



Osaamista
ja oivallusta
tulevaisuuden
tekemiseen

Jussi Eronen

Polyolefiinien online-analyysilaitteiston käyttöönotto tuotantolaitoksella

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Kemiantekniikka

Insinöörityö

28.10.2019

Tekijä Otsikko	Jussi Eronen Polyolefiinien online-analyysilaitteiston käyttöönotto tuotanto- laitoksella
Sivumäärä Aika	54 sivua + 2 liitettä 28.10.2019
Tutkinto	insinööri (AMK)
Tutkinto-ohjelma	kemiantekniikka
Ammatillinen pääaine	kemiantekniikka
Ohjaajat	lehtori Timo Laitinen laboratorion ryhmäpäällikkö Seppo Nylund laboratorioinsinööri Saman Mohammad
<p>Insinöörityössä tutkittiin Borealis Polymers Oy:n Borstar PE2-laitokselle asennetun online-geelianaalysaattorin tuloksien vertailukelpoisuutta laadunvalvontalaboratoriossa olevan vastaavanlaisen laitteen tuloksiin. Työn aikana suoritettiin laitteiston validointia ja testiajoja. Samalla laitteiston ja analyysointilaitteiden toimintakunto varmistettiin.</p> <p>Laboratoriossa suoritetuista ajoista otettiin näytteet talteen aiemmin, kun oli suoritettu laadunvalvonta-analyyskejä eri tuotteista. Näytteet oli säilytetty näytesäkeissä laboratoriotilassa. Testiajot online-kontissa suoritettiin syyskuun 2019 aikana.</p> <p>Tuloksista havaittiin, että online-analysointilaitteen mittaamat geelien koon mittaustulokset ovat hieman pienempiä laadunvalvontalaboratorion analyysointilaitteeseen verrattuna. Todennäköisesti mittaustulosten erot johtuvat kehittyneemmästä valolähteestä online-geelianaalysaattorissa.</p> <p>Insinöörityössä optimoitiin tuotekohtaiset asetukset online-geelianaalysaattoriin vastaamaan laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin asetusarvoja. Tämän työn perusteella voidaan aloittaa online-testimittaukset PE2-tuotannon prosessissa.</p>	
Avainsanat	geelianaalysaattori, online, ekstruuderit, OLPA

Author Title	Jussi Eronen Commissioning of Polyolefin Online Analyzer System at a Production Plant
Number of Pages Date	54 pages + 2 appendices 28 October 2019
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Chemical Engineering
Professional Major	Chemical Engineering
Instructors	Senior Lecturer, Timo Laitinen, Laboratory Manager, Seppo Nylund Laboratory Engineer, Saman Mohammad
<p>The purpose of this thesis was to compare the analysis results between the newly installed online gel analyzer at Borealis Polymers Oy PE2 plant and the existing similar gel analyzer in use at the quality control laboratory. The online gel analyzer settings were optimized, and the analyzer was validated to assure that the analyzer and the equipment operates properly and safely.</p> <p>The test samples of the quality control laboratory were taken earlier this year during the quality control analysis. The same samples were stored in bags in the laboratory. The test runs in the online container took place in September 2019.</p> <p>The conclusions on the tests showed that online analyzer results of the gel quantity were smaller than those of the analyzer in the quality control laboratory, which might have been caused by the known differences between the sources of light of the gel analyzers.</p> <p>The set values of the online gel analyzer were optimized to correspond to the set values of the gel analyzer in the quality control laboratory. On the basis of the results of this thesis, the online gel analyzer can well be released for the production use.</p>	
Keywords	gel analyzer, online, extruder, OLPA

Sisällys

Lyhenteet

1	Johdanto	1
2	PE2-tuotantolaitos	2
3	Polyeteeni ja polymeerit	3
3.1	Polymeerit	3
3.2	Verkoittunut, haaroittunut ja silloittunut homopolymeeri	3
3.3	Polymerointireaktiot	4
3.4	Polymeroitumisaste	5
3.5	LDPE, LLDPE, MDPE ja HDPE	5
4	Muovin valmistukseen liittyviä käsitteitä ja termejä	6
4.1	Bimodaalinen polyeteeni	6
4.2	Ziegler-Natta-katalyytti	6
4.3	Sulaindeksi (Melt Flow Rate, MFR)	7
4.4	Lisäaineet	7
5	Geelit	7
5.1	Geelien määrittely	7
5.2	Geelien muodostuminen ja vaikutukset	11
6	OCS-laitteisto	13
6.1	Ekstruuderit	14
6.2	Vetolaite	15
6.3	Pellettigeometria-analysaattori	19
7	OCS-mittaukset	20
7.1	Geelien ja kontaminaatioiden luokittelu OCS-mittauksissa	20
7.2	Muotokerroin eli shape factor	23
7.3	Löydösten koon laskeminen	24

8	OLPA-kontin käyttöönotto	24
8.1	OLPA-kontin asennus	25
8.2	SPC-ajot ja validointi	25
8.3	Tuotekohtaiset testiajot ja geelianaalysaattorin parametrien optimointi	26
8.4	Online-ajot ja SPC-ajot	26
8.5	Filmin paksuus	27
9	Tulokset	29
9.1	SPC-tulokset	29
9.2	Tuotekohtaiset tulokset	36
9.3	Online-ajojen tulokset	44
10	Yhteenveto kokeista ja tuloksista	46
11	Kiitokset	51
	Numeroidut lähteet	52
	Liitteet	
	Liite 1. Tulokset	
	Liite 2. Testit	

Lyhenteet

BTM	Borealis Test Method. Borealis Polymers Oy:n sisäinen testimenetelmä.
CCD	Charge-Coupled Device. Digitaalinen kamera CCD-kennolla.
F+I	Fibers & Inhomogenities. Löydösten luokittelu kuiduiksi ja epähomogeenisiksi kertymiksi geelimitoituksissa.
FSA 100	Film Surface Analyser. Filmin pinnan tutkimiseen soveltuva analysaattori.
GI	Gel Index. Geelien kaikkien kokoluokkien yhteinen painotettu kerroin.
HDPE	High Density Polyethylene. Korkeatiheyspolyeteeni.
HSM	Hot Stage Microscope. Lämpötasomikroskooppi.
LDPE	Low Density Polyethylene. Matalatiheyspolyeteeni.
LLDPE	Linear Low Density Polyethylene. Lineaarinen matalatiheyspolyeteeni.
MFA 200	Modular Film Analyser. Tela- ja vetolaite geelinanalyssaattorissa.
MFR	Melt Flow Rate. Sulaviskositeettia ilmaiseva sulaindeksiluku.
OCS	Optical Control Systems GmbH. Laboratoriomittauslaitteistojen valmistaja.
OLPA	Online Process Analysis. Prosessin online-analyysi.
PA66	Pellet Analyser. Pellettigeometria- ja kontaminaatioanalyssaattorilaitteisto.
PE	Polyethylene. Polyeteeni.
PP	Polypropylene. Polypropeeni.

PSSD	Pellet Shape and Size Distribution. Pellettigeometria-analysointilaitte.
PTS	Pellet Transport System. Automatisoitu pellettien siirtosysteemi.
SPC	Statistical Process Control. Tilastollinen työkalu seurantaan laadunvalvonnassa.

1 Johdanto

Borealis Polymers Oy on osa kansainvälistä Borealis-konsernia. Borealoksen pääkonttori sijaitsee Wienissä Itävallassa, ja sillä on toimintaa 120 maassa. Borealis Polymers Oy sijaitsee Porvoon Kilpilahdessa, Pohjoismaiden suurimmassa öljynjalostuksen ja kemianteollisuuden keskuksessa. Borealoksen tuotantolaitosten kokonaisuus muodostuu vuosikapasiteetiltaan 600 kilotonnin suuruisesta krakkerista (eteeni, propeeni ja butadieeni), fenoli- ja aromaattilaitoksesta, kahdesta polyeteenilaitoksesta, yhdestä polypropeenilaitoksesta ja sekoitelaitoksesta. Lisäksi alueella on innovaatiokeskus. Pääsovellukset ovat putkituotteet, teräsputken päällystys, pakkaukset sekä kaapelituotteet. Innovaatiokeskuksessa tehdään katalyytti- ja prosessitutkimusta. Innovaatiokeskukseen kuuluvat katalyyttikoetehtas ja täysin integroidut Borstar PP- ja Borstar PE -koetehtaat. (1.)

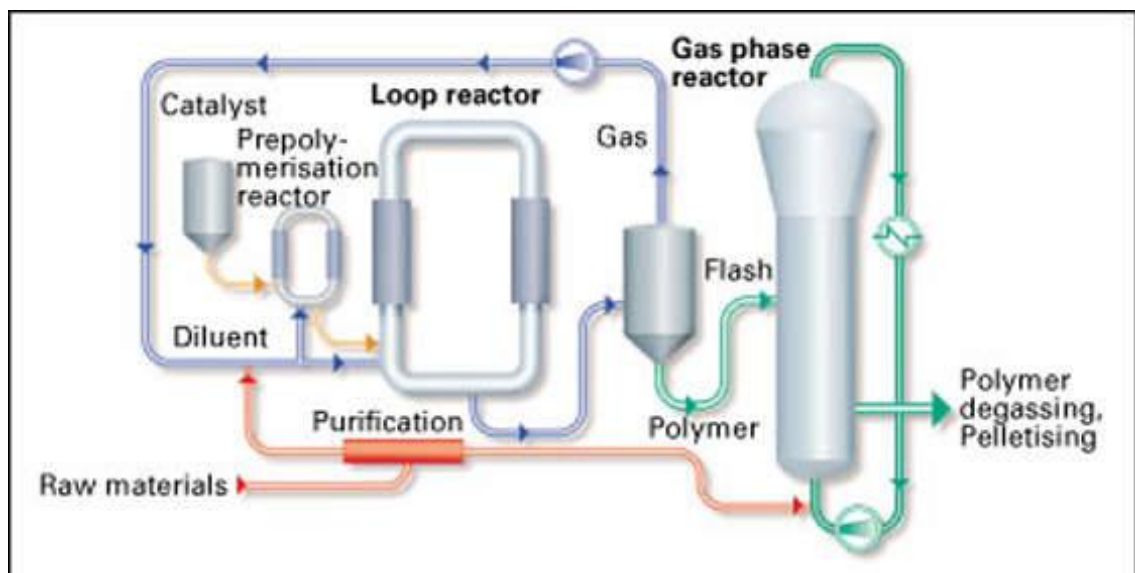
Borealis Polymers Oy:n PE2-tuotantolaitokselle asennettiin uusi online-laitteistokokonaisuus. Laitteet on sijoitettu ilmastoituun tasalämpöiseen tarkoitusta varten modifioituun merikonttiin. Laitteistolla tehdään mittaukset ja laboratorioanalyysit suoraan tuotannon linjasta. Aiemmin analyysit on tehty laadunvalvontalaboratoriossa tuotantolaitokselta tuoduista linja- ja keräilynäytteistä. Uudella online-laitteistolla on tarkoitus automatisoida analyysijä tulevaisuudessa, niin että näytteiden mittaustulokset saadaan mahdollisimman lyhyellä viiveellä. Lähitulevaisuudessa tavoitteena on käyttää tuloksia myös erien luokitteluun.

Muoviteollisuudessa geeli tarkoittaa yleensä muovin laatua heikentävää löydöstä filmissä. Geelien lukumäärän, koon sekä kontaminaatioiden määrittäminen tehdään geeliansaattorilla. Työssä keskityttiin filmistä kuvattujen geelien ja löydösten mittaustulosten vertailuun laadunvalvontalaboratorion geeliansaattorin ja online-geeliansaattorin välillä, sekä online-geeliansaattorin sisään ajamiseen ja tuotekohtaiseen optimointiin.

2 PE2-tuotantolaitos

PE2-polyeteenitehtaalla valmistetaan polyeteeniraaka-ainetta jatkuvatoimisessa matalapaine-prosessissa, joka perustuu Borealiksen omaan Borstar PE -teknologiaan. Borstar-teknologia on kehitetty pääosin Suomessa 1980-luvulta alkaen, ja Porvoon Borstar PE2 -tehdas oli ensimmäinen, joka otti teknologian käyttöön. Polyeteenin valmistamiseen käytetään pääraaka-aineena eteenimonomeeriä. PE2-laitoksella valmistetaan HDPE-, MDPE- ja LLDPE-polyeteeniä. Eteeni polymeroidaan loop-reaktoreissa ja kaasufaasireaktorissa, jonka jälkeen seuraa pelletointi ja silloihin varastointi. (2.)

Kuvassa 1 on esitelty Borstar-prosessin polymeroinnin vaiheet.



Kuva 1. Borealiksen Borstar®-prosessin polymeroinnin vaiheet (3).

3 Polyeteeni ja polymeerit

3.1 Polymeerit

Polymeerit ovat monomeereistä koostuvia makromolekyylejä. Monomeerit ovat polymeerin pienin rakenneyksikkö. Monomeerejä voi olla polymeeriketjuissa satoja tai tuhansia liittyneinä toisiinsa. Monomeeri vaatii tietyt olosuhteet polymeroituakseen. Sen pitää olla difunktionaalinen, riittävän reaktiivinen, puhdas ja termodynamiikan pitää sallia monomeerin polymerisoituminen. Homopolymeerit ovat muodostuneet vain yhdestä monomeerilajista. Jos polymeereissa on erilaisia monomeerejä, sitä kutsutaan kopolymeeriksi. (4, s. 15, 25; 5, s. 29.)

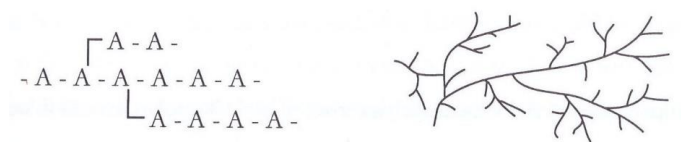
3.2 Verkoittunut, haaroittunut ja silloittunut homopolymeeri

Homopolymeeri voi olla verkoittunut, haaroittunut tai silloittunut. Lineaarinen homopolymeeri on yksinkertainen ketju. Kuvassa 2 on havainnollistettu lineaarisen homopolymeerin rakenne. (4, s. 25.)



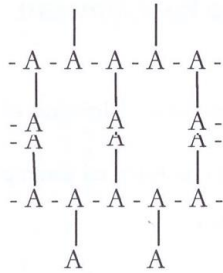
Kuva 2. Lineaarinen homopolymeeri (4, s. 25).

Monomeeriketju voi olla myös haaroittunut (kuva 3).



Kuva 3. Haaroittunut monomeeri (4, s. 25).

Lineaarisia eli suoria tai haarautuneita polymeeriketjuja sisältävät muovit ovat kestopuoveja. Kestomuoveja keskenään yhdistävät molekyyliketjut ovat heikkoja sekundäärisidoksia. Lämmön vaikutuksesta sekundäärisidokset katkeavat helposti, joten kestopuoveja voidaan sulattaa ja muotoilla toistuvasti. Silloittunut homopolymeeri (kuva 4) on rakenteeltaan verkkomainen, sulamaton ja liukenematon. Kertamuovit ovat tyypillisesti silloittuneita. (4, s. 25; 6, s. 23.)



Kuva 4. Silloittunut rakenne (4, s. 26).

Kertamuovit ovat yhdistyneet toisiinsa lujemmilla kemiallisilla sidoksilla ja muodostaneet kolmiulotteisen verkon, ja eivät näin ole muokattavissa. Muovien väliset sillat muodostuvat suoraan hiili-hiili-sillalla tai jollain muulla kemiallisella sillalla. (4, s.27; 6, s. 24; 7.)

3.3 Polymerointireaktiot

Monomeereissä on kaksois- tai kolmoissidoksia, jotka ensin hajoavat polymerointireaktiossa, minkä jälkeen monomeerit liittyvät toisiinsa. Paine, lämpötila ja katalyytti ohjaavat reaktiota. Polymerointireaktiota on kahdenlaisia, polyadditio ja polykondensaatio. Polyadditiossa monomeerit liittyvät toisiinsa, eikä reaktiossa synny sivutuotteita. Valta-
muovit, kuten PE, PP, PS ja PVC, valmistetaan polyadditiolla. Polykondensaatiossa reaktiossa lohkeaa pois jokin pienimolekyylinen aine, esimerkiksi vesi. (6, s. 27–28.)

3.4 Polymeroitumisaste

Molekyyliketjujen koko ja niihin liittyneet ketjut vaikuttavat polymeerien ominaisuuksiin. Vetolujuus, venymä, iskulujuus ja kimmokerroin kasvavat polymeroitumisasteen lisääntyessä tiettyyn rajaan saakka. (4, s. 33–34.)

3.5 LDPE, LLDPE, MDPE ja HDPE

Polyeteenin päätyypit ovat matalatiheyspolyeteeni LDPE, lineaarinen matalatiheyspolyeteeni LLDPE, keskitiheyspolyeteeni MDPE ja korkeatiheyspolyeteeni HDPE. Standardien mukaiset lyhenteet ovat PE-LD, PE-LLD, PE-MD JA PE-HD, mutta koska vanhat lyhenteet ovat vielä yleisessä käytössä, niitä käytetään selvyuden vuoksi.

LDPE:n tiheys on 0,91–0,93 g/cm³. Se on käytetyin muovityyppi Suomessa. LDPE-molekyylissä on yleensä paljon sivuhaaroja, joten sen kiteisyysaste ja tiheys ovat pieniä. Käyttökohteena ovat yleensä kalvot, esimerkkinä muovikassit, ruokapakkaukset ja kartonkien päällysteet. (8, s. 29–31; 9, s. 21.)

LLDPE:tä valmistetaan kopolymeroimalla eteeni buteenin, hekseenin tai okteenin kanssa. Molekyylisen sivuhaarat ovat LDPE:tä lyhyempiä ja niitä on vähemmän. LLDPE on hieman sitkeämpää ja sillä on parempi lujuus. Siitä valmistetaan myös kalvoja, kuten LDPE:stä. (8, s. 31; 9, s. 22.)

MDPE on tiheydeltään 0,93–0,94 g/cm³. Sitä käytetään raaka-aineena vahvojen kalvojen valmistamiseen ja puhallusmuovaukseen. (8, s. 31.)

HDPE on tiheydeltään 0,94–0,97 g/cm³. HDPE-molekyyleissä on vähän lyhyitä sivuhaaroja, minkä vuoksi se kykenee järjestäytymään tiheärakenteiseksi. Sitä valmistetaan raaka-aineeksi putkiin, puhallusmuovattuihin tuotteisiin, kalvoihin ja ruiskuvalettuihin tuotteisiin. (8, s. 36–37; 9, s. 24–25.)

4 Muovin valmistukseen liittyviä käsitteitä ja termejä

4.1 Bimodaalinen polyeteeni

Bimodaaliset polymeerit polymeroidaan tyypillisesti kahdessa eri reaktorissa, joissa toisessa luodaan lyhyet molekyyliketjut ja toisessa pidemmät molekyyliketjut. Moolimassajakaumassa on näin ollen kaksi huippua (kuva 5). Pitkät ketjut tuovat lujuutta ja kestävyttä, lyhyet ketjut auttavat työstettävyydessä. (8, s. 34–35; 10, s. 119.)

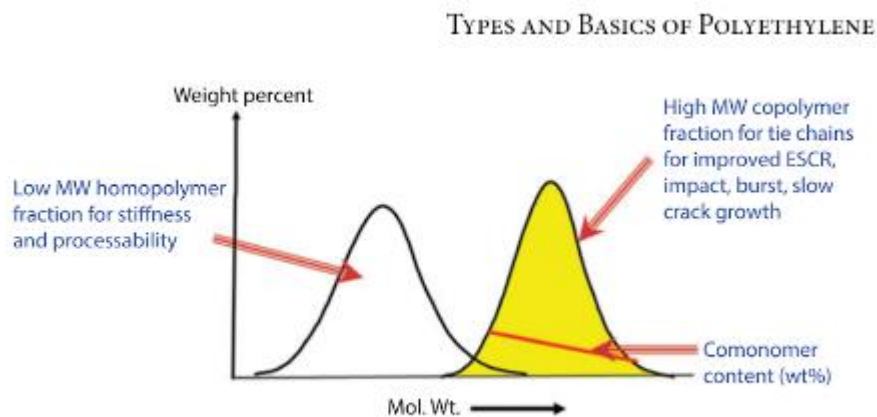


Figure 4.10 Molecular weight distribution of Z-N catalyzed bimodal HDPE resin [1].

Kuva 5. Bimodaalisen korkeatiheyspolyeteenin kaksi molekyylihuippua (10, s. 119).

