

Vesa Numminen

UV-SUIHKUJAUHATUKSEN VALIDOINTITARKASTELU

Kemiantekniikan koulutusohjelma

2018

UV-SUIHKUJAUHATUKSEN VALIDOINTITARKASTELU

Numminen, Vesa

Satakunnan ammattikorkeakoulu

Kemiantekniikan koulutusohjelma

Marraskuu 2018

Ohjaaja: Hannelius, Timo; lehtori, SAMK

Valvoja: Laitinen, Jyrki; kehitysinsinööri, Venator P & A Finland

Valvoja: Meura, Mari; QA Specialist, Venator P & A Finland

Sivumäärä: 45

Liitteitä: 6

Asiasanat: TiO₂, Suihkumylly, U/V*100, Validointi, UV Titan

TIIVISTELMÄ

Venator P & A Finland Porin tehdas valmistaa titaanidioksidipigmenttiä sulfaattiprosessilla. Tuotettu TiO₂-pigmentti menee pääosin vientiin ja sitä käytetään pääasiassa eri teollisuusalojen raaka- ja lisäaineena.

Porin tehtaalla valmistettavia mikrokiteisiä UV Titan M-sarjan tuotteita käytetään kosmetiikka- ja lääketeollisuudessa aktiivisena lääkeaineena (API), joten prosessin validointi on pakollinen API-tuotteiden valmistusta koskevan ICHQ7-standardin mukaan.

Tämän työn tarkoituksena oli todentaa eli validoida UV Titan prosessin suihkujauhatusvaihe. Prosessivaiheen validoinnilla tarkoitetaan sitä, että tietty prosessivaihe tuottaa todistetusti ja toistuvasti tasalaatuista ennalta määritettyjen spesifikaatioiden mukaista tuotetta.

Todentamiseen käytettiin TSM-menetelmällä mitattuja suihkumyllyn syöttö- ja poistonäytteiden U/V*100-arvoja. Validoinnin yhteydessä muokattiin myös eri UV-tuotteiden U/V*100-ohjearvoja sekä syöttö- ja jauhatuspaineiden ohjearvoja hyväksikäyttäen suihkumyllyn poiston U/V*100 historiadataa.

FDA:n vuonna 2014 suorittamassa auditoinnissa kirjattiin poikkeama, jonka seurauksena kaksi viimeistä prosessivaihetta piti validoida. Suihkujauhatus oli toinen vaadituista pakkauksen ollessa toinen. Validointi oli tarkoitus suorittaa kaikille tuotevalikoimassa oleville tuotteille, mutta tehtaan nykyisen tilanteen vuoksi se oli mahdotonta.

Validointi tehtiin kahdelle UV Titan tuotteelle. Kyseisten tuotteiden M290 ja M262 validointi onnistui hyvin ja voidaankin todeta suihkujauhatusen toimivan odotetulla tavalla.

THE VALIDATION EXAMINATION OF UV JET MILLING

Numminen, Vesa

Satakunnan ammattikorkeakoulu, Satakunta University of Applied Sciences
Degree Programme in Chemical Engineering

November 2018

Supervisor: Hannelius, Timo; lehtori, SAMK

Instructor: Laitinen, Jyrki; Improvement Engineer, Venator, P & A Finland

Instructor: Meura, Mari; QA Specialist, Venator P & A Finland

Number of Pages: 45

Appendices: 6

Keywords: TiO₂, Jet Mill, U/V*100, Validation, UV Titan

ABSTRACT

Venator P&A Finland produces titanium dioxide with sulphate process. Produced titanium dioxide goes mainly to export and it is used mainly as raw material or additive in different industrial branches.

The micro crystal UV Titan M-series products are used in cosmetic and pharmacy industry as active pharmaceutical ingredient (API) so the validation of the process is compulsory according to ICHQ7 standard which concerns the manufacturing of API products.

The meaning of this work was to verify, in other words validate, the functioning of UV Titan jet milling process phase. The process phase validation means that certain process phase has been able to produce homogenous results that has passed predetermined specifications as documented.

The verification was executed by measuring jet mill's feed and output U/V*100 values by using the TSM method. At the same time some U/V*100 values and some specifications concerned the jet milling of certain products were modified by using history data to meet the current practice.

The deflection was registered in the validation by FDA in the year of 2014 and the consequent of the validation was that the last two process phases had to be validated. Jet milling was the other one and the other was packing. The validation was supposed to concern all UV products but according to the current stage of the plant it's impossible.

The validation was performed to two different UV Titan products. The validation of products in question, M290 and M262, worked well and it can be pointed out that jet milling works as expected.

KÄSITTEIDEN MÄÄRITTELY

Validointi = Dokumentoitu prosessi, jolla osoitetaan, että tietty prosessi, menetelmä tai järjestelmä toistuvasti tuottaa etukäteen määritettyjen hyväksymisrajojen mukaisia tuloksia. /6/

TSM = Turbidity Spectrum Method eli sameusspektrimenetelmä, joka laskee laitteiston mittaaman spektrin perusteella $U/V \cdot 100$ -arvon.

$U/V \cdot 100$ = Spektrissä olevan UV-alueen ja näkyvän valon alueen huippujen suhde, josta voidaan päätellä mm. kidekoko ja -jakauma ja jauhautumisaste.

GMP = Good Manufacturing Practise. GMP tarkoittaa hyvää valmistuskäytäntöä, jota noudattamalla pyritään minimoimaan tuotantoketjussa tapahtuva tuotteen pilaantuminen, joka voi aiheuttaa ihmisille tai eläimille vaaraa käytettäessä tuotetta elintarvikkeissa, lääkkeissä tai kosmetiikassa. /1/

UV Titan = Mikrokiteinen titaanidioksidi. Mm. elintarvike-, kosmetiikka- ja lääketeollisuuden raaka-aine.

FDA = Food and Drugs Administration on Yhdysvaltojen elintarvike- ja lääkevirasto. FDA:n vastuulla on säädöksiä laatiminen Yhdysvaltojen markkinoille. FDA:n säädöksiä piiriin kuuluvat mm. elintarvikkeet, lääkkeet ja kosmetiikka /1/

API = Active Pharmaceutical Ingredient. Lääketuotteen ainesosanen.

ICHQ7 = API tuotteiden valmistusta koskeva säännöstö, joka koskee myös UV Titanin M-tuotteita.

HACCP = Hazard Analysis and Critical Control Points

SISÄLLYS

KÄSITTEIDEN MÄÄRITTELY	4
1. JOHDANTO	7
2. VENATOR P&A FINLAND.....	8
3. TEORIAA.....	10
3.1 TiO ₂ eli titaanidioksidi.....	10
3.2 Sulfaatti-menetelmä TiO ₂ pigmentin valmistuksessa	11
3.3 Validointi.....	14
4. UV TITAN.....	17
5. UV TITAN PROSESSI	18
5.1 UV-tuotannon prosessikuvaus.....	18
5.2 Välituotteen valmistus	18
5.3 Lopputuotelinja.....	20
5.4 Suoraprosessi	22
5.5 Tuotteiden valmistuksen erot.....	22
6. UV TITAN SUIHKUJAUHATUS.....	24
6.1 Suihkujauhatuksen tarkoitus.....	24
6.2 UV Titan-suihkujauhatuksen toteutus	24
7. VALIDOINTI	27
7.1 Validoinnin tavoitteet.....	27
7.2 Validoinnin toteutus	28
7.3 Validointiin liittyvät mittaukset.....	29
7.3.1 TSM-menetelmä ja -laitteisto.....	29
7.3.2 TSM-laitteiston käyttö.....	30
8. VALIDOINNIN TOTEUTUS.....	32
8.1 M290 koeajo ja tulokset.....	33
8.1.1 M290 1. erä	34
8.1.2 M290 2. erä	35
8.1.3 M290 3. erä	37
8.1.4 Yhteenveto M290	38
8.2 M262 koeajo ja tulokset.....	38
8.2.1 M262 1. erä	39
8.2.2 M262 2. erä	40
8.2.3 M262 3. erä	42
8.2.4 Yhteenveto M262	43
9. JOHTOPÄÄTÖKSET.....	44

LÄHTEET	45
LIITTEET	

1. JOHDANTO

Venator P&A Finlandin tarkoituksena on validoida UV Titan lopputuotelinjan prosessi. Validoinnilla todennetaan prosessin tuottavan toistuvasti tasalaatuisia lopputuotetta ennalta määritetyillä prosessin ohjausarvoilla. Prosessin eri prosessivaiheiden validointitarkastelu perustuu riskitarkasteluun. Lopputuotteen kriittisiin ominaisuuksiin vaikuttavat prosessivaiheet tulee validoida.

Tämän lopputyön tarkoituksena oli validoida eli todentaa UV Titan tuotannon toiseksi viimeinen prosessivaihe eli suihkujauhatus. Validoinnilla todennettiin pigmenttilietettä kuivatessa syntyneiden agglomeraattien ja aggregaattien hienontaminen mahdollisimman pieniksi kiteiksi ennen tuotteen pakkausta.

Jauhatuksen tuloksen kehitys ja seuranta on ajon aikana mahdotonta, koska suihkumylly on suljettu komponentti. Tästä syystä menetelmäksi valittiin suihkumyllyn syöttö- ja poistotuotteen analysointi TSM-menetelmällä. Sen avulla pystyttiin määrittelemään tuotteen kidekoko ja kidekokojakauma eli se, kuinka paljon minkäkin kokoista kidettä on näytteessä. Vertailemalla näiden ominaisuuksien muutosta ennen ja jälkeen jauhatuksen voitiin tehdä johtopäätökset jauhatuksen toimimisesta.

Työ oli tarkoitus tehdä erikseen kaikille tuotteille, mutta tehtaan nykyinen tila ei sallinut toteuttamista kuin kahdelle eli tuotteille M290 ja M262.

Työ suoritettiin UV Titanin tuotantotilassa 475/51 suihkumyllyllä ja näytteet analysoitiin Venatorin käyttölaboratorion TSM-laitteistolla.

Lähteiden käyttö jäi melko vähäiseksi, johtuen kollegoiden suullisesta avusta ja muistiinpanojensa lainaamisesta, yhtiön omien tietokantojen käytöstä sekä omasta 30 vuoden työkokemuksesta kyseisessä prosessissa.

2. VENATOR P&A FINLAND

Venator on Huntsman Pigments and Additives yrityksestä muodostettu spin-off yritys, joka on listautunut New Yorkin pörssiin. Venator irtautui Huntsman P & A:sta huhtikuussa 2017. Porin tehdas (Kuva 1) on alun perin aloittanut toimintansa nimellä Vuorikemia vuonna 1961 samalla paikalla Porin Kaanaassa. Tehdas on ollut vuosien varrella Kemiran, Rockwood Holdings Inc:n ja Huntsman Corporationin omistuksessa toimien eri nimillä. Huntsman osti yrityksen 2013 Rockwoodilta ja jäi edelleen osakkaaksi nykyiseen Venatoriin.

Venatoriin kuuluvat mm. toimipaikat Duisburgissa ja Uerdingenissä Saksassa sekä Scarlinossa Italiassa sekä pääkonttori Wynyardissa Isossa-Britanniassa.



Kuva 1 Porin tehdas vuonna 2012 /2/

Yhtiön tuotteita ovat titaanidioksidituotteet, joita käytetään mm. painoväreihin, pinnoitteisiin, kosmetiikkaan, lääketeollisuuden tuotteisiin, muoveihin, katalysaattoreihin ja vedenpuhdistukseen.

Venatorin Porin tehdas tuottaa titaanidioksidia 130 kt/a. Se työllistää tällä hetkellä noin 440 henkilöä. Tämän kirjoittamisen aikana käynnissä on

21.1.2017 tapahtuneen tulipalon jälleenrakennusprojekti, jonka johdosta tehdasalueella on tällä hetkellä töissä kolminkertainen henkilömäärä eri urakoitsijoiden työntekijät mukaan lukien.

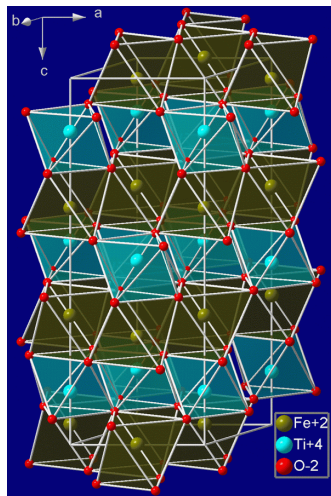
Vientiä yhtiö harjoittaa yli sataan maahan. Porin tehdas on läntisen maailman suurin sulfaattiprosessia käyttävä yksikkö. /1/

Syyskuussa 2018 Venator ilmoitti sulkevansa tehtaan vuoden 2021 loppuun mennessä. Siihen asti on tarkoituksena ajaa tehtaan loppupäässä yhtä tuotelinjaa Italian Scarlinosta tuodusta puolivalmisteesta sekä erikoistuote- eli UV-titan linjaa.

