

LAPPEENRANNAN TEKNILLINEN YLIOPISTO
Teknillinen tiedekunta
LUT kemia

Heikki Mutikainen

HAPPIDISPERSION KARAKTERISOINTI LABORATORIOSEKOITTIMESSA

Työn tarkastajat: Prof. Kaj Backfolk
TkT Jari Käyhkö

Työn ohjaajat: DI Aki Mankki
TkT Jari Käyhkö

ALKUSANAT

Tämä työ kuuluu PulpVision-projektiin. Työ on tehty kokonaisuudessaan Savonlinnan FiberLaboratoryssa kesäkuun 2010 ja tammikuun 2011 välisenä aikana. Haluan kiittää lämpimästi työn ohjaajia Aki Mankkia ja Jari Käyhköä; työhöni liittyvä työpanoksenne on ollut korvaamaton. Lisäksi haluan kiittää ohjausryhmän jäseniä Tapio Tirriä, Kari Peltosta ja Timo Perttulaa sekä PulpVision-projektia ja FiberLaboratoryn henkilökuntaa. Suuri kiitos myös vanhemmilleni, ystävilleni sekä opiskelutovereilleni.

Kotkassa 22.2.2011

Heikki Mutikainen

TIIVISTELMÄ

Lappeenrannan teknillinen yliopisto
Teknillinen tiedekunta
LUT Kemia

Heikki Mutikainen

Happidispersiön karakterisointi laboratoriosekoittimessa

Diplomityö

2011

71 sivua, 25 kuvaa, 7 taulukkoa ja 4 liitettä.

Tarkastajat: Prof. Kaj Backfolk
TkT Jari Käyhkö

Hakusanat: dispersio, happidelignifiointi, kuvantaminen, kuplakokojakauma, sekoitus, tehonkulutus, kemiallinen massa

Työn tarkoituksena oli tarkastella uutta kuvantamistekniikkaa käyttäen happikaasun dispergointia keskisakeuksisen massasuspension joukkoon laboratoriosekoittimessa. Työssä pyrittiin tarkastelemaan muodostuvan dispersiön homogeenisuutta neljästä eri kuvauspisteestä sekoittimen kannesta ja kyljestä. Samalla tarkasteltiin myös sekoittimen tehonkulutusta sekä tehonkulutuksen ja aikaansaadun dispersiön välistä yhteyttä. Työn yhtenä tarkoituksena oli myös tarkastella uuden kuvantamistekniikan mahdollisuuksia tämäntyyppisissä sovellutuksissa, sillä työ kuuluu PulpVision-projektiin, jossa kehitetään massa- ja paperiteollisuuden uusia konenäkösovelluksia.

Työn kokeellinen osuus koostui sekoituskokeista, joissa tarkasteltiin neljästä kuvauspisteestä kahdella sekoittimen nopeudella mänty- ja koivususpensioihin muodostuvaa kuplakokojakaamaa. Sekoituskokeiden lisäksi tehtiin tehonkulutuskokeita, joissa tarkasteltiin sekoittimen tehonkulutusta sekoittimen täyttöasteen funktiona koivu- ja mäntysuspensioilla sekä vedellä.

Työn tuloksien perusteella todettiin, että koivususpensiosta havaittujen kuplien pinta-ala oli noin puolet mäntysuspensiosta havaittujen kuplien pinta-alasta. Sekoittimen roottorin pyörimisnopeuden puolittuessa suspensioon dispergoidun hapen kuplakoko kasvoi huomattavasti. Neljästä kuvausyhteestä tarkasteltuna havaittiin pienimpien kuplien esiintyvän sekoittimen alaosassa. Mäntysuspension tehonkulutuksen havaittiin kasvavan viidenneksellä, kun sekoittimen täyttöaste kasvoi 10 %, kun taas koivususpension tehonkulutuksen kasvu oli tästä vain puolet. Kuvantamislaitteiston todettiin olevan tämänkaltaiseen sovellutukseen riittävä, varsinkin kun valonlähteenä käytetään pulssilaseria.

ABSTRACT

Lappeenranta University of Technology
Faculty of Technology
LUT Chemistry

Heikki Mutikainen

Characterization of oxygen dispersion in laboratory mixer

Master's Thesis

2011

71 pages, 25 figures, 7 tables and 4 appendices

Examiners: Professor Kaj Backfolck
D. Sc. Jari Käyhkö

Keywords: dispersion, oxygen delignification, imaging, bubble size distribution, power consumption, chemical pulp

The purpose of this thesis was to study the dispersing of oxygen gas into medium-consistency fiber suspension using laboratory mixer. The homogeneity of dispersion was investigated by using four different imaging assemblies placed to the cover and to the side of the mixer. Power consumption of the mixer was also measured at the same time along with the power consumption correlated with the generated dispersion. One purpose of this thesis was also to study the new possibilities of imaging applications. Thesis is a part of PulpVision-project which aims to develop new machine vision applications for pulp and paper industry.

The experimental part of this thesis consisted of mixing experiments to study the bubble size distribution in fiber suspensions generated with two separate rotation speed of mixer. Suspensions consisted from birch or pine pulp. In addition, power consumption experiments were completed as a function of mass volume in mixer.

The results of this thesis indicate that the area of oxygen bubbles observed from birch suspension was about a half of the area of bubbles observed from pine suspension. The average diameter of bubbles increases considerably when the rotation speed of rotor is halved. Smallest bubbles were observed from the bottom of the mixer when bubble analysis results from four different imaging assemblies placed on the mixer were compared. Power consumption of pine suspension mixing was noted to increase a fifth as mass volume in mixer was increased 10 % while the increase on the power consumption of birch suspension mixing was only half of that. Imaging apparatus was thought to be suitable for applications such this especially when pulsed diode laser light was utilized.

SISÄLLYSLUETTELO

SYMBOLILUETTELO	3
1 JOHDANTO	5
2 HAPPIDELIGNIFIINTI.....	6
2.1 Prosessin kuvaus.....	6
2.2 Happidelignifioinnin kemiaa	7
2.2.1 Reaktiivisten ryhmien muodostuminen	8
2.2.2 Happidelignifioinnin valkaisureaktiot.....	9
2.3 Aineensiirron ilmiöt happidelignifioinnissa	12
2.3.1 Aineensiirto hapen ja nestefaasin välillä.....	14
2.3.2 Aineensiirto hapen ja kuitujen välillä	15
2.4 Happivaiheet.....	16
2.4.1 MC-alue	16
2.4.2 HC-alue	17
2.4.3 Prosessimuuttujat	17
3 SEKOITUS.....	19
3.1 Kuitususpension fluidisoituminen	20
3.2 Kaasun sekoittaminen massaan	22
3.3 Kuplien muodostuminen	22
3.4 Suspension kaasunpidätyskyky	23
3.5 Kuplakoko	24
3.5.1 Kuplat kuitususpensiossa	25
3.5.2 Sekoituksen vaikutus kuplakokoon.....	26
3.6 Sekoittimet.....	27
3.6.1 Teollisuudessa.....	27
3.6.2 Quantum Mark IV -laboratoriosekoitin	28
3.7 Sekoituksen tehonkulutus	29
4 KUVAUSMENETELMIÄ JA SOVELLUTUKSIA.....	32
4.1 Laitteistot.....	32
4.1.1 Kamera	33
4.1.2 Valaisu	33
4.1.3 Kuvankäsittely	34
4.2 Kuvantamismenetelmien sovellutuksia.....	35
4.2.1 Kolmifaasisysteemien kuvantamissovellutuksia.....	35
4.2.2 Keskisakeuksisen massan kuvantaminen.....	36
5 KOKEELLISEN OSAN TAVOITTEET JA SUORITUS.....	37
5.1 Kokeellisen osan tavoitteet.....	37
5.2 Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen muutostyöt.....	37
5.3 Kokeellisen osan suoritus	38
5.4 Kuvien käsittely ja kuplien laskenta.....	40
6 TULOKSET JA TULOSTEN TARKASTELU	43
6.1 Sekoittimen toiminta ja täyttöaste	43
6.2 Kuplakokojakauma sekoittimessa	44
6.2.1 Kuitutyypin vaikutus kuplakokojakaumaan.....	44
6.2.2 Kuplakokojakauma eri kuvausyhteistä tarkasteltuna.....	48
6.2.3 Kuplakokomäärittelyjen toistettavuus	56
6.3 Sekoituksen tehonkulutus	59
6.3.1 Tehonkulutuksen ja kuplakokojakauman välinen korrelaatio	60

6.3.2 Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen ominaistehonkulutus	63
7 YHTEENVETO	64
8 KEHITYSIDEAT	67
LÄHDELUETTELO	68

SYMBOLILUETTELO

A	kuidun muotokerroin, -
a, b	vakioita, -
C	suspension sakeus, %
E_a	aktivoitumisenergia, kJ/mol
g	putoamiskiihtyvyys, m/s^2
H	Henryn lain vakio, -
K	kappaluku, -
K_{RH}	Rybczynski-Hadamard -korjauskerroin, -
$K_L\alpha$	kokonaisaineensiirtokerroin, -
$k_{g\alpha_i}$	Kaasufaasin aineensiirtokerroin, -
k_i	nopeusvakio, -
$kL\alpha_j$	Nestefaasin aineensiirtokerroin, -
m_n	keskimääräinen selluloosamolekyylien lukumäärä grammassa näytettä, -
n	sekoittimen pyörimisnopeus, 1/min
n_F	suspension fluidisoitumisnopeus, 1/min
P	teho, W
p	paine kuplan sisällä, Pa
p_{dyn}	dynaaminen paine, Pa
p_L	ulkoinen paine nestefaasissa, Pa
R	yleinen kaasuvakio, J/K mol
r	kaasukuplan säde, m
r_c	kuplan kriittinen säde, m
T	lämpötila, K
t	aika, min
V	sekoittimen tilavuus, m^3
w	kaasun nousunopeus nesteessä, m/s
X_G	sekoittimen kaasutilavuus, %
α, β, χ	vakioita, -
ε_F	tehonhäviö fluidisoitumisasteessa, W/m^3
μ	nesteen viskositeetti, Pa s

μ_G	kaasun dynaaminen viskositeetti, kg/m s
μ_L	nesteen dynaaminen viskositeetti, kg/m s
ρ_L	nesteen tiheys, kg/m ³
ρ_G	kaasun tiheys, kg/m ³
σ	pintajännitys, N/m
τ_D	suspension myötöjännitys, N/m ²

1 JOHDANTO

Sulfaattiselutehtaan prosessissa kuidutetaan massaa poistamalla puun ligniiniä kemiallisesti. Ligniinin poistaminen haketetusta puusta aloitetaan sulfaattikeittovaiheessa. Yleisesti nykyaikaisissa sulfaattiseluteprosesseissa keittovaiheen jälkeen massa pumpataan happivaiheeseen, jossa ligniiniä poistetaan massasta eli massaa delignifoidaan hapen avulla alkalisissa oloissa ja korotetussa paineessa. Happivaiheen etuna verrattuna pidennettyyn keittovaiheeseen on selektiivisempi delignifointi, jolloin saantohäviöt ovat alhaisemmat.

Happivaiheessa tulee happi ensin liuottaa massasuspension nestefaasiin, josta happi tunkeutuu kuituun reagoiden ligniinin sekä selluloosan ja hemiselluloosan kanssa. Sekoitusvaiheen jälkeen massa pumpataan happitorniin, jossa happidelignifioitumisreaktiot tapahtuvat noin tunnin läpivirtauksen aikana. Delignifioitumisen laadun kannalta on tärkeää dispergoida happi sekoittimessa mahdollisimman homogeenisesti ja pieninä kuplina kuitususpensioon, jolloin saavutetaan mahdollisimman suuri aineensiirtopinta-ala kaasun ja nestefaasien välille. Niukkaliukoisen hapen liukoisuuden parantamiseksi sekoittimessa vallitsee korotettu paine.

Sekoitusvaiheen tutkimiseen tuo oman haasteensa kuitususpension käyttäytyminen leikkausvoimien alaisena. Kuidut muodostavat verkostoja ja kuituflokkeja, joiden hajottamiseen pyritään sekoitusvaiheessa fluidisoimalla massa eli saattamalla leikkausvoimilla massa tilaan, jossa se käyttäytyy virtausominaisuuksiltaan newtoniaalisen nesteen tavoin. Kuituverkosto vaikuttaa myös massaan dispergoidun kaasun käyttäytymiseen. Luonnollisesti lyhyt- ja pitkäkuitusellut ovat erilaisia virtausominaisuuksiltaan, mikä johtuu eroista mm. kuidun dimensioissa.

Tässä työssä tarkastellaan mänty- ja koivususpensioihin dispergoidun hapen käyttäytymistä laboratoriosekoittimessa. Tutkimuksen kohteena on hapen kuplakokojakauma tarkasteltuna neljästä eri kuvausyhteestä kuvantamislaitteiston

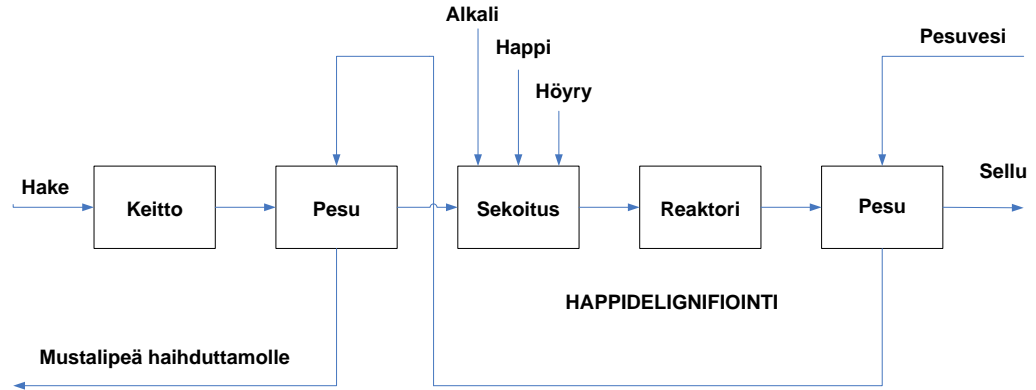
avulla. Työssä tutkitaan myös sekoittimen tehonkulutusta sekä tehonkulutuksen korrelaatiota kuplakokojakaumaan. Työn yhtenä tarkoituksena on myös tarkastella uuden kuvantamistekniikan mahdollisuuksia, sillä työ tehtiin osana PulpVision-projektia, jossa kehitetään massa- ja paperiteollisuuden uusia konenäkösovellutuksia.

2 HAPPIDELIGNIFIINTI

Ligniini on pääasiallinen tekijä sellun värin kannalta, sillä sen valonabsorptiokerroin on suurempi kuin muilla kuidun molekyyileillä. Happidelignifioinnissa jatketaan keittovaiheessa massaan jääneen ligniinin poistamista eli delignifioimista hapen avulla alkalisissa oloissa. Happidelignifiointi parantaa sulfaattisellutehtaan saantoa, sillä ligniiniä voidaan poistaa vähemmän keittovaiheessa jolloin vältetään keiton jatkuessa kasvavat hiilihydraattihäviöt. Lisäksi happidelignifioinnilla alennetaan valkaisukemikaalien tarvetta sekä näin ollen valkaisun jätevesikuormitusta. Ensimmäinen happidelignifiointia koskeva patentti on vuodelta 1867, ja moninaisten kehitysvaiheiden jälkeen ensimmäinen happivaihe otettiin tehdaskäyttöön vuonna 1970. Nykyään happivaihe kuuluu lähes jokaisen modernin sulfaattisellutehtaan kuitulinjaan. Pohjoismaissa ympäristösäädökset ovat pitkään ohjanneet alentamaan teollisuuden jätevesikuormaa esimerkiksi juuri sellutehtaan valkaisimoiden osalta, mikä on johtanut happivaiheiden yleistymiseen erityisesti pohjoismaiden sellutehtailla. /1/

2.1 Prosessin kuvaus

Happidelignifiointi eli happivaihe sijoittuu sulfaattiselluprosessissa keiton ja ensimmäisen valkaisuvaiheen väliin. Kuvassa 1 on esitetty yksinkertaistettuna happivaihe kuitulinjassa:



Kuva 1. Happidelignifioinnin integroituminen pesuvaiheisiin ja kemikaalikiertoon. /1/

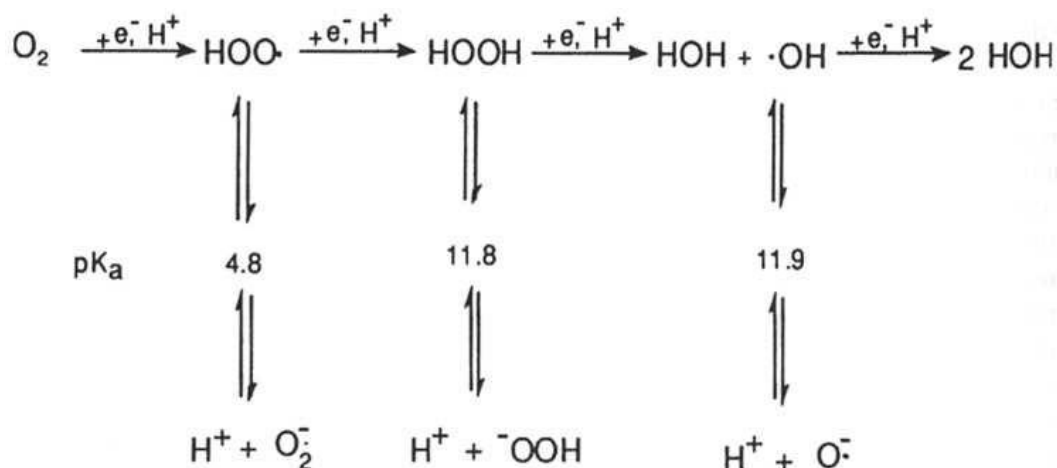
Kuten kuvasta 1 nähdään, keiton jälkeisten pesuvaiheiden jälkeen sellu pumpataan sekoittimeen, jossa paineenalaiseen keskisakeuksiseen massaannostellut alkali, happi ja höyry sekoitetaan massaan tasaisesti. Massa virtaa ylöspäin läpi happitornin noin tunnissa, minkä jälkeen se ohjataan pesureille. Pesuvesi ohjataan edelleen ruskean massan pesuun. Happivaiheen sijoittamista sulfaattiselutehtaaseen helpottaa sekin, että alkalina voidaan käyttää valkolipeää, joka pesuvaiheesta kierrätetään pesuvesien mukana lipeäkiertoon. Happivaihe voidaan toteuttaa myös kaksivaiheisena, jolloin massan viipymäaika reaktorissa on lyhyempi. /1/

2.2 Happidelignifioinnin kemiaa

Happidelignifioinnissa happea liuotetaan nestefaasiin alkalisissa olosuhteissa, korotetussa paineessa ja lämpötilassa. Nestefaasiin liuennut happi tunkeutuu kuituun ja reagoi ligniinin sekä selluloosan ja hemiselluloosan kanssa monimutkaisten ketjureaktioiden kautta. Alkalina käytetään joko pelkkää natriumhydroksidia tai vaihtoehtoisesti hapetettua valkolipeää. Massan jäännösligniinipitoisuutta kuvataan kappaluvulla, joka määritelmän mukaan tarkoittaa tietyn massamäärän kaliumpermanganaatin kulutusta happamassa ympäristössä. Kappaluku on määritelty standardissa SCAN –C1:77. Happidelignifioinnissa ligniiniä poistetaan liottamalla happea nestefaasiin alkalisissa olosuhteissa, korotetussa paineessa ja lämpötilassa, jolloin happi reagoi selluloosan ja ligniinin kanssa.

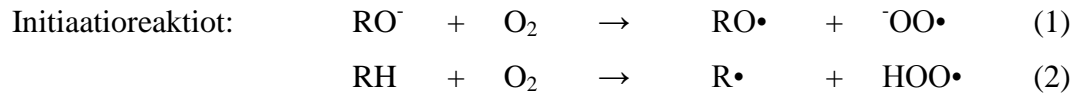
2.2.1 Reaktiivisten ryhmien muodostuminen

Vaikka happi ei ole kovinkaan reaktiivinen normaalissa vapaassa olomuodossaan, sillä on taipumus hapettaa orgaanisia molekyyliä alkalisessa ympäristössä ja korotetussa lämpötilassa. Happi hajoaa reaktiivisiksi välimuodoikseen vastaanottaessaan yhden elektronin jokaisen välivaiheen aikana muodostaen lopulta vettä kuvan 2 mukaisessa reaktiossa:

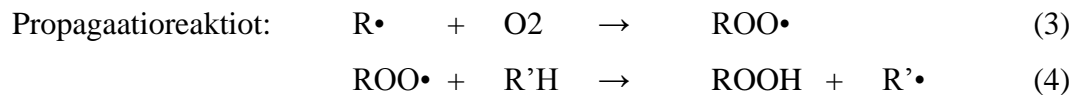


Kuva 2. Reaktiivisten välimuotojen muodostuminen hapen hajotessa vedeksi.
/2/

Kuvan 2 mukaisessa hapen pelkistysreaktiossa syntyneet välituotteet ovat epäspesifisiä hapettimia, jotka aiheuttavat epätoivottua polysakkaridien pilkkoutumista. Niiden vuoksi reaktiosarjan seuraavat vaiheet ovat äärimmäisen monimutkaisia ja niitä ei täysin tunneta. Radikaaliketjureaktio käynnistyy, kun reaktioyhtälön 1 mukaisesti ionisoituneet hydroksyyli-ryhmät ja happi reagoivat muodostaen fenoksiradikaalin ja peroksianioinin tai vaihtoehtoisesti reaktioyhtälön 2 mukaisesti kun ionisoitumattoman fenoliryhmän tai muun funktionaalisen ryhmän sisältämä vetyatomi erkaantuu:



Orgaanisen radikaalin ja hapen välisessä reaktiossa (reaktio 3) muodostuu peroksyyliradikaali, joka voi edelleen reagoida irrottaen funktionaalisen ryhmän vetyatomien ja edelleen muodostaen jälleen uuden radikaalin (reaktio 4):



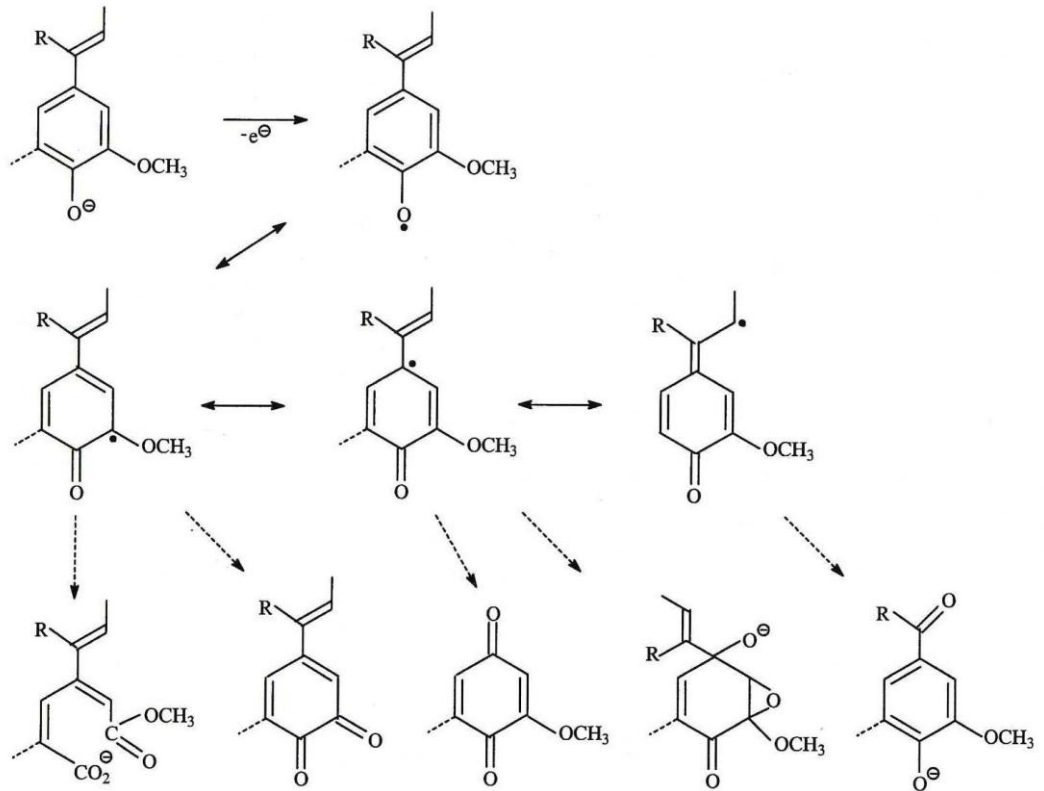
Ketjureaktio päättyy terminaatioreaktioon, jossa kaksi radikaalia reagoivat keskenään:



Edellä esitetyissä reaktioissa esiintyvistä hapettimista happi on vähiten reaktiivinen, joten tarvitaan korotettu lämpötila ja alkaliset olosuhteet, jotta jäännösligniinin vapaat fenoliset ryhmät ionisoituisivat. Massan mukana tulevat siirtymämetallit, esim. rauta ja kupari, katalysoivat reaktioissa syntyneen vetyperoksidin hajoamista. Siirtymämetallien poisto massasta ennen happivaihetta on tärkeää, koska vetyperoksidin hajotessa muodostuu hiilihydraatteja pilkkovia hydroksyyli-radikaaleja. /2/

