

TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU
Paperitekniikan koulutusohjelma
Paperitekniikka

Tutkintotyö

Mikko Ylhäinen

XRF-MITTAUSMENETELMÄN KALIBROINTI

Työn ohjaaja
Työn teettäjä
Tampere 2007

DI Arto Nikkilä
UPM-Kymmene Oyj, Tervasaari, DI Jukka Kivivasara

TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU

Paperitekniikan koulutusohjelma

Hakusanat

kalibrointi, mittausmenetelmä, silikoni, pii, kaoliini

Paperitekniikka

Ylhäinen, Mikko

XRF-mittausmenetelmän kalibrointi

Tutkintotyö

27 sivua

Työn ohjaaja

DI Arto Nikkilä

Työn teettäjä

UPM-Kymmene Oyj Tervasaari, DI Jukka Kivivasara

Huhtikuu 2007

TIIVISTELMÄ

Lopputyön tarkoituksena oli oikean silikonin mittausmenetelmän löytäminen Oxford-mittalaitteella ja mittauksen käyttöönottoaminen UPM-Kymmene Tervasaaren tehtaalla. Oxfordilla mitattaessa tutkitaan piin esiintymistä paperin pintaosissa. Irrokepaperin pinnalla käytetään kahta piitä sisältävää yhdistettä: kaoliinia ja silikonia. Irrokepaperin pintaliimassa käytetään kaoliinia tuomaan haluttuja pintaominaisuuksia, mikä taas on silikonin mittauksen kannalta häiritsevä tekijä. Työn tarkoituksena oli kaoliinin aiheuttaman häiriön poistaminen mittauksesta.

Työ edellytti tiettyä teoreettista mittausmenetelmän ja -ympäristön tuntemusta. Lopputyön teoreettisessa tarkastelussa pyrittiin kiinnittämään huomiota erityisesti irrokepaperin tuoteanalyysiin, kaoliinin ja silikonin käytön syihin sekä ominaisuuksiin ja silikonin mittausmenetelmiin. Irrokepaperissa keskityttiin kriittisiin ominaisuuksiin ja keinoihin, joilla ne saavutetaan. Kaoliinin teoreettisessa tarkastelussa tärkeässä osassa oli kaoliinin rakenteen kuvaaminen. Silikonin osalta käytiin läpi silikonin rakennetta ja itse silikonointiin tapahtumana. Silikonin mittausmenetelmissä pääpaino oli röntgenfluoresenssi-ilmiöön perustuvan mittauksen kuvaaminen.

Kokeellisessa osassa tarkoituksena oli kaoliinin piivasteen selvittäminen, mittauksen lineaarisuuden tarkistaminen, kalibroinnin määrittäminen ja mittauksen toistettavuuden selvittäminen. Kokeellinen osa jäi kesken mittauksen lineaarisuuden tarkistamisen ja kalibroinnin määrittämisen osalta, koska sain vakituisen työn Kouvolasta, ja tutkintotyö oli venynyt yli aikataulun laboratoriossa olleen remontin takia. Kaoliinin piivasteen selvittämisen ja mittauksen toistettavuuden osalta sain huomion arvoisia tuloksia, joista voidaan tehdä päätelmiä mittauksen luotettavuudesta ja käytettävyydestä.

TAMPERE POLYTECHNIC

Paper Technology

Paper Manufacturing

Ylhäinen, Mikko

Calibration for XRF System of Measurement

Engineering Thesis

27 pages

Thesis Supervisor

Arto Nikkilä (MSc)

Commissioning Company

UPM-Kymmene Oyj Tervasaari. Supervisor Jukka Kivivasara (MSc)

April 2007

Keywords

calibration, system of measurement, silicone, silicon, kaolin

ABSTRACT

Target of this study are to find out right way to use Oxford measurement and introduction of measurements in UPM-Kymmene paper mill. It is silicon that Oxford measure on top of release paper. There is two material on top of release paper which contains silicon: kaolin and silicone. Kaolin are used to sizing process because it improves surface quality. Kaolin contains silicon which have disturbing effect to Oxford measurements.

Oxford measurements are describe to improve knowledge of measurement and elements surroundings of measurement. Describe of release paper are concentrated on critical quality and ways how those can be achieve. Kaolin section are focusses on describing kaolins structure. Silicone are describes both: structure and application. Measurements are based on x-ray fluorescence which are describes on system of measurements section.

Experimental section of study are shared on four parts and two of those part are without results. Reason of those no results parts are job that I start in city of Kouvolaa. Those parts with results handles silicon response and repeatability of measurement. Results are interesting and exact so that certain conclusion can be made.

SISÄLLYSLUETTELO

TIIVISTELMÄ	
ABSTRACT	
SISÄLLYSLUETTELO	4
KIRJALLINEN OSA	5
1 JOHDANTO	5
2 ESITTELY	6
3 TEORIAOSA	7
3.1 Irrokepaperi	7
3.2 Silikoni ja silikonointi	11
3.3 Kaoliini	13
3.4 Silikonipinnan mittausmenetelmät	15
KOKEELLINEN OSA	17
4 KOEJÄRJESTELYT	17
4.1 Piivasteen määrittäminen.....	17
4.2 Kalibroinnin määrittäminen.....	18
4.3 Lineaarisuuden tarkistaminen.....	18
4.4 Mittausten toistettavuus	18
5 TULOKSET JA NIIDEN TARKASTELU	19
5.1 Piivasteen määrittäminen.....	19
5.2 Mittausten toistettavuus	24
6 VIRHEARVIOINTI	25
6 JOHTOPÄÄTÖKSET	25
LÄHTEET	27

KIRJALLINEN OSA

1 JOHDANTO

Tutkintotyön tavoitteena oli selvittää ja kehittää keinot Oxford Instrumentin Lab-X 3500 XRF-mittausmenetelmän luotettavuuden parantamiseksi UPM-Kymmene Oyj Tervasaaren tehtaalla. Kyseisellä mittausmenetelmällä tutkitaan silikonin määrää tarran taustapaperin pinnalla. Taustapaperia kutsutaan myös nimillä release-, pohja- ja irrokepaperi. Ensimmäisenä konkreettisenä tavoitteena työllä oli suositusten antaminen tehtaan laboratorion käyttöön luotettavan silikonipinnan mittauksen toteuttamiseksi sekä luoda riittävä määrä toimivia kalibrointitapoja vastaamaan käytössä olevia paperilaatuja. Toinen tavoite oli riittävän materiaalin kerääminen, minkä perusteella Tervasaaren asiakkaat voidaan ohjeistaa toteuttamaan vastaavat toimenpiteet omissa laboratorioissaan /10/.

Tarran valmistuksessa taustapaperin silikonointi on erittäin tärkeä osa koko prosessia, koska tarralaminaatin irrotusvoima säädetään silikonin avulla. Silikonipinnan on oltava tasainen ja aukoton, jotta tarran pintapaperi irtoaisi tasaisesti taustapaperista. Toisaalta sikoni on kallis aine ja sen käyttö pyritään minimoimaan /10/.

Silikonin määrää arvioidaan silikonointiprosessin kulutusta mittaamalla tai laboratoriossa röntgenfluoresenssi-ilmiöön perustuvalla mittauksella. Työssä käsitellään röntgenfluoresenssi-ilmiöön perustuvaa mittalaitetta. Kyseisen Oxford-mittalaitteen toiminta perustuu silikonissa olevan alkuaine piin analysoimiseen ja tuloksen muuttamiseen vastaamaan silikonipäällysteen määrää grammoina per neliömetri. Oxford-mittalaitteen mittauksen penetraatio syvyys on noin 5 µm, jolloin taustapaperin päällystykseen käytetyn kaoliinin sisältämä pii heikentää mittauksen luotettavuutta /10/.

Tutkintotyössä on kirjallinen ja kokeellinen osa. Kirjallisessa osassa pyritään irrokepaperin tuoteanalyysin, kaoliiniin, sikoniin ja röntgenfluoresenssi-ilmiön sekä silikonin mittausmenetelmien teoreettisen käsittelyn kautta kertomaan perustiedot

Oxford-mittauksen toimintaympäristöstä. Kokeellisen osan ensimmäisessä vaiheessa on selvitetty erityyppisten paperien piivasteita nollatason määrittelemiseksi ja vaihteluiden selvittämiseksi. Toisessa vaiheessa on esitetty oikeanlainen kalibroinnin pohjataso erilaisille pohjapapereille. Lopussa mittausten lineaarisuus on tarkistettu ja määritetty mittausten toistettavuus ja luotettavuus eri paperilajeilla ja kalibroititavoilla. Mittaustulokset on tulkittu ja niistä on tehty tarvittavat johtopäätökset /10/.

Kokeellinen osa jäi kesken laboratorio remontin aiheuttaman viivästyksen ja Koulosta saadun vakituisen työn johdosta. Minulta jäi tekemättä oikean kalibroinnin määrittäminen ja mittauksen lineaarisuuden tarkistaminen.