3. TEORIAA

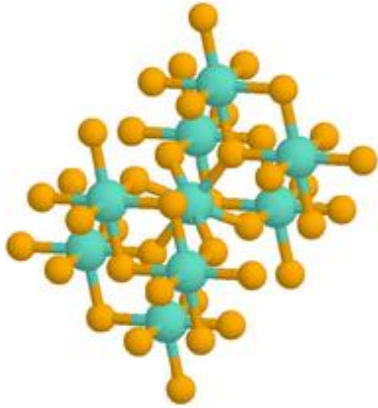
3.1 TiO₂ eli titaanidioksidi

Titaani (Ti) on maankuoren 9. yleisin alkuaine. Maankuori sisältää titaania 0,6 p-%. Titaani voi esiintyä kolmessa eri allotrooppisessa muodossa, jotka ovat rutiili, anataasi ja brokiitti. Rutiili ja anataasi eroavat toisistaan kide-muodoltaan ja kidehilaltaan, mutta ovat kemiallisesti samankaltaisia. Erojen vuoksi rutiili on mm. kovempaa. Titaanidioksidin raaka-aineena käytetään ilmeniittiä (FeTiO₃), ks.kuva 2, joka yhdessä rutiilin, ks. kuva 3, ja anataasin, ks. kuva 4, kanssa ovat tärkeimmät luonnossa esiintyvät titaaniyhdisteet pigmentin valmistuksen kannalta. Ilmeniitti on näistä kolmesta luonnossa selvästi yleisin. /3/

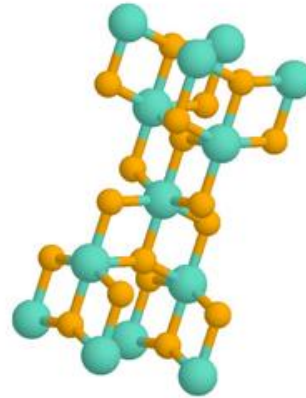


Kuva 2 Ilmeniitin kiderakenne /11/

Raaka-aineena voidaan käyttää myös slagia, joka on rikastettua ilmeniittiä. Slagin titaanipitoisuus on ilmeniittiä korkeampi, mutta se on hinnaltaan kalliimpaa.



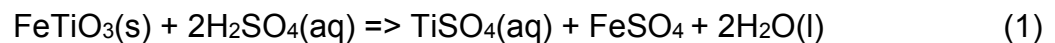
Kuva 3 Rutiilin kiderakenne /4/



Kuva 4 Anataasin kiderakenne /5/

3.2 Sulfaatti-menetelmä TiO₂ pigmentin valmistuksessa

Pigmenttiä voidaan valmistaa joko sulfaatti- tai kloridiprosessilla. Porin tehdas käyttää sulfaattiprosessia, joka perustuu ilmeniitin liuottamiseen rikkihappolla alla olevan reaktioyhtälön (1) mukaisesti. Reaktio on voimakkaasti eksoterminen. /10/



Jauhettu ilmeniitti sekoitetaan rikkihappoon reaktorissa ja tuotteena saadaan reaktiomassaa, joka sisältää titaani- ja rautasulfaattia. Reaktiomassa liuotetaan edelleen veteen prosessista saatavien jätehappojen avulla. Liuoksen rauta pelkistetään kolmiarvoisesta kaksiarvoiseksi rautasulfaatiksi (Fe₂SO₄). Pelkistymisen onnistumista seurataan liuoksen pelkistysluvun avulla. /10/

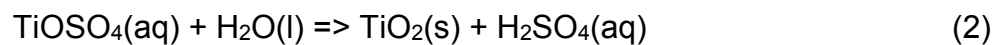
Pelkistysvaiheen jälkeen liuos selkeytetään ja suodatetaan. Näissä vaiheissa erotetaan liuoksen sisältämiä liukenemattomia ainesosia.

Seuraavassa vaiheessa ferrosulfaatti kiteytetään jäähdyttämällä suodatettu liuos. Kiteet poistetaan linkoamalla ja erotettu liuos lämmitetään ns. kirkas-

suodatusta varten, jossa siitä poistetaan kiinteät epäpuhtaudet mahdollisimman tarkasti, koska ne häiritsevät lopputuotteen kirkkautta ja valkoisuutta. /16/

Seuraava vaihe on haihdutus, jossa liuoksesta poistetaan vettä, jotta saadaan liuksen sakeus halutun suuruiseksi. Myös titaaniväkevyyttä pyritään vakiomaan tässä vaiheessa samoin keinoin. Haihdutuksen tuloksena saadaan ns. väkevää liuosta. /10/

Väkevää liuos siirretään seuraavaksi saostukseen, jossa hydrolysoitumisen avulla saostetaan liukoinen titaani kiinteäksi reaktioyhtälön (2) mukaisesti. Saostuksessa määrätään, tehdäänkö tuotteesta rutiilia vai anataasia. /10/



Saostusvaiheessa liuos muuttuu mustasta valkoiseksi.

Liuos siirtyy tämän jälkeen Moore-osastolle, jossa se pestään kaksi vaiheisesti ja valmistellaan kalsinointi-uunin syötteeksi.

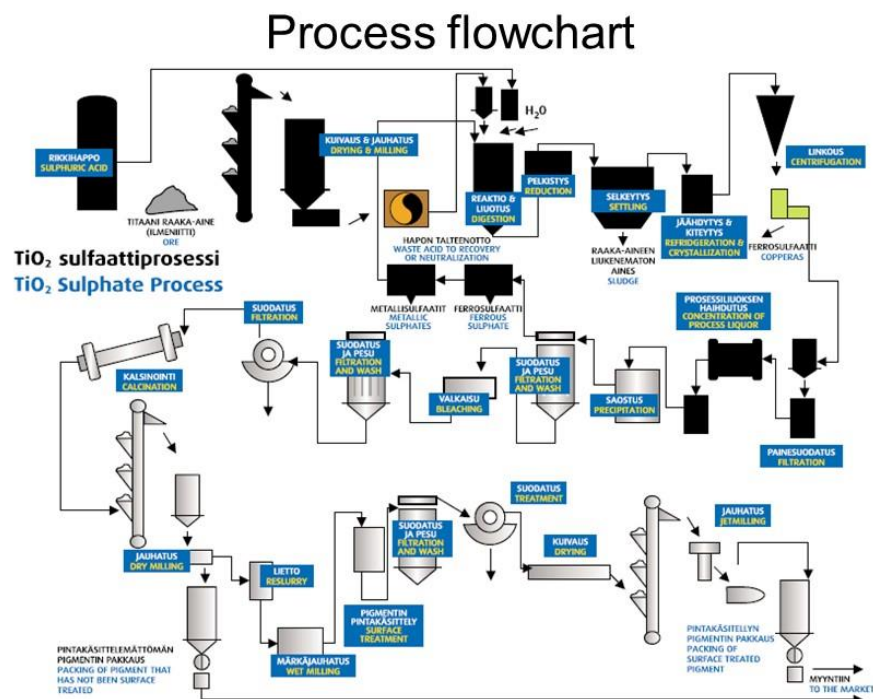
Kalsinoinnissa tuote lämmitetään noin 1000 °C:een ja siinä säädetään kunkin tuotteen R%, joka ilmaisee rutiloituneen pigmentin osuuden koko tuotteesta sekä muita ominaisuuksia, kuten kidekoko, halutun suuruisiksi. Uuninpoisto ohjataan siiloihin, joista se joko vasara- tai rengasjauhetaan ja lietetään märkäjauhatuksen syöttölietteeksi tai joissain tapauksissa pakataan lopputuotteeksi.

Jauhettu tuote pinnoitetaan erilaisilla epäorgaanisilla pinnoitekemikaaleilla haluttujen ominaisuuksien, kuten säänkesto tai kiilto, saavuttamiseksi.

Pinnoituksen jälkeen liuos siirtyy jälleen Moore-osastolle pesuun, jossa siitä pyritään pesemään pois mahdollisimman paljon liukoisia suoloja, jotka ovat muodostuneet liuokseen pinnoitusvaiheen neutraloinneissa.

Mooren jälkeen liuos pumpataan orgaanisen apuaineen lisäyksen jälkeen kuivaamoille, joissa se korkean lämpötilan avulla kuivataan. Kuivattu tuote siirretään suihkujauhatuksen syöttösiiloihin.

Suihkujauhatuksessa pyritään hienontamaan kuivauksessa syntyneet pigmenttikokkareet mahdollisimman hienoiksi paineistetun höyryn tai kuuman paineilman avulla lautas- eli suihkumyllyssä. Suihkumyllyjen poisto ohjataan pakkaussiiloihin, joista valmis tuote pakataan ja siirretään varastoon.



Kuva 5 Sulfaattiprosessi /21/

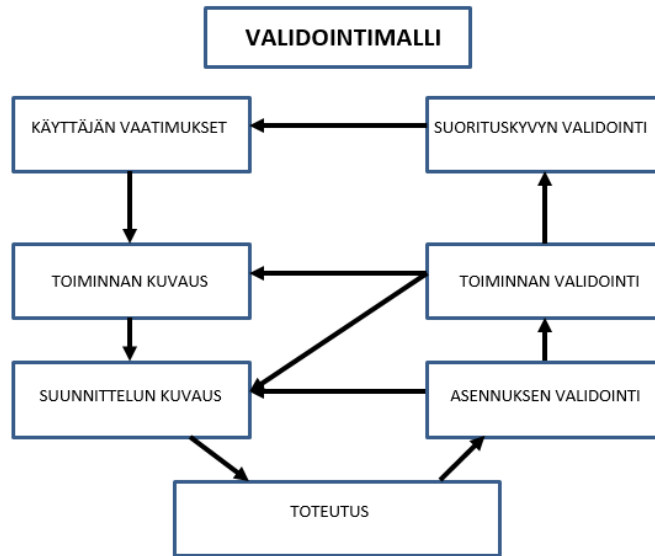
3.3 Validointi

Validointi on dokumentoitu prosessi, jolla osoitetaan, että tietty prosessi, menetelmä tai järjestelmä toistuvasti tuottaa etukäteen määriteltyjen hyväksymisrajojen mukaisia tuloksia. /6/

Validoinnin yleissuunnitelma, VMP (Validation Master Plan), on validoinnin kattodokumentti. Validoinnin yleissuunnitelma on dokumentti, jossa kuvataan validoinnin suunnittelu kokonaisuudessaan aikatauluineen. Validoinnin yleissuunnitelmassa kuvataan validoinnin perusteet, riskitarkasteluun perustuva validointiprosessin vaiheet/tuotteet ja niiden kriittisyys, itse validoinnin toteutus sekä hyväksymiskriteerit. VMP voi validointisuunnitelman lisäksi sisältää myös kvalifointisuunnitelman, johon kuuluu tuotantotilojen ja -laitteiden kyseessä olevaan tarkoitukseen sopimisen ja toimivuuden todentaminen eli kvalifointi. Kaikki VMP:iin kuuluvat vaiheet dokumentoidaan. /6, 12/

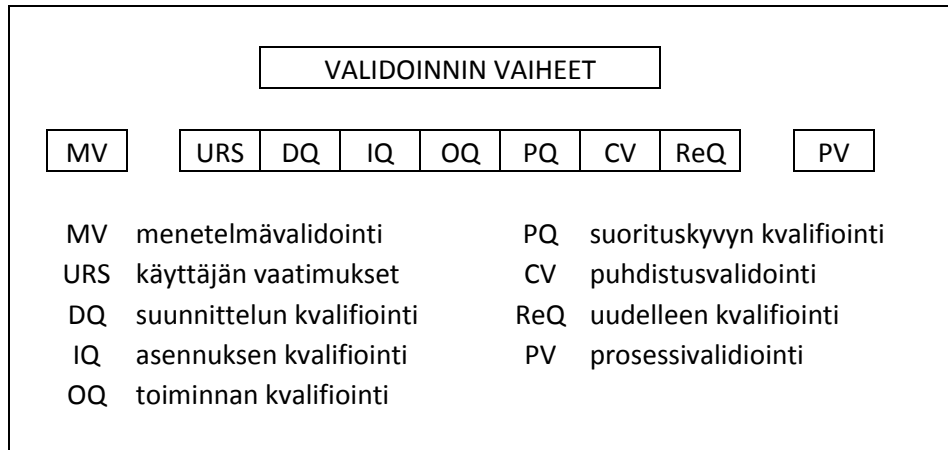
GMP-vaatimukset ja mm. FDA:n mukanaan tuoma lainsäädäntö asettavat vaatimuksia validoinnille ja sen kohdevalinnalle. Prosessin validointikohteet valitaan riskitarkastelun eli HACCP-tarkastelun perusteella. Validointitarkastelu tehdään niille prosessivaiheille, jotka todetaan riskitarkastelun perusteella vaikuttavan lopputuotteen kriittiseksi määritettyihin ominaisuuksiin. FDA:n mukaan viimeiset prosessivaiheet tulee validoida. Prosessin kriittisyys kasvaa lähestyttäessä lopputuotetta. UV Titan prosessin suihkujauhaus on viimeinen prosessivaihe ennen pakkausta. /6, 12, 14/

