

Vesa Pitzén

## LX60 -TÄRYSEULAN KÄYTTÖÖNOTTO

Kemiantekniikan koulutusohjelma

2017

## LX60 -TÄRYSEULAN KÄYTTÖNOTTO

Pitzén, Vesa  
Satakunnan ammattikorkeakoulu  
Kemiantekniikan koulutusohjelma  
maaliskuu 2017  
Ohjaaja: Hannelius, Timo  
Sivumäärä:27  
Liitteitä: 1

Asiasanat: Seulonta, validointi, dokumentaatio

---

### TIIVISTELMÄ

Opinnäytetyön tavoitteena oli ottaa ajoon LX60 -täryseula Porin titaanidioksiditehtaassa. Seula oli asennettu Hombitan AFDC -tuotetta valmistavaan prosessilinjaan. Seulan tarkoitus on poistaa tuotevirrasta vierasesineitä, joita ei pystytä poistamaan metallinerottimella.

Hombitan AFDC -tuotetta valmistetaan GMP-säädösten edellyttämällä tavalla. GMP:llä (Good Manufacturing Practice) tarkoitetaan sääntöjä ja rajoituksia, jotka ohjaavat elintarvike- ja lääketieteellisuutta valmistamaan turvallisia, puhtaita ja tarkoitettulla tavalla toimivia tuotteita.

Työ suoritettiin tekemällä koeajoja LX60 -täryseulalla. Tarkoituksena oli löytyä seulalle ajoparametrit, joilla pystyttäisiin luotettavaan ja toistettavaan toimintaan. Ajoparametrien löytyttyä seulalle tulee suorittaa validointi, johtuen GMP-alueen säännöistä. Validointi on laadunvalvonnan työkalu.

Työlle asetettuja tavoitteita ei saavutettu tässä työssä. Suoritettiin kaksi koeajoa, joista molemmat päättyivät seulan sihtiverkon repeytymiseen lyhyen ajan sisällä. Tästä syystä seulan validointia ei pystytty suorittamaan. Tähän opinnäytetyöhön on koottu koeajoista saadut tiedot ja kokemukset, jotka auttavat tulevaisuudessa päätösten tekemistä seulaa koskien.

## TESTING LX60 -LOW PROFILE SEPARATOR

Pitzén, Vesa  
Satakunta University of Applied Sciences  
Degree Programme in Chemical Engineering  
March 2017  
Supervisor: Hannelius, Timo  
Number of pages:27  
Appendices:1

Keywords: Screening, validation, documentation

---

### ABSTRACT

The purpose of this thesis was to commission LX60 low profile separator in Pori's titanium dioxide factory. Separator is installed into Hombitan AFDC -production line. Separator was designed to separate unwanted nonmagnetic particles from the product current.

Hombitan AFDC -product is manufactured under GMP-regulations. GMP- (Good Manufacturing Practice) regulations are a group of principles and guidelines designed to instruct foodstuff- and pharmaceutical industry on how to make safe, pure and efficient products.

Thesis was carried out by doing a set of test-runs on LX60 low profile separator. Objective was to find optimal settings for the separator in order to keep the process flow uninterrupted. After finding such settings the separator was also to be validated since it is located in GMP-production area. Validation is a form of quality assurance.

Objectives of this thesis were not reached. During two test-runs separators screen was torn in short order on both occasions. For this reason the validation was never carried out. Result of this thesis was the compiling of data and experiences in order to set up future endeavors with the separator.

# SISÄLLYS

1.JOHDANTO.....	5
2.TEORIA.....	6
2.1. Titaanidioksidin valmistus sulfaattimenetelmällä.....	6
2.1.1. Raaka-aineet.....	6
2.1.2. Ilmeniitin kuivaus&jauhatus, reaktio, haihdutus ja saostus.....	6
2.1.3. Puhdistus, kalsinointi ja loppukäsittely.....	7
2.1.4.Titaanidioksidin ominaisuudet ja käyttö.....	7
2.2.Jauhatus ja seulonta.....	8
2.2.1.Jauhatus.....	8
2.2.2.Seulonta.....	9
2.3. LX60 -täryseula.....	15
2.4. Good Manufacturing Practice (GMP).....	16
3.LX60 -TÄRYSEULAN KOEAJON SUUNNITTELU JA JÄRJESTÄMINEN.....	18
3.1. Tavoitteet.....	18
3.2. Koeajojen suunnittelu.....	18
3.3. Ensimmäinen koeajo.....	19
3.4. Toinen koeajo.....	20
4.HUOMIOITAVAA SEURAAVAA KOEAJOA AJATELLEN.....	22
5.POHDINTAA TYÖN TULOKSISTA.....	24

## LIITTEET

Liite1 Brynolf-Grönmark, käyttöönottoraportti

## 1. JOHDANTO

Porin titaanidioksiditehtaan Hombitan AFDC -tuotetta valmistavaan linjaan asennettiin LX60 -täriseula keväällä 2015. Seula sijoitettiin tuotantolinjaan edeltämään pakkaussiiloa ja metallinerotinta. Seulan tehtävänä oli erottaa tuotevirrasta vierasesineitä, joita metallinerotin ei kykenisi poistamaan. Seula ei kuitenkaan toiminut halutulla tavalla ja jouduttiin ottamaan pois ajosta. Vuoden 2016 alkupuolella päätettiin jatkaa seulan käyttöönottoa.

Hombitan AFDC on anataasipigmenti, jota valmistetaan GMP-säädösten edellyttämällä tavalla. Hombitan AFDC -tuotetta käytetään elintarvike-, kosmetiikka- ja lääketeollisuuden raaka-aineena. Termillä GMP (Good Manufacturing Practice) tarkoitetaan sääntöjä ja rajoituksia, jotka ohjaavat elintarvike- ja lääketeollisuuden tuotteiden valmistusta. GMP-säädösten tarkoitus on varmistaa, ettei kuluttajille päädy vaarallisia tai haitallisia tuotteita. GMP-säädösten toteutumisen voi näyttää toteen prosessin validoinnilla, joka on laajaan dokumentaatioon perustuva laadunvarmistuksen keino.

Opinnäytetyön tavoitteena on ottaa LX60 -täriseula osaksi Hombitan AFDC -tuotteen valmistusprosessia, hakea seulalle jatkuvaan tuotantoon soveltuvat ajoparametrit ja laatia dokumentaatio osoittamaan, että muutokset tuotantoon noudattavat asetettuja GMP-säädöksiä. Työ toteutetaan suorittamalla tarvittava määrä koeajoja LX60 -täriseulalla, kunnes luotettavat ajoparametrit on löydetty. Tässä raportissa käsitellään titaanidioksidin valmistusta yleisesti, GMP:tä ja LX60 -täriseulan ominaisuuksia. Opinnäytetyöhön on liitetty LX60 -täriseulan valmistajan, Brynolf-Grönmarkin, raportti, josta käy ilmi valmistajan huomiot seulan ensimmäisestä käyttöönotosta.