2 ESITTELY

UPM-Kymmene Oyj Tervasaari

UPM-Kymmene Oyj on yksi maailman johtavista metsäteollisuusyrityksistä ja painopaperien valmistajista. UPM:n toimialoihin kuuluvat painopaperit, jalosteet ja puutuotteet. Tervasaari on UPM-Kymmenen hieno- ja erikoispaperitoimialaan kuuluva yksikkö. Tervasaaren paperitehtaan juuret juontavat vuoteen 1873, jolloin sen ensimmäinen paperikone käynnistyi. Yli 130 vuoden historian ja jatkuvan kehityksen myötä Tervasaaren tehdas on nykyään erikoispapereiden valmistuksen osaamiskeskus. Vielä tutkintotyötä kirjoitettaessa Tervasaassa pyörii neljä paperikonetta, mutta kuluvan vuoden 2007 aikana on tehtaalla tarkoitus toteuttaa UPM-Kymmenen asettama saneerausohjelma. Saneerausohjelman seurauksena säckipaperia tuottava paperikonelinja 6 lopettaa toimintansa. Tervasaaren pitkä perinne paperinvalmistajana jatkuu kuitenkin sellutehtaan ja kolmen paperikoneen voimin. Kolmesta jäljelle jäävästä paperikoneesta kaksi tuottaa irrokepaperia. Kyseisten paperikoneiden 5 ja 8 ansiosta Tervasaari on maailman suurin irrokepaperia tuottava tehdas /1/.

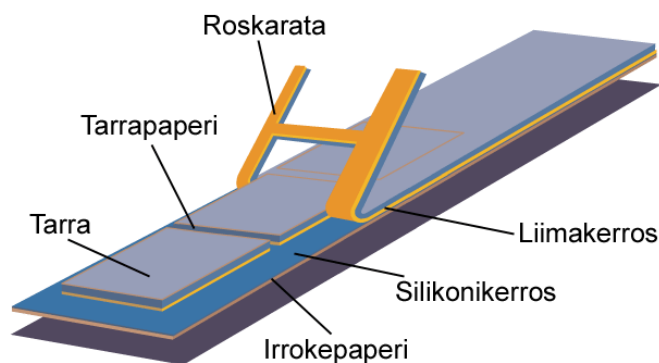
3 TEORIAOSA

3.1 Irrokepaperi

Tarralaminaatin rakenne ja valmistus

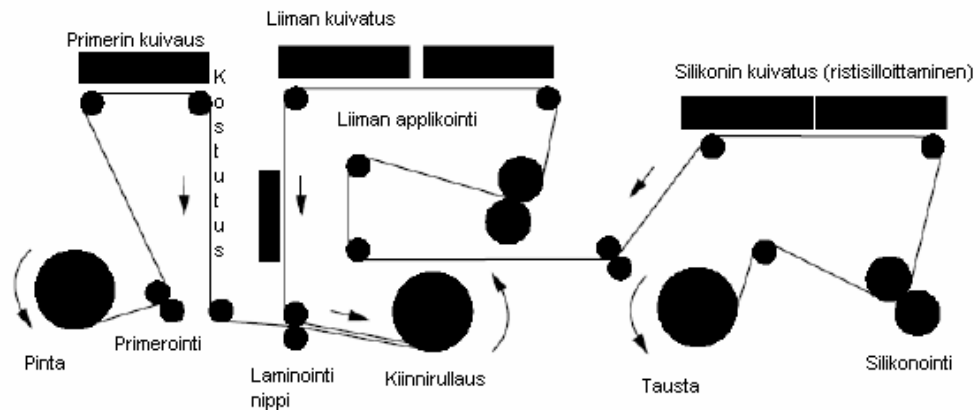
Tarralaminaatin rakenne voidaan jakaa neljään toisistaan poikkeavaan kerrokseen. Ylimmäisenä kerroksena on pintapaperi eli tarrapaperi, jonka alla ovat liima- ja silikonikerrokset, sekä irrokepaperi (kuva 1). Tutkintotyön kannalta oleellisia kerroksia tarralaminaatin rakenteessa ovat irrokepaperi ja silikonikerros, jonka mitaamisesta tutkintotyössä on kyse. Taustapaperi voi olla tiivistä superkalanteroitua glassine-tyyppistä voimapaperia tai pigmenttipäällystettyä voimapaperia /12/. Irrokepaperi valmistetaan aina kemiallisesta massasta, koska sen korkeisiin lujuus- ja läpinäkyvyysvaatimuksiin ei mekaanisella massalla ylltetä /3/.

Tarralaminaatin rakenne



Kuva 1 Tarralaminaatin rakenne /12/

Tarralaminaatti valmistetaan liimalaminointitekniikalla yhdistämällä pinta- ja taustapaperi ohuella liimakerroksella yhteen. Laminointikoneessa (kuva 2) on pinta- ja taustapaperin aukirullausyksiköt ja valmiin tarralaminaatin kiinnirullausyksikkö /3/. Tarralaminointikoneiden leveydet ovat yleensä 1 ... 2 m ja ajonopeudet 200 ... 1000 m/min /2/. Tarraliimoina käytetään akryyliliimoja ja hotmelt- eli sulateliimoja /3/.



Kuva 2 Tarralaminointikoneen periaatekuva /3/

Tarralaminointikoneella taustapaperi aukirullataan ja ohjataan silikonointiasemalle. Taustapaperista silikonoidaan pintapaperia vasten tuleva puoli, minkä jälkeen silikoni ristosilloitetaan lämmön tai UV-säteilyn avulla /2/. Silikonin määrä vaihtelee $0,8 \dots 1,2 \text{ g/m}^2$ /14/. Päälystykseen kuluvan silikonin määrää seurataan silikonin kulutukseen perustuvalla mittauksella sekä laboratoriomittauksin. Silikonin tarkka applikointi on tärkeätä, koska tarralaminaatin irrotusvoima säädetään silikonin avulla.

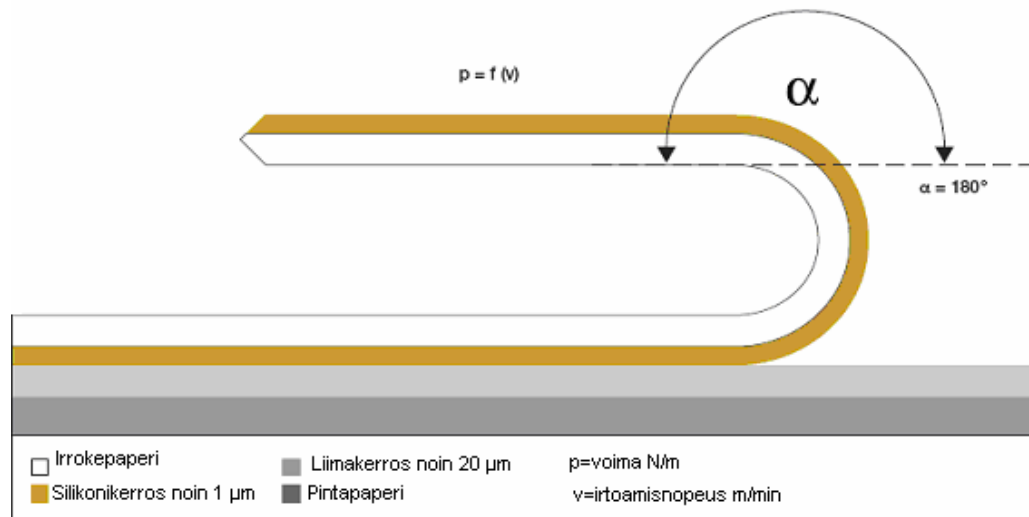
Silikonikerroksen ristosilloittamisen jälkeen sen päälle applikoidaan liimakerros, joka kuivataan kuivatusuunissa. Liima levitetään silikonoidun taustapaperin päälle, koska taustapaperi kestää pintapaperia paremmin liiman kuivatuskanaalin lämpötilat /2/. Valmiin tarralaminaatin käyristymisen välttämiseksi taustapaperi kostutetaan vastaamaan pintapaperin kosteutta. Kostutuksen lisäksi tulee kummankin radan jännitysten olla yhtä suuret, ja siksi myös kireyden säätö on tarpeellista. Viimeinen vaihe ennen kiinnirullausta on ratojen yhdistäminen laminointinipissä. Kiinnirullauksen jälkeen valmis tarralaminaatti menee jälkikäsittelyyn asiakkaan mittoihin leikattavaksi /3/.

Valmis tarralaminaatti leikataan jälkikäsittelyssä joko asiakasrulliksi tai arkeiksi, jotka toimitetaan tarran valmistajalle. Tarran valmistaja painattaa tarran ja stanssaa sen sopivan kokoisiksi tarra-aihioiksi sekä yleensä erottaa roskaradan laminaatista. Loppukäyttäjä puolestaan kiinnittää haluamansa tarran haluamaansa tuotteeseen /3/.

Irrokepaperin ominaisuudet ja toimivuus jalostuksessa

Irrokepaperilla on kaksi tärkeätä tehtävää. Irrokkeen on suojattava tarraliimapintoja tarttumasta muualle kuin haluttuun kohteeseen. Toisaalta irroke ei se saa vaarantaa pintapaperin toiminnallisia ominaisuuksia laminaatista irrottuaan /2; 3/. Loppukäytön eli etiketöinnin kannalta on tarralaminaatilla kaksi tärkeätä toiminnallista ominaisuutta: tarran riittävän hyvä kiinni pysyminen taustapaperissa ja tarran helppo irtoaminen taustapaperista. Irrokepaperi toimii myös tarraa kantavana ja tukevana materiaalina tarran valmistuksessa.

