



samk



Satakunnan ammattikorkeakoulu  
Satakunta University of Applied Sciences

KAISA PELTONEN

# LISÄAINEEN KÄYTÖN OPTIMOINTI NIKKELIN VETYPELKISTYKSESSÄ

TUOTANTOTALOUDEN JA -TEKNIIKAN  
TUTKINTO-OHJELMA  
2022

Tekijä Peltonen, Kaisa	Julkaisun laji Opinnäytetyö, AMK	Päivämäärä Tammikuu 2022
Ohjaajat Hannelius, Timo, SAMK Tamminen, Janne, Nornickel	Sivumäärä 28	Julkaisun kieli Suomi
Julkaisun nimi <b>Lisäaineen käytön optimointi nikkelin vetypelkistyksessä</b>		
Tutkinto-ohjelma Tuotantotalous ja -tekniikka		
<p><b>TIIVISTELMÄ</b></p> <p>Työn tarkoituksena oli Nornickel Harjavalta Oy:lle tehty koeajotutkimus, joka käsitteli lisäaineen käytön optimointia nikkelin vetypelkistyksessä. Työssä selvitettiin dispergointiaineen käyttömäärän lisäämisen vaikutuksia nikkelin pelkistykseen pelkistysyhtymän eri vaiheissa. Koeajoista saaduista pulverinäytteistä analysoitiin rikki- ja hiilipitoisuudet, irtotiheydet sekä partikkelikokojakaumat. Näitä tuloksia verrattiin nollakokeen analyysituloksiin.</p> <p>Nikkelipulveria valmistetaan autoklaaveissa, johon syötetään syöttöliuos, ammoniumsulfaatti ja dispergointiaine. Korkeassa paineessa vedyn kanssa liuksesta pelkistyy nikkelpulveria edellisten pelkistyspanosten päälle. Nikkelipulveri erotetaan liuksesta laskeuttamalla ja suodattamalla, jonka jälkeen se kuivataan ja siirretään pulverisiiloon odottamaan briketointia tai pakkausta asiakkaille.</p> <p>Koeajoissa lisäaineen määrää lisättiin densifikaatioissa porrastetusti tuotantomittakaavan autoklaavissa. Tarkoituksena oli selvittää lisäaineen lisäämisen vaikutuksia, kun anostelu tehdään eri densifikaatioiden kohdalla. Näytteitä otettiin koeajojen aikana autoklaavin puskusäiliöstä.</p> <p>Koeajosta saatujen tulosten perusteella voitiin todeta, että lisäainetta lisäämällä pystyttiin pidentämään pelkistysaikaa, sekä -kertoja. Pulverin laatu oli tasaista paitsi silloin, kun lisäainetta lisättiin autoklaaveihin enemmän ja aikaisemmin, jolloin hiilipitoisuus ja partikkelikokojakauma kasvoivat ei-toivotusti. Tuotantonopeus hidastuu, mitä myöhemmin lisäainetta aletaan lisäämään pelkistysyhtymään. Kokeiden lopputulos oli, että teoreettinen tuotantonopeus oli suurin, kun lisäainetta alettiin lisätä D40 kohdalla; sillä tuotettiin myös pienikokoisinta pulveria, jonka S- ja C-pitoisuus eivät suuresti poikenneet nollakokeesta.</p>		

Author(s) Peltonen, Kaisa	Type of Publication Bachelor's thesis	Date January 2022
Supervisors Hannelius, Timo, SAMK Tamminen, Janne, Nornickel	Number of pages 28	Language of publication: Finnish
Title of publication Optimization of Additive Use in Hydrogen Reduction of Nickel		
Degree program Production economy and technique		
<p>ABSTRACT</p> <p>The purpose of the work was a test drive study carried out for Nornickel Harjavalta Oy, which dealt with the optimization of the use of an additive in the hydrogen reduction of nickel. The effects of increasing the amount of additive used as a dispersant on the reduction of nickel at different stages of the reduction cycle were investigated. Sulfur and carbon contents, bulk densities, and particle size distributions were analyzed from the powder samples obtained from the test runs. These results were compared with the analytical results of the blank test.</p> <p>Nickel powder is prepared in autoclaves fed with feed solution, ammonium sulfate and additive. Under high pressure with hydrogen, nickel powder is reduced on top of the former. The nickel powder is separated from the solution by settling and filtration, after which it is dried and transferred to a powder silo to await briquetting or packaging for customers.</p> <p>The test run was performed in six test runs in which the amount of additive was increased in densifications in steps. The test runs were performed in a production-scale autoclave. The purpose of the experimental runs was to determine the effect of additive dosage at different densifications. Samples were taken from the autoclave buffer tank during the test runs.</p> <p>Based on the results obtained in the test runs, it could be stated that addition of additive prolonged the reduction time and number of reductions. The quality of the powder was uniform, except excess addition of additive, which led to increase of carbon content and the particle size. The production rate slows down when additive is later added to the reduction cycles. The results of the experiments were that the theoretical production rate was highest when additive was added at D40; it also produced the smallest powder with a S and C content that did not differ significantly from the blank.</p>		

# SISÄLLYSLUETTELO

1 JOHDANTO .....	6
2 NORNICHEL HARJAVALTA OY.....	7
2.1 Yleistä.....	7
2.2 Prosessi.....	7
2.3 Tuotteet.....	10
3 VETYPELKISTYS.....	12
3.1 Pelkistyminen teoria.....	12
3.2 Pelkistysprosessi.....	12
4 KOEAJOT .....	14
4.1 Koeajojen tarkoitus .....	14
4.2 Koeajosuunnitelma.....	14
4.3 Näytteenottosuunnitelma.....	15
4.4 Koeajon toteutus.....	15
5 TULOKSET.....	17
5.1 Rikki- ja hiilipitoisuus.....	17
5.2 Irtotiheys .....	19
5.3 Partikkelikokojakauma.....	20
5.4 Pelkistysaika ja -kerrat.....	24
5.5 Tuotantonopeus.....	26
6 YHTEENVETO .....	28
LÄHTEET	
LIITTEET	

## SYMBOLI- JA LYHENNELUETTELO

NNH Nornickel Harjavalta Oy

D Densifikaatio eli panospelkistys

AK213 Autoklaavi 213:sta

$V_r$  Suhteellinen tilavuusyksikkö

## 1 JOHDANTO

Työn tarkoituksena oli tutkia lisäaineen annostelun optimointia nikkelin vetypelkistyksessä Nornickel Harjavalta Oy:n tehtaalla. Työssä selvitettiin dispergointiaineen käyttömäärän lisäämisen vaikutuksia nikkelin pelkistykseen pelkistysyökin eri vaiheissa. Koeajoista saaduista pulverinäytteistä analysoitiin rikki- ja hiilipitoisuudet, irtotiheydet sekä partikkelikokojakaumat. Näitä tuloksia verrattiin nollakokeen analyysituloksiin.

Työn taustalla oli NNH:n tuotannosta lähtöisin oleva aloite lisäaineen annostelun lisäämisestä pelkistysyökin loppupäähän. Lisäaineen käyttöä on tutkittu paljon vuosien varrella NNH:lla ja sillä on pystytty mm. lisäämään pelkistysyökin pituutta, sekä lyhentämään myös yksittäisen pelkistuksen kestoja, mutta haittapuolena on ollut suurella käytöllä lisääntynyt hiilipitoisuus. Työn tavoitteena oli selvittää lisäaineen annostelumäärän vaikutusta pelkistysyökin pituuteen. Tämän tiedon avulla saadaan autoklaavien keskinäistä ajoa sujuvammaksi.

## 2 NORNICHEL HARJAVALTA OY

### 2.1 Yleistä

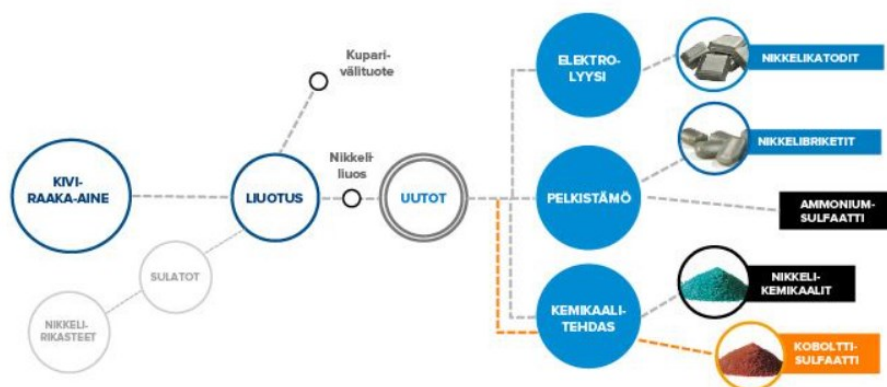
NNH on osa globaalia Nornickel- konsernia, jonka ensimmäinen tehdas on rakennettu Siperiaan vuonna 1935. Yhtiöstä on kasvanut vuosikymmenten saatossa maailman suurin nikkelin ja palladiumin tuottaja. Nornickel tuottaa 14 % nikkelin kokonaistarjonnasta maailmassa ja palladiumista noin puolet. Muita konsernin tuotteita on platina, rhodium, kupari ja koboltti. Sivutuotteina syntyy muun muassa kultaa, hopeaa ja iridiumia. Yhtiöllä on toimipaikkoja ympäri maailmaa, muun muassa pääkonttori Moskovassa, kaivos-, sulatto ja jalostustoimintaa Kuolan niemimaalla, sekä Norilskin ja Talhanin alueilla Siperiassa. Yhtiön liikevaihto vuonna 2020 oli 15.5 miljardia Yhdysvaltojen dollaria. NNH:n osuus tästä oli 1.1 miljardia euroa. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021; Nornickel, 2021; Kauppalehti, 2021)

