



RPA:n dynaamisten tulosten korrelaatio moduuliin ja kovuuteen

Hanna Lehtonen

Opinnäytetyö
Marraskuu 2014
Paperi-, tekstiili- ja kemian-
tekniikan koulutusohjelma
Kemiantekniikka

TIIVISTELMÄ

Tampereen ammattikorkeakoulu
Paperi-, tekstiili- ja kemiantekniikan koulutusohjelma
Kemiantekniikka

HANNA LEHTONEN:

RPA:n dynaamisten tulosten korrelaatio moduuliin ja kovuuteen

Opinnäytetyö 92 sivua, joista liitteitä 0 sivua
Marraskuu 2014

Tämän opinnäytetyön tarkoituksena oli selvittää, löytyikö Nokian renkailla kumisekoitusten testauksessa käytettävien rotaatioreometri RPA 2000 dynaamisten tulosten ja kovuuden sekä moduulin välille riippuvuus. Ja näin ollen, voitaisiinko RPA:ta hyödyntää kumisekoitusten laadunvalvonnassa, ja mahdollisesti jopa korvata sillä kovuus- sekä moduulimittaukset. Opinnäytetyön teoriaosiossa on esitelty yleisesti kumit ja niiden lisäaineet sekä työssä käytetyt mittaukset ja laitteet.

Korrelaation löytämiseksi, työ aloitettiin mittaamalla kumisekoituksia, joihin oli tehty niin sanottuja ”tahallisia virheitä”. Testeistä saatujen mittaustulosten avulla pyrittiin määrittämään sopivat mittaussparametrit, joilla vahvin riippuvuus löytyisi. Mittauksissa käytettiin RPA:n värähtelykulman muutostestiä. Kovuuden ja RPA- tulosten välille riippuvuus löydettiin jo ensimmäisillä testeillä. Moduulin ja RPA:n välinen korrelaatio saavutettiin lisätestien avulla, sekä muuttaen mittauksissa käytettyjä lämpötiloja ja taa-juuksia.

RPA-, kovuus- sekä moduuli- mittauksille suoritettiin toistettavuustestit, joilla selvitettiin mittausten luotettavuus. RPA- mittausta osoittautui kaikkein luotettavimmaksi. Pienimmän hajonnan tuloksiin RPA antoi matalilla värähtelykulmilla (Set Strain) ja korkeammilla kulmilla variaatiokertoimen mukaan toistettavuus oli parempi. Moduuli- ja kovuusmittaukset olivat toistettavuudeltaan RPA:ta epäluotettavampia.

Tuotantosekoituksista valittiin ominaisuuksiltaan toisistaan poikkeavia sekoituksia. Sekoituksille tehtiin ensin kovuus-, moduuli- ja RPA- mittaukset, joiden tuloksille haettiin riippuvuutta. Korrelaatiokertoimet sekoituksille olivat huonoja. Tämä johtui sekoitusten tasalaatuisuudesta sekä kesken testausten vaihtuneen vetokoneen antamien moduulitulosten poikkeavuudesta. Tämän vuoksi päädyttiin tarkastelemaan tuloksia kokeellisten rajojen avulla, mikä osoittautui hyvin kuvaavaksi menetelmäksi. Parhaiksi RPA- parametreiksi kovuudelle valikoitui Set Strain 0,98 %, S*, Sweep 2 ja moduulille Set Strain 19,95 %, S', Sweep 2.

Testausten perusteella voidaan todeta RPA:n dynaamisten tulosten korreloivan moduuli- sekä kovuustuloksiin. Ei ole pois suljettua, etteikö RPA:ta voitaisi käyttää hyödyksi sekoitusten laadunvalvonnassa kovuuden sekä moduuli mittauksen tukena. Tulevaisuudessa ehkä jopa niiden sijaan. Tämä kuitenkin edellyttää lisätestejä sekoituksille sekä varmistuksen RPA:n parametreille että hahmotelluille rajoille.

Asiasanat: korrelaatio, rpa, moduuli, kovuus

ABSTRACT

Tampereen ammattikorkeakoulu
Tampere University of Applied Sciences
Degree Programme in Paper, Textile and Chemical Engineering
Option of Chemical Engineering

HANNA LEHTONEN:

Correlation between the RPA's Dynamic Results and Traditional Rubber Tests (Module and Hardness)

Bachelor's thesis 92 pages, appendices 0 pages
November 2014

The purpose of this thesis was to clarify if it would be possible to get correlation between RPA 2000 dynamic results and traditional rubber tests, modulus and hardness results. And would it hence be possible to use the RPA for quality control and maybe also replace traditional tests with RPA tests. In the theory section of the thesis, rubbers in general and compounding ingredients and also the equipment and measurements which were used for the experimental section will be presented.

The experiments started by measuring rubber compounds, on which so-called intentional errors had been made. Using the results of those measurements the goal was to determine the measurement parameters that would give the best correlation. RPA's Strain Sweep test was used in these measurements. Already in the first tests dependence between RPA results and hardness was found. With additional tests and some changes in temperature and frequency, correlation was also found between RPA and modulus.

In order to determine the reliability of these test methods, reproducibility tests had to be done. It became clear that RPA test was the most reliable. The smallest dispersion in results came with the low strains. With the coefficient of variation dispersion was better with higher strains. The traditional tests modulus and hardness tests were less reliable than the RPA test.

The production compounds, with differing features, were chosen. To those compounds hardness, modulus and RPA tests were made, after which correlation between those test results was sought. Correlation coefficient to those compounds were weak because of the consistent quality of compounds and the fact that during the tests, tension tester equipment changed, which caused the results of modulus to differ from each other. For this reason, experimental limits were set for the results, which proved to be a well describing method. The best RPA's parameters to hardness were Set Strain 0,98 %, S* and Sweep 2, and to modulus Set Strain 19,95 %, S' and Sweep 2.

Based on these of test results, it can be found that there is correlation between RPA and modulus and hardness. It is possible that in the future, RPA can be used in quality control and perhaps even instead of modulus and hardness. However, this requires more tests to the compounds, as well as the verification of RPA's parameters and experimental limits.

Key words: correlation, rpa, module, hardness

SISÄLLYS

1	JOHDANTO.....	6
2	NOKIAN RENKAAT OYJ.....	7
3	KUMIT.....	8
3.1	Yleiskumit.....	9
3.1.1	NR.....	9
3.1.2	IR.....	9
3.1.3	SBR.....	10
3.1.4	BR.....	11
3.2	Erikoiskumit.....	11
3.2.1	IIR.....	11
3.2.2	NBR.....	12
3.2.3	CR.....	12
3.2.4	EPDM.....	13
3.2.5	Q.....	14
3.2.6	FPM.....	14
4	KUMIEN LISÄAINEET.....	15
4.1	Täyteaineet.....	15
4.1.1	Noki.....	16
4.1.2	Vaaleat täyteaineet.....	17
4.2	Pehmittimet.....	18
5	RPA 2000.....	19
6	MODULIMITTAUS.....	22
7	KOVUUSMITTAUS.....	24
8	TYÖNUMERO 1.....	26
8.1	Sekoitus A.....	26
8.2	Sekoitus B.....	31
9	TYÖNUMERO 2.....	35
10	TOISTETTAVUUSTESTIT.....	38
10.1	Kovuus.....	38
10.2	Moduuli.....	39
10.3	RPA.....	41
10.4	Toistettavuustestin yhteenvedo.....	46
11	TUOTANTOSEKOITUKSET.....	48
11.1	Korrelaatiot.....	48
11.2	Rajat.....	50
11.2.1	Sekoitus C.....	51

11.2.2 Sekoitus B	55
11.2.3 Sekoitus J	58
11.2.4 Sekoitus A	62
11.2.5 Sekoitus H	66
11.2.6 Sekoitus F	69
11.2.7 Sekoitus G	72
11.2.8 Sekoitus E	74
11.2.9 Sekoitus M	78
11.2.10 Sekoitus D	81
11.2.11 Sekoitus L	84
11.2.12 Sekoitus I.....	87
12 POHDINTA.....	90
LÄHTEET.....	91

1 JOHDANTO

Tämä opinnäytetyö on tehty yhteistyössä Nokian Renkaat Oyj:n kanssa. Nokian Renkaat Oyj käyttää kumisekoitustensa laadunvalvonnassa kovuus- sekä moduulimittaus- ta, joita varten näytteet tulee vulkanoida ja tämän jälkeen antaa jäähtyä 16 tunnin ajan. Tämä tarkoittaa tulosten tarkastelua vasta seuraavana arkipäivänä. Kirjallisuudessa on esitetty, että rotaatioreometri RPA:lla voidaan korvata useita perinteisiä kumin testaukseen käytettyjä menetelmiä.

Tämän työn tarkoituksena oli selvittää saadaanko RPA:n (Rubber Process Analyzer) dynaamiset tulokset korreloimaan kovuuden ja moduulin kanssa. Testattiin voitaisiinko RPA 2000 rotaatioreometriä hyödyntää laadunvalvonnassa siten, että sillä voitaisiin korvata ainakin joidenkin sekoitusten osalta kovuus- ja/tai moduulimittaukset.

Työ on jaettu teoria- ja kokeelliseen osuuteen. Alkuun on esitetty yleisesti teoriaa kumista sekä kumisekoituksissa käytetyistä lisäaineista. Teoriaosiossa on esitelty myös työn kokeellisessa osuudessa käytetyt mittausmenetelmät ja niihin liittyvät laitteistot. Kokeellisessa osiossa on kerrottu suoritettut mittaukset sekä niistä saadut tulokset.

RPA:lla voidaan suorittaa mittaukset vulkanoidusta sekä vulkanoimattomasta näytteestä. Työn testeissä käytettiin RPA:n värähtelykulman muutostestiä, jolloin laite vulkanoi näytteen ennen mittausta. Näyte ei vaadi erityisiä valmisteluja eikä välttämättä seisotusaikaa, joten mittaustulokset ovat saatavissa nopeammalla aikataululla kuin kovuus- ja moduulimittauksista. Tästä johtuen virheelliset sekoitukset havaittaisiin aiemmin ja niihin olisi mahdollisuus puuttua nopeammin.

RPA:ia voidaan pitää myös luotettavampana testausmenetelmänä kuin kovuutta ja moduulia, mikä osoitettiin työssä tehdyllä toistettavuustestillä.

2 NOKIAN RENKAAT OYJ

Nokian Renkaat Oyj on yhtiö, joka on perustettu vuonna 1988. Sen juuret ulottuvat kuitenkin jo vuoteen 1898 asti, jolloin Suomen Gummitehdas Oy perustettiin. Nokian Renkaat on kumiteollisuusyritys, joka valmistaa henkilö- ja kuorma-autojen sekä raskaan kaluston tarpeisiin renkaita. Yhtiön tunnetuin tuotebrändi on Hakkapeliitta. (Nokian Renkaat Oyj 2014)

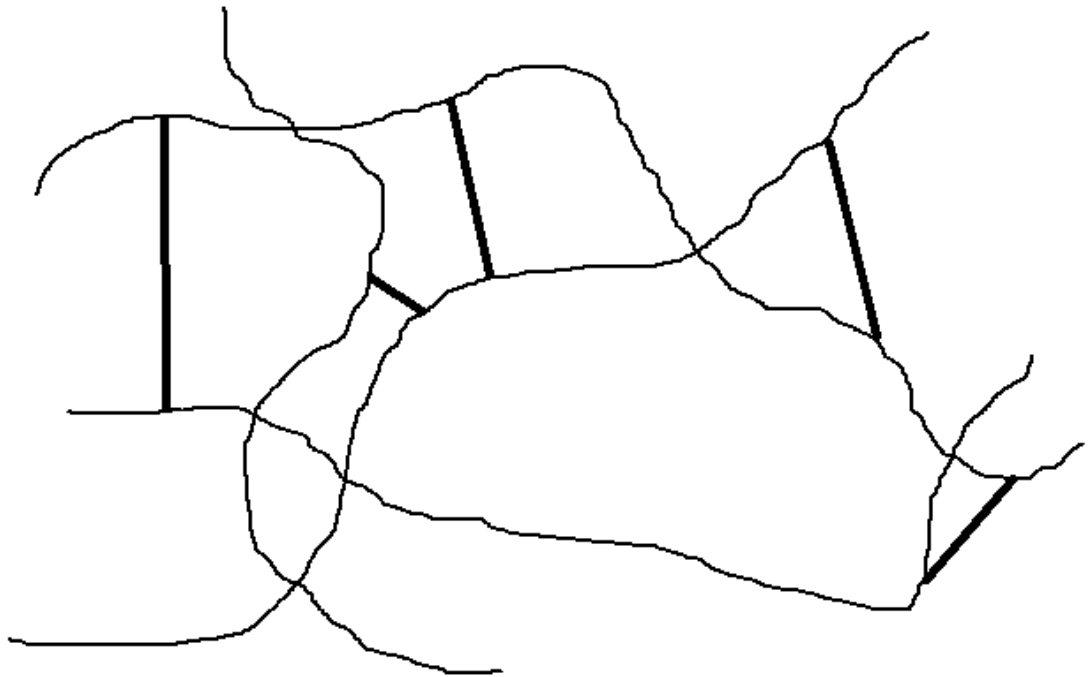
Nokian Renkailla on tuotantolaitoksia yhteensä kolme, yksi Suomessa Nokialla sekä kaksi Venäjällä Vsevolozhskissa, joissa päätuotteet valmistetaan. Yhtiöllä on myös oma Vianor- rengasketju, joka harjoittaa tukku- tai vähittäiskauppaa Pohjoismaissa, Venäjällä ja IVY- maissa (itsenäisten valtioiden yhteisö eli entisen Neuvostoliiton neuvostotasavaltojen muodostama yhteisö). (Nokian Renkaat Oyj 2014)

Nokian Renkaat on keskittynyt kehittämään ja tuottamaan laadukkaita ja turvallisia renkaita pohjoisen vaativiin oloihin. Se pyrkii innovatiivisesti kehittämään ja parantamaan tuotteitaan jatkuvasti, unohtamatta kuitenkin tuotteidensa ympäristöystävällisyyttä. (Nokian Renkaat Oyj 2014)

3 KUMIT

Kumi on materiaalina ainutlaatuinen ja monipuoliset ominaisuudet omaava elastomeeri. Se on hyvin joustavaa, vaimentavaa, tiivistävää, suojaavaa ja sillä on hyvä kiinnittyvyys metalleihin, muoveihin sekä tekstiileihin. Luonnosta kumia saadaan kumipuun maitiaisnesteestä, mutta sitä voidaan valmistaa myös teollisesti, jolloin kyseessä on synteettinen kumi. (Laurila 2007, 13, 23; Seppälä 2008, 244 - 246)

Kumimaiset materiaalit koostuvat suhteellisen pitkistä polymeeriketjuista, joilla on suuri joustavuus ja liikkuvuus, ja jotka ovat paikoitellen toisiinsa sidottuja (kuva 1). Kumia voidaan venyttää kymmenkertaiseksi sen alkuperäiseen pituuteen nähden ja poistettaessa ulkoinen voima, se palautuu nopeasti lähes alkuperäisiin mittoihinsa. Eikä siihen jää palautumatonta venymää. (Mark, Erman, Eirich 2005, 157, 160 - 161)



KUVA 1. Toisiinsa sidottuja polymeeriketjuja (Hanna Lehtonen 2014)

Elastomeerejä on paljon, joten ne voidaan luokitella esimerkiksi käyttötarkoituksen mukaan yleiskumeihin ja erikoiskumeihin.

3.1 Yleiskumit

Yleiskumeille on luonteenomaista luonnonkumimainen kimmoisuus ja tavallisesti niillä on hyvät fysikaaliset ominaisuudet. Yleiskumit ovat hinnaltaan edullisempia kuin erikoiskumit. Tämä on osa syy sille, että niitä käytetään suurina määrinä esimerkiksi rengasteollisuudessa sekä teknisissä mekaanista kestävyyttä vaativissa kohteissa. (Laurila 2007, 46; Seppälä 2008, 246)

3.1.1 NR

NR (Natural Rubber) eli luonnonkumi saadaan nimensä mukaisesti luonnosta. Tärkein kumipuu laji on *Hevea Brasiliensis*, joka kasvaa trooppisilla alueilla, joissa on korkea sademäärä. Tärkeimpiä tuottajamaita ovat Brasilia, Thaimaa, Malesia, Indonesia sekä Nigeria. (Laurila 2007, 46 - 48; Kothandaraman 2008, 17 - 18)

Puissa kumi on kuoren alla valkoisena maitomaisena nesteenä, lateksina ja se toimii puun omana suoja-aineena. Lateksi sisältää noin 36 % kumin painosta hiilivetyä, jonka lisäksi jonkin verran proteiineja (2-3 %), hartsimateriaaleja (1,6 %), sokereita (0,3 %) sekä muita materiaaleja. (Laurila 2007, 47; Kothandaraman 2008, 19)

Luonnonkumia käytetään pääasiallisesti rengasteollisuuden raaka-aineena (40 - 60 %), mutta myös muiden kumituotteiden valmistuksessa. Muita kumista valmistettuja tuotteita ovat esimerkiksi jalkineet, kuljetushihnat, letkut ja päällysteet. Ominaisuuksiltaan NR on sitkeää. Sillä on hyvä kulumiskestävyys sekä hyvä pakkasen kesto. Sen käyttöikä on rajallinen korkeissa lämpötiloissa, eikä se kestä hapettavia olosuhteita, öljyjä eikä liuotimia. Luonnonkumilla on taipumus kiteytyä viileässä. (Laurila 2007, 46 - 47; Kothandaraman 2008, 18)

3.1.2 IR

IR eli polyisopreenikumi on valmistettu synteettisesti, joten se on puhtaampaa ja tasalaatuisempaa verrattuna vastaavaan luonnonkumiin. Se on hyvin samantyyppistä kuin luonnonkumi. Erot NR:n ja IR:n välillä ovat pieniä, mutta joiltain osin silti merkittäviä

muun muassa toisistaan poikkeavan mikrorakenteen sekä proteiinipitoisuuden vuoksi. Polyisopreenikumi ei sisällä proteiineja eikä hartseja. (Laurila 2007, 52 - 53; Kothandaraman 2008, 42)

Ominaisuuksiltaan IR- kumi on hyvin samantyyppinen kuin luonnonkumi. Sillä on hyvä kulumisen kesto, se on sitkeää, kestää hyvin pakkasta. Korkeissa lämpötiloissa käyttöikä on rajallinen, eikä se kestä hapettavia olosuhteita eikä öljyjä ja liuottimia. Jotkin IR:n fysikaaliset ominaisuudet (vetolujuus, repimislujuus) ovat hieman huonommat kuin luonnonkumilla. Sen sijaan polyisopreenillä ei ole samanlaista kiteytymistäipumusta kuten NR:lla. Käyttökohteet polyisopreenikumilla ovat samoja kuin luonnonkumilla muun muassa ajoneuvojen renkaat sekä letkut. (Laurila 2007, 52 - 53)

3.1.3 SBR

SBR eli styreenibutadienikumi on synteettisistä kumeista yleisimmin käytetty ja edullisin. Sitä valmistetaan polymeroimalla styreeniä ja butadieniä vesiemulsiossa käyttäen katalyyttiä noin viidessä asteessa. Näin polymeeriin saadaan säännöllisempi rakenne ja siten paremmat ominaisuudet. Katalyyteillä säädetään polymeerin kokoa eli molekyyli-painojakaumaa ja molekyylin rakenteen haaroittuneisuutta. Yleensä SBR- elastomeerien styreenipitoisuus vaihtelee välillä 23 - 25 %. Pitoisuutta nostettaessa elastomeerin kovuus paranee, mutta dynaamiset ominaisuudet sekä kulutuksen kesto heikkenevät. (Laurila 2007, 54; Kothandaraman 2008, 37)

Styreenibutadienikumi on sitkeää ja sillä on hyvä kulumiskesto, kuitenkin huonompi kuin NR- kumilla. Pakkasta SBR- kumi kestää kohtalaisesti, mutta korkeissa lämpötiloissa sillä on rajallinen käyttöikä. Se ei kestä hapettavia olosuhteita, eikä öljyjä ja liuottimia. Eniten SBR:ia käytetään rengasteollisuudessa, mutta myös ajoneuvojen mattojen, jalkineiden, kuljetushihnojen sekä kulutuskumien raaka-aineina. (Laurila 2007, 53 - 54)

3.1.4 BR

BR eli butadieenikumi valmistetaan butadieeniä polymeroimalla liuoksessa. Sen polymerirakennetta säädetään käyttäen erilaisia katalyyttejä. BR- kumin huono mekaaninen lujuus sekä huono käsiteltävyys tekevät mahdottomaksi sen käytön yksinään. Siksi se onkin aina sekoitettuna luonnonkumiin tai styreenibutadieenikumiin. Butadieenikumilla pyritään parantamaan kumiseoksen kulutuksen, kimmoisuuden ja kylmän kestävyyttä. Elastomeereistä se on kaikkein kimmoisinta, siitä hyvänä esimerkkinä niin sanottu superpallo, jonka raaka-aineena BR- kumia käytetään. (Laurila 2007, 56 - 57; Kothandaraman 2008, 44)

Butadieenikumin tärkeimmät ominaisuudet ovat jo esille noussut erinomainen kimmoisuus, mutta myös erinomainen pakkasenkesto. Sitä käytetäänkin saostettuna muiden kumiainesten kanssa parantamaan kimmoisuutta ja pakkasenkestoa. Prosessoida BR- kumi on vaikeaa ja sillä on melko heikot mekaaniset ominaisuudet. Eikä se kestä olla kosketuksessa öljyjen eikä liuottimien kanssa. Merkittävin butadieenikumin käyttäjä on rengasteollisuus, joka käyttää sitä kuorma-auton renkaissa. (Laurila 2007, 56 - 57)

3.2 Erikoiskumit

Erikoiskumiin ryhmään luokitellaan IIR, NBR, CR, EPDM, Q ja FPM. Ne omaavat jonkin luonnonkumeista poikkeavan erikoisominaisuuden esimerkiksi parempi öljyn, bensiinin, sään, lämmön tai otsonin kestävyys. Erikoiskumit ovat kalliimpia kuin yleiskumit, mutta kuitenkin kohtuuhintaisia, kun niitä käytetään suurina määrinä. Työstettävyydeltään ne poikkeavat yleiskumeista haastavuutensa vuoksi. Yleisimmin erikoiskumia käytetään valmistettaessa teknisiä kumituotteita. (Laurila 2007, 58; Seppälä 2008, 246 - 247)

3.2.1 IIR

IIR eli butyylilikumi (isobuteeni-isopreeni kumi) valmistetaan isobuteenista ja pienestä määrästä isopreeniä. Butyylilikumin polymerointi tapahtuu liuoksessa. Polymerointi on ioninen ja siten erittäin nopea. (Laurila 2007, 65; Kothandaraman 2008, 49 - 50)

IIR- kumin tärkeimmät ominaisuudet ovat matala kaasun läpäisevyys, jonka vuoksi se on erinomainen valmistusmateriaali sisärenkaisiin, kaasunaamareihin sekä höyryletkuihin. Butyylikumilla on myös hyvä lämmön-, otsonin-, ja säänkesto, joten se soveltuu käytettäväksi allasvuorauksissa sekä katteissa. Kimmoisuudeltaan se on huono sekä sillä on taipumus kiteytyä rasituksessa, muttei kuitenkaan kylmässä. IIR- kumi kestää myös hapettavia kemikaaleja, öljynkesto sillä kuitenkin on huono. (Laurila 2007, 65 - 66; Kothandaraman 2008, 51 - 53)

3.2.2 NBR

NBR eli nitrilikumi on kopolymeeri (koostuu kahdesta tai useammasta meeristä), joka on akryylinitriilin ja butadieenin polymeeriseos. Nitrilikumia valmistetaan emulsiopolymeroinnilla, useimmiten kylmämenetelmällä noin 5 °C:ssa. (Kothandaraman 2008, 56)

NBR- kumi on tärkein öljynkestävä kumi. Se kestää myös hyvin polttoaineita ja siksi sitä käytetäänkin poltto- ja voiteluaine letkuissa, tiivisteissä sekä telapäällysteenä. Se ei kiteydy venytettäessä eikä jäähtyessä. Nitrilikumin fysikaaliset ominaisuudet ovat hyvät sekä se sietää kohtalaisesti lämpöä, mutta huonosti altistamista otsonille sekä polaarille liuottimille. (Laurila 2007, 60 - 61; Kothandaraman 2008, 57)

3.2.3 CR

CR eli kloropreenikumi lukeutuu vanhimpiin synteettisiin kumeihin. Se on melko kallista ja näin ollen sitä käytetään vain sen ollessa ehdottoman oleellista. (Kothandaraman 2008, 59) Kloropreenikumia valmistetaan emulsiopolymeroimalla 2-klooributadieeniä. Kloropreenit jaetaan valmistustavan mukaan rikkimodifioituihin kloropreeneihin, ksantogeenimodifioituihin kloropreeneihin sekä merkaptanimodifioituihin kloropreeneihin. (Laurila 2007, 64)

CR- kumilla on kaksi tärkeää ominaisuutta. Yksi on sen polaarinen luonne yhdessä klooriatomin kanssa ja sen taipumus kiteytyä. Nämä kaksi yhdistettynä tekevät kloropreenikumista tiheämpää kuin muut kumit. CR:n kiteytymisnopeuteen, joka tuntuu tuot-

teen kovettumisena, pystytään vaikuttamaan eri valmistusmenetelmin. (Laurila 2007, 64; Kothandaraman 2008, 61)

Kloropreenikumi kestää tiettyjä öljyjä, kuten kasvi- ja eläinöljyjä, sekä eräitä niin sanottuja nafteenisia mineraaliöljyjä, muttei aromaattisia öljyjä. Sillä on myös hyvä otsonin-, palon- sekä säänkesto, mutta alhaisissa lämpötiloissa sen käyttö on kuitenkin rajallista. CR- kumia voidaan sekoittaa myös muihin elastomeereihin, jotta saavutettaisiin halutut ominaisuudet. Tällöin tulee muistaa, että toisen elastomeerin mukana tulevat myös sen huonot ominaisuudet. CR- kumia käytetään muun muassa tiivisteiden, tärinänvaimentimien ja kiilahihnojen valmistuksessa. (Laurila 2007, 63 - 65)

3.2.4 EPDM

Eteeniä ja propeenä polymeroimalla muodostuu EPM- kumia. Sen käyttökelpoisuutta voidaan parantaa polymeroimalla siihen pieni määrä (2-10 %) dieeniä, jolloin kumia kutsutaan eteenipropeenidieenikumiksi. Tällöin kumiin siis lisätään hieman kaksoissidoksia. EPDM- kumin valmistuksessa käytettäviä kolmansia monomeerejä ovat ENB (etylideeninorborneeni), DCPD (disyklopentadieeni) ja 1,4 HD (1,4 hexadieeni), joilla jokaisella on omat edut sekä haitat. (Laurila 2007, 59; Kothandaraman 2008, 54)

EPDM- kumilla on alhaisin tiheys muihin kumeihin verrattuna. Sen tärkeimmät ominaisuudet, joita hyödynnetään teollisuudessa, ovat: erinomainen lämmön-, otsonin- ja säänkesto, hyvä kemikaalien ja höyryn kestävyys, erinomaiset sähköiset ominaisuudet, hyvät mekaaniset ominaisuudet ja kulutuskestävyys. (Kothandaraman 2008, 55)

EPDM- kumin alhainen viskositeetti korkeissa lämpötiloissa tekee siitä ideaalisen elastomeerin käytettäväksi ruiskuvalussa. Monet autojen osat voidaan valmistaa ruiskuvaluprosessilla kannattavasti. Useat autoteollisuuden suulakepuristetut tuotteet ovat tehty EPDM- kumista, muun muassa ikkunatiivisteet, jäähdyttimen letkut sekä useat muut profiilit. Sitä käytetään myös kaapelin päällysteenä sekä monien koneiden ja laitteiden osien valmistuksessa. (Laurila 2007, 59; Kothandaraman 2008, 56)

3.2.5 Q

Q- kumi eli silikonikumi on epäorgaaninen polymeeri, sillä sen molekyyli-runko poikkeaa muista kumeista siten, että rungon pääketjut eivät sisällä hiiltä vaan pii-happi- sidoksia. Niihin voidaan liittää, silikonikumin ominaisuuksia muokattaessa, erilaisia orgaanisia yhdisteitä. Pii-happi- sidosvoimat ovat paljon paremmat kuin hiili-hiili- sidosten. Tämän vuoksi silikonikumin lämmönkesto on niin merkittävä (jopa 300 °C). Silikonikumeista osa vulkanoidaan lämmöllä, kuten tavallista, mutta osa vulkanoituu itsestään huoneen lämpötilassa. Silikonikumeissa käytetään täyteaineita, yleensä lujittavia, sillä Q- kumeilla on huonot mekaaniset ominaisuudet. Kaikista kumeista puhtaan silikonikumin vetolujuus onkin kaikkein huonoin. (Muovimuotoilu 2014; Laurila 2007, 68; Kothandaraman 2008, 79 - 80)

Eristeenä silikonikumi on hyvä, tämän vuoksi sitä hyödynnetään kaapeliteollisuudessa kaapeleiden pinnoitteissa sekä eristeissä. Se ei myöskään aiheuta fysiologisesti ärsytystä ja on hajuton sekä mauton, joten se soveltuu hyvin käytettäväksi myös lääketieteen sovelluksissa. Silikonikumin erinomainen lämmönkestävyys tekee siitä oivan materiaalin käytettäväksi sähkölaitteissa ja teknisissä tuotteissa, joita käytetään korkeissa lämpötiloissa. Hinnaltaan se on kallista, mutta hinta määräytyy pitkälti kumin laadun mukaan. Höyrynkestoltaan silikonikumi on huonoa ja muottituotteissa sen kutistuvuus on suuri, joka tulee huomioida muottituotteen valmistuksessa. (Muovimuotoilu 2014; Laurila 2007, 67 - 68)

3.2.6 FPM

Fluorikumi eli FPM on yksi kalleimmista elastomeereistä ja niitä on useita eri tyyppisiä. Fluorikumit ovat kopolymeerejä, joiden valmistukseen käytetään kahta tai useampaa monomeeriä. FPM- kumeja käytetään, kun tuotteelta vaaditaan erinomaista lämmön (jopa +200 °C), hapen- tai korroosionkestoa, esimerkiksi lämmönkestävät eristeet. Fluorikumeilla on myös hyvä öljynkesto, ne ovat palamattomia ja niiden kemikaalikestävyys on erittäin hyvä. Siksi ne sopivat käytettäväksi erikoistiivisteissä ja letkuissa, muun muassa lentokoneissa ja autoissa sekä palon kestävässä pinnoitteissa. Kylmän kestävyys ja mekaaniset ominaisuudet niillä on kuitenkin heikohkot, eivätkä ne oikein kestä esteireitä tai ketoneita. (Laurila 2007, 68 - 69; Muovimuotoilu 2014)

4 KUMIEN LISÄAINEET

Kumisekoitus on yhden tai useamman elastomeerin sekä muiden ainesosien (lisäaineet) seos, joka on valmis prosessoitavaksi. Lisäaineilla pyritään parantamaan kumiseoksen fysikaalisia ja kemiallisia ominaisuuksia sekä vaikuttamaan lopputuotteen hintaan. Lisäaineet ovat olennainen osa kumisekoitusta. Hyvälaatuisessa sekoituksessa elastomeerin osuus tuotteen painosta on 50 - 60 % ja yleensä valmis kumituote sisältää 10 - 20 erilaista raaka-ainetta. Kumien tärkeimmät lisäaineet ovat täyteaineet ja pehmittimet. (Laurila 2007, 40; Seppälä 2008, 245, 257)

4.1 Täyteaineet

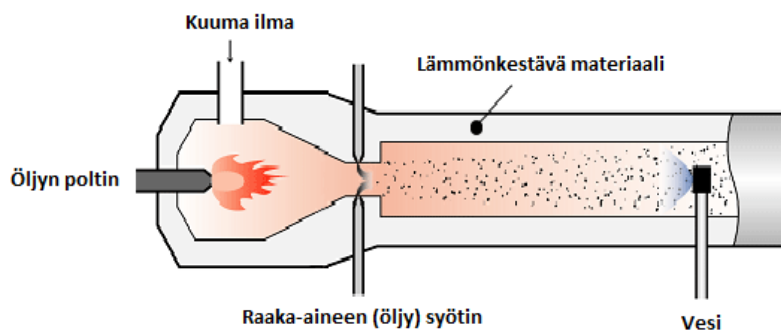
Vulkanoinnilla voidaan parantaa kumin ominaisuuksia, mutta vain rajallisesti. Lisäparannuksia saatetaan tarvita, kun halutaan valmistaa teknisesti kannattavia tuotteita. Tämä edellyttää kumin vahvistusta. Luonnonkumi kun on elastomeereistä ainoa, jonka lujuus on riittävä ilman täyteaineita. Täyteaineita käytetään myös muihin tarkoituksiin. Niillä muun muassa saadaan alennettua tuotteen valmistuskustannuksia sekä voidaan parantaa käsiteltävyyttä, etenkin puristusominaisuuksia, kuten suutinturpoaminen tai parempi pinnan viimeistely. (Kothandaraman 2008, 106)

Kumin täyteaineet ovat kumiin liukenemattomia pulverimaisia aineita, jotka ovat joko passiivisia tai aktiivisia. Aktiiviset täyteaineet ovat lujittavia, kun taas passiiviset eivät lujita. Passiivisilla yleensä alennetaan valmistuskustannuksia. Aktiivisiin täyteaineisiin lukeutuvat noki, magnesiumkarbonaatti, savi, silika ja silikaatit. Lujittaminen voidaan tehdä myös käyttäen muita polymeerejä ja metalleja. Lujitteet joko seostetaan kumin kanssa tai esimerkiksi kerrostetaan. Toinen luokittelutapa on jakaa täyteaineet esimerkiksi mustiin täyteaineisiin eli noki, vaaleisiin täyteaineisiin ja orgaanisiin täyteaineisiin. Seuraavassa täyteaineet esitellään edellä mainitun luokittelun mukaisesti. (Seppälä 2008, 72, 106, 257; Kothandaraman 2008, 106)

4.1.1 Noki

Noki on kaikkein tärkein kumien täyteaine. Se antaa useimmille kumituotteille niiden mustan värin. Noen kyky lujittaa kumia huomattiin vuosikymmeniä sitten. Nykyään on olemassa useita, lähes 50 eri nokityyppiä. ASTM (American Society for Testing and Materials) luokittelee noet noin 40:een eri nokityyppiin, joilla kaikilla on omat ominaisuutensa ja käyttötarkoituksensa. ASTM luokituksen mukaan nokien jaottelu riippuu partikkelikoosta ja rakenteesta, tällöin puhutaan N110-N990- noesta. Numeroinnin lisäksi eri nokityypeille on olemassa myös niiden ominaisuuksia kuvaavat nimet: HAF- noet (high abrasion furnace) eli kulutuskestoa antava, FEF- noet (fast extrusion furnace) eli suulakepuristusta helpottava, SAF- noet (super abrasion furnace) eli kulutuskeston maksimoiva, GPF (general-purpose furnace) eli hyvän pidon ja helpon prosessoitavuuden antava sekä ISAF (intermediate super abrasion furnace) eli kulutuskestoa parantava. (Laurila 2007, 74; Kothandaraman 2008, 106; White & De 2001, 141)

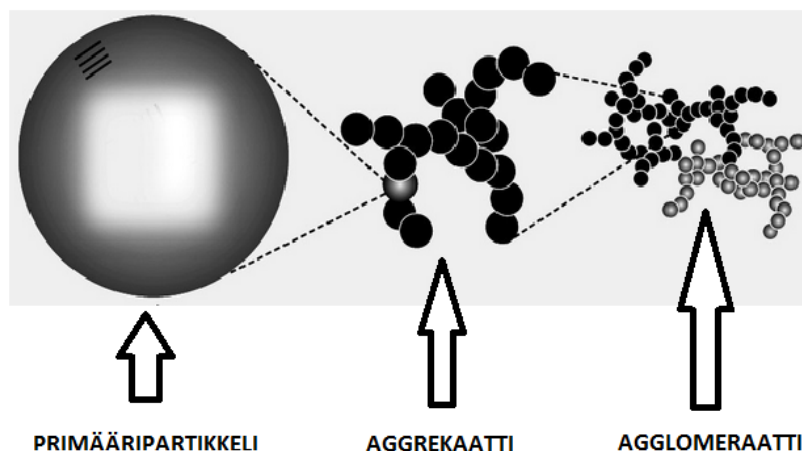
Noen valmistus tapahtuu polttamalla öljyä käyttäen kaasua eksakteissa olosuhteissa erityisissä reaktoreissa. Prosessin periaate on esitetty kuvassa 2. Tämä niin sanottu tulipesäprosessi on yleisimmin käytetty noen valmistusmenetelmä.



