



Osaamista
ja oivallusta
tulevaisuuden
tekemiseen

Heidi Meijer

Geelivirheiden analysointi polymeerikalvosta

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Laboratorioanalyttikko (AMK)

Laboratorioanalytiikka

Opinnäytetyö

4.12.2018

Tekijä Otsikko	Heidi Meijer Geelivirheiden analysointi polymeerikalvosta
Sivumäärä Aika	47 sivua + 4 liitettä 4.12.2018
Tutkinto	Laboratorioanalytiikka (AMK)
Tutkinto-ohjelma	Laboratorioanalytiikka
Ohjaajat	Kehitysinsinööri Jari Äärilä, Borealis Polymers Oy Laboratoriomanageri Seppo Nylund, Borealis Polymers Oy Yliopettaja Jukka Niiranen, Metropolia AMK
<p>Opinnäytetyö tehtiin Borealis Polymers Oy:n muovitehtaan laadunvalvontalaboratoriossa. Tavoitteena oli tutkia muovituotannon laadunvalvontaan käytettävän automaattisen kalvovirheiden analysointimenetelmän soveltuvuutta erilaisille tuotelaaduille. Mahdollista mittauslaitteistolle ohjelmoitavaa korjauskerrointa varten tehtiin löydöksille vertailumittaukset mikroskoopilla.</p> <p>Kalvo- kaapeli- ja putkituotteiden raaka-ainepelletit työstettiin tasokalvoksi yksiruuviekstruderilla ja kalvon laatu analysoitiin kameralaitteiston avulla. Vertailumittaukset kalvovirheiden koosta tehtiin mikroskoopilla ja tuloksia verrattiin automaattisen analysointilaitteiston tuloksiin. Lisäksi valittujen näytteiden sulamiskäyttäytymistä tutkittiin lämpötasomikroskoopilla. Geelien analysointiin soveltuvista vaihtoehtoisista menetelmistä tehtiin teoreettista selvitystä.</p> <p>Mikroskoopilla tehdyissä vertailumittauksissa havaittiin kalvovirheiden pituuden ylimittautumista laadunvalvonnan käytössä olevaa automaattista menetelmää käytettäessä. Vaihtoehtoisella kalvovirheen pinta-alaan perustuvalla mittausmenetelmällä ero mikroskooppimittauksiin oli pienempi. Työn aikana havaittiin myös kalvon riittämättömästä valonläpäisevyydestä johtuva kuvausmenetelmän heikko soveltuvuus putkituotteille. Mikroskooppimittausten perusteella saatiin määritettyä korjauskertoimet testatuille kalvo- ja kaapelituotteille.</p> <p>Tämän opinnäytetyön tulosten pohjalta automaattista geelien analysointimenetelmää voidaan käyttää kalvo- ja kaapelituotteille. Korjaavina toimenpiteinä suositellaan nykyisen pituusmittausmenetelmän vaihtamista löydöksen pinta-alaan perustuvaan Circle-menetelmään ja tuotteittain määritettävän korjauskertoimen käyttöä. Putkituotteiden analysointiin tulisi testata vaihtoehtoisia menetelmiä. Pienen otoskoon vuoksi suositellaan korjauskertoimien toimivuuden tarkistamista suuremmalla näytemäärällä.</p>	
Avainsanat	polymeerigeelianalyysi, lämpötasomikroskooppi, bimodaalinen polyeteeni

Author Title	Heidi Meijer Analysis of Gel Defects in Polymer Film
Number of Pages Date	47 pages + 4 appendices 4 December 2018
Degree	Bachelor of Laboratory Services
Degree Programme	Laboratory Sciences
Instructors	Jari Äärilä, Group Expert, Borealis Polymers Oy Seppo Nylund, Laboratory Manager, Borealis Polymers Oy Jukka Niiranen, Principal Lecturer, Metropolia UAS
<p>The study was made at Borealis Polymers Oy plastic factory quality control laboratory. The aim was to investigate the suitability of automatic film defect analyzing method for different product types. Reference measurements of the findings were made by microscope for the possible correction factor to be used for the measuring setup.</p> <p>Raw material pellets of film, cable and pipe products were machined to thin film with a single screw extruder and the film quality was analyzed with camera system. Comparative measurements of the defect size were made by microscope and the results were compared to the results of an automated analysis system. In addition, the melting behavior of selected samples were investigated by hot stage microscope. The suitability of alternative gel analytical methods was investigated.</p> <p>Microscopic reference measurements revealed excessive defect length while using current automatic method for plastic quality control. While using alternative measuring method, the difference with microscope measurements were smaller. Insufficient light transmittance in pipe products were noted to cause severe problems for the reliability of camera measurements. Based on microscopic measurements, correction factors were determined for the tested film and cable products.</p> <p>Based on results of this study, the automatic gel analysis method is suitable for film and cable products. As a corrective measure, it is recommended to replace the current length-based measurement method with the Circle method, based on the surface area of defect. Use of product based correction factor is also recommended. Alternative methods should be tested for pipe product analysis. Due to the small number of analyzed samples, it is recommended to verify the correction factors with a higher number of samples.</p>	
Keywords	Polymer Gel Analysis, Hot Stage Microscopy, Bimodal Polyethylene

Sisällys

Lyhenteet ja käsitteet

1	Johdanto	1
2	Teoriaa	2
2.1	Bimodaalinen polyeteeni	2
2.2	Geelit	2
2.3	Geelien aiheuttamat ongelmat	3
2.4	Geelien syntymekanismit	4
2.5	Geelityypit	7
3	Geelien analysointimenetelmät	9
3.1	Automatisoitu geelien mittauslaitteisto	9
3.2	Lämpötasomikroskooppi	14
3.3	Optisten ominaisuuksien mittaaminen	17
3.4	Teoreettiset analysointimenetelmät	17
4	Tuotekuvaukset	21
5	Laitteet ja mittavälineet	22
6	Analyysien suoritus	22
6.1	Geelien analysointi automaattisella laitteistolla	22
6.2	Mikroskooppimittaukset	23
6.3	Esimerkkejä geelisulatusten löydöksistä	25
6.4	Geelien värjäämisen testaaminen	30
6.5	Optisten ominaisuuksien mittaukset	32
7	Tulokset ja niiden tulkinta	33
7.1	Kamerakuvan vertaaminen mikroskooppinäkykseen	33
7.2	Pituus- ja Circle-ohjelmien vertailu	34
7.3	Lämpötasomikroskooppi	37
7.4	Optiset mittaustulokset	40
7.5	Röntgenmenetelmän testaaminen	43

8	Yhteenveto ja johtopäätökset	43
	Lähteet	46
	Liitteet	
	Liite 1. OCS-mittalaitteiston rakenne	
	Liite 2. Mikroskooppi- ja OCS-mittaustulokset	
	Liite 3. Mikroskooppi- ja OCS-mittausten kuvaajat	
	Liite 4. HSM-tulokset	

Lyhenteet ja käsitteet

Agglomeraatti	Partikkeleiden yhteenliittymä.
ASTM	American Society for Testing and Materials.
Bimodaalinen	Kaksihuippuinen jakauma.
BHT	Butyloitu hydroksitolueeni, hapettumisenestoaine.
CCD	Charge-Coupled Device. Kameran kenno.
E-geeli	Ekstruusion aikana syntynyt geeli.
Ekstruuder	Suulakepuristin.
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy. Fourier-muunnettu infrapuna spektroskopia.
Granulaatti	Muovirae, raaka-ainepelletti.
HMW	High Molecular Weight. Korkea molekyyli massa.
Homopolymeeri	Samanlaisista monomeereista muodostunut polymeeri.
HSM	Hot Stage Microscope. Lämpötasomikroskooppi.
Inerttikaasu	Kaasu, joka ei reagoi ympäristössään olevien aineiden kanssa.
Komonomeeri	Monomeeri, joka yhdessä perusmonomeerin kanssa muodostaa kopolymeerin.
LDPE	Low-Density Polyethylene. Matalatiheksinen polyeteeni.

NMR	Nuclear Magnetic Resonance. Ydinmagneettinen resonanssi.
OCS	Optical Control Systems. Laitevalmistaja.
PE	Polyeteeni.
P-geeli	Polymerointiprosessissa syntynyt geeli.
Polymeeri	Toisiinsa sitoutuneista monomeereistä koostuva suuri molekyyli.
Polyolefiini	Yhteisnimitys polyeteeni- ja polypropeenimuoveille.
SEM/EDX	Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy. Pyyhkäisyelektronimikroskopia energiadisersiivisellä röntgenspektrometrialla.
SI	Sulaindeksi.
Vällys	Toistensa suhteen liikkuvien koneenosien välinen rako, liikkumisvara.
XRF	X-ray fluorescence. Röntgenfluoresenssi.

1 Johdanto

Opinnäytetyö suoritettiin muovitehtaan laadunvalvontalaboratoriossa Borealis Polymers Oy:n toimeksiantona. Tehtaalla tuotetaan erilaisten muovituotelaatujen raaka-ainepellettejä, joita Borealis myy asiakkailleen. Opinnäytetyöhön liittyvät laboratoriotyöt suoritettiin pääosin aikavälillä 26.3–11.5.2018.

Työn tärkeimpänä tavoitteena oli selvittää laadunvalvonnan käytössä olevan automaattisen mittausten menetelmän kalvovirheiden koon paikkansapitävyyttä. Mikroskoopilla tehdyillä vertailumittauksilla pyrittiin mahdollisimman tarkkaan määrittämään geelilöydösten todellinen koko ja mittaustapojen välinen ero laitteelle mahdollisesti ohjelmoitavaa korjauskerrointa varten.

Näytteiksi geelimitoituksiin valikoitiin yhteensä kahdeksan bimodaalista polyeteenituotetta. Testatuista tuotelaaduista neljä (F1–F4) edusti kalvotuotteita, kaksi (K1–K2) kaapelituotteita ja kaksi (P1–P2) putkituotteita.

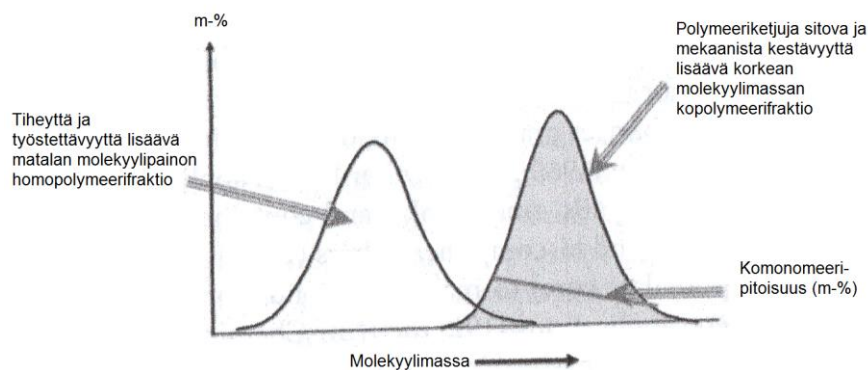
Geelit mitattiin suulakepuristimella eli ekstruuderilla raaka-ainepelleteistä työstetystä muovikalvosta automaattisella OCS-kameralaitteistolla (Optical Control System). Kameralaitteiston mitaamat geelinäytteet kerättiin talteen ja niille suoritettiin vertailumittaukset mikroskoopilla. Jatkotutkimukseen valittujen näytteiden sulamiskäyttäytymistä tutkittiin lämpötasomikroskoopilla. Geelien analysointiin soveltuvia vaihtoehtoisia analysointimenetelmiä selvitettiin teoriatasolla.

Eri tuotelaatujen polyeteeninäytteitä analysoimalla haluttiin selvittää, onko automaattisen geelien analysointilaitteiston mahdollinen mittausrvirhe tuotelaatukohtainen sekä soveltuuko ensisijaisesti kalvotuotteille tarkoitettu menetelmä myös kaapeli- ja putkituotteiden analysointiin. Osaltaan tutkittiin, onko erityyppisten tasokalvovirheiden jakauma samanlainen eri muovilaaduilla. Sulamiskäyttäytymisen analysoinnilla saatua lisätietoa geelien koostumuksesta voidaan hyödyntää geelien luokittelussa ja korjaavien toimenpiteiden kohdentamisessa.

2 Teoriaa

2.1 Bimodaalinen polyeteeni

Polyeteeni on eteeni monomeereista muodostunut polymeeri. Polyeteenin ominaisuuksia voidaan muokata hiilivetyrunkoon liitettävillä komonomeereillä, jolloin molekyyliä kutsutaan kopolymeeriksi [1, s. 106]. Bimodaalisilla polymeerituotteilla on kaksihuippuinen moolimassajakauma. [1, s. 118–119]. Kuvassa 1 on havainnollistettu fraktioiden ominaisuuksia.



Kuva 1. Bimodaalisen polyeteenin polymeerifraktiot [2]

Lyhytketjuinen homopolymeerifraktio tuo tuotteeseen tiheyttä, jäykkyyttä ja työstettävyyttä. Pitkäketjuinen ja haarautunut kopolymeerifraktio sitoo molekyyliketjuja toistensa lomaan lisäten sitkeyttä ja parantaen lujuusominaisuuksia. Bimodaalisessa polyeteenissä pyritään yhdistämään fraktioiden hyvät ominaisuudet, eli saamaan muovituotteen hyvää työstettävyys ja mekaaninen kestävyys [1, s. 118–119.]

2.2 Geelit

Geelillä tarkoitetaan yleisesti pientä virhettä polymeerikalvossa tai vastaavassa lopputuotteessa [1, s. 179]. Geelipartikkeleita esiintyy yleisesti polyeteenikalvossa, ne ovat muodoltaan yleensä pyöreitä tai soikeita. Työstöekstruderin leikkausvoimien ja paineen vaikutuksesta geelit saattavat venyä pitkulaisiksi. Koostumuksensa vuoksi geelit

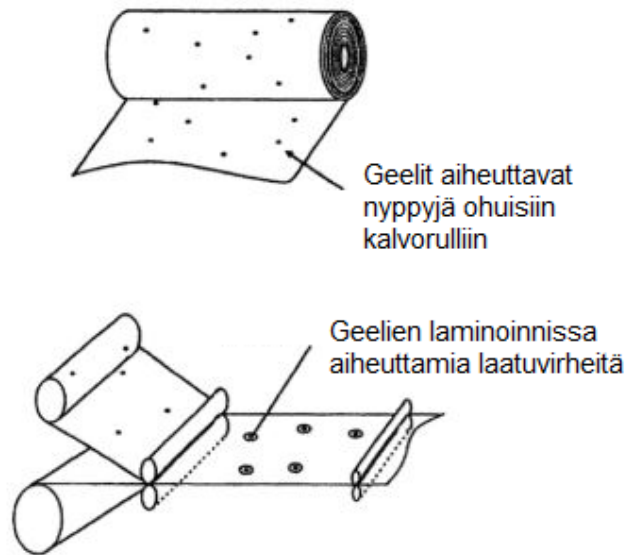
sekoittuvat huonosti muuhun muovimateriaaliin muodostaen poikkeavuuksia muovikalvolle. Tarttuessaan suuttimeen paakut voivat myös aiheuttaa naarmuja muovikalvoon. [3.]

Pääsääntöisesti geelit ovat paakkuja korkeamman moolimassan (HMW) polymeeriä, tai pieniä kontaminaatioita, jotka läpäisevät ja heijastavat valoa ympäröivästä muovimatriisista poiketen. Polymeerigeeli voi linssimäisen rakenteensa vuoksi toimia linssin tavoin aiheuttaen läpikulkevan valon taittumista ja sirontaa. Vianetsintä geelejä synnyttävästä ekstruusioprosessista voi olla haastavaa geelien lukuisien erilaisten ilmenemismuotojen vuoksi. Todennäköisimmän aiheuttajan selvittämiseksi on tärkeää määrittää geelityyppi sekä epäselvissä tapauksissa analysoida myös löydöksen tarkempi koostumus soveltuvalla analyysimenetelmällä. [4, s. 288; 5.]

Geelilöydösten kuvailuun on vakiintunut muutamia termejä: Kalansilmägeelit (Fish-eyes) ovat pyöreitä, läpikuultavia ja niiden sisältä voi erottua tumma piste. Kalansilmägeelien koko vaihtelee tuskin näkyvästä aina 1 mm:n läpimitäisiin asti. Neulanjälkigeelit (Pinpoint) ovat pieniä pyöreitä virheitä, jotka saavat pinnan näyttämään neulalla pistellyltä. Nuolenkärjet (Arrowheads) ovat ekstruuderin suuttimeen tarttuneen sulamattoman materiaalin aiheuttamia ryppyjä muovikalvossa. Nuolenkärkiä esiintyy pääsääntöisesti vain tietyillä ekstruuderin syöttönopeuksilla, ja ne ovat seurausta lämpötilan muutoksista työstön aikana. [4, s. 288–290.]

2.3 Geelien aiheuttamat ongelmat

Geelit huonontavat materiaalin tasalaatuisuutta ja aiheuttavat visuaalisia virheitä ollen suurin yksittäinen kalvotuotteiden laatua heikentävä ja asiakasvalituksia aiheuttava tekijä LDPE-tuotteissa [4, s. 288]. Tuotannossa taloudellisia menetyksiä aiheutuu tuotekohtaisten vaatimusten mukaan. Esimerkki geelien aiheuttamista ongelmista laminoitintuotteille on esitetty kuvassa 2.



Kuva 2. Havainnekuva geeleistä polyeteenifilmituotteessa ja niiden aiheuttamista laatuongelmista. [4, s. 292]

Eniten laatuongelmia aiheutuu ohuille kalvotuotteille. Lämpökuitamattomissa tai yli 0,51 mm:n paksuissa tuotteissa geelit eivät yleensä ole näkyviä [3]. Litistymisen ja geelipaakkaa ympäröivän kalvon kohouman vuoksi ohuelta polymeerikalvolta mitatut geelit voivat olla jopa kymmenen kertaa suurempia kuin sulasta tai muovatuista komponenteista havaitut. Visuaalisen haitan lisäksi geelipaakku voi aiheuttaa repeytymiselle altistavan heikon kohdan rasituksen keskittyessä yhteen pisteeseen muovikalvolla. [4, s. 288–289.] Kaapeli- ja putkilaaduilla geelien aiheuttamat heikot kohdat voivat altistaa tuotteen murtumiselle ja epäpuhtaudet voivat heikentää materiaalin eristyskykyä. [3; 6, s. 198].

2.4 Geelien syntymekanismit

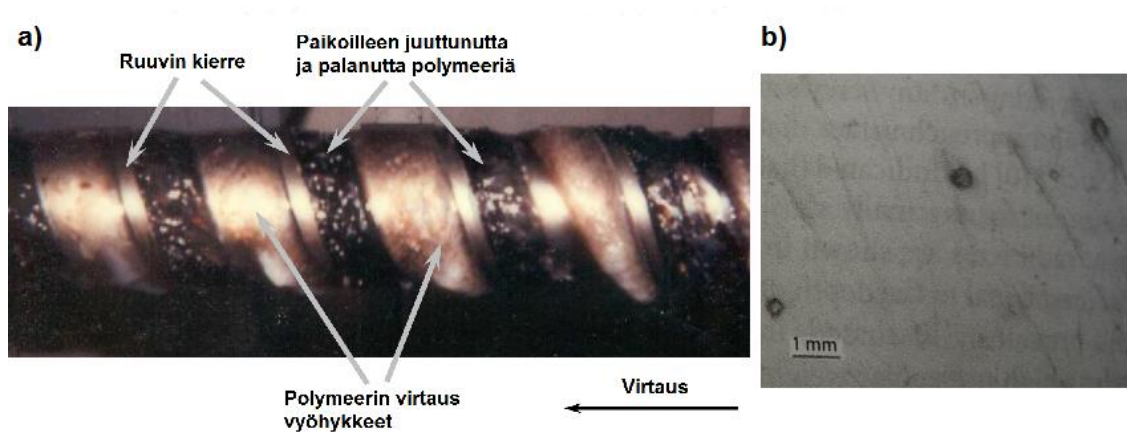
Geelit voivat muodostua HMW-materiaalista, korkeassa lämpötilassa silloittuneesta aineksesta, korkeita lämpötiloja kestävämmistä lisäaineista, kierrätetyn polymeerimateriaalin pölystä, epätäydellisesti reagoineista katalyytti- ja lisäainejäämistä (esim. silika ja kalsiumhydroksidi), sekä orgaanisista tai epäorgaanisista kontaminaatioista [3; 7]. Kaikilla PE-polymeereillä on taipumusta silloittua, mikä tekee materiaalista lämpöherkkää [4, s. 290]. Altistuessaan pitkäaikaisesti kuumuudelle happipitoisissa olosuhteissa polymeeriketjujen silloittuminen ja katkeilu johtaa hajoamistuotteiden esiintymiseen.

Korkeapaineprosessissa tuotettu PE-polymeeri kestää ekstruusion aikaisia lämpötiloja tunneista jopa päiviin, mutta jotkin lineaariset matalatiheys PE-polymeerit ovat huomattavasti herkempiä ja lämpöhajoamista voi esiintyä jo 15 min jälkeen. Hapettumisenestoaineilla voidaan suojata sulaa polymeeriä, mutta jos viipymäaika korkeissa lämpötiloissa on liian pitkä, alkaa silloittumista tapahtua suojakemikaalin kuluttua loppuun. [1, s. 348.] Alla on lueteltu geelien ilmenemistä aiheuttavia tekijöitä.

Geelejä muoveihin voivat aiheuttaa seuraavat tekijät:

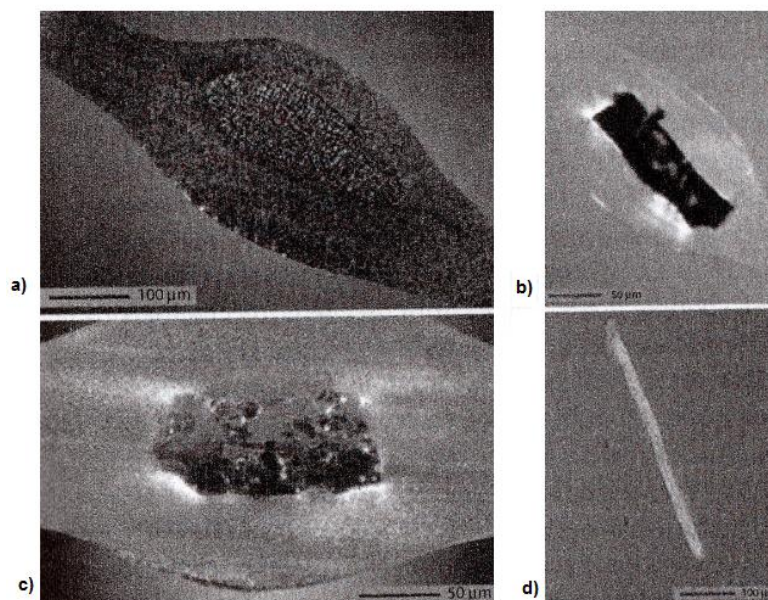
- Kuumuus, jonka seurauksena ns. kuolleisiin kohtiin muodostuu hapettuneita polymeerigeelejä muovimateriaalin juuttuessa paikoilleen pitkäksi aikaa tuotantoprosessissa, ekstruuderissa tai suuttimessa.
- Haasteelliset työstöolosuhteet. (mm. viipymäaika)
- Epätasaiset olosuhteet polymerisoinnin aikana (lämpötilan kohoaminen, happipitoisuuden kasvu, lämmön vaihtimien ja lauhduttimen tukkeumat).
- Tuotteen vaihdon yhteydessä matalamman sulaindeksin polymeerijäämien siirtyminen uuden tuotantolaadun joukkoon.
- Katalyyttijäämien, metallipintojen, ilman ja antioksidanttien väliset reaktiot.
- Lisäaineiden paakkuuntuminen.
- Silikajäämät (hiekkaa) epätäydellisestä fragmentoituneesta katalyytistä.
- Sivusyöttömateriaalin lisääminen uuden muovimateriaalin joukkoon. [4, s. 289.]

Geelejä voi muodostua polymerointireaktorissa, tuotanto- tai työstöekstruuderissa tai puhalluskalvon tuotannossa. Työstöekstruuderin ruuvissa, erityisesti loppupäässä ennen suutinta voi olla huonon virtauksen taskuja, joissa muovimassa altistuu pitkiä aikoja korkeille lämpötiloille. Optimoitu työstölämpötila ja polymeerin stabilointi vähentävät geelien ilmenemistä. Hapettumisen estoaine BHT (butyloitu hydroksitolueeni) pitoisuudella 200–500 ppm saattaa lisätä geelien esiintymistä LDPE-laaduissa, mutta alle ja yli tämän pitoisuusikkunan esiintyvyyden tulisi laskea selvästi. [8; 4, s. 292.] Tiheällä sihtipakalla voidaan tehokkaasti suodattaa kovat partikkelimaiset kappaleet pois sulasta muovimateriaalista. Kevyesti silloittuneet geelit, joita suurin osa geeleistä on, voivat kuitenkin puserua suodattimen läpi [4, s. 288–289]. Sihtipakkaa käytetään vain muovin tuotantolinjojen ekstruudereissa. Muovituotannon laadunvalvonnan geelimitauksiin käytettävissä ekstruudereissa ei ole sihtipakkaa. Kuvassa 3 on hapettunutta polymeeriä ekstruuderin ruuvissa ja muovikalvolle aiheutuneita geelejä.



Kuva 3. a) Ruuviin heikon virtauksen taskuihin palanutta polymeeriä. b) Ruuvista irronneita silloittuneita geelejä polymeerikalvolla [1, s. 352]

Alla kuvassa 4 on esimerkkejä muutamista yleisistä geelityypeistä.



Kuva 4. Esimerkkejä PE-kalvolla olevista geelityypeistä: a) Hapettunut ja silloittunut geeli, b) hiiltynyttä polyeteeniä, c) kontaminaation aiheuttama geeli, d) kuitukontaminaatio. [1, s. 349]

Kun geelejä ilmenee, on tärkeää määrittää, tulevatko ne raaka-aineen mukana vai syntyvätkö ne materiaalia työstettäessä. Polymerisaatioprosessista aiheutuneita geelejä kutsutaan P-geeleiksi. P-geelit ovat yleinen ongelma polyolefiineissä, ne muodostuvat polymeerin ylikuumentuessa reaktorin viipymäkohdissa. Geelit voivat olla myös peräisin

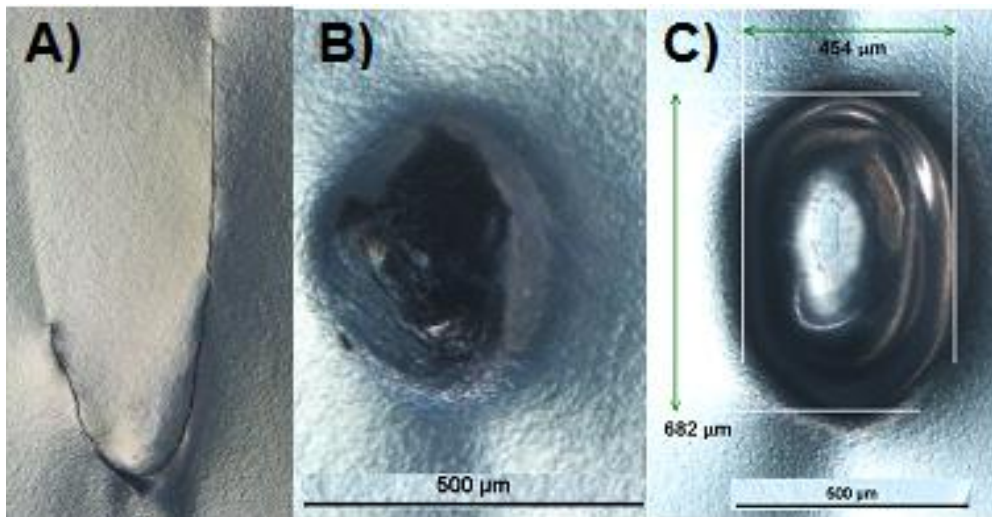
HMW-fraktioista, joita syntyy bimodaalisessa prosessissa tai huoltoa vaativassa reaktori-
tuotetusta polymeeristä. [3; 7.]

