



Osaamista
ja oivallusta
tulevaisuuden
tekemiseen

Henri Kallio

Ethanol Extraction Thermal Unit (EETU) laitteiston jatkokehittäminen puunjalostukseen

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Konetekniikan tutkinto

Insinöörityö

3.8.2019

Tekijä Otsikko Sivumäärä Aika	Henri Kallio Ethanol Extraction Thermal Unit (EETU) laitteiston jatkokehittäminen puunjalostukseen 31 sivua + 3 liitettä 3.8.2019
Tutkinto	Insinööri (AMK)
Tutkinto-ohjelma	Konetekniikka
Ammatillinen pääaine	Koneensuunnittelu
Ohjaajat	Yliopettaja Jyrki Kullaa Käyttöinsinööri Seppo Jääskeläinen
<p>Insinööri työ tehtiin Aalto-yliopistolle. Tavoitteena oli selvittää olemassa olevan puunjalostuksessa käytettävän kymmenen litran reaktorilaitteiston toimintaa ja sitä, kuinka paljon laitteistoa voi rasittaa, sekä mitä riskejä koituu siitä, että laitteistoa käytetään huolimattomasti tai väärin.</p> <p>Lisäksi tavoitteena oli päivittää laitteistoa ja sijoittaa reagoivat aineet kahteen erilliseen säiliöön sekä pesuneste omaan säiliöönsä. Laitteiston aiemmissa versioissa reagoivat aineet syötettiin yhden suuttimen kautta reaktorisäiliöön päältäpäin. Myöhemmin nestemäiset raaka-aineet haluttiin lisätä pumppaamalla säiliöön. Kehitystyön tavoitteena oli, että reagoivat nesteet voidaan syöttää automaattisesti vaiheittain reaktorin pohjalta.</p> <p>Lopuksi tuli uusia myös laitteiston ohjausohjelma, sillä se oli ohjelmoitu Windows7-käyttöjärjestelmälle, ja tuki kyseiselle käyttöjärjestelmälle lopetetaan 1.1.2020. Samalla päivitettiin ohjelmisto käyttämään uutta laitteistoa sekä parannettiin sen käytettävyyttä tulevaisuudessa.</p> <p>Työ toteutettiin kesällä 2019 työharjoittelun ohella. Kaikki projektiin liittyvä työ tehtiin ensisijaisesti omatoimisesti. Hankkeen projektinjohtaja päätti lopuksi suunniteltujen komponenttien hankinnasta ja laajennuksen mekanismista.</p> <p>Kehitystyöhön liittyen oli tilattava uusia komponentteja ja suunniteltava niiden liittäminen järjestelmään. Tietokone jolla laitetta ohjattiin, pystyi käsittelemään prosessitiedostoa ilman ongelmia, mutta sen USB-kaapelien liitospaikat olivat jo täydessä käytössä ennen kuin muokkaus tehtiin. Myös mekaaniset komponentit tarvitsivat hieman optimointia, sillä joistakin komponenteista haluttiin luopua, ja niiden tilalle hankkia automatisoitavia komponentteja helpottamaan prosessin säännöllistä kiertämistä ja toistettavuutta.</p> <p>Työn keskeinen tulos oli EETU-laitteiston käyttöohje suomeksi ja englanniksi. Laajennusprojekti jäi suunnittelun tasolle ja tekninen dokumentaatio säilyi komponenttien omista tiedostoissa.</p>	
Avainsanat	Reaktorilaitteisto, optimointi, automatisointi

Author Title Number of Pages Date	Henri Kallio Ethanol Extraction Thermal Unit (EETU) and Its Further Development for Wood Refinement Processes 31 pages + 3 appendices 3 August 2019
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Mechanical Engineering
Professional Major	Machine Design
Instructors	Jyrki Kullaa, Principal Lecturer Seppo Jääskeläinen, Operating Engineer
<p>This Bachelor's thesis was assigned for Aalto-University. The goal was to solve and document the function of a ten litre-reactor that was being used in processing wood, and to analyze what risks and dangers could be involved in the apparatus' misuse and extensive use.</p> <p>Additionally one of the goals was to update the apparatus even further, whereas the reactive materials would be given three individual tanks for a kraft-cooking process. In the earlier version of the apparatus, the reactive fluids were inserted through a singular tank from the top of the reactor. Later the reagent liquids were pumped into the reactor. This new model would feed the materials through separate containers from the bottom of the reactor.</p> <p>When finished, the apparatus' operating software also needed updating to accommodate the new components as well as to make it compatible with the new Windows-10 Operating system, due to the previous software being coded for Windows-7, which would lose its support in January 1st 2020. This would also make it slightly easier for future users, when documenting results from experiments conducted by the apparatus.</p> <p>The development project would require additional components for the apparatus, and their placements, compatibility and applicability for the reactor would also have to be designed as well.</p> <p>It was discovered that The computer that ran the operating software could run without issue; however, the computers USB-ports were all occupied by the previous components before the expansion.</p> <p>The mechanical components also required some optimization, due to the new schematic requiring replacing some components with electronics. The goal was to make the process fully automated and repeatable, for more stable and easier to complete.</p> <p>Finalizing the User's Guide for the apparatus on schedule in both English and Finnish was deemed to be the most integral result. The expansion project did not progress beyond its concept phase and the technical documentation remained in the components individual remaining files.</p>	
Keywords	Reactor apparatus, optimization, automatization

Sisällysluettelo

Lyhenteet

1	Johdanto	1
1.1	EETU-laitteiston historia	1
1.2	Kehittämissuunnitelma	3
1.3	Aalto-yliopiston toiveet kehitysprojektille	3
2	EETU-reaktorilaitteiston käyttötarkoitukset	4
2.1	Perkolaatio	5
2.2	Sekoitus	6
2.3	Esihydrolyysi	7
2.4	Sellusulfidimenetelmä	8
3	EETU-laitteiston päivitys	11
3.1	Suunnitelma	12
3.2	Komponenttien karsinta	15
3.2.1	Elektroniikka	16
3.2.2	eLabs-ohjausohjelma	18
3.2.3	Lisäsäiliöiden punnitus ja asennus	19
3.2.4	Laajennuksen laitteiston ohjaus	20
4	Komponenttien dokumentaatio	21
4.1	Komponenttien pohjustava tieto	21
4.2	Laitteiston komponenttien tarkoitus	22
4.3	Tilaustuotteiden kriteerit	25
4.4	Laillisuus	26
5	Riskianalyysi	26
5.1	Vaaratilanteiden spekulointi	27
5.2	Aiemmat varotoimenpiteet	28
6	Yhteenveto	31

Liitteet

Liite 1. Kymmenen litran reaktori EETUn Käyttöopas

Liite 2. Risk assessment

Liite 3. User's guide for the 10L-reactor EETU

Lyhenteet

EETU	<i>Ethanol Extraction Thermal Unit.</i> Laitteisto, jota tämä dokumentti käsittelee.
ISO	<i>International Organization for Standardization.</i> Vastaa yleisistä vaatimuksista, jotka valmistettavan tuotteen tulee täyttää ennen käyttöönottoa tai jälleenmyyntiä.
pH	<i>Potential of hydrogen.</i> Ilmaisee seoksessa olevan happamuuden tai emäksisyyden. Mitataan arvioimalla vetyionien määrää grammoina suhteessa seoksen kokonaisuuteen. Asteikko 0–14, pH-neutraali arvo on 7.
PID	<i>Proportional integral derivator.</i> Komponentti, joka säätää anturista saatujen verrannolisten, integroitujen ja derivoitujen arvojen perusteella käskyn siirtymään prosessorille.
PLC	<i>Programmable logic controller.</i> Ohjelmoitava erillinen piiri, johon voi liittää ohjaavia sekä ohjattavia komponentteja.
SFS	<i>Suomi Finland Standard.</i> Suomalainen standardisointijärjestö, jolla on tapauskohtaisia poikkeuksia verrattuna ISO:n standardeihin.
AISI	<i>American Iron and Steel Institute.</i> Yhdysvaltalainen järjestö, joka luokittelee ja numeroi teräs lajikkeita käyttötarkoitusten mukaisesti.

1 Johdanto

Kehitysprojekti alkoi Aalto-yliopiston biokemian laitoksella 17.5.2019, jolloin laadittiin projektin tavoiteaikataulu projektin etenemiselle. Projektin aluksi haastateltiin prosessin ja EETU-laitteiston (Ethanol Extraction Thermal Unit) toimintaan perehtyneitä henkilöitä. Samalla perehdyttiin laitteiston toimintaperiaatteisiin ja senhetkisen käyttäjän prosesseihin käyttöohjeen laatimiseksi.

1.1 EETU-laitteiston historia

Insinööriyössä käsitellyn 10 l:n paineastian (kuva 1) käyttötarkoitusta on toistuvasti kehitetty ja laajennettu sen mukaan, kuin Aalto-yliopiston professorit ja tutkijat ovat halunneet testata erilaisia reaktioita. Säilyneissä laitteiston kehitysdokumenteissa laitetta kutsuttiin autoklaaviksi, paineastiaksi tai -tankiksi ja reaktoriksi. Lopulta päädyttiin luokittelemaan laitteisto reaktoriksi, sillä sen toiminnot olivat hyvin monimuotoiset.



Kuva 1. EETU: 10 l:n ”autoklaavi”. Laitteeseen on kytketty kolme moottoria, kaksi pumppua ja yksi pneumaattinen kalvopumppu. Laitteeseen on asennettu useita antureita ja automaattiventtiileitä mahdollistamaan prosessin automaattinen suoritus tietokoneohjelman avulla.

Alun perin EETU-laitteisto kehitettiin käsittelemään puuhaketta etanolilla. Laitetta kuitenkin muutettiin, sillä etanolin käsittely nosti esiin turvallisuusriskejä alkoholin käsittelyssä syntyvän räjähdysherkkyyden vuoksi. Tästä syystä laitetta muunneltiin myöhemmin käsittelemään lipeäliuoksia, sillä niiden käsittely koettiin mahdolliseksi toteuttaa kyseisellä laitteistolla ja turvallisemmaksi käyttäjälle.

Myöhemmin reaktoriastiaan lisättiin sekoitin. Prosessissa käsiteltävät raaka-aineet saataisiin yhdessä erässä reaktoritankkiin ja sekoitettua tasaisesti.

Laitteistolla on myös testattu perkolaatioreaktiota kiertopumpun kautta, jolloin laitteelle lisättiin omat lämmitinelementit, jotka pitävät käsiteltävän raaka-aineen halutussa lämpötilassa koko prosessin ajan. Perkolaatiotestit eivät kuitenkaan tuottaneet toivottuja tuloksia, ja ne hyllytettiin, kunnes kiinnostus niitä kohtaan kasvaisi uudelleen tulevaisuudessa.

Viimeisimpänä lisäyksenä laitteeseen asennettiin oma höyrygeneraattori (kuva 2) suorittamaan esihydrolyysiprosessia, jotta reagoivat raaka-aineet säilyisivät yhdessä astiassa prosessin alusta lähtien puusilpun ollessa vielä kuivaa.



Kuva 2. Höyrygeneraattori kytkettynä reaktoritankkiin esihydrolyysiprosessin aikana.

1.2 Kehittämissuunnitelma

Seuraavana vaiheena pohdittiin projektinjohtajan kanssa vaihtoehtoja laitteiston uusimman lisäyksen toteuttamiselle. Luotiin suunnitelma, jonka perusteella valittiin tarvittavat lisäkomponentit. Tämän jälkeen selvitettiin mahdollisia valmistajia, joille laadittaisiin komponenttien tilauspyynnöt.

Projektin edetessä selvisi, että halutut lisäkomponentit eivät saapuisi ajallaan. Tämän vuoksi kehitysprojektin kriteerejä muutettiin siten, että laajennus valmistuisi viimeistään vuoden 2019 loppuun mennessä. Tästä syystä projektin tavoitetta muokattiin heinäkuun 2019 alussa ja sovittiin, että ensisijainen tavoite on tehdä kattava kaksikielinen käyttöohje laitteistolle.

Tämän jälkeen aloitettiin selvittämään pohjaa tekniselle dokumentaatiolle, ja prosessi kaavaa käyttöohjetta varten. Edelliset suunnittelijat eivät olleet jättäneet juurikaan muistioita tai dokumentteja laitteiston komponenteista tai niiden käyttötarkoituksista. Tästä syystä tuli selvittää prosessin vaiheet, komponentit, jotka olivat säännöllisessä käytössä, ja niiden perusteella turvaohjeet sille, mitkä asetukset aiheuttaisivat turvallisuusriskin laitteistolle ja sen käyttäjille.

Riskianalyysi laadittiin käyttöohjeen ohella. Riskianalyysiin lueteltiin olennaisimmat asetukset, ja todennäköisimmät reaktiot, jotka saattaisivat aiheuttaa riskin laitteiston mekaanisille- ja sähköisille komponenteille tai altistaisivat käyttäjän vaaralle.

Projektissa tapahtui useita muutoksia alkuperäisistä tavoitteista. Kävi ilmi, että laitteiston laajennuksen budjetti oli pienempi kuin odotettiin. Tästä syystä komponenttien valintaa tuli harkita toistuvasti, sekä koko laajennuksen toteutumista harkittiin uudelleen.

1.3 Aalto-yliopiston toiveet kehitysprojektille

EETU-laitteiston kehitysprojektin tarkoituksena oli lisätä prosessiin uusi liuoksia kierrätävä yksikkö, joka mahdollistaisi nesteiden lisäyksen erillisesti säädettävällä lämpötilalla

ja reagoinnin kiinteän raaka-aineen kanssa, joka olisi mahdollista valita testattavan reaktion mukaan. Kehitysprojektin toinen tavoite oli parantaa EETU-laitteiston käytön turvallisuutta ja prosessintoistettavuutta. Tästä syystä haluttiin lisätä laitteiston automaattiventtiilien määrää, jotta prosessia kokonaisuudessaan voitaisiin ohjata reaktorille varatun bunkkeritilan ulkopuolelta. Kehitysprojektin osana tuli päivittää sitä ohjaavan tietokoneen ohjausohjelma e-Labs, jotta ohjelma sisältäisi mahdollisuuden ohjata prosessia ja tarkastella uusissa komponenteissa tapahtuvia muutoksia, sekä tehdä ohjelmisto yhteensopivaksi uudelle Windows-10-käyttöjärjestelmälle.

Laitteistoon lisättävien komponenttien tulisi olla sellaisia, että ne mahtuisivat pieneen tilaan, koska itse konehuone oli muuttunut ahtaaksi laitteen laajennuksien myötä. Toisaalta laitteiston uusien komponenttien hankinnalle oli asetettu tiukka budjetti, mikä aiheutti komponenttien hyöty/hinta suhteen optimointia.

2 EETU-reaktorilaitteiston käyttötarkoitukset

Kaikkien laitteistoon asennettujen lisäkomponenttien tarkoituksena on ollut parantaa ja helpottaa EETUn käytettävyyttä tuleville opiskelijoille ja tutkijoille. Laitteiston laajennusten ohella on kuitenkin syntynyt erilaisia ongelmia, sillä osa laitteiston siirron ja laajennuksen yhteydessä tehdyistä muutoksista oli jäänyt dokumentoimatta. Muun muassa perkolaatioprosessia ei voinut suorittaa laajennetulla laitteella, sillä laitteistoon kytketty toinen öljylämmitin oli jäänyt asentamatta bunkkeritilan muuton jälkeen. Laitetta käytettiin pääosin mustalipeäliuoksen tuotantoon. Tästä syystä päädyttiin jopa astiassa olevan sekoitinakselin poistoon, sillä reaktiot, joissa sitä tarvittiin, tapahtuivat niin harvoin, että akseli oli enemmän haitallinen kuin hyödyllinen. Akseli muokattiin uudelleenasettavaksi, jottei se olisi testattavien reaktioiden tiellä sitten, kun sekoitinakselia tarvittaisiin uudelleen.

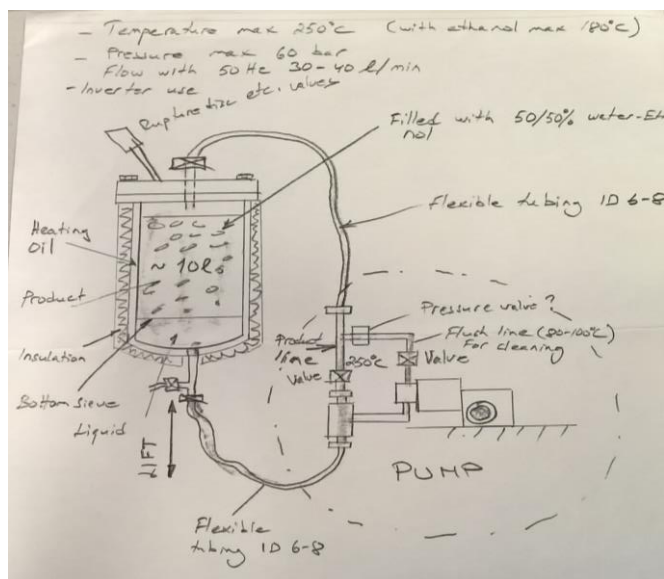
Lopullisena laitteiston kehittämisen tavoitteena oli kuitenkin, että laitteella pystyisi suorittamaan mahdollisimman laajasti erilaisia toimintoja. Tästä syystä erilaisten prosessien valmistustoimenpiteet sekä tarvittavat tekniset asetukset tuli kirjata. Jokaista prosessia ohjaisi laitteen ohjausyksikön tietokoneen ohjelma eLabs, josta käyttäjä saisi muokata prosessiparametreja sen mukaan, millaisia lähtöaineita laitteella käytettäisiin.

2.1 Perkolaatio

Perkolaatio on termi, jota käytetään pääosin ympäristötieteissä liittyen nesteenvirtaukseen orgaanista ainetta sisältävässä maaperässä. Neste virtaa painovoiman vaikutuksesta kyllästymättömässä väliaineessa, joka on riittävän huokoinen tai hienoksi jauhautunut ja kertyy lopuksi sekoitettuna liuoksena väliaineen läpi alaspäin. [1.]

Perkolaatio esiintyy luonnossa puhtaimmillaan esim. kasvien elinkaarella, kun maaperään, joka sisältää orgaanisia ja epäorgaanisia aineita, suodattuu ja sekoittuu erilaisia liuoksia, kun siihen lisätään vettä. Toinen esimerkki perkolaatiosta on pohjaveden suodattuminen maakerrosten läpi. Veteen sekoittuu hivenaineita, jotka virratessaan alaspäin kasvien juurille tuovat kasvin tarvitsemat ravinteet, ja lopuksi puhdas vesi pääsee jälleen suodattumaan itse pohjavedeksi.

EETU-reaktorilla (kuva 3) haluttiin yhdessä laitteiston kehitysvaiheessa selvittää ja testata perkolaatioprosessia laboratoriotiloissa erilaisilla liuksilla ja kiinteällä puusilpulla. Tällöin pystyttäisiin testaamaan, miten reagoivat nesteet suodattuvat valitun kiinteän aineen läpi, ja miten kiinteän aineksen rakenne ja koostumus muuttuvat sen mukaan, kun nesteet valuvat kiinteän aineen läpi. Tämän lisäksi kaikki nesteet ja kiinteät aineet olisivat vaihdettavissa käyttäjän tahdon mukaan, jolloin perkolaatioprosessia voitaisiin testata laajemmin käyttäen sellaisia raaka-aineita, jotka eivät tavallisesti sekoittuisi keskenään.



Kuva 3. Ensimmäinen hahmotelma EETU-reaktorista.

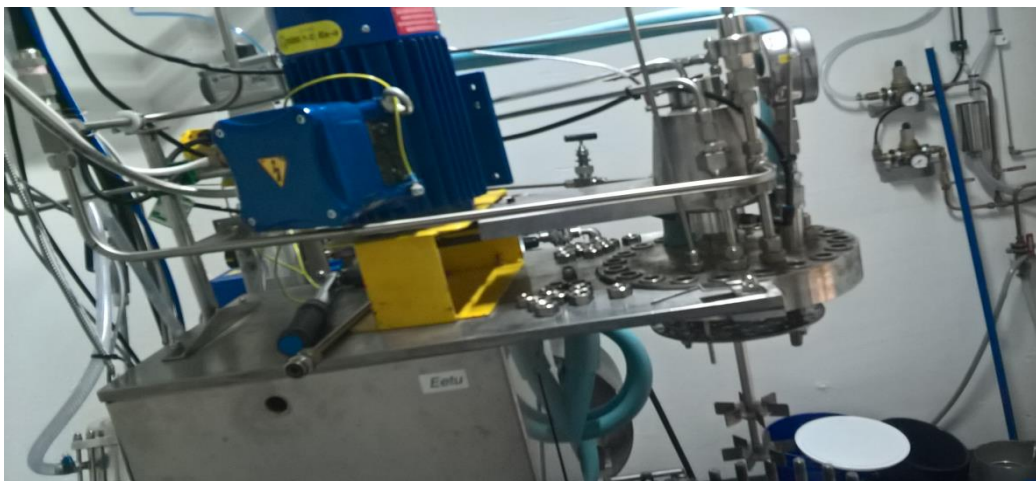
Prosessia ohjaisi pumppu (kuva 4), joka pumppaisi halutun reaktioliuoksen tankkiin, josta liuos edelleen poistuisi paineen avulla talteenottoa varten.



Kuva 4. Perkolaatioprosessia ohjaava toinen pumppu.

2.2 Sekoitus

Reaktoritankin päälle kytketyn sähkömoottorin on tarkoitus sekoittaa astiaan lisättyjä raaka-aineita (kuva 5). Sekoitin on yksinkertainen akseli, johon on liitetty sekoitinlavat kahteen paikkaan akselin pituudelta ja sähkömoottori, joka pyörittää akselia. Toimintaperiaate on sama kuin Rushtonturbiinilla. [10; 13.]



Kuva 5. Reaktorin sekoittimen moottori ja sekoitinakseli, johon on kiinnitetty sekoitinlavat. Kuvassa tankki on laskettu alas.

Sekoittimen käyttö edellyttää, että reaktorin pohjalla oleva reaktionesteiden kiertoputki ja tyhjennysventtiili ovat tulpattuja, jotta sekoitettavat raaka-aineet eivät pääse virtaamaan pumppujen sisään tai tankista ulos.

Sekoitin oli toiseksi eniten käytetty toiminto, jota laitteella oli testattu. Reaktiot, joita sillä haluttiin testata, olivat samoja sellusulfidireaktiota kuin muutkin laitteistolla testattavat prosessit, mutta puuhake oli jauhettu entistä hienommaksi, ja reaktio kokonaisuudessaan tapahtui yhdessä astiassa. Reagoivat raaka-aineet lämmitettiin reaktoritankissa ja ne sekoitettiin korkeassa paineessa. Toisin kuin muissa testatuissa reaktioissa aineet pysyivät tankissa koko reaktion ajan.

2.3 Esihydrolyysi

Puu on rakenteeltaan täynnä pieniä onteloita, jotka mahdollistavat sen aineenvaihdunnan kapillaari-ilmion kautta. Kuivuessaan nämä putkilomaiset huokokset eivät luhistu, vaan jäykistyvät ja muuttuvat hankalasti käsiteltäviksi, sillä huokosten väliin kertyy nesteitä ja ilmaa, joiden oli tarkoitus virrata puun runkoa pitkin. [11.]

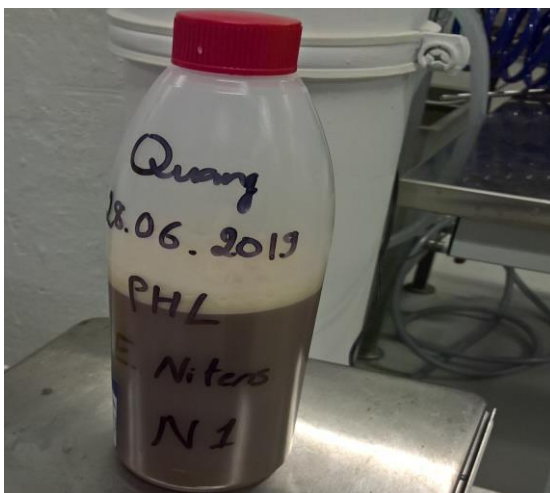
Tästä syystä puuhakkeelle tehdään selluloosan tuotannossa esihydrolyysi. Prosessissa puuhake saadaan pehmentymään ja sen rakenne litistymään käyttämällä paineistettua höyryä. Höyry kertyy puun huokosiin ja sulattaa niihin kiteytyneen nesteen muuttaen puun tiiviimmäksi massaksi ja sivuvaikutuksena myös kostemmaksi. [11.]

Esihydrolyysiprosessia varten EETU-reaktoriin liitettiin oma höyrygeneraattori (kuva 6), kondensaattori ja kuplituslaitteet. Näiden lisälaitteiden avulla pystyttiin suorittamaan esihydrolyysi kaikille sellaisille raaka-aineina käytettäville puulajeille, joita EETU-laitteistolla haluttaisiin jalostaa.



Kuva 6. Laitteen höyrygeneraattori vedentäytön aikana

Lopputuloksena saataisiin loppukäsittelyä vaille valmista puumassaa, jonka käyttäjä voisi ottaa talteen tai jättää säiliöön sellun muodostamista varten, sekä ligniiniliuosta (kuva 7), jota erittyi puuhakkeen höyrystyessä. [4.]



Kuva 7. Ligniini-liuos kerättyä punnitusta varten.

2.4 Sellusulfidimenetelmä

EETU-reaktori laajennettiin toimimaan sellusulfidimenetelmään pohjautuvien jalostusmenetelmien testaamiseksi.

