

SATAKUNNAN AMMATTIKORKEAKOULU

Sami Airasmaa

41-ILMENIITTIMYLLYPIIRIN SÄÄTÖJEN VAIKUTUS  
HIUKKASKOKOJAKAUMAAN

ENERGIA- JA LAIVAKONETEKNIIKAN KOULUTUSOHJELMA

Energiatekniikka

2006

# 41-ILMENIITTIMYLLYN SÄÄTÖJEN VAIKUTUS HIUKKASKOKOJAKAUMAAN

Airasmaa, Sami  
Satakunnan ammattikorkeakoulu  
Tekniikka Pori  
Energia- ja laivakonetekniikan koulutusohjelma  
Energiatekniikka  
Joulukuu 2006  
Työn ohjaaja: Lehtori Viitanen Kari  
Työn ohjaaja: Tuotantopäällikkö Harju Ilpo  
Avainsanat: Ilmeniitti, jauhatus  
UDK: 66.01, 661.8, 667.622  
Sivumäärä: 41

## TIIVISTELMÄ

Kemira Pigments Oy:n titaanioksidipigmenttiprosessin ensimmäisiä vaiheita on ilmeniitin jauhatus kuulamylyssä. Jauhatusprosessin lopputuloksessa on ilmeniitin halutun hiukkaskoon osuus liian pieni. Halutusta poikkeavat hiukkaskoot hienonnetussa ilmeniitissä aiheuttavat jatkoprosesseissa ongelmia ja nostavat tuotantokustannuksia.

Jauhatus tapahtuu sulkeisessa alipaineisessa piirissä kuulamylyllä. Materiaali liikkuu piirissä ilmavirran mukana. Opinnäytetyön tavoitteena oli tutkia jauhatusprosessissa olevien säätöjen vaikutusta jauhatustuloksen hiukkaskokoon. Jauhatustulosta analysoitiin hiukkaskokojakauma-analyysillä. Analysoitavia näytteitä otettiin jauhetusta ilmeniitistä sekä karkeasta, myllyyn uudelleen palaavasta ilmeniitistä.

Koeajon jälkeen havaittiin säädöillä olleen vaikutusta hiukkaskokojakaumiin. Prosessia säätämällä saatiin vähennettyä haitallisten kokoluokkien osuuksia ja lisättyä tavoitellun kokoluokan osuutta jauhatustuloksessa. Lisäksi koeajon aikana havaittiin ilmavuotojen haitallinen vaikutus jauhatuspiirissä, sekä yksi ilmavuodon syntymekanismi.

# EFFECT OF MILL CONTROLS ON PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

Airasmaa, Sami

Satakunta University of Applied Sciences

School of Technology Pori

BSc Degree Programme in Power Plant and Marine Engineering

Field of Specialisation Power Plant Engineering

December 2006

Supervisor: Lecturer Viitanen Kari

Supervisor: Production Manager Harju Ilpo

Keywords: Ilmenite, milling, grinding

UDC: 66.01, 661.8, 667.622

Number of pages: 41

## ABSTRACT

Ilmenite milling in the ball mill is one of the first phases of the titanium dioxide manufacturing in Kemira Pigment Ltd's plant. The finished product of the milling process contains too small amount of the wanted size class. The particle sizes that are different than wanted cause problems in the following processes and bring on costs in manufacturing.

Milling takes place in a closed, underpressurised circuit in the ball mill. The ground material is transported by circulating air. The goal of this thesis was to analyse how changes of controls affect the milling result. The milling result was analysed with particle size distribution analysis. Samples for analyses were taken from ground ilmenite and coarse ilmenite that was going to regrinding.

After the test run it was discovered that a change of controls had an affect on particle size distributions. When the controls of the process were changed it accomplished a reduction of harmful particle size classes and managed to increase the wanted particle size class of the milling result. Also during the test run it was discovered what kind of harmful effect an air leakage has on the process and one break out mechanism of air leakage was also found.

## ESIPUHE

Haluan esittää kiitokseni Kemira Pigments Oy:lle ja tuotantopäällikkö Ilpo Harjulle mahdollisuudesta tehdä opinnäytetyöni Kemirassa. Kiitokset myös Kemiran henkilökunnalle avusta ja yhteistyöstä. Satakunnan ammattikorkeakoulun puolelta haluan kiittää työni ohjaajaa ja tarkastajaa lehtori, DI Kari Viitasta sekä laboratorioinsinööri Tapio Toukosta, joka avusti ja opasti näytteiden analysoinnissa keskeillä kesää. Erityisesti haluan kiittää lehtori, TkL Pekka Zengeriä, joka kannusti minua opiskeluissani. Perheeni ansaitsee kiitokset tuesta ja pitkästä pinnasta.

Porissa 7.12.2006

Sami Airasmaa

# SISÄLLYSLUETTELO

1	JOHDANTO .....	6
2	KEMIRA PIGMENTS OY .....	7
3	KEMIRA PIGMENTSIN TiO <sub>2</sub> -PIGMENTIN SULFAATTIPROSESSI .....	7
4	JAUHATUS .....	10
4.1	Tutkittava ilmeniitin jauhatuslaitteisto .....	10
4.2	Kaksoiskartioerotin .....	12
4.3	Ilmeniitin jauhatus 41-myllypiirissä .....	13
4.4	Myllypiirin ajoperiaatteet.....	15
5	HIUKKASKOKO .....	16
5.1	Jauhatustuloksen mittaaminen .....	16
5.1.1	Seulajäännösanalyysi .....	17
5.1.2	Hiukkaskokojakauma-analyysi laserdiffraktiomäärityksellä.....	18
5.2	Partikkelikoon merkitys TiO <sub>2</sub> -prosessissa .....	19
5.3	Hiukkaskokojakauman kaventaminen .....	20
6	KOEAJOT JA MITTAUKSET .....	22
6.1	Koeajon suoritus .....	22
6.2	Säädettävät kohteet ja näytteenottopaikat .....	23
6.3	Kanaviston virtauksien mittaaminen .....	23
6.4	Seurattavat mittaukset.....	24
6.5	Jauhatustuloksen tarkastelu.....	25
7	TULOKSET .....	26
7.1	Hiukkaskokojakauman verrattavuus seulajäännökseen.....	26
7.2	Säätöjen vaikutus jauhatustulokseen ja myllypiirin laitteisiin.....	27
8	TULOSTEN TARKASTELU .....	30
8.1	Johtopäätökset koeajon tulosten pohjalta.....	30
8.1.1	Säätöjen muuttamisen vaikutukset myllypiirin laitteisiin.....	31
8.1.2	Säätöjen muuttamisen vaikutukset jauhatustulokseen .....	31
8.2	Myllypiirin toimintaa haittaavat tekijät .....	32
8.3	Onko tutkimus hyödynnettävissä muihin myllylaitoksiin .....	33
8.4	Ehdotuksia jatkotoimenpiteiksi.....	33
9	LÄHDELUETTELO.....	35

## 1 JOHDANTO

Työssä tutkittiin ilmeniitin jauhatusta Kemira Pigments Oy:n tehtaalla Porissa. Tehtaan sulfaattiprosessin päätuote on  $\text{TiO}_2$ -pigmentti. Työn tavoitteena oli selvittää voidaanko ilmamäärien suhdetta ja luokittimen säätöjä muuttamalla saada sekä myllyn kapasiteettia lisättyä, että hiukkaskokojakaumaa kavennettua. Se, että jauhatus, ensimmäinen varsinainen prosessivaihe kuivatuksen kanssa olisi pullonkaulana tässä monimutkaisessa prosessien ketjussa, ei ole toivottavaa.

Kapasiteetin lisääminen ja ylijauhautumisongelma ovat sidoksissa toisiinsa. Ylijauhautuneiden hiukkasten osuus jauhatustuloksessa on nykytilanteessa liian korkea. Mylly jauhaa ilmeniittiä liikaa ja samalla alentaa myllyn kapasiteettia.

Myllypiirissä ilmakeinavat kulkevat myllyn läpi ja myllyn ohi. Ajatuksena on kasvattaa myllyn läpi virtaavan ilman määrää suhteessa myllyn ohittavan ilman määrään muuttamalla säätöpeltien asentoja. Kun myös luokittimen erotusrajaa säädetään suuremmaksi, saadaan lopputuotteena hieman karkeampaa ilmeniittiä ja vastaavasti pienten hiukkasten osuutta saadaan alennettua. Kun hiukkasten jauhatusaika pienenee, niin tuotantomääräkin kasvaa.

Säätöjen muuttamisen perusteeksi oli aluksi ajateltu kanaviston ilmamääriä ja virtausnopeuksia sekä jauhatustuloksen hiukkaskokojakaumaa. Koemittauksia tehdessä kuitenkin kävi nopeasti ilmi, ettei luotettavia ja yhdenmukaisia virtausmittauksia saada tehdyksi, johtuen kanavistoissa vallitsevista olosuhteista. Niinpä koeajot suoritettiin ainoastaan merkitsemällä säätöpeltien asennot muistiin ja sitten verrattiin säätöjen vaikutusta käytössä oleviin mittauksiin ja jauhatustulokseen. Lisäksi myllypiirin silmämääräisen valvonnan havainnot kuuluivat tärkeänä osana koeajoon.

