

TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU

Paperitekniikan koulutusohjelma

Tutkintotyö

Juha Paakkunainen

PAPERIN JA KARTONGIN PINTAENERGIAN MITTAAMINEN

Työn valvoja

DI Arto Nikkilä

Työn teettäjä

Tampereen ammattikorkeakoulu

Tampere 2006

TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU

Paperitekniiikan koulutusohjelma

Paakkunainen, Juha Paperin ja kartongin pintaenergian mittaaminen
Tutkintotyö 85 sivua + 1 liitesivu
Työn valvoja DI Arto Nikkilä
Työn teettäjä Tampereen ammattikorkeakoulu
Toukokuu 2006
Hakusanat pintajännitys, pintaenergia, kosketuskulma

TIIVISTELMÄ

Tässä työssä tutkitaan paperin ja kartongin vapaata pintaenergiaa käsitteenä ja perehdytään vapaan pintaenergian mittaamiseen. Tarkoituksena on hakea pintaenergiamittaukselle käyttökelpoinen työtapä päivittäiseen laboratoriotyöskentelyyn.

Tarve pintaenergiamittauksen tutkimiseen johtuu TAMK:in paperilaboratorion kosketuskulmamittalaitteeseen hankitun pintaenergian mittaussyksikön käyttöönotosta. Tarkoituksena on selvittää, mille paperi- ja kartonkilaaduille mittaussoveltuu, ja luoda helposti ymmärrettävä työohje päivittäisiä mittauksia varten.

Pintaenergian määrittäminen perustuu staattiseen kosketuskulmamittaukseen. Mittaustapa on ongelmallinen paperille ja kartongille johtuen mitattavan pinnan huokoisuudesta. Pintaenergiaa määritettäessä mittauksessa käytettävän vesipisaran on pysyttävä kokonaisuudessaan stabiilissa tilassa näytteen pinnalla. Mikäli pisara absorboituu näytteen rakenteeseen, mittaustulos vääristyy. Eri paperi- ja kartonkilaaduilla on kuitenkin suuria eroja veden absorptiosuhteen.

Tutkimuksessa suoritettiin Cobb-vedenabsorptiotestejä ja sekä staattisia että dynaamisia kosketuskulmamittauksia vedenabsorptiotasoltaan erilaisille paperi- ja kartonkinäytteille. Tutkimuksessa pyrittiin löytämään vedenabsorption maksimitaso, jolla pintaenergian määrittämiseen vaadittava staattinen kosketuskulmamittaus on vielä mahdollinen. Tutkimuksessa perehdyttiin myös veden pintajännitykseen ja sen määrittämiseen.

Tutkimuksessa havaittiin odotetusti hydrofobiiliamattomien puupitoisten painopaperien soveltumattomuus kosketuskulmamittaukseen. Veden absorptiolle pystyttiin määrittämään suuripiirteinen maksimitaso. Tutkimuksessa ilmeni kuitenkin ongelmia, jotka eivät johtuneet tutkittujen näytteiden ominaisuuksista, vaan käytetyn mittalaitteen puutteellisesta kyvystä hahmottaa vesipisaran ja näytteen välinen rajapinta. Ongelma aiheutti useiden mittaustulosten huomattavan vääristymisen. Ilman tätä ongelmaa oltaisiin päästyä tutkimaan Cobb-vedenabsorption ja dynaamisen kosketuskulmamittauksen välistä yhteyttä paremmin.

Jatkossa on aihetta toivoa parannusta mittalaitteen toimintaan. Nykytilanteessa käyttäjän on osattava tunnistaa mittauksen virhetilanteet. Olisi myös erittäin valaisevaa, mikäli mittalaitetta päästäisiin puolueettomasti vertaamaan markkinoilla oleviin muihin ratkaisuihin.

TAMPERE POLYTECHNIC

Paper technology

Paakkunainen, Juha

Engineering Thesis

Thesis Supervisor

Commissioning Company Tampere Polytechnic.

May 2006

Keywords

Measurement of surface energy of paper and paperboard

85 pages, 1 appendix

Arto Nikkilä (MSc)

surface tension, surface energy, contact angle

ABSTRACT

This study concerns the surface free energy of paper and paperboard as a phenomenon, and to familiarize with measuring the surface free energy. The intention is to look for a practicable working method for surface energy measurement for daily laboratory work.

The need for the surface energy measurement study is raised from implementation of the surface energy measurement unit acquired into the contact angle measuring device in the Tampere Polytechnic paper laboratory. The object is to define for which paper and paperboard grades the measurement can be applied, and to create an easily digestible guide for daily measurements.

The determination of surface energy is based on a static contact angle measurement. The measurement mode is problematic for paper and paperboard, by reason of porosity of the surface to be measured. When determining the surface energy, the water droplet used in the measurement must remain in its entirety, in a stable state, on the top of the specimen. If the droplet is absorbed into the structure of the specimen, the measurement result becomes incorrect. However, different paper and paperboard grades have great differences considering the water absorption level.

In the study, Cobb water absorption tests, and both static and dynamic contact angle measurements were performed for paper and paperboard samples with different water absorption levels. The aim in the study was to find the maximum level of the water absorption, where the static contact angle measurement required for the surface energy determination is still possible. The water surface tension and its determination was familiarized with in the study also.

As expected, the non-hydrophobic sized wood containing printing papers were discovered in the study to be unsuitable for the contact angle measurement. An approximate maximum level for the water absorption could be defined. However, there occurred problems in the study, which were not caused by specimens properties, but the measuring devices inadequate ability to define the interface between the water droplet and the specimen. This problem caused several measurement results to become incorrect. Without this problem the relation between Cobb water absorption and dynamic contact angle measurement could have been studied better.

In future, there is need to wish for an improvement to the measuring devices function. At the present state the operator has to recognise the error situations. It would also be very revealing, if the measuring device could be compared to other solutions in the market unbiased.

ALKUSANAT

Tämä työ tarjosi haasteen monipuolisuutensa muodossa. Paperin ja kartongin pintaenergiaan perehdyttäessä huomataan, että ilmiön ja sen vaikutuksen ymmärtäminen edellyttää varsinaisen paperinvalmistuksen oppien kertaamisen ohella myös yleisen fysiikan ja kemian ilmiöiden tuntemista. Tuntuu siltä, että aiheen tutkimista voisi laajentaa lähes rajattomasti.

Etsiessäni lähdemateriaalia paperin ja kartongin pintaenergiasta huomasin, että monissa lähteissä aihetta käsitellään vain muutamaa lausetta käyttäen. Tämä on mielestäni erikoista, koska kyseisellä ominaisuudella on kuitenkin merkittävä rooli pinnan käyttökelpoisuudessa painatus- ja muissa jalostustöissä.

Aiheen asiasisällön kokoaminen toimi siis erinomaisena kertauksena paperin ja kartongin valmistuksesta ja jalostuksesta. Toivon tutkimukseni herättävän ajatuksia pintaenergian laajempaan tarkasteluun paperitekniikan yhteydessä.

Juha Paakkunainen

SISÄLLYSLUETTELO

TIIVISTELMÄ.....	2
ABSTRACT.....	3
ALKUSANAT.....	4
SISÄLLYSLUETTELO.....	5
1 JOHDANTO.....	7
2 PINTAENERGIA JA PINTAJÄNNITYS.....	8
2.1 Van der Waalsin dispersiovoimat.....	8
2.2 Pintajännitys ja pintaenergia.....	10
2.3 Pintajännityksen ja pintaenergian mittaaminen.....	11
2.4 Nesteen pintajännityksen määrittäminen.....	13
3 PAPERIN JA KARTONGIN PINTAENERGIA.....	14
3.1 Sorptio.....	14
3.2 Paperin ja kartongin sorptio-ominaisuudet.....	14
3.3 Paperin ja kartongin pintaenergiaan vaikuttavat tekijät.....	15
3.4 Pintaenergian merkitys paperin ja kartongin jalostuksessa ja painatuksessa.....	17
3.4.1 Painomenetelmät.....	17
3.4.2 Laminointi, ekstruusiopäällystys.....	18
3.4.3 Silikonointi.....	19
4 POCKET GONIOMETER PG-3.....	20
4.1 Pocket Goniometer PG-3 -mittalaitteen yleiset ominaisuudet.....	20
4.2 Toimintaperiaate.....	20
4.3 Pintajännityksen määrittäminen.....	21
4.4 Staattinen mittaus.....	21
4.5 Dynaaminen mittaus.....	22
4.6 Vapaa pintaenergia.....	22
5 TUTKIMUSTYÖ.....	22
5.1 Tutkimussuunnitelma.....	23
5.2 Tutkimusmenetelmät.....	23
5.3 Tutkimukseen valitut näytteet.....	23
5.4 Työn suorittaminen.....	25
6 MITTAUSTULOKSET.....	27
6.1 Cobb-vedenabsorptio.....	27
6.2 Veden pintajännitys.....	31
6.3 Dynaaminen kosketuskulma.....	31
6.4 Staattinen kosketuskulma ja vapaa pintaenergia.....	32
7 MITTAUSTULOJEN TARKASTELU.....	34
7.1 Näyte 1, Tako CX White 200.....	34
7.2 Näyte 2, Gala X New 240.....	38
7.3 Näyte 3, SC-paperi 60 g/m ²	42
7.4 Näyte 4, LWC-paperi, 70 g/m ²	42
7.5 Näyte 5, MWC-paperi UPM Kaukas 75 g/m ²	47
7.6 Näyte 6, etikettipaperi Kauttua Masterchrome 100.....	48
7.7 Näyte 7, valupäällystetty paperi.....	52
7.8 Näyte 8, tarran irrokepaperi.....	56
7.9 Näyte 9, kirjekuoripaperi.....	60
7.10 Näyte 10, mustesuihkutulostuspaperi HP Everyday Photopaper.....	64
7.11 Näyte 11, tapettipaperi.....	68

7.12	Näyte 12, leivinpaperi	71
7.13	Näytteet 13–17, muovipinnoitetut kartongit.....	75
7.14	Yhteenveto.....	81
7.15	Jatkotutkimukset.....	83
LÄHDELUETTELO		85
LIITE	Työohje vapaan pintaenergian mittausta varten	

1 JOHDANTO

Tämän työn tarkoituksena on tarkastella paperin ja kartongin vapaata pintaenergiaa ilmiönä ja selvittää vapaan pintaenergian mittaamista. Tutkimus lähti liikkeelle Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratorion Pocket Goniometer -mittalaitteeseen saadun päivityksen myötä. Mittalaitteella on aiemmin mitattu paperin/kartongin ja vesipisaran kosketuskulmaa, joka kuvaa tutkittavan näytteen sorptio-ominaisuuksia. Päivityksen johdosta mittalaite pystyy myös määrittämään näytteen vapaan pintaenergian.

Paperin ja kartongin vapaata pintaenergiaa ei ole aiemmin pystytty mittaamaan Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratoriossa. Pocket Goniometer -mittalaite ei ole tarkoitettu pelkästään paperitekniisiin tutkimuksiin, vaan yleisesti erilaisten pintojen sorptio-ominaisuuksien tutkimiseen /7/. Mittalaitteella tehtävä kosketuskulmamittaus soveltuu periaatteessa hyvin paperin ja kartongin pinnan ominaisuuksien tutkimiseen, mutta on vielä kyseenalaista, kuinka hyvin mittalaitteeseen saatu pintaenergiaa määrittävä toiminto soveltuu paperitekniikan tutkimuksen tarpeisiin.

Tavoitteena on saada selville, minkälaista lisäarvoa Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratorion Pocket Goniometer -mittalaitteeseen saatu päivitys tuo paperin ja kartongin pintaominaisuuksien tutkimiseen. Tehdään laaja kirjallisuuskatsaus aiheeseen liittyvästä teoriasta ja pyritään selvittämään, minkälaisille paperi- ja kartonkilaaduille mittaus soveltuu. Haetaan myös mittaukselle sopiva työtapa, johon liittyen laaditaan mittaukselle työohje toistuvia laboratoriomittauksia varten.

2 PINTAENERGIA JA PINTAJÄNNITYS

Vapaata pintaenergiaa (Surface Free Energy = SFE) voidaan luonnehtia pinnan vetovoimana. Vapaan pintaenergian eroavuudet erilaisilla pinnoilla tulevat esiin esimerkiksi seuraavanlaisissa tilanteissa:

- Vesipisarat käyttäytyvät eri tavalla vahatulla tai vahaamattomalla auton maalipinnalla.
- Kanamuna tarttuu kiinni pinnoittamattomaan paistinpannuun, mutta ei tartu teflonpinnoitettuun pannuun.

Edellä mainituissa esimerkeissä on vaikutettu pinnan vapaaseen energiaan pintakäsittelyllä. Vahakerros auton maalipinnalla, samoin kuin teflonpinnoite paistinpannussa, alentaa pinnan vapaata energiaa. Vapaan pintaenergian eli pinnan vetovoiman pienentyessä kanamuna ei tartu pannuun, ja toisaalta vahatulla auton pinnalla vesipisarot pysyvät enemmän pisaramuodossa. Vahaamattoman maalipinnan pintaenergian ollessa suuri, se pystyy kumoamaan vesipisaran pintajännityksen jolloin pisara leviää pinnalle. /7./

2.1 Van der Waalsin dispersiovoimat /1/

Pintaenergia on mitta rajapinnoilla vaikuttaville energioille ja pintajännitysvoimille. Pintaenergia, samoin kuin pintajännitys, pohjautuu van der Waalsin dispersiovoimiin. Van der Waalsin dispersiovoimat johtuvat molekyylien hetkellisistä polaarisuuden muutoksista molekyylin elektronien kiertäessä radoillaan.

Yksittäisen molekyylin voidaan ajatella olevan varaukseltaan tasapainossa (kuva 1).



Kuva 1 Molekyyli /1/

Tasapainotila on kuitenkin vain eräänlainen keskiarvotila, jossa ei huomioida elektronien liikettä molekyyliässä. Elektronit kuitenkin liikkuvat, ja tietyllä ajan hetkellä niitä voi olla

kerääntyneenä enemmän molekyylin toiseen pätyyn, jolloin pääty saa vähäisen negatiivisen varauksen δ^- . Vastaavasti molekyylin toinen pääty saa elektronien vähyydestä johtuen vähäisen positiivisen varauksen δ^+ (kuva 2).



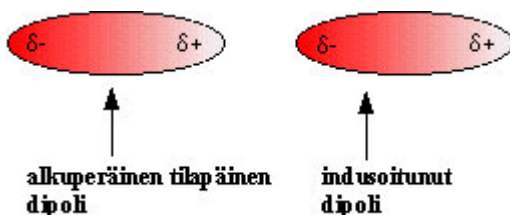
Kuva 2 Molekyyli, jonka päissä vähäiset varaukset /1/

Hetkeä myöhemmin valtaosa elektroneista on voinut siirtyä molekyylin toiseen pätyyn, jolloin molekyylin polaarisuus muuttuu (kuva 3):



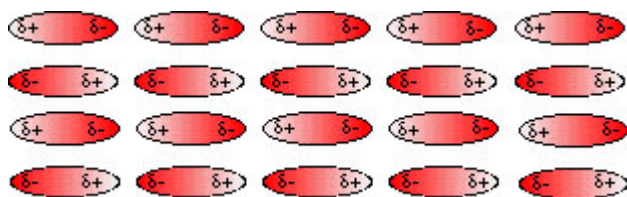
Kuva 3 Molekyylin polaarisuus on kääntynyt /1/

Ajatellaan jatkossa edellistä molekyyliä dominoivana molekyylinä, jonka polaarisuus on suurempi kuin toisen lähellä olevan molekyylin. Tällöin alkuperäinen, dominoiva molekyyli vetää puoleensa lähellä olevan molekyylin vastakkaisvarauksista päätyä. Lähellä olleesta molekyylistä muodostuu indusoitunut dipoli, joka asettuu alkuperäisen molekyylin läheisyyteen siten, että vastakkaisvarauksiset päädyt ovat toisiaan vasten, muodostaen dipoli-dipolisidoksen (kuva 4). Molekyylien elektronit liikkuvat edelleen, mutta kuitenkin siten, että molekyylien toisiaan vasten olevissa päissä on aina vastakkaismerkkinen varaus.



Kuva 4 Dipoli-dipolisidos /1/

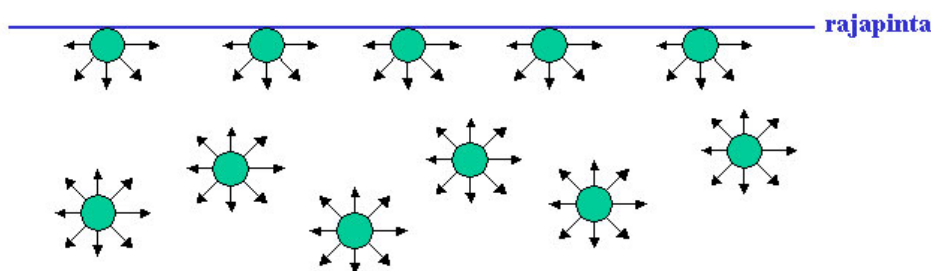
Edellistä mallia voidaan laajentaa useamman molekyylin joukolle. Molekyylien elektronit liikkuvat edelleen kuten aikaisemmin on todettu, mutta täydellisen synkronisesti siten, että vastakkaismerkkisten varausten vetovoima molekyylien päissä säilyy (kuva 5).



Kuva 5 Molekyylijoukko /1/

2.2 Pintajännitys ja pintaenergia

Pintajännitys johtuu molekyylien välisistä vetovoimista. Aineen sisällä yksittäiseen molekyyliin kohdistuvat yhtä suuret voimat joka suunnalta. Aineen pinnalla olevilta molekyylyiltä puuttuu kuitenkin pinnan yläpuolinen vetovoima, jolloin pintamolekyylyt pyrkivät aineen bulkkiin (kuva 6). /10, s. 434 - 435./



Kuva 6 Molekyylyt ja rajapinta /6/

Pintamolekyylien pyrkiessä aineen bulkkiin syntyy aineen pinnalle tiheämpi kerros. Tällöin myös rajapinnan pinta-ala pyrkii pienenemään. Nestepisaran muodostuminen johtuu siitä, että neste pyrkii saavuttamaan pinta-alaltaan mahdollisimman pienen muodon. /10, s. 434 - 435./

Pintajännitystä voidaan sanoa pinnan vapaaksi energiaksi. Pintajännityksen määritelmä voidaan lausua seuraavasti:

- ”Pintajännitys on työ, joka tehdään, kun pinta-ala kasvaa isotermisesti ja reversiibelisti.” /6./

Yhtälön (1) muodossa pintajännityksen määritelmä on seuraava:

$$\gamma = \frac{\text{työ}}{\text{pinta - alan kasvu}} = \frac{w}{\Delta\sigma} \quad (1)$$

jossa w on työ ja γ on pintajännitys. /6./

Pintajännityksen yksikkö on N/m. Käytössä on myös yksikkö dyne/cm, jossa dyne = 10^{-5} N. /8./

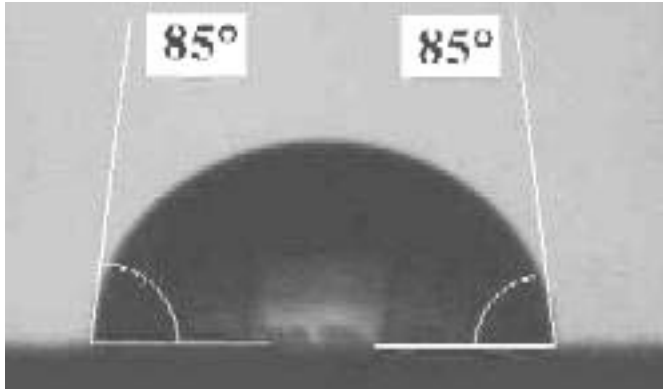
Kiinteiden aineiden yhteydessä käytetään yleensä pintajännityksen sijaan nimitystä pintaenergia. Kiinteän aineen sisäinen kitka estää molekyylien ryhmittymisen tiiviimmäksi kerrokseksi aineen pinnalle. Näin kiinteät aineet säilyttävät muotonsa, eivätkä ne pysty hakeutumaan pinta-alaltaan pienimpään muotoonsa. Kiinteän aineen pintaenergia ilmenee käytännössä siinä, kuinka aineen pinta vaikuttaa sen kanssa kosketukseen joutuvaan nestemäiseen aineeseen. Tällöin kiinteän aineen pintaenergia on se työ, jonka aineen pinta tekee kasvattaessaan nestemäisen aineen pisaran pinta-alaa. /8./

Pintaenergialle voidaan nähdä käytettävän edellä mainittujen lisäksi myös yksikköä J/m^2 /4/. Voimien ja energiatasojen suuruusluokka huomioon ottaen yksiköt esitetään yleensä muodoissa mN/m ja mJ/m^2 . Yksiköt ovat yleisesti käytettävässä muodossaan yhtä suuria, eli $1 \text{ mN/m} = 1 \text{ mJ/m}^2 = 1 \text{ dyne/cm}$.

2.3 Pintajännityksen ja pintaenergian mittaaminen

Kiinteän aineen pintajännitystä, eli vapaata pintaenergiaa, ei voida suoraan mitata. Määrittäminen on tehtävä kahden eri faasin, nesteen ja kiinteän aineen vuorovaikutuksen perusteella. Käytännössä määrittäminen tehdään kosketuskulmamittauksella. Kiinteän aineen pinnalle annostellaan pisara nestettä, joka kiinteän aineen vapaan pintaenergian tasosta riippuen asettuu pinnalle enemmän tai vähemmän levinneenä. Käytettävän nesteen pintajännitys on tunnettava. Kiinteän pinnan vapaa pintaenergia pyrkii kumoamaan nestepisaran pintajännityksen. Mitä suurempi kiinteän pinnan vapaa pintaenergia on suhteessa nestepisaran pintajännitykseen, sitä laajemmalle alalle nestepisara leviää. Kun

pinnalle asettunutta nestepisaraa tarkastellaan sivulta päin, voidaan määrittää kiinteän aineen ja nestepisaran välinen kosketuskulma (kuva 7).



Kuva 7 Kosketuskulma /7/

Teoriassa kosketuskulma voi saada arvoja väliltä $0^\circ - 180^\circ$. Mitä suurempi kosketuskulma on, sitä lähempänä alkuperäisen pisaran muotoa neste on kiinteän aineen pinnalla. Tällöin kiinteän pinnan vapaa pintaenergia on olematon suhteessa nesteen pintajännitykseen. Jos kosketuskulma taas on hyvin pieni, kiinteän pinnan vapaa pintaenergia suhteessa nesteen pintajännitykseen on niin suuri, että se pystyy kumoamaan nesteen pintajännityksen täydellisesti ja nestepisara leviää kiinteän aineen pinnalle täydellisesti. Seuraavassa kuvassa on esitetty eri kosketuskulmia, kosketuskulma kasvaa vasemmalta oikealle (kuva 8):

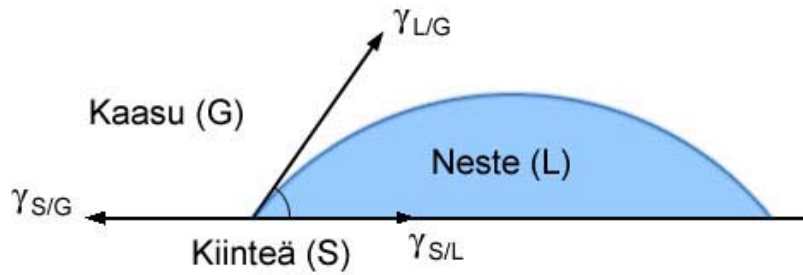


Kuva 8 Kosketuskulman eri arvoja /8/

Kiinteän aineen vapaan pintaenergian tekemää työtä nesteen pintajännitystä vastaan (kuva 9) kutsutaan adheesiotyöksi W_a . Adheesiotyötä kuvaa Youngin yhtälö (2), joka voidaan kirjoittaa muotoon:

$$W_a = \gamma_{L/G}(1 + \cos \theta) \quad (2)$$

jossa γ on pintajännitys. /4./



Kuva 9 Nesteen ja kiinteän aineen rajapinta /4/

2.4 Nesteen pintajännityksen määrittäminen

Kuten edellä kävi ilmi, on kiinteän aineen vapaata pintaenergiaa määritettäessä kosketuskulmamittauksella tunnettava käytettävän nesteen pintajännitys. Nesteen pintajännityksen määrittämiseksi on olemassa useita tapoja. Määrittäminen voidaan suorittaa esimerkiksi kapillaarin avulla, nesteen pinnan alta nostettavan pinnan suuntaisen langan nostamiseen tarvittavan voiman avulla tai nestepisaran painon perusteella. Käsitellään tässä kuitenkin pintajännityksen määrittäminen riippuvan pisaran menetelmällä.

Riippuvan pisaran menetelmä perustuu Bashforth-Adamsin taulukoihin, jotka ovat numeerisia ratkaisuja Laplace-Youngin kapillaarisuutta kuvaavasta yhtälöstä. Laplace-Youngin yhtälö on perusmuodossaan seuraava:

$$\Delta\rho \cdot g \cdot h = \gamma \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) \quad (3)$$

jossa $\Delta\rho$ on tiheysero pisaran sisä- ja ulkopuolella, h on pisaran korkeus, γ on pintajännitys ja R_1 ja R_2 ovat pisaran kaarevuussäteet kahdesta eri kohdasta määritettyinä.

/5./

Pintajännitys ratkaistaan Laplace-Youngin yhtälön johdannaisen mukaan Bashforth-Adamsin taulukoiden perusteella. Klassisessa ratkaisumallissa pisaran valokuvasta mitataan tarvittavat muuttujat ja sijoitetaan yhtälöön. Nykyään markkinoille tulleet mittalaitteet määrittävät pisaran muodon tietokoneohjelmistojen avulla, jonka ansiosta

tarkkuus on parantunut. /5./ Tässä tutkimuksessa käytettävän Pocket Goniometer PG-3 -mittalaitteen nesteen pintajännityksen määrittävä toiminto perustuu edellä kuvattuun menetelmään.

3 PAPERIN JA KARTONGIN PINTAENERGIA

3.1 Sorptio

Sorptio /4/ on yleisnimitys adsorptiolle ja absorptiolle. Adsorptio tarkoittaa ilmiötä, jossa jokin aine kuten kaasu tai neste kerääntyy toisen aineen pinnalle. Jos adsorboitunut aine tunkeutuu toisen aineen sisään muuttaen sen sisäistä rakennetta (esimerkiksi turvottamalla sitä), ilmiötä kutsutaan absorptioksi.