Reaktiossa puuhakkeen läpi virtaisi musta- ja valkolipeää, jotka suodatettaisiin reaktorin läpi useaan otteeseen kierrättämällä liuokset reaktorin pohjasta sen yläosaan kiertopumpun avulla. Lopputuotteena saataisiin kierrätettävää mustalipeää sekä puusilppua (kuva 8), josta voisi jalostaa vielä sellujauhetta. [5.]



Kuva 8. Reaktorissa valmistettu puuhake ja mustalipeäseos.

Haluttaessa puusilppumassa voitaisiin vielä jauhaa ja sekoittaa siihen valkolipeää ja pesuainetta, jolloin saataisiin tuotettua sellukuitua (kuva 9).


Mustalipeä erotetaan massasta sellun pesussa



Kuva 9. Sellusulfidimenetelmän lopputuotteiden käsittely [3].

Valkoliipeä on natriumemulsio (kuva 11), joka koostuu natriumhydroksidista ja dinatriumsulfaatista ($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{S}$) (kuva 10). Aine lisätään puuhakkeeseen erottamaan siitä selukuitu kiehauttamalla halutun konsentraation valkoliipeäliuos. Tällöin saadaan seos, joka sisältää kiinteää sellusulfaattia ja nestemäistä mustaliipeää. [6; 7.]

Typical white liquor analysis




Chemical	Quantity [g/kg dry matter]
Sodium (Na)	78,0
K	14,1
S_{tot}	22,4
Cl_{tot}	1,7
S^{2-}	18,0
NaOH	88,2
Na_2S	41,8
Na_2CO_3	40,3
Na_2SO_3	0,1
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	8,99
Na_2SO_4	0,5
Total alkali, g NaOH/l	161,6
Active alkali, g NaOH/l	131,2
Effective alkali, g NaOH/l	109,8



Kuva 10. Valkoliipeän kemiallinen koostumus [3]. Kuva 11. Valkoliipeäliuos valmiina reaktorille pumppausta varten.

Mustaliipeä (kuva 12) on sivuaine, joka syntyy, kun valkoliipeä reagoi puumassan kanssa riittävän pitkään. Liuos koostuu pääosin natriumsulfaatista ja puuhakkeesta erotetusta ligniinistä. Ligniini on hiilihydraattipolymeeri, jota on lähes kaikissa maanpäällisten kasvisolujen soluseinissä. Sen koostumus tekee kasveista jäykempiä ja lujempia, mikä tukee kasvien kasvua. [2.]

Tyypillinen mustaliipeän analyysi

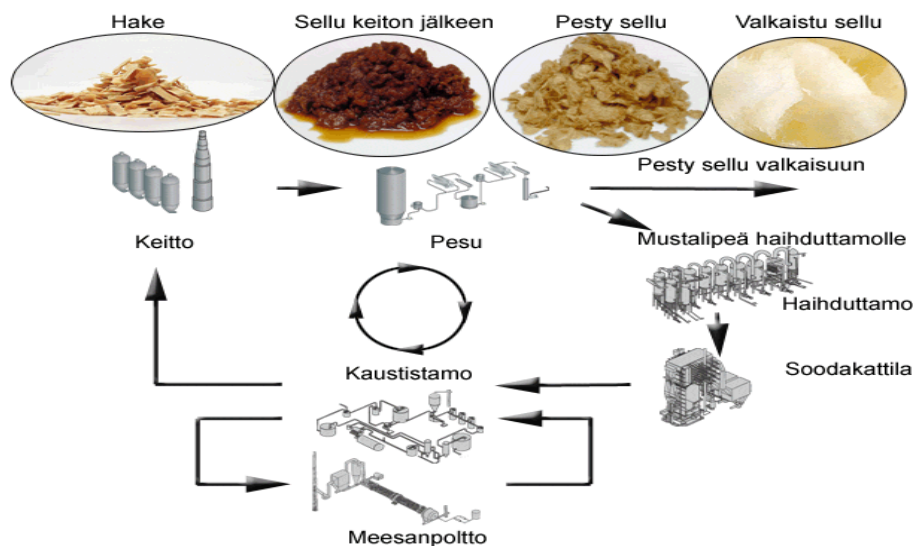


Aine	Määrä [g/kg kuiva-ainetta]
Na	19,3
K	3,34
S_{tot}	5,50
Cl_{tot}	0,41
S^{2-}	1,93
NaOH	1,1
CO_3^{2-}	6,2
Na_2SO_3	0,1
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	2,13
Na_2SO_4	1,23
C	31,9
H	3,33
N	0,08

Lämpöarvo, HHV MJ/kgka 12,74

Kuva 12. Mustaliipeän kemiallinen koostumus [3].

Sulfaattimenetelmällä halutaan saada huokoista ja helposti muokattavaa puhdasta selluloosaa. Tästä syystä mustalipeän muodostuminen on ollut haaste paperi- ja selluteollisuudessa, sillä sen runsaus sen jatkokäyttömahdollisuuksiin nähden on ollut ongelmallista. Jokaista sellupurutonnia kohden muodostuu noin kymmenkertainen määrä laimeaa mustalipeää. Mustalipeää käytetään pääosin sulfaattimenetelmän kiertoprosessin energian tuotantoon, jossa sen polttamisesta vapautuva energia parantaa koko prosessin energiataloudellista hyötysuhdetta (kuva 13). Myös puunjalostusprosessissa tuotetun mustalipeäliuoksen sisältämää ligniiniä on haluttu jalostaa uudelleenkäytettäväksi, minkä vuoksi puunjalostusprosessiin on haluttu lisätä vaiheita parantamaan toivottujen sivuaineiden talteenottoa. [3; 4.]



Kuva 13. Yleiskatsaus selluloosan valmistuksesta teollisuudessa [5].

3 EETU-laitteiston päivitys

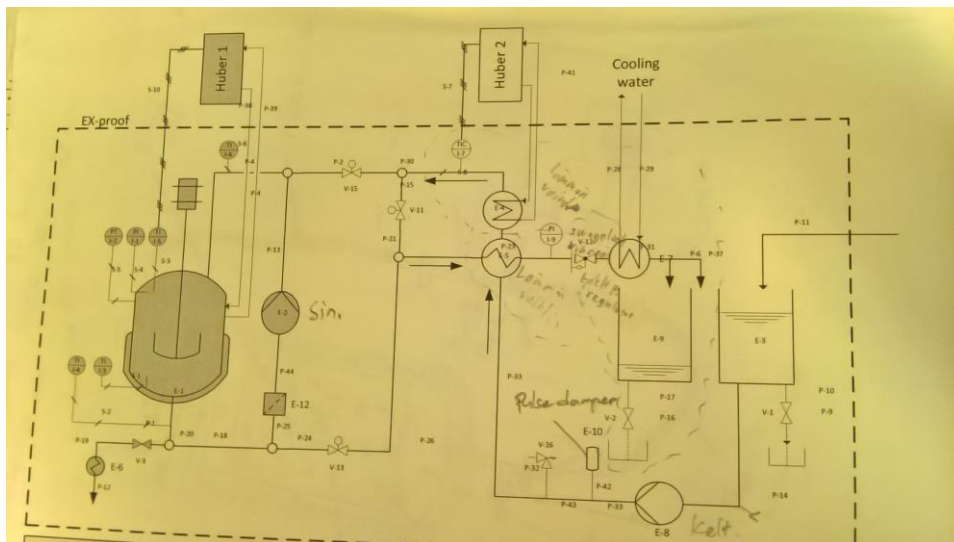
Alun perin EETU-reaktori rakennettiin sellaista prosessia varten, jossa puunjalostusraaka-aineet reagoisivat etanolin kanssa. Laitteiston ensimmäisen versio oli manuaalisesti ohjattava ja nykyiseen laitteistoversioon pienempi. Kehitysprosessin tavoitteena on ollut helpottaa laitteiston käytettävyyttä ja mahdollistaa sille monimuotoisempia reaktioita, joita voisi suorittaa suljetussa bunkkeritilassa. [10.]

Aluksi laitteistoon oltiin kytketty vain lisäainesäiliö ja lopputuotteen keräysastia. Myöhemmin laitteistoon lisättiin pumput, jotka kierrättäisivät raaka-aineen reaktorin läpi useaan otteeseen. Tällöin voitaisiin testata, miten toistuva liuottimien suodatus samalla raaka-aineella vaikuttaisi kiinteään puuainekseen. Laitteistoa kehitettiin entisestään lisäämällä siihen lämmittimiä ja kierrätyslaitteita, jotta sellusulfidimenetelmän erilaisia vaihtoehtoja voitaisiin kokeilla käyttäjän toiveiden mukaan. [13.]

3.1 Suunnitelma

Ennen kuin EETU-laitteiston uusinta laajennusta harkittaisiin, tuli keksiä miten testattava reaktio olisi toteutettavissa laitteistolla valmiina olevilla komponenteilla. Näin voitaisiin tietää tarkalleen, mitkä komponentit olisi välttämättömiä laajennusta varten (kuva 16).

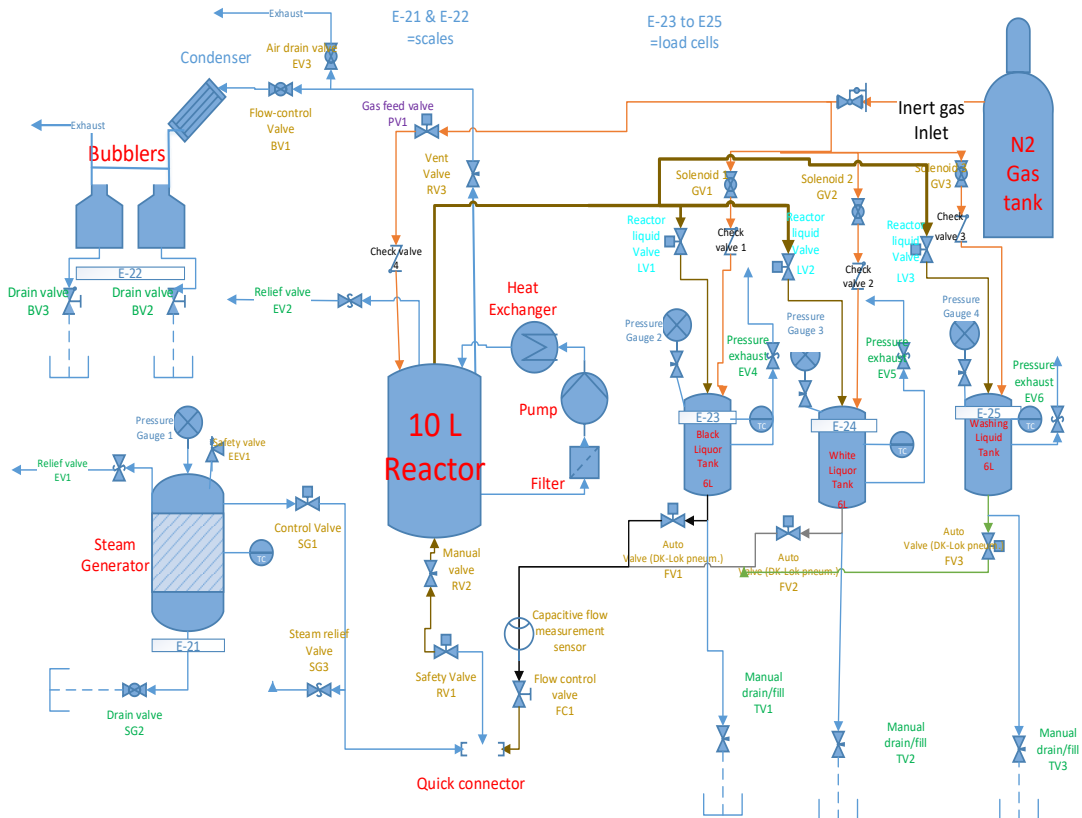
Luomalla asennuskaavio (kuva 14) voitaisiin hahmotella laajennukseen tarvittavien komponenttien määrä ja niiden yhteen liitännät. Asennuskaavaa hyväksikäyttäen pystyttäisiin projektinjohtajan kanssa selittämään tutkijoille, miten testattava prosessi toteutettaisiin vaihe vaiheelta. Heidän antamansa palautteen avulla voitaisiin päätellä, pitäisikö toimintaa yksinkertaistaa tai tulisiko siihen lisätä vielä jotain komponentteja tai ominaisuuksia.



Kuva 14. Perkolaatioprosessia varten tehty asennuskaava.

Kehitysprojektin lähtökohta oli projektinjohtajan luoma viimeisin asennuskaavio (kuva 15), johon lisättiin olemassa olevat komponentit ja suunnitellut laajennuskomponentit.

Reaktiota testattaisiin lisäämällä testattavia lipeäliuoksia reaktoritankkiin automaattisesti, ennalta ohjelmoiduin väliajoin (kuva 17). Lipeäliuokset tuli kuitenkin lämmittää haluttuun lämpötilaan ja ne tulisi lisätä reaktoriin riittävän suurella paineella, jotta ne aiheuttaisivat nesteensyrjäytyksen astiassa olevaan liuokseen.



Kuva 17. Laitteiston asennuskaavio sisältäen uusimmat muokkaukset.

Laajennuksen olennaisin nesteensyrjäytysmekanismi vaatisi reaktoritankkiin lisättäville liuoksille tehokkaan paineistetun syötön. Prosessissa reaktoriastian syötetään erilaisia nesteitä reagoimaan kiinteän puuhakkeen kanssa. Kierrettyään pumpun läpi reaktoriin useaan kertaan viimeisin lisätty neste poistettaisiin lisäämällä prosessiin seuraavaa nestettä paineistettuna astian pohjalle, jolloin reagoineet nesteet saataisiin kerättyä talteen prosessin välivaiheissa ja taas uudet reagoivat nesteet lisättyä tyhjennettyihin säiliöihin. Lopputuloksena saataisiin kerättyä miltei 15 l eri konsentraatiosista mustalipeää, joka voitaisiin käyttää uudelleen tai jalostaa.

EETU-laitteiston kytkentäkaavio tehtiin Microsoft-Visio:lla, sillä se oli helppokäyttöinen ohjelma ja ohjelman lisenssi oli laitoksen käytössä. Kehitysprojektin aluksi laitteistolle

harkittiin kolmitieventtiilien käyttöä. Venttiileihin voidaan liittää kaksi eri sisääntuloa liittymään edelleen yhteen ulostuloon, joka jatkuisi eteenpäin ainesäiliöihin tai reaktoriin. Kehitysprojektin edetessä kuitenkin päädyttiin käyttämään yksisuuntaisia venttiileitä johdun niiden suuremmasta paineensietokyvystä ja paremmin budjettiin sopivasta hinnasta.

Laitteen ohjaus tapahtuisi täysin tietokoneen ohjaamien venttiilien avulla. Siksi manuaalisia venttiileitä varattiin prosesseille, jotka edellyttävät laitteiston käyttäjän olevan sen välittömässä läheisyydessä, ja että laitteisto ei olisi käytössä esim. säiliöiden täyttö- tai tyhjennysvaiheessa, jolloin riski automaation aiheuttamaan tapaturmaan kasvaisi. Joi-tain poikkeuksellisia manuaaliventtiilejä oli liitetty reaktoritankkiin, sillä itse lisäainesäiliön käyttö ja reaktoritankin ilman tyhjennys vaativat, että käyttäjä avaisi muutaman venttiilin itse.

3.2 Komponenttien karsinta

EETU-laitteiston kehityskokonaisuuden piti valmistua rahoitussyistä 1.1.2020 mennessä.

Laitteiston toimintakaaviota kehitettiin projektijohtajan esittämien laitteiston käyttäjien toiveiden mukaisesti. Aluksi lisäsäiliöihin arvioitiin tarvittavan aktiiviseen käyttöön 12 venttiiliä, mutta loppujen lopuksi venttiilejä tarvittiin 18 laitteistolle. Osa uusista komponenteista oli säätö- ja vastaventtiilejä uusiin säiliöihin lisättävälle paineistetulle typpikaasulle.

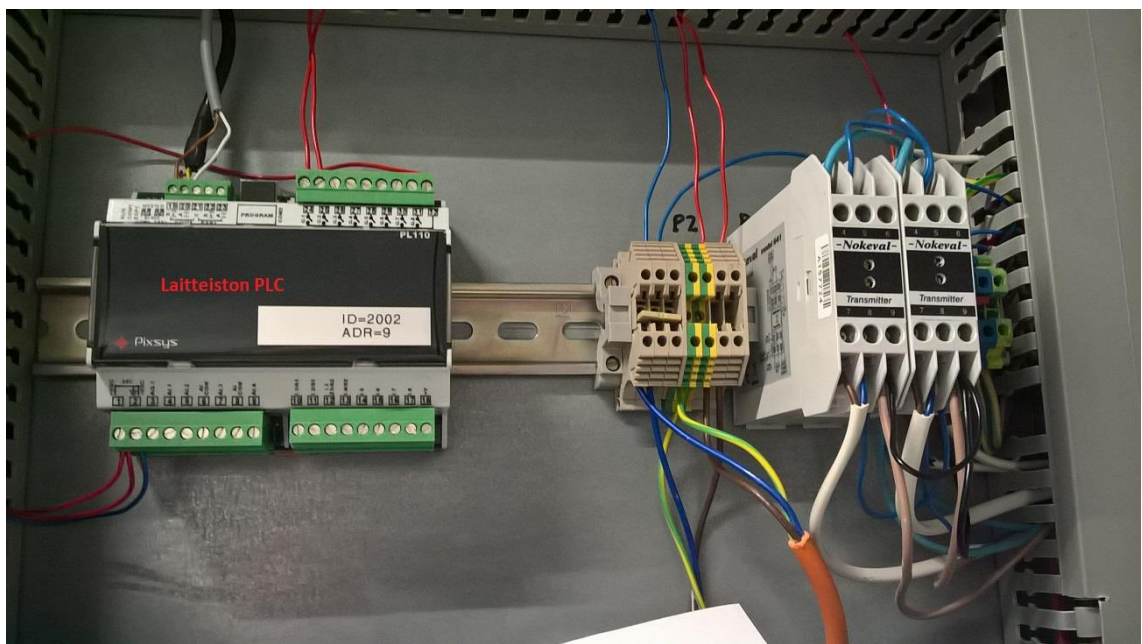
Myös reagoivien nesteiden astiat haluttiin kaikki muuttaa tilavuudeltaan kuusilitraisiksi, jotta ne veisivät vähemmän tilaa ja siten mahdollistaisivat vapaamman liikkumisen laitteiston bunkkeritilassa.

Laitteiston putkiston valinta edellytti myös hieman optimointia. Tämä johtui siitä, ettei lopullista päätöstä uusien raaka-ainesäiliöiden sisältämän massan punnituksesta saatu tehtyä ennen kuin lähellä kehitysprojektin loppua. Siksi oli vaikea määrittää, missä kohdissa laitteistoa voitaisiin käyttää samoja kiinteitä putkiliitoksia kuin muillakin komponenteilla, ja mitkä vaatisivat joustavampia liitoksia säiliöiden mahdollisen punnittavuuden vuoksi.

3.2.1 Elektroniikka

Laitteistoa ohjaava tietokone oli täynnä kytkentöjä, jotka täyttivät miltei kaikki sen käytössä olevat USB-sisääntulot. Tästä syystä oli keksittävä ratkaisuja sille, miten tulevat laitteiston lisäkomponentit voitaisiin liittää järjestelmään lisäämättä sisääntuloja tietokoneelle keinotekoisesti.

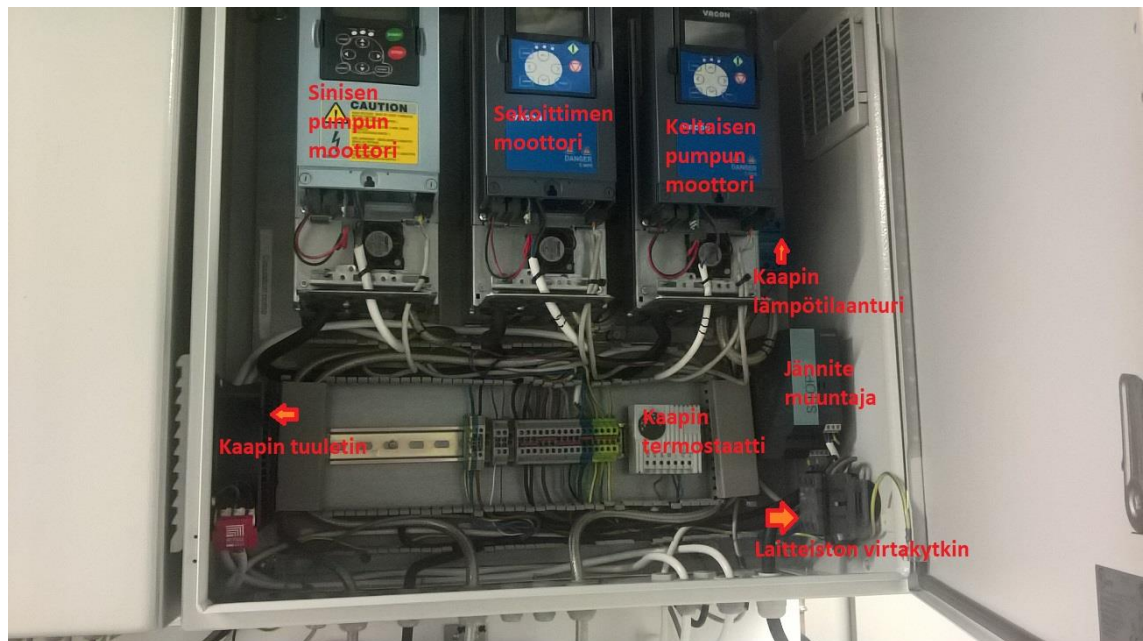
Ensimmäinen suunnitelma oli lisätä ohjaustietokoneelle USB-adapteri, johon lisäkomponenttien kaapelit liitettäisiin. Toinen suunnitelma oli kytkeä uudet komponentit olemassa olevalle PLC:lle (Programmable logic controller) (kuva 18), joka ohjaisi uusia komponentteja itsenäisesti, mutta jolle syötettäisiin käskyt itsenäisesti tietokoneelta. Tällöin tietokoneelta säästyisi muistia, ja tulevaisuudessa uusia komponentteja voisi liittää järjestelmään, jolloin ainoa rajoite PLC:lle olisi itse komponenttien ulos/sisääntulojen määrä.



Kuva 18. EETU-laitteistoa ohjaava PLC, ja anturien signaalimuuntimet.

Projektin edetessä ilmeni myös, ettei kaikkia kytkentöjä laitteen antureille ollut dokumentoitu. Tästä syystä piti myös selvittää, miten komponentit oli kytketty, sillä laitteeseen syntyi aika-ajoin sitä sammuttaessa oikosulkuvirta.

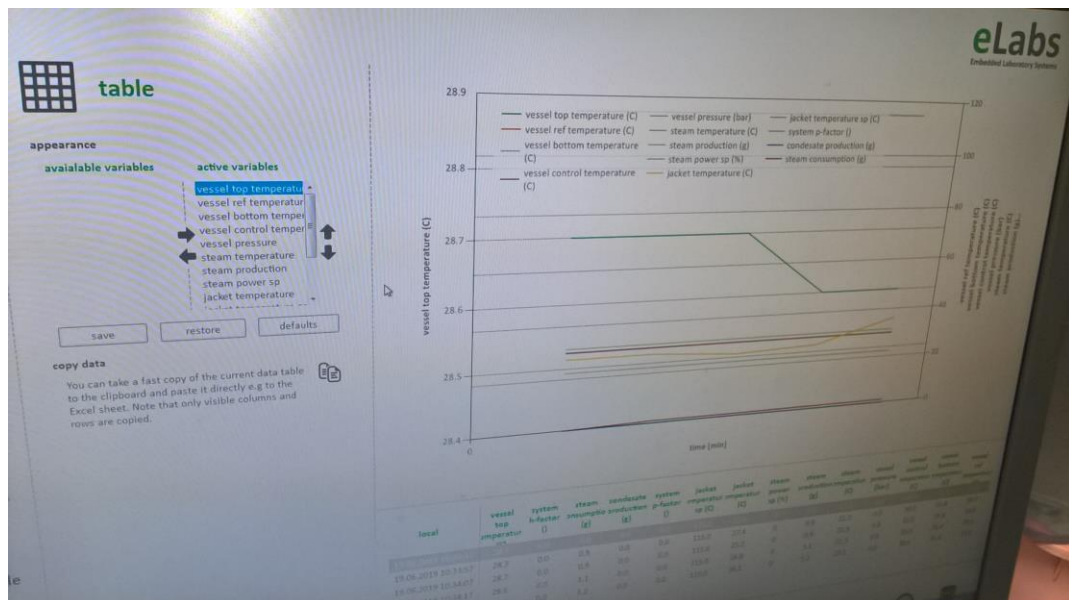
Oikosulun aiheuttajaksi tunnistettiin reaktorin moottorien taajuusmuuttajat (kuva 19). Tästä huolimatta itse ongelmaa ei saatu korjattua, sillä vikavirtasuojakytkintä ei saatu asennettua siten, että se olisi ohjannut kaikkia taajuusmuuttajia. Sen kytkennät kartoitettiin siten, että tulevat käyttäjät voisivat muokata niitä, mikäli sattuisi tilanne, jossa komponentit pitäisi uudelleen kytkeä tai niiden rinnalle tulisi lisätä uusia ohjaavia komponentteja.



Kuva 19. Sähkömoottorien ohjauskaappi.