NNH:n Suomen toimipaikka sijaitsee suurteollisuuspuistossa, Harjavallassa ja yritys työllistää noin 300 henkeä. Harjavallassa tehdas on toiminut jo 61 vuotta vuodesta 1961 alun perin osana Outokumpua, jonka jälkeen OMG:tä ja nykyisin Nornickeliä. NNH:n nikkelijalostamo tuottaa metallisia nikkeli tuotteita, kuten nikkelikatodeita, nikkelibrikettejä ja nikkelpulveria. Tuotantoon kuuluu myös nikkelikemikaaleja, kuten nikkelisulfaattia ( $\text{NiSO}_4$ ), nikkelihydroksidia ( $\text{Ni(OH)}_2$ ), nikkelihydroksikarbonaattia ( $\text{Ni(HCO}_3)_2$ ), kobolttisulfaattia ( $\text{CoSO}_4$ ) ja ammoniumsulfaattia ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ). Nikkelin tuotanto vuonna 2020 oli 63 352 tonnia, joka oli yrityksen uusi tuotantoenäytys. Kasvua edellisvuoteen oli 1,5 %. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021; Kauppalehti, 2021)

### 2.2 Prosessi

Nornickel Harjavallan tehtaat suurteollisuuspuistossa koostuvat neljästä eri osastosta, jotka ovat liuottamo, pelkistämö, elektrolyysi ja kemikaalitehdas. Prosessiketju alkaa liuottamolta, jossa tuotetaan raakaliuos ja joka takaa muiden osastojen toimivuuden. Liuottamolle saapuu ympäri maailmaa, suurimmaksi osaksi Venäjältä, pyrometallurgisia ja saostusprosesseissa syntyviä raaka-aineita, jotka sisältävät nikkeliä, kobolttia

ja kuparia. Raaka-aineet jauhetaan aluksi kuulamylyissä veden kanssa. Näin saatu kiviliuos ajetaan atmosfäärireaktiopiiriin, jossa liuokseen lisätään rikkihappoa ja happea. Atmosfääriliuotuksen jälkeen jäänyt liukenematon nikkeli liuotetaan korkeassa lämpötilassa ja paineessa. Tämän seurauksena nikkeli liukenee ja epäpuhtaudet, mm. kupari ja rauta, saadaan saostettua pois prosessista. Raakaliuos pumpataan seuraavaksi uuttoon hienopuhdistettavaksi. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021; Poikkimäki, 2015, s.8; Hakala, 2021, s.7–8)

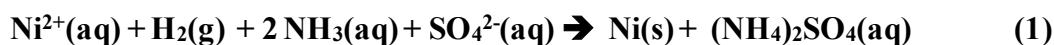


Kuva 1 Nikkelin jalostusketju. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021)

Uutot kuuluvat pelkistämön osastoon, jossa tuleva nikkelin raakaliuos puhdistetaan epäpuhtauksista, kuten koboltista ja mangaanista. Liuottamolta tuleva raakaliuos jäähdytetään ja pestään keroseenilla uutossa, jotta saadaan vieraat orgaaniset ja kiintoaineet erotettua. Näin estetään niiden pääsy uuttoprosessiin. Osa nikkelin raakaliuoksesta johdetaan kalsiumuuttoon, jossa siitä uutetaan mm. kalsiumia, rautaa, sinkkiä ja kuparia. Kalsiumuutosta liuos siirtyy kobolttiuuttoon, jonka läpi kaikki raakaliuos kulkee. Kobolttiuutossa poistetaan liuoksesta kobolttia, sinkkiä, rautaa, kuparia ja mangaania. Molemmissa uutoissa uutaminen tapahtuu samalla tavalla, eli peräkkäisissä uuttokennoissa nikkeliliuos kulkee vastavirtaan uuttoliuokseen nähden. Epäpuhtaudet siirtyvät orgaaniseen uuttoliuokseen ja nikkeliliuos puhdistuu. Liuospuhdistuksen jälkeen nikkeliliuos johdetaan elektrolyysiin ja pelkistämölle jatkokäsittelyä varten. Liuospuhdistuksessa erotetaan myös koboltti, josta tehdään kobolttiraakaliuosta. Se puhdistetaan edelleen, jonka jälkeen se siirretään kemikaalitehtaalle kobolttisulfaatin valmistusta varten. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021; Hakala, 2021, s. 8; Jokela, 2017, s. 10)



Pelkistämöllä päätuotteena valmistetaan nikkelibrikettejä. Puhdistetun nikkelifraaktiliuoksen vetypelkistys tapahtuu panosajoina autoklaaveissa korkeassa lämpötilassa ja paineessa yhdessä vetykaasun kanssa. Pelkistyksessä syntynyt nikkelpulveri erotetaan liuoksesta laskeuttamalla ja suodattamalla. Pulveri kuivataan ja siirretään pulverisii- loon briketointia varten. Vaihtoehtoisesti pulveri voidaan siirtää silloihin odottamaan pakkausta asiakkaille. Briketointi tapahtuu koneellisesti ja valmiit briketit siirretään typpisintraukseen, joka mm. lujittaa brikettejä kuumennuksen avulla. Typpisintratut briketit pakataan ja toimitetaan asiakkaille. Nikkelivetytelkistuksen sivutuotteena syntyy ammoniumsulfaattiliuosta, ks. reaktioyhtälö (1), joka johdetaan saostukseen puhdistettavaksi. Siitä erotetaan nikkelijäämät, jotka palautetaan prosessiin. Puhdistettu ammoniumsulfaattiliuos kiteytetään sekä kuivataan myytäväksi asiakkaille. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021; Poikkimäki, 2015, s. 9)



Elektrolyysissä valmistetaan elektrolyytisesti katodinikkeliä. Katodien valmistus tapahtuu electrowinning-menetelmällä, jossa syötetään tasavirtaa liukenemattoman lyijykatodin kautta elektrolyyttiin ja edelleen nikkelikatodille, johon nikkeli pelkistyy sähkövirran avulla nikkelifiuoksesta. Nikkelikatodi on diafragmanpussin sisällä, johon syötetään liuottamalla valmistettu ja uutoissa puhdistettu nikkelifiuos, jota sanotaan katolyyttiliuokseksi. Elektrolyysialtaiden katodien kasvuaika on noin seitsemän vuorokautta, mutta kasvuaikaan vaikuttavat mm. altaiden lukumäärä virtapiirissä, virran suuruus ja virtahyötysuhde. Leikkaamalla leikataan katodinikkeli-levyt halutun kokoisiksi paloiksi tai pakataan kokonaisina. Leikkaamalla tehdään myös pakkaus- ja lastaustyö. (Nornickel harjavalta Oy, 2021; Poikkimäki, 2015, s. 9)

Kemikaalitehtaalla valmistetaan epäorgaanisia suoloja, kuten sulfaatteja, hydroksideja ja hydroksikarbonaatteja erittäin puhtaasta nikkelisulfaattiliuoksesta, joka tulee uutosta. Osastolla on omat tuotantolinjansa jokaiselle tuotteelle. Kemikaalitehtaalla valmistetaan myös kobolttisulfaattikidettä puhdistetusta kobolttisulfaattiliuoksesta. Sulfaattilinjoilla valmistetaan STD (standardi)- ja EN (electroless nickel) -laatuisia nikkelisulfaattikiteitä. Hydroksikarbonaattilinjoilta tulee tuotteita, joita kutsutaan kuiva-, pasta- ja granulituotteiksi. Sulfaattilinjalla haihdutetaan liuosta kiteeksi

jatkuvatoimisesti kiteytysprosessissa. Kiteet kuivataan ja seulotaan, jonka jälkeen ne varastoidaan siiloihin ja pakataan asiakkaille. Hydroksikarbonaattilinja on jatkuvatoiminen ja siinä nikkeli saostetaan liuoksesta soodan avulla. Saatu sakka suodatetaan ja pestään, sekä kuivataan, jonka jälkeen se varastoidaan siiloihin ja pakataan. Hydroksidilinjalla saostus tapahtuu lipeällä ja saostunut sakka myös suodatetaan, pestään, kuivataan, varastoidaan siiloihin ja pakataan. Puhdas kobolttisulfaattikide valmistetaan kiteytysprosessissa, jonka jälkeen se kuivataan, seulotaan ja pakataan asiakkaille. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021; Poikkimäki, 2015, s.9)

### 2.3 Tuotteet

NNH:n tuotteet valmistuvat eri osastoilla. Pelkistämöllä ja elektrolyysissä tuotetaan metallista nikkeliä. Pelkistämöllä tuotetaan nikkelibrikettejä, joka sisältää 99.8 % nikkeliä. Nikkelibrikettejä käytetään mm. ruostumattoman teräksen valmistukseen. Brikkettien tuotanto-osuus koko tehtaan kokonaistuotannosta on 58 %. Pelkistämöllä syntyy sivutuotteena ammoniumsulfaattia, jota käytetään lannoitteiden raaka-aineena. Elektrolyysillä tuotetaan nikkelikatodeja, jotka ovat tehtaan puhtainta nikkeliä. Nikkelikatodit ovat yli 99.9 % nikkeliä ja niitä käytetään mm. pinnoituskäsittelyissä, joissa vaaditaan erityistä puhtautta raaka-aineilta. Katodit toimivat myös raaka-aineena seosmetallien valmistuksessa. Nikkelikatodien osuus tehtaan kokonaistuotannosta on 29 %. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021)



Kuva 2 Valmistettavia tuotteita. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021)

Kemikaalitehtaan tuotannon osuus tehtaan kokonaistuotannosta on 13 %. Tuotteita ovat nikkelisulfaatti ( $\text{NiSO}_4$ ), nikkelihydroksidi ( $\text{Ni(OH)}_2$ ), nikkelihydroksikarbonaatti ( $\text{Ni(HCO}_3)_2$ ) ja kobolttisulfaatti ( $\text{CoSO}_4$ ). Nikkellisulfaatissa on 38 % nikkeliä ja sille tunnusomaista on korkea puhtaus sekä vesiliukoisuus. Sitä käytetään paljon sähköpinnoituksissa ja alumiinin värjäämisessä. Nikkelihydroksidissa on 63 % nikkeliä ja sitä käytetään mm. akkuteollisuudessa. Nikkelihydroksikarbonaatti sisältää 40–50 % nikkeliä, joka on korkean puhtausasteen tuote, mutta ei ole vesiliukoinen. Sitä käytetään ruosteensuojauksessa, sekä elektroniikka- ja kemianteollisuudessa. Kobolttisulfaattia käytetään mm. ladattavien akkujen valmistukseen, rehu- ja hivenaineena, sekä renkaiden sideaineena. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021)

### 3 VETYPELKISTYS

#### 3.1 Pelkistyminen teoria

Pelkistyminen on prosessi, missä aine vastaanottaa elektroneja. Mikään aine ei voi yksin pelkistyä, vaan samalla jokin toinen aine hapettuu eli luovuttaa elektroneja pelkistyvälle aineelle. Kyse on siis hapetus-pelkistysreaktiosta eli redox-reaktiosta. Reaktiossa pelkistytävä aine saa aikaan toisen aineen hapettumisen. Pelkistytävää ainetta kutsutaan hapettimeksi, kun taas hapettuvaa ainetta sanotaan pelkistimeksi. Hapettumis-pelkistymisreaktiossa tapahtuu hapetuslukujen muutoksia aina eli hapettuvan atomin hapetusluku kasvaa, kun taas pelkistytävän atomin hapetusluku pienenee. Hapetusluku kertoo alkuaineen varausosuuden sen muodostamissa yhdisteissä. Pelkistysreaktio on mahdollinen vain silloin kun mukana on hapettava aine. Esimerkiksi nikkeli pelkistyy seuraavasti.



