

Mikko Myöhänen

**PARTIKKELIANALYSAATTORILAITTESTON KEHITYS**

Insinöörityö  
Kajaanin ammattikorkeakoulu  
Tekniikan ja liikenteen ala  
Tietotekniikan koulutusohjelma  
Kevät 2010



**Kajaanin  
ammattikorkeakoulu**

## INSINÖÖRITYÖ TIIVISTELMÄ

Koulutusala Tekniikka	Koulutusohjelma Tietotekniikka
Tekijä(t) Mikko Myöhänen	
Työn nimi Partikkelianalysaattorilaitteiston kehitys	
Vaihtoehtoiset ammattiopinnot Konenäkö ja mittaustekniikka	Ohjaaja(t) Pentti Romppainen  Toimeksiantaja Metso Automation Oy, Kajaani
Aika Kevät 2010	Sivumäärä ja liitteet 44+5
<p>Tämä insinööritö tehtiin yhteistyössä Talvivaaran kaivososakeyhtiö Oy:n ja Metso Automation Oy Kajaanin kanssa. Talvivaaran kaivososakeyhtiö Oy:n päätoiminta on hyödyntää Sotkamon Kuusilammen ja Kolmisopen monimalmiesiintymiä sekä kehittää Sotkamossa käytettävää biokasaliotusta. Metso Automation Oy Kajaani valmistaa analysaattoreita ja mittalaitteita sellumassan paperin laadun mittaamiseen. Insinööritöyön tavoitteena oli selvittää teknologiaa sekä valmistaa kenttävalmis laitteisto, jolla voidaan mitata partikkelikokoa Talvivaara Oy:n Sotkamon kaivoksen metallien talteenotossa.</p> <p>Laitteiston tehtävänä on helpottaa tehtaalla tehtäviä laboratorioanalyseja ja suorittaa online-mittauksia sinkkisulfidin talteenotto-prosessissa. Sinkkisulfidia tuotetaan Talvivaara Oy:n Sotkamon kaivoksella tonneissa mitattuna eniten. Sinkkisulfidin ja muiden metallien talteenotto-prosessissa partikkelikoon tuntemisen etu on tuotettavan tuotteen erottuvuus muusta liuksesta. Laitteiston mittaustulosten perusteella metallien talteenotto-prosessia pystyttäisiin ohjaamaan taloudellisemmaksi.</p> <p>Laitteisto suunniteltiin ja toteutettiin kaksiosaiseksi. Näytteenoton prosessista ja näytteen kuljetuksen analysaattorille suorittaa erillinen näytteenotin. Näytteen käsittelyn ja analysoinnin suorittaa analysaattoriosio, joka ohjaa koko laitteistoa. Laitteistolla voidaan analysoida myös käsinäytteitä. Laitteisto asennettiin Talvivaaran metallien talteenottolaitokselle joulukuussa 2009.</p> <p>Asennuksen jälkeisellä kenttätestauksella selvitettiin ja todennettiin laitteiston mittaustarkkuus, luotettavuus ja suorituskky. Laitteiston mittaustarkkuus todennettiin mittaamalla erikokoisia kalibrointipartikkeleita, joiden koko tiedettiin tarkasti. Luotettavuutta ja suorituskkyä mitattiin seuraamalla online-mittausta pitkällä aikavälillä.</p> <p>Testauksen perusteella todettiin laitteiston olevan mittaussellisesti tarkka ja luotettava. Näytteenottimelta saatu näyte edustaa hyvin prosessia, ja laitteisto vastaa prosessin muutoksiin nopeasti. Laitteistolla jatkettiin testejä tämän insinööritöyön jälkeen.</p>	
Kieli	Suomi
Asiasanat	Raekokojakauman määrittäminen, näytteenotto, jalometallipitoinen liuos, sinkkisulfidi
Säilytyspaikka	<input checked="" type="checkbox"/> Kajaanin ammattikorkeakoulun Theseus-verkkokirjastossa <input checked="" type="checkbox"/> Kajaanin ammattikorkeakoulun kirjasto

School School of Engineering	Degree Programme Information Technology
Author(s) Mikko Myöhänen	
Title Developing a Particle Size Analyzer	
Optional Professional Studies Machine Vision and Measurement Technology	Instructor(s) Mr Pentti Romppainen, Principal Lecturer
	Commissioned by Metso Automation Oy, Kajaani
Date Spring 2010	Total Number of Pages and Appendices 44 plus 5 appendices
<p>This Bachelor's thesis was done in cooperation with the Talvivaara Mining Company Plc. and the Kajaani unit of Metso Automation Inc. The main focus of Talvivaara Mining Company's operations is the utilization of the polymetallic deposits in Kuusilampi and Kolmisoppi, Sotkamo, and the development of the bioheapleaching method applied at its Sotkamo mine. The Kajaani unit of Metso Automation Inc. manufactures analyzers and measurement instruments mainly for the pulp and paper industry. The goal of the thesis was to investigate technologies applicable to particle size measurement in the metal recovery process of Talvivaara's Sotkamo mine, and to create a measurement device suited for field conditions.</p> <p>The main function of the device is to simplify the laboratory analyses made at the mine, and to carry out on-line measurements in the zinc sulphide recovery process. Measured in tonnes, zinc sulphide makes up the largest part of the mine's output. Knowing the size of particles in the recovery process of zinc sulphide and other metals is necessary in order to accurately separate the correct metals from the liquid. Measurement results from the new device would improve the control of the recovery process and thus contribute to its better economy and efficiency.</p> <p>The device was designed and implemented as a two-phase system. A sampling device takes samples from the process and delivers these to a separate analyzer unit which processes and analyzes the samples and also controls the entire measurement system. The device can also be used for manual samples.</p> <p>The device was installed at the Talvivaara metal extraction plant in December 2009. Extensive field tests were then carried out to verify the measurement accuracy, reliability and performance of the device. Accuracy was evaluated by measuring a range of calibration particles, with exactly known particle sizes. Reliability and performance were assessed by monitoring the on-line measurement over longer periods.</p> <p>The field tests showed that the device measured particle size accurately and reliably. Samples taken by the sampling device were representative of the process, and the device responded quickly to changes occurring in the process. Further tests will be carried out even after the completion of this thesis project.</p>	
Language of Thesis	Finnish
Keywords	Particle size measurement, sampling, pregnant solution, zinc sulphide
Deposited at	<input checked="" type="checkbox"/> Theseus Database at Kajaani University of Applied Sciences <input checked="" type="checkbox"/> Library of Kajaani University of Applied Sciences

## SISÄLLYS

1 JOHDANTO	1
2 TALVIVAARAN SOTKAMON KAIVOKSEN TUOTANTOPROSESSI	3
2.1 Louhinta ja biologinen kasaliotus	3
2.2 Metallien talteenotto	5
3 RAEKOKOJAKAUMAN MÄÄRITYS	8
3.1 Näytteenotto	8
3.2 Partikkelijakauman määritysmenetelmät	9
4 PARTIKKELIANALYSAATTORIN JA NÄYTTEENOTTIMEN KEHITYS	11
4.1 Laitteiston suunnittelu	11
4.1.1 Näytteenotin	11
4.1.2 Analysaattori	13
4.1.3 Laitteiston ohjaus	14
4.2 Laitteiston kokoonpano	15
4.2.1 Näytteenotin	15
4.2.2 Analysaattori	17
4.2.3 Laitteiston ohjaus	20
5 OHJELMISTOVAATIMUSTEN MÄÄRITTELY	23
5.1 Online-sekvenssi	23
5.1.1 Pohjavesi	24
5.1.2 Online-näytteenotto	24
5.1.3 Sekoitus	25
5.1.4 Mittaus	25
5.1.5 Pesu	26
5.2 Käsinäyteanalyysi	26
5.3 Huoltotila	26
6 LAITTEISTON TESTAUS	27
6.1 Ohjelmisto ja käyttöliittymä	28
6.2 Mittaustulokset	29
6.2.1 Laitteiston suorituskyky	30

6.2.2 MICROBEADS® -kalibrointipartikkelimittaukset	32
6.2.3 Mittaukset metallitehtaan tuotteista	35
7 TULOSTEN TARKASTELU	37
7.1 Suorituskyvyn tarkastelu	37
7.2 Mittaustulosten tarkastelu	38
7.3 Jatkokehitystarpeet	41
8 YHTEENVETO	42
LÄHTEET	44
LIITTEET	

## 1 JOHDANTO

Talvivaaran kaivososakeyhtiö Oyj:n päätoiminta on hyödyntää Sotkamon Kuusilammen ja Kolmisopen monimalmiesiintymiä sekä kehittää Sotkamossa käytettävää biokasaliotusta. Yksi Euroopan suurimmista sulfidisen nikkelin varannoista riittää ylläpitämään suunniteltua tuotantoa yli 60 vuotta. Vuosittainen nikkelin tuotantomäärä on noin 50 000 tonnia [1, s. 4]. Lisäksi kaivos tuottaa sivutuotteena sinkkiä, kuparia ja kobolttia. [2.]

Talvivaaran esiintymät ovat jääneet hyödyntämättä 1980- ja 1990-luvuilla, vaikka esiintymien tiedettiin olevan suuret. Esiintymät olivat kuitenkin malmipitoisuuksiltaan niin alhaiset, ettei malmiesiintymiä kannattanut hyödyntää sen aikaisilla menetelmillä. Biokasaliuotus oli tuolloin vielä melko uutta teknologiaa ja sitä pidettiin liian riskialttiina. [3.]

Talvivaara sai kaivosoikeuden ja oikeudet louhintaan vuonna 2004. Biokasaliuotusta testattiin kokeilumittakaavassa vuonna 2005. Seuraavan vuoden maalisi-syyskuussa toteutettiin metallien talteenoton kokeiluprojekti, jossa todennettiin menetelmät metallien erottamiseksi malmista saatavasta biokasaliuksesta. [3.]

Tässä insinööriyössä oli tavoitteena selvittää teknologiaa sekä valmistaa kenttävalmis laite, jolla voidaan mitata partikkelikokoa Talvivaara Oy:n Sotkamon kaivoksen metallien talteenotosta. Laitteiston tehtävänä olisi helpottaa tehtaalla tehtäviä laboratorioanalyyseja ja suorittaa mittauksia jatkuvasti. Mittaus- ja testipaikaksi valittiin sinkkisulfidin saostus ja talteenotto. Tonneissa mitattuna tuotannosta saadaan eniten juuri sinkkisulfidia. Projektissa valmistettavan laitteen mittaustulosten perusteella prosessinohjaajat pystyisivät reagoimaan saostuksen jälkeisen raekokojakauman perusteella prosessin ohjaukseen. Mittaustuloksien siirto mittaustaikalta valvomoon tapahtuisi etäyhteydellä sisäisen verkon kautta.

Metallien talteenotto-prosessissa tärkeä partikkelikoon tuntemisen etu on tuotettavan tuotteen erottuvuus muusta liuksesta. Tässä tapauksessa se on sinkkisulfidin laskeutuvuus ja suodattuvuus. Prosessissa haetaan partikkelikokojakaumaa, jossa saostus ja suodatus ovat teknisesti vaivattomia ja taloudellisia. Hienot partikkelit eivät laskeudu hyvin ja voivat tukkia suotimia. Suuressa partikkelikokojakaumassa karkeat ja hienot partikkelit käyttäytyvät eri tavalla, ja tämä aiheuttaa vaikeuksia sekoittamisessa, kuljettamisessa, sakeuttamisessa ja suodattamisessa. Sakeutus- ja suodatusprosessit ovat teknisesti helppoja toimiessaan häiriöttä halutulla tavalla. Tällöin tuotanto ei kuluta ylimääräisiä resursseja, ja energia- ja kemikaali-

kustannukset ovat kohtuulliset. Saostuksen jälkeisen partikkelikoon mittauksen tarkoituksena on päästä juuri tähän tulokseen, missä prosessi toimii vaivattomasti ja taloudellisesti. [4.]

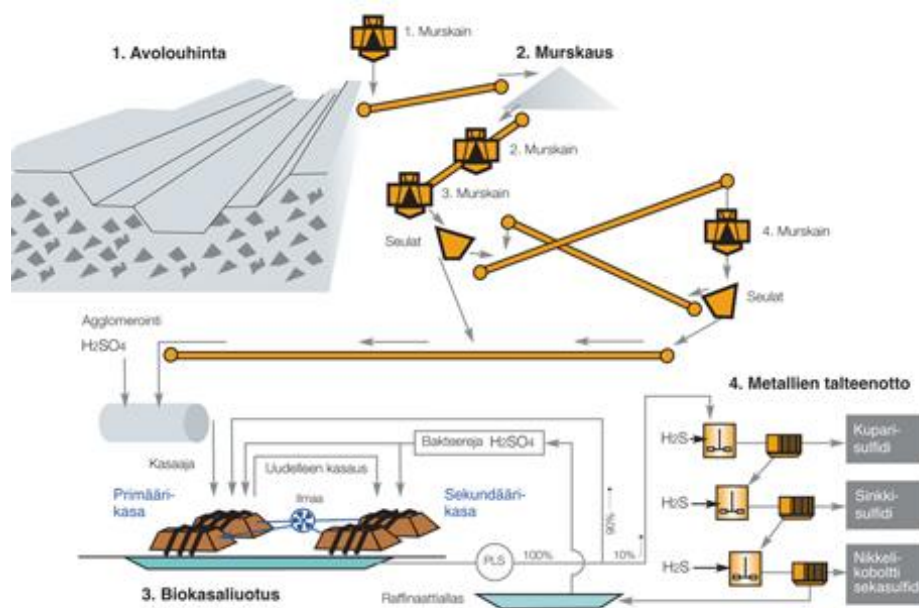
Partikkelianalysaattoriprojekti toteutettiin yhteistyössä, jossa työn tilaajana ja testipaikkana toimii Talvivaaran kaivososakeyhtiö Oyj ja laitteiston toimittajana Metso Automation Oy Kajaani. Projektin kokonaisuuteen kuului suunnitella, toteuttaa ja testata analysaattorilaitteiston mekaniikka ja tarvittava ohjelmisto, sekä projektin kokonaisuuden hallinta, resurssien käytön hallinta, kontaktit yhteistyökumppaneiden kanssa ja raportointi kaikille osapuolille.

Ohjelmistokehitykseen varattiin yksi henkilö koko projektin ajaksi ohjelmiston toteuttamista ja testausta varten. Ohjelmistonkehitys tapahtui National Instrumentsin LabVIEW-ohjelmistoympäristössä. Ohjelmisto toimi PC-tietokoneella, joka oli sijoitettu analysaattorin sisälle. PC:n kautta ohjattiin kaikkia analysaattorin ja näytteenottimen toimintoja. Ohjelmistonkehitykseen kuului ohjelmiston suunnittelu ja toteutus annettujen määritysten pohjalta, I/O-liitäntöjen käyttöönotto, ohjelmiston testaus sekä ohjelmiston dokumentointi.

## 2 TALVIVAARAN SOTKAMON KAIVOKSEN TUOTANTOPROSESSI

### 2.1 Louhinta ja biologinen kasaliotus

Talvivaaran tuotantoprosessi alkaa suuren mittakaavan malmin avolouhinnasta (kohta 1 kuvassa 1). Arvioitu louhintavauhti on 22 miljoonaa tonnia vuodessa [1, s. 6]. Kuusilammen ja Kolmisopen louhoksilta kiviaines irrotetaan poraa ja räjäytetty kiviaines lastataan suurilla louhintakaivinkoneilla suuriin dumper-kuorma-autoihin. Ne kuljettavat malmin esimurskaimelle, joka sijaitsee avolouhosalueen ulkopuolella. Jatkojalostukseen kelpaamaton sivukivi kuljetetaan dumper-kuorma-autoilla erillisille läjitysalueille. [5, s. 24–25.]



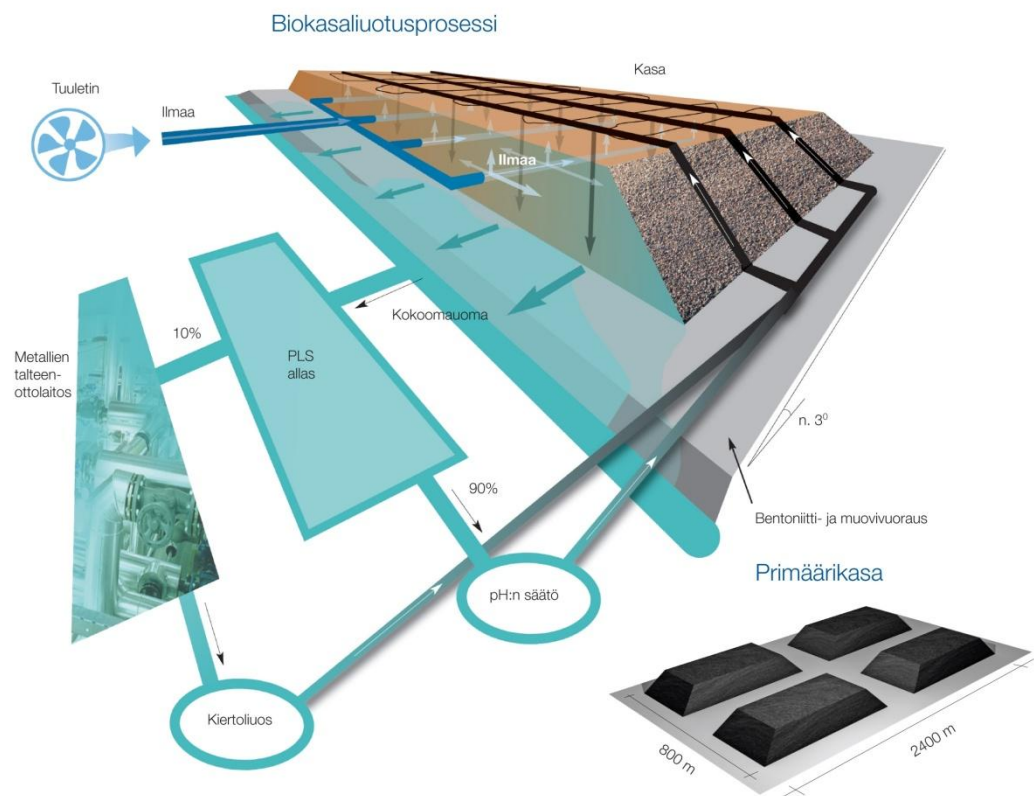
Kuva 1. Talvivaaran Sotkamon kaivoksen prosessikuva [6].

Esimurskauksen jälkeen malmi siirretään kuljetinta pitkin välivaraston kautta murskausasemalle. Malmi murskataan murskausasemalla kolmessa eri vaiheessa. Murskauksen ja seulonnan lopputuloksena on kiviaines, josta 80 % on partikkelikooltaan alle kahdeksan millimetrin kokoista partikkelia. [5, s. 25.] Murskausprosessi on tärkeässä asemassa, koska siinä luodaan pinta-alaa liotusprosessin kiihdyttämiseksi. Murskatun malmin partikkelikoolla on merkittävä vaikutus metallien liukenemisaikaan. [7, s. 4, 6.]



Murskattu malmi agglomeroidaan hitaasti pyörivissä rummuissa, joihin lisätään rikkihappoa. Agglomerointiprosessissa hienot malmipartikkelit kiinnittyvät suurempiin rakeisiin. Tämä esikäsittelyvaihe tekee malmista veden ja ilman läpäisevän sekä nopeuttaa biokasaliuotuksen käynnistymistä. [5, s. 25.]

Agglomeroinnin jälkeen malmi kuljetetaan hihnakuljettimella ja kasataan kahdeksan metriä korkeaksi primääribioliuotuskasaksi (kuva 2). 800 metriä leveä ja 2 400 metriä pitkä kasa varustetaan rei'itetyllä ilmastus- ja kasteluputkistolla. Kasan päälle johdetaan veden, rikkihapon ja bakteerien muodostamaa liuosta. Kasan alle johdetaan ilmaa, josta bakteerit saavat happea. Sama liuos kiertää kasan läpi jatkuvasti. 10 % kierto-liuoksesta johdetaan metallien talteenottoon ja loput johdetaan takaisin kasan päälle keräilyaltaiden kautta. [7, s. 10.]



Kuva 2. Biokasaliuotusprosessi [8].

