

Mirka Notkonen

Ohutkalvohaihduttimen käyttöönotto

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Kemiantekniikka

Insinööriytyö

21.05.2017

Tekijä(t) Otsikko	Mirka Notkonen Ohutkalvohaihduksen käyttöönotto
Sivumäärä Aika	45 sivua + 6 liitettä 21.05.2017
Tutkinto	Insinööri (AMK)
Koulutusohjelma	Kemiantekniikka
Suuntautumisvaihtoehto	Prosessitekniikka
Ohjaaja(t)	Lehtori Timo Seuranen Team Leader Aarne Sundberg
<p>Insinööriä tehtiin Nesteen Tutkimus- ja kehitysyksikön Pilottutkimusryhmässä. Työn tavoitteena oli suorittaa käyttöönotto uudelle ohutkalvohaihdukselle sekä laatia Nesteen standardien mukaiset ohjeistukset laitteiston käytöstä. Työssä tutustuttiin ohutkalvohaihduksen toimintaperiaatteeseen, rakenteeseen ja käyttöön, sekä määriteltiin laitteiston leikkauksen tarkkuus ja kapasiteetti.</p> <p>Ohutkalvohaihdutin on laitteisto, jolla voidaan erottaa toisistaan komponentteja erittäin matalassa paineessa. Laitteistoa voidaan käyttää hyvin monenlaisille komponenteille, joiden erotusprosessi normaalissa ilmanpaineessa olisi hyvin haastavaa tai lähes mahdotonta, esimerkkinä rasvahappojen erotus.</p> <p>Laitteiston toimintaa tarkasteltiin muuttamalla syöttönopeutta ja alipainetta. Saaduista tisleistä ja pohjatuotteista teetettiin GC-tislaus, josta nähtiin, miten ajo todellisuudessa onnistui. Saaduista tuloksista havaittiin, että laitteiston tarkkuus oli vaadittavalla tasolla, ja tuotteiden leikkaus oli hyvä. Ajoissa oli pieniä eroja, mutta käytännössä laitteistoa on mahdollista operoida kaikilla testatuilla ajoparametreilla. Laitteiston ainoa haaste oli lämpötilan nostaminen tarpeeksi korkealle hyvin raskaiden öljytuotteiden leikkausta varten. Tämä ei onnistunut kaikilla halutuilla ajonopeuksilla. Öljytuotteiden leikkaus kuitenkin onnistui niillä ajonopeuksilla, joilla laitetta pystyi ajamaan.</p>	
Avainsanat	ohutkalvohaihdutin, tislaus, käyttöönotto, erotusprosessi

Author(s) Title	Mirka Notkonen Commissioning and installing of short path distillation unit
Number of Pages Date	45 pages + 6 appendices 21 May 2017
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Chemical Engineering
Specialisation option	Process Engineering
Instructor(s)	Timo Seuranen, Principal Lecturer Aarne Sundberg, Team Leader
<p>This thesis was made for Neste R&D Pilot Research. The purpose of this thesis was to commission and install a new short path evaporator and to create instruction material for the short path evaporator. In this thesis, the operating principle, utilization and structure of this apparatus were examined. Accuracy and capacity of the apparatus were also studied.</p> <p>A short path evaporator is an apparatus, which can be used to separate components at extremely low pressure. The apparatus can be utilized for various components that cannot be separated at normal atmospheric pressure or the separation process is very difficult, for example, the separation process of fat acids.</p> <p>The apparatus was studied by changing feeding speed and vacuum. The distillate and the bottom product were analyzed with GC distillation. The results of GC distillation showed that the short path evaporator had enough capacity and the accuracy of products was good. There were a few differences between test drives, but practically one can operate the apparatus with all parameters that have been driven in the tests. The challenge was raising temperature high enough for heavy oil fractions, and the apparatus was unable to manage all test speeds at a higher temperature. Nevertheless, the products were still good at all speeds that were driven.</p>	
Keywords	short path evaporator, distillation, commissioning, installing

Sisällys

1	Johdanto	1
1.1	Neste Oyj	1
2	Teoria	2
2.1	Tislaus	2
2.2	Erotusprosessi ohutkalvohaihduttimella	5
2.2.1	Short path evaporator	5
2.3	GC-tislaus	10
3	Ohutkalvohaihdutin	11
3.1	Rakenne	11
3.1.1	Pyyhkijät ja moottori	13
3.1.2	Hammasratapumput	15
3.1.3	Diffuusiopumppu	17
3.1.4	Vakuumpumppu	18
3.1.5	Hauteet	19
3.2	Käyttö	19
3.2.1	Ohjausjärjestelmä	19
3.2.2	Toiminta	21
3.2.3	Laitteiston ajo	22
4	Käyttöönotto	23
4.1	Syöttö	23
4.2	Testiajot	24
5	Tulokset	25
5.1	Ajopäiväkirja	25
5.2	Ajo 1	27
5.3	Ajo 2	32
5.4	Ajo 3	37
5.5	Ajotulosten analysointi	41
6	Yhteenveto	42

6.1 Virhemarginaali	43
Lähteet	44
Liite 1: Laitteiston tiiveystesti	
Liite 2: Pyyhkijän rotaatiotesti	
Liite 3: Laitteiston PI-kuva	
Liite 4: Syötön GC-tulokset	
Liite 5: Esimerkki saaduista GC-tuloksista	
Liite 6: Esimerkki WinCC:stä saadusta datasta	

Lyhenteet ja käsitteet

Kolonni	Tislauksessa käytettävä laite, jolla voidaan erottaa komponentteja toisistaan.
Komponentti	Yhdiste/ainesosa
Leikkaus	Tislatessa tietty lämpötila, jonka alapuolella kiehuvat komponentit saadaan ulos tisleenä.
Laminaarinen virtaus	Virtausnopeus on hidas ja nesteen molekyylit liikkuvat samaan tahtiin rinnakkaisissa kerroksissa. Sekoittumista ei tapahdu kerrosten välillä.
Massasaanto	Massasaanto kertoo, kuinka monta prosenttia tietty osa on koko tuotteen massasta.
Pilot	Tutkimus- ja kehitystyössä käytettävä pienen mittakaavan prosessilaitteisto
Pohjatuote	Tislauksessa saatu raskaampi tuote, jonka komponentit eivät kiehu laitteistossa olevassa lämpötilassa.
RT3:n pohja	Raakatislausyksikön tislauksen pohjatuote Porvoon TL3:lta
SIIRI	Pilot-laitteisto, jolla simuloidaan Porvoon TL4:n katalyyttistä krakkausyksikköä.
TA-480 °C/TA-540 °C	Tislauksen alku – 480 tai 540 °C eli missä lämpötilassa tilaus on aloitettu – missä kohtaa se on lopetettu.
Tisle	Tislauksessa saatu kevyempi tuote, jonka sisältämät komponentit kiehuvat laitteistossa olevassa lämpötilassa tai sen yläpuolella.

Tislauksen häntä	Tisleeseen kulkeutunutta raskaampaa ainesta, jonka ei teoriassa pitäisi kiehua tislauksen lämpötilassa. Vastaavasti pohjatuotteeseen jääneitä kevyempiä komponentteja, joiden olisi teoriassa pitänyt päätyä tisleeseen.
TL	Tuotantolinja.
Turbulenttinen virtaus	Virtaus on nopea ja nesteen molekyylit sekoittuvat keskenään. Rinnakkaisia kerroksia ei muodostu.
VHVI:n syöttö	Jalostamon välituote, josta jalostetaan perusöljytuotteita.
480 °C +/-540 °C +	Pohjatuote, jonka komponenttien kiehumispiste on yli 480 tai yli 540 °C.

1 Johdanto

Insinööriyön toimeksianto tuli Nesteen Tutkimus- ja kehityksikön Pilottutkimusryhmältä. Työn tarkoituksena oli uuden ohutkalvohaihdutinlaitteiston käyttöönotto. Ohutkalvohaihdutin on laitteisto, jonka avulla pystytään erottamaan toisistaan komponentteja, jotka normaalissa tislauksprosessissa vaatisivat erittäin korkean lämpötilan, tai joiden erotus ei yksinkertaisesti onnistu tavallisessa tislaukskolonnissa. Työn tavoitteena oli testata laitteiston toimivuus, kapasiteetti ja tarkkuus, sekä laatia Nesteen standardien mukaiset ohjeistukset laitteiston käytöstä.

Työ koostui käytännön osasta, joka sisälsi laitteistoon perehtymisen lisäksi laitteiston rakentamisen, testiajot ja laitteiston huoltotoimenpiteisiin tutustumisen, sekä kirjallisesta osasta sisältäen tulosten ja analyysien käsittelyn sekä kirjallisten ohjeiden laatimisen.

Nesteellä oli jo entuudestaan käytössä yksi saman valmistajan ohutkalvohaihdutin, jonka kapasiteetti oli noin 1 kg/h. Tässä työssä käyttöön otetun ohutkalvohaihduttimen kapasiteetti tulisi olla noin 3,5-kertainen vanhaan verrattuna. Työssä suoritettujen koeajojen tarkoituksena oli selvittää, millaisissa olosuhteissa laitetta voi ajaa, jotta erotus olisi hyväksyttävällä tasolla. Koeajoissa tarkasteltiin syöttönopeuden sekä alipaineen vaikutusta leikkaustarkkuuteen kahdella eri leikkauksella.

1.1 Neste Oyj

Neste Oyj on suomalainen yhtiö, jonka pääasiallinen toiminta keskittyy erilaisiin öljytuotteisiin sekä polttoaineisiin. Neste Oyj on perustettu vuonna 1948 huolehtimaan Suomen öljyhuollosta. Suomen ensimmäinen öljynjalostamo otettiin käyttöön Naantalissa 1957, ja joitakin vuosia myöhemmin, vuonna 1965, rakennettiin Porvoon Kilpilahteen yhtiön toinen öljynjalostamo. [1.]

Neste Oyj listautui Helsingin pörssiin vuonna 1995, mutta pääomistajana yhtiössä oli edelleen Suomen valtio. Vuosien varrella Neste Oyj on ollut osa Fortum-yhtiötä, josta irtaannuttuaan Neste Oyj tunnettiin pitkään nimellä Neste Oil. [1.]

Ölly- ja polttoainetuotteiden lisäksi Nesteellä on ollut myös muun muassa petrokemian ja maakaasun tuotantoa. Petrokemian ja muovien tuotanto yhdistyi norjalaisen Statoilin kanssa, jolloin perustettiin Borealis Polymers vuonna 1994. Maakaasun tuotanto yhdistettiin Gazpromin kanssa, jolloin syntyi Gasum Oy vuonna 1994. [1.]

Tällä hetkellä Neste Oyj on maailman johtava uusiutuvista raaka-aineista valmistettujen polttoaineiden tuottaja. Nesteellä on Suomen Naantalissa ja Porvoon jalostamoiden lisäksi jalostamoita Singaporessa, Rotterdamissa sekä Bahrainissa. Nesteen liikevaihto vuonna 2016 oli 11,7 miljardia euroa. [1.]

2 Teoria

2.1 Tislaus

Tislaus on erotusmenetelmä, jossa erotetaan kaksi tai useampi toisiinsa sekoittunutta ainetta erillisiksi komponenteiksi. Menetelmää käytetään toisiinsa liuenneiden nestemäisten aineiden erottamiseksi, ja se on käytännössä monimutkaisempi versio haihduttamisesta. Tislaus on yksi tärkeimmistä kemian prosessiteollisuuden yksikköoperaatioista. Tislaus on fysikaalinen erotus, eikä siinä tapahdu kemiallista reaktiota. [2; 3, s. 252.; 4.]

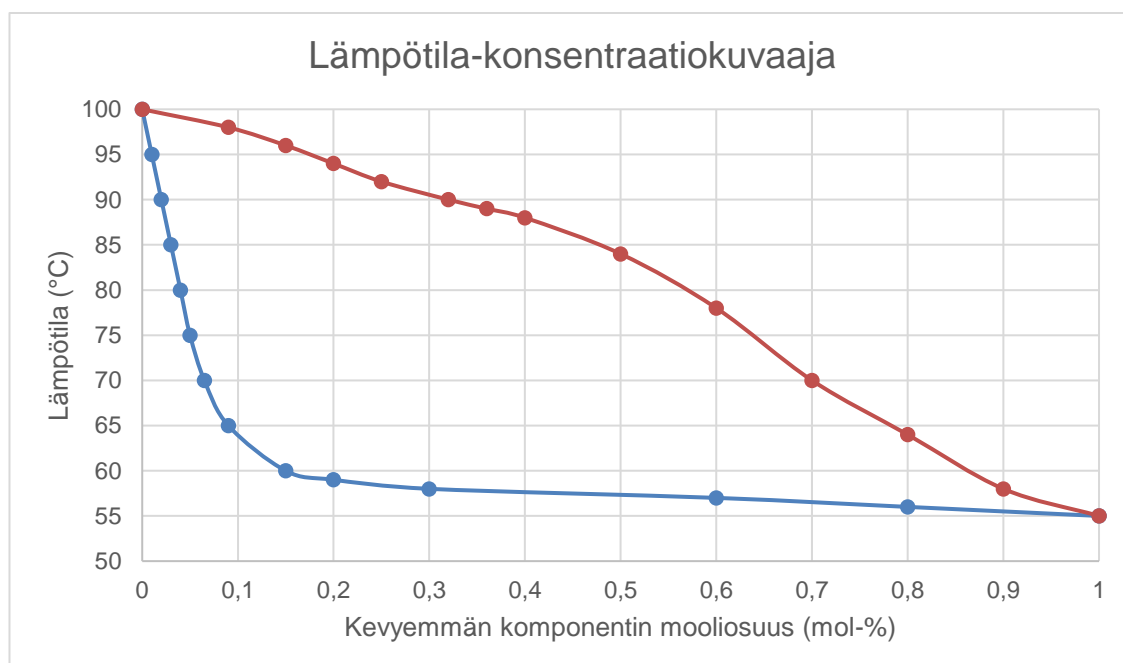
Tislaus perustuu liuoksessa olevien aineiden suhteellisten haihtuvuuksien eroihin. Käytännössä tämä tarkoittaa sitä, että liuosta lämmitettäessä siitä höyrystynyt kaasuseos sisältää suhteellisesti enemmän matalalla kiehuvia komponentteja kuin korkealla kiehuvia. Kun tämä höyrystynyt seos lauhdutetaan, kutsutaan muodostuvaa nestefaasia tisleeksi. Tislaimeen jäävää tai sen pohjalta poistuvaa seosta kutsutaan puolestaan pohjatuotteeksi. Erotuskolonnissa yhdistetään useita yksittäisiä ideaaliaskelia vastavirtakaskadiksi, jolloin syötön komponentit saadaan erotettua lähes täydellisesti toisistaan. Teoriassa tislauksen avulla voidaan täydellisesti erottaa komponentteja toisistaan, mutta käytännössä tislauksen leikkaus ei ole aivan täydellinen. Täydellisen erotuksen saavuttaminen vaatisi loputtoman korkean tislauskolonnin, jossa on ääretöntä lähestyvä määrä yksittäisiä ideaaliaskeleita. Tislauksen onnistuminen vaatii sen, että tislattavien aineiden höyrynpaineiden ero on

riittävän suuri, eli ne kiehuvat selkeästi eri lämpötiloissa. Saman höyrynpaineen omaavien aineiden liuoksen erottaminen tislauksella ei onnistu. [2; 3, s. 252.; 4.]

Tislauskolonnissa vallitseva paine vaikuttaa liuoksen höyrynpaineeseen, joten painetta laskemalla voidaan tislauksen suorittaa matalammassa lämpötilassa. Kun tislauskolonnin paine on ilmanpainetta alempana, kutsutaan tislauksia vakuumi- tai alipainetislaukseksi. [3, s. 252.; 4.]

Tislausta käytetään paljon sekä Nesteellä että teollisuudessa. Tislauksen avulla voidaan esimerkiksi raakaöljystä tislata erilleen kevyemmät bensiini- ja diesel-jakeet raskaamman polttoöljyn joukosta. [1; 2; 4.]

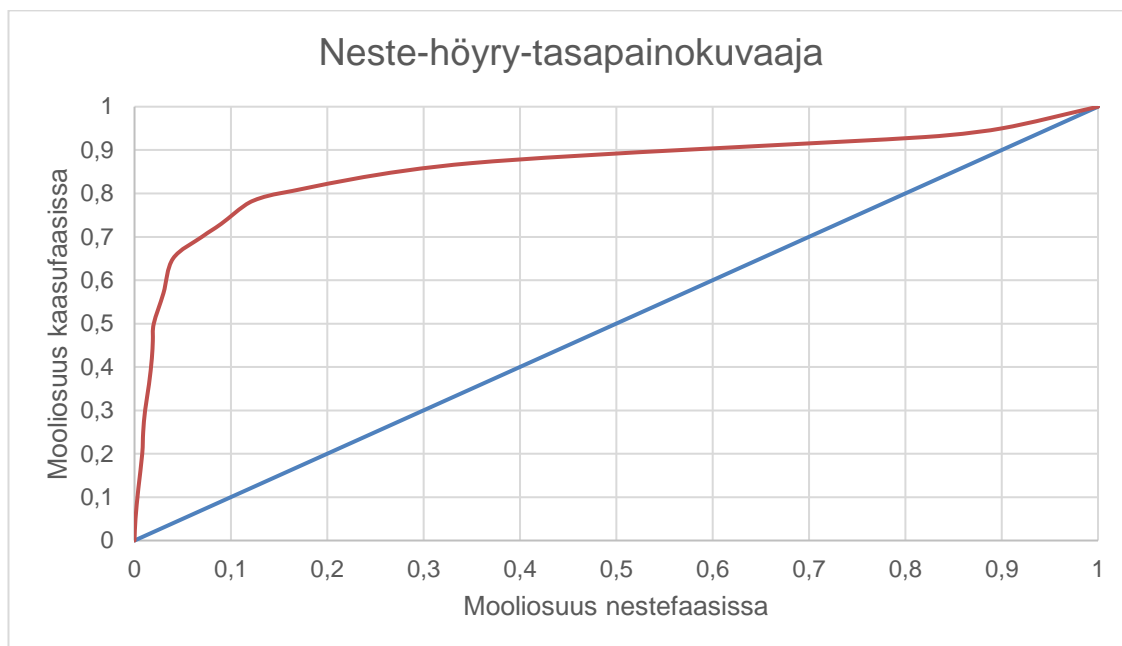
Tislattavasta liuoksesta voidaan luoda kuvassa 1 esitetty lämpötila-pitoisuus- eli T-x-kuvaaja, josta nähdään höyryn ja nesteen pitoisuus lämpötilan funktiona. [3, s. 255.; 4.]