Dispersio on seos, jossa aineet sekoittuvat toisiinsa tasaisesti. Dispersio on myös kahden toisiinsa liukenemattoman aineen seos ja siinä ainetta on jakautuneena pieniksi partikkeleiksi toiseen aineeseen eli dispersiovälineeseen. Dispersion aikaansaamiseksi voidaan apuna käyttää dispergointiainetta, joka vähentää nesteen pintajännitystä. Dispergoituminen on aineen sekoittumista hienojakoisena erillisenä faasina toiseen aineeseen. Hienojakoista faasia kutsutaan dispergoituvaksi aineeksi, kun aine, johon se sekoittuu, kutsutaan dispersiovälineeksi. (Antila, Karppinen, Leskelä, Mölsä & Pohjakallio 2009, 71–73.)

#### 3.2 Pelkistysprosessi

Nikkelin pelkistys lähtee liikkeelle autoklaaveissa ydinpelkistyksellä. Ammoniakkia käytetään ydintäyttöpanoksessa, sillä se kompleksoi sulfaattiliuoksessa olevan nikkelin ja neutraloi taas pelkistysreaktiossa syntyvän hapon. Ydinpanokseen lisätään myös katalyyttejä sisältävä liuos. Käytettäviä katalyyttejä on kidevedellinen rautasulfaatti ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), joka saostuu liuoksessa  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ :na ja toimii ydintäjänä eli toimii pelkistysytiminä nikkelille. Polyakryylihapo ja alumiinisulfaatti ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ) estävät

pulveripartikkelin agglomeritoitumista eli pulverin muodostumista rakeiseksi. Ydinpanokseen ei lisätä ammoniumsulfaattia ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) niin kuin syöttöliuokseen, sillä se estää ferrosulfaatin ydintävän vaikutuksen, sekä hidastaa pelkistymisnopeutta.

Ydinpanoksen jälkeen autoklaaveihin ajetaan syöttöliuos panoksittain. Ennen autoklaaviin syöttämistä syöttöliuos valmistetaan ja lämmitetään. Syöttöliuokseen lisätään ammoniumsulfaattia, joka estää liuoksen sakkautumista. Ammoniumsulfaattipitoisuus on 360–380 g/L. Jokaiseen pelkistyspanokseen lisätään 1,0 V<sub>r</sub> dispergointiainetta syöttöpanosta kohti. Tämän lisäaineen avulla saadaan pulverin rakenteesta kukkakaalimaista. Syöttöliuoksen pelkistyminen tapahtuu autokatalyyttisesti eli nikkeli pelkistyy ydinpanoksen tai pelkistyksen edetessä edellisten pelkistyspanosten päälle. Yksi pelkistysyksi sisältää noin 50–60 pelkistystä eli densifikaatiota. Pelkistyvän nikkelin osuuteen eli saantiin vaikuttavia tekijöitä ovat vedynpaine sekä lämpötila (mitä suuremmat sitä nopeammin pelkistyy), sekoitustehokkuus (vedyn dispergoituminen liuokseen paranee), ferrosulfaatin (FeSO<sub>4</sub>) määrä (pitoisuuden kasvaessa myös pelkistysnopeus kasvaa) ja NH<sub>3</sub>/Ni- moolisuhde.

Pelkistysyksien aikana tehdään välipuskuja, joissa osa nikkelpulverista poistetaan autoklaavista, jotta pelkistystä voidaan jatkaa pidemmälle jäljelle jäävällä pulverilla. Välipuskuja tehdään noin neljän densifikaation välein ja niissä pusketulla pulverilla on luonnollisesti pienempi partikkelikoko kuin syklin läpikäyvillä nikkelpartikkeleilla. Autoklaavissa muodostuva nikkelpulveri erotetaan liuoksesta laskeuttamalla ja suodattamalla, jonka jälkeen se kuivataan ja siirretään pulverisiiloon odottamaan briketointia tai pakkausta asiakkaille. (Nornickel Harjavalta Oy, 2021)

## 4 KOEAJOT

### 4.1 Koeajojen tarkoitus

Koeajot suoritettiin kuutena koeajona, joissa lisäaineen määrää lisättiin densifikaatioissa porrastetusti. Koeajot toteutettiin tuotantomittakaavan autoklaavissa, jossa on sekoitus sekä lämpötilan ja paineen mittaukset. Koeajojen tarkoitus oli selvittää lisäaineen lisäämisen vaikutuksia, kun annostelu tehdään eri densifikaatioiden kohdalla. Lisäaineen käyttö vaikuttaa densifikaatioiden määriin sekä pelkistysaikaan. Lisäksi lisäaineella on vaikutuksia nikkelpulverin ominaisuuksiin, kuten partikkelikokoon ja irtotiheyteen.

Lisäaineen käyttöä on vuosien varrella tutkittu paljon NNH:lla ja sillä on pystytty lisäämään densifikaatioiden lukumäärää ja lyhentämään myös niiden kestoja, mutta haittapuolena suurella käytöllä on ollut nikkelin lisääntyvä hiilipitoisuus.

Tämän tutkimuksen taustalla oli tuotannosta lähtöisin oleva aloite, jonka mukaan lisäainetta tulisi lisätä enemmän pelkistys syklien loppupäässä. Saatava hyöty tästä tutkimuksesta on tieto, miten lisäaineen määrää vaihtelemalla voitaisiin lyhentää tai pidentää pelkistys sykliä ja tämän seurauksena tehdä autoklaavien keskinäistä ajoa joustavammaksi.

### 4.2 Koeajosuunnitelma

Koeajot oli tarkoitus tehdä taulukon 1 mukaisesti siten, että koesarja B tehtäisiin ensisijaisesti. Oli olemassa kuitenkin riski, että jokin koe jouduttaisiin uusimaan. Siinä tapauksessa suoritettaisiin koesarja A:sta vielä kokeet 2 ja 4. Koeajot suoritettiin autoklaavi AK213:ssa. Ensimmäinen koe vastaisi nykyistä käytäntöä eli se toimisi nollakokeena tutkimuksessa. Seuraavissa kokeissa lisäainetta lisättäisiin loppupään densifikaatioissa enemmän porrastetusti kokeiden edetessä. Koe 2:ssa lisäainetta lisättäisiin D41:stä eteenpäin  $1,7 V_r$  per densifikaatio ( $= 1,7 V_r/D$ ) viimeiseen densifikaatioon asti ja 3. kokeessa D21:stä eteenpäin  $1,7 V_r/D$  viimeiseen densifikaatioon asti. Viimeisessä kokeessa 4 lisäainetta lisättäisiin D21:stä eteenpäin  $2,0 V_r/D$  aina densifikaatioiden loppuun asti.

Koesarja A:n kokeessa 2 lisäainetta lisättäisiin D51:stä eteenpäin  $1,7 V_r/D$  viimeiseen densifikaatioon asti ja kokeessa 4 lisäainetta lisättäisiin D31:stä eteenpäin  $1,7 V_r/D$  viimeiseen densifikaatioon asti.

Taulukko 1 Lisäaineen suunnitellut syöttömäärät.

Koesarja A	Koesarja B	D1 – D20	D21–D30	D31-D40	D41-D50	D51-Dn
Koe 1	Koe 1	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$
Koe 2		$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>
Koe 3	Koe 2	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>
Koe 4		$1,0 V_r/D$	$1,0 V_r/D$	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>
Koe 5	Koe 3	$1,0 V_r/D$	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>	<b><math>1,7 v_r/D</math></b>
Koe 6	Koe 4	$1,0 V_r/D$	<b><math>2,0 V_r/D</math></b>	<b><math>2,0 V_r/D</math></b>	<b><math>2,0 V_r/D</math></b>	<b><math>2,0 V_r/D</math></b>

#### 4.3 Näytteenottosuunnitelma

Koeajojen aikana autoklaavin puskusäiliöstä otetaan nikkelpulverinäytteitä. Näytteitä otetaan D20 kohdalla ja sen jälkeen aina kymmenen densifikaation välein niin kauan kuin syklejä tehdään. Näytteiden otto: D20, D30, D40, D50 ja lopussa viimeisen densifikaation (Dn) jälkeen. Nikkelpulverinäytteistä analysoidaan hiili- ja rikkipitoisuus, irtotiheys, partikkelikokojakauma ja pelkistysaika. Pulveri-näytteet analysoidaan NNH:n tutkimuslaboratoriossa, jonka jälkeen tulokset taulukoidaan.

#### 4.4 Koeajon toteutus

Pelkistämön käyttöpäällikölle ja prosessi-insinöörille on lähetetty näytteenottosuunnitelma hyväksyttäväksi viikolla 41, ks. liite 1. Prosessi-insinööri ohjeisti vuoroja koeajoista näytteenottosuunnitelman pohjalta. Koeajot aloitettiin viikolla 42 ja ne kestivät viikolle 45 asti. Ensimmäisten koeajonäytteiden tuloksissa eri densifikaatioiden kohdalla on huomioitava, että nikkelpulveri ei välttämättä ollut juuri siitä kyseisestä densifikaatiosta. Tämä johtui siitä, että puskusäiliötä ei onnistuttu pitämään täysin tyhjänä kokeen aikana.

