

Kimmo Kousa

LAROXIEN PURISTUSAIKOJEN JA VEDEN KÄYTÖN
OPTIMOINTI

Kemiantekniikan koulutusohjelma
2017

LAROXIEN PURISTUSAIKOJEN JA VEDEN KÄYTÖN OPTIMOINTI

Kousa, Kimmo

Satakunnan ammattikorkeakoulu

Kemiantekniikan koulutusohjelma

Lokakuu 2017

Valvoja: Hannelius, Timo, Lehtori, SAMK

Ohjaaja: Laukkanen, Tuomo Tutkimusinsinööri, DI, NNH

Sivumäärä: 27

Liitteitä: 4

Asiasanat: painesuodatin, nikkelpitoisuus, optimointi

TIIVISTELMÄ

Työn tarkoituksena oli optimoida suodatus- ja puristusajat Norilsk Nickel Harjavalta Oy:n SU-liuottamalla sijaitseviin Larox-painesuodattimiin. Lisäksi tavoitteena oli määrittää optimi pesuveden määrä. Työssä tutkittiin sakan nikkelpitoisuuksia asettamalla eri suodatus- ja puristusaikoja Larox-painesuodattimien ohjelmaan. Testit suoritettiin niin, että toinen suodatin LA61 oli normaaliajossa referenssinä ja toinen LA51 oli testiajossa, johon muutetaan kakun pesuaikoja ja puristusaikoja. Yksi sarja sisältää kolme muutettavaa pesu- ja puristusaikaa. Jokaisesta sarjasta otetaan kolme näytettä Laroxin puruista tulevasta sakasta. Näytteitä otettiin testien aikana kakun pesuvedestä, kankaan pesuvedestä ja suodatetusta sakasta. Pesuvesien näytteet otettiin, jotta saadaan tietää vedessä jo oleva nikkelpitoisuus, jolla pestään vesiliukoisia nikkeliä sakasta. Vaikka pesuveden nikkelpitoisuus vaihtelee jatkuvasti, saadaan tietää veden sen hetken nikkelpitoisuus, jonka myötä on helpompi analysoida sakanäytteiden tuloksia. Testiajojen sakasta otettiin aina kolme sakanäytettä/ purku. Kolme sakanäytettä otettiin, jotta saataisiin mahdollisimman tarkkaan analysoitua sakan nikkelpitoisuus keskiarvona. Näytteet toimitettiin Norilsk nickel Harjavallan omaan laboratorioon, jossa ne analysoitiin. Liuosnäytteiden kemiallinen koostumus määritettiin ICP:llä (inductively coupled plasma) ja kiintoaineiden kemiallinen koostumus määritettiin XRF:llä (röntgen fluoresenssi).

Työn tavoitteena oli myös miettiä mahdollisuutta kankaan pesuveden kierrättämiseen, jotta Larox-suodattimien turha vedenkäyttö saataisiin hallintaan. Turha vedenkäyttö laimentaa prosessissa nikkeliä ja aiheuttaa haihduttamisesta tulevia kustannuksia. Tämä kuitenkin todettiin vaikeaksi asiaksi toteuttaa, koska kankaanpesuveden mukana tuleva kiintoaine aiheuttaa tukkeumia linjastoihin ja niin pienelle kiintoaine määrälle on vaikea saada toimivaa suodatussysteemiä.

Opinnäytetyössä saatujen tulosten perusteella kakun pesuaikojen ja puristusaikojen optimoimisella saadaan pienennettyä prosessista poistettavan sakan nikkelpitoisuutta. Ensin kakun pesuaikojen optimoimisella saadaan nikkelpitoisuus 0,30 % pienemmäksi ja puristusajat optimoimalla saadaan nikkelpitoisuutta laskemaan yhteensä 0,43 %.

OPTIMIZATION OF PRESSING TIMES AND WATER CONSUMPTION OF LAROX FILTERS

Kousa, Kimmo

Satakunnan ammattikorkeakoulu, Satakunta University of Applied Sciences

Degree Programme in chemical engineering

October 2017

Supervisor: Hannelius, Timo, Lecturer, SAMK

Supervisor: Laukkanen, Tuomo, Research Engineer, M. Sc. (tech), NNH

Number of pages: 27

Appendices: 4

Keywords: pressure filter, Ni-concentration, optimization

ABSTRACT

The purpose of this thesis was to optimize Norilsk Nickel Harjavalta Oy's SU-leaching department's filtering and pressing times of Larox- pressure filters. The purpose was also to determine the optimal amount of washing water for the process. The thesis researched the nickel levels in the dreg by implementing the Larox pressure filter program with different filter and pressing times. The tests were implemented with changing one of the two filters. One filter, LA61, remained with the normal set up and was used as a reference where the other filter, LA51, was used for the test drives. For filter LA51 the washing and pressing times were changed. From each test drive there was three samples taken. There were samples taken from the washing water of the cake, the washing water of the fabric and from the filtered dreg during the tests. The aim of the samples was to find out the initial nickel level of the water which will be used to wash out the water-soluble nickel from the dreg. This information will help the analysis of the results of the dreg samples even though the nickel level of the washing water is constantly fluctuating. To be able to evaluate the average level of nickel as accurately as possible, there were three samples taken from the dreg from each test drive. All samples were taken into Norilsk Nickel Harjavalta's own laboratory for analysing. The solutions samples' chemical consistency was specified with ICP (Inductively Coupled Plasma) and the chemical consistency of solids was specified with XRF (X-ray fluorescence).

The purpose of the thesis was also to consider the possibility to recycle the washing water of the fabric in order to control the unnecessary usage of water in Larox-filters. The unnecessary use of water dilutes the process' nickel solution and causes transpire evaporation costs. This was unfortunately found too difficult to implement since the solid with the fabric wash water causes blockages into the lines. It was also difficult to find a working filtering system for such a small amount of solid.

The results of this thesis will help to reduce the level of nickel from the dreg by optimizing the washing and pressing times of the cake. The optimization of cakes washing time will reduce the nickel level 0,30 %. After this optimizing the pressing times the nickel level will be reduced 0,43 % in total.

SISÄLLYS

1 JOHDANTO.....	5
2 NORILSK NICKEL HARJAVALTA OY (NNH)	6
3 LIUOTTAMO	7
3.1 LSU-liuottamo	7
3.2 Intermediaattiliuotus	8
4 PAINESUODATUS.....	10
4.1 Larox-painesuodatin	10
4.1.1 Painesuodatuksen periaate	11
4.1.2 Painesuodatus raudanpoistossa	14
4.2 Larox-painesuodattimen vedenkäyttö.....	14
5 KOEJÄRJESTELYT	15
5.1 Analysointimenetelmät	15
5.2 Koesarjat	15
5.2.1 Kakun pesuaika	15
5.2.2 Puristus aika	16
5.3 Näytteenottopaikat	17
5.4 Kankaan pesuveden käyttö kakunpesussa	17
6 TULOKSET	18
6.1 Tuotannon näytteiden nikkeli pitoisuus	18
6.2 Tuotannon näytteiden analysoinnin tulokset	19
6.2.1 Kakun pesun vaikutus CaFe- sakan laatuun	22
6.2.2 Puristusajan vaikutus CaFe-sakan laatuun.....	24
6.3 Tulosten yhteenveto ja kehitysehdotukset	25
LÄHTEET.....	26

1 JOHDANTO

Tämän työn tarkoituksena oli tutkia miten saadaan optimoitua Larox-painesuodattimen puristusvaiheiden ja kakun pesun veden käyttö niin, että vettä käytettäisiin mahdollisimman vähän ja Laroxin suodattama sakka tulisi pestyä mahdollisimman hyvin vesiliukoisista nikkeleistä. Tutkimuskohteena oli kaksi Larox-painesuodatinta, jotka sijaitsevat Norilsk Nickel Harjavallassa liuottamon SU-puolella.

Opinnäytetyö tehtiin, jotta Laroxien vesien käyttö saataisiin hallintaan. Turhan veden ajaminen prosessiin laimentaa liuoksia ja lisää haihdutuskustannuksia. Myös puristusten optimoinnilla saadaan huomattavaa merkitystä sakan laatuun. Kuivemmalla sakalla saadaan sakan nikkelipitoisuus pienennettyä, joka parantaa nikkelin talteen saantia.

Liete, jota Laroxeilla suodatetaan, on intermediaatti- raaka-ainetta (NiS-sakka) intermediaattipuolella liuotettua, prosessista poistettavaa kalkkipitoista rautasakkaa.

