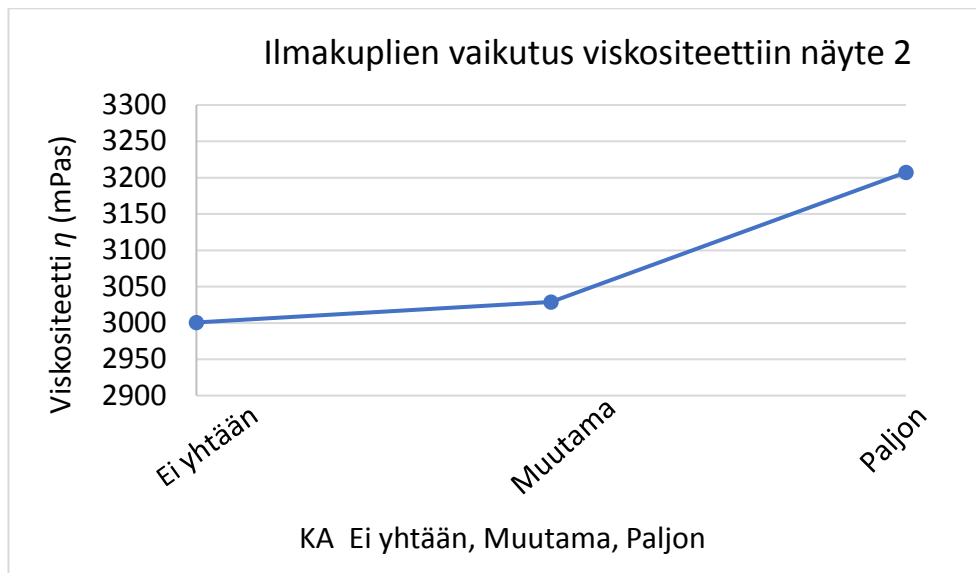
KUVIO 14. Näyte 2, kierrosnopeuden muutos pienestä suurimpaan mahdolliseen ja takaisin lähtötilanteeseen, laite LVDV-II

6.5 Näytteenkäsittely

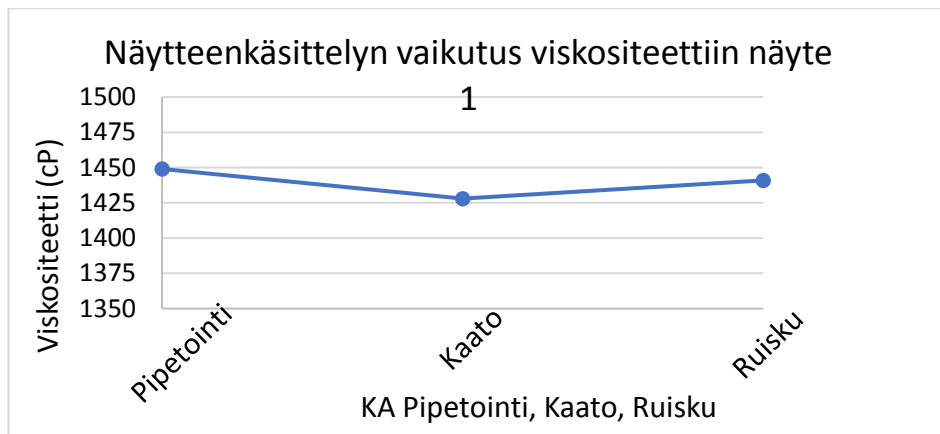
Näytteenkäsittely on yksi näytettä leikkaava vaihe ennen varsinaista mittausta. Mittausarjoissa selvitettiin näytteen ilmakuplaisuuden ja näytteen annostelutapojen vaikutusta viskositeettiin. Kuvioissa 15 ja 16 on esitetty kahden erilaisen näytteen käyttäytymistä viskositeetin suhteen ilmakuplien määrän vaihdellessa nolasta täysin ilmakuplaiseen näytteeseen. Kuvioissa 17 ja 18 on esitetty samaisten näytteen käyttäytymistä, kun näytteen annostelutapaa on vaihdeltu eri mittausten välillä.



