

POLYPROPEENIN TILAVUUSMUUTOKSET ERI PAINEISSA  
JA LÄMPÖTILOISSA

LAHDEN AMMATTIKORKEAKOULU  
Muovitekniikan koulutusohjelma  
Opinnäytetyö  
Kevät 2007  
Antti Kinnunen

Lahden ammattikorkeakoulu  
Muovitekniikan koulutusohjelma

KINNUNEN, ANTTI:

Polypropeenin tilavuusmuutokset eri  
paineissa ja lämpötiloissa

Muovitekniikan opinnäytetyö, 30 sivua, 6 liitesivua

Kevät 2007

## TIIVISTELMÄ

---

Tämän työn tarkoituksena oli tutkia jäähdytyspaineen, lämpötilan ja eri jäähtymisnopeuksien vaikutusta polypropeenin tilavuuteen. Työssä tutkittavana raaka-aineena oli Borealis Polymersin PP BEC 5012.

Mittaukset järjestettiin niin, että dilatometrillä mitattiin jäähtytyksen vaikutusta PP:n tilavuuteen vakioaineessa. Paine pysyi samana ja muuttujina toimivat jäähtymistavat, jotka olivat: vapaa jäähtyminen, paineilmajäähdytys ja vesi jäähdytys.

Reometrillä mitattaessa lämpötila pysyi vakiona, mutta paine kasvoi haluttuun arvoon asti. Reometri ja dilatometrimitauksista tuloksena saadaan pvT- käyriä, joista on tulkittavissa kyseisten mittausparametrien vaikutusta koeraaka-aineen tilavuusmuutoksiin.

Kokeiden edetessä heräsi myös kiinnostus siitä, kuinka eri tavalla jäähtyneiden kappaleiden kiteisyysasteet eroavat toisistaan, koska kiteisyysasteen merkitys muovin kaikkiin ominaisuuksiin on suuri. Kiteisyysasteita tutkin DSC- laitteella.

Avainsanat: pvT, polypropeeni, tilavuusmuutokset.

Lahti University of Applied Sciences  
Faculty of Technology

KINNUNEN, ANTTI:

The volume changes of polypropylene in  
different pressures and temperatures

Bachelor's Thesis in Plastics Engineering, 30 pages, 6 appendices

Spring 2007

## ABSTRACT

---

The purpose of this study was to examine the effects of cooling pressure, temperature and different cooling velocities on the volume of polypropylene. In this study the material used was PP BEC 5012 of Borealis Polymers.

The measurements were carried out in the laboratory of plastics at Lahti University of Applied Sciences, Faculty of Technology. I measured the effects of cooling to polypropylenes volume with a dilatometer. The pressure stayed stable and the differences to the volume of polypropylene resulted from how the material was cooled. The cooling ways was carried out using free, air pressure and water cooling.

When measuring with a rheometer the temperature was stable and the pressure grew up to 120 MPa. The rheometer and dilatometer measurements gave results which can be shown as a pvT-diagram. From the pvT-diagram it is handy to interpret the effects of cooling, pressure and temperature to the volume of PP.

During the study I wondered how different cooling ways effect to the crystallization of polypropylene. I measured this with a differential scanning calometry (DSC). Crystallization has a big influence to the mechanical and rheological properties of materials.

Key words: pvT, polypropylene and volume chances

## SISÄLLYS

1	JOHDANTO	1
2	POLYPROPEENI YLEENSÄ	2
	2.1 Valmistus	2
	2.2 Ominaisuudet	4
	2.3 Käyttö	5
3	PVT-KÄYTTÄYTYMINEN	5
	3.1 Osittain kiteisten muovien pvT- käyttäytyminen	5
	3.2 Polypropeenin pvT- käyttäytyminen	7
	3.3 Kidemuodot	7
4	MITTAUSMENETELMIÄ	9
	4.1 Dilatometri	9
	4.2 Reometri	10
	4.3 Yleistä röntgensirontamenetelmistä	10
	4.3.1 WAXS	11
	4.3.2 WAXS	12
5	MITTAUKSET	13
	5.1 Kapillaarireometri	13
	5.2 Koejärjestelyt kapillaarireometrillä	14
	5.3 Mäntädilatometri	17
	5.4 Koejärjestelyt dilatometrillä	18
6	TULOSTEN KÄSITTELY JA ANALYSOINTI	20
	6.2 Reometrin tulokset	20
	6.2 Dilatometrin tulokset	23
	6.3 Kiteisyysasteen muutokset jäädytystavasta riippuen	25
	6.4 Tilavuusmuutosten ja kiteisyyden suhde	27
7	YHTEENVETO	27
	LÄHTEET	29
	LIITELUETTELO	30

## KÄYTETYT MERKINNÄT

PP	Polypropylene, polypropeeni
PE	Polyethylene, polyeteeni
PE-HD	High density polyethylene, suuritiheksinen polyeteeni
PvT	Pressure volume temperature, paine-tilavuus-lämpötilakäyrä
WAXS	Wide angle x-ray scattering, laajakulmaröntgensironta
SAXS	Small Angle x-ray scattering, pienkulmaröntgensironta
MPa	Mega Pascal

## 1 JOHDANTO

Tämä työ on tehty Lahden ammattikorkeakoulun Tekniikan laitoksen toimeksiannosta. Työn ohjaajana toimi Tekniikan laitoksen yliopettaja TkL Pirkko Järvelä ja koemittaukset on tehty tekniikan laitoksen tiloissa laboratorioinsinööri Reijo Heikkisen ohjauksessa.

Työn tarkoituksena oli selvittää, kuinka Borealis Polymersin PP BEC 5012 - blokkikopolymeerin tilavuus muuttuu eri lämpötilojen, jäähdystapojen ja jäähdystapaineiden vaikutuksesta. Tutkimuksissa käytettiin kolmea erilaista jäähtymistapaa: vapaa jäähtyminen, paineilmajäähtyminen ja vesijäähdystys. Jokaisessa jäähtymistavassa massa jäähtyy eri nopeudella, jolla on merkitystä tilavuusmuutoksiin ja kiteisyyteen, jotka taas vaikuttavat tuotteen ominaisuuksiin merkittävästi. Eri jäähdystapaineet vaikuttavat myös kyseisiin ominaisuuksiin ratkaisevasti. Teoriassa mitä hitaammin kappale saa jäähtyä, sitä paremmin se kiteytyy ja sen myötä lopputilavuus on pienempi. Jäähdystapaineen ollessa korkeampi myös kappaleen lopputilavuuden pitäisi olla pienempi.

Näiden parametrien vaikutukset on tärkeää tietää esimerkiksi ruiskuvaltaessa kappaleita. Jos jäähdystaika on esimerkiksi liian lyhyt, niin kappale pyrkii kutistumaan vielä muotista poiston jälkeenkin, mitä kutsutaan muottikutistumaksi. Toisaalta jaksoaika tulisi saada tuottavuuden kannalta mahdollisimman lyhyeksi. Jäähdystapaine kuvaa hyvin ruiskuvalun jälkipainetta, joka tulee myös saada optimaaliseksi hyvien kappaleiden aikaansaamiseksi.

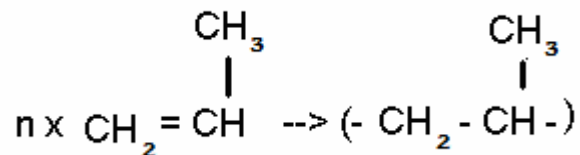
Työssä on pohdittu reometrin ja dilatometrin antamien tulosten pohjalta polypropeenin tilavuuskäyttäytymistä eri paineissa ja lämpötiloissa. Eri jäähdystapojen vaikutusta kiteisyyteen tutkin DSC- laitteella.

## 2 POLYPROPEENI YLEENSÄ

### 2.1 Valmistus

Polypropeeni on osakiteinen muovi, jota valmistetaan propeenikaasusta. Propeenikaasua syntyy maaöljyjälöstuksen sivutuotteena sekä eteenin valmistuksen rinnakkaistuotteena. Polypropeeni on verrattain myöhään kehitetty valtamuovi. Se on keksitty vasta vuonna 1954 Italialaisen professori Giulio Natan toimesta ja teollinen tuotanto alkoi vuonna 1957 Ferrarassa, Italiassa. Natta ymmärsi kehittää Zieglerin katalysaattoriyhdistelmiä, jolla saksalainen tiedemies oli kehittänyt nk. pienpaine-polyeteenin ja sovelsi niitä propeenin polymerointiin. Katalyytit ovat kehittyneet hurjasti näihin päiviin asti ja koko ajan yritetään löytää parempia ja reaktiivisempia katalyyttejä. Ziegler-Natta katalyyttiä käytetään edelleenkin. (Luhr 1982, 9; Pasquini 2005, 491.)

Polypropeeni kuuluu nk. hiilivety-polymeereihin, joiden runko on pelkästään hiiltä (C). Polymeerirunkoon on liittynyt riittävä määrä vetyä (H) ja metyyliryhmä (-CH<sub>3</sub>). Polypropeenia valmistetaan liuospolymeroimalla, suspensiopolymeroimalla tai kaasufaasipolymeroimalla propeenia. Propeenimonomeerit sisältävät hiili-hiili kaksois-sidoksia, jotka liitetään yhteen polymerointireaktion avulla. Paineen, lämmön ja katalyytin avulla nämä sidokset hajoavat ja liittyvät yhteen polymeeriketjuksi. (Kurri, Malen, Sandell & Virtanen 1999, 25.)

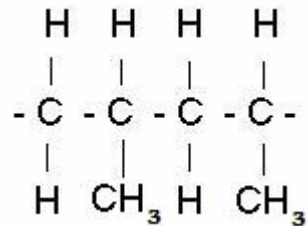


KUVIO 1. Propeenin polymeroitumisen yleiskaava (Tammela 1989 , 43).

Polypropeeni voi saada polymeroinnin tuloksena kolme erilaista avaruusrakennetta: isotaktinen, ataktinen ja syndiotaktinen rakennemuoto. Avaruusrakenteet määräytyvät metyyliryhmän sijainnin mukaan polymeeriketjussa, ja käyttökohteesta riippuen haluttua avaruusrakennetta

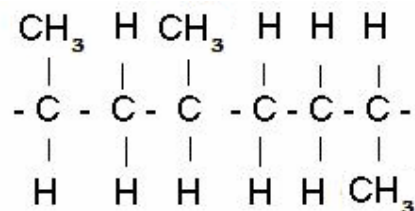
sisältävää polypropeenia saadaan valmistettua valmistusmenetelmiä ja katalyyttejä muuntelemalla.

Isotaktisessa polypropeenissa kaikki metyyliryhmät sijaitsevat samalla puolella polymeeriketjua. Isotaktinen polypropeeni on kaupallisesti merkittävin, ja myytävät PP-tyypit ovat yli 90 %:sesti isotaktisia. Ne ovat hyvin kiteytyneitä ja kemiallisesti kestäviä.



KUVIO 2. Isotaktinen polypropeeni

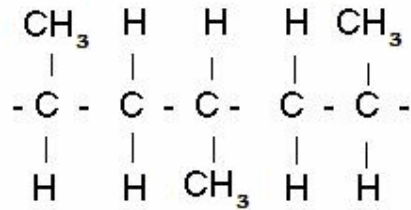
Ataktisessa polypropeenissa metyyliryhmät sijaitsevat satunnaisesti polymeeriketjun ylä- ja alapuolella. Ataktinen polypropeeni ei kiteydy, vaan se on amorfinen, mekaanisesti heikko aine. Ataktinen PP kestää huonosti lämpöä ja kemikaaleja.



KUVIO 3. Ataktinen polypropeeni

Syndiotaktisessa polypropeenissa metyyliryhmät ovat vuorotellen polymeeriketjun molemmiin puolin. Syndiotaktinen polypropeeni on kahden edellisen avaruusrakenteen välimuoto. Se on kiteytymiskykyistä, mutta sitä ei juurikaan valmisteta teknisessä mittakaavassa.





KUVIO 4. Syndiotaktinen polypropeeni

## 2.2 Ominaisuudet

Polypropeeni on pienen tiheyden omaava muovi. Se on muovimaailman pienimpiä n. 0,91 g/cm<sup>3</sup> riippuen PP:n tyypistä. Kiteisyysaste vaikuttaa suuresti muovin kaikkiin ominaisuuksiin ja se vaihtelee polypropeenilla 40–60 % välillä. Mittausmenetelmistä ja laatueroavaisuuksista riippuen sulamislämpötila PP:llä on n. 165 °C.

Polypropeenia verrataan usein korkeatiheyksiseen polyeteeniin. Ne muistuttavat ominaisuuksiltaan suuresti toisiaan, vaikkakin on myös selviä eroja. Ulkoisesti tarkasteltuna PE-HD ja PP ovat molemmat vahamaisia ja läpikuultavia. Näiden muovien polymerointiprosessit Ziegler-Natta katalyytillä ovat myös hyvin samanlaiset. Polypropeeni on mekaanisesti kovempaa, jäykempää ja kimmoisampaa kuin PE-HD. PP:tä ja PE-HD:tä käytetään paljolti samoissa käyttökohteissa, mutta jos vaaditaan korkeampaa käyttölämpötilaa tai suurempaa teknistä rasituksen kestoa on polypropeeni ehdoton valinta. Polypropeenin haittapuolena on, että se haurastuu lämpötilan mennessä miinuksen puolelle. Tämän haitan poistamiseksi PP:tä sekapolymeroidaan PE:n kanssa, jota kutsutaan kopolymeeriksi. PP-kopolymeerin kylmänkestävyys saadaan jopa -40 °C. (Järvinen 2000, 27.)

Polypropeenissa kuten kaikissa muissakin muoveissa voidaan tarkoituksiperästä riippuen käyttää täyte-, lujite- ja apuaineita. PP:llä yleisimmin käytettyjä lujiteaineita ovat talkki ja lasikuitu. Myös stabilisaattoreita lisätään yleisesti huonon UV-säteilyn keston vuoksi. PP on myös työstettävissä kaikilla kestumuoveihin käytettävillä työstömenetelmillä.

## 2.3 Käyttö

Polypropeenin käyttökohteet ovat hyvin monipuoliset. Sen käyttö on kasvanut todella hurjaa vauhtia, ja sitä tuotetaan n. 36 milj. tonnia vuodessa. Se on jo toiseksi käytetyin muovi maailmassa polyeteenin jälkeen (v. 2004 tilastoissa). PP:tä voidaan käyttää monipuolisesti, koska se on helposti muokattavissa käyttökohteensa tarpeisiin nähden. Polypropeenin valmistuksen yhteydessä voidaan säädellä keskimääräistä moolimassaa ja moolimassajakaumaa. Pitkät molekyyliketjut antavat tuotteelle lujuutta ja lyhyet molekyyliketjut helpottavat työstöä. Kapea moolimassajakauma, eli polypropeeni jossa on samanpituiset molekyyliketjut, soveltuu hyvin ruiskuvaluun. Tällöin tuote ei vääntyile ja kutistuu tasaisesti. Leveän moolimassajakauman polypropeeni, joka sisältää sekä pitkiä että lyhyitä molekyyliketjuja, soveltuu hyvin esimerkiksi kalvoekstruusioon. Tässä tapauksessa lyhyet molekyyliketjut helpottavat työstöä ja pitkät molekyyliketjut antavat tuotteelle lujuutta. (Pasquini 2005; Järvinen 2000, 26.)

Polypropeeni soveltuu erinomaisesti kalvosaranaksi, se kestää miljoonia avaus/sulkukertoja esimerkiksi ketsuppipullon korkeissa. Muita käyttökohteita ovat mm. ämpärit, narut, köydet, katuharjat, putket, kalvot ja kotitalouskoneiden osat. (Järvinen 2000, 27.)

## 3 PVT-KÄYTTÄYTYMINEN

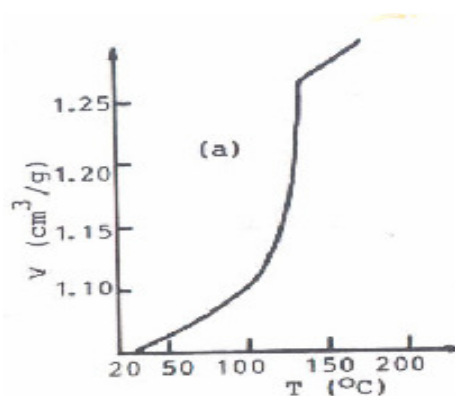
### 3.1 Osittain kiteisten muovien pVT- käyttäytyminen

Ymmärtääkseen muovien lämpötilakäyttäytymistä on pVT - käyrä tärkeä apuväline. PVT - lyhenne tulee englanninkielien sanoista pressure, volume ja temperature, eli muuttujina toimivat paine, tilavuus ja lämpötila. PVT- mittauksia voidaan suorittaa mm. dilatometrillä ja reometrillä. PVT - käyrältä ilmenee suoraan materiaalin sulamispiste  $T_m$ , lasittumispiste  $T_g$  sekä tilavuuden muutokset eri lämpötiloissa ja paineissa.

Sekä amorfisilla että osittain kiteisillä muoveilla on lasisiirtymäpiste, mutta osittain kiteisillä se ei esiinny niin selkeänä kuin amorfisilla muoveilla. Kun polymeeriä lämmitetään yli lämpötila-alueen, jossa lämpöliike voimistuu, se nähdään pV-T- käyrältä äkillisenä tilavuuden kasvuna.  $T_g$ :n alapuolella muovi on lasin kaltainen.

Kun polymeerin lämpötilaa nostetaan edelleen, sen molekulaarinen lämpöliike voimistuu. Tarpeeksi korkean lämpötilan saavutettua sekundaarisidokset eivät pysty pitämään kidettä enää kasassa, vaan se hajoaa ja siitä syntyy amorfinen sula massa. Sitä lämpötilaa, jossa suurinkin kide on varmasti täydellisesti sulanut, kutsutaan sulamispisteeksi.

Muoveja, joiden polymeeriketjut pystyvät sulatilasta jäähtyessään järjestäytymään, kutsutaan osittain kiteisiksi. Yleisesti puhutaan osittain kiteisistä muoveista, koska muovit eivät voi koskaan kiteytyä 100 %:sti. Toisin kuin amorfiset muovit, osittain kiteiset muovit sulavat suhteellisen kapealla lämpötila-alueella ja  $T_m$  saadaan määritettyä suhteellisen tarkasti näille muoveille. (Törmälä, Järvelä & Lindberg 1983, 44, 118 ja 121.)



KUVIO 5. Tyypillinen pV-T-käyrä polyeteenillä (Törmälä ym. 1983, 45).

Kuviosta 5 on havaittavissa  $T_m$  – piste n.  $140^\circ\text{C}$  asteen kohdalla. Jäähdytysnopeus ja paine vaikuttavat paljon mm. sulatteen tilavuuteen ja kiteisyysasteeseen. pV-T – käyrältä on luettavissa helposti tilavuuden muutos lämpötilan laskiessa.

### 3.2 Polypropeenin pVT- käyttäytyminen

Polypropeeni käyttäytyy pVT- käyrällä samankaltaisesti kuin muutkin osittain kiteiset muovit. Kirjallisuus antaa PP- homopolymeerille  $T_m$  -arvoksi n. 165 °C,  $T_g$  -arvoksi n. 0 °C ja kiteisyysasteet vaihtelevat n. 40-60% välillä. PP: llä kuten muillakin osittain kiteisillä muoveilla kiteytyminen alkaa  $T_m$ : n alapuolella ja jatkuu  $T_g$  lämpötilaan asti. Lopputilavuuden pitäisi teoriassa olla sitä suurempi mitä nopeammin kappale on jäähtynyt, koska nopeampi jäähtyminen laskee kiteisyysastetta. Kiteisyysasteen laskiessa tilavuus kasvaa, koska polymeeriketjut eivät ole niin järjestäytyneitä ja hyvin pakkautuneita kuin kiteisessä muodossa. Polypropeenia kopolymeroidaan PE:n kanssa, jotta sen  $T_g$  - arvoa saadaan parannettua jopa -40 °C: een. Kopolymerointi alentaa myös  $T_m$  - arvoa ja kiteisyyttä. (Tammela 1989, 46.)