Etiketöinti on viimeinen jatkojalostuksen vaihe, jossa tarra siirretään haluttuun kohteeseen. Etiketöinnissä on tarran oikea irrotusvoima eli release-voima erittäin tärkeä ominaisuus. Oikea irrotusvoima riippuu asiakkaan loppukäytön asettamista vaatimuksista. Tarraa laminoitaessa release-voimaa mitataankin säännöllisesti vetämällä standarttikokoista tarraetikettiä 180° kulmassa taustamateriaalista (kuva 3). Release-voima on tarran irrottamiseen tarvittava voima kyseisessä testissä /3/.



Kuva 3 Periaatekuva irrotusvoiman määrittämisen testausmenetelmästä /14/

Oikean irtoamisvoiman lisäksi etiketöinti vaatii riittävää lujuutta taustapaperilta, sekä transparenssia eli läpinäkyvyyttä. Lujuusominaisuudet ovat tärkeitä etiketöinnin jatkuvissa kiihdytyksissä ja hidastuksissa sekä dispensoinnissa, eli tarran irrottamisessa taustapaperista dispensointiterän avulla. Liian alaiset lujuusominaisuudet

det aiheuttavat ratakatkoja ja tuotannonmenetyksiä myös itse tarranjalostuksessa, koska paperi joutuu siellä kestäämään paljon kostuttamista ja kuivaamista. Transparenssin avulla etiketöintikone tunnistaa, koska tarra on valolähteen ja vastaavan valokennon välissä. Etiketöintikone liikuttaa rataa kunnes seuraava tarrojen väli tunnistetaan, jolloin rata pysäytetään /3/.

Muita tarran toiminnallisia vaatimuksia ovat puhtaus, sileys, alhainen huokoisuus, tarkka paksuustavoite, pieni paksuushajonta ja hyvä dimensiostabiliteetti, sekä lämmönkestävyys, barrier-ominaisuudet liuottimelle ja vedelle, käyristymisen kannalta ei-hygroskooppinen luonne ja soveltuvuus silikonointiin /3/.

Sileään, tiiviiseen ja kemiallisesti silikonointiin soveltuvaan taustapaperin rakenteeseen päästään voimakkaalla jauhatuksella, pintaliimauksella ja kalanteroinnilla. Pintaliimauksessa käytetään yleensä kaoliini-, PVA-, tärkkelys- ja CMC- pohjaisilla pintaliimoilla. Pintaliima pienentää silikonin penetroitumista ja parantaa pinnan sileyttä. Lopullinen sileys paperille saadaan voimakkaalla superkalanteroinnilla /3/.

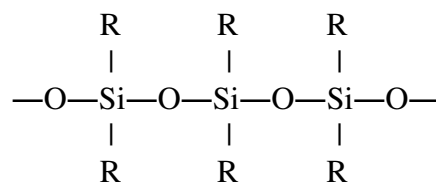
Taustapaperin pahimpana kilpailijana käytetään erilaisia muovisia taustamateriaaleja. Muovit, joita ovat polyesteri, polyeteeni, polypropeeni, polyvinyylikloridi ja polystyreeni, ovat kasvattaneet osuuksia vaativissa loppukäyttökohteissa. Kovien nopeuksien, kapeiden rataleveyksien ja muiden vaikeiden olosuhteiden parempien ajo-ominaisuuksien lisäksi muovien etuina ovat pienempi paksuus ja paksuushajonta ja korkeampi elastisuus ja hyvät irrotusominaisuudet pienellä silikonipäällysteellä ja parempi stanssattavuus /3/.

Muoveilla on myös paljon heikkouksia verrattuna paperisiin taustamateriaaleihin. Muovien ehkä suurin heikkous on niiden markkinahinnan suora riippuvuus valmistukseen käytettävän öljyn markkinahinnasta siksi muovit ovat paperia kalliimpia. Toinen suuri heikkous muoveilla on käsiteltävyydessä. Muovien pieni kitka aiheuttaa muun muassa rullien teleskooppisuutta ja mahdollisia vaaratilanteita rullien käsittelyssä. Lisäksi liuotinvapaat silikonit ankkuroituvat huonosti muoveihin ja muovien lämmönkestävyys on huono verrattuna papereihin /3/.

3.2 Silikoni ja silikonointi

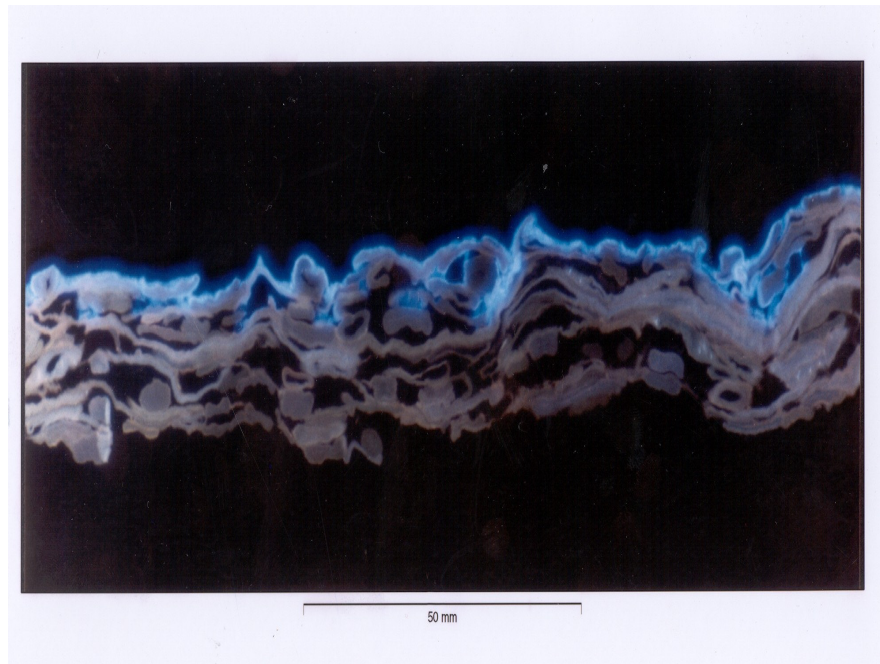
Silikoni

Silikonit ovat polymeerinen aineryhmä, missä —Si—O—Si— verkostoon on liittynyt orgaanisia ryhmiä. Yksinkertaisimmillaan silikonit ovat lineaarisia (kuva 4), mutta ne voivat kuitenkin muodostaa renkaita tai monimutkaisia verkkorakenteitakin. Silikonissa olevan orgaanisen ryhmän laatu määrää suurelta osin silikonien ominaisuudet. Orgaanisen ryhmän lisäksi silikonien ominaisuuksiin vaikuttaa Si—O—Si— verkoston suuruus. Silikoneilla on sekä hiilivedyistä että Si—O— ryhmittymistä johtuvia ominaisuuksia. Lisäksi ne kestävät kuumuutta eivätkä reagoi helposti minkään kemikaalin kanssa /5/. Silikoneja kutsutaan yleisesti nimellä polysiloksaani. Yleisimmästä silikonityypistä eli lineaarisesta polydimetyylisiloksaanista käytetään myös lyhennettä PDMS /15/. Tarranvalmistuksessa irrokepaperin päällä käytetään ohutta kerrosta polydimetyylisiloksaania /2/.



Kuva 4 lineaarisen silikonin rakenne, jossa R on orgaaninen ryhmä /5/

Valmiin tarralaminaatin irrotusarvon säätämiseen käytetään silikonია. Silikonikeroksen paksuus irrokeen pinnalla on tuhannesosamillimetriluokkaa (kuva 5), eli jo hyvin pienellä silikonin määrällä päästään riittäviin irrotusvoimiin. Silikonin aikaan saama alhainen irtoarvo johtuu siitä, että tarraliima ei pysty kastelemaan silikonikerrosta eikä tunkeutumaan siihen silikonipolymeerin alhaisen pintaenergian johdosta /12/. Eri liimoille ja tuotteille on oltava erilaiset silikonireseptit /2/. Kovista vaatimuksista huolimatta silikonit on havaittu kilpailijoitaan vahoja, amiineja, polymeerejä, kromikomplekseja ja fluorihiilivetyjä toimivammaksi release pinnoitteeksi. Vain silikoneilla saavutetaan alhaiset pienen nopeuden irrotusvoimat. Lisäksi silikonit ovat fysiologisesti neutraali ja kemiallisesti kestävä /6/.



Kuva 5 Leikekuva taustapaperista, jossa silikonikerros näkyy sinisenä UV-valon johdosta /6/

Silikonointi

Silikonoinnin tarkoituksena on estää tarraliiman imeytyminen paperiin ja mahdollistaa tarran hallittu irtoaminen taustapaperista. Silikonipäällysteen tulee olla pinnaltaan tasainen, aukoton ja hyvin kuivunut. Hyvin kypsynyt silikonikerros vähentää silikonin ja tarraliiman välisiä ei-toivottuja vuorovaikutuksia ja silikonin siirtymistä tarrapintaa. Toisin sanoen silikonin tulee olla hyvin ankkuroitunut taustapaperiin /3/.

