

Teemu Tikka

UUDEN LABORATORIOMENETELMÄN KEHITTÄMINEN JA
SOVELTAMINEN TITANIDIOKSIDIPIGMENTIN
MÄRKÄJAUHATUKSEEN

Kemiantekniikan koulutusohjelma

2013

UUDEN LABORATORIOMENETELMÄN KEHITTÄMINEN JA SOVELTAMINEN TITAANIDIOKSIDIPIGMENTIN MÄRKÄJAUHATUKSEEN

Tikka, Teemu

Satakunnan ammattikorkeakoulu

Kemiantekniikan koulutusohjelma

Toukokuu 2013

Ohjaaja: Heikkilä, Kaarina; Tutkija, DI

Valvoja: Vanha-aho, Tuula; Yliopettaja, FL

Sivumäärä: 58

Liitteitä: 16

Asiasanat: titaanidioksidi, jauhatusta, jauhinkappale

Työn tarkoituksena oli uuden laboratoriomenetelmän kehittäminen titaanidioksidi-pigmentin märkäjauhatusta varten. Lisäksi kyseistä menetelmää käyttäen tutkittiin erilaisten jauhinkappaleyhdistelmien vaikutusta pigmentin ominaisuuksiin. Tutkitut jauhinkappaleet olivat zirkonium- ja lasihelmet sekä kvartsihiekkä.

Aluksi laitteistolla suoritettiin esikokeita, joiden aikana harjoiteltiin jauhatuslaitteiston käyttöä, oikeanlaisten lietteiden valmistusta sakeustaulukkoa käyttäen, näytteenottoa ja sopivien jauhinkappalemäärien löytämistä. Lisäksi vertailtiin eri jauhinkappaleiden vaikutusta lopputuotteeseen.

Esikokeiden jälkeen vuorossa oli oikeiden jauhatusparametrien hakeminen. Jauhatusparametreja haettaessa tärkeintä oli löytää oikea jauhatusaika jauhatusvaiheeseen, jotta päästäisiin haluttuun jauhatustulokseen. Tätä varten valittiin kolme eri ominaisuutta, joihin pyrittiin. Valittuja ominaisuuksia olivat partikkelikoko, aggregaattiluku ja alisävy.

Työn toisessa vaiheessa vertailtiin eri jauhinkappaleiden vaikutusta lopputuotteeseen käyttäen uutta märkäjauhatusmenetelmää.

Kokonaisuudessaan työn tavoitteet täyttyivät. Jauhatuslaitteistolle saatiin laadittua toimivat käyttöohjeet, joiden avulla jauhatustöiden suorittaminen sujui hyvin ja jauhatukset olivat hyvin toistettavia. Uusia jauhinkappaleyhdistelmiä etsittäessä löytyi useita yhdistelmiä, jotka täyttivät vaaditut kriteerit.

Tutkimuksia jatketaan laboratoriossa, isommassa mittakaavassa koehallissa sekä tehtaalla.

DEVELOPMENT AND APPLICATION OF NEW LABORATORY METHOD FOR WET GRINDING OF TITANIUM DIOXIDE PIGMENT

Tikka, Teemu

Satakunta University of Applied Sciences

Degree Programme in Chemical Engineering

May 2013

Supervisor: Vanha-aho, Tuula; Principal Lecturer, LicPhil.

Advisor: Heikkilä, Kaarina; M. Sc., Tech.

Number of pages: 60

Appendices: 17

Keywords: titanium dioxide, grinding, grinding media

The purpose of this thesis was to develop a new laboratory method for titanium dioxide wet grinding. Also, one focus was to study, using the new method, how the different kind of grinding media combinations affect properties of pigment. Grinding media studied in the thesis were zirconia and glass beads and silica sand.

At the beginning, some preliminary tests were made to learn how to use the grinding apparatus, how to make right kind of slurries, how to take proper samples and what is the right amount of grinding media. How the different type of grinding beads affects to the final product was also studied.

Next step after the preliminary tests was to find right grinding parameters. The most important thing was to find right grinding time for the grinding step. The grinding time was chosen so that the desired grinding result of the pigment was achieved. To find these parameters, three properties were chosen. These properties were particle size, amount of aggregates and undertone.

In the second phase of thesis, effects to the final product caused by the new grinding media were studied by using the new wet grinding method.

Overall, aims of this thesis were fulfilled. Working instructions for the grinding apparatus were prepared and these instructions ensured that all grindings were repeatable. Many new grinding media combinations, which met the requirements, were found.

Studies continue in laboratory, on a larger scale in pilot plant, as well as at the plant.

SISÄLLYS

1	JOHDANTO.....	6
2	SACHTLEBEN PIGMENTS OY	7
3	TEORIA	8
3.1	Titaanin esiintyminen luonnossa.....	8
3.2	Titaanidioksidi, TiO ₂	8
3.3	Titaanidioksidin valmistusprosessi	10
3.3.1	Ilmeniitin liuottaminen rikkihappoon.....	10
3.3.2	Liuoksen pelkistys	10
3.3.3	Liuoksen puhdistus	10
3.3.4	Liuoksen väkevöinti ja Titaanin hydrolyyttinen saostus	11
3.3.5	Suodatukset ja pesut	11
3.3.6	Apuainelisäykset ja kalsinointi.....	11
3.3.7	Rakeiden jauhaminen	12
3.3.8	Dispergointi	12
3.3.9	Märkäjauhatus	13
3.3.10	Jälkikäsitteily	13
3.3.11	Käsittelypesu	13
3.3.12	Kuivaus	13
3.3.13	Suihkujauhatus	13
3.4	Jauhatus yksikköprosessina	14
3.4.1	Märkäjauhatus	16
3.4.2	Jauhatuksen energiankulutus	17
3.4.3	Hienojauhatus	19
3.4.4	Jauhatusmyllyt.....	20
3.4.5	Jauhettava aine.....	32
3.4.6	Jauhinkappaleet	32
3.5	Työssä tutkitut jauhinkappaleet	34
3.5.1	Zirkoniumhelmet	34
3.5.2	Lasihelmet	35
3.5.3	Jauhatushiekka (kvartsihiekkä)	36
4	ANALYYSIMENETELMÄT	37
4.1	TiO ₂ pigmentin hiukkaskoko	37
4.1.1	TSM-menetelmä (Turbidity Spectrum Method)	37
4.1.2	Malvern Mastersizer 2000.....	38
4.1.3	BECKMAN COULTER N5.....	38

4.2	TiO ₂ pigmentin kemiallinen koostumus	38
4.3	Tutkitut pigmentin ominaisuudet	39
5	KOKEELLINEN OSUUS	40
5.1	Aine- ja helmimäärät jauhatuksissa	40
5.1.1	Märkäjauhatuskokeissa tutkittu TiO ₂ - pohja	40
5.1.2	Titaanidioksidilietteen konsentraation (ns. sakeuden) mittaus.....	40
5.1.3	Ainemäärät märkäjauhatuskokeita varten	41
5.1.4	Jauhatushelmien lisäysmäärä.....	41
5.2	Koejärjestelyt	42
5.2.1	Jauhatuslaitteiston käyttöönotto ja käyttö jauhatuksissa	42
5.2.2	Esikokeet	44
5.2.3	Jauhatusparametrien määrittäminen	45
5.2.4	Märkäjauhatukset eri jauhinkappaleilla.....	47
6	TULOKSET	49
7	YHTEENVETO TULOXSISTA JA JOHTOPÄÄTÖKSET	53
7.1	Tulokset partikkelikoon (SFMps) mukaan	54
7.2	Tulokset aggregaattiluvun (Aggreg.) mukaan	55
7.3	Tulokset alisävyn (b*calc) mukaan	55
7.4	Tulokset SiO ₂ - ja ZrO ₂ -pitoisuuksien mukaan	56
8	JATKOTOIMENPITEET	57
	LÄHTEET	58
	LIITTEET	

1 JOHDANTO

Opinnäytetyön tarkoituksena oli uuden märkäjauhatusmenetelmän kehittäminen ja soveltaminen titaanidioksidin laboratorio-olosuhteissa tapahtuvaa märkäjauhatusta varten. Lisäksi pyrittiin selvittämään uutta menetelmää käyttäen pigmentin jauhatukseen sopivia jauhinkappaleyhdistelmiä, joissa vaihdeltiin eri kombinaatioin jauhinkappaleiden kokoa ja materiaalia.

Opinnäytetyössä määritettiin jauhatustavoitteet, jotka olivat partikkelikoko, aggregaattiluku ja alisävy.

Seuraavassa vaiheessa kehitettiin laboratoriomenetelmää märkäjauhatuksen tutkimiseen. Aluksi käytettiin standardi zirkoniumhelmiä ja etsittiin oikeat märkäjauhatusajat. Kun menetelmällä saatiin halutut hiukkaskokotulokset, aloitettiin tutkimukset eri jauhatusmateriaaleilla.

Märkäjauhetuista näytteistä määritettiin hiukkaskoko eri menetelmillä. Lisäksi tutkittiin jauhinkappaleiden kulumista määrittämällä TiO₂-pigmentin kemiallisen koostumuksen muuttuminen märkäjauhatuksessa.

Märkäjauhatustulosten arvioinnissa tärkeimpiä kriteerejä olivat TiO₂-pigmentin hiukkaskoko ja hiukkaskokojakauma sekä jauhinkappaleiden kuluminen. Myöhemmässä vaiheessa jauhinkappaleiden hinnalla on myös merkitystä sopivan jauhinkappaleen valinnassa.

Laboratoriovaiheen jälkeen tutkimuksia jatketaan koehalli- ja tehdaskokeilla laboratoriotulosten perusteella.

2 SACHTLEBEN PIGMENTS OY

Sachtleben Pigments Oy:n tehdas Porissa tuottaa titaanidioksidia, jota käytetään mm. kosmetiikassa, maaleissa, lakoissa sekä pakkauspainoväreissä.

Porin tehdas yhdistyi vuonna 2008 saksalaisen Sachtleben Chemie GmbH:n muodostaen saksalais-suomalaisen yhteisyrityksen. Yhteisyrityksen omistivat amerikkalainen Rockwood Holdings Inc. (61 %) ja Kemira Oyj (39 %). Vuonna 2010 yhteisyritykseen ostettiin Crenox, joka valmistaa myös TiO₂-pigmenttejä. Vuonna 2013 Rockwood Holdings Inc. osti Kemira Oyj:n osuuden yhteisyrityksestä.

Porin tehdas on 130 000 tonnin kapasiteetillaan yksi suurimmista sulfaattiprosessia käyttävistä tuotantolaitoksista. Lähes 95 % tuotannosta menee vientiin ympäri maailmaa. Tehdas sijaitsee logistisesti hyvällä paikalla, lähellä Porin satamaa. Sachtleben Pigments Oy:n tehdas työllistää Porissa noin 550 henkilöä. /1/

3 TEORIA

3.1 Titaanin esiintyminen luonnossa

Titaania esiintyy luonnossa vain kemiallisina yhdisteinä, joita se on muodostanut muiden alkuaineiden kanssa. Pigmentin valmistajan kannalta tärkeät luonnossa esiintyvät titaaniyhdisteet ovat ilmeniitti, rutiili ja anataasi.

Ilmeniitille ilmoitetaan tavallisesti kemiallinen kaava FeTiO_3 tai $\text{FeO}\cdot\text{TiO}_2$. Käytännössä eri paikkakunnilta saatavan ilmeniitin koostumus kuitenkin vaihtelee melko laajoissa rajoissa. Se sisältää aina jonkin verran erilaisia epäpuhtauksia ja siinä oleva rauta on osittain hapettunut hapetusluvultaan kolmenarvoiseksi ns. ferriraudaksi. Teoreettisen ilmeniitin FeTiO_3 :n titaanidioksidipitoisuus olisi 52,65 % TiO_2 . Pigmenttitehtaiden käyttämien ilmeniittirikasteiden titaanidioksidipitoisuus vaihtelee sunnilleen alueella 45 – 60 % TiO_2 .

Luonnossa esiintyvät rutiili ja anataasi ovat molemmat vaihtelevan puhdasta titaanidioksidia. Puhtaat rutiili ja anataasi ovat kemiallisesti täsmälleen samaa ainetta, mutta eroavat selvästi toisistaan fysikaalisten ominaisuuksien puolesta. Rutiilin ja anataasin kidehilojen rakenteet ovat erilaisia, samoin kidemuoto. Luonnon anataasi esiintyy tavallisesti lähes säännöllisinä oktaedreinä. Rutiili muodostaa kapeita prismamaisia kiteitä, usein kaksoiskiteitä. Tunnetaan myös kolmas kidemuoto brookiitti, mutta sillä ei ole kaupallista merkitystä. Rutiili- ja anataasiesiintymiä löytyy maapalolta huomattavasti niukemmin kuin ilmeniittiä. /2/

3.2 Titaanidioksidi, TiO_2

Titaanidioksidin kolme allotrooppista muotoa ovat rutiili, anataasi ja brookiitti. Rutiili on näistä stabiilein muoto. Anataasi ja brookiitti muuttuvat rutiiliksi, kun niitä kuumennetaan riittävän korkeaan lämpötilaan. Muunnoslämpötila on ratkaisevasti riippuvainen kiteiden puhtaustasosta. Rutiilin tetragonisessa kidehilassa titaani- ja happiatomit muodostavat tiiviimmän järjestelmän kuin anataasihilassa, joka myös on tetragoninen, muttei isomorfinen rutiilin kanssa.

Titaanidioksidi on stabiilein tunnetuista valkoisista jauheista, joilla on pigmenttiominaisuuksia. Sitä voidaan kaikissa normaaleissa käyttökohteissa pitää liukenemattomana happoihin, emäksiin ja muihin liuottimiin. Se ei myöskään reagoi muiden aineiden, kuten erilaisten ilmansaasteiden kanssa. Titaanidioksidi kuitenkin saadaan liukenemaan fluorivetyhappoon ja kuumaan väkevään rikkihappoon. On kuitenkin muistettava, että kaupallisten pigmenttien pinnoiteaineet käyttäytyvät toisin kuin pohjana oleva TiO_2 -kide.

Niukkaliukoisuudesta seuraa, että titaanidioksidi on myrkytöntä ja siinä suhteessa erittäin turvallinen aine. Se onkin syrjäyttänyt monia valkoisia myrkyllisiä jauheita, joita aikaisemmin käytettiin pigmentteinä. /2/

3.3 Titaanidioksidin valmistusprosessi

3.3.1 Ilmeniitin liuottaminen rikkihappoon

Valmistusprosessi alkaa ilmeniitin kuivauksella ja jauhatuksella. Hienoksi jauhettu ilmeniitti ja väkevä rikkihappo panostetaan suuriin reaktoreihin. Voimakkaasti eksoterminen reaktio käynnistetään nostamalla seoksen lämpötilaa tulistetun höyryn avulla. Pääkomponentit reagoivat keskenään seuraavasti:



Reaktion tuloksena syntyy kiinteä reaktiokakku. Tämä liuotetaan veden ja valmistusprosessin myöhemmistä vaiheista palautettujen happoliuosten seokseen. /12/

3.3.2 Liuoksen pelkistys

Osa ilmeniitin raudasta on 3-arvoisena. Jotta rauta myöhemmissä vaiheissa saataisiin peseytymään hyvin pois pigmentistä, pelkistetään se kokonaisuudessaan 2-arvoiseksi. Tämä tapahtuu rautaromun avulla:



Jotta pelkistystila säilyisi riittävän kauan valmistusprosessin seuraavissa vaiheissa, viedään pelkistys niin pitkälle, että pieni osa liuoksen 4-arvoisesta titaanista saadaan 3-arvoiseksi /12/:



3.3.3 Liuoksen puhdistus

Liukenematta jääneet kiintoaineet poistetaan selkeyttämällä suurissa säiliöissä. Ilmeniittijäännös suodatetaan ja pestään liukoisen titaanin talteenottamiseksi. Selkeytyk-

sen ylite joutuu kiteytysvaiheeseen, jossa liuos jäädytetään niin pitkälle, että huomattava osa liuoksen sisältämästä raudasta kiteytyy ferrosulfaattina ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$). /12/

3.3.4 Liuoksen väkevöinti ja Titaanin hydrolyyttinen saostus

Ferrosulfaattikiteiden poiston jälkeen liuos lämmitetään uudelleen ja väkevöidään tyhjiöhaidutuksella. Saatu väkevä liuos siirretään saostussäiliöihin, joissa titaani saostetaan oksihydraattina hydrolyysin avulla. Monet tuotteen laatuominaisuuksista määräytyvät jo tässä vaiheessa. /12/

3.3.5 Suodatukset ja pesut

Saostetusta lietteestä erotettu amorfinen titaanioksihydraatti joutuu kaksivaiheiseen pesuun. Koska ferrirauta pyrkii adsorboitumaan pigmenttiin, tehostetaan pesua pelkistävillä aineilla, jotka pelkistävät hapettuneen raudan takaisin ferromuotoon. Pelkistyksen avulla saadaan pigmentin valkoisuutta haittaavien raskasmetallien pitoisuudet hyvin pieniksi. /12/

3.3.6 Apuainelisäykset ja kalsinointi

Puhtaaksi pesty massa "valmennetaan" lisäämällä siihen erilaisia apuaineita, minkä jälkeen se ohjataan suuriin pyöriviin kalsinointiuuneihin. Kalsinointiuunissa muodostuu lopullinen pigmenttikide. Pääosa tuotannosta on rutiilityypistä titaanidioksidia, jonka keskimääräinen kidekoko vaihtelee valmistettavasta pigmenttilaadusta riippuen välillä 0,18 – 0,25 μm . Anataasikiteet ovat hieman pienempiä, noin 0,15 – 0,20 μm . /12/

3.3.7 Rakeiden jauhaminen

Kalsinoinnissa muodostuneet pigmenttirakeet hienonnetaan kuivajauhatuksella. Ana-taasikiteistä saadaan tässä vaiheessa valmiita tuotteita. Kuivajauhettu rutiili lietetään-veteen ja hienonnuksastetta parannetaan märkäjauhatuksella. Tällöin päästään lähes yksittäisten kiteiden tasolle. Primääriset kiteet ovat kovia eivätkä jauhaannu missään jauhatusvaiheessa. /12/

3.3.8 Dispergointi

Dispergointivaiheessa jauhemaisten aineiden partikkelit pyritään erottamaan toisistaan. Tapahtuva prosessi voidaan jakaa kolmeen eri vaiheeseen, jotka kuitenkin liittyvät kiinteästi toisiinsa: kostutus, osasten erottaminen toisistaan ja stabilointi.

Kostutusvaiheessa nestemäinen väliaine syrjäyttää ilman pigmentin pinnalta. Tämä tapahtuu sitä nopeammin, mitä matalampi on nesteen viskositeetti ja mitä pienempi on sen pintajännitys. Tapahtumaa voidaan edistää käyttämällä sopivia dispergointiaineita.

Agglomeraattien hajoaminen voi tapahtua kahdella eri tavalla: iskun vaikutuksesta tai hiertämällä. Erottumisen tapahtuessa iskun vaikutuksesta, on eduksi jos dispergoitavan seoksen viskositeetti on matala. Tilanne on päinvastainen, kun dispergointi tapahtuu hiertämällä. On tärkeää, että hiertäminen tapahtuu laminaarisesti, sillä turbulenttinen hierto saa aikaan sekoittumista, muttei agglomeraattien hajoamista.

Pigmenttiosaset pyrkivät erilaisten voimien vaikutuksesta takertumaan toisiinsa, flokkuloitumaan. Tätä voidaan estää lisäämällä dispersioon sideainetta tai pintaaktiivista ainetta, jotka absorboituvat pigmenttihiukkasten pinnalle ja estävät näiden pääsyn liian lähelle toisiaan. Stabiloitaessa liuotinohteisia systeemejä voidaan ns. pigmenttishokkia välttää lisäämällä sideainetta asteittain tehokkaasti sekoittaen. Pigmentin suhde sideaineeseen tulee pitää kullekin systeemille sopivissa rajoissa. /2/

3.3.9 Märkäjauhatus

Märkäjauhatuksen tarkoituksena on rikkoa TiO₂-lietteen pigmenttiagglomeraatit ja irrottaa yksittäiset kiteet toisistaan mahdollisimman täydellisesti huonontamatta kuitenkaan oleellisesti pigmentin kirkkautta. /16/

3.3.10 Jälkikäsittely

Jälkikäsittelyssä saostetaan veteen dispergoituneiden pigmenttikiteiden pinnalle erilaisia epäorgaanisia ja orgaanisia pinnoiteaineita. Tyypillisimpiä pinnoiteaineita ovat alumiini- ja piioksidihydraatit. Jälkikäsittely parantaa mm. pigmentin dispergoituvuusominaisuuksia, sään- ja valonkestävyyttä sekä vaikuttaa dispersioiden reologisiin ominaisuuksiin ja stabiilisuuteen. /12/

3.3.11 Käsittelypesu

Käsittelypesun tarkoituksena on pestä mahdollisimman täydellisesti käsitellystä pigmenttilietteestä pois veteen liukenevat liukoiset suolat, jotka pääasiassa ovat käsittelypanosten neutralointivaiheessa syntyneitä natriumsulfaattia, ja jotka pigmenttiin jäädessään aiheuttaisivat maalien sakkautumista tai muita haitallisia vaikutuksia. /18/

3.3.12 Kuivaus

Pigmenttilietteen kuivauksessa poistetaan lietteessä oleva vapaa vesi sekä kiteiden pinnoitteissa oleva kemiallisesti sidottu vesi eli hydraattivesi, jolloin samalla jälkikäsittelyssä aikaansaatu pinnoite kiinnittyy kiteiden ympärille. /18/

3.3.13 Suihkujauhatus

Suihkujauhatuksen tarkoituksena on hienontaa kuivauksessa muodostuneet pigmenttikokkareet tulistetun korkeapaineisen höyryn avulla suihkumyllyssä mahdollisimman täydellisesti jälleen yksittäisiksi kiteiksi. Tällöin kuitenkin samalla vältetään

”ylijauhamista”, minkä seurauksena pinnoite saattaa osittain rikkoutua, jolloin tuotteen pigmenttiominaisuudet huonontuvat. /18/

3.4 Jauhatus yksikköprosessina

Jauhatus on prosessiteollisuuden tärkeimpiä yksikköprosesseja. Se käsittelee suuria ainemääriä, palvelee monia erilaisia teollisuuden aloja ja edustaa erittäin suurta energiankulutusta. Jauhatusessa materiaali hienonnetaan käyttötarkoituksen edellyttämää raekokojakaumaa, puhtaaksijauhatusastetta tai ominaispinta-alaa vastaavaksi. Tarvittava hienous riippuu jauhettavan aineen rakenteesta, prosessimenetelmästä tai jauhamalla valmistettavan tuotteen raekoko- tai ominaispinta-alavaatimuksesta. /3, 4/

Materiaalin muuntamisella pienemmiksi partikkeleiksi voi olla monia syitä. Ensinnäkin, voi olla välttämätöntä jauhaa materiaali hyvin pieniksi partikkeleiksi kahden eri materiaalin erottamiseksi. Toiseksi, partikkelikoolla voi olla suuri vaikutus materiaalin ominaisuuksiin. Kemianteollisuudessa jauhatuksen tavoitteena on yleensä kasvattaa jauhettavan aineen pinta-alaa, sillä pienempien partikkelien kemiallinen reaktiivisuus on parempi kuin saman aineen suurempien partikkelien. Voidaankin todeta, että monissa reaktioissa, joissa on mukana kiinteitä partikkeleita, reaktion tehokkuus on suoraan suhteessa siihen, kuinka suuri pinta-ala on tekemisissä toisen fraasin kanssa. Partikkelikoolla on myös huomattavia vaikutuksia pigmenttien värjäys- ja peittoominaisuuksiin, jonka lisäksi kiinteiden aineiden sekoituksissa saadaan huomattavasti homogeenisempia seoksia käytettäessä pienempiä partikkeleita. /3, 11/

Murskaus- ja jauhatusprosessien mekaniikka on äärimmäisen monimutkaista, vaikkakin vuosien aikana on tehty monia tärkeitä analyyskejä kyseisten operaatioiden mekaniikan selvittämiseksi. Esimerkiksi, jos yksittäinen kokkare materiaalia altistetaan äkilliselle ja voimakkaalle iskulle, se yleensä rikkoontuu siten, että jäljellä on muutama suurempi kokkare, lukematon määrä pieniä partikkeleita ja näiden ääripäiden väliltä vain muutamia partikkeleita. Jos iskun energiaa kasvatetaan, suuret kappaleet ovat pienempiä ja niitä on enemmän, kun taas pienimpiä partikkeleita on huomattavasti enemmän, mutta niiden koko ei puolestaan muutu merkittävästi. Tästä voidaan vetää johtopäätös, että pienempien partikkelien koko on riippuvainen jauh-

tavan materiaalin sisäisistä rakenteista, kun taas suurempien partikkelien koko on enemmänkin riippuvainen menetelmästä, jolla jauhatusta tehdään. /11/

Jauhatusta suoritetaan harvoja poikkeuksia lukuun ottamatta rumpumaisissa myllyissä irtainten jauhinkappaleiden avulla, jotka rummun pyöriessä halutulla tasaisella kulmanopeudella saatetaan jauhatukseen sopivaan liiketilään. Jauhautuminen perustuu tällöin seuraaviin tekijöihin:

- iskuun – partikkelin rikkominen yksittäisellä kovalla voimalla
- puristukseen – partikkelin rikkominen kahdella kovalla voimalla
- hiertoon / hankaukseen – partikkelit hankautuvat toisiansa tai kovaa pintaa vasten
- murtumiseen – tapahtuu nesteen tai partikkelin vuorovaikutuksesta /3,11/

Jauhinkappaleina käytetään terästankoja, teräs- tai valurautakuulia, jauhinlieriöitä tai malmikappaleita, jolloin puhutaan autogeenijauhatuksesta. /3,4/

Jauhatuksessa jauhettavan materiaalin lopulliseen hienouteen vaikuttavia tekijöitä on monia ja ne ovat listattu alla:

- Syötteen tilavuusvirta – Suurella tilavuusvirralla syöte viipyy myllyssä vähemmän aikaa, jonka seurauksena jauhettavan materiaalin partikkelikoko ei pienene yhtä tehokkaasti.
- Jauhettavan materiaalin ominaisuudet – Mitä suuremmista partikkeleista syöte koostuu, sitä suuremmaksi myös saadun tuotteen partikkelit jäävät. Myös kovan materiaalin partikkelit jäävät suuremmiksi kuin pehmeämmän materiaalin.
- Jauhinkappaleiden massa – Raskas jauhinkappalepanos tuottavat hienoa jauhintuotetta. Jauhinkappalepanoksen massaa voidaan kasvattaa käyttämällä pienempiä kuulia tai suuremman tiheyden omaavia jauhinkappaleita.
- Jauhinkappaleina käytettyjen kuulien halkaisija – Pienet kuulat suoriutuvat hienon tuotteen jauhatuksesta, mutta syötteen sisältäessä suurempia partikke-

leita jauhatustehokkuus heikkenee. Tästä huolimatta taloudellisen jauhatuksen edellytyksenä on mahdollisimman pienten kuulien käyttäminen.

