



Osaamista
ja oivallusta
tulevaisuuden
tekemiseen

Sanna Sohlberg

Prosessirefraktometrin kalibrointi

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Kemiantekniikka

Insinöörityö

17.5.2019

Tekijä Otsikko	Sanna Sohlberg Prosessirefraktometrin kalibrointi
Sivumäärä Aika	36 sivua + 3 liitettä 17.5.2019
Tutkinto	Insinööri (AMK)
Tutkinto-ohjelma	Bio- ja kemiantekniikka
Ammatillinen pääaine	Kemiantekniikka
Ohjaajat	Toimitusjohtaja Juha Jääskeläinen, Janesko Oy Lehtori Eija Koriseva
Tämä insinöörityö tehtiin Janesko Oy:lle, joka vastaa K-Patents-konsernin tutkimus- ja tuotekehitystyöstä. K-Patents Oy valmistaa prosessiteollisuudessa käytettäviä optisen tiheyden mittaukseen perustuvia mittalaitteita, refraktometreja. Joulukuussa 2018 sekä Janesko Oy että K-Patents Oy siirtyivät Vaisala Oy:n omistukseen. Tavoitteena oli kokeellisin menetelmin löytää selitys sille, miksi tehdaskalibroitu mittalaite näyttää veden taitekertoimelle kirjallisuusarvosta poikkeavaa positiivista lukemaa. Elintarviketeollisuuteen tarkoitettu prosessirefraktometri mittaa vesiliuoksen sokeripitoisuutta. Puh- taalla vedellä tehdyissä mittauksissa veteen ei ole liuenneena sokeria, jolloin veden kon- sentraation tulisi olla 0,0 brix, mutta tyypillisesti laite kuitenkin näyttää lukemaa 0,2 brix. Aikaisempia tutkimuksia aiheesta ei ollut, joten ennen työn aloitusta mietittiin fysikaalisten ilmiöiden pohjalta mahdollisia syitä, jotka mittausvirheen voisivat aiheuttaa. Tämän pohdin- nan perusteella määräytyivät ensimmäiset tutkimukset. Varsinaista koesuunnitelmaa ei ol- lut, vaan jokainen tutkimus määräytyi aina edellisistä tutkimuksista saatujen tulosten ja niistä tehtyjen päätelmien perusteella. Laboratoriotutkimusten perusteella suurimmaksi syyksi osoittautui mitattavan näytteen vir- heellinen lämpötilanmittaus. Kalibroinnin a-parametrien määrittämisessä käytetään laitteen si- sään integroidun PT-1000-lämpötila-anturin antamaa mittaustulosta. Todellisuudessa kui- tenkin laitteen sisältämän elektronikan lämpenemisen vaikutuksesta myös prisma lämpe- nee. Tästä syystä kalibroinnissa käytettävä PT-1000-lämpötila-anturin antama mittaustulos on liian matala, jolloin taitekerroin korjataan tyypillisesti liian suureksi.	
Avainsanat	Refraktometri, kalibrointi, lämpötila, taitekerroin

Author Title	Sanna Sohlberg Calibration of the process refractometer
Number of Pages Date	36 pages + 3 appendices 17 May 2019
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Biotechnology and Chemical Engineering
Professional Major	Chemical Engineering
Instructors	Juha Jääskeläinen, CEO Janesko Oy Eija Koriseva, Lecturer
This Bachelor's thesis was done for Janesko Oy, a company that is responsible for K-Patents Group's research and development. K-Patents Oy manufactures refractometers that use optical density measurement in the process industry. As of 1 January 2019, both Janesko Oy and K-patents Oy have been owned by Vaisala Oyj. The aim of the thesis was to discover, by experimental methods, an explanation why a factory calibrated measuring device gives a positive reading that differs from the literal value of the refractive index of water. The process refractometer for the food industry measures the sugar content of an aqueous solution. In pure water measurements, there is no sugar dissolved in water, so the water concentration should be 0.0 Brix. However, typically the device shows a reading of 0.2 Brix. In order to achieve an understanding of the physical phenomena which could cause the measurement error, it was necessary to do some pre-study. The first experiments were designed based on this study. There was no actual test plan, instead each of the experiments was based on the results of the previous experiments and the conclusions drawn from them. Based on the laboratory experiments, the main cause is an error in measuring the sample's temperature. The a-parameters of the calibration are based on the measurement of the internal PT-1000 temperature sensor. However, the electronics inside the refractometer cause the prism to warm up. Due to this, the reading of the internal temperature sensor is lower than the temperature on the surface of the prism. This causes the calibrated correction of the refractive index to be typically too high.	
Keywords	Refractometer, calibration, temperature, refractive index

Sisällys

Lyhenteet ja käsitteet

1	Johdanto	1
2	Valon heijastuminen ja taittuminen	2
2.1	Taitekerroin	2
2.2	Kokonaisheijastus	5
3	Refraktometri	7
3.1	Toimintaperiaate	7
3.2	Sovelluskohteita	8
4	Kalibrointi	12
5	Tutkimukset	14
5.1	Lämpötilaerojen vakiointi ja tulokset	15
5.2	Elektroniikan lämmittävä vaikutus ja tulokset	21
5.3	Virtaava vesi ja tulokset	23
5.4	Lämpötila-anturin ja prisman välinen lämpötilaero ja tulokset	26
6	Päätelmät ja pohdinta	31
7	Yhteenveto	34
	Lähteet	36

Liitteet

Liite 1. Erilaisten vesien erot

Liite 2. Elektroniikan lämmittävä vaikutus

Liite 3. Lämpötila-anturin ja prisman välinen lämpötilaero

Lyhenteet ja käsitteet

Brix	Vesiliuoksen sokeripitoisuus (g / 100 g liuosta)
CCD	Charge-Coupled Device. Elektroninen puolijohdekenno, joka antaa valon intensiteetin digitaalisessa muodossa
LED	Light Emitting Diode. Valoa säteilevä puolijohdekomponentti
Max Diff	Itseisarvo kalibrointipisteiden mitatun ja lasketun taitekertoimen välisestä suurimmasta erotuksesta
nD	Mitattavan nesteen taitekerroin
Veden Diff	Veden mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välinen erotus

1 Johdanto

Suuriin teollisuusprosesseihin liittyy usein monenlaisia tekijöitä, jotka suunniteltaessa turvallista ja kustannustehokasta kokonaisuutta on otettava huomioon. Ympäristöasiat puhuttavat nykypäivänä paljon, ja myös teollisuudessa pyritään parantamaan prosessien energiatehokkuutta. Automatisoinnin säädöillä pystytään vaikuttamaan niin energian kulutukseen kuin saantoonkin, ja tässä ovat avainasemassa prosessiin liitettävät mittalaitteet.

K-Patents Oy valmisti ensimmäisenä maailmassa digitaalisen prosessirefraktometrin, jonka avulla voidaan mitata liuenneiden aineiden pitoisuuksia taitekertoimeen perustuen. Refraktometrin avulla saadaan reaaliaikaista tietoa suoraan prosessinesteestä, jolloin mahdollisiin muutoksiin pystytään reagoimaan nopeasti, eikä aikaa vieviä laboratoriotutkimuksia välttämättä tarvita. [1.]

Insinööriyön kohteena oli elintarviketeollisuuteen tarkoitettu mittalaite, ja työn tarkoituksena oli selvittää, miksi tehdaskalibroidut refraktometrit näyttävät tyypillisesti puhtaan veden konsentraatioksi hieman enemmän kuin nolla. Asian selvittämiseksi tehtiin tutkimuksia laboratoriossa erilaisilla testiasetelmilla, jotka valikoituivat työn aikana tehtyjen havaintojen ja päätelmien mukaan. Aikaisempaa tutkimustietoa aiheesta ei ollut.

Laitteen mittaustarkkuus on tärkeä, koska se vaikuttaa prosessin turvallisuuden ja kustannustehokkuuden lisäksi valmiin tuotteen laatuun ja laajentaa markkina-aluetta. Esimerkiksi elintarviketeollisuuteen sijoittuvissa virvoitusjuomaprosesseissa seurataan tyypillisesti sokerin määrää prosessinesteessä. Mitä tarkempi pitoisuusmittaus on, sitä tarkemmaksi saadaan myöskin prosessi säädettyä ja valmis tuote vastaamaan paremmin sille määritellyjä raja-arvoja. Tarkalla nollapisteellä on merkitystä myös sovelluksissa, joissa prosessilaitteistoa pestään vedellä ja halutaan varmistua siitä, että esimerkiksi tankkiauton säiliö on puhdas. Prosesseissa käytettävät raaka-aineet voivat olla kalliita, jolloin niiden tarvittava määrä halutaan tietää täsmällisesti, jotta voidaan välttyä turhilta kustannuksilta, jotka aiheutuisivat raaka-aineen liiallisesta käytöstä. Raaka-aineiden virheelliset suhteet saattavat aiheuttaa sen, että tuote menee pilalle. [2.]

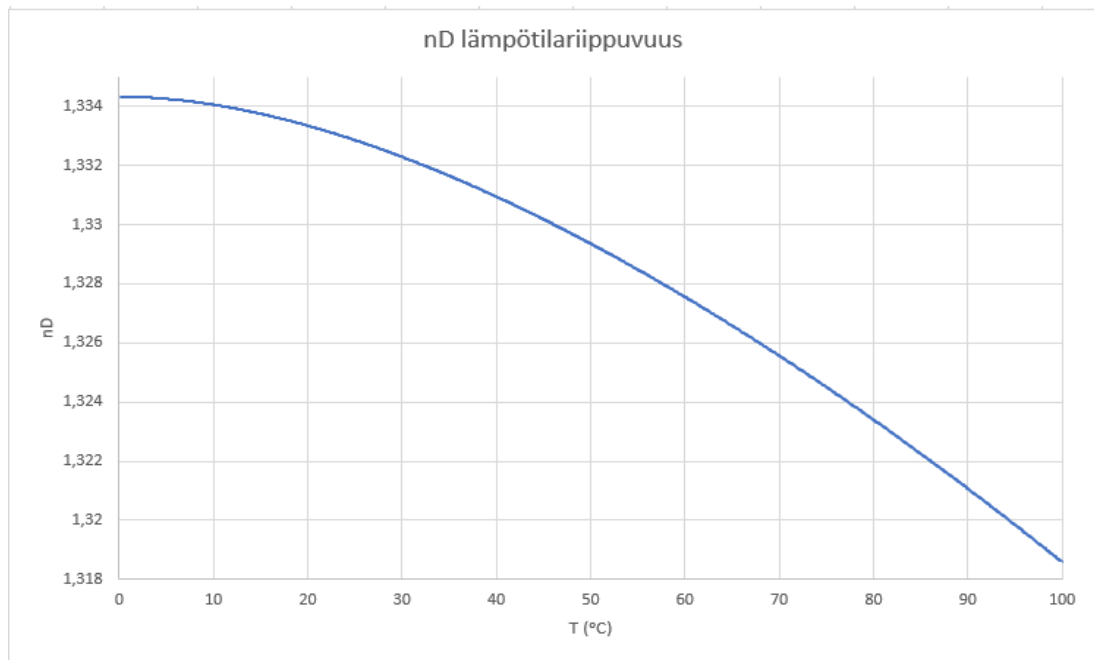
2 Valon heijastuminen ja taittuminen

Valon luonne on kaksijakoinen. Sitä voidaan ajatella joko fotoneina tai sähkömagneettisena aaltoliikkeenä, joka syntyy sähkövarauksen värähdellessä. Yleensä puhuttaessa valonnopeudesta viitataan valon kulkunopeuteen c tyhjiössä, joka on $2,998 \cdot 10^8$ m/s. [3.] Tässä yhteydessä valoa käsitellään aaltoliikkeenä.

Valon kohdatessa kahden aineen välisen rajapinnan tapahtuu sekä valon taittumista että heijastumista. Osa valosta taittuu rajapinnan läpi, ja osa heijastuu takaisin väliaineeseen. Tämä johtuu siitä, että erilaisilla aineilla on erilainen optinen tiheys eli kyky taittaa valoa. [4, s. 58–69.] Aineen optista tiheyttä ei tule sekoittaa fysikaaliseen tiheyteen. Optinen tiheys kuvaa väliaineen kykyä hidastaa sähkömagneettisen aaltoliikkeen kulkua, kun taas fysikaalinen tiheys syntyy massan ja tilavuuden suhteesta. Usein optisen tiheyden yhteydessä puhutaankin sekaannusten välttämiseksi, että väliaine on aalto-opillisesti joko tiheämpää tai harvempaa. [3.] Valon taittuminen johtuu sen kulkunopeuden muuttumisesta väliaineessa. Mitä suurempi on väliaineen optinen tiheys, sitä hitaammaksi valon kulkunopeus muuttuu.

2.1 Taitekerroin

Taitekerroin on aineen ominaisuus, ja se kuvaa optista tiheyttä. Siihen vaikuttavat lämpötila ja valon aallonpituus. Suurilla aallonpituuksilla taitekerroin on hieman pienempi kuin lyhyillä. Tämä ilmenee siten, että eriväriset valonsäteet kulkevat eri nopeuksilla. [5.] Lämpötilan vaikutus taitekertoimeen on huomattavasti suurempi kuin aallonpituuden. Väliaineen lämpötilan noustessa taitekerroin pienenee. Kuvassa 1 on esitettyä veden taitekertoimen muutos lämpötilan suhteen. Kuten kuvasta 1 näkyy, niin taitekertoimen muutos ei ole lineaarinen. Mitä korkeampi lämpötila on, sitä enemmän taitekerroin muuttuu.



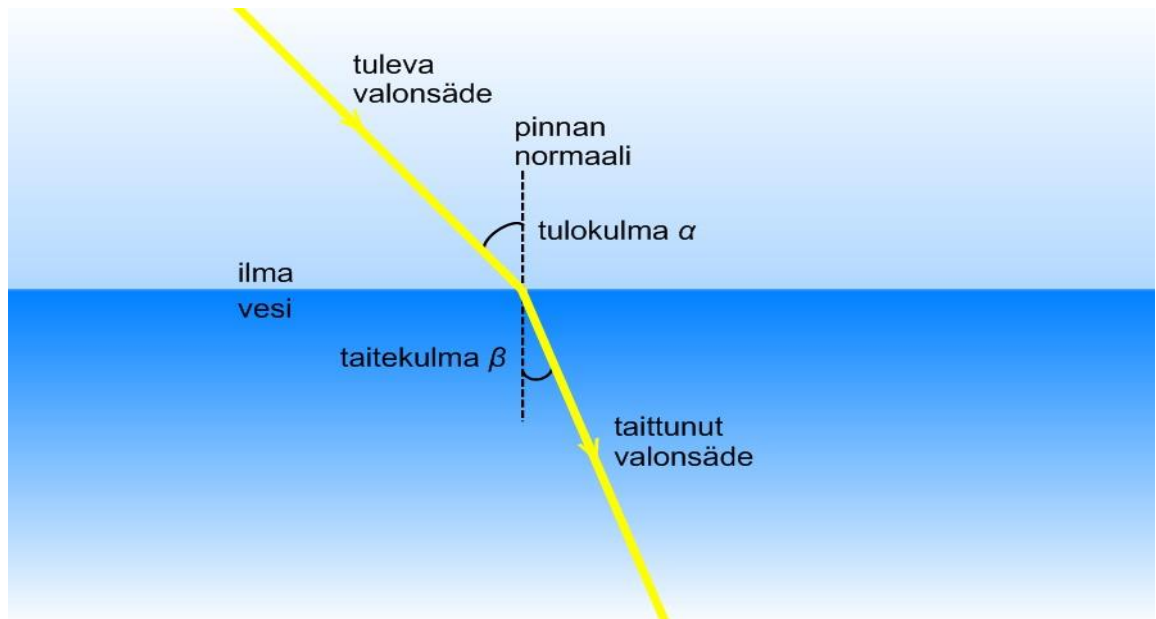
Kuva 1. Veden taitekertoimen lämpötilariippuvuus.

Yksinkertaisimmillaan taitekerroin n_A saadaan laskettua kaavalla

$$n_A = \frac{c_0}{c_A} \quad (1)$$

jossa c_0 on valon tyhjiönopeus ja c_A valon nopeus väliaineessa [4]. Pohjimmiltaan ilmiössä on siis kyse valon tyhjiönopeuden ja sähkömagneettisen säteilyn nopeuden suhteesta väliaineessa. Taitekertoimella ei ole yksikköä, mikä on seurausta siitä, että se on suhdeluku.

Kuvassa 2 on esitetty, miten valonsäde taittuu tullessaan kahden aineen väliseen rajapintaan. Kuvassa valonsäde tulee ilman ja veden väliseen rajapintaan kulmassa α ja taittuminen tapahtuu kulmassa β . Tulo-, taittumis- ja heijastumiskulmat katsotaan aina pinnan normaaliin nähden.



Kuva 2. Kuvassa esitettynä valon taittuminen ilman ja veden välisen rajapinnan läpi [6].

Mikäli valo tulee optisesti harvemmasta aineesta optisesti tiheämpään, taittuminen tapahtuu pinnan normaaliin päin. Tämä on seurausta valon kulkunopeuden hidastumisesta. Vastaavasti valon tullessa optisesti tiheämmästä aineesta harvempaan valon kulkunopeus kasvaa, jolloin taittuminen tapahtuu pinnan normaalista poispäin.

Valon kulkua väliaineesta toiseen voidaan mallintaa matemaattisesti Snellin lain avulla.

$$n_1 \sin \alpha_1 = n_2 \sin \alpha_2 \quad (2)$$

Tässä n_1 kuvaa sen aineen taitekerrointa, josta valo on tulossa rajapintaan, α_1 valon tulokulmaa, n_2 ainetta johon valo on menossa ja α_2 kulmaa, jossa valo taittuu rajapinnan läpi. Snellin lain edellytyksenä on, että valo sisältää vain yhtä aallonpituutta. Tällaista valoa kutsutaan monokromaattiseksi.

Taulukossa 1 on esimerkkejä taitekertoimista normaali-ilmanpaineessa, lämpötilassa 20 °C ja aallonpituudella 589,3 nm.

Taulukko 1. Esimerkkejä erilaisista taitekertoimista puhtaille aineille [7].