3.2.2 eLabs-ohjausohjelma

Ohjelma, joka ohjasi koko laitteiston elektroniikkaa, oli eLabs Oy Engineeringin tekemä ohjelmisto (kuva 20), jota oli vaihtelevasti muokattu.



Kuva 20. eLabs pakkaamassa esihydrolyysitestin raportin.

Projektin edetessä tehtiin laitteistolla useita testikierroksia. Testeissä haluttiin varmistaa, että prosessi toimisi eLabsilla kirjoitetun koodin mukaisesti. Testiajot tehtiin ilman mitään reagoivia aineita käyttämällä pelkästään vettä helpottamaan bunkkeritilan siivousta mahdollisten vikatilojen varalta.

EETUn käyttäjä loisi laitteistolle omat ”reseptit”, joiden perusteella eLabs ohjaisi prosessin jokaisessa vaiheessa, kuinka paljon nesteitä tulisi virrata reaktoritankkiin, säädetyssä lämpötilassa ja paineessa. Ohjelma ei kuitenkaan kykene ohjaamaan manuaalisia venttiilejä. Tämä johti siihen, että tietyt prosessit edellyttävät käyttäjän säätävien komponentteja omatoimisesti.

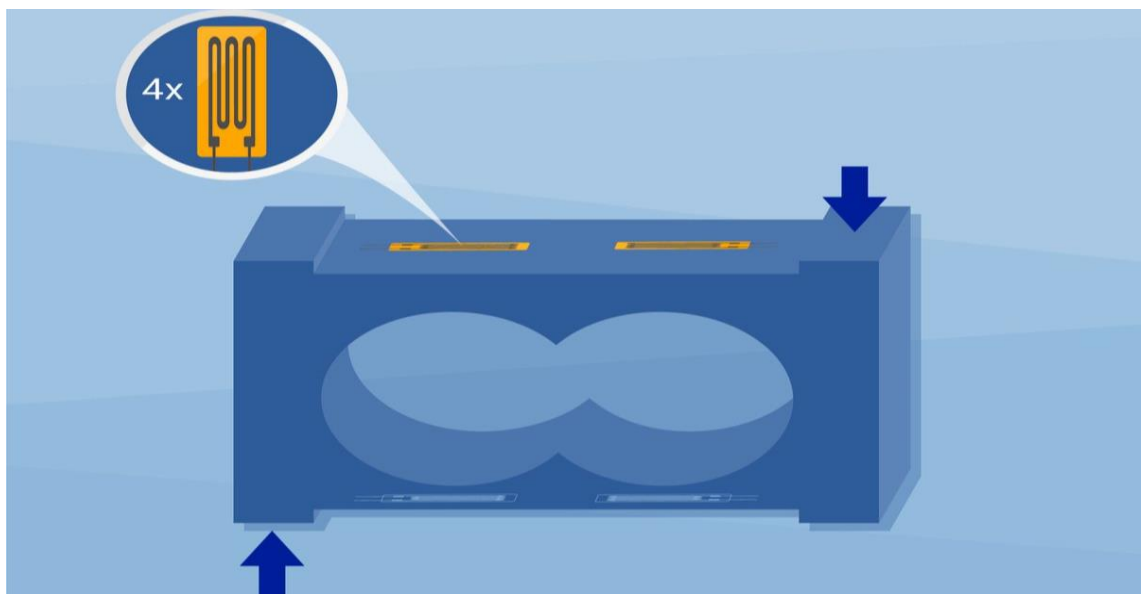
Lopuksi laitteistolla suoritettujen prosessien aikana mitatut tulokset koottiin siirrettäville tekstiedustoille, jotka lähetettiin ohjausohjelman koodaajalle. Tavoitteena oli, että laitteistolla tuotetuista jalosteista tehtäisiin kemiallinen analyysi ja laitteen prosessiraportin avulla voitaisiin parantaa ohjelmaa kierros kierrokselta, kunnes saataisiin valmis ”resepti”

ts. automatisoitu laitteistolla suoritettava ohjelma, joka vaatisi käyttäjältä hyvin vähän manuaalisia toimenpiteitä. Tällä varmistettiin prosessien toistettavuus.

3.2.3 Lisäsäiliöiden punnitus ja asennus

Suunniteltu ohjauksoodi toimisi säiliöiden sisältämien raaka-ainenesteiden painojen perusteella, jolloin voitaisiin säästää laitteiston mekaanisia komponentteja sekä parantaa tiedonsaantia säiliöiden tilasta.

Aluksi pohdittiin ratkaisua, jossa käytettäisiin samaa vaakamenetelmää kuin höyrygeneraattorissa. Laitteiston sijoitustila oli kuitenkin liian pieni riittävän tarkoille kolmelle vaa'alle. Tämän lisäksi käytössä olevat vaa'at olivat aiheuttaneet turvallisuusriskejä laitteen toiminnalle, sillä ne eivät pysyneet vakaana laitteiston käytön aikana ja saattoivat vaurioitua esihydrolyysin aikana johtuen niihin kytkettyjen reaktoriastioiden toiminnasta. Tästä johtuen säiliöiden punnitsemiselle pohdittiin vaihtoehtoista ratkaisua, jossa käytettäisiin laitteistoon asennettavia punnitusantureita (kuva 21), joista painesäiliöt asennettaisiin riippumaan. Perusteluna tälle ratkaisulle oli, että säiliöt ja niihin kiinnitetyt komponentit pystyisivät liikkumaan vapaammin, käyttäisivät tilaa tehokkaammin ja olisivat vakaampia kuin erillistä hyllytasoa tai lattiaa vasten olevat raaka-ainesäiliöt ja vaa'at.



Kuva 21. Pelkistetty kuva yhden pisteen painonmittausanturista [8].

Projektinjohtaja kuitenkin päätteli, että riittävän tarkkojen anturien kustannus-hyötysuhde ei olisi kehitysprojektin tavoitteiden mukainen. Siksi pohdittiin vaihtoehtoa, että massan sijaan mitattaisiin putkien läpi virtaavaa nesteen määrää. Tämäkin idea osoittautui vaikeaksi toteuttaa, sillä virtaavan nesteen lämpötila ja pH (potential of hydrogen)-aste olivat niin korkeat, että tavalliset nesteenvirtausmittausanturit eivät kykenisi käsittelemään laitteistossa virtaavaa nestettä.

Ratkaisuksi jäi osittain itse tehty nestevirtauksen tunnistava anturi ja raaka-ainenesteiden esipunnitus syöttösäiliöihin.

3.2.4 Laajennuksen laitteiston ohjaus

Laitteiston prosesseja ohjattaisiin digitaalisesti, minkä vuoksi lipeäliuosta ohjaavien komponenttien tuli myös kestää suurta painetta. Tavalliset jousi- tai solenoidiventtiilit eivät siksi riittäneet putkiliitoksiin, joissa virtaisi +150 °C lämpöistä nestettä 6 barin paineella.

Venttiilit valittiin ensisijaisesti niiden soveltuvuuden kannalta, minkä vuoksi piti tehdä kompromisseja niiden ohjattavuusominaisuuksien suhteen. Sen sijaan, että venttiilit toimisivat sähkövirralla, käytettäisiin samaa pneumaattista jakotukkaa, joka antoi vääntövoiman kaikille laitteiston venttiileille. Itse pneumaattisia komponentteja ohjasivat omat paineilmaiventtiilit.

Paineenvaihdon aikaansaamiseksi tuli kuitenkin saada jostain luotua tarvittava ylipaine. Tästä syystä jokaiselle säiliölle höyrygeneraattoria ja kuplimislaitteita lukuun ottamatta tuli liittää inerttikaasun syöttö. Kaasua kuitenkin kyettäisiin ohjaamaan solenoidiventtiilien kautta johtuen sen matalasta lämpötilasta ja reagoimattomuudesta venttiilien sisäisten komponenttien kanssa.

4 Komponenttien dokumentaatio

4.1 Komponenttien pohjustava tieto

Ennen laajennusta oli selvítettävä millaiset maksimirasitukset laitteistoon voisi kohdistua ja millaisilla tehoilla komponentteja ohjattaisiin.

EETU-laitteiston reaktoriastia oli suunniteltu kestämään +60 bar paine enintään +250 °C sisälämpötilassa. Reaktoriastia oli alustavasti suunniteltu käsittelemään alkoholisia nesteitä, ja tankki lämmitettäisiin siihen kytketyn öljylämmittimen kautta. Öljylämmitin kiertäisi öljyn reaktorin ulko- ja sisäseinän väliseen tilaan lämmittäen sisävaippaa, kunnes se saavuttaisi halutun lämpötilan.

Höyrygeneraattorin käyttöpaine sai vaihdella +20 ja -1 barin välillä, sillä astiaan kohdistuisi alipaine jäähdytystilanteessa.

Kaikki EETU-laitteiston nesteitä käsittelevät teräsmateriaalit (säiliöt ja putket) olivat AISI (*American Iron and Steel Institute*) 316 terästä, sillä ne altistuisivat korroosiota aiheuttaville liuksille korkeassa paineessa ja lämpötilassa. Komponenttien muokkaus jälkikäteen oli ollut haastavaa osittain juuri siksi, että valittu materiaali oli valittu niin kestäväksi.

Haastavimmat komponenttivalinnat koskivat laitteistoon lisättäviä letkuja ja antureita. Anturit antaisivat tarkkoja mittaustuloksia laitteiston toiminnasta, mutta materiaali, josta johdot ja itse anturin mittauspinta oli valmistettu, ei välttämättä kestäisi käsiteltävää ainetta. Letkujen puolestaan tuli kestää eri konsentraatio- ja lipeä +10 barin paineessa ja +100 °C:n lämpötilassa. Tämänkaltaiset nesteet sulattaisivat tavallisen laboratorioletkun tai saisivat sen repeämisen sisältäpäin.

Säiliöiden valinta sujui helposti, sillä projektinjohtaja oli jo aiemmin tilannut muutamalta yritykseltä säiliöitä projektia varten, mm. höyrygeneraattorin ja reaktoritankin. Valmistajille lueteltiin tärkeimmät kriteerit komponenttien valinnan suhteen: haponkestävyys, tilavuus, maksimikäyttöpaine ja -lämpötila.

Tästä johtuen raporttiin ei tehty lujuuslaskelmia komponenteille, sillä kaikki valmistettiin muualla tai koottiin valmiista osista.

4.2 Laitteiston komponenttien tarkoitus

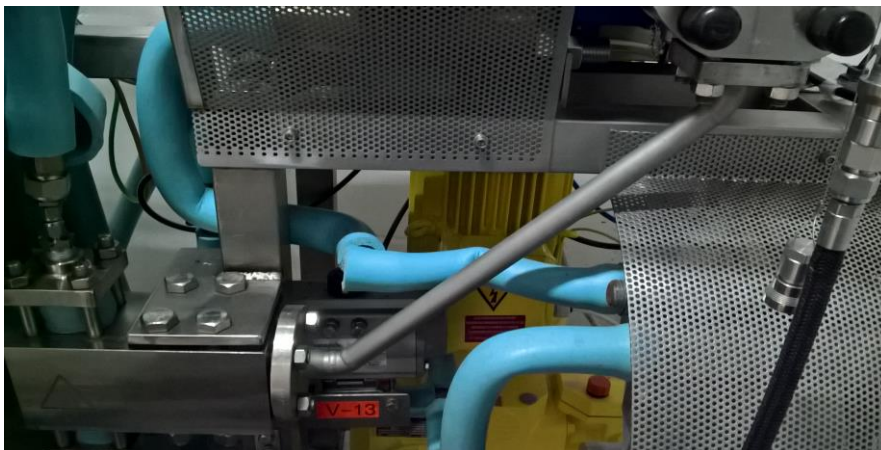
Suuri osa laitteiston komponenteista, kuten venttiilit ja johtimet olivat jo ennalta selviä siinä vaiheessa, kun teknistä dokumentaatiota vielä harkittiin. Osa komponenttien käyttötarkoituksista ja niiden ulkonäöt olivat niin poikkeavia, ettei tavallinen käyttäjä voisi tietää, miksi ne olivat kytkettynä laitteistoon tai miksi niitä ei voitaisi poistaa. Tästä syystä dokumentoitiin kriittisimmät komponentit ja laitteistoon jätetyt komponentit, koska niitä ei kyettäisi poistamaan ilman suurempaa purkuprojektia.

Reaktoriin kytketty automaattiventtiili (kuva 22) säätelee säiliöön muodostunutta painetta manuaalisesti painamalla sen kytkintä konehuoneen ulkopuolelta, tai automaattisesti siihen syötetyn komennon kautta tietokoneelta.



Kuva 22. Reaktoritankin pneumaattinen poistiventtiili.

Ns. hanhenkaulan (kuva 23) tarkoitus on estää lämmön siirtyminen pumpun teflonkalvoille. Hanhenkaulaputken avulla venttiilikoneisto on siirretty riittävän kauas pumpun kalvolta, mikä paransi käyttöturvallisuutta.



Kuva 23. Kierrätyspumun väliaineputki "Hanhenkaula".

Siniseen pumppuun kytketty säiliö (kuva 24) kuului perkolaatioreaktioon, jossa se vai-
mensi prosessia ohjaavan keltaisen pumpun virtauksesta syntyvää pulssia tasaisem-
maksi.



Kuva 24. Pulssivaimennin.

Venttiilien V-11 – V15 (kuva 25, kuva 26, kuva 27) käyttö oli vähentynyt perkolaatiotes-
tien vähenemisen vuoksi.



Kuva 25. Venttiili V-13.



Kuva 26. Venttiili V-11.



Kuva 27. Venttiili V-15.

Toinen Huber-lämmitin (kuva 28) oli myös jätetty kytkemättä sähkökaappiin perkolaatio-reaktioiden vähenemisen vuoksi.



Kuva 28. Perkolaatioprosessin lämpöyksiköiden öljylämmitin.

Prosessia ohjaava keltainen pumppu (kuva 4) ja lämpöyksiköt johtimien välillä (kuva 14) jätettiin kytkettynä laitteistoon, eikä niitä poistettu bunkkerihuoneeseen tapahtuvan siirron aikana. Lisäksi niiden purku uudessa tilassa osoittautui liian vaikeaksi.



Kuva 30. PID-säätimet pois käytöstä.



Kuva 29. PID-säätimet käytössä.

PID (programmable integral derivator)-säätimet (kuva 29, kuva 30) oli kytketty näyttämään paineastioissa olevaa painetta ja lämpötilaa, niiden kautta PC:n ohjelma tekee muokkaukset lämpötilan säätöihin. Säätimissä olevia releitä käytettiin laitteiston komponenttien kuten paineilmaventtiilien ohjaukseen.

4.3 Tilaustuotteiden kriteerit

Laitteiston laajentamista varten tilattavat tuotteet karsittiin ensisijaisesti sen mukaan, kuinka paljon ne poikkesivat halutuista tai tavoitelluista arvoista. Yksi merkittävä tekijä laitteiston kehittämisen alkusuunnittelussa oli komponenttien koko, sillä laitteelle varattu tila oli jo valmiiksi ahdas. Laajenukselle varattu tila (900 mm x 1000 mm x 350 mm) osoittautui ahtaaksi jo pelkästään säiliöiden tilavuuden vuoksi. Samaan tilaan oli mahduttava myös säiliöiden koteloinnit ja sekä säiliöiden punnitusvälineet. Toimiakseen laitteisto tuli täyttää ja tyhjentää omatoimisesti riippumatta, siitä kuinka ahdas tila käyttäjälle

oli. Tästä syystä komponentit, joilla oli pienempi pohjan pinta-ala, olivat halutumpia kuin isommat ja mahdollisesti kalliimmat.

Toinen tilattavien komponenttien hankintaa ohjaava kriteeri oli laitteiden liitännät ja niiden käyttötarkoitus. Valitut putkistot olivat pääosin letkuja, jotta ne joustaisivat vapaasti, kun ne asetettaisiin säiliöihin, ja ne olisivat siirrettävissä, mikäli laitteistotilaa tuli siivota.

Kolmas komponenttitalauksen kriteeri oli komponenttien toiminnallisuus; mikäli tilattavat komponentit eivät olleet tarpeeksi tarkkoja, riittävän kestäviä tai emäksisiä liuoksia kestäviä, vaihdettiin komponenttien toimittajaehdokasta.

Edellä mainittujen tekijöiden perusteella kaksi viidestä komponenttien toimittajasta karsiintui tuotteesta riippumatta, mikä osittain johti laitteiston laajennusprojektin kalliiseen loppuhintaan.

4.4 Laillisuus

EETU-laitteisto suunniteltiin vaarallisena laitteena yleisen hyvän konepajakäytännön mukaisesti. Korkeakoulut ja tutkimuslaitokset on vapautettu yleisestä konedirektiivistä. Tämä ei kuitenkaan poistanut vaatimusta, että komponenttien tulisi täyttää yleiset ISO (International organization for standardization)- tai SFS (Suomi Finland Standard)-standardit, kun niitä liitettiin laitteistokokonaisuuteen. Korkeakoulupaja pyrkii kaikissa rakennettavissa laitteissaan varmistumaan siitä, ettei niistä aiheutuisi käyttäjille tarpeetonta vaaraa tai turvallisuusriskiä.

Mikäli laitteisto haluttaisiin myydä Aalto-yliopiston ulkopuolelle, sen tulisi kuitenkin täyttää viranomaisten edellyttämät tyyppistandardit. [13.]

5 Riskianalyysi

EETU-laitteistoa on laajennettu vuosien varrella mahdollistamaan erilaisia prosesseja tutkimuksia varten. Laitteistoon oli kytketty useita manuaalisia venttiileitä, joiden käyttörajoiden oli todettu olevan riittävät, mutta kytkentämuutoksia ei ollut dokumentoitu. Siksi

tuli selvittää, mitkä uudet asennukset laitteelle olisivat vahingolliset ympäristölle ja käyttäjille sekä prosessin että käytettävien aineiden suhteen.

5.1 Vaaratilanteiden spekulointi

Todennäköisimpänä käyttöturvallisuuden riskinaiheuttajana on ollut prosessin toistettavuus itsessään. Tämä johtui siitä, että vaihdettaessa raaka-aineita laitteiston ohjausasetukset jäivät sellaiseen tilaan, että ne pysäyttävät prosessin kokonaan tai estävät sen käytön. Olennaisin turvallisuusriski oli siinä, mitkä venttiileistä jäivät kiinni, kun reaktorista poistettiin tai lisättiin raaka-aineita, laitetta huollettiin tai ulkopuoliset käyttivät laitetta ilman käsitystä sen toiminnasta.

Toiseksi suurin turvallisuusriski oli laitteen ylikuormitus. Reagoivia aineita lisättäessä saattoivat säädöt edelliseltä käyttäjältä jäädä liian suuriksi, jolloin johtimet, astiat tai komponentit, jotka ohjasivat prosessia automaattisesti, kuluisivat ennenaikaisesti tai vaurioituisivat liian suurien rasitusten seurauksena.

Kolmanneksi suurin turvallisuusriski oli laitteiston käyttöjärjestelmän aiheuttamat vauriot laitteiston komponenteille. Aalto-yliopiston biokemian laitoksessa oli toiselle laitteelle tapahtunut aiemmin tilanne, jossa laborantti oli käyttänyt laitetta haluamallaan tavalla, mutta ohjainohjelmassa oli ollut virhe, jonka vuoksi laitteisto ei pysähtynyt ajoissa. Tästä syystä laite rikkoontui, vaikka ohjelmisto ilmoitti käyttäjälle, ettei prosessissa tapahtunut mitään poikkeavaa. Tavoitteena oli, että tämänkaltainen tapahtuma ei toistuisi nykyisissä tai tulevissa laitteistoissa.

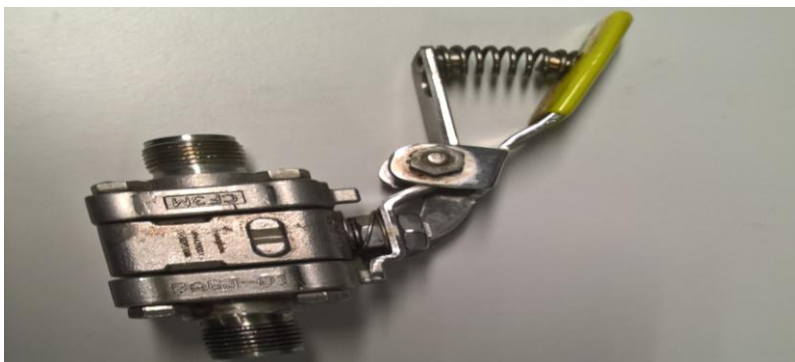
Alustavat johtopäätökset laitteiston riskianalyysille muodostettiin tutustumalla olemassa olevaan kytkentäkaavioon. Tämän jälkeen tarkasteltiin laitteistoa itsessään, ja sen perusteella pääteltiin, mitkä asetukset vaurioittaisivat laitteistoa tai sen käyttäjää. Sulkuventtiilit luetteloidtiin ja nimettiin omien kytkentäkaavioiden perusteella itse laitteistoon, jotta voitaisiin päätellä, minkä venttiilien tulisi olla kiinni tai auki prosessin ollessa käynnissä. Tämän jälkeen harkittiin, mitkä olisivat maksimikuormitukset jokaiselle komponentille, jotta laitteen käytön voisi lukita silloin kun raja-arvot saavutettiin.

Myös edellisiä laitteiston käyttäjiä sekä projektinjohtajaa haastateltiin, tapahtuneiden läheltä piti tilanteiden kartoittamiseksi.

5.2 Aiemmat varotoimenpiteet

Aalto-yliopisto pyrkii aina ennaltaehkäisemään vaaratilanteita. Erityisesti tapahtuneista läheltä piti tilanteista johtuen, oppilaitoksissa oleville laboratoriolaitteistoille tehdään muokkauksia, jotta vaaratilanteet eivät tule enää toistumaan.

Laitteiston käyttöturvallisuutta oli pyritty parantamaan mm. siten, että venttiilin RV1 kahva (kuva 31) oli muutettu jousilukitteiseksi ehkäisemään kahvan tahaton aukeaminen tai sulkeutuminen.



Kuva 31. Manuaaliventtiiliin asennettu jousikuormitteinen lukkolaite, joka estää tahattomat venttiilin virheasennot.

Ennen laitteiston siirtoa uuteen konehuonebunkkeriin se oli rakennettu saliin, jossa mahdolliset vaaratilanteet olivat todennäköisempiä. Tästä syystä reaktorisäiliön kannen ympärille oli rakennettu suojapelti (kuva 32), joka esti paineistetun nesteen vuotamisen. Aiemmin oli sattunut tapaus, jolloin suojapelti oli sinkoutunut irti sen puutteellisen kiinnityksen takia.



Kuva 32. Reaktoritankin suojapelti. Ohjaukiskokot kotelon sivuilla on asennettu jälkikäteen.

Tästä syystä suojapellin kiinnitys muokattiin lukkiutuvaksi. Tankin ympärille valmistettiin myös polykarbonaatista suojuus (kuva 33), joka ehkäisisi suojapellin sinkoutumista tai mahdollisten vuotojen aiheuttamia vahinkoja käyttäjille.



Kuva 33. Reaktorin polykarbonaattisuojuus. Suojuksen sisällä olevia astioita on käytetty reaktoritankin tyhjennyksessä.

Myös reaktoritankin kansi oli suunniteltu uudelleen muutama otteeseen (kuva 34). Muun muassa sekoitin asennettiin laitteelle jälkikäteen, minkä vuoksi tankin päälle oli lisättävä sisääntulo sekoitinakselia varten.



Kuva 34. Reaktorinkansi ja -tankki ennen sulkemista. Sekoitinakseli on irrotettuna.

Ennen reaktoritankin kannen muutosta oli sattunut myös tapaus, jossa tankin tasotiivisteiden väliin oli joutunut puulastu, joka esti kannen asianmukaisen tiivistymisen. Tämä aiheutti höyryräjähdysen lastun kohdalta, siis läheltä piti tilanteen. Sen vuoksi reaktoritankin kansi oli suunniteltava ja työstettävä uudelleen miltei kokonaan käyttöturvallisuuden varmistamiseksi (kuva 35).



Kuva 35. Reaktoritankin kansi ja sen kalrez o-rengastiiviste.

Kansi kiristettäisiin lopuksi kiinni siten, että jokaista pulttia kohden olisi 30 Nm momentti, ettei tankissa oleva paine tai mahdollinen värinä saisi kannen kiinnitysmuttereita löystymään.

6 Yhteenveto

Insinööriyön tavoitteena oli kerätä tekniset tiedot laitteiston komponenteista, tiedot komponenttien kytkennöistä, luoda englannin- ja suomenkielinen työohje nykyisille ja tuleville käyttäjille sekä suunnitella uusin laajennus laitteistolle ja selvittää, mistä uudet komponentit olisivat hankittavissa. Laitteiston käyttöohjeet ja laajennuksen suunnitelma tehtiin onnistuneesti, mutta laitteistoon kytkettyjen komponenttien tekninen dokumentaatio ja komponenttien tilaukset jäivät hieman keskeneräisiksi.

Projektin päämäärä ja arviointikriteerit muuttuivat mm. taloudellisista syistä vielä lähellä projektin ennalta määrättyä valmistumisajankohtaa. Tästä johtuen oli vaikea arvioida kehitysprojektin toteutumisen onnistuneisuutta. Kaikki projektiin osallistuneet kokivat työn lopputuloksen kelvolliseksi, mutta suuri osa laitteen tiedoista jäi vielä selvittämättä, mm. digitalisten painemittareiden kytkennät.

