

VAASAN YLIOPISTO

TEKNIIKAN JA INNOVAATIOJOHTAMISEN AKATEEMINEN YKSIKKÖ

ENERGIA- JA INFORMAATIOTEKNIikka

AUTOMAATIOTEKNIikka

Juho Salmi

DIPLOMITYÖ

Ammoniumsulfaattikiteyttämön ohjausparametrien optimointi

Harjavallassa 26.4.2020

Työn valvoja

Jarmo Alander

Työn ohjaaja

Rauno Luoma

ALKULAUSE

Tämä diplomityö tehtiin Norilsk Nickel Harjavalta Oy:lle. Haluan kiittää erityisesti ohjaajaani Rauno Luomaa mielenkiintoisesta aiheesta ja asiantuntevista neuvoista diplomityön tekemisen aikana. Lisäksi haluan kiittää pelkistämön henkilökuntaa, erityisesti Maria Marttilaa ja Marko Kellokumpua ja pelkistämön prosessinhoitajia ja vuoromestareita sekä kaikkia muita, jotka ovat olleet osallisina ja auttaneet tämän työn loppuun viemisessä.

SISÄLLYSLUETTELO

ALKULAUSE	2
SISÄLLYSLUETTELO	3
SYMBOLI- JA LYHENNELUETTELO	6
TIIVISTELMÄ	7
1 JOHDANTO	8
2 YRITYS	9
2.1 Norilsk Nickel Harjavalta Oy	9
2.2 Koko prosessista	9
3 PELKISTÄMÖ	12
3.1 Kiteytys	12
3.1.1 DTB kiteytin, sen rakenne ja toiminta	13
3.2 Syöttöliuoksen valmistus ja pelkistys	14
4 MASSADATA, AUTOMAATIOJÄRJESTELMÄ JA PROSESSIDIAGNOSTIIKKA	16
4.1 Massadata	16
4.2 Hajautettu ohjausjärjestelmä	17
4.2.1 Hajautetun ohjausjärjestelmän osat	18
4.3 Valmet DNA	18
4.4 Wedge	19
5 PELKISTÄMÖN SULFAATIT	21

5.1	Ammoniumsulfaatti ja nikkelisulfaatti pelkistämöllä	21
5.2	Kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys	24
5.3	Kiteyttimien ammoniumsulfaattipitoisuus	29
5.3.1	Kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys, kun mukana natriumia	30
5.3.2	Todellinen kide määrä lietteessä	39
6	KITEYTTIMEN PESU	45
6.1	Ajotapa nyt	45
6.2	Kuumennuskierron lämpötilan noston vaikutukset	46
6.3	Kiteyttimen ajo kiteettömäksi	50
6.4	Tehtyjen pesujen analysointi	51
6.5	Syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuuden tasaisuuden parantaminen	52
7	SUMEA LOGIIKKA	57
7.1	Joukko-oppi	57
7.1.1	Klassinen joukko-oppi	57
7.1.2	Sumea joukko-oppi ja jäsenyysfunktio	58
7.2	Sumeat säännöt	63
7.3	Sumeutus	65
7.4	Täsmällistäminen	66
8	AJOPARAMETRIEN OPTIMOINTI JA AJOMALLIT	72
8.1	Sumeat mallit virtausten säädölle	72
8.2	Wedge malli	75
8.3	Pesujen vuokaaviot ja pesua helpottavat muutokset	75
8.4	Kiteyttimien ajomallit	78
8.5	Koeajot	83

9 LISÄKEHITYSKOhteITA JA YHTEENVETO	87
LÄHDELUETTELO	89
LIITTEET	91

SYMBOLI- JA LYHENNELUETTELO

<i>AMS</i>	Ammoniumsulfaatti, $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$
<i>NNH</i>	Norilsk Nickel Harjavalta Oy
<i>DTB</i>	Draft tube baffle –kiteytin
<i>DCS</i>	Distributed Control System, Hajautettu ohjausjärjestelmä
<i>LAN</i>	Local Area Network, paikallisverkko
<i>FCU</i>	Field Control Unit, kenttäohjausyksikkö
<i>PLC</i>	Programmable logic controller, ohjelmoitava logiikka
<i>PROFIBUS</i>	Process field bus, kenttäväyläteknikka
<i>SCADA</i>	Supervisory Control and Data Acquisition
<i>V</i>	tilavuus
<i>m</i>	massa
<i>c</i>	pitoisuus
<i>Wt%</i>	Mass fraction, painoprosentti, massaprosentti
<i>KN</i>	kiteytin
<i>RE</i>	reaktori
ρ	rho, tiheys
\cap	leikkaus
\cup	yhdiste
<i>S_f</i>	jäsenyysfunktio

VAASAN YLIOPISTO**Tekniikan ja innovaatiojohtamisen akateeminen yksikkö**

Tekijä:	Juho Salmi	
Diplomityön nimi:	Ammoniumsulfaattikiteyttämön ohjausparametrien optimointi	
Valvojan nimi:	Professori Jarmo Alander	
Ohjaajan nimi:	TkT Rauno Luoma	
Tutkinto:	Diplomi-insinööri	
Oppiaine:	Energia- ja informaatiotekniikka, automaatio	
Opintojen aloitusvuosi:	2011	
Diplomityön valmistumisvuosi:	2020	Sivumäärä: 94

TIIVISTELMÄ

Nikkelin vetytelkistyksessä tuotetaan nikkelipulveria, jolloin sivutuotteena syntyy ammoniumsulfaattia. Ammoniumsulfaattia käytetään kiteytettynä muun muassa lannoitteena. Lisäksi ammoniumsulfaattikidettä käytetään vetytelkistyksessä tarvittavan syöttöliuoksen valmistukseen.

Tämä diplomityö on tehty Norilsk Nickel Harjavalta Oy:n toimeksiannosta ja sen tavoitteena oli optimoida ammoniumsulfaattikiteyttämön ohjausparametreja erikoistilanteissa hyödyntäen prosessidiagnostiikasta saatavaa dataa ja sumeita logiikoita. Prosessidatan analysoinnissa hyödynnettiin massadatan ja prosessidatan analysointiin kehitettyä Wedge ohjelmistoa. Wedgessä voidaan simuloida eri prosessin vaiheita ja simuloinnin avulla voidaan etsiä parhaita mahdollisia ajotapoja. Prosessianalyysin avulla luotiin eri tilanteisiin sopivia kiteyttimien ajomalleja.

Työssä perehdytään ammoniumsulfaatin kiteytysprosessiin. Harjavallan nikkelijalostamolla kiteytyksessä käytetään neljää DTB-kiteytintä, jotka ovat alipainekiteyttimiä. Lisäksi selvitetään Norilsk Nickel Harjavalta Oy:n tehtaalla olevan pelkistämön eri säiliöiden ammoniumsulfaattipitoisuudet hyödyntäen prosessidiagnostiikkaa eli jatkuvasta prosessista kerättävää dataa. Säiliöiden ammoniumsulfaattipitoisuuksien avulla selvitetään pelkistämön kokonaissulfaattimäärä, joka on oleellinen tieto ohjausparametrien optimoinnin kannalta. Ammoniumsulfaatille tehdään liukoisuuslaskelmat, kahdessa eri tilanteessa; puhtaalle ammoniumsulfaattiliuokselle sekä ammoniumsulfaattiliuokselle, kun se sisältää epäpuhtautena natriumia. Liukoisuuksien avulla voidaan määrittää kylläiselle ammoniumsulfaattiliuokselle tiheys lämpötilan funktiona. Tämän avulla saadaan laskettua kiteyttimen tuottama todellinen kidemäärä. Lopuksi käydään läpi sumeiden logiikoiden teoriaa.

Yleisin erikoistilanne on kiteyttimen pesu, joka tehdään noin 13 vuorokauden välein. Tällöin yksi kiteytin otetaan pois ajosta, jolloin kiteyttimestä liuotetaan sinne kertyneitä kiteytymiä ja pestään linjoja. Pesun aikana on tärkeää, että saataisiin tuotetta mahdollisimmat paljon kidettä sekä syöttöliuoksen valmistukseen että tuotteeksi. Työssä analysoitiin aiempia kiteyttimien pesuja muutamien kuukausien ajalta ja niiden pohjalta lähdettiin luomaan optimaalisinta ajomallia pesujen tekemiseen sekä optimoimaan kiteyttimien ajoparametreja pesujen ajaksi, jotta saataisiin suurin mahdollinen hyöty kiteyttimistä. Kiteyttimien virtauksensäädöille tehtiin sumeat mallit, jotka helpottavat kiteyttimien operointia. Lopuksi ajomallien ja ajo-ohjeiden avulla suoritettiin kiteyttimille koeajoja ja koeajojen tuloksia analysointiin ja niistä tehtiin johtopäätökset ja kehitysehdotukset.

AVAINSANAT: Sumea logiikka, prosessidiagnostiikka, liukoisuus, ammoniumsulfaatti, vetytelkistys, massadata

1 JOHDANTO

Tämä diplomityö on tehty Norilsk Nickel Harjavalta Oy:n toimeksiantona ammoniumsulfaatti kiteytyksen ja siihen liittyvien prosessien ajoparametrien optimointiin. Työn tavoitteena on yhtenäistää erilaisia ajotapoja erikoistilanteissa, optimoida ajoparametreja ja rakentaa ajoa helpottavia työkaluja. Nikkelin vetypelkistyksen syöttöliuos koostuu neste-mäisestä ammoniakista, nikkelsulfaattiliuoksesta sekä kidemuodossa olevasta ammoniumsulfaatista. Vetypelkistyksen sivutuotteena syntyy ammoniumsulfaattia, jota kiteytettynä käytetään syöttöliuoksen valmistukseen sekä kuivattuna tuotteena lannoitteeksi. Normaalissa tilanteessa prosessissa on käytössä neljä kiteytintä. Kiteytin pestään 12 päivän välein, jolloin tuotantoa tehdään kolmella kiteyttimellä neljän sijasta. Tätä huoltoa kutsutaan kiteyttimen pesuksi. Sen tarkoitus on sulattaa kiteyttimen seinämiin ja putkiin kiteytyneet ammoniumsulfaattikiteytymät, koska prosessin aikana kiteyttimen operointi vaikeutuu ja sen hyötysuhde kärsii. Työn yhtenä tavoitteena on luoda ajomalli, jonka avulla kolmella kiteyttimellä voitaisiin tehdä suurinta mahdollista tuotantoa syöttöliuoksen valmistuksessa ja toisaalta saataisiin kiteytettyä mahdollisimman paljon saman aikaisesti tuotetta kuivaukseen ja tuotteeksi. Työssä on keskitytty aluksi selvittämään prosessidataa hyödyntäen pelkistämön koko kierrossa olevan sulfaatin määrä sekä ammoniumsulfaattipitoista liuosta sisältävän liuoksen määrän. Lisäksi on tutkittu ammoniumsulfaatin epäpuhtauksien vaikutusta ammoniumsulfaattiliuoksen kylläisyyteen, joista suurimpana epäpuhtautena on natrium. Kiteyttimien ammoniumsulfaattikiteen määrä kidelietteessä on pyritty ratkaisemaan kiteyttimien lämpötilan ja tiheyden funktiona ja tätä hyödyntämällä, on tehty syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuudelle ennustusmittari. Ajomalli on toteutettu osittain hyödyntäen prosessidataa ja sitä kautta sumeita logiikoita. Lopuksi Ajomallia testattiin muutamassa eri pesutapahtumassa ja tuloksia analysoitiin ja tehtiin johtopäätöksiä. Ajomalli ja ajoparametrien optimointi on osittain toteutettu prosessidiagnostiikkaohjelmisto Wedgeen, joka on työssä ollut suuressa roolissa sen laajojen ominaisuuksien takia prosessidatan analysoinnissa.

2 YRITYS

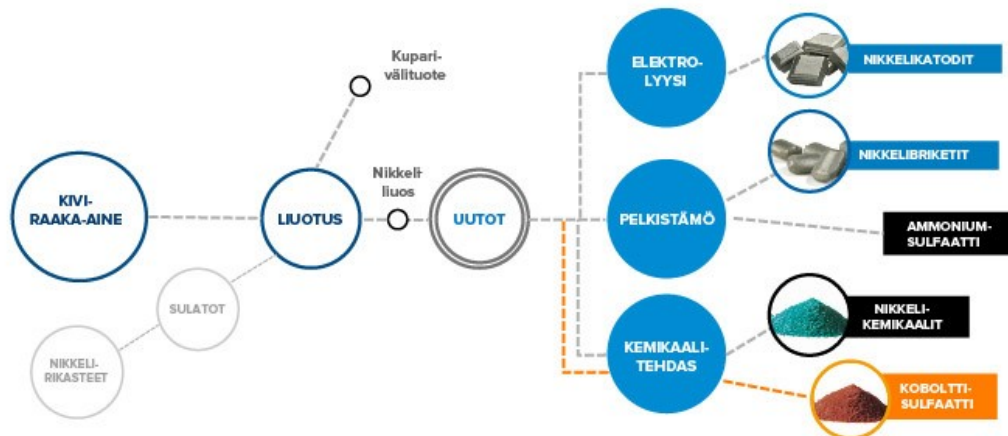
OJSC MMC Norilsk Nickel on venäläinen kaivosteollisuuteen ja metallurgiaan keskittynyt yritys. Norilsk nickelin liikevaihto on viimeisen kymmenen vuoden aikana liikkunut 10 miljardin molemmilla puolilla ollen vuonna 2018 11,7 miljardia Yhdysvaltain dollaria. Norilsk Nickel on tällä hetkellä maailman suurin palladiumin ja jalostetun nikkelin tuottaja. Muina tuotteina Norilsk Nickel tuottaa muun muassa platinaa, rhodiumia, kobolttia sekä kuparia. Norilsk Nickelillä on Venäjän lisäksi toimintaa Afrikassa Botswanassa ja Etelä-Afrikassa, Australiassa sekä Suomessa Harjavallassa. Norilsk Nickelin pääkonttori sijaitsee Moskovassa Venäjällä. (Nornickel, 2019)

2.1 Norilsk Nickel Harjavalta Oy

Norilsk Nickel Harjavalta Oy (NNH) sijaitsee Satakunnassa Harjavallan suurteollisuuspuistossa. NNH:n liikevaihto oli vuonna 881 miljoonaa euroa. Suurteollisuuspuiston alueella toimii NNH:n lisäksi, Boliden Harjavalta Oy, joka tunnetaan muun muassa nikkeli- ja kuparisulatosta. Alueella toimii lisäksi erilaista kunnossapitoa, muun muassa sähkö-, automaatio- ja LVI-kunnossapitoa ja suunnittelua tarjoavia yrityksiä. Lisäksi alueella on useampia pienempiä yrityksiä aina kaasutoimittajista ja energiantuottajista siivouspalveluita ja vartiointia tarjoaviin yrityksiin.

2.2 Koko prosessista

NNH valmistaa erilaisia nikkelijalosteita eri prosessin vaiheissa. Tehdas koostuu neljästä eri osastosta, jotka ovat liuottamo, uutto-pelkistäminen, elektrolyysi ja kemikaalitehdas.



Kuva 1. NNH:n prosessikaavio. (Lähde: Nornickel.com)

Liuottamolle toimitetaan raaka-aine nikkelikivenä, joka on sulatosta tuleva pääasiallisesti haselwoodittia (Ni_3S_2) sisältävä väli tuote. Raaka-aineista liuotetaan erilaisilla prosesseilla nikkeli sekä niissä olevia epäpuhtauksia. Epäpuhtauksiksi sanotaan aineita, joilla on negatiivisia ja ei-haluttuja vaikutuksia prosessin kulkuun. Tällaisia ovat esimerkiksi rauta ja kupari. Liuotuksesta saatu nikkeli liuos johdetaan uuttoprosesseihin. Uuttoprosesseissa tapahtuu liuottamolta tulevan nikkeli liuoksen puhdistus. Siitä puhdistetaan siinä vielä olevia epäpuhtauksia kuten kobolttia, kuparia, sinkkiä, kalsiumia ja rautaa. Uutossa nikkeli liuoksesta puhdistettu koboltti otetaan talteen ja johdetaan edelleen kobolttisulfaattiliuoksena kemikaalitehtaalle. Eri uuttoprosessien jälkeen nikkeli liuos johdetaan jatkokäsiteltäväksi elektrolyysiin, kemikaalitehtaalle tai sitten se jää pelkistämölle.

Elektrolyysissä nikkeli liuoksesta valmistetaan saostamalla electrowinning-menetelmällä nikkelikatodilevyjä. Nikkelikatodilevyt kuljetetaan leikkaamolle, jossa ne leikataan asiakkaan haluamaan kokoon, pakataan ja toimitetaan eteenpäin.

Kemikaalitehtaalla valmistetaan erittäin puhtaasta nikkelisulfaattiliuoksesta erilaisia epäorgaanisia suoloja, kuten nikkelisulfaattia kiteyttämällä ja nikkeli hydroksikarbonaatteja saostamalla. Myös uutosta saatu kobolttisulfaattiliuos toimitetaan kemikaalitehtaalle, jossa siitä valmistetaan kobolttisulfaattikiteitä. Tuotteet edelleen siirretään prosessien jälkeen pakkaamoon, jossa tuotteet pakataan asiakkaan haluamiin pakkauksiin.

Kemikaalitehtaalla sijaitsee lisäksi vesienkäsittely, jossa tapahtuu prosessivesien puhdistus nikkelistä ja muista metalleista. Puhdistusten jälkeen vedet johdetaan hallitusti jokeen. Vesienkäsittelyssä sijaitsee myös laitos, jossa valmistetaan kemikaalitehtaan tarpeisiin demineralisoitua vettä, joka valmistetaan jokivedestä.

Pelkistämölle jäävästä nikkeli-liuoksesta valmistetaan nikkeli-pulveria vetypelkistyksen avulla autoklaaveissa. Nikkeli-pulveri kuivataan, jäädytetään ja johdetaan siloihin, joista se siirretään edelleen briketointiin. Nikkeli-pulveri briketoidaan, sintrataan sintrausuuneissa ja johdetaan siloihin pakattavaksi. Vetypelkistyksessä syntyy sivutuotteena ammoniumsulfaattiliuosta. Ammoniumsulfaattiliuos puhdistetaan saostuksen avulla ylimääräisestä nikkelistä. Nikkeli johdetaan takaisin prosessiin ja puhdistettu ammoniumsulfaattiliuos johdetaan haihduttamon kautta kiteyttämölle, jossa liuos kiteytetään alipainekiteyttimissä. Saatu kide-ete johdetaan joko kuivaukseen tai nikkeli-pulverin valmistuksessa tarvittavaan syöttöliuoksen valmistukseen, joka koostuu nikkeli-liuoksesta, AMS-kiteestä ja ammoniakista. (NNH intra, 2016)

3 PELKISTÄMÖ

Pelkistämöllä tapahtuu uutoissa puhdistetun nikkeli-liuoksen vetytelkistys. Vetytelkistys tapahtuu autoklaaveissa ja se perustuu nikkelin reagointiin autoklaaveihin syötettävän vedyn kanssa sopivien olosuhteiden vallitessa. Prosessissa nikkeli pelkistyy liuksesta metalliseksi nikkelpulveriksi ja sivutuotteena syntyy ammoniumsulfaattiliuosta, jota kiteytettynä käytetään muun muassa lannoitteena. Noin kaksi kolmasosaa ammoniumsulfaattiliuoksesta saatavasta kiteestä kierrätetään takaisin pelkistykseen syöttöliuoksen valmistukseen ja loput kiteet kuivataan ja johdetaan siloon kuorma-auton säiliöön lastattavaksi tuotteeksi.

3.1 Kiteytys

Kiteytyksellä tarkoitetaan jonkin aineen olomuodon, amorfisen kiinteän aineen, nestemäisen tai kaasumaisen, muuttamista kiteiseen muotoon. Kiteytys tapahtuu yleensä kahdessa vaiheessa. Ensimmäisessä vaiheessa muodostuu kideytimiä ja toisessa vaiheessa kideytimien ympärille kasvaa kidettä. Jotta kideytimiä voi muodostua, tai kideytimien ympärille on mahdollista kasvaa kidettä, on nestemäisen aineen oltava niin sanotusti ylikylläinen. Ylikylläisen liuoksen saavuttaminen toteutetaan yleensä sen mukaan, miten neste käyttäytyy eri lämpötiloissa. Nesteen ylikylläisyys voidaan saavuttaa pääasiassa kolmella eri tavalla: (A. Mersmann 1994, J.W. Mullin 2001)

1. Jäähdytys
2. Haihduttaminen
3. Komponentin lisäys

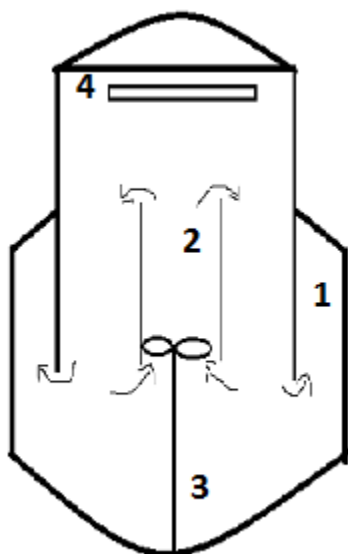
Kylläisyys tarkoittaa, että neste on termodynaamisessa tasapainotilassa kiinteän yhdisteen kanssa. Kylläisyysraja riippuu yleensä lämpötilasta, mutta siihen vaikuttavat myös

esimerkiksi epäpuhtaudet. Epäpuhtauksiksi kutsutaan esimerkiksi metalleja, joita ei haluta kyseisessä aineessa olevan. Ammoniumsulfaatin tapauksessa haittaava epäpuhtaus on natrium.

3.1.1 DTB kiteytin, sen rakenne ja toiminta

Pelkistämön ammoniumsulfaattikiteyttämöllä on neljä DTB-kiteytintä (Draft Tube Baffle). Kiteyttimet ovat liuoksen syötön suhteen rinnakkain ja lämmön syötön suhteen pareittain sarjassa. Ensimmäisen vaiheen kiteyttimien liuoskierrossa olevaa liuosta lämmitetään lämmönvaihtimien avulla kuumalla prosessivedellä. Toisen vaiheen kiteyttimiä lämmitetään samalla tavalla, mutta kuuman veden sijaan käytetään ensimmäisen vaiheen kiteyttimien hönkää, joilla liuoskierrossa olevaa liuosta lämmitetään. Pelkistämöllä olevat kiteyttimet ovat tyhjiökiteyttimiä tai alipainekiteyttimiä, joka tarkoittaa, että niiden käyttö perustuu alipaineen luontiin kiteyttimen sisälle. Alipaine luodaan kiteyttimeen tyhjöpumpuilla. Alipaineen avulla saadaan kiteyttimeessä olevan ammoniumsulfaattiliuoksen kiehumispistettä alemmas, ja näin saadaan haihdutettua vettä liuoksesta. Haihduttamisen ja viilennyksen käyttöä yhdessä kiteytysprosessissa kutsutaan flash coolingiksi.

Kiteytin on pystysuorassa ja se on muodoltaan lieriö. Sen keskiosassa on sisäputki (Draft tube), jonka sisällä on sekoittaja. Sekoittajan avulla liuos saadaan kulkemaan sisäputkea pitkin ylös ja taas sisäputken ulko-osaa pitkin alas, jolloin saadaan kiteyttimeen kiertävä liike. Kiteyttimen reunalla, ulkovaipan ja kiteyttimen ulkoseinän välissä kiertää verholieriö (Baffle), jota sanotaan rauhoitusalueeksi, josta pienet kiteytymät palaavat kuumenuskiertoon. Kiteyttimen yläosassa, liuosinnan yläpuolella sijaitsee demisteripatjat, pirsaranerotimet, joiden tarkoitus on pitää haihdutuksesta syntyvä hönkä mahdollisimman puhtaana.



Kuva 2. DTB-kiteytin, johon merkitty 1 verholieriö, 2 sisäputki, 3 sekoittaja ja 4 demisteripatja.

NNH:lla käytettävien kiteyttimen pohjaosasta lähtee kaksi kidelielinjaa, joista toista kutsutaan isoksi kidelielinjaksi ja toista pieneksi kidelielinjaksi. Pienestä kidelielinjasta ohjataan kideliete niin sanotulle elutriojalalle, jonka tarkoitus on erotella kidelietteestä hienoa kidettä takaisin kiteyttimeen. Elutriojalalta kideliete kulkee kahdelle ruuvisakeuttimelle, joista kiteestä erotetaan suurin osa liuksesta. Ruuvisakeuttimilta kide ohjataan lingon kautta kuivaukseen ja jäähdytyksen kautta siiloon. Isoa kidelielinjaa käytetään kidelietteen kierrätykseen. Osa kidelietteen kierrätyksestä otetaan pelkistykseen tarvittavan syöttöliuoksen valmistukseen. (NNH Intra, 2016)

3.2 Syöttöliuoksen valmistus ja pelkistys

Pelkistyksessä tarvittavan syöttöliuoksen valmistus tapahtuu kolmessa sarjaan kytketyssä ylivuotoreaktorissa. Ensimmäiseen reaktoriin johdetaan nestemäistä ammoniakkia, nikkelisulfaattiliuosta ja ammoniumsulfaattikidettä. Ensimmäisestä reaktorista syöttöliuos kulkee ylivuotona kahteen seuraavaan reaktoriin, ja viimeisestä reaktorista syöttöliuossäiliöön. Syöttöliuossäiliöstä liuos johdetaan lämmönvaihtimen läpi syöttösäiliöön, josta paineen avulla liuos syötetään autoklaaveihin, joissa liuos pelkistetään vedyn avulla, josta

syntyy siis metallinikkelipulveria sekä sivutuotteena ammoniumsulfaattiliuosta. Pelkistyksen jälkeen ammoniumsulfaattiliuos johdetaan saostukseen, jossa liuksesta puhdistetaan ylimääräinen nikkeli, joka ammoniumsulfaattiliuoksessa on epäpuhtaus. (NNH Intra, 2016)

Syöttöliuoksen pitäminen tasalaatuisena on hankalaa, joka johtuu suurista ja koko ajan muuttuvista virtausmääristä. Syöttöliuoksen pitäminen tasalaatuisena tarkoittaa sitä, että sen ammoniumsulfaatti pitoisuuden täytyy olla 350 g/l ja ammoniakin ja nikkelisulfaattiliuoksen moolisuhde täytyy pitää halutun laisena. Jos syöttöliuoksen analyysit eivät pysy oikeina, se aiheuttaa ongelmia pelkistyksessä. Reaktoreiden läpi kulkee käytännössä koko ajan 40-80 m³/h syöttöliuosta riippuen siitä, kuinka suuri on tuotantovauhti milläkin hetkellä. Yksi tämän työn tarkoituksista onkin kyseisen syöttöliuoksen tasaisuuden parantaminen ennen kaikkea silloin, kun kiteyttimiä otetaan pesuun.

4 MASSADATA, AUTOMAATIOJÄRJESTELMÄ JA PROSESSI-DIAGNOSTIIKKA

4.1 Massadata

Massadatan määritelmä vaihtelee hieman lähteestä riippuen. Lyhyesti se voidaan kuitenkin määritellä ”paljon nopeasti lisääntyvää monipuolista dataa”. (Immo, 2014) Usein puhutaan myös massadatan kolmesta, neljästä tai viidestä ominaisuudesta. Kyseiset määritelmät ovat osaltaan saaneet myös kritiikkiä. Prosessidatasta puhuttaessa voidaan puhua neljästä massadatan ominaisuudesta, niin sanotusta neljästä veestä. Four V, tulee englannin kielen sanoista Volume, Variety, Velocity ja Value. (Qing, Boyu 2017) Volume tarkoittaa suurta massavirtaa, variety massavirran vaihtelua, velocity massavirran suurta nopeutta ja value massavirran hyödyllisyyttä. Kuvassa 3 on esitetty massadatan ja sen ominaisuuksia prosessista kerättyä dataa tarkasteltaessa.



Kuva 3. Massadatan ominaisuuksia.