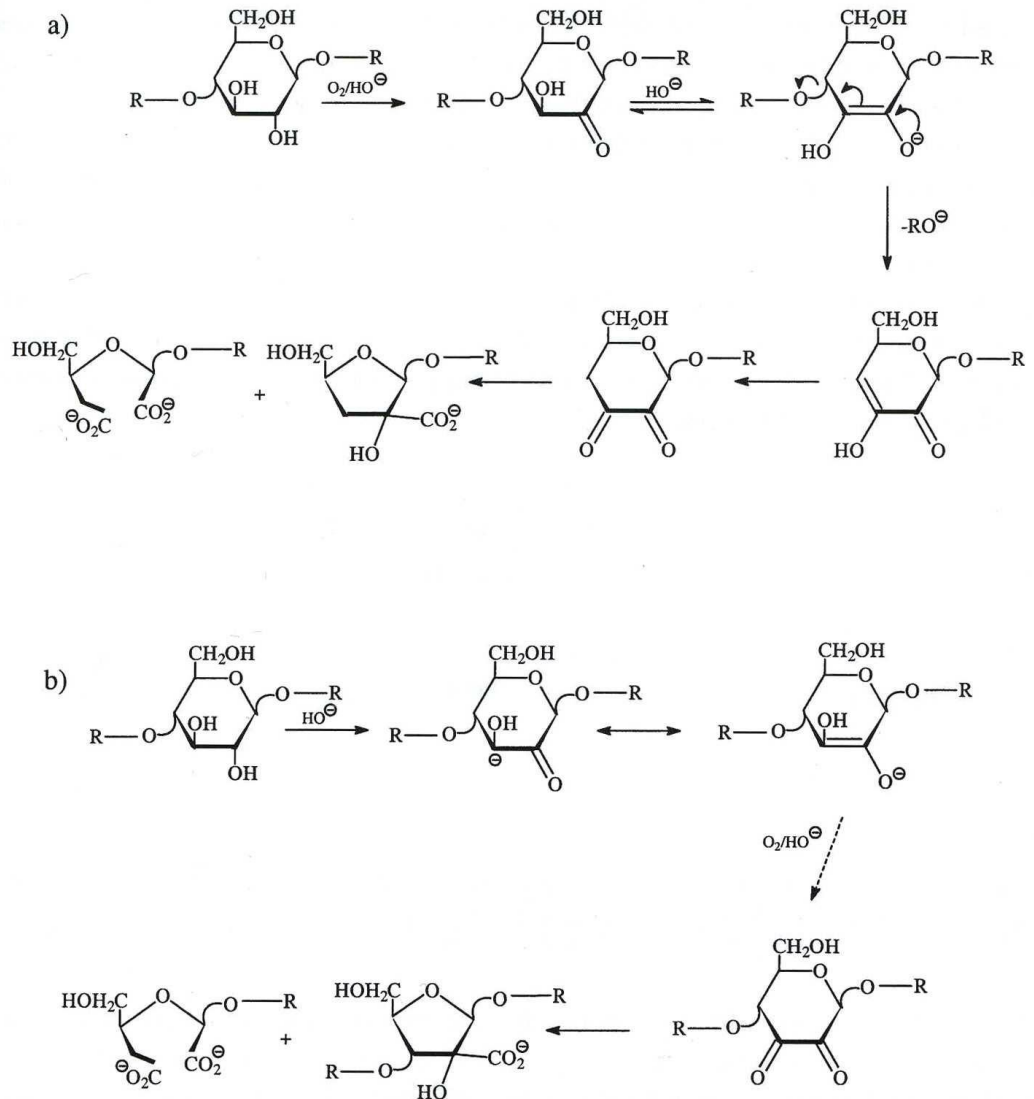
2.2.2 Happidelignifoinnin valkaisu-reaktiot

Happidelignifointi perustuu ligniinin vapaiden hydroksyyli-ryhmien reaktioihin. Pääreaktio alkaa resonanssistabiloidusta fenoksyyliradikaalista, jolla voi olla pariton elektroni joko hapessa, aromaattisessa renkaassa tai sivuketjun β -hiilellä; näihin jokaiseen voi muodostua reaktion edetessä peroksyylirakenne. Kuvassa 3 on esitetty mahdollisia happidelignifoinnissa tapahtuvia ligniinin fenolirakenteiden hapetusreaktioita:



Kuva 3. Esimerkkejä fenolisten ligniinirakenteiden reaktioista happidelignifioinnissa. R = H, OAr, Ar tai alkyyliryhmä. /2/

Happidelignifioinnissa tapahtuu myös ei-toivottuja hiilihydraattien reaktioita, joita ovat hiilihydraattiketjun katkeaminen ja päätepilkkoutuminen. Massan mukana tulleiden siirtymämetallien katalysoima vetyperoksidin hajoaminen ja hydroksyyliiradikaalin muodostuminen ovat synä pilkkoutumisreaktioihin, sillä hydroksyyliiradikaalit ovat epäspesifisiä hapettimia ja ne hyökkäävät satunnaiseen kohtaan hiilihydraattiketjua katkoen ketjun kuvan 4 esittämien reaktioiden mukaisesti:



Kuva 4. Selluloosamolekyylin a) glykosidisen sidoksen lohkeamisreaktio b) ketolirakenteen hapettumisreaktio happidelignifioinnissa. /2/

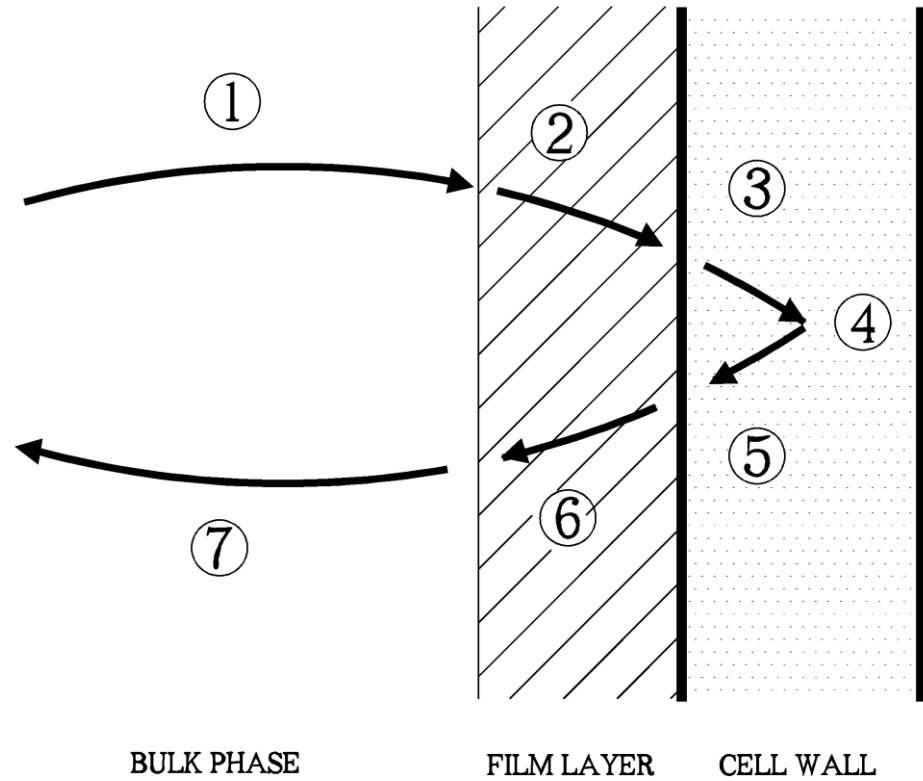
Kuvassa 4 esitetyssä reaktiossa a) C₂-aseman hydroksyyliiryhmä reagoi radikaalin kanssa hapettuen karbonyyliksi, jonka muodostuminen edistää β-alkoksieliminaation seurauksena tapahtuvaa monomeerin C₄-aseman glykosidisen sidoksen halkeamista muodostaen samalla uuden, pelkistävän pääteryhmän. Kuvan 4 reaktiossa b) happi reagoi ionisoituneen ketorakenteen kanssa 2,3-diketorakenteeksi, joka voi reagoida edelleen ilman ketjun katkeamista furanoosihapoksi tai avoketjuiseksi, kaksi karboksyyliiryhmää sisältäväksi molekyyliksi. /2/

Alkalisissa olosuhteissa saantohäviöitä aiheuttava päätepilkkoutumisreaktio vaatii tapahtuakseen pääteryhmään karbonyyliiryhmän. Jos reaktiossa muodostuu uusi

karbonyyliryhmän sisältävä pääteryhmä, voi reaktio käytännössä tapahtua, kunnes selluloosaketju on liennut. Tämän reaktion kanssa kilpaileva pysäytysreaktio muodostaa stabiilin pääteryhmän, joka ei sisällä karbonyyliryhmää. Päätepilkkoutumisreaktio ei vaikuta kovinkaan paljon happidelignifioinnin hiilihydraattien saantohäviöön, sillä sellun keitonaikaiset alkaliset olosuhteet johtavat siihen, että lähes kaikki molekyyliketjujen pääteryhmistä ovat pysäytysreaktion kautta muuttuneet stabiiliin muotoon. Lisäksi happi itsessään myös reagoi pääteryhmien kanssa, jolloin muodostuu stabiili hapettunut muoto. Päätepilkkoutuminen tulee ongelmaksi lähinnä liiallisten katkeamisreaktioiden myötä, koska katkeamisreaktiossa syntyy kaksi uutta ketjun pääteryhmää, joista toinen on pelkistävä. /3/

2.3 Aineensiirron ilmiöt happidelignifioinnissa

Diffuusio on tärkeä ilmiö happidelignifioinnin kannalta. Diffuusiolla tarkoitetaan komponentin liikettä korkeammasta konsentraatiosta alempaan konsentraatioon faasin sisällä. Happidelignifioinnissa niukkaliukoinen happikaasu dispergoidaan massaan mahdollisimman pieninä kuplina aineensiirtopinta-alan maksimoimiseksi. Kuvassa 5 on esitetty happidelignifioinnin aineensiirto vaiheittain:



Kuva 5. Aineensiirto- ja reaktiovaiheet happidelignifioinnissa. /4/

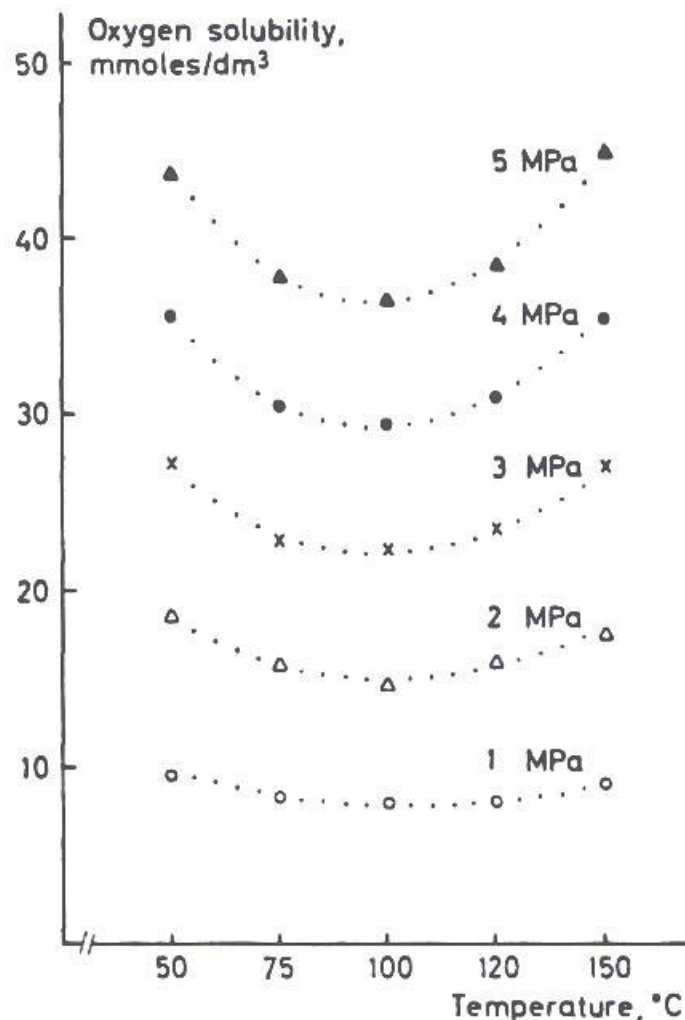
Kuvasta 5 nähdään, että happidelignifointi voidaan aineensiirron ilmiöiden puolesta jakaa seitsemään vaiheeseen:

1. Hapen kulku läpi nestefaasin kuidun pinnalle
2. Hapen diffuusio filmin läpi
3. Hapen diffuusio kuituseinämän läpi
4. Hapen reaktiot ligniin ja hiilihydraattien kanssa
5. Reaktiotuotteen diffuusio kuituseinämän läpi
6. Reaktiotuotteen diffuusio filmin läpi
7. Reaktiotuotteen siirtyminen filmistä nestefaasiin

Aineensiirron kannalta vaiheet 1 - 3 ja 5 - 7 ovat mielenkiintoisimmat, ja niitä käsitellään seuraavaksi lyhyesti. /4/

2.3.1 Aineensiirto hapen ja nestefaasin välillä

Yleisesti ottaen delignifointi kaasumaisten aineiden kanssa perustuu siihen, että kaasu liukenee nestefaasiin, ennen kuin se reagoi kuidun ligniinin kanssa. Kaasun aineensiirtopinta-ala kasvaa kuplakoon pienentyessä. Koska happi on nesteeseen niukkaliukoinen kaasu, happidelignifoinnissa happi dispergoidaan mahdollisimman pieninä kuplina massaan. Hapen liukeneminen onkin happidelignifoinnin kannalta hyvin määräävä tekijä. Happikaasun liukoisuus on vahvasti riippuvainen paineesta ja lämpötilasta, mikä on esitetty kuvassa 6:



Kuva 6. Hapen liukoisuus veteen lämpötilan funktiona paineissa 1 - 5 MPa lämpötilan ollessa ≤ 150 °C. /5/

Kuten kuvasta 6 nähdään, hapen liukoisuus veteen on huonoimmillaan n. 100 °C:n lämpötilassa. Tyypillisesti happidelignifoinnin prosessilämpötila on hieman

tämän alapuolella. Myös happidelignifioinnin alkaliset olosuhteet heikentävät hapen liukenemistä nestefaasiin. Kuvasta 6 nähdään myös, että happea liukenee enemmän paineen noustessa, mistä johtuen happidelignifiointi toteutetaan usein reilusti korotetussa paineessa. /6/

Happidelignifioinnissa kaikki dispergoitu happi ei kuitenkaan liukene nestefaasiin, vaan läsnä on kolme eri faasia. Kaasumaisen hapen ja nestefaasin välinen kokonaisaineensiirtokerroin voidaan esittää seuraavalla yhtälöllä

$$\frac{1}{K_L\alpha} = \frac{1}{Hk_{g\alpha_i}} + \frac{1}{kL\alpha_j} \quad (1)$$

missä	$K_L\alpha$	kokonaisaineensiirtokerroin, -
	H	Henryn lain vakio, -
	$k_{g\alpha_i}$	Kaasufaasin aineensiirtokerroin, -
	$kL\alpha_j$	Nestefaasin aineensiirtokerroin, -

Usein käytetään myös tilavuusmääräistä, aineensiirtopinta-alasta riippuvaista kaasu-nesteaineensiirtokerrointa k_{La} . Benningtonin, *et.al.* /7/ mukaan kaasun aineensiirto nesteeseen paranee sekoitustehoa nostamalla ja syötettävän kaasun määrää nostamalla, kun taas aineensiirto nesteeseen heikkenee kuitujen läsnä ollessa ja hieman vielä kuitupitoisuuden kasvaessa. Kaasun määrän nostaminenkin kasvattaa aineensiirtokerrointa vain noin 5 %:n sakeuteen asti. /8/ Bennington ja Ishkintana /9/ ovat tutkineet myös kuplakolonnissa kaasun ja nestefaasin välistä aineensiirtoa. Tutkimuksessaan he totesivat k_{La} :n pelkkään veteen tai laimeaan lehtiselluspensioon kaksinkertaistuvan, kun kaasun syöttö kolonniin kaksinkertaistettiin. Kun sakeutta kasvatettiin, k_{La} kasvoi edelleen, muttei enää niin merkittävästi.

2.3.2 Aineensiirto hapen ja kuitujen välillä

Hapen ja kuitujen välisessä aineensiirrossa kokonaisaineensiirtokerroin on suoraan verrannollinen kuitua ympäröivän pintafilmin aineensiirtokertoimeen. Kuvassa 5 tätä kuvaa vaihe 2. Samaisen kuvan vaihe 5, eli hapen diffuuntoituminen

kuidun soluseinämän läpi, onkin sitten paljon monimutkaisempi tapahtuma, koska ligniini on jakautunut epähomogeenisesti soluseinämässä. Sellumassassa kuidun pintaan on rikastunut ligniiniä, mikä voi johtua keiton loppuvaiheista, tai ligniini voi myös olla peräisin kuidun keskilamellista. Tämä ligniinikerros ei reagoi hapen kanssa ollenkaan, otsoni ja kloori tosin liuottavat tämän ligniinikerroksen. /4/ Korotettu lämpötila on hapen ja kuitujen välisen aineensiirron kannalta olennainen asia, sillä kun lämpötilaa nostetaan 25 °C:sta tyypilliseen happidelignifioinnin prosessilämpötilaan 95 °C, diffuusiokerroin on noin viisi kertaa suurempi. Toisaalta hapen liukoisuus veteen on tällöin 2,5 kertaa pienempi. /10/

2.4 Happivaiheet

Tärkeimmät prosessiparametrit happivaiheen hallinnan kannalta ovat lämpötila, reaktioaika, alkali- ja happiannos, pH, reaktorin paine sekä massan sakeus. Lisäksi luonnollisesti massan pesulla ennen happivaihetta ja happivaiheen jälkeen sekä kemikaalien sekoituksella on vaikutusta happivaiheen hallintaan. Happidelignifiointiprosessit voidaan karkeasti jakaa kahteen ryhmään: keskisakeus- ja korkeasakeusprosesseihin. Ensiksi mainitut ovat nykyään suosituimpia, mutta korkeasakeushappivaiheet olivat vallitseva tekniikka ensimmäiset 15 vuotta. /3,11/

2.4.1 MC-alue

Keskisakeusalueen eli MC-alueen happivaiheet toimivat sakeusalueella 10 – 14 %. Keskisakeusalue on huomattavasti suositumpi taloudellisten näkökohtien, pumppauksen ja delignifioinnin selektiivisyyden vuoksi. Suotuisin happivaihe toimii keskisakeusalueella kaksivaiheisesti. Vaiheiden lukumäärä riippuu halutusta kappareduktiosta sekä sellutyypistä, sillä havusellulla saavutetaan yhdellä vaiheella korkeampi kappareduktio kuin lehtipuusellulla. Tyypillisesti kaksivaiheisessa happivaiheessa on pumppu ennen ensimmäistä happivaihetta ja korkeiden leikkausvoimien kemikaalisekoitin ennen molempia vaiheita. Ensimmäisessä vaiheessa aikaansaadaan suuri kappaluvun lasku korkean paineen, matalan lämpötilan, suuren alkaliannoksen ja lyhyen viipymääjän avulla. Toinen

vaihe, jota joskus kutsutaan myös uuttovaiheeksi, tapahtuu korkeammassa lämpötilassa, pidemmällä viipymäajalla ja alhaisemmalla kemikaalimäärällä. /1,3/ Paras delignifointitulos on todettu saavutettavan annostelemalla kaikki kemikaalit jo ensimmäiseen vaiheeseen. Lämpötilan ollessa n. 83 °C eli hieman tavallista alempi saavutetaan huomattavasti parempi valkaisun selektiivisyys, mikä näkyy viskositeetin alenemana happivaiheessa. Näin säästetään kemikaalikuluisia ja kuormitetaan vähemmän jätevedenpuhdistusta. /12/

2.4.2 HC-alue

Happidelignifointi voidaan toteuttaa myös korkeasakeusalueella (HC-alue) eli sakeuden ollessa 22 – 30 %. Korkeampaa sakeutta käytettiin erityisesti varhaisissa happidelignifointisovelluksissa. Korkean sakeuden happidelignifioinnissa ideana on aikaansaada suora kontakti suurien kuituflokkien ja kaasun välillä, mihin tarvitaan puristimia ja fluffereita. Lisäksi korkeassa sakeudessa toteutetussa happivaiheessa happitornissa massa virtaa alaspäin, kun taas keskisakeudessa massa virtaa ylöspäin. Korkeassa sakeudessa toteutetun happivaiheen etuna on hieman alhaisempi reaktorin höyrynkulutus ja hieman parempi kappareduktio. Toisaalta korkeasakeusprosessin huonoiksi puoliksi voidaan lukea korkeammat investointikustannukset, massankäsittelyn ongelmat ja korkeammat pumppauskustannukset. Usein keskisakeudessa toteutetuilla happidelignifointiprosesseilla saavutaan myös hieman parempi delignifioinnin selektiivisyys. /3/

2.4.3 Prosessimuuttajat

Happidelignifioinnin prosessimuuttajien vaikutuksien tuntemus perustuu delignifioinnissa tapahtuvien reaktioiden kinetiikan ja kolmifaasisysteemin komponenttien välisen aineensiirron tuntemukseen. Taulukossa I on esitetty tyypilliset yksivaiheisen havuselluprosessin happidelignifioinnin prosessiparametrit:

Taulukko I. Tyypilliset havuselluprosessin yksivaiheisen happivaiheen prosessiparametrit. /1/

	MC	HC
Sakeus, %	10-14	25-28
Viipymäaika, min	50-60	30
Alkulämpötila, °C	85-105	100-115
Alkupaine, kPa	700-800	415-600
Loppupaine, kPa	450-550	415-600
Delignifiointiaste, %	40-45	45-55
Matalapainehöyryn kulutus, kg/t	40-100	30-50
Välipainehöyryn kulutus, kg/t	40-150	70-150
Tehonkulutus, kWh/t	35-45	40-50
Alkalin kulutus, kg/t	18-28	18-23
Hapen kulutus, kg/t	20-24	15-24

Lämpötila ja aika luonnollisesti vaikuttavat siten, että ligniinin hajoaminen on suoraan verrannollinen lämpötilaan ja aikaan. Ligniinin hajoaminen tapahtuu tosin porrastetusti; kappaluku laskee happidelignifioinnin alussa rajusti, minkä jälkeen se laskee lineaarisesti ajan funktiona. Tämän esitetään johtuvan kahden erilaisen ligniinimolekyylin hajoamisreaktioiden kinetiikan eroista. Alkaliannoksen nosto lisää sekä ligniinin että hiilihydraattien hajoamista, kun taas happiannoksen nostamisen on todettu vaikuttavan suhteessa vähän delignifioitumistapahtumaan. Alkaliannos on myös sikäli tärkeä, että jos pH on alle 9, suuri osa ligniinin fenolisista ryhmistä esiintyy ionisoitumattomassa muodossa, jolloin delignifioitumisreaktioita ei tapahdu. /13/ Massan sakeus vaikuttaa siten, että korkeammassa sakeudessa alkalia tarvitaan vähemmän, koska massan mukana olevan veden laimentava vaikutus on vähäisempi. Paineen vaikutus taas ei ole niin merkittävä kuin esimerkiksi alkaliannoksen tai lämpötilan, mutta korkeammasta paineesta on etua siten, että enemmän happea liukenee nestefaasiin ja lisäksi hapen diffuusio kuidun pinnalle paranee paineen noustessa /1,3/

Delignifioitumisreaktiot voidaan kinetiikan puolesta esittää yksi- tai kaksivaiheisena tapahtumana, mutta molempien tapausten mallit voidaan esittää samassa yleisessä muodossa:

$$-\frac{dK}{dt} = k_i e^{-E_a/RT} [OH^-]^\chi [O_2]^\beta K_i^\alpha \quad (2)$$

missä	K	kappaluku, -
	t	aika, min
	k_i	nopeusvakio, -
	E_a	aktivoitumisenergia, kJ/mol
	R	yleinen kaasuvakio, J/K mol
	T	lämpötila, K
	α, β, χ	vakioita, -

Kuten yhtälöstä 2 nähdään, delignifioinnin kinetiikka on vahvasti riippuvainen hapen konsentraatiosta sekä nestefaasin pH:sta. Yhtälössä 2 esiintyvät vakiot α, β, χ ovat kokeellisesti määritettyjä, vahvasti koeolosuhteiden, kuitutyypin sekä kuidun valmistuksen ja säilytyksen määrittämiä tekijöitä, jotka löytyvät sekä yksi- että kaksiportaiselle delignifiointimallille. Myös saantohäviöille on määritetty oma kineettinen malli /4/ :

$$-\frac{dm_n}{dt} = k e^{-E_a/RT} [OH^-]^\chi [O_2]^\beta m_n^\alpha \quad (3)$$

missä	m_n	keskimääräinen selluloosamolekyylien lukumäärä grammassa näytettä, -
-------	-------	---

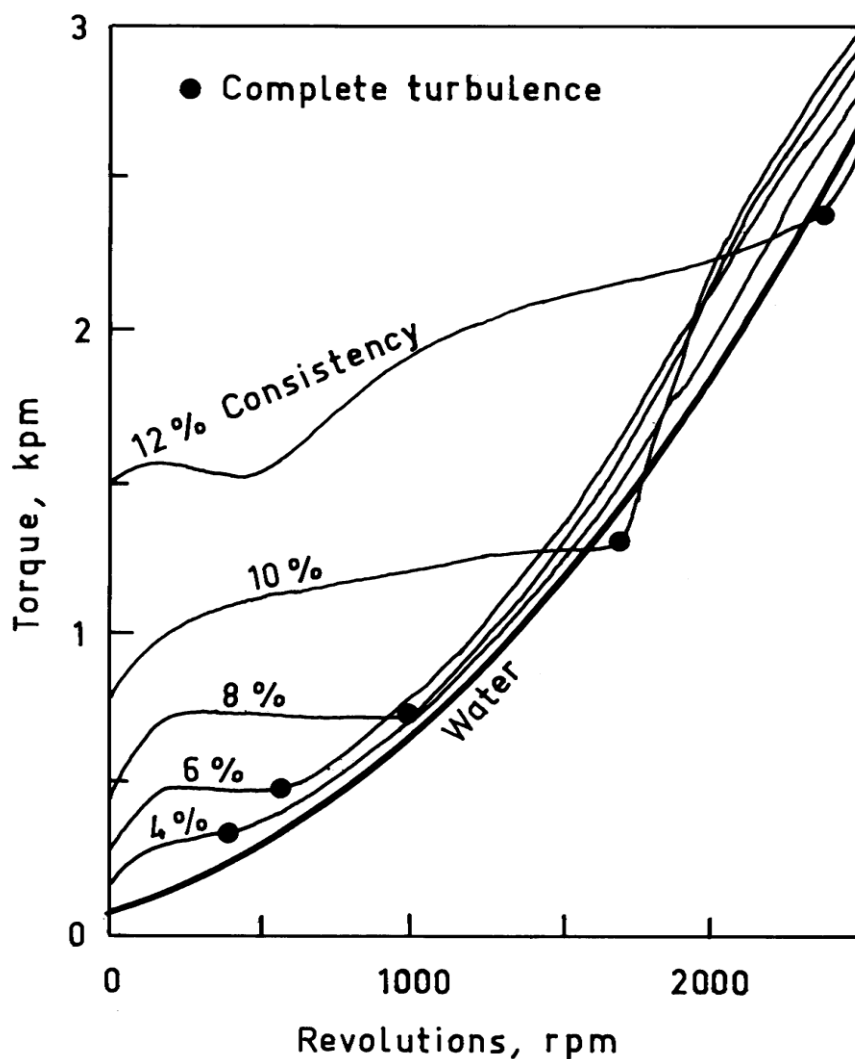
3 SEKOITUS

Sekoitus on tärkeä tekijä keskisakeudessa tapahtuvan happidelignifioinnin onnistumisen kannalta. Kaasun dispergoinnin tehostaminen mahdollistikin keskisakeudessa toimivan happivaiheen kehityksen ja käyttöönoton. Matala- ja keskisakeudessa kaasun sekoittamisen tehokkuuden kannalta ratkaisevinta on kaasun dispergoiminen massaan mahdollisimman pieninä kuplina. Näin saavutetaan mahdollisimman suuri aineensiirtopinta-ala kaasun ja nestefaasin välille, jolloin kaasua myös siirtyy nestefaasiin mahdollisimman paljon. Koska happitornin aikaista aineensiirtoa on mahdotonta parantaa, sekoitusvaiheen

aineensiirron optimointi on tärkeimpiä keinoja happivaiheen tehostamisen kannalta. /4/