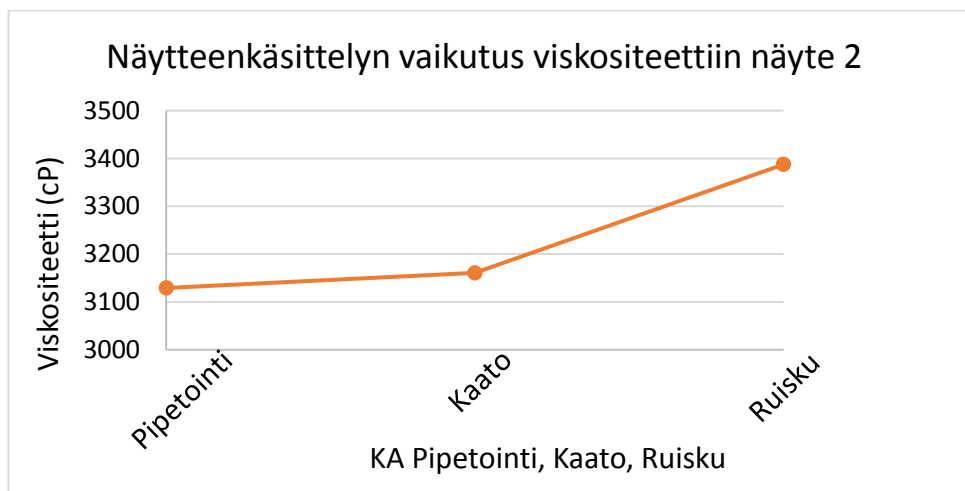
KUVIO 15. Näyte 1, näytteen ilmakuplaisuuden vaikutus viskositeettiin, laite LVDV-II



KUVIO 16. Näyte 2, näytteen ilmakuplaisuuden vaikutus viskositeettiin, laite LVDV-II



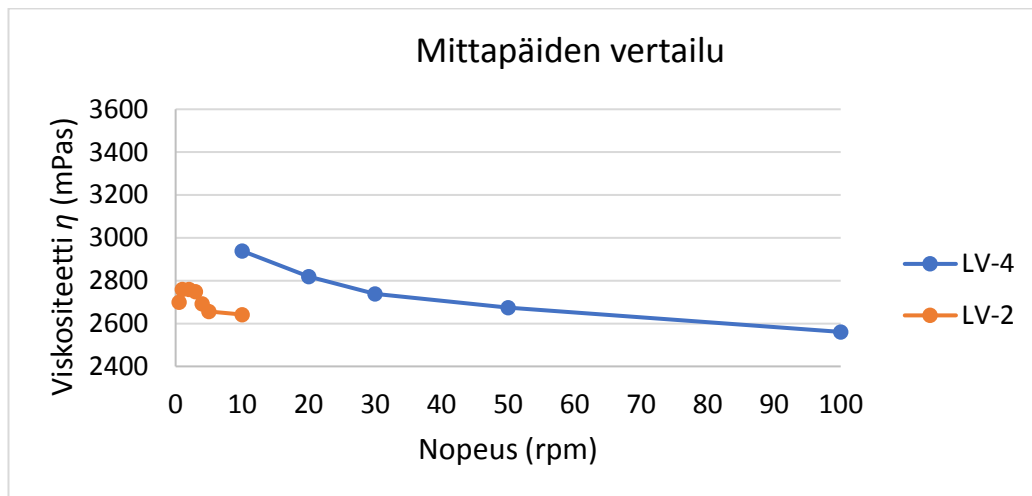
KUVIO 17. Näyte 1, näytteenkäsittelyn vaikutus viskositeettiin, laite LVDV-II