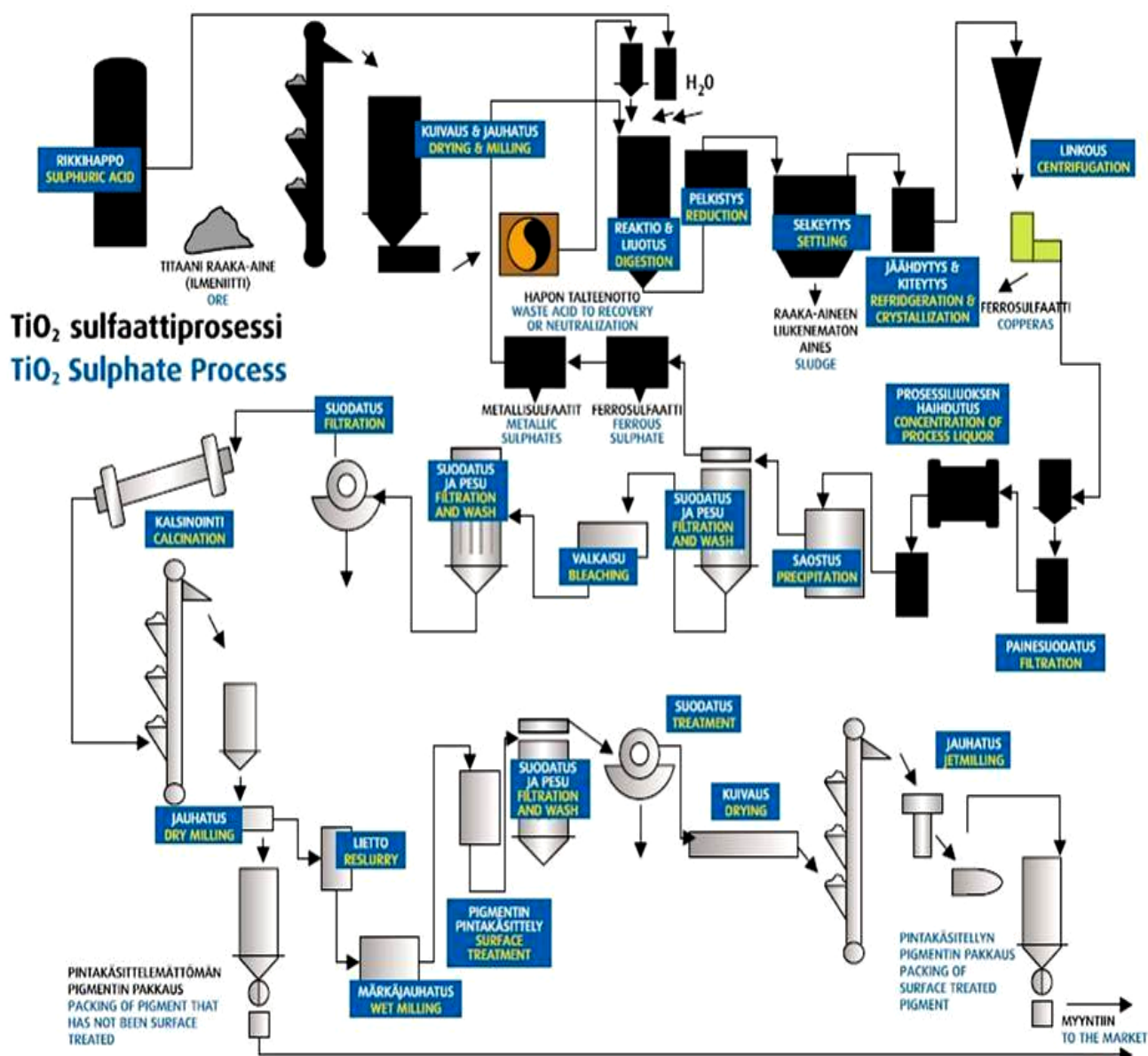
## 2 KEMIRA PIGMENTS OY

Kemira Pigments Oy:n, entisen Kemira Vuorikemian ensimmäinen tehdas käynnistettiin vuonna 1961 ja se alkoi tuottaa titaanidioksidipigmenttiä sulfaattiprosessilla. Tänä päivänä tehtaita on neljä rinnakkain ja tuotantokapasiteetti on 130000 tonnia vuodessa.  $\text{TiO}_2$ -pigmentin lisäksi tehdas tuottaa erikoistuotteita. Tehtaan tuotteiden pääkäyttäjät ovat muun muassa kosmetiikka-, lääke- ja elintarviketeollisuus. Meri-Porissa sijaitsevalla tehtaalla syntyy myös oheistuotteita, joista merkittävintä, ferrosulfaattia, käytetään esimerkiksi jäte- ja juomavesien puhdistamiseen. /1, s. 3

## 3 KEMIRA PIGMENTSIN $\text{TiO}_2$ -PIGMENTIN SULFAATTIPROSESSI

Titaanidioksidipigmentin valmistuksen pääraaka-aineet ovat ilmeniitti, rikkihappo, vesi ja rautaromu. Sulfaattiprosessin (kuva 1) aikana täysin musta jauhe muuttuu vitivalkoiseksi jauheeksi. Monivaiheista prosessia on luonnehdittu yhdeksi kemianteollisuuden vaikeimmista. /2, s.110

Tehtaalle kuljetettu ilmeniitti ( $\text{FeTiO}_3$ ) kuivataan ja jauhetaan. Oikeaan hiukkaskokoon jauhettu ilmeniitti panostetaan väkevän rikkihapon ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) kanssa suuriin reaktoreihin, jossa reaktio käynnistetään tulistetun höyryn avulla. Voimakkaasti eksoterminen reaktio haihduttaa seoksessa olevaa vettä ja syntyvä vesihöyry tumpaa mukaansa rikkihapposumua ja ilmeniittiä. Epäpuhtauksien pääsy ympäristöön estetään kaasunpesureiden avulla. Reaktion tuloksena saadaan kiinteä reaktiokakku, joka liuotetaan veden ja jätehapon avulla. /2, s.111



Kuva 1. TiO<sub>2</sub>-pigmentin sulfaattiprosessi /3

Liuksessa oleva ilmeniitin 3-arvoinen rauta pelkistetään rautaromun avulla 2-arvoiseksi, jotta sen peseytyminen pigmentistä myöhemmin onnistuu. Samalla osa liuoksen titaanista pelkistyy 4-arvoisesta 3-arvoiseksi, jolloin liuos värjäytyy lähes mustaksi. /2, s.111

Liuokseen jääneet liukenemattomat kiintoaineet erotetaan selkeyttämällä. Jäännöksenä saatavasta jättemudasta suodatetaan ja pestään talteen liukoinen titaani. Jäljelle jäänyt hapan aines neutraloidaan ja läjitetään. /2, s.111



Selkeytetty liuos jäähdytetään, jolloin suuri osa siinä olevasta raudasta kiteytyy ferrosulfaattina ( $\text{FeSO}_4$ ), joka erotetaan liuoksesta sakeuttamalla ja linkoamalla. Ferrosulfaatti on tehtaan tärkeää sivutuotetta. /2, s.111

Jäähdytetty liuos väkevöidään lämmittämällä ja tyhjiöhaihdutuksella, jonka jälkeen väkevöity liuos siirretään saostussäiliöihin. Titaani saostetaan oksihydraattina hydrolyysin avulla. Saostettu liuos suodatetaan, jolloin amorfinen titaanioksihydraatti saadaan erotettua ja jäljelle jää jätehappoa. Jätehappo kulkeutuu jätehapon väkevöintilaitoksen kautta uudelleen alkupään prosessien käytettäväksi. /2, s.112

Amorfinen titaanioksihydraatti käsitellään kaksivaiheisessa pesussa raudan ja raskasmetallien poistamiseksi. Osa pesuvesistä kiertää takaisin alkupään prosesseihin ja loput ohjataan vedenpuhdistuslaitokselle. Pestyyn lietteeseen lisätään apuaineita, jonka jälkeen liete johdetaan pyöriviin, putkimaisiin kalsinointiuuneihin. Uuneja lämmitetään propaanikaasulla. Kalsinointiuunien loppupäässä pigmenttimassan lämpötila on noin  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Lopullinen pigmenttikide muodostuu kalsinointiuunissa. /2, s.112

Muodostuneet kiteet jauhetaan kuivajauhatuksella. Kuivajauhatuksen jälkeen anaataasikiteet ovat valmista tuotetta. Rutiililaatu lietetään vielä veteen ja hienonnetaan märkäjauhatuksella, jolloin päästään lähes yksittäisten kiteiden tasolle. Kiteet ovat niin kovia, ettei niitä voi enää hienontaa. /2, s.113

Jälkikäsitelyssä pigmenttikiteet pinnoitetaan orgaanisilla ja epäorgaanisilla pinnoiteaineilla. Tämän jälkeen pigmenttimassasta pestään liukoiset suolat pois ja kuivataan. Kuivatuksessa syntyneet paakut rikotaan, jonka jälkeen tuote voidaan pakata. /2, s.113

## 4 JAUHATUS

Hienonnustekniikkaan kuuluva käsittelyvaihe, jauhatus, on yksi teollisuuden tärkeimmistä perusprosesseista. Hienonnukseen kuuluu kolme selkeää päätyövaihetta, malmikiven louhinta, murskaus ja murskeen jauhatus. Hienonnuslaitteiston peruskoneistoon kuuluvat myllyt ja luokittimet. /4, s. 6, 12, 15

Jauhatuksella pyritään tuottamaan materiaalille haluttu raekokojakautuma. Jauhatusta suoritetaan myllyssä, jossa on jauhinkappaleita. Jauhatusta voi olla joko kuivatai märkäjauhatusta. /4, s. 12, 15

Myllyssä partikkeleihin kohdistuu iskuja, puristusta ja hierontaa. Myllyn jälkeen jauhattu materiaali ohjataan luokittimelle, joka erottelee haluttua kokoluokkaa suuremmat partikkelit pois materiaalivirrasta ja ohjaa ne takaisin myllyyn. Halutun kokoluokan ja sitä pienemmät partikkelit siirretään seuraaviin prosessivaiheisiin. /4, s. 7, 12

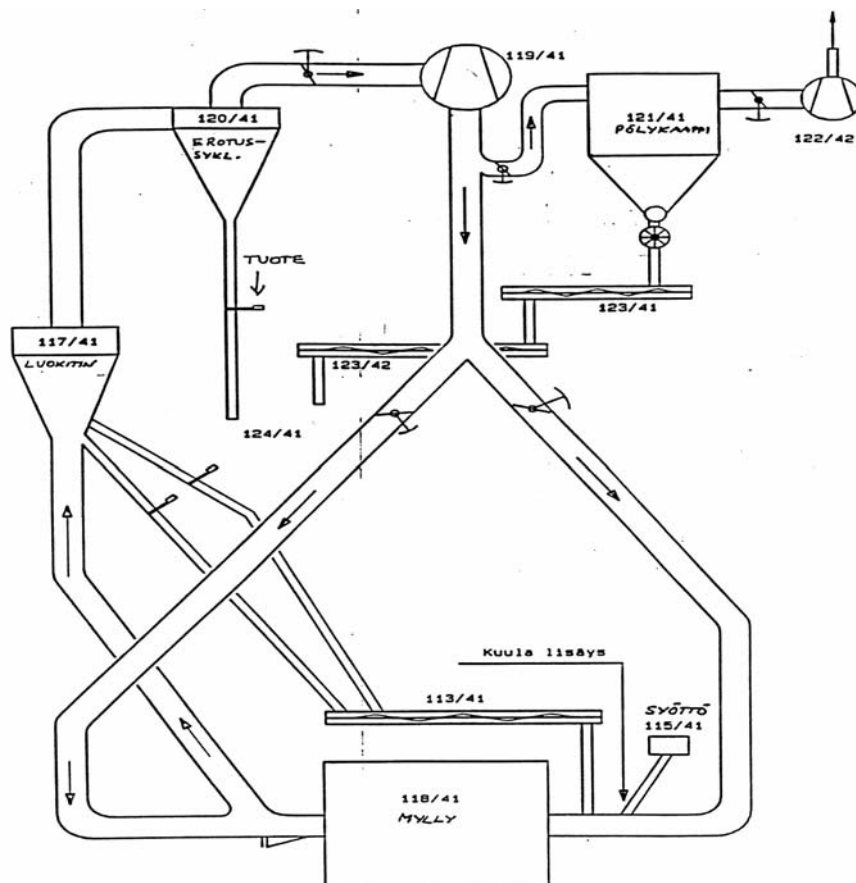
Hienonnuslaitteistot toimivat joko avoimessa tai sulkeisessa piirissä. Avoimessa piirissä luokituslaitteet on sijoitettu jauhatuslaitteiden eteen, jolloin jauhattava materiaali luokitetaan ennen jauhamista. Luokittimen erottama karkea materiaali ohjataan myllyyn hienomman materiaalin ohittaessa sen. Materiaalivirrat yhdistyvät hienonnuksen jälkeen. Sulkeisessa piirissä hiukkaset ohjataan takaisin luokittimeen monta kertaa, kunnes haluttu kokoluokka on saavutettu. /4, s. 7

### 4.1 Tutkittava ilmeniitin jauhatuslaitteisto

Kyseessä oleva jauhatuslaitteisto on suljettu kuivajauhatuspiiri, jossa ilmeniittihiukkasia hienonnetaan noin 200 µm:n koosta 20 µm:n kokoon. Kuljettavana väliaineena laitteistossa on ilma. 41-myllypiirin jauhatuskapasiteetti on noin 10 t/h.

41-myllypiirin pääosat (kuva 2):

- Kiertoilmapuhallin
- Erotussykloni
- Kuulamyllly
- Pölykaappi
- Luokitin



Kuva 2. Myllypiirin periaatekuva /5, s. 61

Tällä hetkellä saatavaa prosessitietoa ovat:

- massavirta hihnavaa'alta,
- ampeerimittauksia:
  - myllyltä,
  - karkean palautus ruuvilta,
  - kiertoilmapuhaltimelta,
  - poistoilmapuhaltimelta,
- tärinämittauksia myllyltä ja kiertoilmapuhaltimelta,
- moottoreiden ja vaihteistojen lämpötiloja,
- voiteluöljyjen paineita,

- pölykaapin paine-ero,
- seulajäännösanalyysi käyttölaboratoriosta kolme kertaa viikossa.