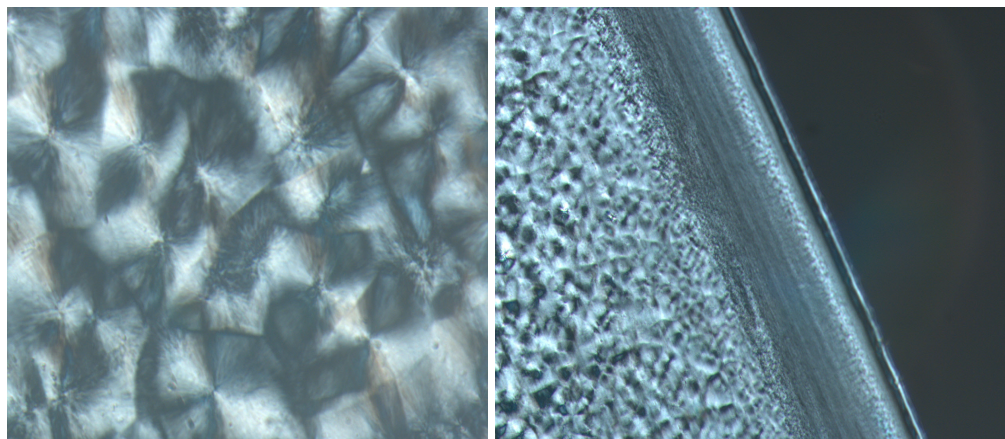
PvT-käyrän antamista tuloksista on suuresti hyötyä valmistettaessa kyseisestä materiaalista kappaleita. Esimerkiksi ruiskuvalussa on tärkeää tuottavuuden kannalta saada minimoitua jaksoaikaa. PvT-käyrä antaa tietoja materiaalin käyttäytymisestä tietyllä jäähdytysnopeudella ja paineella. Jos jaksoaikaa lyhennetään liikaa, niin valmis kappale ei ehdi kiteytyä tarpeeksi ja jatkaa kiteytymistään huomattavasti muotista poiston jälkeenkin. Liian pitkä jaksoaika ei tietenkään ole taloudellisesti kannattavaa. Jälkipaineen määrä vaikuttaa myös paljon tuotteen lopputilavuuteen/ominaisuuksiin. Näiden parametrien kanssa täytyy löytää sopiva kompromissi kappaleen riittävän laadun, haluttujen ominaisuuksien ja taloudellisten intressien kanssa. PvT-käyrä auttaa tässä asiassa suuresti.

### 3.3 Kidemuodot

Polypropeenin kiteytymisellä on suuri vaikutus mekaanisiin ja termisiin ominaisuuksiin. Kiteytymisaste, joka kertoo prosenttiosuuden sisäisen rakenteen kiteisyydestä, vaikuttaa suuresti lopputuotteen kaikkiin ominaisuuksiin. Polypropeeni voi olosuhteiden mukaan kiteytyä neljässä eri muodossa. Yleisin ja

pisimpään tunnettu kidemuoto on  $\alpha$  ja sen tiheys on kaikista kidemuodoista suurin. Yleensä polypropeenista valmistetut tuotteet koostuvat yli 90 %  $\alpha$ -kiteistä. Muut kidemuodot ( $\beta$ ,  $\gamma$  ja smektinen) alentavat  $T_m$  -arvoa ja kiteisyyttä. Tavallisessa  $\alpha$  -kiteessä isotaktinen molekyyli on kierteisenä rakenteena, jossa kolme rakenneyksikköä muodostaa täyden kierteen.  $\beta$  -kidemuodossa rakenneyksiköt ovat heksagonaalisessa muodossa ja  $\gamma$  -kidemuodossa trikliinisessä muodossa.  $\beta$ ,  $\gamma$  ja smektinen muoto muuttuvat korotetussa lämpötilassa  $\alpha$ -kidemuodoksi. (Tammela 1989, 44; Pasquini 2005, 19.)

Jotkut polymeerit muodostavat helpommin sferuliittejä kuin toiset. Polypropeenilla sferuliittityyppejä on viisi. Sferuliitit muodostuvat lamellirakenteeksi järjestäytyneistä kristalliiteista, jotka orientoituvat sferuliitin säteen suuntaisesti.



KUVIO 6. PP:n sferuliitteja

Kuvion 6 vasemmanpuoleisessa kuvassa on LAMK:n mikroskoopilla suurennoksella 50 otettu kuva polypropeenin sferuliiteistä. Oikeanpuoleinen kuva on otettu 20-kertaisella suurennoksella polypropeenivetosauvan reunasta otetusta näytteestä. Kuvasta on hyvin havaittavissa, kuinka sen ulkoreuna ei ole virtauksessa kiteytynyt juuri ollenkaan, keskustan ollessa hyvin kiteytynyt.

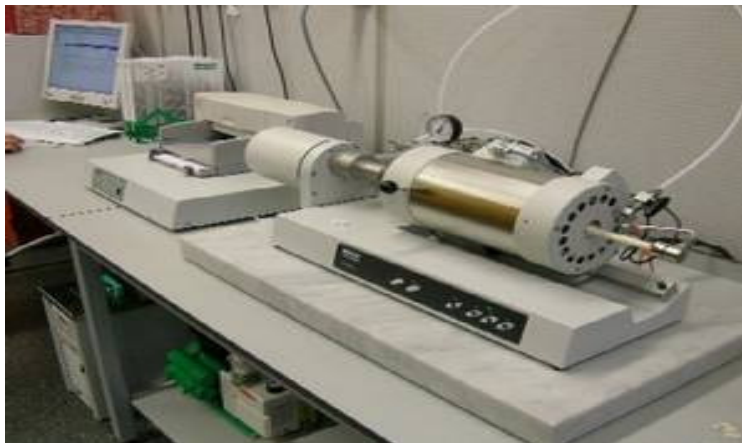
Lämpötila vaikuttaa ratkaisevasti sferuliittien syntymiseen, polypropeenilla sferuliitteja syntyy sulamispisteen ja 115 °C välillä. Suurissa lämpötiloissa syntyy harvoja suuria sferuliittejä ja pienemmissä lämpötiloissa runsaasti pieniä

sferuliittejä. Kiinteät epäpuhtaudet tai siihen lisätyt ydintäjäaineet toimivat kiteytymiskeskuksina ja nopeuttavat kiteiden ja sferuliittien muodostumista. Koska sferuliittien määrä ja laatu vaikuttavat polymeerin ominaisuuksiin, myös propeenituotteen laatu riippuu osaltaan työstön jäähtyvaiheesta. (Tammela 1989, 44; Seppälä 2001, 40.)

## 4 MITTAUSMENETELMIÄ

### 4.1 Dilatometri

Dilatometri on suhteellisen uusi tapa tutkia muovin reologisia ominaisuuksia. Modernit termomekaaniset analysaattorit mittaavat tilavuuden ja pituuden lämpölaajenemiskertoimia lämpötilan funktiona. Dilatometrit jaetaan rotaatio-, ja kapillaarimalleihin. Rotaatiodilatometrissä näyte asetetaan vaakatasossa olevaan kvartsiseen näyteputkeen, jonka lämpölaajenemiskerroin on pieni verrattuna polymeereihin.



KUVIO 7. Rotaatiodilatometri (Energy research centre of the Netherlands)

Kvartsiputki on yhdistettynä LVDT laitteeseen, jolla pituuden ja tilavuuden muutokset eri lämpötiloissa määritetään. Pituuden muutos on lineaarisesti

verrannollinen laitteen kelojen väliseen jännite-eroon ja -merkkiin. Periaate rotaatio- ja kapillaaridilatometreissä on sama, mutta rotaatiodilatometrissä sylinteri on vaaka-asennossa ja kapillaarimallissa se on pystyssä. Jäljempänä esittelen Lahden ammattikorkeakoulun laboratorio-insinöörien Reijo Heikkisen ja Kristian Rintalan ansiokkaasti valmistaman mäntädilatometrin, jossa dilatometrin periaate tulee esille.

## 4.2 Reometri

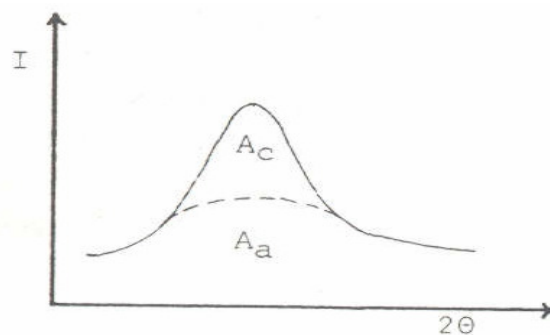
Reometri on tärkeä väline tutkittaessa muovin reologisia ominaisuuksia. Sitä käytetään tutkittaessa muovin ominaisuuksia sulassa tilassa. Reometreillä tutkitaan muovin virtauskäyttäytymistä, joka on tärkeää tietoa valmistettaessa muovituotteita. Mm. viskositeetti, leikkausoheneminen, lämmönkesto ja kokoonpuristuvuus ovat reometrimittauksista saatavaa tietoa.

Schramm (1994) luokittelee reometrit karkeasti kolmeen ryhmään: rotaatio-, kapillaari ja tasapainoreometreihin. Yleensä viskositeettiä mitattaessa suurilla leikkausnopeuksilla ja leikkausnopeusalueilla, valitaan mittausvälineeksi kapillaarireometri. Alhaisilla leikkausnopeuksilla mitattaessa on taas rotaatioreometri parempi valinta. Tarkemmin perehdyn kapillaarireometrin toimintaan esitellessäni opinnäytetyössäni käyttämiä mittausvälineitä Lahden ammattikorkeakoulun laboratoriossa.

## 4.3 Yleistä röntgensirontamenetelmistä

Muoveja tutkittaessa röntgendifraktomenetelmillä halutaan yleensä selvittää kiteisyysastetta. Vanhimpina tarkoituserinä oli selvittää kiderakenteita, mutta nykyisin kiderakenteita tutkittaessa keskitytään monimutkaisempiin kiteisiin, esimerkiksi proteiineihin. Muita tutkittavia asioita muoveissa ovat mm. rakennevirheet, faasimuutokset, lamellien rakenne ja sijainti sekä kidehilan jännitystilat.

Tutkimusmenetelmissä peruseriaatteina on tuottaa röntgensäde mitattavan kappaleen pintaan, jonka hilatasoista se siroaa aineelle kaikkiin tyypillisiin suuntiin. Kidevirheet-, amorfiset- ja kiteiset alueet heijastavat erilaisia säteitä. Määräava suure on sironneen säteen intensiteetin maksimi, joka saadaan lasketuksi Braggin yhtälöstä:  $n \lambda = 2 d \sin \theta$ , jossa  $n$  on interferenssien kertaluku,  $\lambda$  röntgensäteilyn aallonpituus,  $d$  hilatasojen välinen etäisyys ja  $2\theta$  näytteeseen kohdistetun ja siitä sironneen säteilyn välinen kulma. Intensiteettihiipulla on lineaarinen suhde kiteisyysasteeseen. (Lindberg, Törmälä, Martinmaa & Lehtinen 1984, 212.)

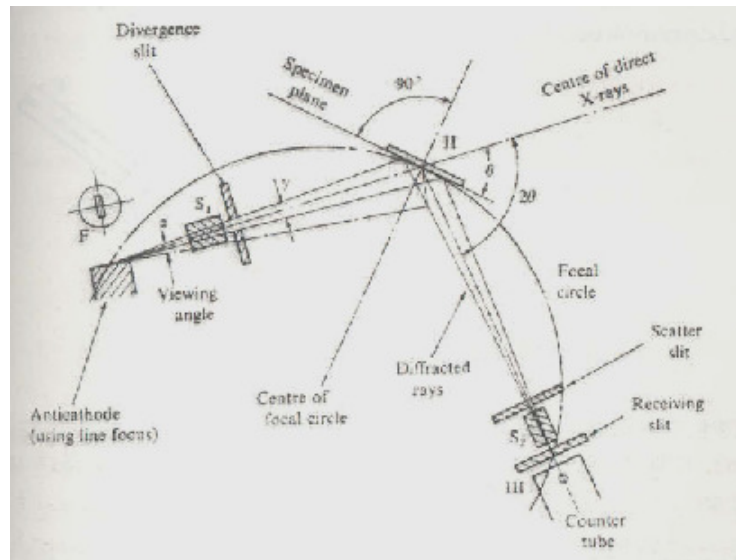


KUVIO 8. Polymeereille tyypillinen röntgensirontajakautuma;  $A_c$  = kiteisestä faasista johtuva sironta,  $A_a$  = amorfisesta faasista johtuva sironta (Lindberg ym. 1984, 212).

#### 4.3.1 WAXS

WAXS tulee englanninkielien sanoista wide angle x-ray scattering. Suomen kielessä puhutaan laajakulmaröntgensironnasta. Tässä yhteydessä laajakulma tarkoittaa karkeasti sitä, että mittauksissa koekappaleeseen kohdistetun ja siitä sironneen röntgensäteilyn välinen kulma on yli 3 astetta. Periaatteessa on mahdollista tutkia 180 asteen kulmaan asti, mutta johtuen muovin kidevirheistä ja amorfisesta faasista tutkinta-alue rajoittuu reilusti alle 90 asteen.





KUVIO 9. Laajakulma-röntgendiffraktometri (Lindberg ym.1984, 213).

Röntgenputkessa tuotettu röntgensäde suunnataan rakosysteemien kautta mitattavan kappaleen pintaan, josta röntgensäde siroaa. Sironnut säde fokusoidaan rakosysteemeillä tuikelaskuriin. Tuikelaskurin, vahvistimen ja pulssinkorkeusanalysaattorin jälkeen pulssit muunnetaan taajuuteen verrannolliseksi tasajännitteeksi. Jännitteen muutoksia seurataan potentiometripiirturilla tai tietokoneella. (Lindberg ym. 1984, 212, 214.)

#### 4.3.2 SAXS

Small Angle x-ray scattering eli SAXS on periaatteiltaan ja koejärjestelyiltään lähes samanlainen kuin laajakulmasirontakin. Tällä menetelmällä mitatessa on kiinnitettävä erityistä huomiota koeolosuhteisiin, koska kulma on lähellä 0:aa astetta ja säteily on heikko. Pienkulmaröntgensirontakokeessa on käytettävä voimakkaampaa säteilylähdettä kuin WAXS:ssa. Tämä johtuu siitä että röntgensäde joutuu kulkemaan pidemmän matkan, ja sironneen säteilyn intensiteetti on heikompi kuin käytettäessä laajakulmasirontamenetelmää. SAXS:ssa koekappaleeseen kohdistetun ja siitä sironneen röntgensäteiden kulma on alle 3 astetta. (Lindberg ym.1984, 214.)

## 5 MITTAUKSET

### 5.1 Kapillaarireometri

Kapillaarireometrillä tutkitaan yleisesti muovien reologisia ominaisuuksia. Siinä mitataan muovin ominaisuuksia sulassa tilassa, josta saadaan tuloksia muovin viskositeetista, kokoonpuristavuudesta, lämmönkestosta ja leikkausohenemisesta. Laitteella mitattaessa yleisin tutkimuskohde on leikkausoheneminen, mutta kokeissani tutkin tilavuuden muutoksia vakiolämpötilassa. Mitattaessa reometrillä sylinterissä oleva sula muovi painetaan männän avulla suuttimen läpi. Riippuen halutusta mittaus-suureesta ja standardista, löytyy laitteelle monia erilaisia suuttimia. Laitteessa on hyvät anturit, joiden avulla voidaan tarkasti määrittää haluttu lämpötila, puristusnopeus ja paine. Kapillaarireometri on yhdistetty tietokoneeseen, joka mittaa tarkasti haluttuja parametrejä.

Lahden ammattikorkeakoulun laboratoriossa on käytössä Bohlin Instrumentsin Rosand RH 7/2 Flowmaster kapillaarireometri. Se on yhdistetty tietokoneeseen, jossa on Rosand V8-ohjelma. Valittavana on dyniscon 5000, 10000 ja 30000 psi:n anturit, jotka vastaavat n. 345, 689 ja 2068 bar:ia.



KUVIO 10. LAMK:n reometri

Reometrissä on kaksi samanpituista sylinteriä, jossa muovi sulatetaan halutussa lämpötilassa. Sylinterin/sylinterien päihin asennetaan kokeesta riippuen haluttu suutin, jonka läpi sula muovimateriaali painetaan männän avulla halutulla nopeudella/voimalla. Tietokoneen ruudulta näkee käyrältä mitä kokeen aikana tapahtuu, ja ohjelma antaa ohjeita kokeen suorituksesta. Ohjelma laskee koko kokeen ajan tuloksia mittauksista ja ohjelmassa on valittavissa useita eri tulosten käsittelytapoja käyrien muodossa.

## 5.2 Koejärjestelyt kapillaarireometrillä

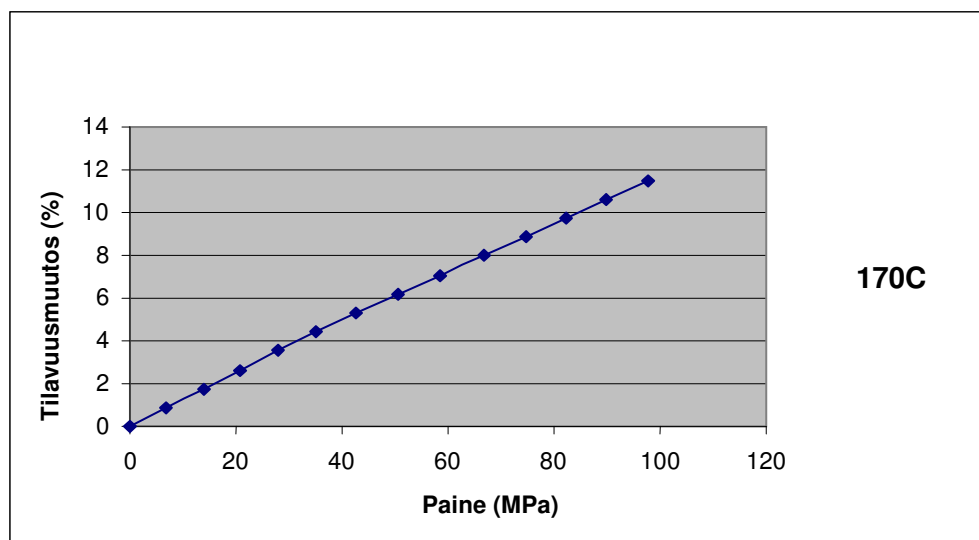
Kone laitettiin lämpiämään haluttuun lämpötilaan (170 °C) ja asennettiin valittu 30000 psi:n anturi paikalleen. Ennen varsinaisia mittauksia tuli suorittaa alkulämmitys, joka tapahtui siten, että sylinterin suutin ruuvattiin irti ja asennettiin paikalle tulppa, joka tukkii sylinterin pään tiiviisti. PP BEC 5012 muoviryönnit laitettiin sylinteriin lämpiämään muutamaksi minuutiksi, minkä jälkeen mäntää painettiin 50 mm/min niin kauan, että paine nousi 0,5 MPa:iin. Tämän jälkeen tapahtui 5 minuutin lämmitys, jota seurasi taas puristus 50 mm/min 0,5 MPa:iin asti. Lopuksi suoritettiin vielä 3 minuutin lämmitys ennen varsinaisia testauksia.

Alkulämmityksen jälkeen tulppa ruuvattiin irti ja mäntää painettiin 30 mm/min nopeudella niin pitkään, kunnes ohjelmaan syötetty haluttu alkutilavuus 20 cm<sup>3</sup> saavutettiin. Tämän jälkeen tulppa ruuvattiin takaisin paikalleen ja alettiin puristaa mäntää nopeudella 2 mm/min. Ohjelma päivitti käyrää 30 sekunnin välein niin pitkään, kunnes haluttu paine 120 MPa saavutettiin.

