

TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU  
Kemiantekniikan koulutusohjelma  
Kemiantekniikka

Opinnäytetyö

Juri Paavilainen

POLYMEERIAJORAPORTIN LAADINTA JA PROSESSIN KEHITYS

Työn ohjaaja

FM Raija Hanhi

Työn teettäjä

Kiilto Oy, DI Tuula Lahti

Kemiantekniikan koulutusohjelma

Kemiantekniikka

Paavilainen, Juri	Polymeeriajoraportin laadinta ja prosessin kehitys
Opinnäytetyö	42 sivua
Työn ohjaaja	FM Raija Hanhi
Työn teettäjä	Kiilto Oy
Hakusanat	emulsiopolymerointi, kehitys, kiilto, ajoraportti

TIIVISTELMÄ

Kiilto valmistaa emulsiopolymeroimalla dispersioita, joita käytetään vesiohenteisten liimojen pääraaka-aineena. Vuosina 2005–2007 polymerointilaitokselle rakennettiin uusi polymerointilinja ja olemassa olevat linjat automatisoitiin.

Opinnäytetyöni koostuu kahdesta osiosta; ajoraportin laadinnasta ja prosessin kehityksestä.

Ajoraportin laadinta tuli tarpeelliseksi ja ajankohtaiseksi automatisoinnin valmistuttua. Ajoraportista löytyvien mittaustietojen perusteella pystytään selvittämään prosessissa sattuneet virheet ja raaka-ainemuutoksista johtuvat eroavaisuudet. Ajoraporttiin kuului myös sekvenssiaikojen seurantajärjestelmän laadinta sekä ajoraporttien vertailumahdollisuus.

Prosessin kehityksessä vertailtiin kahden linjan välisiä eroja neljällä eri dispersiolla. Vertailu tapahtui kerättyjen sekvenssiaikojen perusteella. Sekvenssiajoista laskettiin keskiarvot ja keskihajonnat, joiden perusteella käytiin läpi prosessin eri vaiheita.

Opinnäytetyöni on osin toistaiseksi salainen. Tämän vuoksi sen julkista osiota on rajattu.

# TAMPERE UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Degree programme in chemical engineering

Chemical engineering

Paavilainen, Juri Polymerization report and process development

BS thesis 42 pages

Supervisor M.Sc. Raija Hanhi

Commissioned by Tampere University of Applied Sciences

Key words emulsiopolymerization,

## ABSTRACT

Kiilto Oy produces basic raw materials of adhesives, dispersions, by means of emulsion polymerisation. As part of the modernisation and renewal project between 2005 and 2007, a new production line was built and the already existing lines were automated.

This thesis consist of two parts; compilation of the polymerization report and process development. Compilation of a polymerization report became relevant after the automation was completed. On the grounds of the measurement data of the report it is possible to find out errors occurred in the process and differences caused, for example, by changes of the raw materials. The monitoring system of production sequence times was also included in the polymerization report. That makes possible to compare different reports.

In the Process development -part the differences between two production lines were compared with four different dispersions. Comparison was made on the grounds of the production sequence times. The different parts of the process were evaluated by the average value and the standard deviations of the production sequence times.

Most of the two parts of this thesis are confidential. Because of this, the public parts of the thesis have been delimited

## ALKUSANAT

Tämä päättötyö tehtiin osittain Kiilto Oy:n tutkimus- ja kehitysosastolle sekä kunnossapidolle. Haluan kiittää erityisesti DI Tuula Lahtea suuresta tuesta.

Lisäksi kiitokset ansaitsevat ainakin seuraavat henkilöt: Vesa Valo, Kari Laakso, Vesa Juhannusvuori sekä Anne Lintula.

Tampereella 9.maaliskuuta.2008

Juri Paavilainen

# SISÄLLYSLUETTELO

KANSILEHTI .....	1
TIIVISTELMÄ.....	2
ABSTRACT .....	3
ALKUSANAT.....	4
SISÄLLYSLUETTELO .....	5
1 JOHDANTO.....	7
2 KIILTO OY .....	7
3 EMULSIOPOLYMEROINTI .....	8
3.1 Yleistä emulsiopolymeroinnista .....	8
3.2 Pääkomponentit .....	9
3.3 Emulsiopolymeroinnin kulku .....	11
3.4 Fysikaaliset vaikutukset.....	13
3.4.1 Sekoitus .....	13
3.4.2 Polymerointilämpötila .....	13
3.4.3 Monomeerin lisäystapa.....	14
3.4.4 Lopetuslämpötila .....	14
3 POLYMEERILAITOS .....	15
4.1 Yleistä.....	15
4.2 Automaatiojärjestelmä.....	16
4.3 Yleistä emulsiopolymerointiprosessista .....	16
4.4. Liuoksien valmistus.....	17
4.5 Reaktoriin annostelu .....	18
5. AJORAPORTTIEN LAADINTA .....	19
5.1 Mitattavat parametrit .....	19
5.1.1 Suojakolloidijoraportti.....	20
5.1.2 Dispersioajoraportti .....	22
5.2 Ajoraportti .....	25
5.2.1 Suojakolloidijoraportin sisältö.....	27
5.2.2 Dispersioajoraportin sisältö .....	29
5.2.3 Ajoraporttien vertailu .....	31
5.3. Sekvenssien kestot.....	34
6. PROSESSIN KEHITYS.....	36
6.1 Yleistä.....	36
6.3 Parannusehdotukset .....	37

6.4.1 VAM-pumppaus Pre-emulsio / monomeerisäiliöön.....	37
6.4.2 Veden syöttö pre-emulsio / monomerisäiliöön.....	37
6.4.3 Suojakolloidisäiliön lämmitys .....	38
6.4.4 Dispersion jäähditys levylämmönvaihtimella ja pumppaus jäähdityssäiliöön ....	38
6.4.5 Reaktorin vaippa.....	40
6.4.6 Häätäjähditysjärjestelmä.....	40
7 YHTEENVETO .....	41
LÄHDELUETTELO .....	42

## LITTEET

- 1 Suojakolloidiajoraportti
- 2 Dispersioajoraportti
- 3 VAM-pumppaus pre-emulsio/ monomeerisäiliöön
- 4 Pre-emulsio / monomerisäiliöön vesisyöttö
- 5 Suojakolloidisäiliön lämmitys
- 6 Dispersion jäähditys levylämmönvaihtimella ja pumppaus jäähdityssäiliöön.
- 7 Reaktorin lämmitys
- 8 Häätäjähditysjärjestelmä

## 1 JOHDANTO

Opinnäytetyöni ensimmäisenä osana tehtiin Kiillon polymeerilaitokselle ajoraporttijärjestelmä. Ajoraporttijärjestelmän luominen tuli mahdolliseksi vuosina 2005–2007 tehdyn automatisoinnin jälkeen. Automaatiojärjestelmän mukana tuli valmis raporttipohja, mutta sitä ei voida käyttää järkevästi sen pituuden ja vaikealukuisuuden takia. Ajoraporttijärjestelmän on määrä valmistua keväällä 2008. Tehtävänäni oli pohtia, mitä mittaustietoja ajoraporttijärjestelmään halutaan sisällyttää. Toteutus jää ulkopuolisen tahon hoidettavaksi.

Polymeerilaitoksen automatisoinnin yhteydessä rakennettiin myös uusi 10 tonnin linja. Opinnäytetyöni prosessin kehitysosiossa verrataan vanhaa 10 tonnin linjaa uuteen linjaan. Tässä osiossa vertailtiin linjojen ajoaikoja, minkä perusteella tehtiin linjojen parannussuunnitelma. Prosessin kehitysoosioon kuului myös yleisten korjausehdotusten kartoittaminen.

## 2 KIILTO OY /1./

Kiilto Oy on 1919 perustettu kemianalan yritys. Liiketoiminta käsittää liimojen ja niihin läheisesti liittyvien tuotteiden kehityksen, valmistuksen ja markkinoinnin. Pääkonttori sijaitsee Lempäälässä, ja Kiilto Oy on paikallisesti merkittävä työllistäjä. Muita tuotantolaitoksia ja tytäryhtiöitä ovat Suomessa esimerkiksi Kiiltoclean, Kiiltoplast ja Metalpak. Tytäryhtiöitä on myös IVY-maissa. Kiilto työllistää yhteensä 370 henkeä.

Kiilto Oy on luonut vuosien kehityksen tuloksena vahvan ”liimaosaamisen” ja se on yrityksen ydinalue. Yritys tekee myös muita läheisesti liimaukseen liittyviä asioita, kuten pohjustus-, vedeneristys-, tiivistys-, viimeistely-, suojaus-

ja hoitotuotteita. Kiillon asiakkaita ovat rakennustarvikekaupat, rakennus- ja sisustusurakointiliikkeet, puu- ja metalliteollisuus, paperinjalostus-, graafinen ja pakkausteollisuus, kenkäteollisuus, rauta- ja teräsvalimot sekä kotitalouskuluttajat.

Yrityksen kulmakivi on hyvin hallittu ja organisoitu tuotekehitys. Yritys onkin panostanut vuosien varrella erityisen voimakkaasti tuotekehitykseen, joka jatkuu vielä tänäkin päivänä. Nykyään Kiilto Oy:n työntekijöistä 17 % työskentelee tuotekehityksessä. Kaikki yrityksen tuotteet ovat yrityksen itsensä kehittämiä, muutamia poikkeuksia lukuun ottamatta.

### 3 EMULSIOPOLYMEROINTI

#### 3.1 Yleistä emulsiopolymeroinnista

Emulsiopolymerointi noudattaa additiopolymerointia eli ketjupolymerointia. Additiopolymerointi muodostuu kolmesta eri vaiheesta:

1.           Initiaatio eli polymeroitumisen alkaminen
2.           Eteneminen eli ketjun kasvu
3.           Terminaatio eli ketjun päättyminen. /2, s. 76–78/.

Emulsiopolymeroinnissa käytetään initiaattoreita, jotka lämmön, valon tai kemiallisen reaktion vaikutuksen johdosta hajoavat radikaaleiksi.

Muodostuneella radikaalilla on pariton elektroni. Tämä radikaali saa aikaan monomeerin polymeroitumisen. /2, s. 76–78/.



## 3.2 Pääkomponentit

Emulsiopolymeroinnissa käytetään seuraavia pääkomponentteja:

vesi

monomeeri

pinta-aktiivinen aine

-aktivaattori

suojakolloidi.

Lisäksi käytetään erilaisia lisäaineita kuten puskureita.

### Vesi

Vesi on tärkein raaka-aine emulsiopolymeroinnissa. Sen tehtävänä on pitää emulsio/dispersio matala viskoottisena ja toimia lämmönvälittäjänä. Vesi toimii myös liuottimena pinta-aktiiviselle aineelle ja initiaattorille. /3 s.220–221/.

Myös veden laatu on tärkeää emulsiopolymeroinnissa. Suositeltavaa onkin käyttää tislattua tai ionivaihdettua vettä. Veden sisältämät metalli-ionit saattavat aiheuttaa pinta-aktiivin toimivuudessa ongelmia. /4. s.111/.

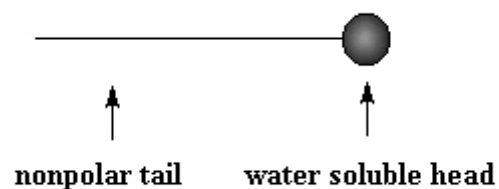
### Monomeeri

Monomeerit muodostavat polymeeriketjun rungon. Emulsiopolymeroinnissa käytettävät monomeerit ovat herkästi haihtuvia, syttyviä ja palavia nesteitä. Niiden käsittelyssä ja varastoinnissa tulee noudattaa erityistä varovaisuutta, sillä ne ovat ympäristölle haitallisia./5/.

### Pinta-aktiivinen aine

Pinta-aktiivien tehtävänä on luoda misellejä, joissa polymeroituminen tapahtuu. Polymeroinnissa käytetään anionisia, kationisia ja nonionisia pinta-aktiiveja, joista yleisimmin käytettyjä ovat anioniset ja nonioniset. Emulsiopolymeroinnin kirjallisuudessa pinta-aktiivinen aine esiintyy monella nimellä, kuten pinta-aktiivina, emulgaattorina ja saippuana.

Pinta-aktiivinen aine vähentää pintajännitystä. Misellit alkavat syntyä, kun vedenpinnan energia ei enää muutu eli kriittinen misellikonsentraatio (CMC) on saavutettu. Pinta-aktiivilla on kaksi päätä, joista toinen on hydrofobinen ja toinen hydrofiilinen (Katso kuva 1). Hydrofobiset päät muodostavat misellin keskustan ja hydrofiilinen on kohti liuotinta. /6 s.251–255/.



Kuva 1. Pinta-aktiivi/7./.

### Aktivaattori

Emulsiopolymerointireaktion aikaansaamiseksi tarvitaan vapaita radikaaleja. Aineita, jotka vapauttavat radikaaleja, kutsutaan initiaattoreiksi eli katalyyteiksi. Ne ovat veteen liukenevia. Katalyyttejä on kahdenlaisia: lämpökatalyyttejä ja kylmäkatalyyttejä. Lämpökatalyytit muodostavat radikaaleja niitä

lämmitettäessä, ja kylmäkatalyytit toimiva erillisellä aktivaattorilla. Yleisemmät initiaattorit ovat sulfaatteja ja peroksiedeja./ 3. s. 221–222/.

