

TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU  
Paperitekniiikan koulutusohjelma  
International Pulp and Paper Technology

Opinnäytetyö

Teemu Pussinen

PÄÄLLYSTYSPASTAN VESIRETENTIO

Työn ohjaaja  
Työn teettäjät

DI Arto Nikkilä  
ACA Systems Oy, ohjaajina tuotepäällikkö Toni Vuorenmaa ja  
tekninen johtaja Jaakko Rintamäki  
CP Kelco, ohjaajina tutkuspäällikkö Anne Rutanen ja  
tutkija Minna Rantanen

Tampere 2008

# TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU

Paperitekniikan koulutusohjelma

International Pulp and Paper Technology

Teemu Pussinen

Opinnäytetyö

Työn ohjaaja

Työn teettäjät

Päällystyspastan vesiretentio

33 sivua + 5 liitesivua

DI Arto Nikkilä

ACA Systems Oy, tuotepäällikkö Toni Vuorenmaa ja tekninen johtaja Jaakko Rintamäki

CP Kelco, tutkimuspäällikkö Anne Rutanen ja tutkija Minna Rantanen

Joulukuu 2008

Hakusanat

Vesiretentio, päällystys

## TIIVISTELMÄ

Päällystyspastan reologisten ominaisuuksien mittauksilla voidaan arvioida päällysteen käyttäytymistä todellisessa päällystystilanteessa. Päällysteen tärkeimmät reologiset ominaisuudet ovat viskositeetti ja vesiretentio. Vesirentiolla tarkoitetaan päällystyspastan vedenpidätyskykyä. Mittausten ja mittalaitteiden kehittäminen on tärkeää päällystyspastan ominaisuuksien kehittämisen ja tutkimisen kannalta.

Tämän opinnäytetyön kirjallisuusosassa on selvitetty päällystyspastan ominaisuuksia, rakennetta, tärkeitä suureita ja niiden mittaamista. Kokeellisessa osassa on perehdytty päällystyspastan vesirentiomittauksiin. Opinnäytetyön tavoitteena on tuottaa käyttökelpoista aineistoa työn teettäneiden yritysten, ACA Systems Oy:n ja CP Kelcon, käyttöön.

ACA Systems Oy on maailman laajuisesti toimiva päällystyspastojen ja pohjapapereiden mittaus- ja analysointilaitteiden valmistaja. CP Kelco toimii maailman laajuisesti kemikaalien toimittajana paperiteollisuudelle ja monille muille teollisuuden haaroille.

Päällystyspastojen vesirentiota tutkittiin vertailemalla erilaisten mittalaitteiden antamia tuloksia keskenään. Työssä tutkittiin myös erilaisten muuttujien vaikutusta päällystyspastan vesirentioon ACAV DRW -merkkisen, dynaamisen vesirention mittauslaitteen avulla.

Tulokset osoittavat, että erilaiset mittalaitteet kuvaavat eri tavalla pastan käyttäytymistä. Sama pasta voi antaa hyvinkin erilaiset vesirentiotulokset sen mukaan, miten se on mitattu. Päällystyspasta, jolla on staattisesti mitattuna hyvä vesiretentio, ei välttämättä anna hyvää tulosta dynaamisessa vesirentiomittauksessa.

Kokeellisen osan pohjalta voidaan myös todeta, että pastan vesirentio-ominaisuuksiin vaikuttaa eniten paineen ja ajan muutokset. Myös muuttujien yhteisvaikutuksesta saatiin mielenkiintoisia tuloksia.

Tulosten pohjalta tässä opinnäytetyössä ehdotetaan myös jatkotoimenpiteitä mahdollisiin tulevaisuuden projekteihin.

TAMPERE UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

International Pulp and Paper Technology

Teemu Pussinen

Final thesis

Thesis supervisor

Commissioning Companies

Water Retention of Coating Color

33 pages, 5 appendix pages

MSc Arto Nikkilä

ACA Systems Oy, Product Manager Toni Vuorenmaa  
and Technical Director Jaakko Rintamäki

CP Kelco, CSA Manager Anne Rutanen and

Research Scientist Minna Rantanen

December 2008

Keywords

Water retention, coating

ABSTRACT

The measurement of the rheology of the coating color allows us to predict how the coating color acts in a real coating process. The most important variables in coating color rheology are viscosity and water retention. Researching measuring methods and devices is very important from the viewpoint of research and development of coating colors.

The aim of the literature section in this final thesis has been to introduce coating color properties, composition, important variables and how to measure them. In the experimental part the concentration is in water retention measurements. Also, one of the goals has been to produce useful material and results for the companies which commissioned this final thesis. These companies are ACA Systems Oy and CP Kelco.

ACA Systems Oy is a global company which produces equipment for coating color and base paper measuring and analyzing. CP Kelco is a global chemical supplier which also operates in the field of paper industry.

Coating color water retentions were examined by comparing results from the different measuring methods. It was also studied how the changes in different variables affect to water retention. This experiment was done by using a portable water retention measuring device called ACAV DWR.

The results show that the water retention results depend very much on the method used. Some coating color may have better water retention in static water retention measurement but shows much worse water retention when dynamic part of the phenomena is measured.

According to the experimental part of this final thesis, we can say that changes in pressure and testing time affects mostly the coating color water retention. Also some interesting observations were made concerning the cooperating actions of different variables.

On the base of this final thesis some suggestions were made for future projects.

## ALKUSANAT

Tämä opinnäytetyö on tehty Tampereen ammattikorkeakoululla vuoden 2008 aikana. Työ on tehty ACA Systems Oy:n ja CP Kelcon toimeksiannosta.

Haluan kiittää lämpimästi kaikkia opinnäytetyöprosessissani mukana olleita henkilöitä. Näitä henkilöitä ovat Toni Vuorenmaa ja Jaakko Rintamäki ACA Systems Oy:stä, Anne Rutanen ja Minna Rantanen CP Kelcosta. Kiitos kuuluu myös opinnäytetyöni valvojalle Arto Nikkilälle Tampereen ammattikorkeakoulusta. Haluan kiittää myös Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratorion laboratoriomestaria Tiina Kolari-Vuoriota.

Tampereella joulukuussa 2008

Teemu Pussinen

# SISÄLLYSLUETTELO

## TIIVISTELMÄ

## ABSTRACT

## ALKUSANAT

<b>SISÄLLYSLUETTELO</b> .....	<b>5</b>
<b>1 JOHDANTO</b> .....	<b>6</b>
<b>2 PÄÄLLYSTYSPASTAN KOOSTUMUS</b> .....	<b>7</b>
2.1 PÄÄLLYSTYSPIGMENTIT .....	7
2.2 SIDEAINEET JA PAKSUNTAJAT .....	9
2.3 MUUT LISÄAINEET .....	10
2.4 ESIMERKKEJÄ PASTARESEPTTEISTÄ .....	10
<b>3 POHJAPAPERIN MERKITYS PÄÄLLYSTYKSEN KANNALTA</b> .....	<b>12</b>
<b>4 PÄÄLLYSTYSPASTAN OMINAISUUDET</b> .....	<b>13</b>
4.1 KUIVA-AINEPITOISUUS .....	14
4.2 pH .....	14
4.3 VISKOSITEETTI .....	14
4.4 VESIRETENTIO .....	16
<b>5 VESIRETENTION MITTAAMINEN</b> .....	<b>16</b>
5.1 ÅBO ACADEMY GWR .....	17
5.2 NOVI COATER DWR .....	18
5.3 ACAV DWR .....	19
<b>6 KOKEELLISEN OSAN TAVOITTEET</b> .....	<b>21</b>
<b>7 TYÖN SUORITUS</b> .....	<b>21</b>
<b>8 MITTAUSTULOKSET</b> .....	<b>23</b>
8.1 LWC-PASTOJEN VERTAILU .....	23
8.2 CMC:N JA MODIFIOIDUN CMC:N VERTAILU .....	25
8.3 SYNTEETTISEN PAKSUNTAJAN JA CMC:N VERTAILU .....	26
8.4 GCC:N JA PCC:N VERTAILU .....	28
<b>9 VIRHEARVIINTI</b> .....	<b>30</b>
<b>10 PÄÄTELMÄT</b> .....	<b>31</b>
<b>LÄHDELUETTELO</b> .....	<b>32</b>

## LIITTEET

- 1 ACAV DWR -mittauspöytäkirjat
- 2 Pohjapapereiden bendtsen-huokoisuudet

## 1 Johdanto

ACA Systems Oy on kansainvälinen korkealaatuisten mittaus- ja analysointilaitteiden valmistaja. Sen erikoisosaamista ovat erilaiset papereiden, päällystypastan ja pintaliiman mittaamiseen kehitetyt laboratoriolaitteet, kuten vesiretention mittauslaitteet ja viskosimetrit. Muita sovelluksia ovat online-laadunvalvonta ja optimointiratkaisut paperiteollisuuden ja paperikemikaalien valmistajien käyttöön. /9/

CP Kelco on maailmanlaajuinen kemikaalitoimittaja, jonka yksi toiminta-alue on paperiteollisuuden kemikaalit kuten päällystypastan raaka-aineet. /10/

Päällystypastan reologisten ominaisuuksien mittauksilla voidaan arvioida päällysteen käyttäytymistä todellisessa päällystystilanteessa. Päällysteen tärkeimmät reologiset ominaisuudet ovat viskositeetti ja vesiretention. Vesiretentiolla tarkoitetaan päällystypastan vedenpidätyskykyä.

Tämän opinnäytetyön kirjallisuusosassa on selvitetty päällystypastan ominaisuuksia, rakennetta, tärkeitä suureita ja niiden mittaamista.

Kokeellisessa osassa on perehdytty päällystypastan vesiretentiomittauksiin. Painopiste on ACAV DWR-, ÅA-GWR- ja NoviCoater-mittausmenetelmissä, niiden vertailussa ja arvioinnissa. Muihin mittausmenetelmiin ei tässä työssä perehdytä.