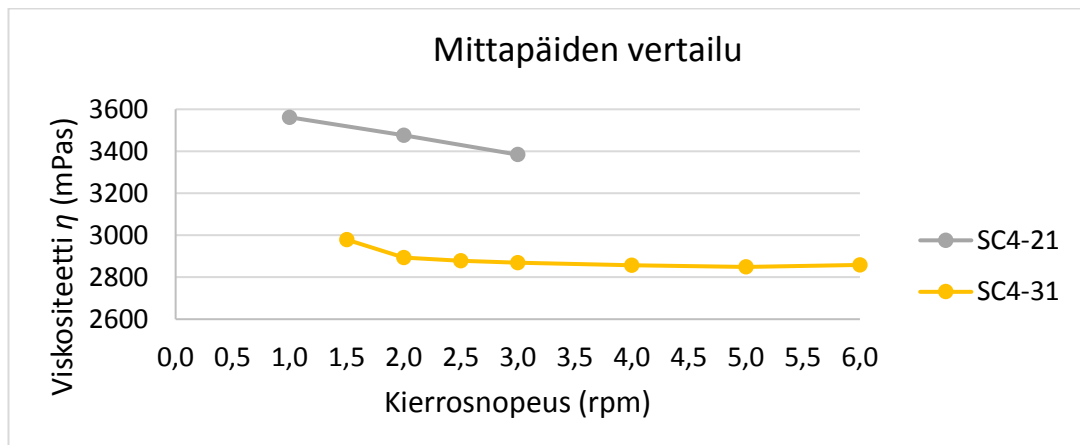
KUVIO 18. Näyte 2, näytteenkäsittelyn vaikutus viskositeettiin, laite LVDV-II

6.6 Mittapäiden vertailu

Kuvioissa 19 ja 20 on esitetty viskositeetin muodostumista eri nopeuksilla, kun käytössä oli kaksi erilaista LV-viskosimetrin mittapäätä sekä kaksi erilaista piennäyteadapteriin sopivaa mittapäätä. Kuvion 19 mittaussarjassa näyteastian oli 600 ml:n dekanterilasi. LV-2-mittapäällä ei voitu mitata, kuin hyvin kapealla nopeusalueella. Kuviossa 20 mitausalueet eroavat selkeästi toisistaan #SC-31-mittapään ollessa optimaalisin valinta kyseiselle näytteelle. Vertailemalla LV-4 ja #SC-31 mittapäiden tuloksia, voidaan niiden huomata olevan toistensa kaltaisia. Näyte oli sama molemmissa vertailuissa.



KUVIO 19. Näyte 2, LV-mittapäiden vertailu, laite LVDV-II



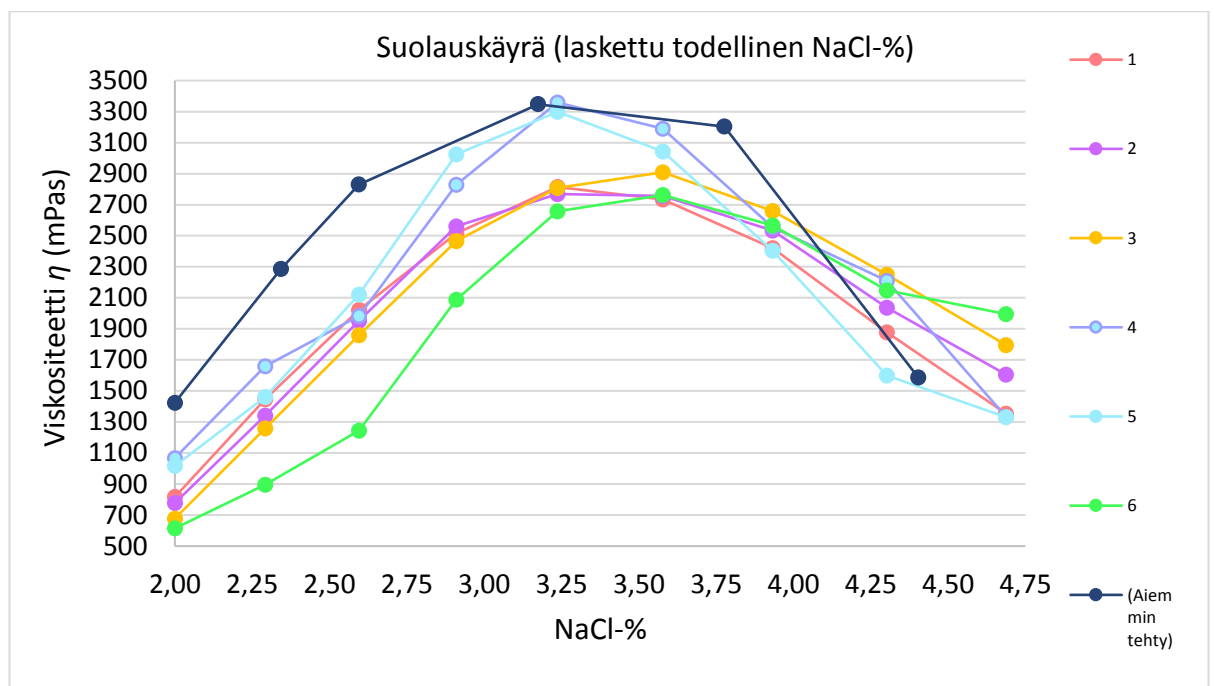
KUVIO 20. Näyte 2, piennäyteadapteri-mittapäiden #21 ja #31 vertailu, laite LVDV-II