4.2 Ziegler-Natta-katalyytti

1950-luvulla Karl Ziegler havaitsi, että kun organometallinen katalyytti valmistettiin yhdistelemällä alkuaineryhmien I–III metalleja ja siirtymämetalleja ryhmistä IV–VIII, eteeniä pystyttiin polymeroimaan alhaisemmassa lämpötilassa ja paineessa. Tämän tyyppisellä katalyytillä saatiin valmistettua lineaarista, korkeakiteistä polymeeriä, HDPE:tä. (11, s. 175.)

4.3 Sulaindeksi (Melt Flow Rate, MFR)

Sulan muovin reologia eli virtaus- ja muodonmuutosoppi on monimutkaisempaa kuin muilla nesteillä, joilla leikkausviskositeetti on vakio. Kun polymeerisulan leikkausnopeus kasvaa, alenee sulaviskositeetti, eli tapahtuu leikkausohenemista. Muovin sulaviskositeettiin vaikuttaa lämpötila, leikkausnopeus, muovin rakenne ja koostumus. (6, s. 192.)

Sulaindeksiluku, sulamassavirta MFR (Melt Flow Rate) kuvaa moolimassan suuruusluokkaa, ja kertoo tuotteen muokattavuudesta ja lopputuotteen lujuudesta. Sulaindeksi mittaa sulaviskositeettia. Sulaindeksiluvun mittauksessa saadaan polymeerisulan juoksevuus, joka voidaan mitata grammoina kymmentä minuuttia kohti. (6, s. 192–194.)

4.4 Lisäaineet

Muovien valmistuksessa käytetään erilaisia lisäaineita. Lisäaineet voivat olla lujite-, täyte- ja apuaineita. Stabilointiaineista antioksidantit estävät muovin hapettumista. Hapettuminen voi aiheuttaa geelejä (luku 5), muutoksia molekyylipainojakaumaan tai värimuutoksia. Antioksidantit estävät hapen tai peroksidien aiheuttamia reaktioita. Antioksidanttien määrä muovissa on pieni. Antiblock-aineet karhentavat kalvon pintaa, slipit vähentävät kitkaa, antistaatit purkavat varaukset muovien pinnasta, antifog-aineet vaikuttavat pintajännitykseen ja voiteluaineet alentavat sulan viskositeettia. Masterbatch-lisäaineissa on pigmenttiä tai muuta apuainetta, jotka sekoitetaan carrier-materiaaliin. (4, s. 118–125; 8, s. 206–210.)

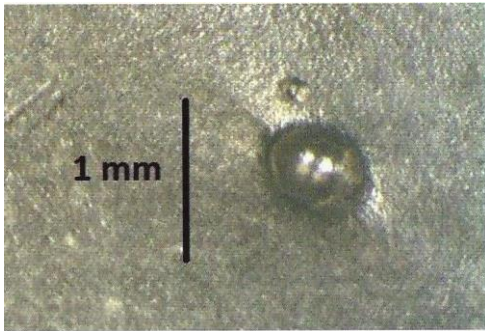
5 Geelit

5.1 Geelien määrittely

Muoviteollisuudessa geelit määritellään yleensä pieniksi, pyöreän tai soikean muotoisiksi löydöksiksi filmissä. Geelejä voivat olla väriltään ympäröivästä muovimatriisista poikkeavat löydökset, kontaminaatiot tai silloittuneet polymeerikertymät. Geeli voi viitata yleisesti

mihin tahansa filmin laatua heikentävään löydökseen. Geeliä voi myös kuvata löydökseksi, mikä aiheuttaa näkyvän muutoksen filmin pinnassa. (12, s. 837; 13; 14, s. 2; 15, s. 288.)

Chris Rauwenthaal (12, s. 837) luokittelee geelit pieniksi pallomaisiksi kertymiksi tai hiukkasiksi, joilla on selkeästi erotettavat rajat. Geeli on periaatteessa samaa materiaalia ja saman väristä kuin ympärillä oleva muovimatriisi (kuva 6). Kontaminaatio poikkeaa usein väritään ympäröivästä materiaalista. Ruskea väri saattaa kertoa löydöksen hapettumisesta (kuva 7). Rauwenthaal (12, s. 837,846) erotteleekin värjäytyneet löydökset omaksi ryhmäkseen erotukseksi geeleistä.



Kuva 6. Valoa läpäisevä ja taittava geeli HDPE filmissä (12, s. 837).

Ruskea, keltainen tai musta väri kertoo yleensä polymeerin hapettumisen asteesta. Mustat löydökset saattavat osoittautua hiiltyneeksi polyeteeniksi. (15, s. 294; 16, s. 7.)

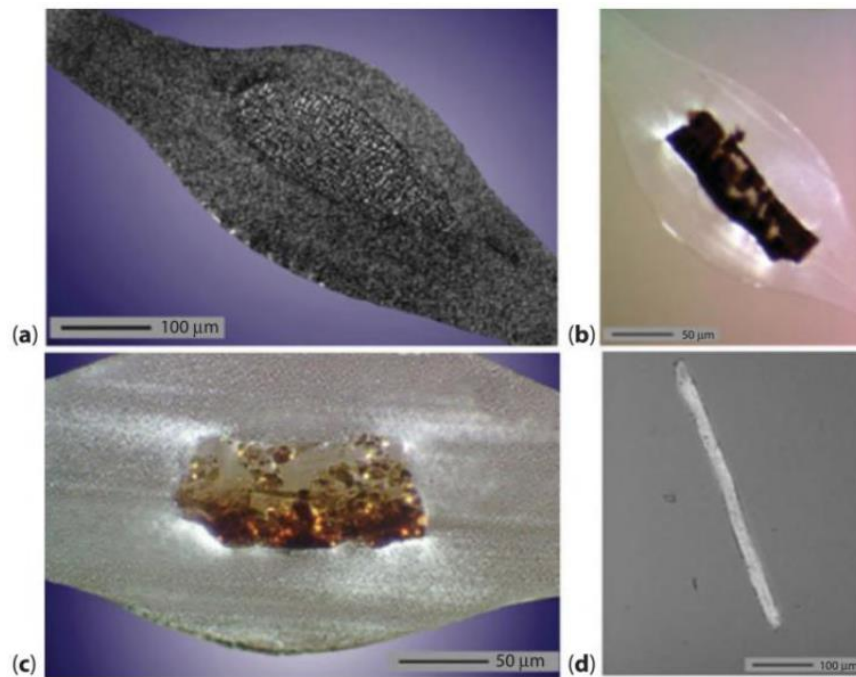


Kuva 7. Kaksi kellertävänruskeaa löydöstä HDPE-filmissä (12, s.838).

Geelityypit voidaan luokitella esimerkiksi seuraavalla tavalla:

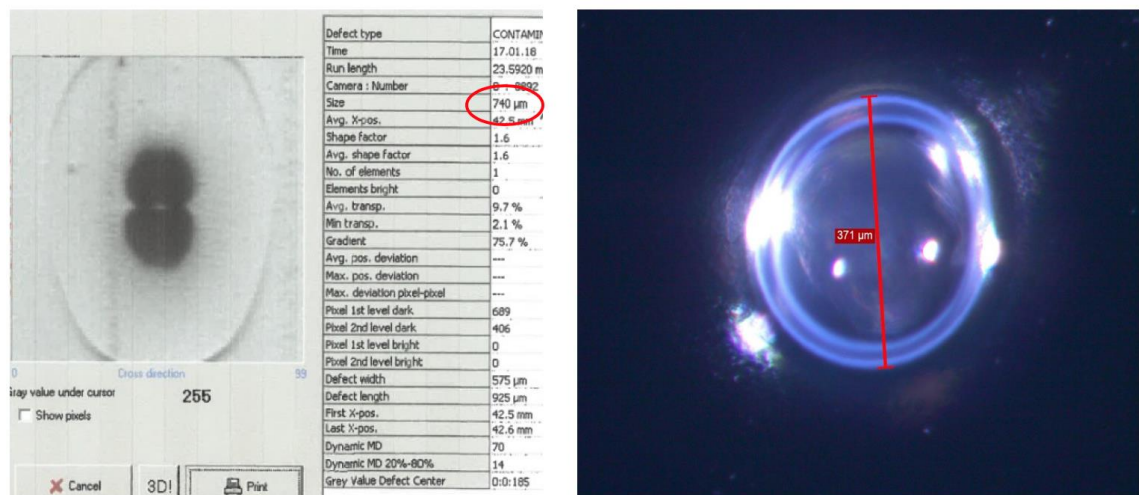
- toisiinsa kietoutuneet, esimerkiksi korkean molekyylimassan omaavat sekoittumattomat polymeeriketjut, mutta jotka eivät kuitenkaan ole silloittuneita
- hapettumisen vuoksi silloittuneet geelit
- runsaasti hapettuneet geelit, joissa on mustia pieniä hiukkasia
- sulamaton aines tai kiinteät polymeeripaakut filmissä
- dispersoitumattomat lisäaineita, kuten masterbatch-agglomeraatit
- muovi, jonka kontaminaatio on aiheuttanut metalli, kuidut, puu tai lika (10, s.348; 13; 14, s. 12; 16, s. 8).

Kuvassa 8 on esimerkkinä löydöksiä PE-filmistä.



Kuva 8. Erityyppisiä geelejä PE-kalvossa. a) hapettunut ja silloittunut geeli, b) hiltynyt löydös, c) kontaminaatio ja d) kuitu (10, s. 349).

Yleisimmät geelityypit ovat silloittuneita polymeerejä tai korkean molekyyli­massan omaavia polymeerejä, jotka käyttäytyvät kuten silloittuneet polymeerit. Tämän tyyppisillä geeleillä on erilainen molekyyli­painojakauma ympäröivään muovimatriisiin verrattuna. Silloittumattomien polymeerien korkea molekyyli­massa saattaa johtua polymeerin pidemmästä molekyyli­ketjusta, tai joskus polymeerit saattavat myös kietoutua toisiinsa. Molekyyli­ketjujen silloittuminen johtuu tyypillisesti hapettumisesta. Joskus hapettuminen voi aiheuttaa värimuutoksia geelissä. Silloittuneet partikkelit eivät sula lämpö­tasomikroskoopilla (HSM) tehdyillä analyyseillä. Korkean molekyyli­massan polymeereilla toisiinsa kietoutuneet molekyyli­ketjut sulavat lämpö­tasomikroskoopissa. Jäähdyttyään ne kiteytyvät nopeammin kuin ympäröivä aine muodostuen jälleen geeleiksi. Joskus geeli voi myös olla prosessissa sulamatonta raaka-ainetta. Tämän tyyppiset geelit sulavat lämpö­tasomikroskoopissa, mutta eivät enää muodostu geeleiksi kiteytyessään uudestaan. HSM ja mikroskopia ovat paras tapa tutkia geelien ominaisuuksia ja kokoa (kuva 9). (12, s. 839; 14, s. 12–13.)



Kuva 9. Löydösten analysointia mikroskoopilla (17).

Geelit eivät ole useinkaan säännöllisen pallomaisia, vaan erottuvat filmistä soikeina pullistumina. Soikeus johtuu siitä, että ne venyvät ekstruusiovirran suuntaisesti. Linssimäisen pinnan muodon vuoksi valo taittuu geelin pinnasta pois­päin, ja tätä ominaisuutta voidaan hyödyntää geelien mittauksissa valoa läpäisevissä geeleissä. (10, s. 348; 16, s. 3.)

5.2 Geelien muodostuminen ja vaikutukset

Geelejä saattaa muodostua korkean molekyyli­massan polymeereistä, kuumuuden aiheuttamasta silloittumisesta, lisä­aineiden kasautumisesta, hienojakeisesta pölystä (liite 1), katalyyttijäämistä tai kontaminaatioista. Korkean molekyyli­massan polymeerikertymät eivät välttämättä heikennä tuotteen laatua, mutta aiheuttavat kuitenkin esteettisiä haittoja. Kontaminaatioiden aiheuttamat geelit puolestaan voivat aiheuttaa heikkoja kohtia putkituotteisiin ja repeytymiä filmiin. (16, s. 5; 18.)

On tärkeää selvittää, ovatko geelit jo itse raaka-aineessa vai ovatko ne syntyneet työstövaiheessa ekstruuderissa. Ekstruuderissa syntyneitä geelejä kutsutaan E-geeleiksi ja polymeroinnissa syntyneitä geelejä puolestaan P-geeleiksi. (12, s. 839.)

P-geelejä syntyy polymeerin ylikuumentuessa reaktorin viipymäkohdissa. P-geelit voivat olla myös bimodaalisessa prosessissa syntyneitä korkean molekyyli­massan kertymiä. Olosuhteet polymeerireaktorissa ovat ensiarvoisen tärkeitä geelien syntymisen ehkäisyssä. Reaktorin lämpötila, vedyn ja komonomeerin lisäys ovat kriittisiä parametreja, jotka ohjaavat tuotteen sulaindeksiä. Jos sulaindeksi alenee tietyn rajan alle johtuen edellä mainittujen parametrien heilahteluista, voi syntyä korkeamman molekyyli­painon polymeerejä, jotka eivät sula ekstruuderissa ja ilmenevät geeleinä. Jos samassa reaktorissa valmistetaan eri molekyyli­painoisia tuotteita peräkkäin, on puhdistaminen tuotteiden vaihdon välissä ensiarvoista. Polymeroinnissa syntyvillä makroradikaaleilla on taipumus joskus haaroittua ja geeliytyä. Lämmön, työstön, hapen tai valon vaikutuksesta voi syntyä reaktioita polymeerin pääketjuun vapaiden radikaalien läsnä ollessa. Tämän ilmiön vaikutuksia kuvattaessa filmissä syntyviin geeleihin käytetään termejä kalansilmä tai sulamaton aines. Kalansilmä kuvaa valoa läpäisevää geeliä, jossa on musta piste. Nykyisissä raaka-aineen tuotantoprosesseissa hapen vaikutukset on saatu melko hyvin eliminoitua, joten silloittumista harvemmin tapahtuu raaka-aineprosessissa. (12, s. 839; 16, s. 6–7; 18; 19.)

E-geelejä saattaa syntyä tuotannon ekstruuderissa tai työstöekstruuderissa korkeissa lämpötiloissa tai niitä voi muodostua, kun ekstruuderin viipymäaika on pitkä. Ekstruuderin voi jäädä kuolleita kohtia, missä virtausta ei tapahdu. Näissä kohdissa voi syntyä

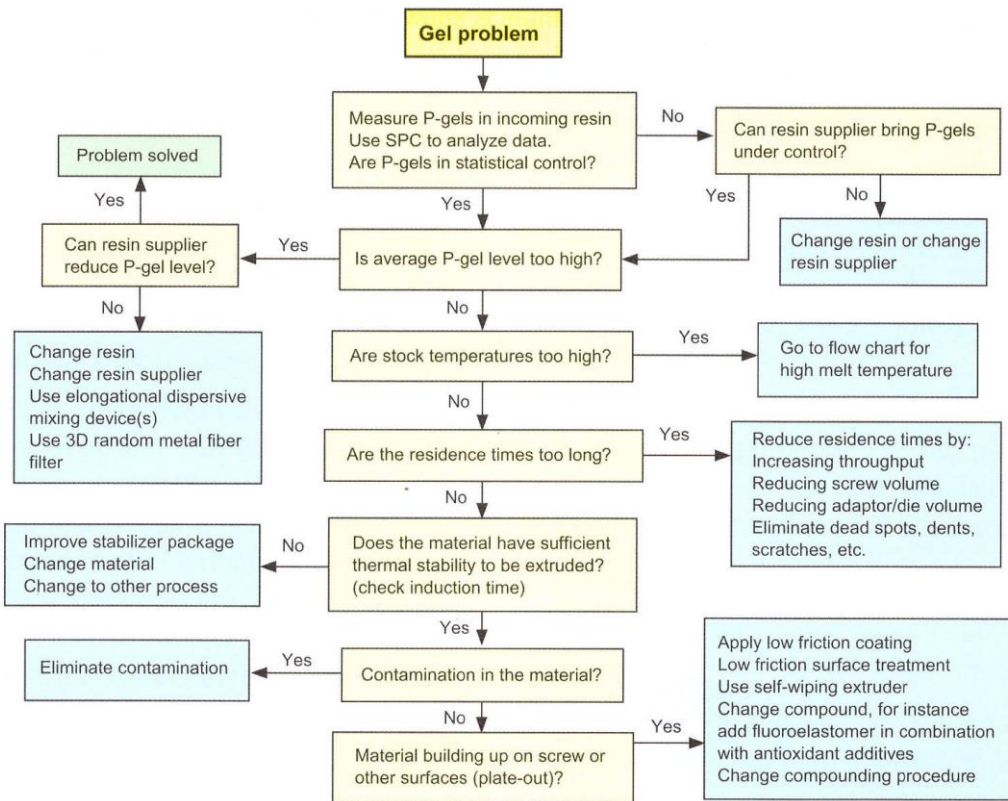
E-geelejä. Ruuvin ja suuttimen oikea mitoitus estää kuolleiden kohtien syntymisen. Prosessin aikana jäämiä matalamolekyylipainoisista polymeereistä, lisäaineista ja hajoamistuotteista voi kerääntyä suuttimeen tai ekstruuderiin. Antioksidanttia lisätään usein estämään hapettumista. (12, s. 839; 16, s. 7; 18; 19.)

Polyeteeni on lämpöherkkää. Altistuminen korkealle lämmölle hapen vaikutuksen alaisena tarpeeksi pitkällä aikavälillä voi aiheuttaa polymeeriketjujen katkeamisen ja tuotteen hajoamisen. Korkeammassa paineessa valmistettu LDPE on lämmön vaikutuksille vähemmän herkkää. Ekstruuderissa hajoaminen normaaleissa prosessiolosuhteissa voi alkaa muutaman tunnin tai vasta muutamaa päivää kuluttua. Jotkut LLDPE-tuotteet ovat herkempiä lämmölle ja hajoamiselle, joissain olosuhteissa hajoamisaika voi olla lyhyimmillään vain 15 minuuttia. (10, s. 348; 16, s. 5.)

Geelien vähentämiseksi voi tehdä esimerkiksi seuraavia toimenpiteitä:

- tasaiset olosuhteet reaktorissa
- riittävä typen määrä prosessissa
- suojaus UV-säteilyltä
- riittävä annostelu ja lisäaineiden sekoitus

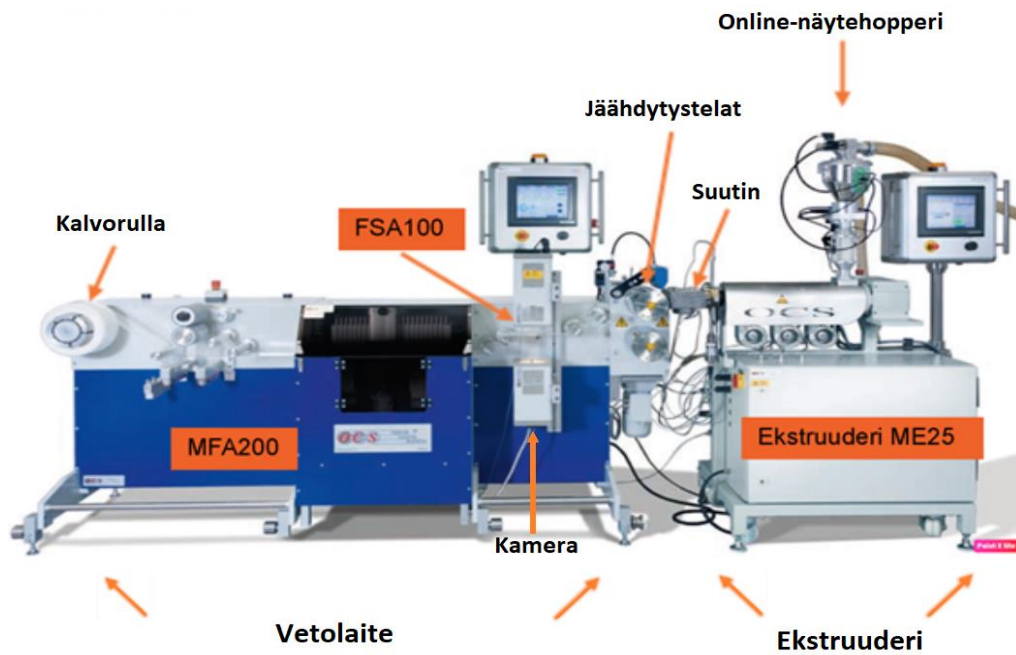
Geelien ilmaantuessa ekstruuderin sylinterin lämpötilaa ja residenssiaikaa voidaan säätää paremman homogeenisuuden saavuttamiseksi. Kuvassa 10 on esimerkki vianmääritykseen luodusta kaaviosta. (10, s. 348; 12, s. 839–840; 14, s. 2; 19.)



Kuva 10. Vuokaavio geeliongelmien vianmäärittämiseen ja geelien syntymisen ehkäisyyn (12, s. 836).