3.2 Paperin ja kartongin sorptio-ominaisuudet

Paperin ja kartongin perusrakenne muodostuu kuitumateriaalin muodostamasta verkostosta. Kuitujen välisistä tiloista muodostuu huokosverkosto, jolla on suuri merkitys paperin/kartongin sorptio-ominaisuuksiin. Huokosten koko ja jakauma vaihtelee riippuen paperi/kartonkilaadusta. Huokoskokoa ja -tiheyttä voidaan pienentää voimakkaalla massan jauhatuksella, märkäpuristuksella ja kalanteroinnilla. Voidaan myös käyttää täyteaineita, liimausta ja paperin/kartongin päällystämistä. Epätasainen formaatio aiheuttaa sorptio-ominaisuuksien vaihtelua pinnan eri kohdista tarkasteltaessa. /4./

Paperin ja kartongin nesteabsorptiossa vaikuttavat kuitu- ja muun raaka-ainemateriaalin pintaenergia sekä huokosrakenteen aiheuttama kapillaarisuus. Pintaenergia mahdollistaa nesteen tunkeutumisen kapillaariverkostoon. /4./

Paperin tai kartongin nesteabsorptiota voidaan säädellä liimauksella. Kun paperi pyritään saamaan vettä hylkiväksi, suoritetaan ns. hydrofobiliimaus. Hydrofobisuus tarkoittaa sitä, että vesipisara ei pysty tunkeutumaan näytteen rakenteeseen ilman lisättyä ulkoista painetta. Mikäli näytteen ja vesipisaran kosketuskulma on yli 90° , näyte on hydrofobinen.

/2, s. 90./ Kosketuskulman ollessa alle 90° vesipisara pystyy kastelemaan pinnan, mutta tämä ei ole vielä varma osoitus siitä, että näytettä ei ole hydrofobiliimattu. On mahdollista, että näytteessä on hydrofobiliimaus joka estää vesipisaran tunkeutumisen näytteen rakenteeseen, mutta näytteen pinnassa, esimerkiksi päällystyspastassa, esiintyy suuren pintaenergian omaavan aineen molekyylejä siten, että kosketuskulma jää alle 90 asteen.

Hydrofobiliimaus suoritetaan yleensä massaliimauksena, mutta myös pintaliiman seassa voidaan käyttää hydrofobiliimoja. Massaliimat jaetaan kahteen ryhmään; hartsiliimoihin ja neutraaliliimoihin. /2, s. 46./

Hartsiliimat ovat jalostettu luonnonhartseista. Hartsiliiman käytön etuja ovat mm. halpa raaka-aine, kestävyys varastoinnissa, halpa retentiosysteemi (käytetään alunaa) ja helpompi ajettavuus sekä paperi/kartonkikoneella että jalostuskoneilla. Neutraaliliimat, kuten yleisesti käytetyt AKD ja ASA, ovat puolestaan synteettisesti valmistettuja. Hartsiliimoihin verrattuna neutraaliliimoilla on monia etuja, kuten vähäisempi vaahtoaminen, pienempi annostelumäärä, toimivuus myös neutraaleissa ja alkalisissa oloissa, sekä suurempi vaikutus veden ohella muiden nesteiden tunkeutumiseen. /2, s. 46 - 47./

3.3 Paperin ja kartongin pintaenergiaan vaikuttavat tekijät

Paperin ja kartongin pintaenergia on riippuvainen käytetyistä raaka-aineista ja niiden jakautumisesta paperin/kartongin pinnalle. Kullakin aineella on oma pintaenergiatasonsa, ja voidaan ajatella pintaenergian olevan eräänlainen keskiarvo pinnassa tietyllä pinta-alalla esiintyvien aineiden yksilöllisistä pintaenergiatasoista. Paperi- ja kartonkilajeissa on valtava määrä aineita, joiden molekyylejä voi esiintyä näytteen pinnassa. Seuraavassa taulukossa (taulukko 2) on esitetty muutamien aineiden pintaenergiaa kuvaavia kosketuskulmia vesipisaralle.

Taulukko 2 Vesipisaran kosketuskulmia /2, s. 46/

Aine	Kosketuskulma °
Puhdas alfaselluloosa	0
Titaanidioksidi	0
Talkki	88
Parafiini	110
Polyeteeni	95
Teflon	112
AKD-filmi	135

Paperi- tai kartonkikoneympäristössä ei yleensä pyritä suoranaisesti säätämään koneelta valmistuvan paperin/kartongin pintaenergiaa. Koneympäristössä ei ole hallintasuureita, joilla pyrittäisiin vaikuttamaan nimenomaan pintaenergiaan. Käyttämällä sopivia lisä- ja täyteaineita pintaenergiaan kuitenkin voitaisiin vaikuttaa, mutta yleensä näiden aineiden valinnat tehdään muiden syiden perusteella. Paperille ja kartongille voidaan koneen jälkeen tehdä jälkikäsitteilyitä, joilla voidaan muuttaa pintaenergiaa toivotulle tasolle.

Paperin tai kartongin pintaenergian tarkassa määrittämisessä on näytteen rakenteesta johtuvia ongelmia. Veden kosketuskulmamittauksessa tilannetta vaikeuttaa paperin ja kartongin pinnan huokoisuus. /4./ Määritettäessä pintaenergiaa veden kosketuskulmalla osa käytettävästä vesipisarasta imeytyy kapillaari-ilmiön mukaisesti huokosiin, mikä vääristää tilannetta pintaenergian tarkastelun kannalta. Tässä tilanteessa kosketuskulmamittaus kuvaa pinnan sorptiotasoa kokonaisuudessaan, eikä sorptiosta pystytä erottelemaan kapillaarisuuden aiheuttamaa absorptiota ja pintaenergian aiheuttamaa adsorptiota. Paperin/kartongin huokoinen ja epähomogeeninen pinta aiheuttaa myös ongelman tarkasteltaessa näytteen pintaa tasona. Pintaa ei voida pitää kaksiulotteisena, vaan huokoisuus tuo mukanaan korkeusvaihteluita, jotka lisäävät vesipisaran kosketusalan pinta-alaa kolmiulotteisesti tarkasteltuna.

Kapillaari-ilmiön vaikutusta voidaan vähentää aiemmin kuvatulla hydrofobiliimauksella sekä pienentämällä huokoskokoa ja -tiheyttä. Huokoisuutta voidaan vähentää massan jauhatusta lisäämällä, kalvon muodostavalla pintaliimauksella tai päällystyksellä. /2, s. 90./

3.4 Pintaenergian merkitys paperin ja kartongin jalostuksessa ja painatuksessa

Pintaenergialla on tärkeä osuus paperin ja kartongin pinnalle tehtävissä paino- ja muissa jalostustöissä. Pintaenergialla on suuri merkitys siinä, kuinka pinnalle tuleva painoväri, ekstruusiomuovi tai jokin muu pinnalle tuleva aine saadaan toimimaan halutulla tavalla paperin/kartongin pinnan kanssa. Pintaenergian riittävän korkea taso mahdollistaa esimerkiksi painoväriin tai sulan ekstruusiomuovin tarttumisen pohjapaperiin/kartonkiin. Pintaenergia vetää eri aineiden molekyylejä lähemmäs toisiaan, jolloin on mahdollisuus syntyä jopa kemiallisia sidoksia /3, s. 36/. Sula ekstruusiomuovi tai painoväri pystyy niin sanotusti kastelemaan riittävän pintaenergian omaavan paperin/kartongin pinnan, jolloin kunnollinen kiinnittyminen on mahdollista.

Toisaalta on tilanteita, joissa paperilta tai kartongilta toivotaan matalaa pintaenergian tasoa. Esimerkiksi tarran irroke- eli taustapaperin toivotaan luovuttavan helposti sen yläpinnalla olevan tarran liimapintoineen.

3.4.1 Painomenetelmät

Painettavan paperin tai kartongin pintaenergian on yleisesti oltava suurempi kuin painoväriin pintajännityksen. Mikäli painoväriin pintajännitys on suurempi kuin paperin/kartongin pintaenergia, painoväri jää helmimäiseksi pisaraksi painettavalle pinnalle eikä kiinnity kunnolla. Käsitellään tässä muutamia tilanteita, joissa pintaenergialla on erityinen merkitys painotapahtumassa.

Erilaisten pintojen eroja pintaenergian suhteen käytetään hyödyksi erityisesti offset- eli laakapainoprosessissa. Offset-painolevyssä painava ja ei-painava pinta ovat samassa tasossa. Painoprosessissa painolevy kastellaan ensin kostutusvedellä. Levyn ei-painavien pintojen pintaenergia on veden pintajännitystä suurempi, joten vesi leviää näille alueille. Seuraavaksi levyllä levitetään öljypohjainen painoväri, joka tarttuu ainoastaan painaville pinnoille. Tämän jälkeen painoväri siirtyy levyllä kumipinnalle ja siitä paperille. Painoväriä kuljettavien pintojen ja paperin pintaenergia on suurempi kuin painoväriin pintajännitys. /3, s. 91/

Offset-painosta on olemassa myös menetelmä, jossa ei käytetä kostutusvettä.

Menetelmää kutsutaan kuivaoffsetiksi. Ei-painavilla pinnoilla käytetään silikonia, jonka pintaenergia on alhainen, n. 20 mJ/m². Silikoni hylkii painoväriä. /3, s. 94/

Syväpainomenetelmässä painoaihe kaiverretaan tai syövytetään kuparipintaiseen sylinteriin. Painava kohta on siis ei-painavaa alempana. Painopinta kastellaan juoksevalla painovärillä. Ylimäärä väriä pyyhitään pois metallisella raakeliterällä, jolloin painoväriä jää vain painopinnan syvennyksiin. Väri siirtyy painonipissä sylinteriltä painettavalle paperille. /3, s. 107/

Syväpainossa tärkeimpiä paperin/kartongin ominaisuuksia ovat sileys ja kokoonpuristuvuus /3, s. 111/. Korkea pintaenergiataso auttaa värin siirtymistä painolevyn syvennyksistä eli rasterikupeista painettavalle pinnalle. Voidaan jopa ajatella, että pintaenergia imee värin rasterikupista.

3.4.2 Laminointi, ekstruusiopäällistys

Laminoinnilla tarkoitetaan kahden tai useamman kerroksen puristamista yhteen telojen välisessä nipissä. Nipissä puristetaan pinnat yhteen niin tiukasti, että tapahtuu pintojen kastuminen ja syntyy haluttu adheesio kerrosten välille. /3, s 52./

Paperin ja kartongin laminoiminen muovipinnoitteella suoritetaan ekstruusiopäällistyskseenä. Ekstruusiomuovi on huoneenlämmössä kiinteää. Ekstruuderi on periaatteeltaan putki, jonka sisällä on syöttöruuvi. Muoviraaka-aine johdetaan raamaisessa muodossa putkeen, jossa hitaasti pyörivän syöttöruuvien aikaansaama suuri paine sulattaa muovin sähköisten lämmityselementtien avustamana. Sula muovi puristetaan rakosuuttimen läpi paksuhkona filminä. Filmi venytetään välittömästi 10-50 kertaa ohuemmaksi ja puristetaan paperin/kartongin pintaan. /3, s. 47./

Paperin tai kartongin pintaenergia ei ole luonnostaan riittävän korkea, jotta sula muovi pystyisi kastamaan sen ekstruusiossa. Pintaenergiaa joudutaan nostamaan koronakäsittelyllä, jossa paperi/kartonkiradan läpi muodostetaan koronapurkaus. Laitteistossa kehitetään suurtaajuuksinen 10 – 30 kHz:n sähkövirta jännitealueella 10 –

30 kV. Virta johdetaan 2 – 4 elektrodiin, jotka ovat 1 – 3 mm etäisyydellä laitteiston keskitelan ympäri kulkevasta radasta. Koronapurkaus aiheuttaa elektriteetin, pysyvän sähkökentän, joka edesauttaa pintaenergian nousua. /3, s. 36 – 37./

Muovipinnoitteen pintaenergia on sellaisenaan usein vain noin 30 mJ/m^2 /10/. Mikäli muovipinnoitettu paperi tai kartonki halutaan painaa tai liimata, on suoritettava jälkikoronointi. Silloin päällystetty paperi/kartonki ajetaan uudelleen läpi koronalaiteistosta. Yleisesti toimivana pintaenergiana toimivana pidetään 36 mJ/m^2 tasoa. Koronakäsittelyn vaikutuksella on kuitenkin taipumus pienentyä niiden viikkojen tai kuukausien aikana ennen kuin tuote painetaan tai liimataan. Siksi pintaenergian on oltava tuotantoajon jälkeen vähintään 40 mJ/m^2 :n tasoa. /3, s. 37./

3.4.3 Silikonointi

Haluttaessa alentaa paperin pintaenergiaa voidaan paperi silikonoida. Esimerkiksi tarralaminaateissa on toivottavaa, että tarra liimapintoineen irtoaa helposti irrokepaperista. Irrokepaperin pintaenergiaa saadaan alennettua pinnoittamalla paperi ohuella silikonikerroksella.

Irrokepaperien raakapaperin on oltava sileäpintaista, jotta päälle tuleva silikonikerros voidaan pitää mahdollisimman ohuena. Silikoni on kallista ainetta jota ei kannata tuhjata pohjapaperin epätasaisuuksien täyttämiseen. Periaatteessa yhden molekyylin korkuinen silikonikerros riittää eristämään pohjapaperin yläpuolelle tulevasta tarraliimasta. Käytännössä silikonia on paperin pinnalla alle 1 g/m^2 eli alle tuhannesosamillimetri. Tämä asettaa erittäin suuret vaatimukset prosessin hallinnalle. Ilman silikonia jääneet kohdat irrokepaperissa paljastuvat käytännössä armottomasti, kun tarra ei irtoa irrokepaperista millään. /3, s. 78/

4 POCKET GONIOMETER PG-3

4.1 Pocket Goniometer PG-3 -mittalaitteen yleiset ominaisuudet



Kuva 10 Pocket Goniometer PG-3

Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratoriossa käytössä olevalla Pocket Goniometer PG-3 -mittalaitteella (kuva 10) voidaan mitata näytteistä kosketuskulma. Mittalaitteella on mahdollista määrittää kosketuskulma sekä staattisena että dynaamisena mittauksena. Laitteeseen saatu päivitys mahdollistaa nykyään myös tutkittavan näytteen vapaan pintaenergian määrittämisen.

4.2 Toimintaperiaate

Mittalaite annostelee tutkittavan näytteen pinnalle pienen, yleensä 4 μ l tilavuuksisen nestepisaran. Nesteenä käytetään normaalisti vettä. Nestepisaran asetuttua pinnalle mittalaite määrittää pisaran ja tutkittavan näytteen pinnan välisen kosketuskulman tietokoneohjelman avulla. Mittalaitteen sisäänrakennettu kamera välittää tilanteesta tutkittavan näytteen pinnan suuntaista ”elävää” kuvaa USB-liitännän avulla tietokoneeseen, jonka ohjelmisto määrittää kosketuskulman saadun kuvan perusteella.

Mittalaitteen kameran kuvaa voidaan seurata tietokoneen näytöltä koko mittausprosessin ajan. Suoritetuista mittauksista tallennetaan tulokset tiedostoina tietokoneen muistiin.

4.3 Pintajännityksen määrittäminen

Ennen kosketuskulmamittauksien aloittamista on hyvä tarkastaa mittauksessa käytettävän veden pintajännitys. Mikäli veden pintajännitys poikkeaa normaalista (n. 74 dyne/cm), kosketuskulmamittauksen tulokset vääristyvät. Tällöin joko käytettävä vesi on epäpuhdasta tai mittalaitteen vesisäiliö ja vedensyöttöputkisto vaatii puhdistusta.

Pocket Goniometer PG-3:lla pystytään suorittamaan veden pintajännityksen tarkastus. Mittaus tapahtuu siten, että mittalaitteella pumpataan näkyviin aluksi 6 μ l:n pisara. Tämä pisara on vielä liian pieni todellisen arvon määrittämistä varten. Käyttöliittymästä valitulla toiminnolla määritetään nesteen pintajännitys mittalaitteesta tulevan kuvan perusteella. Ohjelma määrittää kuvassa näkyvän pisaran dimensioiden perusteella nesteen pintajännityksen. Pisaran kokoa kasvatetaan 2 μ l:n portain, ja pintajännitys määritetään jokaisen portaan kohdalla. Pintajännityksen arvon tulisi aluksi olla liian korkea, ja pisarakokoa kasvatettaessa lähestyä todellista arvoa. Jossain vaiheessa pisara alkaa huojuua kasvettuaan liian suureksi. Tarkin arvo pintajännitykselle saadaan laitevalmistajan mukaan juuri ennen tätä vaihetta.

4.4 Staattinen mittaus

Staattisessa mittauksessa annostellaan nestepisara tutkittavan näytteen pinnalle ja annetaan pisaran asettua tasapainotilaan ennen kosketuskulmamittauksen suorittamista. Pisaran asetuttua pinnalle käynnistetään mittaus pisaran dimensioita seuraavasta tietokoneohjelmasta. Tietokoneohjelma määrittää kuvan perusteella kosketuskulman ja ilmoittaa saadun mittaustuloksen. Tällä mittaustavalla voidaan tutkia esimerkiksi näytteen pintakäsittelyn onnistumista. Suoritetaan useita mittauksia näytteen eri kohdista, jolloin mittaustulosten keskinäinen ero paljastaa pinnoituksen epätasaisuuden.

Tämä mittaustapa edellyttää, että nestepisara ei läpäise tutkittavan näytteen pintaa. Pisanan on jäätävä kokonaisuudessaan näytteen pinnalle. Jos osa pisarasta imeytyy tutkittavan näytteen sisäiseen rakenteeseen, mittaustulos vääristyy.

4.5 Dynaaminen mittaus

Dynaamisessa mittauksessa tutkitaan kosketuskulman muutosta ajan funktiona. Tutkittavan näytteen pinnalle annostellaan nestepisara samoin kuin staattisessa mittauksessa. Kosketuskulman mittaus alkaa kuitenkin välittömästi nestepisaran pudottua annosteluputkesta näytteen pinnalle. Ohjelmisto analysoi mittalaitteen kameran kuvavirrasta ensimmäisen sekunnin aikana 15 kuvaa. Tämän jälkeen kuvien analysointiväli pitenee, ja loppuu kunnes pisara on imeytynyt kokonaan tutkittavaan näytteeseen tai ennalta asetettu mittauksen kokonaisaika on saavutettu. Tietokoneohjelma piirtää kuvaajat eri ajan hetkinä saaduista kosketuskulman, nestepisaran tilavuuden, pisanan kosketusalan ja pisanan korkeuden arvoista. Tämä mittaus kuvaa nesteen imeytymistä tutkittavan näytteen rakenteeseen. Mittaus on käyttökelpoinen selvitettäessä esimerkiksi painatukseen, liimaukseen tai päällystykseen liittyviä ongelmia.

4.6 Vapaa pintaenergia

Mittalaitteen ohjelmisto pystyy ilmoittamaan tutkittavan näytteen pintaenergian. Määrittäminen perustuu staattiseen kosketuskulmamittaukseen. Käytännössä suoritetaan ensin staattinen kosketuskulmamittaus, jonka tulos tallennetaan tietokoneen muistiin. Tallennettu tulos tulkitaan ohjelman pintaenergiatoiminnolla, joka ilmoittaa pintaenergian arvon.

5 TUTKIMUSTYÖ

Tutkimuksessa paneuduttiin ongelmaan, joka aiheutuu paperin ja kartongin luontaisesta ominaisuudesta. Paperin ja kartongin pintaa voidaan pitää yleisesti jossain määrin vettä

absorboivana. Koska pintaenergiamittaus perustuu staattiseen kosketuskulmamittaukseen, veden absorboituminen paperin/kartongin rakenteeseen voi vääristää mittaustulosta.

5.1 Tutkimussuunnitelma

Eri paperi- ja kartonkilaaduilla on huomattavia eroja nesteabsorption suhteen, johtuen mm. rakenteen tiiviyydestä, päällystyksestä ja varsinkin liimaustavasta ja -asteesta. Lisäksi kosketuskulmamittauksessa käytettävän vesipisaran koko on erittäin pieni, vain 4 µl. Tämän johdosta nesteen ns. painepenetraatiota ei kuuluisi mittauksessa tapahtua haitallisessa mittakaavassa. Voidaan siis olettaa, että ainakin rakenteeltaan hyvin tiiviit sekä hydrofobiliimatut paperi/kartonkilaadut soveltuvat mittaukseen. Tavoitteeksi asetettiin löytää paperi/kartonkilaaduista se vedenabsorption maksimitaso, jolloin staattinen kosketuskulmamittaus ja siten myös pintaenergiamittaus on vielä mahdollinen ja uskottava.

5.2 Tutkimusmenetelmät

Tutkimuksessa lähdettiin tarkastelemaan paperin ja kartongin Cobb-vedenabsorption ja Pocket Goniometer PG-3:n dynaamisen kosketuskulmamittauksen yhteyttä. Tässä yhteydessä kiinnitettiin huomiota dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa tapahtuvaan nestepisaran tilavuuden muutokseen. Kosketuskulmamittauksissa käytettävän veden pintajännitys määritettiin Pocket Goniometer PG-3 -mittalaitteella. Jokaiselle tutkittavalle paperi/kartonkinäytteelle suoritettiin Cobb-vedenabsorptiotesti SCAN-P 12:64 -standardin mukaisesti, suoritettiin sekä staattinen että dynaaminen kosketuskulmamittaus, ja määritettiin pintaenergia staattisen kosketuskulmamittauksen perusteella.

5.3 Tutkimukseen valitut näytteet

Tutkimuksessa pyrittiin vertailemaan keskenään vedenabsorptiotasoltaan eritasoisia näytteitä. Tutkimukseen ei valittu laatuja, joilla on tunnetusti erittäin suuri vedenabsorptio (esimerkiksi pehmapaperit), koska on ilmiselvää, etteivät ne sovellu

tämäntyyppiseen mittaukseen. Tutkimukseen saatiin myös erilaisia muovipinnoitettuja kartonkilaatuja. Tarkoituksena oli saada kattava kokonaisuus näytteitä, vedenabsorptiokyvyltään staattiseen kosketuskulmamittaukseen liian suurista laaduista näytteisiin, joiden vedenabsorptio on olematon.

Näytteet olivat:

- 1 Tako CX White 200 g/m³, taivekartonki
- 2 Tako GalaX New 240 g/m³, taivekartonki
- 3 SC 60 g/m³
- 4 LWC 70 g/m³
- 5 MWC UPM Kaukas 75 g/m³
- 6 Kauttua Masterchrome 100, etikettipaperi
- 7 Cast-coated, valupäällystetty paperi
- 8 Release, tarran irrokepaperi
- 9 Kirjekuoripaperi
- 10 HP Everyday Photo Paper, mustesuihkutulostuspaperi
- 11 Tapetti
- 12 Leivinpaperi
- 13 Trayforma PBT, muovipäällystetty kartonki
- 14 Trayforma WPET, muovipäällystetty kartonki
- 15 Trayforma 2PP, toinen puoli koronakäsitelty 8/2005, muovipäällystetty kartonki
- 16 Cupforma 2PE, muovipäällystetty kartonki
- 17 Cupforma Classic 2PE, koronakäsitelty 27.3. 2006, muovipäällystetty kartonki.

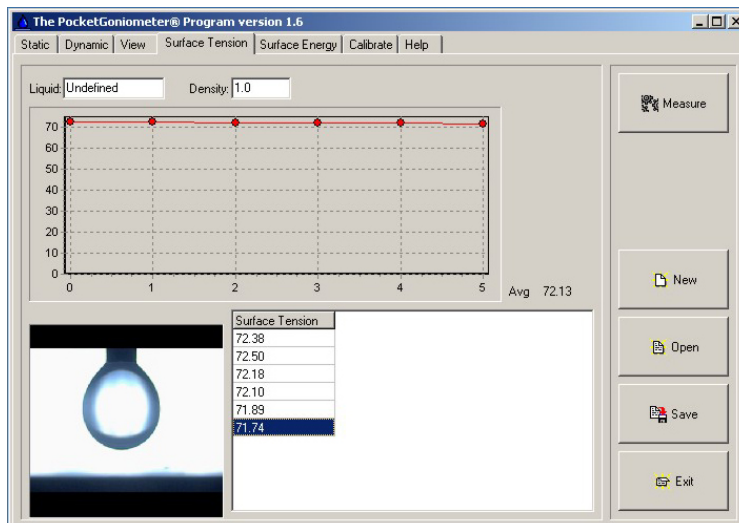
5.4 Työn suorittaminen

Työ aloitettiin suorittamalla Cobb-vedenabsorptiomääritykset (kuva 11) SCAN-P 12:64 -standardin mukaisesti kolmella eri vaikutusajalla (30, 60 ja 120 sekuntia). Näytteistä tutkittiin sekä ylä- että alapuolet. Jokaisesta koepisteestä suoritettiin viisi toistomittausta. Mikäli jokin mittausarvo poikkesi huomattavasti normaalista vaihteluvälistä, mittausarvo hylättiin ja mittaus uusittiin. Muovipinnoitetuilla näytteillä Cobb-määritykset todettiin tarpeettomiksi, koska näytteet eivät odotetusti absorboineet vettä käytännössä ollenkaan.



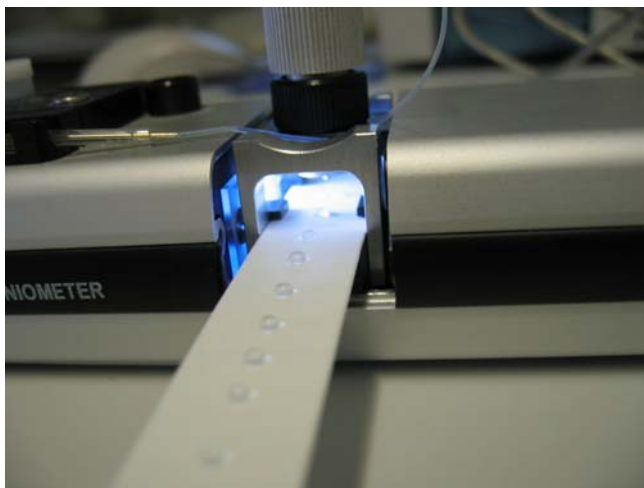
Kuva 11 Cobb-mittauslaitteisto

Seuraavaksi määritettiin veden pintajännitys Pocket Goniometer PG-3 -mittalaitteella. Aluksi haettiin tuntumaa mittaukseen ja hienosäädettiin mittalaitteen veden annosteluputken korkeutta. Sopivan työtavan löydyttyä suoritettiin veden pintajännityksen määrittäminen viiden toiston sarjalla. Jokaisesta viidestä pisarasta luettiin pintajännitys kuusi kertaa (kuva 12).



Kuva 12 Pintajännityksen määrittäminen

Näytteiden tutkiminen PG-3:lla (kuva 13) aloitettiin dynaamisella kosketuskulmamittauksella. Mittaus suoritettiin neljällä eri mittausajalla. Mittausajat olivat 6, 12, 30 ja 60 sekuntia. Toistoja suoritettiin sen mukaan, miten kukin tutkittava näyte käyttäytyi mittauksessa. Joillakin näytteillä oli erittäin suuria vaikeuksia suoriutua mittauksesta, jolloin toistoja jouduttiin suorittamaan lukuisia kertoja. Tästä huolimatta joillakin näytteillä oli mahdollista saada onnistunutta mittaussuoritusta.



Kuva 13 Kosketuskulmamittaus. Näyteliuskan päällä on pisaroita edellisistä toistoista.

Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin dynaamisesta mittauksesta saadun tiedon perusteella. Dynaamisen mittauksen kosketuskulman sekä vesipisaran tilavuuden muutosta ajan funktiona esittävät kuvaajat antoivat tietoa siitä, milloin näytteen pinnalle annosteltu vesipisara oli riittävän stabiilissa tilassa, jotta tilannetta voitiin pitää

staattisena. Staattisesta mittauksesta suoritettiin 6 toistoa. Näytteen yleisestä tasosta poikkeavat mittaustulokset hylättiin ja suoritettiin uusintamittaukset. Mittaustulos tallennettiin tietokoneen muistiin, jolloin tallenteen perusteella voitiin määrittää näytteiden vapaa pintaenergia.

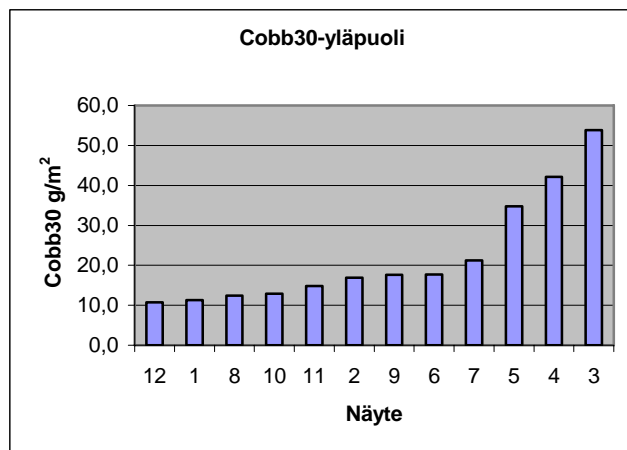
6 MITTAUSTULOKSET

6.1 Cobb-vedenabsorptio

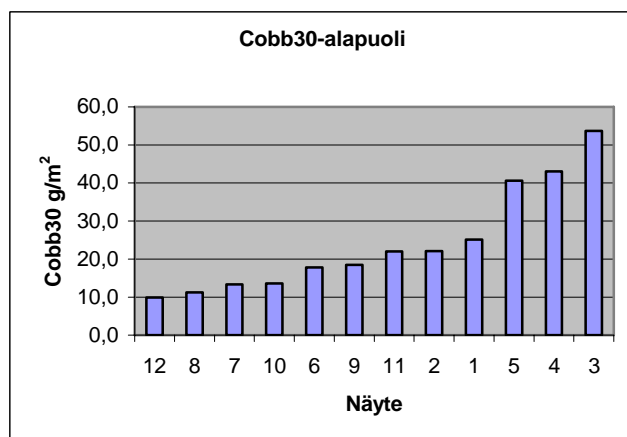
Näyte 3 kastui läpi jo 30 sekunnin mittauksessa. Tämän takia näytteelle ei suoritettu 60:n ja 120 sekunnin mittauksia. Näytteiden 13 – 17 havaittiin olevan Cobb-mittauksessa täysin vettä absorboimattomia muovipinnoituksensa ansiosta, joten ne sivuutetaan tässä tarkastelussa. Taulukoissa (taulukot 3 – 5) ovat mittausten keskiarvot näytekohtaisesti esitettyinä. Kuvissa (kuvat 14 – 19) esitetään tulokset suuruusjärjestyksessä, jotta nähdään selkeämmin otoksen jakauma.

Taulukko 3 Cobb30-tulokset

Näyte	Yläpuoli, g/m ²	Alapuoli, g/m ²
1	11,3	25,1
2	16,9	22,1
3	53,8	53,7
4	42,1	43,0
5	34,8	40,6
6	17,7	17,8
7	21,2	13,4
8	12,4	11,3
9	17,6	18,5
10	12,9	13,6
11	14,8	22,0
12	10,7	9,9



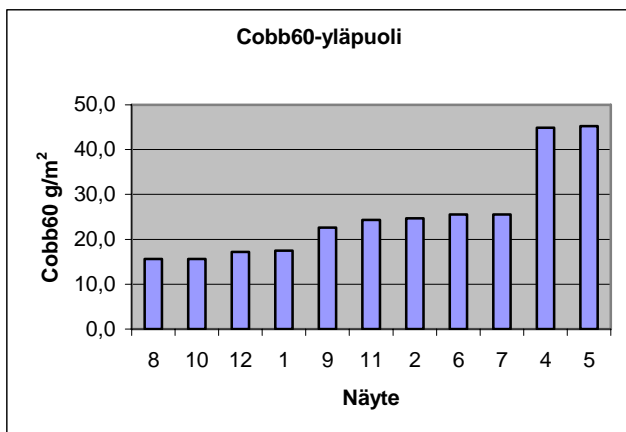
Kuva 14 Yläpuolen Cobb30-tulokset



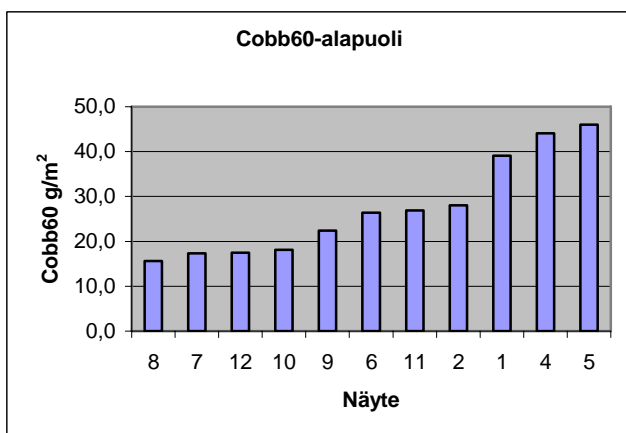
Kuva 15 Alapuolen Cobb30-tulokset

Taulukko 4 Cobb60-tulokset

Näyte	Yläpuoli, g/m ²	Alapuoli, g/m ²
1	17,5	39,1
2	24,7	28,0
3		
4	44,9	44,1
5	45,2	46,0
6	25,5	26,4
7	25,5	17,3
8	15,6	15,6
9	22,6	22,4
10	15,6	18,1
11	24,3	26,9
12	17,2	17,5



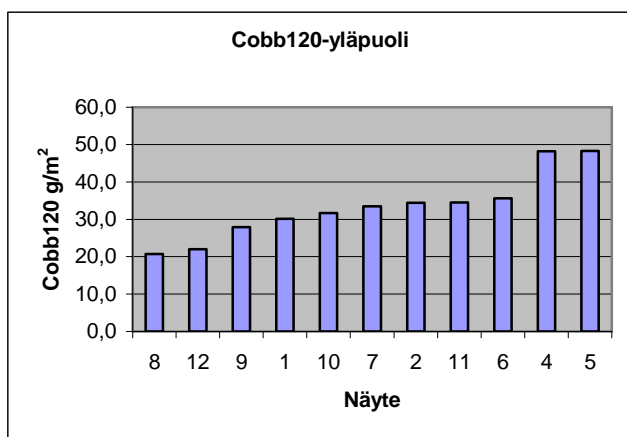
Kuva 16 Yläpuolen Cobb60-tulokset



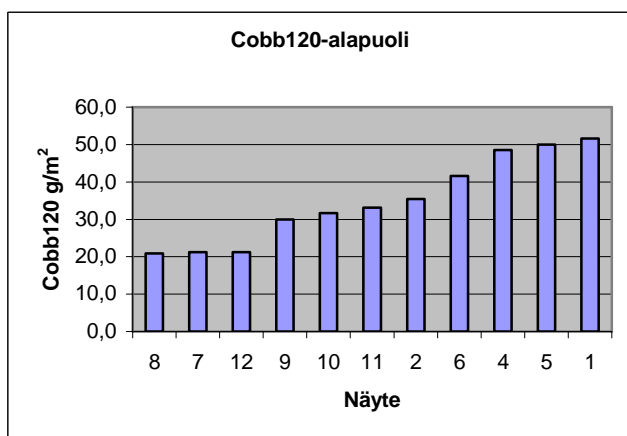
Kuva 17 Alapuolen Cobb60-tulokset

Taulukko 5 Cobb120-tulokset

Näyte	Yläpuoli, g/m ²	Alapuoli, g/m ²
1	30,1	51,6
2	34,4	35,4
3		
4	48,2	48,5
5	48,3	50,0
6	35,6	41,6
7	33,5	21,2
8	20,7	20,9
9	27,9	30,0
10	31,7	31,7
11	34,5	33,1
12	22,0	21,2



Kuva 18 Yläpuolen Cobb120-tulokset



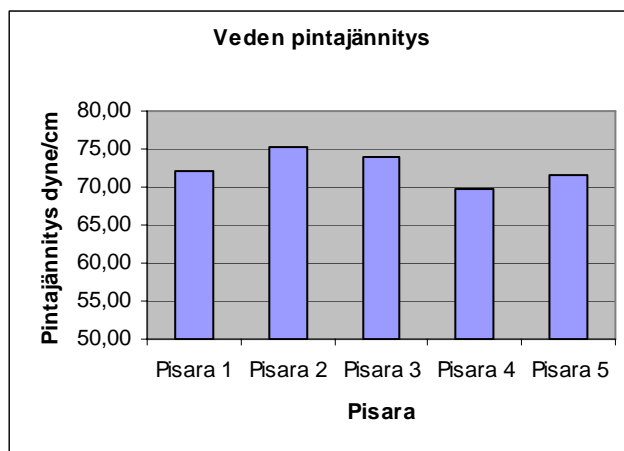
Kuva 19 Alapuolen Cobb120-tulokset

6.2 Veden pintajännitys

Veden pintajännityksen määrittämisessä suoritettiin viidelle 10 µl:n pisaralle kullekin kuusi mittaustoistoa (taulukko 6). Kuvassa (kuva 20) on esitetty yksittäisten pisaroiden mittaustuloksien keskiarvot.

Taulukko 6 Veden pintajännityksen mittaustulokset

Mittaus	Pisara 1 dyne/cm	Pisara 2 dyne/cm	Pisara 3 dyne/cm	Pisara 4 dyne/cm	Pisara 5 dyne/cm
1	72,38	75,77	74,03	66,41	52,77*
2	72,50	75,75	75,06	73,85	70,01
3	72,18	75,55	74,62	69,96	71,11
4	72,10	74,93	71,66	69,49	72,62
5	71,89	74,93	74,30	69,45	72,44
6	71,74	74,73	73,83	68,72	72,17
Keskiarvo	72,13	75,28	73,91	69,65	71,67
Kaikkien pisaroiden keskiarvo 72,53 dyne/cm					
*Selvästi virheellinen arvo on jätetty pois keskiarvon laskennasta					



Kuva 20 Veden pintajännitys

6.3 Dynaaminen kosketuskulma

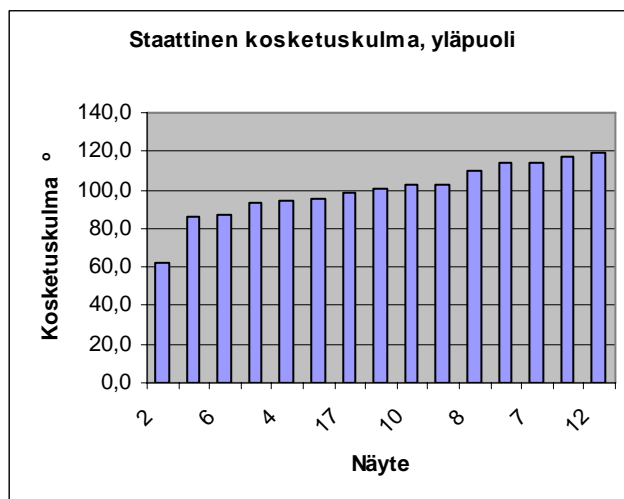
Mittaustavasta johtuen dynaamisen kosketuskulmamittauksen tulokset käsitellään näytekohtaisesti luvussa 7.

6.4 Staattinen kosketuskulma ja vapaa pintaenergia

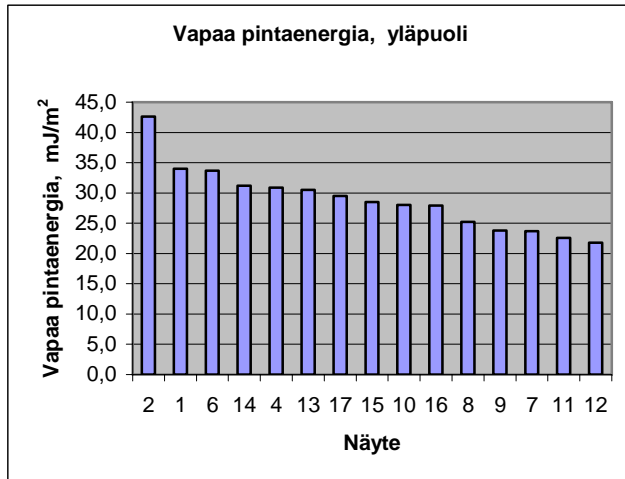
Staattisen kosketuskulman ja vapaan pintaenergian mittaustuloksien näytekohtaiset keskiarvot on esitetty taulukoissa (taulukot 7 ja 8) ja kuvissa (kuvat 21 – 24). Näytteiden ylä- ja alapuolien tulokset on esitetty erikseen.

Taulukko 7 Yläpuolen staattinen kosketuskulma ja vapaa pintaenergia

Näyte	Kosketuskulma °	Vapaa pintaenergia mJ/m ²
1	85,8	34,0
2	62,0	42,6
4	94,5	30,9
6	86,7	33,7
7	114,4	23,7
8	110,1	25,2
9	114,1	23,8
10	102,5	28,0
11	117,3	22,6
12	119,5	21,8
13	95,5	30,5
14	93,6	31,2
15	101,1	28,5
16	102,8	27,9
17	98,4	29,5



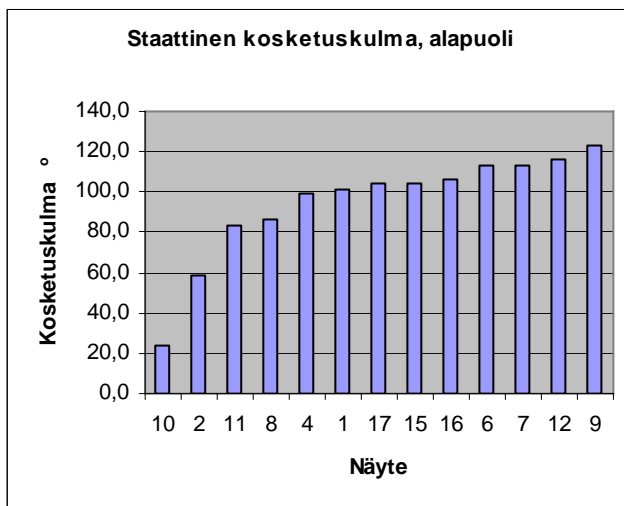
Kuva 21 Staattinen kosketuskulma, yläpuoli



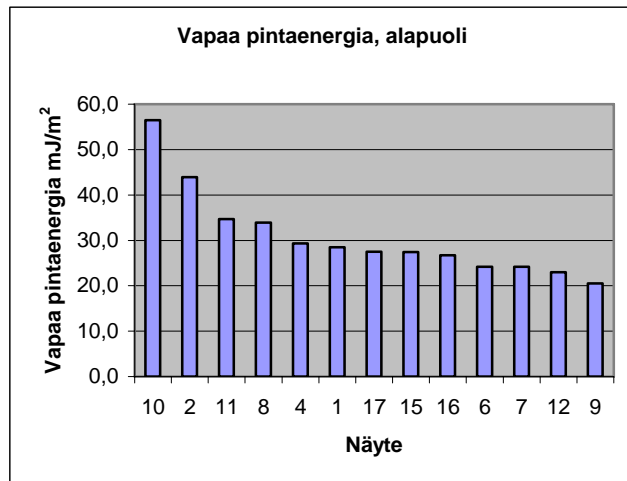
Kuva 22 Vapaa pintaenergia, yläpuoli

Taulukko 8 Alapuolen staattinen kosketuskulma ja vapaa pintaenergia

Näyte	Kosketuskulma °	Vapaa pintaenergia mJ/m ²
1	101.2	28.5
2	58.4	43.9
4	98.8	29.3
6	113.0	24.2
7	113.0	24.2
8	86.2	33.9
9	123.2	20.5
10	23.6	56.5
11	83.8	34.7
12	116.2	23.0
15	104.1	27.4
16	105.9	26.7
17	103.9	27.5



Kuva 23 Staattinen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 24 Vapaa pintaenergia, alapuoli

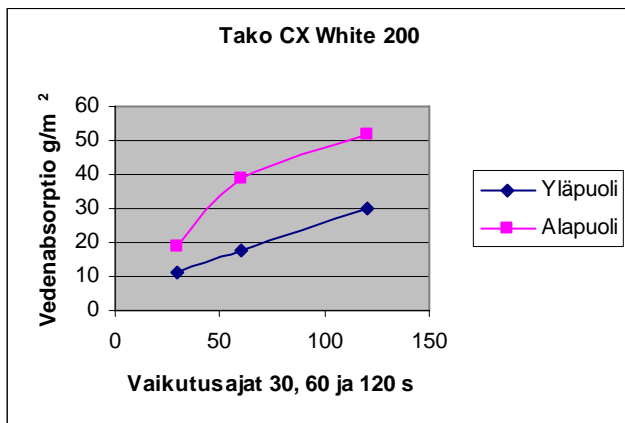
7 MITTAUSTULOSTEN TARKASTELU

Cobb-mittaustuloksissa näytteet 3, 4 ja 5 erottuivat selvästi muista näytteistä. Nämä paperilaadut, SC, LWC ja MWC, absorboivat vettä huomattavasti enemmän kuin muut näytteet.

Dynaamisista kosketuskulmamittauksista tarkasteluun on valittu vain sen mittausajan kuvaajat, jotka esittävät parhaiten kyseisen näytteen ominaisuuksia mittaustapahtumassa. Pisanan dimensioita esittävässä kaavioissa esiintyvät termit pohja, korkeus ja tilavuus ovat suoria käännöksiä mittalaitteiston ohjelmiston käyttämistä englanninkielisistä termeistä base, height ja volume.

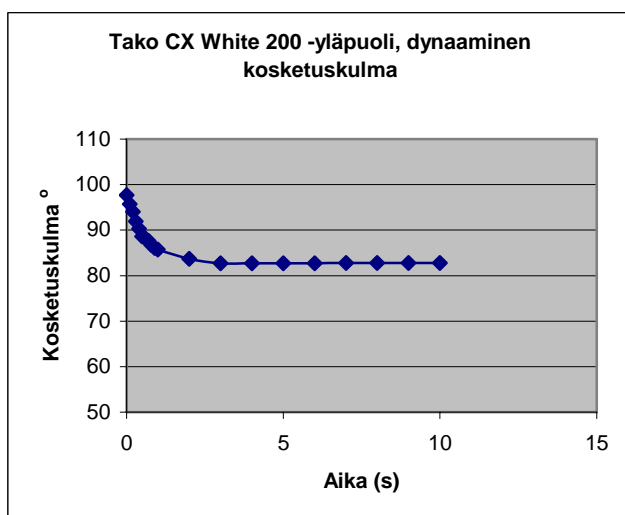
7.1 Näyte 1, Tako CX White 200

Cobb-mittaus osoitti näytteen alapuolen absorboivan vettä selvästi yläpuolta enemmän (kuva 25). Tämä johtuu kyseisen kartongin rakenteesta. Yläpuoli on päällystetty kahteen kertaan, alapuolella päällystekerroksia on vain yksi. Yläpuolen pintarakenteeseen vaikuttaa myös jenkki sylinteri. Myös puristinosan viimeisen eli kolmannen nipin toteutus vaikuttanee ominaisuuteen. Kolmannessa nipissä käytetään puristinhuopaa vain alapuolella. Absorptio vaikuttaa kasvavan melko tasaisesti mittausajan pidentyessä.

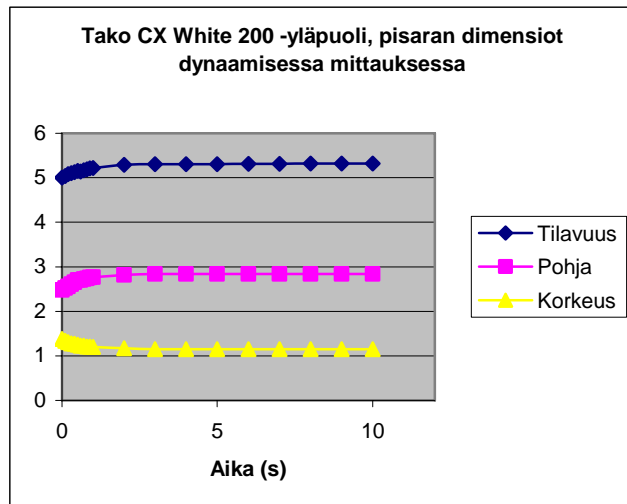


Kuva 25 Cobb-vedenabsorptio

Dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa näytteen yläpuoli käyttäytyi hyvin. Kuvasta (kuva 26) nähdään, että yläpuolella kosketuskulman muutos lakkaa kolmen sekunnin kohdalla ja asettuu noin 83 asteen tasolle. Pisaran dimensioita kuvaavasta kuvasta (kuva 27) nähdään, että ”alkuloiskahduksen” jälkeen pisara asettuu noin kolmessa sekunnissa hyvin aloilleen eikä tämän jälkeen muutosta tapahdu. Tilaa voidaan pitää luotettavana staattista mittausta varten.

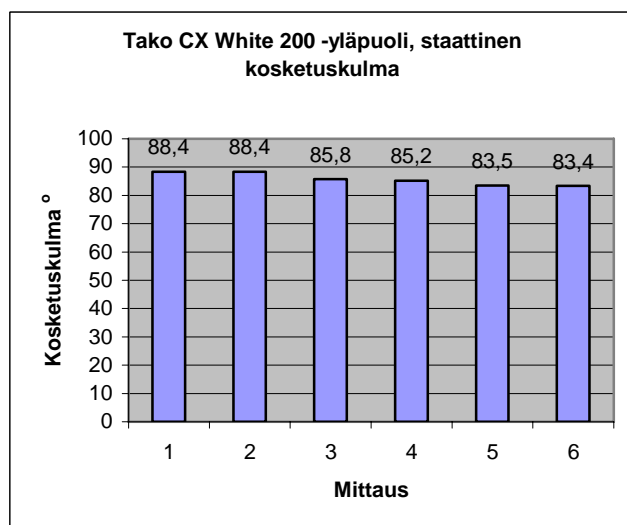


Kuva 26 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



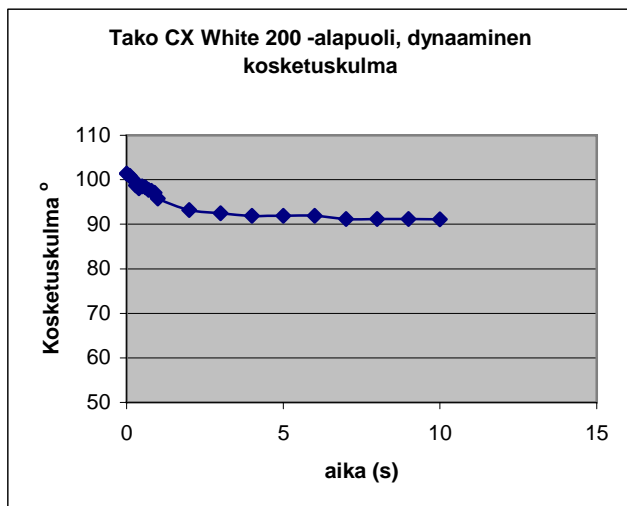
Kuva 27 Pisaran dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattisessa mittauksessa käytettiin kolmen sekunnin viivettä dynaamisen kokeen perusteella. Tuloksissa esiintyy hieman hajontaa, mutta tulokset ovat uskottavia eikä niissä liene mittaustavasta johtuvaa vääristymää (kuva 28).

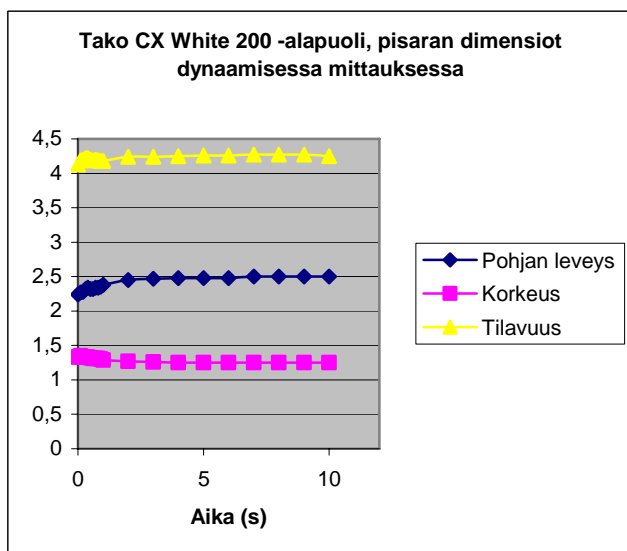


Kuva 28 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Alapuolen dynaaminen kosketuskulmamittaus onnistui myös hyvin. Kuvasta 29 nähdään että kosketuskulma vakiintuu noin neljän sekunnin aikana, ja asettuu 92 asteen tasolle. Pisaran dimensioita kuvaava kaavio (kuva 30) vahvistaa havainnon. Tilaa neljän sekunnin kohdalla voidaan pitää luotettavana staattista mittausta varten.

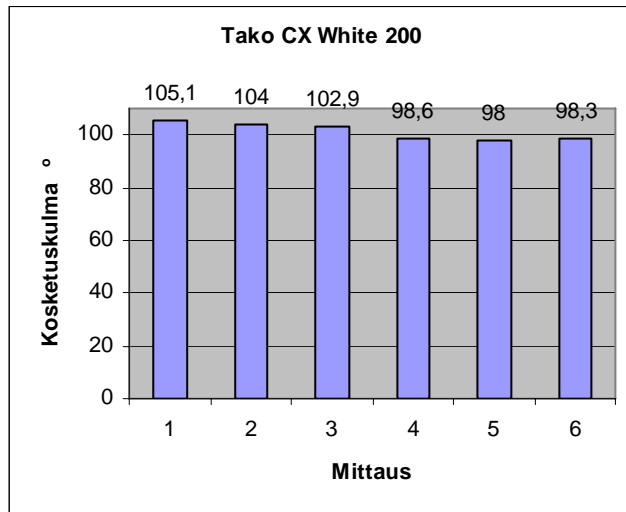


Kuva 29 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 30 Pisaran dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staatinnainen mittaus suoritettiin dynaamisen mittauksen perusteella neljän sekunnin viiveellä. Tuloksiin tuli yläpuoleen verrattuna entistä enemmän hajontaa, ja tulosten taso poikkesi odotetusta (kuva 31). Eroa dynaamisen mittauksen tulokseen neljän sekunnin kohdalla tuli lähes 10 astetta.