Prosessivalidoinnin toteutus määräytyy tapauskohtaisesti ja perustuu kohteesta tehtyyn prosessin riskitarkasteluun. Säännökset jättävät suoritustavoista ja niiden soveltamisesta tiettyyn prosessiin aika paljon tulkinnanvaraa. Tietyt standardit ja ohjeistot kuitenkin vaativat määrättyjen ehtojen ja sääntöjen noudattamista. Kaikki FDA:n ja ICHQ7:n mukanaan tuomat lääkeaineiden valmistusta koskevat säädökset ja määräykset tähtäävät siihen, että prosessi tuottaisi jatkuvasti vaatimukset täyttävää tuotetta. FDA:n eli Food and Drug Administrationin mukaan tämä taataan vain prosessin validoinnilla. Myös GMP:n mukanaan tuomat vaatimukset on huomioitava. /13, 15/



Kuva 6 V-Validointikaavio

Kvalifiointi ja validointi ovat laadunvarmistukseen liittyviä termejä. Validointi on jonkin asian oikeanlaisen toiminnan ja tuotteen toistettavuuden todentamista. Kvalifiointissa puolestaan seurataan jonkun metodin tai laitteiston yleistä sopivuutta ja toimivuutta aiottuun tarkoitukseensa. Kvalifiointin voidaan katsoa koskevan aina laitteistoa tai materiaalia ja validointi koskee aina järjestelmiä tai prosesseja. /13, 15/



Kuva 7 Validoinnin vaiheet

4. UV TITAN

UV Titan on mikrokiteistä titaanidioksidia, jonka kidekoko vaihtelee välillä 12-65 nm eli se on noin 1/10 normaalin teollisuuspigmentin kidekoosta. Silti sen valmistusprosessi erottuu vain muutamien prosessivaiheiden osalta normaalin teollisuuspigmentin valmistuksesta.

Mikrokiteistä titaanidioksidia käytetään mm. kosmetiikka-, elintarvike- ja lääketeollisuudessa, jolloin sen tuotantoa säätelevät lukuisat erilaiset säännökset, esimerkiksi FDA ja API, ja joiden vaatimuksia täytyy noudattaa tuotettaessa tuotteita, joita käytetään edellä mainituilla teollisuuden aloilla. Lisäksi UV-tuotantotilat on määritelty GMP tiloiksi (Good Manufacturing Practise), joka edellyttää mm. että kaikki toiminta on dokumentoitu ja jäljitettävissä ja tehty ilman että tuotetta on mitenkään altistettu kontaminaation vaaraan. /1, 8, 13/

5. UV TITAN PROSESSI

5.1 UV-tuotannon prosessikuvaus

UV-Titan tuotannossa valmistetaan mikrokiteistä titaanidioksidia (TiO_2). Mikrokiteisen TiO_2 :n valmistusvaiheet ovat seuraavat:

- HCl-keitto ja neutralointi
- Suodatus, pesu ja lietto
- Kalsinointi / kuivaus
- Kuivajauhatus
- Dispergointi
- Hiekkajauhatus
- Käsittely
- Suodatus ja pesu
- Kuivaus
- Suihkujauhatus
- Pakkaus

5.2 Välituotteen valmistus

UV Titan valmistetaan kahdessa vaiheessa eli ensin valmistetaan pohjatuote, jota nimitetään välituotteeksi eli intermediaatiksi. Tämä tapahtuu päätehtaan tiloissa. Valmis välituote siirretään joko suoraan tai varaston kautta UV-tuotannon tiloihin loppuprosessia varten.

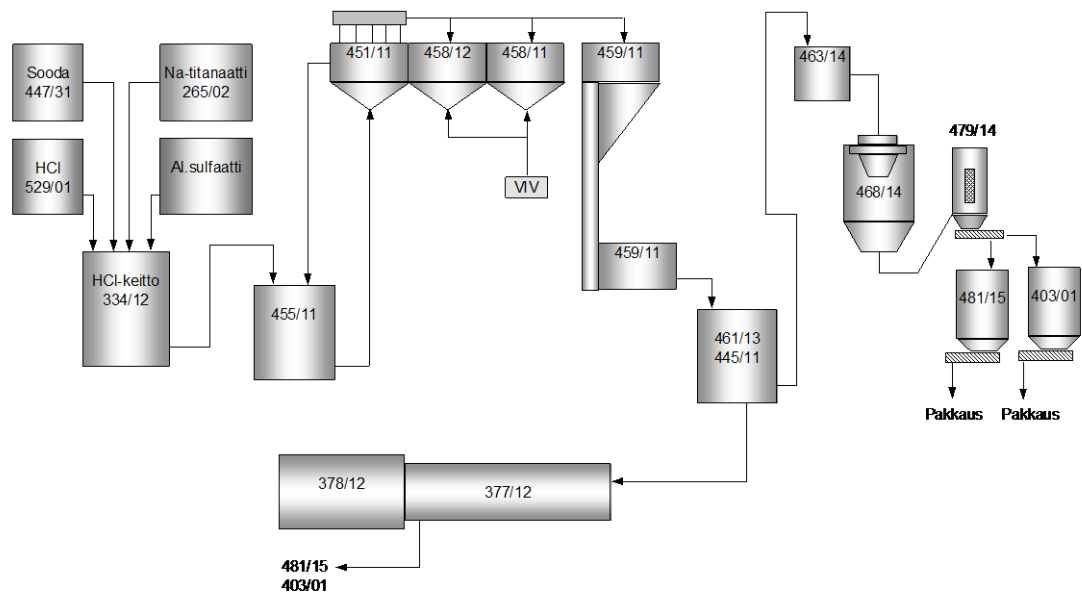
Tuotteen valmistus aloitetaan natriumtitaanaattia (NaTi) panoksittain keittämällä. NaTi :a keitetään $90\text{ }^\circ\text{C}$ ja siihen lisätään suolahappoa (HCl) säiliössä 334/13. Tietyissä tuotteissa liukseen lisätään tässä vaiheessa myös pinnoitekemikaaleja, kuten alumiinisulfaattia (Al_2SO_4) ja vesilasia (SiO_2). Keiton jälkeen tuote neutraloidaan lipeällä (NaOH). Valmiista panoksesta määritetään kidekoko (kk) ja rutiiliprosentin (R%) eli rutiloitueen titaanin määrä koko liuosmäärästä.

Rutiloitumista ja kidekoon kasvamista tapahtuu myös myöhemmässä kalsinointivaiheessa. Neutralointi-pH:n arvoa muuttamalla pystytään vaikuttamaan seuraavassa vaiheessa tapahtuvaan tuotteen pesemisen onnistumiseen, koska neutralointikemikaalin käyttömäärä vaikuttaa liuoksen sisältämään suolojen (Na, Cl) määrään.

Valmiin panoksen analysoinnin jälkeen tuote pumpataan pesuosastolle 455/11 säiliöön. Altaasta tuote suodatetaan alipaineen avulla lehtikehikolle, johon muodostuu tuotteesta kakut. Suodatuksen jälkeen kehikko siirretään pesualtaaseen 458/11, jossa kakkua pestään suolattomalla vedellä syrjäytyspesussa, jonka aikana vesiliukoiset suolat pestään pois kakusta. Pesun edistymistä seurataan mittaamalla suodoksen johtokykyä ($\mu\text{S}/\text{cm}$). Valmis pesupanos lietetään ja pumpataan kalsinointiuunin syöttösäiliöön.

Kertyneet pesupanokset pumpataan varastosäiliöihin 445/11 ja 461/11, joista pesty liete pumpataan letkupumpulla tuotteesta riippuen joko kalsinointiuuniin 377/12 (200- ja 500-sarjan tuotteet) tai suihkukuivaamoon (100-sarjan tuotteet). Koska kyseessä on kuivaava vaihe, on tarkoituksena pitää lietteen sakeus mahdollisimman suurena, jotta kuivaus olisi nopeampaa ja energiankulutukseltaan mahdollisimman edullista. Sakeuden säätämisessä pitää ottaa huomioon prosessivaiheessa käytettävien laitteiden toimintavaatimukset. Kalsinointivaiheessa lämpötilaa säätämällä voidaan vaikuttaa tuotteen kidekookoon. Lämmön laskeminen pienentää kidekokoja ja nostaminen kasvattaa sitä. Lämmön nosto suurentaa myös R%:a, mutta nykyisin pyritään saamaan haluttu R% aikaan jo keittovaiheessa. Kalsinointiuunin tyypillinen lämpötila on noin 600 °C ja tyypillinen kidekoko kalsinoinnin jälkeen on luokkaa 20 - 35 nm.

100-sarjan tuotteet ajetaan suihkukuivaamon (468/14) kautta. Suihku-kuivauksessa ei pystytä enää vaikuttamaan kidekookoon eikä R%:in vaan 100-sarjan tuotteilla ne muodostuvat jo HCl-keitossa.



Kuva 8 UV-Tuotannon väliuotelinja /1/

5.3 Lopputuotelinja

UV-tuotannon lopputuotelinjan kaikki prosessivaiheet, joissa tuote on jauho-maisessa muodossa, ovat alipaineistettuja eli tarkoituksena on pitää pölyä-minen mahdollisimman vähäisenä. Alipaine saavutetaan jokaisessa tällai- sessa prosessivaiheessa olevan pölykaapin puhaltimen ja tiiviiden laitteiden ja silojen avulla.

Kalsinoinnin tai suihkukuivauksen jälkeen tuote pakataan 1000 kg:n suursä- keihin, joissa se joko varastoidaan tai siirretään trukilla UV-tuotannon tiloihin jatkokäsittelyä varten. Säkit syötetään vasaramyllyn 415/51 siloon yksitellen ja ne jauhetaan ja lietetään 410/51-säiliöön käyttäen monoisopropanolamii- nia (MIPA) dispergointiaineena. Lietetty tuote pumpataan varastosäiliöön 422/51 ja sen sakeus ja pH täsmätään halutuiksi. Säiliöön kerätään noin 5 tn:n panos, joka ajetaan hiekkamyllyn (429/51 tai 429/52) läpi niin monta ker- taa, että saavutetaan haluttu jauhatustaso tuotteesta riippuen. Jauhatuste- hoon voidaan vaikuttaa syöttömäärää säätelämällä sekä jauhinkappaleina toimivan jauhatushiekan määrää lisäämällä. Jauhautuvuutta seurataan TSM-laitteistolla määritettävän $U/V \cdot 100$ -arvon avulla.

Märkäjauhettu liete ohjataan pinnoitesäiliöön 445/51, jossa panokseen lisätään halutut pinnoitekemikaalit, joilla titaanikiteen päälle muodostetaan haluttu pinnoitus, kuten alumiini (Al_2O_3), pii (SiO_2), fosfori (P) tai zirkonium (Zr). Kemikaalit lisätään tuotereseptin määräämässä järjestyksessä. Valmis panos pumpataan pesuun.

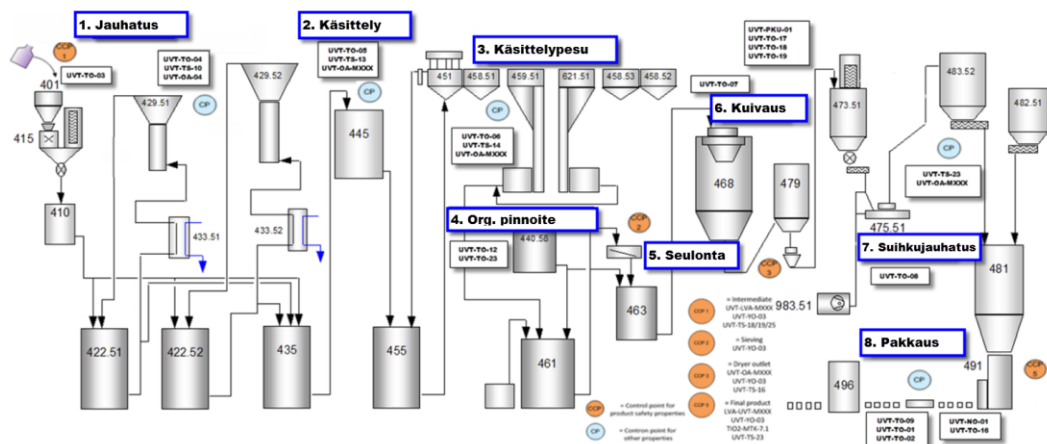
Käsittelypesu tapahtuu Moorella, jossa tuote kulkee samojen prosessivaiheiden läpi kuin välituotteellakin: suodatus (451/51), pesu (458/51) ja pudotus (459/51). Pudotuksen jälkeen liete pumpataan täryseulan kautta suihku-kuivaamon (468/51) syöttösäiliöön. Syöttöön lisätään orgaaninen apuaine, kuten silaani, silikoni, glyseroli, TMP, Shinetzu-silikoni tai itse valmistettu steariinihappoemulsio tuotteesta riippuen. Lietteestä haihdutetaan vettä maakaasua polttoaineenaan käyttävän suihku-kuivaamon (468/51) avulla. Kuivaamoon tulevan kuuman ilman lämpötila on noin 600 °C ja poistuvan ilman 100 - 105 °C. Näillä arvoilla pyritään alle 2 %:n kosteuteen kuivatussa tuotteessa. Kuivattu tuote kuljetetaan suihkujauhatukseen pneumaattisella kuljettimella.