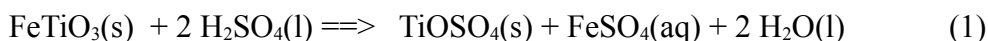
## 2. TEORIA

### 2.1. Titaanidioksidin valmistus sulfaattimenetelmällä

#### 2.1.1. Raaka-aineet

Ilmeniitti on yleisin titaanimalmi ja titaanidioksidin valmistuksen pääraaka-aine. Ilmeniitti on väriltään mustaa ja sillä on metalleille tyypillinen kiilto. Puhtaan ilmeniitin molekyylikaava on  $\text{FeTiO}_3$ , mutta sitä esiintyy tyypillisesti sekoittuneena muihin metalleihin kuten magnesiumiin ja mangaaniin. /1/

Valmistettaessa Titaanidioksidia sulfaattimenetelmällä, ilmeniitti reagoi vahvan rikkihapon kanssa:



#### 2.1.2. Ilmeniitin kuivaus&jauhatus, reaktio, haihdutus ja saostus

Raaka-aineena käytettävä ilmeniitti kuivataan, jauhetaan ja sekoitetaan vahvan rikkihapon kanssa. Seosta lämmitetään, kunnes saavutetaan lämpötila, jossa ilmeniitti ja rikkihappo reagoivat muodostaen titanyylisulfaattia. Saatu titanyylisulfaatti liuotetaan veteen ja rikkihappoon. Liuoksen sisältämät kolmenarvoiset rautaionit pelkistetään romuraudalla kahdenarvoisiksi. Pelkistetty liuos suodatetaan liukenemattomien epäpuhtauksien erottamiseksi. Liuos jäädytetään jolloin sivutuotteena muodostuu kiteistä ferrosulfaattia. /2/

Ferrosulfaatti erotetaan tuotevirrasta ja saatu liuos väkevöidään haihduttamalla. Seuraavaksi liuksesta erotetaan titaanihydraatti saostamalla ja suodattamalla. Jäljelle jäänyt liuos sisältää sulfaatteja ja rikkihappoa, joka palautetaan väkevöinnin ja puhdistuksen jälkeen aiempaan prosessivaiheeseen. /2/

### 2.1.3. Puhdistus, kalsinointi ja loppukäsittely

Saostuksessa erotettu titaanihydraattimassa pestään epäpuhtauksien erottamiseksi. Pesty titaanihydraattimassa syötetään kalsinointiuuniin, missä tuote saavuttaa lopullisen kiderakenteensa. Tuote jäädytetään ja jauhetaan haluttuun, käyttötarkoitusta vastaavaan kokoon. Jauhettuun titaanidioksidein lisätään käsittelykemikaaleja, haluttujen ominaisuuksien saavuttamiseksi. /2/

Tässä työssä keskitytään tarkastelemaan Hombitan AFDC -tuotetta, joka valmistetaan anataasista. Hombitan AFDC:ta valmistetaan noudattaen GMP-säädöksiä, eikä siihen lisätä pintakäsittelykemikaaleja. /10/

### 2.1.4. Titaanidioksidin ominaisuudet ja käyttö

Titaanidioksidia käytetään yleisimmin valkoisena pigmenttinä useissa teollisuuden tuotteissa, kuten painoväreissä, maaleissa, muoveissa sekä elintarvike-, lääke- ja kosmetiikkateollisuudessa väriaineena. Titaanidioksilla on korkea taittokerroin, minkä ansiosta pienillä määrillä pigmenttiä saadaan korkea peittokyky. Titaanidioksidi kestää myös hyvin ultravioletti-säteilyn aiheuttamaa värjäytymistä.

/3/

Yleisimmät titaanidioksidin mineraalit ovat rutiili, anataasi ja brookiitti. Nämä mineraalit eroavat toisistaan kiderakenteeltaan, molekyylikaavan ollessa sama, eli ne ovat polymorfisia. Rutiili on näistä mineraaleista yleisin. /4/ Euroopan union alueella ainoastaan anataasi-pohjaisia pigmenttejä sallitaan käytettävän väriaineena elintarvikkeissa /5/.

## 2.2. Jauhatus ja seulonta

### 2.2.1. Jauhatus

Jauhatuksella tarkoitetaan murskatun, vielä melko karkean, tuotteen hienontamista, yleensä myllyn avulla. Materiaalien jauhaminen pienemmäksi vaatii energiaa riippuen aineen kovuudesta. Jauhaminen ei ole kovin energiatehokasta ja tärkeää onkin mitoittaa jauhamiseen tarvittava energia mahdollisimman tarkasti. /12/

Jauhamiseen tarvittavaa energiaa arvioitaessa, käyttöön on vakiintunut Kickin, Rittingerin ja Bondin yhtälöt, ks. kaava (2). Kaikissa yhtälöissä oletetaan että jauhamiseen vaadittava energia noudattaa seuraavaa riippuvuutta:

$$\frac{dE}{dL} = KL^n \quad (2)$$

,missä dE on jauhamiseen vaadittava energia [J]

dL on muutos kappaleen läpimitassa [m]

L kappaleen läpimitta [m]

K on vakio

n on vakio

Kickin yhtälössä oletetaan vaadittavan energian riippuvan suoraan jauhettavan materiaalin läpimitan muutoksesta. Tällöin yhtälöön (2) vakion n paikalle sijoitetaan -1 ja vakion K paikalle  $K_k f_c$ . Yhtälö integroidaan, jolloin saadaan:

$$E = K_k f_c \log_e \left( \frac{L_1}{L_2} \right) \quad (3)$$

,missä  $K_k$  on Kickin vakio

$f_c$  on materiaalista riippuva puristuslujuus [Pa]

$L_1$  ja  $L_2$  läpimitta ennen ja jälkeen jauhamisen

Rittingerin yhtälössä taas oletetaan, että vaadittava energia riippuu suoraan jauhettavan materiaalin ominaispinta-alan muutoksesta. Sijoitetaan yhtälöön (2) n:n paikalle -2 ja K:n paikalle  $K_r f_c$ , integroidaan, jolloin saadaan:



$$E = K_r f_c \left( \frac{1}{L_2} - \frac{1}{L_1} \right) \quad (4)$$

,missä  $K_r$  on Rittingerin vakio

Kokeellisesti on huomattu, että Kickin yhtälö on hyvä arvio energian tarpeesta, kun jauhetaan karkeaa materiaalia ja ominaispinta-alan muutos suhteessa jauhettavan materiaalin massaan on pieni. Hienoa ainetta jauhettaessa Rittingerin yhtälö antaa paremman arvion energian tarpeesta, kun ominaispinta-alan muutos massaa kohden on suuri. /12/

Bondin yhtälö on kompromissi Kickin ja Rittingerin yhtälöiden välimaastossa. Siinä energian tarvetta arvioidaan lähtökohdasta, jossa raekooltaan äärettömän suuri kappale jauhetaan  $100\mu\text{m}$ :n läpimittaan. Bondin yhtälö esitetään seuraavalla tavalla:

$$E = E_i \left( \frac{100}{L_2} \right)^{(1/2)} \left[ 1 - \left( \frac{1}{q^{(1/2)}} \right) \right] \quad (5)$$

,missä  $E_i$  on Work Index, joka kuvaa energiantarvetta kun äärettömän suuri kappale jauhetaan  $100\mu\text{m}$ :n läpimittaan.