Ekstruusion aikana syntyneistä geeleistä puhutaan E-geeleinä. E-geelit johtuvat korkeista työstölämpötiloista tai pitkästä viipymääjasta ekstruuderissa. E-geelien välttämiseksi ruuvin ja suuttimen on oltava virtaviivaisia ja suuttimen pinnalla ei tule olla uurteita tai naarmuja, joihin sula polymeeri voisi juuttua ja hajota kuumuudessa. Edellisten lisäksi on valvottava, ettei ekstruuderin muovigranulaattien syöttösuppiloon päädy pölyä, kontaminaatiota toisesta muovilaadusta tai muovipelletistä blenderissä kuoriutuneita nauhoja. Tuotelaatua vaihdettaessa kaikki käsittelyyn käytettävät välineet tulisi huolellisesti puhdistaa paineilmalla. Ekstruuderin voidaan myös ennen työstettävän tuotteen ajoa ”päällystää” hyvin kuumuutta kestäväällä stabiililla muovilla. Tietyt apuaineet voivat vähentää geelinmuodostusta. Toisaalta lisättävä liukuaine tai paakkuuntumisen estotiiviste (masterbach) voivat osaltaan aiheuttaa geelejä, jos lisäaineen kantopolymeeri on likaista tai riittämättömästi stabiloitua. [3; 7.]

2.5 Geelityypit

Lämmön vaikutuksesta voimakkaasti hapettuneet kappaleet polymeerimateriaalissa luetaan geeleiksi. Hapettumisen seurauksena polymeeriketjut silloittuvat ja geelin väri tummuu normaalista poikkeavaksi [5]. Väri voi vaihdella kellertävän ja punertavan kautta tumman ruskeaan ja mustaan riippuen kappaleen lämpöhistoriasta. Vaaleammat kappaleet ovat tummempien esiasteita, jotka ovat kulkeutuneet muovimassan mukana ulos ekstruuderista ennen hapettumisen etenemistä pidemmälle. Yleisesti korkeampien työstölämpötilojen tulisi aiheuttaa enemmän hapettumia, mutta kaikkia niiden muodostumiseen vaikuttavia tekijöitä ei tunneta. Huonosti dispersoituneet lisäaineet voivat muodostaa agglomeraatteja, jotka ilmenevät paakkuina muovikalvossa. Polymeerin silloittumisen ja hapettumisen, sekä huonosti sekoittuneiden lisäaineiden lisäksi geelejä voivat aiheuttaa muovimateriaaliin kuulumattomat kontaminaatiot. Kuitukontaminaation aiheuttamat geelit ovat usein tunnistettavissa pitkulaisesta muoviharjanteen peittävästä muodosta. [4, s. 294–296.] Yleisesti geelin keskellä oleva piste tai ns. ”kalansilmä” viittaa geelin aiheutuneeseen kontaminaatiosta tai lämmönvaikutuksesta hapettuneesta materiaalista. Geelit, joissa pistettä ei ole näkyvissä, ovat todennäköisesti aiheutuneet kevyesti

silloittuneesta tai HMW-polymeeristä [3]. Kuvassa 5 on esimerkkikuvia yleisistä kalvovirheistä.



Kuva 5. a) Kuidun aiheuttama harjanne, b) Voimakkaasti hapettunut polymeerikappale, c) Soikea polymeerigeeli

Polyteenistä tavattavat geelit voidaan luokitella taulukossa 1 esitettyihin pääluokkiin.

Taulukko 1. Geelien luokittelu [1, s. 179, 348]

	Kuvaus	Ulkomuoto
1	Voimakkaasti hapettuneet	Mustia rosoisia ja murenevia kappaleita
2	Silloittunut ja hapettunut polymeeri	Väritään kellertävistä tumman ruskeisiin, rosoisia kappaleita
3	Lämmön vaikutuksesta silloittunut polymeeri	Värittömiä tai muun muovimatriisin värisiä geelejä
4	Korkean molekyylimassan polymeeri	Matriisiin sekoittumattomia, ei silloittuneita soikeita ja pyöreitä geelejä
5	Ekstruusiossa epätäydellisesti sulanut polymeeri	Pitkulaisia tai epämääräisen muotoisia, suuria kontaminaatioita
6	Agglomeraatit lisäainetivisteestä (Masterbatch)	Lisäainepaakkuja, pyöreä tai epämääräisen muotoinen, epätasainen pinta
7	Raaka-aineeseen kuuluttomat kontaminaatiot	Ulkomuodoltaan hyvin monimuotoisia eri muoviladuissa. Esim. metallia, pölyä, hiekkaa, kuituja tai puuta

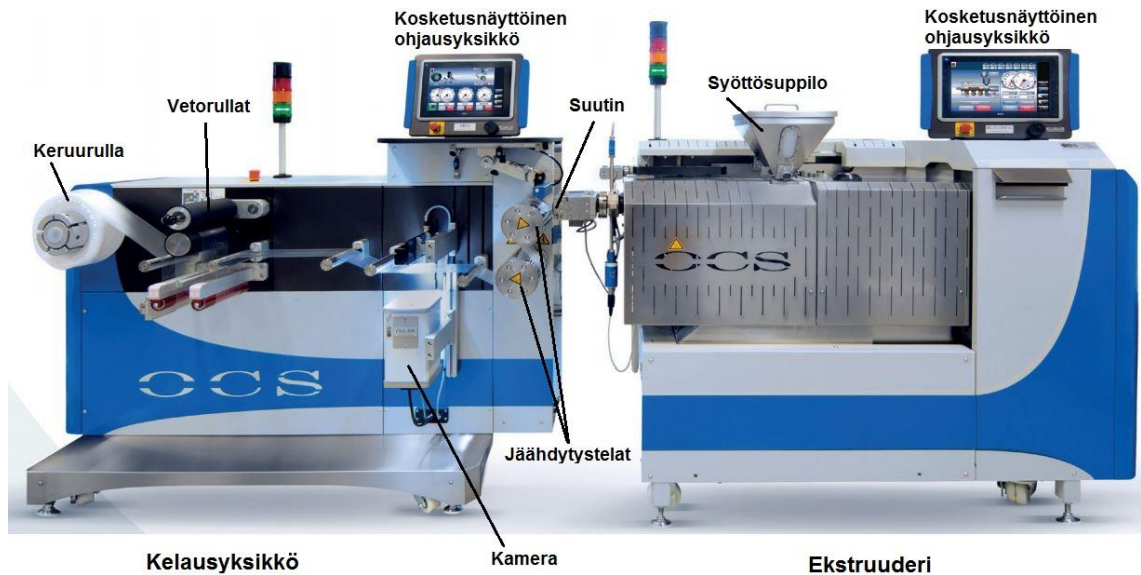
Taulukossa mainittujen geelityyppien lisäksi epätäydellisesti sekoittuneet tai reagoineet lisäaine- ja katalyyttijäämät voivat ilmetä sulamattomien partikkeleiden kasaumina, jotka näkyvät polymeerikalvossa pyöreinä, soikeina tai pitkulaisina kohoumina. Työstölaitteistosta voi myös aiheutua pitkulaisia naarmuja muovikalvoon mm. likaisesta suuttimesta tai naarmuuntuneista kuljetusteloista.

3 Geelien analysointimenetelmät

Tässä työssä raaka-ainepelleteistä ekstruuderilla tuotetulta tasokalvolta mitattiin ja analysoitiin geelilöydökset OCS-laitevalmistajan automatisoidulla mittauslaitteistolla. Tarkistusmittaukset ja tarkempi visuaalinen karakterisointi suoritettiin mikroskoopilla. Valikoiduille näytteille suoritettiin myös sulamiskäyttäytymisen seuranta lämpötasomikroskoopilla. Koostumuksen tarkempaa jatkoselvitystä ei tässä projektissa käytettävissä olevan rajallisen ajan vuoksi voitu suorittaa käytännössä.

3.1 Automatisoitu geelien mittauslaitteisto

Tasokalvovirheiden mittauslaitteisto koostui yksiruuviekstruuderista, kelauslaitteistosta sekä kelauslaitteistoon kiinteästi liitetystä kamerayksiköstä. Tulosten analysointi tapahtui laitteistoon yhteydessä olevalla tietokoneella analysointiohjelmistoa hyödyntäen. Havainnekuva samankaltaisesta laitteistokokonaisuudesta on esitetty kuvassa 6. Käytetyn laitteiston tarkempi rakenne on havainnollistettu liitteessä 1.



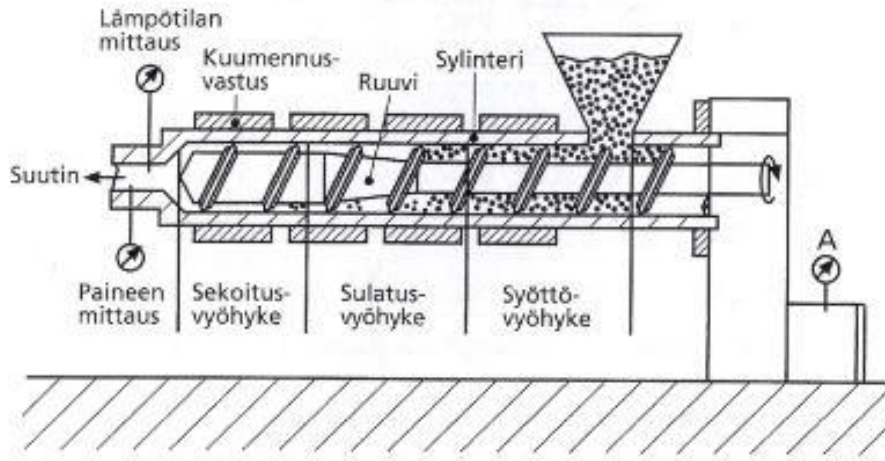
Kuva 6. Kalvon analysointilaitteisto [9]

Raaka-ainepelletit työstettiin tasokalvoksi ekstruuderilla eli sulakepuristimella. Sula muovimassa kiteytettiin hallitusti kelausyksikön jäähdytysteloilla ja kalvo johdettiin ohjaustelojen kautta kameralaitteiston mitattavaksi. Ekstruuderin vyöhykelämmöt, ruuvinopeus sekä kelausyksikön jäähdytystelojen lämpötila ja kelausnopeus oli optimoitu tuotelaatukohtaisesti sopiviksi.

Ekstruuder

Mittausekstruderin tarkoituksena on tuottaa noin 70 µm:n paksuista tasokalvoa materiaalin laadunvalvontaan. Laitetta ohjelmoidaan kosketusnäyttöisellä kontrollointiyksiköllä. [10, s. 6.]

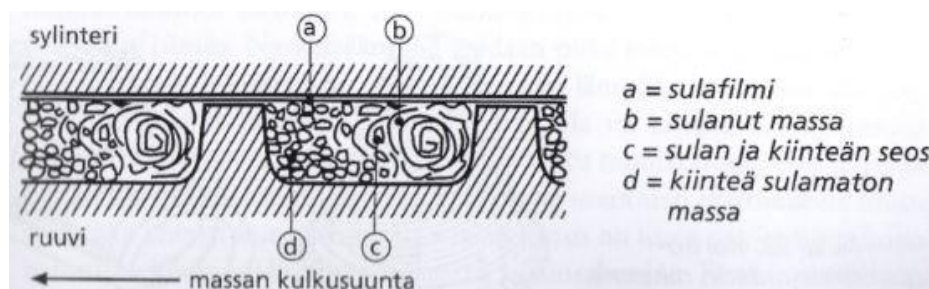
Muovigranulaatit syötetään näytesuppiloon, josta ne päätyvät syöttövyöhykkeelle ekstruuderin sylinteriin. Sylinteri on lämmitetty koko pituudeltaan, ja se on jaettu kolmeen lämmitysvyöhykkeeseen. Vyöhykelämmöt asetettiin ajettavan tuotteen sulaindeksiin (SI) perusteella. Mitä suurempi on tuotteen SI-arvo, sitä alhaisemmat lämmöt asetetaan ekstruuderiin. Ennen suutinta on sulamassan lämpötila- ja paineanturit, joilla seurataan ekstruusio-olosuhteita. [10, s. 10; 6, s. 103.] Kaavakuva ekstruuderin rakenteesta on esitetty kuvassa 7.



Kuva 7. Ekstruuderin rakenne [6, s. 101]

Ekstruuderissa on sylinterin sisällä pyörivä muotoiltu kierukkaruuvi, joka siirtää muovigranulaatit syöttösuppilosta suuttimelle. Ekstruusion aikana raaka-aine sulaa vähitellen kitkan ja sähkövastusten tuottaman lämmön vaikutuksesta. Ruuvien loppupäässä on sekoitusvyöhyke, jossa muovisula homogenisoituu. [6, s. 100.]

Materiaalin syöttövaiheessa esiintyy kitkaa muovipellettien välillä, muovin ja sylinterin sekä muovin ja ruuvien välillä. Syöttö on sitä tehokkaampaa, mitä suurempi on kitkakerroin sylinterin ja polymeerimassan välillä ja mitä pienempi ruuvien ja muovin välillä. [11, s. 269.] Sulafilmi syntyy sylinterin ja muovin välisen kitkan vaikutuksesta. Muovisulan tiheys on korkeampi kuin pellettien. Tästä syystä syntynyt sulamassa kiertyy ruuvien harjaa vasten. Sylinterin ja ruuvien välyksestä syntyy takaisinvirtaus. Lämpö siirtyy sulan muovin välityksellä paremmin granulaatteihin, joten takaisinvirtaus edistää muovin sulamista. [6, s. 100–101.] Takaisinvirtaus on havainnollistettu kuvassa 8.



Kuva 8. Muovien sulaminen ruuvien välyksessä [6, s. 101]

Kelausyksikkö

Kelauslaitteiston alussa on kaksi jäähdytystelaa, joiden kautta kulkiessaan sula muovikalvo kiteytyy. Kiteytymisen apuna useimmilla tässä työssä testatuista tuotteista käytettiin jäähdytystelan pinnalle suunnattua ilmavirtaa (ilmaharjaa). Ilmaharja puhaltaa jäähdytysilmaa kiteytyvälle muovikalvolle sen kulkiessa ensimmäisen jäähdytystelan yli. Ilmaharjan käytöllä voidaan esimuotoilla suuttimesta puristuvaa sulaa muovifilmiä sen asettuessa jäähdytystelan pinnalle. Kiteytyvään tasokalvoon saadaan ilmavirran avulla sileämpi pinta ja tasaisempi paksuus. [12, s. 15]. Kuljetustelojen kautta analysoitava kalvo kulkee kamera- ja lamppuyksiköiden välistä päätyen lopuksi keruurullalle.

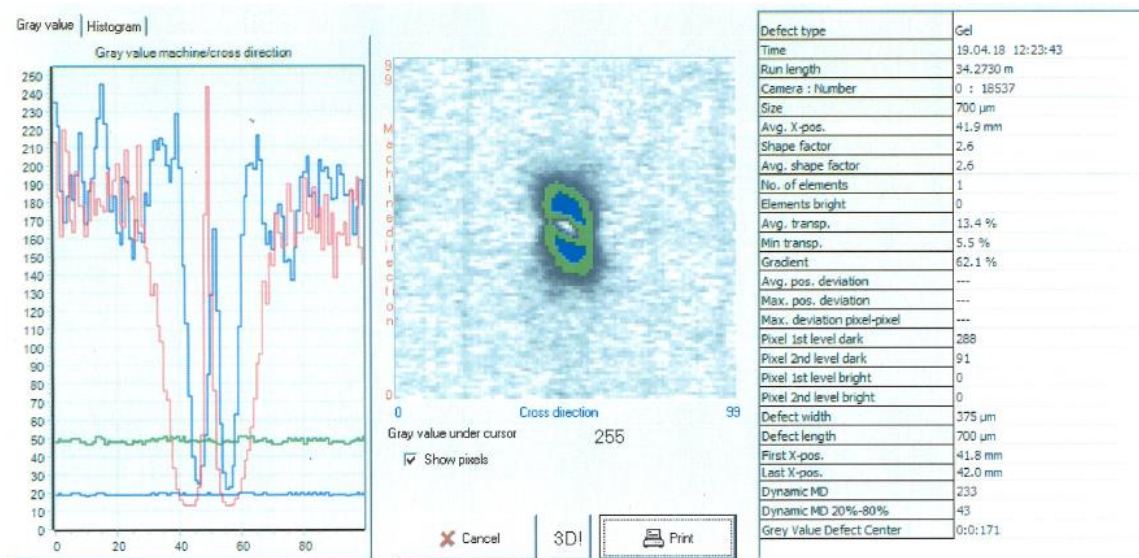
Kameralaitteisto ja geelitulosten laskenta

Kameralaitteisto on kiinteästi liitetty kelausyksikköön. Analysointiyksikkö koostuu digitaalikamerasta ja halogeenilampusta, sekä niihin liitetystä analysointiohjelmistolla varustetusta tietokoneesta. Mittaus perustuu harmaasävykuvien reaaliaikaiseen analysointiin [13, s. 31].

Poikkeavuuksien havaitseminen kalvolta ja niiden luokittelu geeliksi tai kontaminaatioksi tehdään valon läpäisevyyden avulla. Erityinen CCD-kenno kamerassa havaitsee lamppuyksikön tuottaman valon. Kuv sensori (CCD line sensor) koostuu jonosta valoherkkiä pikseleitä, signaalin voimakkuuden perusteella muodostuu harmaasävykuva kohteesta. Pikselit edustavat pienintä käsiteltävissä olevaa harmaasävykuvan osaa. Pikselin sivun pituus on pienin teoreettisesti havaittavissa oleva virhekoko. Valon määrästä riippuen yksittäisen pikselin harmaasävy voi olla välillä 0 (musta) - 255 (valkoinen). [13, s. 31.] Analyysilaitteisto lukee ja tulkitsee pikseleiden harmaasävyarvoja jatkuvasti näyteajon aikana. Kalvolla oleva kontaminaatio läpäisee huomattavasti vähemmän valoa kuin linssimäinen polymeerigeeli. Laitteistolle määritelty valon läpäisevyyden raja-arvo (kameran herkkyys) geelille on 25–11 ja arvon ollessa 10 tai alle havainto määritellään kontaminaatioksi. [14, s. 15.]

Kameralle kalvon läpi pääsevän valon arvo (Gray Level) kertoo kuinka hyvin poikkeavuuksien aiheuttamat varjostumat erottuvat niitä ympäröivästä matriisista. Asetusarvo valon määrälle on 180, jos mitattu arvo laskee huomattavasti alle asetusarvon, ei

kamera kykene tarkasti erottamaan kalvovirheitä. [14, s. 16.] Kuvassa 9 on esimerkki yksittäisen geelilöydöksen OCS-mittaustuloksista.



Kuva 9. Yksittäisen geelin OCS-mittaustulokset pituus-menetelmällä mitattuna (näyte K1N25)

Analysointiohjelmiston pikseliasetuksilla määritetään, millä etäisyydellä toisistaan sijaitsevat löydökset tulkitaan erillisiksi geeleiksi. Yhden pikselin sivunpituus käytetyllä laitteistolla vastaa 25 µm:n välimatkaa, jolloin kahdeksan pikselin asetuksella erillisten geelien tulee olla toisistaan vähintään 0,2 mm:n etäisyydellä toisistaan. [14, s. 17.]

Muotokerroin (Shape Factor) antaa karkean arvion kalvovirheen muodosta. Täydellisen pyöreäksi tulkittu löydös saa muotokertoimen 1. Mitä suurempi muotokerroin, sitä pitkulaisemmaksi tulkittu löydös. Kuitumaisiksi tulkitaan muotokertoimeltaan raja-arvon 4,5 ylittävät löydökset. Kertoimen laskukaava esitetty alla: [13, s. 34.]

$$\text{Muotokerroin} = \frac{\text{löydöksen piiri}^2}{4 * \pi * A_{\text{löydös}}} \quad (1)$$

Kameraohjelma mittaa geelivirheen pituuden ja leveyden yhden pikselin eli käytetyn kameran resoluutiolla 25 µm:n tarkkuudella. Käytössä olevassa mittaustavassa löydöksen koko mitataan havaitun virheen pituudesta työstösuunnassa, eli ekstruuderin suuttimesta kelausyksikön keruurullaan päin. Pikselin sivunpituuden ja määrän perusteella

laitteisto laskee löydöksen pituuden mikrometreinä. Muita laitteistolle mahdollisia mitaustapoja ovat kalvovirheen leveys, pituuden ja leveyden lävistäjät, sekä ympyrän malliseksi muutetun löydöksen pinta-alan halkaisija (Circle) [13, s. 34].

Analysointiohjelmisto laskee muovikalvolta havaitut geelivirheet keskiarvona neliometriä kohti ja tulokset jaetaan geelin pituuden perusteella neljään kokoluokkaan: 100–299 μm , 300–599 μm , 600–1000 μm ja yli 1000 μm . Alle 100 μm :n pituisia löydöksiä ei mitata. Kontaminaatiot lasketaan mukaan geelituloksiin, kuitumaisten virheiden osuus lasketaan erikseen. Koska tuotelaatujen tiheys ei ole yhtenevä, muutetaan tulokset muotoon geeliä per kilo. Yksikkömuunnos tehdään, jotta erilaisten muovilaatujen tulokset saadaan keskenään vertailukelpoisiksi. Geeliä/kg tulos saadaan laitteistolle ohjelmoidulla muunto-kaavalla.

Laadunvalvonnan käytössä olevan pituus-menetelmän rinnalla testattiin Circle-menetelmää, jotta selviäisi kumpi mittaustapa on sopivampi kalvovirheiden koon määrittämiseen. Circle-menetelmässä määritetään ensimmäiseksi löydöksen pinta-ala sen aiheuttamien varjostuneiden pikselien lukumäärästä. Laskettu pinta-ala muutetaan saman suuruiseksi ympyrän alaksi. Löydöksen koko on ympyränmalliseksi muutetun pinta-alan halkaisija. [13, s. 34.]

3.2 Lämpötasomikroskooppi

Valittujen näytteiden sulamiskäyttäytymistä tutkittiin lämpötasomikroskoopilla. Tarkoituksena oli verrata geelin sulamiskäyttäytymistä sitä ympäröivään muovimatriisiin. Kiteytymisen seuraamisen helpottamiseksi näyteajojen seurannassa käytettiin polarisaattoria. Näytteen sulaessa tarkkailtiin myös, jääkö geelistä jäljelle sulamatonta materiaalia.

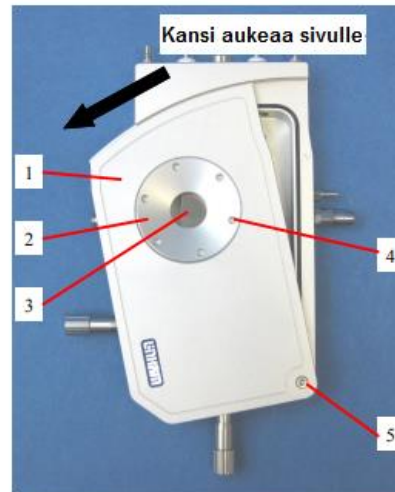
HMW-polymeerigeelit sulavat täysin näytekammion lämpötilan noustessa. Lämmön las-kiessa geeli kiteytyy muodostaen kiinteän muusta matriisista erottuvan kappaleen. Koska polymeerigeelit eivät ole hapettuneita, ne eivät erotu värin perusteella muusta muovimateriaalista. [5.] Sulamattomille löydöksille oli alkuperäisenä tavoitteena tehdä jatkoselvityksiä, niiden alkuperän selvittämiseksi, mutta tähän ei käytännössä ollut aikaa. Jatkoanalysointiin soveltuvia menetelmiä on käsitelty lyhyesti teoreettiset analysointimenetelmät osiossa.

Mikroskoopin lämpötilakontrolloitu osio koostuu näytekammioista, jossa näyte asetetaan kuumenevan ja viilenevän hopealevyn päälle niin, että preparaattilevy on hieman irti hopealevystä. Kammion rakenne on esitetty kuvassa 10.

Näytekammion rakenne

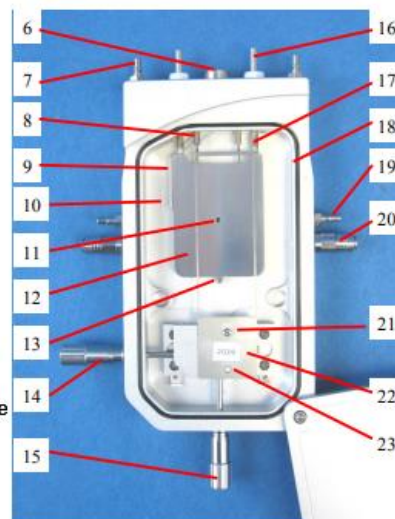
Kannen rakenne

1. Kansi
2. Kannen sisäosa
3. Tarkkailuikkuna
4. Kolot kiinnikkeille
5. Sarana

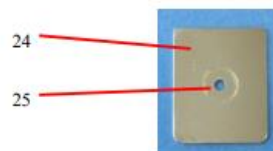


Kammion rakenne

6. Kaapeliliitin
7. Jäähdytysvesiliitin
8. Lämpöelementin vaijeri
9. PT100 platina lämpösensori
10. Näytekammio
11. Apertuurin aukko (2,5 mm)
12. Hopeinen kuumennus/viilennys elementti
13. Lämpöelementin tuki
14. Y -akselin siirrin
15. X -akselin siirrin
16. Nestetyyppijäähdytysliitin
17. Jäähdytysputki nestetyypelle
18. Kuminen tiiviste
19. Jäähdytysvesiliitin
20. Kaasuhuuhteluventtiili
21. Kiinnitysruuvi preparaattilevyn pidikkeelle
22. Preparaattilevyn pidike
23. Kohdistustappi preparaattilevyn pidikkeelle



24. Hopeinen lämpökilpi
25. Apertuurin aukko (5mm)

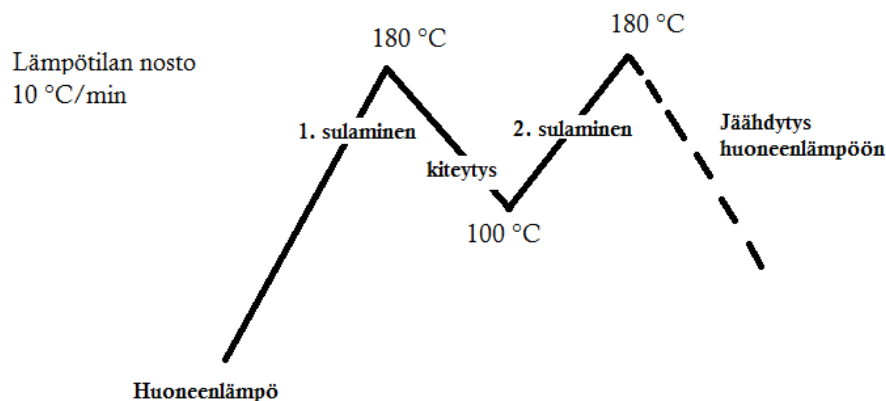


Kuva 10. Lämpötilakontrolloidun LTS420-näytekammion rakenne [15, s. 7]

Näytteen tulisi olla mahdollisimman ohut ja pienikokoinen, jotta lämpö siirtyy mahdollisimman kontrolloidusti hopealevystä näytteeseen. Näyte peitetään peitinlasilla, jonka

pintaa painetaan kevyesti pinseteillä, jotta näyte olisi mahdollisimman ohut ja lasin välissä olisi mahdollisimman vähän ilmaa. Ilmakuplat voivat häiritä sulamiskäyttäytymisen seurantaa. Tarkkaan kontrolloitujen testilämpötilojen varmistamiseksi käytettiin näytteen päällä erillistä hopeakannta. Kansi takaa hyvän lämmön siirtymisen elementin reunoilta luoden stabiilin lämpötilan näytteelle. Ajon aikana näytekammioon johdettiin inerttikaa-suvirta, kaasuna käytettiin typpeä. Heliumia ei suositella, koska sillä on korkea lämmön-johtavuus ja se saattaa jäähdyttää hopeatasoa liikaa vääristäen tuloksia. Kaasuvirralla luotu typpiatmosfääri osaltaan suojaa näytettä hapettumiselta korkeissa lämpötiloissa ja hoitaa kammion jäähdytyksen. Käytetyllä kokoonpanolla korkein laitteiston kestävä kuumennuslämpötila oli +300 °C. Laitteiston kestävä lämpötila on mahdollista nostaa vesijäähdytyksellä enintään +420 °C :seen. [15.]