Biokasaliuotusprosessissa metallit liukenevat malmista bakteerien katalysoimina. Luonnossa bioliuotus käynnistyy itsestään malmista luonnostaan esiintyvien mikrobien, veden ja ilman vaikutuksesta. Kaupallisissa tarkoituksissa kiihdytetään tätä luonnollista prosessia, ja tyypilli-

sesti hyödynnetään samoja bakteereja. Myös Talvivaaran tapauksessa käytetään paikallisesti saatuja bakteereja. [5, s. 26.]

Noin puolentoista vuoden primääribioliuotuksen jälkeen primäärikasa puretaan, kuljetetaan ja kasataan uudelleen sekundääriliuotuskasaksi. Sekundäärikasaan kasataan neljä kahdentoista metrin kerrosta päällekkäin, ja se toimii malmin loppusijoituspaikkana. Sekundääriliuotuksesta kuparin ja kobolttin liuotus vielä jatkuu, ja samalla saadaan liuotettua mahdollisesti primäärivaiheessa huonosti liuenneet osat. Sekundääriliuotusvaiheen jälkeen kasa peitellään ja maisemoidaan. [7, s. 10.]

## 2.2 Metallien talteenotto

Metallien talteenotossa Talvivaaran hyödynnettävät metallit saostetaan metallipitoisesta kierätysliuoksesta kemikaalien avulla. Tuloksena prosessista saadaan kupari- ja sinkkisulfidi sekä yhdistetty nikkeli-koboltti-sulfidi. Nämä puolivalmisteet myydään ja kuljetetaan jauhemaisina Talvivaaran asiakkaille. [5, s. 29.]

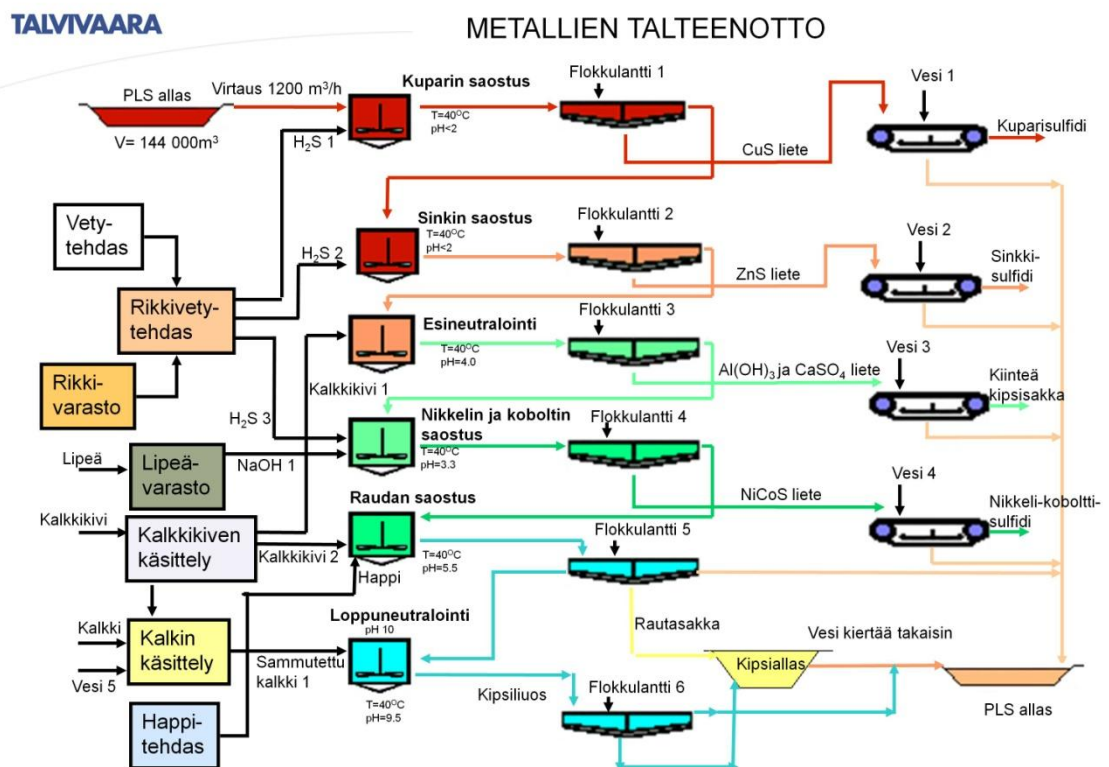
Kasaliuotuksesta metallitehtaalte tulevan liuoksen pH on tyypillisesti noin 2,8 ja virtausmäärä arviolta 1 200 m<sup>3</sup>/h. Tästä liuoksesta metallien talteenotto toteutetaan järjestyksessä kuparisulfidin saostus, sinkkisulfidin saostus, välineutralointi, nikkeli- ja kobolttisulfidin yhteissaostus, mahdollinen mangaanituotteen saostus ja prosessiliuoksen loppusaostus. [9, s. 17.] Kuvassa 3 on esitetty metallien talteenoton prosessikaavio.

Kupari- ja sinkkisulfidisaostukset tehdään eri saostuslinjoissa, jotka ovat lähes identtiset. Ensiksi kuparisulfidi saostetaan reaktoreissa käyttäen rikkivetykaasua ja ohjaten reaktiota säätämällä kuparin ja rikkivedyn moolisuhdetta. Puolen tunnin reaktoriviipymän jälkeen saostettu kuparisulfidi erotetaan liuoksesta sakeuttimella, suodatetaan ja pestään vedellä. [9, s. 18.]

Kuparisulfidin saostuksen jälkeen liuoksesta poistetaan sinkkisulfidi lisäämällä rikkivetyä ja ohjaamalla sinkin ja rikkivedyn moolisuhdetta. Sinkkisulfidin saostusreaktoreissa viipymä on noin tunnin, ja 280 m<sup>3</sup>:n kokoisia saostusreaktoreita on kuusi kappaletta. Reaktoreissa on lievä ylipaine ja rikkivedyn käyttö sinkkisulfidin saostuksessa on 4 340 kg/h. [9, s. 18.]

Saostettu sinkkisulfidi erotetaan liuoksesta sakeuttimissa. Ne (4 kpl, halkaisija 20 m) on sijoitettu ulos. Sakeuttimilta ylivuoto johdetaan välineutralointivaiheeseen. Osa alitteesta eli

sakeuttimen pohjalle sakeutuneesta sinkkisulfidilietteestä ohjataan takaisin saostukseen. Pääosa alitteesta menee nauhasuotimelle (4 kpl á 50 m<sup>2</sup>) pestäväksi. Tämän jälkeen vesipitoisuutta alennetaan suotopuristimella. Noin 40 % vettä sisältävä sinkkisulfidijauhe siirretään kylmiin varastohalleihin kuljettimilla. Sinkkisulfidin tuotantomäärä on 12 100 kg/h. [9, s. 18, 28.]



Kuva 3. Talvivaaran metallien talteenoton prosessikaavio [3.]

Kupari- ja sinkkisulfidisaostuksessa syntyneet hapot neutraloidaan välineutralointivaiheessa. Samalla saostuu pääosa alumiinista, mutta rauta pysyy liuenneena. Nikkeli- ja kobolttisulfidin yhteisaostus tehdään rikkivedyllä käyttäen neutralointiaineena natriumhydroksidia. Saostus tehdään korkeammassa pH:ssa (pH n. 4) kuin edellä. Muilta osin saostus ja sakeuttaminen ovat samanlaisia kuin kupari- ja sinkkisulfidisaostukset. [9, s. 19.]

Arvokomponenttien ja raudan saostuksen jälkeen jäljelle jääneet metallit saostetaan hydroksideina. Loppusaostukseen käytetään noin kolmasosa liuosmäärästä ja loput johdetaan takaisin bioliuotukseen nikkeli- ja kobolttisulfidin -saostuksen jälkeen. Loppusaostuksen pH on

noin kymmenen. Kipsiä sisältävä hydroksidisakka erotetaan sakeuttimella ja alite johdetaan kipsisakka-altaalle kuivumaan. Täällä erotettua vettä voidaan käyttää bioliuotukseen ja puh-  
taan veden tekoon. [9, s.19.]

### 3 RAEKOKOJAKAUMAN MÄÄRITYS

#### 3.1 Näytteenotto

Määritettäessä jonkin suuren materiaalmäärän ominaisuuksia joudutaan materiaalista usein ottamaan pieni osa tarkasteltavaksi. Tätä kutsutaan näytteenotoksi.

Näytteenotolla on suuri merkitys näytteiden analysointiin ja sitä kautta tuotannon ohjaukseen. Jotta tuotantoa ohjattaisiin oikeaan suuntaan, täytyy milligrammojen kokoisen näytteen edustaa koko senhetkistä tuotantoa. Riippumatta mittalaitteiston tarkkuudesta ja hyvyydestä mittaustulos voi kuvata senhetkistä tuotantoa vain niin hyvin kuin näyte edustaa sitä. [10, s.18.]

Olipa analysoitava näyte ja näytteenotin millainen tahansa, tulisi näyte ottaa aina liikkuvasta materiaalivirrasta useasti pitkällä aikavälillä [11, s. 4]. Luotettava näytteenotto tulee järjestää siten, että kaikenkokoisilla partikkeleilla on yhtäläinen mahdollisuus päästä näytteeseen [10, s. 18].

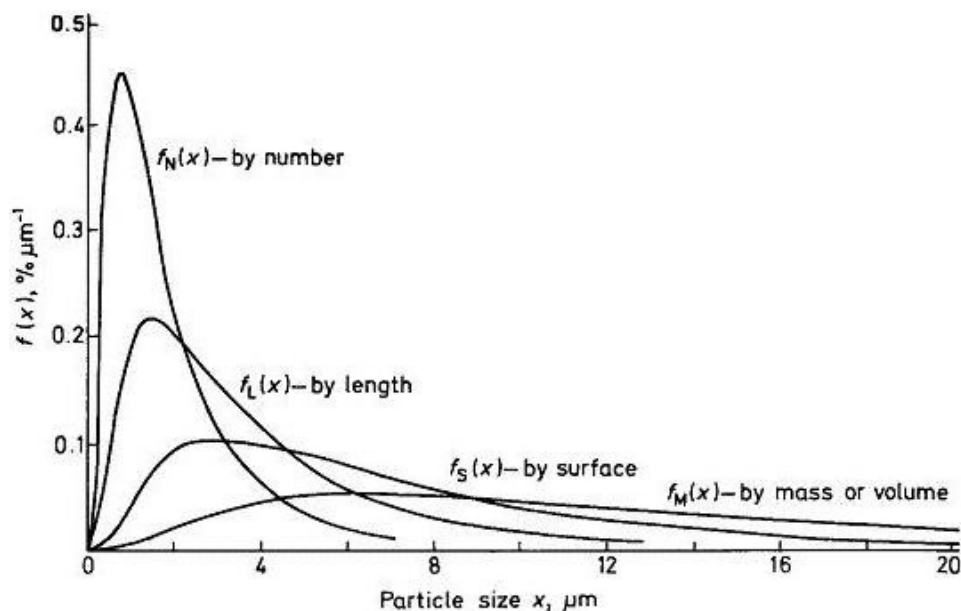
Liikkuvassa materiaalivirrassa partikkeleilla on tapana lajittua virtauksen mukana. Mitä suurempi partikkelikokojakauma eli suurien ja pienien partikkelien kokoero on, sitä enemmän materiaali on lajittunut. Lajittumisesta johtuen tulisi näytteenoton leikata koko materiaalivirta lyhyin aikavälein. [10, s. 20.]

Näytteenoton edustavuuteen kokonaisuudessa vaikuttavat näytteenotto- ja näytteenkäsittelyvirheet. Näytteenottovirheet ovat joko satunnaisia tai systemaattisia. Satunnaisvirheiden osuutta voidaan pienentää kasvattamalla näytekoko. Systemaattiset virheet johtuvat näytteenoton ja -ottimen ominaisuuksista. Näitä virheitä pystytään minimoimaan tuntemalla prosessi ja suunnittelemalla näytteenotto ja -otin huolellisesti. [10, s. 20, 21.]

### 3.2 Partikkelijakauman määrittäminen

Partikkeliksi katsotaan sellainen kiinteä hiukkanen, joka voidaan erottaa toisesta väliaineesta. Partikkeleiden tärkeimpiä ominaisuuksia kokojakauman ohella ovat koko, muoto, tiheys ja ulkopinnan ominaisuudet. [12, s. 12.]

Nesteen ja hiukkasten seosta kutsutaan yleisesti lietteeksi. Useimmat jauheet ja lietteet koostuvat erikokoisten partikkeleiden joukosta, jonka ominaisuudet muodostavat jakauman. Partikkelikokojakaumassa partikkelijoukko on jaettu eri suuruusluokkiin. Näiden luokkien prosentuaalinen osuus koko partikkelijoukosta voidaan esittää kuvaajan tai taulukon avulla. Kuvasssa 4 on esitetty, miten partikkelijakauma voidaan esittää lukumäärän, pituuden, pinta-alan ja massan mukaan. [13, s. 1, 2.]



Kuva 4. Partikkelikokojakauman esitys [12.]

Partikkelikokojakauman määrittämiseen on useita eri tekniikoita. Seula-analyysi on hyvin yleinen ja yksi yksinkertaisimmista menetelmistä, ja se jaottelee partikkelit ainoastaan koon mukaan. Menetelmä on yleinen vertailumenetelmä muille analyysille, ja sitä käytetään myös Talvivaarassa. Seula-analyysissä pinotaan seuloja kuudesta kymmeneen niin, että pienireikäisin on alimpana ja suurireikäisin ylimpänä. Ylimmän seulan päälle kaadetaan analysoitava näyte, ja koko pinoa tärisytetään seulakoneessa. Kullekin seulalle jäävät ne partikkelit, jotka eivät pysty läpäisemään seulan reikiä. Seuloihin jääneet partikkelit punnitaan, ja tuloksena saadaan osuus kokonaisuudesta seula-aukon funktiona. [4, ja 13, s. 2.]

Muita yleisiä menetelmiä partikkelikoon määrittämiseen ovat mm. laserdiffraktioon perustuva menetelmä, painovoimaan perustuva luokittamismenetelmä, tutkimuksessa yleinen Coulter Counter -tekniikka ja suora kuva-analyysi. [4.]

Laserdiffraktioon perustuva menetelmä on suhteellisen nopea ja käyttökelpoinen, mutta kallis. Se on seula-analyysin lisäksi yleinen määrittymenetelmä ja perustuu partikkelista sironneen valon diffraktioanalyysiin. Menetelmässä kyvetin läpi virtaavaa näytettä valaistetaan laser-valolla. Valonsäteet kulkevat kyvetin ja Fourier-linssin läpi ilmaisimelle. Se mittaa valon intensiteetin, sironnan ja sirontakuvion. Lopuksi partikkelikokojakauma lasketaan tietokoneella tiettyä sirontateoriaa hyväksi käyttäen. [12, s. 15.]

Suorassa kuva-analyysissä otetaan kuva analysoitavasta näytteestä siten, että yksittäiset partikkelit ovat taustaa vasten. Kuva voi olla esimerkiksi mikroskooppikuva tai kyvetin läpi otettu digitaalinen kuva. Kuva käsitellään ja mitataan kuvankäsittelyohjelmalla. Kuva-analyysi on absoluuttinen mittaustapa ja harvoja menetelmiä, jossa tarkastellaan ja mitataan yksittäistä partikkelia. Sen avulla voidaan tarkastella partikkelin koon ohella myös partikkelin muotoa ja rakennetta. [11, s. 112.]

Verrattaessa eri menetelmiä keskenään on muistettava, että sama näyte käyttäytyy eri mittaustavoilla eri lailla. Eri menetelmät jaottelevat partikkelit eri tavalla esimerkiksi massan tai kappalemäärän mukaan. Erimuotoisten kappaleiden koon määrittäminen ei ole yksiselitteistä. Ne voivat olla erikokoisia tarkastelusuunnasta ja tavasta riippuen. Joissakin tapauksissa partikkelit yhdistyvät, ja ne tulkitaan yhdeksi partikkeliksi. Näiden asioiden vuoksi on mahdollonta mitata absoluuttista virhettä käyttämällä toista menetelmää.

## 4 PARTIKKELIANALYSAATTORIN JA NÄYTTEENOTTIMEN KEHITYS

Työn tavoitteena oli kehittää laitteisto, joka pystyy mittaamaan sinkkisulfidin partikkelikokoa metallien talteenotto-prosessista. Laitteiston tuli pystyä ottamaan näyte metallitehtaan näytekierrosta, analysoimaan näyte ja laskemaan tulokset. Kehitetty laitteisto sijoitettiin metallitehtaan näytekiertoon, joka on pienempi sivukierto metallitehtaan tuotantolinjasta. Tuotantolinjassa oleva sinkkisulfidi on mediaaniltaan noin 13 mikrometrin kokoisena partikkelina sekoittuneena veden ja rikkivedyn kanssa. Sinkkisulfidia on kymmeniä grammoja litrassa, ja näytekierrossa vallitsee noin 2–3 baarin paine. Prosessissa käytettävä rikkivety on pelkistin ja reagoi voimakkaasti hapettavien aineiden kanssa sekä syövyttää metalleja [14]. Laitteiston tuleva sijoituspaikka on tehtaan sisällä, ja olosuhteita voidaan pitää yleisesti hyvinä.

Laitteiston kehittämisen ohella tutkittiin partikkelikoon mittaamenetelmää ja sen soveltuvuutta metallien talteenotossa esiintyvien partikkelien mittaamiseen. Laitteisto tuli rakentaa aluksi yksilinjaiseksi, mutta tulevaisuudessa sen voi muuttaa monilinjaiseksi. Valmiin laitteiston tulee olla kenttätestikelpoinen. Sen tulee täyttää riittävä turvallisuus- ja vaatimustaso, jotta se voidaan toimittaa kenttätesteihin tuotannossa toimivalle tehtaalle. Laitteiston komponenttien määrän ja kokonaishinnan tuli olla myös mahdollisimman alhainen.

### 4.1 Laitteiston suunnittelu

Laitteisto suunniteltiin kaksiosaiseksi, jossa näytteenoton prosessista hoitaisi erillinen näytteenotin. Näytteen analysoinnin ja muut toiminnot sekä laitteiston ohjauksen hoitaa analysaattori. Näytteen analysointiin käytetään Metso Automation Oy:n kehittämää optiikkayksikköä ja kuva-analyysiohjelmistoa. Niiden kehitystä ja yksityiskohtia käsitteleviä asioista ei ole selvitetty tässä insinööriyössä tietosuojasyistä.

#### 4.1.1 Näytteenotin

Näytteenottimen suunnittelussa lähdettiin siitä, että metallitehtaan näytekierrosta saadaan kuljetettua vakiomäärä tuotetta näytettä analysaattorille. Otettava näyte ei saa myöskään la-

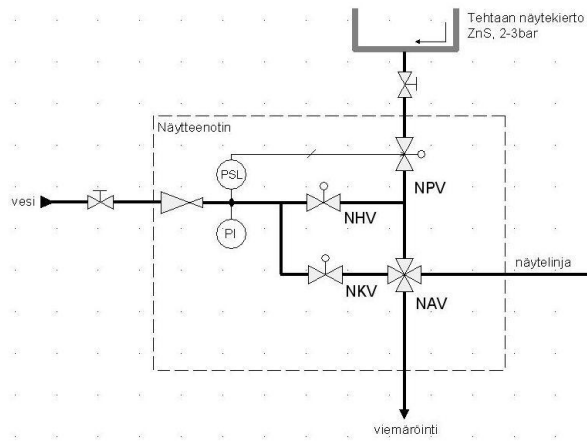


jittua näytteenoton aikana ja näytteenotto ei saisi olla lajitteleva. Näytteenottimen pääkomponentiksi kehitettiin pneumaattisella toimilaitteella ohjautuva annosventtiili. Sillä saadaan ohjuoksutettua näyteliuosta jonka jälkeen liuksesta otetaan vakio määrä näytettä. Yhden näyteannoksen tilavuus on noin kolme millilitraa. Annosventtiilin kehitettiin Talvivaaran metallien talteenoton ja analysaattorilaitteiston vaatimusten mukaiseksi. Annosventtiilin toimintaa ei selvitetä tässä insinööriyössä tarkemmin tietosuojasyistä.