Tarran valmistuksessa käytetään 1- ja 2-komponenttisysteemiin perustuvia silikonieja. Näistä 2-komponenttisysteemeissä ristisilloittamiseen käytetään katalyyttejä, jotka sisältävät muun muassa platinaa, rodiumia ja tinaa, kun taas 1-komponenttisissä systeemeissä sama tapahtuu säteilyttämällä /6/. Ristisilloittamisella tarkoitetaan silikonin verkottumista, jota tapahtuu polysiloksaaniketjujen välillä. Yksinkertaistaen voidaan sanoa, että ristisilloittaminen yhdistää PDMS-ketjujen päät. Yhdistyessä kaksi vetyä ja yksi happi muodostavat vettä, jolloin jäljelle jäävät pii ja happi muodostavat sidoksen /7/.

Silikonin ankkuroitumisella tarkoitetaan silikonin kiinnittämistä taustamateriaaliin. Silikoni ankkuroituu taustamateriaaliin joko mekaanisen sitoutumisen tai kemiallisen reaktion välityksellä. Huokoisella paperilla mekaanista sitoutumista tapahtuu, kun silikoni tunkeutuu hyvän juoksevuutensa ansiosta paperin huokosiin muodostaen mekaanisen sidoksen. Taustapaperi kuitenkin valmistetaan hyvin tiiviiksi ja pinnaltaan sileäksi eikä silikonin merkittävää penetroitumista juuri esiinny. Tällä tavoin saadaan silikonin peittävyyttä parannettua ja kulutusta pienennettyä. Taustapaperilla esiintyy silikonin vähäistä mekaanista sitoutumista, joka ei yksin kuitenkaan riitä ankkuroimaan silikonia pitkäaikaisesti. Pitkäaikainen ankkuroituminen vaatii taustan ja silikonin välisiä kemiallisia vuorovaikutuksia /3/.

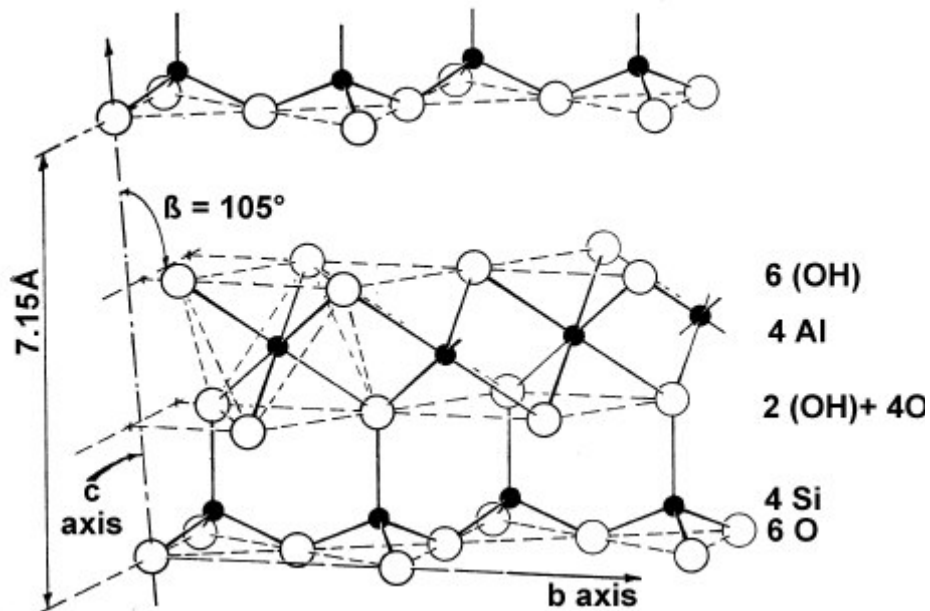
Tasaisen ja aukottoman silikonikerroksen saamiseksi tulee taustapaperin olla sileä ja tiivis. Sileys on irrokepaperille tärkeä ominaisuus, koska irrokkeen pinnan ollessa liian karhea ei silikoni kykene täysin peittämään paperin pintaa ja irrotusominaisuudet heikkenevät /12/. Tiiveys on erittäin tärkeä ominaisuus, koska huokoisessa paperissa silikoni tunkeutuisi paperin sisäosiin. Silikonin tunkeutuminen paperin sisäosiin lisää silikonin kulutusta ja haittaa tarrapaperin tasaista irrottamista irrokepaperista. Jos irrokepaperin pinta ei ole riittävän tiivis tai sileä, pääsee myös laminaatin liima-aine kosketuksiin paperin kuitujen kanssa ja irrotusominaisuudet kärsivät /4/.

3.3 Kaoliini

Kaoliini on levymäinen ja hyvin yleisesti käytetty päällystyspigmentti paperinvalmistuksessa. Päällystyksessä levymäinen kaoliini asettuu paperin pinnan suuntaisesti antaen kalanteroinnissa paperille hyvän kiillon ja sileyden. Kiilto ja sileys eivät ole ainoita levymäisyydellä saavutettavia etuja, myös huokosten peittokyky paranee ja absorptio alenevat /4/.

Kaoliini on kemialliselta koostumukseltaan alumiinisilikaattia ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ tai $\text{Al}_4(\text{Si}_4\text{O}_{10}) \cdot (\text{OH})_8$) ja se muodostuu kerrosmaisista rakenteista (kuva 6) /4/. Kaoliini muodostuu kahdesta atomikerroksesta, jossa ovat rinnakkain oktaedrinen alumiinioksidikerros ja tetraedrinen piidioksidikerros. Oktaedreissa hydroksyyli-ryhmät erottavat alumiiniatomit toisistaan. Tetraedrissä piiatomi on neljän hap-

piatomin ympäröimänä ja yksi tetraedrissä oleva happiatomi on kääntynyt kohti oktaedrikerrosta, jonka kanssa happi on yhteinen. Kiderakenteen kerroksia koossapitävinä voimina toimivat tetraedrien happiatomien ja oktaedrien hydroksyyliyhmi-
en väliset vetysidokset /13/.



Kuva 6 Kaoliinin rakenne /13/

Kaoliinia käytetään irrokepaperissa pintaliimauksessa, koska kaoliinilla saadaan tiiveyttä, sileyttä sekä helpompaa kalanterointia. Ominaisuuksiltaan kaoliini sopii hyvin irrokepaperin pintaliimauksessa käytettäväksi pigmentiksi, koska se on levymäinen ja kohtuullisen edullinen, ominaisuuksiltaan hyvin tunnettu päällystyspigmentti. Levymäisyys parantaa peittokykyä, kun levymäiset partikkelit muodostavat niin sanotusti siltoja paperikuitujen ylitse. Parantunut peittokyky tiivistää paperia. Siitä syystä silikonipäällystyksessä silikonin ei imeydy pohjapaperiin ja silikonin kulutus pienenee /12/.

Kaoliini parantaa sileyttä, koska levymäisenä se muodostaa itsestään tasaisia pintoja. Kalanteroinnissa levymäinen kaoliini suuntautuu paperin suuntaisesti, koska kiillotuksessa vaikuttavat kohtisuorat ja pinnansuuntaiset voimat saavat sen kääntymään kutakuinkin pinnan suuntaiseksi. Toinen syy sileyden paranemiseen on kaoliinin siirtyminen kalanteroinnissa. Levymäinen kaoliini siirtyy kalanteroinnissa melko helposti paperin korkeimmilta kohdilta matalimpiin pintahuukoihin /12/.

Hyvä irrokepaperin sileys vähentää silikonin kulutusta asiakkaalla, mikä taas vähentää valmiin tarrapaperin tuotantokustannuksia.

3.4 Silikonipinnan mittausmenetelmät

Irrokepaperille päällystettävän silikonipinnan päällystemäärä on perinteisesti mitattu silikonoinnin yhteydessä, ja se perustuu silikonin kulutuksen mittaamiseen. Menetelmän heikkoutena on erilaisten hävikkien aiheuttama häiriö kulutusluke-massa. Tervasaaren paperitehtaan kannalta kulutukseen perustuvan mittauksen suurin heikkous on, että saatua tulosta on mahdotonta tarkistaa kokeellisesti. Jotta silikonin päällystemäärää voidaan tarkastella toistettavasti, on kehitetty röntgenfluoresenssiin perustuva laboratoriomittausmenetelmä. Kyseisessä menetelmässä silikonin määrän mittaaminen perustuu kahteen ilmiöön: röntgensäteily ja fluoresenssi-ilmiö /8; 11; 12/.

Röntgensäteily on sähkömagneettista säteilyä aallonpituusalueella 0,01 ... 10 nm ja energia-alueella 1 ... 100 keV. Alue on päällekkäinen gammasäteilyn alueen kanssa ja säteilyjä erottavina tekijöinä ovat syntymekanismit. Gammasäteily syntyy ydintasolla viritystilojen purkautuessa ja röntgensäteily atomin sisimmillä elektronikuorilla tai elektronien jarrutussäteilynä /16/. Röntgensäteilyn tunnetuin ominaisuus on läpäisykyky, jota käytetään esimerkiksi lääketieteessä. Silikonin mittauksessa läpäisyä tärkeämpää on röntgenin kyky muuttaa atomien viritystiloja /8/.