Näytelaatujen lämpöohjelman pohjana käytettiin ohjelmaa, joka nosti lämpötilaa 10 °C/min. Analysoinnin aikana näyte sulatetaan, kiteytetään ja sulatetaan uudelleen. Ensimmäinen sulaminen ei näyteleikkeen epätasaisuuden vuoksi anna yhtä tarkkaa tietoa geelin ja matriisin välisestä sulamislämpötilaerosta kuin kiteytyksen jälkeen tehtävä toinen sulaminen. Lämpötilat nostetaan ohjelman aikana hieman yli matriisin sulamisalueen ja lasketaan alle kiteytymisalueen. Ajo päättyy, kun toisen sulatuksen ohjelman mukainen lämpötilamaksimi on saavutettu. Ajon jälkeen laite viilentää näytekammion typpivirralla takaisin huoneenlämpöön. Tehtäessä peräkkäisiä ajoja ei aloituslämpötilan tarvinnut olla huoneenlämmössä, mutta kuitenkin selvästi alle näytematriisin sulamisalueen. Kuvassa 11 on havainnekuva lämpöohjelman etenemisestä.



Kuva 11. Lämpötasomikroskoopin perusohjelman havainnekuva

Valitut geelinäytteet irrotettiin näytekalvosta etanolilla puhdistetulla lasialustalla skalpellilla leikkaamalla. Näytteitä käsitellessä käytettiin muovisia suojakäsineitä kontaminaation riskin vähentämiseksi.

Koska geelinäytteitä oli erilaisista tuotelaaduista, optimoitiin lämpötilaohjelma tuotteittain sopivaksi. Korkeamman sulamispisteen tuotteilla lämpötilan nostot tehtiin hieman korkeammalle kuin matalan sulamispisteen tuotteilla. Lämpöohjelmaa voitiin tarpeen mukaan muokata kesken näyteajon. Nostamalla sulatusvaiheen maksimilämpötilaa, voitiin tarkkailla, saadaanko sulamattomiksi jääneet osat sulamaan, tai jos näytteeseen jäi ajon seuranta häiritsevä ilmakupla, voitiin asettaa pitoaika tiettyyn lämpötilaan, mikä on korkeampia lämpötiloja hellävaraisempaa näytteelle.

3.3 Optisten ominaisuuksien mittaaminen

Optisten ominaisuuksien mittauksilla haluttiin testata, voidaanko automaattisen geelien analysointimenetelmän korjauskerrointa ennustaa luotettavasti nopealla ja helpolla mitausmenetelmällä. Mittaukset tehtiin Gardner instrument Haze-Gard Plus -laitteistolla. Käytetty menetelmä oli standardiin ASTM D1003 perustuva Borealoksen oma menetelmä (BTM 14357). Laitteistolla voidaan mitata kalvonäytteen sameus, läpäisevän valon määrä ja kirkkaus. Menetelmällä mitataan valonläpäisevyysominaisuuksia näytteen kohtisuorasti läpäisevän valonsäteen avulla. [16.]

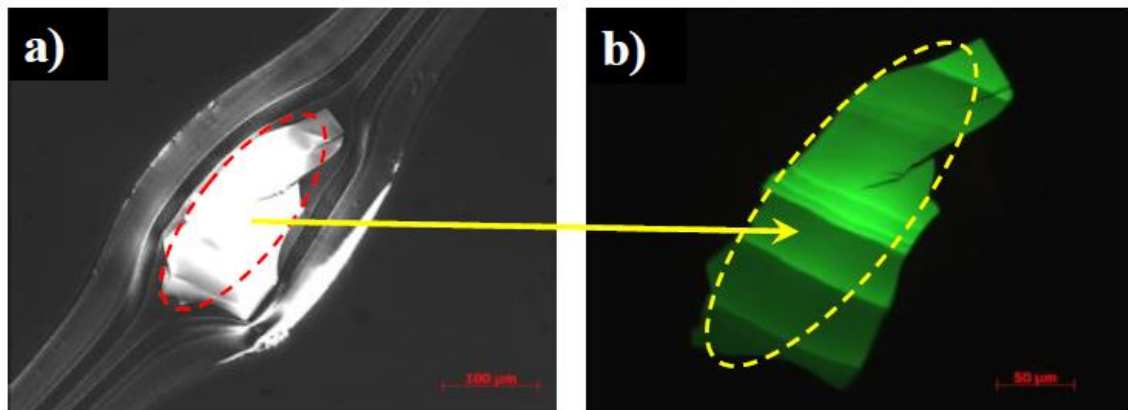
3.4 Teoreettiset analysointimenetelmät

Röntgenfluoresenssia lukuun ottamatta tämän osion menetelmiä ei testattu käytännössä. Menetelmien tarjoamista mahdollisuuksista tehtiin suppeat teoreettiset selvitykset.

Fluoresenssi

Mahdollisesti helpoin tapa tunnistaa lämmön vaikutuksesta silloittuneita polymeerigeellejä on tutkia geelin leikkauspintaa mikroskoopilla polarisoidulla valolla ja UV-valolla. Hapettumisen seurauksena silloittuneet polyeteeniketjut fluoresoivat näkyvää valoa

absorboituaan UV-säteilyä. Lievästi silloittuneet geelit eivät välttämättä fluoresoi havaittavia määriä. [5.] Kuvassa 12 on fluoresoiva hapettunut geeli.



Kuva 12. Lämmön vaikutuksesta hapettunut ja silloittunut geelileike a) kuva polarisoidussa valossa b) Geeli fluoresoi absorboituaan UV-valoa [5]

Röntgenfluoresenssi

Menetelmällä voidaan analysoida alkuaineita, mutta geelinäytteiden pieni koko on ongelmallinen. Normaalille XRF-laitteistolle näytettä tarvittaisiin paljon, jotta saataisiin luotettavia analysoitavia tuloksia. Käytännössä menetelmä vaatii mikroskooppin XRF-laitteiston (esim. SEM-EDX). Analyysin onnistuessa tulokseksi saataisiin pitoisuuden likiarvo geelissä verrattuna matriisiin. Likiarvosta voitaisiin tulkita, rikastuvatko jotkin analyytit geelipitoisessa näytteessä, esim. kalsiumin tai katalyyttikomponentin määrä geelipitoisessa näytteessä verrattuna vastaavien komponenttien määrään geelittömässä näytteessä. Tulosten perusteella on mahdollista tulkita, ovatko muovissa geeleistä löytyneet sulamattomat kappaleet mahdollisesti peräisin katalyytistä tai lisäaineena käytetystä kalsiumstearaatista. [17, s.133–136.]

SEM-EDX

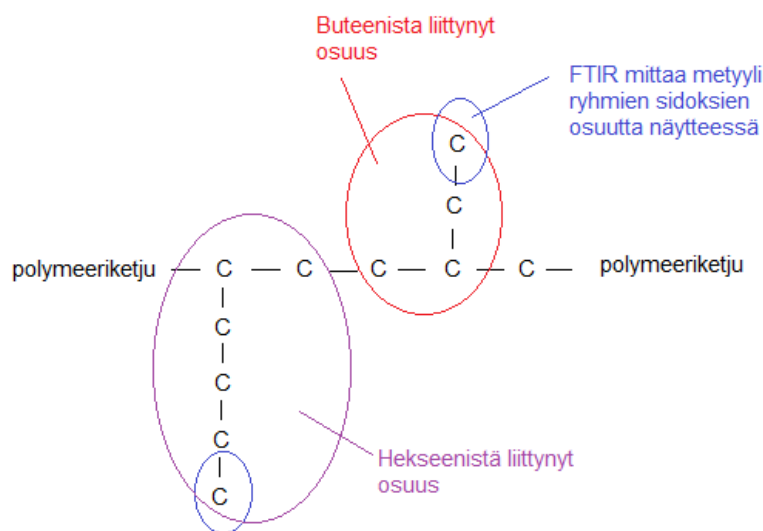
Epäorgaanisten kontaminaatioiden koostumuksen selvittämiseen hyvä vaihtoehto on SEM-EDX (Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy). Se on helpommin sovellettava menetelmä geelien alkuainekoostumuksen analysointiin verrattuna normaali XRF:ään. Näytemäärä ei ole ongelma, koska mittaus saadaan kohdennettua yksittäiseen geelinäytteeseen. Materiaalissa paikallisesti esiintyvillä pienillä

alkuainejäämille menetelmä voi olla jopa liian tarkka, jolloin ongelmana on pienen mitta-alueen kohdentaminen oikeaan kohtaan näytteessä. Analysoitavan näytteen pinta tulee mittausta varten tehdä sähköä johtavaksi esim. ohuella hiilipinnoitteella. [5.]

Infrapunaspektrometria

FTIR-spektroskopiaa eli matemaattiseen Fourier muunnokseen pohjautuvaa infrapunaspektroskopiaa voidaan hyödyntää aineiden tunnistamiseen ja molekyylien rakenteiden selvittämiseen. Mikroskooppi FTIR-laitteistolla voidaan selvittää näytteen komonomeeripitoisuus. Komonomeeri on monomeeri, joka yhdessä perusmonomeerin kanssa muodostaa kopolymeerin. Käytännössä FTIR mittaa, kuinka paljon polymeerissä on metyyliryhmiä (-CH₃). Komonomeeripitoisuus vaikuttaa polymeerin tiheyteen ja sitä kautta sulamispisteeseen. Menetelmällä ei kuitenkaan voida erottaa eri komonomeerityyppejä toisistaan. [17, s. 90.]

Mittauksen kohdennus oikeaan kohtaan pienessä näytteessä on ongelmallista normaalilla FTIR-laitteistolla. Menetelmää ei testattu käytännössä, koska tarkoituksenmukaista laitteistoa ei ollut käytettävissä. Kuvassa 13 on havainnekuva polymeeriketjuun liittyneistä komonomeereista, ja niiden yhteydessä olevista metyyliryhmistä.



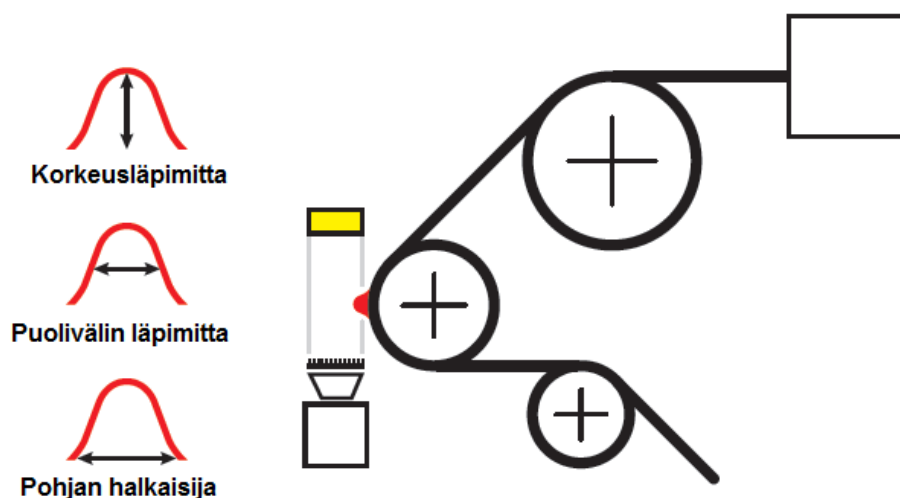
Kuva 13. Hekseeni ja buteeni komonomeerit polymeeriketjussa

Ydinmagneettinen resonanssi

NMR:ää eli ydinmagneettista resonanssispektrometriaa käytetään pääasiassa orgaanisten yhdisteiden rakennemäärittäisiin. NMR on FTIR-menetelmää tarkempi komonomeeripitoisuuden määrittämiseen ja sillä voidaan erottaa myös eri komonomeerityypit toisistaan. (buteeni, hekseeni ym.) [17, s. 113.]

Nauhamenetelmä

Mahdollisesti soveltuvana vaihtoehtona nykyiselle geelien analysointilaitteistolle huonosti soveltuville hyvin sameille tuotelaaduille on nauhan pinnan kuvausmenetelmä. Menetelmä perustuu nauhan pinnan kuvaamiseen ja analysointiin kameralaitteistolla. [9.] Esimerkkikuva pinnankuvauksen toimintaperiaatteesta on esitetty kuvassa 14.



Kuva 14. Nauhan pinnankuvauksen havainnekuva [9]

Mittauksen aikana ekstruuderilla tuotettu nauha kuljetetaan jäähdytystelojen avulla kameralle. Kameralaitteisto mittaa heijastuvan valon avulla nauhan pinnalla olevat epätasaisuudet. Havaitut epätasaisuudet, sekä niiden sijainti ja mittaustulokset voidaan merkitä nauhapätkään tarratulostimella tai laserilla ja eritellä nauha mahdollista jatkoanalysointia varten. [9.]

4 Tuotekuvaukset

Kaikki tässä työssä tarkastellut muovilaadut edustivat bimodaalista polyeteeniä. Vain P2-putkituote oli värillinen, muut näytelaadut olivat värittömiä. Kaikki näytteet olivat raaka-ainepellettejä.

Kalvolaaduista valmistetaan lopputuotteina mm. laminointikalvoa ja erilaisia pakkausmateriaaleja. Kaapelituotteista tuotetaan sähkö- ja tietoliikennekaapeleiden päällysteitä ja putkituotteista pääasiassa paksuseinämäisiä ja suuriläpimittaisia putkia mm. vesiputkia ja kaapeleiden suojaputkia.

Sulaindeksin lyhenteen (SI) perässä oleva numero kertoo, onko indeksi mitattu 2 kg:n vai 5 kg:n painolla. Tuotelaatujen tyypilliset ominaisuudet on lueteltu alla:

Kalvotuotteet:

- F1:n SI₂ oli 1,5 g/10 min ja tiheys 918 kg/m³
- F2:n SI₅ oli 0,95 g/10 min ja tiheys 923 kg/m³
- F3:n SI₅ oli 0,85 g/10 min ja tiheys 933 kg/m³
- F4:n SI₅ oli 2,0 g/10 min ja tiheys 937 kg/m³

Kaapelituotteet:

- K1:n SI₂ oli 0,85 g/10 min ja tiheys 923 kg/m³
- K2:n SI₂ oli 1,7 g/10 min ja tiheys 944 kg/m³

Putkituotteet:

- P1:n SI₅ oli 0,24 g/10 min ja tiheys 950 kg/m³
- P2:n SI₅ oli 0,25 g/10 min ja tiheys 951 kg/m³

5 Laitteet ja mittavälineet

Opinnäytetyössä hyödynnetyt laitteet lueteltu alla:

- Ekstruuderit: OCS, malli ME-25/5800 V3
- Kelausyksikkö: OCS, malli CR-9
- Kamerayksikkö: OCS, malli FSA-100, ohjelmistoversio: 5.0.4.6
- Mikroskooppi: Nikon SMZ 1500, kontrolliohjelmisto: NIS-Elements D 3.2
- Lämpötasomikroskooppi: Linkam LTS 420, kontrolliohjelmisto Link 1.1.0
- Sameusmittauslaite: Gardner Instrument Haze-Gard Plus.

6 Analyysien suoritus

6.1 Geelien analysointi automaattisella laitteistolla

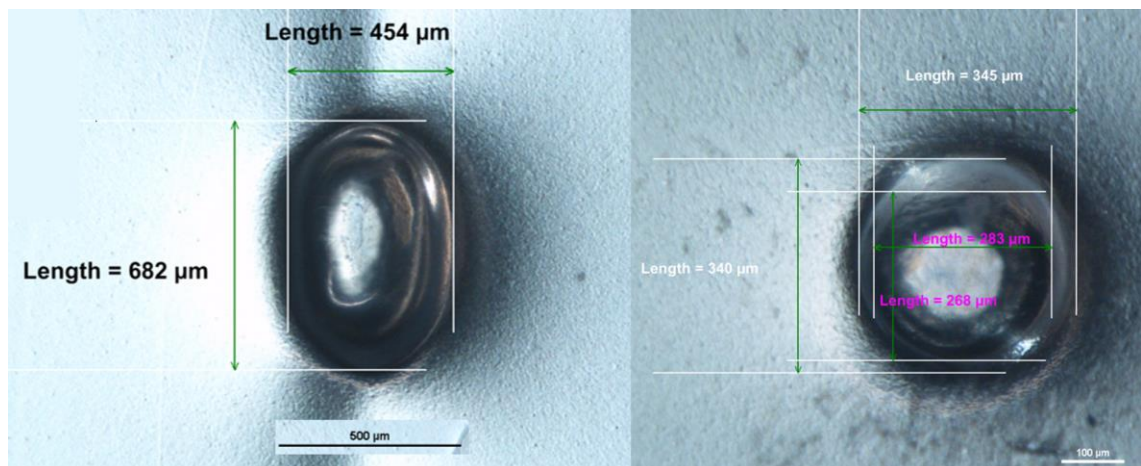
Näyteajossa OCS-laitteistolla käytettiin valmiita tuotekohtaisia asetuksia. Koville muovituotteille, joilla sulaindeksi on matala, asetettiin kovemmat lämmöt kuin pehmeille korkean sulaindeksin omaaville tuotteille. Vaihdettaessa näytelaatua juoksutettiin uutta näytettä ekstruuderin lävitse, kunnes suuttimesta puristuva kalvo näytti silmämääräisesti tasalaatuiselta ja tämän jälkeen odotettiin vielä 12 min ennen mittausten aloitusta. Näyteajon aikana tarkkailtiin ohjelmiston piirtämästä diagrammista havaittujen tasokalvovirheiden määrää. Selkeä vähenevä tai kasvava trendi tuloksissa viittaa siihen, ettei muovi-laatu ole vaihtunut kunnolla ja näyteajo tulee uusiksi. Vaihdettaessa kovemmassa tuotteesta pehmeämpään vaadittiin pidempi juoksutusaika. Pehmeä tuote sekoittuu hitaammin kuin kova. Ero johtuu muovin ja ekstruuderin ruuvien välisistä leikkausvoimista [3]. Ajon aikana mahdollisesti esiintyvät geelihavaintopiikit johtuvat näytteen epähomogeenisuudesta.

Näyteajon aikana tasokalvolle merkittiin permanenttitussilla kameran kuvaamia virhekohtia ja näytteen sisältävät kalvopätkät kerättiin talteen. Geelin sisältävä näytepätkä liitettiin OCS-mittaustulokset sisältävään tulosteeseen. Kerättyjen näytteiden tunnistus varmistettiin valopöydällä loopilla ja löydöksen kokoa, muotoa ja sijaintia kalvon

leveyssuunnassa verrattiin kameran mittaamiin tuloksiin. Jos muoto, koko ja sijainti vastasivat OCS-tuloksia, voitiin näytteen todeta olevan sama, jonka kamera oli kuvannut. Selkeästi virheelliset näytteet, jotka eivät edustaneet analyysilaitteiston mittaamaa näytettä karsittiin pois aineistosta.

6.2 Mikroskooppimittaukset

Tarkempi koon mittaus kalvovirheille tehtiin valomikroskoopilla, mittausohjelmaa apuna käyttäen. Kalvovirheestä mitattiin suurin pituus ja leveys. Tuloksia verrattiin OCS-laitteiston ilmoittamiin. Mittauksen yhteydessä tulkittiin kalvovirheen muoto ja alustava tyyppi. Monet geelit olivat kalvon sameuden ja huonon valonläpäisevyyden vuoksi vaikeatulkintaisia. Koska geeleistä erottui usein lukuisia rajapintoja, luotettavimmaksi menetelmäksi osoittautui ottaa mitat uloimmasta erottuvasta rajapinnasta. Alla kuvassa 15 on kaksi esimerkkikuvaa geelien mittauksesta F1-tuotteesta:



Kuva 15. Esimerkkikuvat geelien mittauksesta mikroskoopilla

Eri tuotelaaduista kalvolaadut olivat helpoimpia mitattavia. Kaapeli- ja putkituotteilla kalvon sameus vaikeutti mittauksia. Yleisesti mitä kirkkaampi tuote, sitä tarkemmin poikkeamien muoto ja koko on havaittavissa kameralla ja mikroskooppimittauksia tehtäessä.

Lämpötasomikroskoopilla analysoitiin tarkemmin valikoitujen näytteiden sulamiskäyttämistä. Näytteet leikattiin skalpellilla irti näytematriisista ja aseteltiin preparaattilasille.

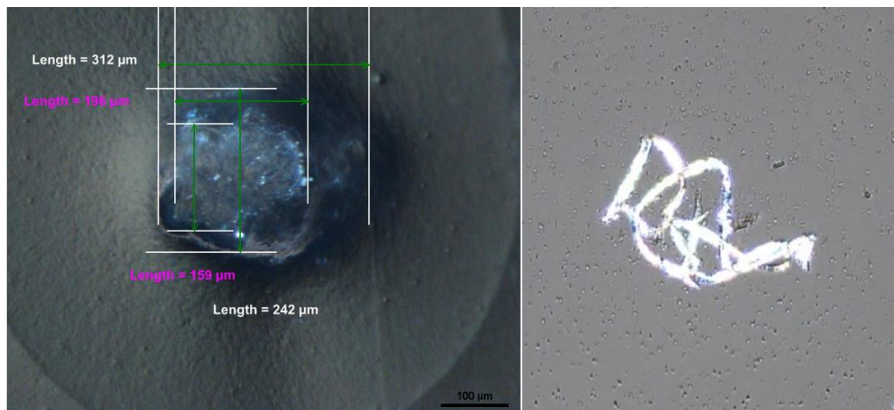
Samasta tuotteesta voitiin ajaa useita näytteitä samassa ajossa. Ajo-ohjelma muokattiin näytematriisin sulamispisteen perusteella sopivaksi tuotekohtaisesti. Käytännössä optimointi koski ajon aikana otettavien kuvien kohdentamista niihin lämpötiloihin, joissa sulaminen ja kiteytyminen tapahtuu. Matalimman ja korkeimman sulamispisteen tuotteille säädettiin myös ajon korkeinta lämpötilaa.

HSM-ajaja tehtäessä havaittiin kangashansikkaista tulevan helposti tulosten tulkintaa häiritseviä tekokuituja. Kontaminaatoriskin vähentämiseksi kangaskäsineitä käytettiin vain kuumen lämpökilven siirtelyyn ja preparaattilevyyn koskettiin vain muovikäsineillä. Geelileikkeiden rajapinnoissa ei havaittu näytteen leikkaamisesta tulleita kontaminaatioita. Ajettaessa useita näytteitä samanaikaisesti, pyrittiin leikkeet asettelemaan preparaattilevyille vierekkäin siten, etteivät erilliset näytepalat mene päällekkäin. Näytelevyä aseteltaessa mikroskoopin lämpöelementin päälle varottiin helposti naarmuuntuvaa hopealevynpintaa. Naarmut haittaavat lämmönsiirtymistä, mikä vääristää mittaustuloksia. Jotkin analysoiduista muovilaaduista kutistuivat voimakkaasti sulaessaan, mikä aiheutti näytteiden liikkumista ensimmäisen sulamisen aikana. Liikkumisen vuoksi oli riskinä sulaneiden näytteiden päätyminen pois mikroskoopin näkymästä.

Lämpötasomikroskooppi osoittautui hyväksi työkaluksi geelien tunnistukseen. Mikroskoopilla poikkeuksellisen näköiset geelit varmistuivat usein sulatettaessa kuiduiksi, haptumiksi tai muiksi kontaminaatioiksi.

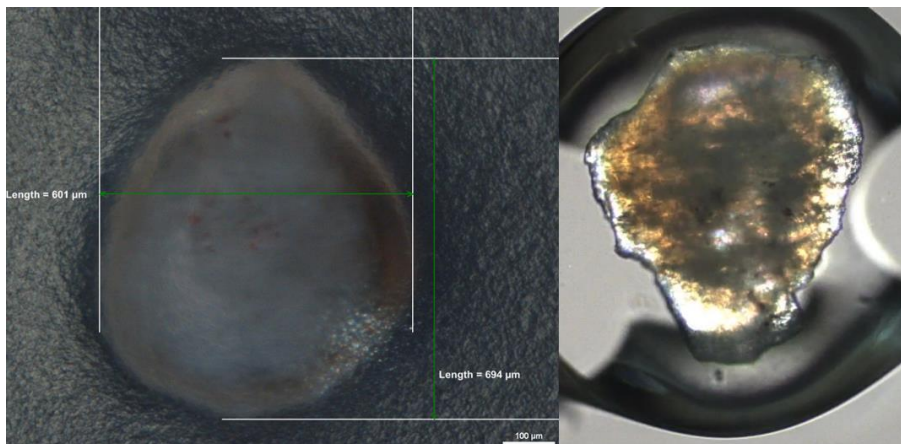
6.3 Esimerkkejä geelisolatusten löydöksistä

Kuvassa 16 on automaattisen laitteiston geeliksi tulkitsema näyte, joka sulatettaessa varmistui kuiduksi.