$q$  on suhde  $L_1/L_2$

Kickin, Rittingerin ja Bondin yhtälöt ovat hyödyllisiä arvioitaessa jauhamiseen tarvittavan energian määrää. Ne perustuvat kokeilemalla saatuun tietoon. Kulloistakin tilannetta parhaiten vastaava yhtälö valitaan riippuen jauhettavasta materiaalista ja hienonustarpeesta. /12/

### 2.2.2. Seulonta

Seulonta on mekaanisen erottamisen keino, jossa karkeampi jae erotetaan hienommasta. Yleisesti puhutaan alitteesta (hienempi jae) ja ylitteestä (karkea jae). Seulonnassa tuotevirta ohjataan seulontapinnalle, yleensä sihtiverkko/kangas, jolloin seulontapinnan silmäkokoja pienemmät kappaleet läpäisevät sen. Hiukkasten todennäköisyyttä läpäistä seulontapinta edistetään altistamalla seulottava tuote mekaaniselle tärinälle. Sihtiverkkoja voidaan käyttää seulonnassa useampiakin

peräkkäin tehokkuuden parantamiseksi. Ajava voima seulonnassa on painovoima. Seulonta voidaan suorittaa sekä kuivalle että märälle materiaalille. Märkäseulonnassa materiaalin tulee olla veteen liukenematonta ja kestää vähintään 110 celsiusen lämpötilaa muuttumattomana eikä se saa laajeta kostuessaan. Seulonnan tavoitteet vaihtelevat prosessivaiheesta riippuen. Seulonnalla voidaan erottaa kaikkein karkein jae ennen murskausta ja hienonnusta. Seulonnalla voidaan estää ylitteen pääsy seuraavaan prosessi/hienonnusvaiheeseen. Seulonnalla voidaan säädellä lopputuotteen hiukkaskokoa. /16/, /13/

Seulottavan materiaalin raekokojakauma voidaan selvittää seula-analyysillä. Seula-analyysissä materiaalin annetaan läpäistä sarja sihtiverkkoja, jonka jälkeen seuloille jääneet jaketaan punnitaan. On olemassa standardoituja seulasarjoja, joissa sihtiverkon silmäkoko pienenee tietyssä suhteessa edelliseen nähden, esimerkiksi Tylerin seulasarja. Seula-analyysin tulokset esitetään taulukossa, jonka vasemmassa sarakkeessa on seulan koko ja oikealla on sihtiverkolle jääneen materiaalin massa tai massa-osuus. /13/

**Table 3.1. Calculation sheet for sieve analysis**  
Weight of dry sample—1000 gm

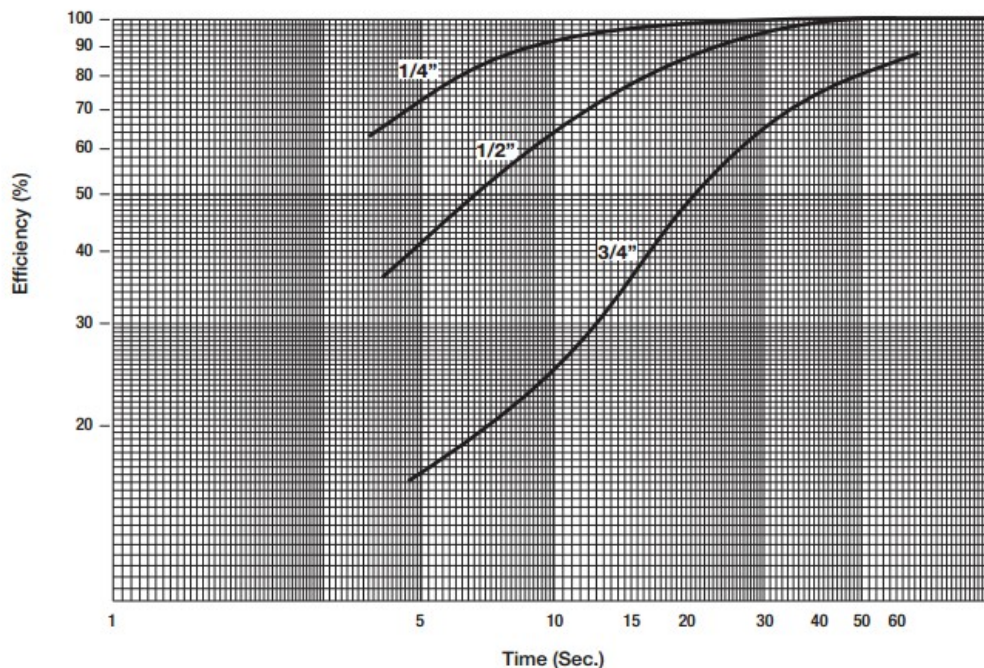
S. No.	IS sieve	Particle size (D) in mm	Weight retained (gm)	Percentage retained	Commulative retained	%. finer (N)
1.	100 mm	100 mm	—	—	—	100
2.	63 mm	63 mm	2	0.2	0.2	99.8
3.	20 mm	20 mm	40	4.0	4.2	95.8
4.	10 mm	10 mm	33	3.3	6.5	93.5
5.	4.75 mm	4.75 mm	49	4.9	11.4	88.6
6.	2 mm	2 mm	87	8.7	20.1	79.9
7.	1 mm	1 mm	96	9.6	29.7	70.3
8.	600 micron	0.6 mm	140	14.0	43.7	56.3
9.	425 micron	0.425 mm	170	17.0	60.7	39.3
10.	300 micron	0.300 mm	93	9.3	70.0	30.0
11.	212 micron	0.212 mm	85	8.5	78.5	21.5
12.	150 micron	0.150 mm	33	3.3	81.8	18.2
13.	75 micron	0.075 mm	56	5.6	87.4	12.6
14.	Pan	—	116	—	—	—
			1000 gm			

Kuva 1 Seula-analyysin tulokset esitettyinä taulukossa. /15/

Seula-analyysin tarkoituksena on löytää sihtiverkko, jonka ennalta määrätty osuus, esimerkiksi 85%, tuotteesta läpäisee. Teollisuudessa tuotteen tilaaja määrittelee laatuvaatimuksissaan hiukkaskoon, johon jauhatuksella ja seulonnalla pyritään.

Seulonnan tehokkuuteen vaikuttaa useat tekijät. Mikäli seulottava materiaali muodostaa hyvin epäsäännöllisiä kiteitä pallomaisten sijasta, hiukkasten todennäköisyys läpäistä seulontapinta laskee. Jotkin, etenkin hienoksi jauhetut, materiaalit ovat taipuvaisia muodostamaan agglomeraatteja, jotka tukkivat helposti seulontapinnan aukkoja laskien tehokkuutta. Seulan tärinän intensiteetillä ja frekvenssillä voidaan vaikuttaa seulonnan tehokkuuteen ja tietyissä seulatyypeissä myös seulontapinnan kaltevuuteen voidaan vaikuttaa. Sihtiverkon materiaali vaikuttaa myös seulonnan tehokkuuteen, sillä sihtiverkon silmien koko kasvaa käyttöiän myötä, johtuen mekaanisesta rasituksesta. Seulontapinta tulee myös säännöllisesti puhdistaa ja tarvittaessa vaihtaa uuteen. /14/

