



Osaamista
ja oivallusta
tulevaisuuden
tekemiseen

Samir Hassanein

Suodatus- ja kiteytysprosessin optimointi

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Bio- ja kemiantekniikka

Insinöörityö

21.4.2020

Tekijä Otsikko	Samir Hassanein Suodatus- ja kiteytysprosessin optimointi
Sivumäärä Aika	31 sivua + 3 liitettä 21.4.2020
Tutkinto	insinööri (AMK)
Tutkinto-ohjelma	bio- ja kemiantekniikka
Ammatillinen pääaine	kemiantekniikka
Ohjaajat	lehtori Timo Seuranen laativastaava Susanne Wiedmer
<p>Tavoitteena insinööriyössä oli selvittää ensin yleisesti kiteytyksen ja suodatuksen teoriaa, jonka pohjalta luotaisiin koesuunnitelma sentrifugointiprosessin optimointia varten. Lisäksi tavoitteena oli selvittää eri laitevaihtoehtoja kapasiteetin kasvattamiselle. Opinnäytetyö on tehty Ardilla Technologies OY:lla.</p> <p>Teorian selvityksessä selvisi, että sentrifugointiprosessi on vahvasti riippuvainen kiteytyksen parametreista. Valmistettavien kiteiden ominaisuuksiin vaikuttaa kiteytymisen ominaisuuksien lisäksi myös muun muassa raaka-aineen puhtaus, käytettävä liuotin, sekä kiteiden siemenys. Sentrifugien tarkastelussa päädyttiin siihen, että toimivin sentrifugi on suodattava korisentrifugi, jonka aikaansaama keskeiskiihtyvyyden on vähintään noin 21000 m s^{-2}. Eri vaihtoehtojen tarkastelussa päädyttiin siihen, että paras vaihtoehto nykyiselle sentrifugille on saman laitevalmistajan sentrifugi, STM-3000. Jos kapasiteettia halutaan nostaa vielä korkeammaksi, voi olla kannattavaa korvata sentrifugi Nutsche- tai rumpusuodattimella.</p> <p>Koesuunnitteluun valittiin tarkasteltaviksi muuttujiksi linkoukseen käytetty aika, käytettävän pesuliuoksen määrä sekä sentrifugin kierrosnopeus. Kokeille luotiin seurantalomakkeet, joiden avulla sentrifugointi- ja pesuprosessia voitaisiin optimoida. Kokeita ei kuitenkaan pystytty opinnäytetyön aikana toteuttamaan, mutta halutessaan yritys voi käyttää koesuunnittelua pohjana mahdollisissa tulevilla kokeilla.</p>	
Avainsanat	suodatus, kiteytys, sentrifugaus, koesuunnittelu

Author Title	Samir Hassanein Optimization of Filtering and Crystallization Processes
Number of Pages Date	31 pages + 3 appendices 21 st April 2020
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Biotechnology and Chemical Engineering
Professional Major	Chemical Engineering
Instructors	Timo Seuranen, Lecturer Susanne Wiedmer, Quality Director
<p>The aim of this theses was to examine the theory behind crystallization and filtering processes and make a design of experiments in order to optimize the use of current process equipment. Additionally, different types of equipment to achieve larger processing capacity were examined. This theses was made with Ardilla Technologies OY.</p> <p>The theory showed that the centrifuging process was strongly connected to the crystallization process. In addition to the properties of the crystallizer itself, many other factors affected the type of crystals that were created, such as the purity of the raw ingredients, the type of solvent used, and the use of seeding. When examining the best type of centrifuge for this process, it was concluded that a filtering basket centrifuge that can create a centrifugal force of at least 21000 m s^{-2} was the most practical solution. To raise the process capacity, it was concluded that the best option would be to replace the current equipment with a larger centrifuge from the same manufacturer, the STM-3000. If there is a need for a yet higher capacity, it might be desirable to replace the current equipment with either a Nutsche filter or a rotary drum filter.</p> <p>For the design of experiments, three variables were considered: time used for spinning, the amount of wash liquid used, and the RPM used for spinning. Two forms were created to optimize the process, one to collect data for the washing process and one for the filtering process itself. The tests could not be performed during the making of this thesis, but the company is able to use all the data collected during this theses to help with possible future experiments.</p>	
Keywords	filtering, crystallization, centrifuging, design of experiments

Sisällys

Lyhenteet

1	Johdanto	1
2	Prosessista lyhyesti	1
2.1	Käytettävät laitteet	1
2.2	Valmistettavat tuotteet	2
3	Kiteytys	3
3.1	Kiteytyksen teoriaa	3
3.2	Laitteisto	6
3.3	Kiteiden geometria	8
3.4	Tarkasteltavat osat	10
4	Sentrifugointi	11
4.1	Yleisesti	11
4.2	Laskenta	13
4.3	Sentrifugit	15
4.3.1	Pullosentrifugi	15
4.3.2	Putkisentrifugi	16
4.3.3	Korisentrifugi	17
4.3.4	Levysentrifugi	18
4.3.5	Tyhjiösentrifugi	19
4.4	Pesu	20
4.5	Tarkasteltavat osat	21
5	Kokeet	22
5.1	Koesuunnittelu	22
5.2	Datan käsittely	24
5.3	Kokeiden toteutus	26
6	Kapasiteetin nosto	27

6.1	Yleisesti	27
6.2	Suodattimet	28
7	Yhteenveto	31
	Lähteet	32
	Liitteet	
	Liite 1. Koesuunnitelma koodatuissa yksiköissä	
	Liite 2. Pesun seurantalomake	
	Liite 3. Sentrifugauksen seurantalomake	

Lyhenteet

HPLC	High-performance liquid chromatography, korkean erotuskyvyn nestekromatografia.
IRDS	Analyysimenetelmä, joka kertoo näytteen kuiva-aineen määrän prosentteina.

1 Johdanto

Tämä työ on tehty Ardilla Technologies Oy:lla, joka on Espoossa sijaitseva kemianalan prosessien ja tuotteiden kehitykseen erikoistunut yritys. Ardillalla on toimitiloja Otaniemessä KCL:n tekniikkakeskuksessa, sekä Espoon Kivenlahdessa sijaitsevassa VTT:n tutkimuskeskuksessa Bioruukissa. Tämä työ keskittyy Bioruukissa sijaitsevan tuotantolaitoksen toiminnan kehittämiseen.

Työn tarkoituksena on optimoida ja kehittää tuotantolaitoksen kiteytys- ja suodatusprosessia. Tällä hetkellä käytettävät prosessit ja laitteet ovat suhteellisen uusia, eikä niiden käyttöä ole optimoitu kovin tarkasti. Työssä selvitetään ensin yleisesti kiteytyksen ja suodatuksen teoriaa, jonka pohjalta luodaan koesuunnitelma optimointia varten. Työssä selvitetään myös mahdollisuudet prosessin kapasiteetin kasvattamiseen, erityisesti suodatuksen osalta.

2 Prosessista lyhyesti

2.1 Käytettävät laitteet

Opinnäytetyö keskittyy pääosin panostoimisen Western States STM-2000 -korisentrifugin (kuva 1) optimointiin. Kyseinen linko voi saavuttaa 3 600 kierrosta minuutissa, ja se on tarkoitettu juuri piloottiskaalan prosesseihin, minkä vuoksi sen panoskoko on suhteellisen pieni, vain 4,2 litraa. Toisaalta linkoa on helppo liikutella eikä sen käyttö vaadi mitään erillisiä asennuksia. Muita prosessiin liittyviä prosessilaitteita ovat kuivainkaappi, automaattinen siivilä, sekä kolme kiteytintä.



Kuva 1. Työssä optimoitava korisentrifugi [1.]

Kiteyttimien panoskoot vaihtelevat 0,2 kuutiometristä 1,5 kuutiometriin. Suurempia kiteytykseen käytettäviä reaktoreita käytetään välillä myös muissa prosesseissa, kuten haihdutuksessa ja hydrolyyseissä, minkä vuoksi ne eivät aina ole käytettävissä.

2.2 Valmistettavat tuotteet

Prosesseissa valmistettavat tuotteet ovat erilaisia erikoissokereita, joiden puhtaus on yleensä yli 99 %. Tuotteita myydään eri laatuluokissa, jotka määrittelevät tuotteen minimipuhtauden, sekä muita ominaisuuksia kuten bulkkitiheyden. Tuotteet päätyvät pääasiassa eläinruoka-, elintarvike-, kosmetiikka- ja lääketeollisuuteen.

Raaka-aineina suurelle osalle Ardillan tuotteista ovat erilaiset siirapit, joita voidaan tuotantolaitoksella puhdistaa, kiteyttää, suodattaa, sekä kuivattaa. Laitoksella voidaan tehdä myös joitain kemiallisia reaktioita, kuten hydrolyysejä.

3 Kiteytys

Kiteytys tarkoittaa erotusta, jossa homogeenisestä neste- tai kaasufaasista muodostetaan kiinteitä partikkeleita, kiteitä. Tarkoituksena on luoda mahdollisimman puhtaita kiteitä, jotka ovat pääasiassa halutun muotoisia ja kokoisia. Usein kiteet ovat ulkomuodoltaan läpinäkyviä ja kimaltavia.

Kiteytystä käytetään paljon ruoka- ja lääketeollisuudessa, sillä se on suhteellisen tehokas ja edullinen tapa valmistaa puhtaita epäorgaanisia suoloja, proteiineja ja sokereita. Esimerkki kiteytyksestä on suolakiteiden muodostaminen merivedestä haihduttamalla liuotinta, eli tässä tapauksessa vettä. Kun kiteitä valmistetaan elintarvike- ja lääketeollisuuteen, on raaka-aine yleensä liuotettuna veteen. Kiteytysprosessin jälkeen täytyy muodostuneesta lietteestä erotella kiteet esimerkiksi linkoamalla tai suodattamalla. Lopuksi kiteet kuivataan haluttuun kosteuteen nopeasti matalissa lämpötiloissa, jotta niiden maku, haju ja biologinen aktiivisuus säilyvät. [2, s. 729.]

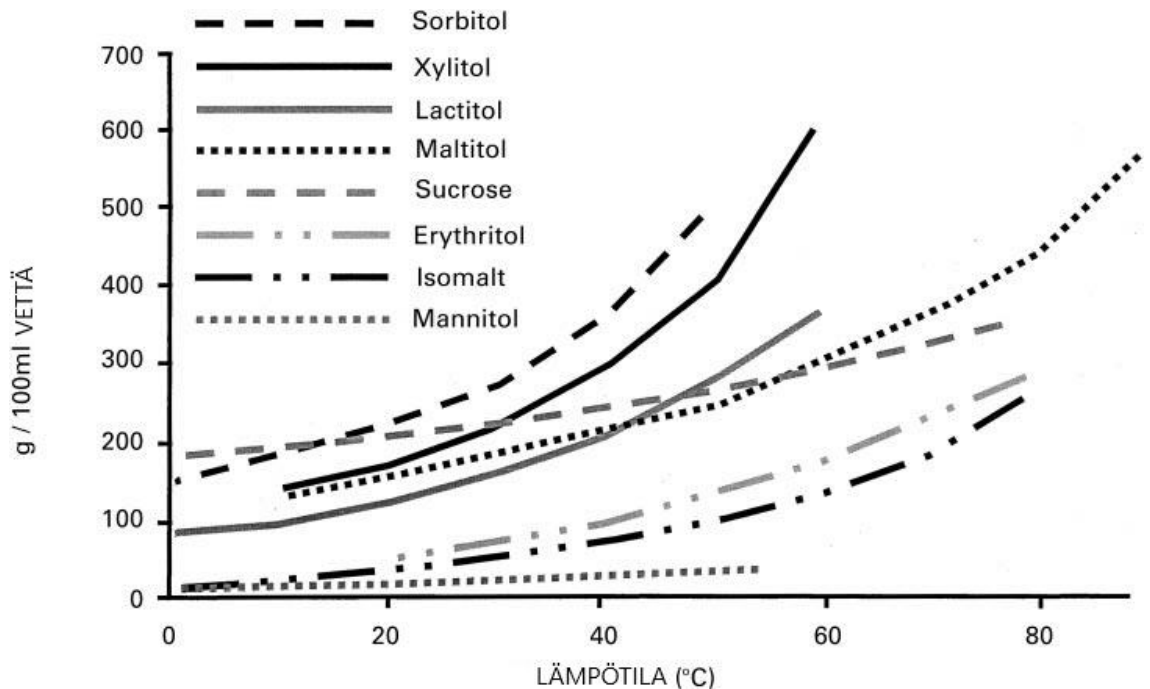
Orgaanisten aineiden kiteytyksessä voidaan käyttää liuottimina myös esimerkiksi etikkahappoa, etyyliasetaattia, metanolia, etanolia, asetonia tai etyylietteriä. Jos kiteytykseen käytettävä raaka-aine on hyvin laimeassa liuoksessa, haihdutetaan liuos yleensä väkevämmäksi ennen kiteytystä. [2, s. 729.]