Kuva 1. T-x-kuvaaja

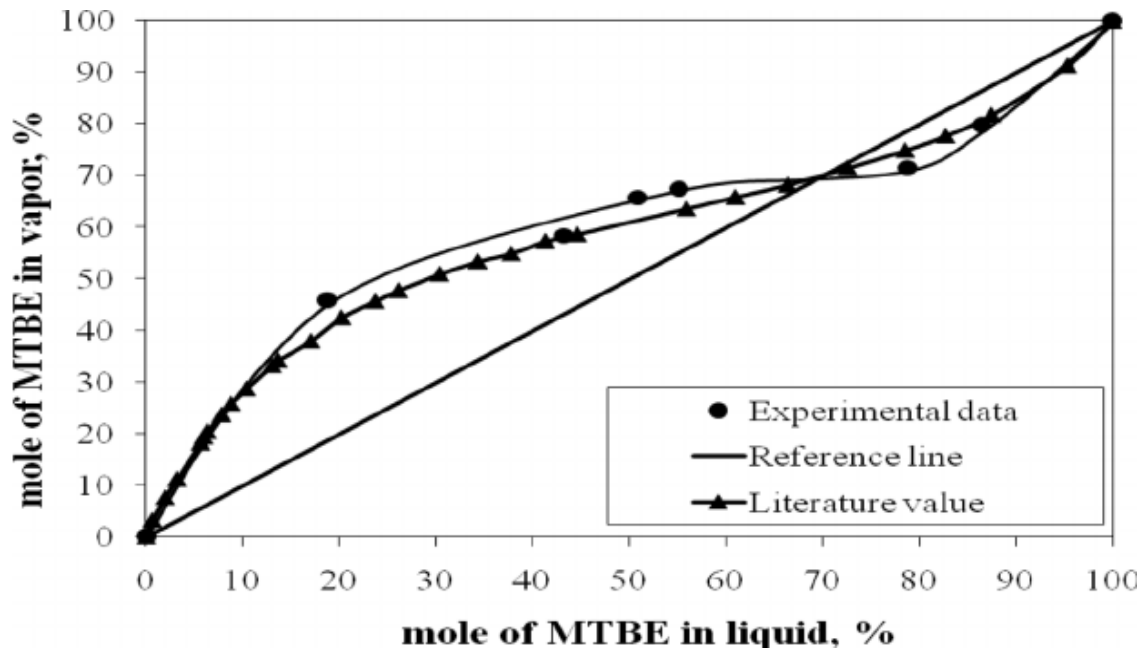
Tislauksen mitoitusta varten faasitasapaino esitetään usein neste-höyry –tasapainona, kuten kuvassa 2. Neste-höyry –tasapainokuvaajasta nähdään, mikä on nesteen ja höyryn pitoisuus jossakin tietyssä pisteessä. Jotta erotus voidaan toteuttaa yhdellä

tislaimella, täytyy syötön ja tuotteiden sijaita tasapainokäyrän samalla puolella. [3, s. 402;4.]



Kuva 2. Tasapainokäyrä

Epäideaalisilla seoksilla nesteen ja höyryn pitoisuus on jossain pisteessä yhtä suuri, jolloin muodostuu atseotrooppinen seos. Tällaisen seoksen komponentteja ei voida erottaa tislaamalla yli atseotrooppipisteen, esimerkkinä tästä veden ja etanolin (95,63 %) tai MTBE ja etanolin muodostama seos (kuva 3). [3, s. 402.; 4.]



Kuva 3. Atseotrooppinen seos [5]

2.2 Erotusprosessi ohutkalvohaihduttimella

Komponenttien erottaminen toisistaan ohutkalvohaihduttimen avulla on fysikaalinen prosessi, joka on mahdollista suorittaa hyvin matalassa paineessa, ja jonka painehäviö on minimaalinen. Tislaaminen ohutkalvohaihduttimella voidaan mieltää niin ikään molekyyliseksi tislusprosessiksi. Ohutkalvohaihdutin sopii erinomaisesti vaativiin erotusprosesseihin, esimerkiksi lämpöherkille komponenteille tai komponenteille, joilla on hyvin korkea kiehumispiste. [6; 12.]

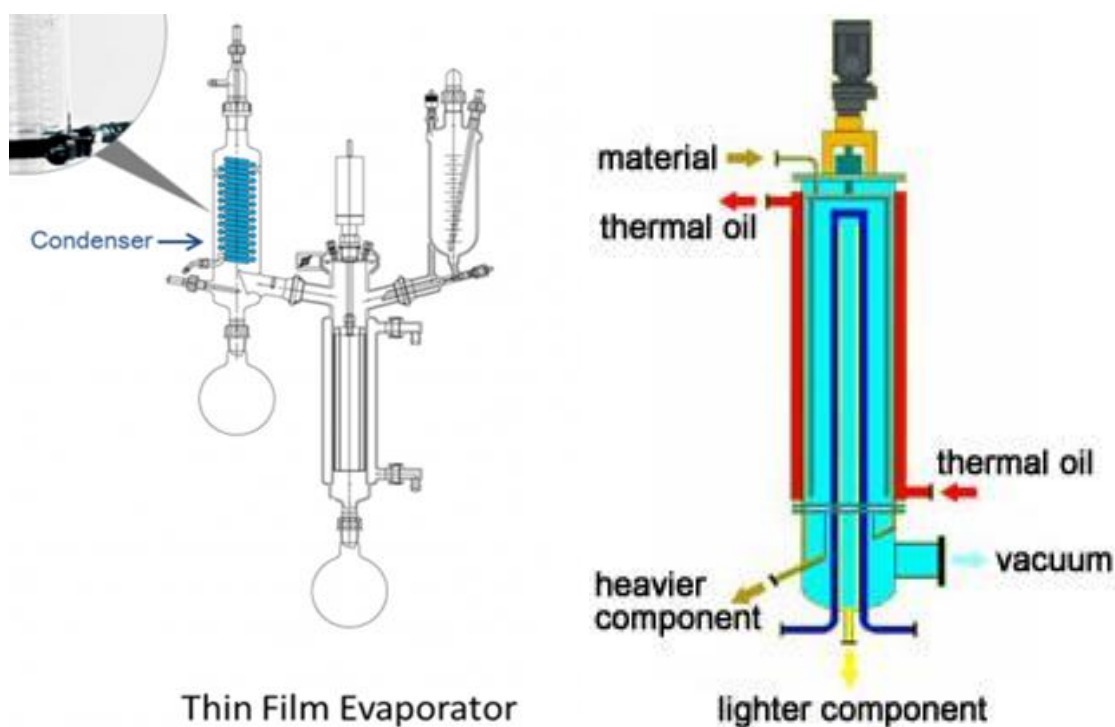
Haluttua leikkausta voidaan säädellä kolonnin vaipan lämpötilan avulla. Myös leikkauksen säätäminen alipaineen avulla on mahdollista. Työssä käytetyssä laitteessa alipaineen säätäminen on hieman haastavampaa, joten leikkausta säädellään lämpötilan avulla.

2.2.1 Short path evaporator

Ohutkalvohaihduttimia tai sen tyyppisiä laitteistoja on olemassa muutamaa eri tyyppiä. Tässä työssä käytetty laitteisto on mallia short path evaporator. Muista malleista mainittakoon thin layer/thin film evaporator, joka on ominaisuuksiltaan hyvin

samankaltainen short path evaporatorin kanssa. Käytännössä laitteistot eroavat toisistaan siinä, että short path -mallissa tisleen lauhdutin on kolonnin sisällä, kun taas thin layer/thin film -mallissa lauhdutin on kolonnin ulkopuolella. [7; 9.]

Kuvista 4 ja 5 voidaan konkreettisesti nähdä thin film - ja short path -mallien eroavaisuudet. Kuten kuvasta 4 nähdään, lauhdutin sekä tisleen keräys sijaitsevat täysin kolonnin ulkopuolella, ja höyrystynyt tuote kulkeutuu kolonnin yläosasta erilliseen lauhdutinlinjaan. Short path -mallisen ohutkalvohaihduttimen kuvasta (kuva 5) nähdään, että lauhdutin sijaitsee kolonnin sisällä (tummansininen viiva), ja tisleen keräys tapahtuu kolonnin pohjasta. Kolonnin vaipan ja lauhduttimen väliin jäävä etäisyys on molekyyleille huomattavasti lyhyempi kulkea verrattuna thin layer -malliin. Molemmissa malleissa pyyhkijä asettuu kolonnin sisälle, short path -mallissa lauhduttimen ja kolonnin seinämän väliin. [7; 9.]



Kuva 4. Thin film -mallinen ohutkalvohaihdutin [8.]

Kuva 5. Short path -mallinen ohutkalvohaihdutin [17.]

Short path -mallisen ohutkalvolaitteiston yksi suurimmista eduista on mahdollisuus saavuttaa erittäin korkea alipaine, jopa 0,001 mbar eli 1 Pa laitteiston ollessa ajossa. Normaali ilmanpaine (atm) on määritelmän mukaan 101325 Pa. Alipaineen avulla

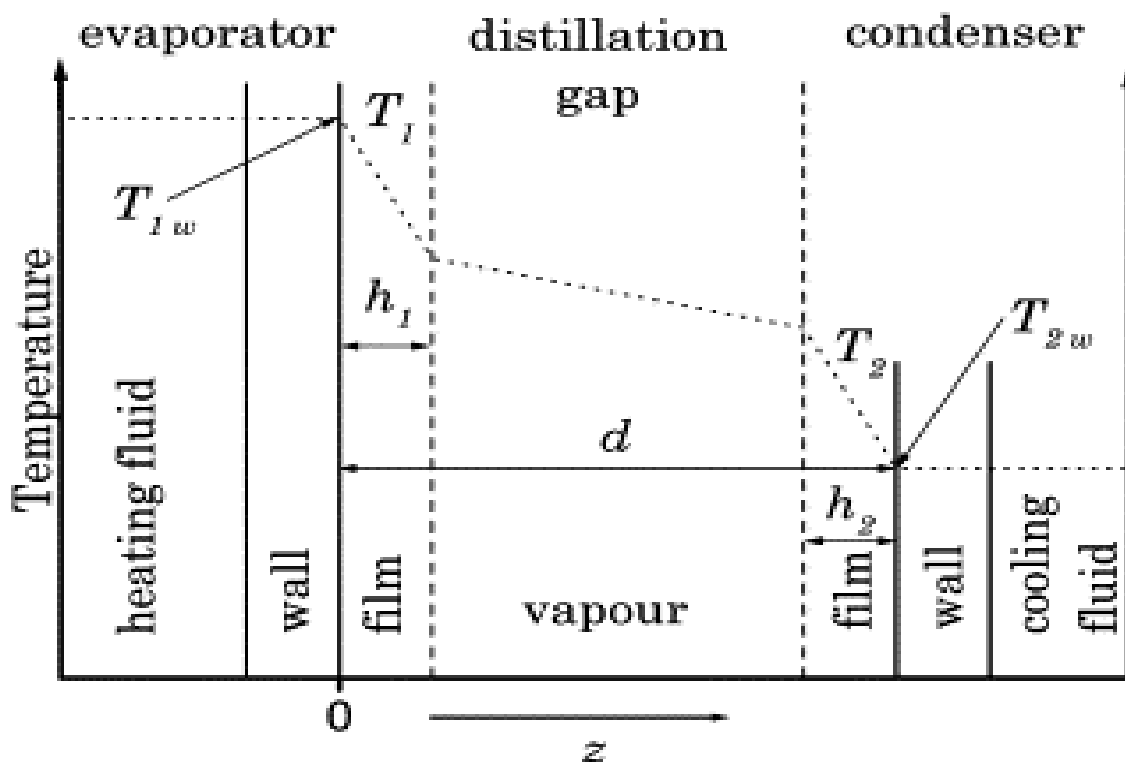
voidaan erottaa toisistaan komponentteja, jotka alkaisivat hajota termisesti, jos erotusprosessi suoritettaisiin normaalin ilmanpaineen mukaisessa lämpötilassa. Tällaisia ovat esimerkiksi vitamiinit tai rasvahapot. Alipaineen avulla tehtävä erotus on turvallisempi tapa käsitellä myös komponentteja, jotka ovat esimerkiksi epästabiileja tai jotka muodostavat haitallisia yhdisteitä korkeammissa lämpötiloissa. Ohutkalvohaihduttimen avulla voidaan välttää turhia hukkavirtoja ja myrkyllisiä sivutuotteita sekä mahdollisia syttymisvaaroja, kun komponentteja ei tarvitse prosessoida ilmanpaineen mukaisissa korkeissa lämpötiloissa. [8; 9; 10; 11; 12; 13.]

Ohutkalvohaihduttimissa yleisesti, mutta erityisesti short path evaporatorissa yksi suurimmista eduista on hyvin lyhyt viipymäaika kolonnissa. Pienissä ohutkalvohaihduttimissa viipymäaika kuumalla pinnalla voi vaihdella 10^{-1} –10 s välillä. Nesteen pienemmän kapasiteetin ohutkalvohaihduttimessa syötön valuminen kolonnin yläosasta pohjatuotteen keräyslinjaan kesti noin 7 sekuntia, joten viipymäaika sekä pohjatuotteelle että erityisesti tisleelle on erittäin lyhyt. Tässä työssä perehdytyn suuremman kapasiteetin laitteistossa syötön valuminen kolonnin alaosaan kesti noin 20 sekuntia, joten pohjatuotteen viipymäaika kuumalla pinnalla on hieman pidempi verrattuna pienemmän kapasiteetin laitteistoon. Lyhyen viipymäajan ansiosta ohutkalvohaihduttimilla voidaan erottaa toisistaan lämpöherkkiä komponentteja, jotka eivät kestä pitkää altistumista korkeille lämpötiloille. [7; 9; 12; 13.]

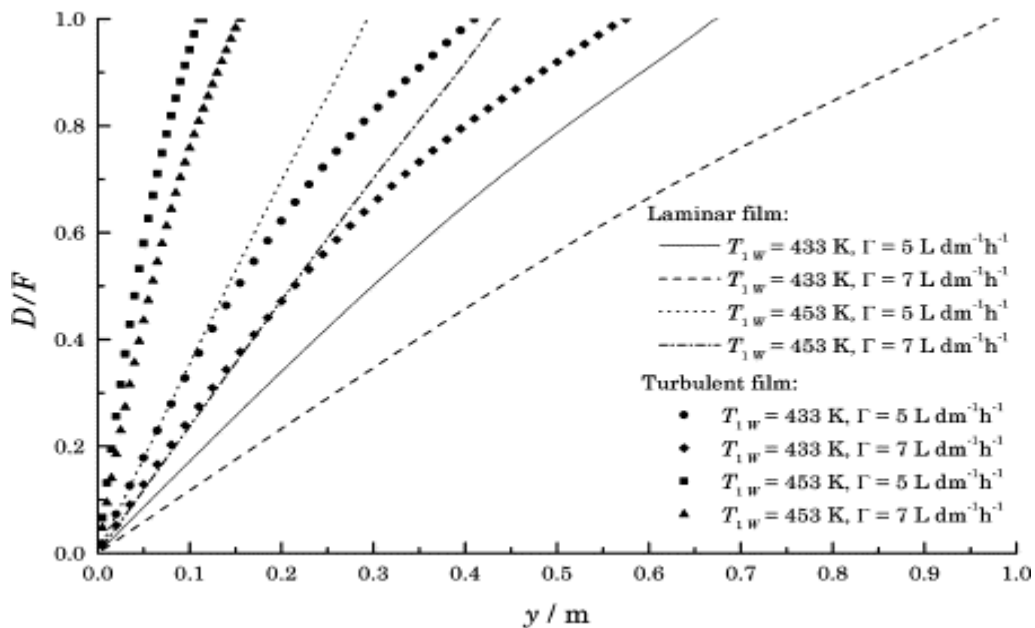
Pyyhkijät levittävät nestevirran noin 0,05–2 mm:n paksuiseksi filmiksi kolonnin seinämille. Filmin paksuus riippuu tislattavan aineen ominaisuuksista, syöttönopeudesta, pyyhkijöiden ominaisuuksista ja kolonnin seinämän lämpötilasta. Intensiivisen haihtumisen johdosta lämpötila- ja konsentraatiogradientit ovat kytköksissä filmiin. Mitä enemmän helposti haihtuvia komponentteja haihtuu filmin pinnasta, sitä enemmän filmin pintalämpötila ja koostumus eroavat keskimääräisestä filmistä. Filmin pinta siis viilenee vähitellen eikä se ole koostumukseltaan tasaista. Pyyhkijän tarkoitus on kompensoida olosuhteita: se sekoittaa jatkuvasti filmiä ja siirtää alempia lämpimämpiä kerroksia kolonnin pinnalta filmin pinnalle, jotta kaikki korkeamman höyrynpaineen omaavat komponentit pääsevät haihtumaan. Pyyhkijöiden muotoilu ja olosuhteet kolonnissa vaikuttavat filmin hydraulikkaan. [12.]

Muodostuneen filmin sielunelämä on todellisuudessa jossain kahden teoreettisen ääripään välissä: turbulenttisen filmin ja laminaarisen filmi. Teoreettisesti

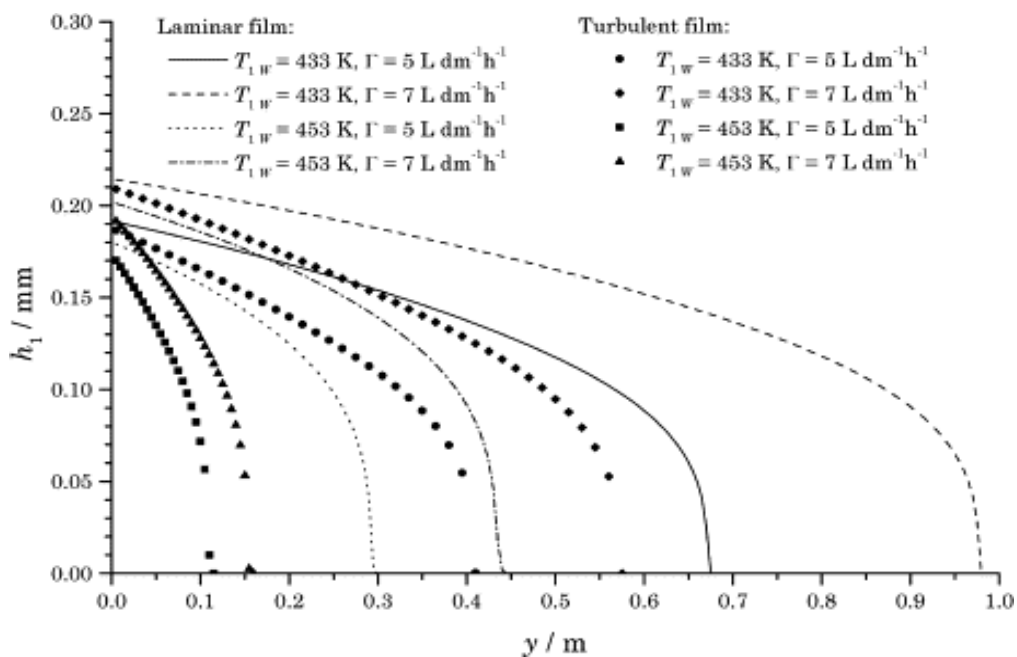
turbulenttissa filmissä tapahtuu ideaalinen sekoitus eli pyyhkijät ovat täydellisen kohtisuoraan suhteessa valuvaan nesteeseen, jonka ansiosta lämpötila- ja konsentraatiogradientit lähestyvät nolaa/lakkaavat olemasta. Laminaarisessa filmissä neste valuu teoriassa täysin omalla nopeudellaan lämpö- ja konsentraatiogradienttien ollessa läsnä. Turbulenttinen filminmuodostus on periaatteessa tislaukselle edullisempi, koska filmin jatkuvasti tasainen, kolonnin seinämälämpöinen lämpötila tislää jatkuvalla syötöllä kevyempää ainesta pois. Haihtuvuusaste turbulenttissa virtauksessa on siis suurempi verrattuna laminaariseen virtaukseen. Filmin paksuus ohenee turbulenttisen virtauksen lisääntyessä johtuen suuremmasta haihtuvuudesta sekä filmin alentuneesta viskositeetista, joka aiheutuu filmin kohonneesta lämpötilasta. [12.]



Kuva 6. Ohutkalvohaihduttimen kolonnin seinämän lämpötilaprofiili [11.]



Kuva 7. Haihtumisaste D/F suhteessa kolonnin pituuteen laminaarille ja turbulentille virtaukselle. [11.]