4.2 Hajautettu ohjausjärjestelmä

Kun ohjattava prosessi on kokonaisuudessaan suuri, on erittäin tärkeää, että prosessin ohjaukseen käytetään hajautettuja järjestelmiä. Yhdessä osaprosessissa voi olla satoja, jopa tuhansia toimilaitteita, mittauksia ja muita tietoja, joita on pystyttävä ohjaamaan ja joista on saatava tietoa koko ajan. Hajautetussa ohjausjärjestelmässä (Distributed Control System, DCS), on useampia ohjaimia ohjaamassa eri toimilaitteita ja mittauksia, joka tarkoittaa sitä, että jos jokin ohjaimista vikaantuu, se ei vaikuta muiden laitteiden toimintaan mitenkään; ainoastaan niihin laitteisiin ja mittauksiin, jotka ovat kytkettynä vikaantuneeseen ohjaimeen. Ne ovat siis ohjausjärjestelmiä prosesseille ja tehtaille, jossa kaikki ohjauselementit on hajautettu kokonaissysteemissä ja jota voidaan operoida operaattorin toimesta etäämmältä erillisestä valvomosta. Suuressa prosessinohjauksessa tämä on erityisen tärkeää, jotta pystytään minimoimaan tietoteknisistä asioista johtuvat ongelmat. Hajautetun ohjausjärjestelmän vahvuus on myös sen laajennettavuus, joka tarkoittaa, että siihen voidaan helposti lisätä uusia osasysteemeitä. (Zhang 2010)

Yleisiä käyttökohteita hajautetuilla ohjausjärjestelmille ovat esimerkiksi sähköverkot, sähköntuotantolaitokset, vedenpuhdistamot, öljynjalostamot, ydinvoimalat, elintarviketuotantolaitokset ja monet muut esimerkiksi kemianteollisuuden laitoskokonaisuudet. Hajautetun ohjausjärjestelmän arkkitehtuuri riippuu siitä, minkälainen hajautettu ohjausjärjestelmä on. Pääpiirre näille kaikille kuitenkin on yksi yhtenäinen kenttäväylä, joka toimii tiedonsiirtoväylänä kaikille ohjausjärjestelmissä oleville laitteille. Se voi olla muun muassa

- Kokonaan hajautettu järjestelmä
- Osittain hajautettu järjestelmä
- Avoin järjestelmä
- Suljettu järjestelmä

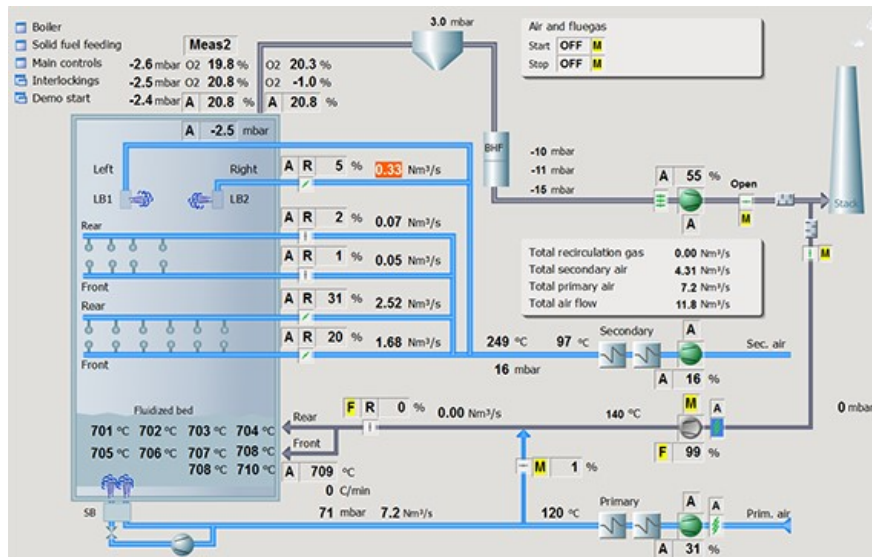
4.2.1 Hajautetun ohjausjärjestelmän osat

Hajautettu ohjausjärjestelmä koostuu laitteistokomponenteista, ohjelmistomoduuleista sekä komponenttien välisestä verkkoyhteydestä. Tärkein operaattorille näkyvä laitteistokomponentti on käyttäjäliittymä rajapinta. Se sisältää ohjausjärjestelmän graafisen käyttöliittymän, jonka kautta nähdään koko prosessi kaikkine toimilaitteineen ja mittauksineen, joihin voidaan tehdä säätöjä, hälytysliittymän, josta nähdään, jos jokin prosessin mittaus ei ole raja-arvoissaan ja trendikuvaajat säätöjen mittauksista. Laitteistokomponentteihin kuuluu myös liityntäväylät, useimmiten varsinkin paikallisverkossa (LAN) toteutettu Ethernet-verkko, jonka välityksellä operaattori pystyy kommunikoimaan kenttäohjausyksiköiden (Field Control Units) kanssa, jotka ovat usein ohjelmoitavia logiikoita (PLC), tietokoneita tai mikroprosessori ohjattuja RTU:ita. Kenttäohjausyksiköt ovat viimeisimpänä yhdistetty kenttälaitteisiin kenttäväylätekniikoille, esimerkiksi yleisesti käytössä olevalla PROFIBUS (Process Field Bus) tekniikalla. Kenttälaitteita voivat olla esimerkiksi anturit, venttiilit, sähkömoottorit, valot tai kytkimet. Kaikille laitteistokomponentit on usein tuettu päällekkäisyyskomponentilla, joka takaa sen, että jos jokin järjestelmässä menee vikaan, se ei kaada koko systeemiä. Järjestelmässä on usein niin sanottu historiamoduuli, johon on tallennettu koko järjestelmän asetukset. Ohjausmoduulissa on kaikki ohjaus funktiot, joita käytetään. Näitä ovat esimerkiksi erilaiset säätimet, sumeat logiikat, yksinkertaiset laskutoimitukset ja monimutkaisemmat ohjaukset. (Zhang 2010)

4.3 Valmet DNA

Norilsk Nickelillä on nykyään käytössä Valmet DNA:n automaatiojärjestelmä, joka on hajautettu automaatio- tai ohjausjärjestelmä. Se on suunniteltu prosessiautomaation sovellutuksiin, joka sisältää muun muassa kaiken prosessinohjauksen, valvonnan, optimoinnin ja monitoroinnin yhdessä sovellusalustassa. Valmet DNA:ta voidaan käyttää myös PLC, kevyt PLC tai SCADA (Supervisory Control and Data Acquisition) järjestelmissä

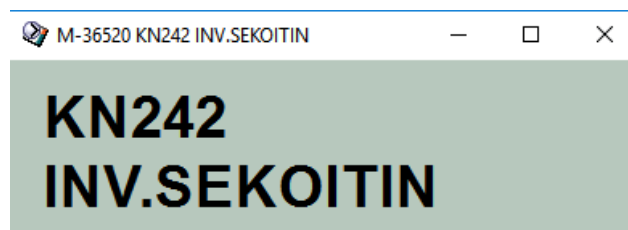
ja sitä voidaan käyttää pienemmissä järjestelmissä tai kokonaisen suuren tuotantolaitoksen automaatiojärjestelmässä, kuten Norilsk Nickelillä. (Valmet DNA, 2019)



Kuva 4. Havainnekuva automaatiojärjestelmän UI:sta. Lähde Valmet dna.

4.4 Wedge

Wedge on reaaliaikainen prosessidiagnostiikkaohjelmisto. (Trimble, 2019) Siihen voidaan simuloida koko prosessi, tehdä erilaisia laskentoja ja saada prosessidataa reaaliaikaisesti tai useamman vuoden päähän. Lisäksi wedgeen voidaan liittää tehtaalla suoritettavat laboratorion näyteanalyysit helpottamaan analysointia. Ohjelmistoon kerätään kaikkien mittalaitteiden tiedot kymmenen sekunnin välein. Näin tarkkaa analyysia kuitenkin harvoin tarvitaan. Jokaisella toimilaitteella, mittauksella tai laboratorio analyysillä on niin sanottu uniikki positio (Kuva 5).



Kuva 5. Kiteytin 242 sekoittimen positio.

Laitteen positiosta nähdään esimerkiksi, onko kyseessä venttiili, säätöventtiili, moottori, lämpötilan mittaus, painemittaus, virtausmittaus, tiheysmittaus tai jokin muu toimilaite. Esimerkiksi kuvassa 5 laitteen positio on M-36520, jossa M kertoo kyseessä olevan sähkömoottori. Wedgeen kyseinen laite voidaan liittää sen position avulla (Kuva 6).

Positio	Yksikkö	Kuvaus
M-36520.E1:av	kW	KN242 SEKOITTAJA TEHO
M-36520:cur		KN242 INV.SEKOITIN
M-36520:ins	s	KN242 SEK
M-36520:ld	L/D	KN242 INV.SEKOITIN
M-36520:ma	M/A	KN242 INV.SEKOITIN
M-36520:s	STA...	KN242 INV.SEKOITIN

Tietolähde: Kaikki tietolähteet 6 rows Sarakkeet

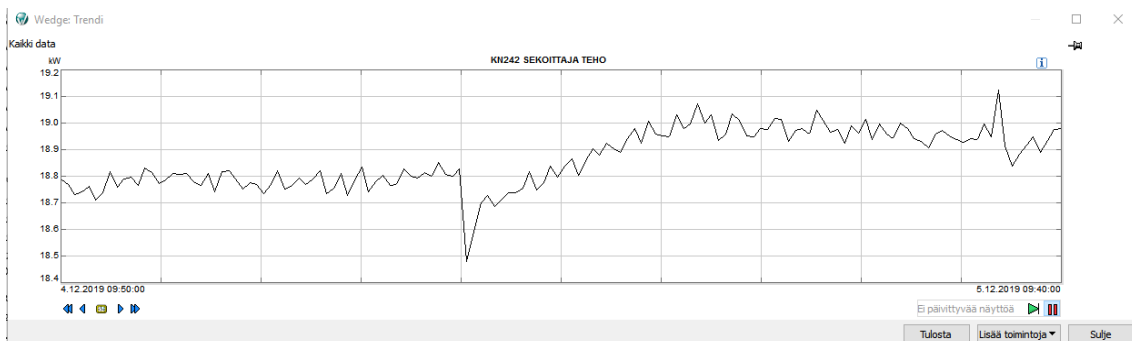
Positio: M-36520

Yksikkö:

Kuvaus:

Kuva 6. Wedge laitteen lisäys

Wedge näyttää myös kyseisen mittalaitteen yksikön. Esimerkkitapauksessa voitaisiin esimerkiksi seurata sekoittajan sähkömoottorin tehokäyrää. (kuva 7). Kuvassa yhden päivän sekoittajan tehotrendi, y-akselilla moottorin ottama teho kilowatteina ja x-akselilla aika. Kyseisessä esimerkissä mittausväli on 10 minuuttia, joka antaa tarpeeksi hyvän trendin tässä tapauksessa analysoitavaksi.



Kuva 7. KN242 sekoittajan tehon trendi.

5 PELKISTÄMÖN SULFAATIT







5.1 Ammoniumsulfaatti ja nikkelisulfaatti pelkistämöllä

Työn kannalta on tärkeää tietää, kuinka paljon AMSia on pelkistämön säiliöissä milläkin hetkellä. AMSin määrän avulla pystytään paremmin analysoimaan kiteyttimien pesujen aikana tapahtuvaa AMSin määrän vaihtelua. Eri kohdissa prosessissa on useita eri AMS pitoisuuden mittauksia. Mittaukset löytyvät DNA:lta ja ne päivittyvät aika ajoin, yleensä noin tunnin välein. Osa pitoisuusmittauksista suoritetaan antureilla, osalle on laskettu pitoisuudet DNA:lle liuoksen tiheyden mukaan. Kiteyttimille on laskettu pitoisuudet erikseen niiden liuostiheyksien ja lämpötilojen mukaan, mistä lisää seuraavassa kappaleessa. Pelkistämöllä on kaiken kaikkiaan 35 reaktoria, liuossäiliötä, puskusäiliötä tai muuta vastaavaa säiliötä, jotka sisältävät ammoniumsulfaattipitoista liuosta. Säiliöiden yhteenlaskettu tilavuus on 3473,5 m³. DNA:lta saatava prosessidata on siirretty Wedgeen. Wedgeen on erikseen määritelty jokainen ammoniumsulfaattipitoista liuosta sisältä säiliö, niiden pinnanmittaukset sekä niiden AMS pitoisuudet. Pitoisuuksien ja pinnanmittauksien avulla on saatu laskettua kaavalla 1 AMS määrät säiliöissä ja niiden kautta koko pelkistämön AMS määrä säiliöissä.

$$m = c \cdot V, \tag{1}$$

missä m on massa, c on pitoisuus ja V on tilavuus.

AMS pitoisuudet

-  AMS YS211 jälkeen
-  AMS LS247
-  AMS LS260
-  AMS NiCo-saostus
-  AMS TLS280
-  RE 241 AMS-PITOISUUS O-K

YS211 jälkeen


-  PUS222 PINTA
-  PUS223 PINTA
-  PUS213 PINTA
-  YS211 PINTA
-  YS212 PINTA
-  PUS221 PINTA
-  LS 253 PINTA
-  YS222 PINTA

Kuva 8. Pinnanmittauksia ja pitoisuuksia Wedgessä.

Laskennallinen mittaus

Nimi:

Yksikkö:

 Wedge: Mittauksen ominaisuudet ✕

Yleinen Kaava Trendinäyttö

Kaava

Kaavan muuttujat

	Mittaus	
x1	AMS YS211 jälkeen	<input type="button" value="Lisää muuttuja"/> <input type="button" value="Poista muuttuja"/> <input type="button" value="Ylös"/> <input type="button" value="Alas"/>
x2	PUS222 PINTA	
x3	PUS223 PINTA	
x4	PUS213 PINTA	
x5	YS211 PINTA	
x6	YS212 PINTA	
x7	PUS221 PINTA	
x8	LS 253 PINTA	
x9	YS222 PINTA	

Laske

Laskenta suoritetaan tässä koneessa käyttäen sisäänrakennettua MATLAB-ohjelmaa.
 Laskenta suoritetaan Wedge-palvelimella.

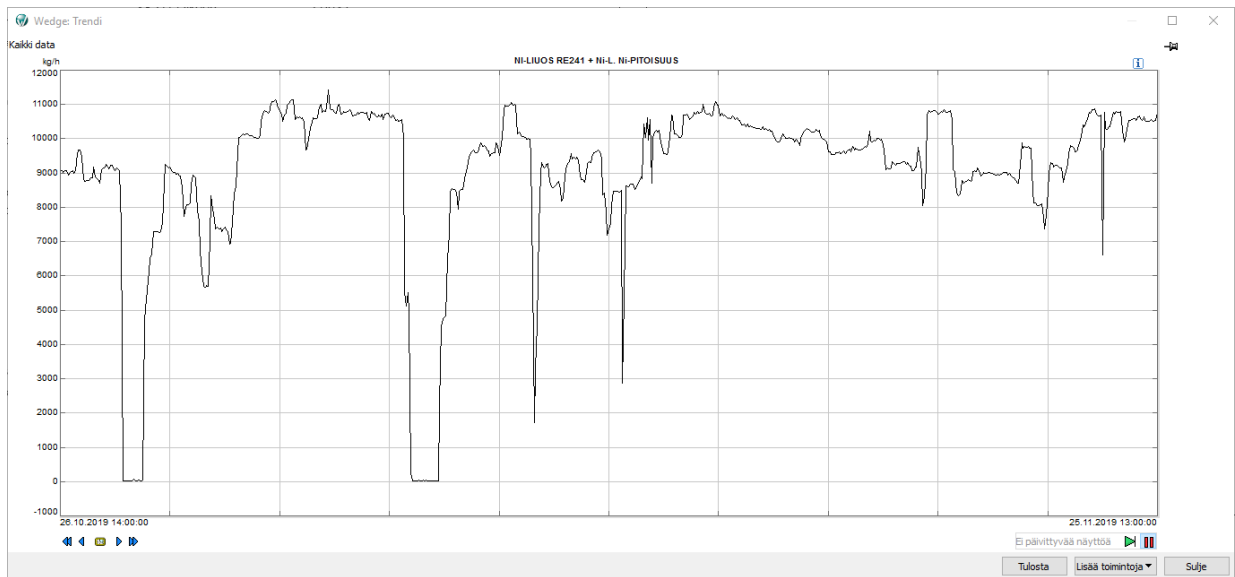
Kuva 9. Wedge mittauksen ominaisuudet.

Ammoniumsulfaatin lisäksi kokonaissulfaattimäärää laskettaessa, on otettava huomioon prosessiin tuleva nikkelisulfaatin määrä. Prosessiin tuleva nikkelisulfaattimäärä tulee kaikki syöttöliuoksen valmistukseen syötettävästä nikkelisulfaattiliuoksesta. Liuoksen nikkelisulfaatin määrä voidaan laskea pelkistyksen syöttöliuoksen reaktoreiden nikkeliipitoisuuksista ja reaktoreiden pinnanmittauksista. DNA:lla on reaktoreille reaaliaikaiset nikkeliipitoisuudet. Kun tiedetään reaktoreiden nikkeliipitoisuus, tilavuus, nikkelin molekyylimassa sekä ammoniumsulfaatin moolimassa, saadaan yhden reaktorin ammoniumsulfaattipitoisuus laskettua seuraavasti:

$$c_{AMS} = \frac{c_{Ni}}{\frac{m_{Ni}}{M_{AMS}}} \cdot V, \quad (2)$$

missä c_{AMS} on ammoniumsulfaattipitoisuus, c_{Ni} on nikkeliipitoisuus, m_{Ni} nikkelin molekyylimassa, M_{AMS} on ammoniumsulfaatin moolimassa ja V on tilavuus.

Kun aluksi puhuttiin ammoniumsulfaattimäärästä, nyt puhutaan pelkistämön kokonaissulfaattimäärästä ammoniumsulfaatiksi laskettuna, kun laskuihin on otettu mukaan myös nikkelisulfaatti. Kokonaissulfaattimäärä siis muuttuu sen mukaan, paljonko sulfaattia pystytään ajamaan pelkistämön kierrosta ulos, ja paljonko sitä ajetaan sisään. Aiemmin mainittu nikkelisulfaatin määrä syöttöliuoksen tekoon, on itseasiassa sama asia, kun puhutaan prosessiin tulevasta sulfaatista. Prosessiin tuleva sulfaatti saadaan laskettua samalla kaavalla (2) kuin aiemmin, mutta nyt otetaan huomioon nikkeliipitoisuudessa tulevan liuoksen nikkeliipitoisuus ja kerrotaan nikkelisulfaatin virtausmäärällä prosessiin.



Kuva 10. Kuukauden trendi pelkistämölle tulevasta sulfaattimäärästä yksikkönä kg/h.

5.2 Kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys

Ajoparametrien optimoinnin kannalta on erityisen tärkeää, että tiedetään, kuinka paljon kiteyttimien AMS pitoisuus on milläkin hetkellä. Kiteyttimien AMS pitoisuus riippuu erityisesti kiteyttimien lämpötiloista ja siellä kulkevan liuoksen tiheydestä. Jotta kiteitä voi muodostua, liuoksen on saavutettava kylläisyysraja, jossa liuos on niin sanotussa termodynaamisessa tasapainotilassa. Kylläisyysraja riippuu liuoksen lämpötilasta, mutta siihen vaikuttaa myös liuoksessa olevien epäpuhtauksien määrä, joka ammoniumsulfaatin tapauksessa on esimerkiksi natrium.

Taulukko 1. Ammoniumsulfaatin liukoisuudet veteen eri lämpötiloissa, joista liukoisuuksille kylläisessä liuoksessa on laskettu painoprosentit (Wt%).

t/°c	g/100g vettä	WT%, kun kyläinen
0	70,6	0,413834
10	73	0,421965
20	75,4	0,429875
30	78	0,438202
40	81	0,447514
50	84,477	0,457927
60	88	0,468085
70	91,589	0,478049
80	95,3	0,487967
90	99,581	0,49895
100	103,3	0,508116

Taulukko 2. Ammoniumsulfaatin tiheyksiä (kg/l) eri lämpötiloissa ja eri painoprosenttien arvoilla.

%/t, °C	0	20	40	80	100
1	1,0061	1,0041	0,998	0,9777	0,9644
2	1,0124	1,0101	1,0039	0,9836	0,9705
4	1,0248	1,022	1,0155	0,9953	0,9826
8	1,0495	1,0456	1,0387	1,0187	1,0066
12	1,074	1,0691	1,0619	1,0421	1,0303
16	1,098	1,0924	1,0849	1,0653	1,0539
20	1,1215	1,1154	1,1077	1,0883	1,0772
24	1,1448	1,1383	1,1304	1,111	1,1003
28	1,1677	1,1609	1,1529	1,1338	1,1232
35	1,2072	1,2	1,1919	1,1731	1,1629
40	1,235	1,2277	1,2196	1,2011	1,191
50	1,2899	1,2825	1,2745	1,2568	1,2466

Taulukossa 1 ja 2 esitetty ammoniumsulfaatin tiheydet (kg/l) painoprosentin funktiona (Perry 1963) eri lämpötiloissa ja ammoniumsulfaatin liukoisuudet veteen eri lämpötiloissa, joista liukoisuuksille kylläisessä liuoksessa on laskettu pitoisuudet painoprosentteina. Näistä on saatu kuvaajat kuvissa 11 ja 12. Kuvan 12 kuvaajan avulla on voitu määrittää ammoniumsulfaatin liukoisuudelle lämpötilan funktiona yhtälö:

$$y = 0,001x^2 + 0,2258x + 70,518, \quad (3)$$

missä x on ammoniumsulfaattiliuoksen lämpötila ja y on ammoniumsulfaattiliuoksen liukoisuus, yksikkönä g/100g vettä.

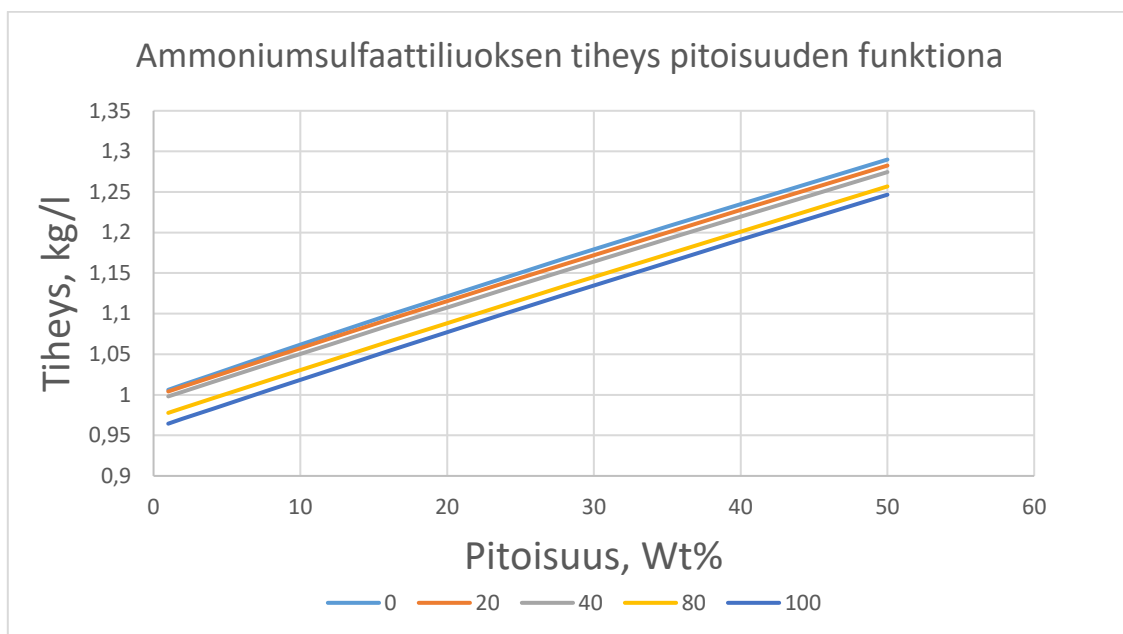
Painoprosenteista on saatu pienimmän neliösumman menetelmällä lineaaristen käyrien yhtälöt eri lämpötiloissa, joiden muuttujat k ja b ovat esitetty taulukossa 3. Taulukkoon on muodostettu vain niiden lämpötilojen yhtälöiden k ja b kertoimet, mistä oli tiheydet saatavilla, muille lämpötiloille on käytetty k :n arvossa keskiarvoa. Saatu yhtälö on muotoa

$$y = k c + b, \quad (4)$$

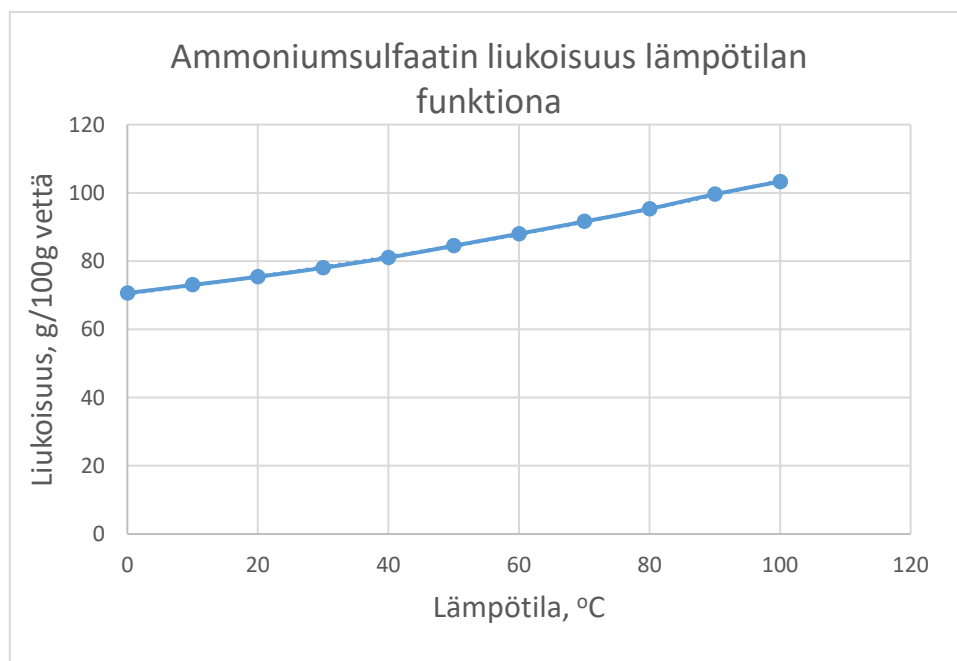
missä c on kylläisen liuoksen pitoisuus painoprosenteissa.

Näiden avulla on voitu laskea kylläiselle ammoniumsulfaattiliuokselle tiheydet, jotka edelleen on voitu yhdistää kuvaajaksi, josta nähdään kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys lämpötilan funktiona (Kuva 13), josta määritetty yhtälö:

$$y = 4 \cdot 10^{-7}x^2 + 6 \cdot 10^{-5}x + 1,2438 \quad (5)$$



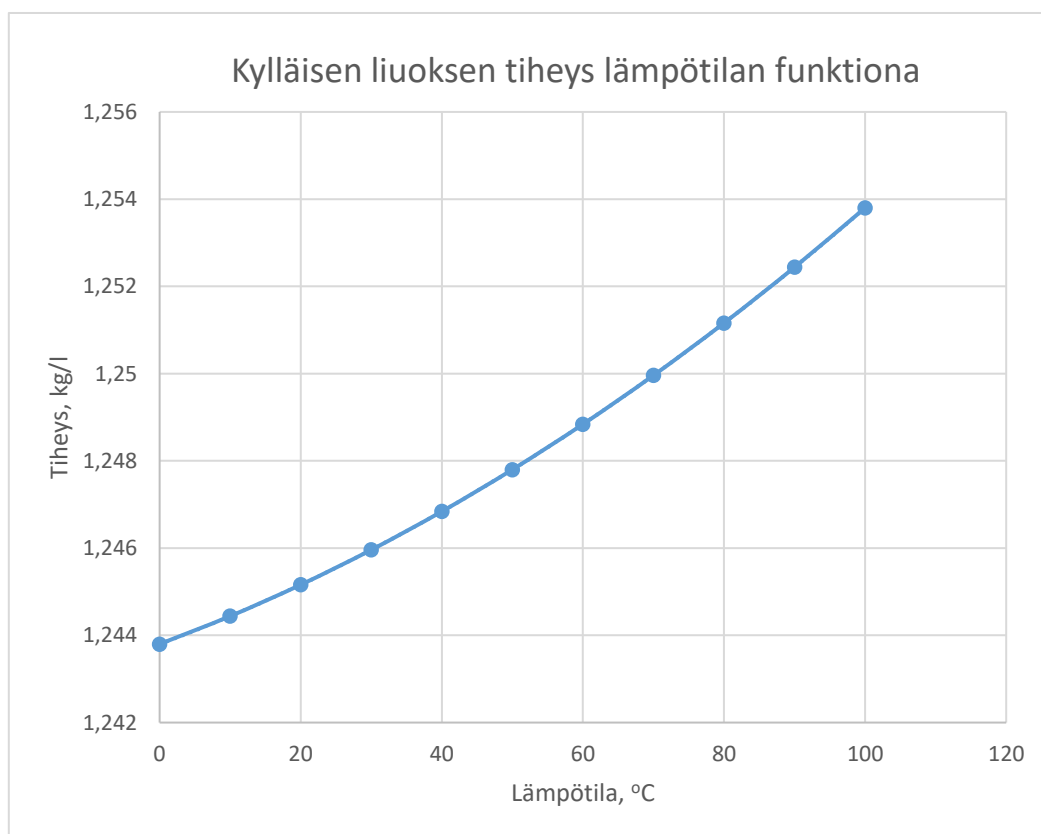
Kuva 11. Ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys pitoisuuden funktiona eri lämpötiloissa. Pitoisuus ilmoitettu painoprosenteina, Wt%.