TAULUKKO 1. Tilavuusmuutos (%) 170 °C:ssa

Paine MPa	Tilavuusmuutos %
0	0
6,904045	0,882099
13,80809	1,761999
20,81366	2,651428
28,0223	3,536457
35,23093	4,419285
42,64263	5,301034
50,66351	6,19265
58,58285	7,078043
66,80679	7,959414
74,72613	8,842607
82,23936	9,725084
89,65105	10,61523
97,77345	11,49771

Taulukosta 1 nähdään kapillaarireometrin antamia tuloksia. Vasemmassa sarakkeessa on paineen nousu, joka ei tässä tapauksessa ole ihan 120 MPa:n asti, koska kone päivittää taulukoita 30 sekunnin välein ja ennen viimeisintä päivitystä paine ei kerennyt nousta 120 MPa:iin asti. Oikeassa sarakkeessa on tilavuusmuutos prosentteina. Nämä tulokset siirrettyä Excel-ohjelmaan ja siitä valmistetusta havainnollisesta taulukosta (KUVIO 11.) on helppo tulkita paineen vaikutusta tilavuuden pienenemiseen vakiolämpötilassa.

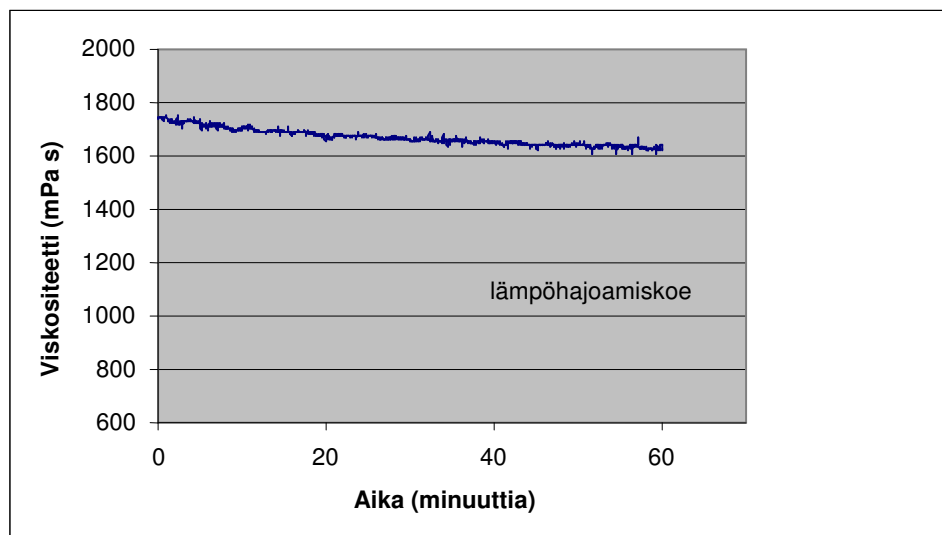


KUVIO 11. PP BEC 5012- tilavuusmuutos (%) 170 °C:ssa

Testaukset suoritettiin viidessä eri lämpötilassa, jotka olivat 170 °C, 190 °C, 210 °C, 230 °C ja 250 °C. Testauslämpötilat nousivat 20 °C välein, joten testien välissä täytyi koneen antaa lämmitä rauhassa haluttuun lämpötilaan, jonka jälkeen koe toistettiin edellä mainitulla tavalla.

Mittaukset tehtiin 7.12.2005, 13.12.2005 ja varmempien tulosten toivossa ne toistettiin vielä 23.1.2006. Mittaukset reometrillä kestivät suhteellisen kauan (alkulämmitys + n.10 min/mittaus), ja sen myötä heräsi epäily siitä, voiko aineessa tapahtua jo kokeen aikana lämpöhajoamista. Tätä yritettiin selvittää lämpöhajoamistestillä, joka tutkii aineen pitkäkestoista käyttäytymistä. Sylinteri lämmitettiin 250°C:een, ja anturiksi ruuvattiin paikalleen 5000 psi:n anturi. Suutin oli lämpöhajoamiskokeen standardien mukainen. Reikä, josta muovisula puristetaan läpi, oli halkaisialtaan 1 millimetriä ja suutin 16 millimetriä pitkä. Kokeessa mäntää painettiin 2 mm minuutissa ja käyrä päivittyi koneelle kerran kahdessa minuutissa. Kokeen kokonaiskesto oli 60 minuuttia.

Tuloksena lämpöhajoamiskokeesta on käyrä, johon on laskettu viskositeetin muutos ajan funktiona.



KUVIO 12. Lämpöhajoamiskokeen tulos

Kokeessa mitattiin sulan muovin virtausta kapillaarissa painehäviön funktiona. Viskositeetti ( $\eta$ ) määritetään leikkausjännityksen ( $\tau$ ) ja leikkausnopeuden ( $\gamma$ ) suhteena. Kaavaksi saatiin:

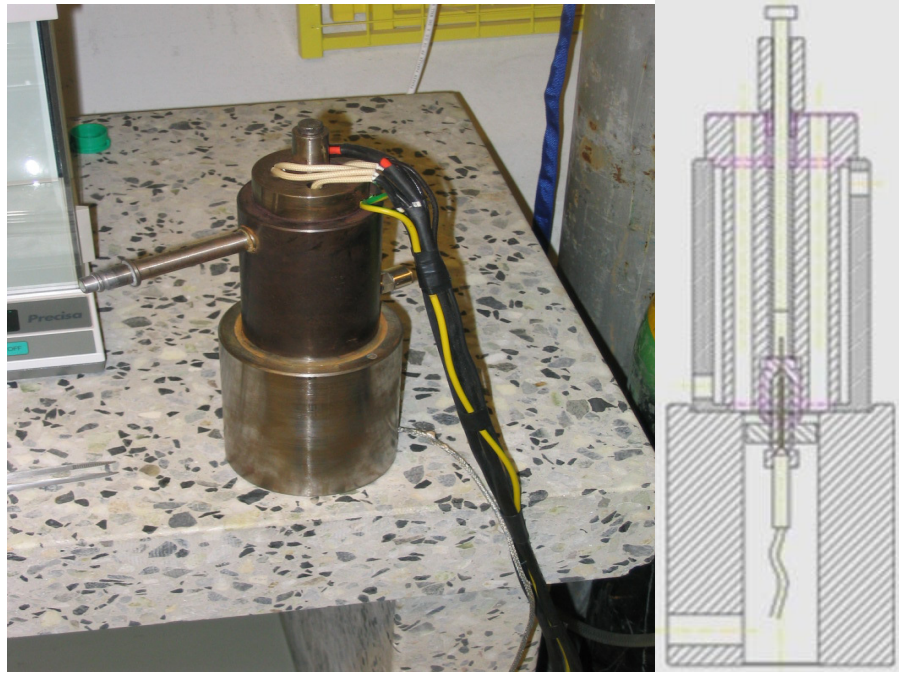
$$\eta = \tau/\gamma = ((RP)/2L)*((\pi R^3)/4Q)$$

missä R = kapillaarin säde, L = kapillaarin pituus, P= paine-erotus kapillaarin päiden välillä ja Q= tilavuusvirta.

Reometrin antamat tulokset laitettiin excel-ohjelmaan, joka laski edellä mainitulla kaavalla viskositeetin ajan suhteen. Tunnin kestäneessä lämpöhajoamiskokeessa tuli niin pieniä muutoksia, ettei niiden pitäisi vaikuttaa varsinaisiin koetuloksiin kuin korkeintaan joitakin prosenttia osia. Näiltä osin pitäisi tilavuusmuutosmittauksista saada luotettavia tuloksia.

### 5.3 Mäntädilatometri

Lahden ammattikorkeakoulun dilatometri on laboratorinsinöörien itse valmistama mäntädilatometri. Se on lieriönmallinen sylinteri, jossa on halkaisijaltaan 8 mm reikä ja siihen tiukalla sovitteella valmistettu mäntä. Sylinteriin on asennettu lämpötilavastukset, joiden avulla se saadaan lämmitettyä kuumaksi. Sylinterin päässä on kierteellä kiinni väännettävä lämpötila-anturin paikka. Sylinterin sivuille on tehty paikat eri jäähdytystapojen aikaansaamiseksi. Vapaassa jäähdytyksessä sylinterin annetaan jäähtyä vapaasti. Paineilmalla jäähdyttäessä toiseen reikään kierretään pikaliitin ja laitetaan siitä puhaltamaan paineilmaa läpi sylinterin, ilman poistuessa toisen puolen reijästä pois. Vesijäähdytyksessä paineilman paikalle laitetaan vain kiertämään kylmä vesi sylinterin läpi.



KUVIO 13. LAMK:n dilatometri

Dilatometri asetetaan vetokoneen leukojen väliin, jolloin mäntää saadaan puristettua alas juuri halutulla voimalla. Dilatometri on kytketty tietokoneeseen, jossa on Matertest Oy:n ProgSys 7.1 seq-ohjelma mittaamassa tuloksia. Laitteen oma virtalähte ei syöttänyt virtaa tasaisesti, ja tuloksena oli epäluotettavia tuloksia holtittomien käyrien muodossa. Virtalähteeksi omiin kokeisiini syöttämään virtaa lämpöanturivahvistimelle lainattiin Kistlerin muotinpainemittausjärjestelmän virtalähde laboratorion ruiskuvalukoneelta.

#### 5.4 Koejärjestelyt dilatometrillä

Sylinteriin mitattiin  $0,60 \pm 0,01$  grammaa PP BEC 5012 -näytettä. Muoviaines lämmitettiin selvästi yli sulamispisteensä n.  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ : een. Lämmityksen edetessä muoviainesta välillä sullottiin sylinteriin sen takia, että sula massa saadaan tiiviisti sylinteriin ja alkutilavuus olisi kaikissa mittauksissa sama. Kun haluttu lämpötila saavutettiin ja muovi oli varmasti sulanut, laitettiin mäntä vetokoneen leukojen väliin valmiiksi mittauksia varten. Seuraavaksi laitettiin vetokone painamaan mäntää halutulla voimalla ja sammutettiin lämmitykset. Samalla, riippuen jäähtymismuodosta, joko sylinterin annettiin jäähtyä vapaasti tai kytkettiin

sylinteriin virtaamaan paineilma tai vesikierto. Kaikkia kolmea jäähtymistapaa mitattiin viidellä eri voimalla, jotka olivat 30 MPa, 50 MPa, 70 MPa, 90 MPa ja 120 MPa. Vetokone vaatii voimat newtoneissa, jotka saatiin kertomalla MPa:t männän pinta-alalla, mikä saadaan laskettua kaavasta  $\pi D^2/4$ , missä D= männän halkaisija. Vetokoneella painettavat voimat kokeissa olivat siis 1,51 kN, 2,52 kN, 3,52 kN, 4,52 kN ja 6,03 kN.

ProgSys 7.1 seq-ohjelma päivittää koko ajan tietoja sylinterin lämpötilasta ja vetokoneen mäntää painavasta voimasta. Sylinterin tilavuuden ollessa tiedossa, voi männän siirtymästä laskea muovimassan tilavuuden. Männän siirtymä saadaan selville asettamalla mittapalikka sylinterin ja vetokoneen leukojen väliin siten, että saadaan selville, kuinka paljon männästä on vielä painamatta sylinterin sisään. Samalla hetkellä kun mitta otetaan, niin tietokoneen ruudulta tulee kirjata ylös myös lämpötila.

Näistä tiedoista saadaan laskettua massan tilavuus tietyssä lämpötilassa kaavasta  $(296,88\text{mm}^3 + (X * 28,2743\text{mm}^3)) / \text{näytteen massa (mg)}$ , jossa  $296,88 \text{ mm}^3 =$  tilavuus joka sylinterissä on männän ollessa pohjassa, X= mittatikun antama tulos millimetreissä,  $28,2743 \text{ mm}^3 =$  se tilavuus, joka lisääntyy massan tilavuuteen männän ollessa millimetrin ylempänä ja näytteen massan oltua kokeessa 600 mg.

## TAULUKKO 2. Lasketut tilavuudet tietyissä lämpötiloissa

	Vapaa jäähtyminen			Paineilmajäähtytys			Vesijäähtytys		
	lämpötila	mäntä ulkona	tilavuus	lämpötila	mäntä ulkona	tilavuus	lämpötila	mäntä ulkona	tilavuus
30MPa	125	14,5	1,178	137	15	1,202	96	13,5	1,131
50MPa	105	13,5	1,131	126	14	1,155	139	14,5	1,178
70MPa	119	13	1,107	97	13	1,107	138	13,5	1,131
90MPa	136	12	1,06	139	12,5	1,084	119	12	1,06
120MPa	122	12,5	1,084	100	12,2	1,069	137	12,5	1,084

Näistä tiedoista lisätään ProgSys 7.1 seq:n excel-ohjelmaan kyseisen lämpötilan kanssa samalle riville siinä lämpötilassa laskettu tilavuus. Esimerkiksi paineilmajäähtytysten 90 MPa:n mittauksissa exelin taulukkoon 139 °C: kohdalle tilavuussarakkeeseen laitetaan 1,084, jonka avulla ohjelma laskee tilavuudet

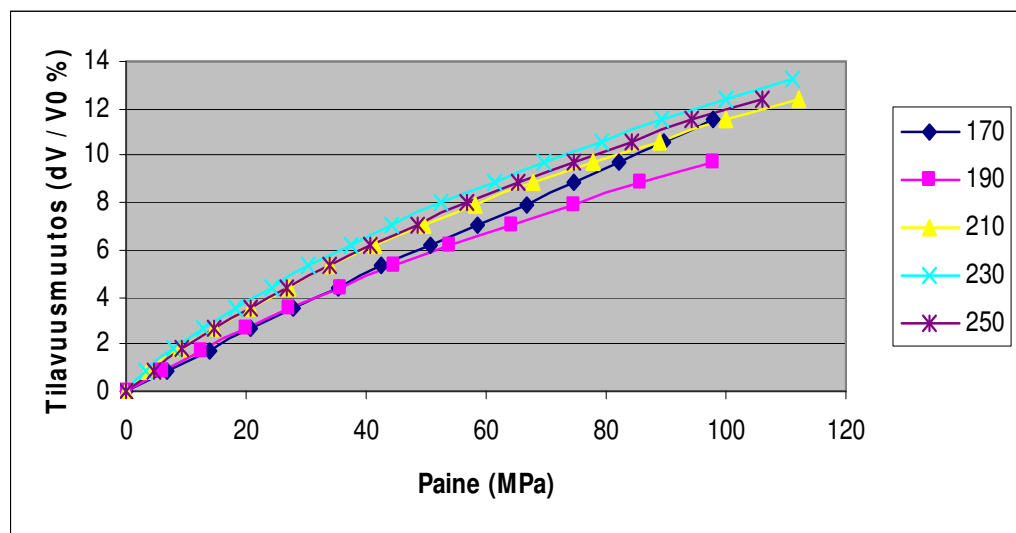


muissakin lämpötiloissa ottaen laskennallisesti huomioon lämpölaajenemisen, vuodot ja paineen muuttumiset.

## 6 TULOSTEN KÄSITTELY JA ANALYSOINTI

### 6.2 Reometrin tulokset

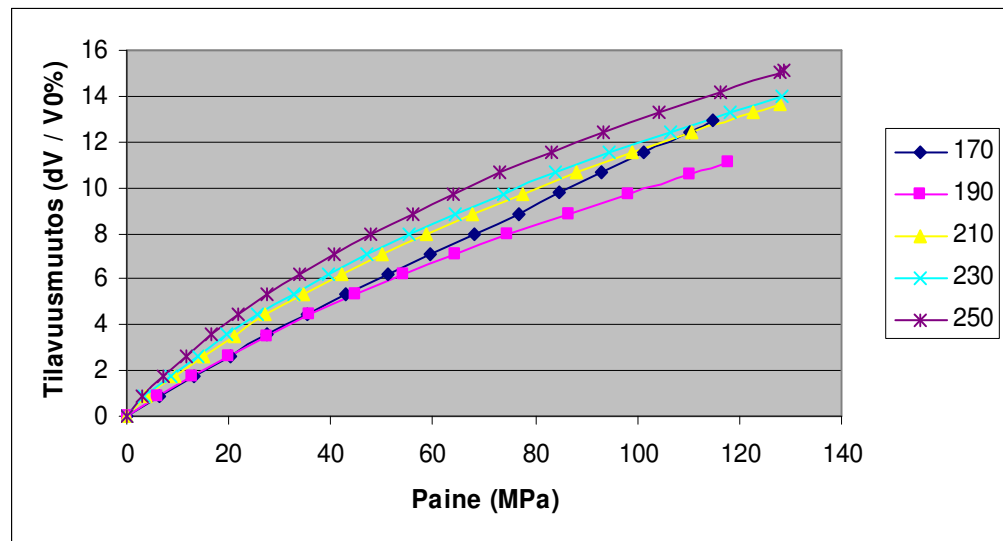
Reometrillä tutkittaessa saatiin tulokseksi PP BEC 5012:n tilavuusmuutos prosentuaalisesti vakio­lämpötilassa. Mittaukset suoritettiin kolme kertaa, joiden tulokset näkyvät LIITTEISSÄ 1,2 ja 3 sekä niiden pohjalta valmistetuista kuvioista 14,15 ja 16.



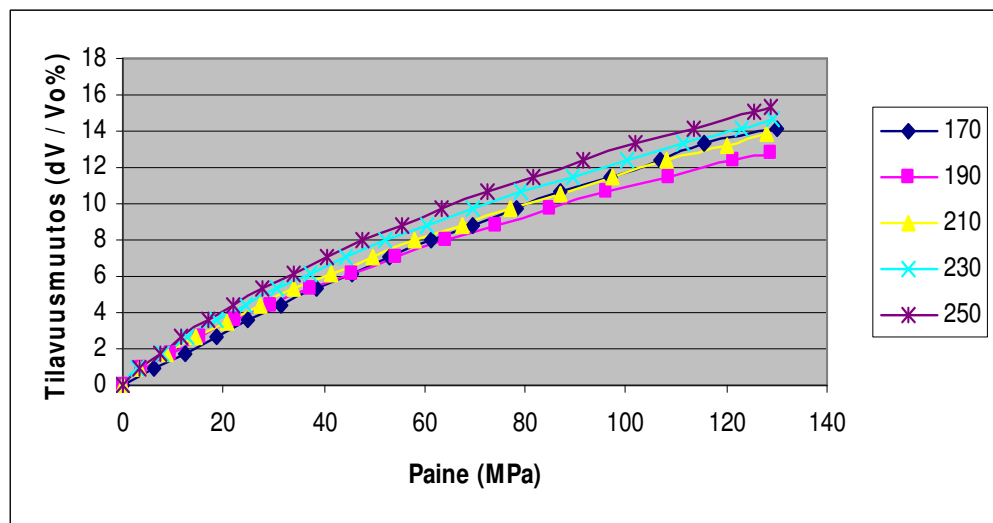
KUVIO 14. Tilavuusmuutokset %:na vakio­lämpötiloissa, (mitattu 7.12.2005)

Kuviosta 14 on havaittavissa, kuinka tilavuusmuutos suurenee paineen noustessa. Samoin suuremmilla lämpötiloilla mitattaessa tilavuusmuutokset pääsääntöisesti kasvoivat, mutta kaksi asiaa kiinnittää huomita: 170 °C näytteen suuri tilavuusmuutos ja se että 230 °C näytteen prosentuaalinen tilavuusmuutos on suurempi kuin 250 °C näytteen. Tietokoneen ohjelma päivitti mittauksissa tuloksia 30 sekunnin välein, ja välttämättä viimeinen mittaustulos 120 MPa:n kohdalla ei

ole tullut taulukkoon mukaan. Tätä eliminoidakseni tarkistusmittaukset 13.12.2005 ja 23.1.2006 mitattiin 130 MPa:iin asti.