EETU-laitteiston käyttöohje ja sen englanninkielinen versio (liitteet 2 ja 3) valmistuivat tavoiteaikataulun mukaisesti, ja ne olivat lopuksi ohjaajalle tärkein osa projektia. Laitteiston turvallisuuden riskianalyysi ja osa teknisestä dokumentaatiosta jäi suppeaksi, sillä projektin ohjaaja ei kokenut niiden olevan tarpeellisia.

Laajennusprojekti jäi suurelta osin teoreettiseksi, mutta luodut laajennussuunnitelmat ovat selkeät ja mahdollistavat laajennuksen toteutuksen myöhemmin. Lopullista selvyyttä siitä, minkä valmistajan komponentteja tulotaisiin käyttää, ei projektin aikana saatu. Laitteiston laajennuksen toteutuksen suurin este oli projektin ajoittuminen kesälomakautteen. Kesälomien vuoksi dokumentaatio oli pitkälti omatoimista, minkä vuoksi laitteiston tekniset tiedot jäivät vajaiksi. Tämän lisäksi osa tiedoista, jotka olivat aiemmin jääneet dokumentoimatta, jäivät myös osittain tässä työssä dokumentoimatta, sillä mm. pumppujen moottorien kytkentöjen selvitys olisi vaatinut kaikkien mekaanisten kytkentöjen purkamista.

Projekti saavutti ohjaajan rajaamat tavoitteet, vaikka hieman enemmän tutkittua tietoa, tai laitteiston komponenttien löydettyjä dokumentteja olisi voinut lisätä suoraan liitteisiin, jotta laajennukset ja tulevat käyttöominaisuudet olisivat yksinkertaistuneet alun perin suunnitellulla tavalla.

Lähteet

- 1 Tieteen termipankki. Verkkoaineisto <http://tieteentermipankki.fi/wiki/Nimitys:perkolaatio>. Luettu 28.5.2019
- 2 Esa K.Vakkilainen, Pyry Forest Industry Oy. Verkkoaineisto <https://www.tappi.org/content/events/08kros/manuscripts/1-1.pdf> Luettu 1.6.2019
- 3 Knowpulp.com. Verkkoaineisto http://www.knowpulp.com/suomi/demo/suomi/pulping/recovery_boiler/1_general/fr_text.htm Luettu 4.6.2019
- 4 2016 Lignoworks Western University Institute for Chemicals and Fuels From Alternative Resources. Verkkoaineisto <http://icfar.ca/lignoworks/content/what-lignin.html> Luettu 17.6.2019
- 5 Knowpulp.com. Verkkoaineisto http://www.knowpulp.com/english/demo/english/pulping/cooking/1_process/1_principle/fr_text.htm Luettu 4.6.2019
- 6 Knowpulp.com. Verkkoaineisto http://www.knowpulp.com/english/demo/english/pulping/cooking/1_process/1_principle/alkalit_laskenta.htm Luettu 5.6.2019
- 7 Catalyst Paper, a Paper Excellence Company. Verkkoaineisto <https://www.catalystpaper.com/products/how/pulp> Luettu 1.6.2019
- 8 HBM Oy. Verkkoaineisto <https://www.hbm.com/en/6768/what-is-a-load-cell-and-how-does-a-load-cell-work/> Luettu 15.6.2019
- 9 National Instruments. Verkkoaineisto <https://www.ni.com/en-ie/innovations/white-papers/06/pid-theory-explained.html> Luettu 13.8.2019
- 10 Eerikäinen, Tero. Bioreaktorit. Aalto-yliopisto. Verkkoaineisto https://mycourses.aalto.fi/pluginfile.php/448398/mod_resource/content/1/Bioreaktorit.pdf) Luettu 16.8.2019
- 11 Sixta, Herbert. 2019. Professori, Aalto-yliopisto, Espoo. Keskustelu 24.6.2019
- 12 Lê Huy, Quang. 2019. Tohtori, Aalto-yliopisto, Espoo. Keskustelu 20.5.2019
- 13 Jääskeläinen, Seppo 2019. Insinööri, Aalto-yliopisto, Espoo. Keskustelu 13.5.2019



KYMMENEN LITRAN REAKTORI EETUN KÄYTTÖOPAS

Sisällysluettelo

1	ESITTELY	2
2	YLEISTÄ	3
2.1	PÄÄTIETOKONE	3
2.2	INERTTIKAASUSÄILIÖ	4
2.3	HUBER-LÄMMITIN	6
2.4	VENTTIILIT	7
2.5	VENTTIILIT RV1 JA -2	7
2.6	VENTTIILIT EV9 & BV1	8
2.7	LÄMMÖNVAIHDIN/LAUHDUTIN	9
2.8	SEKOITIN	10
2.9	SUOJAPELTI	11
2.10	POLYKARBONAATTISUOJUS	12
3	<i>KÄYTTÖVAIHTOEHTO 1: ESIHYDROLYYSI</i>	13
4	<i>KÄYTTÖVAIHTOEHTO 2: ERÄMENETELMÄ</i>	20
5	<i>KÄYTTÖVAIHTOEHTO 3: NESTEENSYRJÄYTYS MENETELMÄ</i>	24
6	<i>KÄYTTÖVAIHTOEHTO 4: PERKOLAATIO</i>	26
7	<i>KÄYTTÖVAIHTOEHTO 5: SEKOITIN</i>	28
LIITE	TURVAOHJE	

1 ESITTELY

Tämän käyttöohjeen tavoitteena on opettaa ja perehdyttää käyttäjä EETU-laitteiston toimintaan, sen rajoitteisiin sekä turvallisuusriskeihin.

Jokaisessa kappaleessa selostetaan laitteen käyttämistä varten tarvittava tieto ja ohjeistus, jotta laitteiston käyttö olisi turvallista ja toistettavissa. Osaa komponenteista ei pysty korjaamaan pienellä säädöllä, mutta on olennaista, että käyttäjä saa käsityksen laitteiston toiminnasta, jotta ongelmat prosessien toteutuksissa ovat selviä, helpottamaan mahdollisten huoltotöiden tilauksia.

Ennen prosessin aloittamista, käyttäjän tulee kirjata omat yhteystiedot laitehuoneen ovesa olevaan listaan. Laitteiston käyttö edellyttää näiden turvavälineiden käyttämistä:



Kuva 1. Laboratoriotakki.



Kuva 3. Hengityssuojain.



Kuva 2. Suojakäsineet.



Kuva 4. Lämpökintaat.



Kuva 5. Suojalasit tai suojavaisiiri.

Tämän lisäksi osa laitteen vaihtoehtoisista komponenteista on sijoitettu tietokoneen alla olevaan kaappiin. Mikäli tarvitset kyseisiä laitteita etsi sieltä. Samassa tilassa on myös joitakin pumpun komponenttien asennus- ja käyttöohjeita.

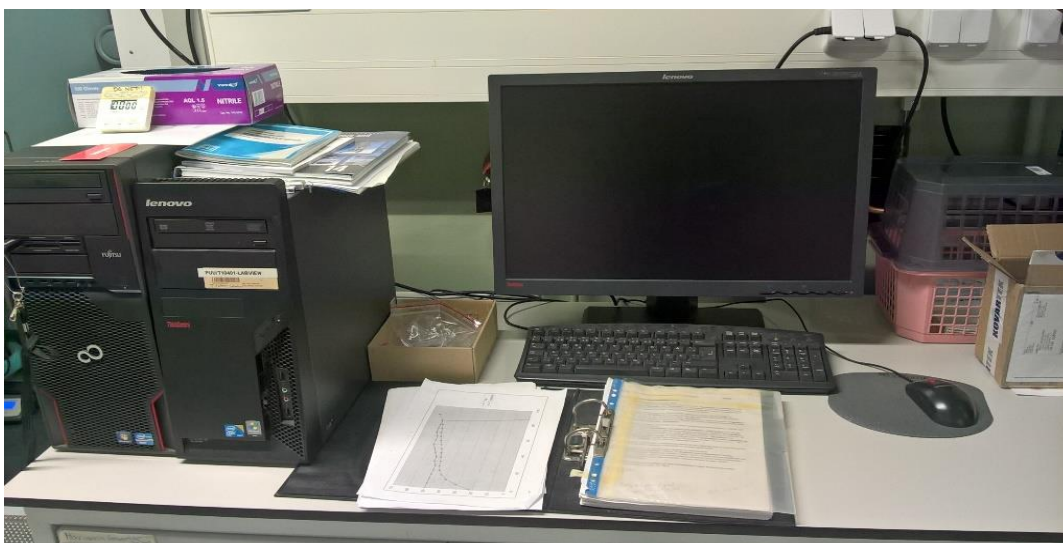


Kuva 6. Elektronisille laitteille varattujen lisäkaapeli- ja ohjekirjojen säilytyslaatikko.

2 YLEISTÄ

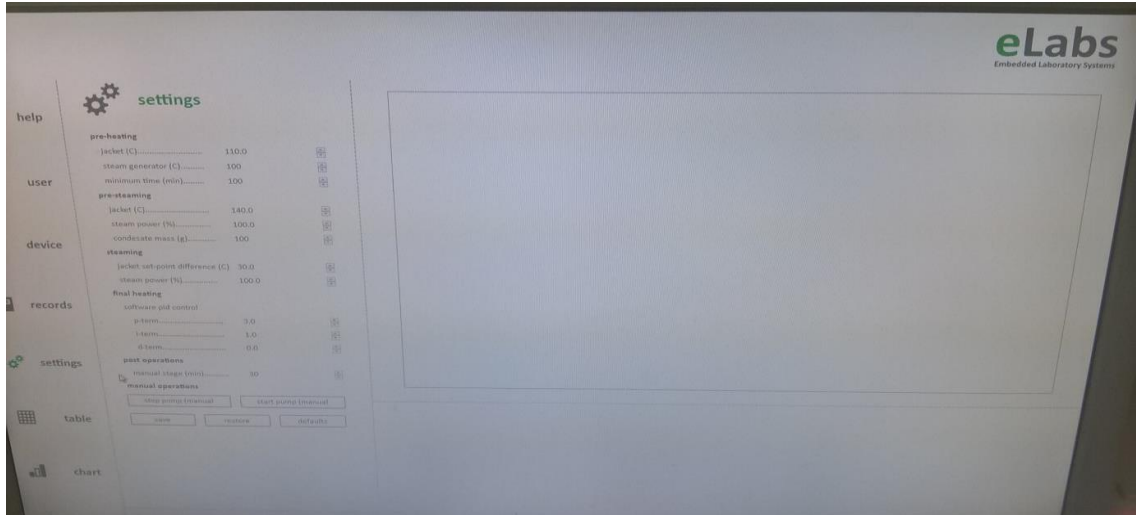
2.1 PÄÄTIETOKONE

PC ohjaa EETU-laitteiston automatisoituja komponentteja prosessin aikana. Näihin kuuluu mm. pneumaattisten venttiilien ohjaus sekä astioiden lämpötilojen ohjaus.



Kuva 7. Päätietokone.

Prosesseja ohjaa eLabs-ohjelma, jolla käyttäjä voi seurata ja muokata prosessin eri vaiheita laitteeseen kytkettyjen anturien avulla. Ennen tietokoneen käyttöä tulee varmistaa muiden elektronisten komponenttien valmiustila ja toimivuus.



Kuva 8. eLabs ohjelma aloittamassa esihydrolyysi ohjelmaa.

2.2 INERTTIKAASUSÄILIÖ



Kuva 9. Inerti N₂-kaasun säiliö ja sen säätöventtiilit. Kaasusäiliö aukeaa kiertämällä päällä olevaa venttiiliä vastapäivään.

EETU-laitteisto käyttää inerttikaasua säiliöiden sisällä olevan paineen muokkaukseen, vuototestaukseen sekä tankin hapenpoistoon. Siksi on tärkeää varmistaa, että säiliön venttiili on auki tai kiinni, mikäli ajettava ohjelma sen vaatii.



Kuva 10. Reaktoritankin kaasunsyöttöventtiilit.

Puhdistettaessa reaktorisäiliötä ilmasta, tulee avata kannen päällä sijaitsevat venttiilit, jotka säätävät ilman kiertoa tankin sisään ja siitä ulos. Painemittarit näyttävät 0 baria, kun tankissa on normaali ilmakehänpaine, ja kasvattavat lukemaa sen mukaan, kun kaasun määrä kasvaa digitaalista ja mekaanista mittaria seuraamalla. Ohjelma ei itse reagoi paineeseen, vaan paineen säätely jää käyttäjän vastuulle. 60 barin turvarajaa ei tule kuitenkaan ylittää.

2.3 HUBER-LÄMMITIN



Kuva 11. Reaktoriastian Huber-lämmitin.

Huber-lämmittimet ovat laitteita, jotka kierrättävät kuumennettua öljyä niihin kytkettyjen komponenttien lävitse. Lämmittimien tarkoitus on muuttaa tai ylläpitää lämpötilaa laitteistossa tiettyjen prosessien aikana, mm. höyrytys/esi-hydrolyysi, lipeän kierrätys.

LÄMMITINTÄ KÄYTETTÄESSÄ ON TÄRKEÄÄ VARMISTAA, ETTÄ NIIHIN KYTKETYT VESILINJAT OVAT AUKI.

Linjat avataan kääntämällä venttiilit pystysuoraan ja suljetaan kääntämällä ne vaakasuuntaan.



Kuva 12. Huber-lämmittimen vesijohdot ja niitä ohjaavat venttiilit.

2.4 VENTTIILIT

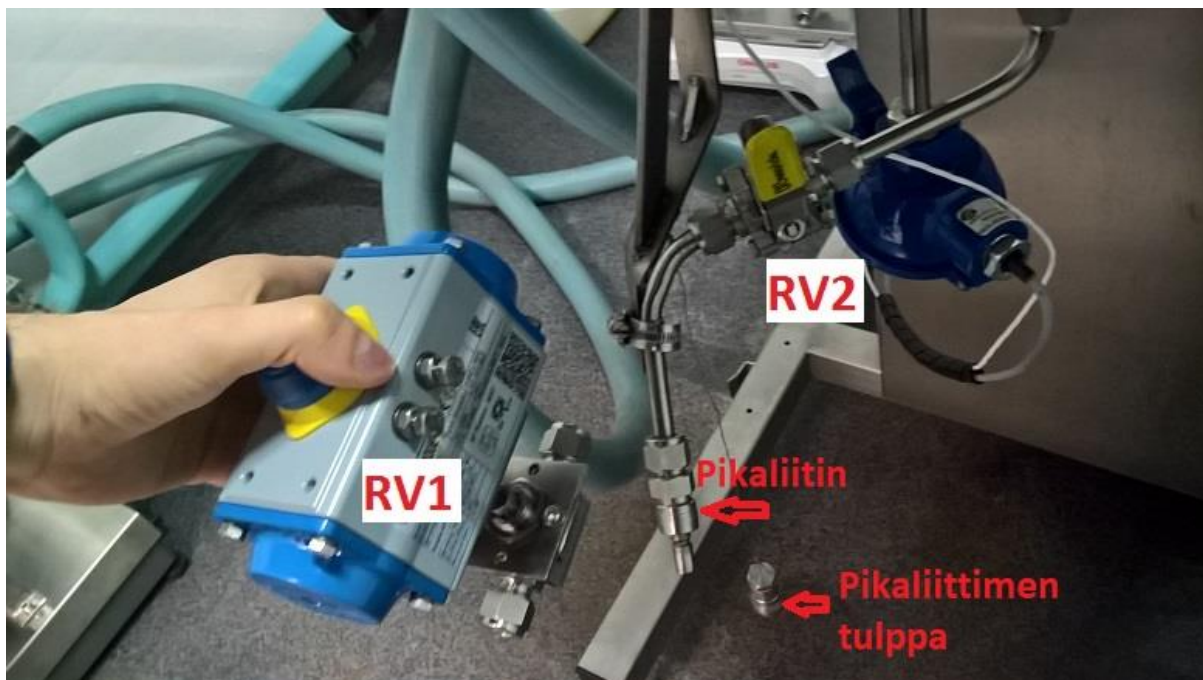
Venttiilit ohjaavat nesteiden virtaussuuntaa ja itse prosessia. Laitteisto on pääosin automatisoitu, mutta jotkin vaiheet edellyttävät manuaalisten venttiilien käyttämistä, toimiakseen johdonmukaisesti. Automaattiventtiileille pystyy kuitenkin antamaan ohittavan käskyn painamalla niihin kytketyistä napeista konehuoneen ulkopuolella. Toimintoa käytetään ensisijaisesti venttiilin toiminnan tarkistamiseksi tai hätätilanteita varten.



Kuva 13. Reaktoritankin höyrösyöttöventtiilin pneumaattinen kytkin.

2.5 VENTTIILIT RV1 JA -2

Venttiilit RV1 ja RV2 ovat kytkettyinä pikaliittimeen reaktorin pohjalla. On aina varmistettava, että pikaliitin on kytkettynä tai tulpattu jokaisen prosessin aikana vuotojen välttämiseksi. Kytkettyinä komponentteihin, venttiilit tulee kuitenkin avata ja sulkea muutama otteeseen prosessien aikana. Ajettaessa ohjelmaa automaattisesti voi luottaa ohjelman RV1 venttiiliin, mutta silti manuaaliventtiiliä RV2 voi käyttää riittävän suojavaarustuksen kanssa.



Kuva 14. Reaktorin tyhjennysventtiilit. Automaattiventtiili vielä asentamatta.

2.6 VENTTIILIT EV9 & BV1



Kuva 15. Reaktoritankin kaasun poistovenitit.

Nämä venttiilit ohjaavat kaasumaisia aineita, jotka poistuvat reaktoritankista. Venttiili EV9 avataan silloin, kun reaktoriastiasta halutaan poistaa ylimääräinen ilma. Sitä voi käyttää myös muiden vaarattomien höyryjen poistamiseen tankista. Venttiilin EV9 ollessa auki, venttiilin BV1 tulee olla suljettuna.

Venttiili BV1 avataan silloin, kun reaktori tuottaa haitallisia höyryjä tai kaasuja. Venttiili syöttää nämä höyryt lämmönvaihtimeen, joka tiivistää ja nesteyttää ne keräystä varten. Venttiilin BV1 ollessa auki, venttiilin EV9 tulee olla suljettu.

Huom

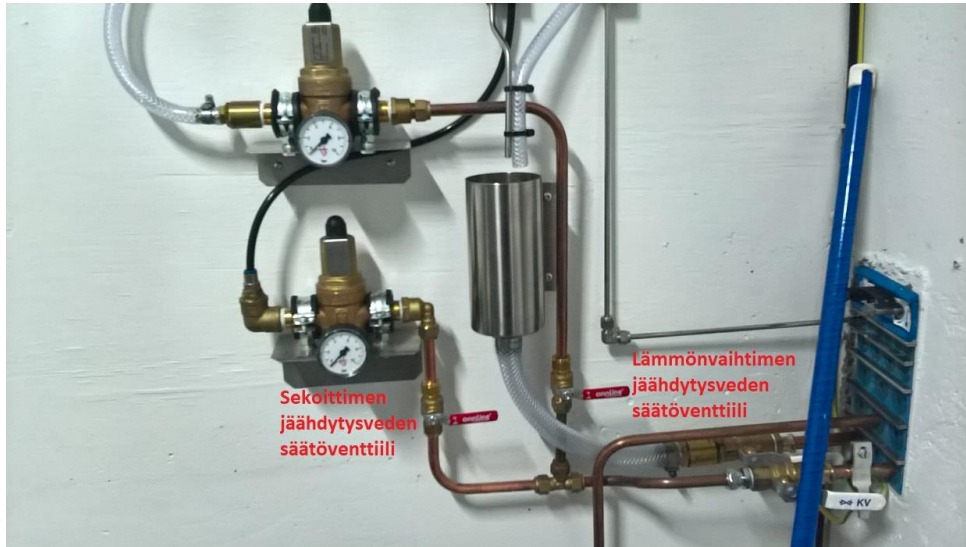
Molemmat venttiilit eivät saa olla missään käyttötilanteessa yhtäaikaisesti suljettuna.

2.7 LÄMMÖNVAIHDIN/LAUHDUTIN



Kuva 16. Lämmönvaihdin.

Lauhdutin kerää prosessissa syntyvät ylimääräiset höyryt ja tiivistää ne nesteeksi. Ennen venttiilin BV1 avaamista tulee varmistaa, että laite saa jäähdytysvesisyötön seinässä olevasta venttiilistä.



Kuva 17. Lauhduttimen ja sekoittimen moottorin jäähdytysvettä ohjaavat venttiilit.

2.8 SEKOITIN

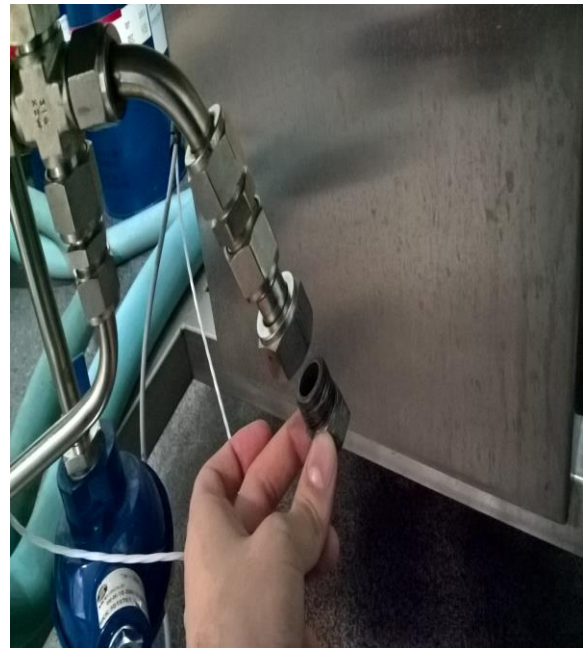


Kuva 18. Sekoitin ja sen moottori.

Reaktorin kannelle asennettu moottori käyttää siihen asennettua sekoitinakselia. Siihen liitettävä terä sekoittaa astiaan lisättyjä raaka-aineita. Sekoitinta käytetään kuitenkin niin harvoin, että itse akseli saattaa olla tiellä, kun sillä suoritetaan kaikkia muita reaktiota.



Kuva 19. Tankin kiertoputki vielä irrottamatta.



Kuva 20. Kiertoputkenliitosaaraa tulpataan.

Sekoitinta käytettäessä kiertoputki tankin pohjassa tulee poistaa ja liitos tulpata, avata jäähdytysvesiventtiili moottorille sekä sulkea pikaliittimen venttiili [RV1].

2.9 SUOJAPELTI

Suojapelti estää sauman raoista mahdollisten purkausten käyttäjälle aiheuttavan vahingon, ohjaten höyrysuihkuin lattiaa kohden. Aseta pellin ohjurit lukituspulettien taakse estämään pellin siirtymisiä.



Kuva 22. Ohjauspelti.



Kuva 21. ohjauspellin tankin päällä sijaitseva ohjuri, joka estää sen liukumisen.

2.10 POLYKARBONAATTISUOJUS

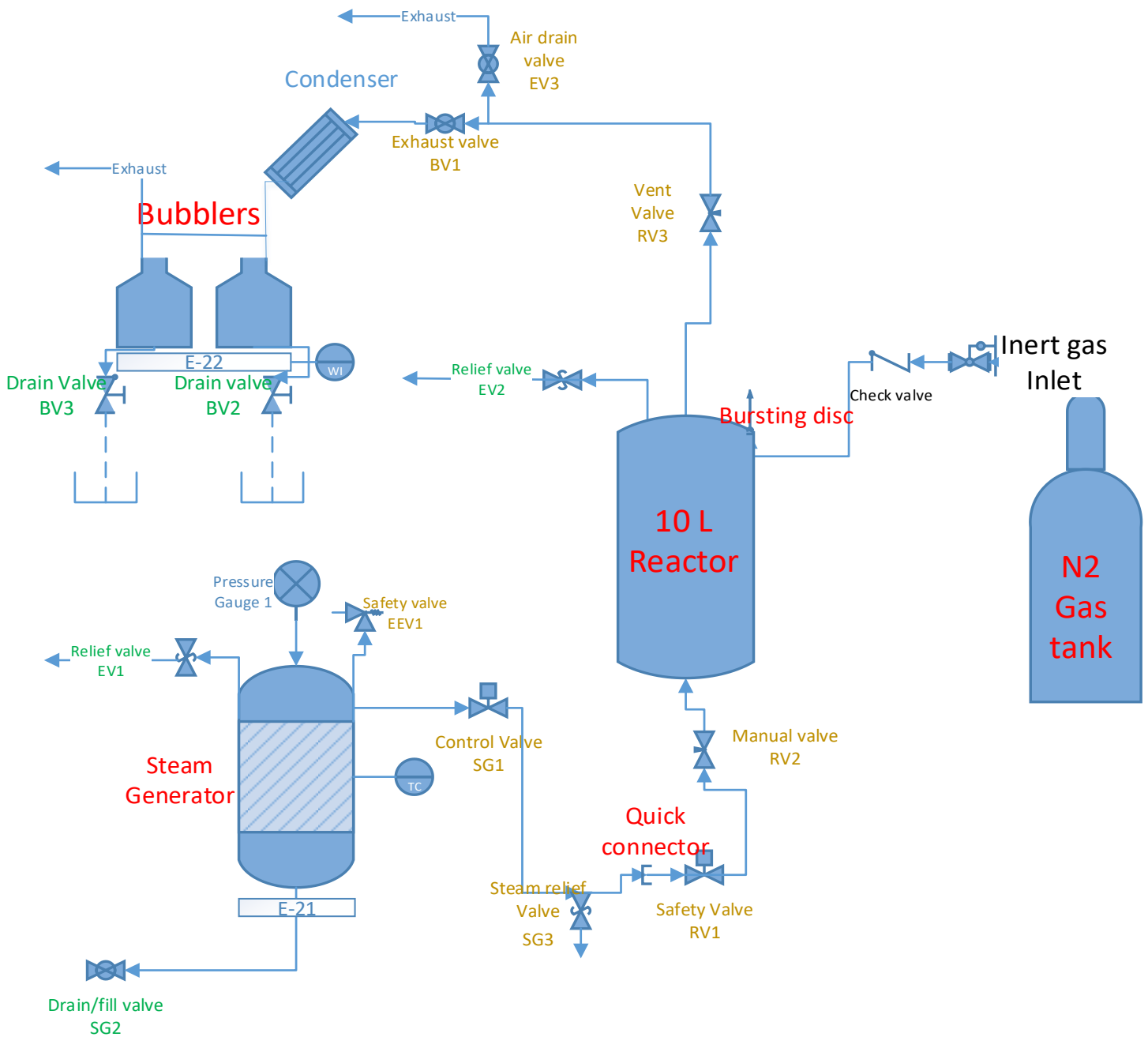
Laitteistolle tehtiin polykarbonaattisuojaus ennen bunkkeritilaan siirtymistä, johtuen aikaisemmista läheltä piti-tilanteista.