Kuva 8. Filmin paksuus h suhteessa kolonnin pituuteen y turbulentilla ja laminaarisella virtauksella. [11.]

Yllä olevista kuvista 6, 7 ja 8 voidaan nähdä, miten helposti haihtuvan komponentin osuus filmissä vähenee merkittävästi turbulentilla alueella. Lisäksi voidaan huomata, kuinka turbulentissa virtauksessa filmin paksuus on merkittävästi ohuempi kuin laminaarisessa virtauksessa samassa lämpötilassa. [11.]

Välimatka haihtumispinnalta lauhduttimelle on short path -mallissa hyvin lyhyt ja molekyylit pääsevät vapaasti liikkumaan tällä välillä. Lyhyt välimatka takaa myös sen, että haihtuneiden molekyyliden väliset törmäykset minimoituvat. Rungas molekyyliden toisiinsa törmäily aiheuttaa niin kutsutun splashing-ilmion, jolloin osa haihtuneista molekyyleistä roiskuu takaisin kolonnin seinille. Tästä aiheutuu tislauksen pohja- ja tisetuotteisiin jääneet ”hännät” leikkauspistettä kevyemmistä tai raskaammista aineista. [10; 11; 12; 13.]

Edellä mainittujen ominaisuuksien takia ohutkalvohaihduttimella voidaan leikata tuotteita erittäin tarkasti minimoiden kontaminaatiot ja pitkät hännät. Hännällä tarkoitetaan esimerkiksi tisleeseen kulkeutuneita raskaita komponentteja, joiden ei teoriassa olisi pitänyt kiehua tislauksen lämpötilassa. Mikäli pohjatuotteeseen on jäänyt pieniä pitoisuuksia kevyitä komponentteja, kutsutaan myös sitä hännäksi. Mitä pienempi häntä, sitä tarkempi on ollut erotus. [10; 11; 12; 13.]

Ohutkalvohaihduttimen lämmön- ja aineensiirtoon on kehitetty erilaisia matemaattisia malleja, joihin ei tässä työssä sen tarkemmin perehdytä.

2.3 GC-tislaus

GC-tislaus on kaasukromatografialla toteutettava analyysimenetelmä, niin kutsuttu simuloitu tislausprosessi. GC-tislausta käytetään öljytuotteiden ja -jakeiden tunnistamiseen. Näytteet analysoidaan kromatografisessa kolonnissa, joka erottelee komponentit niiden kiehumispisteiden mukaiseen järjestykseen. Ajo-ohjelma tallentaa kromatogrammin pinta-alaa kumulatiivisesti. Kiehumispisteet määritetään kalibroitikäyrältä, jossa näytteen kanssa samoissa olosuhteissa ajettujen n-parafiinien kiehumispisteet on esitetty retentioajan funktiona. [14; 15.]

Laitteisto katsoo tislauksen alkaneeksi siinä lämpötilassa, jossa näytteestä on kiehunut 0,5 %. Tislauksen loppupiste on siinä lämpötilassa, jossa näytteestä on kiehunut 99,5 %. Tuloksista käy ilmi, kuinka monta prosenttia tislettä on tullut missäkin tislauksilämpötilassa. [14; 15]

3 Ohutkalvohaihdutin

3.1 Rakenne

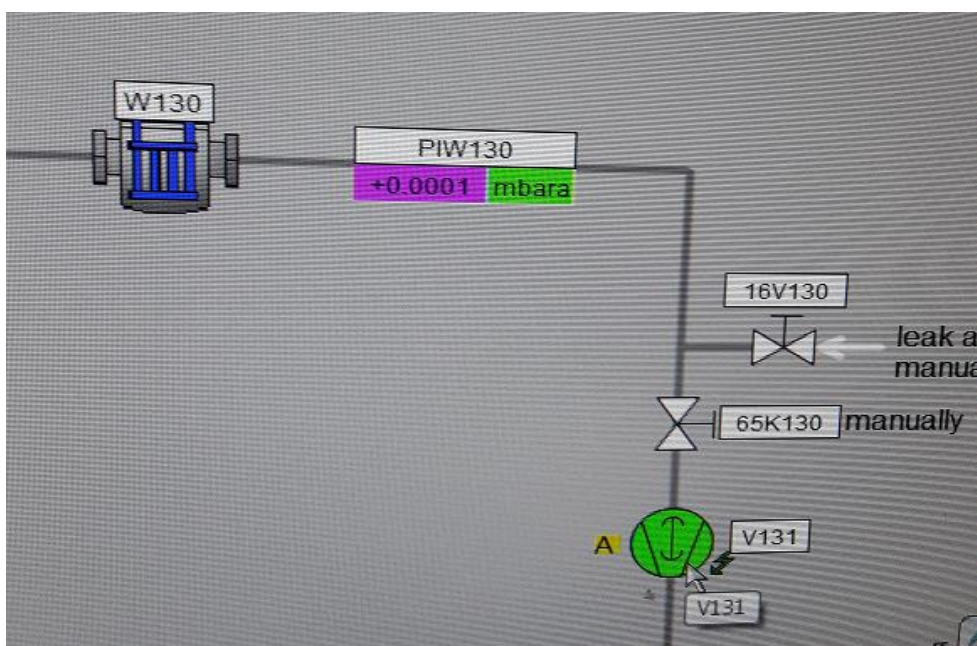
Tekniset tiedot laitteiston rakenteesta pohjautuvat laitteiston valmistajan tuottamiin manuaaleihin. [16]

Työssä tarkasteltu ohutkalvohaihdutin (kuva 9) koostuu syöttösäiliöstä, pyyhkimistä ja niiden moottorista, itse tislaukskolonnista, kylmäloukusta, syöttö-, pohja- ja tislepumpuista sekä vakuumi- ja diffuusipumpuista. Laitteiston PI-kaavio on liitteessä 3. Pumppuja lukuun ottamatta laitteiston materiaali on pääosin lasia. Lasin lämmönjohtavuus on matala, noin $1 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$, jonka ansiosta kolonnin lämpöhäviöt ovat huomattavasti pienemmän kuin esimerkiksi metallisessa kolonnissa. Lasi kestää hyvin korkeita lämpötiloja ja monenlaisia syöttöaineita, mikä tekee lasisesta kolonnista hyvin monikäyttöisen.



Kuva 9. Ohutkalvohaihdutin VTA:lla

Laitteiston toiminta-alue on 70–300 °C, erikoistermostaatin avulla voitaisiin päästä jopa 350 asteeseen asti. Laitteisto ei ole suunniteltu ylipaineelle, ja sen käyttöpaine onkin ilmapaineesta 0,0001 mbariin (kuva 10) eli 0,01 Pascaliin asti.



Kuva 10. Kuvakaappaus laitteiston painemittauksesta tiiveystestissä.

Laitteisto ei sovellu kiinteitä partikkeleita sisältäville aineille, eikä aineille, joihin on liuennut kaasuja tai joiden komponenttien kiehumispiste on hyvin alhainen. Laitteiston käyttölämpötilasta ja -paineesta riippuen kevyet/kaasumaiset komponentit päätyvät kylmäloukkuun, mutta tarpeeksi kevyillä komponenteilla on mahdollisuus kulkeutua jopa vakuumpumpulle asti. Tämä ei tee vakuumpumpulle hyvää ja voi rikkoa esimerkiksi pumpun tiivisteet, joten kyseiset komponentit tulisi poistaa tislattavasta aineesta ennen erotusprosessin aloitusta. Komponenteille, jotka vaativat paljon energiaa haihtuakseen (yli 1000 kJ/kg, kuten vesi), tisleen määrä tulisi olla maksimissaan 1,0 kg/h. Suurempi tisleen määrä voi vahingoittaa laitteistoa johtuen lämpötilan aiheuttamasta lämpölaajenemisesta.

Lasiliitoksiin laitetaan väliin vakuumirasvaa halutun tiiveyden aikaansaamiseksi. Tiivisteinä laitteistossa on pääasiassa viton-kumia, silikoninen tiivisterengas löytyy ainoastaan syöttösäiliön ja sen kannen välisestä liitoksesta. Lasi-metalliliitoksissa käytetään grafiittiivisteitä.

3.1.1 Pyyhkijät ja moottori

Vertikaalinen pyyhkijä on luotettava ja tehokas on myös korkean viskositeetin omaavilla nesteillä. Short path -mallissa pyyhkijä on aina pystyasennossa (kuva 11), mutta on olemassa muun tyyppisiä malleja, joissa pyyhkijä voi olla esimerkiksi hieman kallellaan.

Pyyhkijöiden materiaali on grafiittia, joka kestää hyvinkin korkeita lämpötiloja. Moottorin maksiminopeus on 400 rpm. Moottoria ja pyyhkijöitä ei tule pyörittää täysin kylmässä kolonnissa, eikä pyyhkijöitä tule seisottaa kun kolonnissa on yli 150 °C lämmintä.



Kuva 11. Ohutkalvohaihduttimen kolonni, jonka pyyhkijä on paikoillaan.

Pyyhkijän poisto tapahtuu sulkemalla lämmityskierron venttiilit, irrottamalla syöttölinja ja irrottamalla moottori. Tämän jälkeen pyyhkijä nostetaan vastovasti pois paikaltaan. Pyyhkijällä on pituutta noin 70 cm ja painoa useampi kilo, joten pyyhkijää poistettaessa on varauduttava siihen, että nostokorkeus on oltava riittävä, jotta pyyhkijä saadaan kunnolla ulos ilman turhia vaurioita kolonnissa tai lauhduttimessa. Tikkaiden ja toisen käsiparin käyttö on suotavaa. Pyyhkijät asettuvat kolonnin seinämän ja lauhduttimen väliseen tyhjiin tilaan. Lauhdutin on hyvin herkkä, joten pyyhkijöiden poisottaminen tulee suorittaa hyvin varovasti ja huolellisesti. Koska lauhdutin sijaitsee konkreettisesti pyyhkijöiden sisällä kolonnissa, liian varmaton käsittely voi helposti rikkoa sen. Osittain rikkoutuneen osan pystyy taitava lasinpuhaltaja vielä korjaamaan, mutta täysin irrallaan olevaa lauhdutinta ei voida enää korjata eikä kolonnia voida sen jälkeen enää käyttää.

Pyyhkijöiden asento tulisi tarkastaa aina, kun moottori ja pyyhkijä on irrotettu paikaltaan. Tämä takaa sen, että kolonniin syötetty neste leviää mahdollisimman tasaisesti kolonnin seinämille. Tarkistukseen käytetään 5 ja 1 mm:n paksuisia metallilaattoja, joista 5 mm:n kappale laitetaan pyyhkijän alareunan ja 1 mm:n kappale yläreunan alle pyyhkijän ollessa pöydällä kyljellään. Tällöin jokaisen grafiittipyyhkimen tulisi koskettaa pöydän pintaa, kun pyyhkijän akselia pyöritetään. Mikäli näin ei tapahdu, voidaan pyyhkijöitä kevyesti taivuttaa pöydän pintaa vasten. Näin saadaan kaikki pyyhkijät samaan tasoon. Mikäli pyyhkijät ovat epätasaisesti, kolonnin seinämille muodostuvat pyyhkimisraidat eivät ole tasaiset eikä neste levity optimaalisesti.

Samalla kun tarkistetaan, että pyyhkijät ovat samassa tasossa, on hyvä tarkistaa, että pyyhkijä pyörii tasaisesti. Tarkistamiseen voidaan käyttää esimerkiksi niin kutsuttua kelloa, joka kertoo, kuinka paljon pyyhkijä heiluu tietystä nollakohdasta pyöriessään. Heitto pyörimisessä saa olla maksimissaan 1 mm:n verran. Kellon puuttuessa pyöriminen voidaan tarvittaessa tarkistaa käyttämällä apuna mitä tahansa tasaista seuraa. Heilumista voi korjata taivuttamalla pyyhkijää hieman heilumista vastakkaiseen suuntaan samalla, kun pidetään pyyhkijän ylälaipasta kiinni.

Kun pyyhkijä on ollut irti, sen akselissa oleva voiteluöljy voi valua ulos kallistuksen johdosta. Tämän takia voiteluöljyä tulisi lisätä, kun pyyhkijä on laitettu takaisin paikoilleen. Voiteluöljyä tulisi olla noin 3 ml:a. Kun pyyhkijä laitetaan paikoilleen, tulee huomioida, että muovinen välikappale moottorin ja pyyhkijän välillä tulee olla liikutettavissa ylös-alas-suuntaisella liikkeellä. Moottorin hammasratas ei siis saa olla aivan kiinni pyyhkijän hammasrattaassa, vaan tarkoituksena on, että välikappale välittää moottorin voiman pyyhkijään. Pyyhkijä kiristetään paikalleen napakasti samalla tekniikalla kuin autonrenkas, eli tasaisesti ristiin, jotta pyyhkijä pysyy varmasti suorassa ja näin ollen levittää syötön tasaisesti kolonnin seinämille.

3.1.2 Hammasratapumput

Syöttö-, tise- ja pohjapumput ovat hammasrataspumppuja, jotka toimivat alla olevan taulukon mukaisilla syöttönopeuksilla. Pumppuja saa ajaa maksimissaan 100 Hz:n taajuudella, maksimikäyttölämpötila pumpuille on 300 °C. Pumppujen lämmityskierrot olisi hyvä laittaa päälle noin 15 minuuttia ennen pumppujen käynnistystä. Pumput toimivat hyvin ilmanpaineesta suureen alipaineeseen asti, mutta ne eivät ole täysin tiiviitä

silloin, kun ne eivät ole käynnissä. Syöttöpumppua ei käytetä vakuuissa, mutta tisle- ja pohjapumppua kylläkin.

Taulukko 1. Hammasrataspumppujen syöttökapasiteetti

Hz	ml/h
5	713
10	1427
15	2140
20	2853
25	3567
30	4280
35	4993
40	5707
45	6420
50	7134
55	7847
60	8560
65	9274
70	9987
75	10700
80	11414
85	12127
90	12840
95	13554
100	14267

Pumpuista lähtee pieni muovinen putki, joka on syöttöpumpulla tyhjä ja tisle- ja pohjapumpuilla täynnä öljyä. Jos pumpu vuotaa, syöttöpumpun putkeen ilmestyy öljyä tai vastaavasti tisle- ja pohjapumppujen öljyt imeytyvät pumppuun sisälle alipaineen vaikutuksesta.

Vuodon ilmetessä kyseisen pumpun poksia voidaan kiristää erikseen sitä varten olemassa olevalla työkalulla. Kiristys tulee tehdä ainoastaan pumpun ollessa käynnissä, jotta poksien voitelu pysyy tasaisena.

Syötön viskositeetti tulisi olla maksimissaan 1000 mPas syöttölämpötilassa. Syöttöä tulisi ajaa vähintään 0,5 l/h.

3.1.3 Diffuusiopumppu

Diffuusiopumppu on molekyylipumppu (kuva 12), jonka toiminta perustuu sen sisällä olevaan öljyyn ja lauhduttimeen. Öljyä kiehutetaan ja se höyrystyy pumpun sisällä. Syntynyt höyry nousee pumpun yläosaan, jossa se tiivistyy lauhduttimeen ja valuu takaisin kiehuttimelle. Öljyn liikkeet lauhduttimen ja kiehuttimen välillä aiheuttavat pumppaavan liikkeen. Pumppaava liike perustuu paine-eroon nesteen ja höyryn välillä.



Kuva 12. Laitteiston diffuusiopumppu

Diffuusiopumpun avulla laitteistoa voidaan ajaa äärimmäisen suuressa alipaineessa, jopa 0,0001 mbarissa. Pumppua ajetaan yhdessä laitteiston vakuumpumpun kanssa. Diffuusiopumpun toiminta on automatisoitu, eikä se käynnisty ennen kuin laitteisto on saavuttanut 0,3 mbarin paineen. Automaatiojärjestelmä kytkee sen pois päältä, kun laitteiston paine on yli 0,7 mbaria. Diffuusiopumpun öljy kuumenee voimakkaasti pumpun ollessa käytössä, joten pumpulla ei tule imeä happipitoista ilmaa kun se on päällä.

Pumpun on annettava jäähtyä noin 15–20 minuuttia ennen, kun laitteisto tasataan ilmanpaineeseen, muutoin öljy voi kontaminoitua ja se täytyy vaihtaa.

Laitteistossa on manuaalinen sulkuventtiili ennen diffuusiopumppua, jolloin diffuusio- ja vakuumpumput pystytään eristämään laitteistosta esimerkiksi alasajon yhteydessä. Tällöin laitteisto voidaan tasata ilmanpaineeseen, vaikka diffuusiopumppu ei olisikaan vielä jäähtynyt. Sulkuventtiiliä käytettäessä tulee huomioida se, että venttiili on jäykkä. Sitä kääntäessä tulee samalla pitää kiinni laitteiston tuesta, jottei vakuumininja pääse siirtymään paikoiltaan. Muuten siirtynyt linja voi aiheuttaa jännitteitä lasiin ja pahimmassa tapauksessa rikkoa kylmäloukun.

Diffuusiopumpussa on öljyä 50–70 ml. Kun diffuusiopumppu on käytössä, sen jäähdytysvesi tulee pitää koko ajan päällä (noin 150 l/h). Pumppu on varustettu termostaatilla, joka kytkee tarvittaessa öljyn lämmityksen pois päältä, jos pumpun jäähdytysveden lämpötila on yli 42 °C. Kun pumppua on käytetty, jäähdytysvesi tulee pitää päällä siihen asti, kunnes pumppu on jäähtynyt (noin 15 minuuttia).

3.1.4 Vakuumpumppu

Vakuumpumppu on malliltaan rotary vane pump, vapaasti suomennettuna siipipyöräpumppu, jossa vakuumi saadaan aikaan hydropneumaattisella takaiskuventtiilillä. Se tarkoittaa siis, että kaasun takaisinvirtaus on estetty. Pumppu imee kaasua sisäänsä, mutta kaasu ei pääse poistumaan enää samaa reittiä, vaan poistuu poistokaasulinjan kautta. Takaiskuventtiiliä kontrolloidaan pumpun sisältämän öljyn paineen avulla.

Ennen varsinaista vakuumin imemistä laitteistoon vakuumpumppua tulee pitää päällä noin 15 minuuttia, jotta se ehtii lämmetä. Pumpun ilmausventtiili on myös hyvä pitää tässä vaiheessa auki, jotta mahdolliset vakuumpumpun öljyyn lienneet kevyet aineet edellisestä tislauksesta saadaan pois häiritsemästä pumpun toimintaa.

Kun laitteisto ajetaan alas, vakuumpumpulle tekisi hyvää olla päällä hetken aikaa ilmausventtiili auki ja syöttöpuolen käsiventtiili kiinni. Tällöin öljyyn lienneet kaasut ja kevyet komponentit poistuisivat. Öljyä tulee olla pumpussa sen verran, että näkölasi on noin puoliksi täynnä.

3.1.5 Hauteet

Kolonnin vaipan haude on suunniteltu välille 70–300 °C, erikoistermostaatilla jopa 350 asteen lämpötila olisi saavutettavissa. Yli 350 °C:een yläpuolelle ei tämänhetkisellä haudeöljyllä voida enää mennä, koska korkeammissa lämpötiloissa öljyn rakenne alkaa hajota. Haudetta olisi hyvä lämmittää maksimissaan 40 °C kerrallaan. Syöttölinjan haude puolestaan soveltuu lämpötila-alueella 10–200 °C.