KUVIO 15. Tilavuusmuutokset %:na vakiolämpötiloissa, (mitattu 13.12.2005)



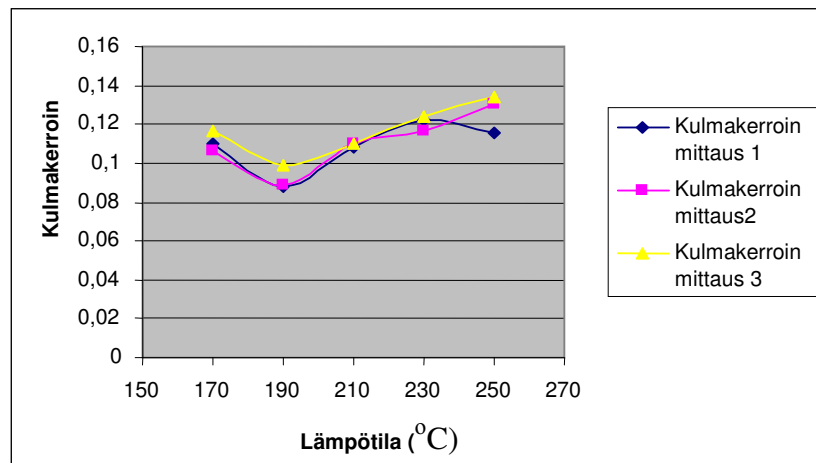
KUVIO 16. Tilavuusmuutokset %:na vakiolämpötiloissa, (mitattu 23.1.2006)

Tarkistusmittaukset osoittivat, että ihmettelyni 230 °C:n suuremmasta tilavuusmuutoksesta verrattuna 250 °C:een, on turhaa. Ensimmäisissä mittauksissa on esimerkiksi voinut käydä mahdollisesti niin, että sylinteriin on puhdistuksista huolimatta jäänyt jotain epäpuhtauksia. Ilmiö voi olla myös selitettävissä sillä, että juuri 250 °C ja 230 °C mittaukset olivat minun ensimmäiseni reometrillä, ja sen myötä on tapahtunut jokin aloittelijan virhe. Kuvaajat osoittavat kuitenkin hyvin

samankaltaisia tuloksia tilavuusmuutoksen kasvusta suuremmilla lämpötiloilla, paitsi 170 °C:n käyrä. Se että 170 °C:n tilavuusmuutokset ovat jokaisessa kolmessa mittauksessa olleet 100 MPa:n kohdalla n.12 %:a, mikä on samaa luokkaa 210 °C:n ja 230 °C:n mittausten kanssa, ei voi olla sattumaa. Tämä voisi mielestäni johtua siitä, että 170 °C:ssa ollaan kuitenkin niin lähellä sulamispistettä, että massa ei olekaan aivan täydellisesti sulanut.

TAULUKKO 3. Mittauskertojen kulmakertoimet

Lämpötila	Mittaus 1	Mittaus 2	Mittaus 3
170°C	0,11001	0,10595	0,11609
190°C	0,0881	0,08908	0,0989
210°C	0,10809	0,11	0,11045
230°C	0,12172	0,11694	0,12352
250°C	0,11569	0,13044	0,13421

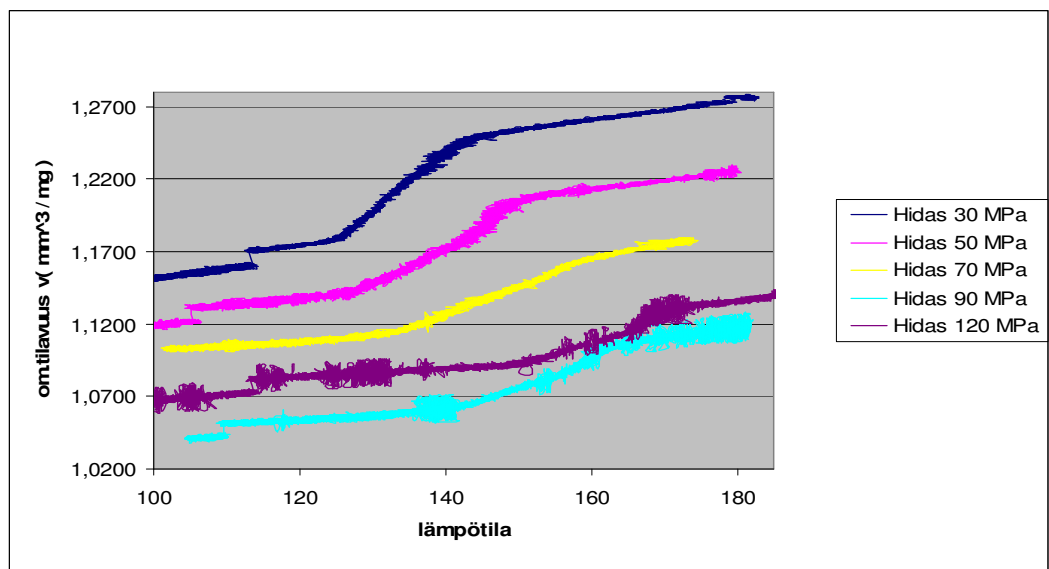


KUVIO 17. Eri mittauskertojen kulmakertoimet eri lämpötiloissa

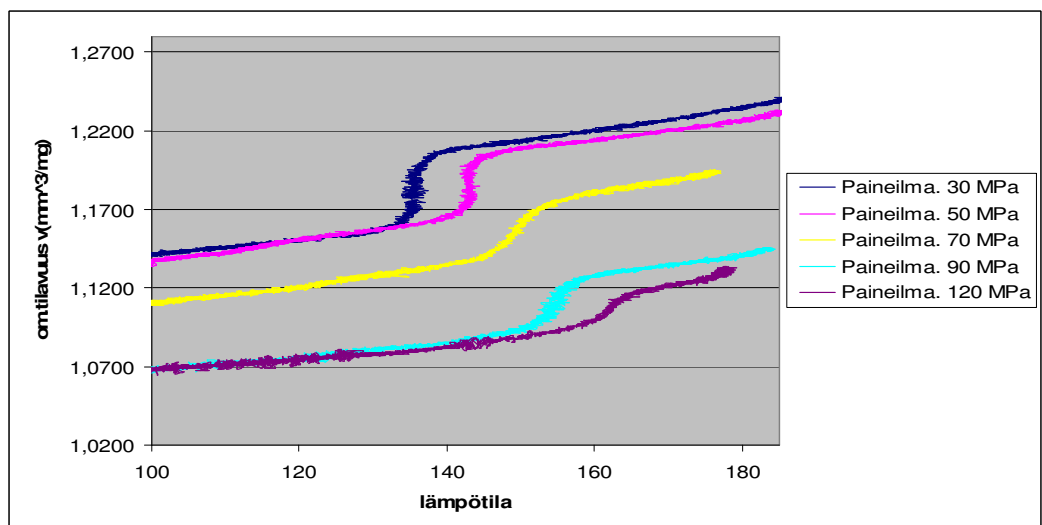
Kuvioon 17 on laskettu eri mittauskertojen kulmakertoimet mitatuilla lämpötiloilla. Kulmakerroinkäyristä on hyvin havaittavissa, kuinka 170 °C:n kohdalla kulmakertoimet ovat suurempia kuin 190 °C:n ja 210 °C:n mittauksissa. Muuten tulokset vaikuttavat järkeviltä ja samankaltaisilta keskenään.

## 6.2 Dilatometrin tulokset

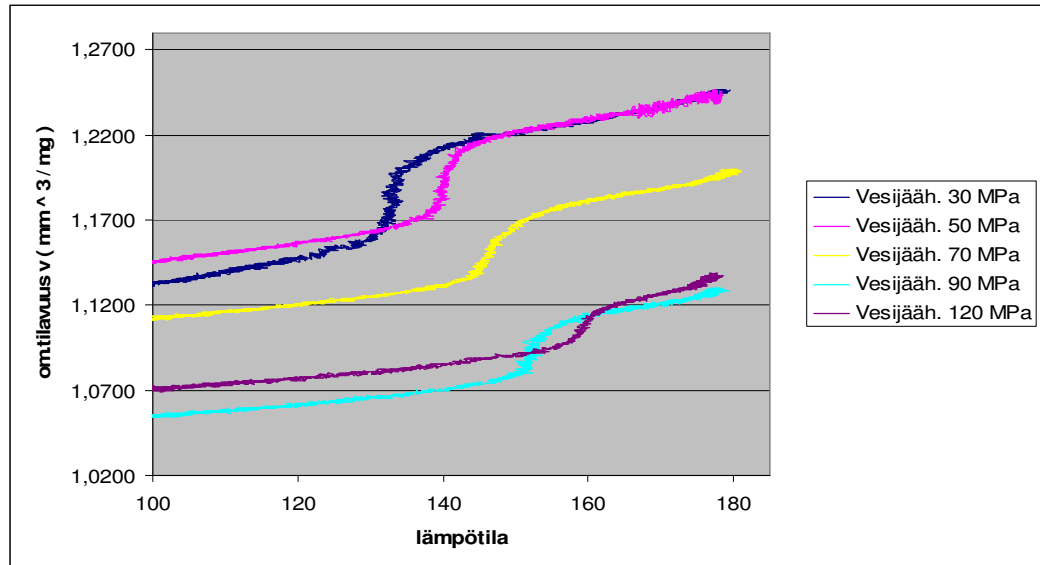
Dilatotrin tulokset löytyvät liitteistä 4,5 ja 6. On jälkeinpäin sanottava, että dilatometrimittauksissa olisi kannattanut tietokoneohjelma säätää ottamaan lukemia ylös hiukan harvemmin. Uskoakseni tuloksista olisi saanut luotettavia harvemmallakin otannalla. Nyt minulla on yhdestä mittauskerrasta excel-taulukon muodossa 12000 rivin tuloksia. Liitteisiin mittaustuloksista olen laittanut esimerkkinä 100 ensimmäistä riviä, mutta kuvaajissa on otettu huomioon kaikki tulokset.



KUVIO 18. Puristus vakiopaineessa: vapaa jäähtyminen



KUVIO 19. Puristus vakiopaineessa: paineilmajäähtytys



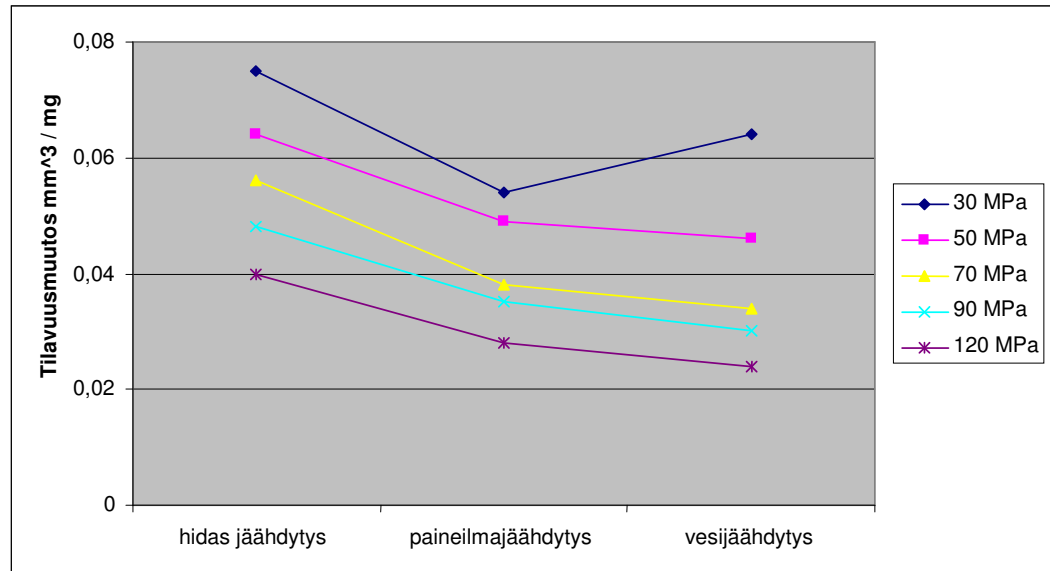
KUVIO 20. Puristus vakiopaineessa: vesijäähdytys

Kuvioita tarkastellessa on huomattavissa, että hitaassa jäähtymisessä käyrät ovat tasaisempia, mikä tarkoittaa sitä, että kiteytyminen tapahtuu hitaasti eikä käyrässä näin ole nopeita tilavuudenmuutospiikkejä. Paineilma- ja vesijäähdytyksissä on havaittavissa nopeammin tapahtuvia tilavuusmuutoksia. Näissä hyppäyksissä muovisula on alkanut kiteytyä, mikä näkyy käyriltä nopeina tilavuusmuutoksina. Paineen vaikutus lopputilavuuteen on huomattavaa, mutta itse jäähdytystavoilla ei ole merkittävää vaikutusta lopputilavuuteen. Puristettaessa 70 MPa:n voimalla paineilmalla ja vedellä jäähtyessä käyrät ovat lähes identtiset, ja lopputilavuudet jäähdytystavoista riippumatta ovat samat. 30 MPa:lla lopputilavuus näyttäisi pienenevän jonkun verran siirryttäessä nopeampiin jäähdytystapoihin ainakin suhteessa 50 MPa:n mittauksiin, jonka lopputilavuudet pysyvät suhteellisen samoina jäähdytystavoista riippumatta. Yllättävää tuloksissa on se, että painettaessa suurimmalla 120 MPa:n voimalla lopputilavuus on suurempi kuin 90 MPa:lla puristettaessa. 120 MPa:n mittauksissa lopputilavuus on kaikilla jäähdytystavoilla samaa luokkaa, 90 MPa:lla se vaihtelee jonkin verran ollen hiukan alle 1,070 mm<sup>3</sup>/mg.

Parhaiten itse tilavuusmuutokset eri jäähdytystavoilla tulee ilmi kuvioista 21, johon olen laskenut kuvioista 18,19 ja 20 jokaisella voimalla kiteytymisen aikana tulleet tilavuusmuutokset.

TAULUKKO 4. Tilavuusmuutokset eri jäähtymistavoilla

	30 MPa	50 MPa	70 MPa	90 MPa	120 MPa
hidas jäähditys	0,075	0,064	0,056	0,048	0,04
paineilmajäähditys	0,054	0,049	0,038	0,035	0,028
vesijäähditys	0,064	0,046	0,034	0,03	0,024



KUVIO 21. Tilavuusmuutokset eri jäähdytystavoilla

Käyriltä on tulkittavissa, että mitä pienemmällä paineilla puristetaan, sitä suuremmat muutokset ovat tilavuudessa. Kaikkien käyrien tulisi olla laskevia, eli siirryttäessä nopeampiin jäähdytyksiin tilavuusmuutosten tulisi olla pienempiä, koska materiaalilla ei ole ollut aikaa kiteytyä. Paineen noustessa ja jäähdytyksen nopeutuessa tilavuusmuutokset pienenevät. Paineella on suurempi merkitys tilavuusmuutoksiin kuin jäähdytystavalla. Tulokset ovat loogisia, paitsi 30 MPa:n vedellä suoritettussa jäähdytyksessä. Tähän en löydä mitään järkevää syytä, sillä käyrät menevät muilta osin kuten teoriassa pitääkin. Mittaustilanteessa on täytynyt tapahtua jokin inhimillinen virhe, koska koneethan eivät niitä tee.

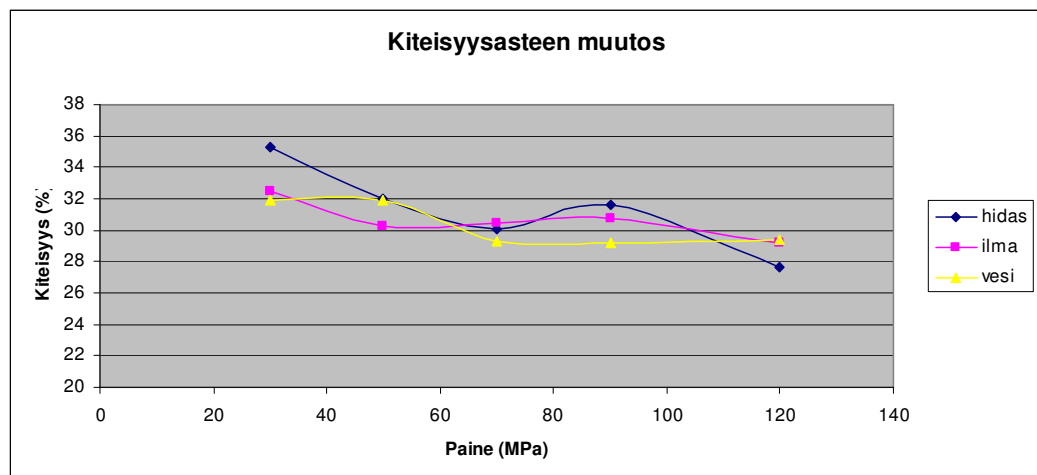
### 6.3 Kiteisyysasteen muutokset jäähdytystavasta riippuen

Kiteisyysasteet mittasin LAMK:n TA Instrument DSC Q-100 DSC- laitteella, jonka toiminta perustuu näyte- ja vertailu-upokkaan lämpötilaerojen mittaamiseen. DSC- laite määrittää näytteestä vapautuvaa tai sitomaa energiaa lämpötilan

funktiona. Tuloksena saadaan DSC- käyrä, josta nähdään mm. kiteisyysaste. Dilatometrimittauksista otin talteen jokaisella paineella ja jäähtymistavalla tulleet muovikappaleet. Näistä kappaleista mittasin DSC-laitteella kunkin kiteisyysasteen. (Taulukko 5 ja Kuvio 22)

TAULUKKO 5. Jäähdytystapojen vaikutus kiteisyysasteeseen

Paine MPa	Kiteisyys % hidasjäähdytys	Kiteisyys % paineilmajäähdytys	Kiteisyys % vesijäähdytys
30	35,3	32,5	31,9
50	32	30,3	31,9
70	30,1	30,5	29,3
90	31,6	30,7	29,2
120	27,6	29,2	29,4

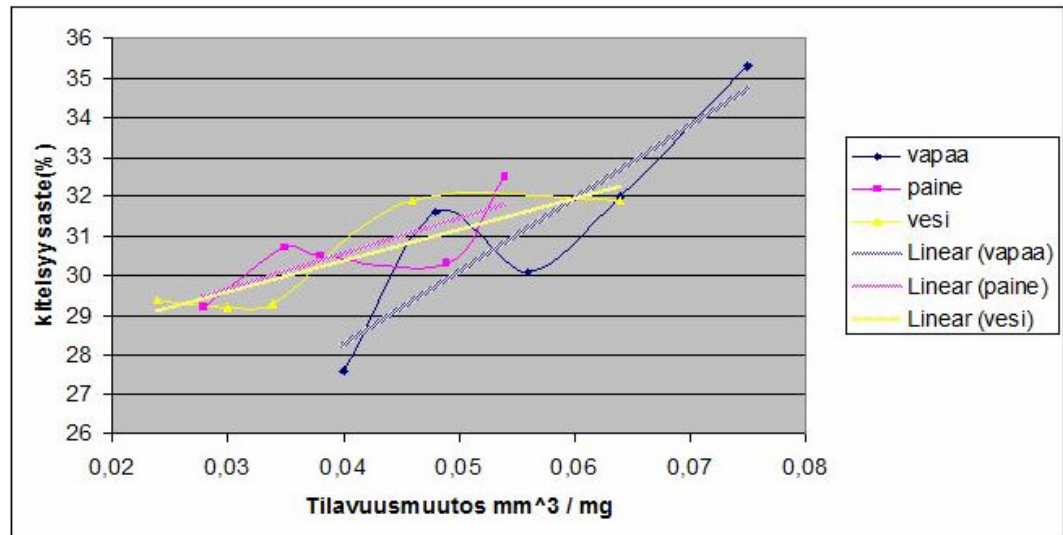


KUVIO 22. Kiteisyysasteet eri jäähtymistavoilla ja voimilla

Kiteisyysasteet pienenevät paineen noustessa, mutta paineilmalla ja vedellä jäähdytettäessä ei juurikaan eroja ole. Vapaassa jäähtymisessä kiteisyysasteen muutokset ovat huomattavimmat. 30 MPa:n ja 120 MPa:n voimilla mitattuna hitaanjäähdytymisen kiteisyysaste laski 35,3 %:ta 27,6 %:iin. Paineilmalla ja vedellä jäähdytettäessä kiteisyyden aleneminen ei ollut lähellekkään yhtä merkittävää kuin vapaassa jäähtymisessä. Paineilmalla jäähdytettäessä kiteisyysaste ei laskenut kuin 3,2 prosenttiyksikköä ja vedellä jäähdytettäessä 2,5 prosenttiyksikköä. 70 MPa:n jälkeen ei ole puristettavalla voimalla merkitystä kiteisyysasteeseen paineilmalla- ja vesijäähdytyksessä.