6.7 Suolauskäyrien vertailu eri raaka-aine-erien välillä

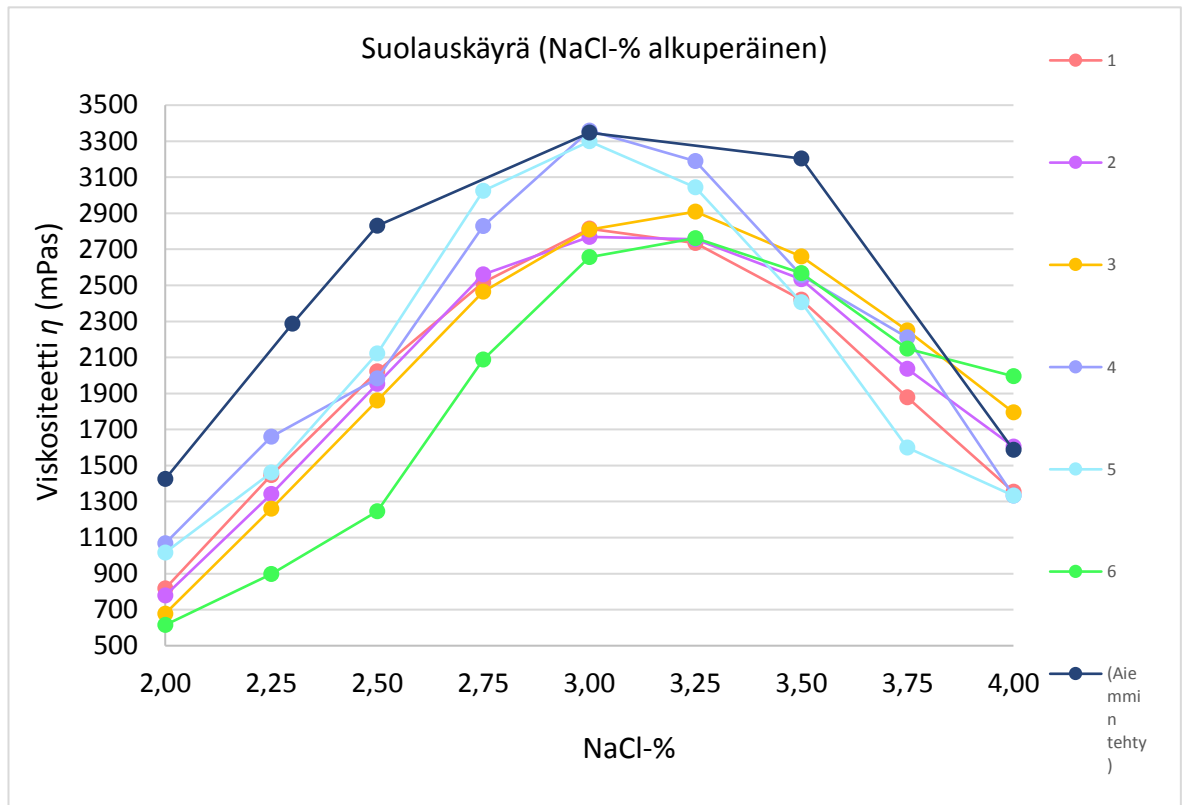
Suolauskäyrät muodostettiin samoin, kuin yrityksessä on aiemminkin tehty. Mittausten edetessä näyte selkeästi väheni mittauskertojen välillä, joten oli tarpeellista laskea näytteen väheneminen työn edetessä ja muodostaa kuvio uudelleen tarkennetuilla tuloksilla.

