

Petri Järvi

## AUTOMAATTISEN NÄYTTEENOTON KEHITYS

Kone- ja tuotantotekniikan koulutusohjelma

2017

# AUTOMAATTISEN NÄYTTEENOTTIMEN KEHITYS

Järvi, Petri  
Satakunnan ammattikorkeakoulu  
Kone- ja tuotantotekniikan koulutusohjelma  
Huhtikuu 2017  
Ohjaaja: Kivi, Karri  
Sivumäärä: 28  
Liitteitä: 1

Asiasanat: dispersiot, näytteenotto, titaanidioksidi

---

Tämän opinnäytetyön tavoitteena oli parantaa Huntsman P&A Finland Oy:n Porin titaanidioksiditehtaan automaattisen näytteenoton luotettavuutta, selvittämällä mitkä muuttujat voivat vaikuttaa negatiivisesti automaattisella näytteenottimella otettuun näytteeseen. Näytteenotossa mahdollisesti vioittuneesta näytteestä saadaan väärä tulos laadunvalvonnassa verrattuna tuotannon todelliseen tilanteeseen, jolloin myös tuotteen laatuluokitusta saatetaan laskea turhaan.

Tutkimuksissa vertailtiin automaattisten näytteenottimien näytteitä ja käsinäytteitä. Näytteet analysoitiin dispergoituvuusanalyysin avulla. Dispergoituvuusanalyysit toteutettiin Huntsman P&A Finland Oy:n standardoidun työohjeen mukaisesti. Opinnäytetyön yhteydessä laadittiin standardoitu työohje automaattisen näytteenottimen puhdistamiseen.

Opinnäytetyön lopputuloksista pystyttiin toteamaan, että näyte voidaan pilata näytteenotossa laiminlyömällä näytteenottimen puhdistustoimia tai ulkoisten muuttujien vaikutuksesta. Opinnäytetyön tutkimukset jouduttiin keskeyttämään Porin tehtaalla tulipalosta johtuvan tuotantokatkoksen takia.

## DEVELOPMENT OF AUTOMATIC SAMPLER

Järvi, Petri

Satakunnan ammattikorkeakoulu, Satakunta University of Applied Sciences

Degree Programme in mechanical engineering

Month 2017

Supervisor: Kivi, Karri

Number of pages: 28

Appendices: 1

Keywords: dispersion, sampling, titanium dioxide

---

The purpose of this thesis was to improve the reliability of the automatic sampling of Huntsman P&A Finland Ltd titanium dioxide production facility at Pori by clarifying what variables can affect negatively to the sample that has been taken with an automatic sampler. The sample which has been damaged in the sampling will give wrong result at dispersion analysis compared to a real situation, in which case the grading of the product also may be evaluated unnecessarily.

In the studies hand samples were taken also in addition to automatic samplers. The samples were analyzed with, dispersion analysis. The analyses were made according to the work instruction the one that has been standardized at Huntsman P&A Finland Ltd. Also a standardized work instruction was prepared for the cleaning of the automatic sampler.

It was possible to state from the final results that the sample can be spoiled in the sampling by neglecting the cleaning actions of the sampler or from the effect of external variables. The studies had to be interrupted because of the fire at Pori which caused the production break.

# SISÄLLYS

1	JOHDANTO.....	5
1.1	Opinnäytetyön sisältö ja rajaus .....	5
1.2	Tutkimuksellinen opinnäytetyö .....	6
2	HUNTSMAN P&A FINLAND OY .....	7
2.1	Huntsman P&A Finland Oy: n historia.....	7
3	TITANIDIOKSIDI .....	9
3.1	Titaanidioksidin valmistus .....	10
4	NÄYTTEENOTTO .....	12
4.1	Automaattinen näytteenotto .....	12
5	DISPERSIO.....	15
5.1	Dispersion valmistus .....	15
6	TUTKIMUSSUUNNITELMA .....	17
6.1	Sääolosuhteiden vaikutus näytteeseen .....	17
6.2	Näytesarja 1 .....	20
6.3	Näytesarja 2 .....	22
6.4	Näytesarja 3 .....	24
7	LOPPUTULOKSET JA KEHITYSEHDOTUKSET .....	26
	LÄHTEET .....	28
	LIITTEET	

# 1 JOHDANTO

Näytteenotto on yksi tuotantolaitoksen kulmakivistä. Onnistuneella näytteenotolla ja otetun näytteen luotettavalla analysoinnilla pystytään valvomaan tuotannon laatua ja takaamaan, että asiakkaat saavat laadukasta tuotetta. Näytteenotolla pystytään myös seuraamaan eri tuotantovaiheiden laatua ja sitä kautta selvittämään ja paikallistamaan mahdollisia ongelmia tai tuotteen laatuun vaikuttavia tekijöitä. Toimiva automaattinen näytteenottojärjestelmä takaakin luotettavan ja tuotannon kannalta oikea-aikaisen näytteenoton. Esimerkiksi näyte voidaan ottaa tietyn tuotantomäärän välein ja näytteen määrä pystytään vakiomaan. Automaattisella näytteenottimella pystytäänkin vähentämään pakkaajan riippuvuutta näytteenotosta ja resurssit pystytään keskittämään muihin tärkeisiin osa-alueisiin pakkaamotyössä.

Opinnäytetyön kohdeyrityksenä on kemianteollisuuden yritys Huntsman P&A Finland Oy, joka on osa kansainvälistä Huntsman Corporationia. Huntsman P&A Finland Oy:lle teen tutkimuksen automaattisesta näytteenotosta ja saatujen tulosten perusteella selvitetään pystytäänkö automaattista näytteenottoa saamaan entistä luotettavammaksi jollakin laiteteknisellä ratkaisulla. Tutkimuksessa seurataan erilaisten tilanteiden vaikutus otetun näytteen laatuun. Näytteen laadun tutkimus suoritetaan dispergoituvuusanalyysin avulla.

Opinnäytetyöhön liitettiin myös standardoidun työohjeen luominen automaattisen näytteenoton puhdistukseen ja sen vaiheisiin. Työohjeen avulla pystytään vakiinnuttamaan puhdistuksen käytännöt ja tämän avulla saadaan eliminoitua mahdollinen erilaisista toimintatavoista aiheutuva muuttuja, joka voi vaikuttaa näytteen laadusta saatuihin tuloksiin. Osa tutkimuksesta saaduista tiedoista on luottamuksellista ja ne raportoidaan Huntsman P&A Finland Oy:lle erillisellä raportilla.

## 1.1 Opinnäytetyön sisältö ja rajaus

Tässä opinnäytetyössä tutkitaan erilaisten tilanteiden vaikutus saatuun näytteeseen ja sen laatuun. Kohdeyritys ja käytetyt menetelmät esitellään tarkemmin opinnäytetyön

seuraavissa kappaleissa. Opinnäytetyötä pyritään rajaamaan valitsemalla vain muutamia tuotteita ja näytteenottimia joihin tutkimukset keskitetään. Vaikuttavia tekijöitä pyritään eliminoimaan ja keskitytään saatujen tulosten perusteella eniten vaikuttaviin tekijöihin.

## 1.2 Tutkimuksellinen opinnäytetyö

Tutkimuksellisessa opinnäytetyössä perehdytään työelämän ongelmiin ja kysymyksiin kokeiden, mittauksien, kyselyjen tai haastattelujen avulla. Kyseessä voi olla esimerkiksi jonkin tietyn asian, tutkimisesta tai uuden toimintamallin luomisesta. (Lapin AMK:n www-sivut 2017)

Tämä opinnäytetyö on tutkimuksellinen, sillä tehtyjen kokeiden ja mittausten avulla pyritään saamaan uutta tietoa eri tekijöiden vaikutuksista tuotteeseen ja tiedot raportoidaan tutkimusraportin muodossa Huntsman P&A Finland Oy:lle. Opinnäytetyössä kuitenkin sivutaan myös projektityyppistä opinnäytetyötä. Jos saaduista tuloksista pystytään toteamaan, että laitteiston muutoksella pystytään parantamaan luotettavuutta, niin parannus pyritään suunnittelemaan ja toteuttamaan opinnäytetyössä.