#### 6.4 Tilavuusmuutosten ja kiteisyyden suhde

Kuvioon 23 on havainnollistettu tilavuusmuutosten ja kiteisyyden suhde eri jäähtymistavoilla. Kuvioon on lisätty jokaisen jäähtymistavan käyrän pohjalta trendiviiva, jolta on helpompi tulkita kuviota.



KUVIO 23. Kiteisyysasteen ja tilavuusmuutosten suhde

Kuviosta on havaittavissa että vapaasti jäähtyneellä kappaleella on selvä suhde tilavuusmuutoksen ja kiteisyyden välillä. Nopeammilla jäähtymistavoilla jäähtyneillä kappaleilla kiteisyysaste ei muutu paljoa, vaikka  $\Delta V$  muuttuukin. Paineella on suurempi merkitys kiteisyysasteen muutoksiin kuin jäähtymistavalla.

## 7 YHTEENVETO

Lämpötilan vaikutus tilavuuteen oli odotetunlainen: mitä suuremmilla lämpötiloilla ja paineella mitattiin sitä enemmän tilavuus pieneni. Poikkeuksen tähän teki ainoastaan mittaus 170 °C:n lämpötilassa, minkä pohdin johtuvan siitä, että liikutaan lähellä materiaalin sulamislämpötilaa.

Jäähdytystapojen vaikutukset Borealis Polymersin PP BEC 5012 -polymeerin tilavuusmuutoksiin olivat pienet. Suuremmilla paineilla ja mentäessä nopeampiin jäähdytyksiin tilavuusmuutokset pienenivät luonnollisesti, mutta erot eivät olleet



suuria. Yksi eriävä tuloskin tuli jäähdytettäessä vedellä 30 MPa:lla, minkä tulkitsin inhimilliseksi virheeksi, johtuen siitä, että kaikki muut tulokset tukivat edellämainittuja vaikutuksia.

Kiteisyysasteen muutokset olivat huomattavia vain vapaasti jäähtyneillä kappaleilla. Näissä mittauksissa paineen vaikutus kiteisyyteen oli suurempi kuin jäähdytystapojen. Paineilmalla ja vedellä jäähdytettäessä erot olivat pienempiä, 70 MPa:n jälkeen lähes olemattomia.

Kaikki kokeet sujuivat odotetulla tavalla, ja opin paljon reometrin, dilatometrin ja DSC- laitteen käytöstä sekä PP BEC 5012:n käyttäytymisestä. Lopuksi voidaan todeta, että eri jäähdytysnopeuksilla, paineilla ja lämpötiloilla ei ole suurta merkitystä tutkittavan materiaalin tilavuuksiin ja kiteisyysasteeseen. Mitä hitaammin ja pienemmillä paineilla kappale saa jäähtyä, sitä suuremmat tilavuusmuutokset ovat.

## LÄHTEET

Järvinen, P. 2000. Muovin suomalainen käsikirja. Helsinki: Muovifakta.

Kurri V, Malen T, Sandell R ja Virtanen M 1999. Muovitekniikan perusteet. Helsinki: Opetushallitus.

Lindberg J.J, Törmälä P, Martinmaa J ja Lehtinen A. 1984. Polymeeritiede ja muovitekniikka osa I. Espoo: Otakustantamo.

Luhr, H. 1982. Insinöörijärjestöjen koulutuskeskus 1982. 1- jakso raaka-aineet ja muovituotteiden valmistus 3. painos

Pasquini, N. 2005. Polypropylene handbook 2 nd edition. Munich: Hanser publishers.

Schramm, G.1994. A practical approach to rheology and rheometry. Kalshure: Gebrueder Haake GmbH.

Seppälä, J 2001. Polymeeritekniikan perusteet. Helsinki: Otatieto.

Tammela, V. 1989. Polymeeritiede ja Muovitekniikka Osa III. Espoo: Otatieto.

Törmälä P, Järvelä P ja Lindberg J.J. 1983. Polymeeritiede ja Muovitekniikka osa II Viides muuttumaton painos. Espoo: Otakustantamo.

Energy research centre of the Netherlands [verkkójulkaisu] [viitattu 14.4.2007]. Saatavissa: <http://www.ecn.nl/serviceloket/meten-testen/fysische-karakterisering/dilatometrie/>

## LIITELUETTELO

- Liite 1      Reometrin tulokset, mitattu 7.12.2005
- Liite 2      Rometrin tulokset, mitattu 13.12.2005
- Liite 3      Reometrin tulokset, mitattu 23.1.2006
- Liite 4      Dilatometrin tulokset: Vapaa jäähtyminen
- Liite 5      Dilatometrin tulokset: Paineilmajäähdytys
- Liite 6      Dilatometrin tulokset: Vesijäähdytys

Name	File name	Volume (cm³)	dP (MPa)	dV/V0 %	Status	Plot	Time (s)	Force (kN)	Position (mm)	Speed (mm/min)	PLeft (MPa)	TTop (°C)	TMid (°C)	TDie (°C)
bec170	C:\Rheo1\	19,9753276	0	0	4	TRUE	706,066	2,869841	140,0372314	0	16,14328	170,09	170,02	169,95
bec170	C:\Rheo1\	19,7991254	6,904045	0,882099	4	TRUE	735,959	3,504762	139,0401306	2,001448154	23,047325	169,82	169,96	169,88
bec170	C:\Rheo1\	19,6223626	13,80809	1,761999	4	TRUE	765,932	4,520635	138,045517	2,001448154	29,95137	169,73	169,81	169,86
bec170	C:\Rheo1\	19,4456962	20,81366	2,651428	4	TRUE	795,945	5,688889	137,0401306	1,985932946	36,956944	169,85	169,7	169,84
bec170	C:\Rheo1\	19,2689088	28,0223	3,536457	4	TRUE	825,968	6,831746	136,0397186	2,001448154	44,165581	170,15	169,73	169,89
bec170	C:\Rheo1\	19,0925609	35,23093	4,419285	2	TRUE	856,011	8,076191	135,0417938	2,001448154	51,374214	170,35	169,94	170,02
bec170	C:\Rheo1\	18,9164288	42,64263	5,301034	2	TRUE	885,924	9,219048	134,0450897	2,001448154	58,785908	170,31	170,09	170,09
bec170	C:\Rheo1\	18,7383255	50,66351	6,19265	2	TRUE	916,028	10,64127	133,0372314	2,001448154	66,806786	170,1	170,13	170,12
bec170	C:\Rheo1\	18,5614653	58,58285	7,078043	2	TRUE	946,031	12,11429	132,0364075	2,001448154	74,726128	169,87	170,06	170,1
bec170	C:\Rheo1\	18,3854087	66,80679	7,959414	2	TRUE	976,044	13,5873	131,0401306	2,016963243	82,950066	169,81	169,91	170,03
bec170	C:\Rheo1\	18,208988	74,72613	8,842607	2	TRUE	1006	15,08571	130,0417938	2,001448154	90,869408	170	169,8	169,98
bec170	C:\Rheo1\	18,0327103	82,23936	9,725084	2	TRUE	1035,91	16,55873	129,0442657	1,985932946	98,382637	170,27	169,83	169,98
bec170	C:\Rheo1\	17,8549009	89,65105	10,61523	2	TRUE	1065,97	18,31111	128,0380707	2,001448154	105,79433	170,39	170	170,03
bec170	C:\Rheo1\	17,6786231	97,77345	11,49771	2	TRUE	1095,89	20,29206	127,0405426	1,985932946	113,91673	170,3	170,13	170,11
bec190	C:\Rheo1\	19,9765707	0	0	0	TRUE	912,952	1,453634	140,0442657	0	11,973106	189,94	189,73	190,02
bec190	C:\Rheo1\	19,7981762	6,189487	0,893019	4	TRUE	943,386	2,005013	139,0347595	2,016963243	18,162594	190,34	189,81	189,98
bec190	C:\Rheo1\	19,6246785	12,58191	1,761525	4	TRUE	972,969	2,957393	138,0529633	2,001448154	24,555016	190,49	189,99	189,89
bec190	C:\Rheo1\	19,4448199	19,88753	2,661873	4	TRUE	1003,48	4,185463	137,0351715	1,985932946	31,86064	190,19	190,15	189,86
bec190	C:\Rheo1\	19,2708826	27,19316	3,532579	4	TRUE	1033,02	5,388471	136,0508881	2,001448154	39,166264	189,8	190,11	189,91
bec190	C:\Rheo1\	19,0933645	35,61492	4,42121	2	TRUE	1063,02	6,666667	135,0463409	2,001448154	47,588024	189,58	189,98	190,03
bec190	C:\Rheo1\	18,9167227	44,54402	5,305455	2	TRUE	1093	8,145363	134,0467529	2,001448154	56,517124	189,75	189,81	190,11
bec190	C:\Rheo1\	18,7368641	54,08192	6,205803	2	TRUE	1123,53	9,849624	133,0289612	1,985932946	66,055023	190,19	189,78	190,16
bec190	C:\Rheo1\	18,5603679	64,22861	7,089319	2	TRUE	1153,49	11,70426	132,0301971	2,001448154	76,201721	190,45	189,92	190,12
bec190	C:\Rheo1\	18,3863605	74,67972	7,960376	2	TRUE	1183,02	13,60902	131,045517	1,985932946	86,652824	190,4	190,08	190,03
bec190	C:\Rheo1\	18,21001	85,53669	8,843163	2	TRUE	1212,95	15,8396	130,0475769	1,985932946	97,509796	190,08	190,15	189,97
bec190	C:\Rheo1\	18,0339533	97,81419	9,724479	2	TRUE	1242,97	18,14536	129,0513	1,985932946	109,7873	189,73	190,05	189,96
bec210	C:\Rheo1\	19,9801543	0	0	4	TRUE	710,461	0,050125	140,0645447	0	0,608802	210,01	210,77	210,17
bec210	C:\Rheo1\	19,8044617	3,652812	0,879336	4	TRUE	740,414	0,200501	139,0703278	2,001448154	4,2616143	210,19	210,58	210,14
bec210	C:\Rheo1\	19,6267251	8,929097	1,768901	4	TRUE	770,458	0,802005	138,0645447	2,001448154	9,537899	210,22	210,49	210,02
bec210	C:\Rheo1\	19,4509597	14,71272	2,648601	4	TRUE	800,421	1,578947	137,0699158	1,985932946	15,321518	210,11	210,54	209,87
bec210	C:\Rheo1\	19,2734416	20,69927	3,537073	4	TRUE	830,424	2,506266	136,0653687	2,001448154	21,308071	209,98	210,65	209,9
bec210	C:\Rheo1\	19,0963629	27,09169	4,423346	2	TRUE	860,467	3,483709	135,0633087	1,985932946	27,700493	209,98	210,7	210,02
bec210	C:\Rheo1\	18,9203063	33,78851	5,304504	2	TRUE	890,48	4,611529	134,0670319	2,001448154	34,397316	210,09	210,63	210,18
bec210	C:\Rheo1\	18,7441013	41,29707	6,186403	2	TRUE	920,393	5,839599	133,0699158	2,001448154	41,950872	210,26	210,54	210,32
bec210	C:\Rheo1\	18,5668525	49,5159	7,078533	2	TRUE	950,506	7,142857	132,0612335	2,001448154	50,124702	210,26	210,4	210,3
bec210	C:\Rheo1\	18,3900142	58,34353	7,958598	2	TRUE	980,49	8,646166	131,0661926	2,001448154	58,952332	210,16	210,37	210,18
bec210	C:\Rheo1\	18,2127145	67,88142	8,845977	2	TRUE	1010,45	10,35088	130,0628815	2,001448154	68,490227	210,05	210,4	210,03
bec210	C:\Rheo1\	18,0368543	78,02813	9,731156	2	TRUE	1040,48	12,20551	129,0620575	2,001448154	78,636932	210,03	210,48	209,95
bec210	C:\Rheo1\	17,8598705	88,78363	10,61195	2	TRUE	1070,48	14,23559	128,0661926	2,001448154	89,392433	210,13	210,48	210
bec210	C:\Rheo1\	17,6823523	100,1479	11,50042	2	TRUE	1100,47	16,39098	127,0616455	2,001448154	100,75674	210,23	210,41	210,12
bec210	C:\Rheo1\	17,5055649	112,121	12,38524	2	TRUE	1130,49	18,69674	126,0612335	2,001448154	112,72984	210,26	210,32	210,22
BEC230	C:\Rheo1\	19,9709405	0	0	4	TRUE	689,492	-0,02506	140,0124054	0	0,405868	229,65	230,09	230,01
BEC230	C:\Rheo1\	19,7937163	3,04401	0,88741	4	TRUE	719,445	0,125313	139,0095215	1,985932946	3,4498782	229,56	229,93	229,96
BEC230	C:\Rheo1\	19,6172201	7,914426	1,771175	4	TRUE	749,528	0,701754	138,0107574	2,016963243	8,3202944	229,86	229,74	229,85
BEC230	C:\Rheo1\	19,4408723	12,88631	2,654198	4	TRUE	779,461	1,378446	137,0128326	2,001448154	13,292178	230,24	229,71	229,81
BEC230	C:\Rheo1\	19,2628391	18,26406	3,545659	4	TRUE	809,534	2,205514	136,0053711	2,001448154	18,66993	230,41	229,86	229,86
BEC230	C:\Rheo1\	19,0864912	24,25061	4,428861	2	TRUE	839,477	3,132832	135,0074463	2,016963243	24,656483	230,31	230,04	229,99
BEC230	C:\Rheo1\	18,9121172	30,4401	5,30182	2	TRUE	869,08	4,185463	134,0206909	2,001448154	30,84597	230,02	230,09	230,14
BEC230	C:\Rheo1\	18,7340139	37,33986	6,193632	2	TRUE	899,443	5,28822	133,0128326	2,001448154	37,745728	229,8	230,01	230,25
BEC230	C:\Rheo1\	18,5586152	44,44255	7,071902	2	TRUE	929,076	6,441103	132,0202789	1,985932946	44,848415	229,84	229,8	230,21
BEC230	C:\Rheo1\	18,3793417	52,35698	7,969574	2	TRUE	959,52	7,719298	131,0057983	1,985932946	52,762844	230,11	229,66	230,13
BEC230	C:\Rheo1\	18,203649	61,38754	8,849315	2	TRUE	989,463	9,097744	130,0115814	2,001448154	61,793407	230,34	229,72	229,99
BEC230	C:\Rheo1\	18,0271556	69,60637	9,733067	2	TRUE	1019,4	10,65163	129,0128326	2,001448154	70,012238	230,4	229,9	229,93
BEC230	C:\Rheo1\	17,8492707	79,44866	10,62379	2	TRUE	1049,48	12,50627	128,0062103	2,001448154	79,85453	230,23	230,05	229,94
BEC230	C:\Rheo1\	17,6725561	89,29096	11,50864	2	TRUE	1079,47	14,3609	127,0062103	2,001448154	89,696831	229,97	230,04	230,03
BEC230	C:\Rheo1\	17,4970846	99,84354	12,38728	2	TRUE	1109,4	16,34085	126,0132446	1,985932946	100,2494	229,89	229,88	230,13
BEC230	C:\Rheo1\	17,3191998	111,2078	13,278	2	TRUE	1139,45	18,49624	125,0066223	2,001448154	111,61371	229,98	229,73	230,16
BEC250	C:\Rheo1\	19,9618751	0	0	4	TRUE	806,44	1,102757	139,9611053	0	9,0305634	250,78	250,91	249,87
BEC250	C:\Rheo1\	19,7853816	4,566015	0,884153	4	TRUE	836,413	1,403509	138,9623566	1,985932946	13,596579	250,13	250,97	249,71
BEC250	C:\Rheo1\	19,6081547	9,436432	1,77198	4	TRUE	866,496	2,0802	137,9594574	2,001448154	18,466995	249,51	250,76	249,67
BEC250	C:\Rheo1\	19,4316585	14,81418	2,656146	4	TRUE	896,589	2,882205	136,9606934	2,001448154	23,844746	249,39	250,41	249,76
BEC250	C:\Rheo1\	19,2558202	20,5978	3,537016	4	TRUE	926,422	3,834586	135,9656525	2,001448154	29,628366	249,95	250,22	249,98
BEC250	C:\Rheo1\	19,0777898	26,88876	4,428869	2	TRUE	956,516	4,837092	134,9582062	1,985932946	35,919319	250,6	250,31	250,18
BEC250	C:\Rheo1\	18,9012235	33,78851	5,313386	2	TRUE	986,479	5,989975	133,9590454	2,001448154	42,819077	250,85	250,59	250,23
BEC250	C:\Rheo1\	18,7241422	40,8912	6,200484	2	TRUE	1016,54	7,142857	132,9569702	1,985932946	49,921768	250,55	250,79	250,15
BEC250	C:\Rheo1\	18,5480856	48,6027	7,082448	2	TRUE	1046,44	8,395989	131,9606934	2,016963243	57,633259	249,99	250,71	250
BEC250	C:\Rheo1\	18,3716649	56,72005	7,966236	2	TRUE	1076,49	9,924811	130,9623566	1,985932946	65,750618	249,57	250,47	249,93
BEC250	C:\Rheo1\	18,1943652	65,34475	8,854428	2	TRUE	1106,47	11,4787	129,95904					