Tärkeimmät muuttujat tuotteen seulottavuutta arvioitaessa ovat kapasiteetti ja erotustehokkuus. Seulan kapasiteetti ilmoitetaan tuotevirran massana aikayksikköä kohden (tuotetonni/tunti). Erotustehokkuudella taas tarkoitetaan alitteen massan suhdetta koko syötön massaan eli seulan kyky erottaa ali- ja ylikokoiset hiukkaset toisistaan. Nämä muuttajat ovat toisistaan riippuvaisia ja yleensä kapasiteetin kasvattaminen johtaa erotustehokkuuden laskuun. Seulottavuutta voidaan arvioida testillä, jossa erotustehokkuutta mitataan ajan funktiona. /14/



Kuva 2 Seulottavuustesti erilaisilla tuotekerroksen paksuuksilla /14/

Kuvasta (2) nähdään, että erotustehokkuus kasvaa retentioajan, aika jonka tuote viipyy seulalla, kasvaessa. Huomataan myös, että retentioaika kasvaa tuotekerroksen paksuuden kasvaessa, mikäli tehokkuus halutaan pitää vakiona. /14/

Tuotekerroksen paksuuden vaikutusta seulottavuuteen voidaan arvioida seuraavan yhtälön avulla:

$$d = \frac{400F}{pVW} \quad (6)$$

, missä d on tuotekerroksen paksuus [m]

F on syötön suuruus [t/h]

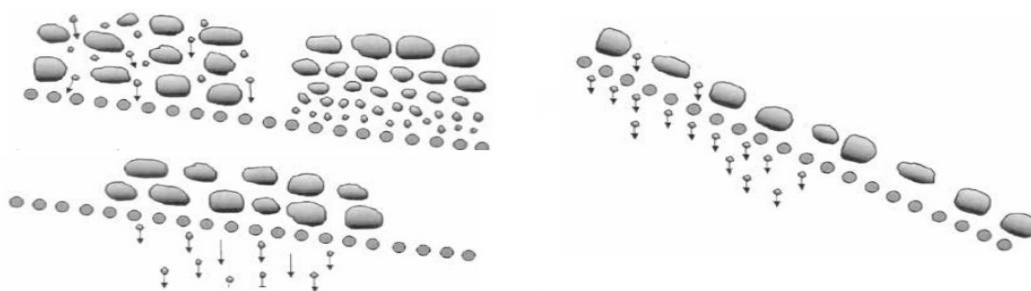
p on syötön tiheys [kg/m<sup>3</sup>]

V on syötteen nopeus seulalla [m/s]

W on seulontapinnan leveys [m]

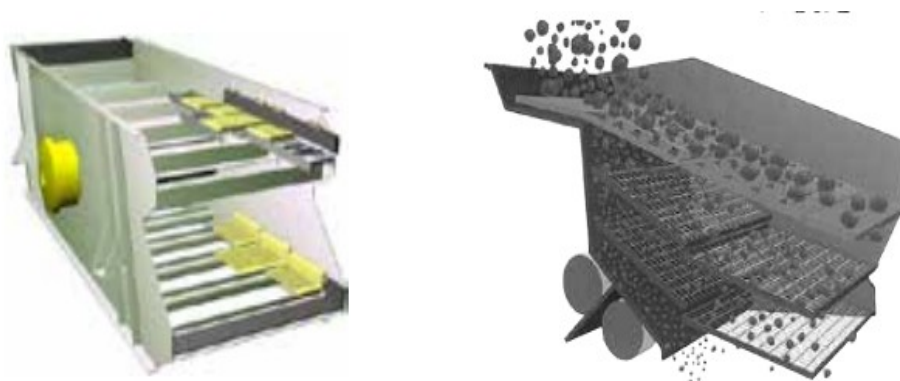
Yhtälöstä (6) nähdään että tuotekerroksen paksuus on suoraan verrannollinen syötön suuruuteen ja kääntäen verrannollinen nopeuteen. Seulottavuuden kannalta onkin oleellista syötön tasaisuus, mihin voidaan vaikuttaa erilaisilla kuljettimilla. /14/

Erilaisia seulatyyppjejä on useita ja sopiva tulisikin valita seulonnan tavoitteen ja seulottavan materiaalin perusteella. Seulojen erotuskyky voi perustua joko kerrostumiseen tai vapaapudotukseen. Kerrostumiseen perustuvassa seulonnassa materiaalia kertyy seulontapinnalle, jota tärisyttämällä hiukkasten välinen kitka pienenee ja hienompi jae pääsee liikkumaan karkeamman jakeen lomitse. Kerrostumiseen perustuvilla seuloilla saavutetaan hyvä erotustehokkuus. Kun seulontapinnan kaltevuus on luokkaa 10-30 astetta, seulottava materiaali ei pääse kerrostumaan. Tällä tavoin saavutetaan suurempi kapasiteetti. (Sandgren,Berglind&Modigh 2015, 86-90)



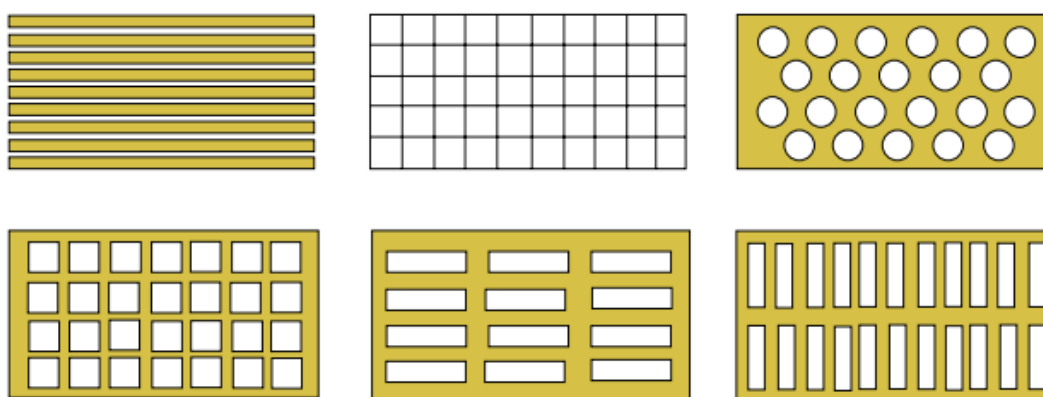
Kuva 3 Vasemmalla erotus kerrostavalla seulalla, oikealla seulonta vapaapudotuksessa. /17/

Seulontalaitteisto voidaan luokitella myös seulontapinnan kallistuskulmien lukumäärän perusteella. Yleisin käytetty tyyppi on yhden kallistuskulman kerrostava seula. Kallistuskulmia lisäämällä voidaan yhdistellä kerrostavan - ja vapaapudotus -seulonnan etuja toisiinsa ja saavuttaa kompromissi kapasiteetin ja erotustehokkuuden välillä. Vapaapudotukseen perustuvat seulat ovat tyyppisiä, kun seulonnasta saatava ylite kierrätetään takaisin aikaisempaan prosessivaiheeseen. (Sandgren ym. 2015)



Kuva 4 Vasemmalla yhden kallistuskulman kerrostava seula, oikealla kahden kallistuskulman vapaapudotusseula./17/