Suihkujauhatusvaiheessa pyritään erottamaan pigmenttikokkareet yksittäisiksi kiteiksi kuumalla paineilmalla tapahtuvan jauhatuksen avulla. Syöttimien avulla tuote siirretään siilosta (473/51) alipaineessa olevaan pyöreään lautasmyllyyn (475/51), jossa jauhautuminen tapahtuu jauhinkehän, paineilman ja toisten pigmenttikokkareiden avulla. Jauhautumista seurataan suihkumyllyn poistosta otettavasta näytteestä TSM-laitteistolla mitattavalla UV*100-arvolla.

Suihkujauhatuksen jälkeen tuote ohjataan pakkaussiiloon (481/51), josta se pakataan pakkauskoneella (491/51) 10 kg:n säkkeihin. Säkit suljetaan ultraäänihitsauksella. Jokaisen säkin paino tarkistetaan vaa'alla ja ali- tai ylipainoiset säkit hylätään. Samoin tarkistetaan säkkien sulkeutuminen hitsauksen jälkeen. Säkit pinotaan lavaajan avulla lavoihin, joihin tulee 6 kerrosta, joissa jokaisessa on 5 sakkia eli 300 kg / lava. 4 lavaa eli 1200 kg muodostavat yhden pakkauserän.

5.4 Suoraprosessi

Suoraprosessilla valmistettavat tuotteet eroavat edellä mainituista siten, että niiden käsittelypinnoitteet lisätään jo HCI-keiton aikana. Tuote siirretään lopputuotelinjassa suoraan suihkujauhausvaiheeseen, jonka jälkeen se pakataan normaalisti. Jotkut tuotteet ovat valmiita lopputuotteita jo 468/14 suihkukuivauksen jälkeen.



Kuva 9 UV-Tuotannon lopputuotelinja 1/1

5.5 Tuotteiden valmistuksen erot

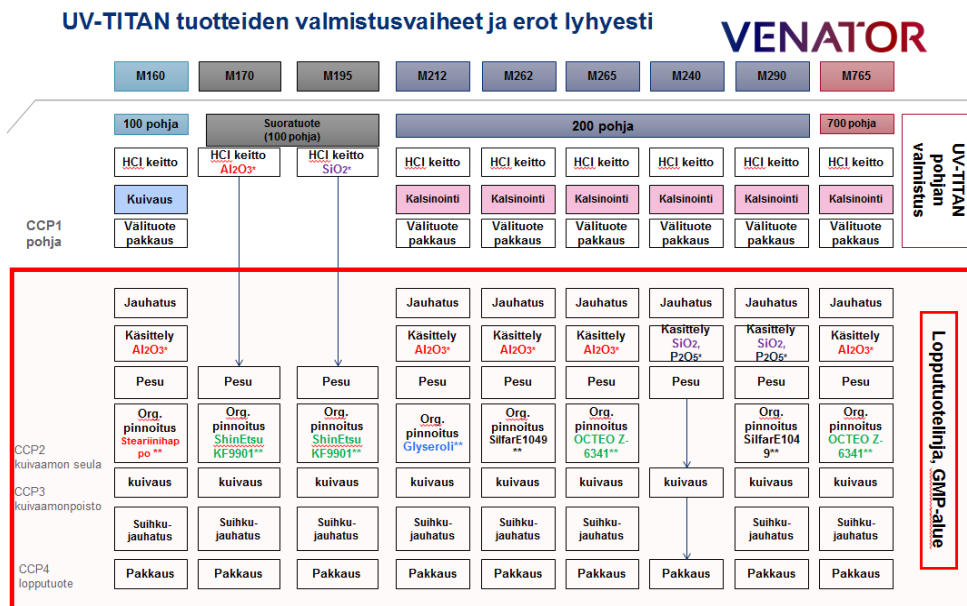
UV-tuotteet voidaan jakaa eri tuoteryhmiin pohjatuotteen kidekoon, käyttötarkoituksensa tai valmistustapansa perusteella. Myös jakoa hydrofiilisiin eli veteen liukeneviin ja hydrofobisiin eli veteen liukenemattomiin voidaan käyttää.

Kidekokoon puolesta puhutaan 100-, 200-, 500- tai 700-sarjasta.

Käyttötarkoitus taas ilmenee tuotenimen ensimmäisestä kirjaimesta: M (kosmetiikka, elintarvikepakkaukset) tai L (lakat ja maalit). Ennen oli tuotannossa myös P-alkuiset tuotteet, joita käytettiin muoviteollisuudessa.

Lisäksi tuotteet voidaan erotella eri valmistusmenetelmiensä perusteella eli jos tuotteeseen lisätään epäorgaaninen pinnoite jo HCl-keiton aikana, puhutaan suoraprosessituotteesta.

Alla olevasta taulukosta ilmenee eri UV-tuotteiden väliset valmistuserot niin prosessivaiheiden kuin käytettyjen kemikaalien suhteen.

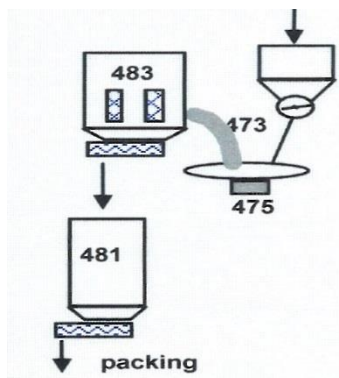


Kuva 10 UV-Titan tuotteiden valmistuserot /5/

6. UV TITAN SUIHKUJAUHATUS

6.1 Suihkujauhatuksen tarkoitus

UV- titan tuotantolinjan suihkujauhatuksen tarkoituksena on hienontaa kiuvauksessa muodostuneet pigmenttikokkareet eli agglomeraatit ja aggregaatit suihkumyllyssä tapahtuvan jauhatuksen avulla mahdollisimman pieneen hiukkaskokoon, yksittäisiksi kiteiksi. Jauhautumisen vaikutusta kuvaa $U/V \cdot 100$ -arvo. $U/V \cdot 100$ -arvo saadaan spektrofotometrin mittaaman näkyvän ja UV-valon spektrien suhteesta. $U/V \cdot 100$ -arvo analysoidaan TSM-laitteistolla KLL-09-3 määrittymenelmällä KP-MM-015.



Kuva 11 UV-suihkujauhatus

Yllä olevassa yksinkertaistetussa kuvassa 473 syöttösiilo, 475 suihkumylly, 483 pölykaappi ja 481 pakkaussiilo.

6.2 UV Titan-suihkujauhatuksen toteutus

Jauhatusta aloitettaessa ensin käynnistetään paineilmakompressori, jonka annetaan lämmitä ja kasvattaa paine halutun suuruisiksi. Sekä painetta että lämpöä pystytään säätämään halutun laisiksi myös jauhatuksen aikana. Alkulämmityksen jälkeen suihkumyllyllä olevilla venttiileillä säädetään myllyyn

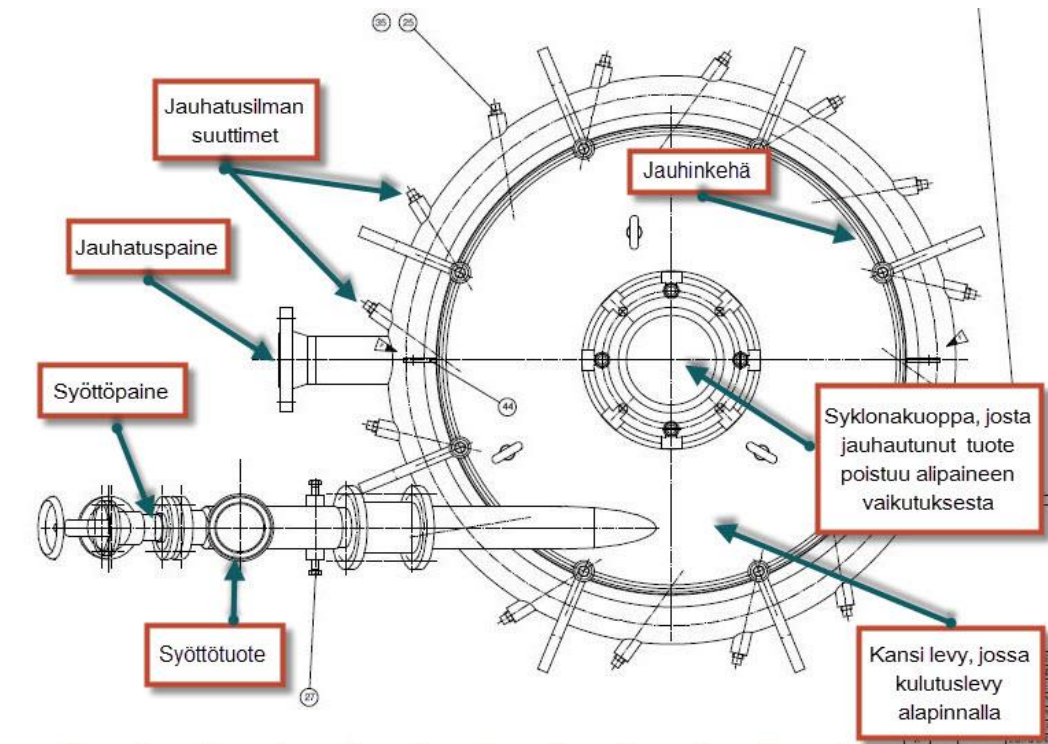
alipaine eli imu. Tämä tapahtuu säätämällä sekä kompressorilta tulevan ilman että itse myllyn syöttö- ja jauhatusilman määrää. Kun halutut lämpötilat ja paineet on saavutettu, aloitetaan jauhattavan tuotteen syöttö myllyyn.

Itse varsinainen UV-suihkujauhatus tapahtuu lautasmyllyssä 475.51, johon johdetaan kuumaa (n. 120 °C) kompressorilla (983.51) paineistettua (6- 7 bar) ilmaa. Tuote ohjataan syöttösiilossa 473.51 olevan syöttimen avulla myllyyn, jolloin sinne tulevan syöttö- ja jauhatusilman vaikutuksesta sekä pigmenttikiteiden keskinäisen törmäilyn seurauksena tapahtuu agglomeraattien hajoaminen yksittäisiksi kiteiksi. Jauhatusilma syötetään myllyyn tangentiaalisesti suuttimien kautta, jolloin se saa aikaan pyörivän ilmanvirtauksen. Jauhatuksen tehoa voidaan säädellä syöttö- ja jauhatuspaineiden sekä syötön määrän muuttamisella. Liian tehokas jauhaminen saattaa rikkoa pigmentin pinnoitetta, jonka seurauksena voi olla pigmentin ominaisuuksien huonontuminen.

Sisältä mylly voidaan jakaa kahteen vyöhykkeeseen. Keskipakovoiman vaikutuksesta uloimmassa vyöhykkeessä (jauhatuskammion seinämä) tapahtuu suurempien pigmenttihiukkasten jauhautuminen. Sisemmässä vyöhykkeessä jauhautunut pigmentti erotetaan ylisuurista hiukkasista ja tuote poistuu myllystä yläkautta alipaineessa olevaa poistoputkea pitkin suihkumyllyn jälkeiseen pölykaappiin (483.52), josta se johdetaan syöttimellä ja kuljettimella pakkaussiiloon (481.51). Pakkaussiilo pidetään alipaineessa jauhatuksen ajan puhaltimien avulla. /16,17/



Kuva 12 Suihkumylly 475.51 syöttimineen



Kuva 13 Suihkumylly syöttiminen /16/

Suihkumyllyn yläpuolisesta kuvasta näkyy miten syöttö ja syöttöilma tulevat myllyyn tangentiaalisesti, kun taas jauhatuseräsuuttimet, joita voi myllyssä olla 8 - 16, ovat 50 – 65:n asteen kulmassa kehään nähden. Osa suuttimista voi olla tarpeen mukaan tulpattu. Jauhatuskehällä paineilman nopeus voi olla jopa yli 200 m/s ja tämä on se alue myllystä, jossa suurin osa jauhautumisesta tapahtuu.