### Suojakolloidi

Valmis dispersio altistuu polymeroitumisen jälkeen erilaisille rasituksille. Usein lämpö, kylmyys, lisättävät aineet ja leikkausvoimat koettelevat valmista dispersiota. Rasituksen seurauksena dispersioon saattaa muodostua paakkuja. Suojakolloidia käytetään stabiloimaan valmis dispersio. /4. s.226/.

Suojakolloidi stabiloii valmiin polymeeriliuoksen muodostamalla useita ketjuja polymeeripartikkeleiden välille. Tämä ehkäisevät polymeeri-polymeerisidokset, eikä valmiiseen dispersioon tai liimaan muodostu paakkuja eli grittiä./3 s. 60–61/.

## 3.3 Emulsiopolymeroinnin kulku

Emulsiopolymeroinnissa monomeeri polymeroidaan emulgaattorin eli pinta-aktiivin avulla vedessä. Alussa pieni määrä pinta-aktiivia sekoitetaan veteen, kunnes kriittinen misellikonsentraatio on saavutettu. Pieni määrä pinta-aktiivista liukenee veteen, mutta suurin osa muodostaa sauvamaisia misellejä, jossa polymerointireaktio tapahtuu./2, s. 117–118/

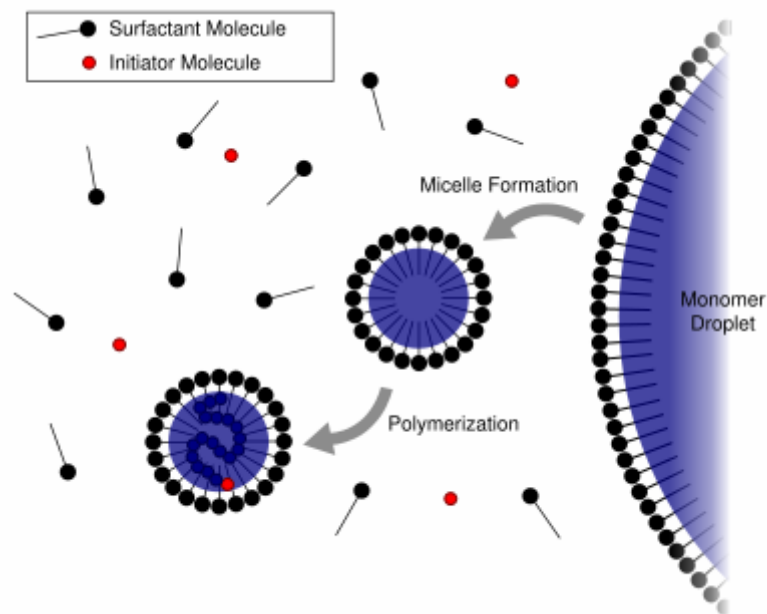
Polymeroituminen tapahtuu pinta-aktiivin muodostamissa miselleissä tai hyvin pienissä saippuakuplissa (2–10 nm). Pinta-aktiivimolekyyleillä on ioniset päät ja polarittomat hännät. Misellit syntyvät, kun pinta-aktiivin ioniset päät osoittavat vesifaasia kohti ja polarittomat vettä hylkivät päät muodostavat misellin keskustan. Pinta-aktiivit alkaa muodostaa saippuamiselleitä, kun kriittinen misellikonsentraatio eli cmc on saavutettu. /7./.

Monomeeriä lisättäessä vain pieni osa siitä liukenee veden muodostamaan faasiin. Suurempi, joskin vielä pieni, osa lisätystä monomeerista tunkeutuu

miselleihin liukenemalla veden kautta. Loput lisätystä monomeeristä muodostavat monomeeritippoja, joiden koko riippuu sekoituksen voimakkuudesta./2, s. 117–118/

Initiaattoriradikaalit syntyvät vesifaasissa, mutta monomeerin ja initiaattoriradikaalien kohtaupaikkana toimivat misellit. Polymeroituminen tapahtuu lähes yksinomaan miselleissä, mutta polymeroitumista tapahtuu myös vähäisessä määrin monomeeripisaroissa./2, s. 117–118/

Polymeroinnin edistyessä saippuamiselleiden koko kasvaa, kun monomeeri siirtyy niihin aluksi vesifaasista ja myöhemmin monomeeripisaroista. Näin systeemi saavuttaa pian tilan, jossa pinta-aktiivi ei enää pysty pitämään miselleitä kasassa, vaan se absorboituu polymeeripartikkeleihin. Valmis dispersio sisältää polymeeripartikkeleita, jotka ovat kooltaan 50–200 nm. Emulsiopolymeroinnin skemaattinen esitys kuva2./2, s. 117–118/.



Kuva 2. Emulsiopolymeroinnin kulku /8./

### 3.4 Fysikaaliset vaikutukset

Kirjallisuudessa käsitellään yleisemmin emulsiopolymerointia vain teoreettisesti (kemian kannalta). Polymerointiprosessiin vaikuttavat kemiallisten ominaisuuksien lisäksi myös fysikaaliset ominaisuudet. Fysikaalisia ominaisuuksia ovat esimerkiksi sekoitus, polymeroitumislämpötila, monomeerin syöttötapa ja lopetuslämpötila.

#### 3.4.1 Sekoitus

Sekoitus määrittelee monomeerin levinneisyyden monomeeripisaroiden ja miselleiden välillä ja pitää yllä tasapainotilaa monomeerien ja muiden aineiden kuljetuksessa reaktiopaikalle, miselleihin ja monomeeritippoihin. Se myös tasoittaa emulsiopolymeroinnissa syntyviä suuria lämpötilaeroja.

Reaktion alussa reaktiomassan viskositeetti on alhainen, mutta reaktion edetessä massan viskositeetti nousee. Tämän seurauksena lämmönsiirtyminen vaikeutuu. Sekoittimen kierrosnopeutta joudutaan siis nostamaan polymeroinnin loppuvaiheessa, jotta lämpöpiikkejä ei synny. Kuumien pisteiden syntyminen kasvattaa polymeeriketjua näin ollen sekoitus vaikuttaa myös polymeeriketjun pituuteen./8. s. 24/

#### 3.4.2 Polymerointilämpötila

Lämpötilalla on merkittäviä vaikutuksia emulsiopolymerointiin. Alemmilla polymerointilämpötiloilla saavutetaan suoria haaraantumattomia polymeeriketjuja, joilla on suurempi molekyyliainepaino. Suuremmilla lämpötiloilla voidaan puolestaan vaikuttaa polymeroitumisaikoihin. Korkeampi lämpötila suosii radikaalireaktiota ja monomeerin siirtymistä miselleihin, minkä seurauksena polymeroitumisaika on lyhyempi.

Lisäksi korkeampi lämpötila nostaa emulsion viskositeettia, parantaa jäädytys-sulatuskestoa, suurentaa partikkelikokoa ja jättää enemmän jäännösmonomeeria. Lämpötilan lasku vuorostaan parantaa kulutuskestoa, nostaa molekyylipainoa, parantaa vetolujuutta ja elastisuutta ja jäännösmonomeerin määrä laskee. /8. s.24–25/

### 3.4.3 Monomeerin lisäystapa

On olemassa eri tapoja emulsiopolymeroida. Yleisin tapa on panospolymerointi. Se voidaan suorittaa kahdella eri tavalla: lisäämällä kaikki raaka-aineet samalla kerralla tai säätelämällä raaka-aineiden lisäyksiä ajan funktiona. Säätelämällä monomeerin lisäystä voidaan reaktorin lämpötila pitää tasaisempuna, eikä polymeroinnin aikana tule lämpöpiikkejä. Monomeerin lisäystä säätelämällä voidaan vaikuttaa valmiin polymeerin ominaisuuksiin. Hidastamalla syöttöä saadaan parempi vetolujuus ja venyvyys./8. s.25/

### 3.4.4 Lopetuslämpötila

Emulsiopolymeroinnissa on tapana jatkaa reaktiota vielä monomeerin lisäyksen jälkeenkin. Näin saadaan suurin osa monomeerista polymeroitua. Loppulämpötilan yhteydessä lisätään vielä jälkikatalyytit, jotta jäännösmonomeereja jää mahdollisimman vähän lopulliseen dispersioon.

Lopetuslämpötilan pidolla on myös muita vaikutuksia valmiin dispersion viskositeettiin, pH-arvoon, venyvyyteen, lopulliseen partikkelikokoon ja mainittuun jäännösmonomeerin määrään. /8. s. 25/

### 3 POLYMEERILAITOS

#### 4.1 Yleistä /9/

Kiillolla on oma liimaraaka-aineen valmistusyksikkö, jossa monomeereistä polymeroidaan dispersioita vesiohenteisten liimojen raaka-aineeksi. Valmistusyksikköä eli polymerointilaitosta laajennettiin, ja laitoksen polymerointilinjat automatisoitiin vuosina 2005 ja 2007. Polymerointilaitoksessa on 3 linjaa, kahden linjan kapasiteetti on 10 tonnia ja yhden 5 tonnia. Viimeisin 10 tonnin linja on rakennettu polymeerilaitoksen laajennuksen ja automatisoinnin yhteydessä.

Dispersioita eli vesiohenteisten liimojen raaka-aineita valmistetaan emulsiopolymeroinnilla. Emulsiopolymeroinnissa veteen liukenemattomat monomeerit polymeroidaan veteen liukenemattomaksi polymeeriksi. Tämä tapahtuu initiaattorien, emulgaattorien ja suojakolloidien sekä lämmön avulla. Tuloksena saadaan dispersio, jonka partikkelikoko on 0,01–5,0 µm (mikrometri).

Valmista dispersiota käytetään mm. seuraavissa kohteissa:

- paperinjalostus- ja pakkausteollisuuden liimat
- huonekalu- ja puusepänteollisuuden liimat
- rakennusteollisuuden liimat.

## 4.2 Automaatiojärjestelmä /5/

Automaatiojärjestelmä on kahdennettu. Se koostuu kahdesta Siemens S7-417H-keskussyksiköstä. Vikatapauksessa keskussyksikkö voidaan vaihtaa prosessin häiriintymättä. Prosessiliityntänä käytetään Profibus DP -väylää. Valvomo on kytketty kahdennetulla Ethernet-väylällä. Prosessiohjausjärjestelmänä käytetään Siemens PCS7 -järjestelmää, joka mahdollistaa redundanttisen toiminnan. Prosessia ohjataan PCS7:n ja reseptien avulla.

## 4.3 Yleistä emulsiopolymerointiprosessista /10/

Emulsiopolymerointi tapahtuu Kiillolla puolipanosprosessina. Aluksi reaktoriin lisätään pohjapanos, jonka jälkeen aletaan syöttää muita aineita. Prosessi on paineeton ja se on yhteydessä ulkoilmaan hönkäputkien avulla. Monomeerin haihtumisen ehkäisemiseksi prosessin monomeerihöyryä lauhdutetaan yhdellä tai useammalla putkilauhduttimella. Haihdutus-jäähdytyksessä käytetään hyödyksi monomeerin höyrystymisentalpiaa. Haihdutus-jäähdytys kuljettaakin suurimman osan lämpöenergiasta pois prosessista.

Emulsiopolymerointi tarvitsee alussa lämpöä käynnistyäkseen. Prosessiin tuodaan lämpöä vaipassa kiertävän veden avulla. Vesi lämmitetään levylämmönvaihtimella kuumaöljyn avulla. Polymerointireaktion käynnistyttyä se alkaa tuottaa lämpöä eli se on eksotermien. Emulsiopolymerointi voi tuottaa suuriakin määriä lämpöenergiaa. Tämä lämpö jakautuu epätasaisesti reaktorissa, mutta se saadaan jakaantumaan tasaisesti riittävällä sekoituksella. Lämmön jakaannuttua voidaan ylimääräinen lämpö poistaa tehokkaammin. Lämmön poisjohtaminen tapahtuu erilaisia lämmönvaihtimia apuna käyttäen.

Polymeerilaitoksella on suljettu jäähdytysjärjestelmä. Tätä varten polymerointilaitoksen alakerrassa on kolme sammioita. Sammioita jäähdytetään



kahdella lämpöpumpulla. Pumput ovat aseteltu niin, että 3-sammiossa on lämpimintä vettä ja 1-sammiossa kylmintä. Kaikille linjoille pumpataan jäähdytysvesi sammioista 1 lukuun ottamatta linjan 3 VAM-lämmönvaihdinta.

Emulsiopolymeroinnissa ei synny sivutuotteita. Nykyisillä emulsiopolymerointimenetelmillä saadaan jäännösmonomeerimäärät niin pieniksi, että niiden poistamiselle ei ole tarvetta.

#### 4.4. Liuoksien valmistus /11/

##### Suojakolloidin valmistus

Suojakolloidisäiliöiden tilavuus on  $16 \text{ m}^3$ . Suojakolloidiliuos valmistetaan reseptin mukaisesti sekoittamalla kylmään veteen polyvinyylialkoholi, hydroselluloosa, vaahdonesto, puskuri ja emulgaattori.