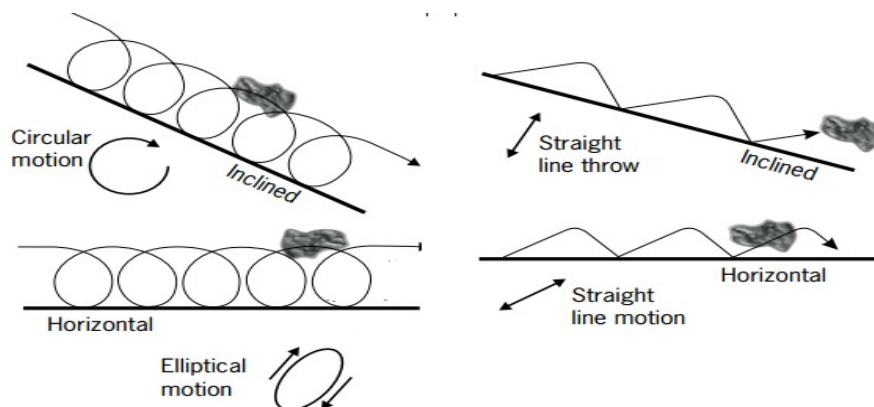
Seulontapintaa valittaessa tulee ottaa huomioon seulontapinnan aukkojen koko ja muoto sekä seulontapinnan paksuus. Aukkojen koko määritellään tapauskohtaisesti ja se voi vaihdella välillä syötteen koko + 5-30%, joista skaalan alkupäähän sijoittuvat koot soveltuvat sihtiverkoille ja yläpähän sijoittuvat koot soveltuvat seulontapaneeleille. Seulontapinnan aukot ovat tyypillisesti neliön muotoisia, mutta myös muita muotoja käytetään tapauskohtaisesti. Seulontapinnan paksuudella on vaikutusta kapasiteettiin, erotustehokkuuteen, käyttöikään ja seulontapinnan tukkeutumiseen. Ohuella seulontapinnalla kapasiteetti ja erotuskyky paranevat, käyttöikä pienentyessä ja taipumus tukkeutumiseen kasvaa. Seulontapinnan ei tulisi olla haluttua tuotekokoa paksumpi. (Sandgren ym. 2015)



Kuva 5 Erilaisia seulontapintoja. /17/

Seulontapinnan värinällä edistetään hiukkasten todennäköisyyttä läpäistä seulontapinta ja toisaalta värinä ehkäisee seulontapinnan tukkeutumista. Värisevä

liike on joko suoraviivaista edestakaisin liikettä tai ympyrämäistä. (Sandgren ym. 2015)



Kuva 6 Seulontapinnan värinäliikkeen vaikutus hiukkaseen. /17/

### 2.3. LX60 -täryseula



Kuva 7 LX60 täryseula.

LX60 -täryseulalla voidaan erottaa kiinteitä partikkeleita nesteestä, hieno jae karkeasta ja vierasesineet tuotevirrasta. Tässä työssä seulan tehtävä on viimeisenä mainittu. Seula koostuu 1,5 metriä leveästä teräskehystä ja seularaamien väliin asetetusta sihtiverkosta. Seulassa on kaksi tärymoottoria, joiden kallistuskulmaa ja

tehoa voidaan säädellä. Kallistuskulmaa säätelemällä voidaan muuttaa seulontakuviota. (Brynolf-Grönmark 2016, 3.)

LX60 -täryseulalla karkeampi jae voidaan poistaa ylitteenä seulasta. Tässä työssä seulan vaippa on kuitenkin umpinainen, sillä seulaan syötettävä tuote on jo valmiiksi jauhettua. Lisäksi tarkoituksena on, että ylite sisältää ainoastaan tuotteeseen kuulumattomia vierasesineitä, joten ylitteen kierrättäminen takaisin prosessiin on siten mahdoton ajatus.

Opinnäytetyön loppuun on liitetty, ks liite 1 LX60 -täryseulan käyttöönotto, laitteen valmistajan, Brynolf-Grönmarkin, raportti LX60 -täryseulan käyttöönotosta. Valmistaja huomioi, että tuotteella on taipumus muodostaa kokkareita, mikä on erityisen ongelmallista seulomisen kannalta. Tähän ratkaisuksi ehdotetaan muovirenkaista koottua rengasta sihtiverkon päälle. Raportissa todetaan myös, että seulan kapasiteetti jäi kunnolla testaamatta, sillä käyttöönoton aikana vain toinen rengasmyllyistä oli ajossa ja tuotantokapasiteetti oli siten alhaisempi kuin normaalisti.

#### 2.4. Good Manufacturing Practice (GMP)

GMP:llä tarkoitetaan säädöksiä, jotka velvoittavat lääke- ja elintarviketeollisuuden tuotteiden valmistajia, toimittajia ja jälleenmyyjiä kaikissa tuotannon vaiheissa. Säädökset on kehitetty varmistamaan että tuotteet ovat puhtaita, turvallisia ja toimivat tarkoitetulla tavalla. GMP-säädösten tarkoitus on ohjata tuotteen valmistajia tuotannon jokaisessa vaiheessa suunnittelemaan toimintansa niin, että mahdolliset virheet ja kontaminaatoriskit minimoidaan. Päämääränä on varmistaa ettei kuluttajille päädy vaarallisia tai viallisia tuotteita. /6/

Käytännön tasolla GMP-säädökset vaikuttavat ainakin seuraaviin asioihin. Laitteiston ja työkalujen materiaalien tulee olla sellaisia, etteivät ne aiheuta tuotteessa kemiallisia muutoksia. Lisäksi laitteisto tulee suunnitella tavalla, joka



estää lian ja kemikaalien pääsyn tuotteeseen. Tuotantilojen siisteydestä tulee huolehtia ja alueella toimivien työntekijöiden tulee käyttää asianmukaisia suojarusteita. Tuotantotiloissa tupakointi, syöminen ja juominen on ehdottomasti kielletty. Työnantajan tulee huolehtia että jokainen työntekijä ymmärtää GMP-säädökset ja järjestää tarvittaessa perehdytys henkilöstölle. Prosessin tulee valmistaa toistettavasti laadukasta tuotetta ja jokainen muutos prosessiin tulee arvioida, perustella ja dokumentoida. Työntekijöillä tulee olla saatavilla yksiselitteiset ohjeet prosessin toiminnasta. Jokainen näytteenotto tulee kirjata ja päivätä, jotta testattu erä voidaan tarvittaessa jäljittää. Tuotteet ja raaka-aineet tulee merkitä selkeästi ja ne tulee varastoida tilassa, jossa lämpötilan muutokset, kosteus ja taudin aiheuttajat eivät pääse vaikuttamaan niihin. Valmis tuote tulee merkitä tarralla, josta käy ilmi tuotteen nimi, sen koostumus, panosnumero, käyttötarkoitus ja tarvittavat varoitusmerkit. /9/

Prosessin validoinnilla voidaan osoittaa, että tuotteen valmistuksessa on noudatettu kaikkia GMP-säädöksiä. Validointi tapahtuu luomalla dokumentoidut todisteet, joista käy ilmi kaikki GMP-säädösten alla olevan tuotannon toiminnot. Dokumentoinnissa tulee ottaa huomioon seuraavia asioita. Dokumentit allekirjoittaa ja päivää vastuuhenkilö, joka on tarkoin perehtynyt GMP-säädöksiin ja ymmärtää ne. Dokumenttien täytyy olla selkeitä ja niiden tarkoituksen on käytävä ilmi otsikosta. Dokumentit tulee tarkastaa ja päivittää tarpeen tullen ja vanhentuneet dokumentit tulee poistaa käytöstä ristiriitojen välttämiseksi. Muutokset ja korjaukset dokumentteihin tulee allekirjoittaa ja päivätä ja muutosten syy tulee ilmoittaa. Dokumentit tulee säilyttää paikassa, jossa niihin pääsee käsiksi vain GMP-toimintaan nimitetyt luottamushenkilöt. Kaikki GMP-säädösten alla olevan tuotannon toiminnot ja tiedot tulee olla jäljitettävissä. /9/