## 2 HUNTSMAN P&A FINLAND OY

Kohdeyrityksenä tässä opinnäytetyössä on kemianteollisuuden yritys Huntsman P&A Finland Oy. Huntsman P&A Finland Oy tuottaa titaanidioksidia ( $\text{TiO}_2$ ), jota käytetään mm. maaleissa, pinnoitteissa ja kosmetiikassa. Huntsman P&A Finland Oy on osa kansainvälistä kemianteollisuudenyritystä Huntsman Corporationia. Huntsman P&A Finland Oy:llä viitataan Porissa toimivaan titaanidioksiditehtaaseen. Huntsman Corporation on amerikkalainen yritys, joka toimii yli 30 maassa ja työntekijöiden lukumäärä on arviolta 15000. (Huntsman Corporationin www-sivut 2017)

Huntsman Corporation perustettiin John Huntsman Sr:n. toimesta vuonna 1970 nimellä Huntsman Container Corporation. Aluksi yritys toimi pakkausalalla, mutta vuosien kuluessa yritys siirtyi enemmän kemianteollisuuteen. Pääkonttori sijaitsee tällä hetkellä Texasin osavaltiossa USA:ssa. Vuonna 2005 Huntsman Corporation listautui New Yorkin pörssiin. (Huntsman Corporationin www-sivut 2017)

### 2.1 Huntsman P&A Finland Oy: n historia



Kuva 1. Porin tehdas. (Radio Porin www-sivut 2017)

Porin titaanidioksiditehdas perustettiin alun perin vuonna 1957 nimellä Vuorikemia Oy. Vuorikemia Oy oli valtion omistama yritys, jonka johtoon nimettiin Esko Mattila. Rikkihappo Oy osti Vuorikemia Oy:n tytäryhtiökseen vuonna 1962 ja yritykset fuusioituivat kuusi vuotta myöhemmin. 1972 nimi muuttui Kemira Oy:ksi. (Suomen Kirjallisuuden Seuran www-sivut 2017)

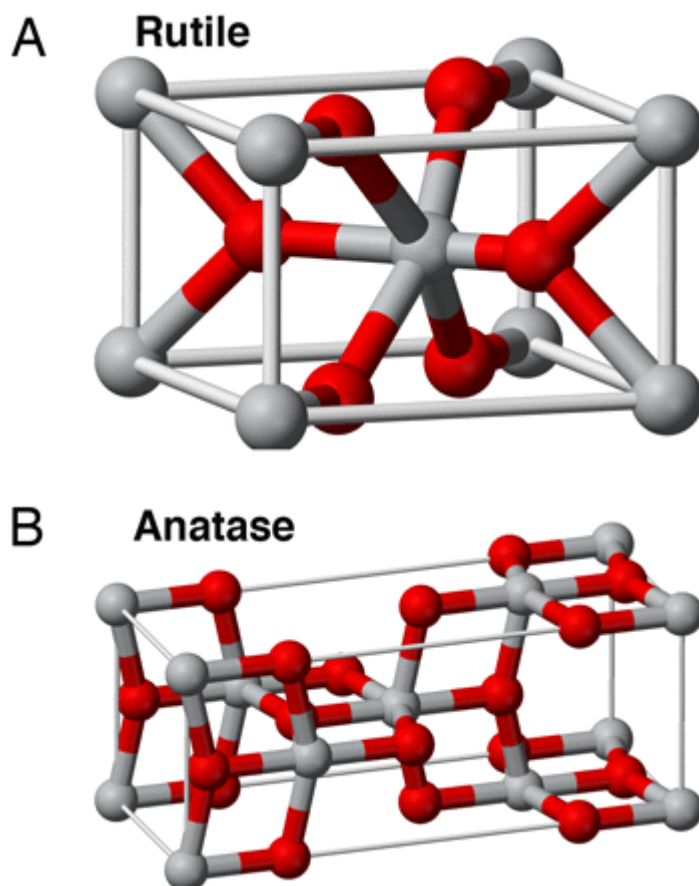
Vuonna 2008 Kemira Pigments Oy muodosti yhteisyrityksen amerikkalaisen Rockwood Holdings Inc:n kanssa ja samalla Kemira Pigments Oy liitettiin Rockwoodin omistamaan Sachleben Chemie:en. Samalla tehtaan nimi vaihdettiin Sachtleben Pigments Oy:ksi. (Kautto 2008)

Vuonna 2013 Porin tehdas siirtyi Huntsman Corporationin omistukseen, kun Rockwood Holdings myi pigmenttituotantonsa Huntsman Corporationille. Tällä hetkellä Porin tehtaan tuotantokapasiteetti on noin 130000 tonnia vuodessa ja työntekijöiden lukumäärä on noin 430 henkilöä. (Koskinen 2013)



### 3 TITAANIDIOKSIDI

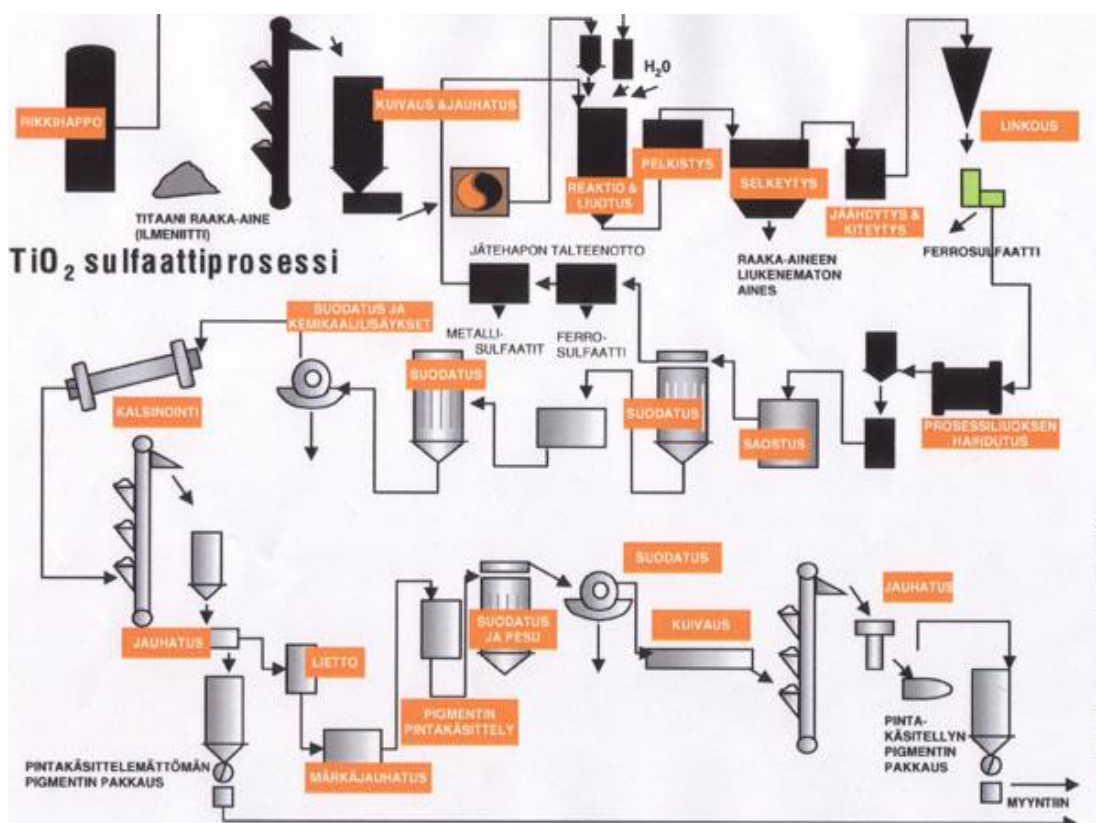
Titaanidioksidi on koostumukseltaan valkoista kiteistä jauhetta. Kemiallinen kaava  $\text{TiO}_2$  kertoo yhdisteen sisältävän titaania (Ti) ja happea (O). Titaanidioksidia käytetään etenkin papereissa, muoveissa ja maaleissa. Titaanidioksidia käytetään myös elintarvikkeissa lisäaineena (E171), väriaineena kosmetiikassa ja lääkkeissä ja myös aurinkovoiteissa UV-suojauksena. Titaanidioksidi ei liukene veteen, happoon tai emäkseen. Titaanidioksidia voidaan valmistaa kahdella erilaisella menetelmällä: sulfaatti- ja kloridiprosessilla. Porin tehtaalla käytetään sulfaattiprosessia valmistuksessa. Titaanidioksidista voidaan erottaa kaksi eri kiderakennetta; anataasi ja rutiili, jotka ovat esitely alla olevassa kuvassa (Kuva 2). (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)