6 OCS-laitteisto

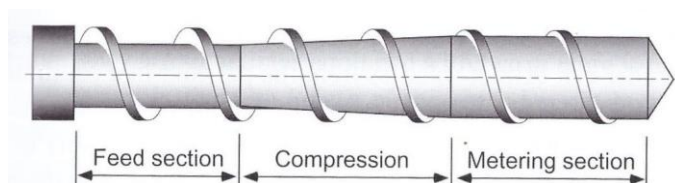
Filmin ajoon online-kontissa sekä laboratoriossa käytetään OCS-geelianalysaattoria, johon kuuluu muovintyöstökstruuder (V4; ruuvi 25/25D, 3:1), MFA 200 -vetolaite, jäähdyttäjät ja FSA 100 -analysaattori (kuva 11).



Kuva 11. Ekstruuder 25/25D, MFA 200 -vetolaite, jäähdyttäjät, FSA 100 -analysointori (20).

6.1 Ekstruuder

Ekstruuderissa (kuva 11) ruuvi työntää lämpövastusten aiheuttaman lämmön ja kitkan vaikutuksesta sulavia pellettejä suuttimen läpi filmiksi vetolaitteelle, jonka teloilla sulamassa kiteytyy uudelleen. Pelletit syötetään ekstruuderin syöttösäiliön eli online-näytehopperin kautta. Sieltä pelletit valuvat painovoiman vaikutuksesta sylinteriin. Sylinterissä on ruuvi (kuva 12), jonka ruuvikanava on syöttövyöhykkeeltä leveämpi, mutta kapenee kompressiovyöhykkeelle ja vielä edelleen sekoitusvyöhykkeelle mentäessä. Suuttimelle tullessa muovi on sulanut ja sekoittunut. Suuttimessa filmi saa muodon, ja se kiteytyy telalle mentäessä. (12, s. 15.)

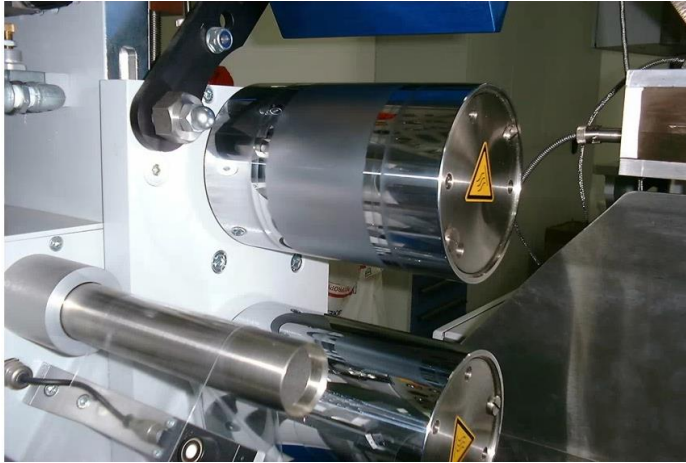


Kuva 12. Ekstruuderin ruuvi (12, s. 15).

Ekstruuderissa on viisi lämpötilavyöhykettä syöttöalueelta sylinterin suuntaisesti suuttimelle saakka. Lämpötilat on säädetty tuotekohtaisesti. Korkean sulaindeksin tuotteet vaativat korkeammat sulamislämpötilat kuin matalan sulaindeksin tuotteet. Muita mitaussuureita ovat ruuvien kierrosnopeus, vääntö ja sulapaine ekstruuderissa. Parametrit näkyvät ekstruuderin näytössä numeerisesti ja graafisesti. Parametrejä tarkkailemalla voi seurata ekstruusion kulkua. Esimerkiksi painekäyrästä voi seurata koska tuote on vaihtunut ekstruuderissa. Paineen nousu korkeaksi voi myös tarkoittaa, että lämpötilaparametrit on säädetty liian mataliksi. Jäähdytys suoritetaan jäähdytyslaitteistolla. (21; 22.)

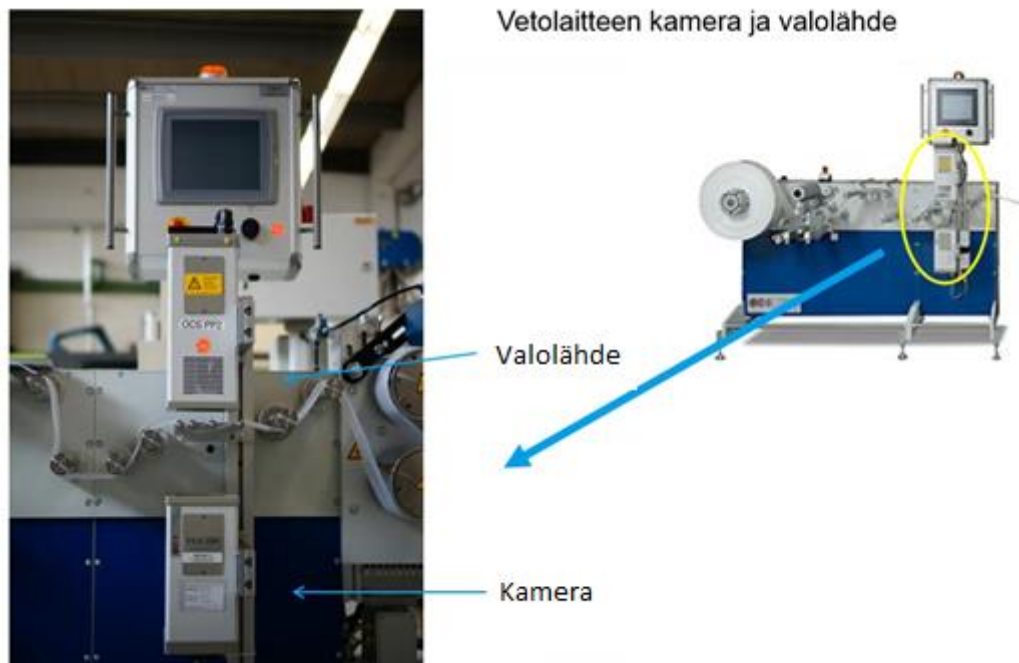
6.2 Vetolaite

Vetolaitteessa (kuva 11) filmi puristuu suuttimen muodon mukaan filmiksi pyöriville jäähdytysteloille. Telat (kuva 13) on säädetty harmonisoidussa menetelmässä määriteltyyn lämpötilaan tuotekohtaisesti. Kiteytyminen alkaa heti sulamassan saavuttua ilmaan ja jatkuu telan pinnalla. Telan lämpötila vaikuttaa kiteytymiseen ja siten myös filmin sameuteen. Telan väärä lämpötila saattaa aiheuttaa kuviointia filmissä, mikä vaikuttaa filmin kirrkauteen ja mittaustuloksiin. Lisäksi telalle on asennettu paineilmalla toimiva puhallin. Sen pitää olla säädetty juuri oikeaan asentoon, jotta kiteytyminen tapahtuu oikein. Jos puhallin on väärässä asennossa, filmiin saattaa syntyä ryppyjä. Jos puhallin on suunnattu liikaa suuttimen suuntaan, suuttimessa saattaa tapahtua hapettumista, mikä aiheuttaa silloittumista ja saattaa näin synnyttää geelejä. Telojen sekä ekstruuderin lämpötilat on harmonisoitu menetelmässä, mutta ekstruuderin kierrosnopeutta voi optimoida tuoton säätämiseksi. Telojen kierrosnopeutta muuttamalla saadaan filmi säädettyä oikean paksuiseksi. Tuoton ja filmin paksuuden pitää olla toistettavuuden vuoksi vakiot. (21; 22.)



Kuva 13. Vetolaitteen jäähdytystelat ja niiden yläpuolelle sijoitettu puhallin (17).

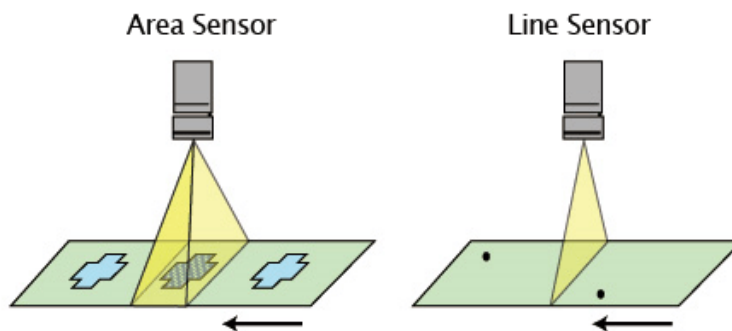
Kiteytyttyään teloilla filmi ajetaan CCD-kameran (kuva 14) ja sitä vastaan kohtisuorassa olevan valolähteen välistä (kuva 14). Kamera kuvaa geelit ja kontaminaatiot filmistä. (17; 21.)



Kuva 14. Vetolaitteen kamerayksikkö ja vastakkaiselle puolelle sijoitettu valolähde (17).

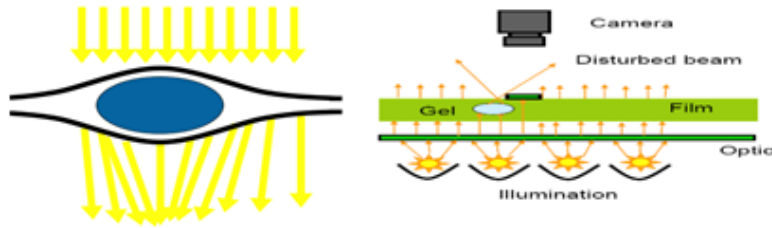
Tela naarmuuntuu helposti ja naarmut vaikuttavat mittaustuloksiin. Laadunvalvontalaboratoriossa on tehty lämpötilatestejä. Testeissä havaittiin (liite 2), että telan lämpötilaa nostettaessa ohjelma tulkitsi telan naarmuja löydöksiksi, varsinkin kirkkaiden filmilaatujen kohdalla. Kun telalämpöä nostettiin liian korkeaksi, filmi alkoi hajota löydösten ympäriltä. Telan lämpötila vaikuttaa kalvon kiteytymiseen ja filmin sameuteen. Telojen lämpötilat on harmonisoitu tuotekohtaisesti.

FSA 100 on filmin pinnan tutkimiseen soveltuva analysaattori. Korkearesoluutioinen CCD-viivakamera (kuva 15) kuvaa filmin pintaa, ja filmin vastakkaisella puolella on LED-valolähde. Laadunvalvontalaboratoriossa vastaavissa laitteissa on ollut käytössä halogeenilamppu.



Kuva 15. Pinta-allasensori ja viivasensori (23).

Viivakamera ottaa kuvan yhden pikselin levyisestä viivamaisesta pikselijonosta poikittain filmiä vasten. Analysaattori yhdistelee kuvaa viivakameran kuvaamasta pikselijonosta käyttäen gray value -arvojen vaihtelua välillä 0 (musta) – 255 (valkoinen). Geeli aiheuttaa filmin pinnassa muodonmuutoksen. Muodonmuutos hajottaa valolähteen tuottaman valon pois päin kamerasta, ja kamera ei havaitse valonsädettä (kuva16). Näin syntyy tumma kohta filmiin. Tummia kohtia syntyy myös, jos valo ei läpäise filmiä, esimerkiksi, jos kysymyksessä on kontaminaatio. (17; 21.)



Kuva 16. Valon taittuminen geelissä (17).

Kun filmissä ei ole geelejä tai kontaminaatioita, valo läpäisee filmin kokonaan. Silloin läpäisevyys on 100 %. Kun filmissä on virhe, geeli tai kontaminaatio, valon läpäisevyys putoaa kyseisissä pikseleissä tietyn rajan (%) alapuolelle. Niistä pikseleistä, joiden valon läpäisy on prosentuaalisesti riittävän pieni, muodostuu kuva, josta näkee geelin tai kontaminaation muodon. Kameralle on määritetty kaksi herkkyysaluetta gray value -arvojen mukaan, toinen geeleille, toinen kontaminaatioille. Geelien herkkyysarvo on hieman korkeampi, koska ne läpäisevät valoa enemmän kuin kontaminaatiot. F+I eli kuidut ja epähomogeenisuudet mitataan pituuden suhteen. Kameran kuvan tarkkuutta, heijastumisesta aiheutuvaa muotovirhettä voi tutkia vertaamalla mikroskoopilla samasta geelistä otettuun kuvaan. (17; 21.)

Tuloksiin vaikuttavat

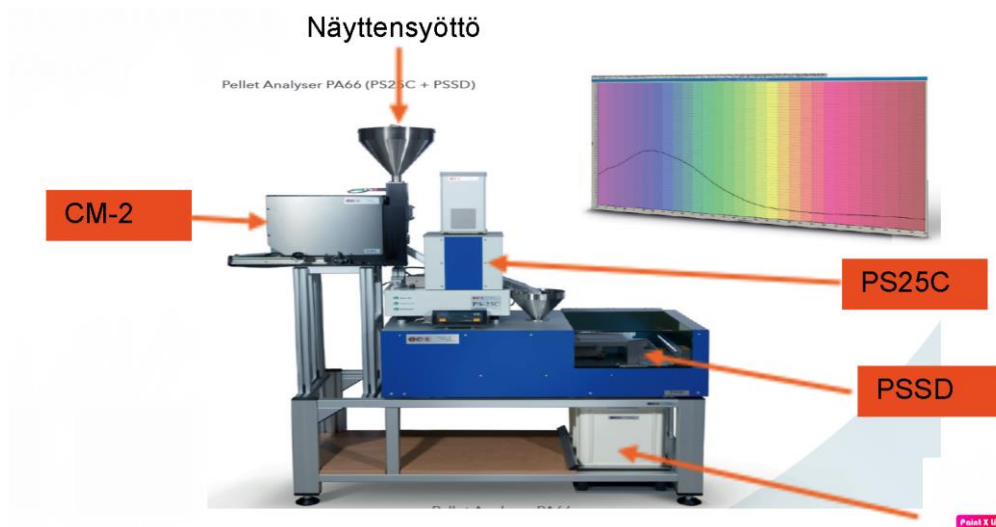
- kalvon paksuus
- lämpötilaprofiili
- jäädytystelan lämpötila ja kunto
- sulapaine ekstruuderissa
- ruuvien mitoitus
- laitteen puhtaus (ekstruuderin, suutin, telat)
- ilmatarhan käyttö ja asento
- kalvon kireys
- tuotteen epähomogeenisuus.

Luonnollisesti myös tuotteen puhtaus vaikuttaa tuloksiin. Jos mitattava raaka-aine ei ole ehtinyt kokonaan vaihtua ekstruuderissa, tai sekaan on päätenyt esimerkiksi sinne kuumatonta ainesta, tulokset ovat poikkeavia. (17.)

Lopuksi filmi kerätään rullalle. Filmin kireyttä voi säädellä. Jos filmi on esimerkiksi liian löysällä, filmi saattaa alkaa väristä.

6.3 Pellettigeometria-analysaattori

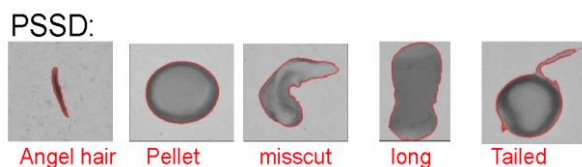
Lisäksi online-kontissa on (PA66, PS-25C, PSSD) pellettigeometria- ja kontaminaatiolaite värimittarilla (kuva 17).



Kuva 17. Analysaattorilaitteisto pellettigeometrian, kontaminaatioiden, sekä värin mittaukseen (20).

Pellettigeometria on analyysi pellettien muodosta ja muotoon liittyvien mahdollisten virheiden analysoinnista. Kontaminaatiot ovat värivirheitä pelleteissä. Värimittarilla mitataan keltaisuusindeksi. (22.)

Kuvasta 18 näkee, miten pellettigeometria-analysaattori luokittelee löydökset.



Kuva 18. Pellettigeometria (20).

Kuvassa 19 näkee esimerkkinä kameran kuvaamia kontaminaatioita.

PS25C (pellet scan contamination)

1. **Dark defects:** tummat-mustat löydökset



2. **Discoloured:** keltaisen-ruskean sävyiset löydökset (~hapettumat)

3. **Other defects:** kaikki loput löydökset, joita ei luokitella dark defects tai discoloured



Kuva 19. Tummat, ruskeat ja muut löydökset (20).

7 OCS-mittaukset

7.1 Geelien ja kontaminaatioiden luokittelu OCS-mittauksissa

Mittaustuloksien vertailussa käytetyt online-geeliansaattori ja laadunvalvontalaboratorion geeliansaattori ovat Optical Control Systems GmbH:n (OCS) valmistamia. Löydösten luokittelutapoja voi olla erilaisia, mutta OCS-mittauksissa löydökset luokitellaan kolmeen eri luokkaan:

- geelit
- kontaminaatiot
- F+I (Fibers and Inhomogenities) (17).

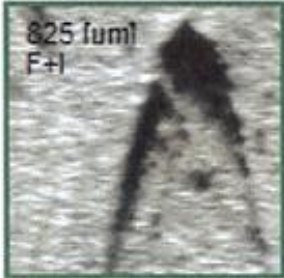

Geeli luokitellaan myös OCS-mittauksissa moolimassaltaan suuremmaksi polymeerikasautumaksi, jonka sulaindeksi on muuhun näytteeseen nähden suurempi, mutta ei eroa väriltään ympäröivästä matriisisista, eli ei ole kontaminaatio. (12, s. 837; 17; 21).

Lisäksi geelit jaetaan neljään eri kokoluokkaan:

- 100–299 μm
- 300–599 μm
- 600–1000 μm
- > 1 000 μm

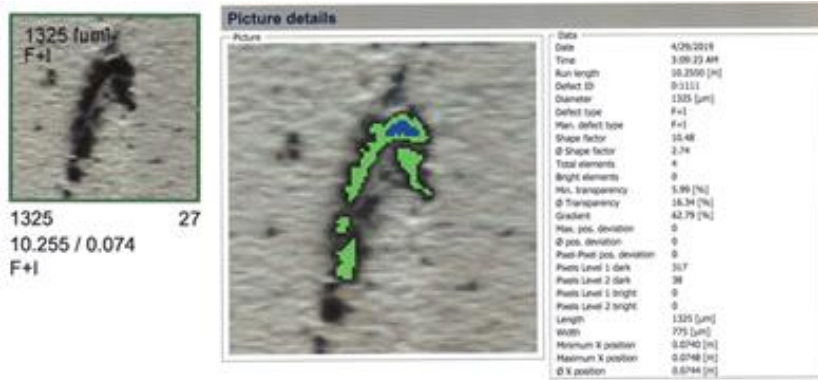
Kontaminaatiot määritellään virheiksi, jotka poikkeavat kalvon väristä. Kontaminaatiot läpäisevät valoa heikosti. (17; 21.)

Jos löydöksen muotokerroin eli shape factor -arvo on yli määritellyn rajan, geeli luokitellaan luokkaan F+I (Fibers and Inhomogenities). Muotokertoimesta löytyy lisää tietoa edempänä. F+I ilmoitetaan mittaustuloksissa välillä yhteisnimellä Others. Kuidut ovat pitkiä ja ohuita virheitä, jotka ovat suuntautuneet ekstruusiovirran mukaisesti. Kuidut (kuva20) ohjelma luokittelee pituuden mukaan. Epähomogeeniset löydökset ovat niin sanottuja V:n muotoisia virheitä pienellä alueella, mikä tarkoittaa, että tuotteessa on sulaindeksieroja. Niistä käytetään joskus nimitystä nuolenkärki (kuva 20). (17; 21.)