Reometrin tulokset 13.12.2005

LIITE 2

Name	File nan	Volume (cm³)	dP (MPa)	dV/V0 %	Status	Plot	Time (s)	Force (kN)	Position (mm)	Speed (mm/min)	PLeft (MPa)	TTop (°C)	TMid (°C)	TDie (°C)
bec170A	C:\Rheo	19,9321925	0	0	4	TRUE	661,01	2,84251	139,7931366	0	13,8424997	170,32	169,86	170,02
bec170A	C:\Rheo	19,7559876	6,51412	0,88402	4	TRUE	691,05	3,329065	138,7960205	2,001448154	20,356617	170,54	170,02	169,88
bec170A	C:\Rheo	19,5793485	13,13	1,77022	4	TRUE	720,89	4,455826	137,7964478	2,001448154	26,9725189	170,29	170,1	169,75
bec170A	C:\Rheo	19,4029979	20,3566	2,65497	4	TRUE	750,97	5,556978	136,7985077	2,001448154	34,1991196	169,84	170,03	169,77
bec170A	C:\Rheo	19,2255526	27,5832	3,54522	4	TRUE	780,95	6,734955	135,7943726	2,001448154	41,4257164	169,58	169,89	169,91
bec170A	C:\Rheo	19,0490564	35,2169	4,4307	2	TRUE	811,04	8,015365	134,7956085	2,001448154	49,0594482	169,72	169,77	170,13
bec170A	C:\Rheo	18,8715383	42,9525	5,32131	2	TRUE	841,04	9,321383	133,7910614	1,985932946	56,7949638	170,16	169,78	170,25
bec170A	C:\Rheo	18,6963607	51,0951	6,20018	2	TRUE	870,9	10,78105	132,7997589	2,001448154	64,9376144	170,59	169,94	170,24
bec170A	C:\Rheo	18,5196461	59,3395	7,08676	2	TRUE	900,9	12,29193	131,7997589	2,001448154	73,182045	170,57	170,19	170,12
bec170A	C:\Rheo	18,3427832	67,9911	7,97408	2	TRUE	930,91	13,93086	130,7989197	1,985932946	81,8336029	170,17	170,24	169,95
bec170A	C:\Rheo	18,1649739	76,7445	8,86615	2	TRUE	960,95	15,59539	129,7927246	2,001448154	90,5869522	169,7	170,14	169,89
bec170A	C:\Rheo	17,9881838	84,5817	9,75311	2	TRUE	990,97	17,23431	128,7922974	2,001448154	98,4242477	169,56	169,95	169,92
bec170A	C:\Rheo	17,8114692	92,8262	10,6397	2	TRUE	1021	18,87324	127,7922974	2,001448154	106,668678	169,94	169,83	170,06
bec170A	C:\Rheo	17,6351213	101,274	11,5244	2	TRUE	1050,9	20,6402	126,7943726	1,985932946	115,116676	170,42	169,88	170,17
bec170A	C:\Rheo	17,4586251	110,129	12,4099	2	TRUE	1081	22,97055	125,7956085	1,985932946	123,971802	170,65	170,09	170,23
bec170A	C:\Rheo	17,3522475	114,71	12,9436	2	TRUE	1098,9	24,76312	125,193634	2,001448154	128,552048	170,57	170,19	170,21
bec190A	C:\Rheo	19,9580003	0	0	2	TRUE	687,95	1,871049	139,9391785	0	10,8704729	189,85	189,59	189,97
bec190A	C:\Rheo	19,7824559	6,09559	0,87957	4	TRUE	717,93	2,300885	138,9458008	2,001448154	16,9660645	190,16	189,51	189,88
bec190A	C:\Rheo	19,606766	12,9023	1,75987	4	TRUE	747,88	3,388116	137,9515991	2,001448154	23,77281	190,38	189,59	189,77
bec190A	C:\Rheo	19,4284416	19,9123	2,65337	4	TRUE	778,02	4,450063	136,9424896	1,985932946	30,7827415	190,28	189,74	189,75
bec190A	C:\Rheo	19,2517998	27,6334	3,53843	4	TRUE	807,99	5,764855	135,9429016	1,985932946	38,5038261	190,05	189,85	189,84
bec190A	C:\Rheo	19,0750853	35,8624	4,42387	2	TRUE	837,98	7,054362	134,9429016	1,985932946	46,732872	189,85	189,83	190
bec190A	C:\Rheo	18,8977855	44,5994	5,31223	2	TRUE	868,09	8,495575	133,9395905	2,016963243	55,4698906	189,86	189,7	190,15
bec190A	C:\Rheo	18,7210709	54,0476	6,19766	2	TRUE	898,09	10,11378	132,9395905	2,016963243	64,9180603	190,13	189,61	190,16
bec190A	C:\Rheo	18,5448687	64,2069	7,08053	2	TRUE	927,98	12,0354	131,9424896	2,001448154	75,0773773	190,36	189,63	190,09
bec190A	C:\Rheo	18,3685936	74,3662	7,96376	2	TRUE	958,03	14,15929	130,9449768	2,001448154	85,2366943	190,39	189,76	189,95
bec190A	C:\Rheo	18,1918062	86,5574	8,84955	2	TRUE	988,05	16,2579	129,9445648	2,001448154	97,4278793	190,21	189,86	189,85
bec190A	C:\Rheo	18,014067	98,2406	9,74012	2	TRUE	1018,1	18,45765	128,9387665	2,016963243	109,111099	189,98	189,88	189,87
bec190A	C:\Rheo	17,8380103	110,33	10,6223	2	TRUE	1048	20,75853	127,9424896	2,001448154	121,200691	189,88	189,79	189,96
bec190A	C:\Rheo	17,7382848	117,848	11,1219	2	TRUE	1064,9	22,22503	127,3781586	2,016963243	128,718582	189,94	189,7	190,05
bec210A	C:\Rheo	19,966335	0	0	2	TRUE	655,92	0,35309	139,9863434	0	0,9126361	210,1	210,24	209,89
bec210A	C:\Rheo	19,7898415	3,65054	0,88396	4	TRUE	686,06	0,403531	138,9875946	1,985932946	4,56318045	210,12	210,44	209,89
bec210A	C:\Rheo	19,6136365	9,22776	1,76647	4	TRUE	715,97	1,008827	137,9904785	2,001448154	10,1404009	209,96	210,47	209,93
bec210A	C:\Rheo	19,4371431	15,0078	2,65042	4	TRUE	745,93	1,815889	136,9917297	2,001448154	15,9204302	209,73	210,32	210,02
bec210A	C:\Rheo	19,2599162	20,9906	3,53805	4	TRUE	776,01	2,749054	135,9888306	1,985932946	21,9032669	209,67	210,12	210,17
bec210A	C:\Rheo	19,08342	27,2777	4,42202	2	TRUE	805,97	3,808323	134,9900665	2,001448154	28,1903152	209,83	209,94	210,24
bec210A	C:\Rheo	18,9063414	34,4774	5,3089	2	TRUE	836,02	4,892812	133,9880066	2,001448154	35,3899994	210,1	209,95	210,26
bec210A	C:\Rheo	18,7270679	42,0827	6,20678	2	TRUE	866,46	6,204288	132,973526	2,016963243	42,9953003	210,28	210,14	210,18
bec210A	C:\Rheo	18,5502805	50,195	7,09221	2	TRUE	896,46	7,490542	131,973114	2,016963243	51,1076202	210,25	210,28	210,09
bec210A	C:\Rheo	18,3762704	58,6115	7,96373	2	TRUE	926	8,928121	130,9884186	2,001448154	59,5241547	210,06	210,3	210,05
bec210A	C:\Rheo	18,2000682	67,8393	8,84622	2	TRUE	956,02	10,66355	129,9913177	2,001448154	68,7519226	209,86	210,13	210,05
bec210A	C:\Rheo	18,0225473	77,4727	9,73533	2	TRUE	986,03	12,40858	128,9867554	2,001448154	78,3852997	209,85	209,93	210,1
bec210A	C:\Rheo	17,8431282	88,2215	10,6339	2	TRUE	1016,5	14,45145	127,9714508	2,001448154	89,1341248	210,01	209,82	210,17
bec210A	C:\Rheo	17,6696305	98,9703	11,5029	2	TRUE	1045,9	16,4691	126,9896545	2,001448154	99,8829498	210,22	209,91	210,18
bec210A	C:\Rheo	17,4929887	110,53	12,3876	2	TRUE	1076	18,6633	125,9900665	2,001448154	111,443008	210,33	210,1	210,14
bec210A	C:\Rheo	17,3160557	122,699	13,2737	2	TRUE	1105,9	21,05927	124,9888306	2,001448154	123,611488	210,25	210,25	210,1
bec210A	C:\Rheo	17,2420651	127,972	13,6443	2	TRUE	1118,6	22,0681	124,5701294	2,001448154	128,884491	210,18	210,25	210,09
bec230A	C:\Rheo	19,953907	0	0	4	TRUE	665,55	0,429564	139,9160156	0	0,91320306	229,11	229,77	229,88
bec230A	C:\Rheo	19,777996	3,55135	0,88159	4	TRUE	695,53	0,606443	138,9205627	2,001448154	4,46454811	228,87	229,65	229,87
bec230A	C:\Rheo	19,6008419	8,6247	1,7694	4	TRUE	725,47	1,212887	137,9180756	2,016963243	9,53789902	229,23	229,49	229,82
bec230A	C:\Rheo	19,4241273	14,0024	2,65502	4	TRUE	755,47	1,920404	136,9180756	2,001448154	14,9156494	229,82	229,34	229,8
bec230A	C:\Rheo	19,2471215	19,6846	3,54209	4	TRUE	785,51	2,830069	135,9164276	2,001448154	20,5978031	230,2	229,42	229,87
bec230A	C:\Rheo	19,0705525	25,6712	4,42698	2	TRUE	815,47	3,790272	134,9172516	2,001448154	26,5843563	230,09	229,64	230,01
bec230A	C:\Rheo	18,8938379	32,5709	5,31259	2	TRUE	845,46	4,902084	133,9172516	2,001448154	33,4841118	229,64	229,8	230,14
bec230A	C:\Rheo	18,7171233	39,5721	6,1982	2	TRUE	875,47	6,039166	132,9172516	2,001448154	40,4853363	229,3	229,77	230,2
bec230A	C:\Rheo	18,5407755	47,1822	7,08198	2	TRUE	905,53	7,327858	131,9193268	2,001448154	48,0953598	229,32	229,58	230,19
bec230A	C:\Rheo	18,3634758	55,2995	7,97053	2	TRUE	935,48	8,692356	130,9160156	2,001448154	56,2127228	229,76	229,44	230,12
bec230A	C:\Rheo	18,1865401	64,3301	8,85725	2	TRUE	965,52	10,259	129,9147644	2,016963243	65,2432861	230,24	229,46	230,04
bec230A	C:\Rheo	18,0101194	73,868	9,74139	2	TRUE	995,47	11,92672	128,9164276	1,985932946	74,7811813	230,35	229,68	229,98
bec230A	C:\Rheo	17,8335504	84,0147	10,6263	2	TRUE	1025,4	13,89766	127,9172516	2,001448154	84,927887	230,07	229,86	230,01
bec230A	C:\Rheo	17,6571297	94,4658	11,5104	2	TRUE	1055,5	15,96968	126,9189148	2,001448154	95,3789825	229,7	229,88	230,1
bec230A	C:\Rheo	17,4804152	106,439	12,396	2	TRUE	1085,5	18,1933	125,9189148	2,001448154	107,352089	229,54	229,75	230,18
bec230A	C:\Rheo	17,304283	118,311	13,2787	2	TRUE	1115,4	20,46747	124,9222107	2,001448154	119,223732	229,77	229,57	230,23
bec230A	C:\Rheo	17,1668314	128,356	13,9676	2	TRUE	1138,6	22,33733	124,1443939	2,001448154	129,268967	230,05	229,51	230,21
bec250A	C:\Rheo	19,9387719	0	0	4	TRUE	624,51	0,711563	139,830368	0	0,30515918	249,85	249,75	249,83
bec250A	C:\Rheo	19,7636671	2,84815	0,87821	4	TRUE	654,36	0,711563	138,8394775	2,016963243	3,15331149	250,27	250,06	249,72
bec250A	C:\Rheo	19,5854883	7,2221	1,77184	4	TRUE	684,47	1,168996	137,831192	2,001448154	7,52725935	250,29	250,25	249,6
bec250A	C:\Rheo	19,4085553	11,6978	2,65922	4	TRUE	714,52	1,753494	136,8299561	2,001448154	12,0029268	249,93	250,19	249,61
bec250A	C:\Rheo	19,2326443	16,4786	3,54148	4	TRUE	744,38	2,465057	135,8345032	2				

Name	File name	Volume (cm³)	dP (MPa)	dV/V0 %	Status	Plot	Time (s)	Force (kN)	Position (mm)	Speed (mm/min)	PLeft (MPa)	TTop (°C)	TMid (°C)	TDie (°C)
bec170b	C:\Rheo1	19.98168857	0	0	4	TRUE	672.036	2.069401	140.0732269	0	-0.1874491	168,59	169,81	168,87
bec170b	C:\Rheo1	19.80482838	6.09209	0.88511	4	TRUE	701.929	2.624606	139.072403	2.016963243	5.9046454	168,3	169,97	168,81
bec170b	C:\Rheo1	19.6284077	12.2779	1.76802	4	TRUE	732.002	3.634069	138.0740662	2.016963243	12.090465	167,8	170	168,93
bec170b	C:\Rheo1	19.45081407	18.6512	2.6568	4	TRUE	762.015	4.719243	137.0690918	2.001448154	18.463734	167,48	169,85	169,18
bec170b	C:\Rheo1	19.27409949	24.837	3.54119	4	TRUE	791.998	5.854889	136.0690918	2.016963243	24.649553	167,64	169,68	169,44
bec170b	C:\Rheo1	19.09840955	31.5852	4.42044	2	TRUE	821.961	7.015772	135.0748901	2.001448154	31.397718	168,14	169,6	169,6
bec170b	C:\Rheo1	18.92023079	38.5208	5.31215	2	TRUE	852.065	8.302838	134.0666046	2.001448154	38.333336	168,62	169,77	169,58
bec170b	C:\Rheo1	18.74527159	45.5501	6.18775	2	TRUE	881.898	9.741324	133.0765381	2.001448154	45.362675	168,69	169,99	169,44
bec170b	C:\Rheo1	18.56812018	53.1418	7.07432	2	TRUE	911.961	11.30599	132.0740662	2.001448154	52.954361	168,37	170,13	169,31
bec170b	C:\Rheo1	18.39191522	61.2958	7.95615	2	TRUE	941.874	12.92113	131.0769501	2.001448154	61.108395	167,88	170,05	169,31
bec170b	C:\Rheo1	18.21322684	69.7311	8.85041	2	TRUE	972.077	14.73817	130.0657806	1.985932946	69.543602	167,74	169,85	169,44
bec170b	C:\Rheo1	18.03717018	78.1663	9.7315	2	TRUE	1001.96	16.70662	129.0695038	1.985932946	77.978813	168,08	169,69	169,62
bec170b	C:\Rheo1	17.86111353	87.1638	10.6126	2	TRUE	1031.973	18.92744	128.0732269	2.001448154	86.976364	168,66	169,73	169,8
bec170b	C:\Rheo1	17.68483846	96.8174	11.4948	2	TRUE	1061.886	21.52681	127.0757141	2.001448154	96.629997	169,11	169,97	169,86
bec170b	C:\Rheo1	17.50702642	106.846	12.3846	2	TRUE	1091.94	24.80757	126.0695038	2.001448154	106.65852	169,03	170,23	169,79
bec170b	C:\Rheo1	17.33023903	115.375	13.2694	2	TRUE	1121.943	29.04732	125.0690918	2.001448154	115.18745	168,62	170,27	169,67
bec170b	C:\Rheo1	17.15330603	129.996	14.1549	2	TRUE	1151.966	33.16088	124.0678558	1.985932946	129.80849	168,22	170,12	169,57
bec190b	C:\Rheo1	19.98395629	0	0	4	TRUE	751.4	0.277778	140.0860596	0	0	188,79	189,81	190,15
bec190b	C:\Rheo1	19.80746011	3.84857	0.88319	4	TRUE	781.493	0.4004	139.0872955	1.985932946	3.8485744	189,09	189,58	190
bec190b	C:\Rheo1	19.62986918	9.41888	1.77186	4	TRUE	811.507	1.010101	138.0823364	2.001448154	9.4188795	189,76	189,55	189,87
bec190b	C:\Rheo1	19.4532274	15.4956	2.65577	4	TRUE	841.48	1.893939	137.0827484	1.985932946	15.495576	190,27	189,72	189,86
bec190b	C:\Rheo1	19.27680403	22.1799	3.5386	4	TRUE	871.423	2.929293	136.0843964	2.001448154	22.179943	190,25	189,95	189,96
bec190b	C:\Rheo1	19.09972542	29.2694	4.4247	2	TRUE	901.466	4.065657	135.0823364	2.001448154	29.269421	189,66	190,03	190,17
bec190b	C:\Rheo1	18.92308364	37.1691	5.30862	2	TRUE	931.459	5.353535	134.0827484	2.001448154	37.169128	189,12	189,96	190,3
bec190b	C:\Rheo1	18.7474665	45.4739	6.18741	2	TRUE	961.412	6.666667	133.0889587	1.985932946	45.473946	189,01	189,76	190,31
bec190b	C:\Rheo1	18.56906933	54.3864	7.08011	2	TRUE	991.555	8.181818	132.0794373	2.001448154	54.386433	189,48	189,58	190,21
bec190b	C:\Rheo1	18.39264596	64.0079	7.96294	2	TRUE	1021.488	9.949494	131.0810852	2.001448154	64.007874	190,22	189,58	190,05
bec190b	C:\Rheo1	18.21622529	74.1367	8.84575	2	TRUE	1051.432	11.81818	130.0827484	1.985932946	74.136596	190,52	189,78	189,92
bec190b	C:\Rheo1	18.03936509	84.8712	9.73076	2	TRUE	1081.455	13.86364	129.0819244	2.001448154	84.871193	190,26	190,02	189,94
bec190b	C:\Rheo1	17.86308733	96.2144	10.6129	2	TRUE	1111.518	16.06061	128.0843964	2.001448154	96.214363	189,67	190,05	189,97
bec190b	C:\Rheo1	17.68571481	108.672	11.5004	2	TRUE	1141.491	18.40909	127.0806732	1.985932946	108.67159	189,24	189,92	190,34
bec190b	C:\Rheo1	17.50922133	121.433	12.3836	2	TRUE	1171.574	21.0101	126.0819244	1.985932946	121.43266	189,33	189,69	190,23
bec190b	C:\Rheo1	17.41753662	128.623	12.8424	2	TRUE	1187.006	22.37374	125.5630951	2.001448154	128.62341	189,57	189,63	190,31
bec210b	C:\Rheo1	19.98278603	0	0	4	TRUE	670.965	0.277778	140.0794373	0.15515101	0.8132513	210,49	210,43	210,16
bec210b	C:\Rheo1	19.80863037	3.35466	0.87153	4	TRUE	700.527	0.429293	139.0939178	1.985932946	4.167913	210,11	210,57	209,98
bec210b	C:\Rheo1	19.6322825	8.74245	1.75403	4	TRUE	730.46	0.909091	138.095993	1.985932946	9.5557032	209,48	210,49	209,83
bec210b	C:\Rheo1	19.45585913	14.3336	2.6369	4	TRUE	760.423	1.792929	137.097641	1.985932946	15.146806	209,06	210,27	209,92
bec210b	C:\Rheo1	19.27994809	20.5346	3.51722	4	TRUE	790.417	2.727273	136.1021881	2.001448154	21.347847	209,23	210,02	210,12
bec210b	C:\Rheo1	19.10148081	27.1423	4.41032	2	TRUE	820.55	3.787879	135.0922699	1.985932946	27.955515	209,95	209,95	210,35
bec210b	C:\Rheo1	18.92534865	34.1566	5.29174	2	TRUE	850.463	4.924242	134.0955658	2.016963243	34.969807	210,53	210,15	210,45
bec210b	C:\Rheo1	18.7492192	41.5775	6.17315	2	TRUE	880.486	6.136364	133.098877	1.985932946	42.390724	210,56	210,38	210,35
bec210b	C:\Rheo1	18.57221339	49.5067	7.05894	2	TRUE	910.519	7.449495	132.097229	2.001448154	50.319923	210,07	210,49	210,2
bec210b	C:\Rheo1	18.39586552	58.1475	7.94444	2	TRUE	940.452	8.964646	131.0993042	2.001448154	58.96072	209,39	210,33	210,03
bec210b	C:\Rheo1	18.21790787	67.3982	8.83199	2	TRUE	970.536	10.60606	130.0922699	2.001448154	68.211456	209,24	210,06	210,01
bec210b	C:\Rheo1	18.04199683	76.8523	9.71231	2	TRUE	1000.389	12.39899	129.096817	2.001448154	77.665504	209,67	209,86	210,1
bec210b	C:\Rheo1	17.86572176	86.8146	10.5944	2	TRUE	1030.442	14.29293	128.0993042	2.001448154	87.627831	210,33	209,9	210,22
bec210b	C:\Rheo1	17.68907998	97.1835	11.4784	2	TRUE	1060.425	16.21212	127.0997162	2.001448154	97.99678	210,72	210,16	210,32
bec210b	C:\Rheo1	17.51090122	108.162	12.3701	2	TRUE	1090.528	18.43434	126.0914307	2.001448154	108.97568	210,46	210,38	210,33
bec210b	C:\Rheo1	17.33425944	120.056	13.254	2	TRUE	1120.511	20.68182	125.0918427	2.001448154	120.86948	209,84	210,4	210,27
bec210b	C:\Rheo1	17.22166645	127.985	13.8175	2	TRUE	1139.629	22.22222	124.4546967	1.985932946	128.79868	209,5	210,31	210,2
bec230b	C:\Rheo1	19.96999137	0	0	0	TRUE	701.519	0.328698	140.0070343	0	0	229,53	230,12	230,19
bec230b	C:\Rheo1	19.79437424	3.04212	0.87941	4	TRUE	731.512	0.353982	139.0132446	1.985932946	3.0421205	229,49	229,9	230,11
bec230b	C:\Rheo1	19.61824478	7.80811	1.76138	4	TRUE	761.525	0.834387	138.0165558	2.001448154	7.8081088	229,85	229,74	229,92
bec230b	C:\Rheo1	19.44072395	12.9797	2.65031	4	TRUE	791.519	1.542351	137.0119934	2.001448154	12.979713	230,32	229,82	229,77
bec230b	C:\Rheo1	19.26437608	18.5569	3.53338	4	TRUE	821.462	2.351454	136.0140686	2.001448154	18.556934	230,53	230,05	229,86
bec230b	C:\Rheo1	19.08714917	24.337	4.42084	2	TRUE	851.545	3.312263	135.0111694	1.985932946	24.336664	230,36	230,25	230,04
bec230b	C:\Rheo1	18.91101972	30.7254	5.30281	2	TRUE	881.568	4.323641	134.0144806	2.001448154	30.725416	229,89	230,26	230,28
bec230b	C:\Rheo1	18.73496306	37.2153	6.18442	2	TRUE	911.441	5.436157	133.0182037	2.001448154	37.215271	229,61	230,08	230,36
bec230b	C:\Rheo1	18.55759054	44.415	7.07262	2	TRUE	941.434	6.599242	132.0144806	2.016963243	44.414955	229,72	229,82	230,32
bec230b	C:\Rheo1	18.38073035	52.2231	7.95825	2	TRUE	971.437	7.888749	131.0136566	2.001448154	52.223064	230,09	229,71	230,14
bec230b	C:\Rheo1	18.20321222	60.6396	8.84717	2	TRUE	1001.571	9.380531	130.0091095	2.001448154	60.639599	230,45	229,8	229,96
bec230b	C:\Rheo1	18.02693446	69.766	9.72988	2	TRUE	1031.494	11.0493	129.0115814	2.016963243	69.765961	230,53	230,08	229,89
bec230b	C:\Rheo1	17.85029267	79.0951	10.6144	2	TRUE	1061.467	12.86979	128.0119934	2.001448154	79.095131	230,27	230,22	230
bec230b	C:\Rheo1	17.67372639	89.5397	11.4986	2	TRUE	1091.45	14.7914	127.0128326	2.016963243	89.539742	229,92	230,19	230,16
bec230b	C:\Rheo1	17.49759424	100.289	12.3806	2	TRUE	1121.473	16.89001	126.0161285	2.001448154	100.28857	229,74	230	230,28
bec230b	C:\Rheo1	17.32014891	111.544	13.2691	2	TRUE	1151.456	19.08976	125.0119934	1.985932946	111.54441	229,93	229,79	230,3
bec230b	C:\Rheo1	17.14372824	123.003	14.1526	2	TRUE	1181.419	21.28951	124.0136566	1.985932946	123.00307	230,24	229,72	230,19
bec230b	C:\Rheo1	17.05021533	129.189	14.6208	2	TRUE	1197.272	22.45259	123.					