Kuva 2. Kiderakenteet (PNAS:n www-sivut 2017)

### 3.1 Titaanidioksidin valmistus

Titaanidioksidin valmistuksessa käyttäessä sulfaattiprosessia raaka-aineina käytetään ilmeniittiä ja rikkihappoa. Ilmeniitti sekoitetaan rikkihappoon ja prosessissa syntyvästä liuoksessa titaani saostetaan titaanihydraattina. Titaanihydraatin prosessointi jatkuu pesulla, kalsinoinnilla ja pintakäsittelyllä. Sulfaattiprosessissa titaanidioksidin valmistukseen kuluu aikaa noin kaksi viikkoa. (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)



Kuva 3. Titaanidioksidin valmistus sulfaatti menetelmällä. (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)

Prosessi aloitetaan kuivattamalla ilmeniitti ja samalla ilmeniitti jauhetaan haluttuun kidekokoon. Ilmeniitti sekoitetaan rikkihappoon ja niiden seosta kuumennetaan, jotta saadaan aikaan eksoterminen reaktio. Reaktion seurauksena muodostuu kiinteää ainetta, jonka koostumus on lähinnä titaania ja rautasulfaattia. Seuraavaksi muodostunut kiinteä aine (titaanisulfaatti) liuotetaan rikkihappoon ja veteen.

Muodostunut liuos sisältää ferri-ioneja ( $\text{Fe}^{3+}$ ). (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)

Romuraudan avulla liuos pelkistetään ja tämän jälkeen suodatetaan, jotta saadaan poistettua liukenemattomat epäpuhtaudet. Suodatettu liuos jäähdytetään, jolloin liuenut rauta kiteytyy rautasulfaatiksi, jotka seuraavassa vaiheessa poistetaan. Tämän jälkeen liuos väkevöidään haihdutuksen avulla. Väkevöinti on tärkeää, jotta seuraavana vaiheena oleva saostus onnistuisi. Ennen saostusta liuos on väriltään tummaa, mutta saostuksen seurauksena syntyy valkeaa titaanihydraattia. Titaanihydraatti eristetään liuksesta suodattamalla. Tämän seurauksena liukseen jää jäljelle liuenneet sulfaatit ja rikkihappo, joita voidaan käyttää uudelleen prosessissa. (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)

Titaanihydraatissa mahdollisesti olevat epäpuhtaudet, jotka voivat aiheuttaa värivirhettä pestään pois suodattimien avulla. Pesujen jälkeen tuote on puhtaanvalkoista, mutta sen ominaisuudet eivät vielä vastaa haluttua. (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)

Kalsinoinnin avulla tuotteen kiteet saadaan kasvatettua lopulliseen muotoonsa. Kalsinoitu tuote jäähdytetään ja riippuen halutusta lopputuotteesta jauhetaan se lopputuotteen vaatimalla tavalla. (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)

## 4 NÄYTTEENOTTO

Näytteenotto on tärkeä osa tuotantoa, koska näytteiden analysoinnista saaduista tuloksista nähdään prosessissa tuotetun tuotteen laatu. Prosessissa tuotetun tuotteen laatuluokitus määritellään aina näytteenotosta saatujen tulosten perusteella. Tämän takia onkin ensisijaisen tärkeää, että näytteenottoon voidaan luottaa ja että saadaan todelliset tulokset tuotetusta tuotteesta.

Riippuen tuotannosta voidaan tuotantoon mahdollisesti myös tehdä muutoksia näytteiden tulosten perusteella. Esimerkiksi jos tuotteeseen lisätään kemikaaleja, niin näytteistä saatujen tulosten perusteella voidaan kemikaalisuhteita muuttaa tarvittavaan suuntaan, jolloin tuotteen laatua saadaan nostettua parhaimpaan mahdolliseen luokkaan. Onkin hyvin tärkeää, että näyte otetaan oikein, koska sen merkitys on suuri.

Yleisiä ohjeita luotettavalle näytteenotolle on, että kaikilla partikkeleilla on oltava yhtä suuri mahdollisuus olla osana näytettä. Toisena tärkeänä ohjeena on, että näytteenotto olisi toistettava aina ennalta määrätyn ajanjakson välein. Näyte tulisi ottaa myös riittävän usein ja näyte pitäisi suojata pilaantumista vastaan. Yleisesti tulisi myös pyrkiä ottamaan näyte liikkuvasta massavirrasta kuin paikallaan olevasta. Näytettä otettaessa paikallaan olevasta tuotteesta saattavat partikkelit jakaantua kokonsa mukaisesti ja tämän seurauksena, kaikilla partikkeleilla ei ole samaa mahdollisuutta päästä näytteeseen. (Vehkalahti 2008, 19)

### 4.1 Automaattinen näytteenotto

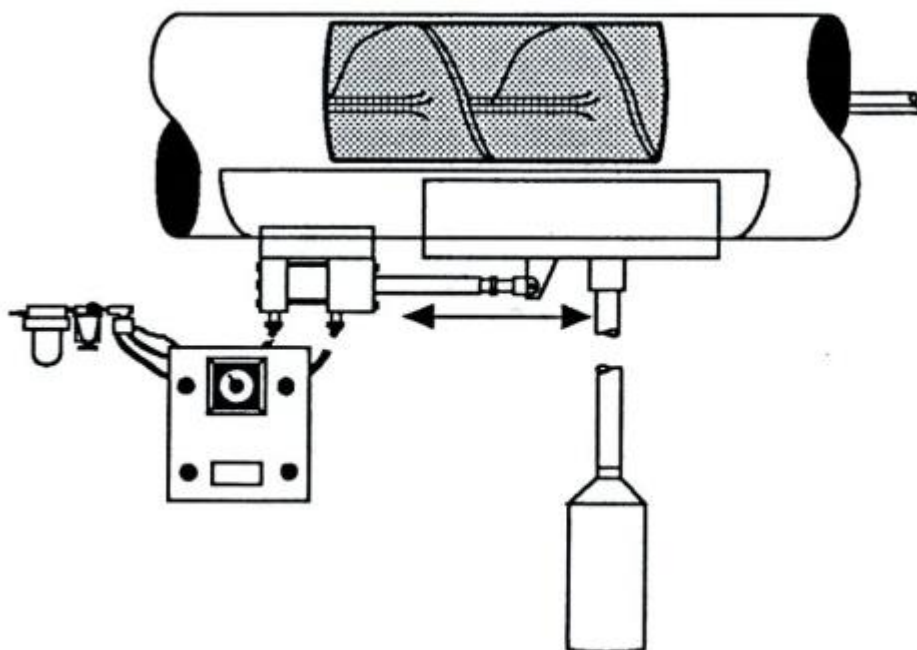
Kun näytteenotto toteutetaan automaattisesti, saadaan muun muassa seuraavia etuja verrattuna käsinäytteeseen:

- Inhimilliset virheet pystytään poistamaan näytteenotto prosessista.
- Pystytään varmistamaan, että näyte otetaan tietyin väliajoin ja riittävän usein.

- Säästetään työntekijöiden aikaa muihin tehtäviin.

