

Juha Tikka

JÄLKIPESUSUODOSTEN TALTEENOTON OHJAUS JA  
PESUTORNIVÄKEVÖINNIN HALLINTA

Kemiantekniikan koulutusohjelma

2011



Satakunnan ammattikorkeakoulu  
Satakunta University of Applied Sciences

# JÄLKIPESUSUODOSTEN TALTEENOTON OHJAUS JA PESUTORNIVÄKEVÖINNIN HALLINTA

Tikka, Juha

Satakunnan Ammattikorkeakoulu

Kemiantekniikan koulutusohjelma

Huhtikuu 2011

Ohjaaja: Heikkilä, Jorma

Sivumäärä: 18

Liitteitä: 4

Asiasanat: johtokyky, happopitoisuus, ohjaus, talteenotto

---

Opinnäytetyön aiheena oli tutkia, kuinka hapon talteenottoa ja väkevöintiä pystyttäisiin kontrolloimaan paremmin, jotta saataisiin tasalaatuisempaa happoa. Työ jakaantui useampaan osaan, joita olivat jälkipesun pesuvesien happopitoisuuksien tutkiminen johtokykymittauksella, väkevöintikierron happopitoisuuksien tutkiminen johtokykymittauksella ja vertailu, jo käytössä olevaan, tiheysmittaukseen. Lisäksi työn aikana löydettiin ongelma yleisen ohjauksen puitteissa, joka ratkaistiin saaden parantava vaikutus koko systeemiin.

Tutkielmassa käsitellään alkuun koko pigmentin valmistusprosessia, sekä tarkemmin työssä pääosissa olleita prosesseja, sekä mittauskohteita ja -tapoja. Näiden jälkeen tutkitaan saatuja mittaustuloksia ja tehdään niiden perusteella päätelmiä.

Työn aikana huomattiin, että jo käytössä olleet mittaus- ja ohjaustavat ovat niin toimivia, ettei johtokykymittauksella saavutettaisi juurikaan havaittavaa hyötyä. Toisaalta huomattiin myös, että muutamia ohjausasetuksia muuttamalla saadaan koko prosessi toimimaan tehokkaammin ja tasaisemmin. Tutkimusten perusteella päätettiin olla ottamatta käyttöön johtokykymittauksia.

# CONTROLLING FILTRATES OF SECONDARY WASHING AND CONCENTRATING IN WASHING TOWER

Tikka, Juha

Satakunta University of Applied Sciences

Degree Programme in Chemical Engineering

April 2011

Supervisor: Heikkilä, Jorma

Pages: 18

Appendices: 4

Keywords: Electrical conductivity, acid content, control, filtrate recovery

---

The purpose of this final year project was to research how controlling of acid content in process could be improved so that acid content varies less within time. The research was carried out by measuring electrical conductivity in filtrates of secondary washing and finding out how acid content varies during washing. Additionally research was made in washing tower concentrating system by measuring acid content and electrical conductivity and comparing how density and electrical conductivity values correlate with acid content.

First parts of the report describe the whole pigment making process in overall, while focusing more deeply to the relevant parts of the project and its measurement and equipment. The latter part of the report focuses on results and what conclusions can be made based on results.

During the project it was discovered that the control systems already in place were actually lot more accurate than expected, thus the need for electrical conductivity based control method was so slim that the decision was made to not install new system. This was the case for both secondary washing's filtrates and washing tower concentrating processes. However it was noticed that some control methods in whole process were not as effective as it could have been, so little tweaks were made to make the process slightly more effective.

## SISÄLLYS

1 JOHDANTO.....	3
2 SACHTLEBEN PIGMENTS OY.....	4
2.1. Sachtleben GmbH.....	4
2.2. Porin tehdas.....	4
2.3. TiO <sub>2</sub> -Prosessikuvaus.....	4
3 JÄLKIPESUSUODOSTEN TALTEENOTTO JA VÄKEVÖINTI PESUTORNISSA.....	7
3.1. Prosessikuvaus.....	7
3.2. Mooren kehikkokierto.....	9
3.3. Työn tutkimuskohteet.....	9
3.4. Työn aikana huomautetut tutkimuskohteet.....	10
4 JOHTOKYKY JA JOHTOKYKYMITTARI.....	10
4.1. Johtokyky.....	10
4.2. Knick 703 Laboratory Conductivity Meter.....	11
5 TULOSTEN TARKASTELU.....	12
5.1. Jälkipesun pesusuodosten johtokykymittaukset.....	12
5.2. Tiheyden ja johtokyvyn suhde happopitoisuuteen.....	14
5.3. Muutokset työn aikana havaittuihin tutkimuskohteisiin.....	15
6 VIRHEARVIOINTI.....	17
6.1. Jälkipesun suodosten johtokykymittaus.....	17
6.2. Tiheys- ja happopitoisuusmittaus.....	17
7 JOHTOPÄÄTÖKSET JA TOIMENPITEET.....	18
8 LÄHTEET.....	19

## LIITTEET

Liite 1 Jälkipesun pesujen suodosten johtokyky mittaukset

Liite 2 Väkevöinti kierron mittausarvoja

## 1 JOHDANTO

Työn tarkoituksena oli kontrolloida happojen väkevyyttä jälkipesun suodosten talteenotossa, sekä väkevöinnissä, Sachtleben Pigments Oy:ssä. Kyseiset hapot johdetaan selkeyttimen kautta valkaisuun ja happopitoisuuksien kontrolloinnilla pyrittiinkin saamaan valkaisusta paremmin hallittavaa. Aikaisemmin oli tutkittu, että happopitoisuus valkaisun hapossa vaikuttaa suoraan valkaisutulokseen. Tällä työllä pyrittiin mahdollistamaan happopitoisuuden tasaisuus, jotta hapon määrää pystyttäisiin annostelevaan paremmin valkaisussa./3/

Käytännössä työssä oli kaksi pääkohtaa, joihin keskityttiin. Ensimmäinen oli jälkipesun pesuvesien ohjauksen parempi hallitseminen. Aikaisemmin pesuvedet ohjattiin ajastimen mukaan suodatuksen lukkosäiliöön, työssä tarkoituksena oli saada mittausjärjestelmä, johtokyky, ja sen avulla ohjata väkevämmät pesuvedet suodatuksen lukkosäiliöön ja sieltä edelleen pesutornin kautta valkaisuun. Vastaavasti taas laimeammat pesuvedet ohjattaisiin pesujen lukkosäiliöön ja sieltä edelleen esipesun pesuvedeksi.

Toinen pääkohta työssä oli tutkia pesutornin happokierrosta selkeyttimelle menevän liuoksen tiheysohjauksen toimivuutta. Systemissä on pesuhapposäiliössä tiheysmittari, joka ohjaa venttiiliä selkeyttimelle menevässä linjassa. Jos mittaustulokset osoittavat, ettei tiheysmittaus toimi, tutkitaan mahdollisuutta toisentyyppiseen ohjaukseen, oletettavasti johtokykymittaukseen.