Koesarja B saatiin tehtyä alkuviikolla 45. Kokeet onnistuivat hyvin ja saatiin kaikki halutut näytteet otettua. Päätettiin, että suoritetaan koesarja A:sta kokeet 2 ja 4 vielä, kun muut kokeet onnistuivat hyvin. Koe 2 numeroitiin koe 5:ksi ja koe 4 taas koe 6:ksi. Lisäkokeet tehtiin viikoilla 46 ja 47. Koe 6 epäonnistui, koska lisääineen määrää oli nostettu tasolle 1,7  $V_r/D$  vain osassa densifikaatioita. Koe tehtiin uudestaan viikolla 47.

Taulukko 2 Lisäaineen toteutuneet syöttömäärät

	D1 – D20	D21–D30	D31-D40	D41-D50	D51-Dn
Koe 1	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$
Koe 2	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>
Koe 3	1,0 $V_r/D$	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>
Koe 4	1,0 $V_r/D$	<b>2,0 <math>V_r/D</math></b>	<b>2,0 <math>V_r/D</math></b>	<b>2,0 <math>V_r/D</math></b>	<b>2,0 <math>V_r/D</math></b>
Koe 5	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>
Koe 6	1,0 $V_r/D$	1,0 $V_r/D$	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>	<b>1,7 <math>V_r/D</math></b>



## 5 TULOKSET

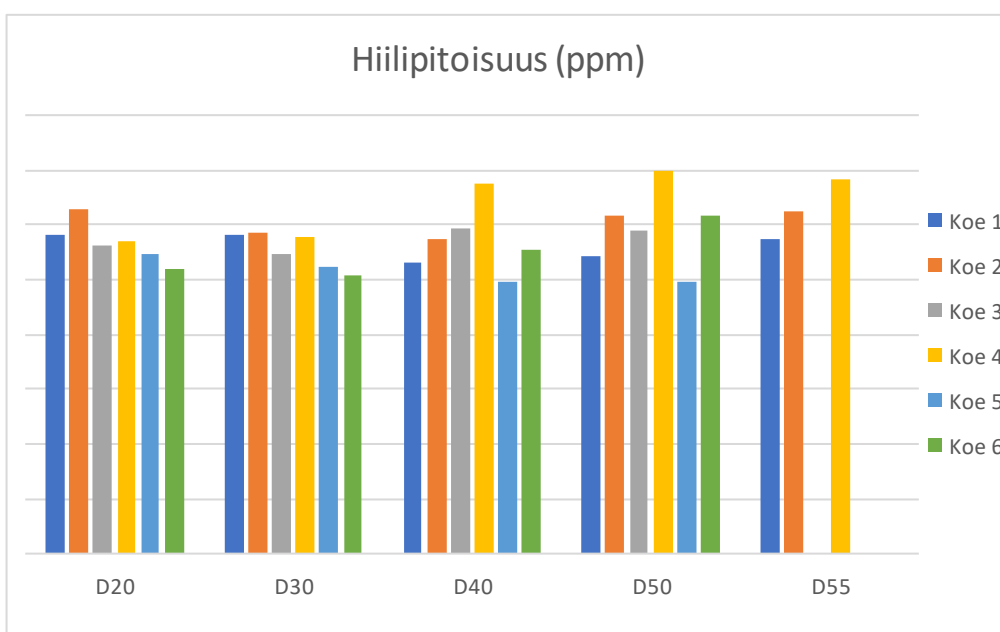
Pulverinäytteestä tulee poistaa ammoniumsulfaatti ennen sen analysointia. Ensimmäisenä näytteeseen lisätään ionivaihdettua vettä. Ensin kaksi annosta huoneenlämpöistä ja sen jälkeen yksi annos kiehuvaa ionivaihdettua vettä. Näyte sekoitetaan ja suodataan, jolloin ammoniumsulfaatti virtaa suodatinpaperin läpi. Jäljelle jääneestä nikkelpulverista haihdutetaan pois vesi uunissa, jolloin jäljelle jää kuivaa nikkelpulveria. Tämän jälkeen pulveri on valmis analysoitavaksi.

### 5.1 Rikki- ja hiilipitoisuus

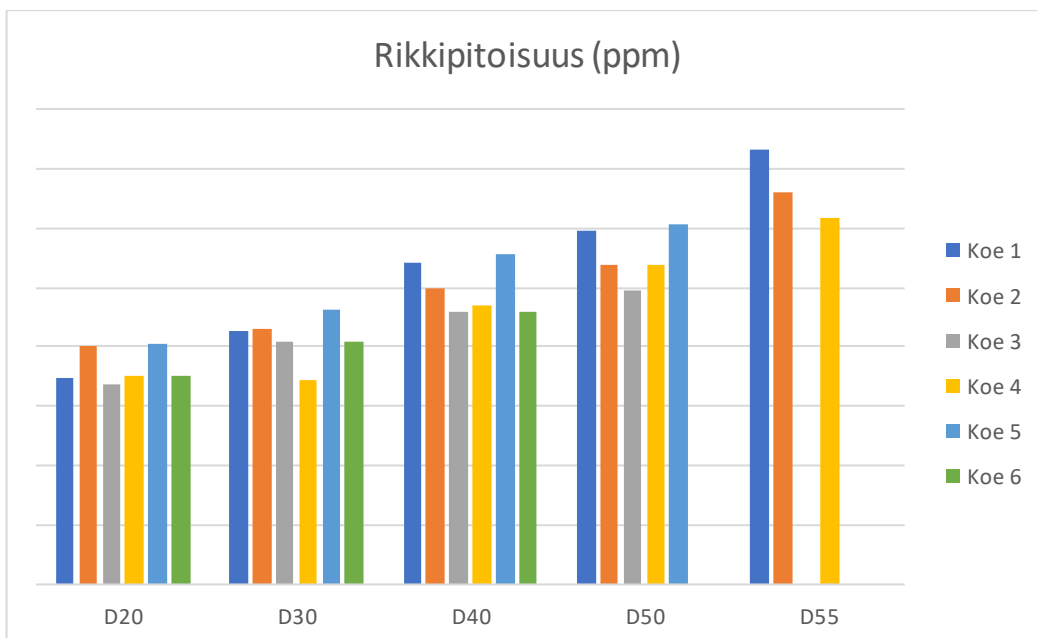
Hiili- ja rikkipitoisuudet mitataan ELTRA CS-2000 -laitteella. Näytettä punnitaan 50–500 mg astiaan, joka viedään em. laitteeseen ja poltetaan yli 2000 °C:n lämpötilassa. Laite mittaa C- ja S-pitoisuudet prosentteina, joka tulos siirtyy automaattisesti tietokantaan (Excel), josta se voidaan edelleen muuntaa ppm:ksi.

Hiilipitoisuus kasvoi merkittävästi koe 4:sen aikana, kun lisäainetta lisättiin 2,0 V<sub>r</sub>/D D20:stä eteenpäin. Muiden koeajojen aikana hiilipitoisuus nousi vähän tai pysyi samoissa lukemissa kuin kyseisen koeajon alussa.

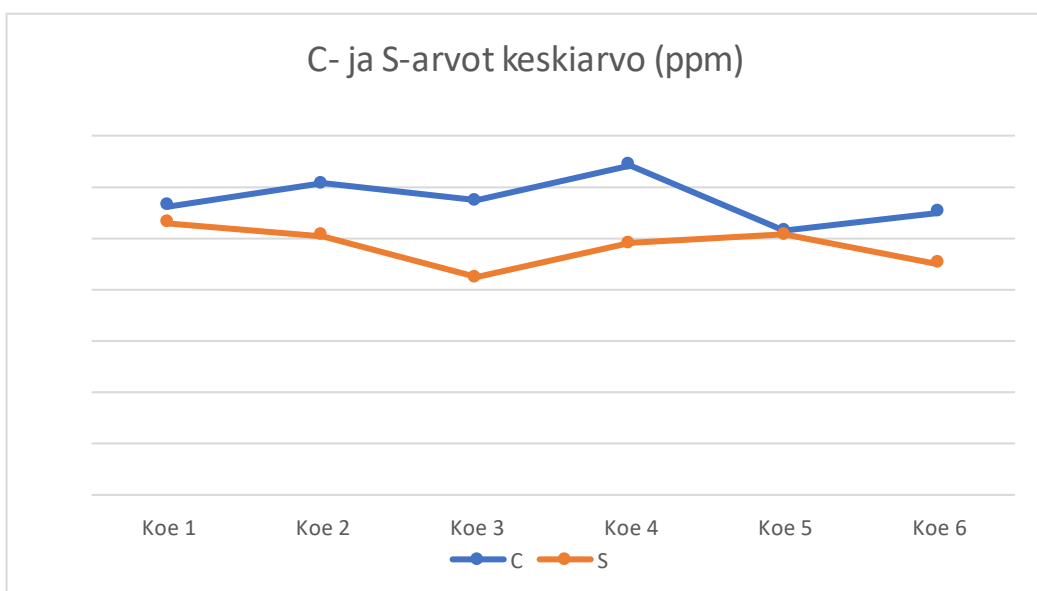
Rikkipitoisuus nousee kaikissa kokeissa tasaisesti, eikä merkittävää muutosta tapahdu lisäaineen lisäämisen vaikutuksesta.