Koska pastan vesiretention on yksi tärkeimmistä päällystypastan ominaisuuksista, on sen mittaaminen ja tutkiminen monestakin syystä hyödyllistä. Paperiteollisuuden jatkuva trendi on nostaa koneiden ajonopeuksia, parantaa laatua ja pyrkii pienentämään päällystyskustannuksia. Tästä syystä myös päällystypastoilta vaaditaan parempia ominaisuuksia. Vääränlainen pasta aiheuttaa päällystysprosessissa ongelmia ja tuotantokatkoja. Tuotantokatkot tarkoittavat taloudellisia menetyksiä. Tämän vuoksi on tärkeää voida tutkia ja arvioida pastan käyttäytymistä ennen varsinaista tuotantoon ottamista../1/

Vesiretention mittaaminen on suhteellisen haastavaa. Todellisessa päällystystilanteessa muuttujia on paljon, ja tästä syystä mittaustilanteen korrelaatio todellisen päällystystilanteen kanssa ei ole itsestäänselvyys. Uusimmissa mittausten menetelmissä pyritään kiinnittämään huomiota päällystysprosessin dynaamiseen luonteeseen. Näiden mittausten oletetaan korreloivan paremmin pastan todellisen käyttäytymisen kanssa kuin staattisten mittausten. /1/

## 2 Päällystyspastan koostumus

Päällystyspasta koostuu tyypillisesti pigmenteistä, sideaineista, paksuntajista ja muista lisäaineista. Kullakin ainesosalla on oma tärkeä tehtävänsä päällysteen toimivuuden kannalta. Päällystyspastan tärkein tehtävä on parantaa paperin optisia ominaisuuksia ja painettavuutta. Loppukäyttötarkoitus ja pohjapaperin ominaisuudet määräävät pastareseptin sisällön. Tavoitteena on saavuttaa mahdollisimman hyvä ajettavuus ja laatu mahdollisimman pienin kustannuksin.

### 2.1 Päällystyspigmentit

Päällystyspigmentit ovat pastan tärkein ja suurin osa. Ne muodostavat 80–95 % päällystyspastan massasta. Yleisimmät pigmentit ovat kaoliini ja kalsiumkarbonaatti. Muita pigmenttejä ovat kipsi, talkki, titaanidioksidi, satiinivalkoinen ja muovipigmentit. Pigmenttien tehtävä on peittää pohjapaperin pinta. Ne parantavat paperin optisia ominaisuuksia ja toimivat painovärin absorboijina. /11; 12/

Kaoliini eli savi on vanhin paperin valmistuksessa käytetty pigmentti ja on yhä edelleen keskeinen aineosa monissa päällystyspastoissa. Kaoliini on väriltään vaalea ja muodoltaan litteä pigmentti (kuva 1). Kaoliinipartikkelit asettuvat

päällysteessä paperin pinnan suuntaisesti heijastaen hyvin valoa. Kaoliini antaa pinnalle myös hyvän kiillon kalanteroitaessa. /2, s. 331; 3, s.187; 4, s.17/



Kuva 1 Mikroskooppikuva kaoliinipigmentistä /2, s. 332/

Karbonaateista kaksi yleisesti tunnettua päällystyspigmenttiä ovat jauhettu kalsiumkarbonaatti GCC (Ground Calcium Carbonate) ja saostettu kalsiumkarbonaatti PCC (Precipitated Calcium Carbonate). PCC valmistetaan kemiallisin menetelmin. Sen partikkelien muotoon ja kokoon voidaan vaikuttaa. PCC on puhtaampaa ja myös kalliimpaa kuin GCC. Saostettu kalsiumkarbonaatti voi nostaa pastan viskositeettiä, kun taas jauhettu laskee sitä. Tämä johtuu pigmenttien erilaisesta hiukkasmuodosta. Jauhettu kalsiumkarbonaatti on hiukkasmuodoltaan pyöreä (kuva 2). Tästä syystä sillä on vähemmän kontaktipinta-alaa kuin saostetulla kalsiumkarbonaatilla (kuva 3). /3, s. 187/



Kuva 2 Jauhettu kalsiumkarbonaatti mikroskooppikuvassa /2, s. 332/





Kuva 3 Mikroskooppikuva saostetusta kalsiumkarbonaatista /2, s. 332/

## 2.2 Sideaineet ja paksuntajat

Sideainetta on päällystyspastassa 5–25 %. Sideaineen tehtävä on sitoa pigmentit toisiinsa ja pohjapaperiin. Paksuntajien tehtävä on nostaa pastan viskositeetti sopivalle tasolle. Paksuntajia ja sideaineita on osin vaikea lokeroida, sillä osa sideaineista toimii paksuntajien tapaan. Tyypillinen paksuntaja on karboksimeetyliselluloosa, joka on myös sideaine. Muita paksuntajia ovat muun muassa synteettiset paksuntajat. /5, s. 189/

Tärkkelys on yleisin vesiliukoinen sideaine. Sitä käytetään yleensä lateksipastoissa. Yksinään tärkkelyksellä on keho sitoutumislujuus. Lateksipastassa tärkkelys nostaa viskositeettia ja parantaa vesiretentiota. /3, s. 188/

Karboksimeetyliselluloosa eli CMC (Carboxymethyl Cellulose) on synteettinen vesiliukoinen sideaine. CMC vaikuttaa pastan stabilointiaineena, viskositeetin nostajana ja vesiretention parantajana. Se parantaa myös pastan mekaanista ja kemiallista kestävyyttä. CMC:stä on myös modifioituja versioita. Niissä rakennetta on muutettu paremman vesiretention saavuttamiseksi. /3, s. 188/

Polyvinyylialkoholi (PVA) on polyvinyyliasetaatista valmistettu sideaine. Sillä on paras sidosvoima päällystyksessä käytetyistä sideaineista. PVA:n käyttö mahdollistaa kokonaissideainemäärän vähentämisen. Tämä puolestaan johtaa painoväriabsorption ja optisten ominaisuuksien paranemiseen. PVA on myös hyvä optisen kirkasteen kantoaine. PVA:n käyttöä rajoittaa sen jokseenkin hankala reologia. Se on myös muita sideaineita huomattavasti kalliimpaa. /3, s. 188/

Lateksit ovat synteettisten polymeerien dispersioita. Ne ovat tasalaatuisia, helpokäyttöisiä ja niillä on hyvä sidoslujuus. Latekseilla on huono vedenpidätyskyky. Tämän vuoksi niiden kanssa käytetään muitakin sideaineita, kuten CMC:tä, synteettistä paksuntajaa tai tärkkelystä. Yleisimmät lateksit ovat styreeni-butadieenilateksit (SB-lateksi), akryylilateksit ja polyvinyyliasetaatti. /3, s. 188/

### 2.3 Muut lisäaineet

Muilla lisäaineilla tarkoitetaan pastan hienosäädössä käytettyjä aineita. Tällaisia ovat muun muassa optinen kirkaste eli OBA (Optical Brightening Agent), erilaiset värit, liukasteena toimiva kalsiumstearaatti, vaahdonestokemikaalit, pH:n säätöön käytetyt kemikaalit ja dispergointiaineet. Dispergointiaineen funktio on estää pigmenttihiukkasten saostumista. Myös erityiset pastan kovuutta parantavat kemikaalit kuuluvat lisäaineiden ryhmään. Pastassa voidaan käyttää myös säilöntäaineita bakteeritoiminnan estämiseksi. /11/

### 2.4 Esimerkkejä pastaresepteistä

Tässä luvussa on esitetty muutamia esimerkkejä pastaresepteistä. Näistä resepteistä käy ilmi, miten päällystyspasta laaditaan. Pigmentit muodostavat reseptistä yhteensä 100 osaa. Tämän lisäksi pastaan tulee sideaineet ja lisäaineet.

Päällystyspasta suunniteltaessa on otettava huomioon, millaiseen käyttötarkoitukseen pasta tulee. Yleensä offsetpapereilta vaaditaan ennen kaikkea hyvää kuiva- ja märkäpintalujuutta. Tästä syystä niissä käytetään sideainetta, jolla on hyvä sidosvoima. Lisäksi päällystysmenetelmä voi aiheuttaa pastalle erikoisvaatimuksia. Tästä esimerkkinä on teräpäällälystyksessä pyrkimys suhteellisen suureen kuiva-ainepitoisuuteen. Pohjapaperin laatu on myös ratkaiseva tekijä pastareseptiä laadittaessa. Päällystyspastan komponenttien on myös toimittava keskenään, jotta esimerkiksi oikeanlaiset reologiset ominaisuudet saavutettaisiin. Yksi merkittävä tekijä on tietenkin hinta. Kaikkia komponentteja ei voi käyttää kovin suuria määriä yksinkertaisesti taloudellisista syistä. /2, s.326/

Taulukossa 1 on tyypillinen kaoliini-kalsiumkarbonaatti offset-pasta LWC-paperille (Light Weight Coated). Merkinnällä 80 % alle 2 µm tarkoitetaan pigmentin kokojakaumaa, joka tässä tapauksessa merkitsee sitä, että 80 prosenttia kaoliinipigmenteistä olisi läpimitaltaan alle 2 mikrometriä.

Taulukko 1 LWC-offsetresepti /3, s. 191/

Aine	Ominaisuus	Osa
Kaoliini	80 % alle 2 µm	70
Kalsiumkarbonaatti	90 % alle 2 µm	30
SB-lateksi	sitomislujuus	8
Tärkkelys tai CMC	viskositeetti	4/1
Glyoksaali	kovetin	0,3
Ca-stearaatti	voiteluaine	0,5

Taulukko 2 LWC-syväpainoresepti /3, s.191/

Aine	Ominaisuus	Osa
Talkki	levymäisyys, sileys	60
Kaoliini	levymäisyys, sileys	35
Kalsinoitu kaoliini	optiset ominaisuudet	5
SB-lateksi	sitomislujuus	5
CMC	viskositeetin lisääjä	0,5
Ca-stearaatti	voiteluaine	0,5

Taulukossa 2 on kuvattu esimerkki syväpainoreseptistä. Litteillä pigmenteillä saavutetaan kalanteroitaessa korkea kiilto ja hyvät optiset ominaisuudet.