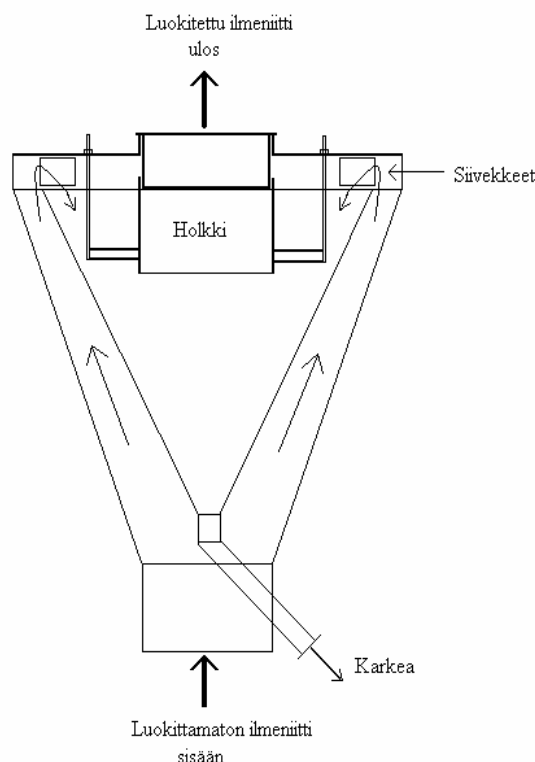
Alkuperäisessä kokoonpanossa on ollut ilmakehässä vesipatsasalipainemittauksia U-putkivetomittareita. Lisäksi kokoonpanoon on alun perin suunniteltu äänentarkkailulaite, joka ohjaa hihnavaa'an toimintaa. Näitä mittauksia ei ole tällä hetkellä käytössä. /6, s.21

#### 4.2 Kaksoiskartioerotin

Luokittimena on kaksoiskartioerotin, jota voi kutsua myllypiirin tärkeimmäksi laitteeksi. Se erottelee suuret hiukkaset pois ilmavirran mukana kulkevasta ilmenitiistä ja ohjaa ne takaisin jauhettavaksi.

Luokitin koostuu kahdesta samankeskeisesti asennetusta kartiosta, (Kuva 3) joiden välissä on rengas. Kartioiden päällä on pystysuoraan asennettuja siipiä, jotka päästävät ilman kulkemaan uloimmasta kartiosta sisempään. Siipien kulmaa voidaan muuttaa käsipyörällä ja siten tehdä mahdolliseksi niiden läpi kulkevan ilman suuntaaminen eri kulmissa. Suuntaaminen muuttaa nopeuksia, joilla ilma liikkuu sisäkammiossa. Nopeuksien muuttuminen muuttaa keskipakovoimia kuljettavassa ilmassa, jolloin erotusraja muuttuu erottimen sisällä. Kun siipien aukkoa avataan, erotusraja suurenee, eli tulokseksi saadaan karkeampaa tuotetta. Kun siipien aukkoa suljetaan, vaikutus on päinvastainen. /6, s. 8-9, 22

Sisäkartion sisäpuolella luokittimen kannentason alapuolella, jossa ilma poistuu ylöspäin, on holkki jonka syvyyttä voi muuttaa. Tämän holkin syvyyttä säädettäessä ilman kulkumatka sisäkartiosta muuttuu. Holkin syvyyden muuttaminen vaikuttaa ilman kulkuun luokittimessa ja siten vaikutus näkyy erotustuloksessa. /6, s. 8-9



Kuva 3. Kaksoiskartioerottimen periaatekuva

#### 4.3 Ilmeniitin jauhatus 41-myllypiirissä

Jauhatus tapahtuu suljetussa jauhatuspiirissä kuulamyllyssä, jossa jauhinkappaleina ovat kuulat ja lieriön muotoiset cylepsit. Kuivattu ilmeniitti syötetään hihnavaa'alla (115.41) suistiin ja syöttöputkea (kuva 4) pitkin kuulamyllyyn. Samaa putkea pitkin myllyyn syötetään sekä karkeanpalautus luokittimelta, että myllyyn lisäävät kuulat. Myllyn läpi kulkeva ilmavirta ja jatkuvan materiaalivirran aiheuttama hydrostaattinen paine kuljettavat ilmeniittiä myllyn läpi kohti purkauspäätä.

Purkauspäässä myllyn kiertävän ohitusilman virtaus kiihtyy kuristuspellin ansiosta antaen myllystä tulevalle ilman ja ilmeniitin seokselle suunnan kohtisuoraan ylöspäin kohti luokitinta. Myllystä poistuvat ylisuuret partikkelit, kuten jauhinkappaleet, putoavat alaspäin ja poistuvat ilmanavassa olevan joustavan läpän, sylkykuulaluukun, kautta kuula-astiaan. Prosessinhoitaja lapio kuulat astiasta kottikärryihin pari kertaa vuorossa ja tietyn väliajoin ne lisätään takaisin myllyyn.

Ilman ja ilmeniitin seos kulkeutuu luokittimeen (117.41), jonka kartioissa se joutuu pyöriivään liikkeeseen. Keskipakovoimien vaikutuksesta erikokoiset partikkelit luokittuvat. Massaltaan suuret hiukkaset ajautuvat pyörteessä erilleen ilman ja ilmeniitin seoksesta luokittimen sisemmän kartion ulkokehälle ja laskeutuvat seinämää pitkin alas luokittimen pohjalle, josta matka jatkuu kahden joustavan läpän ohi kourua pitkin ruuvikuljettimelle (113.41). Ruuvikuljetin siirtää karkeaksi jääneen ilmeniitin uudelleen myllyyn jauhettavaksi samaa syöttöputkea pitkin, kuin aikaisemminkin.

Luokittimessa ilman ja ilmeniitin seos, josta raskaat hiukkaset on erotettu, kulkeutuu edelleen ylöspäin pitkin kanavaa. Ilman ja ilmeniitin seos ohjataan erotussyklonin (120.41) sisään sivusta sen yläpäästä siten, että kiertoilmapuhaltimen aiheuttama virtaus saa sen jälleen pyörimään. Keskipakovoimat aiheuttavat jälleen hiukkasten irtaantumisen ilmapirrasta. Hiukkaset putoavat erotussyklonin pohjalle, josta ne joustavan läpän kautta putoavat jauhetun ilmeniitin siiloon (124.41).

Erotussyklonin päältä lähtee kanava, jota pitkin puhdistettu ilma virtaa säätöpellin ohi kiertoilmapuhaltimeen (119.41), jonka jälkeen kanava jatkaa matkaa alas kohti kanavien haarautumiskohtaa. Ilmakanava jakaantuu kahdeksi yhtäsuureksi kanavaksi, joissa kummassakin on pian haarautumisen jälkeen säätöpelti. Toinen kanavista lähtee kohti myllyn syöttöpäätä ja toinen kohti myllyn purkauspäätä.

Ennen haarautumistaan kanavasta erkanee pienempi kanava, joka johtaa pölykaapille (121/41). Myllypiiri pidetään alipaineisena, jotta kierrossa oleva ilmeniitti ei likaisi ilmaa ja ympäristöä. Pölykaapin jälkeen on puhallin (122/42), joka imee myllypiiristä ilmaa. Pölykaapit suodattavat järjestelmästä poistettavan ilman pölystä ja johdattavat pölypusseihin kertyneen ilmeniitin kourua ja ruuvikuljettimia (123.41/42) pitkin jauhetun ilmeniitin siiloon (124.41). Pölypusseja ravistetaan paineilmalla.

Myllyn purkauspään ilmakekanavan, ohitusilmakekanavan, ilmavirta liittyy myllystä tulevaan kiertoilman ja ilmeniitin seokseen kuristuspellin jälkeen. Tämän kuristuspellin tehtävänä on nostaa ohitusilman virtausnopeutta juuri ennen virtojen liittymiskohtaa. Suurempi virtausnopeus antaa virtauksessa oleville hiukkasille suuntaa ja lisää vetoa myllyssä.



Kuva 4. Valokuva myllyn sisältä. Kuvassa näkyy myllyn sisävuorauksia ja syöttöputki

#### 4.4 Myllypiirin ajoperiaatteet

Myllypiiriä ajetaan tasaisella syötöllä käsiajolla noin 9-10 t/h. Muutoksia säätöihin ei yleensä tehdä, jos kaikki menee hyvin ja seulajäännös pysyy asetetuissa rajoissa. Jos seulajäännös poikkeaa asetetusta arvosta, muutetaan ensisijaisesti luokittimen asetusta. Uusintanäyte otetaan noin kahden tunnin päästä muutoksesta.

/7, s. 6

Prosessinhoitaja seuraa lämpötiloja, alipaineita ja syöttöä. Hän seuraa myös laitteiden kuntoa, käyntiääniä ja pölyttämistä ja ottaa näytteet jauhetusta ilmeniitistä kolme kertaa viikossa. /7, s. 8

41-myllypiiriin ajovauhdin tulee vastata nelostehtaan panostusvauhtia. Jauhetun materiaalin varastosiilo (124.41) on aika pieni tuotantonopeuteen nähden. Niinpä sitä ei kannata päästää kovin tyhjäksi, etteivät myllypiiriin kohdistuvat ennakkohuolto-, korjaus- ja muut seisokit aiheuta viivytyksiä muissa tuotantovaiheissa. Toisaalta, jos varastosiilo tulee täyteen, niin myllyn syöttö katkeaa automaattisesti ja sen käyttäminen tyhjänä ei ole kannattavaa. Noin 15 minuuttia syötön katkeamisesta on mylly pysäytettävä, koska muuten se alkaa poistaa kuulia. Myllyn ollessa pysäytettynä jauhinkappaleiden ja myllyn oman massan sekä vallitsevan lämpötilan aiheuttamat rasitukset voivat aiheuttaa myllylle vaurioita.

Myllyn ajovauhdin muuttaminen on mahdollista, mutta kaikkien säätöjen vaikutukset tuotteen laatuun eivät ole tarkasti tiedossa. Jos myllyä ajetaan alikuormalla, jauhinkappaleet kuluvat nopeammin /4, s. 20/ ja niitä tulee ulos purkauspästä enemmän. Virtausvastus kanavassa heikkenee materiaalitiheyden ollessa pieni ja virtausnopeus kasvaa. Se saattaa vaikuttaa luokittimen ja erotussyklonin toimintaan ja kanaviston kulumiseen. Ylikuormaa ajettaessa jauhautuminen heikkenee ja myllyn palaava karkea materiaali lisää kuormitusta ja mylly menee tukkoon. Eli, jos myllyn syöttönopeutta muutetaan, on muutettava myös muita säätöjä, jotta saadaan laadukasta tuotetta edullisesti.

## 5 HIUKKASKOKO

### 5.1 Jauhatustuloksen mittaaminen

Jauhatustuloksen tarkasteluun on tässä työssä käytetty kahta mittaustapaa, seulajäännösanalyysiä ja hiukkaskokojakauma-analyysiä. Tällä hetkellä jauhatustulosta mitataan 3 kertaa viikossa seulajäännösanalyysillä ja sen mukaan säädetään luokitinta. Näyte otetaan erotussyklonin pohjassa olevan luukun kautta.



Tässä työssä on käytetty jauhatustuloksen tarkasteluun pääasiassa hiukkaskokoja-kauma-analyysiä, koska se antaa tarkemman kuvan jauhatustuloksesta kuin seula-jäännösanalyysi.