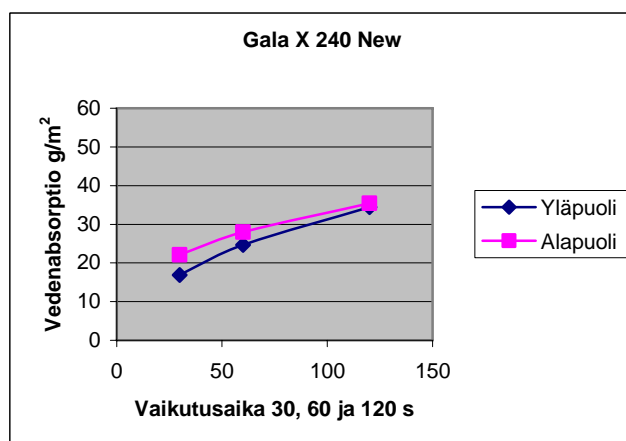


Kuva 31 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

Pintaenergian arvo $34,0 \text{ mJ/m}^2$ yläpuolelle on todennäköisesti totuutta vastaava. Alapuolen arvo $28,5 \text{ mJ/m}^2$ herättää kuitenkin epäilyksiä johtuen poikkeamasta dynaamisen ja staattisen kosketuskulman mitta-arvoissa.

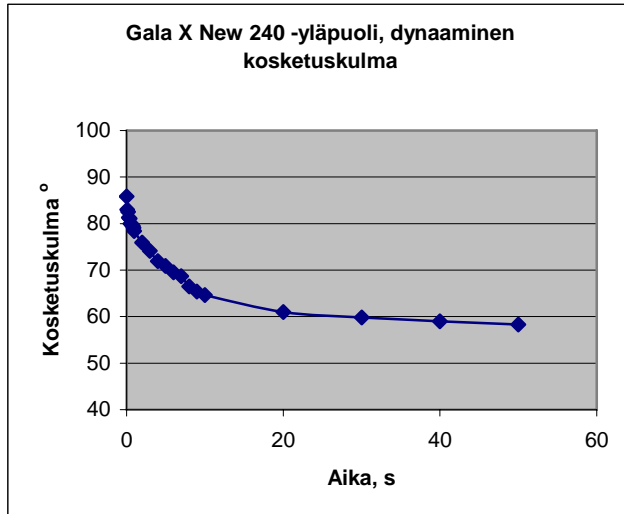
7.2 Näyte 2, Gala X New 240

Cobb-vedenabsorptio (kuva 32) kasvaa melko tasaisesti mittausajan jatkuessa. Yläpuoli absorboi vettä aluksi alapuolta vähemmän, mutta ero pienenee mittausajan edetessä. Tällä näytteellä ylä- ja alapuolen erot johtuvat samoista tekijöistä kuin näytteellä 1. Valmistustapa ja rakenne ovat samanlaiset.

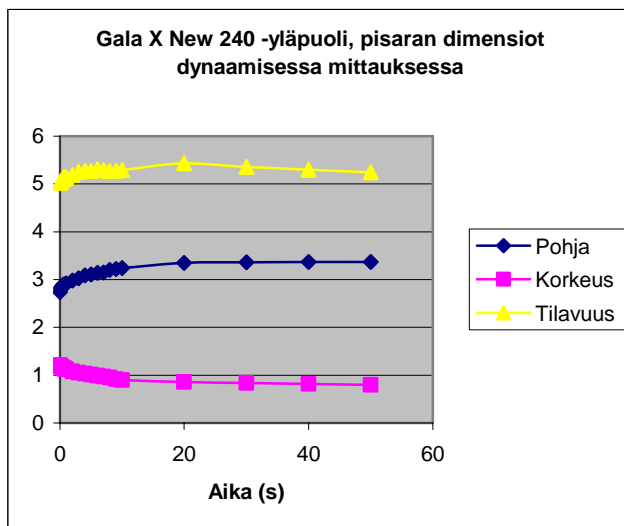


Kuva 32 Cobb-vedenabsorptio

Yläpuolen dynaamisessa mittauksessa havaittiin kosketuskulman arvon pienenevän tasaisesti noin 20 sekunnin ajan, jonka jälkeen arvo pienenee vielä hieman (kuva 33). Myös pisaran dimensioita kuvaava kaavio (kuva 34) osoittaa muutoksen rauhoittuvan 20 sekunnin kohdalla.



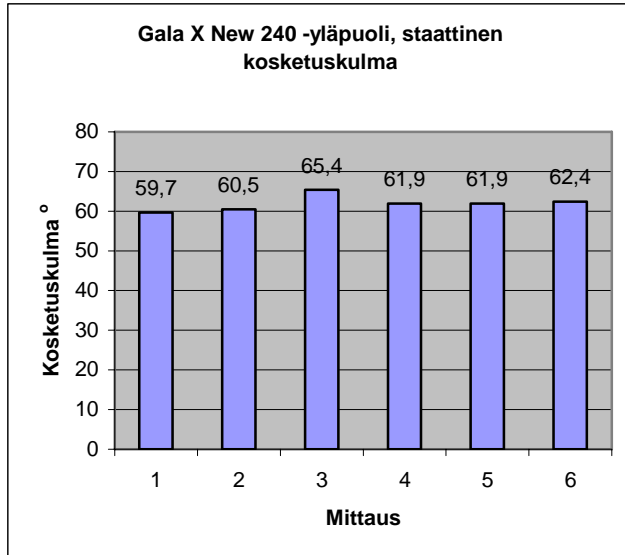
Kuva 33 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



Kuva 34 Pisaran dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

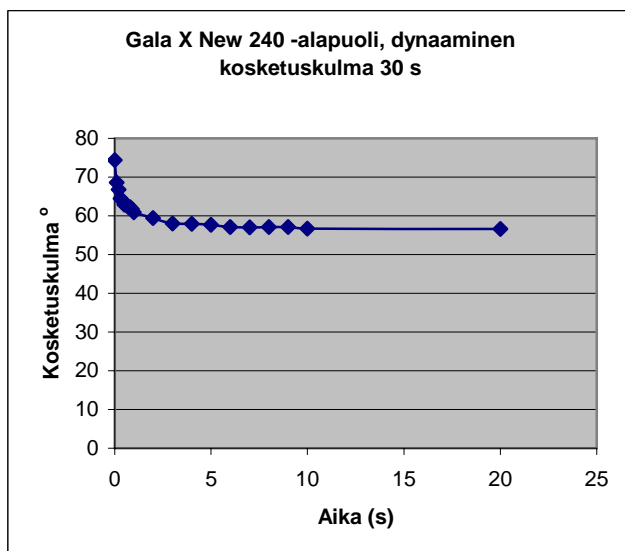
Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin dynaamisen mittauksen perusteella 20 sekunnin viiveaikaa käyttäen. Tulokset (kuva 35) ovat hyvin odotetulla tasolla. On kuitenkin huomioitava, että pisara ei ollut dynaamisessa mittauksessa 20 sekunnin kohdalla täysin stabiilissa tilassa, vaan kosketuskulma muuttui hieman tämän jälkeen. Tulosta voidaan kuitenkin pitää kohtuullisen uskottavana. Staattisen

kosketuskulmamittauksen toistojen keskiarvo $62,0^{\circ}$ on pienin kaikista yläpuolen mittauksista. Vastaavasti vapaan pintaenergian arvo $42,6 \text{ mJ/m}^2$ on suurin.

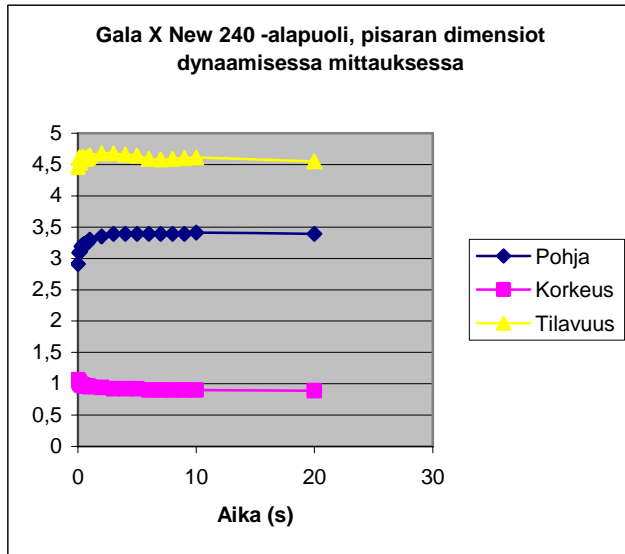


Kuva 35 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Alapuolen dynaaminen kosketuskulmamittaus (kuva 36) osoitti pisaran stabiloituvan noin viidessä sekunnissa. Pisaran dimensioita kuvaava kaavio (kuva 37) tukee havaintoa.

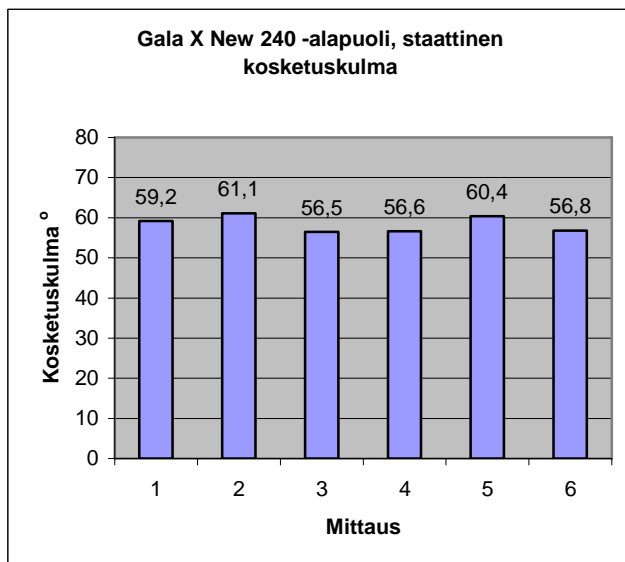


Kuva 36 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 37 Pisaran dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattisessa kosketuskulmamittauksessa käytettiin viiden sekunnin viiveaikaa dynaamisen mittauksen perusteella. Tuloksissa (kuva 38) on hieman hajontaa, mutta kokonaisuutena määrittystä voidaan pitää onnistuneena ja tulosta uskottavana. Tulosten keskiarvo kosketuskulmalle on $58,4^\circ$. Vapaalle pintaenergialle saatiin tulos $43,9 \text{ mJ/m}^2$.



Kuva 38 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

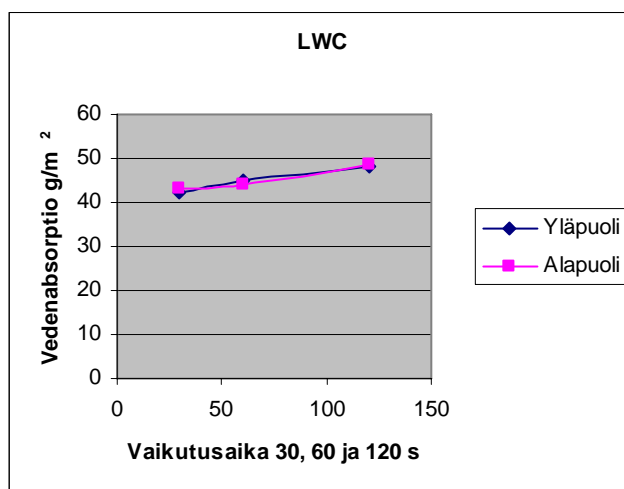
7.3 Näyte 3, SC-paperi 60 g/m²

Cobb-mittauksessa SC-paperi kastui läpi jo 30 sekunnin mittauksessa. 60 ja 120 sekunnin Cobb-mittauksia ei tästä syystä suoritettu. Näyte osoittautui myös kelvottomaksi kosketuskulmamittaukseen. Yhtään onnistunutta mittausta ei pystytty suorittamaan. Kosketuskulmamittauksessa pisara imeytyi näytteeseen niin nopeasti, ettei ohjelmisto pystynyt saamaan siitä minkäänlaista otetta.

Tämä tulos oli odotettu. SC-paperia ei ole tarkoitettu sietämään vedelle altistusta. Paperilla on kalanteroinnista huolimatta melko avoin huokosrakenne, jota ei ole pyritty sulkemaan vahvalla liimauksella tai päällystyksellä. Näyte valittiin tutkimukseen ääripäänä, joka tulisi todennäköisesti osoittautumaan liian hydrofiiliseksi kosketuskulmamittaukseen.

7.4 Näyte 4, LWC-paperi, 70 g/m²

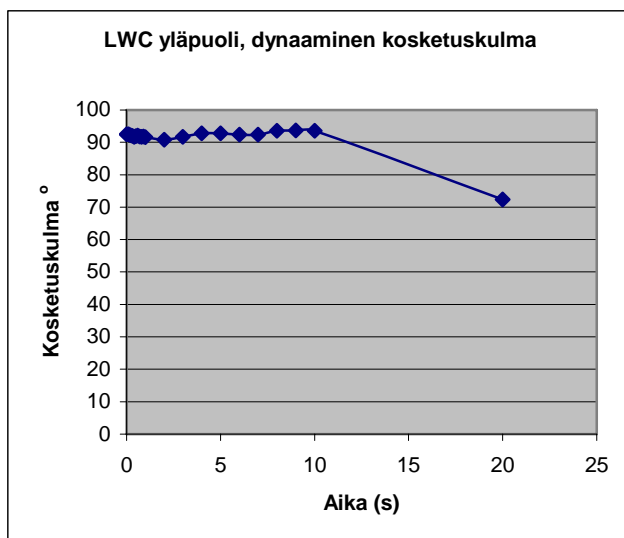
LWC-paperi osoittautui Cobb-mittauksissa runsaasti vettä absorboivaksi. Näyte absorboi vettä yli 40 g/m² jo 30 sekunnin määrittymisen aikana (kuva 39). Määrittymisajan pidentyessä absorboituneen veden määrä kasvaa enää vähän. Näytteen vedenabsorptio nousee siis lähes maksimitasolle jo 30 sekunnin altistuksen aikana. Myös läpikastumista esiintyi pidemmällä mittausajoilla. Ylä- ja alapuolessa ei esiinny mainittavaa eroa.



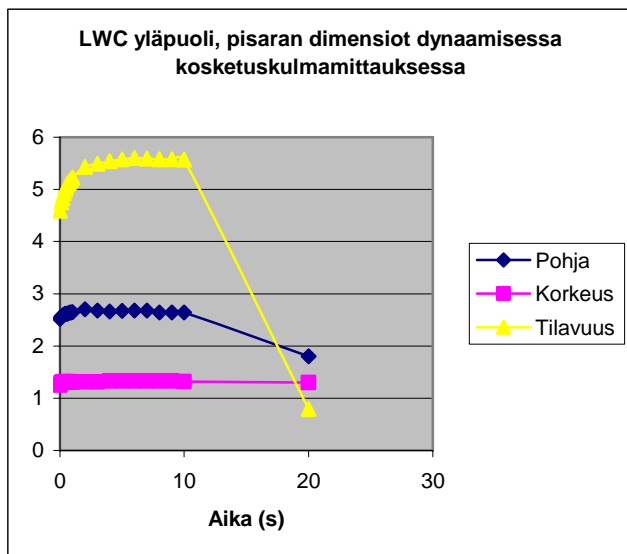
Kuva 39 Cobb-vedenabsorptio

Dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa ilmeni ongelmia. Pisara vaikutti pysyvän kohtuullisen hyvin näytteen pinnalla, mutta ohjelmistolla oli selviä vaikeuksia tulkita pisaran kuvaa. Silmämääräisesti arvioituna kosketuskulma oli suuruusluokaltaan noin 60–70 astetta, mutta laitteisto ilmoitti kosketuskulmaksi yli 90 asteen arvoja (kuva 40). Syynä tähän ilmiöön oli todennäköisesti näytteen kiiltävä pinta, joka heijasti pisaran varjokuvan rajapinnan alapuolelle. Laitteisto erehtyi lukemaan kosketuskulmaa varjokuvasta, jolloin tulos vääristyi. Lukuisista yrityksistä huolimatta virhe toistui säännöllisesti.

Laitteistolla oli vaikeuksia myös pisaran dimensioiden hahmottamisessa. Laitteisto kykeni seuraamaan pisaran muutosta vain noin 20 sekuntia, jonka jälkeen mittaus keskeytyi. Kaaviosta (kuva 41) nähdään, että mittausarvot pysyvät melko stabiilina kymmenen sekunnin ajan, jonka jälkeen tapahtuu romahtaminen. Ilmeisesti 10 sekunnin jälkeen pisara alkaa imeytyä näytteeseen, jolloin pisaran varjokuva muuttuu tai katoaa. Tällöin ohjelmisto hukkaa virheellisen rajapinnan jonka perusteella se aloitti määrittämisen.

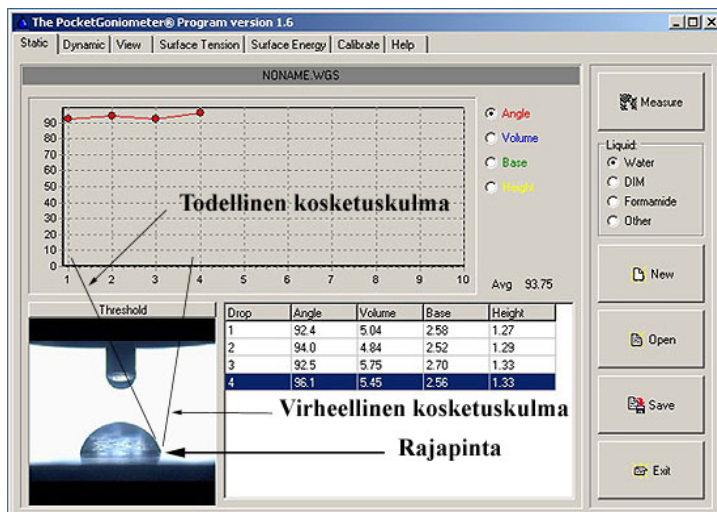


Kuva 40 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli

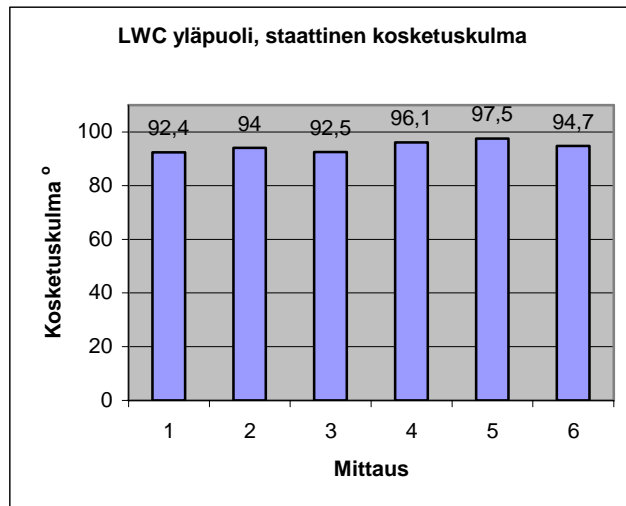


Kuva 41 Pisaran dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Dynaamisen mittauksen ongelmista huolimatta näytteelle suoritettiin myös staattisen kosketuskulman määrittäminen. Viiveaikana käytettiin kahta sekuntia. Dynaamisesta mittauksessa ilmi tullut heijastumisongelma toistui jälleen. Kuvassa 42 nähdään tilanne mittaustapahtumasta. Silmämääräisesti kosketuskulma on noin 60–70 astetta. Laitteiston ilmoittamat yli 90 asteen kosketuskulma-arvot ovat selvästi virheellisiä.



Kuva 42 Varjokuvan aiheuttama virhe kosketuskulmamittauksessa

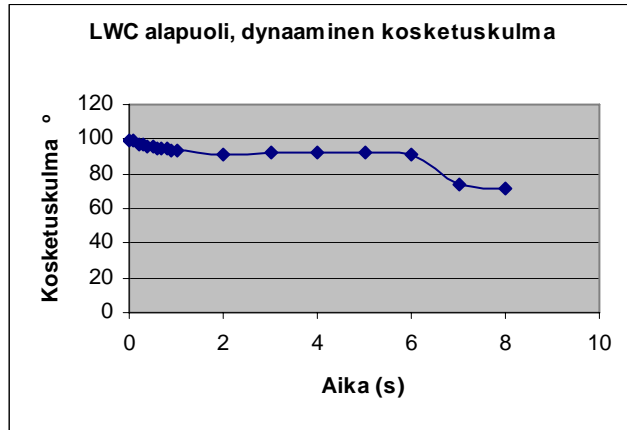


Kuva 43 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

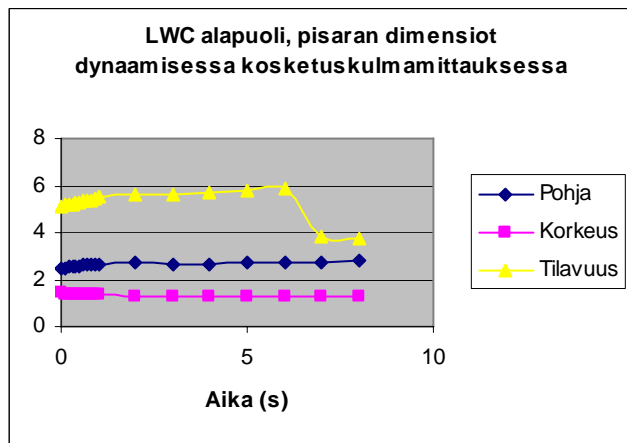
Kuten edellä todettiin, nämä kosketuskulma-arvot (kuva 43) ovat selvästi virheellisiä. Huomioitavaa on kuitenkin se, että arvoissa ei ole hälyttävän suurta hajontaa. Satunnainen mittauksen suorittaja, joka ei ole tietoinen mittauksen ongelmista, ei välttämättä huomaa virheen tapahtuneen. On olemassa vaara, että virheelliset tulokset tulevat hyväksytyiksi.

Staattisen kosketuskulman keskiarvoksi saatiin $94,5^\circ$, joka vastaa vapaan pintaenergian arvoa $30,9 \text{ mJ/m}^2$. Silmämääräisesti arvioituna todellinen kosketuskulma on noin $60 - 70$ astetta, joka vastaa pintaenergian tasoa $40 - 43 \text{ mJ/m}^2$.

Alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa toistuivat yläpuolen mittauksessa esiin tulleet ongelmat. Laitteisto kadotti otteen pisaran dimensioihin, ja mittaus keskeytyi. Syynä ongelmiin oli jälleen mitä ilmeisimmin varjokuvan heijastuminen. Tuloksissa esiintyi sama virhe kuin yläpuolellakin, laitteisto ilmoitti arviolta noin 60 asteen kosketuskulmalle yli 90 asteen tuloksia (kuva 44). Pisanan tilavuutta seuraava kuvaaja (kuva 45) vahvistaa havainnon. Kuvaajan mukaan pisanan tilavuus alkaa ensin kasvaa, kunnes kuuden sekunnin kohdalla tapahtuu romahtaminen.

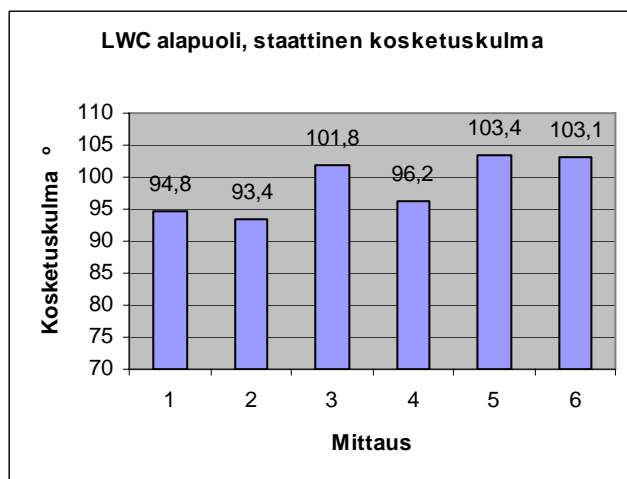


Kuva 44 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 45 Pisan dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Jo tuloksissa olevasta suuresta hajonnasta nähdään, etteivät tulokset ole luotettavia (kuva 46).

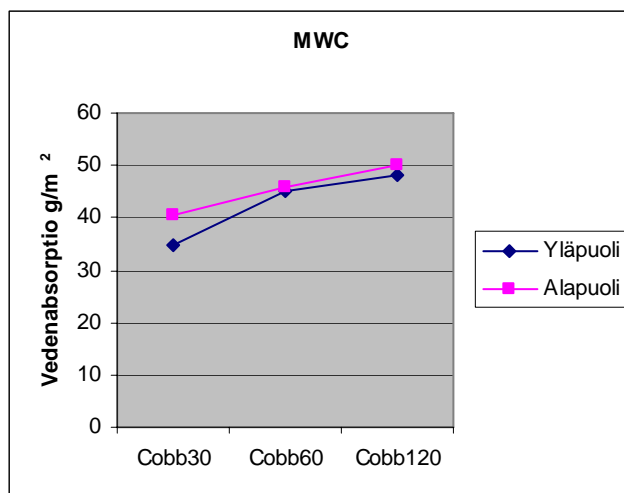


Kuva 46 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

Kosketuskulmalle saatiin keskiarvoksi $98,8^\circ$, joka vastaa vapaan pintaenergian arvoa $29,3 \text{ mJ/m}^2$. Todellisuudessa pintaenergia lienee noin 40 mJ/m^2 tasolla.

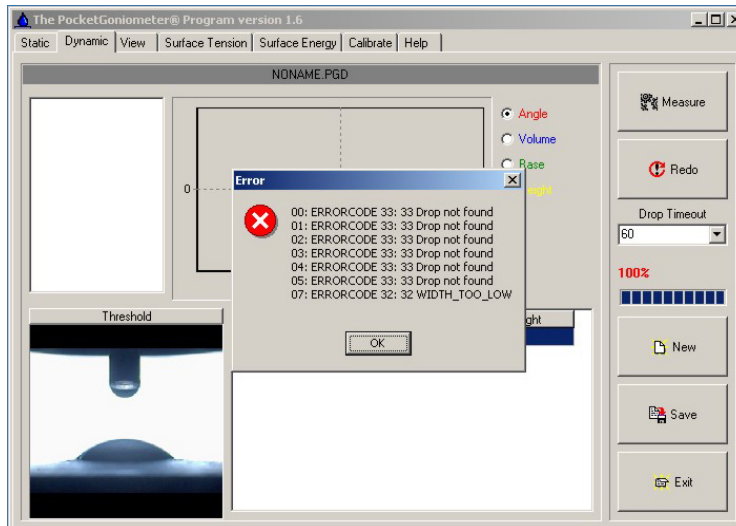
7.5 Näyte 5, MWC-paperi UPM Kaukas 75 g/m^2

Cobb-vedenabsorptioltaan MWC-paperi osoittautui samankaltaiseksi LWC-paperin kanssa. Suurin osa vedenabsorptiosta tapahtuu jo ennen 30 sekuntia. Tuloksessa on havaittavissa hieman eroa ylä- ja alapuolen välillä, alapuolen ollessa hieman enemmän vettä absorboiva (kuva 47).