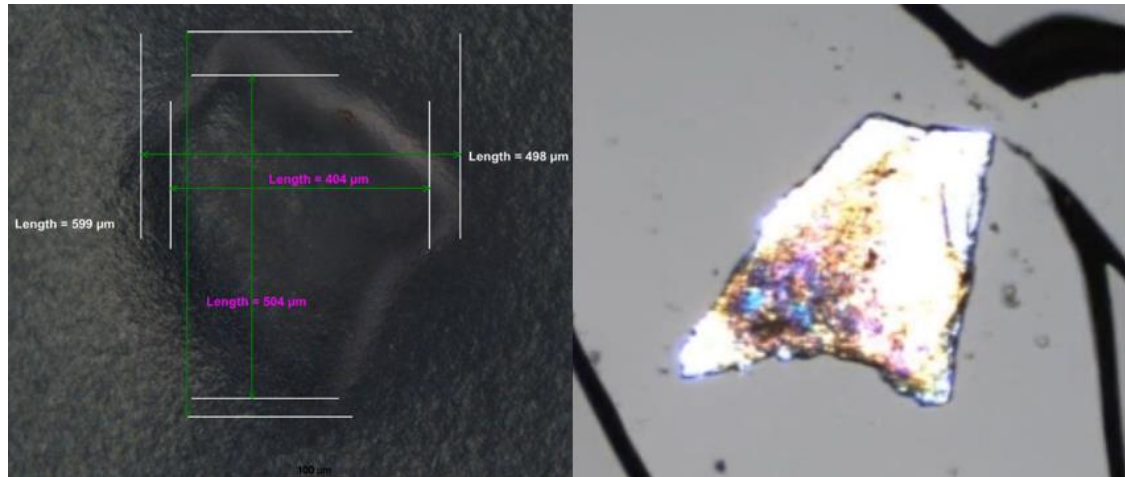
Kuva 16. Kuidun tekemä kupla muovikalvolla ja kuitu sulatuksen jälkeen (F1N20)

Kuvassa 17 oleva kontaminaatioksi tulkittu näyte osoittautui sulatettaessa silloittuneeksi ja osittain hiiltyneeksi. Paksuilla kontaminaatioilla sulamistarkkailua häiritsi peitinlasin irtoaminen sulan muovikerroksen pinnasta, mikä haittasi jonkin verran matriisin sulamisen tarkkailua ja huononsi mikroskoopilta saatavaa näkymää.



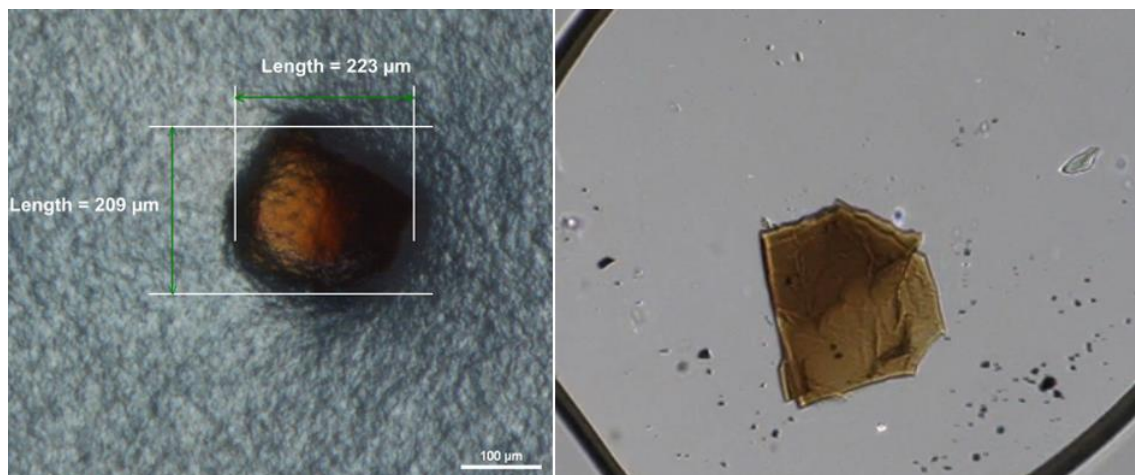
Kuva 17. Silloittunut ja hapettumisen seurauksena värjäytynyt polymeerikappale (F2N34)

Kuvassa 18 on silloittunut ja hapettumisen seurauksena lievästi värjäytynyt polymeeri-kappale. Automaattinen laitteisto oli tulkinnut havainnon valonlöpäisyn perusteella geeliksi. Erikoiset värit sulanäkymässä johtuvat mikroskoopin polarisaattorista.



Kuva 18. Silloittunut ja hieman värjäytynyt muovikappale (F2N35)

Kuvassa 19 on analyysilaitteiston geeliksi tulkitsema näyte. Punertava hapettumaksi epäilty löydös osoittautui sulatuksessa ohueksi kalvomaiseksi kontaminaatioksi. Alkuperää on vaikea arvioida ilman tarkempaa koostumuksen analysointia.



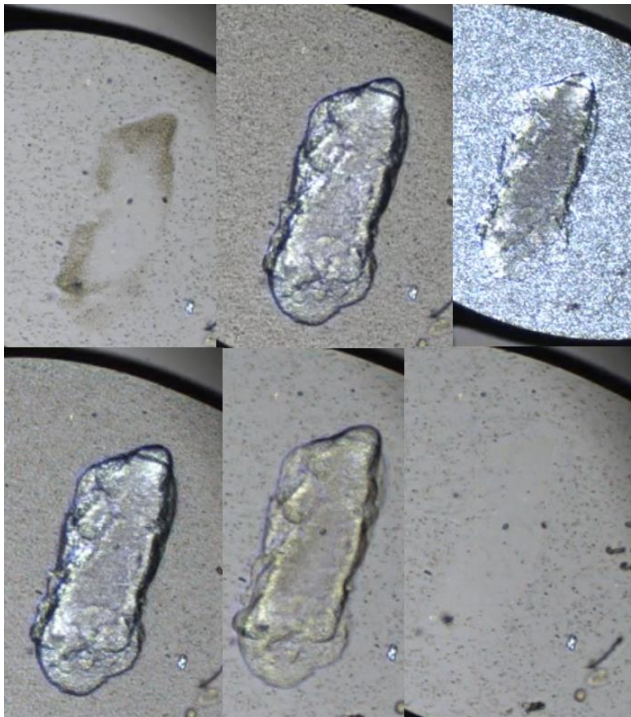
Kuva 19. Kontaminaatio, mahdollisesti paperia (F3N2)

Kuvissa 20 ja 21 on suuren soikean polymeergeelin mikroskooppikuva ja sulamiskäyttäytyminen. Automaattinen analysointilaitteisto on tulkinut löydöksen kontaminaatioksi geelin paksuudesta johtuvan heikon valonläpäisevyyden vuoksi.



Kuva 20. Suuri HMW-polymeergeeli (F1N35)

Polymeergeelin sulamiskäyttäytyminen kuvasarjana. Lämpötilat kuvissa järjestyksessä: geelin kiteytyminen 120 °C, matriisin kiteytyminen 113 °C, täysin kiteytynyt näkymä 109 °C, matriisin sulaminen 126 °C, geelin sulaminen 132 °C, täysin sula näkymä 137 °C.



Kuva 21. Ylärivillä geelin kiteytyminen ja alarivillä sulaminen (F1N35)

Kuvassa 22 on esimerkkitaipaus sulamattomia partikkeleita sisältävästä geelistä. Kiteytymisessä erottuu geelin kohdalla sumea alue. Jos HMW-materiaaliin viittaava selkeärajainen alue näkyi, oli se havaittavissa vain hetken sulamisen ja kiteytymisen yhteydessä. Muutamaa poikkeusta lukuun ottamatta kiteytyessä sumeat alueet jättävistä geelistä ei erottunut selvärajaista aluetta.

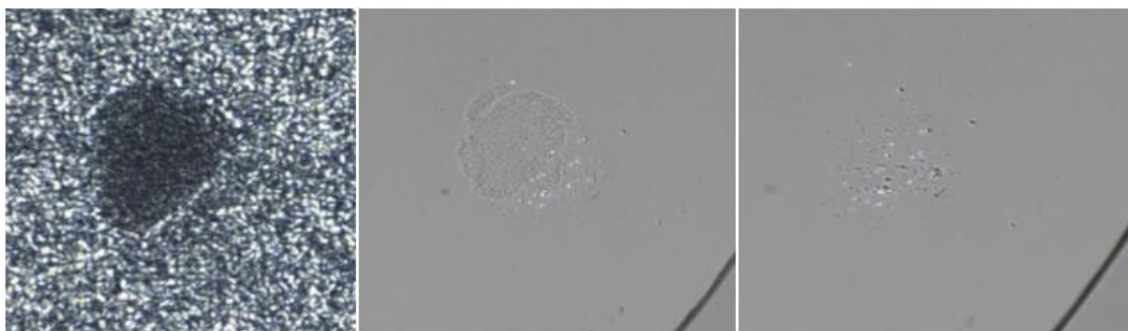


Kuva 22. Epäselvä paljon sulamattomia partikkeleita sisältävä geeli (K2N30)

Geelin todellisen luonteen selvittämiseksi tulisi partikkeleita sisältävän alueen koostumus analysoida tarkemmin. Pelkän sulamiskäyttämisen perusteella jää epäselväksi, onko kyseessä huonosti dispersoituneesta HMW-materiaalista muodostunut soikea geeli vai partikkeleiden kalvoon aiheuttama kupla.

Pieniä sulamattomia kappaleita sisältäneillä epäselvillä löydöksillä vaikutti tuotelaadusta riippumatta toistuvan sama sulamiskäyttäytyminen. Partikkeleita sisältävä alue kiteytyi hieman muovimatriisin jälkeen, mutta sulaminen tapahtui hieman ennen matriisia. Kiteytymisessä erottui löydöksen kohdalla sumea alue. Mahdollisesti partikkelit edistävät lämmön johtumista mikroskoopin lämpöelementistä näyttemateriaaliin, mikä voisi selittää erikoisen sulamiskäyttäytymisen. Mahdollisesti partikkeleiden alueella on lievästi matriisista poikkeavaa HMW-materiaalia, joka sulaa epätyypillisesti partikkeleiden vaikutuksen vuoksi.

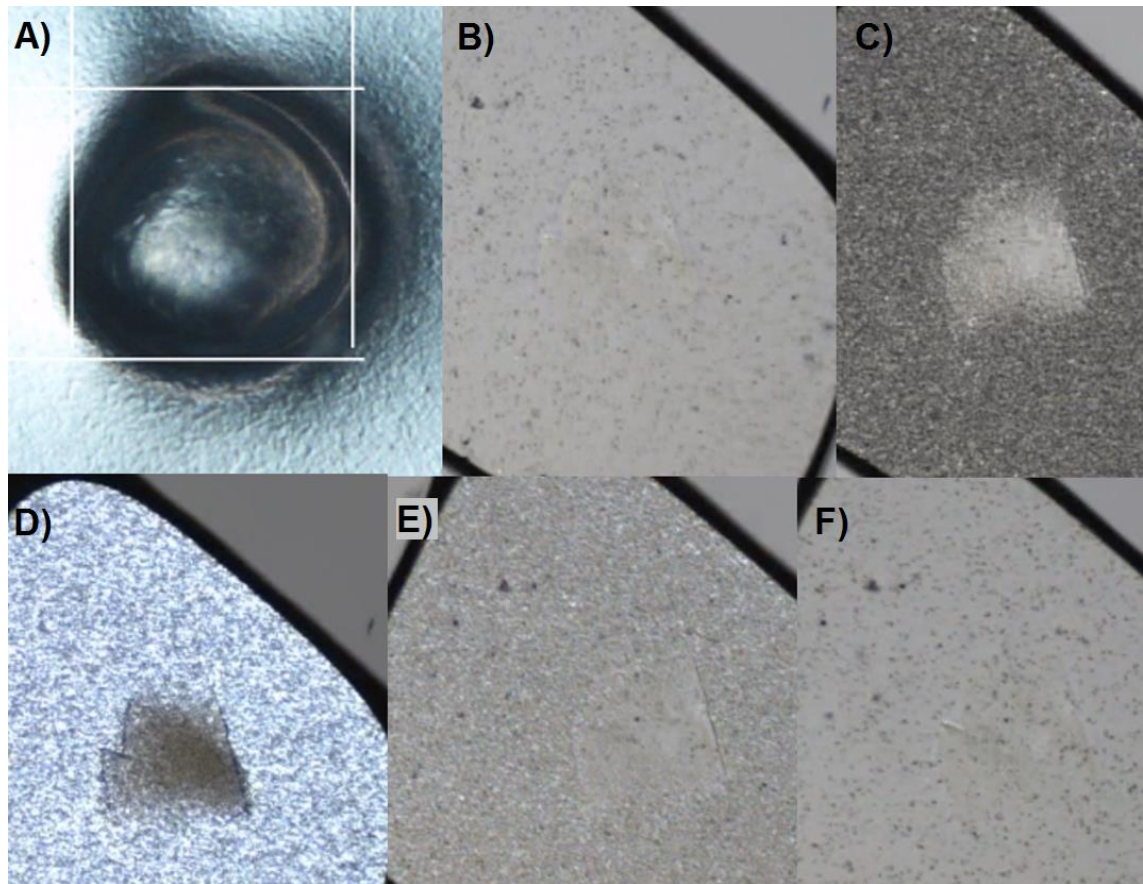
Kuvassa 23 on partikkeleita sisältävä näyte, jossa poikkeuksellisesti erottui hetkellisesti HMW-geelille tyypillinen erillinen alue muun matriisin ollessa täysin sulaa. Kyseisellä näytteellä kiteytymisessä erottuva epäselvä alue oli selväreunaisempi kuin muilla partikkeleita sisältäneillä löydöksillä. Mitattavissa oleva ero matriisin ja geelin sulamispisteen välillä oli noin 1 °C.



Kuva 23. Vasemmalta oikealle: kiteytynyt näkymä, heikosti erottuva HMW-geeli ja täysin sula näkymä. (K2N4)

Kyseessä saattaa olla tuotelaatuun kuuluva, mutta huonosti sekoittunut HMW-materiaali. Geeli näyttää siirtyneen sulamisen yhteydessä hieman sivuun partikkeleista. Ehkä materiaalin sulamattomat kappaleet edesauttavat HWM-materiaalin esiintymistä läheisyydessään.

Kuvassa 24 on mahdollisesti fluoria sisältävän polymeerin aiheuttama geeli. Fluoropolymeeriä lisätään F1-tuotteeseen tarttumisen estoaineena. Fluori nostaa polymeerin sulamispistettä ja laskee kitkakerrointa [11, s. 189–191]. Tarkasteltu geeli ei sulanut kokonaan mittauslämpötilassa ja erottuu himmeänä hahmona vielä 180 °C:n lämpötilassa.

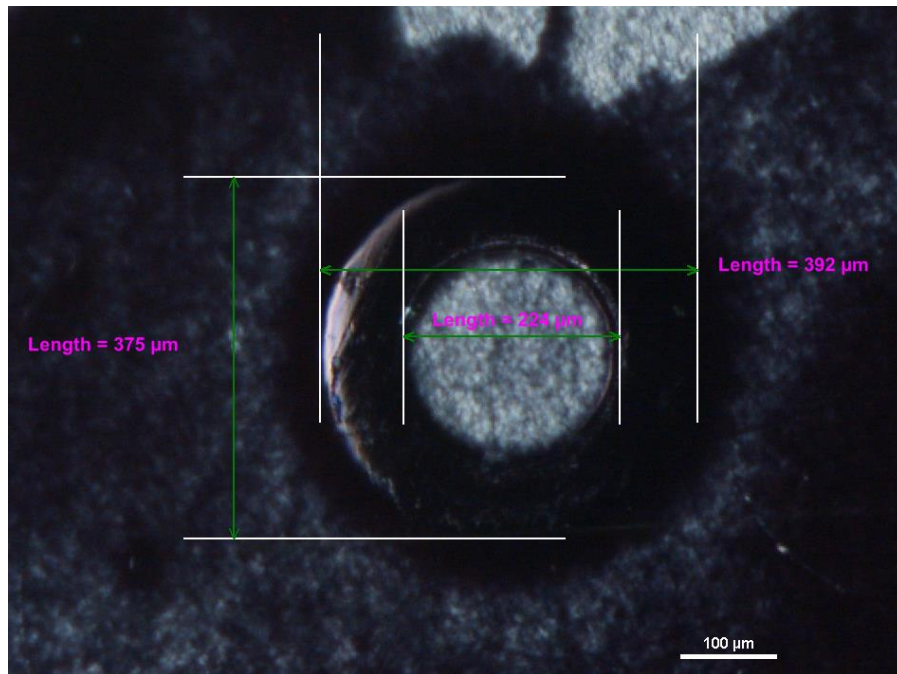


Kuva 24. Mahdollinen fluoropolymeerigeeli (F1-Tuote)

Yllä olevat kuvat aakkosjärjestyksessä: Geeli ennen sulatusta, ensimmäisen sulamisen jälkeen näkyvässä himmeä sulamaton alue 180 °C, kiteytyminen 113 °C, täysin kiteytynyt näkymä 100 °C, toinen sulaminen 126 °C ja sula loppunäkymä 180 °C, jossa edelleen himmeät rajat näkyvissä. Geeli ei sulanut täysin mittauslämpötilassa 180 °C.

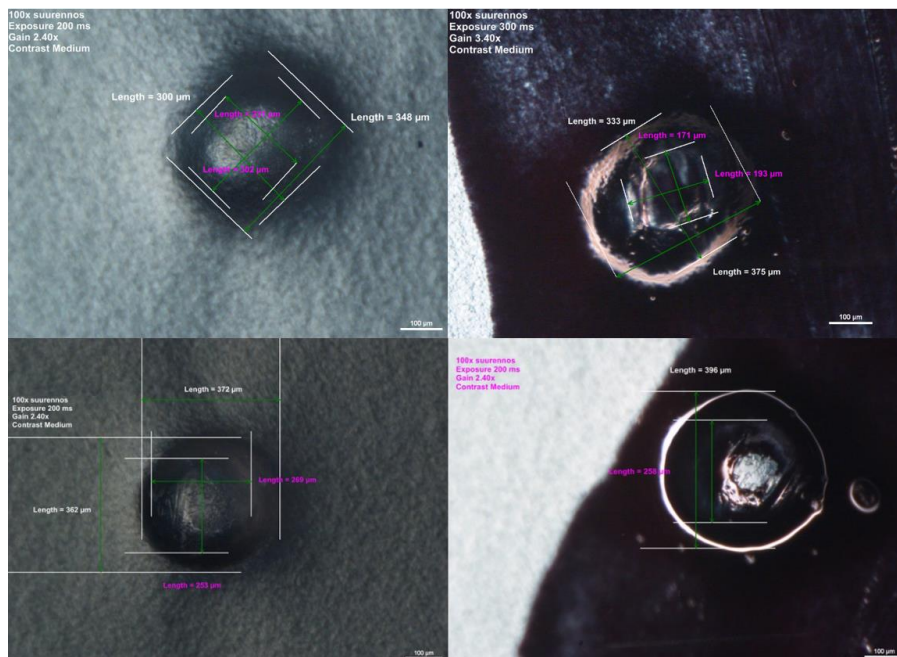
6.4 Geelien värjäämisen testaaminen

Geelinäytteitä kerättäessä ja merkittäessä mustalla tussilla värjäytyi sattumalta yhden näytteen vieressä sijainnut pyöreä geeli. Tussijäljen alle jääneestä geelistä erottuivat si-särakenteet todella selkeästi. Kyseinen geeli kuvassa on 25.



Kuva 25. F4-tuotteen värjätynyt geeli

Koska havainto oli mielenkiintoinen, kokeiltiin värjätä muita geelinäytteitä ja muita tuotelaatuja. Kuvassa 26 on kaksi värjäyskokeilua.



Kuva 26. ylhäällä F4-tuotteen geeli, alhaalla K1-tuotteen geeli

Testeillä saatiin näkyviin joitakin sisärakenteita, mutta ei yhtä selkeästi kuin alkuperäisessä värjäyksessä. Ilmeisesti alkuperäinen värjäytynyt geeli sisälsi jotain kirkkaita väriä hylkiviä rakenteita, joiden vuoksi ydin näkyi selvästi värikerroksen alta. Mahdollisesti värin pitkästä kuivatusajasta on apua geelin rajojen havaitsemiseen. Väriä voisi myös ohentaa tai laimentaa näkyvyyden parantamiseksi.

lämpötasomikroskoopilla tehtävää sulatusta varten värjätyt näytteet puhdistettiin isopropanolilla. Mahdolliset tussijäämät näkyvät mustina tahroina ajossa. Isopropanolista ei jäänyt HSM-mikroskoopilla havaittavia jäämiä. Huolellisella puhdistuksella värjäjämiä ei näkynyt ajoissa.

Ongelmia värjätyjen näytteiden mittauksessa aiheutti pehmeillä muovilaaduilla geelin pinnan naarmuuntuminen värjäyksestä ja isopropanolilla tehdystä värin poistosta johtuen. Paksun ja paikoin kiiltävän värikerroksen alta oli vaikeaa havaita geelin ulkorajoja ja ne mittautuivat helposti liian suuriksi.

Jos värjäysmenetelmää halutaan käyttää, tarvitaan lisäselvityksiä ja värjäystavan optimointia. Osa värjäyksellä havaituista kirkkaista sisärakenteista voi olla ns. valkeita pisteitä (White Spot), eli muovissa esiintyviä kappaleita, joihin väri ei imeydy. Geelin syvyys tasokalvolla voi osaltaan vaikuttaa värjäyksen onnistumiseen. Todennäköisesti hyvin pinnalla olevat geelit erottuvat paremmin kuin syvemmälle kalvoon uponneet.

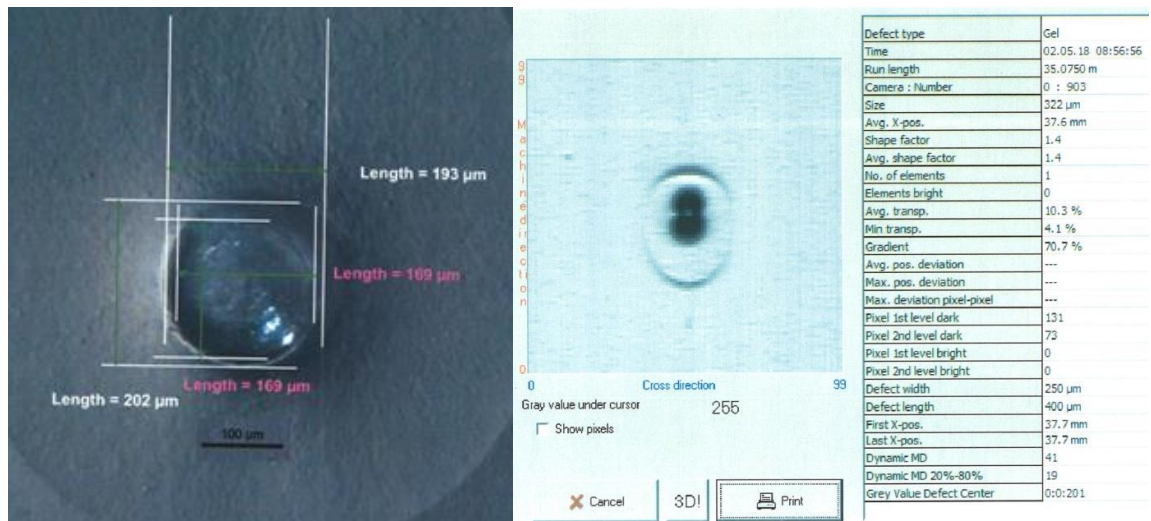
6.5 Optisten ominaisuuksien mittaukset

Optiset ominaisuudet mitattiin ekstruuderilla työstetystä tasokalvosta. Mittauksia tehtiin kalvo- ja kaapelituotteille yhdeksästä ja putkituotteille kuudesta erillisestä kohdasta otetusta näytepalasta.

7 Tulokset ja niiden tulkinta

7.1 Kamerakuvan vertaaminen mikroskooppinäkymään

Selkeimmät kahdeksikkomaiset varjot näkyivät F1-tuotteella. Mikroskoopilla tarkastellessa geelit kuitenkin osoittautuivat huomattavasti pyöreämmiksi. Kuvassa 27 on lähes täydellisen pyöreä geeli, ja kameran samasta näytteestä kuvaama kahdeksikkomainen varjo.



Kuva 27. pyöreä mikroskoopilla mitattu geeli ja saman näytteen OCS-analysointitulokset (F1N17)

Samanlaista kahdentunutta varjoa esiintyi myös muilla tuotteilla, mutta mitä pienempi oli kameralle kalvon läpi pääsevä valon intensiteetti, sitä lyhyemmän varjostuneen alueen kamera kykeni erottamaan. Sameilla tuotteilla ilmeni sama ylimittautumista aiheuttava ilmiö, mutta pituuden mittavirhe ei ollut yhtä suuri lyhyemmästä mitattavissa olevasta varjosta johtuen.

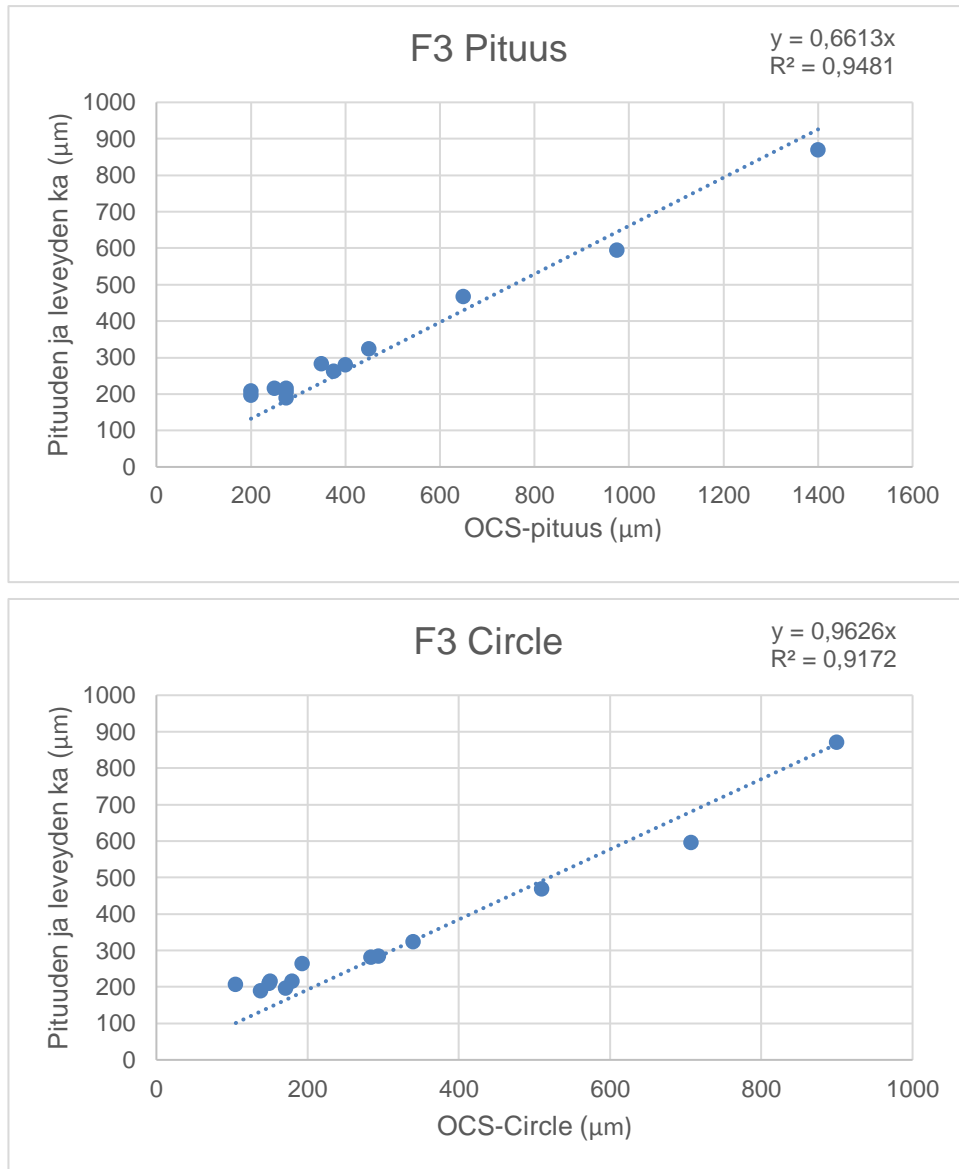
Ongelmallista havaitussa mittausvääristymässä on geelivirheiden siirtyminen tuloksissa todellista suurempaan kokoluokkaan. Koska kookkaita virheitä sallitaan tuotteisiin huomattavasti vähemmän suhteessa pienempiin, voi vääristymä aiheuttaa ongelmia tuotteiden luokittelussa.