- Myllyn kaltevuus – Kasvattamalla myllyn kaltevuutta saadaan jauhatuksen kapasiteetti kasvatettua. Kapasiteetin kasvu johtuu retentioajan lyhenemisestä, josta johtuen saadun tuotteen karkeus kasvaa.
- Poistopuolen kapasiteetin lisääminen. Poistopuolen kapasiteetin lisäyksellä on sama vaikutus kuin kaltevuuden lisäämisellä.
- Myllyn oikea pyörimisnopeus – Liian matalilla nopeuksilla kuulat pyörivät lähes paikallaan, jonka seurauksena tapahtuu vain pientä jauhautumista. Liian suurilla nopeuksilla kuulat taas pysyvät myllyn kehällä, jolloin ei tapahdu mainittavasti jauhautumista.
- Syötteen määrä myllyssä tietyllä hetkellä – Energiankulutus vähenee pitämällä riittävän alhainen määrä syötettä myllyssä. Oikea materiaalin määrä myllyssä saadaan aikaiseksi suunnittelemalla riittävän tehokas poistopää myllyyn.

3.4.1 Märkäjauhatus

Materiaali voidaan jauhaa joko kuivana tai märkänä, useimmiten viimeksi mainitulla tavalla. Märkäjauhatuksella tarkoitetaan jauhatusta, jossa kiinteä aine on lietettynä nesteeseen. Pääasialliset syyt märkäjauhatuksen suorittamiselle ovat:

1. syöte on jo valmiiksi suspensiona,
2. jauhetun lopputuotteen halutaan olevan suspensiona,
3. syötteen tulee olla hienoksi jauhettua ja sillä on taipumus agglomeroitua,
4. syöte on myrkyllistä tai räjähtävää.

Märkäjauhatuksessa yhdistyvät kiinteiden partikkelien jauhaaminen rikkomalla agglomeraatteja ja dispergoimalla yksittäisiä hiukkasia. Joissakin laitteistoissa jauhaaminen voi olla pääasiallinen tarkoitus, kun toisissa laitteissa tarkoituksena voi olla agglomeraattien rikkominen. /13/

Märkäjauhatuksen etuina voidaan pitää seuraavia asioita:

- energiantarve on noin 20 – 30 % pienempi verrattuna kuivajauhatukseen,
- jauhatuksen kapasiteetti kasvaa,
- tuotteen siirtäminen helpottuu ja hienojakoisen aineksen määrä vähenee,
- pölyongelmaa ei esiinny,
- kiinteän aineksen käsittely on helpompaa. /3, 11/

Eduista huolimatta märkäjauhatuksessa on myös muutamia haittapuoliakin. Ensinnäkin, märkäjauhatuksessa jauhinkappaleilla on tapana kulua noin 20 % enemmän verrattuna kuivajauhatukseen. Lisäksi voi olla tarpeen kuivata jauhettu liete valmiin tuotteen saavuttamiseksi. /11/

3.4.2 Jauhatuksen energiankulutus

On mahdoton arvioida jauhatuksen tarkkaa energiankulutusta jauhettaessa tiettyä materiaalia, mutta erilaisia empiirisiä kaavoja on esitetty ongelman ratkaisemiseksi. Kaksi vanhempaa kaavaa ovat Rittingerin ja Kickin lait, joiden lisäksi on myöhemmin kehitetty Bondin laki. /11/

Rittingerin laki:

$$E = K_r f_c \left(\frac{1}{L_2} - \frac{1}{L_1} \right)$$

jossa

E	energian tarve, kWh/t
K_r	Rittingerin vakio
f_c	materiaalin puristuslujuus, -
L_2	materiaalin keskimääräinen koko lopussa, m
L_1	materiaalin keskimääräinen koko alussa, m

Rittingerin lain mukaan tarvittava energia on suoraan verrannollinen syntyneeseen pinta-alaan nähden. /10,11/

Kickin laki:

$$E = K_K f_c \ln \frac{L_1}{L_2}$$

jossa

E	energian tarve, kWh/t
K_K	Kickin vakio
f_c	materiaalin puristuslujuus, -
L_2	materiaalin keskimääräinen koko lopussa, m
L_1	materiaalin keskimääräinen koko alussa, m

Kickin lain mukaan tehty työ tietyn hienonnussuhteen saavuttamiseksi on sama riippumatta lähtötilanteen partikkelikoosta. Esimerkiksi malmin murskaus koosta 50 mm kokoon 25 mm vaatii yhtä paljon energiaa kuin murskaaminen koosta 12 mm kokoon 6 mm. /10,11/

Bondin laki:

$$E = E_i \sqrt{\frac{100}{L_2}} \left(1 - \frac{1}{q^{1/2}}\right)$$

jossa

E	energian tarve, kWh/t
E_i	Bondin työindeksi
L_2	materiaalin keskimääräinen koko lopussa, m
q	$\frac{L_1}{L_2}$

Bondin lain mukaan työhön käytetty energiamäärä on kääntäen verrannollinen partikkelikoon neliöjuureen. /10/

Rittingerin laki soveltuu pääasiassa hienojauhatuksen energiankulutuksen laskemiseen, kun puolestaan Kickin lakia sovelletaan lähinnä karkeassa murskauksessa. Bondin laki soveltuu hieman karkeampaan jauhatukseen. /11/

Hukki puolestaan esittää, että myllyn kokonaistehonkäyttö P_T (total power) muodostuu tyhjäkäyntitehon P_i (idling power) ja jauhinkuorman liikuttamiseen tarvittavan tehon P_t (tumbling power) summasta. Tietylle myllylle on P_i tietyllä nopeudella analysoitaessa aina sama. P_t puolestaan on verrannollinen myllyn kapasiteettiin. Kapasiteetin lisääntyessä esim. jauhinkappalekuorman muutoksen johdosta on näin ollen korvattava vastaavalla tehonkäytön lisäyksellä. /4/

Owens tutki aikansa sitä, miten energia käytännössä kuluu murskauksia ja jauha-
tuksia suoritettaessa. Lopputulos oli se, että energia kuluu seuraaviin asioihin:

- kimmoisan rakennemuodon muodostuminen ennen rakenteen rikkoutumista
- joustamattoman rakenteen muodostuminen, jonka seurauksena tapahtuu murskautuminen / jauhautuminen
- prosessissa käytetyn laitteiston kuluminen
- partikkelien keskinäinen ja partikkelien ja laitteiston välinen kitka
- syntyvä ääni, lämpö ja värinä
- laitteiston sisäiset kitkat

Owens myös arvio, että vain noin 10 % kokonaisenergiasta kuluu varsinaiseen jauha-
tustyöhön. /11/

3.4.3 Hienojauhatuus

Jauhatuus voidaan jakaa karkea- ja hienojauhatukseen. Mitään tarkkaa rajaa näiden välillä ei ole olemassa, vaan asia on suhteellinen. Voidaan ajatella, että tanko- ja loh-
karejauhatuus on aina karkeaa jauhatusta ja jauhettaessa alle 200 meshin (75 μm) hie-
nouteen ollaan tekemisissä hienojauhatuksen kanssa. /3/

Hienojauhatuus voidaan toteuttaa hierrejauhatuksena myllyissä, joissa jauhinkuormal-
la on mahdollisuus liukua myllyn vuoraukseen nähden. Myllyn ja jauhinkuorman
liikesuunta on sama, mutta vuorauksen nopeus on suurempi kuin sitä vastaan nojaa-
van uloimman kerroksen nopeus. Jauhinkappalekuormaa ikään kuin ”vedetään” vuo-
raukseen nähden. Tällöin muodostuu vuorauksen ja kuorman väliin hierrevyöhyke,

jonka jauhatuskapasiteetti riippuu olennaisesti vyöhykkeessä vaikuttavasta nopeuserosta. /4/

Karkeajauhatuksessa käytetään suurempia jauhinkappaleita kuin hienojauhatuksessa, sillä pienet kappaleet eivät pysty murskaamaan karkeaa materiaalia. Sen sijaan jauhettaessa hienoa syötettä vielä hienommaksi, tarvitaan paljon hiertopintaa, jota on pienissä kuulissa enemmän kuin suurissa. Kun pieniä kuulia mahtuu panokseen enemmän kuin suuria, on myös osumistodennäköisyys rakeisiin suurempi. /3/

3.4.4 Jauhatusmyllyt

Myllyjä on erilaisia, mutta tärkeimmät niiden toimintaan ja kapasiteettiin vaikuttavat tekijät ovat myllyn koon lisäksi:

- myllyn nopeus
- myllyn täyttöaste eli jauhinkappalepanoksen määrä
- jauhettava aine eli sen ominaispaino ja jauhautuvuus
- jauhinkappaleet
- myllyn rakenne

Erilaisia myllyjä on paljon, mutta ne voidaan jakaa seuraaviin ryhmiin:

- kuulamyllyt
- tankomyllyt
- lohkar- ja palamyllyt
- kaskadimyllyt
- Aerofall-myllyt
- erikoismyllyt
 - tärymyllyt
 - rullamyllyt
 - helmimyllyt
 - iskumyllyt
 - suihkumyllyt
 - muut hienonnutmenetelmät

Viisi ensimmäistä ryhmää käsittää rumpumaisia, pyöriviä myllyjä, mutta viimeiseen kuuluu suuri joukko toisistaan huomattavastikin poikkeavia laitteita. /3/

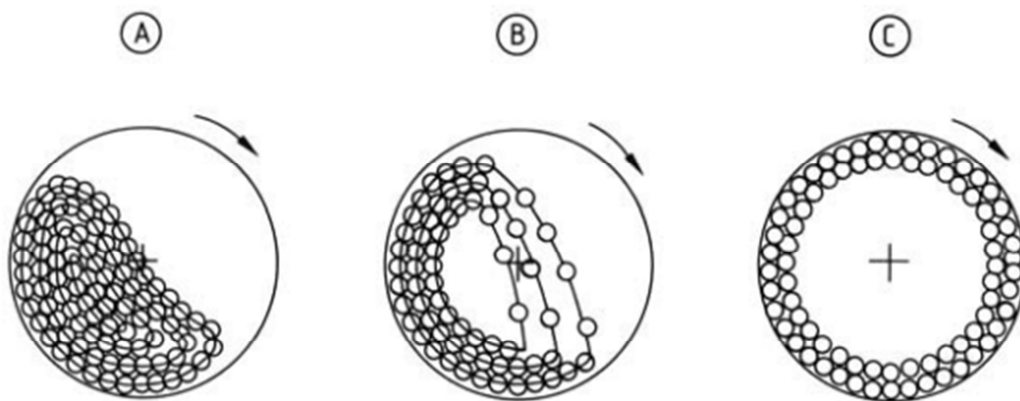
Opinnäytetyön teoriaosuudessa käsitellään yleisimmät ja muuten työhön liittyvät (pigmentin jauhatuksessa käytetyt) myllytyypit.

1. Kuulamyly

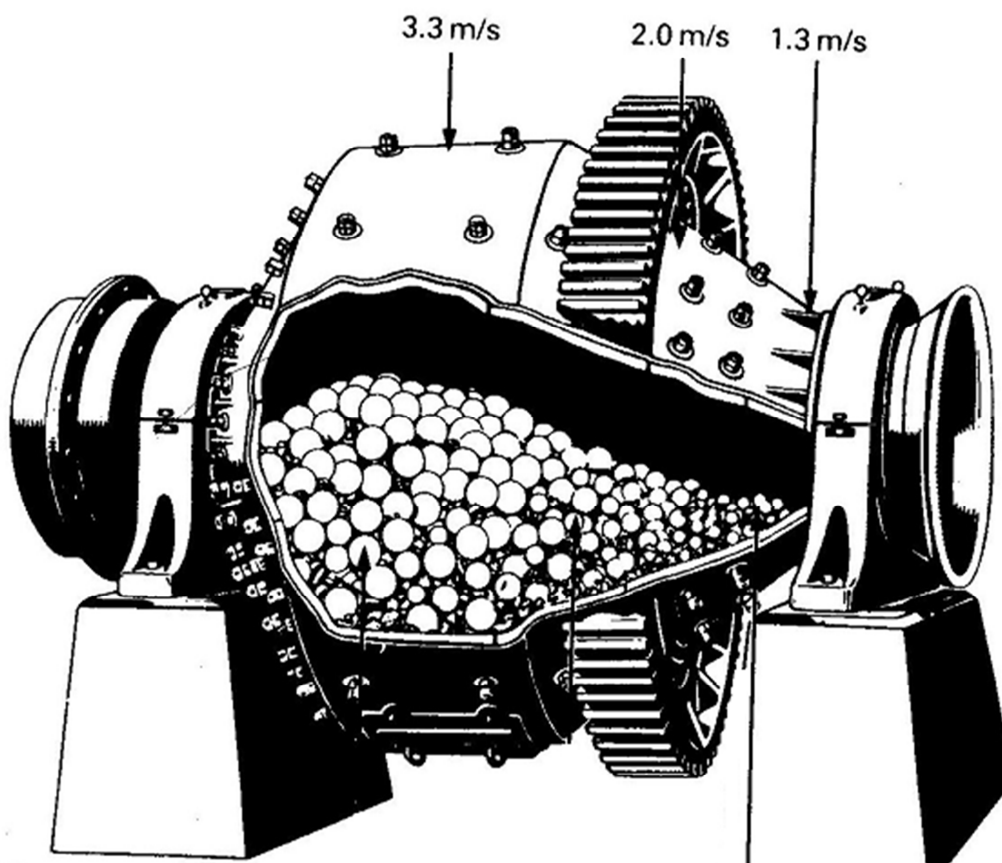
Yksinkertaisimmillaan kuulamyly koostuu oman vaaka-akselinsa ympäri pyörivästä ontosta sylinteristä, joka on yleensä täytettynä jauhinkuulilla. Kuulamylyn muodolle tai koolle ei näytä olevan varsinaisia rajoituksia. Myllyn pituus ja läpimitta voivat olla yhtä suuret, mutta myly voi myös olla 2 tai 2,5 kertaa läpimittansa pituinen. Kuulamyly voi olla joko ylite- tai arinamyly, joista edellinen on yleisempi. Kuulamylyn sylinterin sisäpinta on yleensä vuorattu hankauksen kestäväällä materiaalilla, kuten mangaaniteräksellä, keraamisella materiaalilla tai kumilla. Jauhatustapahtuma on kuulamylyssä sekä isku- että hiertojauhatusta kuulien käsitellessä jauhettavaa materiaalia kuulamassan välissä ja vuorausta vasten. Kuulamylyä käytetään monien eri materiaalien, kuten hiilen, pigmenttien ja maa-aineksien jauhamiseen. Kuulamylyllä onnistuu jopa 50 mm kokoisen syötteen jauhaminen. Kuulamylyn kuulakoko riippuu oleellisesti syötteen karkeudesta ja tuotteen hienoudesta. Alla on listattu kuulamylyn etuja:

- kuulamylyä voidaan käyttää sekä kuiva- että märkäjauhatukseen, joskin märkäjauhetun tuotteen poistaminen myllystä on helpompaa kuin kuivajauhetun,
- sillä voidaan jauhaa räjähtävää materiaalia,
- jauhatuksessa käytetyt jauhinkappaleet ovat edullisia,
- kaiken kovuisten materiaalien jauhaminen on mahdollista,
- kyseisellä myllytyypillä onnistuu sekä panos- että jatkuvatoiminen jauhatus.

/3, 4, 11, 13/



Kuva 1. Kuulamylyssä tapahtuva jauhinkappaleiden liike voi olla a) kaskadimaista ~ vyörymistä; b) tippumismaista; c) keskipakoista /13



Kuva 2. Lämpileikkauskuvat kuulamylystä. Merkityt nopeudet ovat kehänopeuksia ja arvot ovat vain esimerkkeinä kehänopeuksien suhteista. /11/

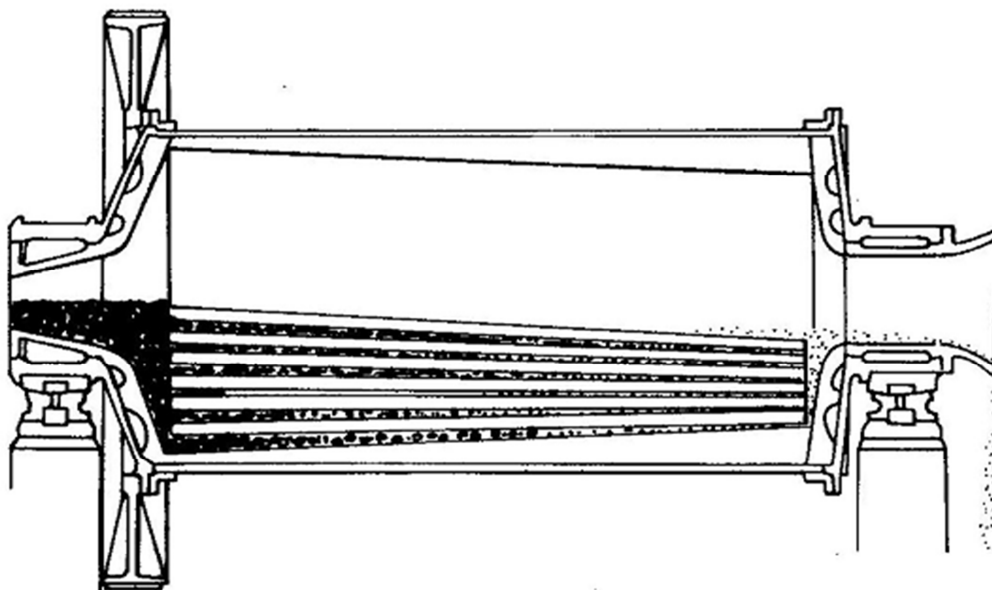
2. Tankomylly

Tankomyllyissä jauhatustyön tekee korkean hiilipitoisuuden omaavat rautatangot, joiden halkaisija on noin 50 mm ja ne ovat koko myllyn pituisia. Tankomyllyt tuottavat tasalaatuista hienoa jauhintuotetta ja myllyjen energiankulutus on alhainen. Kyseiset myllyt eivät tosin sovellu kovin kovan materiaalin jauhamiseen ja syötteen raekoon tulee olla alle 25 mm. Tankomyllyt soveltuvat hyvin tahmean syötteen jauhamiseen, joka ei onnistu kuulamyllyjen kuulien yhteen tarttumisen takia. Käytettyjen tankojen massa on riittävän suuri estääkseen niiden tarttumisen yhteen jauhettaessa tahmeaa syötettä. Kuluneet tangot tulee vaihtaa tietyn väliajoin uusin, jotka ovat halvempia kuin jauhinkuulat. 11/

Jauhatustangot hienontavat syötettä seuraavilla viidellä tavalla:

- putoavat tangot murskaavat syötettä sekä myllyn vuorausta että alhaalla olevia tankoja vasten.
- vuorauksen kohopalkit murskaavat syötettä tankoja vasten
- syöte murskautuu joutuessaan tankojen muodostamien liikkuvien ”saksien” väliin
- kun tangot nousevat ylöspäin, ne pyörivät ja valssimurskaimen tapaan hienontavat syötettä
- tankojen ”lipsahtelu” hienontaa syötettä

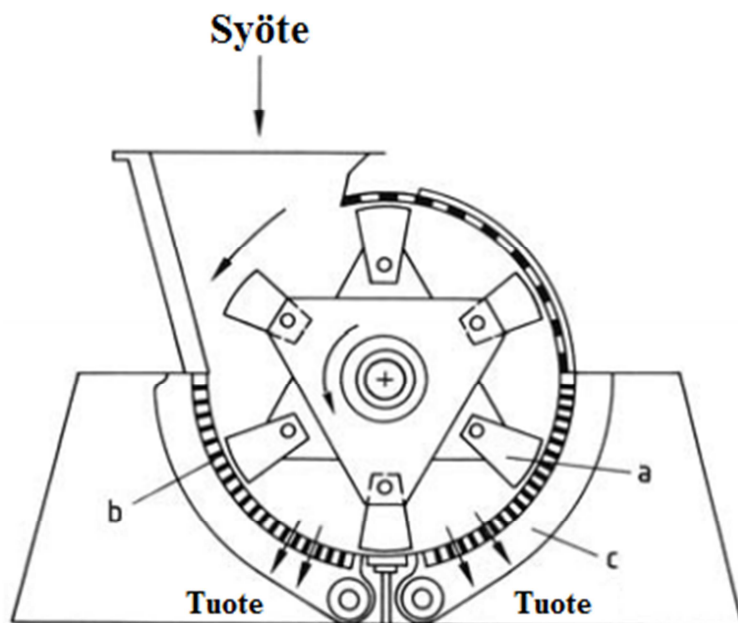
Tankomyllyn kapasiteetti on suuri sen kokoon nähden, mutta sille on ominaista myös nopea jauhatustehon loppuminen maksimikapasiteetin tultua ylitetyksi. Tällöin mylly muuttuu kuljettimeksi ja liete syöksyy nopeasti myllystä ulos. Tankomyllyn nopeus on keskimäärin 75 – 90 % kriittisestä nopeudesta, mutta sitä käytetään joskus hyvinkin alhaisella nopeudella, jopa alle 60 % kriittisestä. Myllyn kriittiseksi nopeudeksi sanotaan sitä kierroslukua, jolla myllyn sisäkehään nojaava liukumaton kappale, esim. kuula / tanko ei enää irtoa kehältä myllyn pyöriessä. /3/



Kuva 3. Tankomylly. /3/

3. Vasaramylly

Vasaramylly on iskumylly, jonka toiminta perustuu nopeasti pyörivään kiekkoon, johon on liitetty useita vasaratankoja, jotka heiluvat ulospäin keskipakoisvoiman vaikutuksesta. Jauhettava materiaali syötetään myllyyn joko yläosasta tai myllyn keskiosasta. Keskipakoisvoiman ansiosta materiaali sinkoutuu myllyn reunoille, jossa se jauhautuu joko vasaratankojen väleissä tai myllyn ulkokehälle asennettuja murskauslevyjä vasten. Materiaali jauhautuu niin pitkään, kunnes se on tarpeeksi hienojakoista läpäistäkseen rungon alaosassa sijaitsevan seulan. Vasaratangot ovat saranoidut, jonka ansiosta kovakaan materiaali ei aiheuta vahinkoa itse myllylle, jonka lisäksi vasaratangot on helppo vaihtaa, kun ne ovat liian kuluneet. Vasaramylly soveltuu kovan materiaalin jauhamiseen, jonka takia laakereissa tulisi olla paineistettua voiteluainetta, joka estää jauhatuksessa syntyvien pienhiukkasten tunkeutumisen laakereihin. Syntyvän tuotteen hiukkaskoko voidaan säätää seulakoon ja pyörimisnopeutta muuttamalla.