Tuloksissa voidaan huomata selkeitä eroja siten, että näytteissä 1.-3. (ja 6.) anionisen tensidin pysyessä samana, mutta kationisten tensidi-erien vaihdellessa, on suolauskäyrien huiput samankaltaisella alueella. Kuvion 3. ja 6. näyte ovat siis samoja. Näytteiden 4. ja 5. kohdalla kationinen tensidi pysyi samana anionisten tensidi-erien vaihdellessa.

Tämä tilanne voidaan havaita selkeästi myös käyrien ollessa samankaltaiset. Tummansinisellä käyrällä on osoitettu aiemmin tehdyn saman tuotteen suolauskäyrä. Kuviossa 22 on tuotu esille alkuperäiset tulokset ilman korjattua NaCl-%:ia.



KUVIO 21. Suolauskäyrä 6:lle näytteelle, joista 3 ja 6 ovat toisintojaan raaka-aineiltaan, laite LVDV-II.



KUVIO 22. Alkuperäiset suolauskäyrän tulokset ennen NaCl-%:n korjausta vastaamaan todellista tilannetta.

7 POHDINTA

Opinnäytetyö tehtiin KiiltoClean Oy:n Turun toimipisteessä. Työn tarkoituksena oli tutkia erilaisin mittauksin nestemäisen henkilöhygieniatuotteen viskositeettiin ja sen mittaamiseen vaikuttavia tekijöitä. Nesteen virtauskäyttäytymisestä oli tarkoitus muodostaa yleiskuva käyden läpi reologian teoriaa sekä muuta viskositeettiin ja sen mittaamiseen liittyvää materiaalia. Mittaussarjat suunniteltiin teoriaan pohjautuen. Yrityksessä ei oltu aiemmin tutkittu tässä mittakaavassa viskositeettiin tai sen mittaamiseen vaikuttavia tekijöitä. Nestemäisen henkilöhygieniatuotteen virtauskäyttäytymisen mahdollinen pseudoplastisuus eli leikkausohenevuus tuo eteen haastavia tilanteita, kun yritetään tarkasti määrittää viskositeetin muodostumista.

Työn aikana tutkittiin erilaisin mittaussarjoin viskositeettiin ja sen mittaamiseen vaikuttavia tekijöitä. Näitä olivat näytteen lämpötila, viskosimetrin mittapään kierrosnopeus, erilaiset mittapäät, suolauskäyrien muodostus kationisten ja anionisten tensidierien vaihdellessa sekä mittausten toistettavuus ja tarkkuus. Myös aika, jonka jälkeen tulos kirjataan, oli yhtenä määritettävänä parametrinä.

Jokaisen mittaussarjan jälkeen yhteistyössä harjoittelupaikan edustajan kanssa suunniteltiin seuraava tutkimuksen kohde sekä miten mittaus suoritettaisiin. Sellaiset mittaukset, joissa vaihteli esimerkiksi lämpötila, oli tärkeää suorittaa kaikki työvaiheet samalla tavalla, kun mittaukset tehtiin eri laitteilla. Näin voitiin varmistaa, että ulkoiset tekijät vaikuttaisivat mahdollisimman vähän saatuihin tuloksiin ja tulosten vertailu olisi mahdollista.