Kuva 23. Reaktorin polykarbonaattisuojakotelo jätettynä varastoon, kun laitteistoa ei olla käyttämässä.

Suojaus on tarpeeksi korkea peittämään reaktorin, ja se on taivutettu siten, että se peittää myös tankin ympärillä olevan alueen.

3 KÄYTTÖVAIHTOEHTO 1: ESIHYDROLYYSI





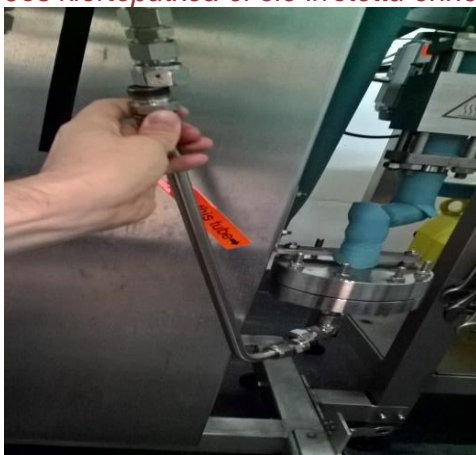
Kuva 24. Hörygeneraattori.

Käynnistääksesi laitteen, kytke päävirtakytkin Huber-öljylämmittimen yläpuolella olevasta ohjaukskaapista. Mikäli digitaaliset lukemat eivät näy, laite on oikosulkutilassa, jolloin vikavirtasuoja on kytkettävä päälle. Siirry sulakekaapille uloskäynnin vieressä ja kytke vikavirtasuoja S17 päälle. Yritä kytkeä virrat päälle uudestaan. Tämän jälkeen kytke Huber päälle ja avaa laitteen takana olevat venttiilit, jotka antavat sille vesisyötön.

Poista reaktoriastian pohjalla oleva pumppuun kytketty putki kiintolenkillä tai jakovaimella. Irrota reaktorin päällä olevat pultit ja avaa hydraulinen venttiili reaktorin rungon oikealla puolella. Tämän avulla voit laskea tankin täyttöö varten.

Huom

Jos kiertoputkea ei ole irrotettu ennen reaktoritankin laskemista, putkisto vaurioituu.



Kuva 25. Kierrätysputki irrotettuna laitteesta. Muista käyttää käsineitä, mikäli jotain voisi vuotaa.

Huom

Mikäli aiot pelkästään suorittaa esi-hydrolyysin, sinun ei tarvitse kiinnittää kiertoputkea reaktoriin, mutta muista tulpata tyhjäksi jäävä ulostulo. Jos tämä haara on jätetty auki, sieltä virtaa paineistettua puusilppu ja höyryseosta.



Kuva 26. Laitteen rungon oikealla puolella oleva hydraulinen-venttiili.

Kun tankki on täytetty halutulla määrällä puuhaketta, toista edellinen prosessi käänteisessä järjestyksessä. Sulje hydraulinen venttiili, nosta tankki rungon vasemmalla puolella olevasta kahvasta, kiinnitä pultit momenttiavaimella n. 30Nm voimalle ja kiinnitä tankin pohjalla olevaan pikaliittimeen jäähdytysputki ja aseta sille jäähdytysvesiastia.



Kuva 27. Reaktoritankin nostokahva. Tankki nostetaan ylös kiertämällä kahvaa myötäpäivään.

Huom

Kannen suojapelti tulee asettaa paikoilleen, kun tankki on täytetty. On olemassa riski, että astia ei ole täysin tiivis, vaikka pultit olisi kiristetty, jolloin tankin ja kannen välistä voi lentää kuumaa ja paineistettua nestettä käyttäjän päälle.

Ennen ohjelman ajoa, höyryastia tulee täyttää riittävällä määrällä vettä n. 6–6,5 kg vaa'alla. Höyrygeneraattori liitetään reaktoriin pikaliitinletkun kautta pohjasta. Varmista että keltakahvainen ohjausventtiili RV1 on kiinni, jotta lämmitetystä puuhakkeesta liuenut liuos ei pääse valumaan letkuun.

Huom

Kun automaattiventtiili RV1 on asennettu, tulee manuaaliventtiin RV2 olla auki. Tietokone avaa tai sulkee RV1:n ajettavan ohjelman mukaisesti.



Kuva 28. Laitteiston höyrygeneraattori, jota ollaan tankkaamassa vedellä.

Kirjaudu ohjaustietokoneelle, valitse ja suorita "pre-hydrolysis"-ohjelma. Ohjelma on jaettu neljään vaiheeseen: esilämmitys, esihöyrytys, höyrytys sekä lämmitys p-kertoimen saavuttamiseksi. Ohjelmasta voidaan muuttaa p-kerrointa, syötetyn höyryn määrää sekä maksimilämpötilat reaktori- ja höyrygeneraattoriastioille. Molempien lämpötilojen tulisi

olla vähintään +100 °C, sillä astiat lämmitetään sisävaipan ulkopuolelta, jolloin lämpöä kuluu sen siirrossa seinän lävitse.

EETU-laitteisto aloittaa prosessin lämmittämällä astiat kondensaation ehkäisemiseksi. Tämän vaiheen keston määrittävät ohjelmaan syötetyt ajan arvot "steam T" & "vessel T". Kun halutut arvot on saavutettu, höyrygeneraattorin automaattiventtiili SG1 aukeaa. Muutama sekunnin kuluttua, riittävä määrä höyryä kertyy letkuun, jolloin se avaa reaktorin pohjalla oleva pohjaventtiili RV2. Höyryä syötetään astiaan, kunnes sitä on riittävä määrä tankissa (kun RV1 on asennettu, laitteisto tekee tämän automaattisesti).



Kuva 29. Venttiili SG1 avatussa asennossa.

Esihöyrytyksen keston määrittää kuplimille tiivistyneen liuoksen massa. Saavuttaessaan halutun arvon ohjelma sulkee venttiin [SG1]. Sen vuoksi on tärkeää, että tankin pohjassa oleva venttiili [RV2] suljetaan myös välittömästi sen jälkeen. Mikäli näin ei tehdä, ligniiniliuosta valuu takaisin letkuun, mikä toistuessaan voi aiheuttaa tukoksen letkuun.



Kuva 30. Kuplimet.

KÄYTTÄJÄN TURVALLISUUDEN TAKIA, SEURAAVA VAIHE ON ERITTÄIN TÄRKEÄ SUORITTA A OHJEIDEN MUKAISESTI.

Suljettuasi venttiilin RV2, avaa suojakintaita käyttäen hörygeneraattorin letkussa oleva poistoventtiili ylimääräisen höyryn poistamiseksi putken ja generaattorin välillä.



Kuva 31. Höyryä poistetaan venttiilin SG3 kautta.

Höyryn poistuttua odota, kunnes ohjelma saavuttaa sille asetetun p-kertoimen. Tässä välissä voidaan irrottaa hörygeneraattorin letku ja kiinnittää tankin pohjaan poistoputki,

valmistaa sille jäähdytyshaude hakemalla jäätä, ja liittää astian pohjaan jäähdytysvesiletku. P-kertoimen ollessa muutaman yksikön päässä halutusta arvosta, voidaan aloittaa ligniiniliuoksen tyhjentäminen reaktorista.



Kuva 32. Jääkone huoneessa kemian laboratorioden vieressä Tarvittaessa jäähaude saadaan jääkoneelta.



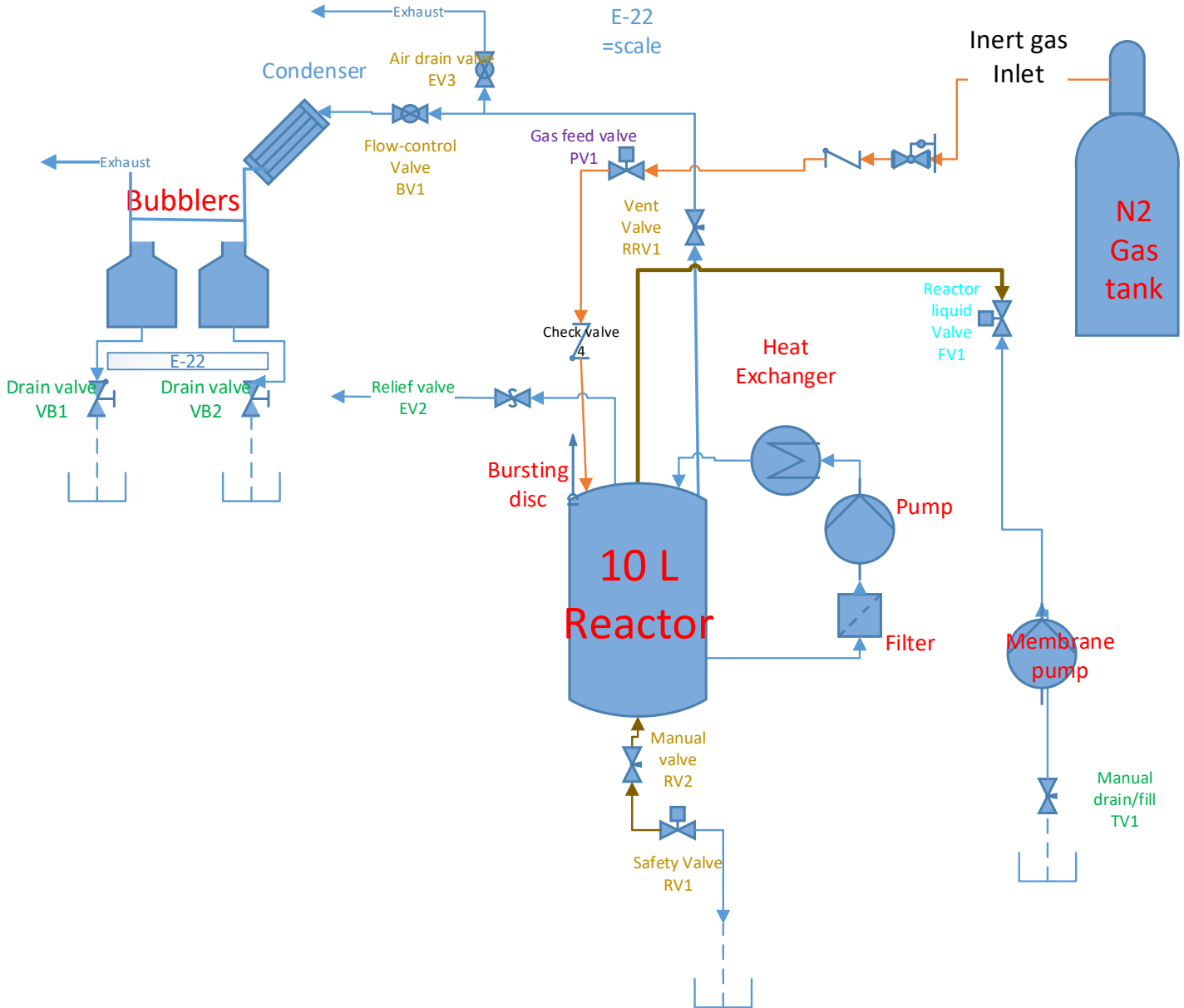
Kuva 33. Reaktorin jäähdytysputki valmiina tyhjennykseen.

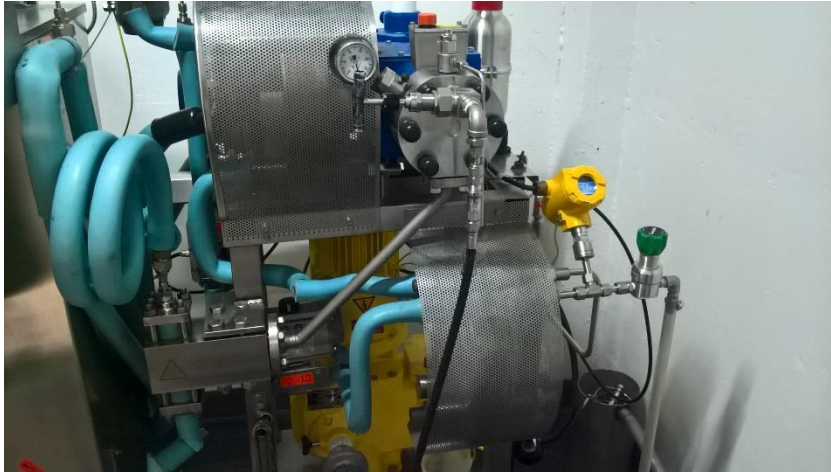
Astioiden jäähdyttyä voidaan siirtyä **vaihtoehtoon 2 tai 3.**

Mikäli aiot lopettaa laitteen prosessin tähän, toista seuraavat vaiheet:

1. *Avaa reaktorin päällä olevat pultit, poista ja puhdista kierrätysputki, mikäli se on liitetty laitteeseen.*
2. *Säädä viilennysohjelma Huberille nopeuttamaan reaktoritankin jäähtymistä.*
3. *Laske reaktoriastia, vedä rungon ja astian välissä olevaa metallista kahvaa, jotta voit kääntää tankkia turvallisesti. Tarvittaessa käytä mustaa kahvaa apuna helpottamaan otetta. Näin reaktoritankki tyhjenetään helpommin reagoineista aineista.*

4 KÄYTTÖVAIHTOEHTO 2: ERÄMENETELMÄ





Kuva 34. Laitteeseen kytketyt pumput.

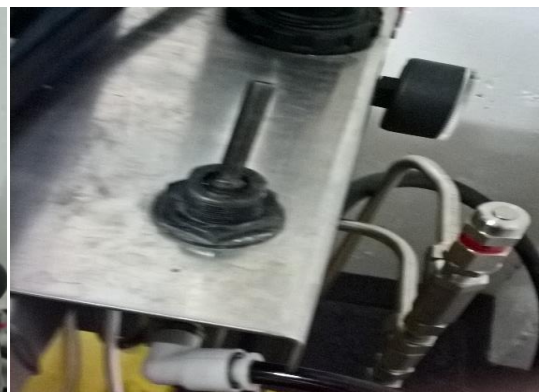
Mikäli tarkoitus on käsitellä höyrytettyä puuhaketta edelleen, älä avaa tankkia esihydrolyysin jälkeen.

Ennen prosessin aloittamista, hae tarvittavat valkoleipeä ja pesunesteet valmiiksi. Varmista, että reaktoritankki on tyhjennetty ylimääräisestä ilmasta, ja syötä reaktoriin inerttikaasu 1,7–2 barin väliseen paineeseen. Avaa inerttikaasupullo tietokoneen vierestä ja poistiventtiili EV3 reaktorin takaa. Syötä kaasu avaamalla reaktoritankin säätöventtiiliä, kunnes sen painemittarit saavuttavat halutun 1,7–2 barin paineen, tyhjennä reaktori kaasusta kaksi kertaa ylimääräisten kaasujen puhdistusta varten painamalla Huber-lämmitin 1:n päällä olevasta venttiilin kytkimestä. Tämän jälkeen täytä sininen pumppu valkoleipeäliuoksella.

Avaa säätöventtiili sinisestä pumpusta, kytke musta letku sinisen pumpun ja pikaliittimen välillä, ja syötä mittaamasi määrä valkoleipeä astiaan käynnistämällä kalvopumppu kytkimen kautta. Sulje pumpun säätöventtiili, käyttämättä liikaa voimaa.



Kuva 36. Kalvopumpun kytkin.



Kuva 35. Siniseen pumppuun kytketty manuaaliventtiili.



Kuva 37. Esimerkki pumppausprosessista.

Kirjautu tietokoneelle ja valitse "batch-method"-ohjelma. Aloita prosessi neutralisointiohjelmalla, jotta prosessi toteutuisi mahdollisimman tarkasti.

Kun reaktori on täytetty halutuilla raaka-aineilla ja ylimääräinen ilma on poistettu, aseta vielä yksi astia poistoputken alle sen tyhjennystä varten ja aloita ensimmäinen vaihe ohjelmasta. Noin 90 minuutin jälkeen ohjelma on puolessa välissä, jolloin voit täyttää poistoputken ympärillä olevan astian jäällä ja jäähdytysvedellä. Tyhjennä tankki mustalipeästä ennen seuraavaa vaihetta avaamalla venttiili RV2 varovasti. Muista suojarusteiden ja polykarbonaattikotelon käyttö.



Kuva 38. Epätavallinen keino tyhjentää tankki. Vuotojen ja kaatumisriskin takia aseta tyhjennysastiat tasaisille pinnoille ja alustoille.

Kun reaktoritankki lakkaa vuotamasta nestettä tyhjennysastiaan, siirry seuraavaan sulfidi menetelmään, toistamalla edellinen prosessi hieman väkevämmällä valkolipeäliuoksella. Prosessi on vaiheiltaan sama kuin edellinen, joten muista sulkea venttiili [RV2] prosessien välissä. Voit käyttää myös samaa astiaa valkolipeälle täyttäessäsi tankkia seuraavalla raaka-aine-erällä

Kun olet toistanut prosessin, tyhjentänyt tankin mustalipeästä ja ohjelma on lopettanut, siirry viimeiseen vaiheeseen. Täytä astia pesunesteellä, pumpppaa se tankkiin ja valitse tietokoneelta ohjelma. Tämän prosessin valmistuessa ota isompi tyhjennysastia, johon voit tyhjentää mustalipeä ja pesunesteseoksen.

Poista ja puhdista tyhjennys- ja kiertoputket, avaa pultit reaktorin päältä ja avaa hydraulinenventtiili. Vedä metallisesta kahvasta rungon ja tankin välissä ja käytä mustaa kahvaa kallistamaan tankkia helpottamaan tyhjennystä.

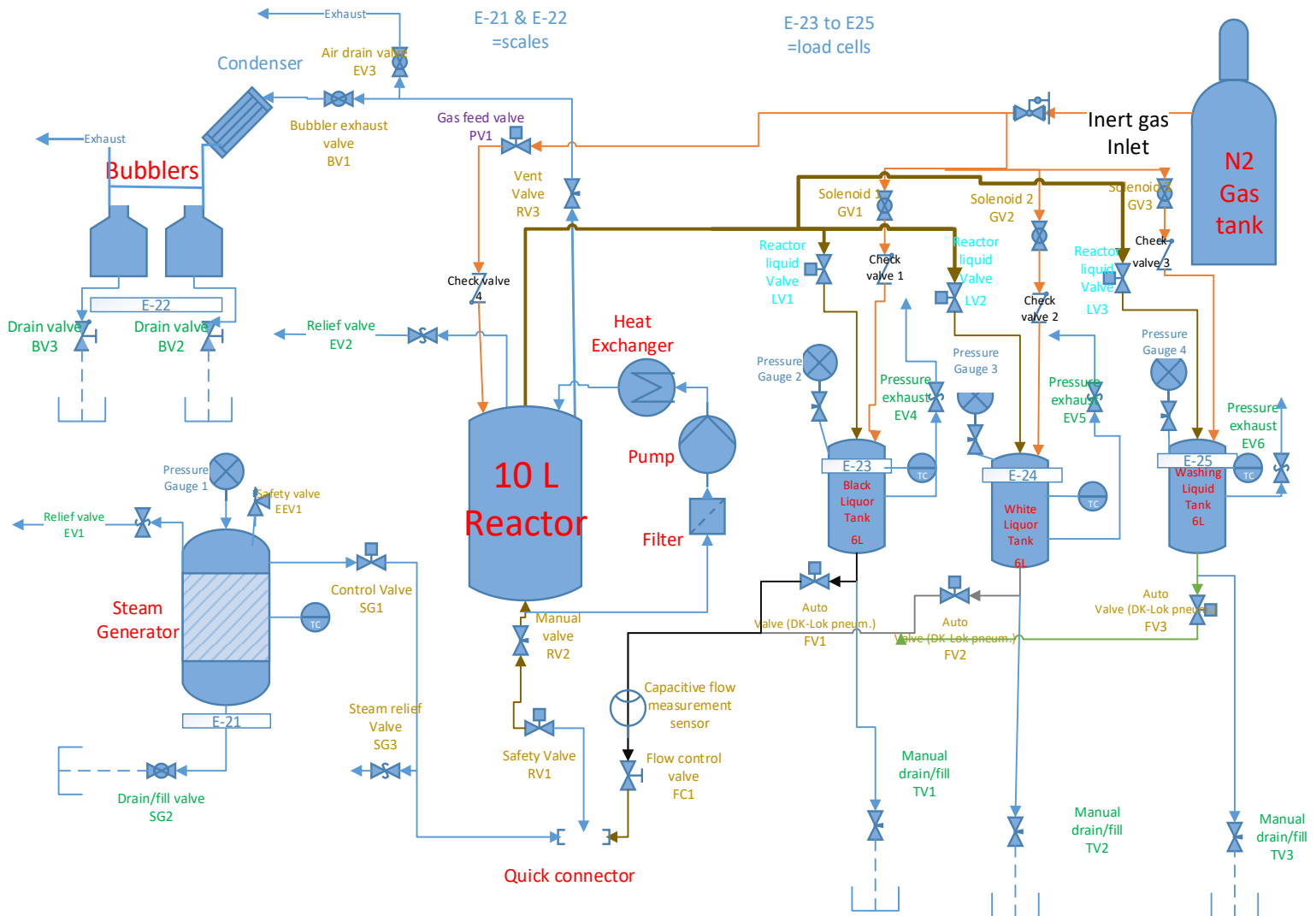


Kuva 39. Reaktoritankkia kallistetaan kahvoja käyttäen.



Kuva 40. Astia, johon on kerätty käsiteltyä puuhaketta ja mustalipeää.

5 KÄYTTÖVAIHTOEHTO 3: NESTEENSYRJÄYTYS MENETELMÄ



Laite on käyttövalmis, kun tankki on täytetty puuhakkeella, kaksi säiliötä mustalipeällä ja yksi valkolipeällä. Tämä kierros edellyttää, että säiliöitä tulee tyhjentää ja täyttää muutama otteeseen prosessin välissä.

Huom

Lisäainesäiliöitä täytettäessä on tärkeää, että reagoivien nesteiden määrät ovat mittasuhteessa samat, kuin puuhakkeen määrä. Ohjelma edellyttää, että säiliöihin kuitenkin

jää hieman nesteitä, muuten säiliöissä oleva ylimääräinen kaasu pääsee purkautumaan säiliöstä putkistoon ja saattaa vaurioittaa mittauslaitteistoa ja pysäyttää kierron.

Ohjelma lämmittää reaktoritankin ja lisäainesäiliöt haluttuun lämpötilaan +150 °C, jonka jälkeen se avaa venttiilit [FV1] ja [FC1] ja syöttää solenoidiventtiiliin [GV1] kautta n. 10 barin paineen säiliöön, jotta liuos voisi siirtyä reaktoriastiaan. Tämän jälkeen syötetty mustalipeäliuos sekoittuu ohjelmoidun ajan puuhakkeen kanssa, ja liuosta pumpataan hakkeen lävitse asetetussa lämpötilassa.