Fluoresenssi on aineessa tapahtuva ilmiö, missä molekyyli absorboi fotonin ja emittoi eli säteilee toisen fotonin, jolla on pienempi energia. Absorboituneen ja emittoituneen fotonin välinen energiaero siirtyy molekyylin lämpöliikkeeseen. Fluoresenssi on vain yksi luminesenssi-ilmiön alalajeista, missä atomiin tuleva foton virittää atomin eli atomin elektroni siirtyy korkeammalle viritystilalle. Purkautuessaan viritystila synnyttää joko saman energisen fotonin, tai yhden tai useamman tai matalampi energisemmän fotonin /17/.

Silikonin määrän mittaamiseen voidaan soveltaa röntgenfluoresenssia mittausmenetelmänä, koska silikonin alkuaine pii ja kaoliinin alumiini aiheuttavat fluoresenssisäteilyä röntgenillä säteilytettäessä /8; 12/.

Oxford Instrumentin Lab-X 3500-analysaattorilla on mahdollista analysoida alkuaineita alumiinista ylöspäin luettuna alkuaineiden jaksollista järjestelmää. Mittalaitteen toiminta perustuu röntgenfluoresenssiin, jossa näytettä säteilytetään röntgensäteilyllä ja näytteessä olevat alkuaineet emittoivat säteilyä omalla luonteenomaisella tavallaan ja emittoitunut säteily kerätään kaasulla täytettyyn tuntoelimeen. Röntgensäteily tuotetaan pienellä pienitehoisella röntgenputkella /8/. Säteilyn kohdemaateriaalina toimii palladium ja tuntoelimessä kaasuna on neon. Mittauksissa puhdistuskaasuna käytetään heliumia ja alumiinin tunnistamista varten on käytettävä toisista suodatinta /9/.

Mittalaitteessa on kaksi mittaustapaa, joista toinen muuttaa kaiken havaitsemansa piin suoraan silikonipäällysteen määräksi g/m^2 . Ohjelma on erittäin toimiva ohjelma kaoliinittomalle irrokepaperille. Jos paperi on päällystetty tai siinä on käytetty täyteaineena kaoliinia, ei mittalaitte havaitse, kuuluuko pii kaoliinille vai silikonille. Mittaustapa on kuitenkin mahdollista kalibroida käytettävälle pohjapaperille. Tällöin päästään lähelle todellista silikonilukemaa. Ongelmaksi jää kaoliinipitoisuuden vaihtelu pohjapaperissa. Valitettava tosiasia paperinvalmistuksessa on, että valmiista paperista ei saada täysin homogeenistä rakenteeltaan, siksi myös kaoliinin määrä paperiradan eri kohdilla vaihtelee. Ratkaisuna ongelmaan on kehitetty mittausta, jossa kaoliinissa oleva pii vähennetään lopputuloksesta kaoliinissa olevan alumiinin mittauksen perusteella.

Kaoliinin poissulkeva mittaushjelma tarvitsee oikein toimiakseen heliumin puhdistuskaasuksi ja suodattimen päästämään vain alumiinista emittoituvan säteilyn tuntoelimelle. Heliumin tehtävänä on parantaa mittalaitteen suorituskykyä matala-energisillä alkuaineilla, kuten alumiinilla ja piillä. Näiden alkuaineiden emittoima säteily absorboituu hyvin voimakkaasti ilmaan. Erityisesti alumiinin mittaukseen aiheutuisi häiriötä jo pelkästä ilmanpaineen ja lämpötilan vaihteluista. Heliumin tehtävänä onkin mittausta häiritsevien tekijöiden poissulkeminen /8/.

Kaksiosaisessa mittauksessa ensimmäisessä vaiheessa mitataan vain piin esiintymistä paperista. Mittauksen toisessa osassa mittalaite estää suodattimella kaiken muun paitsi alumiinin emittoiman säteilyn pääsyn tuntoelimelle. Näiden kahden mittauksen perusteella saadaan erittäin tarkka arvo todellisesta silikoninmäärästä g/m^2 paperilla /9/.

KOKEELLINEN OSA

4 KOEJÄRJESTELYT

Tutkintotyön kokeellinen osa voidaan jakaa neljään osakokonaisuuteen. Ensimmäisenä kokeellisessa osassa määritetään erityyppisten paperien piivasteet nollatason määrittämiseksi ja piivasteen vaihtelun selvittämiseksi paperiradan sisällä. Toisessa kokeellisen osan vaiheessa etsitään oikean kalibroinnin pohjatason eri papereille. Kolmas vaihe sisältää mittauksen lineaarisuuden tarkistamisen. Neljännessä vaiheessa määritetään mittauksen toistettavuus ja luotettavuus.

Valitettavasti kokeellinen osa jäi kesken oman työllistymisen johdosta. Piivasteen nollatason määrittäminen jäi tekemättä paperikone 5 konesuuntaisen PR62-laadun osalta ja paperikone 8 poikkisuuntaisten BRI53+- ja GOL53-näytteiden osalta. Kaoliini kompensointi ja mittauksen lineaarisuuden tarkastaminen jäi tekemättä.

4.1 Piivasteen määrittäminen

Eri paperilaatujen piivasteiden määrittämiseksi kerättiin yleisimmistä paperiladuista poikkiratanäytteitä, joista suoritettiin piivasteen mittaaminen 14 senttimetrin välein samalta kohdilta paperirataa. Tarkoituksena oli myös mitata molempien irroketta valmistavien paperikoneiden osalta yhdet kymmenen metriä pitkät konesuuntaiset näytteet 14 senttimetrin välein mitattuna. Mittausten tarkoituksena oli selvittää piivasteen nollataso sekä piivasteen mahdollinen hajonta kone- ja poikkisuunnassa. Mittauksissa näytteiden vertailuarvo kalibroitiin nolllaan käyttäen tyhjää näytteen pidikettä. Saadut tulokset havainnollistettiin taulukoimalla tulokset kuvaajan.

4.2 Kalibroinnin määrittäminen

Kalibroinnin määrittämisen tarkoituksena oli kaoliini kompensoinnin sisäänajo. Työllistymiseni johdosta kalibroinnin määrittäminen jäi tekemättä. Määrittämiseen olisi käytetty hyväksi eri silikonipäälystemäärillä päällystettyjä laboratorio-arkkeja, sekä toisella Oxford- mittalaitteella mitattuja näytteitä. Kokeellisessa osassa olisi testattu myös eräs asiakasvalitus, jonka perusteella olisi voitu päätellä mittauksen hyödyllisyys.

4.3 Lineaarisuuden tarkistaminen

Mittauksen lineaarisuuden tarkistaminen oli tarkoitus suorittaa eri silikonipäälystemäärillä päällystetyillä laboratorio-arkkeilla käyttäen pelkän piin tunnistavaa ohjelmaa. Oletuksena oli, että paljon silikonia sisältävä näyte olisi antanut piivasteena hieman pienemmän tuloksen, kuin pienten silikonipitoisuuksien mittaustulosten lineaarinen tarkastelu olisi antanut ymmärtää.

4.4 Mittausten toistettavuus

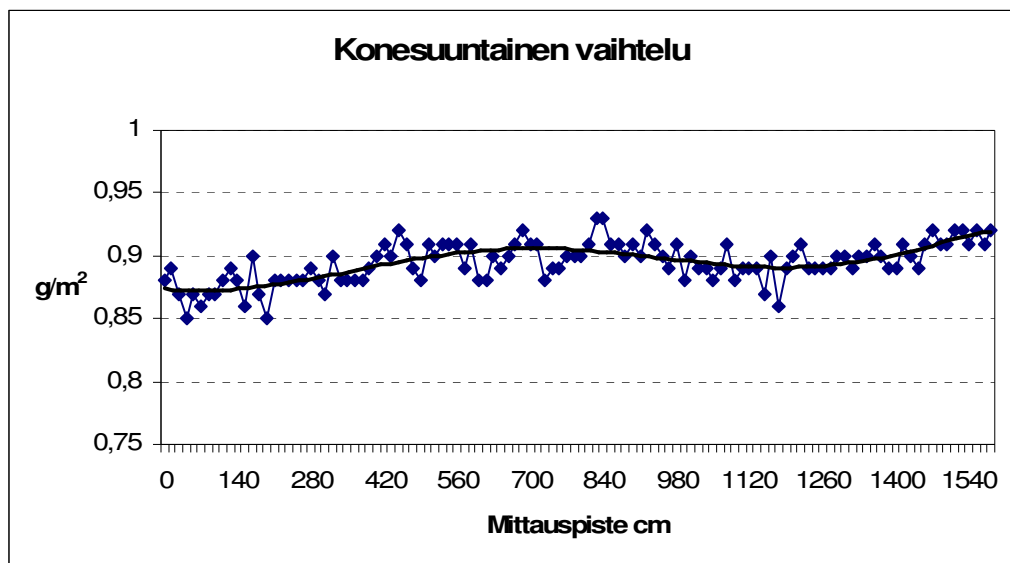
Mittausten toistettavuutta tarkasteltiin mittaamalla eri paperilaatujen näytteitä eri päivinä suoritetuilla mittauksilla. Vertailukelpoisten mittauspisteiden määrä aineistossa kasvoi yli 30 mittauksen kokoiseksi, kun mittaukset suoritettiin kahteen tai kolmeen kertaan. Mittaukset suoritettiin HO53-vertailunäytettä käyttäen. Myös suuntaa antava koe tehtiin. Sen tarkoituksena oli selvittää näytteen kunnon merkitystä mittauksen onnistumiselle.