## 2 SACHTLEBEN PIGMENTS OY

### 2.1. Sachtleben GmbH

Sachtleben GmbH nimeä käytettäessä puhutaan titaanidioksidin valmistukseen keskittyvästä yhteisyrityksestä, johon kuuluvat Porissa sijaitseva Sachtleben Pigments Oy, sekä Saksan Duisburgissa sijaitseva Sachtleben Chemie. Yhtiön pääomistaja on amerikkalainen suuryritys Rockwood Holdings Inc., joka omistaa 61 % yhtiöstä. Loput 39 % omistaa Kemira Oyj. Vaikka Sachtleben GmbH:n selvä painopiste on titaanidioksidin valmistus, valmistaa se myös muitakin tuotteita. Näihin kuuluvat mm. bariumsulfaatti, sinkkisulfidi sekä vedenpuhdistuskemikaalit. /1/

### 2.2. Porin tehdas

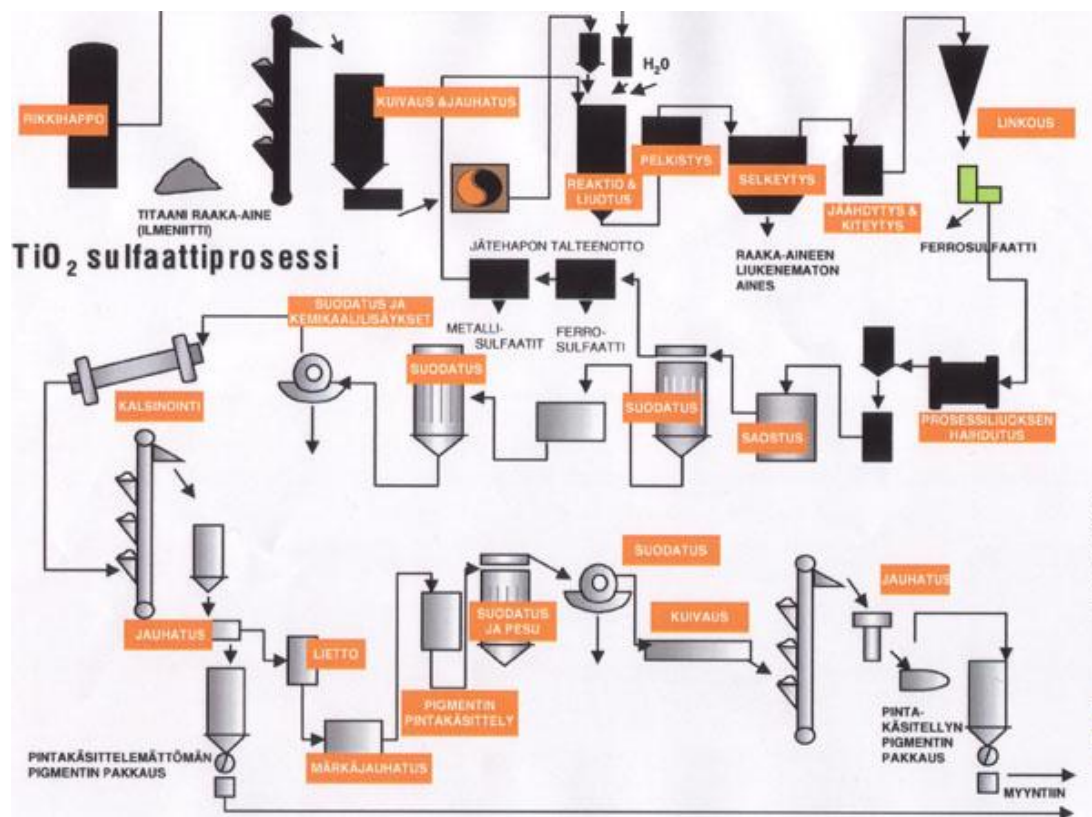
Porissa titaanidioksidin valmistus aloitettiin huhtikuussa vuonna 1961 eli lähes tasan 50 vuotta sitten nimellä Vuorikemia Oy. Ensimmäinen reaktio panostettiin 10. huhtikuuta. Tuolloin oli käytössä yksi tehdas (tehdaslinja) ja lähes koko tehdasta ohjattiin käsin, automaatiota ei juuri ollut. Vuonna 1968 tehtaalla osti Rikkihappo Oy, joka vuonna 1972 vaihtoi nimensä Kemiraksi. Kemira omistikin tehtaalla aina vuoteen 2008 kunnes syyskuussa tehdas siirtyi pääosin amerikkalaisen Rockwoodin omistukseen. Nykyisin Porin tehtaalla työskentelee noin 550 työntekijää erilaisissa tehtävissä ja TiO<sub>2</sub>-pigmenttiä tuotetaan neljässä tehtaassa, pitkälti automatiikan avustamana. /1/

### 2.3. TiO<sub>2</sub>-Prosessikuvaus

Tässä luvussa käymme tarkemmin läpi titaanidioksidin valmistusprosessin. Ohessa kuva 1 sulfaattiprosessista, joka Sachtlebenin Porin tehtaalla on käytössä. Titaanidioksidin valmistuksessa on kaksi lähtöainetta, rikkihappo ja ilmeniitti. Vaihtoehtoisesti voidaan ilmeniitin sijasta käyttää slagia. Molemmat aineet sisältävät titaania, rautaa sekä happea. Prosessin ensimmäinen vaihe on ilmeniitin/slagin kuivaus ja jauhatus. Kuivaus suoritetaan tehtaasta riippuen joko rumpukuivauksena, flash-kuivauksena tai myllypiirin sisäisenä kuivauksena. Tarkoituksena on poistaa mahdollisimman paljon kosteutta. Kuivauksen jälkeen ilmeniitti/slagi jauhetaan, jotta saadaan suurempi ominaispinta-ala seuraavaa prosessivaihetta varten. Tämä prosessivaihe on reaktio. Siinä ilmeniitin oksidit muutetaan veteen liukeneviksi sulfaateiksi eksotermisessä sulfatoitumisprosessissa. Reaktio suoritetaan

panosprosessina ja reaktion jälkeen kakun annetaan kypsyä eli jälkireagoida ennen liuotusta veteen ja kiertoohjaan./2/

Seuraavaksi liuos johdetaan pelkistykseen, jossa kolmiarvoinen rauta pelkistetään kaksiarvoiseen muotoon, jolloin siitä tulee vesiliukoinen ja sen poistaminen helpottuu. Myös osa neliarvoisesta titaanista pelkistyy kolmiarvoiseksi. Pelkistyksen jälkeen liuos johdetaan selkeyttimiin, joissa painovoiman ja kemikaalien avulla pyritään poistamaan liuoksessa oleva liukenematon kiintoaine mahdollisimman tehokkaasti. Osa liuoksesta selkeytetään painesuotimilla./2/



Kuva 1. TiO<sub>2</sub>-sulfaattiprosessi

Selkeytyksen jälkeen on vuorossa kiteytys. Kiteytyksessä liuosta jäädytetään, jolloin muodostuu ferrosulfaattikiteitä, jotka johdetaan sakeuttimeen. Sakeuttimen ylivuodosta saatava neste johdetaan eteenpäin lämmittimeen ja kiteinen pohjatuote lingontaan. Lingonnasta erotettava neste johdetaan pääosin samaan lämmittimeen kuin sakeuttimen ylivuodosta saatu liuos, tosin osa nesteestä otetaan erikseen talteen laimeana rikkihappona, RH-2./2/



Seuraava prosessivaihe on haihdutus. Tässä vaiheessa liuosta väkevöidään poistamalla vettä kunnes saavutetaan tuotekohtaiset ohjearvot. Haihdutuksen jälkeen on vuorossa saostus. Saostuksessa pyritään erottamaan titaani prosessiliuoksesta hydrolyysin avulla, saaden titaanihydroksidisakkaa. Saostuksessa musta liuos muuttuu valkoiseksi./2/