Mittaussarjojen edessä eroja oli mahdollista havaita niin näytteiden, laitteiden kuin muidenkin mittauserien vaihteluiden välillä. Työn yhtenä tarkoituksena oli suorittaa suunnitellut mittaussarjat siten, että tuloksista saatiin luotettavia ja vertailukelpoisia. Opinnäytetyölle asetetut tavoite ja tarkoitus täyttyivät suunnitellusti siinä määrin, kuin aika antoi mahdollisuuden.

Mittaussarjoja on hyvä jatkaa eteenpäin. Niitä voi kehittää vieläkin tarkemmiksi, jolloin otettaisiin huomioon vieläkin tarkemmin mittaukseen vaikuttavat eri seikat. Lämpötila oli mittausten perusteella erittäin merkittävä tekijä.

Sen saattaminen yhteneväksi mittausten välillä voisi olla kehityksen kohteena. Teoriasakin esille tullut 0,5 °C:een vaikutus tulosten eriävyyteen antoi näkökulmaa mittaustieteen mahdolliselle kehittämiseksi vieläkin tarkemmaksi lämpötilan suhteen.

Aikaa, jonka jälkeen tulos kirjataan, voisi tutkia vieläkin enemmän. Työn aikana tehtyjen mittausten perusteella suurin vaihtelu oli ensimmäisen kahden minuutin aikana siitä, kun näytteen lämpötila oli asettunut haluttuun lämpötilaan mittapään ollessa koko ajan käynnissä. Mittaus suoritettiin järjestyksessään niin, että näyte annosteltiin piennäyteadapteriin, laite käynnistettiin ja tulosten kirjaaminen aloitettiin välittömästi, kun piennäyteadapteriin yhdistetty lämpötila-anturi näytti haluttua lukemaa. Koska viskositeettiin saattaa vaikuttaa leikkausaika eli nesteeseen kohdistettavan rasituksen kesto, voi tuloksen kirjaamiseen kuluva aika vaihdella eri viskositeetin omaavilla näytteillä. Viskoosisemmalta näytteeltä halutun lämpötilan saavuttaminen saattaa kestää kauemmin, kuin ohuemmalta näytteeltä.

LÄHTEET

Aulanko M. 2010. Suomen siivousteknisen liiton julkaisuja III:4. Pesu- ja puhdistusaiheet. Johdatus siivouskemiaan. 3. uusittu painos. Helsinki: Kopio Niini Oy.

n.d. More solutions to sticky problems. A Guide to Getting More From Your Brookfield Viscometer. Brookfield Engineering Laboratories, Inc.

n.d. Viskositeetin mittaaminen. Kurssi. 08.11.2017. GWB-kurssimateriaali. Oy G.W. Berg & Co Ab. Vantaa.

Domingo X. 1995. A guide to the surfactants world. Barcelona: Edicions Proa.

Mortimer C.E. 2001. Kemia. 3. painos. Suom. Hakkarainen M. Jyväskylä: Gummerus Kirjapaino Oy. Alkuperäinen teos 1986.

Kousa P. N.d. Kosmetiikan kemiaa. Luettu 12.10.2017,13.02.2018. <https://www.kosmetiikankemia.com/mitakosmetiikkaon/12>

Rantamäki P. 2005. Reologia on elintarviketutkijan apuneuvo. Koetoiminta ja käytäntö 64 (4), 13. Luettu 12.10.2017,05.04.2018. <https://core.ac.uk/download/pdf/52228683.pdf>

Jyväskylän Yliopisto. N.d. Polyvinyylialkoholin molekyyli­massan määrittäminen viskositeetista. Www-sivu. Luettu 15.02.2018. <https://koppa.jyu.fi/avoimet/kemia/kems448/suomeksi/ohjeet/liuokset/viskositeetti>