		
Defect size [μm]	825	9
Position [m]	0.063 / 0.069	10.313 / 0.014
Defect type	F+I	F+I

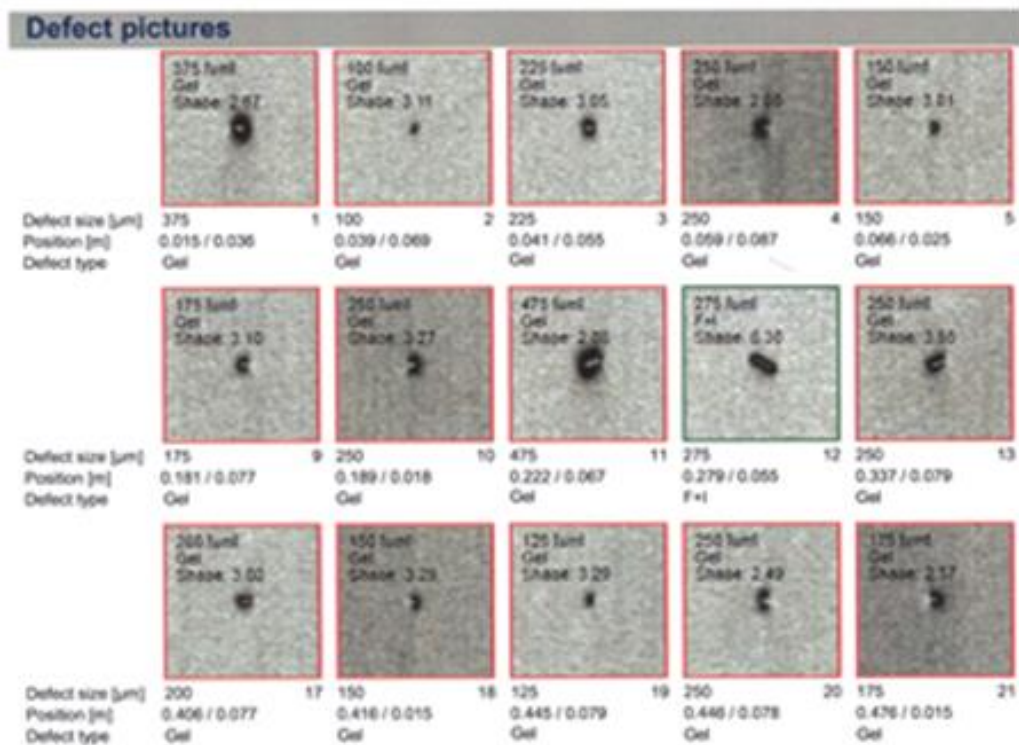
Kuva 20. Nuolenkärki vasemmalla ja oikealla tyypillinen kuitu.

Ohjelma erottelee geelit ja kontaminaatiot pikselien herkkyysalueiden mukaan. Geelien herkkyysraja on korkeampi, koska ne läpäisevät valoa enemmän kuin kontaminaatiot. Kuvassa 21 nähdään kuinka ohjelma kuvaa herkkyysalueiden pikselit valon läpäisevyyden perusteella eri värisinä. Vihreä väri kertoo löydöksen luokittelusta geeliksi ja jos sinisen määrä ylittää tietyn rajan, löydös luokitellaan kontaminaatioksi. (17; 21.)



Kuva 21. Pitkulainen kuitu. Kuva herkkyyalueita kuvaavista väleistä.

Kuvassa 22 on esimerkki analysointiohjelman ottamista kuvista. Kuvan mittaustuloksista voi havaita, miten löydökset luokitellaan geeleiksi tai luokkaan F+I muotokertoimen mukaan. Jos muotokertoimen arvo ylittää tietyn rajan, löydös luokitellaan F+I:ksi.



Kuva 22. Kuvan löydökset ohjelma luokittelee luokkiin geelit ja F+I muotokertoimen avulla.

7.2 Muotokerroin eli shape factor

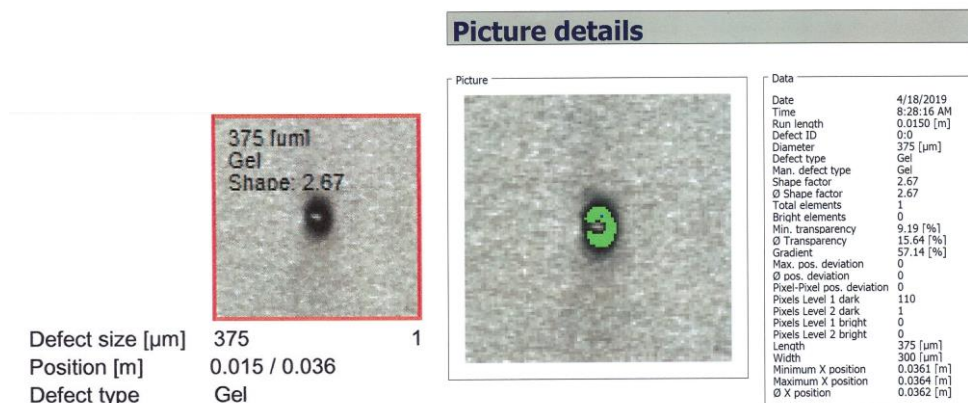
Ohjelma lajittelee löydöksiä käyttäen shape factor -kaavaa (21).

$$\text{Shape factor} = \frac{\text{Defect circumference}^2}{4 \times \pi \times \text{Defect area}} \quad (1)$$

Defect circumference on löydöksen ympärysmitta, joka lasketaan kaavalla $2\pi r$. Defect area on löydöksen ala, joka lasketaan πr^2 . Jos kysymyksessä on ympyrä, tulokseksi saadaan 1.

$$\text{Shape factor} = \frac{(2 \times \pi \times r)^2}{4 \times \pi \times \text{Defect area}} = \frac{(2 \times \pi \times r)^2}{4 \times \pi \times \pi \times r^2} = \frac{4 \times \pi^2 \times r^2}{4 \times \pi \times \pi \times r^2} = 1 \quad (2)$$

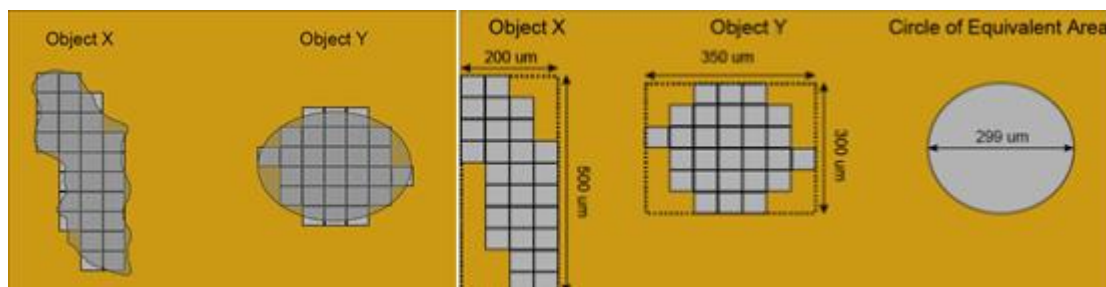
Mittauksia tehdessä on huomattu, että valon taitumisesta johtuen geelin muoto ei pikseleinä kuvattuna vastaa täysin todellisuutta. Löydösten sisälle jää kohtia, joissa pikselin gray value -arvo on liian pieni, että laite tunnistaisi ne geeliin kuuluviksi pikseleiksi. Näin ollen löydöksen muotokerroin saattaa saada joskus liian suuria arvoja. Kuvassa 23 näkee, että shape factorin saama arvo on liian suuri (2,67). Koska geeli on lähes ympyrän muotoinen, shape factor -arvon pitäisi olla lähempänä yhtä.



Kuva 23. Geelin shape factor -arvo on 2,67, vaikka geeli on lähempänä ympyrän muotoa.

7.3 Löydösten koon laskeminen

Circle-menetelmä on paranneltu mittaustapa mitata geelien oikeaa kokoa. Aiemmin geelien ja kontaminaatioiden koot määriteltiin löydöksen pisimmän dimension mukaan, mutta uusi tapa kertoo geelien koon tarkemmin. Circle-menetelmä mittaa pikseleiden määrän ja muuntaa sen ympyrän muotoon. Ympyrästä lasketaan halkaisija, joka määrittelee löydöksen koon. Pienin mitattava koko on 100 µm. (17.)



Kuva 24. Circle-menetelmällä pikselit muodostavat kuvasta ympyrän (17).

8 OLPA-kontin käyttöönotto

PE-tuotantolaitokselle asennettiin uudet online-laitteet parantamaan tuotteiden laadun seuranta ja nopeuttamaan prosessin ohjausta. Laitteet on asennettu modifioituun merikonttiin tuotannon siirtolinjojen välittömään läheisyyteen. Laitteisiin kuuluu OCS-geelianalysaattori, joka koostuu ekstruuderista ja tela- ja vetolaitteesta. OLPA-konttiin on asennettu myös PA66-analysaattori pellettigeometrian ja kontaminaatioiden analysointia varten. Värimittarilla voidaan mitata sekä $I^*/a^*/b^*$ -arvoja että keltaisuusindeksiä. PTS-järjestelmän avulla näytteet otetaan automaattisesti näytteenottimilla, jotka on asennettu siirtolinjoihin. Laitteisto mittaa näytteet ja mittaustulokset saadaan nopeasti tuotannon ohjaukseen. PTS-järjestelmän avulla näytteitä voidaan kerätä kontissa sijaitsevaan näytteenottosäiliöön, jotta niistä voitaisiin tehdä analyysit laboratoriossa tarvittaessa. Toinen vastaavanlainen näytesäiliö kontissa mahdollistaa SPC-materiaalin offline-ajot OLPA-kontissa ekstruuderin käyttökunnon ja puhtauden varmistamiseksi. Näytesäiliöitä voi myös käyttää läpiajomateriaalin ajoon, kun näytteenotto siirtolinjasta ei ole mahdollista.

8.1 OLPA-kontin asennus

Laitevalmistajan valtuuttamat asentajat asensivat kontin ja laitteiston. Kontti tasapainotettiin tarkasti. Sisäilmakierto on suunniteltu siten, että lämpötila on mittauksissa aina vakio. Konttiin asennettiin instrumenttipaineilma, sähköyhteydet sekä datayhteydet ohjaamoon. Näytteenottimet asennettiin kiinni tuotannon siirtolinjastoon. Lopuksi analysaattoreilla suoritettiin testiajoja ja niiden toimintakunto varmistettiin.

8.2 SPC-ajot ja validointi

OLPA-kontissa aloitettiin heti asennuksen jälkeen validointi. Validoinnilla varmistetaan, että analysointimenetelmä täyttää määritellyt käyttövaatimukset. Tilastollisia työkaluja, kuten SPC (Statistical Process Control), voidaan käyttää validoinnin apuna.

SPC eli tilastollinen prosessin ohjaus on tilastollinen työkalu, jonka avulla seurataan tuotantoprosessin toimintaa laadunvalvonnassa. Tässä tapauksessa prosessi tarkoittaa OCS-geelianalysointia. SPC-seurannan tarkoitus on vähentää prosessin vaihtelua ja tarkkailla laitteen kuntoa. SPC-mittausten perusteella määritetään valvontakortin mittausrajat. Valvontakorttia käytetään seurantatyökaluna laadunvalvonnassa. Valvontakortilla tunnistetaan mittaustulosten epätavalliset vaihtelut ja voidaan seurata analysointilaitteen mittaustulosten luotettavuutta. Valvontakortissa on keskiviiva ja sen molemmilla puolilla määritellyjä valvontarajoja, joiden avulla mittaustulosten vaihtelua seurataan. OLPA-kontissa SPC-ajojen mittaustuloksia ehdittiin saada opinnäytetyön aikana 12 kpl. (22.)

SPC-menetelmään kuuluvia tilastollisia tunnuslukuja ovat satunnainen vaihtelu, normaali jakauma, vaihteluväli, keskihajonta ja suhteellinen keskihajonta. Suhteellinen keskihajonta kertoo menetelmän toistettavuudesta. Toistotarkkuus kuvaa samoissa olosuhteissa, samalla menetelmällä tehtyjä riippumattomien tulosten vastaavuutta. Toistotarkkuuden määrittelyllä voidaan pienentää systemaattisia virheitä.

8.3 Tuotekohtaiset testiajot ja geelianalysointin parametrien optimointi

Testiajojen tarkoituksena oli saada online-geelianalysointin mittaustuloksia vertailuun laboratorion geelianalysointin mittaustulosten kanssa. Tuotteet ovat ominaisuuksiltaan erilaisia, joten geelianalysointin säädöt optimoitiin tuotekohtaisesti testiajojen aikana.

Tuotekohtaisia testiajoja tehtiin online-geelianalysointilla viisi kappaletta joka tuotteesta. Tuotelaatua valittiin testeihin kymmenen, joten yhteensä testiajoja oli siis viisikymmentä. Testiajoihin materiaali saatiin laadunvalvontalaboratoriossa säilytetyistä näytesäkeistä. Niistä oli tehty laadunvalvonta-analyysit aiemmin laboratorion geelianalysointilla. Näin saatiin vertailtua online-geelianalysointin ja laadunvalvontalaboratorion geelianalysointin mittaustulosten eroja. Kaikissa tuotteiden mittauksissa käytetään online-kontissa circle-menetelmää. Myös laadunvalvontalaboratorion tulokset oli laskettu käyttäen circle-menetelmää. Yksi testiajo kestää siihen kuuluvine toimenpiteineen noin 50min.

Geelianalysointin tuotekohtainen optimointi tarkoittaa ekstruuderin ruuvien ja vetolaitteen telojen kierrosnopeuksien asetusten säätöä tuotekohtaisiin ominaisuuksiin sopiviksi. Tuotteet ovat erilaisia esimerkiksi tiheydeltään ja sulaindeksiltään. Jokaiselle tuotteelle asetettiin harmonisoidun menetelmän mukaiset lämpötilat ekstruuderille, suuttimelle ja telalle. Filmin tuotto optimoitiin ekstruuderin kierrosnopeutta säätämällä. Filmin tuotto säädetään määrättyyn asetukseen, sillä laskennallisesti mittaustulokset ilmoitetaan geelien määränä kilogrammaa kohden. Filmin paksuus optimoitiin telan nopeutta säätämällä. Filmin paksuuden pitää olla vakio testien toistettavuuden vuoksi.

8.4 Online-ajot ja SPC-ajot

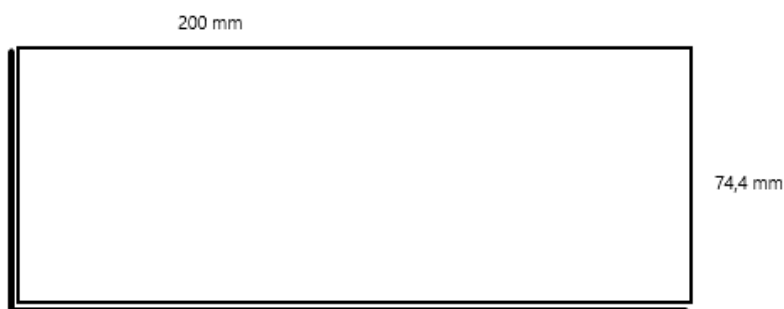
Opinnäytetyön aikana ehdittiin ajamaan vain muutama online-testiajo suoraan tuotannon siirtolinjasta. Testiajon aikana kerättiin siirtolinjastosta näytteitä talteen erilliseen näytesäiliöön. Näitä näytteitä kutsutaan spot-näytteiksi. Säiliöön kerätyt näytteet mitattiin myöhemmin laadunvalvontalaboratorion geelianalysointilla.

Näytteiden otoskoko ja näytteenottojen välistä aikaa siirtolinjasta voi säädellä. Näytteiden online-otoskoko olisi hyvä olla pieni ja näytteenottojen välinen aika lyhyt. Näin saadaan edustavampi otos kuin jos näytteiden otoskoko on suuri ja näytteenottojen välinen aika on pitkä. Siirtolinjaan asennetusta näytteenottimesta näyte saapuu ensin konttiin ja sitten kuivaimien ja putkistojen kautta ekstruuderin läpi kameralle. Kontissa laskettiin pellettivirran läpimenoaika näytteen ottohetken ja mitatun online-tuloksen välisen viiveen määrittämiseksi.

OLPA-kontissa suoritetun validoinnin yhteydessä ajettiin online-geelianaalysaattorilla myös SPC-ajoja. SPC-materiaalina käytettiin samaa materiaalia samasta erästä kuin laadunvalvontalaboratoriossa. Online-geelianaalysaattorin ja laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin SPC-mittaustulosten välisistä eroista voitiin tämän vuoksi tehdä myös vertailuja.

8.5 Filmin paksuus

Insinööriyössä tutkittiin myös filmin paksuuden määrityskaavaa tiheys huomioon ottaen. Filmin paksuus säädetään analyyseihin vakioksi. FSA 100 -kamera kuvaa pikselijonoa filmin keskeltä leveydeltä 74,4 mm. Kameran mittausalueelta keskeltä filmiä otetaan näyte sapluunalla, jonka mitat ovat 200 mm * 74.4 mm (kuva 25).



Kuva 25. Sapluuna mittoineen. Filmin kulkusuunta vaakatasossa.

Filmin paksuus: y

Sapluunan pinta-ala: $A = 200\text{mm} \times 74,4\text{mm}$ (3)

Sapluunalla leikatun filmin palan tilavuus: $V = A \times y$ (4)

Tiheyden kaava: $\rho = \frac{m}{V}$ (5)

$$\begin{aligned} \Rightarrow y &= \frac{m}{A\rho} = \frac{m}{200\text{mm} \times 74,4\text{mm} \times \rho} & (4) \\ &= \frac{m}{14880\text{mm} \times \rho} \end{aligned}$$

Kaavaa muunnetaan tiheysyksikön mukaan siten, että vastaus saadaan mikrometreinä.

Näin saadaan kaavaksi $y = \frac{10^6 \times m [g]}{14880\text{mm} \times \rho [g/dm^3]}$ (6)

Sievennetään 200:lla $y = \frac{5000\text{mm} \times m [g]}{74,4\text{mm} \times \rho [g/dm^3]} = \text{vastaus } [\mu\text{m}]$ (7)

Kun nyt punnitaan vaa-alla sapluunasta leikatun filmin massa [g] ja selvitetään muovilaadun tiheys [g/dm³], kaavaan sijoittamalla saadaan tulos [μm]. Kaava laadittiin laboratoriomittausohjeeksi.

9 Tulokset

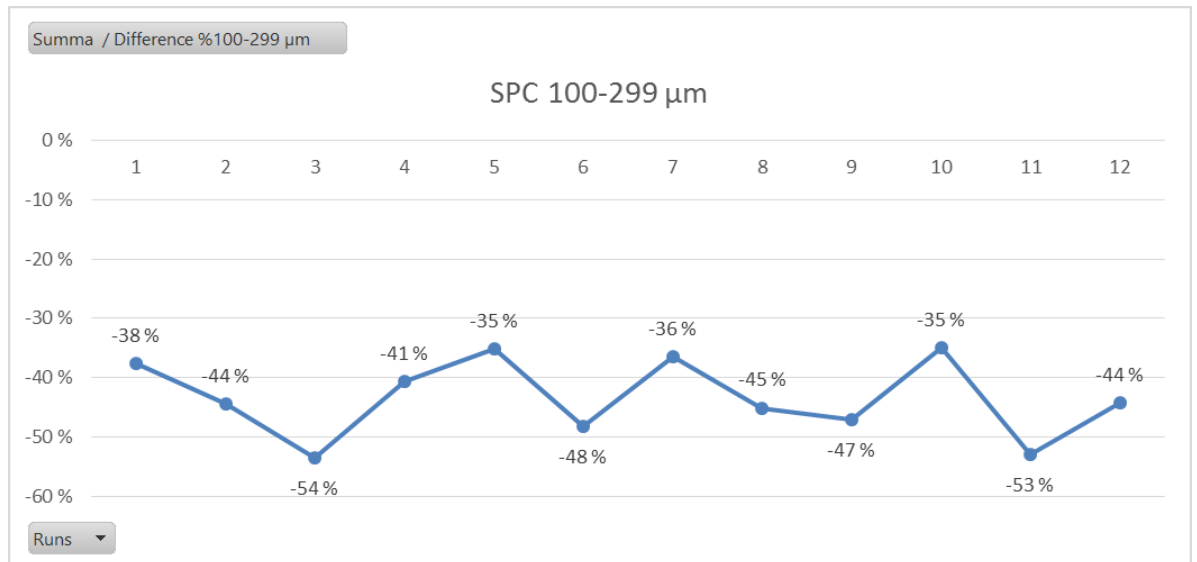
9.1 SPC-tulokset

OLPA-kontin SPC-mittauksissa käytettiin samaa SPC-materiaalia kuin laadunvalvontalaboratoriossa. SPC-materiaali on melko tasalaatuista geelien suhteen. Tuloksissa vertaillaan geelejä kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä myös F+I-löydöksiä. Vertailu on havainnollistettu OLPA-kontin geelianaalysaattorin mittaustulosten prosentuaalisena erona laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin mittaustuloksiin. Suurimpien geelien kokoluokkien 600–999 µm ja yli 1 000 µm, eikä myöskään kontaminaatioiden vertailua voitu tehdä löydösten vähyyden vuoksi. SPC-mittaustulokset ilmoitetaan kpl/m². Prosentuaalinen vertailusuhde säilyy kuitenkin samana, kun tulokset ilmoitetaan kpl/kg. Geelien kokoluokan 100–299 µm mittaustulokset ovat nähtävissä taulukossa 1.

Taulukko 1. SPC-materiaalissa mitattujen geelien määrän vertailu kokoluokassa 100–299 µm.