Väliaine	nD
Ilma	1,000
Vesi	1,333
Etanoli	1,362
Akryyli	1,491
Timantti	2,417

2.2 Kokonaisheijastus

Valon tullessa esimerkiksi veden ja ilman väliseen rajapintaan, voi valon tulokulmasta riippuen tapahtua ilmiö, jota kutsutaan kokonaisheijastukseksi. Tällaisessa tapauksessa valo ei pääse taittumaan ollenkaan rajapinnan läpi ilmaan, vaan heijastuu kokonaisuudessaan takaisin veteen. [4, s.66–67.]

Kokonaisheijastuksen edellytyksenä on kaksi ehtoa, joiden molempien on täyttyttävä [3].

1. Valo tulee optisesti tiheämmästä aineesta harvempaan.
2. Valon tulokulma rajapintaan on suurempi, kuin kokonaisheijastuksen rajakulma.

Kokonaisheijastuksen saavuttamiseksi on määritettävä rajakulma tulevalle valolle. Taittekulma on suoraan riippuvainen siitä, missä kulmassa valo tulee aineiden väliseen rajapintaan. Tämän rajakulman selvittämiseksi voidaan aiemmin mainitusta Snellin laista johtaa kaava, jolla valon tarvittava tulokulma α_1 saadaan määritettyä. Kun heijastuskulma $\alpha_2 = 90^\circ$, niin kaava saa muodon

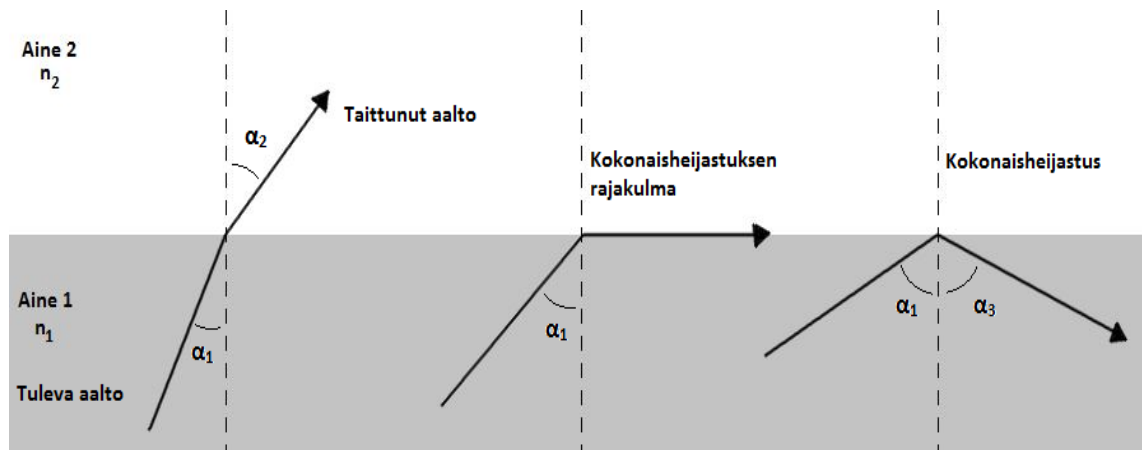
$$\alpha_1 = \sin^{-1} \frac{n_2}{n_1} \quad (3)$$

Teoreettisesti tätä tulokulmaa suuremmilla arvoilla valo ei läpäise aineiden välistä rajapintaa, vaan heijastuu kokonaisuudessaan heijastuslain mukaisesti. Rajapinnasta heijastuneella valolla tulo- ja heijastuskulmat ovat yhtä suuret, kuva 3.

$$\alpha_1 = \alpha_3 \quad (4)$$

Todellisuudessa osa valosta tunkeutuu vielä tämänkin jälkeen rajapinnan läpi ja absorboituu vastaanottavaan väliaineeseen. Tätä ilmiötä kutsutaan niin sanotuksi katoavaiseksi kentäksi (Evanescent field). [8.]

Kuvassa 3 on havainnollistettu sitä, mitä tapahtuu, kun valonsäde tulee eri suuruissa kulmissa optisesti tiheämmästä aineesta n_1 harvempaan n_2 . Mikäli valon tulokulma α_1 on riittävän pieni, valo taittuu rajapinnan läpi. Jos taas tulokulmaa α_1 kasvatetaan riittävästi, kokonaisheijastuksen rajakulma saavutetaan, jolloin $\alpha_2 = 90^\circ$. Tällöin taittumista ei tapahdu lainkaan, vaan valo heijastuu kokonaisuudessaan takaisin suuremman taiteker-toimen omaavaan väliaineeseen.



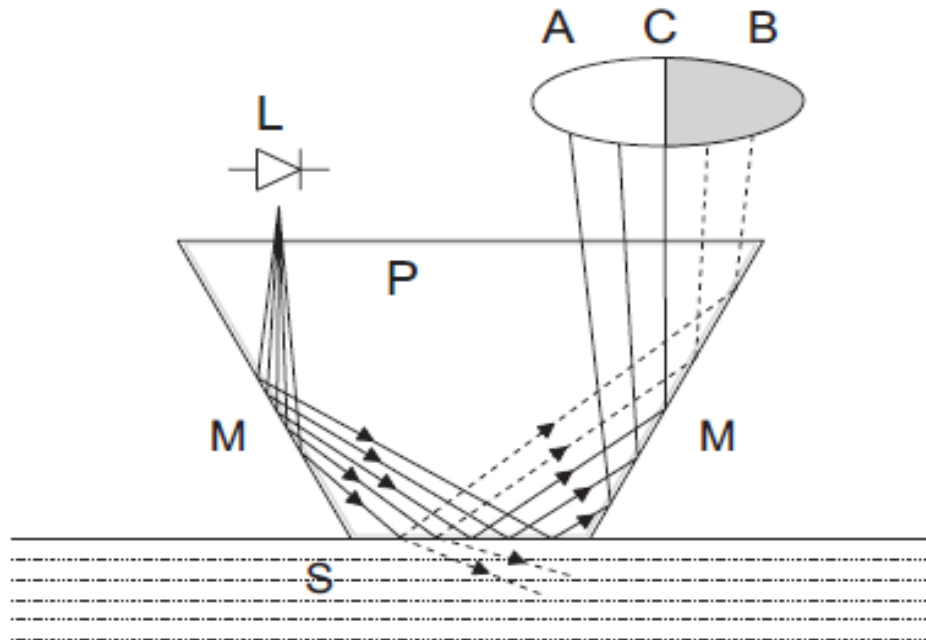
Kuva 3. Valon taittuminen ja heijastuminen [9].

3 Refraktometri

Refraktometri on optinen mittari, jota voidaan hyödyntää nesteen taitekertoimen määrittämisessä. Nimensä mukaisesti refraktometrin toiminta perustuu valon refraktioon, eli taittumiseen kahden aineen välisessä rajapinnassa. Refraktometreja käytetään laaja-alaisesti kaikenlaisissa prosesseissa, joissa on tarpeen mitata tarkasti tiettyjen komponenttien pitoisuuksia.

3.1 Toimintaperiaate

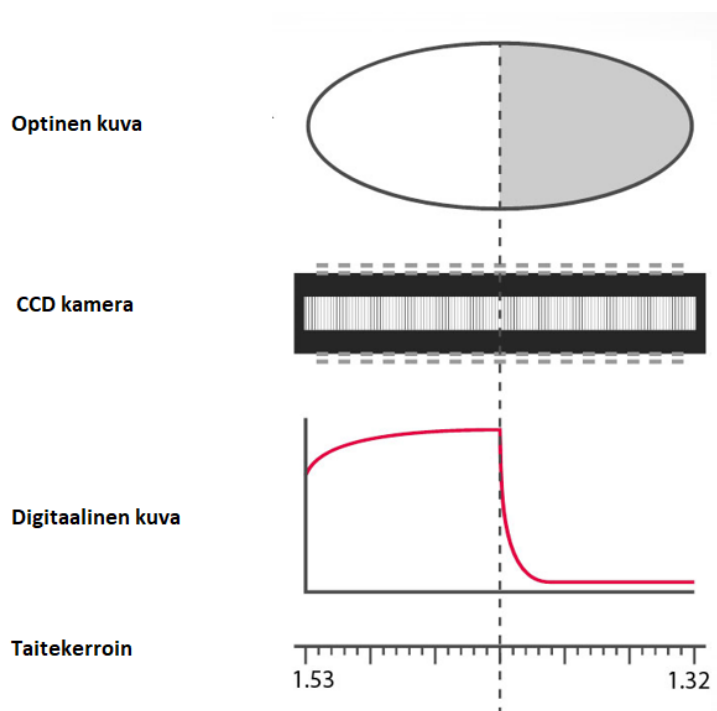
Refraktometri käyttää hyväkseen kokonaisheijastuksen rajakulmaa määrittäessään mitattavan prosessinesteen pitoisuutta. CCD-arvo (Charge Coupled Device) kertoo valon ja varjon välisen suhteen ABC kamerakortilla. Muodostuneen varjon reunan avulla voidaan Snellin lakia soveltamalla laskea taitekerroin mitattavalle prosessinesteelle. Mitä suurempi on varjon osuus kamerakortilla, sitä suurempi on myös mitattavan prosessinesteen taitekerroin. [10.]



Kuva 4. Valon säteiden kulku prisman sisällä. [10.]

Kuva 4 havainnollistaa sitä, miten taitekerroinmittaus refraktometrillä tapahtuu. Valon lähteenä käytetään lediä, jonka aallonpituus on 589 nm. Kuvasta 4 näkyy, että lediltä L lähtevät valonsäteet osuvat ensiksi pinnalle M, josta ne heijastuvat edelleen eri kulmissa prisman P ja prosessinesteen väliselle rajapinnalle S. Osa säteistä taittuu rajapinnan läpi, mutta osa heijastuu toiselle pinnalle M ja siitä edelleen ABC kamerakortille.

Kamerakortilta saatava tieto on analogisessa muodossa, ja se muutetaan prosessorikortilla analogi-digitaalimuuntimella digitaaliseen muotoon. Kuvassa 5 on havainnollistettu signaalin kulkua.



Kuva 5. Optisesta kuvasta saatava tieto valon ja varjon suhteesta kamerakortilla muunnetaan taitekertoimeksi.

3.2 Sovelluskohteita

Elintarviketeollisuuteen tarkoitettulle prosessirefraktometrille tehdään tehdaskalibrointi ennen asiakkaalle toimitusta siten, että se mittaa lämpötilaa ja vesiliuoksen sokeripitoisuutta (Brix) standardiyksiköissä. Brix on yksikkö, joka ilmoittaa liuenneen sokerin määrän painoprosentteina, eli kuinka monta grammaa sokeria on liuenneena 100

grammassa mitattavaa liuosta. Näiden mittaustulosten perusteella saadaan määritettyä prosessinesteen ainepitoisuus. Kaikki mittauskomponentit on sijoitettu laitteen sisään siten, että ympäröivissä olosuhteissa, kuten paineen ja lämpötilan vaihteluissa, tapahtuvat muutokset eivät vaikuta mittaustuloksiin.

Refraktometri kytketään suoraan putkilinjaan, ja sen mittaustuloksia voidaan seurata reaaliaikaisesti graafisen käyttöliittymän avulla (kuva 6). Lyhyttä refraktometrimallia käytetään pienemmissä ja pitkäkaulaista mallia halkaisijaltaan suuremmissa putkissa. Tieto prosessinesteen pitoisuuksissa mahdollisesti tapahtuvista muutoksista saadaan heti. Tämän vuoksi refraktometrillä voidaan korvata aikaa vievät laboratoriossa tapahtuvat pitoisuuden määrittelyt.

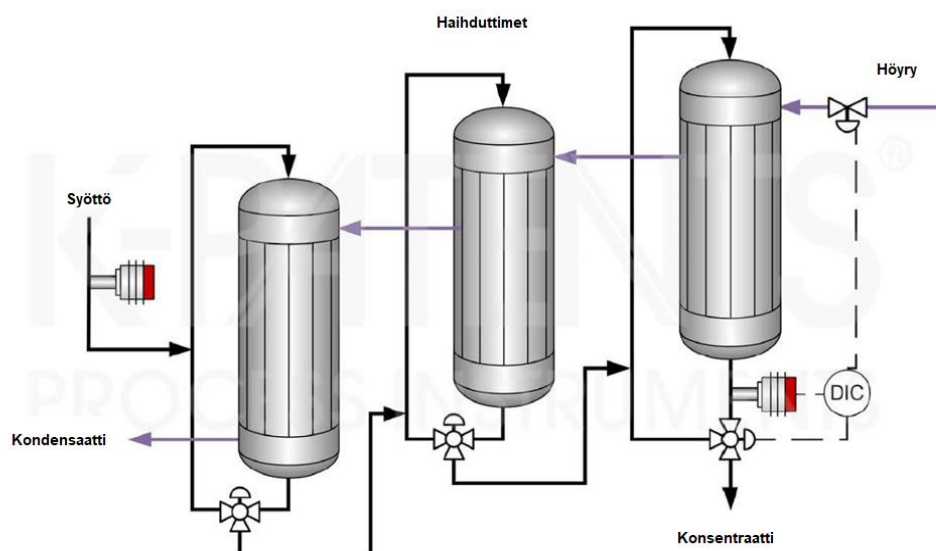


Kuva 6. Graafinen käyttöliittymä, jonka avulla seurataan oikealla olevan prosessin putkilinjaan kiinnitetyn mittalaitteen mittaustuloksia.

Jokaiselle eri sovelluskohteelle on olemassa vaatimukset, joiden perusteella määräytyvät refraktometrin materiaali- ja komponenttivalinnat. Tämän työn kannalta merkittävien näistä sovelluskohteista sijoittuu elintarviketeollisuuteen, jolloin laitteille on olemassa esimerkiksi tiettyjä hygieniavaatimuksia. Kaksikomponenttisessa liuoksessa, jossa toisena komponenttina on esimerkiksi sokeri, voidaan sokerin osuus liuoksesta saada selville taitekertoimen avulla.

Kuvassa 7 on esitetty kaavio osasta mehutiivisteiden valmistusprosessia, jossa refraktometriä käytetään. Pidemmän varastointiajan saavuttamiseksi tiivisteestä täytyy poistaa

osa vedestä, ja tämä voidaan tehdä haihduttamalla. Ensin mehua uutetaan hedelmistä, esimerkiksi appelsiineista. Tämän jälkeen suoritetaan seulontaa ja puhdistusta, minkä jälkeen mehu menee säiliöön, josta se edelleen ohjataan kuvassa 7 esitettyyn haihdutusprosessiin. Kolmivaiheiseen haihdutusprosessiin tulevan mehun sokeripitoisuutta seurataan refraktometrilla. Sokeripitoisuus syötössä on tyypillisesti 9–12 Brix riippuen raaka-aineiden laadusta. Haihdutusprosessin aikana mehun sokeripitoisuutta pyritään kasvattamaan noin 15 %. Mikäli sokeripitoisuus kasvaa liikaa, viimeisen haihdutussäiliön ulostuloon liitetty refraktometri antaa signaalin säätimelle, joka avaa venttiiliä virtausnopeuden kasvattamiseksi. Tällöin vettä haihtuu vähemmän ja sokeripitoisuus palautuu tavoitealueelle. [11.]



Kuva 7. Kaaviokuva haihdutusprosessista mehutiivisteeseen valmistuksessa. [11]

Muita mahdollisia sovelluskohteita on esitetty taulukossa 2. Sovelluskohteesta riippumatta toimintaperiaate on kaikissa laitteissa sama, vaikka muun muassa mitattavan prosessinesteen ominaisuudet asettavat tiettyjä vaatimuksia refraktometreille.

Taulukko 2. Refraktometrien sovelluskohteita teollisuudenaloittain [11].

Teollisuudenala	Prosessi
Elintarviketeollisuus	Tislausprosessit Viiniprosessit Oluenvalmistusprosessit Mehu- ja virvoitusjuomaprosessit Meijeriprosessit Kahviprosessit
Sokeriteollisuus	Sokerijuurikasprosessit Ruokosokeriprosessit Tärkkelysprosessit
Sellu- ja paperiteollisuus	Sulfaattiselluprosessit Sulfiittiselluprosessit
Kemikaaliteollisuus	Kemikaaliprosessit Polymeeri- ja muoviprosessit Lannoite- ja räjähdeprosessit Kuitu- ja tekstiiliprosessit
Puolijohdeteollisuus	Puolijohdeprosessit
Lääketeollisuus	Farmaseuttiset ja biokemialliset prosessit
Metalli- ja kaivosteollisuus	Työstöprosessit Kaivosprosessit Jalostusprosessit
Öljyteollisuus	Luonnonkaasuprosessit Jalostusprosessit
Biojalostusteollisuus	Bioetanoliprosessit Biodieselprosessit

4 Kalibrointi

Tutkimuksen kohteena olleen refraktometrimallin kalibroinnissa käytetään standardiliuoksia taitekerroinalueelta 1.33–1.52. Kalibroinnin jälkeen laite on huoltovapaa, eikä sitä tarvitse kalibroida uudelleen [12].

Jokaisen laitteen optinen kuva on hieman erilainen johtuen komponenttien yksilökohtaisista eroista. Laitteen taitekerroinmittaus kalibroidaan vastaamaan tiettyjä taitekerroinlukuja käyttämällä standardiliuoksia. Taitekerroin vastaa aina tiettyä ainepitoisuutta liuoksessa. Kalibrointipisteitä on 9–10. Laite mittaa 10 sekunnin aikana 10 arvoa taitekerroimesta, CCD-arvosta ja lämpötilasta. Näiden mittaustulosten keskiarvojen avulla suoritetaan lopullinen laskenta (kuva 7). Kalibrointiliuosten valmistaja lupaa liuoskohtaisen virhemarginaalin sisällä, että nimellistaitekerroin pitää paikkansa 25 °C:ssa. Jokaiselle kalibrointiliuokselle on ilmoitettu arvo, jonka verran liuoksen taitekerroin muuttuu yhtä celsiusastetta kohden. Näiden liuoskohtaisten korjauskertoimien perusteella suoritetaan taitekertoimen korjaus lämpötilan suhteen. Käytännössä liuokset ovat aina kalibrointihetkellä huoneenlämmössä, jolloin niiden käyttölämpötila on useimmiten alle 25 °C, ja taitekerrointa korjataan nimellisarvoa suuremmaksi.