5 TULOKSET JA NIIDEN TARKASTELU

5.1 Piivasteen määrittäminen

Konesuunta

Konesuuntaisen piivasteen määrittäminen (kuva 7) tehtiin paperikone 8:n HO53-paperilaadulla. Mittaus sisälsi 114 koepistettä, jolloin konesuuntaan testattu matka oli lähes 16 metriä. Piivaste tuolla lähes 16 metrin matkalla oli keskimäärin $0,89 \text{ g/m}^2$, kun taas maksimiarvo oli $0,93 \text{ g/m}^2$ ja minimiarvo $0,85 \text{ g/m}^2$. Konesuuntaisen vaihtelun keskihajonta oli vain $0,2 \text{ g/m}^2$, mikä tarkoittaa melko pientä vaihtelua mittausten välillä. Jos piivasteen vaihtelu olisi maksimissaan vain tuon keskihajontan verran, ei kaoliini haittaisi mittausta merkittävästi.



Kuva 7 Paperikone 8:n konesuuntainen vaihtelu HO53-paperilaadulla

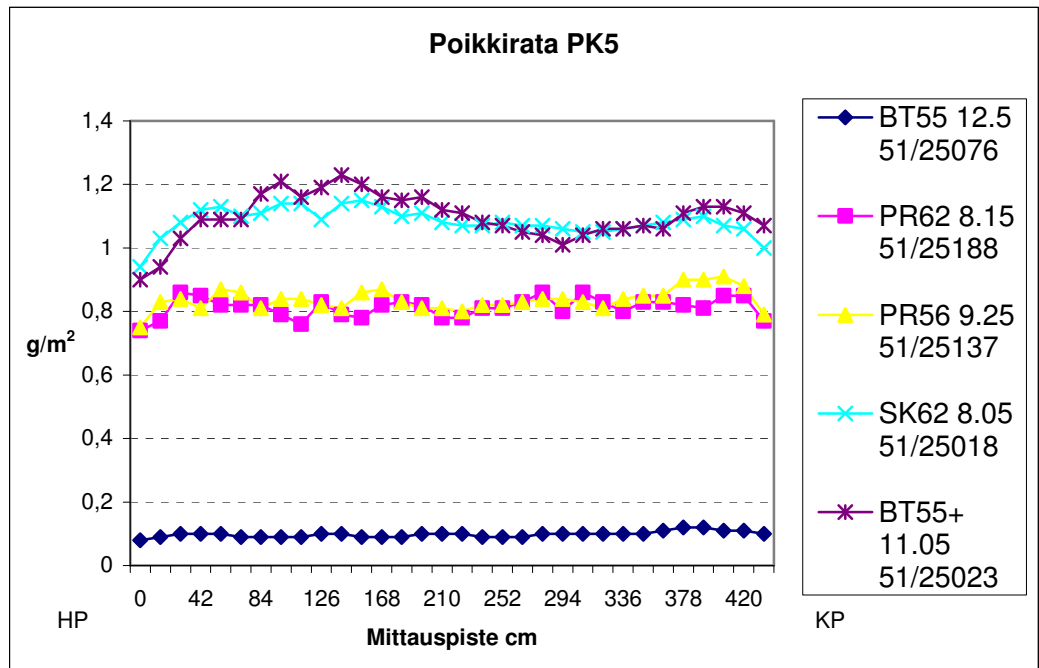
Silikonin mittausta haittaava ongelma syntyy mitattujen maksimi- ja minimiarvojen välillä. Mitatulla lähes 16 metrin matkalla minimi- ja maksimiarvojen erotus oli $0,08 \text{ g/m}^2$, joka olisi silikonin mitattaessa jo melko suuri virheen lähde. Jotta $0,08 \text{ g/m}^2$ suuruista virhettä ei pääsisi syntymään, on näytteen pohjatason kalibrointia varten syytä mitata vähintään kolmen näytteen piivasteen pohjataso ja käyttää niis-

tä arvoltaan keskimmäistä. Tällöin piivasteen vertailuarvoksi tulisi suuremmalla todennäköisyydellä keskivertoa lähellä oleva arvo.

Konesuunnassa piivasteessa esiintyi kolmea eri laatua olevaa vaihtelua (kuva 7). Pienimmillään vaihtelu oli epäsäännöllistä mittapisteiden välistä huojuntaa. Piivasteiden huojunta kulki aaltomaisena värähtelynä läpi koko konesuuntaan mitatun matkan. Piivasteiden arvojen vaihtelu muodosti aaltoliikkeen, jonka amplitudi oli noin kymmenen metriä. Kuvassa 7 näkyvässä trendiviivassa, joka kuvastaa piivasteiden vaihtelun aaltomaisuutta, havaitaan aaltoliikkeen alimpien kohtien esiintyminen eri piivasteen arvoilla. Siksi voidaan olettaa, että piivasteen arvoissa esiintyy myös hyvin pitkäaaltoista värähtelyä. Tuo värähtely on aallonpituudeltaan kymmenien metrien pituista lyhyemmässä aaltoliikkeessä esiintyvää värähtelyä.

Poikkisuunta Pk 5

Paperikone 5:n viidestä poikkiradasta tehtiin piivastetestit 14 senttimetrin välein (kuva 8). Näytepisteitä jokaisessa poikkiradassa oli 32 kappaletta, mikä rataleveytensä vastaa hieman yli 4,3:a metriä. Testattuja laatuja olivat BT55, PR62, PR56, SK62 ja BT55+. Piivasteen arvo oli molemmilla PRO-laaduilla keskimäärin noin $0,8 \text{ g/m}^2$ luokkaa. Tarkka keskiarvo PRO62-laadulla oli $0,84 \text{ g/m}^2$ ja PRO56-laadulla $0,81 \text{ g/m}^2$. Keskihajonta kummallakin PRO-laadulla oli $0,03 \text{ g/m}^2$. Pienimmän ja suurimman arvon välinen erotus PRO62-laadulla oli $0,12 \text{ g/m}^2$ ja PRO56-laadulla $0,16 \text{ g/m}^2$. Keskihajonta PRO-laaduilla ei ole huolestuttavan suuri silikonin mittauksen luotettavuuden kannalta, mutta erityisesti PRO56-laadun suurimman ja pienimmän arvon välinen ero on jo liikaa.



Kuva 8 Paperikone 5:n poikkiratojen piivastekäyrästä

Piivastekäyrän muoto SK62 ja BT55+ (kuva 8) -laaduilla olivat huomattavan samankaltaiset ja melko erikoisen muotoiset. Piivastekäyrien samankaltaisuuteen vaikuttaa varmasti kyseisten näytteiden ajojen lähekkäisyys. Huomattavaa piivastekäyrien muodoissa on hoitopuolelta noin radan keskelle ulottuva piivasteen arvojen suuri kohouma. Koska ajot ovat olleet melko lähellä toisiaan, on pintaliiman applikointiprofiilissa ollut samoja ongelmia. Keskiarvo SK62-laadulla oli $1,08 \text{ g/m}^2$ ja BT55+-laadulla $1,10 \text{ g/m}^2$. Keskihajonta BT55+-laadulla oli $0,07 \text{ g/m}^2$ eli melko paljon. Suurimman ja pienimmän arvon välinen erotus oli SK62-laadulla $0,21 \text{ g/m}^2$ ja BT55+ laadulla $0,33 \text{ g/m}^2$. Piivasteen luotettava testaus vaatisi BT+- ja SK-laaduilla, että vertailunäyte ja testattava näyte olisivat tarkalleen samasta kohdasta poikkirataa otettu ja näytteet olisivat mieluiten samalta tai lähes samalta ajo-numerolta. Tällä menettelyllä applikointiprofiilista johtuva piivastekäyrän muoto saataisiin parhaiten kohdistettua vastaamaan käytössä olevia vertailu- ja testinäytteitä.