Tehtaan näytekierrosta tuleva näyte suunniteltiin pysäytettäväksi ennen annosventtiiliä pneumaattisella toimilaitteella ohjautuvalla palloventtiilillä. Näytelinja avataan näytteenpysäytysventtiilillä vain näytteen ohjuoksutuksen ajaksi. Tällä tavoin toimimalla voidaan näytteenottimen muut osat pestä vedellä heti näytteenoton jälkeen, jolloin näytteenottimen osien kosketus syövyttävään näytelietteeseen on mahdollisimman vähäinen. Näytteenottimelle tulevaan vesiliitännään suunniteltiin myös painekytin, joka estää näytteenpysäytysventtiilin aukeamisen vesipaineen puuttuessa tai paineen ollessa liian pieni. Vesipaineen puuttuessa näytteesiirto ja näytteenottimen pesut eivät toimi, jolloin näytteenotin saattaa vahingoittua ja näytelinja tukkeutua näytteenottimen käsitellessä pelkkää näyteliettä.

Näyte suunniteltiin kuljetettavaksi näytelinjaa pitkin vesipaineella. Tällä tavalla toimiessa näytelinjaa ohjataan vettä kunnes näyte on kuljetettu vesipatsaan edellä analysaattorille asti. Näytteen kuljetuksen jälkeen näytteenotin tulee pestä vedellä metalleja syövyttävän näytelietteen vuoksi. Näytteen kuljetus ja pesut suunniteltiin suoritettavaksi kahden magneetti-venttiilin avulla, jotka ohjaavat vettä näytteenottimeen. Näytteenotin suunniteltiin peseväksi vedellä siten, että näytteenottimen mitkään osat ja linjat eivät ole kosketuksissa näytelietteen kanssa. Pesujen tarkoituksena on pidentää komponenttien elinkaarta ja estää mahdollisia tukkeumia.

Näytteenottimeen suunniteltiin lisäksi tulovesiliitännään painemittari, käsiventtiili ja painetasausregulaattori. Regulaattorin tehtävänä on pitää tuleva vesipaine vakiona. Myös tehdään näytekierrosta ja näytteenpysäytysventtiilin väliin tulee käsiventtiili, jolla pystytään sulkemaan näytelinja esimerkiksi näytteenottimen huoltotilanteissa. Kuvassa 5 on esitetty näytteenottimen virtauskaavio.



Kuva 5. Näytteenottimen virtauskaavio.

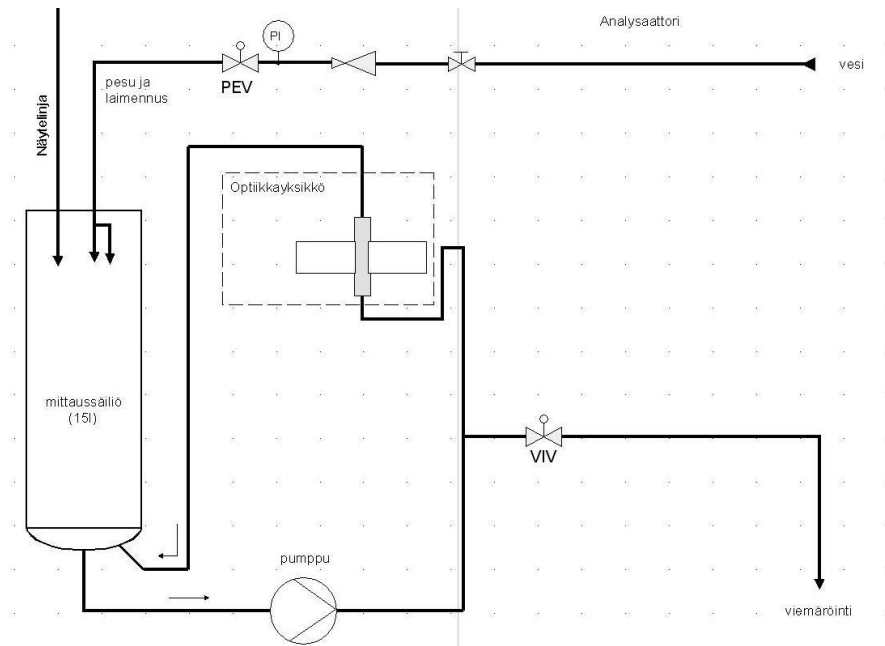
#### 4.1.2 Analysaattori

Analysaattori suunniteltiin sellaiseksi, että näytelinjasta tuleva näyte ohjataan mittaussäiliöön, jossa se laimennetaan haluttuun sakeuteen ja sekoitetaan. Pumpaamalla tehdyn sekoituksen jälkeen laimennettu mitattava näyte kierrätetään mittakierrossa optiikkayksikön läpi. Mittakierto on putkilla yhteen liitetty kierto, mikä yhdistää mittaussäiliön, pumpun ja optiikkayksikön. Näytteen analysointi tapahtuu optiikkayksikössä kierrätyksen aikana. Analyysin jälkeen näyte pumpataan viemäriin ja analysaattorin mittakierto pestään vedellä. Ennen seuraavaa näytettä mittaussäiliön ja mittakierron pitää olla puhdas edellisestä näytteestä, ettei seuraavassa mittauksessa analysoida edellisen näytteen partikkeleita.

Mittauksen ei uskottu olevan kovinkaan sakeusriippuvainen, joten laimennus suunniteltiin tehtäväksi vesiventtiilin aukioloaikaan perustuen. Näytemäärän ja näytteen sakeuden oletettiin pysyvän vakiona normaalisti, jolloin vakavoidulla vesipaineella tehty laimennus on tarpeeksi tarkka tähän sovellukseen. Laimennus ja pesu suunniteltiin tehtäväksi yhdellä vesiventtiilillä, jota ennen vesilinjassa on säädettävä paineentasausregulaattori. Suunnitelmalla välttyttiin tekemästä laitteistoon vaikeita pinnankorkeussovelluksia.

Pumpuksi valittiin kolmivaihemootorilla toimiva keskipakopumppu. Aikaisemmista sellunpumpppauskokemuksista tiedettiin kolmivaihemoottori käynnistysvarmemmaksi ongelmatilanteissa kuin yksivaihemoottori. Kolmivaihemoottoria suunniteltiin ohjattaksi ohjelmoitavalla taajuusmuuttajalla, joka käyttää yksivaihesähkösyöttöä. Taajuusmuuttajan

avulla moottoria suunniteltiin pyöritettävän kahdella eri nopeudella, jolloin saadaan eri virtausnopeus mittaus- ja pesuvaiheisiin. Pesuvaiheessa nopealla virtauksella saataisiin pesuteho riittäväksi ja mahdollisesti laskeutunut näyte irti putkistosta. Hitaammalla virtauksella mittauksen uskottiin toimivan paremmin kuin nopealla. Kuvassa 6 on esitetty analysaattorin virtauskaavio ja liitteessä 1 koko laitteiston virtauskaavio.



Kuva 6. Analysaattorin virtauskaavio.

#### 4.1.3 Laitteiston ohjaus

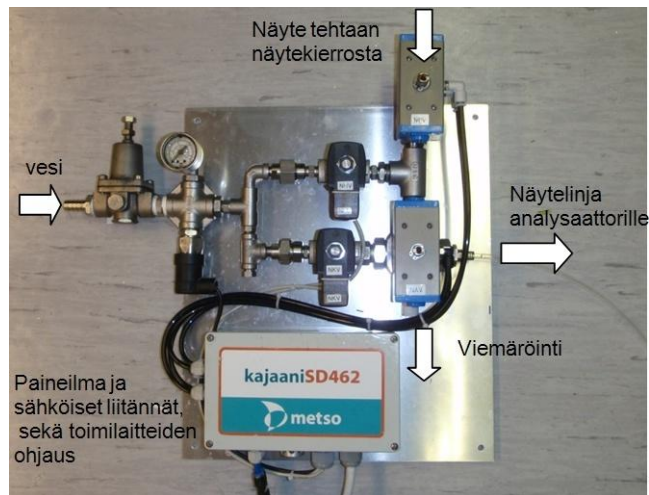
Laitteisto suunniteltiin tietokonepohjaiseksi, jossa tietokoneella toimii optiikkayksikön kuva-analyysiohjelmisto ja käyttöliittymäohjelmisto. Kuva-analyysiohjelmana toimii Metso Automation Oy:n kehittämä kuva-analyysiohjelmisto. Analysaattorin ja näytteenottimen ohjaukseen suunniteltiin toteutettavan käyttöliittymäohjelmisto, joka ohjaa kaikkia laitteiston toimintoja. Käyttöliittymäohjelmisto ei yksistään pysty ohjaamaan yksittäisiä venttiileitä tai muita laitteita, joten tietokoneen ja laitteiden väliin suunniteltiin I/O-laitteisto. I/O-laitteiston tehtävänä on hoitaa kommunikointi käyttöliittymäohjelmiston ja yksittäisten laitteiden välillä.

## 4.2 Laitteiston kokoonpano

Partikkelianalysaattorilaitteiston kokoonpano ja rakentaminen suoritettiin Kajaanin Metso Automation Oy:n tiloissa kesällä 2009. Laitteisto rakennettiin suunnitelmien perusteella ja osa ratkaisuista kehitettiin rakentamisen aikana. Laitteiston valmistuessa voitiin samalla määrittellä tarkemmin käyttöliittymäohjelmiston ohjelmistovaatimukset, sekä näytteenottoaikan tekniset vaatimukset laitteiston prosessiin liittämistä varten.

### 4.2.1 Näytteenotin

Näytteenottimen kokoonpano on esitetty kuvassa 7. Näytteenotin rakennettiin suunnitelmien pohjalta alumiinilevyllä josta se voitaisiin ripustaa seinälle näytteenottoaikan läheisyyteen. Näytteenottimen pääkomponentit on esitelty taulukossa 1. Komponentit on liitetty toisiinsa erilaisin putkiyhtein jäykäksi kokonaisuudeksi kuitenkin siten, että yksittäisen komponentin vaihto on suhteellisen helppoa. Paineilma- ja sähköiset liitännät on kytketty venttiilien alla olevassa kytkentäkotelossa.



Kuva 7. Näytteenottimen kuva ja sen liitännät.

Taulukko 1. Näytteenottimen komponentit.

Komponentti	Tunnus	Tyyppi
Näytteenpysäytysventtiili	NPV	Toimilaitteohjattu kaksitiepalloventtiili
Näytteenannosteluventtiili	NAV	Toimilaitteohjattu annosventtiili
Näytteenkuljetusventtiili	NKV	Kaksitiemagneettiventtiili
Näytteenottimen huuhteluventtiili	NHV	Kaksitiemagneettiventtiili
Painekytkin	PSL	Säädettävä painekytkin (kytkentäpiste 1 bar)
Painemittari	PI	Mekaaninen painemittari
Paineentausregulaattori		Säädettävä paineentausregulaattori

Näytteenottimen ulkoiset liitännät on esitelty taulukossa 2. Liitännät tehtaan näytekierrosta, näytelinja analysaattorille, puhdasvesiliitäntä ja viemärointiliitäntä on toteutettu FEP-letkuilla. FEP (fluorietyleenipropyleeni) -letkuissa on alhainen kitka ja reaktioherkkyys muiden aineiden kanssa, joten ne sopivat kemikaaleja sisältävän näyteliuoksen kuljetukseen. [15]. Paineilmaliitäntään tulee normaali paineilmaletku, jossa on 4–8 baarin paine. Näytteenottimen sähköinen ohjaus analysaattorilta tulee instrumenttikaapelilla (JAMAK 4\*(2+1)\*0,5mm<sup>2</sup>) kytkentäkoteloon. Kytkeäkoteloissa on toimilaitteiden ohjaus sekä riviliitännät magneettiventtiilien ohjauksille. Painekytkin on kytketty kytkentäkotelossa siten, että tulevan vesipaineen ollessa alle yhden baarin kytkee painekytkin näytteenpysäytysventtiilin toimilaitteen ohjauspiirin mekaanisesti irti. Tulevan vesipaineen ollessa normaalisti yli yhden baarin on ohjauspiiri kytketty ja venttiilin auki ohjaaminen on mahdollista. Kaikkien venttiilien ohjaus tapahtuu analysaattorilta sähköisesti, jossa ohjaus syöttää toimilaitteelle ja magneettiventtiilille joko 0 tai 24 voltia tasajännitettä. Jännitteettömässä tilassa (0 voltia) venttiilit ovat kiinni ja 24 voltin jännitteellä auki. Venttiileitä voidaan käänellä halutulla tavalla ohjelmallisesti käyttöliittymäohjelmasta ohjaten.

Taulukko 2. Näytteenottimen ulkoiset liitännät.

Liitäntä	Liitintyyppi
Liitäntä tehtaan näytekierrosta	1/2"-sisäkierre FEP-letkulle
Paineilmaliitäntä	8/6 mm työntöliitos paineilmaletkulle
Puhdasvesiliitäntä	1/2"-sisäkierre FEP-letkulle
Viemäröinti-liitäntä	1/2"-sisäkierre FEP-letkulle
Näytteenkuljetuslinja analysaattorille	6/4 mm työntöliitos FEP-letkulle
Näytteenottimen sähköinen ohjaus	Riviliitin

#### 4.2.2 Analysaattori

Analysaattori rakennettiin suunnitelmien pohjalta vanhaan Metso Automation Oy:n käytöstä poistettuun analysaattorin laiterunkoon, josta poistettiin kaikki vanhan sovelluksen komponentit. Uudelleen käyttöön otettiin mittaussäiliö (kuvassa 8 etualalla) sekä runko ovineen. Laitteiston muut komponentit hankittiin uutena tai uudelleen käytettiin vanhojen koelaitteiden osia.

Kuvassa 8 on esitetty analysaattori edestäpäin katsottuna. Avattavan etuoven takana on ylhäältä avoin mittaussäiliö, jossa näytteenkäsittely tapahtuu. Säiliön yläpäässä on näytteenkuljetuslinjan pää ja laimennus- ja pesusuuttimet. Mittauskierron imu sekä takaisinpumpaus tapahtuvat säiliön pohjasta. Etuosan oikeaan yläkulmaan on sijoitettu laitteiston pääkytkin, käsinäytteenotuspainike sekä merkkivalot ”+24VDC OK” ja ”Kaada käsinäyte”.



Kuva 8. Analysaattori edestäpäin katsottuna.

Analysaattorin runko on jaettu kahteen osaan väliseinällä, jonka vasemmalle puolelle sijoitettiin mittakierto ja sen pääkomponentit. Kuvassa 9 on esitetty kuva analysaattorista vasemmalta katsottuna. Alimmaksi laiterungon pohjalle sijoitettiin moottori ja keskipakopumppu, joka imee veden tai mitattavan liuoksen mittaussäiliön pohjalta. Pumpulta mittakierto jatkuu ylempänä olevan optiikkayksikön läpi palautuen mittaussäiliön pohjalle. Pumpun jälkeen mittakiertoon on sijoitettu T-haara ja palloventtiili, jonka avaamalla mittakierron ja mittaussäiliön sisältö voidaan pumpata viemäriin.

Mittaussäiliöön tuleva laimennus- ja pesuvesi ohjataan säiliöön kahden suuttimen kautta, jotka ohjaavat veden säiliön sisäreunoille. Laimennus- ja pesuveden annostelu tapahtuu magneettiventtiilin aukioloaikaan perustuen. Vesilinjassa ennen magneettiventtiiliä on painetasausregulaattori ja painemittari vesipaineen säätämistä ja vakavointia varten.

Analysaattorin ulkoiset letkuliitännät on esitetty taulukossa 3. Liitännät näytelinjaa ja puhtasvesiliitääntä lukuun ottamatta on sijoitettu analysaattorin taakse. Näytelinja on tuotu läpi takaseinästä ja liitetty mittaussäiliön vieressä letkuun, jolla näyte ohjataan mittaussäiliöön. Myös puhtaan veden liitääntä on analysaattorin sisäpuolella. Analysaattorin sähköiset liitännät on tuotu analysaattorin takaa. Sähköisiin liitääntöihin kuuluu 230 voltin verkkojännite, näytteenottimen sähköinen ohjaus ja ethernet-etäyhteysverkkoliitääntä.



Kuva 9. Analysaattori vasemmalta katsottuna.

Taulukko 3. Analysaattorin ulkoiset letkuliitännät.

<b>Liitäntä</b>	<b>Liitintyyppi</b>
Paineilmaliitäntä	8/6 mm työntöliitos paineilmaletkulle
Puhdasvesiliitäntä	1/2"-sisäkierre FEP-letkulle
Näytelinja	6/4 mm työntöliitos FEP-letkulle
Viemäröinti	3/4"-letkukara kumiletkulle

Analysaattorin oikean puoleinen puoli on jaettu kahteen osaan pystysuunnassa. Ylempi osa on eristetty roiskevedeltä ja sinne on sijoitettu analysaattorin tietokone, jännitelähteet ja rivi-liitännät. Ylemmän osan oveen on sijoitettu I/O-liitinkotelo. Alempaan osioon on sijoitettu taajuusmuuttaja suojattuun koteloon, koteloitu relekortti, paineilmatukki ja paineilman käsi-venttiili sekä paineilmamittari. Kuvassa 10 on esitetty analysaattorin kuva oikealta katsottuna.





Kuva 10. Analysaattori oikealta katsottuna.

#### 4.2.3 Laitteiston ohjaus

Koko analysaattorilaitteiston ohjaus tapahtuu tähän tarkoitukseen toteutetun käyttöliittymäohjelmiston kautta. Ohjelmiston tarkempi kuvaus on esitetty kappaleessa 5. Seuraavassa on esitetty analysaattorilaitteiston ohjaukset ja kytkennät. Laitteiston kytkentäkaavio on esitetty liitteessä 2.

Analysaattorilaitteiston ohjaus toteutettiin siten, että käyttöliittymäohjelmisto ohjaa laitteita National Instrumentsin PCI-6221-tiedonkeruukortin kautta. Kortti liitettiin tietokoneeseen PCI-väylän kautta, ja se on yhteensopiva National Instrumentsin LabVIEW-ohjelmistoympäristön kanssa, jolla käyttöliittymäohjelmisto toteutettiin. PCI-6221-tiedonkeruukortti on monitoiminen tiedonkeruukortti matalan hankintakustannusten sovelluksiin. Kortissa on useita reaaliaikaisia analogisia ja digitaalisia tuloja ja lähtöjä [16]. Tiedonkeruukortti on liitetty omalla kaapelillaan NI-SCC 68 I/O-liitinkoteloon, jonka kautta kaikki tiedonkeruukortille tulevat kytkennät tehtiin.

PCI-6221-tiedonkeruukortti pystyy syöttämään lähtöihin vain kymmenen voltin jännitettä, joten se ei suoraan soveltunut venttiileiden ohjaukseen. Magneettiventtiilit ja palloventtiileiden toimilaitteiden ohjaukset tarvitsevat 24 voltin ohjausjännitteet. Ongelma ratkaistiin suunnittelemalla ja rakentamalla I/O-liitinkotelon ja ohjattavien venttiileiden väliin yhdek-

sänkanavainen relekortti. Se rakennettiin reikälevypiirikortille yhdeksästä TQ2-5V 30038 - releestä. Näiden tulot kytkettiin I/O-liitinkotelon digitaalilähdöistä. Releiden lähtöihin ketjutettiin 24 voltin käyttöjännite. Näin I/O-liitinkotelon digitaalilähdöstä tuleva viiden voltin ohjaus saa aikaan releen vetämisen ja releen lähdöstä kytkeytyy 24 voltin jännite ohjattavalle venttiilille. Ohjaamattomassa tilassa releiden lähdöt ovat jännitteettömässä tilassa.

Releet varustettiin irrotettavilla kannoilla, joten releiden vaihdon pystyy suorittamaan ilman työkaluja. Kaikki liitännät tehtiin käsin irrotettavilla liittimillä. Kortti kaikkine komponentteineen koteloititiin muovikoteloon, jossa on riittävä määrä läpivientejä liitännöille. Relekortin kanavat 1–4 ovat näytteenottimen ohjauksen käytössä, kanavat 5–6 analysaattorin venttiilien ohjauksen käytössä, ja kanava 7 on käsinäyte merkkivalolle. Kaksi kanavaa on varattu mahdollisille laajennuksille.

Mittauskierron keskipakopumpun käyttö toteutettiin kolmivaihemoottorilla, jota ohjaa ohjelmoitava taajuusmuuttaja. Moottorin pyörimisnopeus riippuu syötettävän sähkön taajuudesta ja on sitä nopeampi mitä korkeampi on syötettävän sähkön taajuus. Lenze 8200 Vector -tyypin taajuusmuuttaja on varustettu standardi I/O -ohjausyksiköllä, joka kytkettiin I/O-liitinkotelon analogialähtöihin. Taajuusmuuttaja ohjelmoitiin siten, että analogialähdöllä ohjaamalla moottori saatiin toimimaan kahdella eri nopeudella tai olemaan pysähdyksissä. Hiljaisemman nopeuden syöttötaajuudeksi asetettiin 20 Hz ja nopeamman 40 Hz.