Laroxeilla on neljätoista vaihetta, joista kaksi on kakun pesuvaiheita ja kolme on puristusvaiheita. Kakun pesuvaiheissa Laroxeille ajetaan liuossäiliöstä LS-4 tulevaa vettä, jolla pestään suodatettu sakka. Sakka pestään siten, että aina pesun jälkeen tulee puristusvaihe, joka puristaa sakasta muodostuneesta kakusta kaiken liukoisen pois. Puristusvaiheessa poistuva liuos poistuu suotimesta suodospuolelta. Kakun pesu toistetaan kaksi kertaa ja puristus toistetaan kolme kertaa yhden syklin aikana, jotta saadaan mahdollisimman hyvä suodatustulos ja vesiliukoiset nikkelit pestyä kakusta pois. Yhtä ylimääräistä puristusvaihetta käytetään esipuristuksena ja se on ajaltaan melko lyhyt. Tällä hetkellä kakun pesuvaiheessa vettä käytetään sen mukaan kuinka hyvä tulos on sakoissa saatu nikkelin suhteen, eli kakun pesuajat eivät ole tällä hetkellä tarkkoja.

Työn kokeelliset osuudet suoritettiin NNH:n liuottamon SU-puolella sijaitsevilla Laroxeilla. Näytteitä kokeiden aikana otettiin kakun pesuvedestä, syöttösäiliöstä, kankaan pesuvedestä ja suodatetusta sakasta. Näytteistä tutkittiin nikkelipitoisuudet ja

kakun pesuvedestä lisäksi lämpötila, joka vaikuttaa pesutulokseen. Syöttöliuoksesta ja kankaanpesuvedestä otettiin kiintoainepitoisuudet.

2 NORILSK NICKEL HARJAVALTA OY (NNH)

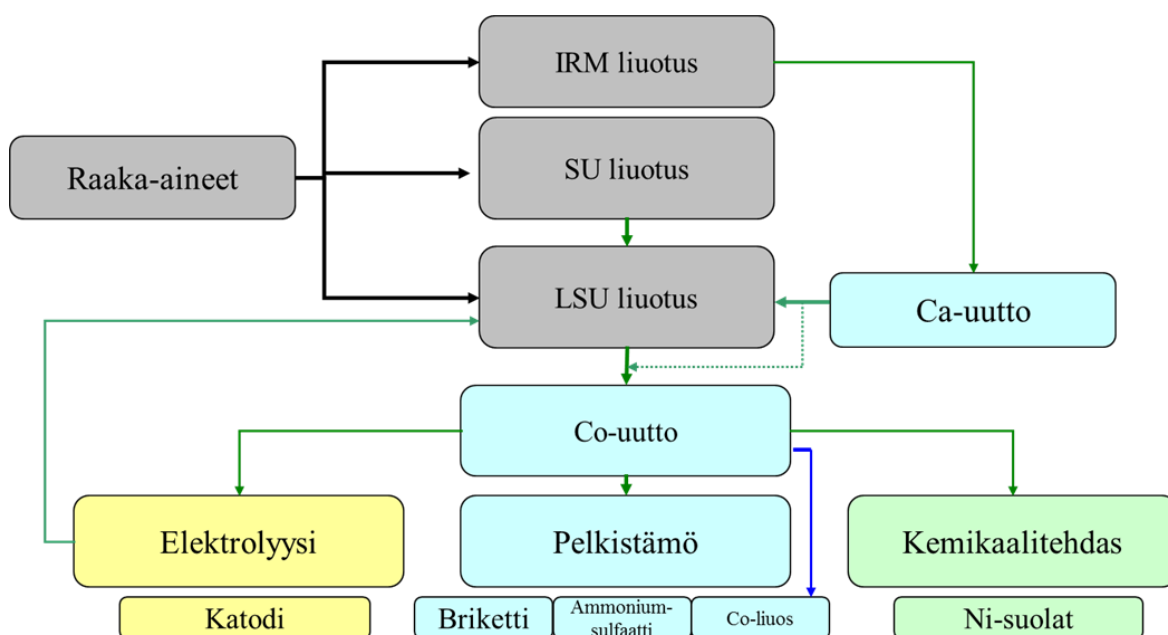
Norilsk Nickel Harjavalta Oy on osa OJSC MMC Norilsk Nickel- yhtiötä, joka on Venäjän suurin kaivos- ja metallialan yritys ja maailman suurin nikkelin ja palladiumin tuottaja, ollen samalla merkittävä platinan ja kuparin tuottaja. Norilsk Nickelin pääkonttori sijaitsee Venäjällä Moskovassa. /1/

Yhtiön muodostavat Polar- ja Kola MMC-liiketoiminta-alueet. Norilsk Nickel International-yksikkö, johon kuuluvat Suomen, Botswanan ja Etelä-Afrikan kaivokset ja tuotantolaitokset. /1/

NNH tuottaa metallista nikkeliä raaka-aineeksi ruostumattoman teräksen ja erilaisten metalliseosten valmistukseen sekä pintakäsittelytarkoituksiin. Useista hydrometallurgisista osaprosesseista koostuvassa tuotantolinjassa käsitellään nikkelikiveä, nikkelisakkoja ja erinäisiä sekundäärisiä raaka-aineita. Jauhatus-, liuotus ja liuospuhdistusvaiheiden jälkeen prosessiliuos jakaantuu katodi- ja brikettituotantolinjoille. Katodinikkeli valmistetaan nikkeli-pitoisesta liuoksesta elektrolyytisesti saostamalla. Briketit valmistetaan metallipulverista, jota saadaan pelkistämällä nikkeli vedyllä. /1, s.3/

NNH:n tuottama metallinen nikkeli (katodi) täyttää Lontoon metallipörssissä (LME) myytävälle nikkelille asetetut vaatimukset (ASTM-standardi B39- 79/1). /1, s.3/

Norilsk Nickel Harjavalta Oy tuottaa myös nikkelikemikaaleja (epäorgaanisia nikkelisuoloja) raaka-aineenaan uuton tuottama nikkelisulfaattiliuos. Nikkelikemikaaleja ovat erilaiset nikkelisulfaatit, -hydroksit ja hydroksikarbonaatit. /1, s.3/



Kuva 1 Norilsk Nickel Harjavalta Oy:n prosessikaavio /3/

3. LIUOTTAMO

3.1 LSU-liuottamo

Norilsk Nickel Harjavalta Oy:n (NNH) liuottamolla valmistetaan nikkelifraakaliuosta, joka pumpataan uutto-osastolle edelleen puhdistettavaksi. Puhdistettua nikkelifraakaliuosta käytetään katodinikkelin, nikkelibrikettien ja kemikaalisuolojen valmistusprosesseissa. Tehtaalle tuotavat raaka-aineet liuotetaan ja puhdistetaan LSU- ja SU-liuottamoilla ja intermediaattiliuotusprosessissa. Lopullinen liuospuhdistus suoritetaan LSU liuottamon 1-atmosfäärivaiheessa. /2, s. 4/

Liuotusprosessin raaka-aineena käytetään Boliden Harjavalta Oy:n (BOHA) LSU-kiveä ja ostokiveä (BHP, Fortaleza). Kivet siirretään kivienkäsittelyaseman kautta kuljetushihnalla syöttö- tai varastosiiiloihin. LSU ja SU-kivet jaotellaan siiiloihin omille liuottamoilleen kemiallinen ja fysikaalinen koostumus huomioiden. Osa kivisyötteistä on myös murskattava ja sekoitettava muihin kiviin fysikaalisesta ja kemiallisesta koostumuksesta johtuen ennen syöttämistä siiiloihin. /2, s. 5/

SU-kiveä ei tällä hetkellä käsitellä liuottamalla lainkaan, koska SU-kivi viedään Venäjälle ja käsitellään siellä.