Kiteytys on usein viimeinen puhdistava prosessi esimerkiksi antibiooteille, entsyymi-inhibiittoreille ja proteiineille. Myös monet sokerit, kuten sakkaroosi ja glukoosi valmistetaan kiteyttämällä. Kiteytys ja sen jatkoprosessit ovat tiiviisti linkittyneitä, koska kiteiden laatu ja koko vaikuttavat sentrifugointiin, suodatukseen ja mahdolliseen pesuprosessiin. [2, s. 773–780.]

3.1 Kiteytyksen teoriaa

Kiteytys perustuu kuvan 2 tyylisiin aineiden liukoisuuskäyriin, joissa ilmoitetaan tietyn aineen liukoisuus tiettyyn liuottimeen tietyssä lämpötilassa. Kun aineen konsentraatio liuoksessa kasvaa tai seoksen lämpötila laskee, aine voi alkaa muodostumaan kiteiksi. Tätä olomuodonmuutosta kutsutaan nukleatioksi. Jos seoksessa ei ole valmiiksi epäpuhtauksia tai muita mahdollisia kidealkioita, kiteiden muodostumista kutsutaan

primääriseksi nukleaatiksi, jos taas muodostuvilla kiteillä on tarjolla valmiiksi kidealkioita, on kyse sekundäärisestä nukleaatista. Sekundäärinen nukleatio tapahtuu huomattavasti helpommin ja todennäköisemmin. Siksi kiteiden muodostumista yleensä avustetaan siementämällä liuos. Tämä tarkoittaa sitä, että saturaatiotilassa olevaan liuokseen lisätään haluttuja kiteitä, joiden ympärille uudet kiteet alkavat muodostua. Siementämällä aikaansaadun kiteen koko ei riipu siemenkiteen koosta, mutta kiteen muut ominaisuudet voivat riippua käytetystä siemenkiteestä.

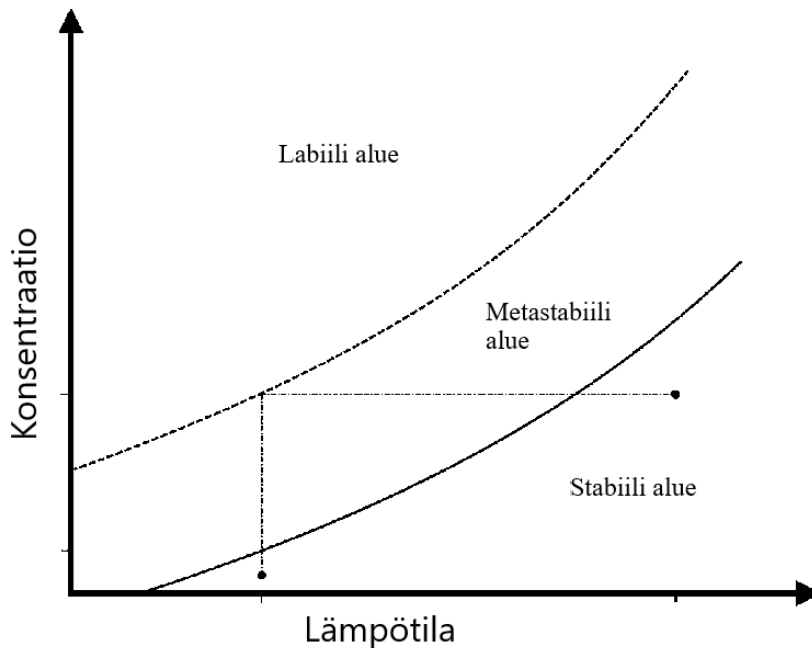


Kuva 2. Eräiden hiilihydraattien liukoisuuskäyriä [3.]

Käytännössä kiteytys on kuitenkin monimutkaisempaa: vaikka liuos olisi ylikylläisessä tilassa, nukleatiota ei välttämättä tapahdu. Ylikylläisestä liuoksesta saattaa muodostua kiteiden sijaan amorfista ainetta, jossa kideäisen rakenteen sijaan on aineen rakenne epäsäännöllinen. Tämä on riskinä varsinkin silloin kun liuos joutuu liian ylikylläiseen tilaan liian nopeasti. Usein parametrit, joissa nukleatiota tapahtuu, täytyy kokeellisesti määrittää, sillä tietoa varsinkin monen orgaanisen aineen kiteytymisestä ei löydy. [2, s. 773–780.]

Koska pelkkä liukoisuuskäyrä ei anna riittävästi tietoa aineen kiteytymisestä, on muodostettu kuvan 3 mallisia kuvaajia. Kuvassa 3 on kerrottu aineen stabiili, metastabiili,

sekä labiili alue konsentraation ja lämpötilan funktiona. Labiililla alueella voi tapahtua primääristä ja sekundääristä nukleatiota sekä kiteiden kasvamista. Vaikka liuos olisi labiililla alueella, nukleatio ei kuitenkaan ole varmaa, koska kuten aiemmin mainittiin, on labiililla alueella myös riskinä muodostua amorfisia rakenteita. Metastabiililla alueella ei tapahdu nukleatiota, mutta kiteiden kasvu on mahdollista. Stabiililla alueella kiteet eivät kasva, eikä nukleatiota tapahdu, ja tällä alueella kiteet voivat myös liueta nesteseen. [4, s.17; 5, s.108.]



Kuva 3. Labiili, metastabiili ja stabiili alue [6.]

Kiteiden määrän, tilavuuden ja massan vaihtelut riippuvat kiteytyksen tyylistä. Alhainen ylikylläisyyden taso, sekä siemennyksen avulla aikaansaatu kiteytys saa aikaan isompia kiteitä, kun taas supersaturaatio selvästi labiililla alueella aiheuttaa enemmän nukleatiota, ja sitä kautta enemmän pienempiä kiteitä. Mahdollisen alhaisella ylikylläisyyden tasolla tehty kiteytys voi saada aikaan puhtaampia kiteitä, sillä emäliuosta jää helpommin uusien kiteiden rakenteiden väliin, kuin kasvavien kiteiden rakenteisiin. Varsinkin nopea lämpötilan lasku kiteytyksen alussa voi saada aikaan sen, että muodostuvat kiteet ovat todella pieniä. [2, s. 773–780.]

Liuosta voidaan myös saattaa ylikylläiseksi muillakin tavoin kuin vain liuoksen lämpötilaa laskemalla, esimerkiksi liuotinta haihduttamalla tai laimentamalla, painetta laskemalla,

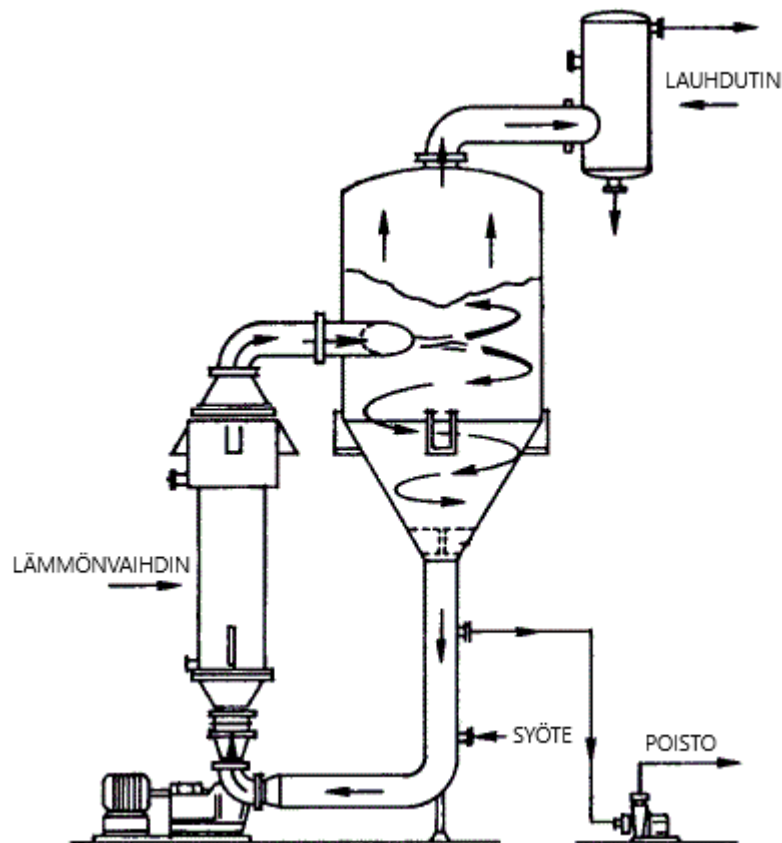
tai kemiallisen reaktion avulla voidaan aiheuttaa kiteytymistä. Esimerkki kiteytyksestä kemiallisen reaktion avulla on, kun veteen liuennutta hopeanitraattia ja natriumkloridia sekoitetaan, muodostuu hopeakloridikiteitä, sekä vesiliukoista natriumnitraattia. [2, s. 729.]

3.2 Laitteisto

Kiteyttimet voidaan jakaa niiden ominaisuuksien mukaan erilaisiin ryhmiin, esimerkiksi panos-, puolipanos- tai jatkuvatoimisiin kiteyttimiin, jäädyttäviin ja/tai haihduttaviin kiteyttimiin (kuva 4), sekä myös muiden toimintojen perusteella, esimerkiksi miten sekoitus reaktorissa on toteutettu. Parhaimmillaan kiteytin toimii jatkuvatoimisesti, ja siinä voidaan käyttää jäähdystystä ja haihdutusta. Kiteytin voi myös automaattisesti poistaa tarpeeksi isot kiteet, ja siinä voi olla sekoittimen lisäksi muita sekoitusta parantavia toimintoja, kuten kuplitus tai nesteen kierto. Kiteyttimien eri toiminnot vaikuttavat muodostuvien kiteiden kokoon, kokojakaamaan, sekä puhtauteen. Esimerkiksi mekaaninen, tehokas sekoitin auttaa luomaan pieniä, tasakokoisia ja puhtaita kiteitä. Kiteyttimet, jotka saavuttavat jatkuvaa supersaturaatiota, antavat yleensä paremman saannon. [2, s. 749; 4, s. 133.]