### 3. LX60 -TÄRYSEULAN KOEAJON SUUNNITTELU JA JÄRJESTÄMINEN

#### 3.1. Tavoitteet

Työn tavoitteena oli ottaa LX60 -täryseula osaksi prosessia, jossa valmistetaan Hombitan AFDC -anataasituotetta, jota valmistetaan GMP-säädösten mukaisesti. Tarkoituksena oli hakea LX60 -täryseulalle ajoparametrit, joilla pystyttäisiin luotettavaan ja toistettavaan toimintaan. LX60 -täryseulan tehtävä prosessissa on erottaa tuotevirrasta vierasesineet, joita metallinerottimella ei kyetä poistamaan. Koska LX60 -täryseula on asennettu alueelle, jossa tuotanto tapahtuu GMP-säädösten edellyttämällä tavalla, tulee uudelle laitteelle laatia myös validointidokumentaatio.

#### 3.2. Koeajojen suunnittelu

Koeajojen suunnittelu aloitettiin vuoden 2015 lopussa. Suunnitteluun osallistuivat Jyrki Laitinen, Kai Palenius, Kari Kalliomäki ja Vesa Pitzén. Suunnittelussa keskityttiin pohtimaan mitkä asiat olivat aiheuttaneet epäonnistumisia, kun seula otettiin ajoon ensimmäisen kerran keväällä 2015.

LX60 -täryseulaa ajettaessa tuotannossa ensimmäistä kertaa, suurimmaksi ongelmaksi nousi seulan tukkeutuminen. Tuote jäi makaamaan seulan sihtiverkon päälle, kunnes lopulta seula täyttyi tuotteesta ja se täytyi tyhjentää. Oletusarvoisesti kaiken tuotteen tulee läpäistä sihtiverkko ja vain vierasesineiden tulisi jäädä sihtiverkon päälle.

Seulan tukkeutuessa havaittiin, että seulan kannella olevat neopreeniset tarkastusluukkujen suojakannet murenivat ja sekoittuivat tuotteeseen. Päätettiin hankkia kyseisien suojakansien tilalle teräksiset kannet neopreenitiivisteellä. Uudet suojakannet soveltuvat GMP-tilassa käytettäväksi.

Arveltiin, että seulan tukkeutuminen voitaisiin estää käyttämällä seulassa sihtiverkkoa, jonka silmäkoko olisi suurempi. Tilattiin sihtiverkko viiden millimetrin silmäkoolla, kun aiempi verkko oli silmäkooltaan kaksi millimetriä.

Suunniteltiin alustavasti LX60 -täryseulan moottoreiden asetusten optimointia. Arveltiin että seulontakuviota muuttamalla päästäisiin parempiin tuloksiin.

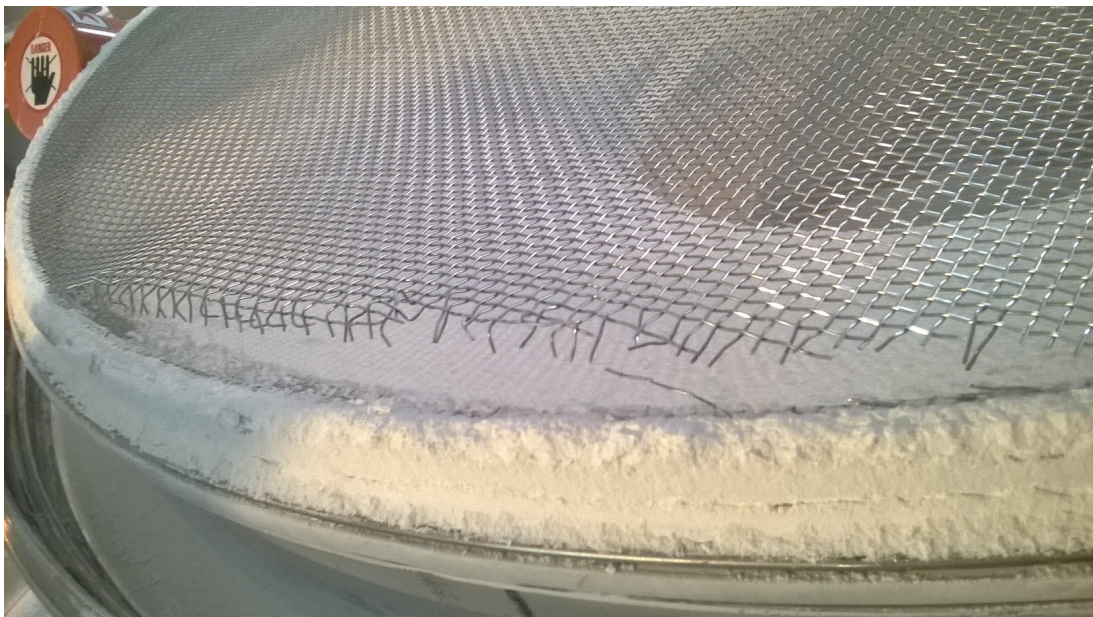
### 3.3. Ensimmäinen koeajo

Tilatut tuotteet saapuivat tehtaalle helmikuun loppupuolella. Sihtiverkkoja toimitettiin tehtaalle väärinkäsityksen vuoksi kaksi. Suojakannet asennettiin paikoilleen välittömästi. Sihtiverkko asennettiin paikoilleen oman kunnossapitoväen toimesta helmikuun viimeisenä päivänä ja koeajo voitiin aloittaa.



Kuva 8 Rikkoutuneen sihtiverkon keskiosa.

Tulokset ensimmäisten tuntien aikana olivat lupaavia, sillä tuote läpäisi sihtiverkon hyvin. Kuitenkin 24 tunnin kuluttua sihtiverkon asentamisesta se havaittiin revenneeksi sekä verkon keskiosista että sen ulkokehältä. Lisäksi huomattiin seulan keskiön kiristävän mutterin irronneen. Tuotanto pysäytettiin välittömästi laiterikon tultua ilmi ja rikkoutunut sihtiverkko poistettiin laitteesta.



Kuva 9 Rikkoutuneen sihtiverkon ulkokehä.

#### 3.4. Toinen koeajo

Pohdittiin syitä ensimmäisen koeajon epäonnistumiselle. Otettiin yhteyttä täryseulan valmistajaan, Brynolf-Grönmarkkiin, ja tiedusteltiin asiasta heidän näkemystään. Valmistaja arveli syyn piilevän täryseulan kiristyspannan virheellisestä kiristyksestä. Huomio kiinnittyi myös irronneeseen keskiökiristysmutteriin, jonka arveltiin vaikuttaneen sihtiverkon repeytymiseen.

Asiaa pohdittaessa tehtaan oman kunnossapitoväen kanssa, joka oli sihtiverkon paikoilleen asentanut, havaittiin että asennuksessa käytetty keskiökiristyssarja ei ollut laitteen alkuperäinen. Kun alkuperäistä keskiökiristyssarjaa ei pystytty paikantamaan, päätettiin tilata uusi keskiökiristyssarja Brynolf-Grönmarkilta.