LSU-, SU-kivien ja NiS-sakkojen ohella raaka-aineina käytetään Ni-suoloja ja takaisin liuottamolle sisäisenä kierrätyksenä tulevia sakkoja, jotka syötetään prosessiin LSU-liuottamolla sijaitsevan pulpperin ja kautta. Pulppauksen jälkeen suolojen liuotus tapahtuu suolareaktoreissa. Pulppereihin syötettyjen kierrätysakkojen liukeneminen tapahtuu LSU liuottamon autoklaaveissa AK61 ja AK20. /2, s. 5/

LSU-liuottamolla LSU-kivet märkäjauhetaan ylitetyyppisillä kuulamylyillä prosessin kannalta sopivaan hienouteen. Jauhatuksen jälkeen LSU kivistä liuotetaan nikkeli eri liuotusvaiheissa. /2, s. 5/

3.2 Intermediaattiliuotus

Intermediaattiliuotus on Norilsk Nickel Harjavalta Oy:n yksi liuotusprosesseista. Intermediaattiliuotuksen syöttöön menevät NiS-sakat tuodaan intermediaattiliuotuksen pulppaamorakennukseen junalla. Vaunuissa olevat kuopat tyhjennetään sakan syöttömonttuun nosturilla. Syöttömontusta sakat syötetään kahmarilla pulppereihin, joilla saadaan sakka pulpattua pumpattavaan muotoon. /2, s. 6/

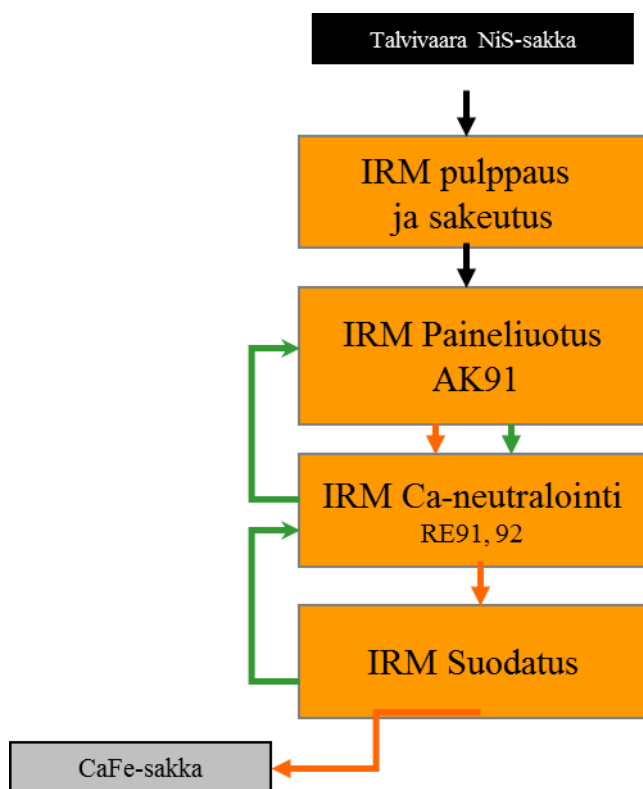
Tämän pulppauspiirin jälkeen sakeuttimen SA 91 alite syötetään autoklaaviin AK91. Autoklaaviliuotus on hapettava totaalipaineliuotus, jonka tarkoituksena on liuottaa lietteestä nikkeli ja muut metallisulfidit (Co, Cu, Zn). Myös epäpuhtaudet (Ca, Al, Fe, Mn, Mg) liukenevat autoklaaviliuotuksessa. Autoklaaviliuotuksen lopussa rauta (Fe) saostetaan voimakkaalla hapetuksella. Jotta suurin osa raudasta saadaan saostumaan ja toimimaan hyvin laskeuttamisessa ja suodatuksessa ajetaan autoklaavin 6-lohkoon kalkkia. /2/

Autoklaavista liete syötetään puskusäiliön kautta reaktoreille, jossa saostetaan autoklaavista jäljelle jäänyttä rautaa voimakkaalla hapetuksella. Liuos neutraloidaan lisäksi kalkilla. Liuoksen pH nostetaan seuraavaa osastoa varten, johon liuos pumpa-

taan. Intermediaattipuolelta liuos lähtee liuospuhdistukseen uutto-pelkistämölle niin kutsuttuun Ca-uuttoon. /2/

Reaktoreilta liuos johdetaan toiseen sakeuttimeen SA92. Sakeuttimen ylite johdetaan kammiosuodattimille ja kammiosuodattimien suodos menee toiseen suodatusvaiheeseen kirkastussuodattimille. Kirkastussuodattimilta liuos ajetaan Ca-uuttoon. Kalkki neutraloinnin jälkeisen sakeuttimen alitteena saatava CaFe-sakka suodatetaan SU-puolella sijaitsevilla Larox 51 ja 61 suodattimilla. Suodatuksissa sakasta erotettu intermediaatin tuoteliuos ja suodattimen pesuvedet palautetaan Laroxin syöttösäiliö PS63:een. Suodatettu CaFe-sakka kuljetetaan lavakuljetuksena NNH:n tiivisaltaalle. CaFe-sakka on kalkkipitoista rautasakkaa. /2/

Intermediaatti liuotuksen tehtävänä on liuottaa NiS-sakoista nikkeli liuokseen ja Ca-uuttoon eteenpäin pumpattavaksi. Intermediaattiliuotus poistaa sakoissa tulevista epäpuhtauksista raudan Ca-neutraloinnissa. /2, s. 52/



Kuva 2 Intermediaatti liuotuksen periaatekuva /3/

4. PAINESUODATUS

4.1 Larox-painesuodatin

Larox-painesuodatin on automaattisesti toimiva, nesteen ja kiintoaineen tehokkaaseen erotukseen suunniteltu painesuodatin. Suodatuksen päävaiheet ovat suodatus, kalvopuristus, kakun pesu ja paineilma-kuivaus. /4/

Suodattimen levyt ovat vaakasuorassa asennossa kahden painelevyn, ylä- ja alapainelevyn välissä. Suodatusprosessin aikana muodostuneet kiintoainekakut poistetaan levypakan ollessa avattuna. Levypakka avataan ja suljetaan hydraulikkasyntereiden avulla. /4/

Päättön suodatinkangas on pujotettu edestakaisin suodatinlevyjen väleihin, jolloin kiintoainekakku muodostuu vuorotellen kankaan eri puolille. Suodoksen puristuessa kankaan läpi se samalla imee ja poistaa edellisessä suodatusvaiheessa kankaaseen jääneet kiintoainehiukkaset. /4/

Kangas kuljettaa liikkuessaan kiintoainekakut pois suodattimesta, ja samalla kangasta pestään molemmilla puolin painevesisuihkulla. Kankaan kuljetuslaitteen käyttömoottorina on hydraulikkamoottori, joka käyttää kankaan vetotela. Kiristyslaitteen avulla kankaan kireys pidetään vakiona kankaan liikkuessa. Kankaan kiristyslaite toimii levypakan auetessa ja sulkeutuessa. /4/

Liete syötetään suodatuskammioihin syöttöpuolen jakopotken kautta. Myös pesuliuksen ja paineilman syöttö ohjataan saman jakopotken välityksellä. Jakopotki voidaan tyhjentää tyhjennysventtiilin kautta. /4/

Moniportaisella keskipakopumpulla kehitetty painevesi johdetaan kalvon yläpuolelle paineveden jakopotkea pitkin. Puristusvaiheen jälkeen vesi palautuu painevesiasemalle saman jakopotken kautta. /4/

Suodattimen toimintaa ohjataan automaattisesti keskuksen avulla, jossa on ohjelmoitava logiikka, käyttöpääte, ohjauskytkimet ja painikkeet ja graafinen näyttö, joiden avulla toimintoja voidaan helposti säätää ja tarkkailla. Automaattisesti ohjattujen venttiilien toimilaitteet ovat hydraulisia. /4/

4.1.1 Painesuodatuksen periaate

Turvallisuussyistä Larox-painesuodatinta käynnistettäessä, paineenpoisto on ensimmäinen toimenpide. Tämän vaiheen aikana suodattimen kammioissa mahdollisesti oleva paine poistuu varmistaen turvallisen levypakan avauksen. Tämä vaihe on jaettu kahteen ajanjaksoon: ensimmäisessä, eli pääjaksossa tulopuolen venttiilit suljetaan ja toisessa jaksossa jakoputken tyhjennysventtiili avataan. Katso kuva 3 ja 4 sivuilta 13 ja 14. /5/

Paineen poiston jälkeen levypakka vapautetaan tiivistyksestä ajamalla tiivistyssylinterit alaspäin. Tämän jälkeen pikaliikesyylinterit ajetaan alaspäin, jotta tapit voidaan vapauttaa pilarin rei'istä. Lukitustapit avataan ajamalla pikaliikesyylinterit ylöspäin, kunnes pakka on täysin auki. Kankaan kiristys alkaa samanaikaisesti pakan avauksen kanssa. /5/

Kun levypakka on täysin auki, kankaan kuljetusmoottori käynnistyy ja kankaan pesun syöttöventtiili avautuu. Kankaalle muodostunut kakku poistetaan kakkukouruihin suodattimen molemmissa päissä. Ensimmäisen levypituuden poiston jälkeen kankaan nopeus kasvaa. Tämä lyhentää kankaan pesuaikaa. /5/

Kun poisto on suoritettu Clipper-sauma, jolla kangas kiinnitetty, asetetaan levypakan ulkopuolelle alemmalla nopeudella ja kankaan kuljetusmoottori pysähtyy. /5/