KUVA 2. Noen valmistusprosessin periaatekuva (Carbon black manufacturing 2010, muokattu)

Öljy syötetään suuttimista tulipesään ja palaessaan siitä muodostuu puhdasta hiiltä, joka sammutetaan suihkuttamalla vettä reaktoriin. Noen muodostumisreaktioita ja hiukkaskokoa kontrolloidaan höyryn ja veden avulla. Tässä kohtaa valmistusprosessia noki-partikkelit ovat todella hienojakoisia primääripartikkeleita. Reaktorin loppupäässä nämä partikkelit kiinnittyvät toisiinsa, jolloin muodostuu primääripartikkelijoukkoja, niin sanottuja agrekaatteja. Agrekaattien liittyessä toisiinsa hennosti, näin muodostuvia kimp-puja kutsutaan agglomeraateiksi. Primääripartikkelin, agrekaatin

ja agglomeraatin ero on esitetty kuvassa 3. Reaktorissa syntyvien agglomeraattien kokoon voidaan vaikuttaa höyryn ja veden määrää säätämällä. (Laurila 2007, 72 - 73)



KUVA 3. Noen rakenne (Intech 2004 - 2014, muokattu)

4.1.2 Vaaleat täyteaineet

Käytettäessä nokea täyteaineena, lopputuotteen väri on aina musta. Tämä ei kuitenkaan käy silloin, kun halutaan valmistaa vaaleita tai värillisiä kumituotteita. Tällöin nokea ei voida käyttää kumisekoituksen lujittamiseen, lopputuotteen ominaisuuksien säätämiseen ynnä muuhun sellaiseen, vaan täyteaineeksi tulee valita jokin vaalea täyteaine.

Vaaleita täyteaineita on useita ja ne voidaan luokitella monin eri tavoin. Hyödyllisin tapa on luokittelu ne aktiivisuuden mukaan ei-aktiivisiin, puoliaktiivisiin ja aktiivisiin täyteaineisiin. Aktiivisuus tässä yhteydessä kuvaa, miten suuresti täyteaine vaikuttaa kumisekoituksen viskoosisuuteen sekä tuotteen mekaanisiin ominaisuuksiin. (Laurila 2007, 74)

Teknisesti kaikkein merkittävin vaaleista aktiivisista täyteaineista on piihappo (SiO_2) eli piidioksidi (silika), jota valmistetaan polttamalla tai saostamalla. Toinen tärkeä kumiteollisuudessa käytetty aktiivinen täyteaine on silikaatit. Ne vaikuttavat sekoitukseen lujittamisen lisäksi kasvattaen viskositeettiä paljon enemmän kuin noki. Tämä johtuu siliikaatin suuresta struktuurista eli se kykenee imemään itseensä enemmän nestettä kuin saman pinta-alan omaava noki. (Laurila 2007, 73, 75)

Renkaissa Käytetään luonnonkumin ja silikan sekoitusta, joka antaa renkaalle hyvän kulutuskestävyyden. Renkaan suuri silika pitoisuus vähentää myös vierintävastusta, joka vaikuttaa alentavasti polttoaineen kulutukseen. Silika toimii renkaassa sidosaineena noen sijaan. (Nokian Renkaat 2014 Silica-luonnonkumi yhdistelmä kulutuspinnassa)

Muita yleisesti käytettyjä, vaaleita, vähemmän aktiivisia täyteaineita ovat erilaiset luonnon mineraalit, jotka esiintyvät yleensä silikaatteina, karbonaatteina tai oksideina. Tällaisia ovat muun muassa kaoliinit, talkki, liitu ja Neuburg- silikaatti. (Laurila 2007, 75 - 76) Kumisekoitukseen voidaan lisätä myös faktisia, jotka ovat orgaanisia täyteaineita. Tällaisia ovat rikillä käsitellyt kasvi- tai eläinöljytuotteet, selluloosakuidut ja pulverikumi. (Laurila 2007, 78)

4.2 Pehmittimet

Pehmittimillä parannetaan kumisekoituksen prosessoitavuutta, sen sekoituksessa, kalanteroinnissa ja ekstruusiassa (suulakepuristus) tekemällä kumisekoituksen plastisemmaksi eli alentamalla viskositeettia. Pehmittimet lisäävät myös valmiin kumin kylmänkestoa. Pehmittiminä käytetään mineraaliöljyjä, erilaisia synteettisiä pehmittimiä, esimerkiksi ftalaatteja sekä kasviöljyjä, muun muassa rypsiöljyä. (Kothandaraman 2008, 116; Seppälä 2008, 257; Laurila 2007, 79)

Mineraaliöljyt ovat yleisimmin käytettyjä pehmittimiä, joita saadaan tislaamalla raakaöljyä. Ne ovat öljyisiä aineita, jotka ovat pohjimmiltaan sekoituksia erilaisista hiilivedyistä. Luonnossa mineraaliöljyt ovat parafiinisia, nafteenisia ja aromaattisia. (Kothandaraman 2008, 117)

Ölly ei sekoitu kunnolla kaikkien kumien kanssa, esimerkiksi NBR- kumin, tällöin pehmittiminä käytetään synteettisiä pehmittimiä. Tällaisia ovat muun muassa esteripehmittimet, joista tunnetuimpina mainittakoon DOP eli dioktyyliftalaatti sekä DBP eli dibutyyliftalaatti. Kylmänkestoa parantavia synteettisiä pehmittimiä ovat adipaatit, esimerkiksi DOA eli dioktyyliadipaatti. Muita synteettisiin lukeutuvia pehmittimiä ovat stearaatit, oleaatit, trimellitiatit, glykoliesterit sekä eetteripehmittimet. Myös täyteaineena käytettyä faktista voidaan käyttää pehmittimenä. Suurina määrinä annosteltuna se vähentää kumisekoituksen kovuutta. (Laurila 2007, 79 - 80)

5 RPA 2000

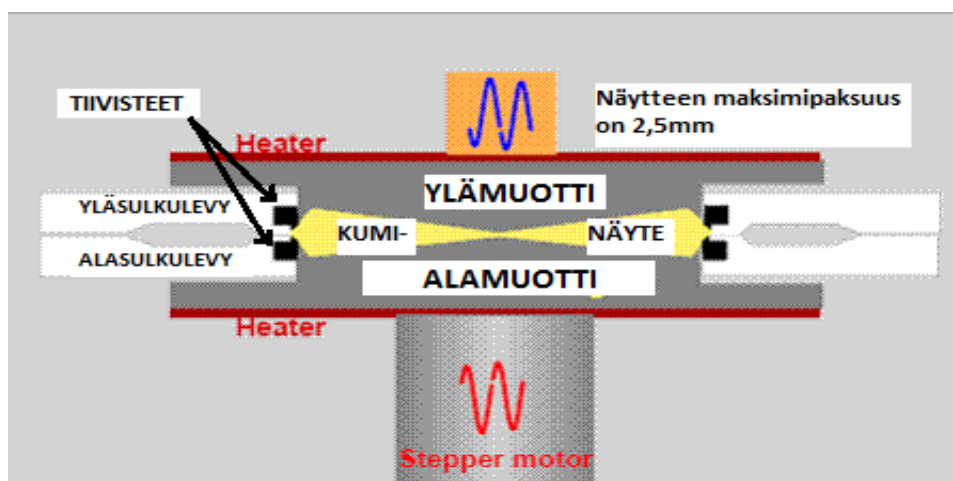
RPA 2000 (Rubber Process Analyzer) on kehittynyt värähtelevä (dynaaminen, mekaaninen, reologinen) rotaatioreometri (kuva 4). Se on kehitetty analysoimaan viskoelastisia materiaaleja kuten polymeerejä, masterbatcheja (vulkanointiaineita sisältämättömiä seoksia) ja vulkanoimattomia sekä vulkanoituja kumiseoksia. RPA:lla pystytään mittaamaan muun muassa polymeerien reologisia ominaisuuksia, polymeeriseoksien viskoelastisia reologisia ominaisuuksia, vulkanoitumista sekä vulkanoitujen kumien ja -seoksien ominaisuuksia. (Keckman 1999, 27)



KUVA 4. Oskilloiva rotaatiometri RPA 2000 (Testing instrumentation rheometry RPA 2000 2014)

RPA- laitetta on yksinkertainen käyttää, eikä sillä analysoitavia näytteitä tarvitse erityisesti valmistella ennen mittausta. Sillä on mahdollista suorittaa laajalla alueella dynaamisia testejä käyttäen eri lämpötiloja (40 - 230 °C), taajuuksia (0,1 - 2000 cpm/0,03 - 33,33 Hz) ja värähtelykulmia (0,05 - 90°). Mahdolliset taajuuksien ja värähtelykulmien yhdistelmät on RPA:ssa rajoitettu niin, että suurin leikkausnopeus on 30 1/s. (Keckman 1999, 27)

Kaksi kartionmuotoista muottilevyä sekä kaksi sulkulevyä muodostaa RPA:n testikammion, johon näyte asetetaan (kuva 5). Levyjen ansioista muotti sulkeutuu täydellisesti ja paineistaa näytekammion. Täysin suljetun testikammion ansioista näyte pysyy paikoillaan eikä pääse virumaan tai muuta geometriaansa testin aikana.



KUVA 5. Reometri RPA 2000:n testikammio (Oscillating rheometers 2014, muokattu)

Testattava näyte asetetaan alemman muottilevyn päälle ja ylempi muottilevy laskeutuu näytteen ylle, jolloin levyjen väliin muodostuu vakiotilavuinen puristusmuotti. Mikäli näytettä on enemmän kuin muottiin mahtuu, ylimääräinen näyte puristuu muotista pois sitä ympäröivään kanavaan. Laite suorittaa halutut testit ja tämän jälkeen testin lopussa muottilevyt avautuvat ja näyte voidaan poistaa levyjen välistä. (Keckman 1999, 28)

Sekä ylä- että alamuotissa lämmitys tapahtuu erikseen. Muottilevyjen alhaisen massan ansiosta lämpötilaa kyetään kasvattamaan hyvinkin nopeasti. Jäähdytys puolestaan tapahtuu ilmajäähdytyksenä. Tämä on myös melko nopeaa, esimerkiksi viidessä minuutissa levyjen lämpötilaa saadaan laskettua 150 °C. (Keckman 1999, 28)

”RPA 2000 aiheuttaa näytteeseen sinimuotoisen dynaamisen kuormituksen.” (Keckman 1999, 28) Ylämuottilevy on kytketty väännön mittaajaan niin, että alemmassa muottilevyn ajosysteemeissä tapahtuvat häiriöt häviävät. Se mittaa näytteen läpi siirtyvää väännön määrää. ”Vääntöä kuvataan kompleksisella väännöllä S^* .” (Keckman 1999, 28)

Kumin viskoelastisesta luonteesta johtuen se ei ole vaiheessa venymän kanssa. Kompleksinen vääntö S^* on mahdollista jakaa elastiseen sekä viskoosiseen komponenttiin.

Elastinen komponentti S' on vaiheessa venymän kanssa ja viskoosinen komponentti S'' on venymään nähden 90° kulmassa. (Keckman 1999, 28)

Rotaatioreometri RPA 2000:lla kyetään toteuttamaan monia erilaisia testejä, joista yksi tai useampi testi muodostaa testikokonaisuuden. Laitteella suoritettavia perustestejä ovat: taajuuden muutostesti (frequency sweep), jossa värähtelykulma sekä lämpötila säilyvät vakioina; värähtelykulman muutostesti (strain sweep), jossa lämpötila sekä taajuus säilyvät vakioina; lämpötilan muutostesti (temperature sweep), jossa värähtelykulma sekä taajuus säilyvät vakioina; vulkanoitumistesti (cure), jossa spesifioidaan tietty taajuus, lämpötila, testiaika ja kulma; jännitysrelaksaatiotesti (stress relaxation), jossa tuotetaan näytteeseen vakiovenymä. (Keckman 1999, 29)

Edellä mainittuja testejä on mahdollista liittää yhteen monin tavoin. Näin voidaan esimerkiksi saman testikokonaisuuden aikana mitata vulkanoimattoman kumiseoksen ominaisuuksia, tehdä vulkanointia sekä mitata vulkanoidun seoksen ominaisuuksia. (Keckman 1999, 29)

6 MODULIMITTAUS

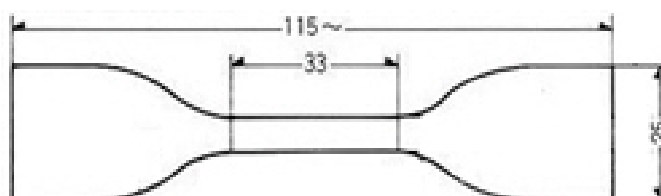
Moduuli kuvaa, kuinka paljon voimaa tarvitaan pinta-alaa kohti venytettäessä näytesauva esimerkiksi 300 %:iin asti, yksikkö MPa (MN/m^2) (Ojala 2014). Moduulimittaus suoritetaan vetokonelaitteelle. Kuvassa 6 esitetty Instronin vetokonelaite, Instron 5565, jota käytettiin tässä työssä suoritettuihin mittauksiin. Laitteella voidaan mitata muun muassa vetolujuutta, venymää sekä moduuli 50 %, 100 %, 200 % ja 300 %.



KUVA 6. Vetokonelaiteen leuat, joihin näytesauva asetetaan (Hanna Lehtonen 2014)

Moduulimittauksessa vetokoneella vedetään näytteestä stanssattuja vetosauvoja. Näytesauvoihin leimataan leimauslaitteella kaksi valkoista täplää, jotka vetokone tunnistaa. Kumisekoituksesta paistetaan näytelevyjä, joista stanssataan haluttu määrä näytesauvoja moduulimittausta varten. Näytesauvoista mitataan paksuus, ennen niiden vetämistä erillisellä paksuusmittarilla ja paksuus syötetään koneelle näytetietoihin. Vetolaite venyttää näytettä, ja samalla seuraamalla näytteeseen leimattuja täpliä, laite suorittaa tarvittavat mittaukset.

Vetokoestandardi ISO 37:1994 tarjoaa kuusi erityyppistä testikappaletta, ”käsipainon” muotoinen tyyppi 1, 2, 3 ja 4 sekä rengasmainen tyyppi A (normaali) ja B (miniatyyri). Tässä työssä käytössä oli ”käsipainon” muotoinen tyyppi 1 (kuva 7), jonka näytepituus (test type) oli $25,0 \pm 0,5$ mm ja sauvan kokonaispituus minimissään 115 mm. (International Standard ISO 37:1994; Brown 2006, 136)



KUVA 7. Käsipainon muotoinen näytesauva (Test procedure 2014)

Vetokonelaite pystyy toimimaan nopeuksilla 100 mm/min, 200 mm/min sekä 500 mm/min. Tässä työssä käytettiin näytesauvan venyttämiseen suurintaa nopeutta, 500 mm/min. Standardissa on myös määritelty vähimmäisaikaväli, joka tulee jäädä näytteen vulkanoinnin ja testauksen välille. Suositeltu vähimmäisaika on 16 tuntia, tällöin näyte on täysin jäähtynyt eikä esimerkiksi jälkivulkanointia enää pääse tapahtumaan. (International Standard ISO 37:1994)

7 KOVUUSMITTAUS

Kovuusmittaus on yksi ensimmäisistä ja myös yleisimmin käytetyistä kumitesteistä. Kovuusmittaus on yksinkertainen tapa mitata materiaalin kykyä vastustaa plastista deformaatiota eli jonkin esineen tunkeutumista materiaalin sisään. Kovuus ei varsinaisesti ole materiaaliominaisuus. Se on riippuvainen monista eri tekijöistä, kuten sitkeydestä ja kimmoisista ominaisuuksista. (Brown 2006, 118; Kovuusmittauksen perusteita 2014)

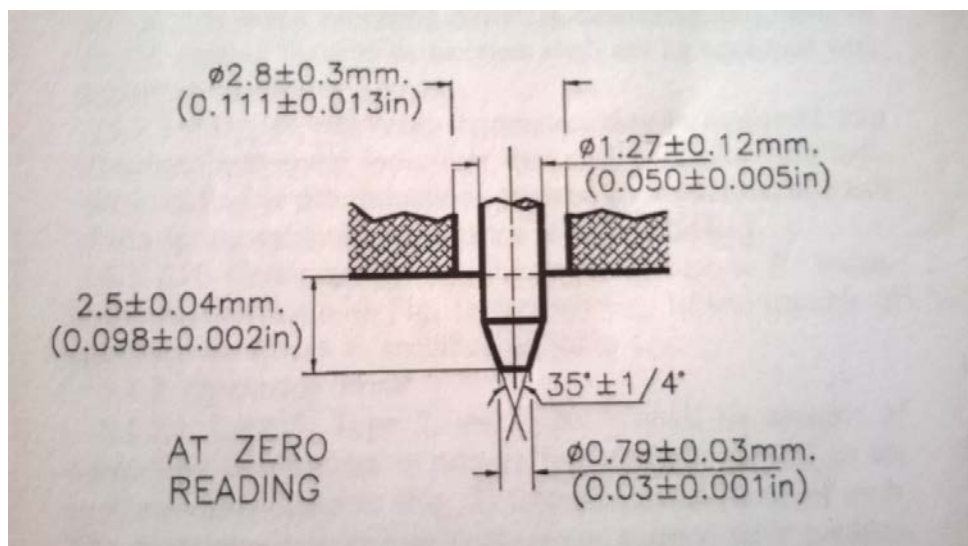
Kovuudelle ei ole mitään tarkkaa ja selkeää perusyksikköä, vaan se on määritellyn mitausmenetelmän tulos. Kovuusmittauslaitteet tunnetaan myös durometreinä, joita on eri tyyppejä: tyyppi A, B, C, D, DO, O, OO ja M, riippuen mm. laitteen painimen kärjen muodosta. (Standard D 2240-02)

Tässä työssä käytettiin kuvassa 8 esitettyä kovuusmittari duro Tronic Model 2000, Shore tyyppi A.



KUVA 8. Kovuusmittauslaitteisto (Hanna Lehtonen 2014)

Shore A mittauslaitteessa kovuusarvo määritetään painamalla kovuusmittarin tylppäkärkinen painin testattavan kappaleen pintaan (kuva 9). Painin on yhdistetty lineaariseen mittauslaitteeseen, joka mittaa painauman aiheuttaman syvyyden ja muuntaa saadun tuloksen Shore- arvoksi, °Sh.A. (Standard D 2240-02)



KUVA 9. Kovuusmittarin painin (Hanna Lehtonen 2014, kuva otettu Standardista D 2240-02)

Mitä syvempi painauma ja pienempi Shore- arvo, sitä pehmeämpi materiaali. Kovuusstandardissa D 2240-02 on määritetty kovuusalueet ja materiaalit, joille mittaus soveltuu. Esimerkiksi durometri tyyppi A soveltuu parhaiten muun muassa pehmeälle vulkanoidulle kumille, luonnonkumille, joustavalle polyakryylille, vahalle jne. joiden kovuudet sijoittuvat välille 20 - 90 °Sh.A. (Standard D 2240-02) DuroTonic Model 2000 on automaattimittari. Sen lisäksi käytössä oli myös käsimittari, Shore S1 (kuva 10). Shore S1 oli etenkin kovempia kumisekoituksia varten. Sillä varmistettiin tarvittaessa automaattimittarilla saadut tulokset.



KUVA 10. Shore S1 manuaalinen kovuusmittari (Hanna Lehtonen 2014)

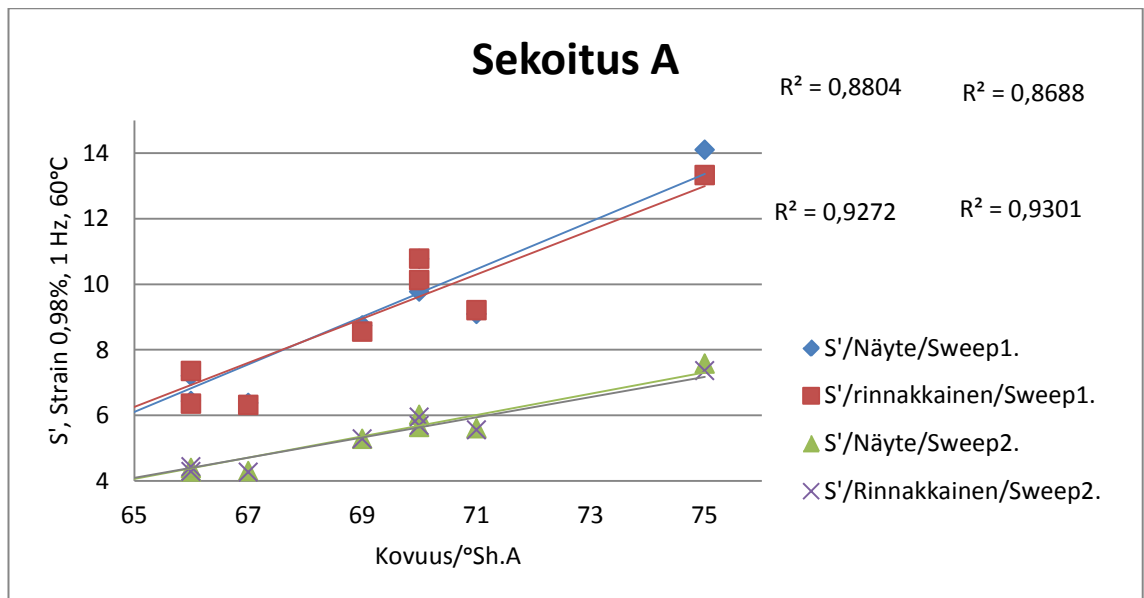
8 TYÖNUMERO 1

8.1 Sekoitus A

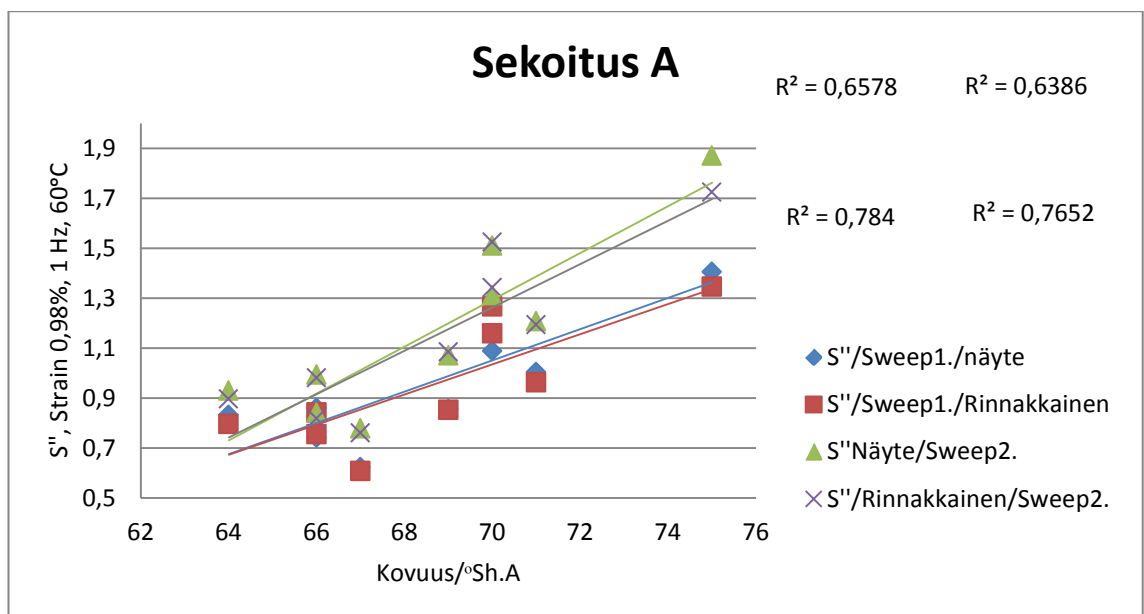
Ensimmäisessä työnumerossa 1 oli kaksi sekoitusta A ja B, joihin tehtiin niin sanottuja ”tahallisia virheitä”, muuttaen silikan, noen, irtoöljyn ja rikin määriä, jotta nähtiin havaitseeko RPA tällaisia ns. rajuja muutoksia. Molemmista sekoituksista (A ja B) oli kustakin yhdeksän näytettä, joista yksi oli todellinen tuotantosekoitus. Työnumerossa 1 oli yhteensä 18 näytettä. Sekoitukseen A tehtiin muutoksia muuttaen silikan, TDAE (irtoöljy) ja rikin määriä.

Vulkanoiduista levyistä mitattiin normaalisti kovuudet ja moduulit. RPA:lla ajettiin jokaisesta näytteestä näyte ja sille rinnakkainen värähtelykulman muutostestillä (Strain Sweep), jossa lämpötila ja taajuus säilyivät vakioina. Ensimmäisessä testauksessa näytteet ajettiin niin, että näyte vulkanoitiin 170 °C:ssa ja jäähdytettiin 60 °C:seen, taajuuksina oli käytössä ensin 1 Hz ja myöhemmin 10 Hz. Värähtelykulma kasvoi testin aikana 0,98 %:sta 19,95 %:iin. Set Straineja oli yhteensä viisi 0,98 %, 1,95 %, 5,02 %, 10,04 % ja 19,95 %. RPA suoritti jäähdytyksen jälkeen kaksi mittausta värähtelykulmaa muuttaen, jotka myöhemmin esiintyvät Sweep 1 ja Sweep 2. Parametrit oli valittu standardin mukaan, jossa on mainittu lämpötilaksi 60 °C ja 100 °C, taajuudeksi 1 Hz ja 10 Hz ja Straineiksi 1, 2, 5, 10 ja 20 %. Tarkastelussa oli värähtelykulman muutostestin S' (jäykkyysmoduulin reaaliosa), S'' (jäykkyysmoduulin imaginaariosa), S^* (kompleksinen jäykkyysmoduuli) ja $\tan \delta$ (häviökerroin) arvot, joita verrattiin kovuuteen ja moduuliin piirtämällä kuvaajat ja laskemalla niille korrelaatiokertoimet. Näin voitiin mallintaa RPA tulosten ja kovuuden/moduulin välistä riippuvuutta.

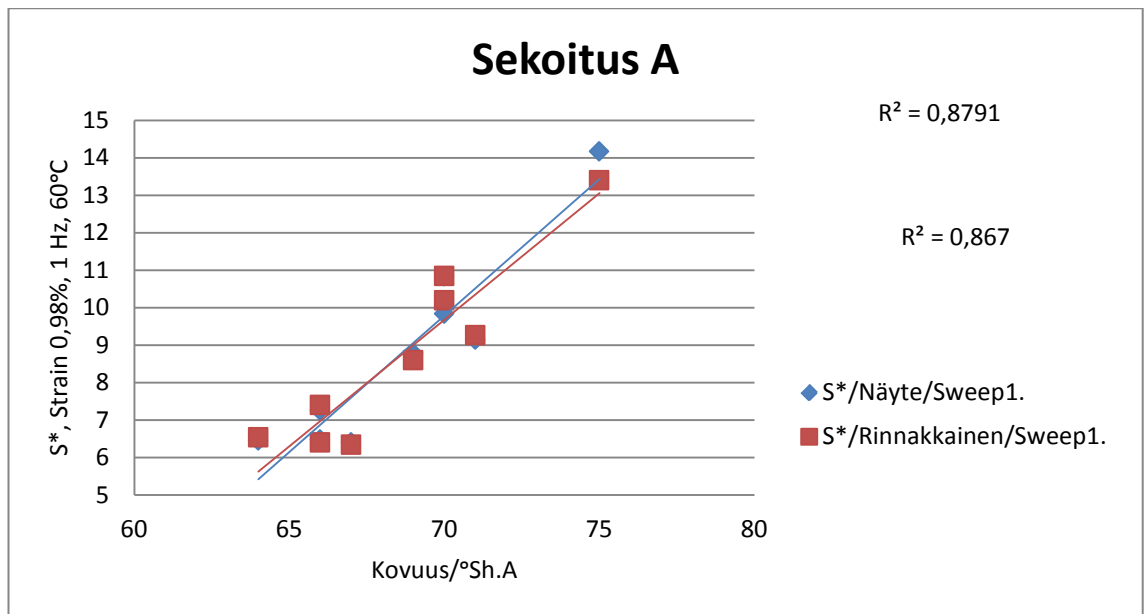
Sekoituksen A tuloksista voitiin havaita, että S' ja S^* tulokset korreloivat paremmin kovuuden ja moduulin tuloksiin, kuin S'' ja $\tan \delta$. Tulokset on esitetty kuvaaja muodossa (kuvio 1, 2, 3 ja 4). Sama toistui kaikilla Set Straineilla (kuvio 5 ja 6), joten jatkossa seurattiin vain S' ja S^* antamia arvoja.