Kuva 12. Ammoniumsulfaatin liukoisuus lämpötilan funktiona.

Taulukko 3. Kylläisen ammoniumsulfattiliuoksen tiheyksiä eri lämpötiloissa.

t/c	k	b	tiheys	kg/l
0	0,005817	1,00291	1,243619	1,2438
10	0,005731		1,244645	1,24444
20	0,0057	1,000015	1,245029	1,24516
30	0,005731		1,246055	1,24596
40	0,005657	0,993511	1,246686	1,24684
50	0,005731		1,247711	1,2478
60	0,005731		1,248737	1,24884
70	0,005731		1,249762	1,24996
80	0,005707	0,973092	1,251578	1,25116
90	0,005731		1,252604	1,25244
100	0,005775	0,960291	1,25373	1,2538



Kuva 13. Kylläisen ammoniumsulfattiliuoksen tiheys lämpötilan funktiona.

5.3 Kiteyttimien ammoniumsulfaattipitoisuus

Kaikki neljä pelkistämöllä olevaa kiteytintä ovat fyysiseltä kooltaan samankokoisia. Yksi kiteytin on kokonaisliuostilavuudeltaan 103 m^3 . (Kallionpää, 1996) Kiteyttimen yläosassa on niin sanottu tyhjä osa, jossa ei liuosta koskaan ole. DNA:lla oleva kiteyttimen pinnanmittaus on niin sanottu radioaktiivinen pinnanmittaus. Jos pinnanmittaus näyttää 100%, se tarkoittaa, että kiteyttimen pinta on tyhjän osan alarajalla tai sen yli. Eli mikäli pinnanmittaus näyttää 0%, se ei tarkoita, että kiteytin on tyhjä, vaan että mittausalueella ei ole enää liuosta. Mittausalue on noin metrin mittainen alue, joka on niin sanottu kiteyttimen operointialue. Kiteyttimen piirustuksista saadaan laskettua tyhjän osan tilavuus seuraavalla kaavalla:

$$V_{\text{tyhjäosa}} = \pi \cdot r^2 \cdot h, \quad (6)$$

missä r on tyhjän osan säde ja h on tyhjän osan korkeus.

Kiteyttimen piirustuksista saadaan mitoiksi $r=2\text{m}$ ja $h=2,3\text{m}$, joiden avulla kaavaan sijoittamalla saadaan tyhjän osan tilavuudeksi noin $28,9 \text{ m}^3$ eli kiteyttimen aktiiviliuostilavuus on $74,0973 \text{ m}^3$. Koska kiteyttimessä on sekä liuennutta ammoniumsulfaattia että ammoniumsulfaattia kidefaasissa, kiteyttimen ammoniumsulfaattipitoisuus saadaan laskettua kaavalla 4.

$$c_{\text{kiteytin}} = (c_{\text{kyl}} + c_{\text{kide}}) \cdot V_{\text{kiteytin}} \cdot \text{kiteyttimenpinnanmittaus}, \quad (7)$$

missä kiteyttimen pinnanmittaus on arvo DNA:lta, V_{kiteytin} on kiteyttimen aktiiviliuostilavuus, c_{kide} kiteyttimen kidemäärä ja

$$c_{\text{kyl}} = \text{wt}\% \cdot \rho_{\text{kyl}} \cdot 1000, \quad (8)$$

missä $wt\%$ on kaava(3) / (100 + kaava (3)) ja ρ_{kyl} on kaava(4).

5.3.1 Kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys, kun mukana natriumia

Kuten aikaisemmin todettiin, ammoniumsulfaatin liukoisuusrajaan vaikuttaa erityisesti liuoksen lämpötila, mutta myös liuoksessa esiintyvät epäpuhtaudet. Aluksi työssä laskettiin liukoisuudet puhtaalle ammoniumsulfaattiliuokselle. Tämän jälkeen todettiin, että puhtaan ammoniumsulfaatin liukoisuuksilla laskettu kidemäärä ei vastannut sitä todellisuutta, paljonko kiteyttimissä oikeasti saadaan kidettä tuotettua. Suurin epäpuhtaus ammoniumsulfaattiliuoksessa on natrium. Ammoniumsulfaattiliuoksen liukoisuusrajan määrittäminen silloin, kun mukana on epäpuhtauksia ei ole niin yksinkertainen kuin puhtaalle liuokselle.

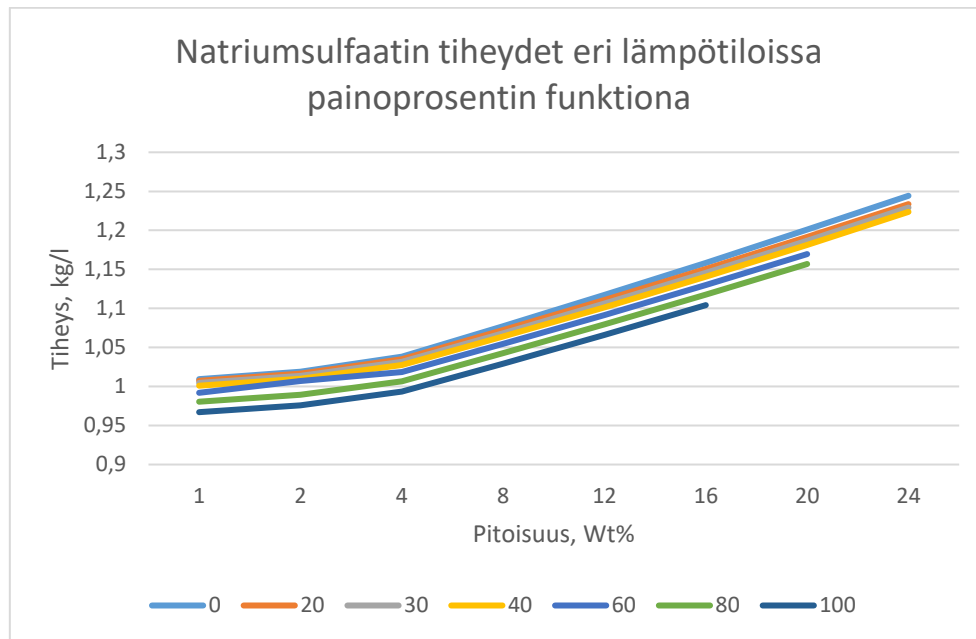
Taulukko 4. Natriumsulfaatin (Na_2SO_4) tiheydet (kg/l) eri painoprosenteilla sekä eri lämpötiloissa.

%/t, °C	0	20	30	40	60	80	100
1	1,0094	1,0073	1,0046	1,001	0,9919	0,9805	0,9671
2	1,0189	1,0164	1,0135	1,0098	1,007	0,9892	0,9758
4	1,0381	1,0348	1,0315	1,0276	1,0184	1,0068	0,9934
8	1,0773	1,0724	1,0682	1,0639	1,0544	1,0426	1,0292
12	1,1174	1,1109	1,1062	1,1015	1,0915	1,0795	1,0661
16	1,1585	1,1506	1,1456	1,1406	1,1299	1,1176	1,1042
20	1,2008	1,1915	1,1865	1,1813	1,1696	1,1569	
24	1,2443	1,2336	1,2292	1,2237			

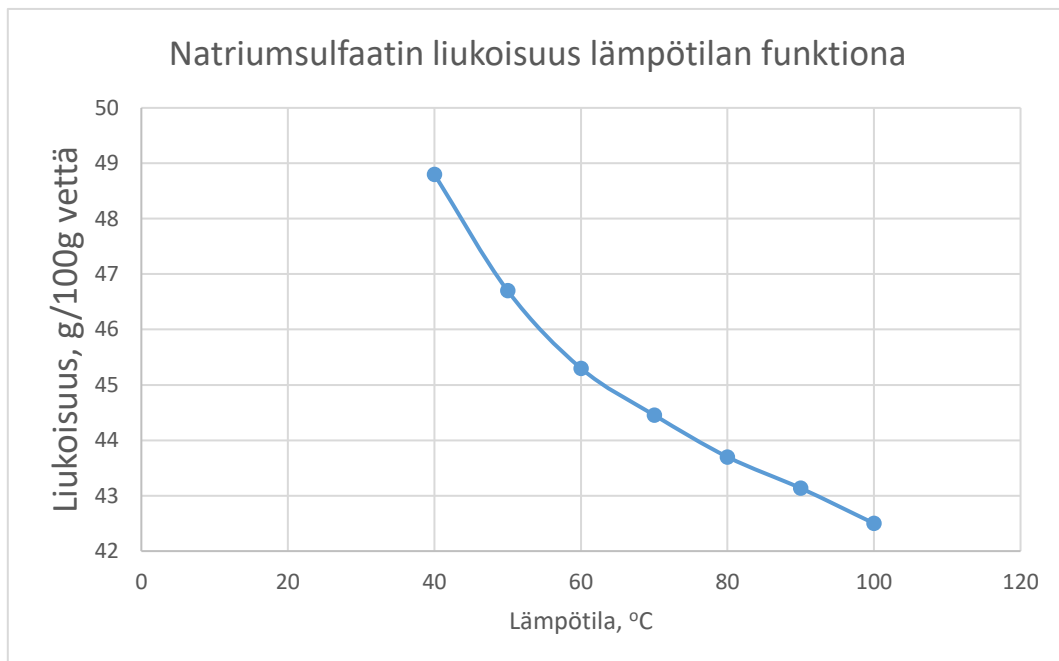
Taulukko 5. Natriumsulfaatin (Na_2SO_4) liukoisuus veteen sekä liuoksen pitoisuus painoprosentteina eri lämpötiloissa.

t/C	g/100g vettä	WT%, kun kyläinen
0		
10		
20		
30		
40	48,8	0,327957
50	46,7	0,318337
60	45,3	0,311769
70	44,455	0,307743
80	43,7	0,304106
90	43,135	0,301359
100	42,5	0,298246

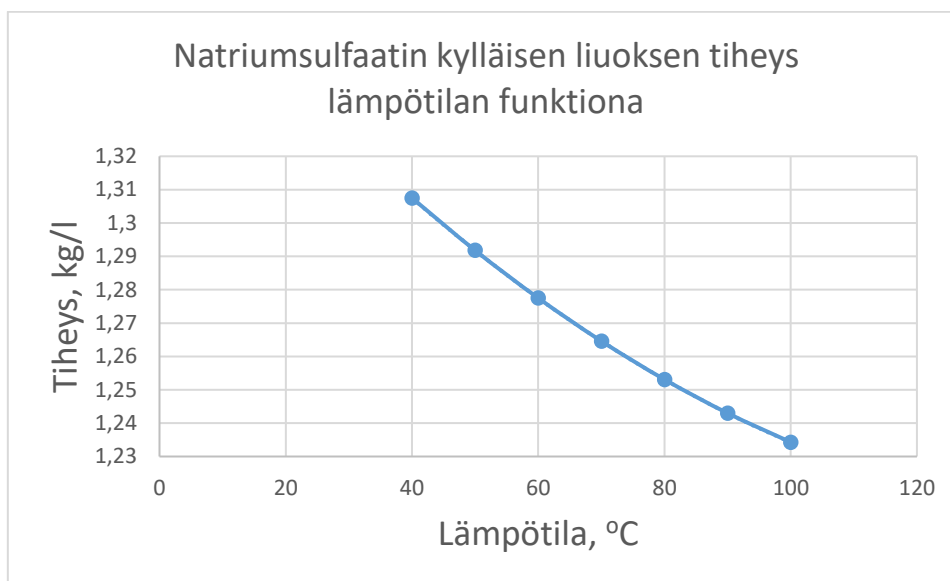
Taulukossa 4 natriumsulfaatin (Na_2SO_4) tiheydet (kg/l) painoprosentin funktiona eri lämpötiloista, joista on saatu kuvaaja (kuva 14). Taulukoidusta datasta on pienimmän neliösumman menetelmällä saatu yhtälöt sovittamalla siihen natriumsulfaatin liukoisuudet eri lämpötiloissa (Taulukko 5, kuva 15), joista on saatu kyläiselle natriumsulfaatti liuokselle tiheys lämpötilan funktiona (kuva 16).



Kuva 14. Natriumsulfaatin tiheydet eri lämpötiloissa pitoisuuden funktiona. Pitoisuus ilmoitettu painoprosenteina, Wt%.



Kuva 15. Natriumsulfaatin liukoisuus veteen lämpötilan funktiona.



Kuva 16. Natriumsulfaatin kylläisen liuoksen tiheys lämpötilan funktiona.

Puhtaille natriumsulfaatille ja ammoniumsulfaatille voidaan laskea niin sanotut painokerroimet niiden kylläisen liuoksen tiheyden, veden tiheyden ja painoprosentin avulla lasketun pitoisuuden avulla tietyssä lämpötilassa, joiden avulla saadaan laskettua kylläisen liuoksen tiheys eri natriumin määrällä. Kerroin on itse asiassa aina sama, riippumatta lämpötilasta, joten on riittävää laskea kertoimet vain jossain lämpötilassa. Tämä johtuu siitä, että veden tiheys laskee lämpötilan noustessa samassa suhteessa, kuin kylläisen liuoksen tiheys ja liuoksen pitoisuus kasvaa.

Painokerroimet saadaan laskettua seuraavasti:

$$\rho = \text{vakio1} + \text{vakio2}_{ams} \cdot \text{pitoisuus2}_{ams} + \text{vakio2}_{na} \cdot \text{pitoisuus2}_{na}, \quad (9)$$

missä vakio1 on veden tiheys, vakio2_{ams} on painokerroin ammoniumsulfaatille ja vakio2_{na} on painokerroin natriumsulfaatille.

Vakio2 saadaan määritettyä seuraavasti:

$$Vakio2 = (\rho_{kyl} - vakio1)/pitoisuus2, \quad (10)$$

missä ρ_{kyl} on kylläisen liuoksen tiheys tietyssä lämpötilassa, $vakio1$ on veden tiheys tietyssä lämpötilassa ja $pitoisuus2$ on kylläisen liuoksen pitoisuus tietyssä lämpötilassa.

Kaavaan 9 sijoittamalla voidaan johtaa painokertoimet natriumsulfaatille ja ammoniumsulfaatille 50 asteen lämpötilassa:

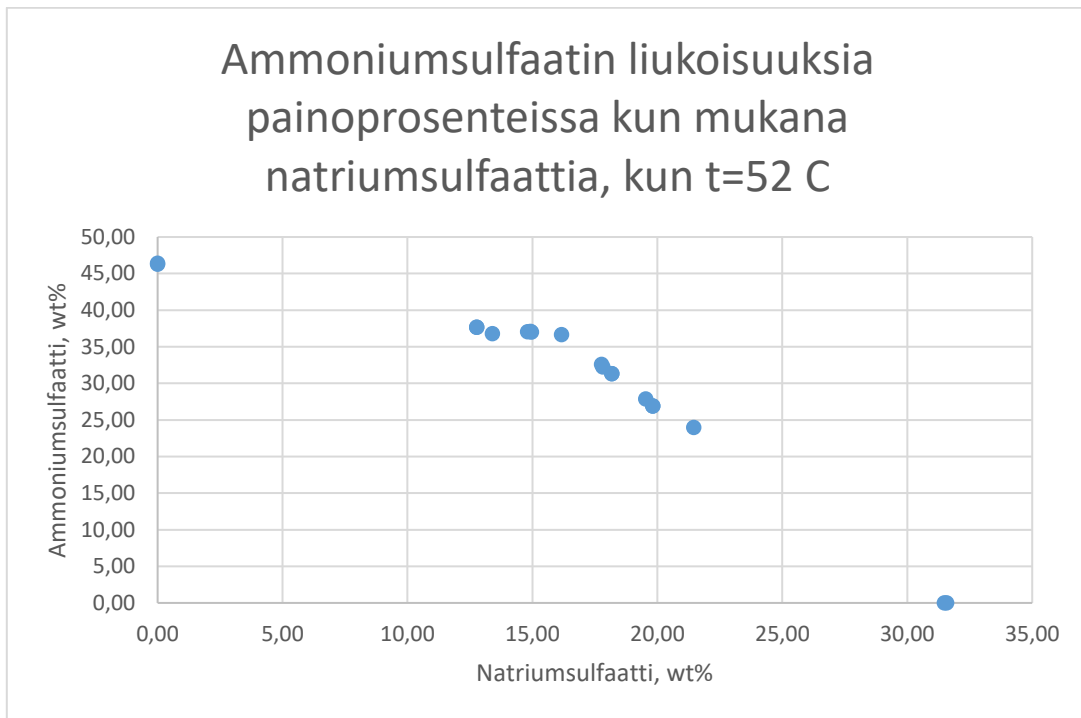
$$Vakio2_{ams} = (1,24771 - 0,98715) / 0,5713607 = 0,45603$$

ja

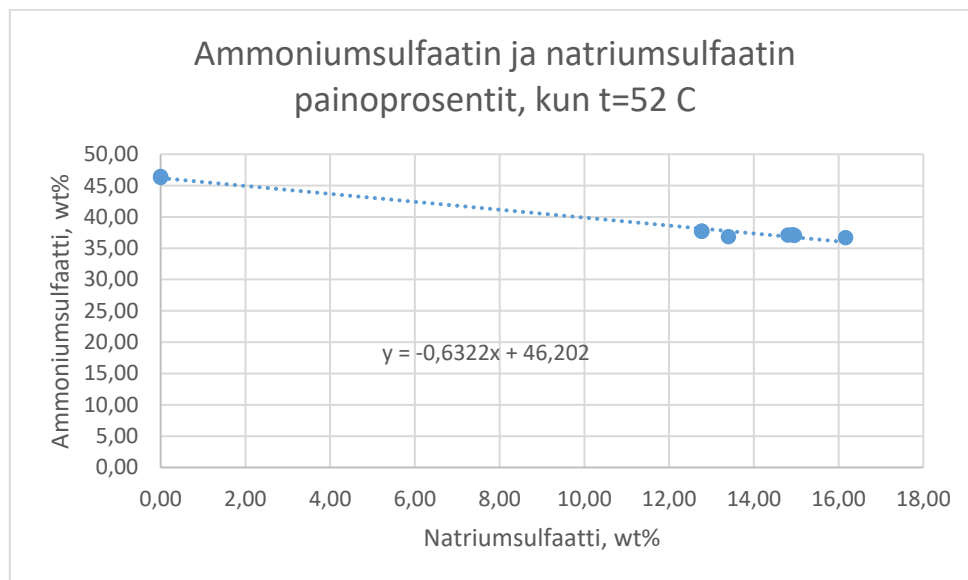
$$Vakio2_{na} = (1,2918 - 0,98715) / 0,4112274 = 0,7408309.$$

Vakioiden eromarginaali eri lämpötiloissa on 0,02, joten vakioille tässä työssä käytetään eri lämpötilojen keskiarvoja, jotka ovat $Vakio2_{ams}=0,45515$ ja $Vakio2_{na}=0,73828$.

Liitteeseen 1 on kerätty liukoisuusdataa venäjänkielisistä materiaaleista (Academy of Sciences of the Soviet Union, 1969). Taulukossa on ammoniumsulfaatin ja natriumsulfaatin liukoisuuksia painoprosentteina eri lämpötiloissa. Kuvassa 17 on esimerkki kuvaaja natriumsulfaatin ja ammoniumsulfaatin pitoisuuksista painoprosentteina, kun lämpötila on 52 astetta.



Kuva 17. Ammoniumsulfaatin ja natriumsulfaatin liukoisuuksia painoprosenttien avulla ilmaistuna.



Kuva 18. Ammoniumsulfaatin ja natriumsulfaatin painoprosentit, kun $t=52\text{ }^{\circ}\text{C}$.

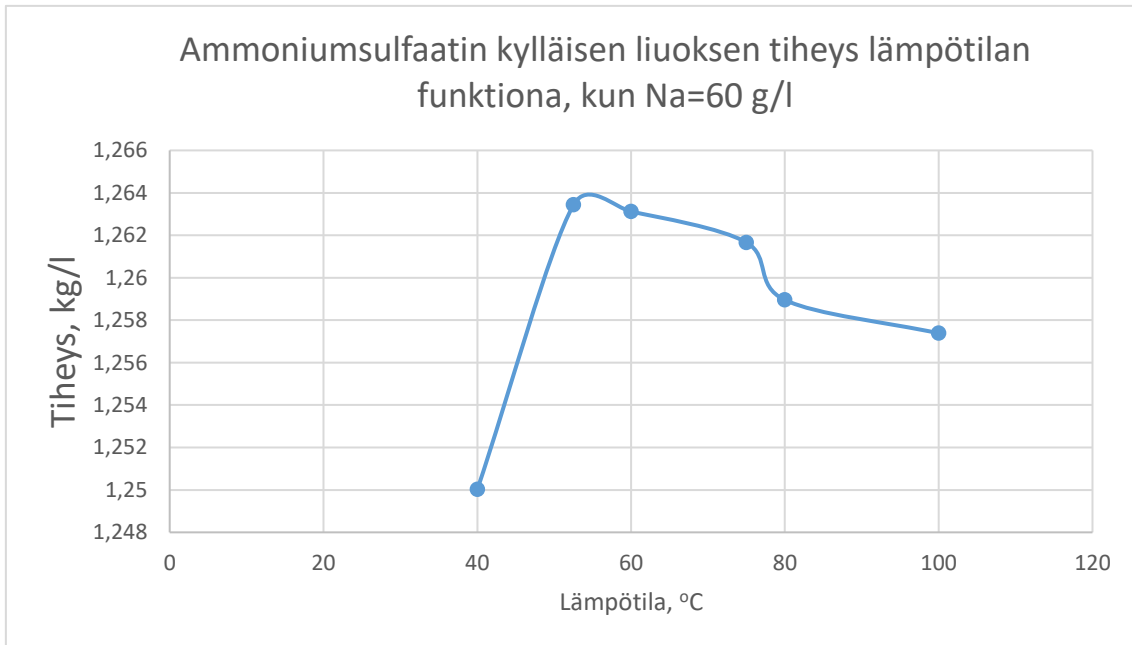
Kuvan 17 kuvaajasta nähdään selvä kohta, jossa käyrä taittuu jyrkästi. Tässä kohtaa kietyvän yhdisteen muoto muuttuu. Kyseisestä kohdasta natriumsulfaatin painoprosent-

tiin 0, voidaan olettaa lineaariseksi, ja sille on muodostettu yhtälö, jonka avulla on muodostettu taulukko, josta nähdään ammoniumsulfaatin painoprosentti, natriumsulfaatin painoprosentti, kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys, tilavuus yhtä kiloa liuosta kohti, natriumsulfaatin ja ammoniumsulfaatin pitoisuudet sekä natriumin määrä liuoksessa.

Taulukko 6. Taulukkoon koottu ammoniumsulfaatin painoprosentti, natriumsulfaatin painoprosentti, kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys, tilavuus yhtä kiloa liuosta kohti, natriumsulfaatin ja ammoniumsulfaatin pitoisuudet sekä natriumin määrä liuoksessa.

t						
52						
Na₂SO₄	(NH₄)₂SO₄		V/1kg liuosta,		g/l	
wt%	wt%	tiheys, g/l	l/kg	Na₂SO₄, pit	(NH₄)₂SO₄, pit	Na, g/l
10	39,88	1242,4918	0,804834	124,249182	495,5057378	40,24431
10,5	39,5639	1244,7445	0,803378	130,6981715	492,4694656	42,33314
11	39,2478	1246,9972	0,801926	137,1696878	489,418952	44,42926
11,5	38,9317	1249,2498	0,80048	143,6637307	486,3541971	46,53268
12	38,6156	1251,5025	0,79904	150,1803004	483,2752007	48,6434
12,5	38,2995	1253,7552	0,797604	156,7193968	480,181963	50,76141
13	37,9834	1256,0078	0,796173	163,2810199	477,0744838	52,88672
13,5	37,6673	1258,2605	0,794748	169,8651697	473,9527633	55,01933
14	37,3512	1260,5132	0,793328	176,4718462	470,8168014	57,15923
14,5	37,0351	1262,7659	0,791912	183,1010494	467,6665981	59,30643
15	36,719	1265,0185	0,790502	189,7527793	464,5021535	61,46093
15,5	36,4029	1267,2712	0,789097	196,4270359	461,3234674	63,62272
16	36,0868	1269,5239	0,787697	203,1238192	458,13054	65,79181
16,5	35,7707	1271,7765	0,786302	209,8431293	454,9233712	67,96819
17	35,4546	1274,0292	0,784911	216,584966	451,701961	70,15187
17,5	35,1385	1276,2819	0,783526	223,3493295	448,4663094	72,34285
18	34,8224	1278,5346	0,782145	230,1362196	445,2164164	74,54112
18,5	34,5063	1280,7872	0,78077	236,9456365	441,952282	76,74669
19	34,1902	1283,0399	0,779399	243,7775801	438,6739063	78,95956
19,5	33,8741	1285,2926	0,778033	250,6320504	435,3812892	81,17972
20	33,558	1287,5452	0,776672	257,5090474	432,0744306	83,40718

Yhtälöt, taulukot ja kuvaajat on muodostettu lämpötiloille 40 °C, 52 °C, 60 °C, 75 °C, 80 °C ja 100 °C. Koska tiedetään, että ammoniumsulfaattiliuoksessa on natriumia epäpuh-
tautena yleensä noin 60 g/l, voidaan taulukoista muodostaa kylläiselle ammoniumsulfaat-
tiliuokselle kuvaaja tiheydestä lämpötilan funktiona, kun natrium pitoisuus on 60 g/l
(Kuva 19).

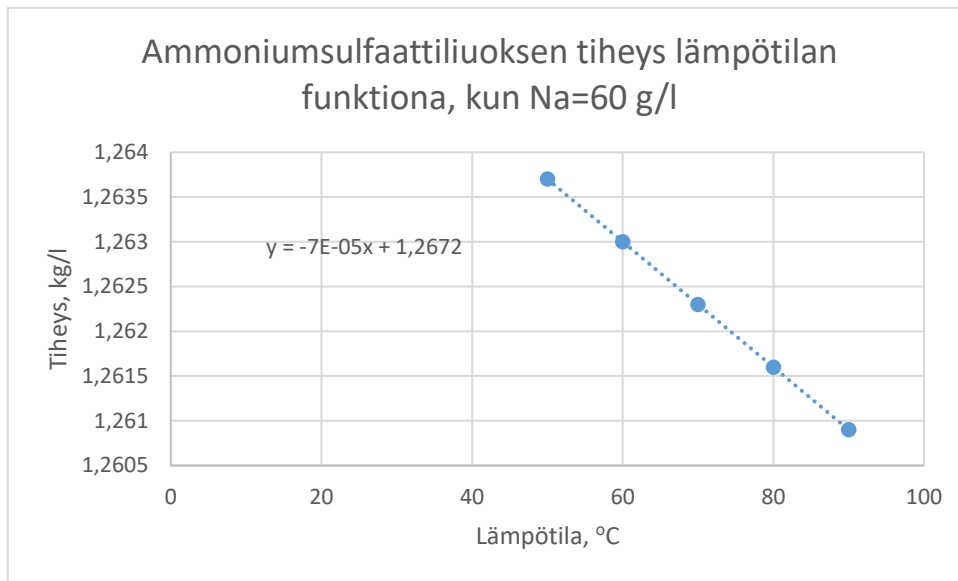


Kuva 19. Ammoniumsulfaatin kylläisen liuoksen tiheys lämpötilan funktiona, kun Na on 60 g/l.