Kuva 3 Hiilipitoisuus koeajojen aikana



Kuva 4 Rikkipitoisuus koeajojen aikana



Kuva 5 Hiili- ja rikkipitoisuuden keskiarvo koeajojen aikana

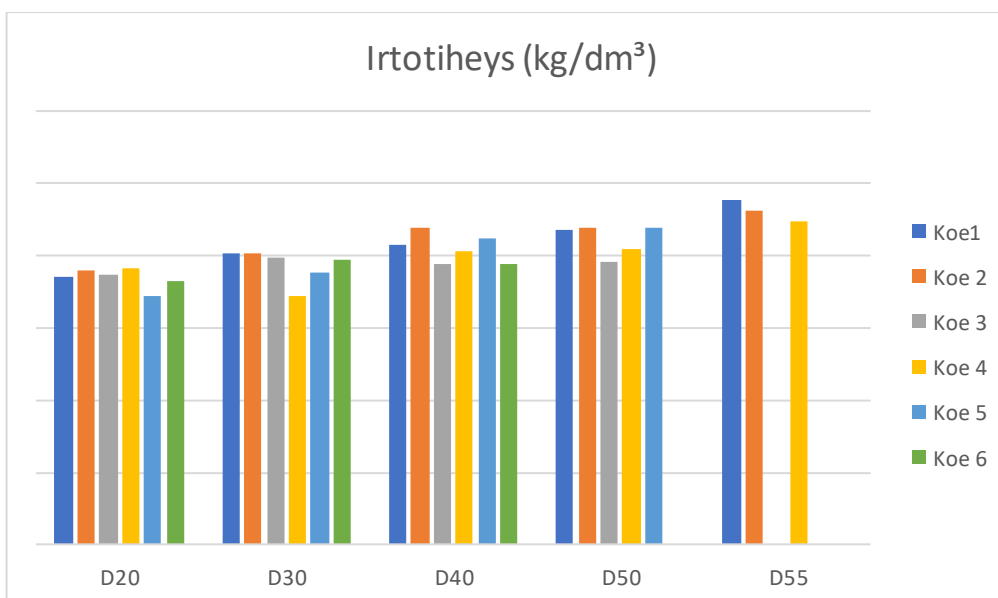
Kuvassa 5 on keskiarvo hiili- ja rikkipitoisuuksista. Siitä huomaakin hyvin lisäaineen lisäämisen vaikutukset pitoisuuksiin. Hiilipitoisuus nousee enemmän, mitä aikaisemmin lisäainetta on alettu lisäämään. Koe 5:sen kohdalla lisäainetta on alettu lisäämään D50 eteenpäin, jolloin hiilipitoisuus on laskenut verrattuna nollakokeeseen. Rikkipitoisuuden lisäaineen lisäämisellä ei ole suurta vaikutusta.

## 5.2 Irtotiheys

Irtotiheys määritetään taaraamalla mittalasi ja täyttämällä se nikkelpulverinäytteellä mittalasin merkkiin asti. Irtotiheys voidaan laskea pulverin massan ( $m$ ), sekä tilavuuden ( $V$ ) avulla. Huomioitavaa tässä on, että kiinteän metallisen nikkelin tiheys on noin  $8,9 \text{ kg/dm}^3$  ja pulverimuodossa olevan irtotiheys on noin  $4 \text{ kg/dm}^3$ .

Irtotiheys kasvaa pelkistys syklien alussa, sillä partikkelien koko kasvaa, mutta tämän kasvun myötä partikkelien väliin jää enemmän tilaa, jolloin irtotiheys alkaa pienentyä. Suurin irtotiheys saavutetaan nikkelpulverilla, jossa on monia eri partikkelikokoja. Tämä on myös briketoinnin kannalta tärkeää.

Laboratoriotuloksista huomataan lisäainetta lisättäessä enemmän irtotiheys kasvaa ensimmäiset kaksi/kolme näytettä, jonka jälkeen se alkaa laskemaan hieman, verrattuna nollakokeeseen. Tästä voimmekin päätellä, että lisäaineen lisääminen alentaa irtotiheyttä. Koe 4, jossa lisäainetta lisätiin  $2,0 V_r/D$  irtotiheys laskee ensimmäisen näytteen jälkeen ja sitten alkaa nousta huomattavasti, mutta loppua kohden irtotiheyden nousu hidastuu.

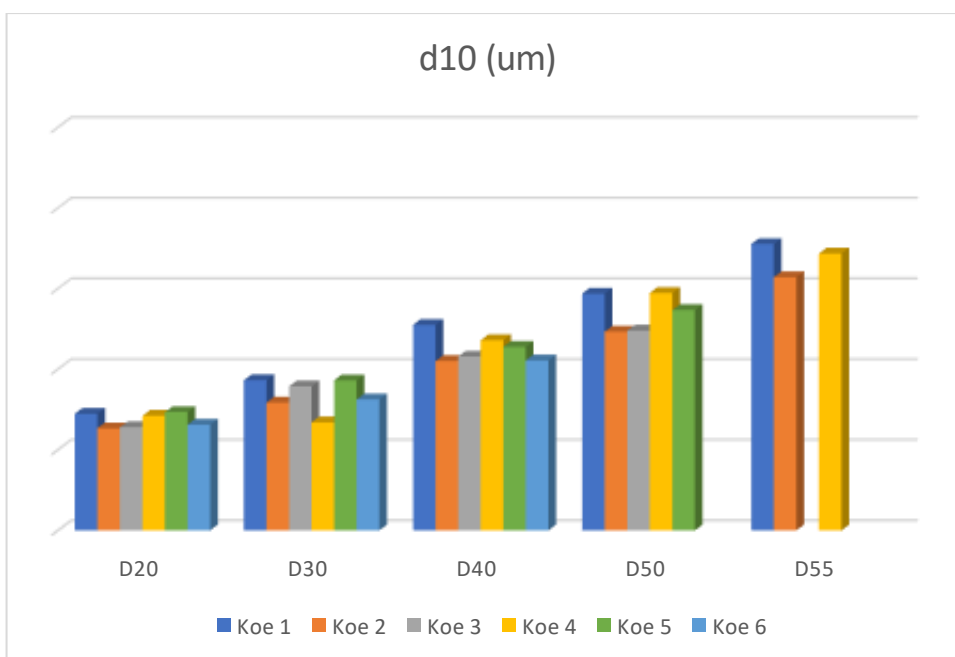


Kuva 6 Irtotiheys koeajon aikana

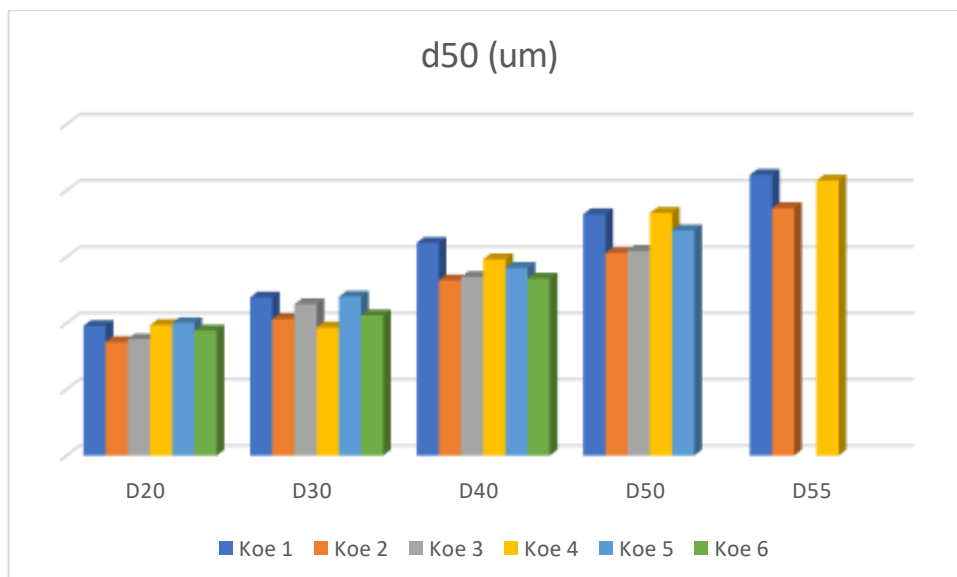
### 5.3 Partikkelikokojakauma

Partikkelikokojakauma analysoitiin Beckmann-Coulter LS 13 320 –laitteen kuivayksiköllä, johon on integroitu seula-analyysi. Analyysissä käytettiin neljää eri arvoa d10, d50, d90 ja d95. D- arvot kuvaavat kuinka suuren halkaisijan omaavat partikkelit ovat alle 10 %, 50 %, 90 % ja 95 % pulverinäytteen partikkelien tilavuudesta. Menetelmä perustuu laserdifraktioon.

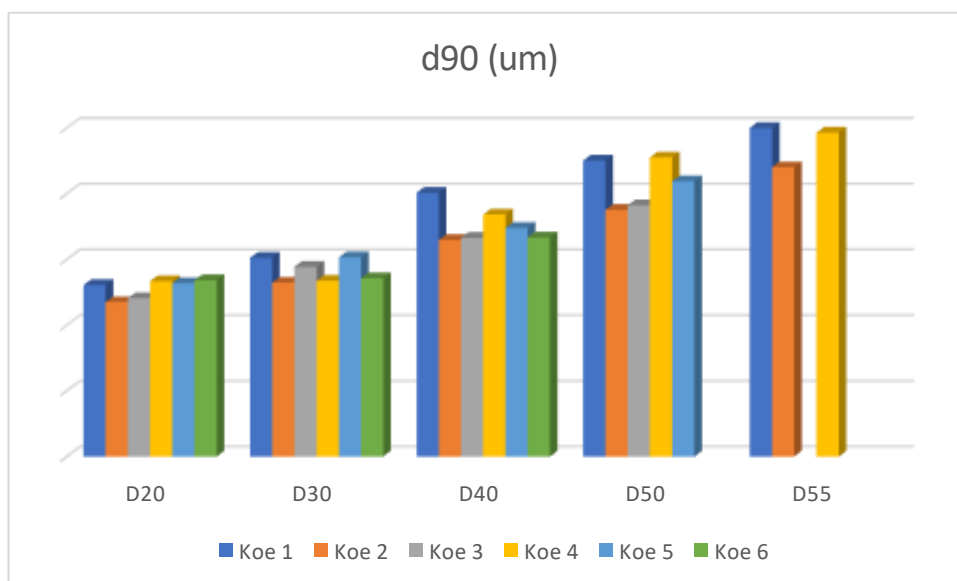
Partikkelikokojakauman tuloksista huomataan, että partikkelikoko pienenee lisäännettä lisättäessä pelkistysyökkien loppupäässä verrattuna nollakokeeseen. Mutta partikkelikoko kasvaa, kun lisäännettä on lisätty 2,0  $V_r/D$  tai kun pelkistysyökki on ylittänyt yli 60 pelkistyskerran alkaa partikkelikoko myös kasvaa huomattavasti. Pelkistyskerrojen lisääntyessä pulveri siis karkenee.