Taulukko 3 Kaksoispäällystetyn hienopaperin pintapastan resepti /3, s.191/

Aine	Ominaisuus	Osa
Kaoliini	90 % alle 2 µm	30
Kalsiumkarbonaatti	95 % alle 2 µm	70
Akryylilateksi	valonkesto	8
PVAc-lateksi	kuplimisen esto	2
PVA	sitomislujuus	1
CMC	viskositeetin lisääjä	1
Glyoksaali	kovetin	0,3
OBA	optinen kirkastaja	0,7
Ca-stearaatti	voiteluaine	0,5

Taulukon 3 pastareseptissä on haettu äärimmäisen hyviä optisia ominaisuuksia. Siihen on käytetty optista kirkastetta ja pigmentit ovat todella hienojakoisia, jolloin valon sironta ja paperin optiset ominaisuudet paranevat huomattavasti. Korkeahkolla kalsiumkarbonaatin määrällä pyritään korkeaan päällysteen vaaleuteen.

### 3 Pohjapaperin merkitys päällystyksen kannalta

Pohjapaperin laatu vaikuttaa myös päällystysprosessin onnistumiseen. Pohjapaperin huono formaatio ja huonot lujuusominaisuudet aiheuttavat ongelmia päällystysyksiköllä. Pohjapaperi muodostaa lopputuotteen rungon. Päällystyksellä ei voida poistaa pohjapaperissa olevia vikoja, vaan useimmiten ongelmat korostuvat päällystettäessä. Hyvä pohjapaperi on siis perusedellytys onnistuneen päällystystuloksen kannalta. /2, s. 325/

Pohjapaperin vaatimukset määräytyvät käytetystä päällystysmenetelmästä, päällystypastan koostumuksesta ja tuotteen loppukäyttötarkoituksesta. Tästä syystä

lujuusominaisuuksien on oltava riittävän hyviä. Pohjapaperin neliömassan, kosteuden, paksuuden ja sileyden vaihtelut sekä epätasainen formaatio johtavat lopputuotteen ominaisuuksien epätasaisuuteen. Päälyste pitää saada tarttumaan pohjapaperiin ilman liian suuria sideainemääriä. Pohjapaperilta tämä vaatii sellaista pinnan rakennetta, joka mahdollistaa pastan ankkuroitumisen mutta ei ime liikaa sideainetta itse pastasta. /2, s.325/

Päälystykseen vaikuttavia muita ominaisuuksia ovat karheus, huokoisuus ja vesiabsorptio. Nämä ominaisuudet vaikuttavat päälystyspastan penetroitumiseen pohjapaperiin. Tätä kautta ne myös vaikuttavat päälystemäärään. Kun pohjapaperin karheus kasvaa, pohjapaperin kontaktipinta-ala kasvaa prosessissa ja päälystemäärä kasvaa. Huokoisuuden kasvu johtaa suurempaan pastan penetraatioon, jolloin myös pastan määrä paperissa kasvaa. Myös kasvava vesiabsorptio nostaa päälystemäärää paperissa. /8/

Pohjapaperin vesiabsorptioon voidaan vaikuttaa hydrofobiliimauksella. Tällöin pohjapaperiin ei penetroidu yhtä paljon vettä.

## 4 Päälystyspastan ominaisuudet

Jotta päälystyspastan käyttäytymistä todellisessa päälystystilanteessa voitaisiin arvioida, täytyy ensin ymmärtää tiettyjä pastan suureita. Tärkeimmät pastan ominaisuudet ovat viskositeetti ja vesiretentio. Reologialla tarkoitetaan oppia materiaalin muodonmuutoksesta ja virtauskäyttäytymisestä mekaanisen rasituksen alaisena. Reologiansa mukaan nesteet voidaan jaotella newtoniaalisiin, ei-newtoniaalisiin sekä viskoottisiin ja viskoelastisiin nesteisiin. /3, s.184/

Muita oleellisia pastan laatusuureita ovat ilmapitoisuus, kuiva-ainepitoisuus ja pH. Näiden merkitys on suurin pastan valmisprosessia ja pastareseptin suunnittelussa.

## 4.1 Kuiva-ainepitoisuus

Kuiva-ainepitoisuudella tarkoitetaan pastan kiinteiden hiukkasten määrää. Tyyppillisesti valmiin päällystyspastan kuiva-ainepitoisuus on 50–65 % luokkaa. Kuiva-ainepitoisuus on tärkeä perussuure pastan valmistuksessa.

## 4.2 pH

Päällystyspastan valmistuksessa pH:n hallinta on erityisen tärkeää. Pastan valmistusprosessi voi mennä pilalle, mikäli pH:n hallinta ei ole kunnossa.

## 4.3 Viskositeetti

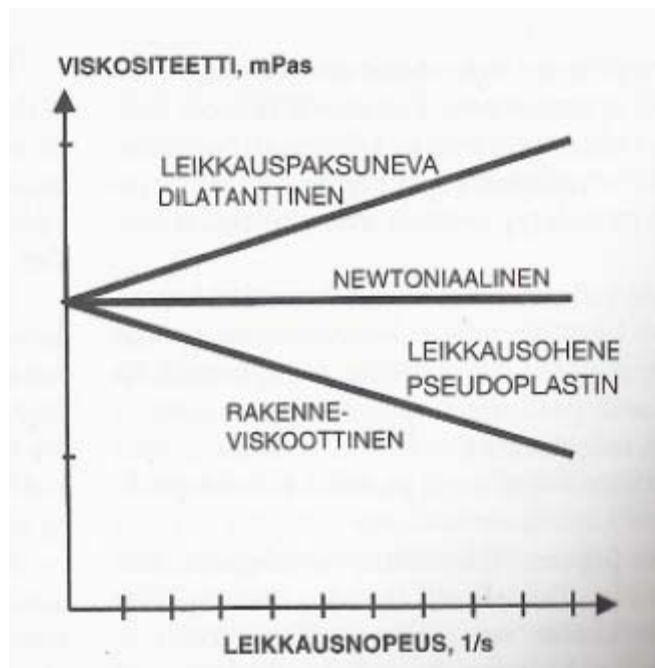
Viskositeetti on tärkeä pastan reologisesta käyttäytymisestä kertova suure. Viskositeetti kuvaa pastan kykyä vastustaa muodonmuutosta. Arkikielellä ilmiötä voisi kuvata nesteen jähmeytenä. Esimerkiksi tervalla on todella paljon suurempi viskositeetti kuin vedellä.

Päällystyspastan viskositeettiin vaikuttaa se, millaisen reseptin mukaan pasta on laadittu. Erilaisilla pigmenteilla, sideaineilla ja lisäaineilla on erilainen vaikutus pastan viskositeettiin.

Leikkausnopeus vaikuttaa selvästi päällystyspastan viskositeettiin. Päällystysprosessissa leikkausnopeus määräytyy päällystysnopeuden, päällystystavan ja päällystemäärän mukaan. Pastat ovat ei-newtoniaalisia. Tämä tarkoittaa sitä, että niiden viskositeettiin vaikuttaa käytetty leikkausnopeus ja rasitusaika. /3, s.185/

Leikkausohenevan pastan viskositeetti pienenee, kun leikkausnopeus nousee. Tällainen pasta käyttäytyy siis pseudoplastisesti. Useimmiten pastat ovat

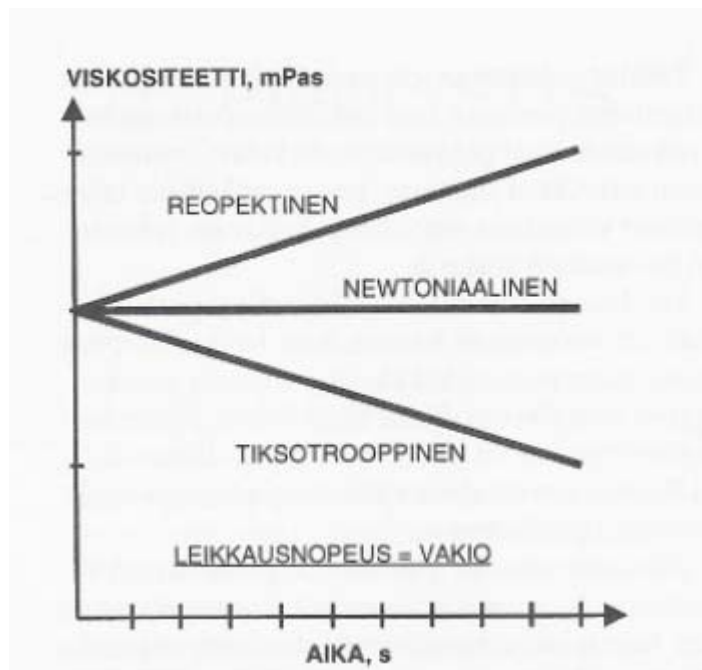
pseudoplastisia. Tämä johtuu siitä, että leikkausnopeuden kasvaessa pastan heikot rakenteet hajoavat, pigmenttipartikkelit orientoituvat ja polymeeriketjut oikeenevat virtausten suuntaan. Leikkauspaksunevaa pastaa sanotaan dilatanttiseksi. Kuvassa 4 on havainnollistettu tätä ilmiötä. Siinä viskositeetti kasvaa, kun leikkausnopeus nousee. Dilatanttinen käyttäytyminen aiheuttaa prosessissa ongelmia, mikäli pastan viskositeetti nousee liian korkeaksi./3, s.185; 5, s. 637–639/