Kiteyttimien lämpötilat ovat oikeastaan aina korkeampia kuin 50 °C. Tämän takia funktio voidaan yksinkertaistaa ja näin saadaan tiheydelle lineaarinen funktio (kuva 20). Kuvaajasta on voitu johtaa yhtälö kylläiselle ammoniumsulfaattiliuokselle lämpötilan funktiona, kun natriumia on 60 g/l:

$$y = -7 \cdot 10^{-5} \cdot x + 1,2672, \quad (11)$$

missä y on kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys $\rho_{\text{kylläinen}}$ ja x on lämpötila.



Kuva 20. Ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys lämpötilan funktiona, kun Na=60 g/l.

Koska tiedetään kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheydet, voidaan laskea teoreettinen maksimi kidemäärä kiteyttimestä. Se saadaan laskettua seuraavasta kaavasta:

$$\rho_{slurry} = \frac{m_{liuos} + m_{kide}}{V}, \quad (12)$$

missä m_{liuos} on liuoksen massa, m_{kide} on kiteen massa ja V slurryn tilavuus.

Liuoksen massa saadaan laskettua seuraavasti:

$$m_{liuos} = \left(V - \frac{m_{kide}}{\rho_{kide}} \right) \cdot \rho_{kylläinen}, \quad (13)$$

missä ρ_{kide} ammoniumsulfaattikiteen tiheys ja $\rho_{kylläinen}$ on kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys.

Yhtälöissä tilavuus voidaan olettaa yhdeksi (litraksi). Wedgeen yhtälö on käännetty muotoon, josta ratkaistaan kiteen massa, koska DNA:lta saadaan tieto slurrin tiheydestä, ja näin ollen kiteen massa on haluttu muuttuja.

$$m_{kide} = -\rho_{kide} \cdot \frac{(\rho_{slurry} - \rho_{kylläinen})}{(\rho_{kylläinen} - \rho_{kide})}, \quad (14)$$

missä ρ_{slurry} on slurrin tiheys ja $\rho_{kylläinen}$ on kylläisen ammoniumsulfaatin tiheys, kun natriumia 60 g/l, kaava (10).

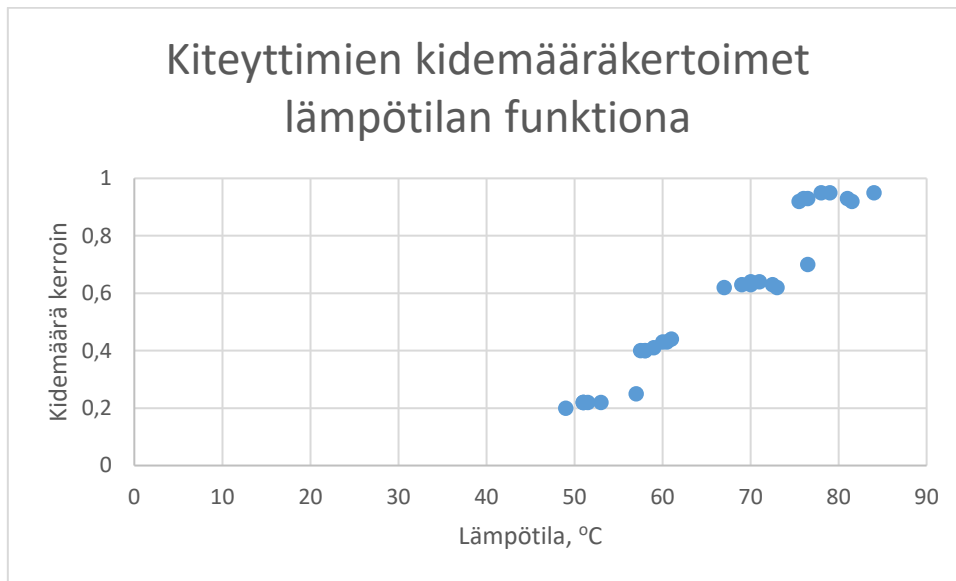
5.3.2 Todellinen kidemäärä lietteessä

Natriumin lisäksi emäliuoksessa on muitakin epäpuhtauksia, ja lopulliseen kylläisen liuoksen tiheyteen vaikuttavat useat tekijät, joita on käytännössä mahdotonta kaikkia selvittää tai ovat tämän työn aikataulun ulkopuolella. Tämän takia on jouduttu tutkimaan jokaista kiteytintä erikseen ja selvittämään, paljonko lopullinen kidemäärä on teoreettisesta kidemäärästä ja tästä saatu funktio sijoitetaan teoreettisen kidemäärän kidemääräkertoimeksi. Syöttöliuoksen valmistukseen ajettava kidemäärä tiedetään suurin piirtein, koska syöttöliuosreaktorin ammoniumsulfaattipitoisuutta mitataan noin tunnin välein Online-Kjeldahl laitteella. Sen avulla voidaan prosessidataa analysoimalla selvittää, millä kertoimella milloinkin yhdestä kiteyttimestä syötetään kidettä. Kertoimia määrittäessä on jouduttu tekemään oletus kiteyttimien mahdollisesti tuottamasta kidemäärästä. Koska kylläisen ammoniumsulfaattiliuoksen tiheys lämpötilan funktiona on laskeva lineaarinen käyrä, on oletettu, että mitä kuumempi kiteytin on sitä enemmän se tuottaa kidettä. Eli toisin sanoen kuumemmalle kiteyttimelle on alun perinkin määritetty suurempi kerroin kuin kylmemmälle kiteyttimelle. Dataa kerättiin muutamasta eri tilanteesta, ja jo muutamastakin datapisteestä huomataan, että pisteet sijoittuvat kuvaajassa niin kuin epäiltiin, eli kahdessa kuumemmassa ensimmäisen vaiheen kiteyttimestä tulee suuremmalla kertoimella kidettä kuin toisen vaiheen kylmemmistä kiteyttimistä. Koska ihannetilanteessa

syöttöliuoksen valmistukseen syötetään ainoastaan kahdesta kuumemmasta kiteyttimestä, eli KN232:sta sekä KN241:stä, niiden kidemääräkertoimet ovat saatu tarkimmin optimoitua. Jos kahdesta kuumemmasta kiteyttimestä ei saada tarpeeksi kidettä, ajetaan siis toisesta takakiteyttimestä kidettä, ja se ajetaan useimmiten KN231:stä ja vain todella harvoin ja erikoistilanteissa KN242:sta. Tämän takia KN231:s ja KN242:s kidemääräkertoimet eivät välttämättä ole niin tarkkoja, koska vertailukohtia on vaikea löytää, koska esimerkiksi KN242:sta ajettaessa syöttöliuokseen, ajojaksot ovat usein muutaman tunnin ajojaksoja, joiden aikana on mahdoton saada tarkkoja arvoja. Seuraavassa taulukko, jossa jokaisesta kiteyttimestä näkyy lämpötila sekä kidemääräkerroin. Taulukosta on myös muodostettu havainnollistava kuvaaja. Jotta saataisiin paras mahdollinen tulos, jokaiselle kiteyttimille käytetään omaa yhtälöä kertoimen muodostamisille lämpötilan funktiona.

Taulukko 7. Kiteyttimien määritettyjä kidemääräkertoimia eri kiteyttimien lämpötiloissa. Kidemääräkertoimet on määritetty, kun kiteytin on normaalissa ajossa, ettei pesutilanteen aikaisia eroavaisuuksia tule kiteyttimen lämpötilaan tai kiteyttimen kidetuottoon.

kn232		kn241		kn231		kn242	
t/c	kerroin	t/c	kerroin	t/c	kerroin	t/c	kerroin
81,5	0,92	73	0,62				
75,5	0,92	67	0,62	60	0,43	49	0,2
78	0,95	70	0,64	58	0,4	51	0,22
79	0,95	71	0,64	60,5	0,43	51	0,22
76	0,93	69	0,63	59	0,41	51	0,22
76,5	0,93	70	0,63	58	0,4	51,5	0,22
81	0,93	72,5	0,63	57,5	0,4	53	0,22
84	0,95	76,5	0,7	61	0,44	57	0,25



Kuva 21. Kiteyttimien kidemääräkertoimet lämpötilan funktiona. Samassa kuvaajassa on esitetty kaikki neljä eri kiteytintä, jotka ylhäältä alaspäin KN232 näkyy ensimmäisenä, toisena KN241, kolmantena KN231 ja neljäntenä KN242.

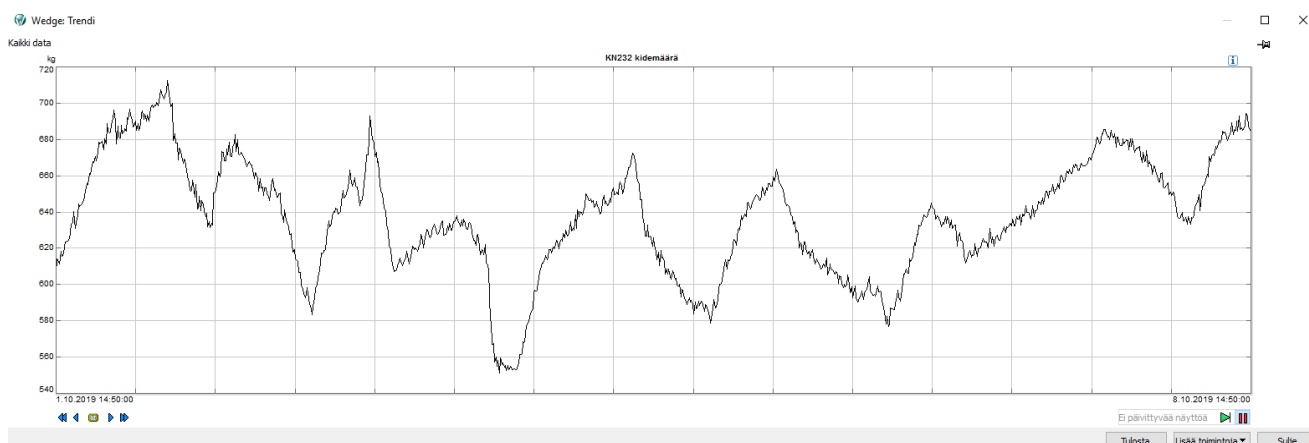
Kun kiteen massan yhtälöön (kaava 13) lisätään kunkin kiteytimen kidemääräkertoimen yhtälö, saadaan Wedgeen yhtälö muotoon:

$$m_{\text{kide}} = - \rho_{\text{kide}} ((\rho_{\text{slurry}} / 1000) - \rho_{\text{kyläinen}}) / (\rho_{\text{kyläinen}} - \rho_{\text{kide}}) * 1000 * \text{kiteytimen kidemääräkerroin}, \quad (15)$$

jossa kiteyttimien kidemääräkertoimien yhtälöt ovat

- KN232: $y = 0,0015x + 0,8204$
- KN241: $y = 0,0066x + 0,1681$
- KN231: $y = 0,0123x - 0,3096$
- KN242: $y = 0,0055x - 0,0649$

joissa x = kiteytimen lämpötila.



Kuva 22. Viikon trendi KN232:n hetkellisestä kideäärästä.

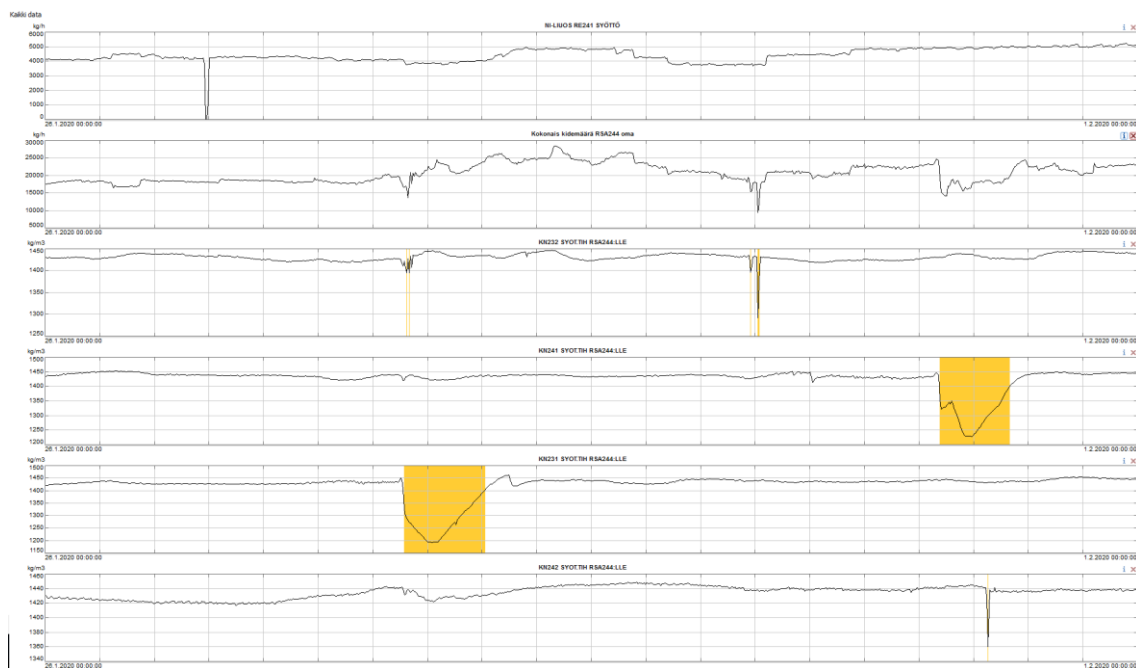
Kiteyttimien kideääräkerroin kuvastaa kiteyttimen kideäärää parhaiten stabiilissa ajossa. Kuten aiemmin todettu, todelliseen kideäärään lietteessä vaikuttaa hyvin monet asiat. Muun muassa emäliuoksen koostumus vaikuttaa suuresti kiteen kasvuvauhtiin, ja siihen, paljonko kidettä kiteytin tuottaa. Emäliuoksen koostumusta on erittäin vaikea tai jopa mahdoton selvittää tarkasti. Siitä voidaan kuitenkin laboratorio analyysillä vahvistaa tärkeimpien epäpuhtauksien määriä, kuten natriumia. Työn edetessä, tuli ilmi, että nopeat muutokset kiteyttimien alipaineissa vaikuttavat erittäin suuresti kiteyttimien kide-tuottoon. Pesutapahtuman alussa pestävän kiteyttimen pinta lasketaan alimmalle näköla-sille. Tässä kohtaa operaattorit seuraavat prosessinohjausjärjestelmästä kiteyttimen pin-nanmittausta ja kun pinnanmittaus on lähellä nollaa, siirrytään kentälle tarkastamaan ti-lannetta. Tässä kohtaa kuitenkin usein käy niin, että pinnanmittaus ei reagoi pinnanlas-kuun normaalisti, joka johtuu esimerkiksi kiteyttimen seinämiin muodostuneista kiteyty-mistä. Tällöin kiteyttimen pinta pääsee laskemaan liian alas, pahimmassa tapauksessa kuumennuskierron alapuolelle tai tasalle, jolloin kiteyttimeen pääsee ilmaa ja se hetkelli-sesti joko romahduttaa tai nostaa alipainetta yleensä kaikissa kiteyttimissä. Alipaineen nopea muutos näkyy kiteyttimien lämpötiloissa radikaalisti, mutta usein lämpötilat ta-saantuvat normaaliin lämpötilaan nopeasti, yleensä muutamassa tunnissa. Vaikka alipai-neen muutos ja kiteyttimien lämpötilat tasaantuvat normaaliin tilaan, kiteyttimien tuoton tasaantumiseen voi mennä pahimmassa tapauksessa jopa muutama päivä, joka tapauk-sessa useita tunteja. Kiteyttimien kide-tuoton heilahtelu tekee syöttöliuoksen ammonium-

sulfaattipitoisuuden pitämisen stabiilina varsinkin pesujen yhteydessä, jolloin syöttöliuoksen tasaisuuden parantaminen on muutenkin vaikeaa, erittäin hankalaksi ja syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuus voi heitellä pesun aikana jopa 250 g/l – 450 g/l, kun ihannetilanne olisi pitää se koko ajan tasaisesti 340-360 g/l ammoniumsulfaattia.

Seuraavissa kuvissa 23 ja 24 on esitetty esimerkkitilanne, jossa pintalauhduttimien alipaineet ovat nopeasti kasvaneet ja romahtaneet pesun aloituksen yhteydessä. Kuvasta 23 nähdään alipaineen muutoksen vaikutus kiteyttimien lämpötiloihin. Kuvassa 24 on esitetty laskennallisen kidemäärän muutos alipaineiden romahduksen jälkeen. Normaalissa tilanteessa ammoniumsulfaattikidettä tarvitaan syöttöliuoksen valmistukseen keskimäärin kuvan 33 kuvaajan mukaan, eli kun nikkelin syöttö pelkistykseen syöttöliuoksen tekoon on 4800 kg/h, noin 21 000 kg/h. Kuvasta 24 kuitenkin nähdään, että sen hetkisillä lietepumppujen syötöillä kokonaiskidemäärä RSA244:lle on yli 25 000 kg/h, kun nikkeli-liuoksen kokonaisnikkelimäärän ollessa noin 4800 kg/h. Kyseisen esimerkkitilanteen tasaantumiseen on mennyt noin kaksi vuorokautta, kun kidemäärämittaus RSA244:lle on saavuttanut stabiilin tilan, eli syötön ollessa noin 4800 kg/h, kidemäärämittaus on normaali eli noin 21 000 kg/h.



Kuva 23. Trendit, jossa pintalauhduttimien alipaineen nopea nousu ja romahdus, sekä alipaineen muutoksen vaikutus kiteyttimien lämpötilaan.



Kuva 24. Trendit, jossa kiteytimien tiheysmittaukset, nikkelin syöttö pelkistykseen syöttöliuoksen tekoon sekä kiteyttimiltä tuleva todellinen kidemäärämittaus syöttöliuoksen tekoon. Kun kiteyttimen tiheys laskee alle 1400 kg/m^3 , kuvaaja muuttuu keltaiseksi, joka tarkoittaa usein, että kiteytin on otettu pesuun.

6 KITEYTTIMEN PESU

6.1 Ajotapa nyt

Koko tehdas on käytännössä käynnissä vuoden jokaisena päivänä 24 tuntia pois lukien kahdesta neljään viikkoa kestävä huoltoseisakki, joka sijoittuu yleensä toukokuulle. Tämän takia tehtaalla työskennellään katkeamattomassa kolmivuorotyössä. Pelkistämöllä työskentelee viidessä eri vuorossa yhteensä noin 40 henkilöä. Jokaisella vuorolla on omat tyyliinsä hoitaa työskentelyä ja jopa vuoron sisällä on usein eroavaisuuksia. Työn alkuvaiheessa haastattelin eri vuoroja, miten pesutapahtuma suoritetaan. Loppujen lopuksi suuria eroavaisuuksia vuorojen sisällä ei ollut. Kuitenkin paljon pieniä eriäviä työskentelytapoja, jotka eivät välttämättä vaikuta pesutapahtuman laatuun.

Seuraavaksi käydään läpi pääpiirteissään, kuinka pesutapahtuma nyt tehdään. Prosessinohitaja nostaa kuumennuskiertoon syötettävän veden lämpötilaa (ts. kiteyttämön tehoja) ennen pesun aloitusta tilanteen mukaan. Lämpötilan nosto tapahtuu useimmiten noin tuntia ennen, kun kiteytin otetaan pesuun. Seuraavaksi suljetaan kiteyttimen syöttöventtiili, ja kiteyttimen pinta lasketaan alimmalle näkölasille. Tässä kohtaa oltava kuitenkin tarkkana, ettei pinta laske kuumennuskierron lähtöputken alapuolelle, ettei kiteytin pääse imaisemaan ilmaa. Seuraavaksi aloitetaan kiteyttimen tiheyden laskeminen. Kun pinta on saatu alas, kiteyttimeen syöttölinjasta laitetaan menemään lauhdevettä kiteyttimeen. Kun tiheys on saavuttanut arvon 1400 kg/m^3 , lietteet voidaan kääntää pois normaalitilasta edellä mainitulla tavalla. Mikäli pesuvuorossa on toisen vaiheen kiteytin, joskus tuotteeksi ajettava liete otetaan heti pois ajosta, kun kiteyttimeen aletaan ajaa vettä. Kiteyttimen ulosotto pesun ajan tapahtuu RSA243:n kautta. Eli mahdollinen kide ajetaan syöttöliuoksen valmistukseen ja ylivuoto ohjataan puskusäiliö PS208:aan ja sieltä liuosäiliö LS260:aan. Kiteyttimen ulosoton virtauksena pidetään useimmiten $10\text{-}15 \text{ m}^3/\text{h}$ pesun aikana eli kiteettömäksi ajossa. Kun kiteyttimen tiheys on laskenut alle ammoniumsulfaattiliuoksen kylläisyyden tason eli on $1150\text{-}1200 \text{ kg/m}^3$, ulosotto otetaan pois, jolloin

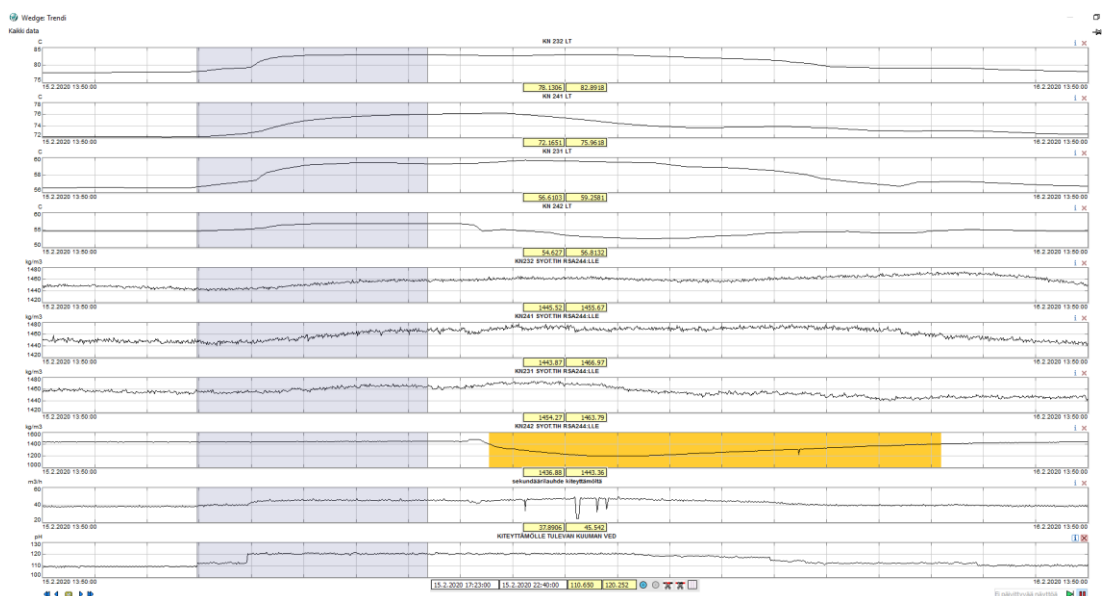
kiteyttimeen jätetään menemään vesi sisään, jota ohjataan pinnan mukaan automaattiventtiilillä. Tässä tilassa pidetään 1-2 tuntia, jonka aikana siis ainoastaan vesi kiteyttimeen ja kiteyttimen lauhduttama lauhde ulos. Tämän aikana pestään kiteyttimen demisteripatjoja normaalia enemmän. Tämän jälkeen aloitetaan ylösajo. Kiteyttimen syöttö vaihdetaan takaisin ammoniumsulfaattiliuokselle ja tiheys nostetaan hallitusti kohti tavoitearvoaan, joka on 1440 kg/m^3 . Kiteyttimen ulosotto tiheyden nostossa vaihtelee vuorottain ja vuorojenkin sisällä on hajontaa. Joskus ulosotto aloitetaan, kun tiheys on saavuttanut 1400 kg/m^3 , joskus kun tiheys on saavuttanut emäliuossäiliön ELS231:n tiheyden. Kiteyttimen ulosotto aloitetaan minimivirtauksella, eli muutamalla kuutiolla, ja nostetaan sitä mukaan, kun tiheys saavuttaa tavoitearvoaan. (Prosessinhoitajat, henkilökohtainen keskustelu, 2019)

6.2 Kuumennuskierron lämpötilan noston vaikutukset

Kuumennuskiertoon syötetään kuumaa prosessivettä, jonka avulla kiteyttimiin syötettävä ammoniumsulfaattiliuos lämmitetään. Kiteyttimiin syötettävään tehoon voidaan vaikuttaa muuttamalla joko prosessiveden lämpötilaa tai prosessiveden virtausnopeutta. Prosessiveden lämpötilan tulee aina olla vähintään 105 astetta. Ensin tulee laittaa kuumennuskierron virtaus maksimiin, joka on $490 \text{ m}^3/\text{h}$, jonka jälkeen voidaan nostaa prosessiveden lämpötilaa. Prosessiveden suurin mahdollinen lämpötila on $120 \text{ }^\circ\text{C}$. Normaalisti virtaus on aina maksimissa ja ajotilanteen mukaan säädetään virtauksen lämpötilaa. Virtauksen lämpötilan suuruus stabiilissa ajossa riippuu siitä, kuinka paljon syöttöliuosta täytyy valmistaa vetypelkistykseen eli käytännössä siitä, paljonko kiteyttimistä tarvitaan kidettä syöttöliuoksen valmistukseen. Virtauksen lämpötilan nosto vaikuttaa prosessinohjauksen kannalta kolmeen seurattavaan asiaan

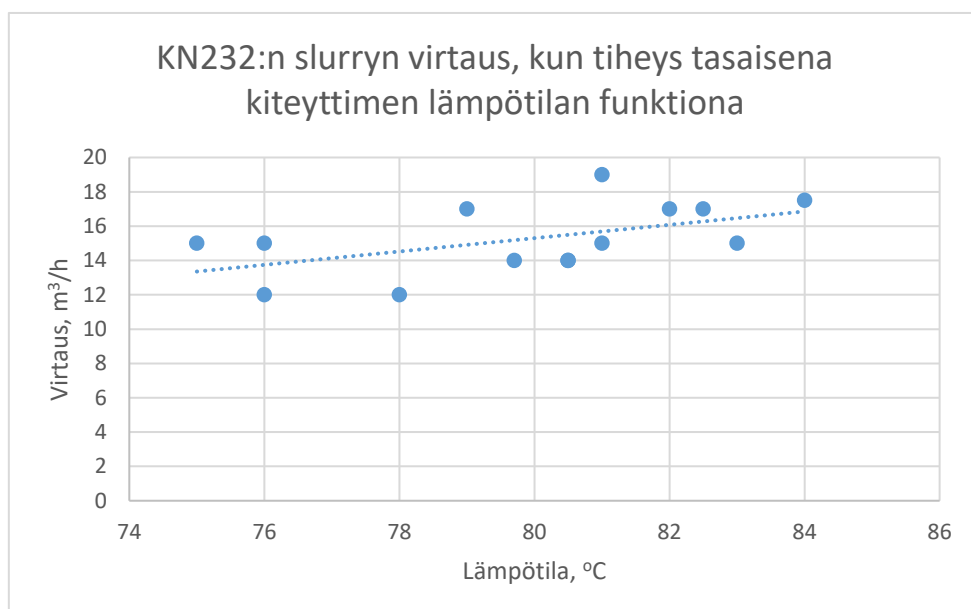
1. Kiteyttimien lämpötilaan
2. Kiteyttimien haihduttaman lauhteen määrään
3. Kiteyttimien lietteen tiheyteen

Pesujen alussa kuumennuskierron lämpötilaa tulisi nostaa ajotilanteen mukaan, kuitenkin niin, että kiteyttimen pesun ajan tiheydet pysyisivät mahdollisimman lähellä tavoitearvoa. Tällä hetkellä kuumennuskierron veden lämpötilan nosto jää usein liian pieneksi tai se nostetaan hyvin myöhään, jolloin kiteyttimien tiheydet laskevat pahimmillaan 1420 kg/m^3 , usein jopa alle pesun aikana. Tämänhetkinen ohjeistus on, että lämpötila nostettaisiin tuntia ennen kuin kiteytin otetaan pesuun. Tunnissa kiteyttimien tiheydet tai lämpötilat eivät kuitenkaan ehdi nousta tarpeeksi. Kuvassa 25 on esitetty lämpötilan noston vaikutukset kiteyttimien lämpötilaan, tiheyksiin sekä kiteyttimestä saatavaan lauhteen määrään. Oheisessa tilanteessa kuumennuskierron lämpötilan asetusarvo on nostettu kello 17.30 ensin arvosta 109 arvoon 112 ja kello 18.30 arvoon 120. Lauhteen määrä reagoi kohtalaisen nopeasti lämpötilan nostoon, mutta kiteyttimien lämpötila ja tiheys reagoivat hitaammin, koska kiteyttimet ovat suuria ja niissä on suuri liuostilavuus, jolloin energian siirtyminen kiteyttimeen ja liuokseen on hidasta. Kiteyttimet ovat saavuttaneet suurimman lämpötilansa lämpötilan nostosta noin kello 22.00 eli yli 4 tuntia lämpötilan nostosta ja tiheyden nousu jatkui vielä jopa tunnin tämän jälkeen joissain kiteyttimissä.