OCS-laitteiston ilmoittama löydöksen muotokerroin ei aina pitänyt paikkaansa kuitumaisilla kalvovirheillä. Analyysilaitteistolla oli taipumus joskus pätkiä pitkulaiset epätasaiset löydökset useiksi erillisiksi virheiksi, jolloin yksittäisen havainnon muotokerroin saattaa johtaa tulkintaan geelistä. Mittausohjelmaan asetettu pienin mahdollinen etäisyys erillisille löydöksille voi olla liian lyhyt. Näytteitä mikroskoopilla tarkasteltaessa havaittiin myös kiemurtelevien kuitujen joskus aiheuttavan suuria kuplia ympärilleen, jolloin kuplan muoto aiheutti tulkinnan suuresta geelistä. Myös jotkin kontaminaatiot aiheuttivat suurehkoja kuplia ympärilleen, mikä johti tulkintaan geelistä. Jako geeleihin ja kontaminaatioihin riippuu valonläpäisevyyserosta löydöksen ja matriisin välillä. Kameralaitteisto tunnisti kontaminaatioita vain kirkkailla tuotteilla, mutta toisaalta suuret geelit saattoivat paksuutensa vuoksi tulla tulkituiksi kontaminaatioiksi. Pitkät ja ohuet naarmut OCS-laitteisto jaottelee lähes poikkeuksetta kuitumaisiksi.

7.2 Pituus- ja Circle-ohjelmien vertailu

Mikroskooppimittauksista parhaimmaksi geelin todellisen koon estimaatiksi valittiin mikroskoopilla mitattujen geelin pituuden ja leveyden keskiarvo, ja tätä lukuarvoa käytettiin vertailussa OCS-laitteiston mittaamiin pituus- ja Circle-menetelmien tuloksiin. Tulokset taulukoitiin Excel-taulukkolaskentaohjelmaan ja niiden pohjalta asetettiin suora pienimmän neliösumman menetelmällä. Suora pakotettiin kulkemaan origon kautta, koska ohjelmoitavaan korjauskertoimeen ei voida sisällyttää y-akselin leikkauspisteen vakio termejä. Mikroskooppimittausten ja OCS-tulosten välinen korrelaatio oli kalvotuotteilla hyvä eli tehtyä vertailua voidaan pitää melko luotettavana. Kaapelituotteista K1:n korrelaatio oli melko hyvä mutta K2-tuotteen Circle-tulosten korrelaatio oli huono todennäköisesti liian pienen näytemäärän vuoksi. Putkituotteille ei mitattu lainkaan Circle-tuloksia, koska alustavissa pituus-menetelmällä tehdyissä mittauksissa todettiin menetelmä kalvon riittämättömän valonläpäisevyyden vuoksi soveltumattomaksi. OCS-laitteiston mittaaman geelin luotettava tunnistaminen muovikalvolta, sekä huonosti sameasta kalvosta erottuvan löydöksen mittaaminen mikroskoopilla oli putkituotteiden osalta lähes mahdotonta.

Mikroskooppimittausten ja OCS-tulosten välinen korrelaatio huononi hieman origoon pakotetulla suoralla. Kuvassa 28 on esimerkki F3-tuotteet OCS:n pituus- ja Circle-tulosten vertailusta mikroskooppimittausten pituuden ja leveyden keskiarvoon. Kaikki tuotekohdaiset suorat löytyvät työn lopusta liitteestä 3.



Kuva 28. F3-tuotteen OCS- ja mikroskooppimittausten vertailu

OCS-menetelmälle määritetty tuloksen korjauskerroin on suoran kulmakerroin. Mitä lähempänä kerroin on arvoa 1, sen pienempi on tuloksen korjaus. Kuvaajista nähdään, että automaattinen mittauslaitteisto selvästi yliarvioi geelivirheen kokoa pituus-menetelmää käytettäessä. Vaihtoehtoisella Circle-mittausmenetelmällä korjauskertoimella tehtävä tuloksen korjaus on huomattavasti pienempi kuin pituus-menetelmälle tehtävä korjaus. Koska mittausmenetelmien vertailutulokset olivat kaikilla tuotteilla samansuuntaisia, voidaan Circle-menetelmän mittaustapaa pitää suositeltavampana kuin pituus-menetelmän.

Valon määrä kameralle geelimittausten aikana vaihteli suuresti tuotteittain. Laitteiston mittaamat tuotekohtaiset arvot on esitetty taulukossa 2. Valon määrän tavoitearvo on 180, mikä toteutui kalvo- ja kaapelituotteilla vähintään kohtalaisesti [14]. Putkituotteiden osalta valon intensiteetti on riittämätön, eikä kamera kykene erottamaan geelejä tarkasti. Valon määrän jääminen putkituotteilla selvästi alle tavoitearvon viittaa siihen, ettei lamppu täydellä kirkkaudella kykene tuottamaan kameralle riittävää kalvon läpäisevää valonmäärää.

Taulukko 2. Valon määrän keskiarvo geelimitauksissa tuotteittain, sekä havaintojen määrä.

Tuote	n	ka
F1	15	166
F2	23	133
F3	13	136
F4	32	159
K1	25	159
K2	8	178
P1	10	64
P2	6	86

Alla taulukossa 3 on tuotteittain määritellyt korjauskertoimet ja kertoimen määrittämiseen käytettyjen Circle-näytetulosten lukumäärä verrattuna tuotelaatujen tyypillisiin sulaindeksiin ja tiheyden arvoihin. Putkituotteet on jätetty pois taulukosta, koska niille ei määritetty korjauskerrointa mittausmenetelmässä ja näytteiden keruussa ilmenneiden ongelmien vuoksi.

Taulukko 3. Korjauskertoimen vertailu tuotteittain tyypillisiin tiheys- ja sulaindeksi arvoihin

Tuote	SI ₂ (g/10min)	SI ₅ (g/10min)	Tiheys (kg/m ³)	n	Circle-korjaus- kerroin
F1	1,5	-	918	16	0,58
F2	-	0,95	923	13	1,05
F3	-	0,85	933	13	0,96
F4	-	2,0	937	32	0,79
K1	0,85	-	923	24	0,80
K2	1,7	-	944	12	0,75

Rajallisella näytemäärällä voi olla vaikutusta tulosten tarkkuuteen. Circle-ohjelmaa ei käytetty ensimmäisissä näyteajoissa, joten kaikkia mikroskoopilla mitattuja näytteitä ei voitu hyödyntää vertailussa. F4-tuotteen näytteet ovat tuotannon alasarjoerästä, joten tulokset eivät välttämättä edusta tuotteen tyypillisiä ominaisuuksia.

Kalvon riittämättömästä valonläpäisevyydestä johtuen putkituotteiden analysointiin suositellaan testaamaan vaihtoehtoisia menetelmiä. Kalvo- ja kaapelituotteille suositellaan mittausta Circle-menetelmällä ja mittaustavan optimointia korjauskertoimella. Korjauskertoimien oikeellisuuden varmistamiseksi suositellaan lisämittauksia suuremmalla näytemäärällä. Tässä työssä käytettyä kertoimen määrittystapaa voidaan kuitenkin pitää hyvin sovellettavissa olevana mikroskooppimittausten ja OCS-mittausten välisen hyvän korrelaation vuoksi. F1-tuotteelle on myös aiemmin määritetty vastaava tuloksen korjauskerroin, joka oli hyvin lähelle tässä työssä määritettyä arvoa.

7.3 Lämpötasomikroskooppi

HSM-tulosten yhteenveto ja tulostaulukko on esitetty osion lopussa.

Kalvotuotteet

F1-tuotteen geelinäytteet olivat kaikki ulkomuodoltaan pyöreitä tai soikeita. Matriisin sulaminen tapahtui visuaalisen tarkastelun perusteella 125–127 °C:n ja kiteytyminen 113–110 °C:n lämpötilassa. Valtaosa näytteistä osoittautui korkeamman moolimassan polymeerigeeleiksi, jotka sulivat ja kiteytyivät noin 8–10 °C korkeammissa lämpötiloissa ympäröivään muovimateriaaliin verrattuna. Sulatettaessa soikeista geeleistä löytyi pääsääntöisesti pitkulainen ja pyöreistä pyöreähkö HMW-geeli. Pyöreiden geelinäytteiden joukossa oli muutamia oletettavasti fluoria sisältävästä polymeeristä koostuvia geelejä, jotka erottuivat muusta muovimateriaalista himmeinä kalvomaisina kappaleina vielä 180 °C:n lämpötilassa. Yksi pyöreä näyte varmistui kuitukontaminaation muovikalvон tekemäksi kuplaksi. Väriltään selvästi tummuneita kappaleita sisältäneet kaksi pyöreää geeliä olivat hapettunutta polymeeriä.

F2-tuotteen pyöreistä, soikeista ja pitkulaisista geeleistä jäi kaikista sulamattomia pieniä partikkeleita. HMW-geeliin viittaavaa muusta materiaalista selvästi erottuvaa

geelikappaletta ei havaittu ainoassakaan sulatetuista näytteistä. Partikkelien alkuperän selvittämiseksi tulisi niiden koostumus analysoida tarkemmin. Sulamattomia hippuja sisältävät alueet pääsääntöisesti sulivat hieman ennen ja kiteytyivät hieman jälkeen matriisiin. Kyseessä voi olla partikkeleiden aiheuttama kohouma, mutta sumean ympäristöstään poikkeavan alueen erottuminen kiteytymisen yhteydessä viittaa materiaalin jonkinlaiseen eroavaisuuteen. Tummunutta materiaalia sisältäneet näytteet olivat hapettunutta polymeeriä. Mikroskoopilla rosoisina erottuneet värittömät kappaleet ovat oletettavasti voimakkaasti silloittunutta polymeeriä. F2-materiaalin sulaminen tapahtui 127–130 °C:n ja kiteytyminen 118–113 °C:n lämpötilassa.

F3-tuotteen sulaminen tapahtui 132–134 °C:n ja kiteytyminen 120–118 °C:n lämpötilassa. Yksittäinen pitkulainen näyte osoittautui naarmuksi, koska siitä ei sulatettaessa jäänyt jäljelle mitään ympäröivästä materiaalista poikkeavaa. Näytteiden joukossa oli kaksi selkeästi materiaaliin kuulumatonta kontaminaatiota, paperinpalalta näyttävä roska ja pitkulainen valkoinen kappale. Vaalea kappale voi myös olla peräisin kiinteänä lisättävästä lisäaineesta.

F4-tuotteen sulaminen tapahtui 132–134 °C:n ja kiteytyminen 120–118 °C:n lämpötilassa. Kaikki geelinäytteet olivat ulkomuodoltaan pyöreitä tai soikeita ja kaikista jäi jäljelle samanlaisia sulamattomia partikkeleita kuin F2- ja F3-tuotteilla.

Kaapelituotteet

K1-materiaalin sulaminen tapahtui 128–130 °C:n ja kiteytyminen 116–114 °C:n lämpötilassa. Sulatetut näytteet olivat pyöreitä, soikeita ja pitkulaisia ja niistä kaikista jäi sulamattomia partikkeleita.

K2-laadun sulaminen tapahtui 132–134 °C:n ja kiteytyminen 120–117 °C:n lämpötilassa. Näytteiden joukossa oli tikkumainen kontaminaatio, rosoinen pyöreä lisäainepaakku, musta voimakkaasti hapettunut kappale sekä kaksi OCS-laitteiston kalvolle aiheutuneen kuplan vuoksi geeliksi tulkitsemaa kuitua. Pyöreistä, soikeista ja pitkulaisista näytteistä jäi kaikista sulamattomia partikkeleita. Poikkeuksellisesti kolmesta näytteestä erottui partikkeleiden lisäksi hetkellisesti muusta muovimateriaalista selvästi rajautuva alue. (ks. esimerkkikuva 23 s. 29) Kuvassa alla näkyvät sulamattomat hiput ja osittain niiden päällä

materiaalista erilliseksi rajautuva HMW-geeli. Geeli on alun perin ollut hippujen päällä ja siirtynyt sulaessaan. Mahdollisesti pitkät polymeeriketjut ovat takertuneet kiinteisiin partikkeleihin muodostaen heikosti erottuvan geelin. On mahdollista, että muissakin sulamattomia partikkeleita sisältävissä geeleissä on HMW-materiaalia, mutta ero sulamiskäyttäytymisessä on liian pieni havaittavaksi käytetyllä menetelmällä tai geelimateriaali on sulatuksen yhteydessä osittain sekoittunut sitä ympäröivään matriisiin.

Putkituotteet

Putkituotteiden näytteitä oli vain muutamia, koska niiden keräämiseen ja analysointiin ei keskitytty OCS-mittausten ja näytteiden epäluotettavan tunnistuksen aiheuttamien ongelmien vuoksi.

P1-matriisin sulaminen tapahtui 137–138 °C ja kiteytyminen 123–120 °C. Kokeessa oli vain yksi sulatettu soikea näyte, joka osoittautui sulamattomia pieniä partikkeleita sisältäväksi.

P2-matriisin sulaminen tapahtui 135–138 °C ja kiteytyminen 122–118 °C. Sulatettuja näytteitä oli kolme, yksi suuri agglomeraatti, yksi hapettunut polymeerikappale ja yksi kulmikas tumma kappale.

Yhteenveto HSM-tuloksista

Seuraavalla sivulla taulukossa 4 on yhteenveto sulamiskäyttäytymistuloksista tuotteittain. Taulukon kontaminaatioissa on mukana mittauslämpötilassa sulamattomat hapettuneet ja silloittuneet polymeerikappaleet. Geelien sulamislämpötila on keskiarvo kaikista kyseisen tuotteen geeleistä. Yksittäisen tuotteen analysoitu näytemäärä on merkitty taulukkoon kirjaimella n.

Taulukko 4. Yhteenveto tärkeimmistä HSM-tuloksista

Tuote	Matriisin sulaminen (°C)	Geelien sulaminen (°C)	n	HMW-geelit (%)	Partikkeleita sisältävät (%)	Kontaminaatiot (%)	Fluoropolymerigeelit (%)	Naarmu (%)
F1	125-127	134-137	24	75,0	0,0	12,5	12,5	0,0
F2	127-130	126-128	23	0,0	73,9	26,1	0,0	0,0
F3	132-134	131-133	9	0,0	66,7	22,2	0,0	11,1
F4	132-134	131-134	11	0,0	100,0	0,0	0,0	0,0
K1	128-130	127-129	15	0,0	100,0	0,0	0,0	0,0
K2	132-134	131-133	21	14,3	61,9	23,8	0,0	0,0
P1	137-138	137-138	1	0,0	100,0	0,0	0,0	0,0
P2	135-138	-	3	0,0	0,0	100,0	0,0	0,0

Geelien kohdalla ilmeneviä sulamattomia partikkeleita esiintyi F1-laatua lukuun ottamatta kaikissa tuotteissa. Partikkelit mahdollisesti vaikuttavat lämmön siirtymiseen mikroskoopin lämpöelementistä geeliin. Partikkeleita sisältävillä alueilla oli taipumus sulaa hieman ennen matriisia ja kiteytyä jälkeen, mikä voi johtua lämmön johtumisesta paremmin kyseisille alueille. K2-tuotteen partikkeleita sisältäneistä näytteistä löytyi muutama HMW-polymeeriksi tulkittava geeli, jotka sulivat 1–2 °C korkeammassa lämpötilassa kuin matriisi. Muissakin partikkeleita sisältävissä näytteissä saattaa olla HWM-polymeerimateriaalia, joka ei selvästi eroa sulamiskäyttäytymiseltään muusta materiaalista.

7.4 Optiset mittaustulokset

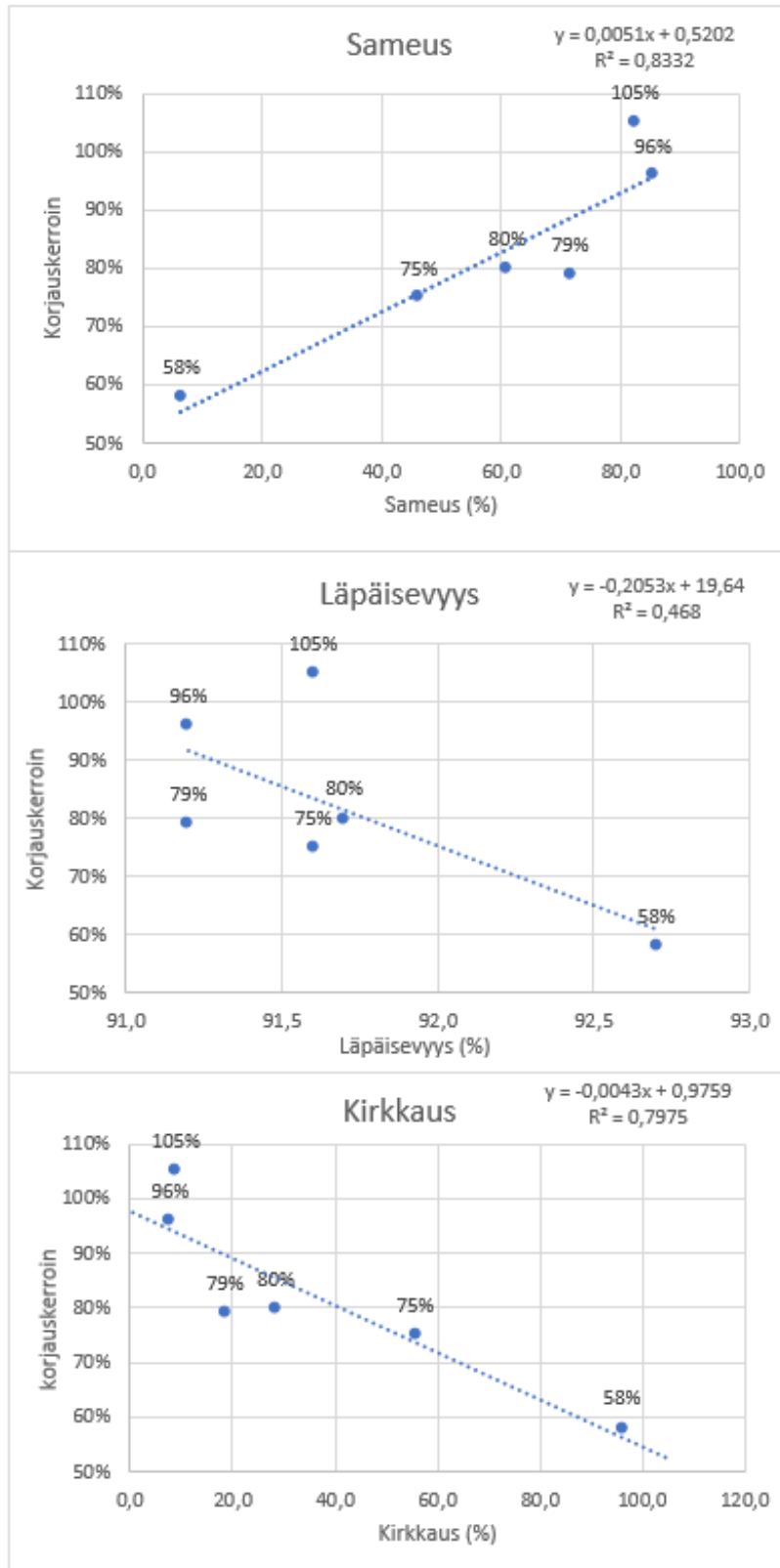
Sameus-, valonläpäisevyys- ja kirkkaustulokset, sekä Circle-ohjelmalle määritetyt korjauskertoimet on esitetty taulukossa 5.

Taulukko 5. Optiset mittaustulokset ja Circle- menetelmälle määritetyt korjauskertoimet

Tuote	Sameus (%)	Läpäisevyys (%)	Kirkkaus (%)	Korjauskerroin (%)
F1	6,5	92,7	96,0	58
F2	82,4	91,6	8,9	105
F3	85,4	91,2	7,8	96
F4	71,5	91,2	18,5	79
K1	61,0	91,7	28,4	80
K2	46,2	91,6	55,6	75
P1	92,8	90,4	4,5	-
P2	94,3	77,8	5,1	-

Sameuden mittaustuloksista huomataan odotetusti putkituotteiden olevan kaikkein sameimpia. Mahdollisesti käytetyn kameralaitteiston erotuskyky laskee nopeasti kalvon sameuden ylittäessä 85–90 %, jolloin laitteistolla ei tulisi mitata tuotteita joiden sameus on yli 90 %. F1-tuote on testatuista tuotteista selkeästi vähiten samea ja kamera kykenee erottamaan materiaalipoikkeamat siitä kaikkein tarkimmin. Korjauskertoimen kanssa hyvin läpinäkyvistä tuotteista voidaan saada luotettavimpia geelin koon mittaustuloksia.

Optisilla mittauksilla haluttiin selvittää, voidaanko nopealla menetelmällä ennustaa korjauskerrointa OCS-menetelmälle. Vertailemalla sameus- läpäisevyys- ja kirkkaus tuloksia Circle-menetelmälle määriteltyihin korjauskertoimiin huomattiin F2- ja F4-tuotteiden tuloksien korreloivan selvästi huonommin kuin muut kalvo- ja kaapelituotteet. Tiedossa oli, että F4-tuotteen näytteet olivat tuotannon alasarjoerästä, ja näin ollen voivat ominaisuuksiltaan poiketa tuotteen tyypillisistä ominaisuuksista. F2-tuotteen osalta syytä poikkeavuuteen on vaikeaa arvailla. Kuvassa 29 on sameus- läpäisevyys- ja kirkkaus tulosten kuvaajat.



Kuva 29. Sameus-, lämpäisyys- ja kirkkaustulosten verrannot Circle-menetelmän korjauskertoimeen

Poistamalla kuvaajista toisen tai molemmat huonoiten suoralle asettuvat tuotteet saataisiin sameuden ja kirkkauden osalta yli 0,9:n korrelaatio. Lämpäisevyys-tulokset vertautuivat korjauskertoimeen selvästi huonommin, vaikka niissäkin vastaavuus parani samojen tuotelaatujen poistamisella. Suuremmalla testatulla tuotemäärällä voitaisiin luotettavammin arvioida tulosten luotettavuutta mahdollista menetelmän kehitystä varten.

7.5 Röntgenmenetelmän testaaminen

Geelien sisältämien partikkeleiden koostumuksen analysointia röntgenmenetelmällä testattiin leikkaamalla muovikalvolta 30 kpl:ta geelejä kokoomanäytteeksi. Vertailunäytteenä käytettiin geelitöntä muovimatriisia. Testissä ei saatu havaittavaa eroa matriisiin ja geelinäytteen välille. Mitattavien komponenttien määrät olivat todennäköisesti rajallisesta näytemäärästä johtuen liian pieniä menetelmällä analysoitaviksi. Mikroskooppi-XRF toimisi todennäköisesti paremmin, esimerkiksi SEM-EDX. Epäorgaanisten jäämien rikastamiseksi näytteessä analysoitavissa oleviksi pitoisuuksiksi voidaan käyttää etsaamista happiplasmalla, jolloin muovia poistuu palamalla näytteen pinnalta epäorgaanisia kontaminaatioita nopeammin. [4.]

8 Yhteenveto ja johtopäätökset

Valon läpäisyyn perustuvasta nykyisen OCS-laitteiston geelien mittaustavasta johtuen löydökset mittaautuvat liian suuriksi. Valo taittuu geelin läpi kulkiessaan ja kamera näkee geelin todellista kokoa suuremman varjostuneen alueen, joka näkyy kameran ottamissa kuvissa usein kahdeksikkomaisena tai venyneenä mittausalueena. Mittavirheen suuruus vaihteli näytekalvon valonläpäisevyydestä riippuen.

Mikroskoopilla tehtyjen vertailumittausten ja OCS-tulosten välillä oli selvää korrelaatiota. Tehtyä vertailua tulosten välillä voitiin pitää melko luotettavana ja korjauskertoimet saatiin määritettyä kalvo- ja kaapelituotteille. Mittaustuloksia analysoitaessa havaittiin nykyisin käytössä olevan pituus-menetelmän aiheuttavan selkeää geelin koon ylimittautumista. Yliarvioidun geelin koon seurauksena oli usein tuloksen siirtyminen todellista suurempaan kokoluokkaan, mistä voi seurata ongelmia tuotelaatujen luokittelussa ja siitä

johtuvia taloudellisia menetyksiä. Circle-menetelmällä mitatuissa tuloksissa ero mikroskooppimittauksiin oli selvästi pienempi kuin pituus-menetelmän tuloksissa.

Korjaavina toimenpiteinä tämän selvitystyön tulosten pohjalta suositellaan kalvo- ja kaapelituotteiden osalta siirtymistä Circle-mittausmenetelmään, ja korjauskertoimen ohjelmointia ylimittautumisesta johtuvan virheen korjaamiseksi. Rajallisesta näytemäärästä johtuen suositellaan jatkotutkimuksia suuremmalla näytemäärällä. Korjauskertoimien toimivuus käytännössä on myös testattava.

Putkituotteiden analysointiin nykyinen automaattinen geelien analysointilaitteisto ei sovellu kalvon riittämättömän valonläpäisevyyden vuoksi. Putkituotteiden mittaukseen suositellaan testaamaan vaihtoehtoisia menetelmiä. Yksi mahdollinen vaihtoehto nykyisellä laitteistolla huonosti analysoitavissa oleville tuotelaaduille on teoreettiset analyysimenetelmät osion lopussa kuvattu nauhamenetelmä.

Nopealla optisella menetelmällä muovikalvosta mitatut sameus- ja kirkkaustulokset korreloivat melko hyvin tässä työssä OCS-laitteiston Circle-ohjelmalle määritettyjen korjauskertoimien kanssa. Kahden tuotteen mittaustulokset huononsivat selvästi korrelaatiota. Suuremmalla tuotemäärällä testaamalla saataisiin mittausmenetelmien välistä vastavuutua arvioitua luotettavammin. Jos vertailtavuus osoittautuu jatkotutkimuksissa hyväksi, voidaan korjauskerroin tuotekohtaisesti ennustaa nopealla optisella mittauksella ja toimivuus verifioida suppeilla mikroskoopilla tehtävillä geelimittauksilla.