Kalibroinnissa määrittyvät arvot parametreille, joita kutsutaan a-parametreiksi (kuva 7). Näiden a-parametrien ja mitatun CCD-arvon avulla saadaan määritettyä taitekerroin mitattavalle aineelle. A-parametrien arvoihin vaikuttavat myös jo aiemmin mainitut liuoskohtaiset korjauskertoimet. Jokaisella standardiliuoksella mitataan CCD-arvo ja lämpötila. Mitattua lämpötilaa käytetään kalibrointiliuoksen taitekertoimen arvon korjaukseen.

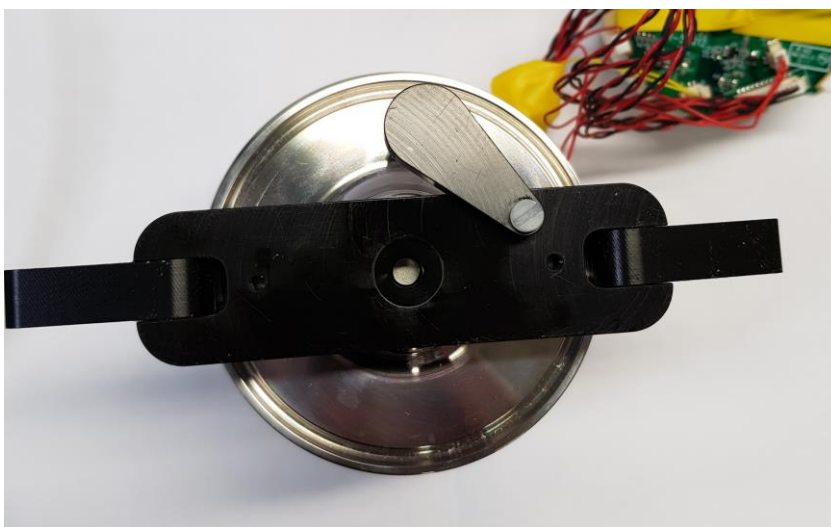
Sensor:	R99962								
a0 =	28823								
a1 =	-9872								
a2 =	-987								
a3 =	139								
							Solver Target =	0,043540	
Input Values					Results				
No.	nD@25	CCD	T(°C)	dnD/dT	nD@T	nD Calc	Diff	Diff ABS	Diff SQR
1	1,33	84,288	24,59	0,000337	1,330138	1,330099	-0,00004	0,00004	0,001542
2	1,36	75,215	24,39	0,000341	1,360208	1,360275	0,00007	0,00007	0,004479
3	1,39	65,965	24,5	0,000344	1,390172	1,390235	0,00006	0,00006	0,004011
4	1,41	59,692	24,74	0,000408	1,410106	1,410051	-0,00006	0,00006	0,003077
5	1,43	53,238	24,67	0,000391	1,430129	1,429983	-0,00015	0,00015	0,021346
6	1,45	46,467	24,28	0,000392	1,450282	1,450369	0,00009	0,00009	0,007519
7	1,47	39,659	24,35	0,000392	1,470255	1,470293	0,00004	0,00004	0,001431
8	1,5	29,057	24,75	0,000401	1,500100	1,500098	0,00000	0,00000	0,000004
9	1,52	21,555	24,4	0,000407	1,520244	1,520233	-0,00001	0,00001	0,000131
13	H2O	83,4990	24,86	#N/A	1,3325167	1,332752	0,00024	0,00024	0,055438
						Max Diff =	0,00015		

Kuva 8. Esimerkkikuva kalibrointituloksesta.

Kuvassa 8 on esitettyä erään laitteen kalibrointitulosta. Kalibrointipisteitä on ollut 9, ja ne sijoittuvat taitekerroinalueelle 1.33–1.52 (toinen sarake). Viidennessä sarakkeessa (dnD/dT) on näkyvillä liuoskohtaiset korjauskertoimet. Mitä suuremmasta taitekertoimesta on kyse, sitä suurempi on myös korjauskerroin. Sarakkeessa nD@T on korjauskertoimien perusteella määritetty, ja nD Calc -sarakeessa laitteen mittaama taitekerroin. Vertaamalla näitä kahta arvoa keskenään saadaan kahdeksannessa sarakkeessa ilmoitettu diff-arvo.

Kalibroinnin hyvyttä kuvaa suure max diff. Se kertoo, kuinka kaukana kauimmainen kalibrointipiste kalibrointikäyrästä on. Kalibrointidataa kuvataan polynomimallilla, jossa selittäjinä ovat CCD-arvojen potenssit. Sovitukseen käytetään pienimmän neliösumman menetelmää. Mitä pienempi max diff -arvo on, sitä tarkempaa laitetta voidaan pitää. Tästä johtuen myös kalibroinnin onnistumista voidaan arvioida max diff -arvon perusteella. Kalibroinnin onnistumisen hyväksyntäraja pidetään max diff -arvoa 0,0004, mutta käytännössä arvot ovat lähes aina alle 0,0002.

Kalibrointitilanteessa refraktometrin kärjen päälle laitettavassa näytteenpitimessä on aukko, johon kukin liuos vuorollaan laitetaan. Taitekertoimen mittauksen aikana aukko peitetään valolta kuvassa 9 näkyvän erillisen valosuojan avulla. Mittauksen jälkeen liuos pyyhitään paperipyyhkeellä pois prisman päältä, ja tämän jälkeen jäljelle jäävät jäänteet puhdistetaan käyttämällä etanolia.

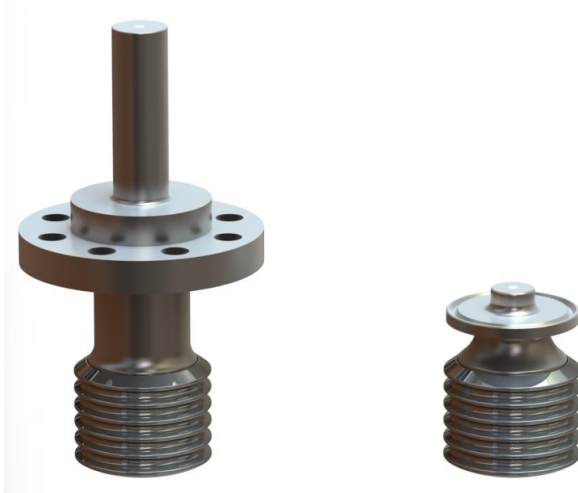


Kuva 9. Kalibrointitilanteessa refraktometrin kärjen päälle asetettava näytteenpidin.

5 Tutkimukset

Ensin selvitettiin fysikaalisten ilmiöiden pohjalta syitä, jotka voisivat vaikuttaa siihen, miksi tehdaskalibroidut refraktometrit tyypillisesti vettä mitattaessa näyttävät konsentraatioksi enemmän kuin 0. Yrityksessä aikaisemmin tehtyjen tutkimusten perusteella tiedettiin, että veden käyttäminen kalibrointipisteenä parantaa refraktometrin mittaustarkkuutta, kun halutaan mitata puhtaan veden taitekerrointa. Aikaisemmissa tutkimuksissa oli myös havaittu, että virtaavalla vedellä tehdyissä mittauksissa veden mitattu taitekerroin ja kirjallisuusarvo ovat lähempänä toisiaan. Näiden havaintojen pohjalta lähdettiin etsimään ratkaisua ongelmaan.

Tutkimuksissa käytettiin kolmea eri mittalaitetta. Kaikki tutkimukset suoritettiin Janesko Oy:n tiloissa. Vesihautena käytettiin Thermo scientific SC 150 -laitetta. Tutkimukset kohdennettiin elintarviketeollisuudessa käytettävään refraktometrimalliin, joka on tuotekoodiltaan PR-43-AC. Kyseisiä mittalaitteita on kahdenlaisia: pitkä, jossa laitteen sisälle asennettu elektroniikka on kauempana kärjestä, ja lyhyt, jossa elektroniikka taas on lähempänä laitteen kärkeä. Molemmissa elektroniikka on sijoitettu laitteen alaosaan kuvassa 10 näkyvän poimutuksen alle, jolloin konvektiovirtaus jäähdyttää koppaa.



Kuva 10. Vasemmalla kuvassa pitkä refraktometrimalli ja oikealla lyhyt.

Mittaukset tehtiin ensin normaalisti kootuilla laitteilla (kuva 10) ja tämän jälkeen niistä erotettiin elektroniikka laitteen ulkopuolelle.

5.1 Lämpötilaerojen vakiointi ja tulokset

Aikaisemmassa Metropolia Ammattikorkeakoululle syksyllä 2018 tehdyssä innovaatio-projektissa kehitettiin kuvassa 11 näkyvä uudenlaisen näytteenpitimen prototyyppi. Tämän tarkoituksena oli vakioida mahdollinen kalibrointiliuosten ja laitteen kärjen välinen lämpötilaero. Prototyypin sisällä oli geeliä, joka on mahdollista joko lämmittää tai jäähdyttää haluttuun lämpötilaan.



Kuva 11. Uudenlaisen näytteenpitimen prototyyppi.

Menetelmän toimivuutta testattiin siten, että uudenlaisen näytteenpitimen prototyyppi lämmitettiin vesihauteessa 25-asteiseksi. Samat testit tehtiin myös huoneenlämpöisellä prototyypillä. Myös kalibroinnissa käytettävät liuokset lämmitettiin vesihauteessa optimilämpötilaan, joka on 25 °C. Tarkoituksena oli saada kalibroinnista mahdollisimman tarkka, jotta veden mittaukseen ei aiheutuisi virhettä. Tässä yhteydessä tutkittiin lisäksi sitä, onko erilaisilla vesillä vaikutusta mittaustulokseen.

Kalibrointi- ja vesipisteiden mittausjärjestys satunnaistettiin Ms Excel -laskentaohjelman avulla. Näin saatiin tietoa siitä, onko kalibrointiliuosten mittausjärjestyksellä merkitystä kalibroinnin tarkkuuden kannalta. Koska mittausjärjestys satunnaistettiin, saatiin samalla selville, vaikuttaako veden osalta tuloksiin merkittävästi se, missä vaiheessa kalibrointia vesipiste mitataan. Vesipisteellä tarkoitetaan kohtaa, johon veden taitekerroin kalibrointikäyrällä sijoittuu. Pisteet mitattiin kolmella erilaisella vedellä: tislattu, ioni-vaihdettu ja steriili. Jokaisella testilaitteella tehtiin kerran jokainen satunnaistettu kalibrointi- ja vesipisteen mittausjärjestys, jotta saatiin selville mahdolliset laitekohtaiset erot.

Taulukko 3. Satunnaistetut kalibrointi- ja vesipisteiden mittausjärjestykset.

	sarja 1	sarja 2	sarja 3
1	Kalibrointiliuos 1,45	Kalibrointiliuos 1,33	Kalibrointiliuos 1,5
2	Kalibrointiliuos 1,52	H2O steriili	H2O steriili
3	Kalibrointiliuos 1,36	Kalibrointiliuos 1,36	Kalibrointiliuos 1,39
4	Kalibrointiliuos 1,47	Kalibrointiliuos 1,41	Kalibrointiliuos 1,33
5	Kalibrointiliuos 1,39	Kalibrointiliuos 1,43	Kalibrointiliuos 1,43
6	Kalibrointiliuos 1,33	Kalibrointiliuos 1,45	H2O
7	H2O tislattu	Kalibrointiliuos 1,52	Kalibrointiliuos 1,36
8	Kalibrointiliuos 1,43	Kalibrointiliuos 1,39	H2O tislattu
9	Kalibrointiliuos 1,5	H2O tislattu	Kalibrointiliuos 1,47
10	Kalibrointiliuos 1,41	Kalibrointiliuos 1,5	Kalibrointiliuos 1,52
11	H2O steriili	H2O	Kalibrointiliuos 1,45
12	H2O	Kalibrointiliuos 1,47	Kalibrointiliuos 1,41

Tulokset

Kalibrointiliuosten järjestyksen vaikutus

Saatujen tulosten perusteella kalibrointiliuosten mittausjärjestyksellä ei ole vaikutusta tehdaskalibroinnin onnistumiseen tai tarkkuuteen. Taulukossa 4 on esitetty max diff -arvoja testilaitteiden kalibroinneista, joissa mittausjärjestys on satunnaistettu sekä kalibroinneista, joissa mittausjärjestys on ollut pienimmästä taitekertoimesta suurimpaan.

Taulukko 4. Kalibrointijärjestyksen satunnaistamisen vaikutus max diff -arvoon.

		Laite 1	Laite 2	Laite 3
<i>Ei satunnaistettut</i>	Kalibrointi 1	0,00008	0,00033	0,00015
	Kalibrointi 2	0,00014	0,00019	0,00026
	Kalibrointi 3	0,00015	0,00010	0,00014
	Keskiarvo	0,00012	0,00021	0,00018
<i>Satunnaistettut</i>	Sarja 1	0,00015	0,00016	0,00018
	Sarja 2	0,00033	0,00010	0,00014
	Sarja 3	0,00014	0,00019	0,00009

Vertailtaessa taulukossa 4 esitettyjä ei satunnaistettujen kalibrointien keskiarvoja satunnaistettuihin sarjoihin huomataan, että kalibrointiliuosten mittausrjestyksellä ei ole merkittävää vaikutusta max diff -arvon kannalta. Tilastollisen merkitsevyyden varmistamiseksi tuloksia tarkasteltiin myös taulukon 4 perusteella tehdyn t-testin avulla. T-testiin valittiin kalibroinnit 1, 2 ja 3 sekä sarjat 1, 2 ja 3. Nollahypoteesina oli, että kalibrointiliuosten järjestyksellä ei ole vaikutusta max diff -arvoon. T-testin p-arvoksi saatiin 0,8521, joten nollahypoteesia ei hylätä. Tässä tilanteessa p-arvo oli suuri, joten max diff -arvon kannalta tilastollisesti merkitsevää eroa ei ollut.

Erilaisten vesien erot

Varianssianalyysin perusteella voidaan todeta, että vesillä ei ole tilastollisesti merkitseviä eroja. Nollahypoteesina oli, että erilaisilla vesillä ei ole eroja, vaan riippumatta siitä, onko kyseessä tislattu, ionivaihdettu tai steriili vesi, laitteella mitattu taitekerroin poikkeaa kirjallisuusarvosta keskimäärin yhtä paljon. Analyysin perusteella nollahypoteesia ei hylätä. Aineisto, jonka perusteella varianssianalyysi tehtiin, on esitetty liitteessä 1.

Tutkimuksissa haluttiin myös selvittää, vaikuttaako veden diff-arvoon se, missä vaiheessa kalibrointia vesipiste mitattiin. Veden diff-arvo kuvaa sitä, kuinka paljon on mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välinen erotus (kuva 8). Tässä hyödynnettiin satunnaisjärjestyksessä tehtyjen kalibrointien aikana mitattujen vesipisteiden diff-arvoja, jotka taulukoitiin (taulukot 5 ja 6) vertailua varten.

Taulukossa 5 on jokaisesta satunnaisjärjestyksessä mitatusta vesipisteestä laitekohtaisesti lasketut keskiarvot erilaisten vesien diff-arvoille. Jokaisella laitteella mitattiin yhteensä kolme erilaista vettä (steriili, tislattu ja ionivaihdettu). Tarkemmat mittaustulokset on esitetty liitteessä 1.

Taulukko 5. Laitekohtaiset keskiarvot erilaisten vesien diff-arvoille.

	Sarja 1	Sarja 2	Sarja 3
Laite 1	steriili: 0,00020	tislattu: 0,00010	ionivaihdettu: 0,00010
Laite 2	steriili: 0,00022	tislattu: 0,00009	ionivaihdettu: 0,00016
Laite 3	steriili: 0,00015	tislattu: 0,00012	ionivaihdettu: 0,00017

Taulukko 6. Sarjakohtaiset keskiarvot erilaisten vesien diff-arvoille.

	Sarja 1	Sarja 2	Sarja 3
Steriili	0,00015	0,00010	0,00008
Tislattu	0,00016	0,00011	0,00021
Ionivaihdettu	0,00025	0,00019	0,00009

Taulukossa 6 on sarjakohtaiset keskiarvot jokaisen satunnaistetun kalibrointijärjestyksen tuloksista erilaisille vesille. Aiemmin mainitun varianssianalyysin (liite 1) ja taulukoiden 5 ja 6 välisen vertailun perusteella voidaan todeta, että erilaisilla vesillä ei ole merkittävää vaikutusta. Vesien diff-arvot pysyvät keskimäärin samoina riippumatta siitä, minkälaisella vedellä mittaus on suoritettu.

Laitteen sisältämän elektroniikan vaikutuksesta tapahtuu lämpenemistä. Tämän johdosta laitteen lämpötila nousee keskimäärin noin yhden celsiusasteen verran kalibroinnin aikana. Lämpötilan muuttumisen vuoksi selvitettiin, vaikuttaako veden diff-arvoon se, missä vaiheessa kalibrointia mittaus suoritetaan. Normaalisti veden taitekerroin mitataan ensimmäisenä ennen kalibrointiliuoksia.

Koska jokaisessa sarjassa (taulukko 3) kalibrointiliuosten ja erilaisten vesien mittausjärjestys on satunnaistettu, tulosten vertailu voidaan suorittaa vertaamalla keskenään jokaisesta eri sarjasta saatuja vesien mittaustuloksia. Esimerkiksi laitteella 1 tehdyissä mittauksissa steriilivesi sarjassa 1 mitattiin myöhäisemmässä vaiheessa kalibrointia, kuin sarjoissa 2 ja 3, joissa mittaus suoritettiin samassa vaiheessa. Huomattavaa eroa diff-arvoissa ei kuitenkaan ole havaittavissa. Tislattu vesi taas mitattiin sarjassa 1 aikaisemmassa vaiheessa verrattuna sarjoihin 2 ja 3, joista sarjassa 2 mittaus tapahtui muihin sarjoihin verrattuna kalibroinnin ollessa pisimmällä, mutta tässäkään ei ole nähtävissä suuria eroja diff-arvoissa. Yleisesti ottaen mitä myöhemmin vesipiste mitattiin, sitä suurempi veden diff-arvo oli, mutta ero ei ole merkittävä työn tarkoituksen kannalta. Taulukossa 7 on koottuna tulokset jokaisella vedellä tehdyistä mittauksista.