Suojakolloidi lämmitetään  $80\text{--}90 \text{ }^\circ\text{C}$ :seen vaipassa kiertävällä  $120\text{--}140 \text{ }^\circ\text{C}$  termoöljyllä. Öljy lämmitetään termoöljykattilalla.

##### Katalyyttiliuoksen valmistus

Molemmilla linjoilla on kaksi katalyyttisäiliötä. Katalyytit punnitaan punnitushuoneessa ja liuos valmistetaan sekoittamalla katalyytti veteen.

### Aktivaattoriliuoksen valmistus

Molemmilla linjoilla on kaksi aktivaattorisäiliötä. Aktivaattori punnitaan punnitushuoneessa ja liuos valmistetaan sekoittamalla aktivaattori veteen.

### Pre-emulsion valmistus

Pre-emulsiosäiliön tilavuus on 14 m<sup>3</sup>. Pre-emulsio valmistuksessa monomeerit emulgoidaan veteen pinta-aktiivisten aineiden avulla.

## 4.5 Reaktoriin annostelu /11/

Dispersio valmistetaan reaktorissa, jonka panoskoko on enintään 10 tonnia. Monomeeri, suojakolloidi, katalyytit sekä aktivaattorit syötetään reaktoriin reseptin mukaisesti. Myös lämmitystä ja sekoitusta ohjataan reseptin mukaisesti. Sekoittaja käynnistetään, kun reaktorin pohjalla on tarpeeksi suojakolloidia tai pohjapanosta.

Suojakolloidi voidaan annostella vakionopeudella tai hydrostaattisen paineen avulla. Hydrostaattisen paineen avulla annostelutavaksi voidaan valita pienempi määräerä tai kaikki kerralla. Hienoannostelu voidaan tehdä vaa'alla tai pumpulla.

Pre-emulsiota/monomeeria voidaan annostella kolmella eri tavalla. Syöttötavat ovat:

- vakionopeus (= syöttötapa 1)
- lämpötilan mukaan (= syöttötapa 2).

Vakionopeudella annostelu tapahtuu pumpun avulla. Annostelu käynnistyy alkunopeudella ja kasvaa kohti loppunopeutta. Annostelu jatkuu loppunopeudella, kunnes haluttu määrä on annosteltu.

Pre-emulsio/monomeeri voidaan syöttää myös lämpötilan funktiona. Syöttö on rajattu neljään eri nopeuteen. Alussa syötetään pre-emulsiota hitaimmalla syötöllä 1. Syöttöä jatketaan, kunnes se saavuttaa lämpötilan 1. Syöttöä muutetaan aina seuraavaan arvoon, kun lämpötila nousee uudelle tasolle. Lopussa annostelua jatketaan kunnes haluttu määrä pre-emulsiota on syötetty reaktoriin.

Monomeeri syötetään reaktoriin vakionopeudella. Annostelu käynnistyy alkunopeudella ja loppua kohti mennessä se kasvaa loppunopeuteen. Annostelu jatkuu loppunopeudella kunnes haluttu määrä on annosteltu.

Katalyyttien ja aktivaattorien annostelu tapahtuu reaktorisäiliön vaa'alla. Vaakalukeman muutoksen perusteella säädin säätää katalyytti- tai aktivaattorisäiliön pohjaventtiiliä.

## 5. AJORAPORTTIEN LAADINTA

### 5.1 Mitattavat parametrit

Ajoraporttia varten kerätään eri mittausarvoja linjoilta 1, 2 ja 3. Säätimien ja antureiden mittaustiedot tallennetaan ajon aikana PCS7-trenditietokantaan, josta ne myöhemmin siirretään aikaleimalla luotavaan ajoraporttitietokantaan.

Mittaustiheydet on laadittu ajoraporttia ajatellen, mutta PCS7-trenditietokantaan voidaan tallentaa parametreja suuremmillakin mittaustiheyksillä.

Yleiset tiedot, kuten esimerkiksi eränumero sekä aloitus- ja lopetusaika siirretään ajoraporttitietokantaan Batch-raportista. Tässä luvussa tarkastellaan mitattavia parametreja hieman tarkemmin.

### 5.1.1 Suojakolloidijoraportti

Suojakolloidijoraportteja varten linjojen 1, 2 ja 3 suojakolloidisäiliön antureita ja säätimiltä mitataan seuraavat olo- ja asetusarvot:

- \* suojakolloidin lämpötila

- \* lämmitysteho.

Sekä lisäksi mitataan seuraavat oloarvot:

- \* sekoittimen kierrosnopeus

- \* lämmitysöljyn lämpötila

- \* määrämittaus.

Batch-raportista ajoraporttia varten tarvitaan:

- \* nimike

- \* tuote

- \* eränumero

- \* reseptinumero/versio

- \* valmistuslinja

- \* eräkoko

- \* pyydetyt ja toteutuneet punnitukset

\* sekvenssien aloitus- ja lopetushetket

\* erän aloitus- ja lopetushetki

\* 2-, 3- ja 4-tason hälytykset.

Taulukko 1. Suojakolloidijoraporttia varten mitattavat parametrit

Mittausarvo	Säädin / anturi Linja 1	Säädin / anturi Linja 2	Säädin / anturi Linja 3	Mittaustiheys
Suojakolloidin lämpötilan olo- ja asetusarvo, °C	TIC01502	TIC02502	TIC03502	10s
Lämmitystehon olo- ja asetusarvo, %	TIC01502	TIC02502	TIC03502	1s
Lämmitysöljyn lämpötilan oloarvo, °C	TIC01502	TIC02502	TIC03502	Mitataan erän 0-hetkellä <sup>1)</sup>
Sekoittajan kierros- nopeuden oloarvo, rpm	SK01922	SK02922	SK03902	Muutoksesta <sup>2)</sup>
Suojakolloidin määrämittaus, kg	WIC01156	WIC02156	WIC03156	5s

<sup>1)</sup> Mitataan myöhemmin määritettävässä 0-hetkessä (2.1.1 Suojakolloidi ajoraportti).

<sup>2)</sup> Sekoittajan kierrosnopeus mitataan muutoksesta. Mittauksen molemmin puolin tulee kumminkin saada arvot, jotta kuvaajasta tulee järkevä.

## 5.1.2 Dispersioajoraportti

Dispersioajoraportteja varten linjojen 1, 2 ja 3 reaktoreiden ja monomeeri/pre-emulsiosäiliöiden antureita ja säätimiltä mitataan seuraavat olo- ja asetusrvot:

- \* reaktorin lämpötila
- \* pre-emulsion/ monomeerin syöttönopeus.

Lisäksi mitataan seuraavat oloarvot:

- \* palautuksen lämpötila
- \* 1 sammionlämpötila
- \* reaktorin vaipassa kiertävän veden lämpötila
- \* sekoittimen kierrosnopeus
- \* sekoittimen virta
- \* aktivaattorin syöttönopeus
- \* katalyytin syöttönopeus.

Batch-raporttiin tulee ajoraporttia varten tallentaa:

- \* nimike
- \* tuote
- \* valmistuslinja
- \* eränumero
- \* reseptinumero/versio
- \* sekvenssien aloitus- ja lopetusajat
- \* syöttötapa
- \* VAM:n syöttösäiliö

\* halutut ja toteutuneet punnitukset

\* 2-, 3- ja 4-tason hälytykset.

Taulukko 2. Dispersioajoraporttia varten mitattavat syöttönopeudet

Mittausarvo	Säädin / anturi Linja 1	Säädin / anturi Linja 2	Säädin / anturi Linja 3	Mittaustiheys
Monomeerin syöttönopeus, kg/h	HIC01114	HIC2115	HIC03114	1s
Pre-emulsion syöttönopeus, kg/h	TIC01115	ei mitata	TIC03115	1s
Syöttöventtiilin oloarvo, %	TIC01115	ei mitata	TIC03115	1s
Aktivaattorin syöttönopeus ( oloarvo ), kg/h	WIC01309 ja WIC01300	WIC02309	WIC0339 ja WIC03300	1s
Katalyytin syöttönopeus ( oloarvo ), kg/h	WIC01303 ja WIC01306	WIC02304	WIC03303 ja WIC03306	1s

Taulukko 3. Dispersioajoraporttia varten mittavat lämpötilat

Mittausarvo	Säädin / anturi Linja 1	Säädin / anturi Linja 2	Säädin / anturi Linja 3	Mittaustiheys
Reaktorin lämpötila, °C	TIC01115 tai TIC01209 <sup>1)</sup>	TIC02243 tai TIC02209 <sup>1)</sup>	TIC03115 tai TIC0309 <sup>1)</sup>	1s
Palautuksen lämpötila, °C	TIC01242	TIC02242	TI03242	1s
Reaktorin vaipassa kiertävän veden lämpötila, °C	TIC01209	TI02209	TI03209	5s
1 sammion lämpötila, °C	TIC03697	TIC03697	TIC03697	Mitataan erän 0-ja lopetushetkellä <sup>2)</sup>
Lämmitysöljyn lämpötila, °C	TI03526	TI03526	TI03526	Mitataan erän 0-hetkellä <sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Ajoraporttiin tallennettavan lämpötilan tulee olla sama, kuin käyttäjän valitsema lämpötila Siemensin valvomojärjestelmästä. Ajoraporttiin tallennettava lämpötila voidaan mitata yksittäiseltä säätimeltä tai se voi olla molempien säätimien keskiarvo. Käyttäjän valitsema lämpötila löytyy CFC-chartsta, kohdasta SA0x901 lämpötila. Samalta säätimeltä saadaan myös tarvittava reseptin mukainen lämpötilan asetusarvo.

<sup>2)</sup> Mitataan myöhemmin määritettävässä 0-ja lopetushetkessä (2.1.2 Dispersio ajoraportti).

<sup>3)</sup> Mitataan myöhemmin määritettävässä 0-hetkessä (2.1.2 Dispersio ajoraportti).



Taulukko 4. Muut dispersioajoraporttia varten mitattavat parametrit

Mittausarvo	Säädin / anturi Linja 1	Säädin / anturi Linja 2	Säädin / anturi Linja 3	Mittaustiheys
Monomeeri/pre-emulsiosäiliön määrämittaus	WIC01116	WIC02116	WIC03116	1s
Monomeeri/pre-emulsiosäiliön määrämittaus lämpötila, °C	TIC01816	TIC02816	TIC03816	Mitataan erän aloitushetkellä <sup>1)</sup>
pumppauspaine jäädytysäiliöön, bar	PI01199	PI02202	PI03200	Mitataan erän lopetushetkestä 10min päästä <sup>2)</sup>
Sekoittajan kierrosnopeus ( oloarvo ), rpm	SC01923	SC02923	SC03903	10s
Sekoittajan virta ( oloarvo ), A	SC01923	SC02923	SC03903	10s

<sup>1)</sup> Mitataan myöhemmin määritettävässä 0- hetkessä (2.1.2 Dispersio ajoraportti).

<sup>2)</sup> Mitataan viiden minuutin jakso 10 min myöhemmin määritettävän lopetushetken jälkeen (2.1.2 Dispersio ajoraportti).

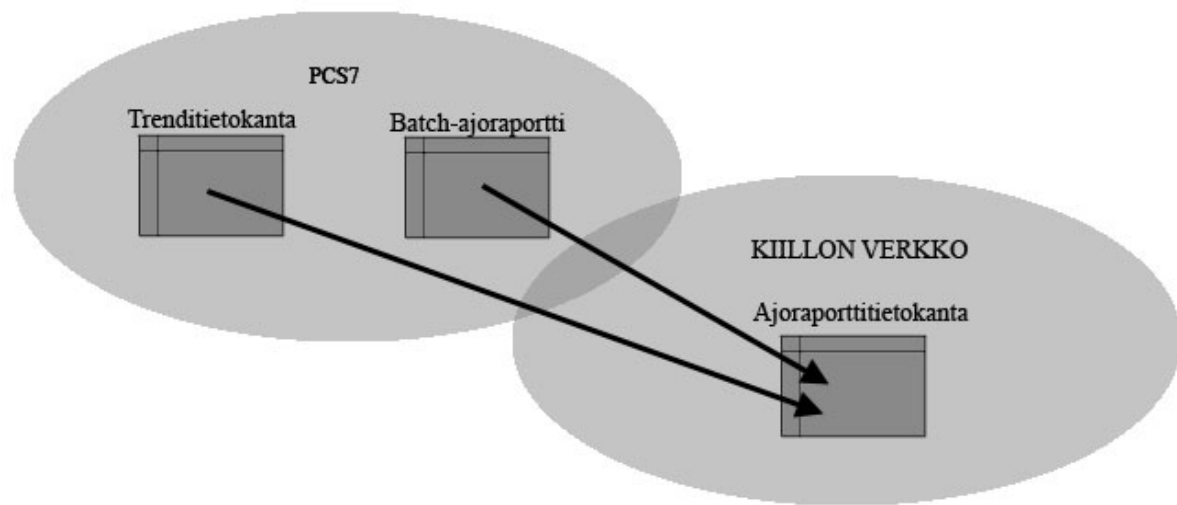
## 5.2 Ajoraportti

Kiillon verkkoon luodaan tietokanta ajoraporttia varten. Ajoraporttitietokannan tulee olla yleisesti käytetty, esimerkiksi Access tai SQL, jotta luku onnistuu tarvittaessa MS Excelillä. Parametrit, jotka on määrätty tallentavaksi PCS7-

trenditietokantaan ja Batch-ajoraportin luvuissa 5.1.1 ja 5.1.2, haetaan ajoraporttitietokantaan jokaisen ajetun erän jälkeen valitulla mittaustiheydellä.