7. VALIDOINTI

7.1 Validoinnin tavoitteet

Opinnäytetyön tarkoituksena oli todentaa suihkujauhatusvaiheessa tapahtuva jauhautuminen ja pystyä toteamaan, että tuotteille asetetut $U/V*100$ arvot ovat toteutuneet tuotekohtaisesti tuotantoajojen aikana. /6, 12/

Ennen varsinaista validointia kerättiin aiempien ajojen ajoarvojen ja saatujen $U/V*100$ tulosten historiasta dataa, jonka perusteella arvioitiin tarvetta muuttaa nykyisiä tavoitearvoja ja ohjearvoja eri tuotteille. M290 ja M262 syöttö- ja jauhatuspaineet sekä $U/V*100$ tulokset, joiden perusteella mahdolliset muutokset tehtiin, ovat työn lopussa liitteenä, ks. liitteet 1 - 5. $U/V*100$ -arvoja käytettiin validoinnissa hyväksymiskriteereinä ja syöttö- ja jauhatuspaineet kirjattiin ISO9000-järjestelmän dokumenttiin (UVT-OA-11). /19/

Kerätyn datan avulla Minitab-ohjelmalla laskettiin arvot halutuille $U/V*100$ -arvoille. Samoin kerättyjen ajopaineiden datasta monen tuotteen kohdalta huomattiin, etteivät käytännössä käytetyt ajopaineet vastanneet ohjeistusta, vaikka $U/V*100$ -tavoitearvot toteutuivatkin. Aiemmin ei myöskään kaikilla tuotteella ollut lainkaan suihkujauhatuksen $U/V*100$ -tavoitearvoja, joten ne lisättiin järjestelmään tässä yhteydessä, koska ne kuitenkin analysoitiin lopputuotteesta, vaikka eivät kuuluneetkaan laatuvaatimuksiin.

Eri tuotteilla on eri maksimipaineet, millä laitteisto saadaan toimimaan eli pysymään alipaineessa. Toiset tuotteet taas vaativat mahdollisimman kevyen jauhatuksen, jottei $U/V*100$ -arvo nousisi liian korkeaksi. Liian kova jauhatus kuluttaa epäorgaanista pinnoitetta ja huonontaa kiilto-ominaisuuksia.

Toimenpiteet oli tarkoitus tehdä kaikille tuotteille, mutta tehtaan nykyinen tila ei anna mahdollisuutta sellaiselle, joten tässä yhteydessä on pakko tyytyä vain tuotteisiin M290 ja M262.

7.2 Validoinnin toteutus

Ennen validoinnin aloittamista laadittiin validointisuunnitelma, ks. liite 6, johon sisältyi menetelmät ja toimenpiteet, joilla validointi toteutettiin. Niihin kuului mm. miten asiaa tutkitaan, mitä mitataan, näyteaikataulu ja -ohjeistus ja se millä perusteella validointi hyväksytään. /13/

Päädyttiin tarkastelemaan $U/V*100$ arvojen muutosta ennen ja jälkeen suihkujauhatuksen tuotteittain. Näytteisiin täytyi tulla selvä ero prosessivaiheiden välillä ja lisäksi suihkujauhatuksen poiston täytyi mahtua laatu järjestelmän antamiin rajoihin. Näytteet otettiin suihkukuivaamon (468/52) ja suihkujauhatuksen (475/51) poistoista. Suihkukuivauksen poisto on käytännössä myös suihkumyllyn syöttötuotetta, vaikka tuleekin suihkumyllylle siilon kautta. /13/

Suihkujauhatus ajetaan siiloon 473/51 kertyneenä eränä. Siiloon tulee koko ajan suihkukuivaamon poistona lisää tuotetta, joten tarkkaa eräkoko oli vaikea määrittää. Koska suihkukuivaamon ajovauhti on yleensä aina suihkumyllyä pienempi, 473/51 siilo ajetaan aina tyhjäksi. Poikkeuksena M290 tuote, jonka ajovauhdit ovat yhtä suuria molemmissa prosessivaiheissa.

Käsiteltiin yhdellä kerralla jauhattua tuotemäärää eli suihkumyllyn yhtäjaksoisesti jauhamaa määrää tässä yhteydessä eränä. Erän koko vaihteli välillä 1000 - 2000kg. Jokaisesta erästä otettiin molemmista kohteista samanaikaisesti kolme näytettä: alusta, keskeltä ja lopusta. Poikkeuksena oli M290 tuote, jota voidaan tilanteesta riippuen ajaa suihkumyllyllä jopa 2 viikkoa yhtäjaksoisesti. M290 tuotteen kohdalla otettiin kolme näytettä n. 6 - 8h välein ja käsiteltiin tätä 12 - 16 h aikana jauhattua määrää jauhatuseränä.

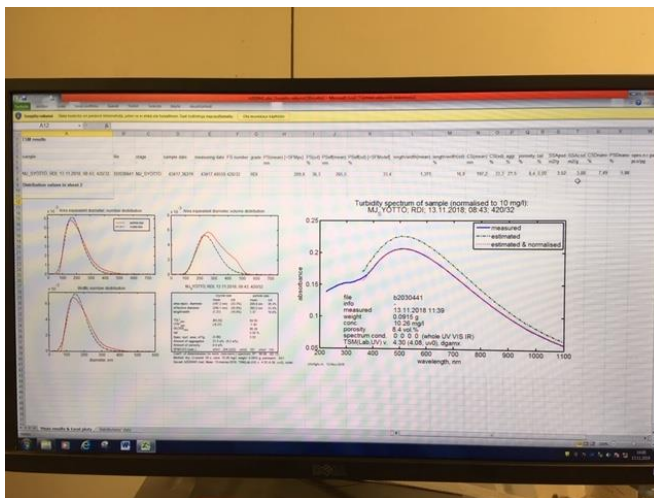
Näytteet otettiin molempien prosessivaiheiden poistosta ja niistä määritettiin $U/V*100$ arvot. Ajoarvot pyrittiin pitämään mahdollisimman tasaisina ja normaaleina ajon aikana. Saatujen $U/V*100$ arvojen kehittymisen avulla määritellään suihkujauhatuksen toimivuutta. /13/

Validointi oli tarkoitus tehdä jokaiselle UVT- tuotteelle erikseen. Tarkoituksena oli validoida yksi tuote vuodessa, poikkeuksena ajosuunnitelman salilima M290 ja M262 tuotteiden validointi peräkkäin.

7.3 Validointiin liittyvät mittaukset

7.3.1 TSM-menetelmä ja -laitteisto

TSM-menetelmä (Turbidity Spectrum Method eli sameusspektrimenetelmä) on yhtiössä kehitetty mittausmenetelmä, jonka avulla pystytään mittaamaan tuotteen jauhautumista niin liete- kuin kuivanäytteistäkin. Menetelmä laskee näytteen sameusspektristä hiukkaskokojakauman ja kidekokojakauman T-matriisimenetelmän avulla. /7, 8/



Kuva 14 Sameusspektri

TSM-laitteistoon kuuluu itse kehitetty näytteen annostus- ja sekoitusyksikkö, UV/Vis-spektrofotometri ja analyysivaaka. Lisäksi tarvitaan vielä laimentimenä toimivan vesi-MIPA-seoksen varastosäiliö.

Laitteistoa ohjataan tietokoneella, johon on itse kehitetty LabView-pohjainen ohjelma näytteen analysoinnin ohjaamista varten. Itse tulosten laskeminen tapahtuu MatLab-ohjelman avulla. /9/

7.3.2 TSM-laitteiston käyttö

Laitteeseen luodaan aluksi LabView-ohjelmalla tehtävätiedosto, joka aktivoidaan näyte-editorilla. Tämän jälkeen käynnistetään mittausohjelma, joka opastaa ja ohjaa vaihe vaiheelta näytteen preparoinnin ja itse analysoinnin. Näytettä, jonka tuotenimi ja prosessilaitteiden Fs-numeroineen on tehtävätiedostossa määritelty, punnitaan tarkasti 100 ml:n dekantterilasiin noin 0,1 g ja siihen lisätään tuotteesta riippuen dispergointiaineksi livettä (NaOH), MIPA:a, näiden sekoitusta tai etanolia. Tämän jälkeen laitteisto lisää näytteeseen 90 ml MIPA:a sisältävää laimennusvettä. Näytettä sekoitetaan 120 s ultraäänisauvalla, jonka jälkeen näytettä otetaan 1 ml varsinaiseen mittausastiaan, johon lisätään vielä 90 ml MIPA-vesiseosta eli itse mittaus tapahtuu liuoksesta, jonka TiO_2 -konsentraatio on luokkaa 0,01 g/l. /20/

Seuraavaksi sekoitettu ja laimennettu näyte siirretään letkupumpulla UV/Vis-spektrofotometriin, jossa mittaus tapahtuu läpivirtauskyvetissä.

Laitte mittaa SFM-spektrin 190 - 1100 nm aallonpituudella nanometrillä. Saadusta spektristä laitteen ohjelma laskee $U/V \cdot 100$ -arvon sekä muita ominaisuuksia kuten hiukkaskokojakauman. /7, 8, 20/



Kuva 15 TSM-laitteisto

8. VALIDOINNIN TOTEUTUS

Validoinnin näytteenoton käytännön toteutus tehtiin UV-tuotannossa. Näytteenotosta huolehtivat prosessinhoitajat erillisen näytteenotto-ohjeen mukaisesti. Näyte toimitettiin käyttölaboratorioon, jossa käyttölaboratorion laborantit suorittivat varsinaisen analysoinnin TSM-laitteistolla.

Koska TSM-laitteistolla annostellut näytemäärät ovat hyvin pieniä, tässä tapauksessa 0,1 g, ajettiin jokaisesta näytteestä 3 rinnakkaisnäytettä. Koska kyseessä on molemmissa tutkituissa tapauksissa vaikeasti liukeneva tuote (eli hydrofobinen), saattaa osa näytettä jäädä liukenematta ja täten aiheuttaa väärän tuloksen. Samoin voi sekoituksessa näyteastian syntyneet ilmakuplat aiheuttaa ongelmia saavuttuaan läpivirtauskyvettiin mittaukseen. Näytteet analysoitiin KP-MM-541 /18/ mukaan ja siinä mainitussa näytteen preparoinnissa on pyritty varmistamaan näytteen täydellinen liettyminen riittävän pitkällä sekoitusajalla.

Näytemäärä on pidettävä riittävän pienenä, koska UV-näytteitä mitattaessa spektriin syntyy häiriöitä, jos absorbanssi kasvaa liian isoksi. /7/

Jokaisesta eräajosta tehtiin prosessille näytteenotto-ohje, jossa määritettiin missä vaiheessa näytteet otettiin ja miten ne merkittiin.

Jokaisesta näytteestä ajettiin siis kolme rinnakkaisnäytettä ja tuloksena käytettiin näiden keskiarvoa. Syöttö- ja jauhatuspaine arvot saatiin RALAS-tietojärjestelmästä. Kaikki arvot merkittiin taulukoihin, jotka löytyvät liitteinä työn lopusta.

Tarkoituksena oli pitää jauhatusolot mahdollisimman stabiileina koko ajan. Tähän pyritään tietysti myös normaalisti, mutta erilaiset muuttujat, kuten suihkumyllyn vähitellen tapahtuva tukkeutuminen varsinkin tietyillä tuot-

teilla, vaatii prosessinhoitajien säätötoimenpiteitä. Tällöin joudutaan säätelämään suihkumylyn syöttömäärää tai paineita ja kummallakin toimenpiteellä on vaikutusta myös jauhatustulokseen.

Tässä koeajossa tapahtuneet muutokset jäivät vähäisiksi ja ne on mainittu eräajokohtaisissa tiedoissa.

8.1 M290 koeajo ja tulokset

Ensimmäisen validoinnin kohteena oli UVT-linjassa kyseisellä hetkellä 13.3.2017 ajossa ollut tuote M290. Molempien näytteiden sekä 468/52:n että 475/51:n U/V*100 arvo määritettiin TSM-laitteistolla KLL-09-3 ISO9000:n KP-MM-541 /18/ ohjeen mukaisesti.

Koska kyseessä oli M290 tuote, oletettiin suihkujauhatuksen kestävän yhtäjaksoisesti useita päiviä tuotteen ajovauhdista johtuen. Suihkujauhatuksen pitkän keston mahdollistaa edeltävien prosessivaiheiden yksinkertaisuus ja kapasiteetti, jotka mahdollistavat sen, että tuotetta pystytään ajamaan suihkujauhatuksen kapasiteettia vastaava määrä myös aiemmissä prosessivaiheissa päinvastoin kuin muilla tuotteilla.