Tiedonkeruukortin tuloista on vain yksi analogiatulo käytössä, johon syötetään käsinäytepainonapin tilatieto. Napin painamisen jälkeen käyttöliittämöohjelmisto osaa tehdä tarvittavat toimet käsinäytteen analysoinnin valmistelua varten. Käsinäyteanalyysi ja laitteiston muut sekvenssit on käsitelty kappaleessa 5.

Optiikkayksikköä ohjaa oma ohjauskortti, joka on koteloitu optiikkayksikön viereen. Ohjauskortti syöttää käyttöjännitteet sekä ohjaa optiikkayksikön kameraa ja valaisinta. Kameran kuvasignaali on kytketty tietokoneelle verkkokaapelilla erilliselle verkkokortille, josta kuva-analyysiohjelmisto ottaa kuvasignaalin käyttöön käyttöliittämöohjelmiston sekvenssin mukaan. Kuva-analyysi- ja käyttöliittämöohjelmisto ovat erillisiä ohjelmistokokonaisuuksia, jotka toimivat laitteistossa yhtä aikaa.

Tietokoneen sisäänrakennettu verkkokortti varattiin etätyöpöytäyhteyttä varten, jolla saadaan näkymä tietokoneen näytöltä omalle koneelle. Verkkokorttiin liitettiin ulkoinen verkkokytin. Sen kautta laitteiston hallinta onnistui toisella tietokoneella verkkokaapelin tai langatto-

man yhteyden välityksellä. Langattoman yhteyden välityksellä laitteistoa voitiin seurata ja hallita esimerkiksi Kajaanista laitteiston ollessa toiminnassa Talvivaarassa.

## 5 OHJELMISTOVAATIMUSTEN MÄÄRITTELY

Partikkelianalysointilaitteistoa ohjaavalle käyttöliittymäohjelmistolle määriteltiin tekniset vaatimukset ja suoritusvaatimukset, jotka on esitetty tässä luvussa. Ohjelmistovaatimusmäärittely tehtiin ennalta määritettyjen toimintojen aikaansaamiseksi laitteiston mekaniikan ehdoin. Sen perusteella ohjelmoija laati ja toteutti ohjelmoinnin. Ohjelmiston kehittäjälle kuului myös I/O-liitäntöjen käyttöönotto ja alustus sekä valmiin ohjelmiston asennus, ohjelmistotestaus ja dokumentointi. Työssä käytettiin National Instrumentsin LabVIEW- ohjelmointiympäristöä.

Käyttöliittymäohjelmiston tavoitteena oli saada aikaan toiminnot, joka suorittavat automaattisesti online-näytteenoton, näytteen käsittelyn ja mittauksen sekä laitteiston puhdistamisen ennen seuraavaa mittausta. Siinä tuli olla selkeä käyttöliittymä ja kaikkien parametrien tuli olla helposti muutettavissa päänäytöstä. Parametrien tallennus sekä niiden lataus ohjelmiston käynnistyksen yhteydessä tuli olla automaattinen. Tässä luvussa esitetyt ohjelmistoparametrit on *kursivoitu* kirjoitusasun selkeyttämiseksi. Lisäksi ohjelmaan tuli sisällyttää käsinäyttemahdollisuus, jolloin käyttäjä pystyy analysoimaan jostain muusta kuin online-näytteenottopisteestä otetun näytteen. Käyttöliittymäohjelmiston ohjelmalohkot on esitetty liitteessä 3.

### 5.1 Online-sekvenssi

Käyttöliittymäohjelman ja analysointilaitteiston pääasiallinen ja tärkein tehtävä on suorittaa online-näytteenottosekvenssiä itsenäisesti. Normaaleissa kenttäolosuhteissa laitteisto suorittaa online-mittauksia jatkuvasti ympäri vuorokauden, jolloin laitteen käyttö rajoittuu tulosten tarkasteluun. Online-mittauksessa laitteisto ottaa näytteen suoraan käynnissä olevan metallitehtaan näytelinjasta ja analysoi näytteen. Online-sekvenssin päävaiheita ovat suoritusjärjestyksessä pohjavesi, online-näytteenotto, sekoitus, mittaus ja pesu.

### 5.1.1 Pohjavesi

Ensimmäisenä vaiheena online-sekvenssissä on pohjaveden otto analysaattorin mittaussäiliöön. Pohjavesi annostellaan avaamalla laimennus- ja pesuventtiili (PEV) asetetuksi ajaksi. Pohjavesi toimii samalla analysoitavan näytteen laimennusvetenä. Pohjavedestä poistetaan ilmakuplat jaksottaisella pumppaamisella mittakierrossa. Pohjavettä pumpataan kaksikymmentä sekuntia mittakierrossa ja seisotetaan pumppaamatta *ilmanpoisto*-parametrin ajan. Pumppaus ja seisotus toistetaan neljä kertaa. Mittakiertoon ja pumpun pesään jäänyt ilma saadaan poistettua jaksottaisella pumppaamisella, jolloin ilmakuplat eivät häiritse itse mittausta. Ilmanpoisto-sekvenssin jälkeen virtaavasta pohjavedestä otetaan taustakuva, jota käytetään kuva-analyysissä. Taustakuvanotto voidaan tehdä joko pohjavedestä tai ennen mittausta näytettä sisältävästä liuksesta ja sen valinta tehdään *taustakuva*-parametrilla.

### 5.1.2 Online-näytteenotto

Online-näytteenoton toiminnot tapahtuvat näytteenottimella. Kaikki näytteenotossa käytettävät venttiilien aukioloajat ovat parametreja ja säädettävissä mittauskohteen ja prosessiolosuhteiden mukaan. Parametrien säädöt pystytään tekemään käyttöliittymäohjelmistosta laitteiston ollessa toiminnassa, joten laitteiston käyttöönotto ja mahdolliset muutokset on helppo toteuttaa, eivätkä ne vaadi erikoisosaamista.

Näytteenoton aluksi näytettä juoksetetaan metallitehtaan näytekierrosta näytteenottimen läpi viemäriin. Näytteen ohijuoksutus ja näytteenotto toteutetaan näytteenpysäytysventtiilin (NPV) ja näytteenannosteluventtiilin (NAV) avulla. Näytteenannosteluventtiiliin muodostunut näyteannos kuljetetaan vesipaineella näytelinjaa pitkin analysaattorin mittaussäiliöön avaamalla näytteenkuljetusventtiili (NKV). Riittävän näytesakeuden saamiseksi voidaan näyteannoksia ottaa mittaussäiliöön tarvittaessa useita. Näyteannoksien määrä valitaan *näyteannos*-parametrilla. Useita näyteannoksia käytettäessä saadaan edellinen näyteannos siirrettyä näytelinjaan veden avulla. Näytteen siirron veden virtauksen aika määritetään *näytteesiirto*-parametrilla.

Näytteen kuljetuksen jälkeen näytteenotin pestään huuhtelemalla vedellä. Se tapahtuu avaamalla näytteenkuljetusventtiili (NKV) ja näytteenannosteluventtiili (NAV). Huuhtelu aika

asetetaan *huuhtelu säiliöön* -parametrilla. Seuraavaksi näytteenotin huuhdellaan viemäriin huuhteluventtiilin (NHV) ja näytteenannosteluventtiilin (NAV) avulla. Huuhteluaika asetetaan *huuhtelu viemäriin* -parametrilla. Näytteenotinta ei huuhdella prosessiin päin alhaisen vesipaineen vuoksi.

### 5.1.3 Sekoitus

Näytteenoton jälkeen mittaussäiliössä oleva laimennusvesi ja näytteenottomelta otettu näyte sekoitetaan. Sekoitus tapahtuu pumppaamalla laimennusveden ja näytteen muodostamaa lietettä mittakierrossa aluksi korkealla nopeudella ja lopuksi matalalla nopeudella. Sekoitusajat ovat asetettavissa *sekoitus(korkeanopeus)* ja *sekoitus(matalanopeus)* -parametreilla.

### 5.1.4 Mittaus

Mittausvaiheessa analysoidaan mitattava näyte. Mikäli taustakuva on valittu otettavaksi näytteestä, otetaan taustakuva tässä vaiheessa ennen varsinaista analyysia. Näytesakeuden ollessa tarpeeksi matala, taustakuvanottoalgoritmi pystyy ottamaan edustavan taustakuvan kuvassa olevista mitattavista partikkeleista huolimatta. Taustakuva otetaan kajaaniIMG-kuva-analyysiohjelmalla, josta käyttöliittymäohjelmisto käynnistää taustakuvanottotoiminnon.

Analyysin aloittamista voidaan viivästyttää *viive ennen mittausta* -parametrilla. Analyysi voidaan suorittaa joko pumppaamalla näytettä mittakierrossa matalalla nopeudella tai ilman pumppausta, jolloin tarkastellaan painovoiman avulla putoavia näytepartikkeleita. Mittaustavan valinta tehdään *pumppaus mittauksen aikana* -parametrilla. Itse analyysi tapahtuu kajaaniIMG-kuva-analyysiohjelmalla, josta käyttöliittymäohjelmisto käynnistää analyysitoiminnon. Analyysiaika on asetettavissa *mittausaika*-parametrilla. Analyysin tulokset tallentuvat kuva-analyysiohjelman tulostaulukkoon, josta ne ovat luettavissa.

### 5.1.5 Pesu

Viimeisenä vaiheena online-sekvenssissä suoritetaan mittaussäiliön ja mittakierron pesu. Siinä ensimmäisenä pumpataan analysoitu näyte ja laimennusvesi viemäriin avaamalla viemärintiventtiili (VIV) ja käyttämällä pumppua korkealla nopeudella. Mittaussäiliöön lisätään puhdasta vettä ja kierrätetään sitä mittakierrossa. Lopuksi mittakierto ja mittaussäiliö tyhjenetään kokonaan vedestä. Pesukertojen määrä sekä huuhtelu- ja tyhjennysajat ovat asetettavissa parametreista. Pesusekvenssin jälkeen ohjelman suoritus palaa pohjavedenottoon, ellei online-sekvenssistä ole poistettu tai ohjelman suoritusta lopetettu.

### 5.2 Käsinäyteanalyysi

Laitteistoon suunniteltiin käsinäytteiden analysointimahdollisuus. Laitteiston suorittaessa online-sekvenssiä voidaan käsinäyteanalyysi tilata painamalla käsinäytepainiketta analysaattorin etupaneelista. Painamisen jälkeen painikkeen alapuolella oleva ”kaada käsinäyte” -valo vilkkuu kolmesti merkiksi käsinäytteen tilaamisesta. Laitteisto suorittaa keskeneräisen online-analyysin kaikki vaiheet loppuun asti ennen käsinäyteanalyysiä. Käsinäytesekvenssin aluksi laitteisto suorittaa käsinäytteen pohjaveden oton, jonka kesto on asetettavissa *käsinäytteen laimennus* -parametrilla. Pohjaveden oton jälkeen syttyy ”kaada käsinäyte” -valo, jolloin käsinäyte on syötettävissä mittaussäiliöön. Käsinäytesekvenssi suorittaa sekoitus-, mittaus- ja pesuvaiheet samalla lailla kuin online-sekvenssissäkin. Käsinäyteanalyysin tulokset tallentuvat kuva-analyysiohjelman tulostaulukkoon, josta ne ovat luettavissa. Ohjelman suoritus palaa online-sekvenssin alkuun, ellei uutta käsinäytettä ole tilattu.

### 5.3 Huoltotila

Käyttöliittymäohjelmistoa voidaan käyttää huoltotilassa, jossa kaikkia yksittäisiä sekvenssilohkoja voidaan suorittaa käyttäjän haluamalla tavalla. Huoltotila otetaan käyttöön asettamalla *huoltotila*-parametri aktiiviseksi. Sekvenssilohkoja, kuten esimerkiksi pesu, mittaus ja sekoitus voidaan ottaa käyttöön valitsemalla haluttu toiminto käyttöliittymäohjelmiston näytöstä. Huoltotila on hyvin käyttökelpoinen työkalu parametrien asettelussa tai suoritettaessa suurempia käsinäytesarjoja.

## 6 LAITTEISTON TESTAUS

Partikkelianalysaattorilaitteiston testaus suoritettiin pääosin kenttätestauksena Talvivaaran kaivososakeyhtiö Oy:n metallien talteenottolaitoksella. Alkutestejä ja yksittäisten laitteiden toiminnan testausta suoritettiin ennen kentälle vientiä Kajaanin Metso Automation Oy:n tiloissa. Laitteiston testaussuunnitelma muotoutui laitteiston kehityskaaren mukana, eikä varsinaista testaussuunnitelmaa tehty. Testauksessa keskityttiin alussa asetettujen tavoitteiden saavuttamisen varmistamiseen sekä todistamaan, että laitteisto on mittauksellisesti riittävän tarkka ja luotettava.

Laitteisto asennettiin Talvivaaran metallien talteenottoprosessiin joulukuussa 2009. Näytteenotin asennettiin sinkkisulfidin saostusreaktoreiden jälkeiseen näytekiertoon ennen sa-keutusvaihetta. Näytteenottopisteestä näytteenottimelle tuli etäisyyttä vajaa kaksi metriä. Analysaattoriossa sijoitettiin reaktorihallin seinustalle. Näytteenottimen ja analysaattorin väli- sen näytelinjan sekä näytteenottimen ohjauskaapelin pituudeksi tuli vajaa kolmekymmentä metriä. Kuvassa 11 on esitetty laitteisto asennettuna metallien talteenottolaitokselle. Tämän insinööriyön tuloksien tarkastelujaksolla laitteisto oli yhtäjaksoisesti online-mittaustilassa noin kaksi kuukautta. Tarkastelujaksolla metallien talteenottolaitos oli pääsääntöisesti normaalissa tuotantoajossa, mutta myös osan ajasta tuotanto oli seisokissa.

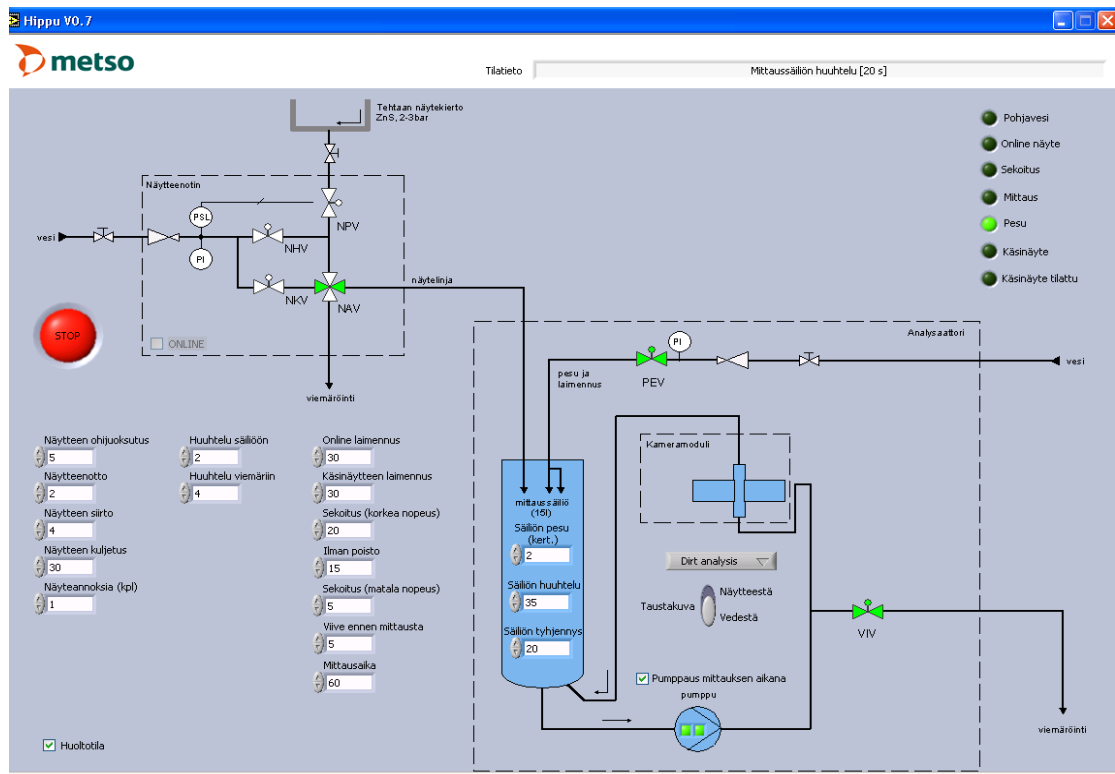


Kuva 11. Analysaattori ja näytteenotin asennettuna Talvivaaran metallien talteenottolaitok- selle.



## 6.1 Ohjelmisto ja käyttöliittymä

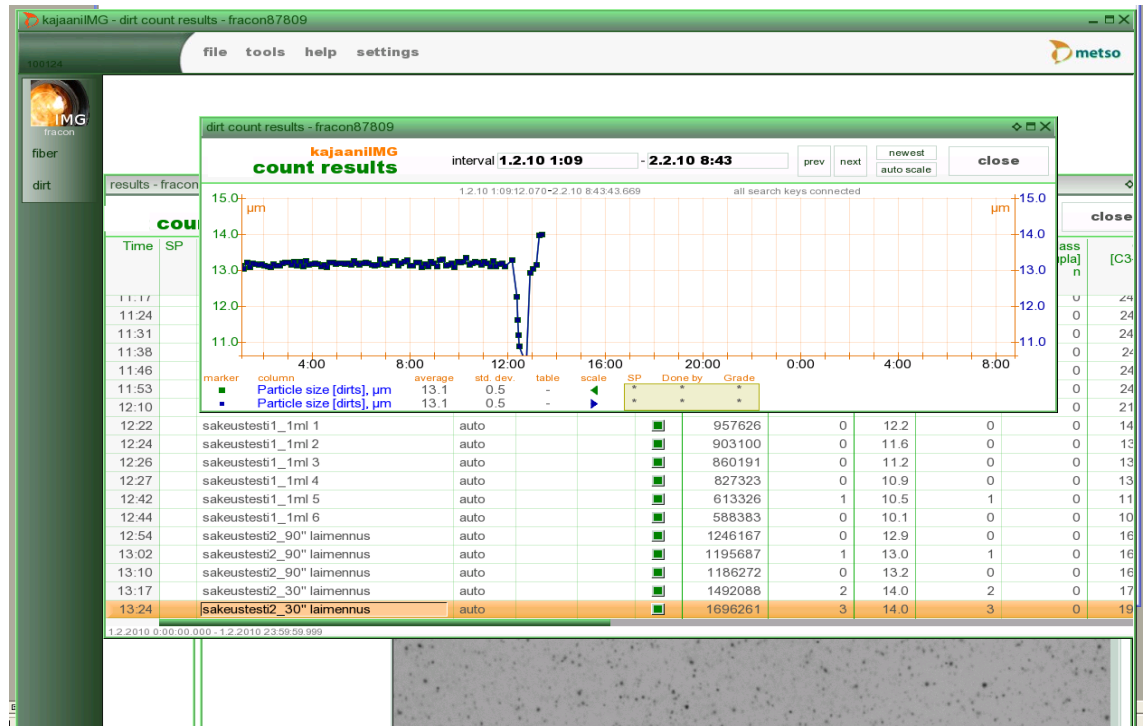
Ohjelmiston ja käyttöliittymän testaus suoritettiin kenttätestauksen yhteydessä. Käyttöliittymäohjelmisto on tarkoitettu tämän koelaitteiston ohjaamiseen, joten kovin pitkälle ohjelmiston viimeistelyä ei viety. Käyttöliittymä on hyvin selkeä, ja toimintaa voi hallita ja seurata päänäytöstä. Näytössä olevat venttiilien kuvat kuvaavat virtauskaavion mukaisia venttiileitä, ja ne muuttuvat vihreiksi venttiilin ollessa auki. Samoin pumpun pyörimisnopeus näkyy kahdella vaihtuvalla ilmaisimella. Lisäksi ohjelman suorituksen meneillään oleva vaihe näkyy selkeästi tekstinä ylälaidassa olevassa tilatietoikkunassa. Lisäksi siinä näkyy meneillään olevan vaiheen kesto-aika reaaliaikaisesti sekunteina. Laitteiston kaikkia parametreja voi asettaa laitteiston ollessa toiminnassa. Kuvassa 12 on esitetty käyttöliittymäohjelmiston päänäyttö.