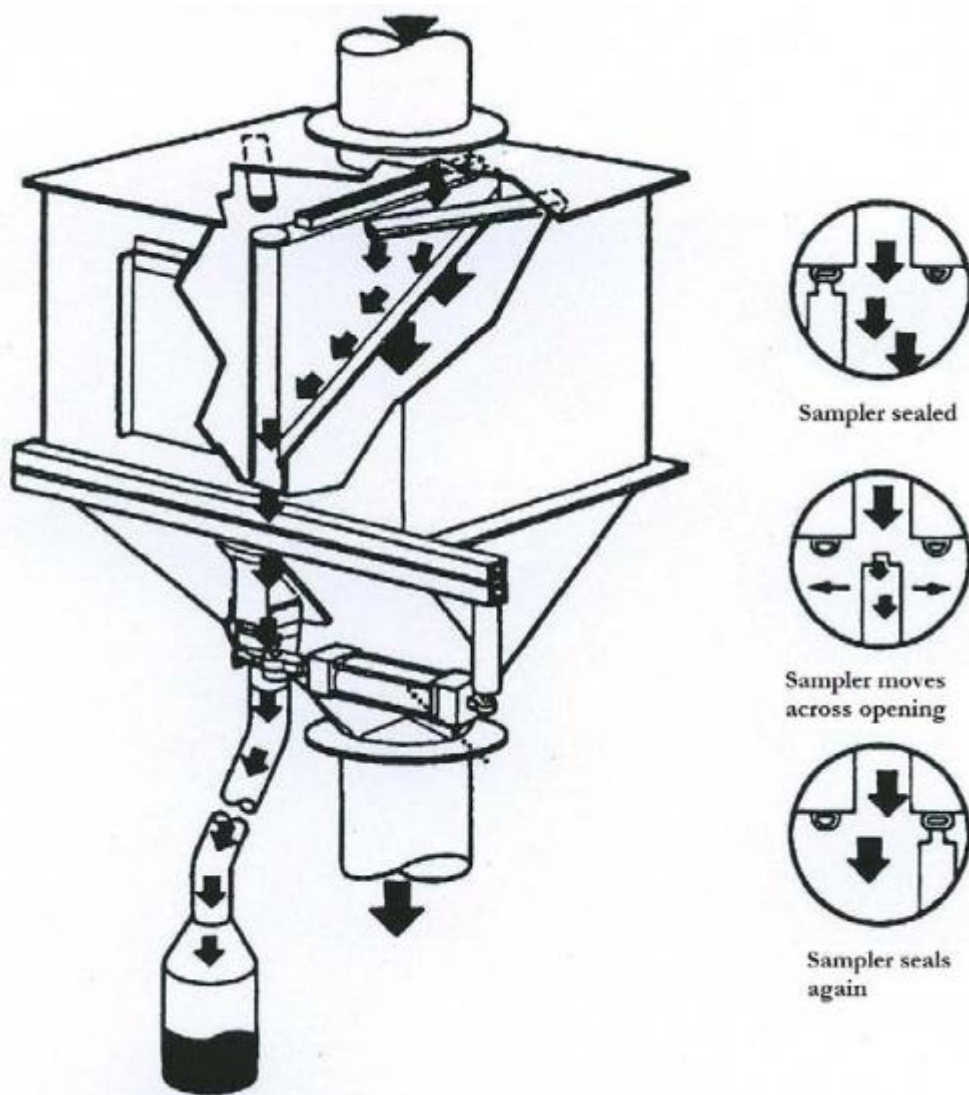
(Vehkalahti 2008, 26)

Alla on esitelty lyhyesti kaksi erilaisia automaattisia näytteenotintyyppiä, jotka soveltuisivat esimerkiksi titaanidioksidin näytteenottoon. Ensimmäisenä esiteltävänä näytteenotintyyppinä on ruuvikuljetin (Kuva 4), jonka pohjassa on reikä. Venttiilillä voidaan ohjata reiän aukioloa, jolloin auki asennossa osa tuotetusta tuotteesta putoaa näytepurkkiin. (Vehkalahti 2008, 29)



Kuva 4. Ruuvikuljetin (Allen 1997)

Toinen esimerkki (Kuva 5) on niin sanottu Vezin näytteenotin. Tämän tyyppisessä näytteenottimessa on sisällä v:n muotoinen kauha joka ”leikkaa” tuotantovirran läpi, ottaen samalla näytteen. Tämän tyylinen näytteenotin tarvitsee kuitenkin suuren tilan, jotta leikkuri mahtuu sen sisään. (Vehkalahti 2008, 30)



Kuva 5. Vezin näytteenotin (Vehkalahti 2008, 30)

## 5 DISPERSIO

Yksi titaanidioksidin tärkeimmistä ominaisuuksista on dispergoituvuus, joka on tärkeä ominaisuus esimerkiksi maalien valmistuksessa. Dispersiolla tarkoitetaan seosta, joka koostuu erittäin pienistä hiukkasista nesteessä. Dispergoituvuudella taas tarkoitetaan, aineen ominaisuutta jakaantua tasaisesti toiseen aineeseen. (Helsingin kemian laitoksen www-sivut 2002)

Opinnäytetyössä tutkittiinkin eri asioiden vaikutusta näytteeseen dispergoituvuusanalyysin avulla ja päätettiin, että yksi henkilö analysoi kaikki näytteet. Samalla pystyttiin eliminoimaan mahdollinen eri analysoijasta johtuva muuttuja, koska analyysi tapahtuu ottamalla lukema grindometriltä silmämääräisesti. Analyysin tekijäksi valittiin opinnäytetyöntekijä. Analyysi toteutettiin Huntsman Corporationin työohjeen mukaisesti.

Seuraavien kappaleiden taulukoista löytyvillä analyysi arvoilla tarkoitetaan dispergoituvuusanalyysistä saatuja tuloksia. Analyysissä grindometrille vedetään ohut kalvo tutkittavaa tuotetta. Tämän jälkeen kalvoa tarkastellaan silmämääräisesti. Tässä tarkastelussa katsotaan kalvoon mahdollisesti tulevia epätasaisuuksia. Kalvon pintaa verrataan grindometrin sivussa olevaan asteikkoon ja sen perusteella kirjataan dispergoituvuusanalyysin tulos. Tuotteilla on tietyt raja-arvot joita grindometriltä luetut arvot eivät saisi ylittää. Tulos voidaan ilmoittaa joko kahdella tai kolmella arvolla, joka määräytyy sen perusteella millaista kalvon pinnan epätasaisuus on. Neljännellä luvulla ilmaistaan kalvolla erillään olevien epätasaisuuksien lukumäärä.

### 5.1 Dispersion valmistus

1. Tutkittava pigmentti punnitaan paperiastiaan (tarvittavan pigmentin määrä tarkastetaan reseptistä).
2. Alkydihartsiliuos annostellaan 200ml:n muoviasiaan.

3. Muoviastia asetetaan disolveriin, ja laitteen potkuri asetetaan hieman alkydihartsiliuoksen pinnan alapuolelle, jonka jälkeen laite käynnistetään ja asetetaan nopeuteen 3500r/min
4. Titaanidioksidi lisätään alkydihartsiliuokseen tasaisesti.
5. Lisäyksen jälkeen nopeutta pienennetään ja potkuri ja muoviastian sisäreunat puhdistetaan, palettiveitsellä ja lakkabensiinillä tai denaturoidulla etanolilla kostutetulla nukkaamattomalla paperilla.
6. Potkuri lasketaan noin 8mm:n päähän muoviastian pohjasta ja nopeus nostetaan 7000r/min, jossa sitä pidetään kolmen minuutin ajan.
7. Kolmen minuutin jälkeen nopeus tiputetaan 3500r/min ja lisätään lakkabensiini, jonka tarkoituksena on helpottaa tulosten lukemista grindometriltä.
8. Näytteestä vedetään tasainen kalvo grindometrille, josta tulos luetaan.  
(KP-MM-005 2011, 2)



## 6 TUTKIMUSSUUNNITELMA

Opinnäytetyön rajaamiseksi päätettiin, että tuotannosta valitaan vain muutama tuote, joista tutkimukset tehdään. Tutkittaviksi tuotteiksi valittiin TuoteA ja TuoteB. Tuotevalinnat tehtiin vanhemman datan perusteella. Tutkittaviksi asioiksi valittiin kahdeksan mahdollista vaikuttavaa tekijää:

1. Automaattisen näytteenottimen ja käsinäytteen tulosten vertailu
2. Mahdollisen kosteuden pääsy näytteeseen
3. Likaisen purkin vaikutus näytteeseen
4. Purkki ilman kantta ja purkissa kannen sijaan vain ohuempi suoja
5. Purkin materiaalin vaikutus näytteeseen
6. Ajan vaikutus näytteeseen
7. Suihkujauhatuksen vaiheiden vertailu

Automaattisesta näytteenottimesta saadun näytteen ja käsinäytteen vertailu päätettiin toteuttaa tuotantolinjoissa X ja Y. Muut testit toteutetaan tuotantolinjan Z TuoteC:llä. Mahdollinen sääolosuhteiden vaikutus näytteeseen päätettiin myös tutkia, mutta kyseisessä tutkimuksessa käytettiin TuoteB:tä ja TuoteD:tä. Tutkimuksia pyrittiin myös jakamaan eri päiville, jotta tutkittavien näytteiden määrä pysyisi kohtuullisena tutkimuspäivää kohti. Opinnäytetyön ohella valmistettiin myös standardoitu työohje automaattisen näytteenottimen puhdistuksesta ja kyseinen työohje liitettiin opinnäytetyöhön (Liite 1). Työohjeen valmistuksessa heränneet parannusehdotukset on esitelty lopputuloksissa.

### 6.1 Sääolosuhteiden vaikutus näytteeseen

Sääolosuhteiden mahdollinen vaikutus näytteeseen tehtiin vertaamalla vanhoja säätietoja ja näytteitä keskenään. Tutkittavia tuotteita olivat TuoteB ja TuoteD ja vanhoja säätietoja tarkasteltiin wunderground-nimiseltä verkkosivustolta. Sääolosuhteista tarkkailuun otettiin lämpötila (keskilämpötila, enimmäislämpötila, alin lämpötila ja kastepiste) jotka on kuvattu ensimmäisessä taulukossa (Taulukko 1) ja meren paine ja kosteusprosentit (keskimääräinen kosteusprosentti, maksimi kosteusprosentti ja minimi kosteusprosentti), jotka ovat toisessa taulukossa

(Taulukko2). Taulukkoihin on myös merkitty tutkittu päivämäärä, tuote, näytteen laatu ja pakkaustyyppi.

Taulukko 1. Sääolosuhteet (Wunderground www-sivut 2017)

Päivämäärä	Tuote	Pakkausko	Cowles3	Keskilämpö	Enimmäislämpö	Alin lämpö	Kastepiste
11.6.2016	TuoteD	Bulk	C3: Yli rajan	10	15	6	3
13.6.2016	TuoteD	Bulk	C3: Yli rajan	11	17	5	3
15.6.2016	TuoteD	BK500	C3: Yli rajan	15	25	5	4
12.7.2016	TuoteB	BK500	C3: Yli rajan	17	19	15	14
20.7.2016	TuoteD	Bulk	C3 Yli rajan	16	22	9	9
21.7.2016	TuoteD	Bulk	Tuote OK	18	24	13	10
22.7.2016	TuoteD	Bulk	Tuote OK	17	21	13	14
24.7.2016	TuoteD	BK500	Tuote OK	19	22	15	16
25.7.2016	TuoteD	BK500	Tuote OK	19	25	13	15
26.7.2016	TuoteD	BK500	Tuote OK	20	25	14	15
30.7.2016	TuoteB	BKJ500	Tuote OK	19	24	14	15
31.7.2016	TuoteB	BKJ500	Tuote OK	18	21	14	13
1.8.2016	TuoteB	BKJ500	Tuote OK	17	21	13	11

Taulukko 2. Sääolosuhteet (Wunderground www-sivut 2017)

Päivämäärä	Tuote	Pakkauskoko	Cowles3	Kosteus %	Merenpaine	Max Kosteus %	Min Kosteus %
11.6.2016	TuoteD	Bulk	C3: Yli rajan	63	1016.35 hPa	93	41
13.6.2016	TuoteD	Bulk	C3: Yli rajan	59	1006.60 hPa	87	34
15.6.2016	TuoteD	BK500	C3: Yli rajan	50	1008.96 hPa	93	21
12.7.2016	TuoteB	BK500	C3: Yli rajan	86	997.09 hPa	100	64
20.7.2016	TuoteD	Bulk	C3 Yli rajan	63	1018.12 hPa	93	35
21.7.2016	TuoteD	Bulk	Tuote OK	77	1016.96 hPa	77	34
22.7.2016	TuoteD	Bulk	Tuote OK	79	1017.77 hPa	79	68
24.7.2016	TuoteD	BK500	Tuote OK	87	1020.21 hPa	87	73
25.7.2016	TuoteD	BK500	Tuote OK	77	1018.31 hPa	77	50
26.7.2016	TuoteD	BK500	Tuote OK	73	1014.96 hPa	70	50
30.7.2016	TuoteB	BKJ500	Tuote OK	82	1005.83 hPa	70	49
31.7.2016	TuoteB	BKJ500	Tuote OK	76	1003.69 hPa	100	50
1.8.2016	TuoteB	BKJ500	Tuote OK	70	1006.29 hPa	100	56

Taulukkojen tietojen perusteella, voidaan todeta, ettei sääolosuhteiden ja näytteen laadun välillä ole selkeää yhteyttä. Näytteen laadussa ei ole nähtävissä muutoksia vaikka jossakin muuttujassa tapahtuisi suurempikin muutos. Toisaalta näytteen laatu saattaa muuttua vaikka sääolosuhteet pysyisivät suurilta osin samanlaisena.

## 6.2 Näytesarja 1

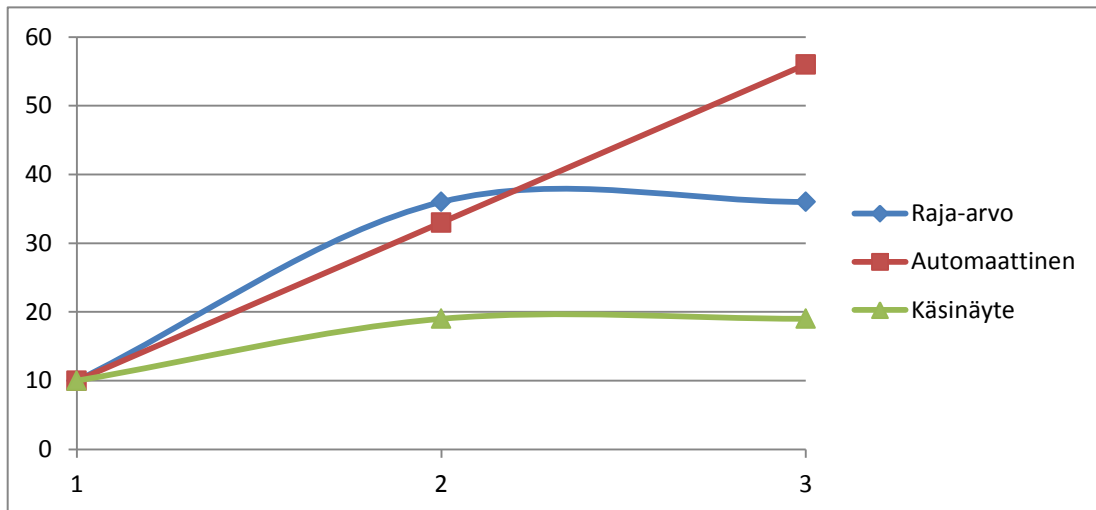
Ensimmäisessä näytesarjassa tutkittiin tuotteiden TuoteA ja TuoteB näytteitä. Vertailussa olivat automaattisesta näytteenottimesta saadut näytteet ja käsinäytteet. Tutkimuksella pyrittiin selvittämään, onko näytteen laadussa mahdollisesti eroavaisuuksia kahden näytteenottotavan välillä. Dispergoituvuusanalyysijä tehtiin kuusi kappaletta jokaista tutkittavaa muuttujaa kohden. Taulukossa 3 on esitetty tuote, tuotantolinja, näytteenottotapa ja keskiarvo dispergoituvuusanalyyseistä (keskiarvot pyöristetty pyöristämissääntöjen mukaan). Analyysin tulokset on merkitty Huntsman Corporationin standardin mukaisesti, jossa grindometrin lukemat on eroteltu kauttaviivalla ja suluissa oleva lukema kertoo ”roskien” määrän. Molempien tuotteiden käsinäytteet otettiin suursäkistä. Taulukon arvoista on myös luotu kuviot TuoteB:lle (Kuvio 1) ja TuoteA:lle (Kuvio 2).