Kuva 4. Läpileikkaus vasaramyllystä. Mylly koostuu saranoidusta vasaratangoista (a), seulasta (b) ja seulan tuennasta. /11/

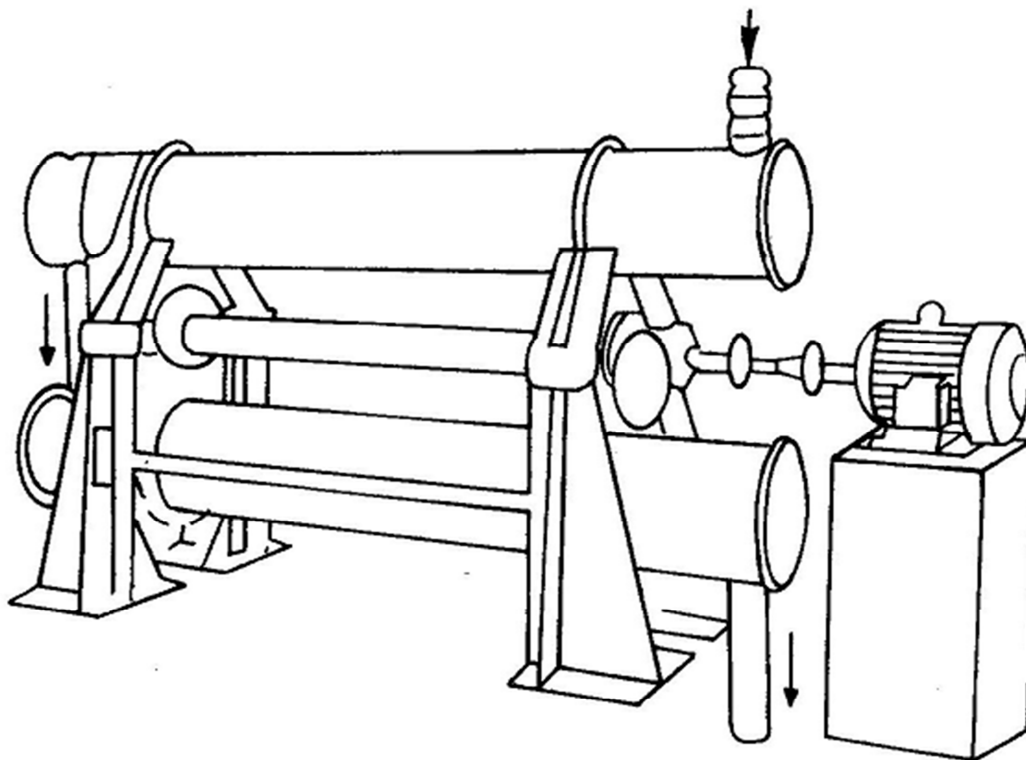
4. Tärymylly

Tärymyllyjen toiminta perustuu siihen, että samassa tilassa olevat jauhinkappaleet ja jauhettava materiaali saatetaan nopeaan värähdysliikkeeseen, jolloin jauhettava materiaali hiertyy hienoksi. Värähdysfrekvenssi on 1000 – 3000 iskua/min.

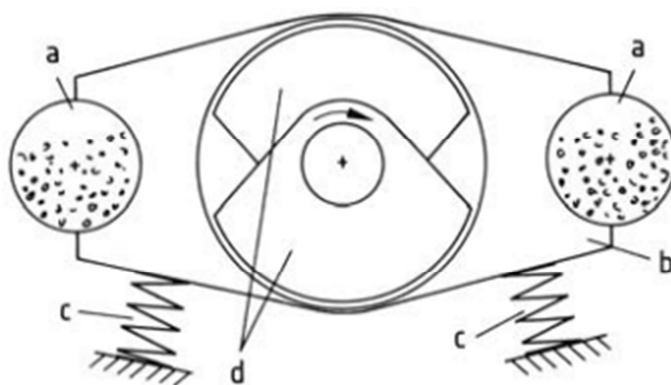
Tärymylly voi olla joko kahdesta tai useammasta vaakasuorasta sylinteristä tehty. Kone on kiinnitetty alustansa jousien tai kumityynyjen avulla. Tavallinen oikosulkumoottori pyörittää akselia, jolle asennetut epäkeskot painot saattavat myllyn jauhatuskammiot värähdysliikkeeseen. Jauhatussylinterit voidaan asentaa joko päällekkäin tai vierekkäin.

Tärymyllyn täyttöaste on korkea verrattuna tavalliseen myllyyn (usein yli 70 %), jonka ansiosta pienemmällä myllyllä saadaan tuotettua sama määrä jauhettua materiaalia kuin normaalilla myllyllä (esim. kuula- tai tankomylly), tai samankokoisella tärymyllyllä saadaan tuotettua huomattavasti suurempi määrä jauhettua tuotetta verrattuna tavanomaiseen myllyyn. Tärymyllyä käytettäessä tulee myllyn sisältää niin

paljon jauhattavaa syötettä, että jauhinkappaleiden välit ovat täynnä sekä jauhattavaa materiaalia että kuluneita jauhinkappaleita. Myllyn toiminta voi olla panostoimista tai jatkuvaa ja sillä voidaan jauhaa joko kuivana tai märkänä. /3, 11/



Kuva 4. Tärymylly Palla 35 U.



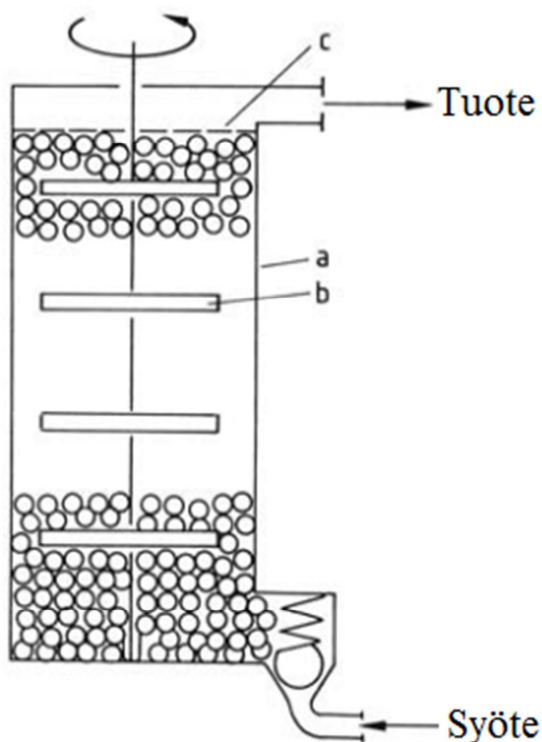
Kuva 5. Kaavio tärymyllyn toiminnan kannalta tärkeistä osista. a) jauhatussylinteri; b) runko; c) jousi; d) epätasapainon aiheuttava osa /13/

Tyypillisen tärymyllyn toiminta lyhyesti: Jauhatussylinterit (a) täytetään 65 – 80 % täyttöasteella jauhinkappaleilla ja jauhettavalla materiaalilla. Sylinterit ovat kiinni rungossa (b), jota tuetaan jousten avulla (c). Rungon lähes ympyrämäisen liikkeen saa aikaan epäkeskon painon pyörintä (d). /13/ Rungon liikkeen ansiosta jauhinkappaleet ja jauhettava materiaali liikkuvat edestakaisin sylintereissä.

5. Helmimylly (hiekkamylly)

Helmimyllyllä saavutetaan hienojauhatusta sekoittamalla jatkuvasti jauhinkappaleita pyörivillä tangoilla, jotka tässä tapauksessa toimivat sekoitinlapoina. Korkeasta tiheydestä johtuen käytetään yleensä zirkoniumista valmistettuja jauhinkappaleita. Syöttöliete kulkee jauhinkappalepatjan läpi sekoitusastian yläosaan asti, jossa hienon jauhatustuote poistuu ylitteenä. Erittäin hieno jauhatustulos voidaan saavuttaa verrattain pienellä energian käytöllä. Helmimyllyllä suoritettava jauhatusta tapahtuu yleisimmin märkäjauhatuksena. /11, 13/

Tapauksissa, joissa jauhettavan tuotteen joukkoon ei haluta jauhinkappalemateriaalia, suoritetaan autogeeninen jauhatusta, jossa saman (jauhettavan) materiaalin suurempia kappaleita käytetään hienonnustyöhön. /11/



Kuva 6. Helmimyllyn rakenne: a) sylinterimäinen jauhatustastia; b) sekoitinelin; c) seula /13/

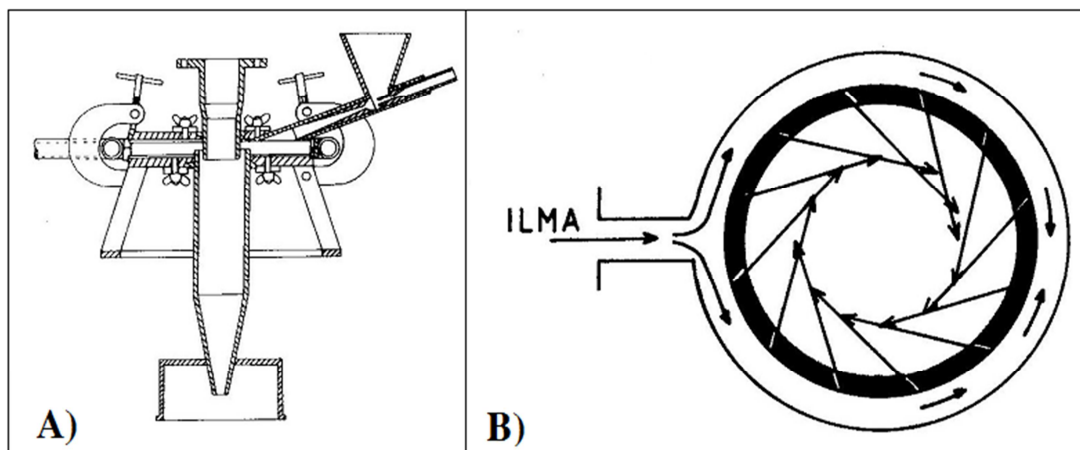
Helmimylly koostuu pystysuuntaisesta jauhatustasiasta, joka täytetään noin 80 % täyttöasteelle lasihelmillä, teräskuulilla tai keraamisilla jauhinkappaleilla, joiden koko vaihtelee muutamista millin kymmenesosista jokusiin milleihin. Sekoittimen akseli kulkee sylinterin suuntaisesti ja siinä on rei'itettyjä kiekkoja, renkaita tai tappeja. Sekoitinelin (b) pyörii kehänopeudella 4 – 20 m/s. Syöttöliete pakotetaan myllyn läpi pumpun avulla. Seula (c) pitää jauhinkappaleet myllyssä ja päästää jauhetun tuotteen pois myllyn yläosassa. Helmimyllyn avulla voidaan saavuttaa alle 2 μm :n partikkelikoko. Helmimyllyä käytetään yleisesti maali- ja lakkateollisuudessa, paperiteollisuuden pinnoitteiden valmistuksessa, keraamisten materiaalien valmistuksessa, suklaan tuotannossa ja biotekniikassa biosolujen rikkomiseen. Helmimyllyn tilavuus voi olla jopa 1 m³. /13/

6. Suihkumyllyt

Suihkujauhatuksessa syötteen partikkelit saatetaan korkeisiin nopeuksiin (500 – 1200 m/s) käyttäen tarkoitukseen sopivaa väliainetta (ilma, kaasu tai höyry). Kun korkean paineen alainen kaasu päästetään laajenemaan rajoitetussa tilassa, se saa suuren nopeuden ja kuljettaa partikkelit mukanaan. Jauhautuminen perustuu tällöin partikkeli- en välisiin törmäyksiin ja partikkeli- en törmäyksiin myllyn seinämiä vasten. Suihkumyllyt toimivat aina suljetussa kierrossa, eikä myllyissä ole liikkuvia osia. /3, 13/

- Kiekkosuihkumylly

Jauhettava tavara syötetään ilmainjektorin avulla matalan sylinterin muotoiseen jauhatuskammioon, jonka pohja aukeaa syklonimaiseksi tilaksi. Jauhettu materiaali poistetaan syklonin alitteena ja ilma ylitteenä. Ilman nopeus n. 100 m/s ja paine 5-25 bar. Jauhatushienous on 1 – 10 μm ja kapasiteetti 0,25 – 2000 kg/h myllyn koosta riippuen /3/



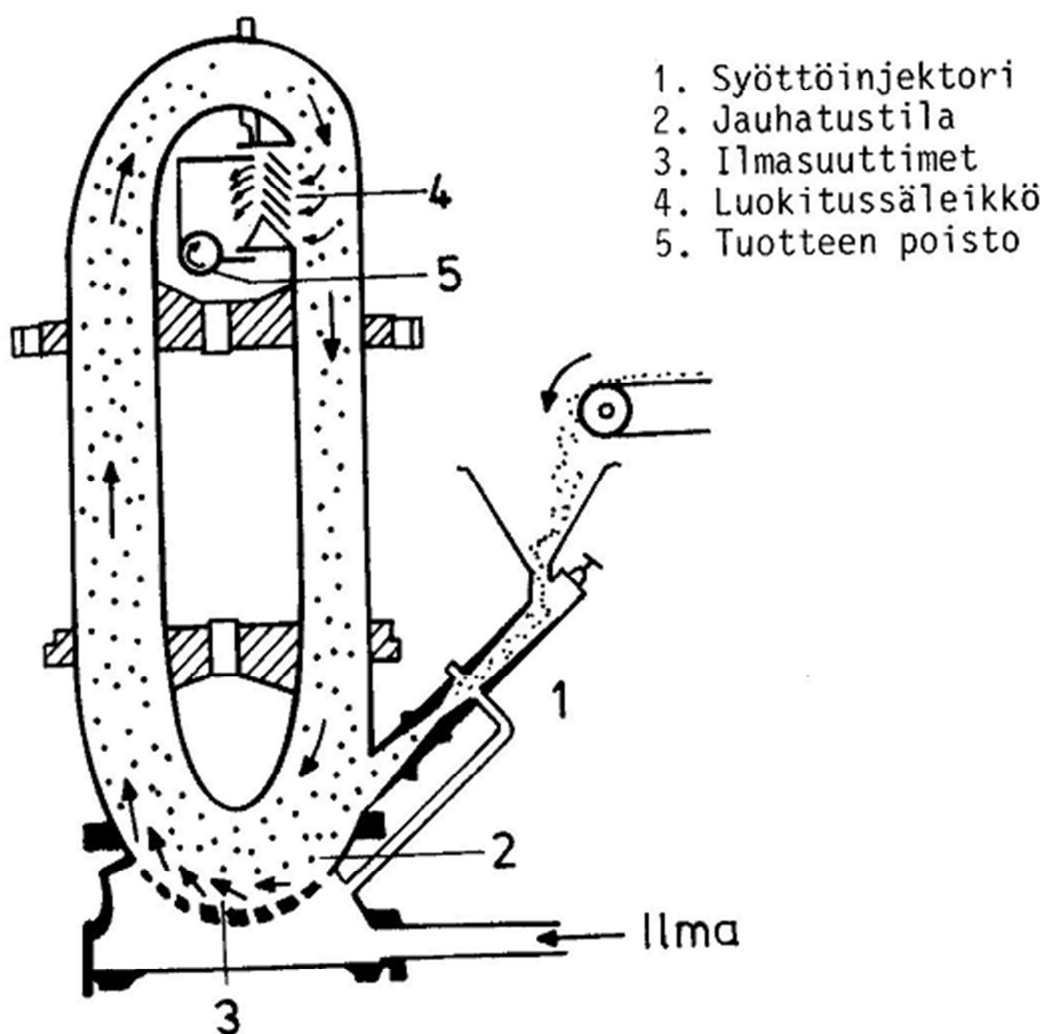
Kuva 7. Kuvassa A on esitetty kiekkosuihkumyllyn rakenne ja kuvassa B sen toimintaperiaate. /3/

Kuvasta B voidaan todeta, että varsinainen jauhinkaasu syötetään syöttökohdan vastakkaiselta puolelta. Tämä kaasu kiertää jauhintilan ympärillä olevassa kaasukanavassa ja purkautuu sieltä tarkoin suunnattujen aukkojen kautta jauhinkammioon. Siellä suihkut leikkaavat toisiaan suhteellisen kapealla, rengasmaisella jauhatusvyöhykkeellä. /3/

- Kiertoputki-suihkumylly

Kiertoputki-suihkumylly on kuvan 8 mukainen pystyasennossa oleva suljettu 25 – 200 mm:n läpimittainen putki, jonka alaosaan jauhattava aine syötetään ilmainjektion avulla. Lisäilmaa johdetaan erillisen suutinrivin läpi jauhattavan aineen joukkoon, jonka ilma mukaansa ja kuljettaa sitä putkessa, kunnes se valmiiksi jauhattuna poistuu myllyn yläosassa olevan luokitussäleikön läpi.

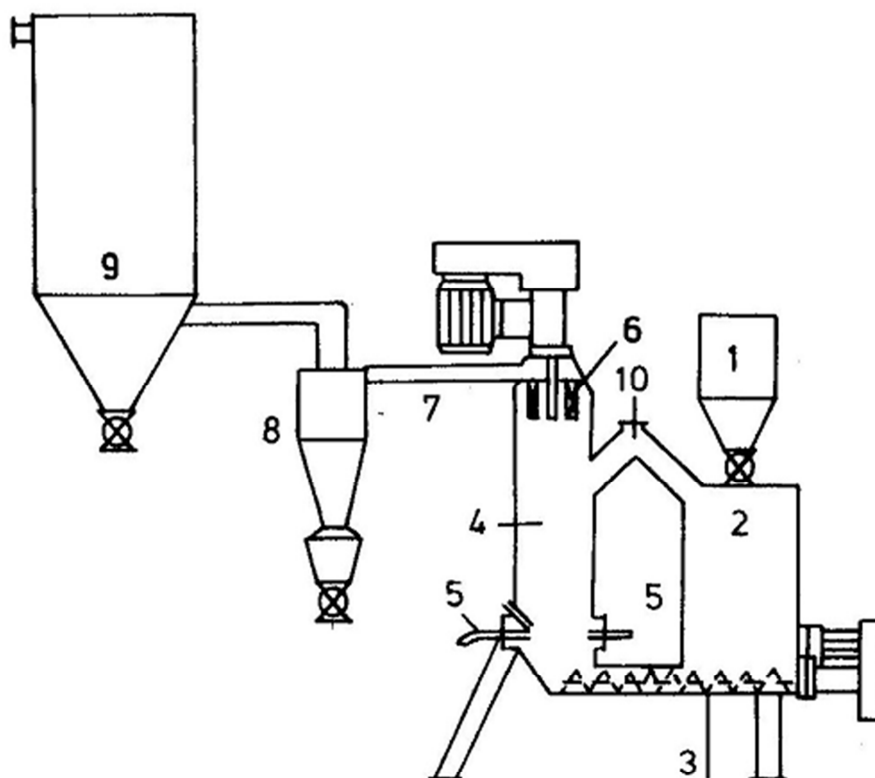
Kyseiset myllyt tarvitsevat myllyjen kokoon nähden hyvin suuret tilat apulaitteita, kuten ilmakompressoreja, höyrystimiä ja pölynerotuslaitteita varten.



Kuva 8. Kiertoputki-suihkumylly /3/

- Leijukerrossuihkumylly

Leijukerrossuihkumyllylle on tyypillistä, että jauhattava aine syötetään ruuvilla jauhatustilan alaosaan. Sinne johdetaan paineilma tai höyry vähintään kolmen, jauhatustilan ympärille sijoitetun suuttimen kautta. Ilma muodostaa tilan alaosaan leijukeroksen. Ilmasuihkujen törmäyskohdassa rakeet törmäävät vastakkain ja hienontuvat. Ylöspäin pyrkivä ilma vie raemassan luokittimeen, jossa karkea aines kiertyy jauhatustilan seiniä myöten sen alaosaan. Hieno jae erotetaan ilmasta syklonilla ja usein myös letku- tai vastaavalla suodattimella. Kyseisen tyyppisiä myllyjä valmistetaan useita eri kokoja. /3/



1. Syöttösuppilo, 2. Välisäiliö, 3. Syöttöruuvi,
4. Jauhatustila, 5. Paineilman suuttimet, 6. Luokitin,
7. Hienon tuotteen poisto, 8. Syklonierotin, 9. Suodatin
10. Paineen tasausputki

Kuva 9. Leijukerrossuihkumyllyn rakenne.

3.4.5 Jauhettava aine

Jauhettavan aineen tärkeimmät ominaisuudet itse jauhatuksen kannalta ovat sen ominaispaino ja jauhautuvuus. Mylly jauhaa jauhinkappaleiden välisessä sekä niiden ja myllyn vuorauksen välisessä tilassa. Mitä raskaampi materiaali on, sitä enemmän sitä mahtuu mainittuihin tyhjiin tiloihin jauhettavaksi. Jokainen aine vastustaa jauhautumista rakenteensa ja lujuutensa mukaisesti. Esimerkiksi kalkkikivi ja talkki ovat helppompia jauhaa kuin kvartsiitti tai amfiboliitti. Aineilla sanotaan olevan erilaiset jauhautuvuudet. /3/

3.4.6 Jauhinkappaleet

Jauhatustyö tehdään myllyssä jauhinkappaleiden avulla. Mitä karkeampaa ja kovempaa syöte on, sitä painavampia tulee jauhinkappaleiden olla, jotta ne suoriutuisivat tehtävästään. Raskaasta materiaalista tehty jauhinkappale on siten tehokkaampi kuin kevyestä valmistettu edellytettynä, että se on riittävän kestävä. Usein puhutaan jauhinkappaleen ns. tehollisesta ominaispainosta, jolla tarkoitetaan jauhinkappaleen ja sitä ympäröivän lietteen ominaispainojen erotusta. /3/

Edelliseen tilanteeseen liittyen R. T. Hukki antaa hyvän esimerkin:

On helposti ymmärrettävissä, että sellaiset kvartsikappaleet, joiden $\rho = 2,65 \text{ g/cm}^3$, eivät jauha ollessaan kauttaaltaan sellaisen lietteen ympäröimänä, jonka ominaispaino on yhtä suuri tai suurempi; viimeksi mainitussa tapauksessa ne kelluvat lietteen pinnalla. /4/

Työssä huomattiin edellä mainittu seikka, kun käytössä oli sakeudeltaan 800 g/l liete ja lasihelmet. Jauhatustulokset jäivät melko heikoiksi ja jauhatusta ei muutenkaan saatu kunnolla toimimaan kyseisessä tapauksessa. Kyseessä oli luutavasti edellä mainittu tilanne, jossa jauhettavan lietteen ja jauhinkappaleiden välinen tiheysero on liian pieni.