Ennen kalsinointia vuorossa on kuitenkin vielä kaksi suodatus- ja pesuvaihetta. Esi- ja jälkipesussa poistetaan epäpuhtauksia, pääosin rautaa. Esipesussa saostuksesta tullut liuos suodatetaan kehikon kankaille imua apuna käyttäen, suodatusajan ollessa muutamia tunteja. Suodatuksen jälkeen kehikko siirretään pesuun, jossa imulla vesi imetään suodatetun kakun läpi. Pesun etenemistä seurataan tiheysmittauksen avulla, jolloin voidaan seurata raudanpeseytymistä. Yleensä muutaman tunnin kestäneen pesun jälkeen kakut irrotetaan kankaista ja pudotetaan valkaisuäiliöön. Valkaisuun käytetään myös kiertohappoa, jonka kontrollointi on tämän työn pääasiallinen tarkoitus. Valkaisun jälkeen suoritetaan jälkipesu, jonka periaate on vastaava kuin esipesussa, eli imun avulla tapahtuva suodatus kakuksi, kakun pesu ja pudotus. Seuraavassa luvussa kerrotaan tarkemmin jälkipesun toiminnasta./2/

Jälkipesun jälkeen on vuorossa kalsinointi. Kalsinoinnissa pyritään saamaan saostuksessa ydinhiukkasten ympärille muodostuneista metatitaanihappoflokeista syntymään yksittäisiä titaanidioksidikiteitä. Aluksi jälkipesty liete ja uunin valmennuskemikaalit, joita käytetään tuotekohtaisien ominaisuuksien saamiseen, pumpataan suotimelle, missä osa vedestä saadaan erotettua. Kuivattu massa syötetään sen jälkeen uuniin. Kalsinointi sisältää kolme vaihetta, ensimmäisessä vaiheessa poistuu massan sisältämä kosteus, toisessa vaiheessa sulfaatit ja kemiallisesti sitoutunut vesi, ja kolmannessa vaiheessa tapahtuu kalsinoituminen, jossa yksittäiset kiteet saavuttavat lopullisen muotonsa ja ominaisuutensa./2/

Kalsinoinnin jälkeen on vuorossa jauhatus. Osalle Anataasi-tuotteista suoritetaan kuivajauhatus, jonka jälkeen ne ohjataan pakkaukseen. Muille Anataasi-tuotteille, sekä Rutiili-tuotteille suoritetaan vielä useampikin prosessivaihe. Tuotteille suoritetaan mm. pintakäsittely, jossa märkäjauhatuksessa toisistaan erotetut hiukkaset pinnoitetaan tuotteesta, ja sen käyttötarkoituksesta, riippuen erilaisilla epäorgaanisilla aineilla. Pintakäsittelyn jälkeen suoritetaan käsittelypesu, jossa liete suodatetaan kehikoille, samoin kuin esi- ja jälkipesussa ja pestään. Pesun jälkeen lietteen sakeus ja pH täsmätään./2/

Käsittelyn jälkeen seuraa vielä viimeinen kuivaus ja jauhatus. Kuivaus suoritetaan mekaanisesti suotimella ja sen jälkeen termisesti. Kuivauksen jälkeen tuote jauhetaan suihkujauhatuksena tulistetulla, korkeapaineisella höyryllä./2/

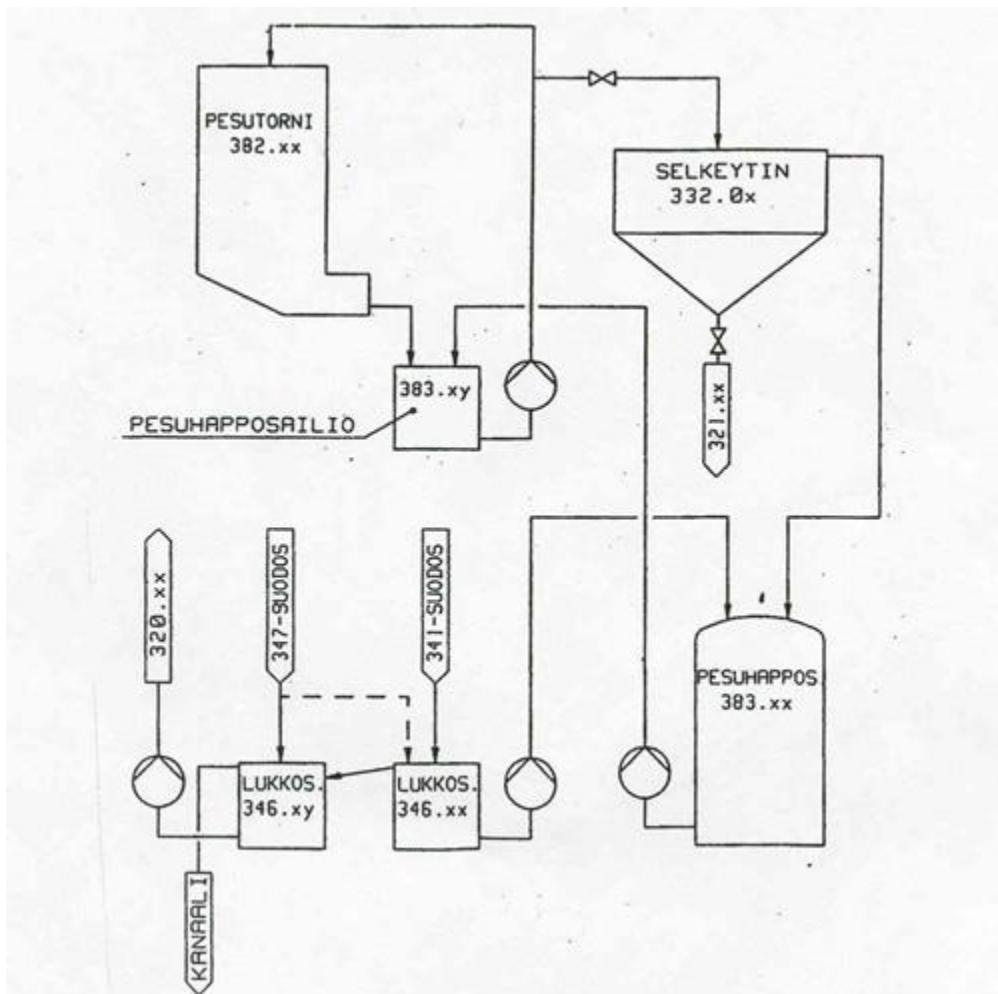
Koko prosessi kestää noin kaksi viikkoa. Lisäksi tehtaalle kuuluu useita muita prosessivaiheita, joita tarvitaan taloudellisista ja/tai ympäristöllisistä syistä. Näihin lukeutuu mm. mudan käsittely, poistevesien puhdistus, hapon talteenotto, ferron käsittely, jne. Lisäksi prosessista otetaan matkan varrella lukuisia näytteitä, joiden analysointi laboratoriosta auttaa laadun takaamisessa.