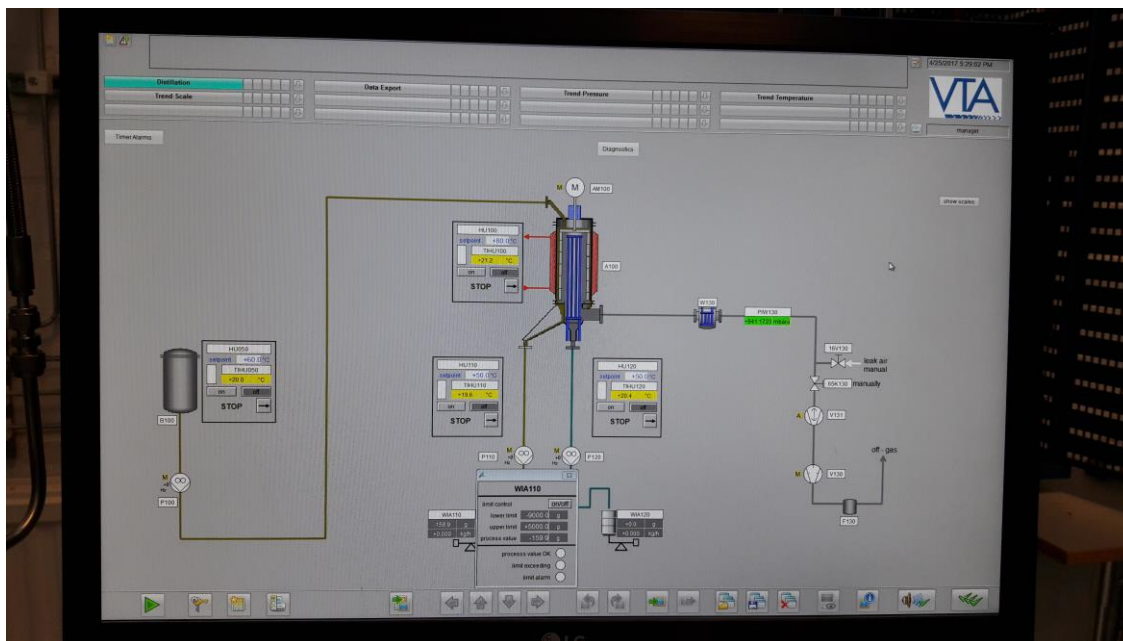
Lauhduttimen käyttölämpötila on välillä -10–180 °C. Lauhduttimen vesikiertoa ei tulisi koskaan laittaa pois päältä ennen, kun kolonnin vaippa on jäähtynyt lauhduttimen lämpötilaan. Kolonnin vaipan tulisi olla noin 30 °C lämpimämpi verrattuna lauhduttimeen. Lämpötilaero ei saisi kuitenkaan olla liian suuri, johtuen lämpölaajenemisen aiheuttamasta stressistä lasille. Tästä johtuen myös laitteiston jäähdyttämisessä maltti on valttia.

Hauteet on kytketty lämmityskohteisiinsa teräspunosletkuilla. Kolonnin ja letkujen välillä on lasi-metalliliitoksia, joista tulee huomioida se, että letkut kiinnitetään mahdollisimman rentoon asentoon. Muussa tapauksessa letkut aiheuttavat jännitteitä lasiin ja voivat rikkoa yhteen.

3.2 Käyttö

3.2.1 Ohjausjärjestelmä

Laitteisto on pitkälle automatisoitu ja sitä ohjataan WinCC-nimisen ohjausjärjestelmän kautta (kuva 13). Laitteistossa on kolme manuaaliventtiiliä: diffuusio- ja vakuumpumppujen eristysventtiili, paineentasausventtiili sekä syöttölinjan tyhjennysventtiili. Pyyhkijöiden moottorin kierrosluku säädetään myös käsin, mutta kaikki pumppujen ja lauhteiden ohjaukset sekä vaa'at on kytketty automaatiojärjestelmään. Esimerkiksi lämpöhauteita ei tämän johdosta voi säätää itse hauteen ohjauspaneelisti, vaan säätö on tehtävä ohjausjärjestelmän kautta.



Kuva 13. WinCC:n ohjaamokuva.

Ohjausjärjestelmään kytkettyjen vaakojen avulla järjestelmä laskee jatkuvasti saadun tisleen ja pohjatuotteen massavirtoja ja massaprosentteja. Tislauksen leikkaus on siis helposti seurattavissa. Vaa'at ovat hyvin herkkiä, ja niiden mittaustarkkuutta häiritsee esimerkiksi ulko-ovesta tuleva kylmä ilmavirta ja sen aikaansaama pieni ilmanpaineen vaihtelu.

Ohjausjärjestelmän ainoa rajoite on, ettei ohjaavaa ohjelmaa saa pakolla sulkea. Pakotettu sulkeminen aiheuttaa järjestelmän jumittumisen, jolloin laitetoimittaja VTA joutuu Saksasta käsin etäyhteyden kautta asentamaan ohjausjärjestelmän uudestaan. Ohjausjärjestelmä ei kaadu, vaikka itse ohutkalvolaitteistosta katkeaisi virta kesken kaiken.

Ohjausjärjestelmään on kytketty hälytyksiä, jotka laukeavat, jos säädetyt raja-arvot ylittyvät tai laitteen ajoarvot eivät muuten ole prosessin toimintakuvauksen mukaista. Laitteille on kullekin säädetty tietyt rajat, joiden yli tai ali laitetta ei voi käyttää. Järjestelmässä voi lisäksi määrittää omia tiukempia raja-arvoja laitteille. Ohjausjärjestelmä ajaa laitteiston turvalliseen tilaan, jos hälytyksiä ei kuitata tietyn aikarajan sisällä. Tämä tarkoittaa siis sitä, että hauteet ja pumput menevät pois päältä. Jos laitteiston paineentasausventtiili on kiinni sekä tisle- ja pohjapumppujen nokissa on

kumitulpat, laitteistoon jää alipaine. Muussa tapauksessa laitteisto tasaantuu vähitellen ilmanpaineeseen.

Ohjausjärjestelmässä pystyy jatkuvasti keräämään dataa meneillä olevasta tislauksesta, ja siirtämään datan Excel-muotoon jatkokäsittelyä varten. Ohjelmassa pystyy seuramaan myös paineen ja lämpötilojen kehitystä käyrältä ajan funktiona.

3.2.2 Toiminta



Kuva 14. Ohutkalvohaihdutin Nesteen tisluslaboratoriossa.

Syöttö kaadetaan syöttösäiliöön, josta sen pumpataan syöttöpumpulla syöttölinjaa pitkin kolonnin yläosaan. Syöttölinja kiinnittyy pyyhkijän ylälaippaan, jonka kautta syöttö valuu sisälle kolonniin pyyhkijöiden kiinnityskohtaan päällä olevan metallilevyn päälle. Pyyhkijän moottorin ollessa käynnissä syöttö leviää levyltä keskipakoisvoiman avulla kolonnin seinämälle. Syötön valuessa alaspäin pyyhkijät levittävät syötön kolonnin seinämille ohueksi filmiksi. Tällöin alhaisemman höyrynpaineen omaava komponentti haihtuu ja tiivistyy kolonnin sisällä olevan lauhduttimen pinnalle. Alipainepumppu ikään kuin kiskoo haihtuneita komponentteja lauhduttimelle. Niin kutsuttu tisle valuu painovoiman vaikutuksesta lauhdutinta pitkin kolonnin alaosaan tislelinjaan. Haihtumaton aine valuu kolonnin seiniä pitkin kolonnin alaosaan ja päättyy niin kutsuttuun pohjalinjaan. [6; 8; 15.]

Syötössä olevat mahdolliset hyvin kevyet komponentit tai esimerkiksi laitteistoon pesun yhteydessä jääneet liuotinjämät eivät välttämättä tiivisty lauhduttimen pinnalle ollenkaan, vaan kulkeutuvat alipaineen imun mukana kylmäloukkuun. Kylmäloukussa voidaan käyttää esimerkiksi hiilidioksidijäätä loukun jäähdyttämiseen. Kevyet komponentit tiivistyvät kylmäloukun pinnalle ja valuvat siitä keräysastiaan. Erittäin kevyet komponentit, kuten rikkivety, eivät välttämättä jää loukkuun ollenkaan, jolloin ne päätyvät vakuumpumppuun. Jos kevyitä komponentteja päätyy vakuumpumppuun tislauksen aikana, se voidaan huomata vakuumin hetkellisenä huonontumisena. Tämän takia vakuumpumppu on hyvä ilmata käytön jälkeen/käytön aikana. [16.]

3.2.3 Laitteiston ajo

Laitteiston valmistaja antaa ohutkalvohaihduttimelle seuraavanlaiset ajo-ohjeet. [16.]

Ensimmäiseksi laitetaan päälle diffuusiopumpun ja kolonnin vaipan hauteen jäähdytysvesikierrot. Kolonnin vaipan lämmitysvesivirta tulisi olla noin 15 l/h, ettei vaipan elektroniikka kuumene liikaa. Diffuusiopumppu tarvitsee noin 150 l/h jäähdytysvettä.

Ennen laitteiston käynnistystä on hyvä myös pumpata tisle- ja pohjapumppuihin jäänyt puhdistusliuotin pois. Tämän jälkeen laitetaan kylmäloukkuun hiilidioksidijäätä ja laitetaan vakuumpumppu päälle. Vakuumpumpun lämmitessä käynnistetään hauteet.

Kun vakuumpumppu on lämmennyt, voidaan alkaa imeä vakuumia laitteistoon. Tisle- ja pohjapumput päästävät hieman ilmaa läpi, joten niiden ulostulolinjojen nokkiin on hyvä laittaa kumiset tulpat. Todennäköisesti pesuliuotinta kertyy vielä hetken aikaa kylmäloukkuun, joka on syytä tyhjentää vielä ennen varsinaisen tislauksen aloittamista. Kun vakuumi on imetty, voidaan alkaa lämmittää kolonnin vaippa tislauslämpötilaan. Pyyhkijä tulee laittaa päälle viimeistään siinä vaiheessa, kun kolonnissa on 150 °C lämmintä.

Kolonnin lämpiäminen ja olosuhteiden tasoittuminen vie noin 20 minuuttia, jonka aikana kannattaa saatu tisle- ja pohjatuote ajaa jäteastioihin. Näin niiden koostumus ei häiritse varsinaisen ajon aikana saatuja tuotteita eikä niiden tuloksia.

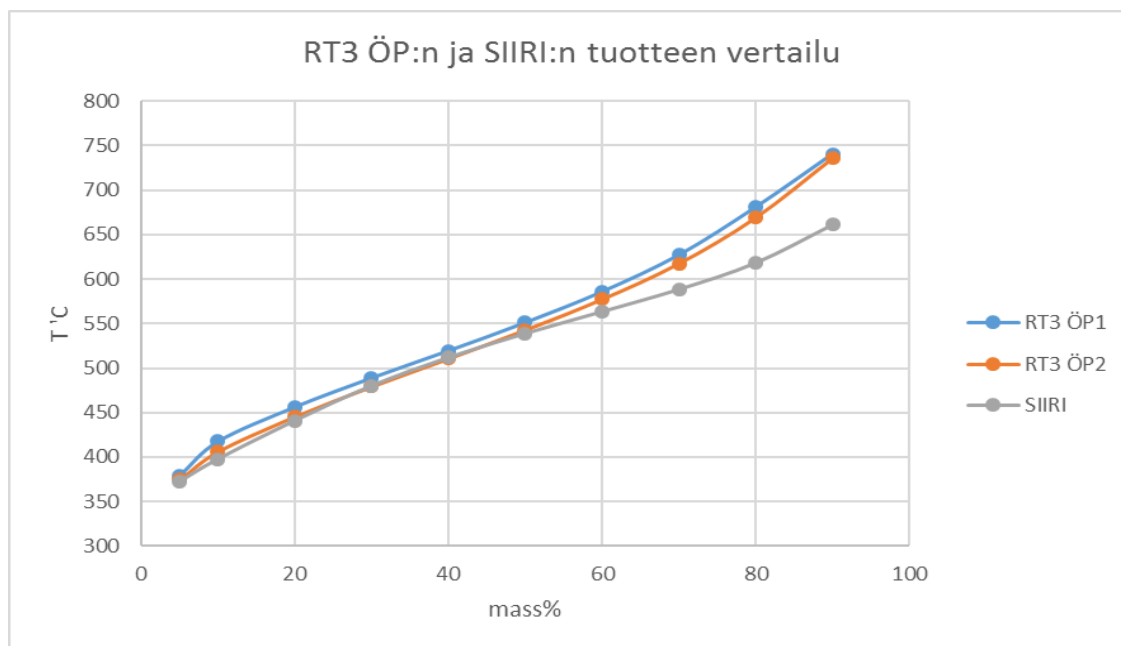
Ajon lopussa sammutetaan diffuusiopumppu ja lasketaan kolonnin vaipan lämpötila noin 100 °C:seen. Pyyhkijä ja syöttö on hyvä pitää päällä, kunnes kolonnin lämpötila on laskenut. Tämän jälkeen voidaan syöttö vaihtaa pesuliuottimeen.

4 Käyttöönotto

Laitteistolle suoritettiin ensin vuototesti, jolla testattiin laitteiston tiiveyttä sekä vakuumi- ja diffuusiopumppujen toimintaa. Dokumentti tiiveystestistä löytyy liitteestä 1.

Pyyhkijälle suoritettiin ennen ajoa rotaatiotesti, jossa kelloitettiin, kuinka suuri heitto sivusuunnassa syntyy, kun pyyhkijä pyörii. Dokumentti löytyy liitteestä 2.

4.1 Syöttö



Kuva 15. SIIRI:n tuotteen ja RT2:n pohjan vertailu GC-tislauskäyrien avulla

Syöttönä käytettiin Porvoon jalostamon tuotantolinja 3:lta saatavaa RT3:n pohjatuotetta, joka vastaa erinomaisesti tutkimus- ja kehitysyksikön SIIRI-koelaitteiston tuotetta (kuva 15). SIIRI:n tuote tulee olemaan ohutkalvohaihduttimen pääasiallinen tislaukohde, joten

RT3:n pohjan avulla voidaan testata ohutkalvohaihduttimen leikkauksen tarkkuutta erittäin hyvin. Nesteellä on ennestään jo yksi ohutkalvohaihdutin samalta valmistajalta, jonka kapasiteetti on noin 3,5 kertaa pienempi verrattuna uuteen ohutkalvohaihduttimeen. Leikkauksen tarkkuutta voidaan näin myös siis verrata vanhalla ohutkalvohaihduttimella tehtyihin ajoihin.

RT3:n pohja on kertaalleen tislatus raakaöljyn pohjatuote, joka sisältää pääasiassa raskaita öljyjakeita. Tuotteesta on leikattu jo bensa- ja dieseljakeet pois.

4.2 Testiajot

Laitteisto todettiin toimivaksi 20.12.2016. Ensimmäinen koeajo tehtiin VHVI:n syötöllä, jolla varmistuttiin laitteiston toimivuudesta. Varsinaisissa koeajoissa käytettiin RT3:n pohjatuotetta.

Testiajoissa testataan ohutkalvohaihduttimen erotustarkkuutta virtausnopeuden kasvaessa. Syöttöpumppua pyöritettiin viidellä eri nopeudella, jotka ovat kyseisen laitteen pääasialliset syöttönopeudet. RT3:n pohja sekä SIIRI:n tuote ovat kuitenkin molemmat kohtalaisen viskoosia, joten pumppujen pyörittäminen mahdollisimman suurella nopeudella ei ollut kovinkaan järkevä vaihtoehto pumppujen käyttöikää ajatellen.

Laitteistoa ajettiin syöttöpumpun nopeuksilla 10, 15, 20, 25 ja 30 Hz. Ajo tehtiin ensin vakuumpumpun ollessa päällä eli noin 0,2 mbarin paineessa. Sama sarja suoritettiin uudestaan myös diffuusiopumpun avustuksella, jolloin päästiin noin 0,006 mbarin paineeseen. Leikkaukseksi oli valittu 480 °C, jolloin tislettä tulee 30 % ja pohjaa 70 %.

Kolmas testiajo oli tarkoitus suorittaa leikkauksella 540 °C samoilla syöttöpumpun nopeuksilla. Tällöin tislettä tulisi tulla 50 % ja pohjatuotetta vastaavasti 50 %. Kävi kuitenkin ilmi, että ilman diffuusiopumppua alipaine ei ole riittävän syvä, eikä öljyhaude pystynyt lämmittämään kolonnin vaippaa yli 266 °C pumpun syöttönopeuden ollessa 10 Hz. Diffuusiopumpun kanssa onnistuttiin ajamaan nopeudet 10, 15 ja 20, joista viimeinen jäi massasaantojen mukaan hieman vajaaksi, kun kolonnin lämpötilaa ei enää pystynyt nopeuden muutoksen tahdissa nostamaan. GC-tislauksen mukaan leikkaus oli kuitenkin

kohtalaisen tarkka vajaasta lämpötilasta huolimatta. Suurempia nopeuksia ei pystytty enää ajamaan, koska 20 Hz:n nopeudella kolonnin vaippa ei enää pystynyt nostamaan lämpötilaa yli 259 °C, vaikka vaadittava lämpötila olisi ollut yli 260 °C.

Olosuhteiden tasoittuminen kolonnissa vei tislauksen alkuvaiheessa noin 20 minuuttia, olosuhteiden vaihtamisen jälkeen tasoittumisaika oli noin 10 minuuttia.

5 Tulokset

5.1 Ajopäiväkirja

Tehdyistä koeajoista pidettiin ajopäiväkirjaa, josta voidaan nähdä ajon aikana vallinneet keskimääräiset olosuhteet. Lisäksi saatujen tisleen ja pohjatuotteen massat punnittiin ja niiden perusteella laskettiin massasaannot. Ohjausjärjestelmä WinCC tallentaa automaattisesti dataa ajon aikana. Esimerkki datatyyppistä löytyy liitteestä 6, jossa on dataa ajosta 3.

Saaduista tuotteista otettiin näytteet, joista tehtiin GC-tislaus. Näin saatiin selville, miten tislaus on todellisuudessa onnistunut ja mikä on laitteiston tarkkuus. Esimerkki saaduista GC-tuloksista löytyy liitteestä 5. GC-tuloksien pohjalta on laskettu, kuinka suuri prosenttiosuus haluttuun tuotteeseen on jäänyt teoriassa tuotteeseen kuulumattomia komponentteja.

Prosenttiosuus on laskettu laskemalla tietyn kiehumaa-alueen massaprocentti, esimerkiksi niiden komponenttien kiehumaa-alueen massaprocentti, jotka kiehuvat alle 480 °C.

Massa-%(TA-480 °C) = 84 %

Kiehumaa-alue:

TA-480 °C: $(84 - 1)\% = 83\%$, lämpötila tässä pisteessä: 477,8 °C

TA-480 °C: $(84 + 1)\% = 85\%$, lämpötila tässä pisteessä: 480,8 °C

Alueen TA-480 °C massaprosentti:

$$83 \% + (480 - 477,8) * \frac{85 \% - 83 \%}{480,8 - 477,8} = 84,47 \%$$

Alueen 480 °C + massaprosentti:

$$1 - 0,8447 = 0,1553 = 15,53 \%$$

Jokaisen ajon GC-tuloksia käsitellään tarkemmin myöhemmin, ja niissä on esitelty nimenomaan sen hetkisen leikkauksen tulokset.

Taulukko 2. Ajopäiväkirja

AJOPÄIVÄKIRJA

20.tammi		Vakuumpumppu				Leikkaus 480	
Pyyhkijä (rpm)	Nopeus (Hz)	Ajon aloitus	Ajon lopetus	Paine (mbar)	Lämpötila (°C)	Tisle (%)	Pohja (%)
250	10	10:36	11:06	0,14	224,9	31,8	68,2
250	15	11:24	11:55	0,16	225,5	30,2	69,8
250	20	12:20	12:50	0,18	233,4	30,2	69,8
250	25	13:14	13:44	0,2	237,4	29,3	70,7
250	30	14:05	14:35	0,27	241,5	29,2	70,8

1.helmi		Diffuusiopumppu				Leikkaus 480	
Pyyhkijä (rpm)	Nopeus (Hz)	Ajon aloitus	Ajon lopetus	Paine (mbar)	Lämpötila (°C)	Tisle (%)	Pohja (%)
250	10	11:18	11:48	0,0042	199,5	29,7	70,3
250	15	12:20	12:50	0,0048	203,0	29,5	70,5
250	20	13:24	13:54	0,0055	209,0	29,3	70,7
250	25	14:12	14:42	0,0062	213,5	30,1	69,9
250	30	14:50	15:20	0,0066	214,0	29,8	70,2

8.helmi		Vakuumpumppu + diffuusio				Leikkaus 540	
Pyyhkijä (rpm)	Nopeus (Hz)	Ajon aloitus	Ajon lopetus	Paine (mbar)	Lämpötila (°C)	Tisle (%)	Pohja (%)
250	10	13:58	14:18	0,0066	250,0	48,9	51,1
250	15	14:33	14:53	0,007	256,0	49,6	50,4
250	20	15:19	15:39	0,0096	259(261)	48	52
250	25	<i>Ajoa ei ajettu</i>					
250	30	<i>Ajoa ei ajettu</i>					

Taulukko 3. Koeajojen saannot

AJO 1	Vakuumpumppu	480-leikkaus				
	massat	nopeus 1	nopeus 2	nopeus 3	nopeus 4	nopeus 5
	tisle	227,08 g	321,68 g	456,08 g	526,18 g	617,88 g
	pohja	497,78 g	757,38 g	1064,38 g	1259,68 g	1617,88 g
	saannot					
	tisle	31,33 %	29,81 %	30,00 %	29,46 %	27,64 %
	pohja	68,67 %	70,19 %	70,00 %	70,54 %	72,36 %

AJO 2	Vakuumpumppu + diffuusiopumppu	480-leikkaus				
	massat	nopeus 1	nopeus 2	nopeus 3	nopeus 4	nopeus 5
	tisle	232,1 g	335,5 g	455,2 g	561,5 g	614,9 g
	pohja	539,8 g	795,6 g	1048,0 g	1290,0 g	1490,0 g
	saannot					
	tisle	30,07 %	29,66 %	30,28 %	30,33 %	29,21 %
	pohja	69,93 %	70,34 %	69,72 %	69,67 %	70,79 %

AJO 3	vakuumpumppu + diffuusiopumppu	540-leikkaus		
	massat	nopeus 1	nopeus 2	nopeus 3
	tisle	340,85 g	439,35 g	560,15 g
	pohja	354,7 g	455,6 g	607,45 g
	saannot			
	tisle	49,00 %	49,09 %	47,97 %
	pohja	51,00 %	50,91 %	52,03 %

5.2 Ajo 1

Ensimmäisessä ajossa haluttu leikkaus oli 480 °C, joka tehtiin syöttöpumpun ajonopeuksilla 10, 15, 20, 25 ja 30 Hz. Alipaineen tuottamiseen käytettiin ainoastaan vakuumpumppua, paineen ollessa välillä 0,14–0,27 mbar. Ensimmäisen kunnollisen koeajon suurimmaksi haasteeksi osoittautui yhteistyö vaakojen ja kolonnin vaipan hauteen kanssa. Vaa'at heittelevät koeajon puolessa välissä, jolloin massataseita jouduttiin laskemaan jonkin aikaa käsin. Lisäksi kolonnin vaipan hauteelle meni liian iso määrä jäähdytysvettä, mikä häiritsi öljyhauteen pinnanmittausta.

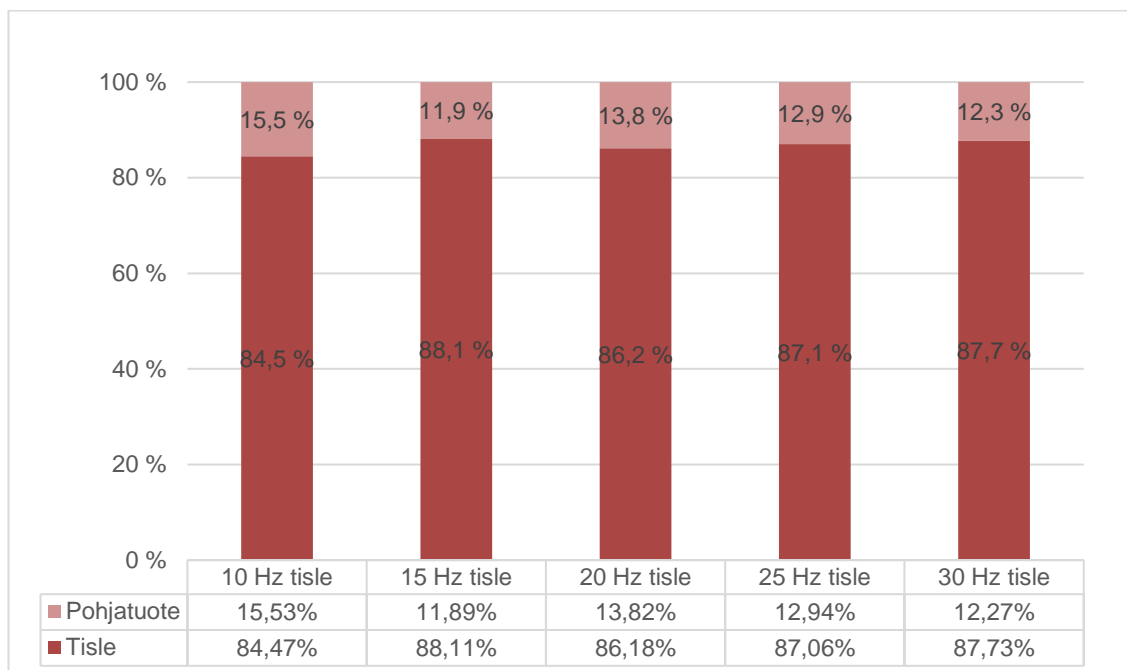
Alla olevista taulukoista 4 ja 5 nähdään, kuinka haluttu leikkaus on saavutettu. Taulukosta 4 nähdään saatujen tisleiden GC-tislauksien tulokset leikkauskohdassa.

Taulukossa vasemmalla näkyy, kuinka paljon ainetta on tislautunut näytteen kokonaismassasta. Vihreällä on korostettu leikkauksen lämpötila, eli se lämpötila, jonka ylipuolella kiehuvat komponentit jäävät teoriassa täysin pohjatuotteeseen. Taulukosta nähdään kuitenkin, että tisleen mukaan on tarttunut pieniä määriä raskaita komponentteja, niin kutsuttuja häntiä. Mitä pienemmät hännät, sitä tarkempi on haluttu leikkaus.

Taulukko 4. Ajon 1 GC-tislaustulokset tisleen osalta.

	TA-480	TA-480	TA-480	TA-480	TA-480
	10 Hz	15 Hz	20 Hz	25 Hz	30 Hz
mass%	°C	°C	°C	°C	°C
83	477,8	471,4	474,8	473,4	470,4
84	479,2	473	476,2	474,8	471,8
85	480,8	474,6	478	476,4	473,8
86	482,4	476,2	479,6	478,2	475,2
87	484,2	478	481,4	479,8	477
88	486	479,8	483,2	481,6	479
89	488	481,6	485,2	483,6	481
90	489,8	483,6	487,6	485,8	483,2
91	492	485,8	489,6	488,2	485,4
92	494,4	488,4	492,2	490,4	488

GC-tislaustulosten perusteella on laskettu tarkka arvo sille, kuinka suuri prosenttiosuus tisleeseen on jäänyt raskaita komponentteja. Kuvasta 16 nähdään viiden ajonopeuden tulokset esitettynä pylväsdiagrammina. Diagrammista voidaan nähdä, että ensimmäisen ajonopeuden leikkaus on hieman muita leikkauksia epätarkempi, mutta muilla ajonopeuksilla leikkaukset ovat olleet hyvin tasaisia ja tisleeseen jääneet raskaiden komponenttien pitoisuudet ovat hyväksyttävällä tasolla.



Kuva 16. Pylväsdiagrammi raskaiden komponenttien prosenttiosuuksista tisleessä.

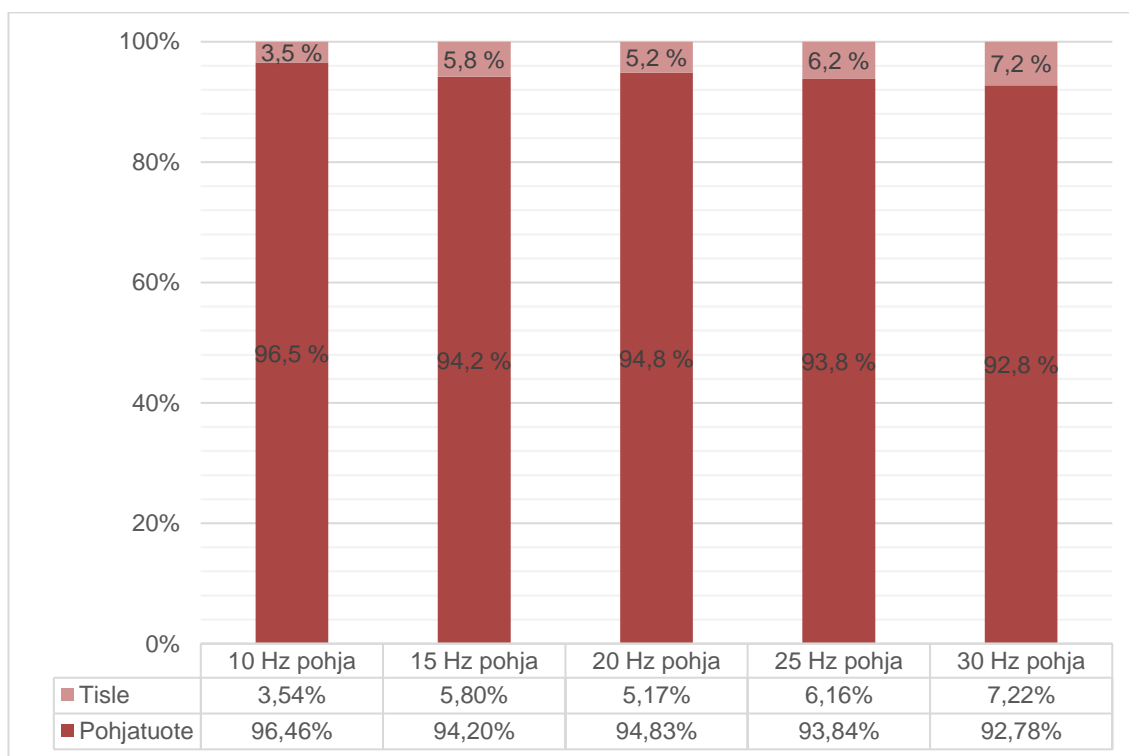
Taulukosta 5 nähdään saatujen pohjatuotteiden GC-tulokset leikkauskohdasta. Taulukosta nähdään, että pohjatuotteeseen on jäänyt pieniä määriä kevyitä komponentteja.

Taulukko 5. Ajon 1 GC-tislaustulokset pohjatuotteen osalta.

	480+	480+	480+	480+	480+
	10 Hz	15 Hz	20 Hz	25 Hz	30 Hz
mass%	°C	°C	°C	°C	°C
0,5	451	437,6	443,2	434	431,6
1	461	449	452,8	446	441,8
2	471,4	460	463,4	457,8	453,4
3	477,8	467,4	470,2	465,6	460,8
4	482,6	472,6	475,2	471,2	467
5	486,8	477	479,6	475,6	471,6
6	490,6	480,8	483,4	479,6	475,6
7	494	484,2	486,8	483,2	479,4
8	497	487,4	490,2	486,8	482,8

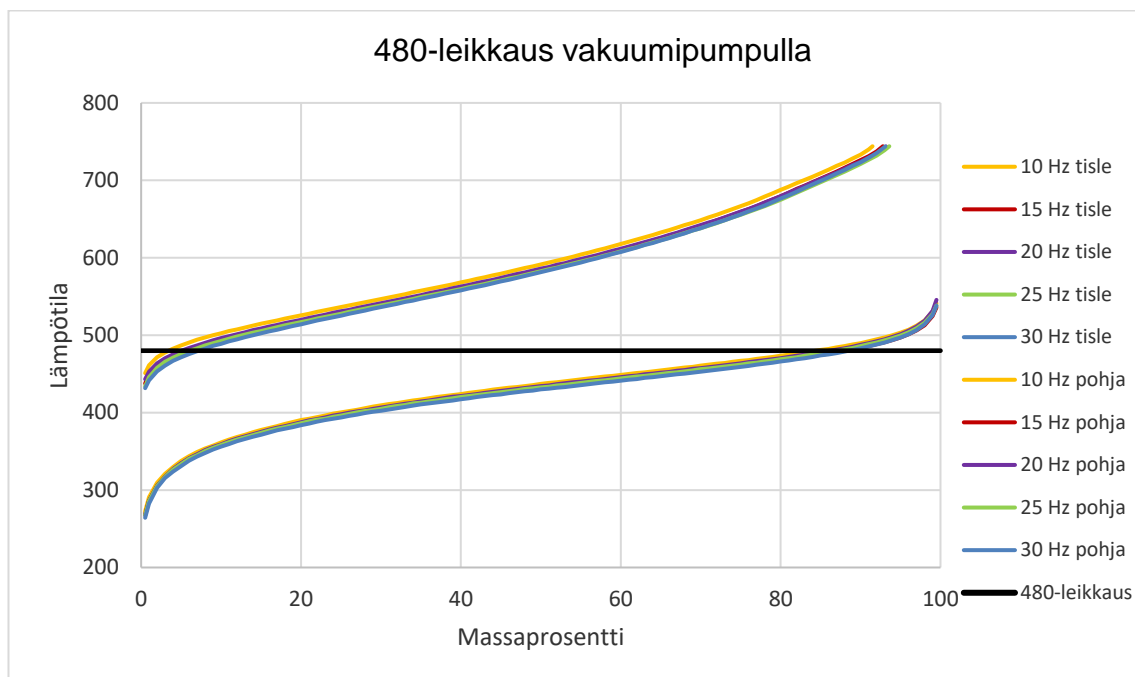
Alla olevasta kuvasta 17 voidaan nähdä tarkka prosenttiosuus pohjatuotteeseen jääneille kevyille komponenteille. Erityisesti ensimmäisen ajonopeuden pohjatuotteen leikkaus on erittäin tarkka, vaikka kyseisen ajonopeuden tisleen leikkaus oli ajonopeuden epätarkin. Keskimmäiset ajonopeudet ovat olleet hyvin tasaisia sekä tisleen että

pohjatuotteen puolella. Viimeisen ajonopeuden pohjatuotteen leikkaus on selvästi hieman heikompi verrattuna muihin ajonopeuksiin.



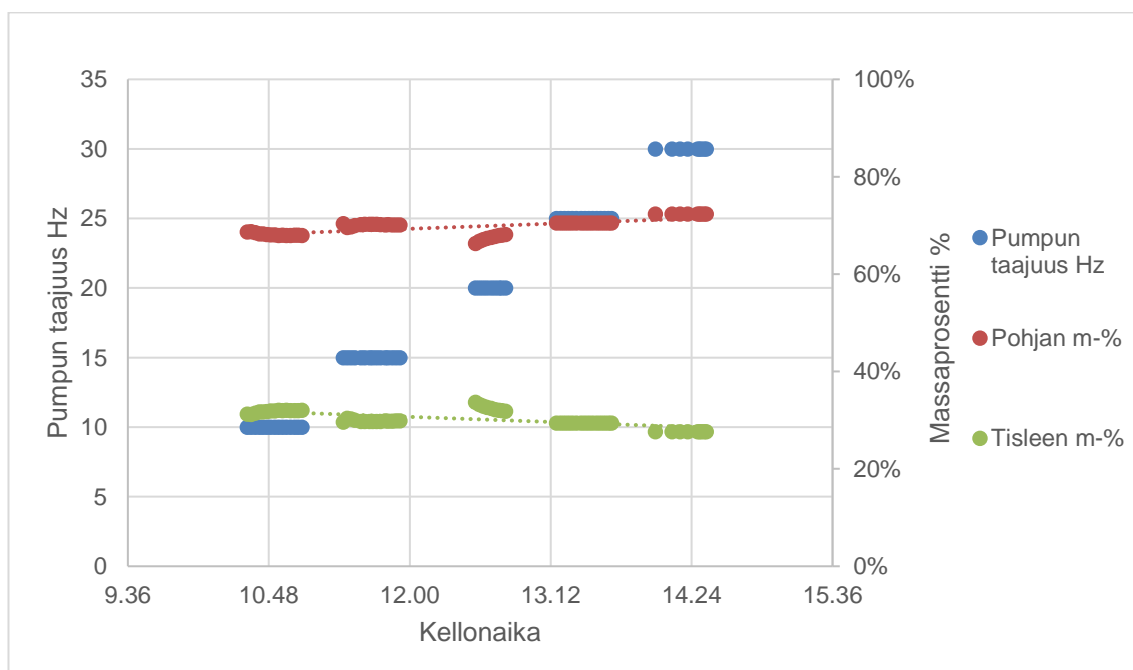
Kuva 17. Diagrammi kevyiden komponenttien prosentiosuuksista pohjatuotteessa.

Saaduista GC-tislaustuloksista voidaan nähdä, että tisleeseen on jäänyt maksimissaan 15 % raskaita jakeita. Pohjatuotteeseen puolestaan on jäänyt maksimissaan 7 % kevyitä jakeita. Hännät molemmissa tuotteissa ovat kuitenkin kohtalaisen pieniä ja leikkaus on riittävän tarkka. GC-tislauksen tulokset on esitetty kuvassa 18. Kuvasta nähdään, että saatujen tuotteiden tislauskäyrät eivät hirveästi eroa toisistaan.



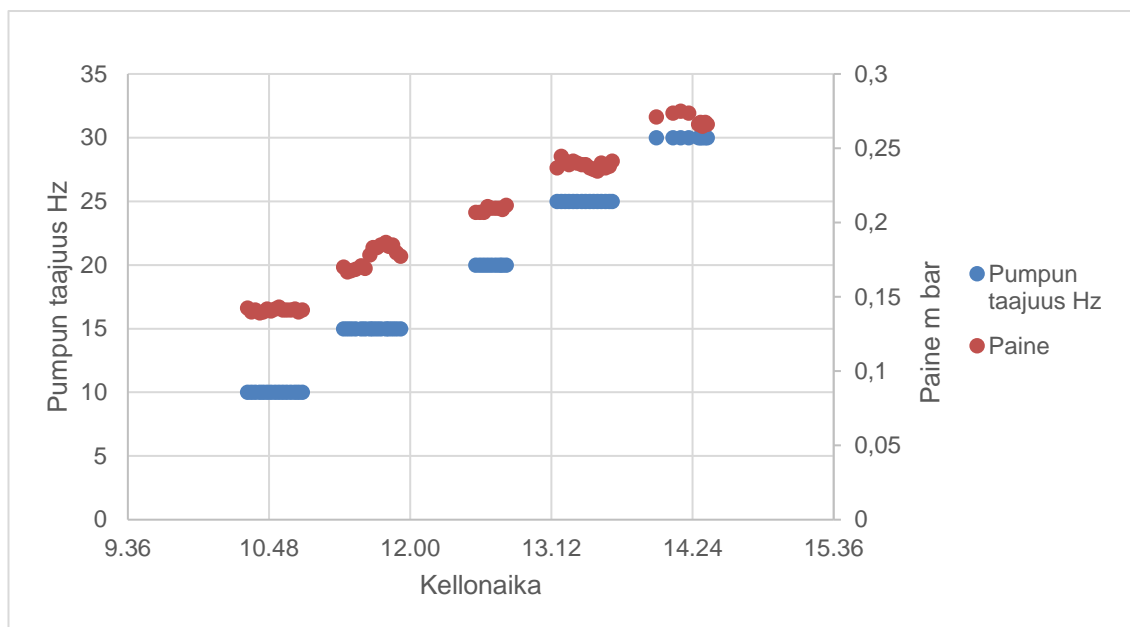
Kuva 18. Saadut GC-tislaustulokset kaaviokuvana

Kuvasta 19 puolestaan nähdään, miten pumpun taajuuden muuttaminen on vaikuttanut tisleen ja pohjatuotteen massasaantoon.



Kuva 19. Tisleen ja pohjatuotteen saanto pumpun eri taajuuksilla.

Kuvasta 20 nähdään, miten alipaine on muuttunut, kun pumpun taajuutta on kasvatettu. Voidaan havaita, että alipaine on heikentynyt lähestulkoon samassa suhteessa pumpun taajuuden kasvaessa.



Kuva 20. Paine suhteessa pumpun taajuuteen.

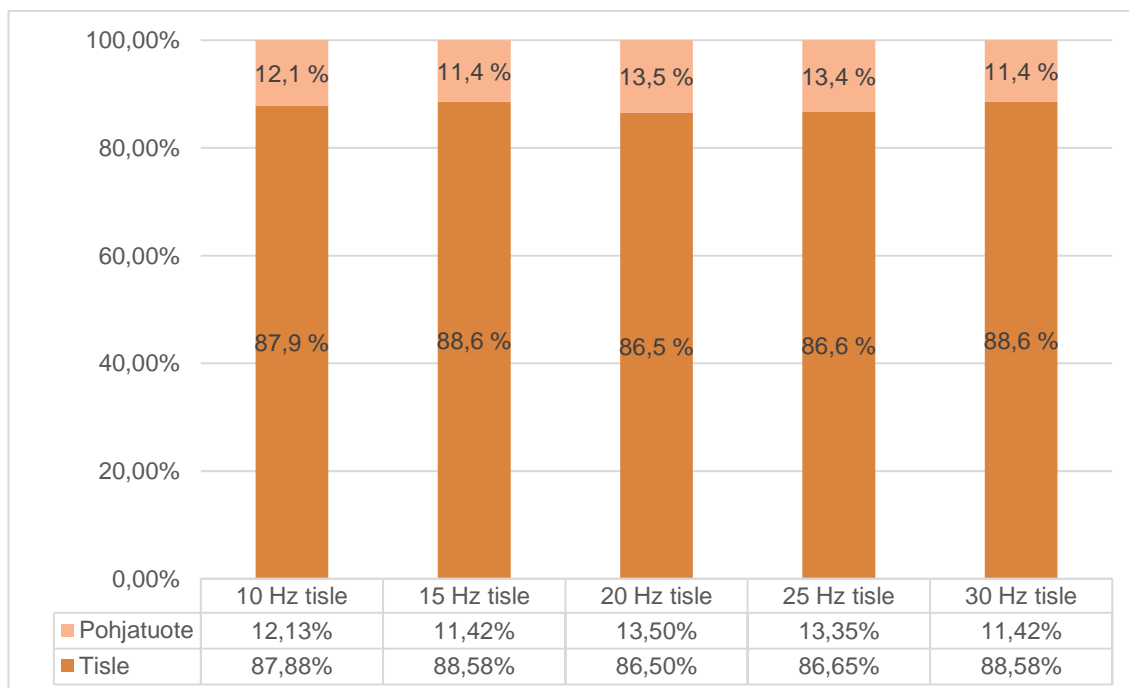
5.3 Ajo 2

Toinen koeajorupeama ajettiin sekä vakuumi- että diffuusiopumppujen ollessa päällä. Saavutettu paine oli välillä 0,0042–0,0066 mbar. Myös tässä ajossa leikkauksen lämpötila oli 480 °C ja syöttöpumpun taajuudet 10, 15, 20, 25 ja 30 Hz. Tässä ajossa vaakojen tai öljyhauteiden kanssa ei ollut ongelmia.

Taulukko 6. Ajon 2 GC-tislaustulokset tisleelle.

mass%	TA-480	TA-480	TA-480	TA-480	TA-480
	10 Hz °C	15 Hz °C	20 Hz °C	25 Hz °C	30 Hz °C
85	475,2	473,8	477,6	477,2	472,2
86	477	475,2	479	478,8	473,8
87	478,6	477	480,8	480,6	475,4
88	480,2	478,8	482,4	482,2	477,4
89	482	480,8	484,4	484	479,2
90	483,8	482,4	486,4	486,2	481,4
91	486	484,6	488,6	488,4	483,4
92	488,4	486,8	490,6	490,6	486

Taulukosta 6 nähdään saatujen tisleiden GC-tislaustulokset. Tässä koeajossa saatuihin tisleisiin oli jäänyt maksimissaan 13 % raskaita jakeita, eli hännät ovat edellistä koeajoa pienempiä. Kuvassa 21 esitetystä pylväsdiagrammista voidaan nähdä tarkat prosentiosuudet eri ajonopeuksilla. Myös tästä voidaan huomata, että tisleen suhteen ajotulokset ovat ensimmäistä ajoa tarkempia. Kaikilla ajonopeuksilla tisleeseen on jäänyt lähestulkoon saman verran raskaita komponentteja, eli leikkausjälki on hyvin tasaista vaikka olosuhteet laitteistossa muuttuivat hieman.



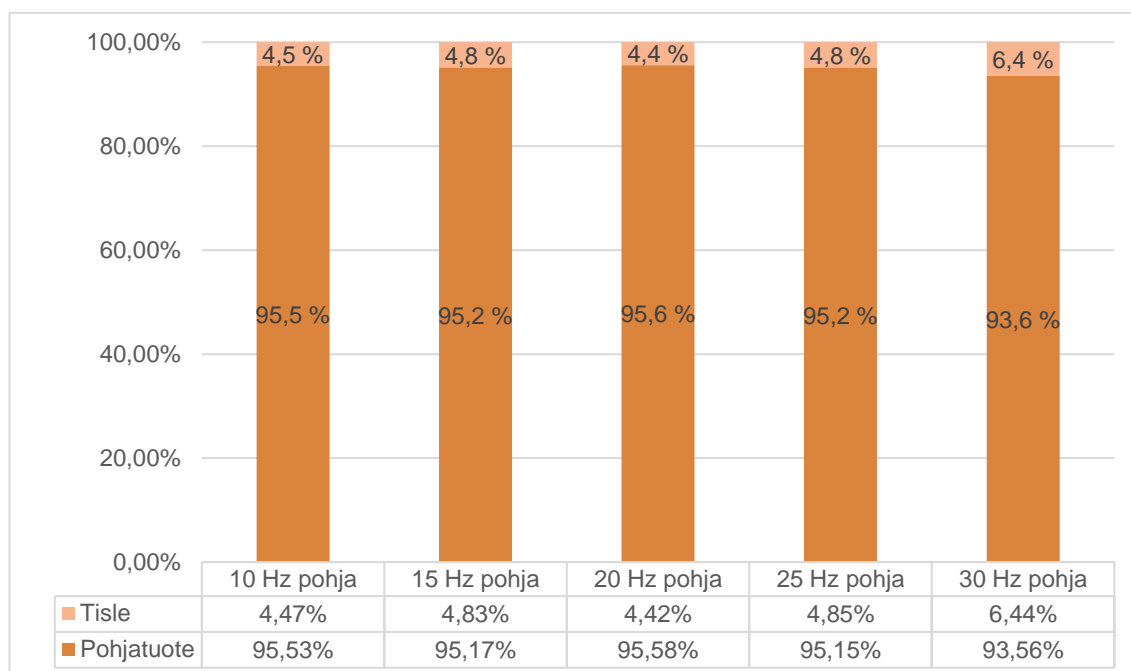
Kuva 21. Pylväsdiagrammi raskaiden komponenttien prosentiosuuksista tisleessä.

Taulukosta 7 puolestaan nähdään, että pohjatuotteeseen on jäänyt maksimissaan 6 % keveitä jakeita. Hännät myös pohjatuotteessa ovat hyvin pieniä ja leikkaus on edellistä ajoa tarkempi.

Taulukko 7. Ajon 2 GC-tislaustulokset pohjatuotteelle.

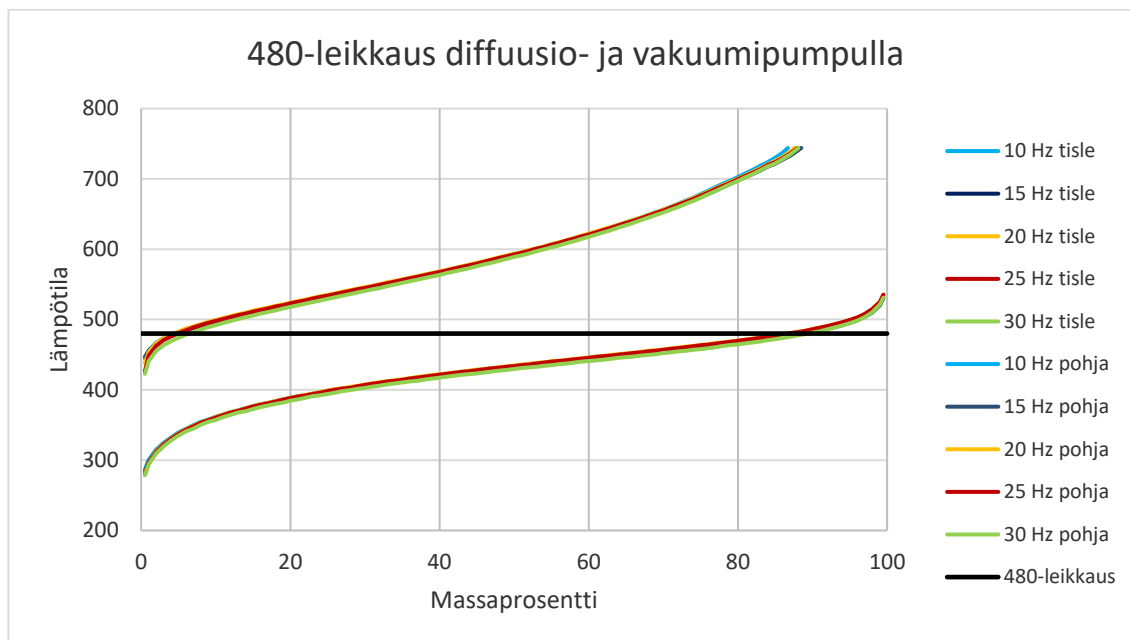
	480+	480+	480+	480+	480+
	10 Hz	15 Hz	20 Hz	25 Hz	30 Hz
mass%	°C	°C	°C	°C	°C
0,5	444,4	447	438	426,2	422,8
1	456	455,8	453,8	448,6	441
2	467	465,6	466,2	462,4	455
3	473,4	471,6	473,2	470,4	463,4
4	478,4	476,6	478,4	476	469,4
5	482,4	480,8	482,8	480,8	474,4
6	486,2	484,4	486,8	484,8	478,4
7	489,4	487,8	490,2	488,6	482,2
8	492,8	491	493,4	491,8	485,8

Kuvassa 22 esitetystä pylväsdiagrammista voidaan nähdä, että lukuun ottamatta viimeistä ajonopeutta pohjatuotteen leikkaus on ollut erittäin tasainen eikä pohjatuotteeseen ole jäänyt lähes ollenkaan häntiä.



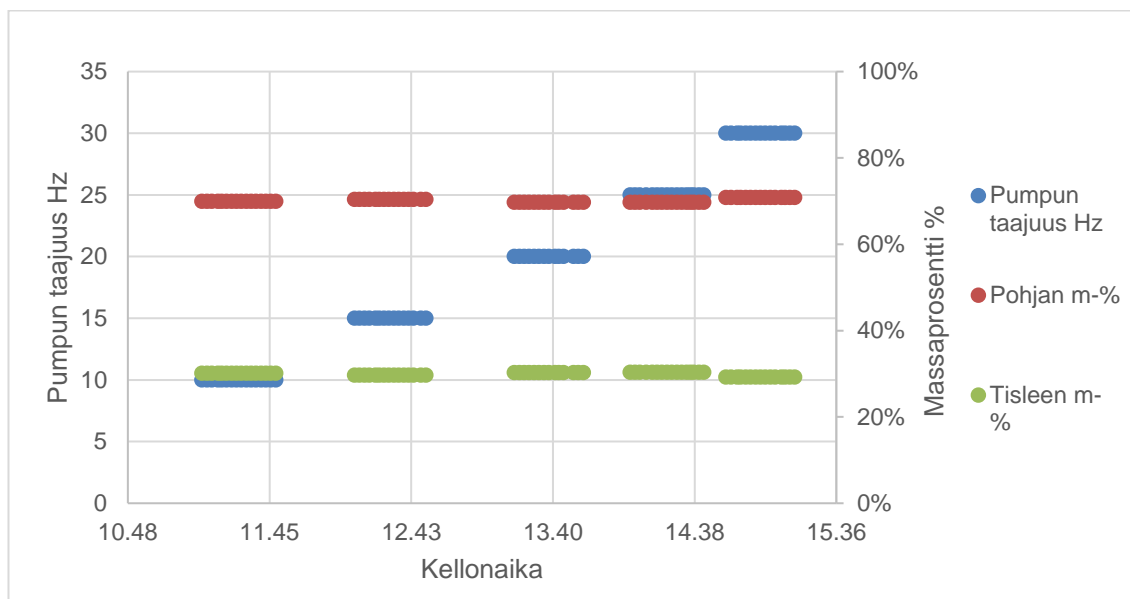
Kuva 22. Pylväsdiagrammi kevyiden komponenttien osuuksista pohjatuotteessa.

Kuvasta 23 nähdään myös tislautuneen osuuden massaprosentti lämpötilan noustessa. Tislaukset eri pumpun taajuuksilla ovat olleet erittäin tasaiset ja erot ovat hyvin pieniä. Edelliseen ajoon verrattuna voidaan nähdä, että kuvaajat kulkevat vielä tasaisemmin päällekkäin, joten ajo on edelliseen verrattuna ollut vielä tasaisempi.



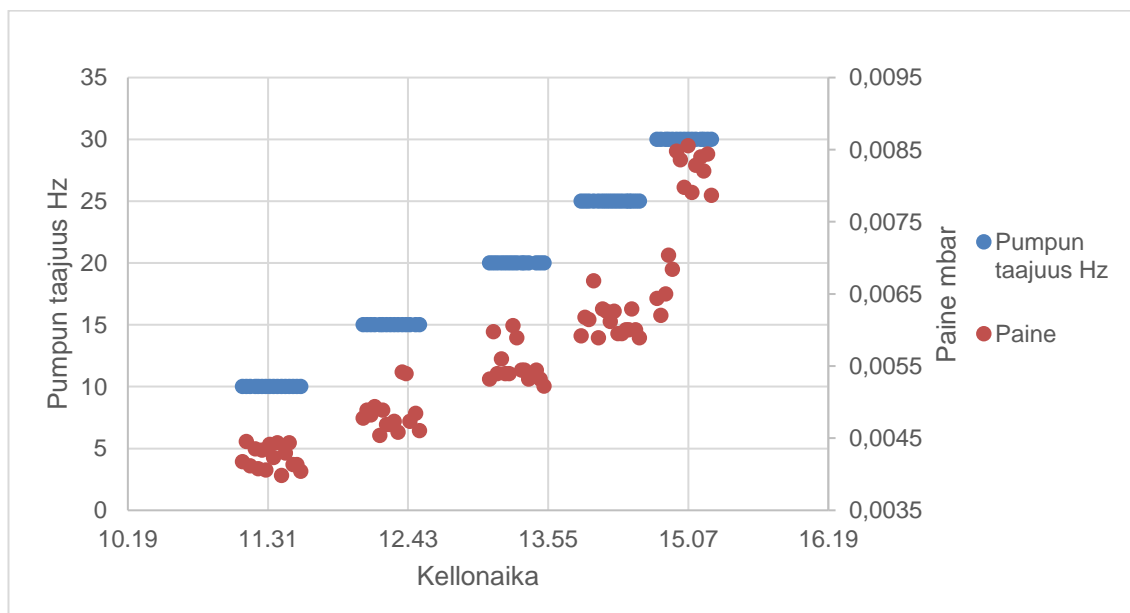
Kuva 23. Kaaviokuva saaduista GC-tislauksista

Kuvasta 24 voidaan puolestaan nähdä, että pumpun taajuuden muuttaminen ei ole paljoakaan vaikuttanut tisleen ja pohjatuotteen saantoihin. Saannot ovat pysyneet lähestulkoon samoina koko ajon aikana, vaikka olosuhteita on muutettu.



Kuva 24. Tisleen ja pohjatuotteen saanto pumpun eri taajuuksilla.

Kuvasta 25 nähdään, miten paine on muuttunut, kun pumpun taajuutta on kasvatettu. Voidaan havaita, että alipaine on heikentynyt lähestulkoon samassa suhteessa pumpun taajuuden kasvaessa. Erityisesti viimeisellä pisteellä alipaine on selvästi heikentynyt verrattuna aikaisempiin pisteisiin.



Kuva 25. Paineen muutos pumpun eri taajuuksilla.

5.4 Ajo 3

Kolmas koeajokerta ajettiin sekä vakuumi- että diffuusiopumppujen ollessa päällä. Saavutettu paine oli välillä 0,0066–0,0096 mbar. Koeajossa tavoiteltu leikkaus oli 540 °C, ja tavoitteena oli ajaa samat nopeudet kuin edellisissäkin koeajoissa.

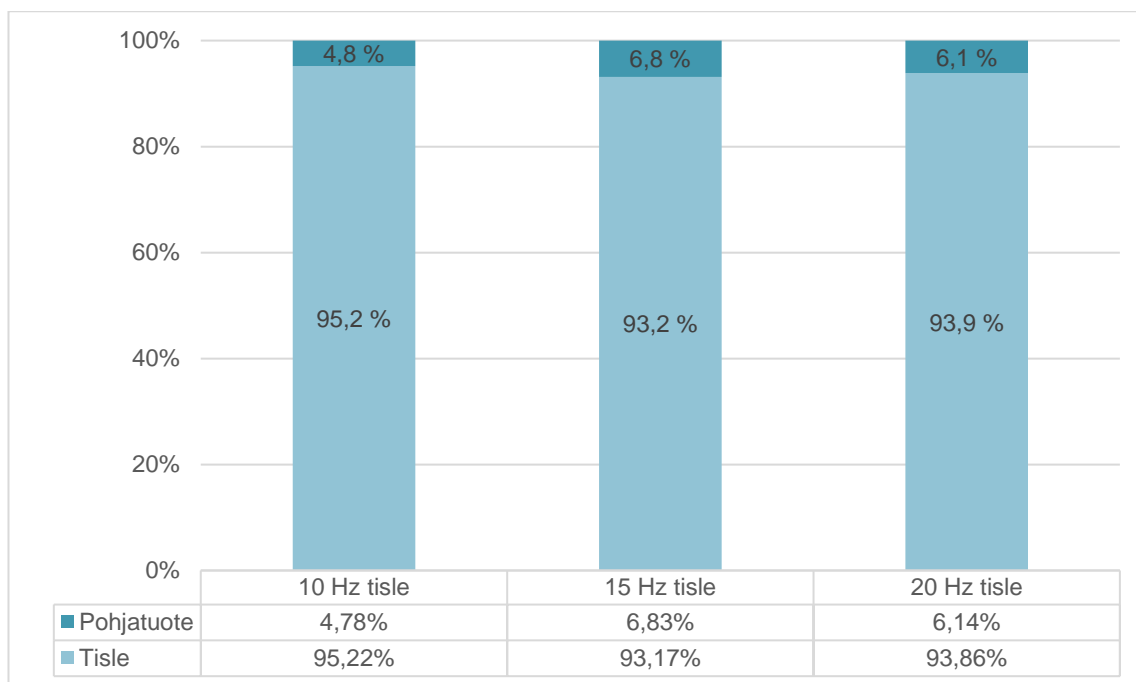
Alun perin koeajo oli tarkoitus ajaa samalla tavalla kahdessa osassa kuin 480-leikkauskin, eli ensin pelkällä vakuumpumpulla ja sen jälkeen vakuumi- ja diffuusiopumpulla. Koeajon alussa selvisi kuitenkin, ettei laitteiston lämpötila riitä tekemään leikkausta pelkästään vakuumpumpulla ajaessa. Laitteiston lämpöhäviö on kuitenkin sen verran suuri, ettei lämpötilaa pystytty nostamaan yli 266 °C. Pelkän vakuumpumpun avulla tehty 540-leikkaus olisi vaatinut laitteistolta vähintään 270 °C:n lämpötilaa. Tämän takia 540-leikkaus päätettiin ajaa ainoastaan sekä vakuumi- että diffuusiopumppujen ollessa päällä. Tällöinkin lämpötilan nostaminen sopivaksi osoittautui hieman haastavaksi, mutta laitteistolla onnistuttiin ajamaan nopeudet 10, 15 ja 20 Hz. Pumpun taajuutta muuttaessa isompaan myös laitteiston lämpötilaa täytyi tasaisesti nostaa, koska vakuumi heikkeni hieman syöttönopeuden kasvaessa.

20 Hz taajuudella laitteiston maksimikäyttölämpötilaksi osoittautui 259 °C. Tällä pumpun taajuudella lämpötilan olisi pitänyt olla noin 261 °C, mikä näkyy massasaannoissa: tislettä on tässä pisteessä tullut liian vähän. Taulukossa 8 olevista GC-tuloksista katsottuna leikkaus on kuitenkin ollut riittävän tarkka, huolimatta siitä, että massasaannot jäivät hieman alakanttiin.

Taulukko 8. Ajon 3 GC-tislaustulokset saadulle tisleelle.

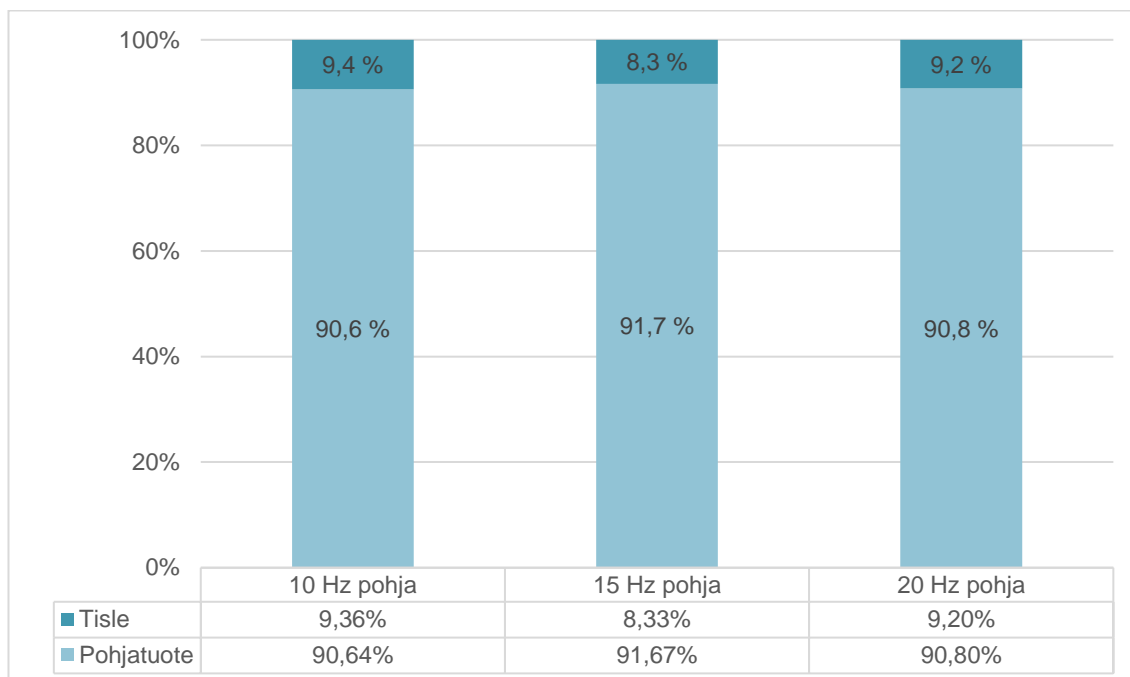
mass-%	TA-540	TA-540	TA-540	mass-%	540+	540+	540+
	10 Hz	15 Hz	20 Hz		10 Hz	15 Hz	20 Hz
	°C	°C	°C		°C	°C	°C
92	530	536,6	534,6	6	530,8	533,4	531,2
93	532,8	539,4	537,2	7	533,8	536,4	534,2
94	535,6	542,4	540,4	8	536,6	539,2	537
95	538,8	545,8	543,8	9	539,4	541,8	539,4
96	542,8	549,6	547,8	10	541,6	544,2	542
97	547,6	554,6	552,6	11	544	546,4	544,2

Myös kuvassa 26 esitetystä diagrammista voidaan nähdä, että vaikka tisleisiin jääneiden raskaiden komponenttien määrä ei ole aivan tasainen, on leikkaus silti edellisten ajojen tisleen leikkauksia tarkempi.



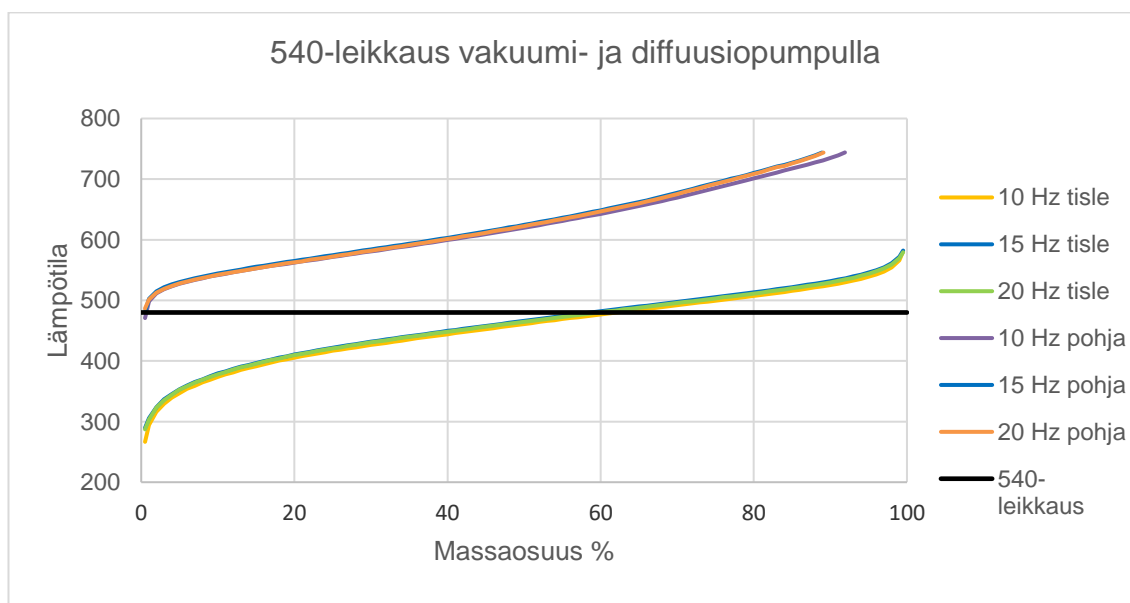
Kuva 26. Raskaiden komponenttien prosenttiosuudet tisleessä.

Kuvassa 27 olevasta diagrammista nähdään, että pohjatuotteen leikkaus ei kuitenkaan ole yhtä tarkka edellisiin ajoihin verrattuna. Kevyistä komponenteista johtuvat hännät ovat kaikilla ajonopeuksilla isompia, mutta jälki on kuitenkin kohtalaisen tasaista ja leikkaus vielä hyväksyttävällä tasolla.



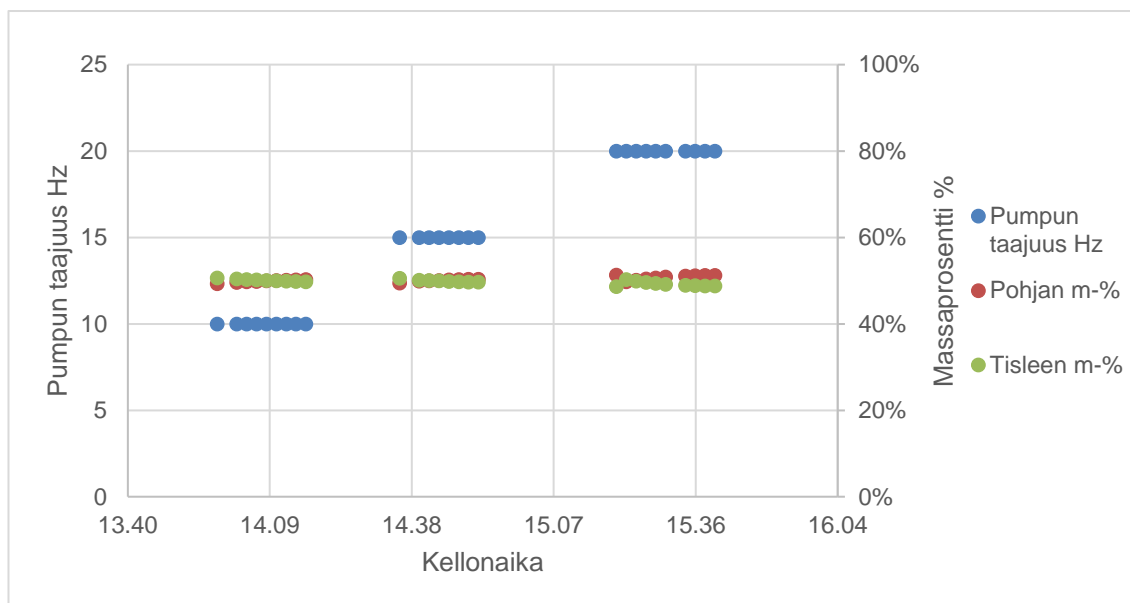
Kuva 27. Kevyiden komponenttien prosentiosuudet saaduista pohjatuotteista.

Kuvasta 28 voidaan nähdä, että kolme ajettua pistettä ovat olleet hyvin tasalaatuisia, eikä niissä ole GC-tislauksen mukaan suuriakaan koostumuksellisia eroja.



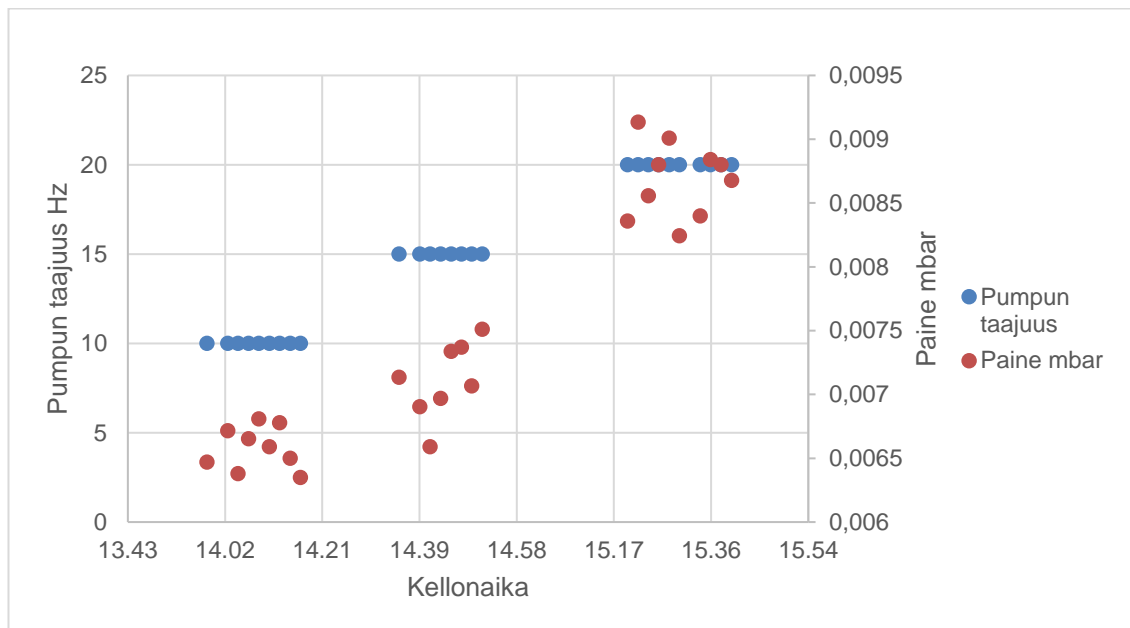
Kuva 28. Saadut GC-tislaustulokset kaaviokuvana.

Kuvassa 29 näkyy, että massasaannot ovat olleet kohtalaisen tasaisia kaikissa pisteissä. Ainoastaan kolmannessa pisteessä tisleen saanto on ehkä hieman alakanttiin, mutta kuten aikaisemmin todettiin, oli leikkaus tästä huolimatta hyvä.



Kuva 29. Ajon 3 tisleen ja pohjatuotteen saannot eri pumpun taajuuksilla.

Viimeisessä kuvassa 30 näkyy alipaineen muutos, kun pumpun taajuutta on kasvatettu. Viimeisessä pisteessä paine on jo selvästi heikentynyt, kun kahdessa edellisessä alipaineen muutos on kuitenkin ollut vielä kohtalaisen pieni.



Kuva 30. Paineen vaihtelu suhteessa pumpun taajuuteen.

5.5 Ajotulosten analysointi

Saaduista tuloksista voidaan huomata, että ohutkalvohaihduuttimella tehdyt leikkaukset ovat tarkkoja, eikä tisleeseen tai pohjatuotteeseen jää pitkiä häntiä. 480-leikkauksesta voidaan huomata, että yhdistelmällä vakuumi- ja diffuusiopumppu haluttu leikkaus on ollut tarkempi ja tasaisempi kaikilla syöttönopeuksilla, kun taas pelkästään vakuumpumpulla ajatussa leikkauksessa on hieman enemmän heittoa häntien pituuksissa. Pelkällä vakuumpumpulla tisleeseen on jäänyt 11–15 % raskaita jakeita, kun taas vakuumpumppu-diffuusiopumppu-yhdistelmällä häntää on jäänyt 10–13 %. Pohjatuotteeseen on ensimmäisessä koeajossa jäänyt 4–7 % kevyitä komponentteja, kun taas toisessa koeajossa kevyitä on ollut hyvin tasaisesti 5–6 %.

Alipaine on 480-leikkauksessa heikentynyt molemmissa koeajoissa. Toisessa koeajossa, jossa ajossa olivat sekä diffuusiopumppu että vakuumpumppu, alipaineen heikentyminen on kuitenkin ollut pienempää. Ainoastaan viimeisessä ajopisteessä (30 Hz) näkyy alipaineen reilumpi heikkeneminen.

Laitteisto on ollut hyvin tarkka myös 540-leikkauksella, erityisesti saadut tisleet ovat olleet erittäin tarkasti leikattuja: häntiä on jäänyt alle 7 %, verrattuna 480-leikkauksen

10–15 %:n. Pohjatuotteen hännät ovat kuitenkin jääneet tässä ajossa hieman pidemmiksi, verrattuna aikaisemmin ajettuihin 480-leikkauksiin: Pohjatuotteisiin on jäänyt kevyitä komponentteja 8–9 %. Painehäviö on myös suurempi verrattuna toisen koeajon painehäviöön samoilla nopeuksilla, mutta se on silti pienempi verrattuna pelkästään vakuumpumpulla ajatun koeajon painehäviöön.

Laitteiston kapasiteetti on siis luvatonlainen: sekä pohjatuote että tisle ovat hyvälaatuisia, ja erotus on riittävän tarkka kaikilla käytetyillä syöttönopeuksilla.

Laitteistoa ajaessa tulee ottaa huomioon, miten alipaine muuttuu syöttönopeutta muutettaessa. Alipaineen muuttuessa myös laitteiston lämpötilaa täytyy hieman säätää, jotta saadaan haluttu leikkaus. Saatujen tuloksien perusteella laitteisto sopii hyvin ajoihin, joissa laitteiston lämpötilan ei tarvitse olla yli 255 °C:tta ilmanpaineessa. Näin ollen se soveltuu siis erittäin hyvin SIIRI:n tuotteiden 480-leikkauksen tislaamiseen. 540-leikkauksen tekeminen ei ole suositeltavaa, mutta tarvittaessa leikkauksen pystyy tekemään, kun pumpun taajuus on alle 20 Hz. Tislauksen tekijän on syytä varautua, että leikkaukseen tarvittavan lämpötilan nostaminen laitteistossa vie kohtalaisen paljon aikaa.

6 Yhteenveto

Työn tavoitteena oli tutustua ohutkalvohaihduttimen toimintaperiaatteeseen, rakenteeseen ja käyttöön. Työhön kuului käytännön osuutena laitteiston toimintavarmuuden testaaminen koeajamalla sillä RT 3:n pohjatuotetta.

Työssä päästiin tavoitteisiin ja laitteisto on tullut tutuksi insinööriyön tekijälle. Laitteiston toimintavarmuus testattiin koeajojen yhteydessä, jolloin todettiin että laitteisto on luvatonlainen. Insinööriyö toimii myös laitteiston käyttöohjeena, ja sen perusteella laaditaan Nesteen standardien mukainen laiteohje laitteen normaalista käytöstä.

Laitteistoa on mahdollista kehittää esimerkiksi kolonnin vaipan öljyhauteen suhteen, jolloin laitteiston käyttölämpötilaa pystyttäisiin vielä nostamaan. Lisäksi laitteiston valmistajalla on saatavilla öljyhauteelle erillinen jäähdytin, jonka avulla laitteisto pystyttäisiin jäähdyttämään tehokkaammin. Vaakojen toimintavarmuutta parantaisi

alustan tärinän vaimentaminen sekä oviaukosta virtaavan kylmän ilman pääsyn estäminen tislauslaboratorioon. Vaa'at ovat tällä hetkellä samassa kehikossa muun laitteiston kanssa, ja pyyhkijän moottori aiheuttaa jonkin verran tärinää laitteiston kehikkoon. Tämä on todennäköisesti kylmän ilmavirran lisäksi toinen syy siihen, miksi vaa'at temppuilivat ajon aikana.

6.1 Virhemarginaali


Koeajoihin loi haastetta ohjausjärjestelmään kytketyt vaa'at, joiden massasaantoihin ei aina voinut luottaa. Vaa'at häiriintyivät oletettavasti sekä pyyhkijän moottorin aiheuttamasta tärinästä että tilan ilmanpaineen vaihteluista, johtuen viereisestä ulko-ovesta, josta pääsi välillä kylmää ilmaa tislauslaboratoriotilaan. Tästä johtuen tislauslaitteistoa joutui välillä ajamaan sokkona tai laskemalla käsin massasaantoja. Vaakojen ongelmista huolimatta GC-tislaustulosten sekä saatujen tisle- ja pohjatuotesaantojen perusteella ajot onnistuivat hyvin.

Lähteet

1. Neste Oyj, 10.04.2017, <http://www.neste.com>
2. Lehtonen Pekka, Lehtonen Paula. 2008. Teknisten alojen kemia. WSOY Oppimateriaalit.
3. Seader, J.D., Henley Ernest J. 2006. Separation process principles. John Wiley & Sons, Inc.
4. Kajava, Jari. 2012. Etanolix-prosessin laadunhallinta. Insinööriyö. Metropolia Ammattikorkeakoulu
5. Research Gate. Verkkodokumentti. <https://www.researchgate.net/figure/233279244_fig3_Figure-3-xy-diagram-for-MTBE-methanol-system-at-atmospheric-pressure>. Päivitetty 12.5.2017. Luettu 02.05.2017
6. LCI Corporatio. Verkkodokumentti. <http://lcicorp.com/short_path_evaporators/short_path_evaporator/>. Päivitetty 12.05.2017. Luettu 05.04.2017.
7. AG! Asahi Glassplant Inc. Verkkodokumentti. <<http://www.asahiglassplant.com/products/short-path-evaporator-3/>>. Päivitetty 12.05.2017. Luettu 05.04.2017.
8. VTA Verfahrenstechnische Anlagen GmbH. Verkkodokumentti. <<http://www.avta-us.com/basics.html>>. Päivitetty 12.05.2017. Luettu 05.04.2017.
9. Bethge, Daniel. 2016. Heat Transfer in Wiped Film Evaporators. Chemical Engineering, New York, 2016, s. 44–47.
10. Fazio Martins Patricia, Carmonac Claudio, Martineza Edgar Leonardo, Sbaitea Paula, Filhoa Rubens Maciel, Maciela Maria Regina Wolf. 2012. Short path evaporation for methyl chavicol enrichment from basil essential oil. Separation and Purification Technology, 2012, Vol. 87 s. 71–78.
11. Zou Long, Akoh Casimir C. 2013. Identification of Tocopherols, Tocotrienols, and Their Fatty Acid Esters in Residues and Distillates of Structured Lipids Purified by Short-Path Distillation. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2013, Vol 61 s. 238–246.
12. Lutišan Juraj, Cvengroš Ján, Micov Miroslav. 2002. Heat and mass transfer in the evaporating film of a molecular evaporator. Chemical Engineering Journal, 2002, Vol.85 (2), s. 225–234.

13. Lutišan Juraj, Cvengroš Ján. 1995. Mean free path of molecules on molecular distillation. The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal, 1995, Vol.56 (2), s. 39–50.
14. Vironkannas Eija. 2010. GC raskaista tisleistä ja pohjaöljyistä OQD-9098, 2010, Nesteen sisäinen ohje.
15. Söderlund Anne. 2013. Kaasukromatografinen kiehumispistejakauma OQD-2428, 2013, Nesteen sisäinen ohje.
16. Laitteen toimittajan VTA:n käyttöohjeet laitteistolle.
17. Huatai Biopharm Inc. Verkkodokumentti. <<http://www.huatai-biopharm.com/htweb/page.asp?bigclass=3&id=64>>. Päivitetty 12.05.2017. Luettu 02.04.2017.

Liite 1: Laitteiston tiiveystesti

Leak rate test		
glass distillation pilot plant		
Plant:	Short Path Distillation Plant	
VTA-Project:	VKL 125-15 FDRR-SKR-T	
Customer:	Neste Oyj	
Purchase Order No.:	157574	
volume:	Vol. in Liter	
	evaporator	7,0
	cold trap	1,5
	vacuum pipe	1,0
	oil diff. Pump	0,5
	flexibel hose	0,2
	glass bulb	0,1
V=		10,3
	time in second	
	t ₁	0,00
	t ₂	600,00
	t ₂ -t ₁ =	600,00
	pressure in mbar	
	p ₁	0,046
	p ₂	0,850
	p ₂ -p ₁ =	0,804
leak rate $q_L=(p_2-p_1)V/(t_2-t_1)=$		0,01380 mbar * l / s
allowed leak rate : < 0,1 mbar * l / s		

end pressure 0,046 mbar. Test only with rotary vane vacuum pump V130

city:	date:	inspector:
Niederwinkling	<i>18/11/16</i>	<i>P.A. Pankas Wila</i>

Liite 2: Pyyhkijän rotaatiotesti

**Werksabnahmeprotokoll**

Acceptance Certificate of Manufacturer

Nr.: 1-9049 Blatt: 1 von: 1

No.: Sheet: of:

Gegenstand: Object:	SKR-Rotor for VKL 125-15	Anzahl: Quantity:	1
Kunde: Customer:	Neste Oyj	Bestellnummer: Order number:	157574
Kd-Auftrags-Nr.: Customer No.:	1-9007	Fabrik-Nr.: Item No.:	----
Anforderung: Requirements:	According to drawing	Werkstoff: Material:	1.4571
Zeichnungs-Nr.: Drawing No.:	01.2658	Baujahr: Year of build:	2016

Rundlaufstest – außerhalb Verdampfer:

rotation test – outside evaporator body:

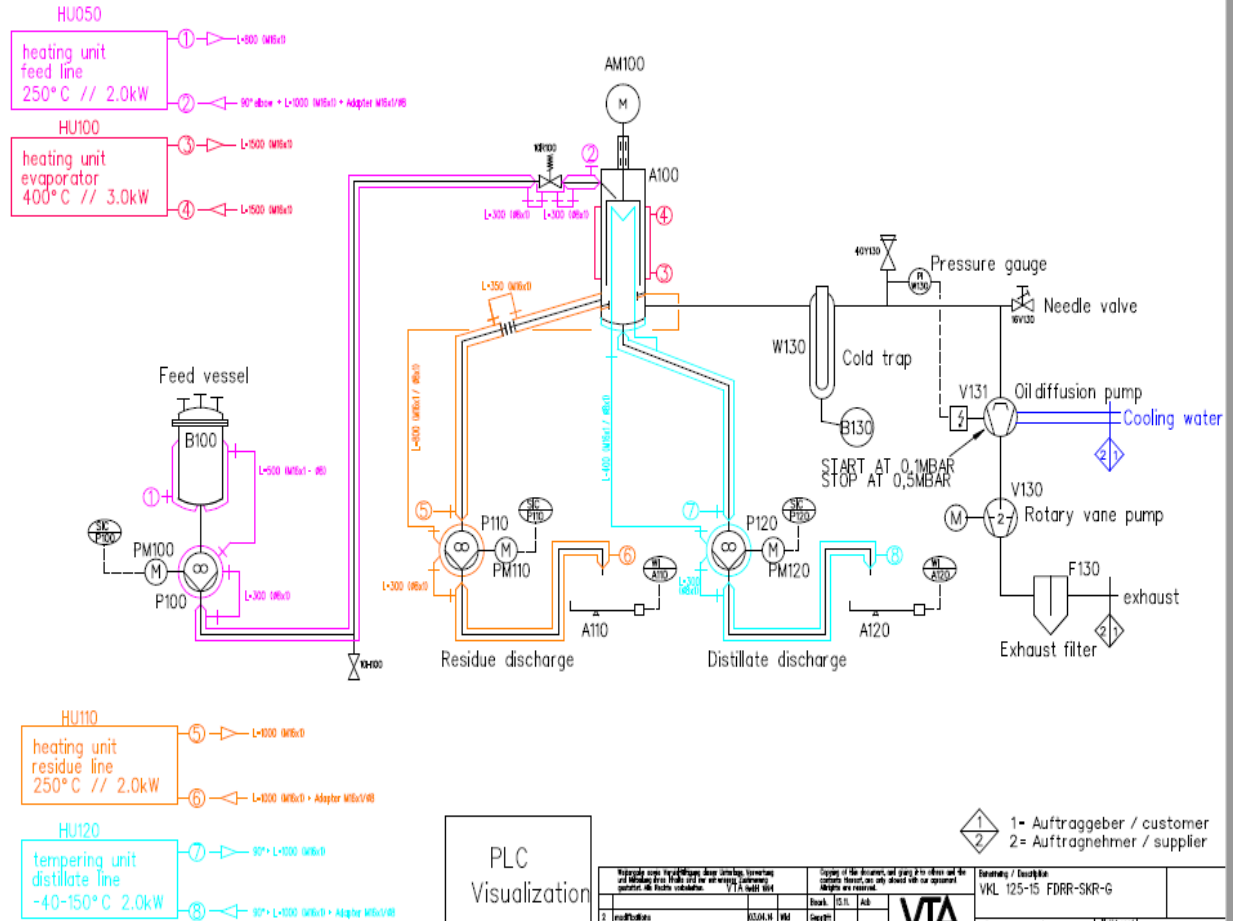
zulässige Abweichung: ± 1 mm
allowable difference

gemessene Abweichung: $\pm 0,35$ mm
measured difference

Niederwinkling, 17/11/2016
Ort, Datum / Place, Date



Liite 3: Laitteiston PI-kuva



Liite 4: Syötön GC-tulokset

RT3:n pohjatuotteen GC-tislaus.

BP Distribution table - Percent

Recovered mass%	BP °C	Recovered mass%	BP °C	Recovered mass%	BP °C
0,5	289,4	40	511,2	80	664,6
1	313,4	41	514,4	81	670,8
2	337,8	42	517,4	82	677,2
3	353,6	43	520,6	83	684
4	364,8	44	523,6	84	691
5	374,2	45	526,6	85	697,4
6	382,2	46	529,8	86	704
7	389,8	47	532,8	87	710,6
8	396	48	536	88	718,2
9	401,4	49	539,2	89	724,2
10	406,8	50	542,4	90	731,8
11	411,4	51	545,4	91	740
12	416	52	548,6	91,4	744
13	420,4	53	552		
14	424,4	54	555,6		
15	428	55	558,8		
16	431,8	56	562		
17	435,8	57	565,4		
18	439,4	58	568,8		
19	443	59	572,4		
20	446,6	60	576		
21	450	61	579,6		
22	453,8	62	583,4		
23	457,2	63	587		
24	460,6	64	590,6		
25	464,2	65	594,6		
26	467,4	66	598,2		
27	470,8	67	602,2		
28	474	68	606,4		
29	477,2	69	610,6		
30	480,4	70	615		
31	483,6	71	619,2		
32	486,8	72	623,8		
33	489,8	73	628,4		
34	493	74	633		
35	496	75	637,8		
36	499,2	76	642,8		
37	502,2	77	648		
38	505,2	78	653,4		
39	508,2	79	659		

Liite 5: Esimerkki saaduista GC-tuloksista

Esimerkinä 480-leikkauksen tisleen GC-tislaus, ajonopeuden ollessa 10 Hz.

mass%	°C	mass%	°C	mass%	°C
0,5	286,6	40	421,6	80	468,2
1	300,4	41	422,6	81	469,6
2	315	42	424	82	471
3	324,6	43	425,4	83	472,4
4	332,2	44	426,6	84	473,8
5	339,4	45	428	85	475,2
6	344,4	46	429	86	477
7	349,8	47	430,4	87	478,6
8	354,4	48	431,4	88	480,2
9	357,6	49	432,6	89	482
10	361,6	50	433,6	90	483,8
11	365,2	51	435	91	486
12	368,2	52	436	92	488,4
13	370,8	53	437	93	490,6
14	374	54	438,4	94	493,6
15	376,8	55	439,4	95	496,8
16	379,4	56	440,6	96	500,4
17	381,4	57	441,6	97	505
18	384	58	442,8	98	511,2
19	386,4	59	443,8	99	521,8
20	388,6	60	445	99,5	532,2
21	390,8	61	446,2		
22	392,4	62	447,4		
23	394,6	63	448,4		
24	396,6	64	449,4		
25	398,4	65	450,4		
26	400,4	66	451,6		
27	402	67	452,6		
28	403,4	68	454		
29	405,2	69	455		
30	407	70	456		
31	408,8	71	457,4		
32	410,2	72	458,4		
33	411,8	73	459,6		
34	412,8	74	460,6		
35	414,4	75	462		
36	416	76	463,2		
37	417,4	77	464,6		
38	418,8	78	465,8		

Liite 6: Esimerkki WinCC:stä saadusta datasta

Alpaine	Syötön vaippa	Kolonnin vaippa	Pohjan vaippa	Tisleen vaippa	Pohjawaika	Tislevaika	Pohjan vaippa	Tisleen vaippa	Pohjan vaippa	Tisleen vaippa	sum flow scales	Syöttöpumpun taajuuus	Pohjapumpun taajuuus	Tislepumpun taajuuus	Frequency P120	POHJA	TISLE
PW130	TIHU00	TIHU100	TIHU110	TIHU120	WIA110	WIA120	WIA110	WIA120	flow WIA110	flow WIA120	flow WIA120	Frequency P100	Frequency P110	Frequency P110	Frequency P120	POHJA	TISLE
0,006468	79,571762	250,115738	99,754051	60,416672	286,200012	293,899994	286,200012	293,899994	-10,216552	-33,219311	-43,433863	11,342592	12,094908	12,094908	12,5	0,493363	0,506637
0,006937	79,571762	250,231476	99,754051	60,416672	325,100006	330,799988	325,100006	330,799988	0,779318	0,736364	1,515682	11,342592	12,094908	12,094908	12,5	0,495655	0,504345
0,006714	79,571762	250,347214	99,754051	60,416672	338,299988	343,600006	338,299988	343,600006	0,782542	0,744407	1,526949	11,342592	12,094908	12,094908	12,5	0,496114	0,503886
0,006745	79,571762	250,231476	99,754051	60,416672	351,799988	356	351,799988	356	0,788108	0,744325	1,532433	11,342592	12,094908	12,094908	11,979166	0,497033	0,502967
0,006378	79,571762	250,347214	99,754051	60,416672	364,5	368,700012	364,5	368,700012	0,783708	0,747303	1,531011	11,342592	12,094908	12,094908	11,979166	0,497136	0,502864
0,006777	79,571762	250,462952	99,754051	60,416672	377,799988	380,299988	377,799988	380,299988	0,785769	0,739904	1,525673	11,342592	12,094908	12,094908	11,979166	0,498351	0,501649
0,006651	79,571762	250,231476	99,754051	60,416672	391	393,799988	391	393,799988	0,786555	0,74874	1,535294	11,342592	12,094908	12,094908	11,979166	0,498216	0,501784
0,006937	79,571762	250,462952	99,754051	60,416672	404,299988	405,899994	404,299988	405,899994	0,787836	0,746194	1,534303	11,342592	12,152778	12,152778	12,5	0,499013	0,500987
0,006808	79,571762	250,694443	99,754051	60,416672	417,600006	418,299988	417,600006	418,299988	0,788859	0,745973	1,534832	11,342592	12,094908	12,094908	12,5	0,499581	0,500419
0,006904	79,571762	250,347214	99,754051	60,416672	430,700012	431,299988	430,700012	431,299988	0,785454	0,772363	1,557817	11,342592	12,152778	12,152778	12,5	0,499652	0,500348
0,00659	79,571762	250,578705	99,754051	60,416672	443,799988	443,399994	443,799988	443,399994	0,785739	0,748174	1,533913	11,342592	12,094908	12,094908	11,979166	0,500225	0,499775
0,006714	79,571762	250,231476	99,754051	60,416672	457,200012	456,799988	457,200012	456,799988	0,792	0,767314	1,599314	11,342592	12,152778	12,152778	11,979166	0,500219	0,499781
0,006777	79,571762	250,462952	99,754051	60,416672	470,5	468,200012	470,5	468,200012	0,793532	0,746043	1,599574	11,342592	12,152778	12,152778	11,979166	0,501225	0,498775
0,00626	79,571762	250,115738	99,754051	60,416672	483,700012	481,399994	483,700012	481,399994	0,79322	0,75539	1,54861	11,342592	12,094908	12,094908	11,979166	0,501192	0,498808
0,006498	79,571762	250,462952	99,754051	60,416672	497,200012	493,700012	497,200012	493,700012	0,796056	0,752451	1,548507	11,342592	12,152778	12,152778	12,5	0,501766	0,498234
0,006468	79,571762	250,462952	99,754051	60,416672	509,700012	506,5	509,700012	506,5	0,789398	0,754699	1,544096	11,342592	12,152778	12,152778	11,979166	0,501574	0,498426
0,006348	79,571762	250,231476	99,754051	60,416672	523,900024	518,799988	523,900024	518,799988	0,797305	0,752589	1,549895	11,342592	12,152778	12,152778	12,5	0,502446	0,497554
0,006116	79,571762	250,462952	99,754051	60,416672	537,099976	531,799988	537,099976	531,799988	0,79671	0,755663	1,552373	11,342592	12,152778	12,152778	11,979166	0,502479	0,497521
0,006808	79,571762	250,347214	99,754051	60,486115	646,799988	1394,5	646,799988	1394,5	0,831722	0,775865	1,607587	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	0,316857	0,683143
0,007268	79,571762	250,462952	99,754051	60,486115	664,299988	1411	664,299988	1411	0,94271	0,884747	1,827457	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	32 %	68 %
0,007544	79,571762	252,314804	99,754051	60,486115	746,700012	1481,300049	746,700012	1481,300049	1,176425	0,983574	2,159998	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	34 %	66 %
0,006969	79,571762	254,629623	99,754051	60,416672	825	1549,599976	825	1549,599976	1,172388	1,000357	2,172745	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	35 %	65 %
0,00737	79,571762	255,671295	99,754051	60,416672	901,599976	1621,199951	901,599976	1621,199951	1,148684	1,061051	2,209735	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	36 %	64 %
0,007034	79,571762	255,439804	99,754051	60,416672	920,700012	1639,300049	920,700012	1639,300049	1,147925	1,068114	2,216039	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	0,359648	0,640352
0,006937	79,571762	255,787033	99,754051	60,416672	292	300,299988	292	300,299988	1,124999	1,08	2,204999	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	0,492993	0,507007
0,007133	79,571762	256,134247	99,754051	60,416672	311	317,899994	311	317,899994	1,135714	1,062857	2,198571	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	0,494514	0,505486
0,007002	79,571762	256,25	99,754051	60,416672	367,899994	370,700012	367,899994	370,700012	1,137272	1,058182	2,195454	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	0,498105	0,501895
0,006904	79,571762	256,481476	99,754051	60,416672	387	388,600006	387	388,600006	1,138889	1,061111	2,2	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	0,498969	0,501031
0,006937	79,571762	256,365723	99,754051	60,416672	406	407	406	407	1,139062	1,067813	2,206875	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	0,499385	0,500615
0,00659	79,571762	256,481476	99,754051	60,486115	424,700012	425,399994	424,700012	425,399994	1,136757	1,072703	2,20946	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	0,499588	0,500412
0,007002	79,571762	256,481476	99,754051	60,416672	443,700012	443,600006	443,700012	443,600006	1,137143	1,075	2,212143	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	0,500056	0,499944
0,006969	79,571762	256,25	99,754051	60,416672	462,700012	462,200012	462,700012	462,200012	1,137447	1,079362	2,216809	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	0,50027	0,49973
0,007133	79,571762	256,481476	99,754051	60,416672	481,700012	478,299988	481,700012	478,299988	1,126957	1,11298	2,238255	16,435184	12,152778	12,152778	12,5	0,501771	0,498229
0,007336	79,571762	256,134247	99,754051	60,416672	500,600006	496,600006	500,600006	496,600006	1,132047	1,101686	2,233733	16,435184	12,152778	12,152778	11,979166	0,502006	0,497994