Yleisesti jauhinkappaleet voidaan luokitella seuraaviin kolmeen luokkaan valmistusmateriaalien mukaan:

- Lasi
 - natronkalkki
 - matalan emäspitoisuuden omaavat aineet
 - borosilikaatti
 - lyijypitoiset aineet
 - ZrO₂:a tai BaO:a sisältävä lasi
- Keraamiset aineet
 - Oksideja sisältävät keraamiset jauhinkappaleet
 - Alumiinioksidi, Al₂O₃
 - Zirkoniumoksidi, ZrO₂
 - Zirkoniumsilikaatti, ZrSiO₄
 - Posliini, kaoliini, vuolukivi
 - Titaanioksidi, TiO₂
 - Oksideja sisältämättömät keraamiset jauhinkappaleet
 - Piinitraatti, Si₃N₄
 - Piikarbidit, SiC
- Metalliset jauhinkappaleet
 - Teräs
 - Rauta

Lisäksi jauhinkappaleiden eri ominaisuudet vaikuttavat jauhatuksen seuraavasti:

- Ominaispaino; jauhatustehokkuus
- Irtotiheys; täyttöaste, materiaalikustannukset
- Lujuus; jauhinkappaleiden kulumisnopeus ja kestävyys (esim. helmien rikkoutuminen)
- Kimmokerroin; jauhinkappaleiden kulumisnopeus ja jauhatustehokkuus
- Rakennelujuus; jauhinkappaleiden kulumisnopeus ja kestävyys (esim. helmien rikkoutuminen)
- Kovuus; jauhinkappaleiden kulumisnopeus ja jauhatustehokkuus
- Kemiallinen kestävyys; jauhinkappaleiden kulumisnopeus ja jauhatustehokkuus /14

3.5 Työssä tutkitut jauhinkappaleet

3.5.1 Zirkoniumhelmet

Jauhatuksissa tutkittujen zirkoniumhelmien koot vaihtelivat välillä 0,25 – 0,8 mm. Helmien koostumus oli valmistajalta saatujen tietojen mukaan seuraava: 68 % ZrO_2 , 30 % SiO_2 ja muita aineita 2 %. Kovuudeltaan helmet olivat Moshin kovuusasteikolla mitattuna 7 (asteikko 1 – 10) ja helmien tiheys $3,8 \text{ g/cm}^3$. Alla on työssä tutkitut Zr-helmet listattuna:

- 0,3 – 0,4 mm
- 0,4 – 0,6 mm = standardi koko
- 0,6 – 0,8 mm
- 0,25 – 0,425 mm
- 0,3 – 0,7 mm



Kuva 10. Suurennettu kuva työssä tutkituista zirkoniumhelmistä. Helmikoko 0,4 – 0,6 mm

3.5.2 Lasihelmet

Työssä tutkitut lasihelmet saatiin Oulun yliopistolta. Kemiallisen analyysin perusteella helmet sisälsivät 60 % SiO_2 :sta ja loput 40 % oli muita aineita (Al_2O_3 , K_2O , ZnO). Helmien kooksi saatiin valomikroskoopilla suoritetuissa mittauksissa noin 0,4 mm.



Kuva 11. Työssä tutkittuja lasihelmiä kooltaan 0,4 mm. Kuva on suurennus.

3.5.3 Jauhatushiekkä (kvartsihiekkä)

Jauhatushiekkä on luonnosta saatavaa kvartsihiekkää, josta kemiallisen analyysin perusteella yli 99 % on piioksidia, SiO_2 :sta. Hiekan tiheys on $2,6 \text{ g/cm}^3$ ja työssä tutkitun hiekan hiukkaskoko vaihteli valomikroskoopilla suoritettujen mittausten mukaan välillä 0,5 – 1,4 mm.



Kuva 12. Työssä tutkittua jauhatushiekkää. Kuva on suurennus.

4 ANALYYSIMENETELMÄT

4.1 TiO₂ pigmentin hiukkaskoko

Erilaisia hiukkaskoon määrittämenetelmiä on lukuisia. Sachtleben Pigments Oy:ssä on käytössä sekä kaupallisia että itse kehitettyjä menetelmiä.

4.1.1 TSM-menetelmä (Turbidity Spectrum Method)

Pienemmät pigmenttihiukkaset sirottavat voimakkaammin lyhytaaltoista sinistä valoa ja vastaavasti suuremmat pigmenttihiukkaset sirottavat voimakkaammin pitkäaaltoista punaista valoa. Sen seurauksena pigmentin hyvin laimeasta vesiliitteestä määrittäystä turbiditeettispektristä eli läpimenneen valon spektristä on mahdollista ratkaista pigmentin hiukkaskokojakauma. Spektrofotometrillä mitataan turbiditeetti- eli SFM-spektri aallonpituusalueella 190 nm – 1100 nm yhden nanometrin välein. Turbiditeetti syntyy hiukkasista aiheutuvan sironnan ja absorptioon yhteisvaikutuksesta. /5/

TSM-menetelmä on kehitetty jo Vuorikemian aikoina omassa laboratoriossa. Kyseisellä menetelmällä saadut tulokset eivät ole absoluuttisia nanometri- tai mikrometrikokoluokkia. Menetelmästä on aiemmin käytetty nimeä SFM-menetelmä (Spectro Photo Meter), kun mukana olivat pelkät SFM1/2/3-arvojen määrittäykset. Myöhemmin mukaan tullutta TSM-laskentaa nimitettiin alkuvaiheessa SFMps/cs-menetelmäksi. TSM-menetelmä antaa myös laskennalliset alisävyyn, värjäysvoiman ja kiillon. /5/

TSM-menetelmällä tarkoitetaan SFM-spektrin määrittäystä PC-ohjatulla SFM-mittausjärjestelmällä ja sitä seuraavalla TSM-laskennalla. TSM-menetelmä laskee tarkkaan valonsirontateoriaa (ns. T-matriisia) hyväksikäyttäen rutiilipigmenttipartikkeleiden hiukkaskoot ja niiden jakaumat, eräitä muita tilastomatemaattisia suureita sekä mm. aggregaattipitoisuuden. Laskennassa hiukkaset oletetaan ellipsoideiksi ja kaksikulotteinen kokojakauma (leveys ja leveys-pituus – suhde) lasketaan. /5, 9/

4.1.2 Malvern Mastersizer 2000

Kaupallinen laite. Lietenäyte laimennetaan ja jatkavassa kierrossa olevaa suspensiota ohjataan läpivirtauskyvetiin, jonka läpi kohdistetaan lasersäde. Näytteen hiukkaset sirottavat monokromaattisen lasersäteen eri sirontakulmiin riippuen niiden koosta. Eri kulmiin sironneen säteilyn intensiteetti mitataan. Näytteen hiukkaskokojakauma lasketaan sirontaintensiteeteistä Mie – tai Fraunhofer – teorian mukaan.

Hiukkaskokojakaumalla tarkoitetaan tässä yhteydessä differentiaalista tilavuusjakaumaa, jossa näytteen hiukkaset oletetaan pallomaisiksi ja ne on ryhmitelty eri kokoluokkiin kyseistä palloa vastaavan halkaisijan d_i mukaisesti. Esittämällä kutakin kokoluokkaa vastaava tilavuusosuus V (%) hiukkasen koon eli pallon halkaisijan funktiona saadaan hiukkaskokojakauma. /6/

4.1.3 BECKMAN COULTER N5

Kaupallinen laite. Lietenäyte laimennetaan ja se laitetaan laitteen kyvetiin ja analysoidaan. Mittaus perustuu näytteen hiukkasten Brownin liikkeen analysointiin. Hiukkasen Brownin liikkeen taajuus on riippuvainen sen koosta.

Keskimääräinen hiukkaskoko on sen pallon halkaisija, joka tilavuudeltaan vastaa näytteen hiukkasten tilavuuksien summaa jaettuna hiukkasten lukumäärää. /7/

4.2 TiO₂ pigmentin kemiallinen koostumus

Sachtleben Pigments Oy:ssä on käytössä useita menetelmiä titaanidioksidipigmentin kemiallisen koostumuksen määrittämiseen. Titaanidioksidipigmentin kemiallinen koostumus määritetään usein spektroskooppisella röntgenfluorisenssimenetelmällä (XRF-menetelmä). Kyseistä menetelmää käyttämällä saadaan selville mitä alkuaineita tutkittu näyte sisältää ja kuinka paljon. XRF-menetelmän etuna on helppous ja nopeus, mutta se ei sovellu kaikille alkuaineille. Lisäksi menetelmä vaatii standardit, joiden alkuainepitoisuudet tunnetaan. Menetelmää käytettäessä kuivatusta TiO₂-

pigmentistä valmistetaan briketti, joka asetetaan laitteistossa näytteelle varattuun paikkaan.

Näytettä pommitetaan röntgensäteilyllä ja röntgensäteilyn osuessa näytteeseen seurauksena on elektronin emittoituminen kohtioatomin sisäkuorelta. Tällöin atomi jää virittyneeseen tilaan, jonka purkaantuessa näytteestä emittoituu fotoni; ilmiötä kutsutaan röntgenfluoresenssiksi. Syntynyt röntgensäteily on karakteristista röntgensäteilyä, joka on tunnusomaista kullekin atomille. Analysoimalla emittoitunut röntgensäteily saadaan tietoa mistä aineesta säteily on peräisin. Tällöin mitattu spektri toimii tavallaan sormenjälkenä, jota voidaan käyttää alkuaineen tunnistamiseen. Spektivii-
van paikasta voidaan päätellä alkuaine ja spektrivii-
van korkeudesta alkuainepitoisuus. /8/

Työssä XRF-menetelmää käytettiin titaanidioksidin joukkoon jauhautuneen jauhin-kappalemateriaalin määrän määrittämiseen, sekä myös jauhinkappaleiden koostumuksen selvittämiseen, jolloin käytössä oli puolikvalitatiivinen ohjelma.

4.3 Tutkitut pigmentin ominaisuudet

- **SFMps**: Lietteen sisältämien partikkelien keskimääräinen koko nanometreinä
 - **Aggregaattiluku**: Kertoo sen paino-osuuden, jonka verran kiteitä on vähemmän kuin hiukkasia
 - **b*calc**: Laskennallinen alisävy. Alisävyn arvosta riippuen pigmentin väri voi poiketa joko siniseen tai ruskeaan. Pienet hiukkaset sirottavat voimakkaammin lyhytaaltoista sinistä ja suuret hiukkaset pitkäaaltoista punaista valoa.
 - **SFMdef**: Jauhatuksen jakauman suuruus, pienempi arvo parempi.
 - **ZrO₂- ja SiO₂-pitoisuudet**: Jauhinkappaleiden jauhautuessa toisiansa vasten niistä irtoaa pieniä määriä jauhinkappalemateriaalia pigmentin joukkoon. Tavoitteena on pitää tämä määrä mahdollisimman alhaisena. Zr-pitoisuudelle on sovelluksesta riippuen annettu tietyt tuoteturvallisuusraajat.
- Lisäksi alkuaineet, kuten rauta, vanadium, kromi ja kupari vaikuttavat pigmentin valkoisuuteen. /14/

5 KOKEELLINEN OSUUS

Jauhatuskokeet suoritettiin Sachtleben Pigments Oy:n tuotekehityslaboratoriossa. Jauhatuksissa oli käytössä kaksi erikokoista jauhatusastiaa, joista isompaa käytettiin esikokeiden aikana ja pienempää jauhatusparametrien määrittämisessä ja varsinaisessa jauhatuksessa. Ratkaisuun päädyttiin sillä perusteella, että jauhinosan pysyessä samana, saatiin pienemmällä astialla parempia tuloksia kuin isolla.

5.1 Aine- ja helmimäärät jauhatuksissa

5.1.1 Märkäjauhatuskokeissa tutkittu TiO_2 - pohja

Kaikissa märkäjauhatuskokeissa oli sama titaanidioksidipohja, joka oli kuivajauhetta.

5.1.2 Titaanidioksidilietteen konsentraation (ns. sakeuden) mittaus

Titaanidioksidiliete on suspensio (kiintoaine + neste + dispergointiaine), jota kutsutaan yleensä TiO_2 -lietteeksi. Suspensio valmistettiin samassa astiassa, jossa märkäjauhatusta suoritettiin. TiO_2 -lietteen konsentraation mittaamiseksi on kehitetty menetelmä, joka on nopea ja helppo toteuttaa tehdasolosuhteissa. Menetelmässä käytetään Erlenmeyer -mittapulloa (ns. sakeuspullo), joka taarataan vaa'alla, täytetään tarkasti lietteellä ja punnitaan. Pullossa olevan lietteen sakeus saadaan sakeustaulukosta pullon sisältämän lietteen massan perusteella.

Tuotekehityslaboratorion sakeuspullon tarkka tilavuus on määritetty kymmenen punnituksen jälkeen 311,9 ml:ksi. Lietteen valmistuksessa käytettävät ainemäärät saatiin sakeustaulukosta, joka on laadittu sakeuspulloa käyttäen. Sakeuspullon tilavuus säilyy koko ajan vakiona, joten vain titaanidioksidin ja veden määrät vaihtelevat, jolloin myös pullon sisältämän lietteen sakeus vaihtelee. Sakeustaulukosta oli suuri apu lietteitä ja laimennoksia tehdessä, sillä riitti, että poimi oikeat titaanidioksidin ja veden massat taulukosta.

5.1.3 Ainemäärät märkäjauhatuskokeita varten

Työssä käytettiin kahta eri sakeuksista liettä, joista toisen TiO₂-pitoisuus oli 800 g/l ja toisen 400 g/l. Sakeudeltaan 800 g/l liete sisälsi 249,52 g TiO₂:sta ja 252,49 g H₂O:ta. Lisäksi lietteeseen sekoitettiin dispergointiapuainetta. 400 g/l liete tehtiin laimentamalla 800 g/l liete ensimmäisen jauhatuksen jälkeen seuraavasti:

$$\frac{400 \text{ g/l}}{800 \text{ g/l}} = 0,5, \text{ joten liettä tuli pipetoida } 0,5 * 312 \text{ ml} = 156 \text{ ml}$$

ja vettä 312 ml - 156 ml = 156 ml.

400 g/l lietteen massa sakeuspullossa on 406,96 g, jonka mukaan 800 g/l – liettä tulee punnita seuraavasti:

lietteen (400 g/l) massa – veden massa = lisättävän lietteen (800 g/l) massa:

$$407 \text{ g} - 156 \text{ g} = 251 \text{ g}$$

5.1.4 Jauhatushelmien lisäysmäärä

Zirkonium-helmiä punnittiin jauhatukseen gramman tarkkuudella kaksi kertaa jauhettavan lietteen massan verran. Tässä tapauksessa isompaan astiaan 1004 g ja pienempään astiaan 502 g.

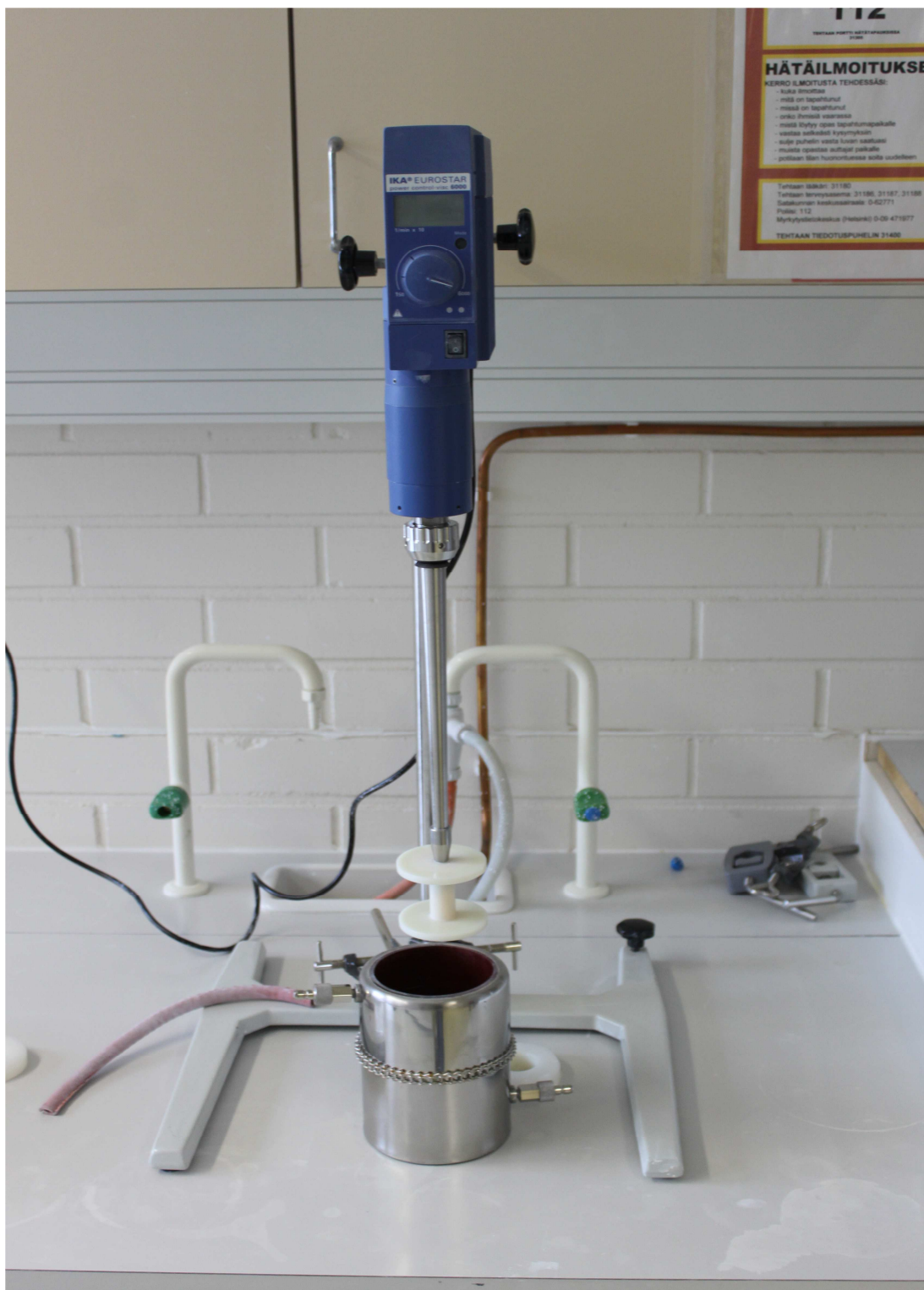
Kvartsihiekkaa ja lasihelmiä ei punnittu massan mukaan, koska silloin helmien tilavuus tuli liian suureksi ja yhdessä lietteen kanssa astian tilavuus oli liian pieni. Jauhinkappaleita mitattiin sama tilavuus kuin 0,4 – 0,6 mm zirkoniumhelmien tilavuus oli jauhatuksissa.

5.2 Koejärjestelyt

5.2.1 Jauhatuslaitteiston käyttöönotto ja käyttö jauhatuksissa

Laitteiston kokoaminen alkoi kiinnittämällä ICA EUROSTAR – sekoitin pöydälle sijoitettuun jalustaan metallisia kouria käyttäen. Sekoittimeen liitettiin sekoitinvarsi ja varteen muovinen sekoitinosa, joka koostui kahdesta päällekkäisestä pyöreästä levystä. Itse jauhatukset suoritettiin aina samalla tavalla seuraavaan ohjeen mukaisesti:

- vesi + dispergointiapuaine punnittiin jauhatusastiaan
- jauhatusastia asetettiin pöydälle ja sen ympärille asetettiin ”kiristyspanta”, joka kiristettiin tiukalle
- sekoitinosa laitettiin jauhatusastiaan siten, että alimman muovikiekon ja astian pohjan välinen etäisyys toisistaan oli 0,5 cm
- Sekoitin käynnistettiin, jonka jälkeen astiaan lisättiin TiO_2 sekoittimen kierrosten ollessa 500 rpm
- TiO_2 :n lisäyksen jälkeen lietettä sekoitettiin ilman jauhinkappaleita viisi minuuttia kierrosten ollessa 700 rpm. Kyseessä on dispergointivaihe.
- jauhinkappaleet lisäystä varten kierrokset nostettiin arvoon 900 rpm, jonka jälkeen itse jauhatus suoritettiin kierroksilla 2000 rpm
- Jauhatusaika sakeudella 800 g/l on 35 minuuttia, sakeudella 400 g/l aika on 15 minuuttia



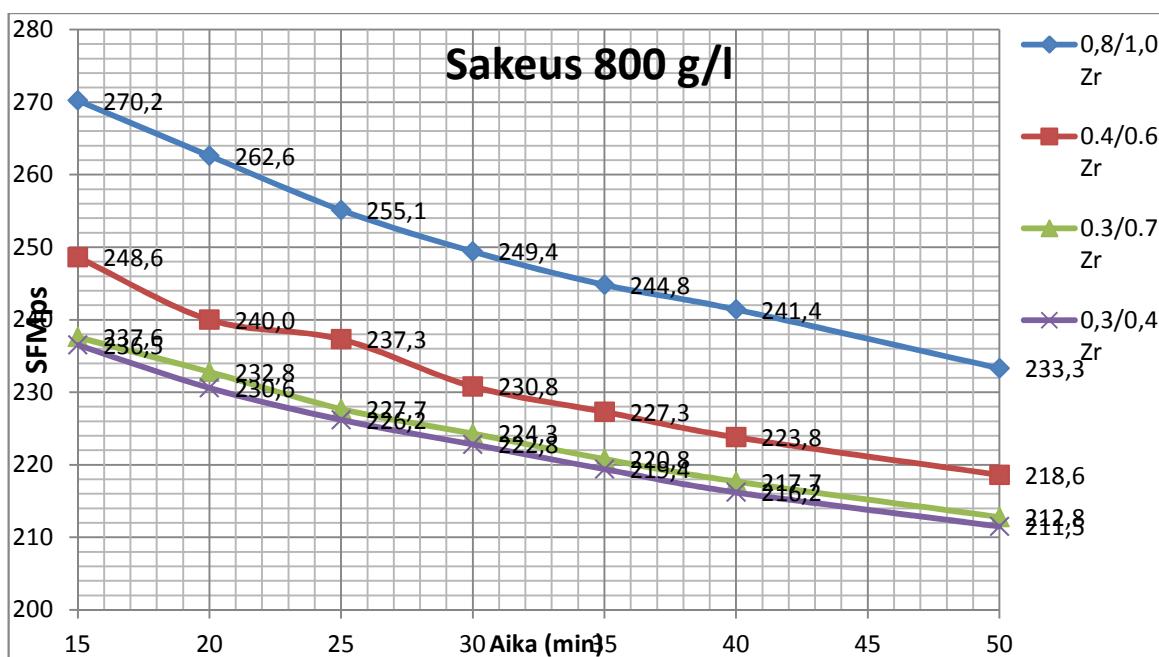
Kuva 13. Märkäjauhatuslaitteisto käyttövalmiina.