Taulukko 7. Satunnaisjärjestyksessä mitatut erilaisten vesien diff-arvot.

	Laite 1		Laite 2		Laite 3
H2O steriili					
Sarja 1	0,00017		0,00022		0,00007
Sarja 2	0,00011		0,00009		0,00011
Sarja 3	0,00007		0,00010		0,00008
H2O tislattu					
Sarja 1	0,00019		0,00020		0,00008
Sarja 2	0,00010		0,00011		0,00012
Sarja 3	0,00013		0,00030		0,00021
H2O ionivaihdettu					
Sarja 1	0,00023		0,00023		0,00029
Sarja 2	0,00011		0,00006		0,00012
Sarja 3	0,00009		0,00009		0,00009

Vertailun perusteella myöskään sillä ei ollut vaikutusta, missä vaiheessa kalibroitua vesipiste mitattiin. Näiden edellä olevien tulosten perusteella seuraavissa tutkimuksissa käytettiin vain ionivaihdettua vettä ja vesipiste mitattiin ensimmäisenä ennen kalibrointiliuoksia.

Prototyypin vaikutus

T-testin avulla tarkasteltiin, onko kärjen kalibroinnin aikaisella lämpötilan vakioimisella merkittävää vaikutusta veden diff-arvoon. Nollahypoteesin mukaan tulosten kannalta ei ole merkitystä, käytetäänkö näytteenpitimen prototyyppiä lämmitettynä vai huoneenlämpöisenä. T-testiä varten f-testin avulla tarkistettiin taulukkoon 8 koottujen arvojen varianssit. F-testin arvoksi saatiin 0,0970, joten nollahypoteesia siitä, että varianssit ovat samanlaisia ei hylätä. T-testeissä käytettiin ehtona varianssien yhtäsuuruutta.

Osassa testeistä näytteenpitimen prototyyppi lämmitettiin, jolloin sen tarkoituksena oli vakioda laitteen kärjen lämpötila mahdollisimman tasaiseksi ja lähelle 25 °C:ta. Osassa testeistä taas prototyyppiä käytettiin vain tavanomaisena näytteenpitimenä ilman lämmitystä. Myös näissä t-testeissä p-arvo oli suuri (0,2384), joten tilastollisesti merkitsevää hyötyä lämmitetyn prototyypin käytöstä ei näyttäisi olevan. T-testin aineistona käytettiin taulukkoon 8 koottuja veden diff-arvoja eri kalibroinneista.

Taulukko 8. Veden diff-arvoja taulukoituna eri kalibroinneista.

	Lämmitetty näytteenpidin	Huoneenlämpöinen näytteenpidin
Veden diff-arvo	0,00025	0,00023
	0,00021	0,00009
	0,00025	0,00023
	0,00011	0,00006
	0,00020	0,00009
	0,00022	0,00029
	0,00022	0,00012
	0,00021	
	0,00014	
Keskiarvo	0,00020	0,00016
Keskihajonta	0,00004	0,00008

Testitulosten perusteella todettiin, että nollahypoteesia ei hylätä. Tilastollisesti merkitsevää hyötyä lämmitetystä prototyypistä ei ole, joten seuraavissa tutkimuksissa käytettiin kalibroinnissa normaalisti käytössä olevaa näytteenpidintä (kuva 6).

5.2 Elektroniikan lämmittävä vaikutus ja tulokset

Laitteiden sisältämä elektroniikka lämpenee, joten haluttiin tehdä vielä lisäselvityksiä siitä, kuinka paljon laitteen lämpenemisellä on vaikutusta veden diff-arvoon. Jokaisella laitteella tehtiin 2 testiä. Ensimmäiset testit tehtiin siten, että laitteet olivat normaalisti koottuina, jolloin elektroniikka oli laitteiden sisällä (kuva 10). Toisissa testeissä elektroniikka erotettiin laitteiden ulkopuolelle, jolloin sen lämmittävä vaikutus saatiin eliminoidua.

Aikaisemmista testeistä saatujen tulosten perusteella vetenä käytettiin ionivaihdettua vettä sen helpon saatavuuden vuoksi. Vesipisteitä mitattiin jokaisella laitteella 3, jotta sattuman mahdollisuus voitiin sulkea pois. Vesipisteet mitattiin ensimmäisenä, ennen

kalibrintiliuosta 1.43 ja viimeisenä. Itse kalibrointi tehtiin käyttämällä järjestystä, jossa kalibrintiliukset mitattiin pienimmästä taitekertoimesta suurimpaan.

Tulokset

Yleisesti ottaen vesipisteiden diff-arvot pienenevät, kun elektroniikka tuotiin laitteiden sisältä ulkopuolelle. Tämä on nähtävissä erityisesti laitteilla 2 ja 3. Max diff -arvojen osalta yhtä merkittävää eroa ei syntynyt. Koska vettä ei käytetty kalibrintipisteinä, se ei vaikuta max diff -arvoihin, vaan siihen sisältyy ainoastaan kalibrintiliuosten diff-arvot.

Taulukko 9. Testilaitteiden diff-arvot kalibrintiliuksille ja vedelle, sekä max diff -arvo.

nD	<u>Laite 1</u>		<u>Laite 2</u>		<u>Laite 3</u>	
	Elektr.	El elektr.	Elektr.	El elektr.	Elektr.	El elektr.
1.33	-0,00004	0,00000	-0,00005	-0,00005	-0,00008	0,00000
1.36	0,00007	0,00001	0,00011	0,00012	0,00012	-0,00001
1.39	0,00006	0,00008	0,00005	-0,00001	0,00009	0,00004
1.41	-0,00006	-0,00017	-0,00012	-0,00011	-0,00008	-0,00006
1.43	-0,00015	0,00002	-0,00016	-0,00001	-0,00018	0,00001
1.45	0,00009	0,00009	0,00014	0,00006	0,00017	0,00005
1.47	0,00004	0,00004	0,00005	0,00002	-0,00003	0,00000
1.50	0,00000	-0,00010	-0,00001	-0,00002	-0,00004	-0,00004
1.52	-0,00001	0,00004	-0,00002	0,00000	0,00003	0,00002
H2O₁	0,00018	0,00014	0,00022	0,00002	0,00011	0,00002
H2O₂	0,00019	0,00014	0,00020	0,00006	0,00012	-0,00003
H2O₃	0,00024	0,00013	0,00023	0,00004	0,00012	-0,00014
Max Diff	0,00015	0,00017	0,00016	0,00012	0,00014	0,00006

Taulukossa 9 on eriteltyä kaikkien kolmen testilaitteen veden diff-arvot ja max diff -arvot sekä testeissä, joissa elektroniikka on ollut laitteen sisällä, että testeissä, joissa elektroniikka on erotettuna laitteen ulkopuolelle. Näistä tuloksista on nähtävissä, että laitekoh-
taisen vaihtelun huomioiden elektroniikan tuominen laitteen ulkopuolelle pienentää

veden diff-arvoa. Systemaattisuus näkyy kuitenkin edelleen siinä, että vesi käyttäytyy eri tavoin kuin muut kalibroinnissa käytettävät liuokset. Kalibroitiliuosten diff-arvot asettuivat nollan molemmin puolin, mutta veden diff-arvo on tyypillisesti positiivinen. Näissä testeissä saatiin ensimmäisen kerran veden mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välinen erotus pienemään huomattavasti. Siksi tuloksia voidaan pitää työn kannalta merkittävinä, vaikka laitteen 1 osalta veden diff-arvoissa ei ole suuria eroja testien välillä.

5.3 Virtaava vesi ja tulokset

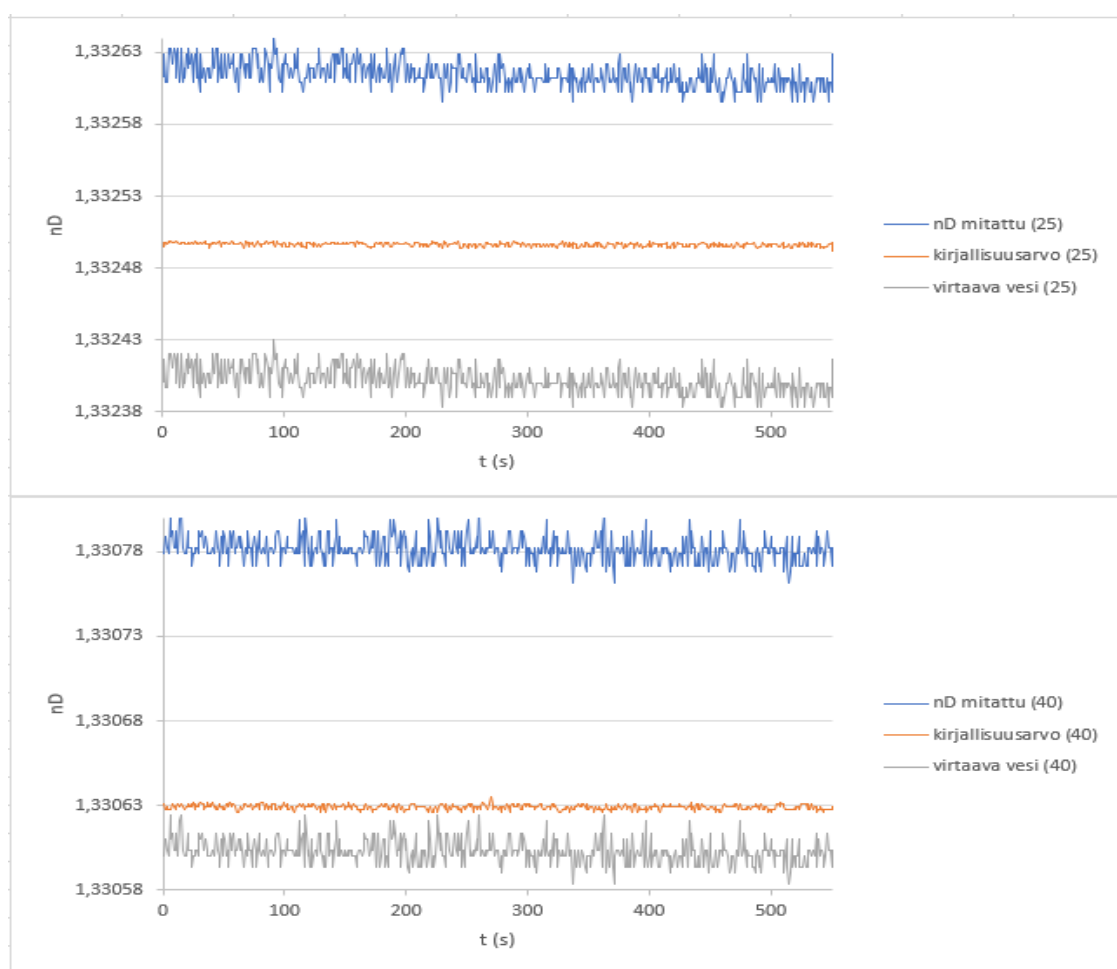
Asiakkailta tulleiden tietojen sekä aikaisempien yrityksessä tehtyjen tutkimusten perusteella tiedettiin, että virtaavalla vedellä tehdyt mittaukset antavat tarkempia tuloksia veden taitekerrointa määritettäessä, kuin seisovalla vedellä tehdyt. Näissä testeissä haluttiin selvittää, kuinka paljon lähtökohtaisesti normaalitilassa (elektroniikka laitteen sisällä) olevalla laitteella mitattu veden taitekertoimen arvo poikkeaa kirjallisuusarvosta ja muuttuuko tilanne veden lämpötilan noustessa. Koska aikaisemmissa testeissä kalibroinnin ajaksi elektroniikan erottaminen laitteen ulkopuolelle pienensi veden diff-arvoa, tutkittiin myös, saadaanko virtaavalla vedellä tehdyistä mittauksista vastaavia tuloksia.

Testien aikana laitteet olivat kytkettyinä vesihauteeseen, jonka lämpötilaa kontrolloitiin tietokoneella. Testin aikana käytettiin kahta lämpötilaa, 25 °C:ta ja 40 °C:ta. Molemmissa lämpötiloissa tehtiin mittauksia kahden tunnin ajan. A-parametrit laskettiin myös käyttämällä virtaavaa vettä kalibrointipisteenä. Jokaisella laitteella tehtiin kaksi testiä, joissa toisessa elektroniikka oli laitteen sisällä ja toisessa ulkopuolella. Laitteet kalibroitiin uudelleen sen jälkeen, kun elektroniikka oli otettu ulos.

Tulokset

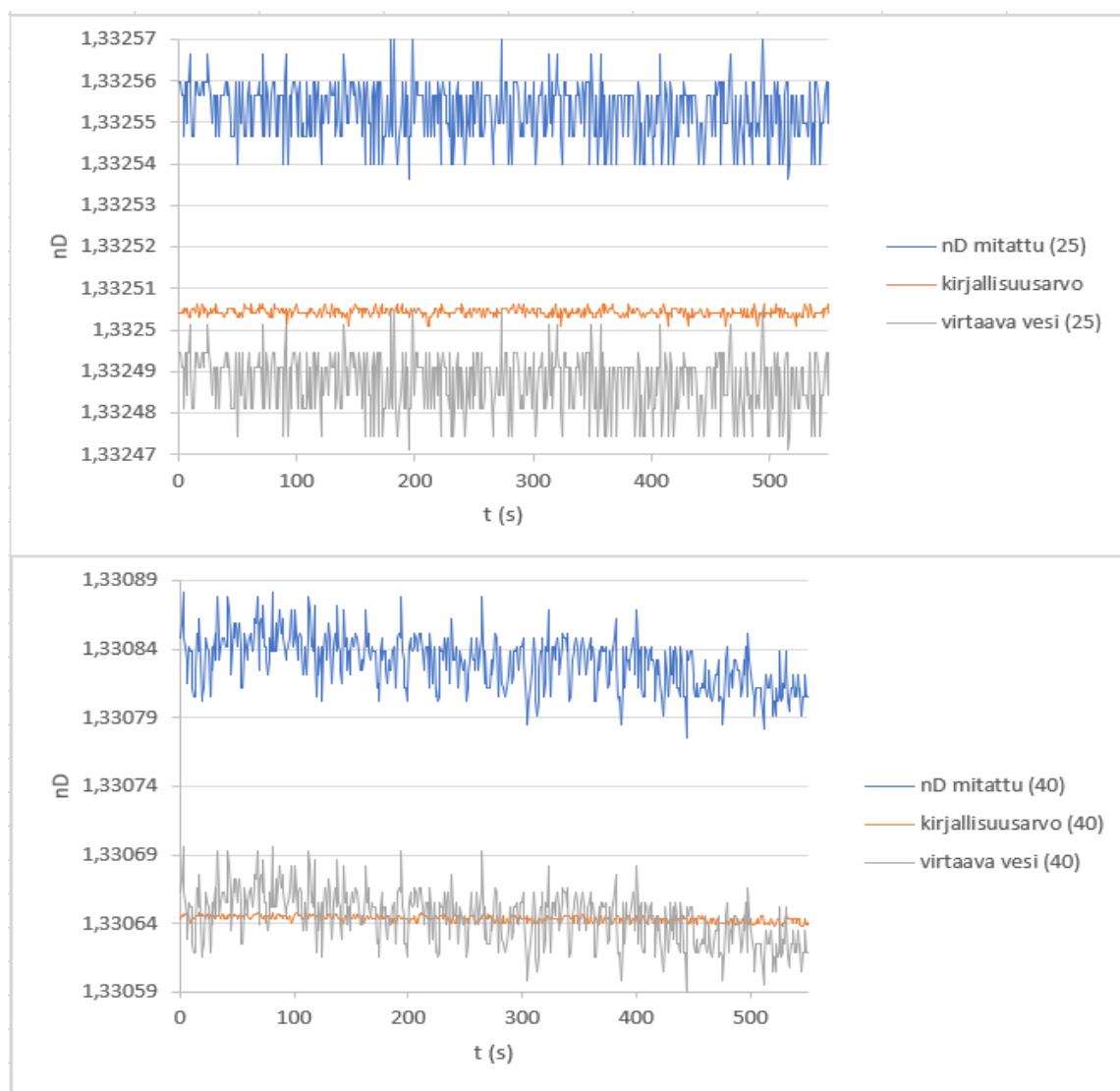
Molemmissa testeissä kummallakin lämpötilalla ero näyttäisi pysyvän melko vakiona. Laitekohtaisissa tulosten vertailuissa käy ilmi, että kirjallisuusarvon ja mitatun taitekertoimen välinen erotus pienenee, kun elektroniikka on ulkona laitteesta. Virtaavan veden taitekertoimen käyttäminen kalibrointipisteenä saa mitatun taitekertoimen arvon kulkemaan kirjallisuusarvon käyrän alapuolella kuvaajissa.

Kuvassa 12 on kyseessä testi, jossa laite 3 on normaalisti koottu ja elektroniikka on laitteen sisällä. Kuvasta on selkeästi nähtävissä, miten mitatun taitekertoimen ero kirjallisuusarvoon pysyy vakiona. Alussa tapahtuva taitekertoimen pieneminen johtuu siitä, että testilaitte on huoneenlämpöinen ja hauteessa kiertävä vesi 25-asteista. Taitekertoimen lämpötilariippuvuudesta johtuen sen arvo pienenee, kun laitteen ja hauteen väliset lämpötilaerot tasaantuvat, ja laitteen mittauskärjen lämpötila saavuttaa tavoitelämpötilan (25 °C). Kuvasta 12 nähdään, miten lämpötilan kasvaessa myös mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välinen ero kasvaa.



Kuva 12. Laitteen 3 taitekerroinkuvaajat virtaavalla vedellä tehdyissä testeissä, joissa elektroniikka oli laitteen sisällä.

Kuvassa 13 on laitteen 3 taitekerroin kuvaajat vastaavassa testissä, jossa elektronikka oli erotettuna laitteen ulkopuolelle.