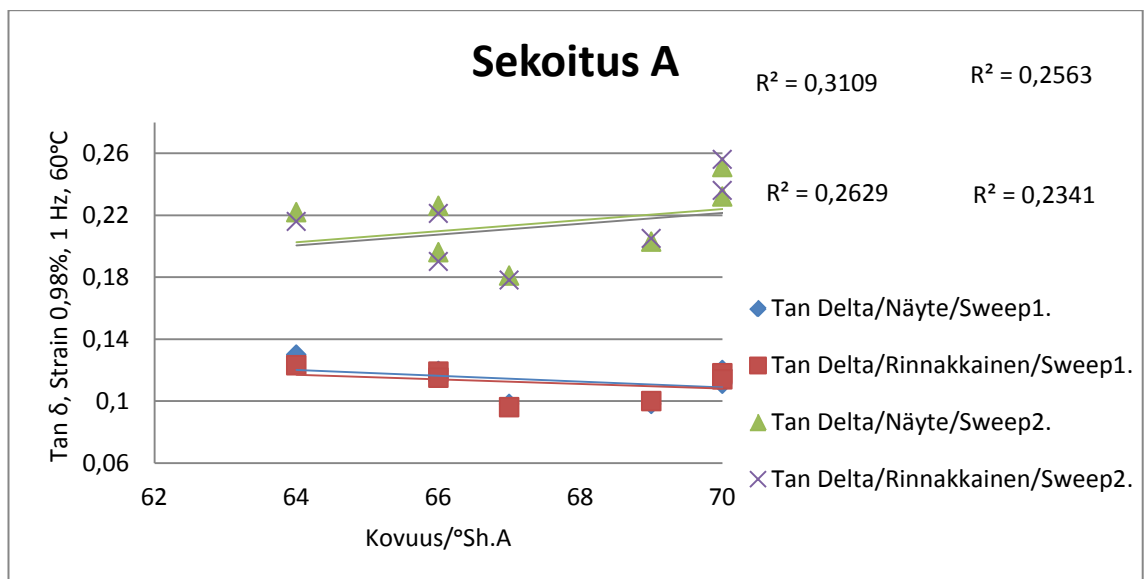
KUVIO 1. RPA S' - arvojen ja kovuuden välinen riippuvuus



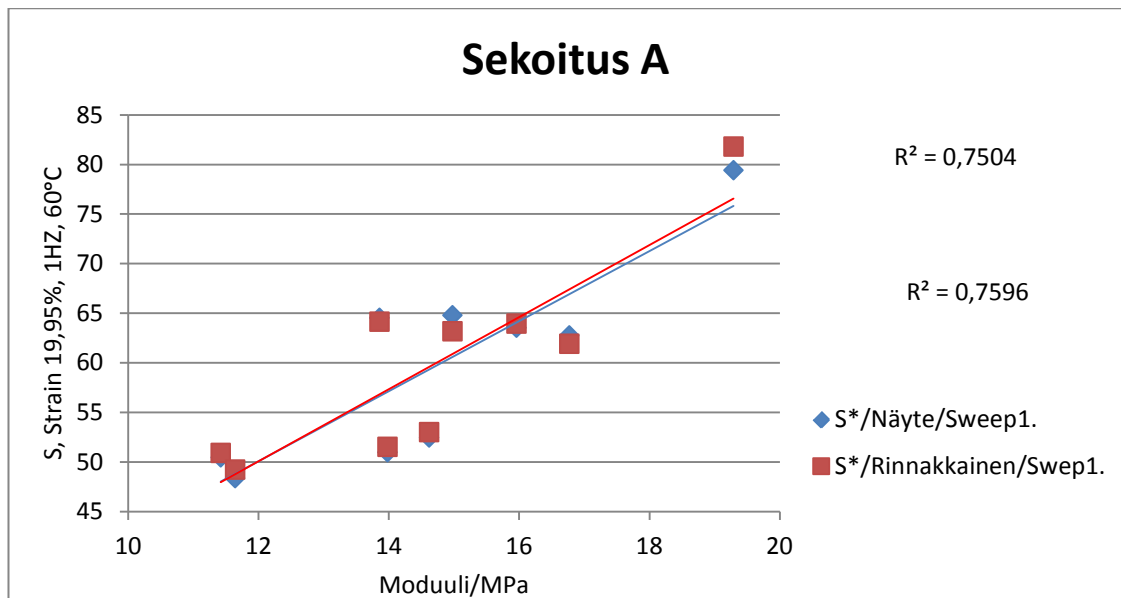
KUVIO 2. RPA S'' - arvojen ja kovuuden välinen riippuvuus



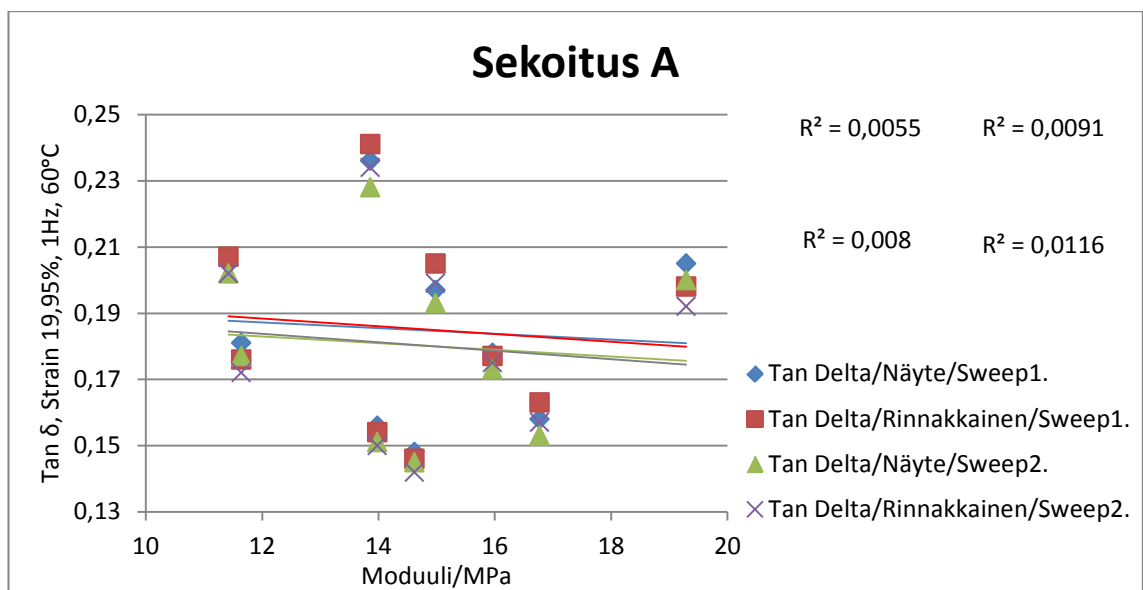
KUVIO 3. RPA S*- arvojen ja kovuuden välinen riippuvuus



KUVIO 4. RPA Tan δ- arvojen ja kovuuden välinen riippuvuus



KUVIO 5. S' - arvojen ja moduulin välinen riippuvuus



KUVIO 6. Tan δ- arvojen ja moduulin välinen riippuvuus

Kovuuden ja RPA- tulokset saatiin korreloimaan hyvin, mutta Moduulin paras korrelaatiokerroin jäi huomattavasti kovuuden parhaasta.

Kovuus: $R^2 = 0,9588$, S', Set Strain 19,95 %, Sweep1, 1 Hz

Moduuli: $R^2 = 0,7948$, S', Set Strain 19,95 %, Sweep2, 1 Hz.

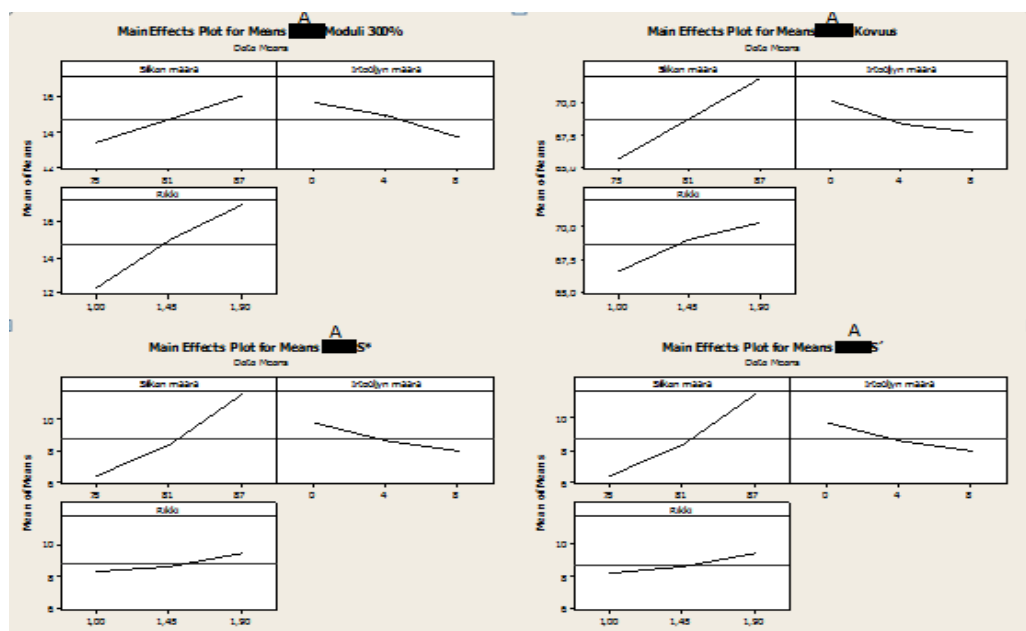
Sekoituksen A näytteet ajettiin myös taajuudella 10 Hz, jäähdytyslämpötilana pidettiin edelleen 60 °C. 1 Hz ja 10 Hz mittauksista saatuja korrelaatioita vertaillaessa (taulukko 1) voitiin huomata, että 1 Hz antoi pääosin hieman parempia tuloksia sekä kovuudelle että moduulille.

TAULUKKO 1. Kovuuden ja moduulin korrelaatiokerrointen erot Set Straineitain

KOVUUS Sweep1.						
Set Strain/%	S'/ 1 Hz	S'/ 10 Hz	Ero	S*/ 1 Hz	S*/ 10 Hz	Ero
0,98	0,8804	0,8581	0,0223	0,8791	0,8568	0,0223
1,95	0,8842	0,8674	0,0168	0,8813	0,8649	0,0164
5,02	0,8938	0,8952	-0,0014	0,8903	0,8935	-0,0032
10,04	0,9342	0,9288	0,0054	0,9295	0,9240	0,0055
19,95	0,9630	0,9671	-0,0041	0,9618	0,9641	-0,0023

MODUULI Sweep1.						
Set Strain/%	S'/ 1 Hz	S'/ 10 Hz	Ero	S*/ 1 Hz	S*/ 10 Hz	Ero
0,98	0,5555	0,4944	0,0611	0,5527	0,4436	0,4436
1,95	0,5426	0,4283	0,1143	0,5365	0,4244	0,1121
5,02	0,5563	0,4161	0,1402	0,5489	0,4232	0,1257
10,04	0,6463	0,5229	0,1234	0,6316	0,5122	0,1194
19,95	0,7732	0,6156	0,1576	0,7504	0,5996	0,1508

Silikan, irtoöljyn ja rikin vaikutussuhteet on esitetty kuvaajamuodossa (kuvio 7), joka havainnollistaa miten em. täyteaineiden määrien muutos vaikutti kovuuteen, moduuliin ja RPA:han.



KUVIO 7. Vaikutussuhdekuvaajat A (Hillman Leo 2014)

Vaikutussuhdekuvaajista voitiin nähdä silikan ja rikin määrää lisättäessä sen vaikuttaneen kovuuteen ja moduuliin kasvattaen niitä. Kun taas TDAE (irtoöljy) lisääminen alensi kovuutta sekä jäykkyyttä. RPA havaitsi myös samat muutokset, ei kuitenkaan aivan yhtenäisesti. Vaikutussuhdekuvaajat on tehty kovuusmittauksen ja moduulin tulosten sekä RPA- tulosten pohjalta, joissa käytettiin parametreja Set Strain 0,98 %, taajuus 1 Hz ja jäähdytyslämpötila 60 °C.

8.2 Sekoitus B

B sekoitukseen tehtiin muutoksia noen, TDAE (irtoöljy) ja rikin määriin. Noen määrän lisääntyessä kovuus lähti nousuun ja jäykkyys alkuun kasvoi, mutta tasoittui moduulin tulosten ylittäessään 10 MPa. RPA selvästi havaitsi tämän, sillä RPA:n antamat tulokset kasvoivat suhteessa noen määrään. Myös rikin määrän lisääminen aiheutti tuloksiin kasvua, kun taas kovuus, moduuli ja RPA- tulokset laskivat irtoöljyn määrän lisääntyessä sekoituksessa. Näytteet ajettiin RPA:lla Strain Sweep- testillä, kuten sekoitukses A näytteet. RPA vulkanoi näytteen 170°C:ssa, jonka jälkeen se jäähdytettiin 60 °C:een ja taajuuksina käytettiin myös 1 Hz ja 10 Hz. Värähtelykulmat olivat samat kuin edellä.

Kovuudelle korrelaatiot (taulukko 2) olivat B sekoituksella edelleen hyviä, taajuuden ollessa 1 Hz, mutta moduulin korrelaatiot jäivät jälleen alle 0,9. Tällä kertaa päästiin kuitenkin moduulinkin tuloksissa suuremmilla Set Strainilla jopa < 0,8 korrelaatioker-toimiin.

TAULUKKO 2. Kovuuden korrelaatiokertoimet, taajuus 1 Hz ja jäähdytyslämpötila 60°C

Set Strain/%	KOVUUS		1Hz
	S' Sweep1	S' Sweep2	S* Sweep1
0,98	0,8203	0,9247	0,8129
1,95	0,8961	0,9329	0,8849
5,02	0,9252	0,9316	0,9214
10,04	0,9325	0,9289	0,9381
19,95	0,9100	0,9082	0,9324

Värien voimakkuuksien avulla on kuvattu kovuuden ja RPA:n tulosten välisen riippuvuuden vahvuutta. Tumman oranssin, edustaessa heikointa riippuvuutta ja tummimman

vihreän, vahvinta. Moduulin ja RPA:n tulosten korrelaatiokerrointen voimakkuus on esitetty myös samaan tapaan (taulukko 3).

TAULUKKO 3. Moduulin korrelaatiokertoimet, taajuus 1 Hz ja jäähdytyslämpötila 60°C

MODUULI		1 Hz	
Set Strain/%	S' Sweep1	S' Sweep2	S* Sweep1
0,98	0,5272	0,7187	0,5150
1,95	0,5594	0,7563	0,5243
5,02	0,6734	0,7887	0,6255
10,04	0,7632	0,8215	0,7148
19,95	0,8572	0,8691	0,8076

Sekoituksen B kovuus/RPA ja moduuli/RPA saatiin parhaiten korreloimaan keskenään parametreilla,

Kovuus: $R^2 = 0,9381$, S*, Set Strain 10,04 %, Sweep1, 1 Hz

Moduuli: $R^2 = 0,8691$, S', Set Strain 19,95 %, Sweep2, 1 Hz.

Sekoituksen B näytteet ajettiin 1 Hz:n lisäksi myös 10 Hz:llä, joka antoi saman tuloksen kuin sekoitus A. Taajuudella 1 Hz saatiin tulokset paremmin korreloimaan (taulukko 4).

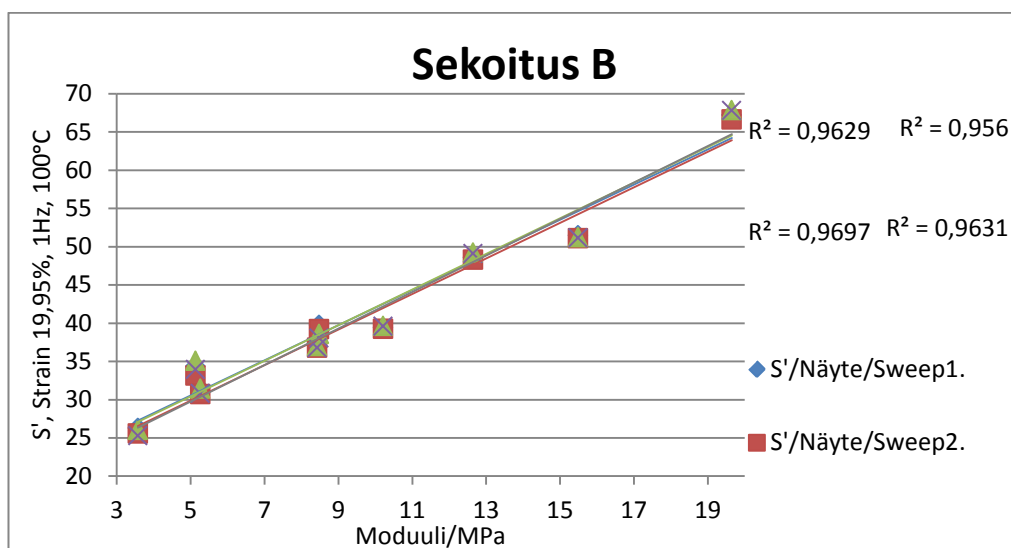
TAULUKKO 4. Kovuuden ja moduulin korrelaatiokerrointen erot Set Straineitain

KOVUUS		Sweep1.				
Set Strain/%	S'/ 1 Hz	S'/ 10 Hz	Ero	S*/ 1 Hz	S*/ 10 Hz	Ero
0,98	0,8203	0,7340	0,0074	0,8129	0,7290	0,0839
1,95	0,8961	0,7835	0,0112	0,8849	0,7730	0,1119
5,02	0,9252	0,8788	0,0038	0,9214	0,8548	0,0666
10,04	0,9321	0,9220	-0,006	0,9381	0,9104	0,0277
19,95	0,9100	0,9328	-0,0224	0,9324	0,9301	0,0023

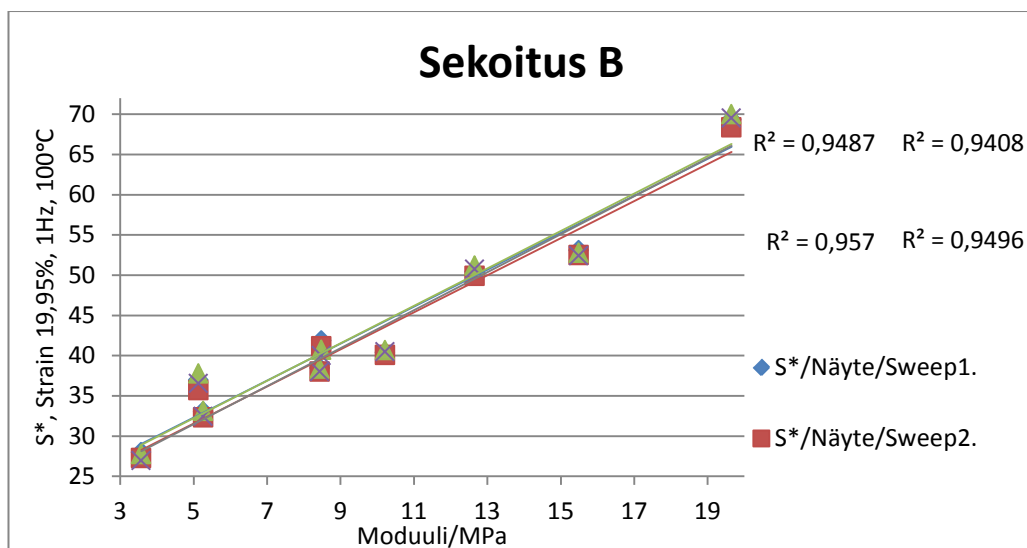
MODUULI		Sweep1.				
Set Strain/%	S'/ 1 Hz	S'/ 10 Hz	Ero	S*/ 1 Hz	S*/ 10 Hz	Ero
0,98	0,5272	0,5066	0,0206	0,5150	0,5005	0,0145
1,95	0,5594	0,3932	0,1662	0,5243	0,3722	0,1521
5,02	0,6734	0,4699	0,2035	0,6255	0,4242	0,2013
10,04	0,7632	0,5626	0,2006	0,7148	0,5259	0,1889
19,95	0,8572	0,6935	0,1637	0,8076	0,6351	0,1725

1 Hz ja 10 Hz väliset erot kovuudelle eivät olleet suuria, mutta moduulin korrelaatioissa taas oli hieman enemmän eroa.

RPA:n Standardissa ja Rubber World artikkelissa ”Ten ways to improve test productivity and reduce testing costs” (Dick 2005, 31 - 32) oli esitetty jäähdtyslämpötilaksi myös 100 °C. Tämän perusteella sekoituksen B näytteet ajettiin 60 °C:een lisäksi myös 100 °C:ssa, taajuudella 1 Hz. Tuloksista voitiin havaita, kun jäähdtyslämpötila nostettiin 100 °C:een, saatiin myös moduulin ja RPA:n tulokset korreloimaan. Tämä on esitetty kuvaaja muodossa kuvioissa 8 ja 9.



KUVIO 8. Moduulin ja RPA:n välinen riippuvuus arvolla S' , jäähdtyslämpötilan ollessa 100 °C



KUVIO 9. Moduulin ja RPA:n välinen riippuvuus arvolla S^* , jäähdtyslämpötilan ollessa 100 °C

Parhaiten RPA:n tulokset korreloivat moduuliin Set Strainilla 19,95 %. Parhain korrelaatiokerroin saatiin parametreilla

Moduuli: $R^2 = 0,9697$, S' , Set Strain 19,95 %, Sweep2, 1 Hz, 100 °C.

Aiemmin saavutettu vahva RPA- tulosten ja kovuuden välinen riippuvuus myös säilyi, vaikka lämpötilaa nostettiin. Kovuudelle paras korrelaatiokerroin saatiin parametreilla Kovuus: $R^2 = 0,9330$, S' , Set Strain 1,95 %, Sweep1, 1 Hz, 100 °C.

Jäähdytyslämpötilaa nostettaessa moduuli korreloi edelleen paremmin korkeammilla Straineilla (taulukko 5), kun taas kovuuden suhteen tapahtui hieman muutosta ja vahvin riippuvuus löytyi alemmilla Straineilla kuin aiemmin (taulukko 6).

TAULUKKO 5. Kovuuden korrelaatio erot jäähdytyslämpötilan muuttuessa

KOVUUS Sweep1.

Set Strain/%	$S'/ 60\text{ °C}$	$S'/ 100\text{ °C}$	Ero	$S^*/ 60\text{ °C}$	$S^*/ 100\text{ °C}$	Ero
0,98	0,8203	0,9053	0,0850	0,8129	0,9042	0,0913
1,95	0,8961	0,9258	0,0297	0,8849	0,9291	0,0442
5,02	0,9252	0,9127	-0,0125	0,9214	0,9232	0,0018
10,04	0,9325	0,8795	-0,0530	0,9381	0,8964	-0,0417
19,95	0,9100	0,8238	-0,0862	0,9324	0,8492	-0,0832

Kovuuden korrelaatioissa ei suuria eroja ollut jäähdytyslämpötilojen suhteen. Pienemmillä Straineilla 100 °C:ssa korrelaatio oli parempi, mutta suuremmilla Straneilla taas 60 °C antoi parempia korrelaatiokertoimia. Taulukon negatiiviset arvot symboloivat 100 °C:een jäähdytyslämpötilalla riippuvuuden olleen heikompi.

TAULUKKO 6. Moduulin korrelaatio erot jäähdytyslämpötilan muuttuessa

MODUULI Sweep1.

Set Strain/%	$S'/ 60\text{ °C}$	$S'/ 100\text{ °C}$	Ero	$S^*/ 60\text{ °C}$	$S^*/ 100\text{ °C}$	Ero
0,98	0,5272	0,6899	0,1627	0,5150	0,6697	0,1547
1,95	0,5594	0,7802	0,2208	0,5243	0,7525	0,2282
5,02	0,6734	0,8622	0,1888	0,6255	0,8371	0,2116
10,04	0,7632	0,9208	0,1576	0,7148	0,9009	0,1861
19,95	0,8572	0,9629	0,1057	0,8076	0,9487	0,1411

Verrattuna kovuuden tuloksiin, moduulin ja RPA:n välisen riippuvuuden voimakkuuteen selkeästi jäähdytyslämpötilan muutos vaikutti. 100 °C:een lämpötila antoi selkeästi parempia kertoimia moduulille kuin 60 °C. Tämän perusteella päätettiin jatkossa näyte jäähdyttää 100 °C:een lämpötilaan.

9 TYÖNUMERO 2

Työnumerossa 2 testattiin saadaanko RPA:n tulokset korreloimaan vielä paremmin kovuuteen ja moduuliin, jos sekoituksessa tapahtuvat muutokset ovat selkeämpiä ja muuttujana on vain yksi täyteaine. C sekoituksesta tehtiin seitsemän erilaista seosta, joihin tehtiin muutoksia noen määrään, sillä noki toimii lujittavana täyteaineena kumisekoituksissa. Sekoituksista yksi (näyte 4) oli todellinen C reseptin mukaan valmistettu ja muihin lisättiin tai vähennettiin noen normaalia määrää siten, että kovuuden tuli laskea tai nousta noin kaksi yksikköä.

Vulkanoiduista näytteistä mitattiin normaalisti kovuus sekä moduuli (taulukko 7) ja vulkanoimattomat näytteet ajettiin RPA:lla 170 °C:ssa ja jäähdytyslämpötilana oli 100 °C. Taajuutena oli ensin 1 Hz, mutta vertailun vuoksi kaikki näytteet ajettiin myös 10 Hz:n taajuutta käyttäen.

TAULUKKO 7. C kovuus ja moduuli tulokset

Näyte	Kovuus	Moduuli 300 %
1	58	9,63
2	59	11,10
3	61	11,88
4	64	13,48
5	65	14,94
6	66	16,64
7	68	16,61

Kovuus saatiin lähes halutulla tavalla vaihtelevaan noen määrää muuttamalla. Myös moduulin tuloksiin saatiin näkyviin tarvittavia vaihteluita. Työnumerossa 2 lisättiin myös Set Strainien määrää, jotta nähtiin löytyisikö parhaat korrelaatiot sittenkin jo aiemmin valittujen Strainien väliltä.

Uudet Set Strainit olivat: 0,98 %, 1,95 %, 5,02 %, 7,95 %, 10,04 %, 15,07 %, 19,95 %. Strainien lisäyksellä ei kuitenkaan merkittävää vaikutusta ollut, sillä kovuudelle ja moduulille parhaat korrelaatiokertoimet löytyivät parametreilla

Kovuus: $R^2 = 0,9727$, S' , Set Strain 0,98 %, Sweep2, 1 Hz, 100 °C

Moduuli: $R^2 = 0,9861$, S' , Set Strain 19,95 %, Sweep2, 1 Hz, 100 °C

Kovuus: $R^2 = 0,9790$, S' , Set Strain 5,02 %, Sweep2, 10 Hz, 100 °C

Moduuli: $R^2 = 0,9746$, S' Set Strain 1,95 % Sweep1. 10 Hz 100 °C.

Mittaustuloksista voitiin todeta vertailtaessa 1 Hz:n ja 10 Hz:n tuloksia (taulukko 8 ja 9), että edelleen 1 Hz:n taajuudella saatiin kovuus/moduuli ja RPA:n tulokset korreloimaan keskenään hieman paremmin kuin 10 Hz:n taajuudella.

TAULUKKO 8. Kovuuden korrelaatiokerrointen erot Set Straineitain taajuuden muuttuessa

KOVUUS Sweep1.

Set Strain/%	$S'/ 1 \text{ Hz}$	$S'/ 10 \text{ Hz}$	Ero	$S^*/ 1 \text{ Hz}$	$S^*/ 10 \text{ Hz}$	Ero
0,98	0,9572	0,9321	0,0251	0,9575	0,9315	0,026
1,95	0,9628	0,9597	0,0031	0,9621	0,9593	0,0028
5,02	0,9655	0,9623	0,0032	0,9649	0,9614	0,0035
7,95	0,9656	0,9667	-0,0011	0,9651	0,9669	-0,0018
10,04	0,9667	0,9701	-0,0034	0,9664	0,9669	-0,0005
15,07	0,9707	0,9703	0,0004	0,9701	0,9695	0,0006
19,95	0,9707	0,9738	-0,0031	0,9701	0,9731	-0,0030

KOVUUS Sweep2.

Set Strain/%	$S'/ 1 \text{ Hz}$	$S'/ 10 \text{ Hz}$	Ero	$S^*/ 1 \text{ Hz}$	$S^*/ 10 \text{ Hz}$	Ero
0,98	0,9712	0,9676	0,0036	0,9703	0,9673	0,0030
1,95	0,9693	0,9637	0,0056	0,9688	0,9640	0,0048
5,02	0,9716	0,9790	-0,0074	0,9711	0,9790	-0,0079
7,95	0,9695	0,9733	-0,0038	0,9693	0,9730	-0,0037
10,04	0,9691	0,9705	-0,0014	0,9691	0,9700	-0,0009
15,07	0,9704	0,9743	-0,0039	0,9701	0,9738	-0,0037
19,95	0,9706	0,9706	0,0000	0,9701	0,9700	0,0001

TAULUKKO 9. Moduulin korrelaatiokerrointen erot Set Straineitain taajuuden muuttuessa

MODUULI Sweep1.

Set Strain/%	S'/ 1 Hz	S'/ 10 Hz	Ero	S*/ 1 Hz	S*/ 10 Hz	Ero
0,98	0,9556	0,9198	0,0358	0,9554	0,9187	0,0367
1,95	0,9616	0,9293	0,0323	0,9607	0,9300	0,0307
5,02	0,9645	0,9583	0,0062	0,9637	0,9576	0,0061
7,95	0,9688	0,9712	-0,0024	0,9679	0,9712	-0,0033
10,04	0,9710	0,9497	0,0213	0,9702	0,9563	0,0139
15,07	0,9765	0,9547	0,0218	0,9748	0,9545	0,0203
19,95	0,9771	0,9548	0,0223	0,9757	0,9548	0,0209

MODUULI Sweep2.

Set Strain/%	S'/ 1 Hz	S'/ 10 Hz	Ero	S*/ 1 Hz	S*/ 10 Hz	Ero
0,98	0,9770	0,9675	0,0095	0,9758	0,9673	0,0085
1,95	0,9750	0,9368	0,0382	0,9739	0,9387	0,0352
5,02	0,9753	0,9611	0,0142	0,9743	0,9609	0,0134
7,95	0,9771	0,9683	0,0088	0,9763	0,9681	0,0082
10,04	0,9772	0,9554	0,0218	0,9765	0,9552	0,0213
15,07	0,9783	0,9621	0,0162	0,9773	0,9615	0,0158
19,95	0,9777	0,9569	0,0208	0,9765	0,9567	0,0198

Saatujen tulosten perusteella päätettiin jatkossa käyttää 100 °C:een jäähdytyslämpötilan lisäksi 1 Hz taajuutta, sillä niillä saadut tulokset olivat testien mukaan parempia. Set Strainien suhteen päätettiin pitäytyä jo aiemmin käytetyissä viidessä Strainissa, sillä testiin otetut 7,95 % ja 15,07 % eivät tuoneet tuloksiin mitään uutta.

Tulosten perusteella todettiin moduulin ja RPA:n korreloivan parhaiten Set Strainilla 19,95 %, mutta kovuuden suhteen vaihtelua oli melko paljon. Tämän vuoksi itse kovuusmittaus herätti epäilyksiä sen luotettavuudesta.