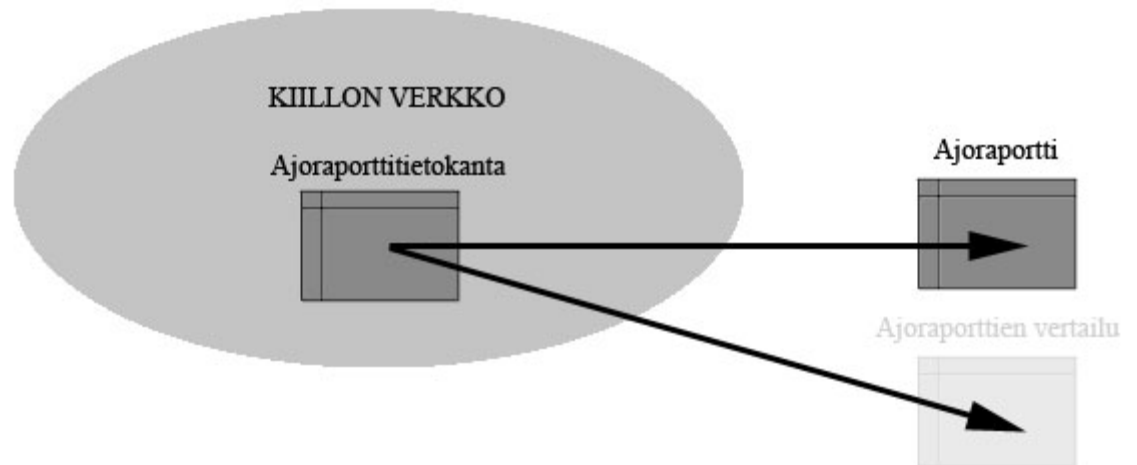
Parametrien haku ajoraporttitietokantaan aloitetaan ja lopetetaan myöhemmin määritettävien sekvenssien perusteella.

Batch-ajoraportin tiedot tuodaan kokonaisuudessaan ajoraportti tietokantaan (kuva 3).



Kuva 3. Ajoraporttien tallennus Kiillon verkkoon

Jokaisesta suojakolloidi- ja dispersioajosta tallennetaan Kiillon verkkoon oma raportti, joka voidaan tarvittaessa tulostaa. Ajoraporttiohjelmisto hakee ajoraporttiin tiedot ajoraporttitietokannasta(kuva 4).



Kuva 4. Tietojen haku ajoraporttiin

### 5.2.1 Suojakolloidijoraportin sisältö

Suojakolloidi ajoraportti koostuu kahdesta osiosta: tekstidatasta ja graafisesta kuvaajasta. Kuvaajaa ja tekstidataa varten määritetään 0- ja lopetushetki.

#### 0- ja lopetushetki

Kuvaajan piirtäminen ja joidenkin tekstidatojen mittaaminen aloitetaan 0-hetkestä. 0-hetki suojakolloidin valmistuksessa on se hetki, kun resepti on ladattu ajettavaksi (erän aloitus) ja suojakolloidisäiliön veden annosteluventtiilin oloarvo muuttuu. Veden annostelu hetki saadaan sekvenssistä SA0x902\_R0000 (alku).

Lopetushetki vuorostaan saadaan sekvenssin SA0x902\_lam\_ST lopetuksesta.

Ensimmäisen eli tekstidatasivun tulee sisältää seuraavat tiedot:

- nimike
- tuotenimi
- eränumero
- erän aloitusaika<sup>1)</sup>
- erän lopetusaika<sup>2)</sup>
- suojakolloidin valmistusaika<sup>3)</sup>
- ajolinja
- reseptiversion ja numero
- lämmitysöljyn lämpötila oloarvo 0- ja lopetushetkellä
- pyydetyt ja toteutuneet punnitukset
- 2-, 3- ja 4-tason hälytykset<sup>4)</sup>.

<sup>1)</sup> Aloitusaika saadaan sekvenssin SA0x902\_R0000 alkaessa

<sup>2)</sup> Lopetusaika saadaan sekvenssin SA0x902\_lam\_ST loppuessa.

<sup>3)</sup> Lopetus- ja aloitusajan erotus

<sup>4)</sup> Jos hälytyksiä on monta, niin niitä voidaan jatkaa ajoraportin loppuun

Graafinen kuvaaja

Seuraavat tiedot esitetään sivulla kaksi graafisesti ajan funktiona:

- lämpötilan olo- ja asetusarvo, °C
- lämmitystehon olo- ja asetusarvo, %
- sekoittimen kierrosnopeus, rpm
- määrämittaus, kg
-

- Jokaisella suureella on oma pystysuora akseli. Olo- ja asetusarvojen pystyakselit yhdistetään. Oloarvo piirretään paksulla viivalla ja asetusarvo ohuella viivalla. Vaaka-akselille merkitään aika tunteina nollasta aloittaen. Kuvan aika-akselin asteikon pienimmän ja suurimman ajan tulee sisältää myös aikaleima (hh:mm:ss). Suojakolloidijoraportin suunnitelma löytyy liitteestä 1. Suojakolloidijoraportti.

### 5.2.1 Dispersioajoraportin sisältö

Dispersio- ajoraportti koostuu kahdesta tai useammasta sivusta. Raportin kuvaajia ja tekstidatoja ei aleta mittaamaan reseptin lataamisesta vaan niitä varten määritetään 0- ja lopetushetki.

#### 0- ja lopetushetki

Kuvaajien ja joidenkin tekstidatojen laatiminen aloitetaan 0-hetkestä. 0-hetki on se hetki, jolloin resepti on ladattu ajettavaksi ja syöttösäätimen asetusarvo muuttuu. Asetusarvon muutos saadaan sekvenssistä SA0x901\_S0x903\_4.

Lopetushetkellä dispersiota aletaan siirtää jäähdytyssäiliöön. Lopetushetki saadaan sekvenssin SA0x903\_1\_S0x904 lopetuksesta.

Ensimmäisen eli tekstidatasivun tulee pitää sisällään seuraavat tiedot:

nimike

tuotenimi

ajolinja

eränumero

reseptinnumero ja version

VAM:n syöttösäiliö

erän aloitusaika <sup>1)</sup>

erän lopetusaika <sup>2)</sup>

reaktorin varausaika<sup>4)</sup>

1 Jäähdytyssammion lämpötilan oloarvo 0- ja lopetushetkellä

monomeerin/Pre-emulsion lämpötilan oloarvo 0-hetkellä

jäähdytysäiliön pumppauspaine <sup>3)</sup>

pyydetyt ja toteutuneet punnitukset

2-, 3- ja 4 tason hälytykset<sup>5)</sup>.

<sup>1)</sup> Aloitusaika saadaan sekvenssin SA0x902\_S0x903\_2 alkaessa.

<sup>2)</sup> Lopetusaika saadaan sekvenssin SA0x903\_LS-pesu loppuessa.

<sup>3)</sup> Lasketaan 5min keskiarvo paineesta, kun lopetushetkestä on kulunut 10 minuuttia.

<sup>4)</sup> Lopetus- ja aloitusajan erotus

<sup>5)</sup> Jos hälytyksiä on monta, niin niitä voidaan jatkaa ajoraportin loppuun

### Graafinen kuvaaja

Toisella sivulla tulee olla graafinen kuvaaja pre-emulsio/monomeeri-syötöstä.

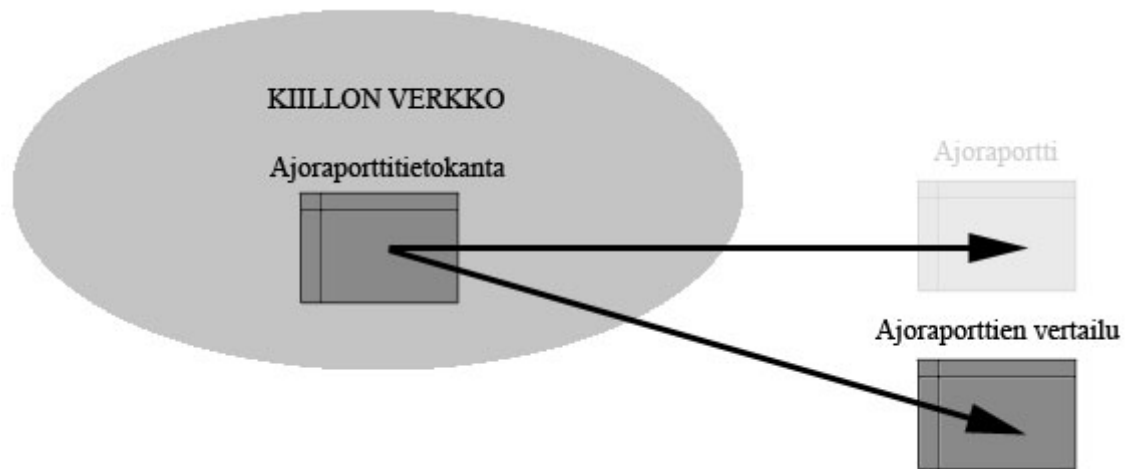
Pre-emulsio/monomeeri-syötöstä esitetään seuraavat tiedot graafisesti ajan funktiona:

syöttönopeuden olo- ja asetusarvo, kg/h  
lämpötilan olo- ja asetusarvo, °C  
jäähdyttimen palautus lämpötila, °C  
vaipan lämpötila, °C  
sekoittimen kierrosnopeus, rpm  
aktivaattorin syöttö säiliöstä 1, kg/h  
aktivaattorin syöttö säiliöstä 2, kg/h  
katalyytin syöttö säiliöstä 1, kg/h  
katalyytin syöttö säiliöstä 2, kg/h  
sekoittimen ampeerit, A.

Jokaisella suureella tulee olla oma pystysuora akseli. Olo- ja asetusarvojen sekä katalyytti ja aktivaattori syöttöjen pystyakselit yhdistetään. Oloarvo piirretään paksuna viivana ja asetusarvo ohuena viivana. Vaaka-akselille merkitään aika tunteina nollasta aloittaen. Kuvan aika-akselin asteikon pienimmän ja suurimman ajan tulee sisältää myös aikaleima (hh:mm:ss).

### 5.2.3 Ajoraporttien vertailu

Ajoraportteja tulee voida vertailla keskenään erillisellä ohjelmistolla. Tiedot ajoraporttien vertailuun haetaan ajoraporttitietokannasta (kuva 5). Ohjelmiston tulee sisältää ainakin seuraavia toimintoja.



Kuva 5. Ajourporttien vertailua varten haetaan tiedot ajourporttitietokannasta

Ohjelmistosta pitää löytyä mahdollisuus tehdä hakuja ajourporttitietokannasta. Hakujen avulla voidaan etsiä eroja erien välillä. Eriä tulee voida etsiä nimikkeen, tuotenimen ja ajan perusteella. Haku tulee myös voida rajata linjoittain. Tietokannasta tulee myös pystyä hakemaan pelkällä aika- ja linjarajauksella raportteja, jolloin käyttäjän tulee valita syöttötyyppi / suokolloidiraportti (kuva 6).

Nimike/tuotenimi	
<input type="text"/>	
Aikaväli	
<input type="text" value="pp.kk.vvvv"/>	- <input type="text" value="pp.kk.vvvv"/>
Linja	
▼ Kaikki	
Syöttötyyppi	
▼ Kaikki	<input type="button" value="Hae"/>

Kuva 6 Haku ikkuna

Hakujen perusteella ohjelma tulostaa taulukon, josta voidaan valita vertailtavat erät. Taulukon tulee sisältää ainakin seuraavat tiedot: Rivi, jossa voidaan valita



vertailtavat erät (maksimissaan 10), eränumero, nimike ja tuote samaan ruutuun erotettuna pilkulla, valmistuslinja ja ajetun erän valmistuspäivä. Ohjelman laatimaa taulukkoa tulee voida järjestää uudelleen minkä tahansa edellä mainitun tiedon mukaan (kuva 7).

	Nimike, tuotenimi	Valmistuspäivä	Eränumero	Linja
<input checked="" type="checkbox"/>	W3255, Kestomer V50 S	pp.kk.www	E2701242	2
<input checked="" type="checkbox"/>	W3255, Kestomer V50 S	pp.kk.www	E2702242	2
<input checked="" type="checkbox"/>	W3255, Kestomer V50 S	pp.kk.www	E2704543	2

Kuva 7 Hakutulos

Valittuja ajoja verrataan graafisesti. Kuvaajien laatiminen aloitetaan 0-hetkestä ja päätetään lopetushetkeen. 0- ja lopetushetki on määritelty ajoraporttien laatimisen yhteydessä kappaleissa 5.1.1 ja 5.1.2.

Kuvaajan tulee sisältää samat tiedot, kuin suojakolloidi tai dispersioraportissa olevan toisen sivun kuvaajan. Kuvaajasta voidaan poistaa yksi tai useampi vertailtava suure kerrallaan (kuva 8).