### 5.1.1 Seulajäännösanalyysi

Tässä menetelmässä analysoitavaa ilmeniittiä annostellaan taaratulla vaa'alla ole-valle valmiiksi punnitulle kellolasille. Kun haluttu määrä on annosteltu ja massat merkitty muistiin, niin ilmeniitti huuhdellaan seulaan. Ilmeniittiä seulotaan juokse-van veden alla niin kauan kuin sitä seulan läpi menee. Jäljelle jäänyt materiaali huuhdellaan varovasti takaisin kellolasille ja laitetaan uuniin kuivumaan. /8

Kun neste on haihtunut, kellolasi ja ilmeniitti punnitaan. Saadusta tuloksesta vä-hennetään kellolasin massa, jonka jälkeen se jaetaan alkuperäisellä ilmeniitin mas-salla. Kun tulos kerrotaan sadalla, saadaan seulajäännös.

$$\text{Seulajäännös} = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100\%}{m}$$

$m$  = ilmeniitin alkuperäinen massa (g)

$m_1$  = kellolasin massa (g)

$m_2$  = uunissa kuivatun kellolasin ja ilmeniitin kokonaismassa (g)

325 meshin tarkkuusseulalla, jonka aukkokoko on 0,045 millimetriä, seulotun il-meniitin seulajäännöksen arvo kertoo minkä verran näytteessä on 45 µm suurem-paa hiukkaskokoa. /8

Seulajäännösanalyysi on melko työläs menetelmä ja virhemahdollisuuksiakin on monia erityisesti silloin, kun analysoitavia näytteitä on useita.

### 5.1.2 Hiukkaskokojakauma-analyysi laserdiffraktiomäärityksellä

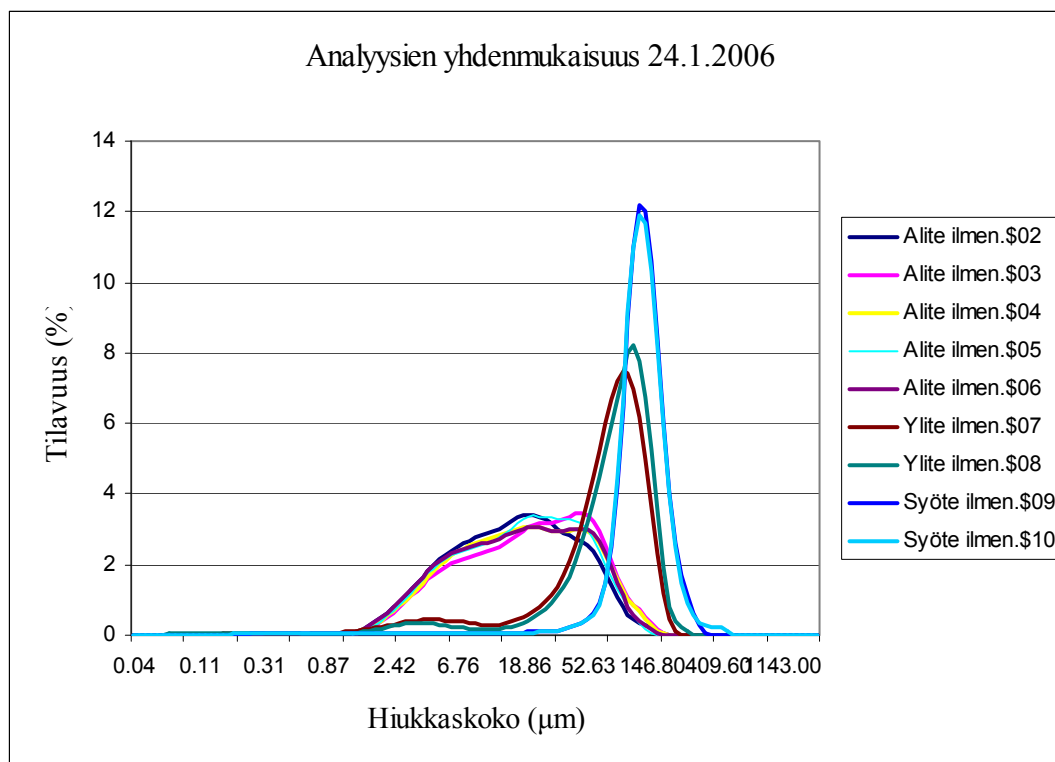
Hiukkaskoon mittaaminen perustuu valon sirontaan. Laserdiffraktiomenetelmässä laservalo siroaa erikokoisista partikkeleista erisuurissa kulmissa. Detektorit mittaavat eri kulmissa tulevan valon, josta saadaan intensiteettijakauma ja siitä laskentamallien avulla hiukkaskokojakauma. /9, s. 34

Tässä työssä on käytetty näytteiden analysointiin Satakunnan ammattikorkeakoulun tekniikka Porin kemian laboratorion laitteistoa. Coulter LS 230 hiukkaskokojakauma-analysaattori laitteisto koostuu optisesta mittaussyksiköstä, tietokoneesta ohjelmistoineen ja tulostimesta. /10, s. 1

Coulter LS 230 hiukkaskokojakauma-analysaattorin mittausalue on 0,04–2000  $\mu\text{m}$ . Silloin, kun analysoitavassa näytteessä on mukana erittäin pieniä hiukkasia, laite voidaan asettaa käyttämään PIDS-menetelmää. Tällöin pystytään mittaamaan tarkemmin alle 1  $\mu\text{m}$  hiukkasten kokojakauma. /10, s. 2

Analysoitavaa ilmeniittiä annostellaan sekoittimella varustettuun dekanterilasiin, jossa on ionivaihdettua vettä. Analysointilaitteiston mittaussyksikköön annostellaan samaa ionivaihdettua vettä kantaja-aineeksi. Kuplien poiston suoritettuaan laitteisto kalibroidaan. Tietokoneohjelma suorittaa tausta-arvojen mittaamisen, detektorien offsetmittauksen ja optiikan linjaamisen. Sen jälkeen veden ja ilmeniitin seosta annostellaan pipetillä mittaussyksikköön. Tietokone ilmoittaa, että mittauksen saa käynnistää, kun näytettä on annosteltu tarpeeksi. Laitteen kierrätyspumppu kierrättää näytettä mittaussyksikössä, jossa se kulkee kahden mittauspisteen läpi /10, s. 2/. Laite analysoi näytteet ja tietokone laskee hiukkaskokojakauman optisen mallin avulla. Tässä tapauksessa käytössä on Fraunhoferin sirontamalli. Kun tietokone on suorittanut toimintonsa, voidaan tuloksia tarkastella näytöltä tai ne voidaan tulostaa. Esimerkkejä tulosteista on liitteessä 1.

Hiukkaskokojakauma-analyysi soveltuu yhtä hyvin tämän työn tarpeisiin, kuin jatkuvaan jauhatustuloksen laadunvalvontaan. Menetelmä on nopea ja helppo suorittaa ja tulokset ovat helposti tulkittavia. Kun samoista näytteistä otettiin useampia analyyseja, ne olivat yhdenmukaisia (kuva 5).



Kuva 5. Näytteiden hiukkaskokojakaumia

## 5.2 Partikkelikoon merkitys TiO<sub>2</sub>-prosessissa

Jauhatustulos on tärkeä pigmentin valmistuksen kannalta. Jotta mahdollisimman suuri osa ilmeniitistä saadaan hyödynnettyä tuotannossa, olisi sen oltava oikeaa kokoluokkaa. Ilmeniitin jauhamista ja hiukkaskoon vaikutusta TiO<sub>2</sub>-pigmentin tuotantoon on tutkittu runsaasti tehtaalla. Tutkimuksissa, joissa hiukkaskoon vaikutusta reaktiosaaliiseen on tutkittu, on havaittu liian pienen ja liian suuren partikkelikoon huonontavan muun muassa reaktiosaalista. Tutkimusten mukaan ilmeniitin optimihiukkaskoko on todennäköisesti alueella 20–30 µm. Optimihiukkaskoolla on saatu parhaat saaliit reaktiossa. /11, s. 1

Jos ilmeniitti jauhetaan liian hienoksi, alle 20  $\mu\text{m}$ , se reagoi reaktiovaiheessa rikkihapon kanssa liian aikaisin ja liian voimakkaasti, jolloin ilmeniittiä karkaa reaktiorista reaktiokaasujen mukana. Tällöin on turhaan panostettu energiaa jauhatukseen ja sen lisäksi syntyy myös materiaalihävikkiä.

Jos hiukkaset ovat liian isoja, ne tarvitsevat paljon normaalia enemmän lämpöä alkaakseen reagoida rikkihapon kanssa reaktiovaiheessa. Samalla suuri hiukkaskoko hidastaa reaktiota. Osa suurista hiukkasista saattaa jäädä kokonaan reagoimatta, jolloin syntyy materiaalihävikkiä energiahävikin lisäksi.

Tutkimuksessa, jossa oli tarkasteltu hiukkaskokojakautuman vaikutusta CS-ilmeniitin reaktioon pienoisreaktoreissa, havaittiin reaktiosaaliin parantumista, kun hiukkaskokojakautuma supistettiin välille 10-45 $\mu\text{m}$ . /12, s.1

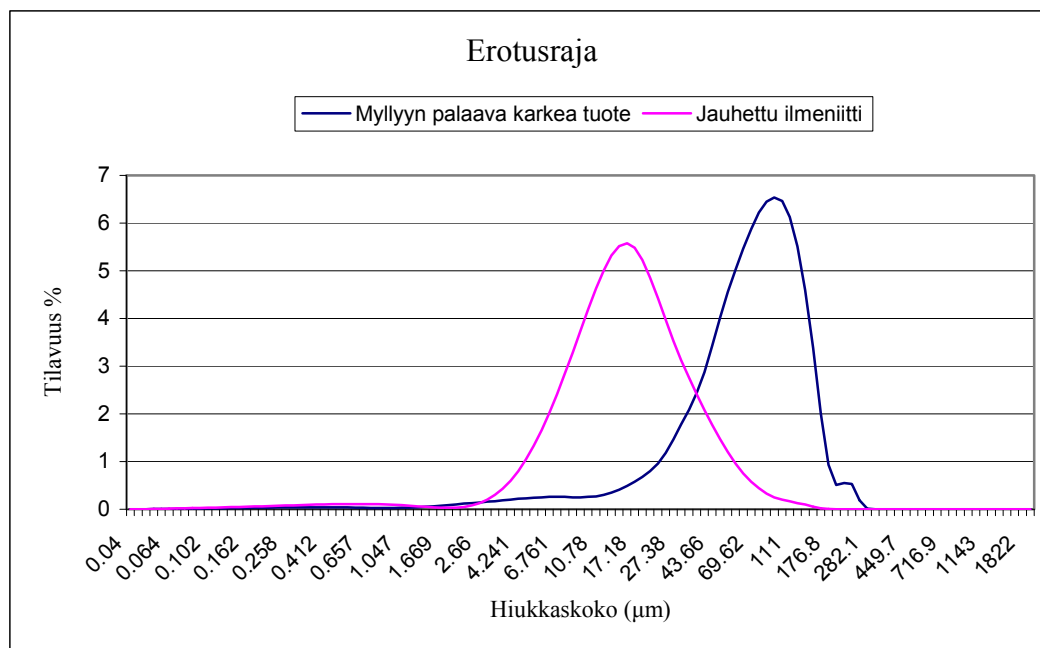
Tutkimuksissa on selvinnyt, että liian pieni hiukkaskoko on haitallisempaa kuin liian suuri hiukkaskoko. /11, s.1

### 5.3 Hiukkaskokojakauman kaventaminen

Hiukkaskokojakauman kaventamisen tarkoituksena on, että mahdollisimman suuri osa jauhetusta ilmeniitistä tulee hyötykäyttöön tulevilla prosesseilla ja myllyn kapasiteetti kasvaa.

Kaventumisen edellytyksenä on luokittimen hyvä toiminta. Jos luokittimen erotuskyky on huono, pääsee pieniä hiukkasia aina uudelleen myllyyn ja siten ne jauhatuvat edelleen pienemmiksi. Myös suurten hiukkasten kulkeutuminen luokittimen ohi sykloniin ja edelleen jauhetun ilmeniitin siiloon haittaa hiukkaskokojakauman kaventamista.