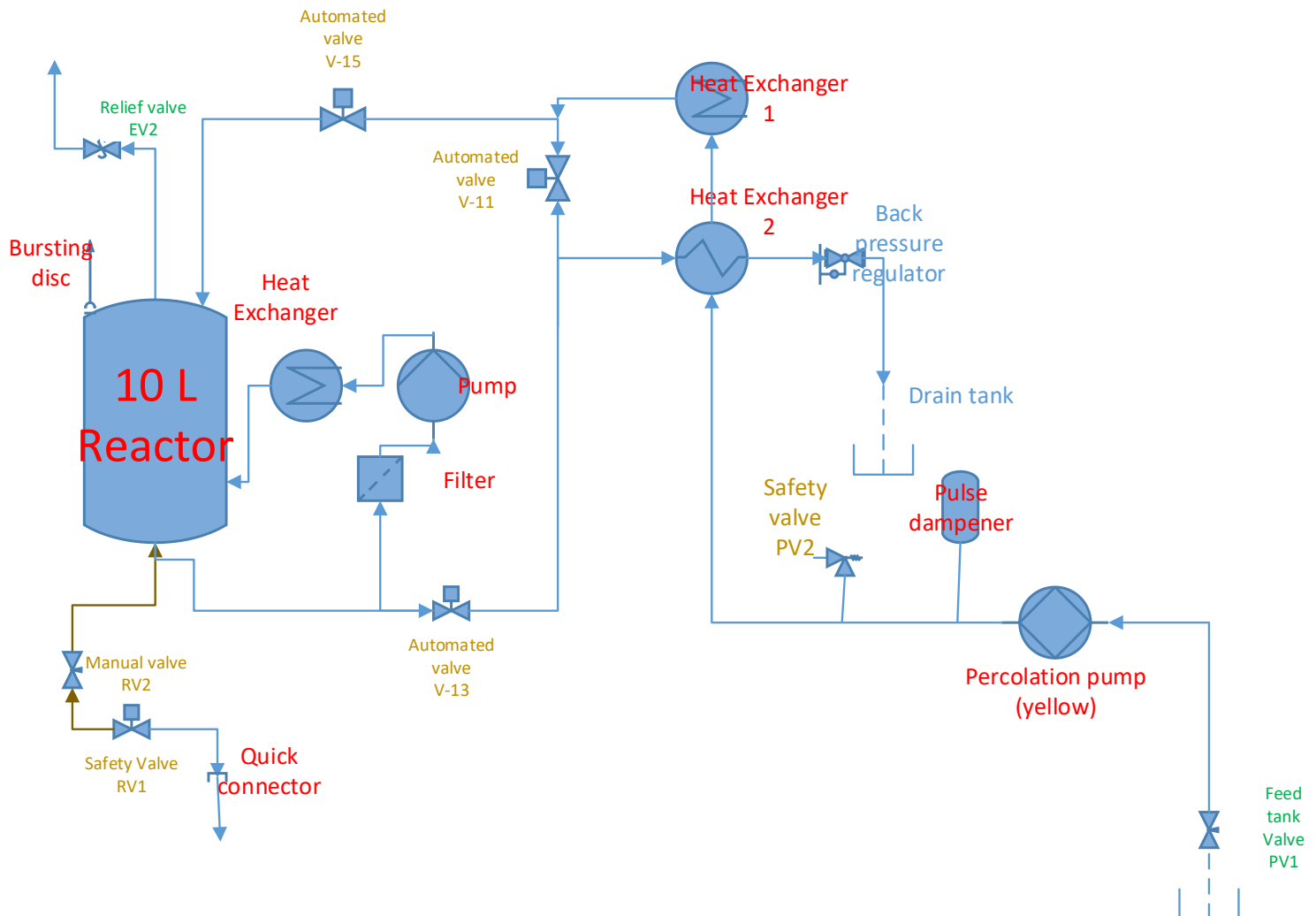
Seuraavaksi ohjelma lämmittää ja syöttää valkolipeän tankkiin avaamalla venttiilit [FV2] ja [GV2], ja sulkemalla venttiilit [FV1] ja [GV1]. Reaktoritankkiin syötetään valkolipeää, jolloin mustalipeä siirretään paineilman avulla venttiilien [LV1] ja [LV3] kautta säiliöihin tyhjennettäväksi. Kun valkolipeää kierrätetään tankissa, tarvitaan kaksi astiaa, joihin voidaan tyhjentää siirretyt mustalipeäliuokset. Tässä yhteydessä voit täyttää toisen astiasta pesuliuksella prosessin viimeistä vaihetta varten.

Viimeinen vaihe alkaa, kun valkolipeä on kiertänyt tankissa ohjelman loppuun asti. Tämän jälkeen ohjelma avaa venttiilit [GVX] ja [FVX], ja sulkee venttiilit [LV3, FV1, FV2, GV1, GV2]. Tässä vaiheessa sekoittunut mustalipeä siirretään nesteen avulla säiliöön 1 ja pesuneste siirretään reaktoritankkiin. Prosessia toistetaan ohjelmaan syötetyn ajan verran, jonka aikana käyttäjä voi halutessaan poistaa astioista niiden liuoksia.

Ohjelman päätyttyä on tärkeää, että käyttäjä tyhjentää käytetyt säiliöt liuksesta ja reaktoriastian mustalipeä ja pesunesteliuksesta.

Nesteiden tyhjennyksen jälkeen ja astian jäähtyttyä poista ja puhdistu tyhjennys- ja kiertoputket, avaa pultit reaktorin päältä, ja vapauta hydraulinen venttiili. Vedä metallisesta kahvasta rungon ja tankin välissä ja käytä mustaa kahvaa kallistamaan tankkia helpottamaan tyhjennystä.

6 KÄYTTÖVAIHTOEHTO 4: PERKOLAATIO



Ennen prosessin aloittamista, käynnistä kaikki Huber-lämmittimet sekä varmista, että keltainen ja sininen pumppu ovat käyttövalmiina.

Poista kiertoputki reaktoritankin pohjasta ja avaa pultit reaktorin päältä. Täytä reaktoriastia halutulla määrällä puuhaketta, sulje kansi kääntämällä rungon vasemmalla puolella olevaa kahvaa käyttäen, kiristä laitteen räikällä pultit n. 30 Nm:n voimalla ja aseta suojapelti paikalleen. Tämän jälkeen hae astia ja täytä se perkolaatioprosessin kautta kierrätettävällä nesteellä, nyt voit pumpata halutun määrän liuoksia reaktoriastiaan.

Perkolaatioprosessin alussa ohjelma lämmittää ja kierrättää tankissa olevat nesteet puuhakkeen lävitse halutun ajan.

Prosessi syöttää nesteet reaktoritankissa olevan biomassan lävitse. Lopuksi reagoineet nesteet kiertävät venttiilin V-11 lävitse toiseen lauhduttimeen.

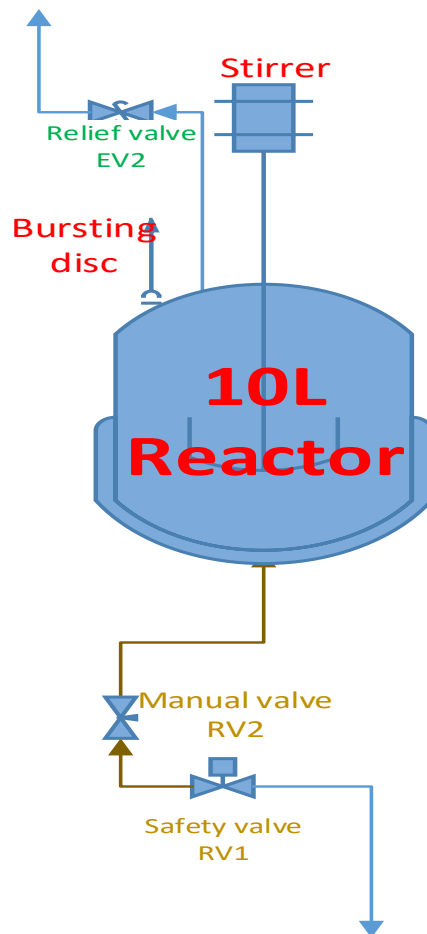


Kuva 41. Perkolaatiopumpun tyhjentävä takavastusventtiili.

Neste poistuu vihreää takavastusventtiiliä säätämällä haluttuun astiaan. Prosessin kesto riippuu käyttäjän asettamasta arvosta ajalle.

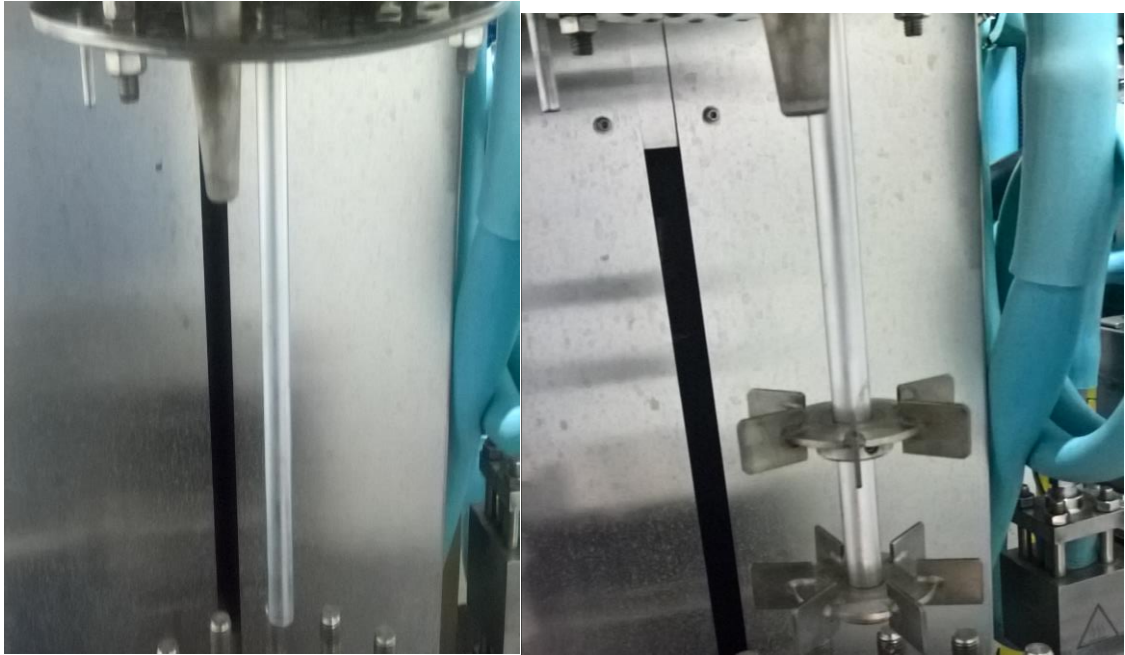
Prosessin valmistuttua, sulje pumput. Poista ja puhdista tyhjennys- ja kiertoputket, avaa pultit reaktorin päältä, ja vapauta hydraulinen venttiili. Vedä metallisesta kahvasta rungon ja tankin välissä ja käytä mustaa kahvaa kallistamaan tankkia ja helpottamaan tyhjennystä.

7 KÄYTTÖVAIHTOEHTO 5: SEKOITIN



Avaa reaktoriastia. Siirry reaktorin huoneeseen, ja poista reaktoriastian pohjalla oleva pumppuun kytketty putki kiintolenkillä tai jakoavaimella. Irrota reaktorin päällä olevat pulkit ja avaa hydraulinen lukko reaktorin rungon oikealla puolella. Tämän avulla voit laskea astian täyttöä varten.

Kiinnitä sekoitinakseli ja sekoitinlavat, mikäli ne eivät ole jo valmiiksi kiinni moottorissa.



Kuva 43. Sekoitinakseli johon on kiinnitetty sekoitinlavat.

Kuva 42. Sekoitinakseli ennen lavojen kiinnitystä.

Huom

Älä kiinnitä kiertoputkea siniselle pumpulle, vaan kiinnitä erillinen metallinen tulppa putken sijasta. Prosessi ei käytä mitään pumppua, jolloin liuoksien valuminen putkeen aiheuttaa vain haittaa. Varmista, että sulkutulppa on riittävän tiivis, ennen prosessia.

Tämän jälkeen täytä astia halutulla määrällä lipeäliuosta ja biomassaa (esim. sahapu-rua), ja toista edelliset toimenpiteet käänteisessä järjestyksessä sulkeaksesi reaktorin.

Siirry ohjaustietokoneelle, ja valitse eLabs-ohjelmasta "mixer"-ohjelma.

Ohjelma aloittaa lämmittämällä astian haluttuun lämpötilaan [+1xx °C], jonka jälkeen se kytkee reaktorin päällä olevan moottorin ja aloittaa puuhakkeen sekoittamisen. n.90 minuutin kuluttua ohjelma on miltei valmis, minkä jälkeen reaktorin pohjasta olevasta venttiilistä RV2 voi poistaa liuoksen omaan astiaan. Käytä nesteenoistoon jäähdytysputkea ja jäähaudeastiaa (sivu 17).

Kun keittoliuos on poistettu, ohjelma on päättynyt ja reaktori on riittävästi jäähtynyt avaa pultit reaktorin päältä ja vapauta hydraulinen venttiili. Vedä metallisesta kahvasta rungon ja tankin välissä ja käytä mustaa kahvaa kallistamaan tankkia ja helpottamaan tyhjenystä.

TURVAOHJE

1. Varmista, että konehuoneessa ei ole ketään ennen halutun prosessiohjelman aloittamista
2. Laitteistoa käytettäessä tärkeintä on varmistaa, että oikeat manuaaliventtiilit ovat auki.
3. Täyttäessäsi reaktorin millä tahansa muulla kuin ilmalla, sulje ilmanpoistiventtiili ja avaa säätöventtiili reaktorin ja lämmönvaihtimen välillä. Avaa seinällä oleva jäähdytysvesi lauhduttimelle. Tämä tiivistää kaikki mahdollisesti haitalliset höyryt kuplimille estäen niiden vapautumisen ilmastointikanavaan.
4. Kaikkien muiden venttiilien on oltava kiinni prosessin aikana, ja ne voidaan avata vain hätätapauksissa tai testien aikana konehuoneen ulkopuolelta.
5. Käytä suojarusteita, kun täytät tai tyhjennät säiliöitä. Käsiteltävät kemikaalit ovat syövyttäviä, ärsyttäviä ja hengitystä ahdistavia niiden rikkipitoisten yhdisteiden vuoksi.
6. Tarkista jokaisessa säiliössä oleva paine, ennen ja jälkeen prosessin. Poikkeukselliset lukemat viittaavat vikatiloihin, ja voivat merkitä vaurioita laitteissa, johtimissa tai venttiileissä. Lukemat voivat myös tarkoittaa, että säiliöihin on jäänyt edellisiltä kerroilta kaasuja tai nesteitä, jotka tulee tyhjentää ennen seuraavaa käyttöä.
7. Älä yritä ohittaa ohjelmoituja käskyjä. Tämä voi kuormittaa komponenttia yli sen murtorajan ja aiheuttaa vakavia vaurioita laitteistolle, käyttäjälle tai molemmille.
8. PC:tä ei saa ohjata pilvipalvelujen tai ulkoisten palvelimien kautta. EETU-laitteisto ei pysty tunnistamaan valmiustilaansa käytössä tai lepotilassa. Ristiriitaiset komennot tietokoneen ja muiden komponenttien välillä voivat kumota toimintoja ja aiheuttaa käyttäjälle vaaraa.
9. Älä yritä löysätä, korvata tai irrottaa sähköisiä johtimia, putkia tai letkuja, jotka ovat kytkettynä laitteistoon. Laitteisto käyttää paineistettuja nesteitä ja kaasuja, jotka ovat vaarallisia vuotaessaan pienistä raoista, jotka johtuvat löysästä kiristyksestä tai liitännästä.
10. LAITTEISTO ON AINA SAMMUTETTAVA ENNEN VIKATILOJEN KORJAAMISTA.
11. Muista, että reaktoritankki tulee aina puhdistaa prosessin suorittamisen jälkeen.

Aalto-university

Risk assessment

Table of contents

1	Description of the work	2
1.1	1.1 Procedures	2
1.2	1.2 Equipment	2
1.3	1.3 Scheduling	2
1.4	1.4 Operators and their training	3
3	Workplace	3
4	Handling of waste	3
5	Risk assessment	4

1 Description of the work

1.1 Procedures

The machine is meant to handle processes which require circulating heated fluids into a reactor tank. Some examples have been: percolation, stirring, kraft cooking and one case of ethanol distilling. Some of these processes have been discontinued, due to their high risk and some are shelved due to a lack of interest, though the potential to do said experiments still exist.

Operators are usually professors, though it has been advised that students would also be able to access the machine in the future when doing research for thesis'.

Operation are run on workdays between 8:00-15:00, depending on the scale of experiments tested.

1.2 Equipment

Describe the equipment and the accessories using flowcharts, diagrams and photos. Include information concerning materials and their corrosion, temperature and pressure limitations. If possible, write down step-by-step procedure for the experiments/analysis method/tests to be carried out and an emergency shut down procedure. The last one should be on view near the equipment together with the name and contact information of the person responsible for the equipment.

General diary of using and users of the equipment, maintenance information and instructions for regular cleaning should also be available.

1.3 1.3 Scheduling

Operators make reservations for their experiments, which can be discussed from an online workspace, or e-mailing users directly.

1.4 1.4 Operators and their training

Operators are experts in the field of chemical processing, or students willing to operate according to the manual and general safety procedures. All users are required to leave their contact information, and log what experiments have been conducted into the apparatus' operation notebook.

2 Workplace

As of 2018 the machine has been assigned its own bunker room, due to harmful vapors formed during processes, which are releases in small quantities during the extraction. The room has a blast door with a window in addition to its plated door. Additionally all electrical components have been grounded through wiring inside the bunker room and its circuit box. While the machine poses no immediate danger if all safety apparel has been attached properly before each process, it may pose some risk of burns or combustion if components with a high temperature are touched with flammable material while the machine is running.

Find out, if there is a need for special ventilation, fume hood or local ventilation in the course of your work, or if the work should be carried out in a bunker room. Describe the room and potential safety devices and security systems installed in the room. Take into account other activities in the room; is there a possibility for a harmful or dangerous interactions. Notice the location of the nearest emergency exits, fire extinguishers, safety showers, eyewash stations and special first aid supplies.

3 Handling of waste

Refuse generated from each phase is gathered and contained for further study or disposed of quickly thereafter.

4 Risk assessment

Workplace:	Aalto University				
Risk assessor (s):	Henri Kallio	Title: Trainee	Assessment date: 15.8.2019		
Title of project:	10L-Reactor "Eetu"		Review date: 21.8.2019		
Title of procedure:	Kraft cooking				
Frequency of procedure:	3x per month		Duration of procedure: 6 h		
Complete for each chemical referring to the (Material) Safety Data Sheet (M)SDS					
Chemical (and concentration if applicable)	Hazardous chemical/ substance?		Classification (1999/45/EC)	CAS (UN) number	Volume or Quantity (mL or g) used in procedure
White liquor (Na ₂ S + (l))	Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>		1313-82-2	500 mL
Black liquor (NaOH + (l))	Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>		1310-73-2	500 mL
Steam (H ₂ O (g))	Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>		7732-18-5	6000 mL
Water (H ₂ O (l))	Yes <input type="checkbox"/>	No <input checked="" type="checkbox"/>		7732-18-5	6000 mL
Woodchips (Yes <input type="checkbox"/>	No <input checked="" type="checkbox"/>			6000 g

What could happen	Potential hazards	Consequence of exposure	Likelihood of it to happen	Risk rating	Controls required	Controls implemented	
Processed compounds burst out before extraction	Burns	Detrimental	Highly unlikely	Medium	Isolation	Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>
Processed compounds splash on operator after extraction	Irritation	Harmful	Likely	Medium	Protection	Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>
Operator ingests processed fluids accidentally	Poisoning	Life threatening	Unlikely	High	Training	Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>
Operator mishandles tools when operating the machine	Bruising	Detrimental	Likely	Medium	Training	Yes <input type="checkbox"/>	No <input checked="" type="checkbox"/>
Operator inhales vapours when extracting residue	Dizziness	Harmful	Likely	High	Training, protection	Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>
Operator leaves combustible material on components that heat up during the process	Flammable	Detrimental	Highly unlikely	Low	Training, engineering.	Yes <input type="checkbox"/>	No <input checked="" type="checkbox"/>
Chemicals used in the experiment splash on the user before the experiment	Corrosive	Detrimental	Unlikely	High		Yes <input checked="" type="checkbox"/>	No <input type="checkbox"/>



USER'S GUIDE FOR THE 10L-REACTOR EETU

Table of contents

1	FOREWORD	2
2	GENERAL INFORMATION	3
2.1	MAIN COMPUTER	3
2.2	INERT GAS CONTAINER	4
2.3	HUBER OIL HEATER	6
2.4	VALVES	7
2.5	VALVES RV 1&2	7
2.6	VALVES EV9 & BV 1	8
2.7	CONDENSER	9
2.8	STIRRER	10
2.9	THE CONTAINMENT CASE	11
2.10	POLYCARBONATE CASING	12
3	<i>CYCLE OPTION 1: PRE-HYDROLYSIS</i>	13
4	<i>CYCLE OPTION 2: BATCH METHOD</i>	20
5	CYCLE OPTION 3: DISPLACEMENT METHOD	25
6	CYCLE OPTION 4: PERCOLATION	27
7	CYCLE OPTION 5: STIRRER	29
	ATTACHMENT: SAFETY GUIDE	

1 FOREWORD

The purpose of this manual is to introduce the basis of operations for the EETU-apparatus, its potential risks and limitations of its variety of uses.

Each chapter gives necessary information for the user, when operating the apparatus according to safety procedures and general protocol for each process.

While some components are beyond quick fixes, it is important to recognize when and how they operate, in case of irregularities arise during a process, which require maintenance.

Before beginning a run, apply contact information to the note board placed on the door, to ease future communication regarding the apparatus. Operating the machine requires the following safety equipment:



Picture 1. Laboratory coat



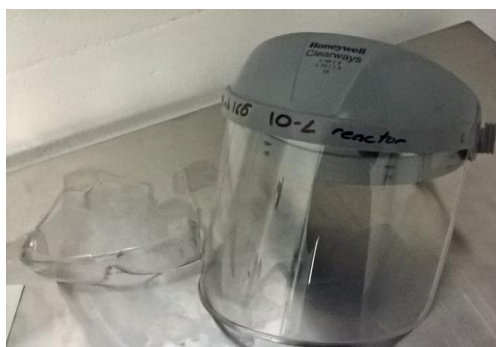
Picture 2. Respirators



Picture 3. Safety gloves



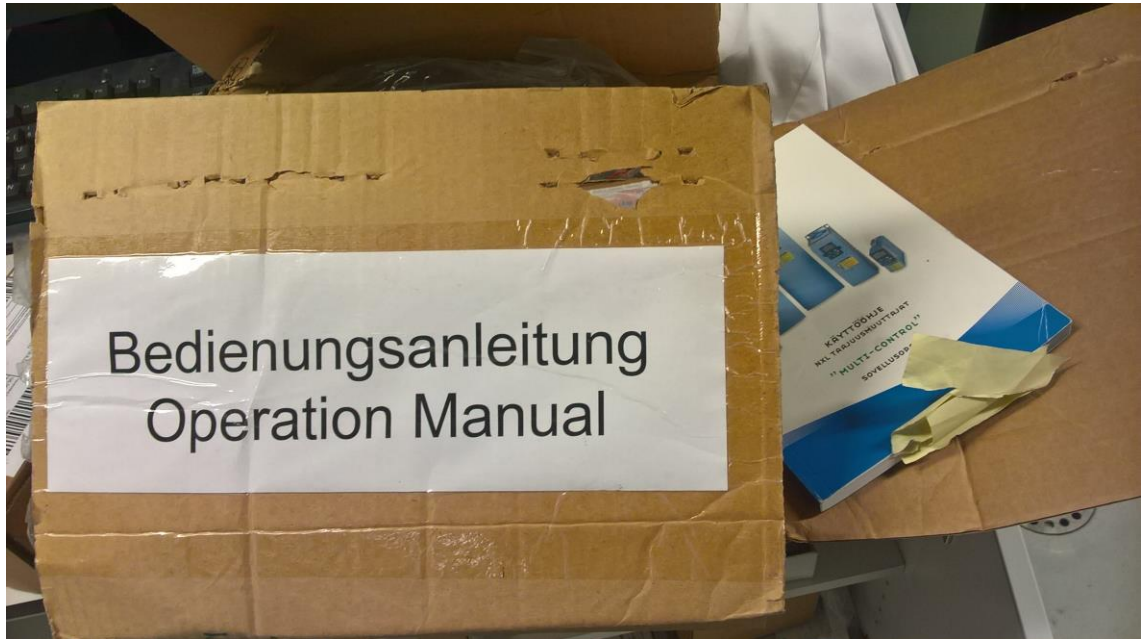
Picture 4. Heat mitts



Picture 5. Safety goggles or an eye-shield

Additionally, some optional components for the apparatus can be found in the cabinet below the main computer. Should the need for said components arise, search there first.

There you can also find some manual for the pumps installation guides and manuals.

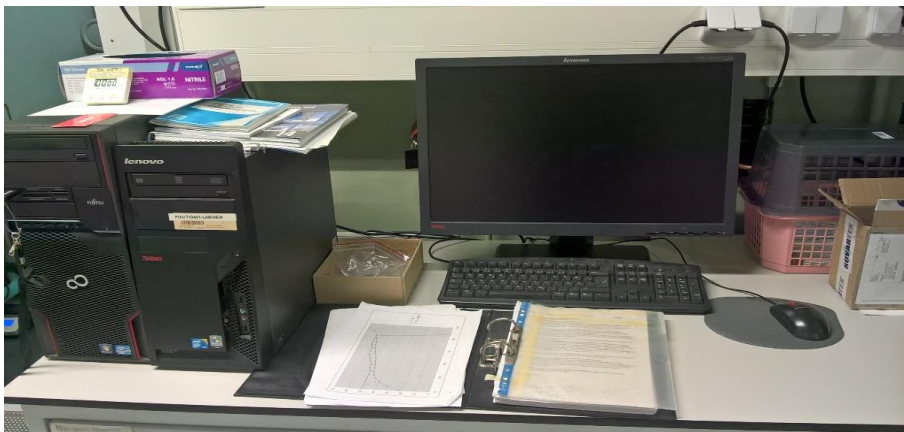


Picture 6. The box reserved for additional cables and manuals.

