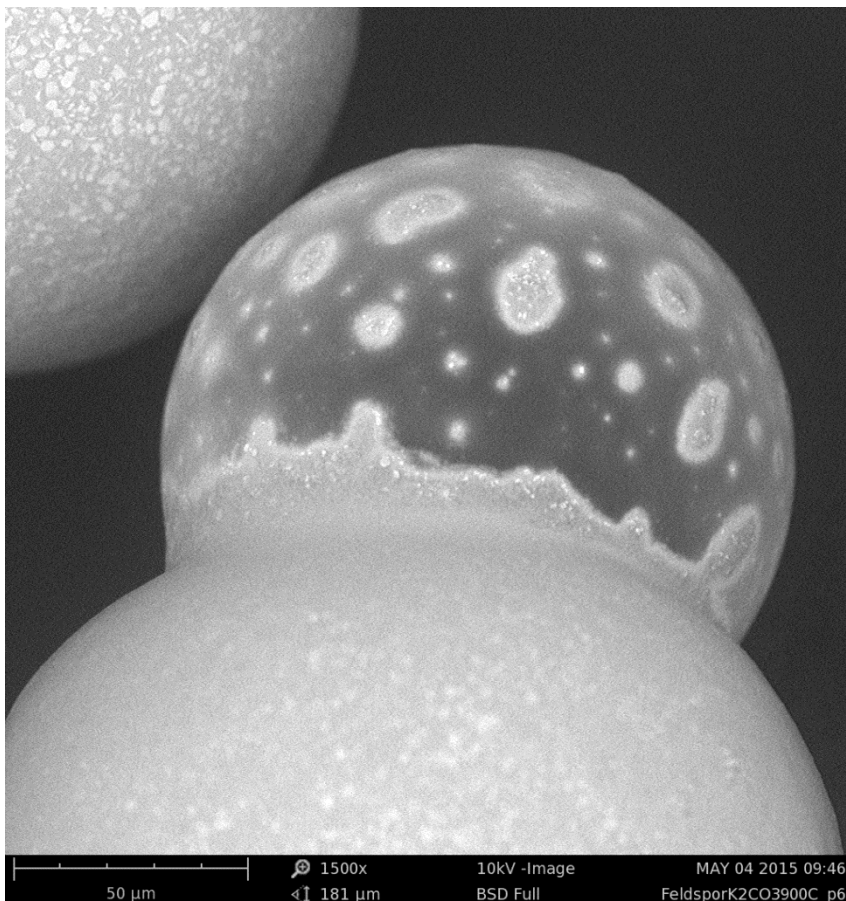




CHALMERS



Interaktion mellan syrebärare och bioaska

Möjligheterna att använda mangan-kiselsyrebärare vid bränsleomvandling

Kandidatarbete inom Kemiteknik och Kemiteknik med fysik

Dennis Adolfsson, Isabella Fröderberg, Alexander Holm, Axel Martinsson, Fredrik Hildor f.d.Nyberg och Jim Sjöberg

Institutionen för Kemi och Kemiteknik
Avdelningen Energi och Material
Handledare: Henrik Leion, Pavleta Knutsson, Volkmar Frick, Dongmei Zhao
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige 2015
Kandidatarbete: KBTX01-15-04

Interaction between oxygen carrier and bio ash

Abstract

One of the great challenges today and in the near future is the greenhouse effect, which is heavily influenced by the amount of carbon dioxide being released to the atmosphere. One way to reduce the excessive release of carbon dioxide is to remove it from the flue gasses during combustion. The removal of carbon dioxide is a very expensive and energy consuming process in regular combustion plants. Chemical-looping combustion (CLC) is a newly developed method of combustion, where the gasses inherently are separated into two flows; one containing air with little oxygen and the other containing carbon dioxide and water. This separation of gas flows makes it both easy and cheap to later separate the carbon dioxide from the water. The carbon dioxide can then be compressed and stored away. A very important component in the CLC-process is the particles which provide the combustion with oxygen, the oxygen carrier. In order to apply the usage of oxygen carriers industrially, a long particle life time is required. This means that the oxygen carrier must not interact with the ashes from the fuel. Oxygen carriers containing a combination of manganese and silicon have, in earlier research, shown to be an efficient oxygen carrier. These oxygen carriers are both safe and can be found naturally in ore, which means that the cost of production is low.

This report examines three oxygen carriers with different ratios of manganese and silicon, and their interaction with three components commonly encountered in ashes from biofuel. The three oxygen carriers, M2 (6 wt.% silicon), M3 (10 wt.% silicon) and M9 (25 wt.% silicon) as well as two reference samples were placed separately in furnaces together with potassium carbonate, calcium carbonate and calcium phosphate at a temperature of 850⁰C. Two furnaces were used, where the air reactor in the CLC-process was represented with an oxidising environment and the fuel reactor with a reducing environment. After the samples had cooled down, they were analysed with x-ray diffraction (XRD) in order to detect whether any chemical reactions had taken place. The particles' surfaces were analysed with a scanning electron microscope (SEM) in order to determine which kind of interaction that had occurred and lastly, to analyse the distribution of elements inside the particles, energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDS) was used.

This method is well suited for investigating the interactions between the oxygen carriers and the different ash components since the contact surface of ash and oxygen carrier was larger than in an actual CLC process. According to our study, M9 is the best oxygen carrier out of the three carriers investigated. This because M9 showed the least interaction with the ash components examined. Furthermore, all three oxygen carriers showed less agglomeration tendencies than the traditional silica, which is commonly used in fluidised bed combustion and should thus be superior for that application.

Sammanfattning

Ett av dagens och framtidens stora miljöproblem är växthuseffekten, som till stor del beror på ökade utsläpp av främst koldioxid till atmosfären. Ett sätt att minska de storskaliga koldioxidutsläppen är att avskilja den bildade koldioxiden efter förbränning. Att avskilja koldioxid från rökgaser i ett vanligt förbränningskraftverk är en mycket dyr och energikrävande process. Kemcyklisk förbränning (CLC) är en ny förbränningsmetod som utvecklats. CLC är konstruerad så att rökgasen delas upp i två separata flöden, syrefattig luft respektive koldioxid och vatten. Uppdelningen av rökgasen gör att koldioxiden enkelt och billigt kan avskiljas och komprimeras för lagring. En viktig komponent i kemcyklisk förbränning är partiklarna som förser bränsleomvandlingen med syre, syrebärarna. För att en syrebärare ska vara effektiv krävs det att den kan återanvändas under en lång tid. Syrebäraren får då inte interagera med förbränningaskan i någon större utsträckning. Syrebärare innehållande en kombination av mangan och kisel har i tidigare försök visat sig vara effektiva. De är ofarliga och förekommer dessutom naturligt i malm, vilket betyder att framställningskostnaderna för denna syrebärare är låga.

Denna studie behandlar tre syrebärare med olika sammansättning av mangan och kisel och deras interaktion med tre vanligt förekommande komponenter i bioaska. De tre syrebärarna M2 (6 vikt% kiseloxid), M3 (10 vikt% kiseloxid) och M9 (25 vikt% kiseloxid) samt två referensprov placerades i ugnar där proverna upphettades till 850°C, tillsammans med kaliumkarbonat, kalciumkarbonat respektive kalciumfosfat. Två ugnar användes där luftreaktorn i CLC representerades med oxiderande miljö och bränslereaktorn med reducerande miljö. Proverna analyserades efter avsvälning med röntgendiffraktion för att se om någon kemisk reaktion skett. Med svepelektronmikroskop analyserades partiklarnas yta för att avgöra vilken sorts interaktion som skett. För att analysera fördelningen av de ingående elementen i partiklarna användes energidispergerande röntgendiffraktion.

Metoden gav goda möjligheter att undersöka interaktioner mellan syrebärarna och de olika askkomponenterna. Studien tyder på att M9 är den av de tre syrebärarna som lämpar sig bäst i CLC då den uppvisat minst interaktioner med de tre undersökta askkomponenterna. Undersökningen visade också på att alla dessa tre syrebärare har mindre tendens till agglomeration än den traditionella kiseldioxiden som används i cirkulerande fluidiserad bäddpannor. Således vore samtliga syrebärare ett bättre alternativ än den kiseldioxid som används idag.

Innehållsförteckning

Abstract.....	ii
Sammanfattning.....	iii
1. Inledning.....	1
2. Syfte.....	3
3. Teoretisk bakgrund.....	3
3.1. Cirkulerande fluidiserad bädd (CFB).....	3
3.2. Kemcyklisk förbränning (CLC).....	3
3.3. Agglomeration.....	5
3.4. Syrebärare.....	5
3.4.1. Mangan-kiselsyrebärare.....	6
3.5. Aska.....	7
3.6. Utrustning för analys.....	8
3.6.1. Röntgendiffraktion (XRD).....	8
3.6.2. Svepelektronmikroskopi (SEM).....	9
3.6.3. Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS).....	9
4. Utförande.....	9
5. Metod.....	10
6. Resultat.....	11
6.1 Colormax Elkem – manganoxid.....	12
6.2 M2 – Mn ₂ O ₃ , 6 vikt% kiseldioxid.....	13
6.3 M3 – Mn ₂ O ₃ , 10 vikt% kiseldioxid.....	14
6.4 M9 – Mn ₂ O ₃ , 25 vikt% kiseldioxid.....	15
6.5 Kiseldioxid.....	16
6.6 Resultat från SEM och EDS på partiklar och genomskärningar.....	16
7. Diskussion.....	20
8. Slutsatser.....	23
Referenser.....	24
Bilaga XRD.....	1
Bilaga SEM.....	17
Bilaga EDS.....	85

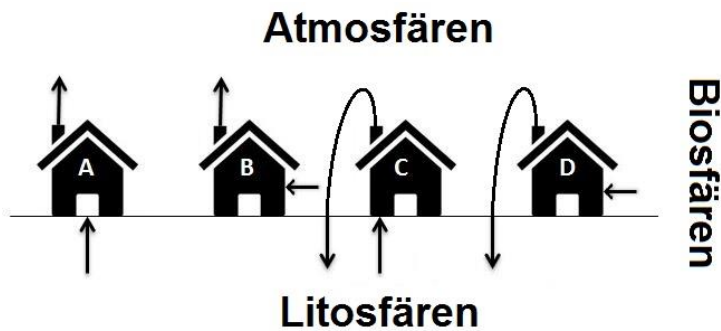
1. Inledning

Ett av dagens och framtidens stora miljöproblem är klimatförändringarna och växthuseffekten. Växthuseffekten är en förutsättning för att det ska kunna finnas liv på jorden, men en ökning av växthuseffekten kan leda till stora klimatproblem. Ökningen av växthuseffekten idag beror på ökade utsläpp av växthusgaser, där koldioxid är den mest bidragande. Enligt Världsnaturfonden står koldioxiden för omkring 60 % av jordens klimatpåverkan orsakad av långlivade växthusgaser. Koldioxid har en livstid i atmosfären på ca 100 år, vilket gör att dess påverkan på klimatet fortsätter långt efter det faktiska utsläppet (Peterson, G., 2008). Världsnaturfonden påstår även att om vi idag skulle sluta släppa ut koldioxid helt skulle vi inte undgå en viss klimatförändring då växthusgaser ackumuleras i atmosfären. Världshaven bromsar i nuläget en del av klimatpåverkan från koldioxid då de absorberar stora mängder värme. Till slut kommer dock världshaven buffrat den mängd värme och koldioxid de är kapabla till. Då blir effekten att haven avger mer värme och koldioxid än de tar upp, vilket leder till att temperaturen på jorden kommer öka mycket fortare än den gör idag. För att undvika alltför stora framtida förändringar måste utsläppen av växthusgaser minska.

Allteftersom befolkningmängden på jorden ökar och vi får en högre levnadsstandard ökar behovet av elektricitet och värme. Med ökande behov kommer även ökade koldioxidutsläpp från el- och värmeproduktionen. Ett sätt att minska de storskaliga koldioxidutsläppen från denna sektor är att efter förbränning avskilja koldioxiden från rökgaserna. Sveriges geologiska undersökning beskriver hur koldioxiden kan komprimeras och lagras i berggrunden. I naturen har det påvisats att koldioxid kan existera i flytande form. Det ger möjlighet till att lagra utsläppt koldioxid geologiskt. Koldioxiden måste lagras vid ett sådant tryck att den är flytande, vilket innebär att lagring sker minst 800 meter ner i berget. Helst lagras koldioxiden i sedimentär berggrund där koldioxiden lägger sig mellan mineralkornen eller löser sig i vattnet som finns i porerna.

Det finns olika tekniker för avskiljning av koldioxid. Avskiljningen kan ske före förbränningen (pre-combustion), efter förbränningen (post-combustion) eller med så kallad oxyfuelteknik där förbränningen sker med syrgas istället för luft. Gemensamt för dessa tekniker är att de är energikrävande och kostsamma. Pre-combustion är en trycksatt process, post-combustion har hög energiförbrukning och kräver stor mängd lösningsmedel som tar upp koldioxiden och oxyfuel kräver en dyr och energikrävande syrgasproduktion (Hållen, J. 2010).

Avskiljning av koldioxid från bränsleomvandling med biobränslen ger möjlighet till negativa utsläpp (Bio-energy with carbon capture, BECCS). Vid lagring av koldioxid från energiomvandling av biobränslen lagras kol som bundits upp av biosfären utan att koldioxiden släpps ut, se figur 1D.



Figur 1. Bild A illustrerar förbränning av fossila bränslen. Kol tas upp från litosfären, förbränns och tillförs atmosfären. Bild B illustrerar förbränning med biobränslen. Kol från biosfären förbränns och återförs till atmosfären. Bild C illustrerar koldioxidinfångning med fossila bränslen. Kol tas upp, förbränns och återförs genom lagring i litosfären. Bild D illustrerar koldioxidinfångning med biobränslen. Kol från biosfären förbränns och koldioxiden lagras i litosfären i bergutrymmen (Adanez-Rubio, I., 2014).

Negativa utsläpp kan effektivt bidra till att bromsa upp människans påverkan på klimatet. Då koldioxid inte släpps ut samtidigt som det aktivt tas bort från atmosfären uppnås dubbel klimatnytta.

En ny förbränningsmetod som utvecklats och som kan leda till enklare och billigare koldioxidavskiljning är kemcyklisk förbränning (Chemical-looping combustion, CLC). CLC är konstruerad så att rökgaserna direkt delas upp i syrefattig luft respektive koldioxid och vatten. Tack vare denna uppdelning kan koldioxiden avledas och komprimeras för lagring utan att någon kostsam gasseparation krävs.

En viktig komponent i kemcyklisk förbränning är den aktiva partikel som förser bränsleomvandlingen med syre, syrebäraren. I CLC transporterar syrebäraren syre från en luftreaktor till en bränslereaktor. Partiklarna oxideras i första steget och reduceras i andra, vilket resulterar i en nettotransport av syre. Som syrebärare används ofta metalloxyder av transienta metaller som har kapacitet att ingå i redoxreaktioner. Eftersom man vill kunna köra processen utan driftstopp för byte av bäddmaterial är det viktigt att syrebäraren kan användas under långa perioder. Detta innebär att den inte får interagera med askan som bildas vid förbränningen. Interaktionen visar sig ofta genom att syrebäraren smälter samman med eller reagerar med komponenter i askan, vilket kan förstöra syrebäraren samt orsaka skador på anläggningen och dess komponenter.

Tidigare i processutvecklingen har man använt sig av syrebärare innehållande metalloxyder av koppar, nickel eller järn. Dessa har visat olika svagheter. Koppar har en låg smältpunkt och lämpar sig därför inte för förbränning vid höga temperaturer, nickel är kostsamt och även skadligt för hälsan och miljön, och järn är inte tillräckligt effektivt. Man strävar därför efter att upptäcka en syrebärare som inte är skadlig för hälsan eller miljön, har låg kostnad samt är effektivt.

Syrebärare innehållande en kombination av mangan och kisel har i tidigare försök visat sig vara ett lovande alternativ. De är effektiva syrebärare, de är ofarliga för hälsan och miljön samt att de återfinns naturligt i malm. Det senare innebär att framställningskostnaderna för mangan-kiselsyrebäraren blir låga (Arjmand, M. 2014)(Ryden, M. 2014).

Kombinationen av mangan och kisel är ett lovande alternativ till syrebärande bäddmaterial som skulle kunna användas i CLC. Ett villkor som ännu inte undersökts är hur denna syrebärare interagerar med förbränningsaskan, vilket är frågan denna studie behandlar. Undersökningarna baseras på interaktionen mellan syrebärare och huvudkomponenter i bioaska. Interaktionen mellan syrebäraren och askkomponenterna upphettades i en ugn under villkor motsvarande en fast bädd. I en fast bädd befinner sig syrebäraren och askkomponenterna stilla i ugnen, hur interaktionen påverkar flödesegenskaperna i en fluidiserad bädd har ej undersökts. Då syrebärarna ligger stilla i direkt kontakt med askkomponenterna erhålls en längre kontakttid och större kontaktyta mellan partiklarna, vilket gör att det finns större möjlighet till interaktioner.

2. Syfte

Studien syftar till att undersöka om det finns en lämplig mangan-kiselsyrebärare som är motståndskraftig och effektiv i en förbränningsanläggning med biobränslen. Det skall även undersökas vilka komplikationer som kan ske med denna typ av syrebärare vid interaktion med vanligt förekommande komponenter i bioaskor.

3. Teoretisk bakgrund

För att få en bättre förståelse för syrebärarens funktion och problem som kan uppkomma i olika användningsområden krävs förståelse för vad en cirkulerande fluidiserad bäddpanna är och vad CLC-processen är. Förståelse för vilka typer av interaktioner som sker mellan syrebäraren och askan är avgörande för att kunna bedöma om mangan-kiselsyrebäraren är bra en kandidat som syrebärande material.

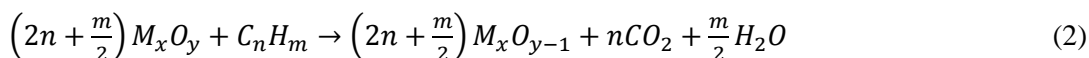
3.1. Cirkulerande fluidiserad bädd (CFB)

En cirkulerande fluidiserad bäddpanna är konstruerad så att oxidationsmedlet, oftast luft, tillsätts från botten eller sidorna. På så sätt fluidiseras bädden, i vilken förbränningen sker. Pannan är även konstruerad så att hela bädden cirkulerar. Bädden består av små partiklar inert material som har till uppgift att öka värmeöverföringen i förbränningsanläggningen samt bidra till en jämnare temperaturprofil. Bäddpartiklar som följer med rökgaserna avskiljs med ett cyklonfilter och återförs till bädden (Yang, W., 2003. s.257).

För att förbränningen och bädden skall fungera optimalt är partikelstorleken viktig. En för liten partikel kommer inte avskiljas från rökgaserna i cyklonfiltret, en för stor kommer ha svårigheter att fluidiseras och en inhomogen partikelstorlek ger en ojämn hastighet i pannan. Partikelstorleken kan förändras om bäddmaterialet smälter samman eller på något sätt interagerar med askan från förbränningen (Yang, W., 2003. s.257).

3.2. Kemcyklisk förbränning (CLC)

I en kemcyklisk förbränningsprocess delas förbränningssteget upp i två reaktorer, vilket illustreras i figur 2. En luftreaktor där syrebäraren oxideras enligt ekvation 1 och en bränslereaktor där förbränningen av bränslet sker genom att bränslet reagerar med syret från syrebäraren enligt ekvation 2 (Abad, A. Et al., 2015).

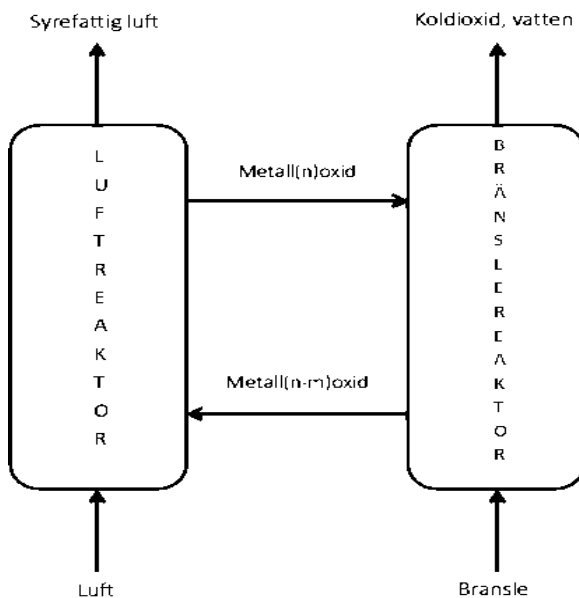


Syrebäraren kan även släppa syrgas spontant i ett, för varje syrebärare specifikt, temperaturintervall kallat chemical looping oxygen uncoupling (CLOU). I CLOU-intervallet bildas syrgas som ett mellansteg enligt ekvation 3 och 4 (Abad, A. Et al., 2015).



En syrebärare med CLOU-egenskaper leder till en effektivare förbränningsreaktion än en syrebärare som kräver en reducerande reaktion. Förbränningen sker då direkt med syrgasmolekylen istället för syreatomer på syrebärarens yta (Ryden, M. 2014 1924-1932).

Efter oxidation i luftreaktorn transporterar syrebäraren syre till bränslereaktorn. När syrebäraren avgett syret i bränslereaktorn förs den tillbaka till luftreaktorn och oxideras på nytt.



Figur 2. Illustration över en kemcyklisk förbränningsprocess.

Bränsleomvandlingen äger rum i bränslereaktorn och det är i bränslereaktorn förbränningsaskan återfinns. Efter bränsleomvandlingen separeras majoriteten av askan bort genom en cyklon. Det finns risk att en viss mängd aska överförs till luftreaktorn, det är dock en försumbar mängd jämfört med mängden syrebärare i luftreaktorn. I CLC delas rökgasen upp i två gasflöden. Ur luftreaktorn flödar syrefattig luft och ur bränslereaktorn flödar koldioxid och vatten. Detta gör att koldioxiden enkelt kan avskiljas och komprimeras för att lagras (Adanez-Rubio, I., 2014).

3.3. Agglomeration

Då en syrebärare bör fungera effektivt så länge som möjligt utan stopp för utbyte av bäddmaterial, är det av intresse att undersöka hur och när komponenter från askan interagerar med syrebäraren. Ett vanligt problem är att partiklarna sammanfogas, så kallad agglomeration. Det finns olika förslag på hur detta uppstår och vilka mekanismer som ligger bakom. Dessa kan beskrivas med två förenklade förlopp. Det första förloppet innebär att askkomponenter reagerar med bäddmaterialet och bildar nya föreningar som sedan smälter och binder ihop partiklarna. Det andra innebär att en eller flera askkomponenter smälter samman med syrebäraren och binder ihop partiklarna i bädden. I det första fallet sker alltid en kemisk reaktion och en effekt av detta är att partiklarna då ofta får ett täckande överdrag. I det senare fallet är agglomerationen en fysisk process vilket innebär att den är oberoende av bäddmaterialets sammansättning. Därmed beror agglomerationen endast av smältpunkten hos askan (Elled, A. L 2013 s.696-708).

3.4. Syrebärare

En syrebärare är ett fast ämne som transporterar syre, exempelvis till en förbränning. Det finns olika typer av syrebärare såsom monometalloxider, kombinerade metalloxider och syrebärare med perovskitstruktur. Monometalloxider är ämnen med endast en metalloxid som till exempel koppar(II)oxid och järn(III)oxid. Kombinerade metalloxider är en heterogen blandning av två eller flera metalloxider som till exempel mangan-järnoxider och mangan-kiseloxider. Båda dessa typer av syrebärare har syret inbundet i kristallstrukturen där denna ändras vid övergång från oxiderad till reducerad form. Detta gäller inte syrebärarna med perovskitstruktur. Med dessa syrebärare kan mängden inbundet syre varieras genom att till exempel reglera temperaturen eller partialtrycket av syre. Materialet bibehåller sin kristallstruktur genom att öka eller minska andelen tomrum i kristallen där en syreatom saknas, så kallade syrevakanser. Ett exempel på denna typ av syrebärare är $\text{CaMnO}_{3-\delta}$. Vanligt förekommande metaller i alla dessa tre syrebärartyper är järn, koppar, nickel och mangan (Bhavsar, S. 2014, s. 268-269) (Ryden, M. 2014 1924-1932).

Syrebärare håller en högre syremängd per volymenhet än luft trots att de bara innehåller ett par procent tillgängligt syre. Detta då syrebärarens densitet är mycket högre än för luft. I en förbränningsanläggning kan syrebärarens höga syredensitet utnyttjas för att uppnå en effektivare förbränning. Med en effektivare förbränning åtgår en mindre mängd bränsle för att få ut samma mängd energi, vilket leder till mindre utsläpp av koldioxid och ett minskat bidrag till växthuseffekten (Arjmand, M. 2014 s.19488-19497).

Syrebärare tillverkas oftast genom spraytorkning eller frysgranulering. Spraytorkning är en tillverkningsmetod som använder en aerosol fas för att torka partiklar. En flytande produkt sprids under högt tryck i toppen av en kammare och de små dropparna som bildas torkas med hjälp av het luft när de faller ner genom kammaren (Vehring, R., 2007).

Frysgranulering är en teknik som möjliggör bevarandet av homogenitet bland partiklarna från en suspension till torrt granulär. Genom att frysa suspensionen i flytande kväve och därefter låta den sublimeras eliminerar risken för segregation och en homogen partikelstorlek erhålls (Cho, P. 2004 s.1215-1225).

Då syrebärare används i förbränningsanläggningar används ofta någon form av bärrmaterial i kombination med den syrebärande metalloxygen. Tidigare undersökningar har visat att den termiska stabiliteten och livslängden för syrebäraren kan ökas genom att använda inerta bärrmaterial. Exempel på bärrmaterial som kan användas är aluminium(II)oxid, kiseldioxid, zirkoniumdioxid samt magnesium-aluminiumoxid (Bhavsar, S. 2014, s. 268-269).

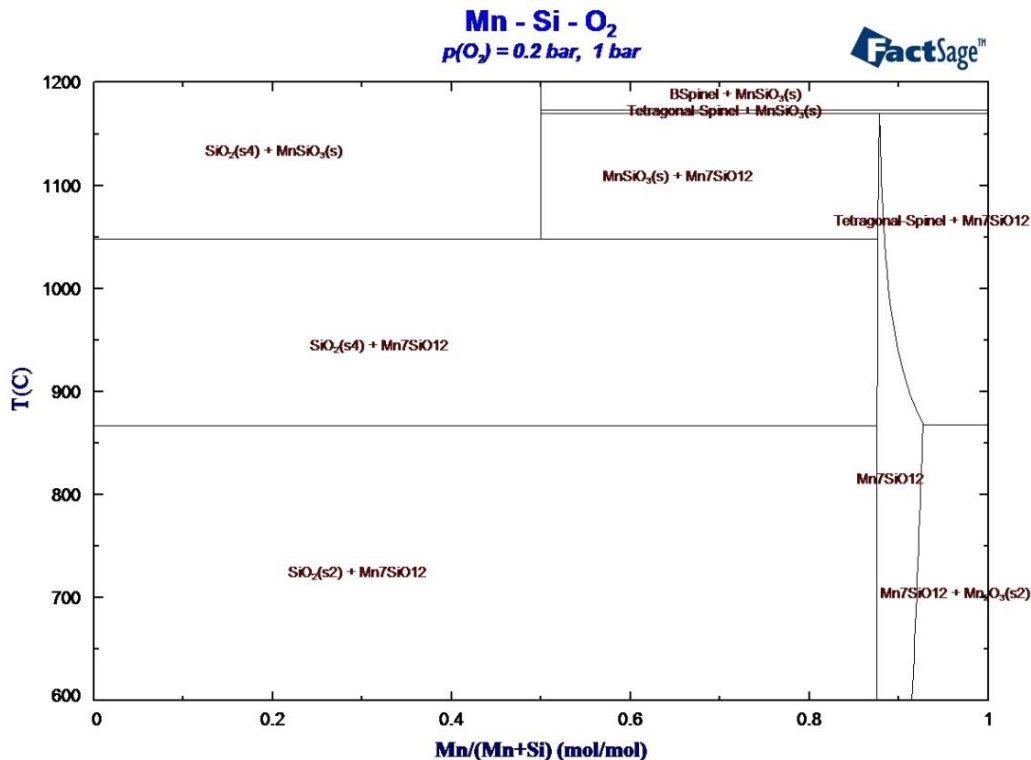
Ett alternativ till att använda homogena syrebärare är att skapa en beläggning av syrebäraren på ett bärrmaterial genom så kallad incipient wetness impregnation (IWI). Vid IWI utnyttjar man kapillärverkan genom att låta en lösning av syrebäraren absorberas av bärrmaterialens porer. När materialet sedan torkat erhålls en fast beläggning av syrebärare på bärrmaterialens ytskikt (Bhavsar, S. 2014, s. 268-269).

Forskning på syrebärare har främst riktat sig mot syntetiskt framställda material. Dessa material genomgår dock flera uppberbningssteg för att uppnå rätt sammansättning och partikelstorlek. Ett alternativ till detta skulle vara att använda biprodukter från industri eller mineralmalm. Det senare alternativet skulle vara attraktivt då flera kombinerade metalloxygen som undersökts återfinns naturligt i olika malmer. För att sedan erhålla ett material som skulle kunna användas som syrebärare behöver man endast krossa malmen till lämplig storlek (Hanjing, T. 2013, s. 4108-4110).

3.4.1. Mangan-kiselsyrebärare

Mangan-kiselbaserade syrebärare har visat sig lovande vid användning i förbränningsanläggningar tack vare dess CLOU-egenskaper. Denna syrebärare har även visat sig vara svaveltolerant vilket är bra i CLC som körs med svavelhaltiga bränslen.

Mangan-kiselsyrebäraren har olika faser vid olika temperaturer och blandningar, se figur 3. De olika faserna för syrebäraren har stor betydelse för dess olika egenskaper. CLOU-egenskaperna är olika vid olika förhållande kiseloxid i proverna. Tidigare undersökningar har visat på att syrebärarens förmåga att släppa syre genom CLOU minskar vid ökad halt av kisel (Arjmand, M. 2014, s. 19488-19497).



Figur 3. Teoretiskt fasdiagram för mangan-kiselsyrebararna som behandlas i denna studie. Blandningens andel mangan anges på x-axeln och temperaturen på y-axeln. Diagrammet är beräknat med FactSage 6.4 för olika blandningar av mangan och kisel vid 1 bar med 0,2 bars partialtryck av syre. I det nedre vänstra hörnet återfinns en blandning av braunit och kvarts. Den långsmala sektionen kring 0,9 består av ren braunit. Det nedre högra hörnet är en blandning av braunit och bixbyit (Arjmand, M. 2014).

3.5. Aska

Aska är en restprodukt från förbränning. Askor innehåller många olika typer av ämnen, exempelvis mineraler och andra icke-brännbara föreningar samt till viss del oförbrända polyaromater. Polyaromaterna kan utgöra så mycket som 2 % av askan då dessa brinner väldigt långsamt. (Saqib, N., 2014, s.2505-2519). Olika typer av bränslen innehåller olika koncentrationer av ämnen som bidrar till askbildning. Därmed så kan askinnehållet och askmängden variera mycket mellan olika bränslen. Generellt kan man dela upp fasta bränslen i tre olika bränslekategorier; biomassa, avfall och fossila bränslen.

Det går att se vissa samband tillhörande olika typer av bränslekategorier och vilka element som ofta förekommer i dess askor. Vanligt förekommande ämnen i biomassa är kalium, kalcium, fosfor och kisel (McDonough, W.F., 2000). Kiset kommer ofta från föroreningar i bränslet. Generellt har aska från biomassa relativt låga halter av tungmetaller jämfört med aska från avfall. Avfall från både industri och hushållsavfall har ofta högre halter av metaller som zink, koppar, nickel, och bly än både biomassa och fossila bränslen. Fossila bränslen som stenkol har ofta höga kiselhalter då det bryts från marken, men även höga halter av svavel. Svavelhalten varierar kraftigt beroende på typen av kol (Vassilev, S. V. 2010, s.913-933).

Aska kan delas in i flygaska och bottenaska. Flygaskan är den lättare askan som följer med rökgaserna vid en förbränningsprocess och bottenaska är den aska som stannar kvar i bränslereaktorn. Dessa askor har olika typer av sammansättning även för samma bränsle eftersom lättare partiklar eller ämnen med hög flyktighet hamnar i flygaskan och tyngre partiklar med låg flyktighet stannar i bottenaskan (Querol, X., 2002. s. 413 – 423). Bottenaskan separeras bort från bränslereaktorn genom att en del av bädden tas ut som bäddaska. Bäddaskan innehåller därmed både bottenaska och syrebärare. Flygaskan separeras bort genom stoftrening i rökgasgången, vilket innebär att flygaskan faller ut vid veckade hinder i rökgasgången. (Cuadrat, A., 2012)

Det finns flera typer av biomassa, dessa producerar olika mängder aska. Mängden aska kan variera från 0,3 vikt% hos torr barrved till 20 vikt% hos återvunnet trädbränsle (Ringman, M. 1995). Mindre mängd aska innebär att det finns mindre utrymme för interaktion mellan askan och syrebäraren samt ett mindre slitage på utrustningen. Det har visat sig att snabbväxande grödor producerar större mängder aska jämfört med andra likvärdiga långsamväxande bibränslen (Demirbas, A. 2005 s.171-192).

Det finns några nackdelar ur ett tekniskt perspektiv med att använda biomassa som bränsle jämfört med fasta fossila bränslen. En av dessa nackdelar är att det finns fler, eller en högre andel reaktiva komponenter som exempelvis kalium och klor. Detta medför en större risk att askan reagerar med syrebäraren och på så sätt förkortar syrebärarens livslängd (Demirbas, A. 2005 s.171-192).

Endast ett fåtal undersökningar har tidigare gjorts på syrebärarens interaktioner med askkomponenter från kol. Baserat på samma metod som i denna studie har ilmenit (FeTiO_3) har visat sig vara en robust syrebärare (Keller, M., 2014). Ilmenit har vidare studerats i en fluidiserad bäddreaktor tillsammans med flera sorters kol för att avgöra vilken påverkan askan har på omsättningen av bränslet. De undersökta typerna av aska visade sig ha en negativ påverkan på bränsleomsättningen. Askans påverkade inte fluidiseringen av bädden. Studien visade även att en del av ilmenitens järn migrerat till partiklarnas yta. Migrationen av järn har en negativ effekt på syrebäraregenskaperna då ytan på partikeln blir liknande egenskaperna hos järnoxid. Fokus på dessa tidigare studier har dock varit på aska från fossilt kol (Azis, M.M., et al 2013).

3.6. Utrustning för analys

De analysmetoder som använts i denna studie är röntgendiffraktion (XRD), svepelektronmikroskopi (SEM) samt energidispergerande röntgenspektrometri (EDS).

3.6.1. Röntgendiffraktion (XRD)

XRD användes för att detektera nya föreningar som bildats genom reaktioner mellan syrebärare och askkomponent. Röntgendiffraktion grundar sig i interferensmönstret mellan röntgenvågor. Denna typ av fenomen uppkommer i XRD då en kristall bestrålas av röntgenljus, vars våglängd är av samma storleksordning som avståndet mellan atomerna i kristallen (Suryanarayana, C., 1998).

När röntgenljuset träffar kristallstrukturen reflekteras en del av ljuset och ger upphov till mönster som är unika för varje ämne och tillhörande kristallstruktur. Dessa mönster kallas diffraktionsmönster och kan liknas vid fingeravtryck. Diffraktionsmönstren kan studeras för att bestämma hur kristallstrukturen ser ut. Diffraktogrammen matchas mot en databas för att identifiera vilka ämnen som bestrålats (Suryanarayana, C., 1998).

3.6.2. Svepelektronmikroskopi (SEM)

SEM användes för att jämföra partiklarnas utseende före och efter försöken och på så sätt avgöra om och till vilken grad agglomeration skett. Svepelektronmikroskop kan användas för att se ytstrukturen på ett fast prov. När en liten del av provet bestrålas med elektroner så reflekteras de antingen mot ytan eller så slår de loss andra elektroner från provet. Utrustningen detekterar de reflekterade elektronerna och kan på så sätt avbilda ytstrukturen (Atkins, P., 2009, s.29).

3.6.3. Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)

EDS användes i samband med SEM för att studera partiklarnas elementära sammansättning i specifika punkter eller kartlägga skillnader i sammansättning över ett tvärsnitt av en partikel. Metoden fungerar så att provet avger röntgenstrålar när elektronstrålar träffar provet. Dessa röntgenstrålar kan sedan analyseras av en detektor och atomslaget samt halter kan sedan fastställas (Wu, Y., 2014).

4. Utförande

I laborationsförsöken undersöktes fem olika syrebärare, med olika förhållande av mangan och kisel, med tre vanligt förekommande askkomponenter från bioaska. Då syftet med studien varit att undersöka interaktionerna mellan syrebäraren och förbränningsaska från biobrännslan har uppvärmningstemperaturen valts till 850°C. Denna temperatur är en aning högre än den temperatur biobrännslan normalt förbränns vid. Förbränningstemperaturen är ca 200°C under mangan-kisels CLOU-intervall, men då syrebärarnas faktiska syrebäregenskaper inte undersöktes ansågs förbränningstemperaturen mer intressant.

Tre syrebärare valdes utifrån de tre olika faserna som mangan och kisel har vid temperaturen 850°C och atmosfärstryck. Dessa var braunit blandat med kvats, ren braunit och braunit blandat med bixbyit, se figur 3. Två prover innehållande kiseldioxid respektive nästintill ren manganoxid (Colormax Elkem) valdes som referensprover. Colormax Elkem har tidigare undersökts som en potentiell syrebärare (Leion, H., 2008). Syrebärarna blandades var och en för sig med askkomponenter så att tre kombinationer mellan syrebärare och askkomponent erhöles för vardera fas. Syrebärarna och deras mangan/kisel proportioner som undersöktes listas i tabell 1.

Tabell 1. Innehåll i de fem undersökta syrebärarna samt hur de framställts.

Syrebärare och referensprover	Innehåll	Ursprung
Colormax Elkem	Mn ₃ O ₄ , SiO ₂ , Al- och Fe-föreningar	Elkem As, Norge
M2	Mn ₂ O ₃ , 6 vikt% SiO ₂	Vito, Belgien
M3	Mn ₂ O ₃ , braunit, 10 vikt% SiO ₂	Vito, Belgien
M9	Mn ₂ O ₃ , braunit, 25 vikt% SiO ₂	Vito, Belgien
S5	SiO ₂	Naturligt förekommande mineral

De askkomponenter som undersöktes var kalium, kalcium och fosfor då dessa komponenter förekommer i stor utsträckning i bioaska.

Experimentet utfördes i två omgångar. Den första omgången med askkomponenterna kaliumkarbonat och kalciumkarbonat gjordes för samtliga syrebärare och referensprov. Till den andra omgången med kalciumfosfat valdes de tre syrebärarna, som uppvisade mindre interaktion än de undersöka referensproven under första omgången.

5. Metod

Innan försöken påbörjades undersöktes ugnarnas temperaturprofiler och det bestämdes var i ugnarna proven skulle placeras och vilken inställning de skulle ha för att hålla korrekt temperatur.

Då det beställdes nya keramikskepp till dessa försök brändes keramikskeppen vid 950°C för att få bort eventuella föroreningar innan försöken utfördes. Syrebärarna oxiderades var och en för sig utan askkomponenter vid 850°C i minst 8 timmar, detta gjordes med prover om 6 g.

Undersökningarna utfördes experimentellt i ugnar där syrebäraren tillsammans med en askkomponent brändes i en reducerande respektive oxiderande miljö, där den reducerande miljön efterliknade bränslereaktorn och den oxiderande miljön representerade luftreaktorn. Den oxiderande miljön i ugnen utgjordes av luft och den reducerande miljön åstadkoms genom att låta en gasblandning på fem volymprocent vätgas i argon flöda genom ugnen.

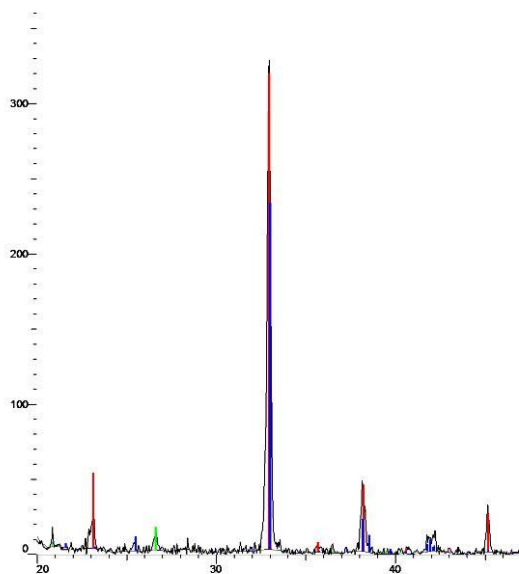
Ugnarna värmdes upp till 850°C och fick temperaturutjämnas under en timme, för att undvika överslag, innan provet fördes in. Blandningar av två gram syrebärrpartiklar och två gram mortlad askkomponent blandades i en ren bågare med sked till en jämn blandning. Blandningen portionerades sedan ut jämnt i två keramikskepp som placerades i den reducerande respektive oxiderande ugnen under sex timmar. Därefter tilläts proverna svalna i rumstemperatur. De använda keramikskeppen tvättades i kokande salpetersyra inför nästkommande experiment.

Analysen av proverna gjordes först med en pulverdiffraktometer för att undersöka vilka reaktioner som skett i ugnarna mellan syrebäraren och askkomponenten. Därefter gjordes analys med SEM, både på pulverprover och stabiliserade pulverprover ingjutna i epoxi. Med SEM togs bilder för analys av agglomerationen och det utfördes även en elementanalys med EDS av tvärsnittet för de stabiliserade proverna och på ytan av partiklarna. Det senare för att undersöka fördelningen av olika element i och på partiklarna.

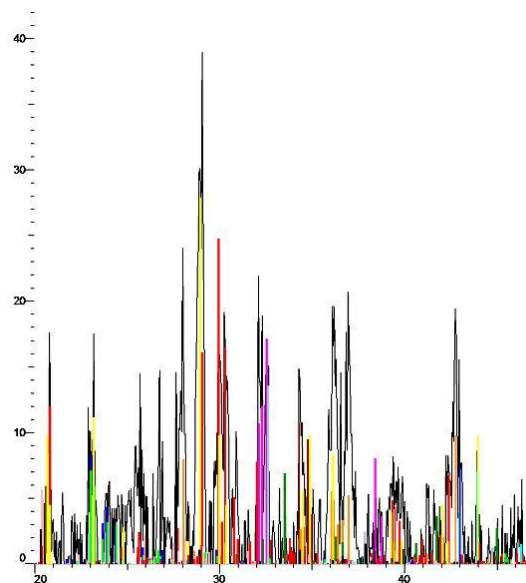
6. Resultat

För respektive syrebärare och referensprov gjordes en visuell inspektion när proven togs ur ugnarna. Här noterades om proven genomgått någon förändring i färg eller konsistens.

Med XRD undersöktes vilka komponenter proven innehöll. Diffraktogrammen som erhöles kan vara olika lätta att avläsa. Vissa prover ger ett tydligt diffraktogram med höga, väl separerade toppar, likt det som visas i figur 4. Dessa är lätta att matcha mot databasen. Andra prov ger komplexa diffraktogram med många, låga, oseparatorade toppar, se figur 5, som är svårare att matcha mot databasen.



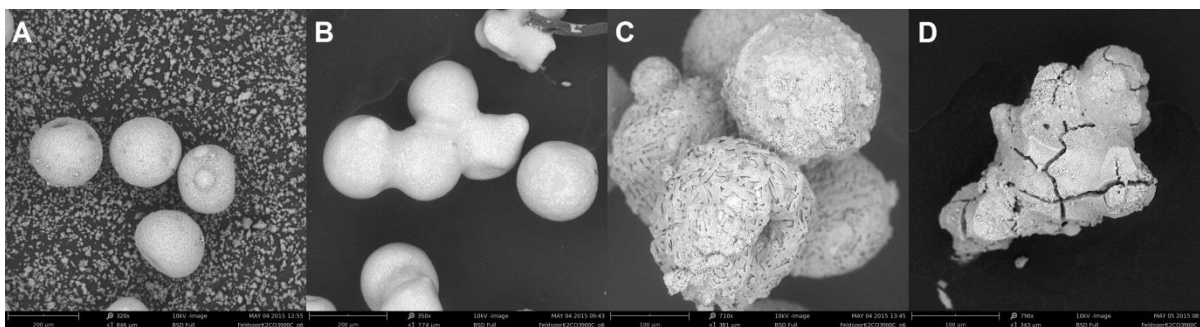
Figur 4. Exempel på lättavläst diffraktogram, här för provet M3 som endast oxiderats. Varje topp i diffraktogrammet är lätt att identifiera tack vare väl separerade toppar med hög intensitet. Det är lätt att skilja topparna från bakgrundsbruset, vilket gör det lätt att identifiera vilka ämnen som finns i provet.



Figur 5. Exempel på ett svåravläst diffraktogram, här för M3 som oxiderats tillsammans med kaliumkarbonat. Topparna i diffraktogrammet är inte väl separerade eller lätta att identifiera. Intensiteten är låg och gör det svårare att identifiera topparna från bakgrundsbruset.

Genom att tolka de diffraktogram som framställts med XRD gjordes olika iakttagelser om reaktionsbenägenhet för syrebärarna i kombination med askor. För kaliumkarbonat iaktogs att det bildats flertalet nya ämnen och därmed blev diffraktogrammen mer svåravläsa. För både kalciumkarbonat och kalciumfosfat kunde ingen skillnad för de olika syrebärarna upptäckas, då det inte bildades några nya ämnen. Den enda skillnaden som upptäcktes med kalciumkarbonaten var att det bildats kalciumoxid, även kallat brändkalk. Manganets oxidationstal förändrades oberoende av vilken askkomponent som var närvarande, det höjdes i den oxiderande miljön och det sänktes i reducerande miljön.

För att undersöka huruvida proven agglomererat användes SEM. Bilderna som erhöles från mikroskopet användes för att avgöra agglomerationens karaktär. Med SEM sågs om partiklarna blivit helt eller delvis täckta samt hur de olika partiklarna interagerade med varandra och askkomponenten. I figur 6 går det att se olika grader och typer av agglomeration.



Figur 6. Bild A visar M3 som oxiderats med kalciumkarbonat ej agglomerat. Partiklarna är svåriska och binder inte ihop med någon annan partikel. Bild B visar agglomeration hos syrebäraren M9 oxiderat med kaliumkarbonat där partiklarna är täckta med ett jämnt lager smälta. Varje enskild partikel är lätt att identifiera men de är sammangogade. Bild C visar agglomeration hos syrebäraren M2 som oxiderats med kaliumkarbonat. Partiklarnas yta är skrovlig, är lätta att identifiera och de sitter ihop med en liten kontaktyta. Bild D visar syrebäraren Colormax Elkem som oxiderats med kaliumkarbonat och som totalt förstörts, enskilda partiklar är svåra att identifiera och alla partiklarna är sammansmälta.

Diffraktogrammen, SEM-bilderna och EDS-rapporterna finns samlade i bilagorna. I följande avsnitt återfinns de sammanfattade resultaten för varje syrebärare i tabell 2-6.

6.1 Colormax Elkem – manganoxid

Innan uppvärmningen hade syrebäraren Colormax Elkem en mörkt rödbrun färg. Då askkomponenterna var vita hade blandningen en rödbrun färg innan uppvärmningen. Kalciumfosfat undersöktes inte för Colormax Elkem då detta endast var en referens.

Tabell 2. Sammanfattade resultat för referenprovet Colormax Elkem.

Askkomponent		Miljö	
		Oxidativ	Reduktiv
K ₂ CO ₃	Visuell	Hård inhomogen kakkbildning, svartgrön	Hård inhomogen kakkbildning, svartgrön
	XRD	KAl(SiO ₄), K ₂ FeO ₄ , K ₃ FeO ₄ , K ₃ AlO ₃	MnO, FeMnO, K ₂ CO ₃ , KAlSiO, Mn
	SEM	Kraftig agglomeration, sprucken yta, svåriska partiklar går att urskilja	Förstörd syrebärare, finns både helt jämnt täckta mindre partiklar och sammansmälta större stycken där ursprungspartiklarna inte är igenkänningsbara
CaCO ₃	Visuell	Porös kakkbildning, brunröd	Porös kakkbildning, ingen färgförändring
	XRD	CaO, Mn ₃ O ₄ , Mn _{2.7} Fe _{0.3} O ₄	CaO, MnO, järn-manganoxid, hausmannite
	SEM	Påväxt av kristaller på ytan	Påväxt på ytan men mindre än för oxiderat prov

Kalciumkarbonat gav inga större negativa effekter för Colormax Elkem. Få askpartiklar fastnade på ytan av syrebäraren utan att påverka grundstrukturen. Både oxiderande och reducerande miljö med kaliumkarbonat gav agglomeration. Olika grad av agglomeration iaktogs för de olika proven. I det oxiderade var det möjligt att se hur partiklar smält samman och hur ytan på partiklarna hade övergått från porös till slät. Det reducerade provet gav en kraftigare sammansmältning, endast ett fåtal ursprungspartiklar kunde urskiljas och även här hade ytan på syrebärarna övergått till slät.

6.2 M2 – Mn₂O₃, 6 vikt% kiseldioxid

Innan uppvärmningen hade syrebäraren M2 en svart färg. Då askkomponenterna var vita hade blandningen en grå färg innan uppvärmningen.

Tabell 3. Sammanfattade resultat för syrebäraren M2.

Askkomponent		Miljö	
		Oxidativ	Reduktiv
K ₂ CO ₃	Visuell	Porös yta, svartgrön	Porös hård yta, svartgrön
	XRD	K ₂ CO ₃ , K ₂ MnO ₄ , SiO ₂	MnO, Mn ₃ O ₄ , K ₂ SiO ₃ , K ₂ Mn ₂ O ₃
	SEM	Agglomeration, kristaller på ytan, inga öppna porer	Agglomeration, stora kristaller på ytan, inga porer.
CaCO ₃	Visuell	Homogent pulver, ingen färgskiftning	Homogent pulver, ingen färgskiftning
	XRD	CaO, Mn ₂ O ₃ , braunit-Q2	CaO, MnO
	SEM	Ingen agglomeration, öppna porer	Ingen agglomeration, öppna porer, fläckar innehållande mer Ca
Ca ₃ (PO ₄) ₂	Visuell	Homogent pulver, ingen färgändring	Homogent pulver, något rödaktig i färgen
	XRD	Mn ₂ O ₃ , Ca ₃ (PO ₄) ₂ , SiO ₂ , Braunit	Ca ₃ (PO ₄) ₂ , SiO ₂ , Mn ₃ O ₄ , Ca ₁₉ Mn ₂ (PO ₄) ₁₄
	SEM	Ingen agglomeration, viss kristallbildning på ytan, öppna porer	Ingen agglomeration, viss kristallbildning på ytan, öppna porer, krossad, homogen innuti

För kalciumkarbonat och kalciumfosfat fastnade få askkomponentpartiklar på syrebärarytan och ingen agglomeration kunde urskiljas. Kaliumkarbonat resulterade däremot i agglomeration och en ojämn yta för provet i reducerat tillstånd. I det oxiderade tillståndet erhöles en agglomeration där konturen av syrebärarnas grundstruktur tydligt kunde urskiljas. Ytan hade gått från porös till att bestå av kristaller.

6.3 M3 – Mn₂O₃, 10 vikt% kiseldioxid

Innan uppvärmningen hade syrebäraren M3 en svart färg. Då askkomponenterna var vita hade blandningen en grå färg innan uppvärmningen.

Tabell 4. Sammanfattade resultat för syrebäraren M3.

Askkomponent		Miljö	
		Oxidativ	Reduktiv
K ₂ CO ₃	Visuell	Porös yta, blågrön	Hård kakkbildning, grågrön
	XRD	K ₂ MnO ₄ , SiO ₂ , K ₂ CO ₃ , Mn ₂ O ₃ , Mn ₃ O ₄	MnO, K ₂ CO ₃ , SiO ₂ , K ₂ Mn ₂ O ₃
	SEM	Agglomeration, knölig täckt yta, grövre kontur	Agglomeration Svart del: skrovlig, lite porer Grön del: helt täckta av jämnt lager
CaCO ₃	Visuell	Viss klumpbildning, gråbrunröd	Kakkbildning, vitgrå
	XRD	CaO, braunit-1Q, Mn ₂ O ₃	CaO, Mn ₂ (SiO ₄), Mn ₃ O ₄
	SEM	Ingen agglomeration, porös yta	Ingen agglomeration, porös yta
Ca ₃ (PO ₄) ₂	Visuell	Homogent pulver, oförändrad färg (dock något flammig)	Homogent pulver oförändrad färg
	XRD	Ca ₃ (PO ₄) ₂ , Braunit, Mn ₂ O ₃ , SiO ₂	Ca ₃ (PO ₄) ₂ , Ca ₁₉ Mn ₂ (PO ₄) ₁₄ , Ca ₂ SiO ₄ , SiO ₂
	SEM	Ingen agglomeration, porös yta	Ingen agglomeration, porös yta, viss kristallbildning på ytan, Ca och P i kristall

Kalciumkarbonat hade minimal eller ingen inverkan alls på M3. Väldigt få askpartiklar återfanns på syrebärarens yta. Detta till skillnad från kalciumfosfat som tenderade till att samlas i stora mängder på partiklarnas yta, något mer i det reducerade tillståndet än det oxiderade. Med kaliumkarbonat bildades det en tydlig agglomeration i reducerande tillstånd och i det oxiderade provet. Ytan hade slätats till men hade fortfarande viss porositet för det reducerade provet, medan det oxiderade provet blivit skrovlig.

6.4 M9 – Mn₂O₃, 25 vikt% kiseldioxid

Innan uppvärmningen hade syrebäraren M9 en svart färg. Då askkomponenterna var vita hade blandningen en grå färg innan uppvärmningen.

Tabell 5. Sammanfattade resultat för syrebäraren M9.

Askkomponent		Miljö	
		Oxidativ	Reduktiv
K ₂ CO ₃	Visuell	Porös hård kakkbildning, blågrön	Hård kakkbildning, gråsvart
	XRD	Svåravläst	K ₂ CO ₃ , MnO, SiO ₂ , K ₆ (Si ₂ O ₇)
	SEM	Kraftig agglomeration, helt täckta av ett jämt lager, lite plattor som är utspritt i lagret, inga porer	Lätt agglomeration, kristallbildning på ytan, öppna porer, homogen inuti
CaCO ₃	Visuell	Homogent pulver, gråsvart, röda fläckar	Homogent pulver, ingen färgskiftning
	XRD	CaO, Mn ₂ O ₃ , braunit-1Q, SiO ₂	CaO, Mn ₂ (SiO ₄), Mn ₃ O ₄ , SiO ₂
	SEM	Ingen agglomeration	Ingen agglomeration, porös yta, Ca i syrebärarens hålrum
Ca ₃ (PO ₄) ₂	Visuell	Homogent pulver, ingen färgändring	Homogent pulver, något rödaktig i färgen
	XRD	Ca ₃ (PO ₄) ₂ , Braunit, SiO ₂ , Mn ₂ O ₃	Ca ₃ (PO ₄) ₂ , Ca ₁₉ Mn ₂ (PO ₄) ₁₄ , SiO ₂ , Ca _{11,4} P ₁₆ Si ₉
	SEM	Ingen agglomeration, porös yta	Ingen agglomeration, kristallbildning på ytan

M9 visade liknade resultat som M3, få partiklar fastnade då kalciumkarbonat testades och många partiklar fastnade på små ytor med kalciumfosfat. M9 i en reducerande miljö tillsammans med kaliumkarbonat visade endast på små tendenser till agglomeration. Partiklarna var fortfarande intakta med en lite porös yta och bara några få hade reagerat och smält samman. Det oxiderade provet hade dock smält samman fullständigt och partikelns ytporositet hade övergått till helt slät.

6.5 Kiseldioxid

Innan uppvärmningen hade kiseldioxiden en beige färg. Då askkomponenterna var vita hade blandningen en ljus beige färg innan uppvärmningen. Kalciumfosfat undersöktes inte för kiseldioxid då detta endast var en referens.

Tabell 6. Sammanfattade resultat för referensprovet kiseldioxid.

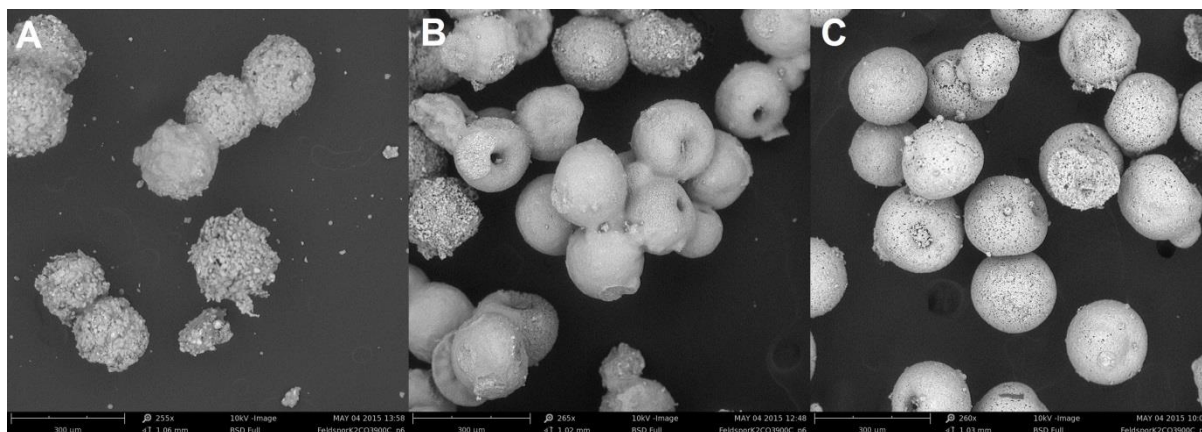
Askkomponent		Miljö	
		Oxidativ	Reduktiv
K ₂ CO ₃	Visuell	Sammansmält, hård, porös, lila fläckar	Svart halva, grå halva
	XRD	SiO ₂ , K ₂ CO ₃ , C, Kaliumsilikat	Svart del: SiO ₂ , C, K ₂ SiO ₃ , K ₂ CO ₃ Grå del: SiO ₂ , K ₂ CO ₃
	SEM	Förstörd syrebärare, totalt sammansmält	Förstörd syrebärare, totalt sammansmält
CaCO ₃	Visuell	Ingen förändring	Lätt kakkbildning
	XRD	SiO ₂ , CaO	SiO ₂ , CaO
	SEM	Ingen agglomeration, lite påväxt, ojämna partiklar	Ingen agglomeration, lite påväxt, ojämna partiklar

För kiseldioxid upphettat tillsammans med kalciumkarbonat sågs ingen agglomeration, några få askpartiklar hade smält in i syrebärarna i det oxiderade provet men ingen annan interaktion kunde urskiljas. En kraftig sammansmältning med kaliumkarbonat och kiseldioxid gjorde det omöjligt att urskilja enskilda ursprungspartiklar. I både reducerat och oxiderat tillstånd erhöles denna fullständiga agglomeration av provet.

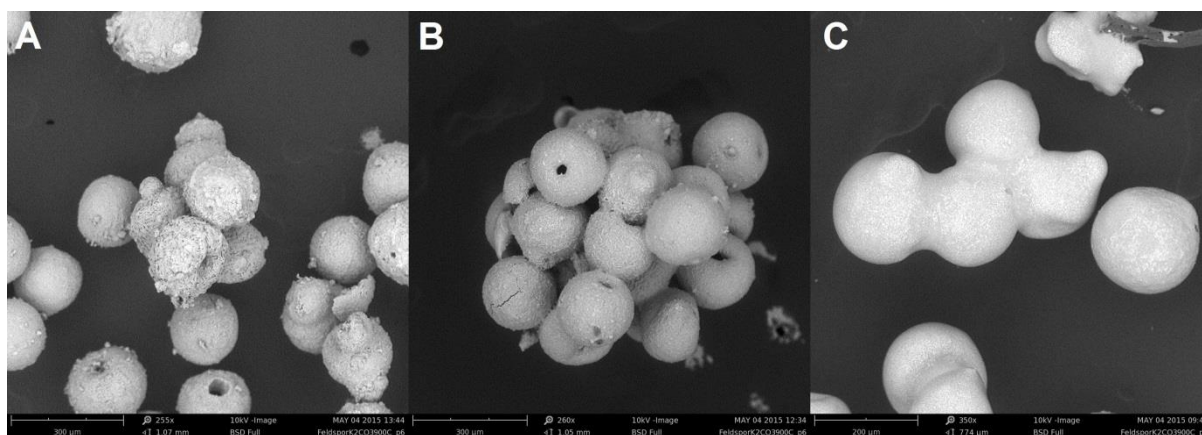
6.6 Resultat från SEM och EDS på partiklar och genomskärningar

Utifrån SEM-bilderna gick det att se att det fanns ett litet hålrum inuti partiklarna, dessa syntes tydligast hos dem som haft kontakt med kalciumkarbonat och kalciumfosfat. Hålrummen var då fyllda av askkomponenter.

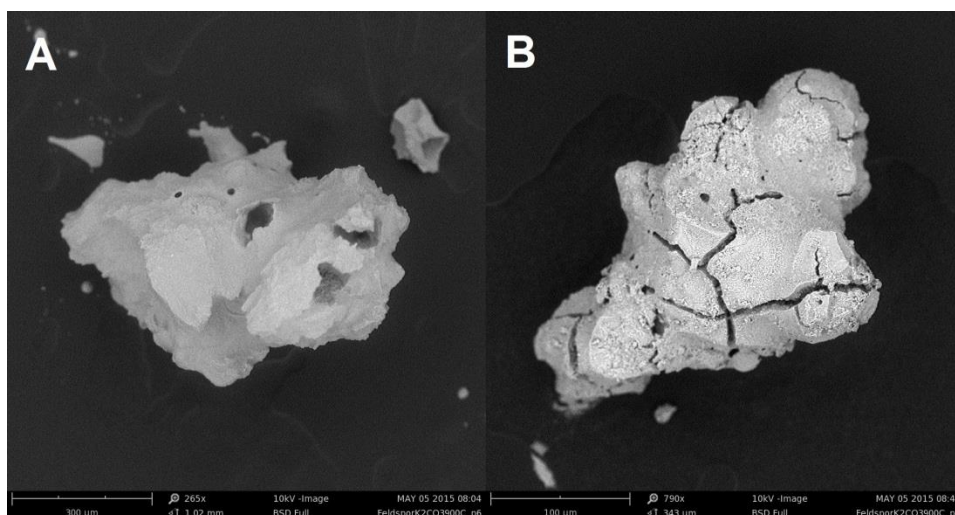
Med SEM upptäcktes att agglomeration endast förekom med syrebärare som interagerat med kalium. Utifrån figur 7 och 8 går det att se hur de olika syrebärarna interagerat med kaliumkarbonat. I reducerande miljö minskade agglomerationen med högre kiselhalt, i oxiderande miljö ökade agglomerationen med ökad kiselhalt. Jämfört med referensproverna har alla undersökta syrebärare agglomerat till en lägre grad, se figur 9 och jämför den med figurerna 7 och 8.



Figur 7. Syrebärare efter reduktion tillsammans med kaliumkarbonat. Bild A visar syrebäraren M2, bild B visar syrebäraren M3 och bild C visar syrebäraren M9. M2 och M3 uppvisar viss agglomeration, M9 uppvisar mycket liten agglomeration.



Figur 8. Syrebärare efter oxidation tillsammans med kaliumkarbonat. Bild A visar syrebäraren M2, bild B visar syrebäraren M3 och bild C visar syrebäraren M9. M2 och M3 uppvisar viss agglomeration, M9 uppvisar stark agglomeration.

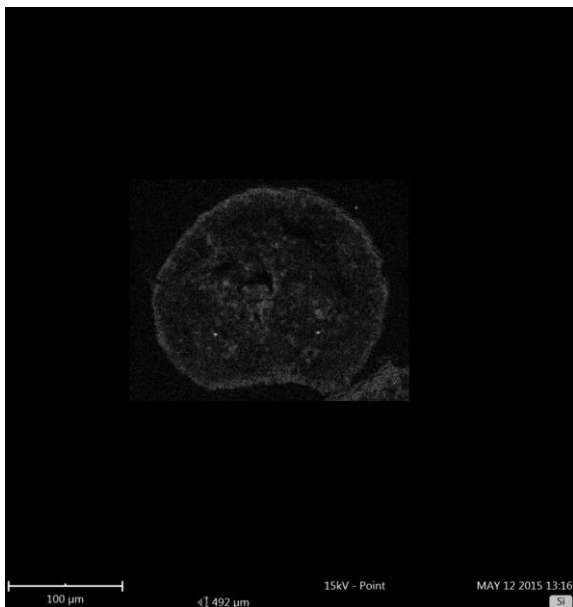


Figur 9. Bilden visar agglomeration hos referensproven som oxiderats tillsammans med kaliumkarbonat. Bild A visar kiseldioxid och bild B visar Colormax Elkem. Båda referensproven har agglomererat kraftigare än de tre undersökta syrebärarna

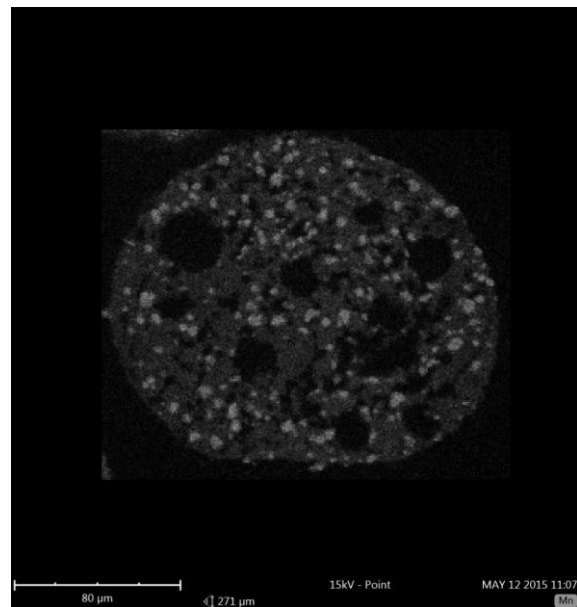
De syrebärare som interagerat med kaliumkarbonat har utifrån elementanalysen absorberat kalium.