Luokittimen toimintaa voidaan analysoida määrittämällä erotusraja. Siinä yhdistetään jauhetun tuotteen ja myllyyn palaavan karkean tuotteen hiukkaskokojakaumien differentiaalikuvajat (Kuva 6). Käyrien leikkauspisteessä oleva raekoko on erotusraja. Mitä enemmän kuvaajat ovat päällekkäin, sitä heikommin luokitin toimii. /13, s. 181



Kuva 6. Erotusraja on kuvaajien leikkauspisteessä

Kokemuksesta tiedetään, että myllyllä jauhetaan kapasiteetin ylärajoilla. Silloin suuret ilman virtausnopeudet ja -määrät kanavistossa ovat välttämättömiä. Ne saattavat vaikuttaa luokittimen erotuskykyyn heikentävästi, jolloin hiukkasia kulkeutuu enemmän väärin paikkoihin.

Jos hyvin hienojen hiukkasten määrä halutaan vähentää minimiin, on karkeanpaltuuden määrän oltava suuri. Se edellyttää myllypiirin ilmavirtauksien säätämistä. /4, s. 23

Kun myllylaitosta ajetaan lähellä maksimikapasiteettia ja liikutaan säätöjen ääriarajoilla, säätöjen muutosten vaikutukset eivät välttämättä ole enää kovinkaan helposti

havaittavissa. Toisaalta myllylaitoksella ajetaan yleensä mahdollisimman suurta massavirtaa, joten sopivat säädöt olisi hyvä löytää maksimikuormitukselle.

## 6 KOEAJOT JA MITTAUKSET

### 6.1 Koeajon suoritus

Koeajo suoritettiin normaalissa ajotilanteessa. Ensimmäiseksi otettiin vain näytteitä jauhatustuloksesta, myllyyn palaavasta jauhetusta karkeasta jakeesta ja kuivatusta, jauhamattomasta ilmeniitistä ja analysoitiin niiden hiukkaskokojakaumat, jotta saatiin peruslähtökohdat selville.

Koeajossa tehtiin mittauksia ja säätöjä kolmen päivän ajan. Säätöjä tehtiin vähän kerrallaan ja aina säädön jälkeen myllypiirin annettiin tasaantua vähintään 2 ½ tuntia. Sen jälkeen kirjattiin muistiin säätöpeltien asennot ja tulostettiin saatavilla olevan prosessitiedon lukemat ja trendinäytöt ja otettiin näytteet. Säätöjen ja mittaus-ten arvot on koottu mittauspöytäkirjaan (Liite 2).

Lähtötilanteessa otettiin näytteet, kirjattiin muistiin säätöpeltien asennot ja tulostettiin prosessin hetkelliset tiedot ja trenditiedot. Sen jälkeen muutettiin varovasti myllypiirin säätöjä haluttuun suuntaan. Myllypiirin säätöjä muuttamalla pyrittiin saamaan jauhatustuloksen hiukkaskokojakauma kapeammaksi.

Samalla kun myllypiirin säätöjä muutettiin, tarkkailtiin laitteiden toimintaa ja reagointia trendikuvaajista. Laitteiston silmämääräistä tarkkailua suoritettiin karkean jakeen palautusruuvilla, jossa seurattiin myllyyn palautuvan ilmeniitin määrää. Il-

meniitin poistumista järjestelmästä pölyämällä ja varisemalla valvottiin myös silmämääräisesti.

## 6.2 Säädetävät kohteet ja näytteenottopaikat

Myllypiirissä säädettiin hihnavaa'alla ilmeniitin syöttönopeutta, luokittimella jauhatustuloksen karkeutta, kiertoilmakanavan ja ohitusilmakanavan säätöpellillä ilmamäärien suhdetta ja purkauspään kuristuspellillä ilmavirtauksen nopeutta. Lisäksi havainnoitiin kuulien lisäämisen vaikutusta.

Säätöjen muutoksien jälkeen tarkasteltiin myllypiirin laitteita. Karkean jakeen palautusruuvien täyttöastetta havainnoitiin silmämääräisesti. Palautuksesta ei voi kuitenkaan sanoa muuta kuin onko määrä kasvanut vai vähentynyt. Lisäksi havainnoitiin laitteiston tiiviyyttä ja sylkykuulien määrää. Havainnot ja huomiot koeajon aikana kirjattiin ylös.

Jauhatustuloksesta otettiin näytteitä karkean jakeen palautusruuvien päästä kohdasta, jossa ilmeniitti putoaa suistiin. Jauhetun ilmeniitin näyte otettiin normaalista näytteenottopaikasta, erotussyklonin pohjasta. Yksi näyte otettiin myös myllyn syötön hihnavaa'alta jauhamattomasta, kuivatusta ilmeniitistä.

## 6.3 Kanaviston virtauksien mittaaminen

Kanaviston ilmamäärien ja ilman virtausnopeuksien selvittäminen olisi arvokasta tietoa prosessinohjauksen kannalta. Niiden selvittäminen osoittautui kuitenkin liian hankalaksi kanavassa vallitsevien olosuhteiden vuoksi. Mittaaminen ei onnistunut suuren hiukkasmäärän ja korkean lämpötilan vuoksi.

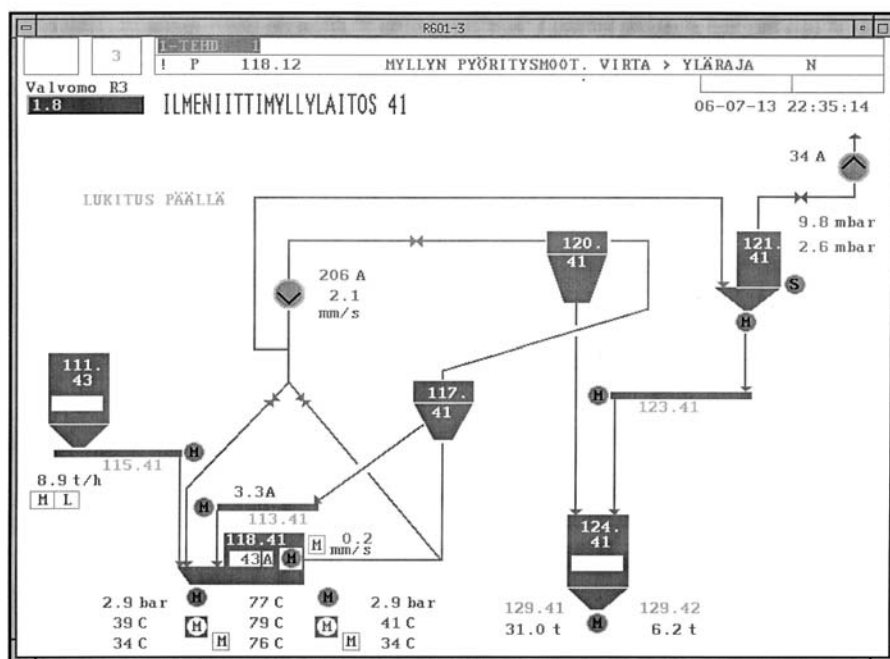
L-mallisella pitot-putkella ei saatu kanavasta minkäänlaista arvoa, koska ilmeniittihiukkaset tukkivat putken. S-mallisella pitot-putkella saatiin jonkinlainen tulos,

mutta mittaus ei ollut toistettava ja tulokset eivät olleet luotettavia johtuen mittauspisteissä vallitsevista turbulenttisista olosuhteista. Kuumalanka mittaus TSI-mittarilla ei myöskään onnistunut liian korkean lämpötilan vuoksi.

Koska ilman määrä- ja nopeusmittaus osoittautuivat liian hankalaksi, käytettiin säätöpeltien asentoja prosessin parametreina.

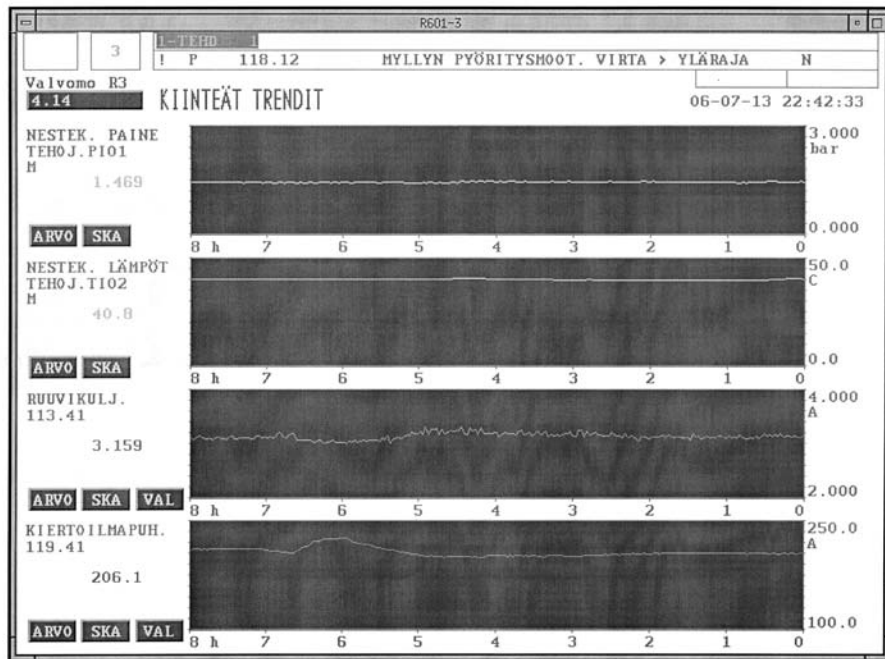
#### 6.4 Seurattavat mittaukset

Myllypiirissä ei ole laadunohjauksen kannalta kovinkaan montaa mittausta (kuva 7). Myllyn syötön hihnavaaka on käsiohjauksella ja pyrkii pitämään asetetun syötönnopeuden. Ampeerimittaukset myllyn moottorilla, kiertoilmapuhaltimella ja kärkeanpalautusruuvilla sen sijaan muuttuvat myllypiirissä tapahtuvien muutosten myötä. Parhaiten muutokset on havaittavissa trendinäytöissä (kuva 8). Säätojen jälkeen seurattiin mittauksissa tapahtuvia muutoksia.



Kuva 7. Jauhatuksen prosessinäyttö





Kuva 8. Trendinäyttö

## 6.5 Jauhatustuloksen tarkastelu

Ilmeniittinäytteitä analysoitiin hiukkaskokojakauma-analysaattorilla kootusti muutamia kerrallaan koeajon aikana ja jälkeen. Analyysit olivat nopeita ja tulokset olivat heti käytettävissä. Niistä katsottiin millaisia vaikutuksia säädöillä oli hiukkaskokojakaumaan.

Hiukkaskokojakaumien tuloksia voidaan esittää helppolukuisina diagrammeina. Diagrammissa on helppo verrata eri säätöjen vaikutusta jauhatustulokseen. Hiukkaskokojakauma-analyysin tulosten perusteella laaditaan erilaisia kuvaajia, joista voidaan esimerkiksi lukea tavoitellun hiukkaskoon ja epätoivottujen hiukkaskokojen osuudet.

## 7 TULOKSET

### 7.1 Hiukkaskokojakauman verrattavuus seulajäännökseen

Seulajäännösanalyysin tulosta verrattiin hiukkaskokojakauma-analyysin tulokseen. Vertailun kohteena olivat jauhetun ilmeniitin analyysit ja myös yksi myllyyn palaavan karkean jakeen analyysi.

Myllyyn palaavan karkean ilmeniitin molemmat analyysit tehtiin samasta näytteestä. Seulajäännösanalyysi teetettiin erikseen käyttölaboratoriossa. Jauhetun ilmeniitin kohdalla analyyseissä ei käytetty samoja näytteitä. Seulajäännös- ja hiukkaskokojakauma-analyyseissä näytteet on otettu samasta paikasta, mutta eri aikaan. Prosessin säätöjä ei ole muutettu näytteiden oton välillä.

Analyysien tulokset olivat karkeammalla jakeella (myllyyn palaava karkea ilmeniitti) hyvin samankaltaiset, mutta hienommalla jakeella (jauhettu ilmeniitti) tulokset poikkesivat toisistaan ja menivät ristiin (taulukko 1).

TAULUKKO 1. Analyysien tulosten vertailua

#### Myllyyn palaava karkea ilmeniitti

Seulajäännösanalyysi	Hiukkaskokojakauma-analyysi
83.6 %	83.5 %
näytteestä on suurempaa kokoluokkaa kuin 45 µm.	