Koska myös suihkukuivaamon poiston määrä pysyi melko vakiona koko ajon, pystyttiin suihkumylyn syöttö määrittelemään melko tarkasti siilojen 473/51 ja 481/51 vaakojen avulla.

Ajotilanteen muutosten takia näytteenottopäiviksi jouduttiin vaihtamaan 14.3., 15.3. ja 16.3.2017.

8.1.1 M290 1. erä

Taulukko 1 M290 / 1. erän 1. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
14.3.17 09.03	468/52	635	648	475/51	944	949	301
	468/52	645		475/51	953		
	468/52	663		475/51	950		

M290 1. erän 1. näyte otettiin 14.3.17 klo 09.03.

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,67 bar ja jauhatuspaine 2,20 bar.

Taulukko 2 M290 / 1. erän 2. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
14.3.17 15.30	468/52	621	634	475/51	938	957	323
	468/52	635		475/51	964		
	468/52	646		475/51	969		

M290 1. erän 2. näyte otettiin 14.3 2017 klo 15.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,65 bar ja jauhatuspaine 2,15 bar.

Taulukko 3 M290 1. erän 3. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
14.3.17 21.00	468/52	670	676	475/51	958	971	295
	468/52	678		475/51	977		
	468/52	681		475/51	979		

M290 1. erän 3. näyte otettiin 14.3 2017 klo 21.00

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,61 bar ja jauhatuspaine 2,10 bar.

Suihkujauhatuksen syöttö oli koko näytteiden oton välisen ajan n. 85 kg/h eli 2000 kg/d. Samoin syöttö- ja jauhatuspaine pysyivät riittävän tasaisina. Syöttöpaine vaihteli välillä 5,61 – 5,67 bar ja jauhatuspaine välillä 2,10 – 2.20 bar.

U/V*100 arvojen ero syötön ja poiston välillä vaihteli välillä 293 - 323 eli oli selkeä osoittaen suihkumyllyssä tapahtuvan jauhautumisen. Poiston U/V*100 arvojen keskiarvojen keskiarvo oli 959, mikä on tavoitearvojen /19/ sisällä samoin kuin kaikki yksittäiset mittauksetkin.

Ajossa ei ilmennyt mitään erityisiä ongelmia. Trendeistä voitiin todeta, että ajo oli pysynyt tasaisena myös näytteidenoton välisen ajan.

8.1.2 M290 2. erä

Taulukko 4 M290 2. erän 1. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
15.3.17 07.30	468/52	612	633	475/51	935	946	313
	468/52	634		475/51	951		
	468/52	652		475/51	952		

M290 2. erän 1.näyte otettiin 15.3 2017 klo 07.30.

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,59 bar ja jauhatuspaine 2,09 bar.

Taulukko 5 M290 2. erän 2. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
15.3.17 13.00	468/52	616	634	475/51	947	963	329
	468/52	635		475/51	965		
	468/52	650		475/51	977		

M290 2. erän 2. näyte otettiin 15.3 2017 klo 13.00

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,59 bar ja jauhatuspaine 2,11 bar.

Taulukko 6 M290 2. erän 3. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
15.3.2017/ 20.30	468/52	624	643	475/51	957	975	332
	468/52	641		475/51	975		
	468/52	665		475/51	993		

M290 2. erän 3. näyte otettiin 15.3 2017 klo 20.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,61 bar ja jauhatuspaine 2,11 bar.

Suihkujauhatuksen syöttö oli koko näytteidenoton välisen ajan n. 95 kg/h eli 2280 kg/d. Samoin syöttö- ja jauhatuspaine pysyivät riittävän tasaisina. Syöttöpaine vaihteli välillä 5,59 – 5,61 bar ja jauhatuspaine välillä 2,09 – 2.11 bar.

U/V*100 arvojen ero vaihteli välillä 313 - 332 eli oli selkeä, osoittaen suihku-mylyssä tapahtuvan jauhautumisen. Poiston U/V*100 arvojen keskiarvojen keskiarvo oli 961, mikä on tavoitearvojen /19/ sisällä samoin kuin kaikki yksittäiset mittauksetkin.

Ajossa ei ilmennyt mitään erityisiä ongelmia. Trendeistä voitiin todeta, että ajo oli pysynyt tasaisena myös näytteidenoton välisen ajan.

8.1.3 M290 3. erä

Taulukko 7 M290 3. erän 1. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
16.3.2017/ 07.00	468/52	649	663	475/51	958	975	312
	468/52	663		475/51	971		
	468/52	676		475/51	997		

M290 3. erän 1. näyte otettiin 16.3 2017 klo 07.00

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,64 bar ja jauhatuspaine 2,12 bar.

Taulukko 8 M290 3. erän 2. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
16.3.2017/12.00	468/52	632	648	475/51	972	989	341
	468/52	650		475/51	994		
	468/52	661		475/51	1002		

M290 3. erän 2. näyte otettiin 16.3 2017 klo 12.00

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,66 bar ja jauhatuspaine 2,13 bar.

Taulukko 9 M290 3. erän 3. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
16.3.2017/ 18.30	468/52	646	661	475/51	988	1008	347
	468/52	662		475/51	1008		
	468/52	676		475/51	1027		

M290 3. erän 3. näyte otettiin 16.3 2017 klo 18.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,65 bar ja jauhatuspaine 2,12 bar

Suihkujauhatuksen syöttö oli klo 07.00:stä alkaen n. 77 kg/h eli 1850 kg/d ja sitä nostettiin klo 11.30 n.100 kg/h eli 2400 kg/d. Välitöntä vaikutusta $U/V*100$ -arvoon ei ollut havaittavissa. Syöttö- ja jauhatuspaine pysyivät riittävän tasaisina. Syöttöpaine vaihteli välillä 5,64 – 5,66 bar ja jauhatuspaine välillä 2,12 – 2.13 bar.

$U/V*100$ arvojen ero vaihteli välillä 312 - 347 eli oli selkeä osoittaen suihkumyllyssä tapahtuvan jauhautumisen. Poiston $U/V*100$ arvojen keskiarvojen keskiarvo oli 991, mikä on tavoitearvojen /19/ sisällä samoin kuin kaikki yksittäiset mittauksetkin.

Ajossa ei ilmennyt mitään erityisiä ongelmia. Trendeistä voitiin todeta, että ajo oli pysynyt tasaisena myös näytteidenoton välisen ajan syötön määrää lukuun ottamatta.

8.1.4 Yhteenveto M290

Koeajo sujui kaikin puolin odotusten mukaisesti lukuun ottamatta suihkumyllyn syötön muutosta 3. erän ajon aikana. Muutoksella ei ollut välitöntä vaikutusta tuotteen $U/V*100$ -arvoon.

Koska M290 tuotteen suihkujauhatuksen $U/V*100$ arvot ovat jauhatuksen jälkeen asetetuissa (UVT-OA-11) /19/ rajoissa (300 - 1200), voidaan todeta suihkujauhatuksen toimivan oletetulla tavalla eli hienontavan suihkukuvauksessa syntyneet pigmenttikokkareet erillisiksi kiteiksi.

8.2 M262 koeajo ja tulokset

Validoinnin kohteena oli UVT-linjassa tällä hetkellä 22.3.2017 ajossa oleva tuote M262. Molempien näytteiden sekä 468/52:n että 475/51:n $U/V100$

arvo määritettiin TSM-laitteistolla KLL-09-3 ISO9000:n KP-MM-541 /1 ohjeen mukaisesti. Jokaisesta näytteestä ajettiin kolme rinnakkaisnäytettä ja tuloksena käytettiin näiden keskiarvoa.

Erona M290 ajoon oli se, että nyt prosessin ajovauhti ennen suihkujauhatusta ei mahdollistanut yhtäjaksoista suihkujauhatusta, vaan tällä kertaa syöttötuotetta jouduttiin keräämään 473/51 siiloon ennen kuin suihkujauhatusta voitiin aloittaa. Keskimääräinen aloitusmäärä on yleensä noin 1000 kg. Tämän lisäksi 473/51:een tulee kuivauksen poistona jauhatuksen aikana, kuivaamon syötöstä riippuen, satoja kiloja lisää tuotetta, eli jauhatuserän kokonaismäärä voi olla jopa 2000 kg. Tätä kerralla jauhattua määrää käsiteltiin tässä yhteydessä eränä.

8.2.1 M262 1. erä

Taulukko 10 M262 1. erän 1. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
24.3.1 05.30	468/52	897	923	475/51	1411	1406	483
	468/52	933		475/51	1412		
	468/52	940		475/51	1396		

M262 1. erän 1. näyte otettiin 24.3.2017 klo 05.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,57 bar ja jauhatuspaine 2,94 bar.

Taulukko 11 M262 1. erän 2. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
24.3.17 15.00	468/52	892	910	475/51	1281	1303	393
	468/52	911		475/51	1298		
	468/52	926		475/51	1329		

M262 1. erän 2. näyte otettiin 24.3.2017 klo 15.00

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,51 bar ja jauhatuspaine 2,89 bar.

Taulukko 12 M262 1. erän 3. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
24.3.17 18.30	468/52	906	928	475/51	1336	1342	414
	468/52	929		475/51	1346		
	468/52	949		475/51	1344		

M262 1. erän 3. näyte otettiin 24.3.2017 klo 18.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,50 bar ja jauhatuspaine 2,90 bar

Suihkujauhatuksen syöttö n. 120 -124 kg/h eli 2800 - 3000 kg/d läpi koko suihkujauhatuksen. Samoin syöttö- ja jauhatuspaine pysyivät riittävän tasaisina. Syöttöpaine vaihteli välillä 5,50 – 5,57 bar ja jauhatuspaine välillä 2,89 – 2.94 bar.

U/V*100 arvojen ero vaihteli välillä 393 - 483 eli oli selkeä osoittaen suihkumyllyssä tapahtuvan jauhautumisen. Poiston U/V*100 arvojen keskiarvojen keskiarvo oli 1350, mikä on tavoitearvojen /19/ sisällä samoin kuin kaikki yksittäiset mittauksetkin.

Ajossa ei ilmennyt mitään erityisiä ongelmia. Trendeistä voitiin todeta, että ajo oli pysynyt tasaisena myös näytteidenoton välisen ajan.

8.2.2 M262 2. erä

Taulukko 13 M262 2. erän 1. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
25.3.17 05.30	468/52	886	898	475/51	1349	1353	455
	468/52	897		475/51	1363		
	468/52	910		475/51	1347		

M262 2. erän näyte otettiin 25.3.2017 klo 05.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,47 bar ja jauhatuspaine 2,88 bar.

Taulukko 14 M262 2. erän 2. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
25.3.17 11.30	468/52	867	885	475/51	1330	1339	454
	468/52	883		475/51	1344		
	468/52	906		475/51	1343		

M262 2. erän 2. näyte otettiin 25.3.2017 klo 11.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,44 bar ja jauhatuspaine 2,84 bar.

Taulukko 15 M262 2. erän 3. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
25.3.2017/19.12	468/52	817	846	475/51	1250	1268	422
	468/52	848		475/51	1270		
	468/52	874		475/51	1283		

M262 2. erän 3. näyte otettiin 25.3.2017 klo 19.12

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,46 bar ja jauhatuspaine 2,86 bar

Syöttö jauhatuksen aikana oli tasaisesti 85 – 95 kg/h eli 2000 – 2250 kg/d. Samoin syöttö- ja jauhatuspaine pysyivät riittävän tasaisina. Syöttöpaine vaihteli välillä 5,44 – 5,47 bar ja jauhatuspaine välillä 2,84 – 2,88 bar.

U/V*100 arvojen ero vaihteli välillä 422 - 455 eli oli selkeä osoittaen suihku-myllyssä tapahtuvan jauhautumisen. Poiston U/V*100 arvojen keskiarvojen keskiarvo oli 1320, mikä on tavoitearvojen /19/ sisällä samoin kuin kaikki yksittäiset mittauksetkin.

Ajossa ei ilmennyt mitään erityisiä ongelmia. Trendeistä voitiin todeta, että ajo oli pysynyt tasaisena myös näytteidenoton välisen ajan.

8.2.3 M262 3. erä

Taulukko 16 M262 3. erän 1. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
26.3.2017/08.30	468/52	804	827	475/51	1310	1313	486
	468/52	829		475/51	1311		
	468/52	849		475/51	1317		

M262 3. erän 1. näyte otettiin 26.3.2017 klo 08.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,45 bar ja jauhatuspaine 2,86 bar.

Taulukko 17 M262 3. erän 2. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
26.3.2017/12.30	468/52	820	843	475/51	1269	1275	432
	468/52	836		475/51	1271		
	468/52	872		475/51	1285		

M262 3. erän 2. näyte otettiin 26.3.2017 klo 12.30

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,43 bar ja jauhatuspaine 2,83 bar

Taulukko 18 M262 3. erän 3. tulokset

PVM / KLO	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	FS.nro	U/V100	K.A. U/V100	U/V100 ero
26.3.2017/19.01	468/52	796	826	475/51	1217	1230	404
	468/52	830		475/51	1218		
	468/52	852		475/51	1256		

M262 3. erän 3. näyte otettiin 26.3.2017 klo19.01

Jauhatuksen syöttöpaine oli näytteenottohetkellä 5,44 bar ja jauhatuspaine 2,84 bar.