5.2.2 Esikokeet

Ensimmäisten esikokeiden aikana harjoiteltiin jauhatuslaitteiston käyttöä, oikeanlais-
ten lietteiden valmistusta sakeustaulukkoa käyttäen, näytteenottoa ja sopivien jauhin-
kappalemäärien löytämistä. Lisäksi saatujen tulosten perusteella piirrettiin kuvaajia,
joissa vertailtiin eri jauhatusaikojen ja jauhinkappaleiden vaikutusta jauhatustulok-
seen.

Alun jauhatusten jälkeen oli vuorossa lietteen laimennosten tekeminen, jossa 1. mär-
käjauhatusvaiheen lietteestä valmistettiin liete 2. märkäjauhatusvaihetta varten. Liet-
teen valmistus on esitetty kohdassa 4.2.

Kun alun esikokeet oli tehty ja varsinaisia jauhatuksia varten tarvittavat taidot oli
hallussa, olivat vuorossa jauhatukset, joissa haettiin jauhatusparametrit varsinaisia
jauhatuksia varten.



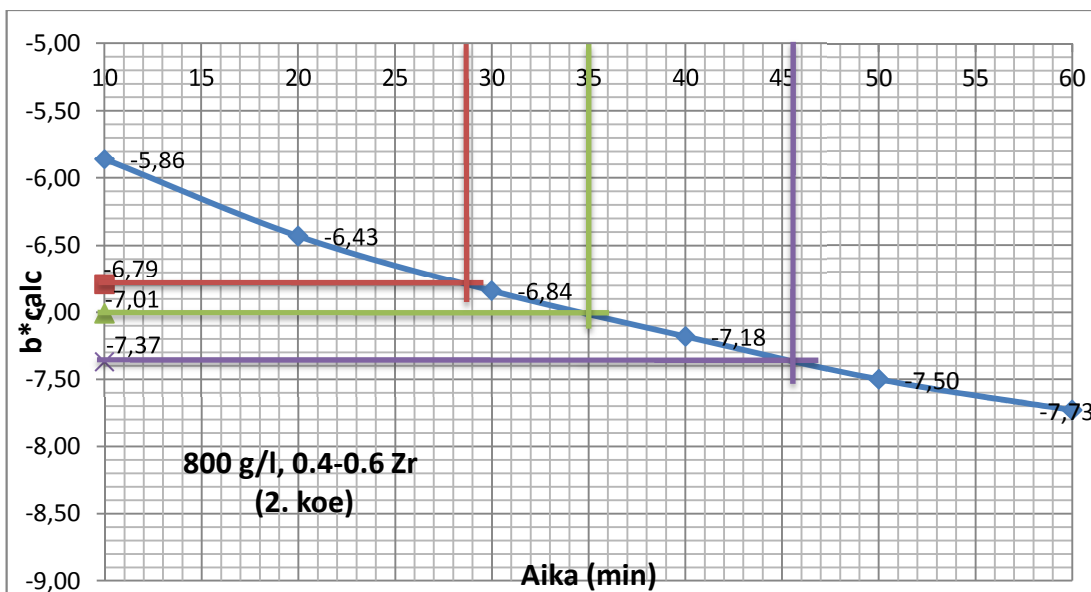
Kuvaaja 1. Esikokeiden pohjalta piirretty kuvaaja, jossa vertaillaan erikokoisten zir-
koniumheliemien vaikutusta lopputulokseen. Y-akselilla on hiukkaskoko (nm) ja x-
akselilla aika (min). Kuvaajasta voidaan huomata, että pienemmät jauhinkappaleet
jauhavat suurempia tehokkaammin.

5.2.3 Jauhatusparametrien määrittäminen

Jauhatusparametreja haettaessa tärkeintä oli löytää oikea jauhatusaika, jolla päästäisiin haluttuun jauhatustulokseen. Tätä varten valittiin kolme eri ominaisuutta ja näiden arvoista laskettiin keskiarvot, joihin pyrittiin. Valittuja ominaisuuksia oli partikkelikoko (SFMps), aggregaattiluku ja alisävy (b*calc).

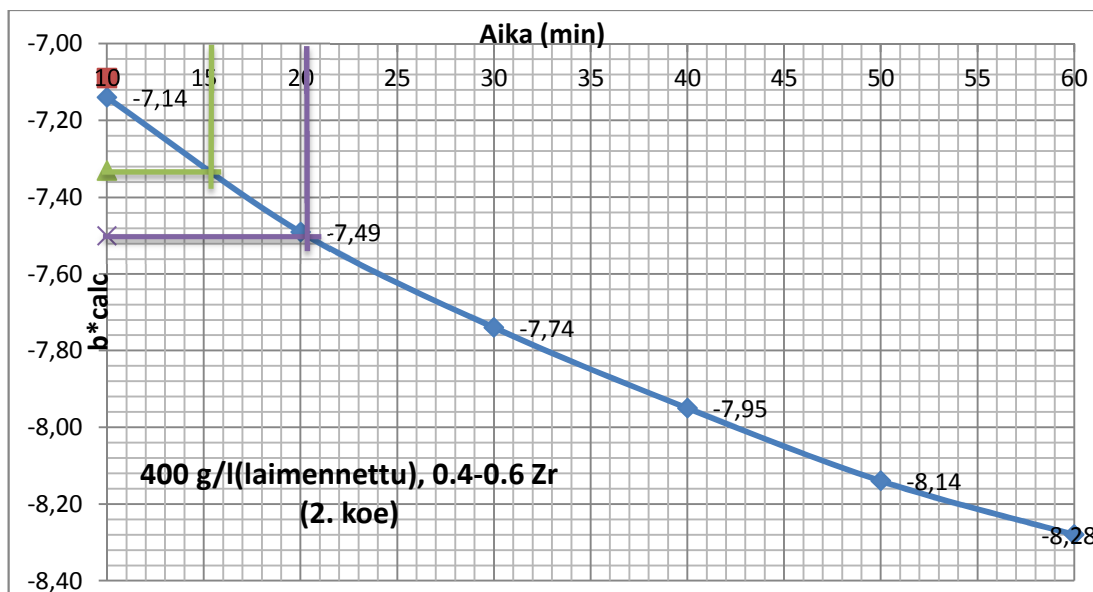
Ensiksi tuli löytää oikea jauhatusaika sakeudeltaan 800 g/l lietteelle. Kyseistä lietettä jauhettiin 60 minuuttia käyttäen 0,4 – 0,6 mm zirkoniumhelmiä. Lietteestä otettiin 10 minuutin välein näyte analysointia varten ja saatujen tulosten perusteella piirrettiin kuvaajat ajan ratkaisemiseksi. Kaikki jauhatukset suoritettiin kahteen kertaan riittävän tarkkuuden saamiseksi.

Kuvaajan x-akselilla oli aika minuutteina ja y-akselilla jokin kolmesta ominaisuudesta. Kaikkiaan kuvaajia tuli kolme per liete, eli tässä tapauksessa yhteensä kuusi. Kun arvot oli sijoitettu kuvaajaan, sijoitettiin siihen vaakasuuntaiset viivat ylä- ja alarajojen kohdille sekä keskiarvon kohdalle. Ylä- ja alaraja (punainen ja violetti viiva) olivat valitut vaihteluvälit, keskiarvo (vihreä viiva) taas haluttu jauhatustulos. Keskiarvoviivan ja kuvaajan leikkauskohdasta piirrettiin pystysuora viiva x-akselille. Kyseisen viivan ja x-akselin leikkauskohta oli oikea jauhatusaika. Alla on esitetty yksi piirretyistä kuvaajista, loput liitteinä 2-11.



Kuvaaja 2. Haluttu jauhatustulos, jonka mukaan ensimmäisen vaiheen jauhatusajaksi saatiin 35 minuuttia. Y-akselilla alisävy, joka kuvaa jauhatustulosta.

Kun 800 g/l sakeuksiselle lietteelle oli saatu oikea jauhatusaika, oli vuorossa sama laimennoksen jälkeiselle lietteelle. Jauhatusajan hakeminen suoritettiin siten, että 800 g/l lietettä jauhettiin ensiksi 35 minuuttia, suoritettiin laimennos ja syntynyttä lietettä (sakeus 400 g/l) jauhettiin 60 minuuttia. Näytteitä otettiin jälleen 10 minuutin välein ja jauhinkappaleina käytettiin 0,4 – 0,6 mm zirkoniumhelmiä. Saatujen tulosten pohjalta piirrettiin yllä esitetyn kuvaajan kaltaiset kuvaajat ja niistä määritettiin samalla menetelmällä jauhatusaika toista vaihetta varten.



Kuvaaja 3. Laimennettua jauhatusta varten jauhatusajaksi saatiin 15 minuuttia (vihreä viiva).

Piirrettyjen kuvaajien perusteella korkeammalla sakeudella jauhatusajaksi saatiin 35 minuuttia ja matalammalla sakeudella jauhatusajaksi 15 minuuttia.

5.2.4 Märkäjauhatukset eri jauhinkappaleilla

Jauhatusparametrien löytämisen jälkeen vuorossa olivat varsinaiset jauhatukset erilaisilla jauhinkappalekombinaatioilla. Erilaisia yhdistelmiä tuli yhteensä 27, joissa muuttujina olivat jauhinkappaleiden materiaali, koko ja jauhatusvaihe, jossa ne olivat käytössä. Kaikkia jauhatustuloksia verrattiin ensimmäiseen jauhatukseen, joka toimi ns. referenssituloksena. Kyseinen jauhatus suoritettiin 0,4 – 0,6 mm zirkoniumhelmillä.

Koe nro.	1. jauhatus (800 g/l)	2. jauhatus (400 g/l)
1	0.4 - 0.6 Zr	0.4 - 0.6 Zr
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr
4	0.4 - 0.6 Zr	jauhatushiekka
5	0.4 - 0.6 Zr	lasihelmet
6	0.4 - 0.6 Zr	0.25 - 0.425 Zr
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr
8	0.3 - 0.7 Zr	0.4 - 0.6 Zr
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr
10	0.3 - 0.7 Zr	jauhatushiekka
11	0.3 - 0.7 Zr	lasihelmet
12	0.3 - 0.7 Zr	0.25 - 0.425 Zr
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr
16	0.3 - 0.4 Zr	jauhatushiekka
17	0.3 - 0.4 Zr	lasihelmet
18	0.25 - 0.425 Zr	0.25 - 0.425 Zr
19	jauhatushiekka	jauhatushiekka
20	jauhatushiekka	0.4 - 0.6 Zr
21	jauhatushiekka	0.3 - 0.7 Zr
22	jauhatushiekka	0.3 - 0.4 Zr
23	jauhatushiekka	Lasihelmet
24	lasihelmet	lasihelmet
25	0.6 - 0.8 Zr	0.4 - 0.6 Zr
26	0.6 - 0.8 Zr	0.3 - 0.7 Zr
27	0.6 - 0.8 Zr	0.25 - 0.425 Zr

Taulukko 1. Työssä tutkitut jauhinkappaleyhdistelmät. Zirkoniumhelmien koot ovat millimetreinä.

6 TULOKSET

Alla olevassa taulukossa on esitetty varsinaisista jauhatuksista saadut tulokset. Kuten aiemmin työssä on mainittu, koe nro. 1 toimi referenssijauhatuksena, jonka arvoihin muiden jauhatusten tuloksia verrattiin.

Ylärivin sarakkeissa olevat termit selitettynä:

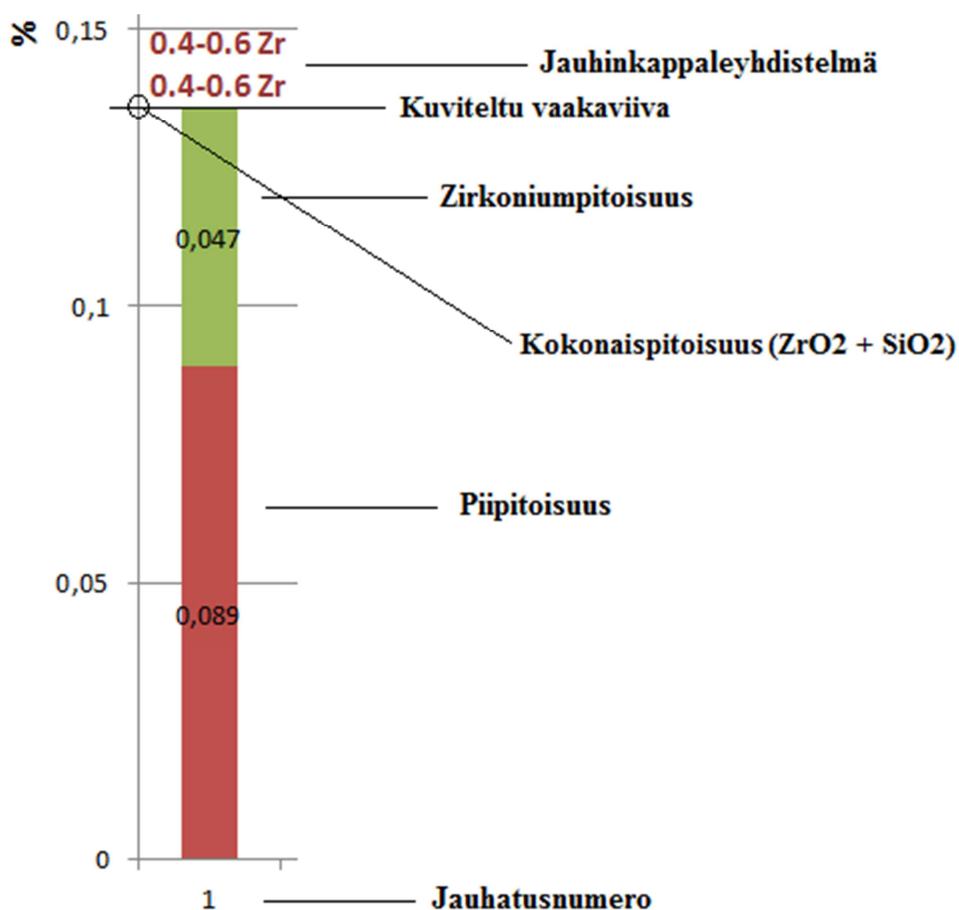
- Koe nro. – jokaiselle jauhinkappalekombinaatiolle annettiin varsinaisissa jauhatuksissa oma koenumero, jotta näytteiden ja tulosten käsittely olisi helppompaa
- 1. jauhatus (800 g/l) – Jauhatusaika 35 min
- 2. jauhatus (400 g/l) – Jauhatusaika 15 min, liete valmistettiin laimentamalla ensimmäisen vaiheen jauhattua lietettä
- Suoritettu – Päivämäärä, jolloin kyseinen jauhatus on suoritettu. Helpotti myös tulosten käsittelyä, jonka lisäksi päiväkirjasta oli helppo tarkistaa jauhatuksen tiedot kyseisen päivämäärän avulla
- SFMps – 2. jauhatuksen partikkelikoko (nm), määritettiin suoraan lietteestä
- Aggreg. – Aggregaattiluku, määritettiin suoraan lietteestä
- bcalc* – Laskennallinen alisävy, määritettiin suoraan lietteestä
- SFMdef – Jauhatuksen jakauman suuruus, määritettiin suoraan lietteestä
- SiO₂ (%) – Piin pitoisuus, määritettiin kuivatusta märkäjauhatuksen poistosta
- ZrO₂ (%) – Zirkoniumin pitoisuus, määritettiin kuivatusta märkäjauhatuksen poistosta

Koe nro.	1. jauhatus (800 g/l)	2. jauhatus (400 g/l)	Suoritettu	SFMps	Aggreg.	bcalc*	SFMdef	SiO ₂ (%)	ZrO ₂ (%)
1	0.4 - 0.6 Zr	0.4 - 0.6 Zr	16.1.2013	214,2	9,5	-7,46	31,0	0,089	0,047
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr	16.1.2013	214,3	8,6	-7,48	30,8	0,072	0,046
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr	16.1.2013	209,2	6,0	-7,77	29,7	0,075	0,057
4	0.4 - 0.6 Zr	Jauhatushiekka	16.1.2013	223,1	11,8	-7,02	31,6	0,175	0,024
5	0.4 - 0.6 Zr	Lasihelmet	16.1.2013	216,1	7,8	-7,41	30,5	0,172	0,021
6	0.4 - 0.6 Zr	0.25 - 0.425 Zr	12.2.2013	207,3	5,8	-7,85	29,4	0,113	0,090
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr	17.1.2013	213,9	10,0	-7,45	31,0	0,064	0,064
8	0.3 - 0.7 Zr	0.4 - 0.6 Zr	21.1.2013	211,2	11,5	-7,53	31,2	0,084	0,055
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr	21.1.2013	208,6	7,4	-7,75	30,0	0,079	0,058
10	0.3 - 0.7 Zr	Jauhatushiekka	4.2.2013	221,6	12,1	-7,03	31,5	0,179	0,035
11	0.3 - 0.7 Zr	Lasihelmet	21.1.2013	215,6	9,2	-7,34	30,6	0,179	0,038
12	0.3 - 0.7 Zr	0.25 - 0.425 Zr	13.2.2013	212,3	6,3	-7,56	29,8	0,098	0,083
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr	17.1.2013	206,4	5,1	-7,91	29,3	0,066	0,070
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr	4.2.2013	209,1	6,7	-7,72	29,8	0,069	0,062
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr	4.2.2013	210,6	6,9	-7,65	29,8	0,062	0,057
16	0.3 - 0.4 Zr	Jauhatushiekka	5.2.2013	215,7	7,7	-7,36	30,2	0,168	0,045
17	0.3 - 0.4 Zr	Lasihelmet	7.2.2013	215,7	5,5	-7,41	29,6	0,189	0,057
18	0.25 - 0.425 Zr	0.25 - 0.425 Zr	14.2.2013	208,7	4,5	-7,78	29,1	0,113	0,079
19	Jauhatushiekka	Jauhatushiekka	5.2.2013	255,1	35,9	-5,74	37,4	0,153	0,004
20	Jauhatushiekka	0.4 - 0.6 Zr	5.2.2013	231,9	22,3	-6,63	32,9	0,161	0,017
21	Jauhatushiekka	0.3 - 0.7 Zr	6.2.2013	230,1	20,6	-6,72	32,5	0,088	0,028
22	Jauhatushiekka	0.3 - 0.4 Zr	6.2.2013	223,1	10,9	-6,97	31,2	0,073	0,028
23	Jauhatushiekka	Lasihelmet	6.2.2013	243,5	22,7	-6,23	31,2	0,161	0,004
24	Lasihelmet	Lasihelmet	11.2.2013	227,1	13,8	-6,91	30,5	0,184	0,004
25	0.6 - 0.8 Zr	0.4 - 0.6 Zr	11.2.2013	221,8	12,6	-7,02	31,8	0,061	0,039
26	0.6 - 0.8 Zr	0.3 - 0.7 Zr	11.2.2013	219,5	12,2	-7,16	31,8	0,059	0,046
27	0.6 - 0.8 Zr	0.25 - 0.425 Zr	13.2.2013	214,3	7,8	-7,43	30,2	0,088	0,058

Taulukko 2. Varsinaisten jauhatusten tulokset taulukoituna.

Tulosten perusteella piirrettiin yhteensä viisi kuvaaja, joissa x-akselilla oli jauhatusnumero ja y-akselilla jokin seuraavista ominaisuuksista: SFMps, Aggreg., b*calc, SFMdef tai SiO₂ + ZrO₂ – pitoisuus.

Pii- ja zirkonumpitoisuuksia esittävässä kuvaajassa kullekin jauhinkappaleyhdistelmälle piirrettiin oma pylväsdiagrammi (kuva 14 / liite 12), jossa vihreä osa kuvaa zirkonumpitoisuutta ja punainen osa piin pitoisuutta. Tuloksia lähdettiin vertaamaan siten, että referenssijauhatuksen (nro. 1) pylvään yläpäästä kuviteltiin vaakaviiva koko kuvaajan matkalle ja kaikkien viivan alle jäävien pylväiden yhdistelmät olivat referenssiä parempia. Tarkka pylväsdiagrammi on esitetty liitteessä 12.

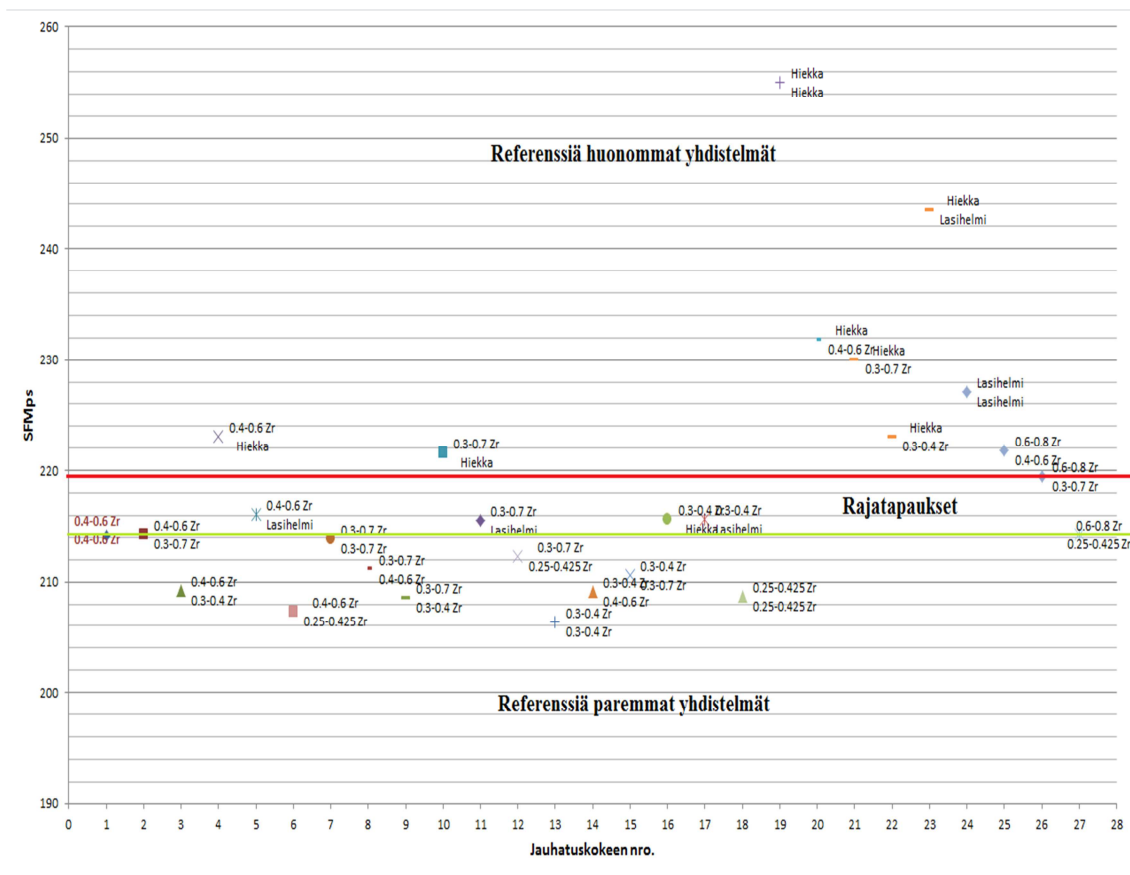


Kuva 14. Pylväsdiagrammin ominaisuudet selitettynä.

Neljän muun kuvaajan suhteen meneteltiin samalla tavalla kuin edellä mainitun; kuvitellun vaakaviivan alle jääneiden pisteiden yhdistelmät ovat jauhatustuloksen suhteen parempia kuin referenssi.

Selvien tapausten lisäksi kuvaajissa oli rajatapauksia, joissa tutkittu yhdistelmä oli hyvin lähellä referenssiyhdistelmää, joten näiden kohdalla päätökset tehtiin tapauskohtaisesti. Mikäli kaikki ominaisuudet olivat hyvin lähellä referenssiä, kelpuutettiin kyseinen jauhinkappalekombinaatio sillä perusteella, että menetelmä ei anna välttämättä 100 % tarkkoja tuloksia, jonka lisäksi pilottihankkeessa voi ilmetä, että valitun yhdistelmän käyttäminen voi tulla referenssiä taloudellisemmaksi.