Kuva 47 Cobb-vedenabsorptio

Näytteelle ei pystytty suorittamaan kosketuskulmamittauksia ollenkaan. Näyte absorboi pisaran niin voimakkaasti, ettei laitteisto kyennyt havaitsemaan pisaraa. Pisara myös näytti turvottavan näytteen rakennetta imeytyessään, jolloin pisaran ja näytteen rajapinta muuttui epäselväksi. Sama tilanne toistui sekä ylä- että alapuolen määrittämissä.

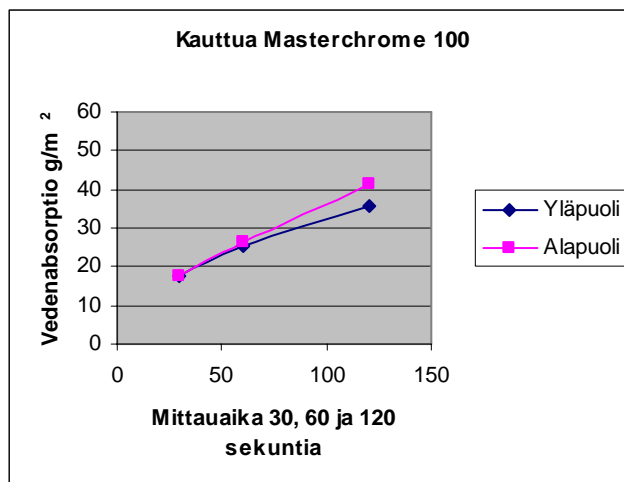


Kuva 48 Virhetilanne kosketuskulmamittauksessa

Staattista kosketuskulmaa ei pystytty määrittämään, eikä siten myöskään vapaata pintaenergiaa. Pisaran kuvaa (kuva 48) silmämääräisesti arvioituna pintaenergia vaikuttaa melko suurelta. Pisara leviää melko laajalle alueelle näytteen pinnalla.

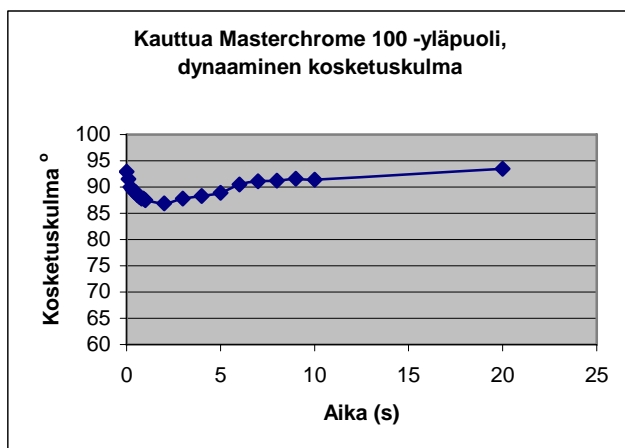
7.6 Näyte 6, etikettipaperi Kauttua Masterchrome 100

Cobb-mittauksessa näytteen vedenabsorptioon havaittiin kasvavan tasaisesti mittausajan pidentyessä. 30 sekunnin määrittäyksessä ylä- ja alapuolen välillä ei ole eroa. Ajan pidentyessä alapuoli absorboi vettä hieman enemmän (kuva 49). Näytteen yläpuolen rakenne on hieman tiiviimpi.

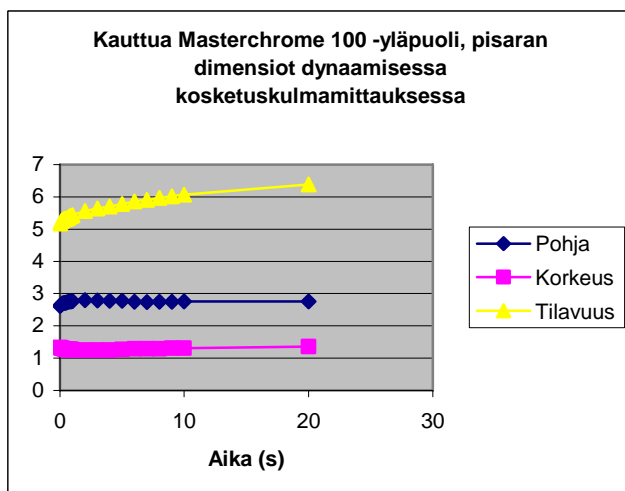


Kuva 49 Cobb-vedenabsorptio

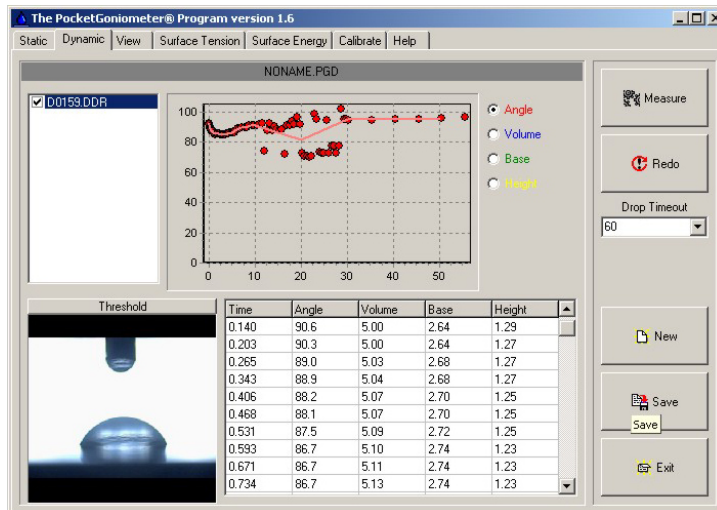
Yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa saatiin ristiriitaisia tuloksia. Yläpuolen kiiltävä pinta aiheutti taas varjokuvan heijastumista. Silmämääräisesti kosketuskulma oli reilusti alle 90° , todennäköisesti noin 60° :n suuruusluokkaa, mutta laitteisto ilmoitti tuloksiksi noin 90° :n arvoja. Kaaviosta (kuva 50) havaitaan, kuinka mitattu kosketuskulman arvo alkaa nousta noin kahden sekunnin kohdalla. Todellisuudessa kosketuskulma pienenee ajan kuluessa. Myös pisaran tilavuuden kuvaaja (kuva 51) osoittaa pisaran tilavuuden kasvavan voimakkaasti mittauksen kuluessa. Nämä ovat selviä merkkejä siitä, ettei laitteisto kykene erottamaan kuvasta todellista kosketuskulmaa. Kuvasta (kuva 52) nähdään, kuinka kosketuskulman arvo saa mittauksen kuluessa hetkittäin täysin epäjohdonmukaisia arvoja. Yleisen tason ollessa noin 90° , laite mittaa hetkittäin noin 70° arvoja. Voidaan olettaa, että edellä mainitut noin 70° :n arvot ovat todellisia kosketuskulman arvoja.



Kuva 50 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli

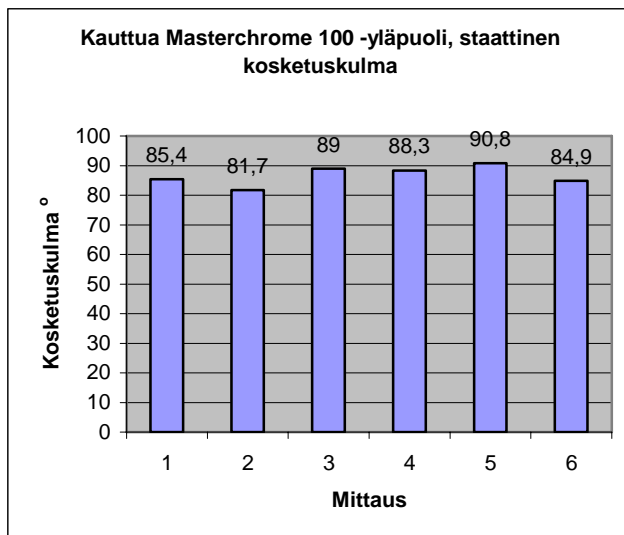


Kuva 51 Pisanan dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa



Kuva 52 Varjokuvan heijastumisen aiheuttama epä johdonmukainen tulokuvaaja

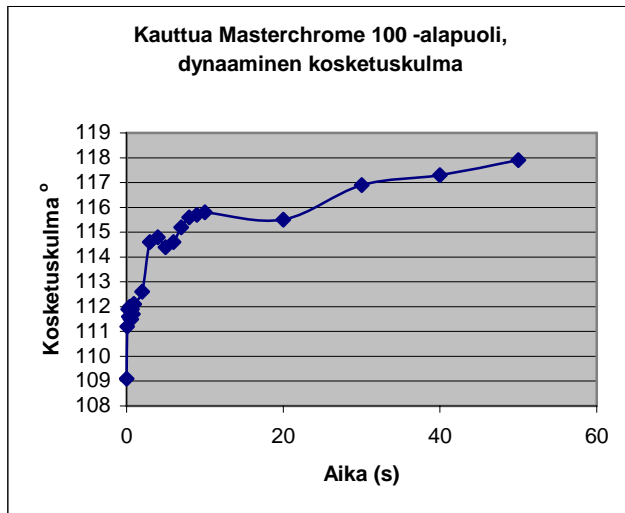
Staattisessa mittauksessa käytettiin kahden sekunnin viiveaikaa. Mittauksessa havaittiin sama ongelma kuin dynaamisessa mittauksessa. Tulokset (kuva 53) eivät ole luotettavia. Kosketuskulman keskiarvoksi saatiin $86,7^\circ$, joka vastaa vapaan pintaenergian arvoa $33,7 \text{ mJ/m}^2$. Silmämääräisen arvioinnin perusteella, kosketuskulman ollessa noin $60\text{--}70^\circ$, pintaenergia olisi noin $40\text{--}43 \text{ mJ/m}^2$.



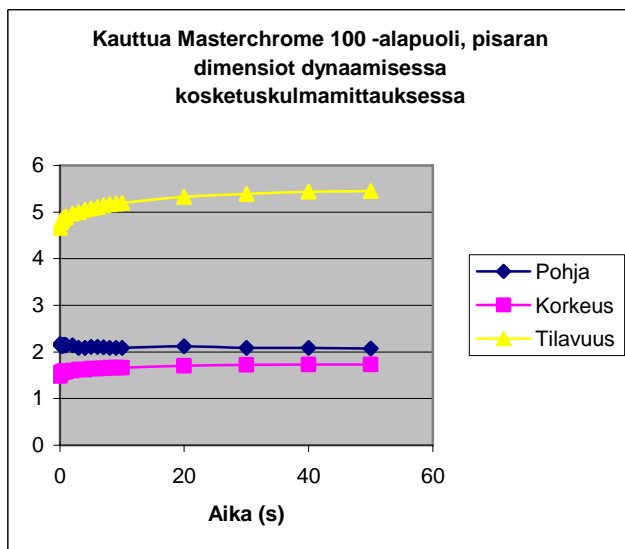
Kuva 53 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Alapuolen kosketuskulmamittauksen tulokset herättivät myös epäilyä. Pinnalla oli selvästi pienempi pintaenergia kuin yläpuolella, jonka ansiosta kosketuskulma oli todellisuudessaakin yli 90° (kuva 56). Huomionarvoista on kuitenkin se, että tulosten

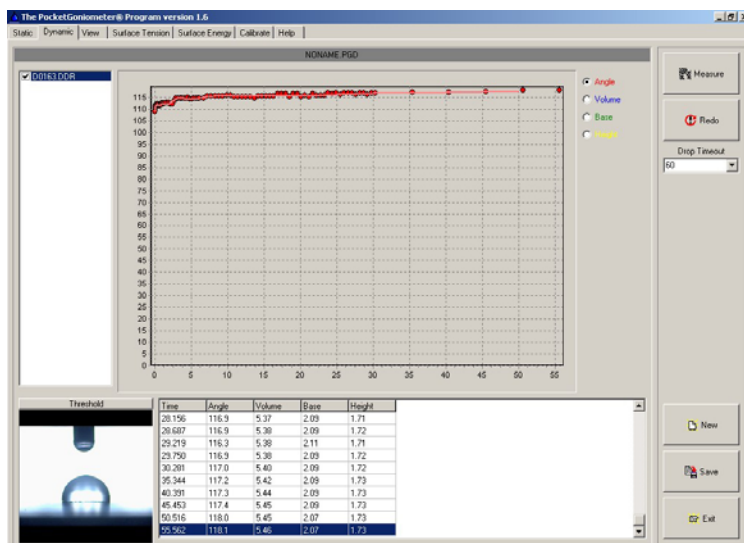
mukaan kosketuskulma kasvoi dynaamisen mittauksen edetessä (kuvat 54 ja 56). Pisanan dimensioita kuvaava kaavio (kuva 55) osoittaa pisanan koon kasvavan. Todellisuudessa tulisi tapahtua juuri päinvastoin. Ilmeisesti laitteistolla oli jälleen vaikeuksia hahmottaa pisanan ja näytteen välistä rajapintaa. Vaikuttaa myös siltä, että pisara imeytyessään hieman turvottaa näytettä.



Kuva 54 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



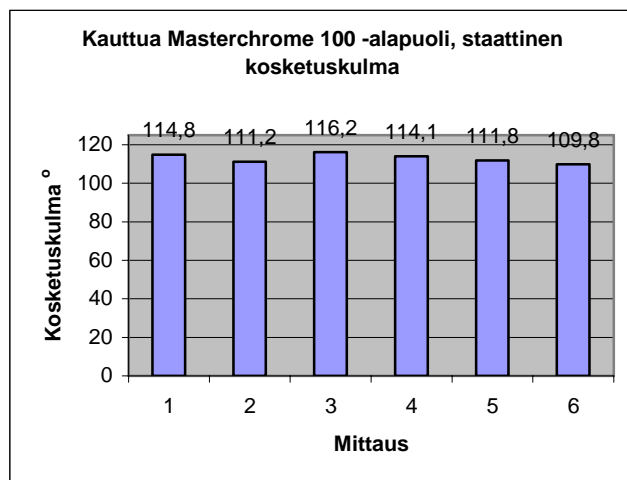
Kuva 55 Pisanan dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa



Kuva 56 Varjokuvan heijastumisesta aiheutuva virhetilanne

Staatinen mittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Tulosten (kuva 57) keskiarvo kosketuskulmalle oli $113,0^\circ$, joka vastaa vapaan pintaenergian arvoa $24,2 \text{ mJ/m}^2$.

Tulos ei ole täysin luotettava, mutta suuruusluokka on mitä ilmeisimmin oikea.

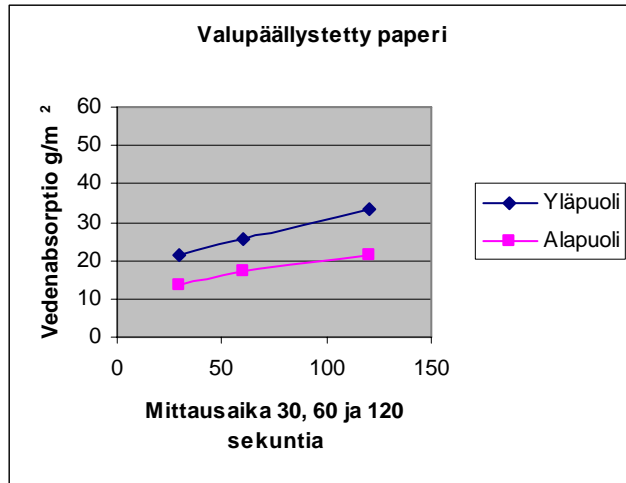


Kuva 57 Staatinen kosketuskulma, alapuoli

7.7 Näyte 7, valupäällystetty paperi

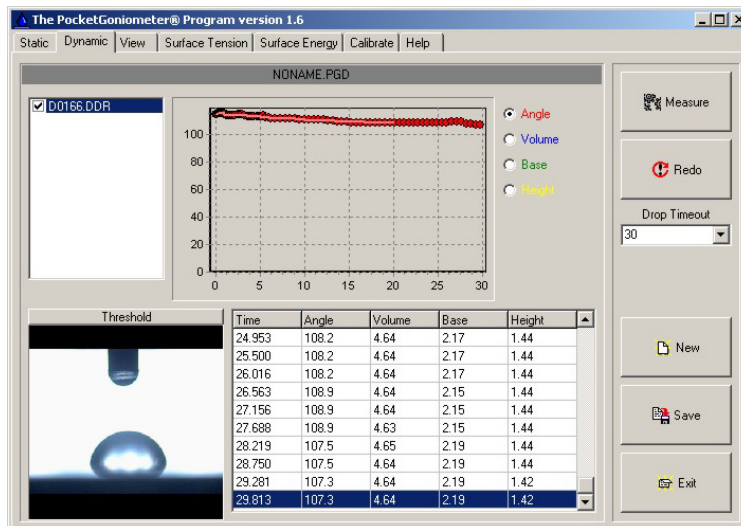
Valupäällystetyn paperin Cobb-mittauksessa ilmeni odottamaton seikka. Alapuoli absorboi vettä huomattavasti vähemmän kuin yläpuoli (kuva 58). Tulos kertoo pohjapaperin erittäin suuresta liimausasteesta. Yläpuolella olevalla paksulla päällystekerroksella on enemmän potentiaalia sitoa itseensä vettä kuin

päällystämättömällä alapuolella. Yläpuolen vedenabsorptio on vertailuryhmän keskitasoa korkeampi. Alapuolen absorptiotaso on ryhmän alhaisimpia.



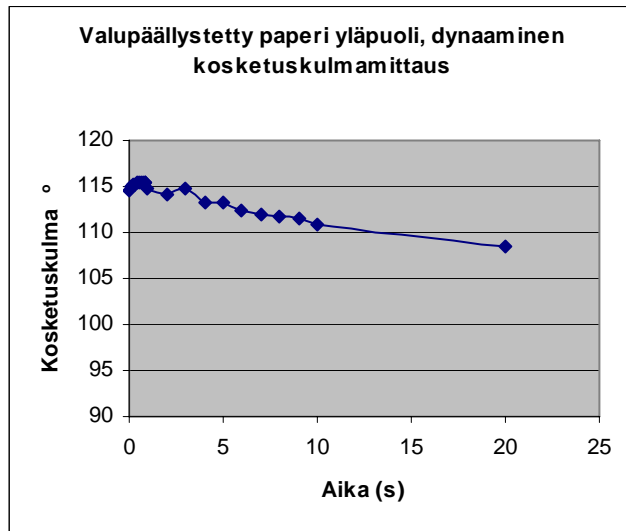
Kuva 58 Cobb-vedenabsorptio

Dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa toistui kiiltävapintaisten näytteiden ongelma, varjokuvan heijastuminen. Silmämääräisesti kosketuskulma oli selvästi alle 90°, mutta laitteisto ilmoitti tuloksiksi reilusti yli 100° arvoja. Tilanne näkyy selvästi kuvassa (kuva 59).

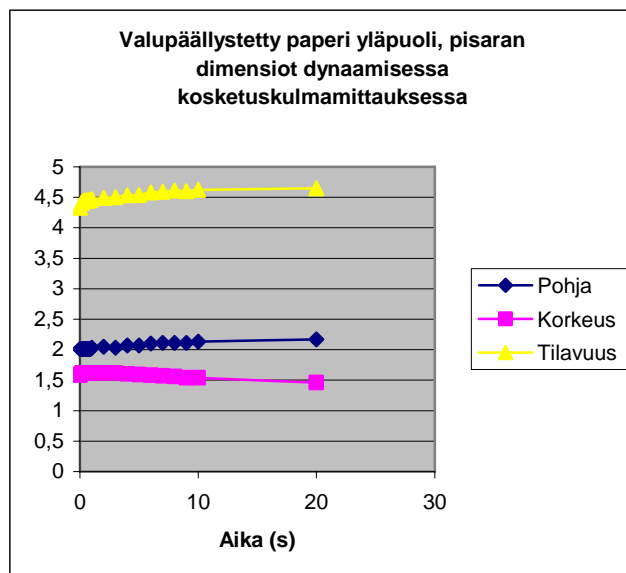


Kuva 59 Kosketuskulma on silmämääräisesti arvioituna alle 90°.

Kosketuskulman arvo lähtee kyllä oikeaoppisesti laskemaan mittausajan kuluessa (kuvat 59 ja 60), mutta tulosarvot ovat selvästi virheellisiä. Havaintoa tukee kaavio pisaran dimensioista (kuva 61), josta nähdään pisaran tilavuuden kasvavan mittauksen aikana. Laitteistolla on selvästi vaikeuksia hahmottaa pisaran ja näytteen rajapintaa.

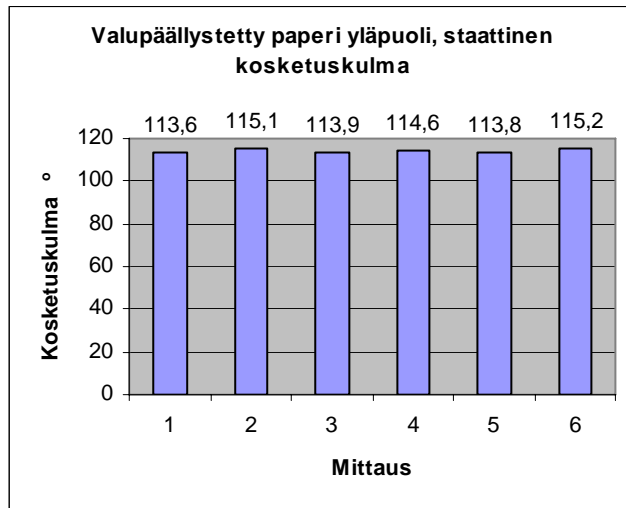


Kuva 60 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



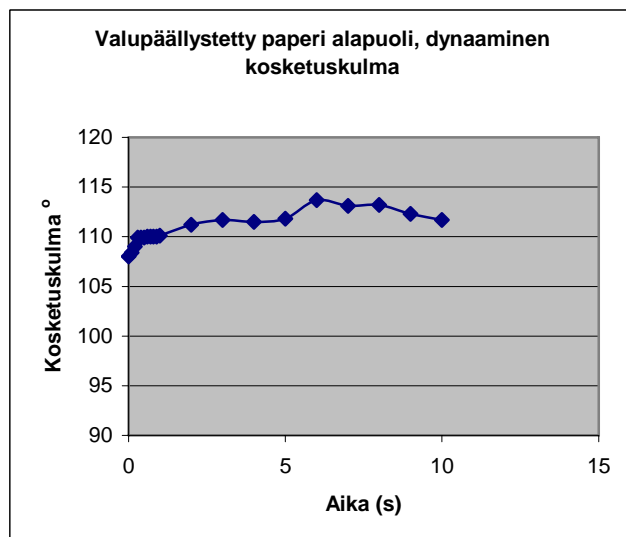
Kuva 61 Pisanan dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattinen mittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Tuloksissa (kuva 62) on sama virhe kuin dynaamisen mittauksen tapauksessa. Kosketuskulman keskiarvo on 114,4°. Pintaenergian arvoksi saatiin 25,2 mJ/m². Tuloksia ei voida pitää luotettavina.

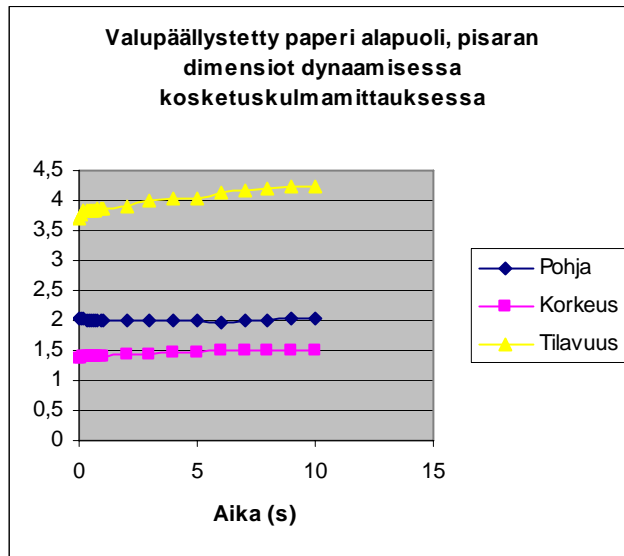


Kuva 62 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Alapuolen dynaamisessa mittauksessa ilmeni myös ongelmia huolimatta siitä, ettei alapuoli ollut kiiltävyydeltään yläpuolen tasoa. Dynaaminen mittaus keskeytyi toistuvasti noin 20 sekunnin kuluttua. Laitteisto ei selvästikään pystynyt hahmottamaan näytteen ja pisaran rajapintaa toivotulla tavalla. Kosketuskulman kaaviosta (kuva 63) nähdään, että kosketuskulman arvo muuttuu aivan sattumanvaraisesti mittauksen aikana. Pisaran dimensioita kuvaava kaavio (kuva 64) osoittaa pisaran tilavuuden kasvavan mittauksen aikana. Tämä tukee olettamusta virheellisestä mittaustuloksesta.

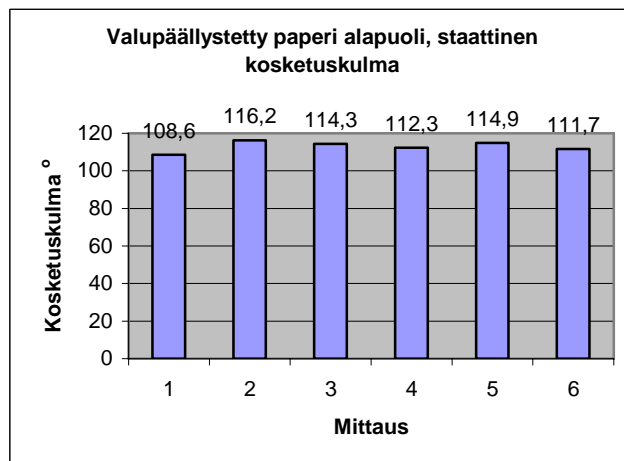


Kuva 63 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 64 Pisaran dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Tulosten (kuva 65) keskiarvo staattiselle kosketuskulmalle on $113,0^\circ$. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin $24,2 \text{ mJ/m}^2$. Tuloksia ei voida pitää luotettavina dynaamisessa mittauksessa ilmenneiden ongelmien vuoksi.