2 GENERAL INFORMATION

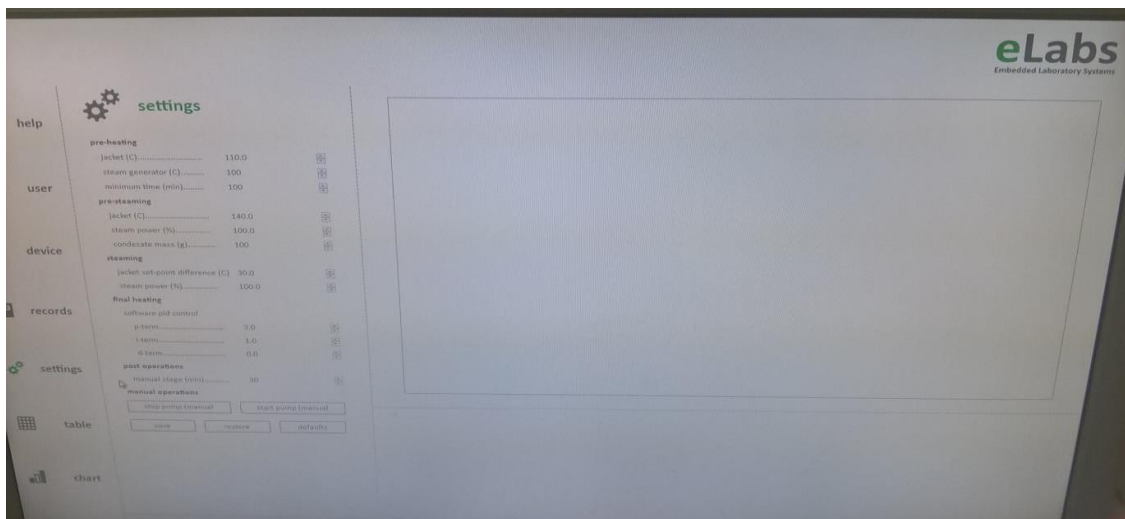
2.1 MAIN COMPUTER

The main computer serves as the driver for the automated processes of the apparatus; this includes in some cases the control of the pneumatic valves and set temperatures assigned for the components.



Picture 7. The main computer.

The program is run by e-Labs, which you can monitor during all processes to give a better understanding on the state of operations. Before using the computer however, it is important to turn on the other vital electronics.



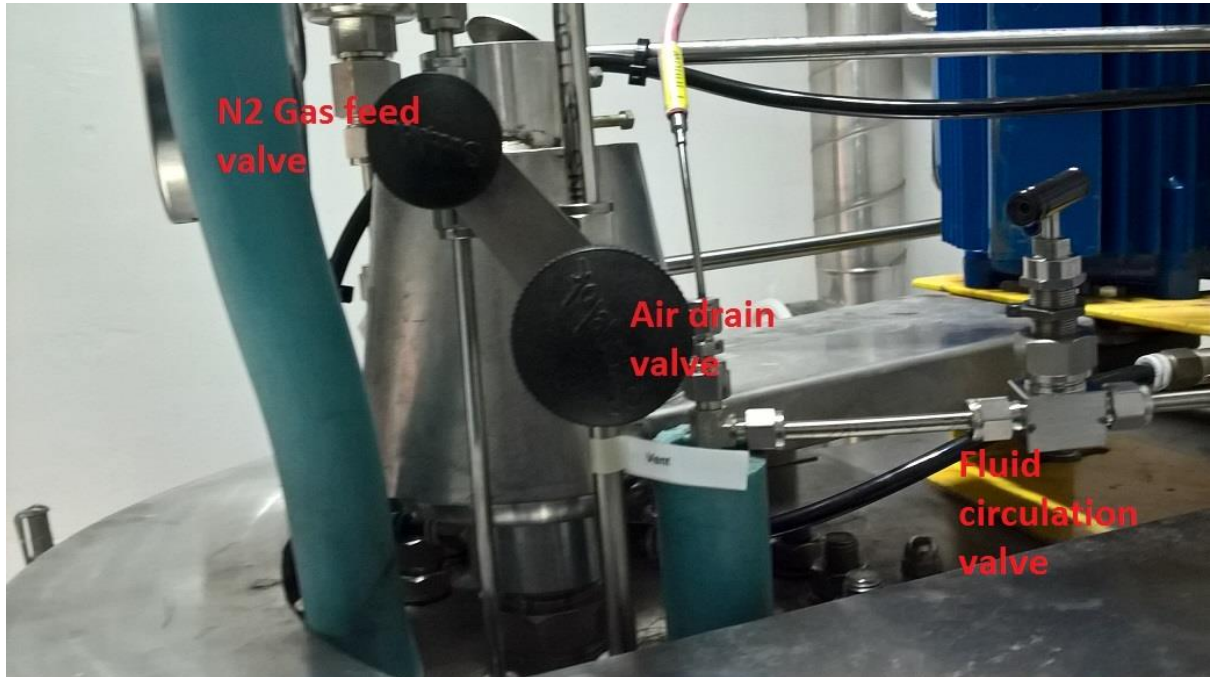
Picture 8. The program e-Labs, prior to running the pre-hydrolysis process.

2.2 INERT GAS CONTAINER



Picture 9. The inert gas container with its control valve. Turn the valve counterclockwise to open the canister.

The device uses inert gas to control the pressure inside the containers; it is also used when purging the reactor tank, and checking for potential leaks in the apparatus. As such, it is important to open and close it accordingly to the process, which you are running.



Picture 10. The reactor tanks gas feed valves.

When purging the reactor tank, open the valves, which feed the gas to the tank, and then proceed to increase the pressure to the desired levels. The Pressure gauges will show 0 bars when the pressure is equivalent with the atmosphere and will increase in value, when more gas is inserted. The program itself does not react to the pressure accordingly, so remember not to exceed the pressure over the safety limit of 60 bars.

2.3 HUBER OIL HEATER



Picture 11. The reactors Huber heater.

The Huber heaters are devices, which circulate heated oil in the reactor tank, with a temperature inputted to the operating process, steaming, cooking etc. The goal is to have the containers and components kept in a steady temperature during each process.

WHEN OPERATING THE DEVICES, IT IS IMPORTANT, THAT YOU REMEMBER TO OPEN THE COOLING WATERVALVES.

The valves are opened by turning them vertically, and opened by turning them horizontally.



Picture 12. The Huber heaters waterlines and valves.

2.4 VALVES

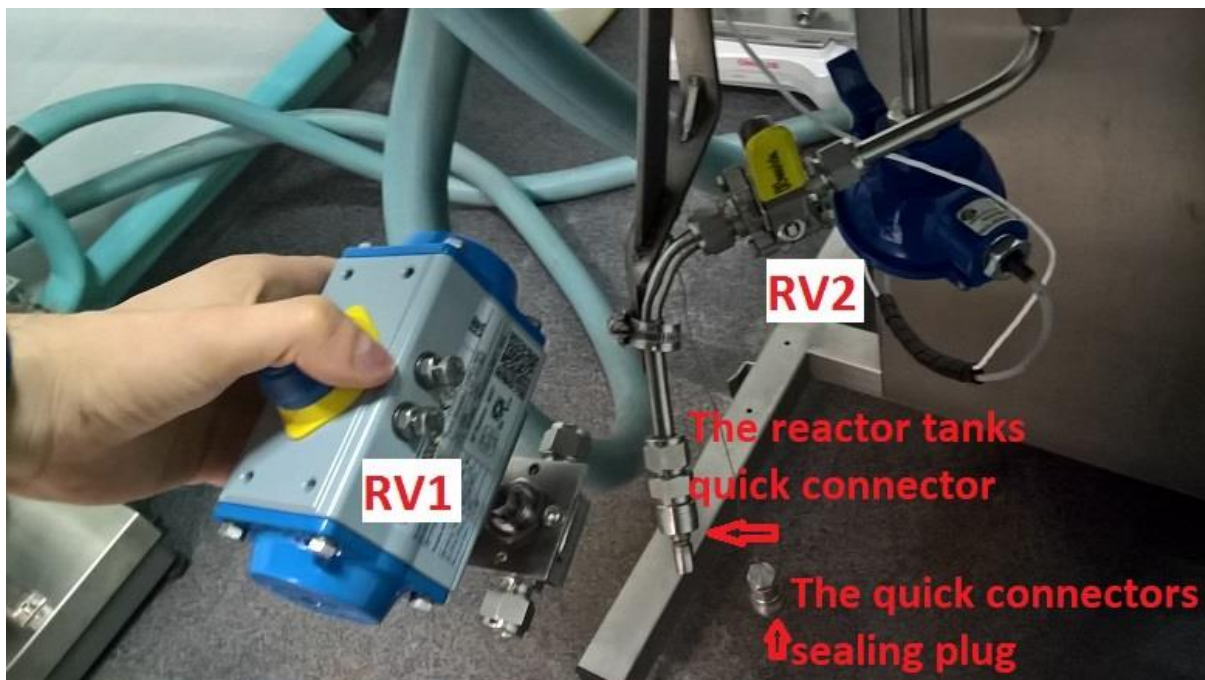
Valves control the directions of flow during operations run by the apparatus during all stages of processes. While the apparatus is mostly automated, some processes require manually opening and closing valves, to proceed gradually. Automated valves can be overridden by pressing the switches attached to the wall outside the bunker room. These switches are used primarily for checking the functionality of components and only in emergencies.



Picture 13. The pneumatic switch for valve SG1.

2.5 VALVES RV 1&2

The valves RV1 and RV2 are connected to the quick connector on the bottom of the reactor. It must be ensured that the quick connector is closed or open during all stages during runs to prevent leakage. The valve RV2 may still be needed to be closed and opened various times during some process. While you can run the program automatically controlling only the valve RV1, it is still possible to use the valve RV2 with the appropriate safety gear.



Picture 14. Valve RV2 connected to the quick connector, prior to the installment of valve RV1.

2.6 VALVES EV9 & BV1



Picture 15. The reactors gaseous exhaust valves.

These valves control the exhaust direction of gas contained in the reactor tank. The valve EV9 is left open when purging the reactor tank of excess air. It may also be used when

purging non-hazardous vapors from the tank. When it is open, the valve BV1 should be closed.

The valve BV1 is opened, when the reactor produces hazardous gaseous compounds. The steam is fed through the valve to the condensation line, where it is liquefied, for easier storage and extraction. When this valve is open EV9 should be closed.

Note

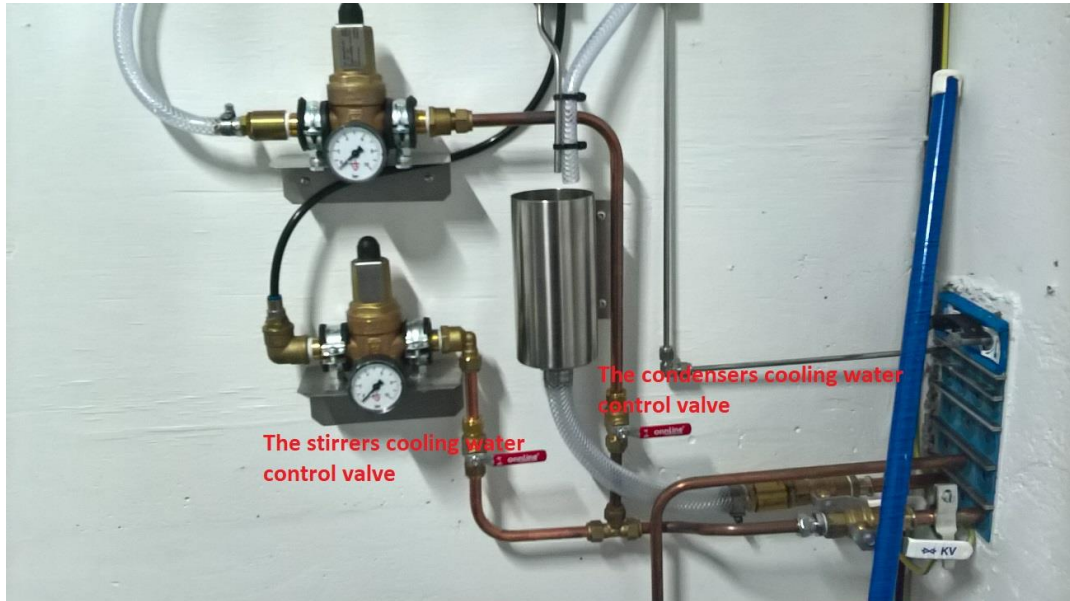
Both valves are never to be closed simultaneously.

2.7 CONDENSER



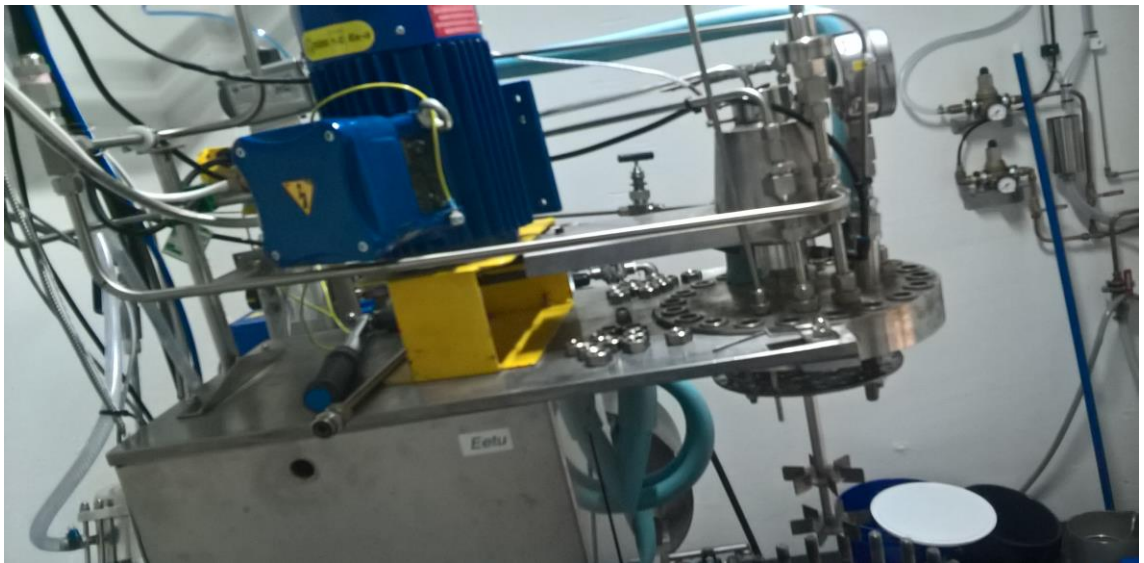
Picture 16. The condenser.

The condenser's purpose is to condense and collect the gaseous vapor phase. Before opening the valve BV1, make sure to open the waterline to the condenser as seen in the picture below.



Picture 17. Valves controlling coolant fluid for the stirrer servo and condenser.

2.8 STIRRER

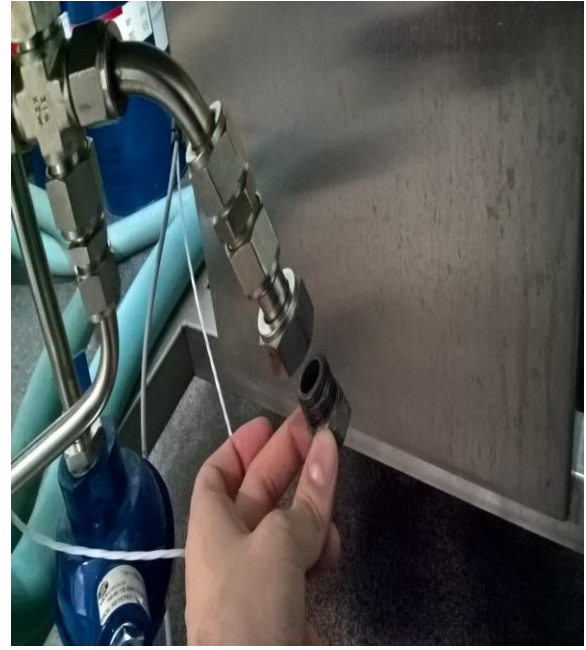


Picture 18. The stirrer and its axle.

The axle on the top of the reactor tank is meant for stirring material placed in the reactor tank. While its use is mostly optional, it affects the overall volume remaining in the reactor during all reactions.



Picture 19. The tank prior to disconnecting the circulation pipe.



Picture 20. The circulation junction being plugged.

When using the stirrer remember to close the circulation route on the bottom of the tank, open the cooling water valve for the motor, as well as the valve RV1.

2.9 THE CONTAINMENT CASE

The purpose of this casing is to shield unexpected outbursts from the between the seams of the tanks lid. Place the guiderails behind the safety bolts to ensure it stays in place.



Picture 22. The containment case.



Picture 21. The containment cases bolts, which prevent dislocation.

2.10 POLYCARBONATE CASING

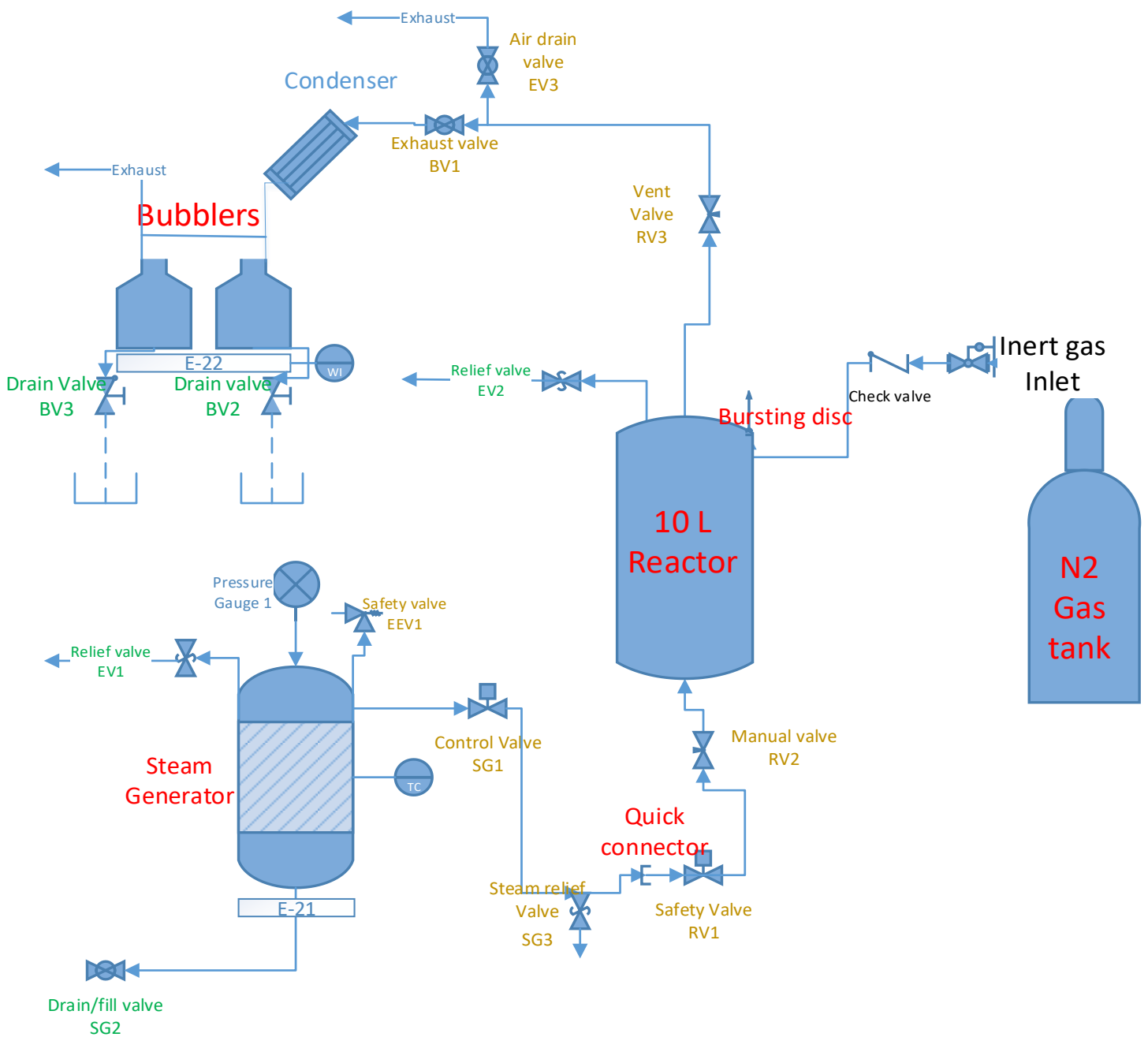
Due to prior incidents, where fluids and steam have managed to leak through cracks in the lid, another safety measure was made to append the containment case before the apparatus in its entirety was moved into a bunker space.



Kuva 23. The reactor tanks safety glass, left in storage when no processes are being run.

The polycarbonate case is tall enough to cover the reactor in its entirety, and it has been bent in a way that it cover the area around the reactor tank as well. When it is placed in front of the reactor after raising the reactor tank and attaching a drainage coil with a cooling bath, it will ensure that the only possible point of leakage or drainage will occur through a small slot in the casing. There is also a small chute that can be slid upward, if users wish to open or close the valve RV1 during runs.

3 CYCLE OPTION 1: PRE-HYDROLYSIS





Picture 24. The steam generator.

To start the apparatus, switch on the main power from the circuit box above the Huber machine. If the digital displays do not light up, the fuse has been blown, in which case proceed to the fuse box next to the exit, and switch the fuse S17 back on, it has been labeled for the reactor. Once the power seems to be flowing, turn on the Huber, and open the valves that control the water behind the device.

Once the power has been turned on proceed to load the reactor tank with the intended amount of wood chips. Use a wrench or ring spanner, to remove the circulation pipe and bolts atop the reactor, so you can lower the tank.

Note

If the circulation pipe is not detached prior to lowering the reactor tank. It will damage the piping



Picture 25. The circulation pipe being removed from the reactor. Remember to use gloves in case something will leak.

Note

If you plan on only running the pre-hydrolysis program, either plug the circulation junction, or reconnect the circulation pipe. If the junction is left open, pressurized steam will fly through the pipe. Otherwise connect the pipe as you did when removing it.



Picture 26. The hydraulic valve, placed on the right side of the reactors frame.

When the reactor tank is filled with the intended amount of woodchips, repeat the previous process in the reverse order. Close the hydraulic valve, raise the tank by turning the crank on the left side of the reactor and close the bolts atop the reactor with a torque wrench to a force of 30 Nm. Attach the cooling coil to the quick connector and place it into a cooling water container.



Picture 27. The crank used for lifting the reactor tank. Turn it clockwise to raise tank.

Note

The lids safety plate is meant to be attached after closing the tank. There exists a risk, that the reactor is not completely sealed, although the bolts are closed, where hot pressurized fluid will spray from between the steam on to the user.

Before running the program fill the steam generator with a sufficient amount of water circa 6-6,5 kg on the scale. Connect the steam generator to the reactor through the quick connector on the bottom, then proceed to the computer. Make sure the yellow handled control valve RV1 is closed, to ensure that fluids dissolved from the woodchips will not flow back into the hose.

Note

When the automated valve RV1 is installed, the manual valve RV2 is meant to be open. The computer will then close or open RV1 accordingly by the program.



Picture 28. The apparatus' steam-generator, being filled with water.

Log in to the main computer, and proceed to run the pre-hydrolysis option. The pre-hydrolysis process is divided into four stages: pre-heating, pre-steaming, steaming and final heating to the inputted p-factor. You can toggle the p-factor, amount of steam fed to the tank through the program, the time required to run the process, and the maximum temperature you want to heat the reactor and generator. These values determine the

time needed to run a batch and should be slightly above +100 °C, because the containers inner surface is not heated directly, causing some loss of heat during the transference.

The EETU-apparatus begins the process by heating the vessels to prevent condensation. The duration of pre-heating is determined by the time inputted to the apparatus, steam T & vessel T. Once the values have been reached, the steamgenerators automatic valve SG1 will open, wait for a few seconds, so that a steady amount of steam can build into the tube and then open the yellow valve, on the bottom of the reactor; this will prevent the water from flowing back into the generator. Open the water valve on the wall, for cooling the condenser.



Picture 29. The automated valve SG1 in the opened position.

The duration pre-steaming is determined by the mass of condensed water in the bubblers. Once the desired amount has been reached, valve SG1 will close, so it is important to close the manual valve RV2 quickly thereafter; otherwise lignin fluid will flow back in to the tube, which will clog it upon repeated occurrence.



Picture 30. The bubblers.

FOR THE SAKE OF THE USERS SAFETY, THE FOLLOWING STEP IS EXTREMELY IMPORTANT TO DO AS INSTRUCTED. After closing the valve RV2, open the valve in the steam hose using heat mitts, to drain excess steam between the tube and the generator.



Picture 31. Steam being drained from valve SG3.

After draining the steam, wait until the program reaches its p-factor. While waiting, it is possible to detach the steam-generators hose and attach the cooling coil to the bottom of the reactor. The p-factor determines the length of the final heating process in the actual pre-hydrolysis stage. However it is advised that you begin draining the tank slightly before the target value, so that the p-factor does not exceed the target value.



Picture 32. Ice maker in the room [XXXXX]. An ice-bath can be produced from here if needed.

Once the p-factor is close to the max 85 % complete, fill the cooling vessel with water and ice, and drain the prehydrolysate into a container. The p-factor will continue to rise even when draining the tank.