3.1 Kuitususpension fluidisoituminen

Massa käyttäytyy alhaisissa sakeuksissa nesteen tavoin, mutta sakeuden kasvaessa esimerkiksi 10 %:iin massa käyttäytyy jo lähes kiintoaineen tavoin. Kuitususpensiota voidaan siis kuvailla ei-newtoniaaliseksi fluidiksi. Suspension kuidut muodostavat jo matalissa sakeuksissa verkostoja, ja sakeuden kasvaessa verkostot lisääntyvät ja kuidut muodostavat flokkeja. Lisäksi sakeuden kasvaessa viskositeetti kasvaa huomattavasti, sillä kuidun turpoamisesta johtuen esimerkiksi jo 10 %:n sakeudessa kuitususpension tilavuudesta n. 20 % on kuitua. Keskisakea massakin voidaan silti sekoituksella saattaa virtausominaisuuksiltaan nestettä vastaavaksi eli sulppu fluidisoidaan. Suspensiota voidaan luonnehtia fluidisoituneessa tilassa siten, että se käyttäytyy fluidin tavoin eli virtaa leikkausvoimien ajamana ja välittää painetta kaikkiin suuntiin. /14/ Lisäksi kuituverkosto on täysin hajonnut. Fluidisoitunut tila saavutetaan ylittämällä suspension myötöjännitys ja tämän jälkeen ylläpitämällä turbulenssia riittävällä leikkausvoimalla. /15/ Kuvassa 7 on esitetty newtoniaalisen fluidin ja kuitususpension leikkausjännityskuvaajat: /4/



Kuva 7. Havusellususpension leikkausjännityskuvaajat eri sakeuksissa. Vertailun vuoksi esitetty myös veden leikkausjännityskuvaaja. (1)

Kuvassa 7 on esitetty havusellusulpuille sakeuksilla 4, 6, 8, 10 ja 12 % piirretyt leikkausjännityskuvaajat siten, että jokaiselle eri sakeudelle on merkitty fluidisoitumispiste, minkä jälkeen suspensio muuttuu virtausominaisuuksiltaan newtoniaalisen nesteen kaltaiseksi. Kuvasta nähdään myös, että fluidisoitumiseen tarvittava sekoittimen vääntömomentti sekä kierrosnopeus ovat suoraan verrannollisia suspension sakeuteen, eli suspension kuituverkoston hajottamiseen vaadittavan leikkausvoiman suuruus riippuu suspension sakeudesta. Fluidisoitumispisteen jälkeen ei tarvita enää flokkien hajotusta, mutta leikkausvoimien tulee kuitenkin olla riittäviä ylläpitämään turbulentsia tilaa. /4/ Kun massa on saavuttanut fluidisoituneen tilan, sekoitustehon nosto pienentää flokkien kokoa huomattavasti. Flokkien koko korreloi turbulenssin aiheuttamien pyörteiden dimensioihin. /16/

3.2 Kaasun sekoittaminen massaan

Kaasujen käyttö valkaisu kemikaalina asettaa sekoitukselle kaksi haastetta: koska kaasu halutaan saada liukenemaan nestefaasiin, tulee kaasu dispergoida mahdollisimman pieninä kuplina massaan mahdollisimman suuren aineensiirtopinta-alan aikaansaamiseksi. Lisäksi kolmifaasisysteemin hallinta asettaa omat haasteensa sekoitukselle. Kuitususpensiot pidättävät kaasua puhtaita liuoksia paremmin kuituverkoston vuoksi, ja tämä taipumus paranee sakeuden kasvaessa. Yleisimmin kaasu dispergoidaan suspensioon sekoittimissa pyörimisliikkeen avulla, mistä johtuen keskipakoisvoimat voivat erottaa kaasun sekoittimen keskelle eli aiheuttaa ns. kaasutaskun. Sakeuden noustessa välille 20 - 40 %, suspensio muuttuu kosteiden aggregaattien muodostamaksi, vapaasti liikkuvan kaasun ympäröimäksi verkostoksi. /4/

Kaasun epätasainen jakautuminen voi aiheuttaa kaasun kanavoitumista happitornissa. Massan viipymäaika sekoittimessa on melko lyhyt, yleensä alle 2 sekuntia, minkä jälkeen suspension virtaus muuttuu turbulentista tulppavirtaukseksi. Massan virratessa happireaktorissa ylöspäin ei siis merkittävää sekoittumista enää tapahdu. Tämän vuoksi hapen tulisi olla tasaisesti dispergoitunut, sillä liian korkea happipitoisuus voi aiheuttaa kuitujen depolymeroitumista, kun taas liian matala happipitoisuus vähentää delignifointireaktioiden tapahtumista. /4,17/ Kaasukuplat voivat kiinnittyä sekoituksessa kuitujen pintaan joko kuitujen hydrofobisiin kohtiin tai kuituverkoston huokosiin, jolloin tosin kuidun ja kuplan väliin jää ohut nestefilmi. /4,18/

3.3 Kuplien muodostuminen

Kuplien muodostuessa liuenneesta kaasusta nestefaasin bulkkiosassa, puhutaan homogeenisestä ytimenmuodostuksesta. Tässä tapauksessa tärkeintä kuplan muodostumisen kannalta on kuplan kaarevuussäde ja sen suhde kriittiseen säteeseen, mikä määritellään yhtälön 4 mukaisesti:

$$p - p_L = \frac{2\sigma}{r_c} \quad (4)$$

missä	p	paine kuplan sisällä, Pa
	p_L	ulkoinen paine nestefaasissa, Pa
	σ	pintajännitys, N/m
	r_c	kuplan kriittinen säde, m

Kuten yhtälöstä 4 nähdään, kuplan sisällä vallitseva paine on kääntäen verrannollinen kuplan säteeseen. Jos kupla muodostuu nesteen ja kiintoaineen rajapinnalla, on kyseessä heterogeeninen ytimenmuodostus. Heterogeeninen ytimenmuodostus vaatii pinnalta jonkinlaisen kartiomaisen ja jyrkkäkulmaisen kuopan, jollaiset eivät ole sellukuiduille ominaisia. /19/

3.4 Suspension kaasunpidätyskyky

Suspensioon muodostuneet kuplat pyrkivät luonnollisesti nousemaan ylöspäin suspensiossa kaasun tiheyden ollessa pienempi kuin veden. Jos jätetään huomioimatta kuitujen vaikutus kupliin ja oletetaan kaasukuplat pyöreiksi, voidaan kuplien nousunopeus ilmaista Stokesin lain avulla:

$$w = \frac{2gr^2(\rho_L - \rho_G)}{9K_{RH}\mu} \quad (5)$$

missä	w	kaasun nousunopeus nesteessä, m/s
	g	putoamiskiihtyvyys, m/s ²
	r	kaasukuplan säde, m
	ρ_L	nesteen tiheys, kg/m ³
	ρ_G	kaasun tiheys, kg/m ³
	μ	nesteen viskositeetti, Pa s
	K_{RH}	Rybczynski-Hadamard -korjauskerroin

Yhtälön 5 Rybczynski-Hadamard -korjauskerrointa tarvitaan kompensoimaan neste- ja kaasufaasien välistä viskositeettieroja. /20/

Kuitususpensiossa kaasun nousunopeus kuitenkin hidastuu, sillä jo alhaisissa kuitupitoisuuksissa kuiduilla on taipumus muodostaa flokkeja ja verkostoja, mikä voi vaikuttaa kuplien kokojakaamaan, kaasun nousunopeuteen ja kaasun kanavoitumiseen. Lisäksi kuplat voivat myös jäädä verkostoon kiinni. Kaasunpidätyskyky on määritelty kaasutilavuuden ja suspension kokonaistilavuuden suhteena maksimaalisen kaasunpidätyksen tapahtuessa. Kokeellisesti on havaittu kuplakoon, suspension kuitupitoisuuden ja suspension reologian vaikuttavan kaasunpidätyskykyyn. /20/

3.5 Kuplakoko

Kuplien kontaktissa kuplat voivat yhdistyä muodostaen suuremman kuplan. Nestefaasilla on suuri vaikutus tähän, sillä jo pieni elektrolyyttien tai epäpuhtauksien määrä nesteessä voi vaikuttaa paljon kuplien taipumukseen muodostaa suurempia kuplia. /21/ Marruccin /22/ mukaan kuplien ollessa kontaktissa kuplien välissä on kuitenkin ohuehko filmi, jonka liialliseen kuivumiseen, eli siihen että filmi murtuu, vaadittava aika määrää kuplien yhtymisen. Kuitenkin esimerkiksi sekoittimessa on suuri mahdollisuus, että turbulenssipyrteiden osuessa kohdalle kuplien kontaktiaika ei riitä kuplien yhdistymiseen. Myös kaasun-esterajapinnan filmille mahdollisesti kertyneet pinta-aktiiviset partikkelit vaikuttavat tilanteeseen siten, että kuplien välisen filmin venyessä syntyy konsentraatiogradientti venyneen filmin ja muun rajapinnan välille. Tällöin voi muodostua filmin venymistä vastustavia pinta-aktiivisia voimia, joista johtuen filmin oheneminen hidastuu.

Kuplan hajoaminen riippuu kuplaa koossa pitävien sisäisten voimien ja kuplaa hajottavien voimien tasapainosta. Turbulenttisissa olosuhteissa kuplan muodot voivat vääristyä, ja tämä voi johtaa kuplan hajoamiseen. Pintajännitys vastustaa näitä muodonmuutoksia. Levichin /23/ mukaan näiden voimien suhde voidaan määrittellä kriittisenä Weberin lukuna:

$$We_c = \frac{p_{dyn}}{\sigma/d_{b,max}} \left(\frac{\rho_G}{\rho_L} \right)^{1/3} \quad (6)$$

missä	p_{dyn}	dynaaminen paine, Pa
	σ	pintajännitys, N/m
	ρ_G	kaasun tiheys, kg/m ³
	ρ_L	nesteen tiheys, kg/m ³
	$d_{b,max}$	maksimaalinen stabiili kuplakoko, m

Yhtälö 6 ei ota huomioon nesteen viskositeettia, minkä Walter ja Blanch /24/ ottivat myöhemmissä tutkimuksissaan huomioon. Maksimaalinen stabiili kuplakoko voidaan viskositeetti huomioiden määritellä seuraavasti:

$$d_{b,max} = We_c^{0.6} \frac{\sigma^{0.6}}{\rho_G^{0.2} \varepsilon^{0.4}} \left(\frac{\mu_L}{\mu_G} \right)^{0.1} \quad (7)$$

missä	μ_L	nesteen dynaaminen viskositeetti, kg/m s
	μ_G	kaasun dynaaminen viskositeetti, kg/m s

Kriittinen kuplakoko riippuu paljon vallitsevista olosuhteista; kuten yhtälöstä 7 nähdään, kaasun tiheyden kasvaessa kriittinen kuplakoko pienenee. Kuplakoko myös pienenee lämpötilan noustessa, sillä pintajännitys ja viskositeetti laskevat lämpötilan noustessa. /21/

3.5.1 Kuplat kuitususpensiossa

Edellä esiteltiin kuplien käyttäytymistä nesteessä. Kuitususpensiossa tilanne kuitenkin muuttuu kiintoaineen vaikuttaessa kupliin. Kuituaineksen on todettu vaikuttavan kuplien käyttäytymiseen jo 0,5 %:n sakeudessa. /18/

Heindel ja Garner /25/ tutkivat röntgensäderadiografialla kuplakolonissa kuituaineksen sakeuden vaikutusta kuplakokoon. He havaitsivat, että sakeuden kasvaessa, ja siis nestefaasin osuuden pienentyessä, voi alkaa tapahtua kaasun kanavoitumista, minkä seurauksena kuplakoko kasvaa. Tutkimus suoritettiin

matalissa sakeuksissa (0 - 1,5 %). Tutkimuksessa havaittiin sakeuden kasvaessa kuplakokojakauman pysyvän melko samanlaisena pienimpien, halkaisijaltaan alle 12 mm kuplien osalta. Ainoastaan tätä suurempia kuplia muodostui hieman enemmän, ja tutkimuksessa todettiin näiden kuplien sekoittavan suspensiota lisää ja hajottavan kuitujen muodostamia flokkeja ja verkostoja. Heindel ja Garner arvelivat tämän olevan esimerkiksi happidelignifioinnin sekoituksen kannalta epäoleellinen ilmiö, sillä suspension mekaaninen sekoitus hoitaa saman asian ja kuplien pääfunktio on liueta nestefaasiin ja aikaansaada mahdollisimman hyvä delignifointi.

Heindel ja Garner /26/ tutkivat samalla menetelmällä myös kuitutyypin vaikutusta kuplakokoon. He tutkivat 1 %:n sakeudessa kuplakolonnissa kuplakokojakauman eroja, kun käytetyt massat olivat sanomalehdistä ja kopiopaperista valmistetut DIP-massat sekä havusellu. Työssä siis keskityttiin kierrätysmassan flotaatitoprosessin kehittämiseen, mutta se ei rajaa pois myös muita sovellutuksia, joissa kuplakoko on tärkeä tekijä. He havaitsivat, että suurien (yli 12 mm halkaisijaltaan) kuplien lukumäärä kasvoi kuidunpituuden kasvaessa ja samalla pienten (alle 12 mm halkaisijaltaan) kuplien määrä vähentyi.

Rantala /27/ on tutkinut kuplakokojakauman hallintaa happidelignifioinnissa laboratorio-olosuhteissa käyttäen kuvantamistekniikkaa. Työssään Rantala havaitsi suspension kuitumäärän kasvattamisen eli sakeuden noston kasvattavan pienimpien kuplien jakaumaa. Kokeissa havaittiin esimerkiksi, että kun kaasuanos reaktorissa oli 5 %, sakeuden nosto 8 %:sta 10 %:iin pienensi keskimääräisen kuplan halkaisijaa noin 25 - 30 %. Reaktoriin lisätyn kaasun määrää lisättäessä suspensiossa havaittiin kuplien lukumäärän kasvua. Selkeä muutos kuplien lukumäärässä pystytään havaitsemaan, kun kaasutilavuutta reaktorissa nostetaan huomattavasti, esimerkiksi arvosta 5 % arvoon 20 %.

3.5.2 Sekoituksen vaikutus kuplakokoon

Sekoitus on käytännössä ainoa mahdollisuus vaikuttaa aineensiirtoon happidelignifointiprosessissa, sillä happitornin aineensiirtoa ei käytännössä voida parantaa. Koska sekoitus pienentää suspensioon dispergoitavan hapen

kuplakokoa, parantaa luonnollisesti sekoitustehokkuuden nosto myös aineensiirtoa nestefaasiin aineensiirtopinta-alan kasvaessa. Rantala /27/ havaitsi sekoittimen kierrosluvun nostamisen eli kupliin kohdistettujen leikkausvoimien kasvattamisen aiheuttavan pienemmän keskimääräisen kuplakoon suspensiossa ja suuremman kuplien kokonaislukumäärän. Kun pyörimisnopeus kaksinkertaistettiin arvosta 800 1/min arvoon 1600 1/min, kuplien keskimääräisen halkaisijan todettiin pienenevän noin 20 – 40 %. Kun sekoitusnopeutta lisättiin tästä vielä arvoon 2400 1/min, oli aineistosta pääteltävissä kuplakoon olleen pääasiassa ainakin noin yhtä kokoluokkaa pienempää kuin kokeissa käytetyllä kameralaitteistolla pystyttiin havaitsemaan.

3.6 Sekoittimet

3.6.1 Teollisuudessa

Teollisen mittaluokan mikserissä sekoitus tapahtuu todella nopeasti. Tyypillisesti kaasua keskisakeudessa massaan sekoitettaessa viipymäaika mikserissä on vain n.0,5 -2 sekuntia. /7/ Happidelignifioinnin mikserissä vallitsee 750 kPa paine ja 100 °C lämpötila. Happea mikseriin syötetään esimerkiksi 2,2 % kuitumassasta, jolloin kaasun alkutilavuus, massan sakeuden ollessa 12 %, olisi noin 26 %. Kun kolmifaasisysteemin jatkuvatoiminen sekoitus lopetetaan laboratoriomittakaavaisessa mikserissä, kaasufaasi alkaa välittömästi eriytyä. Happidelignifiointiprosessissa vastaava tapahtuma alkaa mikserin jälkeen happitornissa. /28/

Sekoitettaessa kaasua valkaisuolosuhteissa kuitususpensioon on yleisimmin käytössä ns. high-shear-mikseri. Mikserissä massan fluidisoituminen ja kemikaalien sekoitus tapahtuu samanaikaisesti, kun massa pumpataan korkeita kierroslukuja käyttäen kapean raon lävitse. Näin kuitususpension verkostorakenne hajoaa ja samalla voidaan dispergoida kaasumainen valkaisu-kemikaali mahdollisimman pieninä kuplina suspension sekaan. /17/

3.6.2 Quantum Mark IV -laboratoriosekoitin

Quantum Mark IV on yhdysvaltalaisen Quantum Technologies -yhtiön kehittämä keskisakeusalueella toimiva massaa fluidisoiva sekoitin, jota voidaan käyttää erilaisiin tutkimustarkoituksiin sekoitettaessa kiinteitä aineita, nesteitä ja kaasuja korotetussa paineessa ja lämpötilassa. Laite soveltuu parhaiten panostoimiseen käyttöön, eli esimerkiksi massan valkaisuun tehtäessä lämmitetyt massat ja kemikaalit laitetaan sekoittimeen kerralla. Tärkeimmät säädeltävät parametrit ovat kierrosnopeus, lämpötila sekä sekoitussekvenssin aika, pituus ja kiihtyvyys. Laitteen sekoitinroottori on kaksilapainen ja sekoituskammiossa on kavennukset. Sekoittimen lämpötilaa ylläpidetään öljyvaipan tai sähkön avulla. /29/ Sekoitin on esitetty kuvassa 8:



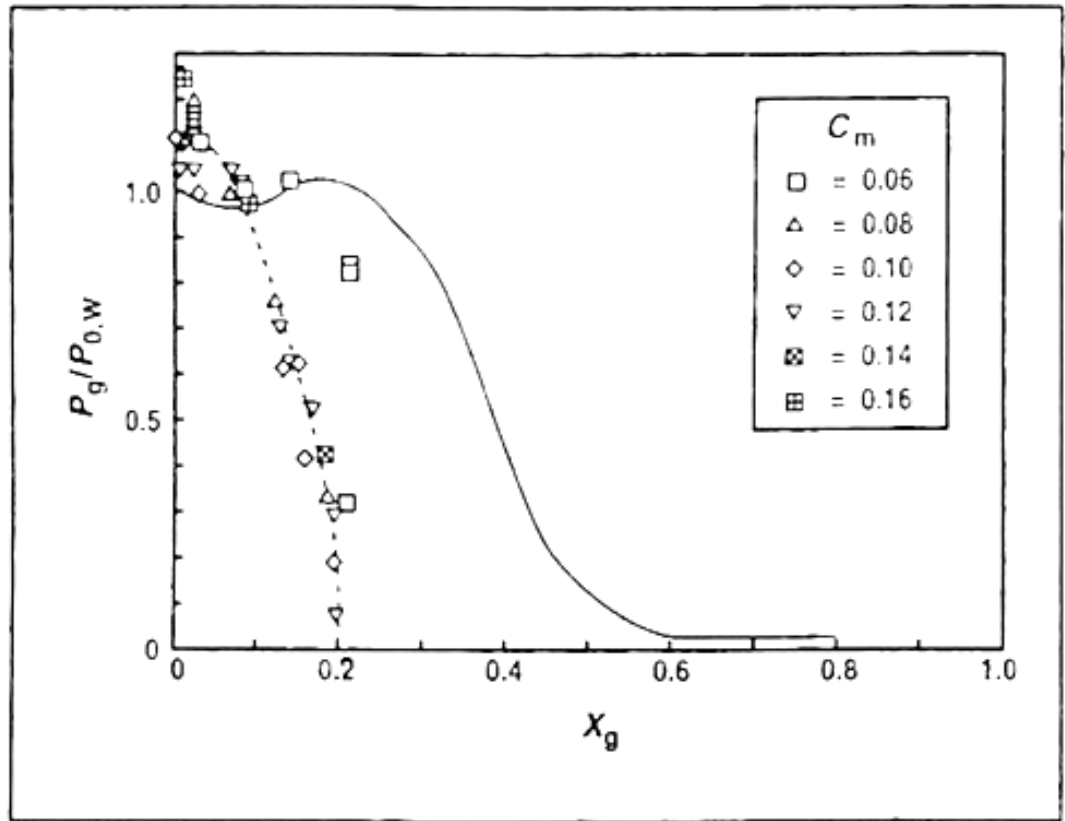
Kuva 8. Quantum Mark IV -laboratoriosekoitin/reaktori.

Kuten kuvasta 8 nähdään, sekoittimessa on kaksilapainen roottori ja sekoituskammion kyljissä on kavennukset. Roottorin lavoissa on hieman ”nousua” pyörimissuuntaan, mikä osaltaan edesauttaa sekoituksen turbulenssin generointia. Sekoittimeen oli aiemmassa Rantalan diplomityössä /27/ rakennettu kaksi kuvausyhdetä, joista toinen oli reaktorin kanssa 1,7 cm etäisyydellä reunasta ja toinen reaktorin sisällä puolivälin korkeudessa siten, että kuvaussuunta oli kohtisuoraan sekoittimen roottoria kohti. Työssä oli käytetty vain yhtä kameraa, joten samanaikaista kuvamateriaalia sekoitustapahtumasta ei ollut saatavilla. Toinen kamera sijoitettiin reaktoriin boroskoopin avulla, mikä osoittautui huonoksi ratkaisuksi boroskoopin vaikuttaessa sekoitustapahtumaan jommuutenkin, minkä lisäksi kuvaustekniset ongelmat aiheuttivat myös vaikeuksia.

3.7 Sekoituksen tehonkulutus

Happidelignifioinnissa kuitususpension sekoituksessa pyritään fluidisoimaan suspensio, jolloin staattisessa tilassa ei-newtoniaalisesti käyttäytyvä suspensio käyttäytyy newtoniaalisen nesteen, esimerkiksi veden, tavoin. Tällöin suspension sekoituksen tehonkulutus vastaa pelkän veden sekoittamisen tehonkulutusta. Fluidisoitumiseen vaadittava sekoittimen vääntömomentti ja kierrosnopeus ovat suoraan verrannollisia suspension sakeuteen.