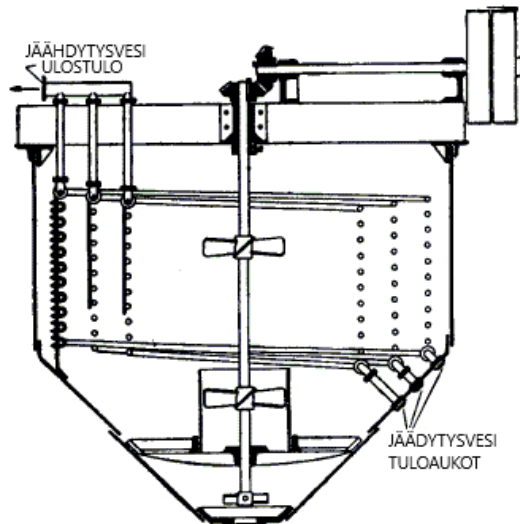
Kiteytin voi saattaa liuoksen ylikylläiseen tilaan monella eri tavalla:

- laskemalla liuoksen lämpötilaa
- haihduttamalla liuotinta
- laskemalla liuoksen liukoisuutta laskemalla reaktorin sisäistä painetta
- laskemalla liuoksen liukoisuutta laimentamalla liuotinta [4, s.94.]



Kuva 4. Kaaviokuva haihuttavasta kiteytimestä [7.]

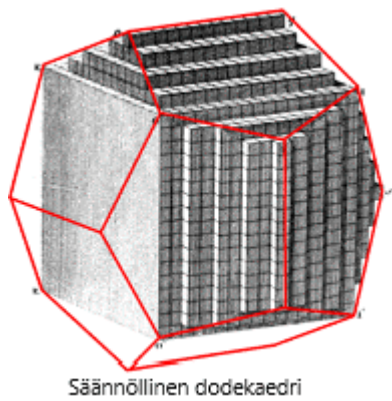
Kiteytyksessä sekoitus on tärkeää tasaisen kiteytymisen, sekä lämpötilan jakautumisen vuoksi. Sekoituksen tärkeys korostuu varsinkin jäähdyttävissä kiteytimissä, joissa on erityisen olennaista, että sekoitin pystyy kaapimaan reaktorin jäähdytyspinnoille muodostuvat kiteet. Yleinen tapa jäähdyttää liuosta on valmistaa reaktorin ympärille jäähdyttävä vaippa, jonka sisässä kulkee vesi, jonka lämpötilaa voidaan tarkasti säädellä. Jäähdytys voidaan myös luoda esimerkiksi sekoittimessa kiinni olevilla jäähdytysauvoilla kuten kuvassa 5. [2, s. 729.]



Kuva 5. Esimerkki sisäisestä jäähdytyksestä [7.]

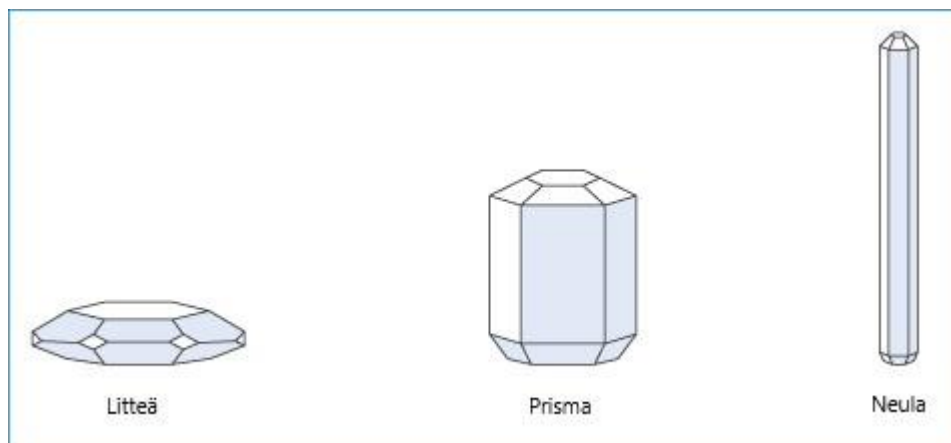
3.3 Kiteiden geometria

Kiteytyksessä muodostuvat yksittäiset kiteet ovat muodoltaan monitahokkaita, joiden kyljet ovat litteitä ja kulmat teräviä. Kiteet noudattavat Hauyn lakia (kuva 6), joka määrää, että tietyn aineen kaikki kiteet pyrkivät aina rakentumaan samanmuotoisiksi. Tosin käytännössä monitahokkaiden eri tahkot saattavat kasvaa eri vauhtia, luoden useita eri muotoja. Tahkojen koko voi vaihdella johtuen epäpuhtauksista, liuottimesta tai muista ympäristötekijöistä. Proteiineista muodostuneet kiteet ovat usein liuotinpitoisempia kuin suolatai sokerikiteet, ja ne murenevat, jauhoontuvat tai hajoavat helpommin, joten niitä saattaa joutua uudelleenkiteyttämään useasti korkeamman puhtauden aikaansaamiseksi. [2, s. 773–780.]



Kuva 6. Hauyn laki 12 tahkoiselle kappaleelle [8.]

Kiteiden tahkojen kokojen vaihtelu aiheuttaa sen, että kiderakenteet kasvavat erilaisiksi, esimerkkejä erilaisista muodoista ovat kuvan 7 tapaukset. Jos halutaan, että kiteet noudattavat jotain tiettyä muotoa, täytyy kokeellisesti selvittää, minkälaisissa olosuhteissa haluttu tulos saadaan. Usein tämä tarkoittaa jonkin epäpuhtauden lisäämistä kiteytettävän aineen joukkoon. [2, s. 733.]



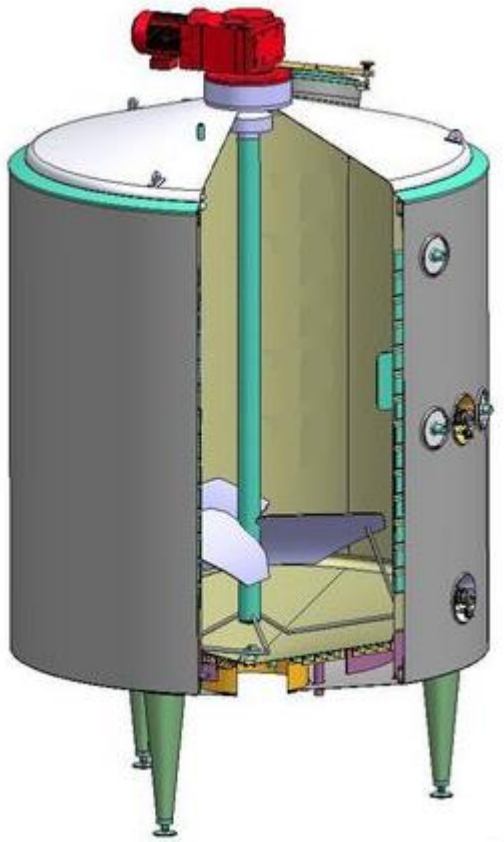
Kuva 7. Tahkoerot: litteä, prisma, neula [9.]

Yksi tapa mitata eri kristallien muotoa on laskea niiden palloisuus ψ , joka lasketaan kaavalla 1. Kiteiden halkaisijaa voidaan mitata esimerkiksi suodattamalla kiteet tietynkokoisten suodattimien läpi; tosin tämä tapa ei ole täysin tarkka kristallien muodoista johtuen, varsinkin litteät ja neulamaiset kiteet aiheuttavat isoa epätarkkuutta. [2, s. 734.]

$$\psi = \frac{\text{saman tilavuuden omaavan pallon pinta-ala}}{\text{kappaleen pinta-ala}} \quad (1)$$

3.4 Tarkasteltavat osat

Käytettäviä kiteyttimiä on kolme kappaletta, jotka kaikki toimivat samalla periaatteella: ne ovat panostoimisia, ja niissä tapahtuva kiteytys perustuu aineen jäädyttämiseen jäädytettävän ulkovaipan avulla. Kiteytymisessä sekoitus perustuu vain keskellä olevan kiinteäakselisen sekoittajan toimintaan, eikä niissä ole nesteen tai lietteen kiertoja. Käytännössä reaktorit muistuttavat kuvan 8 sekoitusreaktoreita, joissa on jäädytettävä vaippa.



Kuva 8. Esimerkkikiteytin [10]

Opinnäytetyön kohteena olevassa prosessissa oli liuottimina aina vesi tai etanoli, yleensä etanoli. Kiteyttimen säätö oli hyvin rajattua tämän työn aikana: Tosin sentrifugoinnin suunnittelussa piti huomioida, että sekoitus käytettävissä kiteyttimissä ei ollut välttämättä riittävä. Sekoituksen puutteellisuuden lisäksi lämpötilan säätö on myös

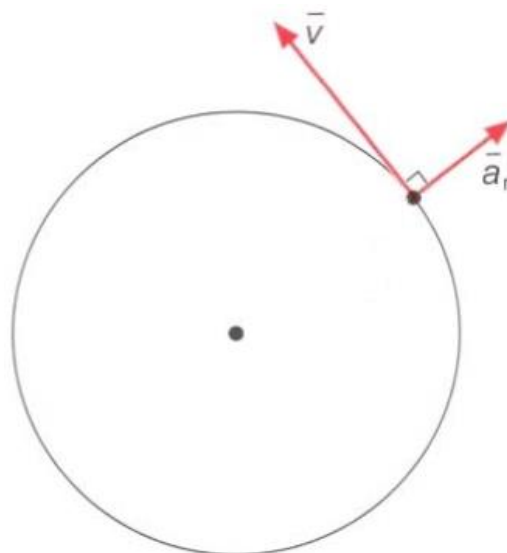
epätarkkaa, mistä johtuu sentrifugoitavaksi menevän syötteen suhteellinen epätasalaisuus. Kiteytyksissä käytetään usein siemennystä.

Kiteiden koko ja muoto eivät ole prosessin kannalta merkittäviä, sillä liian pienet kiteet erotetaan suodatinkankaalla, minkä jälkeen ne ohjataan uudelleenkiteytykseen. Todella suuretkaan kiteet eivät ole ongelma, sillä lopulliset kiteet jauhetaan siivilän läpi. Kiteet myydään sellaisessa laatuluokituksessa, jossa muodolla ei ole väliä, joten kiteiden muotoa ei tarvitse ottaa työssä huomioon.

4 Sentrifugointi

4.1 Yleisesti

Sentrifugointi tarkoittaa prosessia, jossa käytetään keskipakoisvoimaa nesteessä olevien partikkelien puhdistukseen ja erotteluun. Keskipakoisvoiman muita nimityksiä on radiaalinen kiihtyvyys, normaalikiihtyvyys ja sentripetaalikiihtyvyys. Keskipakoisvoima muodostuu, kun partikkeli liikkuu ympyrämaista liikerataa, jolloin siihen kohdistuva keskipakoisvoima ohjaa partikkelia ympyrän kehän keskipistettä vastakkain olevaan suuntaan, kuvan 9 tavoin. [11.]



Kuva 9. Keskipakoisvoima vektorikuvana [12.]

Peruskaava keskeiskiihtyvyydelle a_r on kaava (2), jossa v on nopeus ja r on ympyrän säde.

$$a_r = \frac{v^2}{r} \quad (2)$$

Sentrifugeja käytetään sekä analyyttisessä että tuotannollisessa käyttötarkoituksessa. Yksi yleinen arkielämässä esiintyvä esimerkki on kuivausrumpu, jossa keskipakovoima työntää veden vaatteista pois, mutta rummussa oleva kori pitää vaatteet paikoillaan. Sentrifugin runko voi olla myös jäähdyttävä, jolloin sentrifugoitavat näytteet pysyvät aina säädetyssä lämpötilassa myös sentrifugoinnin aikana. [13.]

Sentrifugoinnilla on tarkoitus tehostaa sedimentaatiota varsinkin, jos syöteen neste on hyvin viskoosia, tiheyserot partikkelien ja nesteen välillä ovat pieniä tai jos erotettavat partikkelit ovat hyvin pieniä (<10 mm). Sentrifugointi on suositumpaa kuin suodatus myös silloin, kun haluttu tuote on kakun sijaan neste. Sentrifugit voidaan jakaa käyttönsä perusteella kahteen ryhmään: suodattavat sentrifugit, sekä sedimentoivat sentrifugit. Yleisimpiä ovat putkisentrifugit, levysentrifugit, sekä korisentrifugit. [2, s. 872.]