Vertailtavat suuret	
<input checked="" type="checkbox"/>	Syöttönopeuden olo- ja asetusarvo, kg/h
<input checked="" type="checkbox"/>	Lämpötilan olo- ja asetusarvo, °C
<input type="checkbox"/>	Jäähdyttimen palautus lämpötila, °C
<input type="checkbox"/>	Vaipan lämpötila, °C
<input type="checkbox"/>	Reaktorin vaipan lämpötila asetusarvo, °C
<input type="checkbox"/>	Sekoittimen kierrosnopeus, rpm
<input type="checkbox"/>	Aktivaattorien syöttö, kg/h
<input checked="" type="checkbox"/>	Katalyyttien syöttö, kg/h
<input type="checkbox"/>	Sekoittimen ampeerit, A

Kuva 8 Vertailtavat suuret

Kuvaajaan erät merkitään kuvioilla ja vertailtavat suureet värein. Näin yleisilmeestä saadaan mahdollisimman selkeä. Eri erät merkitään eri kuviolla, kuten esimerkiksi neliöllä, kolmiolla ja ympyrällä (kuva 9). Ohjelmalla tulee voida vertailla 6–10 erää keskenään.

Vertailtavat erät	
<input checked="" type="checkbox"/>	■ W3255, Kestomer V50 S, E2701242
<input checked="" type="checkbox"/>	▲ W3255, Kestomer V50 S, E2702242
<input type="checkbox"/>	● W3255, Kestomer V50 S, E2704543

Kuva 9 vertailtavat erät

Vaaka-akselille merkitään aika tunteina nollasta aloittaen. Kuvan aika-akselin asteikon pienimmän ja suurimman ajan tulee sisältää myös aikaleima (hh:mm:ss). Jokaisella suureella tulee olla oma pystysuora akseli. Olo- ja asetusrvojen pystyakselit yhdistetään piirtämällä ne samalla värillä. Oloarvo piirretään paksuna viivana ja asetusrvo ohuena viivana.

### 5.3. Sekvenssien kestot

Kiillon verkkoon luodaan tietokanta, johon tallennetaan eri prosessivaiheiden eli sekvenssien kestot. Sekvenssit tulee voida järjestää linjoittain. Seuraavien sekvenssin ja sekvenssien välisiä aikoja halutaan seurata. Mitattavat sekvenssit löytyvät taulukosta 5.

Tauluko 5 Mitattavat Sekvenssit

Mitattava aikaväli	sekvenssi
VAM-pumppaus	S18_S19_SA0x901
SK reaktoriin	SA0x902_S0x903_2
monom. alkulis	SA0x901_S0x903_4
vaipan lämmityksen alusta syötön alkamiseen	SA0x903_vaippaST alku-->SA0x901_S0x903_4 alku
syöttöaika	SA0x901_S0x903_4
syötön lopusta jälkikatalyytin lisäykseen	SA0x901_S0x903_4 loppu --> SA0x912_SAx903 tai SA0x913_SAx903
jälkikatalyytit	SA0x912_SAx903 + SA0x913_SAx903 +
reaktorin jäähdytys	SA0x903_LS_jaah
kylmät jälkilisäykset	SA0x910_SAx903 + SA0x912_SAx903 + SA0x913_SAx903
siirto jäähdytyssäiliöön	SA0x903_1_S0x904
pesuval., LS pesu, LS tyhj.	SA0x903_LS_pesu + SA0x903_LS_tyhj
suojakolloidin pumppaus alkoi	sekvenssin SA0x902_S0x903_2 kellonaika
reaktorin pesu mahdollinen	sekvenssinSA0x903_LS_pesu kellonaika

## 6. PROSESSIN KEHITYS

### 6.1 Yleistä

Prosessin kehitysosiossa vertailtiin eri automaatiojärjestelmän sekvensien kestoja neljällä eri dispersiolla. Näitä neljän eri dispersion sekvenssin kestoja vertailtiin linjoilla 1 ja 3. Dispersiot olivat:

- W3264 V55N
- W3255 V50S
- W3258 VM55
- W3259 D4P.

Dispersiot on valmistettu eri syöttötavoilla. Tutkimusavustaja Anne Lintulan keräämistä sekvenssiajoajoista poistettiin ajat, jotka poikkesivat huomattavasti keskiarvoista. Reaktioaikaa vievien sekvenssien keskiarvot ja keskihajonnat laskettiin ja niistä luotiin taulukko.

Taulukosta poimittiin sekvenssit, joiden keskiarvot erosivat linjojen 1 ja 3 välillä. Poimittuihin sekvensseihin kiinnitettiin erityistä huomiota. Sekvenssijä tutkittiin piirtämällä PI-kaavio sekvenssiin liittyvistä laitteista. PI-kaavioon merkittiin materiaa livirrat, jonka jälkeen sekvenssien vertailu linjojen 1 ja 3 välillä helpottui.

Sekvenssien aikojen avulla selvitettyjen erojen lisäksi prosessin pumppuja ja lämmönvaihtimia vertailtiin yleisellä tasolla. Prosessista etsittiin myös yleisiä parannuskohteita käymällä prosessia läpi.

## 6.3 Parannusehdotukset

### 6.4.1 VAM-pumppaus Pre-emulsio / monomeerisäiliöön

Linjoilla 1 ja 3 VAM-pumpataan varastosäiliöistä S18 ja S19. Pumppaus tapahtuu VAM-pumpuilla, jotka sijaitsevat ulkona. Linjalla 3 VAM syötetään lämmönvaihtimen kautta, kun taas linjalla 1 se syötetään suoraan monomeerisäiliöön. Tämä ei silti vaikuta ajoaikoihin. Linjalla 3 on hieman tehokkaampi pumppu kuin linjalla 1. Tämä vuoksi linjan 3 VAM-pumppaus on noin 4–5 min nopeampi. Pumpun vaihtaminen pienen muutoksen ja kalliin investoinnin takia ei ole järkevää. Liitteessä 3 on esitetty tarkemmin WAM:in pumppaus Pre-emulsio / monomeerisäiliöön

Taulukko 6 VAM-pumput

Positio	Pumppu	Tuotto l/s	paine bar	huom
PU03006	Lamellipumppu	1,5	N/A	
PU03001	Lamellipumppu	1,8	2	
PU03600	Uppopumppu	5,6	1,5	

### 6.4.2 Veden syöttö pre-emulsio / monomeerisäiliöön

Vesi syötetään pre-emulsio / monomeerisäiliöön suoraan vesijohtoverkosta. Linjalla 3 syöttöaika on noin 5–8 min pitempi, kuin linjalla 1. Aikaero johtuu erilaisesta hienosyöttömekanismista. Veden syötön PI-kaavio on liitteestä 4.

### 6.4.3 Suojakolloidisäiliön lämmitys

Suojakolloidisäiliön vaipassa kiertää kuumaöljy. Lämmityksen kestoissa on linjoittain suuria eroja. Linjalla 1 lämmitysajat ovat keskimäärin 100 – 200 min pidempiä kuin linjan 3 ajoajat.

Aikaero selittyy lämmitysputkien kokoeroilla. Päälämmitysputket linjoilla 1 ja 3 ovat halkaisijaltaan 80 mm. Pääputkesta haarautuu linjalle 1 50 mm putket, kun taas 3-linjan haarautuva putki on 80 mm. Tämä putki vaihtamalla voidaan vaikuttaa lämmitysaikoihin huomattavasti. Liitteestä 5 löytyy PI-kaavio suojakolloidisäiliön lämmitysjärjestelmästä.

### 6.4.4 Dispersion jäädytys levylämmönvaihtimella ja pumppaus jäädytyssäiliöön

#### Dispersion jäädytys levylämmönvaihtimella

Reaktorin dispersiojäädytyspiiri koostuu vesipumpuista, dispersiopumpusta ja levylämmönvaihtimesta. Linjoilla on kirjoitushetkellä erilaiset lämmönvaihtimet, mutta linjalle 3 ollaan hankkimassa samanlaista lämmönvaihdinta, kuin linjalla 1 on. Seuraavat päätelmät perustuvat oletukseen, että lämmönvaihtimissa ei ole eroja.

Lämmönvaihtimella ei ole merkittävä jäädytyksen tehokkuuden kannalta, koska se on ylimitoitettu ja jäädytyspiirin tehoa ohjataan lämpötilan funktiona säätimellä. Säädin kuristaa venttiilin avulla lämmönvaihtimeen virtaavan veden määrää.

Taulukosta 7 huomataan, että vesipumppu linjalla 1 on huomattavasti suurempi, kuin linjalla 3. Pumpun ylikapasiteetin ja sammiokapasiteetin johdosta voitaisiin pumppu PU01601 vaihtaa pienempään tai vaihtaa 3-linjan välijäädytyspumppun

PU036004 kanssa. Tällä saataisiin kavennettua linjojen välisiä eroja. PI-kaavio on liitteestä 6.

Taulukko 7 Dispersiojäähdytysjärjestelmän pumput

Positio	Pumppu	Tuotto l/s	paine bar	huom
PU01601	Keskipakopumppu	11,1	34	
PU01200	Lohkomoottoripumppu	2,8	N/A	
PU03603	Uppopumppu	5,56	1	
PU03200	hammaspyöräpumppu	2,8	8	

Linjan 3 dispersioputket ovat myös hieman suuremmat kuin linjalla 1, mutta niiden vaihtaminen tuskin tuo suurta eroa jäähdytysaikoihin.

#### Dispersion siirto jäähdytysäiliöön

Kun dispersio pumpataan lämmönvaihtimen kautta jäähdytysäiliöön, ovat linjan 1 ajat pidempiä. Dispersiopumput ovat samanlaisia. Lämmönvaihtimen vesipumput ovat erikokoisia, mutta niiden osuus jää minimaaliseksi säätimen ohjaaman venttiilin johdosta. Ero saattaa selittyä sillä, että linjan 1 pääputket ovat erikokoiset. Liite 6 Dispersion jäähdytys levylämmönvaihtimella ja pumppaus jäähdytysäiliöön.

Taulukko 8 Jäähdytysäiliöön siirtopumput

Positio	Pumppu	Tuotto l/s	paine bar	huom
PU01200	Lohkomoottoripumppu	2,8	N/A	
PU01601	Keskipakopumppu	11,1	34	
PU03200	hammaspyöräpumppu	2,8	8	
PU03603	Uppopumppu	5,56	1	

### 6.4.5 Reaktorin vaippa

Alussa reaktoriin pitää tuoda lämpöä, jotta polymeroituminen lähtee käyntiin. Lämmitys on hoidettu vaipassa kiertävällä vedellä. Levylämmönvaihtimessa kiertävää vettä lämmitetään kuumaöljyllä. Kylmä vesi puolestaan tulee sammiosta sammionpumpun avulla. Vesi säädetään sopivaksi kolmitieventtiilin avulla. Liiteestä 7 löytyy Reaktorinvaippaan vaikuttavat laitteet. Suurta eroa lämmitysajoissa ei ole. 3-linjan sammionpumppu on hieman linjan 1 pumppua pienempi. Tämä kompensoi linjan 1 hieman pienempää 65 mm putken halkaisijaa. 3-linjan putki on halkaisijaltaan 80 mm.

Mitään suurta parannettavaa prosessiajan kannalta ei lämmitysjärjestelmästä löytynyt. Lämmityksen hyötysuhdetta voitaisiin rahallisesti parantaa huomattavasti asentamalla pikaventtiilit reaktorin vaippaan.

Taulukko 9 Reaktorin lämmitysjärjestelmän pumput

Positio	Pumppu	Tuotto l/s	paine bar	huom
PU01602	Keskipakopumppu	13,8	32	
PU01606	Keskipakopumppu	13,8	7	
PU03602	Uppopumppu	11,1	1,5	
PU03606	vesipumppu	13,8	7	

### 6.4.6 Häätäjäähdytysjärjestelmä

Reaktorin häätäjäähdytysjärjestelmä on suunniteltu jäähdyttämään reaktoria pumpun rikkoutumisen tai sähkökatkon sattuessa. Reaktorin vaipan jäähdytysjärjestelmä on kytketty venttiilin kautta vesijohtoverkkoon.

Jäähdytysjärjestelmän pumput ovat niin tehokkaita, että ne voivat pumpata jäähdytysveden vesijohtoverkkoon. Tämä kuitenkin edellyttää sitä, että venttiili on auki, pumput päällä ja jäähdytysjärjestelmään tulee tukos. Mahdolliset seuraukset voivat olla vakavia. Kytkenän turvallisuutta voitaisiin parantaa



huomattavasti asentamalla järjestelmään takaiskuventtiili.

Hätäjäähdytysjärjestelmän PI-kaavio on liitteenä 8.

## 7 YHTEENVETO

Ajoraportin laadinta onnistui ilman suurempia ongelmia. Suurimman päänvaivan ajoraporteissa tuotti tiukka aikataulu. Se mitä ajoraporttiin haluttiin sisällyttää, tuli pohtia 1–2 kk:ssa. Sisältö saatiin kuitenkin päätettyä aikataulun puitteissa ja ajoraporttiohjelmistosta on lähetetty tarjouspyynnöt kahteen eri yritykseen.