Kuva 13. Laitteen 3 taitekerroin kuvaajat virtaavalla vedellä tehdyissä testeissä, joissa elektronikka oli laitteen ulkopuolella.

Vertailtaessa kuvia 12 ja 13 huomataan, että elektronikan erottaminen laitteen ulkopuolelle pienentää mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välistä erotusta. Sama ilmiö toistuu muilla testilaitteilla. Liitteessä 2 on muiden testilaitteiden vastaavat kuvaajat.

Taulukossa 10 on taulukoituna kaikkien testilaitteiden keskimääräiset veden diff-arvot molemmissa testiasetelmissa. Elektronikan ollessa ulkopuolella, keskimääräinen

mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välinen erotus 25 °C:n lämpötilassa pienenee. Taulukon 10 aineiston pohjalta tehty t-testi antoi p-arvoksi 0,0489 vertailtaessa sekä elektroniikka laitteen sisällä että ulkopuolella tehtyjä testejä lämpötilassa 25 °C. Nollahypoteesina oli, että elektroniikan aiheuttama lämpeneminen ei vaikuttaa mittaustuloksiin. Näistä mittauksista saatujen tulosten perusteella elektroniikan lämpenemisellä on tilastollisesti merkitsevä vaikutus veden diff-arvoon.

Taulukko 10. Testilaitteiden keskimääräinen veden diff-arvo sekä elektroniikalla että ilman elektroniikkaa tehdyissä testeissä.

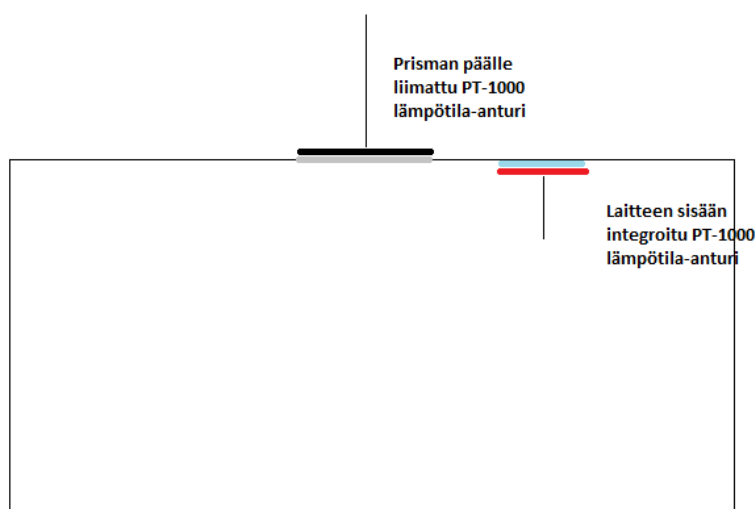
Laite 1	Elektroniikalla	Ilman elektroniikkaa
Veden diff-arvo 25 °C:ssa	0,00019	0,00008
Veden diff-arvo 40 °C:ssa	0,00026	0,00010
Laite 2		
Veden diff-arvo 25 °C:ssa	0,00019	0,00003
Veden diff-arvo 40 °C:ssa	0,00068	0,00007
Laite 3		
Veden diff-arvo 25 °C:ssa	0,00011	0,00004
Veden diff-arvo 40 °C:ssa	0,00015	0,00017

5.4 Lämpötila-anturin ja prisman välinen lämpötilaero ja tulokset

Edellisten mittausten perusteella veden diff-arvo oli tyypillisesti pienempi, kun elektroniikka oli laitteen ulkopuolella verrattuna tilanteeseen, jossa elektroniikka oli laitteen sisällä. Mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välinen erotus oli silti edelleen kaikilla laitteilla tehdyissä testeissä positiivinen. Tämän ilmiön selvittämiseksi haluttiin tutkia, näyttääkö refraktometrin kärjessä käytettävä PT-1000-lämpötila-anturi mitattavan näytteen todellisen lämpötilan. Koska refraktometri on valmistettu hapon kestävästä ruostumattomasta teräksestä, se johtaa huonosti lämpöä. Tällöin prisma paremmin lämpöä

johtavana toimii ikään kuin lämpöikkunana, jonka kautta elektroniikan aiheuttama lämpö pääsee siirtymään mitattavan nesteeseen. Mittaus tapahtuu prisman pinnalla, mutta prisma ja laitteen sisään integroitu PT-1000-lämpötila-anturi eivät ole kosketuksissa keskenään. Prisma on suoraan kosketuksissa näyteastiassa olevaan kalibrointiliuokseen, toisin kuin lämpötila-anturi. Kalibroinnissa käytetään lämpötilana laitteen sisään integroidun lämpötila-anturin antamaa mittaustulosta. Tämän vuoksi oli tärkeää selvittää, poikkeako prisman todellinen lämpötila laitteessa olevan lämpötila-anturin antamasta mittaustuloksesta.

Todellisen lämpötilaeron selvittämiseksi prisman päälle liimattiin pikaliimalla vastaava PT-1000-lämpötila-anturi, kuin refraktometrissa käytetään. Tätä on havainnollistettu kuvassa 14. Laitteen sisään integroidun PT-1000-lämpötila-anturin ja laitteen kuoren välinen sininen kerros kuvaa ilmaa. Valmistusmenetelmästä johtuen PT-1000-lämpötila-anturin kuparilevy ei välttämättä ole kauttaaltaan tiiviisti kosketuksissa refraktometrin kuoreen.



Kuva 14. Havainnekuva prisman päälle liimatusta erillisestä PT-1000-lämpötila-anturista.

Jotta vertailua aikaisempiin tuloksiin voitaisiin suorittaa mahdollisimman paljon, testit tehtiin kaikilla kolmella testilaitteella sekä elektroniikka laitteen sisällä että sen ulkopuolella. Ennen varsinaista testien suoritusta prisman PT-1000-anturin liimaamiseen käytettävän liiman annettiin kuivua, jotta sen kuivumisesta aiheutuva lämmittävä/jäähdyttävä vaikutus ei saisi aikaan vääristymiä tuloksissa. Kaikki kolme testilaitetta olivat olleet useita

vuorokausia tilassa, jossa testit suoritettiin. Tällä haluttiin minimoida ympäristöstä aiheutuvat vaikutukset, jotta testit olisivat vertailukelpoisia keskenään. Huomioitavaa on myös se, että testien aikana mitattiin vain lämpötiloja ilman kalibrointiliuoksia. Testien aikana seurattiin myös laitteen sisältämän elektroniikan ja huoneen lämpötiloja, ja tarkasteltiin niissä tapahtuvien muutosten vaikutuksia tutkittaviin lämpötiloihin.

Tulokset

Taulukossa 11 on eriteltynä jokaisen laitteen keskimääräinen ΔT molemmissa testitilanteissa.

Taulukko 11. Laitekohtaisesti eroteltuna sisäisen lämpötila-anturin ja prisman välinen lämpötila-ero ΔT kummassakin testitilanteessa.

	Laite 1	Laite 2	Laite 3
ΔT ilman elektroniikkaa	0,16 °C	0,11 °C	0,11 °C
ΔT elektroniikalla	0,42 °C	0,43 °C	0,50 °C

Tuloksista nähdään, että elektroniikan ollessa laitteen sisällä, lämpötilaero antureiden välillä on huomattava. ΔT on laskettu kaavalla,

$$\Delta T = T_{\text{prisma}} - T_{\text{anturi}} \quad (5)$$

jossa T_{prisma} kuvaa prisman lämpötilaa ja T_{anturi} laitteen sisään integroidun PT-1000-lämpötila-anturin mittaustulosta. Mittaustulosten perusteella prisman lämpötila on siis korkeampi, kuin laitteen sisäisen lämpötila-anturin antama mittaustulos.

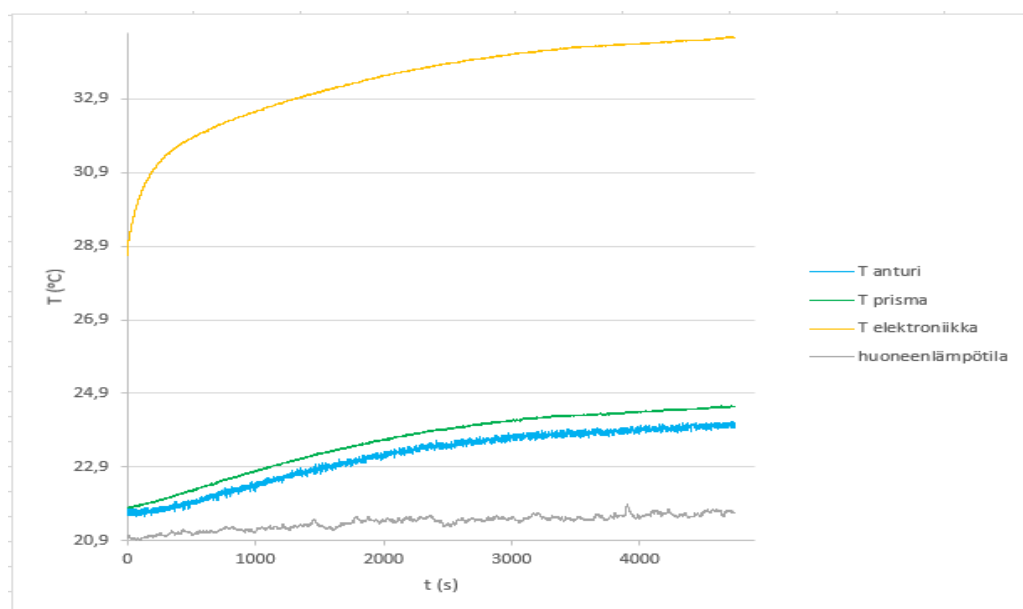
Testitulosten vaikutusten arvioimiseksi kalibroinnissa käytettäviä lämpötiloja muutettiin laitekohtaisten tulosten mukaisesti. Taulukossa 12 on esitetty todellisen ja oletetun lämpötilan perusteella lasketut veden diff-arvot. Todellisella lämpötilalla tarkoitetaan prisman todellista lämpötilaa, joka saatiin prisman päälle kiinnitetyn erillisen PT-1000-lämpötila-anturin avulla (kuva 14). Oletettu lämpötila taas kuvaa laitteen sisään integroidun PT-1000-lämpötila-anturin antamaa mittaustulosta.

Taulukko 12. Laitekohtaisesti eriteltynä veden diff- arvot kussakin testitilanteessa.

	Laite 1	Laite 2	Laite 3
Ilman elektronikkaa	0,00006	0,00008	0,00006
Lämpötilaa korjattu	0,00004 ($\Delta T = 0,16 \text{ }^{\circ}\text{C}$)	0,00005 ($\Delta T = 0,11 \text{ }^{\circ}\text{C}$)	0,00004 ($\Delta T = 0,11 \text{ }^{\circ}\text{C}$)
Elektroniikalla	0,00024	0,00006	0,00012
Lämpötilaa korjattu	0,00014 ($\Delta T = 0,42 \text{ }^{\circ}\text{C}$)	-0,00001 ($\Delta T = 0,43 \text{ }^{\circ}\text{C}$)	0,00001 ($\Delta T = 0,50 \text{ }^{\circ}\text{C}$)

Ilman elektronikkaa -kohta kuvaa tilannetta, jossa elektroniikka on ollut laitteen ulkopuolella. Tällöin kalibroinnissa käytettyjä lämpötiloja on nostettu suluissa merkityn ΔT :n verran normaalitilanteeseen nähden. Normaalitilanteessa elektroniikka on laitteen sisällä ja kalibroinnissa on käytetty laitteen sisään integroidun PT-1000 lämpötila-anturin antamaa mittaustulosta. Elektroniikalla -kohdassa on kunkin laitteen kohdalle merkitty sulkuihin, kuinka paljon lämpötilaa on normaalitilanteeseen verrattuna nostettu.

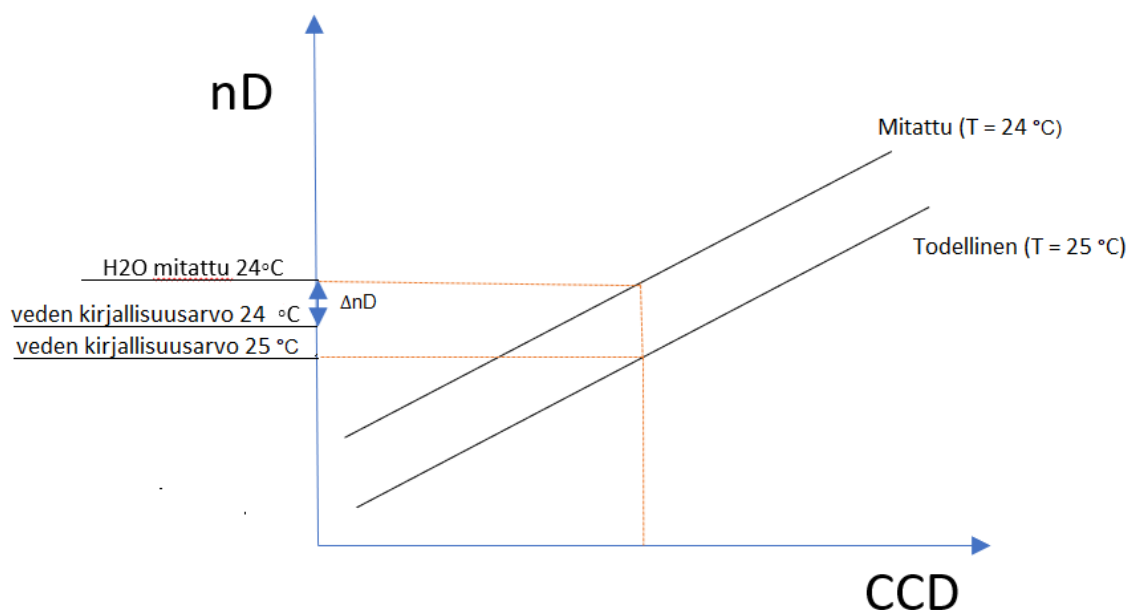
Kuvasta 15 näkyy, että elektroniikan ollessa laitteen sisällä sekä laitteen sisään integroitu (T-anturi) että prismaan kiinnitetty lämpötila-anturi (T-prisma) näyttivät korkeampaa lämpötilaa kuin huoneenlämpötila. Elektroniikan ollessa laitteen ulkopuolella vertailtavat lämpötilat olivat matalampia kuin huoneenlämpötila.



Kuva 15. Laitteen 1 lämpötilakäyrät elektroniikan ollessa laitteen sisällä.

Kuvasta 15 näkyy, että laitteella 1 tehdyn testin aikana prisma reagoi enemmän elektronikan lämpenemiseen, kuin laitteen sisäinen lämpötila-anturi. Tämä tukee aikaisempaa päätelmää siitä, että elektronikan aiheuttama lämpö johtuu prismalle paremmin, kuin lämpötila-anturille. Näiden tulosten perusteella päästiin alkuperäisen ongelman syntymekanismin jäljille.

Kuvassa 16 on esitetty periaatekuva kalibrointikäyristä kahdessa eri tilanteessa. Alempi kalibrointikäyrä kuvaa ideaalitilannetta, jossa lämpötilan mittaustapahtuu oikein, eli kalibroinnissa käytettävä lämpötila vastaa kalibrointiliuosten lämpötilaa. Tämä lämpötila on 25 °C, jolloin taitekerroinliuosten nominaaliarvoja ei tarvitse korjata. Ylempi kalibrointikäyrä kuvaa tilannetta, jossa käytetään laitteen sisään integroidun PT-1000-lämpötila-anturin mittaustulosta, joka on tässä esimerkissä 24 °C. Koska taitekerroin on riippuvainen lämpötilasta, niin tilanteessa, jossa lämpötila on 24 °C, kalibrointiliuosten taitekerroimia korjataan liuoskohtaisten korjauskertoimien mukaan nominaaliarvoa suuremmiksi. Y-akselilta näkyy, miten veden taitekerroin sijoittuu kalibrointikäyrälle sekä ideaalitilanteessa ($T = 25\text{ °C}$) että tilanteessa, jossa lämpötila on 24 °C.



Kuva 16. Periaatekuva kalibrointikäyristä. Graafisen esimerkin avulla esitettyä suurin syy sille, miksi refraktometrin mittaustulos vedellä on suurempi kuin 0.

Kuvassa 16 todellinen ($T = 25\text{ °C}$) ja veden kirjallisuusarvo 25 °C kuvaavat tilannetta, jossa korjauskertoimia ei tarvitse käyttää. Veden kirjallisuusarvo 24 °C kuvaa veden

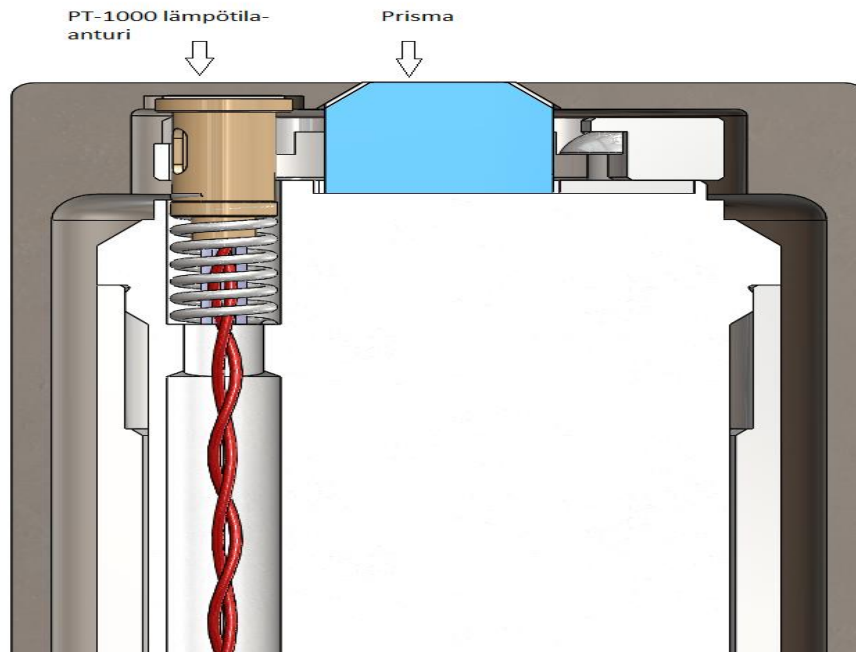
taitekertoimen arvoa lämpötilassa 24 °C. H₂O mitattu 24 °C kuvaa refraktometrin mittaustulosta vedelle 24 °C:n lämpötilassa. Δn_D saadaan vähentämällä veden kirjallisuusarvo mitatun taitekertoimen arvosta.

Kuvasta 16 näkyy, että laitteen mittaama CCD-arvo pysyy samana riippumatta siitä, käytetäänkö lämpötilana 24 °C:ta vai 25 °C:ta. Tämä tarkoittaa sitä, että se ei ole riippuvainen refraktometriin integroidun lämpötila-anturin mittaustuloksesta. Siihen ei myöskään vaikuta laitteen kalibrointi. Siihen vaikuttaa ainoastaan mitattavan aineen todellinen taitekerroin. Kuten jo aiemmin kerrottiin, korjataan kalibrointiliuosten taitekertoimia refraktometriin integroidun PT-1000-lämpötila-anturin mittaustuloksen mukaan. Mikäli sisäisen lämpötila-anturin antama mittaustulos on pienempi, kuin todellinen lämpötila prisman pinnalla olevassa liuoksessa, korjataan kalibroinnissa käytettävien liuosten taitekertoimia todellista suuremmiksi (ylempi kalibrointikäyrä, kuva 16). Veden taitekertoimen kirjallisuusarvo määritetään tietyssä lämpötilassa laitteen sisäisen lämpötila-anturin antaman mittaustuloksen perusteella. Tätä arvoa verrataan mitattuun veden taitekertoimen arvoon. Mitattu taitekerroin on suurempi kuin kirjallisuusarvo, jolloin refraktometri antaa positiivisen tuloksen Δn_D -suureelle. Tämä on seurausta siitä, että mitattu taitekerroin lasketaan kalibroinnissa määritettyjen a-parametrien perusteella. A-parametrien suuruuteen vaikuttavat liuoskohtaiset korjauskertoimet, joiden avulla taitekerrointa korjataan lämpötilan suhteen. Kalibrointiliuosten korjauskertoimet yhtä astetta kohden ovat yli kolminkertaisia veden vastaavaan lämpötilariippuvuuteen nähden. Pitoisuuslaskentaa varten määritetty Δn_D on mitatun taitekertoimen ja kirjallisuusarvon välinen erotus. Laite näyttää pientä positiivista konsentraatiota vedellä, koska mitattu taitekerroin on suurempi kuin kirjallisuusarvo.

6 Päätelmät ja pohdinta

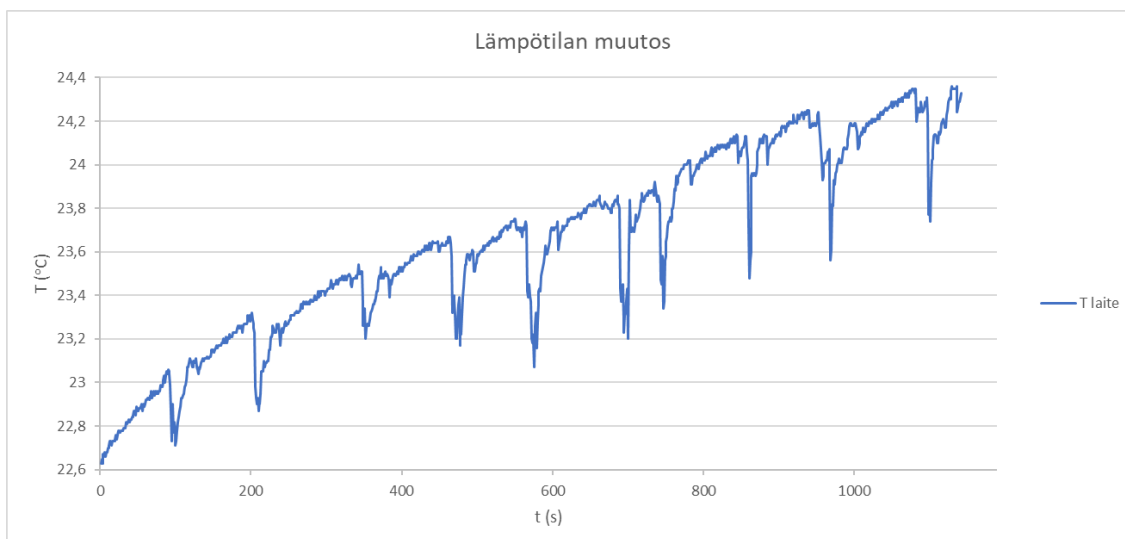
Kalibroinnissa käytettävät standardiliuokset ja prisma ovat suoraan kosketuksissa keskenään. Laitteen sisäinen lämpötila-anturi sijaitsee muutaman millimetrin päässä prismasta eikä näin ollen mittaa suoraan prisman lämpötilaa. Lämpötila-anturi ei myöskään ole kosketuksissa kalibrointiliuoksiin, ja sen päällä on ohut kerros haponkestävää ruostumatonta terästä. Tästä syystä mittauskärjen lämpötilan vakiointiin tarkoitettu

uudenlaisen näytteenpitimen prototyypin käyttö ei parantanut kalibroinnin tai veden tai-tekertoimen mittaustuloksia. Kuvasta 17 näkyy, miten PT-1000-lämpötila-anturi ja prisma ovat laitteen sisälle sijoittuneet.



Kuva 17. Refraktometrin kärjen poikkileikkaus.

Kalibroinnin aikana prisman lämpötilaan vaikuttavat myös kalibrointiliuosten poistamisessa käytettävät menetelmät. Haihtuessaan etanoli jäähdyttää prisman pintaa, kun taas paperipyyhkeellä hankaus tuottaa siihen lisää lämpöä. Samalla lämpöä siirtyy prismaan myös kalibroijan käsien välityksellä. Kuvassa 18 on havainnollistettu lämpötilan muutoksia kalibroinnin aikana. Jokainen piikki käyrässä kuvaa yhtä kalibrointipistettä. Laitteen lämpötila nousee tasaisesti koko kalibroinnin ajan. Lämpötilan nousu johtuu osittain elektroniikan tuottamasta lämmöstä ja osittain jo aiemmin mainituista syistä, jotka liittyvät prisman puhdistukseen kalibrointiliuosten välillä.



Kuva 18. Mittauskärjen lämpötilan muutos kalibroinnin aikana.

Tuloksiin vaikuttaa mahdollisesti myös se, että vedellä on hyvä ominaislämpökapasiteetti. Kalibrointiliuokset ovat seoksia, joiden ominaislämpökapasiteetti on oletettavasti pienempi kuin veden, jolloin näyteastiassa ollessaan kalibrointiliuokset hakeutuvat herkemmin kuin vesi prisman kanssa samaan lämpötilaan. Tällöin vesipistettä mitattaessa näytteen todellinen lämpötila asettuu huoneenlämpötilan ja prisman lämpötilan välille olleen matalampi, kuin kalibrointiliuosten kohdalla. Tämä saattaa selittää sen, miksi elektronikan lämmittävän vaikutuksen eliminoinnin jälkeen vesi käyttäytyy edelleen eri tavalla, kuin kalibrointiliuokset. Kalibrointiliuosten diff-arvot asettuvat 0:n molemmiin puolin, kun taas veden diff-arvossa on yhä nähtävissä pieni positiivinen virhe.

Veden virtauksen vaikutus diff-arvon pienenemiseen selittyy sillä, että virratessaan vesi vakioi mittauskärjen lämpötilaa. Elektronikasta aiheutuva lämpö pääsee johtumaan prismalle, joka luovuttaa sen edelleen mitattavaan nesteeseen. Tällöin saavutetaan parempi tasapaino lämpötilan suhteen verrattuna tilanteeseen, jossa vesi ei virtaa.

Huomioitavaa on myös se, että laitteissa on yksilökohtaisia eroja, jotka vaikuttavat eri laitteista saatujen tulosten keskinäiseen vertailuun. Ympäristön olosuhteita (mm. lämpötilaa) ei ollut mahdollista vakioda, joten samalla laitteellakin eri päivinä tehdyissä testeissä on pieniä eroja. Merkittävää on kuitenkin se, että erottamalla elektronikka laitteen ulkopuolelle veden diff-arvojen merkitsevät numerot putosivat neljännessä desimaalista viidenteen jokaisella laitteella.

7 Yhteenveto

Kun kalibroidulla refraktometrillä mitataan huoneen lämpöistä vettä, saadaan tulokseksi tyypillisesti 0,2 brix. Virhe aiheutuu siitä, että kalibroinnissa tapahtuva lämpötilanmittaus on virheellinen. Kalibroinnissa näytteen lämpötila arvioidaan tyypillisesti liian alhaiseksi ja tämä johtaa siihen, että kalibrointiliuosten taitekertoimet korjataan liian suuriksi. Myös lämpötilakompensoinnin avulla arvioitu veden taitekertoimen kirjallisuusarvo on tällöin todellista suurempi, mutta veden pienemmän lämpötilariippuvuuden vuoksi, arvioitu taitekerroin vedelle on kuitenkin pienempi, kuin kalibrointikäyrän avulla määritetty. Tästä johtuen konsentraation laskennassa käytettävä Δn_D saa positiivisen arvon, joka on suuruusluokaltaan yleensä 0,0002-0,0004.

Tulosten perusteella voidaan siis olettaa, että kalibroinnissa tapahtuva taitekertoimen korjaus lämpötilan suhteen on virheellinen. Laskenta suoritetaan käyttämällä refraktometrin sisään asennetun PT-1000-lämpötila-anturin antamaa mittaustulosta. Todellisuudessa prisma on kuitenkin tätä lämpimämpi, koska elektroniikan aiheuttama lämpö johtuu paremmin prismalle, kuin lämpötila-anturille. Tällöin myös kalibrointiliuosten lämpötila on korkeampi, koska prisman päällä ollessaan ne lämpenevät lähelle prisman lämpötilaa. Elektroniikan lämmittävä vaikutus ei yksinään selitä laitteen sisäisen lämpötila-anturin ja prisman välistä lämpötilaeroa, koska kalibrointitilanteessa edellä mainitun kaltaisesti lämpöä siirtyy prismaan myös käsien välityksellä ja hankauksesta. Lisäksi lämpötilaan vaikuttaa myös prisman puhdistuksessa käytettävä etanoli. Kun a-parametrien määrittämisessä käytettyä lämpötilaa korjataan prisman lämpötilamittauksesta saatujen tulosten perusteella, niin kalibrointinesteiden diff-arvot pysyvät lähes samoina. Tämä on selitettävissä sillä, että niiden korjauskertoimet on ilmoitettu astetta kohden. Veden lämpötilakompensointi taas ottaa huomioon lämpötilan muutoksen kymmenyksen tarkkuudella.

Tutkimus- ja jatkokehitysehdotukset

Jotta lämpötilaero laitteen sisään integroidun PT-1000-lämpötila-anturin ja prisman välillä saataisiin pienemmäksi, pitäisi tutkia tarkemmin lämmön johtumista prismalle. Samoin pitäisi selvittää, voiko piirilevyissä olevia vastuksia pienentää, jolloin lämpöä muodostuisi laitteen sisällä vähemmän.

Jatkokehityksen kannalta laitteen elektroniikan tuottaman lämmön vaikutus pitäisi saada eliminoitua. Tämä voisi onnistua esimerkiksi lisäämällä eristystä laitteen sisälle tai valmistamalla komponentit huonosti lämpöä johtavasta materiaalista, jolloin lämpö ei pääse johtumaan prismalle ja vaikuttamaan mittaustuloksiin. Toinen vaihtoehto on tehdä laitteesta kaksiosainen. Tällöin suurin osa elektroniikasta tuodaan laitteen ulkopuolelle ja laitteen sisälle jäävät vain välttämättömimmät elektroniset osat. Myös vaihtoehtoisen lämmön johtumisreitin kehittäminen parantaisi mittaustarkkuutta. Mikäli elektroniikan aiheuttama lämpö saataisiin johtumaan tehokkaasti esimerkiksi huoneilmaan, ei prisman lämpenemistä tapahtuisi.

Lähteet

- 1 K-Patents history. Verkkoaineisto. <www.kpatents.com/company/history> Luettu 13.11.2018
- 2 Lähteenmäki, Saku. 2019. Design Engineer, Janesko Oy, Vantaa. Haastattelu 11.2.2019
- 3 Optical Density and Light Speed. Verkkoaineisto. <www.physicsclassroom.com/class/refrn/u14l1d.cfm> . Luettu 15.3.2019
- 4 Hatakka Jukka; Saari Heikki; Sirviö Jorma; Viiri Jouni & Yrjänäinen Sari. 2007. Physica 3. Helsinki: Werner Söderström Osakeyhtiö
- 5 Taitekerroin. Verkkoaineisto. <www.astro.utu.fi/zubi/optics/n.htm> Luettu 16.3.2019
- 6 Valon taittuminen. Verkkoaineisto. <peda.net/valkeakoski/opetuspalvelut/pk/naakan-koulu/oppiaineet/fysiikka/fy-suominen/efysiikka-722/taittuminen> Luettu 13.11.2018
- 7 Aaltoliike ja valo-oppi. Verkkoaineisto. <www.taulukot.com/fysiikka/aaltoliike_valo_oppi/#aineiden_taitekertoimia> Luettu 11.3.2019
- 8 On the Nature of the Evanescent wave. Verkkoaineisto. <mmrc.caltech.edu/FTIR/Literature/ATR/Nature%20of%20Evanescent%20Wave%20AS%202%202013.pdf> Luettu 20.3.2019
- 9 Valo aaltona. Verkkoaineisto. <opinnot.internetix.fi/fi/muikku2materiaalit/luvio/fy/fy3/2_aaltoliike/206?C:D=iS3h.iPg2&m:selres=iS3h.iPg2> Luettu 11.3.2019
- 10 Process Refractometer PR-23 Instruction Manual. Rev. 1.87. 2015.Yrityksen sisäinen dokumentti. K-Patents Oy.
- 11 K-Patents Process Refractometer Application Notes. 2018. Yrityksen sisäinen dokumentti. K-Patents Oy.
- 12 K-Patents sanitary process refractometer PR-43-A. Verkkoaineisto. K-Patents Oy. <www.kpatents.com/assets/files/downloads/brochures/PR-43-A-brochure_February2018_low_res.pdf> Luettu 13.11.2018

Erilaisten vesien erot

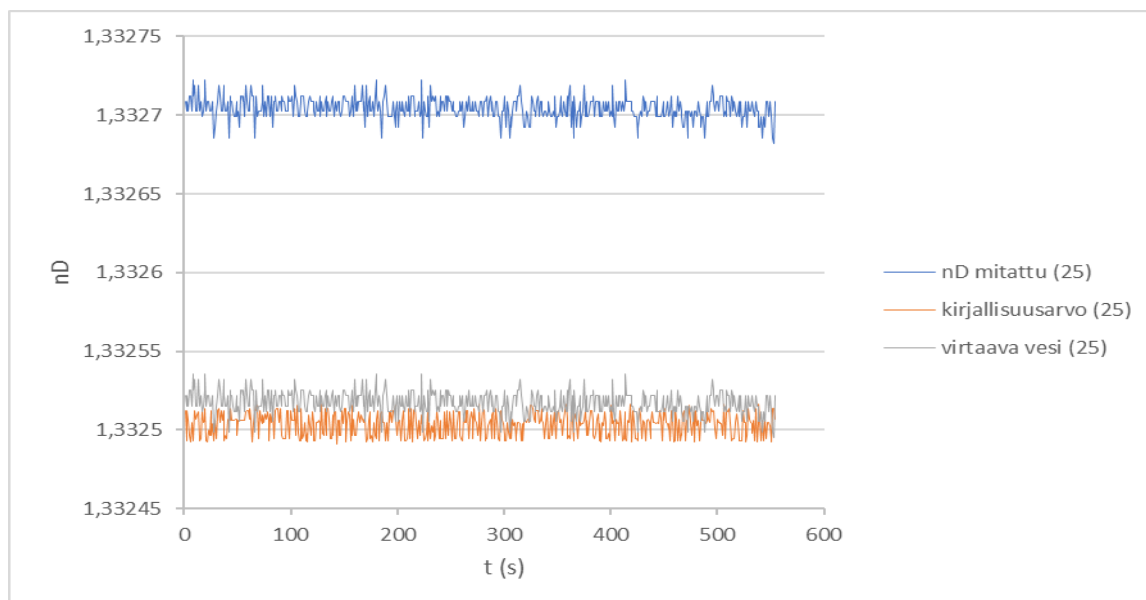
Taulukko 1. Erilaisilla vesillä tehtyjen mittausten diff-arvot laitteittain.

Sarja 1					
	Laite 1		Laite 2		Laite 3
H2O steriili	0,00017		0,00022		0,00007
H2O tislattu	0,00019		0,00020		0,00008
H2O ionivaihdettu	0,00023		0,00023		0,00029
Max.diff.	0,00014		0,00016		0,00018
Sarja 2					
	Laite 1		Laite 2		Laite 3
H2O steriili	0,00011		0,00009		0,00011
H2O tislattu	0,00010		0,00011		0,00012
H2O ionivaihdettu	0,00011		0,00006		0,00012
Max.diff.	0,00033		0,00010		0,00014
Sarja 3					
	Laite 1		Laite 2		Laite 3
H2O steriili	0,00007		0,00010		0,00008
H2O tislattu	0,00013		0,00030		0,00021
H2O ionivaihdettu	0,00009		0,00009		0,00009
Max.diff.	0,00014		0,00019		0,00016

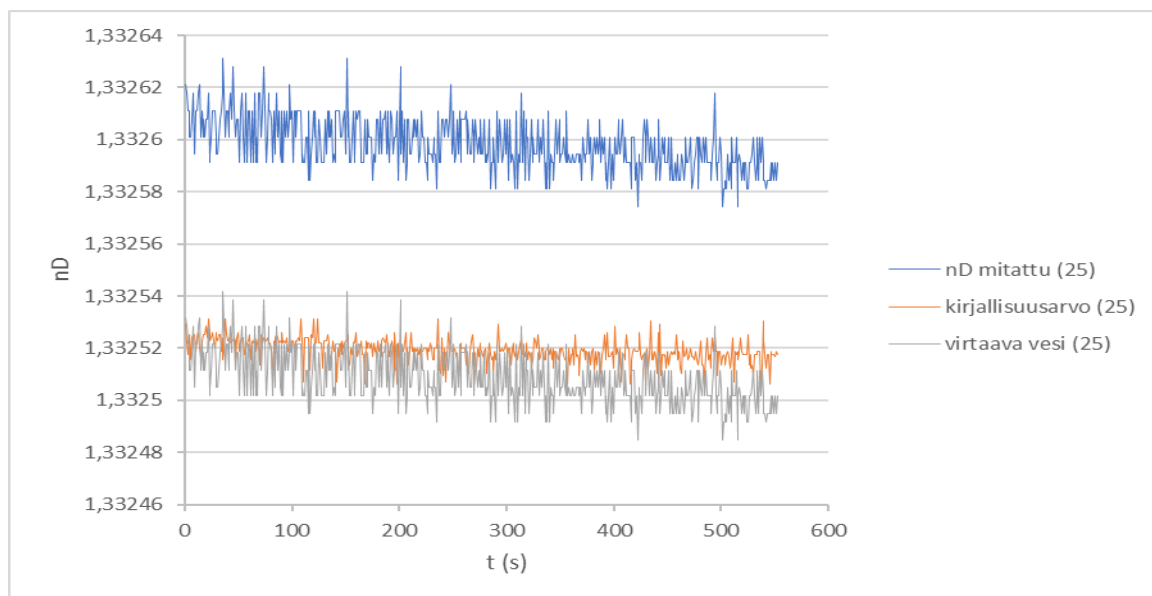
Taulukko 2. Varianssianalyysi erilaisilla vesillä tehtyjen mittausten diff-arvoista

Anova: Two-Factor With Replication						
SUMMARY	H2O steriili	H2O tislattu	H2O ionivaihdettu	Total		
<i>Laite 1</i>						
Count	3	3	3	9		
Sum	0,000350028	0,000410101	0,00042816	0,001188		
Average	0,000116676	0,0001367	0,00014272	0,000132		
Variance	2,76545E-09	2,05531E-09	5,69631E-09	2,77E-09		
<i>Laite 2</i>						
Count	3	3	3	9		
Sum	0,000404765	0,00061126	0,000383198	0,001399		
Average	0,000134922	0,000203753	0,000127733	0,000155		
Variance	4,82375E-09	8,24522E-09	8,60685E-09	6,74E-09		
<i>Laite 3</i>						
Count	3	3	3	9		
Sum	0,000266133	0,00040685	0,000507506	0,00118		
Average	8,87109E-05	0,000135617	0,000169169	0,000131		
Variance	4,22805E-10	4,76605E-09	1,19497E-08	5,51E-09		
<i>Total</i>						
Count	9	9	9			
Sum	0,001020926	0,001428212	0,001318863			
Average	0,000113436	0,00015869	0,00014654			
Variance	2,4093E-09	4,90913E-09	6,89336E-09			
ANOVA						
Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Sample	3,42217E-09	2	1,71108E-09	0,312169	0,735741	3,554557
Columns	9,87427E-09	2	4,93714E-09	0,900728	0,423817	3,554557
Interaction	1,16092E-08	4	2,9023E-09	0,529493	0,715603	2,927744
Within	9,8663E-08	18	5,48128E-09			
Total	1,23569E-07	26				

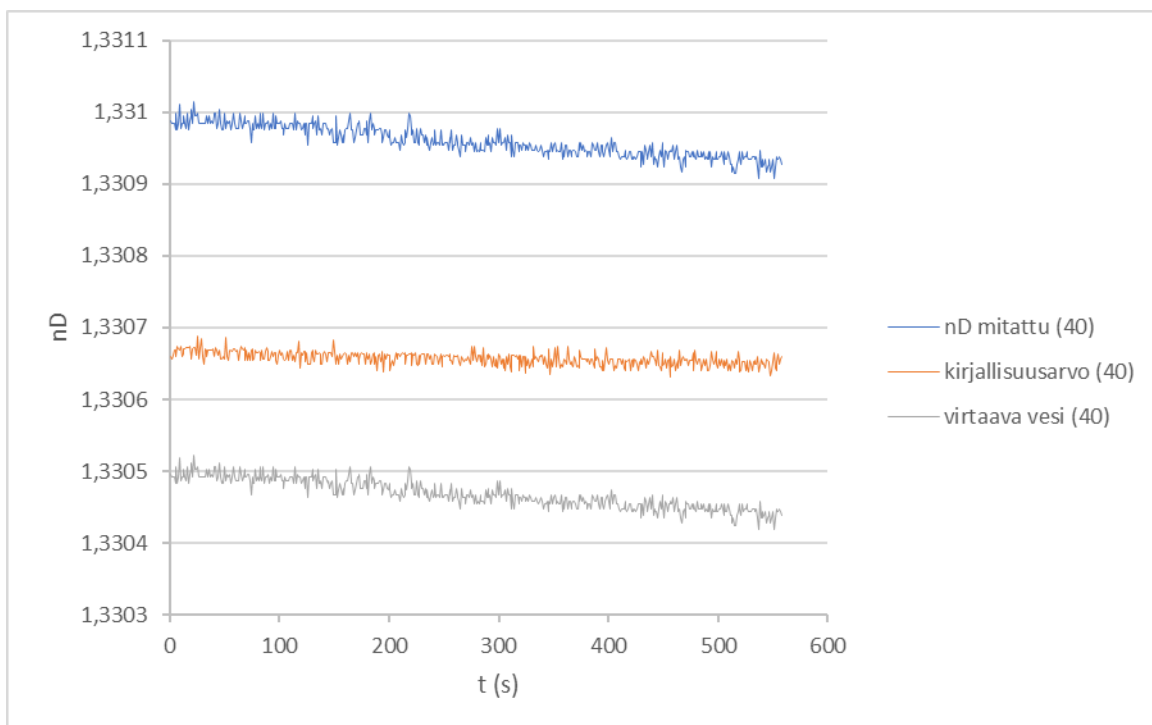
Elektroniikan lämmittävä vaikutus



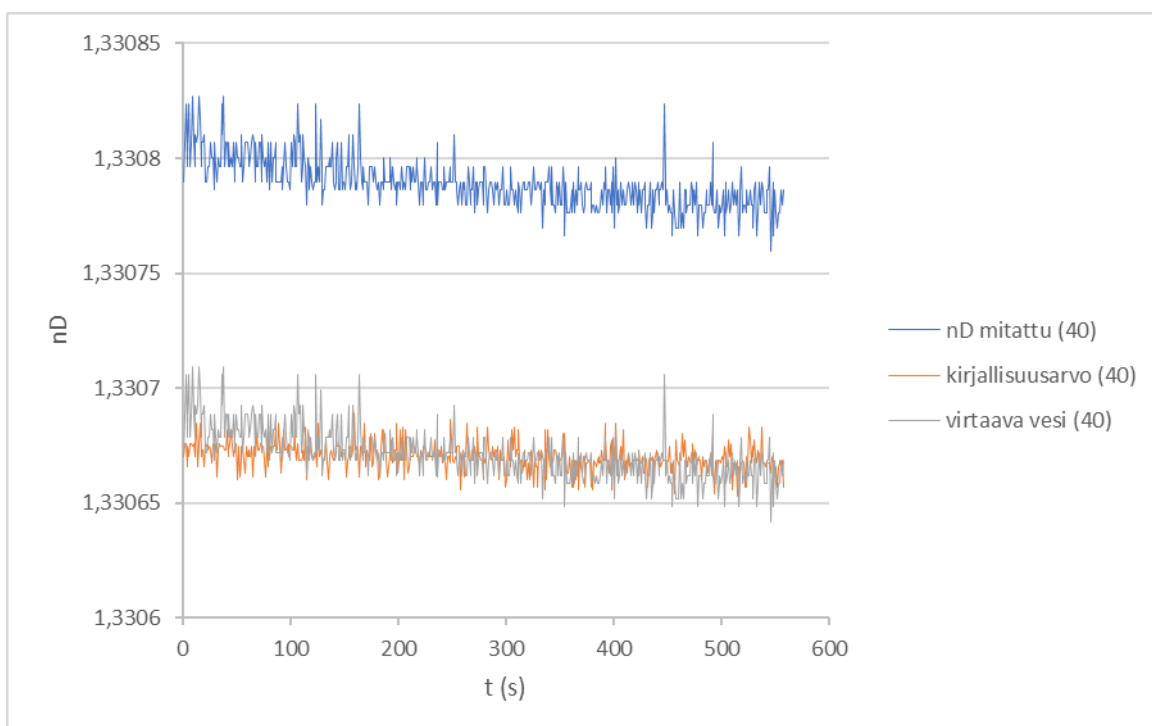
Kuva 1. Laitteen 1 veden taitekerroinkuvaajat 25 °C:n lämpötilassa elektroniikan ollessa laitteen sisällä.



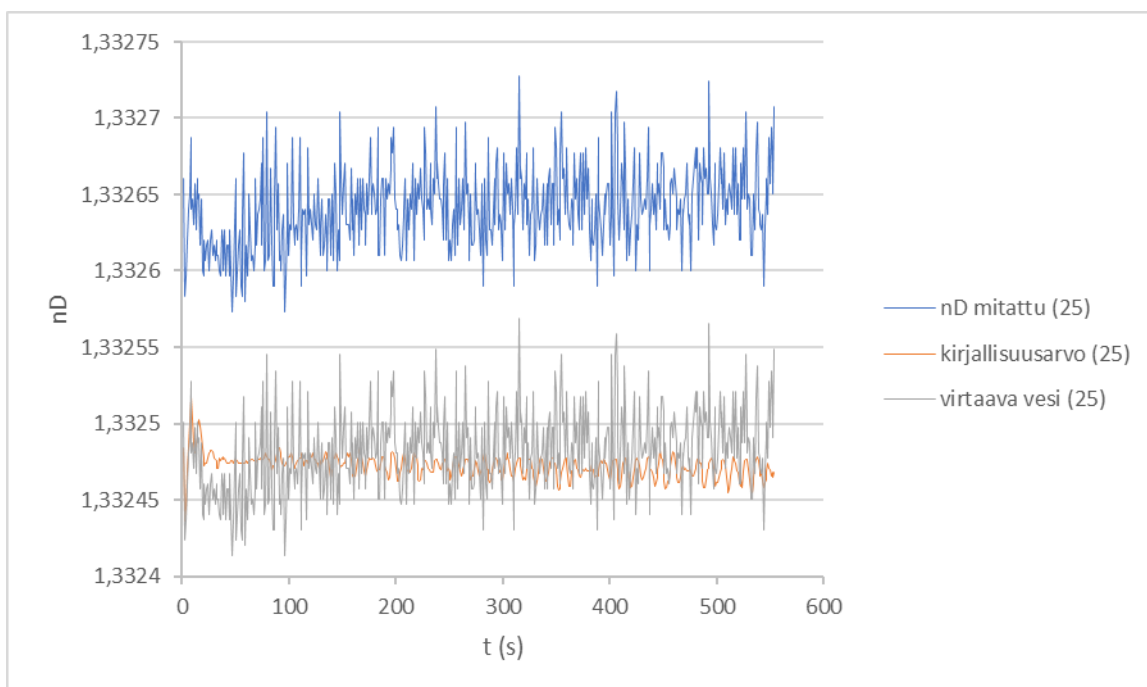
Kuva 2. Laitteen 1 veden taitekerroinkuvaajat 25 °C:n lämpötilassa elektroniikan ollessa laitteen ulkopuolella.



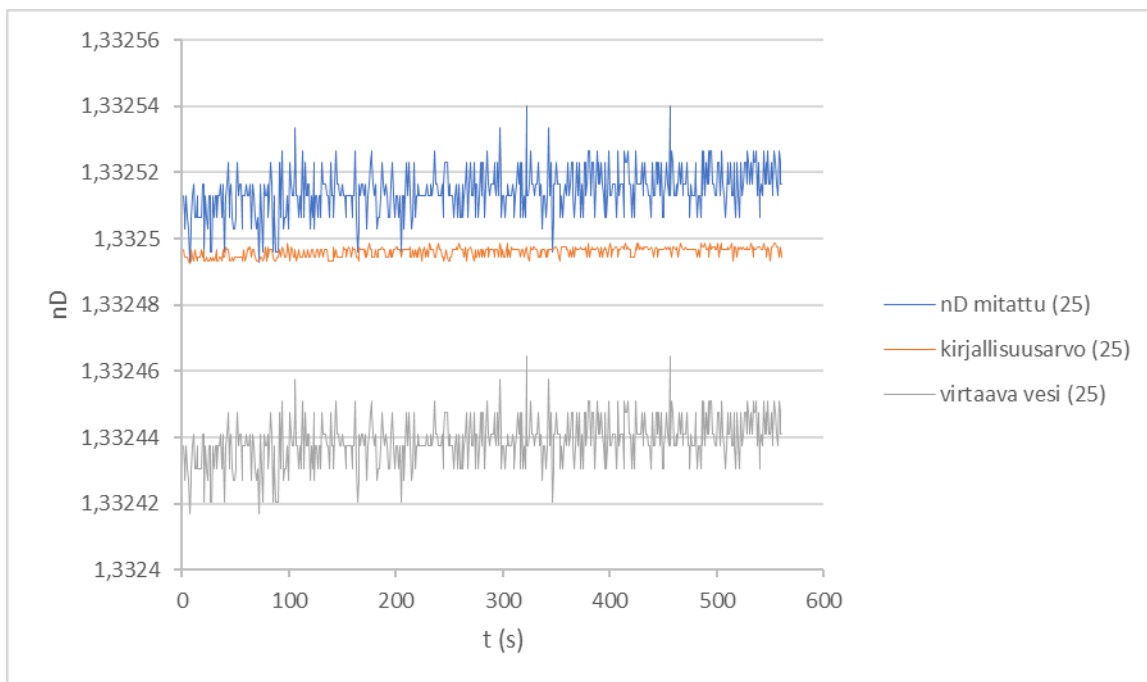
Kuva 3. Laitteen 1 veden taitekerroinkuvaajat 40 °C:n lämpötilassa elektroniiikan ollessa laitteen sisällä.



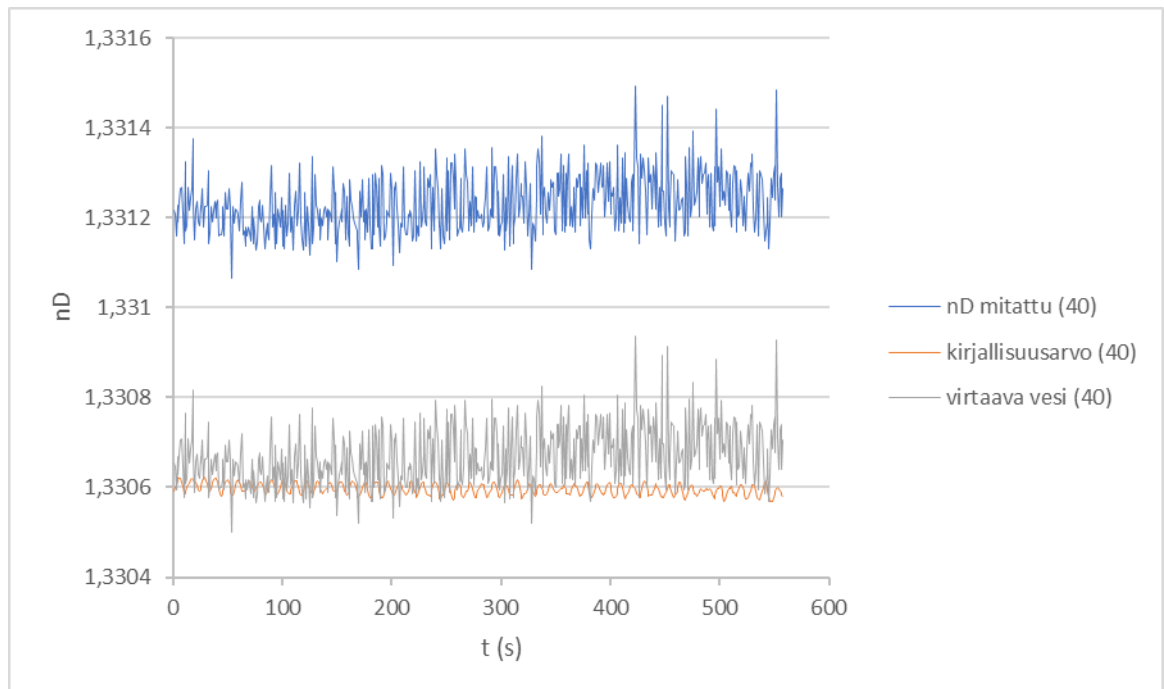
Kuva 4. Laitteen 1 veden taitekerroinkuvaajat 40 °C:n lämpötilassa elektroniiikan ollessa laitteen ulkopuolella.



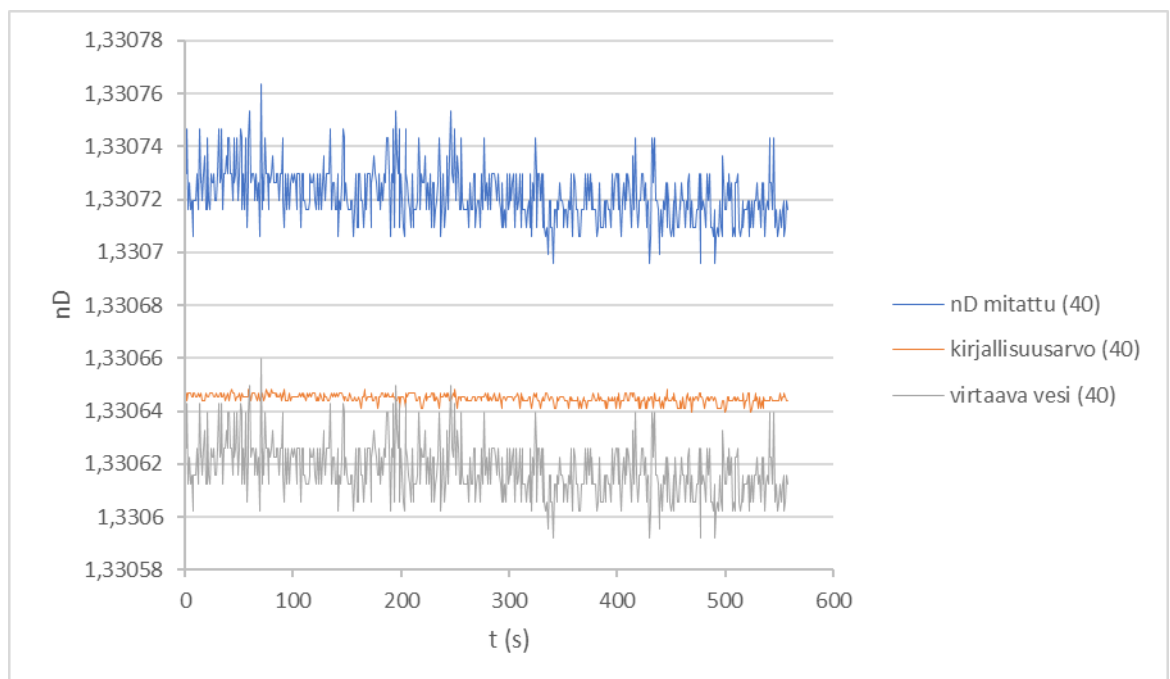
Kuva 5. Laitteen 2 veden taitekerroinkuvaajat 25 °C:n lämpötilassa elektroniikan ollessa laitteen sisällä.



Kuva 6. Laitteen 2 veden taitekerroinkuvaajat 25 °C:n lämpötilassa elektroniikan ollessa laitteen ulkopuolella.

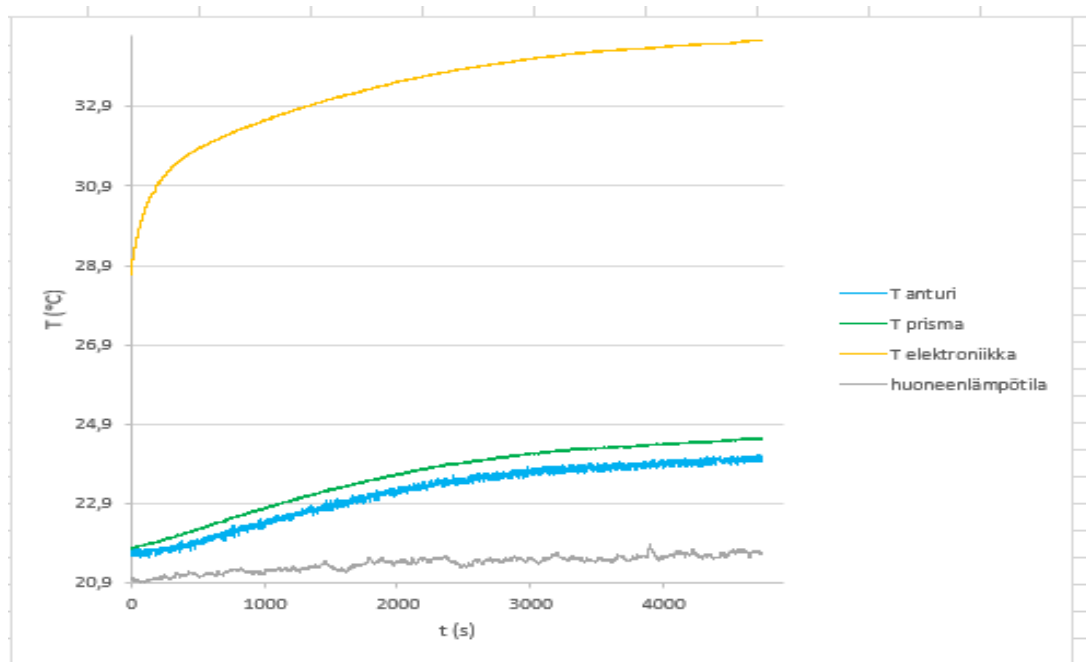


Kuva 7. Laitteen 2 veden taitekerroinkuvaajat 40 °C:n lämpötilassa elektronikan ollessa laitteen sisällä.

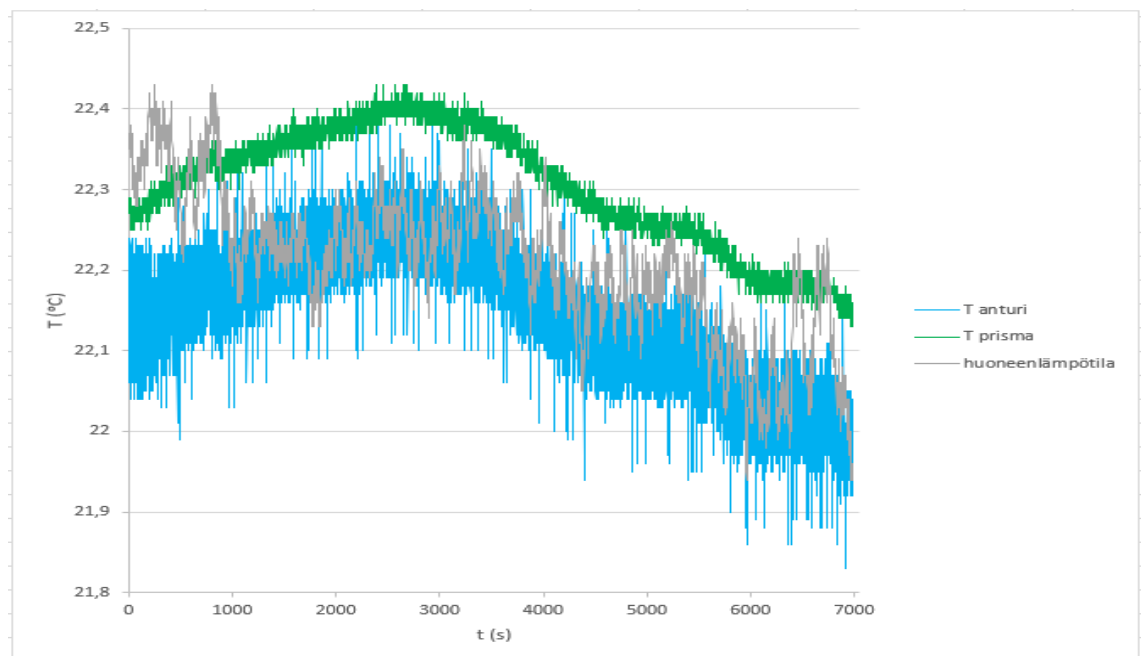


Kuva 8. Laitteen 2 veden taitekerroinkuvaajat 40 °C:n lämpötilassa elektronikan ollessa laitteen ulkopuolella..

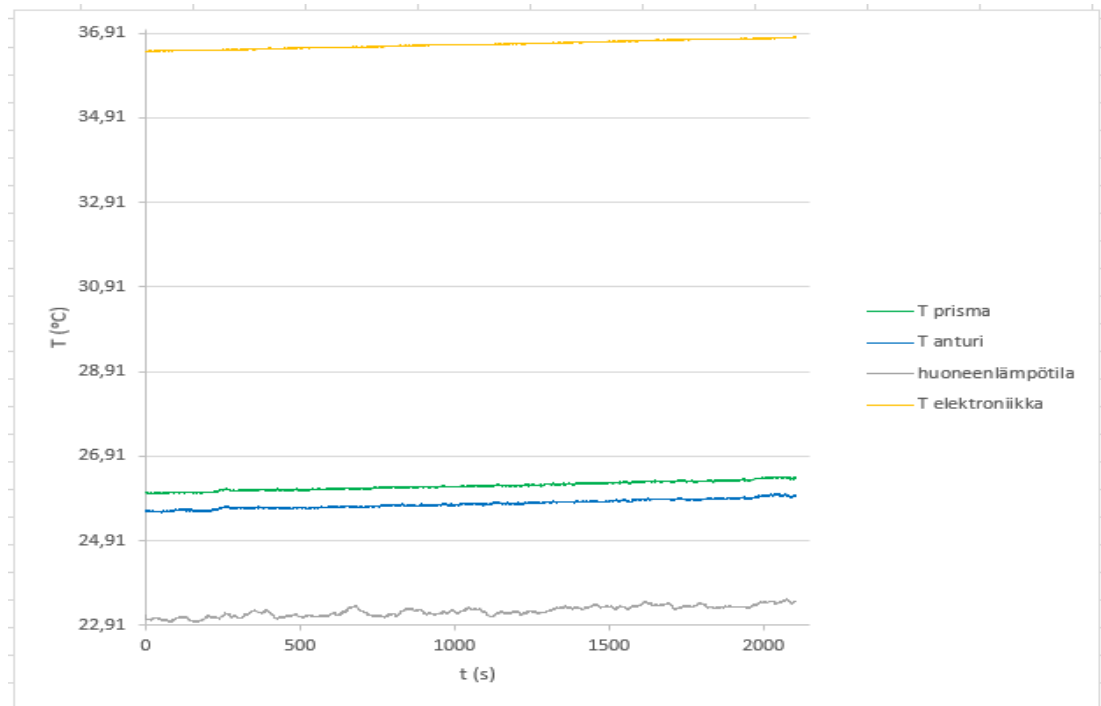
Prisman todellisen ja oletetun lämpötilan välinen erotus



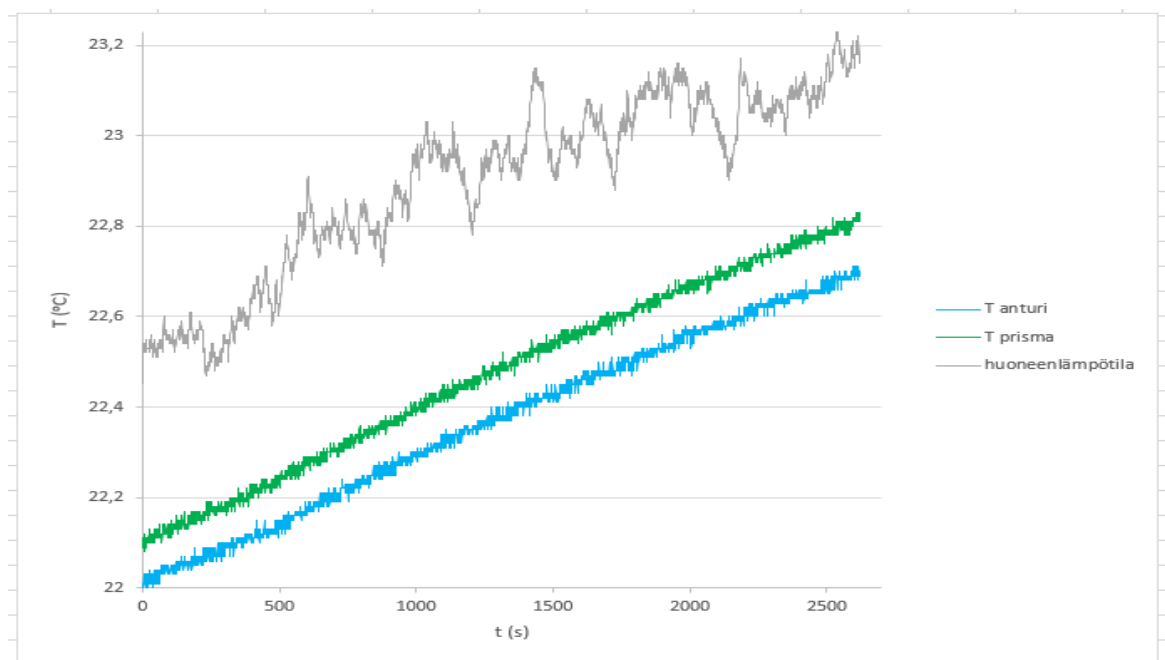
Kuva 9. Laitteen 1 lämpötilakuvaajat elektronikan ollessa laitteen sisällä.



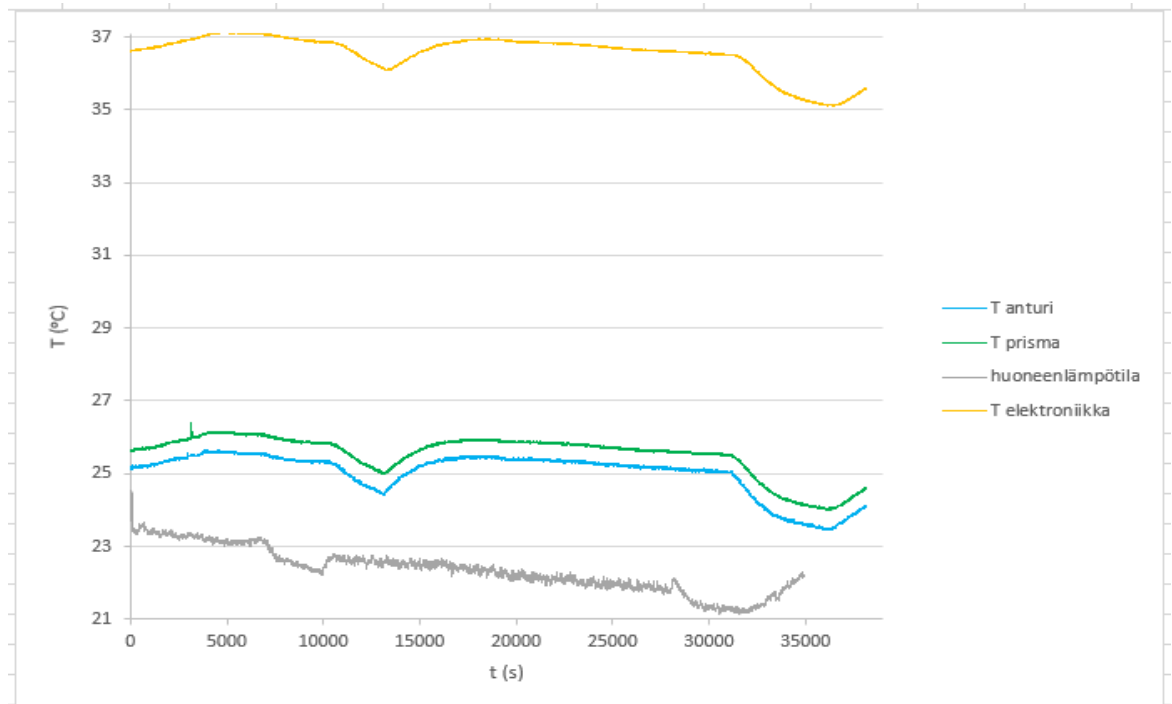
Kuva 10. Laitteen 1 lämpötilakuvaajat elektronikan ollessa laitteen ulkopuolella.



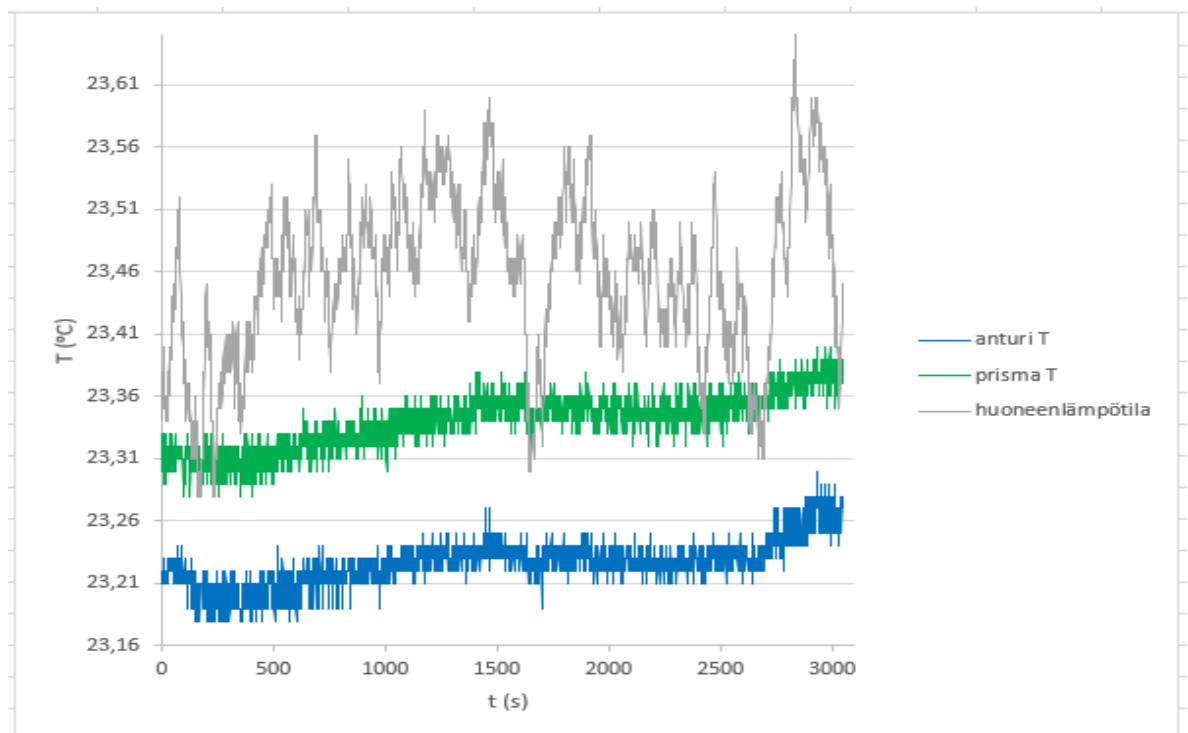
Kuva 11. Laitteen 2 lämpötilakuvaajat elektroniiikan ollessa laitteen sisällä.



Kuva 12. Laitteen 2 lämpötilakuvaajat elektroniiikan ollessa laitteen ulkopuolella.



Kuva 13. Laitteen 3 lämpötilakuvaajat elektroniiikan ollessa laitteen sisällä.



Kuva 14. Laitteen 3 lämpötilakuvaajat elektroniiikan ollessa laitteen ulkopuolella.