Ytan av nästan samtliga syrebärarna som oxiderats eller reducerats tillsammans med kaliumkarbonat har en högre kiselhalt än i övriga tvärsnittet av partikeln, detta var extra tydligt hos M3 som oxiderats, se figur 10. Det är endast reducerad M9 tillsammans med kalium som fortfarande har relativt jämn koncentration av kisel genom hela partikeln. Kiselhalten var utöver den förhöjda halten på ytorna även förhöjd på vissa specifika punkter i partiklarnas tvärsnitt hos de oxiderade partiklarna.

Manganhalten för de oxiderade syrebärarna var oförändrad genom partikeln, endast något sänkt närmare partikelns kanter där kiselhalten ökat. Manganhalten hos de reducerade partiklarna skiljde sig mellan partiklarna. För syrebärarna M9 och M3 hade manganhalten stigit i vissa punkter utspritt i partikeltvärsnittet. För M2 var manganhalten oförändrad och mycket jämnt fördelad genom partikeln. I figur 11 visas ett tvärsnitt för M9 som reducerats med kaliumkarbonat, tvärsnittet undersöktes med EDS för att erhålla en elementanalys. Det var även mer hålrum i partiklarna efter att syrebäraren reducerats tillsammans med kaliumkarbonat.



Figur 10. EDS-bild som beskriver kiselhalten grafiskt över tvärsnittet för syrebäraren M3 som oxiderats med kaliumkarbonat. De ljusare områdena är punkter med förhöjd kiselhalt. Kiselhalten är förhöjd vid ytan av partikeln och i mitten runt den mörka fläcken som är ett hålrum i partikeln. I nedre högra hörnet av bilden kan interaktionen mot en annan partikel iaktas och vid denna interaktionsyta är också kiselhalten förhöjd.



Figur 11. EDS-bild som beskriver manganhalten grafiskt över tvärsnittet för syrebäraren M9 som reducerats med kaliumkarbonat. De grå fläckarna är punkter med förhöjd manganhalt. De svarta runda prickarna i tvärsnittet är hålrum i partikeln.

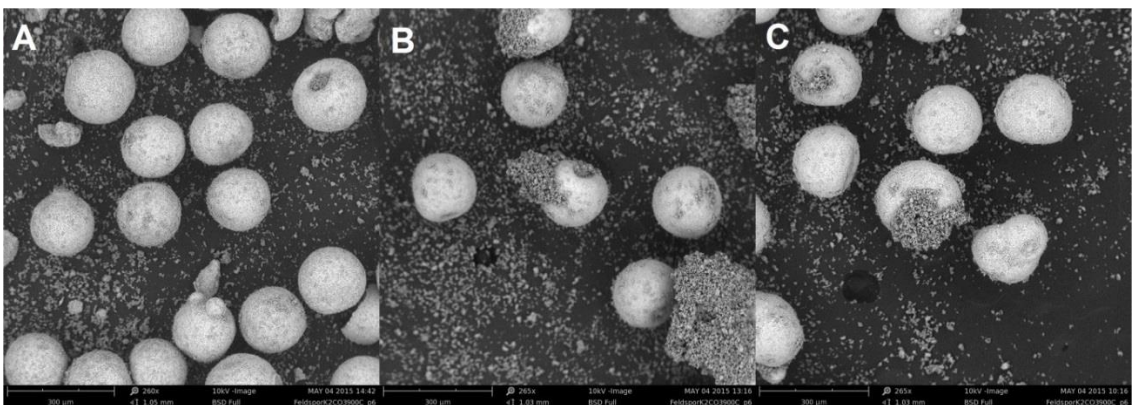
I områden mellan partiklarnas ursprungliga former, alltså smältan som agglomererat partiklarna, gick det att se förhöjda halter av kisel liksom på ytorna av partiklarna. Halten av mangan i smältan mellan partiklarna är något lägre än i mitten av partiklarna.

Elementanalysen på partiklar som varit i kontakt med askkomponenten kalciumkarbonat visar att partiklarna inte tagit upp något kalcium. Andelen kisel och mangan är jämnt fördelad genom hela partikeln för samtliga undersökta partiklar. I figur 12 går det att iaktta hålrummen i partiklarna samt hur de är fyllda med kalciumoxid.



Figur 12. Bilden visar tvärsnitt av syrebäraren M2 som varit i oxiderandemiljö tillsammans med kalciumkarbonat. Elementanalys gjordes i punkterna 1 och 2 och även längs linjen 3 över en hel partikel. Elementanalysen i punkten 1 tyder på höga halter av kisel och mangan, i punkten 2 höga halter av kalcium och syre och över linjen 3 visar på jämna halter av kisel och mangan genom hela partikeln.

Kalciumfosfaten har inte interagerat mycket med partiklarna, dock visar XRD diffraktogrammen att det inte bildats någon mangan(II)oxid hos partiklarna som reducerats tillsammans med kalciumfosfat. Det gör att den skiljer sig från de andra askkomponenterna som ofta har bildat mangan(II)oxid när de reducerats. Genomskrifningarna visar på att kalciumfosfat inte trängt in i partiklarna och har, likt kalciumkarbonaten, lagt sig i hålrummen på partiklarna. Utifrån SEM-bilderna kan det iaktas en viss påväxt av någon fosfatförening utanpå partiklarna när de reducerats tillsammans med kalciumfosfat, se figur 13.



Figur 13. Syrebärare som reducerats tillsammans med kalciumfosfat. Bild A visar syrebäraren M2, bild B visar syrebäraren M3 och bild C visar syrebäraren M9. Det går att se att det är mer påväxt på partiklarna M3 och M9 än på M2. En viss påväxt går att iaktta på alla partiklar.

Närbilder på partiklarnas yta tyder på att ytans porositet fortfarande var oförändrad hos de prover som reducerats med kalciumfosfat.

7. Diskussion

Metoden har valts utifrån att försöken ska efterlikna en verklig CLC anläggning och samtidigt vara enkel att utföra. Studien har endast genomförts på stillaliggande partiklar, inte fluidiserade partiklar. Metoden har alltså inte kunnat undersöka hur partiklarna påverkas när de är fluidiserade i CLC. När partiklarna ligger still erhålls stora kontaktytor då partiklarna har kontakt under hela försökstiden i ugnen. Detta gav goda möjligheter att undersöka interaktionerna som sker mellan syrebäraren och förbränningsaskan. Den stora kontaktytan och kontakttiden gynnar eventuella interaktioner. Skulle partiklarna fluidiserats för att efterlikna en verklig CLC bättre skulle kontaktytorna och kontakttiden mellan partiklarna varit mindre och även interaktionerna mindre. Med denna metod gavs alltså möjlighet att undersöka mer interaktioner än vad som troligen skulle skett i en verklig CLC. Om inga eller lite interaktioner sker i dessa experiment är det osannolikt att det sker i en fluidiserande bädd. Det var en enkel metod att ha proverna stillaliggande i ugnar, det var få delsteg vilket lämnade litet utrymme för fel under utförandets gång.

Endast interaktioner mellan syrebärarna och utvalda askkomponenter från bioaska har studerats. Askkomponenterna valdes utifrån komponenter som är vanligt förekommande i bioaska. Om studien utförts med en verklig förbränningsaska finns det fler komponenter med vilka interaktioner kan ske, samt att askkomponenterna även kan interagera med varandra. Det skulle ge mycket svårtolkade resultat. Metoden har alltså inte tagit hänsyn till interaktioner med andra komponenter än kaliumkarbonat, kalciumkarbonat och kalciumfosfat. Det har heller inte tagits hänsyn till interaktioner mellan askkomponenterna.

I de fall där proven uppvisat stora skillnader i färg har de olika delarna försökts undersökas var för sig. Resultaten för de olika delarna var för lika för att kunna dra några slutsatser.

Hos vissa prover har askkomponenten lagt sig i syrebärrpartiklarnas hålrum. I en fluidiserad bädd borde inte partiklarna kunna fyllas av askkomponenten av flera anledningar. Den första är att partiklarna är fluidiserade och kommer därför att inte kunna fyllas av askkomponent utan att tömma ut det. Den andra anledningen är att det vid en industriell tillverkning av syrebärarna skulle kunna optimera framställningen så att det inte skulle kunna bildas så mycket hålrum i partiklarna.

Samtliga syrebärare hade på något sätt interagerat med kaliumkarbonat. Endast M9 undgick ett mer eller mindre täckande lager på partiklarnas yta. Lagret var förmodligen orsaken till agglomerationen som sågs. Alla undersökta syrebärare visade även tecken på att de reagerat med kaliumkarbonat och bildat nya föreningar, exempelvis kaliummanganat. Kaliummanganat har en låg smältpunkt och har förmodligen bidragit till agglomerationen. Den förhöjda kiselhalten i det täckande lagret tyder på att någon kiselörening som bildats har stor inverkan. Endast några få XRD-diffraktogram visar att någon kalium-kiselförening har bildats. Det är möjligt att det bildats glas av kiset på ytan med hjälp av kaliumkarbonaten. Det som talar mot denna teori är att det i så fall skulle vara mindre agglomeration i de syrebärarna med lägre kiselhalter och likaså mer agglomerat vid de syrebärare som har höga kiselhalter. Detta går att iaktta hos de oxiderade syrebärarna i figur 8 men inte hos de reducerade partiklarna i figur 7. Agglomerationen kan därför inte enbart bero på bildandet av glas.

Samtliga XRD-resultat tyder på att alla syrebärare som varit i kontakt med kaliumkarbonat har reagerat och bildat nya föreningar. Många av diffraktogrammen var svåravlästa och alla nybildade komponenter har inte kunnat identifieras. Samtliga syrebärare som hade agglomererat och fått ett täckande lager på ytan påvisade förhöjda kiselhalter vid ytan. Detta betyder att kisel måste migrerat till ytan på liknande sätt som järn tidigare migrerat till ytan i ilmenit (Azis, M.M., et al 2013). Gemensamt för proverna som agglomererat kraftigt var att kaliummanganat bildats.

EDS-undersökningarna på tvärsnitten för prover innehållande kalium påvisade i samtliga fall att det fanns kalium över hela ytan. Först misstänktes det att det var kaliummanganaten som löst sig i etanolen som användes vid slipningen. För att åtgärda detta slippades proverna om på ett torrt slippapper utan etanol. Analyserna gjordes därefter om med EDS. Det visade sig att det fortfarande fanns kalium över hela ytan. Detta kan tyda på att epoxin har löst upp kaliumet. Då det ej gick att urskilja någon koncentrationsgradient utanför partiklarna anses detta osannolikt. Alternativt låg problemet i slippningsprocessen då kaliumet kunde spridits ut med slipdammet. Detta skulle innebära att även kol detekterats över hela ytan, vilket ej var fallet. För att kunna undersöka kaliumhalten genom tvärsnittet bör därför partiklarna eventuellt stabiliseras i ett annat material.

Ett oväntat resultat av EDS-analysen på tvärsnitten var de manganansamlingar som fanns utspridda genom hela tvärsnittet för syrebärarna M9 och M3 som reducerats i närvaro av kaliumkarbonat. Det iaktogs även en inhomogen syrehalt genom provets tvärsnitt där förhöjd syrekonzentration sammanföll med manganansamlingarna. Koncentrationsförhöjningarna av mangan hos M3 och M9 var mycket lika, men kisel fördelningen skiljer sig då M3 visar tecken på kiselmigration till ytan av partikeln vilket inte M9 uppvisade. Detta kan innebära att kaliumkarbonaten på något sätt bidrog till en intern separering av mangan och kisel i syrebäraren. Utifrån XRD-analysen gick det att identifiera skillnader mellan M9 och M3. M3 innehöll kaliummangan(III)oxid vilket inte detekterades för M9. M9 tycktes innehålla en kaliumsilikatförening, diffraktogrammen var dock svåra att tyda. Det som skiljer M9 och M3 från M2, som inte visade på manganansamlingar, var att det inte bildats hausmanite (Mn_3O_4). Detta kan tyda på att ansamlingarna bestod av mangan(II)oxid. Dessa manganansamlingar har inte observerats i tidigare försök och orsaken är därför okänd. En möjlighet är att bildandet av hausmanite binder manganet jämnt i partikeln, jämfört med mangan(II)oxid som kristallerar till större aggregat. Det som talar mot denna hypotes är att en liknande effekt hos andra prover i så fall skulle bildat mangan(II)oxid men inte hausmanite, vilket inte kunde iaktas.

Kalciumkarbonaten har utifrån vad som undersökts med XRD, SEM och EDS inte interagerat med syrebärarna. Effekten av kalciumkarbonaten som upptäckts är att den fyllt hålrummen i partiklarna och att kalciumkarbonaten dissocierat till koldioxid samt bränd kalk.

Interaktionen mellan syrebärarna och kalciumfosfat visade sig som påväxt på partiklarna. Omfattningen var dock så liten att det i en fluidiserad bädd inte skulle ha någon betydelse då fosforkristallerna sitter mycket löst på partiklarna och lätt skavs av. Påväxten påverkade inte syrebärarnas porositet och ytan verkade, utöver den lilla påväxten, vara oförändrad. Det iaktogs att ingen mangan(II)oxid hade bildats för någon av syrebärarna som upphettats med kalciumkarbonat. Detta kan tyda på att fosfaten påverkat de syrebärande egenskaperna hos denna typ av syrebärare.

De interaktioner som iakttagits mellan syrebärarna och de tre askkomponenterna tyder på att M9 skulle vara den mest tillämpbara i CLC. M9 var den enda syrebäraren som klarade sig utan större komplikationer med kaliumkarbonat i reducerande miljö, vilket gör dess sammansättning av mangan och kisel mest intressant. Den reducerande miljön har representerat bränslereaktorn och det är här större delen av förbränningsaskan i CLC återfinns. Det viktigaste är därför att interaktionerna mellan syrebärare och aska är så liten som möjligt i den reducerande miljön. Syrebärarnas förmåga att oxideras och reduceras undersöktes dock inte efter reaktion i denna studie, manganansamlingarna hos M9 kan ha viss påverkan. För att påvisa dess fortsatta funktion som syrebärare måste fler studier göras. En negativ effekt av den höga kiselhalten i M9 är att dess förmåga att släppa syre genom CLOU är lägre än för övriga undersökta syrebärare. Skall M9 användas i CLC med biobränslen kommer förbränningstemperaturen förmodligen ligga kring 800°C och dess CLOU-egenskaper kommer inte kunna utnyttjas.

Alla tre syrebärare uppvisade mindre tendens till agglomeration med askkomponenterna i både oxiderande och reducerande miljö än referensproverna kiseldioxid och Colormax Elkem. Det betyder att de tre testade kombinationerna av mangan och kisel är bättre bäddmaterial i en traditionell CFB-förbränning än rent kiseldioxid eller mangan. I en traditionell CFB-panna är miljön oxiderande, och en bädd av antingen M2, M3 eller M9 skulle genomgå mindre agglomeration än både kiseldioxid och Colormax Elkem. M2 uppvisade minst agglomeration i oxiderande miljö och vore därför att föredra i CFB-förbränning.

8. Slutsatser

Den valda metoden lämpar sig väl för att undersöka interaktioner mellan syrebärare och askkomponenter. Då partiklarna ligger still erhålls stor kontaktyta och lång kontakttid vilket ger maximalt utrymme för interaktioner, och motsvarar ett värsta scenario. Det innebär att en partikel som undgår större interaktioner under stillaliggande försök med stor sannolikhet lämpar sig i CLC.

Kaliumkarbonat gav upphov till agglomeration med samtliga syrebärare. Agglomeration orsakades av sammansmältning av reaktionsprodukter i både reducerande och oxiderande miljö. De ämnen som gav upphov till agglomerationen var förmodligen kaliummanganat samt glas bildat av kiseldioxiden. Gemensamt för de syrebärare som uppvisade kraftig agglomeration var dess tendens till kiselmigration mot partiklarnas yta.

Varken kalciumfosfat eller kalciumkarbonat gav upphov till agglomeration med någon av de undersökta syrebärarna. Detta tyder på att mangan-kiselsyrebäraren är resistent mot kalcium. Fosfatens inverkan på syrebäraregenskaperna är okänd.

De tre undersökta syrebärarna lämpar sig bättre som bäddmaterial i en CFB-panna än den traditionellt använda kiseldioxiden som uppvisade kraftigare agglomeration än de tre syrebärarna.

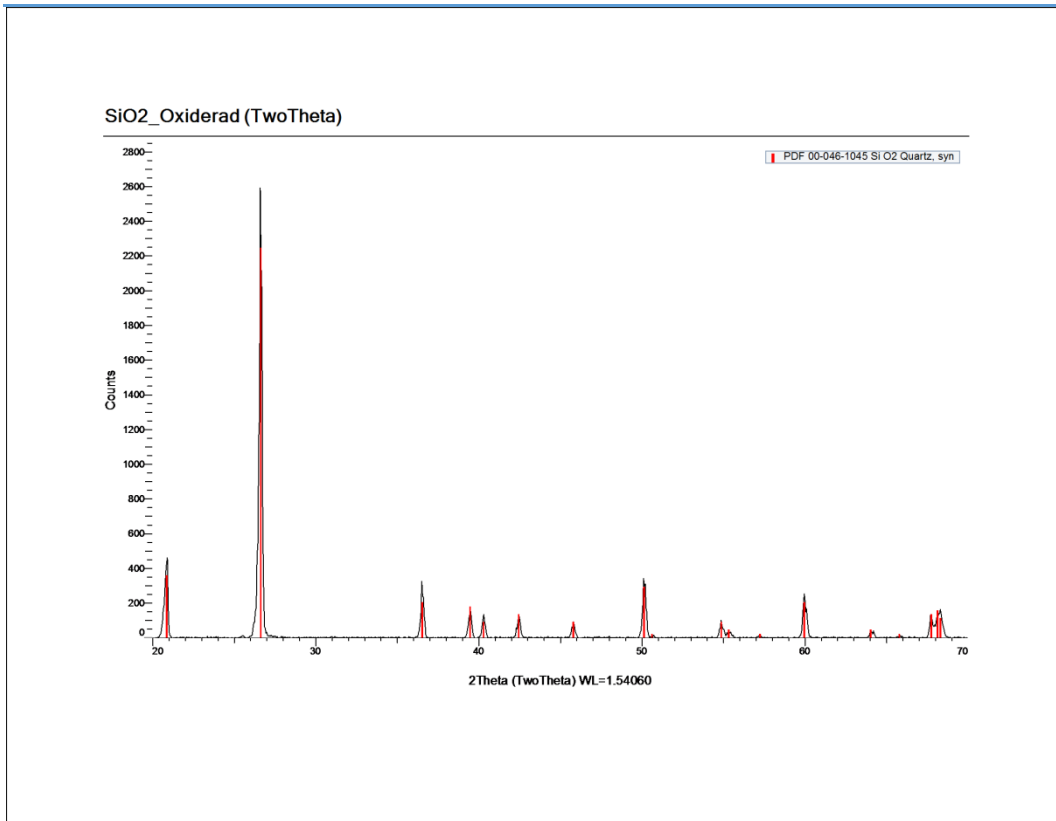
Den syrebärare som klarat sig bäst i denna studie är M9 (Mn_2O_3 , 25 vikt% kiseloxid). M9 uppvisade endast liten tendens till agglomeration med kaliumkarbonat i den reducerande miljön. Eftersom den reducerande miljön representerar bränslereaktorn där större delen av förbränningaskan återfinns är M9 den syrebärare som anses mest tillämpbar i CLC.

Referenser

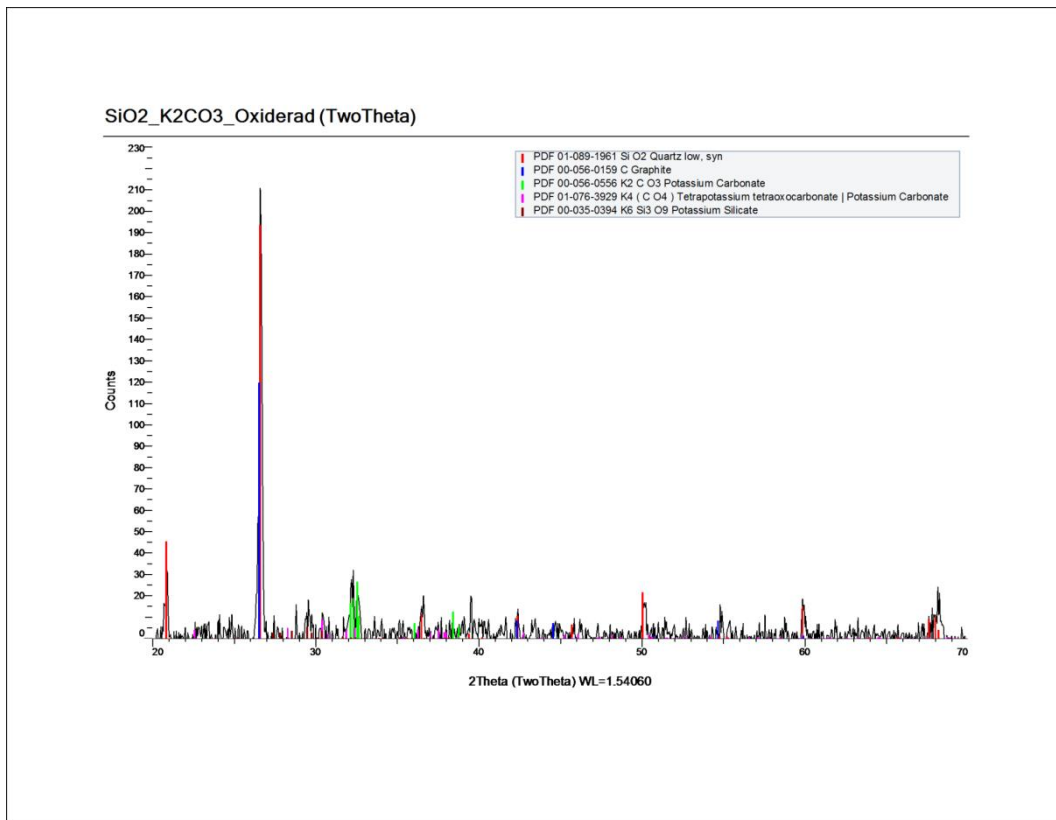
- Abad, A., Garcia-Labiano, F., Gayan, P., de Diego, L. F., & Adanez, J. (2015). Redox kinetics of $\text{CaMg}_{0.1}\text{Ti}_{0.125}\text{Mn}_{0.775}\text{O}_{2.9-\delta}$ for Chemical Looping Combustion (CLC) and Chemical Looping with Oxygen Uncoupling (CLOU). *Chemical Engineering Journal*, 269, 67-81
- Adanez-Rubio, I., Abad, A., Gayan, P., de Diego, L. F., Garcia-Labiano, F., & Adanez, J. (2014). Biomass combustion with CO_2 capture by chemical looping with oxygen uncoupling (CLOU). *Fuel Processing Technology*, 124, 104-114.
- Arjmand, M., Ryden, M., Leion, H., Mattisson, T., & Lyngfelt, A. (2014). Sulfur Tolerance and Rate of Oxygen Release of Combined Mn-Si Oxygen Carriers in Chemical-Looping with Oxygen Uncoupling (CLOU). *Ind. Eng. Chem. Res.*, 53(50), 19488-19497.
- Atkins, P., de Paula, J., Friedman, R., (2009). *Quanta, Matter and Change: A molecular approach to physical chemistry*. (Oxford New York)
- Azis, M. M., Leion, H., Jerndal, E., Steenari, B., Mattisson, T., & Lyngfelt, A. (2013). The effect of bituminous and lignite ash on the performance of ilmenite as oxygen carrier in Chemical-Looping combustion.
- Bhavsar, S., Tackett, B., & Vesper, G. (2014). Evaluation of iron- and manganese-based mono- and mixed-metallic oxygen carriers for chemical looping combustion. *Fuel*, 136, 268-279.
- Cho, P., Mattisson, T., & Lyngfelt, A. (2004). Comparison of iron-, nickel-, copper- and manganese-based oxygen carriers for chemical-looping combustion. *Fuel*, 83(9), 1215 - 1225.
- Cuadrat, A. (2012). Chemical-Looping Combustion of coal using ilmenite as oxygen-carrier: Universidad de Zaragoza.
- Demirbas, A. (2005). Potential applications of renewable energy sources, biomass combustion problems in boiler power systems and combustion related environmental issues. *Progress in Energy and Combustion Science*, 31(2), 171-192.
- Elled, A. L., Åmand, L. E., & Steenari, B. M. (2013). Composition of agglomerates in fluidized bed reactors for thermochemical conversion of biomass and waste fuels: Experimental data in comparison with predictions by a thermodynamic equilibrium model. *Fuel*, 111(0), 696-708.
- Hållén, J. (2010). För- och nackdelar med olika CCS-tekniker. Retrieved from http://www.nyteknik.se/nyheter/energi_miljo/energi/article3047505.ece
- Hanjing, T. a. S. R. a. S. T. a. P. J. (2013). Natural Ores as Oxygen Carriers in Chemical Looping Combustion. *Energy & Fuels*, 27(8), 4108-4118.

- Keller, M., Arjmand, M., Leion, H., & Mattisson, T. (2014). Interaction of mineral matter of coal with oxygen carriers in chemical-looping combustion (CLC).
- Leion, H., Mattisson, T., & Lyngfelt, A. (2009). Use of Ores and Industrial Products As Oxygen Carriers in Chemical-Looping Combustion. *Energy Fuels*, 23(4), 2307-2315.
- McDonough W.F The composition of the Earth. (1995). *Chemical Geology*, 120(3-4), 223 - 253.
- Petersson, G., & Chalmers tekniska högskola. Institutionen för kemi- och bioteknik. (2006). Kemisk miljövetenskap. Göteborg: Institutionen för kemi- och bioteknik, Chalmers tekniska högskola.
- Querol, X., Moreno, N., Umaña, J. C., Alastuey, A., Hernández, E., López-Soler, A., & Plana, F. (2002). Synthesis of zeolites from coal fly ash: an overview. *International Journal of Coal Geology*, 50(1-4), 413 - 423.
- Ringman, M. (1995). Trädbränslesortiment - definitioner och egenskaper. *Fakta Skog*.
- Ryden, M., Leion, H., Mattisson, T., & Lyngfelt, A. (2014). Combined oxides as oxygen-carrier material for chemical-looping with oxygen uncoupling. *Appl. Energy*, 113, 1924-1932.
- Saqib, N., & Baekstroem, M. (2014). Trace element partitioning in ashes from boilers firing pure wood or mixtures of solid waste with respect to fuel composition, chlorine content and temperature. *Waste Manage. (Oxford, U. K.)*, 34(12), 2505-2519.
- Suryanarayana, C., Norton, M. G., SpringerLink Archive (e-book collection), & SpringerLink (e-book collection). (1998). X-ray diffraction: A practical approach. Boston, MA: Springer US.
- Vassilev, S. V., Baxter, D., Andersen, L. K., & Vassileva, C. G. (2010). An overview of the chemical composition of biomass. *Fuel*, 89(5), 913 - 933.
- Vehring, R. (2007). Particle formation in spray drying. *Journal of Aerosol Science*, 38(7), 728 - 746.
- Wu, Y., Klyachko, D., Davilla, S., Spallas, J., Indermuehle, S., & Muray, L. P. (2014). High-voltage energy dispersive x-ray spectrometry using a low-energy primary beam. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 32(6), 06FC05.
- Yang, W. (2003). Handbook of fluidization and fluid-particle systems. New York: Decker.

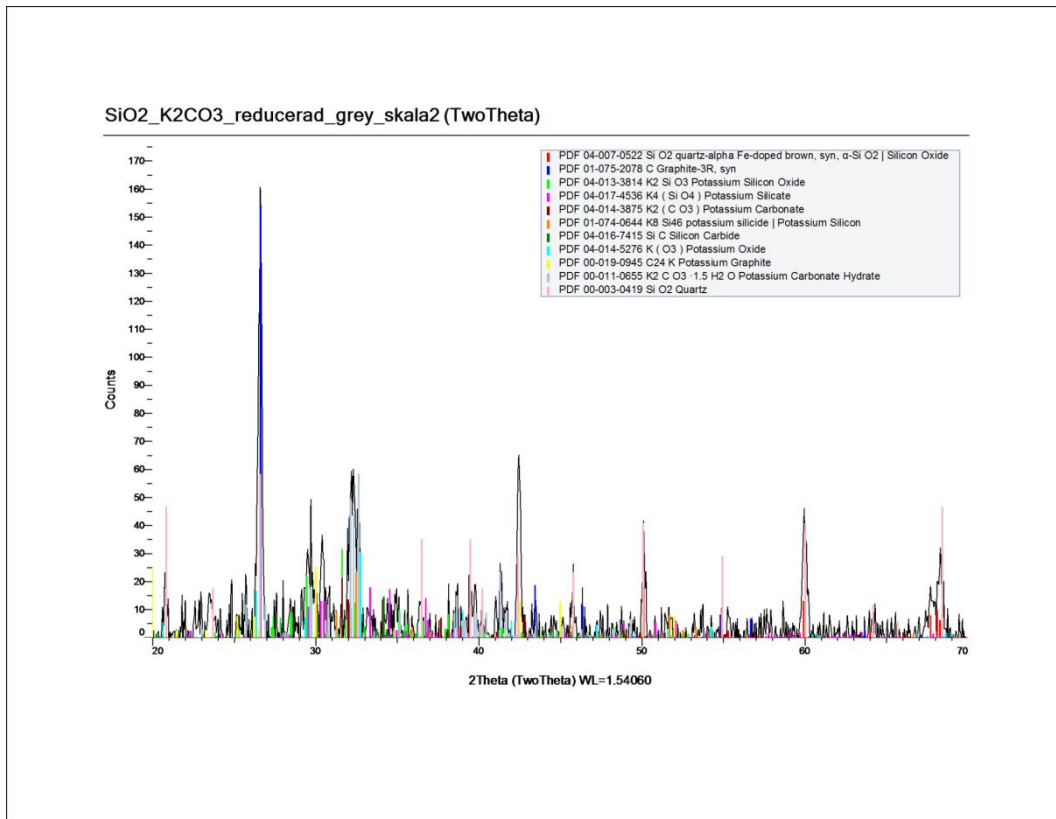
Bilaga XRD



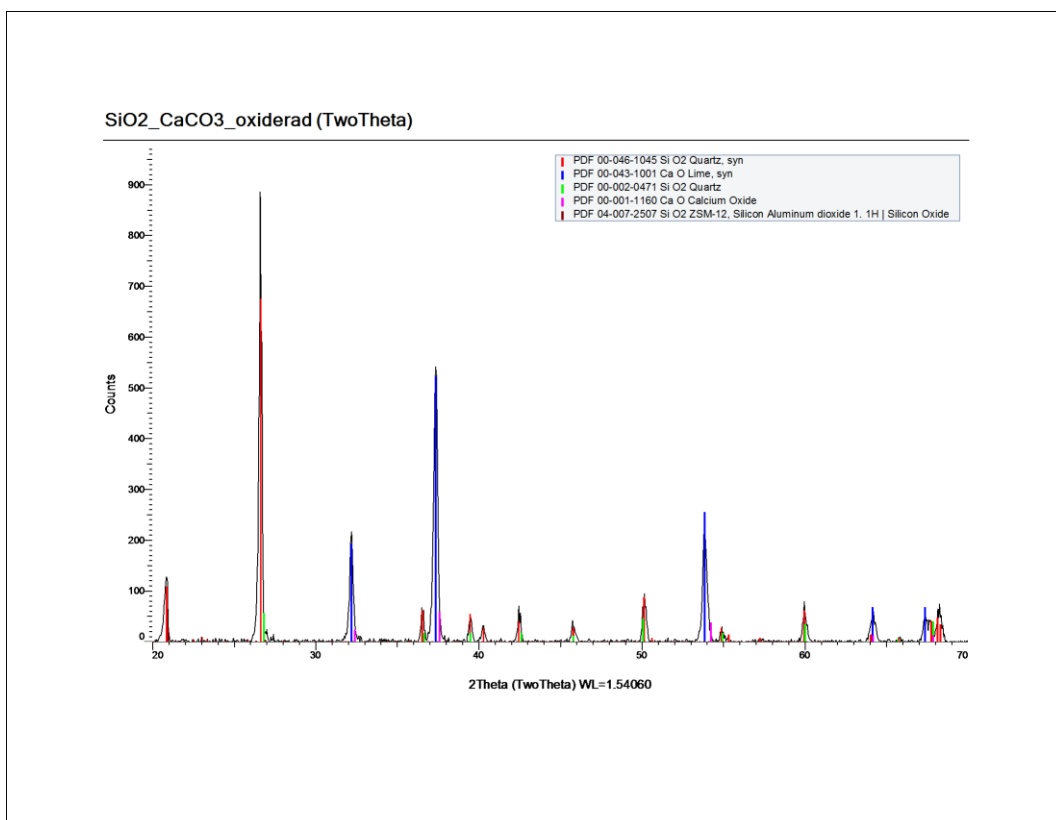
Figur 1. Oxiderad SiO₂.



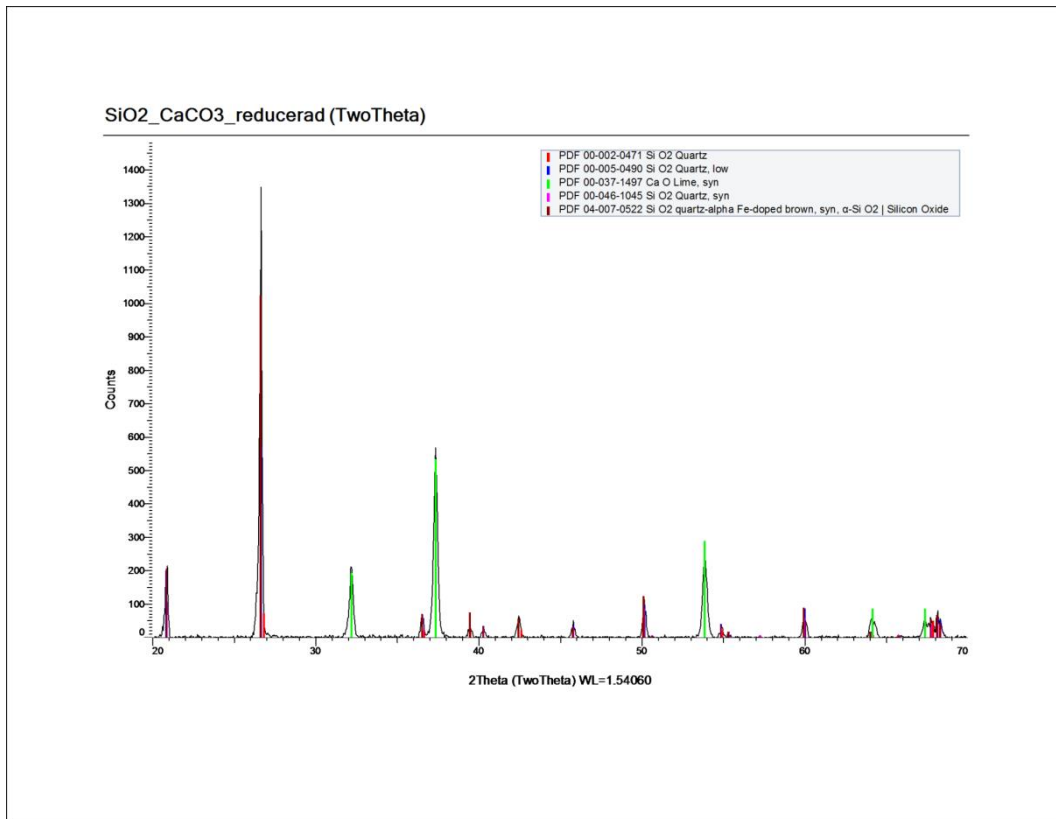
Figur 2. Oxiderad SiO₂ och K₂CO₃.



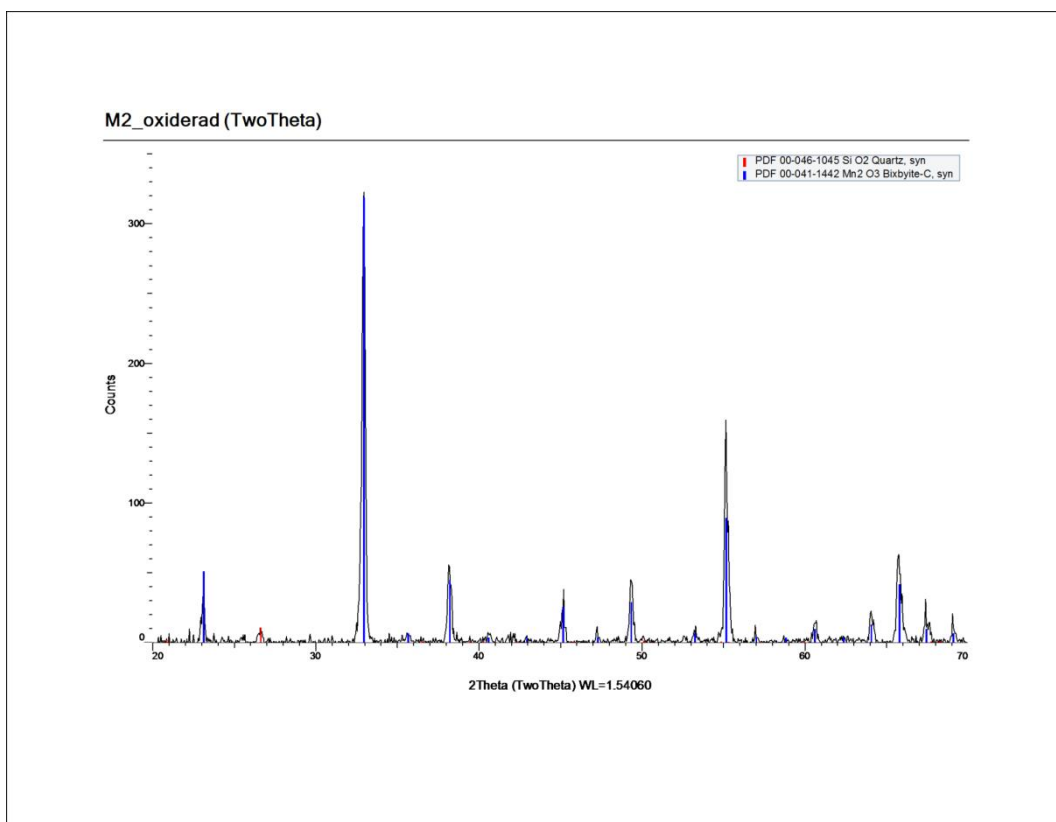
Figur 3. Reducerad SiO₂ och K₂CO₃.



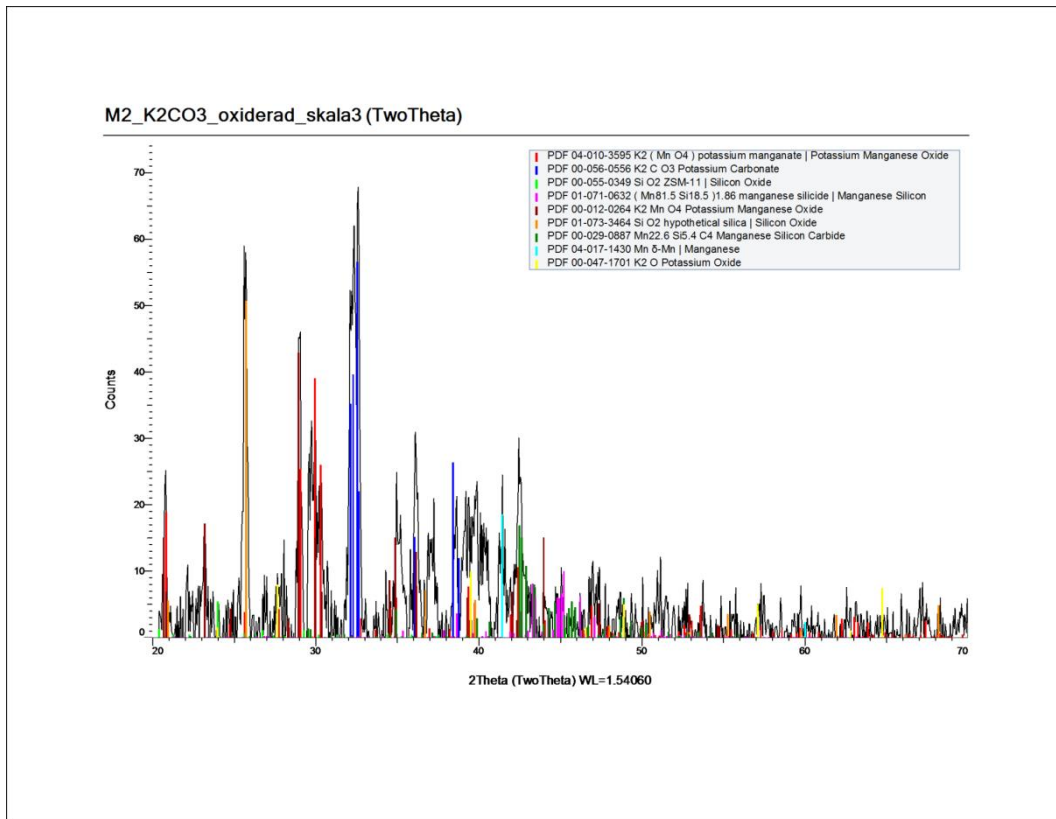
Figur 4. Oxiderad SiO₂ och CaCO₃.



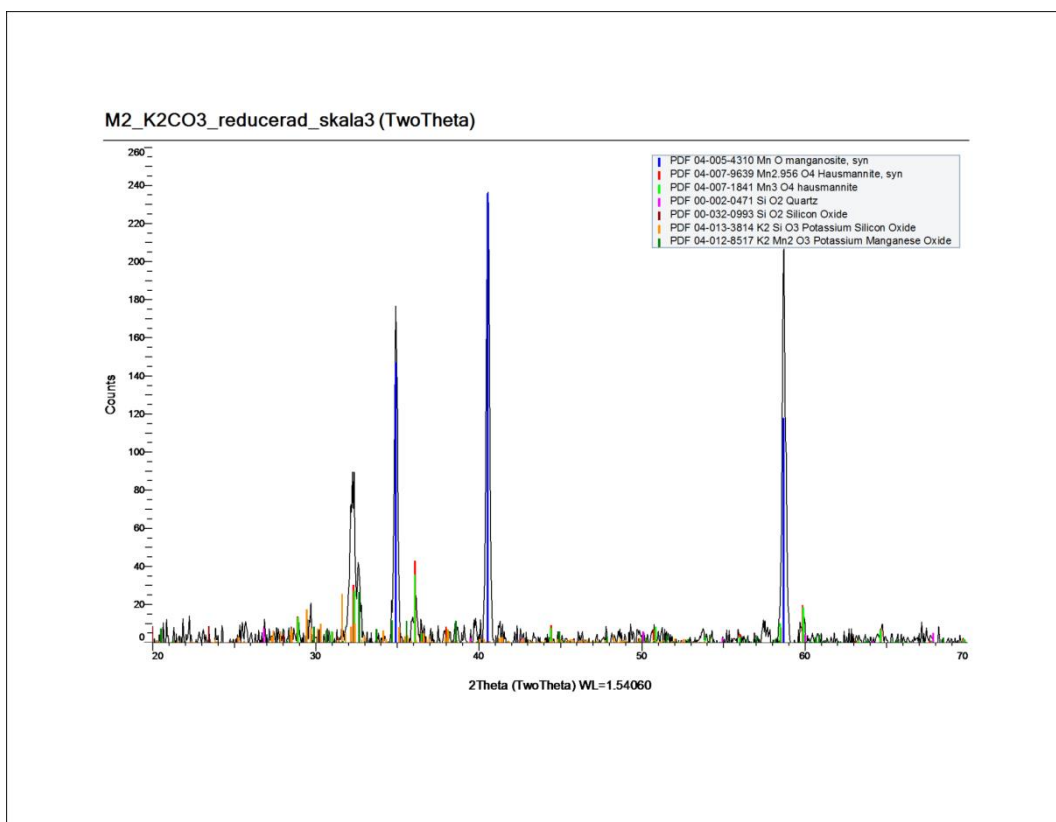
Figur 5. Reducerad SiO₂ och CaCO₃.



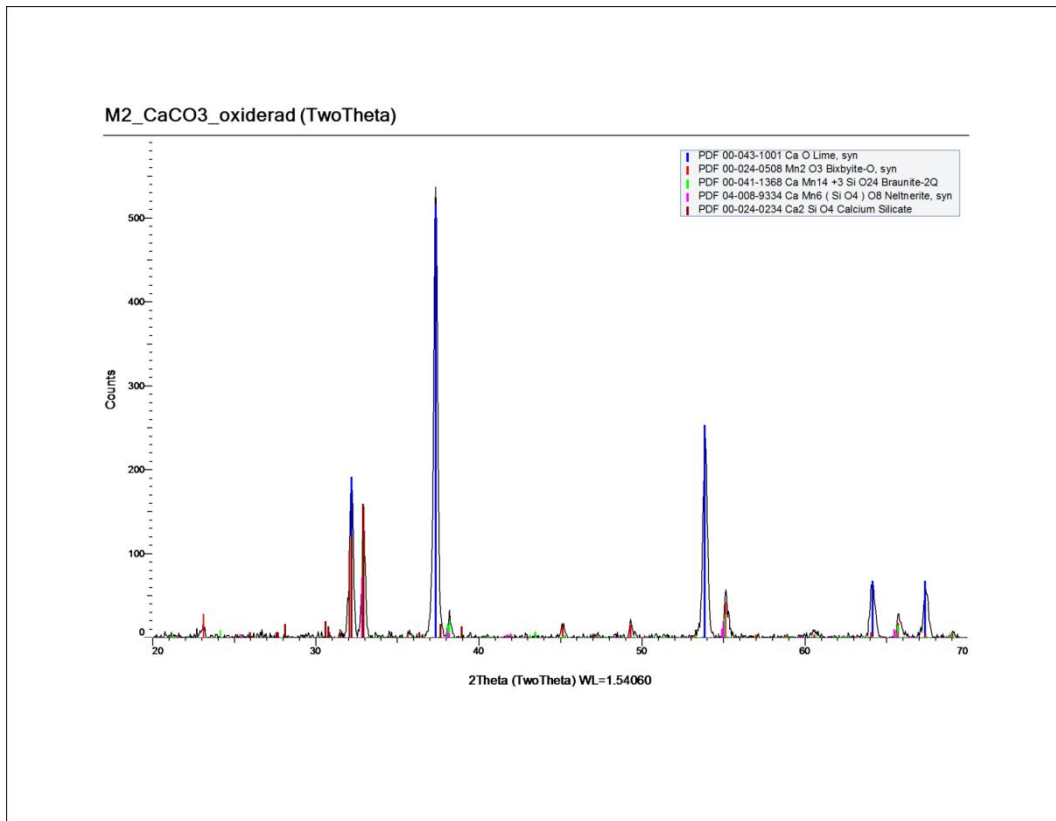
Figur 2. Oxiderad M2.



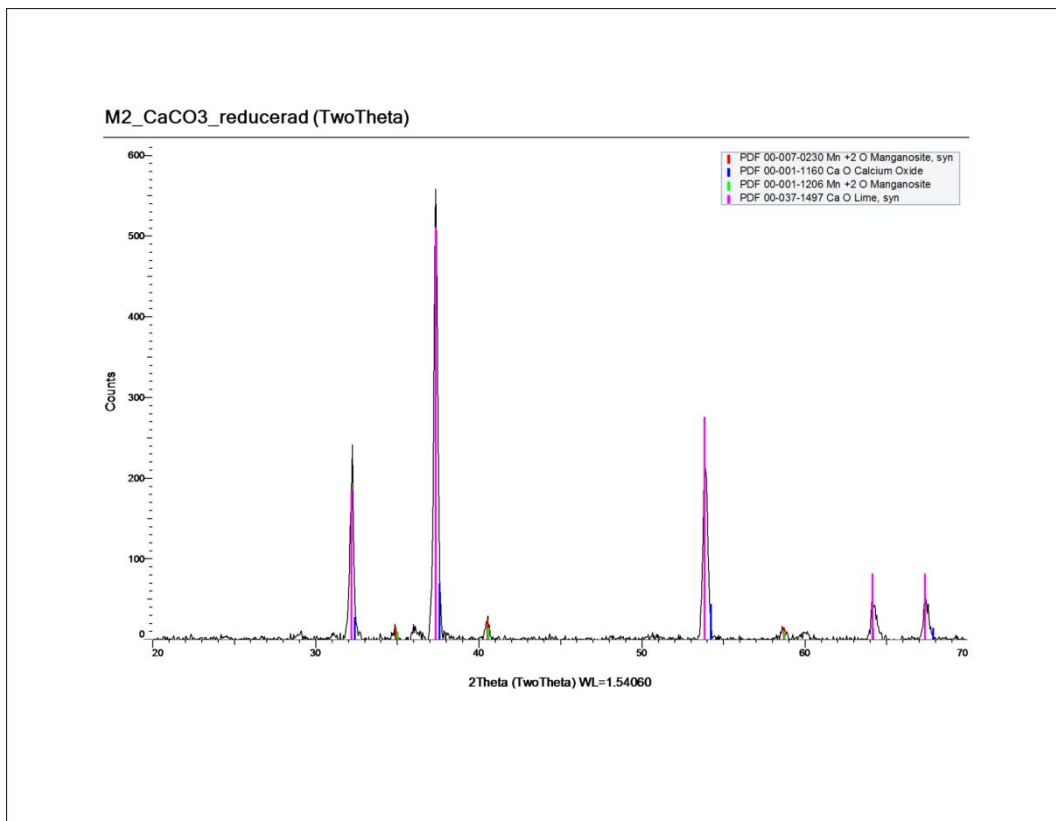
Figur 7. Oxiderad M2 och K_2CO_3 .



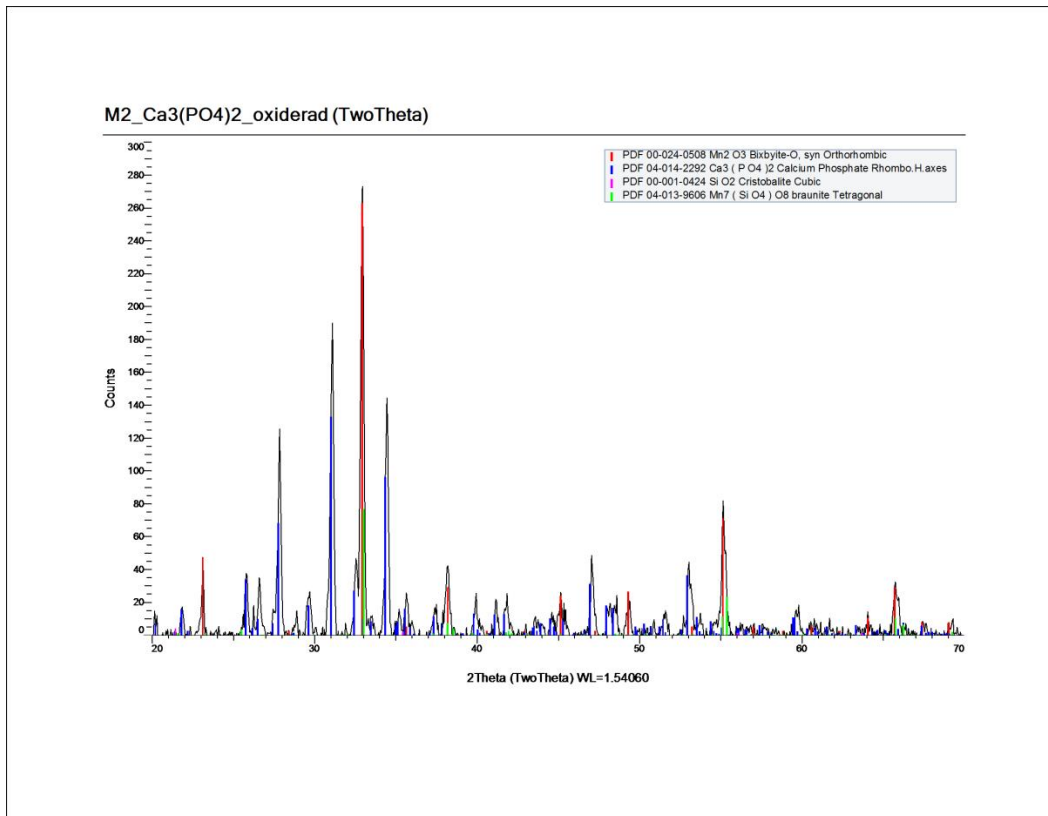
Figur 8. Reducerad M2 och K_2CO_3 .



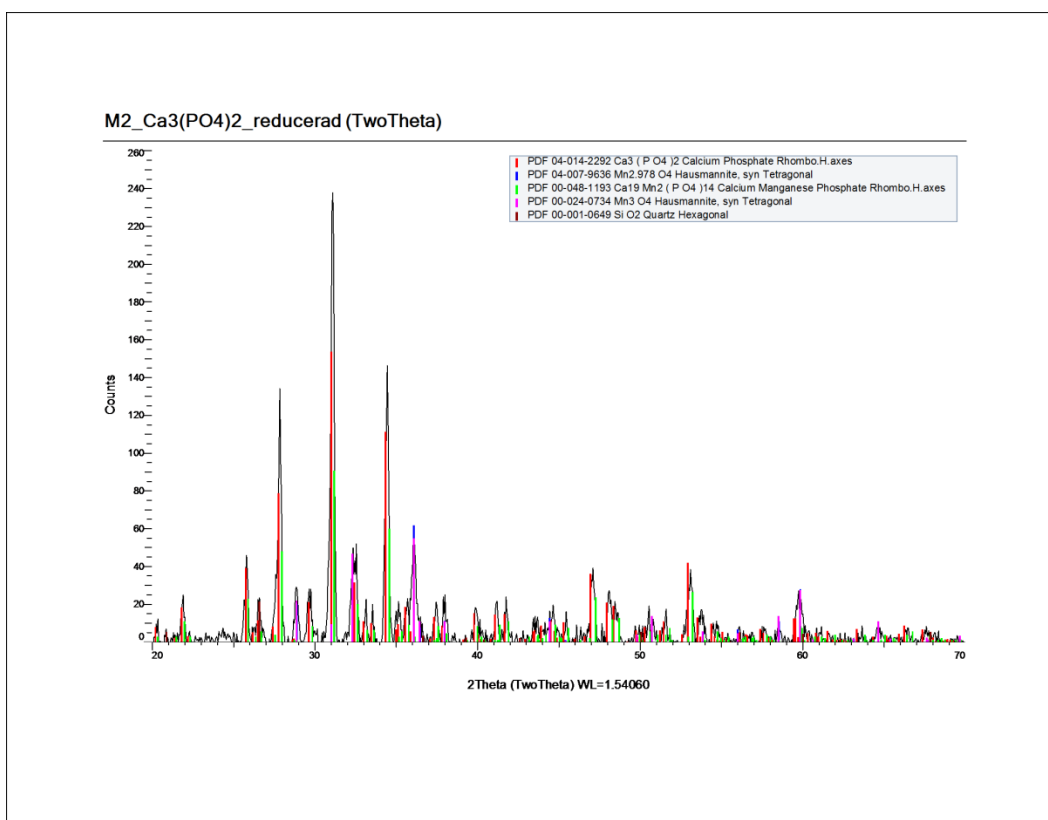
Figur 9. Oxiderad M2 och CaCO₃.



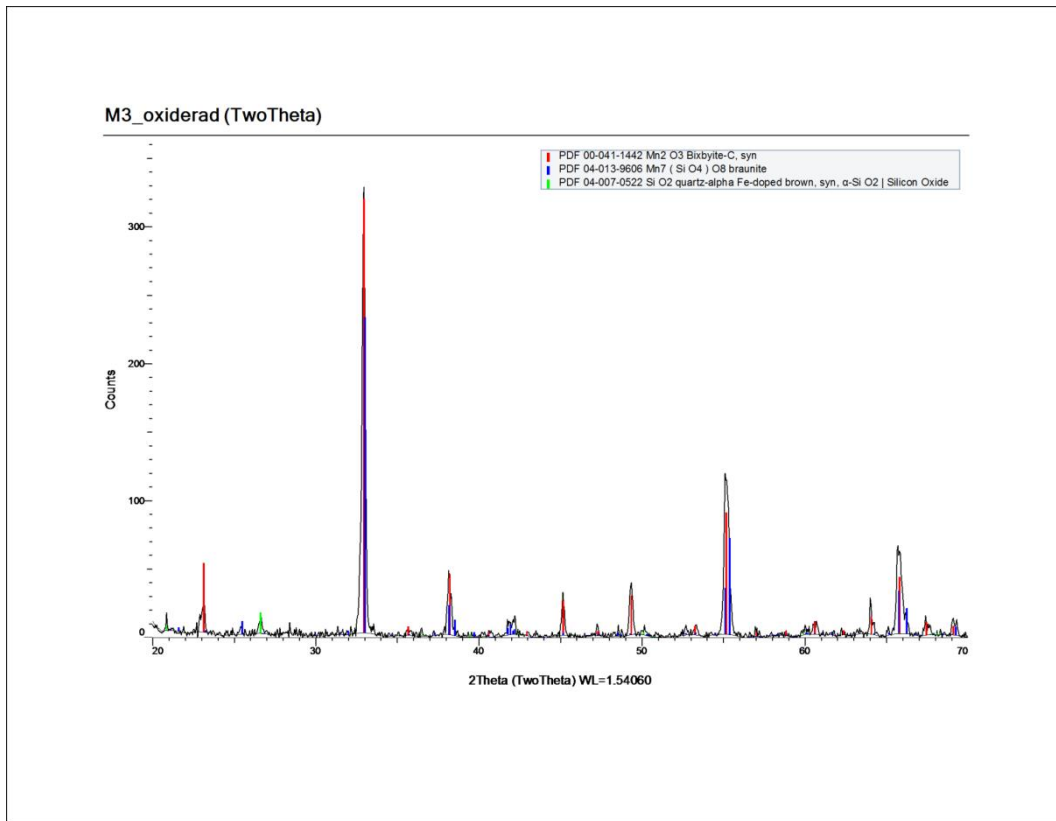
Figur 10. Reducerad M2 och CaCO₃.



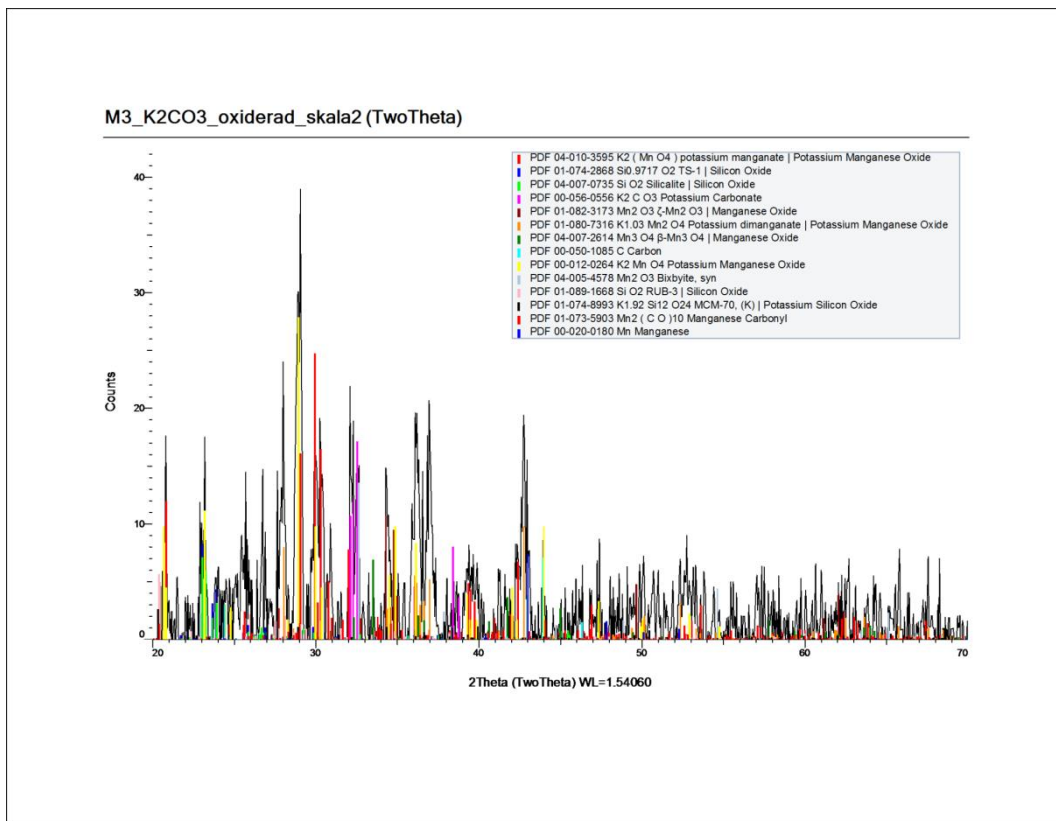
Figur 3. Oxiderad M2 och $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.



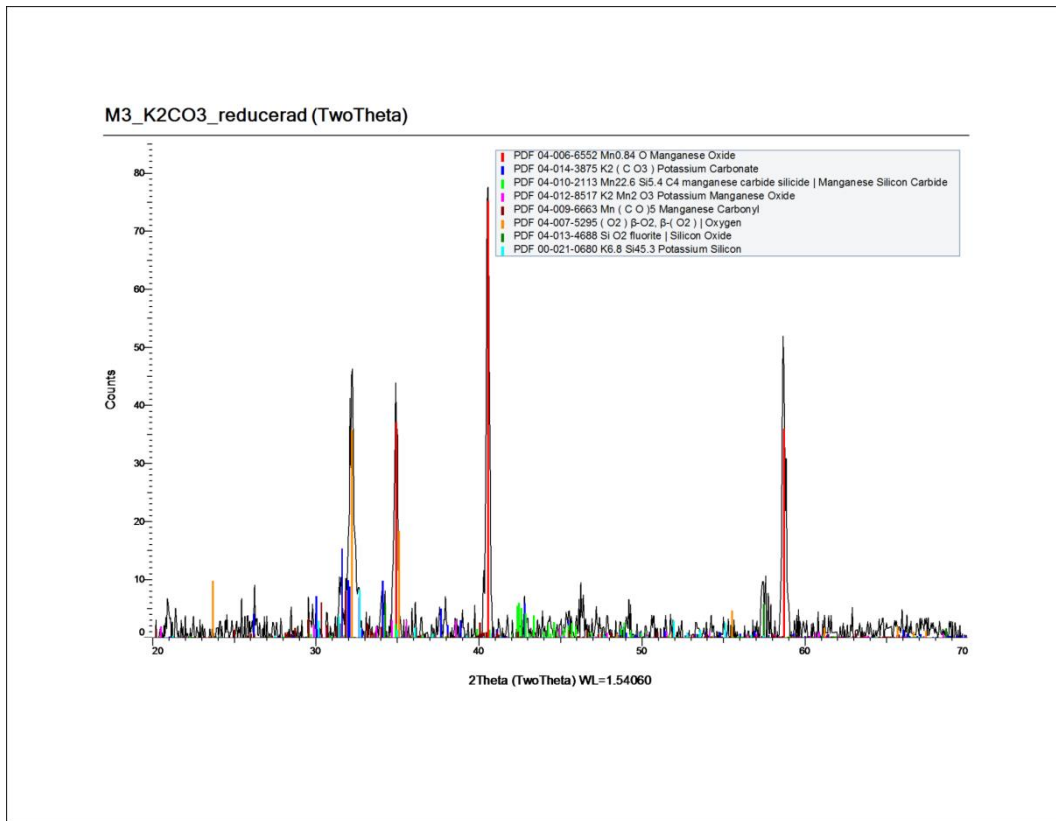
Figur 4. Reducerad M2 och $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.