Kun suspensioon sekoitetaan kaasua, tehonkulutus pienenee. Kuvassa 9 on esitetty kaasua sisältävän suspension sekoituksen tehonkulutuksen suhdetta kaasua sisältämättömän suspension sekoituksen tehonkulutukseen ($P_g/P_{0,w}$) sekoittimen kaasutilavuuden funktiona:



Kuva 9. Valkaistun havusellun ja veden muodostamaan suspensioon sekoitetun kaasun vaikutus sekoituksen tehosuhteeseen roottorin pyörimisnopeuden ollessa 75 s^{-1} . Kaasun määrä X_G tilavuusosuutena sekoittimen kokonaistilavuudesta. Vertailun vuoksi esitetty (yhtenäisellä viivalla) kuiduttoman ilma-vesisysteemin sekoituksen tehosuhde. /28/

Kuvasta 9 nähdään, että kaasutilavuuden kasvaessa tehosuhde $P_g/P_{0,w}$ pienenee. Tämä johtunee kaasun keskittymisestä keskelle sekoitinta roottorin ympärille. Kaasutilavuudelle sekoituksessa on olemassa tietyt rajat, minkä jälkeen sekoittimen kyky sekoittaa kaasua tehokkaasti esimerkiksi suspensioon huononee. /28/

Härkönen /30/ on määrittänyt karkean korrelaation eri tekijöiden vaikutuksista sekoituksen tehonkulutukseen fluidisaationopeudessa ja korkeammilla nopeuksilla. Yhtälö 8 esittää panostoimisessa, pyöreässä sekoittimessa tehonkulutusta fluidisaationopeudessa tai korkeammissa nopeuksissa:

$$P = \frac{\pi}{15} \cdot V \cdot \tau_D \cdot n_F^{-1,9} \cdot n^{2,9} \quad (8)$$

missä	P	teho, W
	V	sekoittimen tilavuus, m ³
	τ_D	suspension myötöjännitys, N/m ²
	n_F	suspension fluidisoitumisnopeus, 1/min
	n	sekoittimen pyörimisnopeus, 1/min

Suspension myötöjännitys voidaan määrittää yhtälöstä 9:

$$\tau_D = a \cdot C^b \quad (9)$$

missä	C	suspension sakeus, %
	a, b	vakioita, -

Yhtälön 9 vakiot a ja b ovat kokeellisesti määritettyjä vakioita. Esimerkiksi puolivalkaistulle sellulle ne ovat seuraavat: $a = 27,3$ ja $b = 1,98$. /30/

Happidelignifioinnissa suspension sekaan dispergoidaan happea, joka vaikuttaa myös suspension myötöjännitykseen. Bennington /31/ on määrittänyt kokeellisen yhtälön myötöjännitykselle kaasun läsnäollessa:

$$\tau_D = 7,7 \cdot 10^5 \cdot C^{3,2} (1 - X_G)^{3,4} \cdot A^{0,6} \quad (10)$$

missä	X_G	sekoittimen kaasutilavuus, %
	A	kuidun muotokerroin, -

Bennington ja Kerekes /14/ ovat tutkineet myös kuitususpension fluidisoimiseen vaadittavaa sekoituksen tehoa. Kokeissaan he määrittivät puolivalkaistulle sellulle vaadittavan sekoituksen tehonkulutuksen, kun sekoituksessa turbulenttisella alueella oleva massa fluidisoituu. Yhtälö 11 esittää heidän kokeellisesti

määrittämäänsä tehonhäviötä fluidisoitumisasteessa tilavuutta kohden:

$$\varepsilon_F = 4,5 \times 10^4 C^{2,5} \quad (11)$$

missä ε_F tehonhäviö fluidisoitumisasteessa, W/m^3

4 KUVAUSMENETELMIÄ JA SOVELLUTUKSIA

Kuvauslaitteiston jatkuva kehitys on digitaalikameroiden yleistymisen myötä ollut todella nopeaa. Kuvantamiseen soveltuvan tekniikan kehitys on mahdollistanut yhä tarkemman tutkimuksen monissa kohteissa. Monifaasisysteemien tarkastelu on hyvä kohde kuvantamistekniikalle, sillä virtausilmiöiden laskennallinen simulointi on äärimmäisen monimutkaista, lähes mahdotonta ja kokeellisessa tutkimuksessa on yleensä fyysisiä rajoitteita. Kuvantamistekniikan suurin ongelma on tutkittavalta suspensiolta vaadittava läpinäkyvyys, jotta saadaan kuvamateriaalia halutuista partikkeleista suspensiossa. Jos suspensio on läpinäkymätön, täytyy kuitususpension pintakerroksissa vallitsevat olosuhteet olettaa myös muualle suspensioon, eli suspensiossa täytyy olettaa vallitsevan homogeeniset olosuhteet. /32/

4.1 Laitteistot

Kuvantamiseen on kehitetty erilaisia laitteistoja riippuen kuvattavien kohteiden kokoluokasta, suspension sakeudesta ja sekoituksen turbulenssista. Useimmiten kuvauslaitteisto koostuu kamerasta, kamerasovitteesta ja boroskoopista, johon esimerkiksi stroboskoopilla tuotettu valo voidaan ohjata valokuitukaapelilla. Lisäksi käytettäessä tavallista kameraa, tarvitaan kameran laukaisun ja valon ajastusta ohjaamaan pulssi-/ajastinpiiri. Boroskooppia käytetään silloin, kun kamera pitää viedä ahtaisiin tiloihin, jolloin itse kamera voidaan jättää ulkopuolelle. Boroskoopeissa on usein mahdollisuus viedä valoa kohteeseen esimerkiksi boroskoopin kuoressa kulkevien valokuitujen avulla. /27,33/

4.1.1 Kamera

Kuluttajille suunnattujen kameroiden kehitys on johtanut siihen, että myös konenäkösovellutuksia ajatellen markkinoille tulee vuosittain parempaan tarkkuuteen pystyviä ja fyysisesti pienempiä kameroita. Konenäkösovellutuksissa kamerat voivat olla mitoiltaan jo niin pieniä, että kameran objektiivi on kameraa suurempi. Kuvantamissovellutuksissa yksi mahdollisuus on myös boroskoopin käyttö, jolloin itse kameran koko ei ole niin ratkaisevaa. /32/ Kuvantamisessa voidaan käyttää suurnopeuskameraa, mutta jos ei haluta käyttää kallista suurnopeuskameraa, voidaan kuvantaminen suorittaa myös käyttäen kaksoisvalotusta. Tällöin kameraksi soveltuu lähes mikä tahansa ulkoisella herätteellä toimiva kamera. Kaksoisvalotuksessa kuvattava kohde voidaan pysäyttää samaan kuvaan kahdesti, jolloin voidaan laskea kohteen nopeus, kun tiedetään kuvan mittasuhteet ja valotusten väli.

Rantala /27/ käytti työssään mustavalkokameraa, jonka tarkkuus oli 780 x 582 pikseliä. Resoluutio osoittautui aivan liian alhaiseksi, sillä kuva pikselöityi laskennassa, kun kuvaa suurennettiin 100 %. Näin ollen pienimpien kuplien laskenta ei onnistunut. Kameran tarkkuudella yksi pikseli vastaa kuvassa 0,003 mm pituista matkaa. Kun valotusaika oli 2 μ s, ehti kupla nopeimmilla sekoittimen nopeuksilla liikkua teoriassa peräti 10,5 pikseliä valotuksen aikana, mikä aiheutti liike-epäterävyyttä kuvissa. Rautiaisen /33/ mukaan partikkelin liikkeen valotuksen aikana tulee olla korkeintaan 1 - 2 pikseliä, jotta liike-epäterävyys kuvissa ei olisi havaittavissa. Honkanen *et.al.* /32/ käyttivät työssään kahta mustavalkokameraa; toisen tarkkuus oli 1392 x 1040 pikseliä, jolloin kuvien väli voi olla 40 μ s, ja toisen kameran tarkkuus oli 2048 x 2048 pikseliä 500 ns kuvavälillä.

4.1.2 Valaisu

Valaisun suhteen tulee huomioida nesteessä olevien molekyylien ja partikkelien absorboiman valon aallonpituudet; sininen valo läpäisee hyvin puhtaan veden /34/, kun taas samaa vesi absorboi sinisen valon punaisen valon läpäistessä nesteen parhaiten. /35/ Tästä syystä esimerkiksi punainen laser voi olla sopiva

valonlähde kuitususpensioita tutkittaessa. Pulssitoimisen diodilaserin valoteho voi olla satoja watteja ja valopulssin kirkkaus voi olla jopa miljoonia kertoja LED-valonlähteitä korkeampi. Yksittäisen valopulssin pituus voi olla 30 ns – 10 µs ja valopulssien viiveet ovat ohjelmoitavissa, jolloin saavutetaan todella nopea kaksoisvalotus. /36/ Valon heikentyminen ei riipu kovinkaan vahvasti valon johtamiseen käytetyn valokuitukaapelin pituudesta, joten valoa voidaan johtaa kohteeseen valokuidun avulla lähes rajattomasti, vaikkakin 35 % valon intensiteetistä häviää valokuitua käytettäessä. /32/

Rantala /27/ käytti valonlähteenä ulkoisella herätteellä ohjattavaa stroboskooppia, josta valo johdettiin kuituvalokaapelilla boroskooppiin. Työssä valopulssin pituus 2 µs osoittautui liian pitkäksi, ja työssä korjattiinkin manuaalisesti valotusaikaa. Työssä kehitysideana ehdotettiin, että suspensioon tulisi pystyä syöttämään enemmän valotehoa ja valotusaika tulisi säätää niin lyhyeksi, ettei partikkelien liike valotuksen aikana aiheuttaisi kuviin epätarkkuutta.

4.1.3 Kuvankäsittely

Yleensä kuvamateriaalia joudutaan hieman muokkaamaan ennen analysointia, mikä yleensä suoritetaan tietokoneilla käyttäen esimerkiksi Matlab-pohjaisia algoritmeja. Automaattisen kappaleentunnistusalgoritmin ensimmäinen vaihe on kuvan prosessointi, missä kuva jaetaan pienempiin osiin kuvan kokoon sovitetun taustaruudun avulla. Seuraavassa vaiheessa algoritmi tunnistaa esimerkiksi kuplien ääriviivat harmaasävykuvien harmaan maksimigradienttien avulla, minkä jälkeen algoritmi tunnistaa kohteiden ääriviivojen muotojen avulla päällekkäisyydet. Seuraavaksi ohjelma hakee samojen kappaleiden ääriviivoja muotojen ja säteiden perusteella ja tulkitsee kappaleet kokonaisiksi laskien mahdollisten kappaleiden kokoja ja muotoja hyläten kriteerit täyttämättömät kappaleet, varjot ja muut häiriötekijät. /32/

Rantala /27/ havaitsi työssään automaattisen laskentamenetelmän käytön mahdottomaksi. Työssä kuplat olivat liian pieniä ja ne sijaittivat liian lähekkäin sekä päällekkäin, jotta Rautiaisen /33/ kehittämä Matlab-pohjainen ohjelma olisi tunnistanut yksittäiset kuplat. Kuplat laskettiin täten manuaalisesti merkitsemällä

kuplat yksittäisen kuplan halkaisijan kohdalta ja käsittelemällä kuvaa siten, että se voitiin käsitellä laskentaohjelmalla. Kameran liian pieni tarkkuus osoittautui ongelmalliseksi tässä, sillä kuplien reunojen tunnistus hankaloitui liikaa 780 x 582 pikselin tarkkuudella otettujen kuvien analysoinnissa.

4.2 Kuvantamismenetelmien sovellutuksia

Kuvantaminen on käytännöllinen menetelmä läpinäkymättömien, useampien faasien muodostamien liuosten ja dispersioiden tarkasteluun. Kuvantaminen voidaan suorittaa useista kohteista eri aikaa, jolloin voidaan tarkastella esimerkiksi tietyn komponentin jakautumista dispersiossa, tai sitten esimerkiksi sekoittimessa tarkastella sekoituksen tehokkuutta ja dispersion homogeenisuutta. Partikkelien tai esimerkiksi kaasukuplien liikettä voidaan tarkastella myös suurilla nopeuksilla nykyaikaisten laitteistojen jatkuvan kehityksen ansiosta.

4.2.1 Kolmifaasisysteemien kuvantamissovellutuksia

Honkanen *et.al.* [32] ovat tutkineet monifaasivirtojen kuvantamista teollisuusprosesseissa. Työssä oli tavoitteena kuvantaa kemian- ja paperiteollisuuden monifaasivirtauksia reaaliaikaisesti. Teolliseen mittakaavaan dispergoituneen faasin partikkellien kuvantamiseen suunniteltu laitteisto koostui kannettavasta tietokoneesta, kahdesta erilaisesta kamerasta ja punaisesta diodilaserista, jonka pulssin valaisuteho oli 500 W ja pulssin kesto 0,1 – 10 μ s. Lisäksi laitteistoon kuului tietokone sekä laserin ohjausyksikkö. He suunnittelivat virtaukseen upotettavan kuvantamislaitteiston, jossa kuvauskohteeseen viedään kamera ja kameran optiikka, mutta laserin valo tuodaan kohteeseen valokuidulla.

Laitteistoa sovellettiin neljän eri kolmifaasisysteemin kuvantamiseen: liuoksen ilman flotaatiosäiliöön (DAF-tankki), viiraveden ilmanpoistokanavaan, siistaamon flotaatiokennoon ja muovihelmien valmistukseen. He tutkivat siis kolmifaasisysteemien kuvantamistekniikoiden soveltuvuutta teolliseen ympäristöön. Työssään he havaitsivat, että virtaukseen upotettava laitteisto aiheuttaa ongelmia, sillä laitteisto häiritsee virtausta ja näin ollen vaikuttaa kuvamateriaaliin. Tämä aiheuttaa suunnitteluun ongelmia, sillä toisaalta

kuvauslaitteiston pitäisi häiritä virtausta mahdollisimman vähän mutta toisaalta suspensioissa näkyvyys on heikohko muunlaisen kuvantamisen kannalta. /32/

Nykyaikaisella kuvantamislaitteistolla voidaan tutkia myös muuta kuin partikkelien ja kuplien liikettä sekoituksessa. Garindo *et.al.* /37/ tutkivat suurnopeusvideokameran avulla nesteeseen dispergoitujen öljypisaroiden ja ilmakuplien käyttäytymistä sekoittimessa, kun jatkuvana faasina oli tislattu vesi, suolaliuos tai ei-newtoniaalinen liuos, joka sisälsi 6 g/dm^3 karboksimeetyyliselluloosaa ja leikkausohenevaa, pseudoplastista sakeuttajaa. Suurnopeusvideokameran tarkkuus oli 512×384 pikseliä ja kuvataajuus 5130 fps (=kuva sekunnissa). Erityisesti jälkimmäisenä mainitun dispersion sekoitustapahtuma oli mielenkiintoinen, sillä kuvamateriaalista havaittiin dispergoitujen öljypisaroiden pyörivän oman akselinsa ympäri peräti 67 kierrosta sekunnissa, kun sekoitusastia oli tilavuudeltaan $1,5 \text{ dm}^3$ ja dispersioon syötettiin $0,5 \text{ kW/m}^3$ sekoitusteho Smith-sekoittimella. Kuplien pyörimisen arveltiin johtuvan leikkausvoimien eroista eri puolilla kuplaa. Työryhmä arveli havaintoa merkittäväksi ja arveli ilmiön mahdollisesti parantavan aineensiiirtoa verrattuna pyörimättömiin pisaroihin.

4.2.2 Keskisakeuksisen massan kuvantaminen

Keskisakeuksisen massan kuvantaminen asettaa melko korkeat vaatimukset kuvantamistekniikalle. Koska massan sakeus on 10 – 14 %, on näkyvyys todella huono reaktorin sisällä, minkä lisäksi valotehoa vaaditaan paljon riittävän kuvanlaadun takaamiseksi. Happidelignifointiin tuleva massa on väriltään ruskeaa, mikä asettaa lisävaatimuksia valotehon suhteen. Rantalan /27/ mukaan ongelmia aiheuttaa myös kuplien suuri määrä ja pieni koko; kuplat esiintyvät päällekkäin ja limittäin, mikä aiheuttaa ongelmia erityisesti laskennan suhteen. Kuvausyhteet tulisi sijoittaa sekoittimeen siten, että toisaalta yhde ei vaikuta virtauksiin sekoittimen sisällä, mutta toisaalta siten, että yhteen lähellä ja pinnallakin eli linssin pinnalla on riittävät leikkausvoimat. Kuvausyhteestä kerättävän havaintomateriaalin tulisi edustaa mahdollisimman hyvin tarkasteltavaa ilmiötä, esimerkiksi putkiston virtausta tai sekoitustapahtumaa laboratoriosekoittimessa. Lisäksi ruskeaan massaun tulee pystyä syöttämään

riittävä määrä valotehoa ja riittävän nopealla pulssilla, jotta kuplien liike pysähtyisi; roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min^{-1} on roottorin lavan kehänopeus noin 17 m/s .

5 KOKEELLISEN OSAN TAVOITTEET JA SUORITUS

5.1 Kokeellisen osan tavoitteet

Kokeellisen osan tavoitteena oli tarkastella kuvantamistekniikkaa käyttäen hapen dispergoitumista keskisakeuksisen massan joukkoon laboratoriosekoittimessa. Teollisuudessa happivalkaisun sekoittimessa happi tulisi dispergoida massan joukkoon mahdollisimman homogeenisesti, sillä massa pumpataan sekoittimen jälkeen happitorniin, missä delignifointireaktiot tapahtuvat läpivirtauksen aikana massasuspension tässä vaiheessa enää juurikaan sekoittumatta. Hapen kuplakoon pientyessä kuplien aineensiirtopinta-ala kasvaa, jolloin aikaansaadaan parempi aineensiirto kaasufaasista nestefaasiin hapen diffuntoituessa edelleen nestefaasista kuituun. Kokeellisessa osassa tarkasteltiin myös laboratoriosekoittimen tehonkulutusta ja tehonkulutuksen korrelaatiota kuplamäärään.

5.2 Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen muutostyöt

Quantum Mark IV -laboratoriosekoitin on jo aiemmin esitetty työn kirjallisuusosassa kuvassa 8. Työn aluksi oli sekoittimeen tehtävä hieman muutoksia kameran sijoittelun parantamiseksi. Sekoittimen kylkeen porattiin kaksi uutta kuvausyhdetä:



Kuva 10. Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen sisäpuoli.

Kuten kuvasta 10 näkyy, sekoittimen uudet kuvausyhdeet sijoitettiin sekoitinastian kylkeen toisen puolen kavennuksen kohdalle. Tämä tehtiin siksi, että näin kuvausyhde vaikuttaisi mahdollisimman vähän massan virtaukseen sekoittimessa. Lisäksi tasaiselle pinnalle kuvausyhdeiden sijoittaminen oli teknisesti huomattavasti helpompaa. Sekoittimessa oli nyt siis neljä kuvausyhdeä; kaksi sekoitusastian kyljessä ja kaksi kannessa. Näin ollen sekoittimen sisälle ei ollut tarvetta sijoittaa kameraa, jonka käyttö osoittautui Rantalan /27/ työssä ongelmalliseksi. Toinen sekoittimen kannessa oleva kuvausyhde sijaitsi 1,7 cm päässä sekoittimen reunasta, toinen 2,5 cm päässä reunasta. Kyljessä olevat kuvausyhdeet sijaitsivat 1,05 ja 6,05 cm sekoittimen pohjasta.

5.3 Kokeellisen osan suoritus

Koelaitteistoon kuului Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen lisäksi kuvauslaitteisto, joka koostui FOculus FO531TB -mustavalkokamerasta, jonka tarkkuus oli 1628x1236 pikseliä, sekä Richard Wolfin 51 -kameranovitteesta (4,85261,382) ja Richard Wolfin boroskoopista (6,05045,00). Valonlähteenä käytettiin kahta Contrôle Recherche Industriellen ulkoisella herätteellä ohjattavaa

ST-15E- stroboskooppia tai Cavitarin Cavilux Smart -pulssilaseria. Valo johdettiin stroboskoopista boroskooppiin MSG8-1100-2 Y-kuituvalokaapelilla sekä pulssilaseria käytettäessä Caviluxin omalla kuituvalokaapelilla. Kameran ja valojen välistä ajastusta sekä kameran laukaisuhetkeä ohjattiin Stanford Research Systemsin nelikanavaisella pulssi-/ajastinpiirillä tai Caviluxin omalla ohjausyksiköllä. Kuvauslaitteistolla kuvataajuudeksi saatiin 14 kuvaa sekunnissa. Lisäksi koelaitteistoon kuului Fluke 1735 Power Logger -tehonkulutusmittari.

Kokeisiin käytettiin sulfaattikeitettyä mänty- ja koivusellua UPM:n Kaukaan tehtailta. Massat kerättiin ruskean massan pesureiden näytteenottoyhteistä. Laboratoriossa massat pestiin vielä 50-asteisella (°C) vedellä laimentaan massa viiden prosentin sakeuteen, minkä jälkeen massa sakeutettiin linkoamalla 30 %:n sakeuteen. Mäntysellun kappaluvuksi määritettiin 29 ja viskositeetiksi 1030 ml/g, sekä koivusellun kappaluvuksi määritettiin 19 ja viskositeetiksi 1100 ml/g. Massat säilöttiin laboratorion kylmiössä 5 °C:n lämpötilassa.

Massat laimennettiin haluttuun sakeuteen ja pakattiin ennen sekoituskokeita muovipusseihin, joissa ne lämmitettiin vesihauteessa 80 °C:n lämpötilaan. Reaktoriastia lämmitettiin vesihauteen vedellä ennen massan annostelua. Reaktoriin syötettiin massan lisäksi alkali, jotta saavutettiin mahdollisimman autenttiset olosuhteet sekoitukselle. Alkalina syötettiin 2 % massan kuiva-aineesta natriumhydroksidia, minkä lisäksi magnesiumsulfaattia lisättiin sekoittimeen stabilaattoriksi 0,2 % kuiva-aineesta. Alkali- ja stabilaattorilisäysten jälkeen sakeus oli 10 %. Reaktorista poistettiin ilma paineistamalla reaktori hapella kaksi kertaa ennen sekoitusta ja päästämällä hapet ulos, minkä jälkeen hapella nostettiin paine reaktorissa arvoon 4,5 bar.

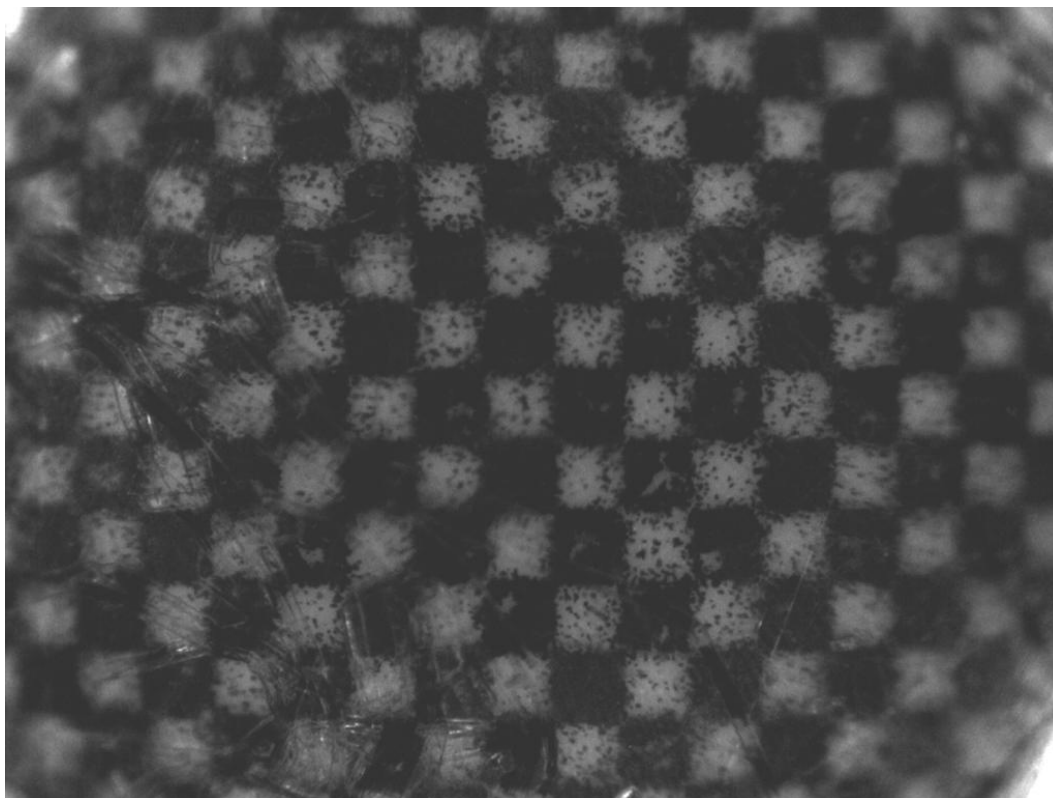
Sekoituskokeita tehtiin pyörimisnopeuksilla 1200 ja 2400 min⁻¹. Sekoitusaika oli kaikissa kokeissa kuusi sekuntia, josta kului roottorin kiihdytykseen 0,5 sekuntia. Sekoittimen kaasusisältö oli sekoituskokeissa 20 % sekoittimen kokonaistilavuudesta. Sekoitin tyhjennettiin sekoituskokeiden jälkeen ja massat vaihdettiin jokaiseen sekoituskokeeseen, jotta kuituverkostoon jääneet happikuplat eivät vaikuttaisi seuraaviin sekoituskokeisiin. Molemmilla

pyörimisnopeuksilla ja kaikista neljästä kuvausyhteestä tehtiin kolme sekoituskoetta koivu- ja mäntymassalla. Lisäksi muutamien sekoituskokeiden jälkeen mäntysuspensioista puristettiin suodosta, jota käytettiin koivumassan laimennukseen sekoituskokeissa yhdessä koepisteessä. Sekoituskokeiden koesuunnitelma on esitetty liitteen I taulukoissa I ja II.

Tehonkulutuskokeet suoritettiin pyörimisnopeuksilla 1200 ja 2400 min⁻¹. Tehonkulutus mitattiin kuuden sekunnin sekoitusajalle, kun sekoittimen täyttöaste oli 60, 70, 80 ja 90 %. Kaikissa kuitususpension tehonkulutuskokeissa hapen paine sekoittimessa oli 4,5 bar. Lisäksi sekoituksen tehonkulutus määritettiin vedelle hapella paineistetussa sekoittimessa (4,5 bar) ja paineistamattomassa sekoittimessa. Tehonkulutuskokeiden koesuunnitelma on esitetty liitteen I taulukossa III.

5.4 Kuvien käsittely ja kuplien laskenta

Sekoituskokeiden kuvausaineistosta määriteltiin tulokset Rautiaisen /33/ kehittämän Matlab-pohjaisen roskalaskentaohjelman avulla. Rantalan työssä /27/ havaittiin, että automaattinen laskenta ei sovellu kuplien laskentaan, joten laskenta suoritettiin manuaalisena laskentana merkitsemällä yksittäisten kuplien halkaisijat. Kuva-ala määritettiin kuvan 11 mukaisen tarkennusruudukon avulla:

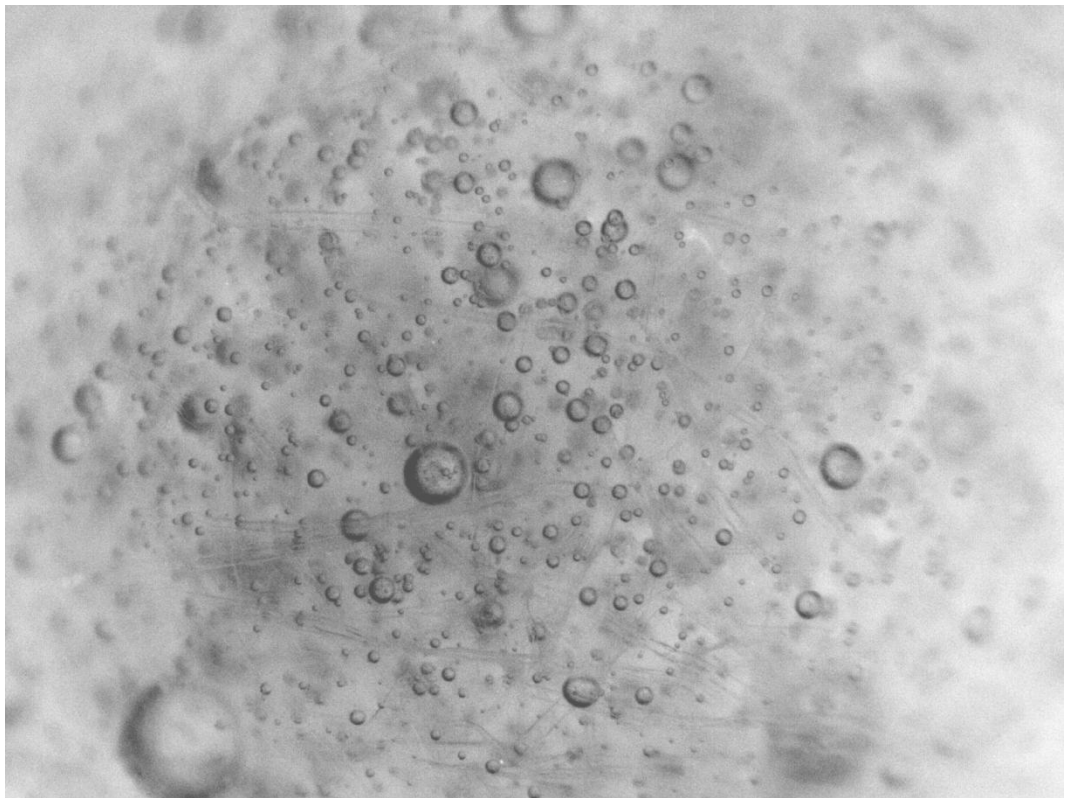
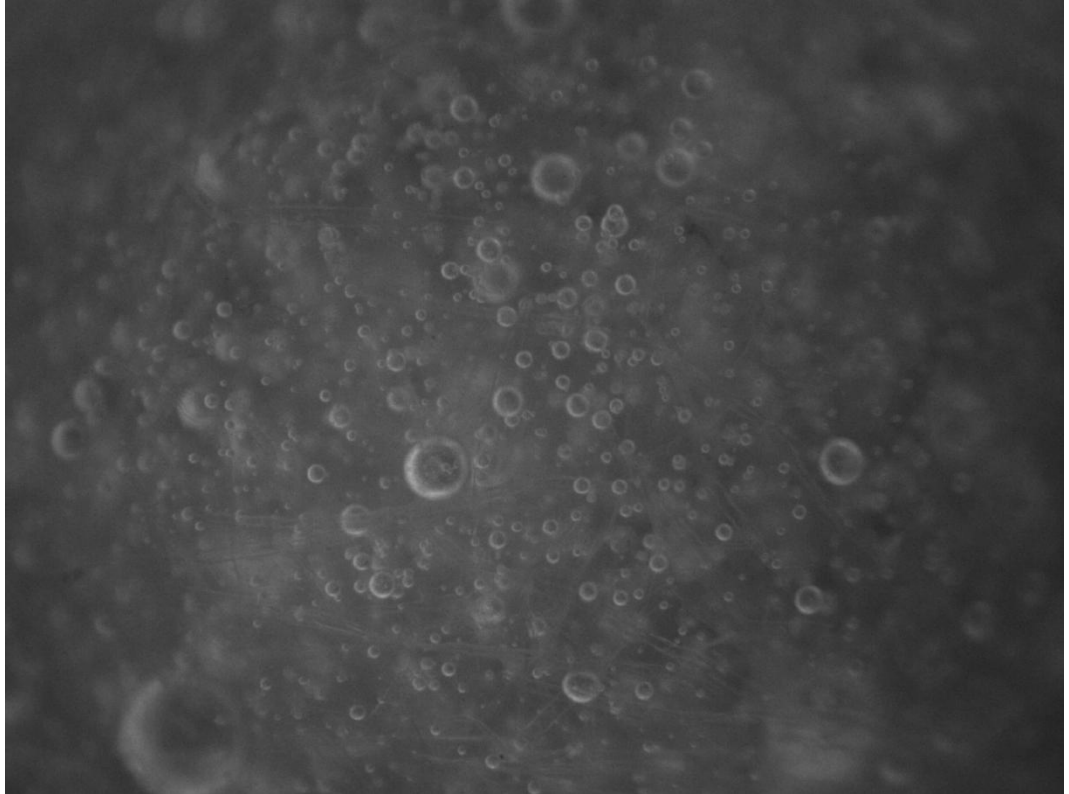


Kuva 11. Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen kuvausyhteestä otettu tarkennuskuva. Yksittäisen neliön sivun pituus on 0,17 mm.