Oulun Yliopisto. N.d. Viskositeetti ja pintajännitys. Www-sivu. Luettu 16.02.2018. <https://noppa.oulu.fi/noppaimages/766106P/VISKOSITEETTI%20JA%20PINTAJANNITYS.pdf>

Brookfield Ametek. N.d. Www-sivu. Luettu 03.03.2018. http://www.brookfield.co.uk/products/accessories/spindles/rv_ha_hb_spindles.asp

The Quality Control Laboratory Ltd. N.d. Www-sivu. Luettu 03.03.2018. <http://www.qc-labs.co.uk/product/spindles/>

University Federico II of Naples, Italy. N.d. Www-sivu. Luettu 04.04.2018. <http://www.whatischemistry.unina.it/en/micella.html>

LIITTEET

Liite 1. Esimerkit mittauspöytäkirjoista eri mittaussarjoissa

TAULUKKO 8. Tuloksen kirjaamisen kuluvan ajan määrittäminen. On määritetty aika, jonka jälkeen viskositeetin muutos on tasaantunut. Näyte 1, LVDV-II, mittauskerrat 1-3.

Aika (min)	Vääntö- %	η (mPas)	Vääntö- %	η (mPas)	Vääntö- %	η (mPas)
0	55,2	1656	53,6	1608	52,9	1587
0,5	54,5	1635	53,3	1599	52,6	1578
1,0	53,9	1617	53,2	1596	52,5	1575
1,5	53,4	1602	53,0	1590	52,4	1572
2,0	53,2	1596	52,9	1587	52,3	1569
2,5	53,0	1590	52,8	1584	52,3	1569
3,0	52,9	1587	52,8	1584	52,3	1569
3,5	52,8	1584	52,8	1584	52,3	1569
4,0	52,7	1581	52,7	1581	52,3	1569
4,5	52,7	1581	52,7	1581	52,3	1569
5,0	52,6	1578	52,7	1581	52,3	1569

TAULUKKO 9. Lämpötilan muutoksen vaikutus viskositeettiin. Näyte 1, LVDV-II.

Lämpötila °C	Näyte 2			Näyte 1		
	Vääntö- %	η (mPas)	Kierros- nopeus (rpm)	Vääntö- %	η (mPas)	Kierros- nopeus (rpm)
19,6	87,7	6576	4	93,6	4679	6
19,7	87,6	6569	4	92,7	4634	6
19,8	87,5	6561	4	91,1	4554	6
19,9	87,4	6554	4	88,3	4414	6
20,0	87,1	6531	4	86,7	4334	6
20,1	86,8	6509	4	84,4	4219	6
20,2	86,5	6486	4	82,9	4144	6
20,3	86,0	6449	4	81,0	4049	6
20,4	85,7	6426	4	-	-	6
20,5	85,2	6389	4	-	-	6
21,0	82,6	6194	4	-	-	6
21,1	81,9	6141	4	77,7	3884	6
21,2	81,4	6106	4	-	-	6
21,3	80,6	6044	4	-	-	6
22,0	75,0	5624	4	72,0	3599	6
23,0	69,4	5204	4	61,0	3049	6
24,0	63,6	4769	4	55,0	2749	6
25,0	57,2	4289	4	47,1	2354	6
26,0	49,3	3697	4	40,3	2015	6
27,0	45,0	3374	4	36,0	1800	6
28,0	40,4	3029	4	31,4	1570	6
29,0	35,8	2684	4	27,9	1395	6
30,0	32,1	2407	4	24,6	1230	6
31,0	29,2	2190	4	22,1	1105	6
32,0	25,7	1927	4	19,9	994,8	6
33,0	22,6	1695	4	18,0	899,8	6
34,0	22,4	1680	4	16,3	814,8	6
35,0	17,9	1342	4	13,8	689,9	6

TAULUKKO 10. Kierrosnopeuden muutoksen vaikutus viskositeettiin. Näyte 2, LVDV-II, mittauskerrat 1-3.