Sentrifugin luomaa voimaa mitataan yleensä suhteessa maan vetovoimaan, kertomalla kuinka monen kertainen voima partikkeliin kohdistetaan suhteessa maan vetovoimaan. Yksikkönä käytetään kirjainta g. Voimakkaimmat sentrifugit ovat saavuttaneet jopa 5 miljoonaa g:tä. Tärkeää sentrifugin toiminnan kannalta on materiaalien, sekä varsinkin laakereiden korkea laatu. [13.]

Partikkeliin kohdistuvan voiman suuruuteen vaikuttaa muun muassa partikkelin tiheys, jonka vuoksi menetelmää voidaan käyttää esimerkiksi seoksen eri ainesosien erittelyyn. Yleisin sentrifugin käyttötapa onkin suspensiossa tai nesteessä olevien aineiden konsentroiminen tai puhdistus. Prosessin nopeus riippuu seuraavista parametreistä:

- Mitä tiheämpi partikkeli on, sitä nopeammin se sedimentoituu.
- Mitä isompi partikkeli on, sitä nopeammin se sedimentoituu.
- Mitä tiheämpää partikkelien ympärillä oleva neste on, sitä hitaammin partikkelit sedimentoituvat.

- Mitä isompi kitka partikkelien ja nesteen välillä on, sitä hitaammin partikkelit sedimentoituu.
- Mitä kovempi keskipakovoima saavutetaan, sitä nopeammin partikkelit sedimentoituu.
- Jos partikkelin ja sitä ympäröivän nesteen tiheys on sama, se ei sedimentoidu.
- Mitä kauempana partikkeli on keskiakselista, sitä nopeammin se sedimentoituu.

Varsinkin partikkelien kokoero vaikuttaa prosessin nopeuteen, 10 kertaa isompi partikkeli vaatii vain sadasosan voimasta liikkumiseen [13.]. Kitkaan vaikuttaa partikkelin koko ja muoto [11].

4.2 Laskenta

Laskennassa käytettävät kaavat ovat luonteeltaan empiirisiä, mutta sentrifugausprosessi on monesti yksilöllinen. Esimerkiksi partikkelien kokoonpainumista, elektronista varausta, aerodynaamista muotoa, sekä agglomeraatiota, eli partikkelien kasaantumista on vaikea ottaa huomioon, joten siksi on kannattavaa testata uutta linkousprosessia ensin laboratoriomittakaavassa, ja sen perusteella suorittaa prosessin laajentamista. [2, s. 859–860, 856.]

Laboratoriomittakaavassa on tärkeää valita haluttu mittaustarkkuus, sillä tarkkoihin mittauksiin vaikuttaa moni vaikeasti mitattavissa oleva asia, esimerkiksi:

- partikkelien muuttuvat etäisyydet keskiakseliin
- mittausepävarmuus etäisyydessä
- ympäristön vaikutukset etäisyyteen
- lingon rakenteen muutokset korkeissa nopeuksissa
- lämpölaajeneminen
- laitteiden mittausepävarmuus
- viereisten partikkelien vaikutus toisiinsa [14.]

Insinööriyön kohteena oleva prosessi käyttää raaka-aineenaan niin epätasalaatuista syötettä, ettei sille voida laskea kovin tarkkoja arvoja. Syötteen kiintoainepitoisuus,

kiteiden koko ja muoto, syötteen viskositeetti, lämpötila, puhtaus, panoksen koko, sekä koostumus vaihtelevat todella paljon, ja osa muuttujista on tuntemattomia. Tämän vuoksi mittaustarkkuus optimoinnissa on siis hyvin suurpiirteinen. [14.]

Mittaustarkkuudesta johtuen on järkevää olettaa liuottavat partikkelit pyöreiksi, sillä silloin voidaan käyttää sedimentaation nopeuden laskemiseen Stokesin lakia:

$$v = \frac{2}{9} \frac{r^2(\rho_p - \rho_f)}{\mu} \times g, \quad (3)$$

jossa v on partikkelin nopeus, $2/9$ on vakio ympyränmuotoiselle partikkelille, r on partikkelin halkaisija, ρ_p on partikkelin tiheys, ρ_f on partikkeleita ympäröivän liuoksen tiheys, g on suhteellinen gravitaation voima ja μ on liuoksen viskositeetti. [11.]

Erityyppisiä linkoja voidaan vertailla mittaamalla niiden aiheuttama keskipakovoima, joka ilmoitetaan yleensä gravitaatiovoiman kertoimena, g :nä. Yksi g on noin $981 \frac{cm}{s^2}$ tai $9,81 \frac{m}{s^2}$, jolloin yksi g on $\frac{KESKIPAKOVOIMA(G)}{981 \frac{m}{s^2}}$.

Muuttuja G kertoo partikkeleihin kohdistuvan kiihtyvyyden, ja se voidaan laskea yksinkertaisesti kaavalla 4:

$$G = \omega^2 r \quad (4)$$

Kaavassa 4, r on matka keskiakselista (cm) ja ω on kulmanopeus, eli radiaanien muutos per sekunti, G :n yksikkö on $(cm s^{-2})$ [11.]

Kulmanopeus voidaan ilmoittaa myös kaavan 5 muodossa, jolloin kaavasta 4 saadaan kaava 6:

$$\omega = \frac{2\pi s}{60} \quad (5)$$

$$G = \frac{4\pi^2 s^2 r}{3600} \quad (6)$$

Kaavoissa 5 ja 6 termi s tarkoittaa kierroksia per minuutti.

4.3 Sentrifugit

4.3.1 Pullosentrifugi

Pullosentrifugi (kuva 10) on esimerkki tyypillisestä laboratoriossa käytettävästä, sedimentoivasta, analyysiin tarkoitetusta sentrifugista. Aineiden erotus tapahtuu sentrifugin koriin sijoitettavissa pulloissa, jotka on sijoitettu koriin symmetrisesti pystysuunnassa olevan akselin eri puolille. Pullot voivat pyöriä akseliin nähden suorakulmassa tai noin 37 asteen kulmassa prosessin tehostamiseksi. [13.]

Pullosentrifugien tuottama voima vaihtelee käyttötarkoituksen mukaan muutamasta g:stä kymmeneen tuhansiin. Yleisiä käyttöjä tämän tyyliin sentrifugeille on esimerkiksi rasvan erotus maidosta tai veren eri osien erotus. [13.]



Kuva 10. Jäähdyttävä pöytämallinen pullosentrifugi [15.]

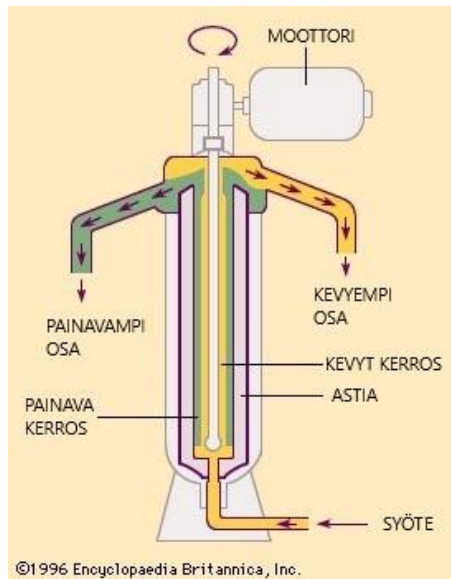
4.3.2 Putkisentrifugi

Putkisentrifugia käytetään pääasiassa jatkuvatoimiseen nesteiden erotteluun tai todella pienten partikkelien erotteluun nesteestä. Putkisentrifugi koostuu pitkästä ontosta putkesta, joka pyörii oman keskiakselinsa ympäri. Syöttö sentrifugiin tapahtuu putken päästä kuvan 12 mukaisesti. Poistulot tapahtuvat kahteen eri virtaan: nesteen painavampi osa poistuu putken kyljestä ja nesteen kevyempi osa poistuu putken toisesta päästä. Usein prosessi ei erota partikkeleita kovin tehokkaasti, joten jos halutaan korkeampaa erotusta, prosessi täytyy toistaa useaan kertaan tai yhdistää toiseen prosessiin. Putken sisäosa voidaan rakentaa eri tavoin, mutta usein käytetään hyväksi kuvan 11 tyyliä aineensiirtimiä, jotka auttavat sisällä olevien aineiden nopeuden säätelyä. Usein jos syötteen sisältämät partikkelit ovat todella hienojakoisia, prosessia täytyy ajaa pannoimaisesti, sillä partikkelit saattavat jumiutua putken seinille. [13.]



Kuva 11. Putkisentrifugin aineensiirrin [16.]

Putkisentrifugia käytetään paljon biokemia-, ruoka- ja lääketieteellisyydessä, pääasiassa solujen ja virusten erotteluun emäliuoksesta. Putken tyypilliset halkaisijat ovat noin 4,5–13,0 cm, kun pyörimisnopeudet ovat yleensä 15 000–50 000 RPM, jolloin saavutetaan korkeimmillaan noin $60\,000 \frac{cm}{s^2}$. Tyypillisesti kiintoainepitoisuus syötteessä on alle 1 % ja kiintoainetta mahtuu sentrifugiin korkeintaan noin 5 kiloa. Syötteen tilavuusvirta on yleensä luokkaa 0,2–75 l/min. [2, s. 872.]



Kuva 12. Putkisentrifugin toimintaperiaate [13.]

4.3.3 Korisentrifugi

Kun kiintoaine on pääasiassa haluttu tuote ja kakun korkea puhtaus, kuivuus ja korkea kuiva-aineen saanto on tärkeää, käytetään usein suodattavaa korisentrifugia. Tämän tyyppiseen sentrifugiin mahtuu paljon kiintoainetta, mutta sitä ei voi käyttää pehmeiden, esimerkiksi biologisten, partikkelien erotukseen. [2, s. 872–873.] Korisentrifugin korin seinämissä on reikiä, jotka ovat liian pieniä kiinteille partikkeleille, mutta joista neste pääsee läpi (kuva 13). Usein seinämän tehokkuutta voidaan lisätä käyttämällä erillistä suodatinkangasta, jolla saadaan myös säädeltyä kakun kiinteiden partikkelien kokoa. [13.] Korisentrifugin etuna on myös se, että siinä on mahdollista helposti pestä ja kuivata kiintoainetta. Korisentrifugin reunat voivat olla myös kaltevat, mikä mahdollistaa joissain tapauksissa jatkuvatoimisen käytön.

Korisentrifugeja käytetään paljon sokerin ja eri kristallien erotukseen, sen arkikäytön lisäksi. [13.]

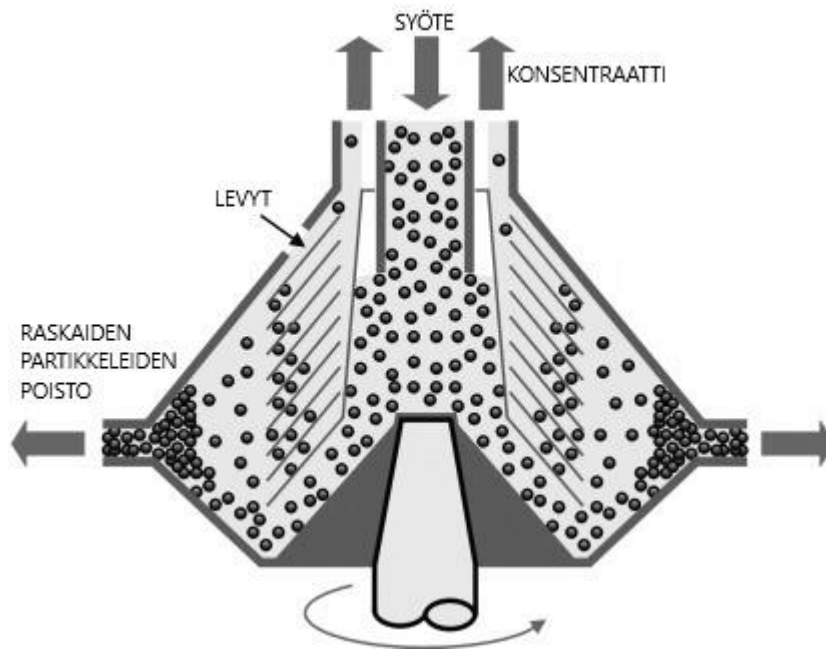


Kuva 13. Korisentrifugin kori [17.]