Kuva 4 Viskositeetin käyttäytyminen leikkausnopeuden mukaan /3, s.186/

Rasituksen kesto vaikuttaa myös viskositeettiin. Jos pastan viskositeetti laskee rasituksen keston myötä, puhutaan tiksotrooppisesta pastasta. Yleensä pastat ja pseudoplastiset aineet ovat tiksotrooppisia. /3, s.185 – 186; 5, s. 639/

Reopektisyys on tiksotrooppisuuden vastakohta. Kuten kuvasta 5 voidaan todeta, reopektisessä systeemissä pastan viskositeetti nousee rasituksen keston funktiona. Reopektisyys ei useimmiten ole todellista käyttäytymistä vaan voi johtua esimerkiksi haihtumisesta, kuiva-ainepitoisuuden kasvusta tai ilmapitoisuuden kasvusta testauksen aikana. Newtoniaalisten nesteiden viskositeetti ei muutu leikkausvoiman ja rasituksen keston myötä. /3, s.185–186; 5, s. 639/



Kuva 5 Viskositeetin käyttäytyminen rasituksen keston mukaan /3, s.186/

#### 4.4 Vesiretentio

Pastan vesiretentiolla tarkoitetaan päällystyspastan vedenpidätyskykyä. Vesiretention yksikkö on  $\text{g/m}^2$ . Yleisesti ottaen hyvällä vesiretentiolla tarkoitetaan riittävän korkeaa vedenpidätyskykyä. Huono vesiretentio johtaa pohjapaperin vetymiseen ja myös päällystehiukkasia penetroituu pohjapaperin sisään. Huono vesiretentio voi myös johtaa ajettavuusongelmiin ja epätasaiseen päällystystulokseen. /1/

Ei ole kuitenkaan olemassa yhtä oikeaa vesiretention suuruutta. Se on aina suhteellinen käsite ja riippuu myös aina pohjapaperin ominaisuuksista. Loppujen lopuksi oikea vesiretentio on jopa konekohtainen suure.

### 5 Vesiretention mittaaminen

Vesiretentio on yksi päällystyspastan merkittävimmistä suureista. Sen mittaamisella pyritään ennustamaan pastan käyttäytymistä päällystystilanteessa.



Vesiretentiota mitataan erilaisin menetelmin. Tässä opinnäytetyössä käsitellään kolmea menetelmää: ÅA-GWR, ACAV DWR ja NoviCoater DWR. Näitä mittausten menetelmiä on käytetty tämänkin opinnäytetyön kokeellisessa osassa.

## 5.1 Åbo Academy GWR

Åbo Academy GWR (Gravimetric Water Retention) on gravimetrinen vesiretention mittauslaite. Sen toiminta perustuu nesteen painepenetraatioon määrättyssä paineessa membraanin eli suodatinkalvon läpi. Membraanista käytetään myös nimitystä filtti. Tyypillisesti laitteella mitataan pastan vesiretentiota 5 µm membraanin läpi, 0,1–0,3 bar paineella 90–120 sekunnin ajan. Mittauksessa pohjapaperina käytetään paksua imukartonkia. /7/

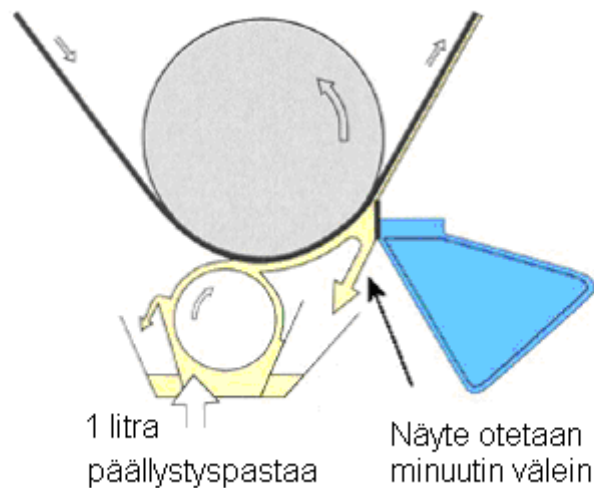


Kuva 6 Åbo Academy GWR

Kuvassa 6 esitetty ÅA GWR ei ota huomioon päällystystilanteen dynaamista luonnetta vaan antaa kuvan pastan käyttäytymisestä staattisessa tilanteessa.

## 5.2 NoviCoater DWR

NoviCoater Dynamic Water Retention (DWR) perustuu päällystyspastan kuiva-aineen suhteellisen muutoksen mittaamiseen (%). Mittauksessa simuloidaan päällystystapahtumaa ja mitataan kuiva-ainepitoisuuden muutosta tietyllä aikavälillä. Suhteellinen kuiva-ainepitoisuuden muutos mittaa pastan dynaamisen vesiretention luonnetta. Tyypillisiä pastan ajoaikoja ovat 4–5 minuutin ajot. /1/



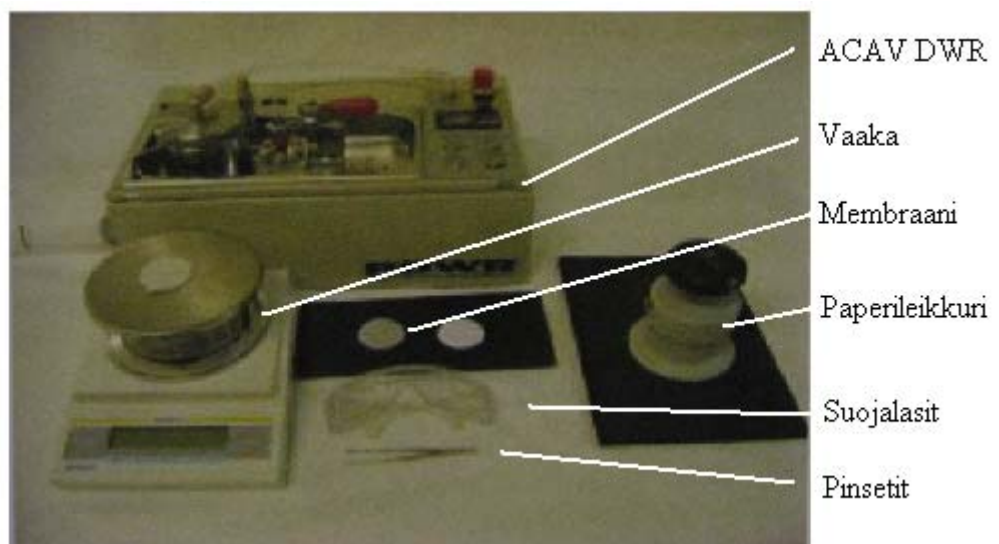
Kuva 7 NoviCoater DWR:n toimintaperiaate /1/

NoviCoater DWR (kuva 7) on siinä mielessä erilainen mittaamenetelmä, että siinä vesiretentiota mitataan pastan kuiva-aineen muutoksena päällystyksen aikana, kun taas ÅA GWR ja ACAV DWR ja perustuvat vesimäärän mittaamiseen pohjapaperista. Mitä pienempi kuiva-aineen muutos NoviCoaterilla saavutetaan, sitä parempi vesiretention on pastalla mittauksen mukaan. /1/

### 5.3 ACAV DWR

ACAV DRW yhdistää päällystyspastan vesiretention mittauksen dynaamisen ja staattisen luonteen. Siinä yhdistyy myös pohjapaperin ja pastan yhteisvaikutuksen testaus.

Mitattaessa ACAV DWR:llä on mahdollista vaikuttaa mittauspaineeseen ja mittausaikaan. Mittausparametrien säätäminen on laitteessa helppoa ja nopeaa. Laitte mittaa painealueella 0,5–2 bar ja halutun mittausajan voi säätää helposti 1–10 s välillä. Erilaisia pastoja voi siis testata erilaisissa olosuhteissa eri pohjapapereille.



Kuva 8 ACAV DWR ja mittaukseen tarvittava välineistö /6/

Kuvan 8 mukaisella ACAV DWR -laitteella pastan dynaamisen vesiretention mittaaminen on suhteellisen nopeaa. Käyttövalmiudessa olevalla laitteella mittaus ja valmistelu näytteen alle kolmessa minuutissa. /6/

Mittaaminen ACAV DWR:llä tehdään seuraavissa vaiheissa /6/:

- 1 Laitteen paine kalibroidaan halutulle tasolle käyttäen vettä ja sinistä kalibrointipaperia mittapäässä. Samalla valitaan haluttu mittausaika.

- 2 Tämän jälkeen mittalaitteesta poistetaan vesi laitteen AIR-näppäimen toiminnolla ja kuivataan laitteen näytesylinteri ja mittapää esimerkiksi kankaalla tai paperilla.
- 3 Kalibroinnin ja kuivauksen jälkeen mittasylinteriin kaadetaan merkkiin asti siivilöityä pastaa ja ajetaan mittaus läpi kertaalleen ilman filttteriä tai pohjapaperia kanavien täyttämisen ja vedenpoiston varmistamiseksi.
- 4 Sylinteri täytetään taas siivilöidyllä päällystyspastalla merkkiin asti ja puhdistetaan mittapää ja mittapään kansi. Näytepaperi valmistellaan ja punnitaan ja se asetetaan filtlerin päälle mittapähän.
- 5 Suljetaan mittapään kansi.
- 6 Suoritetaan varsinainen mittaus.
- 7 Avataan mittapää ja punnitaan pohjapaperi. DWR-tulos saadaan lasketua kaavan (1) avulla:

$$DWR = \frac{(m_2 - m_1)}{A} \quad (1)$$

missä  $m_1$  on paperin alkuperäinen paino,  $m_2$  paperin uusi paino ja  $A$  on näytteen pinta-ala. DWR-tuloksen yksikkö on  $\text{g/m}^2$ .

- 8 Mikäli toistoja halutaan suorittaa, lisätään sylinteriin pastaa ja puhdistetaan mittapää. Tämän jälkeen voidaan valmistella ja suorittaa uusi mittaus tai aloittaa laitteen puhdistus käynnistämällä veden virtaus laitteen läpi. Näin laite puhdistaa itsensä pastasta ja ylimääräinen pasta menee poistoputkia pitkin viemäriin.

## 6 Kokeellisen osan tavoitteet

Kokeellisen osan tavoitteena on vertailla eri vesiretention mittausmenetelmiä ja tutkia niiden vahvuuksia ja heikkouksia. Näiden mittausten ja tulosten pohjalta voidaan pohtia, miten hyvin eri menetelmät korreloivat todellisen päällystyslanteen kanssa ja miten hyvin mittaukset kertovat päällysteen käyttäytymisestä.

Pohdinnan perusteella on tarkoitus ehdottaa jatkotoimenpiteitä vesiretention mittaamisen kehittämiseksi. Tavoitteena on myös analysoida eri mittausmenetelmien herkkyyttä virheille ja ehdottaa jatkotutkimuksen aiheita vesiretention mittauksen saralla.

Pyrkimyksenä on myös kuvata vesiretention mittausta erilaisten tulosten avulla ja selvittää, mihin eri mittalaitteilla saatavat tulokset perustuvat.

Tässä työssä keskitytään ACA Systems Oy:n kehittämään ACAV DWR -mittalaitteeseen, joka on dynaamisen vesiretention mittaukseen suunniteltu laite. Tämän laitteen käyttöä, toimintoja ja mahdollisia kehitys- ja tutkimusmahdollisuuksia on tarkoitus selvittää.

## 7 Työn suoritus

Tämä opinnäytetyö tehtiin kevään ja syksyn 2008 aikana ACA Systems Oy:n ja CP Kelcon toimeksiantona. PASTOJEN dynaamisen vesiretention mittaukset suoritettiin Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratoriossa keväällä 2008. Mittaukset tehtiin ACA Systems Oy:n toimittamille pohjapapereille. CP Kelco toimitti mitattavat päällystyspastat, jotka mitattiin ACAV DWR -laitteella. CP Kelco toimitti mitattavista pastoista myös perustietoja ja mittaustuloksia.

Tampereen ammattikorkeakoululla pohjapaperinäytteistä mitattiin myös Bendt-sen-huokoisuusarvot. Täydelliset mittauspöytäkirjat ovat työn liitteenä.

Kokeellinen osa rakentui neljän eri mittauksen ympärille. Näissä mittauksissa tutkittiin LWC-pastoja, vertailtiin CMC:tä ja modifioitua CMC:tä sekä vertailtiin synteettistä paksuntajan ominaisuuksia perinteisen CMC:n kanssa. Nämä pastat toimitti CP Kelco ja niiden kehittälyssä oli kiinnitetty huomiota vertailukelpoisten mittausryhmien luomiseksi.

Neljäs mittausohjelma oli kahden pigmentin GCC:n ja PCC:n vertailu. Vertailussa tehtiin mittausohjelma, jossa 20 erilaisen mittauspisteen avulla tutkittiin päällystyspastan vesiretention käyttäytymistä. Muuttujina tässä koejärjestelyssä oli kaksi eri pigmenttiä, kolme eri paineasetusta, kolme eri mittausaikaa ja kaksi eri membraania. Mittalaitteena käytettiin ACA Systems Oy:n ACAV DWR -laitetta. Näissä CP Kelcon toimittamissa, tutkittavissa pastoissa oli erona ainoastaan pigmentti.

Neljännessä mittauksessa ensin määritettiin mittaustapahtumalle kriittiset raja-arvot. Näillä raja-arvoilla tarkoitetaan alhaisemman vesiretention pigmentille, suurimmalla membraanilla, ajan ja paineen korkeimmat käyttökelpoiset arvot. Näiksi arvoiksi muodostui 1,5 bar ja 6 sekuntia. Suuremmilla arvoilla pohjapaperi vettyi. Pohjapaperin vettyminen aiheuttaa mittauksessa tunnetusti epäluotettavuutta. Kriittinen alaraja puolestaan mitattiin pienemmällä membraanilla pastalle jolla oli parempi vesiretention. Aika ja paine määritettiin siten, että pastasta juuri ja juuri siirtyi vettä pohjapaperiin. Näiden ääripäiden välille määritettiin loput 18 mittauspistettä, joista DOE-analyysin (Design of Experiment) avulla kuvattiin kunkin muuttujan vaikutusta vesiretention.

## 8 Mittaustulokset

Tämä opinnäytetyö on puhtaasti kokeellinen työ, joten mittaustulokset ovat työn keskeisin osa. Tässä luvussa esitellään kokeellisen osuuden mittaussarjat, pastoineen ja pohjapapereineen sekä mittausten tulokset. Mittauspöytäkirjat ovat tämän työn liitteenä.

### 8.1 LWC-pastojen vertailu

Tässä mittaussarjassa kohteena on kolme erilaista pintapastaa LWC-paperille. Ne ovat tyypillisiä kaoliinipastoja. Kuten taulukosta 4 voidaan huomata, pastalla P2 on huomattavasti korkeampi viskositeetti muihin nähden kuiva-aineen ja pH:n ollessa kaikissa näytteissä käytännössä samat.

ACAV DWR -mittauksissa määritettiin pastan vesiretentio pohjapaperin ylä- ja alapinnalle. Nämä on taulukoissa 4–6 merkitty lyhennettyinä yp ja ap. ACAV DRW -mittaukset on tehty 0,4 µm filtterillä 1 bar paineella ja 5 s ajalla. Pohjapaperi on LWC-pohjapaperi, jonka neliömassa on 45 g/m<sup>2</sup> ja Bendtsen-huokoisuus 125,3 ml/min. Vesiretentio mitattiin kahdesti molemmille puolille pohjapaperia.

ÅA-GWR -mittauksissa paine on ollut 0,3 bar, aika 2 min. Mittaukset on tehty 5 µm membraanilla imukartongille.

NoviCoater DWR:ssä kuiva-ainemuutoksen tulos on annettu 4 min ajon jälkeen.

Taulukko 4 LWC-pastojen tiedot ja mittaustulokset

	REF	P2	P4
<b>Kuiva-ainepitoisuus, %</b>	52	52	52,1
<b>Brookfield-viskositeetti 100 rpm, mPas</b>	300	560	350
<b>pH</b>	8,5	8,5	8,5
<b>ÅA-GWR, g/m<sup>2</sup></b>	97	78	89
<b>NoviCoater DWR, %</b>	1,8	0,2	-0,9
<b>ACAV DWR, g/m<sup>2</sup>, yp</b>	22,7	19	22
<b>ACAV DWR, g/m<sup>2</sup>, ap</b>	23,9	20,8	23,7

Huomioitavaa on NoviCoater DWR -tulos näytteestä P4. Tämä tarkoittaa sitä, että kuiva-ainepitoisuus on laskenut 0,9 % alkuperäisestä. Tämä viittaa todella hyvään vesirentioon. Kuitenkin ÅA-GWR ja ACAV DWR antaa korkeimman vesirention pastanäytteelle P2.

Muutenkin on huomioitavaa, että kaikki ACAV DWR -tulokset ovat hyvin lähellä toisiaan. Suurta eroa ei synny muillakaan mittausmenetelmillä, joten voidaan todeta, että näiden pastojen vesirentio ominaisuudet ovat staattiselta ja dynaamiselta luonteeltaan hyvin yhteneviä.

Tuloksista käy myös ilmi, miten ACAV DWR mahdollistaa paperikohtaisen dynaamisen vesirention lähestymisen. Tästä on todisteena ylä- ja alapinnan välinen ero tuloksissa. Pohjapaperin sileys ja muut pinnan ominaisuudet siis vaikuttavat tuloksiin havaittavasti.



## 8.2 CMC:n ja modifioidun CMC:n vertailu

Tässä mittaussarjassa vertailtiin CMC:tä ja modifioitua CMC:tä. Mittaussarjan pastoissa P1 ja P3 on käytetty perinteistä CMC:tä. Pastanäytteissä P2 ja P4 on puolestaan modifioitua CMC:tä. Pastanäytteet P1 ja P2 ovat samoilla pigmenttisuhteilla valmistettuja karbonaatti-kaoliinipastoja. P3 ja P4 ovat keskenään myös samalla pigmenttiseoksella. Näytteet P3 ja P4 sisältävät vähemmän kaoliinia kuin näytteet P1 ja P2 (taulukko 5).

ACAV DRW -mittaukset on tehty 0,4 µm filtterillä 1 bar paineella ja 5 s ajalla. Pohjapaperi on esipäällystetty hienopaperi, jonka neliömassa on 100 g/m<sup>2</sup> ja Bendtsen-huokoisuus 13,5 ml/min.

ÅA-GWR -mittauksissa paine on ollut 0,3 bar, aika 2 min. Mittaukset on tehty 5 µm membraanilla, imukartongille.

NoviCoater DWR:ssä kuiva-ainemuutoksen tulos on annettu 4 min ajon jälkeen.

Taulukko 5 CMC:n ja modifioidun CMC:n mittaustulokset

	P1	P2	P3	P4
<b>Kuiva-ainepitoisuus, %</b>	63,5	63,9	64,6	65,1
<b>Brookfield-viskositeetti 100 rpm, mPas</b>	1740	1660	1730	1510
<b>pH</b>	8,5	8,5	8,5	8,5
<b>ÅA-GWR, g/m<sup>2</sup></b>	114	123	96	108
<b>NoviCoater DWR, %</b>	0,4	0,1	0,9	0,7
<b>ACAV DWR, g/m<sup>2</sup>, yp</b>	23,3	21,3	19,9	21,5
<b>ACAV DWR, g/m<sup>2</sup>, ap</b>	24,4	23,7	21,2	24,5

Taulukosta 5 voidaan havaita, että verrattaessa näytteitä P1 ja P2 NoviCoater DWR ja ACAV DWR antavat paremman vesiretention modifioitua CMC:tä sisältävälle pastalle. ÅA GRW tulos on päinvastainen. Ero ACAV DWR:llä on kuitenkin näiden kahden osalta pieni.

Näytteissä P3 ja P4 NoviCoater DWR antaa modifioidulle CMC:lle paremman vesiretention toisin kuin muut menetelmät. ÅA GWR ja ACAV DWR antavat tässä vertailussa hyvin samantyylliset tulokset.

Perinteisissä CMC-pastoissa on jokseenkin korkeampi viskositeetti.

### 8.3 Synteettisen paksuntajan ja CMC:n vertailu

Pastat P1 ja P2 ovat tyypillisiä karbonaatti-kaoliinipohjapastoja. Molemmissa pastoissa on samat pigmenttisuhteet, ja niissä on tärkkelystä ja lateksia. P1-pastassa on kuitenkin käytetty synteettistä paksuntajaa ja P2:ssa on perinteistä CMC:tä.

Taulukko 6 Synteettisen paksuntajan ja CMC:n vertailu

	P1	P2
<b>Kuiva-ainepitoisuus, %</b>	63,5	63,6
<b>Brookfield-viskositeetti 100 rpm, mPas</b>	1300	1550
<b>pH</b>	9,2	8,7
<b>ÅA-GWR, g/m<sup>2</sup></b>	30	37
<b>NoviCoater DWR, %</b>	3,1	2,7
<b>ACAV DWR, g/m<sup>2</sup>, yp</b>	8,8	9,2
<b>ACAV DWR, g/m<sup>2</sup>, ap</b>	9,6	10,2

Kuten taulukosta 6 voidaan havaita, CMC-pastassa on korkeampi viskositeetti. NoviCoaterin mukaan P2 CMC-pastalla olisi parempi vesiretentio kuin pastalla P1. ACAV DWR antaa tulokseksi molemmille lähes saman vesiretention P2. ÅA-GWR:llä mitattuna P1:llä on hieman parempi vesiretentio.

ACAV DRW -mittaukset on tehty 0,4 µm filtterillä 1 bar paineella ja 5 s ajalla. Pohjapaperi on märkälujaliimattu hienopaperi, jonka neliömassa on 80 g/m<sup>2</sup> ja Bendtsen-huokoisuus 581,1 ml/min. Pohjapaperia ei ole kuitenkaan pintakäsitelty.

ÅA-GWR mittauksissa paine on ollut 0,3 bar, aika 2 min. Mittaukset on tehty 5 µm membraanilla imukartongille.

NoviCoater DWR:ssä kuiva-ainemuutoksen tulos on annettu 5 min ajon jälkeen.

NoviCoater korreloi tässä pastan vesiretention dynaamisen luonteen kanssa selkeästi antaen toisenlaisen tuloksen kuin staattiseen mittaukseen perustuva ÅA-GWR. Mittauksen dynaamista ja staattista puolta ilmaiseva ACAV DWR puolestaan asettaa pastat karkeasti samalle viivalle vesiretention suhteen.

ACAV DWR:n ja ÅA-GWR:n tulosten mukaan pastoilla olisi huomattavan hyvä vesiretentio. Mittaustulokset ovat aivan eri luokkaa aiempien mittausten kanssa. Onkin syytä epäillä, että jostain syystä veden penetraatio membraanin läpi on tämän pastan mittausten osalta osittain estynyt. Tämä voisi johtua esimerkiksi membraanin tukkeutumisesta.

NoviCoaterilla tehdyt mittaukset eivät anna tämän mittaussarjan pastoille muiden mittaussarjojen pastoja huomattavasti parempaa vesiretentiota.

## 8.4 GCC:n ja PCC:n vertailu

GCC:n ja PCC:n vertailussa käytettiin kahta pastaa, joiden rakenteet erosivat toisistaan ainoastaan karbonaattipigmentin tyypin osalta. Taulukossa 7 on mittausohjelma, jossa on 20 erilaista mittauspistettä, koepisteet 1–20. Loput koepisteet ovat toistoja ääripäistä.

Kaksikymmentä erilaista koepistettä muodostuvat kahdesta eri pastasta. Tässä tapauksessa voidaan sanoa, että kahdesta eri pigmentistä. Taulukossa 7 on esitetty pastojen perustietoja. Paineita oli myös kolmea asetusta: 0,5 bar, 1 bar ja 1,5 bar. Mittausaikoina olivat 2, 4 ja 6 sekuntia. Membraania eli filtteriä oli myös

kahta kokoa (taulukko 8). Pohjapaperi on esipäällystetty hienopaperi, jonka neilömassa on 100 g/m<sup>2</sup> ja Bendtsen-huokoisuus 13,5 ml/min

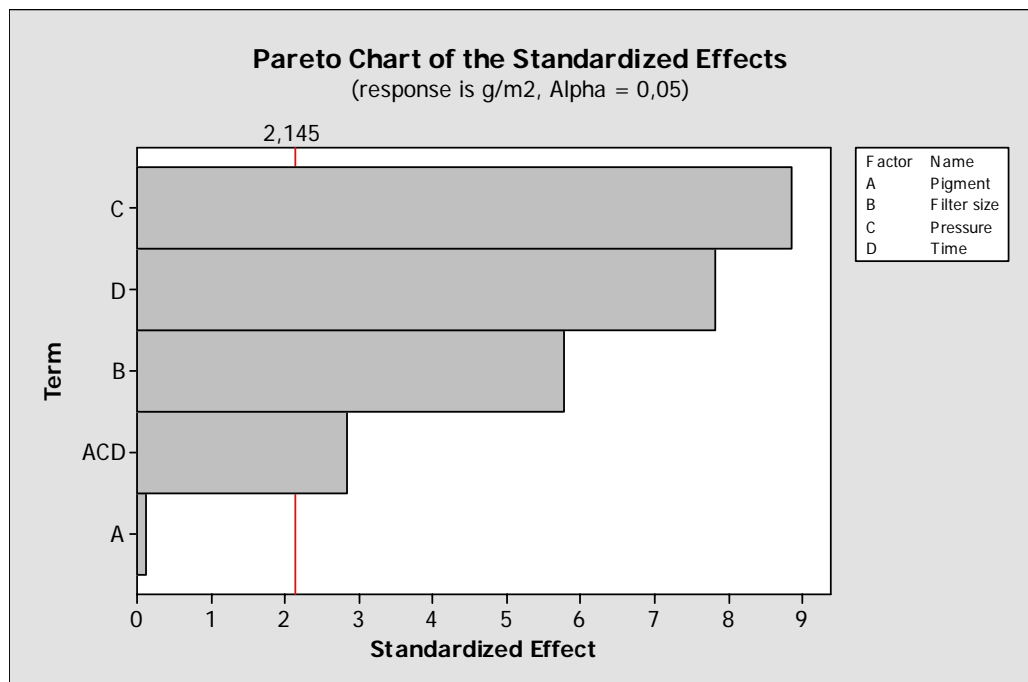
Taulukko 7 Pastojen pohjatietoja

	GCC	PCC
<b>Kuiva-ainepitoisuus, %</b>	<b>63,9</b>	<b>63,9</b>
<b>Brookfield-viskositeetti 100 rpm, mPas</b>	<b>1160</b>	<b>1830</b>
<b>pH</b>	<b>8,5</b>	<b>8,5</b>
<b>ÅA-GWR, g/m<sup>2</sup></b>	<b>158</b>	<b>177</b>

Taulukko 8 on itsessään vaikealukuinen ja sen pohjalta on vaikeaa tehdä mitään johtopäätöksiä. Koesuunnitteluohjelma DOE:n antaman analyysin perusteella on helpompi tarkastella tuloksia (kuva 6). DOE-analyysissä tietokoneohjelma laskee muuttujien riippuvuuksia ja niiden suhteellista vaikutusta mittauksessa.

Taulukko 8 ACAV DWR -mittauksen koepisteet ja tulokset

Koepiste	Pigmentti	Filterin koko (µm)	Paine (bar)	Aika (s)	Vesiretentio (g/m <sup>2</sup> )
1	PCC	0,4	0,5	2	7,1
2	PCC	5	1,5	6	29,5
3	GCC	0,4	0,5	2	5,8
4	GCC	5	1	4	20,0
5	PCC	5	1,5	2	20,8
6	PCC	5	1	4	19,8
7	GCC	5	0,5	2	10,2
8	PCC	5	0,5	6	16,8
9	PCC	0,4	0,5	6	13,7
10	PCC	0,4	1,5	2	16,4
11	GCC	5	0,5	6	22,6
12	GCC	0,4	1,5	6	23,0
13	GCC	5	1,5	2	23,7
14	PCC	0,4	1,5	6	24,8
15	GCC	0,4	1,5	2	14,0
16	GCC	0,4	1	4	18,6
17	PCC	0,4	1	4	18,2
18	PCC	5	0,5	2	15,3
19	GCC	0,4	0,5	6	18,1
20	GCC	5	1,5	6	27,5
21	GCC	5	1,5	6	25,9
22	GCC	5	0,5	2	13,8
23	GCC	0,4	0,5	2	7,4
24	GCC	0,4	1,5	6	22,2
25	PCC	5	0,5	2	17,3
26	PCC	5	1,5	6	29,2
27	PCC	0,4	0,5	2	8,0
28	PCC	0,4	1,5	6	25,1



Kuva 9 Muuttujien vaikutus dynaamiseen vesiretentioon

Kuten kuvasta 9 voidaan nähdä, ei termillä A eli pigmentin tyypillä ole itsessään suurta merkitystä tuloksen kannalta. Yksittäisistä muuttujista isoimman vasteen muutokselle antaa loogisesti kohdat C ja D eli paine ja aika. Kolmanneksi suurin yksittäinen vaikutus on filtterin koolla.