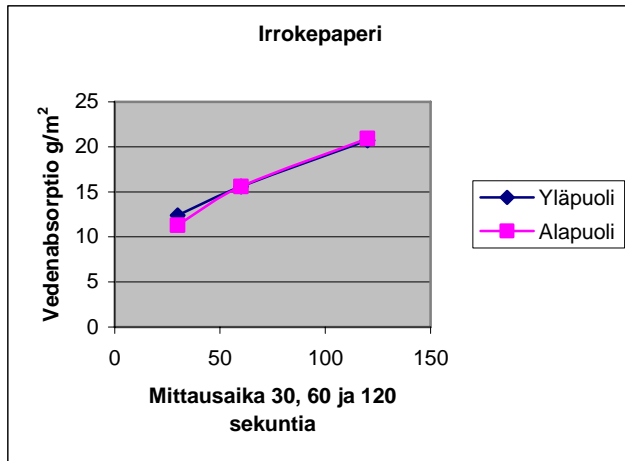


Kuva 65 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

7.8 Näyte 8, tarran irrokepaperi

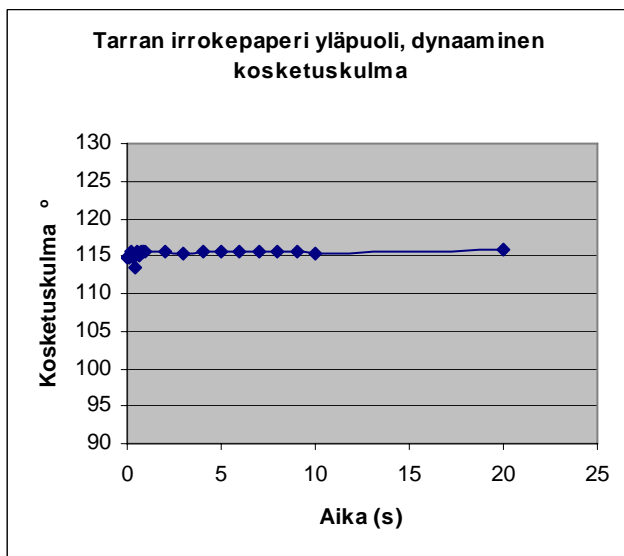
Tarran irrokepaperi osoittautui Cobb-mittauksessa erittäin vähän vettä absorboivaksi (kuva 66). 60 ja 120 sekunnin mittauksissa irrokepaperilla oli kaikista mitatuista

näytteistä alhaisin vedenabsorptio. Ylä- ja alapuolen välillä ei ole mainittavaa eroa, mikä on yllättävää, sillä näytteen oletettiin olevan silikonoitu vain toiselta puoleltaan.

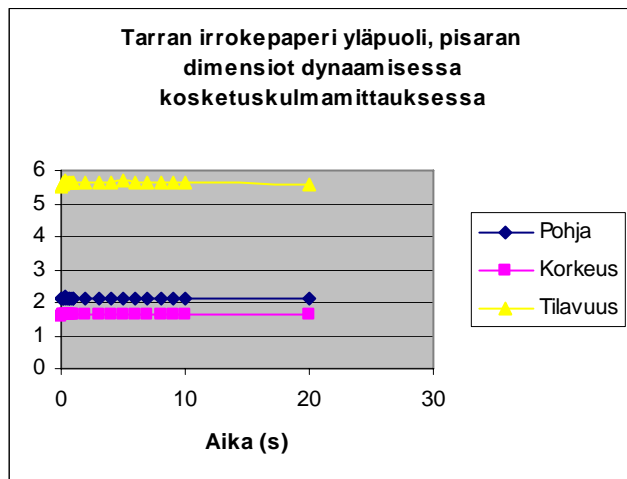


Kuva 66 Cobb-vedenabsorptio

Dynaaminen kosketuskulmamittaus onnistui yläpuolelle hyvin. Näytteelle ominainen pintaenergian alhainen taso näkyi siinä, että mittauspisara ei levinnyt näytteen pinnalle, vaan kosketuskulma jäi selvästi yli 90° tasolle silmämääräisesti arvioituna. Kaavioista (kuvat 67 ja 68) nähdään, että pisara asettuu nopeasti stabiiliin tilaan näytteen pinnalle, eikä mittausajan kuluessa tapahdu muutoksia.

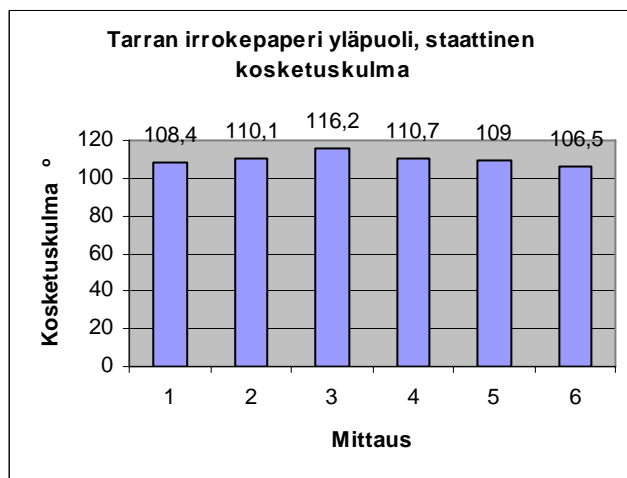


Kuva 67 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



Kuva 68 Pisanan dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

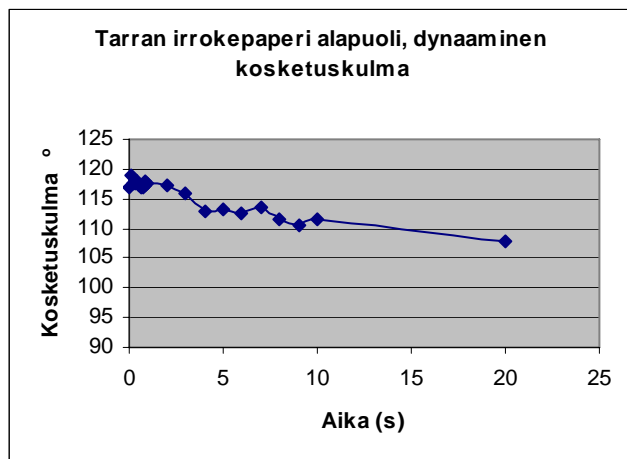
Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Kosketuskulman mittaustulosten (kuva 69) keskiarvoksi saatiin 110,1°. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin 25,2 mJ/m². Tuloksia voidaan pitää luotettavina.



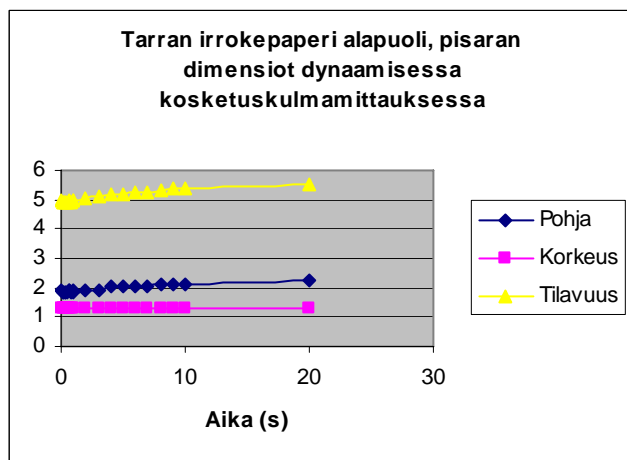
Kuva 69 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Alapuolen kosketuskulmamittauksissa ilmeni ongelmia. Dynaamisessa mittauksessa esiintyi varjokuvan heijastumista, joka johti epäluotettaviin mittaustuloksiin. Silmämääräisesti arvioiden alapuolella pisara levisi näytteen pinnalle yläpuolta selvästi enemmän. Kosketuskulma oli silmämääräisesti arvioituna alle 90°. Tämä kertoo alapuolella olevan selvästi suuremman pintaenergiatason kuin yläpuolella. Havainto vahvistaa alkuperäisen oletuksen näytteen olevan silikonoitu vain yläpuoleltaan, vaikka Cobb-mittauksissa eroa ylä- ja alapuolen välillä ei ollutkaan.

Dynaamisen kosketuskulmamittauksen tulokset (kuva 70) olivat kuitenkin yli sadan asteen tasolla. Mittausarvojen perusteella pisaran tilavuus kasvaa mittauksen aikana (kuva 71). Tuloksia ei voida pitää luotettavina.

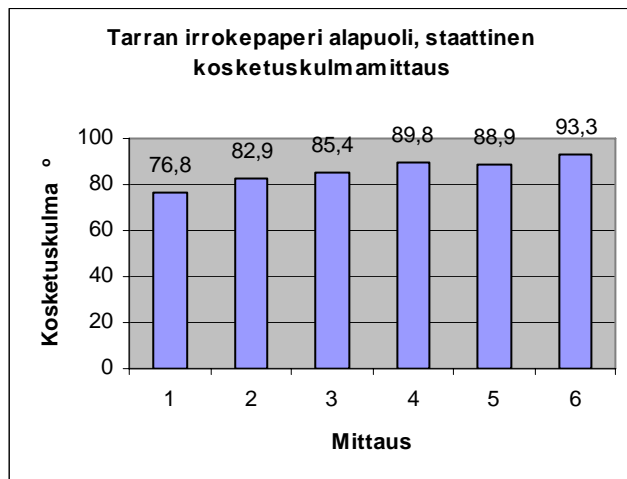


Kuva 70 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 71 Pisaran dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Tällä kertaa tulokset olivat lähempänä silmämääräisen tarkastelun arvioita. Mittauksessa ilmeni kuitenkin suuria vaikeuksia. Laitteisto antoi virheilmoituksen ”ERROR NEGATIVE ROOT” lukuisia kertoja. Laitteistolla oli selvästi vaikeuksia rajapinnan ja pisaran dimensioiden hahmottamisessa, johtuen todennäköisesti varjokuvan heijastumisesta. Sitkeällä yrittämisellä saatiin kuitenkin kuuden melko uskottavan mittauksen sarja suoritettua (kuva 72).

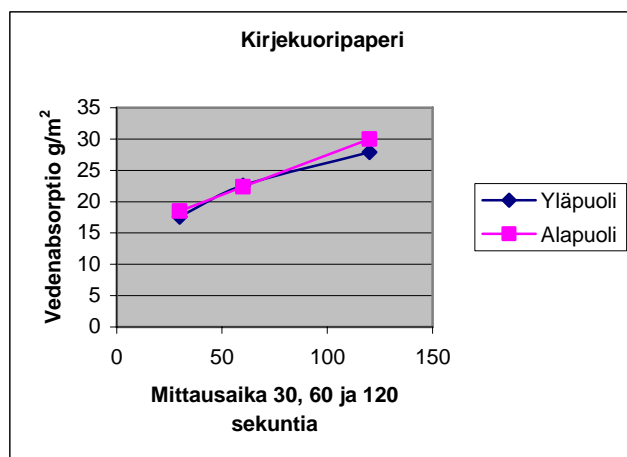


Kuva 72 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

Staattisten kosketuskulmamittausten keskiarvoksi saatiin 86,2°. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin 33,9 mJ/m². Tuloksia ei voida pitää täysin luotettavina. Odotettu ero ylä- ja alapuolen välillä saatiin kuitenkin esiin.

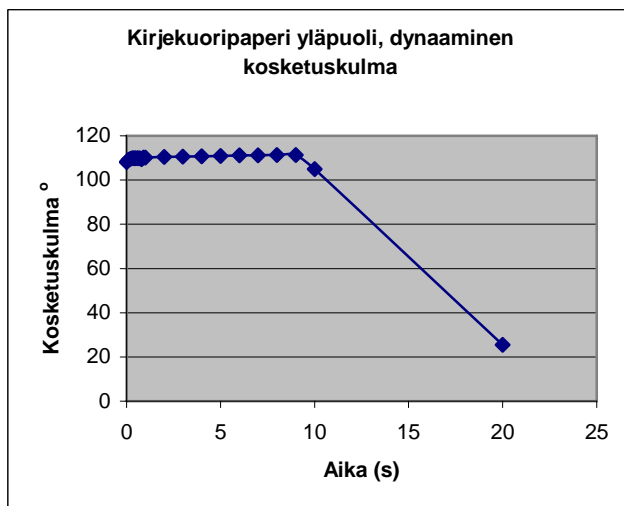
7.9 Näyte 9, kirjekuoripaperi

Cobb-mittauksessa ei ilmennyt mainittavaa eroa ylä- ja alapuolen välillä (kuva 73). Tulokset edustavat vertailuryhmän keskitasoa. Kirjekuoripaperi on yleensä käyttötarkoituksensa vuoksi hydrofobiliimattu, jolloin saadaan aikaan kohtuullinen suoja kirjeen sisällön kastumista vastaan.

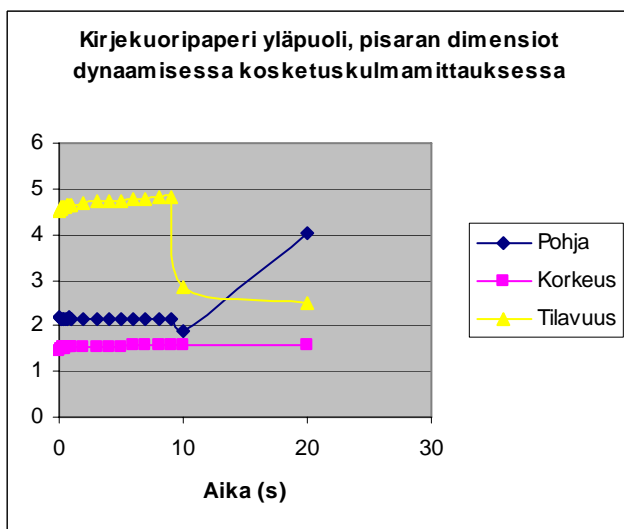


Kuva 73 Cobb-vedenabsorptio

Yläpuolen dynaamista mittausta kuvaavissa kaavioissa (kuvat 74 ja 75) havaitaan tilanteen pysyvän aluksi vakaana, mutta 10 sekunnin kohdalla tapahtuu selvä muutos. Tämän tyyppinen muutos voisi johtua kemiallisesta reaktiosta näytteen ja vesipisaran välillä. Ilmiö toistui samankaltaisena usean mittauskerran aikana. Mittauksen alkuvaiheessa tilanne vaikuttaa olevan riittävän stabiili staattista kosketuskulmamittausta varten.

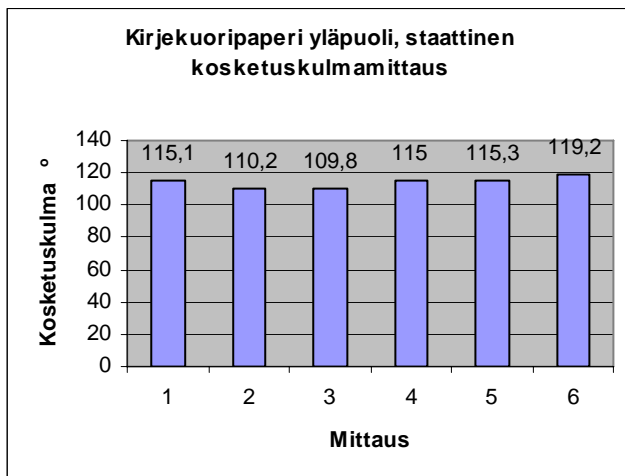


Kuva 74 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



Kuva 75 Pisaran dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

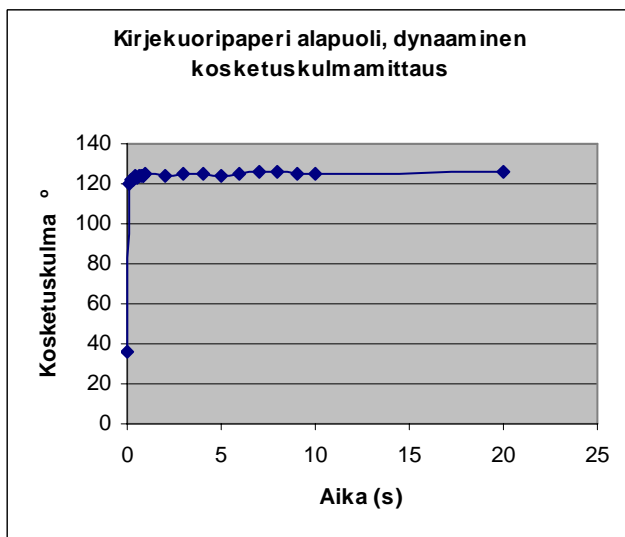
Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Tulokset ovat suuruusluokaltaan uskottavia, mutta niissä esiintyy huomattavan paljon hajontaa (kuva 76).



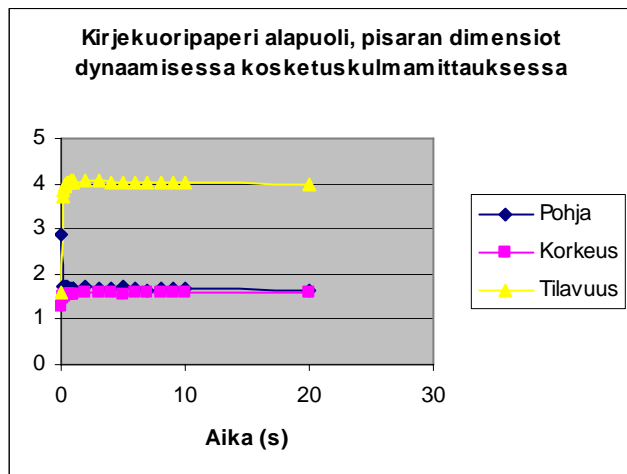
Kuva 76 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Keskiarvoksi staattiselle kosketuskulmalle saatiin $114,1^\circ$. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin $23,8 \text{ mJ/m}^2$.

Alapuolen dynaamisen mittauksen tuloskuvaajat (kuvat 77 ja 78) osoittavat pisaran pysyvän stabiilissa tilassa hyvin. Lähtökohta staattista mittausta varten on erittäin hyvä.

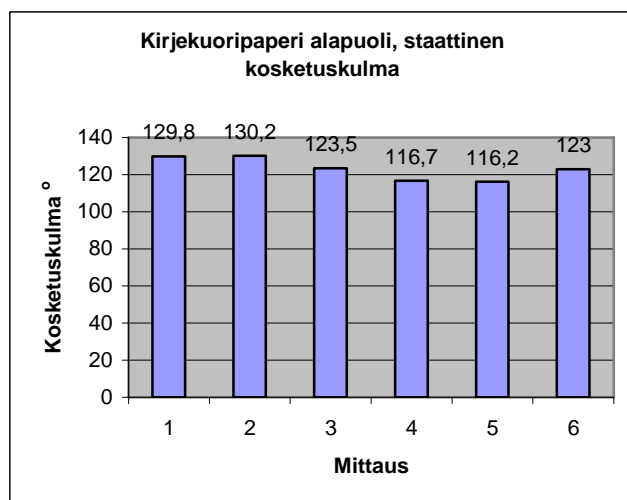


Kuva 77 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 78 Pisanan dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Tuloksissa on huomattavan paljon hajontaa (kuva 79).



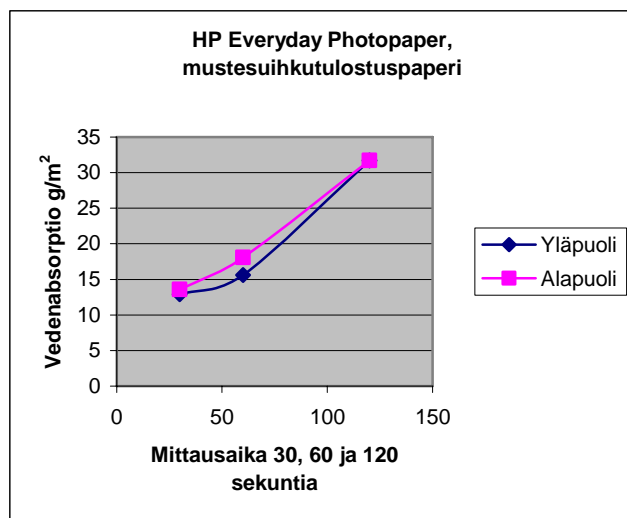
Kuva 79 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

Staattisen kosketuskulman keskiarvoksi saatiin $123,2^\circ$. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin $20,5 \text{ mJ/m}^2$. Tuloksissa epäilyttävää on suuren hajonnan lisäksi kosketuskulma-
arvojen korkea taso.

7.10 Näyte 10, mustesuihkutulostuspaperi HP Everyday Photopaper

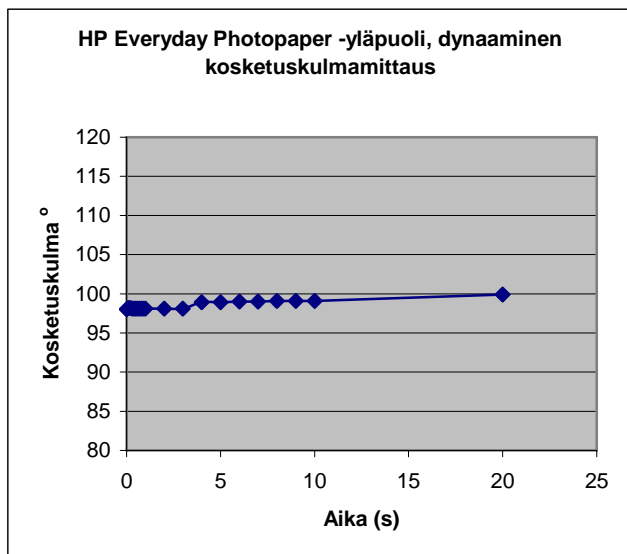
Cobb-mittauksessa näytteen vedenabsorptioon havaittiin kasvavan melko voimakkaasti mittausajan pidentyessä. 30 sekunnin mittauksessa absorptiotaso on vertailuryhmän alhaisinta tasoa, mutta absorptiotaso nousee vertailuryhmän keskitasolle ajan pidentyessä. Ylä- ja alapuolen välillä ei havaita merkittävää eroa vedenabsorptiossa. (kuva 80).

Yläpuolen Cobb-mittauksia suoritettaessa esiintyi erikoinen ilmiö. 30 sekunnin mittauksista suoritettaessa näyte tarttui melko tiukasti kiinni imupaperiin, jolloin imupaperia irrotettaessa täytyi olla varovainen, ettei näytteen pintarakenne olisi rikkoutunut ja osa näytteestä jäänyt imupaperiin. 60 sekunnin mittauksessa näyte tarttui yhä imupaperiin, muttei niin voimakkaasti kuin 30 sekunnin mittauksessa. 120 sekunnin mittauksessa näyte tarttui tiukasti kiinni mittauksessa käytettävään alumiiniseen muottiin, mutta ei tarttunut imupaperiin juuri ollenkaan. Ilmiöstä voidaan päätellä, että vedelle altistus aiheuttaa jonkinlaisen kemiallisen reaktion näytteen pintarakenteessa.

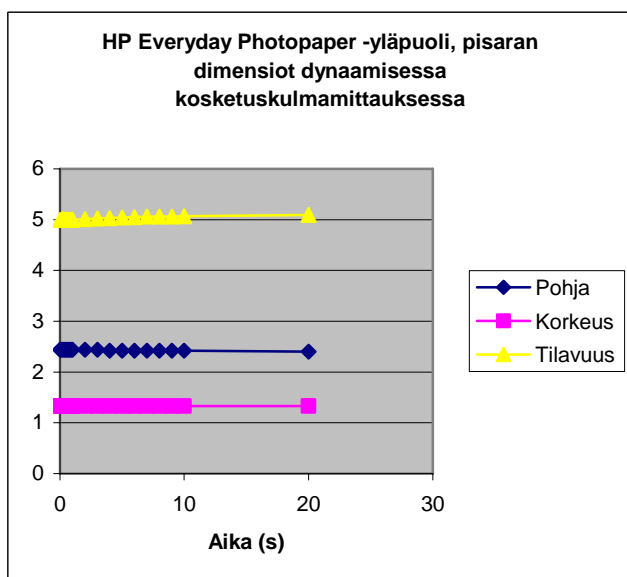


Kuva 80 Cobb-vedenabsorptio

Dynaaminen kosketuskulmamittaus onnistui näytteen yläpuolelle hyvin. Kaaviot kosketuskulmasta ja pisaran dimensioista mittauksen aikana (kuvat 81 ja 82) osoittavat pisaran pysyvän esimerkillisen stabiilina.

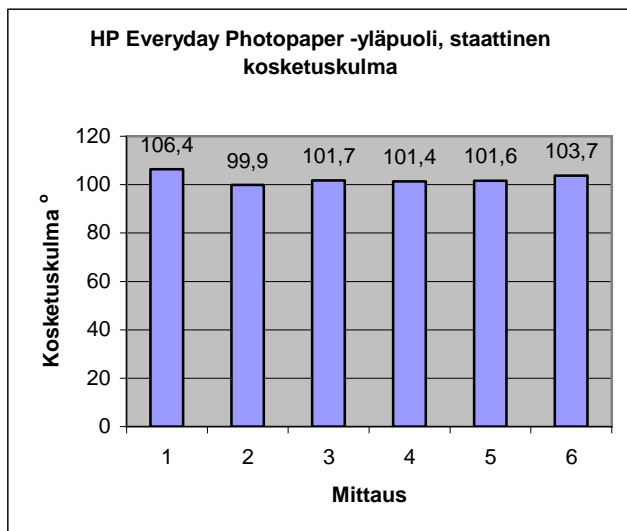


Kuva 81 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



Kuva 82 Pisaran dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

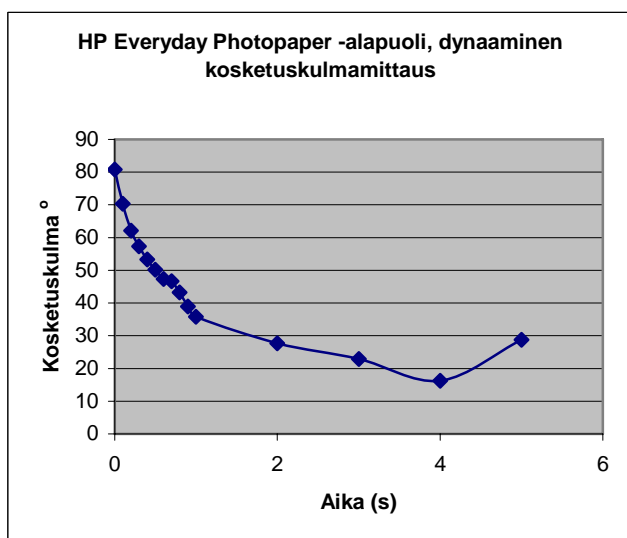
Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveaikaa käyttäen. Mittaustuloksissa esiintyy hajontaa (kuva 83), mutta kokonaisuutena määrittystä voidaan pitää onnistuneena ja tulosta kohtalaisen luotettavana. Saaduissa tuloksissa ei ole ristiriitaa kosketuskulman silmämääräisen arvioinnin kanssa.



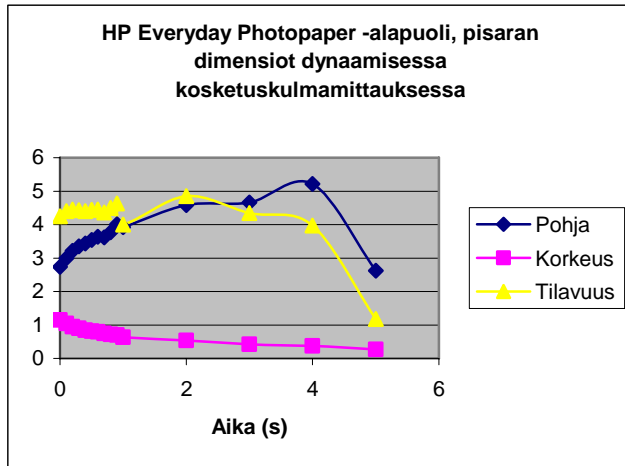
Kuva 83 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Kosketuskulman keskiarvoksi saatiin $102,5^\circ$. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin $28,0 \text{ mJ/m}^2$.