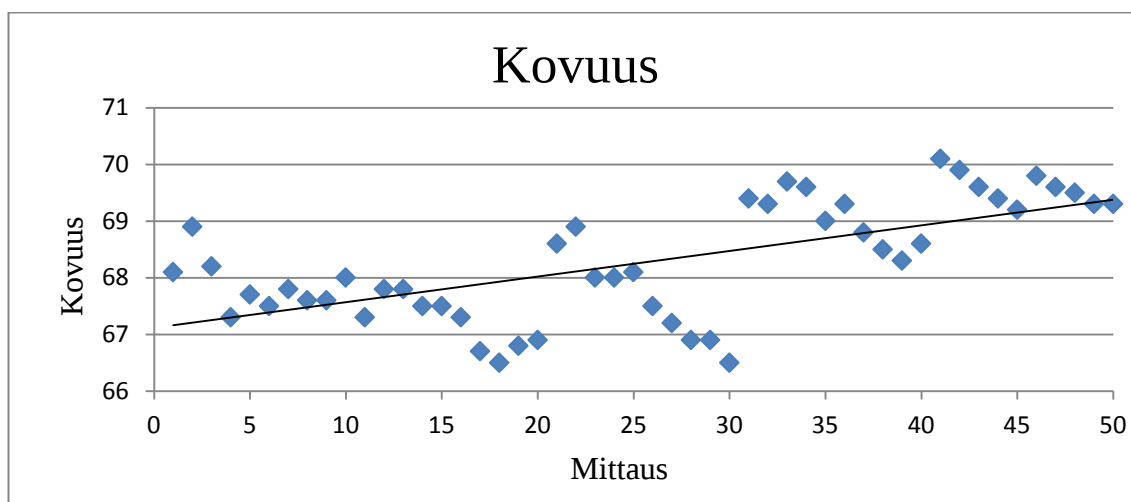
10 TOISTETTAVUUSTESTIT

10.1 Kovuus

Kovuusmittaus herätti epäilyksiä sen luotettavuudesta. Tämän vuoksi kaikille mittauksille päätettiin tehdä toistettavuustesti, jotta nähtäisiin, kuinka luotettavia kovuus, moduuli ja RPA mittauksina olivat. Sekoitukseksi valittiin A, josta paistettiin 10 levyä kovuusmittauksia varten. Jokaiselle näytelevylle suoritettiin viisi mittausta automaattisella kovuusmittarilla. Joten yhteensä mittauksia sekoituksesta otettiin 50 (taulukko 10). Tuloksille laskettiin keskiarvo, keskihajonta ja haettiin minimi- sekä maksimi- arvot (kuvio 10).

TAULUKKO 10. Kovuuden toistettavuustestin tulokset ja niiden keskiarvo

KOVUUS					
Näyte	Mittaus	Kovuus	Näyte	Mittaus	Kovuus
1	1	68,1	6	26	67,5
	2	68,9		27	67,2
	3	68,2		28	66,9
	4	67,3		29	66,9
	5	67,7		30	66,5
2	6	67,5	7	31	69,4
	7	67,8		32	69,3
	8	67,6		33	69,7
	9	67,6		34	69,6
	10	68,0		35	69,0
3	11	67,3	8	36	69,3
	12	67,8		37	68,8
	13	67,8		38	68,5
	14	67,5		39	68,3
	15	67,5		40	68,6
4	16	67,3	9	41	70,1
	17	66,7		42	69,9
	18	66,5		43	69,6
	19	66,8		44	69,4
	20	66,9		45	69,2
5	21	68,6	10	46	69,8
	22	68,9		47	69,6
	23	68,0		48	69,5
	24	68,0		49	69,3
	25	68,1		50	69,3
				ka.	68,272



KUVIO 10. Kovuusmittauksen toistettavuustestin tulokset

Kuvaajasta nähtiin, että hajontaa oli ja mittaukset poikkesivat jonkin verran toisistaan. Keskihajonnaksi saatiin $s = 1,0279484$, keskiarvoksi $\bar{x} = 68,272$ ja minimiksi $\text{MIN} = 66,5$ sekä maksimiksi $\text{MAX} = 70,1$. Kovuusmittauksesta epävarman tekee mittauksen suoritustapa. Mittalaitteessa oleva neula, joka painautuu mittauksen aikana näytteeseen saattaa hieman liikahtella mittausten välillä, jolloin tuloksiin syntyy hajontaa. Myös mittauksen suorittaja itse voi vaikuttaa mittaukseen ja siihen miten hän näytettä pitelee ja mitkä tulokset mittauksesta hyväksytään. Tämän vuoksi kovuusmittausta ei voida pitää täysin luotettavana varsinkin tilanteissa, joissa näytteen kovuudessa olevat erot ovat suhteellisen pieniä. Luotettavuutta tarkasteltiin myös katsomalla hajonnan osuutta keskiarvosta. Kovuudelle laskettiin variaatiokerroin V , joka suhteuttaa keskihajonnan aineiston keskiarvoon, kovuudelle tämä hajontaluku oli $V = 1,5$.

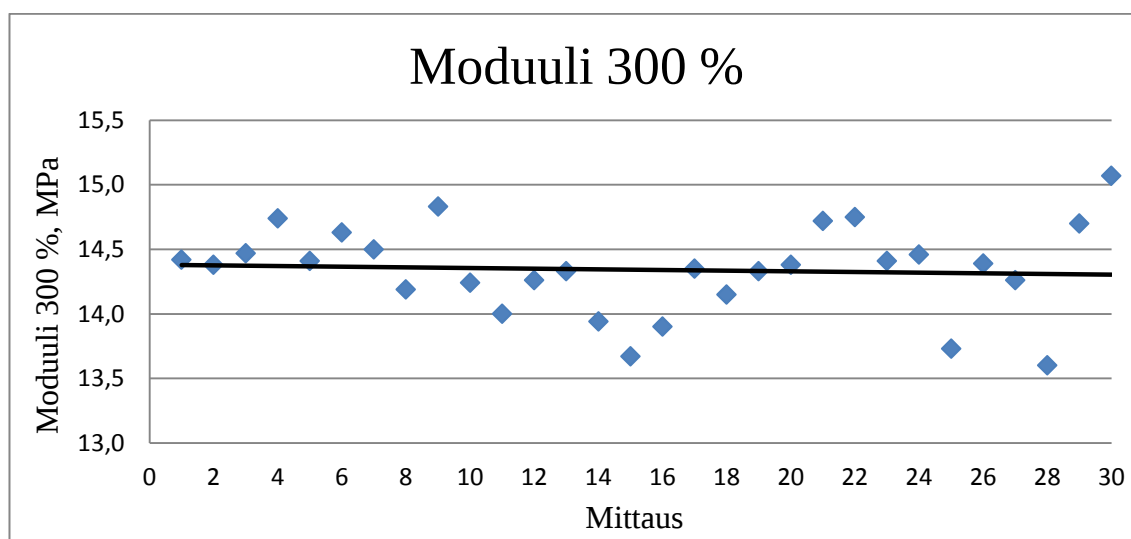
10.2 Moduuli

Moduulimittauksen toistettavuustestissä käytettiin kovuusmittauksen vulkanoituja näytelevyjä. Niistä stanssattiin kolme sauvaa kustakin levystä eli kaikkiaan 30 näytesauvaa yhteensä. Kaikki sauvat vedettiin vetokoneella peräkkäin ja tuloksista (taulukko 11) laskettiin keskiarvo, keskihajonta, variaatiokerroin ja haettiin MIN- sekä MAX- arvot. Tulokset on havainnollistettu myös kuvaaja muodossa kuviossa 11.

TAULUKKO 11. Vetokokeen toistettavuustestin tulokset ja niiden keskiarvo

MODUULI

Näyte	Mittaus	Moduuli 300 %	Näyte	Mittaus	Moduuli 300 %
1	1	14,42	6	16	13,90
	2	14,38		17	14,35
	3	14,47		18	14,15
2	4	14,74	7	19	14,33
	5	14,41		20	14,38
	6	14,63		21	14,72
3	7	14,50	8	22	14,75
	8	14,19		23	14,41
	9	14,83		24	14,46
4	10	14,24	9	25	13,73
	11	14,00		26	14,39
	12	14,26		27	14,26
5	13	14,33	10	28	13,60
	14	13,94		29	14,70
	15	13,67		30	15,07
				Ka.	14,34



KUVIO 11. Vetokokeen toistettavuustestin tulosten kuvaaja

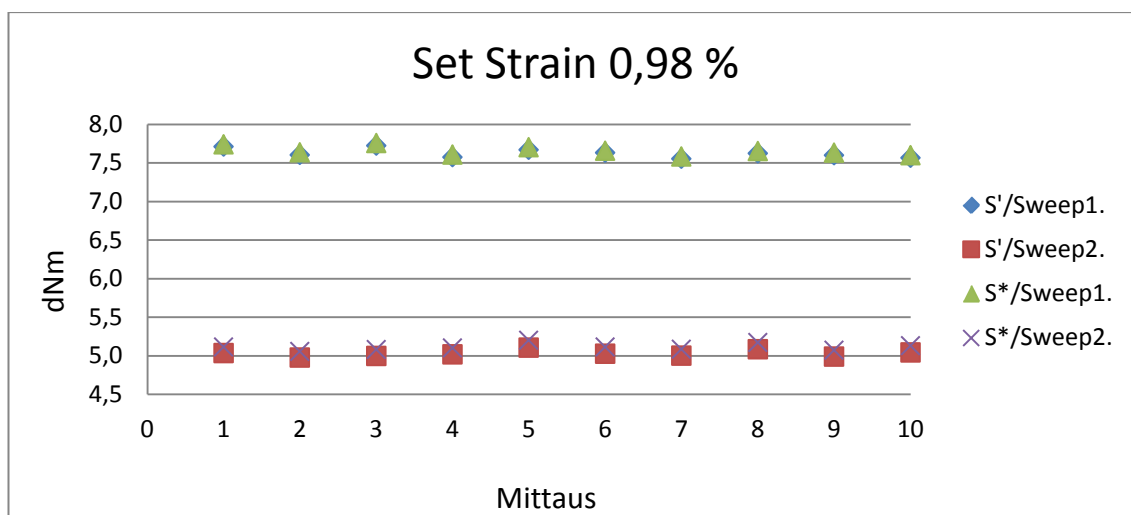
Vetokoemittauksen tuloksille lasketut keskiarvo, -hajonta, variaatiokerroin sekä minimi-että maksimi- arvot olivat, ka. = 14,34, s = 0,345288, V = 2,4, MIN = 13,60 ja MAX = 15,07. Keskijajonta mittauksessa oli puolet pienempi kuin kovuuden toistettavuustestille laskettu hajonta, variaatiokerroin taas oli moduulille suurempi kuin kovuudelle.

10.3 RPA

RPA:n toistettavuustestissä vulkanoimattomasta näytelevystä (A) stanssattiin yhteensä 10 näytenappia, jotka ajettiin peräkkäin RPA:lla taajuudella 1 Hz ja jäähdytyslämpötilana 100 °C, jotka aiempien työnumeroiden perusteella oli todettu toimiviksi parametreiksi. Saadut tulokset taulukoitiin Set Straineitain ja niistä piirrettiin havainnollistavat kuvaajat (kuvio 12, 13, 14, 15 ja 16), jotta nähtiin Strainien välille syntyvät erot (taulukko 12, 13, 14, 15 ja 16).

TAULUKKO 12. RPA:n toistettavuustestin tulokset Strainille 0,98 %

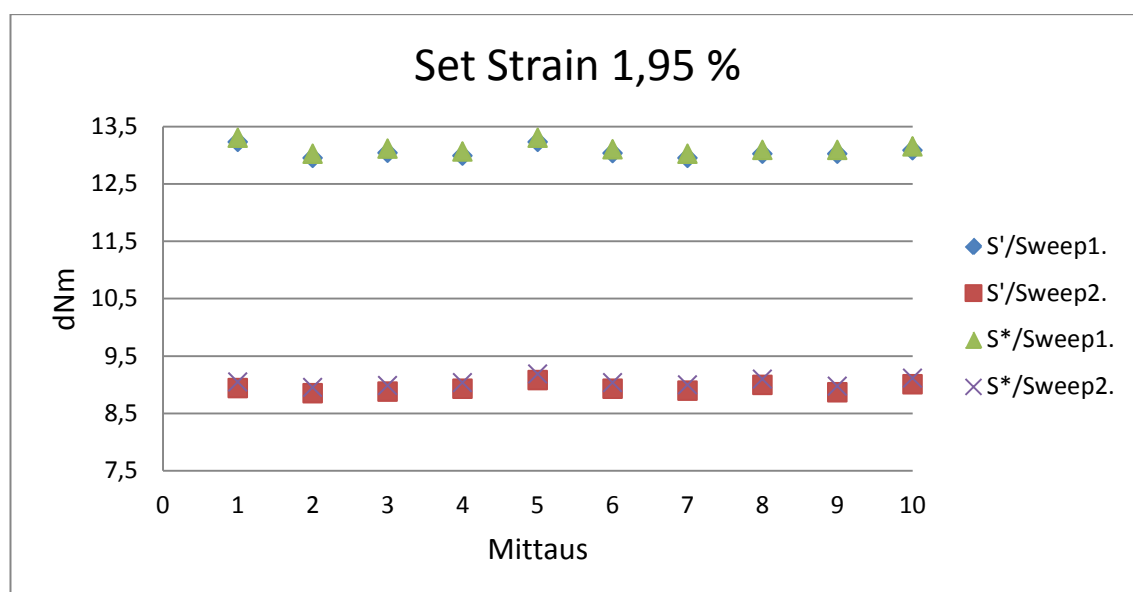
Set Strain	0,98 %			
Mittaus	S'/Sweep1.	S'/Sweep2.	S*/Sweep1.	S*/Sweep2.
1	7,712	5,033	7,739	5,111
2	7,604	4,976	7,635	5,056
3	7,722	4,996	7,755	5,081
4	7,573	5,017	7,608	5,101
5	7,669	5,105	7,700	5,201
6	7,630	5,027	7,656	5,112
7	7,553	4,999	7,582	5,082
8	7,622	5,082	7,653	5,169
9	7,600	4,990	7,630	5,071
10	7,565	5,043	7,597	5,131
Keskiarvo	7,625	5,027	7,656	5,112
Keskihajonta	0,059	0,041	0,059	0,045
MAX	7,722	5,105	7,755	5,201
MIN	7,553	4,976	7,582	5,056



KUVIO 12. Toistettavuus Set Strain 0,98 %, S'/S*, Sweep 1 ja 2

TAULUKKO 13. RPA:n toistettavuustestin tulokset Strainille 1,95 %

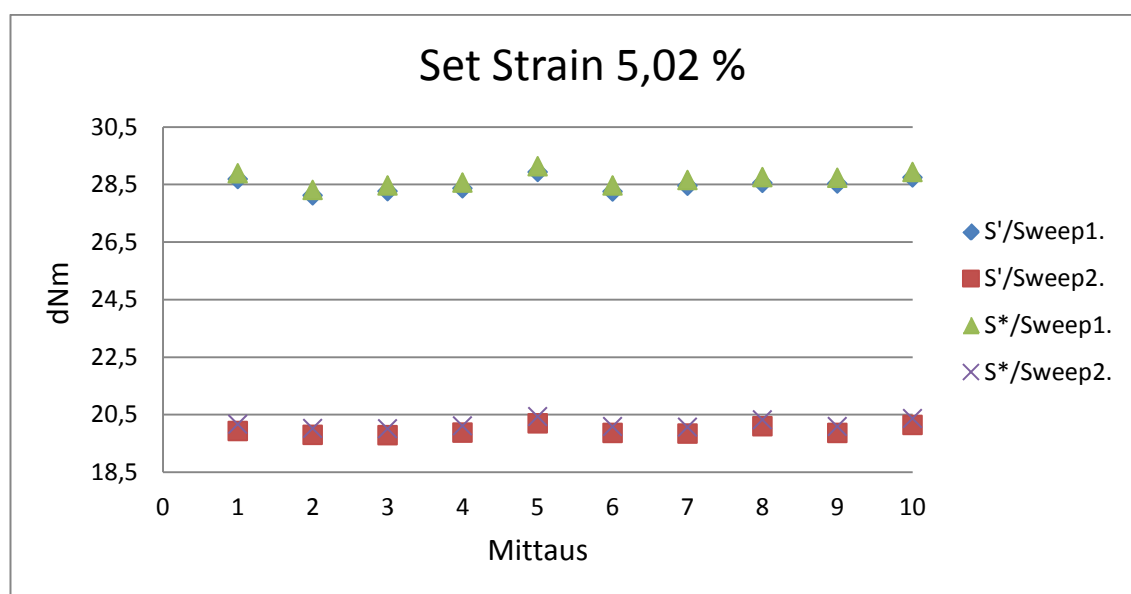
Set Strain	1,95 %			
Mittaus	S'/Sweep 1	S'/Sweep 2	S*/Sweep 1	S*/Sweep 2
1	13,23	8,936	13,30	9,044
2	12,95	8,846	13,02	8,951
3	13,04	8,875	13,11	8,980
4	12,99	8,926	13,06	9,030
5	13,23	9,077	13,30	9,185
6	13,03	8,926	13,10	9,032
7	12,95	8,891	13,02	8,995
8	13,02	8,993	13,09	9,096
9	13,02	8,867	13,09	8,970
10	13,08	9,006	13,15	9,109
Keskiarvo	13,054	8,934	13,12	9,039
Keskihajonta	0,101	0,072	0,101	0,073
MAX	13,23	9,077	13,30	9,185
MIN	12,95	8,846	13,02	8,951



KUVIO 13. Toistettavuus Set Strain 1,95 %, S'/S*, Sweep 1 ja 2

TAULUKKO 14. RPA:n toistettavuustestin tulokset Strainille 5,02 %

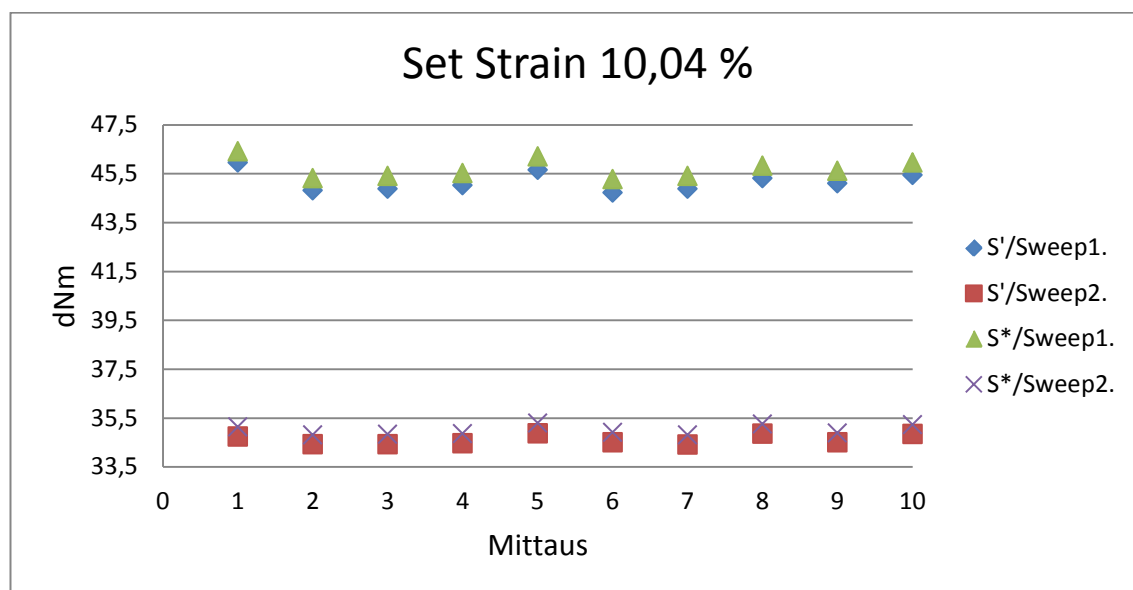
Set Stain	5,02 %			
Mittaus	S'/Sweep1	S'/Sweep2	S*/Sweep1	S*/Sweep2
1	28,69	19,93	28,89	20,16
2	28,12	19,80	28,31	20,02
3	28,26	19,79	28,46	20,01
4	28,37	19,88	28,57	20,11
5	28,93	20,20	29,13	20,43
6	28,25	19,87	28,46	20,09
7	28,45	19,84	28,65	20,06
8	28,56	20,10	28,75	20,32
9	28,53	19,87	28,73	20,09
10	28,74	20,14	28,93	20,36
Keskiarvo	28,49	19,942	28,688	20,165
Keskihajonta	0,251	0,149	0,250	0,150
MAX	28,93	20,2	29,13	20,43
MIN	28,12	19,79	28,31	20,01



KUVIO 14. Toistettavuus Set Strain 5,02 %, S'/S*, Sweep 1 ja 2

TAULUKKO 15. RPA:n toistettavuustestin tulokset Strainille 10,04 %

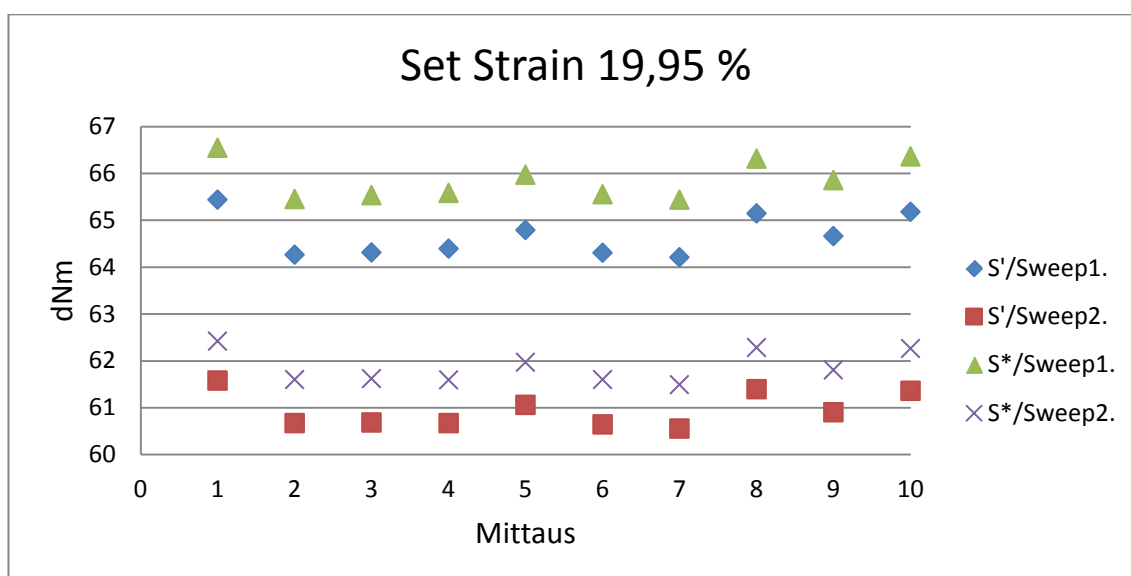
Set Strain	10,04 %			
Mittaus	S'/Sweep1	S'/Sweep2	S*/Sweep1	S*/Sweep2
1	45,95	34,74	46,42	35,13
2	44,81	34,42	45,31	34,81
3	44,88	34,43	45,41	34,83
4	45,02	34,47	45,53	34,86
5	45,66	34,87	46,20	35,29
6	44,73	34,50	45,28	34,91
7	44,88	34,41	45,41	34,81
8	45,31	34,86	45,82	35,25
9	45,10	34,50	45,62	34,89
10	45,44	34,84	45,95	35,23
Keskiarvo	45,178	34,604	45,695	35,001
Keskihajonta	0,403	0,198	0,391	0,199
MAX	45,95	34,87	46,42	35,29
MIN	44,73	34,41	45,28	34,81



KUVIO 15. Toistettavuus Set Strain 10,04 %, S'/S*, Sweep 1 ja 2

TAULUKKO 16. RPA:n toistettavuustestin tulokset Strainille 19,95 %

Set Strain	19,95 %			
Mittaus	S'/Sweep1	S'/Sweep2	S*/Sweep1	S*/Sweep2
1	65,44	61,58	66,54	62,42
2	64,26	60,67	65,45	61,60
3	64,31	60,68	65,53	61,62
4	64,39	60,67	65,58	61,59
5	64,79	61,06	65,97	61,97
6	64,30	60,64	65,55	61,60
7	64,21	60,55	65,44	61,49
8	65,14	61,39	66,31	62,28
9	64,66	60,90	65,85	61,80
10	65,18	61,36	66,36	62,26
Keskiarvo	64,668	60,95	65,858	61,868
Keskihajonta	0,449	0,374	0,416	0,345
MAX	65,44	61,58	66,54	62,42
MIN	64,21	60,55	65,44	61,49



KUVIO 16. Toistettavuus Set Strain 19,95 %, S'/S*, Sweep 1 ja 2

Kuvaajista nähtiin, kuinka hajonta kasvoi ja toistettavuus heikkeni suurempiin Set Straineihin mentäessä. Tuloksille laskettiin keskihajonta ja haettiin sekä minimi- että maksimi-arvot. Set Straineille lasketuista keskihajonnoista (taulukko 17) voitiin huomata hajonnan olleen vähäisintä matalammilla Straineilla, kuten kuvaajista voitiin havaita. Sekä S' että S* antama hajonta pienillä Straineilla, molemmissa Sweepeissa oli hyvin vähäistä $> 0,1$. Kaikille Set Straineille (S' ja S*, Sweep2) laskettiin myös variaatiokerroin V.

TAULUKKO 17. Keskihajonnat Set Straineitain

KESKIHAJONNAT				
Set Stain/%	S'/Sweep1	S'/Sweep2	S*/Sweep1	S*/Sweep2
0,98	0,059	0,041	0,059	0,045
1,95	0,101	0,072	0,101	0,073
5,02	0,251	0,149	0,250	0,150
10,04	0,403	0,198	0,391	0,199
19,95	0,449	0,374	0,416	0,345

TAULUKKO 18. Variaatiokertoimet Set Straineitain

VARIAATIOKERROIN		
Set Stain/%	S'	S*
0,98	0,0082=0,8	0,0088=0,9
1,95	0,0080=0,8	0,0081=0,8
5,02	0,0075=0,8	0,0074=0,7
10,04	0,0057=0,6	0,0057=0,6
19,95	0,0061=0,6	0,0056=0,6

Variaatiokertoimet (taulukko 18) RPA:n S' ja S* Sweep2 olivat välillä 0,6-0,9. Pienimmillään kerroin oli suuremmilla Straineilla, joka kertoi suurempien venymien antavan luotettavampia tuloksia.

10.4 Toistettavuustestin yhteenveto

Toistettavuustestin tulosten pohjalta RPA vaikuttaisi kaikkein luotettavimmalta, sillä sen keskihajonta ja variaatiokerroin olivat kaikkein pienimpiä. Kovuuden ja moduulin tuloksissa oli havaittavissa selkeää hajontaa, mutta variaatiokerroin oli kaikkein suurin moduulilla. Testin mukaan moduulimittaus olisi muita mittauksia aavistuksen epäluotettavampi ja toistettavuudeltaan huonompi.

Mittauksiin epäluotettavuutta tuo jo pelkästään se, että esim. kovuusmittaukseen on itse mittaajan mahdollista vaikuttaa melko paljon, sillä osaksi mittaus suoritetaan käsin. Mittaajan tulee pidellä näytelevyä mittauksen aikana ja mittauksen tuloksiin vaikuttaa hyvin paljon mm. kuinka tiiviisti näytettä pidetään mittarin alla olevaa levyä vasten. Mittaus vaikeutuu mitä kovemmasta seoksesta on kyse, sillä silloin näyte on vaikeampi saada asettumaan tasaisesti levyä vasten. Myös mittalaitteen neula, joka näytteeseen

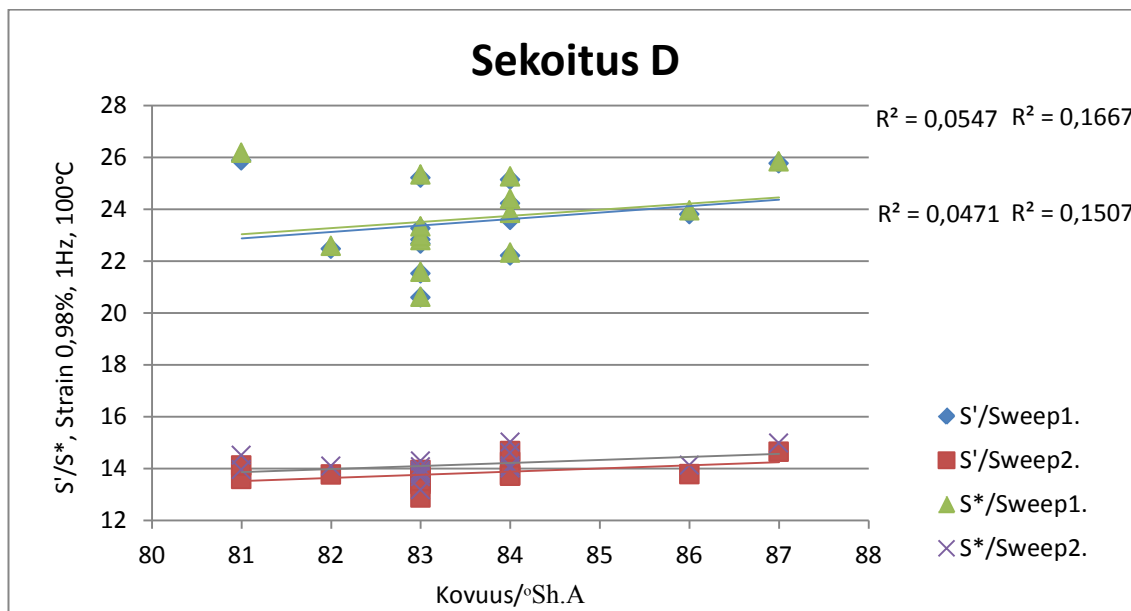
painautuu saattaa tulla näytteeseen hieman eri kulmissa, mikä voi vaikuttaa tulokseen. Moduulimittauksessa näytesauvojen leimaus puolestaan vaikuttaa paljon mittaukseen. Vetokone seuraa leimattuja ”täpliä” mittauksen aikana, joten mikäli leimaus on heikko tai täplä irtoaa kesken mittauksen, saatu tulos on virheellinen. Myös poikkeamat näytteessä esim. ilmakuplat tai halkeamat aiheuttavat muutoksia tuloksiin, sillä ne saavat näytteen katkeamaan herkemmin eikä venytykseen tarvittava voima ole yhtä suuri kuin ehjällä näytteellä.

11 TUOTANTOSEKOITUKSET

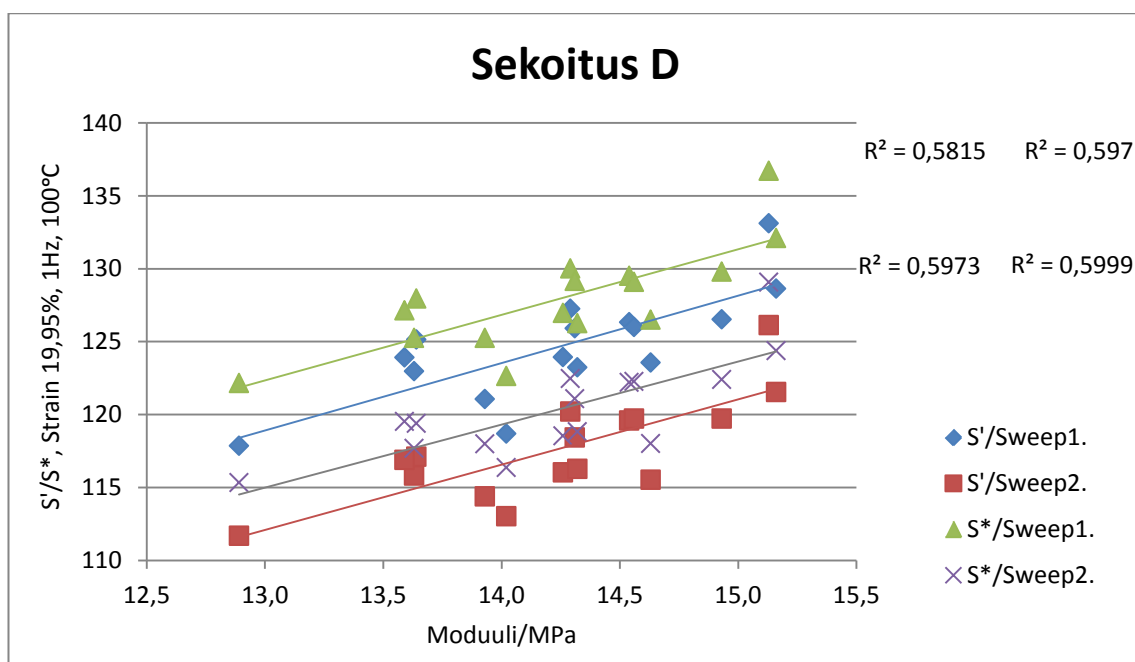
11.1 Korrelaatiot

Työnumeroiden lupaavien tulosten jälkeen aloitettiin tuotantosekoitusten testaaminen. Sekoituksia valittiin 11. Osittain sen mukaan millaisia ne olivat ominaisuuksiltaan, jotta saatiin mahdollisimman paljon erityyppisiä seoksia, jotta nähtiin miten RPA pystyy seuraamaan niiden moduuli- ja kovuustuloksia. Valittuja tuotantosekoituksia olivat D, E, F, G, H, I, J, K, L, B ja M. Näytteitä kerättiin tuotantosekoitusten päivittäisistä näytteistä, jolloin myös kovuus- ja moduulimittaukset testattiin ja näytteitä saatiin sekoitusta kohden useita. Alkuun jokaiselle sekoitukselle ajettiin yhdet näytenapit reometrillä, jotta saatiin vulkanointiajat selville RPA:n mittauksia varten. RPA- mittauksissa näytteet vulkanointiin edelleen 170 °C:een reometriltä saadun ajan mukaan, jonka jälkeen näyte jäähdytettiin 100 °C:een ja mittaukset suoritettiin 1Hz taajuudella, koska jo aiemmissa testeissä sen oli todettu antavan parhaimman tuloksen.