#### Jauhettu ilmeniitti

##### 1. vertailu

Seulajäännösanalyysi	Hiukkaskokojakauma-analyysi
14.4 %	22.1 %

##### 2. vertailu

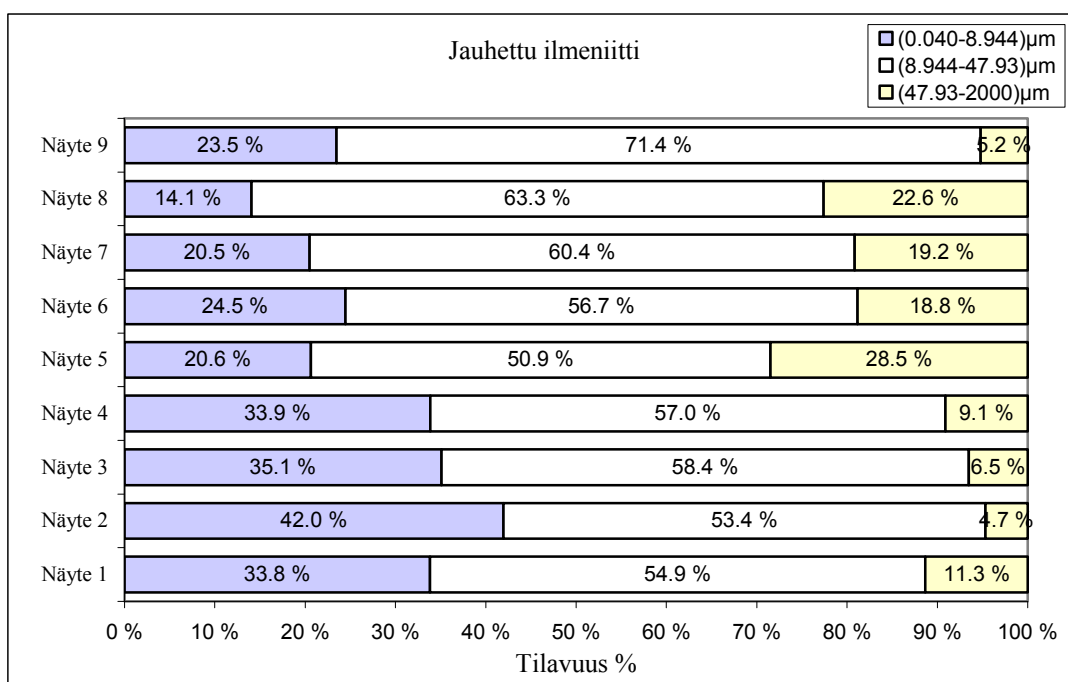
Seulajäännösanalyysi	Hiukkaskokojakauma-analyysi
22.4 %	13.7 %
näytteestä on suurempaa kokoluokkaa kuin 45 µm.	

## 7.2 Säättöjen vaikutus jauhatustulokseen ja myllypiirin laitteisiin

Hiukkaskokojakaumissa oli havaittavissa selkeitä eroja erilaisilla säädöillä. Hiukkaskokojakaumien muutoksia tarkastellaan kuvaajista (liite 3).

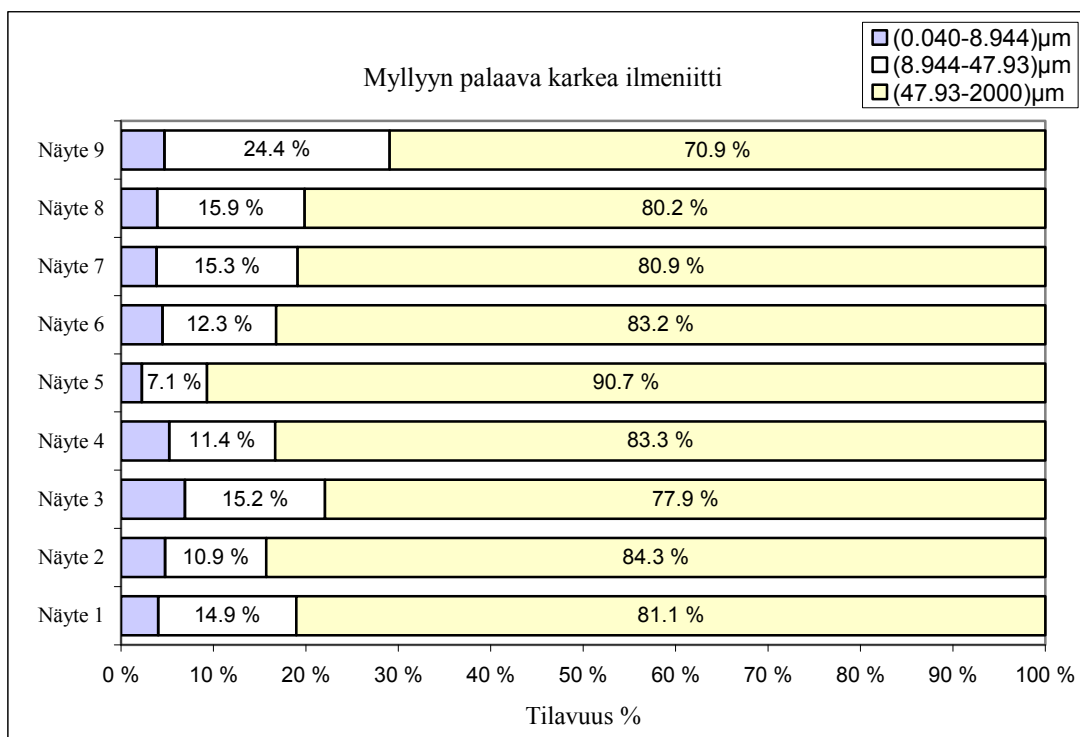
Tässä työssä tarkastellaan kuvaajia, joissa optimihiukkaskokoaluetta on laajennettu 9-48 $\mu$ m, 20-30 $\mu$ m sijaan.

Jos tavoiteltava hiukkaskokoalue olisi 9  $\mu$ m:stä 48  $\mu$ m:een, niin kuvaajasta (kuva 9) nähdään, että *Näyte 9* säädöillä on saatu selkeästi suurin osuus halutun kokoalueen ilmeniittiä. Vastaavasti pienen hiukkaskoon osuus on vähäisin *Näyte 8* säädöillä, mutta samalla karkean hiukkaskoon osuus on korkea, 22,6 %.



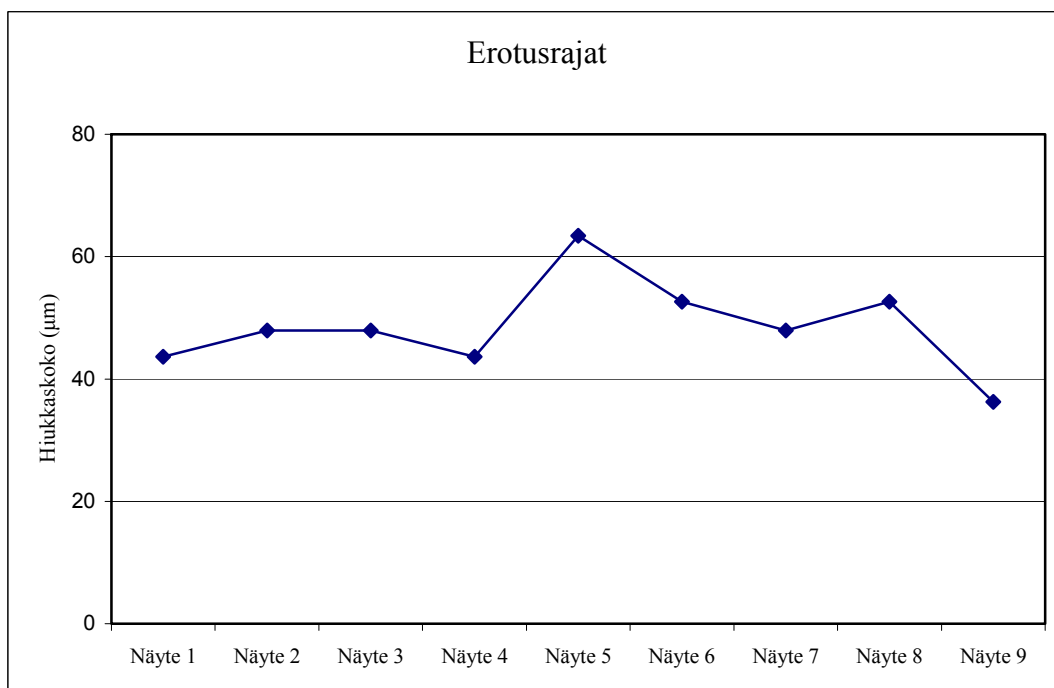
Kuva 9. Jauhettun ilmeniitin hiukkaskokojen jakaantuminen

Karkean jakeen palautuksen hiukkaskokojakaumia tarkasteltaessa (kuva 10) huomataan, että *Näyte 5* säädöillä palautetaan takaisin myllyyn vähiten erittäin pientä ja vähiten jo valmista hiukkaskokoa.



Kuva 10. Myllyyn palaavan karkean ilmeniitin hiukkaskokojen jakaantuminen

Luokittimen erotusraja muuttui erilaisilla säädöillä. *Näyte 5* säädöillä erotusraja on selkeästi korkein, 63,41 µm, ja *Näyte 9* erotusraja on pienin, ollen 36,24 µm.



Kuva 11. Luokittimen erotusrajan muuttuminen eri säädöillä

Kun säätöjen muutoksien jälkeen tarkasteltiin myllypiirin laitteita, oli niiden toiminnassa huomattavissa muutoksia. Karkean jakeen palautuksen määrässä oli huomattavissa selkeitä eroja erilaisilla säädöillä. Palautuksesta ei kuitenkaan voinut sanoa muuta kuin onko määrä kasvanut vai vähentynyt.

Myllyn syöttöpään tiiviste kuormittui ilmeniitistä ja aiheutti varistamista, eli ilmeniittiä valui tiivisteiden välistä. Myllyn pyöriessä ilmeniittiä lensi joka kierroksella pieni määrä lattialle. Varistaminen oli kuitenkin sitä luokkaa, että jo muutamassa tunnissa lattialle alkoi kehittyä kasaa.

Muutaman kerran kuulien palautusputkesta tuli pieni määrä ilmeniittipölyä. Pöly aiheutti ilman likaantumista hihnavaa'an luona ja toisessa kerroksessa, jossa sijaitsee jauhetun ilmeniitin näytteenottopaikka ja säätöpeltejä.

Myllyn purkauspäästä putoili kuulia tasaista tahtia. Välillä kuulat kasaantuivat lattialla olevaan kaukaloon niin, että luukku jäi auki ja myllypiiri sai siitä ilmaa. Samanaikaisesti ilmavuodon kanssa ilmeni varistamista ja pölyttämistä. Kun ilmavuodon aiheuttaneet kuulat oli siivottu ja luukku meni jälleen kiinni, varistaminen ja pölyttäminen loppuivat.

Kun myllyyn tehtiin sylkykuulalisäys, oli myllyn moottorin virroissa selvät muutokset. Neljä kottikärryllistä kuulia lisättiin myllyyn ja jokainen lisäys näkyi moottorinvirran trendinäytössä. Jauhetun ilmeniitin hiukkaskokojakauma parani hieman ja erotusraja pieneni.

## 8 TULOSTEN TARKASTELU

### 8.1 Johtopäätökset koeajon tulosten pohjalta

Koeajon tulosten ja havaintojen perusteella voidaan sanoa, että säätöpeltien asento- ja muuttamalla pystytään vaikuttamaan jauhatustulokseen ja sitä kautta pystytään vaikuttamaan myös jauhatuksen tehokkuuteen ja laatuun. Pienten ja suurten hiukkasten osuutta voidaan jonkin verran vähentää myllypiiriä säätämällä. Kokonaan niitä ei voida kuitenkaan millään poistaa.