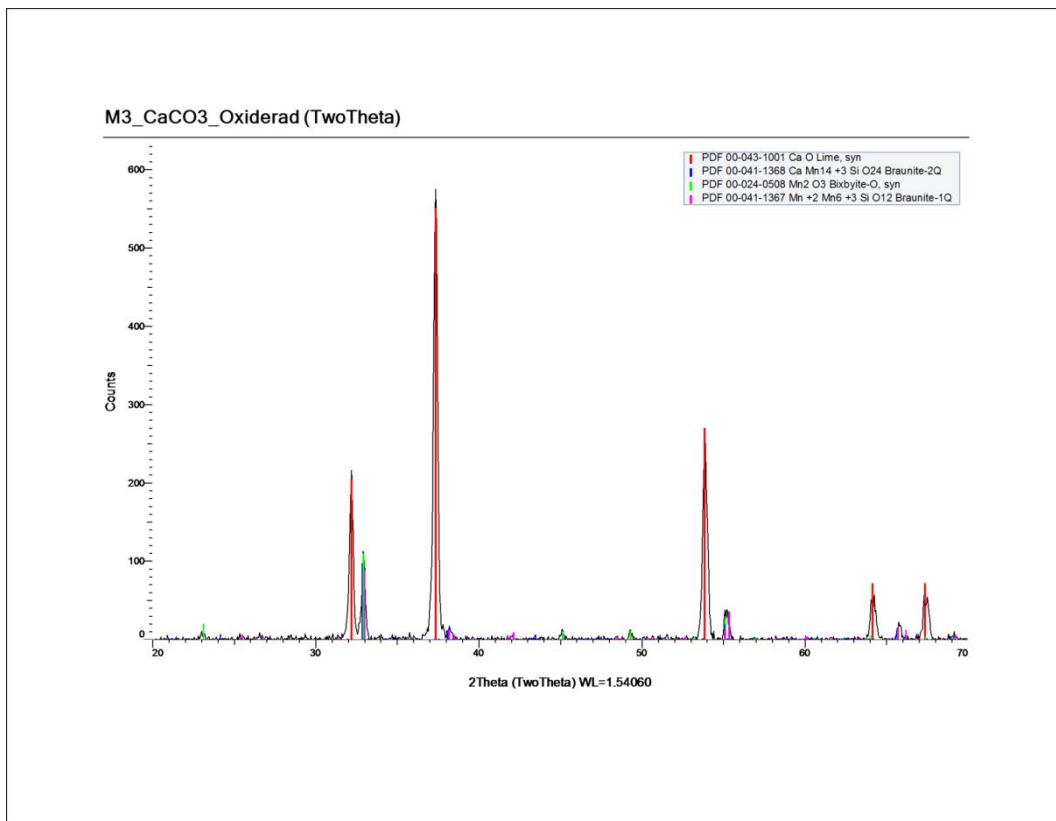
Figur 5. Oxiderad M3.



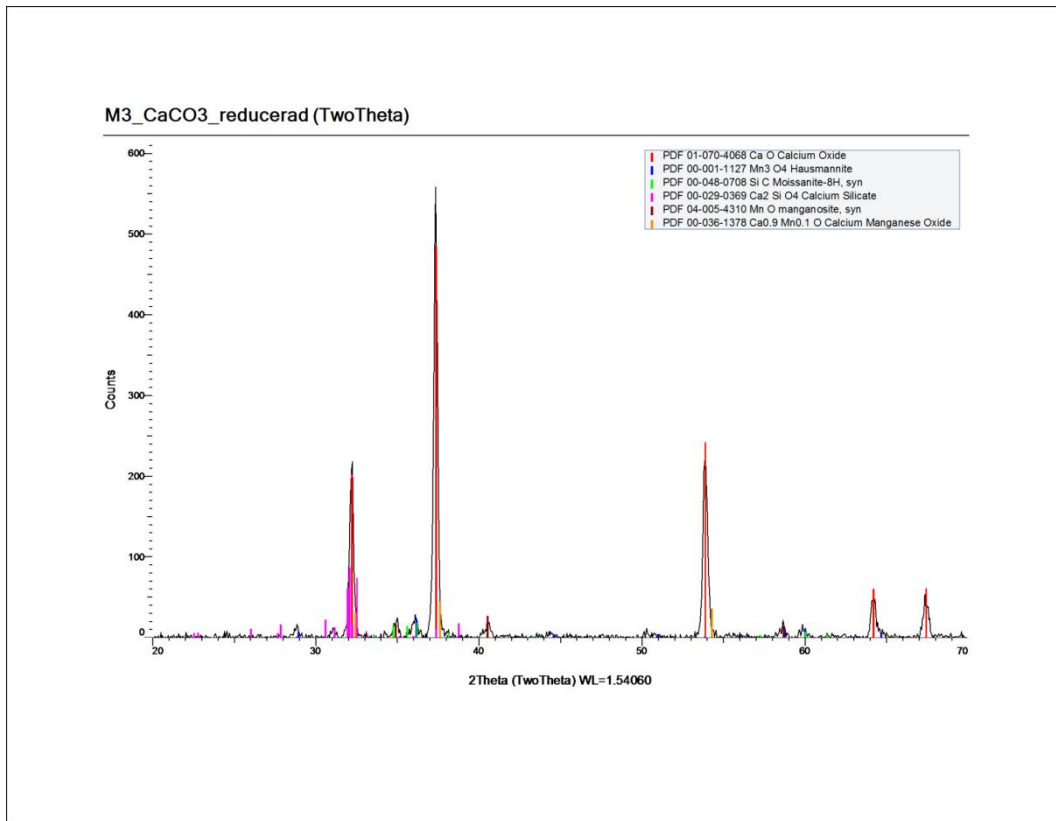
Figur 14. Oxiderad M3 och K₂CO₃.



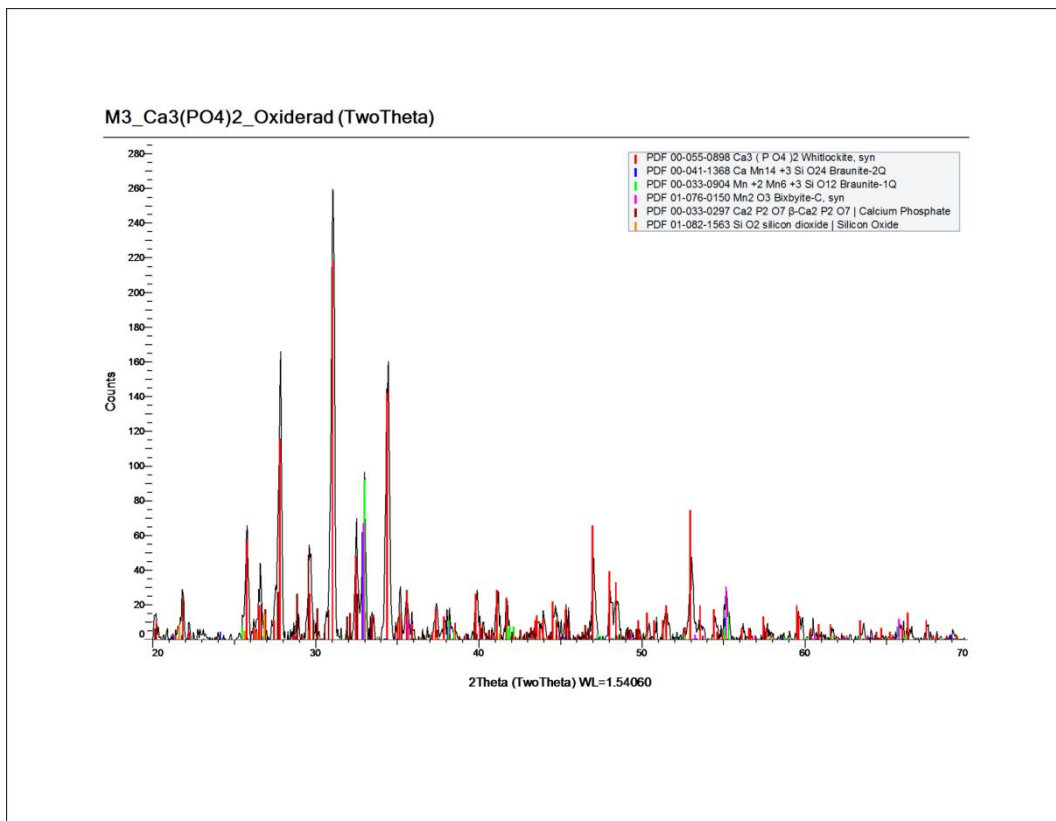
Figur 15. Reducerad M3 och K_2CO_3 .



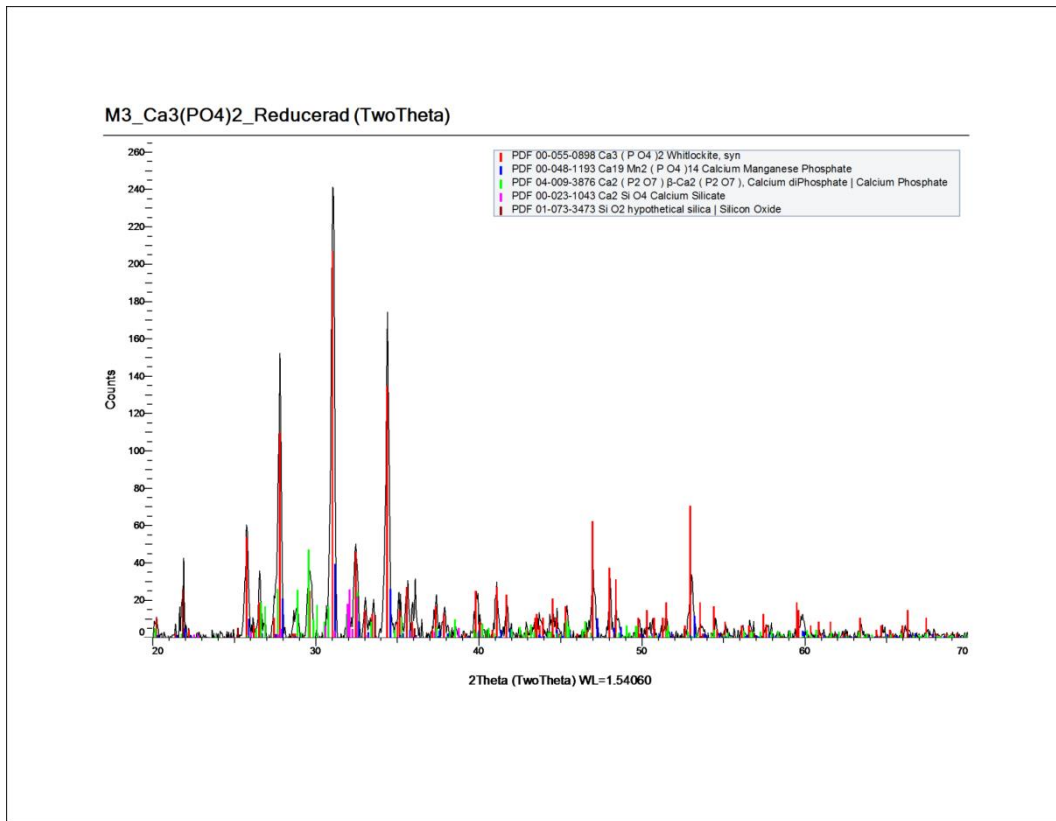
Figur 16. Oxiderad M3 och $CaCO_3$.



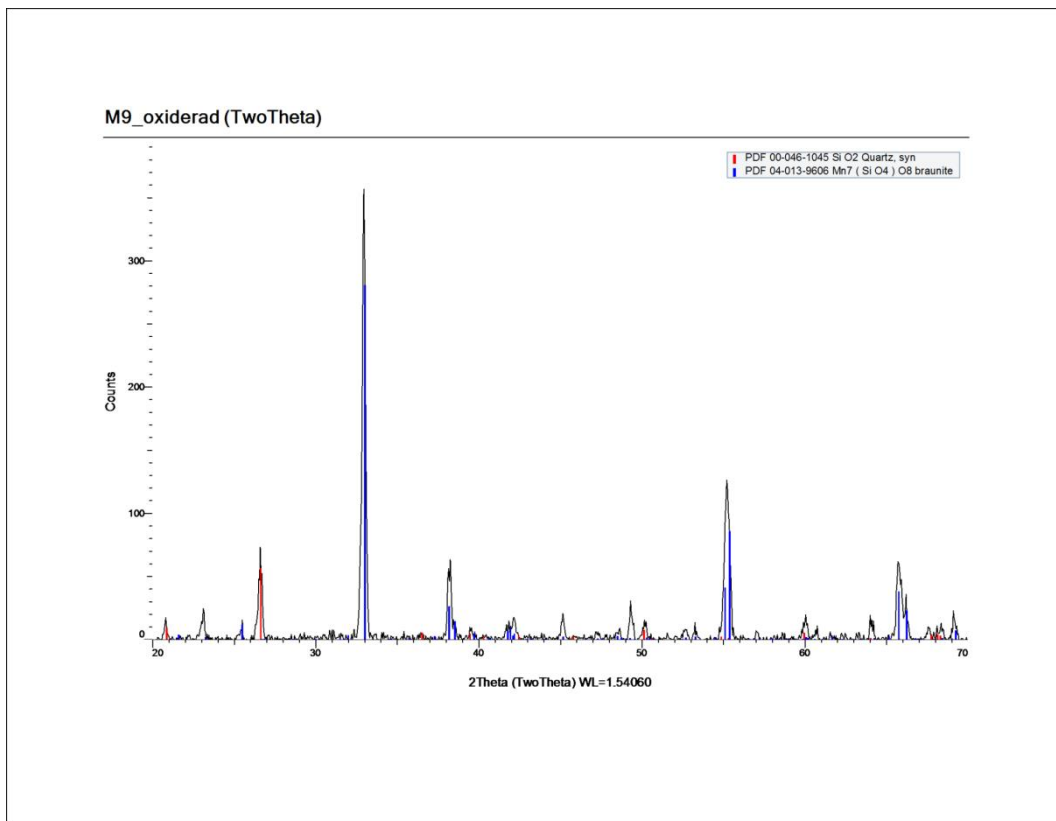
Figur 17. Reducerad M3 och CaCO_3 .



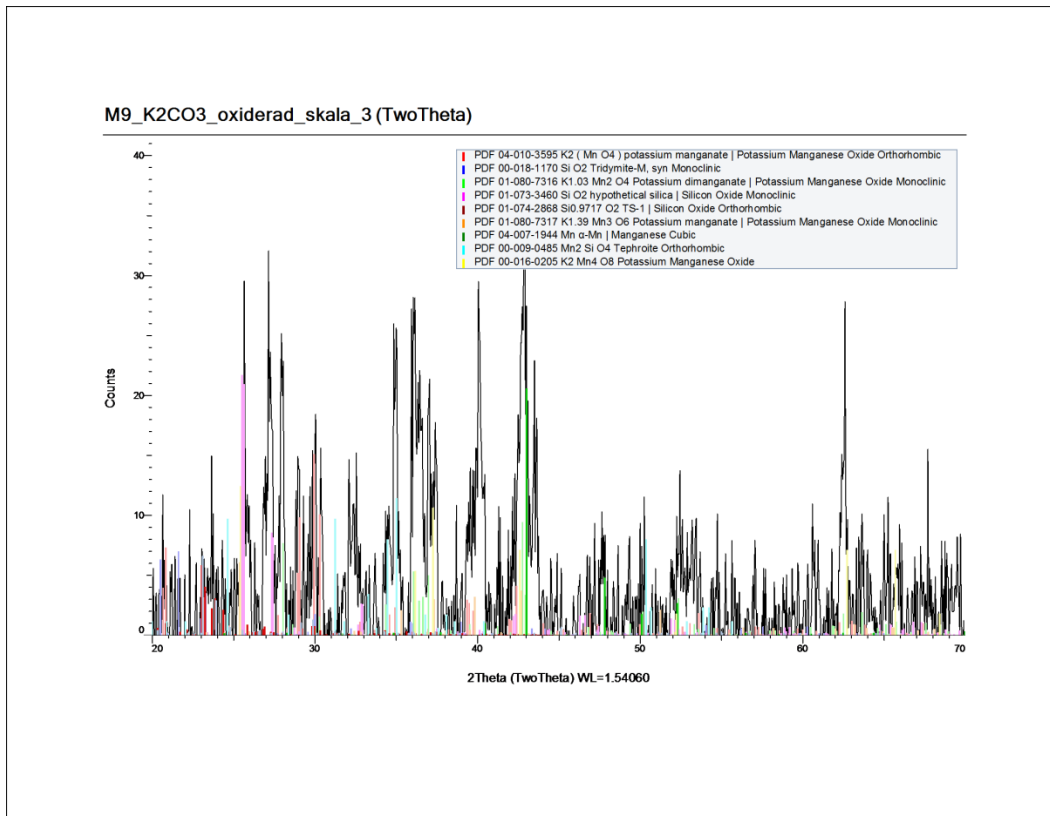
Figur 6. Oxiderad M3 och $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.



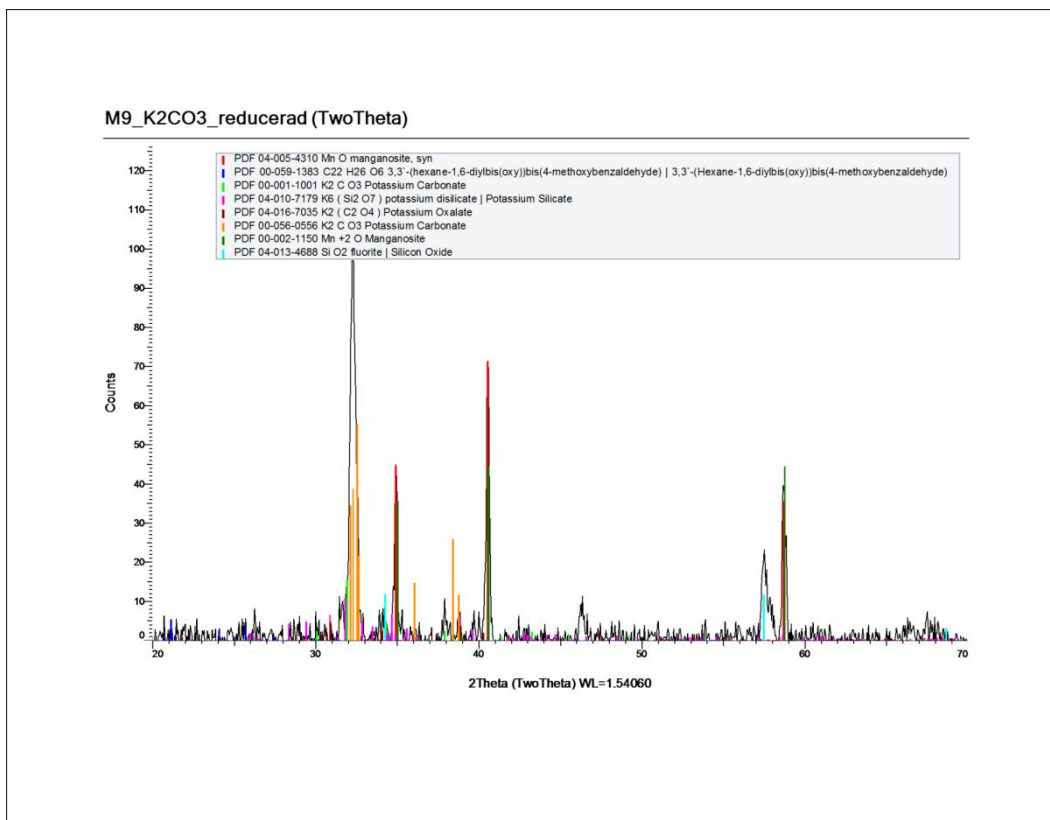
Figur 7. Reducerad M3 och Ca₃(PO₄)₂.



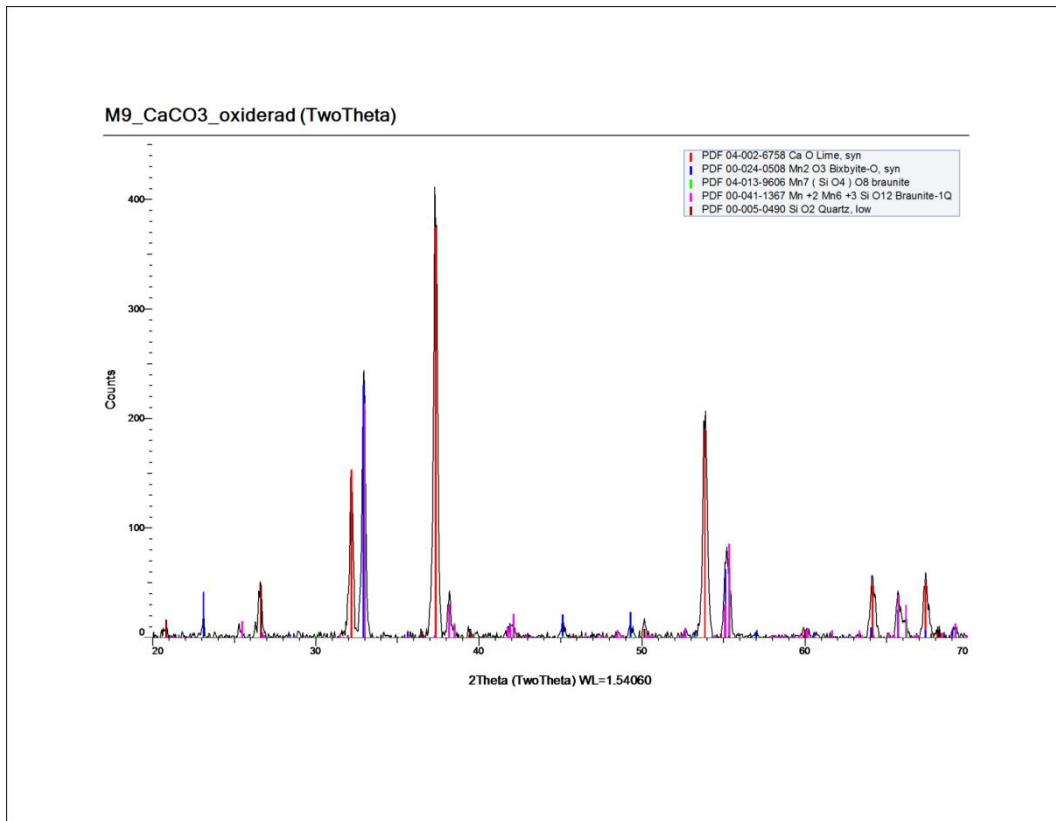
Figur 8. Oxiderad M9.



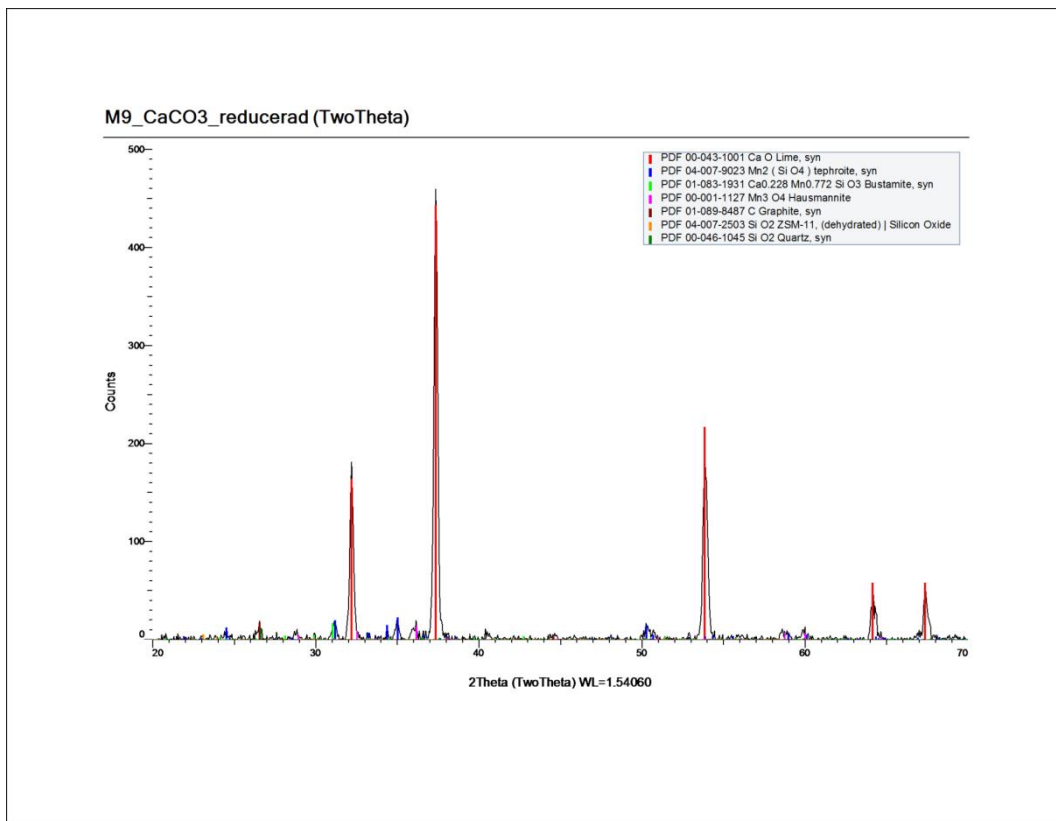
Figur 21. Oxiderad M9 och K_2CO_3 .



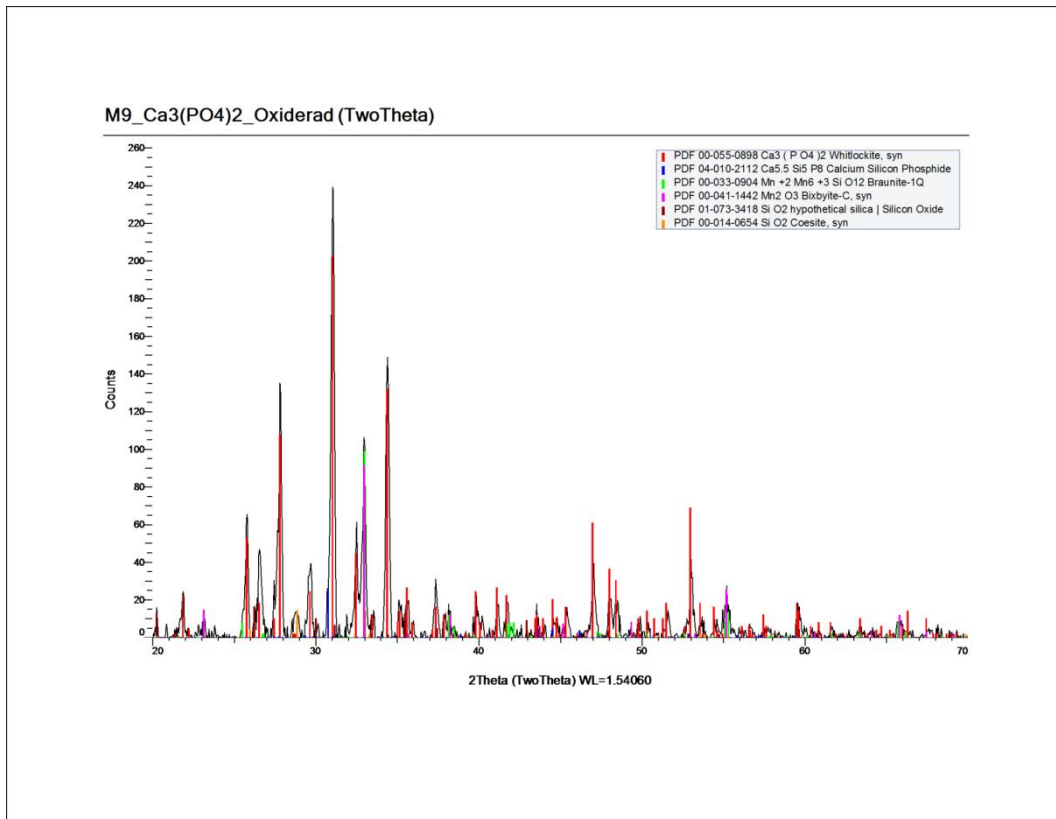
Figur 22. Reducerad M9 och K_2CO_3 .



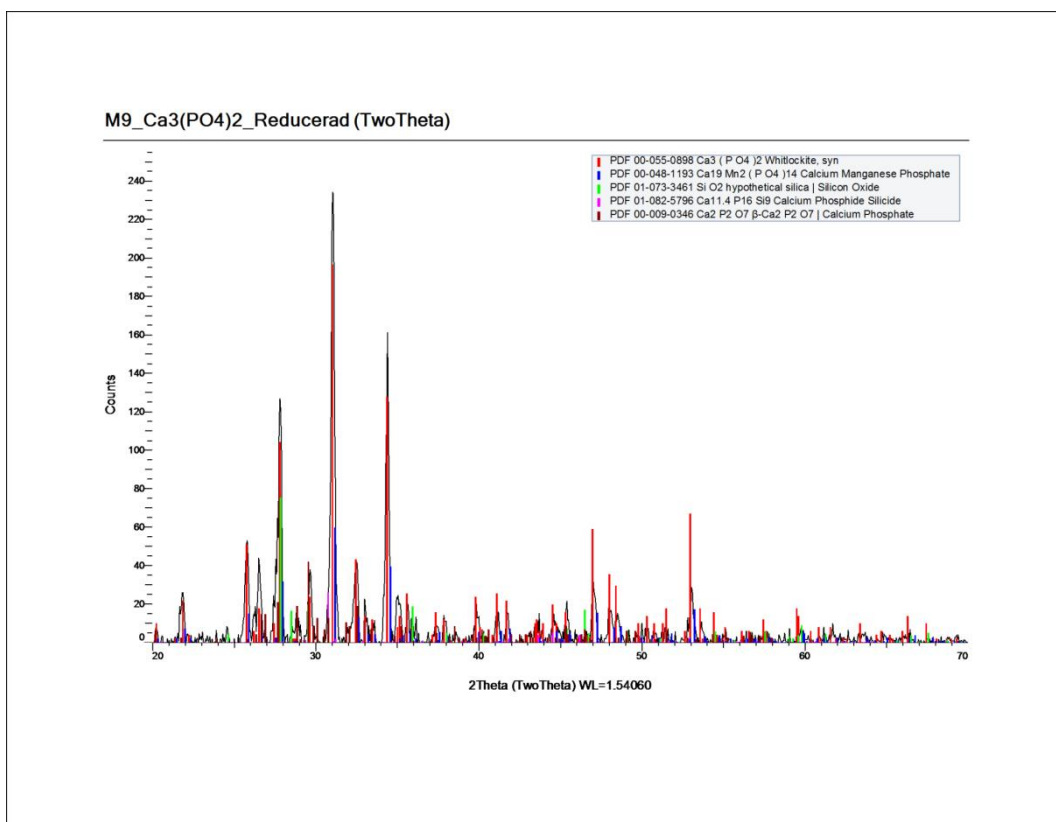
Figur 23. Oxiderad M9 och CaCO₃.



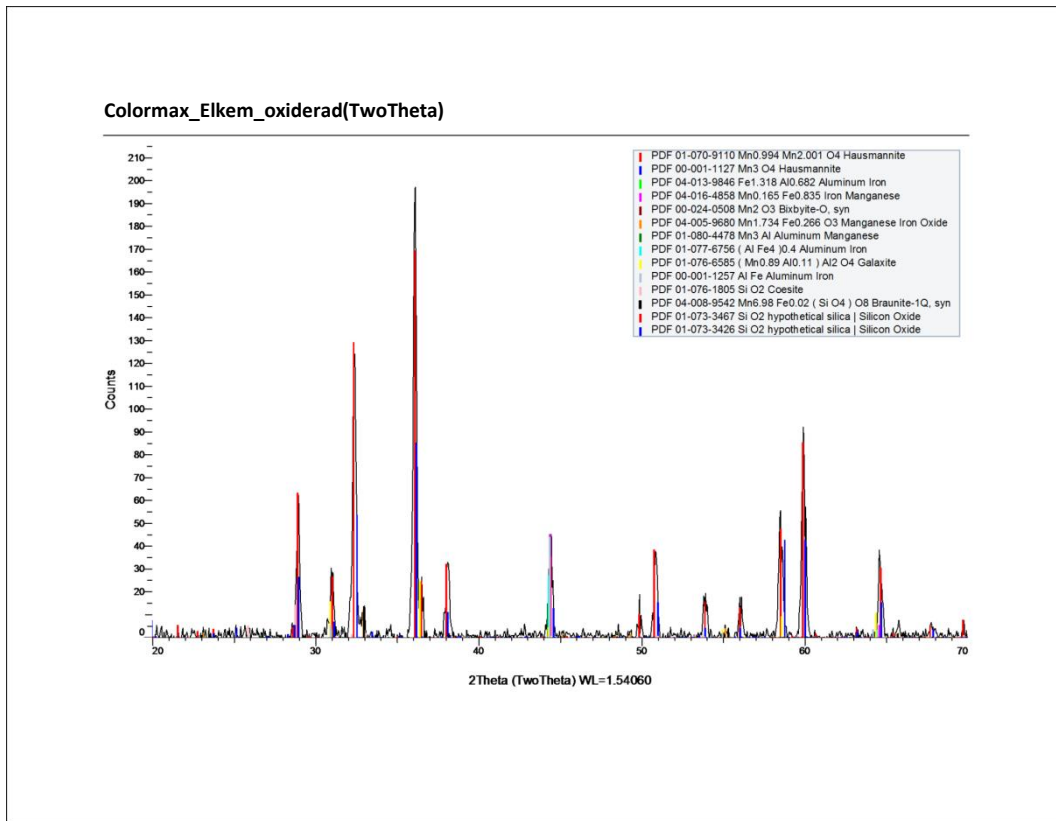
Figur 24. Reducerad M9 och CaCO₃.



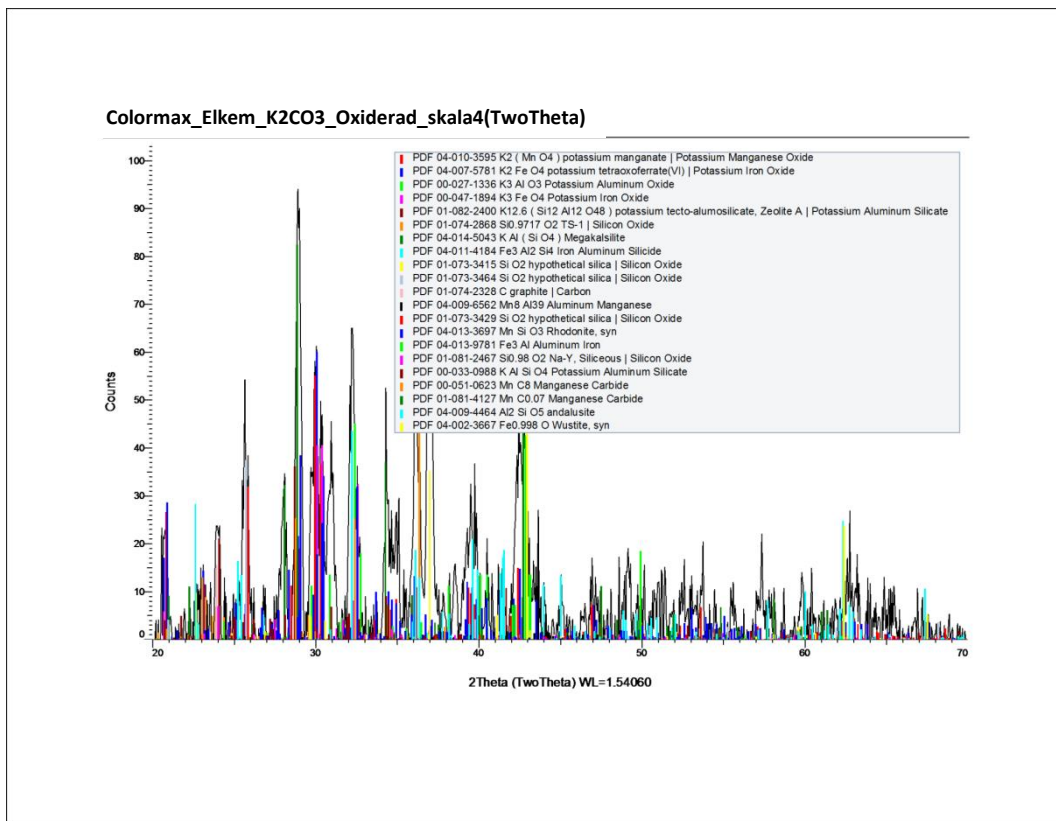
Figur 9. Oxiderad M9 och $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.



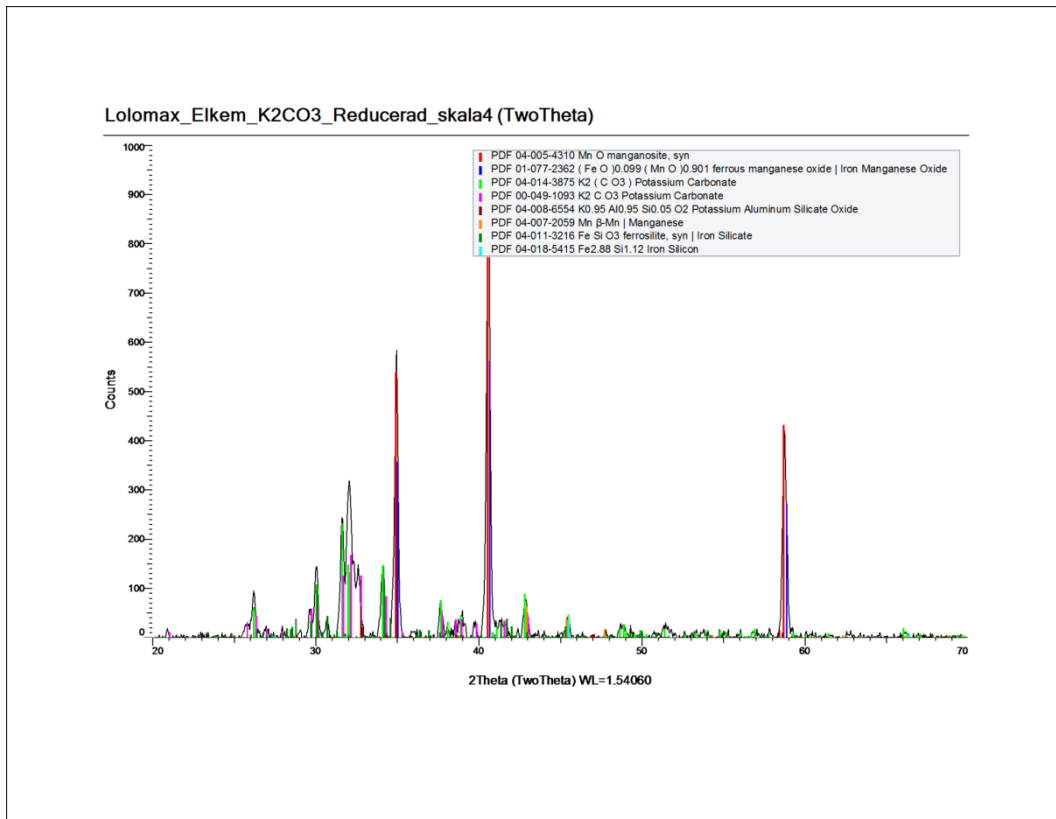
Figur 10. Reducerad M9 och $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.



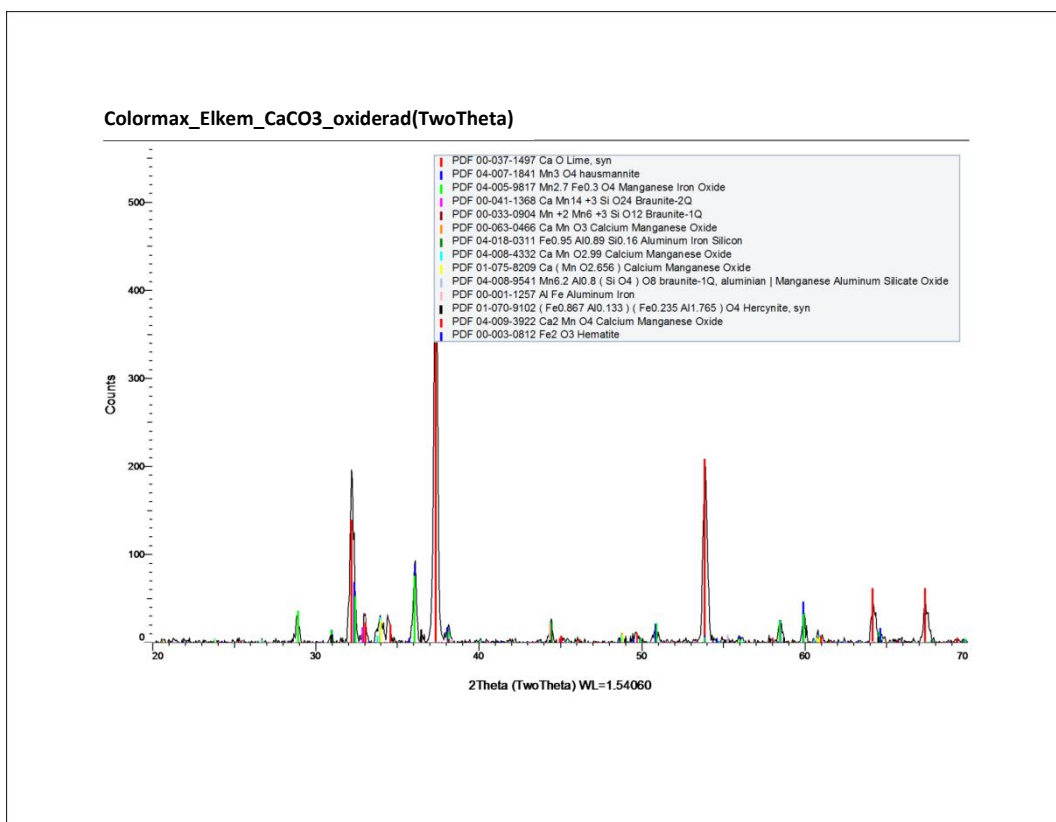
Figur 11. Oxiderad Colormax Elkem.



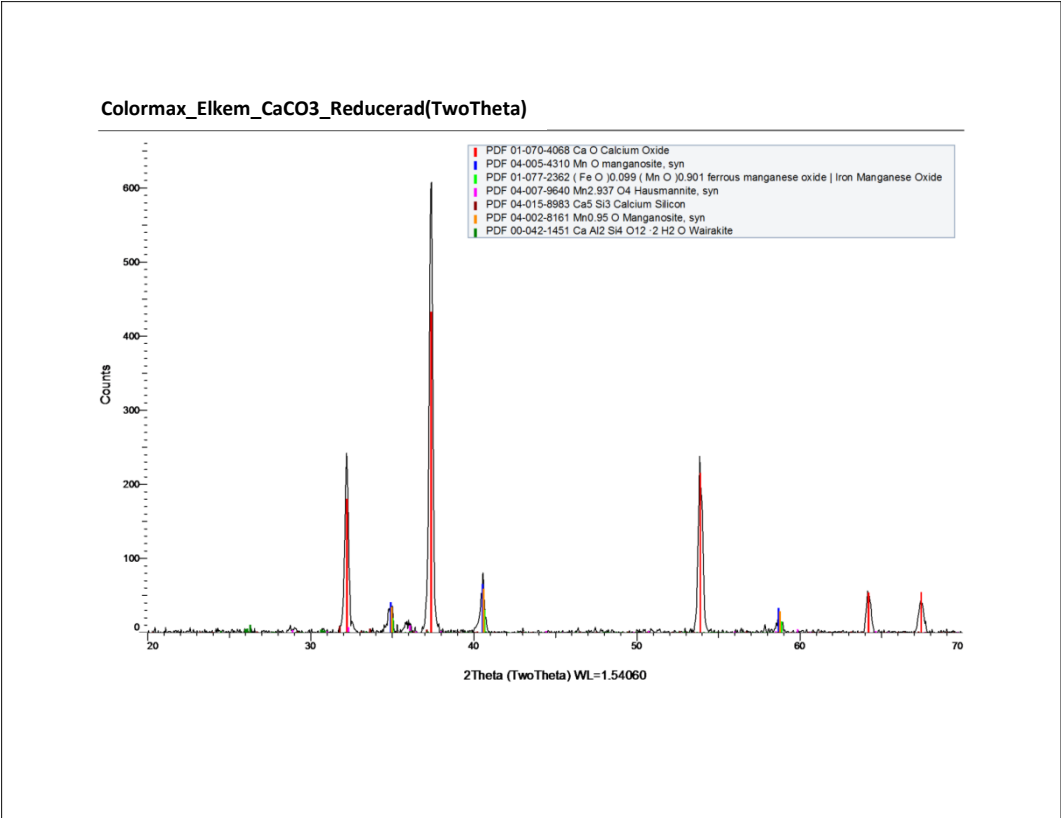
Figur 28. Oxiderad Colormax Elkem och K₂CO₃.



Figur 29. Reducerad Colormax Elkem och K_2CO_3 .



Figur 30. Oxiderad Colormax Elkem och $CaCO_3$.

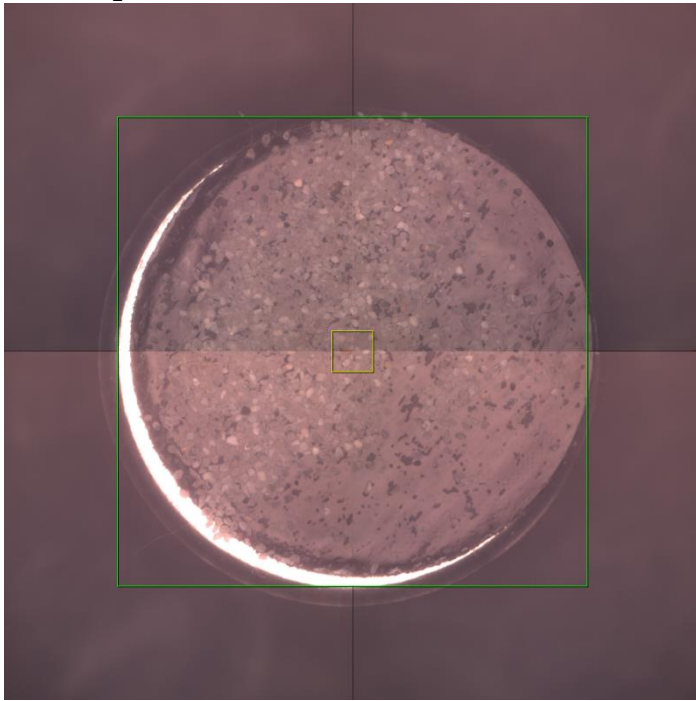


Figur 31. Reducerad Colormax Elkem och CaCO₃.

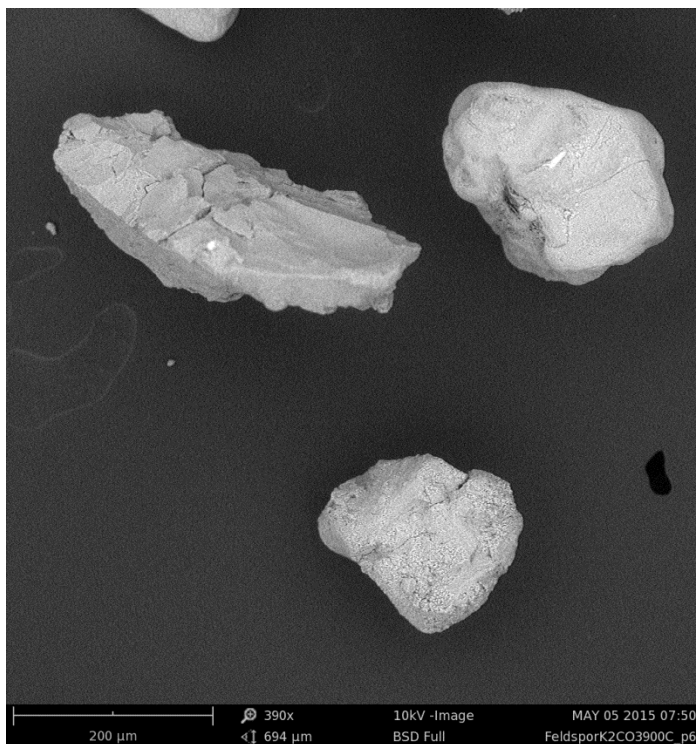
Bilaga SEM

1. SiO₂

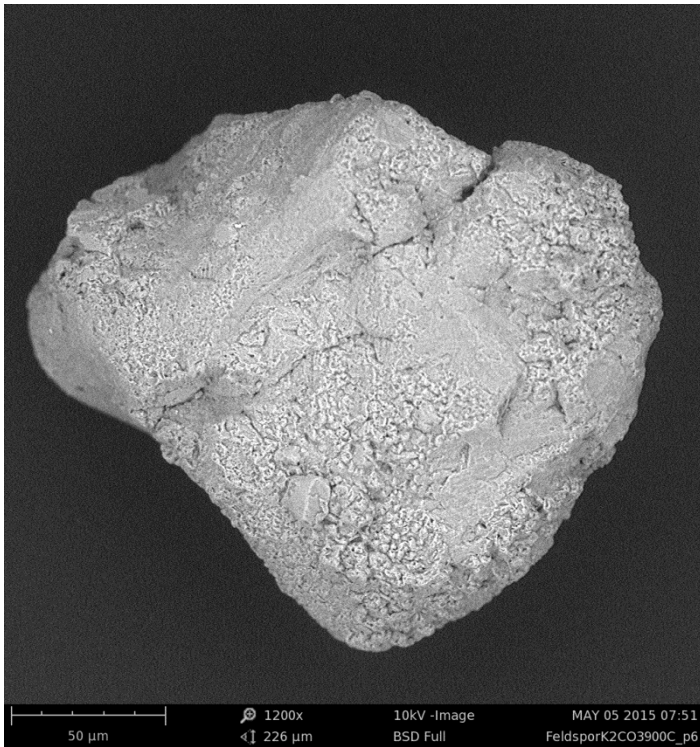
1.1. SiO₂ oxiderad



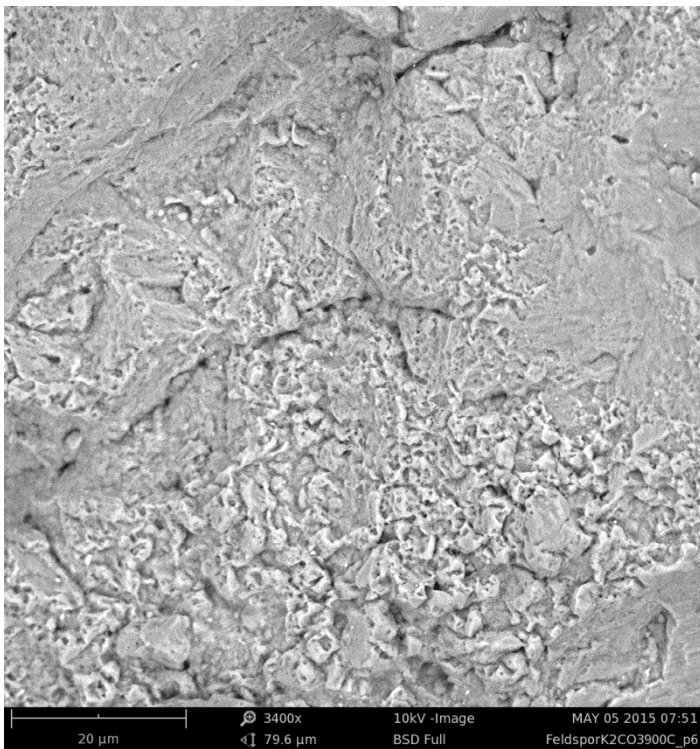
Figur 1. Optisk översiktssbild av oxiderad SiO₂.



Figur 2. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂.

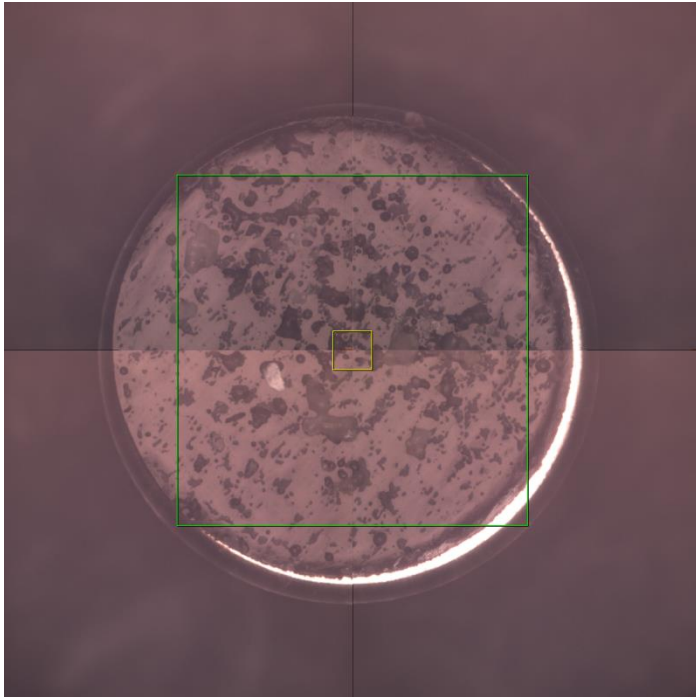


Figur 3. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂.

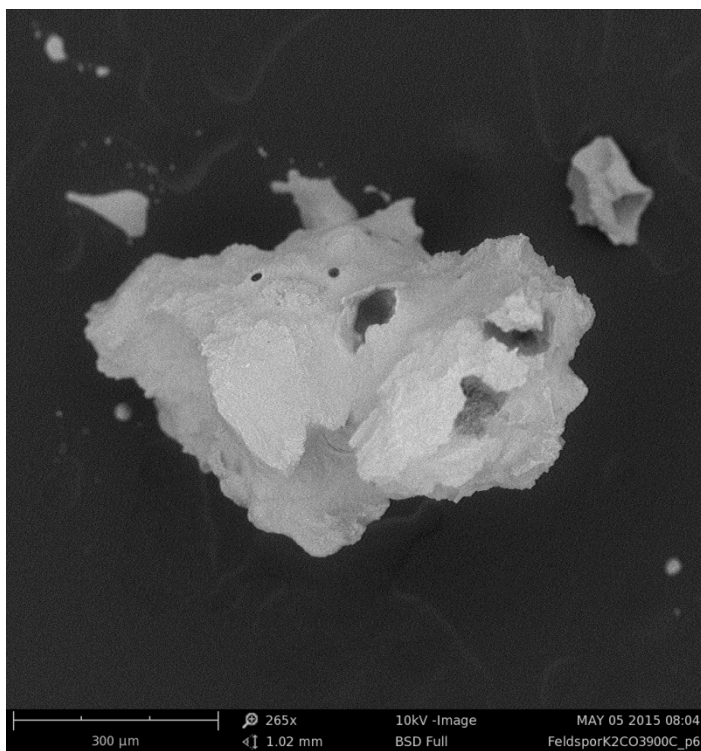


Figur 4. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂.

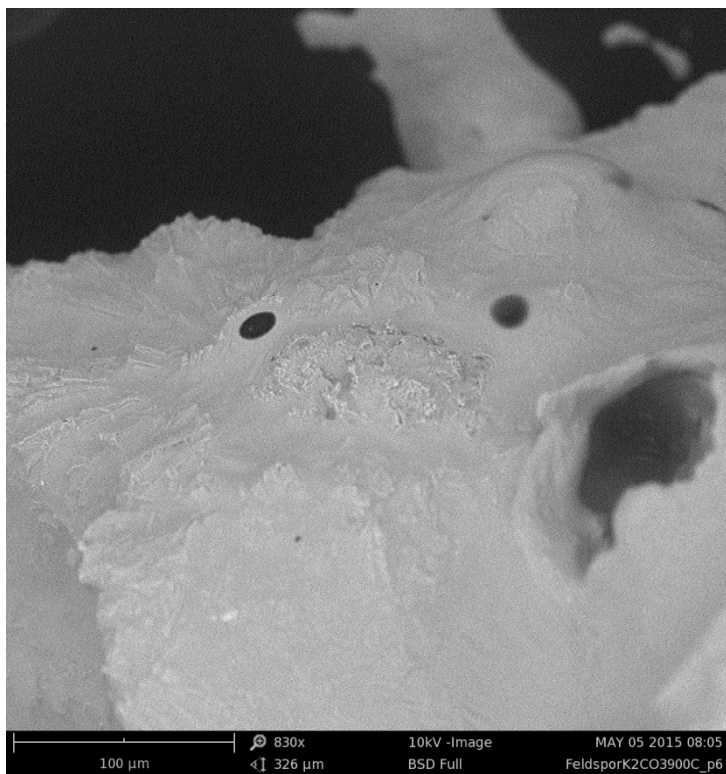
1.2. SiO₂ med K₂CO₃, oxiderad



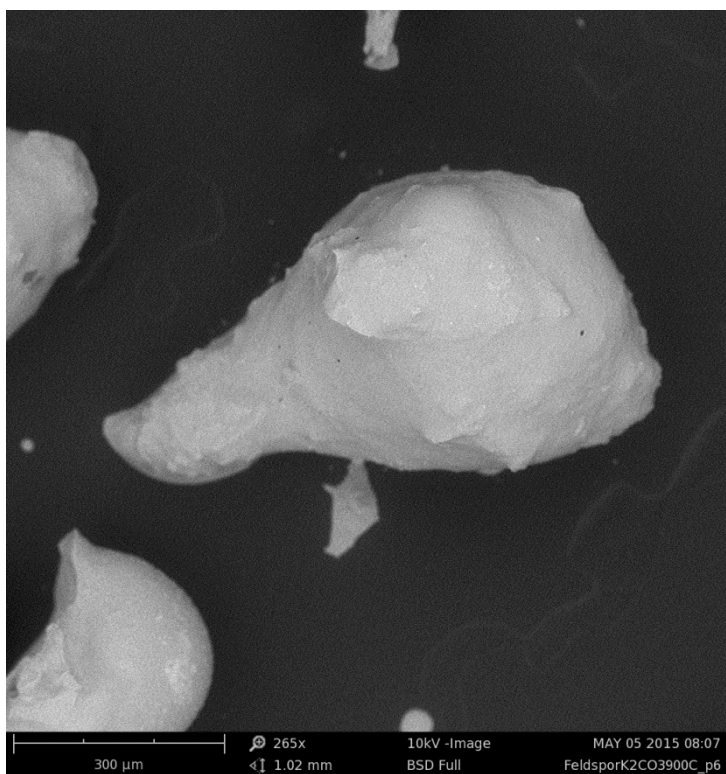
Figur 5. Optisk översiktssbild av oxiderad SiO₂ med K₂CO₃.



Figur 6. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂ med K₂CO₃.



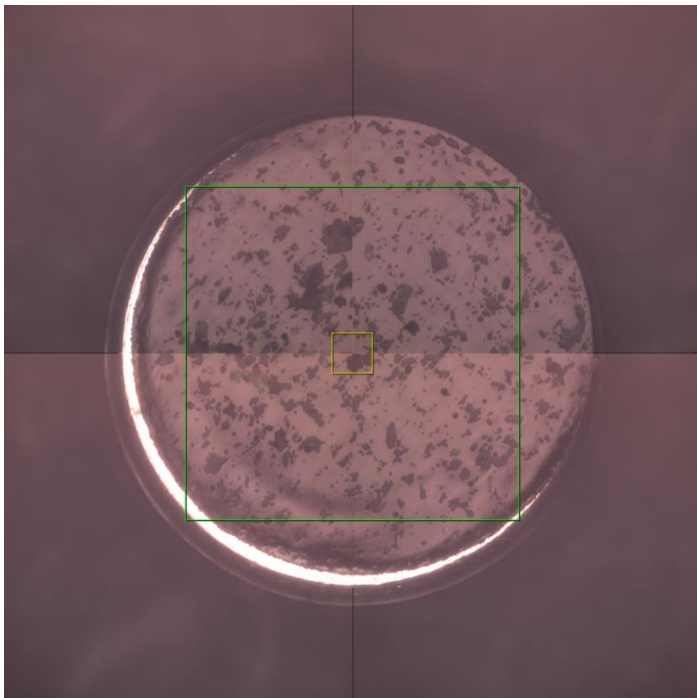
Figur 7. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂ med K₂CO₃.



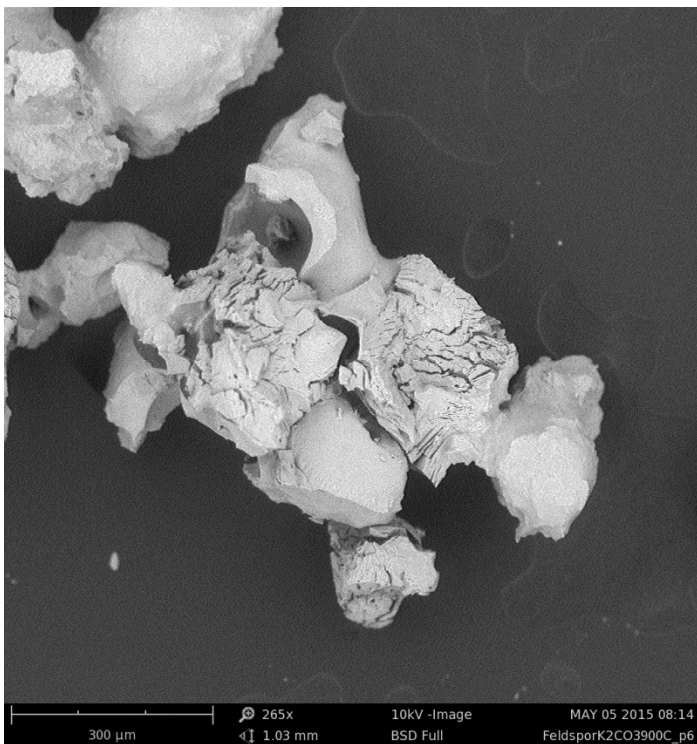
Figur 8. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂ med K₂CO₃.

1.3. SiO₂ med K₂CO₃, reducerad

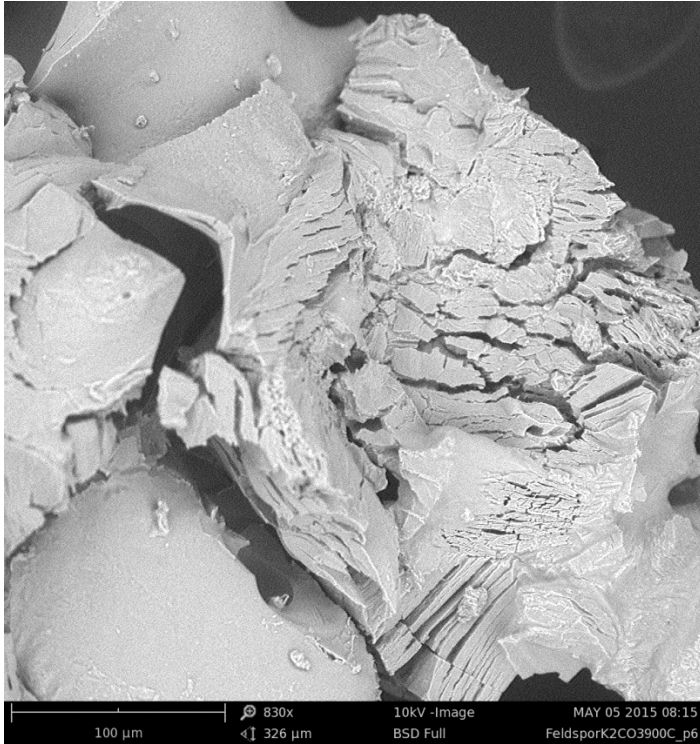
1.3.1. Provets svarta del



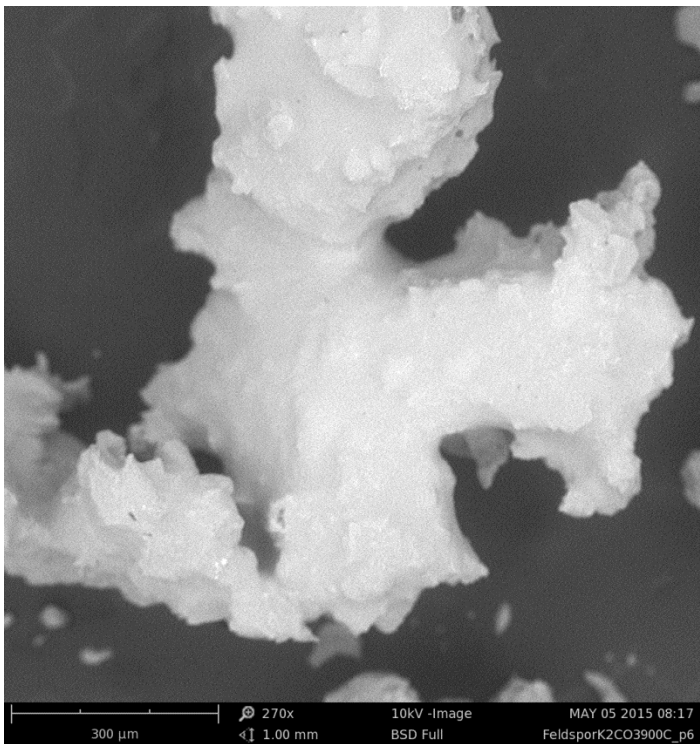
Figur 9. Optisk översiktspålitelse av reducerad SiO₂ med K₂CO₃.



Figur 120. Svepelektronbild av reducerad SiO₂ med K₂CO₃.

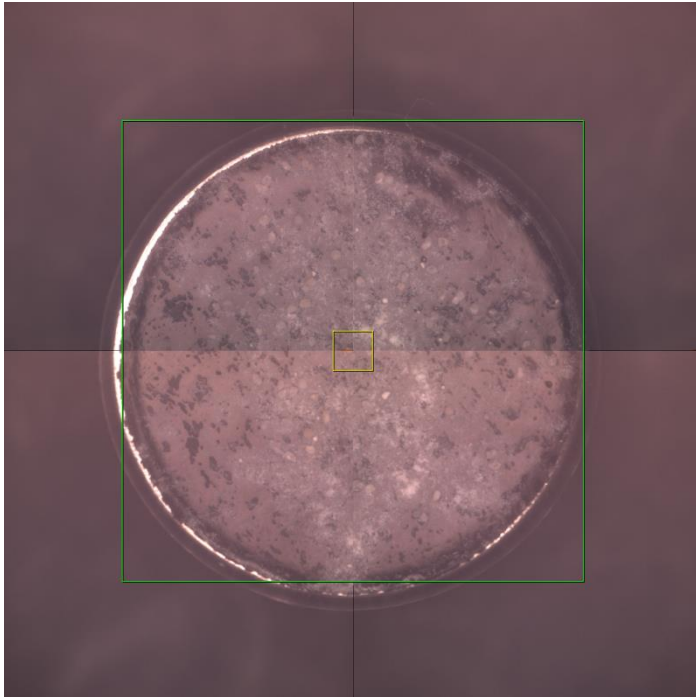


Figur 11. Svepelektronbild av reducerad SiO₂ med K₂CO₃.

