

Matti Laasonen

Liutinmaalien reologinen korrelaatio

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Laboratorioanalyttikko (AMK)

Laboratorioanalytiikka

Opinnäytetyö

29.10.2017

Tekijä(t) Otsikko	Matti Laasonen Liutinmaalien reologinen korrelaatio
Sivumäärä Aika	37 sivua + 12 liitettä 29.10.2017
Tutkinto	Laboratorioanalytikko (AMK)
Koulutusohjelma	Laboratorioanalytiikka
Ohjaaja(t)	Teknos Oy, FM Kalevi Panka, tuotekehityskemisti Teknos Oy, laborantti Eija Hjelm, laadunvalvonnan esimies Metropolia Ammattikorkeakoulu, yliopettaja Jukka Niiranen
<p>Työssä tutkittiin liuotinohteisia maaleja reometrimittauksilla, viskosimetreillä ja valumistesteillä. Yritettiin löytää korrelaatioita eri mittaustavoille. Tutkittavat maalit olivat Teknosin aiemmin valmistamia ja jakaantuivat alkydi, polyuretaani 1 ja 2 sekä epoksimaaliryhmään.</p> <p>Työn ensimmäisessä osiossa kerrotaan maaleista yleisesti ja tarkemmin tutkittavista maalityypeistä sekä käsitellään reologian, reometritestien, viskosimetrien ja valumisen teoriaa.</p> <p>Mittausosiossa kuvataan laitteet, kemikaalit ja jokainen tehty testi. Työmenetelminä käytettiin yleisiä reometrimittauksia ja Teknosin omia menetelmiä. Laitteina käytettiin Anton Paarin Physica MC-301 -reometriä, kahta erilaista Brookfieldin viskosimetriä ja Braive Instrumentsin Krebs Unit -viskosimetriä.</p> <p>Tulokset esitettiin mahdollisimman kattavasti testi- ja maalityyhmäkohtaisesti. Tulosdatan suuruuden takia vain osa tuloksista on käsitelty tässä työssä. Vanhoja viskosimetrimenetelmiä korvaavia reometrimittauksia ei löytynyt. Korrelaatioita esiintyi eri mittausmenetelmien kesken. Valumisviskositeetti ja KU korreloivat tilastomatemattisesti tarkasteltuna. Valumistesteissä eri applikointiraudoilla tehtyjen testien tulokset pääosin ylittivät tai vastasivat vanhoja arvoja.</p> <p>Työssä saatiin paljon tietoa maalien viskositeeteistä eri rasiusten alaisena. Korrelaatioita täytyy tutkia lisää ollaksemme varmoja, että ne ovat päteviä.</p>	
Avainsanat	reologia, viskositeetti, valuminen, liutinmaali

Author(s) Title	Matti Laasonen Rheological Correlation of Solvent-based Paints
Number of Pages Date	37 pages + 12 appendices 29 October 2017
Degree	Bachelor of Laboratory Services
Degree Programme	Laboratory Sciences
Instructor(s)	Kalevi Panka, M.Sc. (chem.), Research Chemist GI, Teknos Oy Eija Hjelm, Laboratory Technician, Quality Control Supervisor, Teknos Oy Jukka Niiranen, Principal Lecturer, Helsinki Metropolia University of Applied Sciences
<p>The purpose of this study was to examine solvent-based paints with rheometer, viscometers and sagging tests. The goal was to find correlations between different measurement methods. Studied paints were earlier manufactured by Teknos. Those paints were divided into four different groups: Alkyd, Polyurethane 1 & 2 and Epoxy.</p> <p>The theoretical part of this study describes coatings in general and the examined paint groups, theory of rheology, rheometer tests, viscometers and sagging.</p> <p>The experimental part of this study presents the used equipment, chemicals and every test. Methods include common rheometer measurements and Teknos' own methods. Equipment included Anton Paar's Physica MC-301 rheometer, two different Brookfield's viscometers and Braive Instruments' Krebs Unit viscometer.</p> <p>Results are displayed comprehensively by individual test and by paint group. Because the result data pool was so large, only portion of results are addressed here. Correlations that could have substituted old viscometer measurements with new rheometer measurements were not found. There was some correlations between different measuring methods. Mathematic statistics showed correlation between sagging viscosity and Krebs Units. Paints withstood thicker paint layers in sagging tests than previous reference values.</p> <p>These experiments gave lots of information about viscosity under different shear rates. The found correlations need to be studied more closely, to be sure that they are valid.</p>	
Keywords	rheology, viscosity, sagging, solvent-based paint

Sisällys

Lyhenteet ja käsitteet

1	Johdanto	1
2	Maalit	1
2.1	Yleistä maaleista	1
2.2	Alkydimaalit	2
2.3	Polyuretaanimaalit	2
2.4	Epoksimaalit	3
3	Reologia	3
3.1	Reologian teoriaa	3
3.2	Viskositeetti	5
3.3	Tiksotropia ja reopektia	6
3.4	Reometri	7
3.4.1	Testi 1, Amplitude Sweep/CSS	9
3.4.2	Testi 2, η -Flow Curve (hysteresis)	10
3.4.3	Testi 3, 3ITT-Rotaatio	12
3.4.4	Testi 4, 3ITT-Oskillaatio/Rotaatio/Oskillaatio	13
3.5	Viskosimetrit	13
3.5.1	Cone and Plate	14
3.5.2	Brookfield	14
3.5.3	Krebs-Stormer	15
3.6	Valuminen	16
4	Mittaukset	18
4.1	Yleistä	18
4.2	Laitteet	18
4.3	Kemikaalit	19
4.4	Reometri	19
4.4.1	Amplitude Sweep/CSS	19
4.4.2	η -Flow Curve (hysteresis)	20
4.4.3	3ITT-Rotaatio	20
4.4.4	3ITT-Oskillaatio/Rotaatio/Oskillaatio	20
4.5	Viskosimetrit	21
4.5.1	Cone and Plate	21

4.5.2	Brookfield	21
4.5.3	Krebs-Stormer	22
4.6	Valuminen	22
4.6.1	BYK- ja muut applikointiraudat	23
4.6.2	Valuvuuden määrittystestit	24
5	Tulokset ja päätelmät	25
5.1	Reometri	25
5.1.1	Amplitude Sweep/CSS	25
5.1.2	η -Flow Curve (hysteresis)	26
5.1.3	3ITT-Rotaatio	27
5.1.4	3ITT-Oskillaatio/Rotaatio/Oskillaatio	28
5.2	Viskosimetrit	29
5.2.1	Cone and Plate	29
5.2.2	Brookfield	29
5.2.3	Krebs-Stormer	29
5.3	Valuminen	31
5.4	t-testit	32
5.5	Korrelaatiot	34
5.6	Päätelmät	34
	Lähteet	36
	Liitteet	
	Liite 1. Testi 1 - tulokset	
	Liite 2. Testi 2 - tulokset	
	Liite 3. Testi 3 - tulokset	
	Liite 4. Testi 4 - tulokset	
	Liite 5. Cone and Plate - tulokset	
	Liite 6. Brookfield - tulokset	
	Liite 7. Krebs-Stormer - tulokset	
	Liite 8. Valuminen - tulokset	
	Liite 9. Reometrikuvaajat - Testi 1	
	Liite 10. Reometrikuvaajat - Testi 2	
	Liite 11. Reometrikuvaajat - Testi 3	
	Liite 12. Reometrikuvaajat - Testi 4	

Lyhenteet

CSR – Controlled Shear Rate = kontrolloitu leikkausnopeus

CSS – Controlled Shear Stress = kontrolloitu leikkausjännitys

G' – G Prime, Storage Modulus = g-pilkku, elastinen komponentti

G'' – G Double Prime, Loss Modulus = g-pilkkupilkku, valuva komponentti

KU – Krebs Unit = Krebs Stormer -viskosimetrin mittaussyksikkö

LSR / HSR – Low/High Shear Range = matala/korkea leikkausalue

LVE – Liquid Viscoelastic Region = nestemäinen viskoelastinen alue

VOC – Volatile Organic Compounds = haihtuvat orgaaniset yhdisteet

1K / 2K – yksi- tai kaksikomponenttimaali

Käsitteet

Leikkausjännitys, Shear stress, τ [Pa], $\tau = F/A$; tau

Leikkausnopeus, Shear rate, $\dot{\gamma}$ [s^{-1}], $\dot{\gamma} = v/h$; gamma-piste

Viskositeetti, Viscosity, η [Pa·s], $\eta = \tau/\dot{\gamma}$; eeta

Flow curve = valumiskäyrä

Flow point = piste, missä maali alkaa valua.

Linearity limit = LVE-alueen raja-arvo, jota kutsutaan lineaarirajaksi.

Plateau value = LVE-alueen tasoarvo.

Yield point = piste, missä maalin rakenne murtuu.

1 Johdanto

Tämä opinnäytetyö tehdään yhteistyössä Teknos Oy:n tutkimus- ja tuotekehitysosaston sekä käyttölaboratorion kanssa. Teknos Oy perustettiin vuonna 1948. Nykyään yrityksen johdossa on jo kolmas sukupolvi Kiikan perheestä. Teknos Oy on Suomen suurimpia perheyrityksiä. Se valittiin Suomen perheyritykseksi vuonna 2012. Yrityksen toimialana on maalien ja pinnoitteiden valmistus ja myynti. Teknos Oy on Euroopan johtavia teollisuusmaalien valmistajia, jolla on vahva asema myös kauppa- ja rakennusmaaleissa. [1.] Teknos Oy oli vuonna 2016 liikevaihdolla mitaten maailman 48. suurin maalien valmistaja [2].

Työn tarkoituksena on selvittää maalien reologista käyttäytymistä viskosimetreillä, reometrisillä mittauksilla ja valumistesteillä sekä tutkia, korreloivatko tulokset. Pyrkimyksenä on myös kehittää tutkimusmenetelmiä. Tässä työssä tutkitaan neljää nestemäistä liuotinpohjaista maaliryhmää, jotka jakaantuvat 16:sta maalinimikkeeseen, yhteensä 76 maalierää. Osa maaleista on valmiiksi sävytetty ja osa on pelkkää perusmaalia. Maalit ovat ennalta valmistettuja vuosina 2015–2017 ja ovat olleet Teknosin käyttölaboratorion varastoimina. Maalin eristä numero 1 on uusin ja numero 5 vanhin erä. Mittauksissa käytetään Teknos Oy:n omia työmenetelmiä ja yleisiä reometrimittausmenetelmiä.

2 Maalit

2.1 Yleistä maaleista

Ihminen teki ensimmäisiä maaleja jo 25000 vuotta sitten luolamaalauksia varten. Ensimmäiset maalit perustuivat rauta- ja mangaanioksidiin. Värisävyinä oli musta, punainen ja keltainen. Maaleilla tarkoitetaan pintakäsittelyaineita, joiden tarkoituksena on tarttua maalattavaan esineeseen ja muuttaa esineen pinnan väriä sekä suojata pintaa. Maali on useimmiten nestemäistä. Kovetuttuaan se muodostaa suojaavan kalvon. [3, s. 1–2.] On olemassa myös jauhemaisia maaleja, jotka levitetään elektrostaattisesti, ja kuumentaan uunissa maalikalvon viimeistelyä varten [4].

Maali koostuu usein neljästä osasta: sideaineesta, liuottimesta, pigmentistä eli väriaineesta ja apuaineista. [3, s. 5–6] Maalit luokitellaan useimmiten sideaineen perusteella.

Apuaineita ovat esimerkiksi säilöntäaineet, hyytelöintiaineet tiksotropisuuden aikaansaamiseksi, homeen- ja ruosteenestoaineet.

Maalien tuoteselosteissa ilmoitetaan kuiva-ainepitoisuus tilavuus- tai massaprosentteina. Tutkittavien maalien kuiva-ainepitoisuudet olivat 45–96 tilavuusprosenttia. Loppuosa koostuu liuottimista, VOC eli haihtuvista orgaanisista yhdisteistä. VOC-direktiivi (2004/42/EY) rajoittaa maalien liuotinmäärää [5]. Ohenteita lisätään maaleihin maalauslausesta ennen, jotta maalista saadaan juoksevampaa.

Liuotinohteisilla maaleilla on suurempi maalausolosuhdealue verrattuna vesiohteisiin maaleihin. Tämä tarkoittaa, ettei lämpötilalla ja ilmankosteudella ole niin suuri merkitys liuotinmaalien kuivumiseen kuin vesimaaleissa. [6, s. 4.]

2.2 Alkydimaalit

Alkydimaalit valmistetaan synteettisistä alkydihartseista. Alkydihartsi oli ensimmäisiä synteettisiä polymeerejä, joita käytettiin maalien valmistuksessa. Siinä yhdistettiin kemiallisesti öljy tai öljystä johdettu rasvahappo polyesteripolymeerirakenteeseen. Alkydihartsilla voitiin korvata sideaineena toimineet kuivuvat öljyt. [3, s. 31–32.] Alkydihartsilla on hapettumalla kuivuva sideaine. Alkydejä käytetään yksin tai muiden sideaineiden kanssa maaleissa, lakoissa, puunsuojissa ym. maalituotteissa [7]. Alkydimaalit ovat yksikomponenttimaaleja (1K), joten kovetetta ei tarvita maalin kuivumiseen. Näitä maaleja käytetään esimerkiksi kalusteiden maalaamisessa, koska näillä saadaan kiiltävä ja kestävä pinta, joka on helppo puhdistaa maalinpinnan siitä kärsimättä.

Testattavat maalit A, B, C ja D olivat alkydimaaleja.

2.3 Polyuretaanimaalit

Polyuretaanimaalien sideaineena käytetään synteettisiä polymeerejä, kuten akryyli tai polyesteri. Polyuretaanipolymeerit muodostuvat, kun isosyanaatti reagoi polyolin kanssa, jossa on kaksi tai useampia hydroksyyliyhmiä. [3, s. 72–74.] Polyuretaanimaalit

kestävät hyvin sään ja kulutuksen aiheuttamaa räsitusta. Ne muodostavat pinnan, joka säilyttää kiiltonsa ja sävynsä eikä liutuunnu. Kestävyytensä takia polyuretaanimaalit ovat käyttökelpoisia sisä- ja ulkotiloissa. Polyuretaanimaalit ovat kaksikomponenttimaaleja (2K), eli kuivuakseen maalin muoviosaan pitää lisätä kovetetta.

Testattavat polyuretaanimaalit oli jaettu kahteen eri ryhmään, 1. ryhmässä maalit E, F ja G sekä 2. ryhmässä maalit H, I, J ja K.

2.4 Epoksimaalit

Epoksimaalien sideaineena toimii synteettinen epoksiharts. Yleisimmin käytetty epoksiharts perustuu bisfenoli A:n ja epikloorihydriinin reaktioon. [3, s. 67–69.] Epoksimaalit ovat kaksikomponenttimaaleja (2K). Kovetetta pitää lisätä muoviosaan, jotta maali kuivuisi. Ne soveltuvat hyvin pintoihin, jotka joutuvat kestävään kovaa kemiallista tai mekaanista räsitusta. Sen takia auto- ja laivateollisuus käyttävät paljon epoksimaaleja. Epoksimaalien haittana on niiden liutuuminen, eli maalikalvon päälle muodostuu auringon UV-valon vaikutuksesta ohut vaalea kerros hajonnutta maalia. [3, s. 9] Tämän takia epoksimaaleja käytetään ulkona useimmiten vain pohjamaaleina.

Testattavat maalit L, M, N ja O olivat epoksimaaleja. P oli kovete, jonka muoviosana käytettiin maalia O1.

3 Reologia

Panta Rhei, kreikan kielestä suomennettuna 'Kaikki valuu'. Näin väitetään Herakleitoksen sanoneen noin vuonna 500 eaa [8]. Tästä aforismista on johdettu sana reologia, joka tarkoittaa virtausoppia, rheo(s) – virtaus, logos – oppi (kreik.). Maalialalla reologia on maalien valmistamisen, maalaamisen, valumisen, tasoittumisen, peittämisen ja varastoinnin tutkimisen kannalta hyvin tärkeää.

3.1 Reologian teoriaa

Reologia on ulkoisten voimien aiheuttaman, pääasiassa nestemäisen aineen, muutoksen ja valumisen tutkimista. Se kuuluu fysiikan sekä osin fysikaalisen kemian alaan,

koska tärkeimmät muuttujat tulevat mekaniikasta: voima, vastustus ja nopeus. Tuotekehityksessä reologian avulla pystytään mallintamaan maalien käyttäytymistä sen eri käyttövaiheissa.

Maaleja käsitellessä niihin kohdistuu rasituksia. Rasitukset aiheuttavat kitkaa aineen molekyylien välillä, mikä johtaa mitattavaan vastustukseen. Maaleihin kohdistuvan pitkäaikaisen ja tasaisen leikkausjännityksen aiheuttaman käyttäytymisen tunteminen auttaa maalien ominaisuuksien muokkaamisessa. [6, s. 6.]

Vaikka suurin osa reologian teorioista käsittelee palautuvia ilmiöitä, myös palautumattomia ilmiöitä esiintyy. Aineen reologiset ominaisuudet voivat muuttua ajan tai aineen hajoamisen myötä. [9, s. 1.]

Isaac Newton kehitti ensimmäisen reologisen kaavan viskositeetille, viskositeetti on leikkausjännityksen suhde leikkausnopeuteen, tästä kaavasta enemmän kappaleessa 3.2. Reologiassa viskositeetin lisäksi tärkeimmät suureet ovat, leikkausjännitys (käytetään joskus myös nimiä leikkausrasitus tai leikkausvoima), τ (tau), on voiman suhde pinta-alaan, yksikkö on [Pa], Pascal. [10, s. 19.]

$$\tau \text{ [Pa]} = \frac{F \text{ [N]}}{A \text{ [m}^2\text{]}} \quad (1)$$

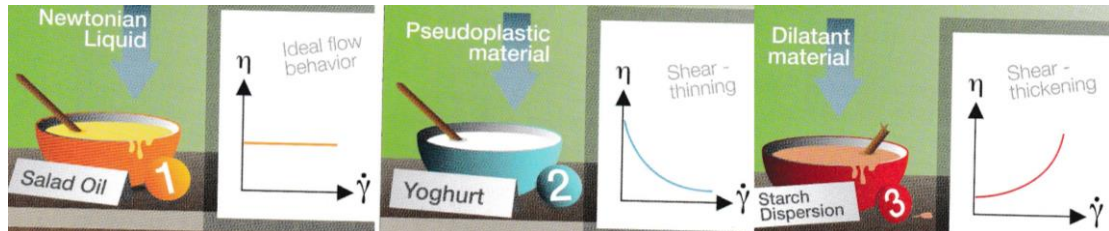
Sekä leikkausnopeus, $\dot{\gamma}$ (gamma-piste), on nopeuden suhde korkeuteen, yksikkö on [1/s] eli [s⁻¹], (käänteissekunti). [10, s. 21.]

$$\dot{\gamma} \left[\frac{1}{s} \right] = \frac{v \left[\frac{m}{s} \right]}{h \text{ [m]}} \quad (2)$$

Leikkausjännityksen ja leikkausnopeuden välisen suhteen kuvaajaa kutsutaan viskositeettikuvaajaksi (Flow curve, kts. 3.4.2).