### 3 JÄLKIPESUSUODOSTEN TALTEENOTTO JA VÄKEVÖINTI PESUTORNISSA

#### 3.1. Prosessikuvaus

Tämän työn kannalta jälkipesun suodosten talteenoton, ja niiden väkevöinti prosessin ymmärtäminen on elintärkeää. Tämän vuoksi on hyvä saada syvällisempi selvitys prosessista. Virtauskaavio löytyy seuraavalta sivulta, kuva 2. Jälkipesun suodatuksen aikana imulinjan kautta kertyvät suodokset kerätään 346-lukkosäiliöön joka tehtaalla. Koska työssä keskitytään pääosin 3-tehtaaseen käytännöllisten syiden takia, keskitytään prosessikuvauksessakin 3-tehtaaseen. Tehtaalla 3 suodatuksen aikaiset suodokset kerätään 346.32-lukkosäiliöön. Lisäksi 32-lukkosäiliöön kerätään pesuista tulevat suodokset ensimmäisen 30 minuutin ajalta. Loput pesun suodoksista ohjataan 346.31-lukkosäiliöön. Lukkosäiliöstä 31 suodokset pumpataan esipesun pesuvesiksi, tällä tosin ei ole työn kanssa suurempaa merkitystä. Lukkosäiliön 32 suodokset puolestaan pumpataan 383.01-pesuhapposäiliöön, joka on kaikille neljälle tehtaalle yhteinen ”varastosäiliö”. Säiliöstä 383.01 pumpataan neste 383.31 -pesuhapposäiliöön (muilla tehtailla omat vastaavat säiliöt)./2/

Pesuhapposäiliöstä on jatkuva kierto 382.31-pesutornille. Pesutornilla suodoksia kierrätetään kalsinoinnissa syntyneitä kaasuja vastaan, jolloin kaasut jäähtyvät ja hieman puhdistuvat, mutta väkevöinnin ja työn kannalta suodokset väkevöityvät kaasun imeytyessä nesteeseen muodostaen rikkihappoa. Pesutornilta suodokset palaavat takaisin 383.31-pesuhapposäiliöön. Pesuhapposäiliössä 383.31 on tiheysmittaus, joka ohjaa pesutornille menevän linjan haarassa olevaa venttiiliä. Tiheyden ollessa riittävän suuri, ohjataan osa suodoksista 332.02-selkeyttimeen. 1- ja 3-tehtaan suodoksia pumpataan 332.02-selkeyttimeen ja 2- ja 4-tehtaan suodoksia 332.01-selkeyttimeen. Selkeyttimien alitetta käytetään esipesun jälkeiseen valkaisuun 321.31-pudotusaltaassa. Selkeyttimen 332.02 ylitteet ohjataan takaisin 383.01-pesuhapposäiliöön ja 332.01 ylitteet 2- ja 4-tehtaiden esipesuihin pesuvedeksi./2/



Kuva 2. Jälkipesusuodosten talteenoton ja väkevöinnin virtauskaavio./2/

### 3.2. Mooren kehikkokierto

Työn kannalta eri kehikoilla on merkitystä mittaustuloksiin. Tämän takia onkin hyvä perehtyä hieman tarkemmin Mooren alueen, eli esipesu, jälkipesu ja käsittelypesu, kehikkokierto. Kehikkokierrolla tarkoitetaan kehikoiden kierrätystä esipesusta jälkipesuun, jälkipesusta käsittelypesuun ja käsittelypesusta takaisin esipesuun. Tavoitteena on pitää kehikoita samassa pesuvaiheessa kolme vuorokautta, joiden aikana suodatetaan muutamia suodatuksia, ja näiden jälkeen siirtää kehikko eteenpäin. Kehikkokierron tarkoituksena on parantaa kehikoiden toimivuutta niiden vanhentuessa. Tähän on syynä eri pesuvaiheiden erilaiset liuokset. Siinä missä käsittelypesussa kehikot tukkeentuvat hieman, esipesun väkevämpi liuos avaa hyvin tukkeutunutta suodatinkangasta.

Kehikkokierrosta huolimatta joudutaan kehikoiden suodatinkankaita uusimaan aika ajoin. Yleisesti kehikkoa voidaan kuitenkin käyttää yli vuoden tai puolitoista ennen kuin sen toimintakyky alkaa olla sen verran huono, että suodatus-, pesu- ja pudotusvaiheet alkavat kestämään ajallisesti huomattavasti normaalia kauemmin. Työssä pyrittiin ottamaan mittauksia niin uudemmista kuin vanhemmistakin kehikoista.

### 3.3. Työn tutkimuskohteet

Työn kohteina oli tutkia toimiiko 30 minuutin ajastin ohjattaessa pesujen suodoksia 346.32-lukkosäiliöön. Tutkimus suoritettiin ottamalla näytteitä 347-suodatusaltailla pesussa olevista kehikoista, ja tutkimalla niistä johtokykyä. Näytteenotto suoritettiin kehikoissa olevien kahden imulinjan avulla. Toinen linja on käytössä kehikoiden ollessa paikallaan ja tätä kutsutaan kiintoimulinjaksi. Toista linjaa käytetään siirrettäessä kehikoita suodatuksesta pesuun tai pesusta pudotukseen. Tätä linjaa kutsutaan siirtoimulinjaksi. Työn näytteet otettiin siirtoimulinjasta, kun kiintoimulinjassa oli imu päällä. Näytteet otettiin erityisesti kyseiseen tehtävään tarkoitetulla näytteenottimella, jossa on kaksoisventtiili, eli ylemmän venttiilin avaamalla saadaan liuosta putkeen, sen jälkeen venttiili suljetaan ja alempi venttiili avataan, jolloin liuos saadaan ulos. Tällä tavoin kehikoissa pysyy kokoajan imut päällä, eikä näytteiden ottaminen vaaranna prosessin onnistumista. Näytteitä otettaessa jouduttiin liuosta ottamaan useampia kertoja ennen kuin putkeen saatiin edustava näyte, sillä linjaan oli mahdollisesti jäänyt liuosta vanhastaan. Näin vähennettiin huomattavasti virheen mahdollisuutta. Saaduista näytteistä mitattiin laboratorioissa johtokykyä Knick 703-johtokykymittarilla. Mittari otti automaattisesti huomioon lämpötilan ja ilmoitti johtokyvyn 25 °C arvona, mikä on standardi johtokyvyn arvon lämpötila.

Toinen tutkimuskohde oli 383.31-pesuhapposäiliön tiheysmittarin toiminta, eli vastaako tiheys suodostenhappopitoisuutta siinä määrin, että sen toimintaa voidaan pitää hyvänä, vai olisiko johtokykymittaus kenties toimivampi vaihtoehto. Mittaukset otettiin tiheysmittarin ohjaaman venttiilin vieressä olevasta näytteenotto paikasta sekä 3- että 4-tehtaalta. Näytteistä tutkittiin johtokykyä laboratorion Knick 703-johtokykykymittarilla. Lisäksi näytteitä tutkittiin happopitoisuus titraamalla. Titrauksesta huolehti laboratorionhenkilökunta. Myös tiheysarvo näytteenotto hetkellä kirjattiin ylös. Tulosten perusteella tehtiin ”happopitoisuus vs tiheys” ja ”happopitoisuus vs johtokyky” -kuvaajat, joiden perusteella vertailtiin eri mittausten toimivuutta.

### 3.4. Työn aikana huomattut tutkimuskohteet

Työtä tehtäessä havaittiin, että mahdollinen ratkaisu ongelmaan saattaakin olla muualla kuin alkuun määritetyissä työtehtävissä. Siksi panostusta keskitettiin alustavasta suunnitelmasta poiketen myös muihin systeemeihin. Kyseessä oli 346-lukkosäiliöiden ja 383.01-pesuhapposäiliön väliset virtaukset, sekä 383.01-pesuhapposäiliöiden virtaukset pienempiin, tehdaskohtaisiin, 383-pesuhapposäiliöihin. Havaittiin, että lukkosäiliöiden toiminnasta johtuen tulee hetkiä, jolloin väkevämpiä happoja ei saada kunnolla talteen, sekä hetkiä, jolloin puolestaan laimeita liuoksia pumpataan eteenpäin 383.01-pesuhapposäiliöön. Tämän johdosta tutkittiinkin tarkemmin mitkä mittaukset ja ohjaukset vaikuttavat pumppauksiin ja mitä pakko-ohjauksia automaatioon on asetettu.