Syöttö jauhatuksen aikana 85 - 95 kg/h eli 2000 - 2250 kg/d. Samoin syöttö- ja jauhatuspaine pysyivät riittävän tasaisina. Syöttöpaine vaihteli välillä 5,43 – 5,45 bar ja jauhatuspaine välillä 2,83 – 2.86 bar.

U/V*100 arvojen ero vaihteli välillä 404 - 486 eli oli selkeä osoittaen suihku- myllyssä tapahtuvan jauhautumisen. Poiston U/V*100 arvojen keskiarvojen keskiarvo oli 1273, mikä on tavoitearvojen /19/ sisällä samoin kuin kaikki yksittäiset mittauksetkin.

Ajossa ei ilmennyt mitään erityisiä ongelmia. Trendeistä voitiin todeta, että ajo oli pysynyt tasaisena myös näytteidenoton välisen ajan.

8.2.4 Yhteenveto M262

M262 koeajo sujui kaikin puolin hyvin eikä yhdenkään ajon aikana ilmennyt yhtään tuloksiin vaikuttavaa poikkeustilannetta.

Koska M262 suihkujauhatuksen U/V*100 arvot ovat jauhatuksen jälkeen asetetuissa (UVT-OA-11) /19/ rajoissa (800 - 1400), voidaan todeta suihku- jauhatuksen toimivan oletetulla tavalla eli hienontavan suihkukuivauksessa syntyneet pigmenttikokkareet erillisiksi kiteiksi.

9. JOHTOPÄÄTÖKSET

Koska koeajojen tulokset täyttivät validoinnin hyväksymiskriteerit, voidaan katsoa suihkujauhatusvaiheen tuottavan toistettavasti tasalaatuista tuotetta. Prosessivaiheen validointitarkastelu on validi kunnes prosessissa tai prosessivaiheessa tehdään prosessivaiheeseen vaikuttava merkittävä muutos ja riskitarkastelun perusteella todetaan tarve uudelleen validoinnille. Tämän työn seurauksena saatiin suljettua yksi FDA:n poikkeama (FDA-483 Observation 2). /13/

Lisäksi validoinnin seurauksena saatiin päivitettyä UV Titan suihkujauhatukselle uudet U/V*100-ohjearvot, jotka lisättiin laatujärjestelmään. /19/

LÄHTEET

1. Venatorin intranet;
<https://venator.sharepoint.com/sites/vennet/pori/Pages/GMP-sivut.aspx>.
[Viitattu 20.10.2018]
2. Venatorin kotisivut; <https://ventranet.venatorservice.com/docs/DOC-182446>.
[Viitattu 20.10.2018]
3. <https://fi.wikipedia.org/wiki/Titaanidioksidi>. [Viitattu 28.10.2018]
4. <https://en.wikipedia.org/wiki/Rutile>. [Viitattu 28.10.2018]
5. <https://en.wikipedia.org/wiki/Anatase>. [Viitattu 28.10.2018]
6. PORI-POL-VALLIDOINTI, Validointipolitiikka Venator P&A Finland OY Porin toimipaikalla, versio 1, 25.7.2018, Venatorin sisäinen dokumentti. [Viitattu 03.11.2018]
7. Keskustelut kemisti Minna Lindholmin kanssa
8. Kemisti Minna Lindholmin tutkimus- ja koulutusmateriaalit
9. Keskustelut laboratorioinsinööri Atte Lapinojan kanssa
10. Huidanlahti, J., Kemia ja laatutietous. Kemira Pigmentsin sisäiseen käyttöön tarkoitettu opetusmateriaali, 1989
11. <https://fi.wikipedia.org/wiki/Ilmeniitti>. [Viitattu 28.10.2018]
12. VM-YS-AFDC Validoinnin yleissuunnitelma, versio 5, 13.12.17, Venatorin sisäinen dokumentti. [Viitattu 3.11.2018]
13. Keskustelut QA Specialist Mari Meuran kanssa
14. QA Specialist Mari Meuran tutkimus- ja koulutusmateriaalit
15. Kostia, H., Validointi teollisuudessa, kurssimateriaali, AEL, 2017
16. Kehitysinsinööri Jyrki Laitisen tutkimus- ja koulutusmateriaalit
17. Keskustelut kehitysinsinööri Jyrki Laitisen kanssa
18. KP-MM-541 Spektrofotometrinen mittaus TSM-menetelmällä, versio 11, 8.6.2015, Venatorin sisäinen dokumentti. [Viitattu 1.11.2018]

19. UVT-OA-11 UV-Titan tuotteiden suihkujauhatuksen ohjeavot jälki- käsittelylinjassa, versio 16, 1.11.2017, Venatorin sisäinen dokumentti. [Viitattu 23.8.2018]
20. KP-MM-015 Hienousasteen sekä laskennallisten alisävyn ja vaalennuskyvyn määrittäminen spektrofotometrisesti TiO₂-pigmentistä TSM-menetelmällä, versio 14, 17.4.2015, Venatorin sisäinen dokumentti. [Viitattu 23.8.2018]
21. Lehtinen, K., Suihkujauhatuksen optimointi, opinnäytetyö, SAMK, Pori, 2016

LIITTEET

LIITE 1 1. M290 ajon historiadata

LIITE 2 2. M290 ajon historiadata

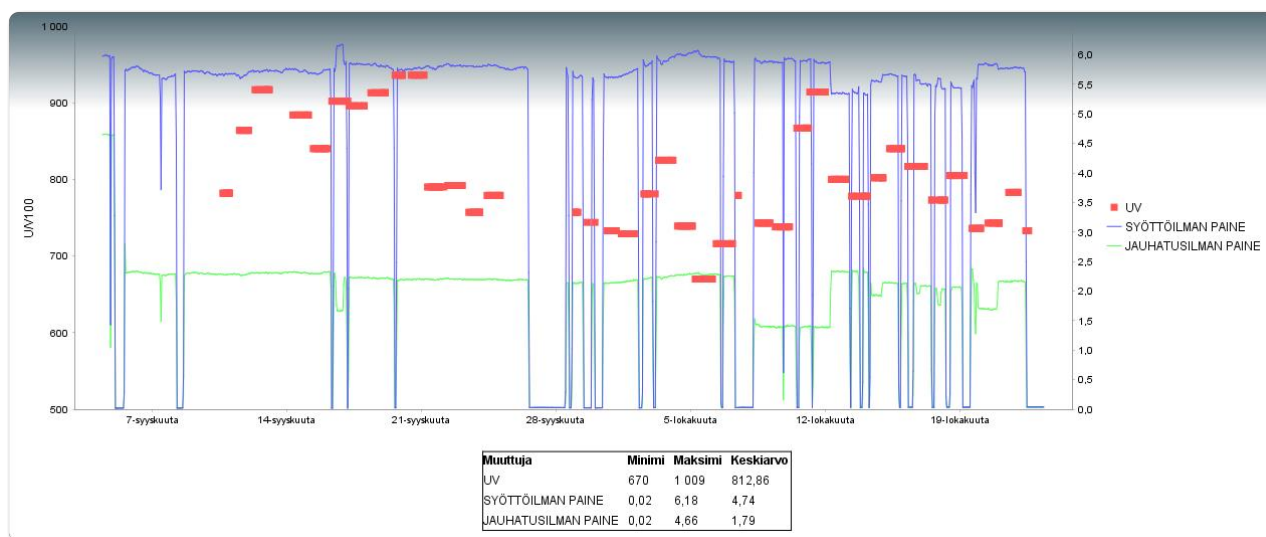
LIITE 3 1. M262 ajon historiadata

LIITE 4 2. M262 ajon historiadata

LIITE 5 3. M262 ajon historiadata

LIITE 6 Suihkujauhatuksen validointisuunnitelma (475.51)

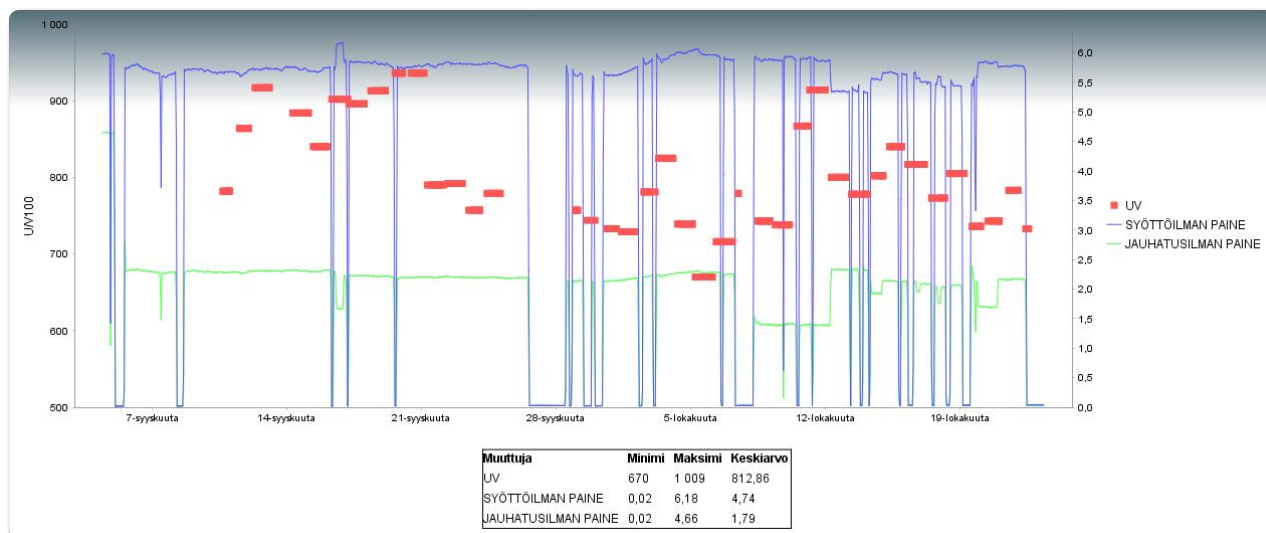
1. M290 ajon historiadata

M290 5.9.2016 - 22.10.2016

PVM	Syöttöpaine (bar)	Jauhatuspaine (bar)	U/V100
5.9.2016	5,57	2,57	804
6.9.2016	5,75	2,32	851
7.9.2016	5,54	2,24	796
8.9.2016	5,61	2,26	694
9.9.2016	5,71	2,3	718
10.9.2016	5,67	2,28	782
11.9.2016	5,66	2,28	864
12.9.2016	5,72	2,31	917
13.9.2016	5,73	2,31	1009
14.9.2016	5,74	2,32	884
15.9.2016	5,7	2,3	840
16.9.2016	5,91	2,01	902
17.9.2016	5,39	2,02	896
18.9.2016	5,83	2,22	913
19.9.2016	5,78	2,21	936
20.9.2016	5,76	2,2	936

2. M290 ajon historiadata

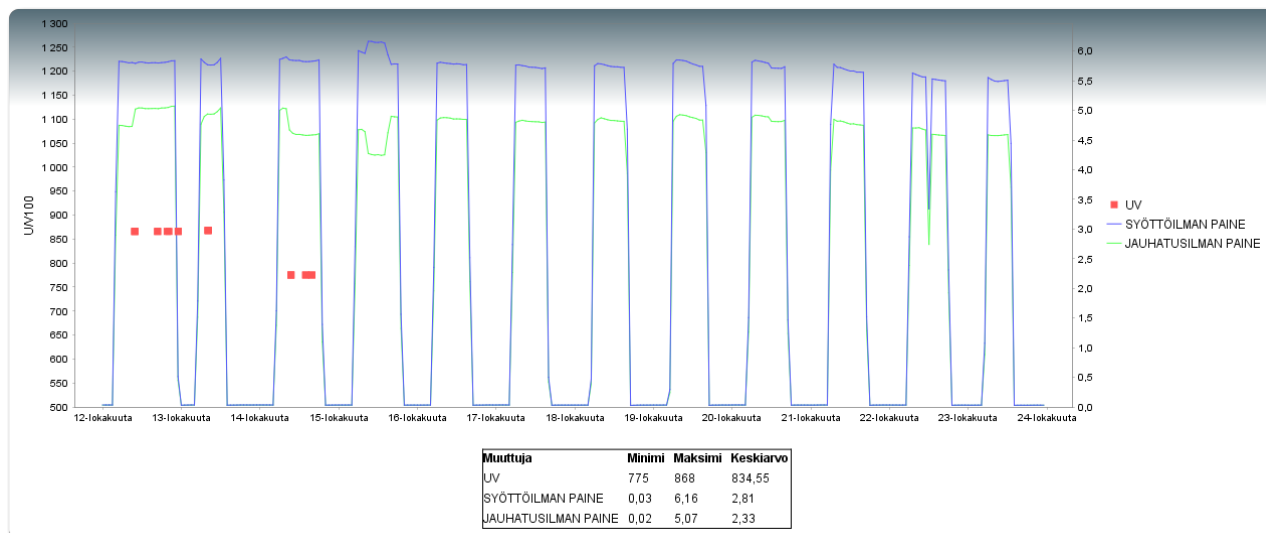
M290 5.9.2016 – 22.10.2016



PVM	Syöttöpaine (bar)	Jauhatuspaine (bar)	U/V100
5.9.2016	5,57	2,57	804
6.9.2016	5,75	2,32	851
7.9.2016	5,54	2,24	796
8.9.2016	5,61	2,26	694
9.9.2016	5,71	2,3	718
10.9.2016	5,67	2,28	782
11.9.2016	5,66	2,28	864
12.9.2016	5,72	2,31	917
13.9.2016	5,73	2,31	1009
14.9.2016	5,74	2,32	884
15.9.2016	5,7	2,3	840
16.9.2016	5,91	2,01	902
17.9.2016	5,39	2,02	896
18.9.2016	5,83	2,22	913
19.9.2016	5,78	2,21	936
20.9.2016	5,76	2,2	936