Kun jälleenkäynnistysviive on kulunut, suodatin alkaa sulkea levypakkaa. Ensimmäinen vaihe tapahtuu pikaliikesyylintereillä (alaspäin), mitä seuraa lukitustappien lukitus. Viimeinen vaihe on levypakan tiivistys ajamalla tiivistyssylinterit ylöspäin kunnes vaadittu tiivistyspaine on saavutettu. Puristusveden tyhjennysventtiili pidetään auki, jolla varmistetaan puristusveden vapaa poisto, mikäli sitä on jäänyt kalvoihin edelliseltä jaksolta. /5/

Kun suodatinlevyt on suljettu ja tiivistetty, liete syötetään jakoputkeen ja edelleen jokaiseen suodatinkammioon syöttöletkujen kautta. Lietteen syötön aikana puristusveden tyhjennysventtiili pidetään auki, jolla varmistetaan puristusveden vapaa poisto, mikäli sitä on jäänyt kalvoihin edelliseltä jaksolta. Suodos kulkee kankaan läpi suodosaltaaseen ja poistuu kammioista suodosletkujen kautta poistopuolen keräysputkeen ja ulos pesusuodosventtiilin kautta. Kakku alkaa muodostua kankaalle ja esisuodatusajan loppuessa suodatusvaihe alkaa. /5/

Kun suodatinlevyt ovat suljetut ja tiivistetyt, liete syötetään jakeluputken kautta jokaiseen suodatinkammioon syöttöletkujen kautta. Lietteen syötön aikana puristusveden tyhjennysventtiili pidetään auki, jolla puristusvedelle varmistetaan vapaa poisto, mikäli sitä on jäänyt kalvoihin edellisen jakson aikana. Suodos kulkee kankaan läpi suodosaltaaseen ja poistuu suodosletkujen kautta suodospuolen putkeen ja suodoksen tyhjennysventtiilin kautta ulos. Kakku muodostuu kankaalle. /5/

Jakoputki puhdistetaan suodatusvaiheen jälkeen avaamalla jakoputken tyhjennysventtiili ja syöttämällä vettä kakunpesun syöttöventtiilistä putken läpi /5/

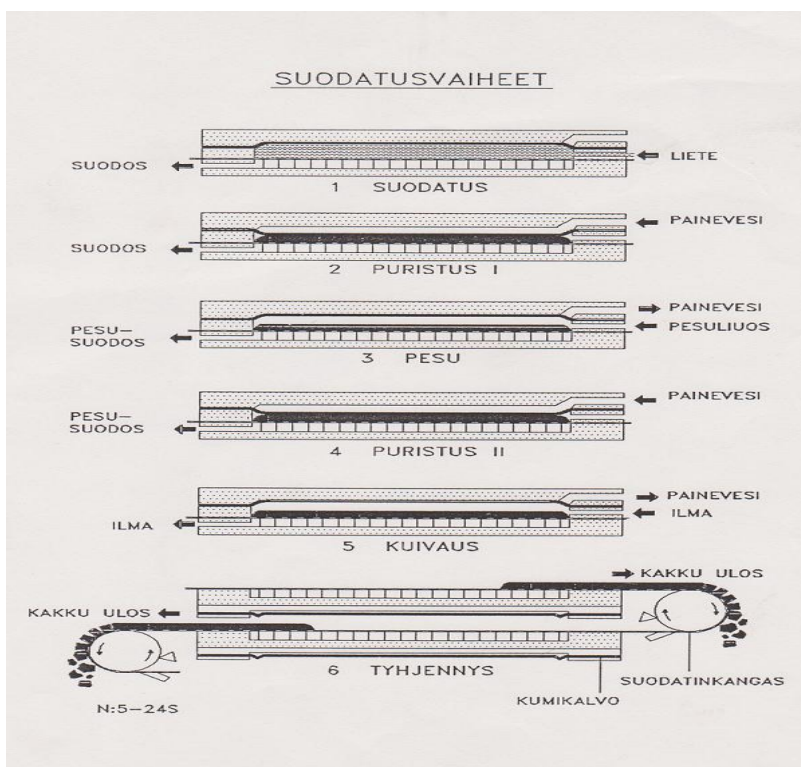
Putken pesuvaiheen jälkeen lietteen syöttöletkut puhdistetaan avaamalla kakunpesun syöttöventtiili, mikä pakottaa veden lietteensyöttöletkujen läpi suodatin kammioihin. /5/

Puristusvesi pumpataan puristusvaiheessa puristusvesiputken ja letkujen läpi kumikalvojen yläpuolella olevasta suodatinkammioista pakotetaan kakun läpi ja se poistuu suodattimesta. Lopuksi kakku puristetaan, jotta kaikki kakkuun jäänyt, mekaanisesti poistettavissa oleva neste poistuu. Tämän jälkeen alkaa kakun pesu. /5/

Pesuneste syötetään suodatinkammioon pesunesteen syöttöventtiilin kautta. Puristusveden tyhjennysventtiili pidetään avoinna, kun pesuneste täyttää suodatinkammion, jotta puristusveden vapaa poisto varmistetaan. Pesuneste pesee kakun ja kulkee kankaan läpi suodospuolen putkeen. /5/



Kuva 3 Larox 51 kakun tyhjennys vaiheessa



Kuva 4 Larox painesuodattimen suodatusvaiheet /4/

4.1.2 Painesuodatus raudanpoistossa

Painesuodattimilla Larox 51 ja 61 tarkoituksena on suodattaa sakeuttimen SA92 alitelietettä. Alun perin Larox- suodattimella on ollut tarkoitus suodattaa sakeutin SA71 alitelietettä. Testien perusteella on todettu, että Larox-suodattimilla saadaan parempi suodatustulos talvivaarasakasta, kuin nauhasuodattimella. Sakeutin SA71 alitetta suodatetaan vieläkin Laroxeilla kun prosessissa tulee poikkeustilanteita. Laroxien tehtävä prosessissa on suodattaa ja pestä loppusakka mahdollisimman hyvin siten, että sakkaan jää mahdollisimman vähän nikkeliä.

4.2 Larox-painesuodattimen veden käyttö

Larox-painesuodatin käyttää vettä jakoputken-, kakun- ja kankaanpesuun. Käytetty vesi tulee liuossäiliöstä LS-4. Liuossäiliön vesi on kierrätettyä vettä liuottamon ja elektrolyysin eri prosessin vaiheista. LS-4 säiliöön kerääntyy mm. haihduttimen lauhdevesi ja elektrolyysin alasetokoneen vesi. LS-4 liuossäiliöön tulee myös vesisäiliö VS 11 liuokset, vesisäiliö VS61 vedet, jotka sisältää autoklaavien AK81 ja AK71 lauhdevedet ja liuossäiliö LS-251 jossa on pelkistämöltä tulevat lauhdevedet. Liuossäiliöön LS-4 ajetaan myös makeaa vettä, jos säiliöön ei tule tarpeeksi vettä muualta.

LS-4 vesi sisältää nikkeliä ja muita epäpuhtauksia jonkin verran, jonka vuoksi LS-4 vesinäyte pitää ottaa huomioon testiajoja analysoidessa. Huomion arvoista on myös LS-4 veden lämpötila. Kun painesuodatin pesee kakusta pois vesiliukoisia nikkeleitä, pesutulokseen vaikuttaa veden lämpötila ja kuinka paljon nikkeliä pesuvesi sisältää. Esimerkiksi voidaan pestä sakkakakku kuumalla LS-4 vedellä, jonka vuoksi sakkakakusta peseytyy hyvin vesiliukoiset pois, kun taas kylmällä LS-4 vedellä pestessä kakkuun jää vesiliukoisia. Pesutulos riippuu myös veden määrästä. Kylmemmällä LS-4 vedellä pestessä voidaan sama pesutulos saada isommalla vesimäärällä ja kuumemmalla LS-4 vedellä taas päinvastoin.

Larox- suodattimien veden kulutusta voidaan tarkkailla Aspenin prosessiohjelmalla ja Metso DNA:sta trendien avulla. Trendit näyttävät SU-puolen veden kulutuksen

suurin piirtein Larox-suodattimien mukaan, koska SU-puolella vettä ei mene muualle kuin Laroxien käyttöön. Pesuvesi SU-puolelta on siirretty tulevaksi IRM-puolelta.