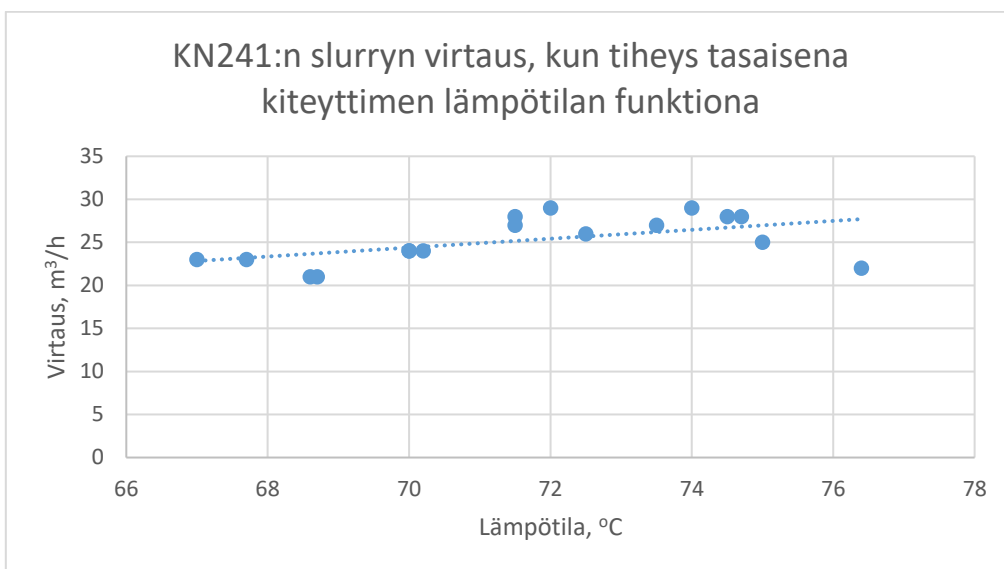


Kuva 25. Kuumennuskierron lämpötilan noston vaikutukset kiteyttimien lauhteen määrään, tiheyksiin ja lämpötiloihin.

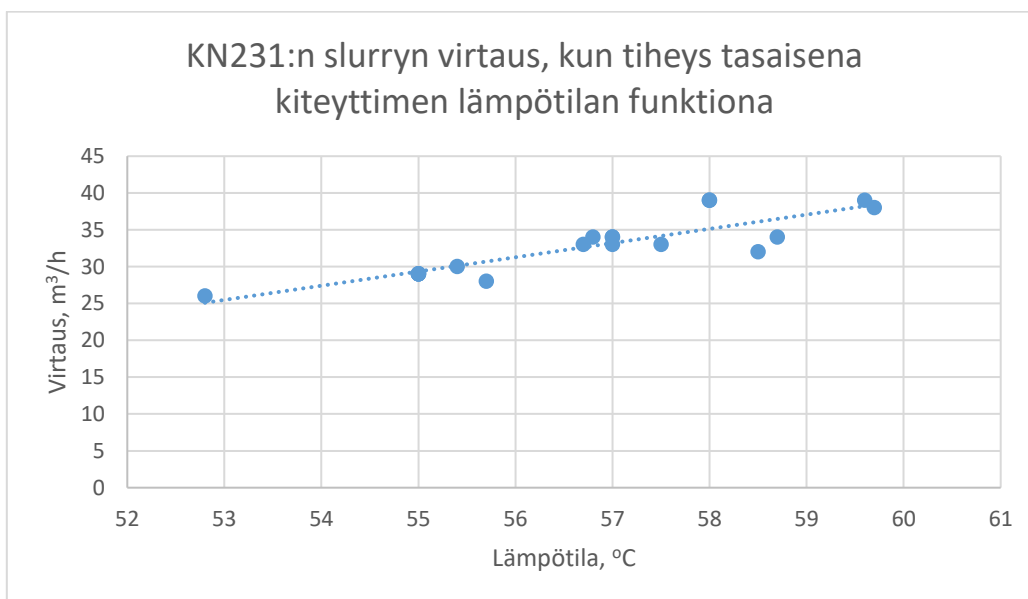
Kuumennuskierron lämpötilan nosto on tärkeää siksi, että se vaikuttaa siihen, paljonko kiteyttimistä voidaan ajaa ulos lietettä milläkin kiteyttimien lämpötilalla, jotta tiheys pysyy tasaisena kiteyttimessä, eikä lähde liian nopeasti laskemaan. Tähän kuitenkin vaikuttaa suuresti missä tilanteessa mikäkin kiteytin on, eli toisin sanoen, kuinka hyvin ne ottavat energiaa/lämmitystehoa vastaan. Kiteyttimien pesujärjestys on tehty niin, että etupään ja takapäin kiteyttimet pestään vuorotellen, jolloin aina pestävän kiteyttimen viereinen kiteytin on pesty muutama päivä sitten, jolloin sen pitäisi olla sellaisessa tilassa, että se ottaa energiaa hyvin vastaan. Seuraavista kuvaajista nähdään, paljonko mistäkin kiteyttimestä on voitu ajaa lietettä ulos eri lämpötiloilla niin, että kiteyttimen tiheys on pysynyt tasaisena.



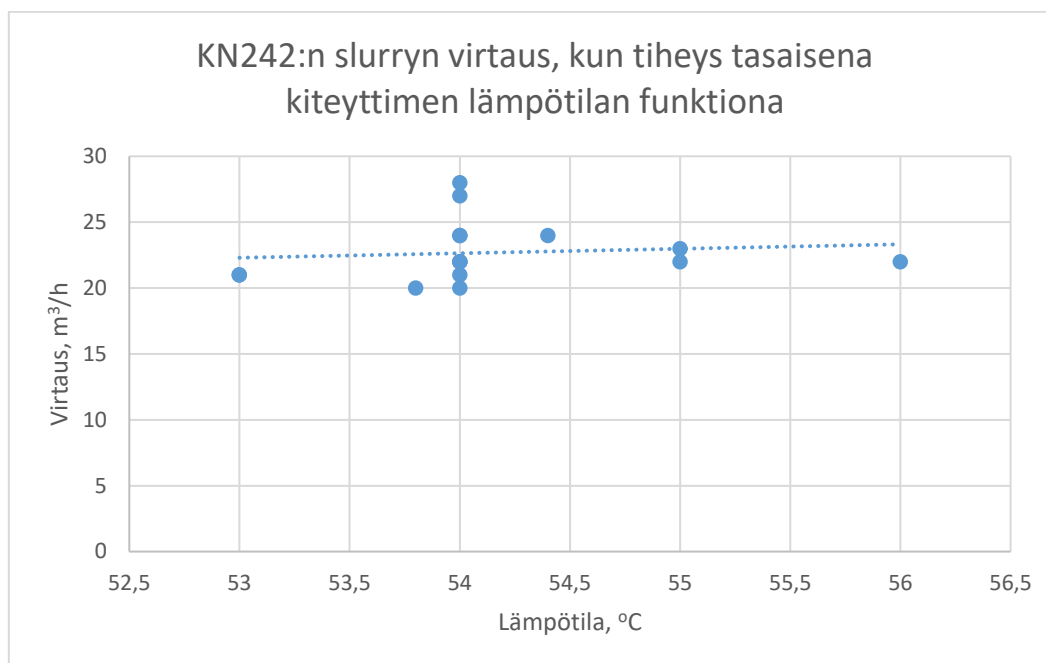
Kuva 26. KN232:n slurrin virtaus, kun tiheys tasaisena kiteyttimen lämpötilan funktiona.



Kuva 27. KN241:n slurrin virtaus, kun tiheys tasaisena kiteyttimen lämpötilan funktiona.



Kuva 28. KN231:n slurrin virtaus, kun tiheys tasaisena kiteyttimen lämpötilan funktiona.



Kuva 29. KN242:n slurrin virtaus, kun tiheys tasaisena kiteyttimen lämpötilan funktiona.

Kuvaajista nähdään, että kolmesta ensimmäisestä kiteyttimestä nähdään hyvin, kuinka paljon kiteyttimestä voidaan ajaa ulos lietettä milläkin lämpötilalla, kun taas KN242 ei reagoi lämpötilaan läheskään samalla tavalla, kuin muut kiteyttimet.

6.3 Kiteyttimen ajo kiteettömäksi

Kuten aikaisemmin todettu, tällä hetkellä kiteytin ajetaan useimmiten kiteettömäksi slurrin virtauksen ollessa 10-16 m³/h. Pelkistämön kokonaisliuostilavuuteen ja samalla kokonaissulfaatti määrään vaikuttaa eniten se aika, joka kuluu kiteettömäksi ajoon, eli siihen kun kiteyttimeen ajetaan vettä eikä liuosta. Pesun pääasiallinen tarkoitus on liuottaa kiteyttimeen ja sen putkistoihin kiteytyneet kiteytymät, jonka jälkeen kiteytin ottaa taas paremmin vastaan energiaa ja sitä voidaan ajaa stabiilisti. Jotta pesun aikana kiteytymiä saadaan liuotettua, tiheys tulee saada alle ammoniumsulfaatin kylläisyysrajan, eli mieluiten noin 1200 kg/m³. Tällä hetkellä tähän kuluu aikaa pahimmillaan jopa 5 tuntia, jonka aikana liuospinnot pääsevät nousemaan ja säiliöt tulevat täyteen. Sillä, kuinka nopeasti tiheys saadaan laskettua alle kylläisyysrajan, ei pitäisi olla mitään vaikutusta kiteyttimen

toimintaan pesun jälkeen, kideuottoon tai muuhun vastaavaan. Koska kiteettömäksi ajossa kide johdetaan RSA243:n kautta syöttöliuoksen valmistukseen, täytyy kiteettömäksi ajossa olla tarkkana, ettei syöttöliuos pääse liian suolapitoiseksi. Tämän ei kuitenkaan pitäisi tuottaa ongelmia, koska sen jälkeen, kun tiheys on saatu alle 1400 kg/m^3 , lietteessä ei enää juurikaan ole kideä, vaan lähinnä hyvin hienoa kideä, joka ei juurikaan enää vaikuta syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuuteen.

6.4 Tehtyjen pesujen analysointi

Jotta voidaan kehittää ja optimoida pesun aikana tehtäviä muutoksia prosessiin, tulee tietää millaisia pesut ovat prosessidiagnostiikan kannalta olleet. Työssä on analysoitu noin 40 eri kiteyttimien pesua viimeisten kuukausien aikana. Analysoinnissa on keskitytty pesuihin, jotka ovat tehty tämän työn teon aikana. Pesuista ollaan erityisesti tutkittu pesuun käytettyä kokonaisaikaa, kuinka kuumennuskierron lämmönvaihtimelle syötettävän veden lämpötilaa on säädetty ennen pesua, kuinka tiheydet ovat käyttäytyneet, paljonko prosessiin ajettu sulfaattia pesun aikana, eli toisin sanoen mikä on ollut ajovauhti pesun aikana, prosessiin ajettavan sulfaatin ja laskennallisen tuotetun kidemäärän erotusta, kokonaissulfaatin sekä ammoniumsulfaattipitoisen liuoksen muutosta pelkistämön kierrossa pesun aikana, kuinka paljon pesun aikana on saatu tuotetta, eli paljonko elutriotalle on ajettu kidelietevirtausta. Näistä tärkeimmät asiat pelkistämön ajovauhdin kannalta ovat kokonaisliuostilavuus, kokonaissulfaatin määrä sekä tuotetun kiteen määrä. Tarkkaa arvoa tuotetusta kiteen määrästä on vaikea sanoa kiteyttimen tuoton takia, mutta joka päivältä saadaan lastatun kiteen määrä kokonaisuudessaan, jota voidaan verrata laskennalliseen kokonaiskidemäärätuottoon. Pelkistämön kokonaisliuostilavuuteen vaikuttaa eniten siis se, että kuinka nopeasti kiteytin saadaan siihen tilaan, jotta siihen voidaan alkaa syöttämään taas ammoniumsulfaattiliuosta. Lisäksi kokonaisliuostilavuus voi nousta pesun aikana esimerkiksi sen takia, että LS213:n pinta nousee pelkistykseen ongelmien takia, eli ei pystytä pelkistämään niin paljon, kuin sen hetkinen syöttöliuoksen valmistuksen vauhti on. Kokonaissulfaatin määrään vaikuttaa erityisesti pesun aikana ulosajetun kiteen määrä. Lisäksi lukema voi harhaanjohtavasti muuttua pesun aikana sen ta-

kia, että kiteytin ajetaan kiteettömäksi ulkoliuossäiliöön, joissa on Wedgeen laadittu pienemmät ammoniumsulfaattipitoisuus, koska usein kyseisiä säiliöitä käytetään laimeamman liuoksen varastointiin.

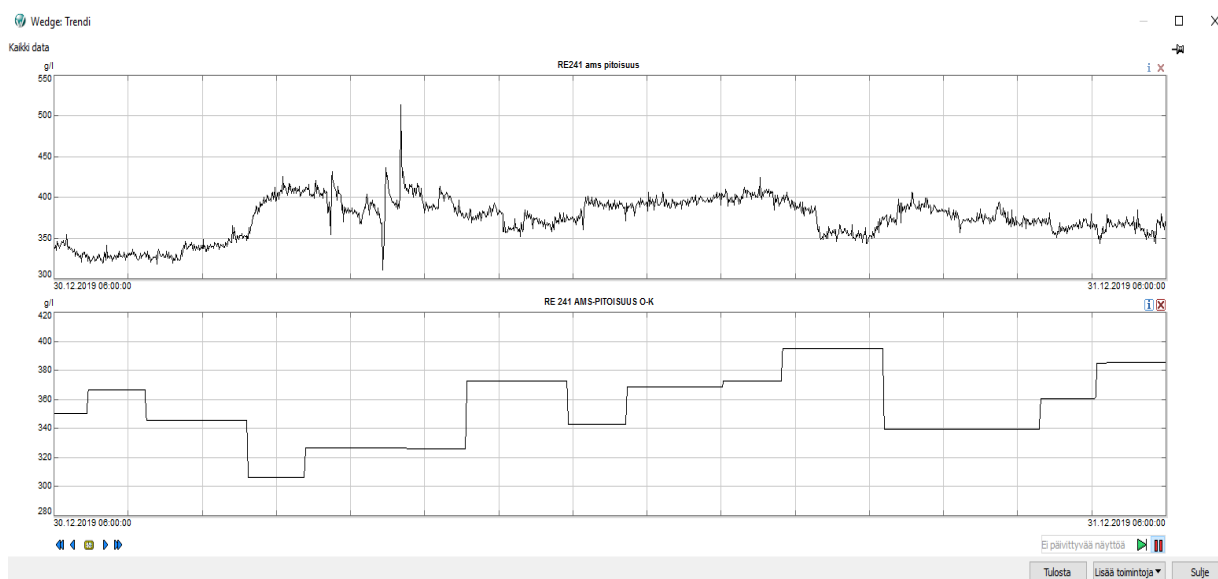
Suurin pesuissa tapahtuva virhe, joka vaikuttaa koko kiteyttimen pesuun on kuumennuskierron lämmönvaihtimiin syötettävän veden lämpötilan noston heikkous. Lämpötilaa usein nostetaan liian myöhään tai liian vähän, joskus ei lainkaan tai joskus jopa liian paljon. Syötettävän veden lämpötila on suoraan verrannollinen sen hetkiseen ajovauhtiin, kuitenkin niin, että pääasiassa lämpötilan nosto ennen pesutapahtumaa tulee lähestulkoon aina tehdä. Suurimmat lämpötilan noston vaikutukset ovat kiteyttimien tiheydessä, joka on tärkeä saada pidettyä mahdollisimman lähellä asetusarvoaan koko pesun ajan. Tiheydet ovat usein jo ennen pesun aloitusta alle asetusarvon, jopa 1430 kg/m^3 asetusarvon ollessa $1440\text{-}1450 \text{ kg/m}^3$. Tämä vaikuttaa suoraan ajovauhtiin, koska jotta saadaan pidettyä tiheys kurissa, on virtausta kiteyttimestä laskettava, joka tarkoittaa, että saadaan vähemmän tuotettua kidettä syöttöliuoksen valmistukseen sekä tuotteeksi kuivaukseen. Usein on myös tilanne, että tuotteeksi ei ajeta niin paljon kidettä kuin tiheydet antaisivat myöden tai vaihtoehtoisesti tuotteeksi ajetaan liikaa, jolloin tiheys laskee liikaa, vaikka kiteyttämön tehot olisi nostettu oikein ylös ennen pesua.

6.5 Syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuuden tasaisuuden parantaminen

Pelkistyksen kannalta on tärkeää, että syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuus pysyy ohjearvon rajoissa. Tavoitteena on pitää syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuus 350 g/l . Ammoniumsulfaatin lisäksi syöttöliuokseen syötetään nikkeliä, nestemäistä ammoniakkia sekä tarpeen mukaan vettä laimentamaan nikkeliä. Suuri heilunta Ni- ja AMS-pitoisuuksissa sekä liian alhainen ammoniakin ja nikkelin välinen moolisuhte kasvaa riskiä kaksoissuolan muodostumiselle. Liian suuri AMS-pitoisuus aiheuttaa pelkistyksen lopputuotteena syntyvässä pulverissa ei-toivottuja muutoksia, kuten pulverin partikkelikoko muuttuu ja muodostuu niin sanottuja nikkeliä ja rikkiä sisältäviä partikkelipalloja sekä rikkipitoisuus pulverissa kasvaa. Liian matala AMS-pitoisuus taas aiheuttaa sakkaantumista. (Intra, 2006)

Syöttöliuoksen AMS-pitoisuuden tasaisuuden parantamista on tutkittu paljon, ja siihen on erittäin vaikea tai jopa mahdotonta nykyteknologialla löytää yhtä oikeaa ja toimivaa ratkaisua. Suurin syy tähän on se, että tarkkaa määrää, kuinka paljon kideettä kiteytin tuottaa, on mahdoton sanoa joka tilanteessa pelkästään kiteyttimen lämpötilan ja tiheyden avulla. Tähän on syynä muun muassa liuoksen epäpuhtauksien jatkuva muuttuminen, jonka analysointi reaaliajassa on erittäin hankalaa, eikä emäliuoksen koostumusta edes kokonaan tiedetä joka hetki. Lisäksi kiteyttimet ”elävät” jatkuvasti, jolloin muun muassa niiden haihdutusteho, liuoksen otto, tiheys, lämpötila ja alipaine ovat jatkuvassa muutostilassa. Syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuutta mitataan tällä hetkellä kolmella analysaattorilla, jotka ovat AMS Courieriksi, Online-Kjeldahl 1 ja Online-Kjeldahl 2, joista uusin on Online-Kjeldahl 2, joka ei tällä hetkellä ole vielä kovinkaan optimaalinen mittausta. Syöttöliuoksen pitoisuuden pitämiseksi tasaisena tulee tällä hetkellä noudattaa O-K 1 mittausta, joka on tarkin mittausta AMS Courierin näyttäessä hieman, noin 20-30 g/l yläkanttiin. Analysaattorit mittaavat reaktoreiden ammoniumsulfaattipitoisuutta keskimäärin noin 1,5 tunnin välein, joskus useammin ja joskus harvemmin.

Kuten aikaisemmin mainittu, kiteyttimille on kuitenkin saatu määritettyä kidemäärät, kuution virtausta kohden, jotka usein pitävät hyvin tarkkaankin paikkansa, joiden avulla on rakennettu syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuuden ennustus. Ennustus perustuu kiteyttimistä saatavaan kokonaiskidemäärään syöttöliuoksen tekoon, sekä reaktoreiden RE241, RE242 ja RE252 läpi kulkevan liuoksen virtausmäärään. Kuvassa 30 on esitetty RE241:n ammoniumsulfaattipitoisuuden ennustuksen trendikuvaaja sekä kyseisen reaktorin O-K:n pitoisuusmittaus. Kuvasta nähdään, että varsinkin stabiilissa ajossa ennustusmittaus myötäilee hyvin O-K:n ilmoittamaa pitoisuutta.



Kuva 30. Ammoniumsulfaattipitoisuuden ennustus mittaus Wedgessä ja vertailuksi RE241:n ammoniumsulfaattipitoisuuden O-K mittaus.

Kokonaisvirtaus on laskennallinen mittaus, joka perustuu reaktoriin RE241 syötettävän nikkelin määrään ja viimeisen reaktorin RE252 nikkelpitoisuuteen. Kokonaisvirtaus voidaan laskea seuraavasti:

$$(V_{LS104 \rightarrow RE241} * Ni-pit_{LS104}) / Ni-pit_{RE252} \quad (15)$$

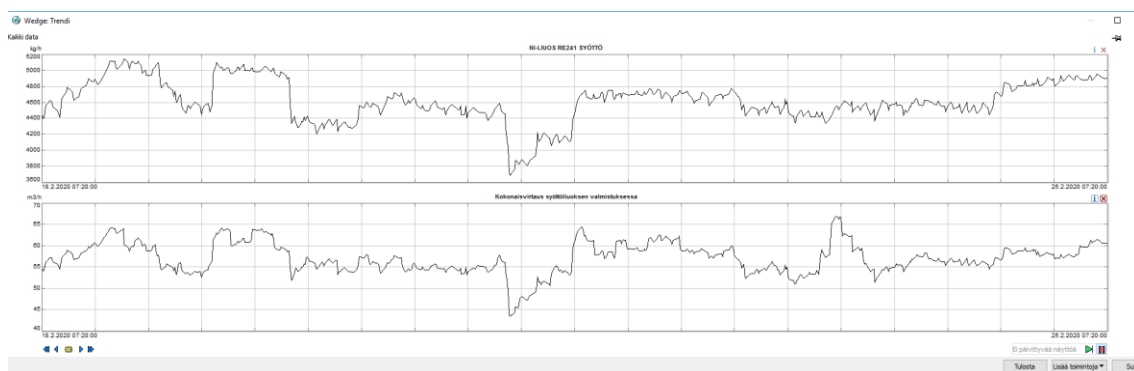
jossa $V_{LS104 \rightarrow RE241}$ = Nikkeliliuoksen syötön virtaus LS104 -> RE241,

$Ni-pit_{LS104}$ = Nikkeliliuoksen nikkelpitoisuus ja

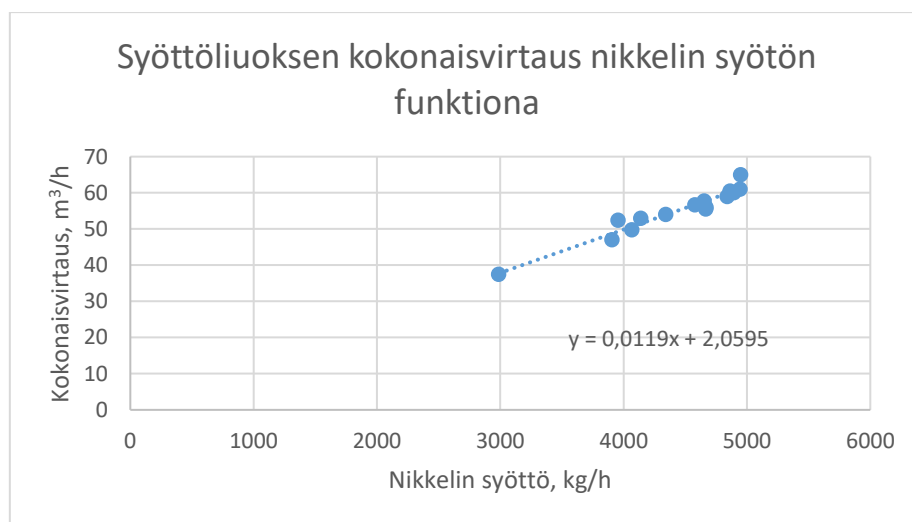
$Ni-pit_{RE252}$ = RE252:n nikkelpitoisuus.

Kokonaisvirtauksen laskennallinen mittaus on jokseenkin hidas, joten jos syöttöliuoksen valmistukseen tulee yhtäkkisiä suuria muutoksia, laskennallinen mittaus ei välttämättä pysy perässä kovin hyvin. Tämä johtuu siitä, että kyseessä on kolme suurta, 30 m³ reaktoria, joiden läpi virtaa kuitenkin ajotilanteesta riippuen noin 50-70 m³/h ja koska RE252:n nikkelpitoisuuden mittaus on vain noin 1,5 tunnin välein. Yhtäkkiset suuret muutokset ovat kuitenkin kohtalaisen harvinaisia ja niitä voidaan usein myös minimoida

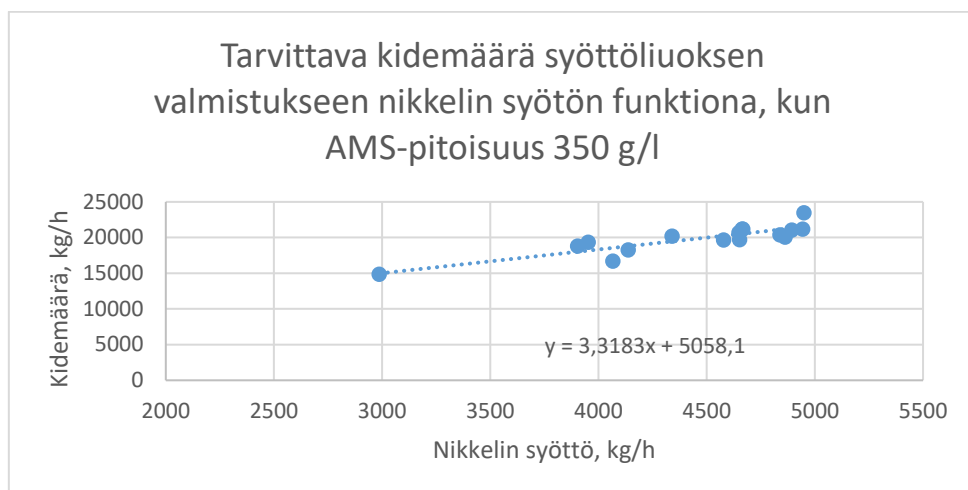
tai välttää suuret muutokset kokonaan olemalla ajan tasalla ajotilanteesta. Toinen mahdollisuus kokonaisvirtauksen mittaamiselle olisi syöttöliuoksen valmistuksen liuossäiliö LS213:n ulosvirtauksen ja pinnanmittauksen vertaus. Ohessa on esitetty trendi nikkeli-liuoksen syötön vaikutuksesta kokonaisvirtaukseen syöttöliuoksen valmistuksen reaktoreissa sekä kuvaaja, jossa kokonaisvirtaus nikkelin syötön funktiona. Lisäksi kuvaaja, josta selviää, kuinka paljon eri syöttöliuos reaktoreiden kokonaisvirtauksella tarvitaan ki-dettä syöttöliuoksen valmistukseen. Arvot perustuvat prosessidatan analysointiin prosessi-diagnostiikan perusteella.