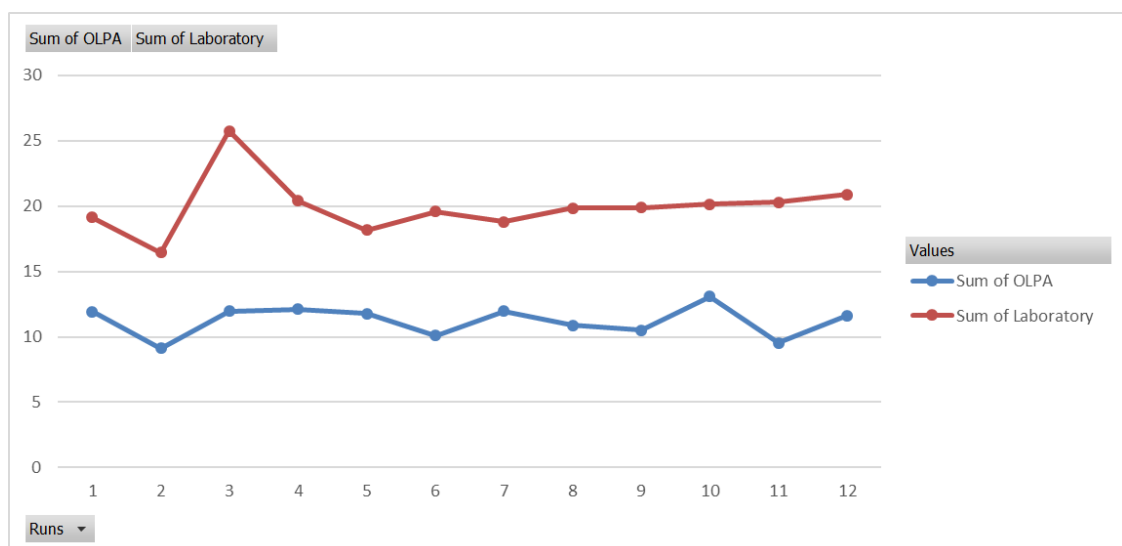
SPC			
Runs	OLPA 100-299 µm [pcs/m ²]	Laboratory 100-299 µm [pcs/m ²]	Difference % 100-299 µm
1	11,9	19,1	-38 %
2	9,1	16,4	-44 %
3	12,0	25,8	-54 %
4	12,1	20,4	-41 %
5	11,8	18,2	-35 %
6	10,1	19,6	-48 %
7	12,0	18,8	-36 %
8	10,9	19,8	-45 %
9	10,5	19,9	-47 %
10	13,1	20,1	-35 %
11	9,5	20,3	-53 %
12	11,6	20,9	-44 %
Keskiarvo [pcs/m ²]			-43 %
Stdev [pcs/m ²]	1,18	2,19	
RSD [%]	0,88 %	0,91 %	

Online-geelianaalysaattorin mittaustuloksissa mittauserojen keskiarvot ovat keskimäärin 43 prosenttia pienempiä kuin laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorissa. Kuva 30 havainnollistaa prosentuaaliset erot graafisesti.



Kuva 26. Online-analysaattorin SPC-mittaustulosten prosentuaaliset erot laadunvalvontalaboratorion mittaustuloksista geeleistä kokoluokassa 100–299 μm .

Kuvassa 27 nähdään SPC-mittaustulosten erot geelien lukumäärissä [kpl/m^2] mitattuna. Kuva havainnollistaa säännönmukaiset erot mittaustuloksissa.



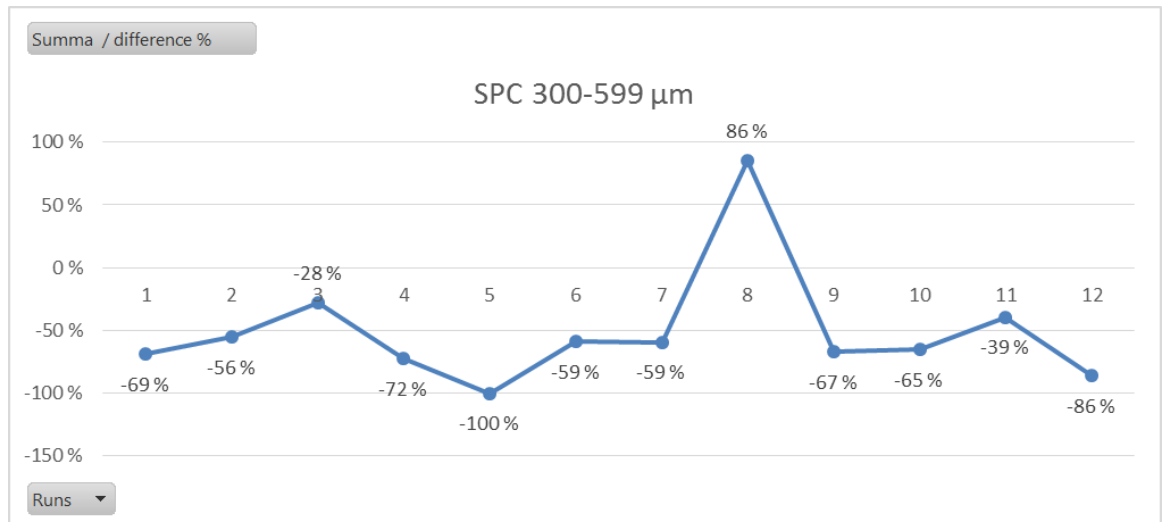
Kuva 27. SPC-mittaustulokset online-geelianaalysaattorilla ja laboratorion geelianaalysaattorilla geeleistä kokoluokassa 100–299 μm .

Geelien kokoluokassa 300–599 µm tehtyjen SPC-analyysien mittaustuloksissa prosentuaaliset erot ovat hieman suuremmat. Prosentuaalisten mittauserojen laskettu keskiarvo on -51 % (taulukko 2), eli online-geelianalysointori mittaa noin 51 % pienemmät tulokset verrattuna laboratorion geelianalysointiin. Geelilöydöksiä on kuitenkin niin vähän, ettei mittaustulosten prosentuaalinen keskiarvo ole kuin suuntaa antava tulos. Suurimmissa geelien kokoluokissa 600–599 µm tai yli 1 000 µm, löydöksiä ei ollut tarpeeksi vertailuun.

Taulukko 2. SPC-materiaalien geelien määrän vertailu kokoluokassa 300–599 µm.

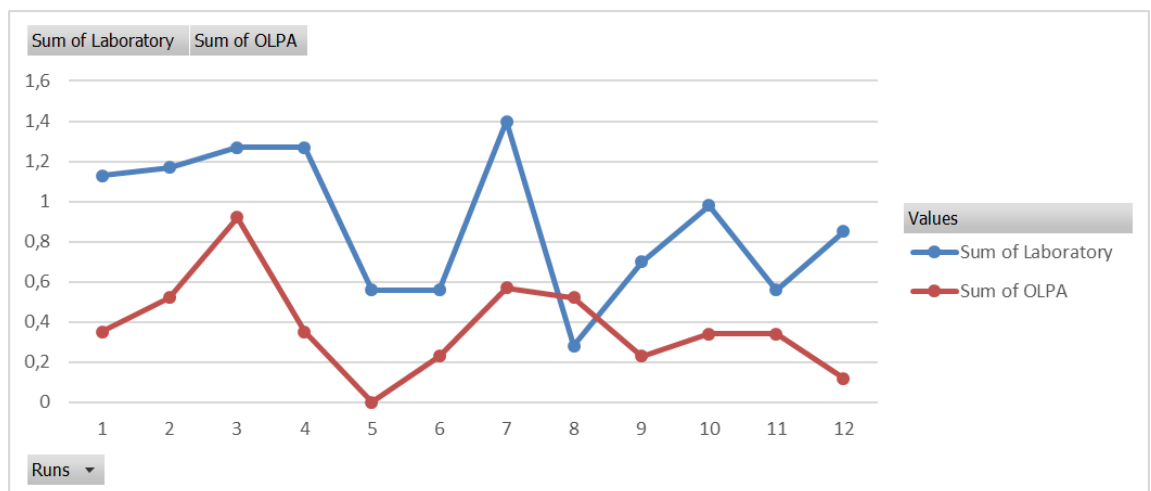
SPC			
Runs	OLPA 300-599 µm [pcs/m ²]	Laboratory 300-599 µm [pcs/m ²]	Difference % 300-599 µm
1	0,4	1,1	-69 %
2	0,5	1,2	-56 %
3	0,9	1,3	-28 %
4	0,4	1,3	-72 %
5	0,0	0,6	-100 %
6	0,2	0,6	-59 %
7	0,6	1,4	-59 %
8	0,5	0,3	86 %
9	0,2	0,7	-67 %
10	0,3	1,0	-65 %
11	0,3	0,6	-39 %
12	0,1	0,9	-86 %
Keskiarvo [pcs/m ²]			-51 %
Stdev [pcs/m ²]	0,24	0,36	
RSD [%]	5,32 %	3,36 %	

Kuvassa 28 on valittu graafisesti erilainen tapa kuvata mittauseroja, koska laadunvalvontalaboratorion SPC-ajossa numero 8 on mitattu poikkeuksellisesti vähemmän geelejä kuin online-kontin SPC-ajossa. Tämä erilainen tulos johtuu siitä, että geelien määrä on alhainen. Pienet heilunnat mittauksissa aiheuttavat suuria muutoksia tuloksiin. Voidaan myös tehdä havainto, että geelit eivät jakaudu tasaisesti näytteisiin.



Kuva 28. Online-analysaattorin SPC-mittaustulosten prosentuaaliset erot laadunvalvontalaboratorion mittaustuloksista geeleistä kokoluokassa 300-599 µm.

Kuvassa 30 on havainnollistettu SPC-mittaustulosten erot geelien määrissä [kpl/m²] mitattuna ja geelien kokoluokassa 300–599 µm. Koska geelilöydöksiä on vähän, ei säännönmukaisuutta pysty selkeästi toteamaan. Kuitenkin voi havaita laboratorion analysaattorin mittaustulosten olevan suurempia geelien suhteen kuin online-analysaattorilla mitatut tulokset.



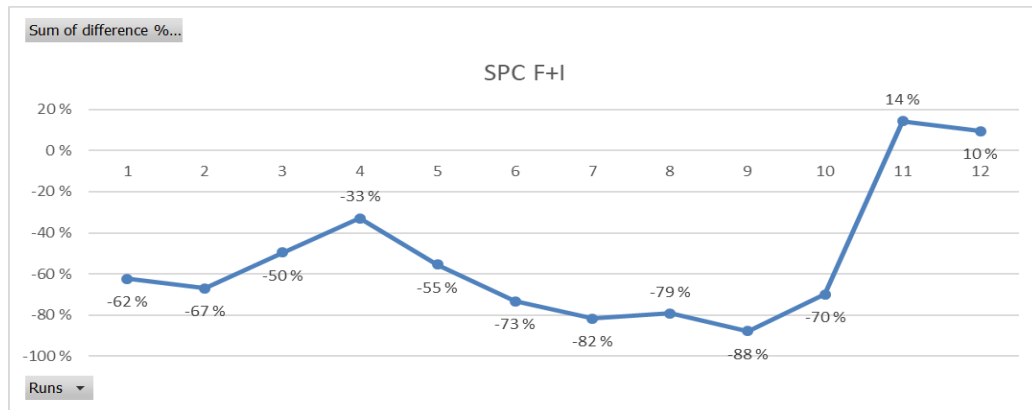
Kuva 29. SPC-mittaustulokset [kpl/m²] online-geelianaalysaattorilla ja laboratorion geelianaalysaattorilla geeleistä kokoluokassa 300–599 µm.

F+I-löydösten mittaustulokset ja mittaustulosten prosentuaaliset erot online-geelianaalysaattorin ja laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin välillä SPC-mittauksissa ovat nähtävissä taulukossa 3. Prosentuaalisten mittauserojen laskettu keskiarvo on -53 %, eli online-geelianaalysaattori mittaa noin 53 % pienemmät tulokset verrattuna laboratorion geelianaalysaattoriin. F+I-löydöksiä on kuitenkin niin vähän, ettei mittaustulosten prosentuaalinen keskiarvo ole kuin suuntaa antava tulos.

Taulukko 3. SPC-materiaalien F+I-löydösten vertailu.

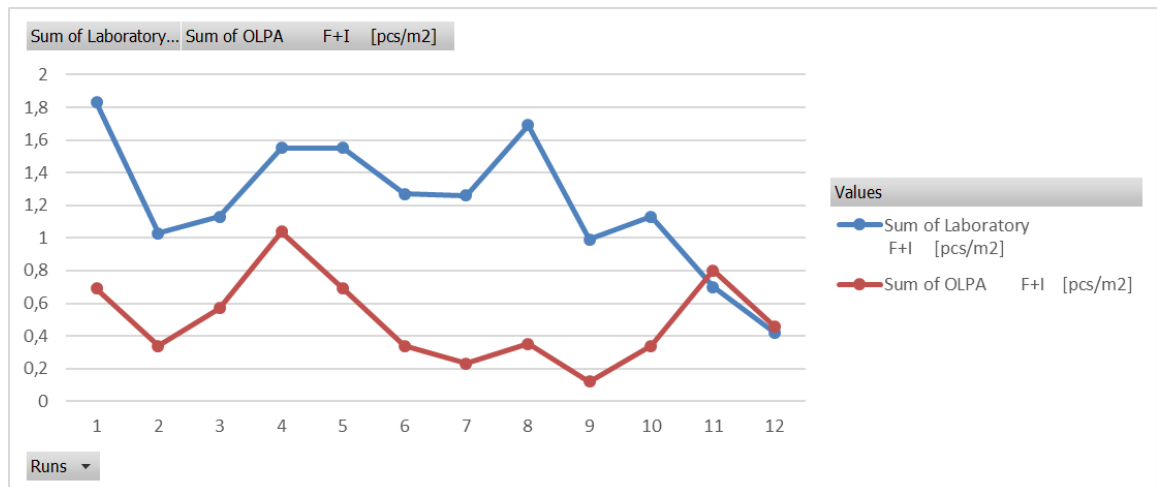
SPC			
Runs	OLPA F+I [pcs/m ²]	Laboratory F+I [pcs/m ²]	Difference % F+I
1	0,69	1,83	-62 %
2	0,34	1,03	-67 %
3	0,57	1,13	-50 %
4	1,04	1,55	-33 %
5	0,69	1,55	-55 %
6	0,34	1,27	-73 %
7	0,23	1,26	-82 %
8	0,35	1,69	-79 %
9	0,12	0,99	-88 %
10	0,34	1,13	-70 %
11	0,8	0,7	14 %
12	0,46	0,42	10 %
Keskiarvo [%]			-53 %
stdev [pcs/m ²]	0,27	0,41	
RSD [%]	4,45 %	2,80 %	

Kuvassa 30 on valittu myös graafisesti erilainen tapa kuvata mittauseroja, koska SPC-ajoissa 11 ja 12 on laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin mittaustuloksissa poikkeuksellisesti vähemmän F+I-löydöksiä kuin online-kontin geelianaalysaattorin mittaustuloksissa. Tämä erilainen tulos johtuu siitä, että F+I-löydöksiä on hyvin vähän.



Kuva 30. Online-analysaattorin SPC-mittaustulosten prosentuaaliset erot laadunvalvontalaboratorion mittaustuloksista F+I-löydöksistä.

Kuvassa 31 on havainnollistettu F+I-löydösten määrien [kpl/m²] ero mittaustuloksissa. Kuvasta voidaan havaita, että laadunvalvontalaboratorion analysaattorin mittaustulokset ovat enimmäkseen suurempia online-analysaattorin mittaustuloksiin verrattuna.



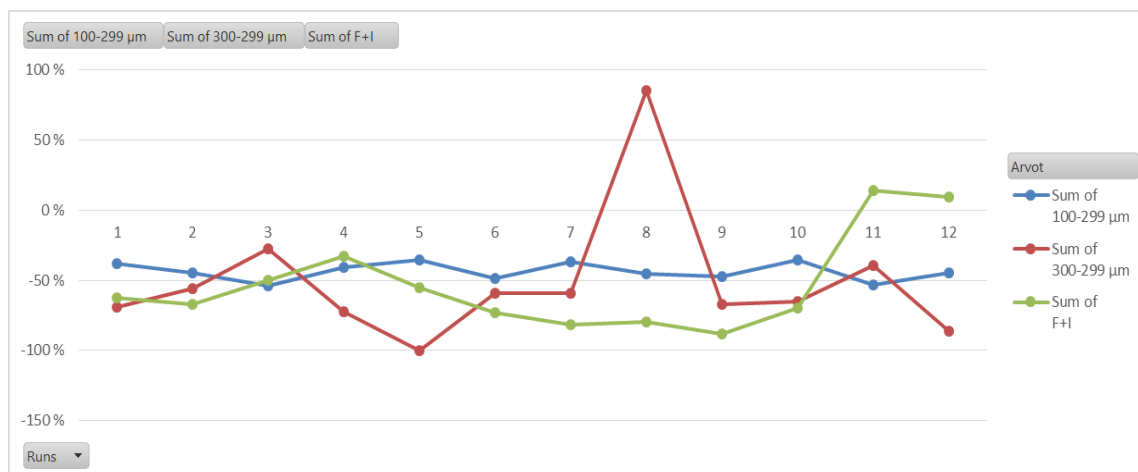
Kuva 31. SPC-mittaustulokset [kpl/m²] online-geelianaalysaattorilla ja laboratorion geelianaalysaattorilla F+I-löydöksistä.

Taulukossa 4 on koottu geelien kokoluokkien 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä myös F+I-löydösten SPC-mittaustulosten prosentuaaliset erot nähtäväksi samaan taulukkoon. Keskihajonnasta huomataan, että geelien kokoluokassa 100–299 µm prosentuaalisen eron (-43 %) suhteen on mahdollista tehdä jonkinlaisia johtopäätöksiä geelianaalysaattorien mittaustulosten eroista.

Taulukko 4. Analyysaattorien mittaustulosten prosentuaaliset erot SPC-materiaalissa geeleistä kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä F+I-löydöksissä.

Runs	Difference % 100-299 µm	Difference % 300-299 µm	Difference % F+I
1	-38 %	-69 %	-62 %
2	-44 %	-56 %	-67 %
3	-54 %	-28 %	-50 %
4	-41 %	-72 %	-33 %
5	-35 %	-100 %	-55 %
6	-48 %	-59 %	-73 %
7	-36 %	-59 %	-82 %
8	-45 %	86 %	-79 %
9	-47 %	-67 %	-88 %
10	-35 %	-65 %	-70 %
11	-53 %	-39 %	14 %
12	-44 %	-86 %	10 %
Keskiarvo %	-43 %	-51 %	-53 %
Stdev %	0,07	0,47	0,34

Kuvassa 32 on kuvattu graafisesti online-geelianaalysaattorin ja laboratorion geelianaalysaattorin SPC-mittaustulosten prosentuaaliset erot geelien kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä myös prosentuaaliset erot F+I-löydöksissä. F+I-löydöksiä ja geelejä kokoluokassa 300–599 µm on kumpiakin vähän, joten pienet muutokset aiheuttavat tuloksissa suuren hajonnan. Geelien kokoluokassa 100–299 µm hajonta on pienempää johtuen löydösten suuremmasta lukumäärästä.



Kuva 32. SPC-mittauksien tulosten prosentuaaliset erot geelien määrissä kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä F+I-löydöksissä.

9.2 Tuotekohtaiset tulokset

Tuotekohtaisiin ajoihin valittiin kymmenen tuotetta. Näytteet oli otettu talteen aiemmista laadunvalvontalaboratoriossa tehdyistä laadunvalvonta-analyyseistä. Mittauksien tulokset analyysistä saatiin laboratorion OCS-analysaattoriin tallennetuista tiedostoista. Online-kontissa samat näytteet ajettiin uudelleen. Näin saatiin verrattua laboratorion ja online-kontin analyysilaitteiden välisiä mittauseroja. Tuotteet on nimetty aakkosjärjestyksessä A:sta J:hin. Suurin osa tutkituista näytteistä oli otettu tuotannossa blenderistä sekoituksen jälkeen. Blender tarkoittaa sekoitussiltoa prosessin viimeisessä vaiheessa ennen varastointia. Osa näytteistä oli kuitenkin vertailun vuoksi kerta-näytteitä linjastosta, koska niistä tehdyistä analyysistä oli löydetty enemmän geelejä. Tämä aiheuttaa suurta hajontaa mittaustuloksissa.