5. KOEJÄRJESTELYT

5.1 Analysointimenetelmät

Työssä otetaan sakka- ja liuosnäytteitä. Liuosnäytteiden kemiallinen koostumus määritetään ICP:llä (inductively coupled plasma). ICP on analyttinen menetelmä, jota käytetään havaitsemaan raskasmetalleja induktiivisen plasman avulla. Kiintoainesten kemiallinen koostumus määritetään XRF:llä, joka analysoi näytteen säteilyä käyttäen.

5.2 Koesarjat

Työssä tutkitaan kahta ajossa olevaa Larox-merkkistä painesuodatinta. Toinen suodatin LA61 on normaaliajossa referenssinä ja toinen LA51 on testiajossa, johon muutetaan kakun pesuaikoja ja puristusaikoja. Yksi sarja sisältää kolme muutettavaa pesu- ja puristusaikaa. Jokaisesta ajasta ja sarjasta otetaan kolme näytettä.

5.2.1 Kakun pesuaika

Normaaliajossa olevan suodattimen kakun pesuajat ovat ensimmäisessä kakun pesussa 15 sekuntia ja toisessa pesussa 20 sekuntia. Kun pesuaikoja muutetaan pienemmiksi, niin avataan painesuodattimesta pakkaa ja katsotaan onko vesimäärä ollut riittävä. Vesimäärän riittävyyden näkee onko sakka märkää sekä ylhäältä ja alhaalta.

Kakun pesuajat jaetaan kolmeen sarjaan ja kolmeen aikaväliin. Koesarjoissa pesujen aikoja muutetaan asteikolla viisi sekuntia. Ensimmäiset pesut alkaen 15:sta sekunnista alaspäin ja toiset pesut alkaen 10 sekunnista ylöspäin. Näytteet otetaan jokaisesta vaiheesta kolmeen kertaan, jotta voidaan laskea tuloksista keskiarvot.

Pesuaajat:

1. 1. pesu 20 s + 2. pesu 10, 20, 30 s
2. 1. pesu 15 s + 2. pesu 10, 20, 30 s
3. 1. pesu 10 s + 2. pesu 10, 20, 30 s

Liian isoja pesuvaiheen muutoksia ei aikoihin voi tehdä, jotta ei ajeta vettä liikaa prosessiin. 30 sekunnin pesu on liian pitkä, mutta sitä voidaan testata testiajojen verran, jotta saadaan tietää millaiset pesutulokset kyseisellä pesuajalla saadaan.

Kaikissa kolmessa koevaiheessa kakun pesujen välillä puristusaikoja pienennetään, jotta nähdään pesun edistyminen pesuvaiheiden välillä. Nykyisellä hetkellä puristusajat ovat ensimmäisessä puristuksessa 45 sekuntia ja toisessa puristuksessa 120 sekuntia.

5.2.2 Puristusaika

Puristusajat muutetaan sen jälkeen kun on saatu optimoitua paras kakun pesuaika. Ensimmäinen puristus on esipuristus ja kaksi seuraavaa on pidempiä. Näin ollen puristuksilla saadaan kakku hyvin kuivaksi. Tutkitaan esipuristuksen jälkeisiä puristusaikoja ja tuloksilla optimoidaan puristusajat.

Puristusaikoja muutetaan ensimmäisessä puristuksessa 40 sekunnista alkaen alaspäin kymmenen sekunnin väleillä. Toisessa puristuksessa muutetaan 120 sekunnista alaspäin kymmenen sekunnin välein.

Puristusajat:

1. 1. puristus 40 s + 2. puristus 120
2. 1. puristus 30 s + 2. puristus 110
3. 1. puristus 20 s + 2. puristus 100

5.3 Näytteenottopaikat

Larox-painesuodattimelta tuleva sakkanäyte otetaan hihnalta HH61, joka sijaitsee Laroxien alapuolella. Normaalissa prosessiajossa purkit voivat olla edellisten sakkanäytteiden myötä likaisia ja virhemarginaalia saattaa tulla tämän myötä. Tässä testiajossa näytteenottopurkit tilattiin uutena, joten Laroxilta otettavaa sakkanäytettä voidaan pitää luotettavana ja tämän osalta virhettä ei tule. Muut näytteet olivat liuosnäytteitä, jotka tulivat 200 ml näytepurkkeihin. Liuosnäytteitä otettiin Laroxin suodossäiliöstä LSS51, LS-4 vedestä Laroxin vieressä sijaitsevasta puulausyhteestä ja kankaanpesu vedestä pesuvesikaukalosta joka sijaitsee Laroxin etuosassa alhaalla. Myös Laroxin syöttösäiliöstä PS63 otettiin näyte.

5.4 Kankaan pesuveden käyttö kakunpesussa

Veden säästämiseksi on kehitelty ideaa, jossa kankaan pesuvettä voitaisiin käyttää kakun pesussa. Tällä hetkellä kankaan pesuvesi menee Laroxin suodossäiliöön LSS51. Ideana olisi kierrättää kankaan pesuvesi erilliseen säiliöön josta sitä voitaisiin syöttää kakun pesuvaiheissa Laroxille. Ongelmaksi muodostuu kankaanpesuvedessä olevan sakan poisto. Sopiva suodatus- tai jokin muu kiintoaineen erotus muoto voidaan katsoa pesuvedessä olevasta sakan määrästä. Kolmen näytteen mukaan keskiarvona pesuvesi pitää sisällään 10928 mg/L kiintoainetta (Kts. Taulukko 1. s.18). Näytteet ovat otettu kyseisen päivän aikana kolme kertaa ja taulukossa onkin kunkin päivän aikana otettujen näytteiden keskiarvolukemat. Näistä keskiarvoista on taas laskettu keskiarvo, josta saadaan suuntaa antava sakan kiintoainepitoisuus.

Tämän perusteella sakan osuus on sen verran pieni, joten sopivan suodatus- tai erotuskeinon löytäminen on haastavaa. Tämä pienikin sakka on silti syytä saada pois vedestä, koska se voi ajan saatossa tukkeuttaa linjoja, joiden myötä vettä olisi tarkoitus kierrättää. Tukkeumat aiheuttavat aina prosessiin katkoja ja yritykselle lisäkustannuksia.

Taulukko 1. Taulukossa nähdään kankaanpesuveden kiintoainepitoisuus mg/L.

KPV	mg/L
7.3.2013	18500
6.3.2013	11983
25.2.2013	2300
ka.	10927

6. TULOKSET

6.1 Tuotannon näytteiden nikkelpitoisuus

Laroxin syöttösäiliön PS63 nikkelpitoisuus on riippuvainen koko IRM-linjan ajotavoista. Ajotavat voivat muuttua saapuvan NiS-sakan (rikkipitoinen nikkelisakka) perusteella. Intermediaatti- raaka-aine syötettä voidaan joutua ajamaan pienillä määrillä, joka aiheuttaa liuosten väkevyyden pienenemistä. Taas NNH:sta riippumattomista syistä myös syöte voi olla eri laatuista. Tämä voi aiheuttaa ongelmia autoklaaviliuotuksessa, eikä kiintoaine välttämättä liukene kunnolla. Ensimmäisessä liuotusvaiheessa olevat ongelmat tuottavat ongelmia täten koko prosessin läpi. Riippumattomat syyt voivat johtua esimerkiksi ongelmista syöteen liuotusvaiheessa ja voivat olla vain väliaikaisia.

Laroxin syöttösäiliöstä PS63 analyyseistä nähdään syöttöliuoksessa oleva kuparin, raudan ja nikkelin liukoisessa muodossa oleva pitoisuus. Näistä tärkein ja seurattavin on nikkelin pitoisuus, koska nikkeliä ei saa lähteä sakan mukana pois prosessikierrosta.

Analyyseistä olisi ollut mielenkiintoista verrata suodoksen ja syötön näytteitä keskenään, mutta suodosnäyte LSS51 olisi antanut liian epätarkan vertailukohteen, koska Laroxin suodossäiliöön LSS51 menee myös muita liuoksia muilta prosessin alueilta.

Laroxin suodossäiliön LSS51 liukset pumpataan takaisin IRM-kiertoon. Tämä sen vuoksi, koska suodos sisältää nikkeliä ja näin ollen se saadaan kiertoon takaisin ilman nikkelihävikkiä.

Kakun pesussa käytetään LS-4 vettä, jonka prosessikierto on selvitetty sivulla 14 ja 15. LS4-veden analyyseistä otetaan huomioon kupari ja nikkeli. Näistäkin tärkeämpänä nikkeli, jota vedessä saisi olla mahdollisimman vähän. Suodatettu kakku pestään vesiliukoisista nikkeleistä juuri LS-4 vedellä, minkä vuoksi liian suuri nikkelpitoisuus LS-4 vedessä voi jättää liikaa nikkeliä kakun pintaan.