Kuva 31. Nikkeliliuoksen nikkelin syöttö sekä kokonaisvirtaus syöttöliuoksen valmistuksessa.



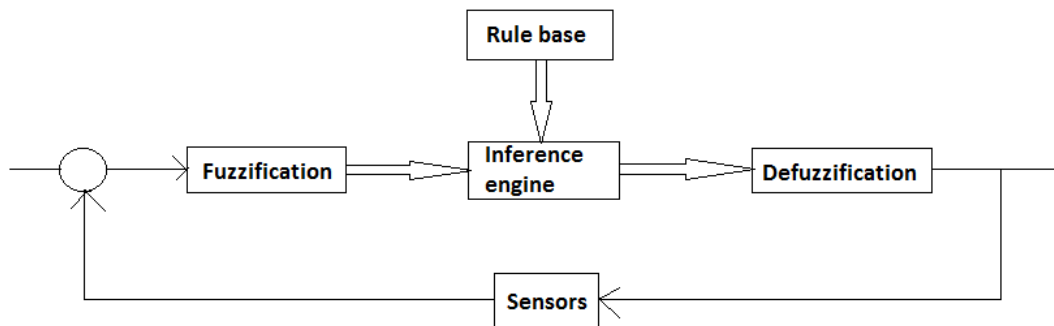
Kuva 32. Syöttöliuoksen kokonaisvirtaus nikkelin syötön funktiona.



Kuva 33. Syöttöliuoksen valmistukseen tarvittava kidemäärä nikkelin syötön funktiona.

7 SUMEA LOGIIKKA

Sumea logiikka on eräs säätötekniikan osa-alueista. Sumeat logiikat hyödyntävät perinteistä joukko-oppia ja ne koostuvat sumeista joukoista ja sumeista säännöistä. Sumeat joukot (Fuzzy set) määritellään (Fuzzification) jäsenyysfunktioilla (Membership function) ja ennalta määrättyjen sumeiden sääntöjen (Fuzzy rule base) avulla yhdistetään syöte yhdeksi ulostuloksi, jonka jälkeen ulostulo täsmällistetään tarkaksi arvoksi (Defuzzification). Takaisinkytkennällä saadaan jatkuvaa tietoa prosessin tilasta. (Chen, Pham 2000; Harris, Moore, Brown 1993; Nguyen, Walker 2000)



Kuva 34. Sumea säätösystemi.

7.1 Joukko-oppi

7.1.1 Klassinen joukko-oppi

Sumeat joukot perustuvat hyvin pitkälti klassiseen joukko-oppiin. Klassisessa joukko-opissa ajatellaan, että jokin jäsen joko kuuluu joukkoon tai ei kuulu joukkoon eli vastaus kysymykseen on yksiselitteinen, joko ”ei” tai ”kyllä”. Oletetaan joukko A , joka ei ole tyhjä ja jäsen eli alkio a . Joukon A alkioista koostuvaa osajoukkoa merkitään \mathbf{A} . Tälle pätee

a kuuluu joukkoon A , merkitään $a \in A$,

a ei kuulu joukkoon A , merkitään $a \notin A$ ja

A on A :n osajoukko, merkitään $A \subset A$.

Kaksi tärkeintä klassisen joukko-opin käsitettä ovat unioni eli yhdiste sekä leikkaus. Oletetaan osajoukot A ja B .

Joukkojen A ja B yhdiste, merkitään $A \cup B$ ja

Joukkojen A ja B leikkaus, merkitään $A \cap B$.

Klassisessa joukko-opissa pätevät matemaattiset ominaisuudet ja lait kuten kommutatiivisuus ja assosiatiivisuus. Joukkoon kuulumista voidaan kuvata myös karakteristisella yhtälöllä, joka indikoi jäsenien laatua tarkassa joukossa. Se voidaan esittää seuraavalla tavalla:

Millä tahansa joukolla A , A :n karakteristinen funktio on

$$X_A(x) = \begin{cases} 1, & \text{jos } x \in A \\ 0, & \text{jos } x \notin A \end{cases}$$

Voidaan myös ajatella, että jokin alkio kuuluu joukkoon todennäköisyydellä X . Tässäkin tilanteessa vastaus edellä olevaan kysymykseen on joko ”ei” tai ”kyllä” jollain tietyllä todennäköisyydellä. Klassisessa joukko-opissa ei siis ole mahdollista, että kyseinen jäsen samalla sekä kuuluu että ei kuulu joukkoon. (Chen, Pham 2000)

7.1.2 Sumea joukko-oppi ja jäsenyysfunktio

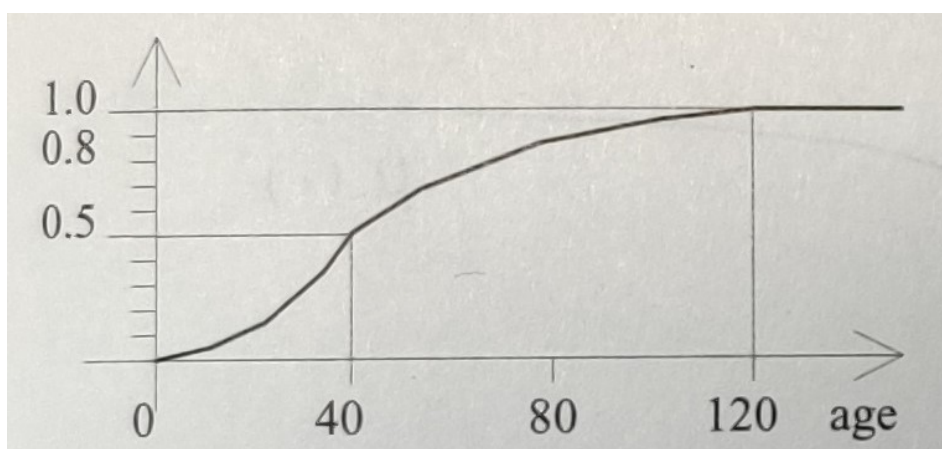
Sumeassa joukko-opissa vastaus kysymykseen kuuluuko jokin jäsen joukkoon ei ole niin yksiselitteinen. Siinä jäsen voi kuulua useampaan joukkoon. Edellisen kappaleen karakteristisen funktion selityksestä päästään sumean joukko-opin karakteristiseen funktioon,

jossa arvo voi siis kuulua osittain johonkin joukkoon. Sumeassa joukko-opissa karakteristisen funktion jäsenillä tai alkioilla on jäsenyysaste, joka kertoo kuinka paljon ne kuuluvat kyseiseen joukkoon; mitä korkeampi arvo, sitä vahvempi jäsenyysaste.

Lämpötila on yksi yleisimmistä sumean logiikan jäsenyysfunktion esimerkeistä. Jos lämpötila on $+20\text{ }^{\circ}\text{C}$, se voi kuulua tietyllä jäsenyysasteella vaikka ”kuumaan” sekä ”lämpimään”. Käydään seuraavaksi kuitenkin tarkemmin läpi Introduction to fuzzy sets, fuzzy logic and fuzzy control system teoksessa esitetty esimerkki jäsenyysfunktioista. Oletetaan universaali joukko S , joka on joukko ihmisiä. Voidaan merkitä

$$S_f = \{s \in S \mid s \text{ on vanha}\},$$

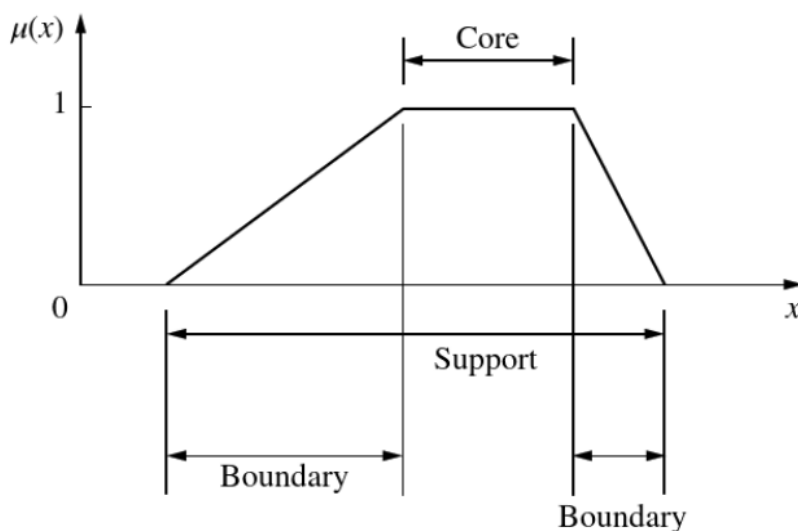
missä S_f on joukon S sumea osajoukko, koska ”vanha” ei ole tarkkaan määritelty. Ihminen, joka on 40 vuotta ei välttämättä ole kuulu sumeaan joukkoon S_f . ”Vanha” voidaan määritellä kuvaajasta (kuva 35), josta selviää jäsenyysaste. Ihminen, joka on absoluuttisen vanha, on ne, jotka ovat 120-vuotiaita ja joiden jäsenyysaste on 1.0 ja ne, jotka ovat vastasyntyneitä ovat luonnollisesti 0-vuotiaita ja niiden jäsenyysaste on 0. Tähän väliin sijoittuu esimerkiksi 40-vuotias, joka on kyseisen kuvaajan mukaan 0.5 jäsenyysasteella ”vanha”. Kuvassa 35 esiintyvä kuvaaja on itse asiassa jatkokehitelmä perinteisen joukko-opin karakteristisesta funktiosta \mathbf{X}_{S_f} , josta voidaan määritellä kuinka paljon jäsen kuuluu osajoukkoon S_f . Tätä funktiota kutsutaan jäsenfunktioiksi, membership function.



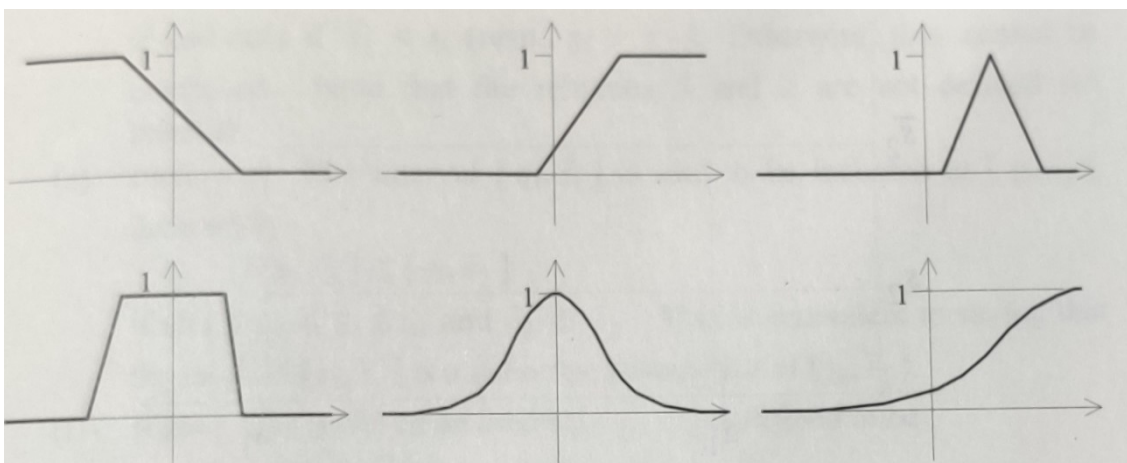
Kuva 35. Esimerkki jäsenyysfunktioista vanhuutta kuvaavalle sumealle joukolle. (Chen, Pham 2000)

Nyt tätä osajoukkoa S_f ja sen jäsenyysfunktiota, jota merkitään $\mu_{S_f}(S)$, $s \in S_f$ voidaan kutsua universaalien joukko S :n sumeaksi osajoukoksi, fuzzy subset. Eli sumea osajoukko sisältää kaksi komponenttia, osajoukon sekä siihen liittyvän jäsenyysfunktion. Tämä eroaa klassisesta joukko-opista siten, että siinä osajoukko ja joukko jakavat saman jäsenyysfunktion, kaksiarvoisen karakteristisen funktion.

Jäsenyysfunktio voi saada ainoastaan positiivisia arvoja. Se voi olla muodoltaan melkein millainen tahansa käyrä, esimerkiksi lineaarinen tai logaritminen. Kuvassa 37 on esitetty muutamia mahdollisia useimmiten käytettäviä jäsenyysfunktioita kuvaajineen. Jäsenyysfunktio muodostuu useimmiten kolmesta osasta, jotka ovat itse asiassa sumean joukon osia (Kuva 36). Jäsenyysfunktion ydinosaa (engl. core) tarkoittaa universaalien joukon sitä osaa, milloin jäsenyysarvo joukossa A on 1, eli $\mu_A(x) = 1$. Jäsenyysfunktion tukiosalla (engl. support) tarkoitetaan sitä sumean joukon osaa, milloin jäsenyysarvo on suurempi kuin nolla, eli $\mu_A(x) > 0$. Raja-arvot (engl. boundary) ovat sumean joukon ne osat, jolloin jäsenyysarvo on suurempi kuin nolla, mutta pienempi kuin yksi, siis $0 < \mu_A(x) < 1$.



Kuva 36. Sumean joukon tukiosa, ydinosaa ja raja-arvot. (Ross, 2016)



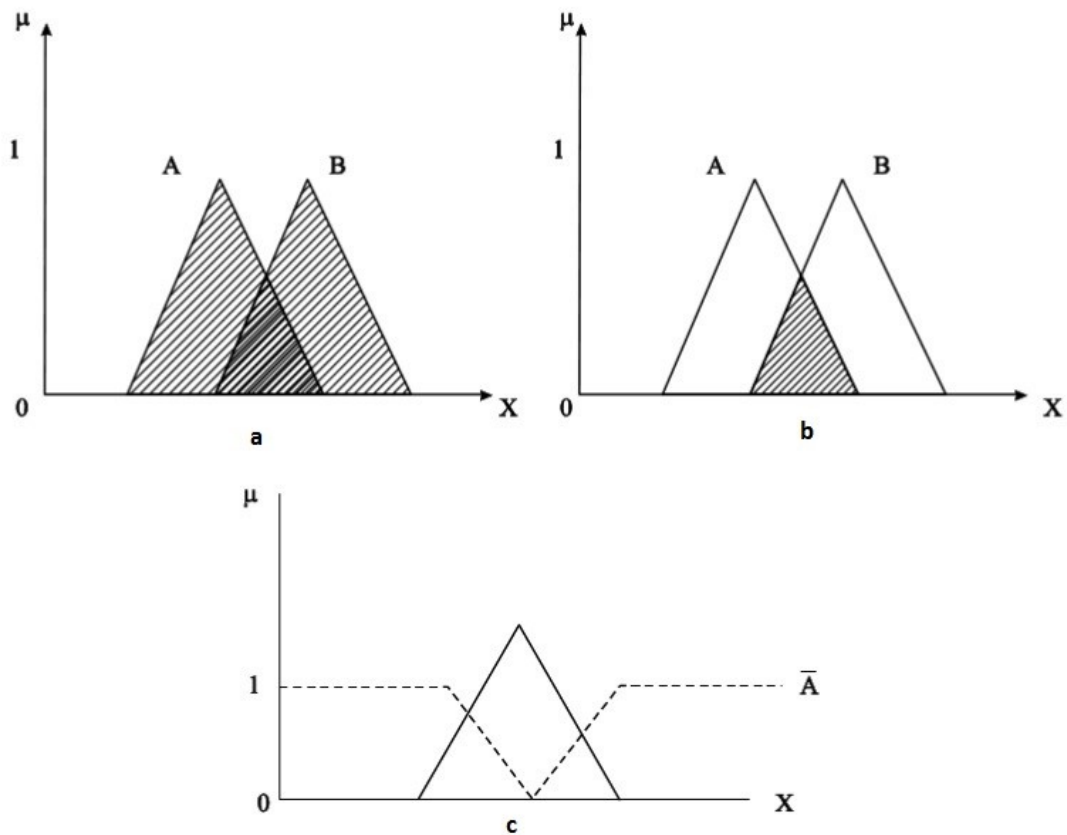
Kuva 37. Jäsenyysfunktion muotoja. (Pham, Chen 2000)

Kuten klassisessa joukko-opissa, myös sumeassa joukko-opissa pätee samat joukkojen väliset operaatiot, joita ovat muun muassa yhdiste eli unioni, leikkaus ja komplementti. Oletetaan sumeat joukot A , B ja C universaalissa joukossa X . Jäsenelle a pätee:

Yhdiste: $\mu_{A \cup B}(x)$.

Leikkaus: $\mu_{A \cap B}(x)$.

Komplementti: $\mu_{\bar{A}}(x) = 1 - \mu_A(x)$.



Kuva 38. Diagrammit operaatioista sumeille joukoille. Kuvassa a A:n ja B:n yhdiste, kuvassa b A:n ja B:n leikkaus ja kuvassa c A:n ja B:n komplementti. (Hooda, Raich 2016)

Samoin ominaisuudet, jotka pätevät klassisessa joukko-opissa pätevät myös sumeassa joukko-opissa eli

Kommutatiivisuus: $A \cup B = B \cup A$ sekä $A \cap B = B \cap A$

Assosiatiivisuus: $A \cup (B \cap C) = (A \cup B) \cap C$ sekä $A \cap (B \cup C) = (A \cap B) \cup C$

Distributiivisuus: $A \cup (B \cap C) = (A \cup B) \cap (A \cup C)$ sekä $A \cap (B \cup C) = (A \cap B) \cup (A \cap C)$

7.2 Sumeat säännöt

Sumeiden sääntöjen avulla voidaan päätellä järjestelmän sen hetkistä tilaa ja miten siitä tulisi edetä. Peruspilarina sumeiden sääntöjen määrittelyssä on implikaatio relaatio,

$$a \Rightarrow b,$$

joka voidaan lingvistiksi eli kielellisesti ilmaista ”jos a on totta, niin b on totta”. Tätä voidaan käyttää sekä klassisessa kahden muuttujan logiikassa tai useamman muuttujan eli sumeiden muuttujien logiikassa. Eli pääsääntöisesti sumeissa logiikoissa säännöt muodostuvat perinteisen JOS-NIIN –lauseen avulla. Yleinen muoto sumealla JOS-NIIN säännölle on

”JOS a_1 on A_1 JA...JA a_n on A_n niin b on B”,

missä a_n on sumean joukon A_n alkio sekä b on sumean joukon B alkio. Näistä säännöistä voidaan koostaa sumea sääntökanta (Fuzzy rule base). Sumeassa sääntökannassa on joukko edellä esiteltyjä sääntöjä, jotka ottavat huomioon kaikki sumeiden joukkojen alkio ja jäsenyysfunktiot. Sumea sääntökanta on erittäin hyödyllinen monimutkaisissa systeemeissä, joita ihmisen on helppo tulkita, mutta jotka ovat tietoteknillisesti hankalia. Tämä johtuu siitä, että ihmisen on helppo tulkita lingvistisiä muuttujia ja johtopäätöksiä, joilla voidaan hyvin esittää sumeita joukkoja ja joukkojen välisiä suhteita.

Sumeista säännöistä voidaan koostaa erilaisia taulukoita, josta on helposti luettavissa, mitä säädön olisi tarkoitus tehdä milloinkin. Seuraavaksi esiteltynä kaksi eri taulukkomuotoa, joissa toisessa esimerkkinä käytetty ilmalämpöpumpun lämpötilan säätöä.

Sääntö 1: JOS A_1 on jotain, NIIN tehdään X_1
Sääntö 2: JOS A_2 on jotain, niin tehdään X_2
Sääntö n: JOS A_n on jotain, niin tehdään X_n

Seuraavassa taulukossa on esitetty sääntötaulukkoa varten jäsenyysfunktiot ja niiden lyhenteet ilmalämpöpumpun huoneilman lämpötilan säätö ulko- ja sisäilmanlämpötilan mukaan.

Sisälämpötila	Ulkolämpötila	Pumpun säätö
PAH: Paljon alle halutun	TK: Todella kylmä	LTP: Lämmitä todella paljon
AH: Alle halutun	K: Kylmä	LP: Lämmitä paljon
H: Haluttu	AK: Aika kylmä	LS: Lämmitä sopivasti
YH: Yli halutun	N: Nollassa	LJV: Lämmitä jonkin verran
PYH: Paljon yli halutun	AL: Aika lämmin	LV: Lämmitä vähän
	L: Lämmin	LHV: Lämmitä hyvin vähän
	TL: Todella lämmin	ÄL: Älä lämmitä

	TK	AK	K	N	AL	L	TL
PAH	LTP	LTP	LP	LP	LV	LHV	LHV
AH	LTP	LTP	LS	LS	LHV	ÄL	ÄL
H	LTP	LP	LJV	LV	ÄL	ÄL	ÄL
YH	LS	LS	LV	LHV	ÄL	ÄL	ÄL
PYH	LS	LJV	LV	LHV	ÄL	ÄL	ÄL

Taulukosta nähdään mitä milläkin ulko- ja sisäilmanlämpötilan kohdalla pumpun tulisi tehdä.

7.3 Sumeutus

Sumeutus (engl. Fuzzification) on tärkeä osa sumeissa logiikoissa. Sen tarkoitus on muuttaa tarkat arvot sumeiksi arvoiksi. Sumeutus toteutetaan siten, että jäsenyysfunktioiden arvot muutetaan sumeiksi arvoiksi. Fuzzy Logic Models and fuzzy control teoksessa on esitetty jäsenyysfunktioiden arvojen määrittelylle seitsemän mahdollista toteutustapaa:

- i) Intuitio, havainnointi
- ii) Päättely
- iii) Rankkaus
- iv) Kulmikkaat sumeat joukot
- v) Hermoverkot

vi) Geneettiset algoritmit

vii) Induktiivinen päättely

Näistä tämän työn kannalta kaksi tärkeintä on havainnoinnin kautta tehty sumeutus sekä päättelyn hyväksikäyttö sumeutuksessa.

Havainnointi perustuu ihmisen omaan taitoon ja ymmärrykseen ongelmasta. Ohjausmalli, joka työssä luodaan, perustuu dataan, joka saadaan osittain automaatiojärjestelmän tallentamasta datasta ja osittain itse lasketuilla funktioilla. Havainnoinnin käyttäminen sumeutuksessa edellyttääkin ongelman ymmärtämistä ja ongelman sisältämien muuttujien tietämistä. Päättely sisältää validia päättelyä, eli jäsenyysfunktio luodaan tunnettuihin faktoihin nojautuen. Näitä faktoja kutsutaan premisseiksi ja niiden avulla saatua lopputulosta johtopäätökseksi. Tässä työssä voidaan käyttää esimerkiksi säiliön pitoisuudesta. Tiedetään, että kun säiliöön syötetään jotain tuotetta x , sen pitoisuus nousee. Kun säiliön pitoisuus nousee yli tietyn rajan, on laskettava syötettävän tuotteen määrää.

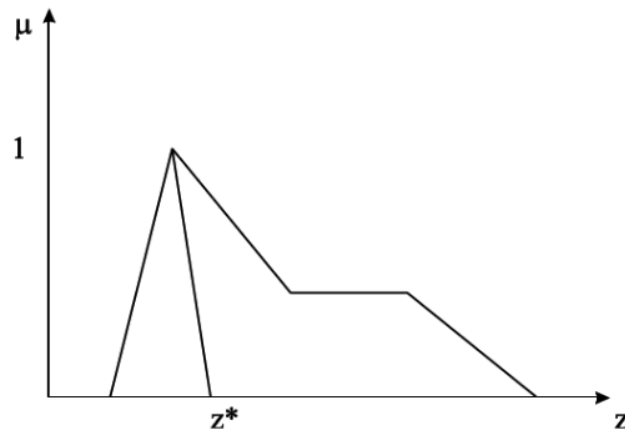
7.4 Täsmällistäminen

Täsmällistämisen tarkoitus on nimensä mukaisesti saattaa sumeat arvot takaisin tarkkoihin arvoihin. Se mitä tapaa käytetään milloinkin, riippuu hyvin pitkälti jäsenyysfunktioista. Asia voidaan huomata, kun seuraavaksi käydään läpi eri metodeja, jotka Hooda & Raich esittelee teoksessaan. Jokainen metodi on lisäksi esitetty visuaalisesti graafin avulla.

i) Maksimi jäsenyysaste

Määritellään

$$\mu_C(z^*) \geq \mu_C(z), \text{ kaikilla } z \in X$$



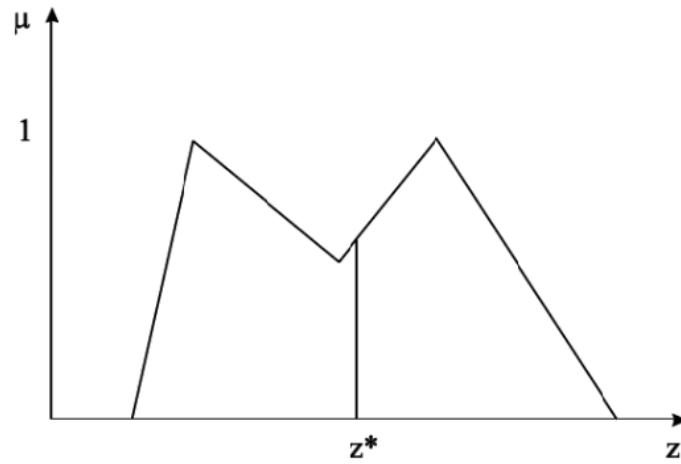
Kuva 39. Maksimi jäsenyysaste –metodi.

ii) Keskitys metodi

Keskitysmetodi on yleisesti käytetty täsmällistämisen metodi. Se voidaan määrittellä algebrallisesti

$$z^* = \int \frac{\mu_c(z)z dx}{\mu_c(z) dx}$$

missä \int on integraali.



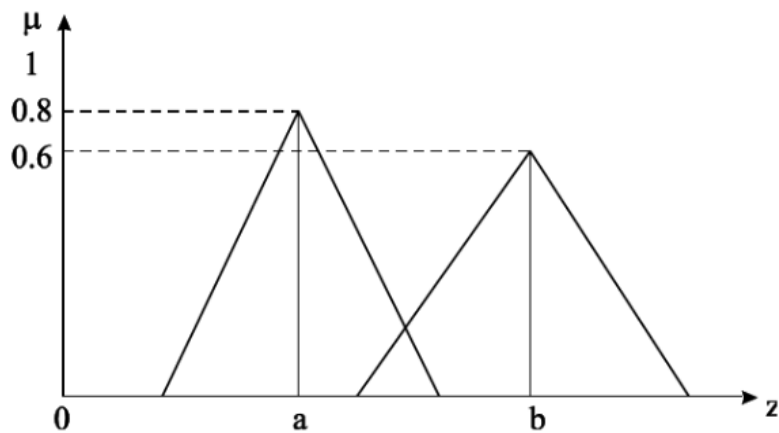
Kuva 40. Keskitys –metodi

iii) Painotettu keskiarvo

Painotettua keskiarvoa voidaan käyttää ainoastaan symmetrisille jäsenyysfunktioille. Siinä painotetaan jokainen jäsenyysfunktio erikseen. Se voidaan esittää muodossa

$$z^* = \frac{\sum \mu_c(\bar{z}) \bar{z}}{\sum \mu_c(\bar{z})},$$

missä Σ on summa.