Optimaalisinta olisi, että sopivien yhdistelmien määrä karsiutuisi kuvaaja kuvaajalta ja lopussa jäljellä olisi enää muutamia kombinaatioita, joka vähentäisi testattavien yhdistelmien määrää suuremmissa mittakaavassa ja säästäisi täten aikaa.



Kuva 15. Esimerkkikuva menetelmästä, jolla sopivia yhdistelmiä etsittiin.

7 YHTEENVETO TULOKSISTA JA JOHTOPÄÄTÖKSET

Työn tarkoituksena oli uuden laboratoriomenetelmän kehittäminen titaanidioksidi-pigmentin märkäjauhatusta varten, jonka lisäksi tuli tutkia kyseistä menetelmää käyttäen erilaisten jauhinkappaleyhdistelmien vaikutusta pigmentin ominaisuuksiin.

Uuden laboratoriomenetelmän kehityksessä ja käytössä onnistuttiin hyvin. Laitteistolle saatiin tehtyä tarkat työohjeet, joiden mukaan tehdyt jauhatukset olivat hyvin toistettavissa. Kyseisen menetelmän avulla voidaan nyt verrata nopeasti eri kaltsinoinnin poistojen jauhautuvuutta sekä tutkia erilaisten dispergointiaineiden tehokkuutta laboratorio-olosuhteissa.

Menetelmässä oli myös muutama ongelmakohta, jotka työn edetessä saatiin ratkaistua. Heti alussa huomattiin, että melko kevyiden jauhinkappaleiden, kuten kvartsihiekan ja lasihelmien kanssa oli ongelmia. Ongelmana oli se, että punnittaessa kyseisiä jauhinkappaleita kaksi kertaa lietteen massan verran, niiden tilavuus yhdessä lietteen kanssa tuli liian suureksi ja ne eivät pysyneet sekoitusastiassa. Ongelma ratkesi siten, että jauhinkappaleita lisättiin sama tilavuus, kuin standardina olleiden zirkoniumhelmien tilavuus oli jauhatuksissa. Toinen ongelma esiintyi laimennoksia tehdessä. Laimennoksia tehdessä tuli jauhetusta lietteestä pipetoida tietty massa liettettä talteen seuraavaa jauhatusta varten. Aluksi pipetointi tehtiin suoraan pipetillä jauhinnasta, mutta pipetoidun lietteen mukana tuli paljon jauhinkappaleita, jotka vääristivät lietteen massaa. Ratkaisuksi askarreltiin tiheästä seulaverkosta kartio, joka upotettiin jauhinnastiaan jauhatuksen lopuksi ja tarvittava liete pipetoitiin seulaverkon läpi.

Tutkittaessa erilaisten jauhinkappaleiden vaikutusta pigmentin ominaisuuksiin saatiin hyviä tuloksia. Tuloksien perusteella voitiin selvästi huomata suuria eroja eri materiaalien jauhatustehokkuuksien välillä.

Jauhatushiekkaa sisältävät yhdistelmät jäivät jauhatustehokkuudessa kauaksi muista yhdistelmistä, kuten taulukosta 2 voi päätellä. Syitä tähän voi olla esimerkiksi se, että jauhatushiekasta muodostuva jauhinkappalepanos oli liian kevyt jauhatukseen lietteen sakeuden ollessa 800 g/l.

Zirkoniumhelmet olivat joka suhteessa tehokkaimpia jauhajia, vaikka niidenkin välillä oli eroja. Pienet zirkoniumhelmet olivat jauhatustuloksissa tehokkaampia kuin suuret helmet. Kyseinen tulos johtuu suurella todennäköisyydellä siitä, että pieniä zirkoniumhelmiä mahtuu samaan tilavuuteen massaltaan enemmän kuin suurempia helmiä, jolloin jauhinkappalepanoksen massa kasvaa ja täten jauhatustulos paranee. Lisäksi pienet jauhinkappaleet muodostavat suuremman jauhatuspinta-alan kuin suuret helmet, joka myös parantaa jauhatustulosta. (kts. 3.4).

7.1 Tulokset partikkelikoon (SFMps) mukaan

Referenssinä tutkittujen jauhinkappaleiden tuottama tulos oli SFMps hiukkaskoko = 214,2 nm, jonka alle tai sitä lähelle pääsivät taulukossa 3 listatut yhdistelmät:

Koe nro.	1. Jauhatus (800 g/l)	2. Jauhatus (400 g/l)	Ero ref.(SFMps, nm)
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr	0,1
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,0
5	0.4 - 0.6 Zr	Lasihelmet	1,9
6	0.4 - 0.6 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-6,9
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-0,3
8	0.3 - 0.7 Zr	0.4 - 0.6 Zr	-3,0
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,6
11	0.3 - 0.7 Zr	Lasihelmet	1,4
12	0.3 - 0.7 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-1,9
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-7,8
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr	-5,1
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-3,6
16	0.3 - 0.4 Zr	Jauhatushiekka	1,5
17	0.3 - 0.4 Zr	Lasihelmet	1,5
18	0.25 - 0.425 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-5,5
27	0.6 - 0.8 Zr	0.25 - 0.425 Zr	0,1

Taulukko 3. Ensimmäisen vaiheen jälkeen mukana olevat yhdistelmät.

7.2 Tulokset aggregaattiluvun (Aggreg.) mukaan

Referenssiyhdistelmällä saatu aggregaattiluku oli 9.5, johon taulukossa 4 listattuja yhdistelmiä verrataan:

Koe nro.	1. Jauhatus (800 g/l)	2. Jauhatus (400 g/l)	Ero ref.(SFMps, nm)	Ero ref. (Aggreg.)
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr	0,1	-0,9
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,0	-3,5
5	0.4 - 0.6 Zr	Lasihelmet	1,9	-1,7
6	0.4 - 0.6 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-6,9	-3,7
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-0,3	0,5
8	0.3 - 0.7 Zr	0.4 - 0.6 Zr	-3,0	2,0
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,6	-2,1
11	0.3 - 0.7 Zr	Lasihelmet	1,4	-0,3
12	0.3 - 0.7 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-1,9	-3,2
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-7,8	-4,4
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr	-5,1	-2,8
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-3,6	-2,6
16	0.3 - 0.4 Zr	Jauhatushiekkä	1,5	-1,8
17	0.3 - 0.4 Zr	Lasihelmet	1,5	-4,0
18	0.25 - 0.425 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-5,5	-5,0
27	0.6 - 0.8 Zr	0.25 - 0.425 Zr	0,1	-1,7

Taulukko 4. Toisen vaiheen jälkeen mukana olevat yhdistelmät merkitty vihreällä. Vain yksi yhdistelmä ei alittanut tavoitetta.

7.3 Tulokset alisävyn (b*calc) mukaan

Taulukossa 5 on verrattuna yhdistelmien tuloksia referenssillä saatuun alisävyn arvoon -7,46.

Koe nro.	1. Jauhatus (800 g/l)	2. Jauhatus (400 g/l)	Ero ref.(SFMps, nm)	Ero ref. (Aggreg.)	Ero ref. (b*calc)
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr	0,1	-0,9	-0,02
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,0	-3,5	-0,31
5	0.4 - 0.6 Zr	Lasihelmet	1,9	-1,7	0,05
6	0.4 - 0.6 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-6,9	-3,7	-0,39
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-0,3	0,5	0,01
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,6	-2,1	-0,29
11	0.3 - 0.7 Zr	Lasihelmet	1,4	-0,3	0,12
12	0.3 - 0.7 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-1,9	-3,2	-0,10
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-7,8	-4,4	-0,45
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr	-5,1	-2,8	-0,26
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-3,6	-2,6	-0,19
16	0.3 - 0.4 Zr	Jauhatushiekkä	1,5	-1,8	0,10
17	0.3 - 0.4 Zr	Lasihelmet	1,5	-4,0	0,05
18	0.25 - 0.425 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-5,5	-5,0	-0,32
27	0.6 - 0.8 Zr	0.25 - 0.425 Zr	0,1	-1,7	0,03

Taulukko 5. Kolmannen vaiheen jälkeen yhdistelmien lukumäärä pysyi samana.

7.4 Tulokset SiO₂- ja ZrO₂-pitoisuuksien mukaan

Referenssin pii- ja zirkoniuempitoisuuksien yhteenlaskettu arvo oli 0,136 %, jonka alittivat taulukossa 6 vihreällä merkityt yhdistelmät:

Koe nro.	1. Jauhatus (800 g/l)	2. Jauhatus (400 g/l)	Ero ref.(SFMps, nm)	Ero ref. (Aggreg.)	Ero ref. (b*calc)	Ero ref. (SiO ₂ +ZrO ₂ , %)
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr	0,1	-0,9	-0,02	-0,018
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,0	-3,5	-0,31	-0,004
5	0.4 - 0.6 Zr	Lasihelmet	1,9	-1,7	0,05	0,057
6	0.4 - 0.6 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-6,9	-3,7	-0,39	0,067
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-0,3	0,5	0,01	-0,008
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,6	-2,1	-0,29	0,001
11	0.3 - 0.7 Zr	Lasihelmet	1,4	-0,3	0,12	0,081
12	0.3 - 0.7 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-1,9	-3,2	-0,10	0,045
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-7,8	-4,4	-0,45	0,000
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr	-5,1	-2,8	-0,26	-0,005
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-3,6	-2,6	-0,19	-0,017
16	0.3 - 0.4 Zr	Jauhatushiekkä	1,5	-1,8	0,10	0,077
17	0.3 - 0.4 Zr	Lasihelmet	1,5	-4,0	0,05	0,110
18	0.25 - 0.425 Zr	0.25 - 0.425 Zr	-5,5	-5,0	-0,32	0,056
27	0.6 - 0.8 Zr	0.25 - 0.425 Zr	0,1	-1,7	0,03	0,010

Taulukko 6. Referenssin SiO₂- ja ZrO₂-pitoisuuksien yhteenlasketun pitoisuuden alitti vain noin puolet yhdistelmistä.

SFMdef-kuvaajan perusteella enempää yhdistelmiä ei tippunut, joten tilanpuutteen takia siitä ei piirretty uutta taulukkoa.

8 JATKOTOIMENPITEET

Tuloksien perusteella (taulukot 3–6 ja liitteet 12–16) alla on taulukoitu yhdistelmät, jotka täyttivät parhaiten kappaleessa 6 esitetyt kriteerit uudelle yhdistelmälle:

Koe nro.	1. jauhatus (800 g/l)	2. jauhatus (400 g/l)	Ero referenssiin (SFMps, nm)	Ero ref. (Aggreg.)	Ero ref. (b*calc)	Ero ref. (SiO ₂ +ZrO ₂ , %)
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr	0,1	-0,9	-0,02	-0,018
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,0	-3,5	-0,31	-0,004
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-0,3	0,5	0,01	-0,008
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-5,6	-2,1	-0,29	0,001
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr	-7,8	-4,4	-0,45	0,000
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr	-5,1	-2,8	-0,26	-0,005
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr	-3,6	-2,6	-0,19	-0,017

Taulukko 7. Lopullinen yhteenveto referenssin korvaajaksi sopivista jauhinkappaleyhdistelmistä.

Saatujen tulosten perusteella seuraava askel on haluttujen yhdistelmien valitseminen taulukosta ja niiden testaaminen suuremmassa mittakaavassa. Testauksessa tulisi kiinnittää huomiota helmien kulumiseen, jonka pitäisi olla teoriassa erilaista kullekin helmikoolle. Saatujen tietojen perusteella olisi helppo lähteä vertailemaan kunkin helmityypin taloudellisuutta varsinaisissa jauhatuksissa; korvaako mahdollisesti edullisempi hinta suuremman kulumisen jne. Lisäksi jauhatusprosessin energiankulutukseen erikokoisilla helmillä tulisi kiinnittää huomiota.

LÄHTEET

1. Sachtleben Pigments Oy:n verkkosivut, <http://www.sachtleben.de/index.php?id=850>, viitattu 13.3.2013
2. Evilampi, T., FINNTITAN: Pigmentit ja niiden valmistus Porissa, Painorauma Oy, 1990
3. Lukkarinen, T., Mineraalitekniikka, osa 1: mineraalien hienonnus, 1. painos, Insinööritieto Oy, Helsinki, 1984
4. Hukki, R.T., Mineraalien hienonnus ja rikastus, Teknillisten tieteiden akatemia, Kustannusosakeyhtiö Otavan kirjapaino, Keuruu, 1964
5. Jalava, J., Vallinen, I., Sachtleben Pigments Oy:n sisäinen määrittäminen menetelmä, KP-MM-015, versio 13, 2010
6. Mäkelä, E., Sachtleben Pigments Oy:n sisäinen määrittäminen menetelmä, KP-MM-242, versio 10, 2012
7. Vallinen, I., Sachtleben Pigments Oy:n sisäinen määrittäminen menetelmä, KP-MM-323, versio 6, 2010
8. Hautaniemi, J., Verkkokurssin ”Materiaalien tutkimusmenetelmät” luentomonistees, K2010
9. Jalava, J-P., Taavitsainen, V-M., Haario, H., Lamberg, L., DETERMINATION OF PARTICLE AND CRYSTAL SIZE DISTRIBUTION FROM TURBIDITY SPECTRUM OF TIO₂ PIGMENTS BY MEANS OF T-MATRIX, Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, Volume 60, Elsevier Science Ltd., 1998
10. Considine, D. M., Chemistry and process technology encyclopedia, McGraw-Hill, 1974
11. Coulson, J.M., Richardson, J.F., Chemical Engineering, Volume 2: Particle Technology & Separation Processes, Fourth edition, 1991
12. Riistama, K., Laitinen, J., Vuori, M., Suomen kemianteollisuus, 1. painos, Tammer-Paino Oy, Tampere, 2003
13. Bernotat, S. & Schönert, K., Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry: Size Reduction [verkkodokumentti], Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2012 [viitattu 7.4.2013]. Saatavissa: http://onlinelibrary.wiley.com.lillukka.samk.fi/doi/10.1002/14356007.b02_05/full
14. Sigmund Lindner GmbH, Germany; SiLibeads® – Better grinding, Powerpoint Presentation at Sachtleben Pigments Oy, Pori, 2013

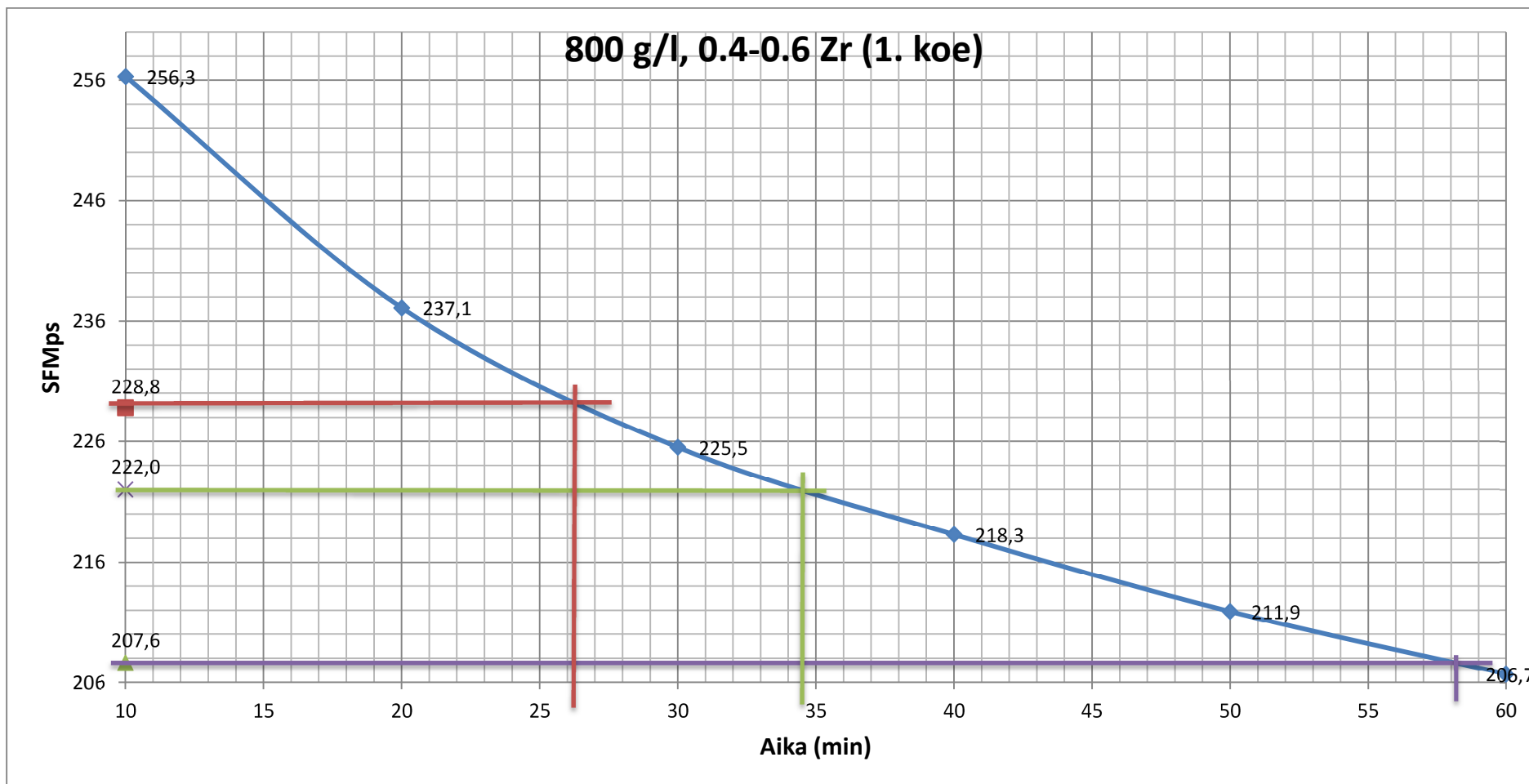
15. Blakey, R.R., Hall J. E., Pigment Handbook: Properties and Economics, Volume I, Second Edition, A Wiley-Interscience Publication

16. Latva-Nirva, E., Sachtleben Pigments Oy:n sisäinen työohje, PKL-TO-05, versio 6, 2012

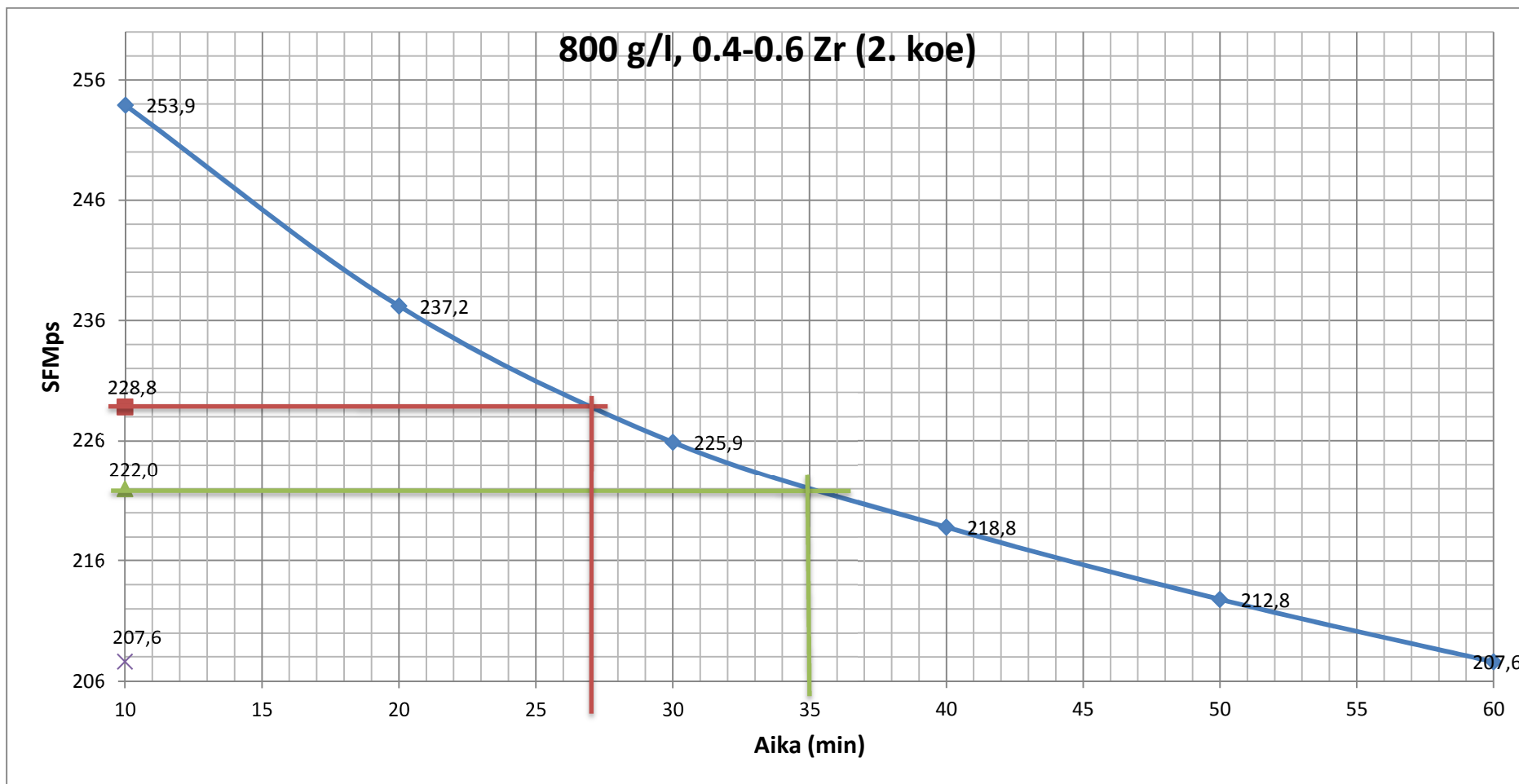
17. Huidanlahti, J., TiO₂-pigmenttien valmistaminen Kemira Oy:n tehtailla, sisäinen raportti