Kuva 12. Partikkelianalysaattorilaitteiston käyttöliittymäohjelmiston päänäyttö.

KajaaniIMG-kuva-analysiohjelmisto toimii käyttöliittymäohjelmiston kanssa yhtä aikaa. Kuva-analyysi suoritetaan käyttöliittymäohjelmiston sekvenssien mukaan, ja analyysien tulokset tallentuivat kuva-analysiohjelman tulostaulukkoon. Tulostaulukon lisäksi ohjelmistolla voi seurata muun muassa haluttuja trendipiirtoja ja näkymää mitattavasta näytteestä. Kuva-analysiohjelmaa jatkokehitettiin tähän sovellukseen sopivaksi kuva-analyysin, lasken-

nan ja tulosten esityksen osalta. Kuvassa 13 on esitetty näkymä kajaaniIMG-kuva-analysiohjelmiston tulosnäytöstä. Näkymässä päällimmäisenä näkyy partikkelikokojakauman keskikoko trendipiirtona. Alempana näkymässä on tulostaulukko ja näkymä mitattavasta näytteestä.



Kuva 13. kajaaniIMG-kuva-analysiohjelmiston tulosnäyttö.

## 6.2 Mittaustulokset

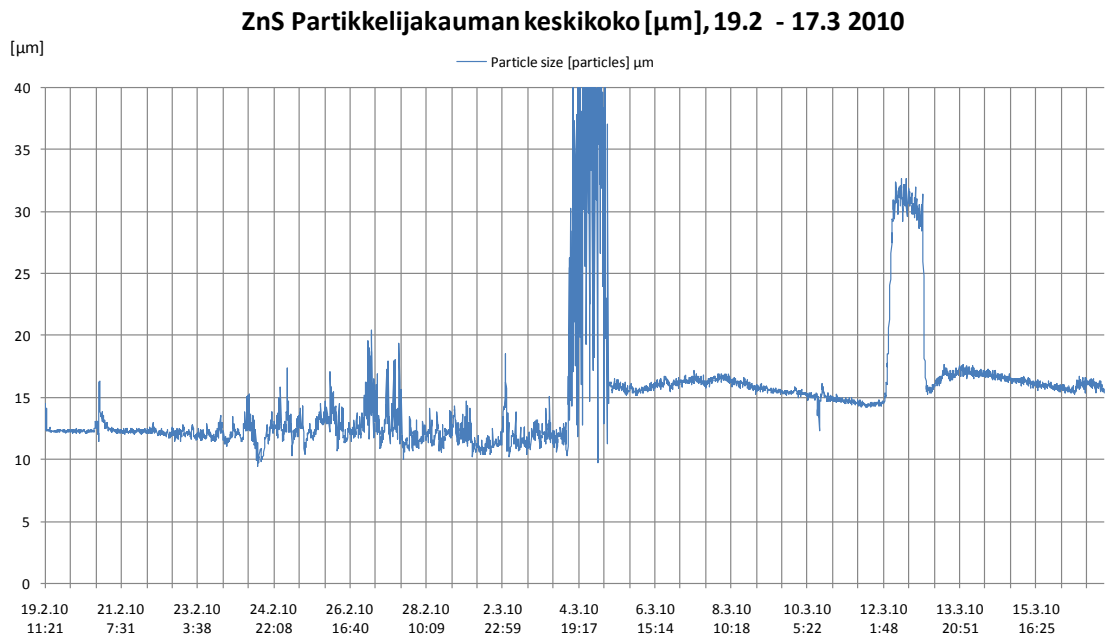
Laitteiston kenttätestauksen aikana tehtyjen mittausten tarkoituksena oli selvittää ja todentaa laitteiston mittaustarkkuutta, luotettavuutta ja suorituskykyä. Näitä ominaisuuksia arvioitiin seuraamalla online-mittausta pitkällä aikavälillä. Mittaustarkkuutta arvioitiin analysoimalla laitteistolla kalibrointipartikkeleita, joiden koko tiedettiin tarkasti.

Tuloksissa esitetty partikkelikoko on kappaleen projektiopinta-alan kanssa samankokoisen ympyrän halkaisija. Partikkelikokojakaumat on painotettu tilavuudella sillä ajatuksella, että tulokset vastaavat massaosuuksia mitattavasta materiaalista. [17.] Kokojakaumista saatu keskikoko (particle size) on kokojakauman keskiarvo. Tuloksissa käytetty luokittelu

(classifications) on johdettu standardisointisarjoista ja rajattu prosessissa esiintyvien partikkelikokojen mukaan. Kaikki partikkelikoot on esitetty mikrometreinä.

### 6.2.1 Laitteiston suorituskyky

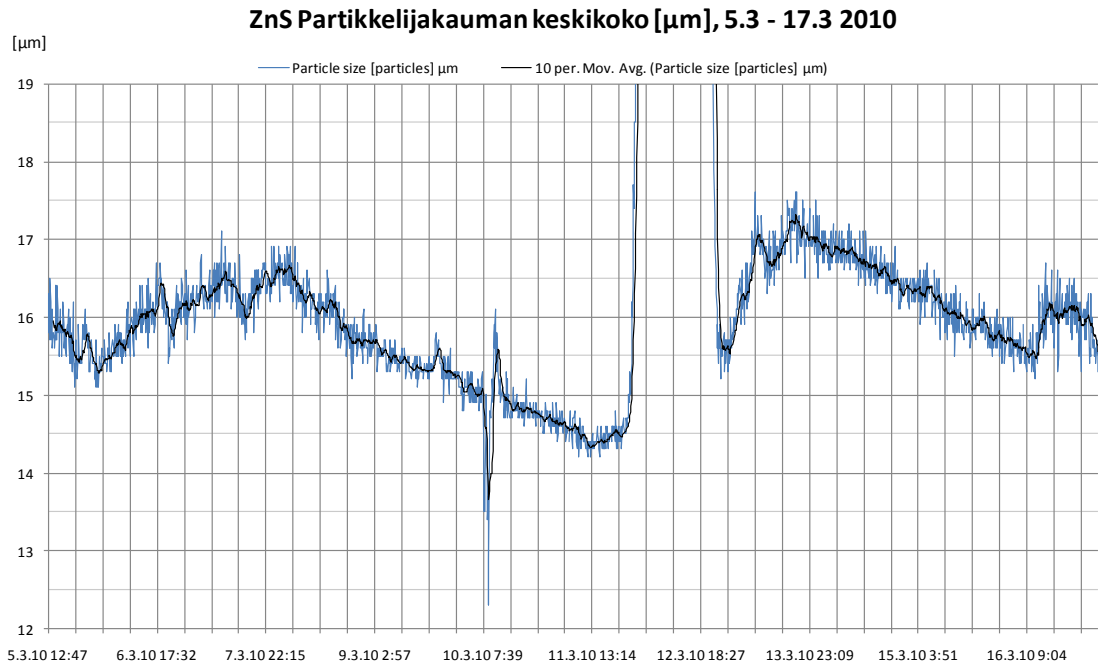
Suorituskykyä mitatessa laitteiston tärkeimpiä ominaisuuksia on kyky tehdä online-mittauksia luotettavasti. Kuvassa 14 on esitetty sinkkisulfidin (ZnS) partikkelikokojakauman keskikoko mikrometreinä ajan funktiona. Noin kuukauden mittaisen tarkastelujakson aikana analysaattori on analysoinut yli neljä tuhatta näytteenottomelta tullutta online-näytettä. Näytteenottoväli on noin seitsemän minuuttia. Tarkastelujaksolla ei ole yhtään nollatulosta, joten näytteenotin on toimittanut joka kerta näytteen analysaattorille analysoitavaksi. Kuvassa keskiarvoilla näkyvät tuloksien edestakaiset häiriöt johtuvat prosessiseisokeista.



Kuva 14. Sinkkisulfidin partikkelikokojakauman keskikoko ajan funktiona.

Kuvassa 15 on esitetty sinkkisulfidin mittaustulokset 12 päivän ajalta. Se on helpommin tarkasteltava osa kuvan 14 loppupäästä. Yksittäiset mittaustulokset poikkeavat lyhyellä aikavälillä alle mikrometrin toisistaan osoittaen mittauksen toistettavuuden ja luotettavuuden. Laitteisto pystyy kuitenkin reagoimaan nopeasti prosessissa tapahtuviin muutoksiin, mikä

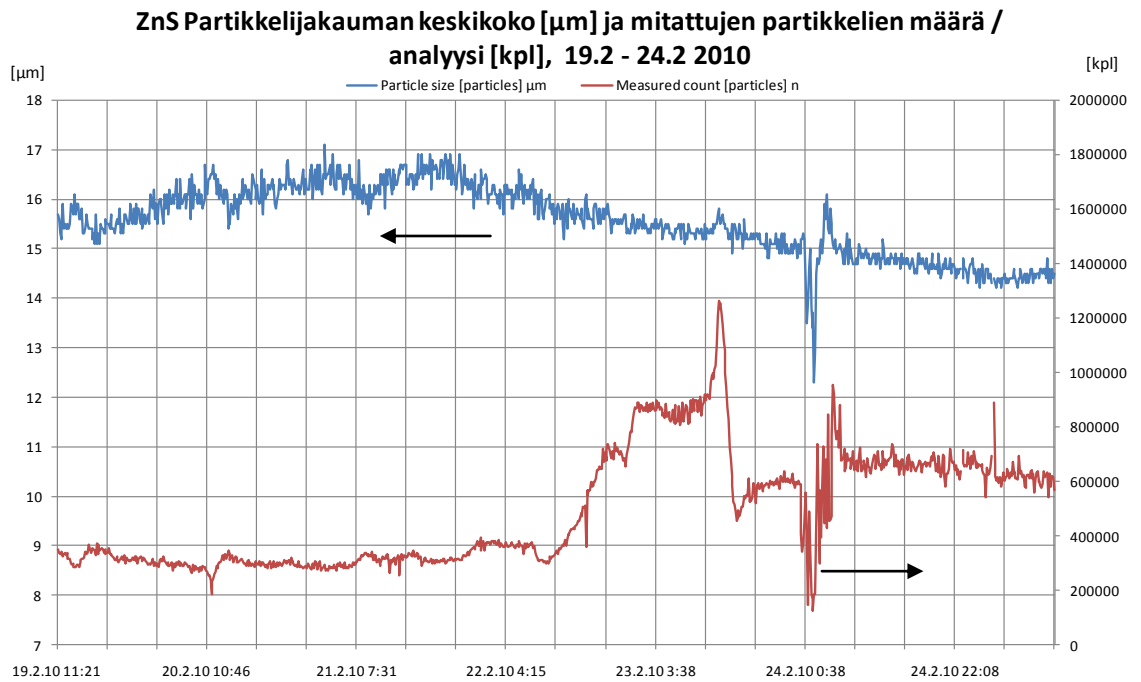
näkyvyydessä 11. päivän kohdalla partikkelikoon nopeana nousuna lyhyessä ajassa. Nopea reagointikyky osoittaa myös osaltaan myös pesujen toimivuuden.



Kuva 15. Sinkkisulfidin partikkelikokojakauman keskikoko ajan funktiona

Mitattavan näyteliuoksen sakeuden muutoksen mahdollista vaikutusta mittaustuloksiin tarkasteltiin seuraamalla online-mittauksen partikkelikoon mittaustuloksia sekä analyysissä mitattujen partikkelien määrää. Näytteenottomelta saatu näytelietteen määrä sekä asetetut laimennukset ja analyysiaika ovat vakioita mittauksesta toiseen. Tällöin prosessissa tapahtuvat sakeuden muutokset näkyvät suoraan analyysissä mitattavien partikkelien määrän muutoksena. Partikkelimäärä on luku, joka ilmaisee yhdessä analyysissä analysoitujen partikkelien lukumäärän kappaleina.

Kuvassa 16 on esitetty sinkkisulfidin partikkelikokojakauman keskikoko (sininen viiva, asteikko vasemmalla) ja mitattujen partikkelien määrä yhden analyysin aikana (punainen viiva, asteikko oikealla). Tarkastelujakson viiden päivän aikana mitattujen partikkelien määrässä tapahtuu muutoksia, jotka ovat 200 000:sta yli 1 000 000:aan mitattuun partikkeliin yhdessä analyysissä. Tarkastelujaksolla partikkelimäärässä tapahtuvat tason muutokset eivät aiheuttaneet partikkelikokoon muutoksia, jotka olisi voitu päätellä näytesakeudesta johtuneiksi.



Kuva 16. Sinkkisulfidin partikkelikokojakauman keskikoko ja mitattujen partikkelien määrä yhden analyysin aikana ajan funktiona.

### 6.2.2 MICROBEADS<sup>®</sup> -kalibrointipartikkelimittaukset

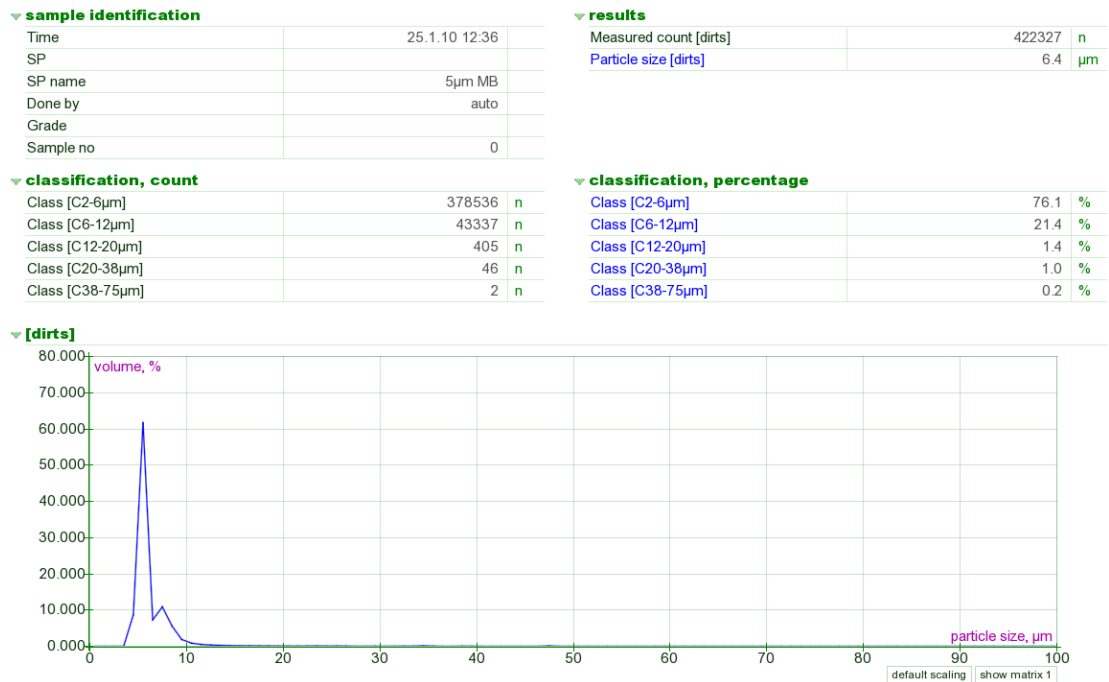
Laitteiston mittaustarkkuus testattiin Microbeads AS, Norwayn valmistamilla kalibrointipartikkeleilla. Testauksessa käytettyjä pallon muotoisia polymeeripartikkeleita saa yhtenäistä eri kokona 1–160 mikrometrin kokoalueelta ja ne on kehitetty käytettäväksi kalibrointistandardeina monenlaisiin sovelluksiin. Tyypillisiä kalibrointikohteita ovat sihdit, suodattimet sekä optiset ja elektroniset laitteistot. Kalibrointipartikkelit ovat hyvin tarkasti tietyn kokoisia ja tuottavat terävän kokojakauman. Kalibrointimenetelmä partikkeleilla on yleisesti hyväksytty. [18.] Kuvassa 17 on esitetty suurennettu kuva kalibrointipartikkeleista.



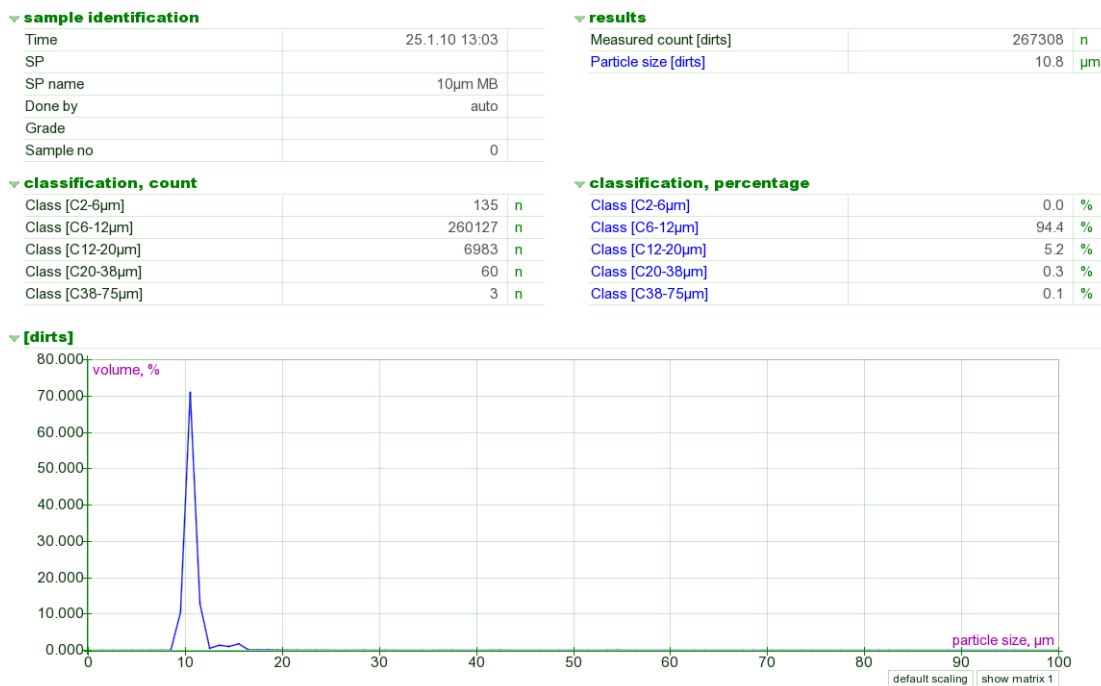
Kuva 17. Suurennettu kuva MICROBEADS<sup>®</sup> -kalibrointipartikkeleista. [18.]

Mittaukset kalibrointipartikkeilla suoritettiin kenttäolosuhteissa Talvivaaran metallien talteenottolaitoksella. Mittaukset tehtiin neljällä erikokoisella kalibrointipartikkelinäytteellä, jotka valittiin tuotantoprosessissa esiintyvien partikkelien koon mukaan alueelta 5–60 mikrometriä. Näytteiden ajo suoritettiin huoltotilassa käsinäytemenetelmällä. Näytteet annosteltiin käsinäytesekvenssin mukaisesti ja näytteen määrä arvioitiin kokemuseräisesti. Ajojen välissä laitteisto pestiin huolellisesti toistamalla pesusekvenssi kahteen kertaan.