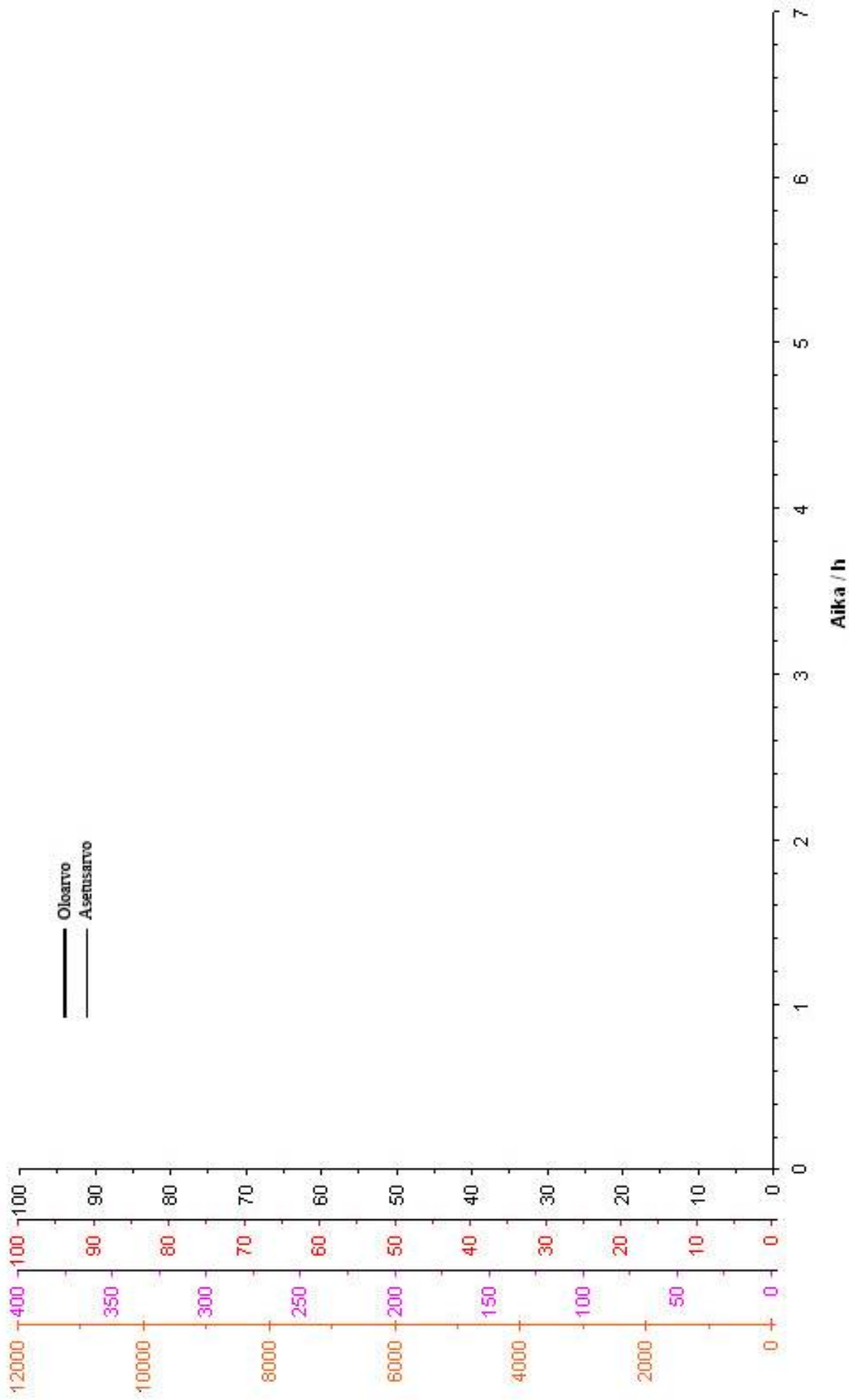
Prosessin kehityksessä ei löytynyt ajallisesti suurta parannettavaa, lukuun ottamatta suojakolloidisäiliön lämmitystä. Hyötysuhdetta parantaisi säiliöihin ja lämmönvaihtimiin asennettavat pikapesuventtiilit. Näin lämmönvaihtimiin kertynyt sakka saadaan helposti pestyä pois. Toinen merkittävä parannusehdotus on hätäjäähdytysjärjestelmään asennettava takaiskuventtiili.

## LÄHDELUETTELO

- 1 Kiilto Oy. [www-sivu]. [viitattu 27.3.2006] Saatavissa:  
[http://cagamb109.crescom.fi/fi/yritys/toiminnan\\_peruskivet/](http://cagamb109.crescom.fi/fi/yritys/toiminnan_peruskivet/)
- 2 Lindberg-Törmälä-Martinmaa-Lehtinen, Polymeeritiede ja muovitekniologia, osa 1, Espoo 1984, s. 76-78
- 3 Loverll-EL-Aasser, Emulsion polymerization and emulsion polymers, , s. 220-221
- 4 Barbaour-Clarke, Fone-Hoggan-James-Jones, & Solvent Based Acrylics and their End User Application Volume 1, 1996 London
- 5 Kiilto Oy, Räjähdysasiakirja, 2007
- 6 Blacley, Emulsion polymerization, 1975
- 7 UW-Stevens Point [www-sivu]. [viitattu 5.12.2007] Saatavissa  
[www.uwsp.edu/chemistry/polyed/pdf/exercises/microscale\\_emulsion.pdf](http://www.uwsp.edu/chemistry/polyed/pdf/exercises/microscale_emulsion.pdf)
- 8 Celanese Chemical Company, Captive Emulsion Polymerization
- 9 Kiilto Oy, Polymeerilaitoksen esittelymateriaali, 2008
- 10 Lahti Tuula, Esitelmä Kiilto Oy:llä 2007
- 11 Kiilto Oy, Laatukäsikirja, 2008