Lähtötilanteessa ilmamäärien suhde (läpi/ohi) oli siten, että myllyn läpi kulkevan kanavan pelti oli 50 % auki ja ohitusilmakanavan pelti oli 70 % auki. Kun peltien asennot muutettiin päinvastoin, saatiin jauhatusaikaa pienennettyä. Luokittimen erotusrajaa kuitenkin samalla hieman pienennettiin, jotta jauhatustulos ei tulisi liian karkeaksi. Luokittimen erotusrajan hiukkaskoko suureni hieman, mutta liian hienon jakeen tilavuusosuus jauhetussa ilmeniitissä muuttui huomattavasti suuremmaksi kuin lähtötilanteessa.

Koeajon loppuvaiheessa oli huomattavissa, että säätöjä oli tehty oikeaan suuntaan. Jauhetun ilmeniitin hiukkaskokojakauma oli parantunut, eli halutun hiukkaskokoalueen tilavuusosuus oli kasvanut 16,5 % verrattuna alkutilanteen näytteeseen. Liian hienojen ja karkeiden hiukkasten tilavuusosuudet olivat molemmat pienentyneet selvästi.

Hiukkaskokojakauma-analyysin tulosta verrattiin seulajäännösanalyysin tulokseen ja huomattiin selviä eroavaisuuksia. Myllyyn palaavan karkean ilmeniitin analyysin tulokset olivat samanlaiset. Jauhetun ilmeniitin analyysien tulokset poikkesivat toisistaan. Syynä on se, että analyysejä ei tehty samoista näytteistä. Näytteet oli otettu hieman eri aikoihin, mutta säätöjä ei ollut välillä muutettu. Jotta olisi saatu kunnollinen vertailu, olisi analyysit pitänyt tehdä samoista näytteistä.

### 8.1.1 Säättöjen muuttamisen vaikutukset myllypiirin laitteisiin

Säättöjen muutoksilla ei ollut juurikaan vaikutusta myllypiirin laitteisiin. Joidenkin moottoreiden virroissa havaittiin pieniä säättöjen aiheuttamia muutoksia. Havaitut muutokset eivät olleet kuitenkaan niin merkittäviä, että niiden avulla voisi päätellä mitä prosessissa tapahtuu.

Pölyttämistä ja varistamista esiintyi satunnaisesti, mutta koeajon kuluessa huomattiin sylkykuulaluukun vaikutus. Jos myllypiiri saa luukun kautta ilmaa, veto myllyssä heikkenee ja vuotoja alkaa esiintyä. Liian pienellä syötöllä tai ilman syöttöä ajettaessa sylkykuulien määrä kasvoi.

Myllyyn palaavan karkean ilmeniitin määrää ei voinut kovinkaan tarkasti arvioida, mutta missään vaiheessa koeajon aikana ruuvikuljetin ei kuormittunut liiaksi. Ilmeniittivirta näytti pikemminkin vähäiseltä.

### 8.1.2 Säättöjen muuttamisen vaikutukset jauhatustulokseen

Jauhatustulosta saatiin muutettua koeajon aikana haluttuun suuntaan. Tulosten perusteella jauhatustulosta voidaan parantaa edelleen.

Säätöpeltien asentoja muuttamalla saatiin parannettua jauhatustulosta verrattuna koeajon alussa olleisiin säätöihin. *Näyte 5* säädöistä voi tulosten perusteella sanoa, että kun syöttöä nostettiin 10 t/h:neen, niin karkean ilmeniitin määrä lisääntyi melkoisesti ja erotusrajan hiukkaskoko kasvoi. Se saattoi johtua ilmamäärien suhteesta, joka oli 90/50 (läpi/ohi). Liian vähäinen kuulamäärä saattaa olla myös osasyynä. Kun *Näyte 8* säädöillä myllyn syöttö oli 10,5 t/h, jauhatustulos oli huomattavasti parempi. Erona *Näyte 5*:teen oli kuulamäärä ja säätöpeltien asennot, jotka olivat 90/70.

Sylkykuulien lisääminen myllyyn vaikutti jauhatustulokseen, mutta ei siten, kuin oletettiin. Kuulalisäyksen oletettiin tehostavan jauhatusta ja lisäävän pienten hiukkasten osuutta, mutta tulosten mukaan pienten hiukkasten osuus väheni. Tulosten pohjalta vaikuttaa siltä, että kuulia oli ennen lisäystä liian vähän. Kuulavaje oli korvautunut ilmeniitillä.

*Näyte 9* säädöillä saatiin paras jauhatustulos. Luokittimen erotusrajan ei tosin olisi tarvinnut olla niin pienelle säädettynä. Jauhetussa ilmeniitissä oli liikaa pientä hiukkaskokoa. *Näyte 8* säädöillä, jossa syöttö oli säädetty 10,5 t/h:een, oli jauhatustulos myös hyvä. Luultavasti *Näyte 9* ja *Näyte 8* säädöt yhdistämällä ja kokeilemalla saadaan aikaan paras tulos.

## 8.2 Myllypiirin toimintaa häiritsevät tekijät

Myllyn toiminta perustuu ilman hyvään kiertoon. Jos ilman kierto häiriintyy, niin myllyn toiminta heikkenee. Tämä oli havaittavissa, kun myllyn purkauspäässä oleva sylkykuulaluukku oli raollaan. Myllypiiri otti luukun kautta korvausilmaa, jolloin veto myllyssä heikkeni ja se aiheutti syöttöpäässä ongelmia. Myllyn ja ilmakehän välisen tiivisteen välistä alkoi varista ilmeniittiä ja hienoa pölyä alkoi pölyttää ylemmissä kerroksissa.

Luukun auki jäämisen aiheutti kuulien ylikasaantuminen lattialla olevaan kaukaloon. Kuulat eivät olleet lähteneet pyörimään, koska kaukalon asennus oli liian loiva. Lisäksi ylikuluneet kuulat eivät enää olleet läheskään pyöreitä, mikä vaikeutti niiden kulkua.

Myllyn syöttöpäässä oleva pieni luukku on sen sijaan pidettävä vähän raollaan, jotta ilmakehän ja myllyn välinen tiivistys toimisi. Jos luukku on kiinni, niin tyhjässä ”poksitilassa” ei ole virtausta myllyyn päin ja ilmeniitti pääsee sinne. Ilmakehän ja myllyn holkin välissä on jonkin verran rakoa, koska sieltä tulee joskus jauhinkappaleita. Luukun aukolta voi helposti kokeilla myllyn vedon.



Myllyyn tehtiin kuulalisäys sylkykuulilla, joiden mukana oli ylikuluneita liian pieniä kuulia. Kuulat oli lapioitu myllyn purkauspäästä olevavasta kaukalosta neljään kottikärryyn, eikä niitä ollut seulottu sillä kertaa. Jonkin ajan päästä lisäyksistä sylkykuulaluukusta alkoi poistua pieniä kuulia sitä mukaan kun ne olivat kulkeutuneet myllyn läpi. Mylly siis automaattisesti poisti heti ainakin osan liian pienistä kuulista. Prosessinhoitaja lapioi samat kuulat, jotka mylly heti poistaa, aina uudelleen kärryihin. Pienet, ylikuluneet kuulat eivät varmaankaan paranna jauhamisprosessia, joten niiden lisääminen käyttökelpoisten kuulien kanssa myllyyn on haitallista.

### 8.3 Onko tutkimus hyödynnettävissä muihin myllylaitoksiin

Samantyyppisellä jauhatustuloksien seurannalla voidaan tarkastella muidenkin myllyjen toimintaa ja saada niistä hyödyllistä tietoa, vaikka niiden konstruktioit poikkeavat 41-myllypiiristä. Säättöjä muuttamalla ja jauhatustulosten tarkkailulla huomataan nopeasti, voidaanko myllyn tehokkuutta parantaa.

### 8.4 Ehdotuksia jatkotoimenpiteiksi

Jauhatusprosessin seurantaa helpottaisi oleellisesti myllyyn palaavan karkean ilmeniitin massavirran mittaus. Jos myllyyn palautuva massavirta olisi tiedossa, voitaisiin laskea sen, hiukkaskokojakauman tulosten ja myllyn syötön pohjalta kiertokuorma, joka osaltaan kertoisi prosessin tilasta. Kiertokuorma kertoo, kuinka monta prosenttia myllyyn syötetystä jauhamattomasta ilmeniitistä palautuu luokitimelta takaisin myllyyn.

Sylkykuulalisäystä tehtäessä pitäisi joka kerta seuloa ylikuluneet, liian pienet kuulat pois käyttökelpoisten joukosta, koska ne aiheuttavat prosessin hoitajalle lisätyötä poistuessaan myllystä ja saattavat heikentää jauhatuksen tehokkuutta. Kun sylkykuulat seulotaan, voidaan seulan läpäisseiden kuulien määrästä arvioida uusien lisäkuulien tarve ja niitä voisi lisätä sylkykuulalisäyksen yhteydessä.

Sylkykuulien kaukalo ilmakekanavan luukun alapuolella purkauspäässä kannattaisi muuttaa sellaiseksi, että luukusta putoavat kuulat eivät jäisi niin helposti paikalleen. Kaukalon pohjan kaltevuutta pitäisi suurentaa. Vaihtoehtoisesti prosessinhoitajan olisi useammin siivottava kuulat, jotta vältetään haitalliset ilmakevuodot.

Jauhatusta kannattaisi edelleen tutkia teettämällä ajoittain hiukkaskokojakaumanalyysjä ja niiden perusteella arvioida säätötarvetta ja laitteiston toimintaa. Raaka-aineiden ja energian hinnan ja muiden valmistuskustannusten noustessa kustannustehokkuus on tervetullutta. Jauhatuksessa näyttäisi olevan parantamisen varaa ilmeniitin ja energian tehokkaamman käytön aikaansaamiseksi.

## 8.5 Miten tutkimukselliset tavoitteet täyttyivät

Työssä onnistuttiin todistamaan, että ilmakevirtauksia muuttamalla voidaan vaikuttaa merkittävästi jauhatustuloksen hiukkaskokojakaumaan. Oikeilla valinnoilla jauhatusprosessia voidaan tehostaa. Koeajot ja sen tulokset vahvistivat alkuolettamukset oikeiksi. Koeajon aikana huomattiin myös ilmakevuotojen ja materiaalivuotojen yhteys.