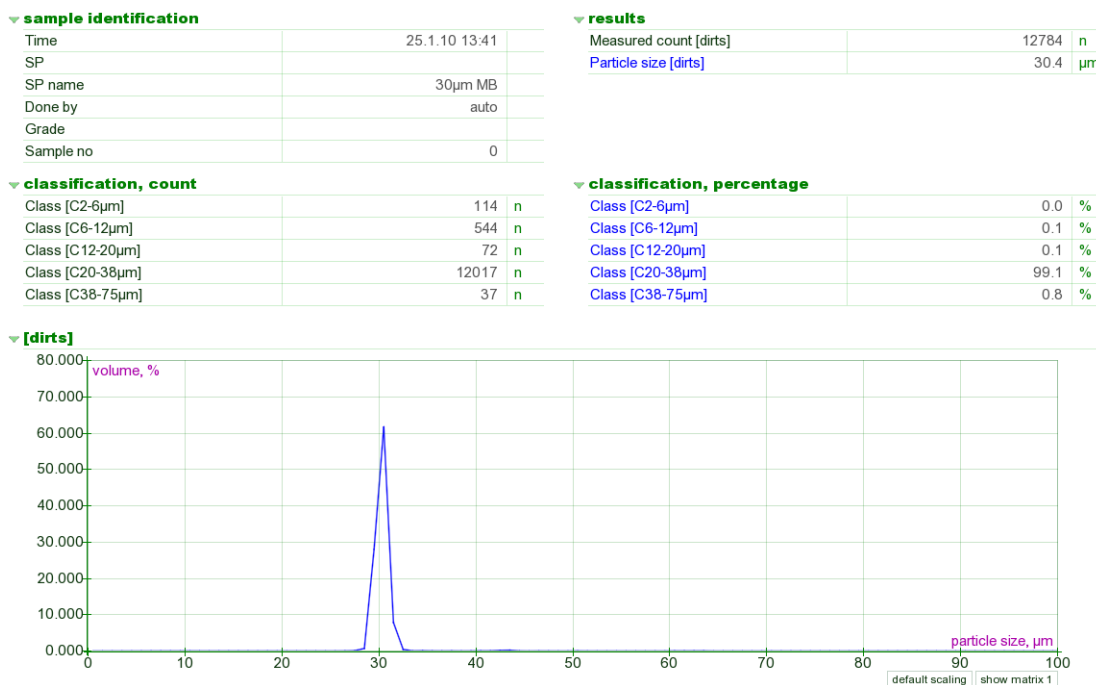
Kuvissa 18–21 on esitetty kalibrointipartikkelien mittaustulokset järjestyksessä pienimmistä kalibrointipartikkeleista suurimpaan. Tuloksissa oikeassa yläkulmassa on esitetty partikkelikokojakauman keskikoko mikrometreinä. Keskellä tuloksissa on kokoluokkien osuus partikkelien kokonaismäärästä ja alimpana partikkelikokojakauma. Tulokset on saatu kajaaniIMG-kuva-analyysiohjelmistosta.



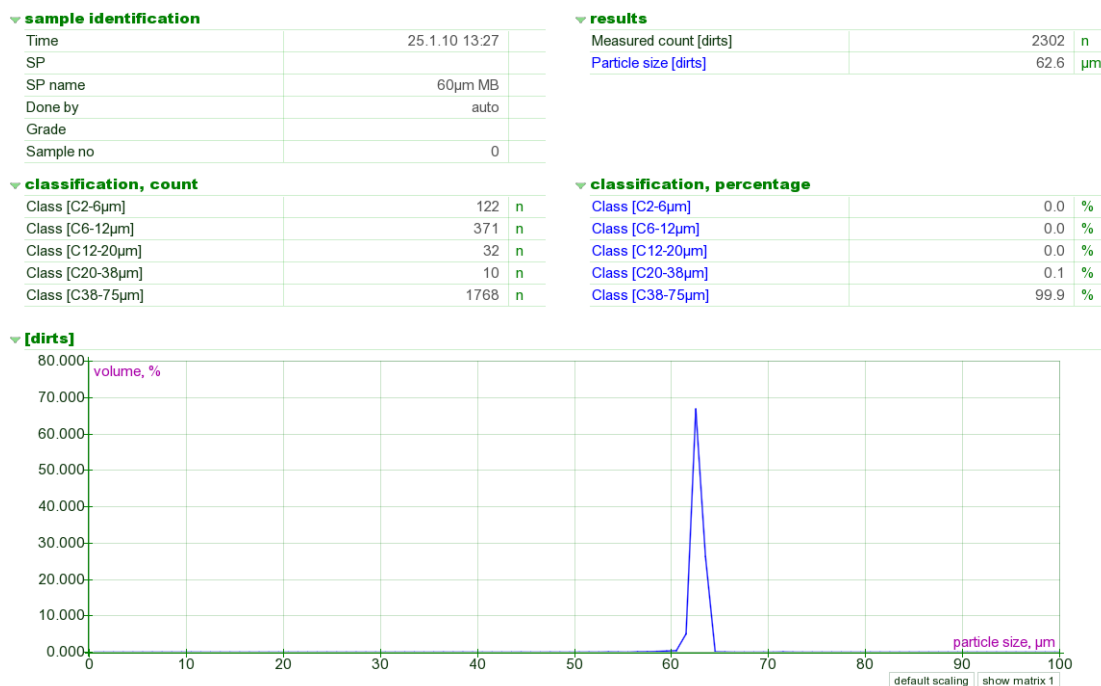
Kuva 18. 5 µm kokoisten kalibrointipartikkelien mittaustulokset.



Kuva 19. 10 µm kokoisten kalibrointipartikkelien mittaustulokset.



Kuva 20. 30 µm kokoisten kalibrointipartikkelien mittaustulokset.



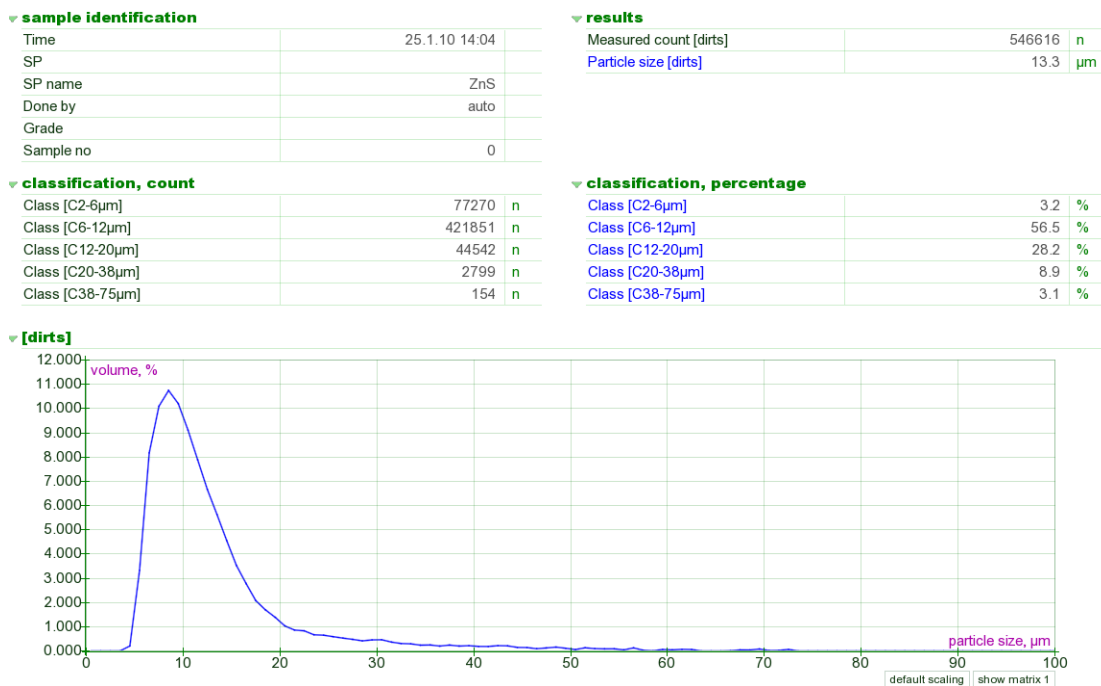
Kuva 21. 60 μm kokoisten kalibrointipartikkelien mittaustulokset.

### 6.2.3 Mittaukset metallitehtaan tuotteista

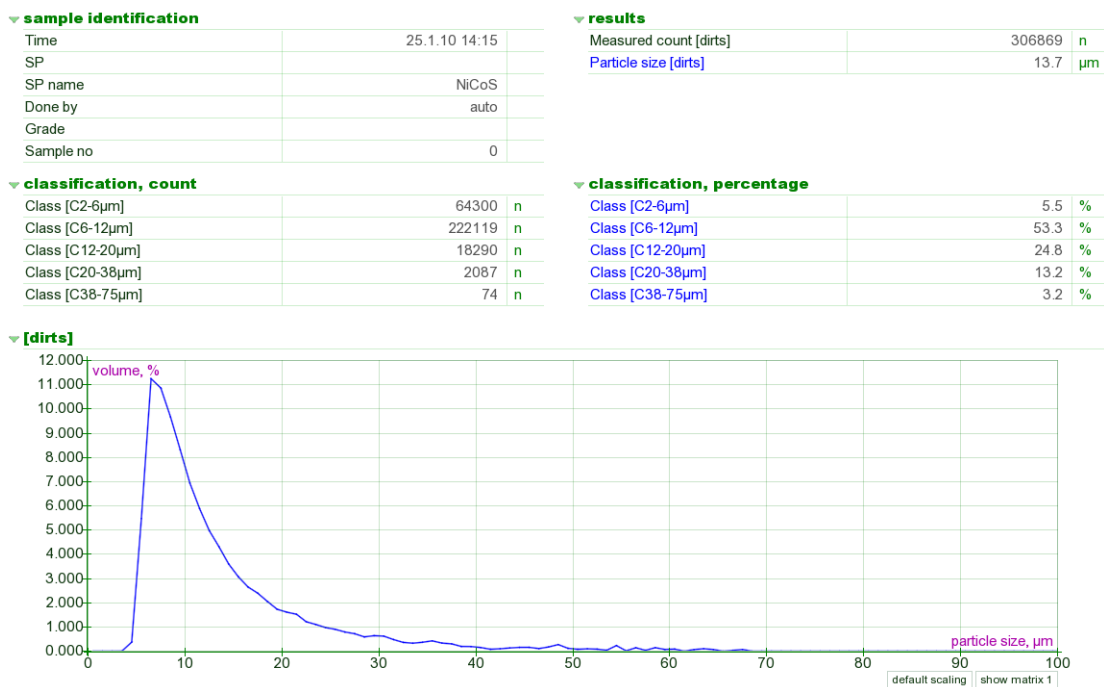
Metallitehtaan tuottamista tuotteista sinkkisulfidia mitattiin online-mittauksena koko tulok-sien tarkastelujakson ajan. Kuvassa 22 on esitetty yhden sinkkisulfidin online-analyysin mit-taustulokset, josta selviää sinkkisulfidin partikkelikokojakauma ja sen keskikoko, sekä koko-luokkien osuus prosentteina ja kappaleina partikkelien kokonaismäärästä. Kaikista laitteistolla suoritetuista analyyseistä saadaan kuvan 22 mukaiset tulokset, joista trendipiirtona voidaan seurata mitä tahansa yksittäistulosta.

Kuvassa 23 on esitetty nikkelikobolttsulfidin käsinäyte-analyysin mittaustulokset. Analyysi on tehty online-mittauksien välissä. Analysoitua nikkelikobolttsulfidinäyteliettä on otettu tehtaan mittakierrosta käsinäyteventtiililtä noin litran verran. Otetusta näytemäärästä on pi-petoitu pienempi määrä näytettä käsinäyteanalyysiin. Käsinäyte-analyysiin tarvittava näyte-lietteen määrä on muutamia millilitroja.





Kuva 22. Sinkkisulfidin mittaustulokset.



Kuva 23. Nikkelikobolttsulfidin mittaustulokset.

## 7 TULOSTEN TARKASTELU

Tulosten tarkastelun tarkoituksena on arvioida työn alussa asetettujen tavoitteiden saavuttamista ja tulosten oikeellisuutta. Tulosten tarkastelu on tehty kenttätestien ja mittaustulosten perusteella.

Laitteiston toimintaa seurattiin kenttäolosuhteissa Talvivaaran metallien talteenottolaitoksella noin kaksi kuukautta. Sinä aikana laitteisto oli pääsääntöisesti online-mittaustilassa. Laitteiston toimintaa seurattiin etäyhteydellä Kajaanista sekä käytiin tarvittaessa paikalla tekemässä muutostöitä ja päivityksiä. Laitteistolla tehtiin myös tänä aikana käsinäyteanalyysseja Talvivaaran metallituotteiden laskeutuskokeiden yhteydessä.

### 7.1 Suorituskyvyn tarkastelu

Laitteiston erillisen näytteenottimen kyky ottaa näyte metallitehtaan näytekierrosta oli hyvä. Näytettä saatiin näytteenottomelta analysoitavaksi jokaiseen analyysiin oikea määrä. Suunniteltu nelitieannosventtiili toimi juuri suunnitellusti. Pitkähkö näytteesiirtomatka ei myöskään tuottanut ongelmia. Näyte siirtyi näytelinjassa hyvin yhtenäisenä eikä sekoittunut juuri ollenkaan siirtämisessä käytettävään veteen. Sisähalkaisijaltaan pieni näytelinja edesauttoi myös näytteen nopeaa siirtoa sekä siirrossa käytettävän veden pienempää kulutusta. Näytteenoton jälkeen suoritettavat näytteenottimen pesut toimivat myös suunnitellusti. Näytteenotin ei tukkeutunut kertaakaan tai kerännyt sisäosiinsa näyteliettä tai sen osia. Ainoana ongelmana oli näytteenottimen huuhtelu prosessiin päin, josta jouduttiin luopumaan alhaisen vesipaineen vuoksi. Näin ollen näytteenpysäytysventtiili oli koko ajan kosketuksissa näytelietteen kanssa. Näytelietteen ja venttiilien sisäosien jatkuvan kosketuksen oletettiin lyhentävän venttiilien käyttöikää oleellisesti.

Näytteenoton ja näytteen siirtämisen jälkeen suoritettavat näytteen käsittelytoimet toimivat hyvin. Näytteen käsittelyssä suoritettavat toiminnat olivat järjestyksessä laimennus, sekoitus ja ilmanpoisto. Tärkein toimi näistä oli saada ilmakuplat pois veteen laimennetusta ja sekoitetusta näytelietteestä. Jaksoittainen pumppaus ja pysäytys toimivat tässä tapauksessa riittävän hyvin, eikä ilmakuplia esiintynyt analyysin aikana analyysia tai mittaustuloksia häiritseviä määriä. Ilmakuplien määrää voitiin arvioida mittauksen aikana silmämääräisesti

mittauskameran tuottamasta videokuvasta, josta ne erottuivat suhteellisen hyvin. Videokuvan pysäytysmahdollisuus tarjosi mahdollisuuden tarkempaan tarkasteluun.

Analyysin jälkeen suoritettavat mittasäiliön ja mittakierron pesut olivat riittävällä tasolla. Analyysissä ollut näyteliete ja sen osat saatiin huuhdeltua riittävällä tarkkuudella ennen seuraavaa mittausta. Pesujen toimivuuden todettiin olevan riittävä tehtäessä käsinäyteanalyyssejä online-mittausten välissä. Käsinäyteanalyysissä analysoidusta eri näytelietteestä ei jäänyt tuloksellisia merkkejä seuraavaan mittaukseen, vaan tulostaso säilyi ennallaan. Pesujen riittävyttä arvioitiin myös kalibrointipartikkelimittauksissa.

Laitteiston ohjauksesta sekä käyttäjän ja laitteiston välisestä rajapinnasta huolehti tätä sovellusta varten suunniteltu ja tehty käyttöliittymäohjelmisto. Se toimi määritetyllä tavalla. Ohjelmasekvenssit toimivat luotettavasti ympäri vuorokauden koko tarkastelujakson ajan. Käyttöliittymä oli käyttäjäystävällinen, ja laitteiston käytön pystyi omaksumaan helposti myös projektin ulkopuolinen henkilö. Käyttöliittymän päänäytössä olevat parametrien asetukset ovat selkeät helposti asetettavissa. Parametrien selkeys ja helppo hallittavuus ovat tärkeitä asioita laitteiston käyttöönotossa ja parametrien prosessikohtaisissa määrittelyissä.

Yleisesti laitteiston suorituskyky on vähintään riittävällä tasolla ja saavuttaa projektin alussa asetetut tavoitteet. Näytteenotto on luotettava ja näytteen prosessin edustavuus on hyvä. Laitteiston käytettävyyden on riittävällä tasolla ja laitteiston seuranta on riittävän helppoa. Tulosten tarkastelu onnistuu helposti suoraan kajaaniIMG-kuva-analyysiohjelmistosta, ja tulokset ovat tarvittaessa helposti siirrettävissä esimerkiksi taulukkolaskentaohjelmaan. Laitteisto ei tarvitse normaalisti huoltoa eikä kemikaalilisäyksiä. Sen huoltoväliksi voidaan arvioida noin puoli vuotta. Ennakoimattomissa vikatilanteissa huollettavuus on kuitenkin helppoa.

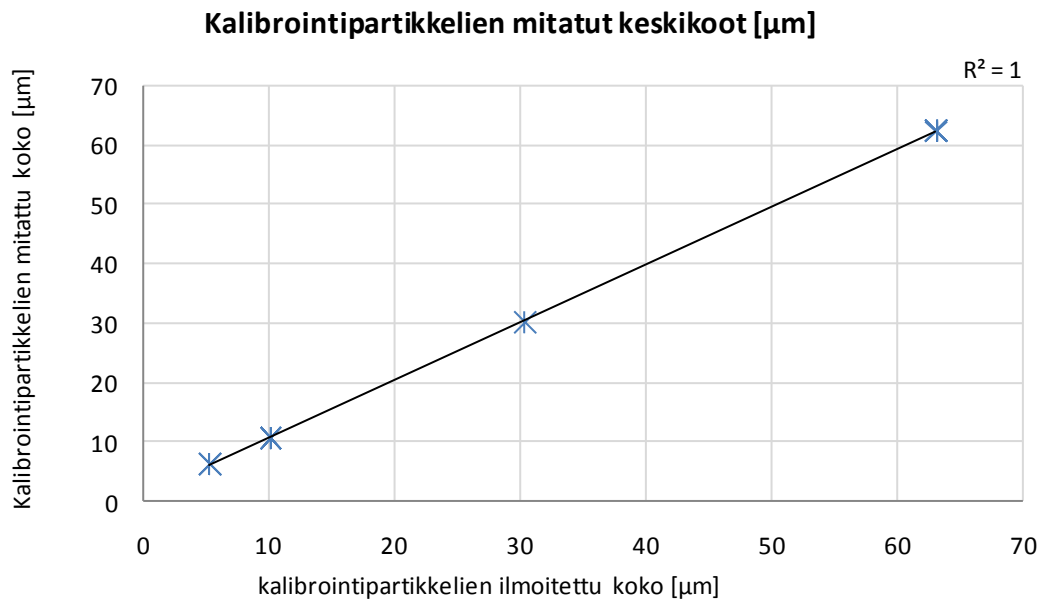
## 7.2 Mittaustulosten tarkastelu

Online-mittaustulosten perusteella laitteisto on näissä olosuhteissa hyvin luotettava, ja mitaukset ovat toistettavia. Luotettavuus tulee esille nopeana prosessivasteena ja prosessin seuranta. Toistettavuuden ja luotettavuuden tuo esille myös peräkkäisten mittaustulosten samankaltaisuus prosessin käydessä tasaisesti. Lyhyellä ajalla peräkkäiset tulokset vaihtelevat

vain puolen mikrometrin verran toisistaan. Mittaustulokset eivät ole myöskään herkkiä prosessissa esiintyvälle sakeusvaihteluille.

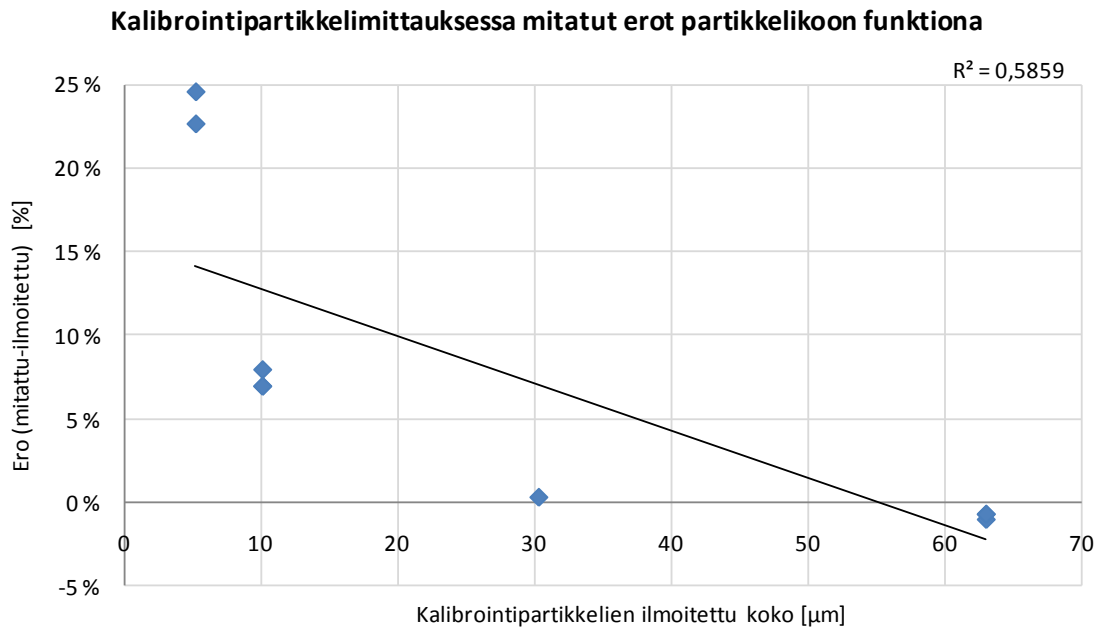
Laitteiston mittauksellista tarkkuutta mitattiin analysoimalla MICROBEADS®-kalibrointi-partikkeleita. Kalibrointi-partikkeleille on ilmoitettu tarkat tiedot niiden kokojakaumista ja keskimääräisestä koosta. Analysoitujen kalibrointi-partikkelien tiedot on esitetty liitteessä 4.