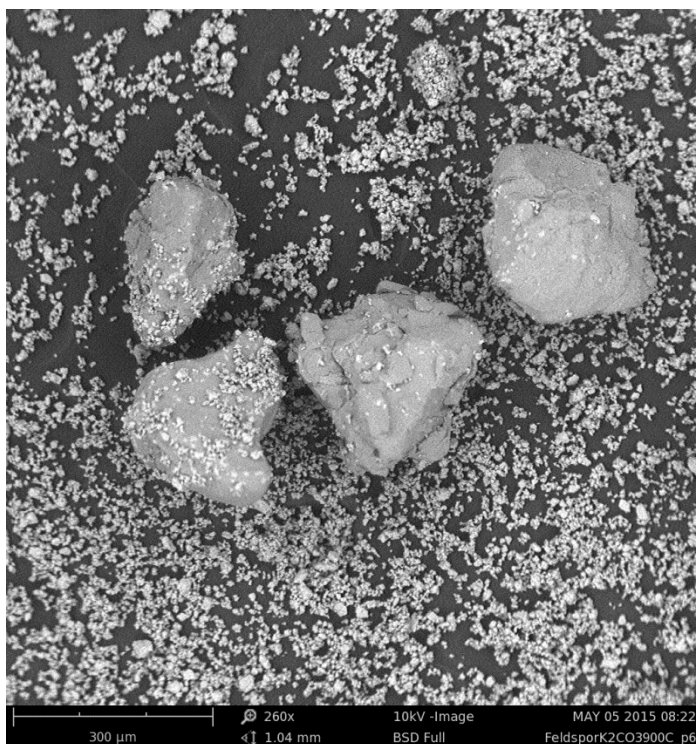


Figur 113. Svepelektronbild av reducerad SiO₂ med K₂CO₃.

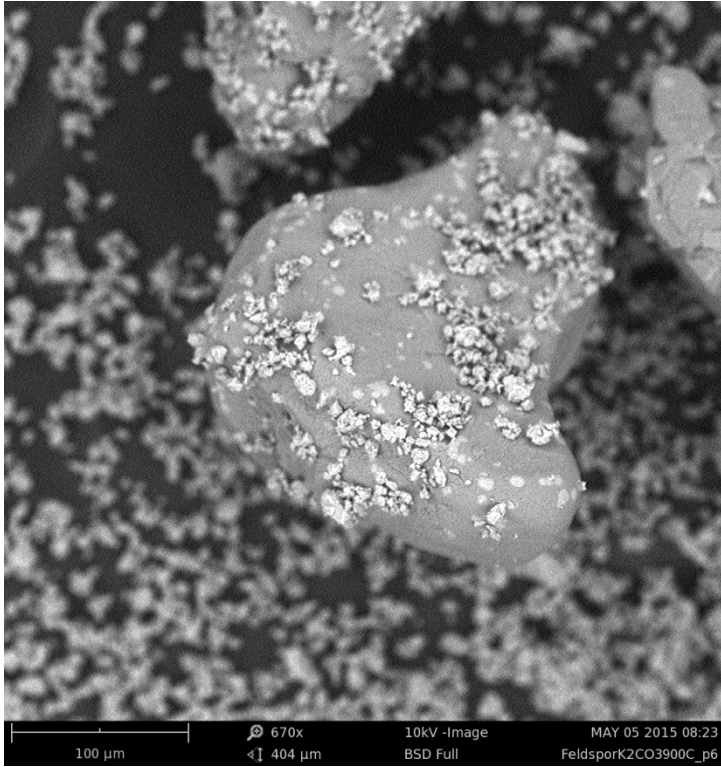
1.4. SiO₂ med CaCO₃, oxiderad



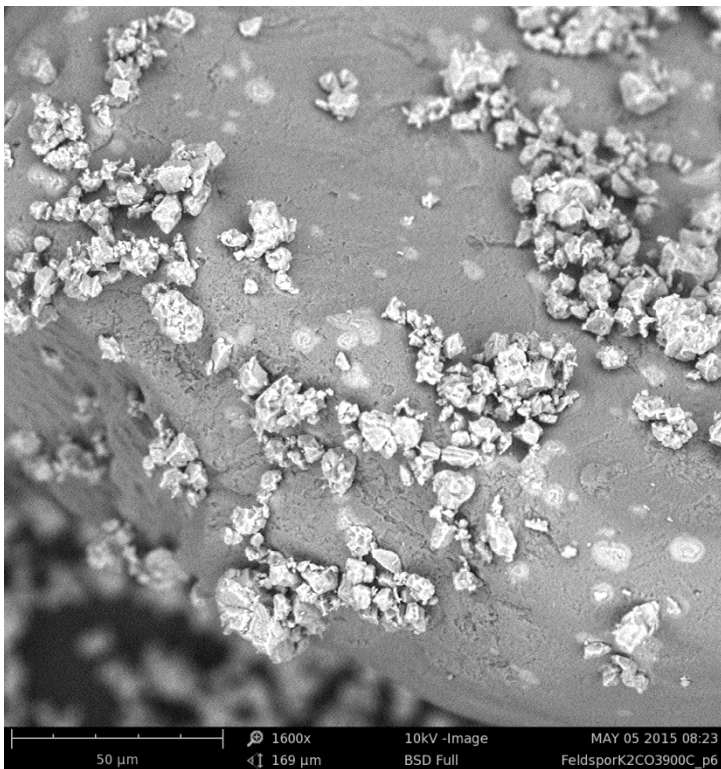
Figur 114. Optisk översiktsbild av oxiderad SiO₂ med CaCO₃.



Figur 115. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂ med CaCO₃.

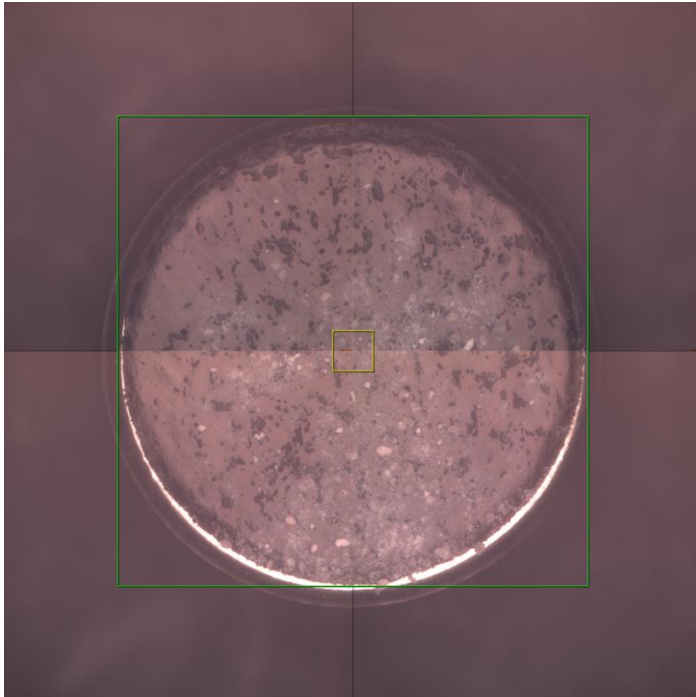


Figur 116. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂ med CaCO₃.

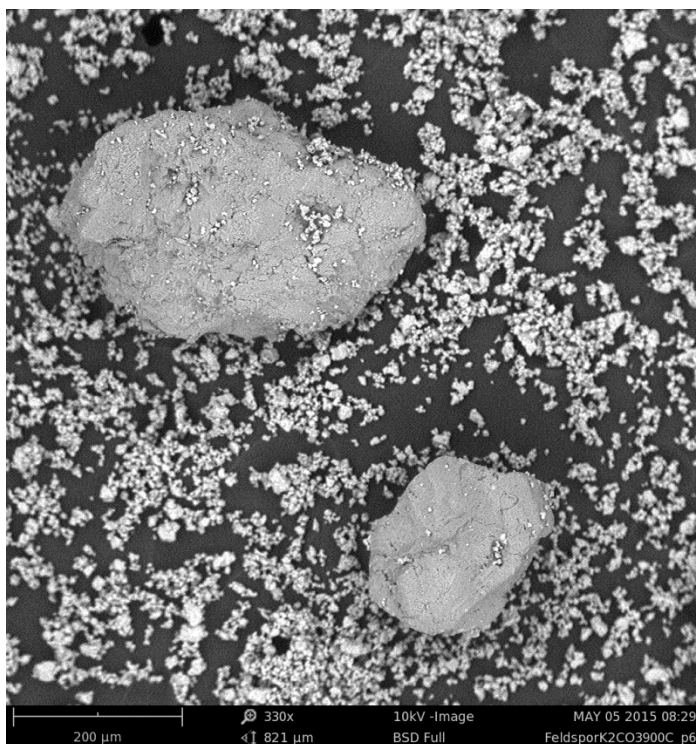


Figur 117. Svepelektronbild av oxiderad SiO₂ med CaCO₃.

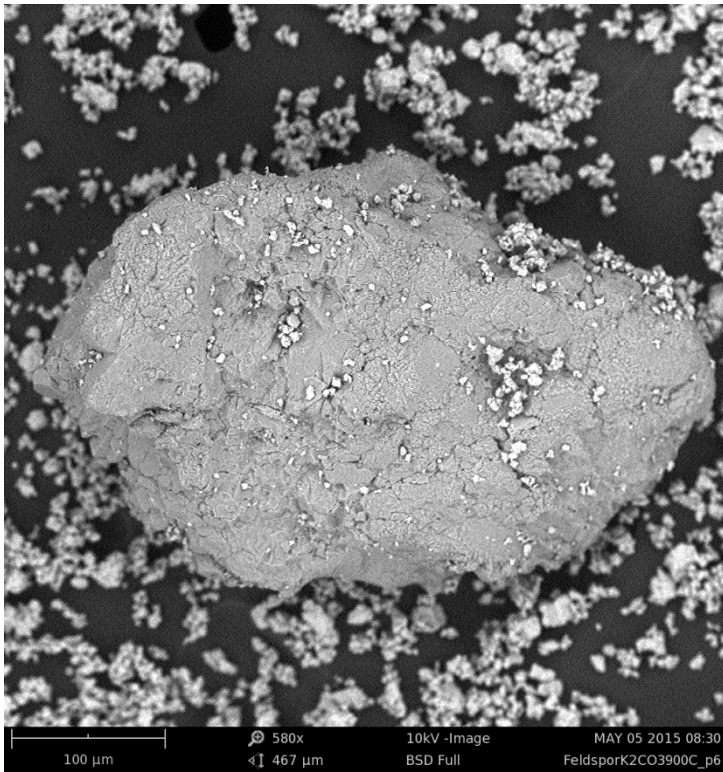
1.5. SiO₂ med CaCO₃, reducerad



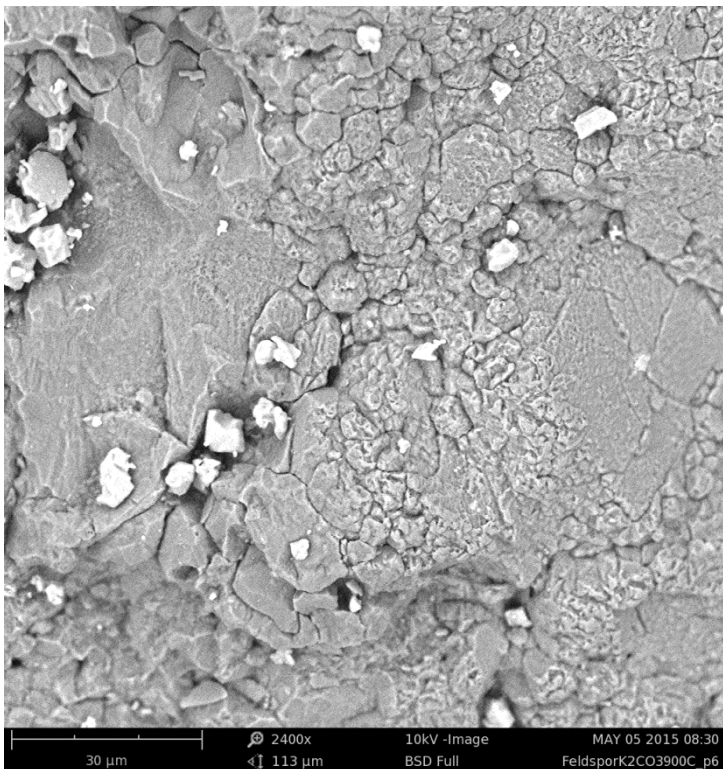
Figur 118. Optisk översiktsbild av reducerad SiO₂ med CaCO₃.



Figur 119. Svepelektronbild av reducerad SiO₂ med CaCO₃.



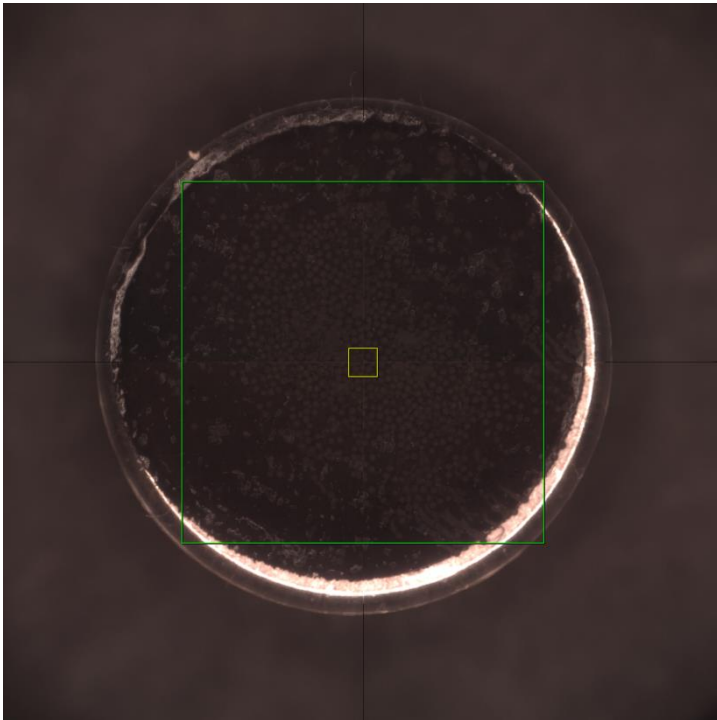
Figur 120. Svepelektronbild av reducerad SiO_2 med CaCO_3 .



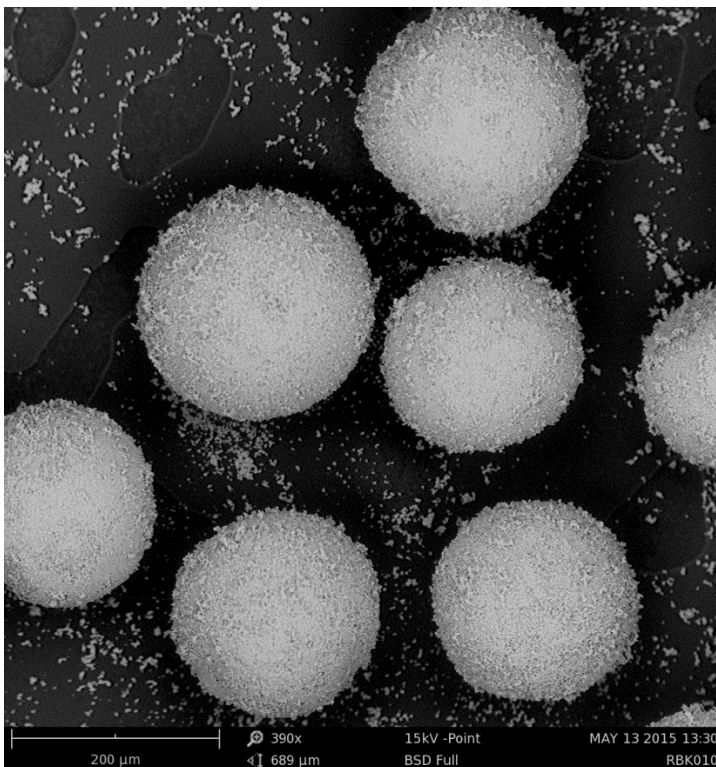
Figur 21. Svepelektronbild av reducerad SiO_2 med CaCO_3 .

2. M2

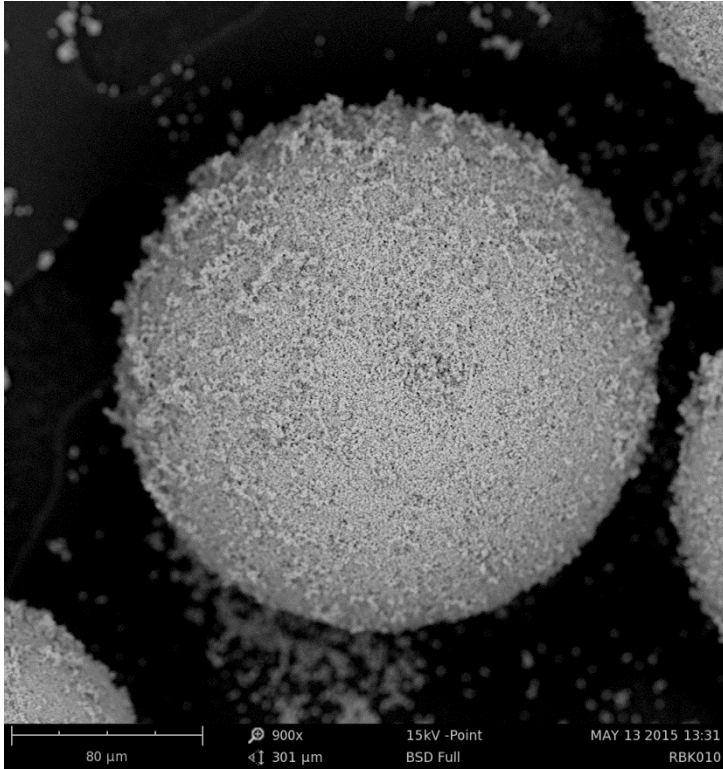
2.1. M2 oxiderad



Figur 21. Optisk översiktbild av oxiderad M2.

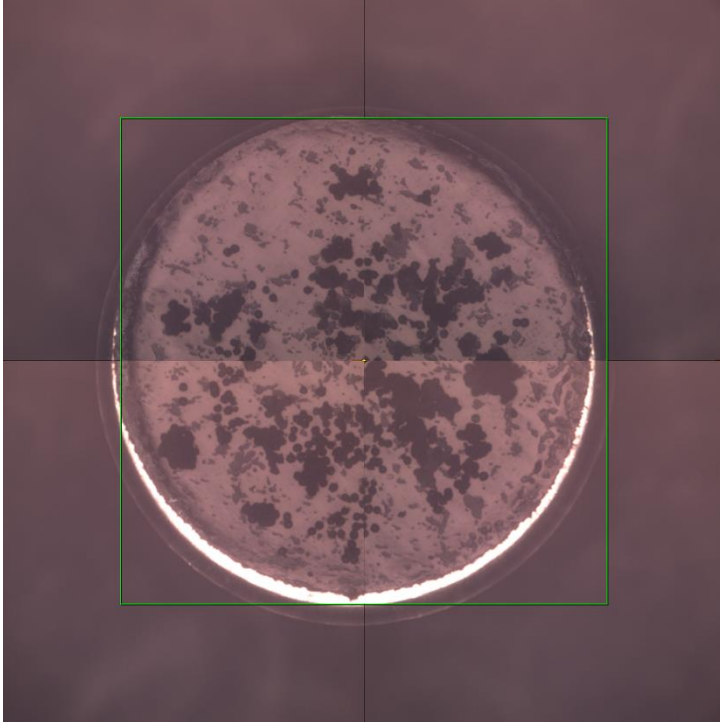


Figur 22. Svepelektronbild av oxiderad M2.

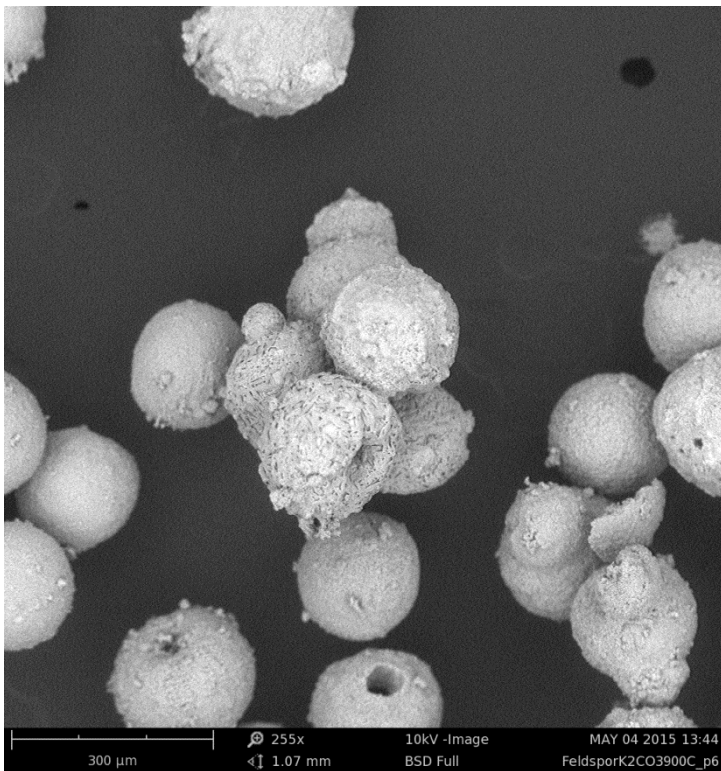


Figur 21. Svepelektronbild av oxiderad M2.

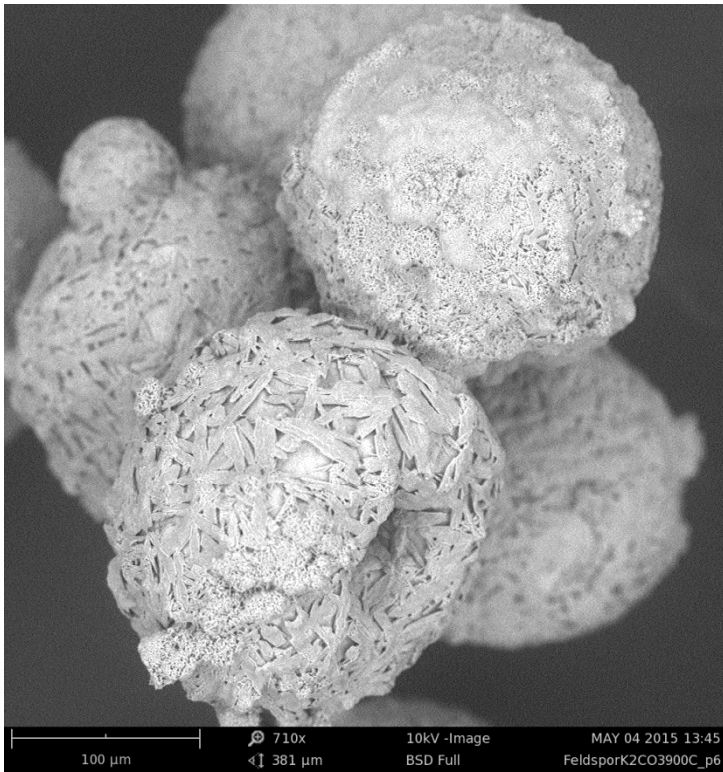
2.2. M2 med K_2CO_3 , oxiderad



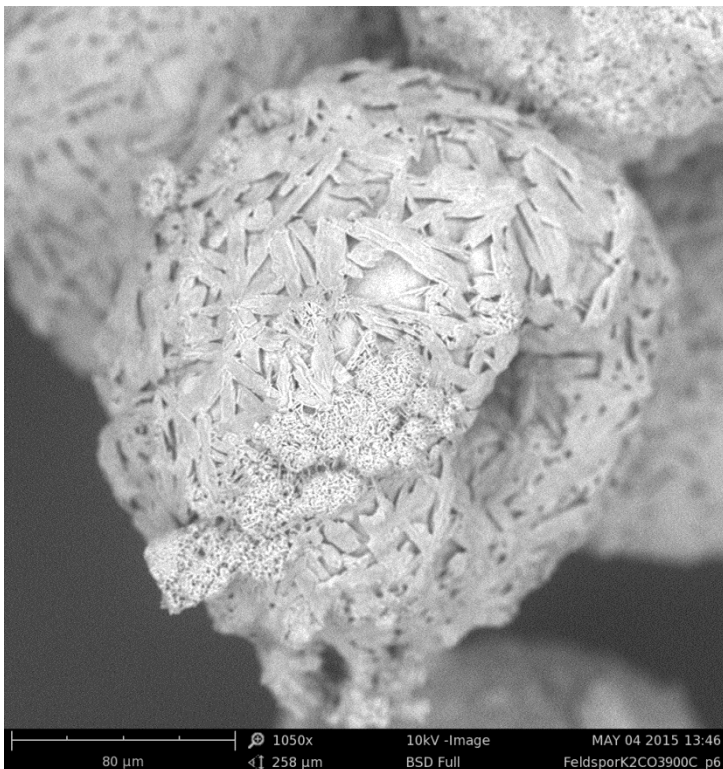
Figur 24. Optisk översiktsbild av M2 med K_2CO_3 , oxiderad.



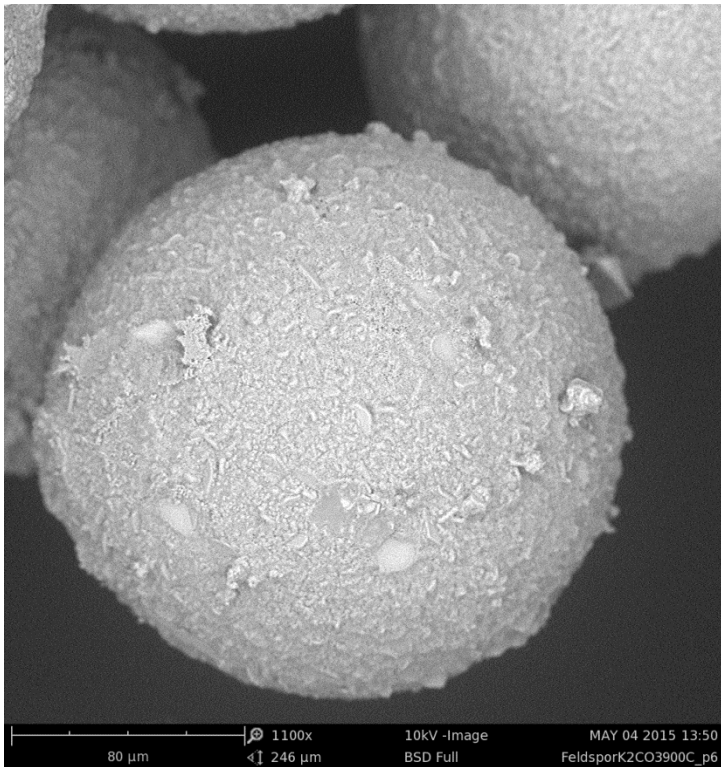
Figur 25. Svepelektronbild av M2 med K_2CO_3 , oxiderad.



Figur 2622. Svepelektronbild av M2 med K₂CO₃, oxiderad.

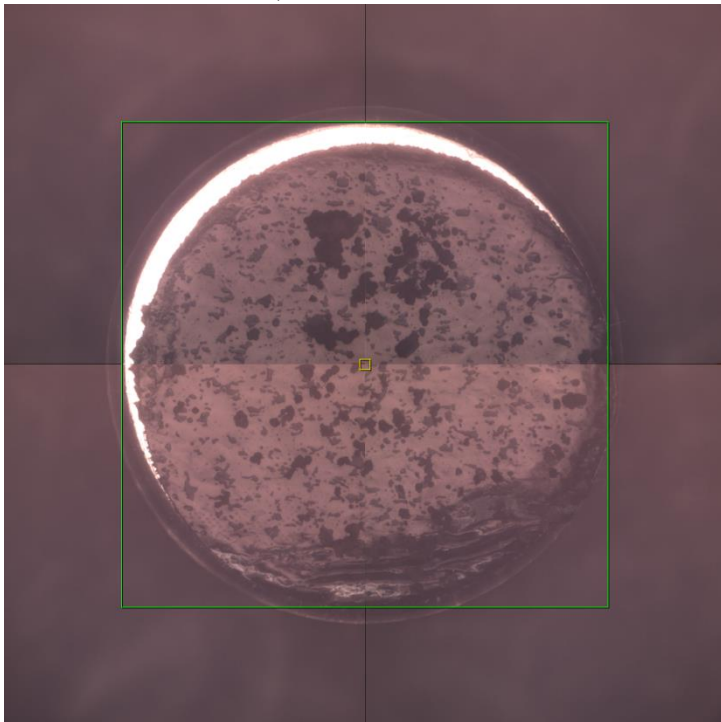


Figur 27. Svepelektronbild av M2 med K₂CO₃, oxiderad.

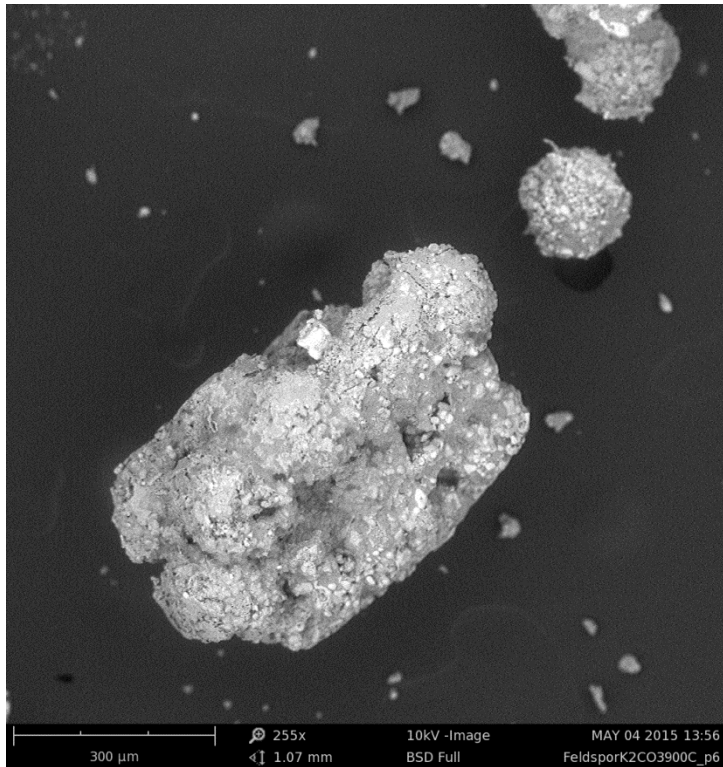


Figur 28. Svepelektronbild av M2 med K₂CO₃, oxiderad.

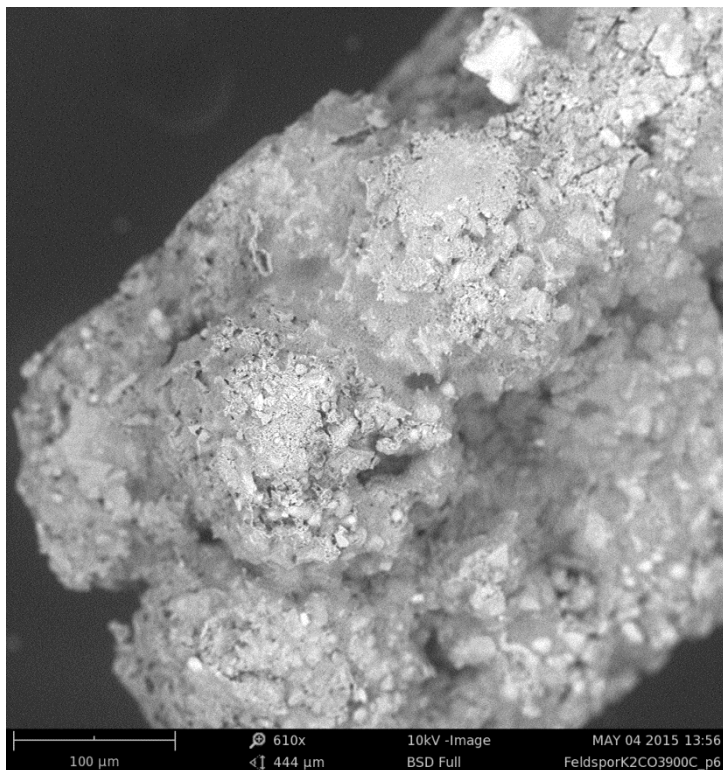
2.3. M2 med K₂CO₃, reducerad



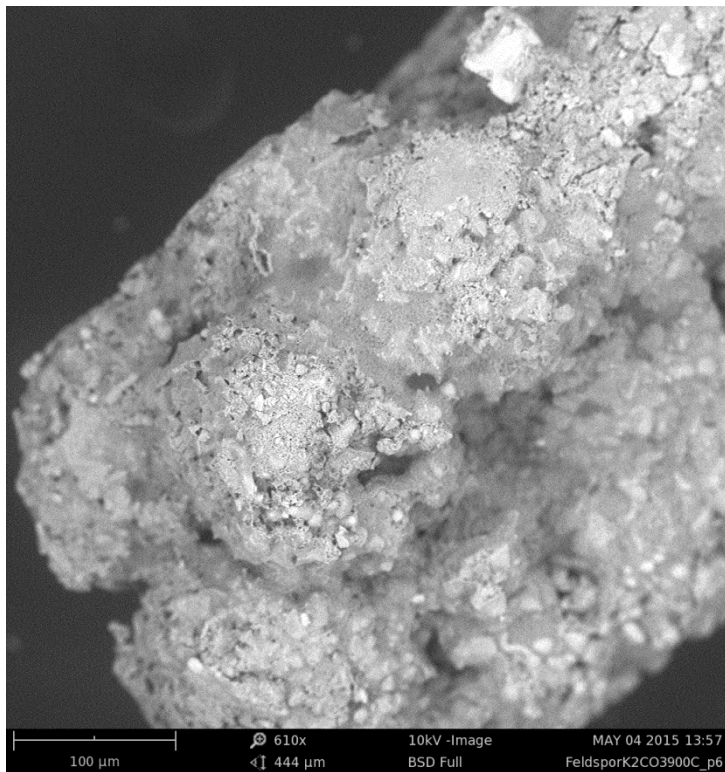
Figur 29. Optisk översiktbild av M2 med K₂CO₃, reducerad.



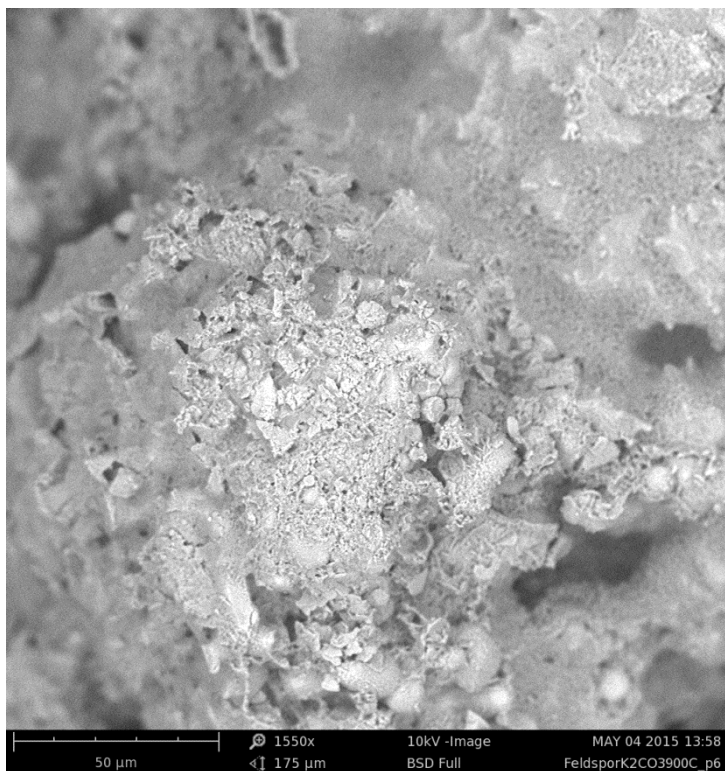
Figur 3023. Svepelektronbild av M2 med K_2CO_3 , reducerad.



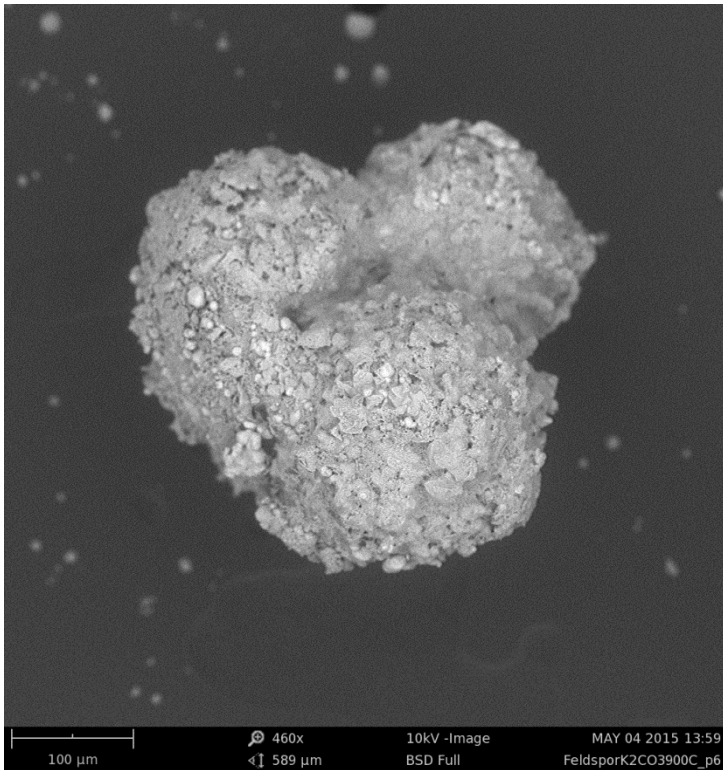
Figur 31. Svepelektronbild av M2 med K_2CO_3 , reducerad.



Figur 32. Svepelektronbild av M2 med K_2CO_3 reducerad.

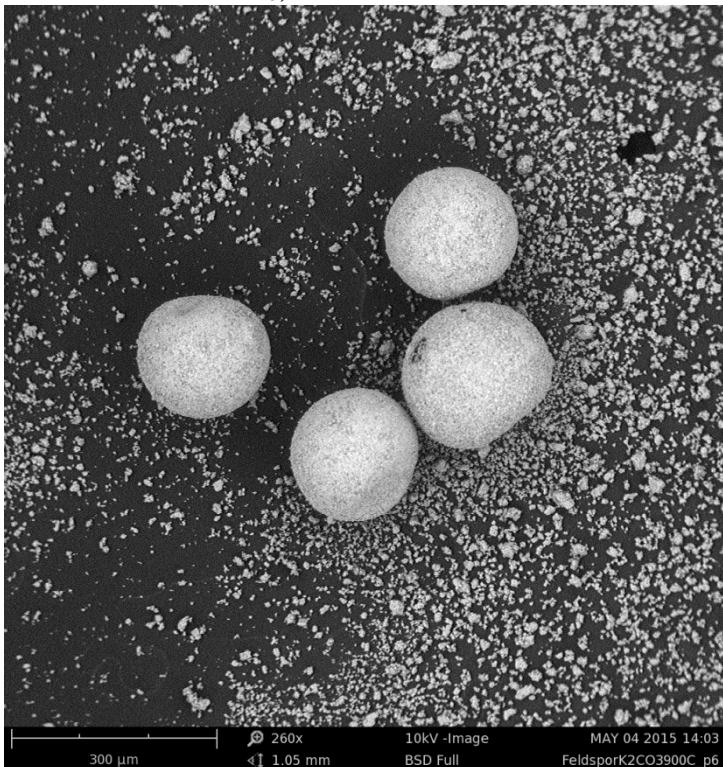


Figur 33. Svepelektronbild av M2 med K_2CO_3 , reducerad.

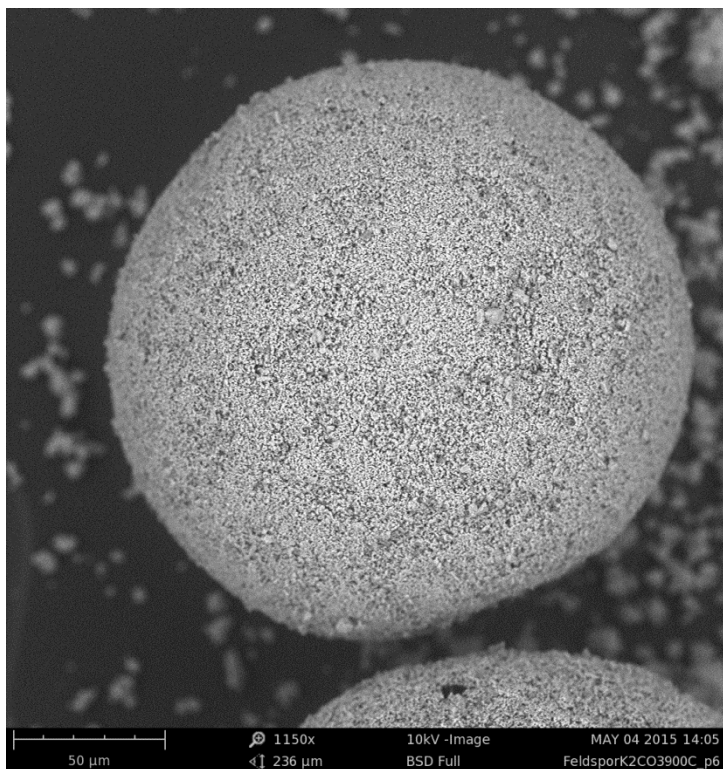


Figur 34. Svepelektronbild av M2 med K₂CO₃, reducerad.

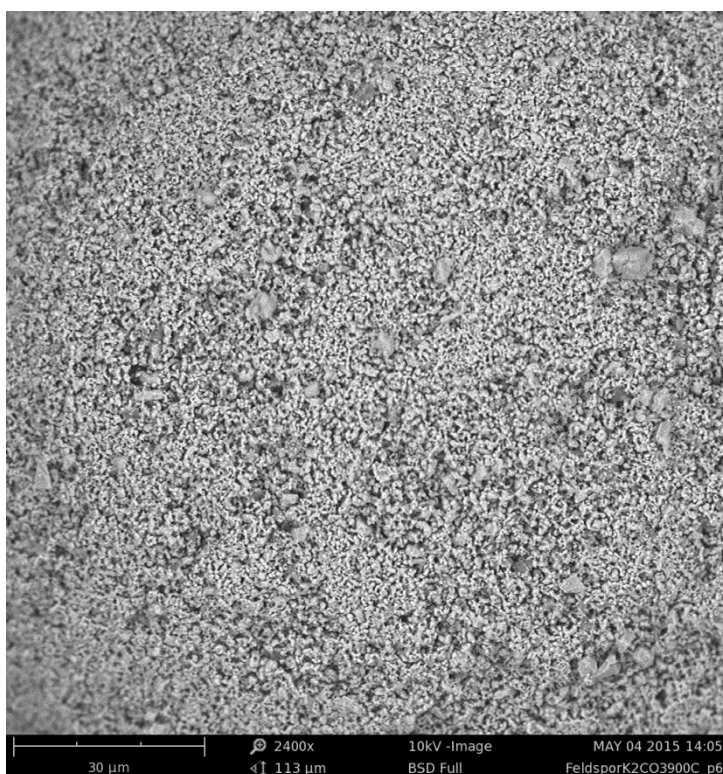
2.4. M2 med CaCO₃, oxiderad.



Figur 35. Svepelektronbild av M2 med CaCO₃, oxiderad.

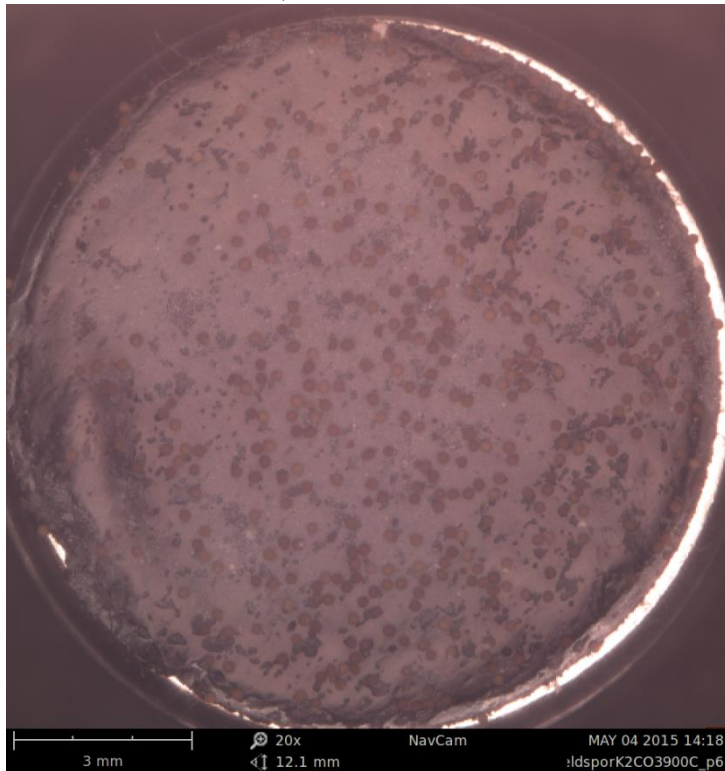


Figur 36. Svepelektronbild av M2 med CaCO₃, oxiderad.

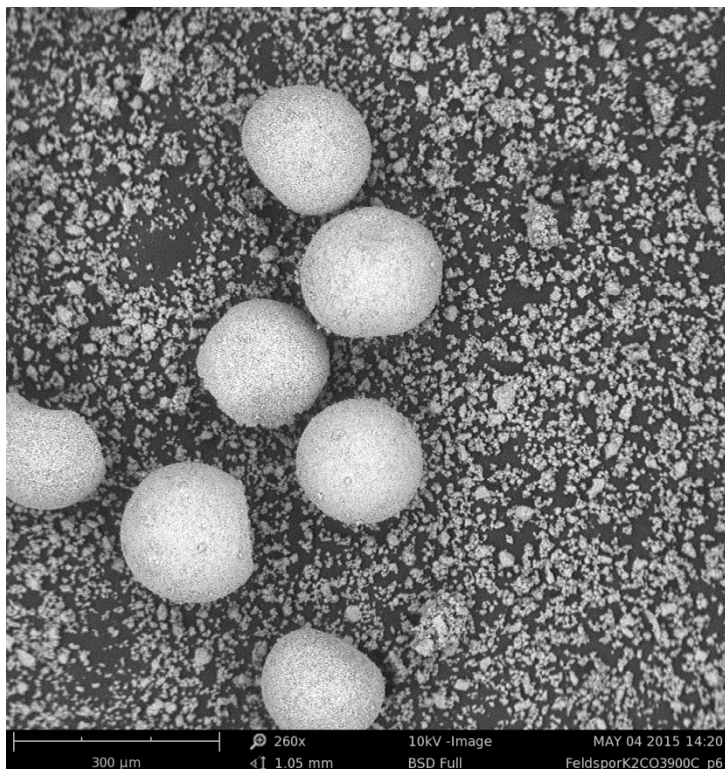


Figur 37. Svepelektronbild av M2 med CaCO₃, oxiderad.

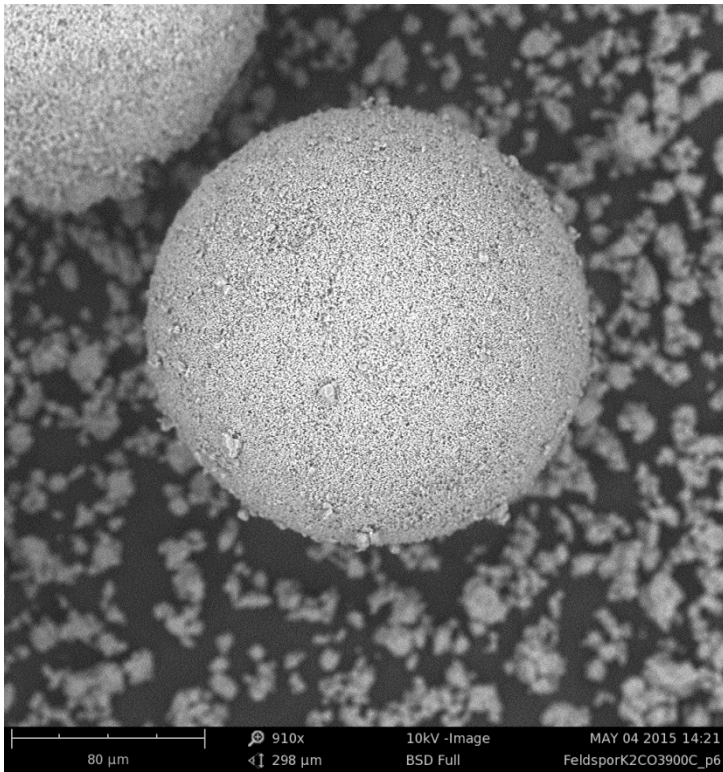
2.5. M2 med CaCO₃, reducerad.



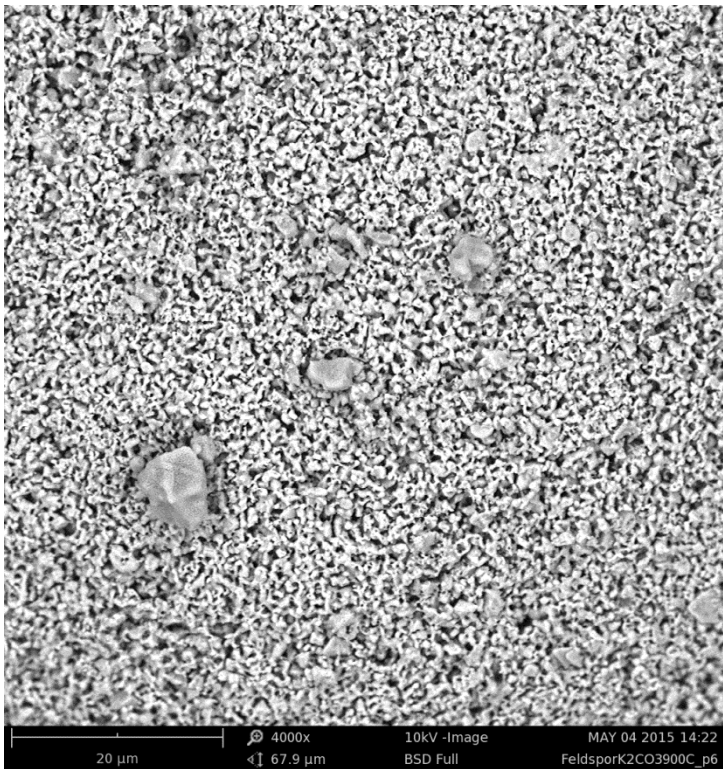
Figur 38. Optisk översiktbild av M2 med CaCO₃, reducerad.



Figur 39. Svepelektronbild av M2 med CaCO₃, reducerad.

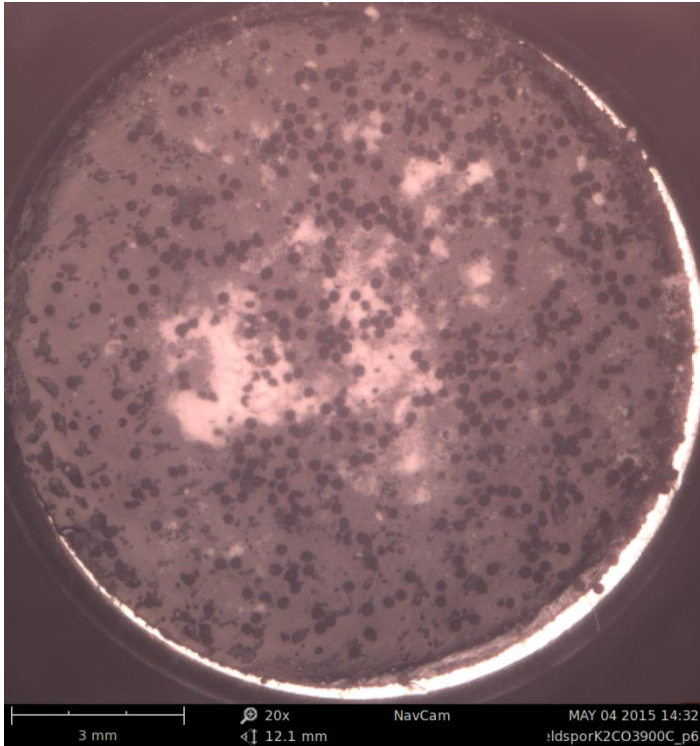


Figur 40. Svepelektronbild av M2 med CaCO₃, reducerad.

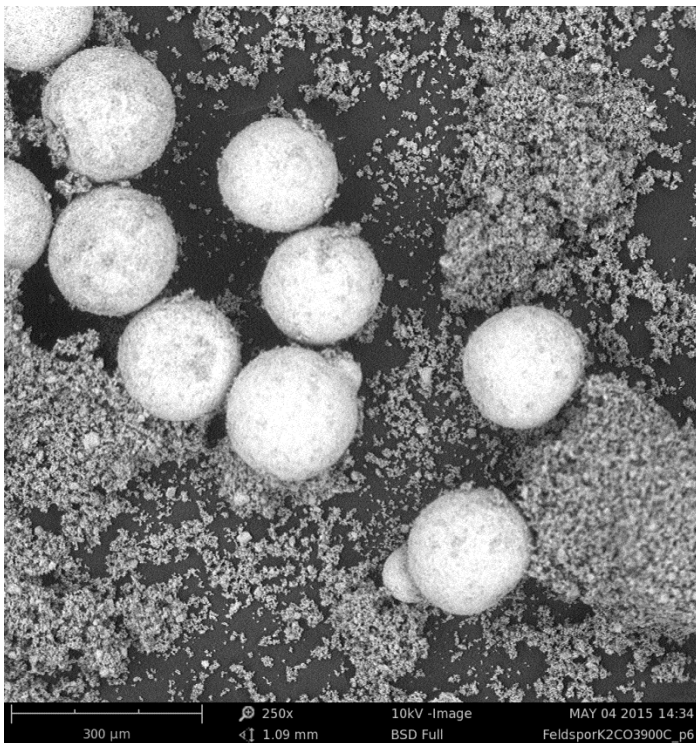


Figur 41. Svepelektronbild av M2 med CaCO₃, reducerad.

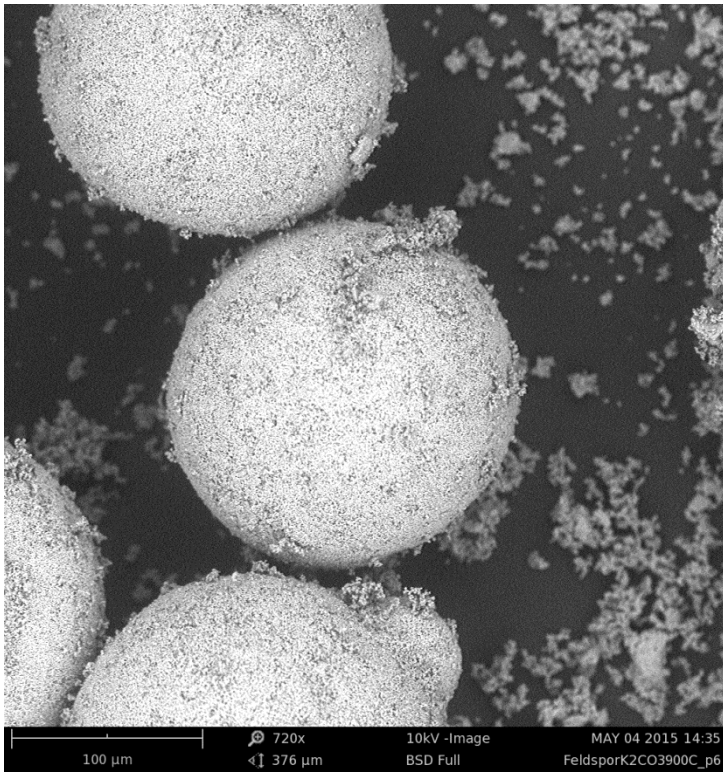
2.6. M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.



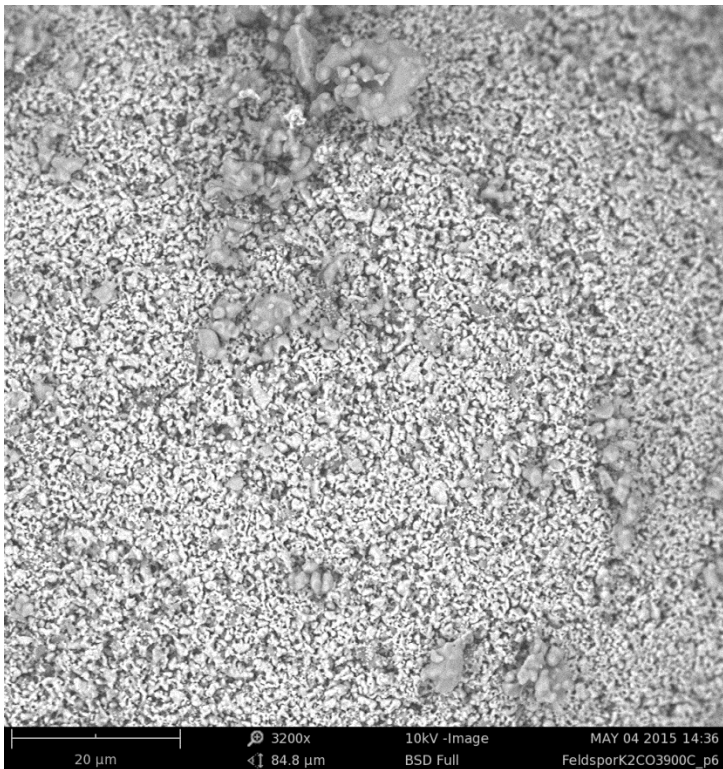
Figur 42. Optisk översiktspåsyn av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.



Figur 43. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.

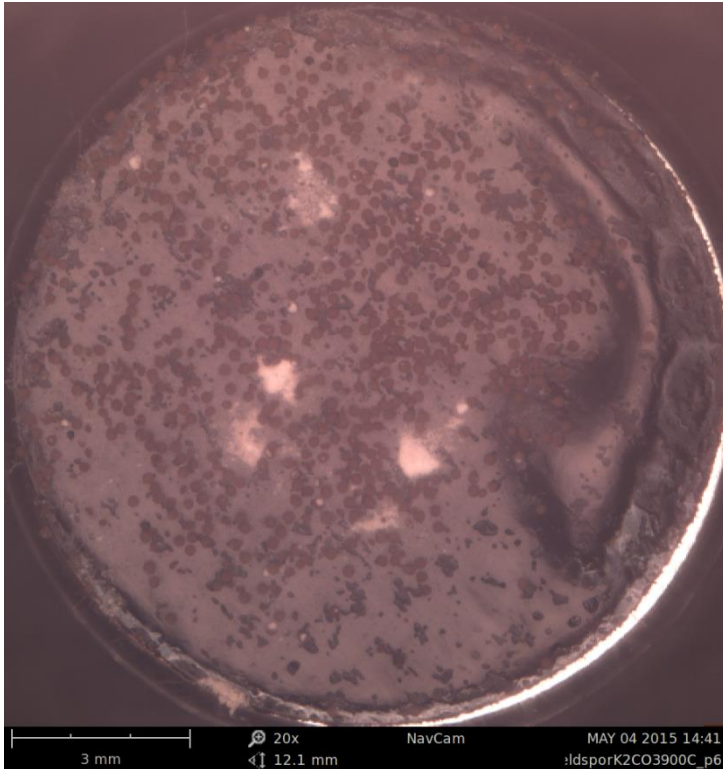


Figur 44. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.

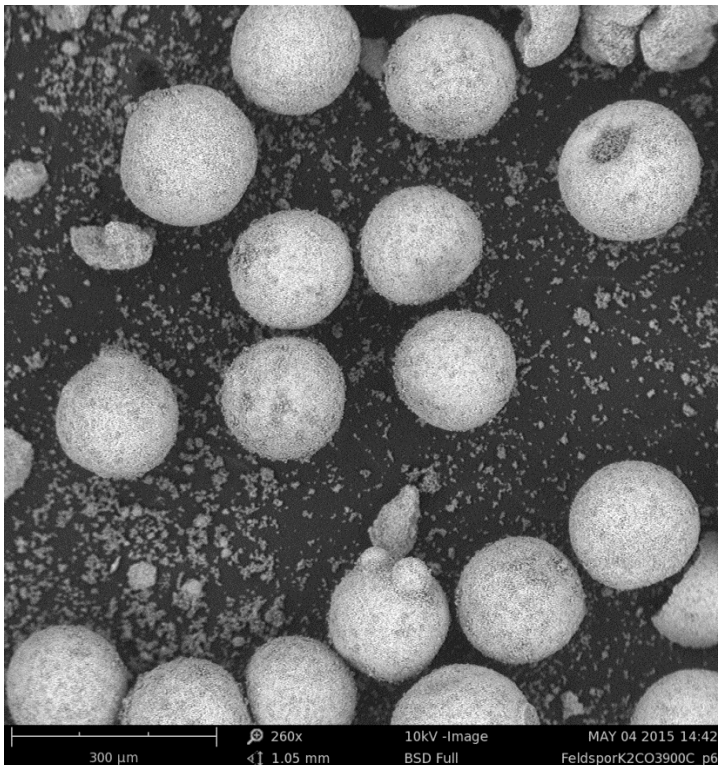


Figur 45. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.