6.2 Tuotannon näytteiden analysoinnin tulokset

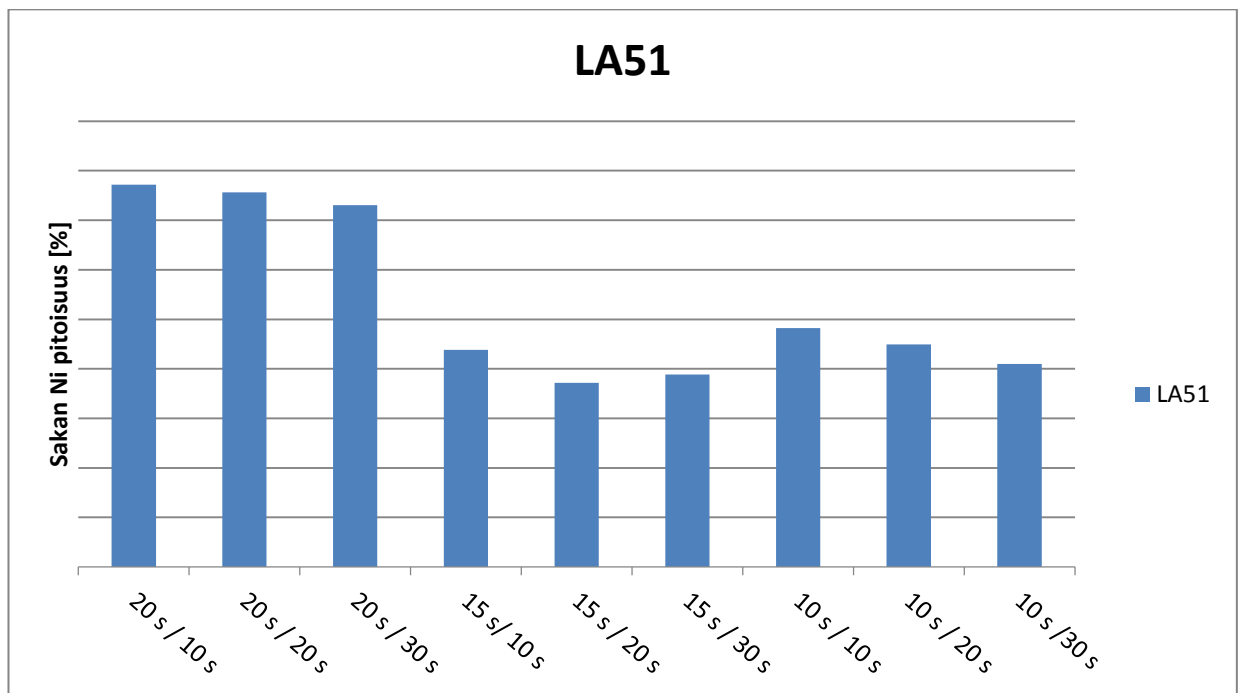
Tulosten analysoinneissa verrataan saman päivän referenssiä ja koeajon tulosta muiden päivien vastaaviin. Tämä on tehtävä, koska suodatettavan sakan koostumus vaihtelee usein. Tilanne voi täten tulosten osalta muuttua käänteiseksi.

Näytteiden analysoinnin jälkeen on edessä tulosten vertaileminen. Näytteidenottoajoista saa selville milloin mikäkin pesu ja puristus ollut käynnissä. Kellonajoista ja päivämääristä näkee myös normaaliajossa olleen Laroxin arvot.

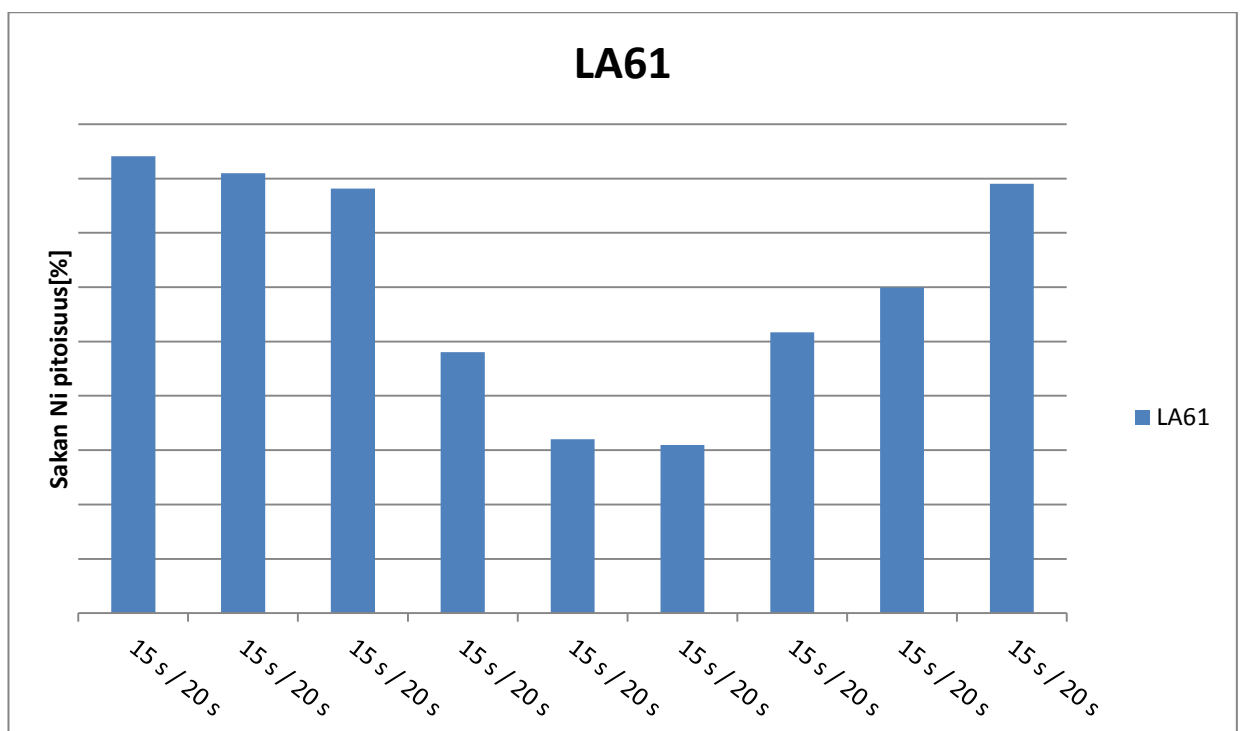
Laskuissa otetaan testiajossa olleen Laroxin sakasta nikkelpitoisuuden määrittämisellä pesuajalla ja verrataan sitä normaaliajossa olleen Laroxin sakkaan (Kts. Esimerkki 1, s. 23).

Vertauksen mahdollistamiseksi on tehtävä kuvaajat normaali- ja koeajossa oleville Laroxeille, kakun pesuajat suhteutettuna sakan nikkelpitoisuuteen (Kts. Kuvaajat 1 ja 2, s. 20).