Lämpötasomikroskooppi osoittautui hyväksi työkaluksi erityyppisten geelilöydösten sulamiskäyttötymisen analysointiin. Menetelmällä voidaan tunnistaa HMW-materiaalista syntyneitä geelejä, sekä nähdä selkeämmin muovin sisällä olevia sulamattomia rakenteita ja kontaminaatioita. Lämpöohjelman aikana sulamattomien löydösten alkuperän selvittämiseksi tulisi tehdä koostumuksen tarkempaa analysointia. Mahdollisesti soveltuvia tutkimusmenetelmiä on esitelty teoreettisten analyysimenetelmien osiossa. Lähes kaikissa tuotteissa geelien kohdalla ilmenneiden pienten sulamattomien partikkeleiden koostumus olisi hyvä selvittää niiden alkuperän selvittämiseksi.

Lopuksi haluaisin kiittää Opinnäytetyöohjaajiani Jari Äärilää ja Seppo Nylundia monipuolisesta ja mielenkiintoisesta aiheesta sekä kannustuksesta ja väsymättömistä vastauksista lukemattomiin kysymyksiini. Kiitokset ansaitsevat myös muu laboratorion henkilökunta opastuksesta ja arvokkaista neuvoista, joita ilman projekti ei olisi onnistunut. Lisäksi haluan kiittää ohjaavaa opettajaani Jukka Niirasta tuesta ja hyvistä vinkeistä kirjallisen työn viimeistelyssä.

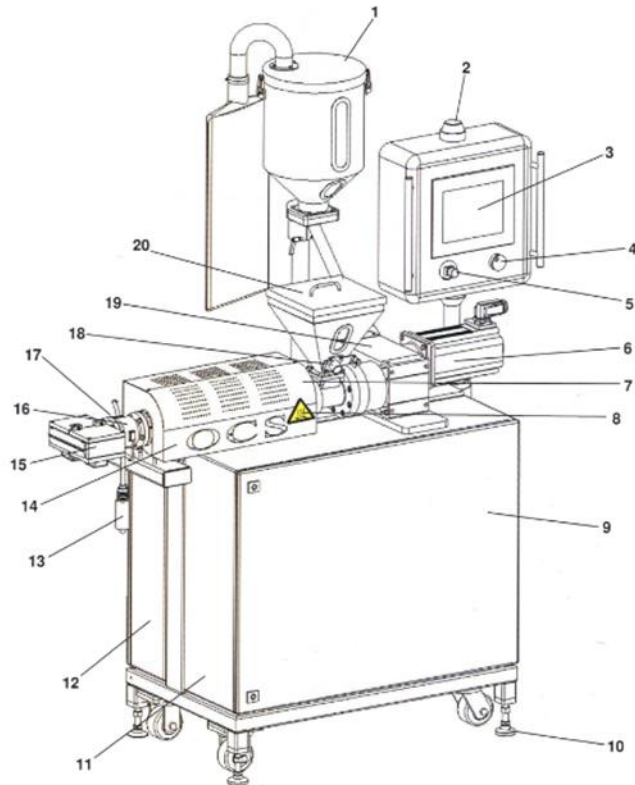
Lähteet

- 1 Spalding, Mark A. & Chatterjee, Amanda M. Handbook of Industrial Polyethylene and Technology, Definitive Guide to Manufacturing, Properties, Processing, Applications and Markets. Part One. Scrivener Publishing. Wiley. USA. 2018.
- 2 Patel; Jain; Story & Chum. Polyethylene: An Account of Scientific Discovery and Industrial Innovations, ACS Symp. Ser. (Innovations in Industrial and Engineering Chemistry), 1000, 71, 2009.
- 3 Rauwendaal, Chris. 24.3.2004. What's Causing Your Gels? Verkkoaineisto. Plastics Technology. <<https://www.ptonline.com/articles/what's-causing-your-gels>>. Luettu 15.4.2018.
- 4 Scheirs, John. Compositional and Failure Analysis of Polymers, A Practical Approach. Wiley. New York. 2000.
- 5 Spalding, Mark A. Garcia-Meitin, Eddy. Kodjie, Stephen L. & Campbell, Gregory A. Troubleshooting and mitigating gels in polyolefin film products, Verkkoaineisto. <https://www.researchgate.net/profile/Mark_Spalding3/publication/270216589_Troubleshooting_and_Mitigating_Gels_in_Polyolefin_Products/links/54a2cd150cf267bdb90428e5/Troubleshooting-and-Mitigating-Gels-in-Polyolefin-Products.pdf>. Luettu 10.9.2018.
- 6 Kurri, Veijo. Malén, Timo. Sandell, Risto ja Virtanen, Matti. Muovitekniikan perusteet. Juvenes Print. 5. painos. Helsinki. 2017. Opetushallitus.
- 7 Shah, Lalith. The 'GEL' factor in Polyolefin film - Do You Gel? Plastermart. Verkkoaineisto. <http://atozplastics.com/upload/literature/gel_extrusion.asp>. Luettu 15.4.2018.
- 8 Scheirs, J. Bigger, S. W. & Delatycki, O. Polymer, 30, 2080, 1989.
- 9 Optical Control Systems GmbH. 2016. Raw material. Verkkoaineisto. <http://www.ocsgmbh.com/fileadmin/user_upload/Raw-Material2_gesch%C3%83%C2%BCtzt.pdf> Luettu 7.8.2018.
- 10 Optical Control Systems GmbH. 2006. Measuring Extruder Type ME-25/5800 V3 Operating Manual. Germany. OCS.
- 11 Seppälä, Jukka. Polymeeritekniikan perusteet. Hakapaino Oy. 6. painos. Helsinki. 2008. Otatieto.

- 12 Optical Control Systems GmbH. 2010. Operating Manual Chill Roll and Winding Unit Model CR-9. Germany. OCS
- 13 Optical Control Systems GmbH. 2009. Operating Manual Film Surface Analyser FSA-100 Software version 5.0.4.6. Saksa. OCS.
- 14 Nylund, Seppo. 2006. Julkaisematon projektityö. Automaattisen geelinlaskenta-systeemin käyttöönotto polyolefiinilaboratoriossa. Edupoli.
- 15 Linkam Scientific Instruments Ltd. LTS420 Temperature Controlled Stage User Guide. Versio 1.01.032010. Englanti. Surrey. Verkkoaineisto. <https://static1.squarespace.com/static/556d800ae4b0e8f91507450c/t/56cf29464c2f8513ab634785/1456417109267/LTS420_T95_manual.pdf>.Luettu 28.4.2018.
- 16 BYK. haze-gard plus Operating Instructions, Verkkoaineisto. <https://www.byk.com/fileadmin/byk/support/instruments/downloads/support-downloads/public/Manuals/Appearance/Transparency/haze-gard%20plus/Full%20Version/238013796_EDFI_0805.pdf>. Luettu 5.10.2018.
- 17 Jaarinen, Soili & Niiranen, Jukka. Laboratorion analyysitekniikka. 5–6. painos. Helsinki. 2008. Edita.

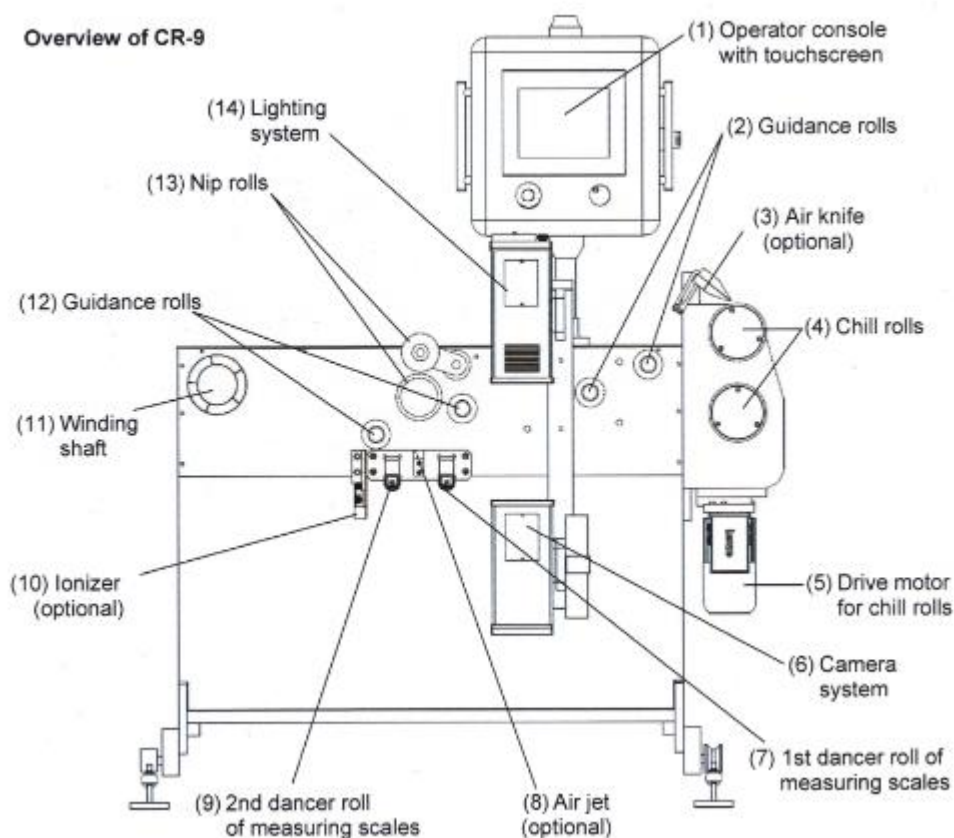
OCS-mittalaitteiston rakenne

Mittausekstruuder ME-25/5800 V3 [10, s. 6-7]

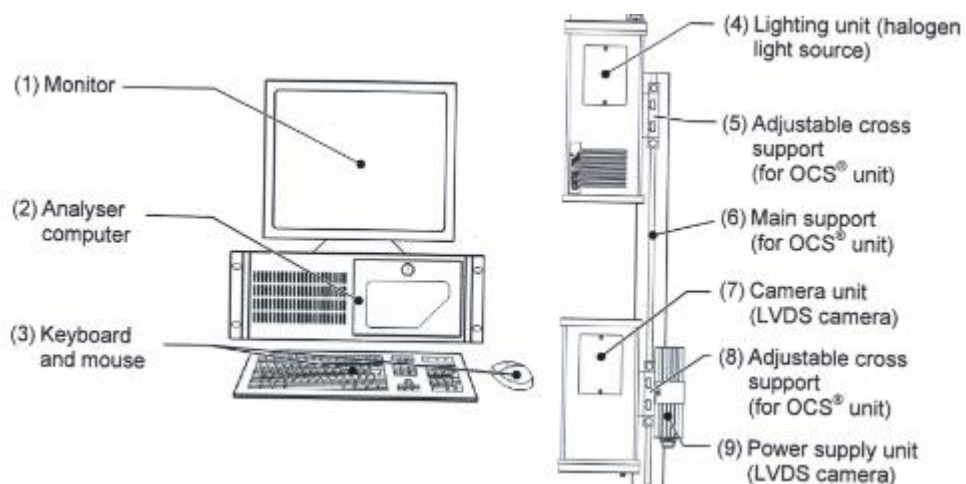


Item	Description
1	Optional rinsing hopper GD-2 with granulate blower and air filter bag
2	Alarm light
3	Control device with touch panel
4	Rotary encoder
5	Emergency stop
6	Drive motor
7	Cover of extrusion cylinder
8	Warning symbol against hot surfaces
9	Control box
10	Adjustable feet (four feet)
11	Connection panel B
12	Connection panel A
13	Sensor for measuring extrusion melt pressure
14	Optional low-pressure blower for cooling extrusion cylinder (under cylinder cover)
15	Extrusion nozzle
16	Measuring ring
17	Sensor for measuring melt temperature (not visible)
18	Emptying pipe for sample hopper
19	Gear box
20	Sample hopper with lid (10 litres)

Kelaajyksikkö [12, s. 11]



Analysointiyksikkö [13, s. 15]



Mikroskooppi- ja OCS-mittaustulokset

Kalvotuote 1																Kokoluokka (pituus µm)		Kokoluokka (leveys µm)	
Tunnus	Mikroskooppi mittaus		OCS-mittaus			Muoto	Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. valontäpäsävy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi	
	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Tyyppi										OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi	
F1N1	281	241	500	325	Cont	Pyöreä, rosainen	56,2	74,2	3,9	1	1,3	1,3	na	na	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N2	222	214	450	275	Cont	Pyöreä	49,3	77,8	3,9	1	1,4	1,4	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N3	186	175	300	225	Gel	Pyöreä	62,0	77,8	5,1	1	2,0	2,0	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N4	233	182	425	275	Gel	Soikea	54,8	66,2	4,4	1	1,7	1,7	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N5	213	168	350	250	Gel	Pyöreä	60,9	67,2	5,1	1	1,4	1,4	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N6	288	210	500	350	Cont	Soikea	57,6	60,0	3,6	1	1,7	1,7	na	na	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N7	250	187	400	300	Gel	Soikea	62,5	62,3	4,5	1	1,7	1,7	na	na	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N8	272	235	475	350	Cont	Pyöreä	57,3	67,1	3,3	1	1,8	1,8	na	na	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N9	279	262	525	375	Cont	Pyöreä	53,1	69,9	3,4	1	1,5	1,5	na	na	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N10	273	253	500	350	Cont	Pyöreä	54,6	72,3	4,0	1	1,9	1,9	na	na	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N11	186	176	425	250	Gel	Pyöreä	43,8	70,4	4,0	1	1,9	1,9	328	137	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N12	245	216	450	325	Gel	Soikea	54,4	66,5	3,9	1	1,5	1,5	389	136	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N13	258	237	550	325	Cont	Pyöreä	46,9	72,9	3,8	1	1,4	1,4	435	145	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N14	174	170	350	250	Gel	Pyöreä	49,7	68,0	4,6	1	1,4	1,4	303	201	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N15	263	220	425	325	Gel	Pyöreä	61,9	67,7	4,1	1	1,9	1,9	356	131	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N16	211	192	400	250	Gel	Pyöreä	52,8	76,8	4,2	1	1,4	1,4	321	190	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N17	202	193	400	250	Gel	Pyöreä	50,5	77,2	4,1	1	1,4	1,4	322	201	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N18	220	199	425	275	Cont	Pyöreä	51,8	72,4	3,9	1	1,3	1,3	361	165	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N19	198	168	400	225	Gel	Pyöreä	49,5	74,7	4,5	1	1,4	1,4	309	195	300-599	100-299	100-299	100-299	
F1N20	312	242	500	400	Cont	Pyöreä, kuitu	62,4	60,5	4,1	1	1,4	1,4	440	198	300-599	300-599	300-599	100-299	
F1N21	249	197	425	300	Cont	Pyöreä	58,6	65,7	3,9	1	1,3	1,3	364	147	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N22	299	249	550	350	Cont	Pyöreä	54,4	71,1	3,2	1	1,5	1,5	459	182	300-599	100-299	300-599	100-299	
F1N23	398	325	650	475	Cont	Pyöreä	61,2	68,4	3,3	1	1,6	1,6	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F1N24	403	399	950	550	Cont	Pyöreä	42,4	72,5	2,5	1	1,5	1,5	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F1N25	300	252	600	350	Cont	Pyöreä	50,0	72,0	3,2	1	1,4	1,4	na	na	600-1000	300-599	300-599	100-299	
F1N26	412	309	775	500	Cont	Soikea	53,2	61,8	3,0	1	1,8	1,8	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F1N27	345	340	850	500	Cont	Pyöreä	40,6	68,0	2,9	1	1,5	1,5	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F1N28	369	353	875	525	Cont	Pyöreä	42,2	67,2	2,4	1	1,4	1,4	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F1N29	420	380	875	600	Cont	Pyöreä	48,0	63,3	2,5	1	1,4	1,4	742	na	600-1000	300-599	600-1000	300-599	
F1N30	480	386	925	625	Cont	Soikea	51,9	61,8	3,0	1	1,7	1,7	na	na	600-1000	300-599	600-1000	300-599	
F1N31	327	302	725	475	Cont	Pyöreä	45,1	63,6	2,6	1	1,6	1,6	597	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F1N32	596	na	975	475	Cont	Pitkulainen, kuitu	na	na	3,4	2	3,0	1,5	574	141	600-1000	300-599	300-599	na	
F1N33	502	na	700	375	Gel	Pitkulainen, kuitu	na	na	4,6	2	2,7	1,3	417	176	600-1000	300-599	300-599	na	
F1N34	309	304	650	425	Cont	Pyöreä	47,5	71,5	3,2	1	1,6	1,6	545	149	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F1N35	666	441	1375	825	Cont	Soikea	48,4	53,5	2,1	1	1,8	1,8	na	na	>1000	600-1000	600-1000	300-599	
						ka	52,6	68,6											

Kalvotuote 2																		
Tunnus	Mikroskooppi mittaus		OCS -mittaus			Muoto	Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. vaionläpäisy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	Kokoluokka (pituus µm)		Kokoluokka (leveys µm)	
	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Tyyppi										OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi
F2N1	145	139	200	125	Gel	Pyöreä	72,5	111,2	16,1	2	3,0	1,5	119	157	100-299	100-299	100-299	100-299
F2N2	214	139	175	175	Gel	Soikea	122,3	79,4	14,9	1	3,1	3,1	141	120	100-299	100-299	100-299	100-299
F2N3	233	135	200	200	Gel	Soikea	116,5	67,5	14,3	2	3,8	1,9	149	162	100-299	100-299	100-299	100-299
F2N4	188	143	175	75	Gel	Soikea	107,4	190,7	19,2	2	2,9	1,4	56	170	100-299	100-299	na	100-299
F2N5	173	160	200	100	Gel	Pyöreä	86,5	160,0	19,6	2	3,1	1,6	79	146	100-299	100-299	100-299	100-299
F2N6	146	104	125	100	Gel	Soikea, rosainen	116,8	104,0	11,5	1	1,2	1,2	119	120	100-299	100-299	100-299	100-299
F2N7	361	401	450	400	Gel	Pyöreä	80,2	100,3	6,0	1	2,7	2,7	na	na	300-599	300-599	300-599	300-599
F2N8	280	165	350	175	Gel	Soikea	80,0	94,3	15,6	1	3,9	3,9	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N9	500	175	550	250	Gel	Pitkulainen	90,9	70,0	12,6	1	4,0	4,0	na	na	300-599	300-599	100-299	100-299
F2N10	193	172	300	150	Gel	Pyöreä	64,3	114,7	15,0	2	3,0	1,6	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N11	229	221	375	225	Gel	Pyöreä	61,1	98,2	11,0	1	3,4	3,4	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N12	352	248	425	275	Gel	Soikea, rosainen	82,8	90,2	10,9	1	3,4	3,4	na	na	300-599	300-599	100-299	100-299
F2N13	286	216	450	250	Gel	Pyöreä	63,6	86,4	10,3	1	3,3	3,3	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N14	312	230	425	250	Gel	Soikea, rosainen	73,4	92,0	10,0	1	2,9	2,9	na	na	300-599	300-599	100-299	100-299
F2N15	230	225	325	200	Gel	Pyöreä	70,8	112,5	11,0	1	3,0	3,0	na	na	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N16	309	228	425	250	Gel	Soikea	72,7	91,2	11,4	1	2,6	2,6	na	na	300-599	300-599	100-299	100-299
F2N17	368	357	550	400	Gel	Pyöreä	66,9	89,3	7,6	1	2,3	2,3	na	na	300-599	300-599	300-599	300-599
F2N18	403	362	425	400	Gel	Soikea	94,8	90,5	7,0	1	2,8	2,8	na	127	300-599	300-599	300-599	300-599
F2N19	582	182	550	300	Gel	Pitkulainen	105,8	60,7	13,0	1	4,2	4,2	na	114	300-599	300-599	300-599	100-299
F2N20	239	210	350	225	Gel	Pyöreä	68,3	93,3	11,6	1	2,6	2,6	na	133	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N21	267	247	300	250	Gel	Pyöreä	89,0	98,8	8,8	1	2,4	2,4	na	100	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N22	353	340	450	325	Gel	Pyöreä	78,4	104,6	7,8	1	2,6	2,6	na	134	300-599	300-599	300-599	300-599
F2N23	336	242	325	325	Gel	Soikea	103,4	74,5	7,4	1	2,8	2,8	na	143	300-599	300-599	300-599	100-299
F2N24	417	315	425	400	Gel	Soikea	98,1	78,8	6,4	1	2,9	2,9	na	129	300-599	300-599	300-599	300-599
F2N25	195	193	300	150	Gel	Pyöreä	65,0	128,7	16,2	2	3,0	1,5	na	151	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N26	273	206	300	150	Gel	Pyöreä	91,0	137,3	16,4	1	2,7	2,7	na	114	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N27	333	147	325	100	Gel	Soikea	102,5	147,0	20,4	2	3,5	1,8	na	132	300-599	300-599	100-299	100-299
F2N28	390	305	450	375	Gel	Pyöreä	86,7	81,3	7,8	1	2,8	2,8	365	151	300-599	300-599	300-599	300-599
F2N29	274	193	350	125	Gel	Soikea	78,3	154,4	16,0	2	3,4	1,9	126	153	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N30	338	275	475	325	Gel	Soikea	71,2	84,6	10,9	1	4,0	4,0	294	109	300-599	100-299	300-599	100-299
F2N31	249	249	375	225	Gel	Pyöreä	66,4	110,7	13,9	1	2,7	2,7	236	116	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N32	274	268	325	250	Gel	Pyöreä	84,3	107,2	11,7	1	2,7	2,7	232	101	300-599	100-299	100-299	100-299
F2N33	541	235	625	250	Gel	Pitkulainen	86,6	94,0	13,6	1	3,2	3,2	na	na	600-1000	300-599	100-299	100-299
F2N34	694	601	800	625	Cont	Soikea	86,8	96,2	6	1	1,2	1,2	690	147	600-1000	600-1000	600-1000	600-1000
F2N35	599	498	675	475	Gel	Epäsäännöllinen, r	88,7	104,8	8	1	3,5	3,5	462	136	600-1000	300-599	300-599	300-599
						ka		85,0										

Kalvotuote 3																Kokoluokka (pituus µm)		Kokoluokka (leveys µm)	
Tunnus	Mikroskooppi mittaus		OCS -mittaus		Tyyppi	Muoto	Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. vaionläpäisy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi	
	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Pituus (µm)	Leveys (µm)															
F3N1	256	175	275	175	Gel	Pyöreä	93,1	100,0	14,5	2	3,7	1,9	151	152	100-299	100-299	100-299	100-299	
F3N2	223	209	250	225	Gel	Pyöreä, rosainen	89,2	92,9	11,3	1	3,5	3,5	180	155	100-299	100-299	100-299	100-299	
F3N3	202	177	275	125	Gel	Pyöreä	73,5	141,6	17,1	2	3,1	1,5	138	131	100-299	100-299	100-299	100-299	
F3N4	227	191	200	174	Gel	Soikea	113,5	109,8	3,4	1	3,4	3,4	149	111	100-299	100-299	100-299	100-299	
F3N5	230	163	200	200	Gel	Soikea	115,0	81,5	12,3	1	3,4	3,4	171	141	100-299	100-299	100-299	100-299	
F3N6	281	131	275	150	Gel	Pitkulainen	102,2	87,3	15,1	3	4,0	1,5	105	112	100-299	100-299	100-299	100-299	
F3N7	310	251	400	250	Gel	Pyöreä	77,5	100,4	10,4	1	3,0	3,0	284	150	300-599	300-599	100-299	100-299	
F3N8	339	308	450	300	Gel	Pyöreä	75,3	102,7	8,4	1	2,3	2,3	340	110	300-599	300-599	300-599	300-599	
F3N9	293	274	350	275	Gel	Pyöreä	83,7	99,6	8,7	1	3,0	3,0	294	157	300-599	100-299	100-299	100-299	
F3N10	298	228	375	200	Gel	Soikea	79,5	114,0	12,5	2	3,0	1,5	193	155	300-599	100-299	100-299	100-299	
F3N11	729	462	975	625	Gel	Kulmikas, pitkulaine	74,8	73,9	4,8	1	1,5	1,5	707	121	600-1000	600-1000	600-1000	300-599	
F3N12	574	362	650	425	Gel	Kulmikas	88,3	85,2	5,8	1	1,3	1,3	510	141	600-1000	300-599	300-599	300-599	
F3N13	1224	517	1400	750	Gel	Kulmikas, pitkulaine	87,4	68,9	4,8	1	2,1	2,1	900	132	>1000	>1000	600-1000	300-599	
						ka		88,7	96,8										

Kalvotuote 4																	Kokoluokka (pituus µm)		Kokoluokka (leveys µm)	
Tunnus	Mikroskooppi mittaus		OCS -mittaus				Muoto	Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. valonläpäisy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi	
	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Tyyppi	OCS										Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi		
F4N1	215	206	275	200	Gel	Pyöreä	78,2	103,0	9,6	1	3	3,0	212	207	100-299	100-299	100-299	100-299		
F4N2	197	168	250	175	Gel	Pyöreä	78,8	96,0	10,6	1	2	2,0	197	135	100-299	100-299	100-299	100-299		
F4N3	176	136	175	125	Gel	Soikea	100,6	108,8	13	2	2,9	1,5	141	201	100-299	100-299	100-299	100-299		
F4N4	156	148	225	150	Gel	Pyöreä	69,3	98,7	10,4	1	2,5	2,5	162	164	100-299	100-299	100-299	100-299		
F4N5	180	152	250	125	Gel	Pyöreä	72,0	121,6	14,5	2	2,5	1,3	154	203	100-299	100-299	100-299	100-299		
F4N6	402	347	550	425	Gel	Pyöreä	73,1	81,6	5,6	1	2,2	2,2	478	150	300-599	300-599	300-599	300-599		
F4N7	261	219	375	275	Gel	Soikea	69,6	79,6	8,2	1	2,3	2,3	303	156	300-599	100-299	100-299	100-299		
F4N8	355	260	550	300	Gel	Soikea	64,5	86,7	7,9	1	3,1	3,1	362	199	300-599	300-599	300-599	100-299		
F4N9	300	226	475	275	Gel	Soikea	63,2	82,2	7,1	1	2,2	2,2	347	170	300-599	100-299	100-299	100-299		
F4N10	271	253	450	300	Gel	Pyöreä	60,2	84,3	6,7	1	2,0	2,0	357	170	300-599	100-299	300-599	100-299		
F4N11	348	300	550	400	Gel	Pyöreä	63,3	75,0	6,0	1	2,1	2,1	450	127	300-599	300-599	300-599	300-599		
F4N12	493	330	550	525	Gel	Soikea	89,6	62,9	5,4	1	2,4	2,4	502	128	300-599	300-599	300-599	300-599		
F4N13	303	213	350	325	Gel	Soikea	86,6	65,5	7	1	2,6	2,6	328	182	300-599	300-599	300-599	100-299		
F4N14	275	260	400	275	Gel	Pyöreä	68,8	94,5	6,8	1	2,2	2,2	311	138	300-599	100-299	100-299	100-299		
F4N15	222	204	425	300	Gel	Pyöreä	52,2	68,0	7,4	1	2,2	2,2	347	186	300-599	100-299	300-599	100-299		
F4N16	413	353	575	400	Gel	Pyöreä	71,8	88,3	6,1	1	2	2,0	455	138	300-599	300-599	300-599	300-599		
F4N17	360	191	375	325	Gel	Soikea	96,0	58,8	7,7	1	2,5	2,5	295	128	300-599	300-599	300-599	100-299		
F4N18	322	302	450	350	Gel	Pyöreä	71,6	86,3	6,3	1	2,3	2,3	369	140	300-599	300-599	300-599	300-599		
F4N19	224	207	350	225	Gel	Pyöreä	64,0	92,0	9,6	1	2,2	2,2	242	148	300-599	100-299	100-299	100-299		
F4N20	436	235	550	350	Gel	Soikea	79,3	67,1	8,4	1	3,3	3,3	361	172	300-599	300-599	300-599	100-299		
F4N21	239	197	300	250	Gel	Pyöreä	79,7	78,8	8,1	1	2,2	2,2	245	156	300-599	100-299	100-299	100-299		
F4N22	207	158	300	175	Gel	Pyöreä	69,0	90,3	11,6	2	2,7	1,4	189	181	300-599	100-299	100-299	100-299		
F4N23	315	244	450	350	Gel	Soikea	70,0	69,7	7,5	1	2,9	2,9	344	156	300-599	300-599	300-599	100-299		
F4N24	436	137	375	175	Gel	Pitkulainen	116,3	78,3	13,2	1	4,1	4,1	184	176	300-599	300-599	100-299	100-299		
F4N25	379	346	550	400	Gel	Pyöreä	68,9	86,5	5,8	1	2,0	2,0	444	124	600-1000	300-599	300-599	300-599		
F4N26	546	439	725	575	Cont	Pyöreä	75,3	76,3	5,2	1	2,0	2,0	637	164	600-1000	300-599	300-599	300-599		
F4N27	670	394	800	700	Gel	Soikea	83,8	56,3	4,6	1	2,4	2,4	721	155	600-1000	600-1000	600-1000	300-599		
F4N28	506	445	700	600	Cont	Pyöreä	72,3	74,2	4,9	1	1,9	1,9	644	143	600-1000	300-599	600-1000	300-599		
F4N29	594	426	725	625	Cont	Soikea	81,9	68,2	4,6	1	1,9	1,9	661	152	600-1000	300-599	600-1000	300-599		
F4N30	586	467	700	475	Gel	Soikea	83,7	98,3	5,1	1	2,0	2,0	575	163	600-1000	300-599	300-599	300-599		
F4N31	502	431	800	575	Cont	Pyöreä	62,8	75,0	5,5	1	2,0	2,0	693	156	600-1000	300-599	300-599	300-599		
F4N32	517	458	800	625	Gel	Pyöreä	64,6	73,3	4,5	2	2,5	1,9	630	111	600-1000	300-599	600-1000	300-599		
						ka	75,0	82,1												

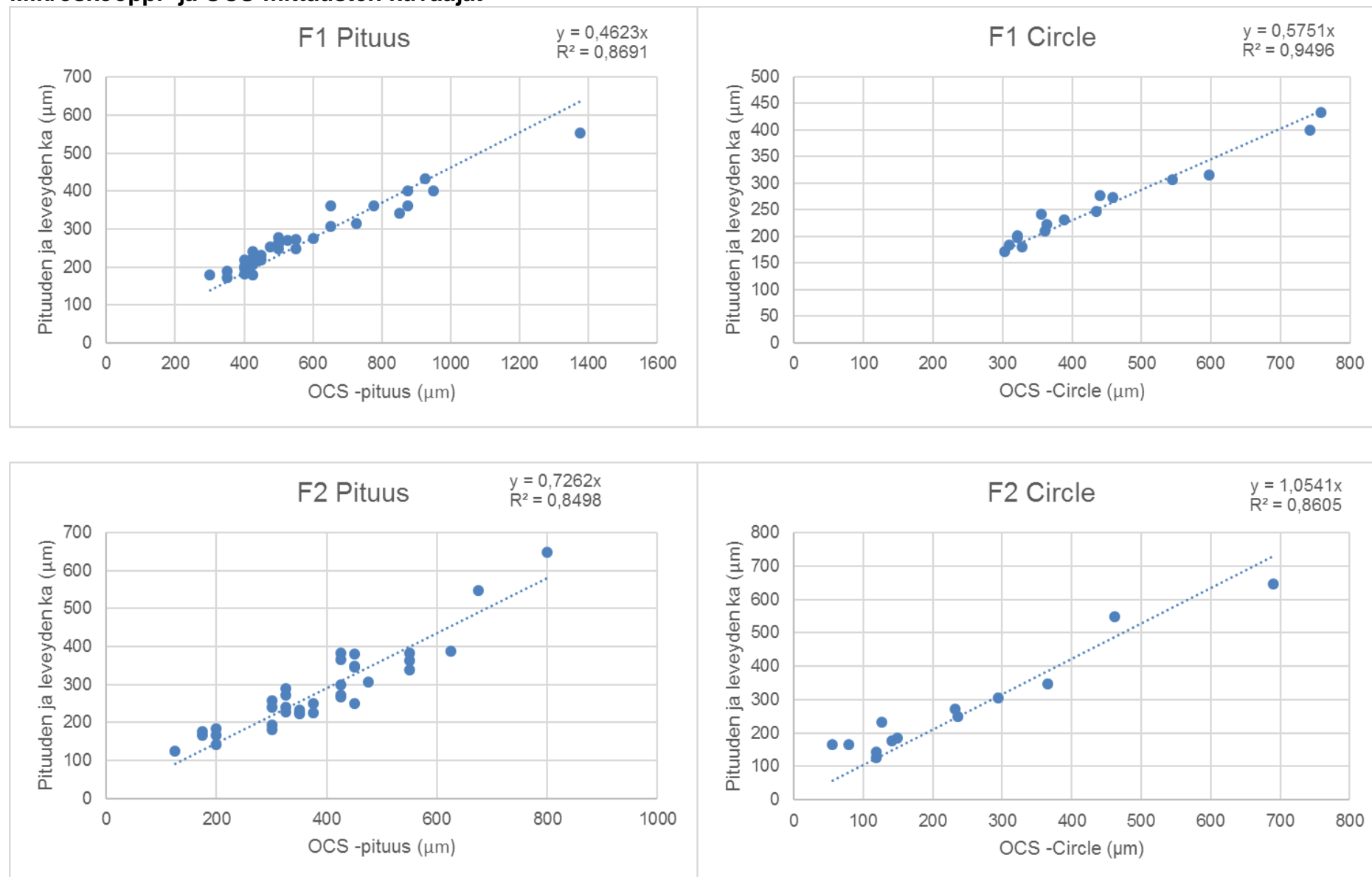
Kaapelituote 1																Kokoluokka (pituus µm)		Kokoluokka (leveys µm)	
Tunnus	Mikroskooppi mittaus			OCS -mittaus			Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. valonläpäisy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi	
	Pituus (µm)	Leveys (µm)		Pituus (µm)	Leveys (µm)	Tyyppi									Muoto	OCS	Mikroskooppi		
K1N1	352	297	525	350	Gel	Pyöreä	67,0	84,9	5,8	1	2,5	2,5	408	175	300-599	300-599	300-599	100-299	
K1N2	295	290	500	350	Gel	Pyöreä	59,0	82,9	5,9	1	2,2	2,2	400	173	300-599	100-299	300-599	100-299	
K1N3	395	342	550	400	Gel	Soikea	71,8	85,5	4,9	1	2,0	2,0	456	171	300-599	300-599	300-599	300-599	
K1N4	369	282	550	375	Gel	Soikea	67,1	75,2	5,1	1	2,3	2,3	426	148	300-599	300-599	300-599	100-299	
K1N5	362	344	475	375	Gel	Pyöreä	76,2	91,7	4,9	1	2,0	2,0	434	139	300-599	300-599	300-599	300-599	
K1N6	370	307	550	375	Gel	Pyöreä	67,3	81,9	5,4	1	2,1	2,1	440	161	300-599	300-599	300-599	300-599	
K1N7	366	264	500	350	Gel	Soikea	73,2	75,4	5,2	1	2,0	2,0	400	180	300-599	300-599	300-599	100-299	
K1N8	317	292	575	375	Gel	Pyöreä	55,1	77,9	5,7	1	2,1	2,1	439	131	300-599	300-599	300-599	100-299	
K1N9	372	362	550	375	Gel	Pyöreä	67,6	96,5	5,6	1	1,9	1,9	452	179	300-599	300-599	300-599	300-599	
K1N10	396	349	575	375	Gel	Pyöreä	68,9	93,1	5,0	1	2,0	2,0	462	130	300-599	300-599	300-599	300-599	
K1N11	258	238	450	275	Gel	Pyöreä	57,3	86,5	6,6	1	2,3	2,3	337	174	300-599	100-299	100-299	100-299	
K1N12	632	264	850	325	Gel	Soikea	74,4	81,2	7,1	1	3,1	3,1	na	na	600-1000	600-1000	300-599	100-299	
K1N13	418	341	625	325	Gel	Soikea	66,9	104,9	5,6	1	2,2	2,2	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N14	411	323	675	425	Gel	Soikea	60,9	76,0	4,8	1	2,2	2,2	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N15	395	384	625	450	Gel	Pyöreä	63,2	85,3	4,6	1	2,1	2,1	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N16	353	339	675	425	Gel	Pyöreä	52,3	79,8	4,4	1	2,2	2,2	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N17	395	307	600	400	Gel	Pyöreä	65,8	76,8	4,8	1	2,4	2,4	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N18	450	247	600	300	Gel	Soikea	75,0	82,3	8,0	1	2,3	2,3	na	na	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N19	770	220	1000	400	Gel	Pitkulainen	77,0	55,0	6,3	1	3,0	3,0	na	na	600-1000	600-1000	300-599	100-299	
K1N20	417	253	850	325	Gel	Soikea	49,1	77,8	5,9	1	2,5	2,5	na	na	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N21	536	323	775	450	Gel	Soikea	69,2	71,8	5,1	1	2,4	2,4	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N22	614	319	850	450	Gel	Soikea	72,2	70,9	5,4	1	2,2	2,2	na	na	600-1000	600-1000	300-599	300-599	
K1N23	566	148	875	225	Gel	Pitkulainen	64,7	65,8	11,3	3	4,2	1,7	na	na	600-1000	300-599	100-299	100-299	
K1N24	375	289	625	325	Gel	Soikea	60,0	88,9	6,3	1	2,7	2,7	na	na	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N25	490	306	700	375	Gel	Soikea	70,0	81,6	5,5	1	2,6	2,6	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N26	412	386	625	450	Gel	Pyöreä	65,9	85,8	4,0	1	2,0	2,0	na	na	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N27	403	193	700	225	Gel	Soikea	57,6	85,8	11,7	2	2,7	1,4	na	na	600-1000	300-599	100-299	100-299	
K1N28	669	191	900	350	Gel	Pitkulainen	74,3	54,6	8,8	1	3,2	3,2	na	na	600-1000	600-1000	300-599	100-299	
K1N29	538	224	800	300	Gel	Soikea	67,3	74,7	8,8	1	2,8	2,8	na	na	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N30	561	502	825	625	Cort	Pyöreä	68,0	80,3	3,1	1	2	2	na	na	600-1000	300-599	600-1000	300-599	
K1N31	499	184	700	200	Gel	Soikea	71,3	92,0	12,8	2	3,7	1,9	na	na	600-1000	300-599	100-299	100-299	
K1N32	450	276	675	325	Gel	Soikea	66,7	84,9	7,3	1	2,8	2,8	403	177	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N33	489	365	725	425	Gel	Soikea	67,4	85,9	5,7	1	2,5	2,5	519	172	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N34	456	351	675	425	Gel	Soikea	67,6	82,6	5,1	1	2,2	2,2	523	170	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N35	409	286	600	400	Gel	Soikea	68,2	71,5	5,3	1	2,5	2,5	437	175	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N36	720	324	1000	525	Gel	Soikea, kuitu	72,0	61,7	5,6	2	3,4	2,3	586	164	600-1000	600-1000	300-599	300-599	
K1N37	464	319	675	450	Gel	Soikea	68,7	70,9	5,8	1	2,1	2,1	515	130	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N38	398	368	600	400	Gel	Pyöreä	66,3	92,0	4,5	1	2,1	2,1	483	151	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N39	436	307	650	400	Gel	Soikea	67,1	76,8	6,0	1	2,1	2,1	477	132	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N40	627	454	975	525	Gel	Soikea	64,3	86,5	4,6	1	2,3	2,3	693	156	600-1000	600-1000	300-599	300-599	
K1N41	356	257	600	350	Gel	Soikea	59,3	73,4	6,9	1	2,5	2,5	409	180	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N42	451	247	650	325	Gel	Soikea	69,4	76,0	5,9	1	2,3	2,3	423	146	600-1000	300-599	300-599	100-299	
K1N43	349	301	600	375	Gel	Pyöreä	58,2	80,3	5,9	1	2,1	2,1	458	134	600-1000	300-599	300-599	300-599	
K1N44	837	309	1150	475	Gel	Pitkulainen	72,8	65,1	6,3	1	3,1	3,1	na	na	>1000	600-1000	300-599	300-599	
K1N45	964	na	1150	425	Gel	Pitkulainen, kuitu	83,8	na	6,3	4	3,8	1,5	466	173	>1000	600-1000	300-599	na	
K1N46	745	387	1075	475	Gel	Soikea	69,3	81,5	5,1	1	2,9	2,9	653	164	>1000	600-1000	300-599	300-599	
						ka	66,9	79,8											

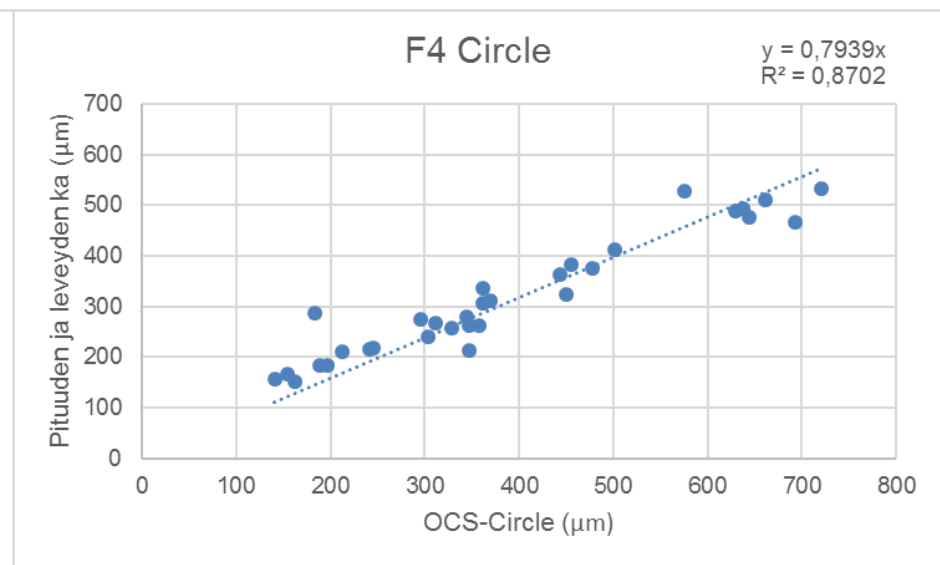
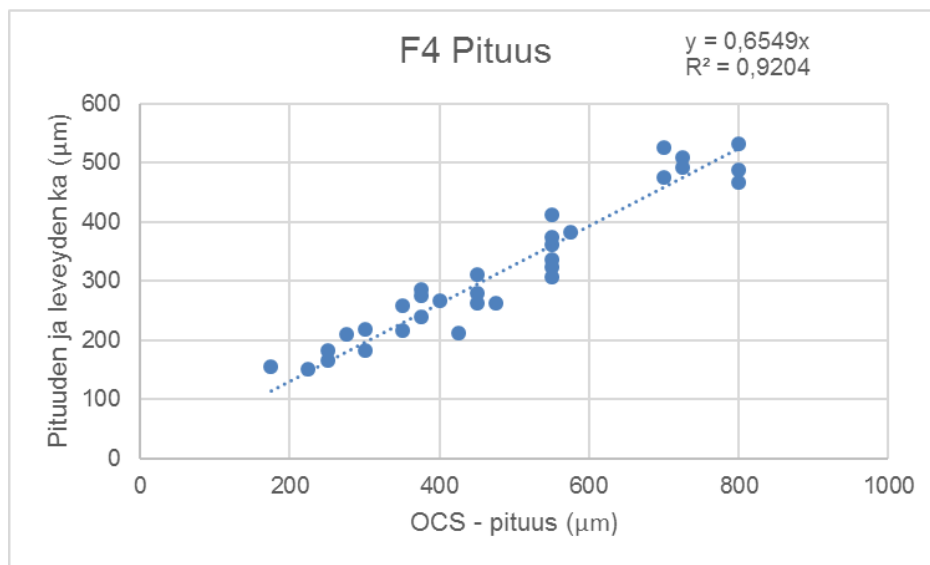
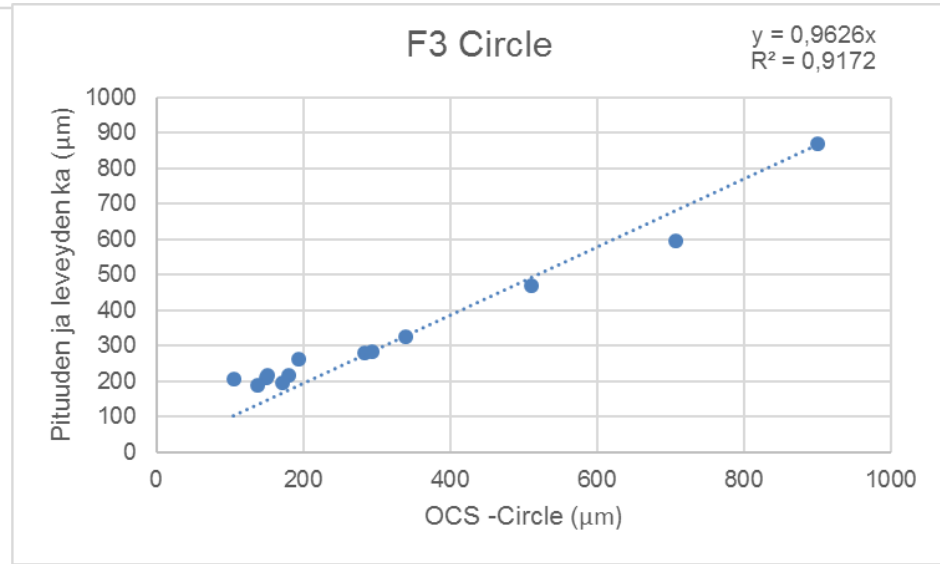
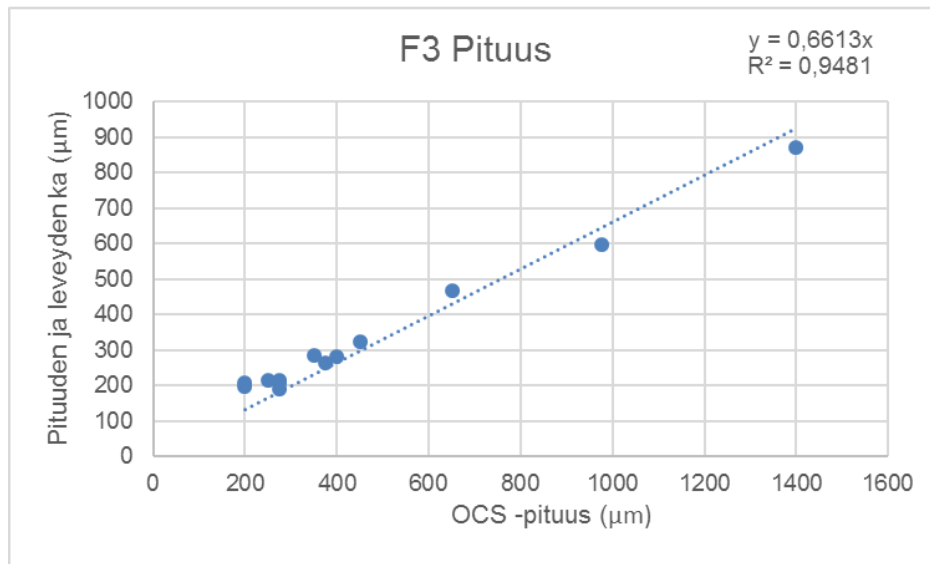
Kaapelituote 2														Kokoluokka (pituus µm)		Kokoluokka (leveys µm)		
Tunnus	Mikroskooppi mittaus		OCS -mittaus			Muoto	Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. valonläpäisy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi
	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Tyyppi										OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi
K2N1	323	282	425	300	Gel	Pyöreä, paakku	76,0	94,0	4,6	1	1,7	1,7	359	-	300-599	300-599	300-599	100-299
K2N2	349	315	575	400	Gel	Pyöreä	60,7	78,8	4,5	1	1,6	1,6	495	185	300-599	300-599	300-599	300-599
K2N3	257	210	400	300	Gel	Soikea	64,3	70,0	5,2	1	2,1	2,1	337	167	300-599	100-299	300-599	100-299
K2N4	218	216	425	275	Gel	Pyöreä	51,3	78,5	5,5	1	2	2	332	-	300-599	100-299	100-299	100-299
K2N5	257	239	475	300	Gel	Pyöreä	54,1	79,7	5,1	1	1,9	1,9	382	184	300-599	100-299	300-599	100-299
K2N6	276	266	475	325	Gel	Pyöreä	58,1	81,8	5,2	1	1,7	1,7	391	149	300-599	100-299	300-599	100-299
K2N7	268	199	325	275	Gel	Soikea	82,5	72,4	5,9	1	2	2	309	205	300-599	100-299	100-299	100-299
K2N8	313	182	450	250	Gel	Soikea	69,6	72,8	6,9	1	2,8	2,8	314	201	300-599	300-599	100-299	100-299
K2N9	328	189	500	275	Gel	Soikea	65,6	68,7	7,2	1	2,1	2,1	343	137	300-599	300-599	100-299	100-299
K2N10	367	359	650	450	Gel	Pyöreä	56,5	79,8	4,4	1	1,9	1,9	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N11	428	323	625	475	Gel	Soikea	68,5	68,0	4,0	1	2,0	2,0	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N12	510	266	875	450	Gel	Soikea	58,3	59,1	4,6	1	2,3	2,3	na	-	600-1000	300-599	300-599	100-299
K2N13	416	342	750	475	Gel	Soikea, rosoinen	55,5	72,0	3,5	1	1,7	1,7	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N14	302	269	625	400	Gel	Pyöreä	48,3	67,3	4,1	1	1,9	1,9	na	-	600-1000	300-599	300-599	100-299
K2N15	387	382	725	525	Gel	Pyöreä	53,4	72,8	3,5	1	2,0	2,0	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N16	396	379	650	450	Gel	Soikea	60,9	84,2	4,1	1	1,9	1,9	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N17	387	323	700	450	Gel	Pyöreä	55,3	71,8	4,2	1	2,1	2,1	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N18	399	335	700	500	Gel	Pyöreä	57,0	67,0	3,7	1	2,0	2,0	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N19	392	255	750	425	Gel	Soikea	52,3	60,0	4,9	1	2,5	2,5	na	-	600-1000	300-599	300-599	100-299
K2N20	401	352	650	500	Gel	Pyöreä	61,7	70,4	3,9	1	2,2	2,2	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N21	380	362	750	500	Gel	Pyöreä	50,7	72,4	3,4	1	2,2	2,2	na	-	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N22	353	231	600	375	Gel	Soikea	58,8	61,6	4,9	1	2,2	2,2	na	-	600-1000	300-599	300-599	100-299
K2N23	655	201	850	300	Gel	Pitkulainen	77,1	67,0	6,5	3	3,4	1,5	na	-	600-1000	600-1000	300-599	100-299
K2N24	306	236	625	375	Gel	Soikea	49,0	62,9	4,6	1	2,3	2,3	na	-	600-1000	300-599	300-599	100-299
K2N25	583	na	800	475	Gel	Pitkulainen, tikku	72,9	na	5,5	2	2,9	1,5	533	-	600-1000	300-599	300-599	na
K2N26	606	232	750	400	Gel	Soikea, kuitu	80,8	58,0	6,3	2	3	1,5	450	-	600-1000	600-1000	300-599	100-299
K2N27	342	323	600	375	Gel	Pyöreä	57,0	86,1	4,4	1	1,7	1,7	491	196	600-1000	300-599	300-599	300-599
K2N28	559	204	750	375	Gel	Pitkulainen, kuitu	74,5	54,4	6,5	2	3,8	1,9	438	-	600-1000	300-599	300-599	100-299
K2N29	930	271	1250	475	Gel	Pitkulainen	74,4	57,1	5,1	1	3,4	3,4	na	-	>1000	600-1000	300-599	100-299
K2N30	616	420	1100	700	Gel	Soikea	56,0	60,0	4,4	1	2,8	2,8	na	-	>1000	600-1000	600-1000	300-599
						ka	62,0	70,6										