## 9 LÄHDELUETTELO

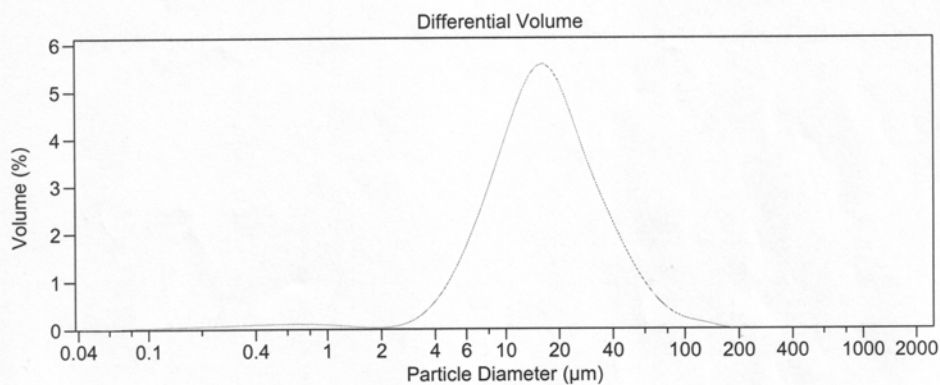
1. Lindström, E. Tervetuloa Pigmenttien maailmaan [verkkodokumentti]. 2004. Saatavissa: [www.kemira.com/NR/ronlyres/FFBBF95D-7B7E-4BC4-984D-91090B284E51/0/Tervetuloapigmenttienmaailmaan.pdf](http://www.kemira.com/NR/ronlyres/FFBBF95D-7B7E-4BC4-984D-91090B284E51/0/Tervetuloapigmenttienmaailmaan.pdf).
2. Hase, A., Koppinen, S., Riistama, K. & Vuori, M. Suomen kemiateollisuus. Tampere: Chemas Oy, 1998. 256 s.
3. Prosessikaavio. Saatavissa: [www.kemira.com/NR/ronlyres/1FEF50F9-7167-4F48-BC88-1FBEB3E55261/0/prosessikaavio082003.pdf](http://www.kemira.com/NR/ronlyres/1FEF50F9-7167-4F48-BC88-1FBEB3E55261/0/prosessikaavio082003.pdf).
4. Pihkala, J. Prosessitekniikan yksikköprosessit. 3.-1 tarkistettu painos. Helsinki: Opetushallitus, 2005. 120 s.
5. Turunen, H. Diplomityö. CS-ilmeniitin hiukkaskokojakauman muuttaminen jauhatuspierissä, 1996. 76 s.
6. Kaksoisvirtaus-ilmaluokitinjärjestelmällä varustetun kuulamylylaitoksen yleiset asennus- ja käyttöohjeet. Ohje numero 72/P16/M6 – 1/18.
7. Penttilä, K. TiO<sub>2</sub>-sulfaattiprosessin prosessikuvaus, Lähdeos koulutuspakettiin, Raaka-ainekoulu, 2000. 27 s.
8. Heino, K. Määrittämenetelmä. Seulajäännöksen määrittäminen ilmeniitistä. KP-MM-034. 2004. 2s.
9. Oja, M. 46.140 Partikkelitekniikan perusteet [verkkodokumentti]. Helsinki: Teknillisen korkeakoulun materiaalitekniikan osasto, 2004. Luentomoniste. Saatavissa: [http://kerppu.hut.fi/opiskelu/materiaali/kurssimateriaali/mak46/mak46140/Mak-46.140\\_2.pdf](http://kerppu.hut.fi/opiskelu/materiaali/kurssimateriaali/mak46/mak46140/Mak-46.140_2.pdf).
10. Tainio, T., Vartiainen, P. & Väkiparta, J. Coulter LS 230 \*Hiukkaskokojakauma-analysaattori\*. Pori: SAMK/Tekniikan Porin yksikkö, 1998. 22 s.
11. Mäkelä, M., Jalava, J. Työselostus. Hiukkaskoon vaikutuksesta norjalaisen ilmeniitin reaktiosaaliiseen. Pori: Kemira Oy Vuorikemia, 1987. 24 s.
12. Mäkelä, M., Jalava, J. Työselostus. Hiukkaskokojakauman vaikutuksesta CS-ilmeniitin reaktioon, pienoisreaktioita. Pori: Kemira Oy Vuorikemia, 1986. 19 s.
13. Karjalahti, K. Yleinen Prosessitekniikka 1. Teoksessa H. Holma (toim.). Mekaaniset prosessit. Helsinki: Ammattikasvatustushallitus, 1976. 262 s.



## LS Particle Size Analyzer

14 Jul 2006

File name:	ILMENIIT.\$31	Group ID:	ilmeniitti
Sample ID:	jauhettu ilmeniitti	Run number:	12
Operator:	s.a		
Comments:	13.07.06 näyte 9		
Optical model:	Fraunhofer PIDS included		
LS 230	Small Volume Module		
Start time:	11:44 14 Jul 2006	Run length:	90 Seconds
Obscuration:	9%		
PIDS Obscur:	50%		
Fluid:	Water		
Software:	2.11	Firmware:	2.02 2.02



## Volume Statistics (Arithmetic)

ilmeniit.\$31

Calculations from 0.040 µm to 2000 µm

Volume	100.0%	S.D.:	17.39 µm
Mean:	20.87 µm	C.V.:	83.3%
Median:	16.16 µm	Skewness:	2.659 Right skewed
D(3,2):	6.577 µm	Kurtosis:	11.14 Leptokurtic
Mode:	16.40 µm		

% <	10	25	50	75	90
Size µm	6.408	10.17	16.16	25.75	40.73



## LS Particle Size Analyzer

14 Jul 2006

File name: ILMENIIT.\$31      Group ID: ilmeniitti  
 Sample ID: jauhettu ilmeniitti  
 Operator: s.a      Run number: 12  
 Comments: 13.07.06 näyte 9  
 Optical model: Fraunhofer PIDS included  
 LS 230      Small Volume Module  
 Start time: 11:44 14 Jul 2006      Run length: 90 Seconds  
 Obscuration: 9%  
 PIDS Obscur: 50%  
 Fluid: Water  
 Software: 2.11      Firmware: 2.02 2.02

## Volume Statistics (Arithmetic)

ilmeniit.\$31

Calculations from 0.040  $\mu\text{m}$  to 2000  $\mu\text{m}$ 

Volume	100.0%	S.D.:	17.39 $\mu\text{m}$
Mean:	20.87 $\mu\text{m}$	C.V.:	83.3%
Median:	16.16 $\mu\text{m}$	Skewness:	2.659 Right skewed
D(3,2):	6.577 $\mu\text{m}$	Kurtosis:	11.14 Leptokurtic
Mode:	16.40 $\mu\text{m}$		

% <	10	25	50	75	90
Size $\mu\text{m}$	6.408	10.17	16.16	25.75	40.73

ilmeniit.\$31

Volume %	Particle Diameter $\mu\text{m}$ <
10.00	6.408
25.00	10.17
50.00	16.16
75.00	25.75
90.00	40.73

ilmeniit.\$31

Channel Diameter (Lower) $\mu\text{m}$	Diff. Volume %	Channel Diameter (Lower) $\mu\text{m}$	Diff. Volume %	Channel Diameter (Lower) $\mu\text{m}$	Diff. Volume %
0.040	0.00064	0.123	0.040	0.375	0.098
0.044	0.0011	0.134	0.045	0.412	0.10
0.048	0.0021	0.148	0.049	0.452	0.11
0.053	0.0045	0.162	0.054	0.496	0.11
0.058	0.0088	0.178	0.058	0.545	0.11
0.064	0.013	0.195	0.063	0.598	0.11
0.070	0.017	0.214	0.068	0.657	0.11
0.077	0.020	0.235	0.073	0.721	0.11
0.084	0.024	0.258	0.078	0.791	0.11
0.093	0.028	0.284	0.083	0.869	0.10
0.102	0.032	0.311	0.088	0.953	0.094
0.112	0.036	0.342	0.093	1.047	0.085



## LS Particle Size Analyzer

14 Jul 2006

ilmeniit.\$31

Channel Diameter (Lower) µm	Diff. Volume %	Channel Diameter (Lower) µm	Diff. Volume %
1.149	0.074	121.8	0.13
1.261	0.062	133.7	0.098
1.385	0.051	146.8	0.056
1.520	0.040	161.2	0.022
1.669	0.033	176.8	0.0044
1.832	0.031	194.2	0.00036
2.010	0.035	213.2	0
2.207	0.050	234.1	0
2.423	0.078	256.8	0
2.660	0.13	282.1	0
2.920	0.20	309.6	0
3.206	0.30	339.8	0
3.519	0.43	373.1	0
3.862	0.60	409.6	0
4.241	0.80	449.7	0
4.656	1.05	493.6	0
5.111	1.33	541.9	0
5.611	1.66	594.9	0
6.158	2.02	653.0	0
6.761	2.41	716.9	0
7.421	2.84	786.9	0
8.147	3.28	863.9	0
8.944	3.74	948.2	0
9.819	4.19	1041	0
10.78	4.63	1143	0
11.83	5.01	1255	0
12.99	5.32	1377	0
14.26	5.52	1512	0
15.65	5.58	1660	0
17.18	5.48	1822	0
18.86	5.23	2000	0
20.70	4.86		
22.73	4.42		
24.95	3.97		
27.38	3.53		
30.07	3.13		
33.00	2.76		
36.24	2.41		
39.77	2.08		
43.66	1.77		
47.93	1.47		
52.63	1.20		
57.77	0.96		
63.41	0.75		
69.62	0.58		
76.43	0.44		
83.90	0.33		
92.09	0.25		
101.1	0.20		
111.0	0.17		

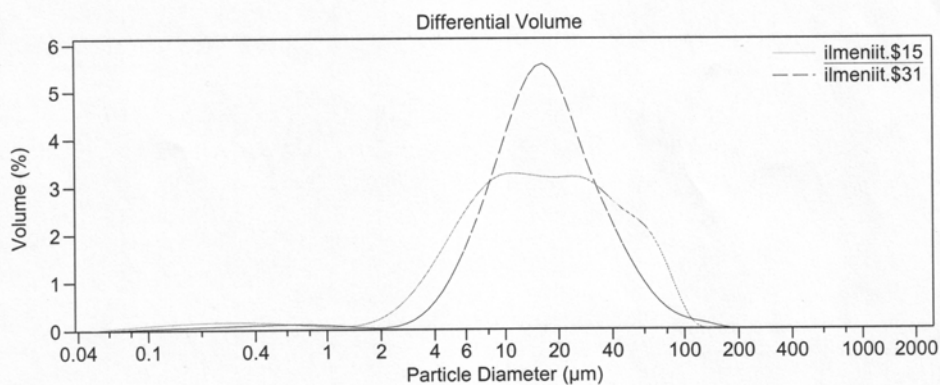


## LS Particle Size Analyzer

14 Jul 2006

File name:	ilmeniit.\$15	Group ID:	ilmeniitti
Sample ID:	jauhettu ilmeniitti	Run number:	2
Operator:	s.a		
Comments:	11.07.06 näyte 1		
Optical model:	Fraunhofer PIDS included		
LS 230	Small Volume Module		
Start time:	10:13 12 Jul 2006	Run length:	90 Seconds
Obscuration:	12%		
PIDS Obscur:	44%		
Fluid:	Water		
Software:	2.11	Firmware:	2.02 2.02

File name:	ilmeniit.\$31	Group ID:	ilmeniitti
Sample ID:	jauhettu ilmeniitti	Run number:	12
Operator:	s.a		
Comments:	13.07.06 näyte 9		
Optical model:	Fraunhofer PIDS included		
LS 230	Small Volume Module		
Start time:	11:44 14 Jul 2006	Run length:	90 Seconds
Obscuration:	9%		
PIDS Obscur:	50%		
Fluid:	Water		
Software:	2.11	Firmware:	2.02 2.02



## Mittauspöytäkirja 41-luokan mittaukset

Näyte no	pvm	klo	Säätöpaletti Säätöpaletti Luvkitin Mälyn Puhallin			Käsitte- laatuus virta			Mälyn Puhallin Säätöpaletti Säätöpaletti Eroas		
			LÄPI	OH	asento	virta	virta	virta	syöttö	virta	purkaus
			(0-100)%	(0-100)%	(0-20)	(A)	(A)	(A)	(m)	(A)	(0-100)% (0-100)% (m)
1	11.7.2006	11:30	50	70	17	42	211	3	9.4	33	0 60% 43.66
2	11.7.2006	14:50	70	55	16.5	42	202	3.2	9.4	34	0 60% 47.93
3	12.7.2006	8:15	80	50	17	41	207	3	9.4	34	0 60% 47.93
4	12.7.2006	13:20	90	50	17	41	205	3.2	9.4	34	0 60% 43.66
5	12.7.2006	16:00	90	50	17	42	203	3	9.8	35	0 60% 63.41
6	13.7.2006	8:40	90	60	17	42	209	3.2	9.4	33	0 60% 52.63
7	13.7.2006	9:40	Säätöpalettien listaus. 4 kottikattilasta								
8	13.7.2006	12:05	90	60	17	42	208	3	9.9	33	0 60% 47.93
9	13.7.2006	15:25	90	70	17	43	214	3.1	10.4	33	0 60% 52.63
9	13.7.2006	22:35	80	60	15.5	43	206	3.3	8.9	34	15 60% 36.24