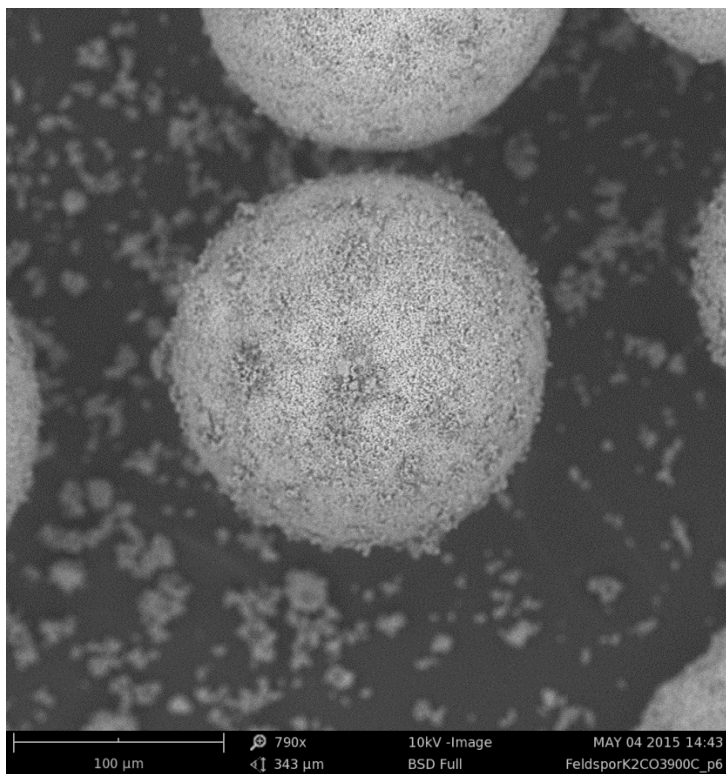
2.7. M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



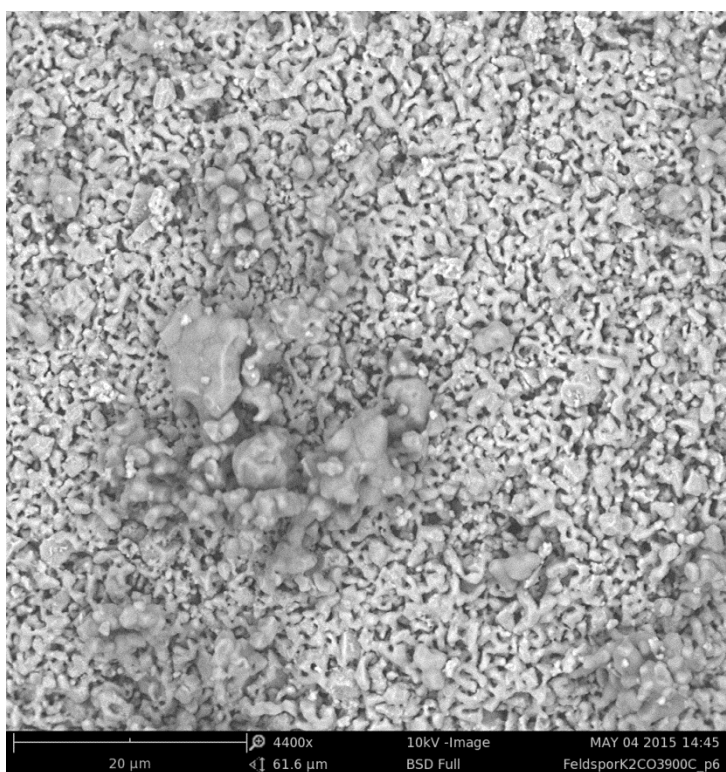
Figur 46. Optisk översiktbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



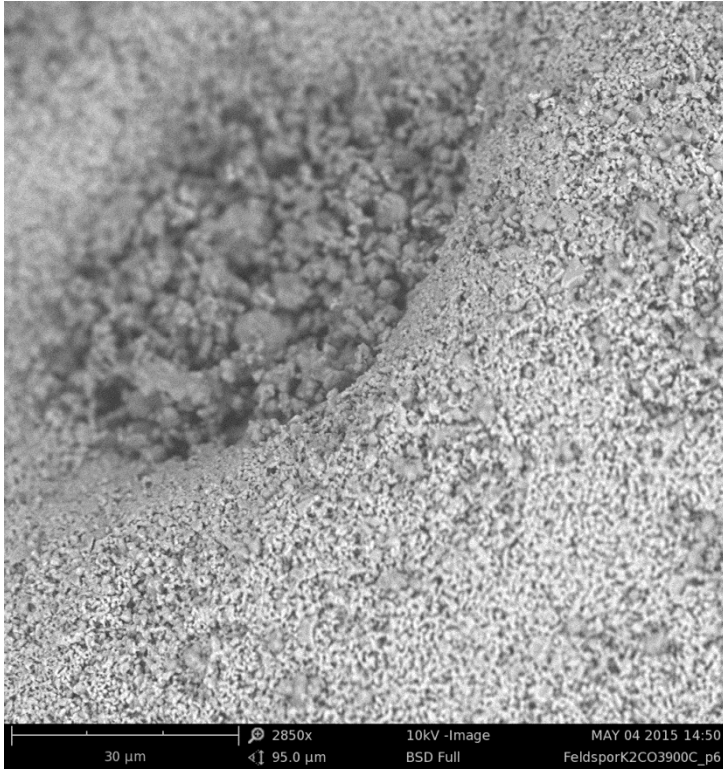
Figur 47. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



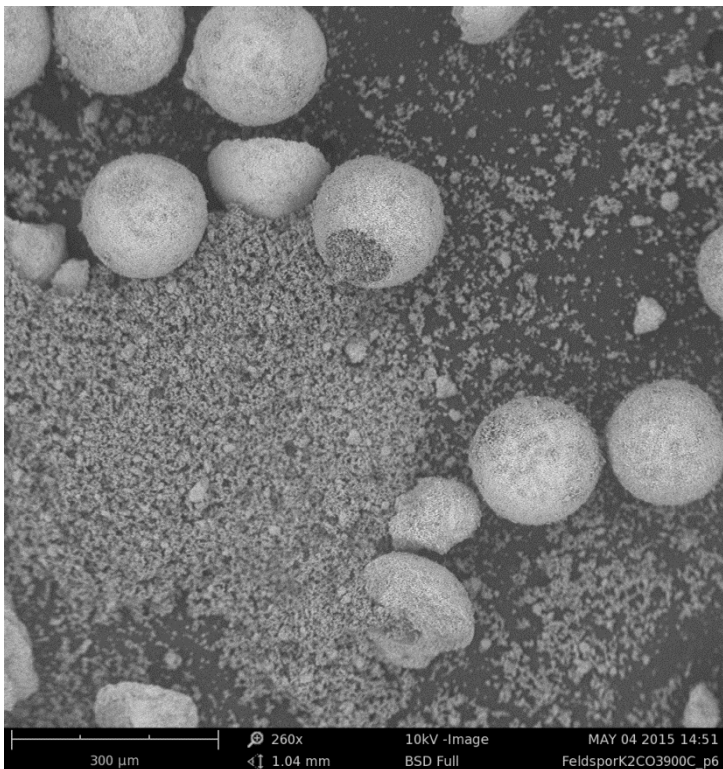
Figur 48. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



Figur 49. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



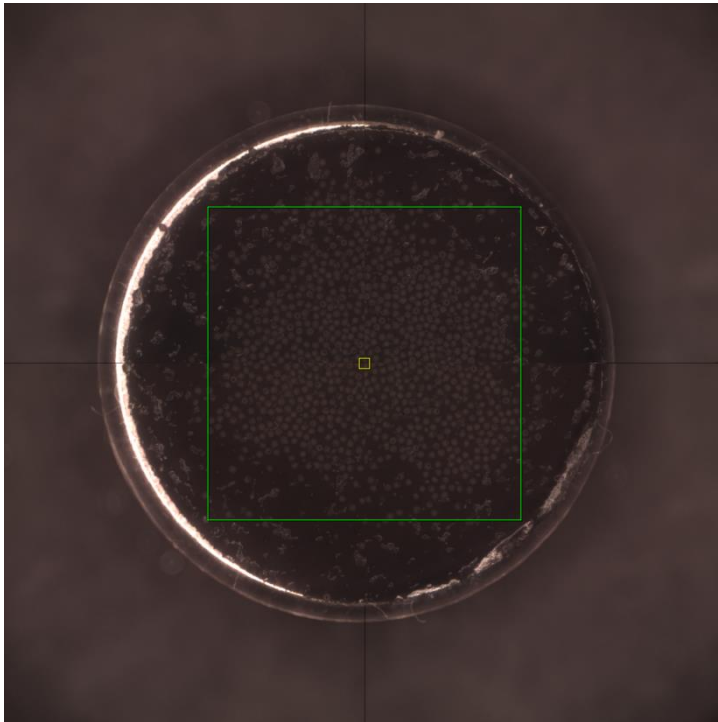
Figur 50. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



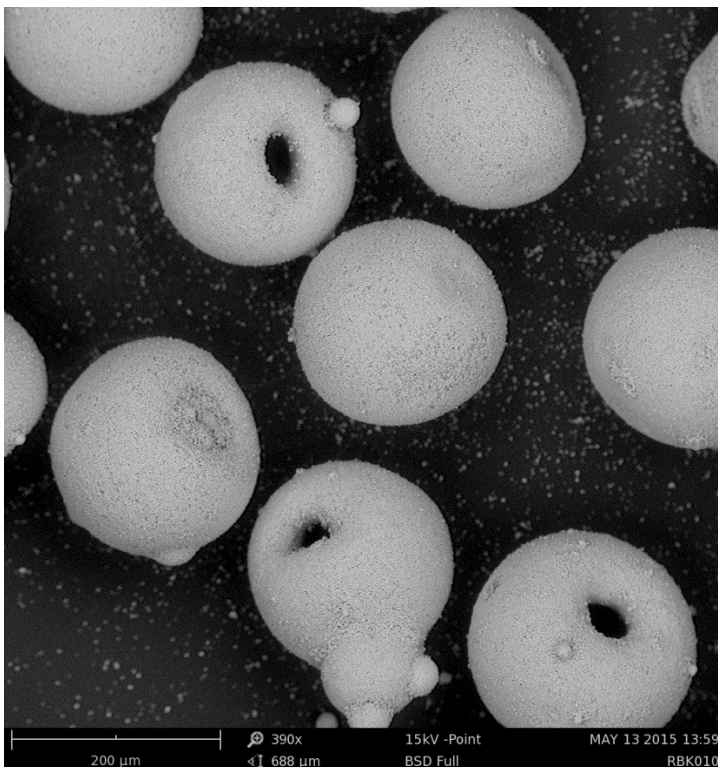
Figur 51. Svepelektronbild av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.

3. M3

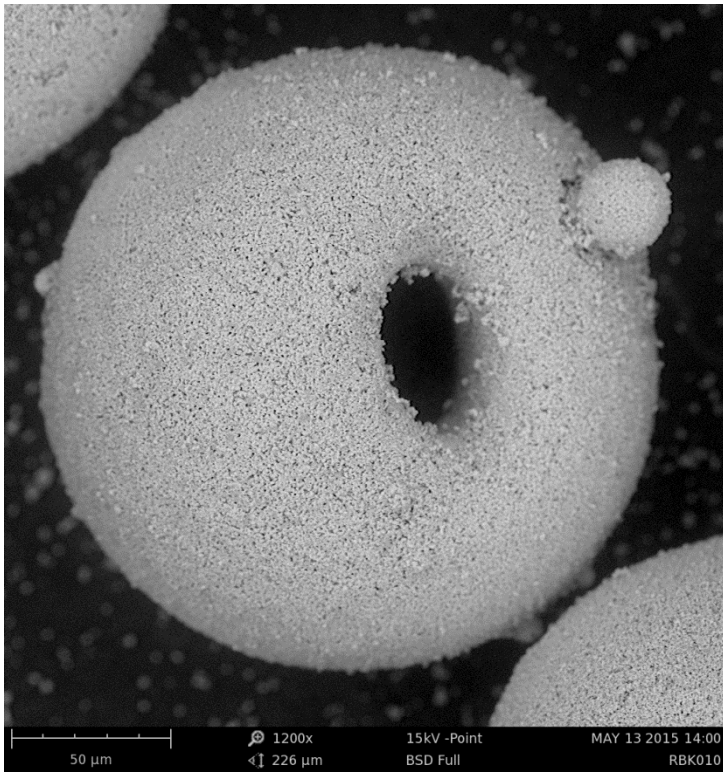
3.1. M3 oxiderad



Figur 52. Optisk översiktbild av oxiderad M3.

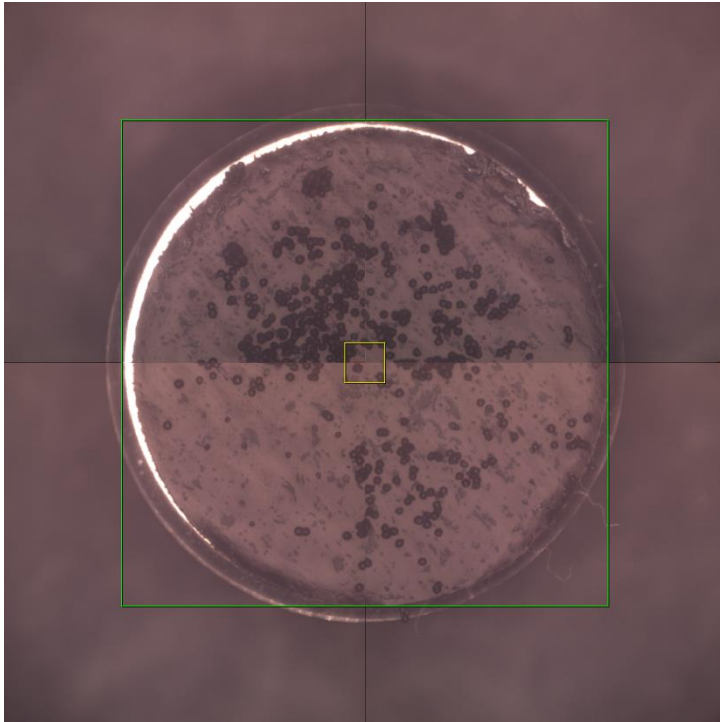


Figur 53. Svepelektronbild av oxiderad M3.

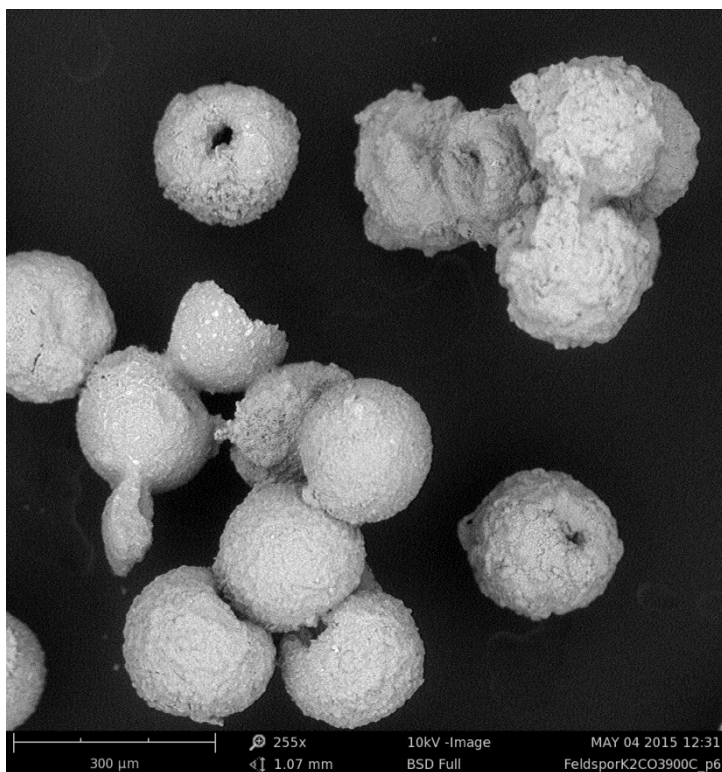


Figur 54. Svepelektronbild av oxiderad M3.

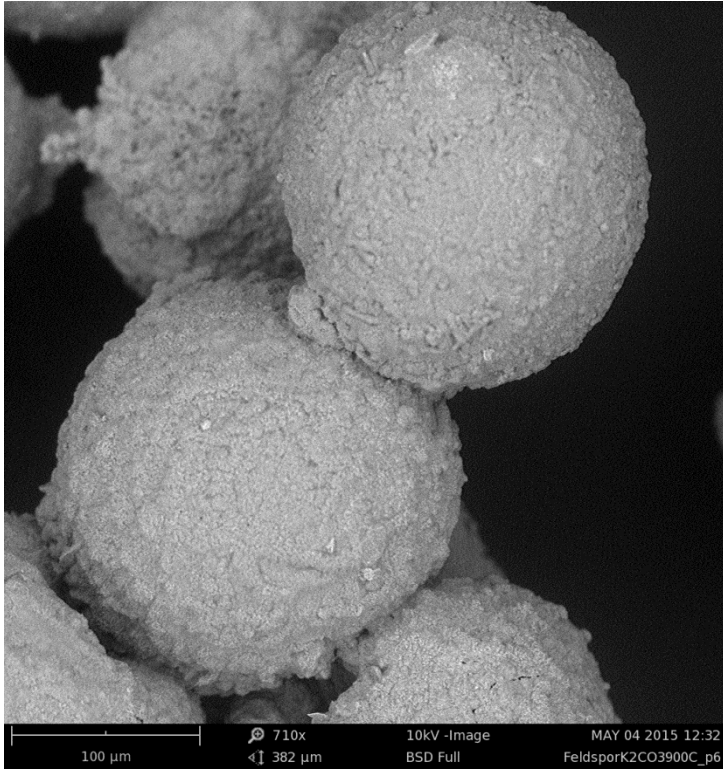
3.2. M3 med K_2CO_3 , oxiderad



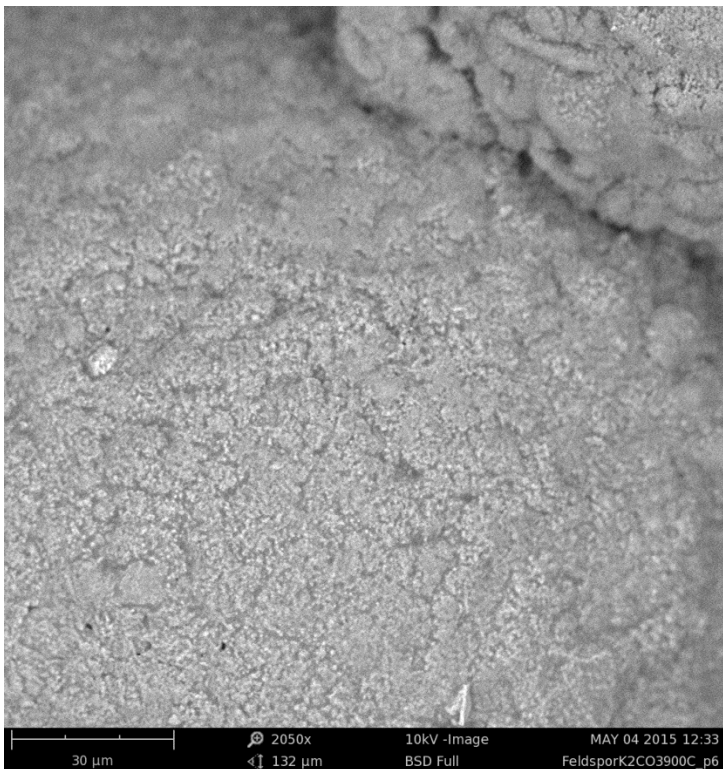
Figur 55. Optisk översiktspålitelse av M3 med K_2CO_3 , oxiderad.



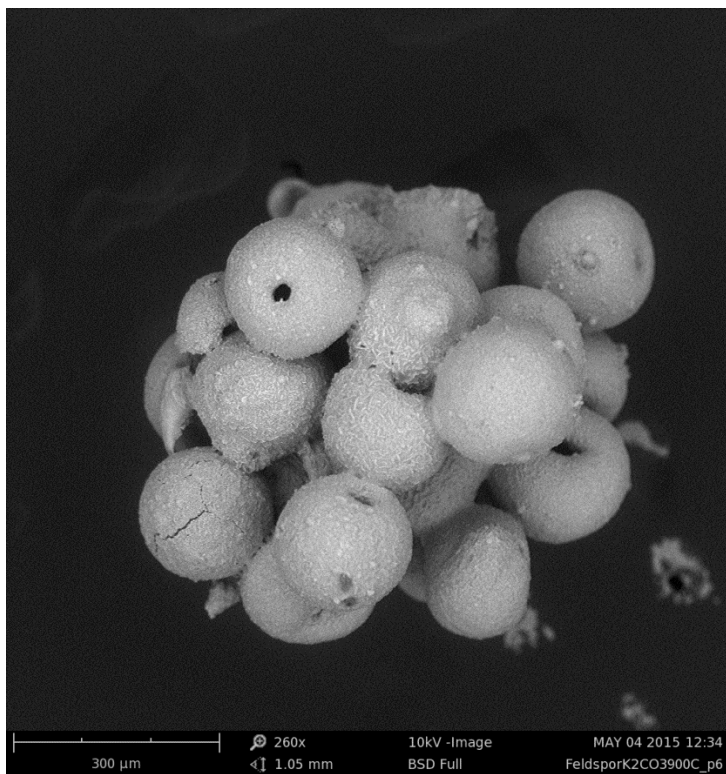
Figur 56. Svepelektronbild av M3 med K_2CO_3 , oxiderad.



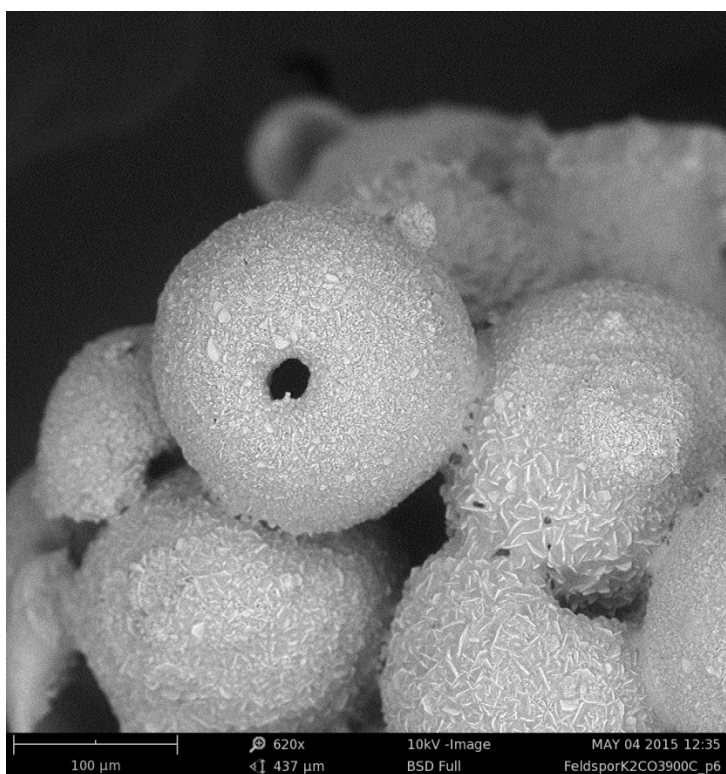
Figur 57. Svepelektronbild av M3 med K₂CO₃, oxiderad.



Figur 58. Svepelektronbild av M3 med K₂CO₃, oxiderad.

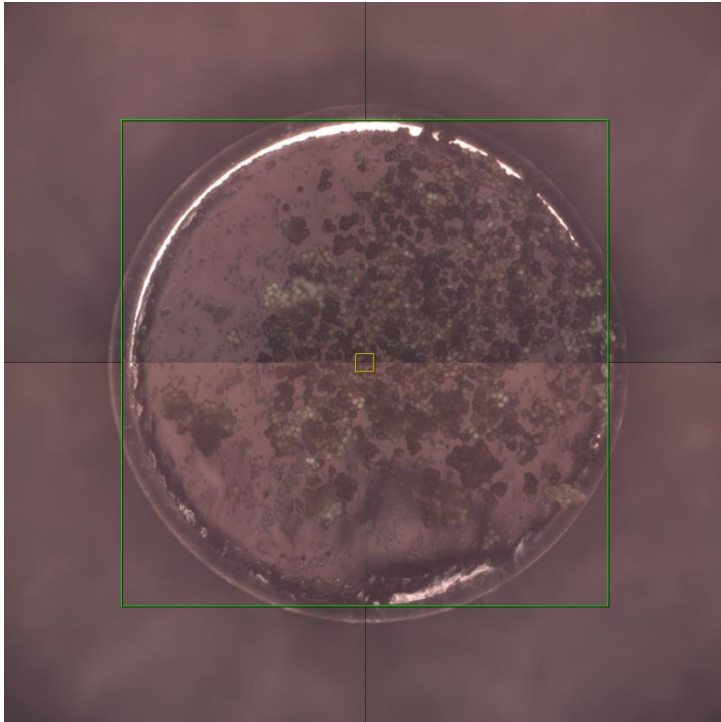


Figur 59. Svepelektronbild av M3 med K₂CO₃, oxiderad.

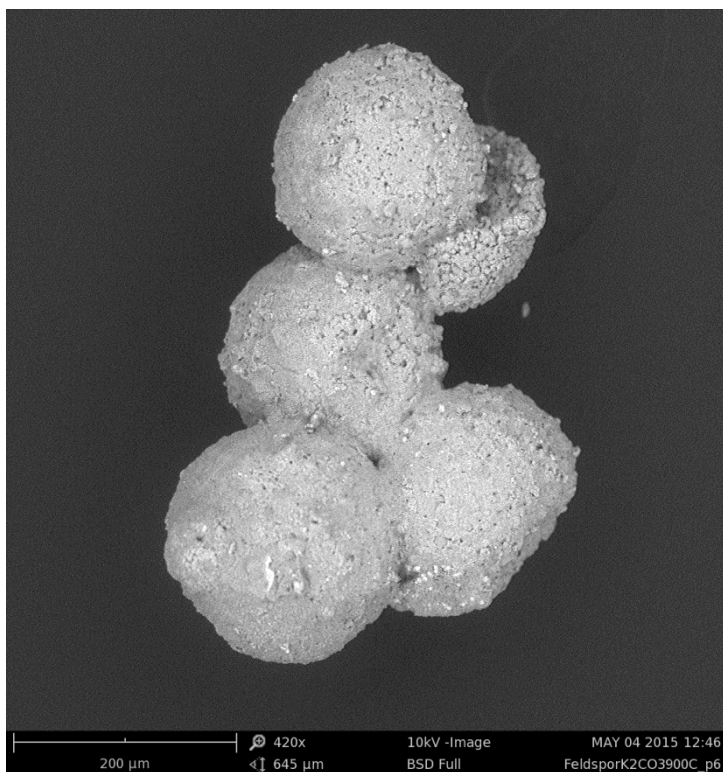


Figur 60. Svepelektronbild av M3 med K₂CO₃, oxiderad.

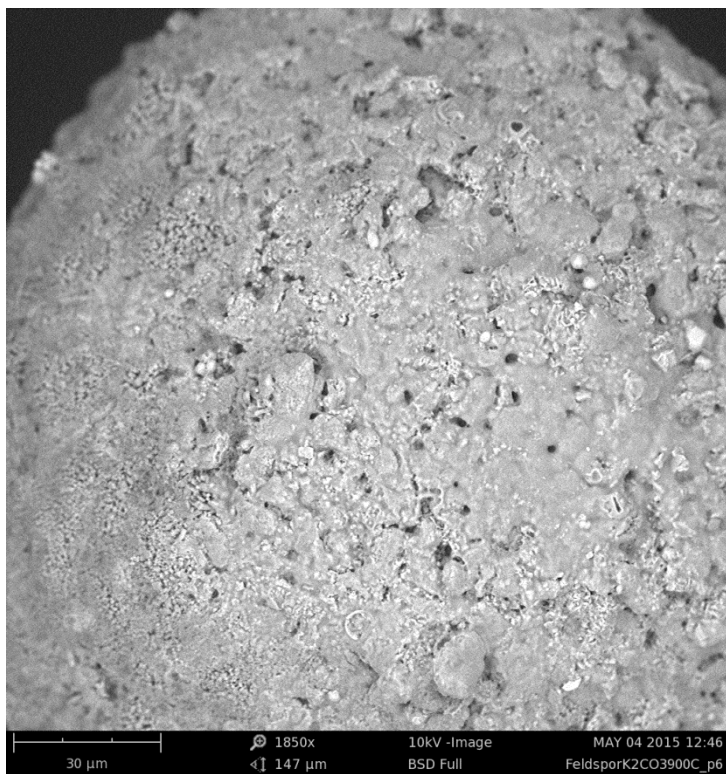
3.3. M3 med K₂CO₃, reducerad



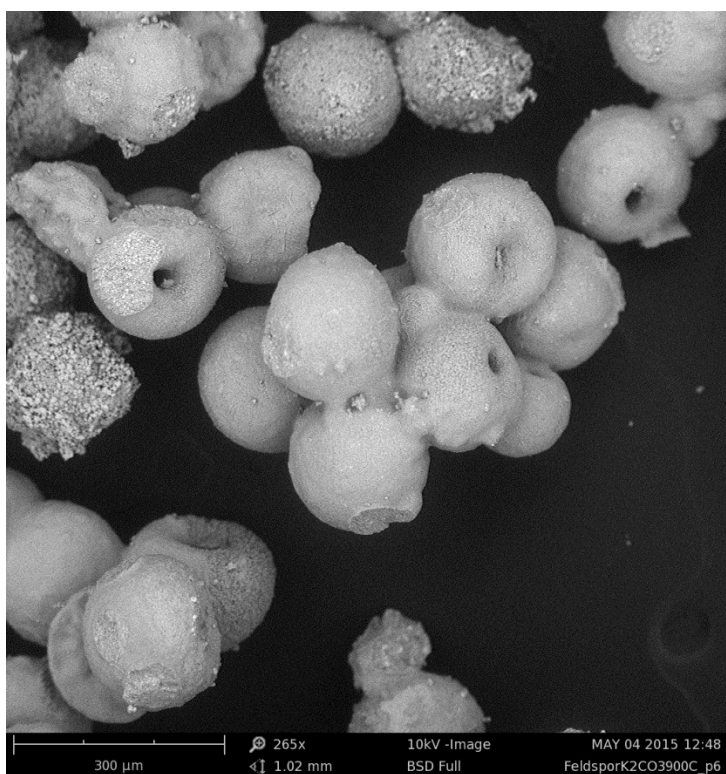
Figur 61. Optisk översiktsskanning av M3 med K₂CO₃, reducerad.



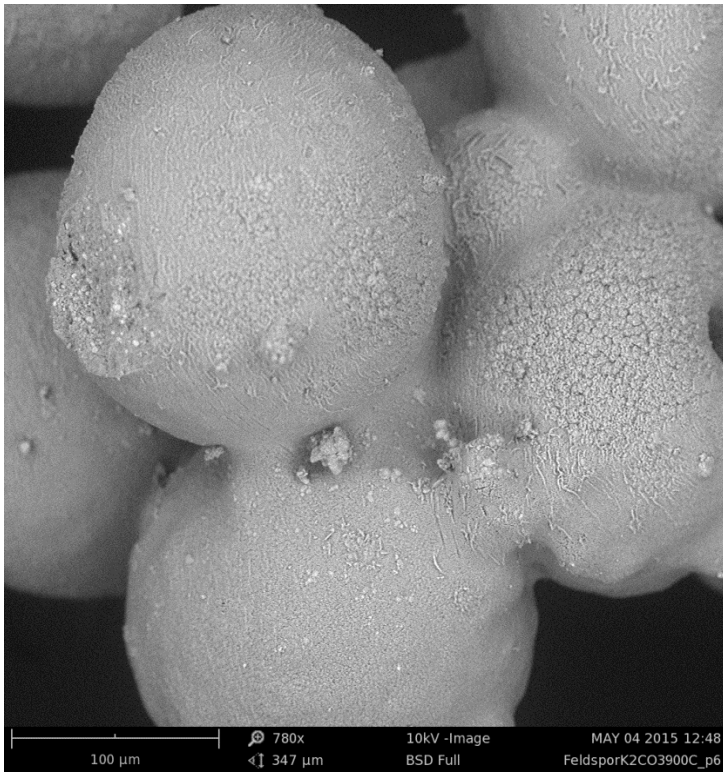
Figur 62. Svepelektronbild av M3 med K₂CO₃, reducerad.



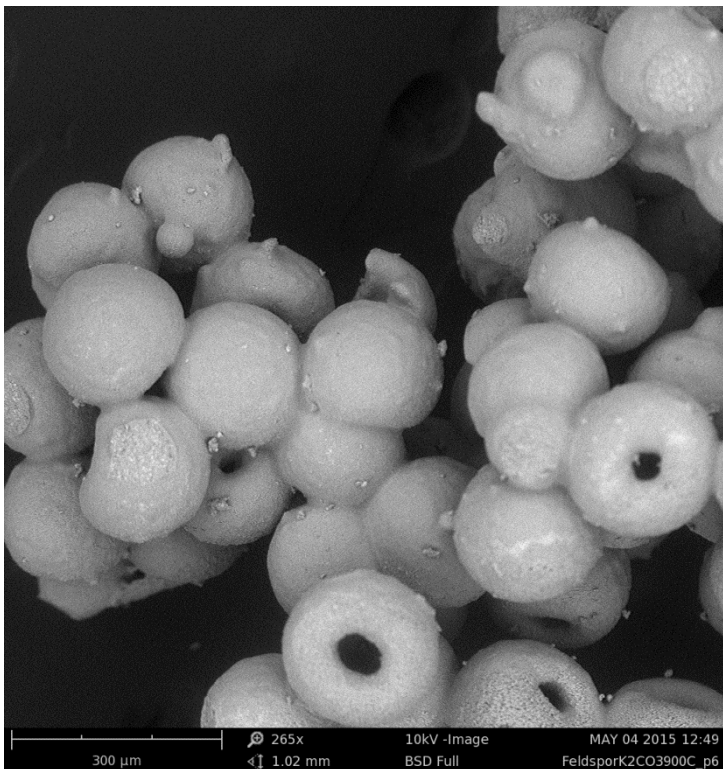
Figur 63. Svepelektronbild av M3 med K_2CO_3 , reducerad.



Figur 64. Svepelektronbild av M3 med K_2CO_3 , reducerad.

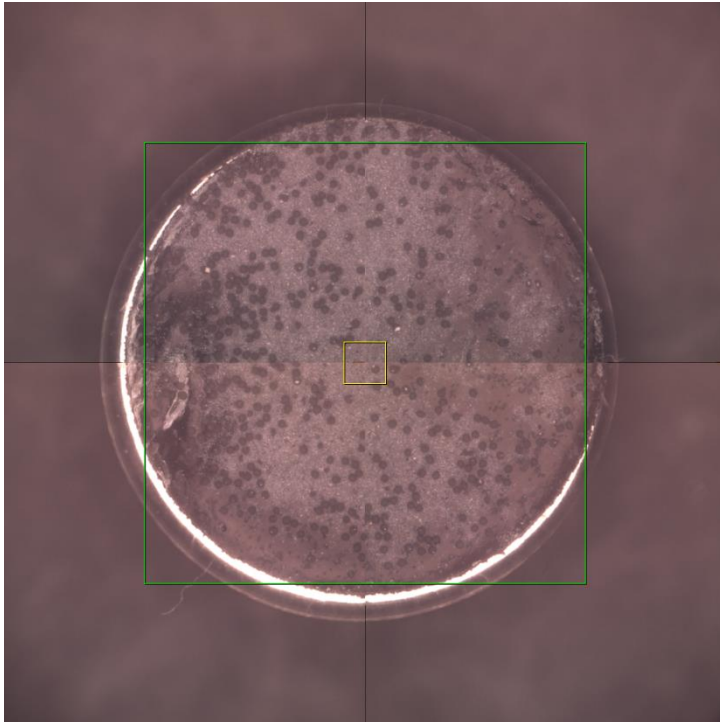


Figur 65. Svepelektronbild av M3 med K_2CO_3 , reducerad.

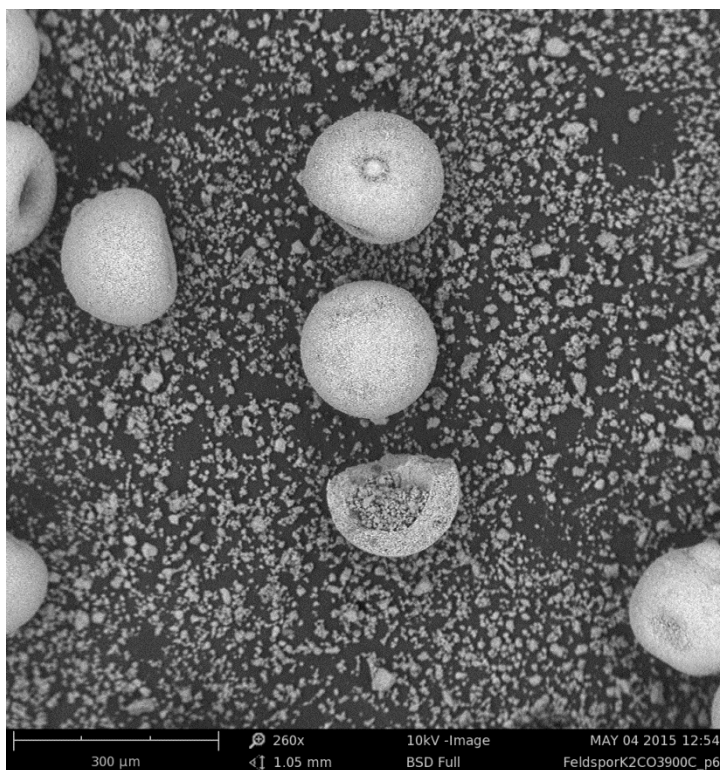


Figur 66. Svepelektronbild av M3 med K_2CO_3 , reducerad.

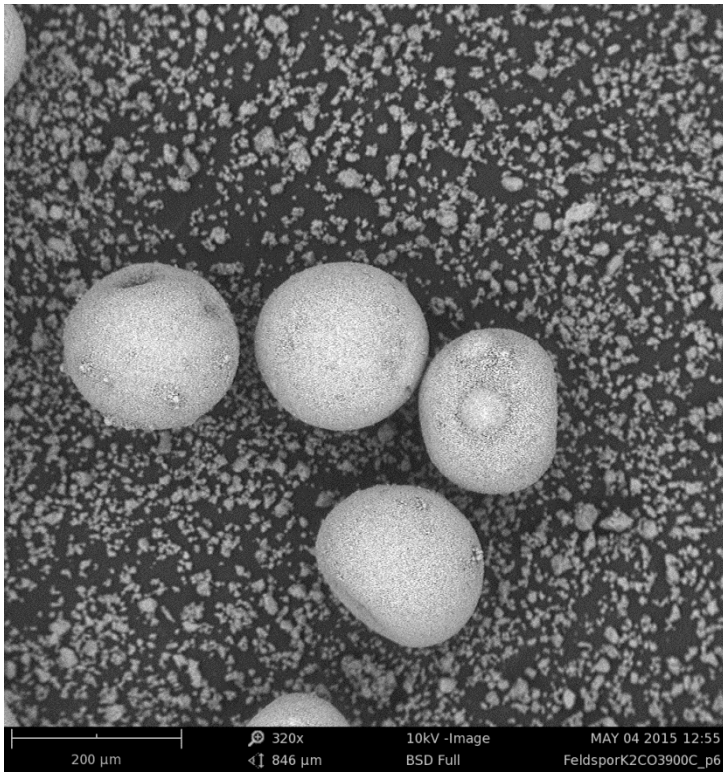
3.4. M3 med CaCO₃, oxiderad



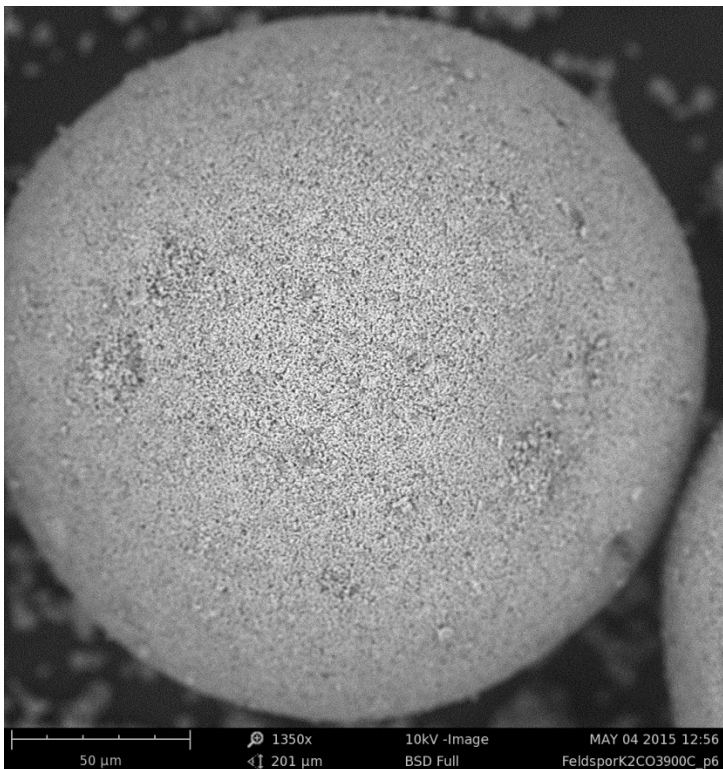
Figur 67. Optisk översiktsbild av M3 med CaCO₃, oxiderad.



Figur 68. Svepelektronbild av M3 med CaCO₃, oxiderad.

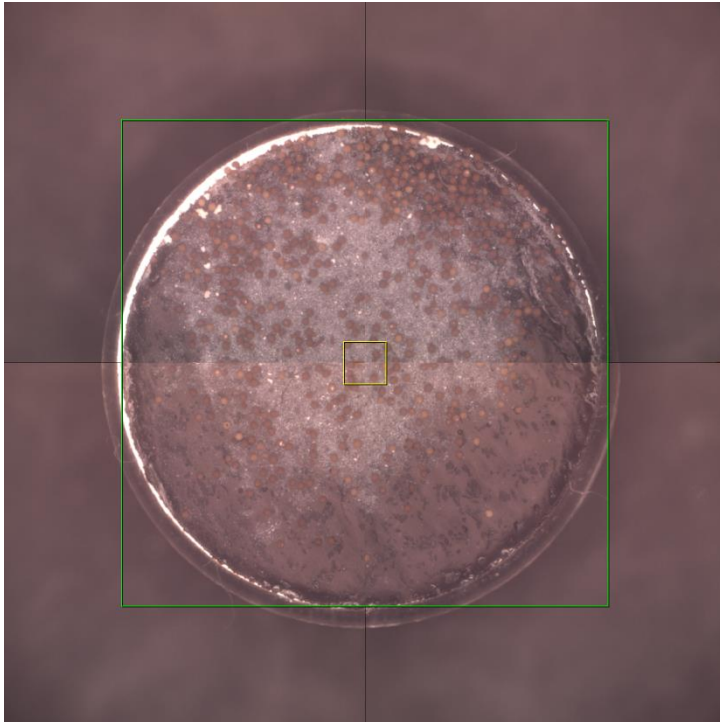


Figur 69. Svepelektronbild av M3 med CaCO₃, oxiderad.

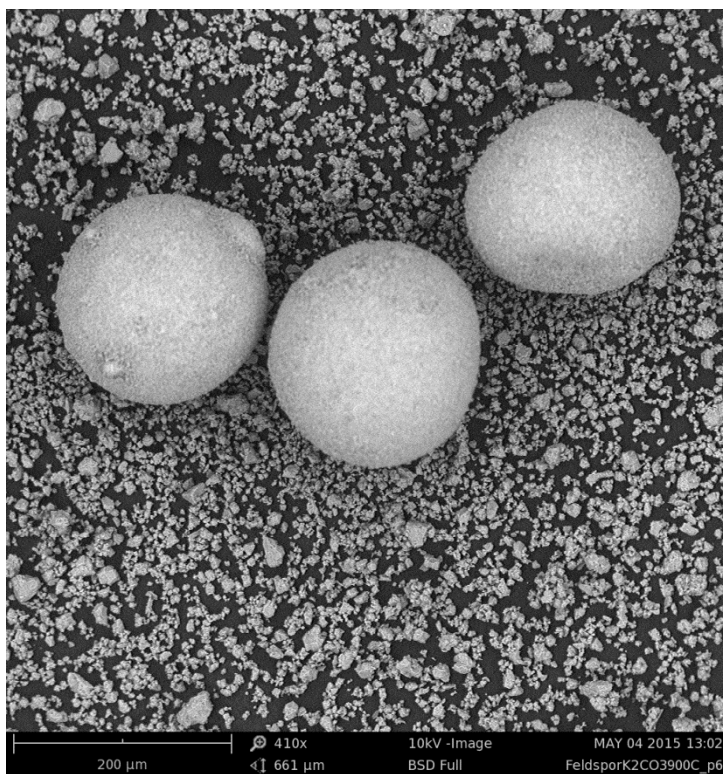


Figur 70. Svepelektronbild av M3 med CaCO₃, oxiderad.

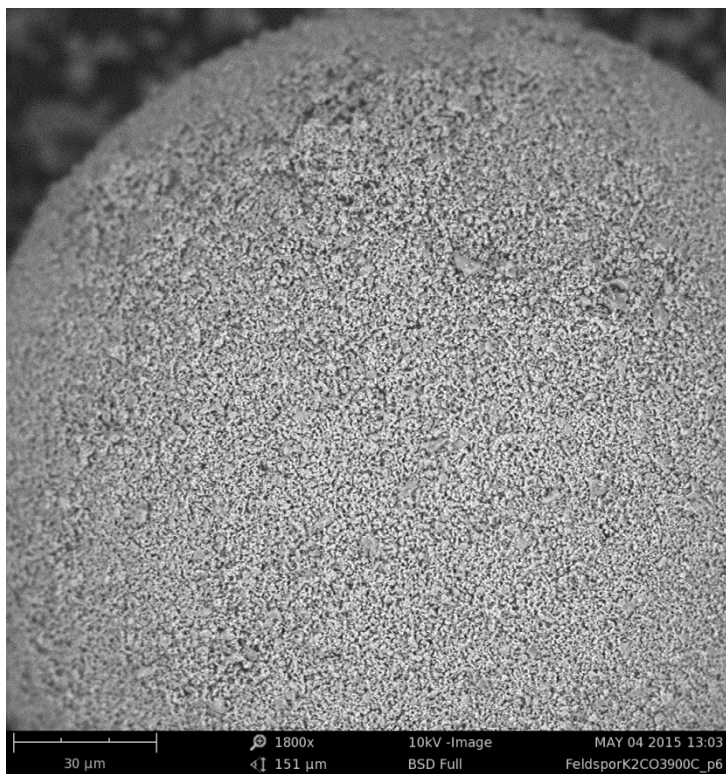
3.5. M3 med CaCO₃, reducerad



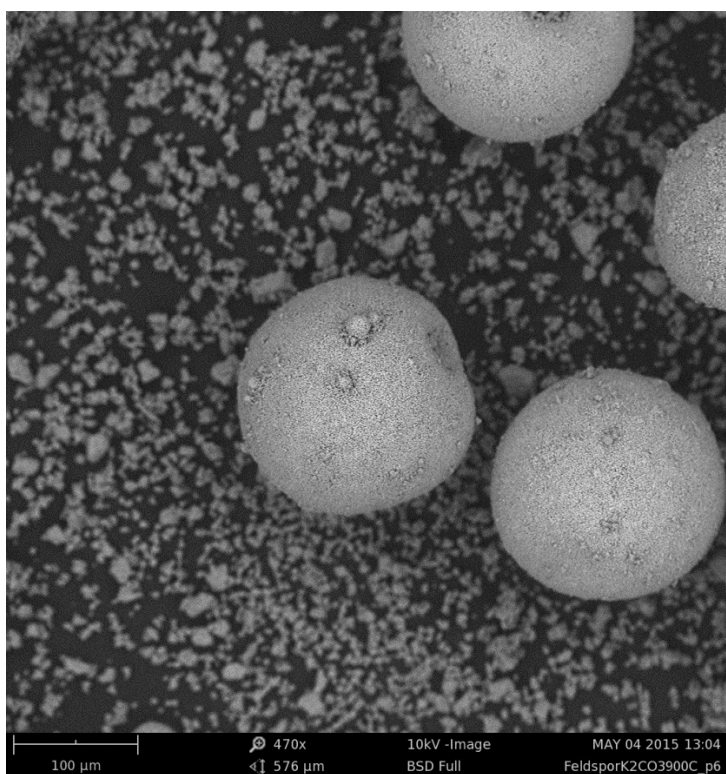
Figur 71. Optisk översiktspåse av M3 med CaCO₃, reducerad.



Figur 72. Svepelektronbild av M3 med CaCO₃, reducerad.

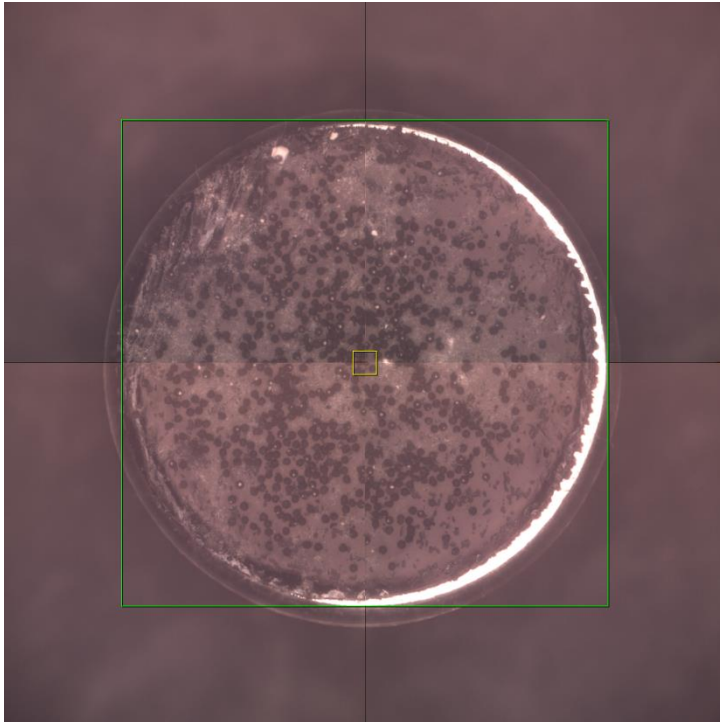


Figur 73. Svepelektronbild av M3 med CaCO₃, reducerad.

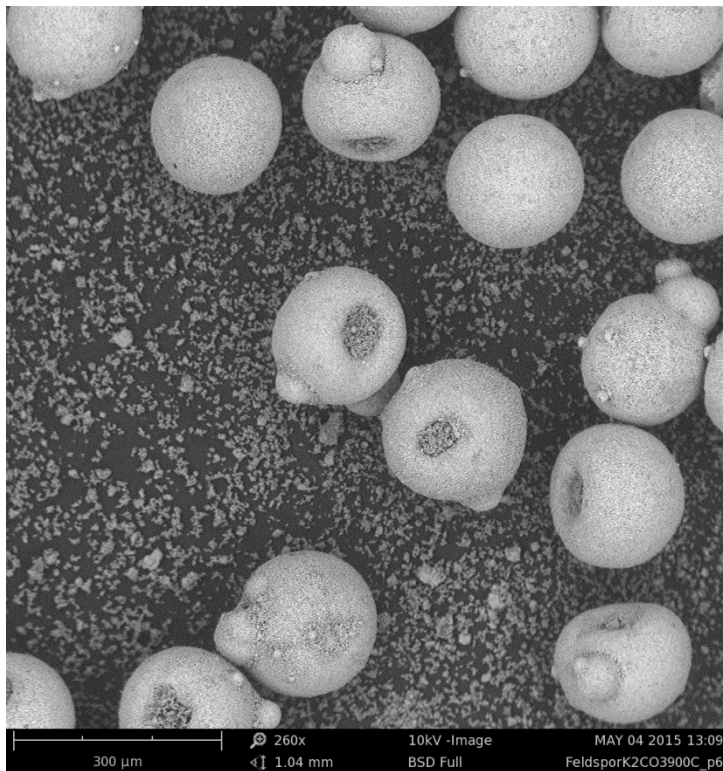


Figur 74. Svepelektronbild av M3 med CaCO₃, reducerad.

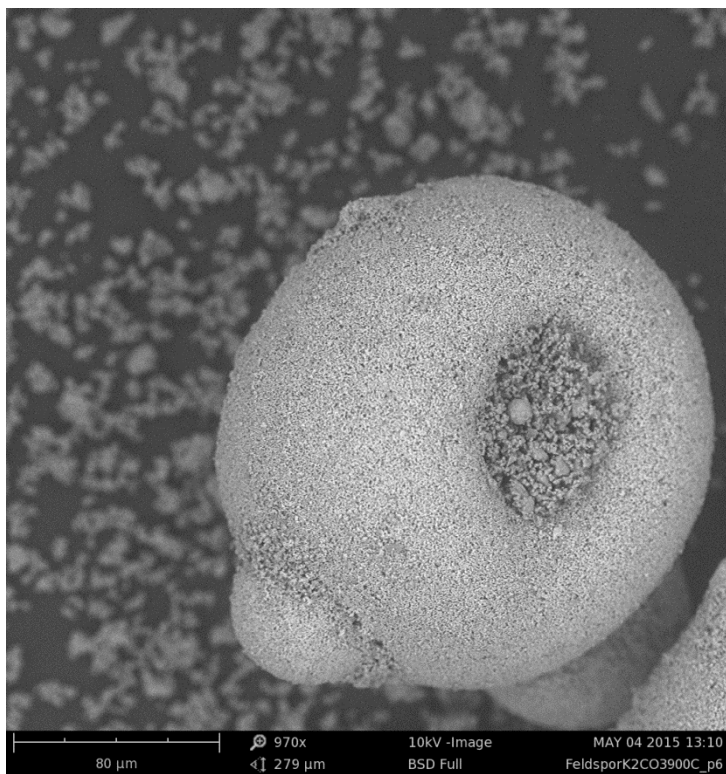
3.6. M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad



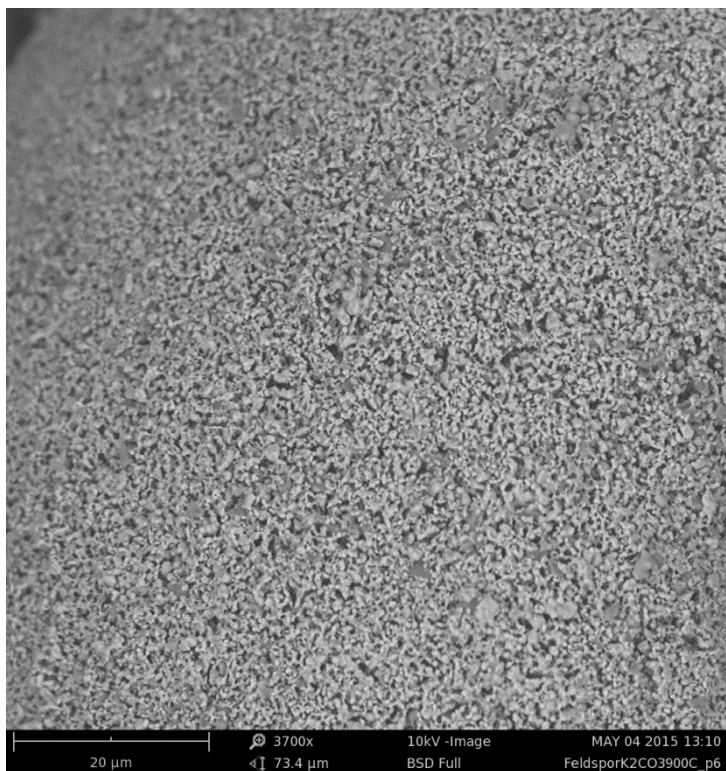
Figur 75. Optisk översiktsbild av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.



Figur 76. Svepelektronbild av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.

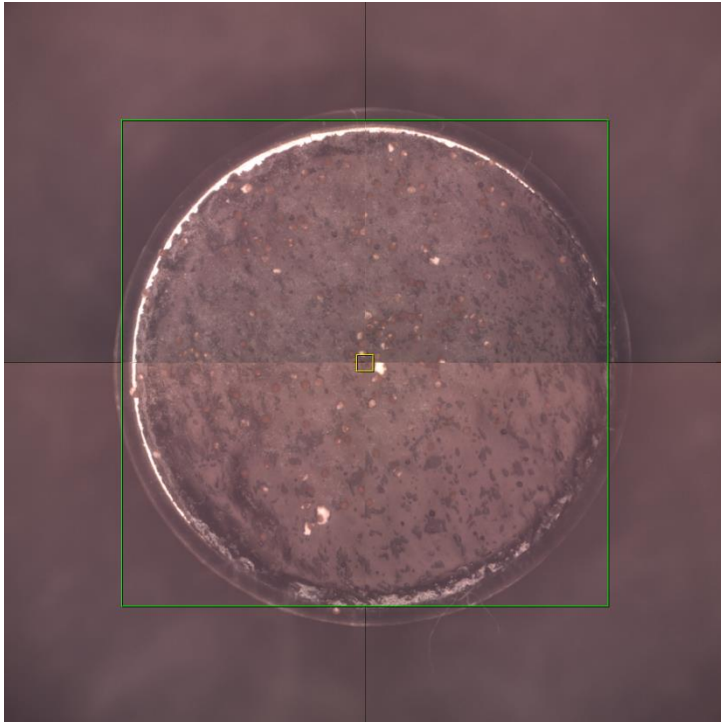


Figur 77. Svepelektronbild av M3 med Ca₃(PO₄)₂, oxiderad.

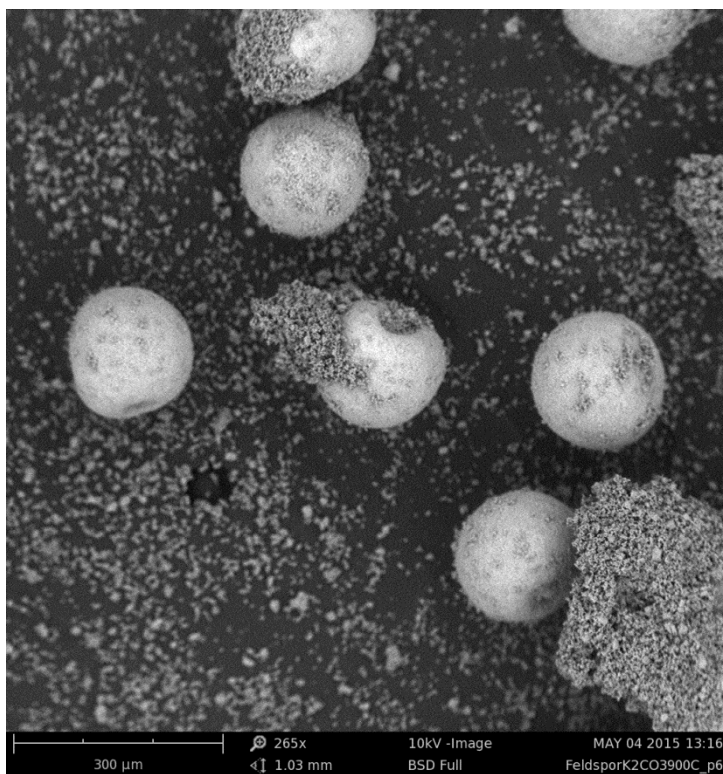


Figur 78. Svepelektronbild av M3 med Ca₃(PO₄)₂, oxiderad.

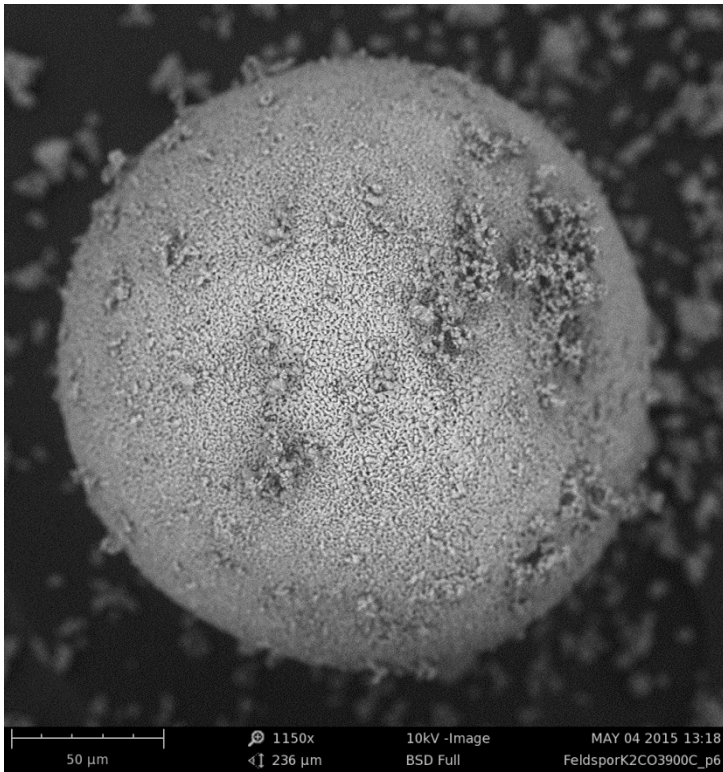
3.7. M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad



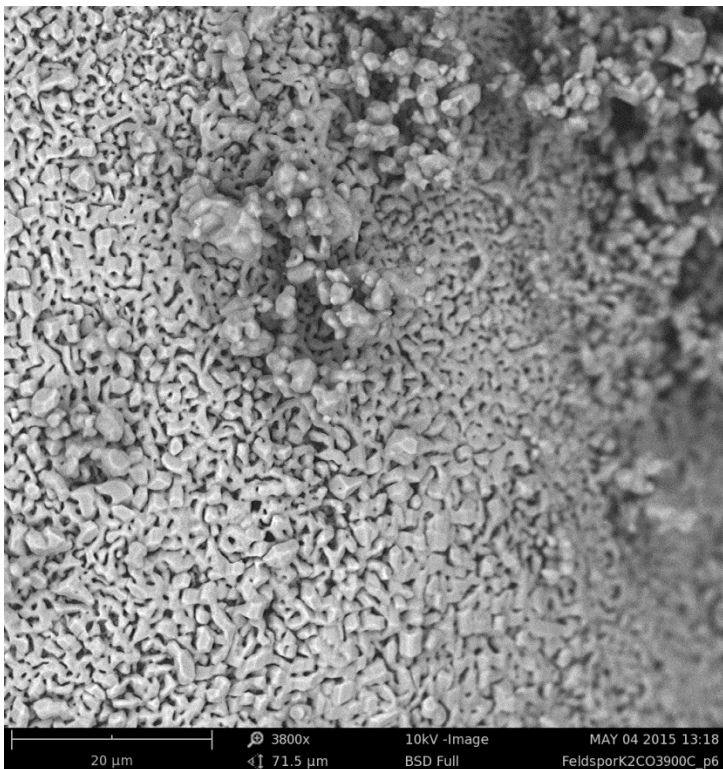
Figur 79. Optisk översiktspåsyn av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



Figur 80. Svepelektronbild av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



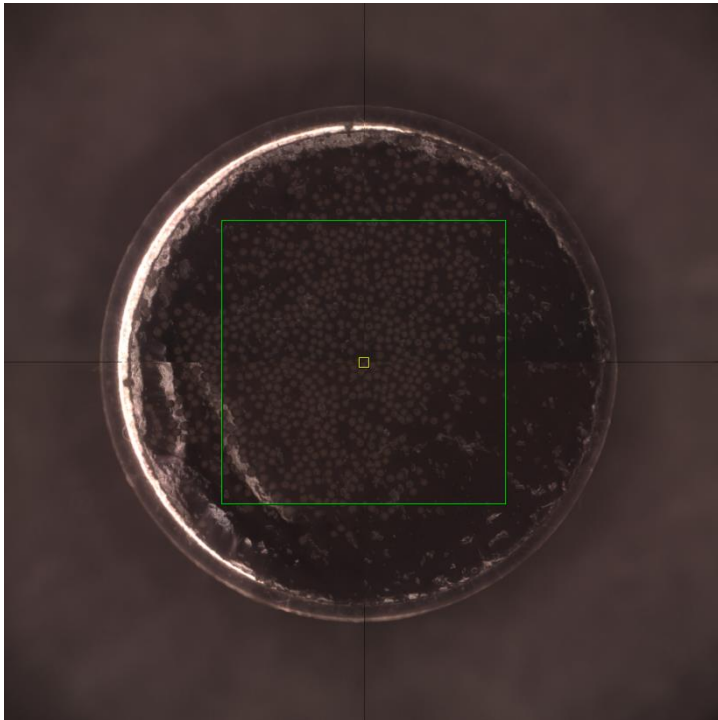
Figur 81. Svepelektronbild av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



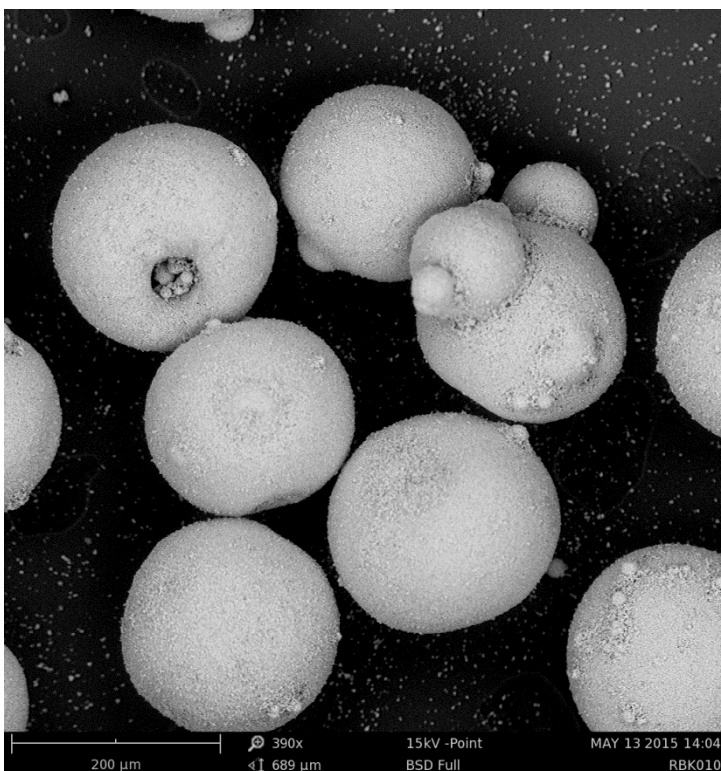
Figur 82. Svepelektronbild av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.

4. M9

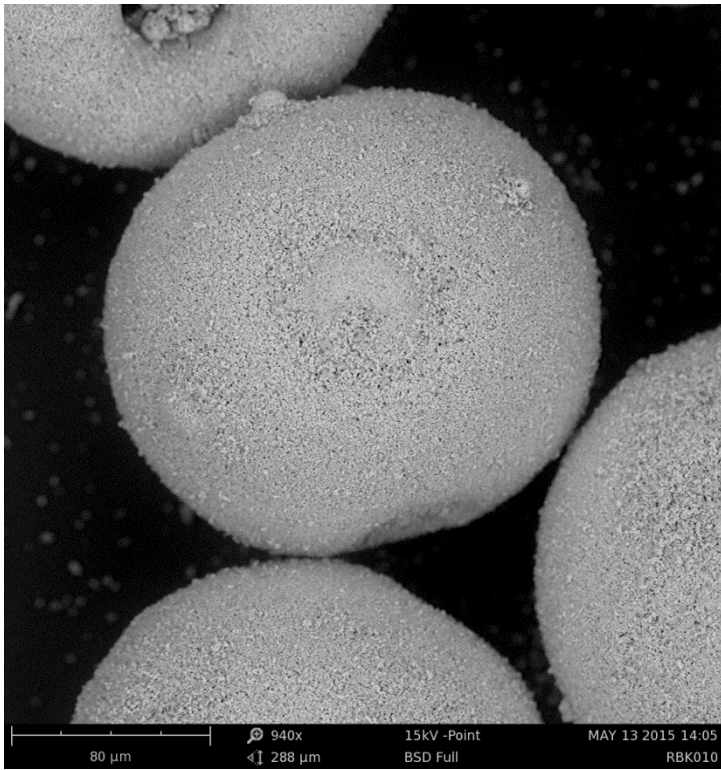
4.1. M9 oxiderad



Figur 83. Optisk översiktbild av oxiderad M9.



Figur 24. Svepelektronbild av oxiderad M9.

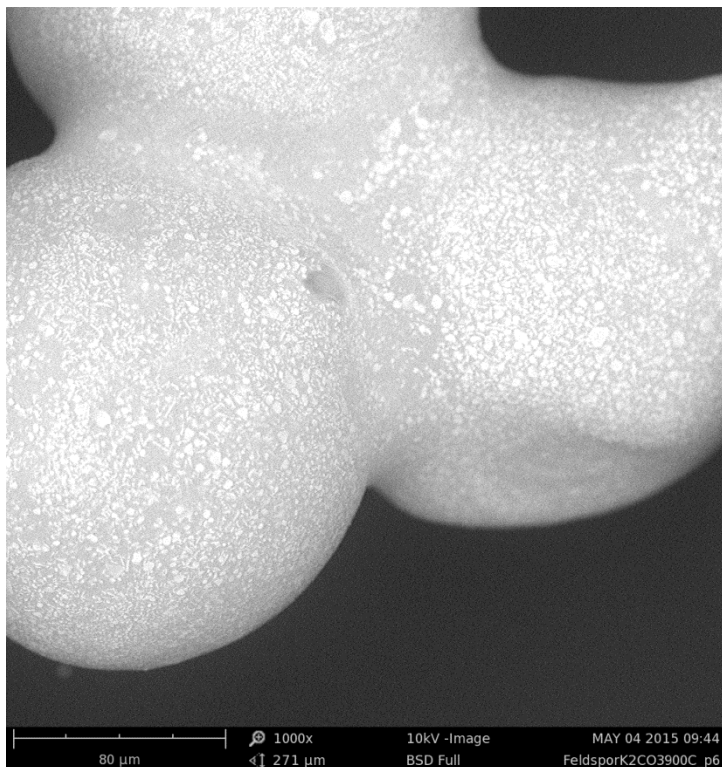


Figur 85. Svepelektronbild av oxiderad M9.