18. Sachtleben Pigments, sisäinen raportti

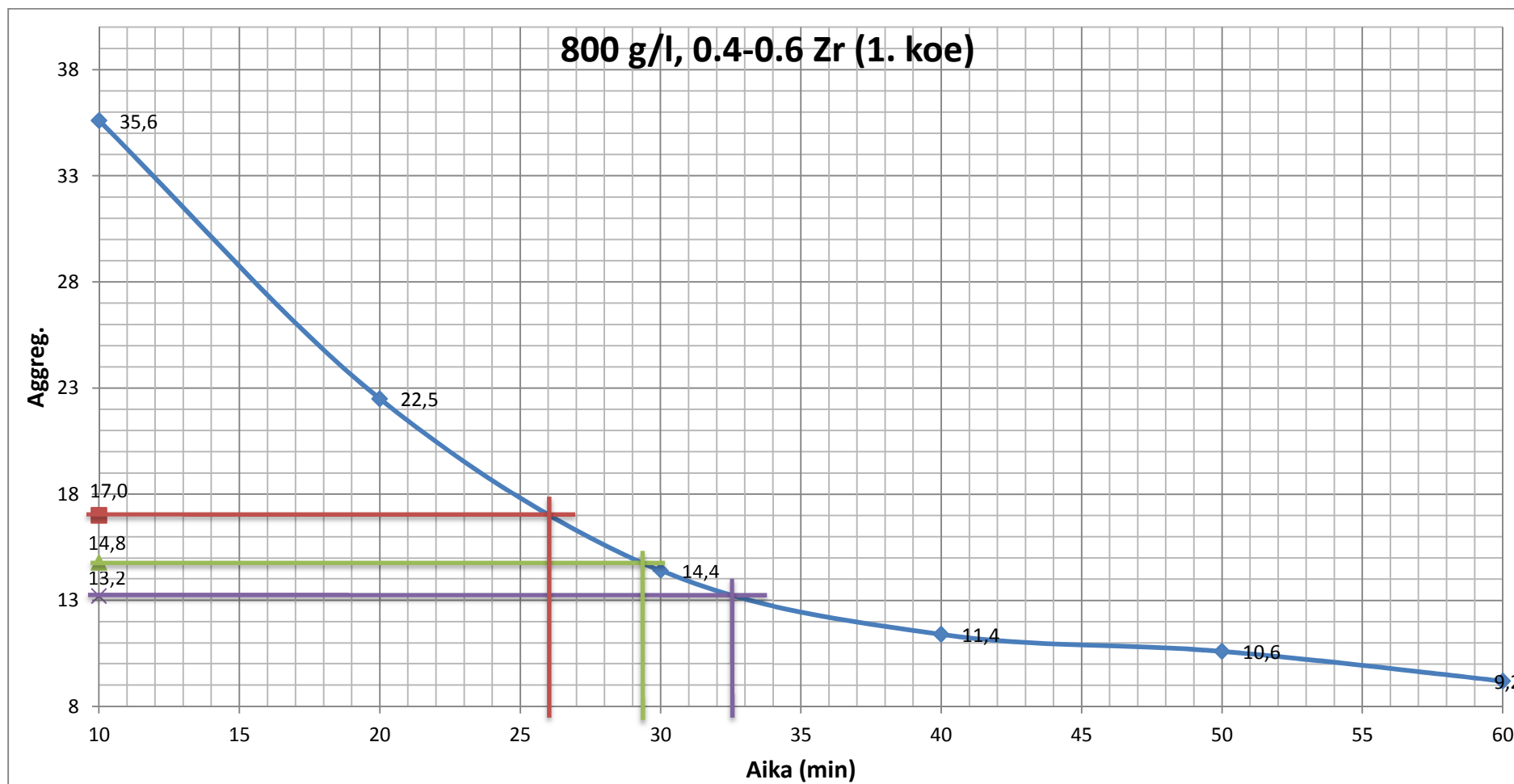
LIITE 1



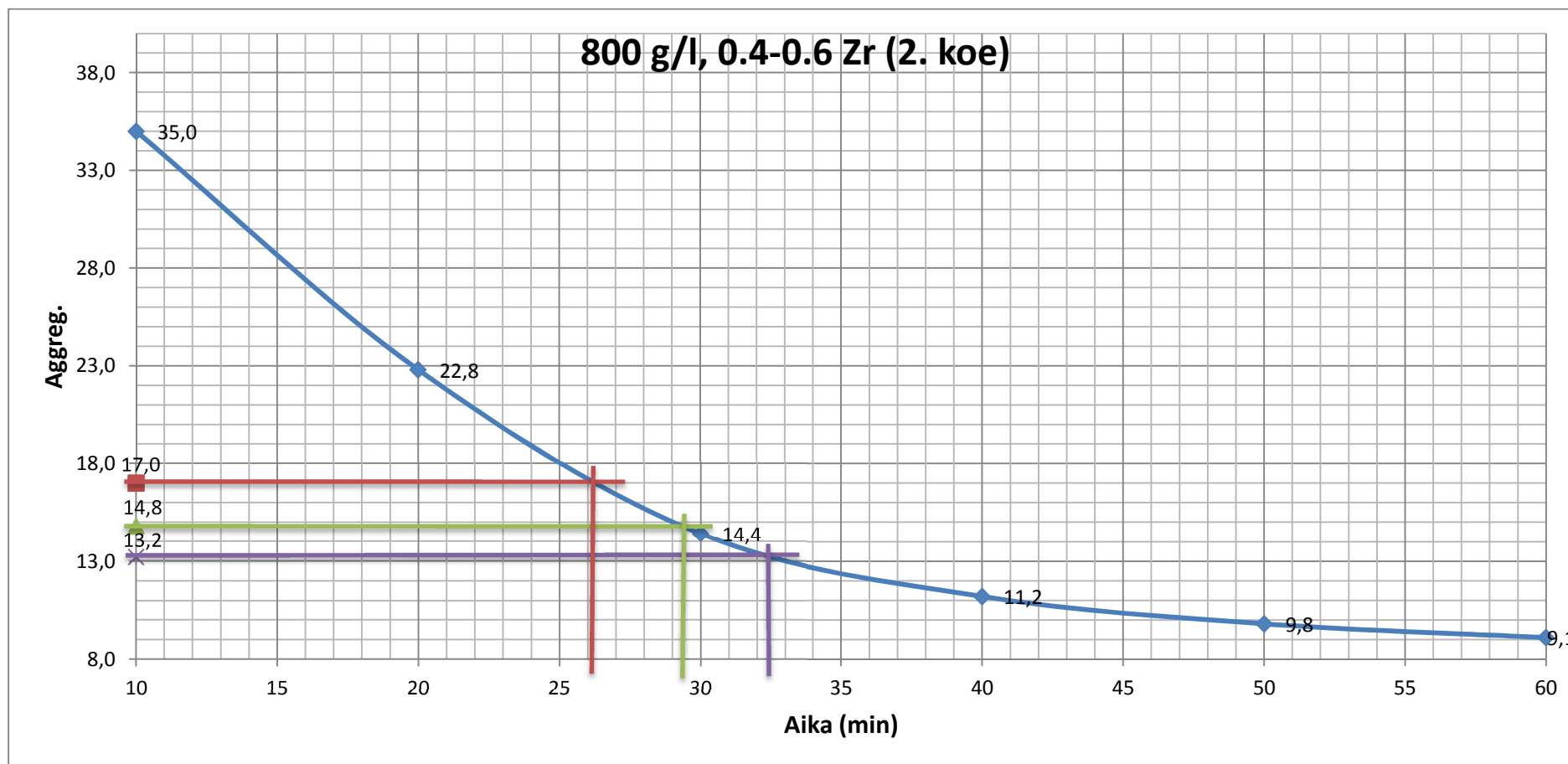
LIITE 2



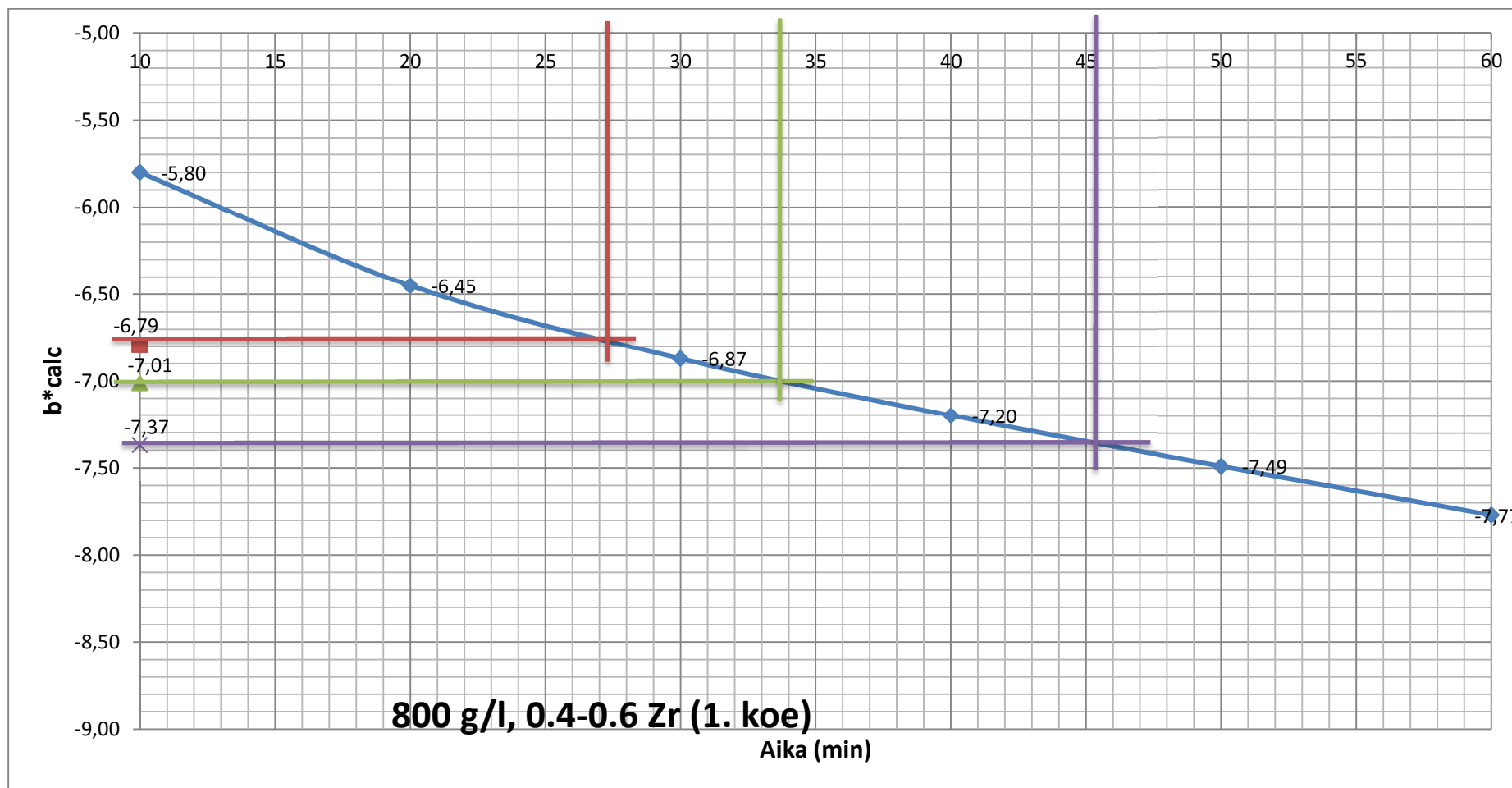
LIITE 3



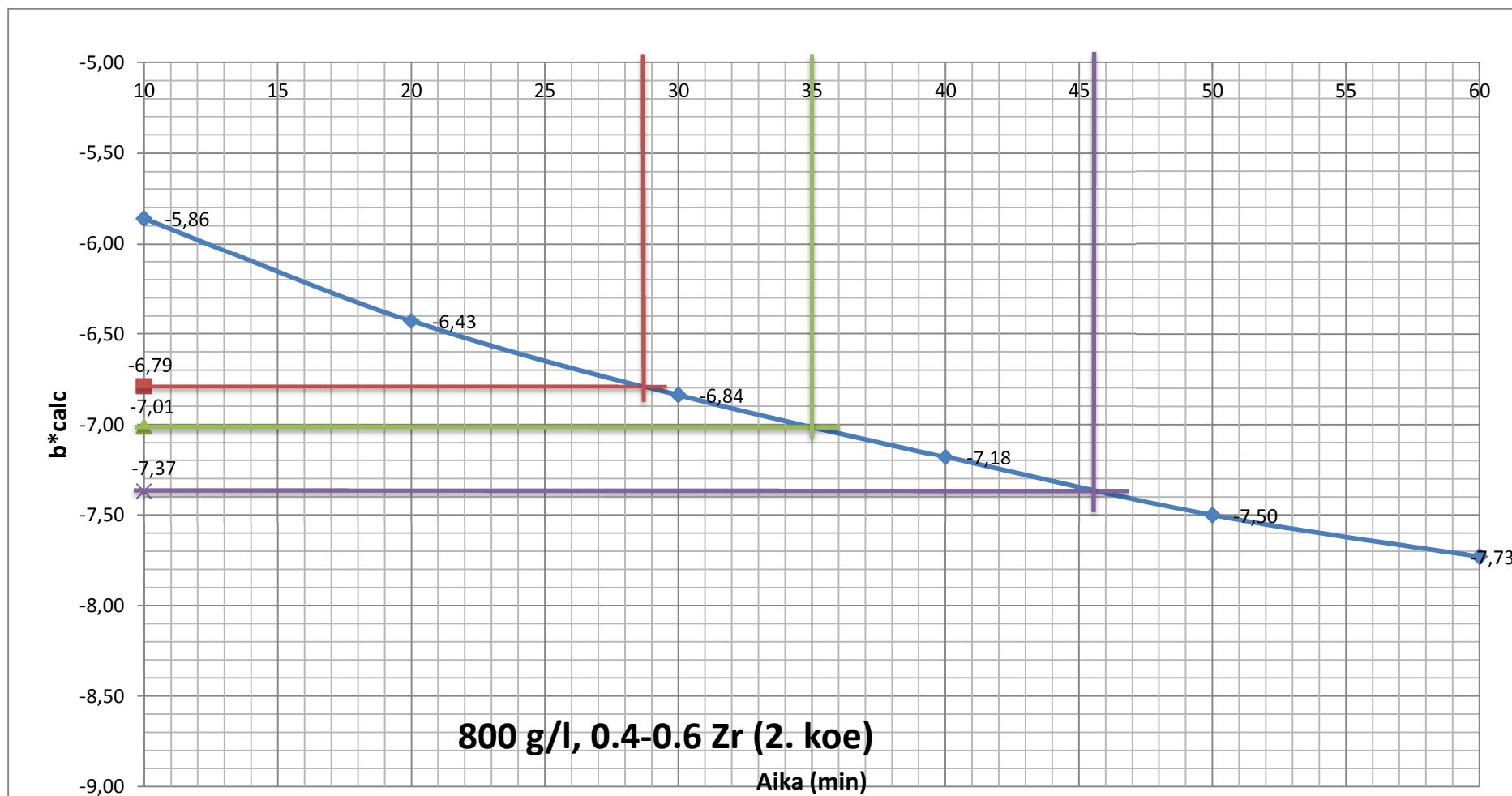
LIITE 4



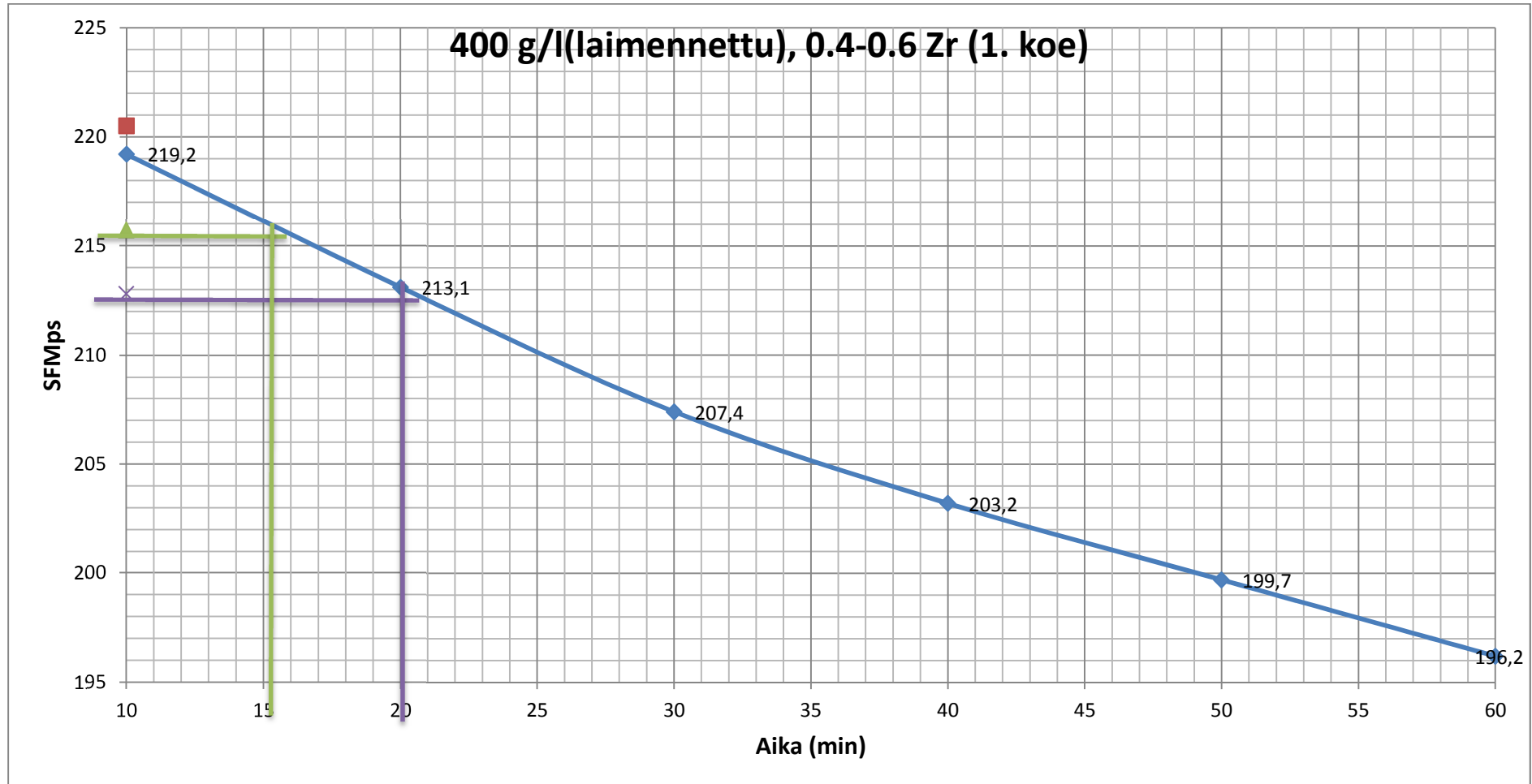
LIITE 5



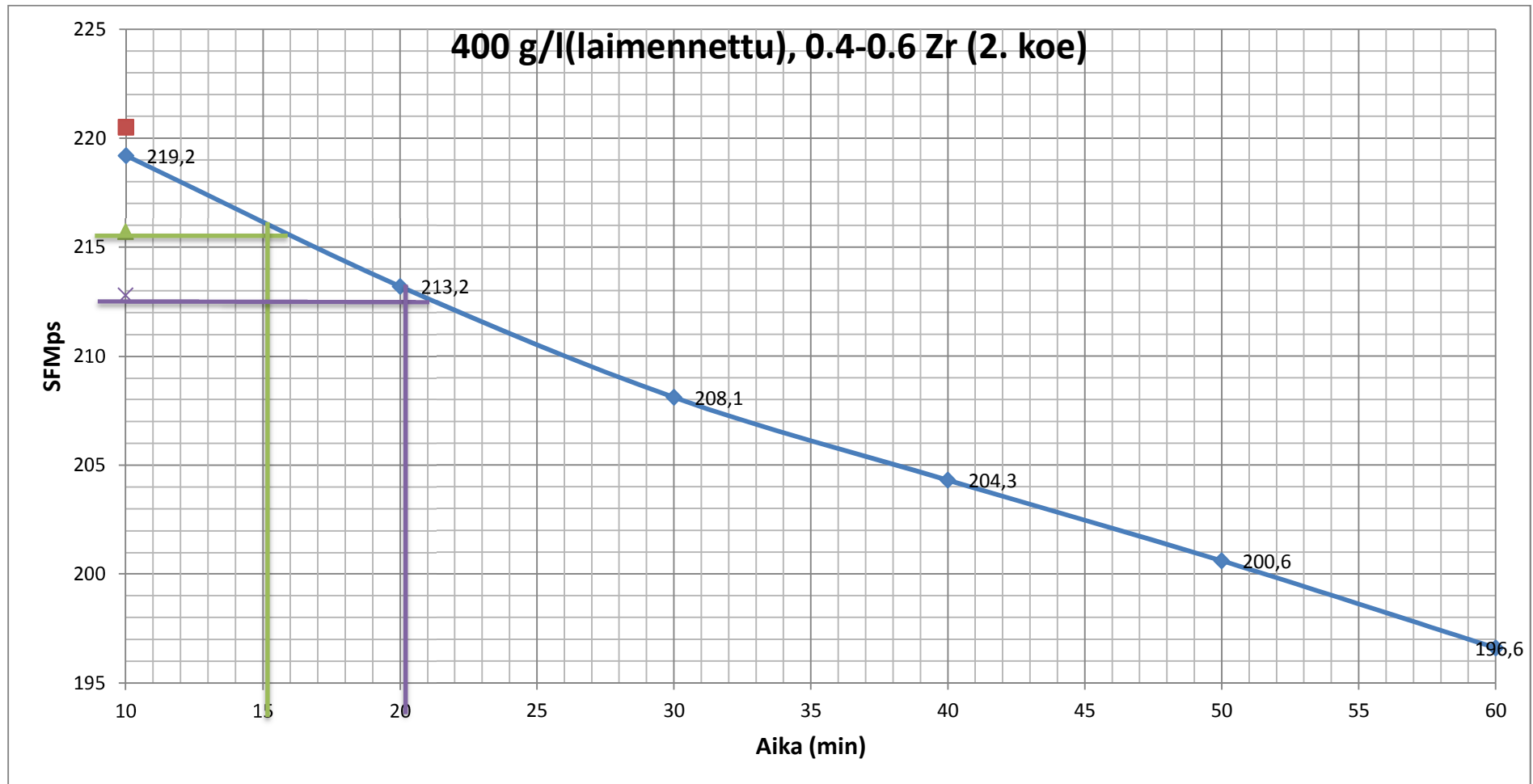
LIITE 6



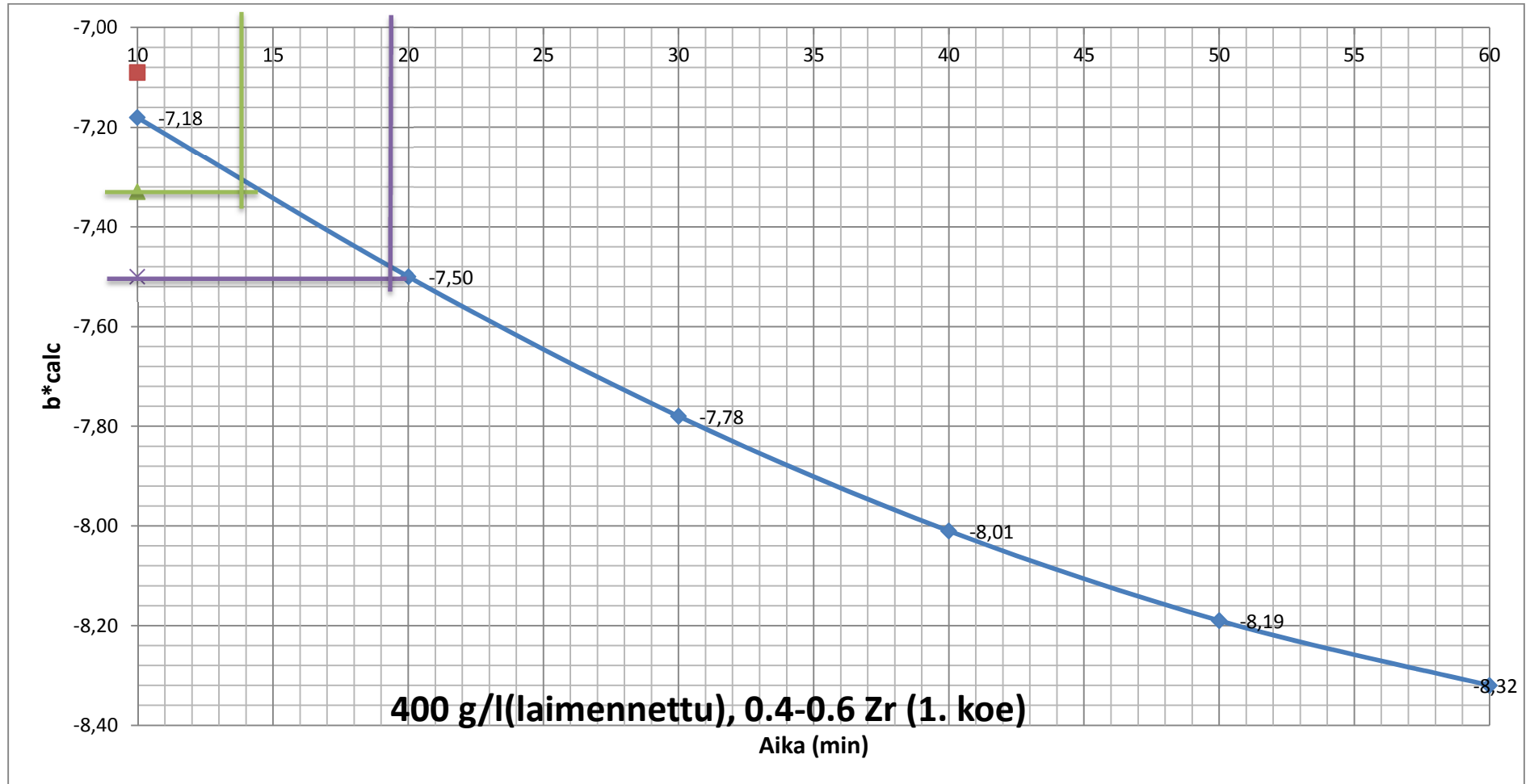
LIITE 7



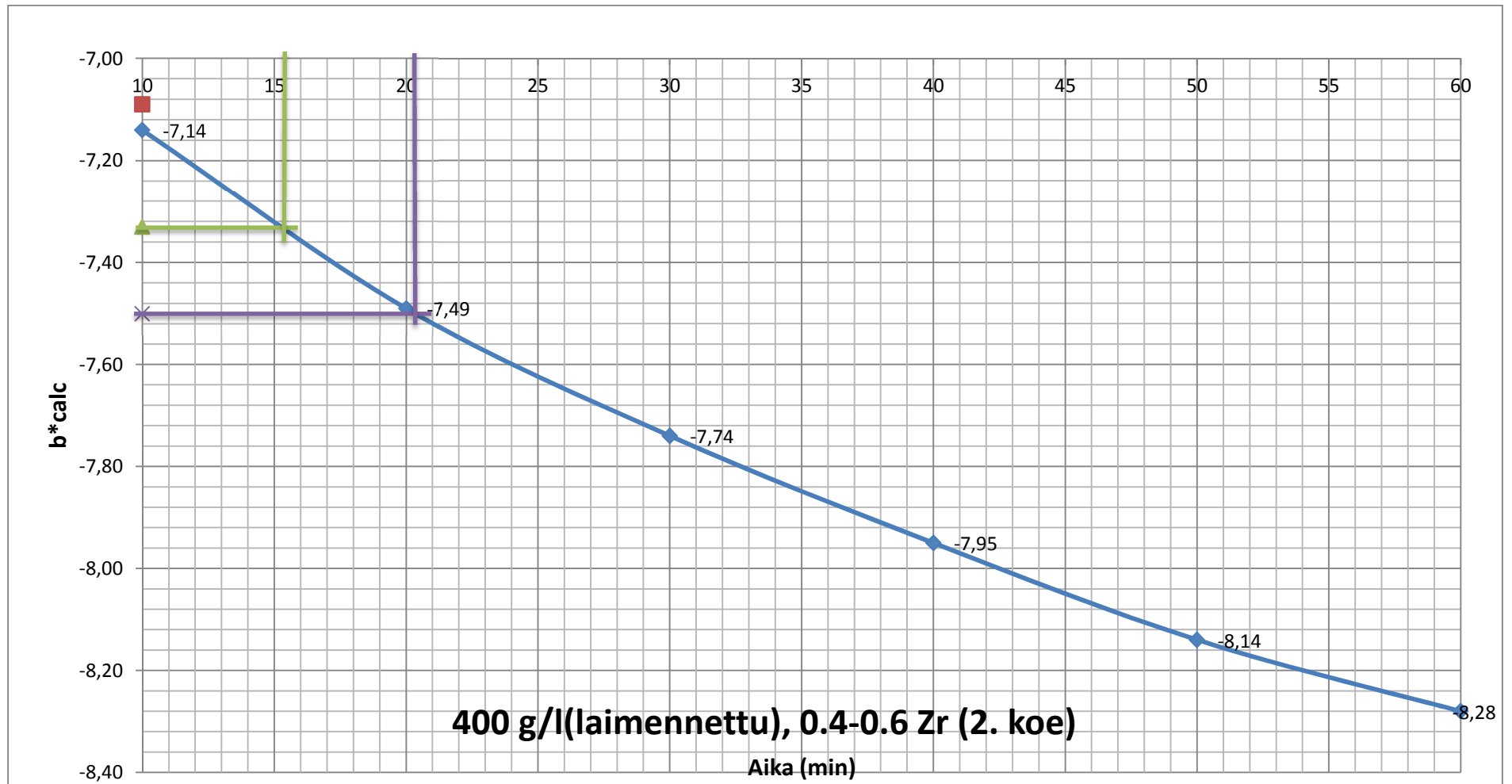
LIITE 8



LIITE 9



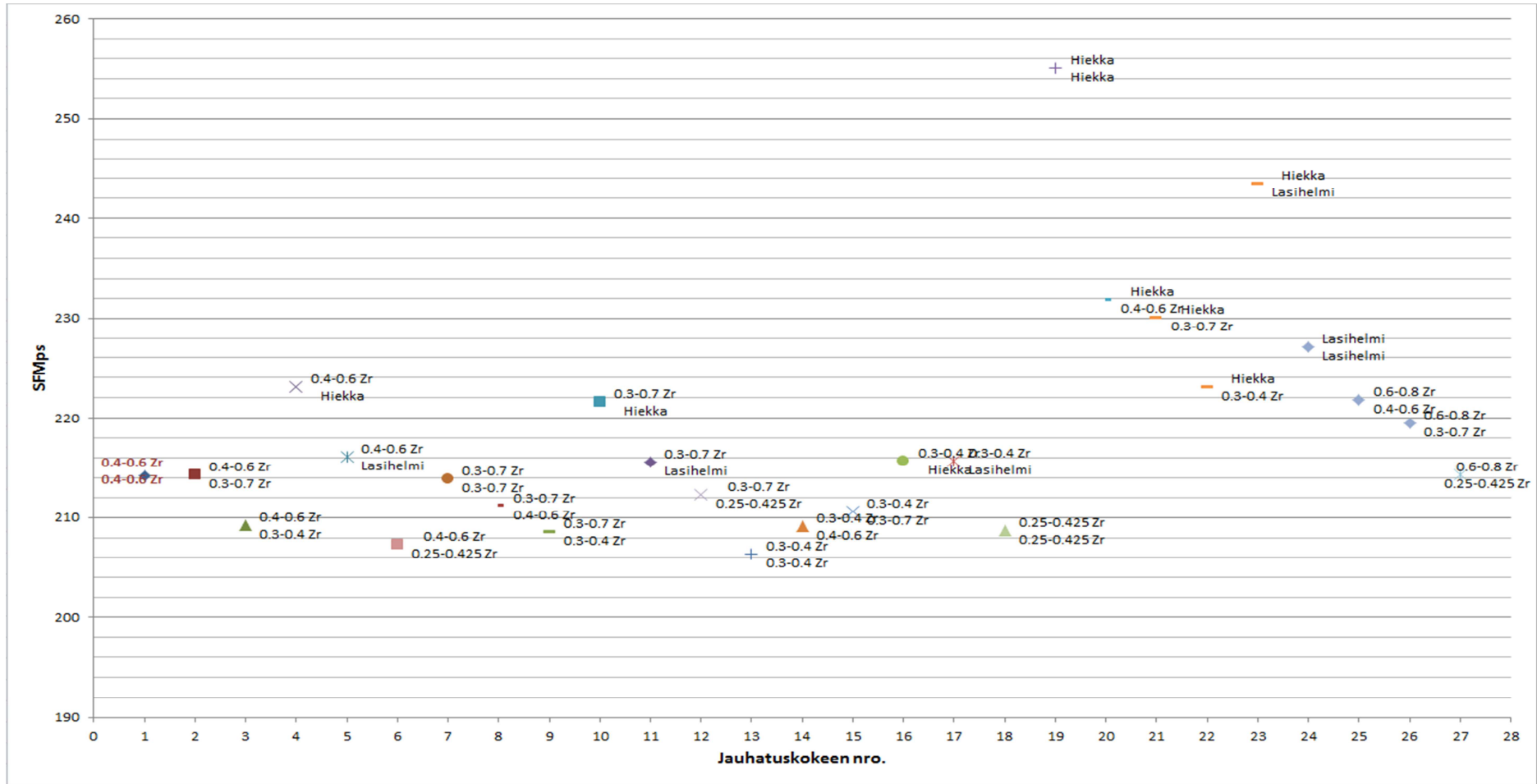
LIITE 10



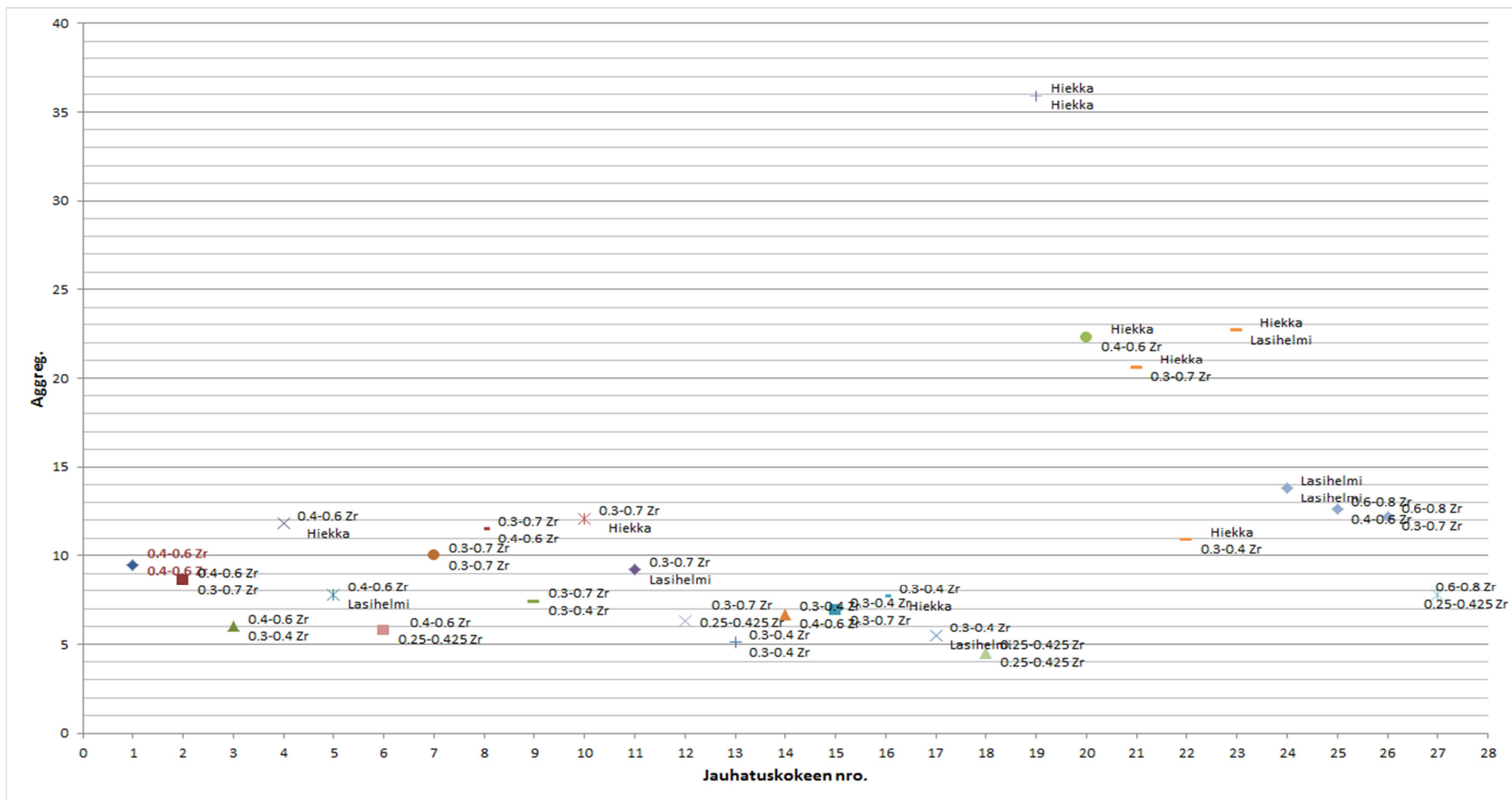
LIITE 11

Koe nro.	1. jauhatus (800 g/l)	2. jauhatus (400 g/l)	Suoritettu	SFMps	Aggreg.	bcalc*	SFMdef	SiO2(%)	ZrO2(%)
1	0.4 - 0.6 Zr	0.4 - 0.6 Zr	16.1.2013	214,2	9,5	-7,46	31,0	0,089	0,047
2	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.7 Zr	16.1.2013	214,3	8,6	-7,48	30,8	0,072	0,046
3	0.4 - 0.6 Zr	0.3 - 0.4 Zr	16.1.2013	209,2	6,0	-7,77	29,7	0,075	0,057
4	0.4 - 0.6 Zr	Jauhatushiekka	16.1.2013	223,1	11,8	-7,02	31,6	0,175	0,024
5	0.4 - 0.6 Zr	Lasihelmet	16.1.2013	216,1	7,8	-7,41	30,5	0,172	0,021
6	0.4 - 0.6 Zr	0.25 - 0.425 Zr	12.2.2013	207,3	5,8	-7,85	29,4	0,113	0,090
7	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.7 Zr	17.1.2013	213,9	10,0	-7,45	31,0	0,064	0,064
8	0.3 - 0.7 Zr	0.4 - 0.6 Zr	21.1.2013	211,2	11,5	-7,53	31,2	0,084	0,055
9	0.3 - 0.7 Zr	0.3 - 0.4 Zr	21.1.2013	208,6	7,4	-7,75	30,0	0,079	0,058
10	0.3 - 0.7 Zr	Jauhatushiekka	4.2.2013	221,6	12,1	-7,03	31,5	0,179	0,035