Uudet osat saapuivat tehtaalle huhtikuussa. Aiemmin vahingossa toimitettu sihtiverkko asennettiin paikoilleen. Täryseulan moottoreiden tehoasetus asetettiin tasolle 60%. Aloitettiin 2. koeajo. Jälleen, tulokset ensimmäisten tuntien aikana olivat lupaavia. Kuitenkin 24 tunnin kuluttua koeajon alkamisesta sihtiverkko havaittiin rikkoutuneeksi. Vauriot olivat yhteneviä edellisen sihtiverkon kanssa.

Rikkoutunut sihtiverkko poistettiin välittömästi laitteesta. Päätös seuraavasta koeajosta ja sen mahdollisesta toteutustavasta lykättiin myöhemmäksi.

#### 4. HUOMIOITAVAA SEURAAVAA KOEAJOA AJATELLEN

Kaksi ensimmäistä koeajoa päättyi sihtiverkon rikkoutumiseen lyhyessä ajassa ja vauriot sihtiverkkojen välillä olivat keskenään hyvin samankaltaisia. Todettiin ettei vaurioiden syytä pystytä osoittamaan tarkalleen. Epäilyt kohdistuvat täryseulan kiristyspannan kiristämiseen ja toisaalta sihtiverkon keskiön kiinnitykseen.

Mikäli koeajoja LX60 -täryseulalla halutaan jatkaa, esitetään vaihtoehdoksi uuden sihtiverkon tilaamista asennettuna. Brynolf-Grönmarkin edustaja asentaisi sihtiverkon paikoilleen ja mukaan otettaisiin tehtaan omaa kunnospitoväkeä seuraamaan ja auttamaan asennuksessa, ettei jatkossa törmättäisi samoihin ongelmiin.

Huomionarvoista on myös sihtiverkon silmäkoon määrittäminen. Koeajoissa käytettyä 5 millimetrin silmäkokoä pidettiin varsin suurena. Täryseulan kyky erottaa vierasesineet tuotevirrasta kyseenalaistuu silmäkoon ollessa liian suuri. Toisaalta, valittaessa liian pieni silmäkoko tuote kasaantuu sihtiverkon päälle tukkien seulan. Keskeistä onkin valita sopiva sihtiverkko, joka ei aiheuta katkoksia tuotantoon ja joka silti kykenee erottamaan vierasesineitä tuotevirrasta.

Seulaa otettaessa ajoon ensimmäisen kerran, suurimpana ongelmana pidettiin tuotteen taipumusta agglomeroitua, eli tuote muodostaa kokkareita, mikä on tyypillistä hyvin hienoksi jauhetuilla aineilla. Anataasi jauhetaan rengasmyllyillä niin pieneen hiukkaskokoon, että sen tulisi läpäistä sihtiverkko ongelmitta, mutta anataasin muodostamat kokkareet jäävät makaamaan sihtiverkon päälle tukkien koko seulontapinnan. Jatkossa tulisikin pohtia keinoja estää agglomeraatio tai toisaalta menetelmiä, joilla muodostuneita kokkareita voitaisiin hajottaa. Seulan valmistaja ehdottaa käyttöönottoraportissa (liite 1), että sihtiverkon päälle voitaisiin asettaa muovirenkaista tehty rengas, joka liikkeessaan sihtiverkon päällä hajoittaisi muodostuneita kokkareita.

Pääsyynä kokkareiden muodostumiselle ,kuivissa, jauhomaisissa aineissa, pidetään Van der Waalsin voimia. Van der Waals -voimia esiintyy varauksettomien atomien, molekyylien ja hiukkasten välillä. Tarkemmin, Van der Waalsin voimista erityisesti Londonin dispersiovoima aiheuttaa vetovoiman kahden varauksettoman atomin välillä. Kuitenkin, Londonin VDW -voima pätee vain atomeille ja molekyyille. Tarkasteltaessa varauksettomien hiukkasten välisiä vetovoimia, on kehitetty Lifshitzin VDW -voima:

$$F_{\text{vdw}} = \frac{h\omega}{12\pi x^2} \left( \frac{d_1 \cdot d_2}{d_1 + d_2} \right) \quad (7)$$

, missä  $F_{\text{vdw}}$  on Lifshitzin Van der Waals -voima [N]

$h\omega$  on Lifshitzin vakio [J]

$x$  hiukkasten välinen etäisyys [m]

$d_1$  ja  $d_2$  ovat hiukkasten halkaisijat [m]

Kaavassa (6) hiukkaset oletetaan täydellisen pallomaisiksi. Haastavaa käytännön sovellusten kehittämisessä agglomeraattien hajottamiseksi, on realististen mallien kehittäminen. Vaihtelut hiukkaskokojakaumassa ja hiukkasten ominaispinta-alassa vaikuttavat hiukkasten välisissä vuorovaikutuksissa. Tärkeää olisikin tuntea anataasi-hiukkasten rakenne mahdollisimman hyvin, jotta hiukkasten käyttäytymistä voitaisiin ennustaa. /11/

Useat käytännön sovellukset agglomeraation estossa perustuvat nestemäisen väliaineen ja paakkuuntumisenestoaineiden käyttöön. Tällaisia keinoja ei kuitenkaan voida soveltaa Hombitan AFDC -tuotannossa, sillä tuotteen tulee pysyä kuivana ja pienikin kosteus voi pilata suuren määrän tuotetta.

## 5. POHDINTAA TYÖN TULOKSISTA

Työlle alunperin asetetuissa tavoitteissa epäonnistuttiin. Seuraa ei onnistuttu saamaan ajoon laiterikkojen vuoksi. Laiterikkojen syyksi epäillään asennuksen yhteydessä tehtyjä tiedostamattomia virheitä. Yhdeksi mahdollisuudeksi epäiltiin myös toimitetun sihtiverkon materiaalin heikkouksia, mutta toisaalta kahden sihtiverkon identtiset vauriot kielivät asennusvirheestä.

Työn tekeminen opetti sietämään vastoinkäymisiä ja suhtautumaan asioihin ennakkoluulottomasti. Aina suunniteltaessa työtä, tulisi pohtia myös odottamattomia tilanteita ja vastoinkäymisiä ja kuinka niitä kohdatessa tulisi toimia.

Opinnäytetyötä tehdessäni opin paljon GMP-filosofiasta ja siitä, kuinka se otetaan huomioon suunnittelussa ja käytännön tasolla. Toiminta ja sen suunnittelu GMP-tuotantotiloissa tuli tutuksi. Valitettavaa on, etten päässyt tutustumaan validointiprosessiin tarkemmin työn tuloksista johtuen.

Lopuksi tahtoisin kiittää kaikkia Huntsmanin henkilökunnan jäseniä, joiden kanssa työskentelin.