Kuva 7 Tuotepulverin partikkelikokojakauman d10-arvot eli halkaisijat, jota pienempiä on 10 % näytteen partikkeleista



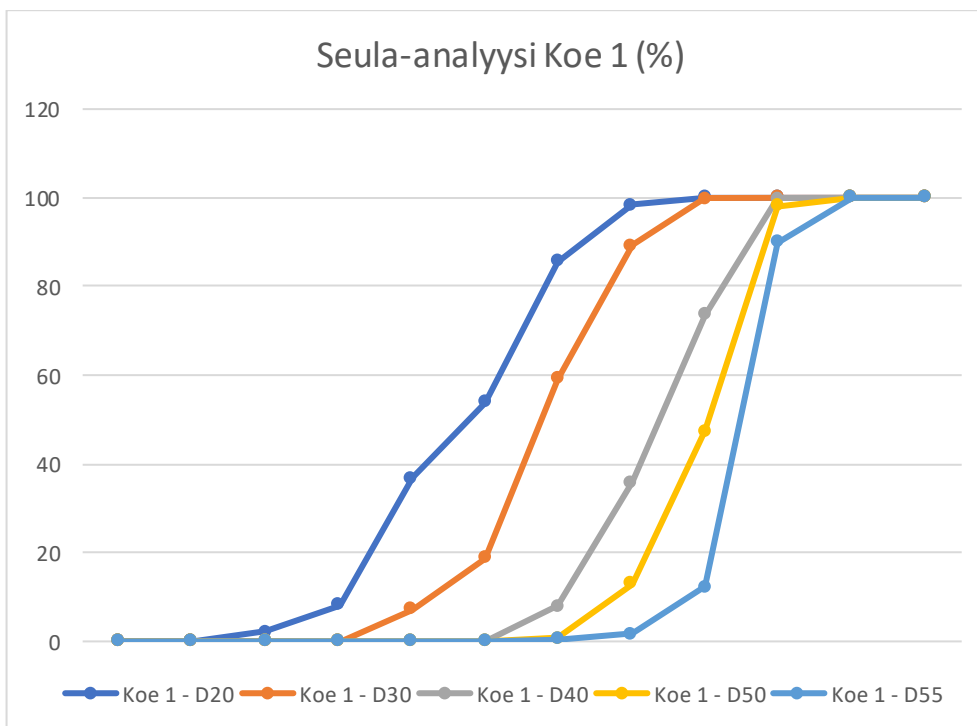
Kuva 8 Tuotepulverin partikkelikokojakauman d50-arvot eli halkaisijat, jota pienempiä on 50 % näytteen partikkeleista



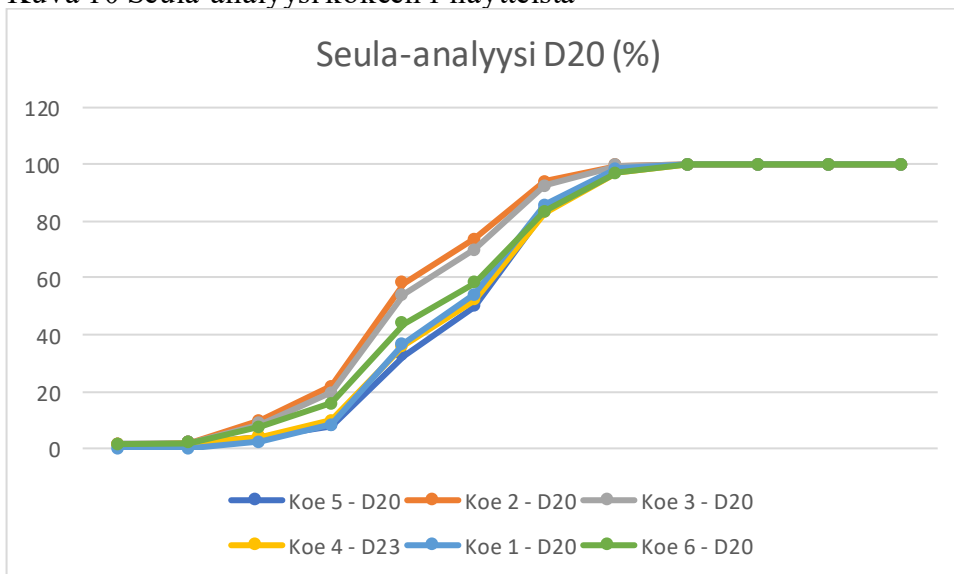
Kuva 9 Tuotepulverin partikkelikokojakauman d90-arvot eli halkaisijat, jota pienempiä on 90 % näytteen partikkeleista

Kuvien 11–15 seula-analyysien kuvaajista huomataan, että lisäaineen lisäämisellä on suora vaikutus partikkelikokoon. Seulojen pienentyessä yhä suurempi määrä on läpäisyt seulat verrattuna nollakokeeseen, kun lisäainetta on lisätty enemmän pelkistysreaktioon. Koe 2:sen tuloksissa on suurin läpäisevyys seuloissa kaikkien otettujen näytteen aikana, tässä kokeessa lisäainetta lisättiin D41 alkaen  $1,7 V_r/D$ .

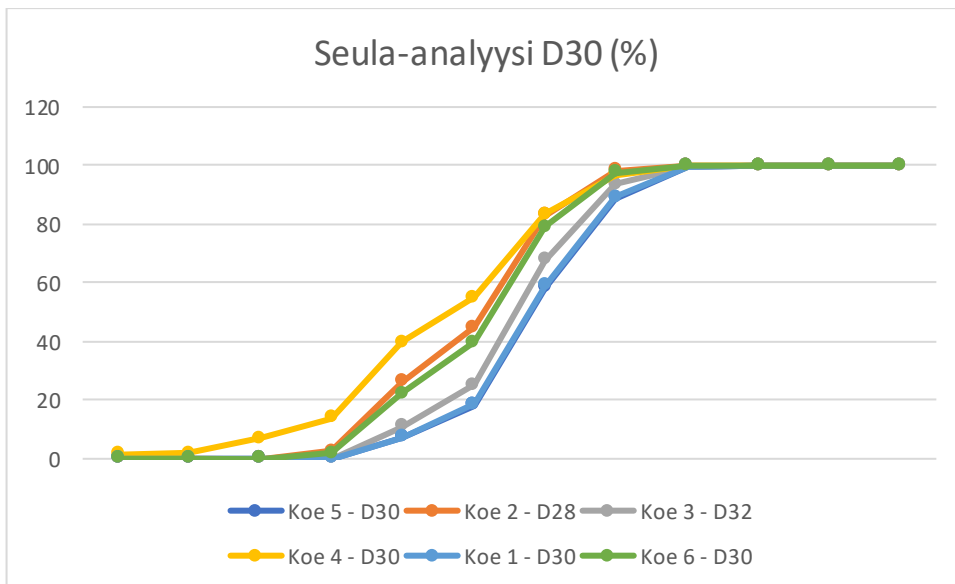
Kuvassa 10 on seula-analyysi kokeessa 1 kaikista otetuista näytteistä samassa kuvajassa. Kaikkien koeajojen seula-analyysit näyttävät samalta. Ensimmäisissä näytteissä seulojen läpi menee enemmän pulveria ja loppua kohden pulveri alkaa karkeentua eli partikkelikoko kasvaa, eikä pulveri mene enää niin pienistä seuloista läpi kuin kokeiden alussa.



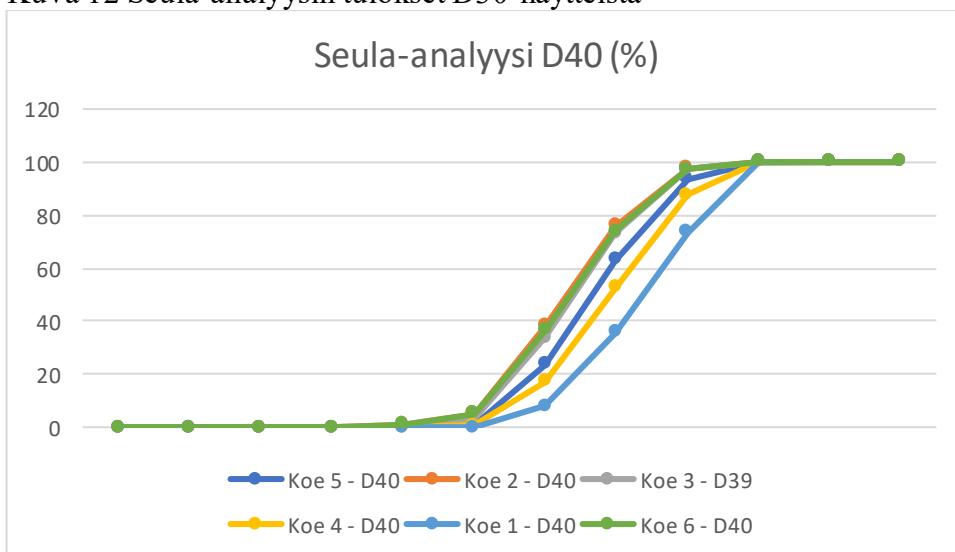
Kuva 10 Seula-analyysi kokeen 1 näytteistä



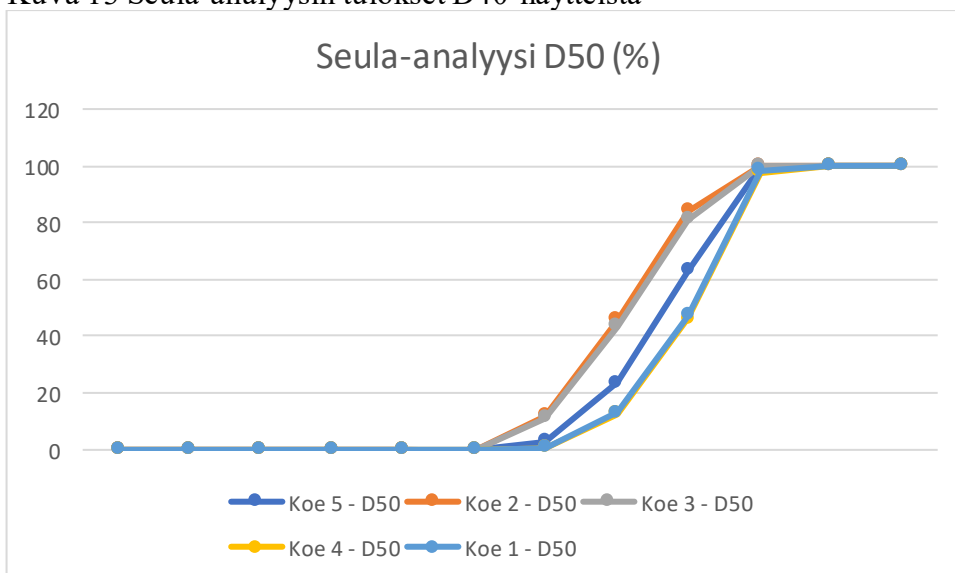
Kuva 11 Seula-analyysin tulokset D20-näytteistä