11	0.3 - 0.7 Zr	Lasihelmet	21.1.2013	215,6	9,2	-7,34	30,6	0,179	0,038
12	0.3 - 0.7 Zr	0.25 - 0.425 Zr	13.2.2013	212,3	6,3	-7,56	29,8	0,098	0,083
13	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.4 Zr	17.1.2013	206,4	5,1	-7,91	29,3	0,066	0,070
14	0.3 - 0.4 Zr	0.4 - 0.6 Zr	4.2.2013	209,1	6,7	-7,72	29,8	0,069	0,062
15	0.3 - 0.4 Zr	0.3 - 0.7 Zr	4.2.2013	210,6	6,9	-7,65	29,8	0,062	0,057
16	0.3 - 0.4 Zr	Jauhatushiekka	5.2.2013	215,7	7,7	-7,36	30,2	0,168	0,045
17	0.3 - 0.4 Zr	Lasihelmet	7.2.2013	215,7	5,5	-7,41	29,6	0,189	0,057
18	0.25 - 0.425 Zr	0.25 - 0.425 Zr	14.2.2013	208,7	4,5	-7,78	29,1	0,113	0,079
19	Jauhatushiekka	Jauhatushiekka	5.2.2013	255,1	35,9	-5,74	37,4	0,153	0,004
20	Jauhatushiekka	0.4 - 0.6 Zr	5.2.2013	231,9	22,3	-6,63	32,9	0,161	0,017
21	Jauhatushiekka	0.3 - 0.7 Zr	6.2.2013	230,1	20,6	-6,72	32,5	0,088	0,028
22	Jauhatushiekka	0.3 - 0.4 Zr	6.2.2013	223,1	10,9	-6,97	31,2	0,073	0,028
23	Jauhatushiekka	Lasihelmet	6.2.2013	243,5	22,7	-6,23	31,2	0,161	0,004
24	Lasihelmet	Lasihelmet	11.2.2013	227,1	13,8	-6,91	30,5	0,184	0,004
25	0.6 - 0.8 Zr	0.4 - 0.6 Zr	11.2.2013	221,8	12,6	-7,02	31,8	0,061	0,039
26	0.6 - 0.8 Zr	0.3 - 0.7 Zr	11.2.2013	219,5	12,2	-7,16	31,8	0,059	0,046
27	0.6 - 0.8 Zr	0.25 - 0.425 Zr	13.2.2013	214,3	7,8	-7,43	30,2	0,088	0,058

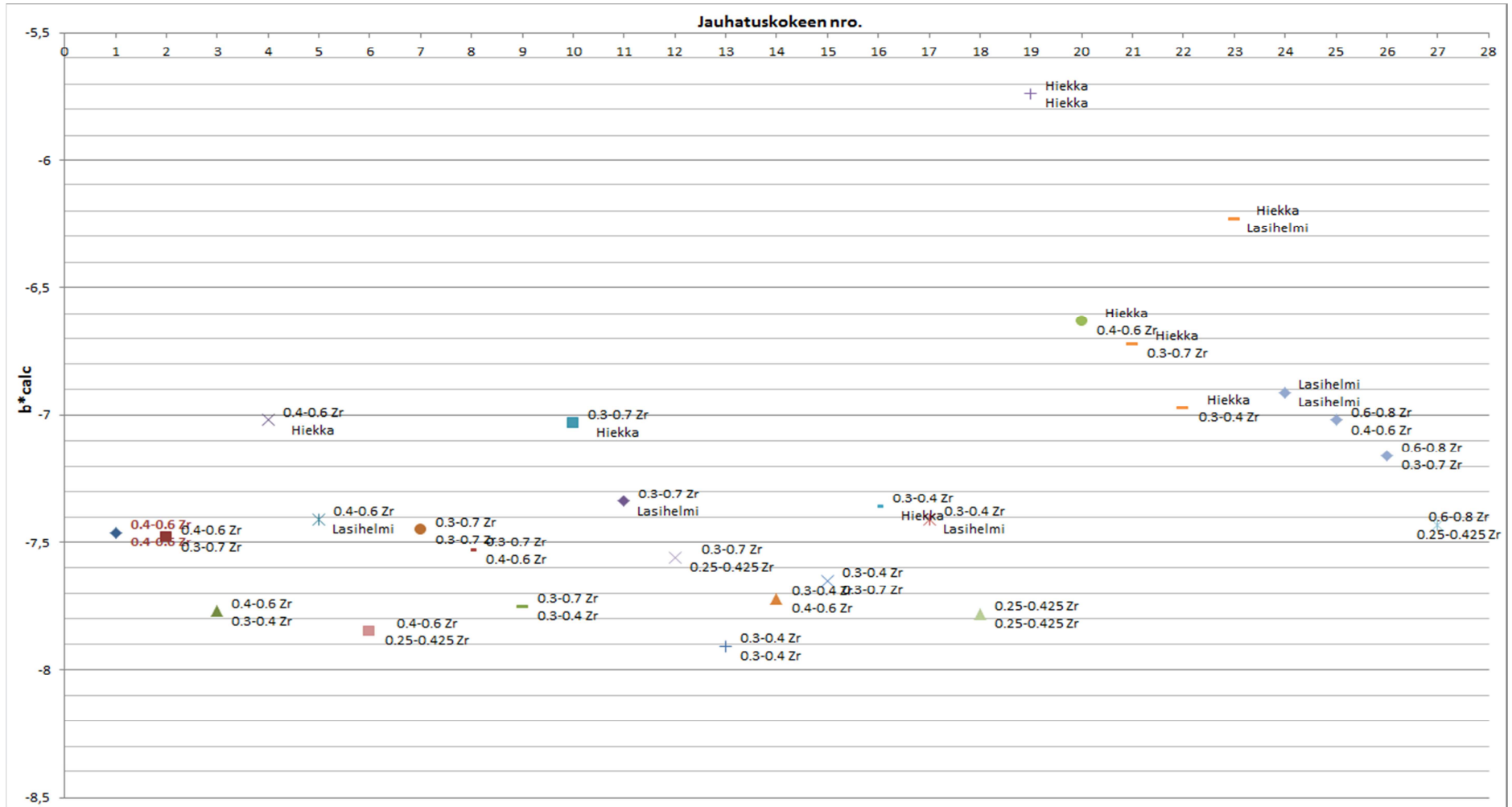
LIITE 12



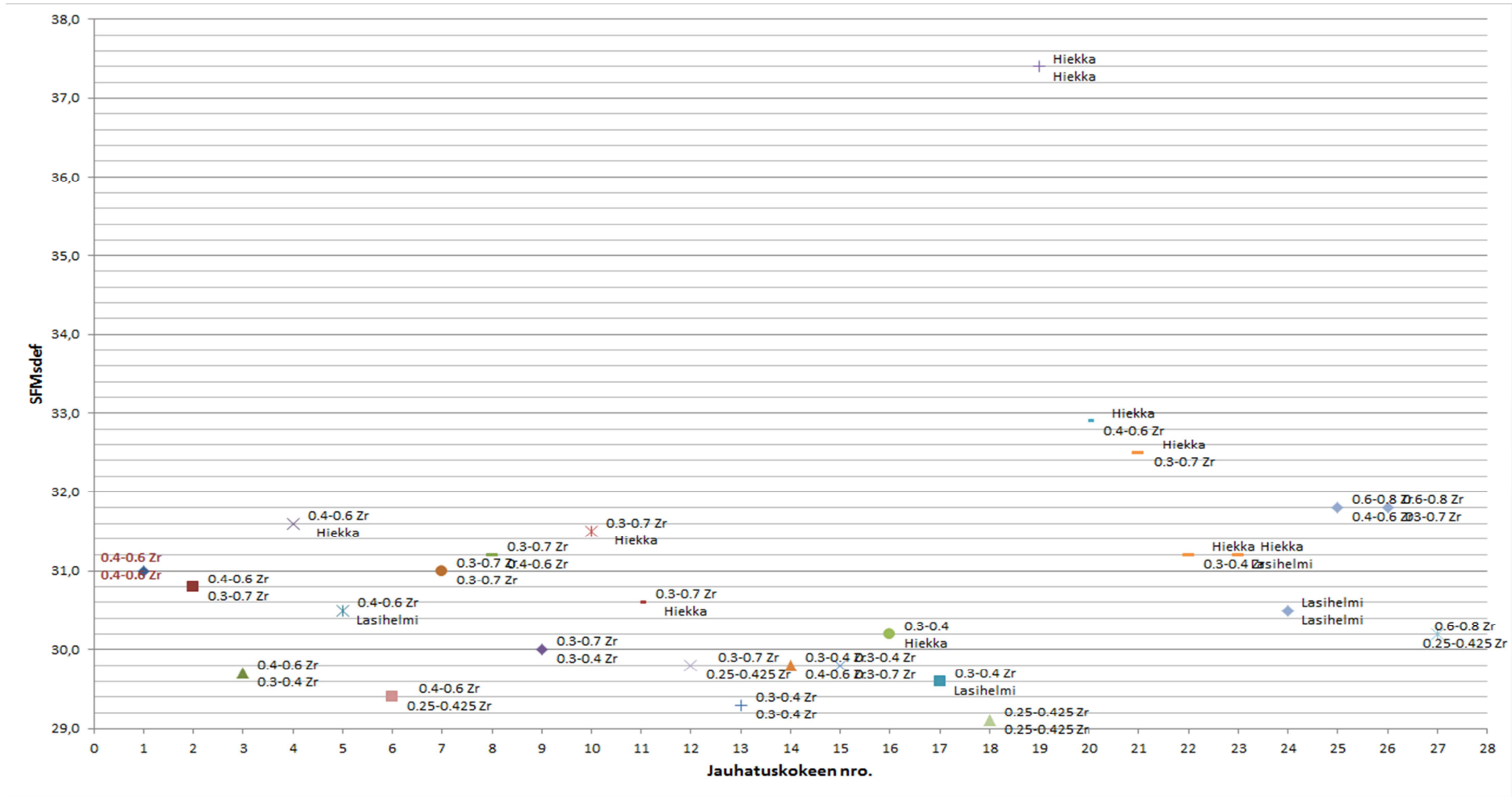
LIITE 13



LIITE 14



LIITE 15



LIITE 16