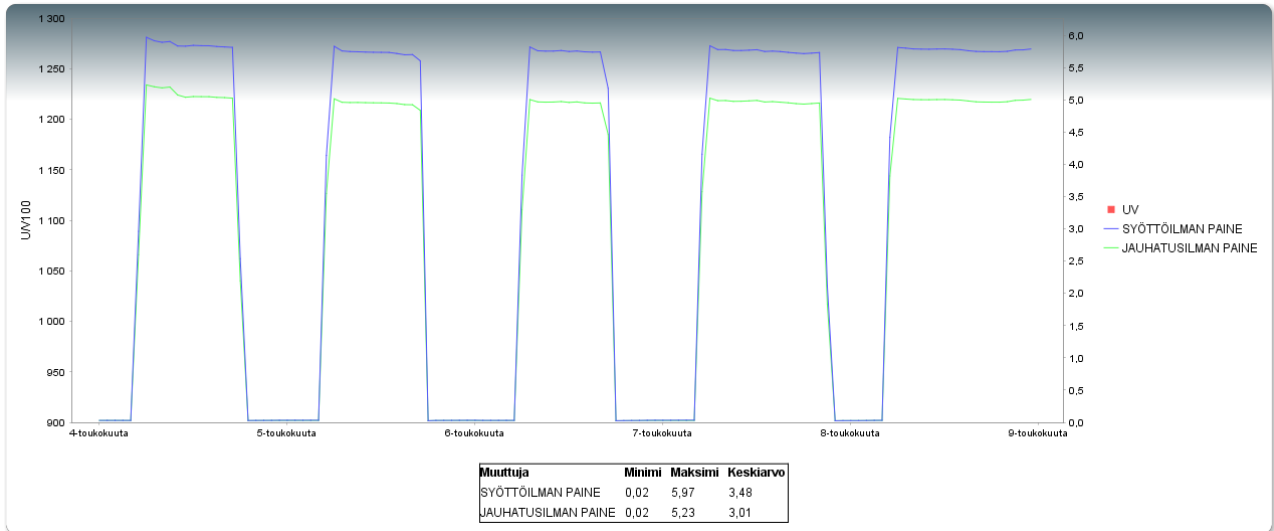
1. M262 ajon historiadata

M262 12.10.2015 - 24.10.2015



PVM	Syöttöpaine (bar)	Jauhatuspaine (bar)	U/V100
12.10.2015	5,81	4,96	866
13.10.2015	5,81	4,93	868
14.10.2015	5,85	4,7	775
15.10.2015	6,01	4,52	816
16.10.2015	5,79	4,86	823
17.10.2015	5,74	4,81	825
18.10.2015	5,75	4,83	851
19.10.2015	5,8	4,88	841
20.10.2015	5,77	4,86	858
21.10.2015	5,69	4,79	874
22.10.2015	5,35	4,47	845
23.10.2015	5,51	4,58	869
24.10.2015			874

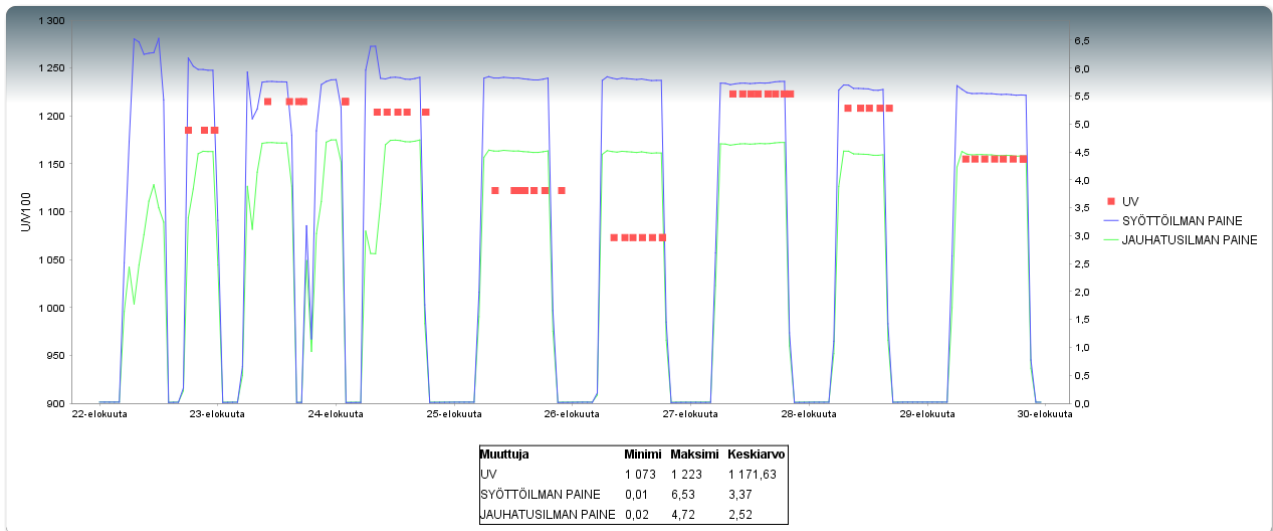
2. M262 ajon historiadata

M262 4.5.2016 – 9.5.2016

PVM	Syöttöpaine (bar)	Jauhatuspaine (bar)	U/V100
4.5.2016	5,86	5,1	958
5.5.2016	5,73	4,95	1034
6.5.2016	5,76	4,97	1051
7.5.2016	5,76	4,97	1064
8.5.2016	5,78	4,99	1099
9.5.2016	5,78	5	1123

3. M262 ajon historiadata

M262 22.8.2016 – 30.8.2016



PVM	Syöttöpaine (bar)	Jauhatuspaine (bar)	U/V100
22.8.2016	6,2	3,62	1185
23.8.2016	5,67	4,34	1215
24.8.2016	5,87	4,18	1204
25.8.2016	5,82	4,5	1122
26.8.2016	5,8	4,49	1073
27.8.2016	5,73	4,65	1223
28.8.2016	5,64	4,41	1208
29.8.2016	5,55	4,43	1155
30.8.2016	5,51	3,66	1172

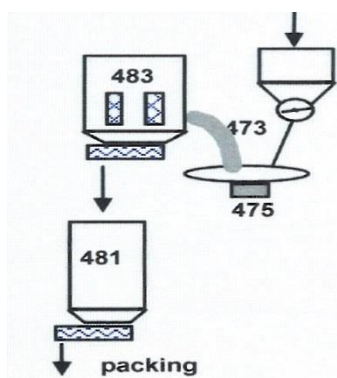
Suihkujauhatuksen validointisuunnitelma (475.51)

1. Prosessikuvaus

UV- titan tuotantolinjan suihkujauhatuksen tarkoituksena on hienontaa kuivauksessa muodostuneet pigmenttikokkareet suihkumyllyssä mahdollisimman pienen hiukkas-kokoon, yksittäisiksi kiteiksi. Jauhautumisen vaikutusta kuvaa $U/V \cdot 100$ -arvo. $U/V \cdot 100$ -arvo analysoidaan TSM-laitteistolla KLL-09-3.

UV-suihkujauhatus tapahtuu lautasmyllyssä 475.51, johon johdetaan kuumaa (n. 120°C) kompressorilla (983.51) paineistettua (6-7 bar) ilmaa. Tuote ohjataan siilossa 473.51 olevan lokerosyöttimen ja sitä seuraavan ruuvisyöttimen avulla myllyyn, jolloin sinne tulevan syöttö- ja jauhatusilman vaikutuksesta sekä pigmenttikiteiden keskinäisen törmäilyn seurauksena tapahtuu agglomeraattien hajoaminen yksittäisiksi kiteiksi. Jauhatusilma syötetään myllyyn tangentialisesti suuttimien kautta jolloin se saa aikaan pyörivän ilmanvirtauksen. Jauhatusin tehoa voidaan säädellä syöttö- ja jauhatuspaineiden sekä syötön määrän muuttamisella. Liian tehokas jauhaminen saattaa rikkoa pigmentin pinnoitetta, jonka seurauksena voi olla pigmentin ominaisuuksien huonontuminen.

Sisältä mylly voidaan jakaa kahteen vyöhykkeeseen. Keskipakovoiman vaikutuksesta uloimmassa vyöhykkeessä (jauhatuskammion seinämä) tapahtuu suurempien pigmenttihiukkasten jauhautuminen. Sisemmässä vyöhykkeessä jauhautunut pigmentti erotetaan ylisuurista hiukkasista ja tuote poistuu myllystä yläkautta alipaineessa olevaa poistoputkea pitkin suihkumyllyn jälkeiseen pölykaappiin (483.52), josta se johdetaan lokerosyöttimellä ja ruuvikuljettimella pakkaussiiloon (481.51). Pakkaussiilo pidetään alipaineessa jauhatuksen ajan puhaltimien avulla.



Kaavio 1. UV-suihkujauhatus



Kuva 1. Suihkumylly 475.51 syöttimiseen

2. Validoinnin tavoitteet

Validoinnin tarkoituksena on todentaa UV-suihkujauhatuksen toimivuus. Tärkeätä on todeta, että tuotteille asetetut $U/V \cdot 100$ arvot ovat toteutuneet tuotekohdaisesti tuotantoajojen aikana. Ennen validointia päivitettiin historiadatasta kunkin tuotteen osasta $U/V \cdot 100$ arvojen raja-arvot (validoinnin hyväksymiskriteerit) sekä lisäksi ohjearvot tuotannon syöttöilman- ja jauhatuspainelle (UVT-OA-11).

Tutkitaan $U/V \cdot 100$ arvojen muutosta ennen ja jälkeen suihkujauhatuksen tuotteittain. Näytteet otetaan suihkukuivaamon (468/52) ja suihkujauhatuksen (475/51) poistoista. Suihkujauhatus ajetaan siiloon 473/51 kertyneenä eränä. Siiloon tulee koko ajan suihkukuivaamonpoistona lisää tuotetta, joten tarkkaa eräkoko on vaikea määrittää. Käsitellään yhdellä kerralla jauhattua tuotemäärää eli suihkumyllyn yhtäjaksoisesti jauhamaa määrää tässä yhteydessä eränä. Erän koko voi vaihdella välillä 1000-2000kg. Jokaisesta erästä otetaan kolme näytettä: alusta, keskeltä ja lopusta. Poikkeuksena on M290 tuote, jota voidaan tilanteesta riippuen ajaa suihkumyllyllä jopa 2 viikkoa yhtäjaksoisesti. M290 tuotteen kohdalla otetaan kolme näytettä n. 6-8h välein ja käsitellään tätä 12-16h aikana jauhattua määrää jauhatuseränä.

Näytteet otetaan molempien prosessivaiheiden poistosta ja niistä määritetään $U/V \cdot 100$ arvot. Ajoarvot pyritään pitämään mahdollisimman tasaisina ja

normaaleina ajon aikana. Saatujen $U/V \cdot 100$ arvojen kehittymisen avulla määritellään suihkujauhatuksen toimivuutta.

Validointi tehdään jokaiselle UVT-tuotteelle erikseen. Tarkoituksena on validoida yksi tuote vuodessa poikkeuksena ajosuunnitelman sallima M290 ja M262 tuotteiden validointi peräkkäin.

3. Hyväksymiskriteerit

Validointi katsotaan hyväksytyksi, jos tuotteen $U/V \cdot 100$ arvot suihkujauhatuksen jälkeen täyttävät UVT-OA-11 määritetyt tuotekohtaiset vaatimukset.