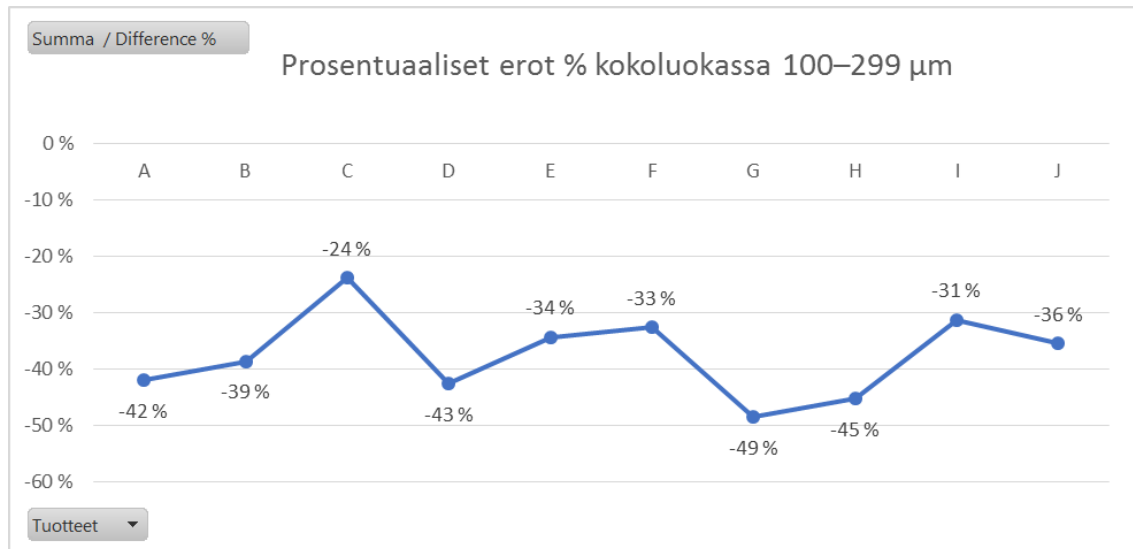
Suuret geelit ovat vahingollisimpia tuotteen laadun kannalta. Siksi laadunvalvonnassa keskitytään analyysissä ensisijaisesti suurimpien geelien määrän tarkkailuun. Tässä tutkimuksessa geelien kahdessa suurimmassa kokoluokassa, 600–999 µm ja yli 1 000 µm, löydösten määrä oli liian pieni tilastolliseen tarkasteluun. Mittauksien tulosten vertailuun valittiin tämän vuoksi kokoluokan 100–299 µm ja 300–599 µm geelitulokset. Lisäksi tarkasteltiin hieman F+I-tuloksia. Kontaminaatioita ei ollut tarpeeksi tutkittaviksi.

Kokoluokan 100–299 µm mittaustulokset on esitetty taulukossa 5. Suuren mittaustulosten hajonnan vuoksi on laskettu viiden tuotekohtaisen mittaustuloksen geelilöydösten summa sekä online-geelianaalysaattorin tuloksista, että laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin tuloksista. Näistä mittaustulosten summista on määritetty online-geelianaalysaattorin mittaustulosten prosentuaalinen ero laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin mittaustuloksiin verrattuna tuotekohtaisesti. Tuloksissa on laskettu myös prosentuaalisten mittauserojen keskiarvo. Keskimääräinen prosentuaalinen ero on -38 %. Tilastolliset tunnusluvut, kuten keskihajonta tai suhteellinen keskihajonta, eivät ole mielekkäitä analysoidessa näin suuren vaihtelun omaavia pieniä otoksia. Tuloksista voidaan havaita, että OLPA-kontin analysaattorin mittaustulokset ovat pienempiä laadunvalvontalaboratorion analysaattoriin verrattuna. Mittaustulokset geeleissä ja F+I-löydöksissä on ilmoitettu kappaletta kilogrammaa kohden.

Taulukko 5. Tuotekohtaisten mittaustulosten vertailu geeleistä kokoluokassa 100–299 µm.

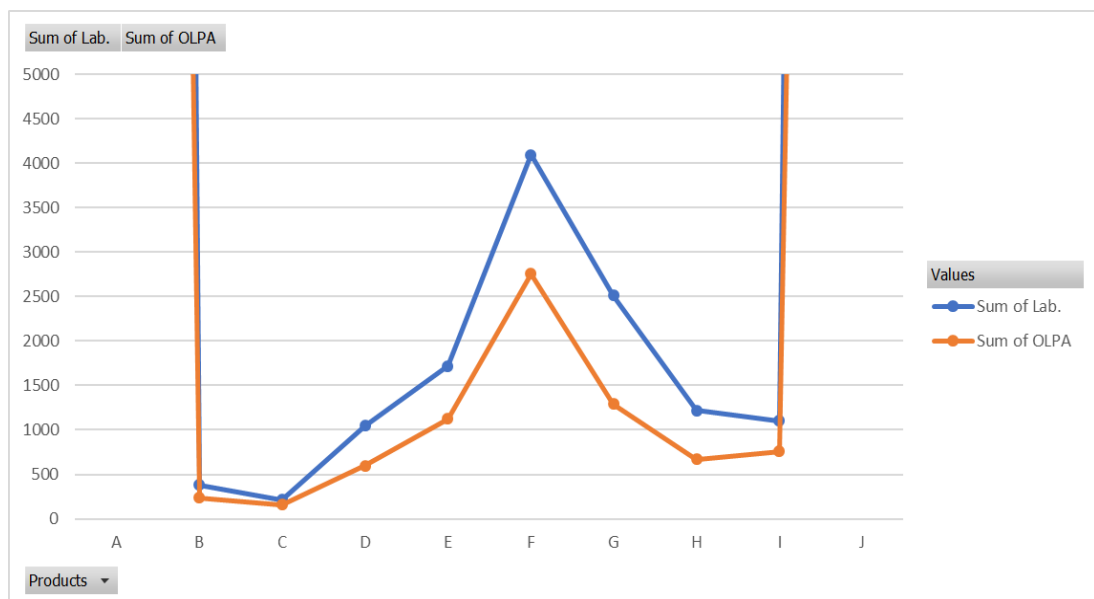
Products	OLPA 100-299 µm [pcs/kg]	Laboratory 100-299 µm [pcs/kg]	difference % 100-299 µm
A	108028	62606	-42 %
B	382	234	-39 %
C	211	161	-24 %
D	1045	598	-43 %
E	1718	1127	-34 %
F	4097	2756	-33 %
G	2511	1290	-49 %
H	1221	667	-45 %
I	1102	757	-31 %
J	77628	50048	-36 %
Keskiarvo [pcs/kg]			-38 %

Kuvassa 33 nähdään online-kontin geelianaalysaattorin mittaustulosten prosentuaalinen ero laboratorion geelianaalysaattorin mittaustuloksista geeleistä kokoluokassa 100–299 µm.



Kuva 33. Online-analysaattorin mittaustulosten prosentuaaliset erot laadunvalvontalaboratorion mittaustuloksista geeleistä kokoluokassa 100–299 µm.

Kuvassa 34 nähdään mittaustulosten erot geelien määrissä mitattuna kappaletta kiloa kohden. Koska geelien mittaustulokset tuotteissa A ja J ovat korkeat, mitta-asteikkoa on rajattu. Säännönmukaisuutta on havaittavissa, vaikka tuloksia on vain 5 kpl/tuote.



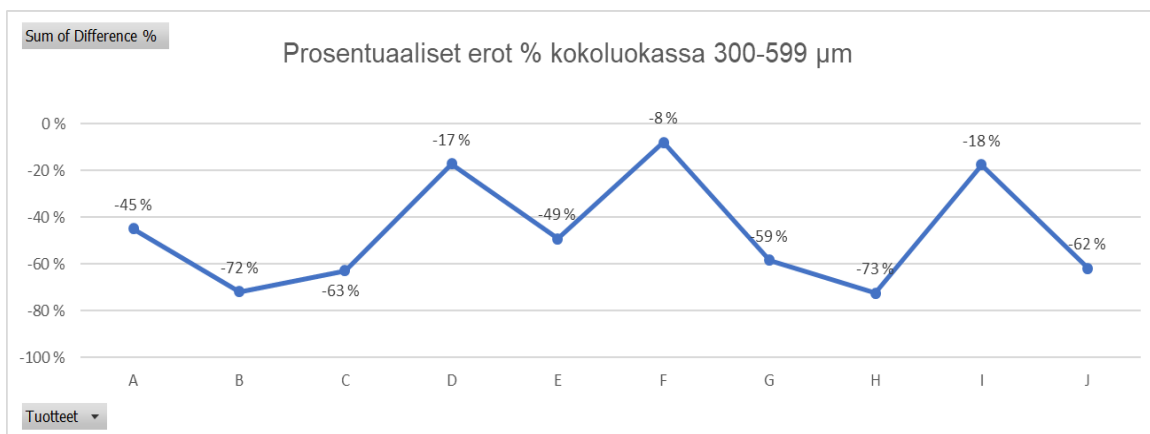
Kuva 34. Tuotekohtaiset mittaustulokset online-geelianaalysaattorilla ja laboratorion geelianaalysaattorilla geeleistä kokoluokassa 100–299 µm. Mitta-asteikkoa on rajattu, koska tuotteissa A ja J on runsaasti geelejä.

Tuotekohtaisten ajojen mittaustulosten käsittely geelien kokoluokassa 300–599 µm suoritettiin samalla tavalla kuin geelien kokoluokassa 100–299 µm. Kuten taulukosta 6 huomataan, prosentuaaliset erot mittaustuloksissa ovat online-geelianaalysaattorin ja laboratorion geelianaalysaattorin välillä suurempia kuin vastaavissa geelituloksissa kokoluokassa 100–299 µm. Keskimääräinen eroprosentti on 47 %. Mittaustulosten hajonta on kuitenkin suurta.

Taulukko 6. Tuotekohtaisten mittaustulosten vertailu geeleistä kokoluokassa 300–599 µm.

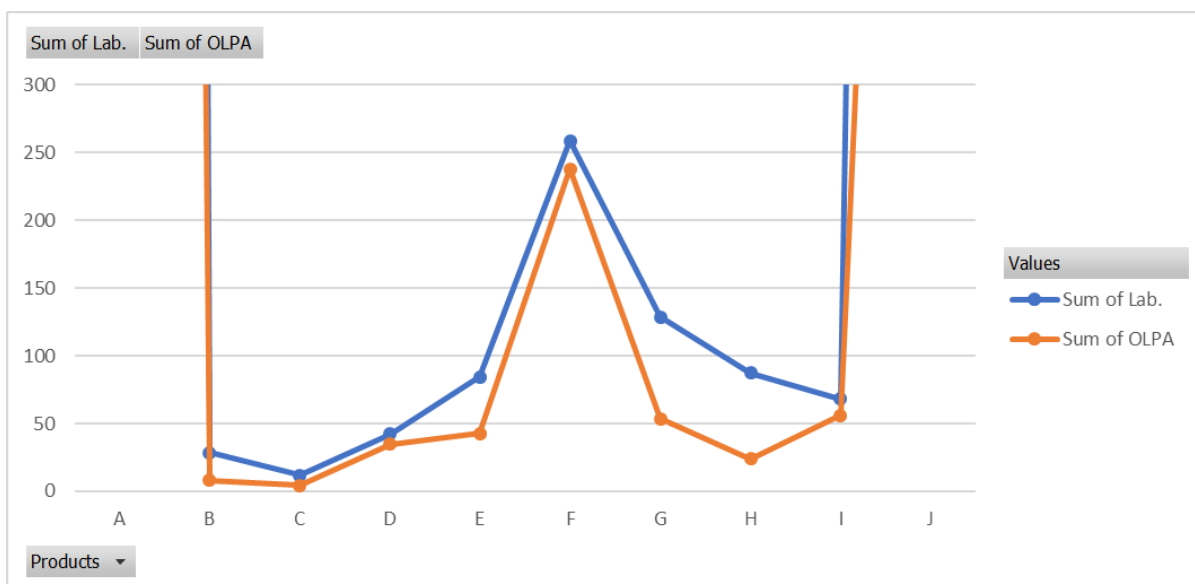
Products	OLPA 300-599 µm [pcs/kg]	Laboratory 300-599 µm [pcs/kg]	difference % 300-599 µm
A	12544	6896	-45 %
B	29	8	-72 %
C	12	4	-63 %
D	42	35	-17 %
E	84	43	-49 %
F	259	238	-8 %
G	129	53	-59 %
H	87	24	-73 %
I	68	56	-18 %
J	3998	1520	-62 %
Keskiarvo [pcs/kg]			-47 %

Mittaustulosten prosentuaaliset erot geelien kokoluokassa 300–599 µm on esitetty graafisesti kuvassa 35. Online-geelianaalysaattorin mittaustulokset ovat pienempiä kuin laboratorion geelianaalysaattorin mittaustulokset kaikissa tuotteissa.



Kuva 35. Online-analysaattorin mittaustulosten prosentuaaliset erot laadunvalvontalaboratorion mittaustuloksista geeleistä kokoluokassa 300–599 µm.

Kuvassa 36 nähdään mittaustulosten erot geelien määrissä kokoluokassa 300–599 µm. Koska geelien mittaustulokset tuotteissa A ja J ovat korkeat verrattuna muihin tuotteisiin, kuvaajan mitta-alue on rajattu. Säännönmukaisuutta on havaittavissa, vaikka mittaustuloksia on vähän.



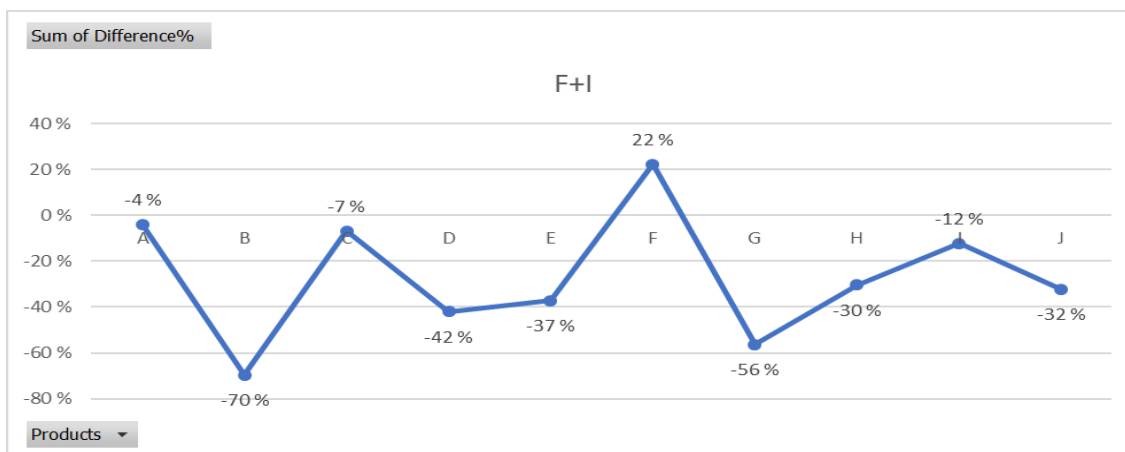
Kuva 36. Tuotekohtaiset mittaustulokset geelien määrissä mitattuna online-geelianalysaattorilla ja laboratorion geelianalysaattorilla kokoluokassa 300–599 µm. Mitta-asteikkoa on rajattu, koska tuotteissa A ja J on runsaasti geelejä.

F+I-löydösten mittaustulosten käsittely suoritettiin samalla tavalla kuin geeleistä kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm. Mittaustuloksista (taulukko 7) huomataan, että prosentuaaliset erot F+I-mittaustuloksissa online-geelianaalysaattorin ja laboratorion geelianaalysaattorin välillä ovat keskimäärin pienempiä kuin erot vastaavissa mittaustuloksissa geeleissä kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm. Mittaustulosten hajonta on kuitenkin melko suurta.

Taulukko 7. Tuotekohtaisten mittaustulosten vertailu F+I-löydöksistä.

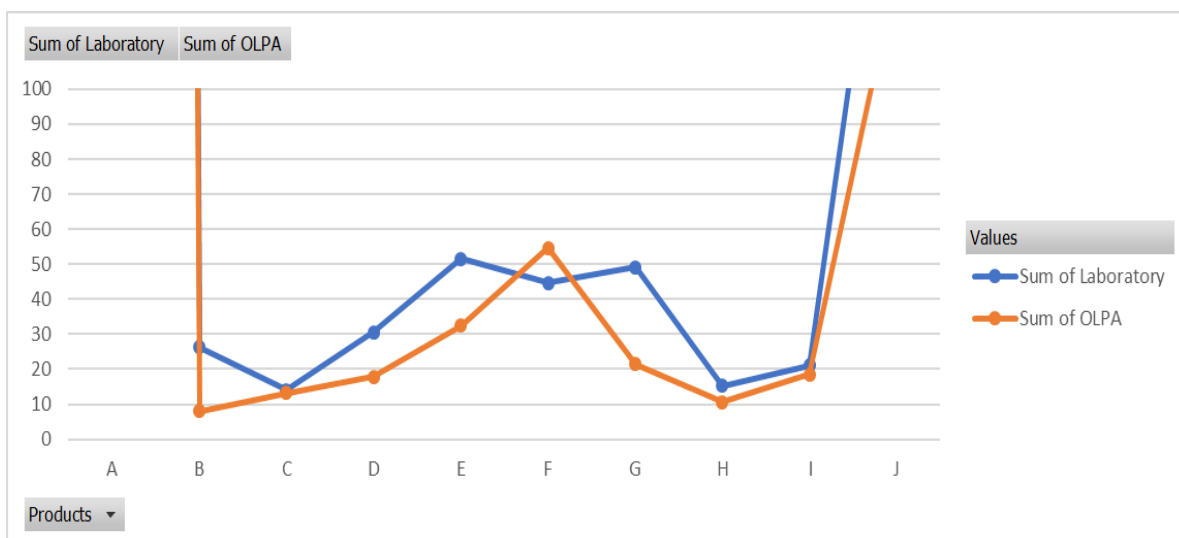
F+I			
Products	OLPA F+I [pcs/kg]	Laboratory F+I [pcs/kg]	difference % F+I
A	3958	4121	-4 %
B	8	26	-70 %
C	13	14	-7 %
D	18	31	-42 %
E	32	52	-37 %
F	55	45	22 %
G	21	49	-56 %
H	11	15	-30 %
I	19	21	-12 %
J	135	199	-32 %
Keskiarvo %			-27 %

F+I-löydösten mittaustulosten prosentuaaliset erot tuotekohtaisesti on esitetty graafisesti kuvassa 37. Ainoastaan tuotteen F online-geelianaalysaattorin mittaustulokset ovat suurempia kuin laboratorion geelianaalysaattorin mittaustulokset.



Kuva 37. Online-analysaattorin F+I -mittaustulosten prosentuaaliset erot laadunvalvontalaboratorion mittaustuloksista.

Kuvassa 38 nähdään mittaustulosten erot F+I-löydösten määrissä kpl/kg. Koska geelien määrät tuotteissa A ja J ovat korkeat, kuvaajan mitta-alue on rajattu. Säännönmukaisuutta on havaittavissa, vaikka löydösten määrä on pieni.



Kuva 38. Tuotekohtaiset mittaustulokset F+I -löydöksistä online-geeliansalysaattorilla ja laboratorion geeliansalysaattorilla. Mitta-asteikkoa on rajattu, koska tuotteissa A ja J on runsaasti geelejä.

Taulukossa 8 on nähtävillä geelien kokoluokkien 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä myös F+I-löydösten tuotekohtaisten mittaustulosten prosentuaaliset erot geelianaalysaattorien välillä. Keskihajonnasta huomataan, että ainakin geelien kokoluokassa 100–299 µm prosentuaalisen eron (-38 %) suhteen voi tehdä jonkinlaisia johtopäätöksiä geelianaalysaattorien mittaustulosten eroista.

Taulukko 8. Tuotekohtaisten mittaustulosten prosentuaalisten erojen vertailu geelien kokoluokissa 100–299 µm 100–299 µm, sekä F+I-löydöksissä.

Products	Difference % 100-299 µm	Difference % 300-599 µm	Difference % F+I
A	-42 %	-45 %	-4 %
B	-39 %	-72 %	-70 %
C	-24 %	-63 %	-7 %
D	-43 %	-17 %	-42 %
E	-34 %	-49 %	-37 %
F	-33 %	-8 %	22 %
G	-49 %	-59 %	-56 %
H	-45 %	-73 %	-30 %
I	-31 %	-18 %	-12 %
J	-36 %	-62 %	-32 %
Keskiarvo %	-38 %	-47 %	-27 %
Stdev %	0,07	0,24	0,27

Kuvassa 39 on kuvattu graafisesti online-geelianaalysaattorin ja laboratorion geelianaalysaattorin tuotekohtaisten mittaustulosten prosentuaaliset erot geeleistä kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä myös F+I-löydöksissä. Geelejä kokoluokassa 300–599 µm, sekä F+I-löydöksiä on vähän, joten pienet muutokset aiheuttavat tuloksissa suuren hajonnan.



Kuva 39. Tuotekohtaiset mittaustulosten prosentuaaliset erot geeleistä kokoluokissa 100–299 µm ja 300–599 µm, sekä F+I-löydöksistä.