4.3.4 Levysentrifugi

Levysentrifugi koostuu kuvan 14 mallisesti useista päällekkäin sijoitetuista kartioista ja operoi muuten samankaltaisesti korisentrifugin kanssa. Korisentrifugin tavoin levysentrifugilla voidaan erotella hyvinkin pieniä partikkeleja toisistaan. Lingossa on yleensä noin 50–150 levyä 0,4–3 mm toisistaan, 35–50 asteen kulmassa. Neste menee levyn alapintoja pitkin keskiosaa kohti, kun taas painavampi kiintoaine menee kulmassa korin ulkopintoja päin. Jos kiintoainepitoisuus syötteessä on pieni, levysentrifugia voidaan ajaa panostoisena. Jos taas kiintoainepitoisuus on suuri, levysentrifugin ulkoreunoissa voi olla erillinen poisto kiintoaineelle. Korin halkaisija on tyypillisesti noin 25–75 cm, tilavuusvirta syötteelle voi olla luokkaa 40–1500 l/min, jolloin kiintoainetta saataisiin 45–5 000 kg/h [2, s. 872.]

Levysentrifugeja käytetään esimerkiksi maitoteollisuudessa maidon rasvan erottelussa, sekä myös polttoaineiden ja öljyjen puhdistuksessa. [13.]



Kuva 14. Levysentrifugi periaate [18.]

4.3.5 Tyhjiösentrifugi

Normaalisti sentrifugit pyörivät normaalissa ilmanpaineessa, ja tämän vuoksi ilmanvastuksesta tulee merkittävä rajoittava tekijä, kun yritetään saavuttaa todella korkeita G-voimia. Ilmanvastus luo kitkaa, joka taas luo ylimääräistä vastusta, sekä saattaa lämmittää sentrifugin eri osia jopa yli 100-celsiusasteisiksi. Tämä taas puolestaan haittaa sentrifugin toimintaa monin eri tavoin. [13.]

Ratkaisuna ilmanvastuksen luomiin ongelmiin on pyörittää kappaleita osittaisessa tyhjiössä. Suurin osa ultrasentrifugeista, eli laitteista, jotka pyörivät yli 20 000 kierrosta minuutissa, on myös tyhjiösentrifugeja. Tällä tyylillä voidaan saavuttaa jopa satojen tuhansien G-voimat, mikä mahdollistaa todella tarkan partikkelien erottelun ja jopa alkuaineen eri isotooppien konsentroidin. Tyhjiösentrifugeja käytetään paljon lääketieteessä, mutta myös esimerkiksi uraanin rikastuksessa. [13.]

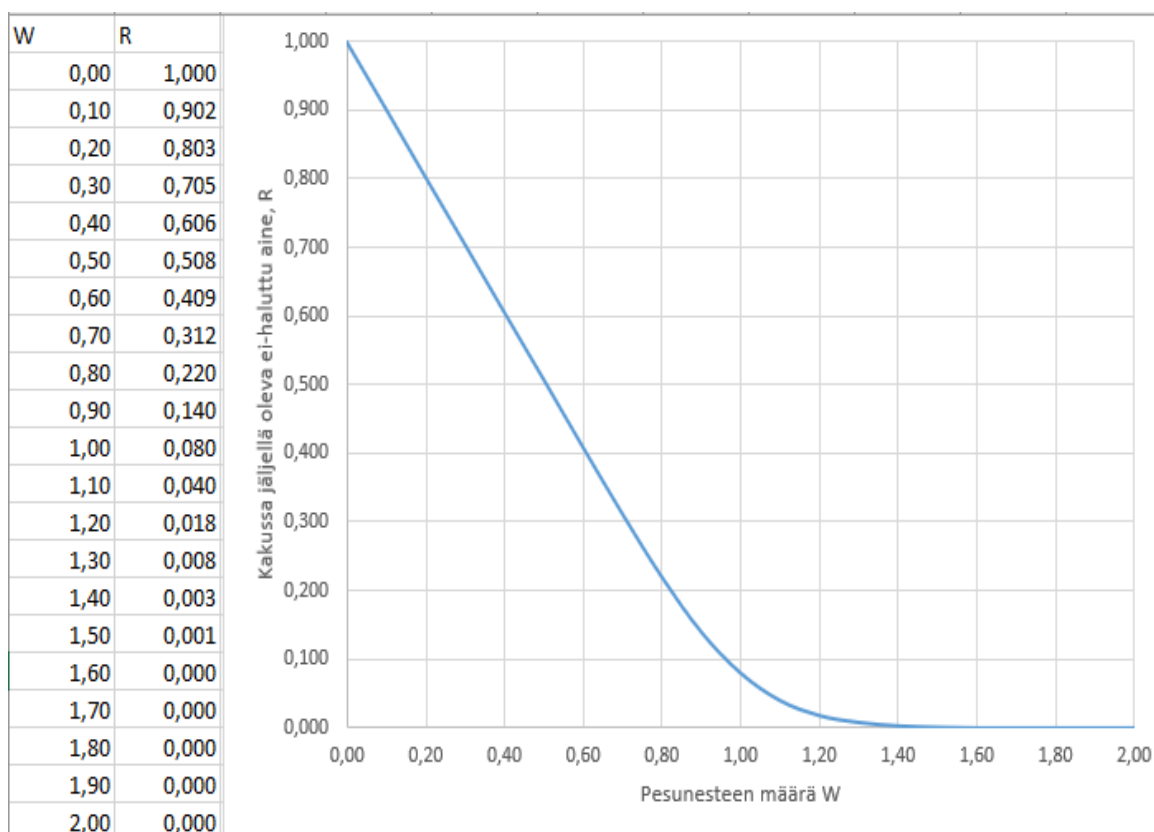
4.4 Pesu

Moni suodatus ja sentrifugointi jatkuu pesuprosessilla, jonka tarkoitus on erottaa suodatetusta kakusta haluttavia aineita tai puhdistaa kakusta pois ei-toivotut aineet. Pesunesteen, esimerkiksi alkoholi tai vesi, on tarkoitus korvata kakussa oleva neste. Ideaalissa tilanteessa käytetyn pesunesteen määrä, termi S , on sama kuin kakussa aluksi olevan pestävän nesteen S_0 . Todellisuudessa pesunestettä kuitenkin kuluu paljon enemmän, esimerkiksi siksi, että korvattava neste valuu kakusta hitaammin kuin pesuneste, tai jos kakkuun syntyy reikiä, joista pesuneste pääsee valumaan puhtaana läpi. [2, s. 874–875.]

Yleensä pesuprosessi voidaan jakaa kolmeen vaiheeseen:

1. Pesuneste tehokkaasti poistaa haluttua nestettä, yleensä ainakin 50 % nesteestä saadaan pois.
2. Osa pesunesteestä menee puhtaana kakun läpi, samalla kun osa pesunesteestä poistaa pois haluttavaa nestettä, tämä vaihe kestää yleensä siihen asti, että noin 70–95 % aineesta on poistettu.
3. Pesuneste ei enää tehokkaasti poista ainetta, loppu neste täytyy poistaa esimerkiksi diffuusiolla.

Kun suunnitellaan pesuprosessia, on usein järkevää selvittää laboratorionkokeissa se, kuinka hyvin tuote saadaan pestyä mittaamalla pestystä aineksestä halutun aineen konsentraatio. Tämän perusteella voidaan päätellä, kuinka paljon tuotetta kannattaa pestä. On järkevää luoda uusi termi W kuvaamaan käytetyn pesunesteen ja kakussa olevan nesteen suhdetta, eli S/S_0 , sekä uusi termi R kuvaamaan vielä kakussa olevan nesteen suhteellista määrää. [2, s. 874–875.] R voidaan usein mitata käyttämällä esimerkiksi nestekromatografia (HPLC) -laitteistoa. Mittauksista voidaan lopuksi luoda kuvan 15 mukainen kuvaaja.



Kuva 15. Jäljelle jäävä pestävä aine, käytettävän pesunesteen funktiona

4.5 Tarkasteltavat osat

Tehtaalla on tällä hetkellä käytössä korisentrifugi, jossa ei ole mahdollista jäähdyttää tuotetta. Jäähdyttäminen voi olla relevanttia joissain tapauksissa esimerkiksi biologisten näytteiden kanssa. Tarkasteltavassa prosessissa jäähdytys ei ole niin tärkeää, koska jäähdyttäminen haluttuun lämpötilaan tapahtuu jo kiteytymässä. Tällä hetkellä käytössä olevan sentrifugin tilavuus on noin 4,2 litraa, sekä maksimikierronopeus 3 600 kierrosta minuutissa. Tämän kokoluokan lingoksi sopisi siis korisentrifugin lisäksi levysentrifugi tai putkisentrifugi. Putkisentrifugi tosin vaatii huomattavasti pienemmän kiintoainepitoisuuden kuin mikä prosessissa on, joten sitä ei voida käyttää. Levysentrifugin etuna on mahdollinen jatkuvatoimisuus, kun taas korisentrifugin etuna on partikkelikoon säätely suodatinkankaalla, kakun kuivuus, sekä mahdollisuus pestä kakkua. Tämän vuoksi järkevin vaihtoehto nykyiselle lingolle on saman tyyppinen sentrifugi.

Jotta uuden lingon teho on vähintään yhtä hyvä kuin nykyisellä, uuden lingon aiheuttaman kiihtyvyyden (G) täytyy olla kaavan 6 perusteella vähintään:

$$G = \frac{4\pi^2 s^2 r}{3600} = \frac{4\pi^2 3600^2 15}{3600} = 2131835 \text{ cm s}^{-2}$$

eli g:n arvoksi saadaan 2 173. Jotta pesu saadaan optimoitua, täytyy käytännön kokeissa luoda R(W) kuvaaja.

5 Kokeet

5.1 Koesuunnittelu

Kokeiden tarkoituksena oli optimoida nykyisen korisentrifugin käyttöä. Mahdollisia muuttujia prosessissa ovat

- linkoukseen käytetty aika
- käytettävän pesuliuksen tilavuus ja konsentraatio
- panoksen koko
- käytettävä kierrosnopeus
- kiteytykseen liittyvät muuttujat.

Analyysimenetelminä ovat seuraavat:

- IRDS:n mittaus. Tapahtuu ottamalla näyte kakusta ja haihuttamalla siitä neste. Analyysi kertoo näytteen kuiva-aineen määrän prosentteina.
- HPLC-analyysi. Kertoo aineen puhtauden prosentteina. Käytettävä kolonni on todettu hyvin toimivaksi prosessin yhdisteille ja on luotettava.
- Massan mittaus vaa'alla muun muassa saannon mittausta varten.
- Brix-mittaus. Kertoo nesteessä olevan kiintoainepitoisuuden prosentteina, ei ole yhtä tarkka kuin IRDS mittaus, mutta nopeampi. Voidaan käyttää vain nesteille.

Analyysimenetelmät ovat tarkkoja, mutta syötteen epätasalaatuisuuden vuoksi on hyvä mitata tulosten hajonta ja varianssi usean eri kiteytyserän kanssa. Kokeet suoritetaan

aluksi kolmella eri kiteytyserällä, jonka jälkeen tarkastellaan, ovatko tulokset luotettavia vai kannattaako kokeita jatkaa. Pesun optimoinnissa jokaisella parametrilla suoritetaan koe kolmesti, jotta panoksen asettumisesta ja pesunesteen leviämisestä johtuvat mahdolliset vaihtelut otetaan huomioon.