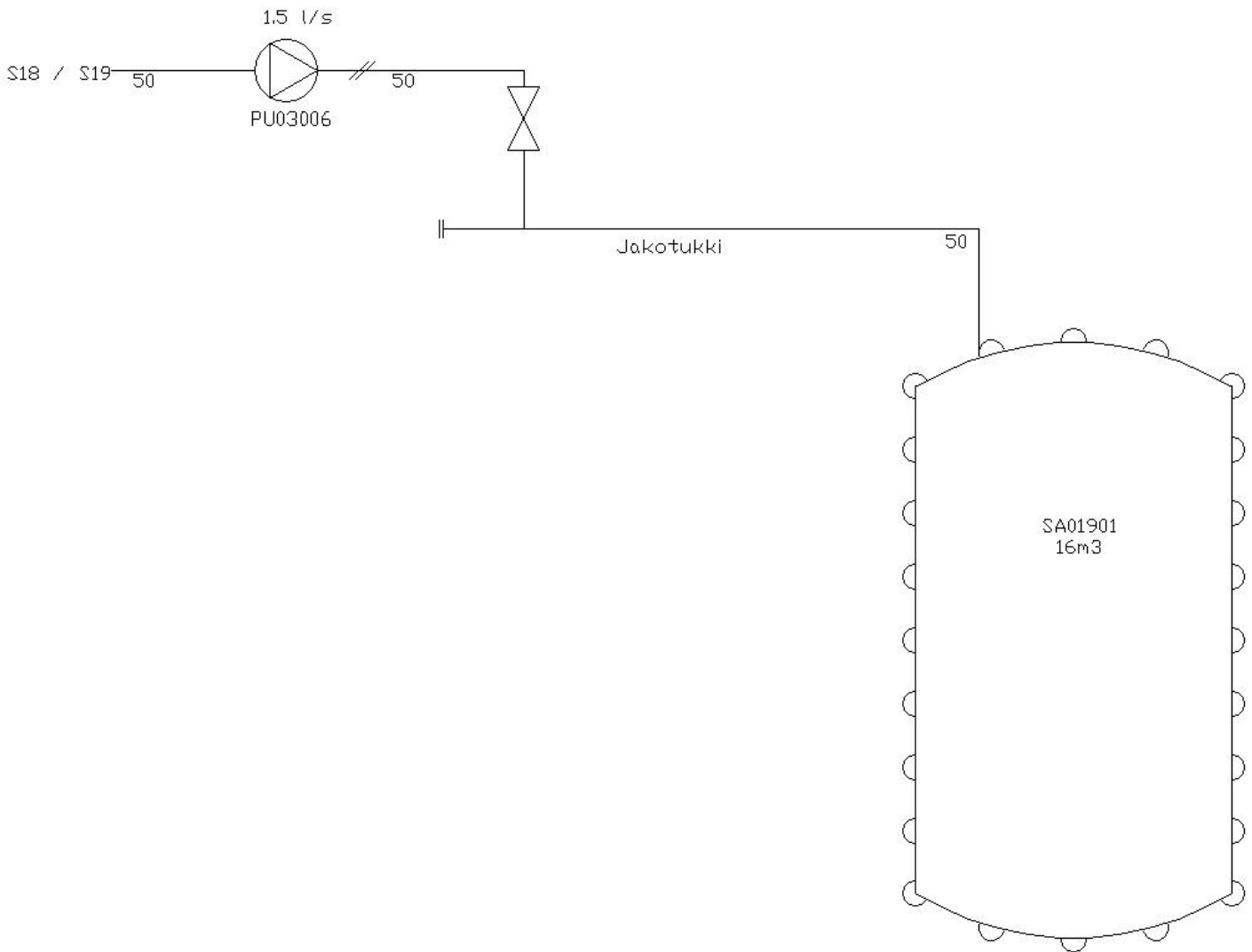


# nimike, tuote, eränumero, linja

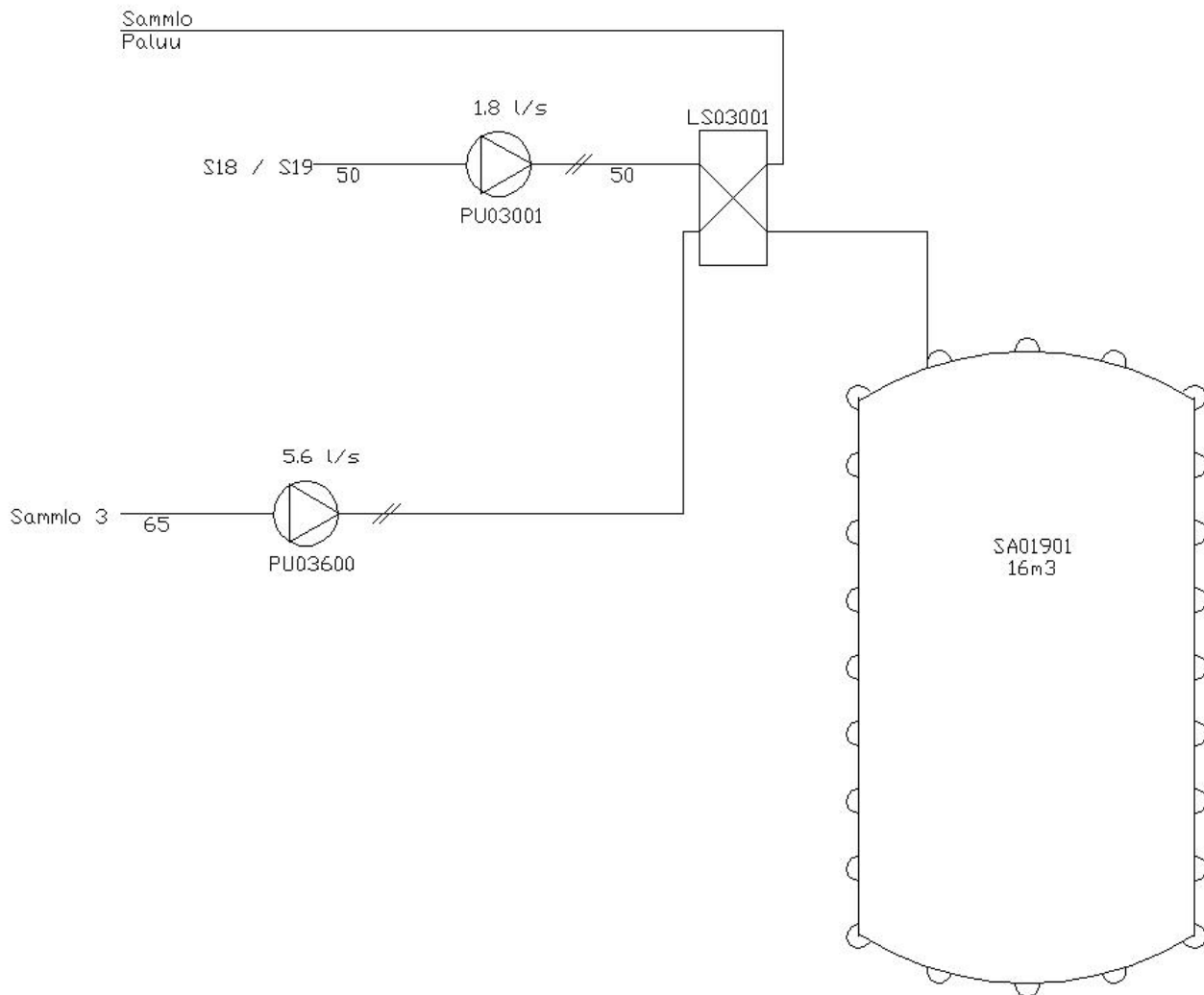


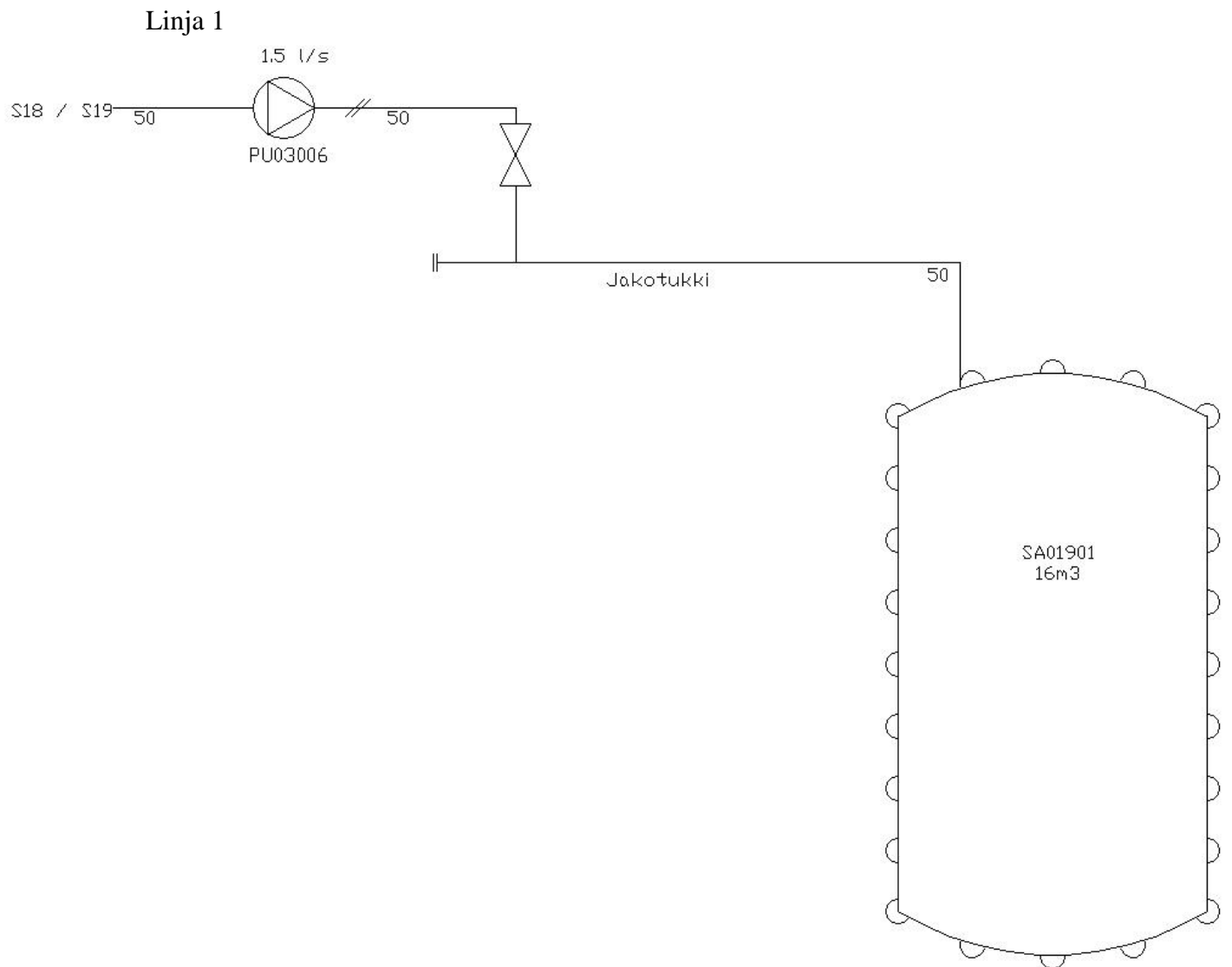
Lämpötilan olo- ja asetuservo, °C	
Lämmitystehon olo- ja asetuservo, %	
Sekoittimen kierrosnopeus, rpm	
Määrämittaus, kg	