Kalibrointi-partikkelien mittauksista ja partikkelien ilmoitetuista koosta saatiin kuvaaja, jossa vaaka-akselilla on partikkelien ilmoitettu koko ja pystyakselilla mitattu koko. Kuvaaja on esitetty kuvassa 24. Pistejoukossa on tulokset yhdeksästä eri mittauksesta, jotka ovat tehty neljää eri kokoa olevilla kalibrointi-partikkeleilla. Käytetyt kalibrointi-partikkelikoot olivat 5, 10, 30 ja 60 mikrometriä.



Kuva 24. Kalibrointi-partikkelien mitattu koko verrattuna ilmoitettuun kokoon.

Kalibrointi-partikkelien mitattu ja ilmoitettu koko ovat niin lähellä toisiaan, että Microsoft Excel -taulukkolaskentaohjelma pyöristää korrelaation arvoksi yksi. Mittauksissa saatiin pieniä eroja ilmoitettuihin kokoihin verrattuna. Pienillä partikkeleilla analysaattorilaitteisto mittaa partikkelit liian suuriksi ja suuremmat liian pieniksi. Kuvassa 25 on esitetty kalibrointi-partikkelien mitatut erot prosentteina erikokoisilla kalibrointi-partikkeleilla. Eron prosenttiosuus on laskettu mitatun partikkelikoon mukaan.



Kuva 25. Kalibrointipartikkelien mitatut erot prosentteina erikokoisilla kalibrointipartikkeleilla.

Analysoitujen kalibrointipartikkelien erot ilmoitettuihin kokoihin ovat niin pienet, ettei mitausta lähdetty tarkentamaan tämän vuoksi. Kalibrointipartikkelien mitatut erot johtuvat todennäköisesti partikkelien valaisussa käytettävän valon aallonpituudesta, jolla on vaikutusta tarkasteltaessa näin pieniä partikkeleita. [19] Eron lineaarisuuden vuoksi se pystyttäisiin minimoimaan ohjelmallisella korjauskertoimella, jonka jälkeen mittaus olisi jo todella tarkka.

Tehtaan tuotteista tehtyjen analyysien oikeellisuutta on vaikea todentaa. Vertailunäytteitä ei ehditty lähettää muualle analysoitavaksi tämän projektin aikana. Liitteessä 5 on esitetty GTK:n laserdiffraktioanalyysi sinkkisulfidista toukokuulta 2009. Kuvan 22 sinkkisulfidin tammikuun 2010 mittaustuloksien ja liitteessä 5 esitettyjen tuloksien vertaaminen on melkein mahdotonta. Keskikokojen perusteella voidaan todeta liikuttavan samalla alueella, ja mittaustulokset eivät poikkea ainakaan suuresti toisistaan.

Yleisesti voidaan todeta laitteiston olevan mittauksellisesti hyvin tarkka, ja mittaukset ovat toistettavia. Kalibrointipartikkeleilla tehtyjen mittausten erot ovat kohtuullisissa rajoissa ja eri mittausten väliset erot ovat todella pieniä. Samankokoisten kalibrointipartikkelien mittauksissa saatiin yleisesti partikkelikoosta riippumatta 0,1–0,2 mikrometrin erot keskiarvo koolle eri analyysikertojen välille. Erojen pienuus samasta mittaushetkestä eri kerroilla todentaa hyvin mittauksen toistettavuuden.

### 7.3 Jatkokehitystarpeet

Laitteisto kehitettiin tässä projektissa alussa asetettujen vaatimusten mukaisesti kenttätestausvalmiuteen. Projektissa valmistunutta koelaitteistoa kehitettiin jatkuvasti projektin aikana. Varsinkin ohjelmasekvenssejä, näytteenkäsittelyä ja kuva-analyysiohjelmistoa kehitettiin paljon rakentamisen ja testauksen aikana.

Tässä vaiheessa laitteistossa ei ole paljon yksittäisiä jatkokehityskohteita. Kehitystyö jatkuu tämän insinööriyön jälkeen Metso Automation Oy, Kajaanin toimesta. Lähiaikojen jatkokehitystarpeita ovat muun muassa materiaalikestojen tarkkailu ja parantaminen sekä virheherkkyyden tutkiminen. Oltaessa tekemisissä metalleita liuottavan prosessin kanssa on tärkeää löytää kohteeseen oikeat materiaalit. Erilaisten virhetilanteiden esiin saamiseksi on taas tehtävä pitkäaikaista kenttäseurainta, josta mahdolliset virheherkkyydet löytyvät.

Yksi kehityskohde olisi mahdollisesti parantaa käsinäyteanalyysiin syötettävän näytteen käsittelyä ennen laitteeseen annostelua. Käsinäyteanalyysien suurin yksittäinen virhelähde on näytteen käsittely ennen analysaattorin analyysia. Käsinäyteventtiileiltä saatava näyteliete tulee puolen tuuman kokoisesta venttiilistä hyvin prosessia edustavana. Sen jälkeen näytemäärästä pitäisi saada pipetillä tai muilla järjestelyillä yhtä edustava osa näytettä analysaattorin käsinäyteanalyysiin. Kokemuksien perusteella näyteliete on helposti lajittuva ja laskeutuva jolloin, edustavan näytteen saaminen pipettiin on vaikeaa ja aiheuttaa virheitä käsinäyteanalyysissä.

Paljon positiivisia haasteita tarjoavat myös analysaattorilaitteiston käyttömahdollisuudet. Tällä hetkellä tutkimuspuolella on kiinnostusta laitteistoa kohtaan, mutta vielä ei ole tarkkaa tietoa siitä, mihin kaikkeen sitä voitaisiin käyttää. Selvää yhteyttä partikkelikoon tiedolla on löydetty jo seuraavan prosessivaiheen annostuksissa. Sen ja muiden sovelluksien kehittämiseen tarvitsee kuitenkin tehdä vielä paljon tutkimustyötä.

## 8 YHTEENVETO

Tässä insinööriyössä selvitettiin teknologiaa sekä valmistettiin kenttävalmis partikkelianalysaattorilaitteisto, jolla voidaan mitata partikkelikokoa Talvivaaran kaivososakeyhtiö Oy:n Sotkamon kaivoksen metallien talteenotosta. Projekti tehtiin yhteistyössä Talvivaaran kaivososakeyhtiö Oy:n ja Metso Automation Oy, Kajaanin kanssa.

Laitteisto suunniteltiin ja toteutettiin kaksiosaiseksi, jossa näytteenotin hoitaa näytteenoton tehtaan prosessista ja kuljettaa otetun näytteen analysoitavaksi analysaattorille. Analysaattoriosan tehtävä on käsitellä näyte mittaustalteen ja analysoida näyte. Näytteen analysoinnin jälkeen analysaattori suorittaa pesusekvenssit ja tallentaa analyysin tulokset tulostaulukoon, josta ne ovat luettavissa.

Tärkein osa tässä insinööriyössä oli kehittää näytteenotto ja näytteen käsittely sellaiseksi, että näyte analyysissä vastaisi tuotantoprosessia, eikä näytteessä olisi sekoittuneena edellistä näytettä tai ilmakuplia. Näytteen analysointi suoritettiin Metso Automation Oy:n kehittämällä optiikkayksiköllä ja kuva-analysiohjelmistolla. Niitä kehitettiin tähän sovellukseen sopivaksi projektin aikana. Analysaattorilaitteiston ja näytteenottimen kehityksen ja rakentamisen lisäksi projektiin kuului käyttöliittymäohjelmiston vaatimusten määrittely sekä projektista vastaaminen ja raportointi yhteistyökumppaneiden välillä.

Näytteenottimen ja analysaattorin suunnittelu ja rakentaminen vei runsaasti aikaa, mutta sujui hyvin tutussa Metso Automation Oy, Kajaanin tuotekehitysympäristössä. Käyttöliittymäohjelmiston vaatimusmäärittelyä suunniteltiin rakentamisen yhteydessä. Ongelmia tuotti käyttöliittymäohjelmiston kehitys. Ohjelmistokehitystyön seisahtuessa kokonaan paikoilleen jouduttiin ohjelmistovastuuta järjestelemään uudestaan. Tämän jälkeen ohjelmistokehitys sujui hienosti loppuun asti.

Kenttätestausvalmis laitteisto asennettiin Talvivaaran metallien talteenottolaitokselle joulukuussa 2009. Laitteistoa testattiin kenttäolosuhteissa kaksi kuukautta ennen tämän insinööriyön tuloksien laatimista. Tuloksien perusteella voitiin todeta laitteiston saavuttavan riittävä mittaustarkkuus, toistettavuus ja luotettavuus.

Arvioitaessa kokonaisuutta on tässä työssä valmistettu partikkelianalysaattorilaitteisto saavuttanut vähintään alussa määritetyt vaatimukset. Laitteiston ja käyttöliittymäohjelmiston

toiminta sekä visuaalinen ilme ovat todella hyvät. Projektin aikana laitteistoon ja ohjelmistoihin kehitettiin todella paljon erilaisia yksityiskohtia. Valitettavasti en pystynyt kirjoittamaan kaikkea niistä tähän insinööriyöhön tietosuojasyistä. Tämän insinööriyön jälkeen laitteiston kehittämistä jatkettiin Kajaanin Metson toimesta Talvivaaran metallien talteenottolaitoksella sekä muissa kohteissa.



## LÄHTEET

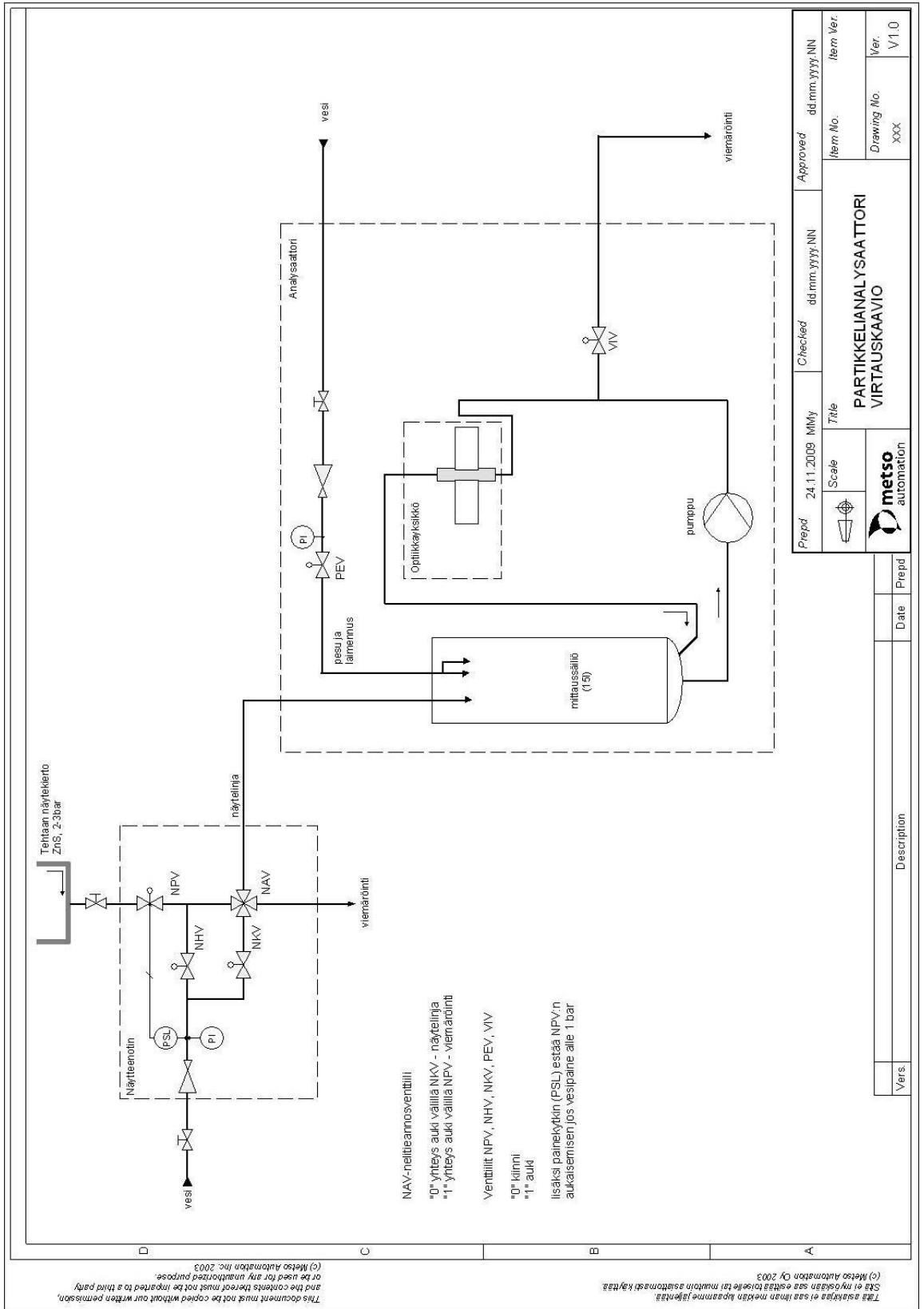
- 1 Talvivaara Mining Company Plc, Interim Report January-June 2009
- 2 Talvivaara verkkosivut 2009. [www-dokumentti] <http://www.talvivaara.com/yhtio> (luettu 8.10.2009)
- 3 Talvivaara verkkosivut 2009. [www-dokumentti] <http://www.talvivaara.com/yhtio/historia> (luettu 8.10.2009)
- 4 Pöllänen, Eine. Partikkelikoon mittauksesta metallien talteenotossa [sähköpostiviesti] 21.10.2009
- 5 Talvivaara Mining Company Plc, Annual Report 2008
- 6 Pöllänen, Eine, Talvivaaran prosessikuva. [sähköpostiviesti] 6.10.2009
- 7 Talvivaara ja biokasaliuotus, Kaivosseminaari 2008. Marja Riekkola-Vanhanen
- 8 Talvivaara verkkosivut 2009. [www-dokumentti] <http://www.talvivaara.com/media/galleria/kuvapankki> (luettu 21.10.2009)
- 9 Pohjois-Suomen ympäristölupavirasto. Lupapäätös, Talvivaaran kaivoksen ympäristö- ja vesitalouslupa, Sotkamo ja Kajaani 29.3.2007
- 10 Vehkalahti, Jenni. Näytteenotto-prosessin kehittäminen. Insinöörityö. Kajaanin ammattikorkeakoulu, tekniikan ja liikenteen ala. 2008.
- 11 Allen, Terence. Particle size measurement, Volume 1, Powder sampling and particle size measurement. Fifth edition. 1997.
- 12 Itälänna, Niilo. Nikkeliliuoksen neutralointi. Opinnäytetyö. Satakunnan ammattikorkeakoulu, Kemiantekniikka. 2008.
- 13 Tervakangas, Henna. Pintakuva-analyysi rakeiden prosessikäytännön tarkastelussa. Seminaaritiivistelmä. Helsingin yliopisto, Farmasian teknologian osasto. 2006
- 14 OVA-ohje: RIKKIVETY. [www-dokumentti] <http://www.ttl.fi/internet/ova/rikkivet.html> (luettu 5.11.2009)
- 15 Wikipedia, Fluorinated ethylene propylene. [www-dokumentti] [http://en.wikipedia.org/wiki/Fluorinated\\_ethylene\\_propylene](http://en.wikipedia.org/wiki/Fluorinated_ethylene_propylene) (luettu 17.2.2010)
- 16 National Instruments verkkosivut. [www-dokumentti] <http://sine.ni.com/nips/cds/print/p/lang/en/nid/14132> (luettu 16.3.2009)
- 17 Lehtikoski, Pekka, Reakoko ja mittaustarkkuus, filmit analysoitu. [sähköpostiviesti] 15.1.2010

- 18 Technical Data Sheet, CALIBRE® CS IN CALIBRATION. [www-dokumentti]  
<http://www.micro-beads.com/Applications.aspx> (luettu 25.3.2010)
- 19 Lehtikoski, Pekka, RE: Filmiä. [sähköpostiviesti] 26.1.2010

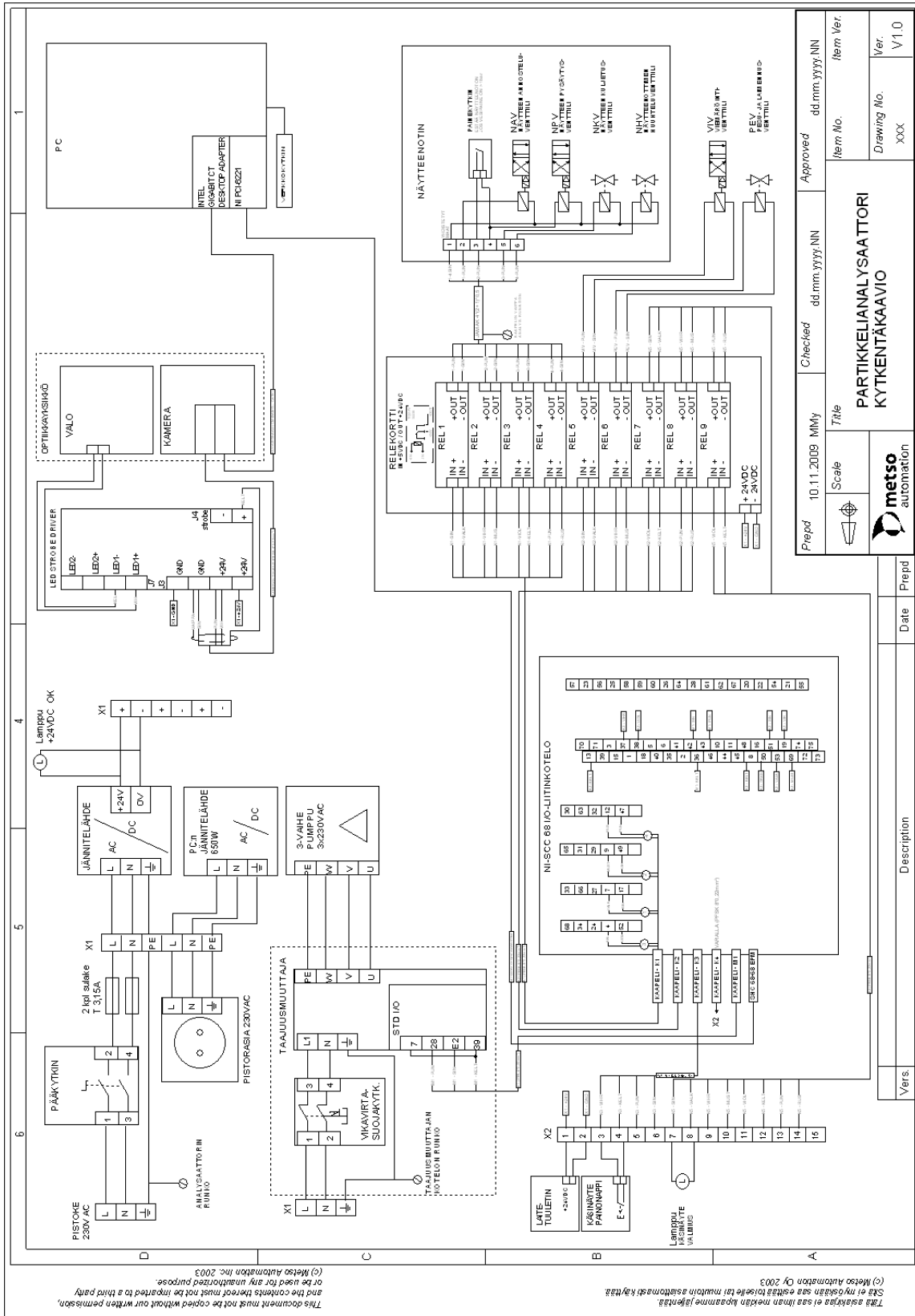
## LIITTEIDEN LUETTELO

- |         |  |
|---------|--|
| LIITE 1 | PARTIKKELIANALYSAATTORIN VIRTAAUSKAAVIO            |
| LIITE 2 | PARTIKKELIANALYSAATTORIN KYTKENTÄKAAVIO            |
| LIITE 3 | KÄYTTÖLIITTYMÄOHJELMISTON OHJELMALOHKOT            |
| LIITE 4 | MICROBEADS® KALIBROINTIPARTIKKELIEN TUOTETIEDOT    |
| LIITE 5 | GTK:N LASERDIFFRAKTOMETRIANALYYSI SINKKISULFIDISTA |

Partikkelianalysaattorin virtauskaavio.