Alapuolen dynaaminen kosketuskulmamittaus onnistui vain lyhyimmällä kuuden sekunnin mittausajalla. Pisara levisi näytteen pinnalle jo muutamassa sekunnissa niin täydellisesti, että mittaus keskeytyi alle kymmenessä sekunnissa. Joko näytteellä on todella suuri pintaenergiataso, tai veden ja näytteen välillä tapahtuu kemiallinen reaktio. Tilannetta ei selvästikään voida pitää riittävän stabiilina staattista kosketuskulmamittausta varten (kuvat 84 ja 85).

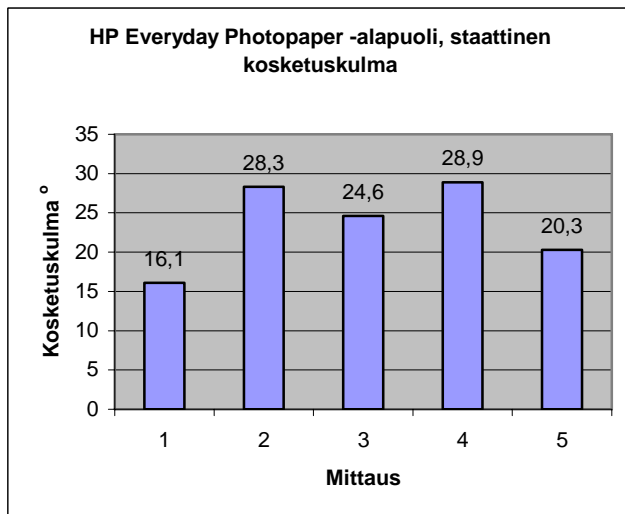


Kuva 84 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 85 Pisanan dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Huolimatta dynaamisen mittauksen tuloksesta, yritettiin staattista kosketuskulmamittausta kahden sekunnin viiveajalla. Sitkeän yrittämisen tuloksena onnistuttiin saamaan viiden mittaustuloksen sarja (kuva 86).

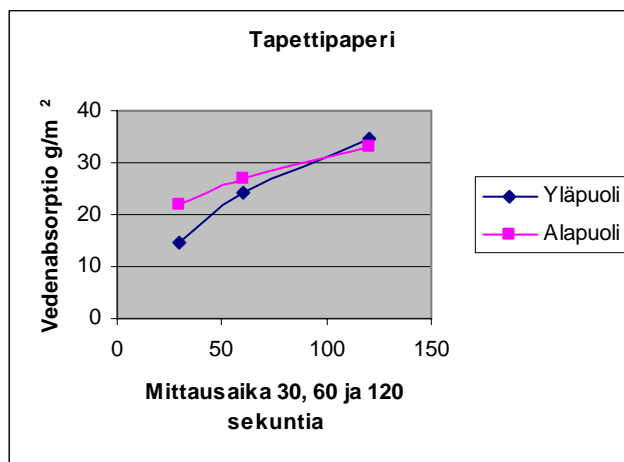


Kuva 86 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

Tuloksia ei voida pitää luotettavina, koska pisara ei ollut mittauksen missään vaiheessa stabiilissa tilassa. Tulosten suuri hajonta vahvistaa tilanteen epävakauden. Tulosten keskiarvoksi saatiin kosketuskulmalle $23,6^\circ$ ja vapaalle pintaenergialle $56,5 \text{ mJ/m}^2$. Kosketuskulman arvo on vertailuryhmän pienin, ja vastaavasti pintaenergian arvo suurin.

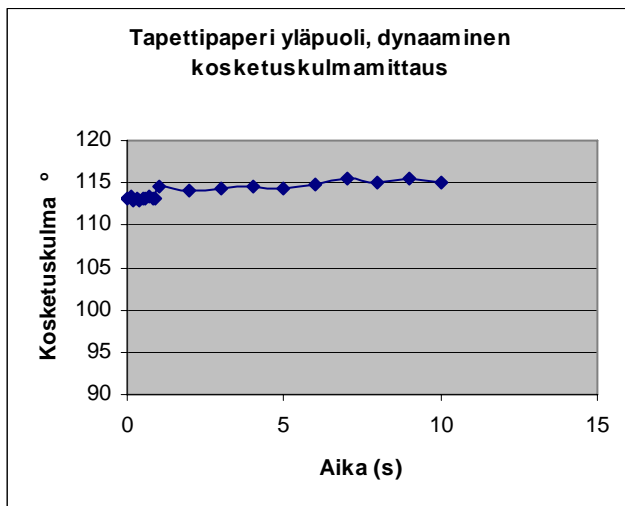
7.11 Näyte 11, tapettipaperi

Cobb-mittauksessa tapettipaperi edusti vertailuryhmän keskitasoa. 30 sekunnin vaikutusajalla alapuoli absorboi vettä yläpuolta enemmän. Ero häviää mittausajan pidentyessä (kuva 87). Ero ylä- ja alapuolen välillä vaikuttaa luontevalta tuotteen loppukäyttöä ajatellen. Tapettia seinään kiinnitettäessä alapuolen täytyy absorboida hieman kiinnitykseen käytettävää liisteriä, joka on vesipohjaista. Yläpuolella toivotaan kuitenkin pientä absorptiotasoa, jotta tapetin puhdistaminen olisi mahdollista esimerkiksi kostealla rätillä.

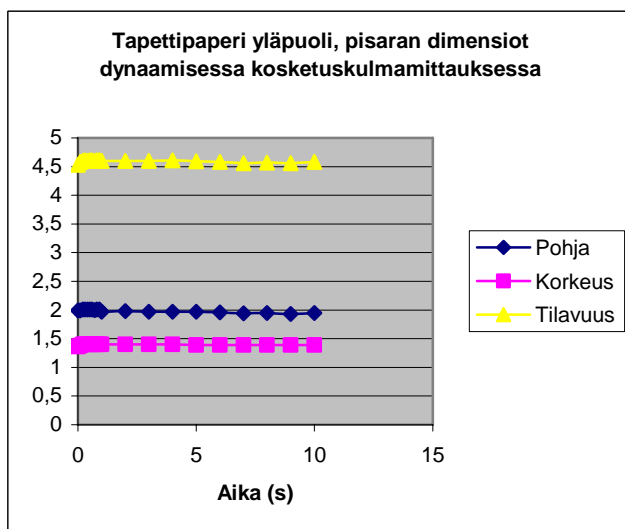


Kuva 87 Cobb-vedenabsorptio

Yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa ilmeni ongelmia. Näytteen pinta oli tapetille tyypillisesti epätasainen. Pinnan kuoppaisuus aiheutti sen, että pisara ei asettunut pinnalle tasaisesti, vaan pyrki kaatumaan pinnan muodon mukaisesti. Laitteisto ei pystynyt seuraamaan pisaran ja näytteen rajapintaa 30 ja 60 sekunnin mittauksissa. Kaavioista (kuvat 88 ja 89) kuitenkin nähdään, että tilanne on melko vakaa kymmeneen sekuntiin saakka.

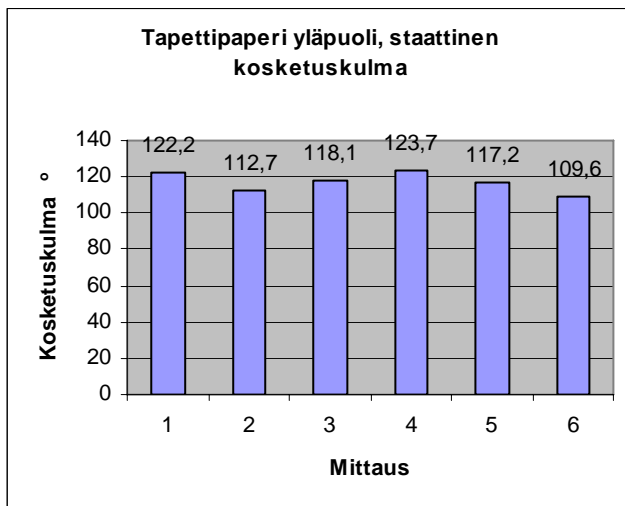


Kuva 88 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



Kuva 89 Pisan dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

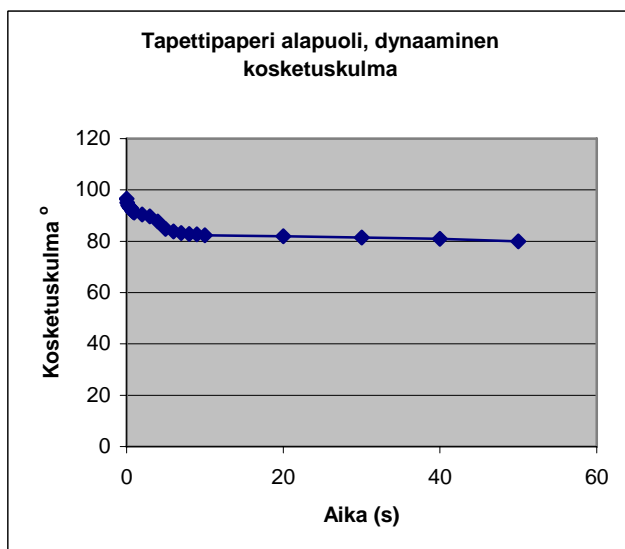
Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Tuloksiin (kuva 90) tuli huomattavasti hajontaa johtuen pinnan epätasaisuudesta. Tulosten keskiarvoa voidaan kuitenkin pitää suuntaa antavana.



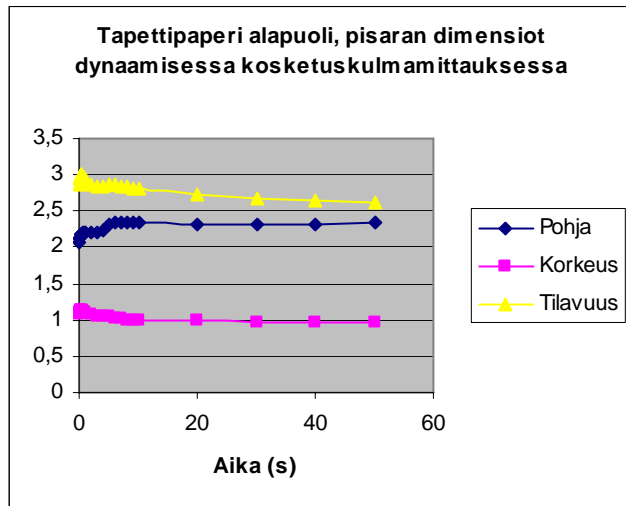
Kuva 90 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

Staattisen kosketuskulman keskiarvoksi saatiin $117,3^\circ$. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin $22,6 \text{ mJ/m}^2$.

Alapuolen dynaaminen kosketuskulmamittaus onnistui hyvin. Kaavioista (kuvat 91 ja 92) nähdään, että pisara stabiloituu noin kymmenen sekunnin kohdalla. Pisan tilavuus pienenee mittauksen aikana, joten laitteisto pystyy todennäköisesti seuraamaan pisan imeytymistä näytteeseen toivotulla tavalla.

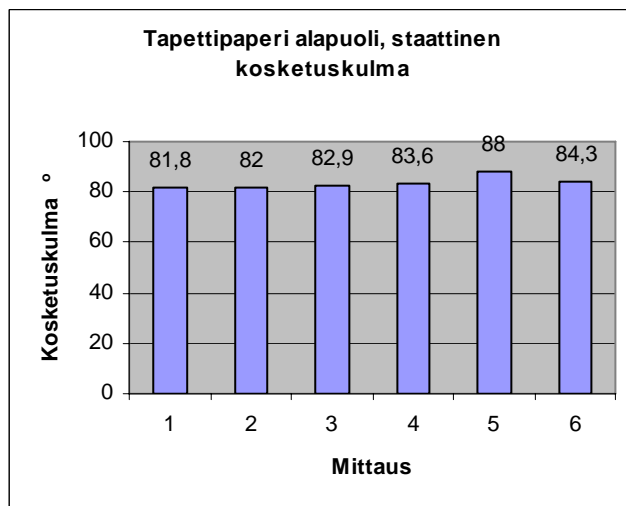


Kuva 91 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 92 Pisan dimensiot alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattisessa kosketuskulmamittauksessa käytettiin kymmenen sekunnin viiveaika. Tulokset (kuva 93) vastaavat hyvin silmämääräistä havainnointia. Kosketuskulman keskiarvoksi saatiin $83,8^\circ$. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin $34,7 \text{ mJ/m}^2$. Tulokset ovat luotettavia.

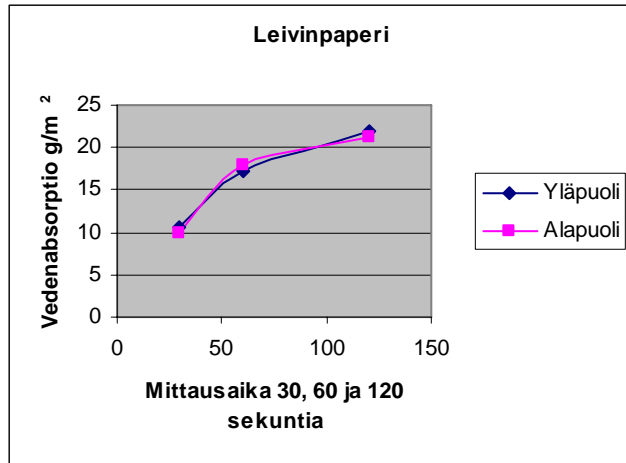


Kuva 93 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

7.12 Näyte 12, leivinpaperi

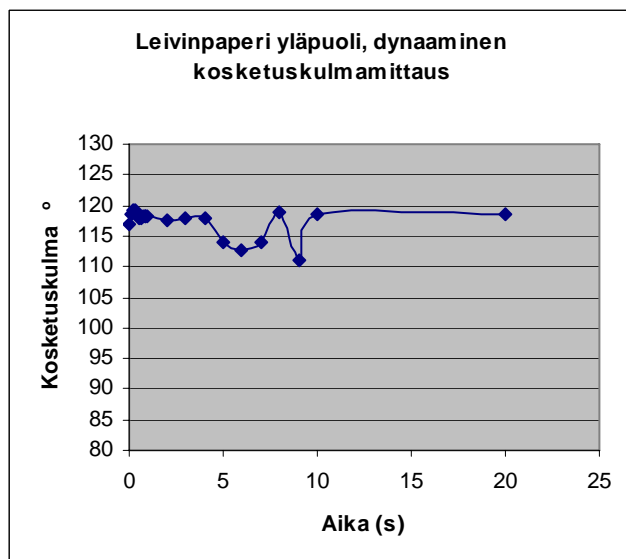
Cobb-mittauksessa leivinpaperi oli vertailuryhmästä vähiten vettä absorboiva 30 sekunnin mittauksessa. Vedenabsorptio oli vähäistä tasoa myös pidemmällä mittausajoilla (kuva 94). Leivinpaperin valmistuksessa paperin rakenne saadaan hyvin tiiviiksi

voimakkaalla jauhatuksella. Näyte oli myös silikonoitu molemmin puolin, joka vaikuttaa myös vedenabsorptiotasoon pienentävästi.

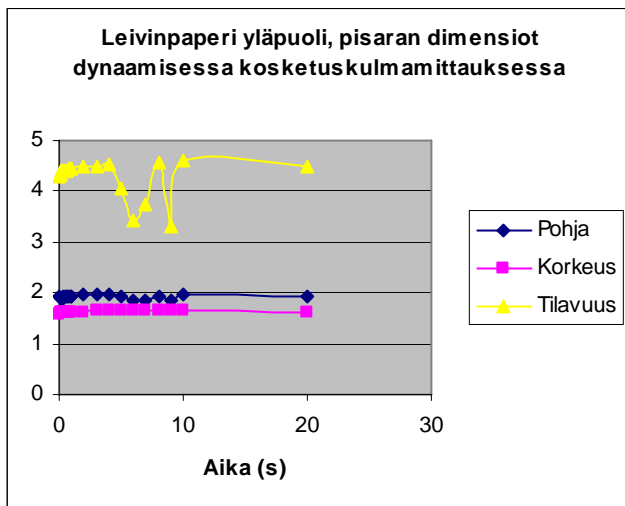


Kuva 94 Cobb-vedenabsorptio

Yläpuolen dynaaminen kosketuskulmamittaus onnistui melko hyvin. Pisara pysyi stabiilina noin viiden sekunnin ajan (kuvat 95 ja 96), jonka jälkeen tilanne muuttuu epävakaaksi. Tilanne ennen viiden sekunnin kulumista vaikuttaa kuitenkin riittävän stabiililta staattista mittausta varten.

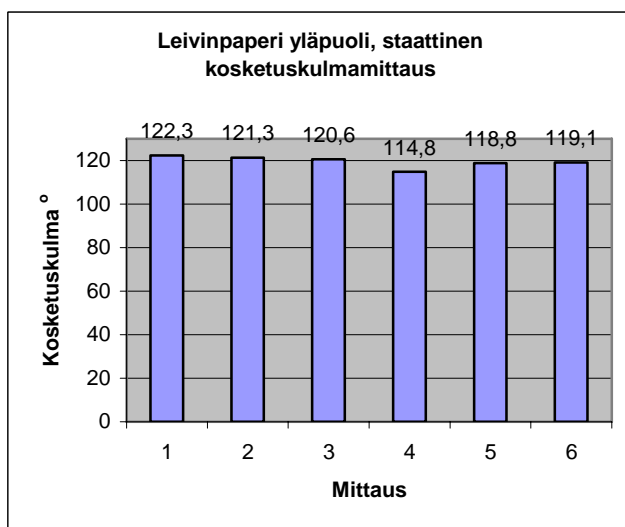


Kuva 95 Dynaaminen kosketuskulma, yläpuoli



Kuva 96 Pisaran dimensiot yläpuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattinen kosketuskulmamittaus suoritettiin kahden sekunnin viiveajalla. Hajonnasta huolimatta tuloksia (kuva 97) voidaan pitää luotettavina. Mittausarvot ovat odotetulla tasolla, eikä tuloksissa ole ristiriitaa pisaran muodon silmämääräisen arvioinnin kanssa.

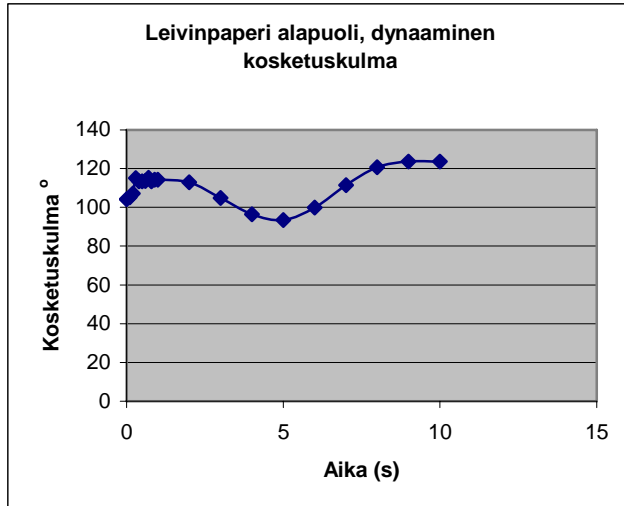


Kuva 97 Yläpuolen staattinen kosketuskulma

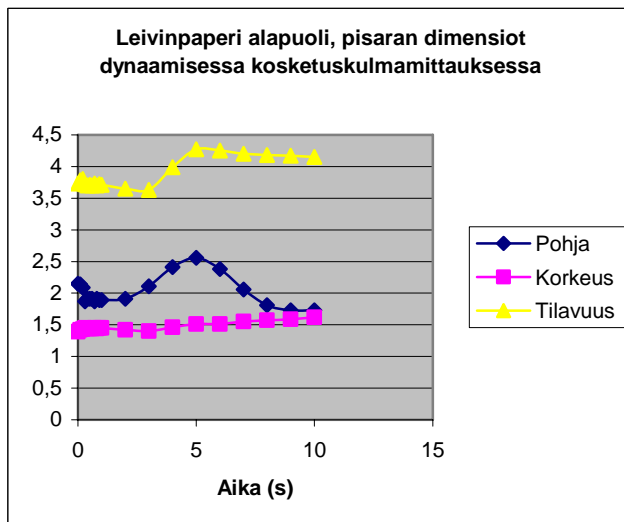
Staattisen kosketuskulman keskiarvoksi saatiin 119,5°. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin 21,8 mJ/m².

Alapuolen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa ilmeni ongelmia. Tämä oli yllättävää, koska näytteen ylä- ja alapuolen välillä ei ole rakenteellisesti mainittavaa eroa.

Dynaaminen mittaus ei onnistunut 30 ja 60 sekunnin mittausajoilla ollenkaan. 12 sekunnin mittauksen kuvaajista on nähtävissä tilanteen epävakaus (kuvat 98 ja 99).

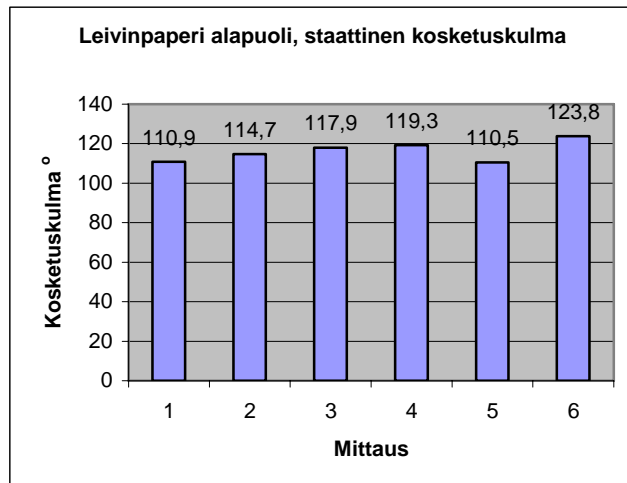


Kuva 98 Dynaaminen kosketuskulma, alapuoli



Kuva 99 Pisanan dimensiot alapuolen dynamisessa kosketuskulmamittauksessa

Staattisessa mittauksessa käytettiin kahden sekunnin viiveaikaa. Tuloksissa esiintyy huomattavasti hajontaa (kuva 100), mutta suuruusluokka on odotettu. Tuloksia voidaan pitää melko luotettavina. Staattisen kosketuskulman keskiarvoksi saatiin 116,2°. Vapaan pintaenergian arvoksi saatiin 23,0 mJ/m².



Kuva 100 Staattinen kosketuskulma, alapuoli

7.13 Näytteet 13–17, muovipinnoitetut kartongit

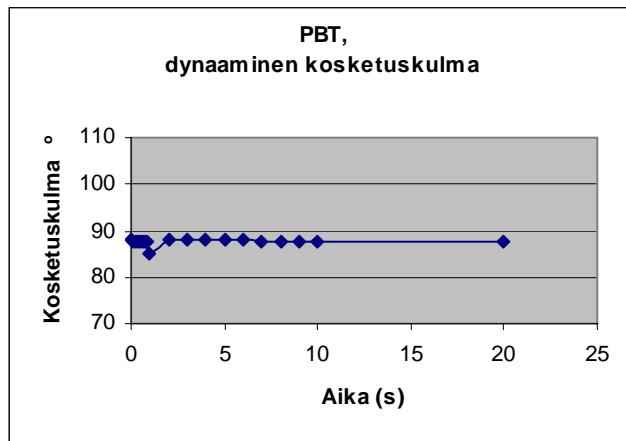
Tutkimuksessa mukana olleita muovipinnoitettuja kartonkilaatuja ei voida suoraan verrata muihin näytteisiin. Muovipinnoitetut näytteet otettiin mukaan tutkimukseen osoittamaan tilannetta, joka on vedenabsorption kannalta ihanteellinen staattista kosketuskulmamittausta ajatellen. Tutkimukseen saatiin useita erilaisia muovipinnoitteita, mikä antoi lisää mielenkiintoa kosketuskulmamittauksiin. Pystyttiin tarkkailemaan kosketuskulmamittausta varmistuneena siitä, ettei paperi- ja kartonkilaaduille tyypillinen vedenabsorptio vaikuta kosketuskulmamittaukseen. Lisäksi näytteiden vapaan pintaenergian tasossa oli ennakkotietojen perusteella huomattavia eroja. Päästiin myös arvioimaan koronakäsittelyn vaikutusta.

Jatkossa käsitellään näytteitä pinnoitteiden markkinanimillä. Näytenumeroinnin mukaisesti näytteet olivat:

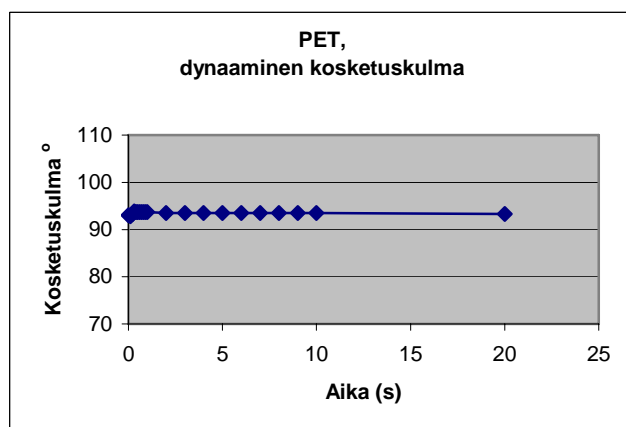
- 13 yläpuoli PBT (polybutyleenitereftalaatti)
- 14 yläpuoli PET (polyetyleenitereftalaatti)
- 15 yläpuoli PP (polypropeeni) koronakäsittely 8/2005, alapuoli PP ilman koronaa
- 16 yläpuoli PE (polyeteeni) kiiltävä, alapuoli PE matta
- 17 yläpuoli PE (koronakäsittely 27.3.2005)

Cobb-mittaus toteutettiin siten, että kaikille muovipinnoitteille suoritettiin yksi 120 sekunnin mittaus. Näytteistä yksikään ei absorboinut vettä. Päätettiin, että Cobb-mittauksien koesarjan suorittaminen kolmella eri mittausajalla ja viidellä toistolla mittausta kohden on turhaa, koska näytteet eivät absorboi vettä ollenkaan pisimmälläkään mittausajalla.

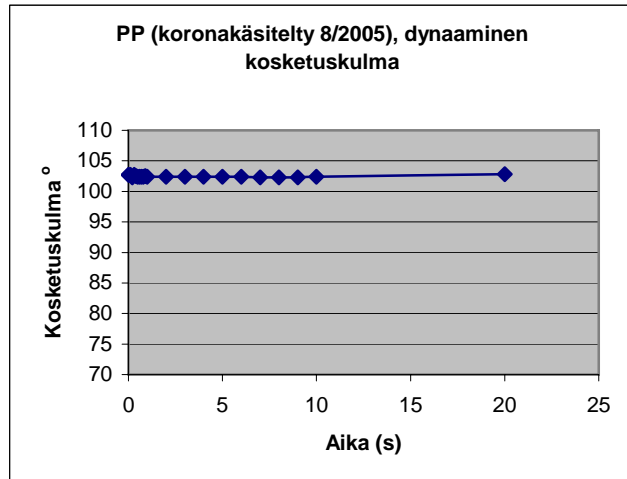
Dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa kaikille näytteille oli yhteistä, että pisara stabiloitui nopeasti näytteen pinnalle, ja pysyi sen jälkeen muuttumattomassa tilassa mittauksen ajan (kuvat 101 – 107).