## 4 JOHTOKYKY JA JOHTOKYKYMITTARI

### 4.1. Johtokyky

Johtokyvyllä tarkoitetaan aineen kykyä johtaa sähkövirtaa. Johtokyky on ominaisvastuksen, eli resistiivisyyden, käänteisarvo. Johtokyvyn yksikkönä käytetään yleensä kreikkalaista kirjainta sigma,  $\sigma$ , ja sen SI-yksikkö on S/m, eli Siemensiä metrissä. Yleensä käytetään yksikköä mS/cm tai  $\mu\text{S/cm}$ . Johtokykyä voidaan hyödyntää havaitsemaan liuosten ioni- ja happopitoisuuksia. Aiemmassa työssä on tutkittu, että tähän työhön liittyvien liuosten johtokyky on suoraan verrannollinen liuoksen happopitoisuuteen. Johtokyky on lämpötilariippuvainen suure johtuen lämpötilan vaikutuksesta viskositeettiin ja ionien liikkumiseen liuoksesta. Johtokyky ilmoitetaan standardoidusti lämpötilassa 25 °C./3/

#### 4.2. Knick 703 Laboratory Conductivity Meter

Työssä otettuja näytteitä mitattiin laboratorion löytyvällä Knick 703-johtokykykymittarilla. Knick 703 on pitkälti automatisoitu, laboratorio käyttöön kehitetty johtokykykymittari, jonka mitta-alue yhdellä sensorilla, kuten käytössä olleessa laitteessa oli, on  $1,000 \mu\text{S}/\text{cm}$  ...  $1000 \text{ mS}/\text{cm}$ . Tarvittaessa useammalla sensorilla voitaisiin mitta-alue nostaa jopa  $2000 \text{ mS}/\text{cm}$  tasolle. Johtokykykymittarissa on automatisoitu lämpötilan mittaus ja säätö. Tämä tarkoittaa, että mittari mittaa lämpötilan, jonka perusteella se lisää johtokykyyn arvoon lämpötilaa vastaavan kertoimen, minkä seurauksena laitteen näyttämä johtokyky on arvo mitä johtokyky olisi, jos lämpötila olisi  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , eli johtokykyyn standardilämpötila.