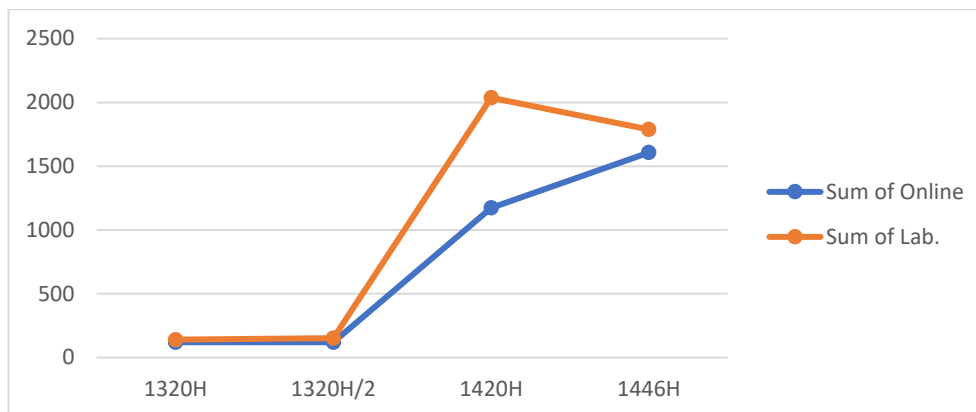
9.3 Online-ajojen tulokset

Muutamia testejä suoritettiin online-ajoina geeliansaattorilla suoraan tuotannon siirtolinjoista. Online-ajojen aikana kerättiin siirtolinjasta näytteitä talteen näytesäiliöön. Säiliöön kerätyt näytteet ajettiin myöhemmin geeliansaattorilla laadunvalvontalaboratoriossa. Taulukossa 9 nähdään mittaustulosten ero online-geeliansaattorin mittaustulosten ja laadunvalvontalaboratorion mittaustulosten välillä geeleistä kokoluokassa 100–299 µm.

Taulukko 9. Online-mittaustulosten vertailu laadunvalvontalaboratorion mittaustuloksiin verrattuna geeleistä kokoluokassa 100–299 µm.

100-299 µm			
Sample	Laboratory	OLPA Container	Difference%
1320H	120	141	17 %
1320H/2	120	152	27 %
1420H	1174	2036	73 %
1446H	1606	1788	11 %
Keskiarvo [pcs/kg]			32 %

Kuvassa 40 nähdään kokoluokan 100–299 µm tulokset online-geelianaalysaattorin ja laadunvalvonta-analysaattorin mittaustuloksista graafisesti esitettynä. Voidaan havaita, että online-geelianaalysaattorin mittaustulokset ovat hieman pienempiä kuin laadunvalvonta-laboratorion geelianaalysaattorin mittaustulokset.



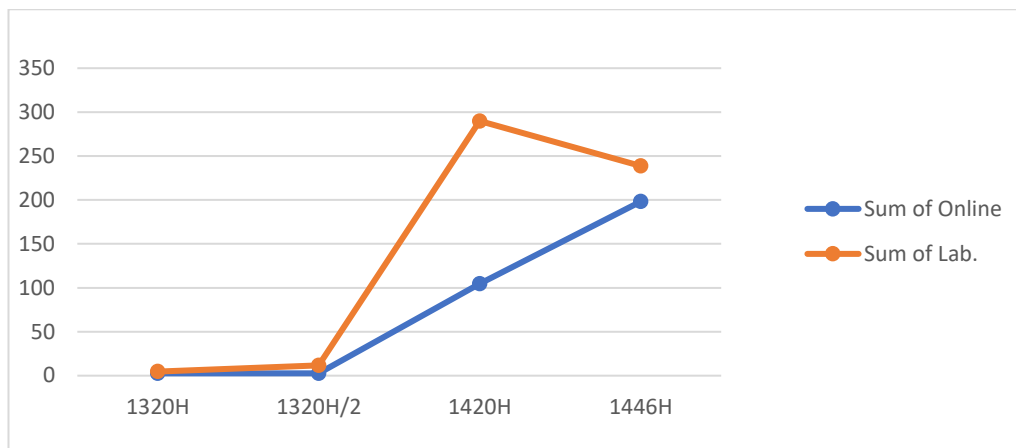
Kuva 40. Online-mittaustulokset online-geelianaalysaattorilla ja laboratorion geelianaalysaattorilla geeleistä kokoluokassa 100–299 µm.

Taulukossa 10 on esitetty mittaustulosten ero online-geelianaalysaattorin mittaustulosten ja laadunvalvontalaboratorion mittaustulosten välillä geeleistä kokoluokassa 300–599 µm. Koska geelejä on hyvin vähän, prosentuaalinen ero ei ole järkevä tilastollinen tunnusluku.

Taulukko 10. Online-mittaustulosten vertailu kokoluokassa 300–599 µm.

300-599 µm			
Sample	Laboratory	OLPA Container	Difference%
1320H	3	5	76 %
1320H/2	3	12	347 %
1420H	105	290	177 %
1446H	198	239	20 %
Keskiarvo [pcs/kg]			155 %

Kuvassa 41 nähdään kokoluokan 300–599 µm tulokset online-geelianaalysaattorin ja laadunvalvonta-analysaattorin mittaustuloksista graafisesti esitettynä. Kuvaajasta voidaan havaita, että online-geelianaalysaattorin mittaustulokset ovat hieman pienempiä kuin laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattorin mittaustulokset.



Kuva 41. Online-mittaustulokset online-geelianaalysaattorilla ja laboratorion geelianaalysaattorilla geeleistä kokoluokassa 300–599 µm.

10 Yhteenveto kokeista ja tuloksista

Uusi online-laittekokonaisuus asennettiin Borealis Polymers Oy:n PE2-tuotantolaitokselle syykuussa 2019. Online-laitteiston tarkoitus on automatisoida laboratorioanalyysijä ja nopeuttaa mittaustulosten saamista prosessinohjaukseen. Työssä keskityttiin laitekokonaisuuteen kuuluvan online-geelianaalysaattorin käyttöönottoon ja validointiin.

Muoviteollisuudessa geelit määritellään yleensä tuotteen laatua heikentäviksi löydöksiksi tai virheiksi filmissä. Geelit ovat usein korkean molekyyli­massan omaavia polymeerejä, jotka ovat samaa materiaalia ja saman väristä kuin ympäröivä muovimatriisi.

Online-geelianaalysaattori koostuu muovintyöstök­struuderista ja tela- ja vetolaitteesta, jossa on kamera. Ekstruuderissa ruuvi työntää lämmön ja kitkan vaikutuksesta sulavaa muoviraaka-ainetta suuttimen läpi filmiksi vetolaitteelle, jonka teloilla sulamassa kiteytyy

uudelleen. Filmi ajetaan kameran ja sitä vastaan kohtisuorassa olevan valolähteen välistä. Kamera kuvaa geelit ja muut löydökset filmistä.

Online-geelianalysaattorilla ajettiin testiajoja ja testiajoista saatuja mittaustuloksia verrattiin laadunvalvontalaboratorion geelianalysaattorin samoista näytteistä saatuihin mittaustuloksiin. Näin saatiin tutkittua analysaattorien mittaustulosten välisiä eroja. Testiajojen aikana online-geelianalysaattorin parametrien asetukset optimoitiin tuotekohtaisesti kymmenelle eri tuotteelle. Tuotteet ovat erilaisia esimerkiksi sulaindeksiltään ja tiheydeltään. Online-geelianalysaattorin ekstruuderin lämpötilaprofiili ja jäähdytystelan lämpötila säädettiin harmonisoidun menetelmän mukaisesti, kuten laadunvalvontalaboratorion geelianalysaattorissa. Lisäksi ekstruuderin ja telan kierrosnopeudet optimoitiin tuoton ja filmin paksuuden asettamiseksi vaadittuihin arvoihin.

Validointiin liittyviä SPC-ajoja ajettiin samasta SPC-materiaalista kuin laadunvalvontalaboratoriossa. SPC-ajojen tarkoitus on määritellä valvontakortin rajoja analysaattorin kunnon ja mittaustarkkuuden seurantaan varten. Samalla saatiin vertailtua online-geelianalysaattorin ja laadunvalvontalaboratorion geelianalysaattorin mittaustulosten eroja myös SPC-materiaalilla.

Kuten aiemmin todettiin, tuloksiin vaikuttavat

- filmin paksuus
- lämpötilaprofiili
- jäähdytystelan lämpötila ja kunto
- sulapaine ekstruuderissa
- ruuvien mitoitus
- laitteen puhtaus (ekstruuderin, suutin, telat)
- ilmaharjan käyttö ja asento
- filmin kireys
- tuotteen epähomogeenisuus.

Ruuvi on vastaavanlainen kuin laadunvalvontalaboratoriossa. Sulapaineen arvot online-ekstruuderissa olivat vertailukelpoisia laadunvalvontalaboratorion ekstruuderin vastaa-

vien arvojen kanssa. Laitteen puhtaus varmistettiin asianmukaisesti testien aikana. Ilma-
harja säädettiin oikeaan asentoon. Jäähdytystela oli uusi ja moitteettomassa kunnossa.
Optimoinnin aikana havaittiin, että online-analysaattorin ekstruuderin kierrosnopeuden
arvot säädettiin filmin tuottoa optimoidessa hieman matalammiksi kuin laadunvalvontala-
boratorion analysaattorissa.

Geelianalysointi on kvalitatiivinen analyysimenetelmä, joten näytteistä ei saada tilastolli-
sesti täysin toistettavia mittaustuloksia. Geelit eivät jakaudu tasaisesti näytteessä. Blender-
siilossa sekoitetuissa Final Blend -näytteissä geelit jakautuvat tasaisemmin kuin tuo-
tannon prosessista otetuissa kertanäytteissä. Kertanäytteet ovat lisäksi ongelmallisia
laadunvalvonnan kannalta johtuen niissä mahdollisesti olevista haihtuvista hiilivedyistä.
Tuotekohtaisiin testeihin valittiin kertanäytteitä, että saataisiin tehtyä mittaustulosten ver-
tailuja myös kaikista korkeimmilla geelipitoisuuksilla. Tuotekohtaisissa mittaustuloksissa
(liite 1) kerta- ja blender-näytteet on merkitty erikseen. On huomioitava myös, että tuote-
kohtaiset analyysit tehtiin eri tuote-eristä.

Ajoissa käytetty SPC-materiaali oli samaa tuotetta samasta erästä sekä online-kontissa,
että laadunvalvontalaboratoriossa, joten SPC-mittaustuloksissa hajonta on pienempää
kuin tuotekohtaisissa mittaustuloksissa.

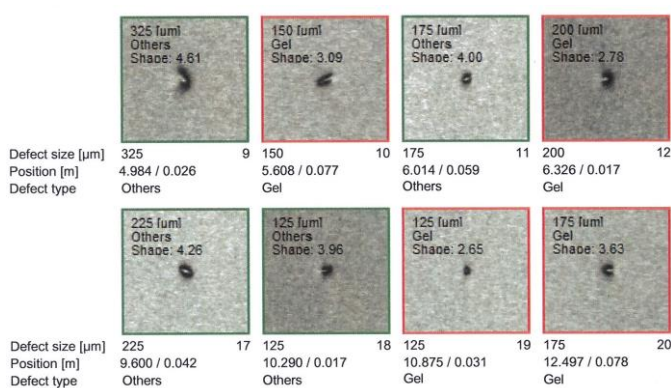
Kun geelien koon vaihteluväli on testiajoissa huomattavan suuri, tilastolliset tunnusluvut,
kuten keskiarvo, keskihajonta, vaihteluväli tai suhteellinen keskihajonta, eivät ole rele-
vantteja tuloksien arvioinnissa. Tuotekohtaisesti voi tehdä joitain vertailuja, mutta testejä
ja mittauksia tarvitaan enemmän. Koska testiajoja oli tuotekohtaisesti vain viisi kappa-
letta, prosentuaalinen ero mittaustuloksissa antaa jonkinlaisen kokonaiskuvan mittaus-
tulosten eroista online- ja laboratorioanalysaattorien välillä. Mittaustulokset tuotekohtai-
sesti löytyvät liitteestä 1.

Kahdesta pienimmästä geelien kokoluokasta 100–299 μm ja 300–599 μm , sekä F+I-
löydöksistä saatiin vertailukelpoisia mittaustuloksia sekä SPC-ajoissa että tuotekohtai-
sissa ajoissa. Online-geelianalysaattorin mittaustulokset ovat pienempiä verrattuna laa-
dunvalvontalaboratorion analysaattorin mittaustuloksiin. Lisäksi pienten geelien 100–
299 μm mittaustuloksissa prosentuaaliset erot olivat pienempiä analysaattorien välillä
kuin kokoluokassa 300–599 μm . Online-geelianalysaattori siis ehkä myös luokittelee

geelit hieman eri tavalla kuin laadunvalvontalaboratorion geelianaalysaattori. Hajonta mit-
taustuloksissa kokoluokassa 300–599 μm on kuitenkin suurta, joten johtopäätöksiä ko-
koluokittelun suhteen ei voida vielä tehdä ennen lisämittauksia. F+I-mittaustuloksia oli
liian vähän, että prosentuaalisesta erosta tilastollisena tunnuslukuna voisi tehdä tulkin-
toja. Voidaan kuitenkin sanoa, että online-geelianaalysaattorin F+I-mittaustulokset ovat
pienempiä kuin laboratorion geelianaalysaattorin mittaustulokset. Tutkia voidaan myös,
onko mittaustuloksissa eroja tuotekohtaisesti. Vaikuttaako esimerkiksi filmin sameus mit-
taustuloksiin.

Geelianaalysaattorien mittaustulosten erot saattavat aiheutua monesta eri seikasta.
Ekstruuderin ruuvien mitoitus on samanlainen kummassakin vertailussa käytetyssä
ekstruuderissa. Online-geelianaalysaattorissa on kuitenkin pieniä eroavaisuuksia laadun-
valvontalaboratorion geelianaalysaattoriin. Online-analysaattorin ekstruuderissa sylinterin
voi esimerkiksi kääntää puhdistuksen ajaksi.

Suurin ero laitekokonaisuudessa on kuitenkin valolähteessä. Online-analysaattorin ka-
merassa on valolähteenä LED-lamppu ja laboratorion analysaattorin kamerassa halo-
geenilamppu. Valolähde on yksi mahdollinen syy tulosten mittauksissa havaittuihin eroa-
vaisuuksiin. OLPA-kontissa kuvatussa filmissä taustan gray value -arvo on tasainen fil-
min joka kohdassa, kun taas laboratoriossa tausta on vaaleampi filmin keskikohdassa ja
reunoilla taasen tummempi (kuva 26).



Kuva 42. Kuvassa laboratorion filmilaitteella kuvattuja geelejä. Taustan harmaus on erilainen eri
kohdissa filmiä. Reunoilla se on tummempi. Position [m] ensimmäinen arvo on filmin
kulkema matka, ja toinen arvo etäisyys filmin reunasta.

Taustan gray value -arvo vaikuttaa valon läpäisevyyteen (transparency). Jos esimerkiksi geelin pikselin gray value -arvo on 50 ja taustan 170, niin pikselin läpäisevyys on $50/170$, joka ilmaistaan prosentteina (29 %). Jos taas taustan gray value -arvo on 120, tulos on 41 %. Geelien mittauksessa taustan gray value -arvojen vaihtelulla pienissä määrin, kuten laboratoriotuloksissa, ei ole huomattu vaikutusta geelien tunnistamiseen tai luokitte- luun.

Online-testejä tehtiin vain muutamia, joten niitä tarvitaan lisää. OLPA-kontissa laskettiin pellettivirran läpimenoaika näytteen ottohetken ja mitatun online-tuloksen välisen viiveen määrittämiseksi. Tuotannon näkökulmasta on tärkeää saada mittaustuloksia prosessista mahdollisimman pienellä viiveellä prosessinohjauksen nopeuttamiseksi. Toimenpiteet tuotannon pellettivirran mahdollisten katkojen varalta pitää suunnitella, esimerkiksi hyö- dyntäen kontissa olevaa näytteenottosäiliötä.

Mittaustuloksisten eroavaisuuksista saatiin alustavaa tietoa, mutta testiajoja tarvitaan li- sää tuotekohtaisesti. Mittauksia voitaisiin jatkaa käyttäen blendereissä sekoitettuja näyt- teitä samasta erästä niiden tasalaatuisuuden vuoksi. Näin saataisiin tutkittua analysaat- torien mittaustulosten välisiä eroja tarkemmin. Validoinnin ja testiajojen mittaustulosten perusteella voidaan suositella geelianalysointilaitteen käyttöönottoa prosessimittauksissa.

11 Kiitokset

Haluaisin kiittää opinnäytetyön ohjaajiani Seppo Nylundia ja Saman Mohammadia opastuksesta, kannustuksesta, tuesta ja saamastani mahdollisuudesta tehdä opinnäytetyö Borealis Polymers Oy:ssä. Kiitokseni myös Heidi Meijerille perehdytyksestä filmissä muodostuvien geelien monimutkaiseen maailmaan. Kiitokset lisäksi kouluttajalleni Jaana Heinospelä, sekä laadunvalvontalaboratorion kärsivälliselle henkilökunnalle.

Numeroidut lähteet

1. Tuotanto Borealis. Verkkoaineisto. Borealis. <<https://www.borealisgroup.com/porvoo/borealis-porvoo/tuotanto>>. Luettu 25.8.2019.
2. Veittikoski, Jari. 2018. Prosessikuvaus PE2 tuotanto. Yrityksen sisäinen dokumentti. Borealis Polymers Oy.
3. Borstar® Technology - Process Overview. Verkkoaineisto. Borouge. <<http://www.borouge.com/aboutus/Pages/ProcessOverview.aspx>>. Luettu 25.8.2019.
4. Seppälä, Jukka. 2008. Polymeeritekniikan perusteet. Helsinki: Hakapaino Oy.
5. Challa, Ger. 1993. Polymer Chemistry. An introduction. Chichester, West Sussex: Ellis Horwood Limited.
6. Kurri, Veijo; Malén, Timo; Sandell, Risto & Virtanen, Matti. 2008. Muovitekniikan perusteet, Helsinki: Edita Prima Oy.
7. Tamboli, Siraj M.; Mhaske, Shashank T. & Kale, Dinar. 2010. Crosslinked polyethylene. Verkkoaineisto. Mumbai: Institute of Chemical technology. <<https://pdfs.semanticscholar.org/3e84/e3cad0159efc5c6330469e4ccfd79dc3b17.pdf>>. Luettu 30.9.2019.
8. Järvinen, Pasi. 2008. Uusi muovitieto. Porvoo: WS Bookwell Oy.
9. Järvinen, Pasi. 2000. Muovin suomalainen käsikirja. Porvoo: WS Bookwell Oy.
10. Spalding, Mark A. & Chatterjee, Ananda M. 2018. Handbook of Industrial Polyethylene And Technology. Definitive Guide to Manufacturing, Properties, Processing, Application and Markets. New Jersey: Wiley.

11. Cowie, J.M.G. & Arrighi, Valeria. 2008. Polymers: Chemistry And Physics of Modern Materials. Boca Raton, Florida: Taylor & Francis Group, LLC.
12. Rauwendaal, Chris. 2014. Polymer Extrusion. München: Carl Hanser Verlag.
13. Spalding, Mark A.; Sun; Xiaofei; Garcia-Meitin, Eddy I.; Kodjie, Stephen L. & Campbell, Gregory A. 2018. Reducing Low-Level Background Gels in PE Film. Verkkoaineisto. Plastics Technology. <<https://www.ptonline.com/articles/reducing-low-level-background-gels-in-pe-film>> 28.8.2018. Luettu 14.9.2019.
14. Kanai, Toshitaka & Campbell, Gregory A. 2014. Film Processing Advances. München: Carl Hanser Verlag.
15. Scheirs, John. 2000. Compositional and Failure Analysis of Polymers, A Practical Approach. Wiley. New York.
16. Meijer, heidi. 2018. Geelivirheiden analysointi polymeerikalvosta. Opinnäytetyö. Metropolia Ammattikorkeakoulu. Theseus-tietokanta.
17. Nylund, Seppo. 2018. PE2 koulutus. Yrityksen sisäinen dokumentti. Borealis Polymers Oy.
18. Rauwendaal, Chris. 24.3.2004. What's Causing Your Gels? Verkkoaineisto. Plastics Technology. <<https://www.ptonline.com/articles/what's-causing-your-gels>>. Luettu 15.8.2019.
19. Mitra, Subhasish. Gel Formation In Low Pressure Slurry Process of High Density Polyethylene. Gujarat India. Reliance Industries Ltd. Verkkoaineisto. <<https://www.scribd.com/doc/32030038/Gel-Formation-in-HDPE>> Luettu 2.8.2019
20. Mohammad, Saman. PE2 OLPA kontti. 2018. Yrityksen sisäinen dokumentti. Borealis Polymers Oy.