Tuotantosekoitusten tuloksista piirrettiin kuvaajat (kuvio 17 ja 18) ja laskettiin kullekin näytteelle korrelaatiokertoimet.

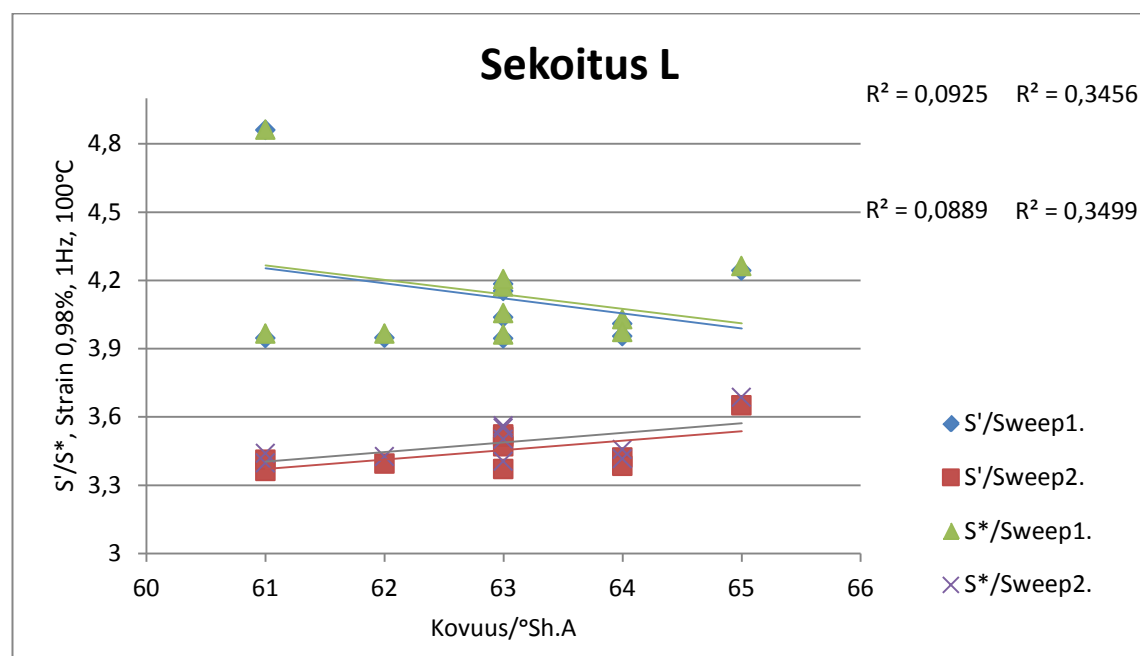


KUVIO 17. Sekoitus D, kovuuden ja RPA:n riippuvuus Set Strainissa 0,98 %

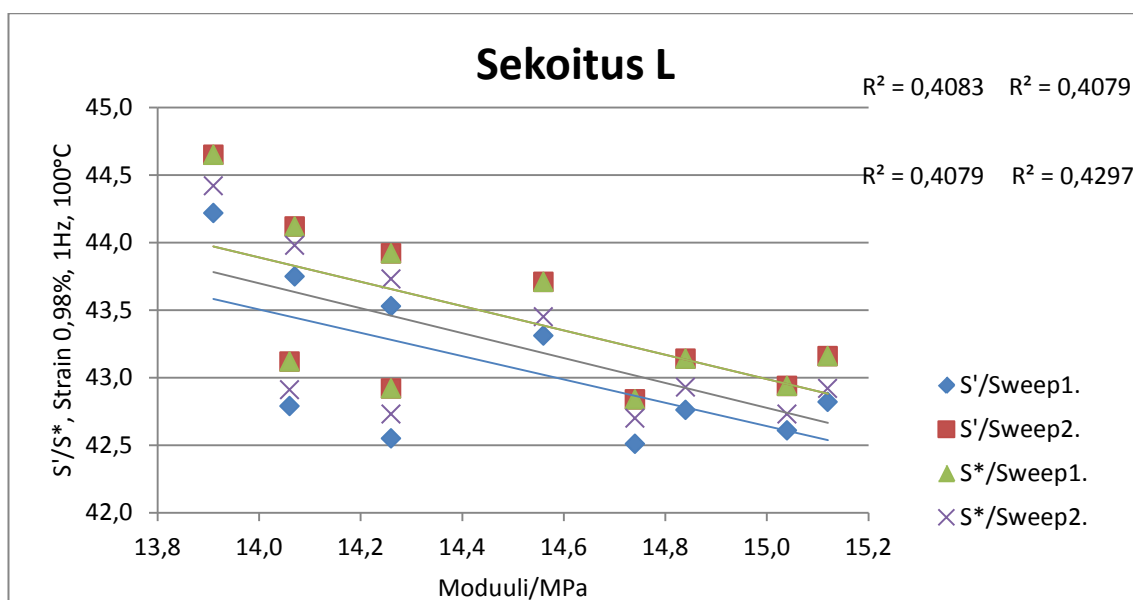


KUVIO 18. Sekoitus D, moduulin ja RPA:n riippuvuus Set Strainissa 19,95 %

Esimerkkinä esitetty sekoitus D, kovuuden ja RPA Set Strainin 0,98 % tuloksista piirretty kuvaaja ja niille lasketut korrelaatiokertoimet sekä sekoitus D, moduulin ja RPA Set Strain 19,95 % kuvaaja ja kertoimet. Samat tulokset vertailuksi myös tuotantosekoitukselle L (kuvio 19 ja 20).



KUVIO 19. Sekoitus L, kovuuden ja RPA:n riippuvuus Set Strainissa 0,98 %



KUVIO 20. Sekoitus L, moduulin ja RPA:n riippuvuus Set Strainissa 19,95 %

Korrelaatiokertoimet kaikille tuotantosekoitusten tuloksille olivat todella heikkoja, mikä kertoi sekoitusten olleen hyvin tasalaatuisia. Tällöin riittävää hajontaa ei näytteiden välille syntynyt. Moduulitulosten välille taas hajontaa aiheutti kesken testausten hajonnut vetokone, joten välissä jouduttiin käyttämään toista vetokonetta, joka antoi hieman aiemmasta poikkeavia tuloksia. Tämän vuoksi moduulituloksiin tuli muutosta, jota RPA ei tietenkään havainnut, sillä muutos tuloksissa ei johtunut sekoituksesta. Tulosten pohjalta jokaiselle sekoitukselle tehtiin kokeelliset RPA:n rajat, jotka havainnollistivat hyvin miten RPA:lla saadut tulokset seurasivat kovuuden ja moduulin tuloksia.

11.2 Rajat

Moduulille ja kovuudelle hahmoteltiin molemmille erikseen omat RPA:n rajat, jotta niille oli mahdollista kummallekin hakea vahvimman riippuvuuden antavat parametrit. Moduulille parametrit löytyivät helpolla, sillä aiempien työnumeroiden tulosten pohjalta jo nähtiin, että voimakkain korrelaatio löytyi moduulin ja RPA:n välille parametreilla Set Strain 19,95 %, S' ja Sweep 2. Kovuudelle taas parametrien löytyminen oli haasteellisempaa, sillä aiemmissa tuloksissa parhaan korrelaation antaneet parametrit vaihtelivat jonkin verran, ainoastaan Sweep 2 vaikutti olevan Sweepeista se varmin valinta. Tämän vuoksi työnumeroiden parametreilla 1 Hz, 100 °C, Sweep 2 mukaan saadut korrelaatiot kerättiin yhteen ja niille laskettiin keskiarvot sekä keskihajonnat (taulukko 19).

TAULUKKO 19. Työnumeroiden RPA:n Sweep 2 korrelaatiokertoimet

	Sekoitus B				Sekoitus A		Sekoitus C							
%	S'		S*		S'	S*	S'		S*		KA.S'	KA.S*	σ/S'	σ/S^*
0,98	0,8961	0,9241	0,8451	0,9328	0,9218	0,9176	0,9712	0,9727	0,9703	0,9721	0,9372	0,9276	0,0336	0,0518
1,95	0,8886	0,9060	0,9027	0,9181	0,9274	0,9261	0,9693	0,9716	0,9688	0,9714	0,9326	0,9374	0,0372	0,0310
5,02	0,8660	0,8827	0,8846	0,8998	0,9330	0,9323	0,9716	0,9708	0,9711	0,9709	0,9248	0,9317	0,0490	0,0398
10,04	0,8432	0,8520	0,8641	0,8737	0,9332	0,9348	0,9691	0,9696	0,9691	0,9696	0,9134	0,9223	0,0619	0,0508
19,95	0,8101	0,8193	0,8366	0,8449	0,9173	0,9251	0,9706	0,9695	0,9705	0,9696	0,8974	0,9093	0,0785	0,0653

Sweep 2 antamille korrelaatioille laskettujen keskiarvojen ja -hajontojen perusteella S*:llä hajonta oli etupäässä pienempää sekä keskimäärin korrelaatiokertoimet olivat suurempia. Tämän vuoksi valittiin S*. Set Straineista 1,95 % vaikutti tulosten mukaan ilmeisimmältä vaihtoehdolta. Päädyimme kuitenkin valitsemaan Strainin 0,98 %, sillä kovuuden toistettavuustestin perusteella tulosten luotettavuus oli hieman kyseenalainen, joten kovuuden oletettiin korreloivan parhaiten pienimmällä venymällä. Tämän vuoksi kovuuden parametreiksi valittiin Set Strain 0,98 %, S* ja Sweep 2.

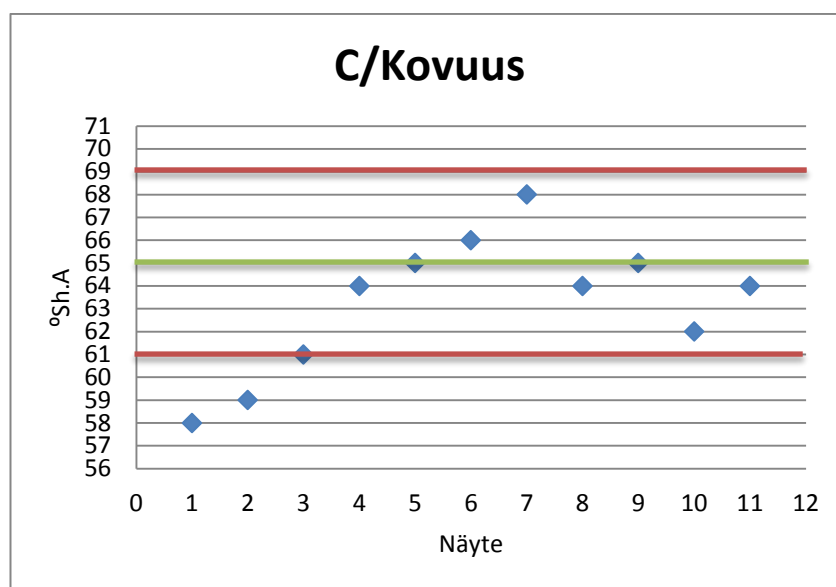
11.2.1 Sekoitus C

RPA:lle tehdyt rajat hahmoteltiin peilaten kovuudelle sekä moduulille ennestään asetettuihin rajoihin (kuvio 21 ja 23). Rajat ovat hahmotelmia, sillä ylä- ja alarajan määrittämiseen tarvittaisiin moduulin ja kovuuden rajoilla ja niiden yli meneviä näytteitä. Niitä ei kaikille sekoituksille tämän työn osalta ollut saatavilla.

Kovuuden ja moduulin tulokset kerättiin omiin taulukoihinsa (taulukko 20 ja 21), joihin tuli myös valituilla parametreilla saadut RPA:n tulokset, joiden perusteella kokeelliset rajat (kuvio 22 ja 24) luotiin.

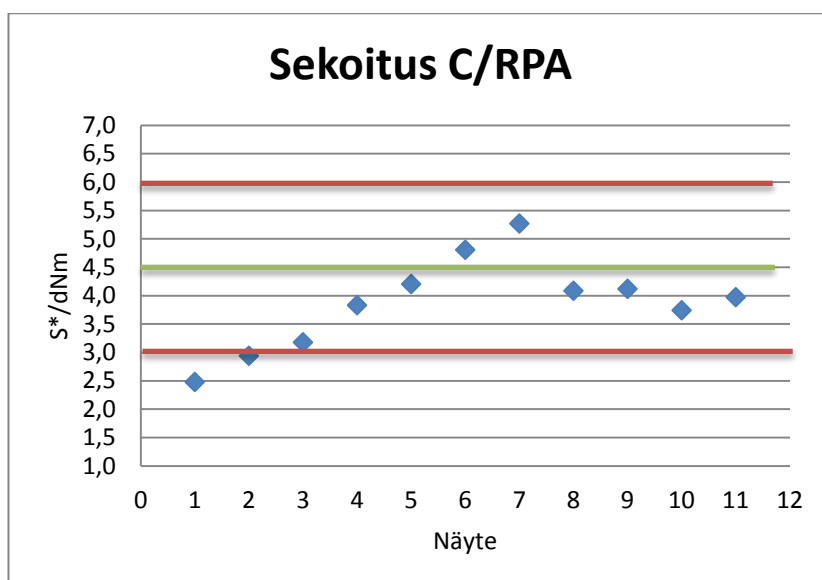
TAULUKKO 20. C kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA tulokset

KOVUUS/C			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
työnro.2	1	58	2,476
työnro.2	2	59	2,940
työnro.2	3	61	3,177
työnro.2	4	64	3,829
työnro.2	5	65	4,203
työnro.2	6	66	4,809
työnro.2	7	68	5,269
140131	8	64	4,083
140120	9	65	4,121
131217	10	62	3,739
131218	11	64	3,972



LSL 61 TARGET 65 USL 69
KUVIO 21. Sekoitus C, kovuudelle asetetut rajat

Kovuudelle asetetut rajat merkittiin kuvaajiin värillisin viivoin, punainen väri edusti raja-arvoja ja vihreä väri target eli tavoiterajaa. Sekoituksen C kovuuden kuvaajasta (kuvio 21.) nähtiin, kuinka työnumeron 2 noen muutokset vaikuttivat kovuuden tuloksiin. Näyte 4 oli virallisen C- sekoituksen reseptin mukaan valmistettu ja näytteissä 1-3 noen määrää oli vähennetty, mikä näkyi kovuuden laskuna. Näytteissä 5 - 7 noen määrää oli lisätty, mikä taas havaittiin kovuuden kasvuna. Testinäytteet 1 ja 2 jäivät kovuusrajojen ulkopuolelle, joten samanlaista tulosta tavoiteltiin RPA- mittauksille hahmotelluissa rajoissa. Näytteet 9 ja 11 olivat tulleet punalappusina, mutta kovuuden ja moduulin tuloksissa ne olivat hyvin rajoissa.

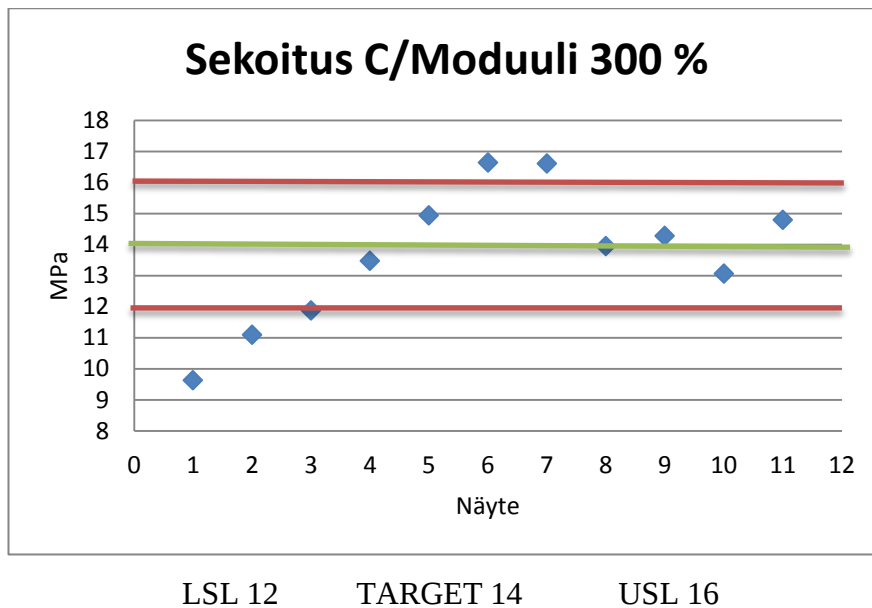


KUVIO 22. Sekoitus C, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

RPA:n tulokset myötäilivät hyvin kovuudelle mitattuja arvoja, joten rajat saatiin hahmoteltua vastaamaan kovuudelle asetettuja rajoja. Samalla tavalla käsiteltiin myös moduulin tulokset (taulukko 21).

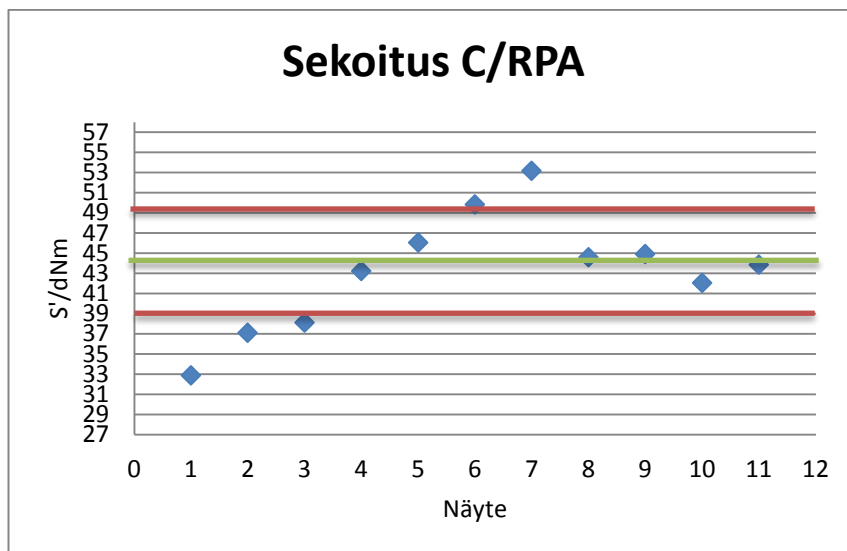
TAULUKKO 21. Sekoitus C, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/C			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
työnro2	1	9,63	32,87
työnro2	2	11,10	37,08
työnro2	3	11,88	38,11
työnro2	4	13,48	43,20
työnro2	5	14,94	46,04
työnro2	6	16,64	49,81
työnro2	7	16,61	53,15
140131	8	13,95	44,58
140120	9	14,28	44,89
131217	10	13,06	42,03
131218	11	14,80	43,83



KUVIO 23. Sekoitus C, moduulille asetetut rajat

Myös moduulimittauksessa työnumeron 2, kuvaajan (kuvio 23) näytteet 1 - 7 käyttäytyivät toivotusti. Näytteen 7 kohdalla oletettiin, että noen lisääminen pystyi vaikuttamaan vain tiettyyn määrään asti moduulin tuloksiin, kasvattaen niitä. Luultavasti tämän vuoksi näytteen moduuli tulos jäi suunnilleen samaan näytteen 6 kanssa, eikä enää kasva.



KUVIO 24. Sekoitus C, moduulille hahmotellut RPA- rajat

RPA- mittauksen tulokset myötäilivät jälleen hyvin moduulille saatuja tuloksia, joten melko tarkkojen rajojen luominen oli mahdollista.

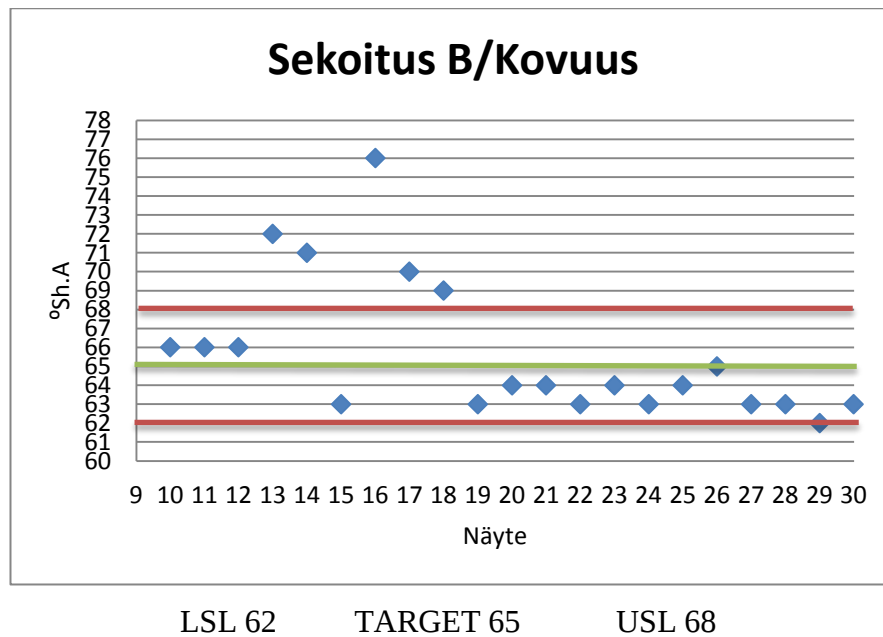
11.2.2 Sekoitus B

Sekoituksesta B saatiin mittausdataa (taulukko 22) melko paljon, sillä jo aiemmin testattujen työnnumeroissa olleiden näytteiden tulosten lisäksi ajettiin myös päivittäisiä näytteitä.

TAULUKKO 22. Sekoitus B, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

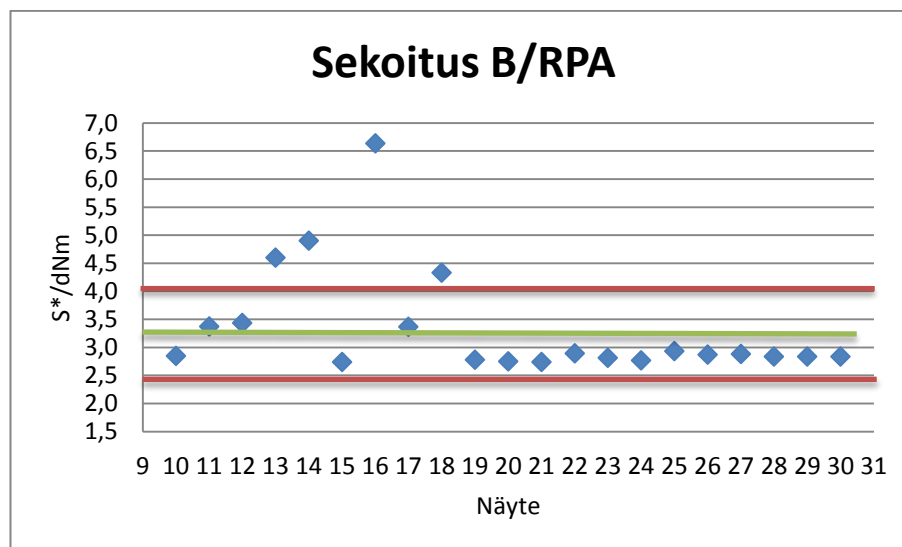
KOVUUS/B			
orderno	Näyte	Kovuus	S*
työnro.1	15	63	2,738
työnro.1	10	66	2,844
työnro.1	11	66	3,374
työnro.1	12	66	3,437
työnro.1	18	69	4,328
työnro.1	17	70	3,365
työnro.1	14	71	4,902
työnro.1	13	72	4,598
työnro.1	16	76	6,637
140117	19	63	2,781
140121	20	64	2,752
140122	21	64	2,739
140124	22	63	2,894
140127	23	64	2,815
140129	24	63	2,766
140130	25	64	2,932
140203	26	65	2,869
140204	27	63	2,881
140206	28	63	2,835
140207	29	62	2,837
140210	30	63	2,834

Mittausten pohjalta piirrettiin todelliset rajat (kuvio 25 ja 27), jotka B kovuudelle oli asetettu. Niiden perusteella hahmoteltiin RPA:n rajat (kuvio 26 ja 28) sekä moduulille että kovuudelle.



KUVIO 25. Sekoitus B, kovuudelle asetetut rajat

Näytteet 10 - 15 olivat työn numeron 1 näytteitä. Näytteistä yksi oli todellinen sekoitus ja muihin oli tehty ns. tahallisia virheitä, jotka vaikuttivat kovuuden tuloksiin siten, että osa näytteistä meni kovuuden rajojen ulkopuolelle (kuvio 25). Sama havaittiin myös RPA- mittaustuloksista (kuvio 26). Pientä eroa tulosten välillä oli, mikä saattoi johtua kovuusmittauksen epäluotettavuudesta, se saattoi aiheuttaa mittauksiin virhettä.

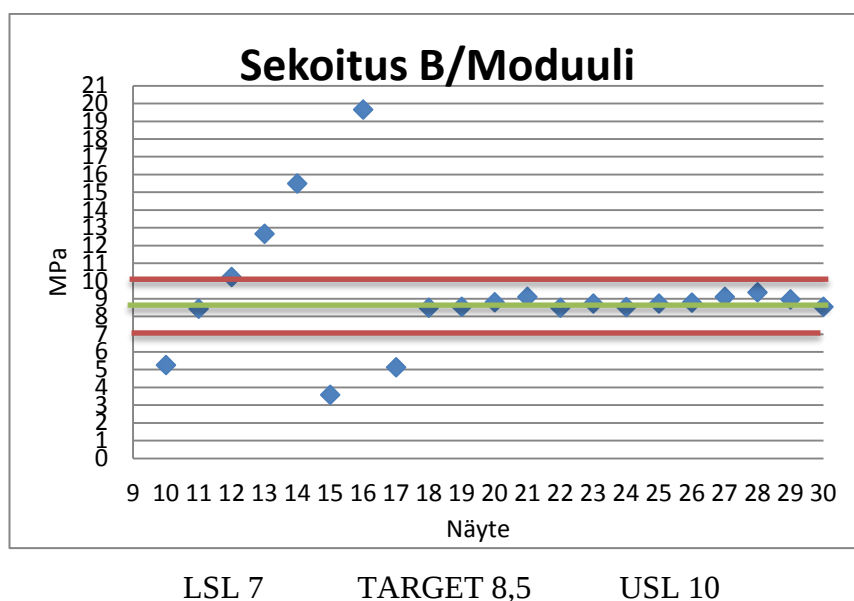


KUVIO 26. Sekoitus B, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

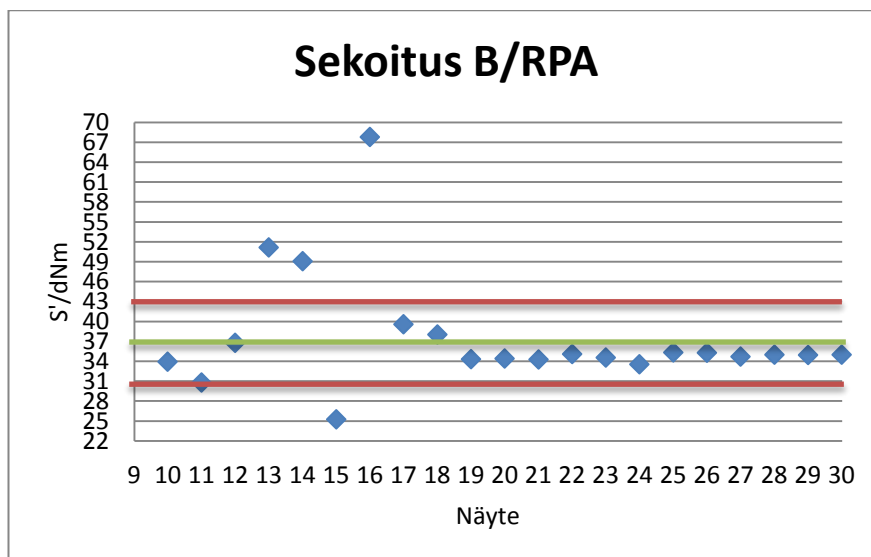
TAULUKKO 23. Sekoitus B, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/B			
orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
työnro.1	15	3,57	25,25
työnro.1	10	5,26	33,95
työnro.1	11	8,43	30,79
työnro.1	12	10,21	36,77
työnro.1	18	8,48	38,04
työnro.1	17	5,13	39,58
työnro.1	14	15,49	49,07
työnro.1	13	12,65	51,15
työnro.1	16	19,65	67,80
140117	19	8,54	34,29
140121	20	8,78	34,41
140122	21	9,09	34,27
140124	22	8,49	35,07
140127	23	8,71	34,55
140129	24	8,52	33,52
140130	25	8,72	35,35
140203	26	8,77	35,26
140204	27	9,09	34,68
140206	28	9,35	35,00
140207	29	8,95	34,94
140210	30	8,53	34,98

Moduuli- ja RPA- tuloksista (taulukko 23) piirretyistä rajoista (kuvio 27 ja 28) havaittiin jälleen tulosten välillä olevan yhtäläisyyttä. Etenkin päivittäisten näytteiden moduulituloksia RPA seurasi hyvin. Tämä luultavasti johtui sekoituksen tasaisuudesta, joten suuria poikkeamia näytteissä ei ollut.



KUVIO 27. Sekoitus B, moduulille asetetut rajat



KUVIO 28. Sekoitus B, moduulille hahmotellut RPA- rajat

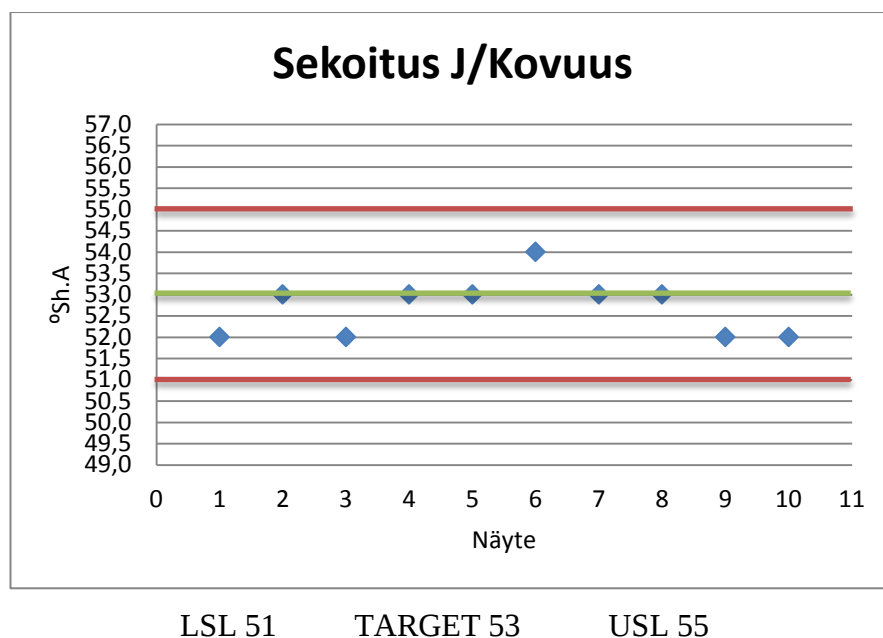
Moduulimittauksessa näytteet 10 ja 17 olivat selkeästi rajojen ulkopuolella, kun taas RPA ei havainnut näytteissä olleen mitään suurempaa poikkeamaa. Tämä saattoi johtua siitä, että RPA ei välttämättä havaitse, mikäli näytteessä tapahtunut täyteainepoikkeama on hyvin pieni tai muutoksia on tapahtunut sekä pehmittävien että lujittavien täyteaineiden määrissä, jolloin muutokset saattavat kumota toistensa vaikutukset. Näytteissä 10 - 18, oli tehty muutoksia noen, rikin ja irtoöljyn määriin. Vaikuttaisi siltä, että näytteissä tehdyt muutokset noen ja öljyn määrissä kumosivat toistensa vaikutuksen, joten tällaiset muutokset eivät välttämättä näy RPA- mittauksen tuloksissa, vaikka ne havaittaisiin moduulimittauksessa.