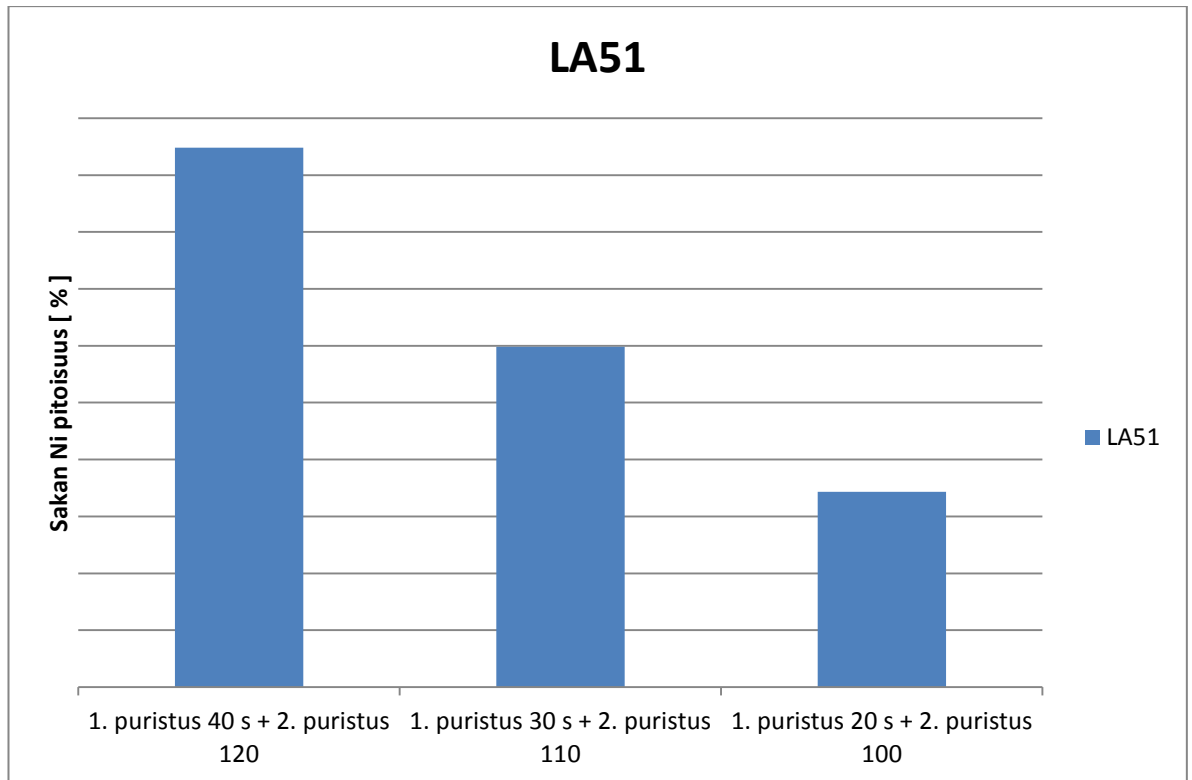
Kun kakun pesuaikojen vertailut ovat selvillä, on vertauksesta hyvä katsoa parasta pesuaikaa verrattuna sakan nikkelpitoisuuteen. Parhaalla pesuajalla ajetaan puristusaikojen koeajot samalla periaatteella. Kuvaajissa 3 ja 4 on esitetty puristusaikojen vaikutus sakan nikkelpitoisuuteen. Kuvista 3 ja 4 käy ilmi, että kakun pesuaikaa muuttamalla saadaan puristusajalla 40s / 120s huomattava pudotus sakan nikkelpitoisuuteen. (Kts. Kuvaajat 3 ja 4, s. 21.).



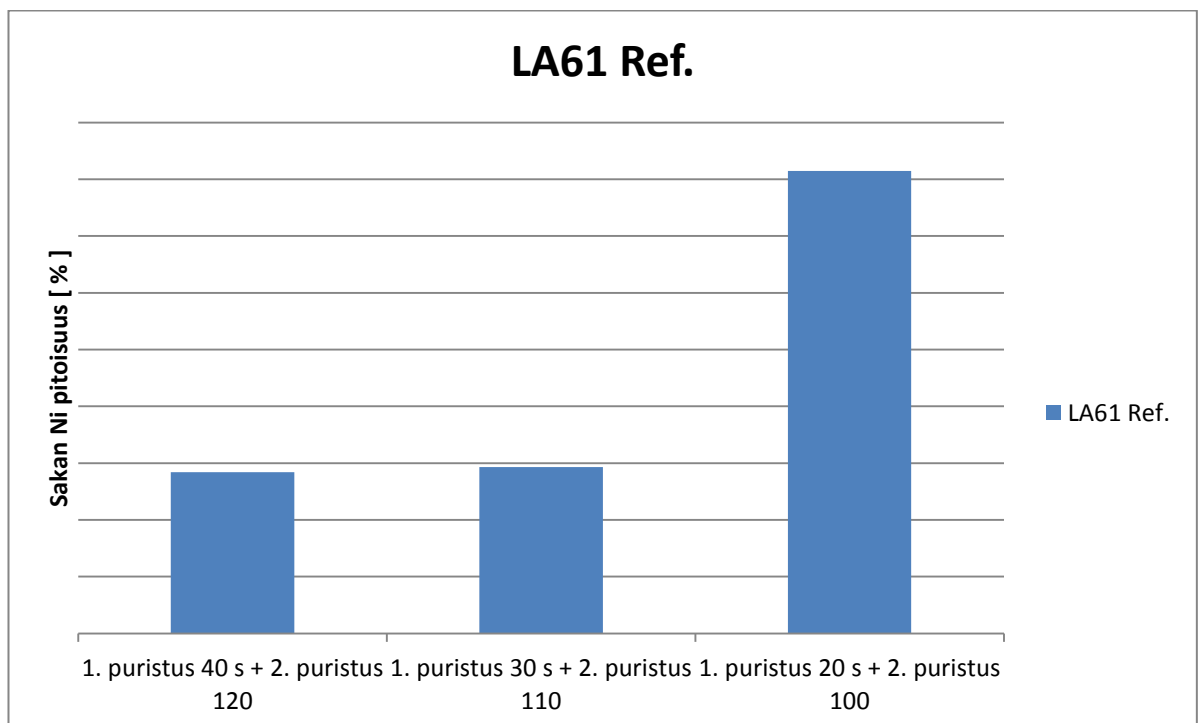
Kuvaaja 1. Testiajossa olleen Larox 51-painesuodattimen puristusajat suhteessa sakan nikkelpitoisuuteen.



Kuvaaja 2. Normaalijossa olleen Larox 61-painesuodattimen puristusajat suhteessa sakan nikkelpitoisuuteen.



Kuvaaja 3. Testiajossa olleen Larox 51-painesuodattimen puristusajat suhteessa sakan nikkelipitoisuuteen.

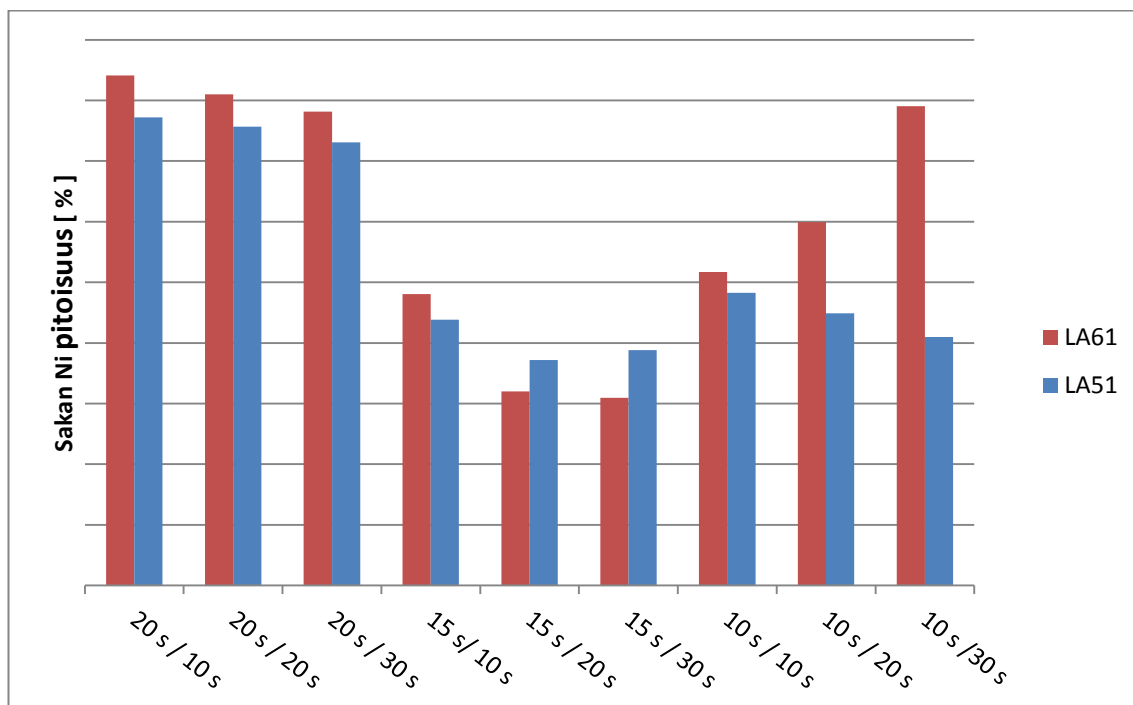


Kuvaaja 4. Normaalijossa olleen Larox 61-painesuodattimen puristusajat suhteessa sakan nikkelipitoisuuteen.

6.2.1 Kakun pesun vaikutus CaFe-sakan laatuun

Kakun pesun vaikutuksella saadaan CaFe-sakkaa (CaFe-sakka selitetty s.10) pestyä mahdollisimman hyvin vesiliukoisista nikkeleistä. Kun kakun pesuaika saadaan optimoitua täydelliseksi, saadaan sakasta mahdollisimman paljon nikkeliä pois, joka merkkää vuositasolla huomattavaa säästöä yritykselle.