# Dilatometrin tulokset vapaalla jäähdytyksellä

LIITE 4

Hidas jaähdytys 1.5kN				Hidas jaähdytys 2.5kN				Hidas jaähdytys 3.5 kN				Hidas jaähdytys 4.5 kN				Hidas jaähdytys 6.0 kN			
v (mm <sup>3</sup> /m)	Siirtymä	UlkoMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Siirtymä	UlkoMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Siirtymä	UlkoMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Siirtymä	UlkoMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Siirtymä	UlkoMit3	m (mg)
1.2755	0.009161	182.3754	599.9860	1.2252	-4.7E-06	180.0497	599.9989	1.1779	-0.00915	173.0936	599.9994	-0.0748	-25.3243	182.5347	599.9994	1.1397	-0.07327	187.1662	599.9994
1.2755	0.009161	181.8869	599.9854	1.2252	-4.7E-06	179.901	599.9983	1.1770	-0.02745	172.8175	599.9989	-0.0749	-25.3243	183.0763	599.9989	1.1440	0.018335	187.388	599.9989
1.2755	0.009178	181.5046	599.9848	1.2257	0.009158	179.5505	599.9978	1.1773	-0.02289	173.476	599.9983	-0.0751	-25.3288	183.225	599.9983	1.1439	0.01374	186.3366	599.9983
1.2755	0.009178	181.1435	599.9843	1.2252	-4.7E-06	179.6249	599.9972	1.1777	-0.01374	172.7113	599.9978	-0.0764	-25.3563	182.7684	599.9978	1.1434	0.004577	186.7402	599.9978
1.2754	0.009178	181.7807	599.9837	1.2263	0.022891	179.9222	599.9966	1.1773	-0.02289	173.1786	599.9972	-0.0761	-25.3518	182.694	599.9972	1.1449	0.036636	187.1756	599.9972
1.2750	1.52E-05	181.6533	599.9831	1.2252	1.28E-05	179.8691	599.9961	1.1775	-0.01831	172.6158	599.9966	-0.0755	-25.338	182.6515	599.9966	1.1438	0.01374	187.1119	599.9966
1.2759	0.018333	182.0462	599.9826	1.2252	-4.7E-06	180.209	599.9955	1.1768	-0.02404	172.6263	599.9961	-0.0779	-25.3884	182.7896	599.9961	1.1426	-0.01376	186.7933	599.9961
1.2769	0.041237	182.2374	599.9820	1.2259	0.013753	179.901	599.9949	1.1773	-0.02287	172.3503	599.9955	-0.0756	-25.338	183.2462	599.9955	1.1423	-0.02293	186.7933	599.9955
1.2761	0.022919	182.2692	599.9815	1.2250	-0.00458	179.7736	599.9944	1.1791	0.013745	172.1378	599.9949	-0.0753	-25.3334	181.8126	599.9949	1.1407	-0.05497	186.4747	599.9949
1.2769	0.041237	182.3436	599.9809	1.2257	0.009158	179.5505	599.9938	1.1781	-0.00457	174.4742	599.9944	-0.0768	-25.3655	182.9064	599.9944	1.1428	-0.00914	185.7207	599.9944
1.2765	0.032074	181.9931	599.9803	1.2248	-0.00917	179.5505	599.9933	1.1784	4.39E-06	171.883	599.9938	-0.0768	-25.3655	182.6728	599.9938	1.1445	0.027481	187.2181	599.9938
1.2763	0.027496	181.4409	599.9798	1.2253	-2.2E-05	180.1028	599.9927	1.1773	-0.02287	171.3095	599.9933	-0.0766	-25.3609	182.7471	599.9933	1.1435	0.00456	185.8906	599.9933
1.2759	0.018316	182.163	599.9792	1.2248	-0.00917	180.4957	599.9921	1.1773	-0.02289	172.7644	599.9927	-0.0772	-25.3747	182.4285	599.9927	1.1427	-0.01376	185.3384	599.9927
1.2759	0.018316	181.8869	599.9786	1.2256	0.009176	179.6674	599.9916	1.1784	4.39E-06	173.3379	599.9921	-0.0770	-25.3701	182.1312	599.9921	1.1424	-0.01832	186.3048	599.9921
1.2759	0.018316	182.3011	599.9781	1.2264	0.022891	179.8054	599.9910	1.1771	-0.02747	172.552	599.9916	-0.0736	-25.2968	181.7595	599.9916	1.1434	0.004577	188.2801	599.9916
1.2756	0.013756	182.5347	599.9775	1.2248	-0.00917	180.0709	599.9904	1.1769	-0.03205	172.6582	599.9910	-0.0755	-25.338	183.1931	599.9910	1.1413	-0.04121	186.2623	599.9910
1.2759	0.018333	181.4727	599.9770	1.2259	0.013736	179.4443	599.9899	1.1771	-0.02747	173.1574	599.9904	-0.0769	-25.3701	181.409	599.9904	1.1420	-0.0275	185.795	599.9904
1.2761	0.022919	181.6002	599.9764	1.2250	-0.00458	180.3258	599.9893	1.1782	-0.00457	172.6308	599.9899	-0.0785	-25.4021	182.3754	599.9899	1.1411	-0.04582	186.5597	599.9899
1.2757	0.013738	181.802	599.9758	1.2259	0.013753	180.0603	599.9888	1.1780	-0.05037	172.6264	599.9893	-0.0753	-25.3334	182.6303	599.9893	1.1460	0.059539	186.9845	599.9893
1.2757	0.013756	182.0993	599.9753	1.2257	0.009158	179.5824	599.9882	1.1788	0.009167	172.414	599.9888	-0.0753	-25.3334	182.3329	599.9888	1.1420	-0.0275	186.5915	599.9888
1.2753	0.004575	181.9931	599.9747	1.2253	-4.7E-06	179.5081	599.9876	1.1782	-0.00457	172.6476	599.9882	-0.0757	-25.3426	182.556	599.9882	1.1421	-0.0229	186.8358	599.9882
1.2764	0.027479	182.163	599.9741	1.2264	0.022891	179.6461	599.9871	1.1756	-0.05953	172.1697	599.9876	-0.0751	-25.3288	182.2586	599.9876	1.1396	-0.07788	186.7508	599.9876
1.2755	0.009161	182.2055	599.9736	1.2248	-0.00917	179.4868	599.9865	1.1786	0.00459	172.7007	599.9871	-0.0770	-25.3701	182.3754	599.9871	1.1441	0.018318	186.2835	599.9871
1.2753	0.004575	181.8869	599.9730	1.2248	-0.00917	179.4974	599.9860	1.1780	-0.00915	171.9892	599.9865	-0.0756	-25.338	182.7896	599.9865	1.1413	-0.04123	187.0657	599.9865
1.2766	0.032056	181.2603	599.9725	1.2257	0.009158	179.8691	599.9854	1.1785	-0.04121	172.3927	599.9860	-0.0770	-25.3701	182.1312	599.9860	1.1434	0.004577	187.5948	599.9860
1.2760	0.018316	180.963	599.9719	1.2257	0.009158	179.2638	599.9848	1.1783	2.19E-05	172.9662	599.9854	1.1171	-0.03208	180.963	599.9854	1.1429	-0.00917	186.4541	599.9854
1.2755	0.009161	181.6427	599.9713	1.2257	0.009158	179.8267	599.9843	1.1767	-0.03663	172.3078	599.9848	1.1121	-0.13741	181.5365	599.9848	1.1403	-0.06414	186.7402	599.9848
1.2759	0.018333	182.025	599.9708	1.2264	0.022891	179.5399	599.9837	1.1771	-0.02747	172.7857	599.9843	1.1251	0.137376	181.479	599.9843	1.1409	-0.05038	186.7402	599.9843
1.2759	0.018316	181.94	599.9702	1.2259	0.013736	179.9435	599.9831	1.1778	-0.01374	171.8405	599.9837	1.1169	-0.03666	181.2194	599.9837	1.1422	-0.0229	186.5809	599.9837
1.2755	0.009178	181.9082	599.9697	1.2248	-0.00917	179.4443	599.9826	1.1782	-0.00457	172.6264	599.9831	1.1184	-0.04058	181.5258	599.9831	1.1409	-0.05039	186.6552	599.9831
1.2753	0.004575	181.4834	599.9691	1.2248	-0.00917	179.3381	599.9820	1.1777	-0.01374	173.0618	599.9826	1.1185	-0.0046	180.5701	599.9826	1.1434	0.004577	187.5048	599.9826
1.2757	0.013738	182.5772	599.9685	1.2257	0.009158	180.0709	599.9815	1.1781	-0.00456	172.7963	599.9820	1.1204	0.036622	181.5046	599.9820	1.1428	-0.00916	186.411	599.9820
1.2753	0.004575	182.5029	599.9680	1.2262	0.018313	179.2744	599.9809	1.1785	-0.04121	173.0918	599.9815	1.1195	0.018304	181.94	599.9815	1.1425	-0.01832	184.9561	599.9815
1.2759	0.018316	181.8869	599.9674	1.2255	0.004573	180.0815	599.9803	1.1770	-0.03205	171.1396	599.9809	1.1205	0.041218	180.4834	599.9809	1.1427	-0.01376	185.3278	599.9809
1.2755	0.009178	181.0161	599.9668	1.2255	0.004573	179.4019	599.9798	1.1766	-0.03663	173.8476	599.9803	1.1124	-0.13283	180.7633	599.9803	1.1406	-0.05496	187.0588	599.9803
1.2757	0.013756	181.6427	599.9663	1.2248	-0.00917	179.4868	599.9792	1.1782	-0.00457	173.2211	599.9798	1.1231	0.096172	182.1312	599.9798	1.1422	-0.02291	187.0482	599.9798
1.2761	0.022919	181.5258	599.9657	1.2268	0.032054	180.039	599.9786	1.1764	-0.04121	173.8091	599.9792	1.1182	-0.00918	181.409	599.9792	1.1422	-0.0229	185.968	599.9792
1.2755	0.009178	180.9524	599.9652	1.2257	0.009158	179.6886	599.9781	1.1782	-0.00457	173.0405	599.9786	1.1205	0.0412	182.0144	599.9786	1.1428	-0.00916	186.6446	599.9786
1.2760	0.018316	181.0161	599.9646	1.2255	0.004573	179.5612	599.9775	1.1796	0.027485	173.9538	599.9781	1.1111	-0.16032	181.3878	599.9781	1.1407	-0.05497	187.165	599.9781
1.2759	0.018316	182.0993	599.9640	1.2253	-4.7E-06	180.1452	599.9770	1.1769	-0.03205	173.2105	599.9775	1.1234	0.10074	181.0904	599.9775	1.1421	-0.0229	187.473	599.9775
1.2761	0.022919	182.1949	599.9635	1.2259	0.013753	179.4337	599.9764	1.1767	-0.03663	172.244	599.9770	1.1143	-0.09161	181.7595	599.9770	1.1433	-3.2E-07	186.7827	599.9770
1.2762	0.022901	182.0462	599.9629	1.2257	0.009158	179.9859	599.9758	1.1764	-0.04119	172.9343	599.9764	1.1227	0.086999	181.3994	599.9764	1.1428	-0.00916	187.2393	599.9764
1.2751	-2.4E-06	182.6197	599.9623	1.2253	-4.7E-06	179.9771	599.9753	1.1789	0.009167	172.5839	599.9758	1.1126	-0.12826	181.409	599.9758	1.1407	-0.05497	186.5703	599.9758
1.2758	0.013738	181.5258	599.9618	1.2242	-0.0229	179.37	599.9747	1.1778	-0.01372	171.9573	599.9753	1.1256	0.146539	180.9948	599.9753	1.1422	-0.0229	186.549	599.9753
1.2764	0.027479	181.0904	599.9612	1.2258	0.009158	179.062	599.9741	1.1771	-0.02747	173.6883	599.9747	1.1143	-0.09161	181.6648	599.9747	1.1435	0.004577	187.35702	599.9747
1.2764	0.027479	181.632	599.9607	1.2257	0.009158	179.7311	599.9736	1.1760	-0.05035	172.1803	599.9741	1.1210	0.05038	181.1602	599.9741	1.1342	-0.19237	187.0269	599.9741
1.2756	0.009161	181.4727	599.9601	1.2268	0.032054	179.7842	599.9730	1.1767	-0.03663	171.8511	599.9736	1.1186	-2.2E-05	181.7595	599.9736	1.1402	-0.06412	186.9207	599.9736
1.2756	0.009161	181.4303	599.9595	1.2254	-2.2E-05	179.0195	599.9725												