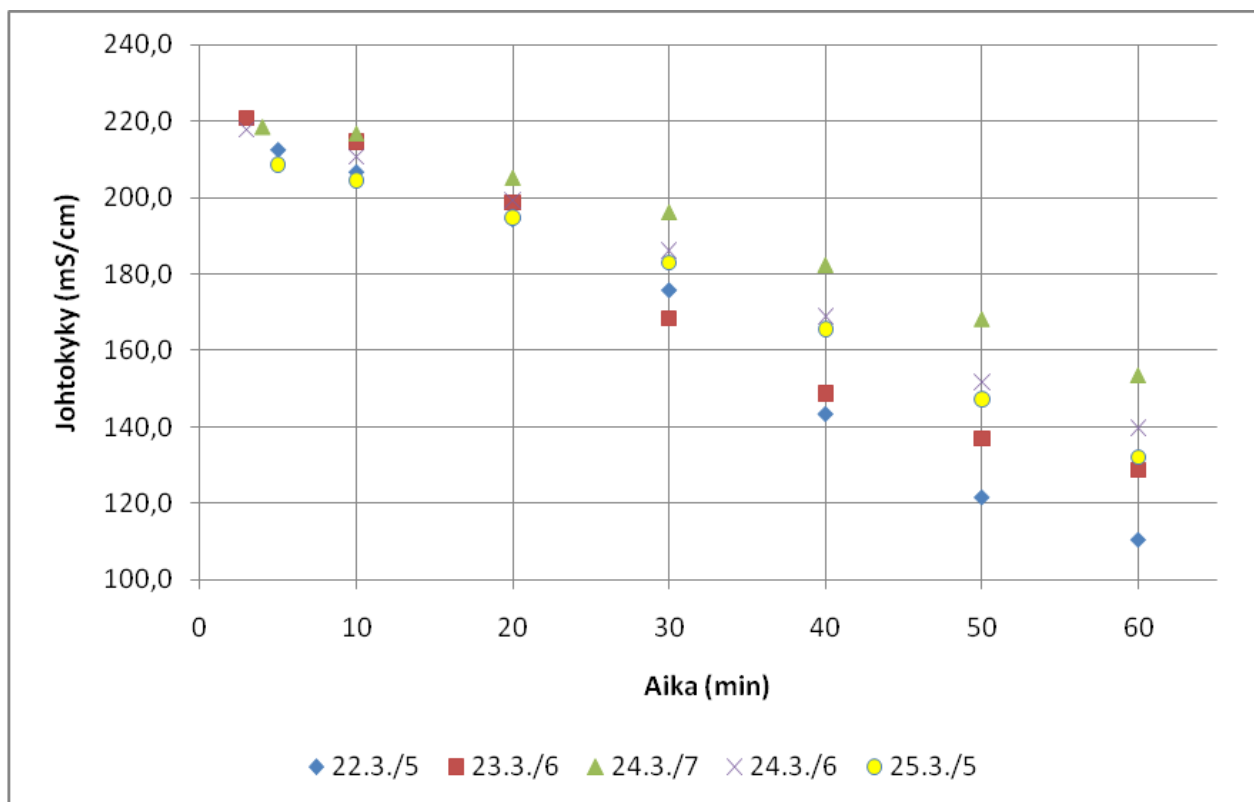


Kuva 3. Knick 703-johtokykykymittari /4/

## 5 TULOSTEN TARKASTELU

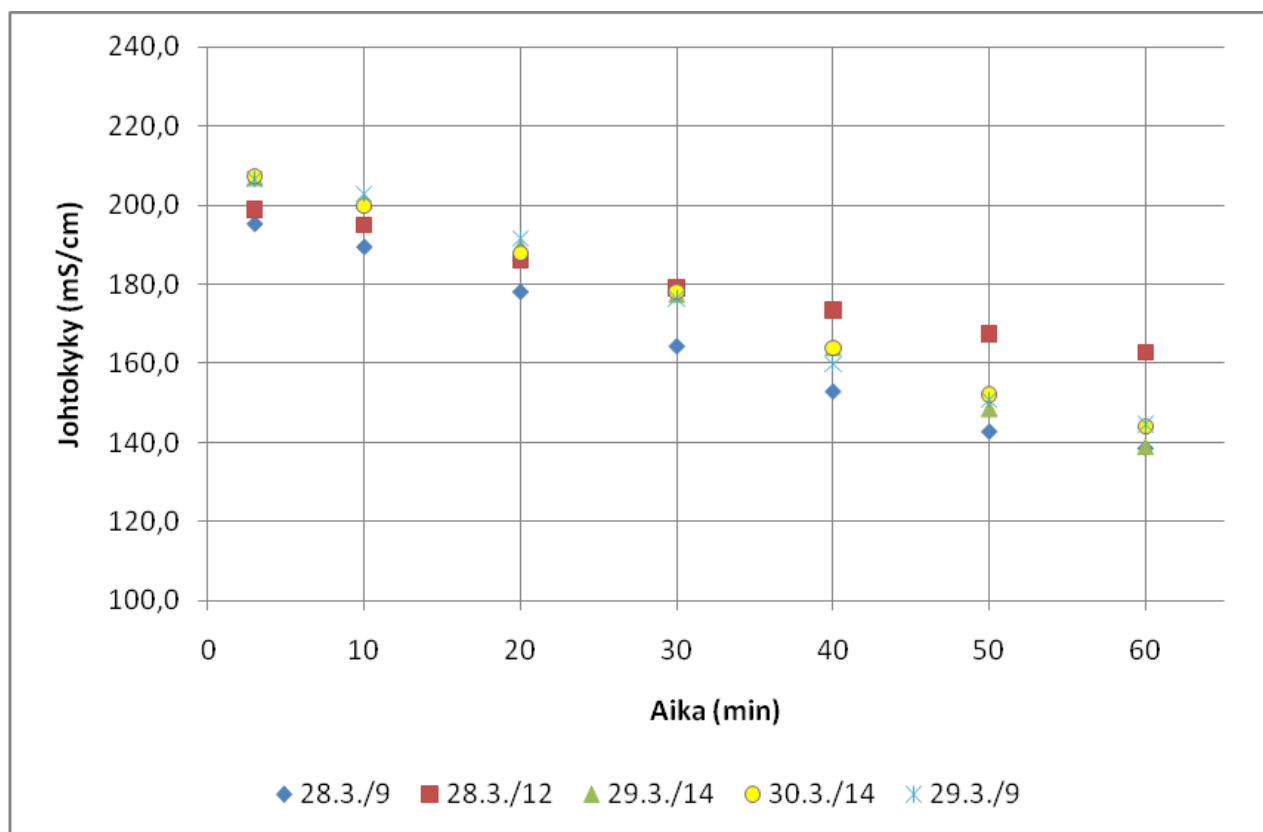
### 5.1. Jälkipesun pesusuodosten johtokykymittaukset

Työn tärkein mittauskohde oli jälkipesussa suoritettavan pesun suodosten johtokyvyn muutosten tutkiminen ajan suhteen. Mittauksia otettiin kahden viikon ajan, viisi mittausta viikossa siten, että jokainen mittaus kesti tunnin ajan ja jokaisesta mittauskerrasta otettiin seitsemän mittausta, noin kymmenen minuutin välein. Käytännön järjestelyistä johtuen ensimmäinen mittaus saatiin vasta noin 3-5 minuutin jälkeen, mutta sen jälkeen näytteitä otettiin joka kymmenes minuutti pesun aloituksesta. Mittaustulokset ovat nähtävissä Liitteessä 1, lisäksi alle on lisätty mittaustulokset kahteen kuvaajaan. Kuvaajien lukemisen selkeyttämiseksi arvot on jaettu kahteen viiden sarjaan, ensimmäisessä kuvaajassa on ensimmäisen viikon mittaustulokset, ja toisessa toisen viikon mittaustulokset. Kuvassa eri mittaussarjat ovat kuvattu eri merkein siten, että timantti kuvaa 22.3.-päivän kehikosta 5 otettua mittaussarjaa ja muut merkit seuraavasti: neliö = 23.3./6, kolmio = 24.3./7, risti = 24.3./6, pallo = 25.3./5. Nämä olivat siis kuvaajan 1 arvot, jotka ovat nähtävissä alla.



Kuvaaja 1. Ensimmäiset 5 pesun johtokyvyn arvoja

Kuvaajan 2 mittaustulosten merkit ovat seuraavat: timantti = 28.3./9, neliö = 28.3./12, kolmio = 29.3./14, risti = 29.3./9, pallo = 30.3./14. Nämä tulokset ovat nähtävissä alla.



Kuvaaja 2. Toiset 5 pesun johtokyvyn arvoja

Mittaustuloksista ei pystytä tekemään suuria päätelmiä, mutta ne antavat kuitenkin kuvan siitä, miten johtokyky muuttuu pesun edetessä. Kuvasta nähdään, että johtokyvyn arvot riippuvat käytetystä kehikosta, vanhempien, ja siten tukkoisempien, kehikoiden johtokyvyn arvot ovat alussa matalammat kuin uudempien kehikoiden ja pesun kuluessa niiden johtokyky laskee hitaammin, eli pesu etenee huonommin. Kehikoiden lisäksi tuloksiin vaikuttaa suodatuksessa suodatettujen kakkujen paksuus. Isommat kakut aiheuttavat korkeamman johtokyvyn, toisaalta liian suuret kakut aiheuttavat pesun heikon etenemisen, tosin kyseisissä mittauksissa tätä ei tapahtunut.

Mittaukset osoittavat, että nykyinen 30 minuutin aika ohjaus toimii kohtalaisen hyvin, lähes kaikkien mittaustulosten ollessa 30 minuutin kohdalla 180:n mS/cm kohdilla. Johtokyky mittarilla voitaisiin joidenkin kehikoiden kohdalla parantaa tilannetta, joko mahdollistaen pidemmän talteenoton hitaasti peseytyvillä kehikoilla, tai välttää laimeampia liuoksia suodatuksissa, joissa johtokyky joko lähtee matalista arvoista tai laskee hyvän kehikon ansiosta nopeasti. Ehdotonta tarvetta johtokykymittaukseen ei saatujen tulosten perusteella kuitenkaan ole.



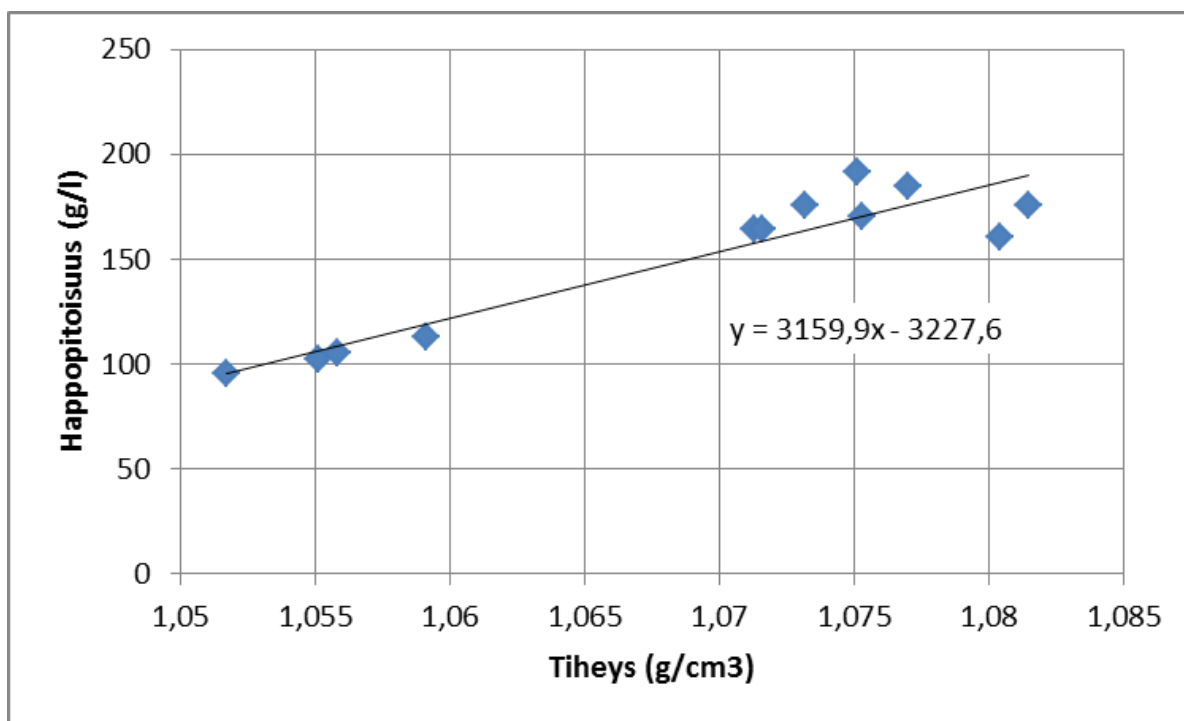
Liitteessä 1 olevaan taulukkoon on laskettu myös happopitoisuudet. Näiden laskemiseen on käytetty aikaisemmassa työssä tutkittua johtokyvyn ja happopitoisuuden yhteyttä valkaisuissa. Yhtälö ei välttämättä kuvaa täydellisesti jälkipesun pesun johtokyvyn ja happopitoisuuden välistä yhteyttä, mutta antaa riittävällä tarkkuudella tiedon happopitoisuuden arvoista. Käytetty yhtälö on:

$$\text{Happopitoisuus (g/l)} = 0.14 \cdot \text{Johtokyky (mS/cm)} + 25.61 \quad (1)$$

Esimerkiksi johtokyvyllä 201 mS/cm saadaan happopitoisuudeksi 53,8 g/l. /3/

## 5.2. Tiheyden ja johtokyvyn suhde happopitoisuuteen

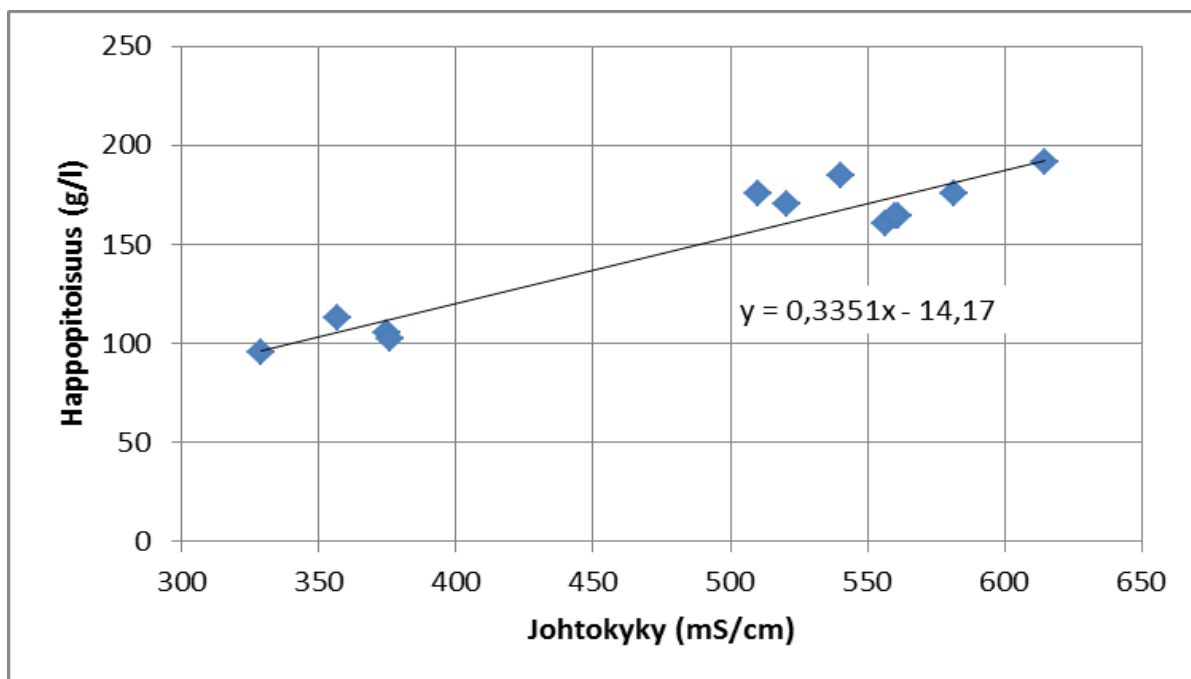
Pesujen johtokyvyn lisäksi työssä tutkittiin toimiiko pesutornin väkevöinti kierron tiheysmittari tarpeeksi hyvin. Tätä tutkittiin ottamalla kierrosta näytteitä ja analysoimalla niistä happopitoisuus ja johtokyky, sekä ottamalla näytteenottohetkellä ylös tiheysarvo. Mittaustulokset ovat nähtävissä Liitteessä 2. Saatujen tulosten perusteella piirrettiin ”tiheys vs happopitoisuus” ja ”johtokyky vs happopitoisuus”-kuvaajat. Nämä kuvaajat ovat nähtävissä alla, kuvaajat 3 ja 4.



Kuvaaja 3. Happopitoisuus tiheyden funktiona

Kuvaajista huomattiin, että sekä tiheys että johtokyky käyttäytyvät lineaarisesti happopitoisuuden suhteen kyseisissä mittaolosuhteissa. Tulosten perusteella kumpikaan mittaustapa ei ole täysin tarkka, mutta molemmat ovat riittävän tarkkoja

käytäntöön. Kuvaajissa huomataan neljä pistettä, jotka ovat erikseen muista. Tämä johtuu siitä, että kyseiset pisteet kuvaavat nelostehtaalta otettuja näytteitä, siinä missä muut ovat kolmostehtaalta.



Kuvaaja 4. Happopitoisuus johtokyvyn funktiona

Kuvaajista saatiin tiheyden ja johtokyvyn korrelaatioksi happopitoisuuteen nähden seuraavat yhtälöt:

$$\text{Happopitoisuus (g/l)} = 3159.9 \cdot \text{Tiheys (g/cm}^3\text{)} - 3227.6 \quad (2)$$

$$\text{Happopitoisuus (g/l)} = 0.3351 \cdot \text{Johtokyky (mS/cm)} - 14.17 \quad (3)$$

### 5.3. Muutokset työn aikana havaittuihin tutkimuskohteisiin

Työn aikana havaittiin, että 346-lukkosäiliöt olivat turhan usein täynnä, josta seurasi, että niihin tulleista suodoksista meni huomattavat määrät hukkaan ylivuotona. Ongelman ratkaisemiseksi suoritettiin kaksi toimenpidettä. Ensimmäinen huomattiin, että 3- ja 4-tehtailla oli ohjauksiin jäänyt local-ohjaus, mahdollisesti jonkun pesun tai poikkeustilanteen takia, vaikka tarkoituksena oli käyttää remote-ohjausta, jolloin 383.01-pesuhapposäiliön pinnan mittaus kontrolloi lukkosäiliöiden pintoja. Toiseksi päätettiin 383.01-pesuhapposäiliön alarajaa laskea 60 %:sta 40 %:iin. Näin saatiin lisää

puskurivaraa lukkosäiliöitä ajatellen. Lukkosäiliöt kun ovat kooltaan vain murto-osan pesuhapposäiliöön nähden, ja siten muutoksella vältetään tilanteita, jolloin pesuhapposäiliö on usein täynnä ja siten lukkosäiliöt täyttyvät niin ikään. Tämän taustalla on ohjaus, joka pesuhapposäiliön pinnan laskiessa alarajalle käynnistää kaikilla tehtailla uudelleen suodosten talteenoton edellisestä pesusta. Ohjaus on tehty varmistamaan, ettei pesuhapposäiliöstä pääsee liuos loppumaan. Haittapuolena kuitenkin oli, että turhan korkea alaraja aiheutti liian usein ”turhia” talteenottoja vanhoistakin pesuista kun itse suodatusten ja pesujen alun suodokset määrältään riittäisivät, mutta niiden välillä saattaa olla useampi tunti.