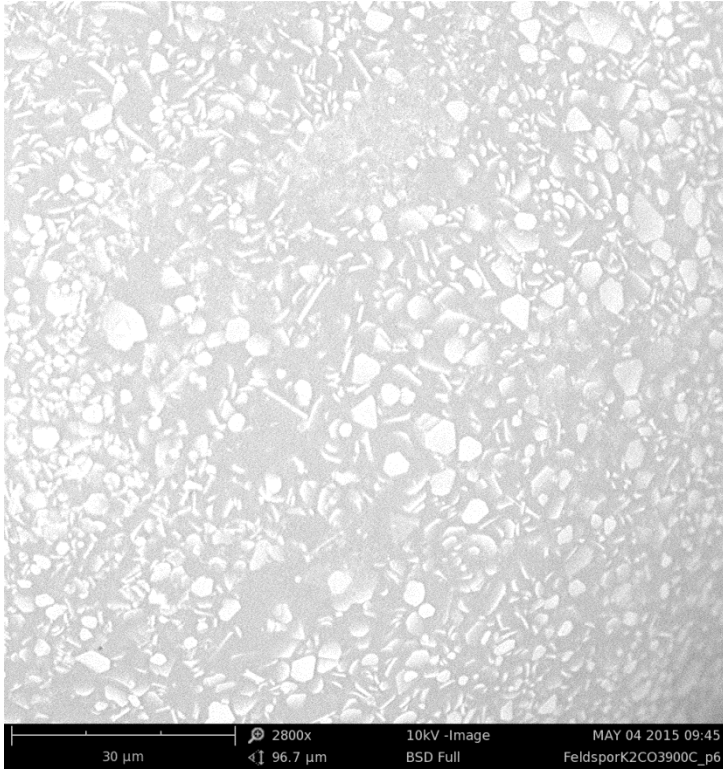
4.2. M9 med K_2CO_3 , oxiderad



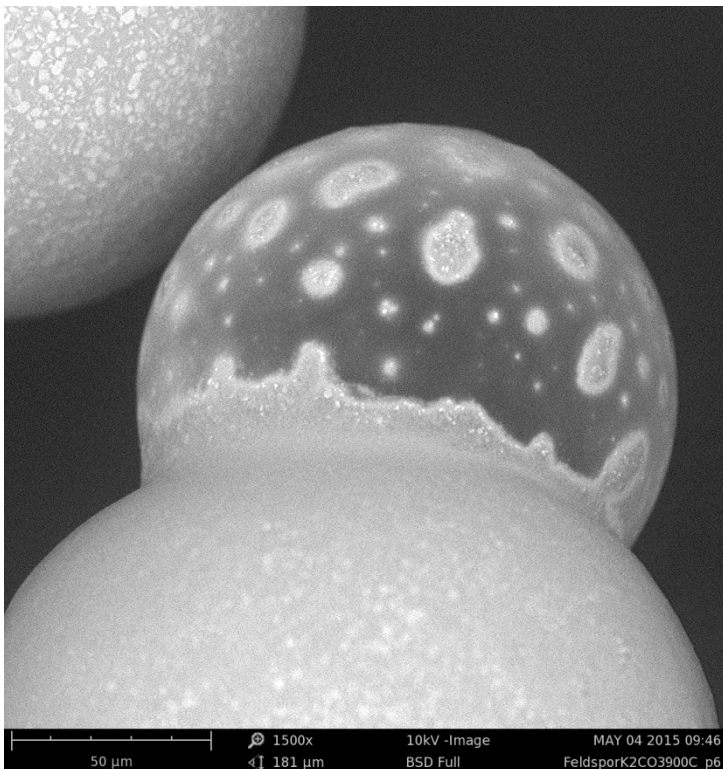
Figur 86. Svepelektronbild av M9 med K_2CO_3 , oxiderad.



Figur 87. Svepelektronbild av M9 med K_2CO_3 , oxiderad.

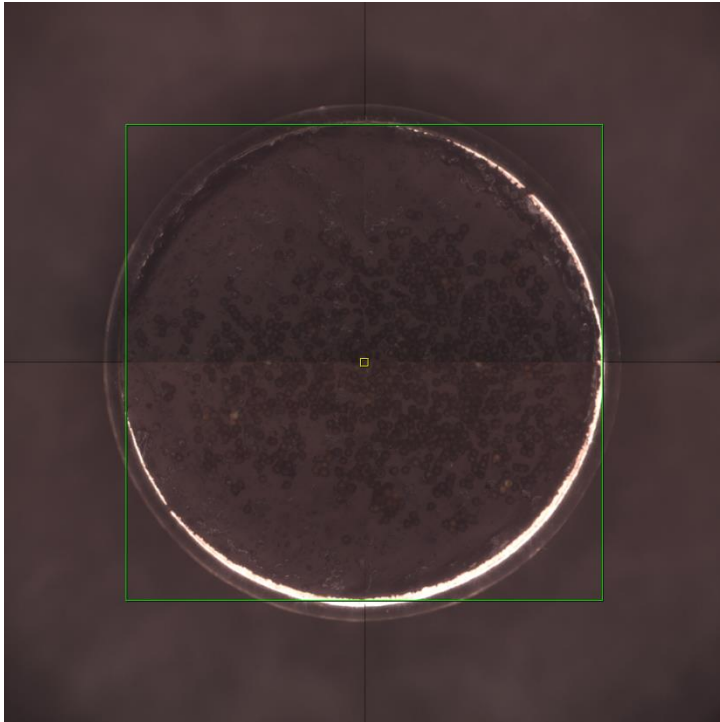


Figur 88. Svepelektronbild av M9 med K₂CO₃, oxiderad.

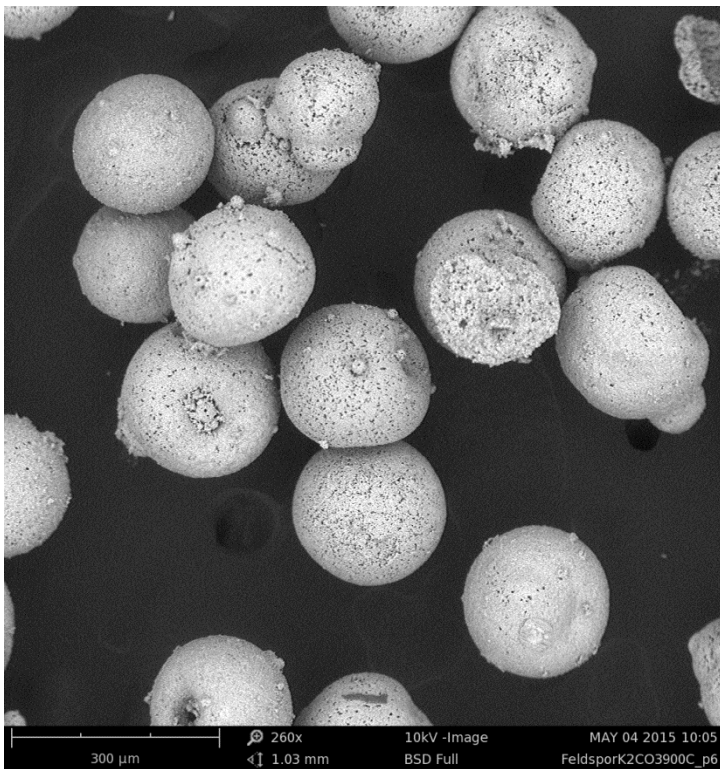


Figur 89. Svepelektronbild av M9 med K₂CO₃, oxiderad.

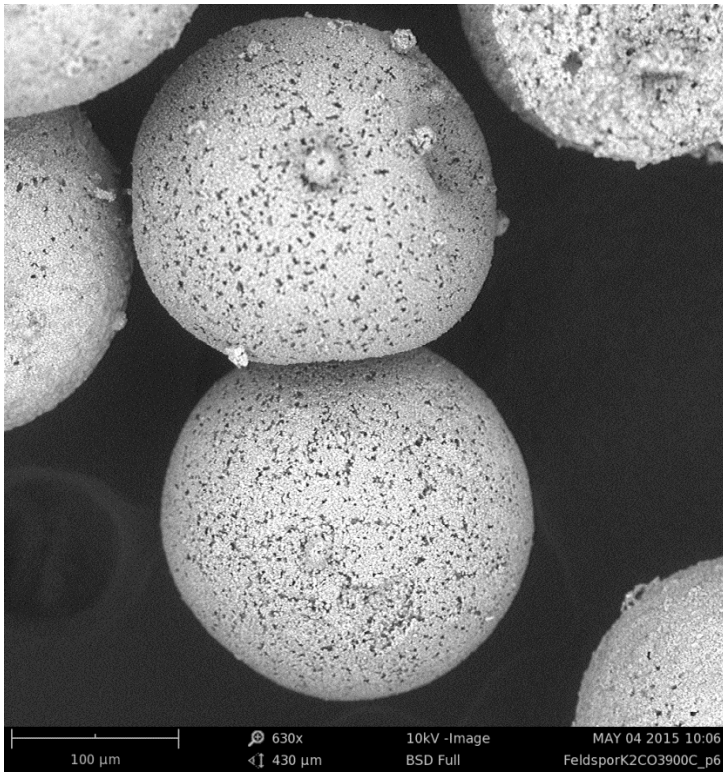
4.3. M9 med K_2CO_3 , reducerad



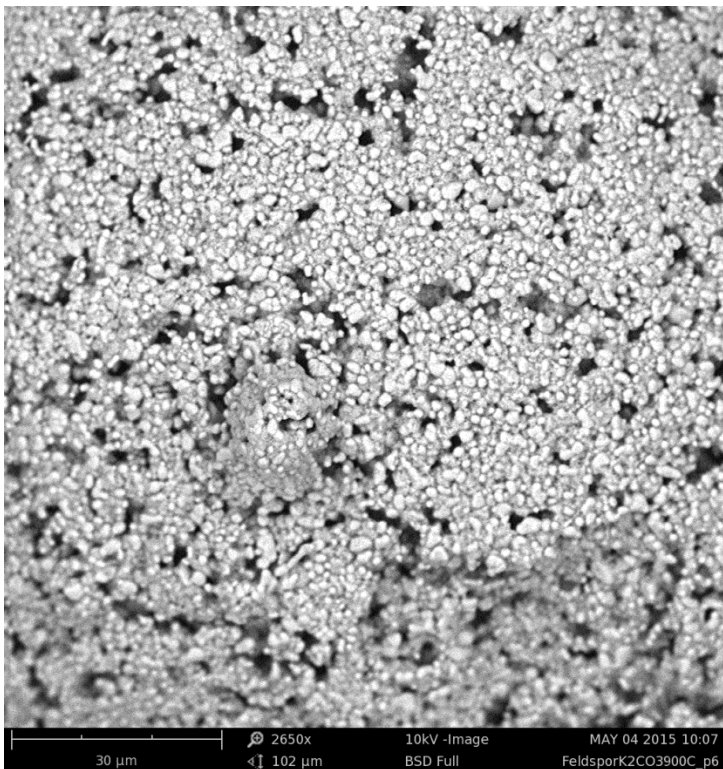
Figur 90. Optisk översiktspåsyn av M9 med K_2CO_3 , reducerad.



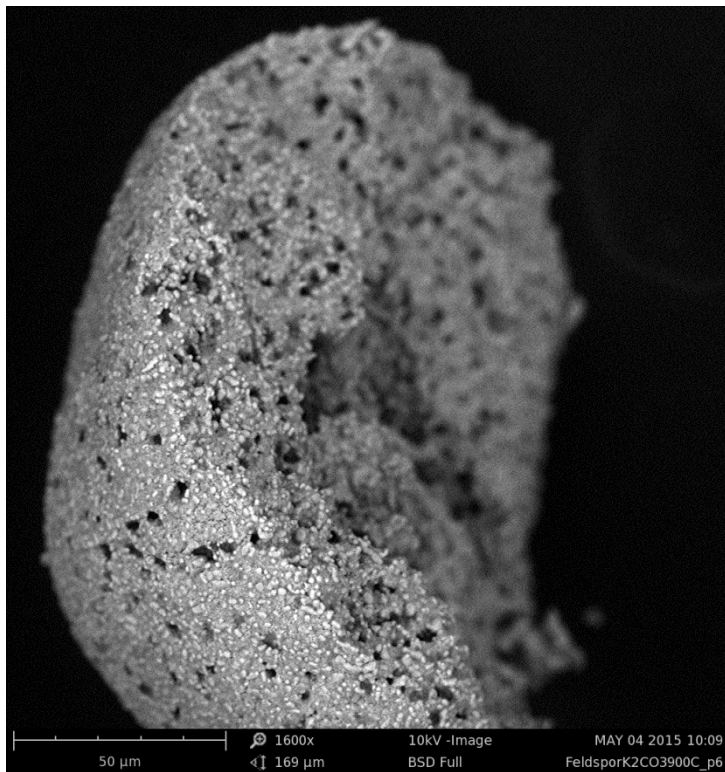
Figur 91. Svepelektronbild av M9 med K_2CO_3 , reducerad.



Figur 92. Svepelektronbild av M9 med K₂CO₃, reducerad.

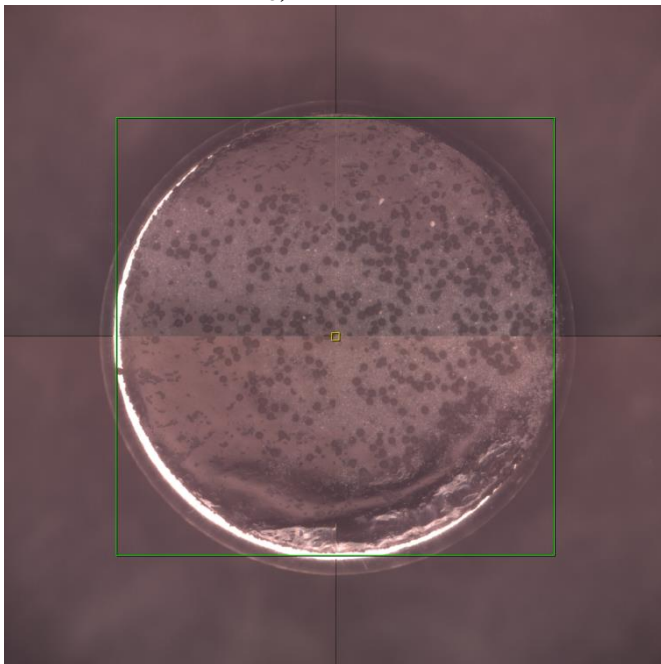


Figur 93. Svepelektronbild av M9 med K₂CO₃, reducerad.

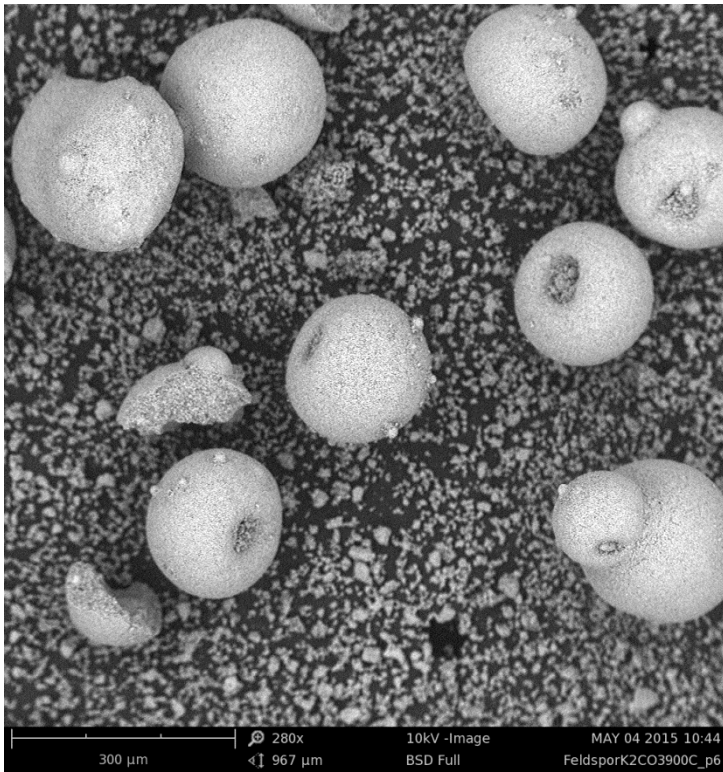


Figur 94. Svepelektronbild av M9 med K_2CO_3 , reducerad.

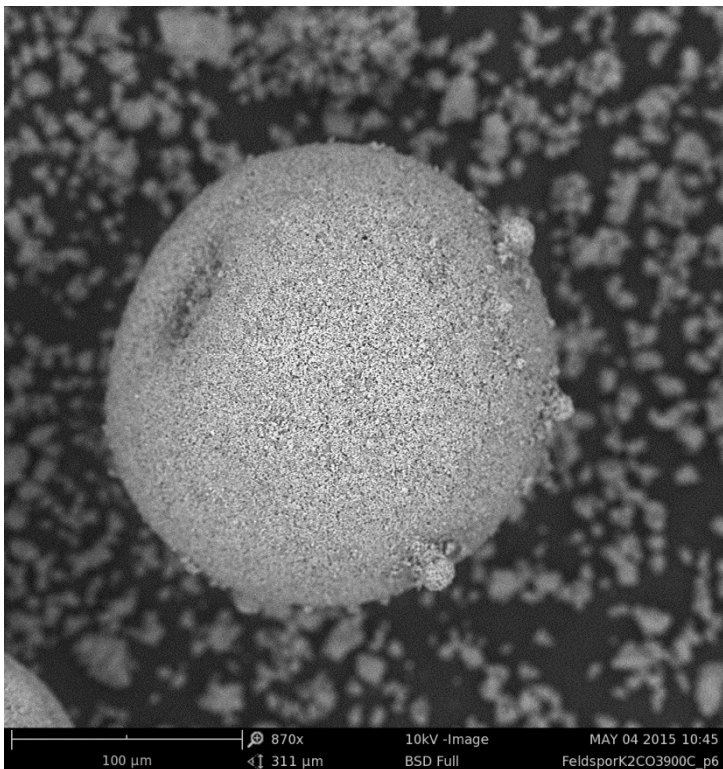
4.4. M9 med $CaCO_3$, oxiderad



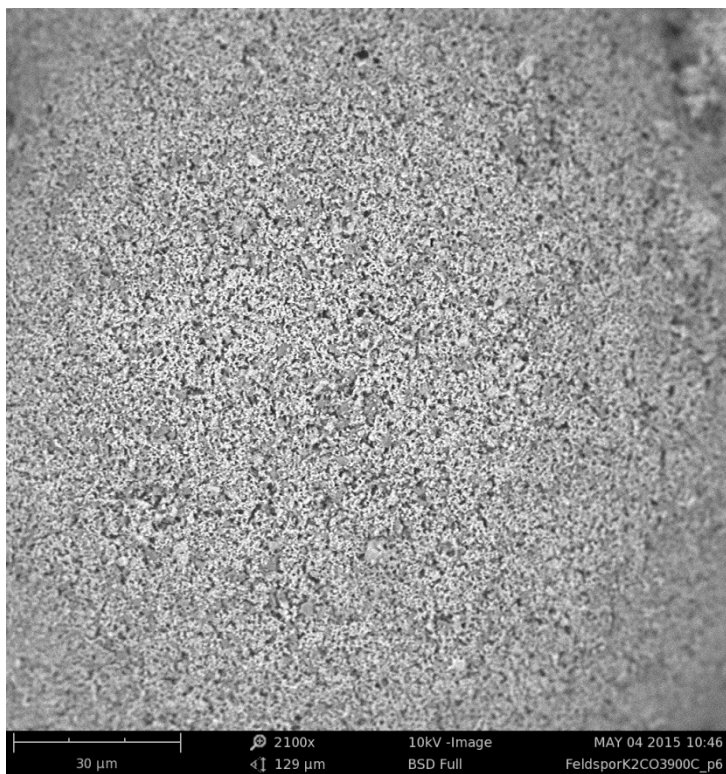
Figur 95. Optisk översiktsbild av M9 med $CaCO_3$, oxiderad.



Figur 96. Svepelektronbild av M9 med CaCO₃, oxiderad.

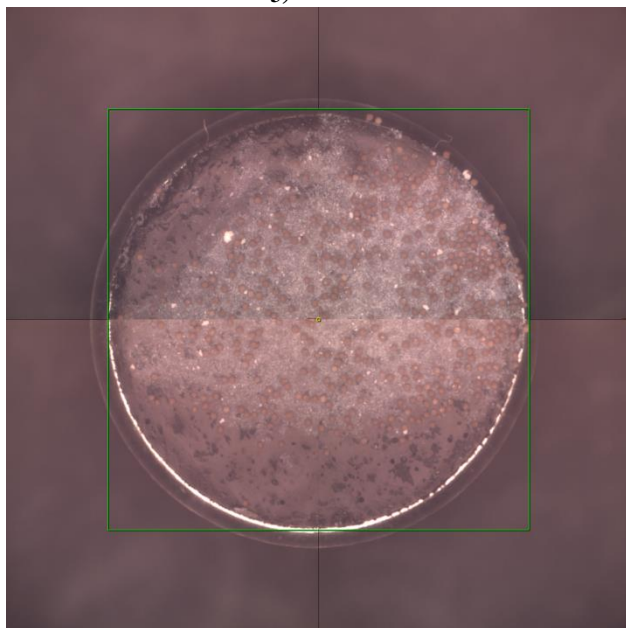


Figur 97. Svepelektronbild av M9 med CaCO₃, oxiderad.

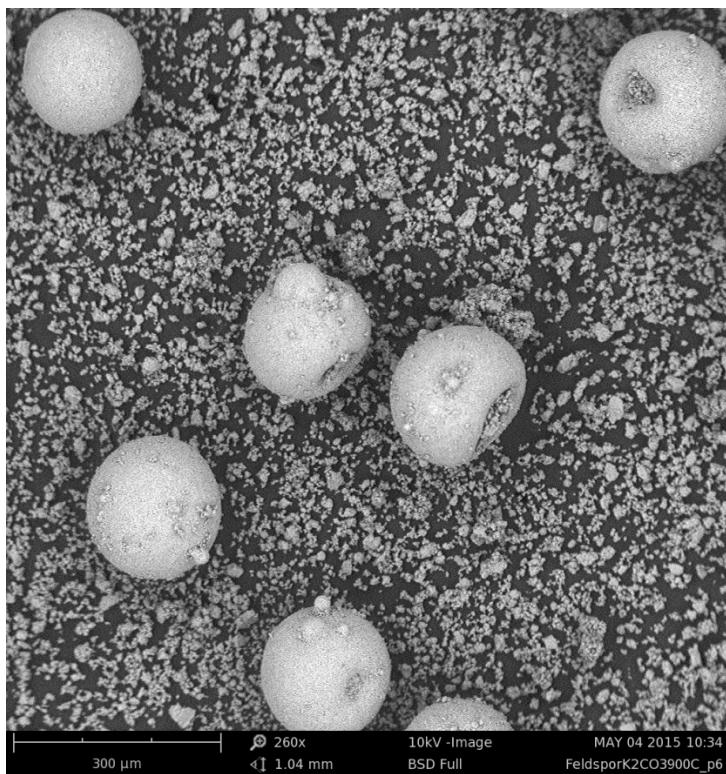


Figur 98. Svepelektronbild av M9 med CaCO₃, oxiderad.

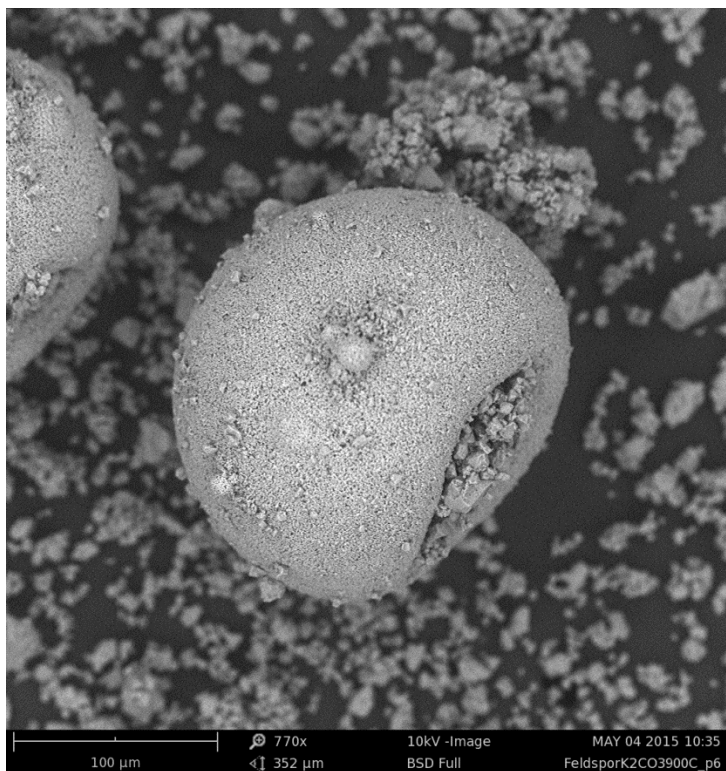
4.5. M9 med CaCO₃, reducerad.



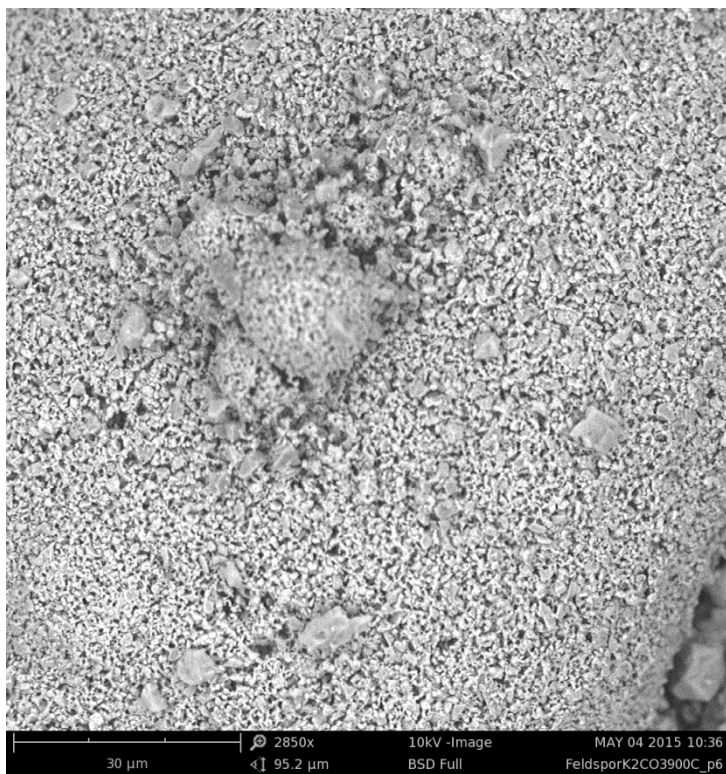
Figur 99. Optisk översiktbild av M9 med CaCO₃, reducerad.



Figur 100. Svepelektronbild av M9 med CaCO₃, reducerad.

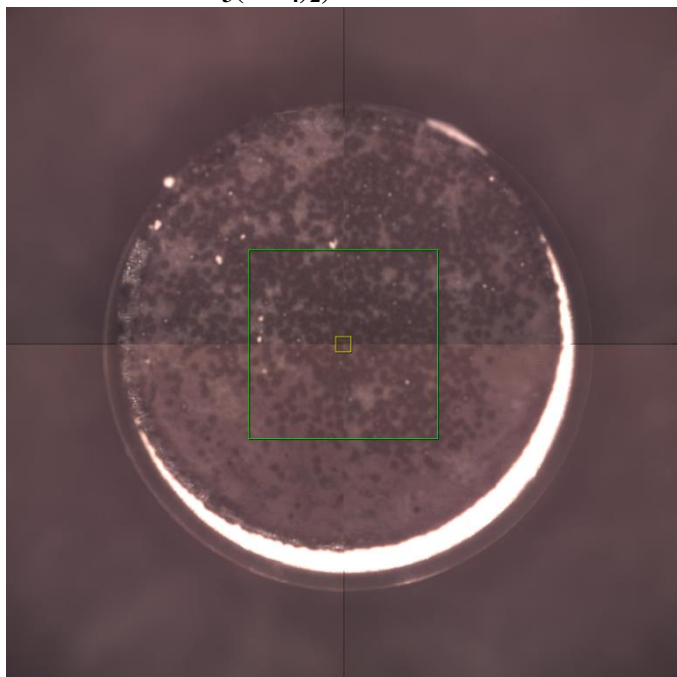


Figur 101. Svepelektronbild av M9 med CaCO₃, reducerad.

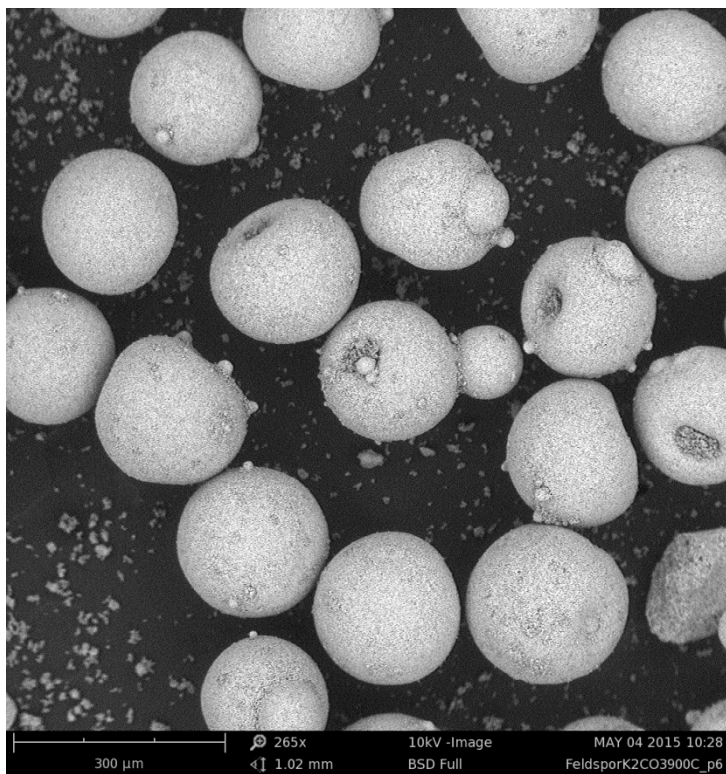


Figur 102. Svepelektronbild av M9 med CaCO_3 , reducerad.

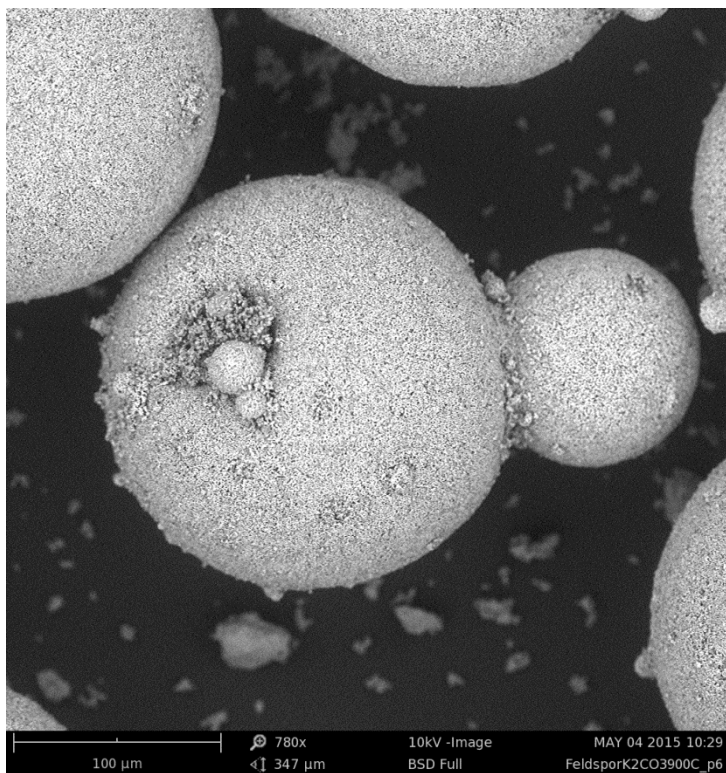
4.6. M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad



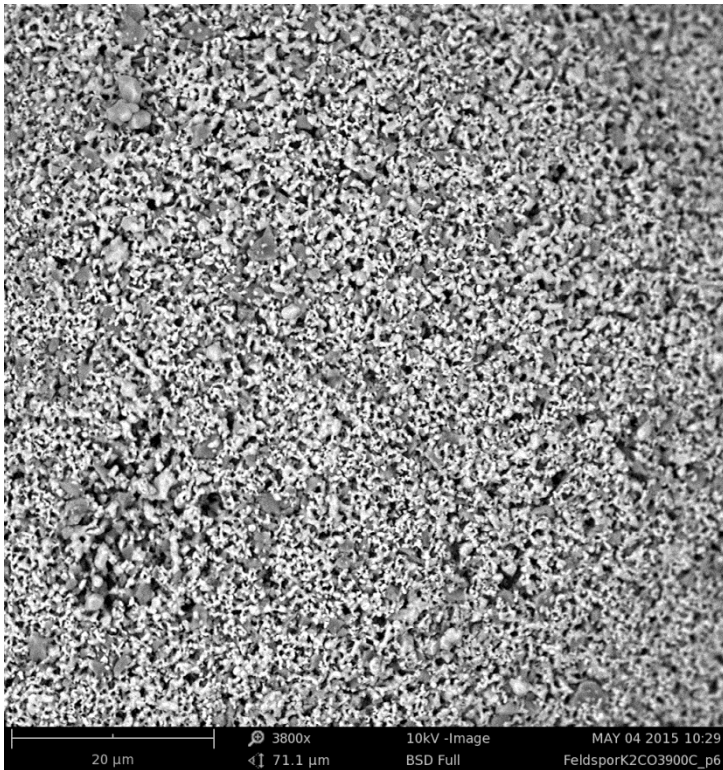
Figur 103. Optisk översiktsbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.



Figur 104. Svepelektronbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.

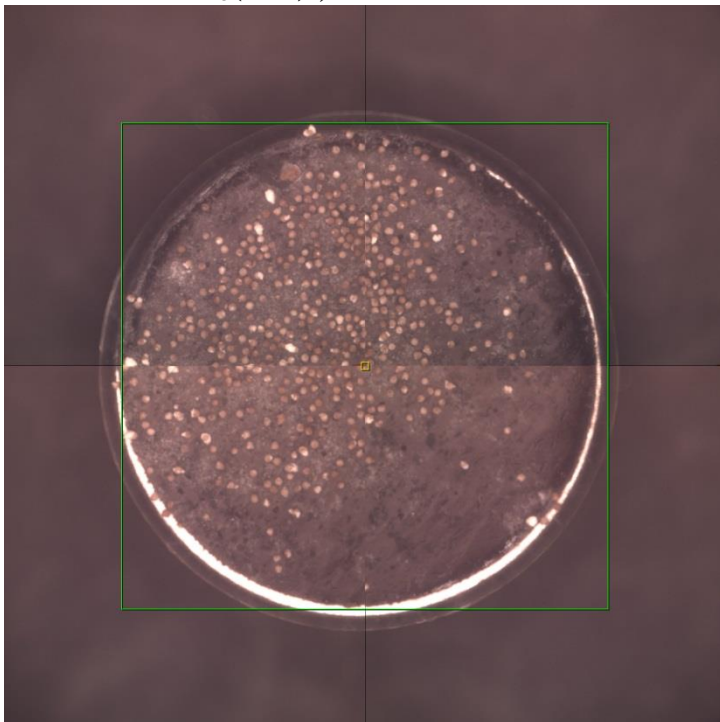


Figur 105. Svepelektronbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.



Figur 106. Svepelektronbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad.

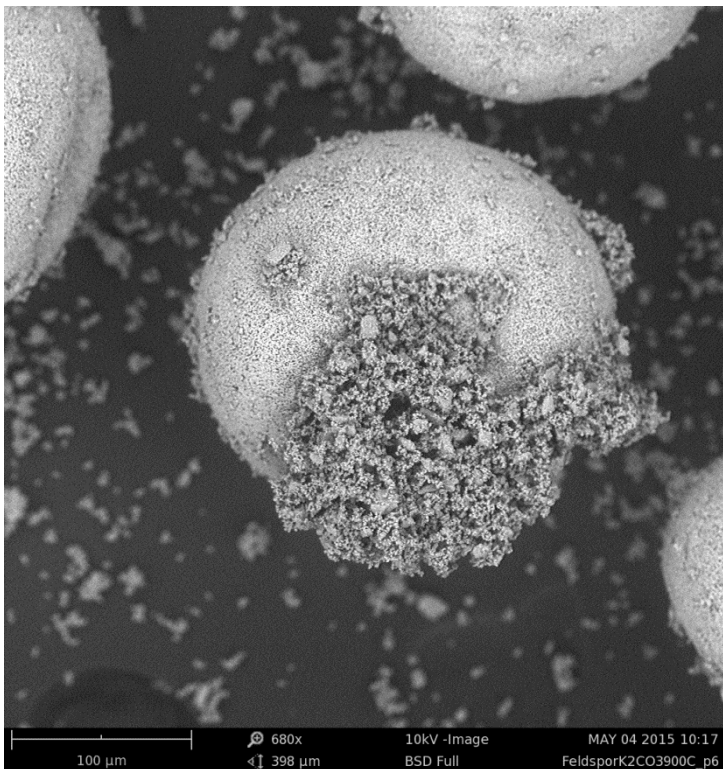
4.7. M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad



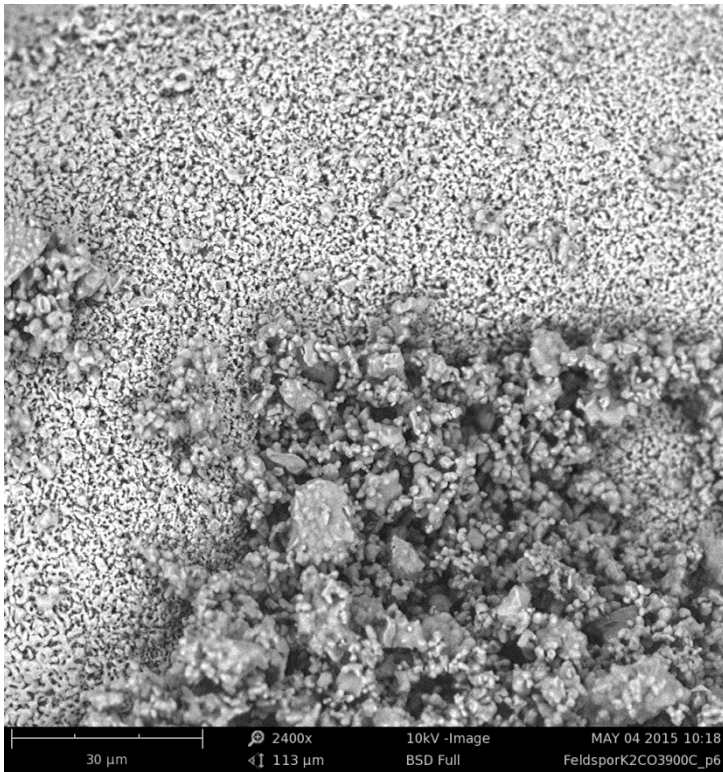
Figur 107. Optisk översiktsbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



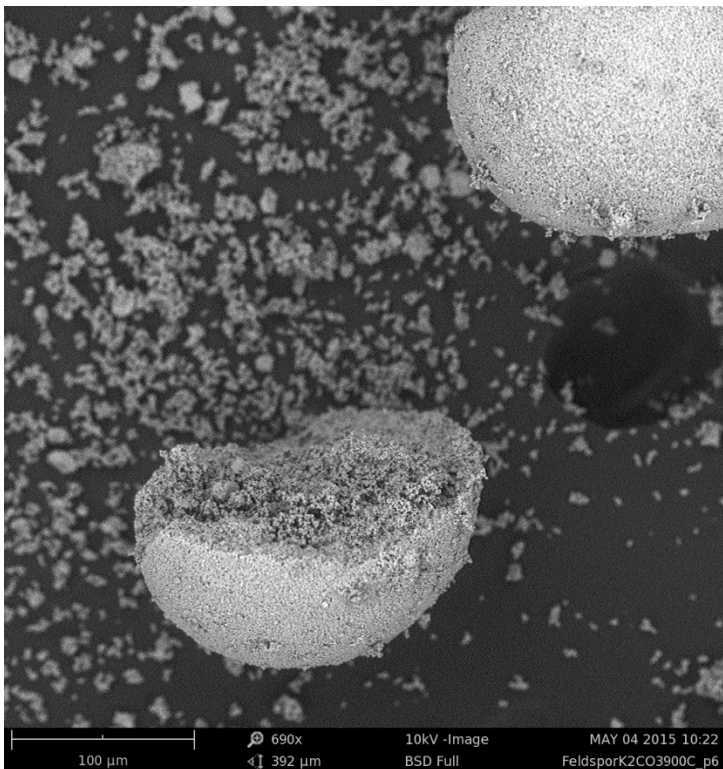
Figur 108. Svepelektronbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



Figur 109. Svepelektronbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



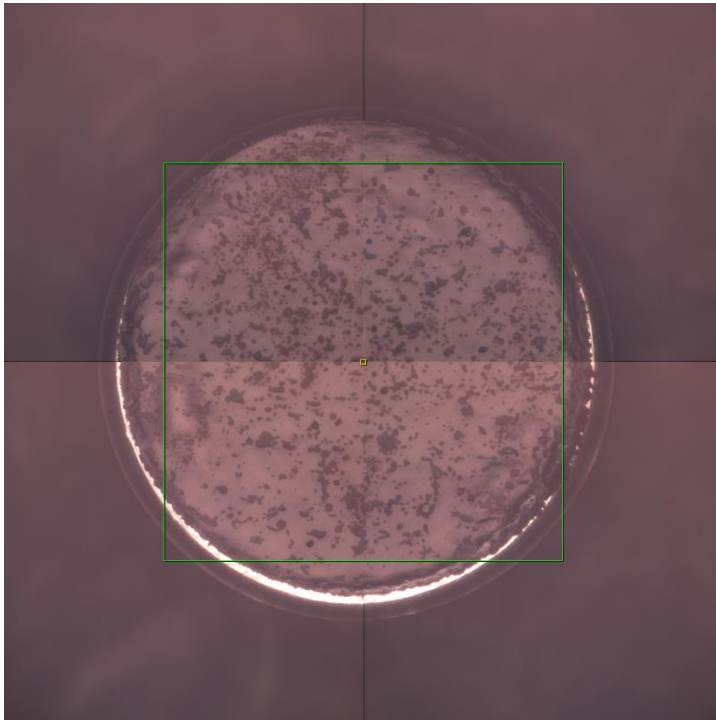
Figur 110. Svepelektronbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.



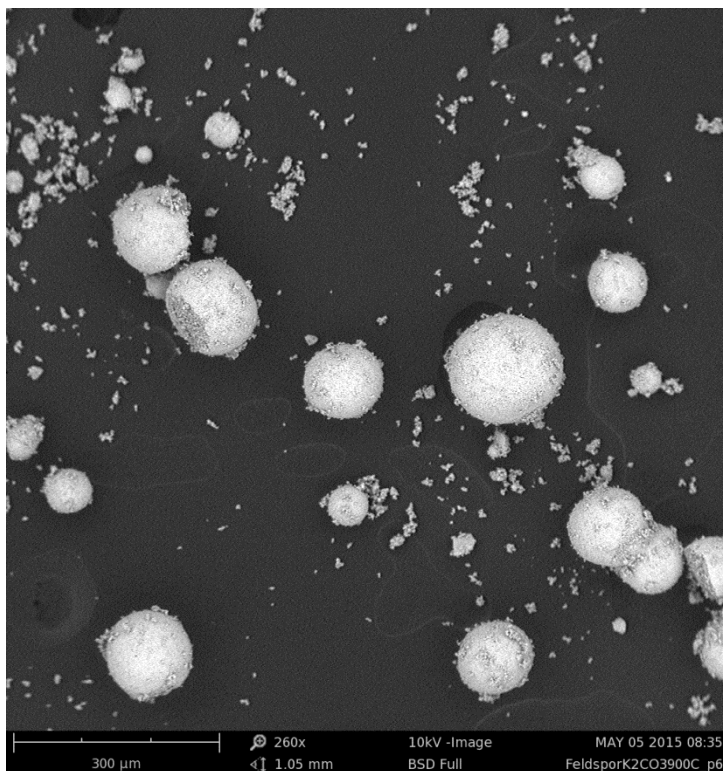
Figur 111. Svepelektronbild av M9 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad.

5. Colormax Elkem

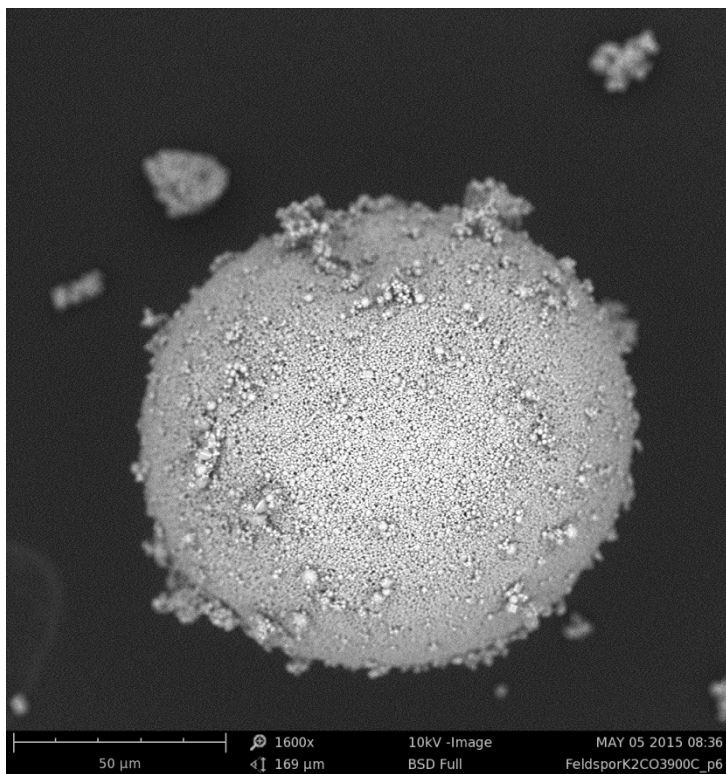
5.1. Colormax Elkem, oxiderad



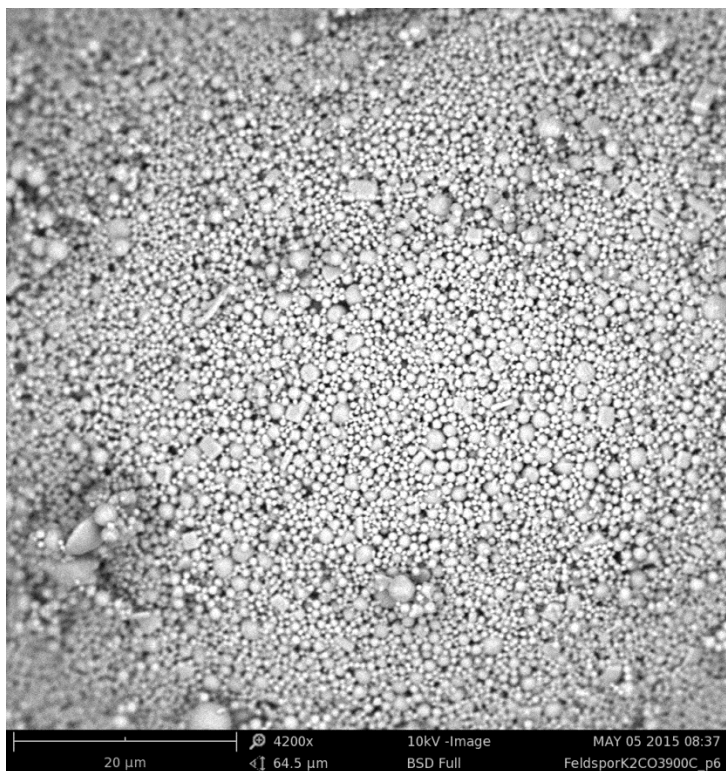
Figur 112. Optisk översiktsbild av oxiderad Colormax Elkem.



Figur 113. Svepelektronbild av oxiderad Colormax Elkem.

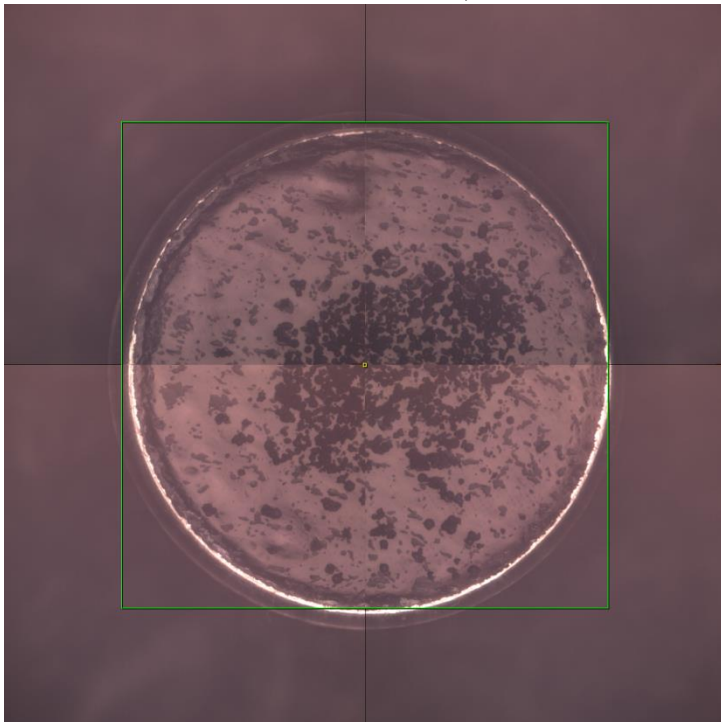


Figur 114. Svepelektronbild av Colormax Elkem, oxiderad.

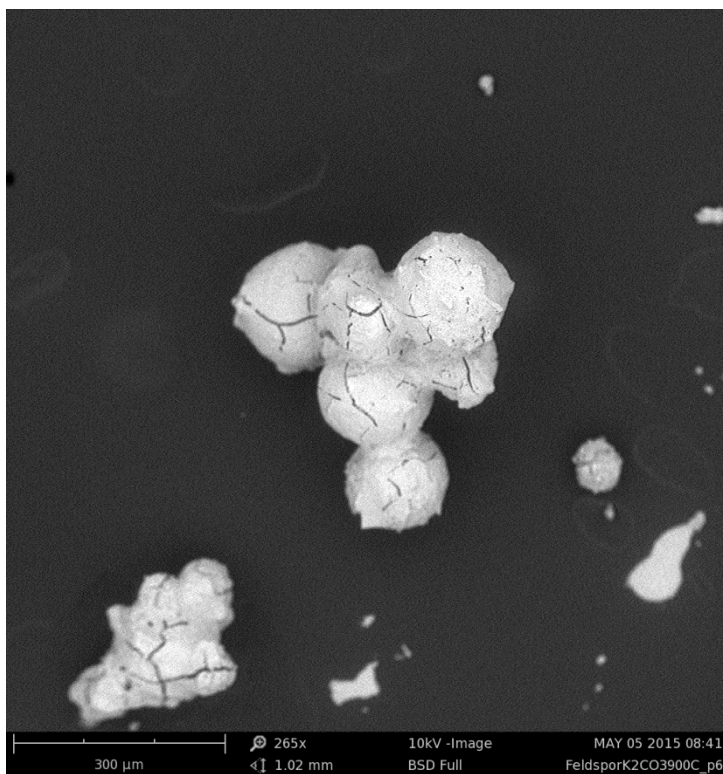


Figur 115. Svepelektronbild av Colormax Elkem, oxiderad.

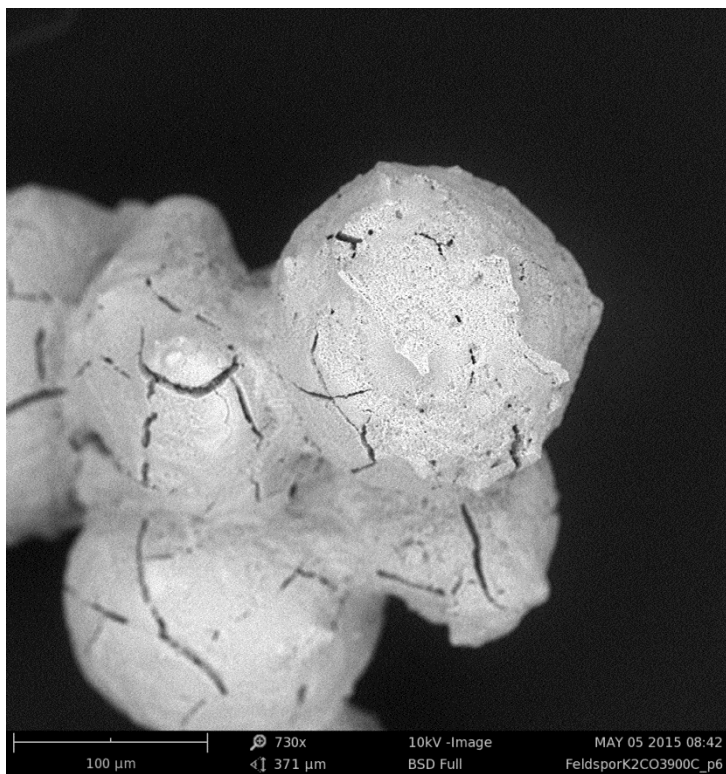
5.2. Colormax Elkem med K_2CO_3 , oxiderad



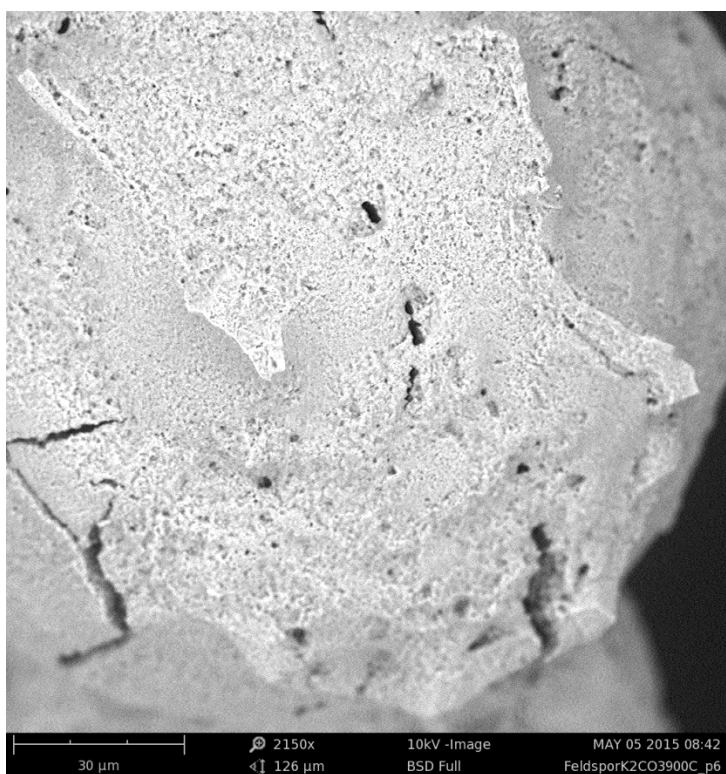
Figur 116. Optisk översiktspålitelse av Colormax Elkem med K_2CO_3 , oxiderad.



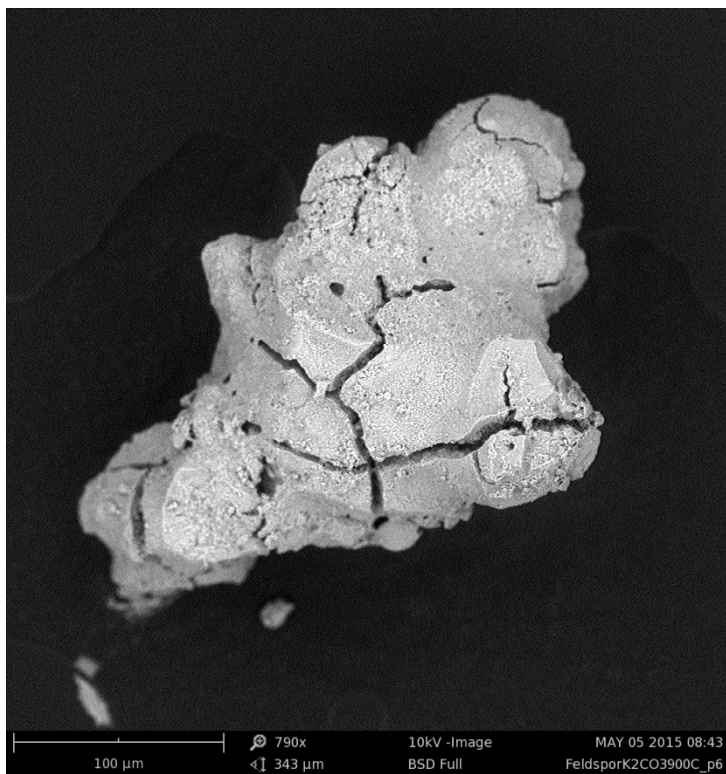
Figur 117. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K_2CO_3 , oxiderad.



Figur 118. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K₂CO₃, oxiderad.

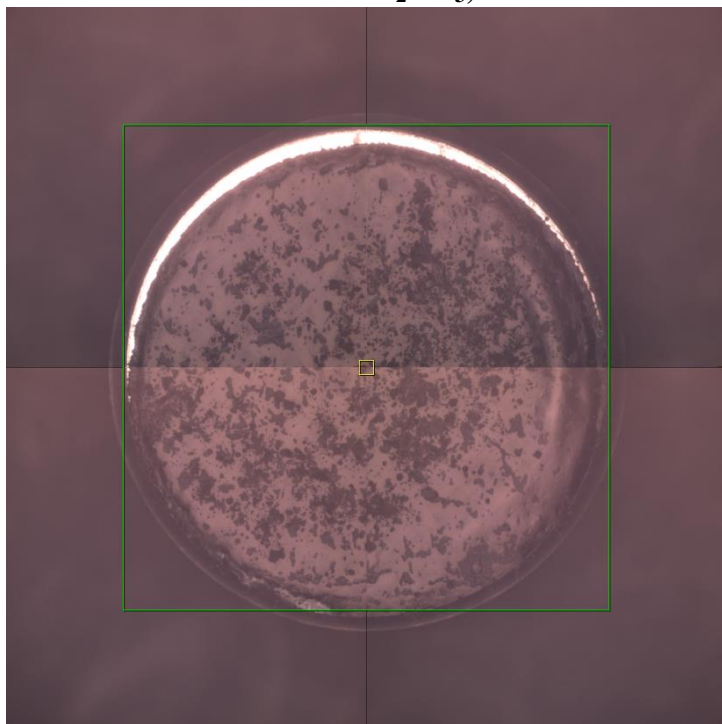


Figur 119. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K₂CO₃, oxiderad.

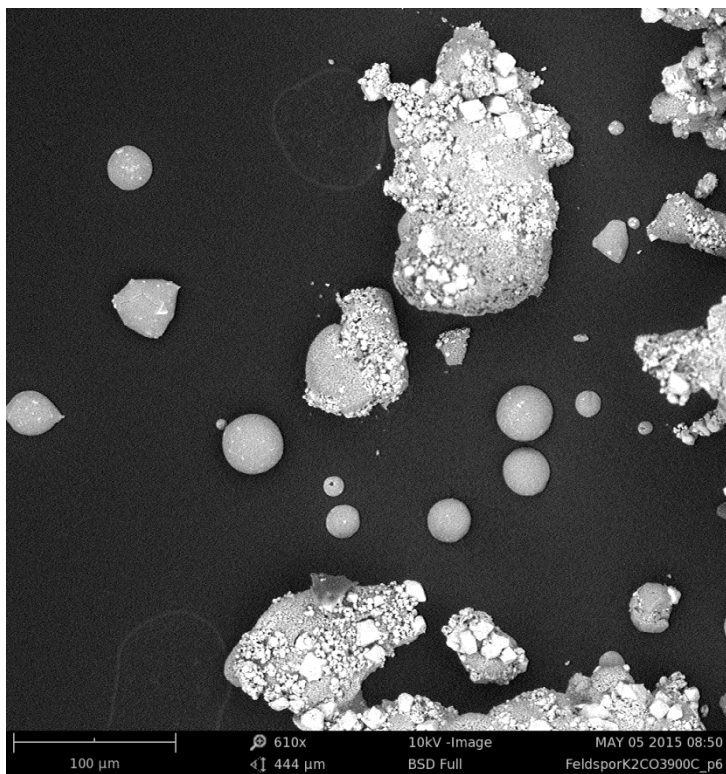


Figur 120. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K_2CO_3 , oxiderad.

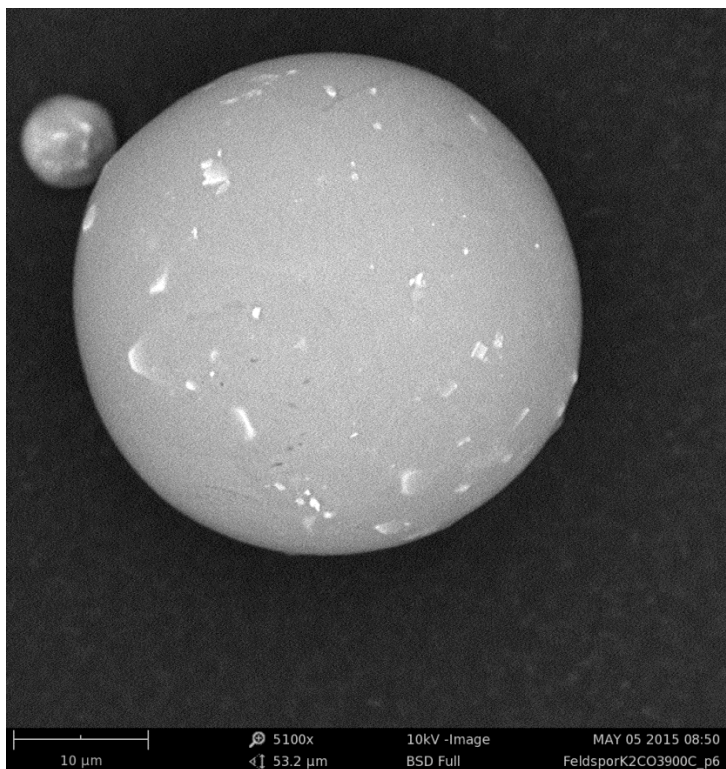
5.3. Colormax Elkem med K_2CO_3 , reducerad



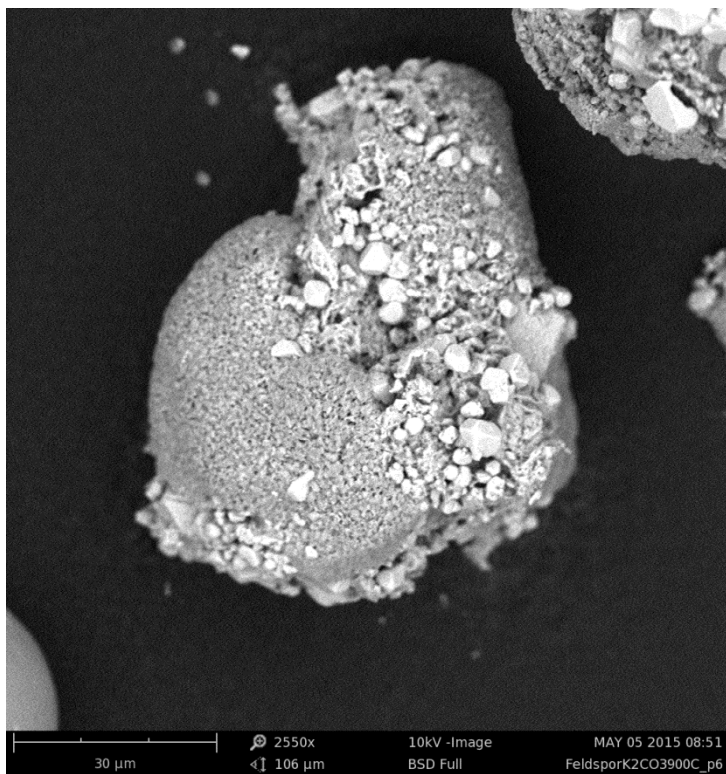
Figur 121. Optisk översiktsbild av Colormax Elkem med K_2CO_3 , reducerad.