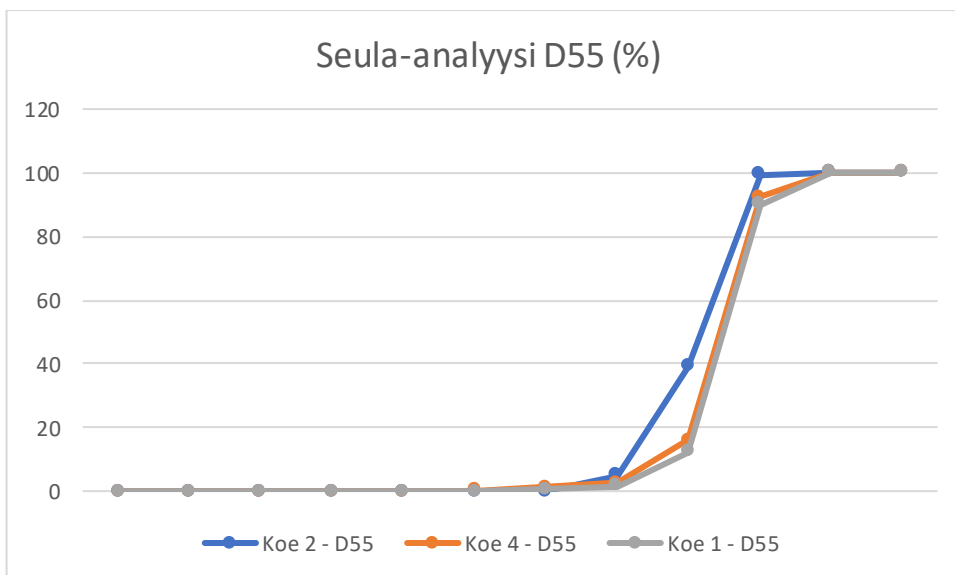
Kuva 12 Seula-analyysin tulokset D30-näytteistä



Kuva 13 Seula-analyysin tulokset D40-näytteistä



Kuva 14 Seula-analyysin tulokset D50-näytteistä



Kuva 15 Seula-analyysin tulokset D55-näytteistä

#### 5.4 Pelkistysaika ja -kerrat

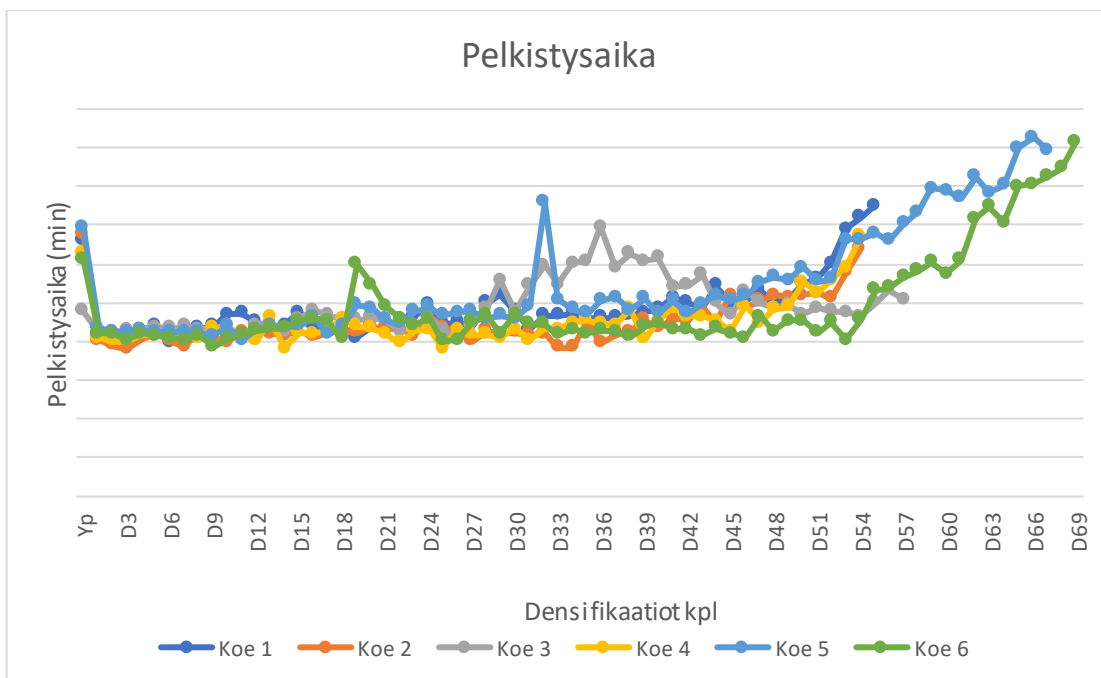
Taulukossa 2. on kokeiden pelkistyskertojen eli densifikaatioiden määrät kunkin kokeen aikana. Kuvassa 16 on pelkistysajat eri kokeiden aikana taulukko muodossa ilmoitettuna.

Pelkistyskerrat lisääntyivät lisääainetta lisättäessä. Eniten pelkistyskertoja saatiin tehtyä koe 5:ssä sekä koe 6:ssä, joissa kerrat menivät lähelle 70:tä. Pelkistysajat nousivat myös loppua kohden. Viimeiset viisi pelkistystä olivat 12–18 minuuttia per pelkistys.

Taulukko 2 Koeajojen pelkistyskerrat.

Koe	Pelkistyskerrat
1	56
2	55
3	58
4	61
5	68
6	69



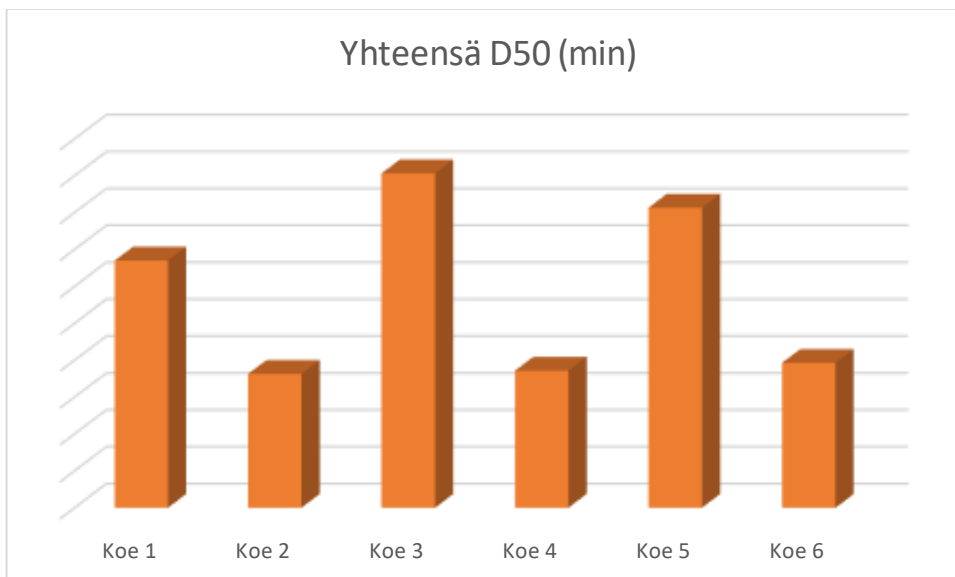


Kuva 16 Pelkistysajat koeajojen aikana

Kuvassa 17 on keskiarvo kunkin kokeen pelkistysajoista densifikaatio 50 asti ja kuvassa 18 yhteen laskettuna kokeen pelkistysajat D50 asti ja niiden summa. Pelkistysaikojen keskiarvot eroavat toisistaan suuresti. Lisäainetta lisättäessä aikaisemmin pelkistysyyskeleihin pienentää se pelkistysaikojen keskiarvoa 8,8–9,0 min paikkeille. Kun taas lisäainetta lisätään myöhemmin pelkistysaikojen keskiarvo, nousee lähemmäs 10 minuuttia. Koe 3 eroaa tästä kaavasta, sillä siinä on lisätty  $1,7 V_r/D 20D$  eteenpäin ja sen pelkistysajan keskiarvo on kasvanut minuutilla verrattuna muihin, missä on aloitettu D20 eteenpäin lisäämään enemmän lisäainetta. Pelkistysaikojen yhteen laskussa esiintyy sama kaava kuin keskiarvossa.



Kuva 17 Keskiarvo pelkistysajoista D50 asti



Kuva 18 Pelkistysajat yhteensä laskettuna D50 asti

### 5.5 Tuotantonopeus

Tuotantonopeus pystytään laskemaan seuraavasti. Ensin lasketaan, kuinka paljon nikkeliä muodostuu densifikaatiossa. Nikkelin tavoite pitoisuus kerrotaan pelkistyspanoksen määrällä.

$$m(Ni) = c(Ni) \cdot V(\text{panos}) \quad (3)$$

, jossa  $m(Ni)$  = yksittäisen pelkistyspanoksen nikkelimäärä, (kg)

$c(Ni)$  = pelkistysliuoksen Ni-pitoisuus, (g/L)

$V(\text{panos})$  = pelkistysliuoksen tilavuus, (L)

Muodostunut nikkeli kerrotaan pelkistyskerroilla ja sen jälkeen jaetaan kokonaispelkistysajalla. Tulos on tonnia per tunti. Näin laskettuna saadaan teoreettinen tuotantonopeus, sillä laskussa ei ole otettu huomioon välipuskuja.