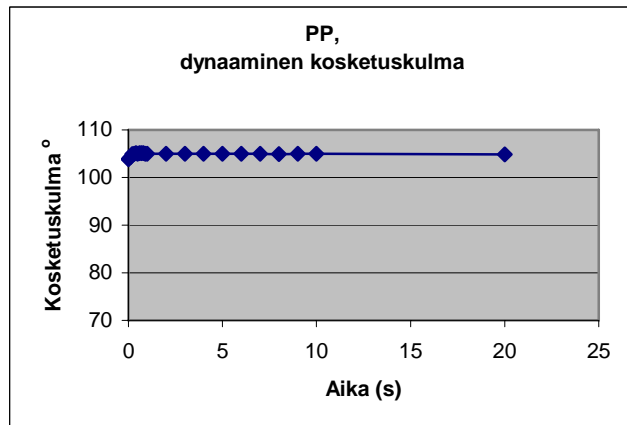
Kuva 101 PBT:n dynaaminen kosketuskulma



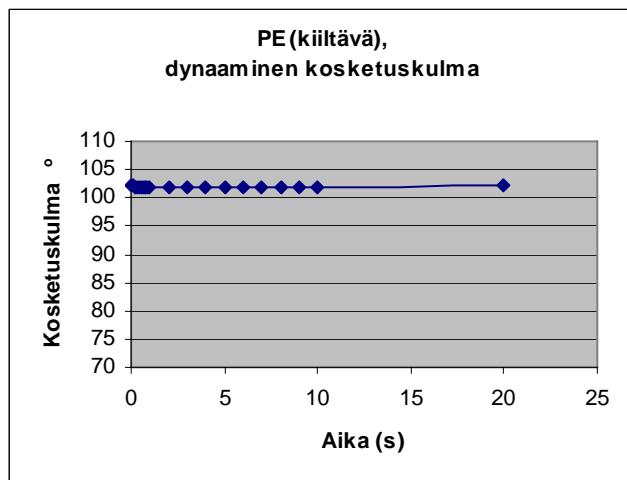
Kuva 102 PET:n dynaaminen kosketuskulma



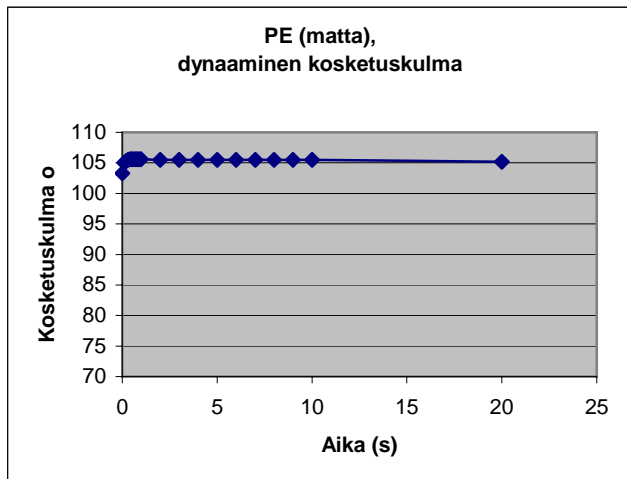
Kuva 103 8/2005 koronakäsitellyn PE:n dynaaminen kosketuskulma



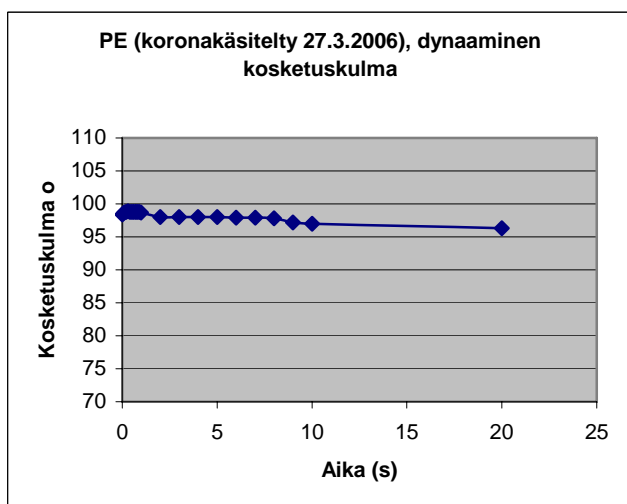
Kuva 104 PP:n dynaaminen kosketuskulma



Kuva 105 Kiiltäväpintaisen PE:n dynaaminen kosketuskulma



Kuva 106 Mattapintaisen PE:n dynaaminen kosketuskulma

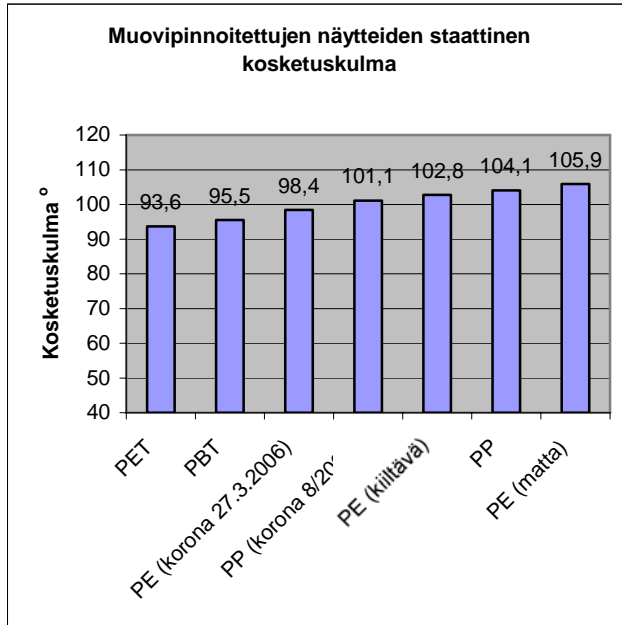


Kuva 107 27.3.2006 koronakäsitellyn PE:n dynaaminen kosketuskulma

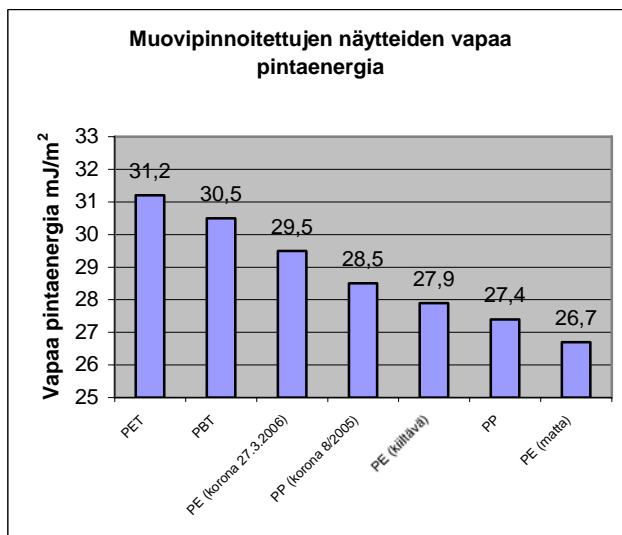
Staattiset kosketuskulmamittaukset suoritettiin kaikille muovipinnoitetuille näytteille käyttäen kahden sekunnin viiveaikaa. Lyhyempikin, esimerkiksi yhden sekunnin viiveaika olisi ollut useimpien näytteiden kohdalla ollut varmasti riittävä. Mutta ottaen huomioon näytteiden olematon vedenabsorptio sekä dynaamisen mittauksen tulokset, ei ollut vaaraa siitä, että tulokset vääristyisivät, vaikka käytettiin hieman pidempää viiveaikaa, kuin vähimmäistarve olisi ollut. Sitä vastoin nyt saatiin tulossarja, joka on saavutettu identtisellä mittausmenetelmällä, joten tuloksia voidaan verrata toisiinsa paremmin.

Mittalaitteiston toiminta kosketuskulmamittauksia suoritettaessa oli luotettavaa. Mittaustulokset toistuivat samansuuruisina toistojen välillä. Joidenkin näytteiden

kohdalla oli epäilyksiä varjokuvan heijastumisen vaikutuksesta tuloksiin, mutta mahdollista virhettä oli melko vaikeaa arvioida, koska kosketuskulmat olivat lähellä 90 astetta.



Kuva 108 Muovipinnoitteiden staattinen kosketuskulma



Kuva 109 Muovipinnoitteiden vapaa pintaenergia

Verrattaessa saatuja tuloksia (kuvat 108 ja 109) kirjallisuusarvoihin huomattiin suuria poikkeamia. Kirjallisuus /9/ antaa muovien pintaenergialle seuraavat arvot:

PET 41 - 44 mJ/m

PBT 32 mJ/m

PE 30 - 31 mJ/m

PP 29-31 mJ/m

Näytteiden toimittaja oli mitannut Sherwoodin valmistamalla testikynällä 27.3.2006 koronakäsitellyn PE-näytteen pintaenergiaksi noin 44 mJ/m tuoreeltaan koronakäsittelyn jälkeen.

Tuloksia tarkasteltaessa nähdään, että suuruusjärjestykseltään saadut mittauservot vastaavat kirjallisia lähteitä. Tulosten poikkeama kirjallisuusarvoista on kuitenkin anteeksiantamattoman suuri. Prosenttiyksikköinä poikkeama kirjallisuuslähteen /9/ ja saatujen mittaustuloksien välillä oli seuraava:

PET 23,9 – 29,1 %

PBT 4,7 %

PE (kiiltävä) 7,0 – 10,0 %

PE (matta) 11,0 – 13,9 %

PP 5,5 – 11,6 %

27.3 2006 koronakäsitellyn PE-näytteen mittaustulos poikkesi peräti 33,0 % näytteen toimittajan mittaamasta arvosta.

Koronakäsittelyn vaikutus vähenee ajan kuluessa, jonka lisäksi näytteet olivat saattaneet hankautua arkkileikkauksen, postituksen ym. käsittelyn aikana. Ajan kulumisen vaikutus ei tässä tapauksessa kuitenkaan riitä selitykseksi koronakäsittelyn vaikutuksen häviämiseen. Käsittelystä oli kulunut mittaustapahtumaan mennessä vain noin kolme viikkoa. Todellisuudessa koronakäsiteltyjen kartonkilaatujen varastointiaika voi olla viikkoja, jopa kuukausia ennen seuraavaa jalostusvaihetta.

7.14 Yhteenveto

Cobb-vedenabsorptiomittauksen tuloksia tarkasteltaessa nähdään, että tutkimukseen onnistuttiin valitsemaan melko hyvin vedenabsorptiotasoltaan eritasoisia näytteitä. Lähtökohta vedenabsorption maksimitason hakemiselle staattista kosketuskulmamittausta varten oli siis hyvä. Puupitoiset SC-, LWC- ja MWC-painopaperit erottuivat selvästi muusta joukosta suuremmalla vedenabsorptiotasollaan, varsinkin lyhyemmällä mittausajoilla. Tulos oli odotettu, koska näitä laatuja ei ole hydrofobiliimattu eikä tarkoitettu sietämään vedelle altistumista.

Veden pintajännityksen määrittäminen Pocket Goniometer PG-3 -mittalaitteella onnistui ongelmitta, joskin tulosten melko suuri hajonta aiheutti epäilyksiä mittauksen luotettavuudesta. Tulosten keskiarvo vastasi kuitenkin odotettua tulosta.

Alkuperäinen suunnitelma verrata näytteiden Cobb-vedenabsorptiotasoa pisaran tilavuuden muutokseen dynaamisessa kosketuskulmamittauksessa ei tuottanut tulosta. Ainoa näyte, jolla saatiin pisaran tilavuuden muutokselle pisaran imeytymistä kuvaava laskeva kuvaaja, oli tapettipaperin alapuoli. Cobb-vedenabsorptiotason ja pisaran tilavuuden pienenemisen suoraa yhteyttä ei pystytty määrittämään.

Näytteet, joiden dynaaminen kosketuskulmamittaus osoitti pisaran pysyvän riittävän kauan stabiilissa tilassa staattista mittausta ajatellen, edustivat Cobb-vedenabsorptiotasoltaan koko mittauksissa mukana ollutta joukkoa, mikäli puupitoiset SC-, LWC- ja MWC-painopaperit jätetään huomioimatta. Cobb30 -tuloksissa raja puupitoisten painopaperien ja muiden näytteiden välillä on noin 25 – 30 g/m². Kosketuskulmamittauksissa LWC tuntui kuitenkin kärsivän ainoastaan varjokuvan heijastumisesta johtuvasta ongelmasta. Cobb-mittauksissa vähemmän vettä absorboinut MWC tuntui kärsivän pisaran imeytymisestä kosketuskulmamittauksissa huomattavasti enemmän. Dynaaminen mittaus antoi kuitenkin hyvin tietoa siitä, sopiiko tutkittava näyte yleensäkin staattiseen kosketuskulmamittaukseen. Mittaustulosten kuvaajista oli useimmiten helppo päätellä, asettuuko pisara riittävän stabiilisti näytteen pinnalle. Saatujen kokemusten perusteella laadittiin työohje pintaenergian määrittämistä varten /LIITE/.

Mittausajaltaan 60 ja 120 sekunnin Cobb-mittaukset tuntuvat menettävän merkitystään tässä yhteydessä, kun tarkastellaan näytteen 1 (Tako CX White 200) alapuolen mittaustuloksia. Cobb60 -tulos on lähes samaa tasoa puupitoisten painopaperien kanssa, ja Cobb120 -tulos on suurin koko joukosta puupitoiset painopaperit mukaan lukien. Dynaamisen kosketuskulmamittauksen perusteella näytteen kuitenkin todettiin sopivan hyvin staattiseen mittaukseen.

Staattinen kosketuskulmamittaus ja siten myös vapaan pintaenergian määrittäminen onnistui hyvin ja uskottavasti seuraaville näytteille:

- Tako CX White 200, yläpuoli
- Gala X 240, molemmat puolet
- tarran irrokepaperi, yläpuoli
- mustesuihkutulostuspaperi, yläpuoli
- tapettipaperi, alapuoli
- leivinpaperi, yläpuoli
- muovipinnoitetut näytteet, varauksena tulosten poikkeama kirjallisuusarvoista.

Yhteisenä tekijänä näille näytteille on se, että näytteen pinta on suljettu siten, ettei kosketuskulmamittauksen vesipisara pääse kosketukseen kuiturakenteen kanssa. Taivekartongeilla Tako CX White 200 ja Gala X 240 on yläpuolella kaksinkertainen päällyste, ja pintaliimaus ennen päällystystä. Gala X 240:n alapuolen yksi päällystekerros vaikuttaa riittävän paksulta ja tiiviiltä sulkemaan pintarakenteen. Tarran irrokepaperin yläpuolella ja leivinpaperin yläpuolella oleva silikonikerros sulkee pinnan hyvin. Leivinpaperin alapuolella on kuitenkin samanlainen silikonikerros, mutta kosketuskulmamittaukset eivät silti onnistuneet. Ilmeisesti myös tapettipaperin alapuoli oli vahvasti päällystetty. Mustesuihkutulostuspaperin yläpuoli on myös vahvasti päällystetty.

Vakavimman ongelman kosketuskulmamittauksissa aiheutti pisaran varjokuvan heijastuminen näytteen pinnasta. Ilmiöstä kärsivät selvästi LWC, etikettipaperin yläpuoli, valupäällystetyn paperin yläpuoli ja tarran irrokepaperin alapuoli. Näytteille yhteistä on sileä, kiiltävä pinta ja kosketuskulma, joka on todellisuudessa alle 90°. Nämä tekijät aiheuttavat varjokuvan muodostumisen näytteen pinnalle. Ongelmasta tekee erityisen

vakavan se, että virheelliset mittaustulokset olivat usein hyvin yhdenmukaisia eikä käyttäjä välttämättä huomaa virheen tapahtuneen. Todellisen kosketuskulman ollessa yli 90° ei varjokuvasta tuntunut olevan haittaa, ja laitteisto pystyi määrittämään rajapinnan luotettavammin. Osa näytteistä, joille mittaus onnistui hyvin ja luotettavasti on kiiltäväpintaisia, mutta niiden kosketuskulmat olivat yli 90°.

Tutkimuksessa esiintyneistä ongelmista huolimatta voidaan yleisesti todeta, että vapaan pintaenergian määrittäminen kosketuskulmamittauksella on mahdollista hydrofobiliimatuille paperi- ja kartonkilaaduille. Hydrofobiliimattujen näytteiden mittauksissa ilmenneet ongelmat eivät johtuneet liiallisesta vedenabsorptiosta, vaan mittalaitteiston optiikan ja ohjelmiston kyvyttömyydestä rajapinnan tarkkaan määrittämiseen.

7.15 Jatkotutkimukset

Pocket Goniometer PG-3:a markkinoidaan erittäin edullisena vaihtoehtona kosketuskulmamittauksiin. Laboratoriokäytössä olevat laitteet voivat olla hinnaltaan jopa kymmenkertaisia verrattuna PG-3:een. Olisi erittäin valaisevaa, mikäli päästäisiin vertaamaan PG-3:n toimintaa kalliimpiin vastaavalla periaatteella toimiviin ratkaisuihin puolueettoman vertailutestin muodossa. Näytteinä voitaisiin käyttää samantyyppisiä paperi- ja kartonkilaatuja kuin tässä tutkimuksessa.

Tampereen ammattikorkeakoulun paperilaboratorion tutkimus- ja opetusikäytössä on mittalaitteen käyttäjällä oltava selvä näkemys mittauksen tarkoituksesta ja odotetusta tulostasosta. Käyttäjä ei voi sokeasti luottaa kosketuskulman tulosarvoihin, vaan on pystyttävä arvioimaan pisaran kuvaa laitteiston näyttöruudulta ja vertaamaan laitteiston ilmoittamia tuloksia omiin visuaalisiin havaintoihin. Varjokuvan heijastumisesta johtuvat virhetilanteet ovat yleensä selvästi havaittavissa, kun ruudulla näkyvän pisaran muoto ei vastaa saatua mittaustuloksia ollenkaan.

Mittalaitteen optiikkaa ja varsinkin laitteen lähettämää kuvaa tulkitsevaa ohjelmistoa on selvästi syytä kehittää. Tärkein parannuskohta on varjokuvan vaikutuksen eliminoiminen. Olisiko ehkä mahdollista lukita kuvaan korkeustaso, jonka yläpuolelta laite etsii

rajapinnan ja jättäisi rajapinnan alapuolella olevan varjokuvan täysin huomioimatta? Todennäköisesti toteutus kuitenkin vaatisi käyttäjältä huomattavia kalibrointitoimenpiteitä. Toinen mahdollisuus voisi olla kuvan kirkkauden ja kontrastin säätöjen lisääminen ohjelmistoon, tai toiminto, jolla voitaisiin säätää laitteen ”tarttumisherkkyttä” pisaran kuvaan. Usein varjokuva oli pisaraa sumuisempi ja epätarkempi. Mittauksia suoritettaessa yritettiin säätää mittaushuoneen valaistusta ja hakea parannusta laitteen toimintaan, mutta mielestäni tämän tyyppisen toiminnan ei kuuluisi olla tarpeellista laitteistoa käytettäessä.

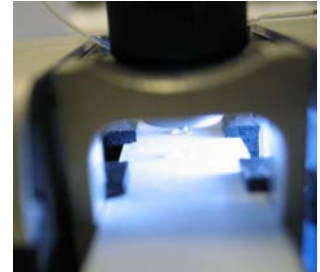
LÄHDELUETTELO

- 1 Chemguide. Intermolecular bonding – van der Waals forces. [www-sivu]. [viitattu 4.10.2005] Saatavissa: <http://www.chemguide.co.uk/atoms/bonding/vdw.html>.
- 2 Häggblom-Ahnger, Ulla – Komulainen, Pekka, Paperin ja kartongin valmistus. 3. painos. Opetushallitus. Jyväskylä 2003. 290 s.
- 3 Karhulehto, Hannu – Seppälä, Markku J. – Törn, Tage – Viluksela, Pentti, Paperin ja kartongin jalostus. 2. painos. Opetushallitus. 2004. 219 s.
- 4 Knowpap 3.0 [CD-ROM]. 1997-2000 VTT automaatio.
- 5 Laplace – Young and Bashforth – Adams Equations. [www-sivu]. [viitattu 16.5.2006] Saatavissa: <http://www.firsttenangstroms.com/pdfdocs/LaplaceYoung.pdf>.
- 6 The physical liquid surface. Luentomateriaali. Teknillinen korkeakoulu. [www-sivu]. [viitattu 4.10.2005] Saatavissa: [www.tkk.fi/Units/PhysicalChemistry/op-
luennot/Luento9.ppt](http://www.tkk.fi/Units/PhysicalChemistry/op-
luennot/Luento9.ppt).
- 7 The Pocket Goniometer. [www-sivu]. [viitattu 3.10.2005] Saatavissa: <http://www.pocketgoniometer.com/>.
- 8 Printing inks / selected physical properties. Hochschule der Medien Stuttgart. [www-sivu]. [viitattu 1.12.2005] Saatavissa: [http://www.hdm-
stuttgart.de/projekte/printing-inks/b_selec0.htm](http://www.hdm-
stuttgart.de/projekte/printing-inks/b_selec0.htm).
- 9 Solid Surface Energies. Diversifield Enterprises. [www-sivu]. [viitattu 17.5.2006] Saatavissa: http://www.accudynetest.com/surface_energy_materials.html.
- 10 Young, Hugh D. – Freedman, Roger A., University Physics. 9. painos. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. 1996. 1484 s.

Työohje vapaan pintaenergian mittausta varten

Vapaan pintaenergian mittaaminen perustuu staattiseen kosketuskulmamittaukseen. Mittaustapa ei sovellu kaikille paperi- ja kartonkituotteille pinnan huokoisuuden vuoksi. Voit arvioida tilannetta dynaamisella kosketuskulmamittauksella seuraavasti:

1. Suorita dynaaminen kosketuskulmamittaus. Kytke Pocket Goniometer tietokoneen USB-liitäntään ja käynnistä tietokone. Avaa ohjelma ”PG”. Leikkaa näytteestä n. 15 mm leveitä suikaleita. Vältä koskettamasta sormillasi mitattavaa pintaa. Aseta liuska mittalaitteeseen varmistuen että näyte on kaikkien neljän kynnen alla (ks. kuva).

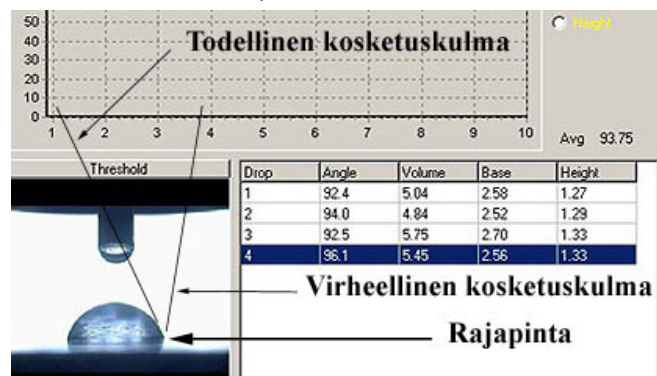


Paina ”Pump” painiketta. Mikäli pisaraa ei tule näkyviin, täytä vesisäiliö **tislattulla** vedellä käyttäen punakärkistä ruiskua, käännä säädin asentoon ”Fill” ja paina ”Pump” painiketta. Mikäli pisaraa ei näy vielä, paina ”Pump” uudelleen. Kun pisara näkyy, pumpun saa pysähtymään pitämällä ”Pump” -painiketta pohjassa. Pudota pisara näytteelle napauttamalla kevyesti annosteluputken päältä.

Valitse ohjelmasta välilehti ”Dynamic”. Tarkista, että syötettävän vesipisaran koon säädin on kohdassa 4 µl. Tarkista, että veden syöttöputken kärki näkyy monitorilla kuvan mukaisesti, säädä korkeutta tarvittaessa.

Valitse mittaussajaksi vähintään 12 s. Annostele pisara mutta älä pudota sitä vielä.

Klikkaa ”Measure” ja pudota pisara kun ruudulla lukee ”waiting for droplet”. Mittaus käynnistyy automaattisesti.



2. Tarkastele dynaamisen mittauksen tulosta. ”Angle”, ”Base” ”Height” ja ”Volume” -kuvaajien kuuluu asettaa alkuheiladusten (yleensä 1-2 s., voi olla pidempikin) jälkeen vaakatasoon osoittaen, että pisara pysyy näytteen pinnalla stabiilissa tilassa. Mikäli näin ei tapahdu, pisara absorboituu näytteeseen eikä staattista mittausta voida suorittaa luotettavasti. **Arvioi myös silmämääräisesti pisaran muotoa.** Kuvassa näkyy tilanne, jossa todellinen kosketuskulma on selvästi alle 90°, mutta laite ilmoittaa tulokseksi yli 90° arvoja. Virhe aiheutuu pisaran varjokuvan heijastumisesta kiiltävästä näytteen pinnasta.

3. Suorita staattinen kosketuskulmamittaus. Valitse ohjelmasta välilehti ”Static”. Annostele 4 µl:n pisara, pudota se näytteen pinnalle ja **klikkaa ”Measure” vasta sitten, kun pisaran pudottamisesta on kulunut se aika, mikä kului dynaamisessa mittauksessa pisaran stabiloitumiseen.** Mikäli vaadittava viiveaika on useita sekunteja, käytä apuna sekuntikelloa. Toista mittausta vähintään kuusi kertaa. Selvästi yleisestä tasosta poikkeava yksittäinen tulos voidaan poistaa valitsemalla tulosrivi ja painamalla ”Delete”. Tallenna tulossarja D:\ -asemalle siten että löydät myöhemmin tiedostosi (ks. tallennusohje).

4. Määritä vapaa pintaenergia. Valitse välilehti ”Surface Energy”. Tarkista että ”ASTM D5946” on valittuna kohdassa ”Calculation Model”. Valitse ”Select File” -kohdan ”Water” -rivillä olevalla ”Browse” -painikkeella aiemmin suorittamasi staattisen mittauksen tulostiedosto. Klikkaa ”Calc”. Tuloksissa näkyvät keskiarvo staattisen mittauksen arvoista, sekä edellisen perusteella määritetty vapaa pintaenergia yksikössä mJ/m^2 . **Kirjaa tulokset paperille** (tässä kohtaa Save-toiminnolle ei voida määrittää tallennuspolkua).

Pintaenergian yksikkö mJ/m^2 kuvaa työtä, jonka näytteen pinta tekee kumotakseen nestepisaran pintajännityksen. Yksikkö mJ/m^2 on yhtä suuri kuin kirjallisuudessa esiintyvät pintajännityksen yksiköt Dyne/cm ja mN/m .