Kuvasta 11 nähdään kuvaan mahtuvan pystysuunnassa hieman yli 11 ruutua. Yhden ruudun korkeus on 0,17 mm. Kuvankäsittelyohjelmalla kuvan korkeudeksi määritettiin 2,01 mm, joten kuva-ala oli $2,65 \times 2,01 \text{ mm}^2$.

Sekoitusaika oli kokonaisuudessaan kuusi sekuntia. Sekoituksen alusta rajattiin ensimmäiset kolme sekuntia pois ja viimeinen sekunti sekoituksen lopusta jätettiin pois. Tämän jälkeen valittiin kahden sekunnin ajalta kahdeksan kuvaa eli joka neljäs kuva. Tähän tehtiin poikkeus koivususpensiosta roottorin pyörimisnopeudella 1200 min^{-1} tehdyissä koepisteissä, koska kuplien lukumäärä oli hyvin pieni. Valitut kuvat käsiteltiin IrfanView-ohjelmalla. Kuvien värit käännettiin negatiiviseksi, sillä erityisesti kuvat, joissa valaistukseen käytettiin CaviLux-pulssilaseria, ovat tummia sävyiltään, jolloin niistä kuplien erottaminen roskalaskentaohjelmassa on hankalaa. Lisäksi kuvien kontrastia lisättiin ja kuvia terävöitettiin. Kuvat tallennettiin värillisinä TIF-kuvina, jotta roskalaskentaohjelma tunnistaisi kuvat. Kuvassa 12 on esitetty esimerkkinä alkuperäinen kuva mäntysuspensiosta sekoittimen kyljen alemmasta kuvausyhteestä kuvattuna

roottorin pyörimisnopeuden ollessa 1200 min^{-1} sekä kuvankäsittelyllä laskentaa varten käsitelty kuva:



Kuva 12. Esimerkki mäntysuspensiosta kyljen alemmasta kuvausyhteestä otetusta sekä laskentaa varten käsitellystä kuvasta. $N = 1200 \text{ min}^{-1}$.

Käsittelyn jälkeen kuvat avattiin roskalaskentaohjelmaan, jossa kuvista rajattiin 9x9 ruudun kokoinen alue laskentaa varten kuvan keskeltä. Koko kuvan kattavan ruudukon koko ohjelmassa oli 256 ruutua eli 16x16 ruutua ja kuvan korkeus oli 2,01 mm, joten rajatun alueen koko oli 1,13x1,13 mm². Kuvien laskennassa käytettiin apuna myös alkuperäistä kuvaa, jotta pienet kuplat eivät hukkuisi tarkennusruudukon taakse tai jäisi kuvankäsittelyn vuoksi huomaamattomiksi. Kuten kuvasta 12 nähdään, oli negatiiviksi käännetty käsitelty kuva laskennassa pääosin parempi kuplien rajojen erottamisen kannalta.

Kuplien laskennassa erityisesti koepisteet, joissa kuitutyypinä oli mänty ja sekoittimen nopeus oli 2400 min⁻¹, osoittautuivat hankaliksi. Koska tällä kertaa käytössä oli huomattavasti parempi kuvauslaitteisto kuin Rantalan /27/ työssä, oli kuplien laskenta kuitenkin mahdollista, joskin työlästä. Kuplia oli huomattavan paljon ja kuplat olivat päällekkäin ja lomittain. Kuvista laskettiin vain selvästi erottuvat kuplat. Myös joitakin kuvasarjoja jouduttiin hylkäämään joistakin koepisteistä, koska kuvien laatu ei ollut riittävä laskennan suorittamiseen. Jokaisesta koepisteestä saatiin kuitenkin laskettua vähintään yhden sekoituskokeen luotettavat tulokset, useimmista koepisteistä laskettiin myös yhden tai kahden rinnakkaisen sekoituskokeen tulokset.

6 TULOKSET JA TULOSTEN TARKASTELU

6.1 Sekoittimen toiminta ja täyttöaste

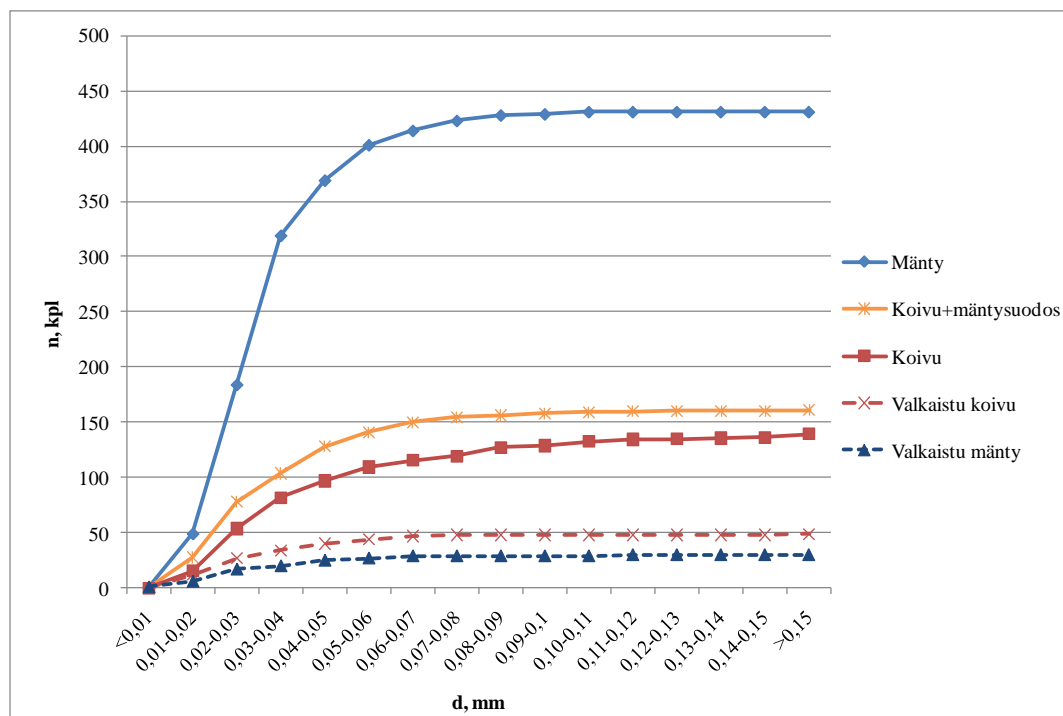
Ennen sekoituskokeiden aloittamista sekoittimen toimintaa tarkasteltiin kokeellisesti läpinäkyvän kannen läpi. Sekoituskokeissa käytetyllä täyttöasteelle 80 til-% sekoittimen todettiin silmämääräisesti toimivan odotetunlaisesti, mutta kokeiluja voitiin tehdä vain pyörimisnopeuteen 1200 min⁻¹ asti tarkoitukseen huonosti soveltuvan kannen vuoksi. Sekoittimen todettiin myös pystyvän ainakin jotenkin sekoittamaan massaa myös 60 %:n täyttöasteella, mutta sen alhaisemmilla täyttöasteilla tulivat jo selkeät fyysiset rajatkin vastaan sekoittimen roottorin pyöriessä tyhjää massan paettua sekoittimen reunoille.

6.2 Kuplakokojakauma sekoittimessa

Kuvamateriaalista määritetyistä kuplien halkaisijoista määriteltiin kuplien halkaisijoiden mukaiset jakaumat luokittelemalla kuplat 0,01 mm välein. Koska joistakin kuvista pystyttiin havaitsemaan halkaisijaltaan jopa alle 0,01 mm kuplia, jätettiin pienimmäksi luokaksi alle 0,01 mm. Suurimmaksi luokaksi valittiin halkaisijaltaan yli 0,15 mm kuplat. Materiaalista laskettiin myös jokaiselle koepisteelle kuplan halkaisijan keskiarvo, mediaani, moodi, keskihajonta sekä suurin ja pienin arvo. Tulokset on esitetty liitteessä III.

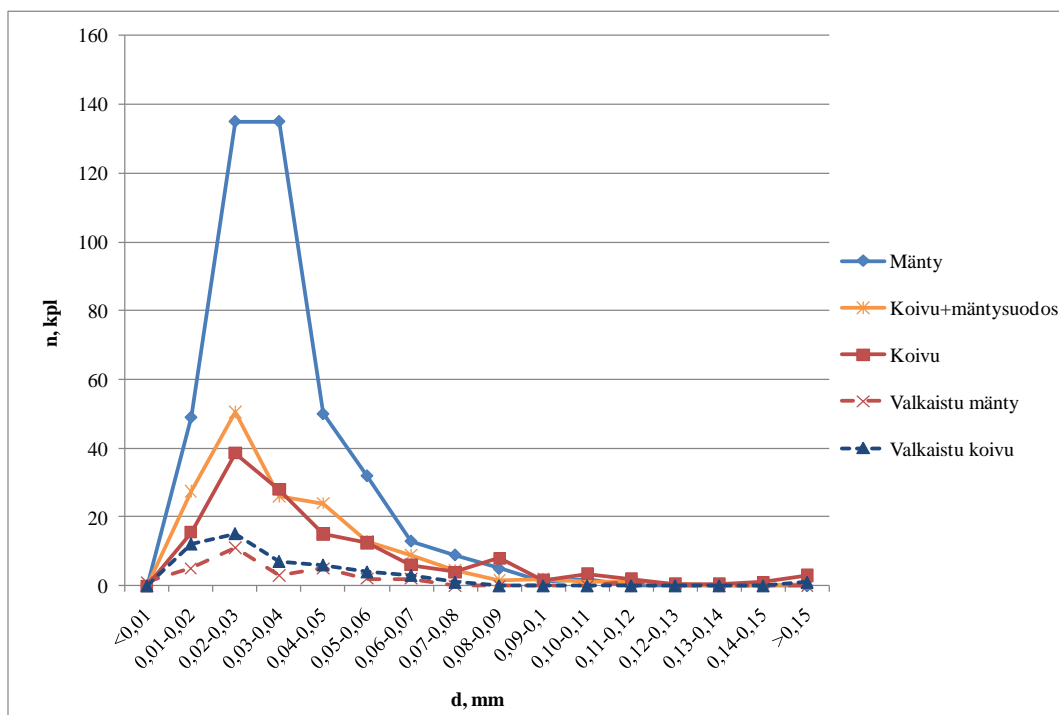
6.2.1 Kuitutyypin vaikutus kuplakokojakaumaan

Eri kuitutyypin vaikutusta kuplakokojakaumaan tarkasteltaessa valittiin kannessa 1,7 cm päässä sekoittimen reunasta sijaitsevasta kuvausyhteestä saadut mittaustulokset. Kuvassa 13 on esitetty kuitutyypin vaikutus havaittujen kuplien lukumäärään kumulatiivisena kuplakokojakaumana:



Kuva 13. Hapen kumulatiivinen kuplakokojakauma 10 %:n kuitususpensiossa sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹. Kuvausyhteen sijainti sekoittimen kannessa, 1,7 cm reunasta. T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄.

Kuvasta 13 nähdään, että mäntysuspensiosta havaitaan huomattavasti suurempi kuplamäärä kuin koivususpensiosta. Tämän arveltiin mahdollisesti johtuvan mäntykuiduista alkalin vaikutuksesta nestefaasiin siirtyvistä pinta-aktiivisista aineista, joiden vuoksi kuplat pysyisivät paremmin ehjinä ja ainoastaan pilkkoontuisivat leikkausvoimien vaikutuksesta edelleen pienemmiksi. Tämän vuoksi kokeiltiin käyttää koivumassan laimennukseen mäntysuspensiosta puristettua suodosta. Kuten kuvasta 13 nähdään, on tällöin kuplien määrä hieman suurempi, muttei kuitenkaan lähelläkään tasoa, joka saavutetaan mäntymassalla. Kuvasta 13 nähdään myös, että valkaistuilla massoilla kuplien määrä on huomattavan pieni, minkä voidaan olettaa johtuvan ainakin osittain siitä, ettei kuiduista siirry nestefaasiin pinta-aktiivisiä aineita, vaan ne ovat hävinneet jo valkaisujen ja pesujen myötä. Myös valkaistujen massojen osalta koivususpension suurempi kuplamäärä mäntysuspensioon verrattuna on huomionarvoista, mutta näin pienissä kuplamäärissä ja suppealla koeaineistolla ei kuitenkaan voida tehdä varmoja havaintoja asiasta. Kuvassa 14 on esitetty samasta kuvausyhteestä, samalla kierrosnopeudella määritetyt kuplakokojakaumat:



Kuva 14. Hapen kuplakokojakauma 10 %:n kuitususpensiosta sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min^{-1} . Kuvausyhteen sijainti sekoittimen kannessa, 1,7 cm reunasta. $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$, $p_{\text{O}_2}=4,5 \text{ bar}$, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO_4 .

Kuvasta 14 nähdään, että sekoittimen roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹, muodostuu kaikilla tarkastelluilla kuitutyypeillä suspensioon eniten 0,02-0,03 mm kokoisia happikuplia, männyllä tosin 0,03-0,04 mm kokoisia kuplia on täysin sama määrä. Lisäksi kuvasta 14 voidaan todeta, että jokaisella kuitutyyppillä kuplakokojakauma edellä mainitun ”piikin” molemmin puolin olevien seuraavien luokkien osalta on lähestulkoon symmetrinen. Taulukossa II on esitetty kuplakokoanalyysin tulokset näiden koepisteiden osalta:

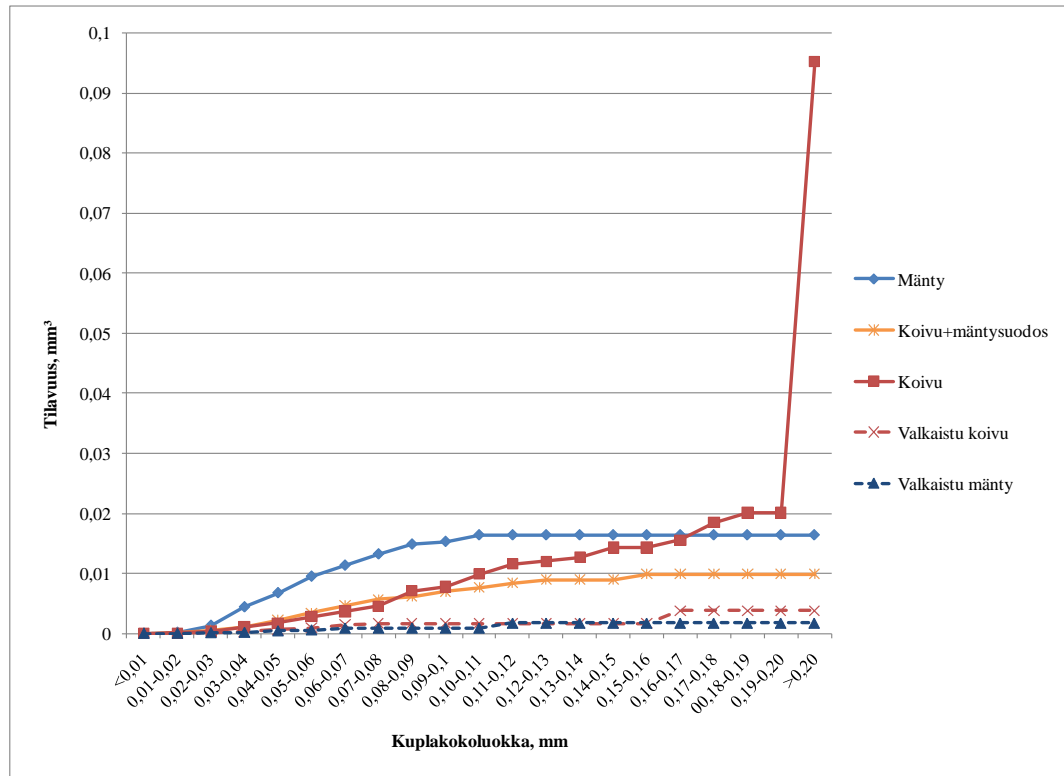
Taulukko II. Kuplakokoanalyysin tulokset 10 %:n kuitususpensiolle sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹. Kuvausyhteen sijainti sekoittimen kannessa, 1,7 cm reunasta. T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄.

Kuitutyyppi	n kpl	ΣV mm ³	Keskiarvo mm	Mediaani mm	Moodi mm	Keskihajonta mm	Min mm	Max mm
mänty	431	0,016	0,035	0,032	0,024	0,015	0,012	0,102
koivu	140	0,039	0,048	0,036	0,039	0,049	0,011	0,649
valkaistu mänty	30	0,004	0,035	0,029	0,025	0,022	0,009	0,117
valkaistu koivu	49	0,002	0,036	0,030	0,019	0,024	0,014	0,160
koivu+mäntysuodos	161	0,010	0,037	0,031	0,030	0,021	0,011	0,153

Taulukosta II nähdään, että koivususpensiossa hapen keskimääräinen kuplakoko on huomattavasti suurempi kuin muissa vertailun suspensioissa. Tämä selittyy osin sillä, että vertailujoukon suurin kupla on 0,649 mm kokoinen. Myös koivususpension mediaani ja moodi ovat joukon suurimmat. Tärkeä havainto on myös, että kun koivumassan laimentamiseen käytettiin mäntysuodosta, kuplien lukumäärä kasvoi hieman ja lisäksi keskimääräinen kuplakoko pieneni sekä mediaani ja moodi pienenevät. Erityisesti mediaani eli lukujoukon keskimääräinen luku on tässä tapauksessa tärkeä mittari. Kuten kuvasta 14 nähdään, kaikissa vertailtavissa koepisteissä ”piikki” jää välille 0,02 mm – 0,03 mm ja männyllä se jatkuu vielä välille 0,03 – 0,04 mm. Mediaani painottuu välille 0,029 – 0,036 mm, mikä voidaan todeta myös kuvasta 14 siitä, että suurempien kuplien määrä laskee tasaisesti suurempaan halkaisijaan päin, kun taas pienempien kuplien suuntaan määrä putoaa rajusti.

Kuplien määrällinen tarkastelu on aiheellista maksimaalisen aineensiirron kannalta. Laboratoriosekoittimen sekoitustapahtuman kannalta on kuitenkin syytä tarkastella myös havaittujen kuplien tilavuutta, jotta saataisiin käsitys kaasun

dispergoitumisesta ja jakautumisesta sekoittimessa. Kuvassa 15 on esitetty havaittujen kuplien tilavuuden kumulatiivinen jakauma kuplakokoluokittain:



Kuva 15. Kumulatiivinen happikuplien tilavuusjakauma 10 % kuitususpensiosta sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min^{-1} . Kuvausyhteen sijainti sekoittimen kannassa, 1,7 cm reunasta. $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$, $p_{\text{O}_2}=4,5 \text{ bar}$, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO_4 .

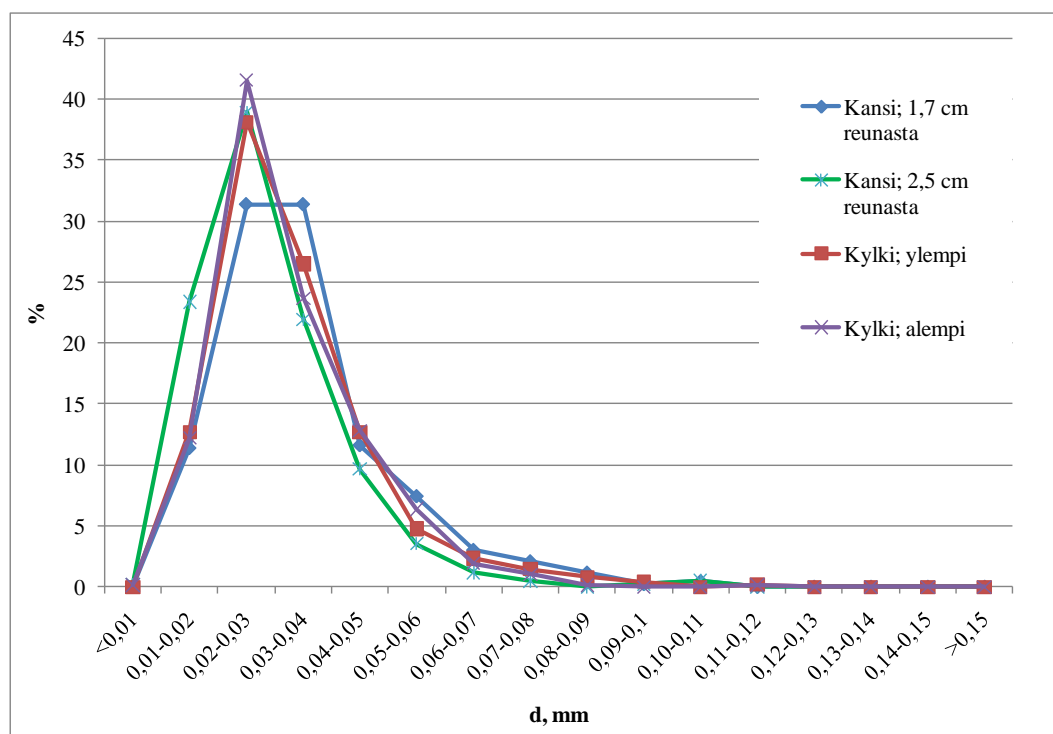
Kuvasta 15 nähdään, että koivususpensiosta havaittujen kuplien yhteistilavuus on huomattavasti suurempi kuin muista koepisteistä havaittujen kuplien tilavuus. Tämä selittyy osittain yhden todella suuren, halkaisijaltaan 0,649 mm olevan kuplan osumisella havaintojoukkoon. Kuvasta 15 nähdään, että koivususpensiosta on havaittu myös muita merkittävän suuria kuplia, jotka kuuluvat halkaisijaltaan yli 0,015 mm kuplakokoluokkiin, minkä vuoksi myös kuvaajan 15 kuplakokoluokkien määrää lisättiin hieman muista kuvaajista poiketen. Silmämääräisesti mittausten kuvamateriaalista oli havaittavissa, että koivususpensiosta on suurehkoja kuplia paljon, kun mäntysuspensiosta kuplien koko on tasaisempi eli dispersiota voitaisiin luonnehtia melko homogeeniseksi. Koivususpensiosta esiintyvien suurehkojen kuplien määrä viittaa koivususpension

kuplien pysymättömyyteen leikkausvoimien vaikutuksen alaisena verrattuna mäntysuspensioon dispergoituihin happikupliin vastaavissa olosuhteissa.

6.2.2 Kuplakokojakauma eri kuvausyhteistä tarkasteltuna

Kuplien määrät eri kuvausyhteistä kerätystä materiaalista eivät ole aivan täysin keskenään vertailukelpoisia absoluuttisina kuplamäärinä, sillä kuvien laatu saattoi hieman vaihdella. Tämän häiriötekijän eliminoimiseksi eri kuvausyhteiden kesken tuloksia on vertailtu suhteellisina osuuksina havaitusta kumulatiivisesta kuplamäärästä.

Kuvassa 16 on esitetty eri kuvausyhteistä kerätystä kuvamateriaalista määritetty hapen suhteellinen kuplakokojakauma mäntysuspensiossa, kun roottorin pyörimisnopeus on 2400 min^{-1} :



Kuva 16. Hapen suhteellinen kuplakokojakauma 10 %:n mäntysuspensiossa määritettynä eri kuvausyhteistä sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min^{-1} . $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$, $p_{\text{O}_2}=4,5 \text{ bar}$, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO_4 .

Kuvasta 16 nähdään, että jokaisesta kuvausyhteestä havaitaan eniten 0,02 – 0,03 mm kokoisia kuplia. Kannessa, 1,7 cm päässä reunasta sijaitsevan yhteen ”piikki”

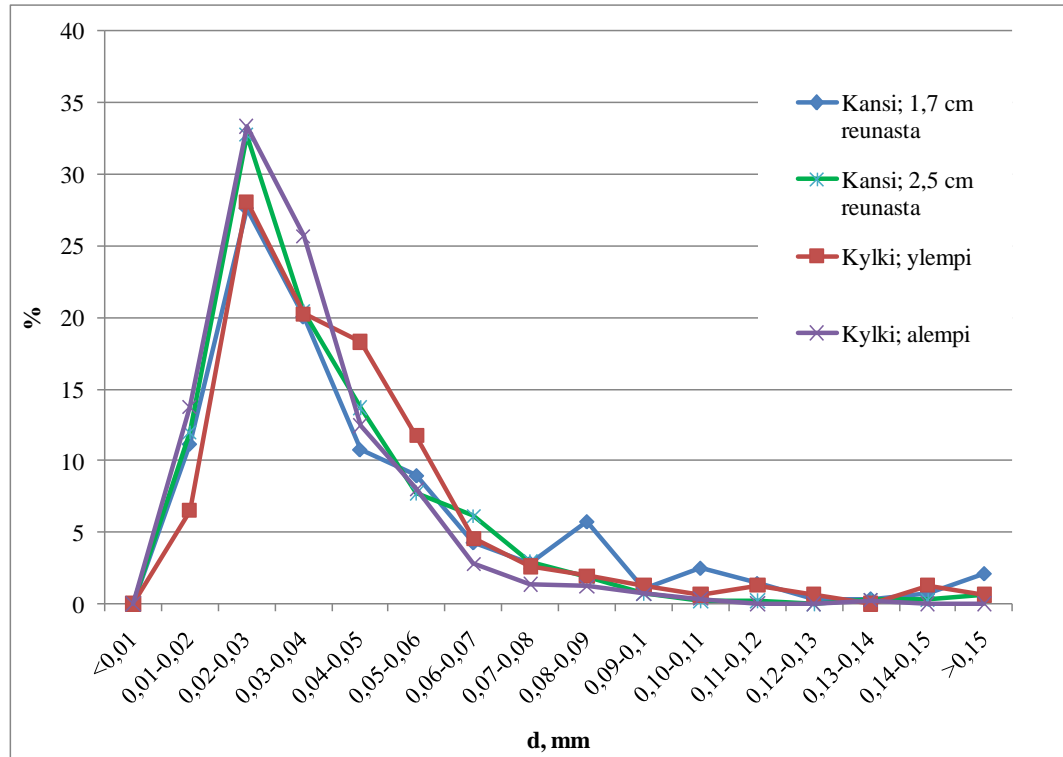
on matalin, mutta kun lasketaan myös seuraavan kuplakoon eli 0,03 – 0,04 mm kokoiset kuplat, voidaan todeta kuplien suhteellisten lukumäärien olevan yhtenevät. Huomionarvoista on kuitenkin, että kyseisestä yhteestä kuvattujen kuplien keskimääräinen koko oli suurin, hieman yli 0,035 mm. Myös kyseisen sarjan mediaani, moodi ja keskihajonta olivat vertailtavien mittaussarjojen suurimmat. Kuplakokoanalyysin tulokset on esitetty taulukossa III:

Taulukko III. Kuplakokoanalyysin tulokset 10 %:n mäntysuspensiolle sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹. T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄.

	n	Keskiarvo	Mediaani	Moodi	Keskihajonta	Min	Max
Kuvausyhde	kpl	mm	mm	mm	mm	mm	mm
Kansi; 1,7 cm reunasta	431	0,035	0,032	0,024	0,015	0,012	0,102
Kansi; 2,5 cm reunasta	424	0,029	0,026	0,020	0,013	0,010	0,108
Kylki; ylempi	549	0,033	0,030	0,023	0,014	0,010	0,119
Kylki; alempi	349	0,032	0,029	0,024	0,013	0,010	0,110

Taulukosta III nähdään, että kierrosnopeudella 2400 min⁻¹ mäntysuspensiossa havaittujen kuplien lukumäärä sekoituksissa on korkeahko kaikista kuvausyhteistä kerätyssä materiaalissa. Tärkeä havainto on myös pienehköt keskihajonnat, jotka eivät eroa toisistaan merkittävästi, jolloin voidaan myös pitää keskiarvoa merkittävänä lukuna jakaumia vertailtaessa. Keskimäärin mäntysuspensioon dispergoitun hapen kuplakoko oli 0,029 – 0,035 mm sekoittimen kierrosnopeuden ollessa 2400 min⁻¹.

Kuvassa 17 on esitetty eri kuvausyhteistä kerätystä kuvamateriaalista määritetty hapen suhteellinen kuplakokojakauma koivususpensiossa, kun roottorin pyörimisnopeus on 2400 min⁻¹:



Kuva 17. Hapen suhteellinen kuplakokojakauma 10 %:n koivususpensiosta määritettynä eri kuvausyhteistä sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min^{-1} . $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$, $p_{\text{O}_2}=4,5 \text{ bar}$, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO_4 .

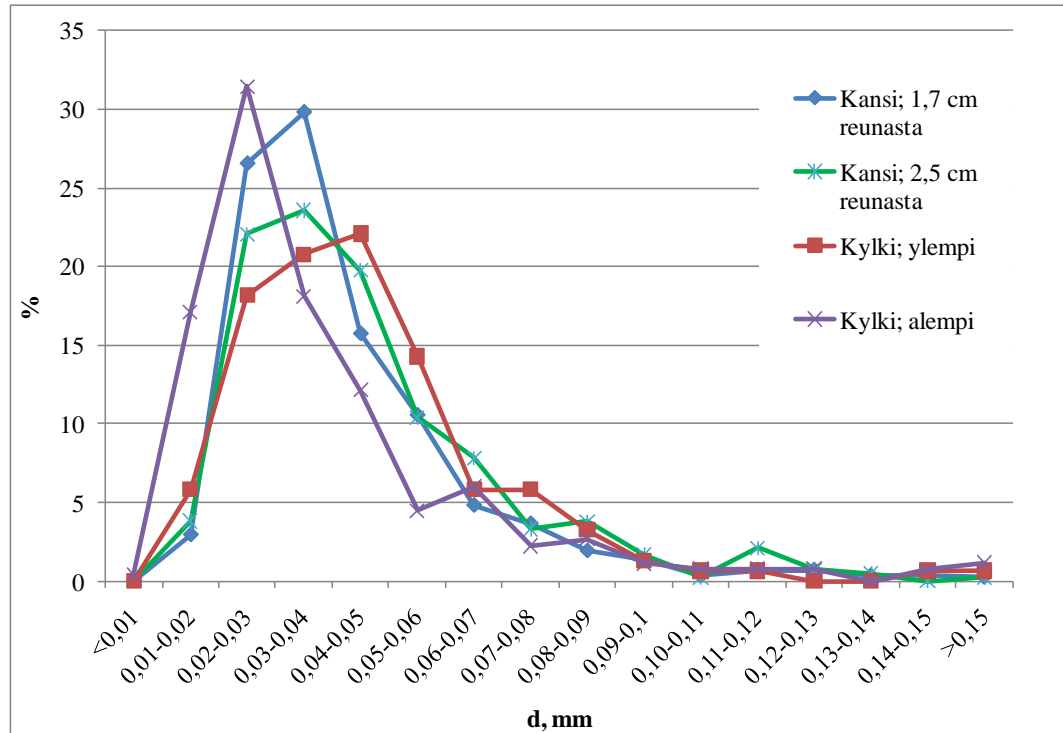
Kuvasta 17 nähdään, että myös koivususpensiosta havaitaan eniten 0,02 – 0,03 mm kokoisia kuplia roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min^{-1} . Kuvasta 12 nähdään, että kaikista kuvausyhteistä havaittujen kuplien osuudet ovat kuvausyhteiden kesken lähes identtiset. Kun verrataan keskenään kuvien 16 ja 17 jakaumia, havaitaan koivun jakauman laskevan hieman loivemmin, eli koivususpensiosta suurehkojen kuplien suhteellinen osuus on suurempi. Koivususpensiosta 0,02 – 0,03 mm kokoisten kuplien osuus havaituista kuplista on n. 27 – 33 %, kun mäntysuspensiosta vastaavan kokoisten kuplien osuus kokonaiskuplamäärästä on n. 31 – 42 %. Huomionarvoista on myös, että koivususpensiosta havaittujen seuraavan kokoluokan eli 0,03 – 0,04 mm kokoisten kuplien osuus havaittujen kuplien määrästä on alhaisempi kuin mäntysuspensiosta. Taulukossa IV on esitetty kuplakokoanalyysin tulokset sekoittimen pyörimisnopeudella 2400 min^{-1} määritetyille hapen kuplakokojakaumille koivususpensiosta:

Taulukko IV. Kuplakokoanalyysin tulokset 10 %:n koivususpensiolle sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹. T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄.

Kuvausyhde	n	Keskiarvo	Mediaani	Moodi	Keskihajonta	Min	Max
	kpl	mm	mm	mm	mm	mm	mm
Kansi; 1,7 cm reunasta	140	0,048	0,036	0,039	0,049	0,011	0,649
Kansi; 2,5 cm reunasta	139	0,038	0,032	0,027	0,021	0,011	0,178
Kylki; ylempi	153	0,043	0,039	0,027	0,026	0,012	0,172
Kylki; alempi	170	0,034	0,031	0,018	0,016	0,012	0,134

Taulukosta IV nähdään, että sekoittimen kierrosnopeuden ollessa 2400 min⁻¹ koivususpensioon dispergoidun hapen kuplien lukumäärä on huomattavasti alhaisempi kuin vastaavissa olosuhteissa mäntysuspensiossa, mikä nähdään taulukossa III esitetyistä arvoista. Keskimääräinen kuplakoko koivususpensiossa oli 0,034 – 0,048 mm, kun mäntysuspensiossa vastaavasti keskimääräinen kuplakoko oli 0,029 – 0,035 mm. Huomionarvoista on, että myös koivususpensiossa sekoittimen pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹ ovat pienin keskimääräinen hapen kuplakoko sekä keskihajonta havaittavissa kyljen alemmasta kuvausyhteestä kerätystä kuvamateriaalissa. Myös kaikki muut taulukossa esitetyt kuplakokoanalyysin tunnusluvut ovat kyseisen pisteen osalta pienimpiä koivususpensiossa sekoittimen pyörimisnopeudella 2400 min⁻¹. Tästä voidaan päätellä, että Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimessa massaan dispergoidun hapen kuplakoko on alhaisimmillaan sekoittimen alaosassa sekoittimen roottorin kierrosnopeuden ollessa 2400 min⁻¹. Tämä selittyy sekoittimen muotoilulla ja toiminnalla sekä suurempien kaasukuplien suuremmalla nosteella.

Hitaammilla pyörimisnopeuksilla massasuspensioon dispergoidun hapen kuplakokojakauma ei ole enää kovinkaan selkeä. Kuvassa 18 on esitetty eri kuvausyhteistä kerätystä kuvamateriaalista määritetty hapen suhteellinen kuplakokojakauma mäntysuspensiossa, kun roottorin pyörimisnopeus on 1200 min⁻¹:



Kuva 18. Hapen suhteellinen kuplakokojakauma 10 %:n mäntysuspensiossa määritettynä eri kuvausyhteistä sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 1200 min^{-1} . $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$, $p_{\text{O}_2}=4,5 \text{ bar}$, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO_4 .

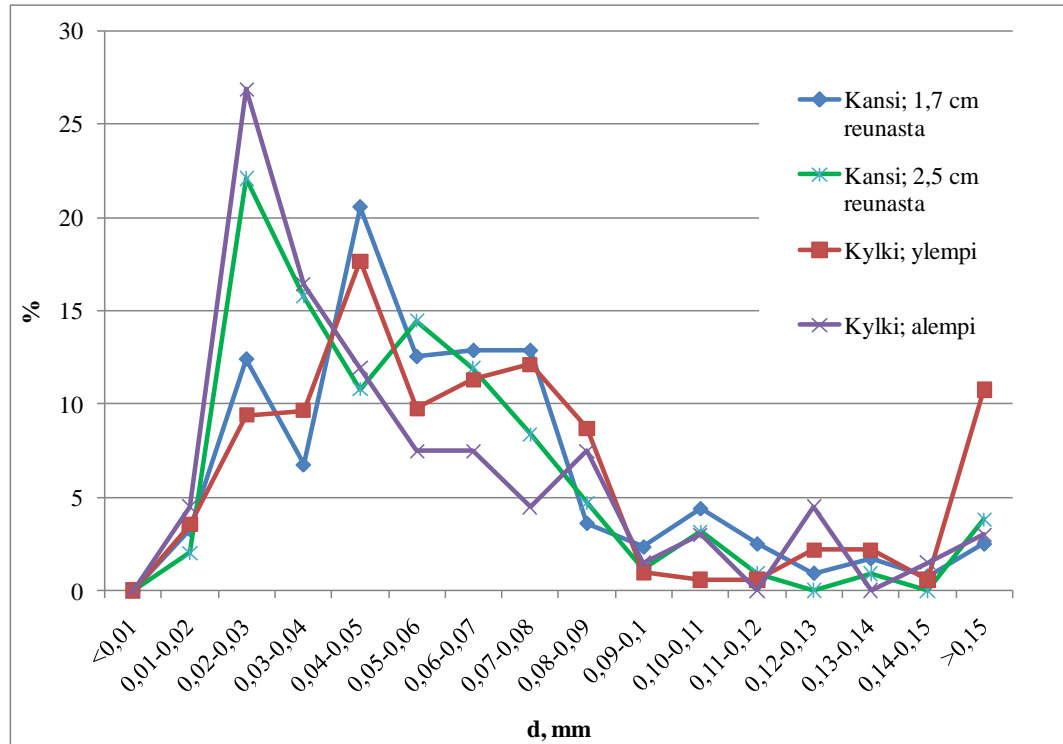
Kuvasta 18 nähdään, että sekoittimen kierrosnopeuden puolittuessa kuplakokojakauma laajenee. Kuplien keskimääräinen koko myös selvästi kasvaa, sillä ainoastaan kyljessä sijaitsevasta alemmasta kuvausyhteestä kerätystä kuvamateriaalista määritetyn suhteellisen kuplakokojakauman maksimiarvo sijoittuu välille 0,02 – 0,03 mm, kun taas 2400 min^{-1} kierrosnopeudella sekä mänty- ja koivususpensioihin dispergoitun hapen kuplakokojakaumien maksimiarvot sijoittuvat kyseiselle välille kaikista kuvausyhteistä määritetyissä tuloksissa. Huomionarvoista kuvassa on erityisesti kyljessä sijaitsevasta kuvausyhteestä kuvatusta materiaalista määritettyjen jakaumien maksimiarvojen sijoittuminen toisiinsa nähden; alempi luokkaan 0,02 – 0,03 mm ja ylempi luokkaan 0,04 – 0,05 mm. Taulukossa V on esitetty näiden koepisteiden kuplakokoanalyysin tulokset:

Taulukko V. Kuplakokoanalyysin tulokset 10 %:n mäntysuspensiolle sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 1200 min⁻¹. T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄.

Kuvausyhde	n	Keskiarvo	Mediaani	Moodi	Keskihajonta	Min	Max
	kpl	mm	mm	mm	mm	mm	mm
Kansi; 1,7 cm reunasta	184	0,043	0,037	0,033	0,023	0,013	0,205
Kansi; 2,5 cm reunasta	211	0,046	0,040	0,029	0,023	0,014	0,150
Kylki; ylempi	154	0,046	0,042	0,031	0,023	0,017	0,161
Kylki; alempi	132	0,039	0,031	0,023	0,028	0,009	0,215

Taulukosta V nähdään, että kyljessä sijaitsevista kuvausyhteistä määritettyjen jakaumien väliset erot ovat selkeät myös keskiarvon, mediaanin ja moodin osalta. Erityisesti sekoittimen kyljen alemmasta kuvausyhteestä kerätystä materiaalista määritetyn kuplakokojakauman selkeästi muita vertailupisteitä alhaisempi mediaani ja kuplakoon keskiarvo ovat huomionarvoisia; lisäksi kyseisen koepisteen keskihajonta on hieman vertailupisteitä korkeampi, mikä on havaittavissa myös kuvasta 18. Huomioitavaa on myös, että vertailtaessa taulukossa III esitettyjä sekoittimen kierrosnopeudella 2400 min⁻¹ määritettyjä arvoja näihin, kierrosnopeudella 1200 min⁻¹ määritettyihin arvoihin, nousee keskimääräinen kuplakoko arvoista 0,029 – 0,035 mm arvoihin 0,039 – 0,046 mm. Tämä nähdään myös kuvasta 18 siten, että suhteellisten kuplakokojakaumien kuvaajien maksimiarvot ovat selkeästi siirtyneet suurempaan päin. Myös keskihajonta nousee arvoista 0,013 – 0,015 mm arvoihin 0,023 – 0,028. Tämä näkyy kuvasta 18 selkeästi alentuneina kuplaosuuksina maksimiarvojen kohdalla verrattuna kuvaan 16. Karkeasti voidaan todeta siis molempien arvojen nousevan n.0,01 mm verran, kun sekoittimen kierrosnopeus puolitetaan.

Kuten jo edellä todettiin mäntysuspension osalta, on hapen kuplakokojakaumassa myös koivususpensiossa suuria vaihteluita ja epälinearisuuksia. Kuvassa 19 on esitetty eri kuvausyhteistä kerätystä kuvamateriaalista määritetty hapen suhteellinen kuplakokojakauma koivususpensiossa, kun roottorin pyörimisnopeus on 1200 min⁻¹:



Kuva 19. Hapen suhteellinen kuplakokojakauma 10 %:n koivususpensiossa määritettynä eri kuvausyhteistä sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 1200 min^{-1} . $T=80 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $p_{\text{O}_2}=4,5 \text{ bar}$, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO_4 .

Kuvasta 19 nähdään, että koivususpensiossa sekoittimen kierrosnopeuden ollessa 1200 min^{-1} hapen kuplakokojakauma on hyvin hajanainen. Eri kuvausyhteistä määritettyjen hapen kuplakokojakaumien ”piikit” sijoittuvat mielenkiintoisesti, sillä kyljestä, alemmasta kuvausyhteestä sekä kannesta, 2,5 cm sekoittimen reunasta sijaitsevasta kuvausyhteestä kerätyistä materiaaleista määritettyjen jakaumien maksimi-arvot sijoittuvat välille 0,02 – 0,03 mm, kun taas muiden kahden pisteen jakaumien maksimi-arvot sijoittuvat välille 0,04 – 0,05 mm. Kun verrataan kyseisiä jakaumia kuvassa 18 esitettyihin mäntysuspension vastaaviin jakaumiin, havaitaan erityisesti kyljessä sijaitsevasta kuvausyhteistä määritettyjen jakaumien huippujen osuvan samoihin kokoluokkiin. Taulukossa VI on esitetty kuplakokoanalyysin tulokset sekoittimen pyörimisnopeudella 1200 min^{-1} määritetyille hapen kuplakokojakaumille koivususpensiossa:

Taulukko VI. Kuplakokoanalyysin tulokset 10 %:n koivususpensiolle sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 1200 min^{-1} . $T=80 \text{ }^\circ\text{C}$, $p_{\text{O}_2}=4,5 \text{ bar}$, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO_4 .

Kuvausyhde	n	Keskiarvo	Mediaani	Moodi	Keskihajonta	Min	Max
	kpl	mm	mm	mm	mm	mm	mm
Kansi; 1,7 cm reunasta	59	0,062	0,059	0,040	0,033	0,014	0,194
Kansi; 2,5 cm reunasta	50	0,063	0,049	0,045	0,078	0,017	0,683
Kylki; ylempi	67	0,077	0,055	0,021	0,094	0,011	0,904
Kylki; alempi	67	0,059	0,041	0,027	0,052	0,013	0,365

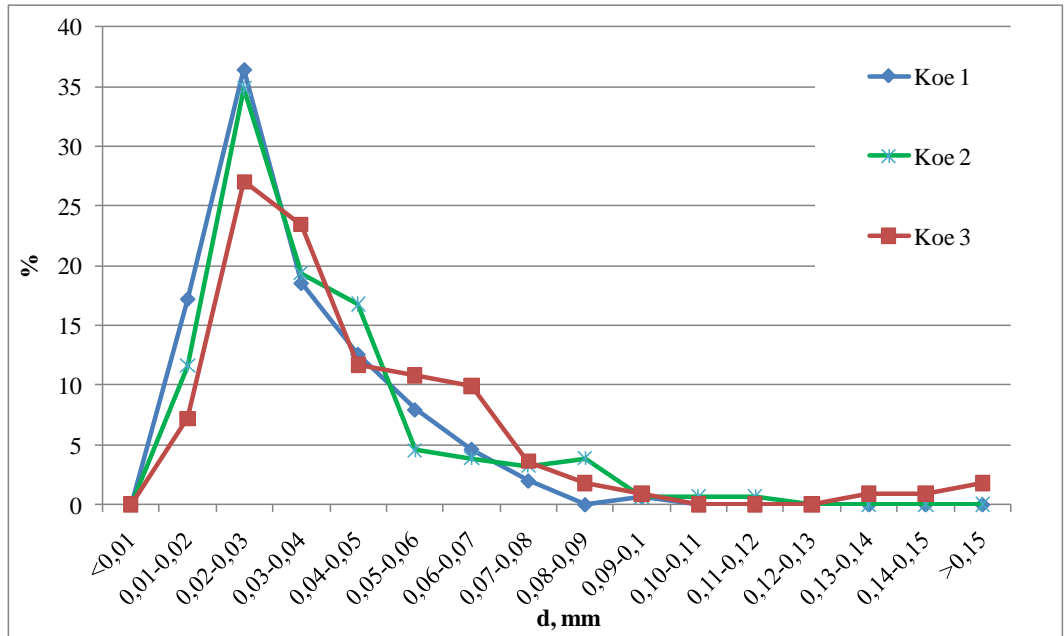
Taulukosta VI nähdään, että kuplien lukumäärä koivususpensiossa oli hyvin alhainen sekoittimen roottorin pyörimisnopeuden ollessa 1200 min^{-1} siitäkin huolimatta, että määrittelyyn otettiin kaikki 29 kuvaa sekoituksen aikaväliltä 3 – 5 sekuntia. Jo kuvasta 15 nähdään, että tulokset näiden koepisteiden osalta voivat olla hieman epäluotettavia, mutta näidenkin koepisteiden osalta havaitaan, että kyljessä sijaitsevasta alemmasta kuvausyhteestä kerätystä materiaalista määritetystä jakaumasta löytyy keskimäärin pienimmät happikuplat. Myös keskihajonta ja mediaani ovat tässä koepisteessä alhaisemmat kuin muissa koepisteissä.

Tarkasteltaessa hapen kuplakokojakaumaa kahdella eri sekoittimen roottorin pyörimisnopeudella koivu- mäntysellususpensioissa sekoittimen eri kuvausyhteistä havaitaan muutamia yhtäläisyyksiä. Tärkeä huomio on, että molemmilla tarkastelluilla roottorin pyörimisnopeuksilla, sekä koivu- että mäntysuspensioissa, keskimääräisesti pienimmät kuplat havaittiin alemmasta sekoittimen kyljessä sijaitsevasta kuvausyhteestä määritetystä kuplakokojakaumasta. Lisäksi suhteellisia jakaumia tarkasteltaessa molemmalla pyörimisnopeudella ja molempien massojen osalta havaittiin, että kyseisestä kuvausyhteestä määritetyn jakauman maksimiarvo osui tarkastelluista neljästä kuvausyhteestä pienimpään kuplakokojakauman kokoluokkaan. Lisäksi kyseisen jakauman ”piikki” oli suhteellisten jakaumien kuvaajiin piirrettyjen jakaumien arvoista suurin. Tästä on pääteltävissä, että virtaukset sekoittimen sisällä toimivat siten, että pohjalla vallitsee suurimmat leikkausvoimat, jotka hajottavat kaasukuplia pienemmiksi. Yksi selitys tälle on massan vertikaalinen liike sekoittimessa, sillä sekoittimen roottorin lavat ovat hieman kaltevat siten, että roottorin työntäessä massaa pyörivään liikkeeseen nousee massa myös kohti

sekoittimen kantta. Kannen ja roottorin yläosan väliin jää pieni tila, joten ylös puristunut massa siirtynee roottorin lavan yli. Tällöin voidaan ajatella sekoittimessa olevan jonkinlainen sekundaaripyörre, joka kierrättää massaa vertikaalisesti siten että keskemällä massa liikkuu alaspäin ja reunoilla ylöspäin. Alhaalla havaittavien kuplien pienempi koko selittyy myös kuplien nosteella: suuremmat kuplat nousevat nopeammin ja helpommin ylöspäin kuin pienet, jotka pysyvät leikkausvoimien vaikutuksesta paremmin sekoittimen alaosassa. Tämä nähdään myös havaittujen kuplien keskimääräisistä yhteistilavuuksista; alemmasta kyljen yhteestä havaittujen kuplien kokonaistilavuus oli myös molemmilla massoilla ja molemmilla kierrosnopeuksilla pienin kuvausyhdekohtaisissa tarkasteluissa. Kuvista nähdään selkeästi, että sekoittimen roottorin pyörimisnopeuden kaksinkertaistuessaa arvosta 1200 min^{-1} arvoon 2400 min^{-1} kuplakokojakaumat eri kuvausyhteistä tarkasteltuna tasoittuvat huomattavasti molemmilla massoilla. Tästä voidaan päätellä, ettei käytetty Quantum Mark IV -laboratoriosekoitin tuota vielä roottorin pyörimisnopeudella 1200 min^{-1} tarpeeksi leikkausvoimia, jotta dispersio sekoittimessa olisi homogeeninen.

6.2.3 Kuplakokomäärittysten toistettavuus

Kuplakokojakaumien määrittämiseksi jokaisesta koepisteestä tehtiin kolme toistoa. Valitettavasti koelaitteiston herkkyyden vuoksi kaikki toistot eivät olleet keskenään vertailukelpoisia huonon kuvanlaadun vuoksi, mikä yleisimmin johtui kameran tarkennuksesta ja tarkennuksen heikkenemisestä kokeen aikana. Myös muita ongelmia saattoi ilmetä, kuten esimerkiksi massojen annospussien repeäminen ja massan jääminen hieman tarkoituksenmukaista kylmemmäksi. Tämän vuoksi useimmista pisteistä valittiin vain yksi tai kaksi toistoa koepisteiden keskinäiseen vertailuun. Kuvassa 20 on esitetty esimerkkinä koivususpensiosta määritetyt suhteelliset kuplakokojakaumat kaikille kolmelle toistolle, kun kamera oli sijoitettu kannessa 2,5 cm sekoittimen reunasta sijaitsevaan kuvausyhteeseen.



Kuva 20. Hapen suhteellinen kuplakokojakauma 10 %:n koivususpensiossa sekoittimen kaasusisällön ollessa 20 til-% ja roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹. Kuvausyhteen sijainti sekoittimen kannessa, 2,5 cm reunasta. T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄.

Kuvasta 20 nähdään, että kyseisessä koepisteessä kaksi ensimmäistä toistoa ovat kuplakokojakaumiltaan lähes identtisiä, mutta kolmannen toiston jakauma jää hieman erilaiseksi. Tähän ei sinänsä ole erityistä syytä, sillä toistot tehtiin peräkkäin samana päivänä eikä massojen lämpötiloissakaan tai koerutiineissa ollut mainittavia eroja. Taulukossa VII on esitetty kuplakokoluokittain rinnakkaismääritysten perusteella määritetyt keskihajonnat, keskiarvon keskivirheet sekä suhteelliset virheet:

Taulukko VII. Rinnakkaismääritysten keskimääräinen kuplien lukumäärä, keskihajonta, keskiarvon keskivirhe ja suhteellinen virhe kuplakokoluokittain.

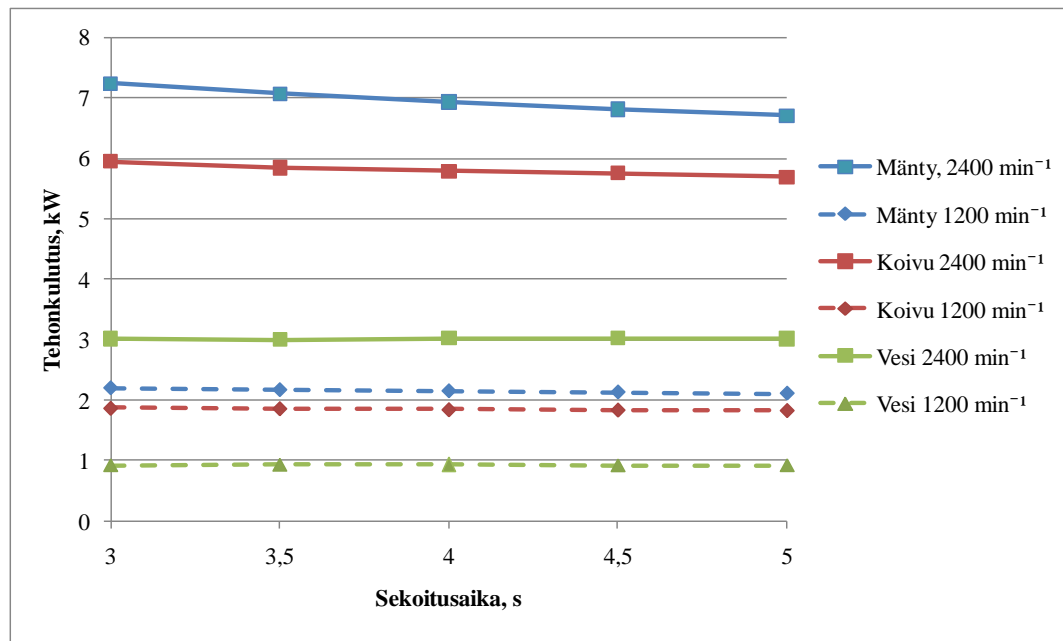
d, mm	n, kpl	Keskihajonta	Keskiarvon keskivirhe	Suhteellinen virhe, %
<0,01	0	0	0	0,0 %
0,01-0,02	17	9	5	30,0 %
0,02-0,03	46	14	8	17,6 %
0,03-0,04	28	2	1	4,1 %
0,04-0,05	19	7	4	19,4 %
0,05-0,06	10	3	2	16,1 %
0,06-0,07	8	3	2	19,1 %
0,07-0,08	4	1	1	14,4 %
0,08-0,09	3	3	2	66,1 %
0,09-0,1	1	0	0	0,0 %
0,10-0,11	0	1	0	100,0 %
0,11-0,12	0	1	0	100,0 %
0,12-0,13	0	0	0	0,0 %
0,13-0,14	0	1	0	100,0 %
0,14-0,15	0	1	0	100,0 %
>0,15	1	1	1	100,0 %

Taulukosta VII nähdään, että suhteellinen virhe on luokkaa 4,1 – 30 % alle 0,08 mm:n kuplakokoluokissa. Suuremmissa kuplakokoluokissa keskimääräinen havaittujen kuplien lukumäärä on melko vähäinen, 1 – 3 kpl, mikä selittää suuren suhteellisen virheen. Pienimpien havaittujen, 0,01 – 0,02 mm kokoisten, kuplien kokoluokan suurehko arvo 30 %, selittyy osaksi kokoluokan kuplien vaikeahkolla havaitsemisella. Tämän kokoluokan kuplat näkyvät laskentaohjelmassa melko heikosti ja niiden havaitseminen voi olla vaikeaa huonolaatuisista kuvista.

Edellä esitetystä tarkastelusta nähdään, että havaittujen kuplien kokonaismäärällä voi olla suurta merkitystä kokeiden toistettavuuden kannalta. Toisaalta, suhteellisen virheen laskeminen kahden tai kolmen toiston perusteella on hieman harhaanjohtavaa, erityisesti vain kahdesta toistosta. Liitteen III taulukossa VI on esitetty hyväksytyistä toistoista koepisteille lasketut suhteelliset virheet. Niiden perusteella voidaan todeta muidenkin koepisteiden suhteellisen virheen olevan edellä esitetyn esimerkin mukaisia alle 0,06 mm kuplakokoluokissa, lukuun ottamatta sekoittimen roottorin pyörimisnopeudella 1200 min⁻¹ koivususpensiosta määritettyjä jakaumia sekä mäntysuodoksella laimennetusta koivumassasta tehtyjä määrittämiä.

6.3 Sekoituksen tehonkulutus

Tehonkulutuksia mitattiin jatkuvasti sekoituskokeidenkin aikana. Koska sekoituskokeissa valittiin tarkasteluajaksi 3 - 5 sekuntia sekoituksen alkamisesta, esitetään aluksi myös tehonkulutuksien osalta vastaavat tilanteet. Kuvassa 21 on esitetty tehonkulutus 10 %:n kuitususpensioiden sekoituksessa roottorin pyörimisnopeuksilla 1200 ja 2400 min⁻¹ sekoittimen täyttöasteen ollessa 80 %. Lisäksi vertailun vuoksi kuvassa on esitetty myös veden sekoituksen tehonkulutus paineistetussa sekoittimessa:

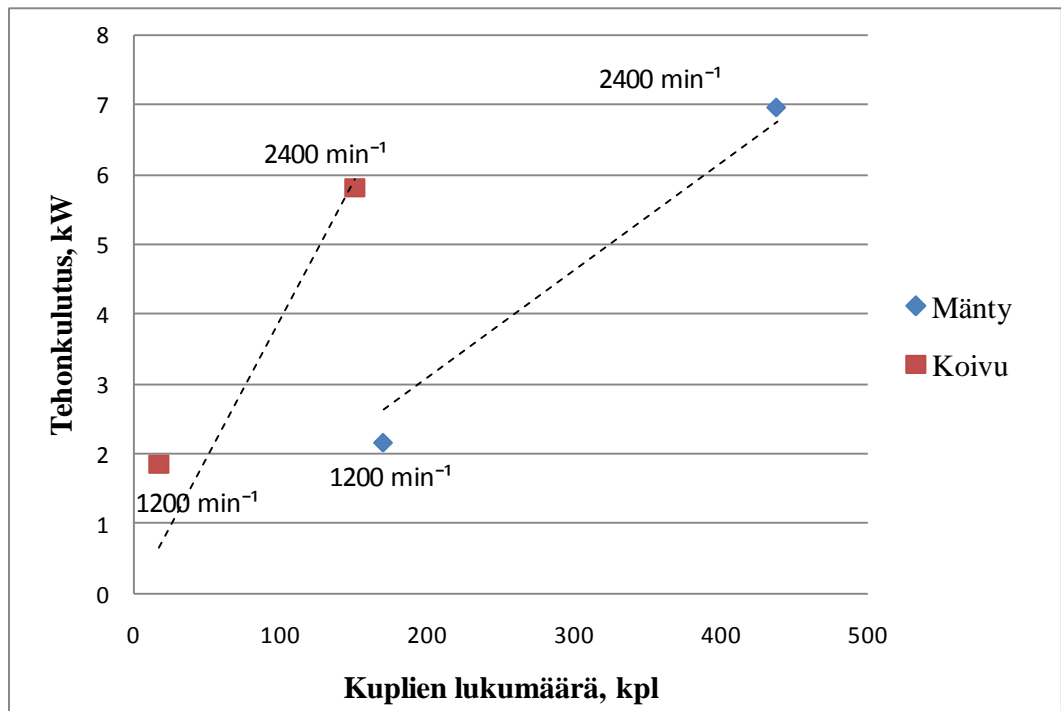


Kuva 21. Kuitususpension ja veden sekoituksen tehonkulutus aikavälillä 3 - 5 sekuntia sekoituksen alkamisesta Quantum Mark IV-laboratoriosekoittimessa. Suspension sakeus 10 %, T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄. Sekoittimen kaasutilavuus 20 til-%.

Kuvasta 21 nähdään, että odotetusti molemmilla pyörimisnopeuksilla mäntysuspension tehonkulutus on hieman koivususpension tehonkulutusta suurempi; suuremmalla, 2400 min⁻¹ pyörimisnopeudella jopa lähes 20 % suurempi. Kuvasta 16 nähdään myös, että veden sekoittamisen tehonkulutus roottorin pyörimisnopeudella 2400 min⁻¹ on suurempi kuin kuitususpensioiden sekoittamisen tehonkulutus alhaisemmalla, 1200 min⁻¹ pyörimisnopeudella. Tehonkulutuskokeiden tulokset on esitetty liitteessä IV.

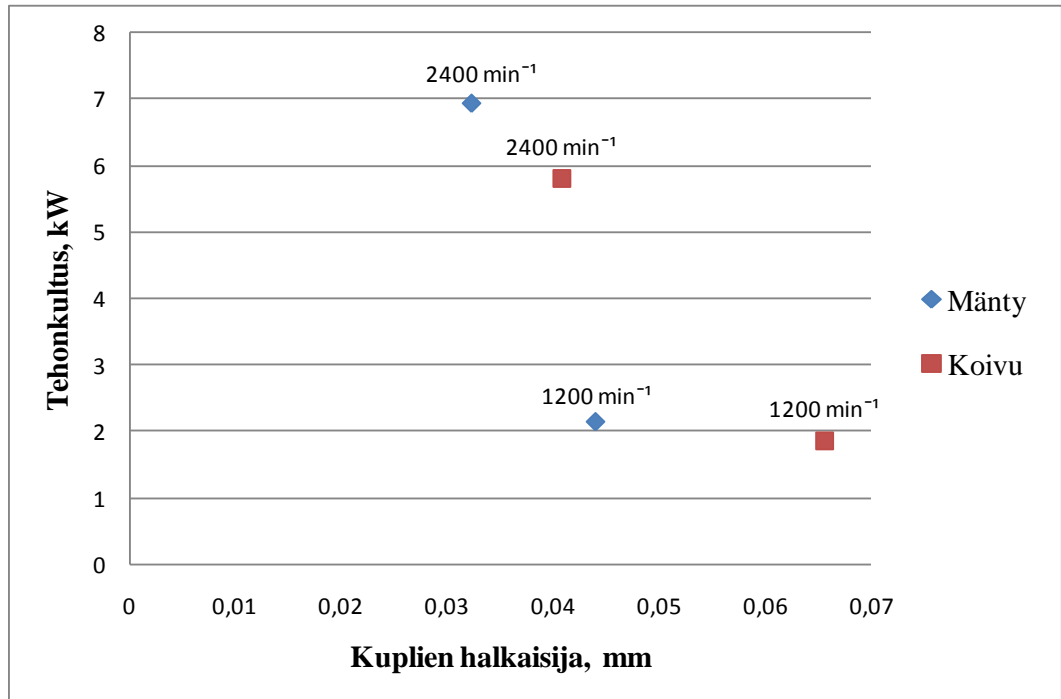
6.3.1 Tehonkulutuksen ja kuplakokojakauman välinen korrelaatio

Kuvasta 21 nähtäviä tehonkulutuksia ja luvussa 6.2. esiteltyjä kuplakokojakaumia ja kuplien määriä vertailemalla nähdään, että tehonkulutuksien ja kuplien lukumäärän välillä on selkeästi jonkinlainen riippuvuus:



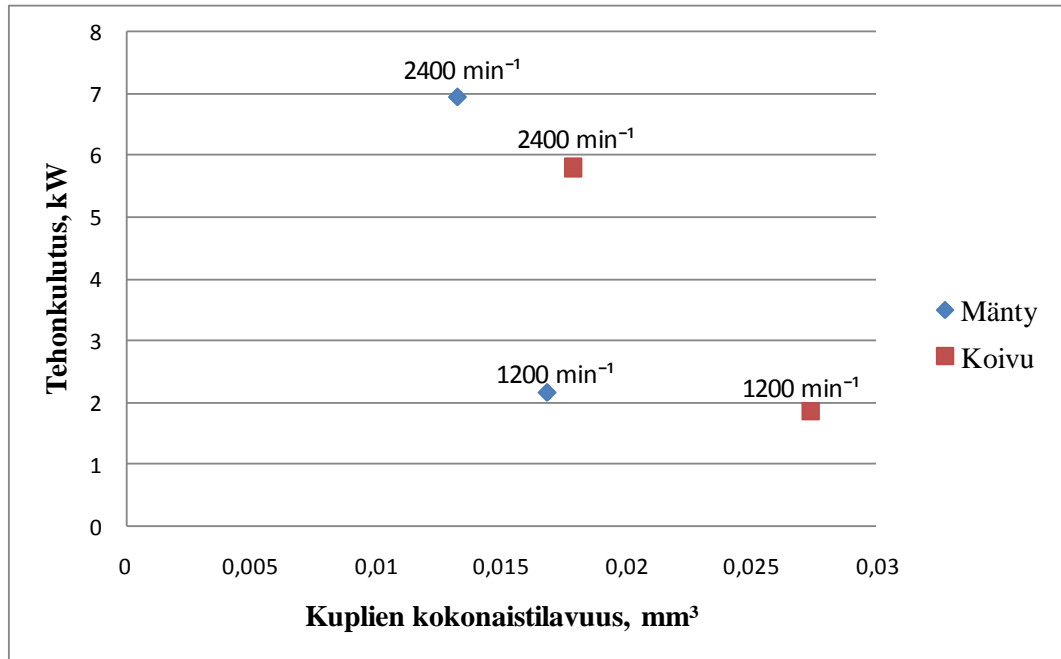
Kuva 22. Kekimääräinen tehonkulutus ja keskimääräinen havaittujen kuplien lukumäärä Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimessa mänty- ja koivususpensioiden sekoituksessa roottorin pyörimisnopeuksilla 1200 min⁻¹ ja 2400 min⁻¹. Suspension sakeus 10 %, T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄. Sekoittimen kaasutilavuus 20 til-%.

Kuvassa 22 on esitetty keskimääräinen tehonkulutus ja kuplien lukumäärä sekoittimen roottorin kierrosnopeuksilla 1200 min⁻¹ ja 2400 min⁻¹ koivu- ja mäntysuspensioiden sekoituksessa. Kun pisteille piirretään origoon kohdistetut trendiviivat, nähdään pisteiden jäävän hieman kauaksi viivasta, joten riippuvuus ei ole ehkä ihan lineaarinen. Kuplien lukumäärän ja tehonkulutuksen välistä riippuvuutta ei voida määrittää olemassa olevasta suppeasta materiaalista. Kuvassa 23 on havainnollistettu vastaavasti tehonkulutuksen ja keskimääräisen kuplakoon välistä riippuvuutta:



Kuva 23. Keskimääräinen tehonkulutus ja havaittujen kuplien keskimääräinen halkaisija Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimessa mänty- ja koivususpensioiden sekoituksessa roottorin pyörimisnopeuksilla 1200 min⁻¹ ja 2400 min⁻¹. Suspension sakeus 10 %, T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄. Sekoittimen kaasutilavuus 20 til-%.

Kuvasta 23 nähdään, että koivu- ja mäntysuspensiosta havaittavien kuplien keskimääräinen halkaisija kasvaa huomattavasti sekoittimen pyörimisnopeuden puolittuessa. Kuvasta nähdään myös, että koivususpensiosta havaittujen kuplien keskimääräinen halkaisija roottorin pyörimisnopeuden ollessa 2400 min⁻¹ on vain hieman pienempi kuin mäntysuspensiosta havaittujen kuplien määrä roottorin pyörimisnopeuden ollessa puolet tästä ja täten tehonkulutuksen ollessa huomattavasti alhaisempi. Kuvassa 24 on esitetty tehonkulutuksen ja kuplien yhteenlasketun kokonaistilavuuden välistä riippuvuutta:

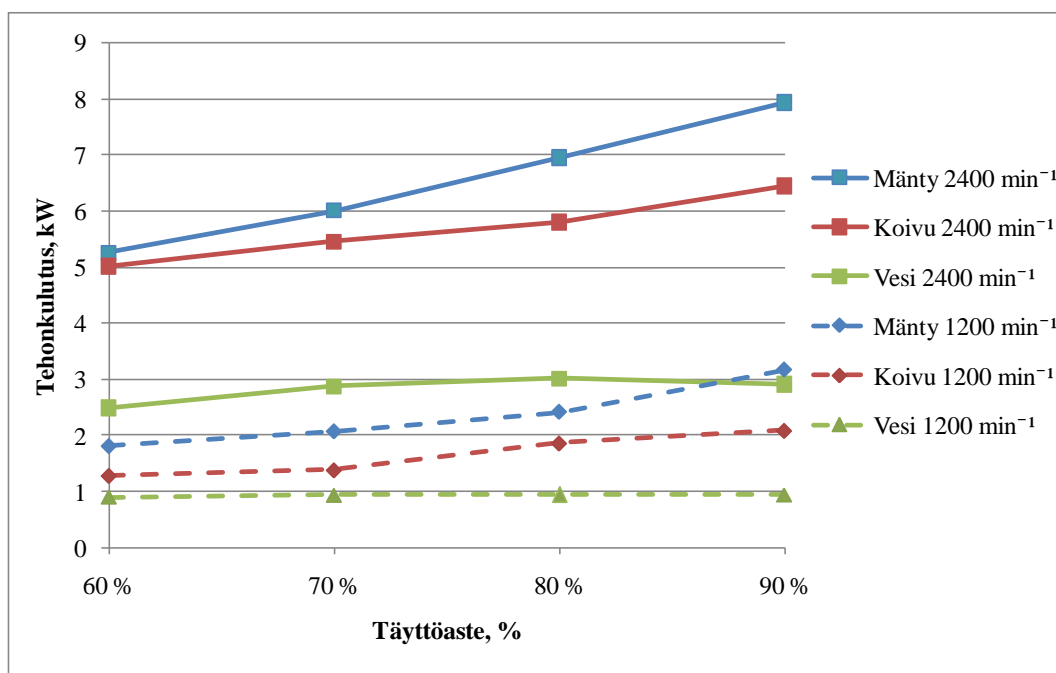


Kuva 24. Keskimääräinen tehonkulutus ja keskimääräinen havaittujen kuplien kokonaistilavuus Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimessa mänty- ja koivususpensioiden sekoituksessa roottorin pyörimisnopeuksilla 1200 min⁻¹ ja 2400 min⁻¹. Suspension sakeus 10 %, T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄. Sekoittimen kaasutilavuus 20 til-%.

Kuvasta 24 nähdään, että koivu- ja mäntysuspensioista havaittujen kuplien keskimääräinen kokonaistilavuus kasvaa sekoittimen roottorin pyörimisnopeuden puolittuessa. Kuvista 22 ja 24 nähdään, että vaikka keskimääräinen havaittujen kuplien lukumäärä koivususpensiossa on molemmilla pyörimisnopeuksilla pienempi kuin mäntysuspensiossa jo alemmalla pyörimisnopeudella, on kuitenkin havaittujen kuplien kokonaistilavuus mäntysuspensiossa molemmilla pyörimisnopeuksilla alhaisempi kuin koivususpensiossa. Koska sekoituskokeet tehtiin vakioaineessa ja sekoittimen kaasutäytön ollessa vakio, voidaan osan sekoittimeen syötetystä hapesta olettaa olevan sekoittimen keskellä roottorin ympärillä. Pienempi kuplakoko johtaa myös kuvantamistekniikan kannalta ongelmalliseen tilanteeseen: pienemmät kuplat näkyvät kuitususpensiosta heikommin kuin esimerkiksi halkaisijaltaan reilusti kuidunleveyttä suuremmat kuplat. Pienien kuplien erottaminen toisistaan olikin erityisesti mäntysuspensiosta sekoittimen roottorin pyörimisnopeudella 2400 min⁻¹ määritetystä materiaalista erittäin vaikeaa. Koepistekohtaiset kuplakokoanalyysin tulokset on esitetty liitteessä III ja tehonkulutuskokeiden tulokset on esitetty liitteessä IV.

6.3.2 Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen ominaistehonkulutus

Sekoittimen tehonkulutus mitattiin sekoittimen täyttöasteilla 60, 70, 80 ja 90 %. Sekoituksen tehonkulutukset sekoittimen täyttöasteen funktiona on esitetty kuvassa 25:



Kuva 25. Kuitususpension ja veden sekoituksen keskimääräinen tehonkulutus 3 – 5 sekuntia sekoituksen alkamisesta Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimen täyttöasteen ollessa 60 – 90 tilavuus-%. Suspension sakeus 10 %, T=80 °C, p_{O₂}=4,5 bar, 2 % NaOH, 0,2 % MgSO₄.

Kuvasta 25 nähdään, että täyttöasteen kasvaessa myös sekoittimen tehonkulutus kasvaa melko lineaarisesti. Virtausominaisuuksiensa vuoksi männyn sekoituksen tehonkulutus on aina hieman korkeampi kuin koivun, mikä näkyy hyvin myös kuvasta 25. Kuvasta nähdään myös, että mäntysuspension sekoituksessa roottorin pyörimisnopeudella 2400 min⁻¹ keskimääräinen tehonkulutus sekoituksen aikana nousee lähes yhden kilowatin, kun sekoittimen täyttöaste kasvaa 10 %. Koivususpension sekoituksessa samalla pyörimisnopeudella tehonkulutus kasvaa vain noin puolet tästä täyttöasteen noustessa 10 %. Kuvasta 25 nähdään myös, että alhaisemmalla pyörimisnopeudella 1200 min⁻¹ sekoittimen täyttöasteen nosto aiheuttaa hieman loivemman ja epälinearisemmän sekoituksen tehonkulutuksen nousun; koivususpension sekoituksen tehonkulutus kasvaa 30 %:n täyttöasteen nostolla yhteensä n. 0,8 kilowatilla, kun mäntysuspension sekoituksen

tehonkulutus kasvaa vastaavan noston jälkeen lähes 1,4 kilowatilla. Kuvasta nähdään myös, että korkeammassa roottorin pyörimisnopeudessa sekoittimen täyttöaste vaikuttaa huomattavasti lineaarisemmin ja suhteessa vähemmän sekoittimen tehonkulutukseen kuin alemmassa pyörimisnopeudessa. Tehonkulutuskokeiden tulokset on esitetty liitteessä IV.

7 YHTEENVETO

Työn tarkoituksena oli tarkastella keskisakeaan massaan dispergoitun hapen käyttäytymistä laboratoriosekoittimessa. Tutkimuksen kohteena oli havainnoida happikuplien kokojakaumaa sekoittimen neljästä eri kuvausyhteestä kuvantamistekniikkaa käyttäen ja pyrkiä karakterisoimaan sekoituksen laatua dispersion homogenisuuden kannalta. Lisäksi työssä tarkasteltiin sekoittimen tehonkulutusta sekä tehonkulutuksen ja dispersion välistä yhteyttä.

Kirjallisuustarkastelujen pohjalta löytyi heikohkosti tietoa vastaavanlaisista tutkimuksista. Aiemmin tehdyn diplomityön pohjalta tiedettiin, että koivususpensiosta havaittujen kuplien määrä on huomattavasti alhaisempi kuin mäntysuspensiosta havaittujen kuplien ja koivususpensiosta havaittujen kuplien koko on suurempi kuin mäntysuspensiosta havaittujen kuplien. Lisäksi tiedettiin, että ruskeaan massaun tulee syöttää suuri määrä valotehoa nopealla pulssilla, jotta kuplat saataisiin pysäytettyä kuviin riittävän terävinä.

Työn kokeellisessa osassa päästiin kokeilemaan kuvantamislaitteiston valonlähteenä Cavilux Smart -pulsasilaseria jo aiemmissa töissä käytettyjen stroboskooppien sijaan. Myös aiempiin töihin verrattuna puolet tarkempi kamera oli käytössä, eli kuvien pikselimäärä kaksinkertaistui. Kuva-alan koko oli 2,65 x 2,01 mm ja pyörimisnopeudella 2400 min⁻¹ sekoittimen roottorin kehänopeus oli noin 17 m/s, mikä aiheutti omat haasteensa laitteistolle. Käytetyllä kuvantamislaitteistolla saatiin kaikista koepisteistä melko tarkkaa kuvaa ainakin yhdestä rinnakkaismäärityksestä. Kokeiden toistettavuuden arvioiminen jäi tältä osin hieman heikoksi, sillä kuvantamislaitteiston herkkyyden ja kojärjestelyn monivaiheisuuden vuoksi lähes jokaisesta koepisteestä jouduttiin hylkäämään

vähintään yksi kolmesta suoritetusta rinnakkaismäärittäyksestä. Materiaalista pystyttiin toteamaan, että alle 0,06 mm kuplakokoluokissa suhteelliset virheet ovat siedettävällä tasolla ja kokeiden voidaan todeta olevan toistettavia. Kuvamateriaalista pystyttiin havaitsemaan pienimmillään hieman alle 10 µm kuplia, joskin tarkemmalla laitteistolla varmasti pystyttäisiin määrittämään vielä hieman pienempienkin kuplien halkaisijoita, mutta tällä menetelmällä tietyssä kohtaa voi tulla vastaan myös optiset rajoitteet. Lisäksi suurella kuplamäärällä kuplien ollessa päällekkäin ja lomittain alkaa kuplien erottaminen toisistaan olla erittäin vaikeaa kuplien vielä lisäksi heijastaessa valoa jonkin verran.

Sekoituskokeiden perusteella voitiin todeta, että kuitususpensioon dispergoitun hapen kuplakokojakauma on vahvasti riippuvainen kuitutyypistä. Kuvamateriaalista havaittiin mäntysuspensiosta huomattavasti enemmän kuplia kuin koivususpensiosta; roottorin pyörimisnopeudella 2400 min⁻¹ mäntysuspensiosta havaittiin keskimäärin kolme kertaa enemmän kuplia kuin koivususpensiosta. Mäntysuspensiosta havaitut kuplat olivat keskimäärin halkaisijaltaan viidenneksen pienempiä kuin koivususpensiosta havaitut kuplat. Sekoituskokeista havaittiin myös, että kun mäntysuspensiosta puristettiin sekoituskokeiden jälkeen suodosta ja suodos käytettiin koivumassan laimennukseen, havaittiin näin saadusta suspensiosta 15 % enemmän happikuplia sekoituskokeissa. Tämä tehtiin siksi, että mäntykuiduista arveltiin alkalisissa olosuhteissa sekoituksen aikana liukenevan nestefaasiin pinta-aktiivisia aineita, joiden vuoksi happikuplat pysyisivät paremmin ehjinä aiheuttaen ”vaahtoamista”. Kun havaituille kuplille laskettiin tilavuudet, huomattiin, että keskimäärin koivususpensioon dispergoitun hapen kuplien kumulatiivinen tilavuus oli kuitenkin enimmäkseen mäntysuspensioita suurempi. Tämä johtuu siitä, että mäntysuspensiosta ei havaittu juurikaan suuria kuplia vaan dispersio oli melko homogeeninen.

Sekoituskokeita tehtiin siten, että sekä koivu- että mäntymassoihin dispergoitun hapen kuplakokojakaumaa tarkasteltiin neljästä eri kuvausyhteestä kahdella sekoittimen roottorin pyörimisnopeudella. Kuvausyhteistä kaksi oli kannessa, kaksi sekoittimen kyljessä. Kun eri kuvausyhteistä kerättyä materiaalia vertailtiin

keskenään, havaittiin, että alemmasta kyljen yhteestä kerätyssä kuvamateriaalissa oli pienimmät kuplat. Tämän arveltiin johtuvan kuplien nosteesta ja sekoittimen toiminnasta. Sama säännönmukaisuus oli havaittavissa myös alemmalla sekoittimen pyörimisnopeudella tehdyistä kokeista, vaikkakin jakaumat alkoivat muuten olla melko hajanaisia kyseisissä kokeissa. Tästä on pääteltävissä, ettei Quantum Mark IV -laboratoriosekoittimella pystytä tuottamaan juurikaan homogeeniseksi luonnehdittavaa dispersiota vielä roottorin pyörimisnopeudella 1200 min^{-1} .

Tehonkulutuskokeissa huomattiin pyörimisnopeudella 2400 min^{-1} mäntysuspension sekoituksen keskimääräisen tehonkulutuksen olevan lähes 20 % suurempi kuin koivususpension. Mäntysuspension sekoituksen tehonkulutuksen havaittiin myös kasvavan sekoittimen täyttöasteen funktiona lähes puolet nopeammin kuin koivususpension sekoituksen tehonkulutus. Tämä johtuu mänty- ja koivususpensioiden kuituominaisuuksista ja kuidun dimensioista johtuvista virtauseroista. Tehonkulutuskokeista havaittiin myös, että mänty- ja koivususpensioista havaittujen kuplien keskimääräinen kokonaistilavuus kasvaa huomattavasti sekoittimen roottorin kierrosnopeuden puolittuessa, vaikka toisaalta havaittujen kuplien määrä pienenee huomattavasti.

Työn aiheen eli happidispersioin karakterisoinnin laboratoriosekoittimessa kannalta tulokset ovat varsin odotetunlaisia. Työssä käytetty kuvantamislaitteisto todettiin toimivaksi tämänkaltaisiin sovellutuksiin. Tulokset eivät kuitenkaan ole sellaisinaan vertailukelpoisia esimerkiksi teollisen mittakaavan sekoittimella tehtyjen määritysten kanssa, vaan lähinnä vain suuntaa antavia. Työssä oli tarkoitus tehdä määritykset suuremmalla kuvamäärällä ja useammilla toistoilla, jotta tilastollinen tarkastelu ja menetelmän virherajojen määrittäminen olisi ollut mahdollista. Tähän ei kuitenkaan valitettavasti ollut aikaa eikä resursseja.

8 KEHITYSIDEAT

Kuvantamislaitteisto todettiin riittävän hyväksi tämänkaltaisiin sovellutuksiin. Pulssilaserin valoteho oli riittävä ja kuvat teräviä, minkä lisäksi kuidut olivat lähestulkoon läpikuultavia kuvamateriaalissa. Kameran suuremmalla tarkkuudella pystyttäisiin mahdollisesti erottamaan vieläkin pienempiä suspensioon dispergoituja kuplia, sillä kuvamateriaalista pystyttiin toteamaan myös hieman laskentaan hyväksytyä pienempien kuplien läsnäolo. Kuplista ei kuitenkaan saanut enää käytetyllä resoluutiolla selvää riittävän hyvin, jotta niitä olisi voinut ottaa laskentaan mukaan. Kameran kuvataajuutta kasvattamalla voitaisiin selkeämmin erottaa eri vaiheet sekoitusyhtymästä. Suurnopeuskameran käyttöön ei kuitenkaan tämänkaltaisessa sovellutuksessa ole perusteita, koska partikkelien nopeuksia sekoittimen sisällä ei liene tarvetta määrittää.

Työssä käytettiin vain yhtä kameraa kuvantamiseen. Vaikka olosuhteet pyrittiin pitämään samanlaisina kaikkien kokeiden aikana, tulee tämäntyyppisessä työssä väistämättä hieman virhettä rinnakkaismääritysten ja koepisteiden välillä kokeiden ollessa valmisteluiltaan monivaiheisia. Useamman kameran käyttö olisi ratkaisu tähän, minkä lisäksi tehtävien sekoituskokeiden määrä pienenesi. Kuplien merkintä laskentaohjelmaan tehtiin käsin, mikä lisää virheen mahdollisuutta. Kuplien laskenta ja merkintä tulisi saada automatisoitua, jotta tämänkaltaiselle konenäkösovellutukselle olisi laajempaa käyttöä ja tulokset olisivat luotettavampia suuremman kuvamäärän laskennan mahdollistuessa.

Jatkon kannalta heränneitä kysymyksiä oli erityisesti mänty- ja koivususpension erilainen vaahtoamiskyky. Tutkimuksissa tulisi selvittää, miksi mäntysuspensiossa esiintyy pienempiä kuplia ja onko syy kuitususpensioiden virtausominaisuuksissa vai johtuuko mäntysuspension pienempi kuplakoko ja suurempi kuplamäärä kuidusta alkalisissa oloissa sekoituksen aikana mahdollisesti liuenneista uuteaineista.

LÄHDELUETTELO

1. Gullichsen, J., Fiber line operations, Papermaking Science and Technology, Book 6A, *Chemical Pulping*, Gullichsen, J., Fogelholm, C-J., (Eds.), Fapet Oy, Jyväskylä, 2009, s.17-243.
2. Alén, R., Basic chemistry of wood delignification, papermaking Science and technology, Book 3, *Forest Products Chemistry*, Stenius, P., (ed.), Fapet Oy, Jyväskylä, 2000, s. 58-104.
3. McDonough, T.J, Oxygen Delignification, *Pulp Bleaching – Principles and Practice*, Dence, C.W., Reeve, D.W., (Eds.), Tappi Press, 1996, s.215-237.
4. Gullichsen, J., Chemical engineering principles of fiber line operations, Papermaking Science and Technology, Book 6A, *Chemical Pulping*, Gullichsen, J., Fogelholm, C-J., (Eds.), Fapet Oy, Jyväskylä, 2000, s.244-327.
5. Bråden, Å, Simonson, R., Solubility of Oxygen; Part 1. Solubility of oxygen in water at temperatures ≤ 150 °C and pressures ≤ 5 Mpa, *Svensk Papperstidning*, **25**(1978) 17 s. 541-544.
6. Bråden, Å, Simonson, R., Solubility of Oxygen; Part 1. Solubility of oxygen in sodium hydrogen carbonate and sodium hydroxide solutions at temperatures ≤ 150 °C and pressures ≤ 5 Mpa, *Svensk Papperstidning*, **26**(1979) 17 s. 487-491.
7. Bennington, C.P.J., Owusu, G., Francis, D.W., Gas-Liquid Mass Transfer in Pulp Suspension Mixing Operations, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **75**(1997) 1, s. 53-61.
8. Rewatkar, V.B., Bennington, C.P.J., Gas-Liquid Mass Transfer in Low- and Medium-Consistency Pulp Suspensions, *The Canadian Journal of Chemical engineering*, **78**(2000) 3, s. 504-512.
9. Ishkintana, L.K., Bennington, C.P.J., Bubble shape, gas flow and gas-liquid mass transfer in pulp fibre suspensions, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **88**(2010) 3, s.322-328.
10. Bouchard, J., Beck, S., Bennington, C., Berry, R., Determination of oxygen penetration rate in medium-consistency kraft pulps, *Appita Journal*, **58**(2005) 6, s. 484-487.
11. Pikka, O., Vesala, R., Vilponen, A., Bleaching applications, Papermaking Science and technology, Book 6A, *Chemical Pulping*, Gullichsen, J., Fogelholm, C-J, (Eds.), Fapet Oy, Jyväskylä, 2000, s. 616-665.

12. Fiskari, J.P.T, Improving the efficiency of a two-stage oxygen delignification system, TAPPI Fall technical conference, Atlanta, GA, USA, October 31. – November 3., 2004, 4 s.
13. Iijima, J.F., Taneda, H., Effects of several Factors on Medium Consistency Oxygen Delignification, Internal Pulp Bleaching Conference, Washington D.C., April 14-18, 1996, Book 2, s. 403-409.
14. Bennington, C.P.J, Kerekes, R.J., Power requirements for pulp suspension fluidization, *Tappi Journal*, **79**(1996) 2, s. 253-258.
15. Gullichsen, J., Härkönen, E., Medium consistency technology, *TAPPI Journal*, **64**(1981) 6, s. 69-72.
16. Hietaniemi, J., Gullichsen, J., Flow properties of medium-consistency fibre suspensions, *Journal of Pulp and Paper Science*, **22**(1996) 12, s. 469-474.
17. Bennington, C.P.J., Mixing and Mixers, *Pulp Bleaching – Principles and Practice*, Dence, C.W., Reeve, D.W., (Eds.), Tappi Press, 1996, s. 537-568.
18. Pelton, R., Piette, R., Air Bubble holdup in quiescent pulp suspension, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **70**(1992) 4, s. 660-663.
19. Ajersch, M., Pelton, R., The growth of bubbles on pulp fibers and on carbon black dispersed in supersaturated carbon dioxide solutions, *Nordic Pulp and Paper Research Journal*, **9**(1994) 2, s. 129-133.
20. Stoor, T., Air in pulp and papermaking processes, Acta universitatis Ouluensis, C Technica 243, University of Oulu, 2006, 60 s.
21. Laari, A., Gas-liquid mass transfer in bubbly flow: Estimation of mass transfer, bubble size and reactor performance in various applications, Acta Universitatis Lappeenrantaensis 229, Lappeenranta, 2005, 86 s.
22. Marrucci, G., A Theory of Coalescence, *Chemical engineering science*, **24**(1969), s. 975-985.
23. Levich, V.G., Physicochemical hydrodynamics, Prentice Hall, 1962. 700 s.
24. Walter, J.F., Blanch, H.W., Bubble break-up in gas-liquid bioreactors: break-up in turbulent flows, *The Chemical Engineering Journal*, **32**(1986) 1, s. B7-B17.
25. Heindel, T.J., Garner, A., The Effect of Fiber Consistency on Bubble Size, *Nordic Pulp and paper Journal*, **14**(1999) 2, s. 171-178.

26. Garner, A.E., Heindel, T.J., The effect of Fibre Type on Bubble Size, *Journal of Pulp and Paper Science*, **26**(2000) 7, s. 266-269.
27. Rantala, J-P., Kuplakokojakauman hallinta happidelignifioinnissa, *diplomityö*, Lappeenrannan teknillinen yliopisto, Kemian laitos, Teknillinen tiedekunta, Lappeenranta, 2010.
28. Bennington, C.P.J., Mixing gases into medium-consistency pulp suspensions using rotary devices, *Tappi Journal*, **76**(1993) 7, s.77-86
29. Päykkönen, J., Laboratoriomikserin/reaktoin käyttöönotto, *opinnäytetyö*, Etelä-Karjalan Ammattikorkeakoulu, Paperiteknikka, Prosessi- ja paperiteollisuuden suunnittelu, Imatra, 2008.
30. Härkönen, E.J., Variables Influencing the Power Consumption in Medium-Consistency Mixing, TAPPI Seminar notes, 1985, s. 45-49.
31. Bennington, C.P.J., Azevedo, G., John, D.A., Birt, S.M., Wolgast, B.H., The yield stress of medium- and high-consistency mechanical pulp fibre suspensions at high gas contents, *Journal of Pulp and Paper Science*, **21**(1995) 4, s. J111-J118.
32. Honkanen, M., Eloranta, H., Saarenrinne, P., Digital imaging measurement of dense multiphase flows in industrial processes, *Flow Measurement and Instrumentation*, **21**(2010) 1, s. 25-32.
33. Rautiainen, R., Sulpun kuvantaminen painelajittelussa, *diplomityö*, Lappeenrannan teknillinen yliopisto, tietotekniikan osasto, Lappeenranta, 2007.
34. Pegau, S.W., Gray, D., Zaneveld, R.V., Absorption and attenuation of visible and near-infrared light in water: Dependence on temperature and salinity, *Applied optics*, **36**(1997) 24, s. 6035-6046.
35. Friedman, E., Poole, L., Cherdak, A., Houghton, W., Absorption coefficient instrument for turbid natural waters, *Applied optics*, **19**(1980) 10, s. 1688-1693.
36. Cavitar Oy, www.cavitar.com, 22.2.2011.
37. Guevara-López, E., Sanjuan-Galindo, R., Córdova-Aguilar, Ma.S., Corkidi, G., Ascanio, G., Galindo, E., High-speed visualization of multiphase dispersions in a mixing tank, *Chemical Engineering Research and Design*, **86**(2008) 12A, s. 1382-1387.

LIITELUETTELO

LIITE I	Koesuunnitelma
LIITE II	Koeajopöytäkirja
LIITE III	Kuplakokojakaumien laskentatulokset
LIITE IV	Tehonkulutuskokeiden tulokset

Taulukko I. Koesuunnitelma. Kaikissa koepisteissä suspension sakeus 10 %, sekoittimen kaasusisältö 20 % ja paine 4,5 bar.

Koepiste	N, min ⁻¹	Kuvausyhde	Kuitutyyppe
1,1	1200	kansi; 1,7 cm reunasta	koivu
1,2	1200	kansi; 2,5 cm reunasta	koivu
1,3	1200	kylki, ylempi	koivu
1,4	1200	kylki, alempi	koivu
2,1	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	koivu
2,2	2400	kansi; 2,5 cm reunasta	koivu
2,3	2400	kylki, ylempi	koivu
2,4	2400	kylki, alempi	koivu
3,1	1200	kansi; 1,7 cm reunasta	mänty
3,2	1200	kansi; 2,5 cm reunasta	mänty
3,3	1200	kylki, ylempi	mänty
3,4	1200	kylki, alempi	mänty
4,1	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	mänty
4,2	2400	kansi; 2,5 cm reunasta	mänty
4,3	2400	kylki, ylempi	mänty
4,4	2400	kylki, alempi	mänty

Taulukko II. Jatkokokeiden koesuunnitelma. Kaikissa koepisteissä suspension sakeus 10 %, sekoittimen kaasusisältö 20 % ja paine 4,5 bar.

Koepiste	N, min ⁻¹	Kuvausyhde	Kuitutyyppe
5	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	valkaistu mänty
6	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	valkaistu koivu
7	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	koivu + mäntysuodos
8	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	valkaistu koivu + mäntysuodos

Taulukko III. Tehonkulutuskokeiden koesuunnitelma. Kaikissa koepisteissä suspension sakeus 10 % ja hapen paine 4,5 bar. Lisäksi tehonkulutukset vedelle mitattu myös paineistamattomassa sekoittimessa.

Koepiste	N, min¹	Täyttöaste, %	Kuitutyyppi
9	2400	60	mänty
10	2400	70	mänty
11	2400	80	mänty
12	2400	90	mänty
13	2400	60	koivu
14	2400	70	koivu
15	2400	80	koivu
16	2400	90	koivu
17	1200	60	mänty
18	1200	70	mänty
19	1200	80	mänty
20	1200	90	mänty
21	1200	60	koivu
22	1200	70	koivu
23	1200	80	koivu
24	1200	90	koivu
25	2400	60	vesi
26	2400	70	vesi
27	2400	80	vesi
28	2400	90	vesi
29	1200	60	vesi
30	1200	70	vesi
31	1200	80	vesi
32	1200	90	vesi

Taulukko IV. Koeajopöytäkirja. Kaikissa koepisteissä suspension sakeus 10 %, sekoittimen kaasusisältö 20 % ja paine 4,5 bar. Yliviivatut lämpötilat toistoja, joita ei otettu huomioon laskennassa.

Koepiste	N, min	T, °C			Kuvausyhde	Kuitutyyppi
1,1	1200	85	85	85	kansi; 1,7 cm reunasta	koivu
1,2	1200	77	81	80	kansi; 2,5 cm reunasta	koivu
1,3	1200	71	74	71	kylki, ylempi	koivu
1,4	1200	76	78	80	kylki, alempi	koivu
2,1	2400	69	70	79	kansi; 1,7 cm reunasta	koivu
2,2	2400	78	79	83	kansi; 2,5 cm reunasta	koivu
2,3	2400	70	72	82	kylki, ylempi	koivu
2,4	2400	80	82	73	kylki, alempi	koivu
3,1	1200	79	75	80	kansi; 1,7 cm reunasta	mänty
3,2	1200	60	76	81	kansi; 2,5 cm reunasta	mänty
3,3	1200	74	70	78	kylki, ylempi	mänty
3,4	1200	85	81	87	kylki, alempi	mänty
4,1	2400	73	76	82	kansi; 1,7 cm reunasta	mänty
4,2	2400	73	74	65	kansi; 2,5 cm reunasta	mänty
4,3	2400	70	76	82	kylki, ylempi	mänty
4,4	2400	78	83	83	kylki, alempi	mänty
5	2400	76			kansi; 1,7 cm reunasta	valkaistu mänty
6	2400	76			kansi; 1,7 cm reunasta	valkaistu koivu
7	2400	73	86		kansi; 1,7 cm reunasta	koivu + mäntysuodos
8	2400	76			kansi; 1,7 cm reunasta	valkaistu koivu + mäntysuodos

Taulukko V. Kuplakokoanalyysien tulokset

Kuitutyyppe	N min ⁻¹	Kuvausyhde	Kuvat kpl	Kuplat kpl	ΣV mm ³	Keskiarvo mm	Mediaani mm	Moodi mm	Keskihajonta mm	Min mm	Max mm
koivu	1200	kansi; 1,7 cm reunasta	29	59	0,015	0,062	0,059	0,040	0,033	0,014	0,194
		kansi; 2,5 cm reunasta	29	50	0,112	0,063	0,049	0,045	0,078	0,017	0,683
		kylki; ylempi	29	67	0,258	0,077	0,055	0,021	0,094	0,011	0,904
		kylki; alempi	29	67	0,011	0,059	0,041	0,027	0,052	0,013	0,365
koivu	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	8	140	0,039	0,048	0,036	0,039	0,049	0,011	0,649
		kansi; 2,5 cm reunasta	8	139	0,009	0,038	0,032	0,027	0,021	0,011	0,178
		kylki; ylempi	8	153	0,016	0,043	0,039	0,027	0,026	0,012	0,172
		kylki; alempi	8	170	0,007	0,034	0,031	0,018	0,016	0,012	0,134
mänty	1200	kansi; 1,7 cm reunasta	8	184	0,017	0,043	0,037	0,033	0,023	0,013	0,205
		kansi; 2,5 cm reunasta	8	211	0,021	0,046	0,040	0,029	0,023	0,014	0,150
		kylki; ylempi	8	154	0,015	0,046	0,042	0,031	0,023	0,017	0,161
		kylki; alempi	8	132	0,014	0,039	0,031	0,023	0,028	0,009	0,215
mänty	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	8	431	0,016	0,035	0,032	0,024	0,015	0,012	0,102
		kansi; 2,5 cm reunasta	8	424	0,010	0,029	0,026	0,020	0,013	0,010	0,108
		kylki; ylempi	8	549	0,017	0,033	0,030	0,023	0,014	0,010	0,119
		kylki; alempi	8	349	0,009	0,032	0,029	0,024	0,013	0,010	0,110
valkaistu mänty	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	8	30	0,004	0,035	0,029	0,025	0,022	0,009	0,117
valkaistu koivu	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	8	49	0,002	0,036	0,030	0,019	0,024	0,014	0,160
koivu+mäntysuodos	2400	kansi; 1,7 cm reunasta	8	161	0,010	0,037	0,031	0,030	0,021	0,011	0,153

Taulukko VI. Rinnakkaismäärittysten väliset kuplakokoluokittaiset suhteelliset virheet koepisteittäin

d, mm	1,1	1,2	1,3	1,4	2,1	2,2	2,3	2,4	3,1	3,2	3,3	3,4	4,1	4,2	4,3	4,4	5	6	7	8
<0,01	-	-	-	-	-	-	-	0,0 %	-	-	-	100,0 %	-	-	-	100,0 %	-	-	-	-
0,01-0,02	50,0 %	33,3 %	0,0 %	-	22,6 %	30,0 %	-	64,7 %	27,3 %	25,0 %	-	20,0 %	-	-	12,9 %	25,6 %	-	-	1,8 %	-
0,02-0,03	28,6 %	53,8 %	0,0 %	-	3,9 %	17,6 %	-	16,8 %	13,4 %	5,4 %	-	1,2 %	-	-	2,6 %	3,1 %	-	-	34,7 %	-
0,03-0,04	25,0 %	33,3 %	13,3 %	-	10,7 %	4,1 %	-	3,5 %	13,8 %	5,1 %	-	16,7 %	-	-	4,1 %	5,5 %	-	-	34,6 %	-
0,04-0,05	8,3 %	0,0 %	43,5 %	-	6,7 %	19,4 %	-	14,3 %	8,8 %	1,2 %	-	6,3 %	-	-	2,2 %	1,1 %	-	-	4,2 %	-
0,05-0,06	33,3 %	45,5 %	72,2 %	-	4,0 %	16,1 %	-	7,7 %	5,3 %	13,6 %	-	66,7 %	-	-	24,5 %	9,1 %	-	-	15,4 %	-
0,06-0,07	6,7 %	25,0 %	40,0 %	-	16,7 %	19,1 %	-	11,1 %	57,9 %	3,0 %	-	25,0 %	-	-	15,4 %	71,4 %	-	-	22,2 %	-
0,07-0,08	6,7 %	11,1 %	0,0 %	-	25,0 %	14,4 %	-	60,0 %	42,9 %	14,3 %	-	66,7 %	-	-	0,0 %	14,3 %	-	-	11,1 %	-
0,08-0,09	50,0 %	33,3 %	33,3 %	-	12,5 %	66,1 %	-	0,0 %	14,3 %	25,0 %	-	42,9 %	-	-	55,6 %	100,0 %	-	-	33,3 %	-
0,09-0,1	100,0 %	0,0 %	100,0 %	-	100,0 %	0,0 %	-	100,0 %	20,0 %	14,3 %	-	33,3 %	-	-	100,0 %	0,0 %	-	-	50,0 %	-
0,10-0,11	20,0 %	20,0 %	0,0 %	-	14,3 %	100,0 %	-	100,0 %	100,0 %	100,0 %	-	100,0 %	-	-	-	0,0 %	-	-	0,0 %	-
0,11-0,12	33,3 %	-	0,0 %	-	0,0 %	100,0 %	-	-	100,0 %	55,6 %	-	100,0 %	-	-	100,0 %	100,0 %	-	-	0,0 %	-
0,12-0,13	100,0 %	-	33,3 %	-	100,0 %	-	-	-	100,0 %	33,3 %	-	100,0 %	-	-	-	0,0 %	-	-	100,0 %	-
0,13-0,14	0,0 %	-	33,3 %	-	100,0 %	100,0 %	-	100,0 %	100,0 %	100,0 %	-	-	-	-	-	0,0 %	-	-	-	-
0,14-0,15	100,0 %	-	2,7 %	-	0,0 %	100,0 %	-	-	100,0 %	-	-	100,0 %	-	-	-	0,0 %	-	-	-	-
>0,15	33,3 %	100,0 %	81,8 %	-	66,7 %	100,0 %	-	-	100,0 %	100,0 %	-	100,0 %	-	-	-	0,0 %	-	-	100,0 %	-

Taulukko VII. Tehonkulutuskokeiden tulokset kuitususpensioille. Tehonkulutuksena on esitetty kuplakokoanalyysiinkin käytetyn aikajakson 3 – 5 s. sekoituksen alusta tehonkulutuksen keskiarvo

Kuitutyyppe	N, min¹	Täyttöaste, %	Tehonkulutus, kW
mänty	2400	60	5261,5
	2400	70	6008,3
	2400	80	6949,9
	2400	90	7937,7
koivu	2400	60	5019,6
	2400	70	5453,1
	2400	80	5804,4
	2400	90	6449,2
mänty	1200	60	1806,7
	1200	70	2069,5
	1200	80	2417,7
	1200	90	3169,9
koivu	1200	60	1282,2
	1200	70	1381,7
	1200	80	1859,1
	1200	90	2083,0

Taulukko VIII. Tehonkulutuskokeiden tulokset vedelle. Tehonkulutuksena on esitetty kuplakokoanalyysiinkin käytetyn aikajakson 3 – 5 s. sekoituksen alusta tehonkulutuksen keskiarvo

N, min¹	Täyttöaste, %	Tehonkulutus, kW	
		paine 4,5 bar	ei painetta
2400	60	2485,5	759,0
2400	70	2867,8	767,6
2400	80	3016,1	842,4
2400	90	2907,1	759,0
1200	60	896,6	2713,1
1200	70	929,7	2717,4
1200	80	930,6	2925,9
1200	90	937,1	2742,5