## LÄHTEET

1. Geology.com. Ilmeniitti. Viitattu 7.11.2016  
<http://geology.com/minerals/ilmenite.shtml>
2. Helsingin Yliopiston www-sivut. Titaanidioksidin valmistus. Viitattu 15.11.2016  
<http://www.helsinki.fi/kemia/opettaja/aineistot/metallit/valmistus.htm>
3. Icis.com. Resources – News. Viitattu 18.11.2016  
<http://www.icis.com/resources/news/2007/11/07/9076546/titanium-dioxide-tio2-uses-and-market-data/>
4. Minerals.net. Anataasi. Viitattu 18.11.2016  
<http://www.minerals.net/mineral/anatase.aspx>
5. Efsa.europa.eu. Anataasi elintarvikkeissa. Viitattu 19.11.2016  
[http://www.efsa.europa.eu/sites/default/files/scientific\\_output/files/main\\_documents/163.pdf](http://www.efsa.europa.eu/sites/default/files/scientific_output/files/main_documents/163.pdf)
6. International Society for Pharmaceutical Engineering. GMP-resources. Viitattu 20.11.2016  
<http://www.ispe.org/gmp-resources/what-is-gmp>
7. Sippola A. 2004. Tuotantolaitteiden kvalifointi ja prosessin validointi GMP-tuotantoa varten. Diplomityö. Lappeenrannan teknillinen yliopisto. Viitattu 20.11.2016  
<https://www.doria.fi/bitstream/handle/10024/34516/nbnfi-fe20042251.pdf?sequence=1>
8. Brynolf-Grönmark 2016. SWECO LX60 -täryseula manuaali.
9. GMP7.com. GMP. Viitattu 21.11.2016  
[http://www.gmp7.com/gmp-good-manufacturing-practice\\_cm420.html](http://www.gmp7.com/gmp-good-manufacturing-practice_cm420.html)
10. Huntsman.com. Hombitan AFDC. Viitattu 22.11.2016  
<http://www.huntsman.com/pigmentsandadditives/a/Customer%20solutions/Pharmaceuticals>
11. Nguyen Tien Thanh. Particle-Particle interaction in dry powder blending. PhD thesis. University of Groningen.  
[http://www.rug.nl/research/portal/files/13152609/Complete\\_dissertation.pdf](http://www.rug.nl/research/portal/files/13152609/Complete_dissertation.pdf)
12. nzifst.org.nz. Jauhatus. Viitattu 17.2.2017  
<http://www.nzifst.org.nz/unitoperations/sizereduction1.htm#grinding>
13. nzifst.org.nz. Seulonta. Viitattu 17.2.2017  
<http://www.nzifst.org.nz/unitoperations/mechseparation6.htm>
14. James F. Sullivan P. E. Screening Theory and Practise.  
<http://www.sssdynamics.com/wp-content/themes/va/pdf/screeningtheory.pdf>
15. Seula-analyysi. Kuva 1. <http://www.yourarticlelibrary.com/soil/soil-classification-and-identification-with-diagram/45407/>

16. globalgilson.com. Märkäseulonta. <https://www.globalgilson.com/wet-sieving-practical-guide>

17. Per-Erik Sandgren, Björn Berglind & Susanne Modigh. Basics in Minerals Processing. Metso. 10. painos. 2015  
[http://www.metso.com/miningandconstruction/MaTobox7.nsf/DocsByID/EAE6CA3B8E216295C2257E4B003FBBA6/\\$File/Basics-in-minerals-processing.pdf](http://www.metso.com/miningandconstruction/MaTobox7.nsf/DocsByID/EAE6CA3B8E216295C2257E4B003FBBA6/$File/Basics-in-minerals-processing.pdf)

Brynolf-Grönmark, käyttöönottoraportti

**Grönmark**

## VISIT REPORT

Report to:		Report date:	
Report subject:			
Customer company:	Huntsman Pigments Oy		
Customer's persons:			
Grönmark persons:			
Visit date:			

Matkan tarkoitus: Sweco LX60 -täryseulan käyttöönotto

**Tehdyt toimenpiteet:** Moottoreiden pyörimissuunnat tarkastettiin ja korjattiin oikeiksi, jonka jälkeen voitiin testata seulontaa tuotteella. Tehdasasetuksena oli 60 - 60 % maksimista ja moottoreiden kallistuskulma 45° lattiatasoon nähden. Alla taulukossa testatut asetukset riittävän kapasiteetin saavuttamiseksi. Syöttömäärä 3-4 t/h.

Asetus	Kommentti
100 - 60 %, 45 astetta	Tehdasasetus ei ollut toimiva, koska tuote kasautuu verkon keskelle. Toisen moottorin asetukseksi vaihdettiin 100 - 60 %, jolloin kasautuminen väheni huomattavasti. Täryliike muodosti jauheesta pallomaista, mutta sen lisäksi osa sillosta tulleesta tuotteesta oli valmiiksi kokkareista.
100 - 80 %, 45 astetta	Kapasiteetti hieman parempi kuin edellisessä lisääntyneen pystysuuntaisen kiihtyvyyden vuoksi. Edelleen muodostaa palloa jauheesta.
100 - 80 %, 30 astetta	Kapasiteetti selvästi parempi n. 50 % suuremman pystysuuntaisen kiihtyvyyden vuoksi. Täryliike hajottaa sillosta tulevia kokkareita ja syntyvät pallot pysyvät pienempikokoisina.

**Yhteenveto:** Seulan kapasiteetti saatiin riittämään kyseiselle syöttömäärälle, joka tuli yhdeltä myllyltä. Tuote oli jäähtynyt silloissa seisokin aikana, joten lämpimän tuotteen käyttäytymistä ei päästy todistamaan. Syötön määrä oli 3-4 t/h. Arviolta noin kolmasosa verkon pinta-alasta oli vielä käyttämättä ja tähänkin saadaan parannusta ohjaamalla syöttö verkon keskelle. Nyt tuote osui n. 10 cm ohi verkon keskustasta, jolloin tuote ei leviy tasaisesti verkolle vaan kasautuu verkon reunan ja osumisalueen väliin.

Seulan täryliike on tehdasasetuksen tyyppisellä asetuksella pystysuoraa lineaarista liikettä (kuva 1), jolloin tuote liikkuu vain pystysuuntaisesti verkolla. Tämä liike ei hyödynnä verkon pinta-alaa riittävästi ja se näkyy tuotteen kasautumisena verkon keskelle. Tuote saadaan leviämään tasaisemmin käyttämällä moottoreiden välillä erisuurta painoasetusta. Tämän vuoksi painoasetukseksi laitettiin 100 - 80 % (kuva 2).

Edellä mainittu painoasetus saa tuotteen pyörimään verkolla, joka on kapasiteetin kannalta hyvä asia. Kuitenkin tuotteen ominaisuutena on muodostaa pallomaista raetta kyseisellä täryliikkeellä ja rakeet pitää saada hajoamaan, jotta tuote voi päästä verkon läpi. Tämän vuoksi moottoreiden kallistusta muutettiin kääntämällä niitä lattiatasoon nähden 30 asteeseen kun tehdasasetus on 45 astetta. Pienempi pystykallistuskulma lisää vertikaalista kiihtyvyyttä ja se nousikin 1,3 G:tä, jolloin rakeet ja sillosta tulevat kokkareet hajosivat täryliikkeen voimasta. Jos hajoamista halutaan vielä tehostaa, verkon päälle voidaan laittaa muovirenkaista tehty rengas, joka pyöriessään ja pomppiessaan rikkoo ylisuuria muodostumia.

Oy Brynolf Grönmark Ab  
Ahventie 4 A 16, FI-02170 ESPOO  
Tel. +358-9-859950, Fax +358-9-85995100

www.gronmark.fi info@gronmark.fi