Kaikkein vähäisin merkitys piivasteen arvoilla luotettavaan silikonin mittaukseen oli BT55-laadulla. Piivasteen keskiarvo BT55 oli $0,10 \text{ g/m}^2$ ja keskihajonta $0,01 \text{ g/m}^2$. Pienimmän ja suurimman arvon välinen erotus oli $0,04 \text{ g/m}^2$. Vaikka hajonta ja pienimmän ja suurimman arvon välinen erotus ovat suhteessa piivasteen kes-

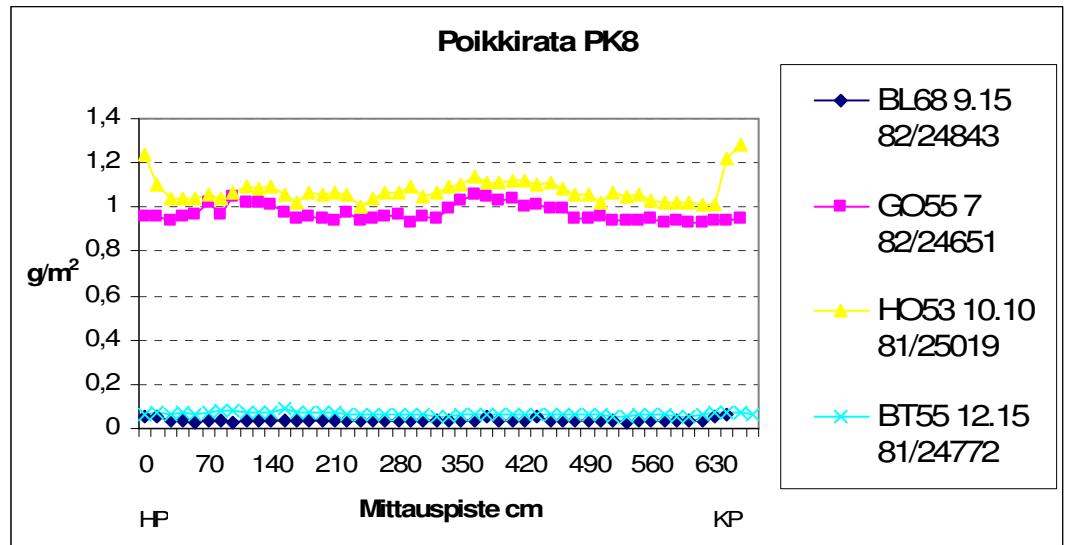
kiarvoon nähden melko suuria, ei niistä aiheudu suurta haittaa silikonin mittaukselle. Tämä johtuu BT55-laadun matalasta kaoliinipitoisuudesta, jolloin tyhjällä kalibroinnillakin päästäisiin jo melko lähelle silikonin todellista pitoisuutta.

Yleisenä huomiona kaikista paperikone viiden testatuista näytteistä oli piivasteen arvojen huomattava putoaminen radan reunoilla (kuva 8). Pudotusta saattoi tulla jopa $0,12 \text{ g/m}^2$ 30 senttimetrin matkalla, kuten PR62-laadun hoitopuolella ja PR56-laadun käyttöpuolella.

Poikkirata Pk 8

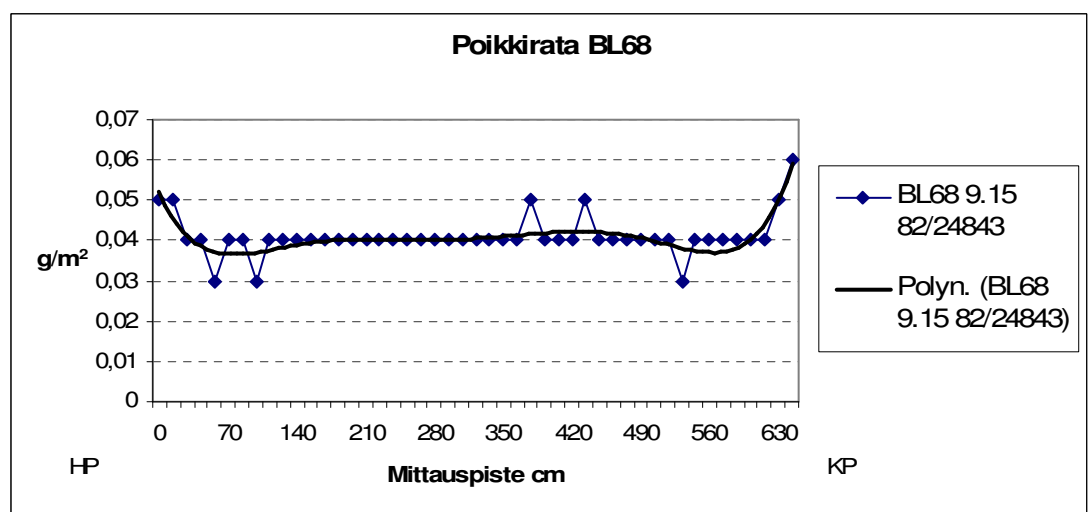
Paperikone 8 paperilaaduista tehtiin piivaste testit neljästä eri paperilaadusta. Testattuja laatuja olivat BL68, GO55, HO53 ja BT55. Silikonin mittauksen kannalta BL68 ja BT55 eivät olleet kovin merkittäviä, koska niiden piivasteen arvot olivat kovin lähellä nollaa. Näytepisteitä jokaisessa näytteessä oli keskimäärin 48, mikä tarkoittaa testatun rataleveyden olleen noin 6,7 metriä.

Piivasteet HO53- ja GO55-laaduilla liikkuivat $1,0 \text{ g/m}^2$ tienoilla (kuva 9). Tarkalleen ottaen GO55-laadulla $0,97 \text{ g/m}^2$ ja HO53-laadulla $1,08 \text{ g/m}^2$. Keskihajonta GO55-laadulla oli $0,04 \text{ g/m}^2$ ja HO53-laadulla $0,06 \text{ g/m}^2$. Pienimmän ja suurimman arvon välinen erotus GO55-laadulla oli $0,13 \text{ g/m}^2$ ja HO53-laadulla $0,28 \text{ g/m}^2$. Pienimmän ja suurimman arvon välinen erotus HO53-laadulla johtui radan reunoilla voimakkaasti kasvaneesta piivasteen arvosta.



Kuva 9 Paperikone 8:n poikkiratojen piivastekäyrästä

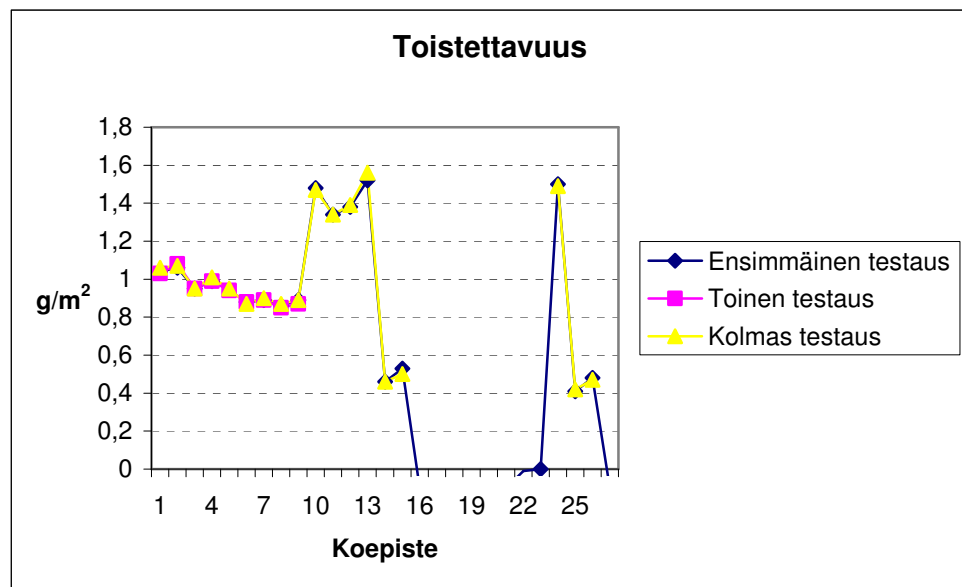
Paperikone 8:n piivaste nousi kahdessa näytteessä radan reunoja kohden. Näytteet olivat laadultaan HO53 (kuva 9) ja BL 68 (kuva 10). Piivastekäyrän reunojen arvojen nousu johtui luultavasti päällysteen sumumaisesta käyttäytymisestä applikointialueen reunoilla /11/. Piivasteen nousu BL68-laadulla on varsin pientä, mutta merkille pantavaa. Yhdessä HO53-laadun kanssa havainto esittää selvästi samansuuntaista radikaalia muutosta pinnan piin pitoisuudessa.



Kuva 10 Paperikone 8:n poikkiradan piivastekäyrä sekä polynominen trendiviiva

5.2 Mittausten toistettavuus

Toistettavuuden mittaustulokset ovat kuvassa 11 käytännössä täysin päällekkäin, mikä tarkoittaa silikonin mittauksen olevan hyvin luotettava. Havaintojeni mukaan mittalaitteen ei tarvitse välttämättä olla edes ohjekirjan suosittelemaa kahta tuntia päällä, ennen kuin mittausta voidaan pitää luotettavana. Mittauksen luotettavuutta kuvaa vain $0,01 \text{ g/m}^2$ keskimääräinen virhe 34 vertailevan mittauksen joukossa. Voidaan siis sanoa itse mittalaitteen olevan hyvin tarkka ja silikonin mittaukseen aiheutuvan virheen syntyvän lähinnä huonosti valitusta vertailunäytteestä suhteessa mitattavaan näytteeseen.