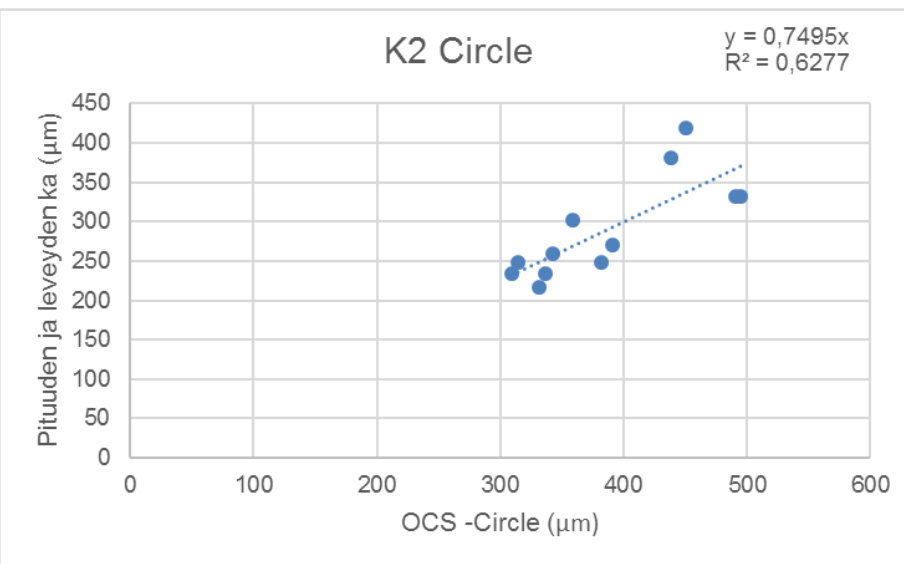
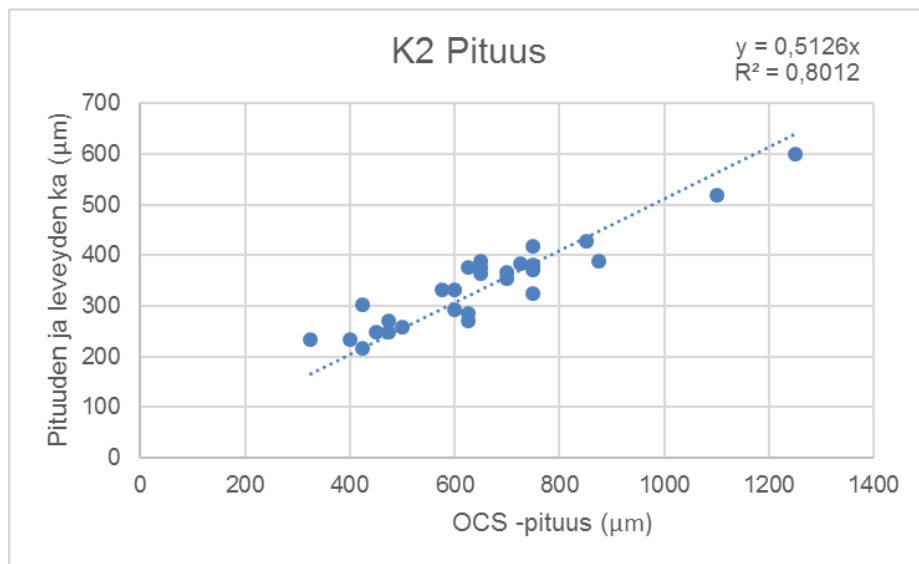
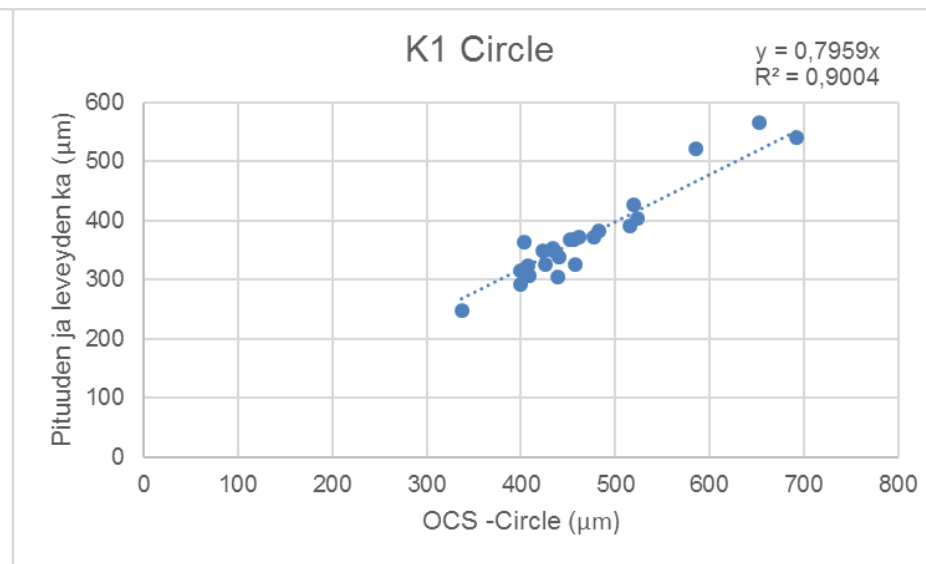
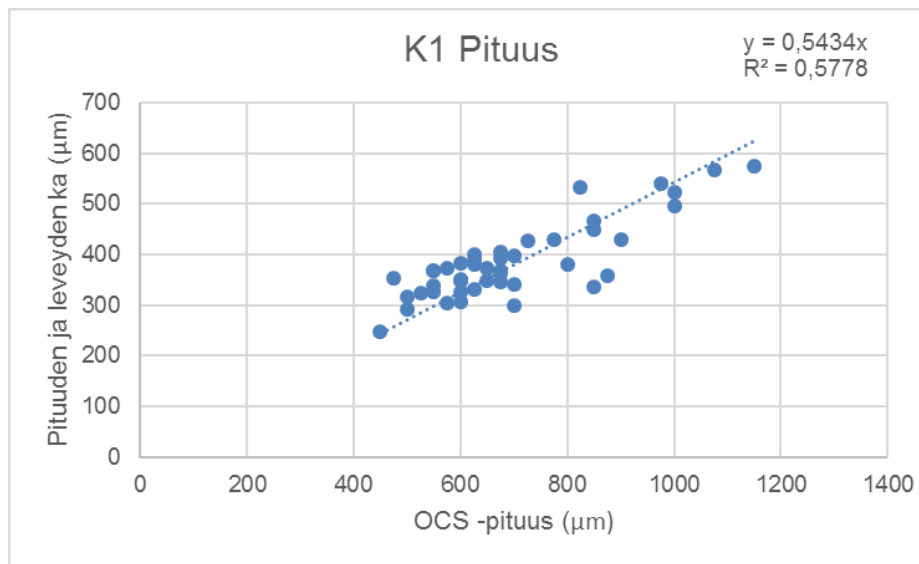
Putkituote 1															Kokoluokka (pituus µm)				Kokoluokka (leveys µm)			
Tunnus	Mikroskooppi mittaus		OCS -mittaus			Muoto	Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. valonläpäisy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi				
	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Tyyppi										OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi				
P1N1	731	392	568	245	Gel	Soikea	128,7	160,0	11,0	1	3,6	3,6	na	65	300-599	600-1000	100-299	300-599				
P1N2	575	363	725	375	Gel	Soikea	79,3	96,8	11,4	1	4,2	4,2	na	69	600-1000	300-599	300-599	300-599				
P1N3	588	381	700	375	Gel	Soikea	84,0	101,6	12,3	1	3,7	3,7	na	64	600-1000	300-599	300-599	300-599				
P1N4	744	530	675	625	Gel	Soikea	110,2	84,8	8,5	1	3,6	3,6	na	68	600-1000	600-1000	600-1000	300-599				
P1N5	578	296	625	400	Gel	Soikea	92,5	74,0	11,1	1	3,6	3,6	na	63	600-1000	300-599	300-599	100-299				
P1N6	597	485	600	550	Gel	Pyöreä	99,5	88,2	9,4	1	3,8	3,8	na	70	600-1000	300-599	300-599	300-599				
P1N7	750	516	850	525	Gel	Soikea	88,2	98,3	10,4	1	3,6	3,6	na	63	600-1000	600-1000	300-599	300-599				
P1N8	568	364	725	325	Gel	Soikea	78,3	112,0	14,3	1	3,6	3,6	na	54	600-1000	300-599	300-599	300-599				
P1N9	606	427	600	575	Gel	Soikea	101,0	74,3	9,8	1	3,7	3,7	na	68	600-1000	600-1000	300-599	300-599				
P1N10	622	472	650	500	Gel	Soikea	95,7	94,4	9,2	1	3,4	3,4	na	55	600-1000	600-1000	300-599	300-599				
						ka	95,7	98,4														

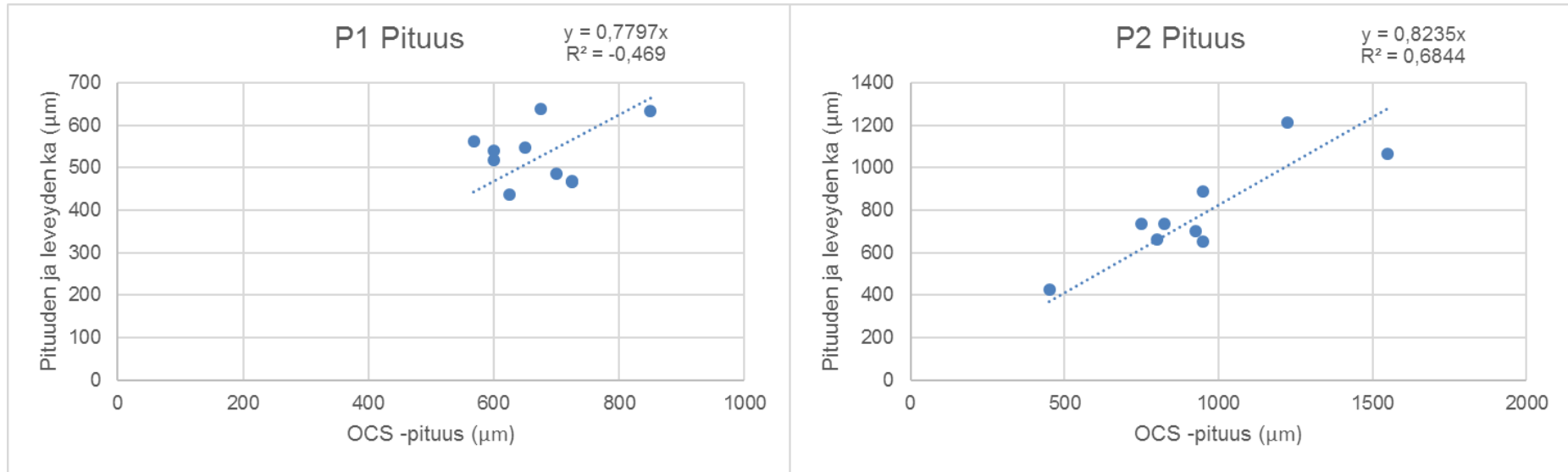
Putkituote 2															Kokoluokka (pituus µm)				Kokoluokka (leveys µm)			
Tunnus	Mikroskooppi mittaus		OCS -mittaus			Muoto	Pituus vertailu (%)	Leveys vertailu (%)	min. valonläpäisy (%)	Havainnetasot	Muotokerroin	Muotokerroin ka.	Koko (Circle µm)	Valon määrä	OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi				
	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Pituus (µm)	Leveys (µm)	Tyyppi										OCS	Mikroskooppi	OCS	Mikroskooppi				
P2N1	280	238	450	400	Gel	Pyöreä	62,2	59,5	12,5	1	1,8	1,8	na	-	300-599	100-299	300-599	100-299				
P2N2	437	187	750	725	Gel	Soikea	58,3	25,8	19,4	1	2,8	2,8	na	-	600-1000	300-599	600-1000	100-299				
P2N3	795	161	925	475	Gel	Pitkulainen	85,9	33,9	18,2	1	3,2	3,2	na	70	600-1000	600-1000	300-599	100-299				
P2N4	600	200	800	525	Gel	Soikea	75,0	38,1	28,2	3	3,6	1,9	na	76	600-1000	600-1000	300-599	100-299				
P2N5	568	217	950	350	Gel	Soikea	59,8	62,0	27,8	2	2,8	1,9	na	66	600-1000	300-599	300-599	100-299				
P2N6	837	557	950	825	Gel	Kulmika	88,1	67,5	7,9	2	1,6	1,4	na	69	600-1000	600-1000	600-1000	300-599				
P2N7	543	489	825	650	Gel	Pyöreä	65,8	75,2	10,4	1	1,5	1,5	na	95	600-1000	300-599	600-1000	300-599				
P2N8	838	586	1225	1200	Gel	Soikea	68,4	48,8	6,0	3	1,9	1,5	na	137	>1000	600-1000	>1000	300-599				
P2N9	1647	297	1550	575	Gel	Pitkulainen	106,3	51,7	18,8	2	3,3	2,3	na	-	>1000	>1000	300-599	100-299				
						ka	74,4	51,4														

Mikroskoopi- ja OCS-mittausten kuvaajat









Putkituotteille ei ole Circle-tuloksia

HSM-tulokset

HSM Kalvotuote 1

Tunnus	Geelin muoto	Sulaminen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppiarvio
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
F1N31	Pyöreä	123,5	125,9	133,0	138,9	11,3	112,5	110,1	120,0	115,1	6,3	Polymeerigeeli
F1N2	Pyöreä	122,8	126,6	131,5	135,4	8,8	112,6	110,1	120,0	116,7	7,0	Polymeerigeeli
F1N3	Pyöreä	122,8	126,6	131,5	135,4	8,8	112,6	110,1	120,0	116,7	7,0	Polymeerigeeli
F1N23	Pyöreä	126,3	128,6	>180	>180	na	113,4	110,1	>180	>180	na	Fluoropolymeerigeeli
F1N5	Pyöreä	124,8	128,8	131,5	136,0	7,0	114,2	110,1	120,0	114,2	5,0	Polymeerigeeli
F1N8	Pyöreä	126,3	128,6	138,8	141,0	12,5	113,4	110,1	121,7	119,2	8,7	Polymeerigeeli
na	Pyöreä	126,3	128,6	>180	>180	na	113,4	110,1	>180	>180	na	Fluoropolymeerigeeli
F1N24	Pyöreä	124,8	128,8	136,0	139,5	11,0	114,2	110,1	121,7	118,4	7,9	Polymeerigeeli
F1N25	Pyöreä	126,3	128,6	134,0	137,6	8,4	113,4	110,1	120,9	116,7	7,1	Polymeerigeeli
F1N9	Pyöreä	124,8	127,6	134,1	137,6	9,7	113,4	110,1	120,9	117,6	7,5	Polymeerigeeli
F1N10	Pyöreä	124,8	127,6	134,1	137,1	9,4	113,4	110,1	120,9	117,6	7,5	Polymeerigeeli
F1N27	Pyöreä	124,8	127,6	134,1	137,8	9,8	113,4	110,1	120,9	117,6	7,5	Polymeerigeeli
F1N28	Pyöreä	124,8	127,6	134,6	138,3	10,3	113,4	110,1	120,9	117,6	7,5	Polymeerigeeli
F1N29	Pyöreä	123,5	125,9	133,0	138,9	11,3	112,5	110,1	120,0	115,1	6,3	Polymeerigeeli
F1N20	Pyöreä	124,6	126,3	>180	>180	na	113,4	110,1	>180	>180	na	Kontaminaatio
na	Pyöreä	124,3	126,8	>180	>180	na	113,4	110,9	>180	>180	na	Fluoropolymeerigeeli
na	Pyöreä	124,3	126,8	>180	>180	na	113,4	110,9	>180	>180	na	Kontaminaatio
F1N30	Soikea	123,5	125,9	131,1	135,4	8,6	112,5	110,1	120,0	115,1	6,3	Polymeerigeeli
F1N4	Soikea	124,5	127,0	135,6	138,5	11,3	112,5	109,2	120,0	116,7	7,5	Polymeerigeeli
F1N6	Soikea	124,5	127,0	134,6	137,5	10,3	112,5	109,2	119,2	116,7	7,1	Polymeerigeeli
F1N7	Soikea	124,5	127,0	131,0	136,0	7,8	112,5	109,2	120,0	114,2	6,3	Polymeerigeeli
F1N35	Soikea	124,8	128,8	131,5	136,8	7,4	114,2	110,1	120,0	114,2	5,0	Polymeerigeeli
F1N26	Soikea	124,5	127,0	134,6	137,5	10,3	112,5	109,2	120,0	116,7	7,5	Polymeerigeeli
F1N1	Rosoinen	122,8	126,6	>180	>180	na	112,6	110,1	>180	>180	na	Kontaminaatio
ka		124,5	127,2				113,2	110,1				

HSM Kalvotuote 2

Tunnus	Geelin muoto	Sulaminen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppiarvio
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
F2N7	Pyöreä	127,0	129,1	126,8	128,0	-0,6	115,9	113,4	115,0	112,5	-0,9	Epäselvä geeli
F2N9	Pitkulainen	126,6	129,1	126,3	128,0	-0,7	115,9	112,5	115,0	111,7	-0,9	Epäselvä geeli
F2N11	Pyöreä	127,0	129,1	126,8	128,0	-0,6	115,9	113,4	115,0	112,5	-0,9	Epäselvä geeli
F2N12	Rosoinen	126,3	128,5	>180	>180	na	115,0	113,4	>180	>180	na	Kontaminaatio
F2N13	Pyöreä	127,0	129,1	126,8	128,0	-0,6	115,9	113,4	115,0	112,5	-0,9	Epäselvä geeli
F2N14	Rosoinen	126,3	128,5	>180	>180	na	115,0	113,4	>180	>180	na	Kontaminaatio
F2N15	Pyöreä	127,0	129,1	126,8	128,0	-0,6	115,9	113,4	115,0	112,5	-0,9	Epäselvä geeli
F2N33	Pitkulainen	126,6	129,1	126,3	128,0	-0,7	115,9	112,5	115,0	111,7	-0,9	Epäselvä geeli
F2N17	Pyöreä	127,0	129,1	126,8	128,0	-0,6	115,9	113,4	115,0	112,5	-0,9	Epäselvä geeli
F2N19	Pitkulainen	126,6	129,1	126,3	128,0	-0,7	115,9	112,5	115,0	111,7	-0,9	Epäselvä geeli
F2N20	Pyöreä	126,5	129,0	125,3	128,0	-1,1	115,9	112,6	115,1	111,7	-0,9	Epäselvä geeli
F2N21	Pyöreä	126,5	129,0	125,3	128,0	-1,1	115,9	112,6	115,1	111,7	-0,9	Epäselvä geeli
F2N22	Pyöreä	126,5	129,0	125,3	128,0	-1,1	115,9	112,6	115,1	111,7	-0,9	Epäselvä geeli
F2N26	Pyöreä	126,5	129,0	125,8	128,0	-0,9	115,9	112,6	115,1	111,7	-0,9	Epäselvä geeli
F2N34	Soikea	128,8	131,1	>180	>180	na	117,6	115,9	>180	>180	na	Kontaminaatio
F2N29	Soikea	127,4	130,0	127,0	128,8	-0,8	115,9	113,4	115,0	111,7	-1,3	Epäselvä geeli
F2N2	Soikea	127,4	130,0	127,0	128,8	-0,8	115,9	113,4	115,0	111,7	-1,3	Epäselvä geeli
F2N30	Soikea	127,4	130,0	127,0	128,8	-0,8	115,9	113,4	115,0	111,7	-1,3	Epäselvä geeli
F2N3	Soikea	127,4	130,0	127,0	128,8	-0,8	115,9	113,4	115,0	111,7	-1,3	Epäselvä geeli
na	Pyöreä	126,1	128,6	125,8	127,0	-0,9	115,0	112,6	114,2	112,6	-0,4	Epäselvä geeli
F2N35	Rosoinen	126,8	129,3	>180	>180	na	115,9	112,5	>180	>180	na	Kontaminaatio
F2N6	Rosoinen	126,8	129,3	>180	>180	na	115,9	112,5	>180	>180	na	Kontaminaatio
na	Rosoinen	128,8	131,1	>180	>180	na	116,7	114,2	>180	>180	na	Kontaminaatio
ka		127,1	129,5				116,0	113,4				

Kalvotuote 3

Tunnus	Geelin muoto	Sulaminen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppi-arvio
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
F3N7	Pyöreä	132,6	134,5	130,6	132,8	-1,85	120	118,4	119,2	115,9	-1,65	Epäselvä geeli
F3N2	Rosoinen	131,6	134	>180	>180	na	120,9	118,4	>180	>180	na	Kontaminaatio
F3N3	Pyöreä	132,6	134,5	130,6	132,8	-1,85	120	118,4	119,2	115,9	-1,65	Epäselvä geeli
F3N8	Pyöreä	132,6	134,5	130,6	132,8	-1,85	120	118,4	119,2	115,9	-1,65	Epäselvä geeli
F3N9	Pyöreä	132,6	134,5	130,6	132,8	-1,85	120	118,4	119,2	115,9	-1,65	Epäselvä geeli
F3N13	Rosoinen	132,3	134	>180	>180	na	120	118,4	>180	>180	na	Kontaminaatio
F3N10	Soikea	131,6	133,5	130,8	133,5	-0,4	120	117,5	120	116,7	-0,4	Epäselvä geeli
F3N5	Soikea	131,6	133,5	131,6	133,5	0	120	117,5	120	116,7	-0,4	Epäselvä geeli
F3N6	Pitkulainen	131,6	133,5	131,6	133,5	0	120	117,5	120	117,5	0	Naarmu
ka		132,0	134,0				120,2	118,2				

Kalvotuote 4

Tunnus	Geelin muoto	Sulaminen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppi-arvio
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
F4N25	Pyöreä	133,1	135,1	131,5	134,3	-1,2	120	118,4	120	114,2	-2,1	Epäselvä geeli
F4N6	Pyöreä	133,1	135,1	131,5	134,3	-1,2	120	118,4	120	114,2	-2,1	Epäselvä geeli
F4N26	Pyöreä	133,1	135,1	130,8	134,3	-1,55	120	118,4	119,2	112,6	-3,3	Epäselvä geeli
F4N8	Soikea	132,3	134,8	132,3	134	-0,4	120,9	118,4	120	117,5	-0,9	Epäselvä geeli
F4N9	Soikea	132,3	134,8	132,3	134	-0,4	120,9	118,4	120	117,5	-0,9	Epäselvä geeli
F4N10	Pyöreä	133,1	135,1	131,5	134,3	-1,2	120	118,4	120	114,2	-2,1	Epäselvä geeli
F4N11	Pyöreä	133,1	135,1	133,1	135,1	0	120	118,4	120	114,2	-2,1	Epäselvä geeli
F4N27	Soikea	132,3	134,8	130,5	133,3	-1,65	120,9	118,4	120	115	-2,15	Epäselvä geeli
F4N28	Pyöreä	132,3	134,8	130,5	133,3	-1,65	120,9	118,4	120	115	-2,15	Epäselvä geeli
F4N16	Pyöreä	131,3	132,8	130	132	-1,05	119,2	117,5	118,4	115	-1,65	Epäselvä geeli
F4N17	Soikea	131,3	132,8	130	132	-1,05	119,2	117,5	118,4	115	-1,65	Epäselvä geeli
ka		132,2	134,2				120,0	118,1				

HSM kaapelituote 1

Tunnus	Geelin muoto	Sulaminen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppi-arvio
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
K1N16	Pyöreä	128,3	129,9	126,3	129,1	-1,4	116,7	114,2	115,9	107,6	-3,7	Epäselvä geeli
K1N17	Pyöreä	128,3	129,9	126,3	129,1	-1,4	116,7	114,2	115,9	107,6	-3,7	Epäselvä geeli
K1N1	Pyöreä	128,0	129,8	126,8	128,6	-1,2	115,9	113,4	115,0	108,4	-3,0	Epäselvä geeli
K1N2	Pyöreä	128,0	129,8	126,8	128,6	-1,2	115,9	113,4	115,0	108,4	-3,0	Epäselvä geeli
K1N38	Pyöreä	128,0	129,8	126,8	128,6	-1,2	115,9	113,4	115,0	108,4	-3,0	Epäselvä geeli
K1N5	Pyöreä	128,0	129,8	126,8	128,6	-1,2	115,9	113,4	115,0	108,4	-3,0	Epäselvä geeli
K1N6	Pyöreä	128,0	129,8	126,8	128,6	-1,2	115,9	113,4	115,0	108,4	-3,0	Epäselvä geeli
K1N12	Soikea	128,1	130,8	126,8	130,1	-1,0	116,7	114,2	115,9	109,2	-2,9	Epäselvä geeli
K1N13	Soikea	128,3	129,9	126,3	129,1	-1,4	116,7	114,2	115,9	108,4	-3,3	Epäselvä geeli
K1N14	Soikea	128,3	129,9	126,3	129,1	-1,4	116,7	114,2	115,9	107,6	-3,7	Epäselvä geeli
K1N18	Soikea	128,1	130,8	126,8	130,1	-1,0	116,7	114,2	115,9	109,2	-2,9	Epäselvä geeli
K1N37	Soikea	127,8	129,6	125,9	129,0	-1,2	115,9	114,2	115,1	109,2	-2,9	Epäselvä geeli
K1N46	Soikea	127,8	129,6	126,9	129,0	-0,7	115,9	114,2	115,1	109,2	-2,9	Epäselvä geeli
K1N40	Soikea	127,8	129,6	126,9	129,0	-0,7	115,9	114,2	115,1	109,2	-2,9	Epäselvä geeli
K1N19	Pitkulainen	128,1	130,8	126,8	130,1	-1,0	116,7	114,2	115,9	109,2	-2,9	Epäselvä geeli
ka		128,1	130,0				116,3	114,0				

HSM kaapelituote 2

Tunnus	Geelin muoto	Sulamisen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppiarviointi
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
K2N10	Pyöreä	131,1	133,6	129,5	132,5	-1,35	119,2	114,2	118,4	113,4	-0,8	Epäselvä geeli
K2N17	Pyöreä	131	133,3	130,3	132,3	-0,85	119,2	117,6	118,4	115,9	-1,25	Epäselvä geeli
K2N2	Pyöreä	131,5	133	133,8	135,6	2,45	119,2	116,7	120	118,4	1,25	Polymeerigeeli
K2N27	Pyöreä	131,5	133	129,8	131,6	-1,55	119,2	116,7	118,4	113,4	-2,05	Epäselvä geeli
K2N4	Pyöreä	131,8	133,6	134,6	135,3	2,25	120	117,5	119,2	116,7	-0,8	Polymeerigeeli
K2N30	Soikea	131,3	133,5	130,5	132,8	-0,75	120	117,5	118,4	115,9	-1,6	Epäselvä geeli
K2N16	Soikea	131	133,3	130,3	132,3	-0,85	119,2	117,6	117,6	113,4	-2,9	Epäselvä geeli
K2N19	Soikea	131,1	133,8	130,8	132,3	-0,9	119,2	115	118,4	114,2	-0,8	Epäselvä geeli
K2N22	Soikea	131,1	133,8	130,8	132,3	-0,9	119,2	115	118,4	114,2	-0,8	Epäselvä geeli
K2N11	Soikea	131	133,3	130,3	132,3	-0,85	119,2	117,6	118,4	115,9	-1,25	Epäselvä geeli
K2N12	Soikea	131	133,3	130,3	132,3	-0,85	119,2	117,6	118,4	115,9	-1,25	Epäselvä geeli
K2N26	Soikea	131,5	133,8	>180	>180	na	120	116,7	>180	>180	na	Kontaminaatio(kuitu)
K2N3	Soikea	131,5	133	132,8	134,3	1,3	119,2	116,7	120	118,4	1,25	Polymeerigeeli
K2N28	Soikea	131,6	133,6	>180	>180	na	120,9	116,7	>180	>180	na	Kontaminaatio (kuitu)
K2N8	Soikea	131,3	133,5	130,3	132,6	-0,95	119,2	117,5	118,4	116,7	-0,8	Epäselvä geeli
K2N9	Soikea	131,3	133,5	130,3	132,6	-0,95	119,2	117,5	118,4	116,7	-0,8	Epäselvä geeli
K2N23	Pitkulainen	131,1	133,8	130,8	132,8	-0,65	119,2	115	118,4	114,2	-0,8	Epäselvä geeli
K2N29	Pitkulainen	132	133,8	130,6	132,8	-1,2	120	114,2	120	114,2	0	Epäselvä geeli
K2N13	Rosoinen	132	133,8	>180	>180	na	120	114,2	>180	>180	na	Kontaminaatio
K2N1	Rosoinen	132,3	134,3	>180	>180	na	119,2	116,7	>180	>180	na	Kontaminaatio
K2N25	Pitkulainen	132,3	134,3	>180	>180	na	119,2	116,7	>180	>180	na	Kontaminaatio (tikku)
ka		131,5	133,6				119,7	116,5				

Putkituote 1

Tunnus	Geelin muoto	Sulaminen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppiarvio
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
P1N2	Soikea	137,0	138,3	135,8	137,6	-1,0	122,6	120,0	121,7	119,7	-0,6	Epäselvä geeli

Putkituote 2

Tunnus	Geelin muoto	Sulaminen (°C)					Kiteytyminen (°C)					Tyyppiarvio
		Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	Matriisi T ₁	Matriisi T ₂	Geeli T ₁	Geeli T ₂	Ero	
P2N8	Rosoinen	135,5	138,5	>200	>200	na	122,5	118,4	>200	>200	na	Kontaminaatio
P2N7	Rosoinen	135,5	137,6	>200	>200	na	121,7	118,4	>200	>200	na	Kontaminaatio
P2N6	Kulmikas	135,0	137,3	>200	>200	na	122,5	118,4	>200	>200	na	Kontaminaatio
	ka	135,3	137,8				122,2	118,4				