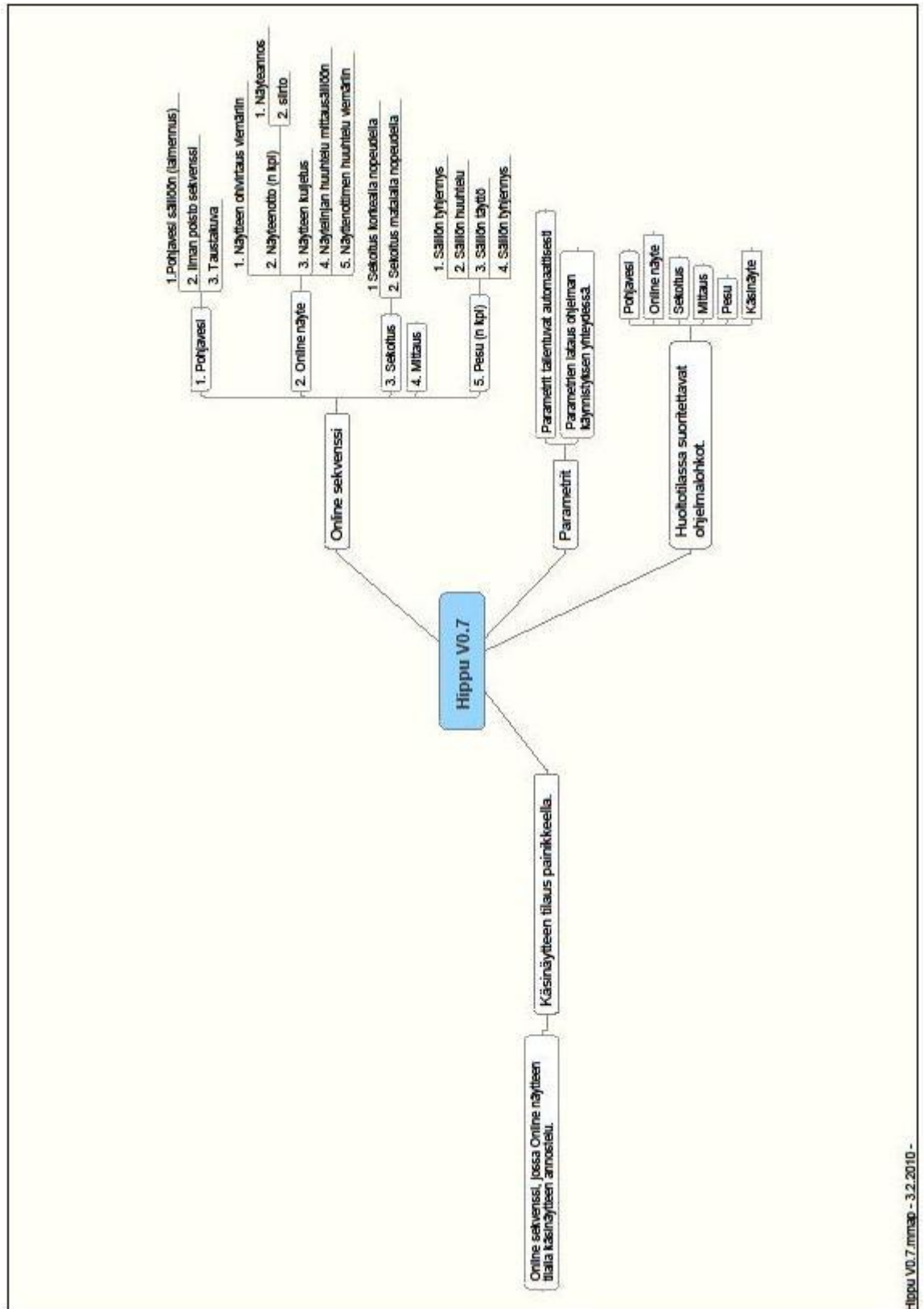


Partikkelianalysaattorin kytkentäkaavio.



Tämä asiakirja ei saa ilman meidän lupamme julkistua.  
 Sitä ei myöskään saa esittää toiselle tai muutoin asennusta käyttäen.  
 (c) Metso Automation Inc. 2003  
 or be used for any unauthorized purpose.

Käyttöliittymäohjelmiston ohjelmalohkot.

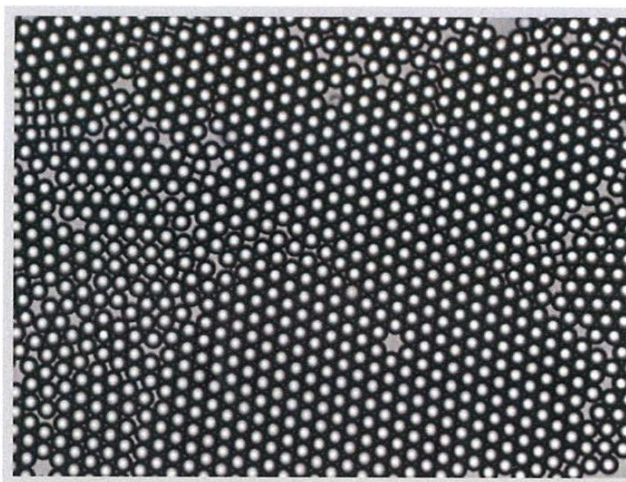
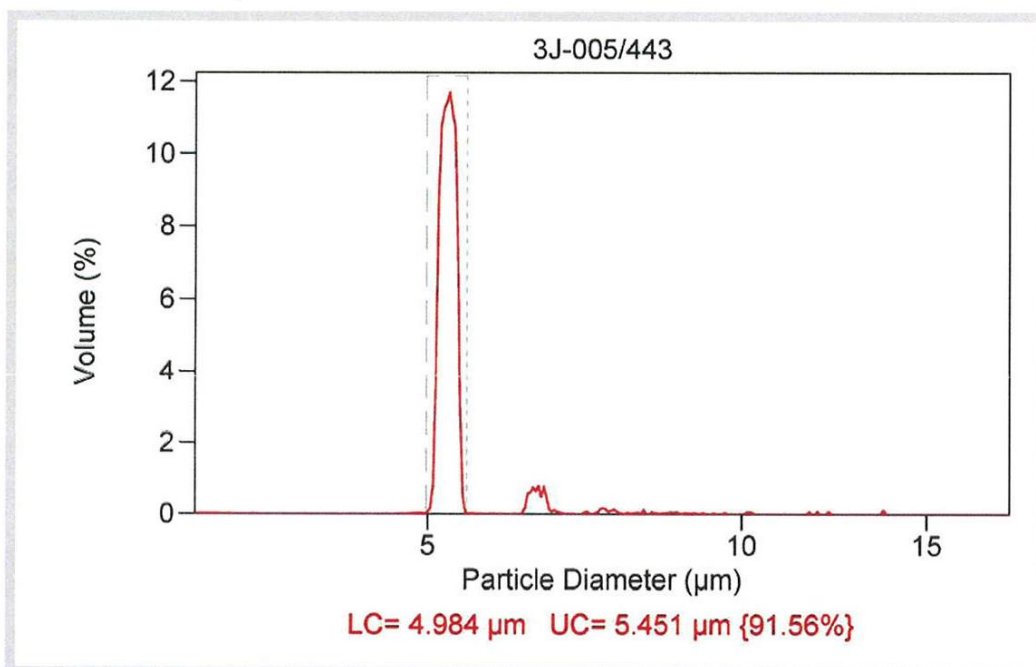


MICROBEADS® CS 5 Kalibrintipartikkelien tiedot

MICROBEADS®

**Calibre® CS 5**

PARTICLE DATA	
Average Particle Diameter ( $\mu\text{m}$ )	5.22
CV (%) <sup>1</sup>	1.50
$S_{\text{dev}}$ ( $\mu\text{m}$ )	0.078
$d_{10}$ - $d_{50}$ - $d_{90}$ ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	5.12-5.23-5.33

<sup>1</sup>)  $100 * S_{\text{dev}} / \text{Average particle diameter}$ <sup>2</sup>) Calculations from LC to UC

MICROBEADS® CS 10 Kalibrintipartikkelien tiedot

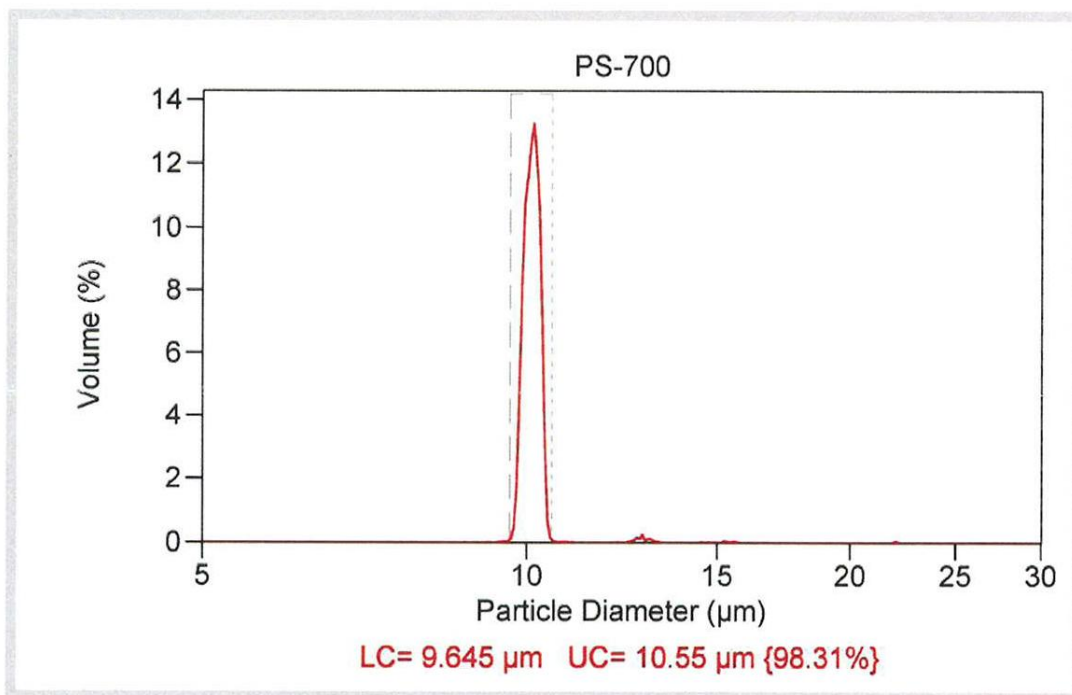
MICROBEADS®

**Calibre® CS 10**

PARTICLE DATA	
Average Particle Diameter ( $\mu\text{m}$ )	10.10
CV (%) <sup>1</sup>	1.91
S <sub>dev</sub> ( $\mu\text{m}$ )	0.156
d <sub>10</sub> -d <sub>50</sub> -d <sub>90</sub> ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	9.89-10.11-10.31

<sup>1</sup>) 100\* S<sub>dev</sub> / Average particle diameter

<sup>2</sup>) Calculations from LC to UC



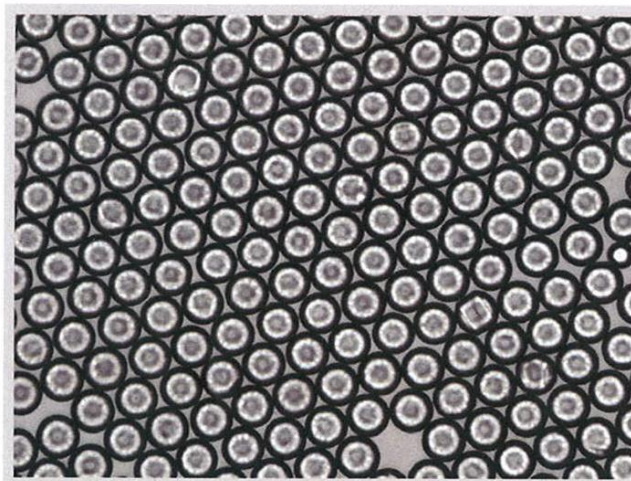
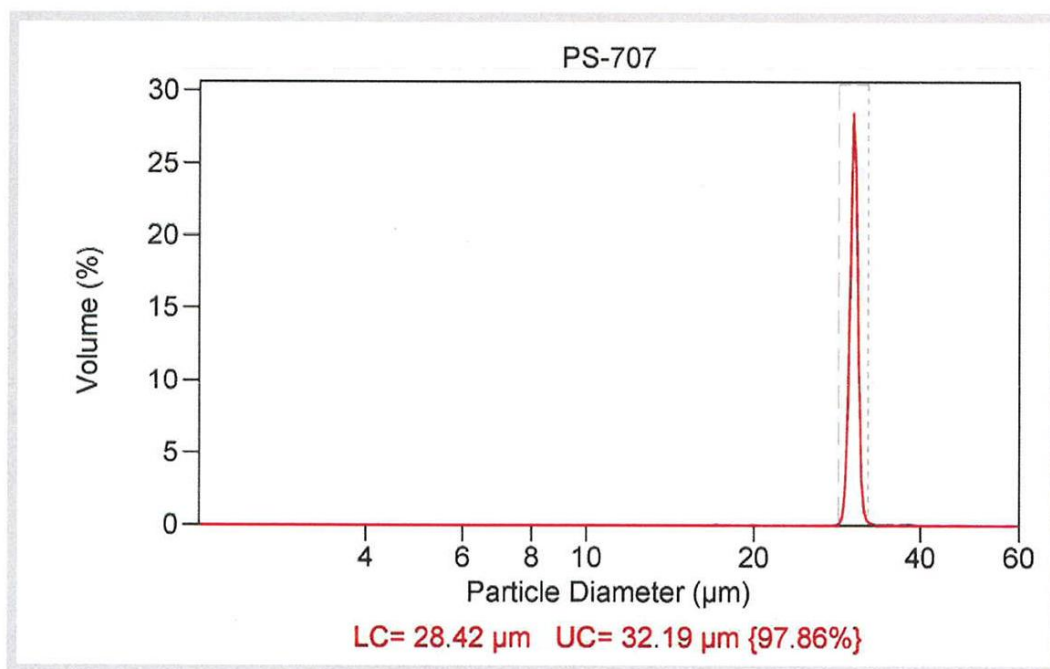


MICROBEADS® CS 30 Kalibrointipartikkelien tiedot

MICROBEADS®

**Calibre® CS 30**

PARTICLE DATA	
Average Particle Diameter ( $\mu\text{m}$ )	30.31
CV (%) <sup>1</sup>	1.65
S <sub>dev</sub> ( $\mu\text{m}$ )	0.499
d <sub>10</sub> -d <sub>50</sub> -d <sub>90</sub> ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	29.67-30.31-30.95

<sup>1</sup>) 100\* S<sub>dev</sub>/Average particle diameter<sup>2</sup>) Calculations from LC to UC

MICROBEADS® CS 60 Kalibrointipartikkelien tiedot

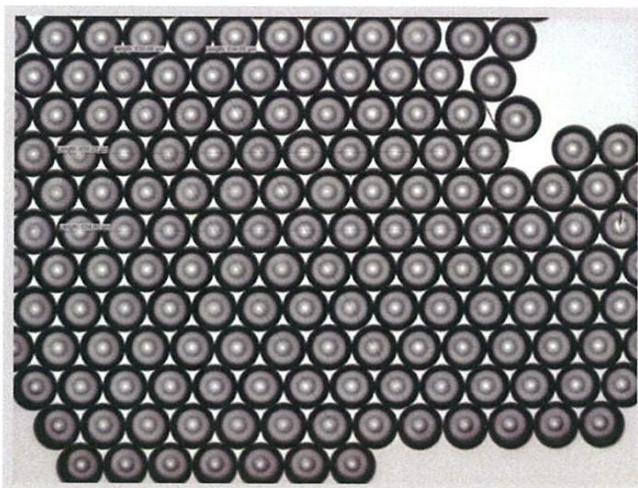
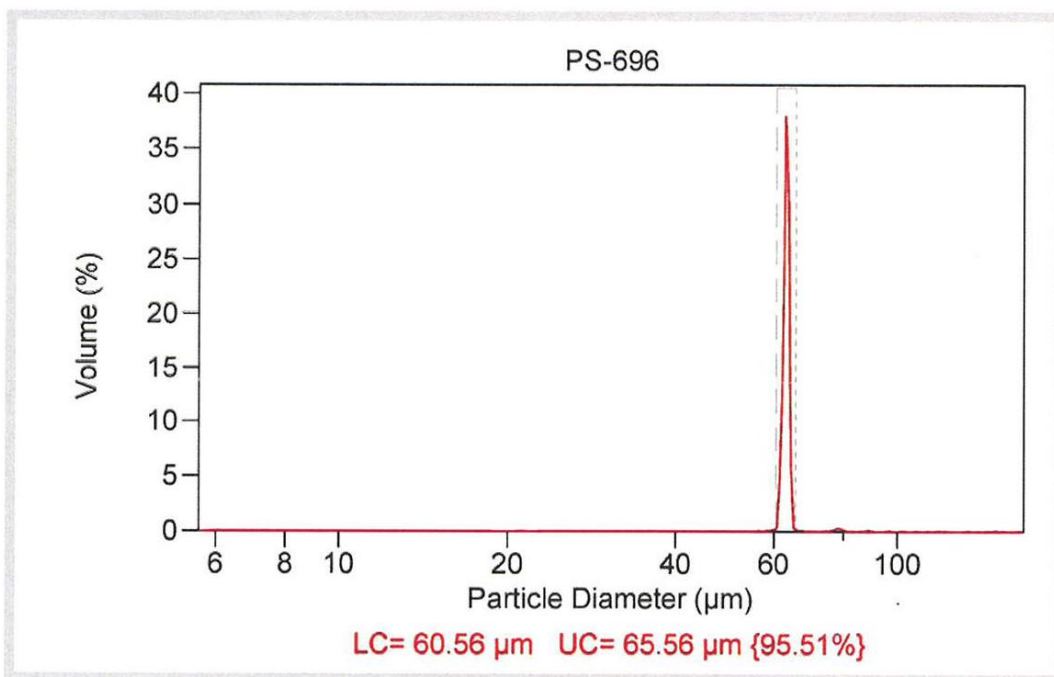
 MICROBEADS®

## Calibre® CS 60

PARTICLE DATA	
Average Particle Diameter ( $\mu\text{m}$ )	63.05
CV (%) <sup>1</sup>	1.12
$S_{\text{dev}}$ ( $\mu\text{m}$ )	0.705
$d_{10}$ - $d_{50}$ - $d_{90}$ ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	62.14-63.17-64.01

<sup>1</sup>)  $100 * S_{\text{dev}} / \text{Average particle diameter}$

<sup>2</sup>) Calculations from LC to UC



GTK:n laserdiffraktiometrianalyysi sinkkisulfidista.



Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

GTK Mineral Processing

File name:	C:\Data\MARKKUKU\Talvivaara\ZnS_01_01.\$ls		
File ID:	ZnS_01_01.\$ls		
Sample ID:	ZnS		
Operator:	Talvivaara Kaivososakeyhtiö, ZnS		
Run number:	M. Kuusisto		
Comment 1:	1		
Comment 2:	ALM (Aqueous Liquid Module)		
Optical model:	Slurry sample; Techn. EtOH dispersant; Sonication 1-2 min		
Residual:	Fraunhofer.rf780d		
LS 13 320:	0,32%		
Start time:	Aqueous Liquid Module	Run length:	93 seconds
Pump speed:	15:59 5 May 2009	Obscur:	60%
Obscuration:	50	PIDS Obscur:	60%
Dilutions:	12%	Firmware:	2.02
Fluid:	2		
Sample Density:	Water		
Software:	2,7 g/mL		
	5.01		