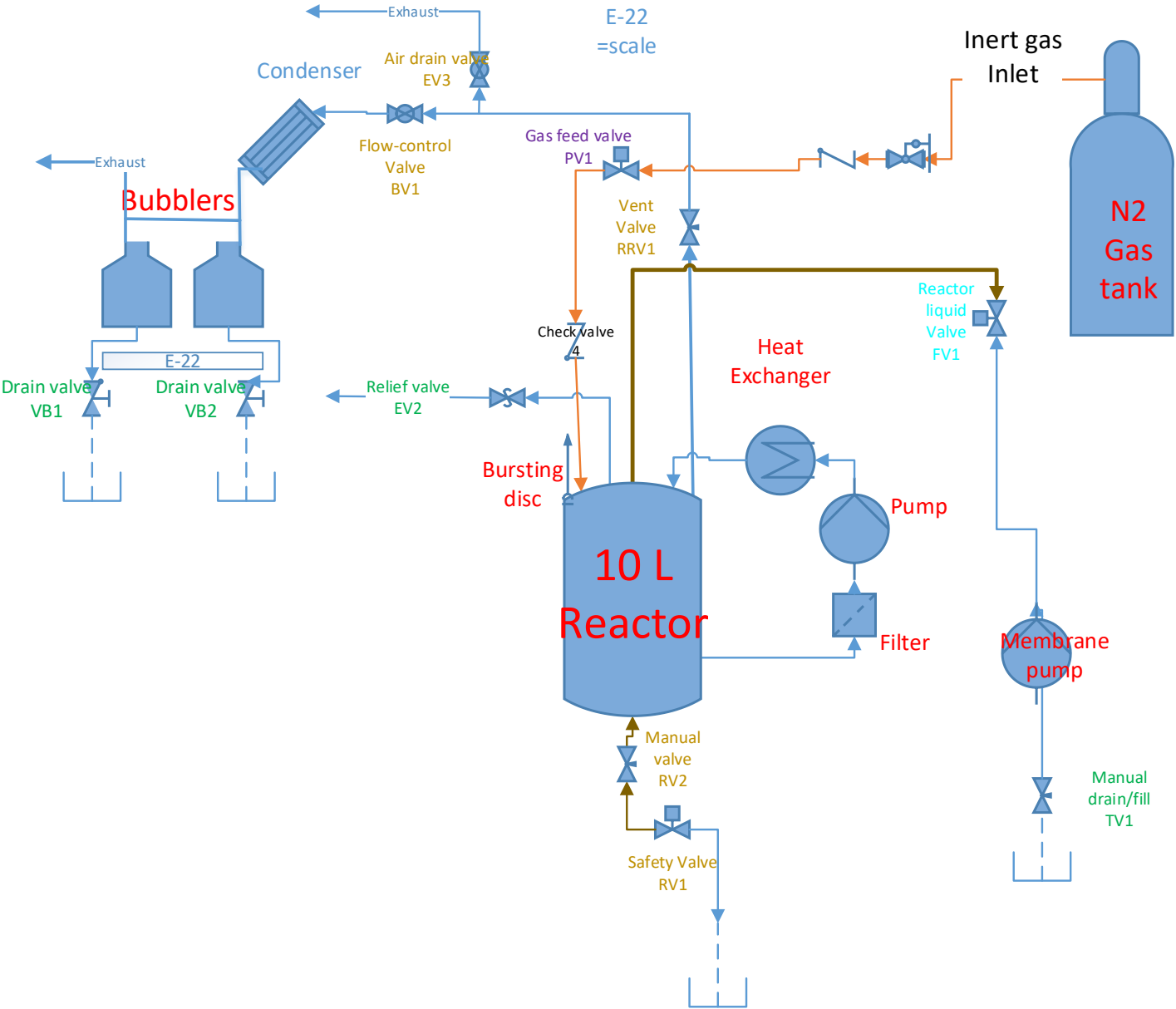


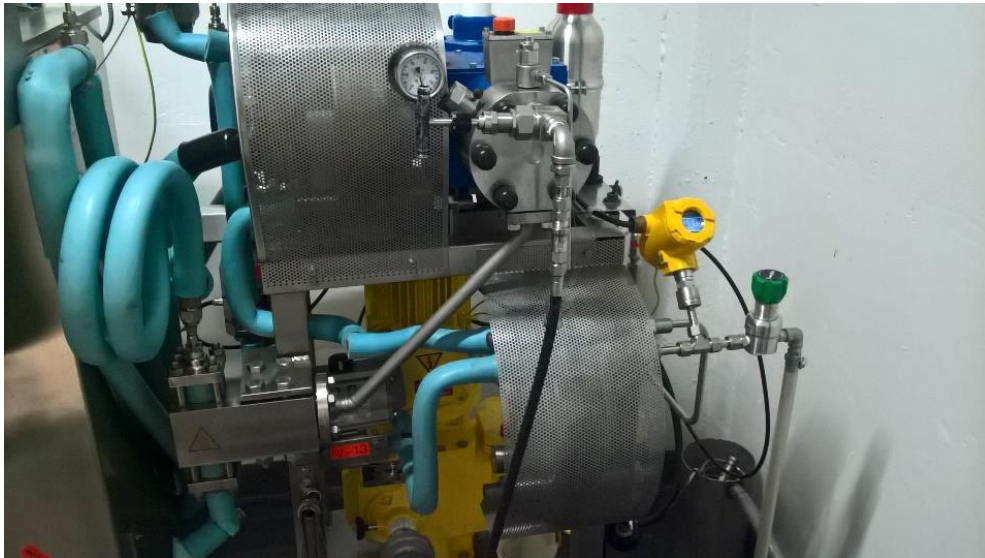
Picture 33. The reactors drainage line, linked to the quick connector.

If you wish to end the process at this stage, finish the process with the following steps.

1. Use the Huber units cooling program to accelerate the cooling process of the reactor tank.
2. Open the bolts atop the reactor and remove the circulation pipe if it has been connected.
3. Pull the metal lever between the tank and metal case, and use the black handled lever, to tilt the reactor tank and collect the pre-hydrolyzed chips more easily.

4 CYCLE OPTION 2: BATCH METHOD





Picture 34. The pumps connected to the apparatus.

If you plan on processing the pre-hydrolyzed chips further, do not open the tank after cycle-option 1 has completed, also make sure to follow the conditions laid out in cycle-option 1.

Before running the process, gather the required white liquor and washing chemicals ready. Make sure to purge the reactor tank of air, by feeding in the inert gas to a pressure of 1,7-2,0 bars. Open the inert-gas container next to the main computer and feed gas into the tank until reaching the pressure of 1,7-2,0 bars. Open the exhaust valve EV3 and give an overriding command from the switch above the Huber, to purge excess gases. After purging the reactor tank, fill the blue pump with white liquor.

Open the valves, which connect the tube to the membrane pump and all manual valves placed in between the circulation process' devices.



Picture 35. The membrane pumps activation switch.

Picture 36. The blue pumps manual valve.



Picture 37. Example of a pumping process.

Proceed to fill a container with white liquor and placing the gray membrane pumps white feed tube directly to it and connecting the black tube to the inlet. Open the valve connecting to the vessel. Activate the membrane pump, by flipping the pneumatic valve. Once the white liquor has been fed, and the reactor tank has been purged of excess air proceed to the main computer. Place a container under the draining coil and proceed to run the first part of the program

Run the program, by choosing the desired recipe file. From there, you alter the liquids temperature and how long the process is run. Begin by running the neutralization cycle. Once the cycle is complete after [90] minutes, place a high amount of ice or highly effective cooling fluid into the drainage coils canister. Once you have placed a separate container for the black liquor on the end of the drain line, open the valve and let the fluids seep into it. Remember to use the listed safety material and the polycarbonate casing around the reactor.



Picture 38. Impromptu way of draining the tanks. Use only steady tables or levels when draining, to reduce risk of the canisters spilling or tipping over.

Once the reactor has been sufficiently emptied, and both the black & white liquor containers have been taken out of the vicinity of the machine, proceed to run the kraft process by repeating the same process as before using a more concentrated white liquor fluid.

After repeating the same process as before, proceed to the last steps; take another container to fill with a washing liquid, (Re-use the white liquor container if you wish).

The process is the exact same that was done with the white liquor, so no extra connections or openings are necessary. Simply re-open the pumps valve and pneumatic switch, to insert the NaOH fluid for the circulation.

Once the cycle has been completed, proceed to emptying the remaining black liquor and cleaning fluid mixture to a container.

Open the bolts atop the reactor, remove the cycle and extraction pipes from the bottom of the reactor and clean them. Release the hydraulic valve to lower the reactor tank. Pull the metal lever between the tank and metal case, and use the black handled lever, to tilt the reactor tank and ease the extraction process.



Picture 39. Tilting the reactor tank.

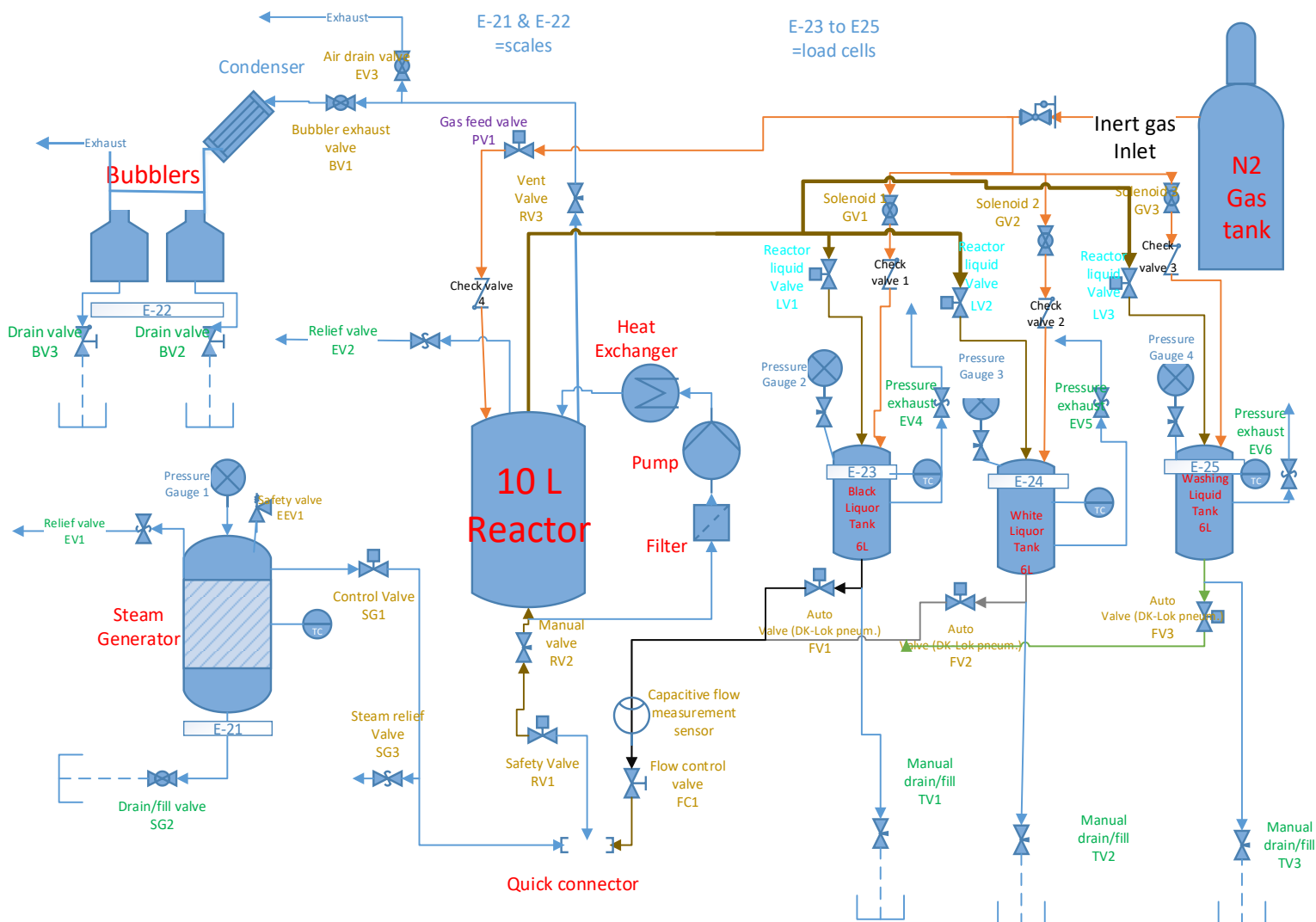
The end result is a mixture of mild black liquor and cooked woodchips. The composition is soft and fluid, so use proper tools to ensure the tank is empty and cover the produce container due to its noxious fumes.



Picture 40. Container with black liquor residue and processed wood pulp.

Remember to clean the tank for the next user.

5 CYCLE OPTION 3: DISPLACEMENT METHOD



The apparatus is ready for operations, when the reactor tank has been loaded with wood chips, two tanks are filled up to 5,5 L with white liquor and black liquor, and the third container is nearly empty. Executing this cycle demands filling and draining the vessels manually in-between steps of the process.

Note

When filling the reagent tanks, it is imperative that they stay within the tolerated area, but are not at the exact amount of intended reactive materials. The program requires that a minor amount of excess liquor and washing fluid be placed in the containers; if the

amount is exceeded or go below the amount that was fed into the program, the program will not run or likely cause damage to the components.

The first step begins by heating the black liquor to the desired temperature (+ 150 °C), and fed via inert gas, through the automated valves [FV1] and [FC1] to the reactor tank. The hydrated pulp is then mixed with the black liquor.

The process is repeated several times, where the black liquor is re-heated, filtered and pumped back to the reactor, for [XX] minutes, until the tank has produced the desired amount of raw cellulose colored brown, due to its high amount of lignin.

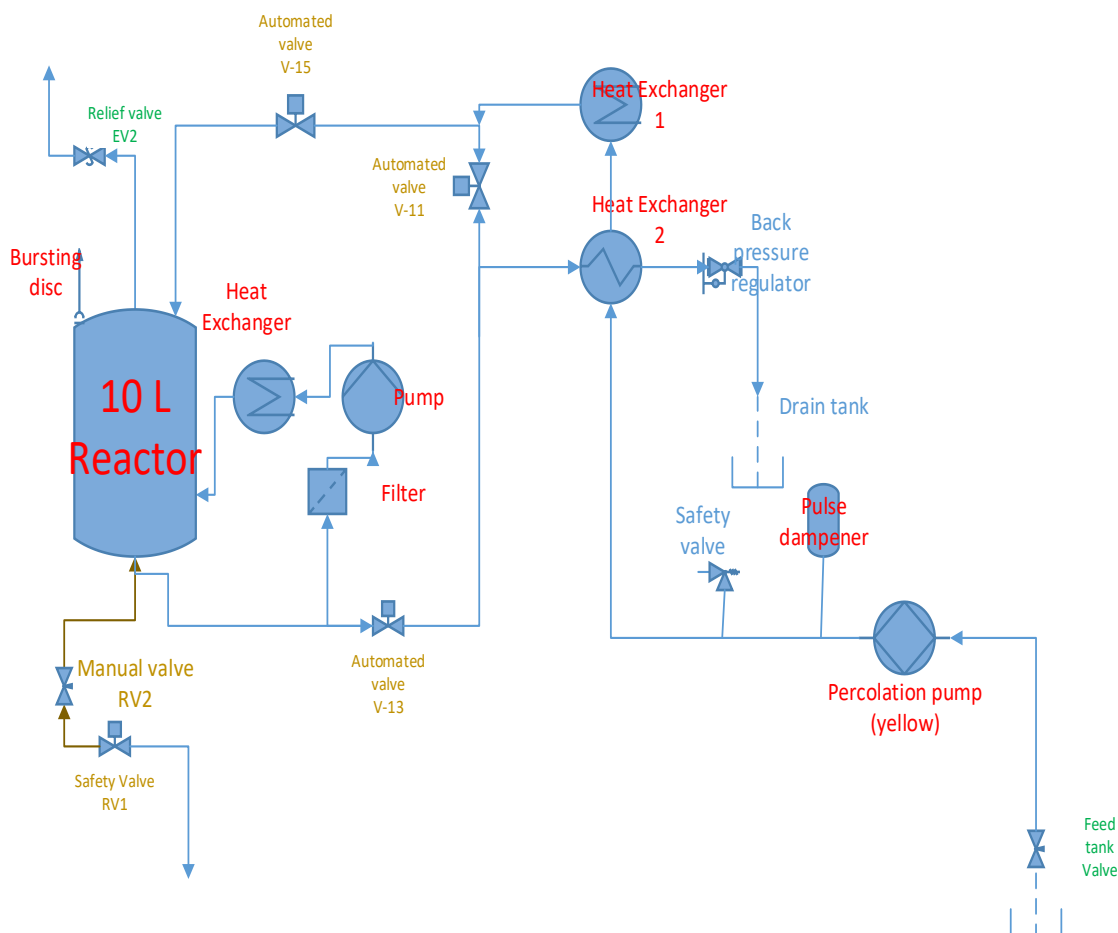
The second step begins by opening the inlet fluid valves [FV2] and [GV2] and closing the black liquor valves [FV1] and [FC1]. The white liquor is then fed with a high pressure of circa 10 bars to the reactor tank, and then it is given the same treatment as the black liquor. The same cycle is repeated for [xx] minutes until the process is complete. During which, the user is obligated to drain the containers they have chosen and then fill one of the containers with the required amount of washing fluid.

The final step begins once the raw cellulose mixture has been stabilized with the now formed black liquor. This is when the washing liquid is heated, and fed through inert gas to the reactor tank, by opening the valve [GVX] and [FVX]. The program closes the white liquor valves [FV2] and [GV2]. The remaining black liquor is once again displaced by the pressurized fluid into one of the emptied tank, in this case tank 1. Once the washing liquid has been added to the reactor, the same process, which was done with the white liquor, is repeated with the washing liquid for [xx] minutes.

Once the mixture has stabilized to a solid cellulose powder in the bottom of the reactor. Drain the reactor tank of the mild black liquor fluid, through the drainage coil with an ice bath. Remember to use proper safety equipment.

Finally, the reactor is ready to be reopened, remove the cycle and extraction pipes from the bottom of the reactor. Open the bolts atop the reactor, and release the hydraulic lock. Crank down the reactor tank for easier access. Pull the metal lever between the tank and metal case, and use the black handled lever, to tilt the reactor tank and ease the extraction process.

6 CYCLE OPTION 4: PERCOLATION



Before beginning the process, activate all Huber heating devices as well as the blue and yellow pumps.

Remove the circulation pipe from the bottom of the reactor tank, and loosen the bolts atop the reactor. Lower the tank by opening the hydraulic valve on the right side of the reactor frame. Fill the reactor tank with the intended solid raw material. Once the tank has been filled, lock the hydraulic valve, raise the tank by turning the crank on the left side of the reactor and tighten the bolts with a ratchet to a force of 30 Nm. Place the safety plate atop the reactor and place the polycarbonate case in front of the reactor.

The percolation process can begin once, you have loaded and sealed the yellow pump, the reactor tank, and loaded the percolation file from e-Labs.

The percolation process begins by heating and cycling the reagent fluids in the reactor tank through woodchips with the inputted time.

The process feeds the liquids through the biomass, until finally it is drained through the valve V-11 to another condenser.

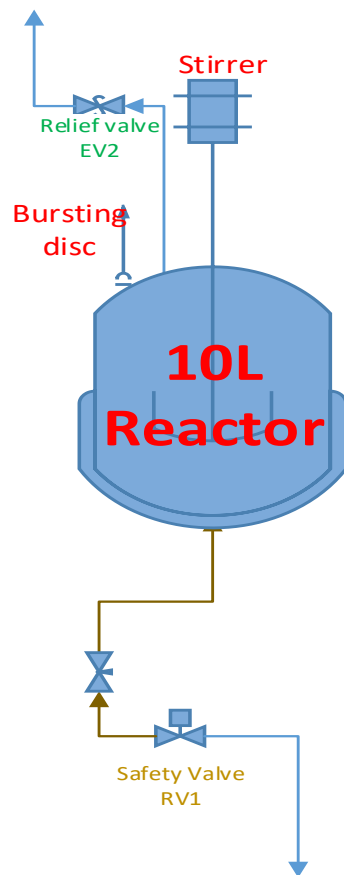


Picture 41. The percolation pumps draining backpressure regulator.

The fluid is removed for extraction through the green backpressure regulator to a desired container. The duration of the process' entirety is defined by the user.

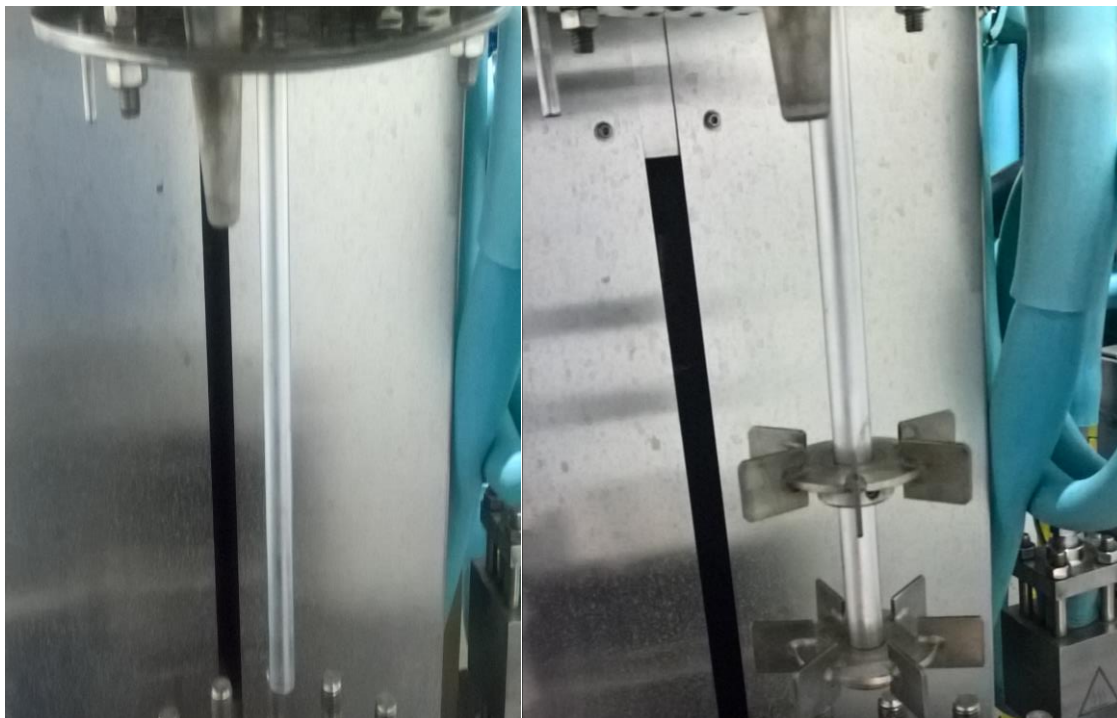
Once complete, proceed to shutting down the pumps, removing the circulation pipe and bolts from the reactor tank. Finally, drain the tank of solid material, then proceed to re seal it, and drain the fluids from the tank from the quick connector on the bottom of the reactor.

7 CYCLE OPTION 5: STIRRER



Open the reactor by proceeding to the bunker room, and removing the circulation pipe beneath the reactor with a wrench or ring spanner. Remove the bolts atop the reactor and release the hydraulic lock, located on the right side of the frame. This will lower the tank for easier loading.

Attach the stirring axle and its blades, should they be disconnected as you open the machine.



Picture 42. The stirrer axle without the attached blades.

Picture 43. The stirrer axle the blades attached.

After this, proceed to fill the tank with the desired amount of white liquor and wooden chips. Proceed to repeat the aforementioned steps in reverse, to close the reactor, spin the crank on the left side of the reactor to raise the tank.

Note

Do not re-attach the circulation pipe to the blue pump, attach the plug to the bottom instead. The process requires no pump as it does not circulate fluids, so any or pulp fluids seeping into the pipe will only be detrimental for the process and future runs.

After this proceed to the main computer, and open the mixer-program for eLabs. The process will begin by heating the vessel to the inputted temperature [+1xx °C], after which it turns on the motor atop the reactor. This will stir and grind the mass placed in the tank for [xx] minutes. When the run begins to near its end, place a container underneath the valve [RV2] and proceed to extract the remaining fluid in the reactor.

Note

Make sure to connect the drainage pipe to the quick connector and procure a coolant for the vessel around the coil. Place the container for cooling fluid around the coil.

When fluids stop flowing to the container, the reactor has cooled and the cycle is complete: detach the exhaust coil, remove the bolts atop the reactor and release the hydraulic lock, located on the right side of the frame. Turn the container, by pulling the metal lever between the tank and frame and using the black handle on the side of the tank for easier extraction.

SAFETY GUIDE

12. Check that the bunker room is empty of other personnel, before activating it.
13. When operating the apparatus, the most important factor, is to secure that the right manual valves are open.
14. When operating anything other than air in the reactor, close the air drain valve, and open the control valve between the reactor and the condenser. This is to ensure that potentially hazardous vapors will condensate into the bubblers, instead of flowing into the air ducts.
15. Wear proper safety equipment, when draining or loading the containers, the chemicals that device operates can induce burns and respiratory problems, due to their sulfuric mixture.
16. All other manual valves are meant to be closed during the process and opened only in case of emergency or test runs outside of the machine room.
17. Check the pressure in each vessel, before and after the process has run its course, irregular highs or lows indicate various possibilities for errors, be they damage in the containers, vessels, or valves. They can also indicate that excess gas or fluids may remain in the containers, which need to be drained, before re-use.
18. Do not forcibly override commands that have been coded. This may stress the components beyond their capacity, and cause severe damage to the apparatus or the user.
19. Do not attempt to use the apparatus via. cloud-, or external-servers. The machine cannot recognize its state of operations, when idle or occupied. Contradictory commands between the main computer and others may override or cancel operations and harm the user computer.
20. Do not attempt to loosen, replace or disconnect electrical wires, pipes, or tubes connected to the apparatus. The apparatus operates fluids with a pressure of several bars, which are fatal, when applied through small openings.
21. **DO NOT ATTEMPT TO FIX THE MACHINE WHEN IT IS RUNNING.**
22. Remember to clean the reactor once you have completed a run. Carelessness may contaminate future processes as well as the components themselves.