11.2.3 Sekoitus J

Sekoituksen J päivittäisiä näytteitä mitattiin RPA:lla 10 kappaletta (taulukko 24), joista hahmoteltiin RPA:lle rajat (kuvio 30 ja 32) vastaamaan moduulille ja kovuudelle asetettuja rajoja (kuvio 29 ja 31).

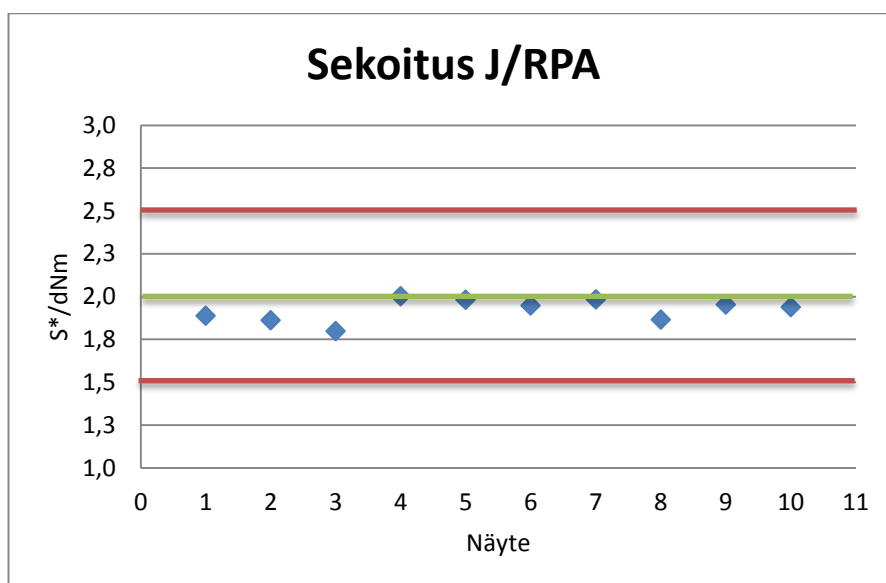
TAULUKKO 24. Sekoitus J, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

KOVUUS/J			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140107	1	52	1,889
140108	2	53	1,863
140114	3	52	1,799
140120	4	53	2,002
140122	5	53	1,981
140124	6	54	1,949
140127	7	53	1,984
140129	8	53	1,866
140203	9	52	1,953
140207	10	52	1,938



KUVIO 29. Sekoitus J, kovuudelle asetetut rajat

Näytteiden kovuustuloksissa oli jonkin verran hajontaa, vaikka ne pysyivätkin hyvin kovuuden rajoissa (kuvio 29), kun taas RPA (kuvio 30) antoi jonkin verran tasaisempia tuloksia. Tämä luultavimmin johtui kovuusmittauksesta eikä niinkään sekoituksen epä-tasaisen laadun vuoksi.

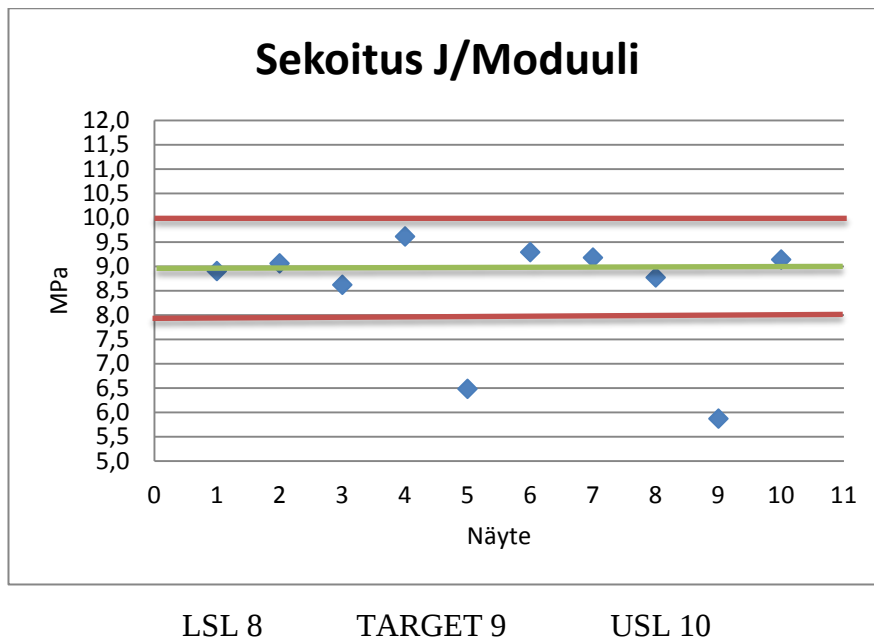


KUVIO 30. Sekoitus J, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

RPA:lle saatiin luotua hyvin rajat. Sekoituksen tasaisuuden vuoksi ylä- ja alarajan määrittäminen jäi pelkän arvion varaan. On vaikeaa varmuudella tietää miten paljon liikkumavaraa targetin ympärillä oikeasti olisi. Moduulituloksista havaittiin (taulukko 25) sekoituksen J näytteiden välille tulleen enemmän eroja (kuvio 31), kuin kovuuden tulokset olivat aiemmin osoittaneet. Näytteet 5 ja 9 menivät moduulin rajoista selvästi yli.

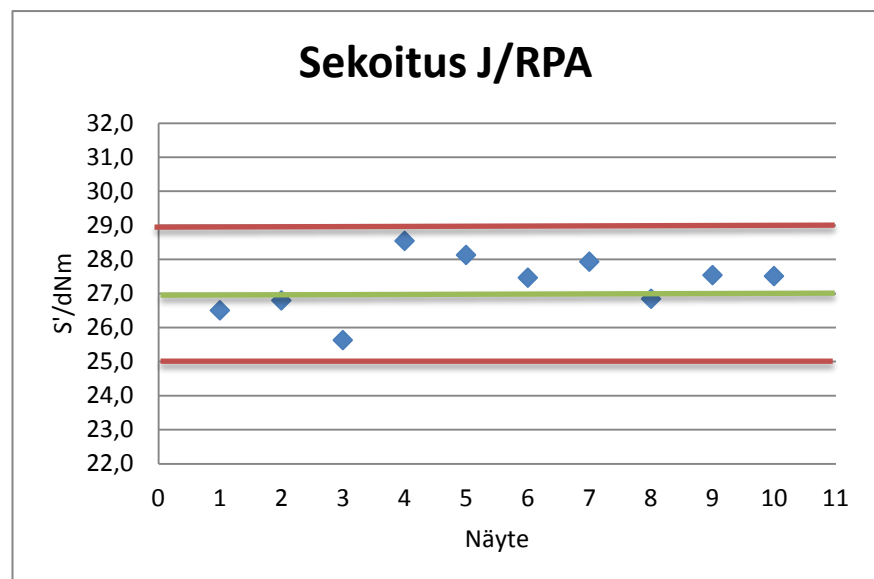
TAULUKKO 25. Sekoitus J, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/J			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140107	1	8,90	26,50
140108	2	9,06	26,79
140114	3	8,62	25,63
140120	4	9,61	28,54
140122	5	6,48	28,13
140124	6	9,29	27,46
140127	7	9,18	27,93
140129	8	8,77	26,84
140203	9	5,87	27,54
140207	10	9,14	27,51



KUVIO 31. Sekoitus J, moduulille asetetut rajat

Näytteissä 5 ja 9 on saattanut olla jotain poikkeamaa, sillä niiden tulokset erosivat melko paljon kovuuden ja RPA:n tuloksista. Näytesauvoissa on saattanut esim. leimauksen kanssa olla jotain ongelmia tai sekoitukseen on saattanut tulla mm. ilmakuplia, jotka vaikuttavat mittaustuloksiin. On mahdollista, että näytteet on mitattu toisella vetokoneella, joka aiheutti moduulitulosten välille hajontaa. On myös mahdollista, että RPA ei havaitse kaikkia samoja poikkeamia sekoituksessa kuin moduuli.



KUVIO 32. Sekoitus J, moduulille hahmotellut RPA- rajat

RPA myötäilee moduulin tuloksia lähes yhdenmukaisesti lukuun ottamatta näytteitä 5 ja 9, joissa RPA ei havaitse mitään vikaa. Tämän perusteella moduulimittauksessa on luultavasti tapahtunut jotakin, mikä on vaikuttanut näiden kahden näytteen tuloksiin. Oletettavasti näytteet on mitattu toisella vetokoneella.

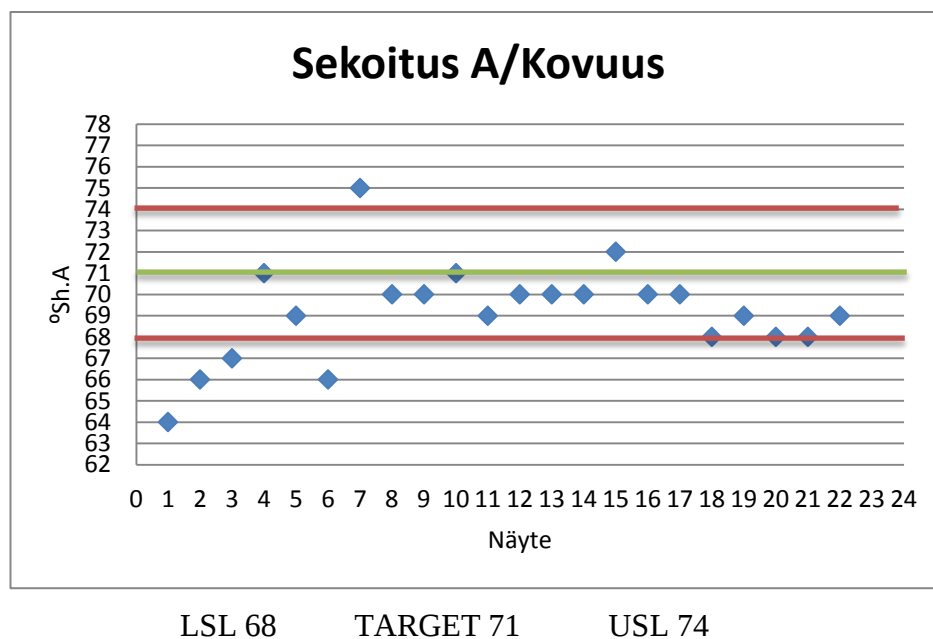
11.2.4 Sekoitus A

Sekoituksen A kovuuden rajojen luomisessa otettiin huomioon päivittäisten näytteiden lisäksi myös työnumeron 1 tulokset (taulukko 26), jolloin mittausdataa oli käytettävissä enemmän.

TAULUKKO 26. Sekoitus A, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

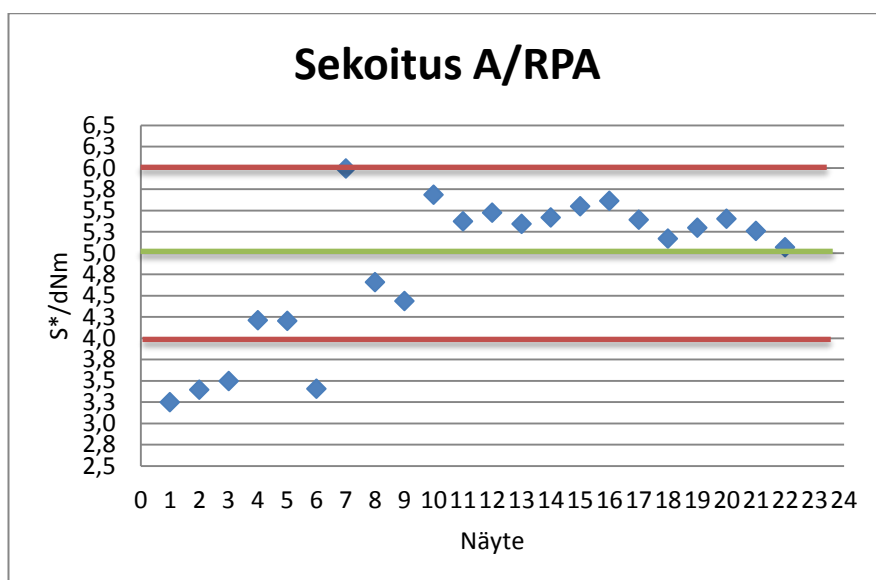
KOVUUS/A			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
työnro.1	1	64	3,248
työnro.1	2	66	3,396
työnro.1	3	67	3,496
työnro.1	4	71	4,212
työnro.1	5	69	4,203
työnro.1	6	66	3,408
työnro.1	7	75	5,993
työnro.1	8	70	4,658
työnro.1	9	70	4,438
140117	10	71	5,683
140121	11	69	5,372
140122	12	70	5,474
140127	13	70	5,341
140129	14	70	5,416
140129/2	15	72	5,549
140130	16	70	5,614
140203	17	70	5,391
140204	18	68	5,169
140205	19	69	5,296
140207	20	68	5,401
140211	21	68	5,258
140212	22	69	5,067

Näytteet 1 - 9 olivat työnumerosta 1 saatuja tuloksia ja näytteet 10 - 22 taas testattuja päivittäisiä näytteitä. Työnumeron näytteistä näyte 4 oli alkuperäisestä sekoituksesta, mutta muihin oli tehty tahallisia muutoksia. Tehdyt muutokset olivat havaittavissa myös kovuusmittauksen tuloksista (kuvio 33). Näyte 4 asettui kovuuden rajojen selkeästi vihreälle target viivalle kun taas osa työnumeron näytteistä meni jopa yli rajojen. Osa, päivittäisistäkin näytteistä olivat kovuuden alarajalla, mikä saattoi johtua kovuusmittauksessa olleista tulokseen vaikuttavista muuttujista.



KUVIO 33. Sekoitus A, kovuudelle asetetut rajat

RPA antoi paljon hajontaa myös työnumeron näytteiden välille ja melko lailla samaan suuntaan, mitä kovuuskin. Näyte 4, joka oli kovuuden rajojen targetissa, ei kuitenkaan RPA:lla asettunut samoin. Vaikea sanoa johtuiko tämäkin kovuusmittauksen mahdollisesta virheestä vai eikö RPA pystynyt myötäilemään kovuuden tuloksia. Päivittäiset näytteet taas asettuivat melko tasaisesti RPA:lle hahmoteltuihin rajoihin (kuvio 34) lähelle targetia, mikä taas poikkesi kovuuden antamista tuloksista.



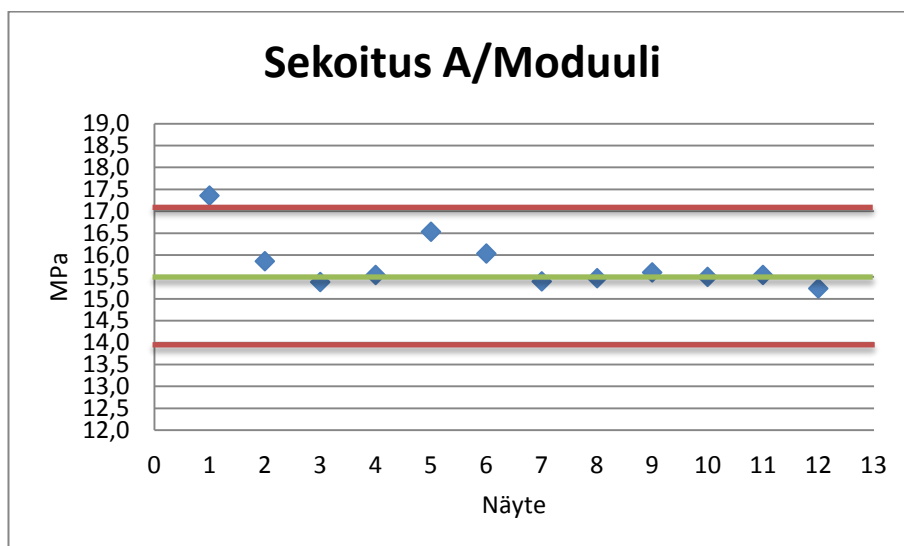
KUVIO 34. Sekoitus A, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

Moduulin RPA- rajoja tehtäessä ei työnumeron 1 näytteitä voinut ottaa huomioon. Sillä niissä oli, 100 °C:n jäähdtyslämpötilaa käytettäessä käytetty moduuli 200 %- tuloksia, kun taas päivittäisten näytteiden mittaustuloksissa (taulukko 27) käytettiin moduuli 300 %- tuloksia.

TAULUKKO 27. Sekoitus A, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/A			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140117	10	17,36	64,38
140121	11	15,86	62,55
140122	12	15,38	63,57
140127	13	15,54	63,96
140129	14	16,53	65,00
140129/2	15	16,03	64,90
140130	16	15,40	65,02
140203	17	15,47	63,62
140204	18	15,60	62,54
140205	19	15,50	64,85
140207	20	15,54	64,80
140211	21	15,24	63,09
140212	22	14,50	61,27

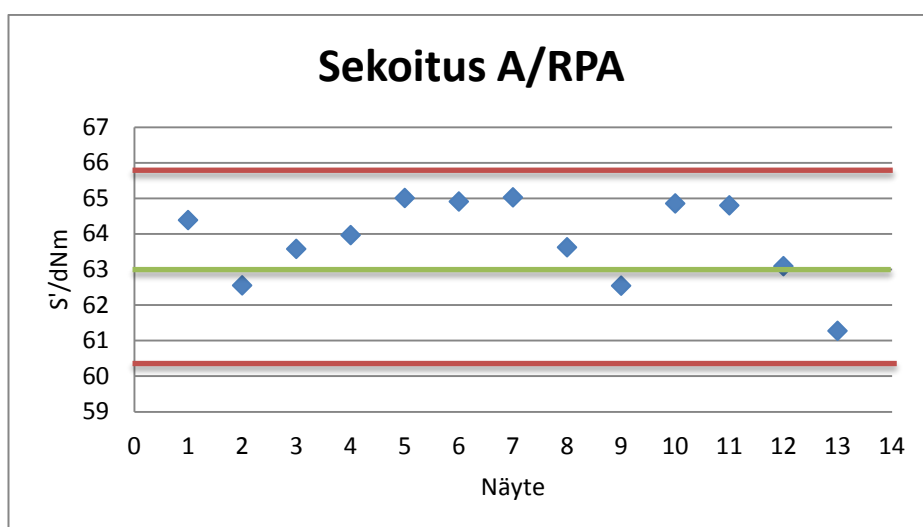
Moduuli antoi sekoituksen A näytteille melko tasaisia tuloksia (kuvio 35), ainoastaan näyte 10 oli yli rajojen, mitä kuitenkin RPA ei havainnut. Myöskään näytteen 10 kovuudessa ei ollut mitään poikkeavaa vaan se oli tavoitearvon suuruinen. Liekö mittauksessa tapahtunut jokin virhe vai eikö kovuus tai RPA vain havainnut samaa. Kovuus ja moduuli kun eivät aina ole verrannollisia keskenään.



LSL 14 TARGET 15,5 USL 17

KUVIO 35. Sekoitus A, moduulille asetetut rajat

RPA- tulokset heittelivät melko paljon (kuvio 36) verrattuna moduulin antamiin tuloksiin, joten rajojen hahmotteleminen oli haastavaa. Kuvaajista voitiin nähdä, että silti pisteiden muodostamassa kuviossa on jotain symmetrisyyttä vaikkakin RPA:lla hajonta oli suurempaa.



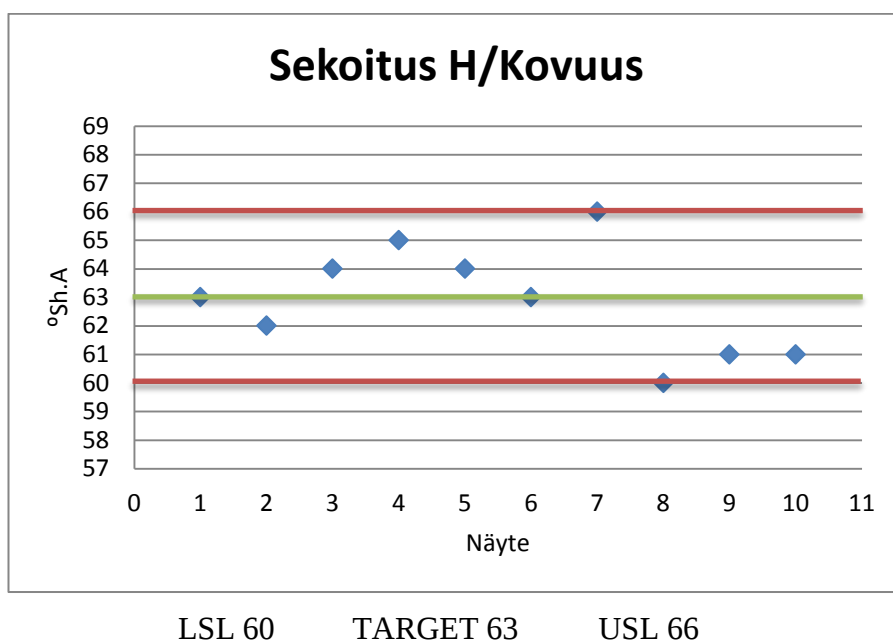
KUVIO 36. Sekoitus A, moduulille hahmotellut RPA- rajat

11.2.5 Sekoitus H

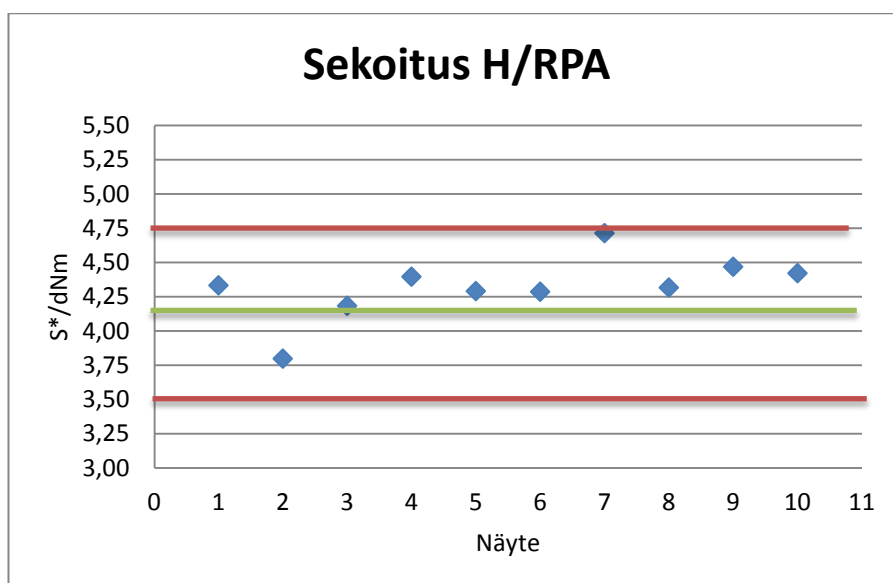
Sekoituksen H näytteistä (taulukko 28) kaikki olivat päivittäisistä kerättyjä näytteitä. Kovuus- ja RPA- tulokset myötäilivät melko hyvin toisiaan ja tulosten välillä oli yhtäläisyyttä, joka näkyi piirretyistä rajoista (kuvio 37 ja 38). Ainoastaan näyte 8 oli kovuuden alarajalla kun taas RPA:lla se asettui tavoitearvon tuntumaan. Syynä saattoi jälleen olla kovuusmittauksen epätarkkuus, mikä sai aikaan virhettä tuloksiin.

TAULUKKO 28. Sekoitus H, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

KOVUUS/H			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140103	1	63	4,333
140108	2	62	3,797
140110	3	64	4,182
140113	4	65	4,395
140114	5	64	4,291
140116	6	63	4,285
140121	7	66	4,712
140129	8	60	4,317
140203	9	61	4,468
140205	10	61	4,421



KUVIO 37. Sekoitus H, kovuudelle asetetut rajat



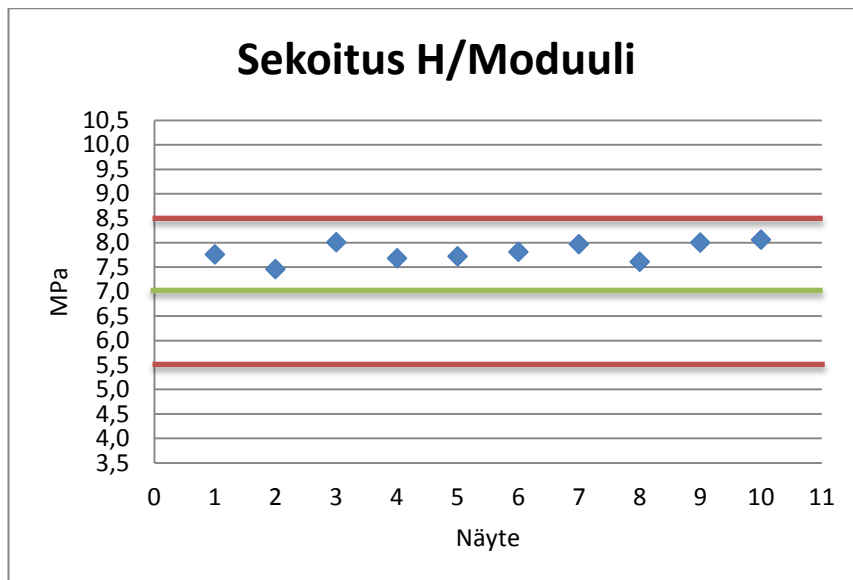
KUVIO 38. Sekoitus H, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

Moduulin tulokset (taulukko 29) olivat todella tasaisia, mikä kertoi sekoituksen olleen erittäin tasalaatuista näytteestä toiseen. Se taas toi haastetta rajojen luomiseen, sillä moduulin rajoilla olevia näytteitä ei ollut.

TAULUKKO 29. Sekoitus H, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

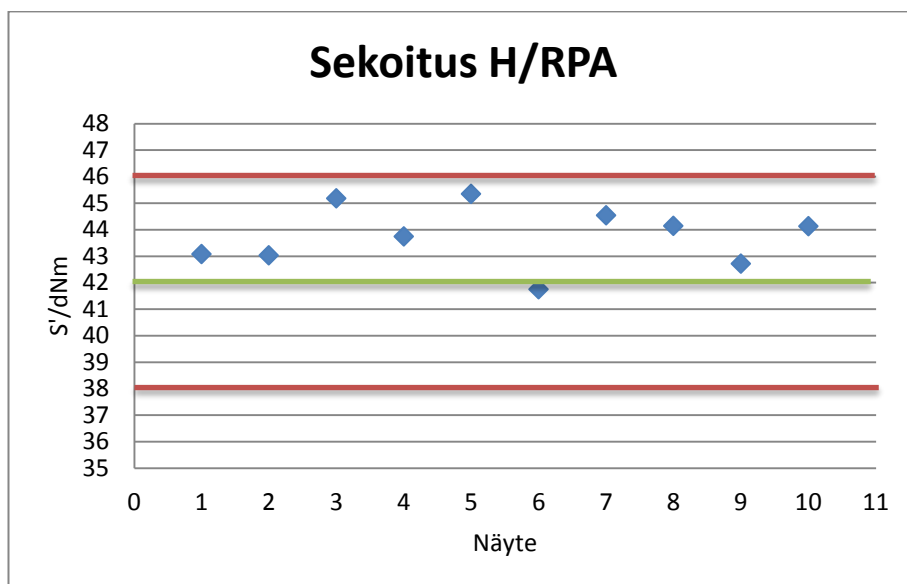
MODUULI/H			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140103	1	7,76	43,08
140108	2	7,46	43,03
140110	3	8,01	45,17
140113	4	7,68	43,74
140114	5	7,72	45,35
140116	6	7,81	41,74
140121	7	7,97	44,53
140129	8	7,61	44,14
140203	9	8,00	42,71
140205	10	8,06	44,12

Moduulin tulokset asettuivat kaikki tasaisesti targetin yläpuolelle (kuvio 39), samalla tavalla käyttäytyi myös RPA- tulokset (kuvio 40).



KUVIO 39. Sekoitus H, moduulille asetetut rajat

Kuvaajia verratessa voitiin havaita tuloksissa olleen jonkin verran eroja. Esimerkiksi näyte 6 on RPA:n rajoissa selvästi alempana kuin moduulin rajoissa. Vaikea sanoa mistä tämä mahdollisesti johtui, kyseessä saattoi olla RPA:n mittausvirhe.



KUVIO 40. Sekoitus H, moduulille hahmotellut RPA- rajat

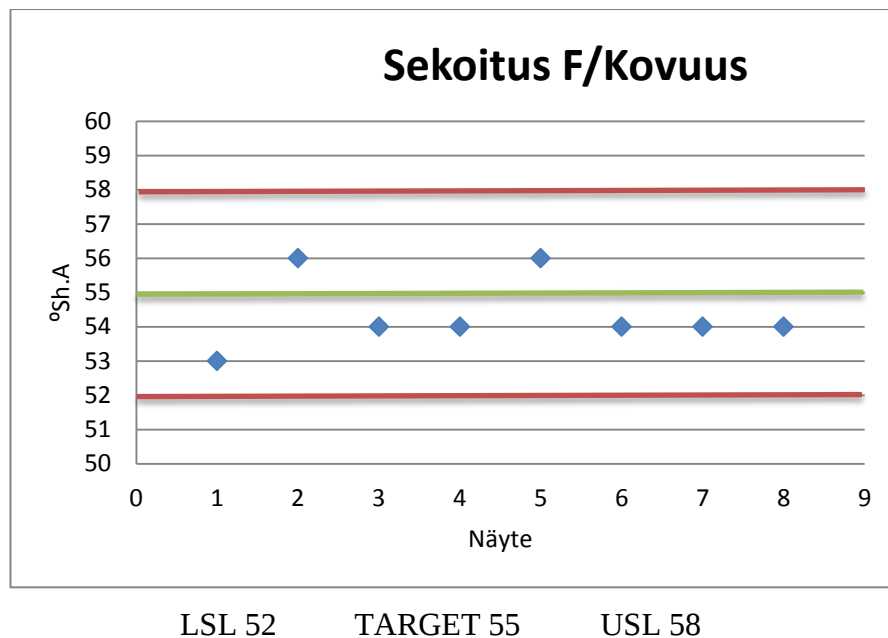
11.2.6 Sekoitus F

Sekoituksen F näytteitä oli mahdollista ajaa hieman vähemmän, mutta sekoituksen taseisuuden vuoksi jo kahdeksan näytteen tuloksilla (taulukko 30) oli mahdollista rakentaa suuntaa antavat rajat RPA:lle.

TAULUKKO 30. Sekoitus F, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

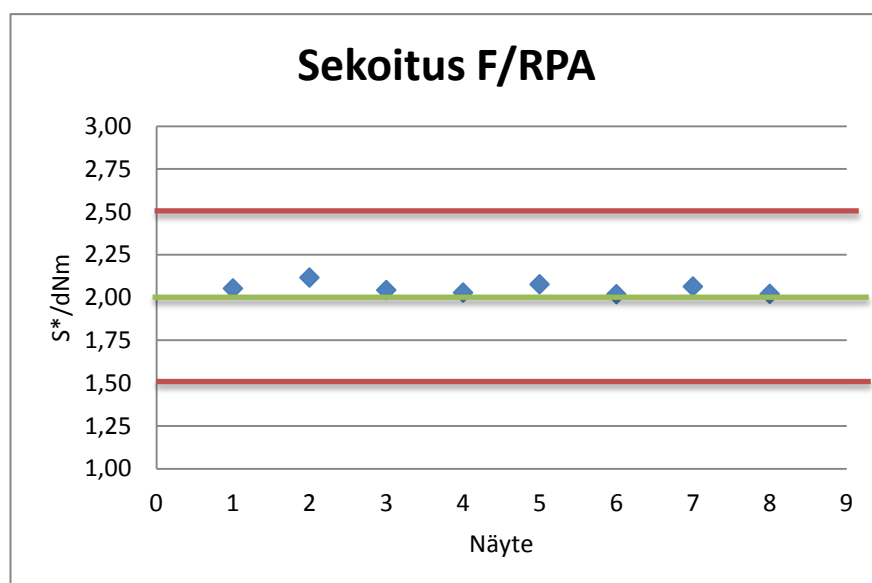
KOVUUS/F			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140103	1	53	2,053
140109	2	56	2,117
140110	3	54	2,044
140113	4	54	2,029
140114	5	56	2,077
140115	6	54	2,020
140117	7	54	2,064
140120	8	54	2,021

Kovuusmittauksen tuloksissa oli hieman heittoa (kuvio 41), mikä voidaan olettaa johtuvan mittauksen epätarkkuudesta.



