

Heidi Ristola

Partikkelikokoanalyysaattori Malvern Mastersizer 3000E:n käyttöönotto

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Laboratorioanalyttikko (AMK)

Laboratorioalan koulutusohjelma

Opinnäytetyö

30.10.2017

Tekijä(t) Otsikko Sivumäärä Aika	Heidi Ristola Partikkelikokoanalysaattori Malvern Mastersizer 3000E:n käyttöönotto 29 sivua + 4 liitettä 20.10.2017
Tutkinto	Laboratorioanalyttikko (AMK)
Koulutusohjelma	Laboratorioalan koulutusohjelma
Ohjaaja(t)	Laadunvalvonnan esimies Elina Hanhisuanto, Teknos Oy Yliopettaja Jukka Niiranen, Metropolia Ammattikorkeakoulu
<p>Työ tehtiin Teknos Oy:n jauhemaalituotannon laadunvalvontalaboratoriossa Rajamäellä. Opinnäytetyön tavoitteena oli uuden partikkelikokoanalysaattori Malvern Mastersizer 3000E:n käyttöönotto osaksi laadunvalvontaa.</p> <p>Jauhemaalain partikkelikoko on yksi tärkeimmistä jauhemaalain käytettävyyteen vaikuttavista tekijöistä, joten partikkelikokoanalyysi on erittäin keskeinen osa laadunvalvontaa. Laboratoriossa olleen vanhan partikkelikokoanalysaattorin tilalle hankittiin uusi laite ja työn tarkoituksena oli laatia laitteelle työohje, kouluttaa laboratorion työntekijät käyttämään laitetta, sekä suorittaa mittauksia laitteen toimivuuden ja soveltuvuuden varmistamiseksi.</p> <p>Malvern Mastersizer 3000E:n toiminta perustuu laserdiffraktioon. Lasersäde kulkee näytteen läpi ja partikkelikokojakauma saadaan mittaamalla sironneen valon intensiteetti. Erikoiset partikkelit hajottavat valoa eri kulmissa, joten partikkelikoko voidaan laskea sironnakulmien intensiteetistä valitun optisen teorian avulla. Jauhemaaleille yleisin käytetty teoria on Fraunhofer-approksimaatio.</p> <p>Mittaussarjoja tehtiin yhteensä neljä kahdelle eri näytteelle. Saatuja tuloksia verrattiin laboratoriossa olleen vanhemman laitteen tuloksiin, laitteen maahantuojalta saatuihin mittaus-tuloksiin, sekä Pitäjänmäen laboratoriossa mitattuihin tuloksiin. Mittauksien toistettavuus parani verrattuna vanhempaan laitteeseen. Uusi partikkelikokoanalysaattori päätettiin ottaa käyttöön vanhan laitteen rinnalle, jotta niiden välillä voidaan tehdä vielä laajempaa vertailua useamman eri tuotteen avulla.</p>	
Avainsanat	Partikkelikoko, jauhemaali

Author(s) Title	Heidi Ristola Commissioning of the new Particle Size Analyser Malvern 3000E
Number of Pages Date	29 pages + 4 appendices 20 October 2017
Degree	Bachelor of Laboratory Sciences
Degree Programme	Laboratory Sciences
Instructor(s)	Elina Hanhisuanto, Quality Control Manager, Teknos Oy Jukka Niiranen, Principal Lecturer, Metropolia University of Applied Sciences
<p>The study was conducted for Teknos Oy's powder coatings quality control laboratory at Rajamäki. The purpose was to commission the new particle size analyzer Malvern Mastersizer 3000E as a part of quality control.</p> <p>The particle size is one of the most important factors affecting the usability of the powder-paint, so particle size analysis plays a very important role in quality control. A new particle size analyser was purchased to replace the old one and the goal was to write a work instruction for the device, train the laboratory personnel to use the device, and perform measurements to ensure the functionality and suitability of the device.</p> <p>Malvern Mastersizer 3000E is based on laser diffraction. Laser beam passes through the sample and intensity of scattered light is measured to determine the particle size distribution. Particles of different sizes scatter light at different angles so the particle size can be calculated using suitable optical theory. The most used theory for measuring powder coating samples is the Fraunhofer approximation theory.</p> <p>Four measurement series were made using two different samples. The results were compared with the results of the older device in the laboratory, the measurement results from the importer of the device, and the results measured in the Pitäjänmäki laboratory. The measurement repeatability improved compared to the older device. It was decided to take the new particle size analyzer into use alongside the old device to make a wider comparison of different kinds of powder coating products.</p>	
Keywords	Particle size, powder coatings

Sisällys

Lyhenteet

1	Johdanto	1
1.1	Alkutilanne	1
1.2	Tavoitteet	1
2	Teknoksen esittely	1
2.1	Teknoksen historia	1
2.2	Teknos nykyään	2
3	Jauhemaali	3
3.1	Yleistä jauhemaalista	3
3.2	Jauhemaalın koostumus	4
3.3	Jauhemaalın valmistusprosessi	5
3.3.1	Raaka-aineiden punnitus ja sekoitus	5
3.3.2	Ekstrudointi ja murskaus	6
3.3.3	Jauhaminen ja pakkaaminen	6
3.4	Jauhemaalın partikkelikoko	6
4	Partikkelikoon mittaaminen	7
4.1	Laserdiffraktio	8
4.1.1	Mie-teoria	8
4.1.2	Fraunhofer-approksimaatio	9
4.2	Laitteen osat	10
4.2.1	Dispersioyksikkö	11
4.2.2	Mittauskenno	12
4.2.3	Optinen yksikkö	13
4.2.4	Tietokone ja tulosten käsittely	13
5	Käytännön osuus	14
5.1	Alkutilanne	14
5.2	Työohje	15
5.3	Mittausten aloittaminen	15
6	Tulokset	15
6.1	Ensimmäinen mittauskierros	15

6.2	Toinen mittauskierrros	16
6.3	Kolmas mittauskierrros	17
6.4	Neljäs mittauskierrros	17
6.5	Maahantuojan tulokset	18
6.6	Pitäjänmäen tulokset	18
7	Tulosten tarkastelu	19
7.1	Uuden laitteen vertailu vanhaan laitteeseen	19
7.1.1	Ensimmäinen mittauskierrros	19
7.1.2	Toinen mittauskierrros	20
7.1.3	Kolmas mittauskierrros	22
7.1.4	Neljäs mittauskierrros	22
7.2	MS3000:n tulosten vertailu maahantuojan tuloksiin	24
7.3	MS3000:n tulosten vertailu Pitäjänmäen tuloksiin	26
8	Yhteenveto	27
9	Loppupäätelmät	28
	Lähteet	29
	Liitteet	
	Liite 1. Malvern Mastersizer 3000E -raportti	
	Liite 2. Malvern Mastersizer 3000E -työohje	
	Liite 3. F-testit	
	Liite 4. T-testit	

Lyhenteet

>10 µm	Kertoo hienon jauheen osuuden, eli kuinka monta prosenttia näytteestä on partikkelikooltaan alle 10 µm.
Dv (50)	Keskipartikkelikoko, eli 50 % mitatusta näytteestä on alle ilmoitetun lukeman. Muita esitystapoja mm. D(0,5V).
MS2000	Malvern Mastersizer 2000 -partikkelikokoanalysaattori
MS3000	Malvern Mastersizer 3000 -partikkelikokoanalysaattori
SOP	Standard operating procedure
Top max	Mitatun näytteen karkein partikkelikoko. Muita esitystapoja esim. Top cut tai Dv (100).
VOC	Volatile organic compounds, eli haihtuvat orgaaniset yhdisteet.

1 Johdanto

1.1 Alkutilanne

Teknos Oy:n jauhemaalituotannon laadunvalvontalaboratorioon oli hankittu uusi partikkelikokoanalysointilaitteisto Malvern Mastersizer 3000E korvaamaan laadunvalvonnassa aiemmin käytettyä laitetta. Laitteelle ei ollut vielä laadittu ohjetta, joten laboratoriossa käytettiin edelleen vanhempaa laitetta.

1.2 Tavoitteet

Opinnäytetyön tavoitteena oli laatia uudelle partikkelikokoanalysointilaitteistolle käyttöohje, sekä kouluttaa laborantit käyttämään uutta laitetta laadunvalvonnan osana. Uudella laitteella oli tarkoitus suorittaa toistokokeita, joiden avulla uuden ja vanhemman laitteen antamia tuloksia voidaan verrata keskenään. Toistokokeiden tarkoituksena oli myös luotettavasti osoittaa uuden laitteen toiminta.

2 Teknoksen esittely

2.1 Teknoksen historia

Vuonna 1948 perustettiin Teknos-Tehtaat Tuomarilaan, mistä vuokrattiin vanha tila. Tilalla ollut vanha kanala kunnostettiin laboratorioriksi, jossa tuotanto alkoi. Ensimmäinen tuote oli nimeltään Tuomo-kaseiiniväri, joka on saanut nimensä paikan Tuomarila mukaan. Tehtaan henkilökunnan määrä tuolloin oli pieni, vain kaksi työntekijää sekä yksi kesäapulainen. [1; s. 123; 2.]

Sodan jälkeisessä Suomessa oli kova pula ruostetta estävistä maaleista. Tarvittiin uusia ideoita ruostetta estävien maalien koostumukseen, ja keksittiinkin korvata pellavaöljy mäntyöljyllä maalien sideaineena. Kokeet onnistuivat hyvin ja vuonna 1949 syntyi FERREX-korroosionestomaali, joka osoittautui hyvin menestyväksi tuotteeksi niin Suomessa kuin ulkomaillakin.

Pitäjänmäessä tuotanto alkoi vuonna 1950 ja työntekijämäärä pikkuhiljaa kasvoi. Kehitettiin uusia tuotteita, kuten EPIREX-betonipintojenmaali, vesiohenteinen lateksimaali PANU, peltikattojen maaliksi KIRJO ja VISA -niminen puunsuojasarja.

Teknosin menestys jatkui ja 1960-luvulla markkinaosuudet teollisuuden ruosteenestossa oli 70 % ja betonimaaleissa 80%. Puun ulkomaalauksessa Teknosin markkinaosuus oli noin kolmannes. Markkinointiin ja tuotekehitykseen panostettiin, sekä Teknos toi tavaraselosteet tuotteiden etiketteihin ensimmäisenä maalinvalmistajana.

1970-luvulla kehitettiin INERTA 160, joka on kaksikomponenttinen epoksimaali laivojen pohjien maalaamiseen. Testeissä maali kesti erittäin hyvin jäisiä olosuhteita ja jatkuvaa rasitusta, joten siitä tulikin jättimenestys.

Jauhemaalit teollisessa maalaamisessa saavutti suosiota Euroopassa 1960-luvulla ja Teknosella päätettiin aloittaa oma jauhemaalituotanto Pitäjänmäen tehtaalla vuonna 1971. Tilat kävivät kuitenkin ahtaaksi, joten rakennettiin uusi tehdas Rajamäelle vuonna 1977. Kysyntä jauhemaaleille kasvoi ja Rajamäen tehdasta laajennettiin. Uusi jauhemaalitehdas valmistui vuonna 2007 vanhan tehtaan viereen Rajamäelle. Teknos on edelleen ainut jauhemaalivalmistaja Suomessa. [1, s. 123 – 142.]

2.2 Teknos nykyään

Teknos on edelleen suomalainen perheyrittäjä ja sen pääkonttori sijaitsee Helsingissä. Nykyään Teknosella on tuotantoa kahdeksassa maassa: Suomessa, Ruotsissa, Tanskassa, Saksassa, Hollannissa, Puolassa, Venäjällä ja Kiinassa. Lisäksi omia myyntiyhtiöitä Teknoselta löytyy 18 eri maassa. Oman edustajaverkoston välityksellä vientiä on pariinkymmeneen muuhun maahan. Liikevaihto on noin 307 miljoonaa euroa ja Teknos on yksi maailman johtavista teollisuusmaalien valmistajista. [3; 4.]

3 Jauhemaali

3.1 Yleistä jauhemaalista

Jauhemaali on jauheen muodossa olevaa maalia, joka varataan sähköisesti ja ruiskutetaan maadoitetulle pinnalle. Maalattu kappale kuumennetaan uunissa, jolloin jauhepartikkelit sulavat ja muodostavat yhtenäisen, sileän pinnan. Pintojen maalaamisen tarkoitus on suojata pinta ympäristön vaikutukselta. Lisäksi maalattavalle pinnalle saadaan haluttu ulkonäkö tai muita erityisominaisuuksia. Kun maalikalvo jäähtyy, se kovettuu muodostaen kovan pinnan. Jäähtymisen jälkeen maalattu kappale on valmis käytettäväksi tai pakattavaksi. [5, s. 121 – 123; 6, s. 83; 7.]

Jauhemaalain käytössä on monia hyviä puolia verrattaessa nestemäisillä maaleilla maalattaessa. Jauhemaalit eivät sisällä mitään liuottimia tai VOC-yhdisteitä, joten se on ympäristölle ystävällisempi vaihtoehto. Liuottimien aiheuttamien haittojen puuttumisen takia se on myös työturvallisuuden kannalta turvallisempi menetelmä kuin märkämaalaukset. Ohiruiskutettu jauhemaali voidaan kerätä talteen ja uudelleenkäyttää, mikä myös osaltaan vähentää jätteen syntymistä. Se myös pienentää maalaus kustannuksia merkittävästi. Maalauksen automatisointi on helppoa ja taloudellista, etenkin levymäisten kappaleiden osalta, koska niihin on hyvin helppoa maalata tasalaatuinen pinta jauheella. Myös monimuotoisten kappaleiden maalaus on mahdollista automatisoida. [5, s. 121 – 122; 7.]

Jauhemaalattun pinnan kemikaalien ja liuottimien kestävyys on hyvä, etenkin epoksi-jauheella maalattaessa. Myös mekaanisen rasituksen kestossa on eroa märkämaaleihin verrattuna; jauhemaalattu pinta kestää paremmin iskuja, eikä naarmuunnu kovin helposti. Sekä kemiallinen, että mekaaninen kestävyys saavutetaan heti maalaamisen ja jäähtymisen jälkeen, toisin kuin märkämaalaamisessa. Jauhemaalattut kappaleet voidaan pakata tiiviimmin, koska ne eivät tartu kiinni toisiinsa tai naarmuunnu. Tämä säästää myös pakkauskuluissa. Jauhemaalauksen prosessi on pääsääntöisesti nopeampi, kuin märkämaalaaminen, koska maalattut kappaleet voidaan siirtää suoraan uuniin. Jauhemaalauksen jatkaminen seuraavana päivänä on nopeaa ja helppoa, koska jauhemaalain voi jättää laitteiston sisään. [5, s. 121.]

Jauhemaalauksessa on myös huonoja puolia verrattaessa märkämaalaamiseen. Pienien tavaramäärien maalaus ei ole kovin kannattavaa, sillä pienin astiakoko on yleensä 20 kg. Pienien jauhemäärien kilohinta nousee korkeaksi, etenkin hankittaessa erikois-sävyjä. Värin vaihtaminen maalauslinjastolla on melko työlästä, erityisesti silloin kun väri vaihdetaan myös jauhemaalien talteenottolaitteista. [5, s. 121.]

Jauhemaalien korroosionestokyky ei välttämättä ole yhtä hyvä kuin märkämaalien. Tämä johtuu useimmiten siitä, että jauhemaalilla ruiskutetaan yleensä vain yksi kerros ja maalatussa kalvossa mahdollisesti oleva huokonen voi yltyä koko maalikalvon läpi. Tällöin ruostuminen voi alkaa maalikalvon alla. Maalipinnassa esiintyvät huokokset johtuvat useimmiten puutteellisesta esikäsitteystä tai maalattavan pinnan materiaalin huokoisuudesta. [5, s. 122.]

Koska jauhemaalit tarvitsevat korkean polttolämpötilan, noin 200 °C, on hankittava erillinen uuni. Hankinta lisää investointikustannuksia, koska märkämaalien kuivaukseen käytettävät uunit ei sovellu jauhemaaleille liian alhaisen lämpötilan takia. Myös uunien suuri energiankulutus nostaa kustannuksia. [5, s. 121.]

Täysin tasaisen ja kiiltävän maalipinnan saavuttaminen on hyvin paljon vaikeampaa jauhemaalilla verrattuna märkämaaliin. Myös korjausmaalaus on vaikeampaa. [5, s. 121.]

3.2 Jauhemaalien koostumus

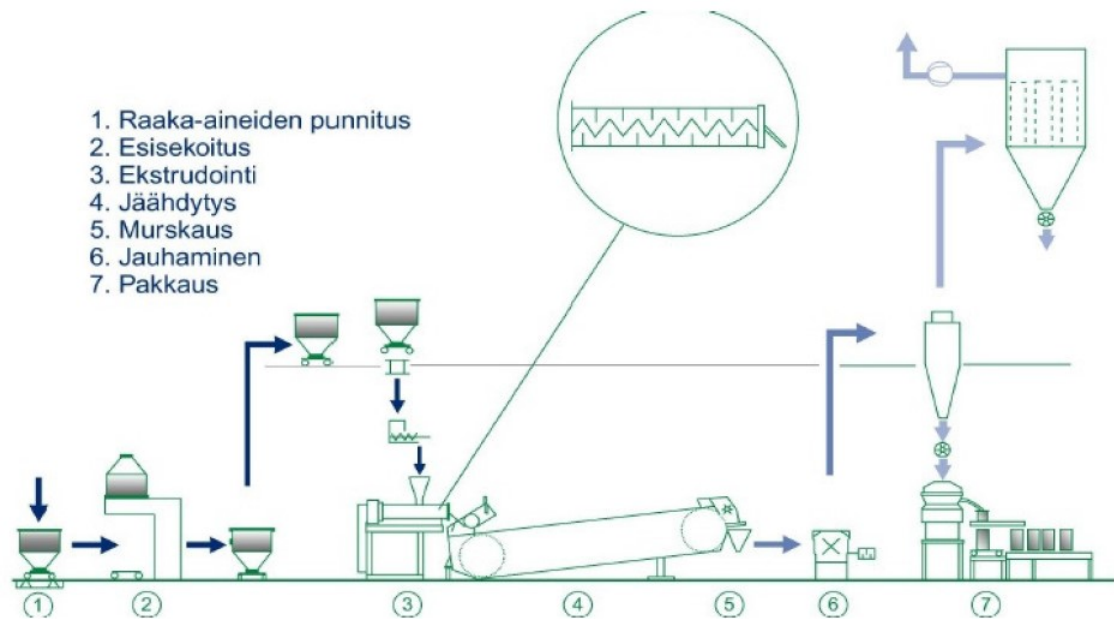
Jauhemaalit koostuvat sideaineesta, koveteesta, pigmenteistä, täyteaineista ja lisäaineista. Raaka-aineet jauhetaan tasalaatuisiksi jauheiksi, jonka partikkelikoko vaihtelee yleensä 30 – 50 µm:n välillä. Sideaine ja kovete reagoivat keskenään vasta uunituksen aikana. Jauhemaaleissa käytettävät pigmentit ovat osittain samoja kuin märkämaaleissa, mutta lämpöä kestävämpiä pigmentejä ei voida käyttää. Täyteaineina käytetään useimmiten kalsiumkarbonaattia ja raskassälpää. Lisäaineita jauhemaalissa on tavallisimmin alle 5 %, joiden tarkoituksena on mm. parantaa maalin tasoittuvuutta, kulutuksenkestävyyttä, korroosionestokykyä ja ruiskutettavuutta. [5, s. 123.]

Yleisimmät Suomessa käytettäviä jauhemaalityyppejä ovat epoksi-, polyesteri- ja epoksi-polyesteriseosjauhe. Saatavilla on myös erikoisjauheita, jotka ovat sideainepohjaltaan

tavallisia jauheita, mutta joita on muunneltu halutun efektin aikaansaamiseksi. Erikoisjauheita ovat mm. metallihohtomaalit, struktuurimaalit ja kirkaslakat. [5, s. 123.]

3.3 Jauhemaalien valmistusprosessi

Kuvassa 1 on esitetty jauhemaalien valmistusprosessin eri vaiheet.



Kuva 1 Jauhemaalien valmistus [8.]

3.3.1 Raaka-aineiden punnitus ja sekoitus

Jauhemaalien valmistus (kuva 1) alkaa punnitsemalla raaka-aineita oikeat määrät reseptin mukaisesti, jonka jälkeen ne sekoitetaan. Jauhemaalien raaka-aineet ovat pääsääntöisesti kiinteitä. Ne saadaan parhaiten sekoitettua, mikäli ne koostuvat suurin piirtein samankokoisista partikkeleista.

Raaka-aineiden esisekoittaminen on tärkeä vaihe jauhemaalien valmistuksessa ja sillä on ratkaiseva rooli pinnoitteen suorituskyvyn kannalta. Raaka-aineiden riittämätöntä esisekoitusta ei voida kompensoida myöhemmässä vaiheessa ja erityisesti pienten pitoisuuksien raaka-aineet, kuten lisäaineet ja sävytyspigmentit, on saatava sekoitettua joukkoon kunnolla. Huono esisekoitus voi johtaa pinnoitteen epähomogeeniseen koos-

tumukseen, joka voi ilmetä esim. huonoina mekaanisina ominaisuuksina, epätasaisena sävynä, heikentyneenä kiiltona tai pintavikoina valmiissa tuotteessa. [9, s. 254 – 255.]

3.3.2 Ekstrudointi ja murskaus

Esisekoitettu materiaali johdetaan ekstruuderiin, jossa se sulatetaan ja hierretään yhtenäiseksi massaksi lämmön ja ruuvien avulla. Ekstruuderista poistuva materiaali puristetaan ohueksi, yhtenäiseksi levyksi jäähdytysnauhalle. Jäähtynyt materiaali murskataan pienemmäksi rouheeksi ennen varsinaista jauhamista. [9, s. 254 – 286.]

3.3.3 Jauhaminen ja pakkaaminen

Murskattu materiaali johdetaan myllyyn, jossa se jauhetaan halutun kokoisiksi partikkeleiksi. Vasaramyllyä käytettäessä jauhettava rouhe jauhautuu sen osuessa pyöriviin vasaroihin sekä jauhautuvaan materiaaliin itseensä. Roottorin kierrosnopeutta on mahdollista säätää ja siten pystytään vaikuttamaan jauheen partikkelikokoon. Jauheessa oleva hienoin osuus saadaan eroteltua syklonin avulla ja karkeammat partikkelit erotellaan seulan avulla. [9, s. 275 – 294]

3.4 Jauhemaalien partikkelikoko

Jauhemaalien partikkelikoko on tärkeä vaikuttava tekijä jauhemaalien maalausominaisuuksiin. Partikkelikokojakauma on yhtä tärkeä kuin keskipartikkelikoko, etenkin kun jauhemaalille on erityisen korkeat laatuvaatimukset.

Partikkelikokoa voidaan määrittää monin eri tavoin, esimerkiksi seulomalla, mikroskooppisen analyysin avulla tai käyttämällä optisia mittalaitteita. Yleisin käytetty mittaustekniikka on laserdiffraktio, jota tässä työssä käsitellään. International Standards Organisation on julkaissut standardin tälle metodille; ISO 8130-13:2001. [9, s. 308 – 310.]

Tärkeimpiä jauhemaalien partikkelikokoon liittyviä arvoja ovat:

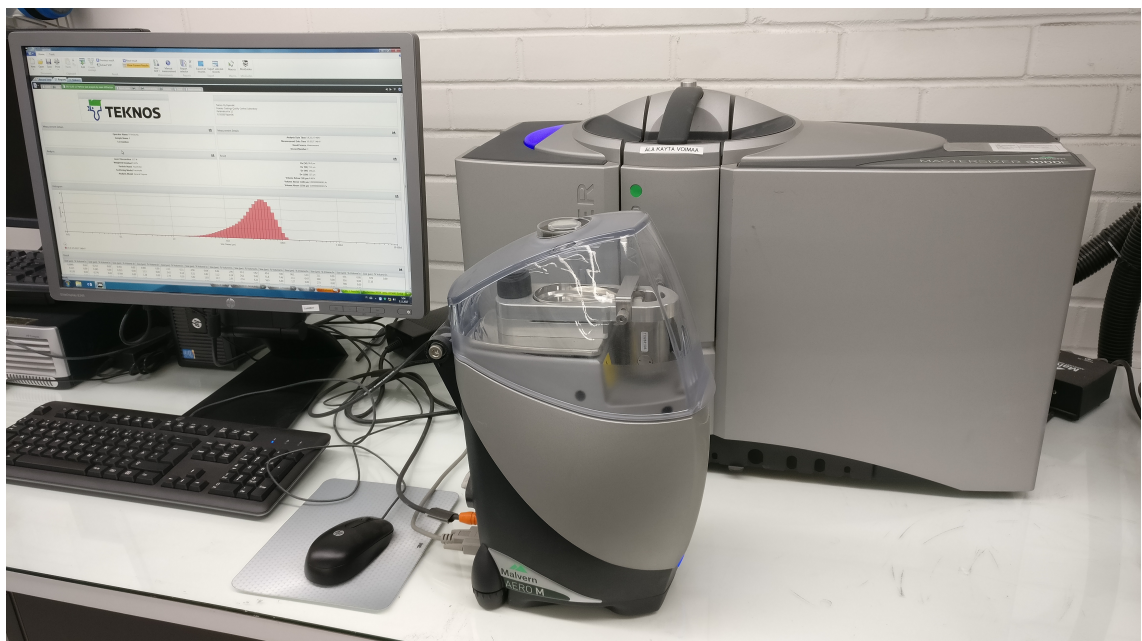
- $D_v(50)$ [μm], eli keskipartikkelikoko. 50 % näytepartikkeleista on alle ilmoitetun lukuarvon.

- $>10 \mu\text{m}$ [%], jolla kuvataan hienon jauheen osuutta. Prosentuaalinen osuus näytteestä, jonka partikkelikoko on alle $10 \mu\text{m}$.
- Top Cut, eli $Dv(100)$ [μm], ilmoittaa näytteen karkeimman partikkelin koon.

Yleisimmin haluttu keskipartikkelikoko jauhemaalille on $20 - 45 \mu\text{m}$. Hienon jauheen osuus halutaan usein pitää mahdollisimman alhaisena, koska se vaikuttaa jauhemaalien fluidisointiominaisuuksiin. Liian suuri määrä hienoa jauhetta vaikeuttaa tuotteen ruiskuttamista ja liikkumista ruiskutuslinjastolla. [16.]

4 Partikkelikoon mittaaminen

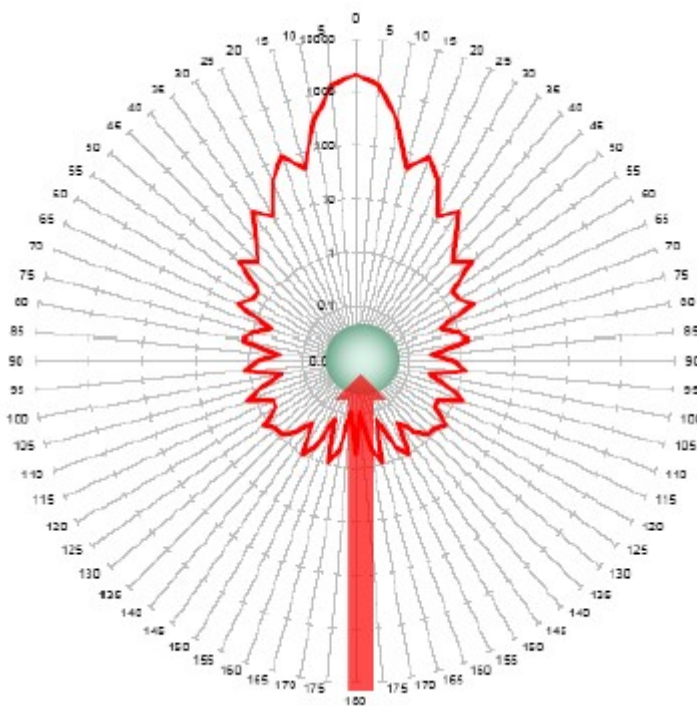
Seuraavassa osiossa käsitellään Malvern Mastersizer 3000E -partikkelikokoanalysaattorin toimintaperiaatetta ja laitteen osia.



Kuva 2 Malvern Mastersizer 3000E -laitteisto

4.1 Laserdiffraktio

Laitteen toiminta perustuu laserdiffraktioon. Lasersäde kulkee näytteen läpi ja partikkelikokojakauma saadaan mittaamalla sironneen valon intensiteetti. Pienet partikkelit hajottavat valoa suurilla kulmilla suhteessa lasersäteeseen ja suuret partikkelit hajottavat valoa pienillä kulmilla. Partikkelikoko lasketaan sirontakulmien intensiteetistä valitun optisen teorian avulla. Käyttämällä joko Fraunhofer-approksimaatiota tai Mie-teoriaa voidaan laskea sirontakuvion (kuva 3) aiheuttaneiden partikkelien koko, eli partikkelikoko määritetään valon intensiteetin jakautumiskuvasta. [10; 11.]

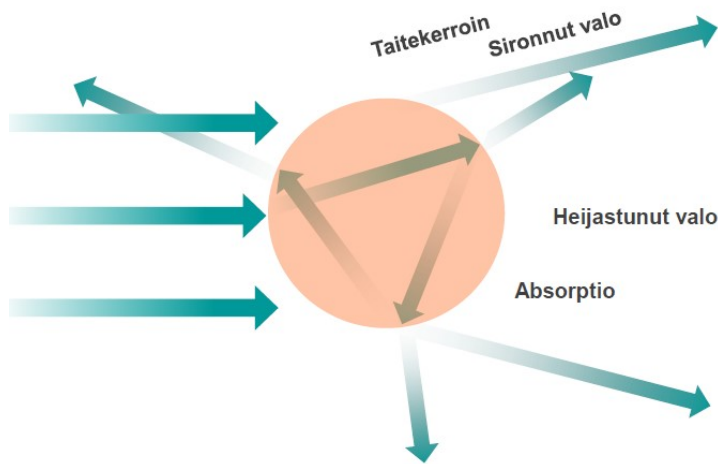


Kuva 3 Optinen malli ennustaa partikkelin aiheuttamaa sirontakuviota. [10.]

4.1.1 Mie-teoria

Mie-teoria on sirontamalli, joka mallintaa valon vuorovaikutuksen aineen kanssa. Tällöin oletetaan kaikkien partikkeleiden olevan pyöreitä ja näytteen olevan ns. kaksifaasijärjestelmä. Teoria soveltuu kaikille partikkelikokojakaumille, sekä kaikille valon aallonpituuksille. Teorian käyttäminen edellyttää tietoa näytteen optisista ominaisuuksista, jotta valon intensiteetin jakautumiskuvio voidaan laskea. On määritettävä partikkeleiden sekä väliaineen taitekerroin, koska jakautumiskuvio on hieman erilainen taite-

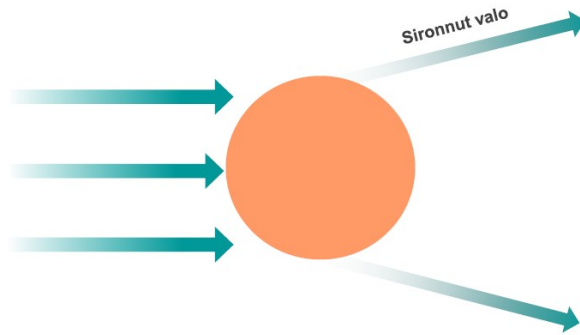
kertoimen mukaan. Mie-teoria on monimutkainen sirontamalli, jolla pystytään ennustamaan partikkelien sirontaa (kuva 4) sekä sironnan intensiteetin riippuvuuden partikkelikoosta. [10; 11.]



Kuva 4 Mie-teorian mukaan ennustettu valon sironta. [10.]

4.1.2 Fraunhofer-approksimaatio

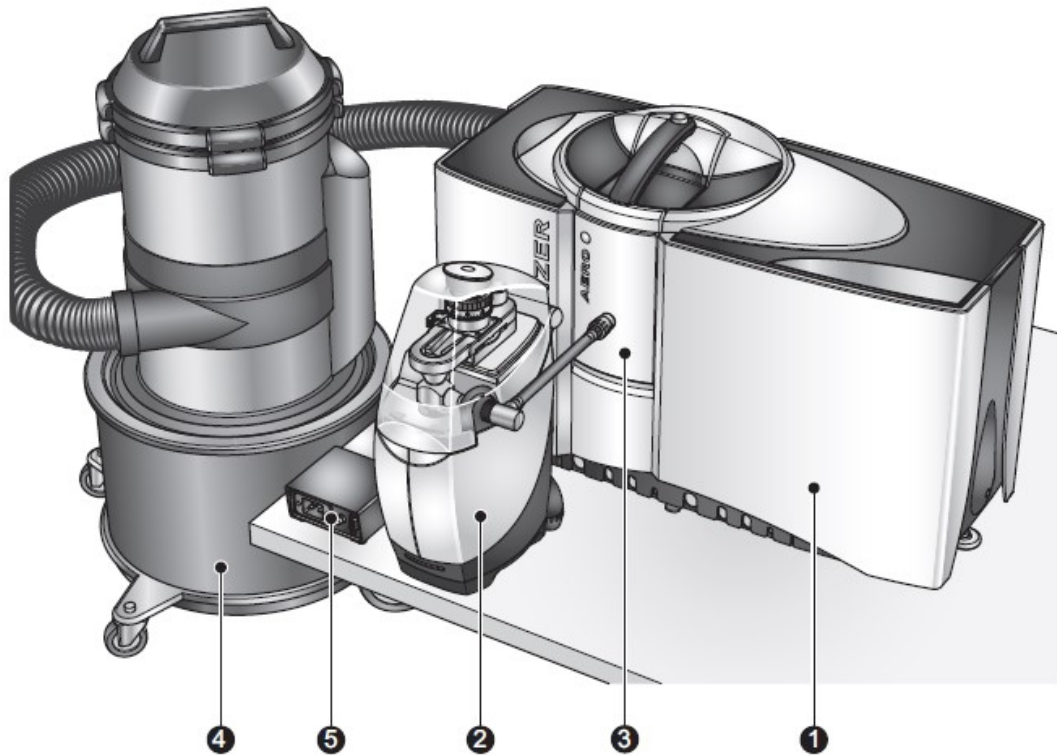
Fraunhoferin approksimaatio on sirontamalli (kuva 5), joka on yksinkertaisempi lähestymistapa partikkelikoon määrittämiseen kuin Mie-teoria. Fraunhoferin teoria ei vaadi näytteen optisten ominaisuuksien tuntemusta. Oletuksena on korkea taitekerroin, läpikuultamattomat partikkelit, pienempi aallonpituus kuin partikkelikoko ja pieni sirontakulma. Eli teoria toimii paremmin partikkeleille, joiden hiukkaskoko on suhteellisen suuri. Teknoksen jauhemaalilaboratoriossa jauhemaalinäytteiden partikkelikoon määrittämiseen käytetään Fraunhofer-approksimaatiota. [10; 12, s. 5-26]



Kuva 5 Sironnamalli: Fraunhofer-approksimaatio [10.]

4.2 Laitteen osat

Kuvassa 6 on esitetty tavallisin kuiville näytteille tarkoitettu laitteisto. MS3000 partikkelikokoanalysointilaitteen keskeisimpiä osia ovat dispersioyksikkö eli näytteenottoyksikkö (kuva 6, kohta 2), mittauskenno (kuva 6, kohta 3), optinen yksikkö (kuva 6, kohta 1) sekä tietokone, jolla laitetta ohjataan. Dispersioyksiköitä on eri tyyppiä sekä jauhemaisille näytteille, että nestemäisille näytteille. Tässä työssä käsitellään ainoastaan jauhemaisille näytteille tarkoitettua laitteistoa.. Seuraavassa osiossa käsitellään laitteen eri osia tarkemmin. [13, s. 4-3]



Kuva 6 Yleisin kuiville näytteille tarkoitettu Malvern Mastersizer 3000 –laitteisto [13, s. 4-3]

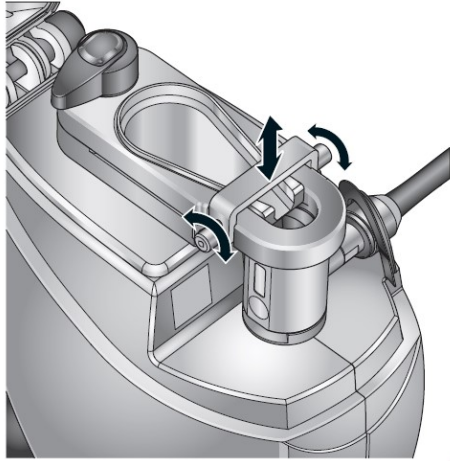
4.2.1 Dispersioyksikkö

Dispersioyksikkö (kuva 7) kuljettaa näytteen optiseen yksikköön mittausta varten. Dispersioyksikköä ohjataan Mastersizer-ohjelmiston avulla, jolloin voidaan helposti säätää syöttönopeutta ja ilmanpainetta.



Kuva 7 Jauhemaisten näytteiden dispersioyksikkö Aero M. [15.]

Näyte asetetaan näytealustalle, josta näyte kulkeutuu ensin näytesuppiloon. Näytealusta asetetaan siten, että näyte asettuu tippuessaan keskelle suppiloa. Syöttönopeus säädetään ilmansyötön, sekä näytealustan tärinän amplitudin avulla, jotka säädetään sopivaksi ohjelmiston avulla. Myös näytealustan ja näytesuppilon välissä oleva portti, eli alustan ja suppilon väliin jäävä rako (kuva 8), vaikuttaa syöttönopeuteen.

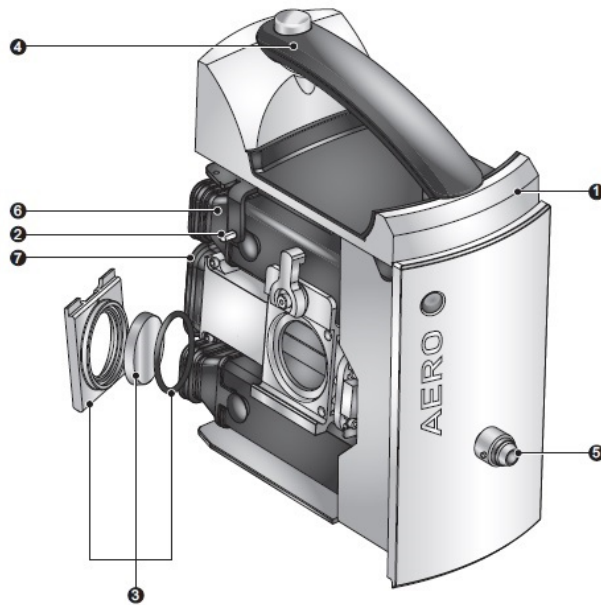


Kuva 8 Dispersioyksikön näytealusta ja näytealustan portti [14, s. 1-11.]

Näyte kulkeutuu näytesuppilosta syöttöputkeen, jossa se kiihdytetään tulevan paineilman, sekä näytekennon imun avulla. Näytteessä mahdollisesti olleet partikkelikasaantumukset hajoavat. Syöttöputkesta näyte kulkeutuu mittauskennoon. [14, s. 1-3 – 1-12.]

4.2.2 Mittauskenno

Näyte kulkee syöttöputkea pitkin mittauskennoon (kuva 9). Kennossa on sisällä optinen käytävä, jota reunustavat ikkunat (kuva 9, kohta 3). Näyte kulkee käytävässä ja optisen yksikön lasersäteet läpäisevät näytteen. Kennon ikkunat on erittäin tärkeää pitää puhtaana ja naarmuttomana, koska näytteen analysointiin käytettävä laser kulkee niiden läpi. Kennon kotelon tarkoituksena on estää hajavalon pääsy mittausalueelle, joka voisi vaikuttaa mittaustuloksiin. [14, s. 1-19 – 1-20.]



Kuva 9 Mittauskenno jauhemaisille näytteille. [14, s. 1-19.]

4.2.3 Optinen yksikkö

Optinen yksikkö on laitteen keskeisin osa, jossa näytteen mittaaminen tapahtuu. Yksikkö ohjaa sekä punaisen, että sinisen laserin näytteen läpi ja valoherkät detektorit tallentavat näytepartikkeleiden sirottaman valon aiheuttaman raakadatan. [12, s. 2-9.]

4.2.4 Tietokone ja tulosten käsittely

Tietokoneohjelmiston avulla kontrolloidaan dispersioyksikköä joko käyttämällä SOP-asetusta (Standard Operating Procedure) tai ohjaamalla näyteyksikköä manuaalisesti. [14, s. 2-1 – 2-4.]

Ohjelmiston avulla säädetään sopiva paine ja syöttönopeus. Matala paine on parempi hauraille partikkeleille ja korkea paine sopii paremmin agglomeraateille ja metallipartikkeleille. Syöttönopeus määrittää, kuinka nopeasti näyte syötetään systeemiin ja syöttönopeus on sopiva, kun obskuraatio on vaaditulla tasolla. Obskuraatio kuvaa prosentteina kuinka suuren määrän laservaloa näyte sirottaa tai estää pääsemästä detektorille. Obskuraatio kasvaa näytemäärän kasvaessa. [10; 14, s. 2-7.]

Ohjelmiston SOP-editorista valitaan sopiva partikkelityyppi, joka vastaa mitattavia partikkeleita mahdollisimman hyvin. Tällöin ohjelma käyttää optimaalisinta analyysimallia

tulosten laskemiseen. Jauhemaalinäytteiden tulosten analysointiin käytetään yleisimmin Fraunhoferin approksimaatiota, joka soveltuu läpikuultamattomille partikkeleille. [12, s. 4-28.]

Tulokset voidaan esittää tilavuusjakaumana, pinta-alan jakaumana tai numeraalisena jakaumana. Näistä yleisimmin käytetty tulosten esitystapa on tilavuusjakauma. Raporttiin valitaan halutut tulokset, joista laadunvalvonnassa useimmiten seurattuja arvoja on:

- $>10 \mu\text{m}$ [%]
- $D_v(50)$ [μm]
- $D_v(100)$ [μm]

Muita seurattavia arvoja on esimerkiksi:

- $D_v(90)$ [μm]
- $D_v(99)$ [μm]
- $< 80 \mu\text{m}$ [%]

Lisäksi obskuraatio-arvo on hyvä sisällyttää raporttiin. Raportista on esimerkki liitteessä 1. [10; 12, s. 4-49; 14, s. 2-1 – 2-4; 16.]

5 Käytännön osuus

5.1 Alkutilanne

Teknos Oy:n jauhemaalilaboratorioon hankittiin uusi partikkelikokoanalysointilaitteisto korvaamaan vanha laite. Aiempi laadunvalvonnassa käytetty laite on Malvern Mastersizer 2000, joka on vanhempi versio uudesta Malvern Mastersizer 3000:sta. Tarkoituksena oli saada uusi laite käyttöön, laatia työohje sekä kouluttaa työntekijät käyttämään laitetta.

5.2 Työohje

Työohjeen tekeminen aloitettiin käyttämällä apuna laitteen mukana tulevia käyttöoppaita. Lisäksi mitattiin erilaisia jauhemaalinäytteitä tarkoituksena tutustua laitteen ohjelmistoon paremmin, sekä tarkasteltiin mittausparametrien muuttamisen vaikutusta tuloksiin.

Työohjeesta oli tarkoitus tehdä mahdollisimman selkeä, että työntekijöiden on helppo käyttää laitetta itsenäisesti. Työohjetta ja laitteen käyttöä käytiin läpi useamman työntekijän kanssa, jonka pohjalta tehtiin muutoksia työohjeen selkeyttämiseksi.

5.3 Mittausten aloittaminen

Mittaukset suoritettiin toistokokeina laboratorion työntekijöiden toimesta. Mitattavana oli kaksi eri näytettä, näytteet A ja B. Näytteet mitattiin sekä uudella, että vanhalla laitteella. Mittauskierroksia oli lopulta neljä, lisäksi saatiin mittaustuloksia verrattavaksi laitteen maahantuojalta, sekä Pitäjänmäen laboratoriossa mitattuja tuloksia.

6 Tulokset

6.1 Ensimmäinen mittauskierros

Ensimmäisellä mittauskierroksella oli yhteensä 9 mittaajaa, joista jokainen suoritti mittauksen 10 kertaa sekä vanhalla että uudella laitteella. Näytteen A mittaustulokset on esitetty taulukossa 1 ja näytteen B taulukossa 2.

Taulukko 1 Ensimmäisen mittauskierroksen tulokset, näyte A

MALVERN 2000			MALVERN 3000				
			paine 2 bar			paine 4 bar	
			syöttö 40 %			syöttö 50 %	
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]		< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	10,54	30,72	96,87	keskiarvo	11,92	28,47	104,98
keskihajonta	0,77	0,50	0,82	keskihajonta	0,52	1,63	7,13

Taulukko 2 Ensimmäisen mittauskierroksen tulokset, näyte B

MALVERN 2000				MALVERN 3000			
		paine	2 bar			paine	4 bar
		Syöttö	40 %			syöttö	50 %
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]		< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	8,54	33,58	112,87	keskiarvo	9,74	31,53	129,84
keskihajonta	0,60	0,63	1,34	keskihajonta	1,02	1,13	81,22

6.2 Toinen mittauskierros

Toisella mittauskierroksella mittaukset suoritettiin ainoastaan uudella laitteella ja mittauksiin osallistui 7 mittajaa. Jokainen suoritti mittauksen 10 kertaa. Näytteen A mittaus-tulokset ovat luettavissa taulukosta 3 ja näytteen B tulokset taulukosta 4. Toisella mit-tauskierroksella syöttöpainetta pienennettiin 3,2 bariin ja syöttönopeutta 40 %:iin.

Taulukko 3 Toisen mittauskierroksen tulokset, näyte A

Malvern 3000		Paine	3,2 bar
		Syöttö	40 %
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	11,52	28,76	123,43
keskihajonta	0,41	0,54	93,38

Taulukko 4 Toisen mittauskierroksen tulokset, näyte B

Malvern 3000		Paine	3,2 bar
		Syöttö	40 %
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	9,59	31,33	136,40
keskihajonta	0,47	0,32	30,78

6.3 Kolmas mittauskierros

Kolmannella mittauskierroksella näyterakoa suurennettiin, mutta paine ja syöttö pidettiin samana. Mittauksia tehtiin ainoastaan 20. Mittaustulokset on esitetty taulukoissa 5 ja 6.

Taulukko 5 Kolmannen mittauskierroksen tulokset, näyte A

Malvern 3000		Paine	3,2 bar
		Syöttö	40 %
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	11,43	29,03	111,00
keskihajonta	0,13	0,10	0,00

Taulukko 6 Kolmannen mittauskierroksen tulokset, näyte B

Malvern 3000		Paine	3,2 bar
		Syöttö	40 %
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	9,97	31,67	430,30
keskihajonta	0,09	0,15	112,08

6.4 Neljäs mittauskierros

Viimeisellä mittauskierroksella näyterakoa säädettiin pienemmäksi, 4 mm:iin. Paine pidettiin edelleen 3,2 bar:ssa, mutta syöttöä oli säädettävä pienemmäksi sopivan näytämäärän saavuttamiseksi. Syöttöarvoksi asetettiin 25 %. Mittauksia tehtiin 40 ja tulokset on esitetty taulukoissa 7 ja 8.

Taulukko 7 Neljäs mittauskierros, näyte A

Malvern 3000		Paine	3.2 bar
		Syöttö	25 %
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	11,13	29,74	111,00
keskihajonta	0,12	0,20	0,00

Taulukko 8 Neljäs mittauskierros, näyte B

Malvern 3000		Paine	3.2 bar
		Syöttö	25 %
	< 10 µm [%]	Dv(50) [µm]	Dv(100) [µm]
keskiarvo	9,38	32,41	137,69
keskihajonta	0,10	0,17	8,01

6.5 Maahantuojan tulokset

Näytteet A ja B oli lähetetty myös laitteen maahantuojalle mitattavaksi ja tulokset on esitetty taulukoissa 9 ja 10.

Taulukko 9 Maahantuojalta saadut tulokset, näyte A

Malvern 3000E		Paine	3 bar
		Syöttö	45 %
	< 10 µm [%]	Dx(50) µm	Dx(90) µm
keskiarvo	9,26	28,92	57,60
keskihajonta	0,02	0,06	0,07

Taulukko 10 Maahantuojalta saadut tulokset, näyte B

Malvern 3000E		Paine	3 bar
		Syöttö	45 %
	< 10 µm [%]	Dx(50) µm	Dx(90) µm
keskiarvo	10,10	31,39	66,40
keskihajonta	0,04	0,06	0,15

6.6 Pitäjänmäen tulokset

Jauhemaalinäytteet A ja B mitattiin myös Pitäjänmäen laboratoriossa, tulokset on nähtävissä taulukossa 11.

Taulukko 11 Pitäjänmäestä saadut tulokset

	Näyte A		Näyte B	
	Mittaja 1	Mittaja 2	Mittaja 1	Mittaja 2
Dv(100) [µm]	111	111	126	126
Dv(50) [µm]	29,0	29,6	31,7	32,0
< 10 µm [%]	10,8	10,2	8,7	8,8

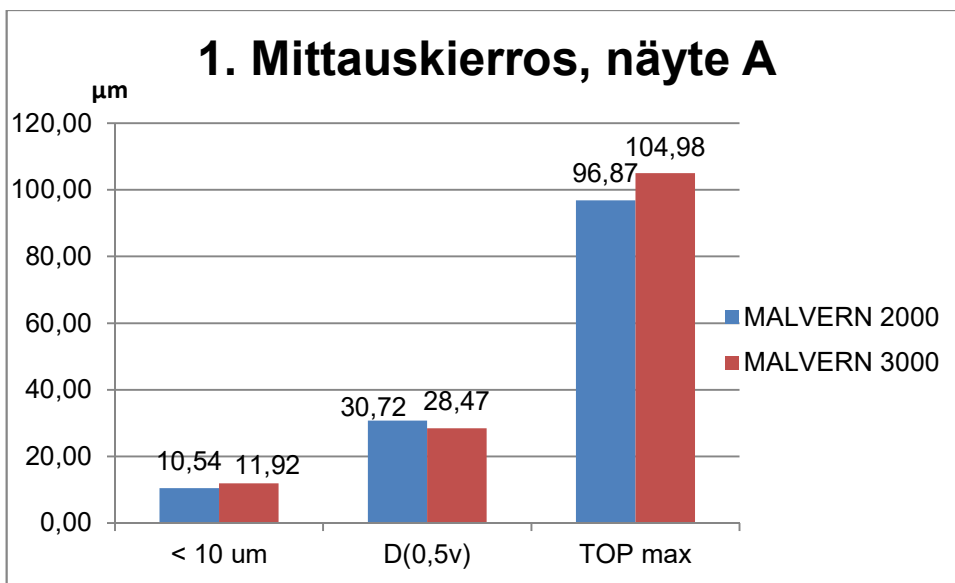
7 Tulosten tarkastelu

Uudella laitteella saatuja tuloksia verrattiin aiemmin käytössä olleen vanhan laitteen tuloksiin, maahantuojalta saatuihin tuloksiin, sekä Pitäjänmäellä mitattuihin tuloksiin.

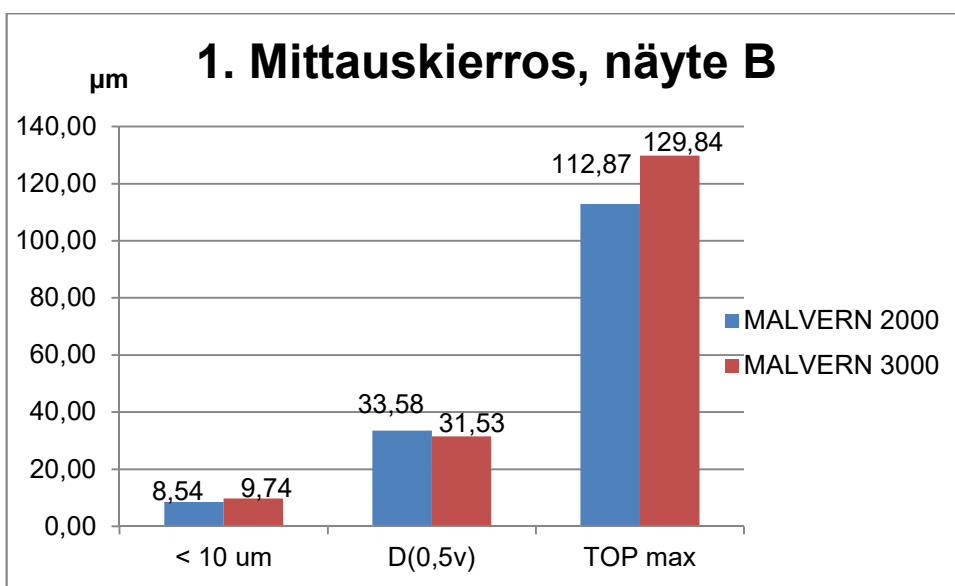
7.1 Uuden laitteen vertailu vanhaan laitteeseen

7.1.1 Ensimmäinen mittauskierros

Kuvassa 10 on vertailtu ensimmäisellä mittauskierroksella saatuja tuloksia uuden MS3000 ja vanhan MS2000 välillä näytteen A osalta ja kuvassa 11 näytteen B osalta. Obskuraatio jäi MS3000 mittauksissa alhaiseksi ja siitä päätellen näytemäärä oli liian pieni. Tämä luultavasti osaltaan selitti eroavuutta uuden ja vanhan laitteen tuloksissa.



Kuva 10 Vanhan ja uuden laitteen mittaustulosten keskiarvojen vertailu ensimmäisellä mittauskierroksella, näyte A

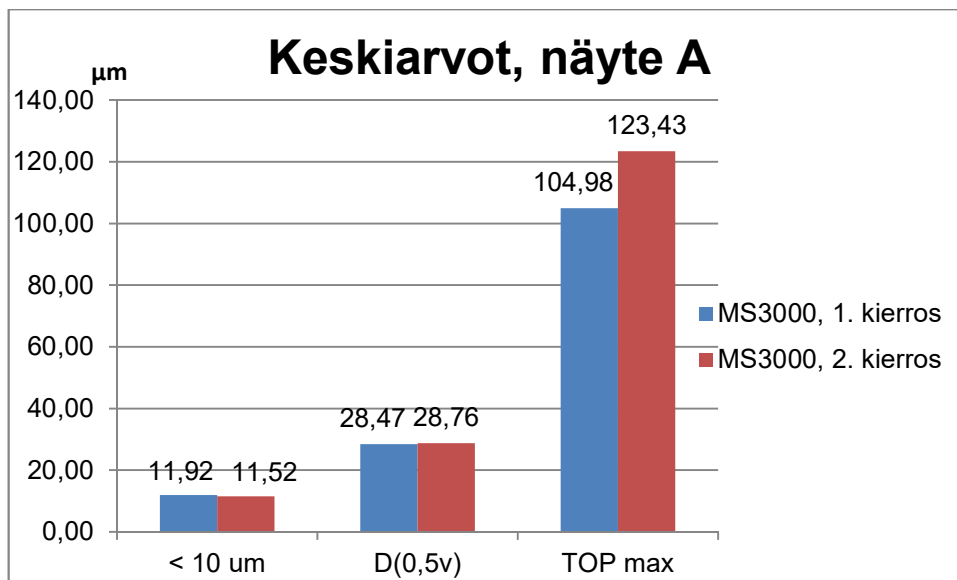


Kuva 11 Vanhan ja uuden laitteen mittaustulosten keskiarvojen vertailu ensimmäisellä mittauskierroksella, näyte B

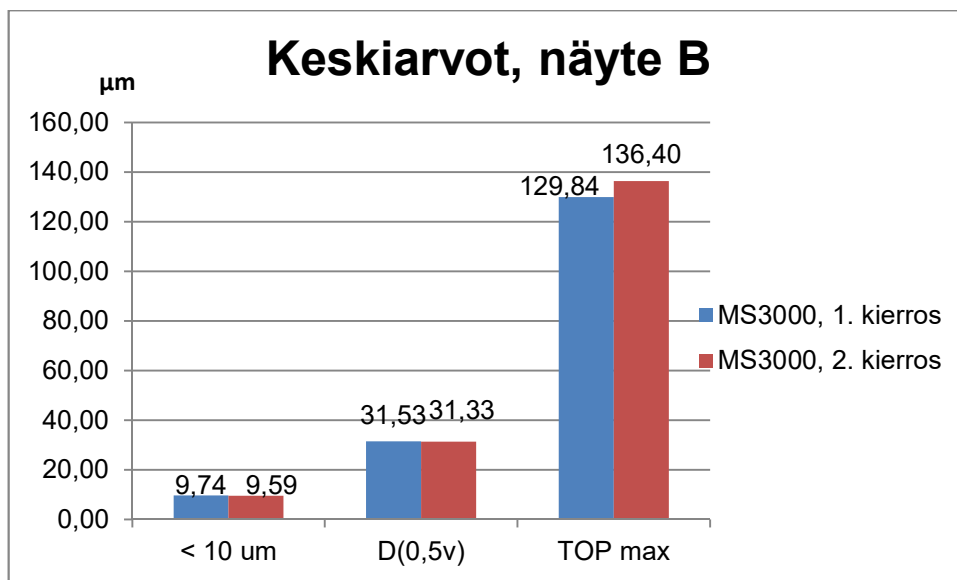
7.1.2 Toinen mittauskierros

Kuvissa 12 ja 13 on vertailtu MS3000 mittaustuloksia ensimmäisen ja toisen mittauskierroksen välillä. D(0,5V) sekä <10 µm tulosten keskiarvot ovat samaa luokkaa ensimmäisen ja toisen kierrosten tuloksissa, mutta keskihajonta saatiin pienemmäksi (kuva 14 ja 15). Top max tuloksien keskihajonta oli suuri sekä A-, että B-näytteen osalta.

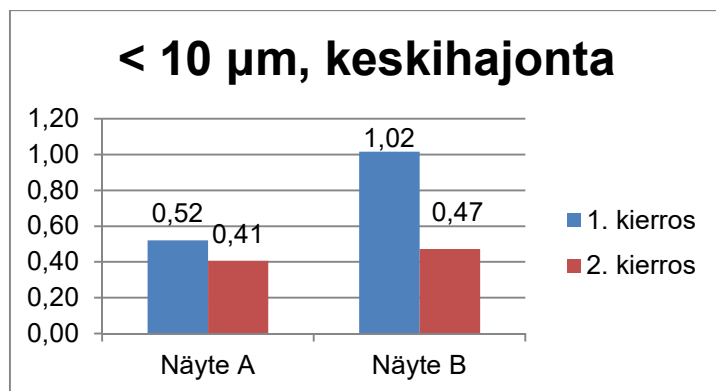
Tämä johtuu luultavasti siitä, että MS2000 ja MS3000 dispersioyksiköt ovat rakenteeltaan hieman erilaisia ja uusi laite ei hajota partikkelikasaantumia yhtä tehokkaasti. Tämä aiheuttaa vaihtelua Top max tuloksiin.



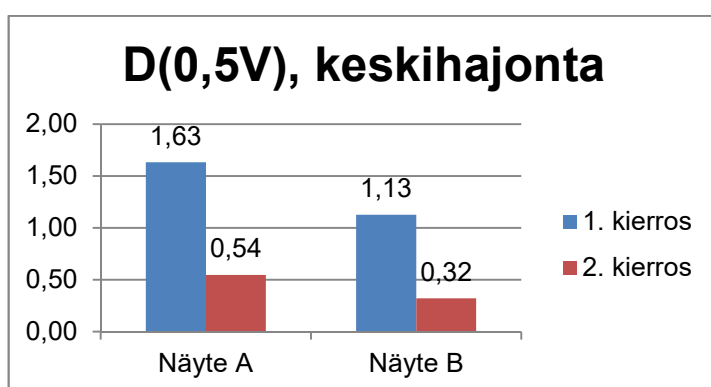
Kuva 12 MS3000 mittaustulosten keskiarvojen vertailua 1. ja 2. kierroksen välillä, näyte A



Kuva 13 MS3000 mittaustulosten keskiarvojen vertailua 1. ja 2. kierroksen välillä, näyte B.



Kuva 14 Keskihajonnan vertailu 1. ja 2. mittauskierroksen välillä alle 10 µm:n partikkeleiden osalta



Kuva 15 D(0,5V) keskihajonnan vertailu 1. ja 2. kierroksen välillä

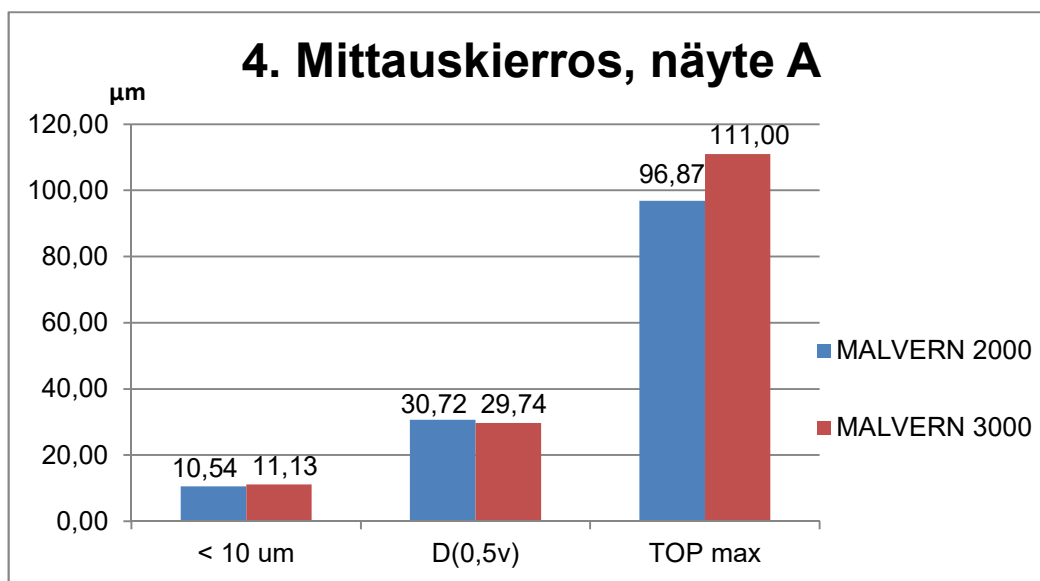
7.1.3 Kolmas mittauskierros

Koska obskuraatio oli hyvin alhainen ensimmäisellä ja toisella mittauskierroksella, näyterakoa suurennettiin, jotta näytemäärää saatiin suuremmaksi. Suurempi näyterako toimi hyvin näytteelle A, mutta näytteestä B ei saatu luotettavaa Top max tulosta. Tulokset heittelivät suuresti ja $D_v(100)$ keskihajonta oli 112,08, keskiarvoksi saatiin 430 µm, mikä erosi huomattavasti MS2000:lla mitatusta Top max tuloksesta.

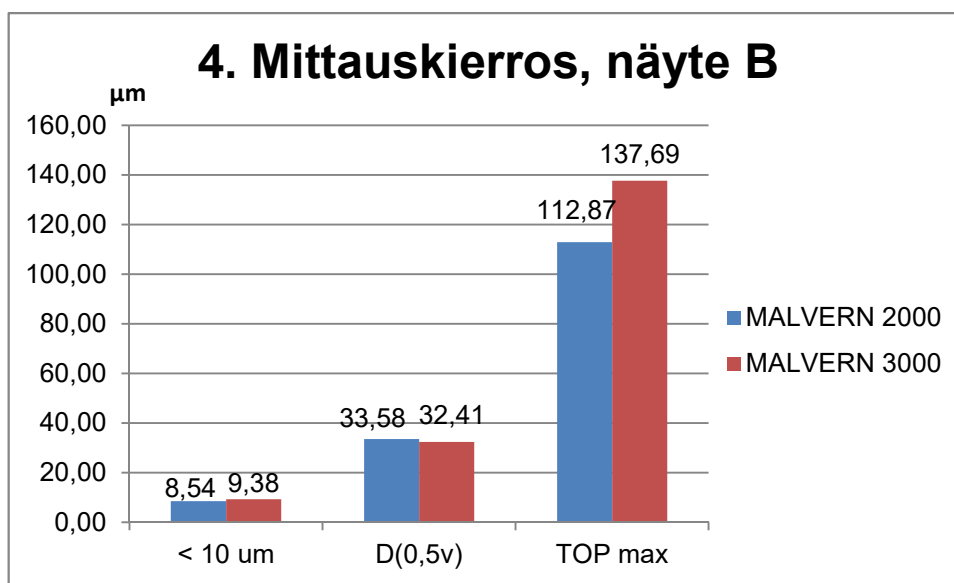
7.1.4 Neljäs mittauskierros

Neljännellä mittauskierroksella paine- ja syöttöarvoja muuttamalla, sekä näyterakoa suurentamalla saatiin toistettavampia tuloksia molempien näytteiden osalta verrattuna aikaisempiin mittaussarjoihin. Neljännän mittauskierroksen näytteen A tuloksia on ver-

rattu MS2000:lla mitattuihin tuloksiin kuvaajassa 16 ja näytteen B tuloksia kuvaajassa 17.



Kuva 16 Neljännen mittauskierroksen tulosten keskiarvojen vertailu MS2000 tuloksiin, näyte A



Kuva 17 Neljännen mittauskierroksen tulosten keskiarvojen vertailu MS2000 tuloksiin, näyte B

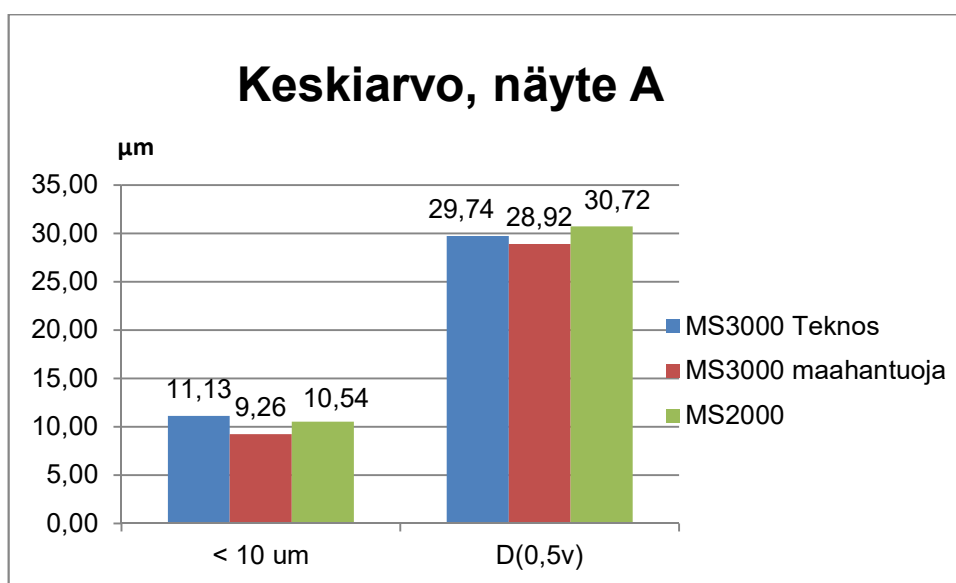
Sekä A-, että B-näytteen osalta hienon jauheen osuus vanhalla laitteella mitattuna oli hieman alhaisempi kuin uudella laitteella mitattuna ja keskipartikkelikoko hieman suurempi uuden laitteen tuloksiin verrattuna. MS3000 antaa siis jauhatuservoiksi hieman alhaisempia lukemia verrattuna vanhempaan laitteeseen. Top max tulos MS3000:lla mitattuna oli kuitenkin suurempi MS2000:n mittaustuloksiin verrattuna.

Uuden ja vanhan laitteen variansseja testattiin f-testillä (liite. F-testin p-arvo oli kaikkien mittaustulosten osalta alle 0,05, joten kahden eri laitteen varianssit poikkeavat toisistaan merkitsevästi.

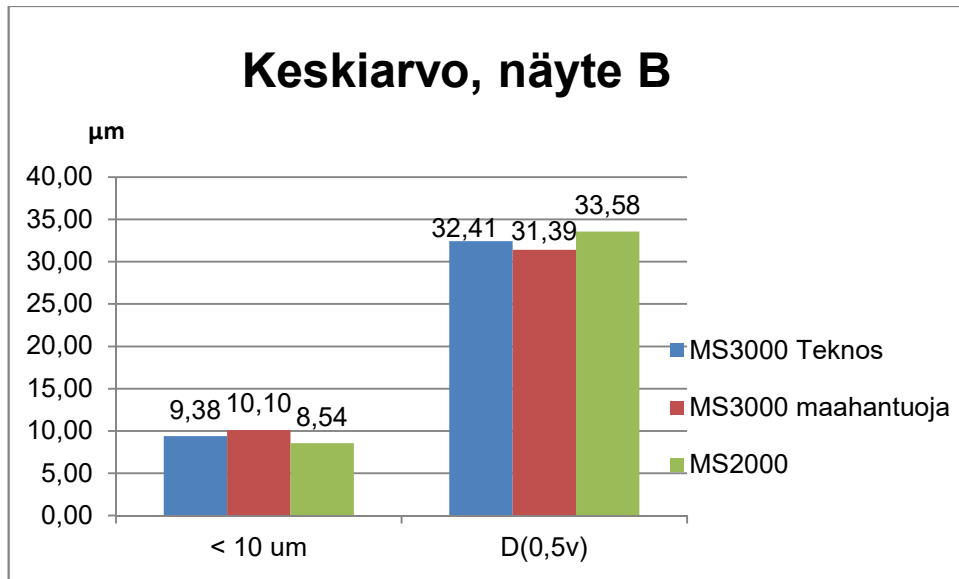
Tuloksia verrattiin myös t-testin avulla, jotta saatiin määritettyä p-arvo. T-testin avulla saatu p-arvo alle 10 μm :n partikkelituloksille, sekä D(0,5V) -tuloksille, oli huomattavasti alle 0,050. Tästä voi päätellä, että A- ja B-näytteistä mitattujen tulosten keskiarvot eroavat toisistaan merkitsevästi.

7.2 MS3000:n tulosten vertailu maahantuojan tuloksiin

Kuvissa 18 ja 19 on verrattu uuden MS3000 -laitteen tuloksia laitteen maahantuojalta saatuihin tuloksiin. Verrattu vain $<10 \mu\text{m}$ tuloksia, sekä D(0,5V) -tuloksia, sillä maahantuojalta saaduissa tuloksissa Top max -tuloksen sijaan oli esitetty D(0,9V) -arvot. Kuviin on yhdistetty myös ensimmäisellä mittauskierroksella saadut vanhan MS2000-laitteen tulokset vertailun vuoksi.

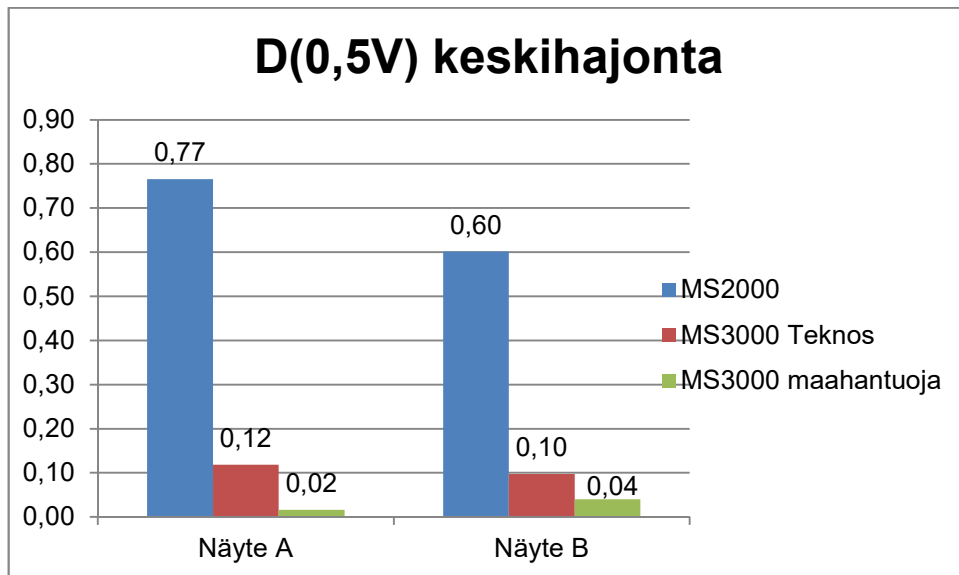


Kuva 18 Teknosin uuden ja vanhan laitteen tulosten keskiarvojen vertailu maahantuojalta saatuihin tuloksiin, näyte A

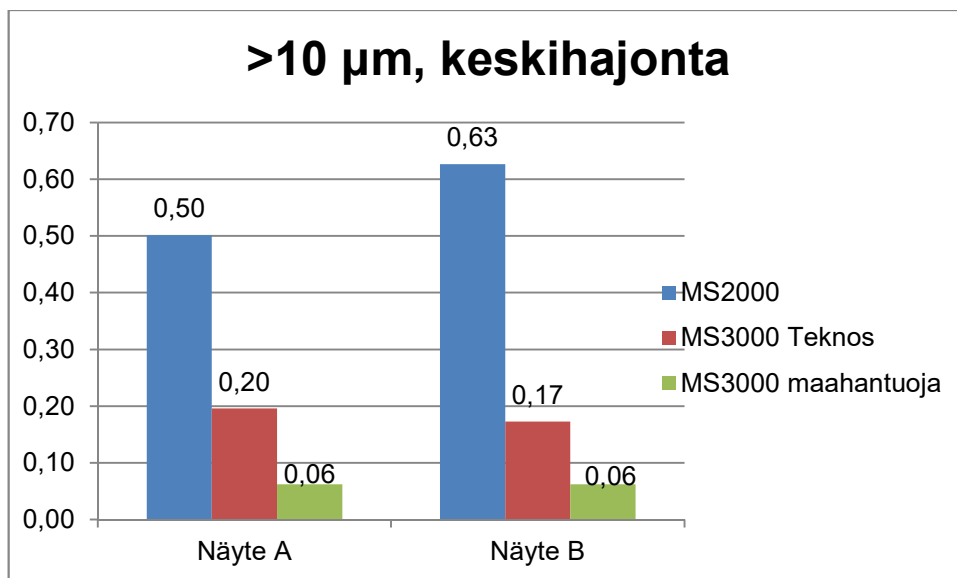


Kuva 19 Teknosin uuden ja vanhan laitteen tulosten keskiarvojen vertailu maahantuojalta saatuihin tuloksiin, näyte B

Kuvissa 20 ja 21 on vertailtu Teknosin uuden ja vanhan laitteen, sekä maahantuojan laitteen mittausten toistettavuutta keskihajonnan avulla. MS3000-laitteella mitattujen tulosten keskihajonnat olivat pienempiä verrattuna MS2000-laitteella saatuihin tuloksiin. Voidaan päätellä, että MS3000-laitteella saadaan toistettavampia tuloksia verrattuna vanhempaan MS2000-laitteeseen.



Kuva 20 D(0,5V) -tulosten keskihajonnan vertailu



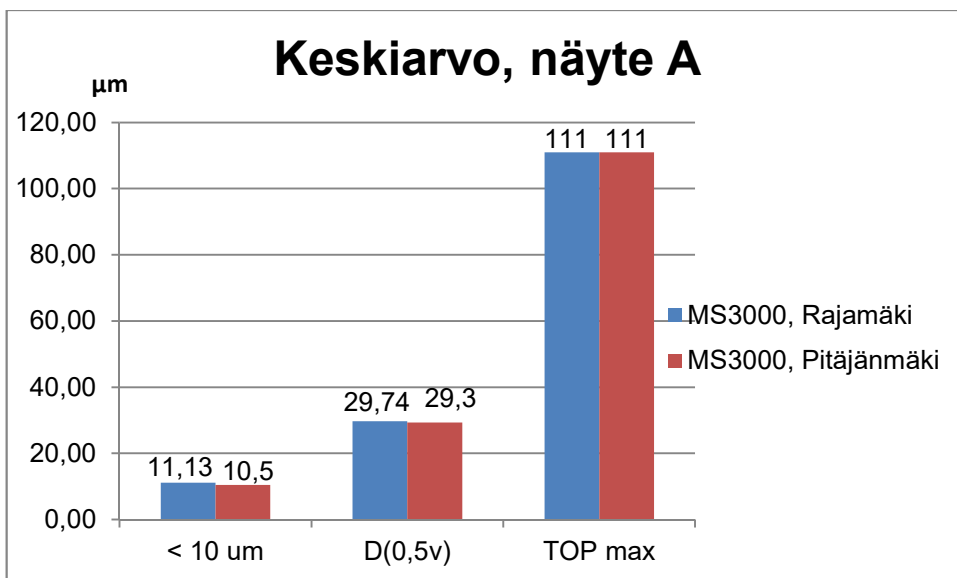
Kuva 21 Keskihajonnan vertailu alle 10 μm :n partikkeleiden osalta.

Mittaustuloksien keskihajontaa testattiin f-testillä (liite 3), jonka mukaan Teknosin MS3000-laitteen tulosten hajonta oli merkittävästi suurempi verrattuna maahantuojan tulosten hajontaan.

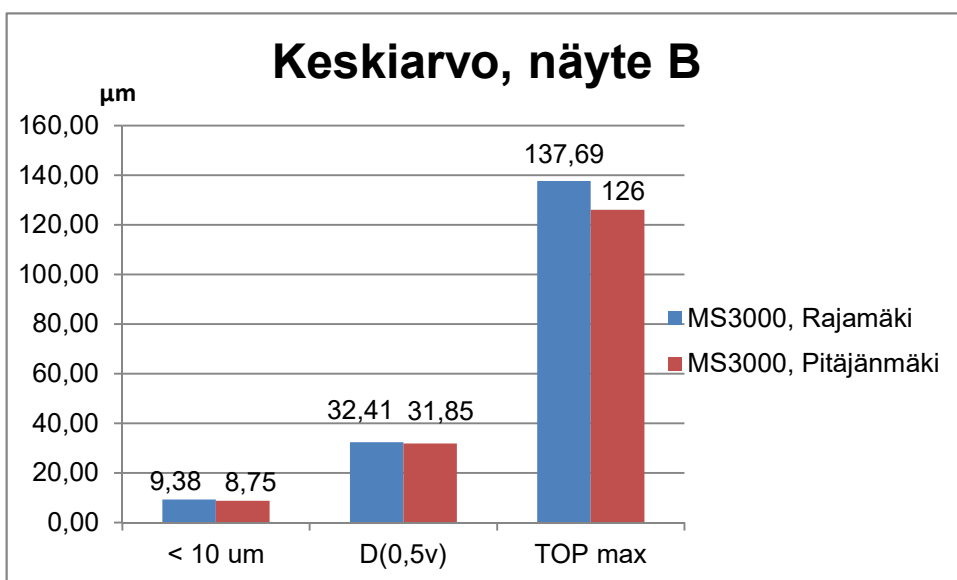
Mittalaitteiden keskiarvoja verrattiin toisiinsa myös t-testin (liite 4) avulla, jonka mukaan tulosten keskiarvot erosivat toisistaan merkitsevästi.

7.3 MS3000:n tulosten vertailu Pitäjänmäen tuloksiin

Pitäjänmäestä saatuja tuloksia on verrattu Rajamäen MS3000-laitteen tuloksiin kuvissa 22 ja 23, joista nähdään että mittaustulokset ovat samaa suuruusluokkaa keskenään. Otanta on kuitenkin sen verran pieni, ettei sen perusteella voida päätellä, onko laitteiden välillä merkittäviä eroja.



Kuva 22 Rajamäen ja Pitäjänmäen MS3000 -laitteiden mittaustulosten keskiarvojen vertailu, näyte A



Kuva 23 Rajamäen ja Pitäjänmäen MS3000 -laitteiden tulosten keskiarvojen vertailu, näyte B

8 Yhteenveto

Jauhemaalain partikkelikokojakauma on yksi tärkeimmistä jauhemaalain käytettävyyteen vaikuttavista tekijöistä, joten sen laadunvalvontaan käytettävä menetelmä on oltava luotettava. Käyttölaboratoriossa olevan vanhan Malvern Mastersizer 2000 -laitteen käytöstä oli tarkoitus siirtyä uuden Malvern Mastersizer 3000E:n käyttöön.

Työohjeen laatiminen tapahtui eri jauhenäytteillä suoritettujen testimittausten pohjalta, jonka jälkeen työohjetta ja laitteen käyttöä käytiin läpi yhdessä laboranttien kanssa. Työohjeen valmistuttua aloitettiin mittauskierrokset laboranttien toimesta. Mittauskierroksia tehtiin lopulta yhteensä neljä, jotta saatiin mittausparametrit sopiviksi sekä riittävästi mittaustuloksia analysoitavaksi.

Uudella MS3000-laitteella saatuja mittaustuloksia verrattiin vanhaan MS2000-laitteeseen, sekä Pitäjänmäen laboratoriosta, että maahantuojalta saatuihin mittaustuloksiin. Tilastollisten testien perusteella eri mittauslaitteiden keskihajonnoissa sekä keskiarvoissa oli merkitseviä eroja.

9 Loppupäätelmät

Jauhemaaleja on koostumukseltaan sekä partikkelikokojakaumaltaan erilaisia, joten on hyvä vielä vertailla uuden ja vanhan laitteen antamia tuloksia keskenään. Näyte B muodosti helposti kasaantumia, joka aiheutti ongelmia mittauksiin. Vanhassa MS2000 –laitteessa näytealustan ja näytesuppilon välissä on verkko, joka hajottaa jauhekasaantumia. Uudessa MS3000 –laitteessa ei ole samanlaista verkkoa, joten suuret partikkelikasaantumia eivät rikkoonnu yhtä tehokkaasti. Lisäksi vanhassa laitteessa 90 asteen kulma syöttöputkessa auttaa hajottamaan jauhekasaantumia, uudessa laitteessa syöttöputki on suora.

Näytealustan ja näytesuppilon välisen raon suuruus vaikutti mittauksiin erittäin paljon erityisesti näytteen B osalta. Raon ollessa pieni, näyte kasaantui näyteportin eteen eikä jauhetta mennyt näytesuppiloon tarpeeksi. Liian suuri näyterako taas aiheutti suuria heittoja Top max -tuloksiin, koska jauhekasaantumia eivät hajonneet kunnolla.

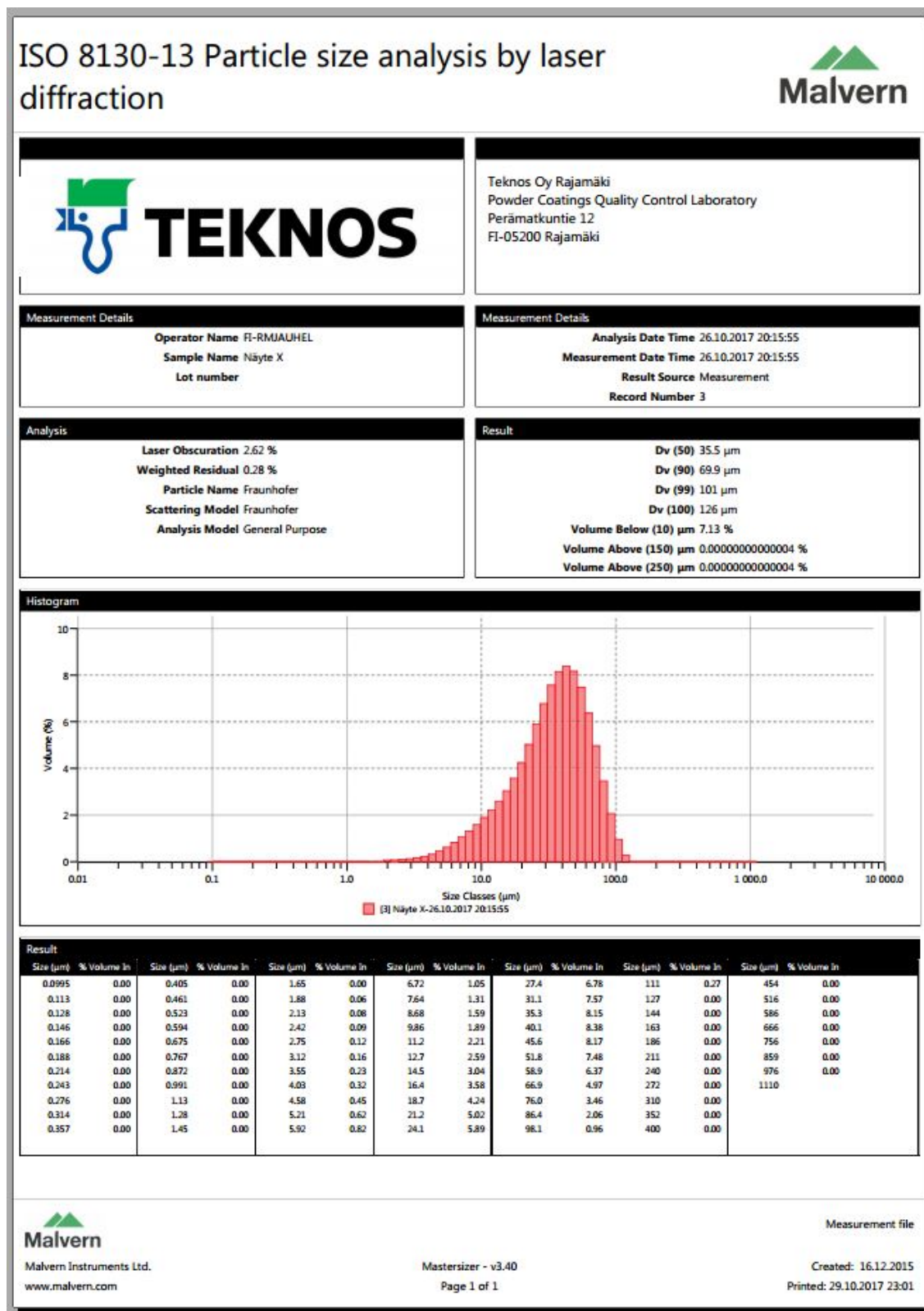
Neljännän mittauskierroksen tulosten myötä päätettiin jatkaa vielä vanhan laitteen käyttöä, mutta mitata näytteitä myös uudella laitteella tarkoituksena saada lisää mittausdataa myöhempää vertailua varten.

Lähteet

- 1 Värikästä elämää. 2009. Jyväskylä: Gummerus Kirjapaino.
- 2 Meidän historia. Verkkodokumentti. Teknos Oy. <http://www.teknos.com/fi-FI/tietoa-meista/historia/>. Luettu 21.4.2017.
- 3 Teknos maailmalla. Verkkodokumentti. Teknos Oy. <http://www.teknos.com/fi-FI/tietoa-meista/teknos-maailmalla/>. Luettu 21.4.2017
- 4 Tietoa meistä. Verkkodokumentti. Teknos Oy. <http://www.teknos.com/fi-FI/tietoa-meista/>. Luettu 15.8.2017
- 5 Jokinen, I., Kuusela, A., Nikkari, T. 2001. Metallituotteiden maalaus. Jyväskylä: Gummerus Kirjapaino.
- 6 Tunturi, P., Tunturi, P. 1999. Metallien pinnoitteet ja pintakäsittelyt. 3. Painos. Tampere: Tammer-Paino.
- 7 Environmental Advantages of Powder. Verkkodokumentti. AkzoNobel. https://www.akzonobel.com/powder/sustainability_in_powder/environmental_advantages_of_powder/. Luettu 21.4.2017
- 8 Jauhemaaloin valmistusprosessi. Teknoksen sisäinen materiaali. Luettu 25.4.2017
- 9 Gillis de Lange, Pieter. 2004. Powder Coatings Chemistry and Technology. Hannover: Vincentz Network.
- 10 Malvern-koulutus. Teknoksen sisäinen materiaali. Luettu 28.4.2017.
- 11 Laser Diffraction. Verkkodokumentti. Malvern Instruments. <http://www.malvern.com/en/products/technology/laser-diffraction/default.aspx> Luettu 29.4.2017
- 12 Mastersizer 3000 User Manual. 2015. Malvern Instruments Ltd.
- 13 Mastersizer 3000 Basic Guide. 2015. Malvern Instruments Ltd.
- 14 Mastersizer 3000 Aero Series Dry Dispersion Units. Malvern Instruments Ltd.
- 15 Dispersioyksikkö Aero-M. Verkkodokumentti. http://www.malvern.com/de/Assets/600x400_AeroM_01.jpg. Luettu 13.8.2017.

16 Partikkelikokoanalysointilaitteisto Malvern 2000 -koulutus. 2004. Teknoksen sisäinen materiaali. Luettu 29.4.2017.

Malvern Mastersizer 3000E -raportti



Malvern Mastersizer 3000E -työohje

PARTIKKELIKOKOANALYSAATTORI MALVERN MASTERSIZER 3000E

1. LAITTEEN KÄYNNISTÄMINEN

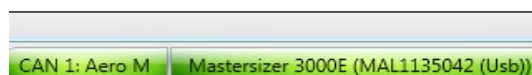
- Käynnistä mittauslaitteen virta OFF-ON (1), sininen merkkivalo syttyy.



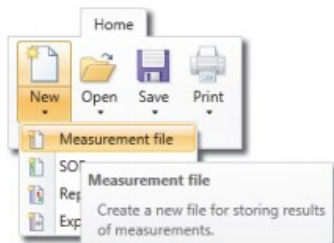
- Odota 30 minuuttia ennen kuin käynnistät tietokoneen.
- Salasana:
- Avaa tietokoneohjelma Mastersizer 3000 -kuvakkeesta ja odota, että ohjelmisto käynnistyy.



- Varmista, että alareunassa olevat status-palkit palavat vihreänä. Jos molemmat eivät pala vihreänä niin paina kerran mittauslaitteen virta OFF-ON ja odota hetken aikaa.

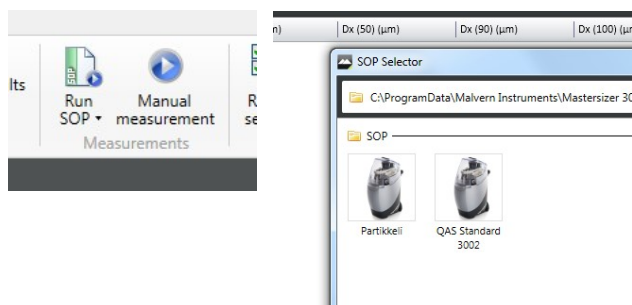


- Valitse oikea tiedosto, mihin mittauksia tallentuvat: **Home – Open – Measurement File**, valitse kuukausi, **Measurement file**, ja avaa. Muulloin luo uusi tiedosto mittauksia varten **Home – New – Measurement File** - Paina **Tallenna**.

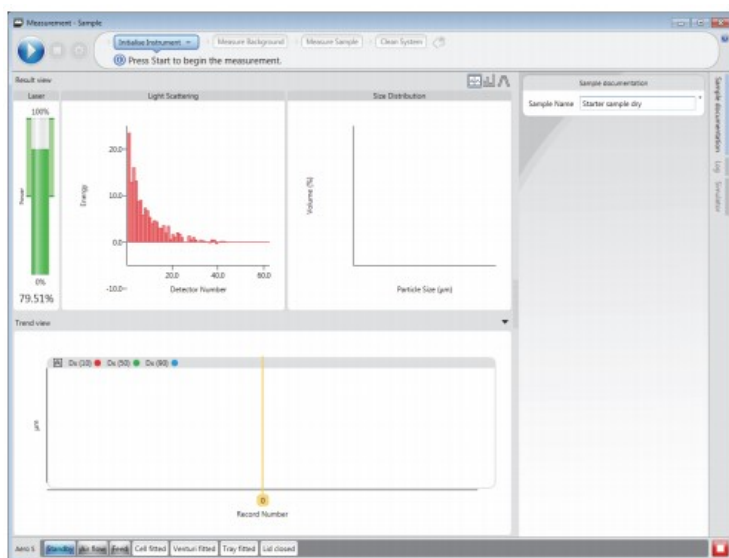


2. MITTAUKSEN SUORITTAMINEN

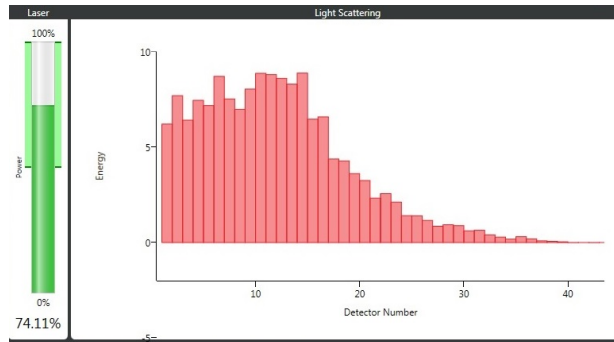
- Valitse **Run SOP** ja tämän jälkeen SOP Editorista **SOP Partikkeli**, minne on luotu jauhemaaleja varten valmis ohjelma. Ja paina **OK**.



- Partikkeli.msop-ikkuna avautuu ja mittauslaite aloittaa automaattisesti taustan optimoinnin.
- Esimerkki puhtaasta systeemistä:

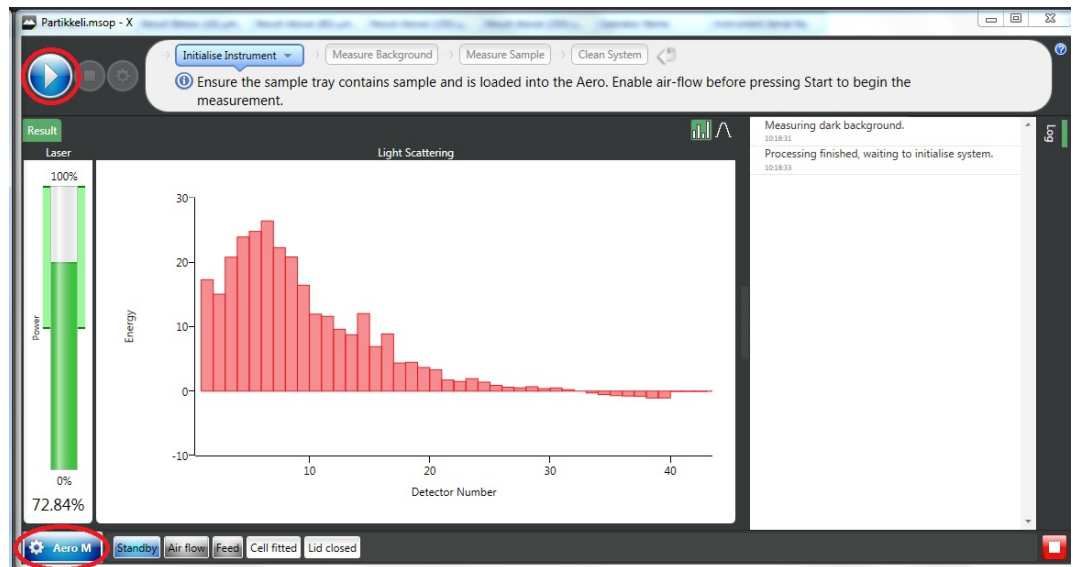


- Jos tausta on huono, materiaalia on tarttunut optisen yksikön ikkunoihin.

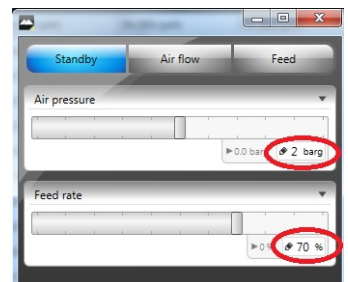


Esimerkki huonosta taustasta → puhdistista lasit, ohjeet osiossa 4 (Puhdistaminen)

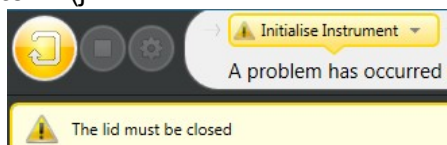
- Klikkaa Partikkeli.msop -ikkunan vasemmasta alareunasta **Aero M**.



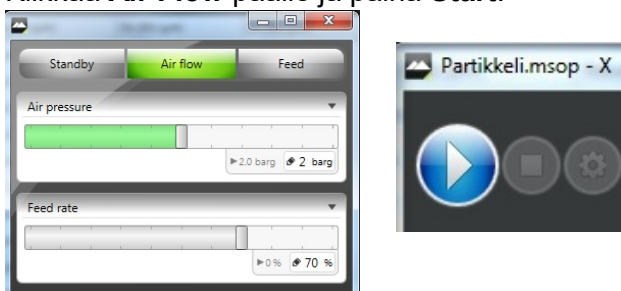
- Uusi ikkuna avautuu, jossa säädetään **paine** ja **feed rate**:
Air pressure = 3,2 bar
Feed rate = 25 %



- Laita näytettä vajaa lusikallinen näytealustalle ja kansi kiinni. **Reset the system!** (joka kerta kun kansi avataan)

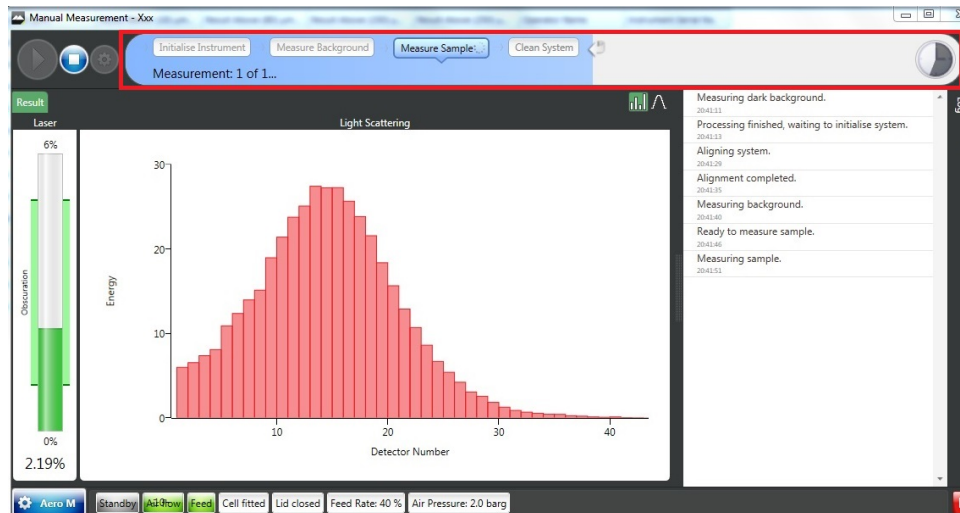


- Klikkaa **Air Flow** päälle ja paina **Start**.



- **Sample Documentation** -ikkuna avautuu, johon voi kirjoittaa näytteen tiedot tarvittaessa. Paina **OK**.
- Laite aloittaa laserin linjauksen (Aligning System) ja taustan mittauksen (Measuring Background).
- Kun taustan mittaus on valmis, paina **Feed** (palkki vihreäksi) → laite aloittaa näytteen syöttämisen ja mittaa näytteen.





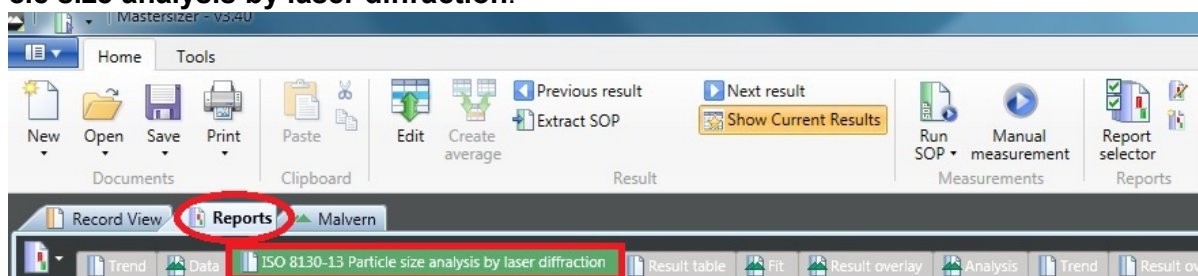
- Mittauksen jälkeen pienennä/siirrä ikkuna, älä sulje kokonaan (Air pressure ja Feed rate asetukset säilyvät seuraavaa mittausta varten.)

3. TULOKSEN PRINTTAAMINEN

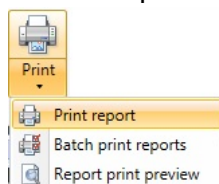
- **Record View** -välilehdellä näkyy kaikki kansioon tallentuneet mittaukset listattuna. Valitse viimeisin mittaus klikkaamalla (tai muu mittaus, jonka tuloksia halutaan tarkastella).

Record Number	Sample Name	Measurement Date Time	Dx (10) (µm)	Dx (50) (µm)	Dx (90) (µm)	Dx (100) (µm)	Result Below (10) µm...	Result Above (80) µm...
1	X	5.9.2016 18:15:09	11.5	36.3	79.8	1110	7.80	9.95
2	X	5.9.2016 18:23:03	11.7	37.0	84.4	1110	7.60	11.47

- Mene **Reports**-välilehdelle, jossa raportti näkyy kohdassa **ISO-8130-13 Particle size analysis by laser diffraction**.



- Tulosta raportti klikkaamalla **Print report**.

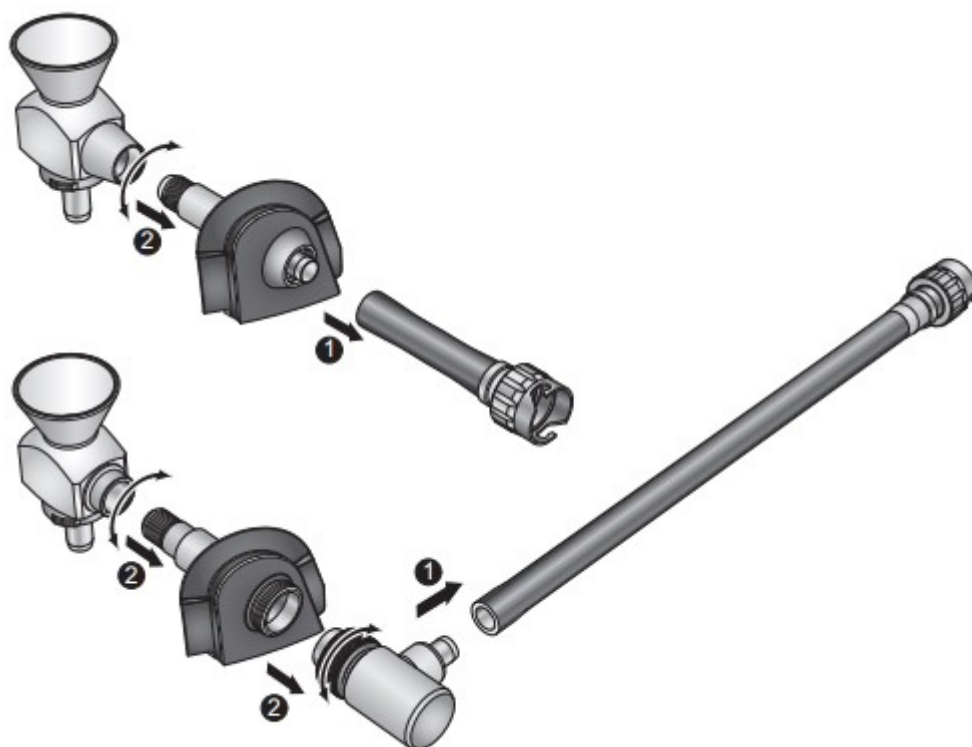


- $Dv(100) = \text{Top cut}$
- Tarkista, että mittauksen Laser Obscuration on 1 - 5 % (kertoo, onko jauheen syöttönopeus optimaalinen)

4. PUHDISTAMINEN

4.1 Syöttölaite – Dry dispersion unit

- **Jokaisen mittauksen jälkeen:**
Puhdista näytealusta puhtaaksi paineilman avulla.
- **Jokaisen vuoron alussa:**
Laitte ja laitteen ympäristö imuroidaan.
Puhdistetaan tietokoneen näyttö.
Tarkista jauhesuppilon puhtaus.
Jokaisen yövuoron alussa ajetaan puhdistushiekkaa; Air pressure = 3 bar ja Feed rate = 100 %. Aja hiekkaa n. kaksi kertaa.
- **Jokaisen kuukauden alussa:**
Ikkunat tarkistetaan ja puhdistetaan tarvittaessa (katso kohta: Optinen yksikkö - linssien tarkistus ja puhdistus).
- **Kolmen kuukauden välein:**
Jauhesuppilo pestään ultraäänipesurissa → irrota suppilo dispersioyksiköstä.
Vedä syöttöputki irti (1) ja kieritä eri osat irti toisistaan (2).
Osat harjataan/imuroidaan puhtaaksi.
Tarvittaessa voi käyttää vettä tai liuotinta → huolehdi, että kaikki osat ovat täysin kuivia ennen kokoamista!
Laita osat takaisin paikoilleen ja varmista, että ne on liitetty toisiinsa kunnolla.

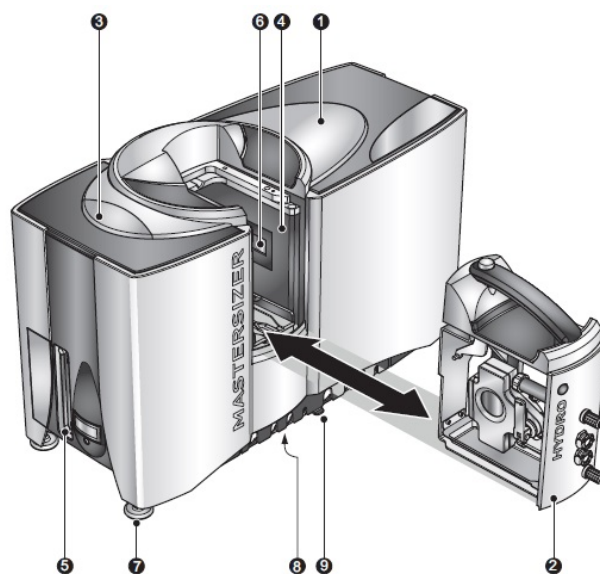


iii 8810

9.1 4.2 Optinen yksikkö – optical unit

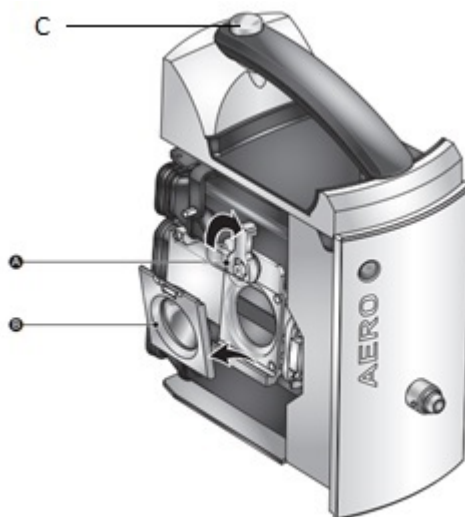
Linssien tarkistus ja puhdistus

1. Optinen yksikkö
2. Kenno, jonka läpi näyte menee
3. Laitteen status-valo
4. Kennon paikka
5. Takakansi (kommunikaatio- ja virtaliitti)
6. Suojaikkuna



iii 8896

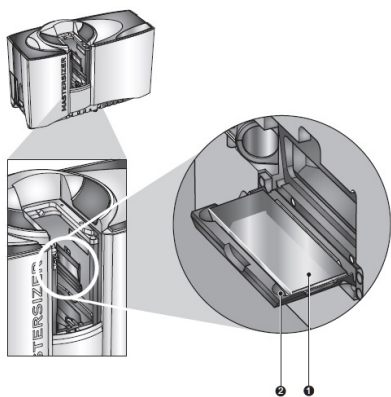
- Irrota dispersioyksikkö kääntämällä syöttöputken päässä olevaa liitintä ja siirrä pois edestä.
- Paina kennon päällä olevaa nappia C, jolloin kenno nousee lukituksestaan (**laitteen on oltava päällä**).
- Nosta yksikkö kahvasta vetämällä ulospäin, **älä käytä voimaa**.
- Käännä vipua A irrottaaksesi linssi (linssi on metallisessa pidikkeessä)



- Tarkista linssin molemmat puolet. Jos näkyy pölyä, käytä AT painepuhdistajaa sen poistamiseen.
- Linssin voi tarvittaessa puhdistaa VAROVASTI alkoholilla ja linssipaperilla.
- Aseta linssi takaisin ja käännä vipu A ylös.
- Toista sama toisella puolella olevalle linssille.
- Liu'uta kenno takaisin, jolloin se lukittuu paikalleen automaattisesti.

Suojaikkunan puhdistus

Suojaikkuna tarkistetaan ja puhdistetaan tarvittaessa. Käytä ikkunan puhdistukseen tarkoitettua sivellintä.



5. LAITTEEN SAMMUTTAMINEN

Perjantaisin iltavuoron jälkeen Mastersizer 3000 -ohjelma sammutetaan, tietokone suljetaan ja laitteen virta kytketään pois painamalla ON-OFF nappia.

6. TYÖTURVALLISUUS

Laitetta käytettäessä tarvittavat suojaimet: hengityssuojain, kuulonsuojaimet.

F-testit

NÄYTE A, >10 Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>MS2000</i>
Keskiarvo	11,13	10,54
Varianssi	0,014071538	0,586587
Havainnot	40	90
va	98	
t Tunnusluvut	7,118	
P(T<=t) yksisuuntainen	9,15909E-11	
t-kriittinen yksisuuntainen	1,661	
P(T<=t) kaksisuuntainen	0,0000000002	
t-kriittinen kaksisuuntainen	1,984	

NÄYTE A, D(0,5V) Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>MS2000</i>
Keskiarvo	29,74	30,72
Varianssi	0,038358974	0,251247
Havainnot	40	90
va	127	
t Tunnusluvut	-16,056	
P(T<=t) yksisuuntainen	1,15314E-32	
t-kriittinen yksisuuntainen	1,657	
P(T<=t) kaksisuuntainen	2,306E-32	
t-kriittinen kaksisuuntainen	1,979	

NÄYTE B, >10 Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>MS2000</i>
Keskiarvo	9,38	8,54
Varianssi	0,008194808	0,362202
Havainnot	40	90
Arvioitu keskiarvojen ero va	0	98
t Tunnusluvut	13,02792644	
P(T<=t) yksisuuntainen	2,05996E-23	
t-kriittinen yksisuuntainen	1,660551217	
P(T<=t) kaksisuuntainen	4,11992E-23	
t-kriittinen kaksisuuntainen	1,984467455	

NÄYTE B, D(0,5V) Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>MS2000</i>
Keskiarvo	32,41	33,57667
Varianssi	0,023487179	0,392596
Havainnot	40	90
Arvioitu keskiarvojen ero va	0	110
t Tunnusluvut	-16,86765005	
P(T<=t) yksisuuntainen	1,38568E-32	
t-kriittinen yksisuuntainen	1,658824187	
P(T<=t) kaksisuuntainen	2,77137E-32	
t-kriittinen kaksisuuntainen	1,981765282	

T-testit

NÄYTE A, >10 Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>HOSMED</i>
Keskiarvo	11,13	9,26
Varianssi	0,01407154	0,0002429
Havainnot	40	10
Arvioitu keskiarvojen ero va	0 44	
t Tunnusluvut	96,3143815	
P(T<=t) yksisuuntainen t-kriittinen yksisuuntai- nen	4,0368E-53 1,68022998	
P(T<=t) kaksisuuntainen t-kriittinen kaksisuuntai- nen	8,0736E-53 2,01536757	

NÄYTE A, D(0,5V) Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>HOSMED</i>
Keskiarvo	29,74	28,92
Varianssi	0,03835897	0,003892322
Havainnot	40	10
Arvioitu keskiarvojen ero va	0 45	
t Tunnusluvut	22,4113925	
P(T<=t) yksisuuntainen t-kriittinen yksisuuntai- nen	2,3847E-26 1,67942739	
P(T<=t) kaksisuuntainen t-kriittinen kaksisuuntai- nen	4,7694E-26 2,01410339	

NÄYTE B, >10 Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>HOSMED</i>
Keskiarvo	9,38	10,10
Varianssi	0,00819481	0,001602722
Havainnot	40	10
Arvioitu keskiarvojen ero	0	
va	34	
	-	
t Tunnusluvut	37,2735979	
P(T<=t) yksisuuntainen	1,8447E-29	
t-kriittinen yksisuuntainen	1,69092426	
P(T<=t) kaksisuuntainen	3,6894E-29	
t-kriittinen kaksisuuntainen	2,03224451	

NÄYTE B, D(0,5V) Kahden otoksen t-testi olettaen varianssit erisuuriksi		
	<i>MS3000</i>	<i>HOSMED</i>
Keskiarvo	32,41	31,39
Varianssi	0,02348718	0,003899789
Havainnot	40	10
Arvioitu keskiarvojen ero	0	
va	37	
t Tunnusluvut	31,9358582	
P(T<=t) yksisuuntainen	7,7325E-29	
t-kriittinen yksisuuntainen	1,68709362	
P(T<=t) kaksisuuntainen	1,5465E-28	
t-kriittinen kaksisuuntainen	2,02619246	