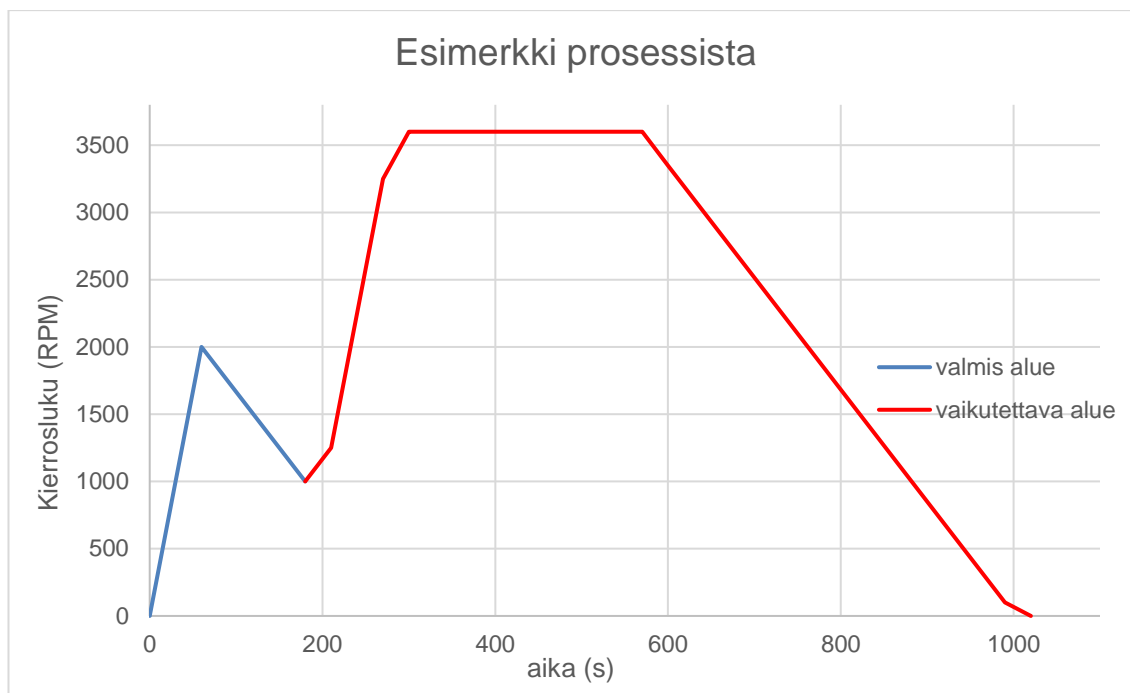
Optimaaliset parametrit selvitetään tarkastelemalla ensin pesua, koska tuotteen puhtaus on ensisijaista. Tämä tehdään luvussa 4.4 esitellyllä tavalla. Tämän jälkeen tarkastellaan muita mahdollisia muuttujia ja poistamalla ne, joilla ei ole tuloksiin suoraa tai ristikkäistä vaikutusta regressioanalyysin avulla.

Jäljelle jäävät muuttujat ovat siis linkoukseen käytetty aika, panoksen koko ja käytettävä kierrosnopeus. Panoksen kokoa muuttamalla voidaan vaikuttaa tarvittavaan linkousaikaan ja pesunesteen annosteluun. Lingon operoinnissa kuluvasta ajasta suuri osa kuluu lingon kiihdyttämiseen ja hidastamiseen, noin 10 minuuttia, verrattuna linkousaikaan, joka on noin 1–5 minuuttia. Linkousajan vähentäminen tai kierroslukujen muuttaminen ei siis todennäköisesti oikeuta panoskoon alentamista.

Käytetty aika kannattaa ottaa analyysiin mukaan ja se lasketaan siitä hetkestä alkaen, kun linko saavuttaa halutun kierrosnopeuden, ja sen laskenta loppuu siihen, kun lingon kierrosnopeutta muutetaan. Käytettävät kierrosnopeudet vaikuttavat kokonaisaikaan merkittävästi, koska lingon kiihdytys ja hidastustoiminnot ovat suhteellisen hitaita. Aiemmin on selvitetty, että syötettäessä panos kannattaa kierrosnopeus olla noin 2 000 RPM, jotta panos asettuu tasaisesti. Pesunestettä lisättäessä kannattaa kierrosnopeus olla noin 1 000 RPM, jotta pesuneste levittyy tasaisesti. Prosessin vaiheiden järjestys on siis seuraava:

(1) 2 000 RPM → (2) 1 000 RPM → (3) 3 600 RPM, 5 minuuttia → (4) sammutus

Esimerkin kierrosluvuilla vaiheisiin (1) ja (2) kuluu yhteensä noin 3 minuuttia, vaiheeseen (3) kuluu yli 6 minuuttia ja vaiheeseen (4) kuluu noin 7 minuuttia. (kuva 16)



Kuva 16. Esimerkkitapauksen kierrosluku ajan funktiona

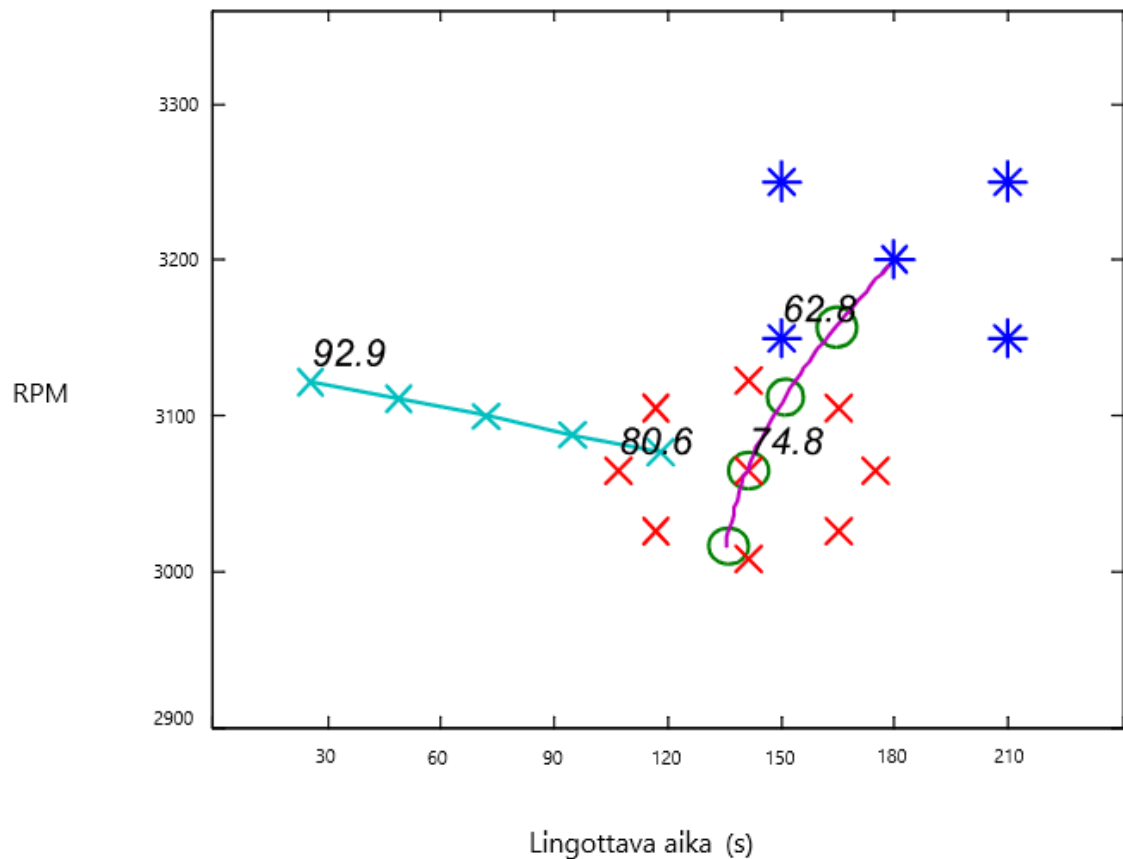
Kokeissa seurattavia muuttujia olisi vaiheen (3) kierrokset ja käytetty aika, ja kokeissa seurattaisiin prosessissa kulunutta kokonaisaikaa, sekä saatua IRDS-arvoa. Pesun optimoinnissa seurataan ryönän, eli tässä tapauksessa pestyn nesteen Brix-arvoa. Puhdistus varmistetaan myös HPLC-analyysillä.

5.2 Datan käsittely

Datasta tehdään regressioanalyysi, jossa selvitetään muuttujien vaikutukset ja mahdollinen ristikkäinen vaikutus. Analyysiä varten muuttujat koodataan liitteen 1 mukaisesti niin, että käytetty aika on muuttuja X1 ja kierrosluku on X2. X1:n alin arvo on 1 minuuttia ja korkein arvo 5 minuuttia, jolloin koodaus muuttaa ajan arvot näin:

- 1 minuutti → -1
- 2 minuuttia → -0,5
- 3 minuuttia → 0
- 4 minuuttia → 0,5
- 5 minuuttia → 1.

Jos optimaaliset parametrit eivät ole selvät ja regressioanalyysin perusteella molemmat muuttujat vaikuttavat tulokseen, voidaan kokeita jatkaa Box-Wilson-strategialla, jossa saatujen tulosten perusteella luodaan 2^N -malli sekä gradienttipolku (kuva 18). Tarvittaessa voidaan tehdä lisäkokeita CC-koesuunnitelman muodostamiseksi.



Kuva 18. Esimerkki Box-Wilson-strategiasta. Kuvassa siniset tähdet ovat 2^2 koesuunnitelma, punaiset ristit ovat CC-koesuunnitelma, turkoosi ja violetti viiva ovat gradienttipolkuja, joiden pisteitä turkoosit ristit ja vihreät ympyrät ovat.[19.]

5.3 Kokeiden toteutus

Kokeita ei opinnäytetyön aikana pystytty toteuttamaan, mutta yritys voi käyttää koeksuunnitelmia tulevaisuudessa, jos tarve optimoinnille tulee. Kokeiden seurantalomakkeet löytyvät liitteistä 2 ja 3.

6 Kapasiteetin nosto

6.1 Yleisesti

Kapasiteetin kasvattaminen optimoimalla prosessilaitteita on rajallista, ja siksi selvitettiin myös optimoinnin lisäksi mahdollisia eri vaihtoehtoja käytettävälle lingolle. Kuten luvussa 4.5 mainittiin, niin jos nykyinen linko halutaan korvata uudella lingolla, sentrifugi kannattaa korvata samantyyllisellä suodattavalla korisentrifugilla. Nykyisen lingon suurin ongelma on sen hitaus ja siitä johtuvat korkeat työvoimakustannukset. Ongelma on lisäksi se, että kun linkousprosessi on kesken, laitoksen kiteyttimiä ei voida käyttää täydellä kapasiteetillä. Linkousprosessin hitaus johtuu lingon panostoimisuudesta, sekä suhteellisen pienestä panoskoosta. Ilmeinen vaihtoehto kapasiteetin nostamiselle on kasvattaa joko sentrifugin panoskokoa, tai tehdä prosessista jatkuvatoiminen.