Huomioitavaa on kuitenkin kohtien A, C ja D yhteisvaikutus. Aika, paine ja pigmentti siis vaikuttavat yhdessä merkittävästi vesiretentiontulokseen. Tämä on erittäin tärkeä havainto jatkotutkimuksia ajatellen.

## 9 Virhearviointi

Mittauksissa esiintyvien virhemahdollisuuksien tunnistaminen on tärkeä osa tätä opinnäytetyötä. Åbo Academyn GRW:ssä ja ACAV DWR:ssä mittausvirhettä voi tulla inhimillisten virheiden ja virheellisen mittaussuoritusten johdosta. Tämä johtuu siitä, että mittausmenetelmien luotettavuus riippuu hyvin paljon mitaajan täsmällisyydestä ja huolellisuudesta.

Tämän opinnäytetyön ACAV DWR mittausten osalta täytyy huomioida mittausten suhteellisen pieni toistojen määrä. Vähäiset toistot lisäävät pienen virheen vaikutusta tulokseen huomattavasti. Isommalla otannalla yksittäisen virheen merkitys tietenkin pieneneisi.

Virhearvioinnin kannalta on myös syytä pohtia, miten hyvin kukin mittausmenetelmä vastaa todellista päällystystapahtumaa. Työssäkin käsitellyt vesiretention mittaukset tehdään huoneenlämpötilassa, kun taas päällystysyksiköllä pastan lämpötila on huomattavasti korkeampi.

On myös syytä pohtia, onko ÅA-GWR:llä ja ACAV DWR:llä mitattaessa mahdollista, että membraanin läpi pääsee muutakin kuin vettä. Esimerkiksi pienet lateksihiukkaset voisivat pienen kokonsa vuoksi päästä paperiin veden lisäksi. Tämä on mittaustilanteessa hyvin vaikeaa havaita ainakaan paljain silmin. Jos

prosessissa tapahtuu tällaista ilmiötä, tulee mittaustuloksiin virhettä, koska pohjapaperiin penetroitunut materiaali ei olisi pelkästään vettä. Myös membraanin tukkeutumisen mahdollisuus on syytä ottaa huomioon tuloksia tarkastellessa. Mikäli membraanin merkittävä tukkeutuminen on mahdollista, voi tuloksiinkin tulla paljon virhettä.

## 10 Päätelmät

Erilaisilla vesiretention mittausten menetelmillä saadaan hyvin erilaisia tuloksia. Toisinaan ACAV DWR -tulokset korreloivat NoviCoaterin ja toisinaan ÅA-GWR:n kanssa. ÅA-GWR ja ACAV DWR ovat kummatkin mittalaitteita, joissa vesi penetroituu membraanin läpi. Tällaisissa mittausten menetelmissä voi olla myös mahdollista, että membraani tukkeutuu osittain kiintoainepartikkeleista. Tällainen ilmiö mittauksessa voi antaa todella vääristyneitä tuloksia pastan käyttäytymisestä ja voi osaltaan myös selittää miksi ÅA-GWR ja ACAV DWR antavat ajoittain samansuuntaisia mittaustuloksia.

ACAV DWR -mittalaitetta ajatellen olisi mielenkiintoista tutkia lisää sitä, miten pasta virtaa laitteessa, miten erilaiset virtausprofiilit laitteen mittapäässä vaikuttaisivat tulokseen ja mahdollisesti korrelaatioon päällystysprosessin kanssa. Voiko tässä tapauksessa erilaisilla partikkeleilla olla erilainen vaste virtauksen muutoksiin?

Viimeisessä mittauksessa todettiin, että ajalla, paineella ja pigmentillä on merkittävä yhteisvaikutus, vaikka pigmentin vaikutus yksittäisenä muuttujana on saatujen tulosten mukaan pieni.

Tältä pohjalta voitaisiin myös laatia mittaustulosten järjestelyjä, joissa kohteena olisi esimerkiksi sideaine. Tutkimuksen kohteena voisi olla se, miten jokin sideaine vaikuttaa vesiretention yksittäisenä muuttujana ja mikä on sen yhteisvaikutus muiden muuttujien kanssa.

## Lähdeluettelo

### Painetut lähteet

- 1 Ahtikari, A. – Lehtovuori, J. – McKenzie, K. – Piilola, T. – Rutanen A., Material Retention: A Novel Approach to Performance of Pigment Coating Colors. Tappi journal, USA 2006.
- 2 Arjas, A., Paperin valmistus. Suomen Paperi-insinöörien Yhdistyksen oppi- ja käsikirja. 2.painos. Oy Turun Sanomat/Serieoffset. Turku 1983.
- 3 Häggblom-Ahnger, U. – Komulainen, P., Paperin ja kartongin valmistus. Kemiallinen metsäteollisuus 2, 3. painos. Opetushallitus. Gummerus Kirjapaino Oy. Jyväskylä 2003.
- 4 Kouris, M., Pulp and paper manufacture vol.8. Coating, converting and speciality processes. 3. painos. Joint Textbook Committee of the Paper Industry. Technology Park/Atlanta 1983.
- 5 Lehtinen, E., Papermaking Science and Technology. Pigment Coating and Surface Sizing of Paper. Fapet Oy, Gummerus. Jyväskylä 2000.

### Painamattomat lähteet

- 6 Quick Start Guide, Portable Dynamic Water Retention. Laitteen ohjekirja, V1.1. ACA Systems Oy
- 7 Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratorion ÅA GWR - käyttöohje.
- 8 Vehmas, S., Paperiteknikan automaatio. Luentomateriaali. Tampereen ammattikorkeakoulu. Tampere 2006

### Sähköiset lähteet

- 9 ACA Systems Oy. [www-sivu]. [viitattu 24.11.2008] Saatavissa: <http://www.aca.fi/company.htm>
- 10 CP Kelco. [www-sivu]. [viitattu 24.11.2008] Saatavissa: <http://www.cpkelco.com/industrial/index.html>



- 11 KnowPap 9.0, Paperitekniiikan ja automaation oppimisympäristö. VTT Tuotteet ja tuotanto Pronowledge Oy 1997–2007
- 12 Papermaking Science and Technology. Inso Corporation 1990-2000. [CD-rom].

## ACAV DWR -MITTAUSPÖYTÄKIRJA 1

Setti 1, LWC-pohja 45 g/m <sup>2</sup> , WO 3767, Mitattu 14.2.2008												
Näytteen halkaisija [mm]												
41												
Pinta-ala [m <sup>2</sup> ]												
0,00132												
Paine [bar]												
1												
Aika [s]												
5												
Pohjapaperin vesiretentio huokaisuus												
REF, yläpuoli	Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	g/m <sup>2</sup>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi				
1	0,0601	0,1092	0,0291	36,330	22,041	125,3	5	LWC-pohja, 45 g/m <sup>2</sup>				
2	0,0780	0,1088	0,0308	39,487	23,329		5	Bendtsen, 125,3 ml/min				
Keskiarvo												
	0,0791	0,1090	0,0300	37,908	22,686							
REF, alapuoli	Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	g/m <sup>2</sup>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi				
1	0,0793	0,1106	0,0313	39,470	23,708	125,3	5	LWC-pohja, 45 g/m <sup>2</sup>				
2	0,0794	0,1112	0,0318	40,050	24,086		5	Bendtsen, 125,3 ml/min				
Keskiarvo												
	0,0794	0,1109	0,0316	39,760	23,897							
Ka, molemmat puolet												
	0,0792	0,1100	0,0308	38,834	23,291							
P2, yläpuoli												
Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	g/m <sup>2</sup>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]						
1	0,0792	0,1043	0,0251	31,692	19,011	125,3	5	Pohjapaperi				
2	0,0764	0,1015	0,0251	32,853	19,011		5	LWC-pohja, 45 g/m <sup>2</sup>				
Keskiarvo												
	0,0778	0,1029	0,0251	32,273	19,011			Bendtsen, 125,3 ml/min				
P2, alapuoli	Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	g/m <sup>2</sup>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi				
1	0,0780	0,1061	0,0281	36,026	21,284	125,3	5	LWC-pohja, 45 g/m <sup>2</sup>				
2	0,0771	0,1039	0,0268	34,760	20,299		5	Bendtsen, 125,3 ml/min				
Keskiarvo												
	0,0776	0,1050	0,0275	35,393	20,791							
Ka, molemmat puolet												
	0,0777	0,1040	0,0263	33,833	19,901							
P4, alapuoli												
Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	g/m <sup>2</sup>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]						
1	0,0774	0,1065	0,0291	37,597	22,041	125,3	5	Pohjapaperi				
2	0,0776	0,1072	0,0296	38,144	22,420		5	LWC-pohja, 45 g/m <sup>2</sup>				
Keskiarvo												
	0,0775	0,1069	0,0294	37,871	22,231			Bendtsen, 125,3 ml/min				
P4, alapuoli	Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	g/m <sup>2</sup>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi				
1	0,0794	0,1108	0,0314	39,547	23,783	125,3	5	LWC-pohja, 45 g/m <sup>2</sup>				
2	0,0783	0,1096	0,0313	39,974	23,708		5	Bendtsen, 125,3 ml/min				
Keskiarvo												
	0,0789	0,1102	0,0314	39,761	23,745							
Ka, molemmat puolet												
	0,0782	0,1085	0,0304	38,816	22,988							