KUVIO 41. Sekoitus F, kovuudelle asetetut rajat

RPA puolestaan antoi todella tasaisia tuloksia näytteille. Target asetettiin pisteiden mukaan ja sen ympärille jätettiin liikkumavaraa ennen ylä- ja alarajaa (kuvio 42). Myös moduulitulokset olivat tasaisia kaikkien näytteiden välillä (taulukko 31).

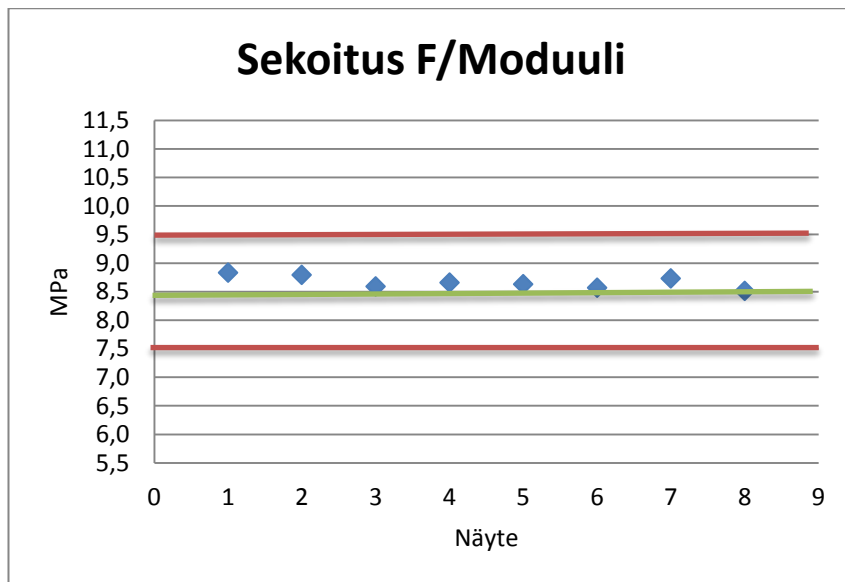


KUVIO 42. Sekoitus F, kovuudelle hahmotellut RPA rajat

TAULUKKO 31. Sekoitus F, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/F			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140103	1	8,83	34,65
140109	2	8,79	35,82
140110	3	8,59	35,19
140113	4	8,66	34,85
140114	5	8,63	35,92
140115	6	8,57	34,89
140117	7	8,73	35,71
140120	8	8,51	34,86

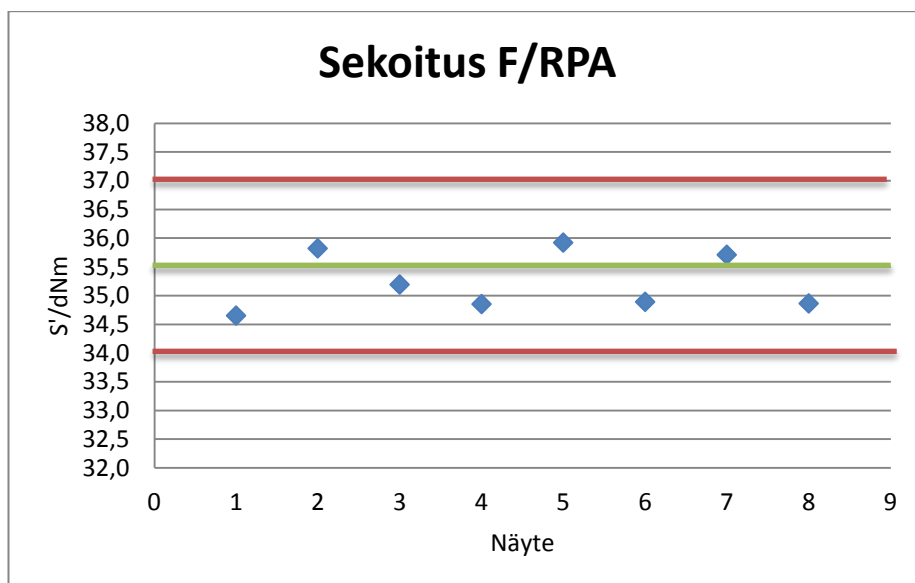
Tavoitearvo moduulille oli 8,5. Kaikki näytteet asettuivatkin lähelle tätä (kuvio 43), joten kvaliteetiltaan sekoitus oli todella tasalaatuista.



LSL 7,5 TARGET 8,5 USL 9,5

KUVIO 43. Sekoitus F, moduulille asetetut rajat

RPA antoi jonkin verran enemmän eroa näytteiden välille (kuvio 44), mikä saattoi johtua siitä, että RPA saattaa olla hieman tarkempi kuin moduuli.



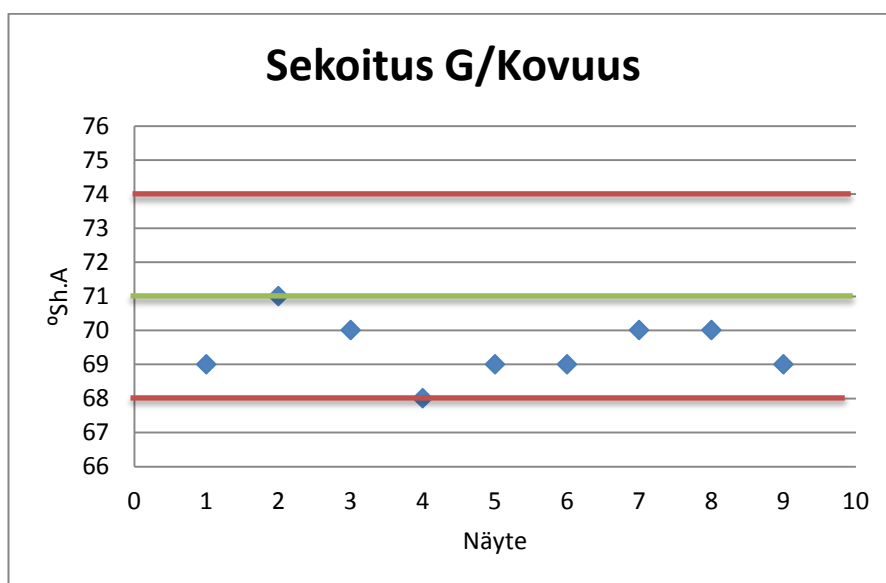
KUVIO 44. Sekoitus F, moduulille hahmotellut RPA- rajat

11.2.7 Sekoitus G

Sekoituksen G kovuuden tulokset olivat etupäässä targetin, 71 °Sh.A (kuvio 45) alapuolella ja näyte 4 alarajalla, 68 °Sh.A (taulukko 32). Näytteiden välillä ei suuria eroja ollut.

TAULUKKO 32. Sekoitus G, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

KOVUUS/G			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140102	1	69	4,760
140108	2	71	4,970
140109	3	70	5,038
140113	4	68	4,808
140114	5	69	5,036
140116	6	69	4,983
140120	7	70	5,057
140121	8	70	5,091
140212	9	69	5,156

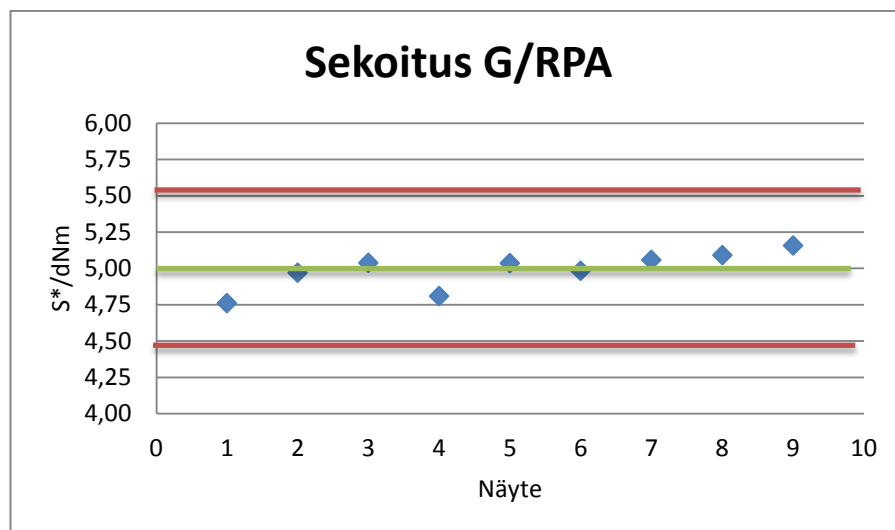


LSL 68 TARGET 71 USL 74

KUVIO 45. Sekoitus G, kovuudelle asetetut rajat

RPA- mittauksessa tulokset asettuivat hieman tasaisemmin hahmoteltuihin rajoihin (kuvio 46). Etupäässä ylärajan hahmottaminen RPA:lle oli hankalaa. Yläraja olisi voinut asettua vielä hieman ylemmäksikin, jolloin target- viiva olisi noussut selkeämmin tulosten yläpuolelle. Näyte 4 ei RPA- tuloksissa noussut mitenkään erityisesti esiin, vaikka

kovuudeltaan se oli alarajalla, joten syynä saattoi jälleen olla pientä heittoa kovuusmittauksessa.



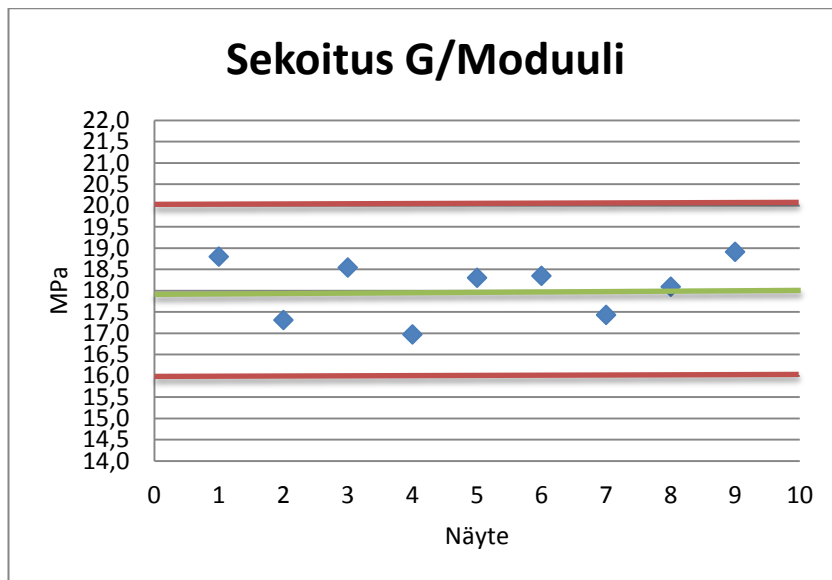
KUVIO 46. Sekoitus G, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

Myös moduulin ja RPA:n antamat tulokset koottiin taulukkoon (taulukko 33), joista rajojen luomista varten tehtiin kuvaajat.

TAULUKKO 33. Sekoitus G, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/G			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140102	1	18,80	58,20
140108	2	17,31	58,79
140109	3	18,54	59,54
140113	4	16,97	57,46
140114	5	18,30	60,87
140116	6	18,35	60,43
140120	7	17,43	59,66
140121	8	18,09	59,73
140212	9	18,91	60,52

Moduulin ja RPA:n välillä eroa oli jonkin verran, kun vertasi muodostuvia kuvioita toisiinsa (kuvio 47 ja 48). Moduulin tulokset näyttivät hieman tasaisemmilta kuin RPA:n, yhtäläisyyksiäkin silti jälleen löytyi.

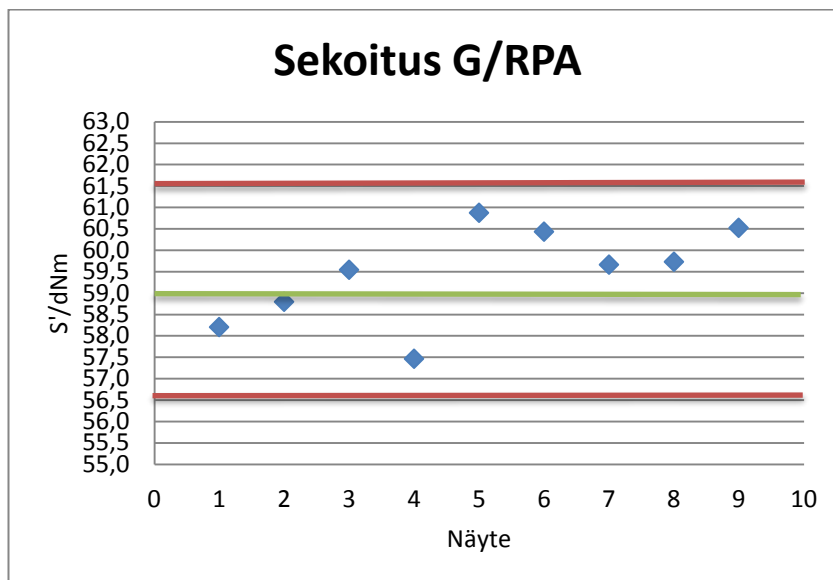


LSL 16

TARGET 18

USL 20

KUVIO 47. Sekoitus G, moduulille asetetut rajat



KUVIO 48. Sekoitus G, moduulille hahmotellut RPA- rajat

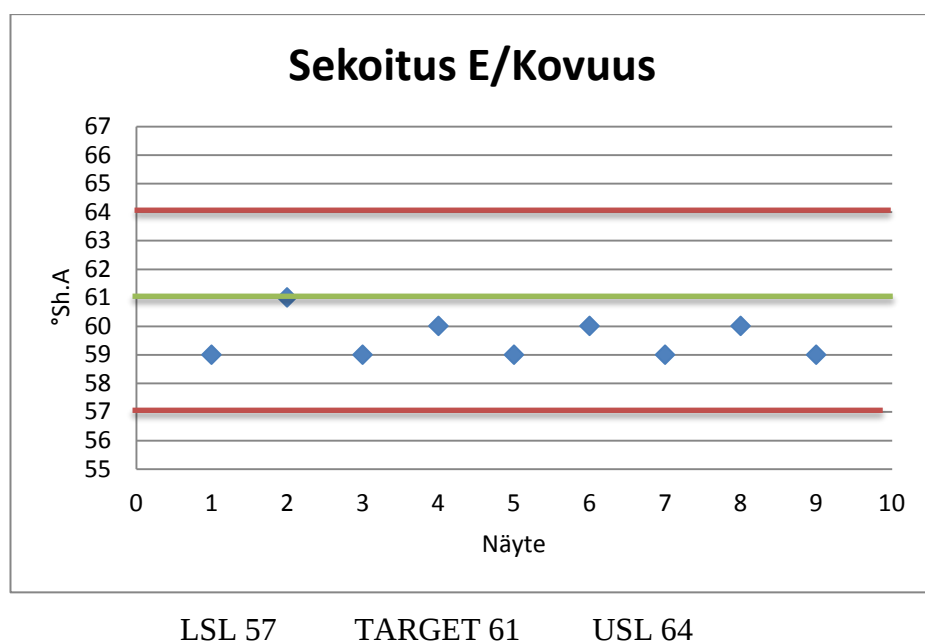
11.2.8 Sekoitus E

Sekoituksella E kovuusmittauksen tulokset olivat myös tasaisia, eikä suurempaa hajontaa esiintynyt. Taulukoiduista tuloksista (taulukko 34) piirrettiin kuvaajat, joihin hahmoteltiin rajat.

TAULUKKO 34. Sekoitus E, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA, tulokset

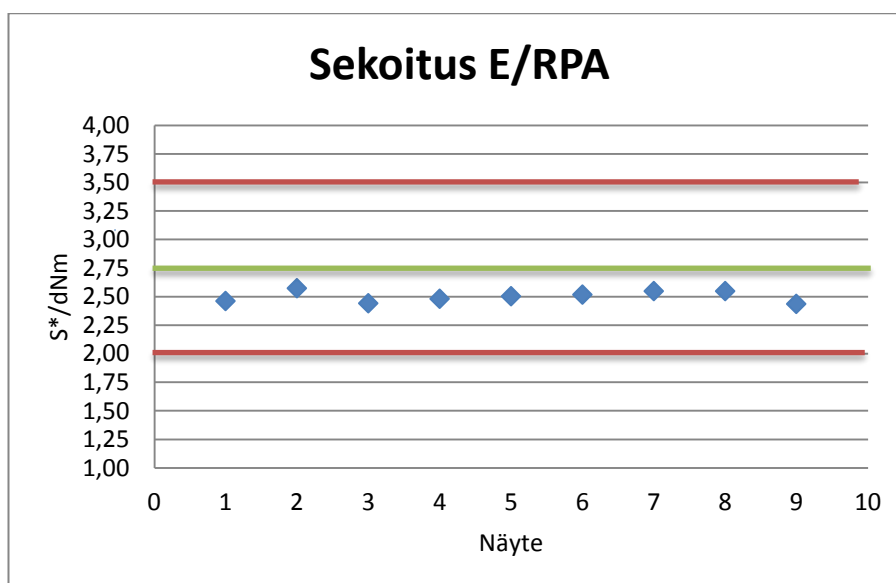
KOVUUS/E			
Oderno	Näyte	Kovuus	S*
131231	1	59	2,461
140108	2	61	2,574
140109	3	59	2,442
140114	4	60	2,480
140115	5	59	2,504
140116	6	60	2,518
140120	7	59	2,548
140121	8	60	2,548
140211	9	59	2,437

Kovuuden mittaukset olivat hyvin rajoissa (kuvio 49), eikä suurta hajontaa ollut vaan sekoitus oli tälläkin kertaa hyvin tasalaatuista.



KUVIO 49. Sekoitus E, kovuudelle asetetut rajat

Sama tulos saatiin aikaan myös RPA- mittauksilla, joten tuloksista piirretty kuvaaja (kuvio 50) myötäili hyvin kovuuksista piirrettyä kuvaajaa. Sekoituksessa tapahtuneilla muutoksilla olisi voitu varmentaa seuraako RPA myös näissä tapauksissa kovuuden tuloksia. Sellaisia näytteitä ei kuitenkaan ollut saatavilla.



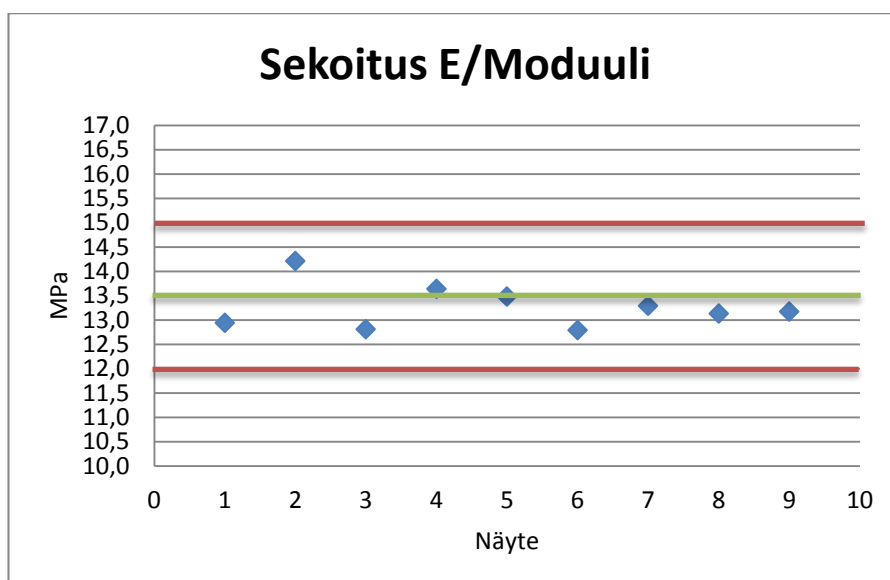
KUVIO 50. Sekoitus E, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

Moduulin ja RPA:n tulosten välillä taas oli enemmän eroavaisuutta (kuvio 51 ja 52). Ensimmäisten neljän näytteen tulokset vastasivat hyvin toisiaan, mutta näytteiden 5 - 8 moduuli- ja RPA- tulokset (taulukko 35) poikkesivat toisistaan huomattavasti enemmän.

TAULUKKO 35. Sekoitus E, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/E

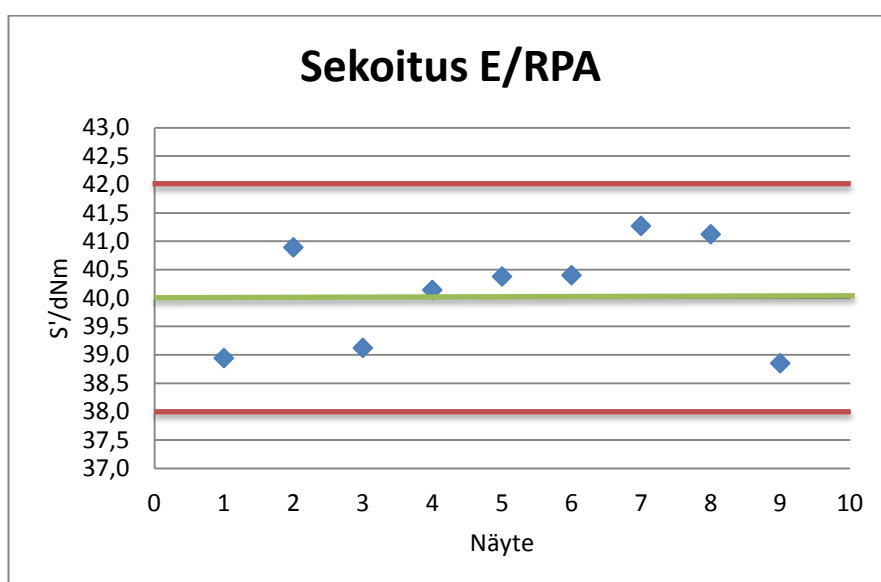
Oderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
131231	1	12,94	38,94
140108	2	14,21	40,89
140109	3	12,81	39,12
140114	4	13,64	40,14
140115	5	13,48	40,38
140116	6	12,79	40,40
140120	7	13,29	41,27
140121	8	13,13	41,12
140211	9	13,17	38,85



LSL 12 TARGET 13,5 USL 15

KUVIO 51. Sekoitus E, moduulille asetetut rajat

Näytteet 5 - 8 sijoittuivat moduulin rajoissa targetin alapuolelle, kun taas RPA:lle hahmotelluissa rajoissa näytteet olivat targetin yläpuolella. Näyte 9 RPA:lla oli suunnilleen moduulia vastaavassa arvossa. Mittausvirhettä on siis saattanut tapahtua joko RPA- tai moduulimittauksissa.



KUVIO 52. Sekoitus E, moduulille hahmotellut RPA- rajat

Vaikka eroa tulosten välillä oli, myös yhtäläisyyttä löytyi ja kummatkin tulokset olivat piirrettyissä rajoissa, vaikka niiden sisällä liikehdintää tapahtuikin.

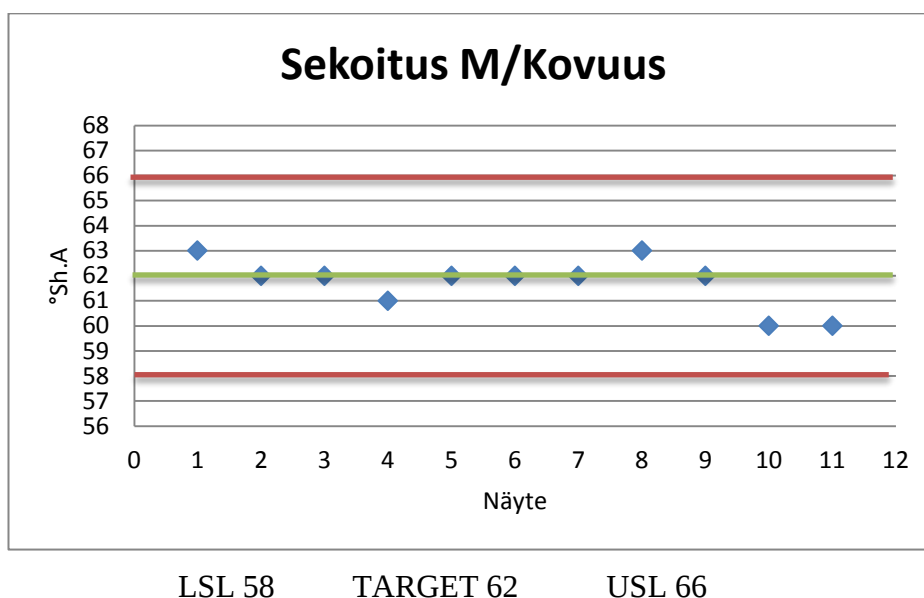
11.2.9 Sekoitus M

Sekoituksen M näytteitä saatiin ajettua RPA:lla 11 kappaletta (taulukko 36), joille mitattiin myös kovuus- sekä moduulitulokset.

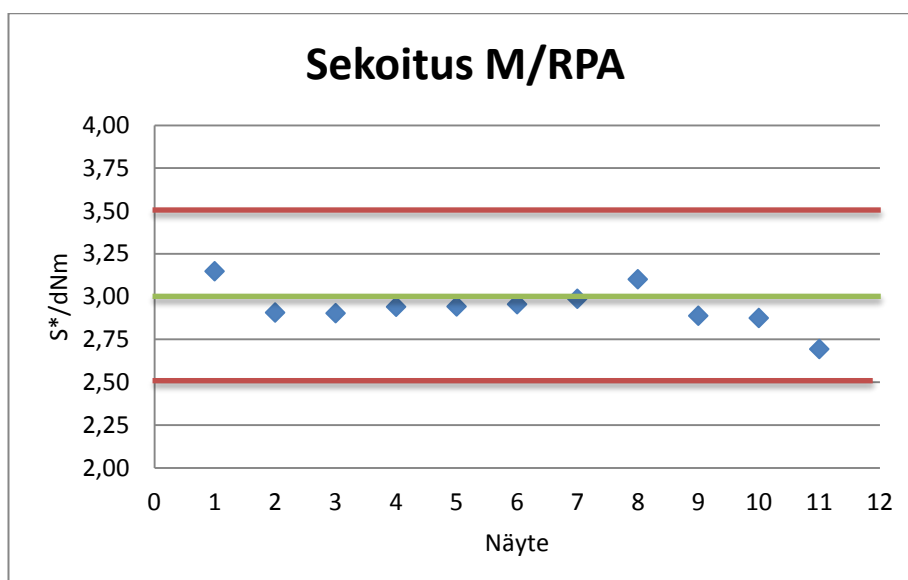
TAULUKKO 36. Sekoitus M, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

KOVUUS/M			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140117	1	63	3,148
140120	2	62	2,907
140121	3	62	2,904
140122	4	61	2,941
140127	5	62	2,942
140128	6	62	2,956
140130	7	62	2,988
140130	8	63	3,102
140203	9	62	2,889
140204	10	60	2,876
140206	11	60	2,693

Kovuuden tuloksia RPA seurasi tälläkin sekoituksella hyvin ja kuvaajista (kuvio 53 ja 54) muodostui hyvin samantyyppiset. Pientä eroa oli, mikä voitiinkin havaita näytteiden 4 ja 10 tuloksista. Tämä saattoi johtua aiemmin todetusta kovuusmittauksen epätarkkuudesta.



KUVIO 53. Sekoitus M, kovuudelle asetetut rajat

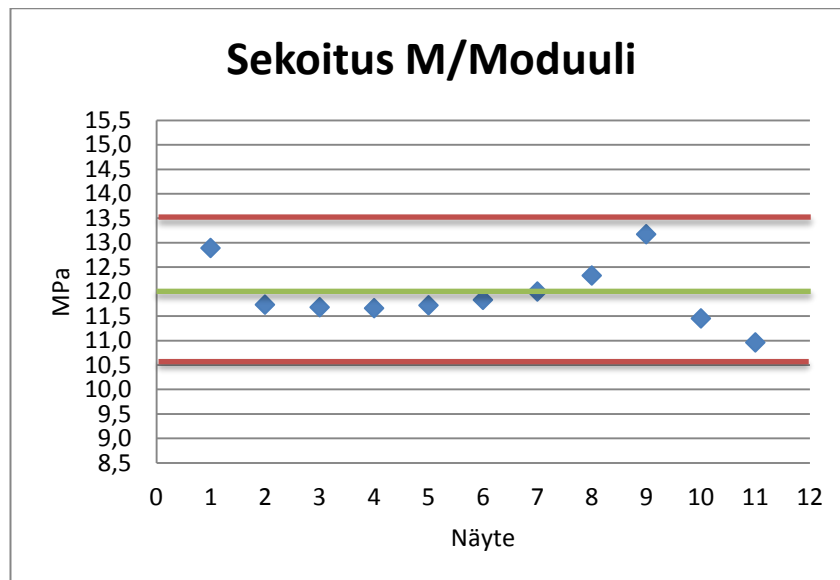


KUVIO 54. Sekoitus M, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

Myös moduulimittauksen sekä RPA- tulosten (taulukko 37) välillä oli sekä yhtäläisyyttä että eroavaisuutta (kuvio 55 ja 56). Se on tavallista, sillä lähes kaikissa mittauksissa saattaa tulokseen muodostua jonkin suuruista mittausvirhettä. Tämä tuskin pois sulkee sitä, etteikö RPA pystyisi seuraamaan moduulin antamia tuloksia vaaditulla tavalla.

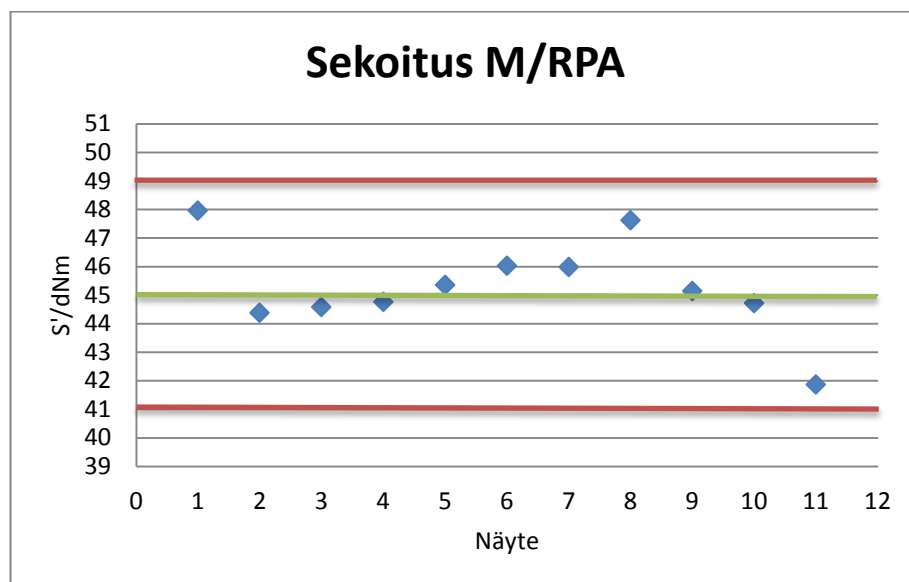
TAULUKKO 37. Sekoitus M, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

MODUULI/M			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140117	1	12,89	47,95
140120	2	11,73	44,38
140121	3	11,68	44,58
140122	4	11,66	44,76
140127	5	11,72	45,35
140128	6	11,83	46,02
140130	7	12,00	45,98
140130	8	12,33	47,62
140203	9	13,17	45,14
140204	10	11,45	44,71
140206	11	10,96	41,86



LSL 10,5 TARGET 12 USL 13,5

KUVIO 55. Sekoitus M, moduulille asetetut rajat



KUVIO 56. Sekoitus M, moduulille hahmotellut RPA- rajat

RPA havaitsi hyvin näytteen 1 ja 11 poikkeaman targetista, mutta näytteet 8 ja 9 ovat moduulin ja RPA:n välillä täysin päinvastaisia. Tämä saattoi johtua mittauslaitteen vaihdoksesta kesken testausten. Muuten tulokset ovat hyvin samankaltaisia. Tulosten kirjauksessa on myös saattanut tapahtua virhe.

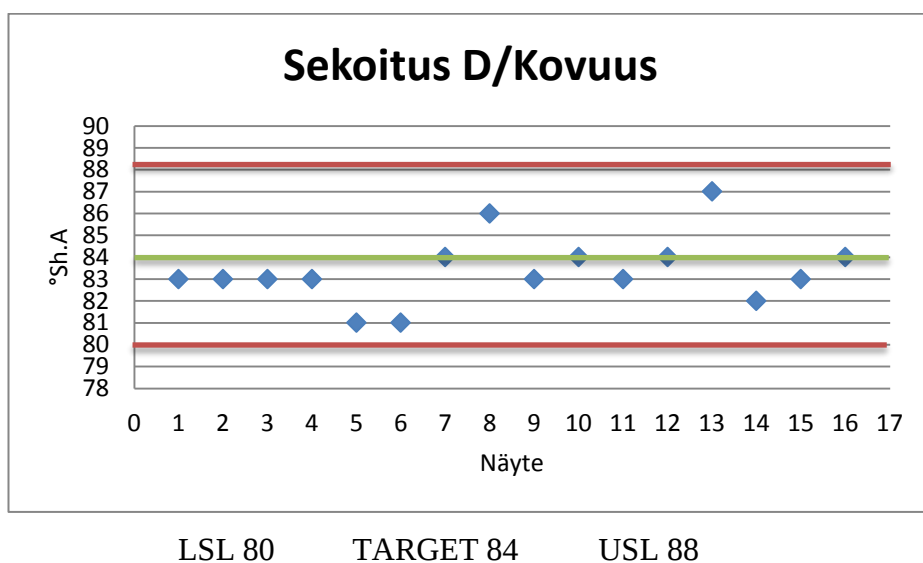
11.2.10 Sekoitus D

D on sekoituksena melko jäykkää ja tämän vuoksi haastava mitata. Varsinkin kovuusmittauksessa tulee olla tarkkana. Tämän vuoksi mittauksia suoritettiin muita sekoituksia enemmän (taulukko 38), jotta saataisiin mahdollisimman luotettava tulos.

TAULUKKO 38. Sekoitus D, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

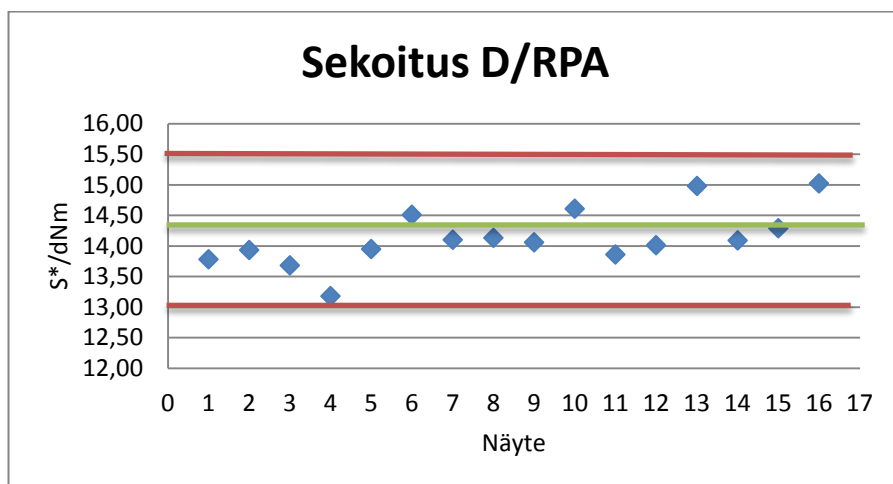
KOVUUS/D			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140102	1	83	13,78
140110	2	83	13,93
140114	3	83	13,68
140115	4	83	13,18
140120	5	81	13,95
140122	6	81	14,51
140127	7	84	14,10
140129	8	86	14,13
140130	9	83	14,06
140202	10	84	14,61
140204	11	83	13,86
140205	12	84	14,01
140207	13	87	14,98
140210	14	82	14,09
140211	15	83	14,29
140212	16	84	15,02

Kovuusmittauksen tuloksiin tuli melko paljon hajontaa näytteiden välille (kuvio 57), mikä johtuikin mittauksen hankaluudesta.



KUVIO 57. Sekoitus D, kovuudelle asetetut rajat

Samanlaista hajontaa aiheutui myös RPA- tuloksiin (kuvio 58), joka kertoi sekoituksen D olleen myös RPA- mittaukselle haastava. Molempien mittausten tulokset säilyivät silti piirrettyissä rajoissa, vaikka yksittäisten tulosten välillä eroa oli melko paljon. Tähän vaikuttaa sekoituksen jäykkyys sekä myös kovuusmittauksen epätarkkuus, joka korostuu jäykemmillä sekoituksilla.



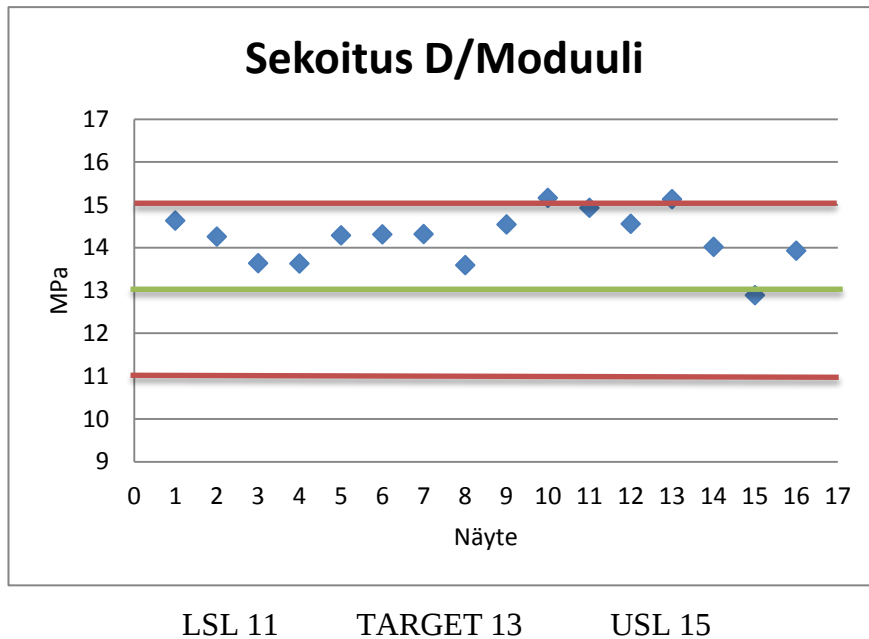
KUVIO 58. Sekoitus D, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

Sekoituksen jäykkyyden vuoksi sekoitus D ei vetokokeessa veny, joka näytteen osalta 300 %:iin asti. Tämän vuoksi tulosten tarkastelussa otettiin huomioon moduuli 200 %-tulokset (taulukko 39), joita tavallisestikin päivittäisten näytteiden osalta seurataan.

TAULUKKO 39. Sekoitus D, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

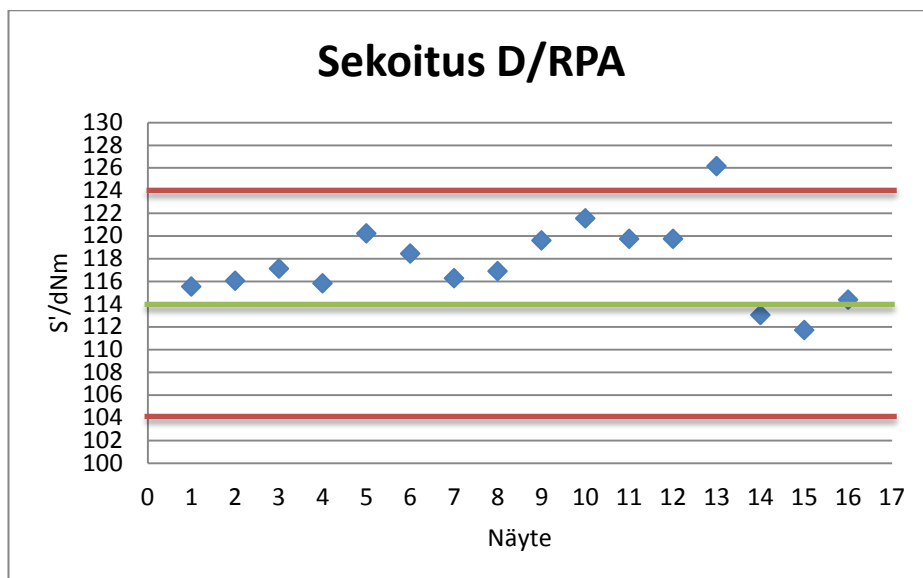
MODUULI/D			
Orderno	Näyte	Moduuli 200 %	S'
140102	1	14,63	115,53
140110	2	14,26	116,05
140114	3	13,64	117,12
140115	4	13,63	115,83
140120	5	14,29	120,22
140122	6	14,31	118,44
140127	7	14,32	116,28
140129	8	13,59	116,90
140130	9	14,54	119,60
140202	10	15,16	121,55
140204	11	14,93	119,74
140205	12	14,56	119,74
140207	13	15,13	126,13
140210	14	14,02	113,03
140211	15	12,89	111,71
140212	16	13,93	114,39

Moduulin ja RPA:n tulosten välillä oli myös jonkin verran eroa (kuvio 59 ja 60), joka toi haastetta rajojen luomiselle. Moduulin tulokset jäivät targetin yläpuolelle, joten samaa pyrittiin noudattamaan RPA:lle hahmotelluissa rajoissa.



KUVIO 59. Sekoitus D, moduulille asetetut rajat

Sekoitus D lienee ominaisuuksiltaan mittauksille sen verran haastava, että eroa syntyi tämän vuoksi melko paljon tulosten välille. Tämä näkyi sekä kovuudelle että moduulille hahmotelluissa RPA- rajoissa.



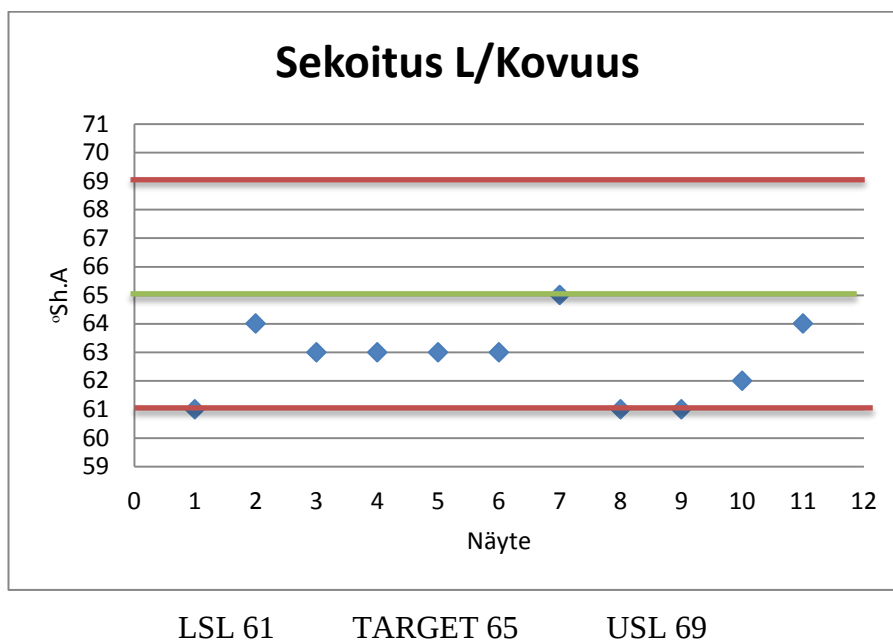
KUVIO 60. Sekoitus D, moduulille hahmotellut RPA- rajat

11.2.11 Sekoitus L

Sekoituksen L kovuusmittauksen tulokset (taulukko 40) sijoittuivat targetin alapuolelle (kuvio 61), joten samaan tapaan pyrittiin hahmottelemaan myös RPA- rajat, jotta myös ne tulokset olisivat määritetyn targetin alapuolella.

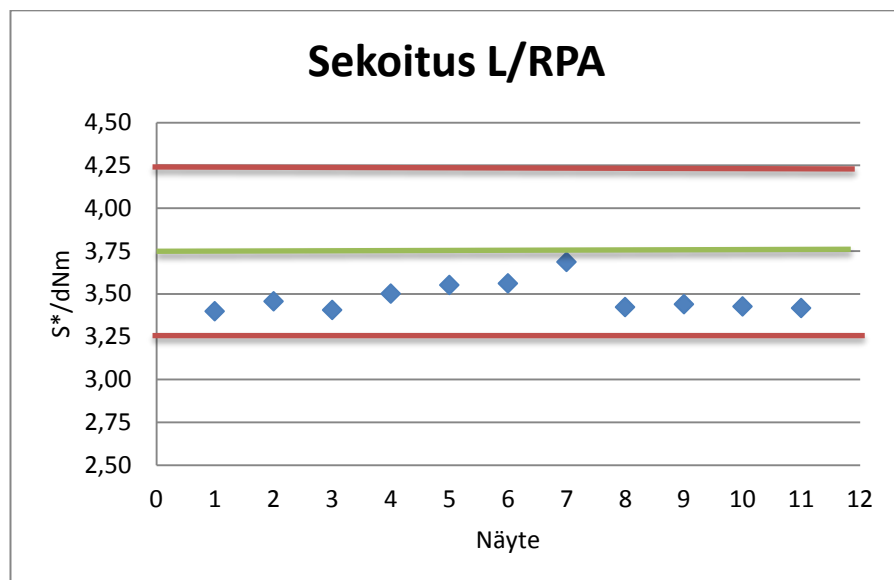
TAULUKKO 40. Sekoitus L, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

KOVUUS/L			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140117	1	61	3,397
140121	2	64	3,456
140124	3	63	3,405
140127	4	63	3,501
140130	5	63	3,551
140124	6	63	3,560
140128	7	65	3,685
140205	8	61	3,422
140207	9	61	3,439
140210	10	62	3,426
140211	11	64	3,416



KUVIO 61. Sekoitus L, kovuudelle asetetut rajat

Kovuusmittauksen tuloksissa oli enemmän hajontaa kuin RPA:n tuloksissa (kuvio 62), mikä luultavasti johtui kovuusmittauksen epävarmuus. Kovuuksiltaan mittausten mukaan näytteet 1, 8 ja 9 olisivat olleet kovuuden alarajalla, samaa ei kuitenkaan RPA havainnut vaan sekoitus vaikutti mittausten mukaan olleen koko ajan hyvin tasalaatuista.



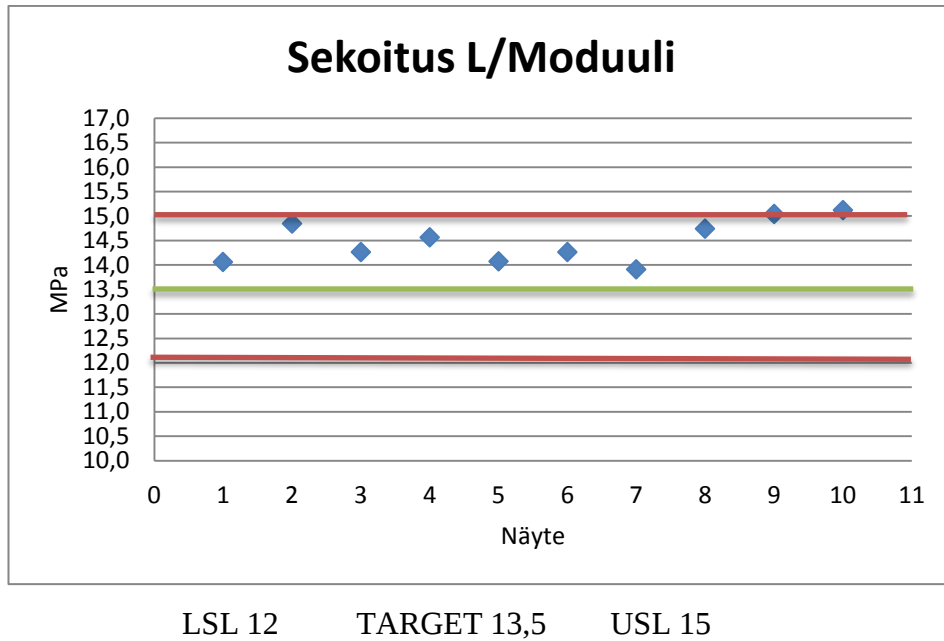
KUVIO 62. Sekoitus L, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

TAULUKKO 41. Sekoitus L, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

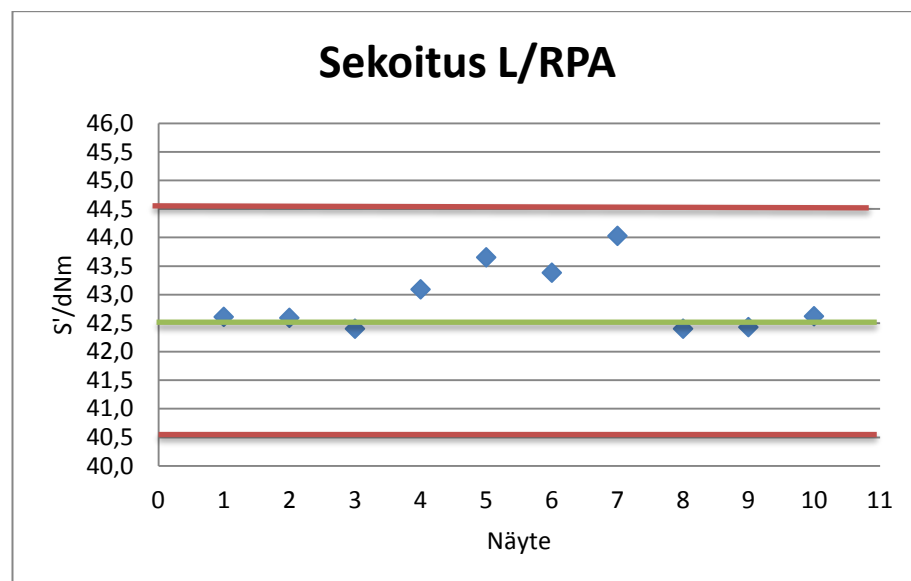
MODUULI/L			
Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140117	1	14,06	42,61
140121	2	14,84	42,59
140124	3	14,26	42,40
140127	4	14,56	43,09
140130	5	14,07	43,65
140124	6	14,26	43,38
140128	7	13,91	44,03
140207	8	14,74	42,40
140210	9	15,04	42,43
140211	10	15,12	42,62

Moduuli- ja RPA- mittausten tulokset (taulukko 41) poikkesivat tälläkin sekoituksella melko voimakkaasti toisistaan. Moduulin tulokset olivat targetin yläpuolella (kuvio 63) ja RPA:n hahmotelluissa rajoissa ne asettuivat targetille (kuvio 64). Tämä saattoi johtua siitä, että näytteet 8, 9, ja 10 oli luultavasti mitattu eri vetokoneella kuin muut. Myös vetokoneen epäluotettavuus saattoi aiheuttaa tuloksiin virhettä. Poikkeavuuden vuoksi

rajojen luominen RPA:lle oli melko hankalaa ja tämän vuoksi niitä ei voitu pitää kovin todennukaisina.



KUVIO 63. Sekoitus L, moduulille asetetut rajat



KUVA 64. Sekoitus L, moduulille hahmotellut RPA- rajat

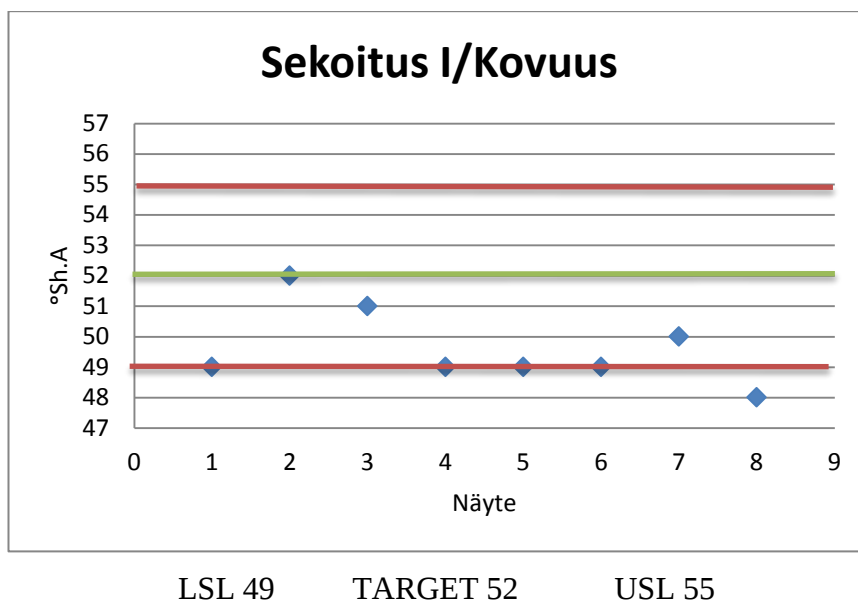
11.2.12 Sekoitus I

Sekoituksen I kovuus-, moduuli- sekä RPA- tulokset taulukoituna (taulukko 42 ja 43), joiden pohjalta hahmoteltiin RPA:lle rajat.

TAULUKKO 42. Sekoitus I, kovuusmittauksen tulokset sekä parametreilla Set Strain 0,98 % S* Sweep 2 saadut RPA- tulokset

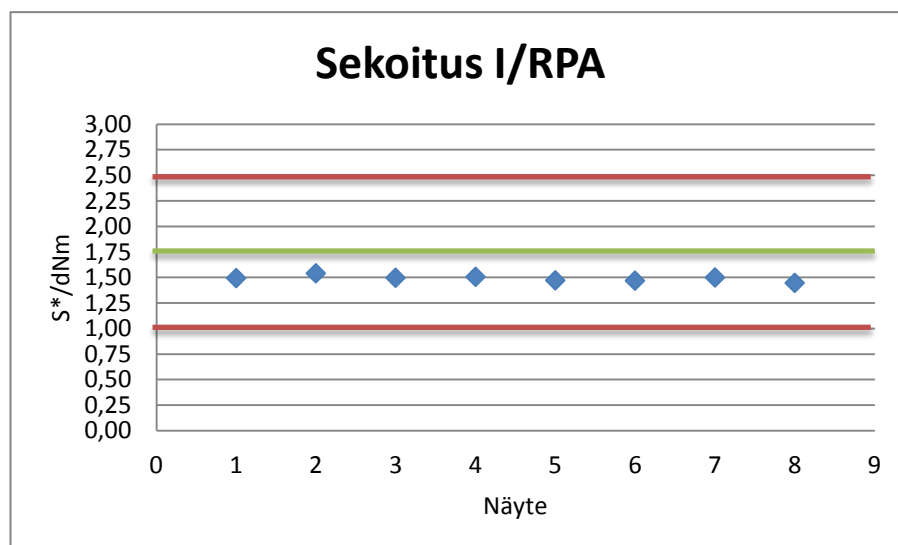
KOVUUS/I			
Orderno	Näyte	Kovuus	S*
140103	1	49	1,494
140108	2	52	1,540
140110	3	51	1,495
140113	4	49	1,507
140114	5	49	1,470
140115	6	49	1,467
140116	7	50	1,500
140117	8	48	1,447

Kovuuden antamat tulokset (kuvio 65) heittelivät melko paljon ja osa näytteistä (näytteet 1, 4, 5 ja 6) olivat kovuudelle asetetun marginaalin alarajalla, kun näyte 8 meni jopa niistä yli.



KUVIO 65. Sekoitus I, kovuudelle asetetut rajat

RPA:n tulokset olivat paljon tasaisempia (kuvio 66) ja rajoja hahmoteltaessa ne jätettiin myös targetin alapuolelle, jotta rajat vastaisivat kovuudelle asetettuja raja-arvoja. Tulosten erilaisuuteen saattoi jälleen vaikuttaa kovuusmittauksen epätarkkuus.



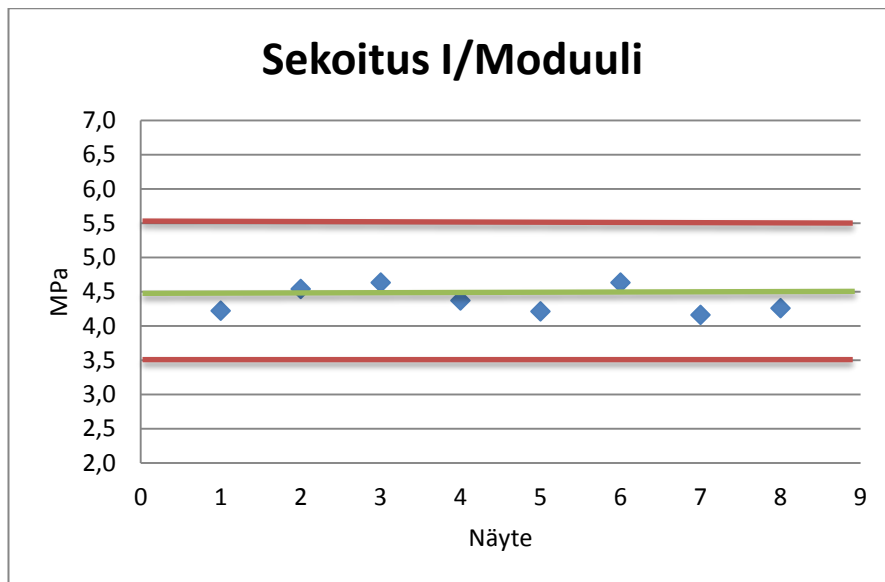
KUVIO 66. Sekoitus I, kovuudelle hahmotellut RPA- rajat

TAULUKKO 43. Sekoitus I, mitatut moduulin tulokset sekä parametreilla Set Strain 19,95 % S' Sweep 2 saadut RPA- tulokset

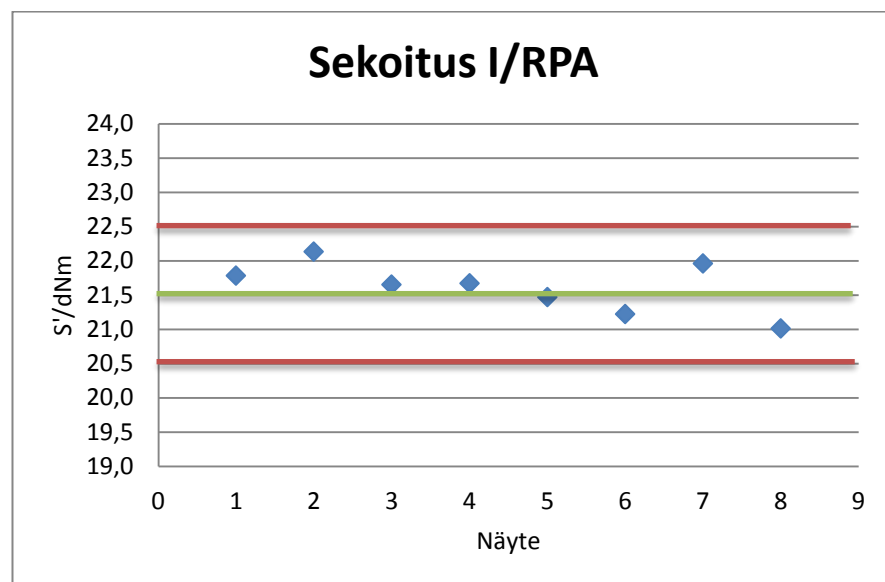
MODUULI/I

Orderno	Näyte	Moduuli 300 %	S'
140103	1	4,22	21,78
140108	2	4,54	22,13
140110	3	4,63	21,65
140113	4	4,37	21,67
140114	5	4,21	21,47
140115	6	4,63	21,22
140116	7	4,16	21,96
140117	8	4,26	21,01

Moduulin ja RPA:n tulosten välillä oli myös jonkin verran poikkeamaa (kuvio 67 ja 68), joten tarkalleen RPA ei pystynyt seuraamaan moduulin tuloksia. Mikä saattoi johtua moduulimittauksen epätarkkuudesta. Rajat kuitenkin oli mahdollista luoda, sillä targetin ympärille sijoittuneet moduulitulokset mahdollistivat targetin hahmottelun myös RPA:lle.



KUVIO 67. Sekoitus I, moduulille asetetut rajat



KUVIO 68. Sekoitus I, moduulille hahmotellut RPA- rajat

12 POHDINTA

Työn tavoitteena oli selvittää löytyykö RPA:n dynaamisten tulosten sekä kovuuden ja moduulin välille korrelaatio, joka mahdollistaisi rotaatiometrin RPA 2000 hyödyntämisen kumiseosten laadunvalvonnassa.

Saatujen tulosten pohjalta voidaan todeta mittausten välillä olevan kohtuullisen vahva riippuvuus ja RPA pystyy havaitsemaan kumisekoitusten kovuudessa ja moduulissa tapahtuvia muutoksia melko hyvin. RPA:ta on mahdollista käyttää ainakin jossain määrin päivittäisten näytteiden ja niissä tapahtuvien virheiden havaitsemiseen. Myös RPA:lle voidaan luoda rajat, jotka vastaavat moduulille ja kovuudelle asetettuja marginaaleja.

Jotta RPA:ta voitaisiin käyttää täysin luotettavasti osana laadunvalvontaa kovuus- sekä moduuli- mittauksen sijaan, tulisi RPA:lle suorittaa vielä lisää testejä, etenkin sellaisille näytteille, jotka ovat kovuuden ja moduulin rajojen ulkopuolella. Myös luotettavien RPA- rajojen luominen vaatii kovuuden ja moduulin rajoilla olevien näytteiden lisätestausta. Sekä työssä rajojen luomiseen käytetyt parametrit tulisi varmentaa. Jotta RPA voitaisiin ottaa yleisesti käyttöön osana laadunvalvontaa, tulisi jokainen tuotantosekoitus erikseen testata RPA:lla käyttäen valittuja parametreja. Tätä kautta luotettavat rajat olisi mahdollista muodostaa.

LÄHTEET

Asahi carbon Co., Ltd. 2010. Carbon black manufacturing. Luettu 1.11.2014.
http://www.asahicarbon.co.jp/global_site/product/cb/manufacturing.html

Brown, R. 2006. Physical testing of rubber. Yhdysvallat: Springer.

Dick, J. 2005. Ten ways to improve test productivity and reduce testing costs. Rubbe world. 27-33.

Intech. 2004-2014. Coating technology of nuclear fuel kernels: a multiscale view. Luettu 1.11.2014.
<http://www.intechopen.com/books/modern-surface-engineering-treatments/coating-technology-of-nuclear-fuel-kernels-a-multiscale-view>

International journal of mechanics. 2013. Influence of Runner section on Curing Rate during Injection Molding of NBR Compound. Rheometer RPA 2000. [Pdf] Luettu 15.10.2014.
<http://www.naun.org/main/NAUN/mechanics/c112002-175.pdf>

Keckman, A. 1999. Kumiseosten dynaaminen analyysi. Tampereen teknillinen korkeakoulu. Materiaalitekniikan osasto/Materiaalioppi. Diplomityö.

Kovuusmittauksen perusteita. 2014. Luettu 28.07.2014.
<http://www.finfocus.fi/tuotteet/kovuus-ym-mittarit/kovuusmittauksen-perusteita>

Kovuusstandardi.
 Standard D 2240-02

Laurila, T. 2007. Kumitekniikka. Lyhyt johdatus kumitekniikan perusteisiin. Edita Prima.

Mark, J., Erman, B. & Eirich, F. 2005. The science and technology of rubber. Yhdysvallat.

Muovimuotoilu. 2014. Kumi. Luettu 29.10.2014.
<http://www.muovimuotoilu.fi/content/view/40/70/>

Nokian Renkaat. 2014. Innovatiivisuus. Silica-luonnonkumi yhdistelmä kulutuspinnassa. Luettu 3.11.2014.
<http://www.nokianrenkaat.fi/innovatiivisuus/innovaatiot/silica-luonnonkumiyhdistelmakulutuspinnassa/>

Nokian Renkaat Oyj. 2014. Yritys. Perustietoa. Luettu 25.10.2014.
<http://www.nokianrenkaat.fi/yritys/perustietoa/>

Ojala, A. Materiaalipäällikkö. 2014. Puhelinkeskustelu.

Oscillating rheometers. 2014. Testing chamber of rheometer RPA 2000. Luettu 15.10.2014.

https://www.tut.fi/ms/muo/vert/9_test_methods/rubber_compounds_rheological_rheometry_osc.htm

Seppälä, J. 2008. Polymeeriteknologian perusteet. 6. painos. Helsinki: Hakapaino Oy.

Test procedure 2014. Admet. Luettu 28.07.2014.

<http://info.admet.com/videos/bid/38627/How-to-Perform-an-ASTM-D412-Rubber-Elastomer-Tensile-Strength-Test>

Vetokoestandardi.

International standard ISO 37:1994

White J. & De S. 2001. Rubber technologist's handbook. UK: Rapra technology Ltd.