Nopeus (rpm)	Vääntö- %	η (mPas)	Vääntö- %	η (mPas)	Vääntö- %	η (mPas)
1,5	15,1	3019	14,8	2959	14,9	2979
2,0	19,6	2939	19,2	2879	19,3	2894
2,5	24,3	2915	24,1	2891	24,0	2879
3,0	28,9	2889	28,6	2869	28,7	2869
4,0	38,5	2887	38,1	2857	38,1	2857
5,0	47,9	2873	47,7	2861	47,5	2849
6,0	57,4	2869	57,2	2859	57,2	2859

TAULUKKO 11. Kierrosnopeuden muutos ja sen vaikutus viskositeettiin. Näyte 1, LVDV-II, mittauskerrat 1-3.

Nopeus (rpm)	Vääntö-%	η (mPas)	Vääntö-%	η (mPas)	Vääntö-%	η (mPas)
2,0	11,7	1755	11,7	1755	10,7	1605
4,0	22,9	1717	23,0	1725	21,0	1575
6,0	34,5	1725	34,2	1710	31,3	1565
10	57,7	1731	56,9	1707	52,1	1563
12,0	69,1	1727	68,2	1705	62,6	1565
10	57,0	1710	57,1	1713	52,0	1560
6,0	34,2	1710	34,4	1720	31,2	1560
4,0	22,8	1710	22,8	1710	20,7	1552
2,0	11,4	1710	11,3	1695	10,3	1545

TAULUKKO 12. Näytteen ilmakuplaisuuden vaikutus viskositeettiin. Näyte 2, LVDV-II.

Ilmakuplia	Vääntö-%	η (mPas)	Vääntö-%	η (mPas)	Vääntö-%	η (mPas)
Ei yhtään	60,4	3019	60,0	2999	59,7	2984
Muutama	60,5	3024	60,1	3004	61,2	3059
Paljon	63,5	3174	64,4	3219	64,6	3229

TAULUKKO 13. Suolauskäyrien vertailu eri raaka-aine-erien välillä. Näytteitä kuusi, joista yksi näyte on kahdesti edustettuna. Alkuperäiset tulokset ennen NaCl-%:n korjausta, laite LVDV-II.

NaCl-lisäys (g) (%)		1.			2.			3.		
		Nopeus (rpm)	Vääntö-%	η (mPas)	Nopeus (rpm)	Vääntö-%	η (mPas)	Nopeus (rpm)	Vääntö-%	η (mPas)
6,00	2,00	20	54,5	817,3	20	51,9	778,3	20	45,2	677,9
6,75	2,25	10	44,7	1446	10	44,7	1341	10	42,0	1260
7,50	2,50	10	65,1	2022	10	65,1	1953	10	60,2	1860
8,25	2,75	10	83,9	2516	10	85,4	2561	10	82,2	2465
9,00	3,00	6	56,3	2814	6	55,4	2769	6	56,2	2809
9,75	3,25	10	91,2	2735	10	91,9	2756	10	96,9	2909
10,50	3,50	10	80,7	2420	10	84,5	2534	10	88,7	2660
11,25	3,75	10	62,6	1878	10	67,9	2037	10	75,0	2250
12,00	4,00	10	90,2	1354	10	53,5	1605	20	59,9	1795

TAULUKKO 14. Suolauskäyrien vertailu eri raaka-aine-erien välillä. Laskettu uudet NaCl-%:t jokaisen suolalisäyksen jälkeen, yhteensä kahdeksan lisäyskertaa. Jokaisessa mittauksen aikana tapahtuneessa näytteenkäsittelyssä hävisi noin 5,5 g näytettä.

NaCl-lisäys		Näyte	Uusi
<i>m</i> (g)	(%)	<i>m</i> (g)	NaCl-%
6,00	2,00	300,0	2,00
6,75	2,25	294,5	2,29
7,50	2,50	289,0	2,60
8,25	2,75	283,5	2,91
9,00	3,00	278,0	3,24
9,75	3,25	272,5	3,58
10,50	3,50	267,0	3,93
11,25	3,75	261,5	4,30
12,00	4,00	256,0	4,69