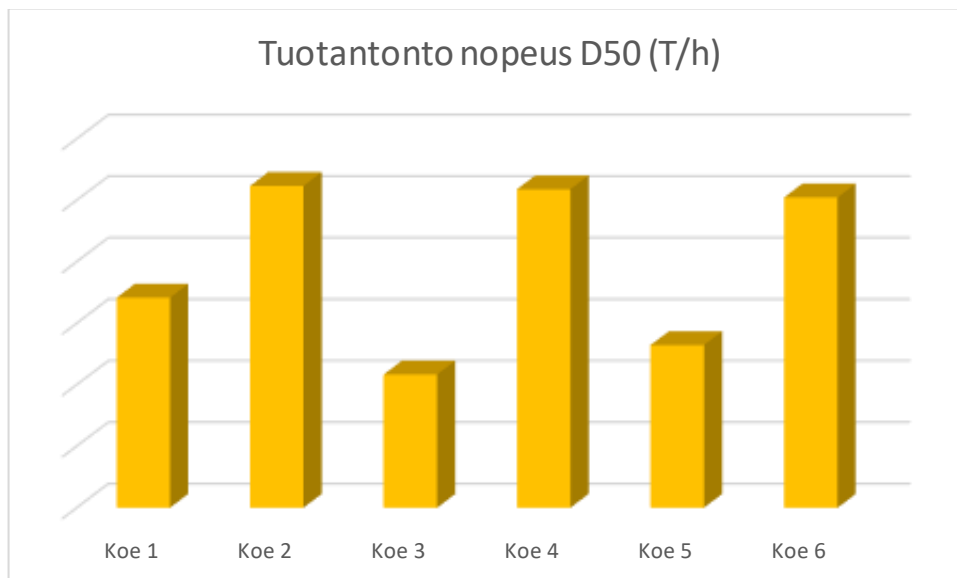
$$v(Ni) = \frac{m(Ni) \cdot N_D}{t(Ni)} \quad (4)$$

, jossa  $N_D$  = pelkistyskertojen kokonaislukumäärä, -

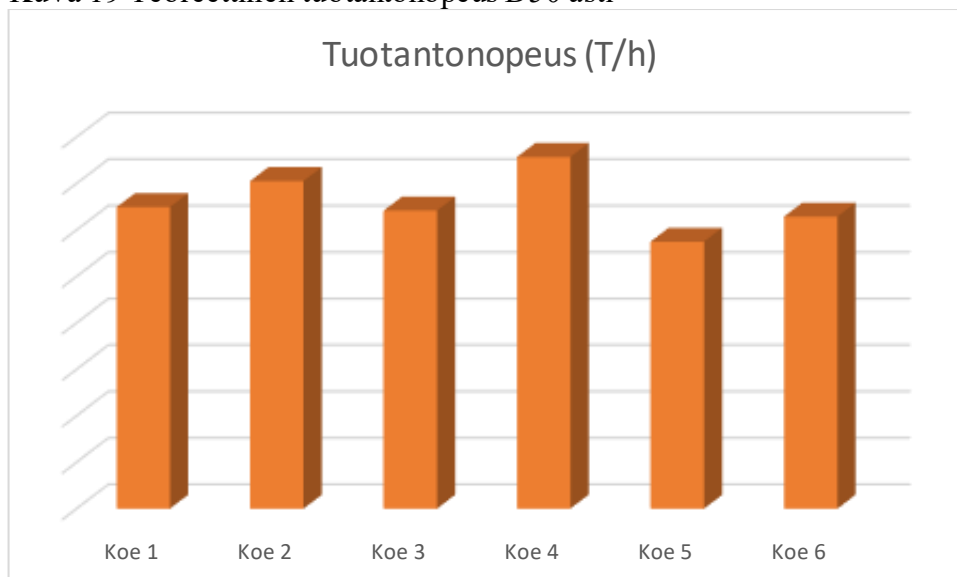
$t(Ni)$  = kokonaispelkistysaika, (h)

$v(Ni)$  = nikkelin tuotantonopeus, (t/h)

Tuloksista huomataan, että tuotantonopeus on suurimmilla kokeissa 4, jossa lisääintä lisättiin  $2,0 V_r/D$  D20 eteenpäin. Verrattuna nollakokeeseen tuotantonopeutta saatiin paremmaksi kokeissa 2 ja 4. Tästä voidaankin päätellä, että pelkistyskertojen lisääntyessä sekä pelkistysaikojen pidentyessä tuotantonopeus laskee, sillä pelkistysylien pidentyessä ei saada yhtä nopeasti tuotettua nikkeliä kuin lyhyemmällä pelkistysylyleillä.



Kuva 19 Teoreettinen tuotantonopeus D50 asti



Kuva 20 Teoreettinen tuotantonopeus kaikki densifikaatiot huomioiden.

## 6 YHTEENVETO

Koeajojen tulosten perusteella voidaan todeta, että lisäaineen lisääminen pelkistys syklien loppupäähän lisää pelkistys syklien määrää sekä pidentää pelkistys aikaa loppua kohden. Tällöin nikkelin tuotantonopeus pelkistyksessä laskee. Rikkipitoisuuteen lisäaineella ei ole vaikutusta, hiilipitoisuus pysyy vakiona tai nousee hieman. Irtotiheys laskee loppua kohden lisäaineen lisäämisen vaikutuksesta. Partikkelikoko jakauman perusteella voidaan todeta lisäaineen vaikuttavan pulverin partikkelikoko jakaumaan positiivisesti eli pulveri on hienompaa lisäainetta käytettäessä. Mutta jos pelkistys kerat kasvavat yli 60:een, kasvaa partikkelikoko haitallisesti.

Pulverinlaatu lisäainetta käytettäessä enemmän syklin loppuvaiheessa on samaa tasoa tai parempaa kuin nollakokeen tulokset. Poikkeuksena oli koeajo 4, jossa lisättiin lisäainetta  $2,0 V_r/D$ , jolloin hiilipitoisuus nousi liian korkeaksi. Myös partikkelikoko jakauma kasvaa tässä koeajossa huomattavasti. Tästä voidaankin päätellä, että  $2,0 V_r/D$  on liikaa lisäainetta ja sitä määrää ei voida käyttää jatkossa pelkistys sykleissä.

Parhain tulos saatiin koeajon 5 aikana, jossa lisäainetta lisättiin  $1,7 V_r/D$  densifikaatiosta 51 eteenpäin. Pelkistys kertojen lukumäärää saatiin lisättyä 12:lla; lisäksi pelkistysajat pitenivät. Hiilipitoisuus pysyi samoissa lukemissa kuin nollakokeen tuloksissa. Irtotiheys pysyy samalla tasolla kuin nollakokeessa. Partikkelikoko on hienompaa verrattuna nollakokeeseen. Tuotantonopeus oli kuitenkin huonoin verrattuna kaikkiin kokeisiin.

Teoreettinen tuotantonopeus oli suurin, kun lisäainetta alettiin lisäämään D40 kohdalla; silloin oli myös pienikokoisinta pulveria, eivätkä S- ja C-pitoisuudet suuresti poikenneet nollakokeesta.

Lisäainetta voidaankin siis käyttää suurempia määriä pelkistys syklin loppupäässä lisäämään pelkistys kertoja, jolloin saadaan autoklaavien yhtenäistä ajoa sujuvammaksi ilman nikkelipulverin laadun kärsimistä. Tuotantonopeus kärsii huomattavasti tapauksissa, jossa lisäainetta lisätään enemmän aivan pelkistys syklien loppuun.

## LÄHTEET

Antila, A-M., Karppinen, M., Leskelä, M., Mölsä, H. & Pohjakallio, M. 2009. Tekniikan kemia. 10.–11. painos. Helsinki: Edita.

Jokela, N. 2017. Nikkeliemission vähentäminen apuaineilla nikkelielektrolyysissä. AMK-opinnäytetyö. Turun ammattikorkeakoulu. Viitattu 14.9.2021.  
<http://urn.fi/URN:NBN:fi:amk-201705046333>

Kauppalehti www-sivut. Viitattu 14.9.2021. <https://www.kauppalehti.fi/>

Lehtonen, P. & Lehtonen, P. 2008. Teknillisten alojen kemia. Helsinki: WSOY.

Nornickel Harjavalta Oy:n www-sivut. Viitattu 14.9.2021. <https://www.nornickel.fi/>

Nornickel www-sivut. Viitattu 14.9.2021. <https://www.nornickel.com/>

Poikkimäki, A. 2015. Kobolttirikasteen liuotus. AMK-opinnäytetyö. Satakunnan ammattikorkeakoulu. Viitattu 14.09.2021. <http://urn.fi/URN:NBN:fi:amk-201502272629>

Sawakinome www-sivut. Viitattu 30.11.2021. <https://fi.sawakinome.com/>

Hakala, V. 2021. Vaihtoehtoisen sideaineen koeajon dokumentointi nikkelibriketoinnissa. AMK-opinnäytetyö. Satakunnan ammattikorkeakoulu. Viitattu 14.09.2021.  
<http://urn.fi/URN:NBN:fi:amk-202102262709>

## LIITE 1

Näytteenottosuunnitelma:

Kokeilla tutkitaan lisääneen käytön optimoimista nikkelin vetypelkistyksessä. Mitä vaikutuksia dispergointiaineen käyttömäärän lisäämisellä on, jos se tehdään eri densifikaatioiden kohdalla.

Lisäaineen lisääminen densifikaatioihin seuraavasti:

	D1 – D20	D21–D30	D31-D40	D41-D50	D51-Dn
Koe 1	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D
Koe 2	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>
Koe 3	1,0 V <sub>r</sub> /D	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>
Koe 4	1,0 V <sub>r</sub> /D	<b>2,0 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>2,0 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>2,0 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>2,0 V<sub>r</sub>/D</b>
Koe 5	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>
Koe 6	1,0 V <sub>r</sub> /D	1,0 V <sub>r</sub> /D	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>	<b>1,7 V<sub>r</sub>/D</b>

Kokeet suoritetaan järjestyksessä ensin koe 1 ja viimeisenä koe 4. Kokeet aloitetaan viikolla 42.

Koe 1 – vk 42

Koe 2 – vk 43

Koe 3 – vk 44

Koe 4 – vk 45

Koe 5 – vk 46

Koe 6 – vk 47

Mahdolliset lisäkokeet tai kokeiden uusinnat ilmoitetaan erikseen.

Näytteiden otto:

Nikkelipulverinäyte otetaan AK213:sta puskusäiliöstä. PUS213 (tyhjänä ennen puskaa). Densifikaatioiden D20, D30, D40, D50 ja Dn (viimeisen densifikaation kohdalla). Näyte otetaan 0.5 l kokoiseen pakastusrasiaan. Rasian päälle kokeen numero, densifikaation numero ja päivämäärä.

Näytteet toimitetaan pelkistämön labraan.