ACAV DWR -MITTAUSPÖYTÄKIRJA 2

Setti 2. Espäällystetty hienopaperi 100 g/m <sup>2</sup> , WO 3771, mitattu 18.2.2008													
Näytteen halkaisija [mm]	41	Pinta-ala [m <sup>2</sup> ]	0,00132	Paine [bar]	1	Aika [s]	5						Pohjapaperin huokoisuus
								Vesierentio g/m <sup>2</sup>	DWR %	DWR paino [g]	Uusi paino [g]	Paino alussa [g]	P1, alapuoli
								19,001	0,0308	0,1929	0,1621	0,1929	1
								19,045	0,0307	0,1919	0,1612	0,1919	2
								19,023	0,0308	0,1924	0,1617	0,1924	Keskiarvo
													P1, alapuoli
								20,186	0,0325	0,1935	0,1610	0,1935	1
								24,616	0,0320	0,1914	0,1594	0,1914	2
								24,238	0,0323	0,1925	0,1602	0,1925	Keskiarvo
								24,427	0,0315	0,1924	0,1609	0,1924	Ka, molemmat puolet
								23,859					
													P2, yläpuoli
								17,038	0,0275	0,1889	0,1614	0,1889	1
								20,829	0,0287	0,1894	0,1607	0,1894	2
								21,738	0,0281	0,1892	0,1611	0,1892	Keskiarvo
								21,284					
													P2, alapuoli
								19,474	0,0311	0,1908	0,1597	0,1908	1
								23,556	0,0316	0,1925	0,1609	0,1925	2
								23,935	0,0314	0,1917	0,1603	0,1917	Keskiarvo
								23,745	0,0297	0,1904	0,1607	0,1904	Ka, molemmat puolet
								22,515					
													P3, yläpuoli
								16,553	0,0267	0,1880	0,1613	0,1880	1
								20,223	0,0258	0,1859	0,1601	0,1859	2
								19,542	0,0263	0,1870	0,1607	0,1870	Keskiarvo
								19,893					
													P3, alapuoli
								16,950	0,0279	0,1925	0,1646	0,1925	1
								21,132	0,0280	0,1862	0,1582	0,1862	2
								21,208	0,0280	0,1894	0,1614	0,1894	Keskiarvo
								21,170	0,0271	0,1882	0,1611	0,1882	Ka, molemmat puolet
								20,526					
													P4, yläpuoli
								17,919	0,0291	0,1915	0,1624	0,1915	1
								22,041	0,0276	0,1907	0,1631	0,1907	2
								20,905	0,0284	0,1911	0,1628	0,1911	Keskiarvo
								21,473					
													P4, alapuoli
								18,750	0,0306	0,1938	0,1632	0,1938	1
								23,177	0,0342	0,1962	0,1620	0,1962	2
								25,904	0,0324	0,1950	0,1626	0,1950	Keskiarvo
								24,541					

## ACAV DWR -MITTAUSPÖYTÄKIRJA 3

Setti 3, Päällystämätön hienopaperi 80 g/m <sup>2</sup> , WO 3747, mitattu 26.2.2008												
Näytteen halkaisija [mm]	41											
Pinta-ala [m <sup>2</sup> ]	0,00132											
Paine [bar]	1											
Aika [s]	5											
Pohjapaperin huokoisuus												
		Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	7,770	Vesiretentio g/m <sup>2</sup>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi		
1		0,1390	0,1498	0,0108	0,180	8,180	581,1	5		Päällystämätön		
2		0,1407	0,1532	0,0125	9,468	9,468		5		hienopaperi 80 g/m <sup>2</sup>		
Keskiaivo		0,1399	0,1515	0,0117	8,824	8,824				Bendtsen, 581,1 ml/min		
P1, alapuoli												
		Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	9,223 <th>Bendtsen, ml/min</th> <th>Aika [s]</th> <th>Pohjapaperi</th> <th></th> <th></th> <th></th>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi			
1		0,1377	0,1504	0,0127	9,619	9,619	581,1	5		Päällystämätön		
2		0,1399	0,1525	0,0126	9,544	9,544		5		hienopaperi 80 g/m <sup>2</sup>		
Keskiaivo		0,1368	0,1515	0,0127	9,581	9,581				Bendtsen, 581,1 ml/min		
Ka. molemmat puolet		0,1393	0,1515	0,0122	8,721	8,721						
P2, yläpuoli												
		Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	9,640 <th>Bendtsen, ml/min</th> <th>Aika [s]</th> <th>Pohjapaperi</th> <th></th> <th></th> <th></th>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi			
1		0,1390	0,1524	0,0134	10,150	10,150	581,1	5		Päällystämätön		
2		0,1409	0,1519	0,0110	7,807	8,332		5		hienopaperi 80 g/m <sup>2</sup>		
Keskiaivo		0,1400	0,1522	0,0122	8,724	9,241				Bendtsen, 581,1 ml/min		
P2, alapuoli												
		Paino alussa [g]	Uusi paino [g]	DWR paino [g]	DWR %	9,493 <th>Bendtsen, ml/min</th> <th>Aika [s]</th> <th>Pohjapaperi</th> <th></th> <th></th> <th></th>	Bendtsen, ml/min	Aika [s]	Pohjapaperi			
1		0,1401	0,1534	0,0133	10,074	10,074	581,1	5		Päällystämätön		
2		0,1422	0,1558	0,0136	9,564	10,301		5		hienopaperi 80 g/m <sup>2</sup>		
Keskiaivo		0,1412	0,1546	0,0135	9,529	10,187				Bendtsen, 581,1 ml/min		
Ka. molemmat puolet		0,1406	0,1534	0,0128	9,126	9,714						

ACAV DWR -MITTAUSPÖYTÄKIRJA 4

RunOrder	Pigment	Filter size (µm)	Pressure (bar)	Time (s)	Weight before(g)	Weight after (g)	DWR weight (g)	DWR %	g/m <sup>2</sup>
1	PCC	0,4	0,5	2	0,1603	0,1697	0,0094	5,864	7,120
2	PCC	5	1,5	6	0,1608	0,1997	0,0389	24,192	29,464
3	GCC	0,4	0,5	2	0,1596	0,1672	0,0076	4,762	5,756
4	GCC	5	1	4	0,1604	0,1668	0,0064	16,459	19,996
5	PCC	5	1,5	2	0,1605	0,1680	0,0075	17,134	20,829
6	PCC	5	1	4	0,1587	0,1649	0,0062	16,509	19,845
7	GCC	5	0,5	2	0,1610	0,1745	0,0135	8,365	10,225
8	PCC	5	0,5	6	0,1607	0,1629	0,0022	13,815	16,815
9	PCC	0,4	0,5	6	0,1601	0,1782	0,0181	11,305	13,709
10	PCC	0,4	1,5	2	0,1598	0,1815	0,0217	13,579	16,436
11	GCC	5	0,5	6	0,1602	0,1900	0,0298	18,602	22,571
12	GCC	0,4	1,5	6	0,1594	0,1897	0,0303	19,009	22,960
13	GCC	5	1,5	2	0,1599	0,1912	0,0313	19,575	23,708
14	PCC	0,4	1,5	6	0,1610	0,1937	0,0327	20,311	24,768
15	GCC	0,4	1,5	2	0,1591	0,1776	0,0185	11,628	14,012
16	GCC	0,4	1	4	0,1602	0,1648	0,0046	15,356	18,633
17	PCC	0,4	1	4	0,1595	0,1835	0,0240	15,047	18,178
18	PCC	5	0,5	2	0,1599	0,1801	0,0202	12,633	15,300
19	GCC	0,4	0,5	6	0,1597	0,1836	0,0239	14,966	18,103
20	GCC	5	1,5	6	0,1607	0,1970	0,0363	22,569	27,495
20	GCC	5	1,5	6	0,1610	0,1952	0,0342	21,242	25,904
7	GCC	5	0,5	2	0,1602	0,1784	0,0182	11,361	13,785
3	GCC	0,4	0,5	2	0,1625	0,1723	0,0098	6,031	7,423
12	GCC	0,4	1,5	6	0,1603	0,1896	0,0293	18,278	22,193
18	PCC	5	0,5	2	0,1588	0,1816	0,0228	14,358	17,269
2	PCC	5	1,5	6	0,1600	0,1985	0,0385	24,063	29,161
1	PCC	0,4	0,5	2	0,1597	0,1703	0,0106	6,637	8,029
14	PCC	0,4	1,5	6	0,1597	0,1929	0,0332	20,789	25,147

Mittaukset tehty 26.5. - 27.5.2008
Pohjapaperma epäaallistetty hienopaperi 100g/m <sup>2</sup>
Ensinnä määritettiin kriittinen alaraja GCC:lle ja kriittinen yläraja PCC:lle
Alarajaksi tuli 0,4 µm filterille 2 s ja 0,5 bar
Ylärajaksi saatiin 5 µm filterille 6 s ja 1,5 bar
(2 bar + 7 s, 2bar +6s, 1,5bar +7s johtivat pohjapaperin vettymiseen)
Eli kriittisiä rajoja ei niinkään määrännyt laitteen käyttöalue, vaan
Pohjapaperin vettymisen kyseisillä pastoilla.
Pastan lämpötila mitattauksia tehtäessä 25 °C
Mittaukset 21 - 28 ovat loppupastasta tehtyjä toistoja

## POHJAPAPEREIDEN BENDTSEN-HUOKOISUUDET

## Huokoisuusmittaukset pohjapapereille 14.2.2008

Otanta = 20

	LWC-pohja 45 g/m <sup>2</sup>	Esipäälystetty hienopaperi 100 g/m <sup>2</sup>	Päälystämätön hienopaperi 80 g/m <sup>2</sup>
Max. [ml/min]	133,8	14,8	649,6
Min. [ml/min]	117,8	12,19	544,5
Keskiarvo [ml/min]	125,3	13,52	581,1
Keskihajonta [ml/min]	4,73	0,59	25,38
Variaatokerroin	3,77 %	4,37 %	4,37 %