Mataliksi leikkausalueiksi (LSR) kutsutaan leikkausnopeuksia, jotka ovat alle 1 s⁻¹. Vastaavasti leikkausnopeuksia, jotka ovat yli 1 s⁻¹, kutsutaan korkeiksi leikkausalueiksi (HSR). Maalien tasoittuminen tapahtuu välillä 0,01–0,1 s⁻¹. Maalien valuminen taas välillä 0,01–1 s⁻¹ eli molemmat ovat siis matalalla leikkausalueella. Kun taas pensselimaalaaminen 100–10000 s⁻¹ sekä tela- ja ruiskumaalaaminen 1000–10000 s⁻¹ sijoittuvat korkealle leikkausalueelle. [11, s. 23.]

Isaac Newtonin mukaan nimettiin Newtonilaiset nesteet, joiden viskositeetti pysyy samana riippumatta leikkausnopeudesta (kuva 1), näitä kutsutaan myös ideaaliviskosioiksi. Ei-newtonilaisten nesteiden viskositeetti joko alenee leikkausnopeuden kasvaessa, näitä kutsutaan pseudoplastisiksi tai viskositeetti kasvaa leikkausnopeuden kasvaessa, näitä kutsutaan dilatanteiksi. [11, s. 32–44.]



Kuva 1 1) Newtoninen neste, 2) pseudoplastinen- ja 3) dilatantti-materiaali [11, s. 46]

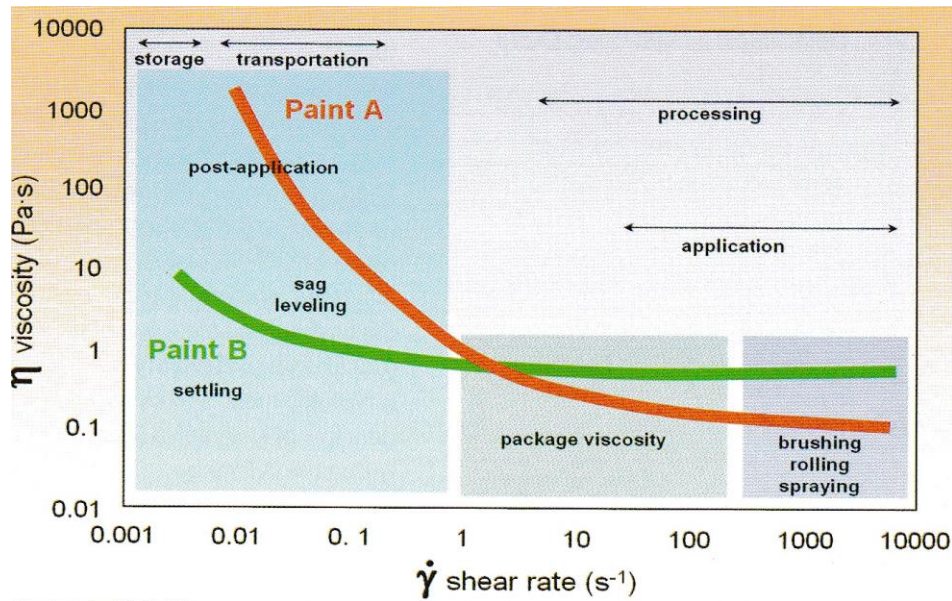
Newtonilaisia nesteitä kutsutaan myös lineaarisiksi nesteiksi, pseudoplastisia leikkauksesta oheneviksi ja dilatantteja leikkauksesta paksuneviksi.

3.2 Viskositeetti

Viskositeetti on suure, joka kertoo nesteen tai kaasun kyvystä vastustaa sisäistä virtausta. Se merkitään kreikkalaisella kirjaimella η (eeta). Puhekielessä viskositeettia kutsutaan ”paksuudeksi” tai ”juoksevuudeksi”. Aine valuu helpommin, kun sen viskositeetti on alhaisempi. Aineen viskositeetti laskee, jos sitä lämmitetään [10, s. 69]. SI-järjestelmässä viskositeetin yksikkö on [Pa·s], Pascal-sekunti. Viskositeetti saadaan laskettua jakamalla leikkausjännitys (kaava 1) leikkausnopeudella (kaava 2). [10, s. 24.]

$$\eta \text{ [Pa} \cdot \text{s]} = \frac{\tau \text{ [Pa]}}{\dot{\gamma} \left[\frac{1}{\text{s}} \right]} \quad (3)$$

Aiemmin käytössä ollut viskositeettiyksikkö poise (P) voidaan muuttaa Pascal-sekunneiksi seuraavasti $1 \text{ P} = 0,1 \text{ Pas} \rightarrow 1 \text{ cP} = 1 \text{ mPas}$. Käytetyt viskosimetrit antoivat tulokset senttipoiseina.



Kuva 2 Viskositeetti kahden maalin eri käyttövaiheissa [12].

Maalit ovat pääasiassa pseudoplastisia ja viskoelastisia nesteitä. Viskoelastinen tarkoittaa materiaalin ominaisuutta, jossa viskositeettiset ja elastiset ominaisuudet yhdistyvät muodonmuutoksen aikana, kuten esimerkiksi maalin sekoituksen aikana. Maalien halutaan olevan myös tiksotropisia.

3.3 Tiksotropia ja reopektia

Tiksotropia tarkoittaa aineen sekoituksesta johtuvaa muutosta. Tämäkin sana on saanut alkunsa kreikan kielestä, thixis – sekoittaa ja trepo – muutos. [10, s. 60.] Suomennettuna tiksotropinen tarkoittaa hyytelömäistä. Jos otat maalipurkin ja sekoitat sitä, niin maali muuttuu juoksevammaksi. Kun annat kyseisen purkin levätä, niin maali palautuu paksummaksi. Tämä on siis tiksotropiaa. Maalien halutaan olevan tiksotropisia, eli maalin tulisi palautua maalausrasituksen jälkeen alkutilatasolle. Tiksotropinen käytös tarkoittaa rakenteellisen voiman pienenemistä rasituksen alaisena ja tämän voiman palautumista, kun rasitus loppuu. Se on ajasta riippuvainen. Ei-tiksotropisessa käytöksessä palautumista alkutilaan ei tapahdu. [11, s. 59.]

Reopektinen käytös tarkoittaa rakenteellisen voiman kasvamista rasituksen alaisena. Teollisessa toiminnassa tällaista käytöstä tapahtuu vain todella harvoin. [10, s. 61–65.]

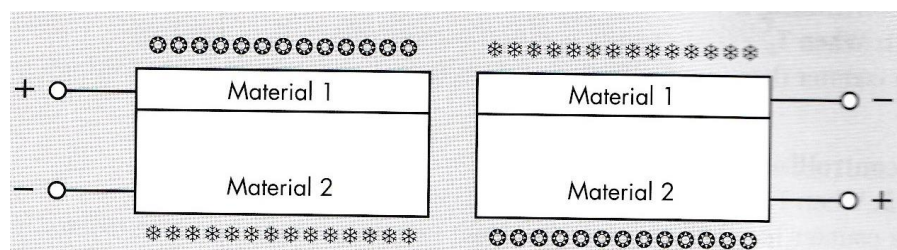
3.4 Reometri

Reologiset mittausmenetelmät ovat suhteellisen yksinkertaisia. Tulosten tulkinta vaatii ymmärrystä materiaalien ominaisuuksista. Reometrillä voidaan mitata maalin viskoelastisia ominaisuuksia. Reometrimittaukset ovat usean datapisteen mittauksia. Näin saadaan kuvaaja valitulta leikkausnopeusalueelta.

Reometri esittää mitatut kuvaajat useimmiten logaritmisina. Tästä johtuen pienet mitausarvot voidaan esittää selkeästi samassa kuvaajassa kuin isot mitausarvot, verrattuna lineaarisiin kuvaajiin.

On kaksi perusmittaustapaa reometrimittauksissa, kontrolloitu leikkausnopeus (CSR) tai kontrolloitu leikkausjännitys (CSS). Kontrolloidussa leikkausnopeudessa näyte asetetaan kahden tason väliin, joista toinen pyörii määritellyllä nopeudella ja vääntömomentti mitataan tätä kautta. Kontrolloidussa leikkausjännityksessä näyte asetetaan myös kahden tason väliin ja vääntömomentin kautta saadaan tulokset. CSS on parempi tapa maalien tutkimisessa, koska se ei alhaisilla leikkausnopeuksilla aiheuta maalin rakenteen hajoamista ja tulosten pitäisi korreloida suoraan leikkausjännityksen aiheuttamien prosessien, kuten valuminen ja tasoittuminen, kanssa. [13.]

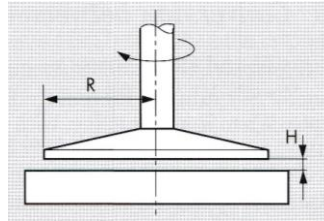
Mittaustasona reometrissä toimii Peltier-elementti. Se on eräänlainen termoelektrinen lämpöpumppu. Siinä kahden eri metallitason jännitteitä muuttamalla saadaan mittaustasoa kuumennettua tai viilennettyä hyvin nopeasti. [10, s. 242.]



Kuva 3 Peltier-elementti [10, s. 243]

Mittaustekniikkana oli Parallel Plate, eli kaksi samansuuntaista tasoa päällekkäin. Ylempi tasoista, eli kara, pyörii ja alempi, eli mittaustaso on paikallaan. [10, s. 184.] Tällä tekniikalla näytemäärät ovat suhteellisen pieniä, johtuen säädettävästä mittausvälistä. Tekniikalla voi tutkia korkean viskositeetin tai ison partikkelikoon näytteitä. Haittapuolena on

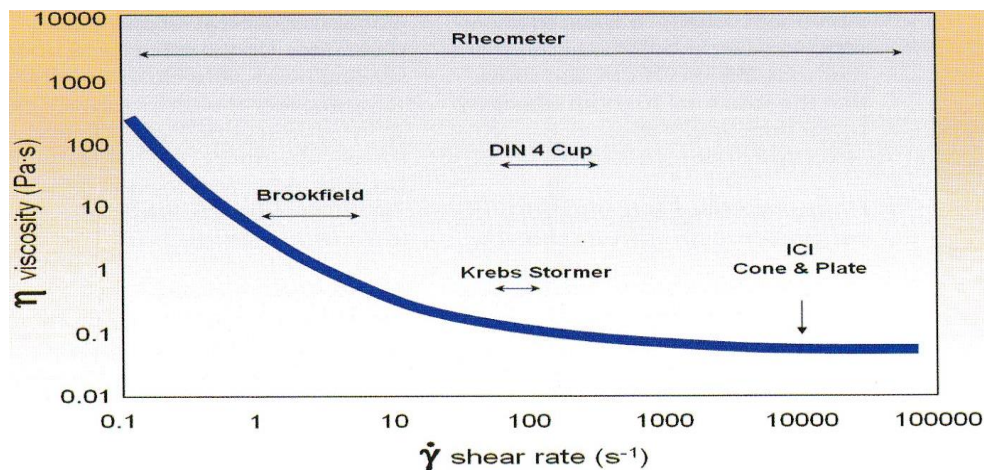
se, että mittausvälin reunoilla ja keskellä ei ole sama leikkausnopeus, reunoilla se on suurempi. Reometri käyttää suurinta leikkausnopeutta tulosten laskemisessa. Tulokset eivät ole luotettavia, jos testiä ei suoriteta LVE-alueella. [11, s. 18.]



Kuva 4 Parallel Plate [10, s. 185]

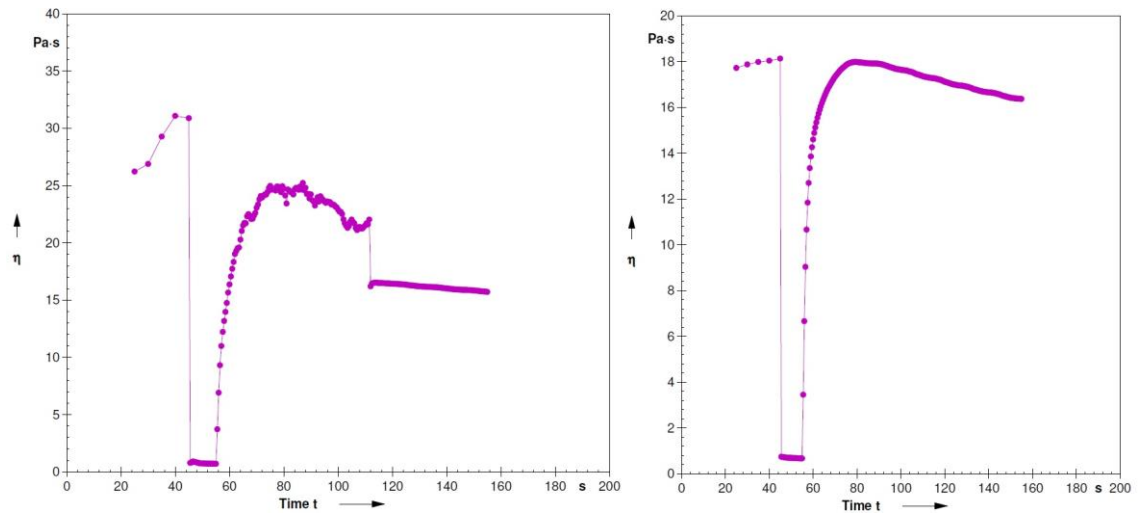
Kara liikkui joko rotaatio- tai oskillaatiomoodissa. Rotaatiossa kara pyöri kokonaisia kierroksia akselinsa ympäri. Oskillaatiossa taas kara pyöri esimerkiksi puoli kierrosta eteenpäin ja sitten puoli kierrosta taaksepäin ja tätä edestakaista liikettä toistettiin.

Reometrimittauksissa leikkausnopeus oli rajoitettu maksimissaan noin 1000 s^{-1} . Testattiin kuitenkin leikkausnopeutta 10000 s^{-1} , joka aiheutti maalin 'räjähtämisen', eli se lensi ulos mittausvälistä.



Kuva 5 Reometrin ja viskosimetrien arvioidut mittausalueet [12]

Perusmittausvirheitä voi aiheuttaa näytteen liian nopea kuivuminen tai näytteen kuumentuminen HSR-alueella sekä liian suurien leikkausnopeuksien käyttö. Viskositeettikuvauksen alkuun voi muodostua pieni nousu, joka johtuu liian lyhyestä mittausajasta hitaalla leikkausnopeudella. [11, s. 56, 170–175.] Kuvassa 6 vasemmalla epäonnistunut reometrimittaus (testi 3), joka aiheutui mittauskaran päälle joutuneesta roiskesuojasta.

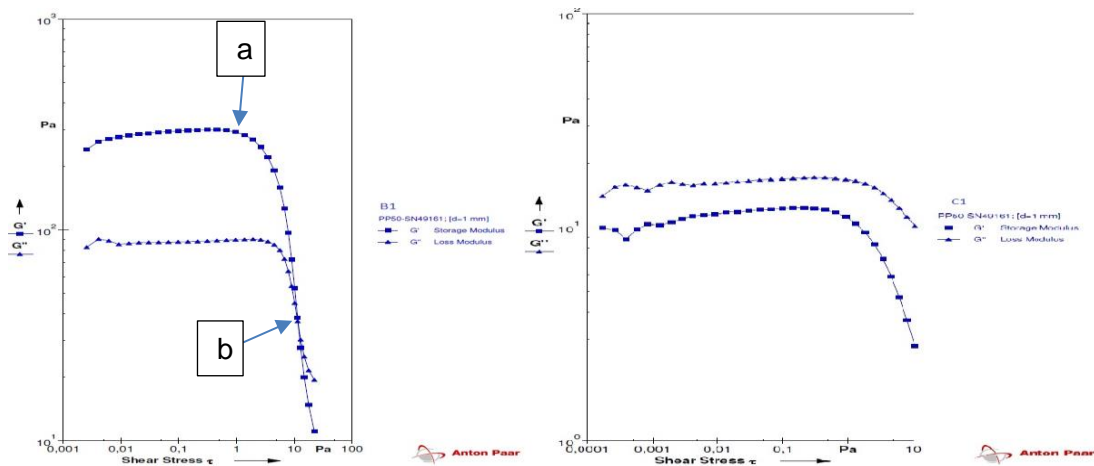


Kuva 6 Testi 3: Virhemittaus vasemmalla ja onnistunut mittaus oikealla.

Ja kuvassa oikealla on saman maalin onnistunut mittaus.

3.4.1 Testi 1, Amplitude Sweep/CSS

Tämä amplituditesti suoritettiin 'Controlled Shear Stress' -moodilla, eli kontrolloidulla leikkausjännityksellä ja käytettiin oskillaatiota. Testillä saa määritettyä lineaarisen viskoelastisen alueen (LVE). Tällä LVE-alueella näytteen rakenne ei hajoa. Testi antaa kuvaajan, jossa x-akselilla on leikkausjännitys τ ja y-akselilla G' eli g-pilkku, elastinen komponentti ja G'' eli g-pilkkupilkku, valuva komponentti. LVE-alueen raja-arvo, jota kutsutaan lineaarirajaksi, määritetään kohdasta jossa G' -käyrä alkaa kaartua alaspäin. G' -käyrän tasainen alkuosuus kertoo LVE-alueen tasoarvon Pascaleina, kuvassa 7 vasemmalla a) tasoarvo $G'=242$ Pa. Tämän voi määrittää viivoittimella tai antaa tietokoneen laskea se. Jos $G' > G''$, kuten kuvassa 7 vasemmalla, näytteellä on geelimäinen rakenne ja sitä voidaan kutsua heikoksi viskoelastiseksi geelimäiseksi materiaaliksi. Jos $G'' > G'$, kuvassa 7 oikealla, näytteellä on nestemäinen rakenne ja sitä kutsutaan viskoelastiseksi nesteeksi. [11, s.102–103.] Pintamaaleilla on usein korkeampi G' -arvo ja pohjamaaleilla on usein korkeampi G'' -arvo LVE-alueella.