Lisäksi voidaan tulevaisuudessa lisätä määräys ohjelmaan, mikä rajoittaa ajallisesti milloin voidaan ”vanhasta” pesusta ottaa uudelleen suodoksia talteen, kun 383.01-pesuhapposäiliön pinta alenee alarajalle. Esimerkiksi pesuista käännetään 346.32 lukkosäiliöön meneväksi vain silloin kun kokonaispesu aika on alle 90 minuuttia. Näin voitaisiin välttää kaikkein laimeimpien suodosten talteenotto. Toistaiseksi kuitenkin näyttäisi, ettei tähän ole tarvetta.

## 6 VIRHEARVIOINTI

### 6.1. Jälkipesun suodosten johtokykymittaus

Työn tarkkuuden kannalta suurin virhemahdollisuus jälkipesun suodosten johtokykymittauksessa oli itse näytteiden otossa oleva virheen mahdollisuus. Näytteitä otettaessa kehikon siirtoimulinjasta, saattoi linjassa olla valmiiksi ”vanhaa” liuosta. Koska ei ole tarkkaa tietoa miten hyvin liuos vaihtuu kyseisellä putkiosuudella pesun ja näytteiden oton aikana, ei voida varmaksi sanoa, ovatko näytteet täysin edustavia. Näytteitä otettaessa tyhjennettiin näyteenottimen putki noin kymmenen kertaa ennen kuin varsinainen näyte otettiin. Tämän pitäisi ehkäistä virheen mahdollisuutta, mutta ei ole varmaa toimiko se täysin. Joka tapauksessa käytetty mittaustapa oli kaikissa mittauksissa sama ja tulokset osoittivat johtokyvyn alenevan selvästi ajan kuluessa, joten voitaisiin päätellä mittaustavan olleen luotettava tulosten pohjalta tehtävien päätelmien tekemiseen.

Muita virheen mahdollisuuksia on johtokykymittarin toiminta. Mittaus sisältää aina pienen virhemahdollisuuden, samoin mittarin automaattinen lämpötilan korjaus saattaa sisältää pientä virhettä. Kumpikaan virhe ei kuitenkaan suuruudeltaan aiheuta mitään esteitä mittaustulosten tulkintaan ja niiden suhteen tehtäviin johtopäätöksiin ja päätelmiin. Valmistajan mukaan johtokyvyn mittaus sisältää maksimissaan 0,5 % ja lämpötilan mittaus maksimissaan 0,3 °C virhemahdollisuuden.

### 6.2. Tiheys- ja happopitoisuusmittaus

Tuloksissa virhettä aiheutti tiheysmittauksen huomattavan nopea vaihtelu. Tiheysarvot otettiin jo käytössä olevan tiheysmittarin lukemista, tarkalleen ottaen tietokantaan tulevasta minuutin välein vaihtuvasta arvosta. Ongelmana kuitenkin oli, että tiheys voi minuuttien välillä heittelehtiä huomattavasti. Tästä seurauksena oli, ettei kuvaajiin saatua tiheyttä voida tietää täysin täsmällisesti. Virheen johdosta ”tiheys vs happopitoisuus”-kuvaaja oli oletettavasti epätarkempi kuin mitä käytössä oleva tiheysohjaus on. Tällä oletuksella voidaan kuitenkin päätellä tiheysmittauksen toimivan ainakin yhtä hyvin kuin johtokykymittauksen. Myös liuoksessa oleva kiintoaine aiheutti virhettä mittauksissa. Koska titaani-pigmentti alkoi laskeutua jo hyvinkin lyhyessä ajassa, saattoi se aiheuttaa virhettä johtokykymittauksessa. Työn kolmas mittaus, eli happopitoisuusmittaus, ei juuri aiheuttanut virhettä sillä kyseessä oli titraus, jossa pH vaihtuu tietyissä pisteissä. Pieni virhe siinäkin saattaa olla, mutta sitä tuskin edes huomaa mittaustuloksissa.

## 7 JOHTOPÄÄTÖKSET JA TOIMENPITEET

Jälkipesun pesujen suodosten johtokykymittausten perusteella voidaan todeta, että johtokykymittauksen asentamisella saadaan laadullista hyötyä aikaan, mutta toisaalta saatava hyöty ei määrältään ole niin suuri, että johtokykymittauksen asentaminen olisi välttämätöntä. Suuremmalla aikavälillä tulee olemaan hetkiä, jolloin 383.01-pesuhapposäiliön alaraja tulee vastaan, ja tällöin joudutaan kuitenkin ottamaan laimeampia suodoksia eteenpäin, joten johtokykymittauksella ei pystytä lopullisesti määräämään millaisia suodoksia otetaan talteen ja millaisia ei. Jos kuitenkin johtokykymittaus päätetään asentaa, on suositeltavaa lisätä ohjaus, joka muuttaa talteenotettavan liuoksen johtokykyrajaa 383.01-pesuhapposäiliön pinnan mukaan siten, että pinnan ollessa alempana laskee johtokykyraja ja vastaavasti pinnan noustessa johtokykyraja nousee. Ohjauksen tulee olla enemmän hienosäätöä, ja pitää huoli siitä, että säiliössä on tilaa uusien suodatuksien talteenotolle, ettei niitä ainakaan menetetä ylivuotona pois.

Yhteistyössä ohjaajan kanssa päätettiin, ettei johtokykymittausta asenneta jälkipesun pesuun ainakaan toistaiseksi, vaan pysytään vanhassa ajan mukaan tapahtuvassa suodostenohjaus tavassa.

Pesutornin väkevöintikierron mittausten perusteella voidaan todeta, että tiheysmittauksen korvaaminen johtokykymittauksella ei aiheuta suurta hyötyä, mahdollisesti ei edes yhtään hyötyä. Tiheysmittaus tuntuu toimivan suhteellisen hyvin ja korreloivan happopitoisuutta melko hyvin. Mittausten perusteella voisi sanoa, että johtokykymittaus saattaisi olla hieman parempi, mutta koska ei ole tietoa kuinka hyvin johtokykymittarit toimisi pidemmällä aikavälillä, kun liuoksessa on huomattava määrä kiintoainetta, ei mittaustavan vaihtoon ole selvää tarvetta. Lisäksi on oletettavaa, että jo käytössä oleva tiheysmittaus on todellisuudessa tarkempi kuin mitä voidaan päätellä tuloksiin käytetystä minuutin välein muuttuvasta mittausravosta.

## 8 LÄHTEET

1. Sachtleben esite [viitattu 15.3.]
2. Sachtleben Pigmentsin tietojärjestelmän prosessikuvaukset [16.3. - 18.3.]
3. Jarno Stenroos: Opinnäytetyö, Valkaisun happopitoisuuden hallinta, Sachtleben Pigments Oy, marraskuu 2010
4. [www.knick.de](http://www.knick.de) [viitattu 22.3.]

LIITE 1 JÄLKIPESUN PESUJEN SUODOSTEN JOHTOKYKYMITTAUKSET (1/2)

LIITE 1 JÄLKIPESUN PESUJEN SUODOSTEN JOHTOKYKYMITTAUKSET (2/2)

LIITE 2 VÄKEVÖINTIKIERRON MITTAUSARVOJA (1/2)

LIITE 2 VÄKEVÖINTIKIERRON MITTAUSARVOJA (2/2)