Laitoksen luonteesta johtuen, on suuri hyöty hankkia mahdollisimman liikuteltava ja pienikokoinen vaihtoehto. Nykyisen lingon valmistaja Western States on luonut samantyyllisen lingon suuremmalla kapasiteetilla, STM-3000. Laite toimii täysin samalla periaatteella, liittimillä, sekä käyttöliittymällä kuin nykyinenkin linko, joten laitteen käyttöönotto olisi helppoa. STM-3000:ssa on nykyisen 4,2 litran sijaan lähes 30 litran tilavuus. Laite luo kaavan 6 perusteella noin 2 016 g:n voiman, joten vaikka sen luoma keskipakoisvoima on noin 7 % pienempi kuin nykyisen, on se silti todennäköisesti riittävä, varsinkin kun ottaa huomioon panoskoon kasvun yli 6,5-kertaiseksi. Vaikka suurempi panostoiminen linko tehostaisi prosessia, ei se silti ole kovin hyvä pysyväksi ratkaisuksi suurempaan tuotantotilaan, eikä se mahdollista sitä, että laitoksen kiteyttimet olisivat jatkuvasti toiminnassa. Jatkuvatoimista suodattavaa sentrifugia prosessin korkeille kuiva-ainepitoisuuksille ei löydy, ja siksi on kannattavaa selvittää muita, jatkuvatoimisia vaihtoehtoja suodatusprosessille.[20.]

Uutta prosessilaitetta hankkiessa täytyy huomioon ottaa prosessin syötteen epätasalaisuus ja sen korkea kiintoainepitoisuus. Prosessissa täytyy myös olla mahdollista puhdistaa kiteet tehokkaasti, sekä mielellään mahdollisuus kuivata kiteitä ja erotella suodatinkakusta liian pienet kiteet. Erilaisten linkojen lisäksi prosessiin voi soveltua jatkuvatoimisia suodattimia. Nämä voivat olla kapasiteetiltaan huomattavasti pilot-skaalaa suurempia ja voisivat siksi sopia pysyvämpään tuotantotilaan.

6.2 Suodattimet

Tällä hetkellä suodatusprosessin nopeus on noin 40 panosta työvuorossa, eli kun työtä tehdään kahdessa vuorossa ja panoskoko on 4,2 litraa, saadaan noin 340 litraa raaka-ainetta käsiteltyä per päivä, olettaen että työntekijä pystyy käyttämään koko työajan operoiden linkoa. Tarkasteltavat suodattimet ovat kapasiteetiltaan huomattavasti nykyistä kapasiteettia suurempia, ja kaikki tarkasteltavat suodattimet vaativat myös kiinteän asennuksen.

Suodatin koostuu suodatinkankaasta tai -kehikosta, joka pysäyttää kiinteät partikkelit, mutta päästää nesteen läpi. Lingosta poiketen lietteeseen kohdistuva voima ei ole suodattimissa keskipakoisvoima, vaan partikkeleihin kohdistetaan voimaa esimerkiksi mekaanisesti painamalla käsiteltävää lietettä, tai käyttämällä ilmanpainetta. [2, s. 867.]

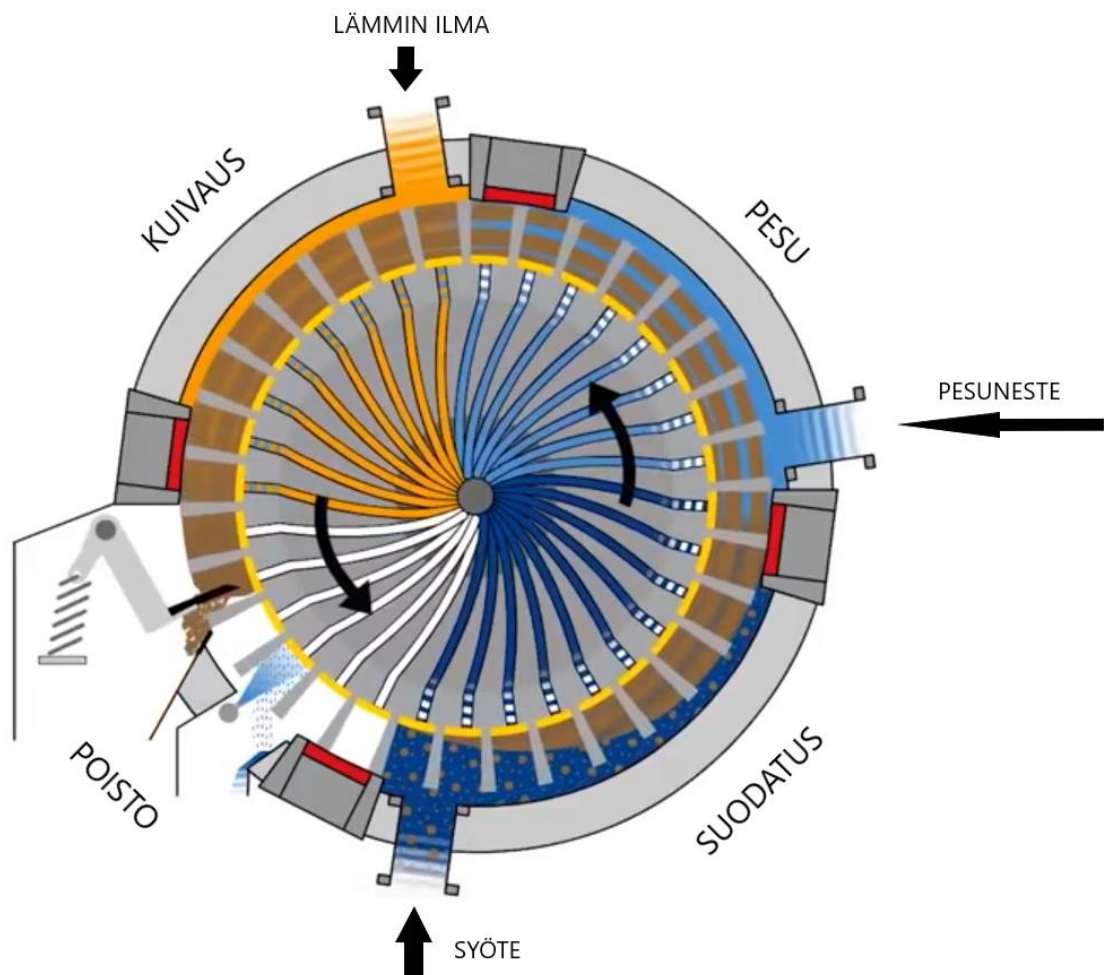
Suodattimen teoreettista tehoa voidaan laskea esimerkiksi Darcyn lain tai Kozeny-Carmanin yhtälön avulla. Koska tarkoituksena ei kuitenkaan tässä työssä ole rakentaa suodatinta, vaan ostaa se valmiina, ei laskentaa tarvitse selvittää, vaan suodattimen teho arvioidaan suoraan valmistajien antamista tiedoista. [2, s. 867.] Huomioitavaa myös on, että suodatuksen aikana suodoskakku tiivistyy. Tämä vaikuttaa siihen, kuinka hyvin kosteus saadaan tuotteesta poistettua, sekä siihen kuinka hyvin pesu prosessin aikana onnistuu. Tarkkoja arvoja tietyn aineen tiivistymiselle on harvoin tiedossa, joten suodatusta kannattaa testata pienemmässä mittakaavassa ennen suurta laitehankintaa.

Linkoukseen verrattua on suodatuksessa yleistä se, että tuotetta ei saada yhtä kuivaksi itse suodatuksen aikana. Tämän takia voi olla usein tarpeellista käyttää erillistä kuivainta suodatuksen jälkeen. [2, s. 867.] Monissa erityyppisissä suodattimissa on mahdollista pestä tuotetta yhtä hyvin kuin linkouksen yhteydessä. Tosin johtuen tuotteen kosteudesta pesun aikana, suodatuksessa kuluu usein enemmän pesunestettä verrattuna linkoukseen.

Mahdollisesti hyviä suodatintyyppejä ovat rumpusuodatin (kuva 19), hihnasuodatin, levysuodatin, Nutsche-suodatin (kuva 20), sekä lehtisuodatin, ja kaikkia näitä markkinoidaan käytettäväksi elintarvike- tai lääketeollisuudessa. Lehti- ja levysuodattimien ongelma on se, ettei niissä ole kovin hyvää tapaa tehokkaasti pestä ja kuivata tuotetta.

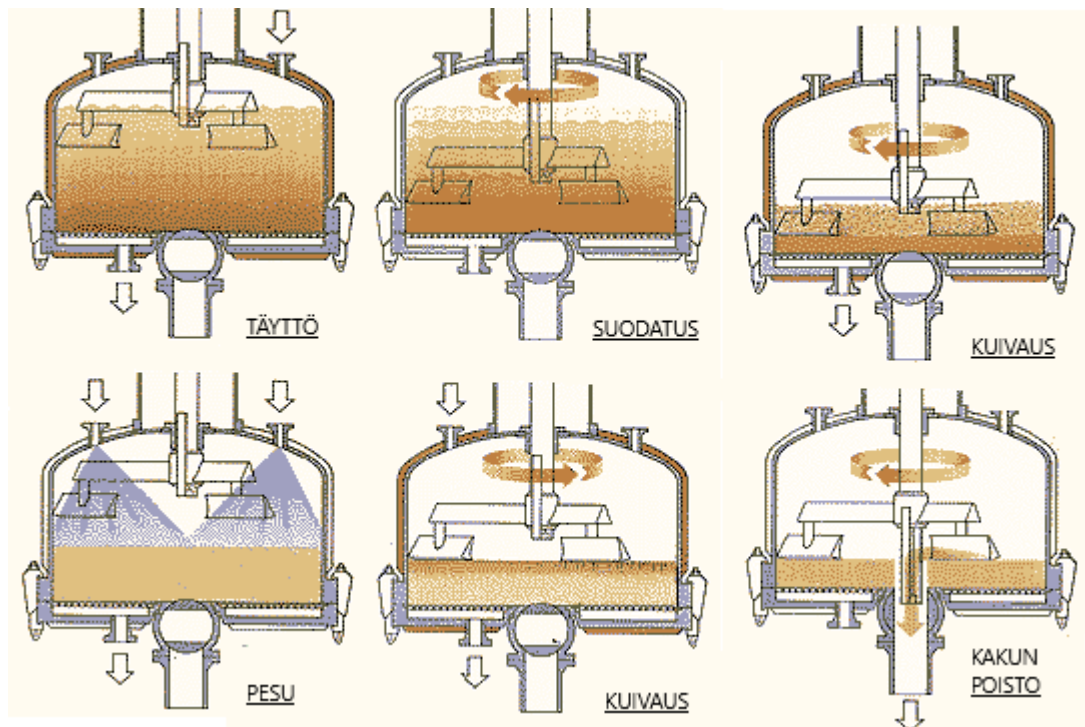
Tuote on hyvin tiiviinä, paksuna pakkana suodattimen sisällä, joten siihen ei pystytä ta-
saisesti ruiskuttamaan nestettä pesua varten tai lämmintä ilmaa kuivausta varten. Hih-
nasuodatin on taas hyvin modulaarinen, eli teoriassa siihen on mahdollista yhdistää
kaikki halutut toiminnot. Käytännössä siitä tulee kuitenkin todella isokokoinen ja sitä käy-
tetään siksi pääasiassa todella isoissa prosesseissa esimerkiksi mineraalien tai mehun
suodatuksessa.

Rumpusuodattimen (kuva 19) ongelma on se, että se ei mahdollista kovin hyvää suoda-
tustehoa verrattuna linkoihin. Hyvää rumpusuodattimessa taas on se, että se on modu-
laarinen ja suhteellisen pienikokoinen jatkuvatoimiseksi suodattimeksi. Rumpusuodatti-
meen on mahdollista kätevästi yhdistää toimiva pesu ja kuivaus.



Kuva 19. Esimerkki rumpusuodattimesta [21.]