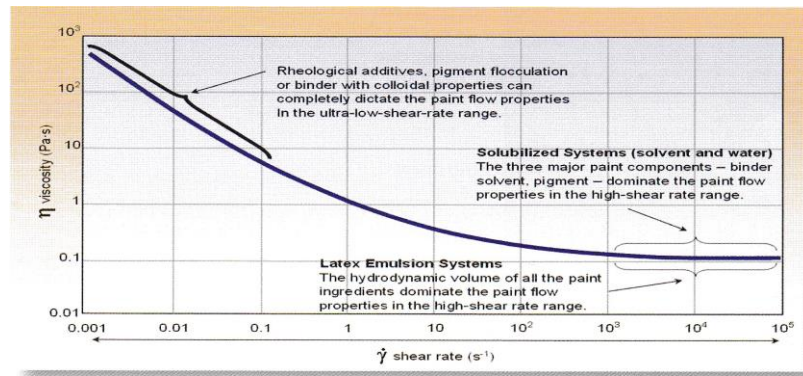


Kuva 7 Geelimäinen rakenne (vasemmalla maali B1) ja viskoelastinen neste (oikealla maali C1)

Tällä testillä määritetyllä LVE-alueella tulisi suorittaa tuntemattomien näytteiden 3ITT-testi 3 ja oskillaatiotestaukset, testi 4. Tämä testi soveltuu myös murtumispisteen (tai juoksevuusraja) ja valumispisteen määrittäisiin. Murtumispisteessä maalin rakenne hajoaa ja valumispisteessä maali alkaa valua. Murtumispiste on LVE-alueen loppukohdan leikkausjännitysarvo, a) kuvassa 7 vasemmalla 1,18 Pa. Valumispiste on leikkauspisteen $G' = G''$ leikkausjännitysarvo, b) kuvassa 7 vasemmalla 9,6 Pa. [11, s.109.] Murtumispiste ei ole materiaallinen vakio, vaan se voi vaihdella näytteen esikäsittelyn, mittaustavan tai tulosten eri tulkintatapojen takia. [11, s. 48.] Tämä testi on kuitenkin parhaimpia testejä murtumispisteen määrittämiseen. Murtumispisteen ja viskositeetin välillä ei ole korrelaatiota [12]. Valumispiste sijaitsee lähes aina LVE-alueen ulkopuolella, joten tämä luku ei ole vakio, vaan mittausolosuhteet vaikuttavat siihen.

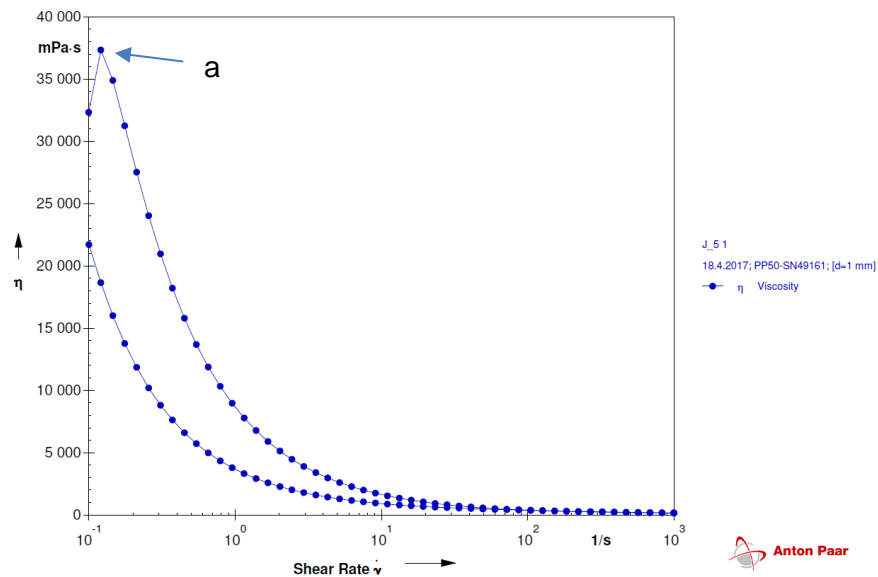
3.4.2 Testi 2, η -Flow Curve (hysteresis)

Viskositeettikuvaaja esittää viskositeetin η , leikkausnopeuden $\dot{\gamma}$ funktiona. Valumiskäyrä esittää leikkausjännityksen τ , leikkausnopeuden $\dot{\gamma}$ funktiona. Viskositeettikuvaajasta ja valumiskäyrästä pystytään selvittämään murtumispiste, tiksotropinen käytös ja onko aine newtoninen, pseudoplastinen vai dilatantti. Seuraavassa kuvassa näkyy missä kohtaa viskositeettikuvaajaa maalin eri ainesosat vaikuttavat.



Kuva 8 Viskositeettikuvaaja ja maalin osien vaikutusalueet [12].

Murtumispisteen voi määrittää myös tällä testillä. Linearisessa valumiskäyrässä murtumispiste on arvo, jolloin käyrä leikkaa y-akselin. Tämä menetelmä soveltuu vain laadunvalvontaan. Logaritmisesta valumiskäyrästä voidaan määrittää murtumispiste joko pienimmän leikkausnopeuden tai ennalta päätetyn leikkausnopeuden esimerkiksi $0,01 \text{ s}^{-1}$ kohdalta. Näissä mittauksissa murtumispiste määritettiin toisen mittauspisteen kohdalta, $\dot{\gamma}=0,12 \text{ s}^{-1}$ (kuvassa 9 kohta a).

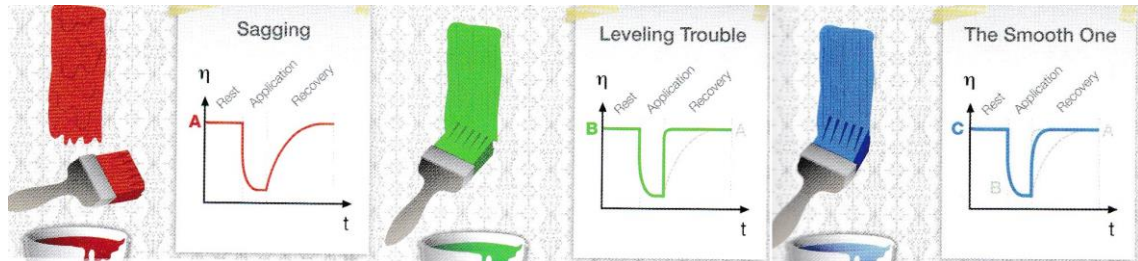


Kuva 9 Maalin J5 viskositeettikuvaaja

Käyrien väliin jäävää aluetta kutsutaan hystereesialueeksi. Hystereesi tarkoittaa kappaleen jonkin ominaisuuden riippuvuutta kappaleen aikaisemmista vaiheista. Takaisintuloikäyrän ollessa alempana näyte oli tiksotropinen, jos se oli korkeammalla, näyte oli reopektinen. Ennen tätä pidettiin hyvänä tapana tiksotropian määrittämiseen. Nykyisin tiksotropiaa on parempi tutkia testillä 3.

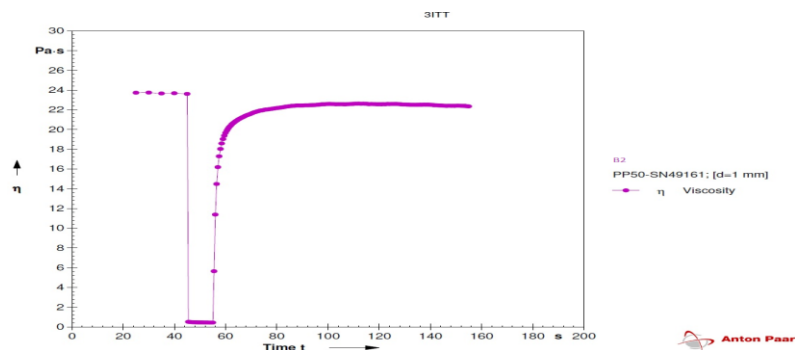
3.4.3 Testi 3, 3ITT-Rotaatio

Testi on nimeltään kolmen intervallin tiksotropiatesti ja mittaustapana rotaatio. Tällä testillä mitattiin maalin tiksotropista käytöstä ja rakenteen palautumista sekä selvitettiin valumiskäytöstä.



Kuva 10 Tiksotropinen käytös: vasemmalla valumisongelma, keskellä tasoittumisongelma ja oikealla toivottu tulos [11, s. 62]

Ensin maalin annetaan olla levossa ja sen jälkeen pienellä leikkausnopeudella LVE-alueella saadaan viskositeetti-arvo, joka vastaa maalia purkissa. Tämän jälkeen korkealla leikkausnopeudella LVE-alueen ulkopuolella saadaan maalin rakenne rikki, joka vastaa maalin levitystä. Viimeisenä käytetään samaa leikkausnopeutta, kuin ensimmäisessä intervallissa. Tämä vastaa maalin käytöstä maalauksen jälkeen. [11, s. 59–61.] Alla oleva kuvaaja vastaa kuvan 10 oikealla olevaa maaliesimerkkiä.

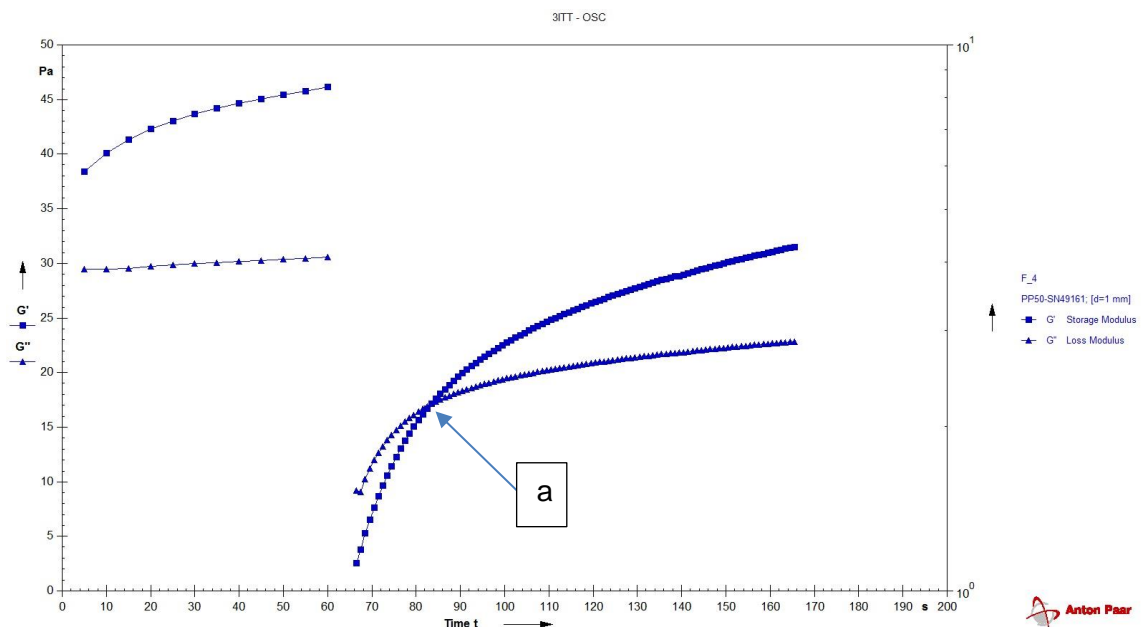


Kuva 11 Maalin B2 3ITT-kuvaajassa kolme eri leikkausnopeusvaihetta: 1. vaihe 1 s^{-1} , 2. vaihe 1000 s^{-1} ja 3. vaihe 1 s^{-1}

Kuvaajassa viskositeetti ajan funktiona. Kuvaajasta laskettiin, kuinka paljon maali palautui prosentuaalisesti lähtötasosta.

3.4.4 Testi 4, 3ITT-Oskillaatio/Rotaatio/Oskillaatio

Testi on nimeltään kolmen intervallin tiksotropiatesti ja mittaustapana oskillaatio/rotaatio/oskillaatio. Testillä pystytään toteamaan kattavasti viskoelastista käytöstä. Tällä pystyttiin simuloimaan esimerkiksi maalin valumista tai purkitusta. Ensimmäisessä oskillaatiovaiheessa simuloitiin maalin käytöstä levossa, käytettiin matalaa leikkausnopeutta LVE-alueelta. Toinen vaihe oli rotaatio, joka simuloi rakenteen hajoamista maalaustilanteessa tai purkituksessa, jossa käytetään korkeaa leikkausnopeutta. Kolmannessa vaiheessa oskillaatiolla simuloitiin rakenteen palautumista levossa, samalla kuormituksella kuin ensimmäisessä vaiheessa. Kuvassa 12 näkyy maalin olevan geelimäistä ($G' > G''$) ensimmäisen vaiheen aikana ja sen palautuvan, kohta a), kolmannessa vaiheessa nesteestä ($G'' > G'$) geelimäiseksi 83,5 sekunnin kohdalla ($G' = G''$). [11, s. 82, 128–132.]



Kuva 12 Maalin F4 ORO-kuvaaja, kuvassa näkyy leikkauspiste a.

Parametreistä oli valittu, ettei rotaatiointervalli tuottanut mittausdataa kuvaajaan.

3.5 Viskosimetrit

Viskosimetrit ovat mekaanisia laitteita, jotka pyörittävät karaa (*spindle*) tietyllä kierrosnopeudella näytteessä ja vääntömomentin kautta mittaavat aineen viskositeettia. Mittausta kutsutaan yhden pisteen menetelmäksi, eli mitataan vain yhdellä leikkausnopeudella.

Samalla laitteella, mutta eri karalla mitatut viskositeettiarvot eivät ole vertailukelpoisia. Mittauksissa käytetyt Brookfieldin viskosimetrit antoivat mittaustulokset vanhentuneena mittayksikkönä senttipoisena, cP. Poisen voi muuttaa SI-yksikkö Pascal-sekunniksi, $1 \text{ P} = 0,1 \text{ Pas}$ eli $1 \text{ cP} = 1 \text{ mPas}$.

3.5.1 Cone and Plate

Cone and Plate -viskosimetrissä on nimensä mukaisesti pyörivä kartio ja tasainen lämmitettävä mittausalusta. Kartion kulma on hyvin pieni, usein 1° [14]. Kara lasketaan joko kiinni mittausalustaan tai siihen jää pieni millimetriluokkaa oleva väli riippuen käytettävästä laitteesta. Näytteen partikkelikoon täytyy olla pieni ja se on tämän mittauksen heikkous. [10, s. 179–180.] Kara ja mittausalusta on tehty volframikarbidista [14]. Tämä mittausta simuloi maalin levitystä telalla, ruiskuttamalla tai nopeilla pensselivedoilla, leikkausnopeuden ollessa 10000 s^{-1} . Näitä mittauksia ei voitu kuitenkaan verrata reometrimitauksiin, koska reometrillä leikkausnopeudet jäivät alle 10000 s^{-1} .



Kuva 13 Brookfield CAP 2000 -viskosimetri

Tämä testi voidaan suorittaa hyvin pienillä näytemäärillä. Leikkausnopeus on sama karan reunoilla ja keskellä, johtuen karan kartiomuodosta. [11, s. 17.] Laite ilmoittaa tulokset poiseina.

3.5.2 Brookfield

Brookfield-mittausten leikkausnopeus on suurin piirtein $1\text{--}100 \text{ s}^{-1}$. Eli näillä mittauksilla voidaan simuloida maalin valmistusta, varastointia ja pensselimaalausta sekä pienimillä leikkausnopeuksilla myös maalin valumista.

Brookfield-viskosimetrin toimintaperiaate on pyörittää karaa näytteessä kalibroidun jousen avulla. Viskositeetin aiheuttama vastustus voidaan mitata jousen joustosta. Mittausalue on riippuvainen käytetystä karasta ja kierrosnopeudesta. Tämän kyseisen laitteen, RVDV-II+ (kuva 14), teoreettinen mittausalue oli 1–400000 P. Maksimileikkausnopeus on useimmille karakonfiguraatioille noin 100 s^{-1} [15]. Mitä nopeammin kara pyörii, sitä korkeampi on leikkausnopeus. Tälle laitteelle tarkan leikkausnopeuden laskeminen ei kuitenkaan onnistunut [16]. Brookfield-viskosimetrissä kierrosnopeus valittiin aiemmin tehtyjen testien perusteella maalin mukaan, kierrosnopeuksina olivat 1,10 tai 20 RPM.



Kuva 14 Brookfield DV-II+ -viskosimetri

Tämä Brookfield-viskosimetri antaa mitatessa myös prosenttilukeman, 0-100 käytetystä vääntömomentista. Tulokset ovat tarkimpia tämän luvun ollessa lähellä 100 ja tulokset ovat epävarmoja luvun ollessa alle 10. Nämä luvut saa yrityksen ja erehdyksen kautta selvitettyä testaamalla eri karoja ja kierrosnopeuksia. [16, s. 47.] Jos luku on alle 10, valitaan korkeampi nopeus tai isompi kara. [16, s. 11] Korkeita viskositeetteja mitatessa käytetään pientä karaa ja kierrosnopeutta. Tämäkin laite ilmoittaa tulokset poiseina.

3.5.3 Krebs-Stormer

Krebs-Stormer -viskosimetri mittaa viskositeettia Krebs Unit -yksikköinä (KU). Viskosimetri pyörittää karaa jatkuvasti 200 RPM nopeudella. Krebs-Stormer-viskosimetrit käyttävät kaikki perusasetuksena samanlaista karaa (kuva 16), joten eri valmistajien laitteilla tehdyt mittaukset ovat jollain tasolla vertailukelpoisia keskenään. Viskosimetrin mitaamat KU-arvot voidaan muuttaa taulukon avulla cP:n kautta mPas:iksi. Muunnostaulukko $\text{KU} \rightarrow \text{cP}$ löytyy Brookfield KU-2 -manuaalista [17]. Mittausalue tällä laitteella on 40–141 KU, muutettuna cP:ksi 27–5274 cP eli 27–5274 mPas.

Tälle laitteelle ei ole määritetty leikkausnopeutta. Arviolta KU-mittausten leikkausnopeus on välillä 10–200 s⁻¹. Tällä leikkausnopeusalueella tapahtuu maalien valmistus ja pensseli- ja telamaalaaminen. Krebs-Stromer-viskosimetrissä melatyypinen kara pyörii siis 200 RPM nopeudella. Vääntömomentti muutetaan Krebs Units -yksiköiksi. KU on ei-newtonilaisten nesteiden viskositeetin mittauksiin kehitetty systeemi. ASTM D562 -standardi on kehitetty KU-mittauksiin [19]. KU-yksikkö kehitettiin mittauksiin käytettyjen näyttöjen painojen ja kuluneen ajan korrelaationa. Sama standardi antaa myös KU:n ja cP:n välisen korrelaation. Koska arvot perustuvat KU-yksikköihin, niiden cP:iksi muunnetut arvot eivät ole vertailukelpoisia muiden viskosimetrien, esimerkiksi Brookfield DV-II+, mittaamiin viskositeetteihin [17].



Kuva 15 Braive Instruments Krebs Unit -viskosimetri



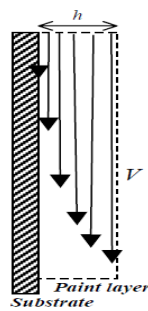
Kuva 16 KU-viskosimetrin peruskara

Karassa on merkkiviiva, jonka tasolle maalipinnan pitää ulottua, jotta mitatut tulokset ovat oikeita.

3.6 Valuminen

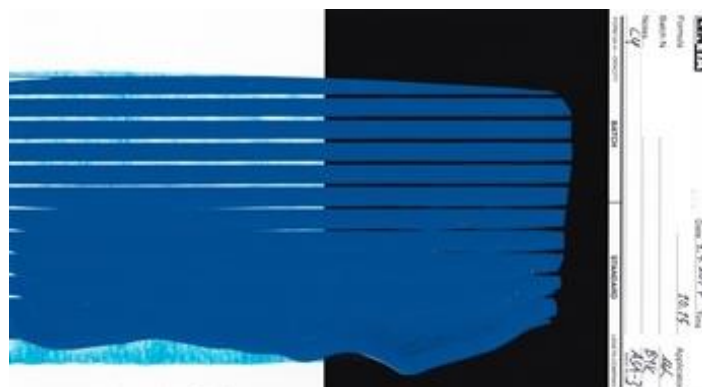
Maaleille on tärkeää niiden hyvä tasoittuminen, mutta ne eivät saa valua. Tämä tarkoittaa, ettei rakenteellinen palautuminen saa olla liian hidasta, jonka aikana valuminen tapahtuu. Tai liian nopeaa, jolloin se haittaa maalin tasoittumista. Valuminen estää toivotun maalikalvon paksuuden saavuttamisen. Kun maalia applikoidaan viettävälle pinnalle se alkaa valua oman painonsa takia. Koheesivoimat vastustavat tätä valumista. Oikean reologisten ja gravitaationaalisten voimien tasapainon saavuttaminen johtaa halutun maalikalvon paksuuteen. Normaalisti tämä valuminen on epästabiliia, joka johtuu maalattun maalikalvon epätasaisesta paksuudesta. Tämä johtaa valumisiin ja repeämisiin, joita ei silmämääräisesti pysty tarkastelemaan. [19.] Selvittääksemme maalikalvon maksimipaksuuden tehdään valumistestejä. Maalien valumiskäyttäytymiseen vaikuttavat maalien paksuntaja-aineet.

Maalien valuminen sijoittui siis reometrimittauksissa (kuva 2) matalalle leikkausalueelle (LSR) välille $0,01-1,0 \text{ s}^{-1}$. Kaavalla 2, $\dot{\gamma} = \frac{v}{h}$, pystytään laskemaan applikoidun maalikalvon leikkausnopeus ja vertaamaan sitä reometrimittauksen (testi 2) antamaan viskositeettikuvaajaan. Tästä saadaan arvio maalin viskositeetin suuruusluokasta valumistestien suhteen. Tämä pätee valitettavasti vain alkydiryhmän yksikomponenttimaaleihin, koska muiden maaliryhmien maaleihin piti valumistesteissä lisätä kovetetta suhteessa tilavuuteen. Kaksikomponenttimaalit mitattiin reometrillä vain muoviosasta. Paras reometritesti valumisen tarkkailuun on testi 3, koska siinä on käytetty matalaa leikkausnopeutta, $1,0 \text{ s}^{-1}$ [20].



Kuva 17 Maalin valuminen seinässä [21]

Maali valuu kuvan 17 mukaisesti, eli päällimmäinen kerros valuu eniten. Maali valuu, jos viskositeetti on liian pieni matalilla leikkausnopeuksilla (LSR). [22, s. 22] Valuminen aiheuttaa maalipinnan epätasaisuutta. Siksi on tärkeää tietää, miten paksu maalikalvo voidaan maalata ilman, että se alkaa valua.



Kuva 18 Maalin C4 valuminen peittopaperilla (BYK ASM-3 applikointirauta).

Tässä työssä keskityttiin märkäkalvonpaksuuksiin. Jos on käsitelty kuivakalvonpaksuuksia, niin se on mainittu kyseessä olevan testin kohdalla.

4 Mittaukset

4.1 Yleistä

Mittaukset suoritettiin Teknos Oy:n tutkimus- ja tuotekehityslaboratorion sekä käyttölaboratorion vakiohuoneissa ajalla 20.3.–28.4.2017. Vakiohuoneissa on pysyvästi lämpötila 23 °C ja ilmankosteus 50 %. Tuotekehityskemisti Artem Vochev oli määrittänyt reometritestien mittaussparametrit. Maalit homogenisoitiin sekoittamalla spaattelilla 1 minuutin ajan. Jos maaliin oli varastoinnin aikana muodostunut päällimmäiseksi liuotinta- faasi, niin maalia sekoitettiin 2 minuuttia tai niin kauan, että se oli homogenisoitunut. Sekoittaessa pyrittiin välttämään ilmakuplien muodostumista maaliin. Ilmakuplien muodostuminen oli ongelmana vain ryhmissä N ja O. Maalikalvojen valumistestejä varten kaksikomponenttimaaleihin lisättiin kovetetta suhteessa tilavuuteen juuri ennen applikaointia, muuten mittaukset tehtiin maalien muoviosasta.

4.2 Laitteet

Tässä työssä käytettiin seuraavia laitteita ja ohjelmistoja.

- Anton Paar Physica MCR-301 -reometri ja Rheoplus v3.31 -ohjelmisto
- Brookfield CAP 2000 Viscometer
- Brookfield DV-II+ Viscometer
- Braive Instruments Krebs-Stormer KU-1P Viscometer
- BYK byko-drive Automatic Film Applicator PA-2122 -maalikalvoapplikaattori
- Mettler Toledo ME4002 -yläkuppivaaka
- Minitab v18.1 -tilastomatematiikkaohjelma

Kaikki laitteet oli kalibroitu kalibroituaikataulujen mukaisesti.

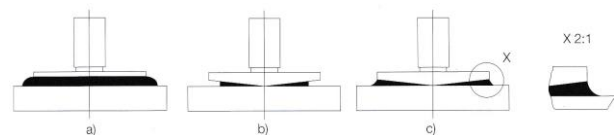
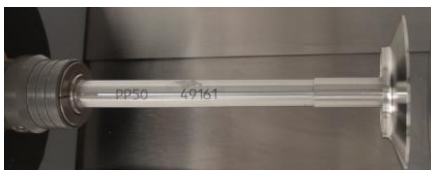
4.3 Kemikaalit

Välineiden ja laitteiden puhdistamiseen käytettiin ksyleeniä, $C_6H_4(CH_3)_2$ tai puhdistusliuosta, joka koostui ksyleenistä, iso-butanolista ja glykolieetteristä. Maalien kovetteina käytettiin kovetteita Q, R ja S sekä T ja U.

4.4 Reometri

Käytössä oli Anton Paar MCR-301, (Modular Compact Rheometer). Se käyttää ilmalaa- kereita, jotka poistavat mittausta häiritsevää kitkaa. Kuulalaakerien käyttö aiheuttaisi epätarkkoja mittauksia. Mittausväli on optimaalisesti 10x partikkelikoko, tutkituissa maa- leissa partikkelikoko oli 15–75 μm eli mittausväli olisi 0,15–0,75 mm. Mittausväli reomet- rimittauksissa oli säädetty 1 mm:ksi.

Ensin reometri initialisoitiin laitevalmistajan Rheoplus-tietokoneohjelmalla. Tämän jäl- keen kara asetettiin pikaliittimeen (kuva 19), merkkiiviivat samansuuntaisesti, ja määri- tettiin mittausväliksi 1 mm. Säädettiin Peltier-mittaustason lämpötilaksi 23 °C. Kaikissa reometriaajoissa pipetoitiin mittaustasolle n. 3 ml näytettä. PP50-kara laskettiin tietoko- neen avulla trimmauskorkeudelle, 1,025 mm:n päähän mittaustasosta. Karan ympäriltä trimmattiin eli poistettiin (kuva 20, kohta X) ylimääräinen näyte puuspaattelilla. Kara las- kettiin mittauskorkeudelle, 1 mm:n korkeudelle mittaustasosta.



PP & C&P näytemäärä a) liikaa, b) liian vähän, c) oikea määrä, x) trimmattu näyte

Kuva 19 Anton Paar Parallel Plate 50 -kara **Kuva 20 PP ja C&P -näytemäärä [10, s.17]**

Mittausten jälkeen kara irroitettiin pikaliittimestä ja mittaustaso sekä kara puhdistettiin.

4.4.1 Amplitude Sweep/CSS

Tässä testissä mitattiin oskillaatiolla 31 pistettä. Leikkausmyötymä oli $\gamma=0,001\dots 100\%$ ja kulmanopeus oli $\omega=10\text{ s}^{-1}$. Testin kesto oli 8 minuuttia. Testistä saatiin Amplitude sweep/CSD ja /CSS -kuvaajat. Näistä analysoitiin CSS-kuvaajaa.

4.4.2 η -Flow Curve (hysteresis)

Tässä testissä oli 4 intervallia, joiden aikana kara pyöri ympyrää sekä 1 lepointervalli. Testin kesto oli 12 minuuttia.

Taulukko 1 Testi 2 mittausparametrit

intervalli	1	2	3	4	5
mittauspisteet	0	0	50	3	50
kesto	60 s	60 s	5 s	5 s	5 s
$\dot{\gamma}$	5 s ⁻¹	-	0,1...1000 s ⁻¹	1000 s ⁻¹	1000...0,1 s ⁻¹

Testistä saatiin η -linear ja τ -linear -valumiskuvaajat sekä niiden yhdistetty logaritminen/liineaarinen valumiskuvaaja. Näistä analysoitiin η -linear -kuvaajaa.

4.4.3 3ITT-Rotaatio

Tässä testissä oli 3 intervallia, joiden aikana kara pyöri ympyrää sekä 1 lepointervalli. Testin kesto oli 2½ minuuttia.

Taulukko 2 Testi 3 mittausparametrit

intervalli	1	2	3	4
mittauspisteet	0	5	20	200
kesto	20 s	5 s	0,5 s	0,5 s
$\dot{\gamma}$	-	1 s ⁻¹	1000 s ⁻¹	1 s ⁻¹

Testistä saatiin tiksotropiakuvaaja.

4.4.4 3ITT-Oskillaatio/Rotaatio/Oskillaatio

Tässä testissä oli 3 intervallia, joiden aikana karaa liikutettiin, joko oskillaatiolla tai rotaatiolla sekä 1 lepointervalli. Testin kesto oli 3 minuuttia.

Taulukko 3 Testi 4 mittausparametrit

intervalli	1	2	3	4
mittauspisteet	12	10	0	100
kesto	5 s	0,5 s	0,5 s	1 s
$\dot{\gamma}$	-	1000 s ⁻¹	-	-
γ	1 %	-	-	1 %
ω	10 s ⁻¹	-	-	10 s ⁻¹
Osk/Rot	Osk	Rot	-	Osk

Testistä saatiin G'/G'' -kuvaaja.

4.5 Viskosimetrit

4.5.1 Cone and Plate

Mittaus suoritettiin pipetoimalla noin 24 μ l näytettä mittaustasolle ja laskettiin kara näytteen päälle. Laite pyöritti '2008 03'-karaa (kuva 21), kartion kulma 0,45°, kierrosnopeudella 750 RPM.



Kuva 21 Cone and Plate -kara

Leikkausnopeuden saa laskettua 13,33*RPM eli 13,33 * 750 = 9 997,5 s⁻¹ [15]. Vetämällä kahvasta kara laskeutui mittaustasolle. Laite mittasi viskositeetin ja ilmoitti sen poiseina. Tällä karalla mitattava viskositeettialue oli 38–15000 cP eli 38–15000 mPas.

4.5.2 Brookfield

Brookfield mittauksissa käytettiin kierrosnopeuksina 1 tai 10 RPM karalla 5 ja 20 RPM karoilla 3 ja 6. Mittausaika oli 1 minuutti.

Kara asetettiin vinosti maalipurkkiin niin, ettei muodostunut ilmakuplia. Maalipinnan tulee olla karan merkkiuran tasolla. Kara oli levytyyppinen (kuva 22), eli siinä oli pyöreä levy varren ympärillä.



Kuva 22 Brookfield-kara #6

Tämäkin laite ilmoitti tulokset senttipoiseina. Vertailuna käytettiin aiemmin osalle maaleista mitattuja arvoja.

4.5.3 Krebs-Stormer

Mittauksissa karan pyörimisnopeus oli 200 RPM. Mittauksissa käytettiin aina samaa peruskaraa (kuva 16), ja mittausaika oli 10 sekuntia. Laite käynnistyi vetämällä vivusta alaspäin, jolloin kara upposi näytteeseen. Maalipinnan piti ulottua karaan merkityn uran tasolle. Maalipurkkia piti kallistaa, jos maalia oli liian vähän purkissa.

Vertailuna käytettiin käyttölaboratorion laadunvalvontamittausten KU-arvoja. Jälkeenpäin mitatut arvot ylittivät aina vertailuarvot, tämä johtui esimerkiksi maalien liuottimien haihtumisesta.

4.6 Valuminen

Valumistesteissä maalit applikoitiin BYK:in automaattiapplikaattorilla 140x254 mm Leneta 2A-H -peittopapereille. Automaattiapplikaattorin (kuva 23) maalikalvon applikointinopeus oli 25 mm/s.



Kuva 23 BYK-maalikalvon automaattiapplikaattori

Märkämaalikalvojen paksuus vaihteli applikointiraudasta riippuen 75–1524 μm . Maalikalvojen valumisarvoja verrattiin aiemmin määritettyihin arvoihin.

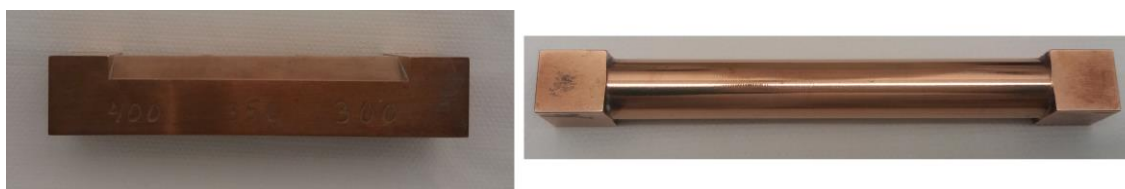
4.6.1 BYK- ja muut applikointiraudat

Maalikalvojen applikointiin käytettiin useita erilaisia applikointirautoja (kalvorauta), BYK-rautoja (kuva 24)



Kuva 24 BYK ASM-3 ja 75–300 μm -applikointiraudat

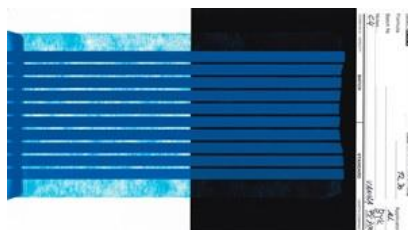
ja Teknoksen omia applikointirautoja (kuva 25).



Kuva 25 Applikointiraudat 300/350/400 μm ja 400 μm

Applikointiraudoissa oli erikokoisia μm -kokoluokan uria, jotka muodostivat maalia peittopaperille applikoidessa tietyn korkuisen maalikalvon. BYK ASM-3 -applikointiraudan urat olivat muista poiketen mils-yksiköissä. 1 mils on 1/1000 tuumaa eli 25,4 μm . Urat olivat siis välillä 356–1524 μm . Toisen BYK-raudan urat olivat 75–300 μm , 25 μm :n korotuksilla.

Automaattiapplikaattori aiheutti peittopaperin alaosaan maalikasan (kuva 26), johtuen applikointiraudan putoamisesta peittopaperilta. Tämä ei kuitenkaan vaikuttanut valumistuloksiin.



Kuva 26 Maali C4 applikoitu BYK 75–300 -applikointiraudalla, vasemmassa reunassa maalikasa.

4.6.2 Valuvuuden määrittystestit

Testissä 1, mukailtu ISO 16862 -standardin [18, s. 2] testeistä, maalikalvo applikoitiin joko BYK-raudoilla tai Teknoksen omilla raudoilla. Maalikalvon applikoinnin jälkeen peittopaperi, joko käännettiin vaaka- tai pystysuoraan, riippuen siitä mitä valumistestiä oltiin tekemässä.

Testissä 2 – kynä, maalin valuvuutta määritettiin peittopaperilla PLABT-1458 -menetelmäohjeen kohdan 3 mukaisesti [23].

Testissä 3 – valu, maalin valuvuutta määritettiin peittopaperilla PLABT-027 -menetelmäohjeen kohdan 3.3 mukaisesti [24]. Tämä testi tehtiin B maalien kohdalla lisäksi metallilevyllä ja peittopaperilla, joista määritettiin kuivakalvonpaksuus.

Testissä 4 – raita, maalin valuvuutta määritettiin lasilevyllä tai Q-Panel S-36 -metallilevyllä (kuva 27) PLABT-027-menetelmäohjeen kohdan 3.2.1 mukaisesti [24].



Kuva 27 Q-Panel S-36-levy maali N5

5 Tulokset ja päätelmät

Tässä kappaleessa esitetyt tulokset ovat osa tulosdatasta, jotka löytyvät liitteistä 1-12. Tulokset on valittu esittämään mahdollisimman kattavasti jokaista testiä. Tulokset on käsitelty testi- ja maaliryhmäkohtaisesti.

5.1 Reometri

5.1.1 Amplitude Sweep/CSS

Tässä testissä mitattiin G' :n ja G'' :n leikkauspistettä eli valumispistettä, ja kohtaa missä käyrä lähtee alaspäin eli LVE-alueen raja. LVE-alueen raja-arvo oli myös murtumispiste. Kaikille maaleille ei muodostunut leikkauspistettä. Tulokset liitteessä 1.

Alkydiryhmän kaikille maaleille saatiin mitattua LVE-alue, jolla pyrittiin tekemään loput reometritesteistä. Kaikilla alkydimaaleilla, paitsi A1–5, LVE-alue oli tasainen arvojen perusteella. Valumispistettä ei pystynyt määrittämään maaleista C eikä D, koska G' ja G'' leikkauspistettä ei muodostunut. Muiden alkydimaalien kohdalla valumispiste kasvoi sen mukaan mitä vanhempaa maali oli.

Polyuretaani 1 -ryhmän maaleista saatiin myös mitattua LVE-alue, joka oli selvästi pienempi verrattuna alkydiryhmään. Jokaiselle maalille saatiin valumispiste. Tässäkin ryhmässä valumispiste kasvoi maalin ollessa vanhempaa, mutta ei niin selkeästi kuin alkydiryhmässä.

Polyuretaani 2 -ryhmän maaleista saatiin myös mitattua LVE-alue, joka vastasi suuruusluokaltaan Polyuretaani 1 -ryhmää. LVE-alueen koko vaihteli ja saattoi olla jopa kaksinkertainen verrattuna saman maalin toiseen erään. Tässä ryhmässä valumispisteet vaihtelivat kovasti, eikä niistä pystynyt päättelemään mitään suuntaa-antavaa.

Epoksiryhmässä saatiin myös mitattua LVE-alueet. Tässä ryhmässä LVE-alue ja valumispiste kasvoivat mitä vanhemmasta maalista oli kyse. Maaleista N, O ja P ei löytynyt leikkauspistettä.

5.1.2 η -Flow Curve (hysteresis)

Tästä kuvaajasta määritettiin murtumispiste, logaritmisesta ja lineaarisesta kuvaajasta. Näistä lineaarisen kuvaajan tuloksia voi verrata edellisen testin Pascal-arvoihin, korreloivatko ne. Arvot eivät ole samoja, mutta tarkasteltiin suuruusluokkia. Pas-arvoja ei voi verrata edelliseen testiin. Testistä saatiin selville myös, onko maali Newtoninen, pseudoplastinen vai dilatantti. Kaikki maalit osoittivat tämän testin perusteella olevansa pseudoplastisia (kts. kuva 1). Tämä oli odotettu tulos. Tulokset liitteessä 2.

Tästä kuvaajasta määritettiin myös maalikalvojen applikoinnin leikkausnopeusarvoja ($28,1\text{--}61,6\text{ s}^{-1}$) vastaavat viskositeettiarvot. Näillä arvoilla tehtiin myös t-testi, kts. 5.4.

Alkydiryhmän murtumispistearvot, P_a ja P_{as} , olivat samassa suuruusjärjestyksessä kuin Testi 1:n murtumispistearvot. Tosin murtumispistearvot olivat 3–6 kertaa suurempia kuin Testissä 1. Eli ainakin reometrimittaukset olivat tähän asti toistensa kanssa korreloivia. Murtumispistearvot vaihtelivat maalin sisäisesti niin, ettei nähty samaa kuin Testi 1:ssä, jolloin vanhemmat maalit erottuivat joukosta. Logaritmisesta kuvaajasta määritetyt murtumispistearvot olivat noin kymmenkertaisia verrattuna lineaarisesta kuvaajasta mitattuihin. Tämä johtui sattumasta, koska logaritmisesta kuvaajasta oli päätetty kohta $\dot{\gamma}=0,12\text{ s}^{-1}$, mistä murtumispistemääritys tehtiin.

Polyuretaani 1 -ryhmässä murtumispisteiden vaihtelu oli pienempää, kuten myös testissä 1. Tämän johdosta murtumispistearvot olivat 5–6 kertaa suurempia kuin testissä 1. Myös tässä ryhmässä logaritmiset määritykset olivat noin kymmenkertaisia verrattuna lineaarisiin.

Polyuretaani 2 -ryhmässä nähtiin paljon vaihtelua, kuten testissä 1. Suuruusluokat olivat kohdillaan, mutta suuren vaihtelun takia ei pystytty erottamaan uusia maalieriä vanhoista.

Epoksiryhmän maaleilla oli jopa kolmekymmentä kertaa suurempi murtumispiste verrattuna polyuretaaneihin. Tässä ryhmässä murtumispistearvot olivat 10–20 kertaa korkeampia kuin testissä 1. Murtumispistearvojen avulla pystyttiin erottamaan uudempi maalieriä vanhemmasta.

5.1.3 3ITT-Rotaatio

Tässä testissä määritettiin, kuinka hyvin maali palautuu rasituksen jälkeen. Osalla maaleista tulokseksi tuli reopektinen, eli viskositeetti palautui korkeammalle, kuin se oli ollut lähtötilanteessa. Tämän ei pitäisi olla mahdollista ja jäi epäselväksi mikä aiheutti kyseisenlaiset tulokset. Tulokset liitteessä 3.

Alkydiryhmässä maalien viskositeettien palautumisprosenttien vaihteluväli oli 30,8–105,2 %. Maalien palautuminen oli yllättävän tasaista maalin eri erien kohdalla. Maali D palautui heikoiten, 30,8–43,6 %. Uusin D-maalin erä palautui lähes puolitoistakertaisesti verrattuna vanhimpaan erään. Vain Maali B1 ja B3 sai palautumisprosentiksi yli 100. Muut alkydimaalit olivat tiksotropisia. Kuvaajat muistuttivat kuvassa 10 oikealla olevaa esimerkkiä eli hyvin tasoittuvaa ja valumatonta maalia.

Polyuretaani 1 -ryhmässä ei ilmennyt reopektistä käytöstä, eli maalit olivat tiksotropisia. Maalit palautuivat 69,4–97,7 %. Maali G2 jätettiin pois tuloksista, koska sen viskositeettiarvot ja palautuminen erosivat selkeästi muista G maaleista. Maalien palautuminen ei vastannut alkydiryhmää tasaisuudeltaan. Maalit F1–5 palautuivat heikoiten, mutta tasaisesti eräkohtaisesti tarkasteltuna. Kuvaajat muistuttivat myös kuvassa 10 oikealla olevaa esimerkkiä.

Polyuretaani 2 -ryhmässä esiintyi myös reopektistä käytöstä. Maalit H2 ja H5 palautuivat reilusti yli alkuviskositeettiarvon, H2 palautui 169 % ja H5 lähes 110 %. Muiden maalien kohdalla palautuminen oli tasaista. Nämäkin maalit olivat kahta mainittua poikkeusta lukuun ottamatta tiksotropisia. Viskositeetit olivat korkeampi kuin polyuretaani 1 -ryhmässä. Kuvaajat muistuttivat myös kuvassa 10 oikealla olevaa esimerkkiä.

Epoksiryhmässä maalit L ja N olivat kaikki reopektisiä, kuten myös maalit O1–3. Reopektion toistuminen kolmessa eri ryhmässä oli yllättävää. Palautumisprosentti oli epoksiryhmässä välillä 54,1–150,7. Maalit M ja P olivat ainoat tiksotropiset näytteet. Maalien N ja O kuvaajat muistuttivat kuvan 10 vasemmalla olevaa valumisongelmaesimerkkiä. Epoksien viskositeetit olivat selkeästi korkeimmat verrattuna muihin maaleihin.

5.1.4 3ITT-Oskillaatio/Rotaatio/Oskillaatio

Tämä testi tuotti lähes vastaavan kuvaajan kuin testi 3. Tämä testi antoi kuitenkin lisäksi G' ja G'' leikkauspisteen, jossa neste muuttuu takaisin geelimäiseksi. Kaikille maaleille ei muodostunut leikkauspistettä. Tämä tarkoittaa sitä, että maali oli jo palautunut geelimäiseksi tai se oli pysynyt viskoelastisena nesteenä. Samat viitteet reopektisyyteen maalien B1, B3, H2, H5, O1 ja O3 sekä kaikkien L ja N-maalien kohdalla toistuivat, kuten aiemmin testissä 3. Tulokset liitteessä 4.

Alkydiryhmässä maaleille A ja B muodostui leikkauspiste lähes heti kolmannen vaiheen (oskillaatio) alkaessa. Maaleilla C ja D ei ollut leikkauspistettä eli ne pysyivät koko ajan viskoelastisena nesteenä, koska G'' oli kuvaajassa ylempänä käyränä. Maalien A ja B alkupaineet olivat noin 20 kertaa suurempia, kuin testissä 2 valumiskäyrästä määritetyt murtumispisteet. Maalien C ja D alkupaine arvot (P_a) vastasivat lukuarvoiltaan lähes testin 2 murtumispisteitä, tosin testin 2 yksiköt olivat viskositeettiarvoja (Pas).

Polyuretaani 1 -ryhmässä kaikille maaleille muodostui leikkauspiste. Alkupaineet olivat myös noin 20-kertaiset verrattuna testin 2 valumiskäyrän murtumispisteisiin. Maaleilla G muuntuminen nesteestä geeliksi tapahtui nopeiten, noin 2,5–5,5 sekuntia rotaatiovaiheen jälkeen. Maalit E muuntuivat 7–11,4 sekunnin päästä ja maaleilla F kesti 14–19 sekuntia. Eli palautuminen oli todella nopeaa.

Polyuretaani 2 -ryhmässä ei löytynyt yhtään leikkauskohtaa. Tämä ryhmä pysyi geelimäisenä koko testin ajan, koska G' oli kuvaajassa ylempänä käyränä. Alkupaineet olivat myös noin 30-kertaiset verrattuna testin 2 valumiskäyrän murtumispisteisiin.

Epoksiryhmässä vain maaleille M muodostui leikkauspiste. Alkupaineet olivat myös noin 20-kertaiset verrattuna testin 2 valumiskäyrän murtumispisteisiin. Maalit N, O ja P olivat tämän testin mukaan koko ajan viskoelastisia nesteitä. Tämä vaikuttaa ristiriitaiselta tarkastellessa maaleja silmämääräisesti. Maalit N ja O vaikuttivat koostumukseltaan ennemminkin kiinteältä geelimäiseltä aineelta, mutta luotetaan reometrin tuloksiin.

5.2 Viskosimetrit

5.2.1 Cone and Plate

Cone and Plate -mittauksia ei voinut verrata muihin tuloksiin, koska näin suurta leikkausnopeutta ei käytetty muissa mittauksissa. Valumiskäyrää ei pystytty mittaamaan leikkausnopeudella 10000 s^{-1} , joten näitä tuloksia ei voitu verrata siihen. Epoksiryhmää ei mitattu. Mittaukset antoivat hyvin pieniä viskositeettiarvoja, johtuen suuresta leikkausnopeudesta. Alkydien ja polyuretaani 1-ryhmän viskositeetit olivat samantasoisia. Ne sijoituivat välille 0,25–0,54 Pas. Polyuretaani 2-ryhmän viskositeetit olivat selvästi pienempiä, 0,07–0,11 Pas. Tulokset liitteessä 5.

5.2.2 Brookfield

Brookfieldillä mitattiin usealla eri karalla ja nopeudella. Tässä on osa tuloksista tietyillä nopeuksilla. Tulokset liitteessä 6.

Alkydiryhmässä Brookfield-tuloksia verrattiin viskositeettikuvaajasta saatuihin arvoihin. Tässä käsitellyt tulokset mitattiin 10 RPM nopeudella. Ne vastaavat suuruusjärjestykseltään lähes täysin valumiskäyrän murtumispistearvoja.

Polyuretaani 1 -ryhmän tuloksia verrattiin testin 3, 1. vaiheen (LSR) viskositeettiarvoon. Tulokset olivat noin puolet testin 3 tuloksista. Nämäkin tulokset mitattiin 10 RPM nopeudella.

Polyuretaani 2 -ryhmän tuloksia verrattiin samoihin arvoihin kuin 1-ryhmässä. Tulokset olivat noin neljäsosan testin 3 tuloksista. Nämäkin tulokset mitattiin 10 RPM nopeudella.

Epoksiryhmässä osalle maaleista oli vanhoja vertailuarvoja. Ne oli mitattu 20 RPM nopeudella. Uudet mittausarvot ylittivät vanhat arvot. Tämän ryhmän tuloksia verrattiin testin 3, 1. vaiheen arvoihin. Tulokset olivat noin puolet testin 3 tuloksista.

5.2.3 Krebs-Stormer

Lähes kaikille maaleille oli tehty aiemmin Krebs Stormer -mittaus, poikkeuksena maalit N, O ja P. Kaikille ryhmille tehtiin uudet KU-mittaukset, paitsi maaleille N ja O, koska KU-

mittari ei pystynyt pyörittämään karaa näissä maaleissa. Tässä testissä verrattiin laadunvalvonnan mittaamia vanhoja arvoja tässä työssä mitattuihin uusiin arvoihin. Vanhat arvot olivat kaikki pienempiä, paitsi maalilla M1. Tästä voi päätellä, että maalin viskositeetti kasvaa sen varastoinnin aikana. L-epoksimaalien KU-arvot olivat lähes samat kuin aiemmin mitatut. Nämä maalit olivat enintään kolme kuukautta vanhoja.

Taulukko 4 KU-viskosimetrin vanhat ja uudet mittausarvot

Alkydi	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
KU vanha	91	90	91	91	90	89	91	90	91	91
KU uusi	100	97	102	99	99	94	101	100	98	95
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
KU vanha	81	81	80	80	79	97	97	94	99	98
KU uusi	88	95	96	100	96	112	116	118	121	121

Pur1	E1	E2	E3	E4	E5	F1	F2	F3	F4	F5	G1	G2	G3	G4	G5
KU vanha	79	75	79	78	75	73	73	73	73	73	89	94	96	96	97
KU uusi	84	84	86	89	86	82	82	85	82	84	99	115	114	102	111

Pur2	H1	H2	H3	H4	H5	I1	J1	J2	J3	J4	J5
KU vanha	78	76	82	78	81	77	73	73	72	74	73
KU uusi	93	88	97	102	92	93	85	82	78	85	84
	K1	K2	K3	K4	K5						
KU vanha	68	73	79	71	71						
KU uusi	84	93	96	82	87						

Epoksi	L1	L2	L3	L4	L5	M1	M2	M3	M4	M5	P1	P2	P3	P4	P5
KU vanha	125	124	125	124	125	107	104	106	106	102	-	-	-	-	-
KU uusi	125	126	126	129	125	105	106	113	117	125	100	99	104	93	94

Alkydiryhmän KU-arvot muunnettiin mPas-arvoiksi muunnostaulukolla [17] ja näitä verrattiin valumistestien leikkausjännitysarvoja (liite 8) vastaaviin viskositeettikuvaajan viskositeetti-arvoihin ja näistä tehtiin myös t-testi kts. 5.4. Muunnetut arvot ovat taulukossa 5.

Taulukko 5 Muunnetut KU-arvot ja valumisviskositeetti

Alkydi	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
Valumisviskositeetti [Pas]	1,35	1,63	1,88	1,86	1,40	1,40	1,70	1,60	1,60	1,70
KU [Pas]	1,60	1,44	1,71	1,54	1,54	1,31	1,65	1,60	1,49	1,35
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
Valumisviskositeetti [Pas]	0,70	0,90	1,00	1,30	1,00	2,30	2,50	2,80	3,10	3,20
KU [Pas]	1,06	1,35	1,40	1,60	1,40	2,33	2,57	2,70	2,94	2,94

5.3 Valuminen

Kaikille maaleille tehtiin uudella BYK-raudalla valumistesti. Tulokset liitteessä 8. Vain kahdelle alkydimaalille oli tehty aiemmin vastaava testi. Maalit C ja D ylittivät reilusti aiemmin määritetyt kalvonpaksuudet, kuten taulukosta 6 ilmenee.

Taulukko 6 Kalvonpaksuudet, joissa valumista ei ilmene.

Alkydi	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
uusi, h (µm)	406	457	508	635	508	406	406	508	508	508
vanha, h (µm)	275	250	275	275	275	250	225	250	275	225

Uudella BYK-raudalla tehdyissä valumistesteissä 100 prosenttia maaleista kesti valumatta paksumman maalikalvon, kuin aiemmin muilla kalvoraudoilla tai menetelmillä oli testattu. Epoksi L2 muodosti paksuimman kalvon 1,524 mm, tämä oli uuden BYK-raudan maksimi. Maalit L1–5 kestivät selkeästi paksuimmat kalvot testatuista maaleista.

Valumistestejä oli tehty myös muilla menetelmillä. Näillä menetelmillä toistetut kokeet antoivat saman tasoisia tuloksia kuin vanhat kokeet. Nämäkin tulokset ovat liitteessä 8.

BYK-raudalla tehtiin myös kynätesti. Maalit H2–3 ja 5 eivät saavuttaneet vertailuarvoja. Maalit J ja K ylittivät selkeästi vanhat vertailuarvot. Muilla applikointiraudoilla tehdyissä kynätesteissä maalien A1, 2 ja 5 kalvonpaksuudet eivät yltäneet tavoitetasolle. Näiden maalien uuden BYK-raudan tulokset olivat myös alhaisempia kuin maalien A3 ja 4. Maalit E1-5 saavuttivat vertailuarvot. F2 oli ainoa maali ryhmässään, joka ei saavuttanut tavoitetasoa. Maalit G1-5 ylittivät vanhat arvot. Maali H2 jäi ainoana ryhmässään alle tavoitetason molemmissa kynätesteissä, ja sen muiden testien arvot olivat H-ryhmän sisällä alhaisimpia. Maali I saavutti tavoitetason. Maalit J2–4 jäivät myös alle tavoitteen. Maalit K ylittivät tavoitteet. Maalit L1, 2 ja 4 eivät saavuttaneet tavoitetta. Tämä oli yllättävää maalin L2 kohdalla, koska se kesti valumatta uudella BYK-raudalla 1,5 mm kalvon. Maalit M saavuttivat myös tavoitteen.

Valutestissä maalien B1–5 tulokset vastasivat vanhaa vertailuarvoa, joka oli 2,0 mm.

Raitatestissä lasilevyllä maalit G1–5 ylittivät vanhat vertailuarvot. Q-Panel -levyllä tehdyt valumistestit maaleille N, O ja P ylittivät vertailuarvot 200 µm:llä.

Maalista B mitattiin valutestimenetelmällä myös Q-Panel- ja Leneta-kuivakalvonpaksuus. Maalikalvot applikoitiin 11.5.2017 ja kalvonpaksuudet mitattiin Phynix Surfex FN 2.2 -kalvonpaksuusmittarilla, kun maali oli kuivunut täysin 27.7.2017. Tulokset ovat taulukossa 7.

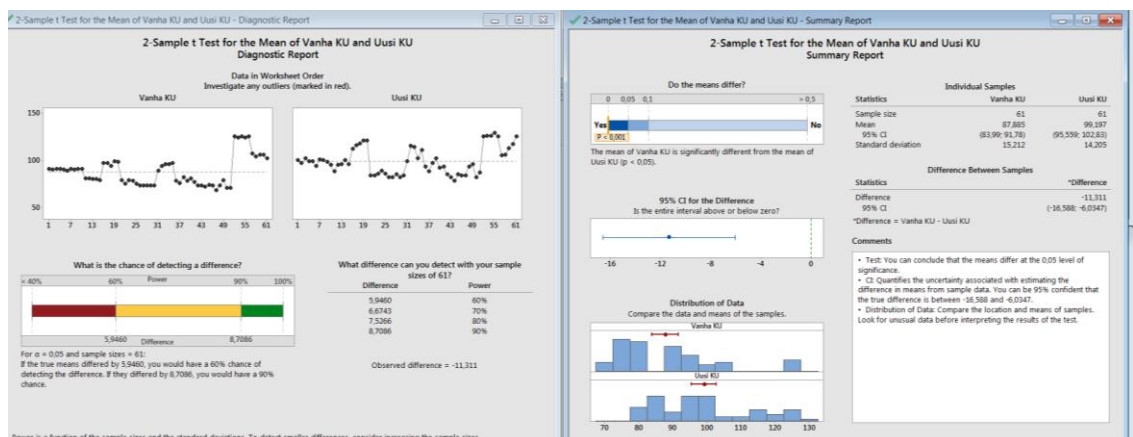
Taulukko 7 Q-Panel ja Leneta-kuivakalvonpaksuuden keskiarvo Maali B

	400 µm märkäkalvo (µm)	valu (µm)	valuminen
Q-Panel	138,985	367,94	2 mm
Leneta	196,1	558,225	2 mm

400 mikrometrin märkäkalvo oheni yli 50 %. Peittopaperille (Leneta) applikoidut kalvot olivat 1,5 kertaa paksumpia kuin metallilevyille (Q-Panel) applikoidut. Tämäkin jäi epäselväksi, mikä aiheuttaa noin suuren eron. Todennäköisesti peittopaperilta mitattu kalvo antoi vääristyneen tuloksen, joten Q-Panel tulos on todenmukaisempi.

5.4 t-testit

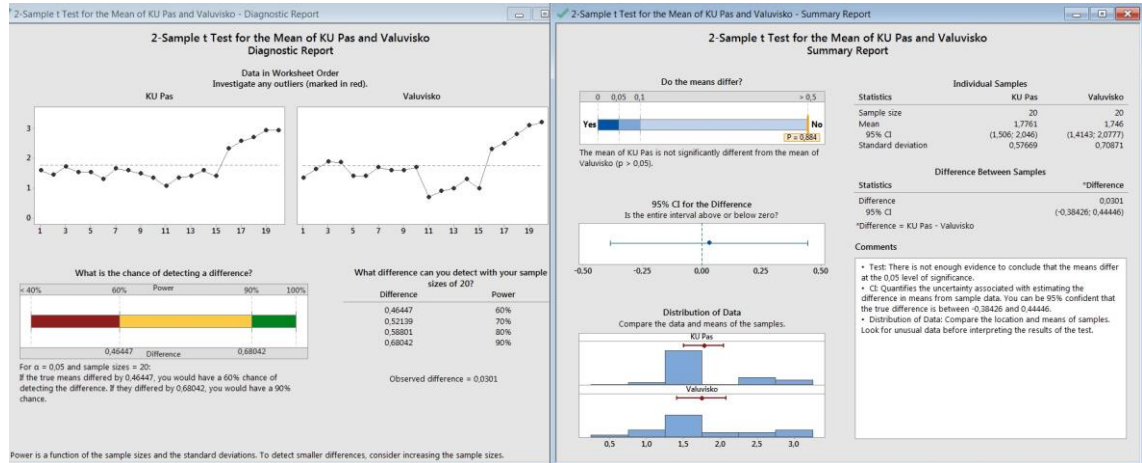
Verrattiin tilastollisesti uusia ja vanhoja KU-arvoja tekemällä kahden näytteen t-testi Minitab 18 -tilastomatematiikkaohjelmalla. Keskihajonnat poikkesivat toisistaan 95 % luottamusvälillä. Mitattujen KU-arvojen kuvaajat, kuvassa 28 vasemmalla, olivat tasaisia vanhoilla KU-arvoilla, uusissa mittauksissa oli selkeästi enemmän hajontaa.



Kuva 28 Minitab 18 - Vanha KU ja Uusi KU -t-testi

Tulos oli odotettu, koska kaikki, paitsi yksi uudelleen mitattu KU-arvo, olivat suurempia kuin vanhat arvot.

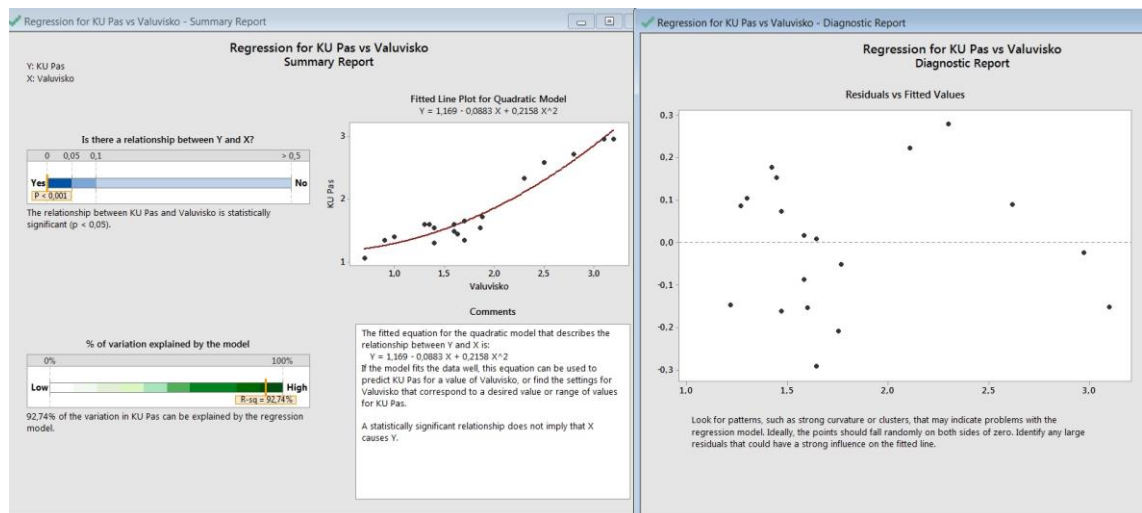
Tehtiin myös toinen kahden näytteen t-testi, jossa verrattiin kalvonpaksuuksien leikkausnopeuden kautta viskositeettikuvaajasta määritettyjä viskositeettiarvoja KU-arvoihin, jotka oli muutettu Brookfieldin muunnostaulukon [17] avulla samaan yksikköön.



Kuva 29 Muunnettujen KU-arvojen ja valumisviskositeettien t-testi

Tämän testin tuloksena oli, että keskihajonnat eivät eroa 95 % luottamusvälillä. Tästä voisi päätellä, että viskositeettikuvaajasta voi määrittää muunnettuja KU-likiarvoja. 20 kappaleen otos oli kyllä hieman liian pieni.

Tämän lisäksi tehtiin vielä regressioanalyysi. Testi osoitti, että lukujen yhteys oli merkitsevä luottamusvälillä 95 %.



Kuva 30 Regressioanalyysi

Näiden testien lisäksi tarvitaan vielä lisää mittausdataa, jotta saadaan varmuudella selville ovatko nämä luvut vertailukelpoisia.

5.5 Korrelaatiot

Lähes kaikissa ryhmissä erottui selkeästi maalit, joiden viskositeetti oli korkein ja matalin. Useasti vanhimman maali-erän viskositeetti oli korkein ja uusimman erän matalin. Maali C:n tulokset korreloivat parhaiten. Maali C oli silmämääräisesti selkeästi juoksevin koostumukseltaan.

Läpi testauksen eri mittaustavat korreloivat keskenään. Eli jos KU oli korkein arvo maalinimikkeen sisällä, myös valumisviskositeetti ja murtumispiste olivat korkeimmat arvot. Tilastomatematisesti voi päätellä, että KU ja valumisviskositeetti korreloivat. Tätä täytyy testata vielä lisää ennen kuin voi varmasti luottaa siihen.

Epoksimaaleissa löytyi erikoinen korrelaatio, jos murtumispiste oli korkein, niin tiksotropinen palautuminen oli huonointa.

5.6 Päätelmät

Selkeitä korrelaatioita, joilla voisi korvata vanhat nopeat mittaustavat reometrimittauksilla, ei löytynyt. Maalin eri erien tuloksia tarkastellessa löytyi useita maali-eräitä, jotka antoivat samansuuntaisia mittaustuloksia reometrillä, kuin muilla laitteilla mitatut.

Maaliryhmistä epoksit erottuivat valumisominaisuuksiltaan eniten muista maaleista. Epoksit kestivät selkeästi korkeimmat kalvonpaksuudet. Valumisominaisuuksien selvittäminen reometrillä vaatii paljon ymmärrystä reometrikuvaajista ja niiden tulkinnaista.

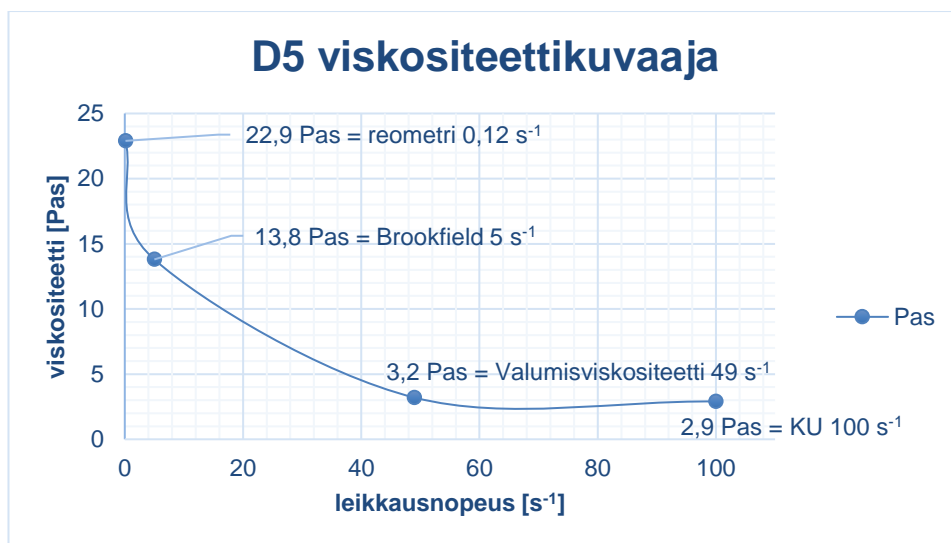
Maaleista osa vaikutti olevan reopektisiä, vaikka näin ei pitäisi olla. Tarvitaan lisätestejä, jotta voidaan varmistua, ettei kyse ole virheellisistä mittauksista.

Maalin varastoinnilla on nostava vaikutus maalin viskositeettiin. Kaikki maalit olivat käytökelpoisia, eikä mitään selkeää maalin ainesosien erottumista ollut tapahtunut.

Kuvaajien tulkitseminen, kuten myös valumistestien tulokset ovat päättelyn takia vaikeasti toistettavia. Reologiassa paljon asioita oli vain päätettävä, niitä ei voinut laskea. Ei ole olemassa pysyviä vakioita. Eivätkä tulokset ole vertailukelpoisia muiden laitteiden kanssa.

Molemmilla yhden- sekä monen pisteen mittauksilla on jatkossakin käyttöä maalinvalmistuksen eri alueilla. Maalin oikean viskositeetin laskemiselle ei ole mitään matemaattista kaavaa, vaan se joudutaan testaamalla selvittämään. Reometrimittaukset ovat paljon tarkempia, mutta vievät myös enemmän aikaa. Lyhyen mittausajan viskosimetrimitaukset ja valumistestit antavat riittävän tiedon laadunvalvontatarkoituksiin. Reometrimittaukset sopivat loistavasti tuotekehitykseen, koska ne antavat kattavan kuvan maalin reologisista ominaisuuksista.

Kuvassa 31 on tässä työssä eri tekniikoilla mitattuja maalin D5 viskositeettiarvoja sijoitettuna kyseisen mittauslaitteen arvioidulle leikkausnopeusalueelle.



Kuva 31 D5 maalin viskositeetit eri laitteilla mitattuna

Kuvaaja vastaa kaarevuudeltaan reometritesti 2:n viskositeettikuvaajaa, vaikka lukuarvot eivät aivan osu sijoitettuna samalle kohdalle kuin viskositeettikuvaajassa. Cone and Plate -tulos ($0,51 \text{ Pas}/10000 \text{ s}^{-1}$) on jätetty pois, koska se väärensi lineaarisen asteikon muotoa.

Lähteet

- 1 Kauppalehti. 2012. Teknos valittiin vuoden Perheyriytykseksi. Verkkodokumentti. <https://www.kauppalehti.fi/uutiset/teknos-valittiin-vuoden-perheyriytykseksi/vykBhQrF>. Luettu 1.4.2017
- 2 Coatings World. 2016. Top Companies Report. Verkkodokumentti. <http://www.coatingsworld.com/heaps/view/2599/1/223161>. Luettu 1.4.2017
- 3 Lambourne R, Strivens T A. 1999. Paint and Surface Coatings: Theory and Practice, 2nd ed. Woodhead Publishing Ltd, Abington Hall, Abington, Cambridge CB1 6AH, England.
- 4 The Powder Coating Institute. 2016. What is Powder Coating. Verkkodokumentti. <http://www.powdercoating.org/page/WhatIsPC>. Luettu 2.4.2017
- 5 Teknos Oy. 2013. VOC-direktiivi. Verkkodokumentti. <http://www.teknosmaalaus.fi/index.php?page=16>. Luettu 2.4.2017
- 6 Pottonen N. 2015. Liutinmaalien jälkipaksuntaminen ja reologinen käyttäytyminen. Opinnäytetyö. Helsinki. Metropolia Ammattikorkeakoulu.
- 7 Tikkurila Oyj. 2017. Maalialan sanasto. Verkkodokumentti. https://www.tikkurila.fi/kotimaalarit/ohjeet/artikkelit/maalialan_sanasto. Luettu 2.4.2017
- 8 Applied Rheology 24. 2014. Panta rhei. Verkkodokumentti. <http://www.ar.ethz.ch/cgi-bin/AR/view?DOI=10.3933/AppIRheol-24-52918>. Luettu 2.4.2017
- 9 Van Wazer J R, Lyons J W, Kim K Y, Colwell R E. 1963. Viscosity and Flow Measurement - A Laboratory Handbook of Rheology. Interscience Publishers. John Wiley&Sons, Inc. USA.
- 10 Mezger T G. 2006. The Rheology Handbook, 2nd revised ed. Vincentz Network GmbH&Co. Hannover, Germany.
- 11 Mezger T G. 2014. Applied Rheology. Anton Paar GmbH. Graz, Austria.
- 12 Elementis. 2008. Rheology Handbook, 30th Anniversary ed. Elementis Specialties, Inc. USA.
- 13 Whittingstall P. Paint evaluation using rheology. TA Instruments, Inc., USA.
- 14 Brookfield CAP Viscometers, M/94-310-F699. Manuaali. Brookfield Engineering Laboratories, Inc. USA.

- 15 Brookfield. 2014. More solutions to sticky problems. Brookfield Engineering Laboratories, Inc. USA.
- 16 Brookfield DV-II+, M/97-164-F1-102. Manuaali. Brookfield Engineering Laboratories, Inc. USA.
- 17 Brookfield KU-2, M04-242-D0612. Manuaali. Brookfield Engineering Laboratories, Inc. USA
- 18 ASTM D562-10. Standard Test Method for Consistency of Paints Measuring Krebs Unit (KU) Viscosity Using a Stormer-Type Viscometer. ASTM International, USA.
- 19 ISO 16862:2003. Paints and varnishes - Evaluation of sag. International Organization for Standardization.
- 20 Deka A, Dey N. 2012. Rheological studies of two component high build epoxy and polyurethane based high performance coatings. American Coatings Association & Oil and Colour Chemists' Association. USA
- 21 Johansen K I. 2004. Correlation between traditional methods for characterisation of sag and levelling of paints and rheological measurements. Annual Transactions of the Nordic Rheology Society, vol. 12. s.191–193.
- 22 Huhtala A. 2013. Studies of thickening methods in water based paints using rheometry. Master's thesis. Helsinki. Aalto University.
- 23 Teknos Oy. Menetelmäohje. PLABT-1458.
- 24 Teknos Oy. Menetelmäohje. PLABT-027.

Testi 1 – tulokset

Taulukko 8 Testi 1 tulokset

ALKYDI	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
LVE&YP: τ [Pa]	1,0	1,7	3,4	3,5	2,5	1,7	1,7	1,4	1,4	1,6
FP: τ [Pa]	7,9	8,1	13,8	14,7	14,1	9,6	13,9	13,9	11,8	11,7
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
LVE&YP: τ [Pa]	0,7	0,7	0,9	0,8	0,9	0,8	0,9	0,7	0,9	1,0
FP: τ [Pa] (*)	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''

PUR1	E1	E2	E3	E4	E5	F1	F2	F3	F4	F5	G1	G2	G3	G4	G5
LVE&YP: τ [Pa]	0,22	0,21	0,23	0,24	0,30	0,5	0,6	0,5	0,5	0,5	0,6	0,7	1,0	0,6	0,6
FP: τ [Pa]	1,6	1,5	1,7	2,1	2,2	3,2	3,6	3,7	3,5	4,8	3,6	10,6	3,6	5,6	6,1

PUR2	H1	H2	H3	H4	H5	I1	J1	J2	J3	J4	J5
LVE&YP: τ [Pa]	1,5	0,5	0,6	1,2	0,7	1,5	0,6	0,5	0,6	0,6	0,7
FP: τ [Pa]	30,3	12,2	31,1	46	23,4	36,4	13,2	10,6	7,6	13,7	11,6
	K1	K2	K3	K4	K5						
LVE&YP: τ [Pa]	0,6	1,1	1,4	0,7	1,1						
FP: τ [Pa]	15,7	19,7	28,6	10,3	12,7						

EPOKSI	L1	L2	L3	L4	L5	M1	M2	M3	M4	M5	N1	N2	N3	N4	N5
LVE&YP: τ [Pa]	3,0	3,1	3,2	3,3	3,8	1,0	1,2	1,7	1,9	2,6	1,0	0,9	1,2	1,5	1,4
FP: τ [Pa]	28,7	29,5	31,5	29,9	50,2	19,8	18,3	26,8	23,3	44,8	G''	G''	G''	G''	G''
	O1	O2	O3	O4	O5	P1	P2	P3	P4	P5					
LVE&YP: τ [Pa]	0,9	1,4	0,8	0,9	0,7	0,2	0,1	0,2	0,1	0,1					
FP: τ [Pa]	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''	G''					

(* G'' tarkoittaa, että G'' oli ylempi käyrä ja ettei leikkauspistettä muodostunut.