# Dilatometrin tulokset paineilmajähdytyksellä

# LIITE 5

Paineilmajähdytys 1.5 kN				Paineilmajähdytys 2.5 kN				Paineilmajähdytys 3.5 kN				Paineilmajähdytys 4.5 kN				Paineilmajähdytys 6.0 kN			
v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtyma	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtyma	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtyma	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtyma	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtyma	UlkMit3	m (mg)
1.2466	-0.06405	188.7367	599.9994	1.2325	-0.00917	186.9101	599.9994	1.1942	0.004574	177.1292	599.9994	1.1449	0.009164	183.3206	599.9994	1.1326	-0.0412	177.7876	599.9994
1.2467	-0.05945	189.6394	599.9989	1.2321	-0.01832	186.4853	599.9989	1.1936	-0.00917	176.9168	599.9989	1.1440	-0.00915	183.979	599.9989	1.1324	-0.0458	177.9363	599.9989
1.2459	-0.07777	189.2571	599.9983	1.2327	-0.00459	186.6234	599.9983	1.1943	0.004557	176.4708	599.9983	1.1449	0.009182	183.5117	599.9983	1.1331	-0.03206	178.2655	599.9983
1.2459	-0.07777	189.4908	599.9978	1.2326	-0.00457	187.8659	599.9978	1.1938	-0.00458	176.0141	599.9978	1.1451	0.013759	183.5861	599.9978	1.1318	-0.06954	177.8513	599.9978
1.2453	-0.09153	188.6199	599.9972	1.2327	-0.00459	187.3137	599.9972	1.1936	-0.00917	176.2371	599.9972	1.1449	0.009164	183.7348	599.9972	1.1328	-0.03664	178.839	599.9972
1.2460	-0.07779	188.6624	599.9966	1.2327	-0.00459	187.5261	599.9966	1.1943	0.004557	176.2796	599.9966	1.1449	0.009182	184.0746	599.9966	1.1331	-0.03206	177.6389	599.9966
1.2459	-0.07779	189.0978	599.9961	1.2323	-0.01374	186.4428	599.9961	1.1934	-0.01374	177.0655	599.9961	1.1451	0.013759	183.5648	599.9961	1.1314	-0.0687	177.8195	599.9961
1.2459	-0.07779	189.9793	599.9955	1.2331	0.004575	187.6323	599.9955	1.1940	-3.2E-06	176.577	599.9955	1.1449	0.009182	183.5648	599.9955	1.1315	-0.06411	178.5841	599.9955
1.2468	-0.05947	188.4713	599.9949	1.2321	-0.01832	186.6446	599.9949	1.1942	0.004574	176.7044	599.9949	1.1450	0.009164	183.2462	599.9949	1.1333	-0.02748	177.9576	599.9949
1.2466	-0.06403	187.6429	599.9944	1.2327	-0.00459	187.3774	599.9944	1.1938	-0.00458	176.2265	599.9944	1.1449	0.009182	184.0958	599.9944	1.1331	-0.03206	178.1381	599.9944
1.2463	-0.06861	190.3191	599.9938	1.2327	-0.00459	186.4004	599.9938	1.1945	0.009152	176.3115	599.9938	1.1449	0.009164	184.3401	599.9938	1.1332	-0.02748	177.8622	599.9938
1.2459	-0.07777	188.2907	599.9933	1.2325	-0.00917	186.4535	599.9933	1.1936	-0.00918	176.6194	599.9933	1.1449	0.009182	183.3206	599.9933	1.1331	-0.03206	177.469	599.9933
1.2459	-0.07777	189.2996	599.9927	1.2332	0.004575	186.6021	599.9927	1.1936	-0.00918	176.7469	599.9927	1.1456	0.022905	183.8941	599.9927	1.1311	-0.07328	178.4036	599.9927
1.2461	-0.07319	190.2448	599.9921	1.2327	-0.00459	186.4004	599.9921	1.1940	-3.2E-06	176.3752	599.9921	1.1444	1.88E-05	183.8516	599.9921	1.1311	-0.07328	178.0744	599.9921
1.2455	-0.08695	189.0341	599.9916	1.2318	-0.02291	187.1862	599.9916	1.1940	-3.2E-06	176.8212	599.9916	1.1450	0.009164	183.2993	599.9916	1.1327	-0.04122	177.6389	599.9916
1.2459	-0.07777	190.043	599.9910	1.2323	-0.01374	186.4747	599.9910	1.1937	-0.00918	176.2477	599.9910	1.1447	0.004587	183.841	599.9910	1.1333	-0.02748	178.5676	599.9910
1.2456	-0.08233	189.9049	599.9904	1.2327	-0.00459	187.0163	599.9904	1.1947	0.013737	176.7469	599.9904	1.1451	0.013742	184.1489	599.9904	1.1320	-0.05496	177.5009	599.9904
1.2464	-0.06863	189.2784	599.9899	1.2325	-0.00917	186.2304	599.9899	1.1935	-0.01376	176.3221	599.9899	1.1456	0.022905	183.4268	599.9899	1.1320	-0.05496	177.692	599.9899
1.2464	-0.06863	189.5439	599.9893	1.2334	0.009163	186.4853	599.9893	1.1940	-3.2E-06	176.5982	599.9893	1.1449	0.009182	183.9578	599.9893	1.1320	-0.05496	177.6708	599.9893
1.2457	-0.08235	189.5014	599.9888	1.2319	-0.02291	186.2092	599.9888	1.1938	-0.00458	176.5982	599.9888	1.1445	1.29E-06	183.7135	599.9888	1.1322	-0.05037	177.7027	599.9888
1.2455	-0.08693	189.0553	599.9882	1.2323	-0.01374	186.188	599.9882	1.1949	0.018315	176.5132	599.9882	1.1456	0.022922	182.917	599.9882	1.1322	-0.05037	177.8089	599.9882
1.2457	-0.08235	188.9704	599.9876	1.2332	0.004575	186.7508	599.9876	1.1930	-0.02292	176.6194	599.9876	1.1447	0.004587	183.448	599.9876	1.1327	-0.04122	177.0223	599.9876
1.2455	-0.08693	188.981	599.9871	1.2317	-0.02748	186.4641	599.9871	1.1941	-3.2E-06	176.3964	599.9871	1.1449	0.009182	183.8304	599.9871	1.1335	-0.0229	177.8195	599.9871
1.2462	-0.07319	188.6093	599.9865	1.2306	-0.05038	186.7508	599.9865	1.1947	0.013737	175.8654	599.9865	1.1447	0.004604	183.4905	599.9865	1.1323	-0.05037	177.2991	599.9865
1.2453	-0.09151	189.3952	599.9860	1.2312	-0.03665	186.2942	599.9860	1.1951	0.022933	176.2902	599.9860	1.1445	1.88E-05	183.2569	599.9860	1.1331	-0.03206	178.1275	599.9860
1.2453	-0.09151	189.289	599.9854	1.2308	-0.0458	186.4959	599.9854	1.1927	-0.0321	175.7699	599.9854	1.1454	0.018319	183.3524	599.9854	1.1323	-0.05037	177.5646	599.9854
1.2455	-0.08695	189.8094	599.9848	1.2327	-0.00457	186.3579	599.9848	1.1941	-3.2E-06	175.9398	599.9848	1.1445	1.88E-05	182.7365	599.9848	1.1326	-0.04122	178.4567	599.9848
1.2459	-0.07777	189.2146	599.9843	1.2321	-0.01832	186.9526	599.9843	1.1945	0.009152	175.7274	599.9843	1.1447	0.004587	183.618	599.9843	1.1333	-0.02748	177.3947	599.9843
1.2455	-0.08693	188.6836	599.9837	1.2321	-0.01832	186.4127	599.9837	1.1925	-0.03667	175.6212	599.9837	1.1450	0.009164	183.3843	599.9837	1.1327	-0.04122	177.5752	599.9837
1.2459	-0.07777	189.3846	599.9831	1.2332	0.004575	186.0605	599.9831	1.1939	-0.00458	176.2584	599.9831	1.1450	0.009164	182.2586	599.9831	1.1312	-0.07328	177.5434	599.9831
1.2444	-0.10983	189.9687	599.9826	1.2323	-0.01376	186.9951	599.9826	1.1947	0.013737	176.4283	599.9826	1.1449	0.009182	183.3949	599.9826	1.1324	-0.04578	178.2762	599.9826
1.2456	-0.08691	188.7049	599.9820	1.2323	-0.01374	187.3562	599.9820	1.1934	-0.01374	176.6088	599.9820	1.1449	0.009164	184.2127	599.9820	1.1323	-0.05037	177.4478	599.9820
1.2450	-0.09609	190.043	599.9815	1.2319	-0.02292	186.1667	599.9815	1.1945	0.009152	176.1946	599.9815	1.1454	0.018319	183.5224	599.9815	1.1318	-0.05954	178.1912	599.9815
1.2457	-0.08233	189.1615	599.9809	1.2324	-0.01376	185.7738	599.9809	1.1926	-0.03208	175.9822	599.9809	1.1445	1.29E-06	183.6604	599.9809	1.1324	-0.04578	177.0667	599.9809
1.2459	-0.07777	189.1191	599.9803	1.2322	-0.01832	185.0198	599.9803	1.1941	-2.1E-05	176.2584	599.9803	1.1449	0.009182	183.2038	599.9803	1.1319	-0.05955	177.8938	599.9803
1.2457	-0.08235	189.204	599.9798	1.2323	-0.01374	186.2517	599.9798	1.1930	-0.02291	175.7911	599.9798	1.1454	0.018319	183.2038	599.9798	1.1331	-0.03206	177.9257	599.9798
1.2455	-0.08693	188.758	599.9792	1.2326	-0.00918	185.965	599.9792	1.1933	-0.01834	175.7486	599.9792	1.1445	1.88E-05	183.4055	599.9792	1.1326	-0.04122	178.1682	599.9792
1.2457	-0.08235	189.289	599.9786	1.2319	-0.02291	186.2092	599.9786	1.1937	-0.00918	176.1203	599.9786	1.1450	0.009164	183.2993	599.9786	1.1323	-0.05037	177.0124	599.9786
1.2453	-0.09151	188.981	599.9781	1.2319	-0.02291	186.1667	599.9781	1.1943	0.004574	176.3115	599.9781	1.1452	0.013759	182.8321	599.9781	1.1327	-0.04122	178.3717	599.9781
1.2457	-0.08235	188.8536	599.9775	1.2328	-0.00459	186.326	599.9775	1.1932	-0.00458	175.9275	599.9775	1.1443	-0.00458	183.2993	599.9775	1.1314	-0.0687	177.6814	599.9775
1.2455	-0.08693	188.7049	599.9770	1.2328	-0.00459	185.4658	599.9770	1.1941	-3.2E-06	175.7274	599.9770	1.1443	-0.00458	183.1657	599.9770	1.1321	-0.05496	177.5434	599.9770
1.2460	-0.07777	188.5456	599.9764	1.2319	-0.02291	186.2411	599.9764	1.1945	0.009152	175.7699	599.9764	1.1439	-0.01374	183.0613	599.9764	1.1322	-0.05037	178.4354	599.9764
1.2454	-0.08693	190.5527	599.9758	1.2324	-0.01376	186.6871	599.9758	1.1941	-3.2E-06	175.9079	599.9758	1.1447	0.004604	183.7135	599.9758	1.1318	-0.05954	177.5646	599.9758
1.2453	-0.09151	189.5863	599.9753	1.2324	-0.01374	185.487	599.9753	1.1934	-0.01374	176.0884	599.9753	1.1454	0.018337	182.8427	599.9753	1.1323	-0.05037	177.5965	599.9753
1.2453	-0.09151	188.758	599.9747	1.2319	-0.02291	186.3366	599.9747	1.1934	-0.01374	176.1734	599.9747	1.1450	0.009164	183.3843	599.9747	1.1318	-0.05954	177.7876	599.9747
1.2450	-0.09607	189.427	599.9741	1.2324	-0.01376	185.8481	599.9741	1.1934	-0.01374	176.0884	599.9741	1.1441	-0.00914	183.1749	599.9741	1.1327	-0.04122	178.4036	599.9741
1.2455	-0.08693	188.7474	599.9736	1.2326	-0.00917	185.2428	599.9736	1.1937	-0.00917	176.0247	599.9736	1.1452	0.013742	183.3737	599.9736	1.1323	-0.05037	177.469	599.9736
1.2456	-0.08695	188.9491	599.9730	1.2322	-0.01834	186.0712	599.9730	1.1931	-0.										



# Dilatometrin tulokset vesijäähdytyksellä

# LIITE 6

Vesijäähdytys 1,5 kN				Vesijäähdytys 2,5 kN				Vesijäähdytys 3,5 kN				Vesijäähdytys 4,5 kN				Vesijäähdytys 6,0 kN			
v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtymä	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtymä	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtymä	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtymä	UlkMit3	m (mg)	v (mm <sup>3</sup> /m)	Sirtymä	UlkMit3	m (mg)
1.2466	0.009134	179.5061	599.9994	1.2457	0.137395	177.6283	599.9994	1.1990	-0.01374	180.9524	599.9994	1.1297	1.29E-06	178.4673	599.9994	1.1367	-0.04122	177.0442	599.9994
1.2461	-3.9E-06	179.2107	599.9989	1.2441	0.100706	177.5221	599.9989	1.1990	-0.01374	180.5468	599.9989	1.1287	-0.02288	177.0549	599.9989	1.1380	-0.01374	177.2779	599.9989
1.2460	-0.00461	179.0302	599.9983	1.2389	-0.00456	177.3097	599.9983	1.1990	-0.01374	180.6763	599.9983	1.1298	1.29E-06	177.8832	599.9983	1.1369	-0.03664	177.4478	599.9983
1.2458	-0.00918	178.1912	599.9978	1.2439	0.100777	177.4372	599.9978	1.1992	-0.00917	180.9736	599.9978	1.1291	-0.01372	177.4478	599.9978	1.1374	-0.02748	177.5115	599.9978
1.2455	-0.01374	178.7328	599.9972	1.2425	0.068658	177.554	599.9972	1.1989	-0.01832	179.5187	599.9972	1.1286	-0.02288	177.5752	599.9972	1.1374	-0.02748	177.9044	599.9972
1.2458	-0.00918	178.4248	599.9966	1.2386	-0.01374	177.2673	599.9966	1.1992	-0.00917	180.6019	599.9966	1.1292	-0.01374	176.577	599.9966	1.1372	-0.03206	177.469	599.9966
1.2458	-0.00918	178.616	599.9961	1.2389	-0.00458	178.0744	599.9961	1.1993	-0.00918	180.3152	599.9961	1.1287	-0.02289	177.7451	599.9961	1.1378	-0.01832	177.7345	599.9961
1.2460	-0.00459	178.2762	599.9955	1.2445	0.114509	178.2868	599.9955	1.1986	-0.02291	180.8568	599.9955	1.1293	-0.00914	177.023	599.9955	1.1370	-0.03664	177.3204	599.9955
1.2464	0.004566	178.8709	599.9949	1.2455	0.132783	178.1806	599.9949	1.1990	-0.01374	180.2833	599.9949	1.1278	-0.0412	177.5009	599.9949	1.1374	-0.02748	176.9168	599.9949
1.2462	-2.1E-05	178.3717	599.9944	1.2401	0.018281	178.1912	599.9944	1.1991	-0.01374	179.3594	599.9944	1.1282	-0.03204	177.8407	599.9944	1.1381	-0.01374	176.6832	599.9944
1.2456	-0.01376	178.4885	599.9938	1.2412	0.041184	177.4797	599.9938	1.1997	-3.2E-06	180.0603	599.9938	1.1286	-0.02288	178.6054	599.9938	1.1376	-0.0229	176.8956	599.9938
1.2456	-0.01374	177.8407	599.9933	1.2430	0.077803	177.7345	599.9933	1.1984	-0.02748	179.7842	599.9933	1.1291	-0.01374	177.9894	599.9933	1.1376	-0.0229	176.938	599.9933
1.2464	0.004574	178.6797	599.9927	1.2441	0.110076	177.3522	599.9927	1.1988	-0.01832	180.6656	599.9927	1.1292	-0.01374	176.4283	599.9927	1.1374	-0.02748	177.7664	599.9927
1.2452	-0.02292	178.1806	599.9921	1.2417	0.050339	177.4584	599.9921	1.1995	-0.00458	180.3577	599.9921	1.1302	0.009164	177.7451	599.9921	1.1374	-0.02748	176.6619	599.9921
1.2458	-0.00918	178.6478	599.9916	1.2401	0.018316	177.3628	599.9916	1.1988	-0.01832	180.3577	599.9916	1.1291	-0.01374	178.0956	599.9916	1.1371	-0.03665	176.715	599.9916
1.2458	-0.00918	178.085	599.9910	1.2426	0.073313	177.7664	599.9910	1.1993	-0.00917	179.593	599.9910	1.1302	0.009164	178.3717	599.9910	1.1369	-0.03664	177.8301	599.9910
1.2456	-0.01374	177.9151	599.9904	1.2426	0.073295	178.2124	599.9904	1.1993	-0.00917	180.5382	599.9904	1.1287	-0.02288	177.7664	599.9904	1.1385	-0.00458	176.6725	599.9904
1.2456	-0.01376	179.1682	599.9899	1.2407	0.032074	177.5115	599.9899	1.1993	-0.00917	180.5701	599.9899	1.1280	-0.03662	176.3078	599.9899	1.1368	-0.04122	176.9487	599.9899
1.2456	-0.01376	177.554	599.9893	1.2388	-0.00916	177.2991	599.9893	1.1984	-0.02748	180.3895	599.9893	1.1291	-0.01372	177.4478	599.9893	1.1376	-0.0229	176.8849	599.9893
1.2458	-0.00917	178.0531	599.9888	1.2396	0.00916	177.8301	599.9888	1.1997	-3.2E-06	180.347	599.9888	1.1283	-0.03206	177.477	599.9888	1.1368	-0.04124	176.938	599.9888
1.2458	-0.00918	178.8284	599.9882	1.2406	0.027444	177.1717	599.9882	1.1991	-0.01374	179.9222	599.9882	1.1291	-0.01374	177.8089	599.9882	1.1381	-0.01374	176.6194	599.9882
1.2458	-0.00918	177.6177	599.9876	1.2412	0.114457	177.5646	599.9876	1.1986	-0.02291	180.6019	599.9876	1.1285	-0.02747	177.8089	599.9876	1.1366	-0.0458	176.7681	599.9876
1.2460	-0.00461	178.6585	599.9871	1.2424	0.06871	177.4797	599.9871	1.1991	-0.01374	180.347	599.9871	1.1296	-0.00458	177.9151	599.9871	1.1371	-0.03667	177.1504	599.9871
1.2449	-0.02748	178.2974	599.9865	1.2436	0.091579	177.8407	599.9865	1.1988	-0.01832	180.2727	599.9865	1.1287	-0.02289	177.5257	599.9865	1.1382	-0.00914	177.7876	599.9865
1.2463	-3.9E-05	178.6797	599.9860	1.2444	0.109932	176.9699	599.9860	1.1993	-0.00917	180.4108	599.9860	1.1291	-0.01374	178.6266	599.9860	1.1372	-0.03206	177.0124	599.9860
1.2449	-0.0275	178.7965	599.9854	1.2417	0.054977	178.0107	599.9854	1.1988	-0.01832	180.3364	599.9854	1.1289	-0.0183	176.6513	599.9854	1.1361	-0.05496	177.8301	599.9854
1.2458	-0.00918	178.4248	599.9848	1.2437	0.096191	177.692	599.9848	1.1989	-0.01832	179.4125	599.9848	1.1288	-0.02289	176.8212	599.9848	1.1379	-0.01832	177.0124	599.9848
1.2454	-0.01834	178.8615	599.9843	1.2399	0.013738	177.5221	599.9843	1.1991	-0.01374	180.124	599.9843	1.1283	-0.03206	178.2974	599.9843	1.1382	-0.00914	177.0973	599.9843
1.2460	-0.00461	178.085	599.9837	1.2440	0.100741	177.0973	599.9837	1.1995	-0.00458	179.9435	599.9837	1.1285	-0.02745	177.5434	599.9837	1.1363	-0.05038	177.0655	599.9837
1.2458	-0.00918	178.3186	599.9831	1.2414	0.045779	177.1504	599.9831	1.1993	-0.00917	179.9666	599.9831	1.1294	-0.00915	177.7345	599.9831	1.1374	-0.02748	177.2354	599.9831
1.2451	-0.02291	178.1275	599.9826	1.2431	0.062433	177.5009	599.9826	1.1995	-0.00458	179.7629	599.9826	1.1292	-0.01374	177.4199	599.9826	1.1361	-0.05496	177.8407	599.9826
1.2469	0.013719	178.0531	599.9820	1.2440	0.100741	176.4567	599.9820	1.1993	-0.00917	180.0921	599.9820	1.1291	-0.01374	177.9044	599.9820	1.1376	-0.0229	177.1398	599.9820
1.2456	-0.01374	178.1381	599.9815	1.2405	0.027496	177.2354	599.9815	1.1993	-0.00917	179.678	599.9815	1.1298	1.29E-06	177.4199	599.9815	1.1377	-0.02292	177.469	599.9815
1.2458	-0.00917	178.0744	599.9809	1.2434	0.068983	177.7451	599.9809	1.1993	-0.00917	179.1788	599.9809	1.1283	-0.03206	178.2655	599.9809	1.1374	-0.02746	176.6725	599.9809
1.2457	-0.01376	176.8849	599.9803	1.2437	0.091911	177.1929	599.9803	1.1982	-0.03206	180.3152	599.9803	1.1287	-0.02289	177.5211	599.9803	1.1360	-0.05956	176.6832	599.9803
1.2465	0.004566	177.6708	599.9798	1.2402	0.022919	178.0744	599.9798	1.1989	-0.01834	179.8373	599.9798	1.1286	-0.02288	178.3292	599.9798	1.1376	-0.0229	177.1398	599.9798
1.2459	-0.00918	177.9257	599.9792	1.2403	0.022919	177.4584	599.9792	1.1989	-0.01832	180.1452	599.9792	1.1283	-0.03204	177.5009	599.9792	1.1370	-0.03664	176.0107	599.9792
1.2459	-0.00918	177.9363	599.9786	1.2439	0.100794	176.6938	599.9786	1.1995	-0.00458	180.2408	599.9786	1.1292	-0.01372	176.3115	599.9786	1.1379	-0.01832	177.3097	599.9786
1.2458	-0.00918	178.6903	599.9781	1.2460	0.141955	177.6708	599.9781	1.1991	-0.01374	180.0921	599.9781	1.1287	-0.02289	178.1806	599.9781	1.1370	-0.03664	177.7345	599.9781
1.2465	0.004566	178.5841	599.9775	1.2450	0.119025	177.2142	599.9775	1.1984	-0.02748	180.2621	599.9775	1.1296	-0.00458	177.5009	599.9775	1.1372	-0.03206	176.4673	599.9775
1.2454	-0.01834	178.8496	599.9770	1.2452	0.12362	177.4053	599.9770	1.1982	-0.03206	180.3258	599.9770	1.1288	-0.02289	177.3522	599.9770	1.1370	-0.03664	177.8263	599.9770
1.2457	-0.01376	177.4584	599.9764	1.2427	0.073295	177.0124	599.9764	1.1993	-0.00917	179.2426	599.9764	1.1293	-0.00914	177.4053	599.9764	1.1368	-0.04122	176.5982	599.9764
1.2462	-2.1E-05	178.8071	599.9758	1.2430	0.077803	177.2354	599.9758	1.1988	-0.01832	180.74	599.9758	1.1287	-0.02289	177.6389	599.9758	1.1372	-0.03206	177.2248	599.9758
1.2456	-0.01376	178.17	599.9753	1.2449	0.119077	176.9699	599.9753	1.1982	-0.03206	179.678	599.9753	1.1287	-0.02289	178.2443	599.9753	1.1370	-0.03664	177.7558	599.9753
1.2458	-0.00918	178.7753	599.9747	1.2408	0.032021	177.7133	599.9747	1.1989	-0.01832	180.3364	599.9747	1.1283	-0.03204	176.9539	599.9747	1.1379	-0.01832	176.9699	599.9747
1.2458	-0.00917	178.2018	599.9741	1.2464	0.151118	177.1292	599.9741	1.1985	-0.02748	179.5187	599.9741	1.1287	-0.02288	177.7027	599.9741	1.1370	-0.03664	177.0336	599.9741
1.2454	-0.01834	178.3292	599.9736	1.2439	0.100777	177.692	599.9736	1.1985	-0.02748	179.6992	599.9736	1.1287	-0.02288	177.6708	599.9736	1.1371	-0.03665	176.9911	599.9736
1.2454	-0.01834	178.1912	599.9730	1.2405	0.027479	177.9363	599.9730	1.1982	-0.03206	179									