Myös puoliautomaattinen Nutche-suodatin mahdollistaa pesun ja kuivauksen suhteellisen tehokkaasti. Nutche-suodattimessa on myös mahdollista käyttää suodatukseen mekaanista painamista vain ilmanpaineen sijaan, joten sen suodatustehokkuus voi olla parempi kuin rumpusuodattimessa. Nutche-suodattimessa on myös sekoitus, joka tehostaa reaktorissa tapahtuvaa pesu- ja kuivausprosessia. Nutche-suodattimia löytyy hyvin monipuolisesti 100–6000 litran kokoisena. Ongelmina rumpu- ja Nutche-suodattimissa on se, ettei pesu niissä silti ole yhtä tehokasta kuin lingoissa, eli pesunestettä kuluu huomattavasti enemmän. Jos pesuliuottimena olisi vesi, ei tämä olisi ongelma, mutta kalliimman pesuliuottimen, kuten etanolin kanssa, voi olla järkevämpää käyttää linkoa. Suodatuksessa syntyvä laimeampi ryönä vaatii myös enemmän haihdutusta ennen uudelleenkiteytystä. Suurena etuna suodattimissa on kuitenkin niiden jatkuvatoimisuus ja pienempi energiankulutus.[21; 22.]



Kuva 20. Nutsche-suodatuksen periaate [23.]

7 Yhteenveto

Tavoitteena insinööriyössä oli selvittää kiteytyksen, sekä sentrifugoinnin teoriaa ja sen pohjalta optimoida nykyisen sentrifugointiprosessin toimintaa. Lisäksi tavoitteena oli selvittää hyviä laitevaihtoehtoja nykyiselle sentrifugille kapasiteetin nostamiseksi.

Kiteytyksen ja sentrifugoinnin teorian perusteella koesuunnitteluun valittiin tarkasteltaviksi muuttujiksi linkoukseen käytetty aika, käytettävän pesuliuoksen määrä, sekä sentrifugin kierrosnopeus. Kokeille luotiin seurantalomakkeet ja Excel-pohjat, joiden avulla pystyttäisiin luomaan regressioanalyysi, sekä tarvittaessa Box-Wilson-strategia. Kokeita ei kuitenkaan pystytty opinnäytetyön aikana toteuttamaan, mutta halutessaan yritys voi käyttää koesuunnittelua pohjana mahdollisissa tulevilla kokeilla.

Kapasiteetin nostossa päädyttiin siihen, että paras vaihtoehto nykyiseen prosessiin on saman laitevalmistajan linko, STM-3000. Lingossa on lähes samat ominaisuudet kuin nykyisessä lingossa, mutta sen panoskoko on noin 6,5 kertaa isompi. Jos kapasiteettia halutaan nostaa vielä korkeammaksi esimerkiksi pysyvässä tuotantolaitoksessa, voi olla kannattavaa korvata sentrifugi Nutsche- tai rumpusuodattimella. Suodattimen käyttöönottoa ennen kannattaa prosessia kuitenkin testata käytännön kokeilla, sillä laskennallisesti prosessin tarkkaa tehokkuutta on hankalaa päätellä tiettyjen orgaanisten aineiden ominaisuuksien vuoksi.

Seuraava askel prosessin kehittämiseksi olisi täyttää pesuprosessin seurantalomake sopivan tuotteen prosessoinnin yhteydessä, jonka perusteella voidaan optimoida pesuliuoksen määrä pesuissa. Kyseinen pesuliuos on huomattavasti hanavettä hintavampaa, joten suhteellisen pienetkin säästöt pesuliuoksen määrässä tuovat selvän säästön kustannuksissa. Pesuprosessin optimoinnin jälkeen voidaan selvittää sentrifugin käytölle optimaaliset parametrit, jonka jälkeen voidaan arvioida, riittääkö kapasiteetti nykyisellä laitteella optimaalisessa käytössä vai kannattaako yrityksen investoida isompaan laitteeseen.

Lähteet

- 1 Western Statesin sentrifugin tuotekuvaus. Verkkoaineisto. <<https://www.environmental-expert.com/products/western-states-model-stm-2000-pilot-plant-centrifuge-620043>>. Luettu 9.3.2020.
- 2 Henley, Ernest. Seader, J. Roper, D.Keith. 2011. Separation Process Principles. 3.painos. John Wiley & Sons, Asia.
- 3 Liukoisuuskäyrät. Verkkoaineisto. <https://www.researchgate.net/profile/David_Storey/publication/12017921/figure/fig4/AS:281777252913160@1444192340115/Solubility-of-polyols-Roquette-1998.png>. Luettu 15.3.2020.
- 4 Tavaré, S. Narayan. 2013. Industrial Crystallization: Process Simulation Analysis and Design. Springer Science & Business Media Inc., New York.
- 5 Palmunen, Katja & Visuri, Kalevi. 2008. protein crystallization. european biopharmaceutical review autumn.
- 6 Labiili, metastabiili ja stabiili alue. Verkkoaineisto. <https://www.researchgate.net/profile/Jose_Perea5/publication/316088278/figure/fig2/AS:482689854775298@1492093637612/Solubility-regions-of-a-solution-unsaturated-stable-region-supersaturated-metastable.png>. Luettu 15.3.2020.
- 7 Kiteytin kuvia. Verkkoaineisto. <<https://ars.els-cdn.com/content/image/3-s2.0-B9780123725066000186-f16-11a-9780123725066.gif>>. Luettu 15.3.2020.
- 8 Hauyn laki, kuva. Verkkoaineisto. <[https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Inorganic_Chemistry/Modules_and_Websites_\(Inorganic_Chemistry\)/Crystallography/Morphological_crystallography/Law_of_Rational_Indices](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Inorganic_Chemistry/Modules_and_Websites_(Inorganic_Chemistry)/Crystallography/Morphological_crystallography/Law_of_Rational_Indices)>. Luettu 15.3.2020.
- 9 Tahkokojen ero, kuva. Verkkoaineisto. <<https://basicmedicalkey.com/wp-content/uploads/2016/08/00026.jpeg>>. Luettu 15.3.2020.
- 10 Goavec kiteytin, kuva. Verkkoaineisto. <<https://slideplayer.com/slide/17877812/106/images/2/Our+crystallizers+have+already+been+manufactured+in+up+to+l.+capacities.+These+tanks+are+adapted+for+the+treatment+of+whey+in+order+to+obtain%3A.jpg>>. Luettu 15.3.2020.
- 11 Wilson, Keith. Walker, John. 2010. Principles and Techniques of Biochemistry and Molecular Biology. 7.painos. Cambridge University Press, New York.

- 12 Karhunen, Haarto. Turun ammattikorkeakoulun aineisto ”ympyräliike”. Verkkoaineisto <http://fysiikka.turkuamk.fi/fysiikka/Infya/4a_ympyräliike.pdf>. Luettu 11.3.2020.
- 13 Centrifuge. Verkkoaineisto. Encyclopedia Britannica. <<https://www.britannica.com/technology/centrifuge>>. Luettu 9.3.2020.
- 14 Peters, Rex B. 2009. Recommended Practise for precision centrifuge testing of linear accelometers. The Institute of Electrical and Electronics Engineers, New York.
- 15 Laboratoriosentrifugi, kuva. Verkkoaineisto. <<https://profilab24.com/en/laboratory/centrifuge-with-vortex-function/mpw-260-refrigerated-laboratory-centrifuge>>. Luettu 15.3.2020.
- 16 Radial vane, kuva. Verkkoaineisto. <https://www.rickardair.com/sites/default/files/product-gallery/Radial%20Vane%20Diffuser_0.jpg>. Luettu 15.3.2020.
- 17 Korisentrifugin kori, kuva. Verkkoaineisto. <<https://pharma.en.made-in-china.com/product/ZvKQnSyWLkpV/China-Flat-Centrifuge-Basket-Filter-Bag-Extraction-Machine.html>>. Luettu 15.3.2020.
- 18 Levysentrifugi. Verkkoaineisto. ScienceDirect. <<https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/disc-stack-centrifuge>>. Luettu 15.3.2020.
- 19 Koesuunnittelu. 2018. Luentomateriaali. Metropolia ammattikorkeakoulu.
- 20 Western Statesin sentrifugin tuotekuvaus. Verkkoaineisto. <<http://www.westernstates.com/stm-3000-top-unloading-vertical-basket-centrifuge>>. Luettu 15.3.2020.
- 21 Heinkelin suodattimen tuotekuvaus. Verkkoaineisto. <<http://www.heinkelusa.com/products/filters-and-filter-dryers/nutsche-filters-en-filter-dryers-pharma.aspx>>. Luettu 10.4.2020.
- 22 BHS-Sonthofenin suodattimen tuotekuvaus. Verkkoaineisto. <<https://www.bhs-sonthofen.de/en/products/filtration-technology/rotary-pressure-filter.html>>. Luettu 10.4.2020.
- 23 Nutche-suodatin kuva. Verkkoaineisto. <<http://www.solidliquid-separation.com/pressurefilters/Nutsche/nutsche.htm>>. Luettu 10.4.2020.

Koodatut yksiköt

X1	X2	X1 * X2	y
1	1	1	
1	0,5	0,5	
1	0	0	
1	-0,5	-0,5	
1	-1	-1	
0,75	1	0,75	
0,75	0,5	0,375	
0,75	0	0	
0,75	-0,5	-0,375	
0,75	-1	-0,75	
0,5	1	0,5	
0,5	0,5	0,25	
0,5	0	0	
0,5	-0,5	-0,25	
0,5	-1	-0,5	
0,25	1	0,25	
0,25	0,5	0,125	
0,25	0	0	
0,25	-0,5	-0,125	
0,25	-1	-0,25	
-0,25	1	-0,25	
-0,25	0,5	-0,125	
-0,25	0	0	
-0,25	-0,5	0,125	
-0,25	-1	0,25	
-0,5	1	-0,5	
-0,5	0,5	-0,25	
-0,5	0	0	
-0,5	-0,5	0,25	
-0,5	-1	0,5	
-0,75	1	-0,75	
-0,75	0,5	-0,375	
-0,75	0	0	
-0,75	-0,5	0,375	
-0,75	-1	0,75	
-1	1	-1	
-1	0,5	-0,5	
-1	0	0	
-1	-0,5	0,5	
-1	-1	1	

Pesun seurantalomake

Crystallizer type and batch:

Date:

Initials:

NRO.	EtOH (l)	ML Brix value (%)	HPLC result (%) 1 per parameter
1	0,5		
2	0,5		
3	0,5		
4	0,6		
5	0,6		
6	0,6		
7	0,7		
8	0,7		
9	0,7		
10	0,8		
11	0,8		
12	0,8		
13	0,9		
14	0,9		
15	0,9		
16	1,0		
17	1,0		
18	1,0		
19	1,1		
20	1,1		
21	1,1		
22	1,2		
23	1,2		
24	1,2		
25	1,3		
26	1,3		
27	1,3		
28	1,4		
29	1,4		
30	1,4		
31	1,5		
32	1,5		
33	1,5		
34	1,6		
35	1,6		
36	1,6		
37	1,7		
38	1,7		
39	1,7		

Notes:

Sentrifugauksen seurantalomake

Crystallizer type and batch:

Date:

Initials:

NRO.	Max RPM	Time at max RPM (min)	IRDS result (%)	Total time (min)
1	3600	5		
2	3600	4		
3	3600	3		
4	3600	2		
5	3600	1		
6	3500	5		
7	3500	4		
8	3500	3		
9	3500	2		
10	3500	1		
11	3400	5		
12	3400	4		
13	3400	3		
14	3400	2		
15	3400	1		
16	3300	5		
17	3300	4		
18	3300	3		
19	3300	2		
20	3300	1		
21	3200	5		
22	3200	4		
23	3200	3		
24	3200	2		
25	3200	1		
26	3100	5		
27	3100	4		
28	3100	3		
29	3100	2		
30	3100	1		
31	3000	5		
32	3000	4		
33	3000	3		
34	3000	2		
35	3000	1		
36	2900	5		
37	2900	4		
38	2900	3		
39	2900	2		
40	2900	1		

Notes: