

**RUOSTUMATTOMAN TERÄSKUONAN
METALLIPITOISUUDEN MÄÄRITTÄMINEN
KUULAMYLLYJAUHATUKSELLA**

Isopoussu Juha

Opinnäytetyö
Tekniikan ja liikenteen ala
Konetekniikka
Insinööri (AMK)

2019

Tekniikan ja liikenteen ala
Konetekniikka
Insinööri (AMK)

Tekijä	Juha Isopoussu	Vuosi	2019
Ohjaaja	Jouko Karinen Opettaja		
Toimeksiantaja	Tapojärvi Oy		
Työn nimi	Ruostumattoman teräskuonan metallipitoisuuden määrittäminen kuulamylyjauhatuksella		
Sivu- ja liitesivumäärä	56 + 4		

Jauhatuksella tarkoitetaan murskatun materiaalin hienontamista. Kuona-aineksen jauhatuksella tavoitteena on jauhaa vapaaksi metallit kuonamateriaalista. Metallit jauhetaan vapaaksi rikastamista ja tuotantoon palauttamista varten. Metallien palautuksella säästetään tuotannon raaka-ainekustannuksissa. Tapojärvi Oy:n kuonamateriaalien rikastuksella vältetään vuosittain noin 100 000 tonnia kuonajätettä.

Opinnäytetyön tarkoituksena oli tutkia Tapojärvi Oy:lle kuulamylyjauhatusen toimivuutta. Ruostumattoman teräskuonan metallipitoisuuden määrittäminen määritettiin laboratoriomittakaavassa. Tavoitteena oli selvittää oikeanlainen metallipitoisuuden mittaustapa ruostumattomalle teräskuonalle, joka olisi tarkka, edustava ja toistettava. Tapojärvi Oy toimi opinnäytetyön tilaajana.

Työn aihe valittiin Tapojärvi Oy:n nykyisen metallipitoisuuden määrittämismenetelmän kehittämiseksi. Nykyistä menetelmää kehittämällä voidaan säästää aikaa, resursseja ja saada näytetuloksista edustavampia suuremman näytekokoon ansiosta. Nykyisessä menetelmässä näytekokoko on 100-200 g. Uuden menetelmän myötä näytekokoko kasvaa ja jauhatuksesta saadaan tehokkaampaa.

Työssä testattiin kahta erilaista kuulamylyä ja lisäksi swing-mylyä. Tarkoituksena oli löytää oikeanlainen jauhatusmenetelmä muuttujineen edustavalle näytemäärälle valokaariuunikuonamursketta. Työssä tutkittiin myös metallin ja kuonan kemiallisia koostumuksia.

Työssä saatiin tulokseksi, että kuulamylyjauhatus ei toiminut tutkimuksessa erottamaan metalleja kuona-aineksesta käytetyillä muuttujilla. Kuulamylyjauhatusella kuona-aineksen jauhaaminen kesti liian pitkään eikä jauhanut kuona-ainesta riittävän hienoksi. Tehokkaimmaksi jauhatusmenetelmäksi tutkittavalle näytteelle soveltui tulosten perusteella edustavan näytemäärän jauhaava swing-myly. Tuotantoon tuleva swing-myly mitoitetaan edustavan näytemäärän mukaan, mikä on noin 5 kiloa.

Avainsanat

valokaariuunikuona, kuulamyly, laboratoriojauhatus,

Technology, Communication and
Transport
Mechanical and Production
Engineering
Bachelor of Engineering

Author	Juha Isopoussu	Year	2019
Supervisor	Jouko Karinen Mechanical Engineer		
Commissioned by	Tapojärvi Oy		
Subject of thesis	Determination of the metal content of stainless steel slag by ball mill grinding		
Number of pages	56 + 4		

Grinding means grinding fine the crushed material. The purpose of grinding the slag is to liberate the metallics from the slag material. Metallics are ground liberated for enrichment and return to the production. The return of metallics saves the cost of raw materials for production. Tapojärvi Oy avoids by the enrichment of the slag materials approximately 100,000 tonnes of slag waste each year.

The purpose of this thesis was to study the workability of ball mill grinding for Tapojärvi Oy. The measurement of the metal content of stainless steel slag was determined on a laboratory scale. The aim was to find the correct method for measuring the metal content of stainless steel slag, which should be accurate, representative and reproducible. Tapojärvi Oy commissioned the thesis.

The subject was chosen to develop Tapojärvi Oy's current method for determining metal content. Developing the current method can save time, resources, and make sample results more representative due to the larger sample size. In the current method, the sample size is 100-200 g. The new method increases the sample size and makes milling more efficient.

Two different ball mills and a swing mill were tested. The purpose was to find the right grinding method with variables for a representative sample of arc furnace slag crush. The chemical compositions of metal and slag were also studied.

The results revealed that the ball mill grinding did not work in the study to separate metallics from the slag by the variables used. Ball mill grinding took too long to grind the slag and did not grind the slurry sufficiently. Based on the results, the most efficient milling method for the test samples was a grinding swing mill. The swing mill coming into production is sized according to a representative sample size of about 5 kg.

Key words arc furnace slag, ball mill, laboratory grinding

1	JOHDANTO	8
2	TAPOJÄRVI OY.....	9
3	RUOSTUMATON TERÄS JA SEN VALMISTUS	10
3.1	Valokaariuunikuona	11
3.2	Käsiteltävä näyte	12
4	TUTKIMUSMENETELMÄT	13
4.1	Prosessikaavio tutkimuksesta.....	13
4.2	Kuonanäytteiden jako	13
4.2.1	Gilson riffle splitter.....	14
4.2.2	Kultahippuilmiö.....	15
4.3	Jauhatus	17
4.3.1	Germatec–kuulamyly.....	20
4.3.2	Bond-kuulamyly.....	21
4.3.3	Swing–mylly	23
4.4	Seulonta.....	26
4.5	Ominaispainon mittaaminen	28
4.5.1	Punnitus ilmassa ja vedessä	29
5	FE-SEM -ELEKTRONIMIKROSKOOPPI JA EDS -ANALYSAATTORI.....	31
6	TYÖVAIHEET	33
6.1	Näyte 1	33
6.2	Näyte 2	37
6.3	Näyte 3	38
6.4	Näyte 4	39
6.5	Näyte 5	41
6.6	Mikroskooppitutkimus	43
7	TULOKSET.....	46
7.1	Jauhatustulokset	46
7.2	Mikroskooppitulokset	48
7.2.1	Näyte 5 Ylite	48
7.2.2	Alitteesta erottettu metalli	48
8	TULOSTEN TARKASTELU	50

8.1	Jauhatustulokset.....	50
8.2	Seulonta.....	51
8.3	Ominaispainotulokset.....	51
8.4	Mikroskooppitulokset	51
9	JOHTOPÄÄTÖKSET	52
10	POHDINTA	53
	LIITTEET	56

ALKUSANAT

Haluan kiittää perhettä, ystäviä ja erityisesti avopuolisoani, jotka ovat auttaneet ja kannustaneet minua lopputyön tekemisessä.

Kiitos kuuluu myös toimeksiantajalleni Tapojärvi Oy:lle. Opinnäytetyötä ohjasi Tutkimus ja Kehityspäällikkö Juha Koskinen ja Prosessikemisti Rinna Kokko. Nämä henkilöt ovat auttaneet minua ja tukeneet saamaan opinnäytetyötä eteenpäin. Heidän tinkimättömällä avulla ei olisi ongelmakohtia ratkottu. Myös kiitos mielenkiintoisesta aiheesta.

Kiitos myös Lapin AMK:n Jouko Kariselle, joka antoi tärkeää ohjausta opinnäytetyötä varten.

Kiitän myös yhteistyökumppania Oulu Mining School:a ja Oulun Yliopistoa laitevuokrauksista ja niiden perehdytyksistä. Henkilökunta oli aina valmiina ohjaamaan ja antamaan mielipiteitä asioihin. Erityiskiitokset kuuluvat Miika Peltoniemelle, Riitta Kontiolle ja Santeri Kaisanlahdelle erityisen hyvästä alan tuntemuksesta ja tärkeistä neuvoista työhön liittyen.

Oulussa 25.11.2019

Juha Isopoussu

KÄYTETYT MERKIT JA LYHENTEET

AG	Autogeeninen
Al	Alumiini
C	Hiili
Ca	Kalsium
CaF ₂	Kalsiumfluoridi
CaO	Kalsiumoksidi
Cr	Kromi
Dolomiitti	Kalsiummagnesiumkarbonaatti
EDS	Energiadisersiivinen röntgensädemikroanalysaattori
F ₈₀	Syötteen raekoko, jonka 80 % näytteen rakeista läpäisee
Fe	Rauta
FeCr	Ferrokromi
FE-SEM	Kenttäemissio-pyyhkäisyelektronimikroskooppi
Hz	Hertsi
JT	Jaloteräs
Me	Metalli
Mg	Magnesium
MgO	Magnesiumoksidi
Mn	Mangaani
Mo	Molybdeeni
N	Typpi
Ni	Nikkeli
n _{kr}	Kriittinen kierrosnopeus
OMS	Oulu Mining School
P ₈₀	Tuotteen raekoko, jonka 80 % näytteen rakeista läpäisee
r/min	Kierrosnopeus
S	Rikki
SAG	Semiautogeeninen
Si	Pii
SiO ₂	Piidioksidi
RST	Ruostumaton teräs
Ti	Titaani
TKI	Tutkimus-, kehitys- ja innovaatiotoiminta
V	Vanadiini
VKU	Valokaariuuni
WI	Work Index -arvo

1 JOHDANTO

Opinnäytetyössä tutkitaan kuulamylyljauhatusmenetelmän toimivuutta Italiasta ThyssenKrupp Acciai Speciali Terni S.p.A:n tehtaalta lähetettyyn valokaariuunin kuonamurskeeseen eli VKU-murskeeseen. Metallipitoisuuden määrittämiseen on kehitetty oma menetelmänsä, missä kuona-aines jauhetaan puhtaaksi määräsidoonaisella swing-myllyllä. Kuonan puhtaaksi jauhamisella saadaan siitä irrotettua metallipirotteet. Metallipirotteella tarkoitetaan palaa metallista.

Nykyinen menetelmä on Tapojärvi Oy:n Italiaan tulevaan uuteen tuotantoketjuun liian hidaskäyttöinen ja määräsidoonainen analysoitavan näytteen määrästä. Edustavan näytemäärän takia nykyinen menetelmä halutaan vaihtaa uuteen. Nykyisessä menetelmässä käytetään swing-myllyä, jonka panoskoko on 100–200 g. Nykyisellä menetelmällä suuren näyteerän jauhatukseen kuluu aikaa ja resursseja. Uuden menetelmän panoskoko on suurempi, jotta se olisi tehokkaampi, edustavampi ja kultahippuilmio olisi pienempi.

Opinnäytetyön tarkoituksena on selvittää kuulamylyljauhatusmenetelmän toimivuutta ruostumattoman teräskuonan metallipitoisuuden määrittämiseen. Tähän liittyen lopputyön tavoitteena on tehdä selvitys jauhatusmenetelmästä ja sen laitteistosta sekä tutkimuksessa muista käytettävistä laitteista. Työssä analysoitavat näytteet ovat muodostuneet Italiasta ThyssenKrupp Acciai Speciali Terni S.p.A:n terästuotannosta. Tapojärvi Oy:n tehtävänä on sen kuonan käsittely. Tapojärvi käsittelee 100 % ThyssenKrupp Acciai Speciali Terni S.p.A:n kuonasta.

Materiaali opinnäytetyöhön kerätään tutkimukseen liittyvistä standardeista ja tutkimuksista. Materiaalia on myös saatu Tapojärvi Oy:n suunnalta.

Opinnäytetyössä tutkitaan kahta erilaista kuulamylyä ja lisäksi swing-myllyä. Analysoitavana näytteenä tutkitaan yhtä ruostumattoman teräskuonan lopputuotteista. Opinnäytetyö on rajattu tutkittaviin jauhatuslaitteistoihin ja tutkittavaan materiaaliin, joka on 0/10 mm:n VKU-murske. Työssä VKU-kuonanäytteen jakaminen osanäytteisiin tapahtui Geologian tutkimuskeskuksen toimesta.

2 TAPOJÄRVI OY

Tapojärvi Oy:n perustettiin vuonna 1955 Esko Tapojärven toimesta. Yritys rekisteröitiin Kolariin ja aluksi yritys keskittyi taksipalveluihin. 1970-luvulla yrityksen toiminta laajeni maanalaisen kaivoksen kuljetuksiin. Tapojärvi Oy:n toiminta sijoittuu vahvasti Lappiin, jossa sen alkujuuretkin sijaitsevat. Toiminimi vaihdettiin 1980-luvulla Maansiirtoliike Tapojärvi Ky:ksi. Vuonna 1995 yhtiömuoto vaihdettiin osakeyhtiöksi ja samalla Eskon poikien yritys Veljekset Tapojärvi Oy yhdistettiin Maansiirtoliike Tapojärvi Ky:n kanssa. Vuonna 2000 yhtiön nimi vaihdettiin Tapojärvi Oy:ksi. Tapojärvi Oy on auttanut asiakkaitaan kehittämään prosesseja jo 50 vuoden ajan. Ajan kuluessa Tapojärvi Oy on kehittänyt asiakkaiden kanssa tuotteitaan ja palveluitaan. Nykyään Tapojärvi Oy on erikoistunut teollisuuden sivutuotteiden käsittelyyn ja tuotantokierrätykseen, kaivostoimintaan ja tehdaspalveluihin. Yritys tuottaa noin miljoona tonnia vuodessa tehtaitten sivutuotteita. (Tapojärvi Oy 2019b.)

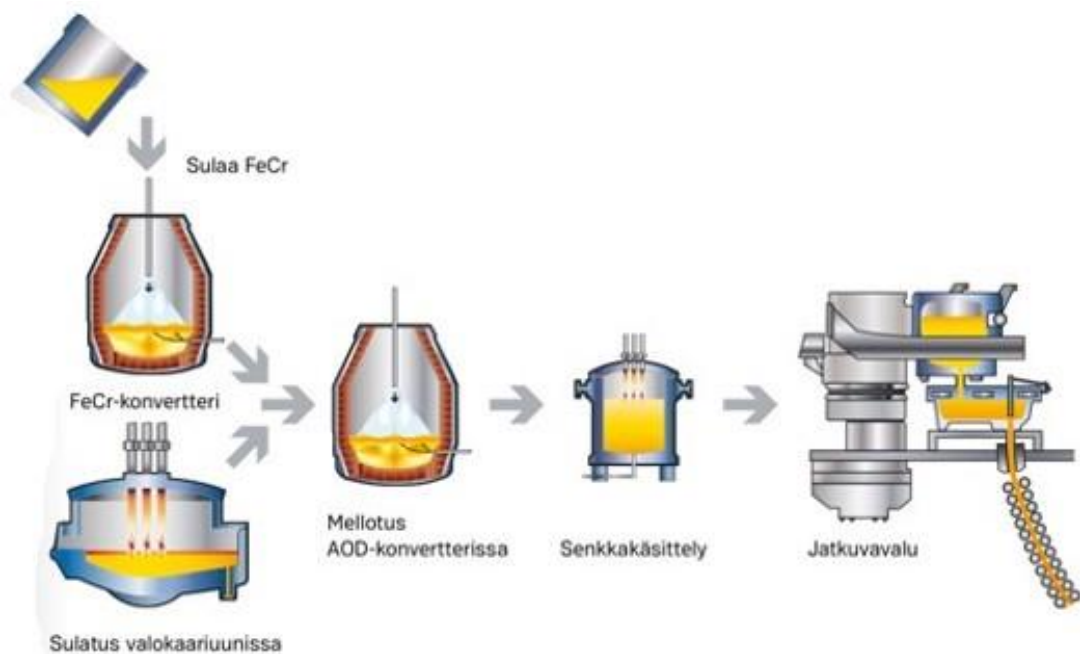
Tapojärvi Oy toimii aliurakoitsijana useassa kaivoksessa ja terästehtaassa Suomessa, sillä on myös toimintaa Ruotsissa (Tapojärvi Oy 2019c). Tapojärvi Oy:n liikevaihto oli vuonna 2017 noin 85,1 miljoonaa euroa ja työntekijöitä sillä on yli 450 (Fonecta Finder 2019). Yrityksen uusin rikastamo tulee sijaitsemaan Italiassa (Pelttari-Heikka 2019,6).

Yritys palkittiin maailmanlaajuisesti parhaana kuonankäsittely-yrityksenä Sydneyssä, Australiassa vuonna 2010. Yhtiön kuonapohjainen geopolymeeri palkittiin vuoden parhaana kuonainnovaationa vuonna 2019 Saksassa. Yritys ottaa ympäristön huomioon toiminnassaan ja etsii jatkuvasti uusia ratkaisuja, miten voisivat vähemmän kuormittaa sitä. Yrityksen toiminta on sertifioitu ISO 9001-standardilla. (Tapojärvi Oy 2019a.)

Vuonna 2018 perustettiin Tapojärvi Italia S.r.l, joka on erikoistunut käsittelemään terästeollisuudessa käytettäviä materiaaleja. Teollisuuden sivutuotteet tuotteistetaan ja käytetään uudestaan esimerkiksi kiviaineksen korvikkeina. Prosessi säästää luonnonvaroja, koska kiviainesta ei tarvitse valmistaa niin paljon neitseellisistä raaka-aineista. Myös raaka-aineet saadaan palautettua takaisin tuotantoon, mikä säästää asiakkailta materiaalia. (Tapojärvi Oy 2019a.)

3 RUOSTUMATON TERÄS JA SEN VALMISTUS

Ruostumattomiksi teräksiksi luokitellaan teräkset, missä on vähintään 10,5 % kromia (Cr) ja enintään 1,2 % hiiltä (C) (SFS-EN 10088-1 2014, 10). Ruostumattoman teräksen valmistukseen käytetään sulattoprosessia. Prosessissa tärkeimmät raaka-aineet ovat kierrätysteräs, ferrokromi (FeCr) ja nikkeli (Ni). Ruostumatonta terästä valmistaa muun muassa Outokumpu Stainless Oy. Sulatolla käytetään kromikonvertterea, valokaariuunia, AOD-konvertterea ja jatkuvalukonetta (Kuvio 1). Teräksen valmistuksessa syntyvää VKU-kuonaa tutkitaan tässä työssä. (Metallinjalostajat ry 2014, 39.)



Kuvio 1. Ruostumattoman teräksen valmistus Tornion terästehtaalla (Metallinjalostajat ry 2014, 41).

Sula ferrokromi kaadetaan kromikonverttertiin, josta se yhdistetään valokaariuunin metallisulaan AOD-konvertterissa. Valokaariuunissa sulatetaan kierrätysteräksen lisäksi myös pelkistimiä, kuonanmuodostajia ja muita seosaineita. Metallisula ja kuona kaadetaan tämän jälkeen senkkaan, josta kuona valuu ylivuotona kuonapataan ja loput kaavitaan kaavaimella sulan teräksen pinnalta pois ennen AOD-konvertterea. Senkka-asemalla koostumusta ja lämpötilaa korjailaan tarvittaessa ennen kuin se laitetaan jatkuvalukoneeseen. (Hasa 2016, 10.)

3.1 Valokaariuunikuona

Teräksen valmistusprosessissa syntyy sivutuotteena kuonaa. Kuona voi muodostua myös panosmateriaalien epäpuhtauksista tai prosessin reaktiotuotteista, mutta yleensä se valmistetaan kuonanmuodostajilla ja -muokkaajilla.

Kuonaan voi mahdollisesti sekoittua liuenneita tulenkestäviä materiaaleja VKU-uunista. Kuonanmuodostajina lisätään yleensä kalkkia (CaO), magnesiumoksidia (MgO) ja piioksidia (SiO₂), joilla ohjataan kuonan koostumus halutulle alueelle. Kuonanmuokkaajilla vaikutetaan koostumukseen ja sen ominaisuuksien hienosäätöön. Muokkaajana voidaan lisätä esimerkiksi Kalsiumfluoridia (CaF₂) alentamaan kuonan viskositeettia, jolla saadaan kuonaa juoksevammaksi. (Hasa 2016,10-14; Fabritius & Heikkinen 2018, 66.)

Kuonalla on tärkeä tehtävä prosessissa, sillä se sitoo metallin epäpuhtauksia ja suojelee samalla valokaariuunin vuorauksia. Valokaariuuneissa kuonan hallinta perustuu raaka-aineiden vaihtelun huomioimiseen ja erityisesti piimäärän hallintaan. Piikuormat muodostuvat ruostumattomasta kierrätysteräksestä noin 0,5 %:n osuudesta ja ferrokromista 4,5 %:n osuuteen niiden syötemäärästä. Piin määrä saattaa olla noin 1000 kg, mutta suuria eroavaisuuksia saattaa olla riippuen kierrätysteräksestä ja sulatuksesta. Suuret kuonautuvat piimäärät rasittavat uunin emäksistä pintaa voimakkaasti, joten ilman kuonaa valokaariuunit eivät kestäisi niin pitkään. (Roininen, Kupari & Parviainen 2011, 8.)

Sulatuksen alkuvaiheessa valokaariuuniin panostetaan magnesiapohjaisia kuonanmuodostajia, kuten kalkkia ja dolomiittikalkkia. Syötetyt kuonanmuodostajat muodostavat alkukuonan. Sulan metallin päälle muodostuva kuona suojelee metallia ilman hapettavalta vaikutukselta. Kuonanmuodostajilla mahdollistetaan helposti irrotettavan kuonan sulan metallin pinnalta. (Hasa 2016,14; Roininen ym. 2011, 8-9.)

Prosessin aikana valokaariuuniin lisätään riittävä määrä dolomiittia ja kalkkia, jotta kuonasta ei tule liian hapanta. Liiallinen lisääminen ei ole optimaalinen, vaan syöttäminen tapahtuu tasaisesti ja sopivissa suhteissa kuonan happamiin komponentteihin nähden. (Roininen ym. 2011,10-11.)

3.2 Käsiteltävä näyte

Tutkimuksessa tutkittava näyte (Kuva 1) koostuu Ternin terästehtaalta VKU-murskeesta. Näytteet murskattiin GTK Outokummun laboratoriossa raekokoon 0/10 mm. Näytteet numero 1-3 koostuvat Ternin terästehtaan tuotannosta ja 4-5 tulevat toisen tehtaan terästuotannosta (Taulukko 1).

Taulukko 1. Käsiteltävät näytteet

Näyte nro.	Paino (kg)	Raekoko (mm)
1	6	10
2	3	10
3	3	10
4	6	10
5	1	10

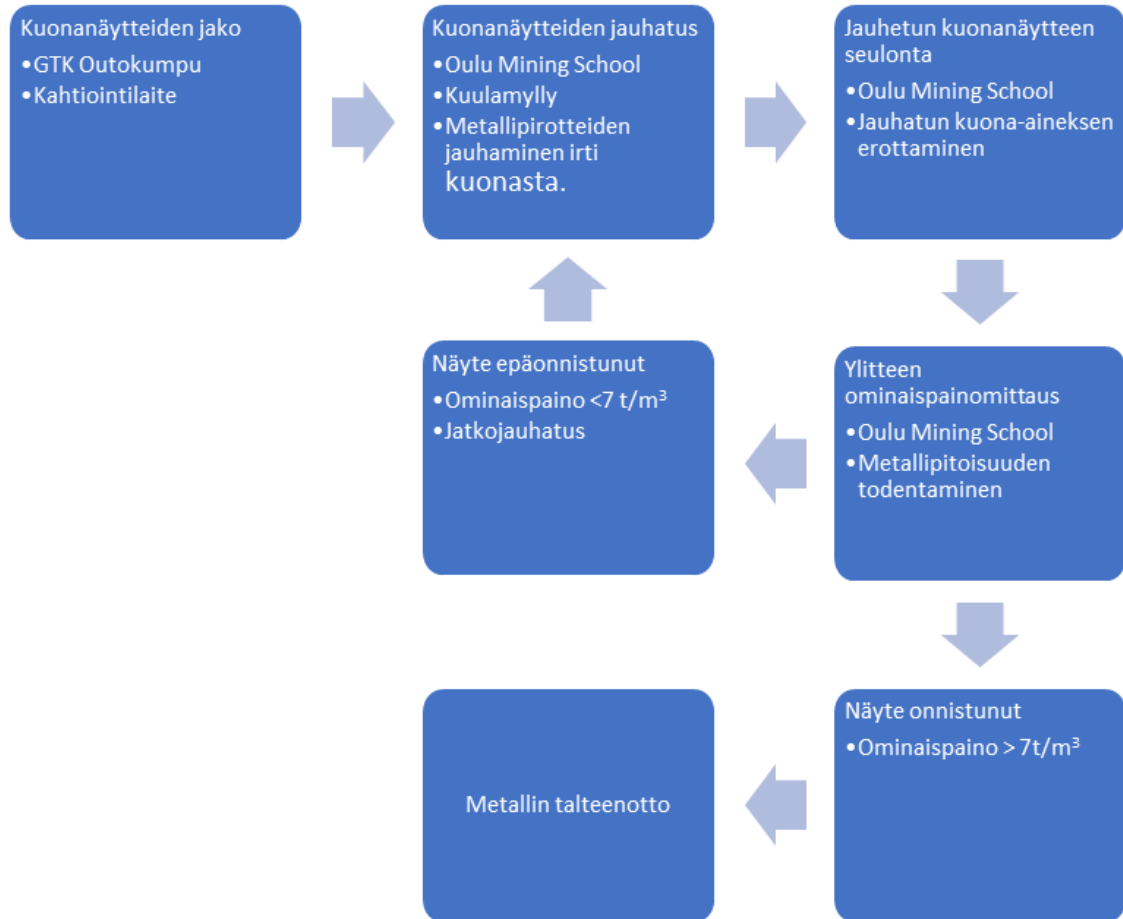


Kuva 1. Murskattua valokaariuuni kuonaa raekoossa 0/10 mm.

4 TUTKIMUSMENETELMÄT

4.1 Prosessikaavio tutkimuksesta.

Prosessikaaviossa on havainnollistettu tutkimuksen prosessi. (Kuvio 2)



Kuvio 2. Tutkimuksen prosessikaavio.

4.2 Kuonanäytteiden jako

Näytteenjaossa voidaan käyttää useita eri jakomenetelmiä. Parhaimman näytteenjakotuloksen saa pyörivällä rännijakolaitteella, jossa virheen määrä osanäytteiden välillä on 0,27 %. Taulukosta 2 huomataan, että kahtiointilaitteella saadaan 1,1–3,7 %:n virhe näytteiden välille. Tutkimuksessa kuonanäytteen jako osanäytteisiin tapahtui GTK Outokummun toimesta.

Taulukko 2. Yleisten näytteenjakomenetelmien virheitä (Vehkalahti 2008,35).

Menetelmä	Tulosten hajonta näytteissä (%)	Suurin havaittu virhe (%)
Lusikka-näytteenotto	6,31	21
Kartiointi-neliöinti	5,76	19,2
Näytteenjakaja & kahtiointilaite	1,1	3,7
Pyörivä rännijakolaite	0,27	0,92

4.2.1 Gilson riffle splitter

Gilson riffle splitter (Kuva 2) on mekaanisesti toimiva kahtiointilaite, jota GTK käytti näytteen jakamisessa osanäytteisiin. Näytteiden jakamisen onnistuminen on edellytys luotettavalle testaustulokselle. Jakaminen on tärkeää oikeanlaisilla laitteilla, jotta kultahippuilmio on mahdollisimman pieni ja osanäytteet ovat mahdollisimman vertailukelpoisia. Kultahippuilmio voi aiheuttaa suuria eroja peräkkäisten näytteiden mittaustuloksille. Kultahippuilmio selitetään tarkemmin kappaleessa 5.2.1. Standardissa SFS-EN 932-1 on selitetty kahtiointilaitteen toiminta.



Kuva 2. Kahtiointilaitteessa näyte voidaan sekoittaa ennen sen jakamista (Hyttiinen 2019).

Keruukaukalon alla olevat alumiiniset rännit ovat muokattavissa materiaalin karkeuden suhteen. Laitteella voidaan jakaa hienoa ja karkeaa materiaalia, jopa 19 mm:n halkaisijaltaan oleviin rakeisiin. Näytteen jakamisessa voi tulla virheitä, jos näytettä ei ole tasaisesti jaettu ja sekoitettu kaukalossa. Alumiinirännien tulee olla tasaisesti jaettu molemmin puolin sopivalla välityksellä, jotta näyte jakautuu molempiin kerääjiin. (Gilson Company 2019.)

GTK:n ylijäämänäytteestä tehtiin syöteseula (Taulukko 3), jossa näkyy minkä kokoisiin raekokoihin osanäytteet ovat jakautuneet murskauksen jälkeen.

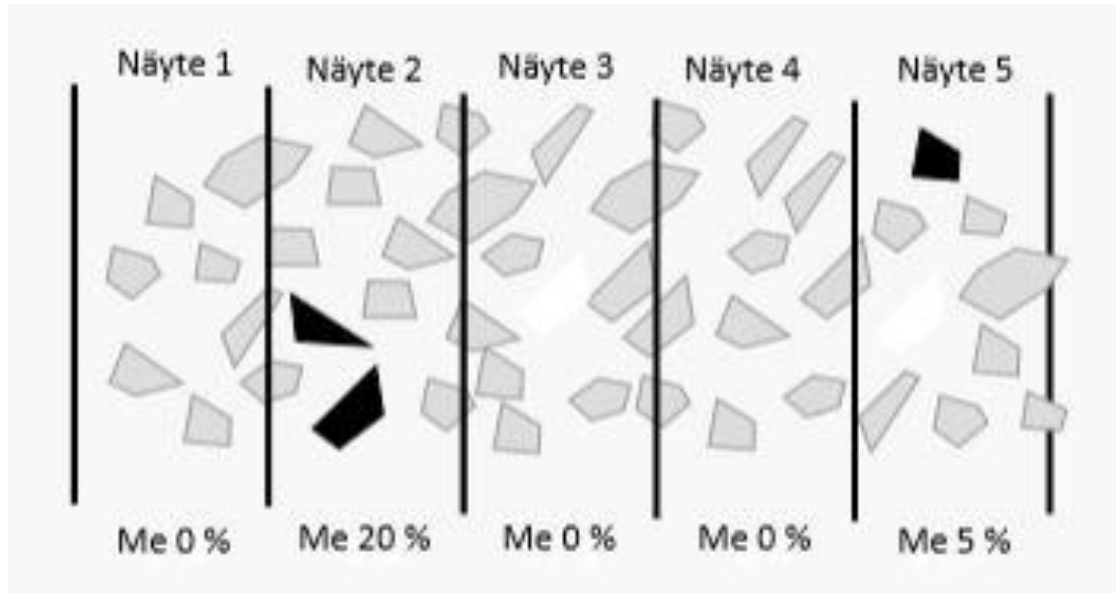
Taulukko 3. Syötteen jakautuminen raekokoluokkiin.

Seulakoko (μm)	4.4.2019		
	Seulalle jäänyt (g)	Läpäisy (%)	Seulalle jäänyt (%)
12500		100	0
10000	268,6	84,0	16,0
8000	430,9	58,2	25,7
4000	280,5	41,5	16,8
2000		30,4	11,1
1000	118,5	23,3	7,1
500	77,2	18,7	4,6
-500	312,9		18,7
Yhteensä	1488,6		100

4.2.2 Kultahippuilmio

Kun analysoidaan kultapitoisuutta maaperästä, kohdataan ongelmana kultahippuilmio (nugget effect). Pienelläkin kultahipulla on suuri painoarvo yksittäisessä näytteessä ja tämä saattaa vääristää saatua pitoisuustulosta. Saatua kultapitoisuus siis kuvastaa enemmän näytteessä olevaa kultahipun esiintymistodennäköisyyttä kuin todellista kultapitoisuutta. Tulokset yleensä jakautuvat korkeisiin kultapitoisuuksiin ja nollatuloksiin. Tämä ilmiö korostaa näytteenoton, -jakamisen ja -määrän edustavuutta. (Suorsa 2017, 41-42.)

Kuviota 3 tarkastelemalla huomataan, että jos analysoidisiin näytteitä 1,3 ja 4, saataisiin metallipitoisuudeksi 0 % (Kuvio 3). Näytteitä 2 ja 5 analysoidaan saataisiin metallipitoisuudeksi 12,5 %. Todellinen tulos saadaan, kun kaikki osanäytteet analysoidaan yhdessä eikä vain erikseen. Kuvion 3 todellinen metallipitoisuus on siis 5 % ($0+20+0+0+5 \rightarrow 25/5=5,0\%$).



Kuvio 3. Kultahippuilmion kuvaus, missä harmaa kuvastaa kuona-ainesta ja musta metallia (Koskinen 2019).

Ruostumattomalle teräskuonalle on tyypillistä, että metallipirotteet esiintyvät kuonassa kuin kultahiput maaperässä. Tämän ilmiön ehkäisemiseksi on tärkeää saada edustava näyte. Edustavalla näytteellä tarkoitetaan yhdistettyä näytettä osanäytteistä, joilla saadaan koko näytteen laatu selville. Edustavan näytteen saamiseksi on tärkeää onnistua näytteenotossa, -käsittelyssä ja -jaossa. Yhdistetystä näytteestä saadaan edustavia osanäytteitä, kun otetaan huomioon testien luonne ja lukumäärä, sekä kuona-aineen raekoko ja tiheys. Osanäyte tarkoittaa tietynkokoista osaa näytteestä esimerkiksi 6 kg. Osanäytteiden lukumäärä lasketaan, että ne kattavat tarvittavat tutkimukset. Yhdistetyn näytteen vähimmäismassa havainnollistettuna kaavassa (Kaava 1). (SFS-EN 932-1,4-5.)

Kaava 1. Yhdistetyn näytteen vähimmäismassa (SFS-EN 932-1,5).

$$M = 6 * \sqrt{D} * p_b \quad (1)$$

missä

M	on	näytteen massa [kg]
D	on	suurin raekoko [mm]
p_b	on	Löyhä irtotiheys [Mg/m^3]

Suurin raekoko näytteelle on määrätty 10 mm. Kuona-aineksen löyhä irtotiheys on noin $1,6 \text{ Mg/m}^3$. Kaavalla saadaan edustavaksi yhteismassaksi 30 kg. Tämän näytemäärän jauhaminen nykyisellä menetelmällä kuluttaa aikaa ja resursseja.

4.3 Jauhatus

Tutkimuksessa jauhatusta käytetään kuona-aineksen jauhamiseen, jotta siitä saadaan irti metallipirotteet. Tutkimuksessa käytettiin kahta erilaista kuulamylyä ja lisäksi suurempaa swing-myllyä.

Jauhatus on mineraalien hienontamisessa viimeinen vaihe, jossa murskattu vielä verraten karkea aines hienonnetaan jauhamalla. Jauhatusessa mineraalien erottaminen toisistaan on rikastamisen perusedellytys. Jauhatus onnistuminen ei itsessään riitä välttämättä onnistuneeseen rikastustulokseen, mutta antaa hyvät mahdollisuudet sen saavuttamiseen. Jos jauhattu materiaali jää liian karkeaksi, se vaikuttaa sekarakeiden takia rikastuksen muodostumiseen. Jos materiaalia hienonnetaan liikaa, se kuluttaa turhaan energiaa ja vaikeuttaa rikastusmenetelmiä. Varsinkin ominaispainomenetelmien käyttäminen mineraaleille vaikeutuu, jos jauhatuksen tuloksesta syntyy paljon hienoja raekokoluokkia. (Hulkki 1964, 170-171.)

Kuulamylyt ovat vaakatasossa olevia rumpumaisia myllyjä, jotka pyörivät oman akselinsa ympäri. Mylyt sisältävät yleensä vuorauksen, joka suojaa sen sisäpintaa kulumiselta ja vähentää jauhinkappaleiden luisumista myllyn pyöriessä. Vuoraus voi koostua esimerkiksi kivikeramiikasta, teräksestä tai kumista. Jauhinkappaleet nousevat myllyn seinämää pitkin pyörityksen voimasta ja putoavat alas. Jauhinkappaleiden nousemiseen vaikuttavat vuorauksen materiaali ja kier-

rosnopeus. Materiaalia jauhautuu myös kuulien ja sisäseinämän välissä hiertymällä ja puristamalla kuulien väliin. Myllyllä jauhaminen onnistuu toteuttaa erillisten jauhinkuulien avulla märkänä ja kuivana. (Linden & Neuvonen 2009,6-7; Kirpala 2013,14.)

Kuulamylyjä voidaan parantaa asentamalla sisäpintaan nostopalkkeja niin saottuja nostajia, jotka kuljettavat materiaalia ja jauhinkuulia korkeammalle kehää. Korkeammalta putoavat kuulat parantavat jauhamista, kun ne iskeytyvät materiaaliin pudotessaan. Nostajat myös mahdollistavat iskeytymisen vaikutuksen pienemmillä kierrosnopeuksilla, joka säästää myllyä pyörittävää moottoria ja muita kuluvia osia.

Jauhinkappaleina voidaan käyttää rautakuulia tai -tankoja. Kuulamylyä käytetään hienojauhatukseen ja tankomylyllä jauhetaan karkeampaa materiaalia. Kuulia käytettäessä menetelmä on semiautogeeninen (SAG). Noin 85 % nykypäivän jauhatusmenetelmistä ovat semiautogeenisiä. Jauhinkappaleiden sijaan voidaan käyttää myös mukana isompia mineraalikappaleita, jolloin jauhatusmenetelmä on autogeeninen (AG). AG:n hyötyjä ovat jauhinkappaleiden kulumisen väheneminen, syötteen laaja raekokojakauma ja investointikustannukset. (Kirpala 2013, 14.)

Tutkimuksessa käytettiin kuulapopulaatiota, joka sisälsi tutkimuksen alussa kahden erikokoista teräskuulaa (Taulukko 3). Heikosti jauhautuvan materiaalin johdosta kuulapopulaatiota muokattiin. Lopussa kuulapopulaatio sisälsi neljää eri kokoa olevaa teräskuulaa (Taulukko 4). Käytetty kuulapopulaatio täytti molemmista myllyistä 40 %. Tutkimuksessa käytetään eri kokoisia kuulia, jotta jauhatus pysyisi tehokkaana koko jauhatuksen ajan. Eri kokoiset kuulat jauhavat eri kokoisia kappaleita ja täyttävät vapaita tiloja eri tavalla. Kuona-aineksen jauhautuminen mahdollistetaan suuremmilla jauhinkappaleilla, kun pienemmät jauhinkappaleet hienontavat hienompaa ainesta. Kyseisellä kuulapopulaatiolla näyte halutaan hienontaa lopputuotteeseen kertajauhatuksella, jonka raekoko on tutkimuksessa 125 µm.

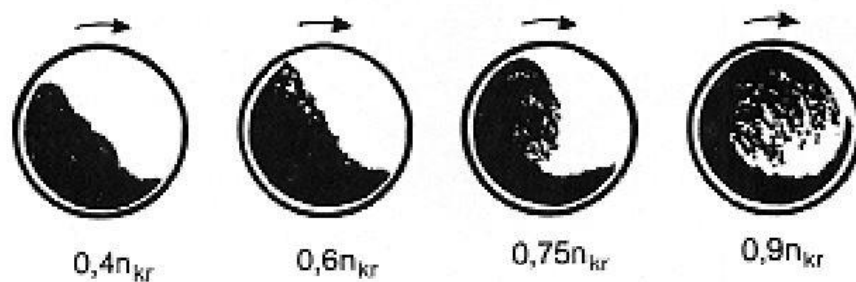
Taulukko 3. Kuulapopulaatio ennen jauhatusten aloitusta.

Halkaisija (mm)	Määrä (kg)
20	8
12,5	4
Yhteensä	12

Taulukko 4. Muokattu kuulapopulaatio näytteen 1 jauhatuskokeiden jälkeen.

Halkaisija (mm)	Määrä (kg)
60	3,45
40	4
20	8
12,5	4
Yhteensä	19,45

Kriittisellä kierrosnopeudella n_{kr} tarkoitetaan tilaa, missä vaikuttava keskipakovoima on suurempi kuin painovoima (Kaiva.fi 2014, 22). Tässä tilassa jauhin-kappaleet eivät enää irtoa myllyn seinämästä, kun se pyörii tasaisella kierrosnopeudella. (Kuvio 4) on esitetty jauhinkuorman käyttäytymistä eri nopeuksilla kriittisestä kierrosnopeudesta.



Kuvio 4. Jauhinkappaleiden ja materiaalin käyttäytyminen eri kierrosnopeuksilla kriittisestä (Kaiva.fi 2014, 23).

Kuulamylyn tehokas toimintanopeus on 65–85 % myllyn kriittisestä pyörimisnopeudesta. Tehokas toimintanopeus mahdollistaa kuulien jäämisen myllyn kehälle keskipakovoiman avulla. Jauhinkuulien osuus on myllyn tilavuudesta noin 30–50 %. (Linden & Neuvonen 2009,7.)

Kaava 2. Myllyn kriittisen kierrosluvun laskeminen. (Kaiva.fi 2014, 22)

$$n_{kr} = \frac{42,3}{\sqrt{D-d}} \quad (2)$$

missä

n_{kr}	on	kriittinen kierrosluku [r/min]
D	on	myllyn sisähalkaisija [m]
d	on	jauhinkappaleiden halkaisija [m]

4.3.1 Germatec–kuulamyly

Tässä työssä testattiin Germatec-, Bond- ja swing-myllyä. Jauhatuskokeet suoritettiin kuivajauhatuksena.

Germatec-kuulamyly on erillisellä jauhatus sylinterillä toimiva jauhin (Kuva 3). Sylinteri on tilavuudeltaan 20,7 l (Taulukko 5). Sylinterin sisäpinta on sileä ja sen sisäreunat ovat terävät. Sylinteri koostuu teräksestä. Sylinteri ei sisältänyt nostajia ja niiden asentaminen olisi vaikeaa purkukauluksen takia. Sylinterin toisessa päädyssä on tiivistetty irtokansi ja salpa, joka estää kannen aukeamisen kesken jauhatuksen. Sylinteri pyörii kahden laakeroidun rullan välillä ja sen liikkuminen estetään pysäytysvarsilla. Laakeroituja rullia ohjataan Vacontaaajuusmuuntajalla, jolla saadaan sylinterin kierrosnopeus. Taajuusmuuntajassa on 1-10 arvot, jotka antavat sylinterille pienemmillään ja suurimmillaan kierrosnopeusarvot 38-86 r/min.

Taulukko 5. Germatec-kuulamylyssä käytetyn sylinterin mitat.

Tilavuus (l)	Halkaisija (cm)	Syvyys (cm)
20,7	30	29,3



Kuva 3. Germatec-kuulamylly.

$$n_{kr} = \frac{42,3}{\sqrt{0,30-0,033125}} = 81,8 \text{ r/min}$$

Germatec-myllylle saadaan teoreettisesti kriittiseksi kierrosluvuksi 81,8 r/min. Näin ollen myllyn todellinen toimintanopeus olisi 52,7–68,9 r/min.

4.3.2 Bond-kuulamylly

Bond-kuulamylly on suunniteltu Work Index -testien tekoon. Work Index eli WI -arvon yksikkö on kwh/t eli kilowattituntia tonnia kohden. WI -arvo kuvataan materiaalin vastustuskykyä hienonnusta kohtaan. Voidaan määrittää suuresta materiaalista 100 µm:n hienouteen, mutta tämän testin suorittaminen todellisuudessa olisi haastavaa. Todellisuudessa jauhatuskokeet suoritetaan syötekoosta F₈₀–P₈₀ haluttuun hienousasteeseen. F₈₀ tarkoittaa syötteen kokoa, jonka 80 % näytteen rakeista läpäisee ja P₈₀ tarkoittaa tuotteen raekokoa, jonka 80 % näytteen rakeista läpäisee. WI -arvoa käytetään arvioitaessa myllyn energian tarvetta ja myllyn suunnittelussa. WI -arvolla materiaalit voidaan määrittää pehmeisiin ja koviin materiaaleihin (Taulukko 6). Pehmeät materiaalit jauhautuvat helposti, kun taas kovat materiaalit jauhautuvat heikommin. (Kirpala 2013, 24.)

Taulukko 6. Work Index -arvon jakaantuminen materiaalikovuuksille. (Kirpala 2013, 24)

Materiaali	Pehmeä	Keskikova	Kova	Todella kova
Work Index -arvo (kwh/t)	6,5-9	9-12	12-18	> 18

Tutkimuksissa käytettiin myös Bond-kuulamyllyä, joka on pyöreä, sileäpintainen ja sen sisäreunat ovat pyöristetyt. Bond-myllyn sylinteri ei myöskään sisällä nostimia. Myllyn sylinterin mitat ovat 305*305 mm (Kuva 4). Sylinteriä pyörittää kolmivaihemoottori ja kokeissa käytettiin kierrosnopeutena 65 r/min. Sylinterin saa käännettyä ja lukittua ylös asentoon, jossa tapahtuu sylinterin täyttäminen. Sylinteri lukitaan sen sivulla olevien tankojen ja ruuvien avulla. Sylinteri lukitaan vaaka-asentoon, kun jauhetaan materiaalia. Sylinterin saa myös käännettyä helposti tyhjennysasentoon. Sylinterin toinen pääty on täysin irrotettavissa. Bond-myllylle on kehitetty ritiläkaukalo, johon näyte ja kuulat kaadetaan. Ritiläkaukalon alla olevaan näyteämpäriin näyte erottuu jauhinkappaleista.



Kuva 4. Bond-mylly, missä sylinteri on lukittuna jauhusasentoon.

Bond-kuulamyllylle on suunniteltu valmiiksi kuulapopulaatio, johon kuuluu 285 jauhinkuulaa viittä eri kokoa (Taulukko 7). Mosher ja Taquer (2001) esittivät, että kuulien kokonaislukumäärän toteutumisesta voi olla erimielisyyksiä, kunhan jauhinkappaleiden koko ja massan suhde säilyy. Bondille suositeltiin seuraavaa kuulapopulaatiota:

Taulukko 7. Bond-myllylle ehdotettu kuulapopulaatio ja niiden raja-arvot.

Kpl	Halkaisija (mm)	massa (g)	yläraja (mm)	alaraja (mm)
43	36,83	8730	38,1	31,8
67	29,72	7197	31,8	28,4
10	25,4	705	28,4	22,3
71	19,05	2058	22,3	16
94	15,49	1441	16	12,7

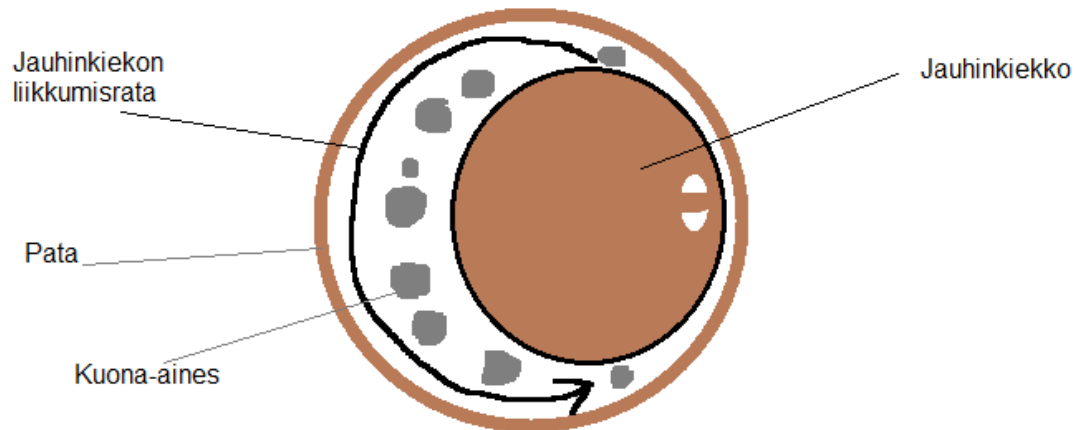
Bond-myllylle saadaan teoreettisesti kriittiseksi kierrosluvuksi 81,1 r/min. Näin ollen myllyn tehokas toimintanopeus olisi 52,7–68,9 r/min.

$$n_{kr} = \frac{42,3}{\sqrt{0,305-0,033125}} = 81,1 \text{ r/min}$$

4.3.3 Swing-mylly

Tutkimuksessa tutkittiin lisäksi myös swing-myllyä, koska kuulamylly jauhatuksella ei päästy haluttuun tuotekokoon tarpeeksi nopeasti. Essa:n valmistamaa swing-myllyä päästiin kokeilemaan CRS Oy:n laboratoriotiloissa Kempeleessä.

Swing-mylly eli rengaskiekkomylly sopii hyvin koville, hauraille ja kuluttaville näytteille (Berner 2019). Swing-myllyn hienonnus perustuu astian sisällä pyörivään jauhinkiekkon ja padan seinämien välissä tapahtuvaan iskuihin ja hankautumiseen (Kuvio 5). Myllyn pääjauhatusvoimana toimii epäkesko, joka laittaa jauhinkiekkon pyörimään pitkin padan reunoja hienontaen materiaalia samalla. Epäkeskolla tarkoitetaan konetta, joka värähtelee epätasaisesti. Swing-myllyissä voidaan käyttää useampaa pienempää kiekkoa tai isoa yksittäistä kiekkoa. Padan ja jauhinkiekkon materiaali riippuu jauhettavan näytteen vaatimuksista esimerkiksi karkaistusta kromiteräksestä. Pienempien swing-myllyjen panos koko on noin 0,2–0,5 kg ja suuremmissa voidaan panostaa 1–6 kg.



Kuvio 5. Swing-mylyn jauhatuseriaate.

Tutkimuksessa käytettiin pataa, johon suositeltiin materiaalia 1 kilon verran (Kuva 5). Kuvassa 5 kuvataan tutkimuksessa käytettyä pataa, jossa jauhinkiekkko on jauhanut kuona-ainesta padan reunoihin. Jauhinkiekkko sisältää enimmäkseen rautaa, johon on seostettuna vanadiinia (V) ja mangaania (Mn) ja painaa noin 12-15 kiloa riippuen kulutuksesta (Anttila 2019).



Kuva 5. Swing-mylyn pataa ja jauhinkiekkkoa saa eri materiaaleilla, kuten karkeasta kromiteräksestä. Padan materiaali valitaan näytteen vaatimuksien mukaan.

Swing-myllyn tutkimuslaitteisto (Kuva 6). Tutkimuslaitteistossa on kannellinen epäkesko, johon asetetaan pata. Padan liikkumiseen on estetty padan yläpuolella olevalla pneumaattisella ilmatyynyllä, aloituksessa täyttyy ilmalla ja lukitsee padan pöytään jauhatuksen ajaksi. (Essa 2018, 2.)



Kuva 6. Epäkeskon pyörivä liike liikuttaa padan sisällä olevaa jauhinkiekoa, joka jauhaa näytettä iskeytyessään padan seinämiin.

4.4 Seulonta

Tutkimuksessa seulonnalla eroteltiin hienojakoinen materiaali karkeammasta materiaalista. Seulonnalla saadaan jauhatusta tehostettua, koska näytteen määrä vähenee kuulien määrään suhteutettuna. Tutkimuksen alussa kokeiltiin seuloa Scanteknik-MR3 -täryseulalla, mutta hieno kuona-aines tukki pienempien seulaverkkojen reiät. Seulonta vaihdettiin käsiseulontaan, jossa käytettiin apuna pensseliä. Tässä työssä jauhettu materiaali seulottiin 125 µm:n kokoisella seulaverkolla. Näytettä harjattiin seulaverkon läpi, jolla tehostettiin seulontaa. (Kuva 7).

Seulonta erottaa karkeamman jakeen hienommasta jakeesta mekaanisesti. Karkeammasta jakeesta käytetään nimikettä ylite ja hienommasta jakeesta alite. Seulonnassa materiaali ohjataan seulaverkolle. Tuotannossa käytettävät suuremmat seulaverkot ovat muovisia tai metallisia seulaverkkoja. Seulaverkon silmäkokoja hienommat partikkelit läpäisevät sen. Partikkelien läpäisemistä parannetaan altistamalla se mekaaniselle värinälle täryseulalla. Laboratorioseulontaa voidaan tehostaa laittamalla seulaverkkojen päälle pieniä kuulia, jotka pakottavat juuttuneet partikkelit irti väleistä. Seulaverkkojen halkaisijat vaihtelevat käyttötarkoituksen mukaan esimerkiksi on pienempiä täryseuloja laboratorikoossa ja teollisuusmittakaavassa. Seulonta voidaan tehdä kuivana tai märkänä. (Kaiva.fi, 37-40, 44-49.)



Kuva 7. Pensselöintiä seulaverkon päällä (vasen). Scanteknik-MR3 -täryseula (oikea).

Seulottavalle materiaalille voidaan tehdä seula-analyysi, jossa sen raekokojakauma selvitetään. Analyysissä käytetään useampaa seulaverkkoa, jonka osa materiaalista läpäisee. Seulaverkoille jääneet ylitteet punnitaan. Seula-analyysillä voidaan seurata murskauksen ja jauhatuksen tuloksia. Analyysistä voidaan tehdä graafiset kuvaajat, jotka visualisoivat tulokset ja kuvaajaa lukiella voidaan tehdä johtopäätös jauhatuksen tuloksesta. Analyysillä tutkitaan materiaalien raekokojakaumaa. Seulasarjoja löytyy standardoituna, joissa on ennalta määritetty seulaverkon pienentyminen edelliseen seulaverkkoon, esimerkiksi Tylerin seulasarja. Tylerin seulasarjassa seulakoot ovat väliltä 6,68 mm–53 µm. Tylerin seulasarjassa peräkkäisten seulojen suhde on pääsääntöisesti $\sqrt{2}$. (Kaiva.fi 2014,41.)

Taulukossa 8 on esitetty esimerkki seula-analyysistä, jossa vasemmalta oikealle lueteltuna näkyy seulaverkon silmäkoko, seulaverkolle jäänyt ylitteen paino, seulaverkon läpäisyprosentti ja seulalle jääneen ylitteiden massaosuus. Analyysiä tutkimalla nähdään materiaalin raekokojakauma ja materiaalin paino eri raekoissa. (Taulukko 8)

Taulukko 8. Esimerkki seula-analyysistä. (Khan 2015)

Seula (nro.)	Seulakoko (mm)	Seulalle jäänyt (g)	Seulalle jäänyt (%)	Seulalle jäänyt yhteensä (%)	Läpäisy (%)
1	100	-	-	-	100
2	63	2	0,2	0,2	99,8
3	20	40	4	4,2	95,8
4	10	33	3,3	6,5	93,5
5	4,75	49	4,9	11,4	88,6
6	2	87	8,7	20,1	79,9
7	1	96	9,6	29,7	70,3
8	0,6	140	14	43,7	56,3
9	0,425	170	17	60,7	39,3
10	0,300	93	9,3	70	30
11	0,212	85	8,5	78,5	21,5
12	0,15	33	3,3	81,8	18,2
13	0,075	56	5,6	87,4	12,6
14	-	116	-	-	-
		1000			

4.5 Ominaispainon mittaaminen

Ominaispainon mittaamisella saadaan tutkimuksessa varmistettua kuona- ja metalliaineksen koostumus. Seulan ylitteen ominaispaino mitattiin punnitus ilmassa ja vedessä mittaussuunnitelmällä, joka on esitetty liitteessä 1. Ominaispainomittaukset suoritetaan jauhatuskertojen välissä. Ylitteen ominaispaino suurenee jauhatuskertojen välillä, kunnes kuona-aines on jauhautunut irti metallista.

Ominaispaino eli kiintotiheys lasketaan massan suhteesta tilavuuteen. Massa määritetään punnitsemalla testinäyte upotettuna ja kuivana. Tilavuus määritetään sen veden massasta mitä näyte syrjäyttää mittaussuunnitelmissä. Huukoilla materiaaleilla veden imukyky ja kiintotiheys riippuu mitatusta raekoosta. Tutkittavilla materiaaleilla on eri kiintotiheys (Taulukko 9). (SFS-EN 1097-6.)

Taulukko 9. Eri aineiden kiintotiheyksiä (MAOL ry/kustannusosakeyhtiö Otava 2005, 177).

Aine	Kiintotiheys (kg/m ³)	Kiintotiheys (kg/dm ³)
Teräs (rauta)	7830	7,8
Kuona	3100	3,1

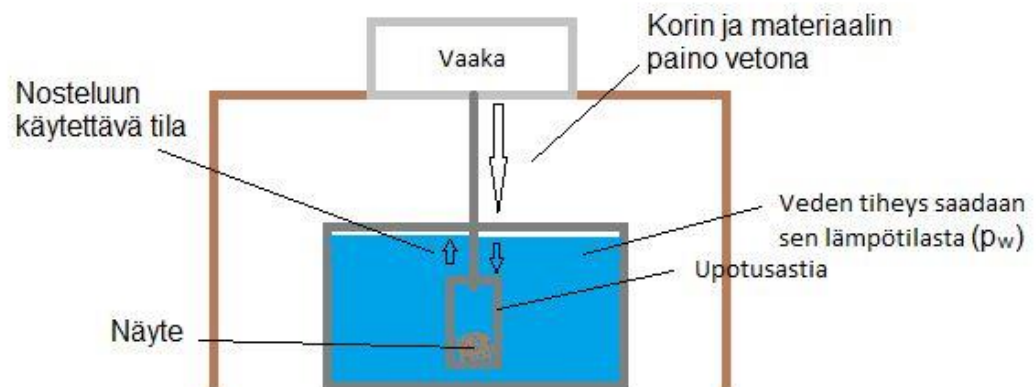
Tutkimuksessa käytettiin standardia SFS-EN 1097-6 hyödyksi. Standardi määrittelee kiintotiheyden mittaamiseen suositeltavat menetelmät erikokoisille kiviaineksille. Standardissa esitellään kolmelle eri kiviaineskoolle mittaussuunnitelmat, jotka ovat: (SFS-EN 1097-6)

1. Verkkokorimenetelmä kiviainesrakeille, jotka läpäisevät 63 mm testi-seulan ja jäävät 31,5 mm:n testiseulalle.
2. Pyknometrinen menetelmä kiviainesrakeille, jotka läpäisevät 31,5 mm testi-seulan ja jäävät 4,0 mm:n testiseulalle.
3. Pyknometrinen menetelmä kiviainesrakeille, jotka läpäisevät 4,0 mm testi-seulan ja jäävät 0,063 mm:n testiseulalle.

4.5.1 Punnitus ilmassa ja vedessä

Punnitus ilmassa ja vedessä -mittausmenetelmällä (Kuvio 6) mitattiin seulan ylitteen ja swing-myllyn alitteen ominaispaino. Mittausmenetelmän oikeellisuus tarkistettiin pyknometrimeretelmällä SFS-EN 1097-6 mukaan. Tulokset poikkesivat toisistaan $0,1 \text{ kg/dm}^3$. Mittausmenetelmä on riittävän tarkka ja käytännöllisempi työn tarkoitukseen.

Menetelmä on jäljennetty SFS-EN 1097-6 verkkokorimenetelmästä. Sen kiintotiheysmittaus perustuu näytteen massan punnitsemiseen kuivana ja märkänä. Kaavalla 3 saadaan mitattua materiaalin kiintotiheys (Kaava 3). Upotettuun näytteeseen vaikuttaa veden noste ja materiaalin veden imukyky. Vaa'assa tulee olla kiinnityskohta alapuolella, jotta sitä voidaan käyttää menetelmässä. Punnitusmenetelmällä voidaan punnita vaa'an painorajoitusten mukaan. Kyseisellä laboratoriovaa'alla maksimipaino on 3,2 kg. Punnitus ilmassa ja vedessä menetelmän käyttöohje on esitetty liitteessä 1. Kuvassa 8 on kuvattuna tutkimuslaitteisto. (Kuva 8)



Kuvio 6. Punnitus ilmassa ja vedessä tutkimuslaitteisto havainnollistettuna.

Kappaleen tiheys ρ voidaan määrittää myös Arkhimedeen lain avulla (Kaava 3). Tutkimuksessa on sovellettu tätä kaavaa (Kaava 4).

Kaava 3. Materiaalin kiintotiheyden laskeminen

$$\rho = \frac{m_1}{m_1 - m_2} * \rho_n \quad (3)$$

missä

ρ	on	kiintotiheys [kg/m ³]
ρ_n	on	nesteen tiheys koelämpötilassa (20±3) °C [kg/m ³]
m_1	on	kuivanäytteen paino [g]
m_2	on	kappaleen massa nesteessä punnittuna

Kaava 4. Kiintotiheyden laskeminen

$$\rho = \frac{m_1}{m_1 - (m_3 - m_4)} * \rho_n \quad (4)$$

missä

m_3	on	astian ja näytteen massa nesteessä punnittuna [g]
m_4	on	astian paino nesteessä upotettuna [g]



Kuva 8. Vaa'an alaosaan astia kiinnitetään narulla, joka on uponneena veteen. Punnitessa ilmassa ja vedessä samalla laitteistolla voidaan mitata näytteen kuiva- ja märkápaino.

5 FE-SEM -ELEKTRONIMIKROSKOOPPI JA EDS -ANALYSAATTORI

Quanta FEG450 -elektronimikroskooppia ja siihen kiinteästi liitettyä EDS -röntgenlaitteistoa käytettiin näytteen 5 ylitteen ja sen alitteeseen jauhautuneen metalliprotteiden tarkasteluun Lapin AMK:n Arctic Steel and Mining-tutkimusryhmän toimesta (Kuva 9).

FE-SEM on lyhenne englanninkielien sanoista Field Emission-Scanning Electron Microscope eli kenttäemissio-pyyhkäisyelektronimikroskooppi, jota käytetään kiinteiden tai nestepitoisten materiaalien analysointiin. Tutkimuslaitteella voidaan myös tutkia näytteiden pinnan muotoja ja rakenteita mittaamalla näytteistä irtoavaa säteilyä. Laitteiston pääosat ovat: elektronilähde, linssit, pyyhkäisy-yksikkö ja signaalien havainnointi järjestelmä. (FEI Company 2010,10; Kauppi 2011, 8.)

Elektronimikroskooppi on mikroskooppi, joka eroaa valoa käyttävistä mikroskoopeista käyttämällä elektronisuihkua sen sijaan. Valo ei riitä tarpeeksi isoihin suurennoksiin, joten se korvataan elektroneilla. Valomikroskoopeilla suurimmat suurennot ovat 1000–2000 kertaisia, kun elektronimikroskoopilla voidaan päästä 200 000 kertaisiin suurennoksiin pitämällä korkea resoluutio eli erottelukyky. (FEI Company 2010,10.)

EDS eli Energy Dispersive Spectrometry. EDS tunnetaan Suomessa myös termeinä röntgenanalysointina tai alkuaineanalysointina. Yleinen nimitys tutkimuslaitteelle on kuitenkin EDS. Analysointilaite on aina kiinnitettynä FE-SEM -laitteeseen, vaikka se onkin erillinen laitekokonaisuus omineen yksiköineen. (Kauppi 2011,13.)

EDS-laitteistolla tutkitaan alkuainejakaumaa näytteen pinnasta ja sillä voidaan tehdä määrällinen tai laadullinen alkuaineanalyysi. Kvantitatiivinen analyysi on aina suuntaa antava EDS-menetelmällä, erityisesti jos alkuainetta on pieniä määriä. EDS käyttää hyväkseen FE-SEM -laitteiston elektronisuihkun aikana näytteestä irtoavaa röntgensäteilyä. EDS laitteiston periaate perustuu kolmeen erilliseen yksikköön: analysointilaiteeseen, ohjelmistoon ja tunnistimeen. (Kauppi 2011,13.)



Kuva 9. EDS -laitteisto näyttöjen oikealla puolella ja sen alapuolella Quanta FEG450 -elektronimikroskooppi.

6 TYÖVAIHEET

Luvussa kuvataan tarkemmin tehdyt työtehtävät, havainnot ja muutokset näytekohtaisesti. Lähtökohtana arvioitiin, että näyte olisi kokonaan jauhautunut 12–20 minuutin aikana. Liitteessä 2 on taulukoitu näytteiden ominaispainomittaukset, seulontatulokset ja jauhatusajat. Taulukossa 10 on taulukoitu muun muassa jauhatuslaitteisto, näytemäärä ja kuulapopulaatio. (Taulukko 10)

Taulukko 10. Näytteet muuttujineen.

Jauhatuslaitteisto	Germatec	Germatec	Germatec	Bond	Swing
Näyte	1	2	3	4	5
Näytemäärä (kg)	6	3	3	6	1
Jauhatusaika (h)	14,36	4	8	5,33	0,18
Jauhinkappale Ø 60 mm, (kg)	3,75	3,75	3,75	3,75	-
Jauhinkappale Ø 40 mm, (kg)	4	4	4	4	-
Jauhinkappale Ø 20 mm, (kg)	8	8	8	8	-
Jauhinkappale Ø 12,5 mm, (kg)	4	4	4	4	-
Alitteen poisto	Ei	Kyllä	Kyllä	Kyllä	Kyllä

6.1 Näyte 1

Ensimmäisessä jauhatuksessa kuulapanos koostui halkaisijaltaan 12,5 mm ja 20 mm teräskuulista. Ensimmäisellä näytteellä tarkoituksena oli selvittää jauhatusaika syötekoosta tuotekokoon (Kuvio 7).



Kuvio 7. Näytteen 1 prosessikaavio.

Näytteen 1 jauhatusta aloitettiin 4 minuutin kertajauhatuksilla ja jauhatuksen tulosta tutkittiin silmämääräisesti jauhatuskertojen välissä. Suurempia rakeita yli 10 mm löydettiin vielä ensimmäisen jauhatuksen jälkeen, joten sen jauhatusta jatkettiin. Kertajauhatuksia jatkettiin, kunnes näytettä oli jauhattu 16 minuuttia yhteensä eli 0,26 h. Näyte oli vieläkin heikosti jauhautunut ja suurempia rakeita yli 10 mm oli vielä jäljellä.

Jauhautumistehokkuutta kuunneltiin korvakuulolla kuulamylyn kannen ulkopuolelta. Ilman nostimia olevalla sileäpintaisella padalla jauhautumistehokkuus jäi

liian pieneksi taajuusmuuntajan maksimiarvoillakaan. Jauhautumisääni kuulosti hankautumiselta lasketulla teoria-arvolla kuin kuulien iskeytymiseltä materiaalin. Maksimiarvoilla jauhatusta kuulosti kuulien lähes irtoamiselta sylinterin sisäpinnasta.

Kuulapanokseen lisättiin halkaisijaltaan 40 mm:n teräskuulia 4 kg, jotta karkeat murskekappaleet saataisiin hienonnettua. Näytteen 1 jauhatusta jatkettiin 0,4 h eli 24 minuuttia, jonka jälkeen sylinteri putsattiin teräskuulista ja materiaalista. Sylinterin puhdistuksessa purkupään kiinteä kaulus vaikeutti puhdistusta, koska materiaalia ei voitu kaataa ulos reunaa pitkin. Kuvassa 10 kuvataan sylinterin puhdistukseen käytettävää välineistöä mm. kauha ja seulaverkko, jolla erotettiin jauhinkappaleet materiaalista (Kuva 10).



Kuva 10. Sylinterin puhdistaminen Germatec-myllyä käytettäessä.

Puhdistuksen jälkeen näyte seulottiin Scanteknik-MR3 -täryseulalla. Täryseulalla seulonta osoittautui hankalaksi, koska hienoksi jauhautunut kuona-aines täytti pienempien seulaverkkojen reiät. Täryseulalla ylitettä jäi 5700 g, joka oli 94 % lähtöpainosta.

Seulonnan jälkeen ylitteestä mitattiin 500 g upotuskippon ominaispainomittauksia varten. Upotuskippon mitattiin 500 g, koska sen kuivaaminen on nopeampaa kuin koko ylitteen. Upotuskippon ja näytteen upotuspainoksi saatiin 441,2 g. Upotuskippo pelkästään painoi uponneena 99,32 g. Kaavalla 3 saadaan näytteen ominaispainoksi 3,21 kg/dm³. Ominaispainomittauksen jälkeen ylitte suodatettiin vedestä ja laitettiin kuivumaan kuivauskaappiin. Mittauksen jälkeen koko näyte punnittiin ja huomattiin, että materiaalia oli hävinnyt 74 g, joka oli 1,2 % koko näytteestä.

Näytteen jauhatusta jatkettiin, koska se oli heikosti jauhautunut ja ominaispainoltaan liian alhainen ollakseen puhdasta metallia. Jauhatusta haluttiin nopeuttaa, joten kuulapopulaatioon päätettiin lisätä 60 mm halkaisijaltaan olevia teräskuulia 3,5 kg, jotta karkeat murskekappaleet saataisiin hienonnettua. Näytettä jauhettiin 4 tuntia lisää. Jauhatustulos näytti paremmalta kuulapopulaatiomuutosten jälkeen ja näyte alkoi jauhautumaan. Jauhatuksen jälkeen sylinteri puhdistettiin näytteestä ja kuulista kuten aikaisemmin.

Seulonta vaihdettiin käsiseulontaan pensselin kanssa. Käsiseulonnalla saatiin tehostettua seulontaa. Pensselin kanssa alitetta muodostui 3 kg. Käsiseulonnalla ylitettä jäi seulonnan jälkeen 2386 g, joka oli 40 % näytteen alkupainosta. Ominaispainomittaus suoritettiin samoilla muuttujilla ja näytteen ominaispainoksi saatiin 3,3 kg/dm³. Näytteen jauhatusta päätettiin jatkaa, koska se koostui enimmäkseen kuona-aineksesta.

Näytettä jauhatettiin 6 tuntia lisää, jonka jälkeen tehtiin seulonnat ja ominaispainomittaukset. Näytettä jauhettiin yhteensä 10 tuntia ja ylitettä oli jäljellä 944 g, joka oli 16 % näytteen lähtöpainosta. Ominaispaino 10 tunnin jauhatuksen jälkeen oli 4,1 kg/dm³. 10 tunnin jauhatuksen jälkeen yli 6 mm raekooltaan olevaa kuona-ainesta oli jäljellä vielä noin 300 g, joka oli 30 % ylitteen painosta. Pääteltiin, että näytteen jauhaminen paranisi, jos alite poistettaisiin näytteestä.

Näytteelle suoritettiin kaksi kahden tunnin jauhatusta, jossa välissä alite poistettiin näytteestä. Jauhatusten välissä näytteelle tehtiin seulonnat alitteen poistamiseksi ja mitattiin ominaispaino, jossa punnittiin koko jäljelle jäänyt ylite. Ylitteen ominaispainoksi mitattiin 3,8 kg/dm³. Ominaispaino tippui ilmeisesti kulta-hippuilmiön vaikutuksesta, koska edelliset ominaispaino punnitukset ollaan tehty vain osasta näytettä.

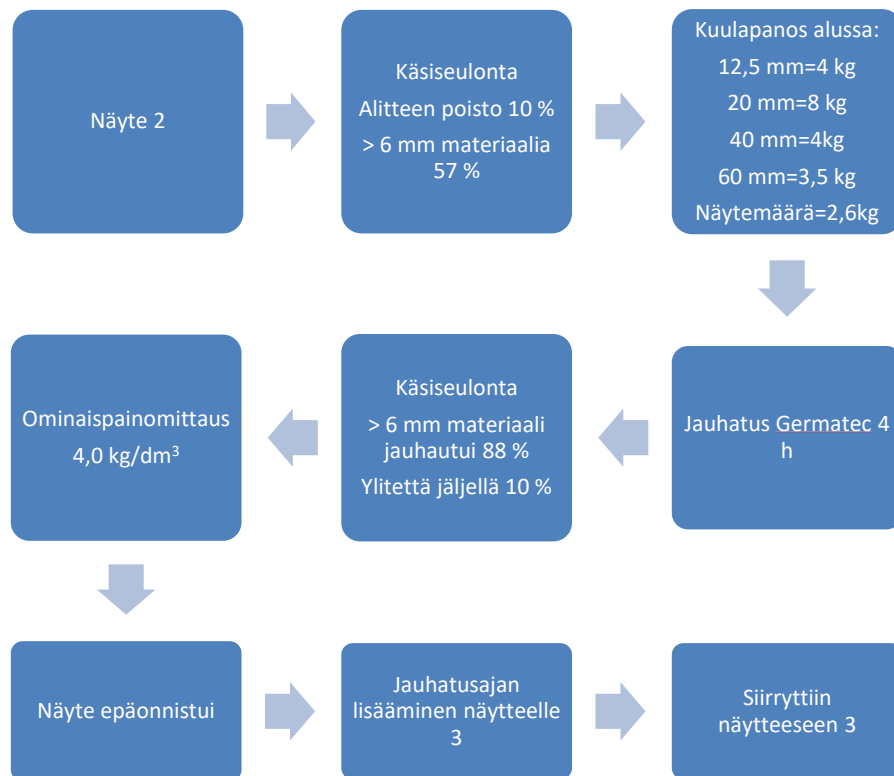
Jauhatustulos parantui alitteen poiston jälkeen. Alitteen poisto vaikutti kuitenkin ajallisesti sylinterin putsaamiseen ja näytteen seulontaan. Sylinterin putsaamiseen ja seulontaan kului koko näytteellä noin 10 tuntia ja alitteen poiston jälkeen 2-3 tuntia, joka oli 25-30 % koko näytteen seulonta-ajasta.

Ylite väheni molemmilla jauhatuksilla 400 g, joka oli ensimmäisellä jauhatuksella 50 % ja toisella jauhatuksella 80 % ylitteen painosta. Ylitettä jäi 168 g, joka oli 3 % aloituspainosta.

Näytteelle 1 saatiin lopulliseksi ominaispainoksi 14 tunnin jauhatuksella 4,7 kg/dm³. Näytteen 1 jauhatusajan määrittäminen lopputuotteeseen asti ei onnistunut, koska jauhatusaika venyi liian pitkäksi. Näyte 1 päätettiin lopettaa epäonnistuneesti ja keskittyä näytteeseen 2.

6.2 Näyte 2

Näytteen 2 jauhatuksella tutkittiin yli 6 mm materiaalin murskaantumista, kun syötteen määrää vähennetään ja alite poistetaan ennen jauhatusta. Näytteen määrä vähennettiin 3 kg ja seulottiin aluksi käsiseulonnalla. Näytteestä erotettiin alitetta 323 g, joka oli 10,8 % koko painosta. Näytteestä punnittiin yli 6 mm materiaalia yhteensä 1515 g, joka oli 57 % näytteen alkupainosta. Jauhatuspanos oli seulonnan jälkeen 2,6 kg. (Kuvio 8)



Kuvio 8. Näytteen 2 prosessikaavio.

Näytettä jauhettiin 4 tuntia. Näytteen seulomisen jälkeen punnittiin yli 6 mm raekooltaan materiaalia 183 g ja ylitettä yhteensä 264 g. Yli 6 mm:n materiaali oli jauhautunut 88 % lähtöpainostaan. Ylite oli kokonaisuudessaan vähentynyt 90 % lähtöpainosta. Ylite koostui yli 6 mm:n raekoosta 70 %. Näytteen ominaispainoksi saatiin 4,0 kg/dm³.

Syötemäärän puolituksella oli positiivista vaikutusta näytteen jauhettavuuteen, koska teräskuulien määrä oli suhteessa enemmän jauhettavaan syötteeseen. Karkeampi materiaali ei jauhautunut kokonaan ja näyte ei jauhautunut tarpeeksi, joten päätettiin lisätä jauhatusaikaa näytteelle 3.

6.3 Näyte 3

Näytteen 3 jauhatuksessa tarkasteltiin jauhatusajan lisäämistä verrattuna näytteeseen 2. Jauhatusajan lisäämisellä haettiin lopullisen tuotteen jauhatusaikaa, sillä myös pystyttiin tutkimaan 4 ja 8 tunnin jauhatuseroja. Näytteelle tehtiin samat valmistelut kuin näytteelle 2. Näytteestä seulottiin yli 6 mm raekooltaan materiaalia 1432 g, joka oli aloituspainosta 53 %. Alitetta seulottiin 10,1 % ennen jauhatusta. Jauhatuspanos oli seulonnan jälkeen 2,6 kg, joka oli sama kuin näytteellä 2. (Kuvio 9)



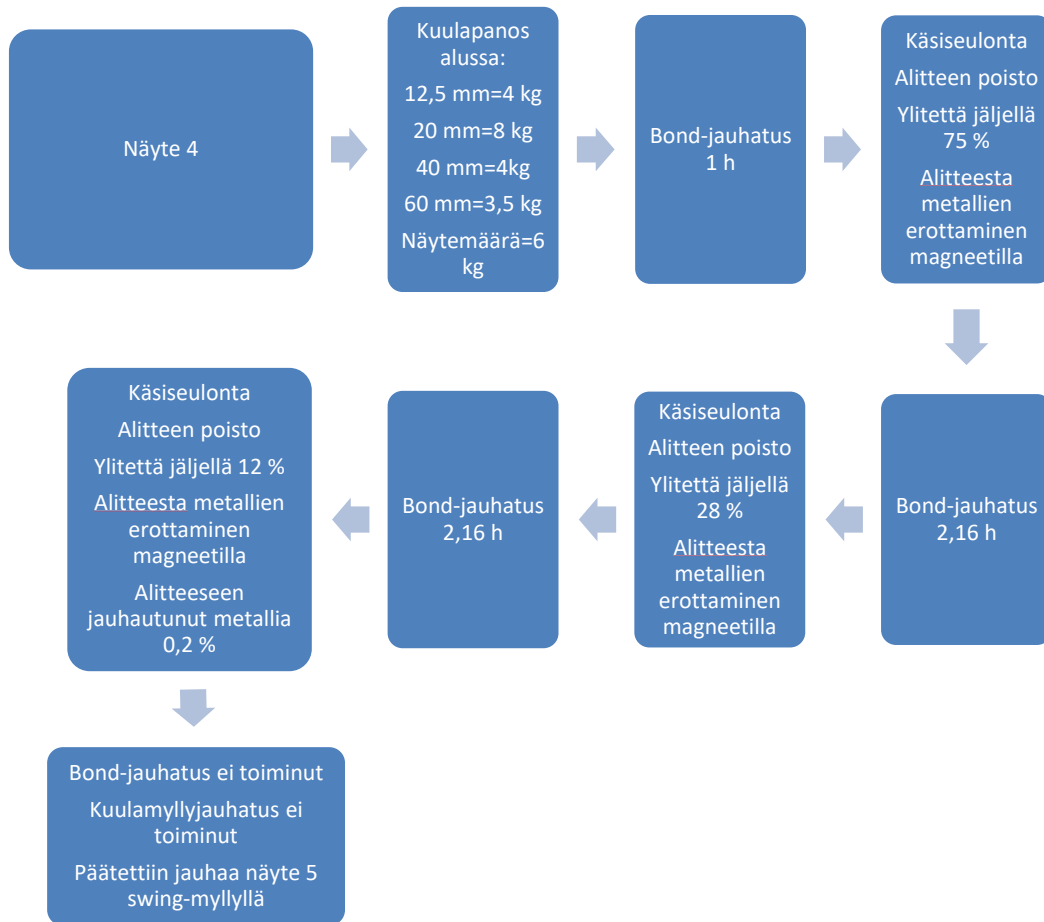
Kuvio 9. Näytteen 3 prosessikaavio.

Näytettä jauhettiin 8 tuntia. Sylinterin tyhjentämisessä huomattiin, että materiaali oli kovettunut myllyn teräviin sisäreunoihin ja sen poistamiseen tarvittiin työkaluja. Yli 6 mm raekooltaan materiaalia seulottiin 86 g eli >6 mm materiaali hienontui 94 % verrattuna lähtötilanteeseen. Lopullinen ylite sisälsi yli 6 mm materiaalia 44 %. Ylite oli kokonaisuudessaan jauhautunut 93 %. Näytteen 3 ominaispainoksi saatiin 8 h jauhatuksen jälkeen 3,8 kg/dm³.

Näytteiden 2-3 välillä osoittautui, että näyte 3 jauhautui enemmän. Yli 6 mm materiaali jauhautui 6 %-yksikköä enemmän, kun koko ylite jauhautui 3 %-yksikköä enemmän. Näytteen jauhattavuus hidastu lopussa. Näytteen 3 ominaispaino ei noussut pidemmällä jauhatuksella. Näytteen 3 päätyttyä epäonnistuneesti haluttiin kokeilla eri kuulamylyä, koska Germatec-kuulamylyllä ei päästy haluttuun tulokseen. Näyte 4 päätettiin jauhaa Bond-kuulamylyllä.

6.4 Näyte 4

Näytteen 4 jauhatuksessa tutkittiin Bond-myllyn toimivuutta ja alitteen poistoa jauhatusten välissä. Bond-myllyyn vaihdettiin, koska Germatec-myllyllä ei päästy haluttuun tulokseen pitkällä jauhatusajoillakaan. Myös alitteen poiston yhteydessä tutkittiin alitteesta jauhautuneita metallipiroitteita magneetilla. Magnetoiminnalla havainnoidaan hienontaako kuulamylyjauhatusta metallipiroitteita. Näytteen 4 näytemäärä on samakuin näytteellä 1.



Kuvio 10. Näytteen 4 prosessikaavio.

Näytettä jauhettiin aluksi tunti. Jauhatusääni kuulosti paremmalta kuin näytteellä 1-3. Bond-myllyn tyhjentäminen oli nopeampaa ja ergonomisempaa erotuslaitteella. Erotuslaitteella tyhjentämiseen meni noin 20 minuuttia. Seulonnalla erotettiin alite näytteestä. Jauhatusulos vaikutti karkealta, joten jauhatusaikaa lisättiin.

Näytettä jauhattiin 2 tuntia, jonka aikana eroteltiin magneettisesti seulotusta alitteesta metallipiroitteita. Erottaminen tapahtui magneettia siirtelemällä alitteessa, jolloin magneettinen metalli tarttui siihen (Kuva 11). Tunnin jauhatuksella alitetta muodostui 1400 g ja siitä seulottiin magneetilla 4 g metallia, joka on 0,2 % alitteen painosta.



Kuva 11. Kuona-ainesta magneetilla seulottu (vasen). Metallinen materiaali tarautunut magneettiin, joka on suojattu pussilla (oikea).

Kahden tunnin jauhatuksen jälkeen näyte seulottiin. Ylite väheni yhteensä 4,2 kg, joka on 63 % lähtöpainosta. Näytettä päätettiin jauhaa 2 tuntia lisää.

Näytettä jauhettiin yhteensä 5,3 tuntia. Ylite väheni 84 % jauhatuksen aikana. Alitteesta löytyi 11,4 g jauhautunutta metallia, joka oli 0,2 % koko alitteesta. Alitteen metallisella määrällä päätytään tulokseen, että menetelmä ei hienonna metalleita. Näytteen 4 jauhaminen lopetettiin, koska kuulamylyjauhatus ei jauha tarpeeksi tehokkaasti. Kuulamylyjauhatuksen epäonnistuttua päätettiin kokeilla suurempaa swing-mylyä näytteelle 5

6.5 Näyte 5

Näyte 5 jauhettiin 1 kg:n swing-mylyllä, koska kuulamylyjauhatus ei toiminut tutkimuksessa pitkien jauhatusaikojen takia. Näytettä jauhettiin CRS oy:n laboriotiloissa Kempeleessä. Näytettä jauhettiin 1,5 minuutin kertajauhatuksina yhteensä 10,5 minuuttia. Jauhatusulosta tarkasteltiin ja jauhautunut kuona-aines poistettiin näytteestä jauhatuskertojen välissä. 10,5 minuutin jauhatusten jälkeen ylitettä oli jäljellä noin 11 g, joka on 1,1 % lähtöpainosta. Alitteesta tutkittiin jauhautuneita metallipirotteita magneetilla, jolla varmistetaan hienontaako menetelmä metallipirotteita. (Kuvio 11)



Kuvio 11. Näytteen 5 prosessikaavio.

Ensimmäisen jauhatuksen jälkeen huomattiin, että yli 6 mm materiaali on jauhautunut kokonaan. Alitteen erottamisen jälkeen huomattiin, että ylitettä oli noin puoli kiloa.

Swing-myllyn tyhjentäminen ja puhdistaminen onnistui paremmin verrattuna kuulamylyjen tyhjentämiseen. Padan koostumus hylki tarrautuvaa materiaalia ja sen irrottaminen padan pinnasta onnistui pensselillä. Näytteen 5 ominaispainoa ei päästy mittaamaan jauhatuskertojen välissä, koska ominaispainolaitteisto oli Oulussa. Jauhatusten jälkeen ylitteelle mitattiin ominaispainoksi $7,2 \text{ kg/dm}^3$.

Swing-myllyn jauhatusta hidastui 5 jauhatuskerran jälkeen. Ylitettä oli tässä vaiheessa noin 100 g, joka oli 10 % aloituspainosta. Swing-myllyllä päästiin halut-

tuun jauhatustulokseen seulontojen kanssa kahdessa tunnissa. Alitteesta erotettiin magneetilla 3,6 g metallia, joka oli 0,4 % alitteen painosta. Päätettiin tulokseen, että menetelmä ei hienonna metallipirotteita.

Swing-myllyllä työskentely oli helppoa ja tehokasta. Swing-myllyllä saatiin yli 10 mm materiaali jauhattua kokonaan. Jauhatusmenetelmällä päästiin haluttuun tulokseen 80 % nopeammin kuin kuulamylyllä jauhatuksella. Swing-myllyn huonoja puolia ovat jauhatuksen hidastuminen, kun näytteen määrä vähenee. Näytteen 5 ylitteelle ja alitteesta erotetulle metalleille päätettiin tehdä mikroskooppimittaus, millä todennettiin sen metallipitoisuus.

6.6 Mikroskooppitutkimus

Elektronimikroskooppitutkimuksella haluttiin varmistaa ylitteen ja alitteen metallipitoisuudet. Elektronimikroskooppitutkimusta varten jauhetuista kuonanäytteistä teetettiin pintahienäytteet Lapin AMK:n Arctic Steel and Mining-tutkimusryhmän toimesta.

Kuvissa 12 ja 13 on esitetty näytteen 5 ylitteen ja alitteesta erotetuille metallien mikroskooppikuvat. Tiheämpi materiaali eli metalli näkyy kuvissa vaaleampana esimerkiksi 1 analyysipiste (Kuva 12). Alemman ominaispainon omaava kuona-aines näkyy mikroskooppikuvissa tummempana esimerkiksi 2 analyysipiste (Kuva 12).

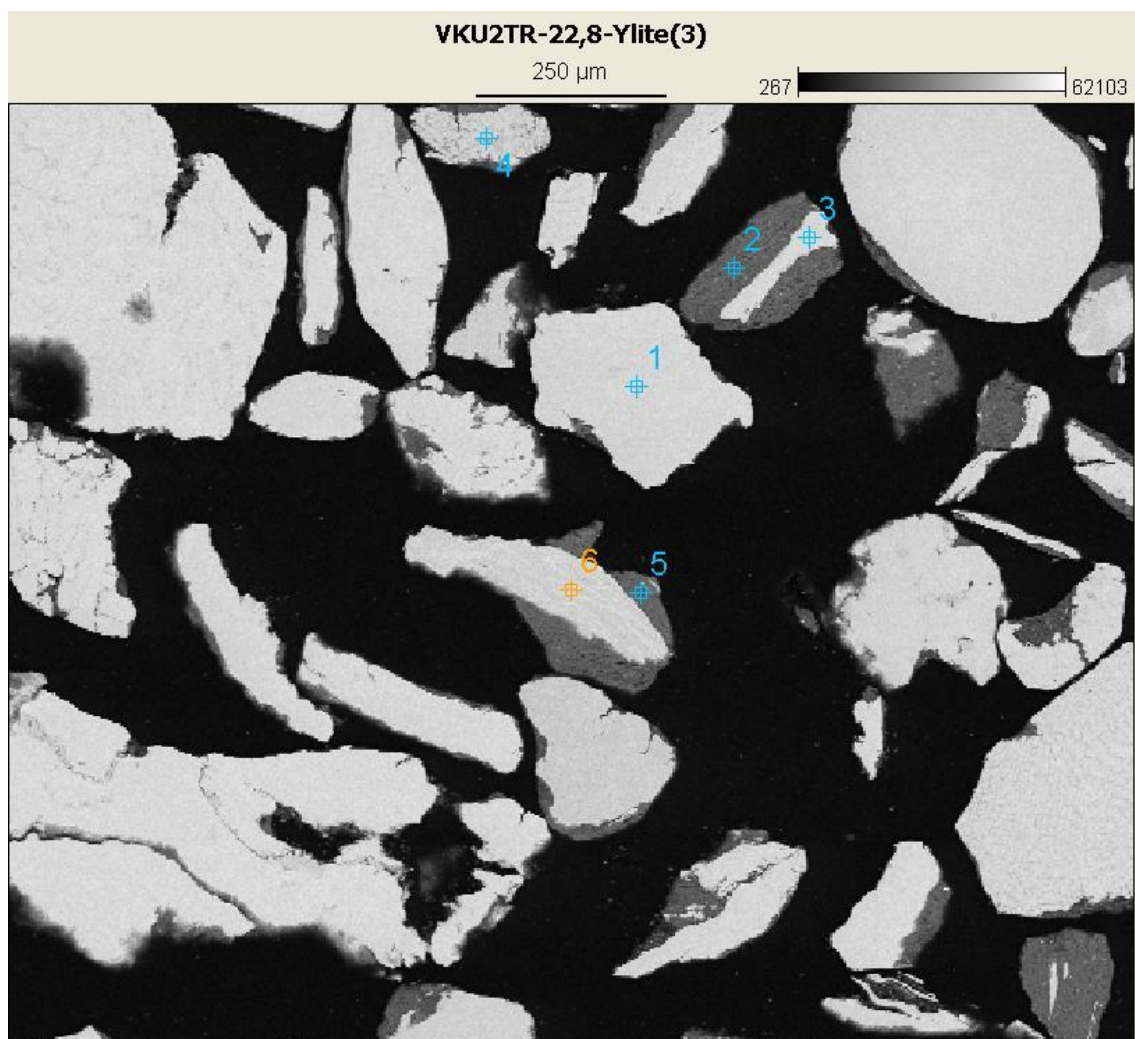
Metallirakeista eli tiheämmistä kohdista analysoitiin pääosin rautaa ja kromia. Tummissa alueista saatiin analyysillä kalsiumia (Ca) ja piitä. Tarkemmat alkuainepitoisuudet näytteistä löytyvät tulokset kappaleesta ja liitteestä 2.

Ylitteen mikroskooppikuvassa (Kuva 12) on kuusi analyysipistettä. Analyysipisteet 1,3 ja 6 kuvaavat metallirakeen alkuainepitoisuutta. Analyysipisteet 2 ja 5 kuvaavat kuona-aineksen alkuainepitoisuutta. Analyysipiste 4:lla kuvataan sekaraetta, joka on kyllästynyt kuona-aineksella.

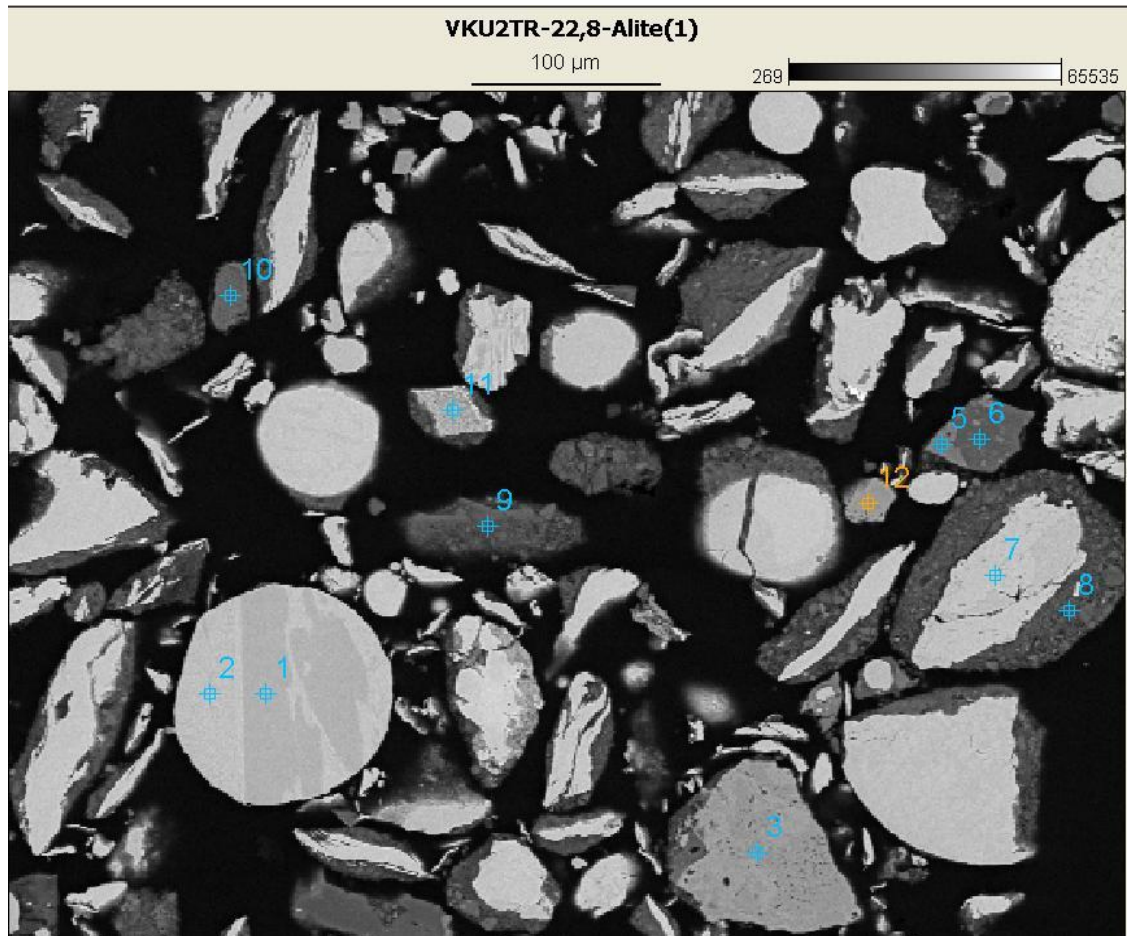
Alitteen mikroskooppikuvassa (Kuva 13) on 12 analyysipistettä. Analyysipisteitä otettiin enemmän, koska löydettiin selviä metalli-, kuona- ja sekaraakeita. Analyysipisteet 2,7,11 kuvaavat metallirakeita. Pisteet 1,3,5 ja 12 kuvaavat sekara-

keita. Kuonarakeita analysoivat pisteet 6, 8, 9 ja 10. Tarkemmat alkuainepitoisuudet analysipisteistä löytyvät liitteestä 3.

Ylitteestä analysoitiin metallia noin 90 %, joten ylite ei ollut täysin puhdasta metallia. Ylite on ominaispainoltaan $7,2 \text{ kg/dm}^3$, joka vaikuttaisi mikroskooppikuvassa (Kuva 12) esiintyvän kuona-aineksen määrään oikealta. Alitteesta erotetusta metallista analysoitiin noin 50–60 % kuonaa. Ominaispainoltaan tälle saatiin ominaispainomittauksella $3,6 \text{ kg/dm}^3$. Mikroskooppikuvasta (Kuva 13) voidaan havaita, että se sisältää enemmän kuona-ainesta.



Kuva 12. Ylite, jossa vaaleampi kuvastaa metallia ja tummemmat kuona-ainesta.



Kuva 13. Alitteen mikroskooppi kuvasta analysoitiin myös sekarakeita.

7 TULOKSET

Kuvaajissa tarkastellaan ylitteen prosentuaalista massan muutosta verrattuna jauhatusaikaan ja ylitteen ominaispainoon. Tarkemmat jauhatustulokset esitetään liitteessä 2.

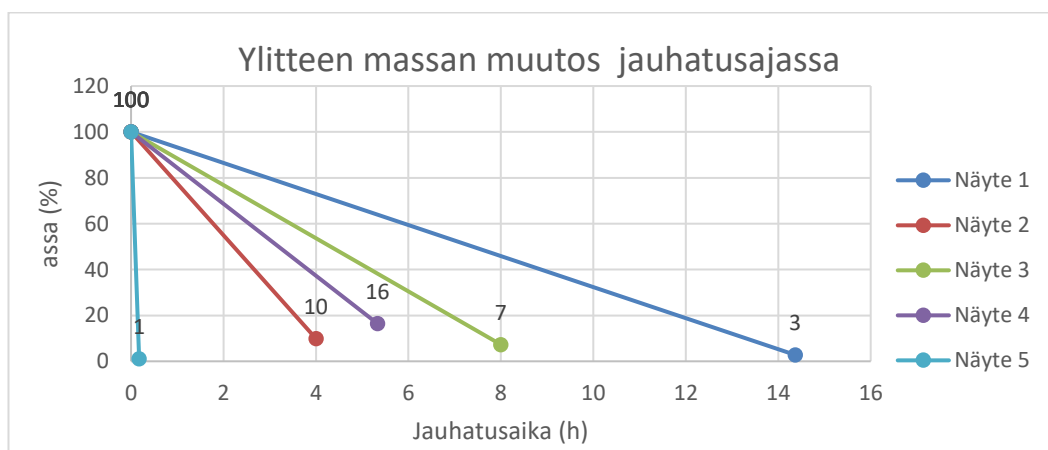
7.1 Jauhatustulokset

Kuviossa 13 kuvataan ylitteen prosentuaalista massan muutosta jauhatusajassa (Kuvio 13). Näytteet 1-4 ovat vertailukelpoisia keskenään, kuten näytteet 2-3 toistensa kanssa. Näytteisiin 2-4 käytettiin samaa kuulapopulaatiota. Kuvioista 13 huomataan, että mitä kaltevampi jana, sitä pitempi jauhatusaika näytteellä.

Näytettä 1 jauhettiin Germatec-kuulamyllyllä ja näytettä 4 Bond-myllyllä. Näytteiden alkupaino oli 6 kg. Näytteen 4 alite poistettiin 3 kertaa. Kuvioista 13 havaitaan, että alitteen poistolla ja myllyn vaihtamisella näytteen jauhatusaika lähes puolittautui. Bond-myllyllä työskentely oli myös ergonomisesti suunniteltu paremmin.

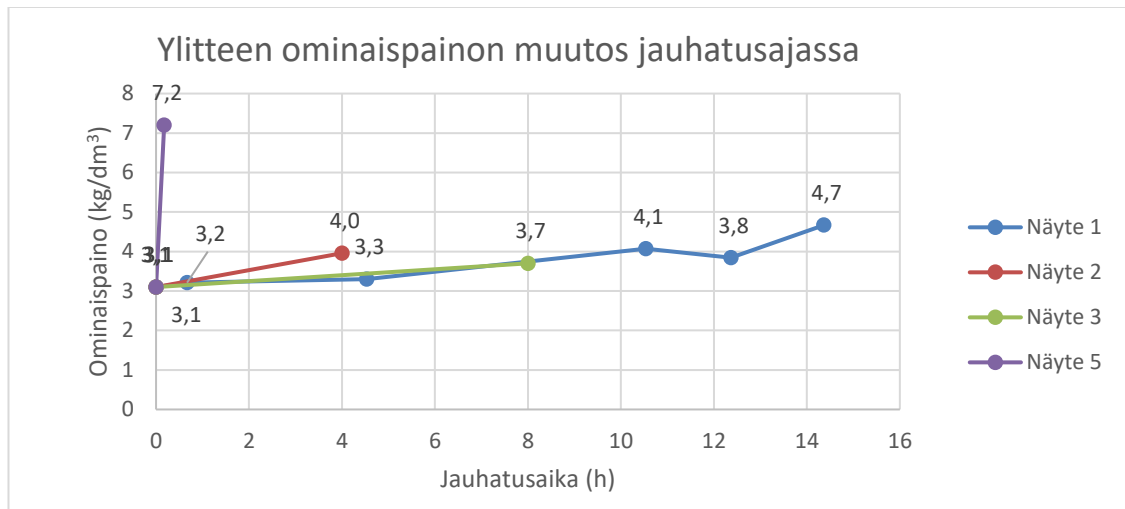
Näytteiden 2-3 näytemäärä puolitettiin 3 kiloon ja niiden välinen jauhatusaika tuplattiin. Näytteiden 2-3 välillä oli 3 %-yksikköä eroa lopullisessa ylitteen määrässä verrattuna jauhatusajan lisäämiseen.

Näyte 5 jauhettiin swing-myllyllä ja näytemäärän paino oli 1 kg. Swing-myllyn jauhamisnopeus ilmenee kuvaajassa jyrkimpänä. Swing-myllyllä päästiin 11 g ylitettä 10,5 minuutissa, joka on 1 % aloituspainosta.



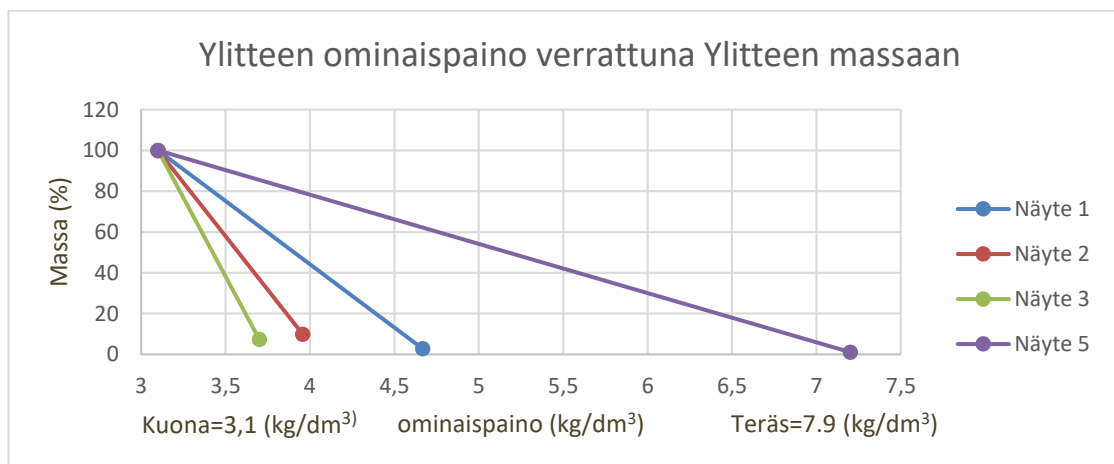
Kuvio 13. Ylitteen massan muutos jauhatusajan suhteen.

Kuviossa 14 kuvataan ylitteen ominaispainon muutosta jauhatusajassa (Kuvio 14). Näytteen 4 ominaispainoa ei mitattu. Näytteiden 1-3 ominaispainot eivät nousseet yli $4,7 \text{ kg/dm}^3$ 14 tunnin jauhatuksellaan. Kuvioista 14 voidaan tulkita, että jauhatusajan lisäämisellä näytteelle 3 ei ollut vaikutusta sen ominaispainoon verrattuna näytteeseen 2. Kuvioista 14 voidaan tulkita, että ominaispaino nousi tasaisesti jauhatusten aikana, paitsi näytteellä 1 ominaispainoltaan $4,1 \rightarrow 3,8 \rightarrow 4,7$. Tähän vaikutuksena oli koko näytteen punnitseminen ja mahdollinen kultahippuilmiön vaikutus. Swing-mylyllä näytteen ominaispainoksi saatiin $7,2 \text{ kg/dm}^3$ 10,5 minuutissa.



Kuvio 14. Ylitteen ominaispainon muutos jauhatusajassa.

Kuviossa 15 kuvataan ylitteen ominaispainoa verrattuna ylitteen prosentuaaliseen massaan. Kuulamylyjauhatuksella näytteiden ominaispaino ei saavuttanut teräksen ominaispainoa, kuten kuvioista 15 voidaan huomata. Swing-mylyllä jauhaessa päästiin lähelle teräksen ominaispainoa (Kuvio 15).



Kuvio 15. Ylitteen ominaispainon muutos verrattuna ylitteen massaan

7.2 Mikroskooppitulokset

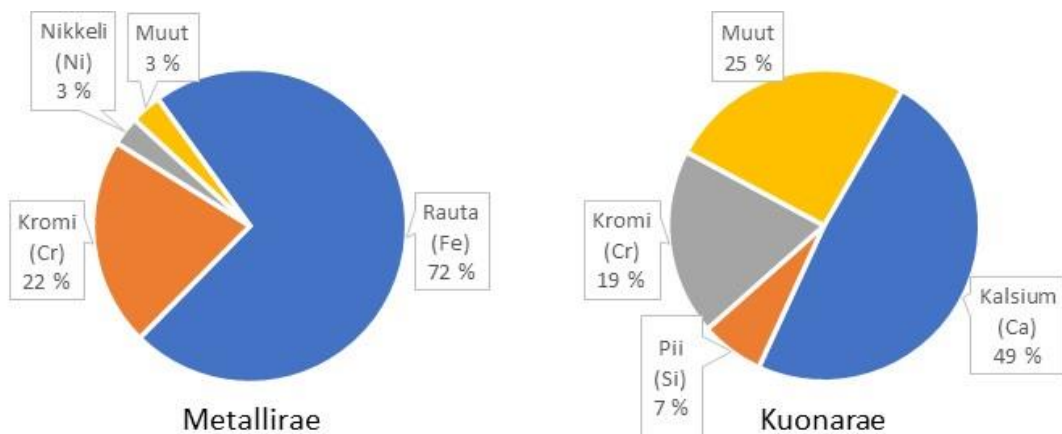
Kaavioissa tarkastellaan ylitteen ja alitteesta erotetun metalliosan alkuainepitoisuuksia. Alkuainepitoisuudet perustuvat analyysipisteisiin, jotka ovat näytteen mikroskooppikuvissa.

7.2.1 Näyte 5 Ylite

Kuviossa 16 (Kuvio 16) kuvataan näytteen 5 ylitteen alkuainepitoisuudet mikroskooppikuvaan perustuen (Kuva 12). Tarkemmat pitoisuudet liitteessä 3.

Tuloksista nähdään, että ylitteen analyysipisteet sisältävät eniten rautaa, kalsiumia, kromia ja piitä. Ylitteen metallirakeissa olevissa analyysipisteissä rautaa oli yhteensä 72,4 %, kromia 21,5% ja nikkeliä 3 %. Metallirakeiden analyysipisteistä analysoitiin myös muita alkuaineita esimerkiksi mangaani (Mn). (Liite 3)

Ylitteen kuonarakeista olevista analyysipisteistä analysoitiin 49,8 % kalsiumia, 19,9 % piitä ja kromia 6,7 %. Kuonarakeissa olevista analyysipisteistä löydettiin muun muassa alumiinia, magnesiumia ja titaania (Ti). (Liite 3)



Kuvio 16. Metallirakeiden ja kuonarakeiden alkuainepitoisuudet.

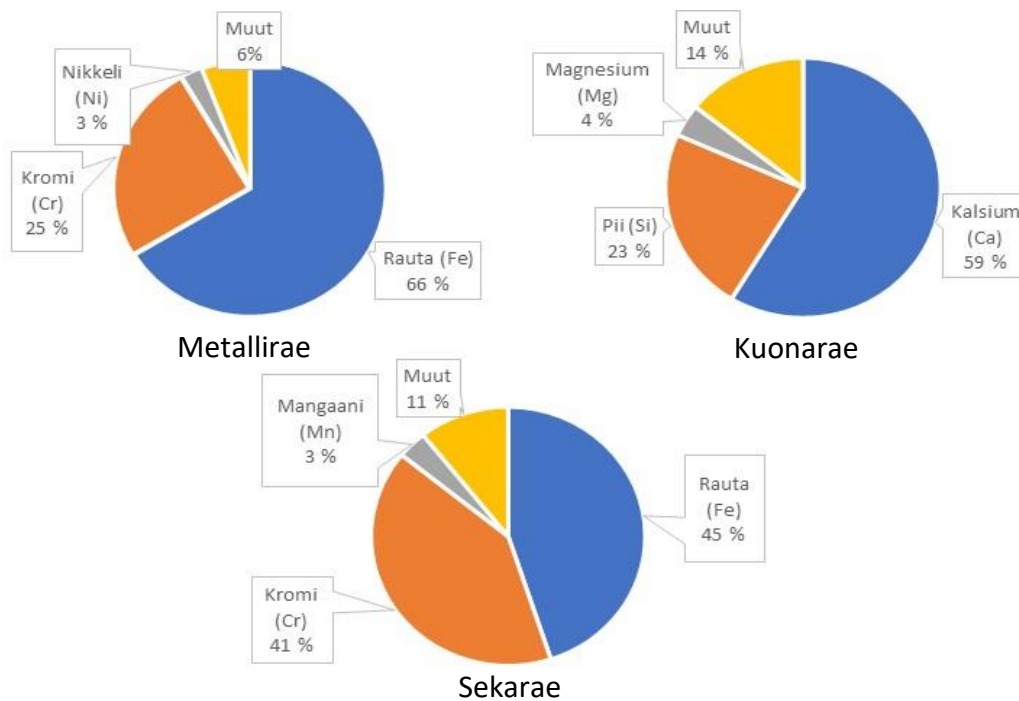
7.2.2 Alitteesta erottettu metalli

Kuviossa 17 kuvataan näytteen 5 alitteesta erottetun metalliosan alkuainepitoisuudet mikroskooppikuvaan perustuen (Kuva 13). Tarkemmat alkuainepitoisuudet liitteessä 4.

Tuloksista nähdään, että alitteen metallisäikeiden analyysipisteet sisältävät eniten rautaa, kalsiumia ja kromia. Metallirakeiden analyysipisteet sisälsivät 66,3 % rautaa, kromia 25,3 % ja nikkeliä 2,6 %. Myös rikkiä (S) analysoitiin alitteen metallisäikeistä enemmän mitä ylitteen metallirakeista. Metalliset rakeet analyysissä sisälsivät vähemmän alkuaineita mitä ylitteen metallirakeet. (Liite 4)

Alitteen kuonarakkeiden analyysipisteistä analysoitiin 58,7 % kalsiumia, 23 % piitä ja 4 % magnesiumia. Kuonarakkeiden analyysipisteet sisälsivät määrällisesti enemmän alkuaineita mitä ylitteen kuonarakkeiden analyysit. (Liite 4)

Sekarakeiden analyysipisteet sisälsivät 45 % rautaa, 40,9 % kromia ja mangaania 3,5 %. Sekarakeiden analyysistä havaittiin myös tyypä (N) 2,7 %. Sekarakeet sisälsivät määrällisesti enemmän kromia kuin metallirakeet. (Liite 4)



Kuvio 17. Jauhautuneiden metalliprotteiden alkuaineanalyysi

8 TULOSTEN TARKASTELU

8.1 Jauhatustulokset

Työssä saaduista tuloksista havaitaan, että kuulamylyjauhatus ei soveltunut tähän tutkimukseen. Kuulamylyjauhatusella tuote jäi liian karkeaksi suurillakin jauhatusajoilla. Kuulamylyyllä jauhaessa huomattiin, että näytteen jauhautuminen hidastuu mitä lähempänä ollaan tuotekokoja. Kuona-aineksen jauhautumatta jäämiseen uskotaan olevan kuulapopulaation muutokset tai nostajien puuttuminen sileistä sylintereistä.

Karkean kuona-aineksen murskaamiseen voitaisiin käyttää murskainta ennen jauhatusta. Jauhatuksessa voitaisiin keskittyä vain valmiiksi murskatun tuotteen hienontamiseen. Nostajilla saadaan sileäpintaisten sylinterien jauhatustulosta tehokkaammaksi pienemmilläkin kierroksilla, jolla säästetään myllyn kuluvia osia.

Sylinterin tyhjennys voitaisiin suunnitella seulonnan yhteyteen, esimerkiksi Bond-laitteistolla kaato onnistuu suoraan erottelulaitteeseen. Suunnittelussa näyte kaadettaisiin myllystä näyte suoraan seulontapinnalle. Tästä suuremmille seulaverkoille jäävä tuote voitaisiin suoraan siirtää takaisin jauhatukseen. Sylinterin toinen pääty tulisi olla kokonaan irrotettavissa ja sisäreunat pyöristettyjä, joilla vähennetään materiaalin häviämistä.

Näyte 4 oli onnistunein tulos kuulamylyjauhatusista, jossa päästiin noin kuudessa tunnissa alle kiloon ylitettä, joka on 16 % aloituspainosta. Tästä voitaisiin jatkaa swing - myllyllä tarvittaessa.

Kuvioita 13,14 ja 15 tarkastelemalla voidaan havaita, että swing-mylly on tehokain jauhamaan kyseistä materiaalia. Swing-myllyllä päästiin 10 g:n ylitettä 10,5 minuutissa. Huomioitavaa, että näyte 5 on suuruudeltaan kilon, mutta käytettäessä sopivan kokoista swing-myllyä sille ehdotetulle määrälle jauhatusajan pitäisi pysyä samana. Alitteesta erotettiin magneetilla 3,6 g metallia, joka on koko näytteen metallinosuuden osasta 40 %.

8.2 Seulonta

Ison materiaalin käsiseulonta osoittautui työssä työlääksi ja aikaa vieväksi noin 4 tuntia seulontaa kohden. Täryseulalla seulontaa saataisiin nopeutettua. Materiaalin tarrautumista voitaisiin vähentää lisäämällä pienemmille seulaverkoille kuulia, jotka pakottavat pienemmät materiaalit läpi. Myös materiaalin märkäseulonta ennen kuivaseulontaa vähentää tukkiutumista. Alitteen poisto nopeutti jauhatusta ja helpotti myös näytteen visuaalista tarkastelua.

8.3 Ominaispainotulokset

Ominaispainomittaus toimi ylitteen mittaamisessa tuloksellisesti, mutta menetelmä ei ole nopein näytteen kuivauksen takia. Materiaalin kuivana pitäminen nopeuttaa jatkojauhamista ja vähentää tarvittavan laitteiston, kuten lämpökaappin määrää tuotannossa. Alitteen mittaamista ei päästy kokeilemaan tässä työssä kunnolla. Upotusastiaa muokkaamalla saataisiin alitteen mittaaminen toimimaan. Ainoa rajoittava tekijä mittausmenetelmässä oli vaa'an maksimipaino rajoitukset. Suuremmalla vaa'alla saadaan enemmän materiaalia mittaukseen ja pienennettyä kultahippuilmion vaikutusta, mutta tämä hidastaa materiaalin kuivumista.

8.4 Mikroskooppitulokset

Metallirakeista analysoitiin enimmäkseen rautaa, joka vaihteli ylitteen ja alitteen välillä 66-72 %. Metallirakeet sisälsivät vähemmän määrällisesti muita alkuaineita verrattuna kuonarakeisiin ja sekarakeisiin. Kuonarakeet sisälsivät enimmäkseen kalsiumia. Sekarakeiden analyysipisteet sisälsivät eniten kromia verrattuna muihin rakeisiin.

9 JOHTOPÄÄTÖKSET

Tuloksista havaitaan, että kuulamylyjauhatus ei toiminut. Sopivin jauhatusmenetelmä kyseiselle materiaalille tulosten perusteella on swing-mylly. Swing-myllyllä jauhattaminen 10 mm syötekoosta alle 500 µm raekokoon onnistui nopeasti. Swing-myllyllä voitaisiin yrittää ylijauhamista, sillä varmistettaisiin jauhautuvatko vai muokkaantuvatko metallipiroitteet pitkilläkin jauhatuksilla.

Swing-mylly jauhatuksessa herättää vaan epäilyksen miten suuremman näytteen jauhaminen onnistuu isommalla padalla. Käytetty pata hidastui, kun näytettä oli jäljellä 100 g eli 10 % aloituspainosta. Suositteisin kokeilemaan suuremman swing-padan käyttöä. Jos suurempi pata hidastuu ennen tuotekokoon pääsemistä, voidaan jäljelle jäänyt materiaali siirtää pienempään swing-myllyyn. Padan suositellaan koostuvan materiaalista, josta voitaisiin vaivattomasti puhdistaa tarttuvakin materiaali.

Markkinoilla on swing-myllyjä, jossa alitteen poisto suunniteltu jauhatuksen yhteyteen paineilmalla ja imupisteillä. Imupisteiden paikat voisivat sijaita padan yläosassa tai sivuilla. Imupisteet voitaisiin suojata 125 µm seulaverkolla tai pienemmällä. Samaan yhteyteen voisi miettiä vahvaa magneettia, joka keräisi alitteesta matkalla jauhautuneet metallipiroitteet. Alitteen poistamisella jauhatuksen aikana saataisiin jauhatusa tehostettua ilman pysäytyksiä.

10 POHDINTA

Ruostumattoman teräskuonan metallipitoisuuden määrittäminen kuulamylyljauhauksella oli mielenkiintoinen aihe lopputyöksi. Tutkimusta tehdessä opin paljon uutta muun muassa jauhatuksesta, kuonan muodostumisesta/-käyttökohteista ja ominaispainosta/-mittaamisesta. Koneellinen seulonta oli minulle käytännössä tuttua, vaikka käsin seulonta oli ihan uusi asia, joka helpottaa tarrautuvan materiaalin seulontaa huomattavasti.

Opinnäytetyön aloitus oli haastavaa, koska faktapohjaista tietoa aiheesta tuntui olevan vähän tarjolla. Tämän johdosta teorian saaminen kokoon ennen kokeellista osuutta venyi, joka myöhemmin näkyi ongelmina kokeellisessa osuudessa.

Opinnäytetyön pohjalta voidaan tehdä päätös sopivasta jauhatusmenetelmästä tulevaan tuotantoon ja siihen mahdollisia kehittämissuhteita.

LÄHTEET

Anttila, V. 2019. Swing-myllyn koostumus ja jauhinkiekkko. Sähköposti juha.isopoussu@edu.lapinamk.fi 15.11.2019. Tulostettu 15.11.2019.

Berner 2019. Fritsch Pulverisette 9 Rengaskiekkomyly. Viitattu 26.10.2019 <https://www.berner.fi/pro/tuote/fritsch-pulverisette-9-rengaskiekkomyly/>

Essa 2019. Essa[®] LM2 Pulverising mill. Viitattu 24.11.2019. https://cdn2.hubspot.net/hubfs/494827/AAADDataSheets/SPA_LM2_PDS_176_V3_ENG_WEB.pdf

Fabritius, T. & Heikkinen, E. Kuonien fysikaaliset ominaisuudet. Oulun Yliopisto. Prosessimetallurgian tutkimusyksikkö.

FEI Company 2010. The Quanta FEG 250 / 450 / 650 User Manual. Viitattu 2.10.2019 <https://www.manualslib.com/manual/1235568/Fei-Quanta-Feg-250.html#manual>

Finder 2019. Tapojärvi Oy. Viitattu 28.3.2019 <https://www.finder.fi/Rautaa+ja+terästä/Tapojärvi+Oy/Tornio/yhteystiedot/155177>.

Gilson Company, Inc. 2019. Universal Splitters. Viitattu 30.4.2019 <https://www.globalgilson.com/Content/Images/uploaded/pdf/product-manuals/manual-gilson-universal-sample-splitters.pdf?v=20191017140022658>

Hasa, J. 2016. Valokaariuunin savukaasujen hallinta ja imutehojen optimointi. Oulun yliopisto. Prosessitekniiikan koulutusohjelma. Diplomityö.

Hyttinen, H. 2019. Gilson Riffle Splitter. Sähköposti juha.isopoussu@edu.lapinamk.fi 22.4.2019. Tulostettu 23.4.2019

Kaiva.fi. 2014. Hienonnuks-Kiintoaineiden lajittelu. Viitattu 10.5.2019 https://kaiva.fi/wp-content/uploads/2014/12/Hienonnuks_Kaiva-fi.pdf

Kauppi, J. 2011. FE-SEM- ja EDS-laitteiden käyttöönotto. Lapin Ammattikorkeakoulu. Tietotekniikan koulutusohjelma. Opinnäytetyö.

Khan, Z. 2015. Soil Classification and identification (With Diagram). Viitattu 17.10.2019 <http://www.yourarticlelibrary.com/soil/soil-classification-and-identification-with-diagram/45407/>

Kirpala, A. 2014. Jauhautuvuuden laboratoriomääritykset Bond- ja Merganmenetelmällä. Savonia Ammattikorkeakoulu. Ympäristötekniikan koulutusohjelma. Opinnäytetyö

Koskinen, J. 2019. Tehtävänanto: Metallipitoisuuden määrittäminen RST-kuonasta. Sähköposti juha.isopoussu@edu.lapinamk.fi. Tulostettu 23.4.2019

Pelttari-Heikka, S. 2019. Kaivosten ja teollisuuden luottopelaaja. Lapin Kansa 21.10.2019, A6-A7.

Lindén, J. & Neuvonen, M. 2009. Hienojauhatus helmi- ja planeettamylyllä. Lappeenrannan teknillinen yliopisto, Kemiantechniikan laitos, Kandidaatintyö.

MAOL ry/ kustannusosakeyhtiö Otava. 2005. MAOL taulukot. 2.-5. Painos.

Metallinjalostajat ry. 2014. Teräskirja 9. Painos. Helsinki: Metallinjalostajat ry. Viitattu 6.4.2019

http://teknologiateollisuus.fi/sites/default/files/teraskirja_flip/Teraskirja.html

Roininen, J. Kupari, P. & Parviainen, T. 2011. Ruostumattoman teräksensvalmistuksen kuonat. Outokumpu Stainless Oy. Tornio Research Centre.

Suorsa, T. 2017. Ruostumattoman teräskuonan metallipitoisuuden määrittäminen XRD-analyysillä. Kone- ja Tuotantotekniikan koulutusohjelma. Lapin Ammattikorkeakoulu. Opinnäytetyö.

SFS-EN 1097-6. 2014. Kiviainesten mekaanisten ja fysikaalisten ominaisuuksien testaus. Osa 6: Kiintoutumisen ja vedenimeytymisen määrittäminen, Suomen Standardisoimisliitto SFS ry.

SFS-EN 932-1. 2003. Kiviainesten yleisten ominaisuuksien testaus. Osa 1: Näytteenottomenetelmät. Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry.

SFS-EN 10088-1. 2014. Ruostumattomat teräkset. Osa 1: Ruostumattomien terästen luettelo. Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry.

Tapojärvi Oy 2019a. Kiertotalous. Viitattu. 28.3.2019
<https://www.tapojarvi.com/kiertotalous/>

Tapojärvi Oy 2019b. Tapojärvi. Viitattu 28.3.2019
<https://www.tapojarvi.com/tapojarvi/>

Tapojärvi Oy 2019c. Tehdaspalvelut. Viitattu 28.3.2019
<https://www.tapojarvi.com/tehdaspalvelut/>

Vehkalahti, J. 2008. Näytteenotto-prosessin kehittäminen. Kajaanin ammattikorkeakoulu. Kone- ja tuotantotekniikan koulutusohjelma. Opinnäytetyö.

LIITTEET

Liite 1. Punnitus ilmassa ja vedessä mittausmenetelmän ohje

Liite 2. Jauhatuspöytäkirja

Liite 3. Ylitteen analyysipisteiden alkuainepitoisuudet prosentuaalisesti

Liite 4. Alitteesta erotetun metalliosan alkuainepitoisuudet prosentuaalisesti

Punnitus ilmassa ja vedessä mittaussuomenetelmän mittaussuohje.

Näyte laitetaan upotussastiaan. Astia kiinnitetään vaa'an alapuolelle narulla ja upotetaan hallitusti veteen. (22 ± 3) °C. Kiinnitysnaarun tulee olla mitoitettuna niin, ettei astia osu pohjaan, mutta on kokonaan vedenpinnan alapuolella. Kun astia on uponnut kokonaan, sitä voidaan nostella ja tärisyttää. Nostelulla ja tärisyttelyllä varmistetaan, että juuttuneet ilmakuplat poistuvat näytteen väleistä. Nostelun aikana astia ei saa nousta vedenpinnan yläpuolelle. Näyte punnitaan, kun sen paino on tasaantunut (M_2). Veden lämpötila otetaan ylös punnitushetkellä (p_w). Veden lämpötilasta saadaan veden tiheys, jota tarvitaan näytteen kiintotiheyden laskemiseen. 20°C veden ominaispaino on noin 1 kg/dm³. Näyte poistetaan astiasta suodatusastiaan, jossa siitä suodatetaan vesi pois. Suodatettu näyte levitetään tämän jälkeen uunipellille ja laitetaan lämpökaappiin kuivumaan (110 ± 5) °C asteen lämpötilaan 16 tunnin ajaksi. Kun näyte on lämpökaapissa, astia voidaan huuhdella ja upottaa veteen, kuten aikaisemmin. Kun astia on uponnut kokonaan ja sen paino on tasaantunut, voidaan paino kirjata ylös (M_3).

Jauhatustulokset.

Jauhatus pöytäkirja	pvm. 17.6.2019						
Juha Isopoussu							
Näyte	Jauhatusai- ka (h)	Jauhatus- ajan lisäys edelliseen verrattuna (h)	Ylit- teen massa (g)	Ylit- teen massa (%)	Ylitteen omi- naispaino (kg/m ³)	Alit- teen massa (g)	Alit- teen massa (%)
Näyte 1	0		6000	100	3,1		0
	0,7	0,7	5658	94	3,2	142	3
	4,5	3,9	2386	40	3,3	3226	60
	10,5	6,0	944	16	4,1	4656	86
	12,4	2,0	555	9	3,8	4997	93
	14,4	2,0	168	3	4,7	5384	97
Näyte 2	0	0,0	2686	100	3,1	323	10,8
	4	4,0	265	10	4,0	2710	90
Näyte 3	0	0,0	2635	100	3,1	304	10,1
	8	8,0	194	7	3,7	2378	93
Näyte 4	0	0,0	6000	100	-	0	0,0
	1	1,0		75		1436	23,9
	3,2	2,166667	1676	28	-	4222	72
	5,3	2,166667	740	12	-	5100	88
Näyte 5	0		1000	100	3,1	0	0
	0,175	0,175	11	1	7,2	944	99

Ylitteen analysipisteiden alkuainepitoisuudet prosentuaalisesti.

	O- K	Na- K	Mg- K	Al- K	Si- K	P- K	S- K	K- K	Ca- K	Ti- K	Cr- K	Mn- K	Fe- K	Ni- K	Cu- K	As- K	Y- K	Zr- K	Nb- K	Ba- L	La- L	Ce- L	Nd- L	Pb- L	Th- L	U- L
VKU2TR-22,8- Ylite(3)_pt1	0.0 0	0.0 0	0.0 5	0.0 0	0.09 0	0.0 3	0.0 0	0.0 1	0.00 0	0.0 3	3.75 0	0.6 0	92.2 1		0.2 5	0.0 0	0.7 6	1.3 1	0.6 7	0.0 6	0.1 9	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0
VKU2TR-22,8- Ylite(3)_pt2	0.0 0	0.0 0	2.2 7	6.1 5	24.2 8	0.2 1	0.3 4	0.1 3	49.7 9	3.3 8	5.45 3	4.1 3	0.88 0		0.0 0	0.1 1	0.0 0	0.1 7	0.4 3	0.6 1	0.0 0	0.0 0	0.2 0	0.0 0	0.0 0	1.4 8
VKU2TR-22,8- Ylite(3)_pt3	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 9	0.10 0	0.0 0	0.0 8	0.0 1	0.12 0	0.0 0	17.5 0	1.3 3	72.8 1	6.6 8	0.5 6	0.0 0	0.0 5	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.6 7	0.0 0	0.0 0
VKU2TR-22,8- Ylite(3)_pt4	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 4	0.13 0	0.0 9	0.0 0	0.0 2	0.07 0	0.0 7	23.7 6	0.2 9	72.9 6		0.0 9	0.0 6	0.3 3	0.5 7	0.0 0	0.0 0	0.4 6	0.3 0	0.0 0	0.0 0	0.4 1	0.3 5
VKU2TR-22,8- Ylite(3)_pt5	0.0 0	0.0 0	6.6 4	5.0 8	15.4 4	0.1 4	0.3 6	0.1 6	49.8 3	4.9 2	8.04 0	2.8 2	0.95 0		0.0 9	0.0 0	0.1 1	0.6 1	1.7 5	0.7 8	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.2 1	2.0 5
VKU2TR-22,8- Ylite(3)_pt6	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 9	0.07 0	0.0 8	0.0 8	0.0 2	0.09 0	0.0 3	40.8 8	0.0 6	51.6 8	5.2 5	0.0 2	0.3 1	0.2 4	0.8 8	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 5	0.0 0	0.0 0	0.1 8	0.0 0

Alitteen analysipisteiden alkuainepitoisuudet prosentuaalisesti.

	O- K	F- K	Na- K	Mg -K	Al- K	Si- K	P- K	S- K	K- K	Ca- K	Ti- K	V- K	Cr- K	Mn- K	Fe- K	Ni- K	Cu -K	As- K	Y- K	Zr- K	Nb -K	Ba- L	La- L	Ce- L	Nd -L	Pm -L	Pb- L	Th- L	U- L
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt1	2.7 8		0.0 0	0.0 5	0.0 6	0.1 3	0.0 0	0.0 0	0.0 6	0.1 3	0.0 1	0.4 0	73. 82	0.0 0	19. 77		0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.1 6	0.6 2	0.1 5	0.3 1	0.3 0	0.0 0		0.0 0	1.2 7	0.0 0
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt2	0.0 0		0.0 0	0.0 0	0.1 1	0.1 0	0.0 1	0.0 0	0.0 2	0.0 5	0.0 0		33. 45	0.4 0	58. 22	4.6 1	0.0 1	0.0 0	1.0 8	0.3 7	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 9		0.5 7	0.6 2	0.2 9
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt3	0.0 0		0.0 0	0.0 6	0.0 0	0.1 2	0.0 7	0.0 0	0.0 0	0.2 4	0.0 0		31. 97	0.0 0	65. 87		0.0 0	0.0 0	0.5 9	1.0 7	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0		0.0 0	0.0 0	0.0 0
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt4	0.0 0		0.0 0	0.0 0	0.1 4	0.0 4	0.1 1	0.0 5	0.0 0	0.0 0	0.0 0		0.5 0	1.7 6	94. 54		0.1 5	0.0 3	0.4 2	0.2 0	0.0 0	0.0 6	0.2 3	0.0 0	0.2 1		0.3 1	0.0 0	1.2 5
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt5	7.8 9		0.0 0	8.6 2	5.9 0	0.2 7	0.0 0	0.0 4	0.0 0	0.8 5	0.7 6	0.7 9	56. 74	13. 09	1.6 3		0.1 2	0.0 0	0.0 0	0.6 2	0.6 5	0.0 6	0.3 4	0.0 0	0.0 0	0.2 9	0.0 0	0.0 0	1.3 4
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt6	0.0 0		0.0 0	5.8 5	1.1 7	27. 49	0.1 8	0.0 0	0.0 0	56. 13	1.0 1		1.6 6	3.0 1	0.6 8		0.1 1	0.0 0	0.6 9	0.9 6	0.0 0	0.4 8	0.0 8	0.2 9	0.2 1		0.0 0	0.0 0	0.0 0
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt7	0.0 0		0.0 0	0.0 0	0.0 4	0.2 1	0.0 2	0.0 0	0.0 0	0.0 5	0.0 2		35. 43	0.1 4	62. 04		0.0 3	0.0 0	0.1 1	0.1 3	0.6 7	0.0 0	0.2 2	0.1 1	0.2 5		0.0 0	0.0 0	0.5 3
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt8	0.0 0		0.0 0	5.5 7	3.9 5	22. 32	0.0 1	0.2 2	0.0 3	54. 08	2.6 4		3.0 0	2.5 6	0.7 7		0.0 5	0.0 0	0.5 8	0.0 0	1.5 7	0.1 9	0.1 4	0.0 0	0.2 1		0.3 8	1.7 1	0.0 0
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt9	0.0 0	5.9 5	0.0 0	4.6 1	3.4 8	21. 01	0.0 9	0.1 8	0.0 6	51. 98	1.7 9		2.7 0	2.8 4	0.8 0		0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.8 3	0.4 6	0.6 2	0.6 2	0.0 0		0.0 0	0.5 1	1.4 7
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt10	0.0 0		0.1 9	0.1 3	0.0 9	21. 03	0.0 8	0.0 0	0.0 4	72. 66	0.0 0		0.0 0	0.1 1	0.8 7		0.0 8	0.1 1	0.0 0	0.0 0	2.0 2	0.0 0	0.1 6	0.0 7	0.0 0		0.0 0	0.9 0	1.4 7
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt11	0.0 0		0.0 0	0.2 0	0.0 2	0.4 2	0.1 0	4.8 7	0.0 0	1.2 7	0.0 7		31. 74	0.4 3	50. 52	5.7 4	0.3 9	0.3 7	0.2 2	0.0 0	0.0 0	0.0 0	0.4 3	0.0 7	0.2 8		0.0 0	1.7 9	1.0 6
VKU2TR-22,8- Alite(1)_pt12	0.0 0		0.0 0	0.7 1	0.1 7	0.2 4	0.0 0	0.1 4	0.0 1	0.8 5	0.0 0		0.9 7	0.9 2	92. 56		0.0 1	0.1 6	0.0 0	0.0 0	1.3 9	0.4 2	0.2 4	0.0 0	0.2 5		0.6 0	0.3 6	0.0 0