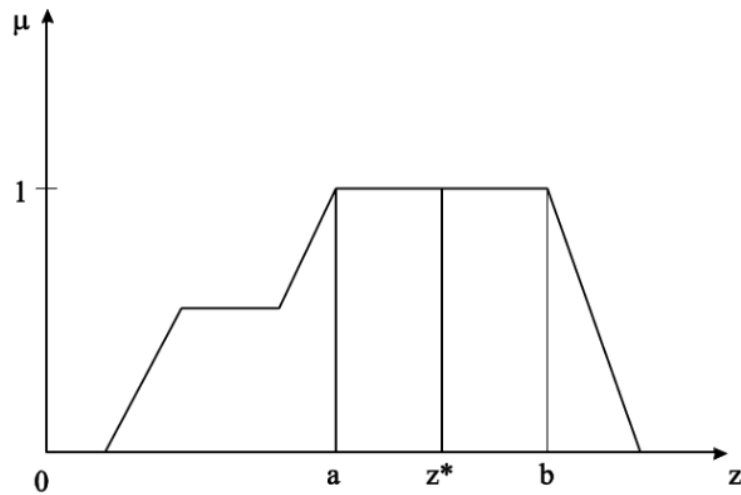


Kuva 41. Painotettu keskiarvo –metodi.

iv) Mean-max jäsenyys

Mean-max jäsenyys on hyvin samankaltainen metodi kuin maksimi jäsenyysaste –metodi sillä eroavaisuudella, että siinä maksimi jäsenyysfunktion arvon ei tarvitse olla yksittäinen piste, vaan se voi olla myös arvoväli. Se voidaan esittää muodossa

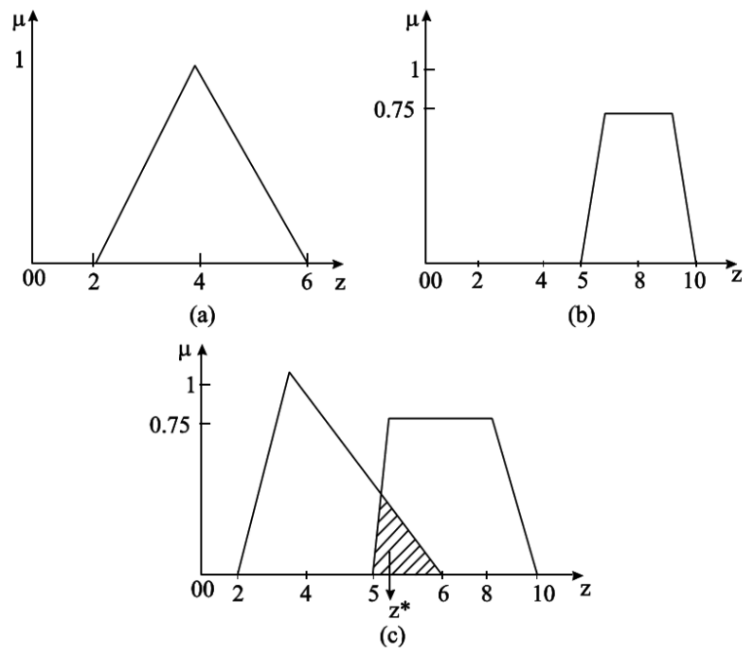
$$z^* = \frac{a + b}{2}.$$



Kuva 42. Mean-max jäsenyys

v) Summien keskiarvo

Summien keskiarvo sisältää kaksi erillistä sumeaa joukkoa. Siinä kahden summean joukon leikkaus on kerrottuna kahdella.



Kuva 43. Kuvassa (a) ensimmäinen joukko, kuvassa (b) toinen joukko ja kuvassa (c) sumeutettu jäsenyysfunktio.

Määritellään

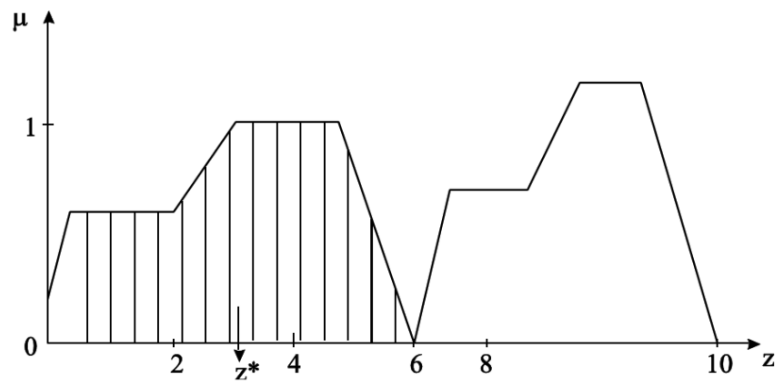
$$z^* = \frac{\int x \sum_{k=1}^n \mu_{c_k}(z) dx}{\int x \sum_{k=1}^n \mu_{c_k}(z) dz}$$

vi) Suurimman alueen keskipiste

Kun sumeassa joukossa on kaksi konveksia aluetta, täsmällistäminen voidaan toteuttaa suuremman alueen keskipisteellä. Voidaan määrittellä

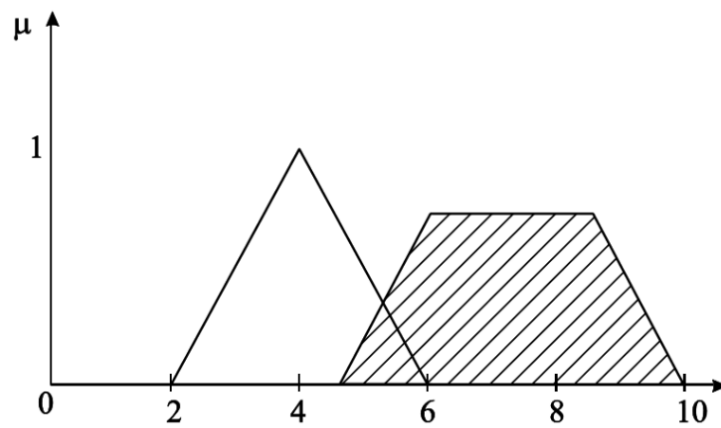
$$z^* = \frac{\int \mu_{C_m}(z)z dx}{\int \mu_{C_m}(z) dx},$$

missä C_m on konvekssi alue.



Kuva 44. Suurimman alueen keskipiste –metodi.

vii) Ensimmäisen tai viimeisen maxima



Kuva 45. Ensimmäisen tai viimeisen maxima –metodi.

8 AJOPARAMETRIEN OPTIMOINTI JA AJOMALLIT

Sumeat systeemit voidaan jakaa kolmeen tyyppiin sen mukaan, miten ne on rakennettu (Belohlavek, Klir, Machery, Rosch, Verkuilen (2011)):

- Kokemus-perusteinen systeemi
- Malli-perusteinen systeemi
- Hybridi systeemi

Kokemus-perusteisissa systeemeissä eri lingvististen muuttujien ja niiden arvojen väliset yhteydet on esitetty sumeiden sääntöjen avulla. Sumeat säännöt on laadittu ihmisen kokemuksen ja tiedon perusteella ja ne, samoin kuin muuttujat ja arvot, esitetään lingvisti- sessä muodossa. Malli-perusteisissa sumeissa systeemeissä on hyödynnetty perinteisiä mallintamismenetelmiä sillä eroavaisuudella, että kyseiset matemaattiset mallit on luotu käyttäen sumeita joukkoja, sumeaa analyysiä ja sumeaa laskentaa. Hybridit systeemit ovat näiden molempien hyödyntämistä samassa systeemissä. Tässä työssä tehty ohjausmalli perustuu kokemusperusteiseen systeemiin. Kaikille ohjausparametreille on vaikea tai usein jopa mahdotonta löytää matemaattista mallia kuvaamaan kyseistä tilannetta. Tämän takia suurin osa sumeista joukoista ja säännöistä on laadittu prosessidiagnostiikan perusteella ja prosessinohitajien omia kokemuksia vertailemalla ja analysoimalla.

8.1 Sumeat mallit virtausten säädölle

Slurryn virtauksen säädölle on laadittu sumeat säädöt, joita hyödyntämällä saadaan tiheys asetusarvoonsa tehokkaammin. Slurryn virtauksen säädössä on kolme jäsenyysfunktioita, jotka ovat kiteyttimen ammoniumsulfatiliuoksen tiheys mittaus, kyseisen tiheyden muutos delta sekä slurryn säätö. Asetusarvo tiheydelle on 1440 kg/m^3 , jolloin kiteen viipymäaika kiteyttimessä on optimaalisin ja kidekoko on paras mahdollinen. Seuraavassa on jäsenyysfunktio liuoksen tiheydelle

- | | |
|---|-------------------|
| 1. Todella laimea, TL = [0, 1415[| kg/m ³ |
| 2. Jonkin verran laimea, JVL = [1415, 1425[| kg/m ³ |
| 3. Vähän laimea, VL = [1425, 1435[| kg/m ³ |
| 4. Hyvä/sopiva, H = [1435, 1445] | kg/m ³ |
| 5. Vähän väkevä, VV =]1445, 1450] | kg/m ³ |
| 6. Jonkin verran väkevä, JVV =]1450, 1460] | kg/m ³ |
| 7. Todella väkevä, TV =]1460, 1500] | kg/m ³ |

ja jäsenyysfunktio tiheyden muutokselle $\Delta\rho$.

- | | |
|---|-----------------------|
| 1. Nousee paljon, NP =]2.5, ∞] | kg/m ³ /h |
| 2. Nousee vähän, NV = [1, 2.5] | kg/m ³ /h |
| 3. Tasainen/Lähes tasainen, T =]-1, 1[| kg/m ³ /h |
| 4. Laskee vähän, LV = [-2.5, -1] | kg/m ³ /h |
| 5. Laskee paljon, LP = [∞ , -2.5[| kg/m ³ /h. |

Slurryn säädölle on laadittu seuraavat sumeat säädöt. Sumeat säädöt ovat lingvistikalta muuttujiltaan samat kaikille kiteyttimille, mutta on otettava huomioon, että pikkulietepumppujen virtauksen muutos ei välttämättä aina ole sama kuin isolietepumpun virtauksen muutos. Lisäksi se, kuinka hyvin kiteytin ottaa vastaan energiaa, vaikuttaa myös virtauksiin. Eli aina ei välttämättä ole sama asia ottaa samasta kiteyttimestä virtauksesta kaksi kuutiota pois, johtuen kideäärän eroavaisuudesta eri tilanteissa sekä edellä mainitusta kiteytimen energian vastaanotosta.

- | | |
|---|---------|
| 1. Nosta syöttöä paljon, NSP =]3, 5] | m^3/h |
| 2. Nosta syöttöä jonkin verran, NSJV =]2, 3] | m^3/h |
| 3. Nosta syöttöä vähän, NSV =]0, 2] | m^3/h |
| 4. Älä tee mitään, ÄTM = [0] | m^3/h |
| 5. Laske syöttöä vähän, LSV = [-2, 0[| m^3/h |
| 6. Laske syöttöä jonkin verran, LSJV =]-3, -2] | m^3/h |
| 7. Laske syöttöä paljon, LSP = [-5, -3] | m^3/h |

Jäsenyysfunktioiden avulla on laadittu slurrin säädölle sumeat säännöt, jotka ovat muotoa

Jos A_n on JOTAIN ja B_n on JOTAIN, niin X_n on SYÖTÖN MUUTOS,

jossa A on jäsenyysfunktio liuoksen tiheys, B on jäsenyysfunktio tiheyden muutos ja X on jäsenyysfunktio slurrin säätö.

Eli jos liuoksen tiheys on ”Jonkin verran laimea” ja liuoksen tiheyden muutos on ”Laskee paljon”, niin slurryä tulisi säätää ”Laske syöttöä paljon”.

Sumeista säännöistä on laadittu taulukko, jossa on kaikki mahdolliset eri tilanteet kyseisten jäsenyysfunktioiden eri arvoille.

Taulukko 8. Taulukko, jossa sumeat säännöt slurryn säädölle eri jäsenyysfunktioille.

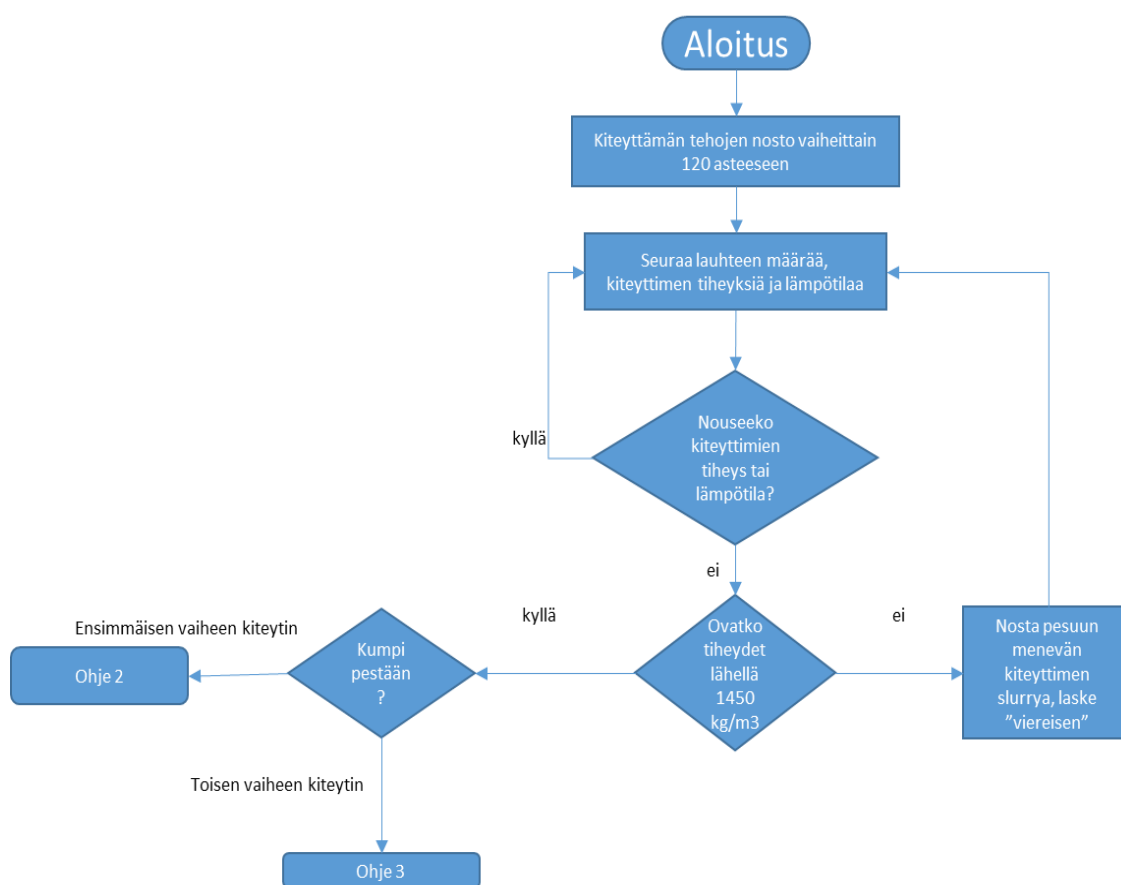
	LP	LV	T	NV	NP
TV	ÄTM	NSJV	NSP	NSP	NSP
JVV	ÄTM	NSV	NSV	NSJV	NSP
VV	LSV	ÄTM	ÄTM	NSV	NSJV
H	LSV	LSV	ÄTM	ÄTM	LSV
VL	LSJV	LSV	LSV	LSV	LSV
JVL	LSP	LSJV	LSJV	LSJV	ÄTM
TL	LSP	LSP	LSP	LSJV	ÄTM

8.2 Wedge malli

Liitteessä 2 on esitetty Wedgeen luotu pohja omaKiteyttämö.wprx. Pohja sisältää kiteytyksen, kiteiden ajon elutriojalan kautta kuivaukseen sekä syöttöliuoksen valmistuksen. Pohjasta on tehty mahdollisimman yksinkertainen, jotta sen hyödyntäminen prosessissa olisi mielekkäämpää ja houkuttelisi enemmän sen käyttöä. Pohjassa on muun muassa kaikki pelkistämön säiliöiden pinnanmittaukset, joissa on AMS-pitoista liuosta, sekä näiden säiliöiden pitoisuusmittaukset joko laskennallisesti tai fyysisellä mittauksella. Lisäksi tarvittavia pitoisuuksia on syöttöliuoksen reaktoreista, joista kiinnostavia ovat ammoniumsulfaattipitoisuuden lisäksi nikkeli- ja ammoniakkipitoisuudet. Lisäksi emäliuossäiliö ELS231:n natrium pitoisuus on lisätty pohjaan, jonka seuraaminen on tärkeää.

8.3 Pesujen vuokaaviot ja pesua helpottavat muutokset

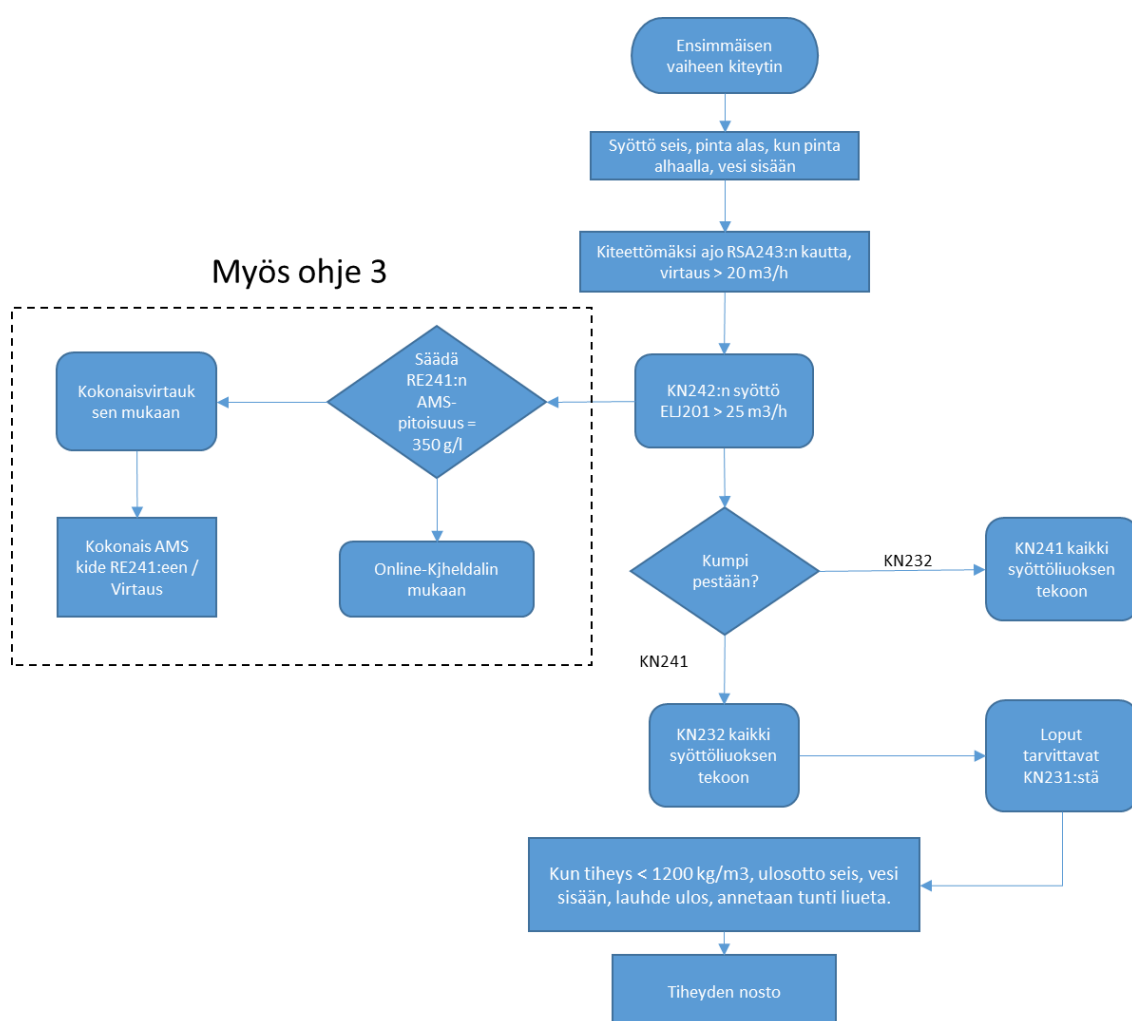
Ohessa on esitetty vuokaaviot kiteyttimen pesulle. On laadittu kolme eri vuokaaviota. Ensimmäisestä vuokaaviosta käy ilmi mitä tehdään, kun kiteytin ollaan ottamassa pesuun. Toinen on tehty ensimmäisen vaiheen kiteyttimen pesulle ja kolmas toisen vaiheen kiteyttimen pesulle.



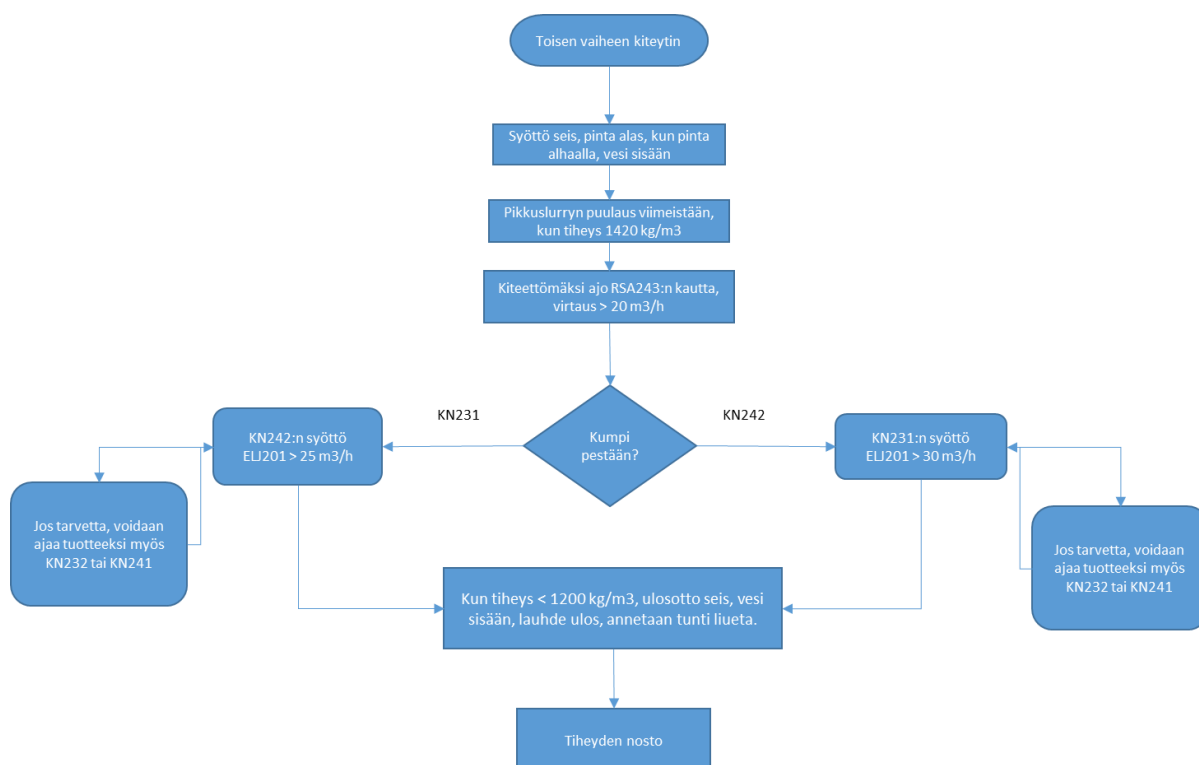
Kuva 46. Ohje 1. Vuokaavio kiteyttimen pesun aloitukselle

Ensisijaisen tärkeää on saada kiteyttimien tiheydet halutulle tasolle ennen pesun alkua. Slurryn säätöön voidaan käyttää kohdassa 8.1 esitettyjä sumeita säätöjä. Ihannetilanne olisi, että jokaisesta muusta, paitsi pestävästä kiteyttimestä, saataisiin tiheys arvoon 1450 kg/m^3 tai ainakin lähelle sitä. Tarvittaessa tiheyttä saadaan ylös myös niin, että kiteyttimestä, joka ollaan ottamassa pesuun, nostetaan slurryn virtausta, jolloin sen tiheys saadaan jo valmiiksi laskemaan alemmaksi ja vastaavasti lasketaan slurryn virtausta siitä kiteyttimestä, joka jää ajoon. Ts. jos KN242 on menossa pesuun, nostetaan sen ulosottoa ja vastaavasti lasketaan KN231:n ulosottoa ja niin edelleen. Tässä kohtaa on kuitenkin syytä olla tarkkana varsinkin ensimmäisen vaiheen kiteyttimien virtauksia säädettäessä, ettei syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuus pysy halutussa arvossa, johon voi käyttää apuna RE241:n ammoniumsulfaattipitoisuuden ennustusta Wedgessä. Tiheyksien saaminen ylös on tärkeää siksi, että voitaisiin mahdollisuuksien mukaan ajaa normaaleilla

ajotiheyksillä koko pesun ajan, vaikka joudutaankin ajamaan kolmella kiteyttimellä normaalia maksimi tuotantoa neljän sijasta. Useimmissa tilanteissa on voitu ajaa kuvissa 29-32 olevien kuvaajien mukaan koko pesun ajan 12 tuntia, jolloin tiheydet ovat laskeneet $1450 \text{ kg/m}^3 \rightarrow 1430(1425) \text{ kg/m}^3$. Varsinkin toisen vaiheen kiteyttimissä olisi kidekoonkin kannalta tärkeä saada pidettyä tiheys normaalissa tavoitearvossaan koko pesun ajan, koska vaikutukset tiheyden laskettua muun muassa kidekoossa kestävät pitkään.



Kuva 47. Ohje 2. Ensimmäisen vaiheen kiteyttimen pesu.



Kuva 48. Ohje 3. Toisen vaiheen kiteyttimen pesu.

8.4 Kiteyttimien ajomallit

Seuraavaksi on esitetty vuokaaviot etu- ja takakiteyttimien pesuille erikseen ja lisäksi jokaiselle kiteyttimelle ajomallit taulukkomuodossa, joiden mukaan ajettaessa on mahdollista pitää syöttöliuoksen valmistus maksimi vauhdissa, eli noin 4800 kg/h nikkeliä ja samalla tuottaa suurin mahdollinen määrä kidettä kuivaukseen ja aina tuotteeksi. Kuten aikaisemmin todettu, syöttöliuoksen valmistukseen ajettava kidemäärä voi vaihdella kuutiomäärissä kiteyttimen sen hetkisen tuoton mukaan, joten syöttöliuoksen valmistukseen ajettavat kuutiomäärät ovat suuntaa antavia, mutta aiempia pesuja analysoidessa pitävät kohtalaisen hyvin paikkansa. Kaikissa ajomalleissa oletuksena on, että haluttu syöttöliuoksen ammoniumsulfaattipitoisuus on 350 g/l. Ulosajettavat kidemäärät ovat todellisuudessa kuitenkin korkeampia, koska KN242:n kidemäärä optimointia oli vaikea tehdä, joten ainakin sen kiteyttimen tuotto on suurempi, mitä luvut antavat ymmärtää. Tärkeintä kuitenkin on huomata, paljonko kidettä on kuutiomäärällisesti mahdollista ajaa ulos kiteyttimestä niin, ettei tiheydet laske liian alas.

Taulukko 9. KN232:n pesun ohjeita.

Kiteytin	Syöttöliuoksen valmistus	Kidettä tuotteeksi
	Kidettä tarvitaan 350 g/l * kokonaisvirtaus, eli normaalissa ajotilanteessa noin 350 g/l * 60 m ³ /h = 21 000 kg/h.	Tuotteeksi > prosessiin tuleva sulfaatti, eli normaalissa ajotilanteessa prosessiin tulee noin 10 000 kg/h sulfaattia.
KN232	-	-
KN241	26-29 m ³ /h = 12 000-14 000 kg/h	-
KN231	18-25 m ³ /h = 7 000-9 000 kg/h	10-15 m ³ /h = 2 700-4 000 kg/h
KN242	-	25-30 m ³ /h = 4 500-5 500 kg/h

Taulukko 10. KN241:n pesun ohjeita.

Kiteytin	Syöttöliuoksen valmistus	Kidettä tuotteeksi
	Kidettä tarvitaan 350 g/l * kokonaisvirtaus, eli normaalissa ajotilanteessa noin 350 g/l * 60 m ³ /h = 21 000 kg/h.	Tuotteeksi > prosessiin tuleva sulfaatti, eli normaalissa ajotilanteessa prosessiin tulee noin 10 000 kg/h sulfaattia.
KN232	17-23 m ³ /h = 11 000-15 000 kg/h	-
KN241	-	-
KN231	18-25 m ³ /h = 7 000-9 000 kg/h	10-15 m ³ /h = 2 700-4 000 kg/h
KN242	-	25-30 m ³ /h = 4 500-5 500 kg/h

Taulukko 11. KN231:n pesun ohjeita.