Taulukko 3. Näytesarja 1

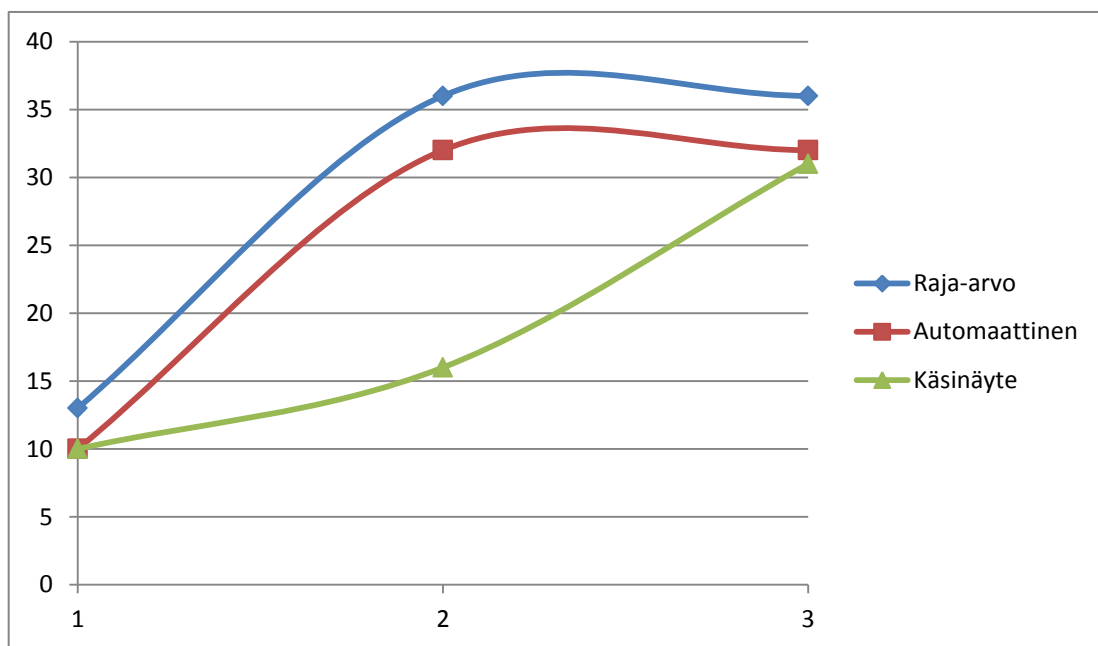
Tuote	Linja	Näytteenottotapa	Analyysi
TuoteB	Y	Automaattinen näytteenotin	10/33/56 (10)
TuoteB	Y	Käsinäyte	10/19 (8)
TuoteA	X	Automaattinen näytteenotin	10/32 (18)
TuoteA	X	Käsinäyte	10/16/31 (10)

Kuten yllä olevasta taulukosta nähdään (Taulukko 3), tuotteen TuoteB näyte parani huomattavasti, kun tarkasteltiin käsinäytettä. Voidaankin olettaa, että tuotantolinjan Y automaattinen näytteenotin mahdollisesti vahingoittaa näytettä. Tarkastellessa

TuoteA:n automaattisesta näytteenottimesta saatua näytettä, voitiin silmämääräisesti todeta grindometrille vedetyn kalvon epätasaisuuksien muodostuneen tiheämmin verrattuna käsinäytteeseen. Roskien määrä oli myös hieman korkeampi automaattisesta näytteenottimesta saadussa näytteessä. Kuitenkaan yhtä selkeää eroa näytteissä ei ole kuin TuoteB näytteissä oli.



Kuvio 1. TuoteB:n arvot



Kuvio 2. TuoteA:n arvot

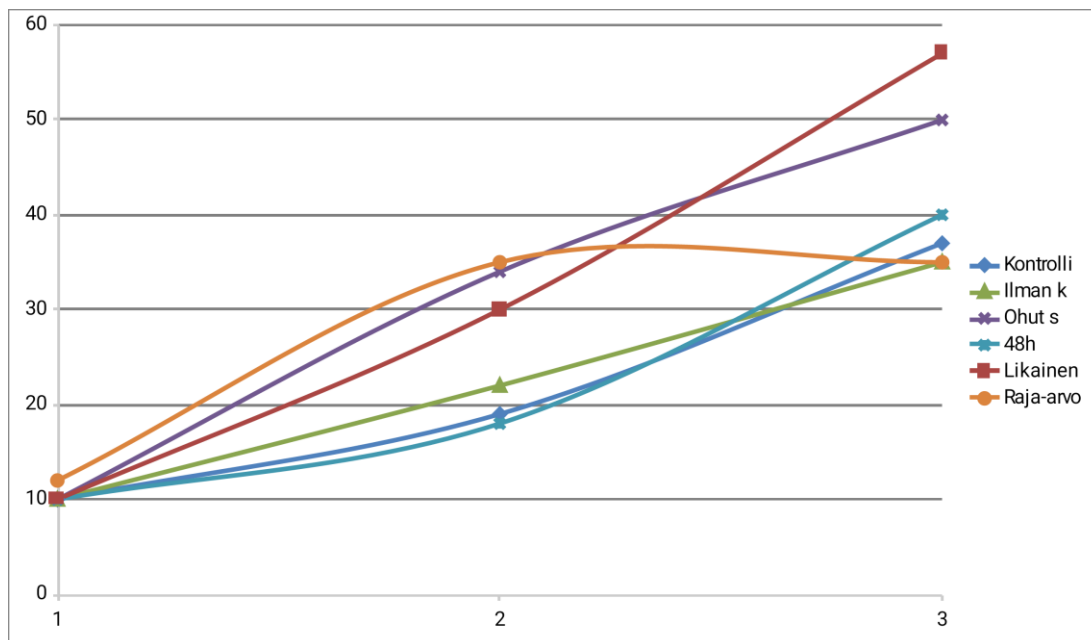
### 6.3 Näytesarja 2

Toisessa näytesarjassa tutkittiin miten näytepurkin likaisuus, kosteus, näytepurkki ilman kantta, näytepurkissa kannen tilalla oleva ohut suoja ja aika vaikuttavat näytteeseen. Samalla otettiin myös kontrollinäyte, johon saatuja tuloksia verrattiin. Näytteet otettiin tuotantolinjan Z TuoteC:stä ja kaikki näytteet ovat käsinäytteitä. Näyte, jolla testattiin ajan vaikutusta näytteeseen, otettiin samalla kerralla kuin muut näytesarjan näytteet, mutta analysointi suoritettiin 48 tuntia myöhemmin kuin muut. Samalla päätettiin, että jos 48 tunnin aikana näytteen laadussa on tapahtunut selviä muutoksia, aloitetaan tarkemmat tutkimukset lyhyempien ajanjaksojen vaikutusta. Likaisuus toteutettiin lisäämällä puhtaaseen näytepurkkiin ensimmäisen näytesarjan näytteitä. Näytepurkki suljettiin ja ravisteltiin, jotta saataisiin toteutettua tilanne, jossa näytepurkki olisi jäänyt tehdastilaan ilman kantta ja kerännyt pölyävää tuotetta. Ennen näytteen ottamista näytepurkki tyhjennettiin vanhasta TuoteC:stä. Kosteuden vaikutus simuloitiin ajatuksella mahdollisista höyrystyvistä vesipisaroista automaattisessa näytteenottojärjestelmässä. Näytepurkkiin lisättiin näytteenottamisen jälkeen muutamia tippoja nestettä. Näytepurkissa jossa kansi oli korvattu ohuemmalla suojalla, käytettiin kangashuppua suojana. Ajateltiin, että suojan tulisi suojata näytettä vierasesineiltä tai kosteudelta, jotka voivat näytteeseen vaikuttaa. Todettiin, että kangashoppu olisi riittävä suoja kyseisiä muuttujia vastaan, mutta olisi kuitenkin samalla selvästi kantta ohuempi. Dispergoituvuusanalyysjä tehtiin kuusi kappaletta jokaista tutkittavaa muuttujaa kohden. Taulukossa 4 on esitetty tutkittu tuote, tutkittu muuttuja ja keskiarvo saaduista tuloksista (keskiarvot pyöristetty pyöristämissääntöjen mukaan). Taulukon 4 arvoista on myös luotu kuvio (Kuvio 3).