Kakun pesuaikoja (Kts. Kuvaajat 1 ja 2, s. 20) verrataan keskenään tekemällä kuvaaja, jossa normaaliajossa olevan Laroxin LA61 ja koeajossa olleen Laroxin LA51 kakun pesuajat ovat verrattavissa yhdessä kuvaajassa. (Kts. Kuvaaja 5, s. 22).



Kuvaaja 5. Referenssinä käytettiin rinnalla olevaa Larox suodatinta, jonka pesuajat pidettiin vakiona (15s /20s) koejaon aikana.

Testiajossa olleen Laroxin sakasta otetaan nikkelpitoisuuden määrittäminen tietyllä pesuajalla ja verrataan sitä normaaliajossa olleen Laroxin sakkaan (Kts. Esimerkki 1, s. 23).

Esimerkki 1.

Kakun pesuajat:		Ni%:
20 s / 10 s	LA61(ref)	
20 s / 10 s	LA51(average)	
	=	-0,14 %

Näin laskemalla kaikki tulokset jokaisella testipäivällä saadaan taulukko (Kts. Kuvaaja 5. s. 22.), joka näyttää parhaan kakun pesuajan verrattuna normaali ajossa olevaan Laroxiin.

Taulukosta (Kts. Taulukko 2, s. 23.) voidaan todeta, että pienin nikkelpitoisuus löytyy ajassa 15 s / 30 s. Tätä ei kuitenkaan voida käyttää, koska toinen 30 sekunnin pesu on liian pitkä ja näin ollen veden käyttö lisääntyy huomattavasti. 30 sekunnin pesut olivat muutenkin vain kokeiluluonteisia näissä koeajoissa.

Tämän jälkeen pienin nikkelpitoisuus on pesuajoilla 15 s/ 20 s. Tässä tapauksessa, vertailevan Laroxin sakan nikkelpitoisuus on myös erittäin pieni, jolloin pesutulos ei ole kuitenkaan paras mahdollinen. Näin ollen parhaaksi pesuajaksi valitaan 10 s/ 20s, jossa on 0,301 % pienempi nikkelpitoisuus sakassa kuin normaaliajossa olevalla Laroxilla. Pelkästään nyt kakun pesuaikaa muuttamalla saataisiin hyvää säästöä nikkelihävikille vuotuisella tasolla.

Taulukko 2. Larox-suodattimen pesuaikojen vaikutus sakan nikkelpitoisuuksiin.

	20 s/ 10s	20 s/ 20s	20 s/ 30s	15 s/ 10s	15 s/ 20s	15 s/ 30s	10 s/ 10s	10 s/ 20s	10 s/30s
LA51									
LA61 15s/20s									
erotus:	-0,14	-0,11	-0,10	-0,08	0,10	0,16	-0,07	-0,30	-0,76

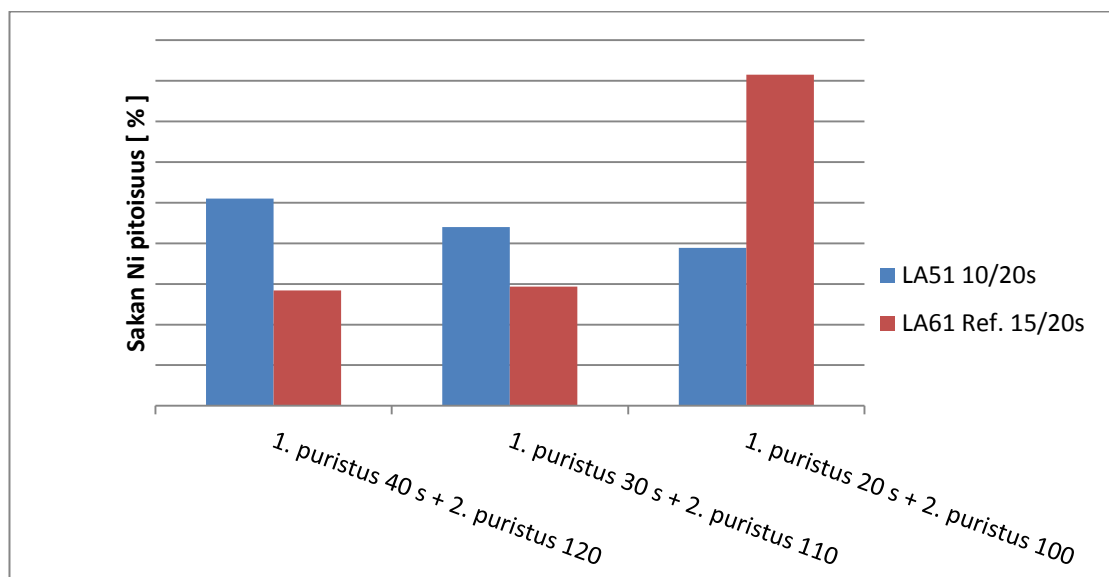
6.2.2 Puristusajan vaikutus CaFe-sakan laatuun

Optimoidulla puristusajalla saadaan sakasta puristettua ylimääräinen neste pois täydellisesti. Mahdollisesti puristusaikojen pienentyessä saadaan säästettyä myös Laroxien muovikalvoja. Puristuksen onnistuttua hyvin ja nesteen poistuttua sakasta, tulee sakasta kuiva ja kiinteä.

Pesuaikakokeista valituilla pesuajoilla, 10s/ 20s, tehtiin puristusaikakokeet. Koeajojen ja näytteiden analysointien jälkeen voitiin jälleen verrata Laroxien ajoja ja tuloksia keskenään. Samalla periaatteella saadaan tulokset parhaista puristusajoista, jotka pienentävät nikkelin pitoisuutta sakassa.

Jokaisesta testiajosta otetaan kolme näytettä, joista laskettiin keskiarvo. Tätä saatua keskiarvoa verrattiin normaaliajossa olevan Laroxin näytteen analyysiin. Näin saadaan vertailevat arvot (Kts. Kuvaaja 6, s. 24).

Paras kakun pesuaika oli 10 s/ 20 s, joten tätä aikaa käytettiin kakun pesuajana, kun ajettiin eri puristusajoilla. Normaaliajossa olevassa Laroxissa käytettiin kakun pesuajoina 15 s/ 20 s ja puristusaikoina 40 s/ 120 s.



Kuvaaja 6. Referenssinä käytettiin rinnalla olevaa Larox 61 painesuodatinta, jonka pesuajat pidettiin vakiona (15s /20s) koejaon aikana. Toiseen Larox51-painesuodattimeen muutettiin puristusaika 10 s /20 s.

Kuvaajasta 6 (Kts. Kuvaaja 6, s. 24) nähdään, että normaali ajolla käytettävä puristusaika 40 s/ 120 s takaa sen, että nikkeli-pitoisuus sakassa on normaalia luokkaa. Tämän perusteella voidaan päätellä, että ollaan koeaikojen onnistumisen kannalta suhteellisen oikealla tasolla.

Puristusaikojen kuvaaja (Kts. Kuvaaja 6, s. 24), josta selviää parhaimmat puristusajat. Parhaimmat puristusajat ovat ensimmäiseen puristukseen 20 s ja toiseen puristukseen 100 s. Tämä puristus pienentää nikkeliä sakasta 0,43 prosenttiyksikköä.

6.3 Tulosten yhteenveto ja kehitysehdotukset

Tämän opinnäytetyön tuloksista kävi ilmi, että kakun pesuaikojen ja puristusaikojen optimoimisella saadaan pienennettyä prosessista poistettavan sakan nikkeli-pitoisuutta. Ensin kakun pesuaikojen optimoimisella saadaan nikkeli-pitoisuus 0,30 % pienemmäksi ja puristusajat optimoimalla saadaan nikkeli-pitoisuutta laskemaan yhteensä 0,43 %.

Kokeiden perusteella on suositeltavaa ottaa pesu- ja puristusaikojen muutokset käyttöön, kun niillä suodatetaan intermediaattilinjan rauta-sakkaa.

LÄHTEET

1. Tomukorpi, P. V. 2012. NNH, Toimintakäsikirja. 16 s. Viitattu 10.1.2013.
2. Oja, T. V. 2012. Toimintaohjeet, Liuottamo. Norilsk Nickel Harjavalta Oy. 69 s. Viitattu 14.1.2013.
3. Heikkinen, V. 2011. NNH Liuottamo prosessikoulutus 2011. Yrityksen Power-Point-esitys.
4. Kinnunen, P. V. 1994. Larox, automaattinen painesuodatin PF32/32 B2H.
5. Larox OYJ, V. 2008. Larox käyttö- ja huolto-ohjeet Norilsk Nickel Harjavalta.
6. Taloussanomien www-sivusto.< <http://porssi.taloussanomat.fi/> >. 14.10.2017.