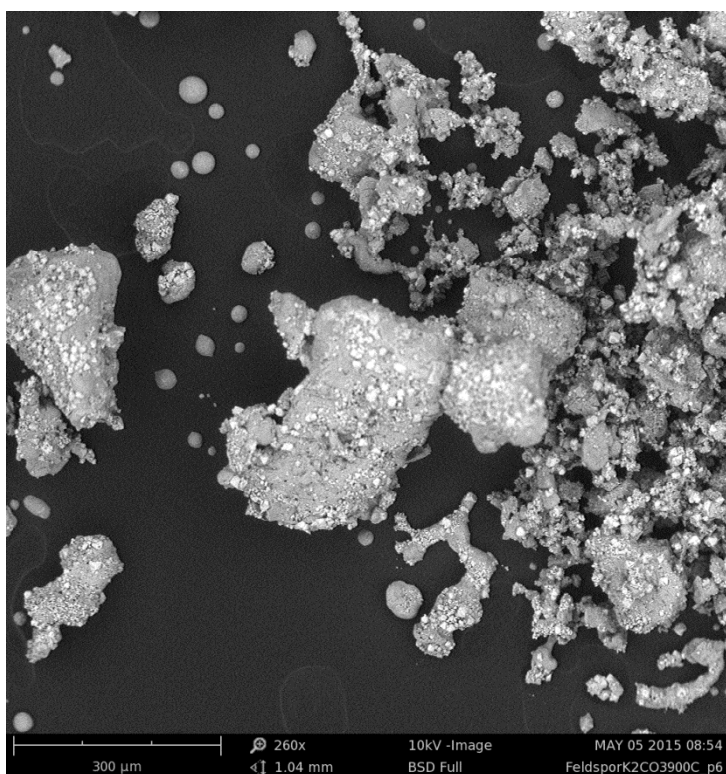
Figur 122. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K_2CO_3 , reducerad.



Figur 123. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K_2CO_3 , reducerad.

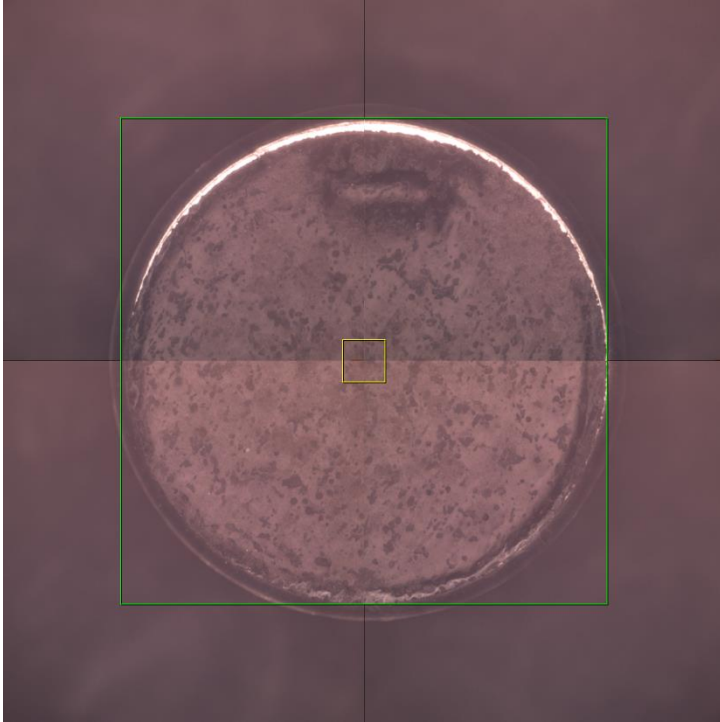


Figur 124. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K_2CO_3 , reducerad.

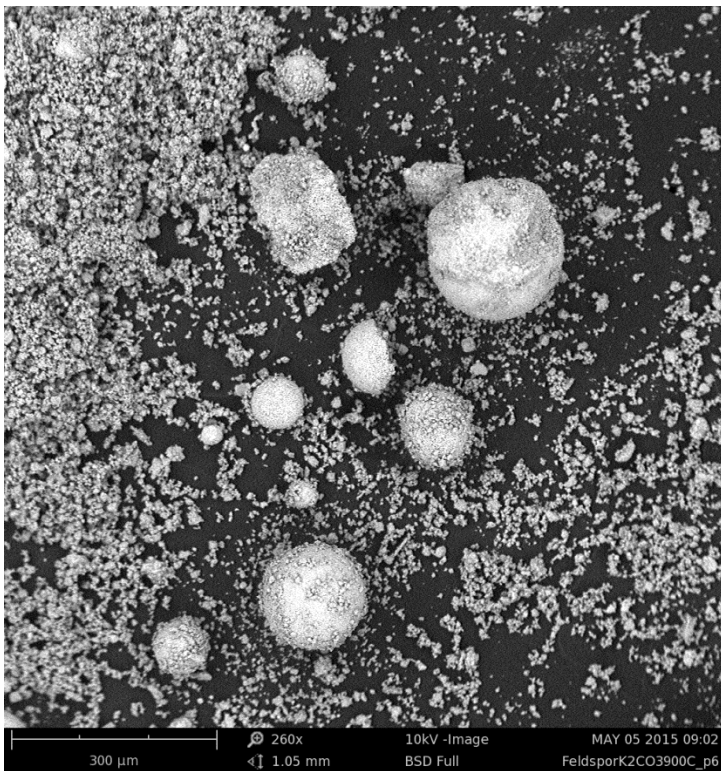


Figur 125. Svepelektronbild av Colormax Elkem med K_2CO_3 , reducerad.

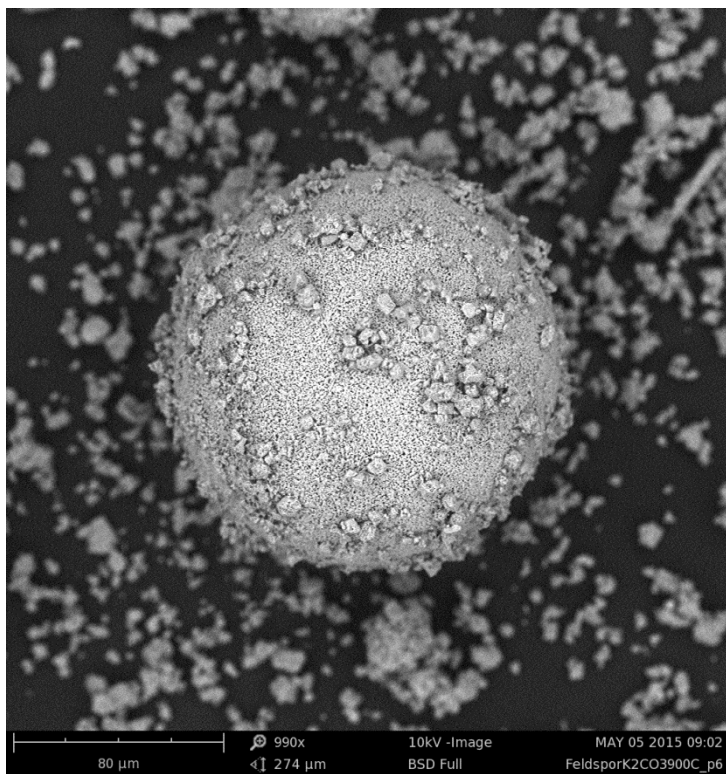
5.4. Colormax Elkem med CaCO₃, oxiderad



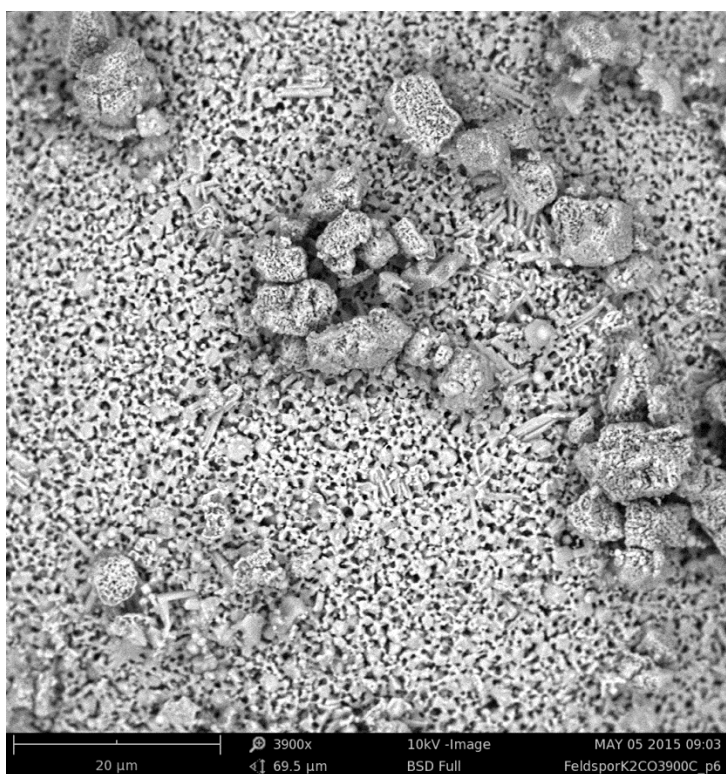
Figur 126. Optisk översiktsbild av Colormax Elkem med CaCO₃, oxiderad.



Figur 127. Svepelektronbild av Colormax Elkem med CaCO₃, oxiderad.

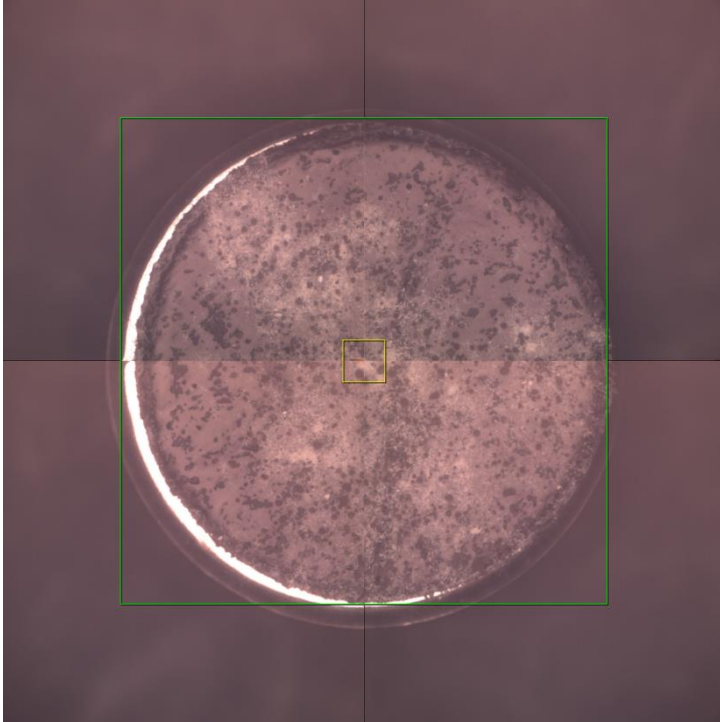


Figur 128. Svepelektronbild av Colormax Elkem med CaCO_3 , oxiderad.



Figur 129. Svepelektronbild av Colormax Elkem med CaCO_3 , oxiderad.

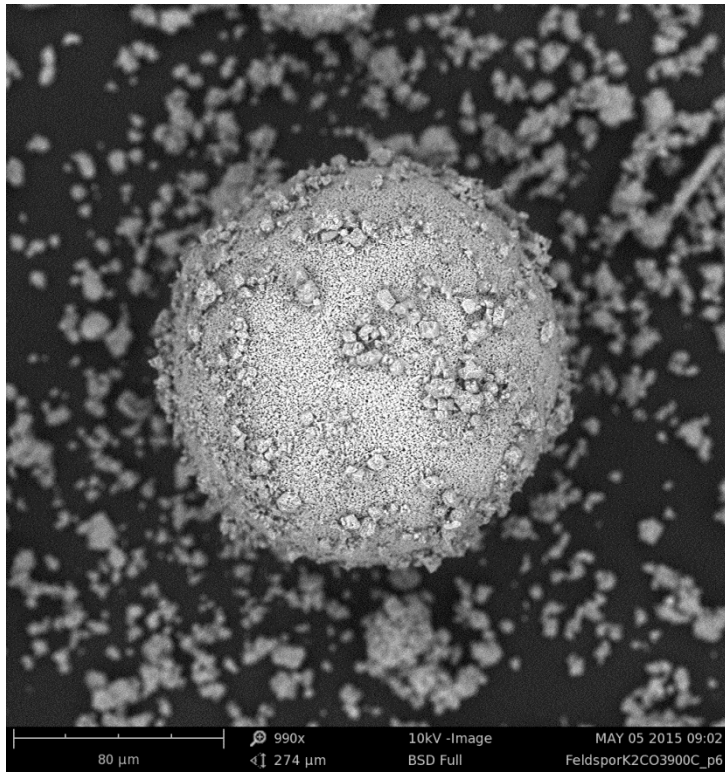
5.5. Colormax Elkem med CaCO₃, reducerad



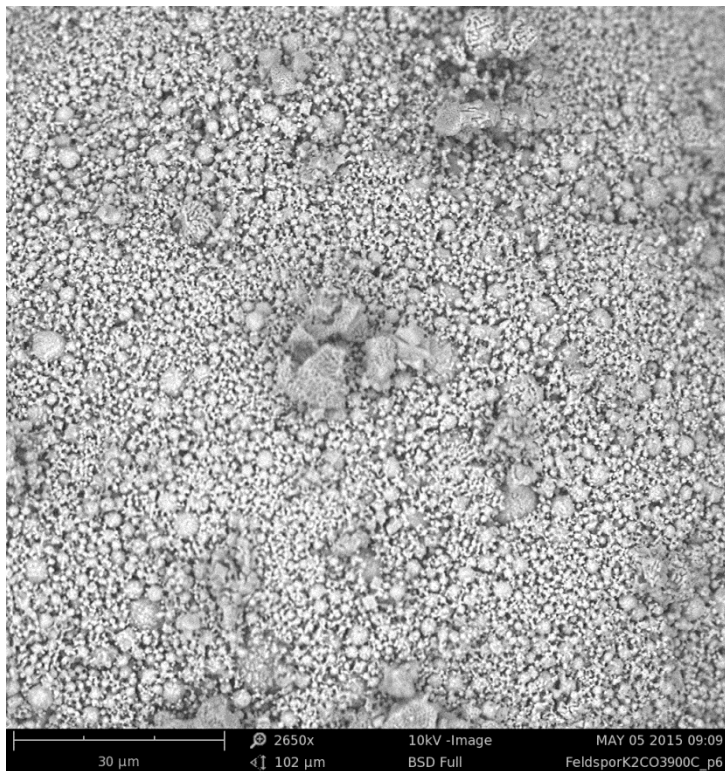
Figur 130. Optisk översiktspålitelse av Colormax Elkem med CaCO₃, reducerad.



Figur 131. Svepelektronbild av Colormax Elkem med CaCO₃, reducerad.



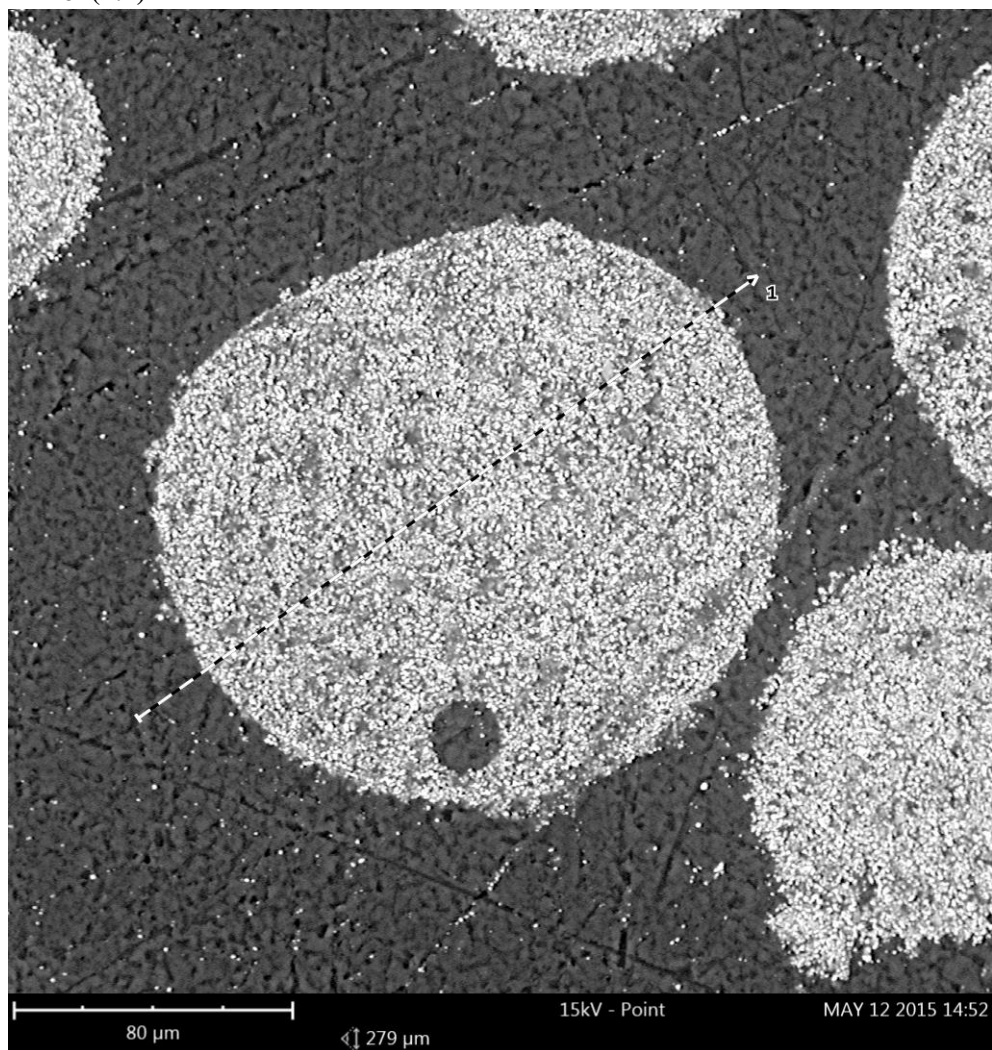
Figur 132. Svepelektronbild av Colormax Elkem med CaCO_3 , reducerad.



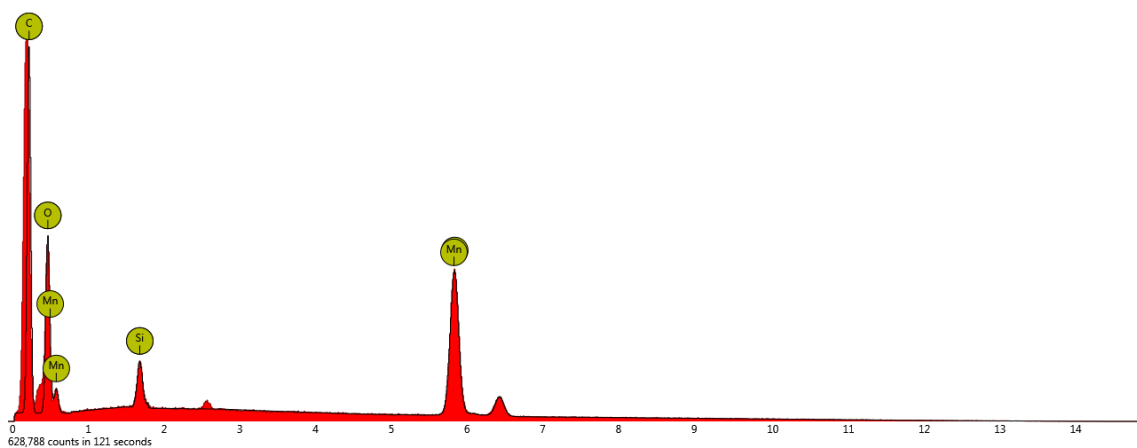
Figur 133. Svepelektronbild av Colormax Elkem med CaCO_3 , reducerad.

Bilaga EDS

M2-ox(4.1)



Figur 24 Svepelektronbild över tvärsnitt av oxiderad M2



Figur 25 Graf över detektion av ämnen längs linjen i figur 1

Tabell 1 Tabell över detekterade ämnen längs linjen

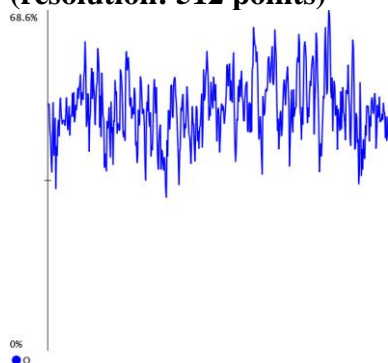
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	26.7
25	Mn	Manganese	19.7
8	O	Oxygen	50.6
14	Si	Silicon	3.0

Cut out of line scan

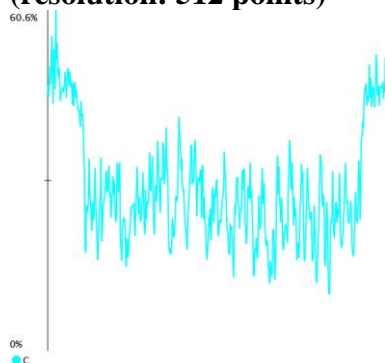


Figur 26 Översiktsbild av det analyserade området

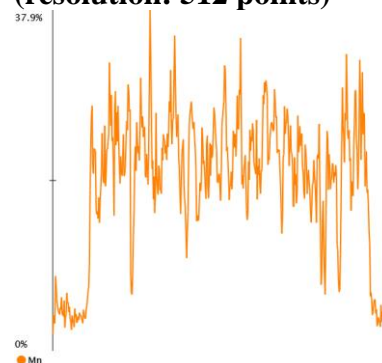
Line scan: Oxygen
(resolution: 512 points)



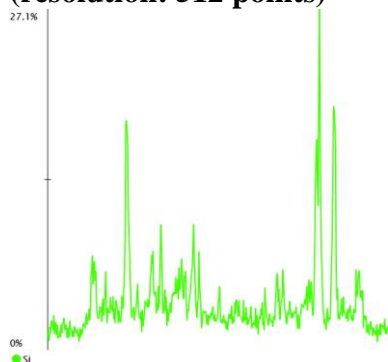
Line scan: Carbon
(resolution: 512 points)



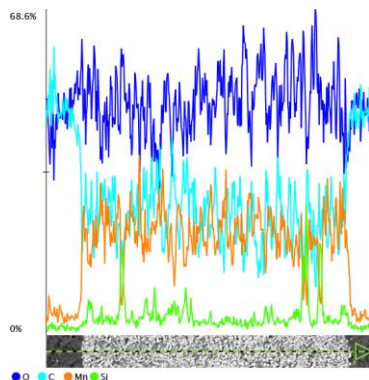
Line scan: Manganese
(resolution: 512 points)



Line scan: Silicon
(resolution: 512 points)

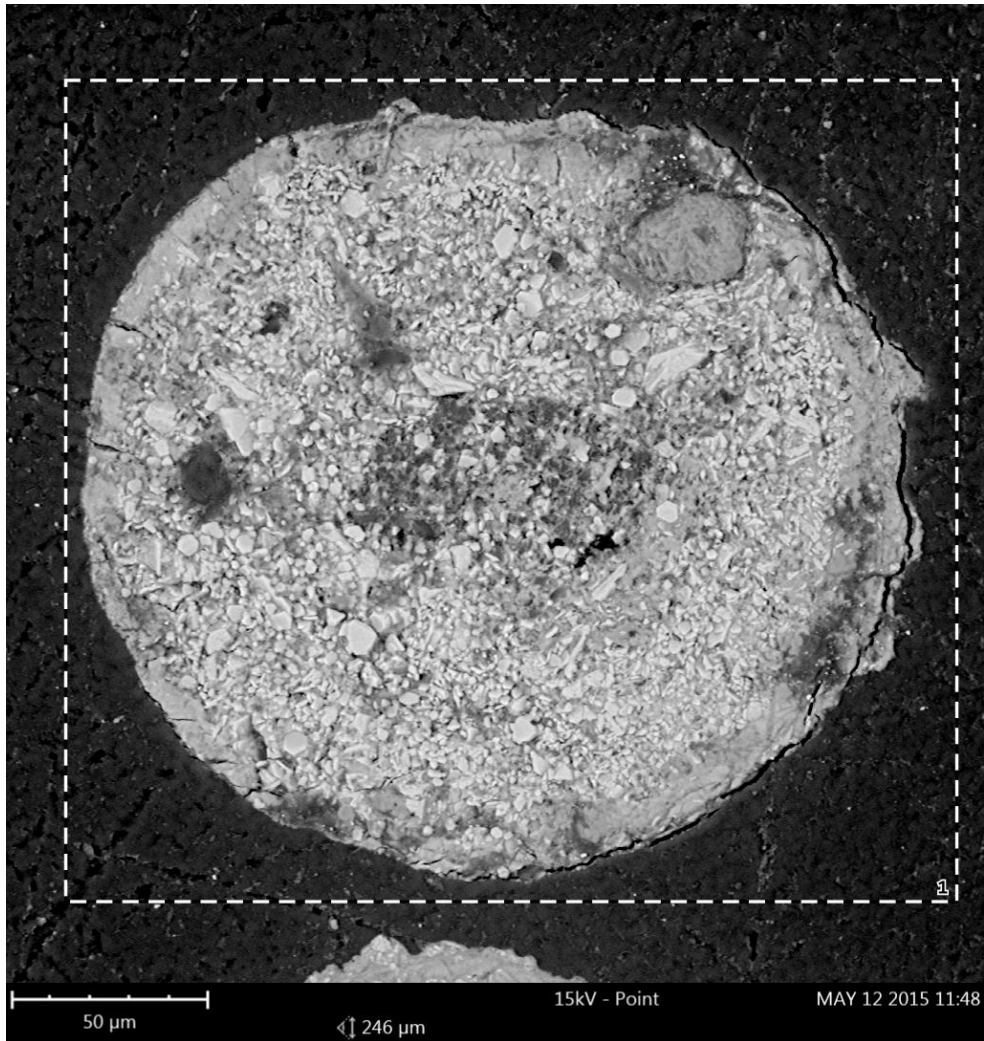


Combined line scan

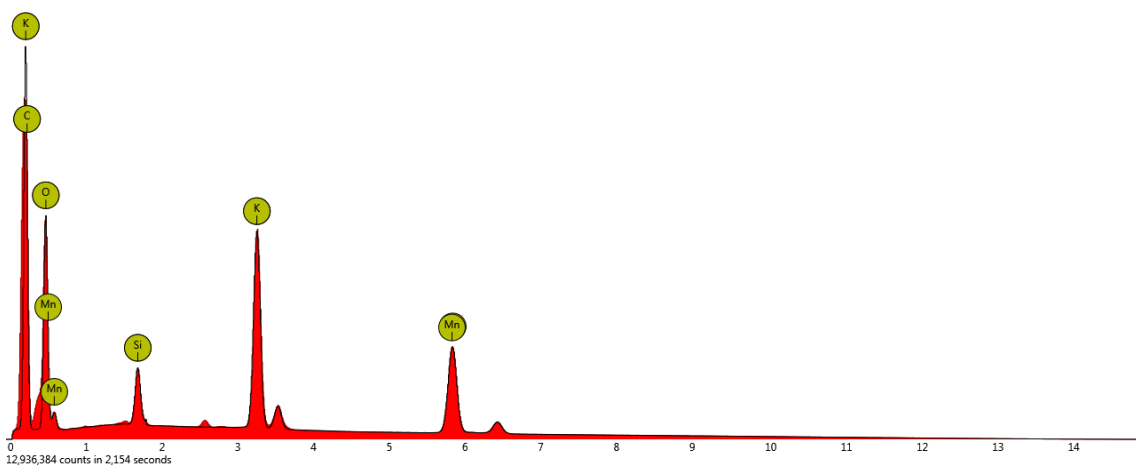


Figur 27 Grafer över halter av detekterade ämnen längs linjen

M2 med K_2CO_3 , oxiderad



Figur 28 Svepelektronbild över tvärsnitt av M2 med K_2CO_3 , oxiderad

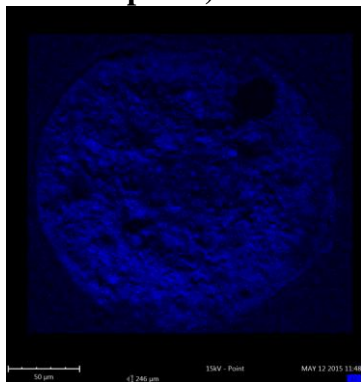


Figur 29 Graf över detektion av ämnen i det analyserade området i figur 5

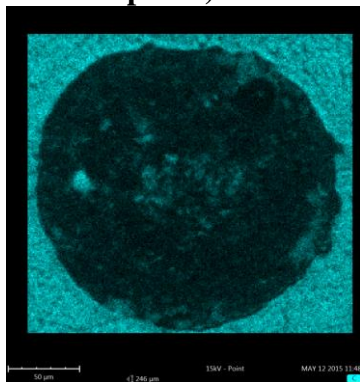
Tabell 2 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade området

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
19	K	Potassium	9.8
6	C	Carbon	14.3
8	O	Oxygen	64.9
25	Mn	Manganese	8.6
14	Si	Silicon	2.3

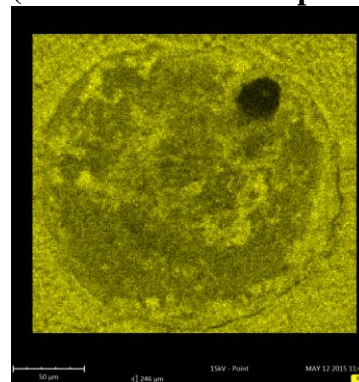
Map: Oxygen (resolution: 256x236 pixels)



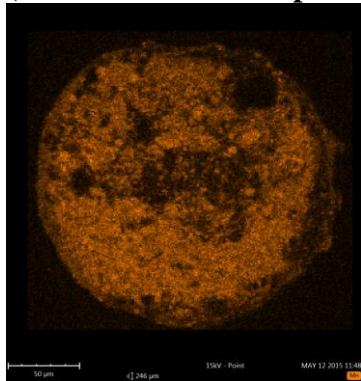
Map: Carbon (resolution: 256x236 pixels)



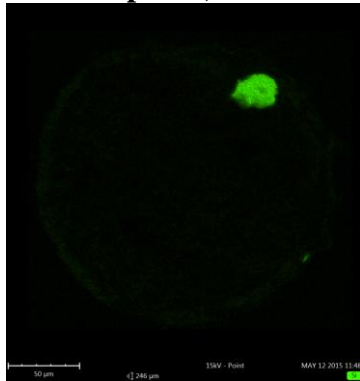
Map: Potassium (resolution: 256x236 pixels)



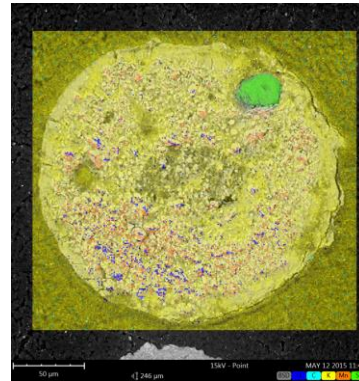
Map: Manganese (resolution: 256x236 pixels)



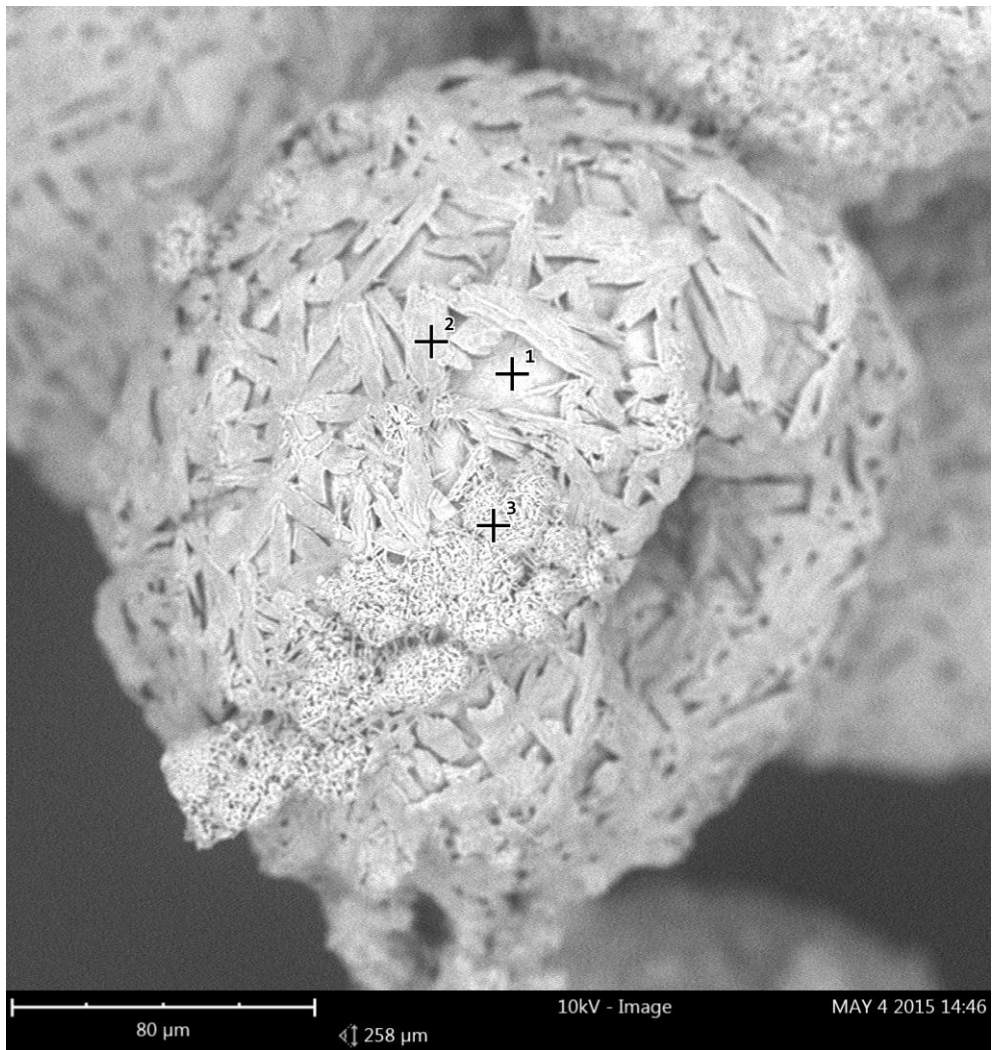
Map: Silicon (resolution: 256x236 pixels)



Combined map

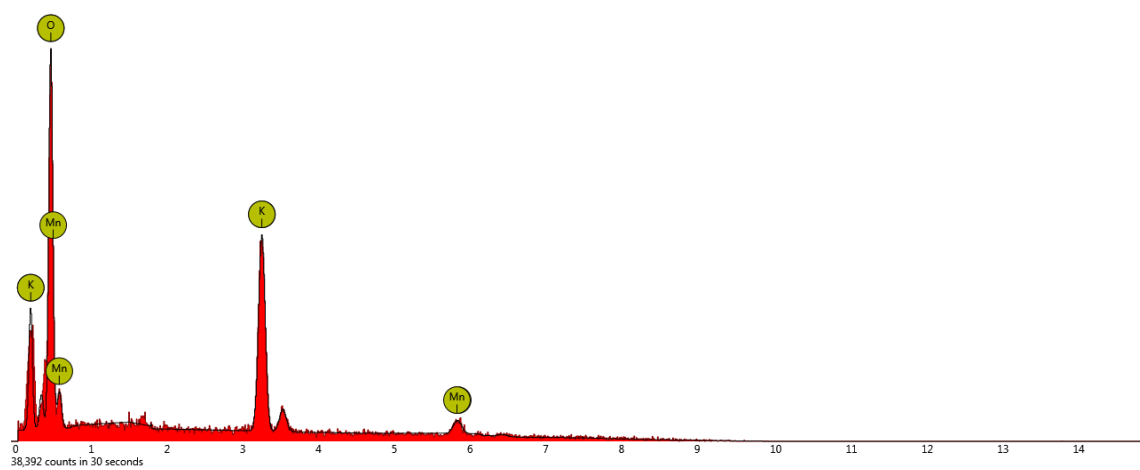


Figur 30 Översiktbilder över detekterade ämnen i det analyserade området



Figur 31 Svepelektronbild av M2-partikel med K_2CO_3 , oxiderad

Spot 1

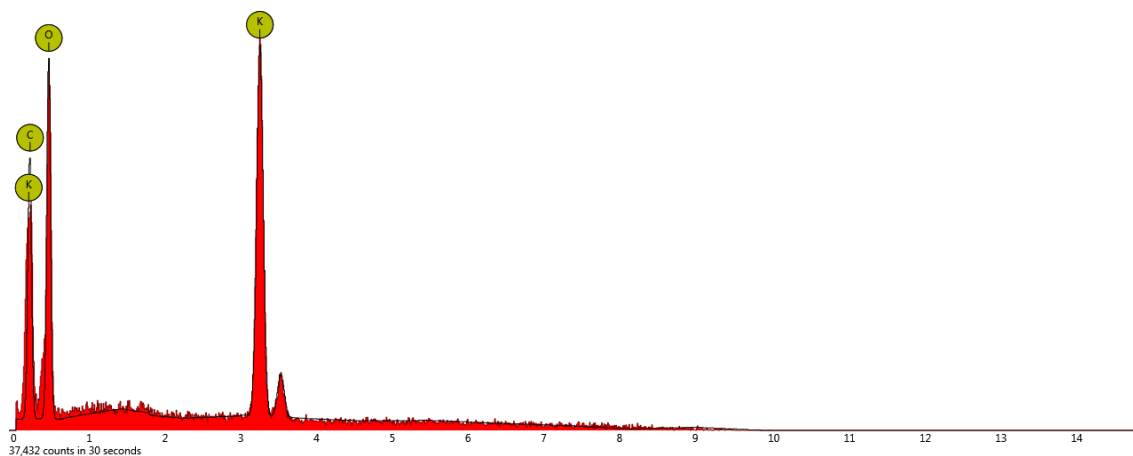


Figur 32 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 3 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	80.6
19	K	Potassium	15.7
25	Mn	Manganese	3.7

Spot 2

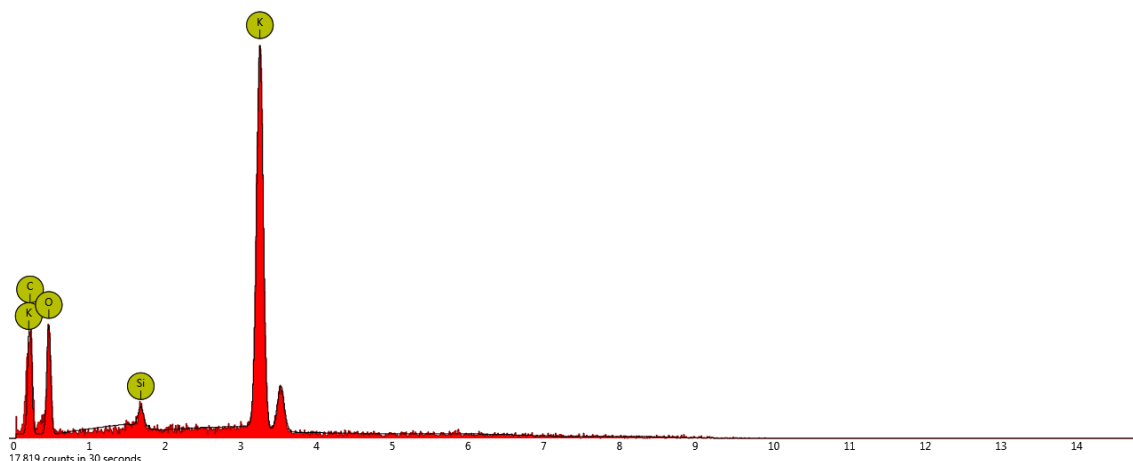


Figur 33 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

Tabell 4 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
19	K	Potassium	21.5
8	O	Oxygen	74.2
6	C	Carbon	4.4

Spot 3

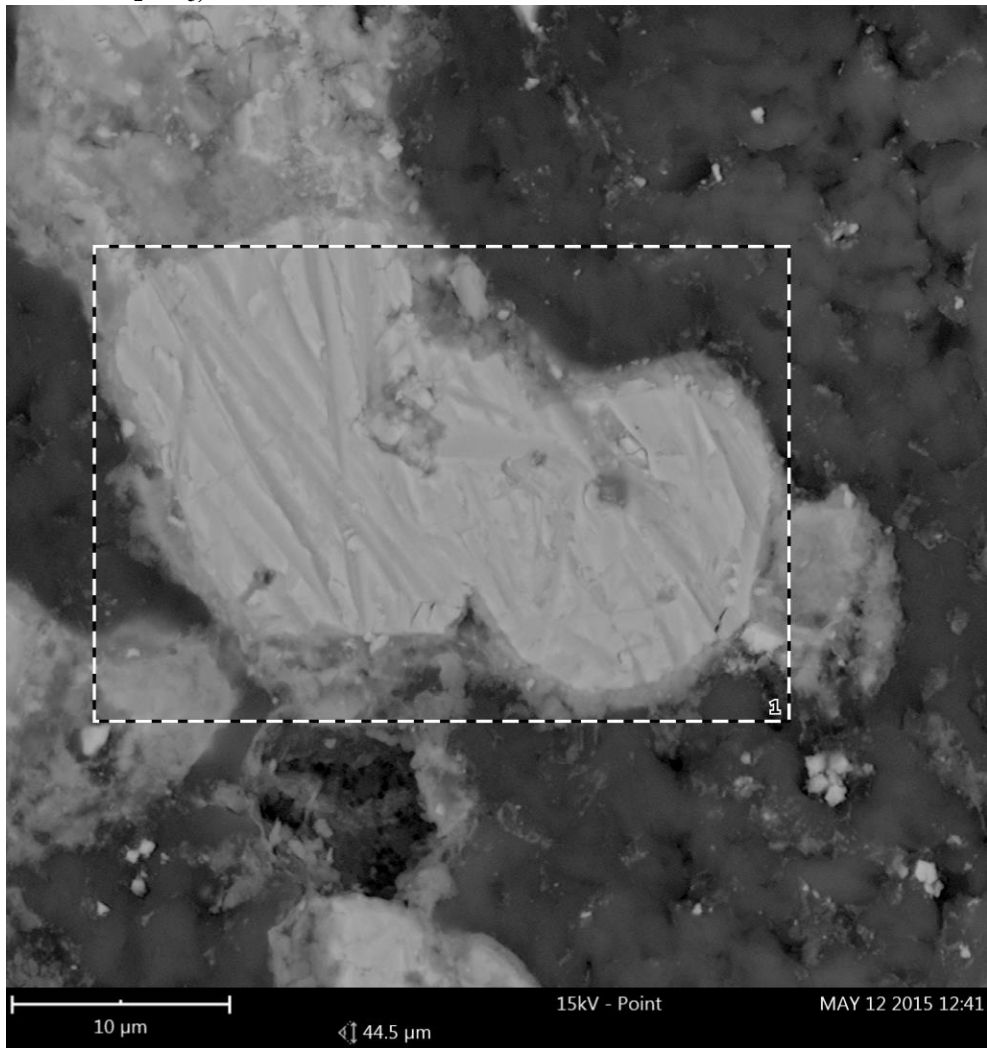


Figur 34 Graf över detekterade ämnen i punkt 3

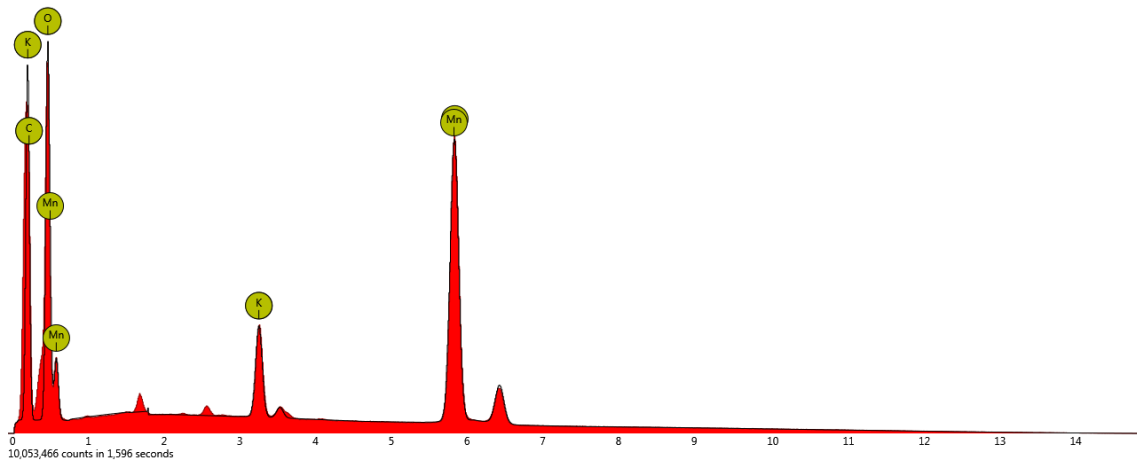
Tabell 5 Tabell över detekterade ämnen i punkt 3

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
19	K	Potassium	39.0
6	C	Carbon	3.9
8	O	Oxygen	56.0
14	Si	Silicon	1.1

M2 med K_2CO_3 , reducerad



Figur 35 Svepelektronbild över tvärsnitt av M2 med K_2CO_3 , reducerad

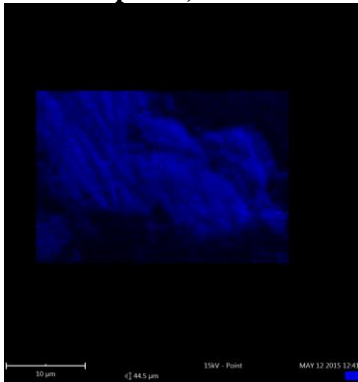


Figur 36 Graf över detekterade ämnen i det analyserade området

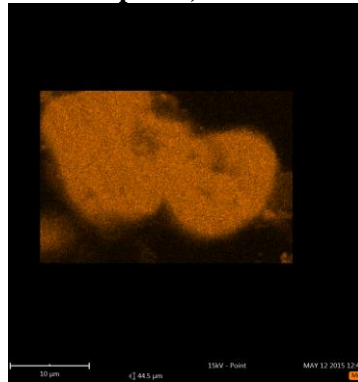
Tabell 6 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade området

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
25	Mn	Manganese	22.9
8	O	Oxygen	61.3
6	C	Carbon	12.1
19	K	Potassium	3.8

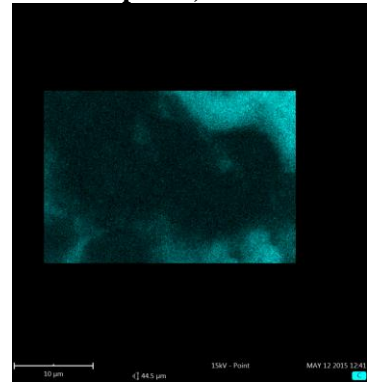
Map: Oxygen (resolution: 256x175 pixels)



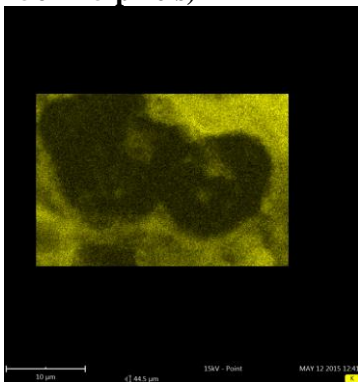
Map: Manganese (resolution: 256x175 pixels)



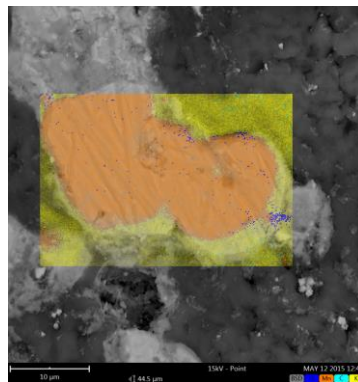
Map: Carbon (resolution: 256x175 pixels)



Map: Potassium (resolution: 256x175 pixels)



Combined map



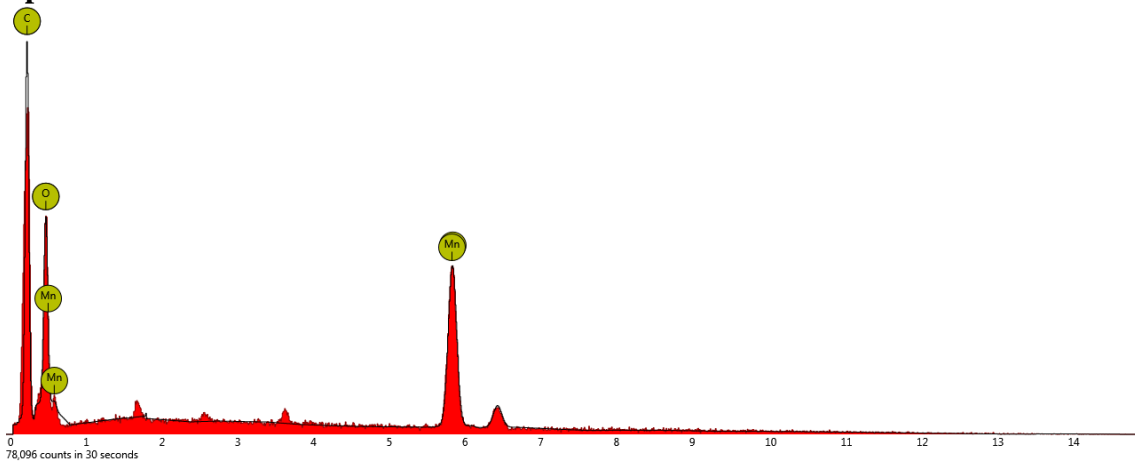
Figur 37 Översiktbilder av detekterade ämnen i det analyserade området

M2 med CaCO₃, oxiderad



Figur 38 Svepelektronbild över tvärsnitt av M2 med CaCO₃, oxiderad

Spot 1

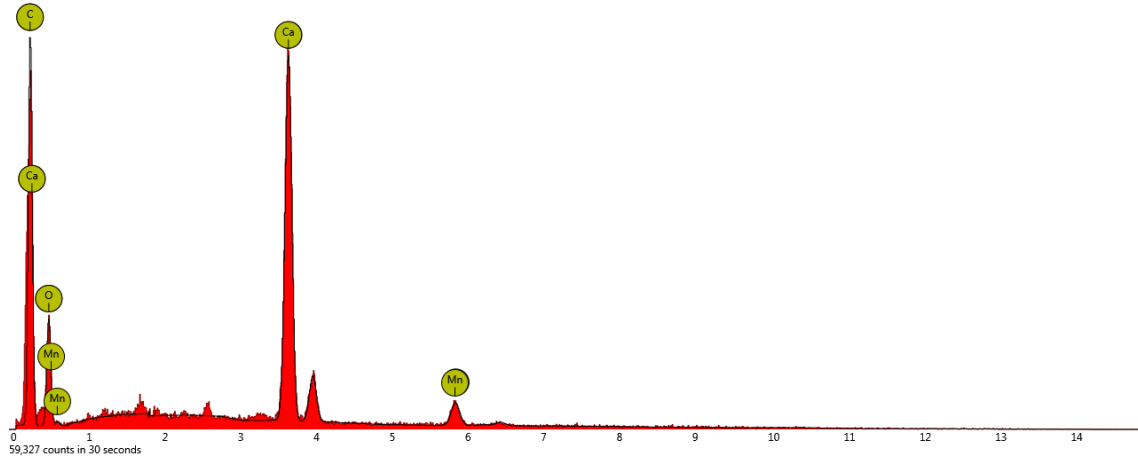


Figur 39 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 7 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	25.5
25	Mn	Manganese	22.4
8	O	Oxygen	52.2

Spot 2

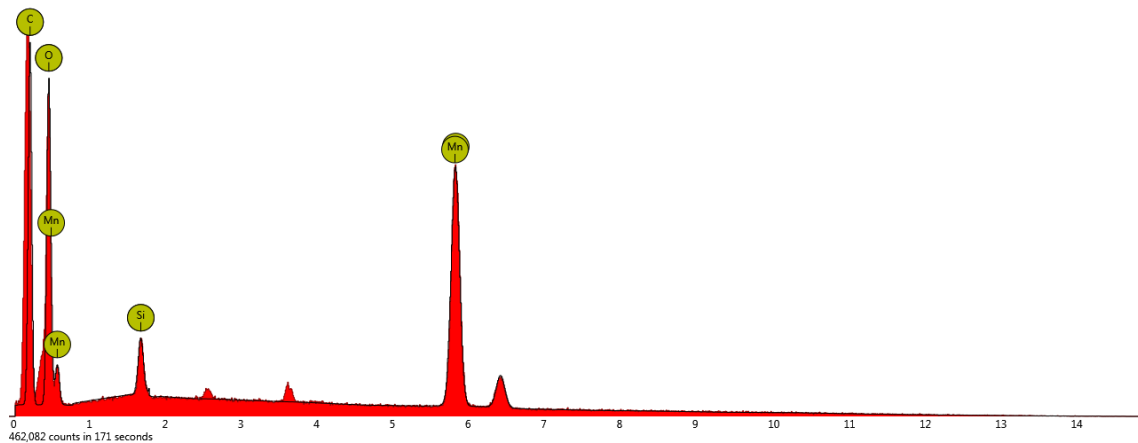


Figur 40 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

Tabell 8 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
20	Ca	Calcium	20.9
6	C	Carbon	16.3
8	O	Oxygen	60.2
25	Mn	Manganese	2.6

Linescan 1



Figur 41 Graf över detekterade ämnen längs linje 1

Tabell 9 Tabell över detekterade ämnen längs linje 1

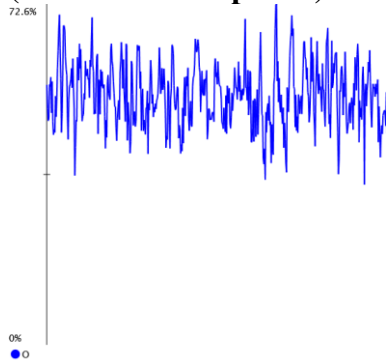
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
25	Mn	Manganese	22.5
6	C	Carbon	18.5
8	O	Oxygen	56.4
14	Si	Silicon	2.6

Cut out of line scan

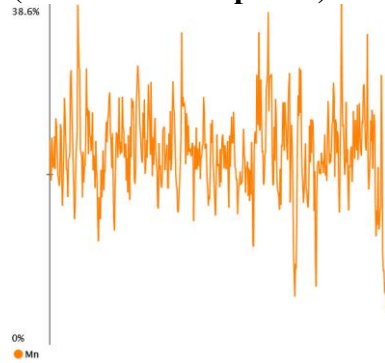


Figur 42 Översikt bild av det analyserade området

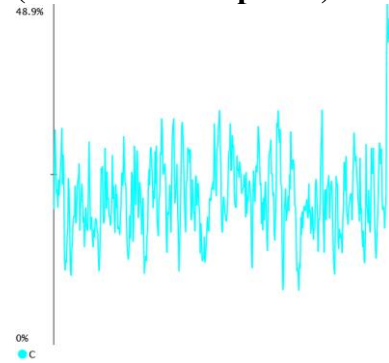
Line scan: Oxygen (resolution: 512 points)



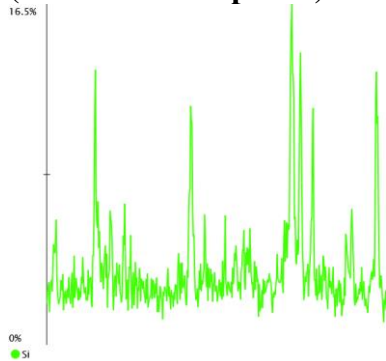
Line scan: Manganese (resolution: 512 points)



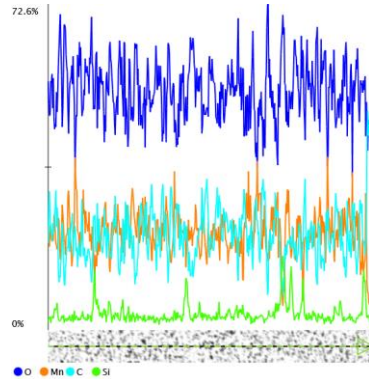
Line scan: Carbon (resolution: 512 points)



Line scan: Silicon (resolution: 512 points)

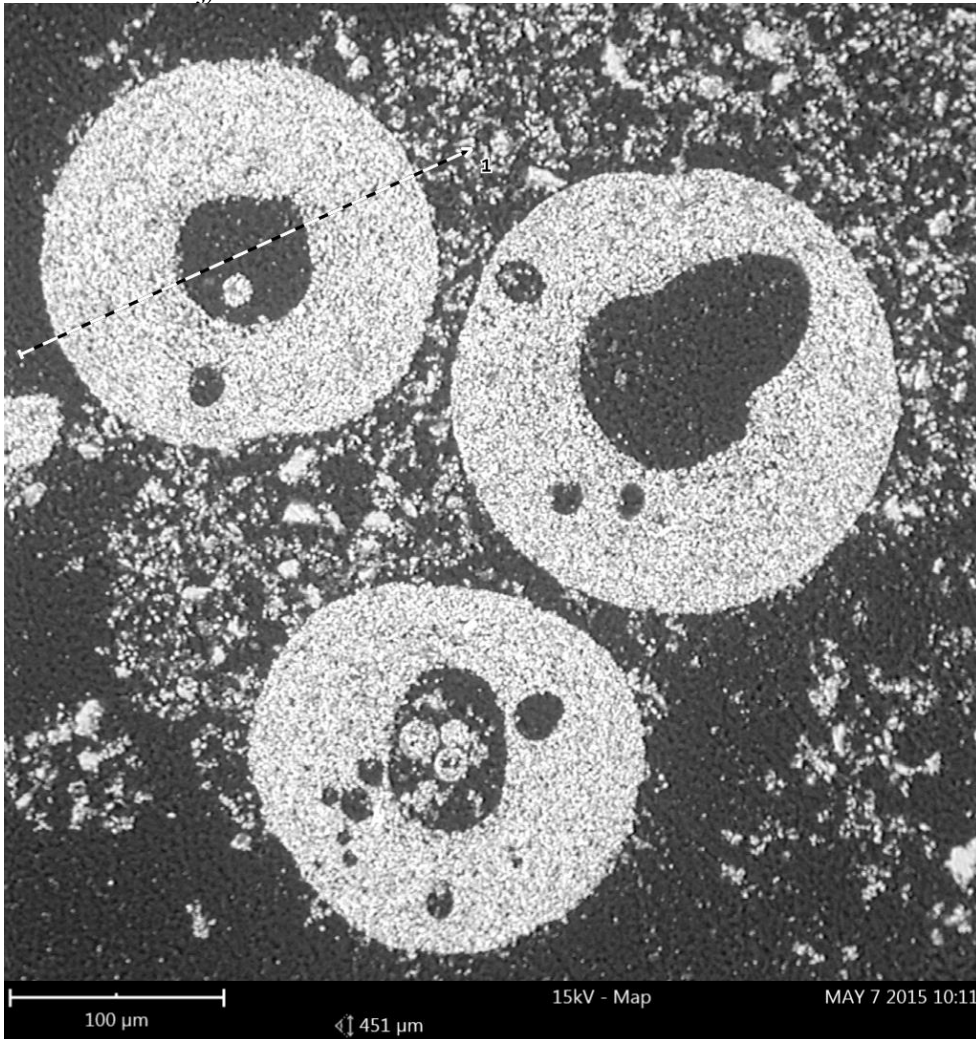


Combined line scan

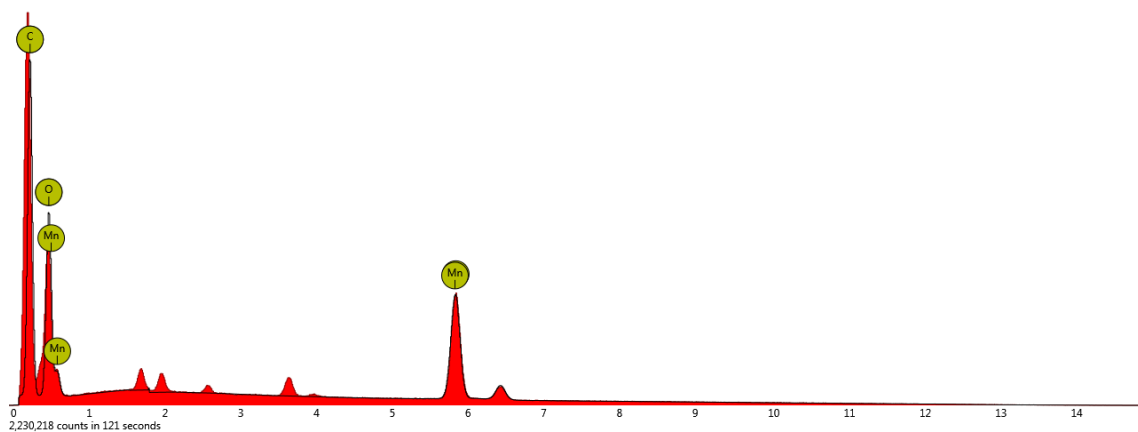


Figur 43 Grafer över detekterade ämnen längs linje 1

M2 med CaCO₃, reducerad



Figur 44 Svepelektronbild över tvärsnitt av M2 Med CaCO₃, reducerad

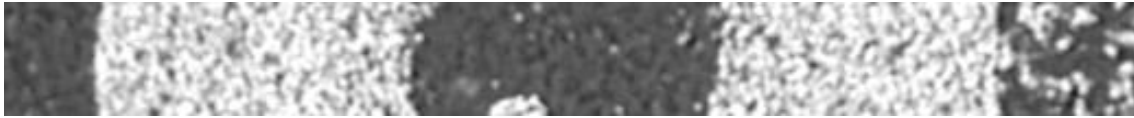


Figur 45 Graf över detekterade ämnen längs linjen

Tabell 10 Tabell över detekterade ämnen längs linjen

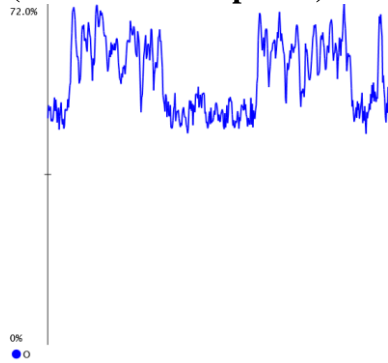
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	25.2
25	Mn	Manganese	15.2
8	O	Oxygen	59.7

Cut out of line scan

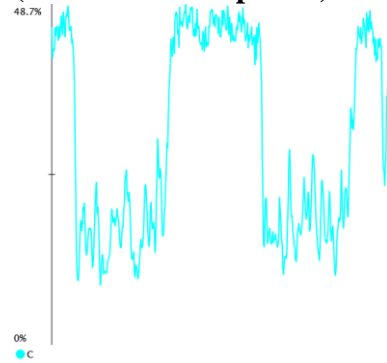


Tabell 11 Översikt bild av det analyserade området

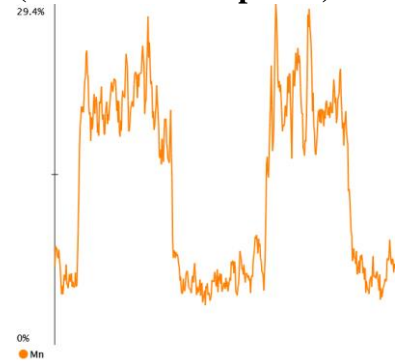
Line scan: Oxygen (resolution: 512 points)



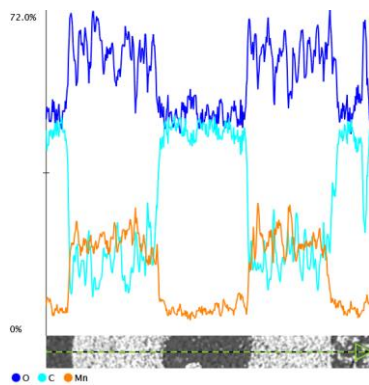
Line scan: Carbon (resolution: 512 points)



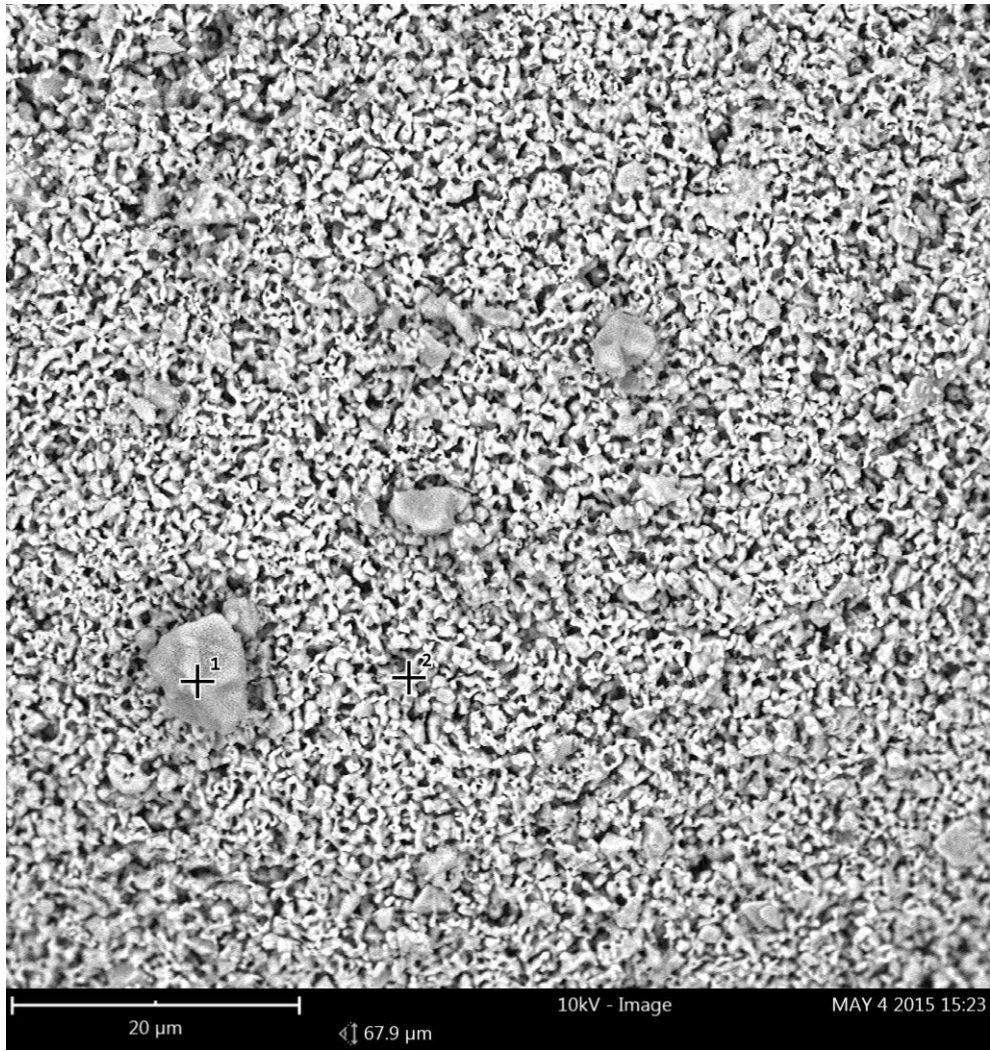
Line scan: Manganese (resolution: 512 points)