Testi 2 – tulokset

Taulukko 9 Testi 2 tulokset

ALKYDI	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
YP τ: γ 0,1 [Pa]	3,8	6,3	9,8	11,0	8,6	7,8	10,6	9,2	9,1	10,3
YP η:γ 0,12[Pas]	43,4	72,1	103	117	94,0	86,4	113	101	99,4	108
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
YP τ: γ 0,1 [Pa]	0,9	1,0	1,6	2,2	2,0	1,1	1,0	2,3	1,7	1,7
YP η:γ 0,12[Pas]	10,7	11,8	19,0	26,0	23,0	14,8	14,7	30,0	23,7	22,9

PUR1	E1	E2	E3	E4	E5	F1	F2	F3	F4	F5	G1	G2	G3	G4	G5
YP τ: γ 0,1 [Pa]	1,1	1,0	1,2	0,9	1,1	3,0	3,0	3,8	3,1	3,2	2,7	7,3	4,4	4,9	4,0
YP η:γ 0,12[Pas]	12,9	10,7	13,0	10,0	12,0	33,9	32,9	43,0	35,5	36,1	33,4	98,2	54,7	61,1	54,2

PUR2	H1	H2	H3	H4	H5	I1	J1	J2	J3	J4	J5	K1	K2	K3	K4	K5
YP τ: γ 0,1 [Pa]	9,9	6,0	6,8	7,0	5,9	9,2	3,9	3,3	3,3	4,6	3,2	7,1	7,5	8,2	7,2	7,0
YP η:γ 0,12[Pas]	102	64,4	72,0	70,0	63,0	102	44,2	38,0	36,1	51,7	37,3	75,2	74,3	82,0	74,7	70,6

EPOKSI	L1	L2	L3	L4	L5	M1	M2	M3	M4	M5	N1	N2	N3	N4	N5
YP τ: γ 0,1 [Pa]	37,1	32,2	37,0	43,0	57,0	21,6	24,5	27,0	30,2	34,7	3,8	4,1	4,4	5,9	3,7
YP η:γ 0,12[Pas]	349	303	333	391	498	222	241	238	300	322	37,3	40,8	44,7	58,0	38,1
	O1	O2	O3	O4	O5	P1	P2	P3	P4	P5					
YP τ: γ 0,1 [Pa]	4,6	5,4	5,1	8,7	7,5	0,21	0,26	0,24	0,20	0,20					
YP η:γ 0,12[Pas]	50,7	61,5	58,0	99,0	87,0	2,3	2,8	2,6	2,2	2,1					

Testi 3 – tulokset

Taulukko 10 Testi 3 tulokset

	ALKYDI	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5	
3ITT	pal-%	76,4	94,0	80,7	79,8	87,4	105,2	94,5	101,9	98,2	92,7	
alku	η [Pas]	14,8	13,4	21,2	23,3	23,1	15,4	23,7	21,0	22,2	19,2	
loppu	η [Pas]	11,3	12,6	17,1	18,6	20,2	16,2	22,4	21,4	21,8	17,8	
t/R		t	t	t	t	t	R	t	R	t	t	
		C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5	
3ITT	pal-%	65,7	75,0	80,8	68,4	69,8	43,6	30,9	30,8	35,0	32,4	
alku	η [Pas]	3,5	4,0	5,2	7,9	6,3	7,8	11,0	14,3	14,0	14,2	
loppu	η [Pas]	2,3	3,0	4,2	5,4	4,4	3,4	3,4	4,4	4,9	4,6	
t/R		t	t	t	t	t	t	t	t	t	t	
	PUR1	E1	E2	E3	E4	E5	F1	F2	F3	F4	F5	
3ITT	pal-%	97,7	92,7	92,3	73,8	85,5	82,9	77,3	77,1	82,2	72,9	
alku	η [Pas]	4,3	4,1	5,2	6,1	5,5	7,0	7,5	8,3	7,3	7,0	
loppu	η [Pas]	4,2	3,8	4,8	4,5	4,7	5,8	5,8	6,4	6,0	5,1	
t/R		t	t	t	t	t	t	t	t	t	t	
		G1	G2	G3	G4	G5						
3ITT	pal-%	84,1	56,7	69,4	90,6	72,9						
alku	η [Pas]	11,3	26,3	15,7	18,1	19,9						
loppu	η [Pas]	9,5	14,9	10,9	16,4	14,5						
t/R		t	t	t	t	t						
	PUR2	H1	H2	H3	H4	H5	I1	J1	J2	J3	J4	J5
3ITT	pal-%	92,5	169,0	99,1	99,3	109,7	90,3	80,8	87,0	91,3	80,4	79,5
alku	η [Pas]	36,2	17,4	32,7	45,6	29,0	33,0	15,1	12,3	9,2	15,3	13,2
loppu	η [Pas]	33,5	29,4	32,4	45,3	31,8	29,8	12,2	10,7	8,4	12,3	10,5
t/R		t	R	t	t	R	t	t	t	t	t	t
		K1	K2	K3	K4	K5						
3ITT	pal-%	78,1	70,2	77,4	84,5	85,6						
alku	η [Pas]	17,8	22,8	23,9	14,2	16,0						
loppu	η [Pas]	13,9	16,0	18,5	12,0	13,7						
t/R		t	t	t	t	t						
	EPOKSI	L1	L2	L3	L4	L5	M1	M2	M3	M4	M5	
3ITT	pal-%	150,7	145,0	139,1	145,2	110,7	86,9	66,6	82,7	54,1	56,5	
alku	η [Pas]	82,8	95,3	93,2	87,7	108,9	45,9	51,2	59,6	61,7	84,4	
loppu	η [Pas]	125,0	138,0	129,6	127,3	120,5	39,9	34,1	49,3	33,4	47,7	
t/R		R	R	R	R	R	t	t	t	t	t	

Testi 4 – tulokset

Taulukko 11 Testi 4 tulokset

ALKYDI	G' vai G''	leikkaus	τ [Pa] leikkaus	τ [Pa] alku	geeli/neste
A1	G'	67 s /G'	32,8	65,9	geeli
A2	G'	67,5 s /G'	39,1	118,4	geeli
A3	G'	67,5 s /G'	30,15	177,8	geeli
A4	G'	67,5 s /G'	42,4	231	geeli
A5	G'	66,5 s/G'	47,9	187,5	geeli
B1	G'	66 s/G' =R	38,8	170,5	geeli
B2	G'	- G'	-	248,0	geeli
B3	G'	- G' =R	-	229,4	geeli
B4	G'	- G'	-	214,4	geeli
B5	G'	67 s /G'	39	238,5	geeli
C1	G''	-	-	13,7	neste
C2	G''	-	-	16,8	neste
C3	G''	-	-	19,9	neste
C4	G''	-	-	22,3	neste
C5	G''	-	-	23,1	neste
D1	G''	-	-	16,9	neste
D2	G''	-	-	17,3	neste
D3	G''	-	-	27,7	neste
D4	G''	-	-	27,7	neste
D5	G''	-	-	29,3	neste
PUR1	G' vai G''	leikkaus	τ [Pa] leikkaus	τ [Pa] alku	geeli/neste
E1	G'	75,5 s/G'	15,9	19,3	geeli
E2	G'	75,5 s/G'	13,4	16,8	geeli
E3	G'	72,5 s/G'	15,7	22,4	geeli
E4	G'	76,9 s/G'	17,6	23,8	geeli
E5	G'	76,1 s/G'	16,3	24,6	geeli
F1	G'	84,5 s/G'	19,6	51,7	geeli
F2	G'	82 s/G'	17,5	46,3	geeli
F3	G'	79,5 s/G'	18,4	53,5	geeli
F4	G'	83,5 s/G'	17,1	46,1	geeli
F5	G'	81,5 s/G'	18,4	55,7	geeli

G1	G'	69,5 s/G'	27,5	40,0	geeli
G2	G'	68 s/G'	38,8	97,2	geeli
G3	G'	71,5 s/G'	45,8	64,3	geeli
G4	G'	68 s/G'	41,2	62,9	geeli
G5	G'	68,5 s/G'	33,0	57,2	geeli
PUR2	G' vai G''	leikkaus	τ[Pa] leikkaus	τ[Pa] alku	geeli/neste
H1	G'	- G'	-	285,1	geeli
H2	G'	- G' =R	-	162,4	geeli
H3	G'	- G'	-	284,9	geeli
H4	G'	- G'	-	413,0	geeli
H5	G'	- G' =R	-	199,5	geeli
I1	G'	- G' =R	-	276,2	geeli
J1	G'	- G'	-	95,8	geeli
J2	G'	- G'	-	75,5	geeli
J3	G'	- G'	-	61,7	geeli
J4	G'	- G'	-	86,9	geeli
J5	G'	- G'	-	72,4	geeli
K1	G'	- G'	-	152,7	geeli
K2	G'	- G'	-	195,7	geeli
K3	G'	- G'	-	185,3	geeli
K4	G'	- G'	-	127,2	geeli
K5	G'	- G'	-	150,5	geeli
EPOKSI	G' vai G''	leikkaus	τ[Pa] leikkaus	τ[Pa] alku	geeli/neste
L1	G'	- G' =R	-	653,2	geeli
L2	G'	- G' =R	-	618,9	geeli
L3	G'	- G' =R	-	615,6	geeli
L4	G'	- G' =R	-	674,1	geeli
L5	G'	- G'	-	1067,3	geeli
M1	G'	66,5 s/G'	66,0	406,2	geeli
M2	G'	66,5 s/G'	56,6	426,3	geeli
M3	G'	66,5 s/G'	92,1	508,5	geeli
M4	G'	67 s/G'	74,0	548,4	geeli
M5	G'	66,8 s/G'	80,5	669,3	geeli
N1	G''	-	-	268,5	neste
N2	G''	-	-	251,7	neste
N3	G''	-	-	251,4	neste
N4	G''	-	-	294,5	neste
N5	G''	-	-	217,4	neste

EPOKSI	G' vai G''	leikkaus	τ [Pa] leikkaus	τ [Pa] alku	geeli/neste
O1	G''	-	-	231,0	neste
O2	G''	-	-	262,7	neste
O3	G''	-	-	217,4	neste
O4	G''	-	-	305,7	neste
O5	G''	-	-	249,1	neste
P1	G''	-	-	15,7	neste
P2	G''	-	-	16,7	neste
P3	G''	-	-	18,2	neste
P4	G''	-	-	14,2	neste
-	G''	-	-	14,1	neste

Cone and Plate -tulokset

Taulukko 12 Cone and Plate -tulokset

ALKYDI	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
Pas	0,36	0,34	0,39	0,31	0,26	0,32	0,27	0,34	0,32	0,31
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
Pas	0,28	0,33	0,28	0,33	0,30	0,33	0,34	0,36	0,42	0,51

PUR 1	E1	E2	E3	E4	E5	F1	F2	F3	F4	F5	G1	G2	G3	G4	G5
Pas	0,32	0,27	0,28	0,31	0,31	0,29	0,25	0,28	0,27	0,26	0,35	0,40	0,54	0,39	0,33

PUR 2	H1	H2	H3	H4	H5	I1	J1	J2	J3	J4	J5	K1	K2	K3	K4	K5
Pas	0,07	0,07	0,08	0,07	0,08	0,08	0,10	0,10	0,11	0,10	0,10	0,10	0,11	0,10	0,08	0,11

Brookfield-tulokset

Taulukko 13 Brookfield-tulokset

ALKYDI	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
Br5/RPM 1 [Pas]	36	46	70	70	68	47,6	70,8	78,8	73,6	70
Br5/RPM 10 [Pas]	6,6	7,7	10	10	9,2	7,4	9,9	11	10,2	9,8
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
Br5/RPM 1 [Pas]	16	16	21	31	25	23,2	17,2	31,6	35,2	40,4
Br5/RPM 10 [Pas]	3,5	3,8	4,6	6	4,3	8	9,5	11,9	13,9	13,8

PUR1	E1	E2	E3	E4	E5	F1	F2	F3	F4	F5	G1	G2	G3	G4	G5
Br5/RPM 1 [Pas]	16	13	14	19	18	23,6	19,6	25,2	32	25,6	40	86	50	49	50
Br5/RPM 10 [Pas]	2,8	2,6	3,1	3,7	3,3	4,5	4	5	5	5,2	7,7	15	11	9,6	11

PUR2	H1	H2	H3	H4	H5	I1	J1	J2	J3	J4	J5
Br5/RPM 1 [Pas]	63	41	85	96	50	84,8	42	33,6	22	40,8	31
Br5/RPM 10 [Pas]	7,6	6	9	10	7	9,4	5,9	4,7	4,2	5,9	5,2
	K1	K2	K3	K4	K5						
Br5/RPM 1 [Pas]	46	60	69	37	44						
Br5/RPM 10 [Pas]	6,9	8,4	9,2	5,8	6,8						

EPOKSI	L1	L2	L3	L4	L5	M1	M2	M3	M4	M5	N1	N2	N3	N4	N5
Br6/20 vanha [Pas]											153	123	129	129	140
Br6/20 uusi [Pas]	174	151	165	178	192	108	111	125	158	181	158	176	184	176	132
	O1	O2	O3	O4	O5	P1	P2	P3	P4	P5					
Br6/20 vanha [Pas]	179	159	139	177	165										
Br6/20 uusi [Pas]	156	159	155	208	167	19,5	15,5	18,0	13,5	6,0					
Br3/20 vanha [Pas]						21,0	15,0	20,6	13,6	14,7					
Br3/20 uusi [Pas]						18,8	16,8	22,0	12,2	12,5					

Krebs Unit -tulokset

Taulukko 14 KU tulokset

ALKYDI	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
KU vanha	91	90	91	91	90	89	91	90	91	91
KU uusi	100	97	102	99	99	94	101	100	98	95
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
KU vanha	81	81	80	80	79	97	97	94	99	98
KU uusi	88	95	96	100	96	112	116	118	121	121

PUR1	E1	E2	E3	E4	E5	F1	F2	F3	F4	F5	G1	G2	G3	G4	G5
KU vanha	79	75	79	78	75	73	73	73	73	73	89	94	96	96	97
KU uusi	84	84	86	89	86	82	82	85	82	84	99	115	114	102	111

PUR2	H1	H2	H3	H4	H5	I1	J1	J2	J3	J4	J5
KU vanha	78	76	82	78	81	77	73	73	72	74	73
KU uusi	93	88	97	102	92	93	85	82	78	85	84
	K1	K2	K3	K4	K5						
KU vanha	68	73	79	71	71						
KU uusi	84	93	96	82	87						

EPOKSI	L1	L2	L3	L4	L5	M1	M2	M3	M4	M5	P1	P2	P3	P4	P5
KU vanha	125	124	125	124	125	107	104	106	106	102	-	-	-	-	-
KU uusi	125	126	126	129	125	105	106	113	117	125	100	99	104	93	94

Taulukko 15 Muunnetut arvot: KU → mPas

ALKYDI	A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	B5
KU [mPas]	1595	1443	1713	1541	1541	1305	1650	1595	1492	1350
	C1	C2	C3	C4	C5	D1	D2	D3	D4	D5
KU [mPas]	1064	1350	1399	1595	1399	2328	2574	2702	2943	2943

Valumiestestien tulokset

Taulukko 16 Valumiestestien tulokset märkäkalvonpaksuuksina

ALKYDI	KYNÄ vanha (µm)	KYNÄ uusi (µm)	BYK uusi (µm)	Leikkausnopeus (γ)	valumisviskositeetti (Pas) (arvio FLOW-käyrästä)
A1	400	200	508	49,2	1,35
A2	600	400	762	32,8	1,63
A3	600	600	889	28,1	1,88
A4	600	600	889	28,1	1,86
A5	600	400	762	32,8	1,40
	VALU vanha (mm)	VALU uusi (mm)	BYK uusi (µm)	Leikkausnopeus (γ)	valumisviskositeetti (Pas) (arvio FLOW-käyrästä)
B1	2	2	762	32,8	1,40
B2	2	2	1016	24,6	1,70
B3	2	2	889	28,1	1,60
B4	2	2	889	28,1	1,60
B5	2	2	1016	24,6	1,70
	BYK vanha (µm)	BYK uusi (µm)		Leikkausnopeus (γ)	valumisviskositeetti (Pas) (arvio FLOW-käyrästä)
C1	275	406		61,6	0,70
C2	250	457		54,7	0,90
C3	275	508		49,2	1,00
C4	275	635		39,4	1,30
C5	275	508		49,2	1,00
D1	250	406		61,6	2,30
D2	225	406		61,6	2,50
D3	250	508		49,2	2,80
D4	275	508		49,2	3,10
D5	225	508		49,2	3,20

PUR1	KYNÄ vanha (µm)	KYNÄ uusi (µm)	BYK uusi (µm)
E1	175	175	300
E2	175	175	355
E3	175	175	355
E4	175	175	355
E5	175	175	355
F1	250	275	355
F2	250	225	406
F3	250	275	508
F4	250	275	406
F5	250	275	457

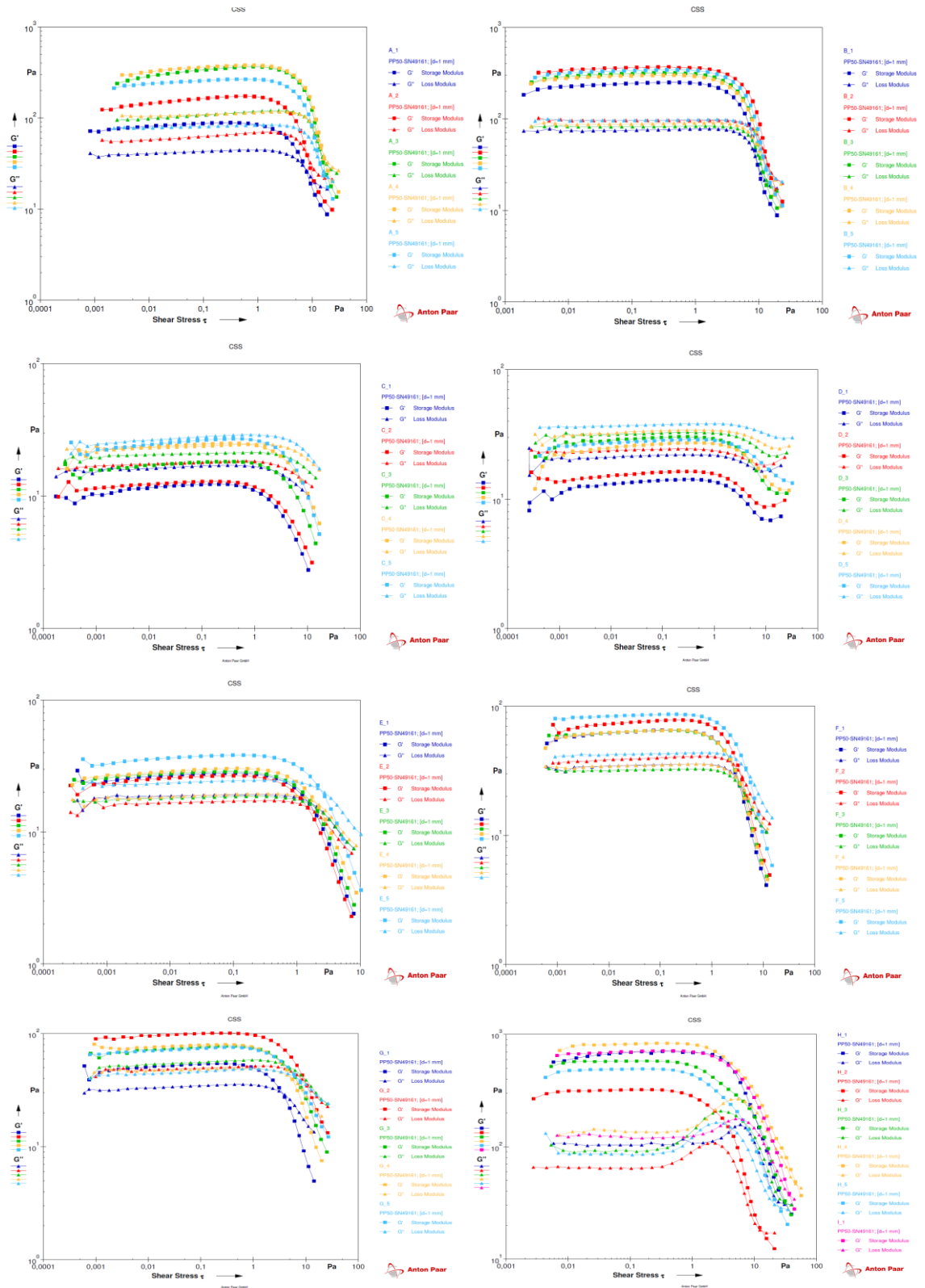
PUR1	KYNÄ vanha (µm)	KYNÄ uusi (µm)	RAITA vanha (µm)	RAITA uusi (µm)	BYK uusi (µm)
G1	275	350	350	400	508
G2	275	400	350	400	635
G3	275	350	350	400	508
G4	275	350	350	400	508
G5	300	350	350	400	508