Kiteytin	Syöttöliuoksen valmistus	Kidettä tuotteeksi
	Kidettä tarvitaan 350 g/l * kokonaisvirtaus, eli normaalissa ajotilanteessa noin 350 g/l * 60 m ³ /h = 21 000 kg/h.	Tuotteeksi > prosessiin tuleva sulfaatti, eli normaalissa ajotilanteessa prosessiin tulee noin 10 000 kg/h sulfaattia.
KN232	17-23 m ³ /h = 11 000-15 000 kg/h	Mahdollisuus ajaa myöskään täältä tuotteeksi, jos halutaan.
KN241	22-26 m ³ /h = 9 000-12 000 kg/h	Mahdollisuus ajaa myöskään täältä tuotteeksi, jos halutaan.
KN231	-	-
KN242	-	25-30 m ³ /h = 4 500-5 500 kg/h

Taulukko 12. KN242:n pesun ohjeita.

Kiteytin	Syöttöliuoksen valmistus	Kidettä tuotteeksi
	Kidettä tarvitaan 350 g/l * kokonaisvirtaus, eli normaalissa ajotilanteessa noin 350 g/l * 60 m ³ /h = 21 000 kg/h.	Tuotteeksi > prosessiin tuleva sulfaatti, eli normaalissa ajotilanteessa prosessiin tulee noin 10 000 kg/h sulfaattia.
KN232	17-23 m ³ /h = 11 000-15 000 kg/h	Mahdollisuus ajaa myöskään täältä tuotteeksi, jos halutaan.
KN241	22-26 m ³ /h = 9 000-12 000 kg/h	Mahdollisuus ajaa myöskään täältä tuotteeksi, jos halutaan.
KN231	-	29-33 m ³ /h = 8 000-10 000 kg/h
KN242	-	-

8.5 Koeajot

Helmikuun aikana suoritettiin koeajoja, joissa kokeiltiin luotuja ajomallia sekä ajoa helpottavia työkaluja. Suoritetuista kiteyttimien pesuja tehtiin kuusi kappaletta aikavälillä 2.2.2020-25.2.2020, joista neljässä olin itse mukana. Koeajoja on verrattain vähän, mutta koska yksi kiteytin pestään keskimäärin 13 päivän välein, ei aikataulullisista syistä ollut mahdollista suorittaa enempää koeajoja. Koeajoissa keskityttiin kiteyttimen kiteettömäksi ajoon ja kiteettömäksi ajon virtausnopeuden vaikutukseen pelkistämön liuospinnoissa ja kokonaissulfaattimäärässä, syöttöliuoksen tasaisuuden parantamiseen, kuuminuskiertoon syötettävän veden lämpötilan vaikutukseen kiteyttimien tiheyksissä, lämpötiloissa ja kiteyttimien haihdutuksessa, sekä tuotteeksi ajettavan kiteen määrään eli ns. pikkulietepumppujen maksimi virtaukseen ja viimeisimpänä pesuun kulunutta aikaa kokonaisuudessaan.

Ensimmäinen koepesu suoritettiin 2.2.2020 ja se tehtiin kiteyttimelle KN242, joka on toisen vaiheen kiteytin. Pesun lähtötilanne oli siinä mielessä hieman hankala, että toisen ensimmäisen vaiheen kiteyttimen eli KN232:n tiheys oli päässyt todella alas, joten sitä piti ensin saada nostettua rajusti $1400 \rightarrow 1440 \text{ kg/m}^3$, jotta pesu sujuisi niin kuin työssä on suunniteltu. Pesuun kulunut aika kokonaisuudessaan alajasta ylösajoon tiheyden saavutettua tavoitearvon 1440 kg/m^3 kului aikaa noin 12 tuntia. Lämpötilaa nostettiin vaiheittain 110 asteesta 120 asteeseen ensimmäisen lämpötilan noston tapahtuessa 4 tuntia ennen kuin kiteytin otettiin pesuun. Lähtötilanteessa tiheydet olivat vielä nousemassa, mutta koska kyseessä on toisen vaiheen kiteytin, päätettiin kiteytin ottaa pesuun ennen kuin tiheydet pääsivät nousemaan liian korkeaksi ja kiteyttimiin tulisi kideähky, eli tilanne, jossa kidettä on kiteyttimissä niin paljon, että niiden operointi on hankalaa. Lisäksi pelkistyksessä olevien ongelmien takia, syöttöliuoksen tekoon menevä nikkeli määrä oli hieman alempi kuin maksimi vauhdissa, 4300 kg/h . Muiden kuin pesuun otettavan kiteyttimien tiheydet pesun alkaessa olivat välillä $1435-1460 \text{ kg/m}^3$ ja pesun lopussa $1441-1450 \text{ kg/m}^3$. Kiteettömäksi ajo sujui hyvin ja kiteytin saatiin pesun tavoitetiheyteen eli 1200 kg/m^3 2 tunnissa ja 20 minuutissa, kiteettömäksi ajon virtauksen ollessa $30 \text{ m}^3/\text{h}$. KN231:sta saatiin ajettua maksimi määrä kidettä ulos käytännössä koko pesun ajan, eli

33 m³/h. Pelkistämön kokonaissulfaattimäärä pysyi maltillisena, ollen 25 000 kg suurempi kuin lähtötilanteessa ja kokonaisliuostilavuuden noustessa 60 m³. Pesun kokonaisaika olisi voinut olla hieman vähemmän, mutta kiteyttämön tehoja jouduttiin laskemaan syöttöliuoksen valmistuksen takia, jolloin kiteyttimen ylösajo ja tiheyden kasvu on hitaampaa. Tämä tosin ei vaikuta enää juurikaan liuostilavuuksiin tai kokonaissulfaattimäärään, koska kiteyttimeen ajetaan jo liuosta veden sijaan.

Toinen pesu suoritettiin 9.2.2020 ja vuorossa oli kiteytin KN231. Pesun kokonaiskesto oli hieman vähemmän kuin ensimmäisellä koeajolla. Lämpötila nostettiin vaiheittain 112 asteesta 120 asteeseen syötön ollessa hieman yli normaalin maksimin, eli 5000 kg/h nikkeliä reaktori RE241:een. Tällä kertaa kiteytin ajettiin kiteettömäksi 15 m³/h virtauksella, jolloin aikaa kului 4 tuntia. Kokonaissulfaatti nousi 20 000 kg ja liuospinnan nousivat nyt noin 110 m³. Tiheydet olivat jälleen hieman nousussa vielä ollen aloitustilanteessa 1433-1451 kg/m³ ja pesun lopussa 1443-1447 kg/m³. Kidettä saatiin ajettua ulos kiteyttimestä KN242 tuotteeksi 26 m³/h koko pesun ajan. Tiheyksien puitteissa olisi voitua ajaa vielä 2-4 m³ enemmänkin.

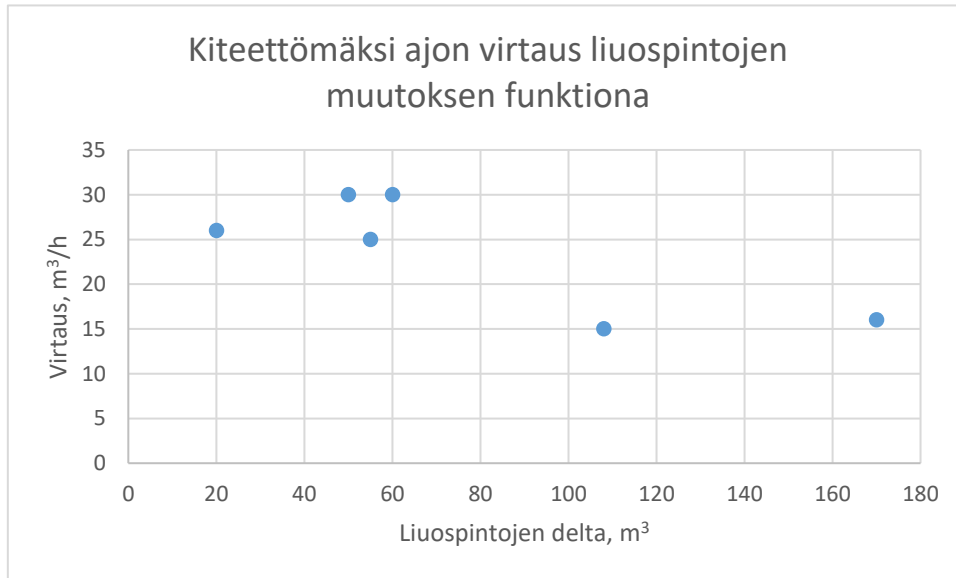
KN241 oli testipesussa seuraavaksi, joka meni parhaiten kaikista suoritetuista pesuista. Suurin vaikutus tällä kertaa oli varmasti sillä, että kiteyttimistä ei jouduttu ajamaan syöttöliuoksen valmistukseen niin paljon kuin normaalisti joudutaan kyseisellä nikkelin-syötön määrällä. Tämä johtui mitä luultavimmin tiheyksien hyvästä lähtötasosta sekä siitä, että sillä hetkellä kiteyttimistä tuli hieman normaalia tilannetta enemmän kidettä. Kestoltaan pesu oli hieman yli 10 tuntia. Lämpötilan nosto suoritettiin vaiheittain neljän tunnin aikana 112 asteesta 120 asteeseen. Kiteytin ajettiin kiteettömäksi tällä kertaa 25 m³/h, jolloin aikaa kului kolme tuntia. Kiteettömäksi ajossa oli hieman ongelmia kiteyttimen pinnansäädön kanssa, joka osaltaan hieman hidasti kiteettömäksi ajoa, mutta ei kuitenkaan merkittävästi. Tiheydet pesun alkaessa olivat halutulla tasolla, 1451-1457 kg/m³ ja pesun loppuvaiheessakin vielä 1436-1443 kg/m³. Syöttö oli koko pesun ajan 4 800 kg/h nikkeliä syöttöliuoksen valmistukseen. Tuotteeksi pystyttiin ajamaan yhteensä 43 m³/h, joka on lähes yhtä paljon, kuin useasti normaalissakin ajotilanteessa ajetaan. Kokonaissulfaatti pysyi pelkistämön kierrossa samassa kuin lähtötilanteessa ja liuospinnatkin nousivat vain 20 m³.

Neljäs pesu tehtiin kiteyttimelle KN232 ja se kesti kokonaisuudessaan 12 tuntia. Lämpötilan nosto tapahtui jälleen vaiheittain noin neljän tunnin aikana lämpötilasta 110 lämpötilaan 120 astetta. Kiteyttimen ajo kiteettömäksi tapahtui jälleen hieman hiljempaa, eli niin sanottua tämänhetkistä normaalivauhtia ollen $16 \text{ m}^3/\text{h}$ ja kestäen neljä tuntia. Syöttö oli lähes koko pesun ajan $4\,900 \text{ kg/h}$. Tiheydet pesun alkaessa olivat 1440-1445 kg/m^3 ja pesun loppuvaiheessa 1423-1435 kg/m^3 . Liuospinnat nousivat noin 170 m^3 kokonaissulfaatin pysyessä kuitenkin lähtötilanteen arvoissa.

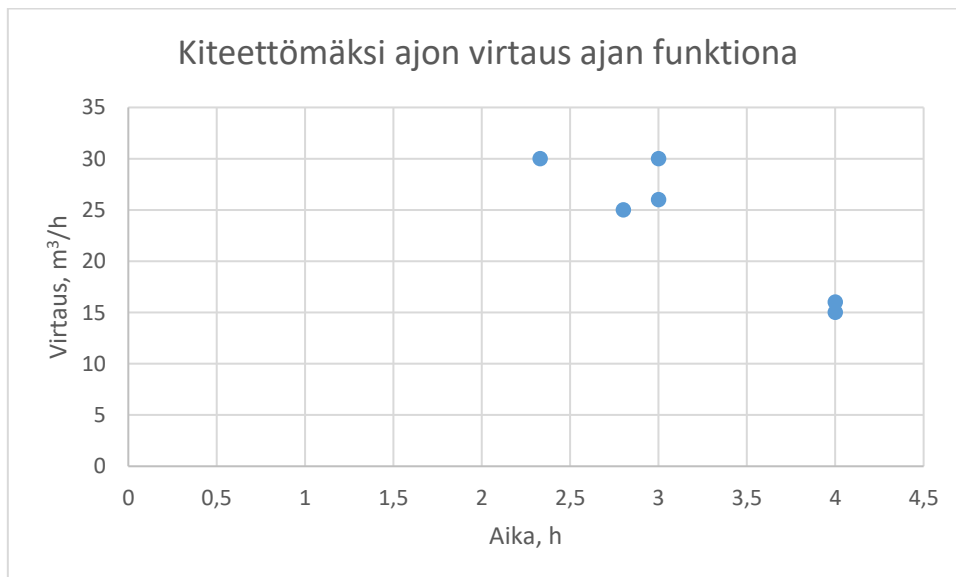
Seuraavat kaksi pesua on myös tehty osittain ajomallin mukaan, joita en kuitenkaan ollut mukana tekemässä. Pesuvuorossa olivat KN231 ja KN241. Molemmissa pesu kesti hieman alle 11 tuntia ja lämpötila nostettiin jälleen vaiheittain arvoon 120 astetta. Molemmissa kiteytin ajettiin kiteettömäksi nopeampaa kuin normaalisti, toisella kertaa 25 ja toisella $30 \text{ m}^3/\text{h}$ virtausnopeuksilla ja molempiin kului aikaa hieman alle 3 tuntia. Molemmissa pesuissa kokonaissulfaatti ei noussut lainkaan lähtötilanteesta ja liuospinnaatkin vain 50 kuutiota. Molemmilla kerroilla tiheydet lähtötilanteessa olivat 1440-1460 kg/m^3 ja pesun lopussa 1425-1440 kg/m^3 . KN231:n ollessa pesussa pystyttiin ajamaan $26 \text{ m}^3/\text{h}$ kidettä kuivaukseen ja KN241:n ollessa pesussa pystyttiin ajamaan yhteensä $50 \text{ m}^3/\text{h}$ kidettä kuivaukseen.

Koeajojen perusteella voidaan sanoa, että kiteettömäksi ajon nopeudella on ainakin jonkinlaista korrelaatiota pelkistämön kierrossa olevan ammoniumsulfaattiliuoksen suhteen ja sitä myöden myös kokonaissulfaattimäärään. Oheisessa kuvaajassa on havainnollistettu koeajojen kiteettömäksi ajoa. Ensimmäisessä kuvaajassa on kiteettömäksi ajon virtaus liuospintojen muutoksen funktiona ja toisessa kiteettömäksi ajon virtaus ajan funktiona. Koeajojen perusteella ainoaksi ongelmaksi kiteettömäksi ajossa osoittautui lauhteen riittämättömyys joissain tilanteissa, joka on muutenkin ongelma. Kiteyttämölle lauhdetta pumppaava pumppu menettää silloin tällöin paineet kovassa virtauksessa ja sen jälkeen paineen uudestaan saaminen vie aikaa. Koeajojen perusteella on mahdollista pitää maksimi vauhtia syöttöliuoksen valmistuksessa ilman sen suurempia vaikeuksia ja samalla voidaan ajaa tuotetta kuivaukseen suurin mahdollinen määrä, jossa rajoittavana tekijänä ovat kiteyttimen tiheydet sekä jossain tilanteissa myös pikkulietepumppujen riittä-

mättömyys. Tiheyksien noustessa suuremmiksi alkavat pumput kavitoimaan, piikittämään virtaa ja linjat tukkeentumaan, vaikka kiteyttimien tiheyksien puolesta olisi mahdollista ajaa lietettä kuivaukseen enemmänkin.



Kuva 49. Kiteettömäksi ajon virtaus liuospintojen muutoksen funktiona.



Kuva 50. Kiteettömäksi ajon virtaus ajan funktiona.

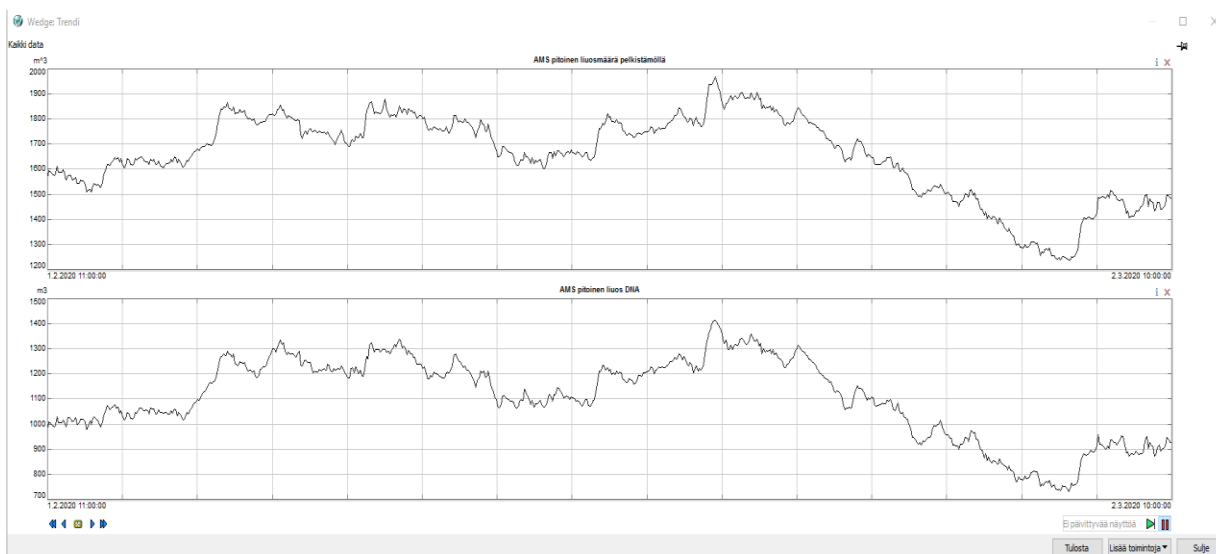
9 LISÄKEHITYSKOhteita ja YHTEENVETO

Työtä tehdessä huomasi, kuinka monipuolinen ja hyödyllinen ohjelmisto Wedge on prosessinohjauksen optimoinnissa ja säädössä. Kokemuksesta tiedän, että varsinkin prosessipuolella Wedge on kohtalaisen tuntematon ohjelmisto, jonka potentiaalia käytetään hyvin vähän. Wedgeä voitaisiin hyödyntää prosessinohjauksen lisäksi paljon esimerkiksi kunnossapidon ennakkohuoltoon. Wedgeen pystyttäisiin rakentamaan paljon eri osaprosesseja, joista voitaisiin seurata kyseisten osaprosessien tärkeiden laitteistojen kuntoa ja jonka avulla voitaisiin ehkäistä kriittisten laitteiden yllättäviä tai ennen aikaisia rikkoutumisia ja auttaa laitteiden ennakkohuoltoa sekä auttaa ymmärtämään, millä ajanjaksolla laitteita tulisi huoltaa, jotta ei pääsisi tapahtumaan yllättäviä ongelmia. Yleisimpiä mittauksia ovat esimerkiksi pumppujen, kuljettimien tai sähkömoottoreiden eri mittaukset, kuten tehot, virrat tai värinät, joiden lisääntyminen tai oudot muutokset kielivät usein jostain laitteeseen liittyvästä ongelmasta.

Syöttöliuoksen valmistuksen ammoniumsulfaattipitoisuuden parantaminen oli yksi tämän työn vaiheista. Työssä päästiin kohtalaiseen lopputulokseen RE241:n ammoniumsulfaattipitoisuuden ennustuksen laskennan avulla, mutta kyseinen mittausta ei ole kuitenkaan yhtä tarkka, kuin fyysiset mittaukset. Kyseinen mittausta voitaisiin prosessidatan perusteella optimoida kuitenkin vielä tarkemmaksi, jolloin sitä voitaisiin hyödyntää parhaalla mahdollisella tavalla, joka on prosessidatan luotettavuuden puitteissa mahdollista. Syöttöliuosreaktoreiden läpi kulkeva virtaus lasketaan siis tällä hetkellä reaktoreiden nikkelpitoisuuden sekä reaktoriin syötettävän nikkelimäärän mukaan. Jos tiedettäisiin reaaliajassa, paljonko reaktoreiden läpi virtaa liuosta, olisi pitoisuuden ennustaminen ja kiteyttimien kideäärätuoton laskeminen ja optimointi huomattavasti tarkempaa kuin tässä työssä tehty pitoisuuden ennustusmittaus. RE252:n jälkeen pumpun paine- tai imu- puolelle voitaisiin asentaa fyysinen virtausmittari, jolloin kokonaisvirtaus RE252:sta syöttöliuoksen säiliöön LS213:een tiedettäisiin koko ajan.

Työn tässä vaiheessa kaikki työkalut sekä mittaukset on tehty prosessidiagnostiikkaohjelmisto Wedgeen. Prosessinohitajien työn helpottamiseksi, ainakin pelkistämön kokonaissulfaattimäärä ja ammoniumsulfaattia sisältävät liuospintojen mittausta olisi hyvä

saada suoraan prosessinohjausjärjestelmästä DNA:lta, jotta heidän olisi helpompi reagoida eri tilanteisiin, eli esimerkiksi onko pelkistämön liuossäiliöt täynnä ammoniumsulfaattia, AMS köyhää liuosta vai molempia. Liuosmäärän mittaus DNA:lta tällä hetkellä löytyykin, mutta se ei kata kaikkia mahdollisia liuossäiliöiden pintoja, joissa ammoniumsulfaattia on. Kuvasta 51 nähdään, kuinka paljon todellisuudessa liuosta on enemmän verrattuna DNA:n liuosmittaukseen.



Kuva 51. Ammoniumsulfaattipitoiset liuosmäärät. Ylempi Wedgeen rakennettu mittaus ja alempi DNA:n tämänhetkinen liuosmäärä.

Koeajojen tuloksista voidaan päätellä, että pesut ovat pienellä huolellisuudella ja oikeanlaisella kiteyttämön tehojen nostolla mahdollista tehdä siten, että liuospinnat pysyvät maltillisena pesun ajan, sekä siten, ettei pelkistämön sulfaattimäärät nouse liiallisesti pesun aikana, parhaimmassa tapauksessa lainkaan.

LÄHDELUETTELO

- Academy of Sciences of the Soviet Union. (1969) Handbook of solubilities.
- Belohvaed, R., Klir, G.J. (2011) Concepts and Fuzzy Logic. ISBN: 978-0-262-01647-6
- Chen, G., Pham, T.T. (2000) Introduction to Fuzzy Sets, Fuzzy Logic and Fuzzy Control systems. ISBN: 0-8493-1658-8
- Harris, C.J., Moore, C.G. & Brown, M. (1993) Intelligent Control – Aspects of Fuzzy Logic and Neural Nets. ISBN: 981-02-1042-6
- Hooda, D.S., Raich, V. (2016) Fuzzy Logic Models and Fuzzy Control, An introduction. E-kirja. ISBN: 978-1-78332-281-7
- Kallionpää, T. (1996) Outokumpu Harjavalta Metals Oy. Harjavalta-Projekti. Nikkelitehdas-Pelkistämö.
- Mersman, A. (1994) Crystallization, Technology, Handbook. ISBN: 0-8247-9233-5
- Mullin, J.W. (2001) Crystallization, Fourth Edition. ISBN: 0-7506-4833-3
- Nguyen, H.T., Walker, E.A. (2000) A First Course in Fuzzy Logic, Second edition. ISBN: 0-8493-1659-6
- Nornickel. (2019) Meet Nornickel. <https://www.nornickel.com/company/>
- Marttila, M., Berg, P., Kellokumpu, M., Salonen, L., Lahtinen, J. (2016) Nornickel, työohjeet, Pelkistämö.
- Perry, J.H. (1963) Chemical Engineers' Handbook.
- Qing, Boyu (2017) Impact of Big data on Electric-power Industry

Ross, T.J. (2016) Fuzzy Logic with Engineering Applications. Fourth Edition. E-Kirja.
ISBN: 9781119235866

Salo, I. (2014) Big Data & Pilvipalvelut. ISBN: 978-952-291-032-5

Trimble. (2019) Wedge, Process Diagnostics System. <https://wedge.trimble.com/features/>

Valmet. (2019) Valmet DNA automation. <https://www.valmet.com/automation/control-systems/valmet-dna/>

Zhang, P. (2010) Advanced industrial control technology. ISBN: 978-1-43777-807-6

LIITTEET

Liite 1

t	15,00		25,00		35,00	
	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄
Wt%	2,96	40,67	33,11	0,00	0,00	44,67
	4,36	39,73	33,00	1,90	3,77	42,26
	6,99	38,19	31,85	4,46	7,23	40,37
	7,85	36,30	30,26	7,53	9,68	38,43
	9,62	31,91	28,20	10,92	10,41	37,86
	11,08	29,23	25,88	15,50	13,14	31,21
	12,98	25,86	25,87	15,51	15,44	27,65
	14,31	23,10	25,90	15,48	16,59	25,84
	15,41	21,59	25,68	15,31	17,61	24,54
	15,96	21,27	24,50	17,00	21,31	20,45
	16,52	20,61	19,11	21,10	22,86	18,76
	14,89	20,11	17,92	24,76	24,36	17,78
	13,86	9,22	14,55	29,68	25,50	15,67
	11,70	0,00	13,01	32,70	27,40	11,90
	14,66	21,31	11,50	35,10	28,70	8,90
			10,75	36,09	30,82	4,47
	14,66	21,32	7,10	39,06	33,13	0,00
	6,01	38,57	4,95	39,96	24,47	16,84
	19,64	18,02	3,98	41,14	21,68	20,17
			0,00	44,10	25,63	16,97
	11,59	0,00	3,35	41,23	19,35	23,06
	15,75	20,95	6,65	39,16	38,26	10,34
	6,01	38,56	8,00	38,70		
	0,00	42,43	14,12	27,42	24,47	16,84
			23,90	15,80		
			25,76	14,10	29,13	0,00
			24,50	12,50	30,64	6,35
			21,78	7,40	25,97	14,49
			7,87	38,25	8,47	38,44
			19,63	18,01	0,00	43,78
			25,09	13,55		
			27,19	12,63	33,08	0,00
			20,13	18,66	9,55	38,38
			21,90	0,00	0,00	44,22
			23,10	6,30	32,85	0,00

			25,10	13,60	23,45	19,06
			14,30	25,20	9,94	38,52
			7,90	38,30	0,00	44,54
			0,00	43,30		
			14,09	25,13	23,72	19,22
			38,45	7,70	9,36	38,03
			24,57	14,72	10,09	38,19
			21,71	0,00	21,56	19,97
			21,78	7,40		
			24,50	12,50		
			25,76	14,10		
			23,90	15,80		
			14,12	27,42		
			7,95	38,70		
			6,65	39,16		
			3,35	41,23		
			0,00	43,40		
			26,33	14,07		
			20,48	19,29		
			8,13	38,53		
			25,09	13,56		
			20,13	18,67		
			7,87	38,25		
			27,20	12,64		

45,00		55,00		65,00	
Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄
23,11	19,80	18,18	31,31	0,00	46,80
19,82	26,90	16,17	36,65	10,70	40,30
		17,77	32,58	16,33	36,91
12,77	37,69	14,92	37,12	18,70	29,48
11,61	37,87	36,45	16,28	26,94	9,70
22,16	22,56	31,20	0,00	31,20	0,00
		26,94	9,70	16,04	37,31
23,12	19,81	18,70	29,48		
10,11	38,55	16,33	36,91	17,56	33,45
		10,70	40,30	16,72	36,01
32,49	0,00	0,00	46,80	16,75	36,33
23,11	19,80	16,30	26,50	15,47	36,61

10,12	38,55			16,36	36,45
0,00	44,78	19,82	26,90		
		12,78	37,69		
32,25	0,00	18,18	31,31		
21,76	23,06	16,18	36,65		
11,48	38,09				
0,00	45,21	31,58	0,00		
		14,81	37,06		
		0,00	46,27		
		31,48	0,00		
12,79	37,27	17,82	32,25		
11,36	37,90	14,96	37,02		
22,77	21,14	0,00	46,41		
21,46	23,96				
19,54	27,86				
13,40	36,80				

75,00		85,00		95,00	
Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄
16,37	38,24	16,00	38,90	16,27	40,79
16,38	38,25			16,27	40,79
15,87	38,19			16,68	41,21
15,87	38,54			16,04	40,47
16,46	38,76			16,22	41,62
16,45	38,21			16,15	41,80
0,00	0,00			16,01	41,96
0,00	47,00			0,00	0,00
				0,00	47,50

