

Kari Rissanen

SAKANLIUOTUKSEN OHJAUSPARAMETRIEN OPTIMOINTI

Tekniikka Rauma

Tuotantotalouden koulutusohjelma

2008



SAKANLIUOTUKSEN OHJAUSPARAMETRIEN OPTIMOINTI

Rissanen, Kari
Satakunnan ammattikorkeakoulu
Tekniikka ja merenkulku Rauma
Tuotantotalouden koulutusohjelma
Joulukuu 2008
Yritys: Sachtleben Pigments Oy, Pori
Valvoja: Pärnänen, Joni, ins.
Ohjaaja: Virtanen, Kalle, DI
UDK: 66-9
Sivumäärä: 37
Asiasanat: liuotus, suodatus, rikkihappo, prosessin ohjaus

Tämän opinnäytetyön tehtiin Sachtleben Pigments Oy:n Porin tehtaalle. Opinnäytetyön tarkoituksena oli hapon talteenottolaitoksen sakanliuotuslaitteiston käyttöönotto ja ohjausparametrien optimointi koeajojen avulla. Keskeisenä tavoitteena oli selvittää, millä keinoin saadaan mahdollisimman suuri osa hapon talteenottolaitoksella syntyvästä 70-prosenttisen rikkihapon sakasta takaisin liuotettua, jolloin kuivaneutralointiin johdettavaa sakkamäärää voidaan vähentää ferrosulfaatin määrän kasvaessa.

Asetettuun päämäärään pyrittiin järjestämällä useita koeajojaksoja. Koeajot toteutettiin heinä- lokakuun välissä 2008 eri pituisina koeajojaksoina liuottamalla 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa 22-prosenttiseen rikkihappoon ja syöttämällä liuos uuteen panoskiteytyslaitokseen. Koeajojen aikana otettiin näytteitä prosessiliuoksesta tarvittavien laskenta-arvojen saamiseksi.

Jokaisen koeajovaiheen jälkeen tehtiin muutoksia prosessin ajo-ohjearvoihin koeajosta saatujen tulosten ja kokemusten perusteella.

Työn alussa selvitetään tutkimuksen ajankohtaisuuden taustaa ja kuvaillaan työssä käytettyjä tutkimusmenetelmiä. Tämän jälkeen esitetään saadut tutkimustulokset ja niiden pohjalta tehdyt päätelmät. Tutkimustulosten avulla laadittiin taulukot ja laskelmat kuvaamaan koeajojen tuottamia tuloksia.

Koeajojen kannalta keskeisimmät tulokset saatiin näytearvoista ja raporteista laske-
malla sekä koeajoissa esiintyneiden ongelmien syitä analysoimalla. Tarvittavia tieto-
ja poimittiin myös prosessin hallintajärjestelmän tietokannasta. Saatujen tulosten mu-
kaan kaikki 70-prosenttisen rikkihapon sakka voitaneen takaisinliuottaa suunniteltu-
jen ja ehdotettujen muutostöiden jälkeen. Kiteytyslaitoksen raudansaanto oli ensim-
mäisellä koeajojaksolla 49 % ja viimeisellä koeajojaksolla se oli 58 %. Raudan saan-
to parani 9 %.

OPTIMIZING THE GUIDING PARAMETERS OF THE FILTER CAKE DISSOLVING PROCESS

Rissanen, Kari

Satakunta University of Applied Sciences
Technology and Maritime Management Rauma
Degree Programme in Industrial Management
December 2008

Commissioned by Sachtleben Pigments Ltd, Pori

Supervisor: Joni Pärnänen, BSc (Eng.)

Tutor: Kalle Virtanen, MSc (Eng.)

UDC: 66-9

Number of pages: 37

Keywords: dissolving, filtering, sulphuric acid, process control

This thesis was made for Sachtleben Pigments Ltd Pori plant. The purpose of the thesis was to start the filter cake dissolving process equipment at the sulphuric acid recovery plant, and to optimize the guiding parameters through trial runs. The main objective was to find out the means to dissolve the major part of the 70 % sulphuric acid filter cakes, at which point the amount of filter cakes fed to dry neutralization can be diminished as the amount of ferrous sulphate increases.

To achieve the objectives several series of trial runs were organised. The trial runs were carried out between July and October 2008 as trial runs of variable lengths of time. The filter cakes of 70 % sulphuric acid were dissolved into 22 % sulphuric acid and the liquid was fed to the new batch crystallization plant. During the trial runs samples of the process liquid were taken to obtain the necessary calculation data.

After each period of trial runs, with the help of the acquired data and experiences, changes were made to the control values of the process.

At the beginning of this study, the background of the project is explained and the used study methods are described. After this the gathered research results and conclusions are presented. All the charts and calculations were created with the help of the research results.

The main results of this project were acquired by calculating from sample values and by analysing the causes of problems detected during the trial runs. Data was also obtained from the data bases of the process control system. According to the results achieved, all the filter cakes of 70% sulphuric acid might be re-dissolved, after the planned and proposed changes. The iron yield of the crystallization plant was 49 % during the first trial run period, and during the last trial run period it was 58 %. The iron yield was improved by 9 %.

SISÄLLYS

TIIVISTELMÄ

ABSTRACT

1 JOHDANTO.....	6
1.1 Yleistä	6
1.2 Opinnäytetyön tarkoitus.....	6
2 SACHTLEBEN PIGMENTS OY:N ESITTELY.....	7
2.1 Yleistä	7
2.2 Rockwood Holdings Inc.....	7
2.3 Sachtleben Pigments Oy.....	8
2.4 Sachtleben Pigments Oy:n Duisburgin tehtaan esittely.....	8
2.5 Sachtleben Pigments Oy:n Porin tehtaan esittely.....	9
3 HAPON TALTEENOTTOLAITOKSEN ESITTELY.....	10
3.1 Hapon talteenottolaitos.....	10
3.2 Hapon talteenoton prosessivaiheiden kuvaus.....	11
3.2.1 Esihaihdutus.....	11
3.2.2 Kiteytyslaitokset.....	11
3.2.3 Rikkihapon haihdutus.....	12
3.2.4 Rikkihapon painesuodatus.....	12
3.2.5 Sakanliuotus.....	14
3.2.6 Ilmeniittäjännöksen suodatus.....	15
4 KOEAJOJEN TARKOITUS JA TOTEUTUS.....	16
4.1 Koeajojen tarkoitus.....	16
4.2 Koeajojen toteutus.....	16
4.3 Ensimmäisen koeajojakson toteutus.....	18
4.4 Ensimmäisen koeajojakson toinen osa.....	18
4.5 Ensimmäisen koeajojakson kolmas osio.....	19
4.6 Toinen koeajojakso	19
4.7 Kolmas koeajojakso.....	20
5 KOEAJOJEN TULOKSET.....	20
5.1 Ensimmäisen koeajojakson tulokset.....	21
5.2 Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat heinäkuun koeajossa.....	23
5.3 Ferrosulfaatin analyysitulokset ensimmäiseltä koeajojaksolta.....	23
5.4 Ensimmäisen koeajojakson happosakan analyysituloksia.....	23
5.5 Muita havaintoja 3-kiteytyslaitoksen toiminnasta koeajojaksolta 1.....	24
5.6 Toisen koeajojakson tulostarkastus.....	25

5.7 Kolmannen koeajojakson tulokset.....	26
5.8 Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat syys-lokakuun koeajossa.	26
5.9 Ferrosulfaatin analyysitulokset.....	27
5.10 Muut analyysien pohjalta tarkasteltavat tulokset.....	28
5.11 Muita havaintoja sakanliuotuksen vaikutuksista 3-kiteyttämön toimintaan.	28
6 KOEAJOTULOSTEN TARKASTELUA JA ARVIOINTIA.....	29
6.1 Yleistä koeajoista ja niiden tuloksista.....	29
6.2 Koeajojen tulosten saavuttaminen.....	30
6.3 Koeajokokonaisuuden arviointi.....	31
7 LAITTEISTOJEN TOIMINTA JA PARANNUSEHDOKSET.....	32
7.1 Sakanliuotuslaitteiston toiminta ja esiintyneet häiriöt.....	32
7.2 Parannusehdotuksia sakanliuotuslaitteistoihin.....	32
7.3 Kiteytyslaitoksella sakanliuotuskoeajoissa esiintyneet toimintahäiriöt.....	33
7.4 Kiteytyslaitoksen laitteistoihin liittyvät parannusehdotukset.....	34
8 SAKANLIUOTUKSEN TALOUDELLISUUDEN TARKASTELU.....	36
8.1 Tapaus 1: 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa ei voida takaisinliuottaa.....	36
8.2 Tapaus 2: Lähes kaikki 70-prosenttisen rikkihapon sakka takaisinliuotetaan.	36
LÄHTEET.....	37
LIITTEET.....	40

1 JOHDANTO

1.1 Yleistä

Ympäristöluvan ehtojen kiristyminen on johtanut Sachtleben Pigments Oy:n Porin tehtailta tilanteeseen, jossa hapon talteenottolaitoksen 55-prosenttisen rikkihapon ja 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakkoja ei saa läjittää tehdasalueella, vaan kaikki sakka on käsiteltävä kaatopaikkakelpoiseksi tai tuotteistettava myyntiin. Sakan happopitoisuuden vuoksi neutralointi kaatopaikkakelpoiseksi tulee kalliiksi, joten ensisijaisena on se vaihtoehto, että suurin osa 70-prosenttisen rikkihapon sakasta takaisinliuotetaan 22-prosenttiseen rikkihappoon ja syötetään kiteytyslaitoksiin. Kiteytyslaitoksella sakan sisältämä rauta kiteytyy ferrosulfaatiksi, joka voidaan myydä eri tuotteina.

Se osa 70-prosenttisen rikkihapon sakasta, jota ei voida takaisinliuottaa, on neutraloitava kaatopaikkakelpoiseksi tai tuotteistettava rakeiseksi tuotteeksi. Tuotteistamisella alennetaan kustannuksia, koska sakkatuote Sachtofer CM:n valmistamisessa kuluu vähemmän kalkkia kuin sakan kaatopaikkakelpoiseksi neutralointiin.

1.2 Opinnäytetyön tarkoitus

Tässä opinnäytetyössä tarkastellaan, kuinka suurin osa hapon talteenottolaitoksella syntyvästä 70-prosenttisen rikkihapon sakasta voidaan takaisinliuottaa 22-prosenttiseen rikkihappoon sekä syöttää kiteytyslaitoksille, ja erottaa sakan sisältämä rauta ferrosulfaattina. Tutkimus toteutettiin järjestämällä useita koeajojaksoja. Koeajojen aikana otettiin näytteitä prosessiliuoksesta ajoarvojen seuraamiseksi. Saaduista analyysiarvoista laskettiin raudanerotusaste ja muita seuranta-arvoja. Lisäksi käytettiin hyväksi prosessinhallintajärjestelmästä (PHJ) saatuja mittaushistoriatietoja sekä DNA-prosessiohjausjärjestelmän panosraporttiarvoja.

2 SACHTLEBEN PIGMENTS OY:N ESITTELY

2.1 Yleistä

Sachtleben Pigments Oy muodostuu kahdesta titaanidioksidipigmenttejä valmistavasta yksiköstä, joista toinen sijaitsee Saksassa Duisburgissa ja toinen Porissa. Molemmat tehtaot omistaa yhteisyritys, jonka muodostavat yhdysvaltalainen kemian monialayritys Rockwood Holdings Incorporated (61 %) ja Kemira Oyj (39 %). (www.sachtleben.de.)

2.2 Rockwood Holdings Inc.

Rockwood Holdings Inc. on monikansallinen kemianalan yritys, jonka liikevaihto on 3 mrd. dollaria, ja sillä on henkilökuntaa 9500 henkeä. Toimintaa on 25 maassa, tuotantoyksiköitä on 88 ja yritys on keskittynyt erikoiskemikaaleihin sekä kehittyneeseen materiaalitekniikkaan. Yrityksen johtoajatuksena on poikkeuksellisen lisäarvon tuottaminen asiakkailleen erinomaisen asiakaspalvelun, kehittyneen teknologian ja jatkuvien innovaatioiden kautta. (www.rockwoodspecialities.com.)

Yritys on sitoutunut erinomaisuuteen kaikessa toiminnassaan, ja päämääränä on parhaan mahdollisen tuloksen saavuttaminen sekä asiakkaille, investoijille että työntekijöille. Rockwoodin yrityskulttuurin esisijainen fokus on asiakaspalvelu tuottamalla korkeimman laatuista tuotteita jopa ylittäen asiakkaan vaatimukset. Jatkuva toiminnan parantaminen kaikilla liiketoiminnan osa-alueilla on olennainen osa yrityksen toimintatapaa. Tuottavuutta parantavia tapoja etsitään samalla tavoitellen työtapaturmien ja onnettomuuksien vähentämistä ja säästetään energiaa sekä vähennetään tuotannossa syntyviä jätteitä. Eräs päätavoitteista Rockwood-konsernilla on suuremman lisäarvon tuottaminen sekä asiakkailleen että osakkeenomistajille. Yrityksen eri osien on oltava alallaan maailman parhaita tai toiseksi parhaita tuottajia, ja niiden teknologian on oltava innovatiivista, voittomarginaalien on oltava korkeita. Yritys keskittyy tähän strategiaan, etsien jatkuvasti uusia kasvun mahdollisuuksia. (www.rockwoodspecialities.com.)

2.3 Sachtleben Pigments Oy

Sachtleben Pigments Oy on Rockwood Holdings Inc. ja Kemira Oyj:n muodostama yhteisyritys, josta Rockwood omistaa 61 % ja Kemira 39 %. Yhteisyrityksen pääkonttori sijaitsee Saksassa Duisburgissa. Yhteisyrityksen liikevaihto 2007 pro forma oli vuonna 556 miljoonaa euroa. Yhteisyrityksen tavoitteena on olla johtava TiO₂-tuottaja maailmassa erikoispigmenteissä. (www.sachtleben.de.)

2.4 Sachtleben Pigments Oy:n Duisburgin tehtaan esittely

Sachtleben Pigments on perinteikäs valkoisten pigmenttien ja epäorgaanisten lisäaineiden valmistaja yli 130 vuoden kokemuksella. Se on muun muassa globaali markkinajohtaja sekä erikoisanataasipigmenteissä että kuituihin käytettävissä titaanidioksidipigmenteissä. Sachtlebenin Saksan tehtaiden tuotteita käytetään muun muassa muoveihin, pinnoitteisiin, paperiin ja lääketeollisuuden tuotteisiin.

Tehdas valmistaa sekä anataasi- että rutiilipohjaisia titaanidioksidipigmenttejä, ja lisäksi valmistetaan barium- ja sinkkisulfaattipigmenttejä. Henkilöstöä on noin 1100 henkeä, ja yrityksen liikevaihto vuonna 2007 oli noin 330 Meur. Tuotantokapasiteetti on 106.000 t/a titaanidioksidia, 500 t/a hienokiteistä titaanidioksidia ja 110.000 t/a mineraalipohjaisia pigmenttejä. Kansainvälinen agentti- ja jakelijaverkosto kattaa yli 80 eri maata, ja myyntoimistot yhtiöllä on New Yorkissa Yhdysvalloissa sekä Shanghaissa Kiinassa.

Sachtleben tähtää pigmentti- ja kuitubisneksessään Aasian markkinoille ja maali- sekä muovibisneksessään Euroopan ja Yhdysvaltojen markkinoille. Sachtlebenillä on markkinavetoinen organisaatorakenne; liiketoiminta-alueet ovat vastuussa tuotekehityksestä ja markkinoinnin segmentoinnista yrityksen päämäärien mukaisesti. Sachtlebenin toimintamalli perustuu erinomaiseen tuotelaatuun, johdonmukaiseen ja tehokkaaseen tekniseen palveluun ja innovatiivisiin yhteisprojekteihin johtavien teollisten toimijoiden kanssa.

2.5 Sachtleben Pigments Oy:n Porin tehtaan esittely

Sachtleben Pigments Oy:n Porin tehtaas on johtava painoväripigmenttien sekä erikoispigmenttien valmistaja. Porin tehdas on perustettu vuonna 1961, ja tällä hetkellä yrityksen henkilöstömäärä on noin 560. Tuotantomäärä on 130.000 t/a ja tuotantovalikoimaan kuuluvat anataasipigmentit, rutiilipigmentit sekä erikoispigmentit. Oheistuotteena tuotetaan ferrosulfaattia. Liikevaihto vuonna 2006 oli noin 230 miljoonaa euroa. Syyskuun alussa 2008 aloitti uusi yhteisyritys Sachtleben Pigments Oy, johon Porin tehtaas liitettiin. Tätä ennen yrityksen nimenä oli Kemira Pigments Oy. (Lindström, E. 2005. The environment and Kemira Pigments.)

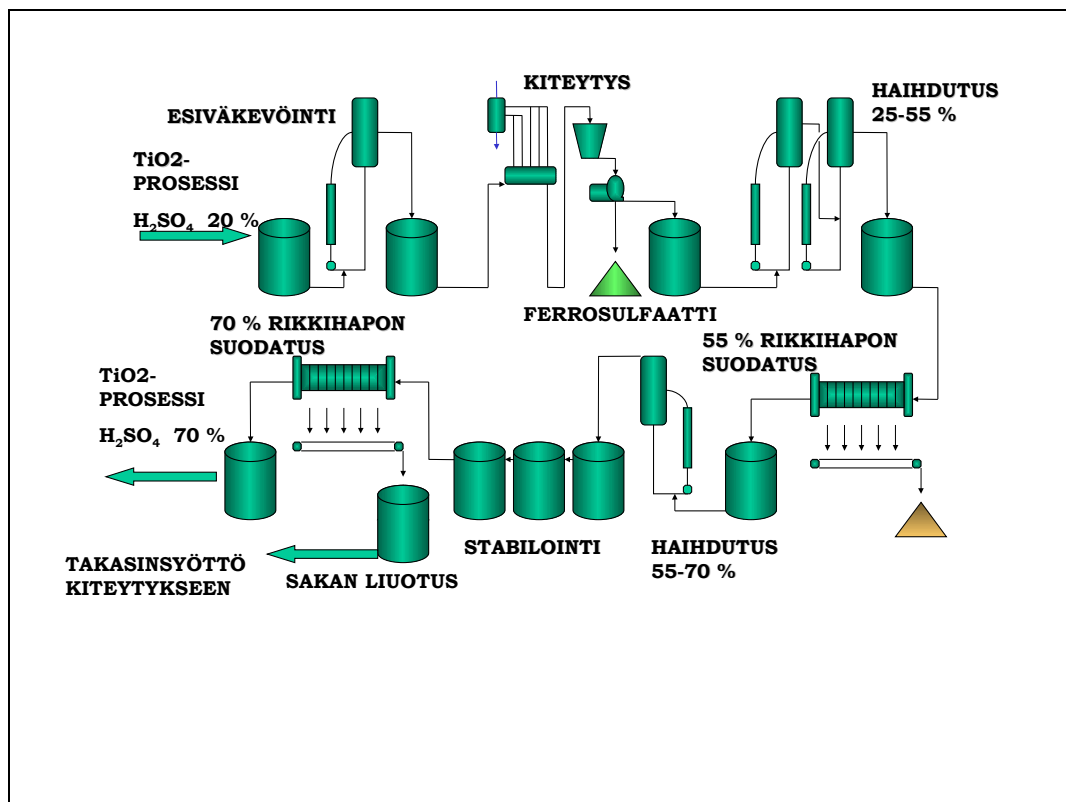
Titaanidioksidia käytetään muun muassa maaleissa, muoveissa, ruuan lisäaineena, kosmetiikkatuotteissa sekä lääketeollisuudessa. Porin tehtaiden ollessa kokonaan Kemiran omistuksessa myyntiä oli yli sataan maahan. Yli 90 % tuotannosta meni vientiin, ja tehtaas osuus maailman titaanidioksidin tuotantokapasiteetista oli noin 3 %. Yhtiö on kansainvälisesti tunnettu laadukkaiden sulfaattipohjaisten titaanidioksidipigmenttien tuottaja. Sivutuotteena syntyvää ferrosulfaattia käytetään puolestaan moniin eri käyttötarkoitukseen, kuten rautaoksidipigmenttien raaka-aineena, lannoitteissa, rehun lisäaineena sekä vedenpuhdistuskemikaalina sellaisenaan tai kehittyneiden vedenpuhdistustuotteiden raaka-aineena. Uusin käyttökohde ferrosulfaatille on sementin lisäaineena, jolloin ferrosulfaatti pelkistää sementin sisältämää haitallista kuusiarvoista kromia haitattomaan muotoon. Ferrosulfaattia valmistetaan myös useina eri laatuina asiakkaiden vaatimusten mukaisesti.

Porin tehtaiden haasteena ovat viime vuosikymmeninä olleet erittäin laajat ympäristöinvestoinnit. Yhdessä nopeasti kohonneiden energia- ja raaka-ainekustannusten kanssa edellä mainitut panostukset ympäristönsuojeluun ovat rasittaneet tehtaas kannattavuutta ja osaltaan vaikuttaneet uudelleen organisoinnin tarpeeseen, johon uusi yhteisyritys Sachtleben Pigments pyrkii vastaamaan. Yhdistämällä toimintansa yritykset pyrkivät saamaan merkittävää synergiaetua toiminnoissaan.

3 HAPON TALTEENOTTOLAITOKSEN ESITTELY

3.1 Hapon talteenottolaitos

Hapon talteenottolaitoksella käsitellään pääosa titaanidioksiditehtaalla syntyvästä jätehaposta, noin 600 000–700 000 m³/a. Hapon talteenottolaitos otettiin käyttöön vuonna 1984 osana ympäristönsuojeluohjelmaa, jonka tarkoituksena oli vähentää happo- ja rautakuormitusta mereen. Myöhemmin laitosta on laajennettu useaan otteeseen. Tällä hetkellä hapon talteenottolaitokseen kuuluu viisi rikkihapon haihdutuslinjaa, yksi esihaihduttamo, kolme tyhjäkiteytyslaitosta, sekä kuusi painesuodinta rikkihapon ja ilmeniittäjännöksen suodatusta varten. Hapon talteenottolaitoksen prosessinohjaus on erittäin pitkälle automatisoitu ja tuotannonohjaus sekä -valvonta on keskitetty keskusvalvomoon. Tähän opinnäytetyöhön liittyvät uusimmat laitteistot eli sakanliuotuslaitteisto ja 3-kiteyttämö.



Kuva 1. Hapon talteenottolaitoksen prosessikaavio

3.2 Hapon talteenoton prosessivaiheiden kuvaus

3.2.1 Esihaihdutus

Esihaihdutuksessa väkevöidään kaikki titaanidioksidituotannosta tuleva 22-prosenttinen rikkihappo. Rikkihappo varastoidaan 3000 m³:n välivarastosäiliöön, joka antaa puskurivaraa erilaisia ajohäiriöitä ja huoltoseisokkeja ajatellen. Rikkihapon esiväkevöinti tapahtuu haihduttamalla vettä pois rikkihaposta yksivaiheisessa pakkokierto-haihduttimessa alipaineen avulla. Lämmitysenergiana käytetään kaukolämpövedettä. Happoväkevyyys nostetaan esihaihdutuksessa noin 23 %:iin. Esiväkevöiminen vähentää veden haihdutustarvetta seuraavissa hapon talteenottolaitoksen prosessivaiheissa.

3.2.2 Kiteytyslaitokset

Esihaihdutuksen jälkeen prosessiliuoksesta erotetaan noin puolet sen sisältämästä raudasta ferrosulfaattina.. Tämä tehdään tyhjökiteytyslaitoksissa, joissa happoliuosta jäädyttämällä alipaineessa saadaan liuoksen sisältämä rauta kiteytymään. Jäähdytynyt kiteinen liuos johdetaan sakeuttimeen, jossa rautasulfaattikiteet laskeutuvat pohjalle ja ne voidaan erottaa emäliuoksesta keskipakolinkouksen avulla. Emäliuos ja sakeuttimien ylivuotoliuos siirretään varastosäiliöihin.

Ferrosulfaatti on oheistuote, jonka läjitys tehdasalueella on lopetettu uuden ympäristöluvan ehtojen mukaan. Kaikki syntyvä ferrosulfaatti tuotteistetaan myyntiin, ja osa ferrosulfaatista kuivataan kuivaamossa eri tuotteiksi. Kiteytyslaitoksilta poistuva 27 % -30 %:n rikkihapon emäliuos muodostaen puolestaan haihdutuslinjojen syötteen. Kiteytyslaitoksia on kolme kappaletta, joista kaksi vanhempaa laitosta ovat jatkuvatoimisia ja uusin kiteytyslaitos on panostoiminen. Tässä opinnäytetyössä käsiteltävä takaisinliuotetun sakan koeajo suoritettiin syöttämällä koeajoliuos panoskiteytyslaitokseen. Myöhemmin on tarkoitus ohjata takaisinliuotettua sakkaa kaikille tyhjökiteytyslaitoksille tasaisesti.

3.2.3 Rikkihapon haihdutus

Kiteetön liuos väkevöidään kolmivaiheisessa haihdutusprosessissa. Haihduttimet ovat pakkokiertoahduttimia, joissa kiertävää rikkihappoa kuumennetaan joko kaukolämpövedellä tai paineeltaan 2,5 bar:n höyryllä. Haihdutus tapahtuu alipaineessa ja haihduttimista haihtunut vesihöyry jäädytetään suihkulauhdutinkierrossa, käyttäen mekaanisesti puhdistettua jokivettä jäädytyslämmönsiirrossa. Hapan haihde haihduttamoista johdetaan neutraloitavaksi vesien neutralointilaitokseen. Yhteensä näitä haihdutuslinjoja on hapon talteenottolaitoksella käytössä viisi kappaletta, joista niin sanotussa viidennessä haihdutuslinjassa happo voidaan väkevöidä myös 80 %:n happoväkevyyteen.

Ensimmäisessä haihduttimessa rikkihapon väkevyyden nostetaan 35–40 %:iin, kuumentamalla se 115 °C lämpötilaan höyryn avulla. Toisessa vaiheessa happoväkevyyden nostetaan 50–55 %:iin haihdutuslämpötilan ollessa 70–80 °C. Toisen haihdutusvaiheen jälkeen liuos varastoidaan kiintoaineiden suodatusta varten välivarastosäiliöihin. Kiintoaineiden suodatuksen jälkeen muodostunut 55-prosenttinen suodatettu rikkihappo otetaan kolmannen haihdutusvaiheen syöttöhapoksi ja väkevöidään edelleen 70 %:n happoväkevyyteen kuumentamalla 2,5 bar:n höyryllä lämpötilaan 115 °C. Ennen rikkihapon painesuodatusta kolmannen haihdutusvaiheen happo ohjataan jäädytyslämmönvaihtimien ja niin sanottujen coil-jäädyttimien kautta hapon stabilointisäiliöihin, joita on kuusi kappaletta. Stabiloinnin tarkoituksena on mahdollistaa hapossa olevien metallisulfaattikiteiden mahdollisimman täydellinen saostuminen. Hapon jäädytys edesauttaa tätä prosessia, ja hapon jäädytys ennen suodatusvaihetta parantaa myös suodatuksen kiintoaineenerotuskykyä ja lisää suodinkankaiden kestoikää, kun suodatettavan hapon lämpötila saadaan pysymään alle 70 °C.

3.2.4 Rikkihapon painesuodatus

Haihdutusvaiheiden jälkeen happo siis varastoidaan stabilointisäiliöihin, joista suoritetaan vielä kiintoaineiden poisto painesuodattimilla. Painesuodattimia hapon talteenottolaitoksella on käytössä kolme kappaletta, ja ne ovat saksalaisen Rittershaus-Blecherin toimittamia. Suodatussekvenssit on automatisoitu kokonaisuudessaan, eli suo-

datusvaihe, kuivausvaihe ja pudotusvaihe toimivat sekvenssiohjauksella, toistaen suodatuksia asetettujen ohjausparametrien mukaisesti.

Painesuodatuksessa poistetaan metallisulfaatit ensin 55-prosenttisen rikkihapon suodatuksella. Suodatuksessa happo pumputaan polypropyleenistä valmistetun tiheän suodinkankaan lävitse, jolloin metallisulfaattipitoinen kiintoaine jää suodinkankaan pintaan ja neste, väkevä happosuodos, otetaan talteen jatkohaihdutusta varten. Suodinkakku pudotetaan hihnakuljettimille, jotka siirtävät happokakun neutraloitavaksi happosakan tuotteistuslaitokselle.

Toisen happosuodatusvaiheen muodostaa 70-prosenttisen rikkihapon suodatus, jossa samoin suodatetaan erilleen rikkihappo ja metallisulfaattipitoinen happokakku. Suodatus- kuivaus- ja pudotussekvenssit ovat automaattisia, kuten 55-prosenttisen rikkihapon suodatuksessakin. Kakku pudotetaan joko kuljettimille siirrettäväksi sakan tuotteistuslaitokseen tai sakanliuotukseen syötettäväksi uudelleen kiteytyslaitoksille sakan sisältämän raudan erottamiseksi.

Kolmesta käytössä olevasta happosuotimesta kaksi on yleensä 70-prosenttisen rikkihapon suodatuksen käytössä. Vuotuinen suodatusmäärä on noin 6500 kpl, ja happokakun massa on 10 t/suodatus, ja sakkaa syntyy vuoden aikana 65000 t. Kaikki tämä 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakka on käsiteltävä joko myyntituotteeksi tai neutraloitava haitattomaksi, kaatopaikkakelpoiseksi jätteeksi. Yhden sakkatonnin käsittely kaatopaikkakelpoiseksi vaatii kalkkia noin $x^*)$ t, ja maksaa $x^*)$ €/t, joten mikäli kaikki 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakka pitäisi neutraloida, olisivat kalkkikustannukset vuositasolla $65000 \text{ t} \cdot x^*) / \text{t}$ eli $x^*)$. Lisäksi tulevat kuljetus-, pääoma- ja käyttökustannukset $x^*)$. Tästä syystä happosakan takaisinliuotus rikkihappoon on ehdottomasti järkevin vaihtoehto, saadaanhan happosakan sisältämä rauta poistettua kiteytysprosessissa, ja muodostuva ferrosulfaatti myydään oheistuotteena jo olemassa oleville markkinoille ja sovelluksiin. Sakkatuotteen markkinointi ja käyttö ovat kehitymässä ja tuotteesta saatava hinta on tuntematon.

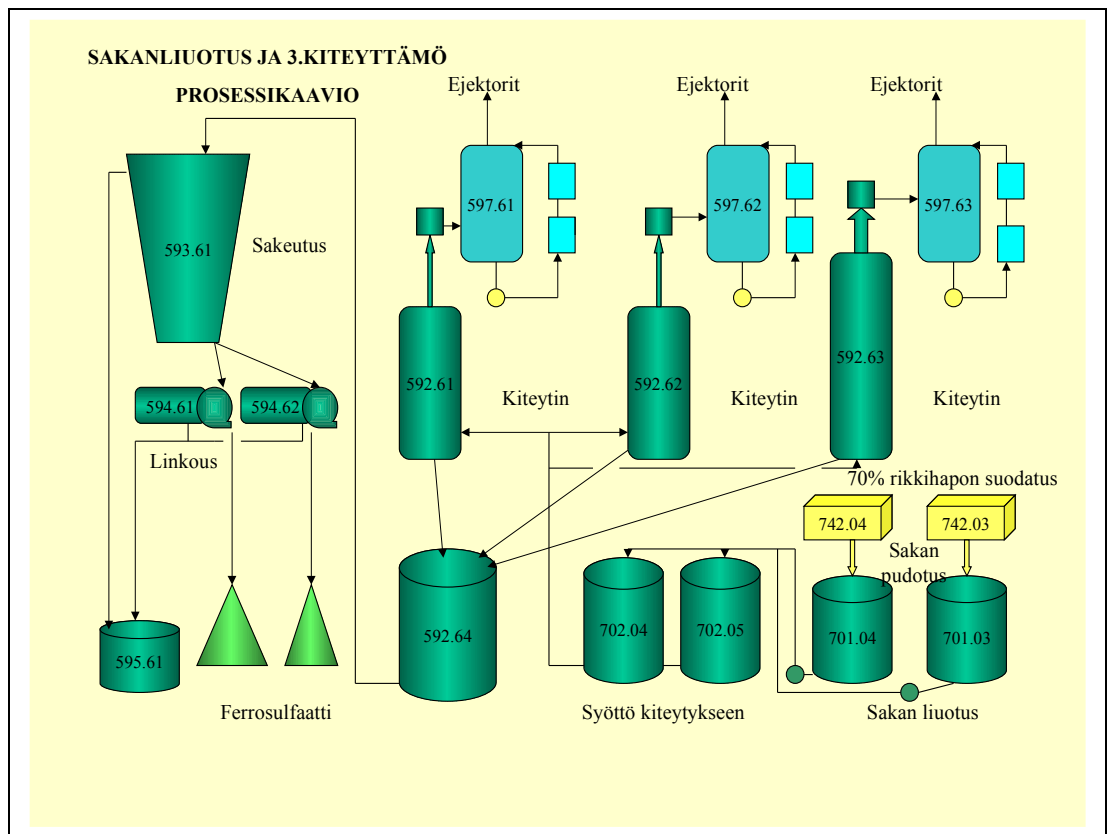
*) hintoja ei voida ilmoittaa tässä opinnäytetyössä

3.2.5 Sakanliuotus

Tässä prosessivaiheessa happosuotimilta tuleva 70-prosenttisen rikkihapon sakka liuotetaan joko esiväkevoityyn 23-prosenttiseen rikkihappoon, titaanidioksidiprosessista palautettuun 22-prosenttiseen rikkihappoon sellaisenaan tai laimennettuna tarvittaessa vedellä. Sakanliuotus tapahtuu kahdessa tilavuudeltaan 35 m³:n liuotussäiliössä, jotka on varustettu tehokkailla sekoittimilla. Säiliöön 701.03 ohjataan suotimelta 742.03 tuleva 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakka ja säiliöön 701.04 ohjataan puolestaan suotimelta 742.04 tuleva happosakka. Säiliöt toimivat toistensa varajärjestelminä siten, että säiliö 701.03 on jatkuvasti sakanliuotuskäytössä, sillä 742.03 suodin on varsinainen 70-prosenttisen rikkihapon suodin. 701.04 säiliötä käytetään satunnaisesti, kun 70-prosenttisen rikkihapon suodatustarve on normaalia suurempi. Lisäksi sakanliuotussäiliöt ovat siten putkitetut, että niitä voidaan käyttää sekä yhtä aikaa että erikseen. Rakenteilla on myös toinen, rinnakkainen painelinjasto, jolla sakanliuotussäiliöiden poistohappo voidaan ohjata molemmista säiliöistä joko 3-kiteytyslaitoksen syöttösäiliöihin 702.04–05 tai säiliöön 702.03, josta sakkapitoinen rikkihappo voidaan ohjata tarvittaessa kaikkien kiteytyslaitosten syöttöhapoksi.

Sakanliuotusta ohjataan Metso Oy:n valmistamalla DNA-prosessinohjausjärjestelmällä hapon talteenottolaitoksen keskusvalvomosta. DNA-päätteeltä voidaan asetella käytettävät liuotushappo- ja vesimäärät, valita käytettävissä oleva liuotushappo sekä valita käytettävä sakanliuotussäiliö. Ohjauspäätteelle on myös luotu panosraportti, johon tallentuu jokaisen sakanliuotuspanoksen aikatiedot sekä käytetyt liuotushappomäärät.

Sakanliuotuksen tarkoituksena on saada talteen happokakun sisältämä rauta. Happokakun määrä on 6 m³/happosuodatus, ja yhden suodatuksen sisältämän happokakun massa 10 t. Yksi happokakkupanos sisältää rautaa 12,4 % eli 1,25 t. Happoon liuenut rauta saadaan talteen jäädyttämällä se tyhjäkiteytyslaitoksella 10–20 °C:n lämpötilaan. Rautasulfaattikiteen muodostuminen sitoo vettä kemiallisesti = FeSO₄ + 7 H₂O, joten sakanliuotus on edullista haihdutustalouden kannalta, koska se vähentää haihdutustarvetta hapon talteenottolaitoksen muissa prosessivaiheissa.



Kuva 2. Sakanliuotuksen ja 3-kiteyttämön prosessikaavio

3.2.6 Ilmeniittäjännöksen suodatus

Hapon talteenottolaitoksella suodatetaan myös eräänä prosessina titaanidioksiditehtaalla selkeytettyä prosessiliuosta. Päälaitoksen selkeyttimiltä siirretään mutaa välisäiliöiden kautta kahteen varastosäiliöön 169.01 ja 169.02, jotka toimivat painesuodatuksen syöttösäiliöinä. Laitoksella on käytössä kolme kappaletta Ritterhaus-Becherin valmistamia painesuotimia, joissa kiintoaineen ja suodoksen erotus tapahtuu. Tarkoituksena on erottaa liuksesta ilmeniittäjännöshiukkaset ja palauttaa titaanidioksidipitoinen prosessiliuos pigmentinvalmistukseen. Ilmeniittäjännöskakut taas puolestaan pudotetaan hihnakuiljettimille ja siirretään mudantuotteistuslaitokseen, jossa ilmeniittäjännös neutraloidaan kalkilla ja rakeistetaan myyntituotteeksi. Lähes koko suodatusprosessi on automatisoitu, joten suodatus-, kakunpesu- kuivaus-, ja pudotus toimivat sekvensseinä; vain suodatuksen käynnistys tehdään manuaalisesti. (Hapon talteenottolaitoksen prosessikuvaukset. Sachtleben Pigments Pori.2002.)

4 KOEAJOJEN TARKOITUS JA TOTEUTUS

4.1 Koeajojen tarkoitus

Koeajojen avulla oli tarkoitus selvittää, millä keinoin on mahdollista saada takaisinliuotettua mahdollisimman suuri osa hapon talteenottolaitoksella syntyvästä 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakasta. Sakkaa muodostuu vuodessa 65000 t vuotuisen suodatusmäärän ollessa keskimäärin 6500 kpl. Taksinliuotuksen päämääränä on sakan neutralointikustannusten merkittävä vähentäminen sakan tuoteistusosastolla. Mikäli 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa ei saada takaisinliuotettua hapon väkevöintiprosessiin, on sakka neutraloitava joko tuotteeksi tai kaatopaikkakelpoiseksi. Tuoteistus on näistä vaihtoehtoista luonnollisesti edullisempi, mutta sakkatuotteen valmistus samoin kuin kaatopaikkakelpoisuus vaativat runsasta kalkin käyttöä. Edullisin vaihtoehto on tällöin 70-prosenttisen rikkihapon sakkojen mahdollisimman suuri takaisinliuotusaste. Tässä opinnäytetyössä keskitytään sakanliuotuksen koeajoihin tarkoituksena löytää keinot takaisinliuottaa mahdollisimman suuri osa syntyvästä 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakasta. Samalla tarkastellaan kiteytyslaitoksen toimintaa liuotettaessa sakkaa kiteytyksen syöttöliuokseen.

4.2 Koeajojen toteutus

Koeajot toteutettiin useassa vaiheessa hapon talteenottolaitoksella syöttämällä takaisinliuotussäiliöihin 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakkaa 22-prosenttinen rikkihappoon sekoitettuna ja syöttämällä liuos edelleen 3-kiteyttämön panoskiteyttimiin. Ensimmäiset koeajot oli tarkoitus suorittaa kahdessa, kahden viikon mittaisessa koeajojaksossa heinäkuussa 2008. Ensimmäisessä koeajojaksossa tarkoituksena oli takaisinliuottaa sakkapanoksia 6 kpl/d, ja toisessa koeajojaksossa 9 kpl/d. Takaisinliuotuksen liuotushappomääränä pidettiin 15 m³ 22-prosenttista rikkihappoa.

Koeajoissa käytettävät sakanliuotuslaitteistot testattiin ennen varsinaisia koeajoja koekäyttämällä kaikki laitteistot. Tässä yhteydessä havaittiin sakanliuotuksen kierto-

ajan (täyttö + tyhjennysaika + uusi täyttö) olevan liian pitkä, mikä korjattiin nopeutamalla tyhjennyspumppausta sähkömoottorin invertterin taajuutta nostamalla. Suunnitelluista koeajoista tehtiin koeajoajosuunnitelma ja laadittiin koeajojen aikaiset työohjeet. Koeajon prosessiarvojen seuranta varten tehtiin näytteenottosuunnitelma, jossa tarvittavat näytearvot määriteltiin.

Sakanliuotuskoeajo						
<i>Kohde</i>	<i>FS</i>	<i>Pvm</i>	<i>Analyysit</i>			
K3 syöttöhapo	702.03	Ti, Pe	Fe /KL	H2SO4/KL	Tiheys /KL	Cr /AL
Kirkas liuos	595.61	Ti, Pe	Fe /KL	H2SO4/KL	Tiheys / KL	
Ferrosulfaatti	594.61-62	Ti, Pe	pH/KL	Kost/KL	Kidekoko/YL	Hivenaineet/AL
70 % sakka	742.03-04	Ti, Pe	Hivenaineet/AL			
55 % sakka	742.05-04	Ti	Hivenaineet/AL			
KL= Käyttölaboratorio						
AL= Analyttinen laboratorio						
YL= Ympäristötuotteiden kehitys						

Kuva 3. Näytteenottosuunnitelma

Koeajot päätettiin toteuttaa normaalin prosessiajon yhteydessä tehdasmittakaavassa syöttämällä 22-prosenttinen rikkihappoon liuotettua 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakkaa uuteen 3- kiteytyslaitokseen, joka otettiin käyttöön huhtikuussa 2008. Tarkoituksena oli selvittää, kuinka paljon sakkaa voidaan syöttää kyseiseen kiteytyslaitokseen ja mitä muutoksia prosessin ajoparametreihin mahdollisesti tarvittaisiin. Vaikka hapon talteenottolaitokselle oli kaksi muutakin kiteytyslaitosta, niihin ei ollut mahdollista siirtää takaisinliuotettua sakkaa, koska pumppauslinjoja takaisinliuotussäiliöistä ei ollut näihin kiteytyslaitoksiin. Tällaisen pumppauslinjan tarpeellisuudesta keskusteltiin jo ennen koeajojen alkua, sillä arveltiin, ettei koeajoissa käytetyllä 3-kiteytyslaitoksella pystyittäisi käsittelemään kaikkea vuosittain syntyvää 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa.

Heinäkuun kolmen koeajojakson aikana saadut tulokset käytiin läpi ja arvioitiin. Saadun aineiston arvioinnin jälkeen tulokset muokattiin sellaisiksi, että niitä voitiin käyttää tulosten laskemiseen ja kirjaamiseen. Käsiteltyjen ja analysoitujen tietojen pohjalta laadittiin koeajojen tuloksista tarvittavat laskelmat ja niistä laadittiin taulukot kuvaamaan tuloksia. Myös koeajojen aikana prosessista saadut käyttökokemukset ja havainnot analysoitiin ja niistä laadittiin toimenpide-ehdotuksia 3-kiteytyslaitoksen toimivuuden parantamiseksi sekä yleisesti ja syötettäessä takaisinliuotettavaa sakkaa kyseiseen laitokseen. Muut koeajot toteutettiin samoin edellä mainituin tavoin.

4.3 Ensimmäisen koeajojakson toteutus

Sakanliuotuskoeajot aloitettiin kahdella, kahden viikon jaksolla heinäkuussa 2008. Ensimmäisellä koeajojaksolla oli tarkoitus takaisinliuottaa 6 panosta/d. Ensimmäinen sakanliuotuskoeajo aloitettiin 1.7. 2008, ja sen oli määrä kestää kaksi viikkoa.

Sakkaa liuotettiin koeajojakson alussa lähes suunnitellusti, mutta noin viikon kuluttua kiteitä ei enää saatu lingottua ulos korotussakeuttimesta. Tähän ongelmaan oli jo törmätty aiemmin suoritettussa 3-kiteytyslaitoksen koeajoissa. Keskipakoislinkojen syöttö oli tuolloinkin epätasaista johtuen lingon syöttöventtiilin liian pienestä koosta. Syöttöventtiilin koko oli DN40, kun muilla hapon talteenoton lingoilla syöttöventtiilin halkaisija oli DN50. Koeajopalaverissa päätettiin kyseisen syöttöventtiilin vaihtamisesta suurempaan, mikä toteutettiinkin heinäkuun lopulla.

Koeajojakson suunniteltua pituutta ei siis kuitenkaan saavutettu kyseisten linkousongelmien vuoksi, vaan ensimmäinen koeajojakso oli pituudeltaan vain 8 d.

4.4 Ensimmäisen koeajojakson toinen osa

Koska ensimmäisellä koeajojaksolla törmättiin linkousongelmiin, päätettiin muuttaa alkuperäistä koeajosuunnitelmaa. Sakan takaisinliuotusmäärää pidettiin 6 panoksesa/d suunnitellun 9 panoksen asemesta. Uusi koeajo aloitettiin 15.7. ja se jatkui 21.7. asti.

Tämän koeajojakson aikana lingottavuusongelmat jatkuivat edelleen, sillä ferrolinkojen syöttöventtiileitä ei ollut vielä vaihdettu. Lingon syöttö oli täten katkonaista, mikä todennäköisesti heikensi ferrosulfaatin laatua ja vaikutti myös kiteytyslaitoksen käytettävyyttä ja kapasiteettia alentavasti. Lisäksi tällä koeajojaksolla ongelmaksi muodostui kiteytyslaitoksen boosterien tukkeutuminen. Jäähdytysboosterin ns. pesä tukkeutui toistuvasti pääasiassa happopisaroinnin vuoksi kiteyttimissä 592.61, 592.62 ja 592.63. Tämän lienee aiheuttanut se, että boosterin pesuedet suljettiin ohjelmallisesti jo 20 minuutin kuluttua boosterijäähdytyksen aloituksesta. Koeajopalaverissa keskusteltiin boosteripesujen muuttamisesta jatkuvatoimiseksi sekä suutti-

mien paikan siirrosta niin, että pesu olisi mahdollisimman tehokasta. Lisäksi päätettiin luoda käytäntö, jossa kiteyttimiä sekä höyryboostereita pestäisiin noin viikon välein, jotta jäähdytysboosterien tukeutumisen vaikutus sakanliuotuskoeajoon ja kiteytyslaitoksen käytettävyyteen saataisiin eliminoitua.

4.5 Ensimmäisen koeajojakson kolmas osio

Koska edellinen koeajo-osiokin oli keskeytynyt ja jäänyt kestoltaan lyhyeksi, päätettiin aloittaa uusi, kolmas koeajo-osio, vaikka alun perin koeajojaksoja piti olla vain kaksi. Kolmannella koeajojaksolla takaisinliuotusmääräksi sovittiin 3 panosta/d.

Kolmannen koeajo-osion aikana ferrosulfaatin linkousongelmat saatiin poistettua, kun 594.62 ferrosulfaattilingon syöttöventtiili vaihdettiin suuremmaksi. Tämän jälkeen ferrosulfaatin linkous oli tasaista, eivätkä syöttöputken tukkeutumiset enää aiheuttaneet jatkuvia katkoksia syötössä, ja ferrosulfaatin kosteusarvot paranivat myös näytearvoista saatujen tulosten mukaan. Myös toisen ferrosulfaattilingon syöttöventtiili päätettiin vaihtaa suuremmaksi saatujen käyttökokemusten perusteella.

Tässä koeajo-osiossa ongelmaksi muodostui myös kiteytyslaitoksen levylämmönvaihtimien tukkeutuminen. Kyseisiä levylämmönvaihtimia käytetään 3-kiteyttämön kiteyttimissä muodostuvan lauhteen jäähdytykseen, ja jäähdytysvetenä toimii mekaanisesti puhdistettu jokivesi. Tämän veden sisältämät epäpuhtaudet aiheuttivat levylämmönvaihtimien tukkeutumisen, josta syystä jäähdytysajat kiteytyslaitoksella olivat tavallista pidempiä. Tämä laski osaltaan kapasiteettia, kun kiteytyspanosten jäähdytysajat pitenevät jopa yli kahdeksaan tuntiin. Lisäksi kiteytyspanosten loppulämpötila oli korkeahko eli 15–16°C.

4.6 Toinen koeajojakso

Koeajoja jatkettiin elokuussa opinnäytetyön tekijän lomalla ollessa. Tässä koeajojaksossa takaisinliuotusmääränä pidettiin 6 panosta/d. Tähän takaisinliuotusmäärään ei

aivan ylletty, mutta takaisinliuotuksen kokonaismäärä oli kuitenkin suurempi kuin aikaisemmalla koeajojaksolla toteutunut liuotusmäärä. Syynä parantuneeseen toimintaan olivat todennäköisesti suoritettut toimenpiteet, kuten jo edellä mainitut ferrosulfaattilingon syöttöventtiilin suurentaminen ja kiteytymien säännöllinen pesu sekä tukkeutuneiden levylämmönvaihtimien pesu. Tällä koeajojaksolla jäähdytysboosterit tukkeutuivat samoin kuin aikaisempienkin koeajojen aikana. Tästä syystä sekä jo aikaisempien, 3-kiteytyslaitoksella suoritettujen muiden koeajojen perusteella, kiteytymeen 592.61 päätettiin siirtää pesusuuttimet jäähdytysboosterin takaosaan sekä asentaa kierrätyspumppu 592.63 kiteyttimeen tehostamaan liuoksen sekoittumista jäähdytyksen aikana.

4.7 Kolmas koeajojakso

Koeajojaksolla päätettiin kokeilla suurempaa takaisinliuotusmäärää eli 9 panosta/d. Tämä siitä syystä, että mikäli kyseinen määrä saataisiin takaisinliuotettua, olisi mahdollista liuottaa lähes koko syntyvä 70-prosenttisen rikkihapon sakka, mikäli käytössä olisi mahdollisuus takaisinliuottaa kyseinen sakka kaikille kolmelle hapon talteenoton kiteytyslaitoksille. Kiteytyslaitoksia on ajossa keskimäärin kaksi kappaletta, keskisyötön ollessa noin 40 m³/h eli yhteensä 80 m³/h. Mikäli sakka saataisiin takaisinliuotettua yhteen laitokseen 9 panosta/d, onnistuisi todennäköisesti koko vuodessa syntyvän 70-prosenttisen rikkihapon sakan takaisinliuotus. Koeajojakso käynnistettiin 15.9., ja sen oli määrä kestää 15.10. saakka.

5 KOEAJOJEN TULOKSET

Ensimmäisellä koeajojaksolla tavoitteena oli siis suorittaa kaksi kahden viikon koeajojaksoa heinäkuussa 2008. Koeajot jäivät kuitenkin eripituisiksi, kuin oli alun perin suunniteltu. Käytännössä ajojaksot olivat noin viikon mittaisia, johtuen erilaisista ongelmista 3-kiteytyslaitoksella.

Toinen koeajojakso, joka suoritettiin elokuussa 2008, oli kuukauden mittainen, ja se suoritettiin opinnäytetyön tekijän loman aikana. Kyseisellä koeajojaksolla näytteet jäivät osin ottamatta, joten tämän ajanjakson tuloksia tarkastellaan vain viitteellisesti tässä opinnäytetyössä.

Kolmas koeajojakso suoritettiin 15.9.–15.10. 2008. Tällöin syötettiin takaisinliuotettavaa 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa 3-kiteytyslaitokseen jo 9 panosta/d, eli puolet arvioidusta 70-prosenttisen rikkihapon sakan kokonaisliuotustarpeen määrästä. Tällä koeajojaksolla näytteidenotto oli siirretty prosessinhoitajille kiinteään näytteidenottosheemaan, ja kiteytyksen syötön ja poiston analyysitietoja oli käytettävissä riittävästi Fe-saannon laskemiseksi. Ferrosulfaatin näytteitä ei jostain syystä lähetetty, joten ferrosulfaatista ei analyysitietoja ollut käytettävissä.

5.1 Ensimmäisen koeajojakson tulokset

Koeajojaksolla 1.7.- 15.7. takaisinliuotetun sakan määrän piti olla 6 panosta/d ja jaksolla 16.7.–1.8. liuotusmäärän piti olla 9 panosta/d. Kuukauden aikana takaisinliuotettiin 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa kuitenkin vain 98 panosta tavoitteen oltua siis 234 panosta. Sakanliuotusmäärät sekä 3-kiteytyksen kokonaissyöttömäärät on esitelty liitteissä 2 sekä 3. Syöttömäärätiedot on saatu prosessinhallintajärjestelmän (PHJ) tietokannasta, ja panosraporteista saatiin kiteytyspanosten loppulämpötilan arvot sekä kuluneen jäähdytysajan pituus.

Kiteytyksen Fe-saanto laskettiin syöttöhapon rauta- ja happopitoisuuden avulla, ja sitä verrattiin kiteytyksestä poistuvan kirkkaan liuoksen rauta- ja happopitoisuuteen. Fe-saanto on esitetty liitteessä 4.

Fe-saanto laskettiin tässä tapauksessa Fe/H₂SO₄-suhteen avulla, koska laskentaliukosten tilavuudet eivät ole samat kiteytyksen syöttöliuoksessa ja kiteytyksen poistoliuoksessa. Liuoksen tilavuus muuttuu kiteytyksessä haihdutetun veden ja ferrosulfaattikiteiden erotuksen kautta. Laskukaavat on esitetty ohessa seuraavassa taulukossa:

$1. \text{ Fe - pitoisuus \%} = \frac{\text{Fe - konsentraatio (kg/m}^3\text{)}}{\text{liuoksen tiheys (kg/m}^3\text{)}} * 100 \%$
$2. \text{ H}_2\text{SO}_4\text{-pitoisuus \%} = \frac{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ konsentraatio(kg/m}^3\text{)}}{\text{liuoksen tiheys (kg/m}^3\text{)}} * 100\%$
$3. \text{ Syötön suhdeluku} = \frac{\text{Fe - pitoisuus \%}}{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ - pitoisuus \%}}$
$4. \text{ Kirkkaan liuoksen suhdeluku} = \frac{\text{Fe - pitoisuus \%}}{\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ - pitoisuus \%}}$
$5. \text{ Fe- saanto} = 1 - \left(\frac{\text{kirkkaan liuoksen suhdeluku}}{\text{syötön suhdeluku}} * 100\% \right)$

Kuva 4. Laskukaavat

Fe-saannon tuloksia arvioidessa on huomioitava koeajoksolla esiintyneet ongelmat ferrosulfaatin linkouksessa, sillä molemmilla käytössä olevilla keskipakolingoilla 594.61 ja 594.62 liuossyöttöventtiilit olivat kooltaan liian pieniä. Tämän ongelman poistuminen on havaittavissa Fe-saannon parantumisena heinäkuun koeajojakson lopulla, kun lingon 594.62 syöttöventtiilin koko suurennettiin DN50:een. Ferron saannot on esitelty liitteissä 4, 5 ja 6.

5.2 Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat heinäkuun koeajossa

Panoskiteytyslaitoksen toimittajan lupaama kapasiteetti oli 40 m³/h loppulämpötilalla 10 °C, mutta kapasiteetti heinäkuun sakanliuotuskoeajojen aikana oli keskimäärin vain 22,6 m³/h ja loppulämpötila oli 592.61 kiteyttimien panoksissa 15,63 °C, 592.62-kiteyttimen panoksissa 15,53 °C ja suuremman kiteyttimen 592.63 panoksissa loppulämpötila oli keskimäärin 16,29 °C. Jäähdytysaika kiteyttimellä 592.61 tehdyissä panoksissa oli keskimäärin 295 minuuttia eli tunteina 4,92 h. Kiteyttimen 592.62 panosten jäähdytysaika puolestaan oli keskimäärin 257 minuuttia, tunteina 4,28 h. Laitetoimittajan, Chematur Ecoplanningin mukaan jäähdytysaika olisi ollut sekä 592.61 että 592.62 kiteyttimillä 180 minuuttia eli 3 h. Suurimman kiteyttimen 592.63 panosten jäähdytysajat olivat keskimäärin 313 minuuttia eli 5,22 h. Laitetoimittajan mukaan 592.63 kiteyttimen kiertoajan piti olla 228 minuuttia eli 3,8 h. Lasketut loppulämpötilat on saatu panosraporteista, samoin jäähdytysajat ja ne on esitelty liitteissä 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35 sekä liitteessä 36.

5.3 Ferrosulfaatin analyysitulokset ensimmäiseltä koeajojaksolta

Ferrosulfaatista analysoitiin sen kosteus ja pH sekä hiukkaskokojakautuma seulomalla. Ferrosulfaatin kosteusanalyysistä on nähtävissä sen kosteusarvojen muuttuminen koeajojakson lopulla, mikä johtuu jo edellä mainituista ferrosulfaatin linkousongelmista. Kosteus ferrosulfaatissa oli koeajojaksolla keskimäärin 4,23 %, mutta sen jälkeen, kun lingon 594.62 syöttöventtiili oli suurennettu, kosteus putosi alle 4 %:n, ja oli lopuksi enää 3,7 %. Ferrosulfaatin kosteusanalyysien tulokset ovat liitteessä 7 ja hiukkaskokojakautuman näytteiden tulosarvot liitteessä 8.

5.4 Ensimmäisen koeajojakson happosakan analyysituloksia

Tällä koeajojaksolla otettiin näytteitä myös 70-prosenttisen ja 55-prosenttisen rikkihapon suodatusakoista, joista analysoitiin happo- ja kuiva-ainepitoisuudet sekä hiivenaineet. Tarkoituksena oli seurata, tapahtuisiko sakanliuotuksen vuoksi muutoksia

hapon talteenottolaitoksen hivenainepitoisuuksissa. Takaisinliuotetusta sakasta saadaan erotettua sen sisältämä rauta kiteytyksen ja ferrosulfaatin linkouksen kautta, mutta osa happosakan sisältämistä hivenistä palaa takaisin hapon talteenottolaitoksen haihdutusprosessiin, mahdollisesti rikastuen.

Koeajojakson sakanliuotusmäärät jäivät kuitenkin tavoiteltua huomattavasti pienemmiksi, joten luotettavaa kuvaa sakanliuotuksen vaikutuksesta hapon talteenottolaitoksen hivenainepohjaan ei voi näin ollen saada. Koeajojakson suodinkakkunäytteistä voi kuitenkin havaita sekä 70-prosenttisen että 55-prosenttisen rikkihapon suodinkakkujen H_2SO_4 -pitoisuuden laskemisen koejakson aikana, kun taas kuiva-ainepitoisuus happokakuissa on selvästi noussut. Sakan rikkihappo- ja kuiva-ainepitoisuutta verrattiin näytetuloksiin ennen sakanliuotusta ajalla 20.2.2008–20.5.2008. Happopitoisuus 70-prosenttisen rikkihapon suodinkakussa koeajojaksolla laski keskimäärin 3,67 % vertailujaksoon nähden. Vastaavasti kuiva-ainepitoisuus nousi keskimäärin 5,91 % korkeammaksi kuin ennen sakanliuotuksen alkua. Happopitoisuus 55-prosenttisen rikkihapon suodatuksessa laski puolestaan noin 1,1 % verrattuna aikaan ennen sakanliuotuskoeajon alkua, ja kuiva-ainepitoisuus taas nousi 1,28 %.

Suodinkakkujen happopitoisuuden lasku on hyvä asia ajatellen happosakan neutralointia sakan tuotteistulaitoksella. Tämä koeajojakson aikana tapahtunut happosakan H_2SO_4 -pitoisuuden lasku ei kuitenkaan välttämättä johdu sakanliuotuskoeajosta, vaan selittävänä tekijä voivat olla esimerkiksi happosuotimilla tehdyt huoltotoimenpiteet, kuten kankaiden vaihto ja kakun kuivauspuristuksen tehostaminen. Suodinkakkujen analyysi- ja vertailutulokset ovat liitteissä 9 ja 10.

5.5 Muita havaintoja 3-kiteytyslaitoksen toiminnasta koeajojaksolta 1

Edellä on jo mainittu ferrosulfaatin linkousongelmista, jotka vaikuttivat muun muassa ferrosulfaatin kosteusprosenttia korottavasti ja alensivat myös raudanerotusprosenttia. Linkousongelmat vaikuttivat myös koko kiteytyslaitoksen kapasiteettiin koeajojakson aikana, sillä linkouksen pysähtyminen toistuvasti vaikutti kiteytyspanosten eteenpäin pumppausta hidastavasti.

Lisäksi kiteytyslaitoksen jäähdytysboosterien alkupäät tukkeutuivat johtuen todennäköisesti boosterien pesuvesisuuttimien väärästä sijainnista. Tämän vuoksi kiteyttimiä oli pakko pitää pois tuotannosta boosteripesien avaamisen aikana. Tämä alensi edelleen 3-kiteytyslaitoksen kapasiteettia, ja häyttasi sakanliuotuskoeajojen suorittamista. Kolmantena sakanliuotuskoeajoa haitanneena tekijänä oli koeajon aikana 3-kiteyttämön levylämmönvaihtimien tukkeutuminen mekaanisesti puhdistetun jäähdytysveden levyjä likaavan vaikutuksen takia. Myös sekoituksen heikkotehoisuus kiteytymisissä on vaikuttanut suuresti kiteytyspanosten hitaaseen jäähtymiseen.

5.6 Toisen koeajojakson tulostarkastus

Toinen koeajojakso suoritettiin 8.8.- 8.9.2008 opinnäytetyön tekijän lomalla ollessa. Koeajojaksolla näytteidenotto jäi puutteelliseksi, eikä opinnäytetyöhön ole liitetty esimerkiksi Fe-saannon laskenta-arvoja tältä ajalta. Tässä osiossa esitelläänkin vain yleisesti elokuun koeajojen panosmääriä ja 3-kiteytyslaitoksen toimintaa muun muassa hapon talteenottolaitoksen käyttöpäiväkirjamerkintöjen avulla.

Tavoitteena tällä jaksolla oli jatkaa sakanliuotusta liuottamalla päivittäin 6 panosta, jolloin liuotetun sakan kokonaispanosmäärä olisi ollut 31 vuorokauden aikana yhteensä 186 panosta. Sakkaa liuotettiin todellisuudessa 140 panosta, eli liuotusmäärä jäi hieman tavoitellusta. Liuotus oli kuitenkin panosmäärällä tarkasteltuna suurempi kuin edellisellä koeajojaksolla heinäkuussa. Prosessihallintajärjestelmästä (PHJ) poimitujen historiatietojen mukaan 3-kiteytyslaitoksen keskisyöttö kyseisellä koeajojaksolla oli 22,6 m³/h. Panosmäärät ja syöttömäärät on esitetty liitteessä 11.

Koeajon aikana esiintyneet ongelmat olivat muuten samanlaisia kuin edellisellä koeajojaksollakin, mutta ferrosulfaatin linkouksessa ei enää esiintynyt ongelmia, koska linkojen syöttöventtiilit oli jo aikaisemmalla koeajojaksolla suurennettu. Sen sijaan jäähdytysboosterien tukkeutuminen aiheutti edelleen katkoksia kiteytyslaitoksen toiminnassa alentaen sekä kiteytyslaitoksen kapasiteettia että takaisinliuotettavan sakan määrää. Tämä vaikutti luonnollisesti siihen, ettei takaisinliuotuksen määrällistä tavoitetta koeajojakson aikana saavutettu. Suuri vaikutus kiteytyspanosten jäähdytysaikojen pituuteen on ollut myös kiteyttimien sekoituksen tehottomuudella.

5.7 Kolmannen koeajojakson tulokset

Kolmannella koeajojaksolla 15.9.–15.10. takaisinliuotettavan sakan määrä nostettiin 9 panokseen/d. Tuon tavoitteen mukaan koeajojakson aikana sakkaa tulisi saada liuotetuksi 270 panosta. Koeajojen ensimmäisen kahdentoista päivän aikana sakkaa liuotettiin kuitenkin keskimäärin 10,7 panosta/d, eli tavoite saatiin kokeiden alkuvaiheissa ylitettyä. Koko koeajojaksolla sakkaa liuotettiin kokonaisuudessaan 241 panosta ja lopullinen takaisinliuotusmäärä oli koko 30 vrk:n jaksolta 8,03 panosta/d.

Laitoksen keskisyöttö oli koeajojaksolla keskimäärin 28,1m³/h. Sakanliuotusmäärät sekä 3-kiteytyksen kokonaissyöttömäärät on esitelty liitteessä 12. Syöttömäärätiedot on saatu prosessinhallintajärjestelmän (PHJ) historiatietokannasta ja sakkapanosten kokonaismäärä Damatic XD:n liuotusmäärälaskurista.

Koeajotuloksia tarkasteltiin edelleen 3-kiteytyslaitoksen toimintaa kiteytyslaitoksella tehtyjen panosten loppulämpötilan ja jäähdytysajan pituuden kannalta. Kiteytyksen Fe-saanto laskettiin syöttöhapon rauta- ja happopitoisuuden avulla verraten sitä kiteytyksestä poistuvan kirkkaan liuoksen rauta- ja happopitoisuuteen. Fe-saanto on esitetty liitteessä 15. Näytearvot kiteytyksen syöttöhaposta säiliöstä 702.04 ja kiteytyksen poistohapon säiliöstä 595.61 on esitetty liitteissä 13 ja 14.

Fe-saanto laskettiin tässäkin koeajossa Fe/H₂SO₄-suhteen avulla, koska laskentaliuoksien tilavuudet eivät ole samat kiteytyksen syöttöliuoksessa ja kiteytyksen poistoliuoksessa. Liuoksen tilavuus muuttuu kiteytyksessä haihdutetun veden ja ferrosulfaattikiteiden erotuksen kautta. Kaavat on esitelty aiemmin opinnäytetyön sivulla 22.

5.8 Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat syys-lokakuun koeajossa

Koeajopanosten jäähdytysajat pitenevät huomattavasti, todennäköisesti lisääntyneen kiteytettävän sakan määrän vuoksi, mutta mahdollisesti myös muiden tekijöiden vaikutuksesta. Pisimmillään suurimman 592.63 kiteyttimen panosten jäähdytysajat olivat 8,2 h ja keskimäärin syksyn koeajojaksolla jäähdytysaika oli 284 minuuttia eli 4,73h. Laitetoimittajan, Chematur Ecoplanningin, mukaan 592.63 kiteyttimen kiertoajan piti olla 228 minuuttia eli 3,8 h ja loppulämpötilassa olisi pitänyt päästä 10 °C:n lämpötilaan.

Pienempien kiteyttimien panosten jäähdytysajat olivat pisimmillään noin 7-8 h ja koeajojaksolla 592.61 kiteyttimen jäähdytysaika oli keskimäärin 244,5 minuuttia eli 4,08 h. Samankokoisen kiteyttimen 592.62 jäähdytysaika oli pisimmillään koeajojen aikana yli 6,7h ja keskimäärin jäähdytysaika oli 218,6 minuuttia eli 3,82 h. Laitetoimittajan mukaan jäähdytysaika olisi ollut 180 minuuttia eli 3 h, loppulämpötilan ollessa tällöin 10 °C.

Jäähdytyksen loppulämpötiloissa ei päästy myöskään lähelle laitetoimittajan lupamaa 10 °C:n loppulämpötilaa, vaan esimerkiksi kiteyttimen 592.61 loppulämpötila oli keskimäärin 15,85 °C koeajojakson aikana. Samankokoisen kiteyttimen 592.62 panosten loppulämpötila oli puolestaan keskimäärin 15,84 °C, laskettuna käytettävissä olevien panosraporttien panosten loppulämpötilasta. Vastaavasti suuremman 592.63 kiteyttimen panosten keskilämpötila oli 15,99 °C. Syys-lokakuun koeajojen aikana tehtyjen kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat on esitetty liitteissä 17, 18, 19, 20, 21 ja 22.

5.9 Ferrosulfaatin analyysitulokset

Syys-lokakuun koeajojaksolta ei ole käytettävissä ferrosulfaatin analyysituloksia, sillä keskiviikkoisin lähetettäväksi sovittuja näytteitä 594.61 tai 594.62 lingoilta ei jostain syystä otettu yhtään kappaletta koeajojakson aikana.

5.10 Muut analyysien pohjalta tarkasteltavat tulokset

Hivenaineita analysoitiin sakanliuotuskoeajojen aikana sekä syöttöhaposta että 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakasta. Analyyseja tehtiin muun muassa Cr-, Ca-, Mg-, Zn-, V-, Al- ja Ti-pitoisuuksista. Hivenaineiden analyysituloksista ei tässä opinnäytetyössä kuitenkaan esitetä mitään arvioita.

5.11 Muita havaintoja sakanliuotuksen vaikutuksista 3-kiteyttämön toimintaan

Syksyn koeajojaksolla suuremman sakan takaisinliuotusmäärän vuoksi syöttöliuoksen rautapitoisuus nousi arvoon 76,2 kg/m³, kun heinäkuun koeajojaksolla syöttöliuoksen rautapitoisuus oli keskimäärin 74,6 kg/m³. Myös sakeuttimesta poistuvan kirkkaan liuoksen happoväkevyys nousi, sillä happopitoisuus oli koeajojaksolla keskimäärin 30,3 %, ja se nousi 2,4 % korkeammaksi kuin heinäkuun koeajoissa. Tämä johtunee veden sitoutumisesta ferrosulfaattikiteeseen, ja sillä on luonnollisesti suotuisa vaikutus haihdutuksen kapasiteetin ja taloudellisuuden kannalta, koska veden haihdutustarve vähenee hapon talteenottolaitoksen prosessihaihduttamoissa.

Myös Fe-saanto parani kolmannella koeajojaksolla lähes 9 % verrattuna heinäkuun koeajoihin. Fe-saanto oli syksyn koeajoissa keskimäärin 57,8 %, kun kesän koeajoissa se oli keskimäärin 48,9 %. Raudan saantoa sekä kiteytyslaitoksen syöttö- ja poistohappoväkevyyttä on verrattu näiden kahden koeajojakson välillä liitteessä 16.

Itse 3-kiteytyslaitoksen laitteistoissa esiintyneet ongelmat koeajoissa olivat samantyyppisiä kuin aikaisemminkin koeajojaksoilla. Suurin yksittäinen ongelma oli todennäköisesti kidemassan huono sekoitus kiteytyksen aikana. Tähän ongelmaan 3-kiteytyslaitoksen toimittaja Chematur Ecoplanning esitti kierrätyspumpun asentamista, jolla on tarkoitus saada jäähdytettävä kidemassa sekoitettua tasaisesti koko jäähdytyksen ajan. Näin jäähdytysaika mahdollisesti lyhenisi. Tällainen kierrätyspumppu asennettiin kiteyttimeen 592.63, ja siitä saadut käyttökokemukset ovat olleet hyviä. Panosten loppulämpötilassa ja jäähdytysajoissa on päästy lähes laitostoimittajan

lupaamiin suoritusarvoihin, joten samanlaiset kierrätyspumput asennettaneen myös muihin kiteyttimiin.

Boosterien pesusuuttimet olivat syksyn koeajojen aikana edelleen väärässä paikassa, ja vesiventtiili myös sulkeutui ohjelmallisesti 20 minuutin kuluttua jäähdytyksen alusta. Ongelmaa koetettiin lievittää asettamalla niin sanottu operoinnin esto DNA-pääteeltä jäähdytysboosterien pesun automaattiventtiileille niin, että ko. pesuvesiautomaattiventtiili jäi pakolla auki koko panosjäähdytyksen ajaksi. Tällä toimenpiteellä lienee ollut suotuisia vaikutuksia boosteripesien puhtaana pysymiseen, sillä niitä ei tarvinnut mekaanisesti tai pesemällä puhdistaa syys-lokakuun koeajon aikana kuin kerran päiväkirjamerkintöjen mukaan. Todennäköisesti boosterinpesiä on saatettu pestä, mutta päiväkirjamerkintä on jäänyt jostain syystä tekemättä.

Sakanliuotuksen koeajosuunnitelmassa oli alun perin tarkoitus kokeilla myös veden lisäystä liuotettaviin sakkapanoksiin. Veden lisäystä ei kuitenkaan tarvinnut tehdä, sillä koeajojen aikana 3-kiteyslaitoksella ei muodostunut ongelmia ferrosulfaatin muuttumisesta monohydraattimuotoon. Tällöin ferrosulfaatti olisi ollut vaikeata liugota keskipakolingoilla. Sakka liuotettiin 22-prosenttiseen rikkihappoon, joka sisälsi enemmän vettä kuin 23-prosenttinen esihaihdutettu rikkihappo, ja tällä saattoi olla vaikutusta siihen, ettei vettä tarvinnut käyttää sakanliuotuksessa.

6 KOEAJOTULOSTEN TARKASTELUA JA ARVIOINTIA

6.1 Yleistä koeajoista ja niiden tuloksista

Toteutuneiden koeajojen ongelmat liittyivät pääasiallisesti 3-kiteytyslaitoksen ongelmiin, lähinnä laitevikoihin ja – puutteisiin sekä huolloista aiheutuneisiin tuotantokokiin. Osa laitevioista oli sellaisia, joita ei saatu korjattua koeajojen aikana, joten ne vaikuttivat haitallisesti koeajojen suorittamiseen, ja saattoivat vaikuttaa koeajon

tuloksiin. Tästä esimerkkinä ovat ferrosulfaatin linkousongelmat, jotka olivat suurimpana yksittäisenä häiritseväksi ensimmäisellä koeajojaksolla. Lisäksi näytteiden otto oli puutteellista, esimerkiksi ferrosulfaatista ei lähetetty yhtään näytettä syys-lokakuun koeajojakson aikana, vaikka näytteiden otosta oli annettu ohjeistus osaston näytteenottosheemaan. Näin ollen analyysiarvoja oli käytettävissä vähemmän kuin mitä oli alun perin suunniteltu.

6.2 Koeajojen tulosten saavuttaminen

Ensimmäisellä koeajojaksolla toteutuneet ajo-osiot olivat vain noin viikon mittaisia, joten niiden antama kuva sakanliuotuksen vaikutuksista hapon talteenottolaitoksen kokonaistoimintaan on melko heikko. Kuitenkin 3-kiteyttämön toiminnan osalta voitiin havaita ongelmakohtia, kuten jäähdytysboosterien pesien tukkeutuminen, ja pannonen jäähdytysaikojen pidentyminen tästä johtuen. Myös kiteyttimien sekoitus on ollut riittämätöntä. Näistä esiintyneistä ongelmista voitiin tehdä päätelmiä 3-kiteyttämön laitteistoihin tarvittavista muutoksista.

Ferrosulfaatin linkousongelmat ja sen aiheuttama ylimääräinen kosteus olivat havaittavissa ensimmäisellä koeajojaksolla ferrosulfaatin analyysiarvoista. Linkousongelmien ratkaisu suurentamalla kiteisen liuoksen syöttöventtiili suuremmaksi oli onnistunut valinta, sillä se on todettavissa lasketuista raudan saantoprosenteistakin, sillä raudan saanto parantui heti ensimmäisen koeajojakson lopulla, ja sama oli havaittavissa verrattaessa raudan saantoa ensimmäisen ja kolmannen koeajojakson välillä. Kolmannella koeajojaksolla raudan saanto oli 9 % parempi kuin ensimmäisellä koeajojaksolla kokonaisuutenaan. Laitteistojen toiminta oli myös yleisesti parempi kolmannella koeajojaksolla johtuen toteutetuista säännöllisistä huoltotoimenpiteistä, kuten kiteyttimien pesuista tarvittaessa.

6.3 Koeajokokonaisuuden arviointi

Suoritettujen sakanliuotuskoeajon ja etenkin kuukauden kestäneen kolmannen koeajojakson tulosten perusteella voitaneen arvioida liuotustavoitteen saavuttamisen olevan mahdollista. Kun syksyn koeajojaksolla tavoitteena oli liuottaa takaisin 9 panosta sakkaa/d, saatiin tänä aikana liuotettua takaisin 8 panosta/d. Ilman laiterikkoja olisi todennäköisesti saatu suunniteltu liuotusmäärä toteutettua, sillä muutamana päivänä (yhteensä noin 4 d liuotuskatkokset) sakkaa ei liuotettu lainkaan. Lisäksi koeajojakson viimeisinä päivinä käytössä oli vain yksi kiteytin, sillä kahteen muuhun kiteyttimeen tehtiin sovittuja muutostöitä, kuten jäähdytysboosterin pesusuuttimen paikan muutostyöt ja kiteytettävän liuoksen koekierrätyspumpun asennus.

Koska syksyn kuukauden kestäneellä koeajojaksolla lähes puolet vuorokaudessa keskimäärin suodatettavasta 70-prosenttisen rikkihapon sakasta saatiin takaisinliuotettua, voidaan olla koeajotulostenkin valossa melko optimistisia, että suurin osa syntyvästä 70-prosenttisen rikkihapon sakasta voitaneen takaisinliuottaa. Käytössä on oltava mahdollisuus syöttää takaisinliuotettu sakka kaikkiin kiteytyslaitoksiin, joita on oltava ajossa vähintään kaksi kappaletta yhtä aikaa. Lisäksi 3-kiteyttämön osalta joudutaan kaikkien kiteyttimien sekoitusta tehostamaan kierrätyspumpuin jäähdytysaikojen lyhentämiseksi. Mahdollisesti on myös rajoitettava takaisinliuotusta asettamalla maksimipanosmäärä, jonka vuorokaudessa voi yhtä kiteytyslaitosta kohden liuottaa, esimerkiksi maksimissaan 9 panosta/d käytössä olevaa kiteytyslaitosta kohden. Todennäköisesti kaikkea 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa ei saada kuitenkaan takaisinliuotettua, sillä hapon suodatusmäärät saattavat vaihdella suuresti. Mikäli suodatustarve on hetkellisesti hyvin suuri, joudutaan osa sakasta kuitenkin neutraloimaan sakantuotteistuslaitoksella. Kiteytyslaitosten huoltotarve lisää myös neutralointitarvetta.

7 LAITTEISTOJEN TOIMINTA JA PARANNUSEHDOKSET

7.1 Sakanliuotuslaitteiston toiminta ja esiintyneet häiriöt

Käytettävissä sakanliuotuskoeajoissa oli kaksi sakanliuotussäiliötä, 701.03 ja 701.04. Kahdennettu järjestelmä antaa mahdollisuuden käyttää toista säiliötä, mikäli laitevi-koja esiintyy. Koeajojen aikana käytettiin pääasiallisesti sakanliuotukseen säiliötä 701.03. Kyseisen säiliön oheislaitteet, kuten sekoitin ja pinnanmittaus, toimivat moitteetta koko koeajon ajan. Sen sijaan säiliössä 701.04 käytetty Vega-merkkinen pinta-mittari oli epäluotettava, joten se käytännössä esti tämän säiliön käytön sakanliuotuk-seen. Pinnanmittauksesta oli ylärajalukitus, joka esti liuotushapon täytön säiliöön ja siten myös sakan annostelun. Lisäksi annostelulaskurit ovat yhteisiä molemmille sa-kanliuotussäiliöille, joten annosteluhäiriö toisessa säiliössä vaikutti myös toimintaa hidastavasti toisella sakanliuotussäiliöllä.

Sakanliuotussäiliöiden poistossa käytetty virtausmittari rikkoutui myös koeajojen ai-kana aiheuttaen yli kahden vuorokauden katkoksen takaisinliuotukseen. Tulevaisuu-nessa tämä häiriömahdollisuus puolittuu, kun sakanliuotussäiliöille rakennetaan toi-nen rinnakkainen poistoputki, jossa on oma virtausmittaus.

Happosakka siirrettiin liuotussäiliöihin kuljettimilla 744.03 ja 744.04. Näistä kuljetti-mista puuttuivat kaavarit liuotussuuntaan, mikä aiheutti kuljettimien pysähtelyä ja tä-ten katkoksia sakkakoeajoihin. Kaavarit saatiin asennetuksi koeajojen loppuvaihees-sa.

7.2 Parannusehdotuksia sakanliuotuslaitteistoihin

Sakanliuotuksen toimivuuden parantamiseksi voitaisiin molemmille sakanliuotussäi-liölle hankkia omat määrämittarit ja laskurit, jolloin säiliöiden täyttö nopeutuu, kun ei tarvitse odottaa toisen säiliön täyttymistä. Myös sakan poistopumppausta kannat-

taisi nopeuttaa kiertoajan lyhentämiseksi, esimerkiksi nostamalla poistopumpun sähkömoottorin taajuutta edelleen.

7.3 Kiteytyslaitoksella sakanliuotuskoeajoissa esiintyneet toimintahäiriöt

Osan koeajojen aikana esiintyneistä 3-kiteytyslaitoksen ongelmista saatiin korjattua jo koeajojen aikana, kuten ferrosulfaattilinkojen syöttöventtiilien suurentaminen. Samoin vireillä oli jo ennen sakanliuotuskoeajoa joitain parannushankkeita, kuten jäähdytysboosterien pesuvesisuuttimien paikan muutos ja liuoskierrätyspumpun asentaminen yhteen kiteyttimeen. Nämä muutokset eivät kuitenkaan toteutuneet koeajojen suorituksen aikana. Pesuvesisyötön automaattiventtiilien sulkeutuminen noin 20 minuutin kuluessa jäähdytyssekvenssin alkamisesta oli todennäköisesti vaikuttamassa siihen, että jäähdytysboosterien pesät tukkeutuivat. Tätä ongelmaa koetettiin lievittää asettamalla ko. pesuvesiautomaattiventtiilit pakolla auki estämällä niiden kiinnioperointi. Tällä olikin suotuisa vaikutus boosteripesien tukkeutumiseen, eikä niitä tarvinnut niin usein puhdistaa mekaanisesti.

Muita toimintahäiriöitä 3-kiteytyslaitoksella oli muun muassa pinnanmittauksiin liittyen. Kiteyttimissä käytetyt Vega-merkkiset pinnanmittaukset olivat olleet epäluotettavia jo aiemmin suoritetuissa 3-kiteyttämön koeajoissa. Myös sakanliuotuskoeajoissa pinnanmittaukset aiheuttivat viivästyksiä, sillä kiteytyspanoksen täyttö- ja tyhjenyssekvensseissä on lukituksia pintarajoihin. Kiteyttimiä ei saanut täytettyä, koska pinnanmittauksen mukaan kiteyttimeen oli muka jäänyt liuosta, vaikka kiteytin todellisuudessa oli tyhjä. Ajoittain 3-kiteyttämöllä oli myös muita sekvensseihin ja DNA-prosessinohjausjärjestelmään liittyviä vikoja. Kiteytyslaitoksen jäähdytysvesilämmönvaihtimien levyt likaantuivat myös sakanliuotuskoeajojen aikana hidastaen pannonen jäähdytystä. Lämmönvaihtimien tukkeutuminen on kuitenkin yleistä muissakin hapon talteenottolaitoksen lämmönvaihtimissa, ja säännöllinen pesu kuuluu normaaliin toimintaan. 3-kiteyttämön huoltoon ja käyttövarmuuteen liittyen sovittiin säännöllisesti tehtävistä toimenpiteistä, kuten kiteyttimien vesipesusta noin viikon välein. Näillä toimilla voitiin kiteytyslaitos pitää toimintakunnossa koeajojen aikana.

7.4 Kiteytyslaitoksen laitteistoihin liittyvät parannusehdotukset

Koska 3-kiteyttämö on panostoiminen, on sen toiminnassa tärkeää, että kiertoajat ovat mahdollisimman lyhyitä, koska lyhyistäkin aikasäästöistä kertyy vuoden aikana helposti kymmenien tai jopa usean sadan panoksen lisäkapasiteetti. Tässä suhteessa parantamisen varaa saattaisi olla esimerkiksi kiteyttimien täyttö- ja tyhjennyssekvensseissä ja niiden säätöpiireissä. Esimerkiksi kiteyttimen täyttöpumpun taajuutta nostamalla voitaisiin kasvattaa täyttöliuoksen virtausnopeutta ja lyhentää panosten täyttöaika. Tällä hetkellä täyttönopeus on 200 m³/h, jolloin täyttöaika 61- ja 62-kiteyttimiin on 12 minuuttia täyttötilavuuden ollessa 40 m³. Jos täyttönopeus kasvetaan 300 m³/h, täyttöaika lyhenee 8 minuuttiin. 63-kiteyttimen täyttöaika lyhenisi vastaavasti 18 minuutista 12 minuuttiin. Lisäksi tulisi muuttaa täyttöpumpun virtausmittauksen mittausalue nykyisestä 0-200 m³/h → 0-400 m³/h. Täyttönopeuden kasvattamisesta voi tosin seurata muita ongelmia, kuten pisaroinnin lisääntymistä, joten kovin suuri täyttönopeuden kasvattaminen ei ehkä tule kysymykseen. Täyttöä on kehitetty myös hidastaa jäähdytyksen parantamiseksi.

Vastaavasti voitaisiin toimia kiteyttimien tyhjennyspumpuilla, ja nostaa jokaisen kiteyttimen tyhjennyspumpun sähkömoottorin taajuusohjetta mahdollisimman paljon tyhjennyksen nopeuttamiseksi. Tyhjennysnopeuden ollessa 200 m³/h, kestää tyhjennys pienemmillä kiteyttimillä 12 minuuttia ja isommalla kiteyttimellä 18 minuuttia. Tässäkin tapauksessa tyhjennysnopeuden nosto tuo vastaavan suuruisen aikasäästön kuin täytön yhteydessä. Lisäksi tulisi muuttaa täyttöpumpun virtausmittauksen mittausalue nykyisestä 0-200 m³/h → 0-400 m³/h. Mahdollisista tyhjennysnopeuden kasvattamisen vaikutuksista saisi parhaiten tietoa kokeilemalla tyhjennysnopeuden kasvattamisen vaikutuksia yhdellä kiteyttimellä.

Myös kiteyttimien jäähdytyksen aloitusta voitaisiin aikaistaa nykyisestään. Tällä hetkellä kiteytyspanoksen jäähdytys alkaa, kun kiteyttimessä on liuosta puolet asetusta täyttömäärästä. Kiteytyspanoksen jäähdytys voitaisiin kenties aloittaa jo heti täytön alettua, jolloin panos ehtii jäähtyä koko täytön ajan, mikä kenties lyhentää edelleen panosten kiertoaika. Boosteripesien tukkeutumista voidaan ehkä mahdollisesti estää myös asentamalla kiteyttimien sisälle pisarointia estävä haittalevy, jollaista rakennetta on käytetty muun muassa 2- kiteytyslaitoksella.

Panosaikojen lyhentämisen hyöty voidaan laskea niin, että 10 minuutin aikasäästöllä saadaan vuodessa tehtyä 349 panosta enemmän, jos 592.61- ja 592.62- kiteyttimien panoksen kiertoaika on laitevalmistajan mukaan 3 h=180 minuuttia/panos tehtäessä 10 °C:n panoksia. Kiteyttimen 592.63 kiertoaika on 3 h 48 minuuttia/panos valmistettaessa 10 °C:n panoksia. Lyhentämällä panoksen kiertoaikaa saadaan 10 minuutin aikasäästöllä 112 panosta enemmän/a. Laskukaavat esitetty alla.

<p>Kiteyttimien 592.61 ja 62 jäädytyskiertoaika on 3h = 180 min./10 °C</p> $\text{Panoksia / d} = \frac{24\text{h} * 60\text{min}}{180\text{min/ panos}} = 8 \text{ panosta / d}$ <p>Kitetyttimiä 2kpl $\Rightarrow 2 * 8 \text{ panosta/d} = 16 \text{ panosta/d}$</p> <p>Teoreettinen panosmäärä vuodessa $\Rightarrow 365\text{d} * 16 \text{ panosta/d} = 5840 \text{ panosta/a}$</p> <p>Kiteyttimen 592.63 kiertoaika on 3h 48 min=228minuuttia 10 °C</p> $\frac{24\text{h} * 60\text{min}}{228\text{min/ panos}} = 6,3 \text{ panosta / d}$ <p>Vuodessa teoreettinen panosmäärä $\Rightarrow 365\text{d} * 6,3 \text{ panosta/d} = 2299 \text{ panosta/a}$</p>
<p>Mikäli aikasäästö on 10 minuuttia/ panos 592.61 ja 592.62 kiteyttimillä:</p> $\text{Panoksia / d} = \frac{24\text{h} * 60\text{min}}{170\text{min/ panos}} = 8,47\text{panosta / d}$ <p>Kitetyttimiä 2kpl $\Rightarrow 2 * 8,47 \text{ panosta/d} = 16,9 \text{ panosta/d}$</p> <p>Teoreettinen panosmäärä vuodessa $\Rightarrow 365\text{d} * 16,9 \text{ panosta/d} = 6169 \text{ panosta/a}$</p> <p>Panosmäärän lisäys on 6169 - 5840 = 329 panosta enemmän / a</p> <p>Mikäli 592.63 kiteyttimellä aikasäästö olisi 10 minuuttia/ panos:</p> $\frac{24\text{h} * 60\text{min}}{218\text{min/ panos}} = 6,61 \text{ panosta / d}$ <p>Vuodessa teoreettinen panosmäärä $\Rightarrow 365\text{d} * 6,61 \text{ panosta/d} = 2411 \text{ panosta/a}$</p> <p>Panosmäärän lisäys 592.63 kiteyttimellä on 2411-2299=112 panosta/a</p>

8 SAKANLIUOTUKSEN TALOUDELLISUUDEN TARKASTELU

Tässä osiossa oli alkuaan tarkoituksena tarkastella sakanliuotuksen, sakan tuotteen ja sakan kaatopaikkakelpoiseksi neutraloinnin kustannuksia tuotantotalouden näkökulmasta. Todellisia kustannuksia ei kuitenkaan voida tässä opinnäytetyössä esittää, jotteivät Sachtleben Pigmentsin neutralointikustannukset paljastuisi. Siksi sakanliuotuksen kannattavuutta arvioidaan tässä vain sanallisesti.

8.1 Tapaus 1: 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa ei voida takaisinliuottaa lainkaan

Mikäli sakka ei voida takaisinliuottaa, on kaikki syntyvä 70-prosenttisen rikkihapon suodatussakka kuitenkin joko tuotteistettava myyntiin tai neutraloitava haitattomaksi, läjityskelpoiseksi kaatopaikalle. Kaatopaikkakelpoiseksi neutralointi vaatii runsaampaa kalkin käyttöä, joten se on kalliimpi vaihtoehto ja käytännössä vain väliaikainen vaihtoehto. Sakka kannattaa siis tuotteistaa myyntiin, jolloin osa neutralointikustannuksista saadaan katettua.

8.2 Tapaus 2: Lähes kaikki 70-prosenttisen rikkihapon sakka takaisinliuotetaan

Edullisin vaihtoehto 70-prosenttisen rikkihapon sakan käsittelyyn on se, että suurin osa vuotuisesta 65 000 t sakkamäärästä saadaan takaisinliuotettua. Tällöin sakan sisältämä rauta saadaan kiteytysprosessien kautta erotettua ja edelleen myytyä ferrosulfaattina. Se osa 70-prosenttisen rikkihapon sakasta, jota ei voida jostain syystä takaisinliuottaa, voidaan vaihtoehtoisesti joko tuotteistaa raetotteeksi Sachtofer CM tai neutraloida kaatopaikkakelpoiseksi. Sakan takaisinliuotuksen muita etuja ovat haihdutettavan vesimäärän pienentyminen ferrosulfaatin sitoessa vettä kemiallisesti, happoväkevyyden nousun aiheuttama haihdutuskustannuksen alentuminen hapon talteenottolaitoksen prosessihaihduttamoilla sekä suodatettavan sakkamäärän vähentyminen sitä kautta, että prosessista poistuu enemmän rautaa ferrosulfaattina kuin ennen sakanliuotuksen aloittamista.

LÄHTEET

1. Arvonen, J.1999. Ammattikorkeakoulujen kemia. 1p. Keuruu: Otavan kirjapaino Oy.
2. Hapon talteenottolaitoksen prosessikuvaukset. 2002. Sachtleben Pigments Pori.
3. Hirsjärvi, S., Remes, P., Sajavaara, P.1998. Tutki ja kirjoita.3.-4.p. Tampere, Tammer- Paino Oy.
4. Lindström, E. 2005.The environment and Kemira Pigments. Yritysesittely.
5. Pihkala, J. 1998. Prosessitekniikan yksikköprosessit. Helsinki: Hakapaino Oy.
6. Riistama, K., Laitinen, J., Vuori, M.1998. Suomen Kemian teollisuus. Tampere: Tammer- Paino Oy.
7. Rockwood Holdings Inc. sivut [verkkodokumentti]. [viitattu 2.10.2008]. Saatavissa: http://www.rockwoodspecialties.com/rock_english/.
8. Sachtleben Pigmentsin sivut [verkkodokumentti]. [viitattu 2.10.2008]. Saatavissa: <http://www.sachtleben.de/>.
9. Turunen, O.1991. QFD- avain tuotteen kehittämiseen: MET.

LIITE 1

KOEAJOSUUNITELMA

1. 1.7.–15.7.2008 koeajojakso 1, 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa liuotetaan 22-prosenttiseen rikkihappoon 6 panosta/d eli 60 t/d.
2. 16.7.–31.7.2008 koeajojakso 2, 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa liuotetaan 22-prosenttiseen rikkihappoon 9 panosta/d eli 90t/d(lisäten liuotusvettä).
3. 8.8.- 8.9 2008 koeajojakso 3, 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa liuotetaan 22-prosenttiseen rikkihappoon 6 panosta/d eli 60t/d.
4. 15.9.–15.10 2008 neljäs koeajojakso, jolloin 70-prosenttisen rikkihapon sakkaa liuotetaan 22-prosenttiseen rikkihappoon 9 panosta/d eli 90t/d (lisäten liuotusvettä).
5. Takaisinliuotetun hapon jako kaikille hapon talteenoton kiteytyslaitoksille 1,2 ja 3. Käytetäänkö 23-prosenttista rikkihappoa vai 22-prosenttista rikkihappoa sakanliuotuksessa, ja kuinka paljon vettä/liuotuspanos on lisättävä, jotta ferrosulfaatti pysyy linkoamiskelpoisena, eikä monohydraattia muodostu. Tarkastellaan, voidaanko liuotusvetenä käyttää haihduttamoilla muodostuvaa hapanta sekundäärilauhdetta, mikä vähentäisi vesien neutralointilaitoksen kuormitusta ja kalkin kulutusta.

LIITE 2

Sakanliuotuskoeajo 1.7.–1.8. 2008

1.jakso 1.-8.7.2008

tavoite 6 panosta/d	panoksia kpl	m3	t	Fe t
liuotusmäärä, toteutunut	46	276	460	57,04
22-prosenttinen rikkihappo, 15m3/panos	46	690	952,89	47,96
syöttömäärät	m3/h, keskimäärin	m3	t	Fe t
23-prosenttinen rikkihappo kiteytykseen	20,2	3393,6	4754,43	330,43
3-kiteytyksen syöttö	23,9	4015,2	6167,32	435,43

2.jakso 15.–21.7. 2008

tavoite 6 panosta/d	panoksia kpl	m3	t	Fe t
liuotusmäärä, toteutunut	36	216	360	44,64
22 % rikkirikkihappo, 15m3/panos	36	540	745,74	37,53
syöttömäärät	m3/h, keskimäärin	m3	t	Fe t
23-prosenttinen rikkihappo kiteytykseen	18,1	2606,4	3651,57	253,78
3-kiteytyksen syöttö	22,5	3240	4757,31	335,95

LIITE 3

3.jakso 25.7–1.8. 2008

tavoite 3 panosta/d	panoksia kpl	m3	t	Fe t
liuotusmäärä, toteutunut	16	96	160	19,84
22-prosenttinen rikkihappo, 15m3/panos	16	240	331,44	16,68
syöttömäärät	m3/h, keskimäärin	m3	t	Fe t
23-prosenttinen rikkihappo kiteytykseen	16	2688	3765,89	261,73
3-kiteytyksen syöttö	18,8	3158,4	4257,33	298,25

Kokonaismäärät

1.7–1.8. 2008

tavoite 234kpl	panoksia kpl	m3	t	Fe t
liuotusmäärä, toteutunut	98	588	980	121,52
22-prosenttinen rikkihappo, 15m3/panos	98	1470	2030,07	102,17
koko koeajajakso	1.7–1.8 2008			
kokonaissyötöt	m3/h, keskimäärin	m3	t	Fe t
23-prosenttinen rikkihappo kiteytykseen	19,6	14582,4	20429,94	1013,48
3-kiteytyksen syöttö	22,6	16814,4	23440,01	1237,16

LIITE 4

Näytearvot kiteytyksen syöttösäiliöstä 702.04 1.7.–1.8.2008

Pvm	FS- nro	Tiheys (kg/ m ³)	H ₂ SO ₄ (%)	Fe- pitoisuus kg/m ³	Fe- pitoisuus %	Fe/H ₂ SO ₄ suhde	Cr
1.7.2008	702.04	1400	22,9	73,8	5,27	0,23	0,027
4.7.2008	702.04	1405	24,4	74,2	5,28	0,22	0,028
8.7.2008	702.04	1458	23,6	84,1	5,77	0,24	
15.7.2008	702.04	1394	24,5	69	4,95	0,20	0,028
18.7.2008	702.04	1416	23,5	75,3	5,32	0,23	0,030
25.7.2008	702.04	1390	23	71,3	5,13	0,22	0,028
29.7.2008	702.04	1404	23,5	72,2	5,14	0,22	0,029
1.8.2008	702.04	1420	23,3	76,7	5,40	0,23	0,030
ka		1411	23,6	74,6	5,28	0,22	0,029

LIITE 5

Näytteenot 3-kiteytyksen kirkasliuossäiliöstä 595.61

Pvm	FS- nro	Tiheys (kg/m ³)	H ₂ SO ₄ (%)	Fe- pitoisuus kg/m ³	Fe- pitoisuus %	Fe/H ₂ SO ₄ suhde
1.7.2008	595.61	1391	27,7	44,2	3,18	0,114
4.7.2008	595.61	1423	28,9	47,2	3,32	0,115
8.7.2008	595.61	1410	29,2	46,3	3,28	0,112
15.7.2008	595.61	1374	27,4	45,3	3,30	0,120
18.7.2008	595.61	1422	29,0	51,1	3,59	0,124
25.7.2008	595.61	1326	23,3	43,6	3,29	0,141
29.7.2008	595.61	1388	28,9	40,5	2,92	0,101
1.8.2008	595.61	1386	29,1	34,2	2,47	0,085
keskiarvo		1390	27,9	44,1	3,17	0,114

LIITE 6

Raudanerotusprosentti 3-kiteyttämöllä koeajossa**1.7.–1.8.2008**

Pvm	Fe/H ₂ SO ₄ suhde kir- kasliuoksessa	Fe/H ₂ SO ₄ suhde syöttöhapossa	Kirkasliuoksen/syöttöhapon suhde	Raudan erotus (%)
1.7.2008	0,115	0,230	0,498	50
4.7.2008	0,115	0,216	0,530	47
8.7.2008	0,112	0,244	0,460	54
15.7.2008	0,120	0,202	0,596	40
18.7.2008	0,124	0,226	0,548	45
25.7.2008	0,141	0,223	0,633	37
29.7.2008	0,101	0,219	0,461	54
1.8.2008	0,085	0,232	0,366	63
keskiarvo	0,114	0,221	0,511	49

LIITE 7

Ferrosulfaatin näytearvot 1.7.–1.8.08

Näyte pvm	FS-nro	pH	Kosteus	Na	Co	Zn	Ni	Ca	Mn	Al	Mg	V	Ti
1.8.2008	594/62	3,7	3,7	0,008	0,004	0,011	0,007	0,051	0,09	0,003	0,84	0,004	0,02
29.7.2008	594/62	3,5	4	0,008	0,004	0,01	0,008	0,048	0,08	0,002	0,8	0,003	0,02
25.7.2008	594/62	3,6	5	0,007	0,004	0,01	0,007	0,048	0,08	0,002	0,79	0,003	0,02
18.7.2008	594/62	2,8	4,2	0,033	0,004	0,012	0,008	0,035	0,08	0,013	0,79	0,008	0,05
15.7.2008	594/62	3,4	4,3	0,008	0,004	0,01	0,008	0,053	0,08	0,002	0,81	0,003	0,02
8.7.2008	594/62	3,6	4	0,007	0,004	0,011	0,009	0,042	0,08	0,002	0,83	0,004	0,02
4.7.2008	594/62	3,6	4,6	0,007	0,004	0,012	0,007	0,049	0,08	0,002	0,79	0,004	0,02
1.7.2008	594/62	3,7	4	0,007	0,004	0,011	0,007	0,064	0,08	0,001	0,79	0,003	0,02
keskiarvot		3,49	4,23	0,011	0,004	0,011	0,008	0,049	0,08	0,003	0,81	0,004	0,023

LIITE 8

Ferrosulfaatin hiukkaskokojakautuma 1.7.–1.8. 2008

Pvm	FS- numero	Cr	D(v0.1)	D(v 0.5)	D(v 0.9)
1.8.2008	594/62	<0,001	135	341	670
29.7.2008	594/62	<0,001	120	346	680
25.7.2008	594/62	<0,001	107	360	704
18.7.2008	594/62	0,0029	134	344	661
15.7.2008	594/62	<0,001	145	360	705
8.7.2008	594/62	<0,001	126	334	698
4.7.2008	594/62	<0,001	107	350	700
1.7.2008	594/62	<0,001	118	328	670
keskiarvot		0,0029	124	345,4	686

LIITE 9

70-prosenttisen rikkihapon suodinkakun vapaahappo- ja kuiva-ainepitoisuudet

Koeajajakso 01.07.2008–01.08.2008

Vertailujakso 05.02.2008–20.5.2008

pvm	FS- nro	Vap-H ₂ SO ₄	kuiva- aine(%)	pvm	FS- nro	Vap-H ₂ SO ₄	kuiva- aine(%)
1.7.2008	742.03	22,17	66,76	20.5.2008	742.03	24,67	63,33
8.7.2008	742.03	22,94	65,71	13.5.2008	742.03	25,72	62,36
15.7.2008	742.03	21,67	67,55	6.5.2008	742.03	28,54	57,7
22.7.2008	742.03	25,32	62,07	29.4.2008	742.03	26,67	60,79
29.7.2008	742.03	23,6	64,58	22.4.2008	742.03	26,23	60,75
keskiarvo		23,14	65,33	8.4.2008	742.03	29,83	54,69
				1.4.2008	742.03	25,14	62,96
				25.3.2008	742.03	23,94	51,27
				18.8.2008	742.03	23,23	65,92
				11.3.2008	742.03	25,15	62,51
				4.3.2008	742.03	30,38	55,31
				26.2.2008	742.03	29,9	56,03
				19.2.2008	742.03	27,24	60,15
				12.2.2008	742.03	26,58	60,84
				5.2.2008	742.03	28,94	56,71
				keskiarvo		26,81	59,42

LIITE 10

55-prosenttisen rikkihapon suodinkakun vapaahappo- ja kuiva-ainepitoisuudet

Koeajajakso 01.07.2008–01.08.2008

Vertailujakso 05.02.2008–20.5.2008

pvm	FS- nro	Vap-H ₂ SO ₄	kuiva- aine(%)	pvm	FS- nro	Vap-H ₂ SO ₄	kuiva- aine(%)
1.7.2008	742.05	12,52	74,8	20.5.2008	742.05	14,16	72,25
8.7.2008	742.05	12,35	74,85	13.5.2008	742.05	19,01	63,74
15.7.2008	742.05	14,48	71,2	6.5.2008	742.05	19	64,7
22.7.2008	742.05	14,5	72,17	29.4.2008	742.05	18,42	65,06
29.7.2008	742.05	16,13	66,81	22.4.2008	742.05	14,78	70,18
keskiarvo		14,00	71,97	8.4.2008	742.05	14,11	71,15
				1.4.2008	742.05	13,3	73,67
				25.3.2008	742.05	13,02	73,5
				18.8.2008	742.05	15,73	67,6
				11.3.2008	742.05	16,13	69,87
				4.3.2008	742.05	13,44	73,77
				26.2.2008	742.05	14,52	72,31
				19.2.2008	742.05	13,24	74,49
				12.2.2008	742.05	12,82	75,32
				5.2.2008	742.05	14,6	72,75
				keskiarvo		15,09	70,69

LIITE 11

Sakanliuotuskoeajo 8.8–8.9. 2008

tavoite 6 panosta/d=186panosta/31d	panoksia kpl	m ³	t	Fe t
toteutunut panosmäärä	140	840	1400	173,6
22-prosenttinen rikkihappo, 15m ³ /panos	241	3615	4992,32	251,24
syöttömäärät	keskimäärin, m3	m ³	t	Fe t
23-prosenttinen rikkihappo kiteytykseen	20,4	14688	20577,89	1020,82
kokonaissyöttö 3-kiteytykseen	22,6	16272	26970,2	1445,66

LIITE 12

Sakanliuotuskoeajo 15.9.–15.10. 2008

tavoite 9 panosta/d=270 panosta/30d	panoksia kpl	m ³	t	Fe t
toteutunut panosmäärä	241	1446	2410	298,84
22-prosenttinen rikkihappo 22,5m ³ /panos	241	5422,5	7488,47	376,86
syöttömäärät	keskimäärin, m ³	m ³	t	Fe t
23-prosenttinen rikkihappo kiteytykseen	21,3	15336	21485,74	1065,85
kokonaissyöttö 3-kiteytykseen	28,1	20232	31384,21	1741,56

LIITE 13

Näytteenotot kiteytyksen syöttösäiliöstä 702.04 15.9.–15.10.2008

Näytteenotto pvm	FS- nro	Tiheys kg/m³	H₂SO₄ %	Fe-pitoi- suus kg/m³	Fe-pitoi- suus %	Fe/H₂SO₄ suhde
15.9.2008	702.04	1417	22,6	71,4	5,04	0,223
22.9.2008	702.04	1449	24,1	77,7	5,36	0,222
6.10.2008	702.04	1469	25,5	83,1	5,66	0,223
13.10.2008	702.04	1414	23,5	72,7	5,14	0,219
ka		1437	23,9	76,2	5,30	0,221

Fe- pitoisuus % = Fe- pitoisuus/Liuoksen tiheys*100

Fe/H₂SO₄ suhde= Fe- pitoisuus % / H₂SO₄ %

LIITE 14

Näytteenotot 3-kiteytyksen kirkasliuossäiliöstä 595.61 15.9.–15.10.2008

Näytteenotto pvm	FS-nro	Tiheys (kg/m³)	H₂SO₄ (%)	Fe-pitoi- suus kg/m³	Fe-pitoi- suus %	Fe/H₂SO₄ suhde
15.9.2008	595.61	1417	30,2	40,2	2,84	0,094
22.9.2008	595.61	1397	30,3	38,3	2,74	0,090
6.10.2008	595.61	1427	30,5	45,8	3,21	0,105
13.10.2008	595.61	1391	30,1	35,2	2,53	0,084
ka		1408	30,3	39,9	2,83	0,093

Fe- pitoisuus % =Fe- pitoisuus/Liuoksen tiheys*100

Fe/H₂SO₄ suhde=Fe- pitoisuus % / H₂SO₄ %

LIITE 15

Raudanerotusprosentti 3-kiteyttämöllä 15.9.–15.10.2008

Pvm	Fe/H ₂ SO ₄ suhde kirkas-liuoksessa	Fe/H ₂ SO ₄ suhde syöttöhapossa	Kirkasliuoksen/syöttöhapon suhde	Raudan erotus (%)
15.9.2008	0,094	0,223	0,421	58
22.9.2008	0,090	0,223	0,407	59
6.10.2008	0,105	0,223	0,474	53
13.10.2008	0,084	0,219	0,384	62
keskiarvot	0,093	0,222	0,422	58

Kirkasliuoksen ja syöttöhapon suhde= Fe/H₂SO₄ suhde kirkasliuoksessa/Fe/H₂SO₄ suhde syöttöhapossa
 Raudan erotusprosentti= (1-kirkasliuoksen/syöttöhapon suhde)*100

LIITE 16

Koeajojakson 1.7–1.8 ja koeajojakson 15.9.–15.10 tulosten vertailua

Ajalla	Fe/H ₂ SO ₄ suhde kirkasliuoksessa	Fe/H ₂ SO ₄ suhde syöttöhapossa	Kirkasliuoksen/syöttöhapon suhde	Raudan erotus (%)
1.7.–1.8.2008	0,114	0,221	0,511	48,85
15.9.–15.10.2008	0,093	0,222	0,422	57,83
muutos				8,98

Näytearvot kiteytyksen syöttösäiliöstä 702.04

Ajalla	FS- nro	Tiheys (kg/m ³)	H ₂ SO ₄ (%)	Fe- pitoisuus kg/m ³	Fe-pitoisuus %	Fe/H ₂ SO ₄ suhde
1.7.–1.8.2008	702.04	1411	23,6	74,6	5,28	0,224
15.9.–15.10.2008	702.04	1437	23,9	76,2	5,30	0,222
muutos		26	0,3	1,6	0,02	

Näytearvot 3-kiteytyksen kirkasliuossäiliöstä 595.61

Ajalla	FS- nro	Tiheys (kg/m ³)	H ₂ SO ₄ (%)	Fe- pitoisuus kg/m ³	Fe-pitoisuus %	Fe/H ₂ SO ₄ suhde
1.7.–1.8.2008		1390	27,9	44,1	3,17	0,114
15.9.–15.10.2008		1408	30,3	39,9	2,83	0,093
muutos		18	2,3	- 4,2	- 0,34	

LIITE 17

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 15.9.–15.10.2008

592.61

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
652	19,6	490	665	15	331	678	15	320
653	16	333	666	15	370	679	15	326
654	17,9	291	667	15	331	680	15	199
655	15	208	668	15	401	681	15	348
656	16	321	669	16,4	324	682	17,1	293
657	16	313	670	15,2	213	683	15	335
658	16	383	671	15,2	392	684	15	220
659	19,8	225	672	15,2	207	685	15	203
660	17	363	673	15,2	228	686	15	341
661	17,5	201	674	15,2	353	687	15,9	388
662	15,8	239	675	15,2	268	688	15	427
663	16,4	413	676	15,2	259	689	15	204
664	19,1	333	677	17,4	307	690	15	313

LIITE 18

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 15.9.–15.10.2008

592.61

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
691	15	423	704	16	191	717	17	166
692	16	331	705	14,4	390	718	16	190
693	20	245	706	15	184	719	16	187
694	14,7	533	707	15	219	720	19	327
695	14	350	708	15	234	721	16	179
696	16	372	709	15	209	722	16	165
697	17,6	361	710	15	355	723	16	174
698	16	245	711	15	340	724	16	164
699	16	276	712	15	237	725	16	177
700	16	297	713	15	217	726	16	189
701	16	222	714	15	186	727	16	200
702	16	284	715	16,8	169	728	17,8	161
703	16	201	716	17	154	729	16	179

LIITE 19

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 15.9.–15.10.2008**592.61**

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
730	16	181	743	16	178
731	16	177	744	16	186
732	16	172	745	16,3	166
733	16	161	746	16,4	178
734	16,6	154	747	16,6	196
735	17	164	748	16	213
736	16	171	749	16	189
737	16	183	750	16	180
738	16	173	751	16	190
739	16	176	752	16	195
740	16	171	753	16,5	173
741	16	177	777	16	190
742	16	171	778	16	207

LIITE 20

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäädytysajat 15.9.–15.10.2008

592.61

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
779	16	202	792	15	188
780	16	211	793	15	184
781	16	200	794	14	194
782	16	208	795	14	219
783	16	193	796	14	207
784	16	177	797	13	218
785	16	202	798	13	212
786	16	194	799	13	245
787	16	212	800	17,9	176
788	16	201	määrä	lämpötila	jäädytys
789	16	184	125	15,85	244,53
790	15	217	kpl	lt, °C	aika, min.
791	15	198			4,08
					aika, h

LIITE 21

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat 15.9.–15.10.2008

592.62

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
774	15	240	787	15	265	800	15,2	223
775	15	261	788	15	227	801	15,2	204
776	17,6	197	789	19	168	802	15,2	239
777	15	181	790	16,2	244	803	15,2	185
778	15	266	791	16,8	212	804	15,2	222
779	15	229	792	15	236	805	19,9	264
780	15	229	793	15	251	806	15	330
781	15,4	290	794	15,4	265	807	15	227
782	18,3	189	795	15	230	808	15	227
783	17,5	210	796	17	225	809	15	228
784	15,4	298	797	15,2	230	810	15	267
785	15	230	798	15,2	235	811	15	290
786	15	244	799	15,2	230	812	15	265

LIITE 22

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähditysajat 15.9.–15.10.2008

592.62

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
813	15	250	826	14	288	839	14	184
814	15	257	827	14	258	840	15	196
815	15	261	828	15	255	841	15	169
816	15	307	829	18,5	258	842	15	189
817	15	317	830	16	241	843	15	235
818	15	404	831	16	216	844	15	172
819	15	260	832	16	220	845	15	195
820	15	283	833	16	258	846	15	193
821	15	284	834	16	247	847	15	175
822	16	238	835	16	224	848	15	170
823	16	251	836	16	198	849	15	168
824	16	263	837	16	170	850	15	167
825	14	349	838	14	212	851	15	167

LIITE 23

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat 15.9.–15.10.2008

592.62

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
852	15	163	865	19,6	184	878	16	178
853	15	161	866	16	170	879	16	177
854	15	162	867	16	164	880	16	196
855	15	162	868	16	168	881	17	178
856	15	162	869	16	186	882	18,2	162
857	16	152	870	16	195	883	19	151
858	16	151	871	16	323	884	19	154
859	16	160	872	16	181	885	19	137
860	16	246	873	16	189	886	16	170
861	16	166	874	15,9	211	887	16	186
862	16	157	875	16	194	888	16	178
863	16	189	876	16	162	889	16	204
864	16	210	877	16	179	890	16	236

LIITE 24

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 15.9.–15.10.2008

592.62

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
891	16,7	212	932	16	223
892	16	199	933	17	206
893	16	204	934	19	205
894	16	203	935	19,8	200
895	17	217	936	20	200
924	15	232	937	20	198
925	15	214	938	20	191
926	14	255	939	20	201
927	13	282	940	20	178
928	13	262	kok.määrä	lämpötila	jäähtytys
929	13	260	139	15,84	218,62
930	13	259	kpl	lt, °C	aika, min.
931	13	331			3,82
					aika, h

LIITE 25

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysaika 15.9.–15.10.2008

592.63

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
586	19,3	254	601	15	160	616	16	197
587	15	267	602	15	180	617	16	184
588	15	351	603	15	179	618	16	214
589	16	314	604	15	181	619	15	209
590	16	425	605	15	226	620	15	264
591	16,5	348	606	16,9	274	621	15	249
592	16	373	607	15	206	622	15	166
593	16	415	608	15	183	623	15	222
594	18,7	254	609	15	227	624	15	208
595	16,8	409	610	15	196	625	15	235
596	17,5	323	611	15	175	626	15	239
597	15	388	612	15	213	627	15	260
598	15,1	452	613	15	222	628	16	238
599	15,6	171	614	17	206	629	16	218
600	15	210	615	16	192	630	14	279

LIITE 26

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysaika 15.9.–15.10.2008

592.63

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
631	14,2	444	645	15	440	661	16	201
632	16	399	646	15	309	662	16	222
633	20	251	647	15	211	663	16	201
634	17	338	648	15	211	664	20	214
635	16	275	649	15	220	665	17,4	378
636	16	270	650	15	211	666	17,8	497
637	16	358	651	16	194	667	19	244
638	17	348	652	16	195	668	16	400
639	16	379	655	16	219	669	16	361
640	15	352	656	16	178	670	16,7	348
641	15	341	657	16	264	671	16,3	397
642	15	475	658	16	313	672	17,8	293
643	15	430	659	19,4	223	673	16,2	389
644	18,2	252	660	16	333	674	16,5	411

LIITE 27

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysaika 15.9.–15.10.2008

592.63

panos nro	lt, °C	aika, min.	panos nro	lt, °C	aika, min.
675	16,4	447	700	17	246
676	16,8	384	701	16,3	290
677	16,9	400	702	16	269
688	16	331	703	16	224
689	16	310	704	16	203
690	16	317	705	15	214
691	17	300	706	15	231
692	17	271	707	15	206
693	16	244	708	15	218
694	16	320	709	13	367
695	18	288	710	16,4	264
696	16	340	kok.määrä	lämpötila	jäähtytys
698	17	322	113	15,99	283,62
699	17	282	kpl	lt, °C	aika, min.
					4,73
					aika, h

LIITE 28

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 1.7.–1.8.2008

592.61

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
431	15	207	443	15	199	455	15	442
432	15	225	444	15	202	456	16	329
433	15	347	445	15	214	457	16	220
434	16,1	362	446	17,9	301	458	16	296
435	15	432	447	17,8	263	459	16	205
436	15	380	448	15	247	460	16	290
437	15	248	449	17	329	461	16	274
438	15	233	450	16,1	209	462	19	217
439	15	336	451	15	214	463	16	254
440	15	241	452	15	363	464	16	261
441	19,1	207	453	15	333	465	15	261
442	15	327	454	20	244	466	15	208

LIITE 29

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 1.7.–1.8.2008

592.61

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
476	15	202	488	15	198
477	19,5	175	489	15	204
478	13,3	260	490	15	239
479	13,3	220	491	14	395
480	13,3	209	492	15,5	216
481	13,3	261	493	14	223
482	14,4	261	494	15,5	316
483	15,5	271	495	15,5	222
484	15	198	496	16	416
485	15	199	497	16	319
486	16,2	248	498	15	289
487	15	194	499	20	242

LIITE 30

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat 1.7.–1.8.2008

592.62

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
500	16,9	303	514	16	559
501	16	206	515	17	651
502	16	245	516	17	206
503	16	322	517	15	580
504	16	216	518	16	382
505	16	394	519	16	429
506	16,5	238	520	15	277
507	16,8	335	521	14	257
508	16,7	428	522	13	324
509	16,5	487	523	13	468
510	16,5	405	524	13	393
511	16,5	523	kok.määrä	lämpötila	jäähdytys
			82	15,63	295,48
			määrä, kpl	ka, °C	aika, min
					aika, ka, h

LIITE 31

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 1.7.–1.8.2008

592.62

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
431	15	207	443	15	199	455	15	442
432	15	225	444	15	202	456	16	329
433	15	347	445	15	214	457	16	220
434	16,1	362	446	17,9	301	458	16	296
435	15	432	447	17,8	263	459	16	205
436	15	380	448	15	247	460	16	290
437	15	248	449	17	329	461	16	274
438	15	233	450	16,1	209	462	19	217
439	15	336	451	15	214	463	16	254
440	15	241	452	15	363	464	16	261
441	19,1	207	453	15	333	465	15	261
442	15	327	454	20	244	466	15	208

LIITE 32

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 1.7.–1.8.2008**592.62**

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
476	15	202	488	15	198
477	19,5	175	489	15	204
478	13,3	260	490	15	239
479	13,3	220	491	14	395
480	13,3	209	492	15,5	216
481	13,3	261	493	14	223
482	14,4	261	494	15,5	316
483	15,5	271	495	15,5	222
484	15	198	496	16	416
485	15	199	497	16	319
486	16,2	248	498	15	289
487	15	194	499	20	242

LIITE 33

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähdytysajat 1.7.–1.8.2008

592.62

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
500	16,9	303	514	16	559
501	16	206	515	17	651
502	16	245	516	17	206
503	16	322	517	15	580
504	16	216	518	16	382
505	16	394	519	16	429
506	16,5	238	520	15	277
507	16,8	335	521	14	257
508	16,7	428	522	13	324
509	16,5	487	523	13	468
510	16,5	405	524	13	393
511	16,5	523	kok.määrä	lämpötila	jäähdytys
			82	15,63	295,48
			määrä, kpl	ka, °C	aika, min
					4,92
					aika, ka, h

LIITE 34

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 1.7.–1.8.2008

592.63

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
302	15	345	314	16,2	364	326	20	236
303	15	335	315	15	419	327	19	177
304	15,5	345	316	17	272	328	16	246
305	19,2	226	317	17	279	329	16	259
306	15,7	346	318	17	363	330	15	282
307	15	419	319	17	303	338	15	310
308	15	389	320	17	274	339	15,4	274
309	15	345	321	17	246	340	15,6	301
310	16,6	306	322	17	236	341	15,6	267
311	17	280	323	16	265	342	15,6	261
312	15	324	324	16	251	343	15,6	275
313	15	335	325	16	277	344	15,6	310

LIITE 35

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 1.7.–1.8.2008

592.63

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
345	15	230	357	16,2	398	369	16,3	422
346	15	324	358	17	408	370	16,3	237
347	15	350	359	17	321	371	16,3	226
348	15	316	360	17	350	372	16,3	226
349	15	377	361	17	320	373	16,3	230
350	15	389	362	16	414	374	16,3	232
351	15	362	363	16	426	375	16,3	247
352	16,9	312	364	16	411	376	16,3	240
353	15	450	365	16,8	382	377	17	215
354	20	281	366	16	453	378	16,5	254
355	17,8	294	367	16	432	379	17	232
356	16	333	368	18,6	359	380	16	270

LIITE 36

Kiteytyspanosten loppulämpötilat ja jäähtytysajat 1.7.–1.8.2008

592.63

panos nro	lt, °C	aika, min	panos nro	lt, °C	aika, min
381	16	265	388	17	407
382	17,8	327	389	17	392
383	16,5	285	390	17	331
384	15	343	391	17	353
385	16,5	304	405	16	219
386	17	259	kok.määrä	lämpötila	jäähtytys
387	17	337	83	16,29	312,94
			määrä, kpl	lt, °C	aika, min
					5,22
					aika, h