PUR2	KYNÄ vanha (µm)	KYNÄ uusi (µm)	KYNÄ BYK vanha (µm)	KYNÄ BYK uusi (µm)	BYK uusi(µm)
H1	175	175	200	200	508
H2	175	150	200	175	355
H3	175	175	250	225	635
H4	175	175	200	225	635
H5	175	175	200	175	406
I1	150	175	-	200	508
J1	175	175	150	200	508
J2	200	175	175	200	457
J3	200	175	175	200	406
J4	200	175	200	225	457
J5	175	175	150	175	406
K1	125	175	125	200	457
K2	125	175	150	200	457
K3	150	175	125	200	508
K4	150	175	150	200	457
K5	175	175	175	200	406

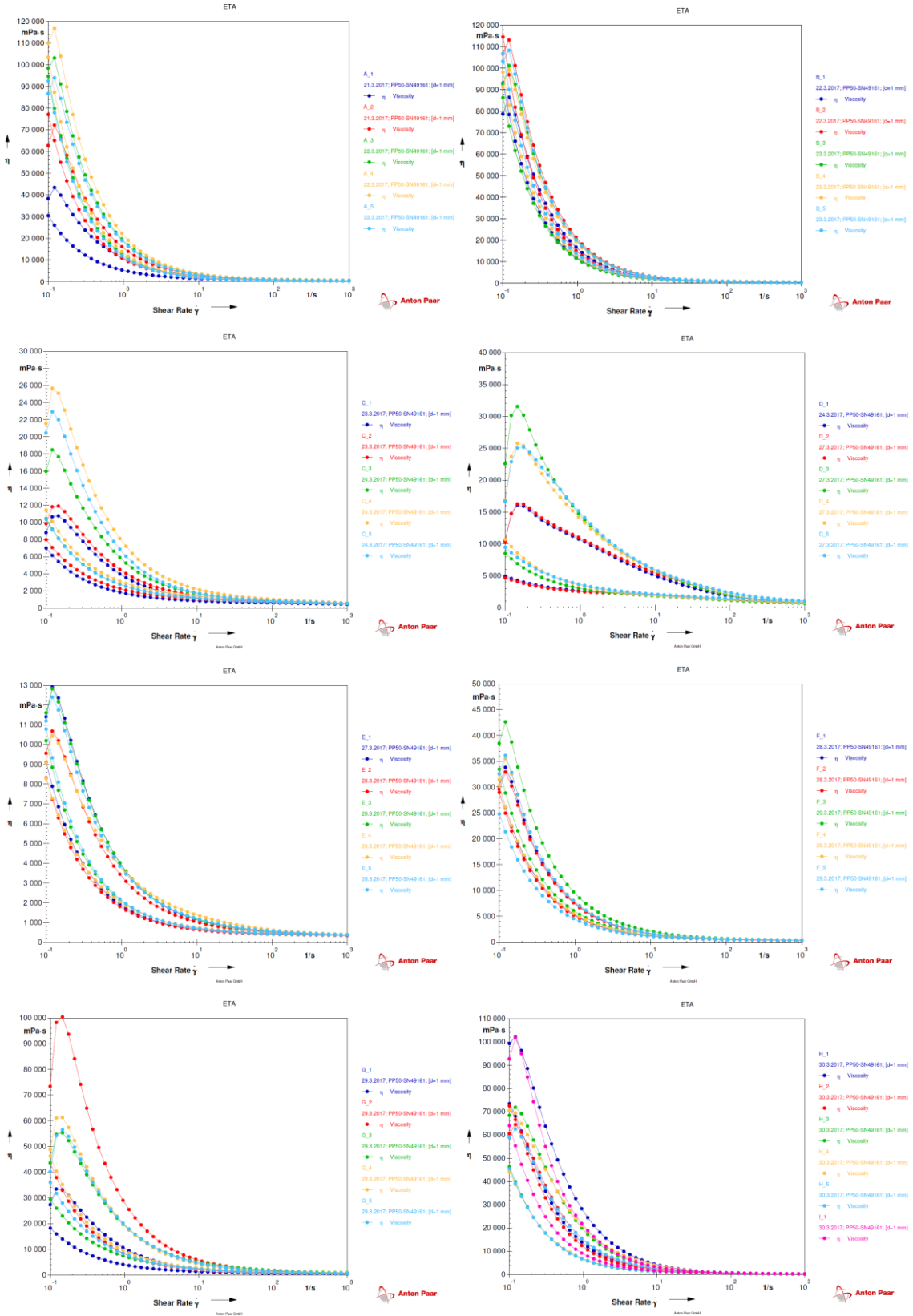
EPOKSI	KYNÄ vanha (µm)	KYNÄ uusi (µm)	BYK uusi (µm)
L1	600	400	1016
L2	600	400	1524
L3	400	400	1270
L4	600	400	1143
L5	400	400	1016
M1	400	400	1016
M2	400	400	1016
M3	400	400	1016
M4	400	400	1016
M5	400	400	1016

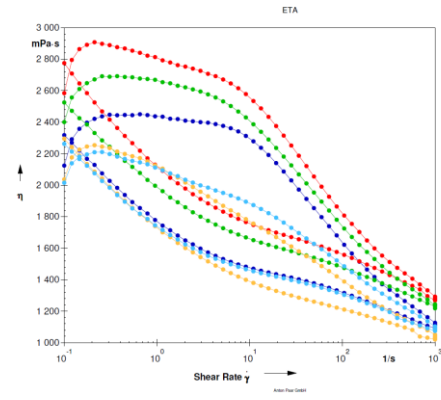
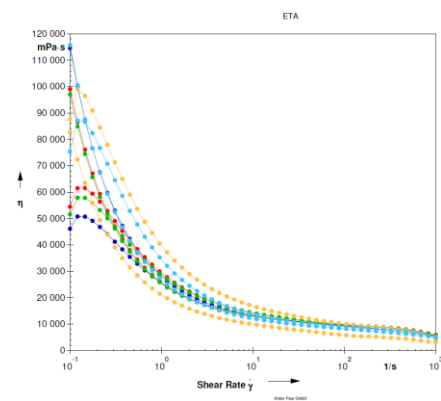
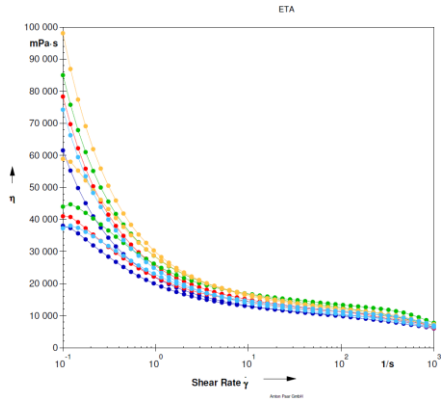
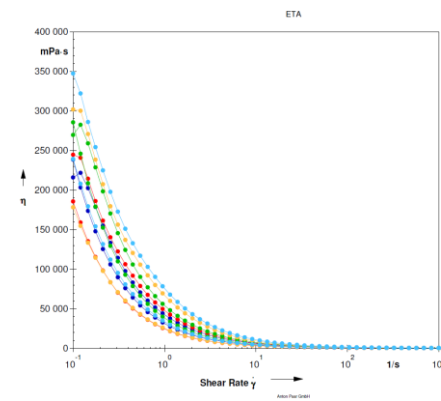
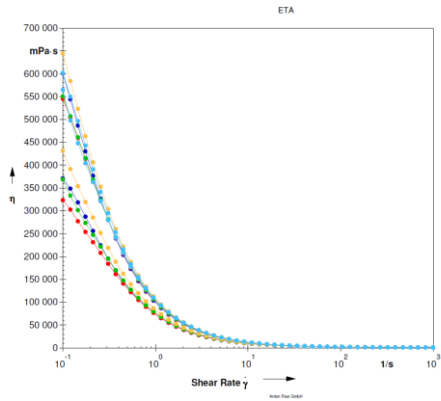
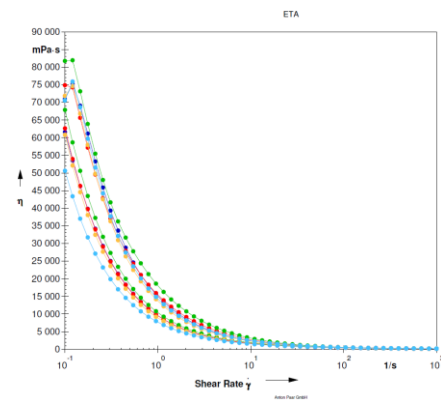
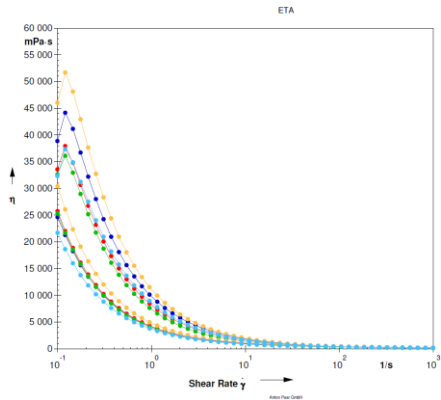
EPOKSI	RAITA vanha Q-panel S-36 (µm)	RAITA uusi Q-panel S-36 (µm)	BYK uusi (µm)
N1	500	700	508
N2	500	700	508
N3	500	700	508
N4	500	700	762
N5	500	700	508
	RAITA vanha Q-panel S-36 (µm)	RAITA uusi Q-panel S-36 (µm)	BYK uusi (µm)
O1	300	500	508
O2	300	500	508
O3	300	500	508
O4	300	500	508
O5	300	500	508
P1	300	500	635
P2	400	500	635
P3	300	500	635
P4	300	500	508
P5	300	500	508

Reometrikuvaujat - Testi 1

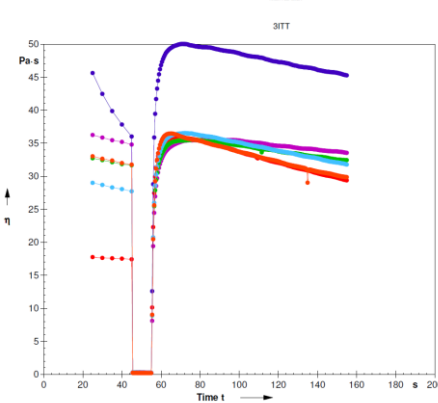
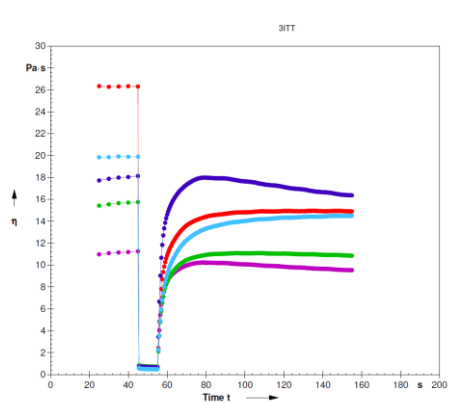
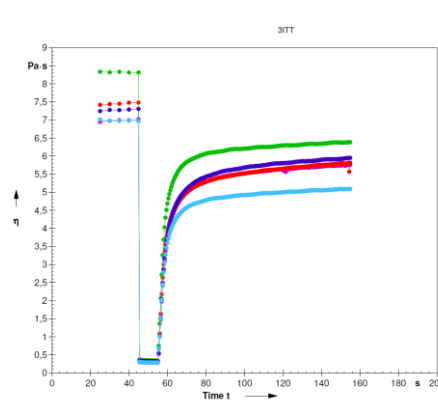
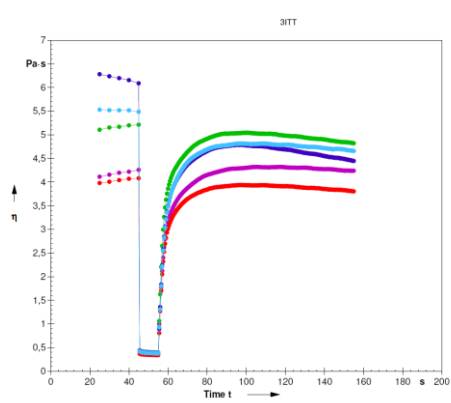
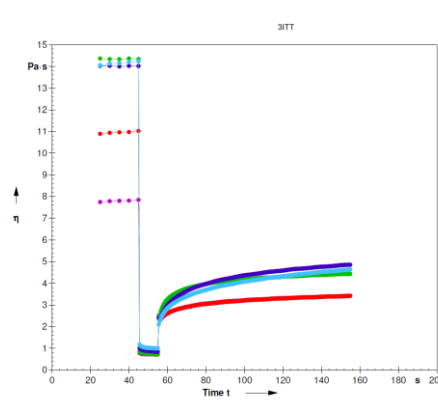
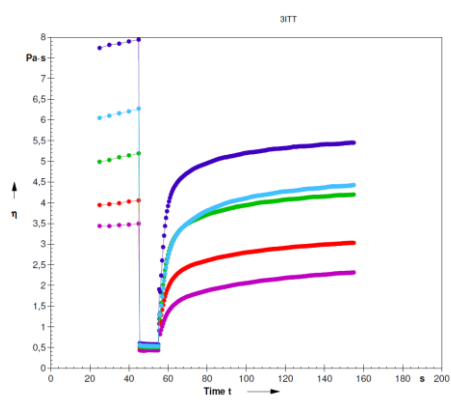
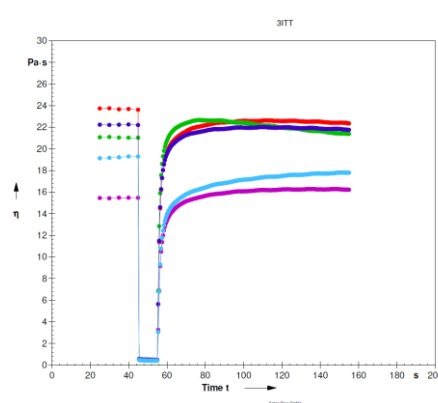
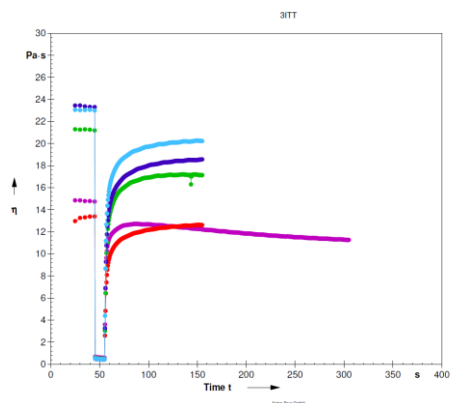


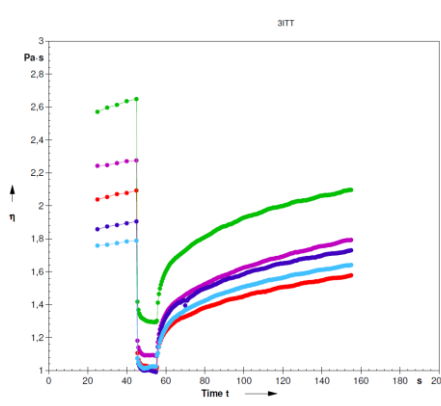
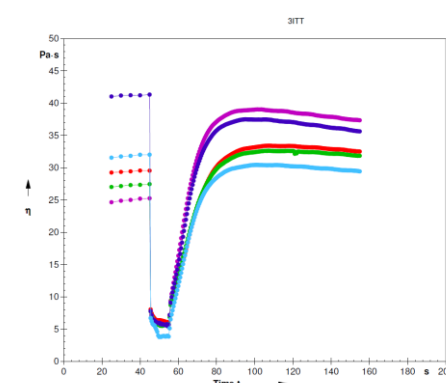
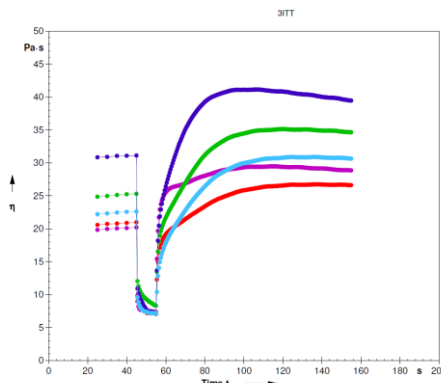
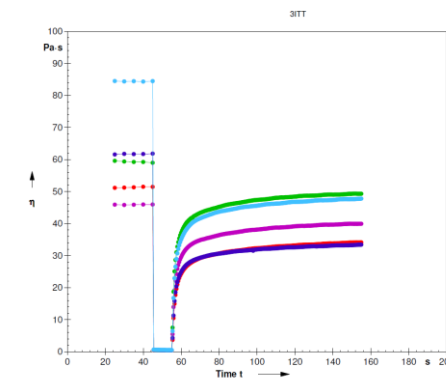
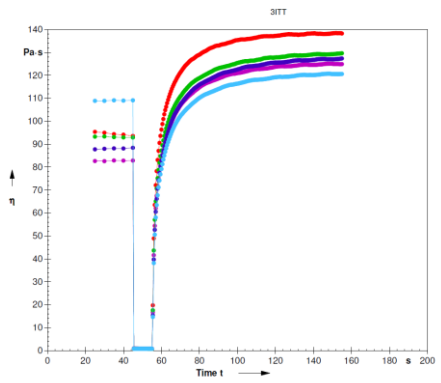
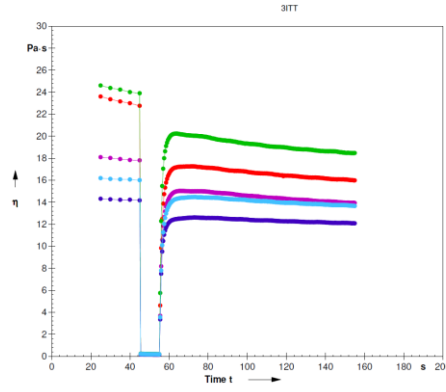
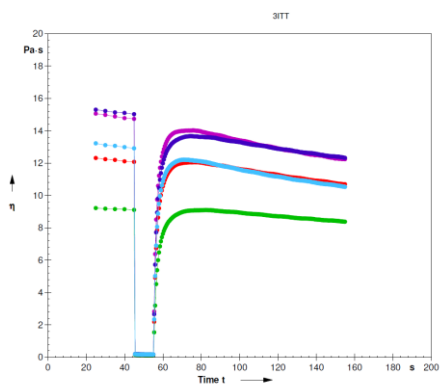
Reometrikuvaaajat - Testi 2





Reometrikuvaajat - Testi 3





Reometrikuvaajat - Testi 4