Kuva 11 Oxford-mittauksen toistettavuutta kuvaava piivastekäyrästä

Toistettavuutta mitattaessa suoritettiin suuntaa antava koe, jonka tarkoituksena oli selvittää, aiheutuuko mittauksen toistettavuuteen häiriöitä testattavaa näytettä rypistettäessä tai hangattaessa. Hankauksen vaikutusta tutkittaessa tehtiin seitsemän koetta, joiden perusteella saatiin suuntaa antavan havainnon hankauksen vaikutuksesta mittauksen toistettavuuteen. Pelkkä hankaus ei aiheuttanut mittaustulokseen suurempaa virhettä, kuin mitä keskimääräinen virhe toistettavuudessa oli. Vain rasvaisilla sormilla hangattaessa syntyi keskimääräistä toistettavuutta suurempi muutos piivasteen arvoon. Arvo muuttui noin $0,03 \text{ g/m}^2$ pienemmäksi kuin vastaavassa hankaamattomassa näytteessä. Rypistämisen vaikutusta tutkittaessa suoritettiin viisi

koetta. Jokaisen rypistetyn näytteen kohdalla piivasteen arvo kasvoi yli rypistämätömän näytteen arvon. Kasvu oli keskimäärin $0,04 \text{ g/m}^2$. Tulokset olivat suunnilta ja arvoiltaan vain suunta antavia arvioitaessa mittauksen todellista luotettavuutta.

6 VIRHEARVIOINTI

Oxford-mittalaitteen toimittaja lupaa mittalaitteelle $0,01 \text{ g/m}^2$ mittaustarkkuuden silikonin mittauksessa mitta-alueella $0,3 \dots 1,6 \text{ g/m}^2 /6/$. Tässä työssä mittausten toistettavuus oli $0,1 \text{ g/m}^2$, mikä tukee Oxford- mittalaitteen toimittajan lupaamaa mittaustarkkuutta. Edes mittaukset kylmällä mittalaitteella eivät näyttäneet aiheuttavan epätarkkuutta laitteen toiminnassa. Toinen virhettä aiheuttava tekijä mittauksessa oli näytteen käsittelyssä syntyvä kontaminaatio. Näytteen käsittelyssä silikonipintaan saattaa kohdistua hankausta, lian siirtymistä ja näytteen rypistymistä. Kyseisten virhelähteiden vaikutusta mittaustarkkuuteen tutkittiin suuntaa antavasti ja lian siirtymisen ja rypistymisen huomattiin aiheuttavan muutoksen mittaustulokseen. Sormista irtoava rasva näyttäisi pienentävän $0,03 \text{ g/m}^2$ verran mittaustulosta ja rypistyminen kasvattaisi $0,04 \text{ g/m}^2$ mittaustulosta. Normaalissa mittaustilanteessa näytteen käsittelyssä ei siirry likaa näytteeseen tai aiheudu suurta rypistymistä. Normaalissa mittaustilanteessa näytteessä voi esiintyä pientä ryppyisyyttä, joka on lähtöisin mahdollisesti huonosta näytteenotto kohdasta.

6 JOHTOPÄÄTÖKSET

Lopputyöni jäi hieman keskeneräiseksi työllistymiseni johdosta ja laboratoriossa olleen remontin aiheuttaman viivästyksen takia. Tämän takia tärkein johtopäätös kaoliinin kompensoivan ohjelman paremmuudesta pelkän piin tunnistavaan ohjelmaan suhteen jäi avoimeksi. Työssäni ehdin todistaa paperin pintaliiman kaoliinin häiritsevän silikonin mittausta. Kaoliini aiheuttaa mittauksessa ongelmia, koska Oxford-mittalaite on suunniteltu tunnistamaan silikonissa esiintyvää piitä, jota esiintyy myös pintaliimassa käytetyssä kaoliinissa.

Piivasteen mittauksissa havainnollistin kaoliinin määrän vaihtelevan kone- ja poikisuuntaan. Vaihtelu oli selvästi voimakkainta paperiradan reunoilla. Saatujen tulosten perusteella voidaan todeta, että silikonin määrää mitattaessa vain piitä tunnistavalla ohjelmalla on vertailuarvoksi otettava näyte otettava mieluiten samalta kohdalta rataa kuin testattava näyte. Kyseinen menettely on melko hankala toteuttaa käytännössä, koska jalostuskoneella rullan vaihtojen välillä ei yleensä ole kovin paljoa aikaa suorittaa monta mittausta eri kalibroinnin arvoilla.

Työtä tehdessäni kävi selväksi, että kaoliini kompensointiin suunniteltu mittausmenetelmä tarvitsee toimiakseen heliumia puhdistuskaasuksi. Heliumin virtausnopeutena ohjekirja /8/ suositteli käyttämään 1,7 l/min ja paineena 5 ± 1 psi. Mittausmenetelmän käyttöönottoa yrittäessä sai todeta, että mittalaite ei siedä ohjearvoa juurikaan korkeampaa painetta. Paineen noustessa yli 6 psi:n mittalaite saattaa vaurioitua, jolloin kaoliinin kompensoivaa ohjelmaa ei voi enää käyttää.

Tutustuessani kaoliinin kompensoivan mittauksen toimintaa huomasin, ettei kyseinen menetelmä näyttäisi lainkaan tarvitsevan toimintaansa vertailevaa näytettä. Silikonin mittauksen kannalta vertailunäytteestä luopuminen olisi hyvä asia, koska edustavan vertailunäytteen löytäminen ei aina ole helppoa tai mahdollista. Vertailunäytteestä luopuminen mahdollistaisikin kilpailijannäytteiden silikonimäärän mittaamisen luotettavasti, kun vaikeasti saatavaa vertailunäytettä ei tarvittaisi.

Mittauksen toistettavuutta tarkastellessani sain huomata mittauksen olevan erittäin tarkka, jos näytettä ei ole ylen määrin hierottu rasvaisin sormin tai rypistelty. Käytännössä toistettaessa samaa mittausta useaan kertaan ei yli $0,01 \text{ g/m}^2$ virhettä pitäisi esiintyä, jos näytettä on käsitelty asiaan kuuluvalla huolellisuudella. Tahallisen näytteen pilaamisella voidaan mittaustulokseen vaikuttaa mahdollisesti muutaman sadasosan verran. Silikonin mittausta ja näytteenottoa suorittaessa on siis hyvä käyttää hieman huolellisuutta. Näyte kannattaa aina ottaa mahdollisimman suorasta ja tasaisesta kohdasta, sekä välttää ylimääräistä näytteen silikonipinnan hieromista rasvaisilla sormilla. Näytteen normaali käsittely paljain sormin ei kuitenkaan vaikuta mittaustulokseen.

LÄHTEET

Painetut lähteet

- 1 Kesätyöntekijöiden perehdytyskansio. UPM-Kymmene Oyj, Tervasaari.
- 2 Karhuketo, Hannu – Seppälä, Markku J. – Törn, Tage – Viluksela, Pentti, Kemiallinen metsäteollisuus III, Paperin ja kartongin jalostus. 2. uudistettu painos, 2004. 219 s.
- 3 Henri Villanen, Tarrantaustapaperin dispensointilujuuksien parantaminen, Diplomityö, Teknillinen korkeakoulu puunjalostustekniikan osasto, 2006
- 4 Häggblom-Ahnger, Ulla - Komulainen, Pekka, Kemiallinen metsäteollisuus II, Paperin ja kartongin valmistus. 3. painos, Gummerus Kirjapaino Oy. Jyväskylä 2003. 279 s.
- 5 Laitinen, Risto – Toivonen, Jukka, Yleinen ja epäorgaaninen kemia. 15. muuttumaton painos, Hakapaino Oy. Helsinki 2003. 339 s.
- 6 Monistettu materiaali, UPM-Kymmene Oyj, Tervasaari, Valkeakoski tammikuu 2007
- 7 Rhodia Silicones, Silicones Properties and applications, esite
- 8 Oxford Instruments, Lab-X 3500 Service Manual, 1. painos, syyskuu 2000, Bucks
- 9 Oxford Instruments, Method Sheet-LZMS010.v1, 2000
- 10 Jukka Kivivasara, XRF-mittausmenetelmän kalibrointi, insinöörityön kuvaus, UPM-Kymmene Oyj, Tervasaari, Valkeakoski 2006.

Painamattomat lähteet

- 11 Kivivasara, Jukka, UPM-Kymmene Oyj, Tervasaari, keskustelut Valkeakoski 2006-2007

Sähköiset lähteet

- 12 KnowPap 3,0. Paperitekniikan ja automaation oppimisympäristö.
- 13 Fapet, Papermaking science and technology, Book 11, Pigment Coating and Surface Sizing of Paper
- 14 Wacker Silicones [www-sivu]. [viitattu 1.2.2007] Saatavissa: http://www.wacker.com/internet/webcache/de_DE/_Downloads/DEHE_SIVE_PaperFilmCoating_EN.pdf
- 15 Wikipedia. [www-sivu]. [viitattu 1.2.2007] Saatavissa: <http://fi.wikipedia.org/wiki/Silikoni>

- 16 Jyväskylän yliopisto. [www-sivu]. [viitattu 4.4.2007] Saatavissa:
http://www.phys.jyu.fi/opetus/osasto/tyot/fys207/pdf/fys207_k2.pdf
- 17 Wikipedia. [www-sivu]. [viitattu 28.4.2007] Saatavissa:
<http://fi.wikipedia.org/wiki/Fluoresenssi>