Taulukko 4. Näytesarja 2

Tuote	Muuttuja	Analyysi
TuoteC	Kontrolli	10/19/37 (13)
TuoteC	Likainen purkki	10/30/57 (6)
TuoteC	Purkki ilman kantta	10/22/35 (9)
TuoteC	Ohut suoja	10/34/50 (8)

TuoteC	Kosteus	Näyte kelvoton analysoitavaksi.
TuoteC	48 tunnin näyte	10/18/40 (9)



Kuvio 3. Näytesarja 2

Verrattaessa purkkia, jossa ei ollut lainkaan kantta ja 48 tuntia analysointia odottanutta näytettä kontrolli näytteeseen, niin huomataan, että analyysit ovat hyvin lähellä toisiaan. Roskien laatu oli myös kaikissa kolmessa näytteessä hyvin samankaltainen. Sen sijaan likainen näytepurkki oli jo selkeästi näytteen laatuun vaikuttava tekijä. Lähes samanlainen tulos saatiin myös näytteestä, jonka suojana oli vain kangashuppu. Kyseisen näytteen heikkenemistä voidaan kuitenkin selittää kankaasta mahdollisesti irronneena pölynä, koska näyte oli kuitenkin heikompi kuin näyte joka oli kokonaan ilman kantta. Kyseistä muuttujaa voitaisiin mahdollisesti kokeilla toisella materiaalilla, josta vierasaineita ei näytteeseen irtoaisi. Kosteus taas pilasi näytteen kokonaan. Yrittäessä vetää näytteestä tasainen kalvo grindometrille, oli näyte niin roskainen, että tasaista kalvoa oli mahdoton saada koko grindometrin matkalle.

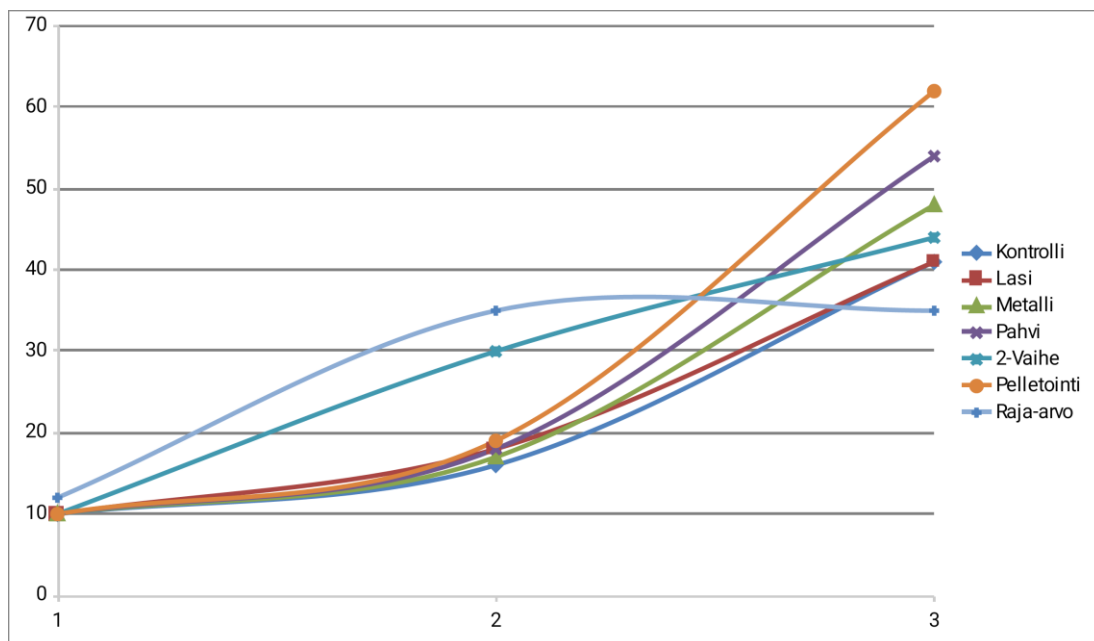
## 6.4 Näytesarja 3

Kolmannessa näytesarjassa testattiin eri materiaalien vaikutusta näytteeseen ja samalla tutkittiin tuotteen suihkujauhatuksen näytteitä pakkaamosta otettuun. Näytteitä otettiin kontrollinäyte, joka otettiin näytepurkkiin, jollaista on käytetty aikaisemmissakin näytesarjoissa. Muita materiaaleja olivat metallinen purkki, jollaiseen otetaan suihkujauhatuksen näytteet ja pahvi- ja lasipurkki. Metalli-, pahvi- ja lasipurkit puhdistettiin huolellisesti ennen näytteiden ottamista. Suihkujauhatuksesta otettiin kaksi näytettä. Ensimmäinen otettiin toisen vaiheen suihkumyllystä, samasta paikasta kuin näyte otetaan tutkiessa suihkujauhatuksen laatua ja toinen näyte otettiin pelletointitasolta. Kaikki näytteet otettiin samasta tuotantolinjastosta (tässä tapauksessa Z-kuivaamolinja) ja jauhatuksen näytteet otettiin samasta myllystä. Dispergoituvuusanalyysijä tehtiin kuusi kappaletta jokaista tutkittavaa muuttujaa kohden. Alla olevassa taulukossa (Taulukko 5) on esitetty tuote, tutkittava muuttuja ja keskiarvo saaduista tuloksista (keskiarvot pyöristetty pyöristämissäntöjen mukaan). Taulukon 5 arvoista on myös luotu kuvio (Kuvio 4).

Taulukko 5

Tuote	Tutkittu muuttuja	Analyysi
TuoteC	Kontrolli	10/16/41 (11)
TuoteC	Lasipurkki	10/18/41 (10)
TuoteC	Metallipurkki	10/17/48 (11)
TuoteC	Pahvipurkki	10/18/54 (6)
TuoteC	Toisen vaiheen mylly	10/30/44 (13)
TuoteC	Pelletointi	10/19/62 (10)





Kuvio 4. Näytesarja 3

Tutkiessa tuloksia voidaan todeta, ettei näytepurkinmateriaalilla ole suurtakaan merkitystä näytteenlaatuun. Ainoastaan pahvinen näytepurkki oli heikompi muihin verrattuna. Toisen vaiheen myllystä saatu näyte oli myös samaa tasoa kontrollinäytteen kanssa. Ainoa ero näytteiden välillä oli, että toisen vaiheen myllystä saatu näyte oli tiheämpää grindometrillä kuin kontrollinäyte. Tuotantolinjastossa toisen vaiheen myllyn ja pakkaamon välissä olevan pelletointirummun näyte taas oli heikompi kuin muut näytteet. Epäilläänkin mahdollisesti näytteenotossa tapahtunutta virhettä, joka on päässyt vaikuttamaan näytteeseen. Kuitenkin mahdolliset uudet testit kolmen vaiheen välillä voisivat olla selventäviä.