Linja 1

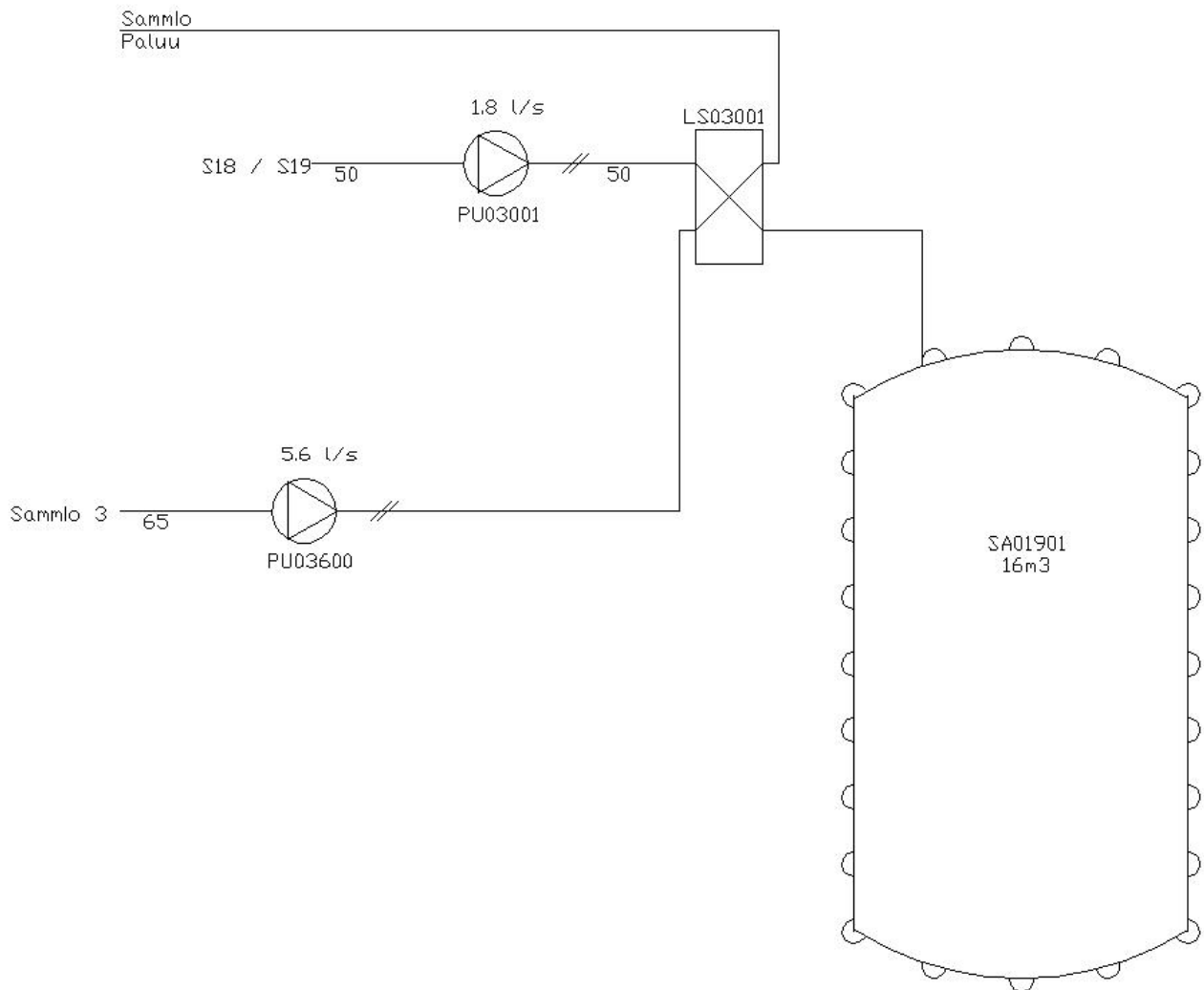


Linja 3



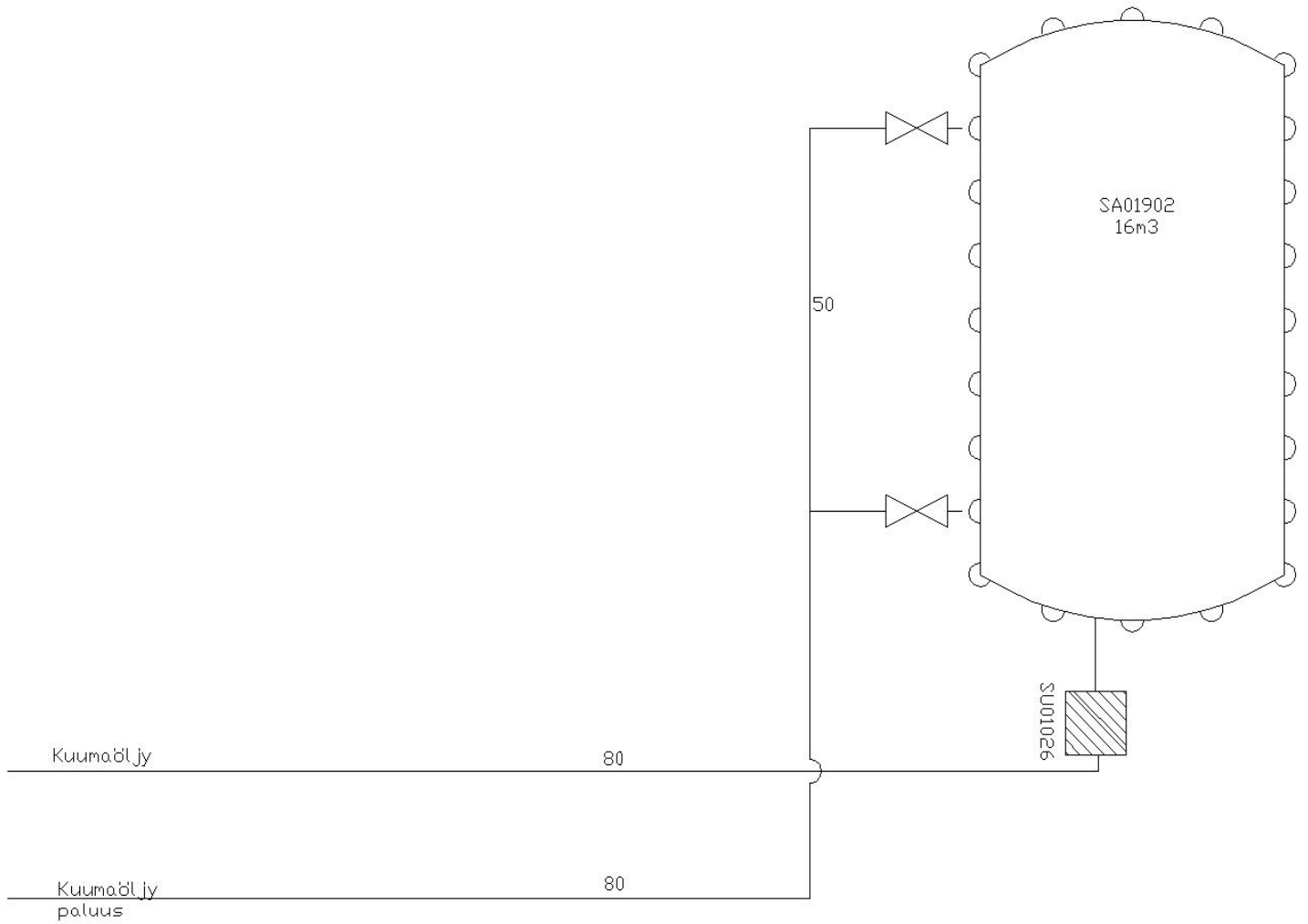


Linja 3

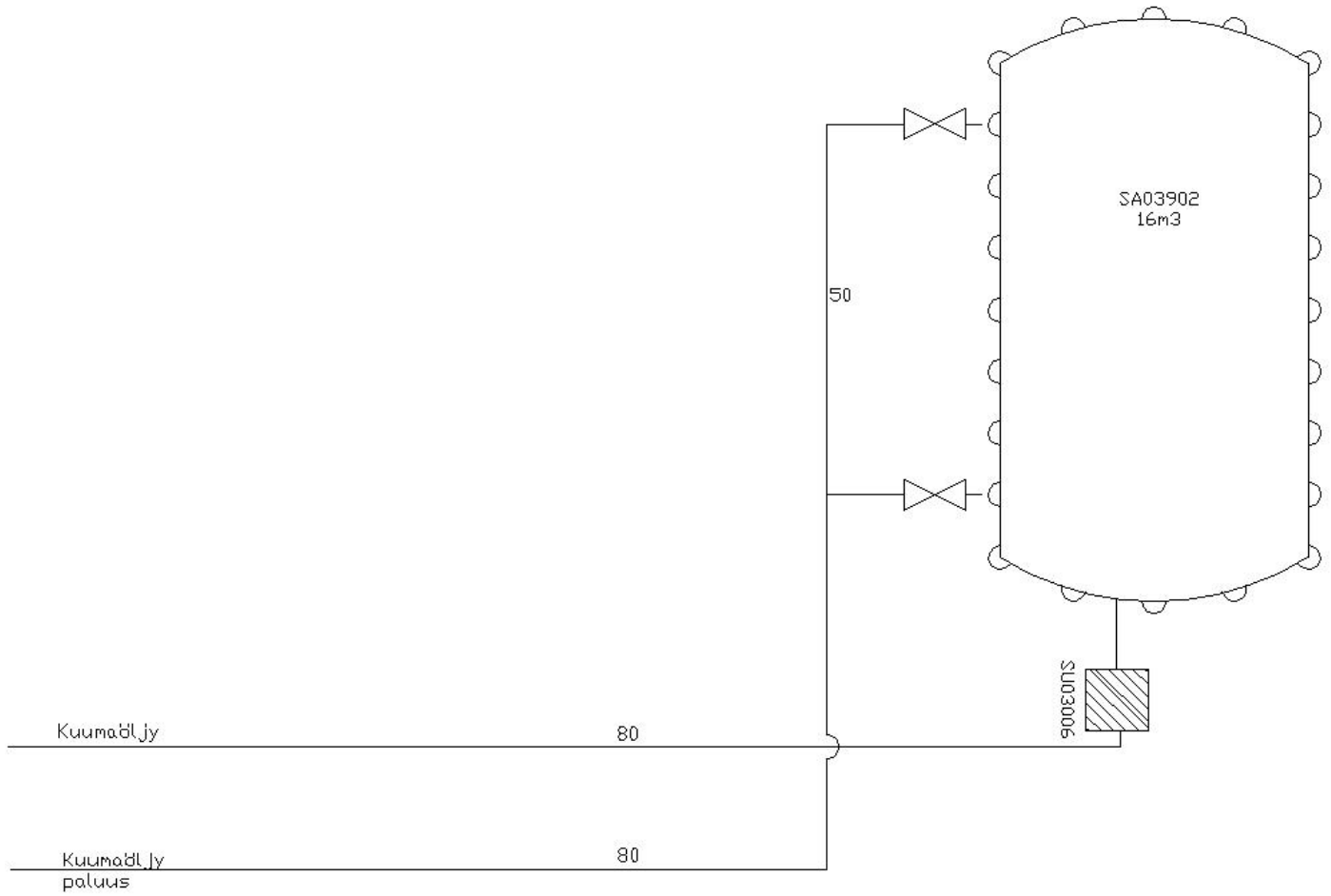




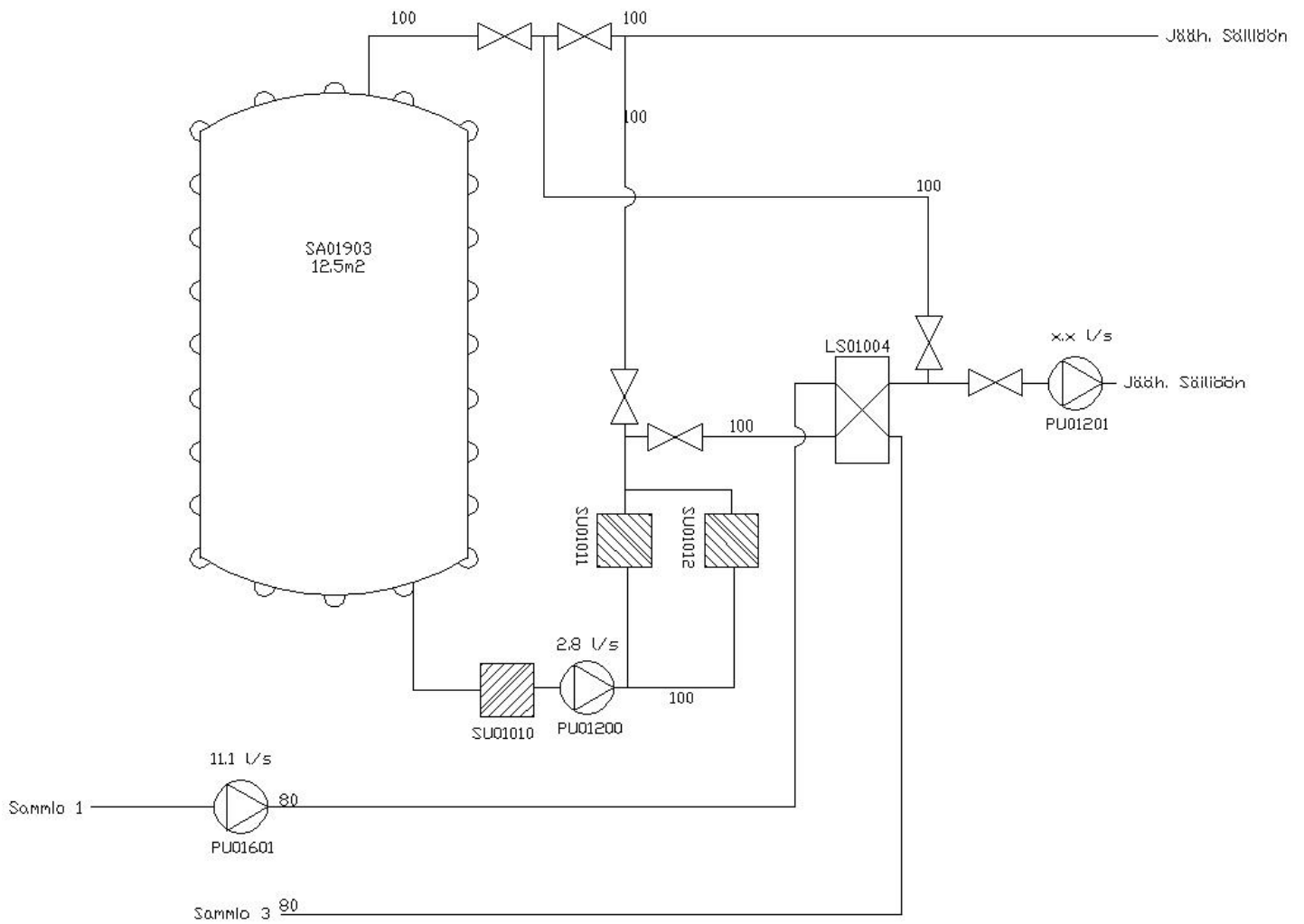
Linja 1



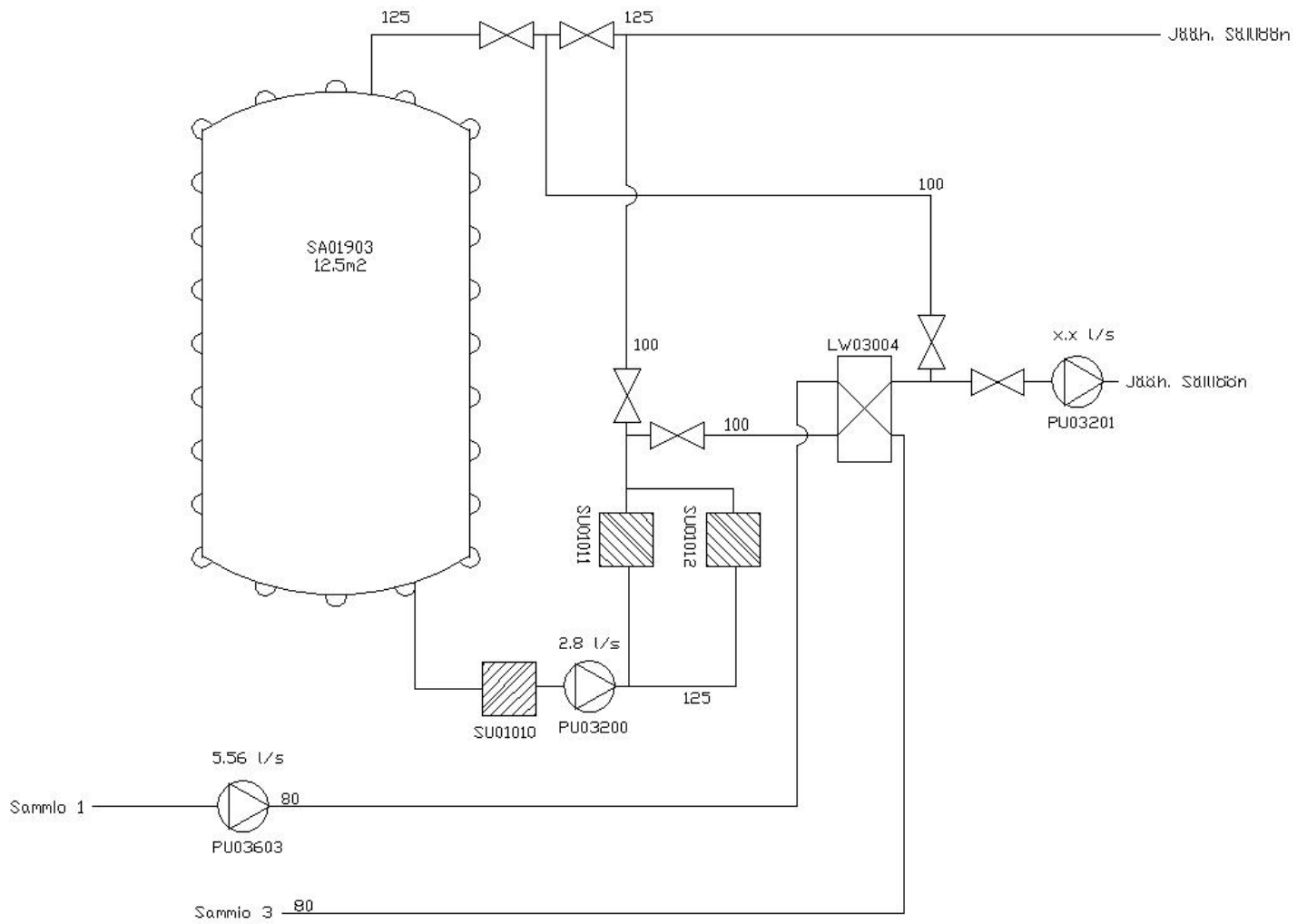
Linja 3



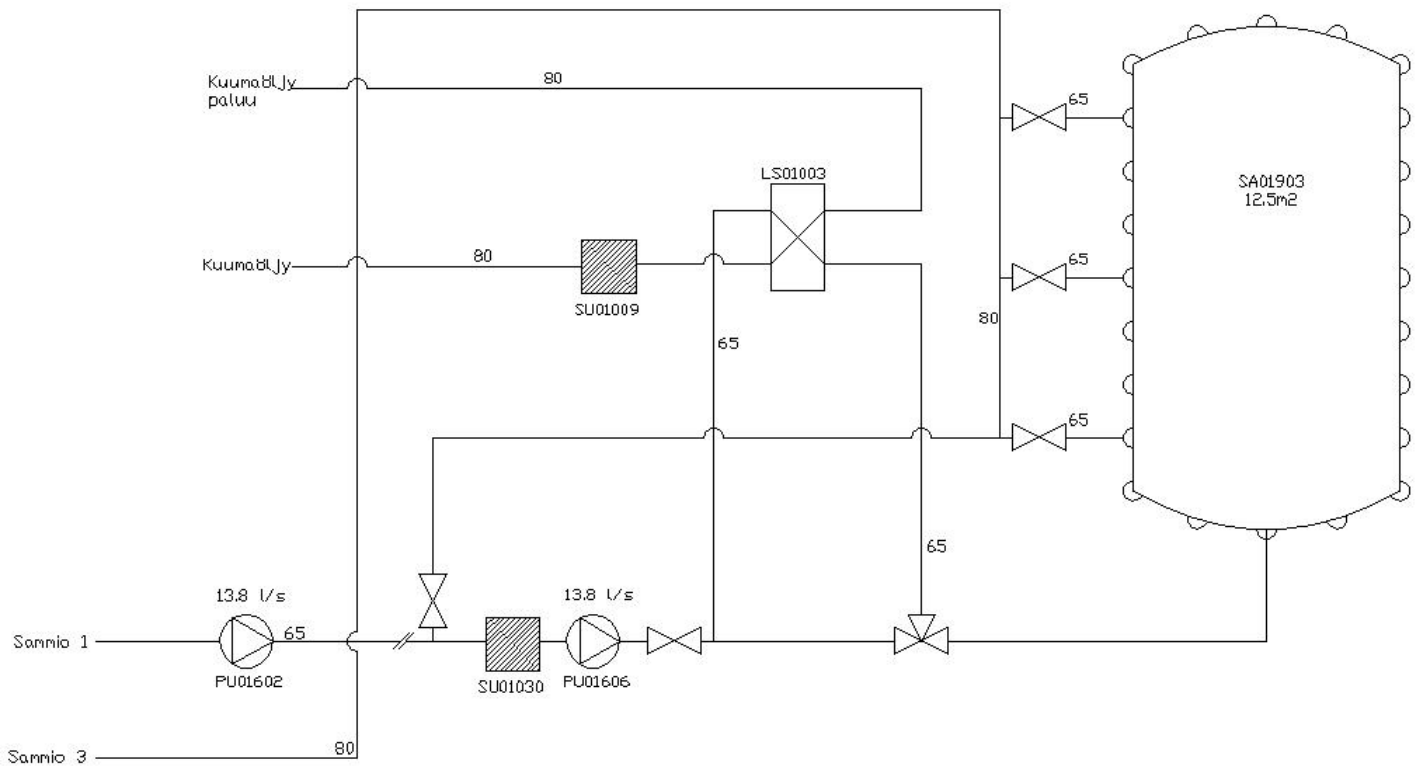
Linja 1



Linja 3



Linja 1



Linja 3