21. Optical Control Systems GmbH. 2015. Operating Manual Film Surface Analyser FSA-100 Software 8. Saksa: OCS GmbH.
22. Nylund, Seppo. 2019. Laboratory Manager, Borealis Polymers Oy, Helsinki. Kes-
kustelu 21.10.2019.
23. CMICRO, Industrial Cameras. 2007. Verkkoaineisto.
<<https://www.cmicro.co.jp/en/faq.html>>. Luettu 1.7.2019.

Tulokset: tuotteet A ja B

A		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
A1	KERTA	63697	7315	162	0	2551	0	0	0	0	14494	
A2	KERTA	44079	5221	201	7	1548	0	0	11	0	10696	
A3	BLENDER	30	2	0	0	4	0	0	0	0	5	
A4	BLENDER	56	2	0	0	9	0	0	0	0	8	
A5	KERTA	166	4	0	0	9	0	0	0	0	21	
	SUMMA	108028	12544	362	7	4121	0	0	11	0	25224	
	STDEV [pcs/m2]	30275	3510	100	3	1174	0	0	5	0	7022	
	RSD [%]	28 %	28 %	28 %	45 %	28 %			45 %		28 %	
		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
A1	KERTA	37909	4372	115	3	2485	0	0	0	0	8762	
A2	KERTA	24260	2493	77	0	1449	0	3	0	0	5306	
A3	BLENDER	117	11	0	0	8	0	0	0	0	22	
A4	BLENDER	128	11	0	0	8	5	3	0	0	23	
A5	KERTA	192	10	0	0	8	10	3	0	0	29	
	SUMMA	62606	6896	192	3	3958	16	8	0	0	14143	
	STDEV [pcs/m2]	17619	1988	54	1	1134	5	1	0	0	4029	
	RSD [%]	28 %	29 %	28 %	45 %	29 %	29 %	18 %			28 %	

B		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
B1	BLENDER	136	20	2	0	0	0	7	2	0	44	
B2	BLENDER	26	0	0	0	4	0	0	0	0	3	
B3	KERTA	105	2	0	0	13	0	0	0	0	13	
B4	BLENDER	86	0	0	0	4	0	0	0	0	9	
B5	BLENDER	29	7	0	0	4	0	0	0	0	9	
	SUMMA	382	29	2	0	26	0	7	2	0	78	
	STDEV [pcs/m2]	48	8	1	0	5	0	3	1	0	16	
	RSD [%]	13 %	29 %	45 %		18 %		45 %	45 %		21 %	
		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
B1	BLENDER	62	3	0	0	0	0	0	0	0	9	
B2	BLENDER	18	0	0	0	5	0	0	0	0	2	
B3	KERTA	68	5	0	0	0	0	3	0	0	12	
B4	BLENDER	57	0	0	0	0	3	0	3	0	6	
B5	BLENDER	29	0	0	0	3	0	0	0	0	3	
	SUMMA	234	8	0	0	8	3	3	3	0	31	
	STDEV [pcs/m2]	22	2	0	0	2	1	1	1	0	4	
	RSD [%]	9 %	29 %			29 %	45 %	45 %	45 %		13 %	

Tulokset: tuotteet B ja C

C	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY									
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg
C1 BLENDER	19	5	0	0	0	0	0	0	0	7
C2 KERTA	80	5	2	0	5	0	0	0	0	24
C3 BLENDER	66	0	0	0	5	0	0	0	0	7
C4 BLENDER	12	0	0	0	5	0	0	0	0	1
C5 BLENDER	35	2	0	0	0	0	0	0	0	6
SUMMA	211	12	2	0	14	0	0	0	0	44
STDEV [pcs/m ²]	30	2	1	0	3	0	0	0	0	9
RSD [%]	14 %	20 %	45 %		18 %					20 %
	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER									
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg
C1 BLENDER	24	0	0	0	3	0	0	0	0	2
C2 KERTA	57	0	0	0	0	0	0	0	0	6
C3 BLENDER	45	2	0	0	5	0	0	0	0	6
C4 BLENDER	11	0	0	0	3	3	0	0	0	1
C5 BLENDER	24	3	0	0	3	0	0	0	0	5
SUMMA	161	4	0	0	13	3	0	0	0	20
STDEV [pcs/m ²]	18	1	0	0	2	1	0	0	0	2
RSD [%]	11 %	28 %			14 %	45 %				12 %

Kuva 43. Tuotteen C tulokset.

D	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY									
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg
D1 BLENDER	274	7	0	0	2	0	0	0	0	34
D2 BLENDER	415	19	0	0	9	0	0	0	0	60
D3 BLENDER	103	12	0	0	5	0	0	0	0	22
D4 BLENDER	219	5	0	0	12	0	0	0	0	27
D5 BLENDER	33	0	0	0	2	0	0	0	0	3
SUMMA	1045	42	0	0	31	0	0	0	0	147
STDEV [pcs/m ²]	149	7	0	0	4	0	0	0	0	21
RSD [%]	14 %	17 %			14 %					14 %
	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER									
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg
D1 BLENDER	137	11	0	0	3	0	0	0	0	24
D2 BLENDER	217	13	0	0	5	0	0	0	0	35
D3 BLENDER	56	5	0	0	3	0	0	0	0	11
D4 BLENDER	150	5	0	0	7	0	0	2	0	20
D5 BLENDER	39	0	0	0	0	0	0	0	0	4
SUMMA	598	35	0	0	18	0	0	2	0	95
STDEV [pcs/m ²]	73	5	0	0	3	0	0	1	0	12
RSD [%]	12 %	15 %			16 %			45 %		13 %

Tulokset: tuotteet E ja F

E	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY										
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index	
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
E1 BLENDER	254	7	0	0	2	0	0	0	0	32	
E2 BLENDER	211	14	0	0	2	0	0	0	0	35	
E3 BLENDER	191	7	2	0	33	0	0	0	0	38	
E4 BLENDER	298	40	0	0	5	0	0	0	0	70	
E5 BLENDER	765	16	0	0	9	0	0	0	0	93	
SUMMA	1718	84	2	0	52	0	0	0	0	268	
STDEV [pcs/m ²]	239	13	1	0	13	0	0	0	0	27	
RSD [%]	14 %	16 %	45 %		25 %					10 %	
	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER										
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index	
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
E1 BLENDER	177	16	0	0	0	0	3	0	0	34	
E2 BLENDER	120	8	0	0	5	0	0	0	0	20	
E3 BLENDER	206	11	0	0	11	3	0	0	0	31	
E4 BLENDER	177	8	0	0	11	0	0	0	0	26	
E5 BLENDER	448	0	0	0	6	0	0	0	0	45	
SUMMA	1127	43	0	0	32	3	3	0	0	156	
STDEV [pcs/m ²]	128	6	0	0	4	1	1	0	0	9	
RSD [%]	11 %	14 %			14 %	45 %	45 %			6 %	

F	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY										
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index	
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
F1 BLENDER	590	40	0	0	14	0	0	0	0	99	
F2 KERTA	454	42	2	0	7	0	0	0	0	100	
F3 BLENDER	678	42	2	0	5	0	0	0	0	122	
F4 BLENDER	754	85	0	0	9	0	0	0	0	160	
F5 BLENDER	1620	49	0	0	9	0	0	0	0	211	
SUMMA	4097	259	5	0	45	0	0	0	0	692	
STDEV [pcs/m ²]	461	19	1	0	3	0	0	0	0	48	
RSD [%]	11 %	7 %	27 %		8 %					7 %	
	MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER										
	Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index	
	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
F1 BLENDER	388	19	3	0	16	0	0	0	0	72	
F2 KERTA	350	24	0	0	0	0	0	0	0	59	
F3 BLENDER	779	68	0	0	14	0	0	0	0	146	
F4 BLENDER	695	90	0	0	19	0	0	0	0	159	
F5 BLENDER	544	37	0	0	6	0	0	0	0	91	
SUMMA	2756	238	3	0	55	0	0	0	0	527	
STDEV [pcs/m ²]	187	30	1	0	8	0	0	0	0	45	
RSD [%]	7 %	13 %	45 %		15 %					8 %	

Tulokset: tuotteet G ja H

G		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY									
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				
		100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	Others	100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	pcs/kg
G1	KERTA	1646	70	2	0	21	0	0	0	0	246
G2	BLENDER	368	16	0	0	12	0	0	0	0	53
G3	BLENDER	248	23	0	0	14	0	0	0	0	48
G4	BLENDER	117	19	2	0	2	0	0	0	0	42
G5	BLENDER	131	0	0	0	0	0	0	0	0	13
	SUMMA	2511	129	5	0	49	0	0	0	0	403
	STDEV [pcs/m ²]	647	26	1	0	9	0	0	0	0	94
	RSD [%]	26 %	20 %	27 %		18 %					23 %
H		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER									
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				
		100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	Others	100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	pcs/kg
G1	KERTA	918	51	0	0	13	0	0	0	0	143
G2	BLENDER	125	3	0	0	0	0	0	0	0	15
G3	BLENDER	118	0	0	0	5	0	0	0	0	12
G4	BLENDER	85	0	0	0	3	0	0	0	0	9
G5	BLENDER	43	0	0	0	0	0	0	0	0	4
	SUMMA	1290	53	0	0	21	0	0	0	0	182
	STDEV [pcs/m ²]	371	22	0	0	6	0	0	0	0	59
	RSD [%]	29 %	42 %			26 %					33 %

H		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY									
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				
		100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	Others	100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	pcs/kg
H1	BLENDER	553	28	0	0	4	0	0	0	0	83
H2	BLENDER	200	41	0	0	4	0	0	0	0	61
H3	BLENDER	70	2	0	0	2	0	0	0	0	9
H4	BLENDER	286	13	2	0	2	0	0	0	0	53
H5	BLENDER	113	2	0	0	2	0	0	0	0	14
	SUMMA	1221	87	2	0	15	0	0	0	0	220
	STDEV [pcs/m ²]	191	17	1	0	1	0	0	0	0	32
	RSD [%]	16 %	20 %	45 %		8 %					15 %
H		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER									
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				
		100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	Others	100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	pcs/kg
H1	BLENDER	312	12	0	0	3	0	0	0	0	43
H2	BLENDER	80	0	0	0	0	0	0	0	0	8
H3	BLENDER	84	0	0	0	0	0	0	0	0	8
H4	BLENDER	129	7	0	0	7	0	0	0	0	20
H5	BLENDER	62	5	0	0	0	0	2	0	0	11
	SUMMA	667	24	0	0	11	0	2	0	0	91
	STDEV [pcs/m ²]	103	5	0	0	3	0	1	0	0	15
	RSD [%]	15 %	21 %			31 %		45 %			16 %

Tulokset: tuotteet I ja J

I		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
I1	BLENDER	150	5	0	0	5	0	0	0	0	20	
I2	KERTA	237	9	0	0	0	0	0	0	0	33	
I3	BLENDER	302	38	0	0	7	0	2	0	0	68	
I4	BLENDER	307	12	0	0	9	0	0	0	0	42	
I5	BLENDER	106	5	0	0	0	0	0	0	0	15	
	SUMMA	1102	68	0	0	21	0	2	0	0	178	
	STDEV [pcs/m2]	90	14	0	0	4	0	1	0	0	21	
	RSD [%]	8 %	20 %			20 %		45 %			12 %	
		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
J1	BLENDER	101	5	0	0	0	0	0	0	0	16	
J2	KERTA	163	13	0	0	3	0	0	0	0	30	
J3	BLENDER	199	11	0	0	5	3	0	0	0	31	
J4	BLENDER	221	19	0	0	8	0	0	0	0	41	
J5	BLENDER	72	8	0	0	3	0	0	0	0	15	
	SUMMA	757	56	0	0	19	3	0	0	0	132	
	STDEV [pcs/m2]	63	5	0	0	3	1	0	0	0	11	
	RSD [%]	8 %	9 %			16 %	45 %				8 %	

J		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM IN LABORATORY										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
J1	BLENDER	68413	3740	7	0	102	0	15	2	0	10618	
J2	BLENDER	3109	90	3	0	37	0	0	0	0	413	
J3	BLENDER	2564	67	0	0	15	0	0	0	0	324	
J4	BLENDER	2149	67	0	0	30	0	0	0	0	282	
J5	BLENDER	1393	35	0	0	15	0	0	0	0	174	
	SUMMA	77628	3998	10	0	199	0	15	2	0	11811	
	STDEV [pcs/m2]	29571	1644	3	0	36	0	7	1	0	4616	
	RSD [%]	38 %	41 %	32 %		18 %		45 %	45 %		39 %	
		MEASURED BY CIRCLE PROGRAM OFFLINE IN OLPA CONTAINER										
		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg					Gel index
		100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	Others	100-299 µm	300-599 µm	600-1000 µm	>1000 µm	pcs/kg	
J1	BLENDER	45432	1413	0	0	88	6	44	3	0	5956	
J2	BLENDER	1509	33	0	0	22	0	0	0	0	184	
J3	BLENDER	1211	27	0	0	11	0	0	0	0	148	
J4	BLENDER	1279	33	0	0	14	3	0	0	0	161	
J5	BLENDER	617	14	0	0	0	0	5	0	0	75	
	SUMMA	50048	1520	0	0	135	8	49	3	0	6525	
	STDEV [pcs/m2]	19804	620	0	0	35	2	19	1	0	2600	
	RSD [%]	40 %	41 %			26 %	30 %	39 %	45 %		40 %	

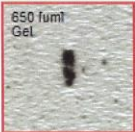


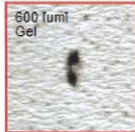




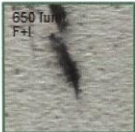


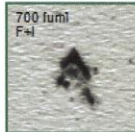
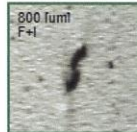


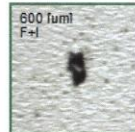


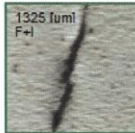

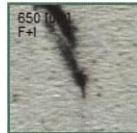

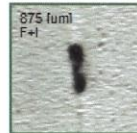







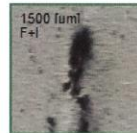

Tulokset: online-offline

ONLINE-OFFLINE

		Gel pcs/kg					Cont pcs/kg				Gel index
		100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	Others	100-299 μm	300-599 μm	600-1000 μm	>1000 μm	pcs/kg
ONLINE	1320H	120	3	0	0	0	0	0	0	0	15
OFFLINE 1	1320H	141	5	0	0	2	0	0	0	0	19
OFFLINE 2	1320H	152	12	0	0	7	0	0	0	0	27
ONLINE	1420H	1174	105	5	0	3	0	5	0	0	249
OFFLINE	1420H	2036	290	19	0	47	0	0	0	0	587
ONLINE	1446H	1606	198	8	0	5	0	0	0	3	399
OFFLINE	1446H	1788	239	16	0	23	0	2	0	0	499

Näyte, jossa on pölyä.

Defect pictures

							
Defect size [μm] 650	825	650	600	800	625	625	1050
Position [m] 0.225 / 0.046	0.791 / 0.018	0.850 / 0.023	1.625 / 0.056	4.274 / 0.086	4.368 / 0.031	4.693 / 0.078	6.872 / 0.032
Defect type Gel	F+I	Gel	Gel	Gel	Gel	F+I	F+I
							
Defect size [μm] 650	650	700	700	800	675	675	600
Position [m] 6.873 / 0.033	7.211 / 0.077	7.922 / 0.062	8.090 / 0.043	8.691 / 0.068	8.784 / 0.029	9.554 / 0.023	10.585 / 0.049
Defect type F+I	F+I	F+I	F+I	F+I	F+I	F+I	F+I
							
Defect size [μm] 975	650	1325	900	650	750	875	850
Position [m] 12.806 / 0.019	13.205 / 0.037	14.191 / 0.071	16.703 / 0.029	16.703 / 0.030	16.777 / 0.031	17.031 / 0.039	17.085 / 0.014
Defect type F+I	Gel	F+I	Gel	F+I	Gel	F+I	Gel
							
Defect size [μm] 1300	800	925	900	650	1575	1500	700
Position [m] 17.133 / 0.022	17.211 / 0.032	17.219 / 0.033	17.222 / 0.079	17.310 / 0.052	17.394 / 0.082	17.403 / 0.018	17.404 / 0.018
Defect type F+I	F+I	F+I	F+I	Gel	F+I	F+I	Gel

Näyte on huonoa raaka-ainetta.

Defect pictures

Defect size [µm] Position [m] Defect type	150 0.000 / 0.035 Gel	325 0.000 / 0.021 Gel	150 0.000 / 0.028 Gel	300 0.000 / 0.070 Gel	100 0.000 / 0.087 Gel	450 0.000 / 0.082 Gel	325 0.000 / 0.031 Gel	100 0.000 / 0.023 Gel
Defect size [µm] Position [m] Defect type	200 0.001 / 0.087 Gel	100 0.002 / 0.028 Gel	250 0.002 / 0.019 Gel	100 0.003 / 0.034 Gel	175 0.003 / 0.068 Gel	225 0.004 / 0.032 Gel	150 0.005 / 0.076 Gel	225 0.005 / 0.065 Gel
Defect size [µm] Position [m] Defect type	275 0.005 / 0.066 Gel	175 0.005 / 0.020 Gel	225 0.005 / 0.040 Gel	225 0.005 / 0.084 Gel	200 0.006 / 0.072 Gel	200 0.007 / 0.087 Gel	400 0.007 / 0.035 Gel	250 0.007 / 0.040 Gel
Defect size [µm] Position [m] Defect type	250 0.007 / 0.081 Gel	650 0.008 / 0.030 Gel	100 0.008 / 0.086 Gel	175 0.008 / 0.016 Gel	500 0.008 / 0.080 Gel	125 0.009 / 0.014 Gel	150 0.009 / 0.040 Gel	150 0.010 / 0.077 Gel

Telan lämpötilatesti kuumalla telalla.

Defect pictures

								
Defect size [μm]	625	625	1300	625	625	625	700	600
Position [m]	0.006 / 0.022	0.017 / 0.049	0.080 / 0.019	0.087 / 0.050	0.197 / 0.047	0.298 / 0.025	0.300 / 0.070	0.316 / 0.052
Defect type	Gel	Gel	F+I	Gel	Gel	Gel	Gel	Gel
								
Defect size [μm]	925	675	800	750	600	650	700	950
Position [m]	0.649 / 0.047	0.779 / 0.072	0.798 / 0.029	0.883 / 0.080	0.920 / 0.086	0.934 / 0.022	0.937 / 0.088	1.031 / 0.027
Defect type	Gel	Gel	Gel	F+I	Gel	Gel	Gel	F+I
								
Defect size [μm]	825	850	650	800	700	625	800	775
Position [m]	1.167 / 0.085	1.361 / 0.016	1.362 / 0.016	1.415 / 0.072	1.579 / 0.020	1.594 / 0.023	1.822 / 0.025	1.891 / 0.072
Defect type	Gel	Gel	Gel	Gel	F+I	Gel	Gel	F+I
								
Defect size [μm]	625	1125	600	875	600	675	750	675
Position [m]	2.532 / 0.036	2.616 / 0.062	2.617 / 0.062	2.699 / 0.066	2.862 / 0.058	2.963 / 0.074	2.985 / 0.018	3.134 / 0.079
Defect type	Gel	Gel	Gel	Gel	Gel	Gel	Gel	Gel

Naarmut telassa näkyvät telan lämpötesteissä.

Defect pictures

Defect size [µm] 1325	775	950	875	1000	700	775	650
Position [m] 0.028 / 0.014	0.030 / 0.014	0.070 / 0.036	0.295 / 0.030	0.318 / 0.042	0.342 / 0.048	0.492 / 0.036	0.913 / 0.036
Defect type F+	F+	F+	F+	F+	F+	F+	F+
Defect size [µm] 1175	625	775	675	625	725	775	3650
Position [m] 0.966 / 0.070	1.030 / 0.065	1.037 / 0.042	1.037 / 0.036	1.152 / 0.085	1.335 / 0.036	1.412 / 0.040	1.424 / 0.034
Defect type F+	Gel	F+	F+	F+	F+	F+	F+
Defect size [µm] 875	1700	3000	11150	7375	925	1925	4925
Position [m] 1.425 / 0.064	1.427 / 0.032	1.429 / 0.051	1.430 / 0.050	1.432 / 0.067	1.459 / 0.037	1.460 / 0.025	1.709 / 0.067
Defect type F+	F+	F+	F+	F+	F+	F+	F+
Defect size [µm] 1200	725	1025	1150	600	675	1075	625
Position [m] 1.710 / 0.069	1.757 / 0.036	1.881 / 0.044	1.882 / 0.035	1.983 / 0.044	2.180 / 0.036	2.303 / 0.051	2.602 / 0.036
Defect type F+	F+	F+	F+	Gel	F+	F+	F+