## 7 LOPPUTULOKSET JA KEHITYSEHDOTUKSET

Tuotettaessa titaanidioksidia kuivaamolinjoissa X ja Y suositellaan, että otetaan näytteet mieluummin käsinäytteinä automaattisen näytteenottimen sijaan. Y-linjan näytteenotin kannattaa vaihtaa kokonaan jos mahdollista, koska näytteiden välillä oli niin suuri laadullinen eroavaisuus. X-linjastoa voidaan tarkastella, ettei tuote jäisi ”makaamaan” linjastoon ja sitä kautta vaikuta laatuun. Riittäväillä puhdistustoimilla pystytään myös mahdollisesti lisäämään automaattisen näytteenottimen luotettavuutta. Automaattisen näytteenottimen puhdistustoimien helpottamiseksi suositellaankin kaikkiin näytteenottimiin asennettavaksi puhdistusluukku myös näytteenottimen kannelle helpottamaan ja samalla parantamaan puhdistuksen laatua. Huomio luukkujen puuttumisesta joistakin näytteenottimista tehtiin, luodessa standardoitua työohjetta automaattisten näytteenottimien puhdistamiseksi. Pakkaamohenkilökunta toivoin myös luukkujen lisäämistä.

Tällä hetkellä ei suositella, että näytepurkin tyyppiä kannattaisi vaihtaa. Tutkimuksissa kävi ilmi, ettei näytepurkinmateriaalilla ole vaikutusta näytteen laatuun, ainakaan positiivisessa mielessä. Näytteenottipurkin kansi kannattaa myös pitää samana. Kuitenkin, jos eri kansivaihtoehtoja halutaan tutkia, kannattaa se toteuttaa laajemmalla vaihtoehtoskaalalla. Tutkimusten perusteella näytteenottipurkit kannattaisi säilyttää sellaisessa tilassa, jossa ne eivät pääsisi pahasti likaantumaan. Tutkimuksessa kaikki näytteet otettiin huolella puhdistettuihin näytepurkkeihin ja tuloksissa nähtiin näytteen selvä heikkeneminen, kun näytepurkki oli liattu aikaisemmin vanhalla titaanidioksidilla.

Kosteuden voidaan todeta olevan kuitenkin se pahin näytteenlaatuun vaikuttava tekijä, koska jo pienellä määrällä näyte muuttui lukukelvottomaksi. Pakkaamotasolle nestettä voi tulla pysäytetyistä suihkujauhatuksen myllyistä. Suihkujauhatuksessa onkin tärkeää pitää huoli, että nesteenpoistonohjauksen letkut pidetään auki, jolloin nesteet siirtyvät kanaaliin eivätkä pääse pakkauslaitteisiin. Ehdotetaan myös tutkittavaksi, onko linjastoissa automaattisissa näytteenottimissa paikkoja, joihin kosteutta voi muodostua tai ”jäädä makaamaan”.

Jauhatuksen pelletointitasolta ehdotetaan myös otettavaksi lisänäytteitä, jolla voidaan selvittää, oliko opinnäytetyössä otetut näytteet otettu virheellisesti vai onko mahdollista, että pelletointirumpuun jää pidemmäksi ajaksi tuotettua titaanidioksidia, joka voi vaikuttaa näytteiden laatuun.

## LÄHTEET

Allen, T. 1997. Particle size measurement, Volume 1, Powder sampling and particle size measurement. Springer Netherlands

Helsingin kemian laitoksen www-sivut. 2002. Viitattu 29.3.2017.  
<http://www.helsinki.fi>

Huntsman Corporationin www-sivut. 2017. Viitattu 28.3.2017.  
<http://www.huntsman.com>

Kautto, M. 2008. Porin Kemira on nyt Sachtleben Pigments Oy. Uusi Aika. Viitattu 28.3.2017. <http://www.uusiaika.lehti.fi>

Koskinen, P. 2013. Sachtleben Pigments Oy vaihtaa omistajaa. Satakunnan Kansa. Viitattu 29.3.2017. <http://www.satakunnankansa.fi>

KP-MM-005. TiO<sub>2</sub>-pigmentin dispergoituvuuden määrittäminen alkydihartsissa. 2011. Viitattu 29.3.2017

Lapin AMK:n www-sivut. 2017. Viitattu 28.3.2017. <https://www.lapinamk.fi>

PNAS:n www-sivut 2017. Viitattu 29.3.2017. [www.pnas.org](http://www.pnas.org)

Radio Porin www-sivut. 2017. Viitattu 28.3.2017. <http://www.radiopori.fi>

Suomen Kirjallisuuden Seuran www-sivut 2017. Viitattu 28.3.2017.  
<http://www.kansallisbiografia.fi/>

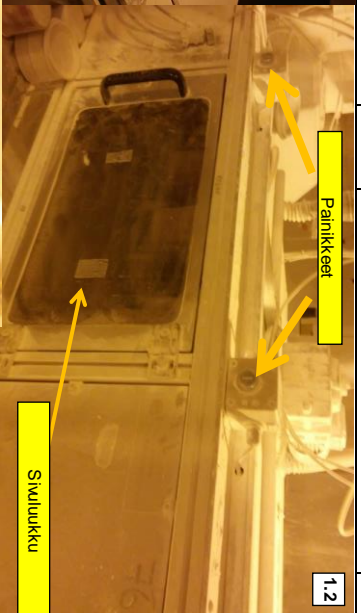
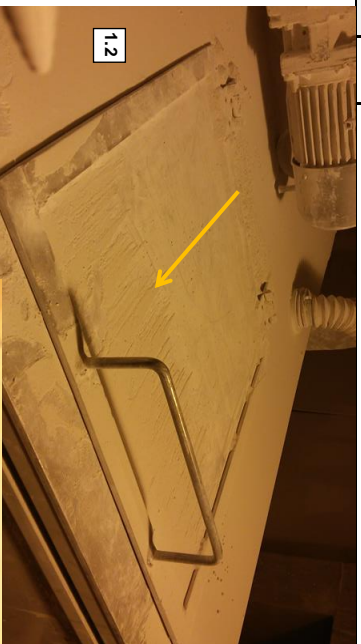
Vehkalahti, J. 2008. Näytteenotto-prosessin kehittäminen. AMK-opinnäytetyö. Kajaanin ammattikorkeakoulu. Viitattu 29.3.2017. <http://urn.fi/URN:NBN:fi:amk-201003052768>

Wunderground:n www-sivut. 2017. Viitattu 29.3.2017.  
<https://www.wunderground.com/>

## Standardoitu työtehtävä

## Automattisen näyteenottimen puhdistus

Työtehtävä:		Työvälineen nimi:		
Työvälineen nro	Oletusajka/min	Ohjeen päivitys pvm:		
Symbols	Vaihe#	Työkohdan kuvaus	Sym	Tehtävän pääkohdat ja huomioitava asiat
Laatu	1,1	Näyteottimen puhdistus suoritetaan aina tuotevaihdon yhteydessä		
Turvallisuus	1,2	Imuroidaan näyttekarusellin yläosa näyteenottimen päällä olevasta luukusta (näytepurkkia kerrallaan). Näytepurkkia pysyvään liikuttamaan näyteenottimen painikkeilla. Vasen painike pidetään näytepurkkia liikuttaessa kokoaajan painettuna ja oikeaa painettaessa näytepurkki liikkuu yhden pyörään eteenpäin.		Jos näyteenotinnassa ei ole päällä luukkuja suoritetaan puhdistustoimet sivussa sijaitsevista luukusta
Lisätieto/vihje	1,3	Sivuluukun kautta näytepurkit imotetaan karusellista ja jokainen näytepurkki harjataan ja imuroidaan.		
Ympäristö	1,4	Pursataan näyteenottimen pohja lastalla ja imuroidaan ylimääräinen tuote pois		
Laitehoito	1,5	Jos puhdistettavassa näyteenotinnassa on pysyvästi näyteesuuttimelle kolistaan putkea, jotta saadaan putkeen jäänyt tuote irtoamaan.		Kerätään puhdistuksessa käytetyt välineet takaisin omille paikoilleen.
Huomioitavaa	1,6	Oreataan käsinäytteitä vähintään 2kpl		Minimoidaan vanhasia tuotteesta aiheutuva väärä näyteen tuloksiin



Karuselli