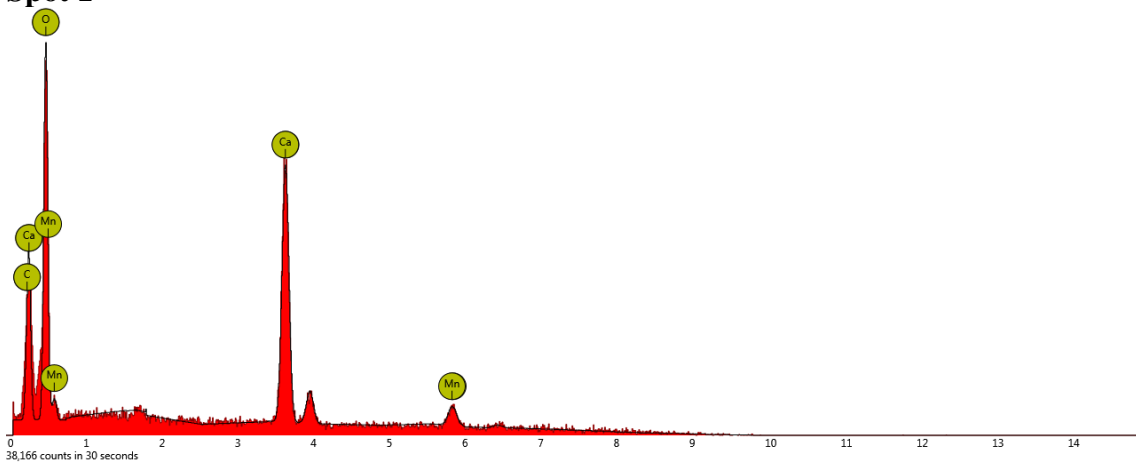
Combined line scan



Figur 46 Grafer över detekterade ämnen längs linjen



Figur 47 Svepelektronbild av M2 med CaCO₃, reducerad
Spot 1

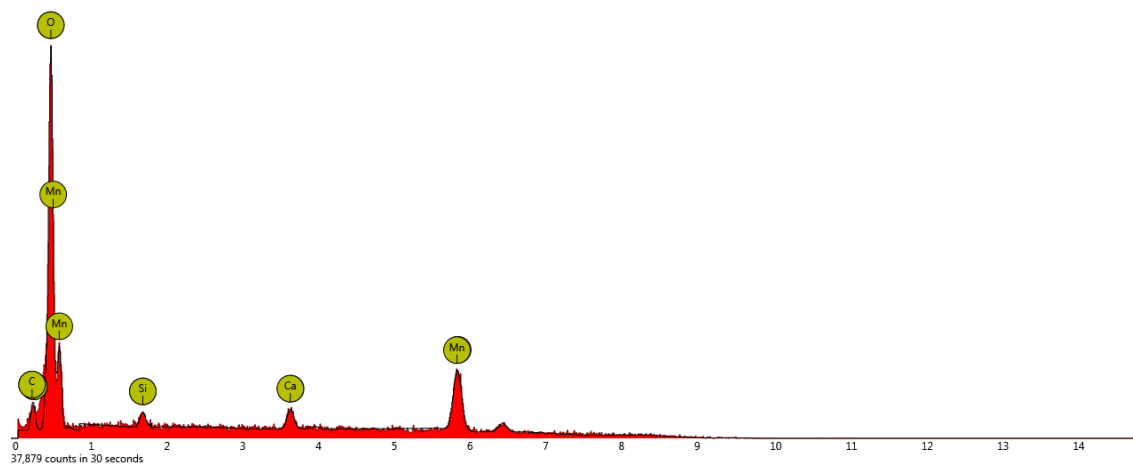


Figur 48 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 12 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
20	Ca	Calcium	17.6
8	O	Oxygen	75.3
6	C	Carbon	2.9
25	Mn	Manganese	4.2

Spot 2

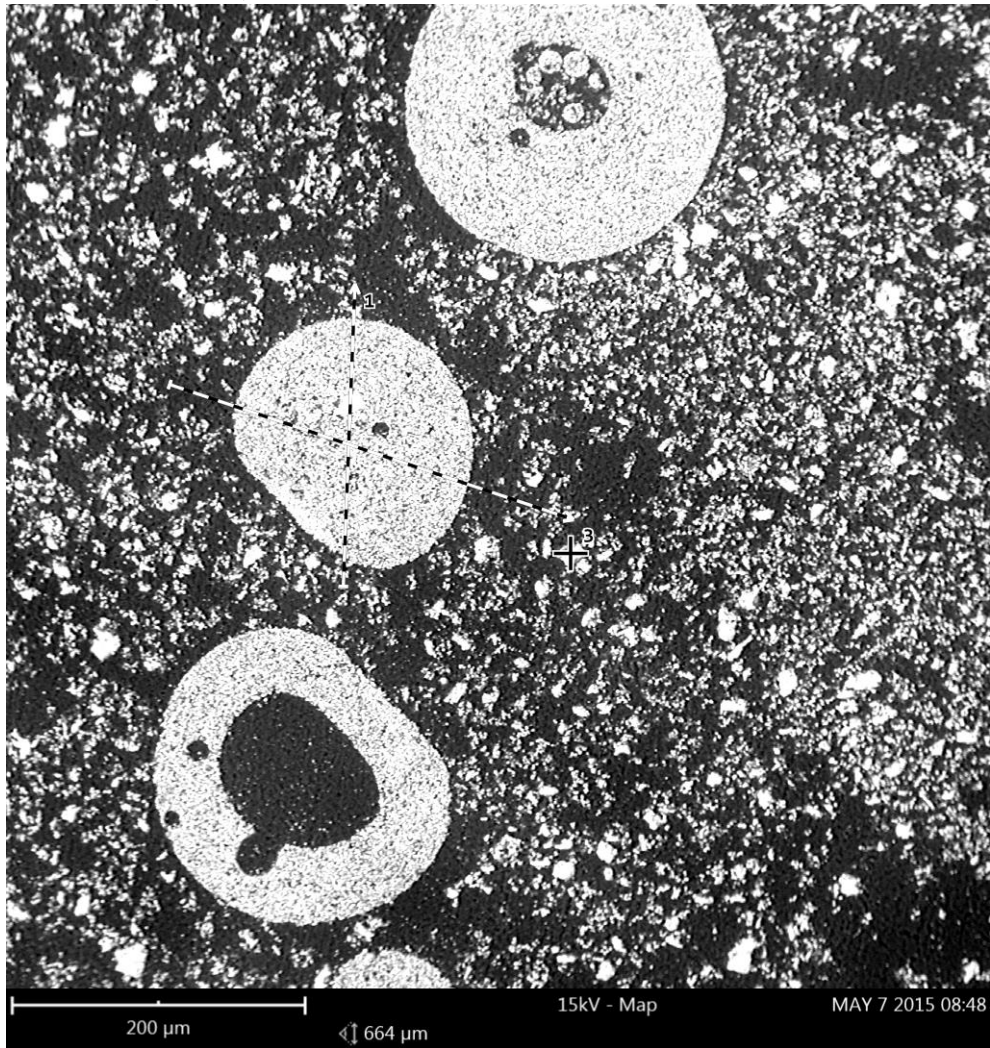


Figur 49 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

Tabell 13 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

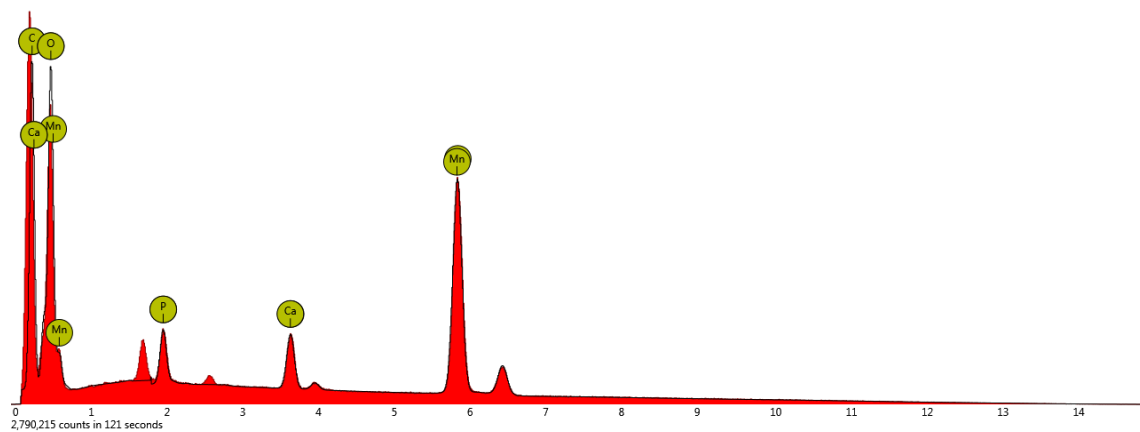
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	70.1
25	Mn	Manganese	24.8
20	Ca	Calcium	2.6
6	C	Carbon	1.4
14	Si	Silicon	1.1

M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad



Tabell 14 Svepelektronbild över tvärsnitt av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad

Linescan 1



Figur 50 Graf över detekterade ämnen längs linje 1

Tabell 15 Tabell över detekterade ämnen längs linje 1

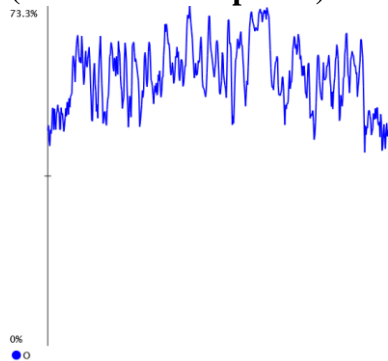
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
25	Mn	Manganese	17.3
6	C	Carbon	16.0
8	O	Oxygen	61.9
20	Ca	Calcium	2.4
15	P	Phosphorus	2.4

Cut out of line scan

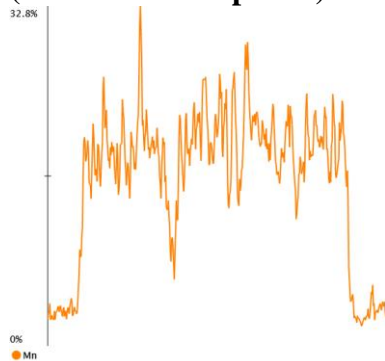


Figur 51 Översikt bild över linje 1

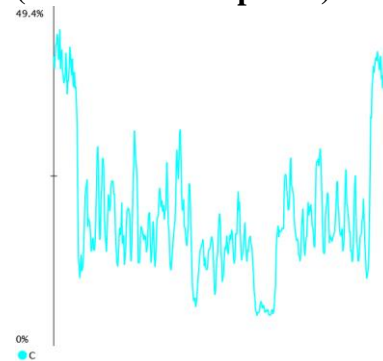
Line scan: Oxygen
(resolution: 512 points)



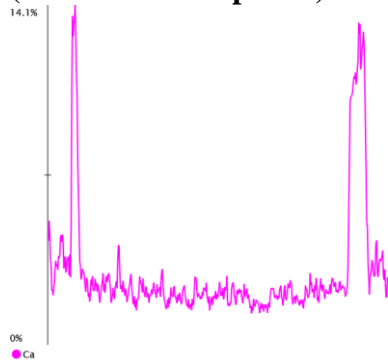
Line scan: Manganese
(resolution: 512 points)



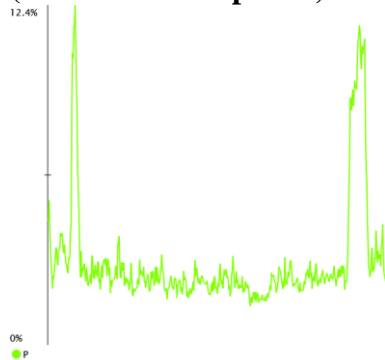
Line scan: Carbon
(resolution: 512 points)



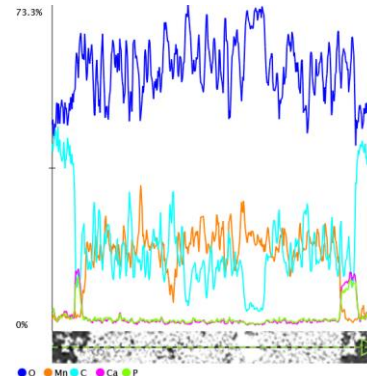
Line scan: Calcium
(resolution: 512 points)



Line scan: Phosphorus
(resolution: 512 points)

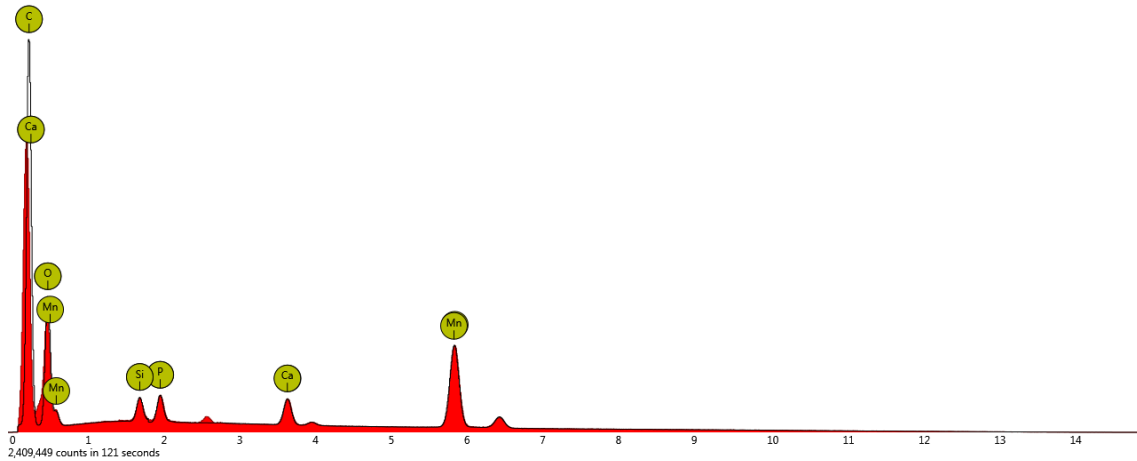


Combined line scan



Figur 52 Grafer över detekterade ämnen längs linje 1

Linescan 2



Figur 53 Graf över detekterade ämnen längs linje 2

Tabell 16 Tabell över detekterade ämnen längs linje 2

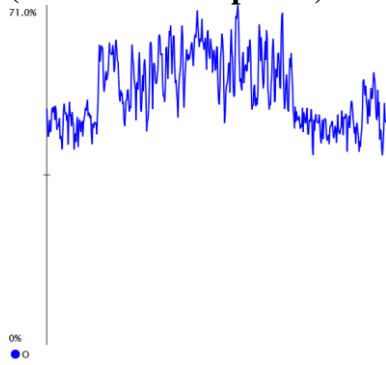
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	23.9
25	Mn	Manganese	12.7
8	O	Oxygen	57.2
20	Ca	Calcium	2.2
15	P	Phosphorus	2.2
14	Si	Silicon	1.8

Cut out of line scan

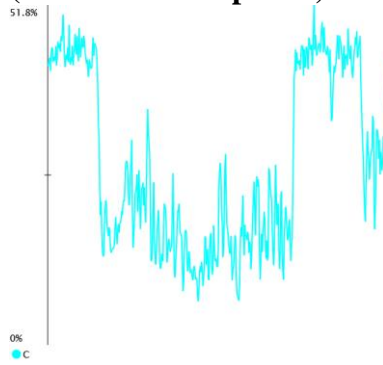


Tabell 17 Översiktbild över linje 2

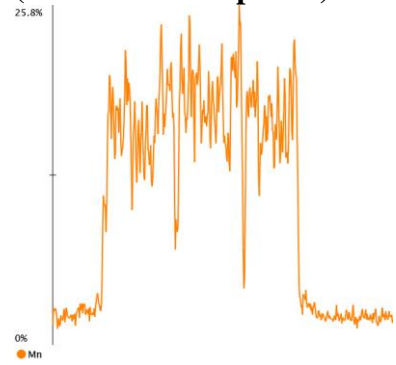
**Line scan: Oxygen
(resolution: 512 points)**



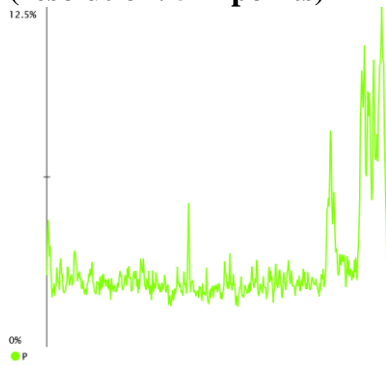
**Line scan: Carbon
(resolution: 512 points)**



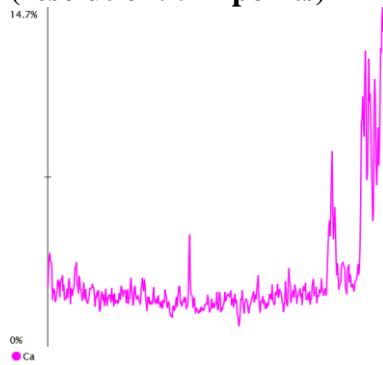
**Line scan: Manganese
(resolution: 512 points)**



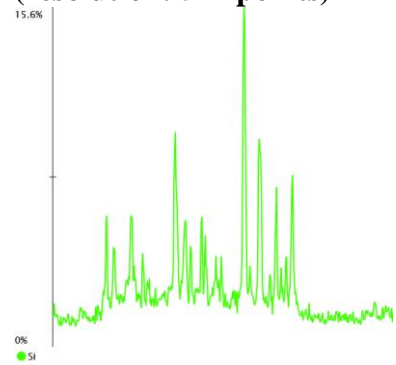
**Line scan: Phosphorus
(resolution: 512 points)**



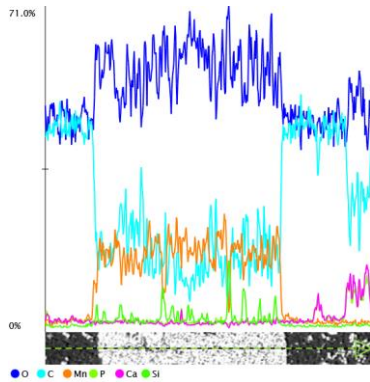
**Line scan: Calcium
(resolution: 512 points)**



**Line scan: Silicon
(resolution: 512 points)**

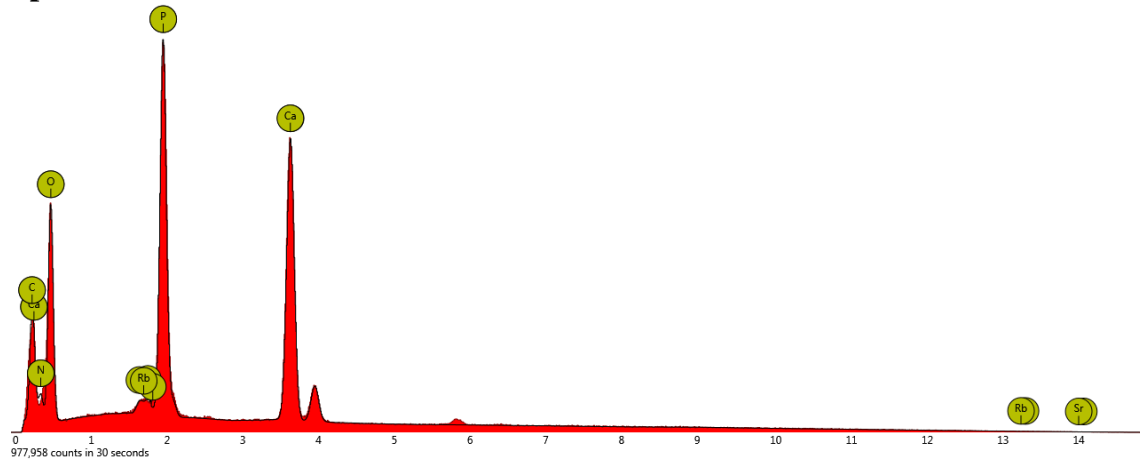


Combined line scan



Figur 54 Grafer över detekterade ämnen längs linje 2

Spot 1

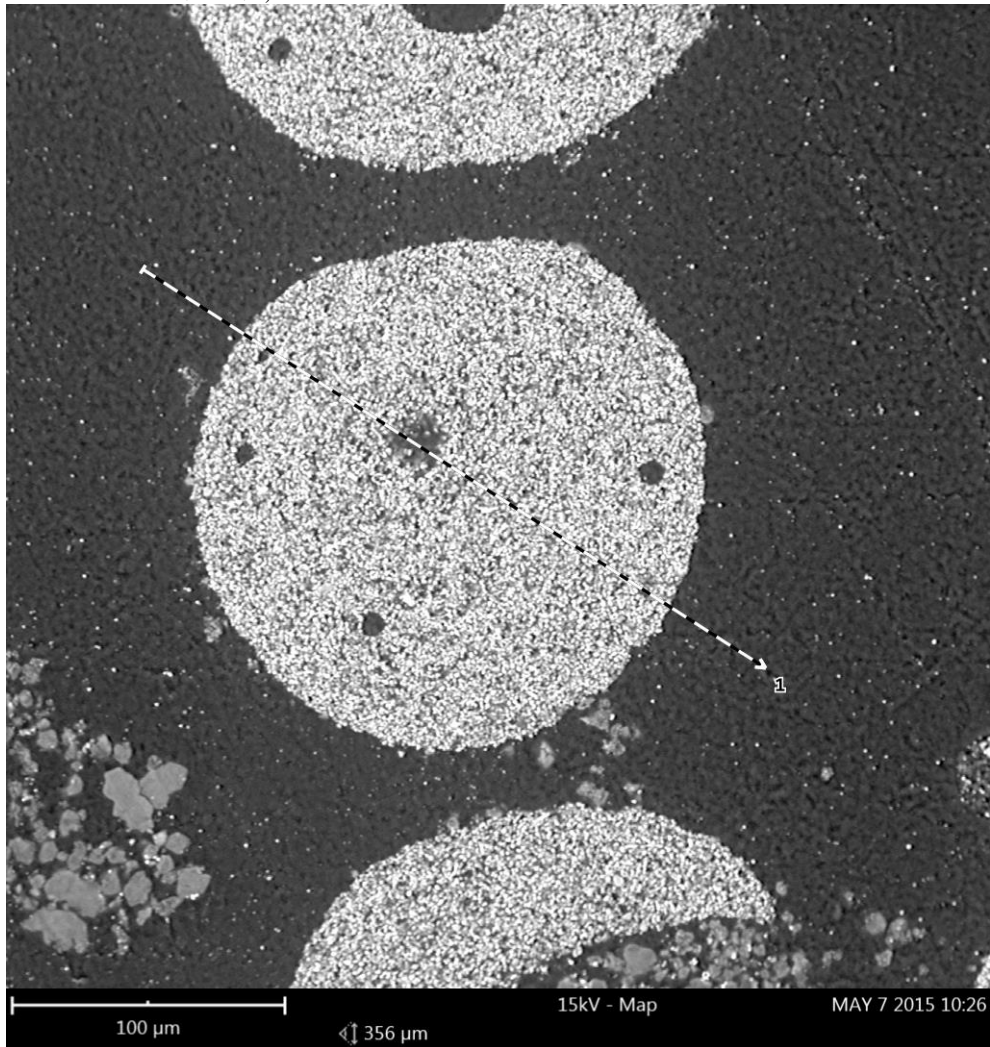


Figur 55 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

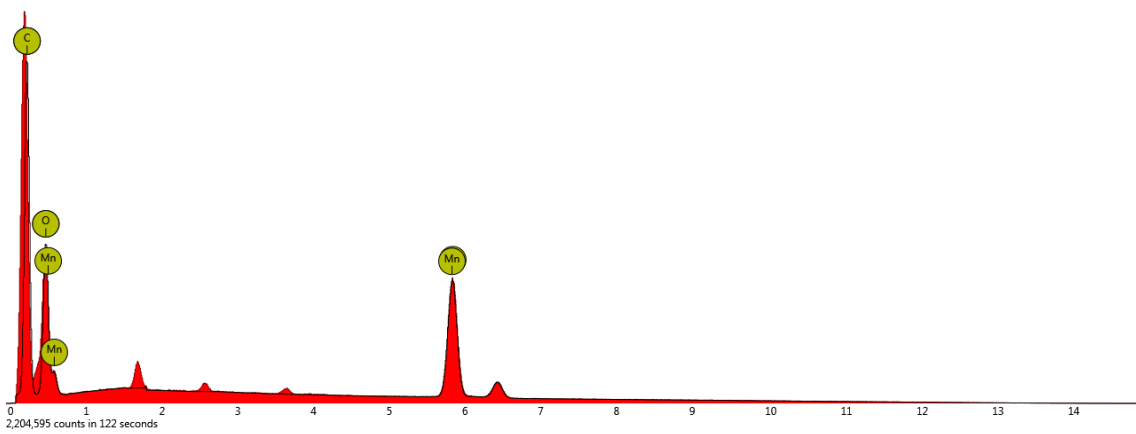
Tabell 18 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
15	P	Phosphorus	10.5
20	Ca	Calcium	9.8
8	O	Oxygen	65.8
6	C	Carbon	5.7

M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad



Figur 56 Svepelektronbild över tvärsnitt av M2 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad

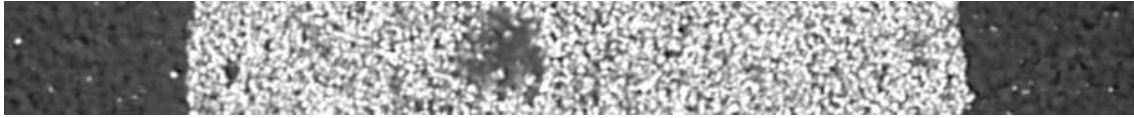


Figur 57 Graf över detekterade ämnen längs linjen

Tabell 19 Tabell över detekterade ämnen längs linjen

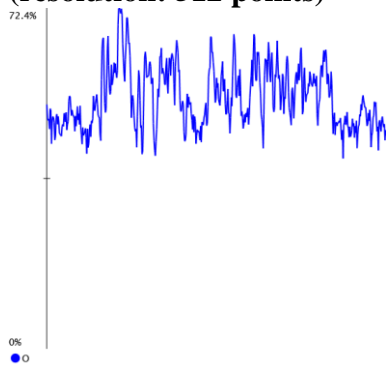
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	26.8
25	Mn	Manganese	17.7
8	O	Oxygen	55.5

Cut out of line scan

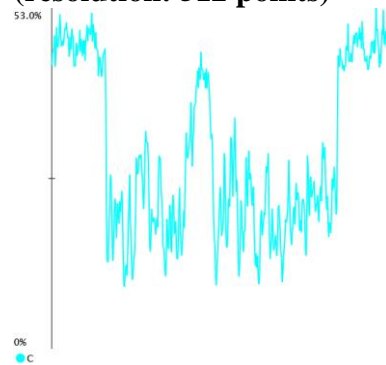


Tabell 20 Översiktsbild över det analyserade området

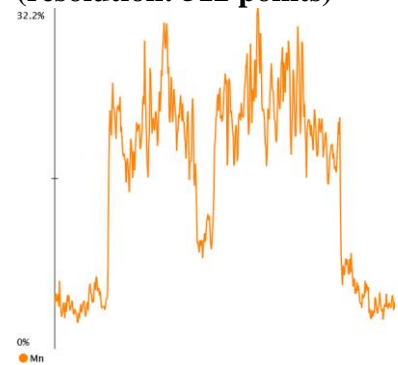
**Line scan: Oxygen
(resolution: 512 points)**



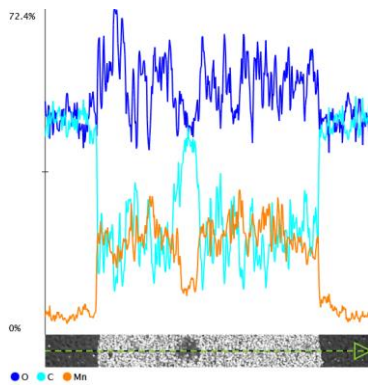
**Line scan: Carbon
(resolution: 512 points)**



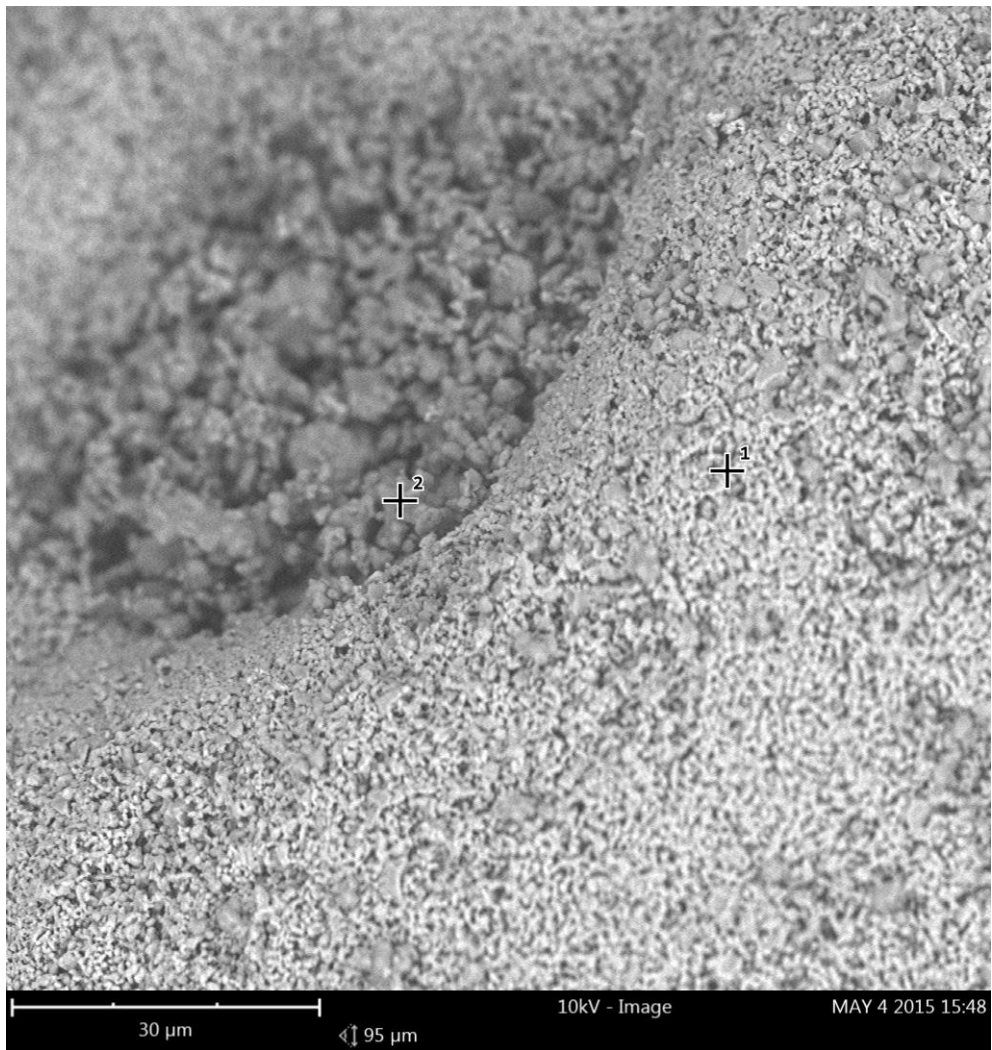
**Line scan: Manganese
(resolution: 512 points)**



Combined line scan

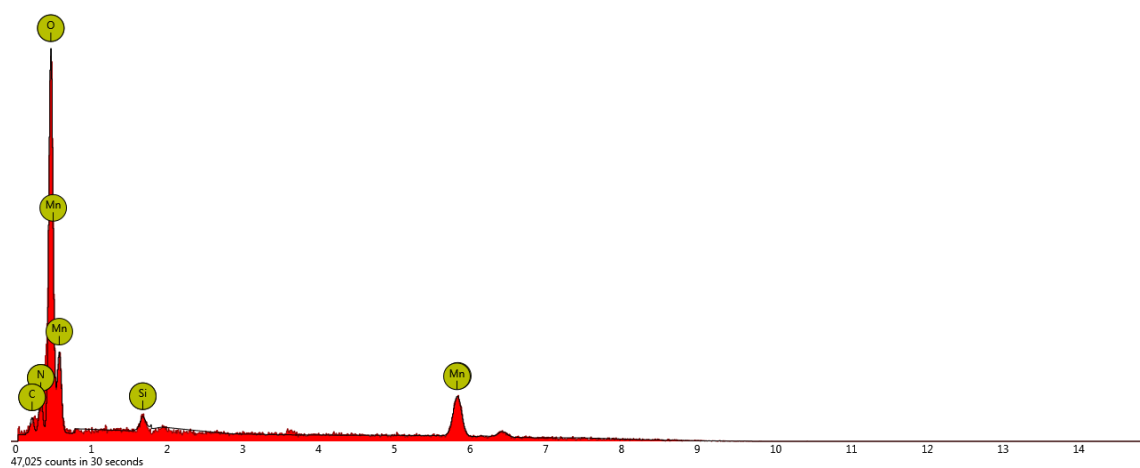


Figur 58 Grafer över detekterade ämnen längs linjen



Figur 59 Svepelektronbild av M2 med Ca₃(PO₄)₂, reducerad

Spot 1

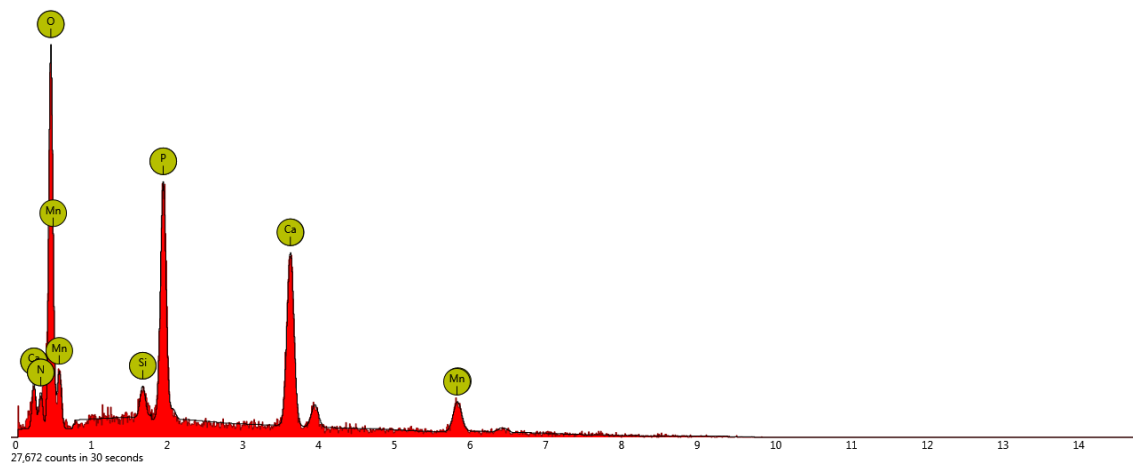


Figur 60 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 21 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	74.8
25	Mn	Manganese	18.9
14	Si	Silicon	1.0
6	C	Carbon	0.8

Spot 2

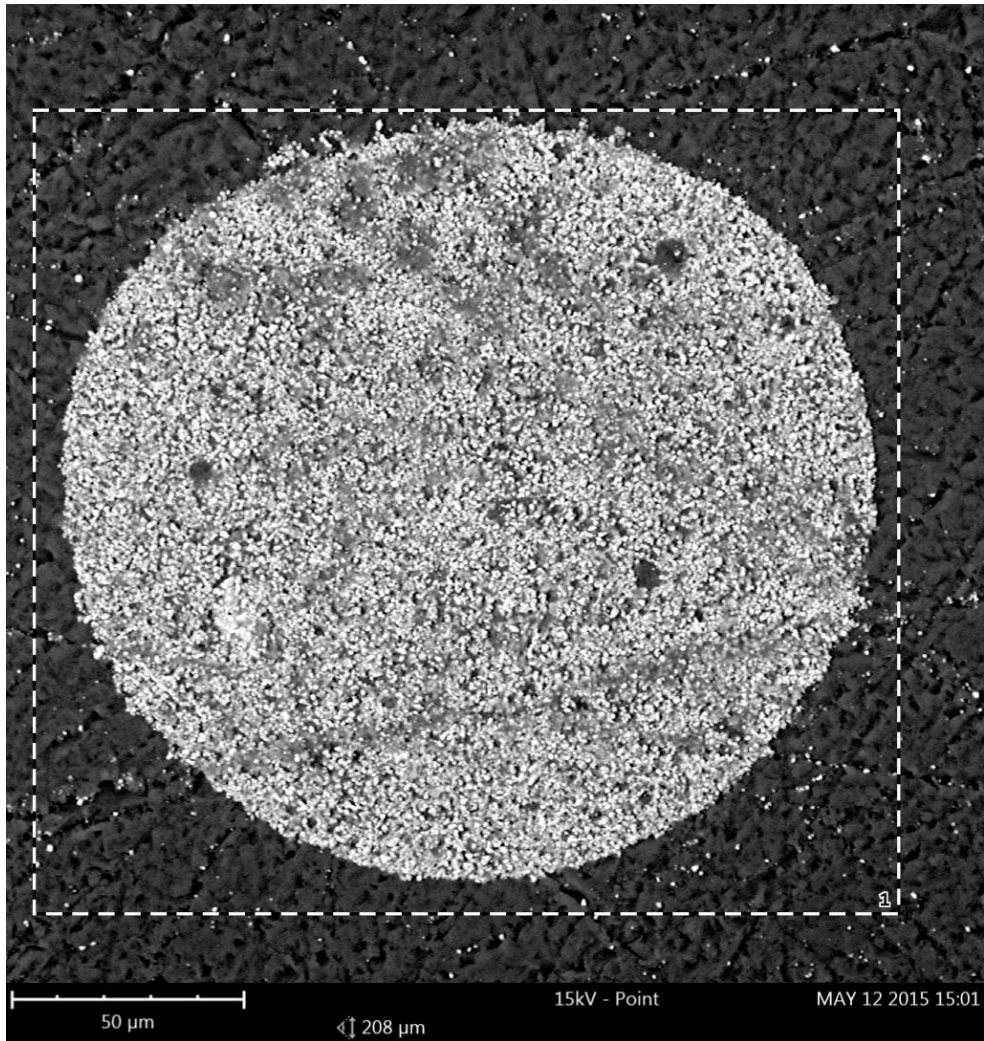


Figur 61 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

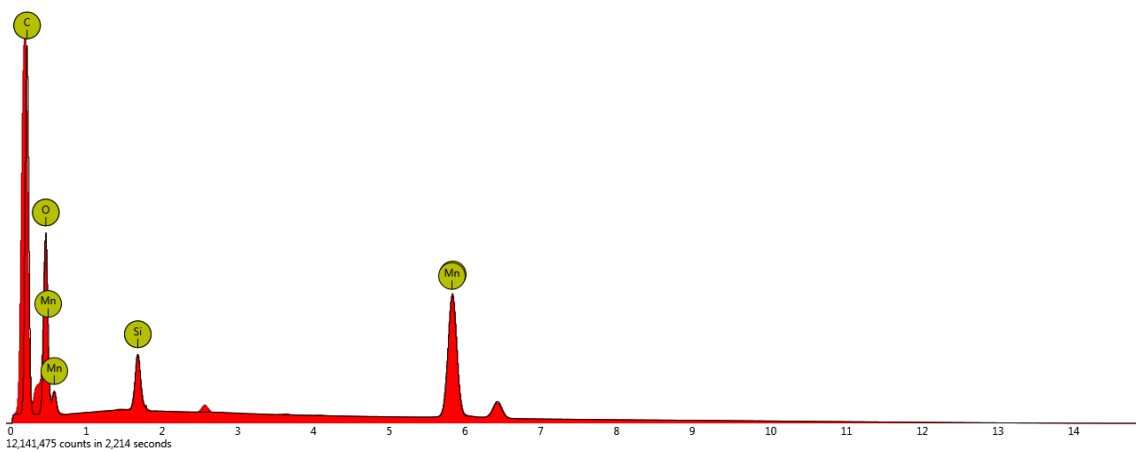
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	66.6
15	P	Phosphorus	9.4
20	Ca	Calcium	11.4
25	Mn	Manganese	6.1
14	Si	Silicon	1.0

Figur 62 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

M3, oxiderad



Figur 63 Svepelektronbild över tvärsnitt av M3, oxiderad

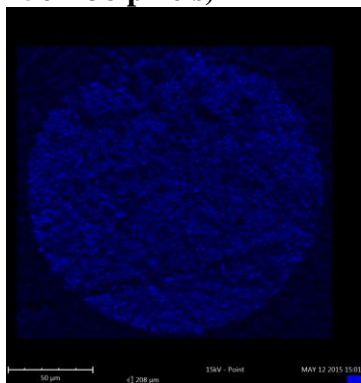


Figur 64 Graf över detekterade ämnen i det analyserade området

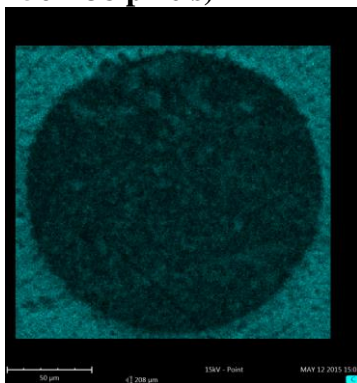
Tabell 22 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade ämnen

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	26.9
25	Mn	Manganese	16.8
8	O	Oxygen	52.7
14	Si	Silicon	3.5

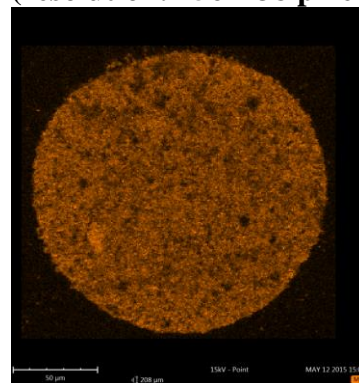
Map: Oxygen (resolution: 256x238 pixels)



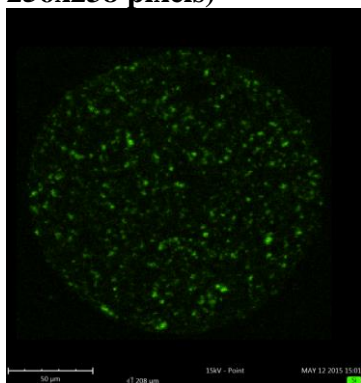
Map: Carbon (resolution: 256x238 pixels)



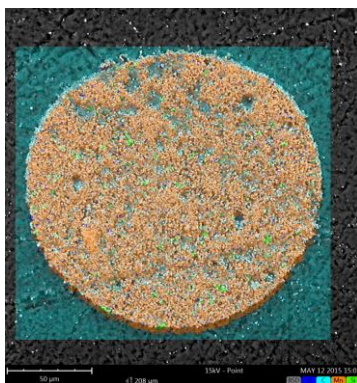
Map: Manganese (resolution: 256x238 pixels)



Map: Silicon (resolution: 256x238 pixels)

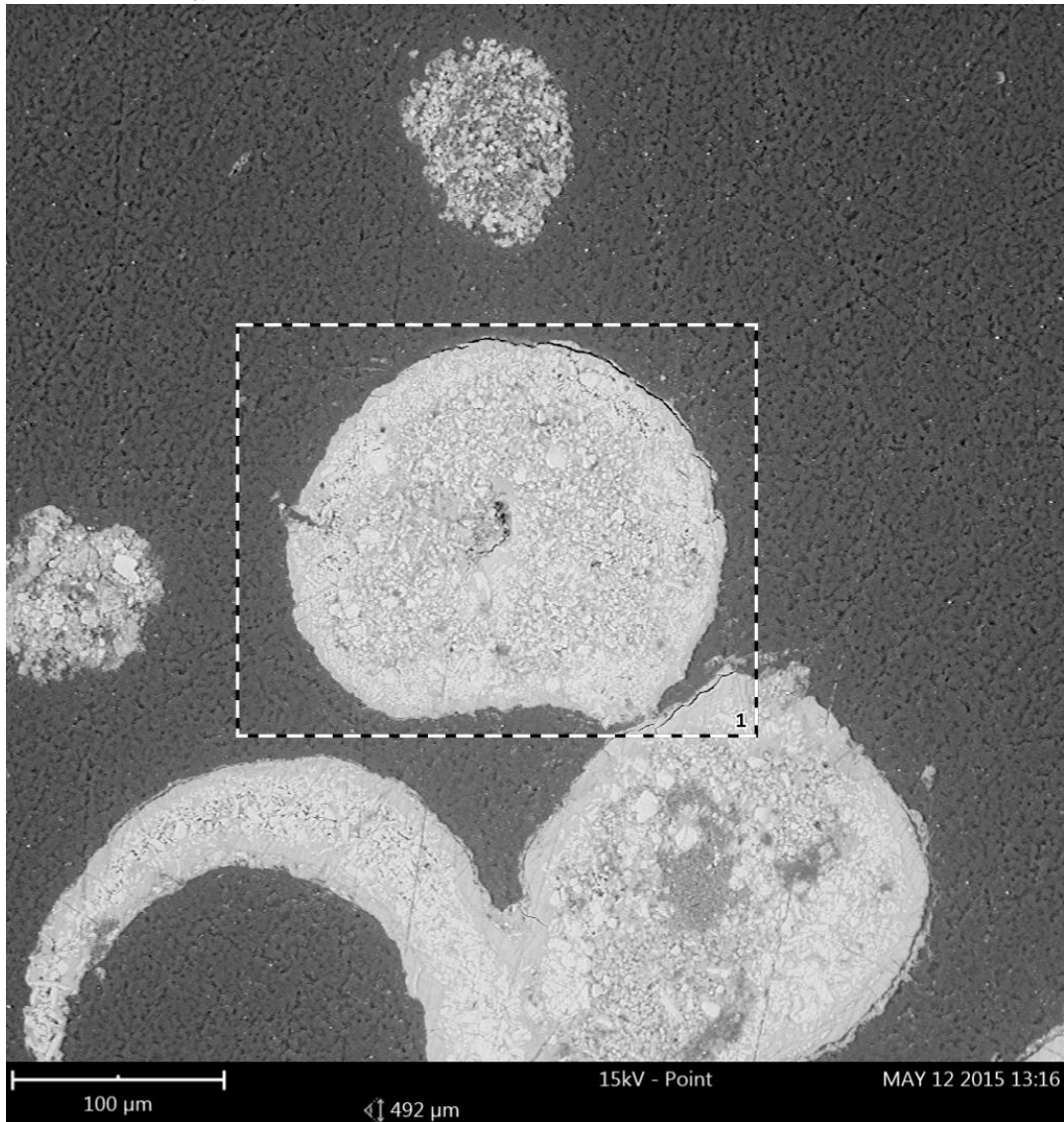


Combined map

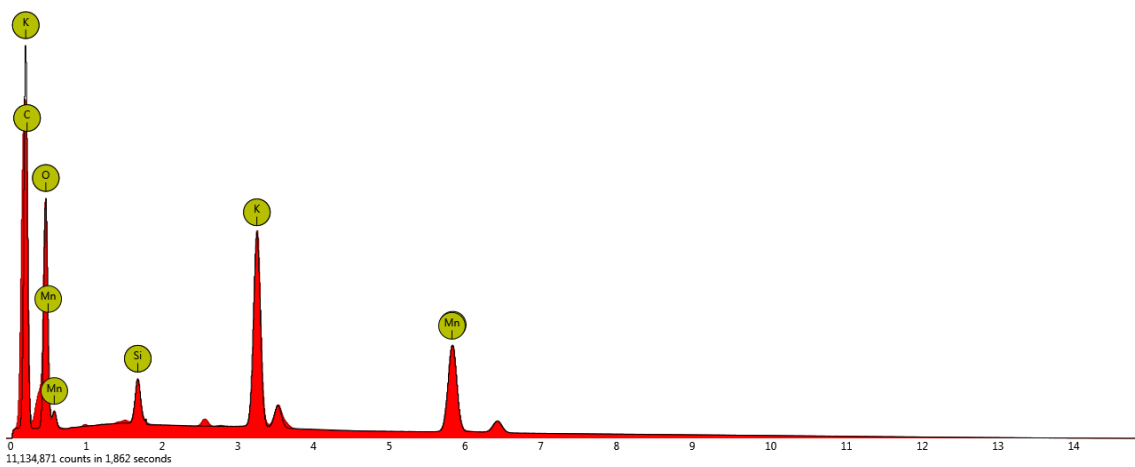


Figur 65 Översiktbilder av detekterade ämnen i det analyserade området

M3 med K_2CO_3 , oxiderad



Figur 66 Svepelektronbild över tvärsnitt av M3 med K_2CO_3 , oxiderad

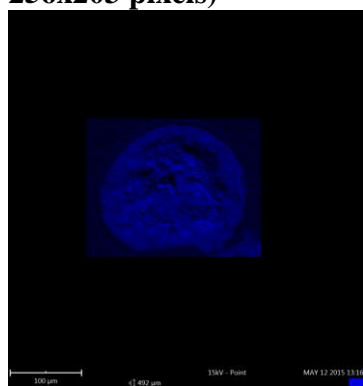


Figur 67 Graf över detekterade ämnen i det analyserade området

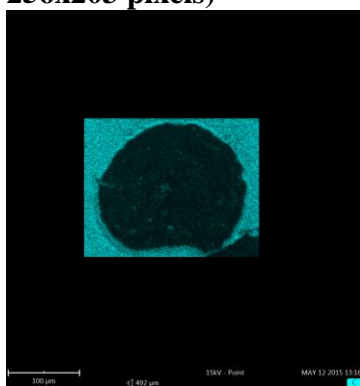
Tabell 23 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade området

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
19	K	Potassium	9.5
6	C	Carbon	13.6
8	O	Oxygen	66.6
25	Mn	Manganese	8.5
14	Si	Silicon	1.8

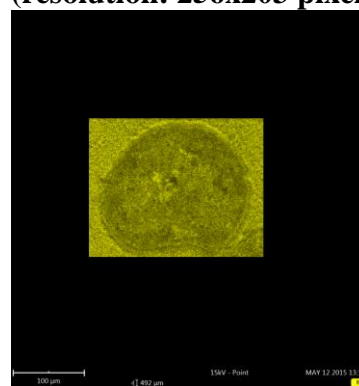
Map: Oxygen (resolution: 256x203 pixels)



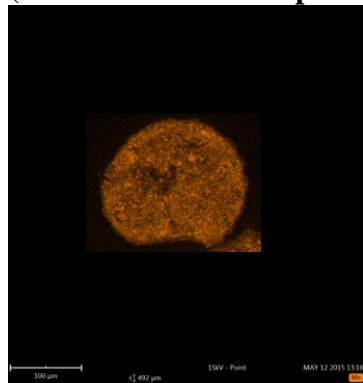
Map: Carbon (resolution: 256x203 pixels)



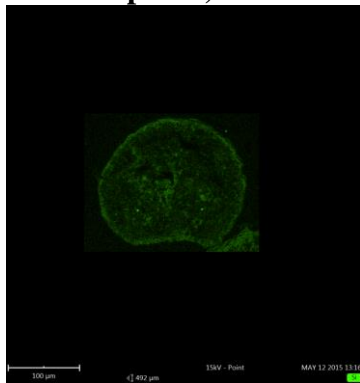
Map: Potassium (resolution: 256x203 pixels)



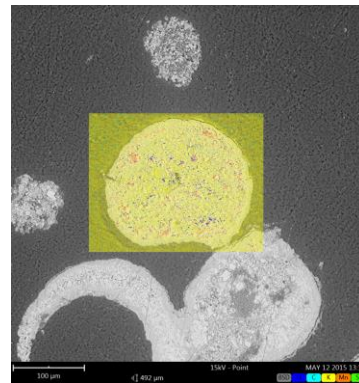
Map: Manganese (resolution: 256x203 pixels)



Map: Silicon (resolution: 256x203 pixels)



Combined map

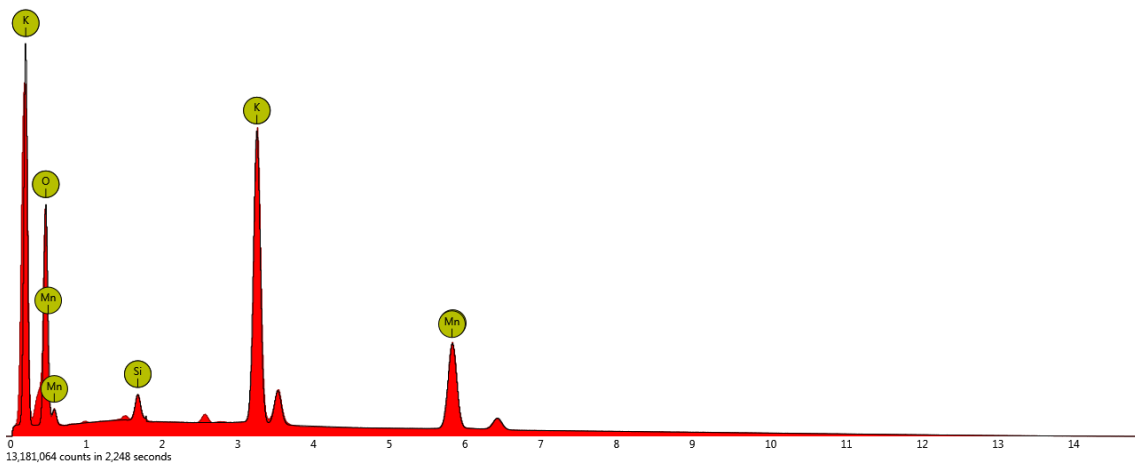


Figur 68 Översiktbilder över detekterade ämnen i det analyserade området

M3 med K_2CO_3 , reducerad



Figur 69 Svepelektronbild över tvärsnitt av M3 med K_2CO_3 , reducerad

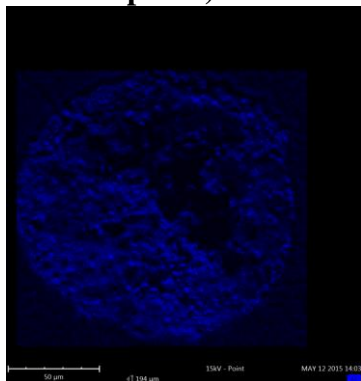


Figur 70 Graf över detekterade ämnen i det analyserade området

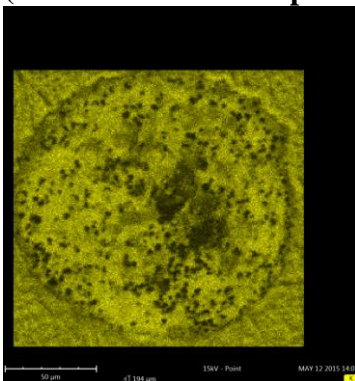
Tabell 24 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade området

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
19	K	Potassium	15.3
8	O	Oxygen	74.5
25	Mn	Manganese	9.1
14	Si	Silicon	1.1

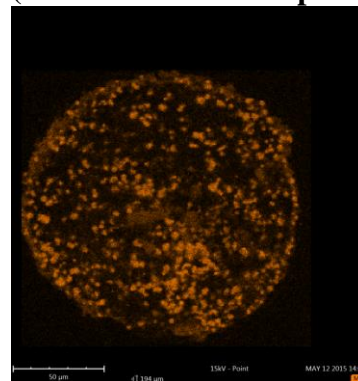
Map: Oxygen (resolution: 256x244 pixels)



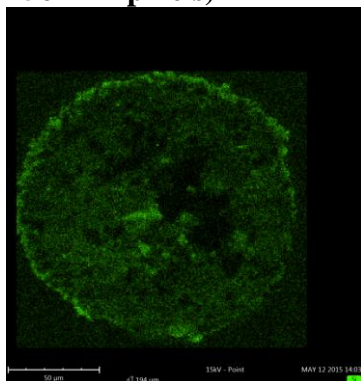
Map: Potassium (resolution: 256x244 pixels)



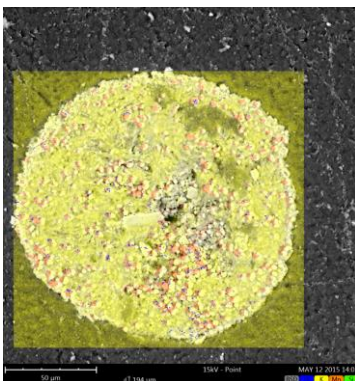
Map: Manganese (resolution: 256x244 pixels)



Map: Silicon (resolution: 256x244 pixels)

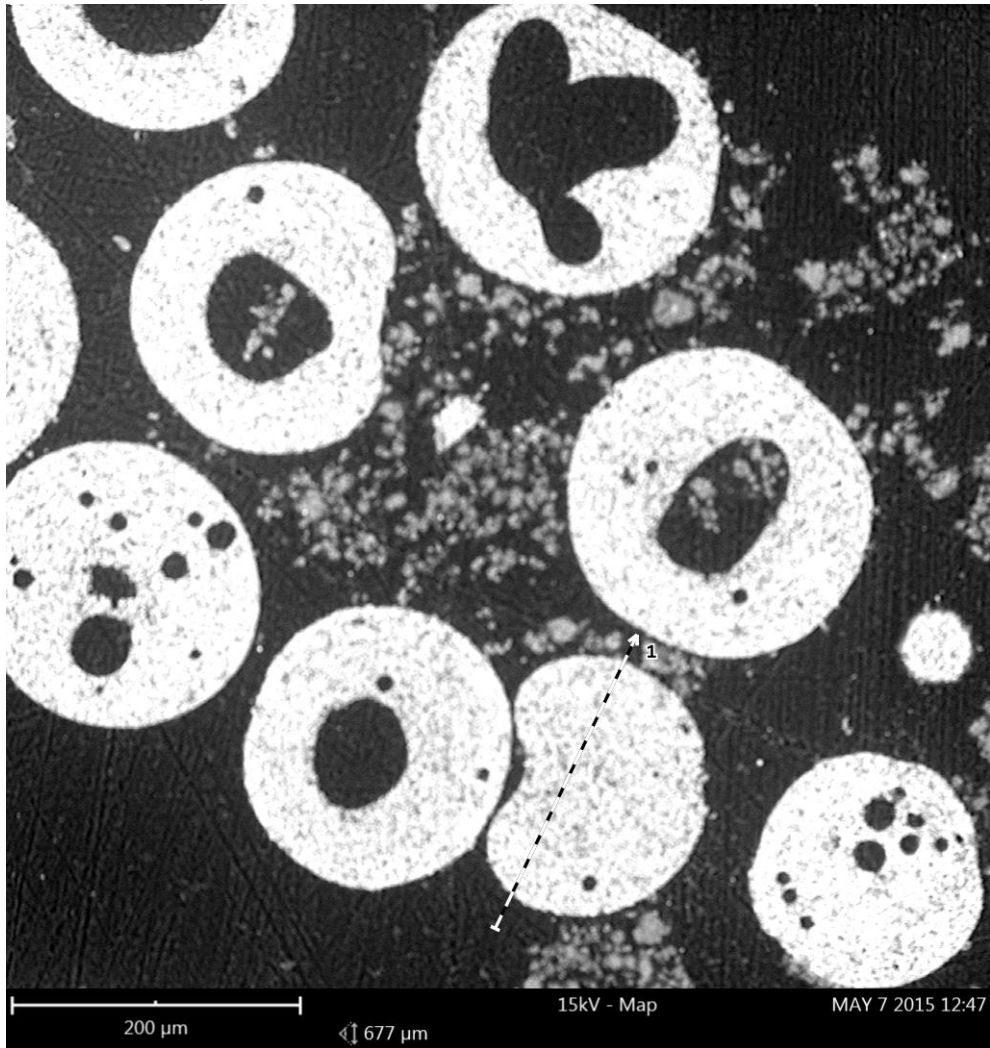


Combined map

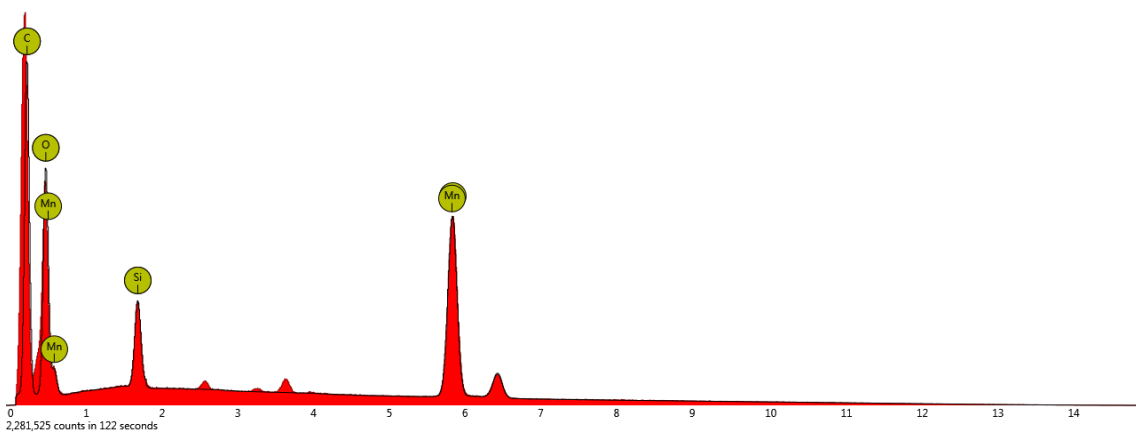


Figur 71 Översiktbilder av detekterade ämnen i det analyserade området

M3 med CaCO₃, oxiderad



Figur 72 Svepelektronbild över tvärsnitt av M3 med CaCO₃, oxiderad



Figur 73 Graf över detekterade ämnen längs linjen

Tabell 25 Tabell över detekterade ämnen längs linjen

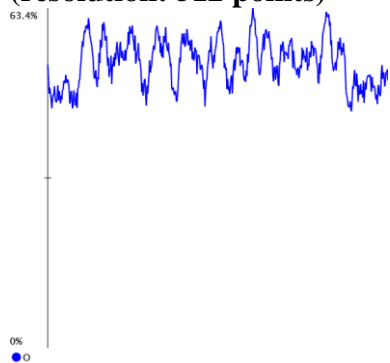
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
25	Mn	Manganese	18.4
6	C	Carbon	22.1
8	O	Oxygen	55.0
14	Si	Silicon	4.6

Cut out of line scan

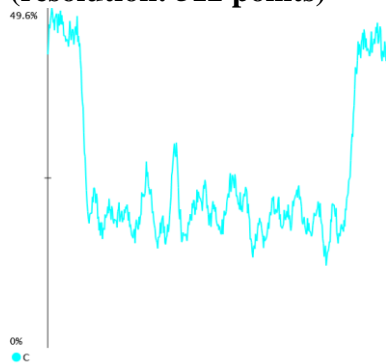


Figur 74 Översiktsbild av det analyserade området

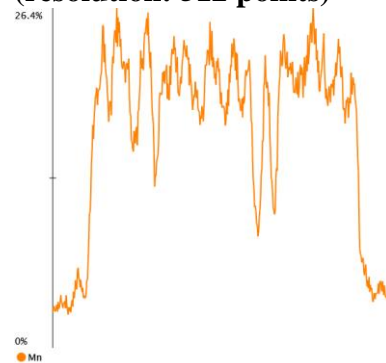
Line scan: Oxygen
(resolution: 512 points)



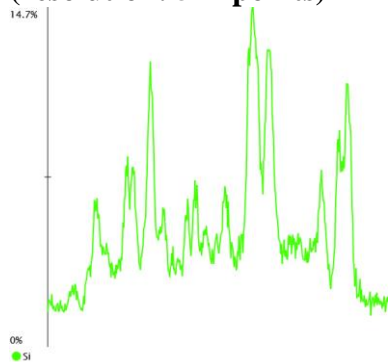
Line scan: Carbon
(resolution: 512 points)



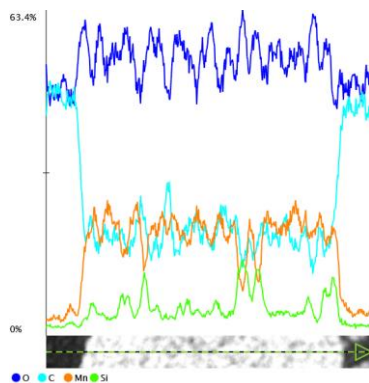
Line scan: Manganese
(resolution: 512 points)



Line scan: Silicon
(resolution: 512 points)

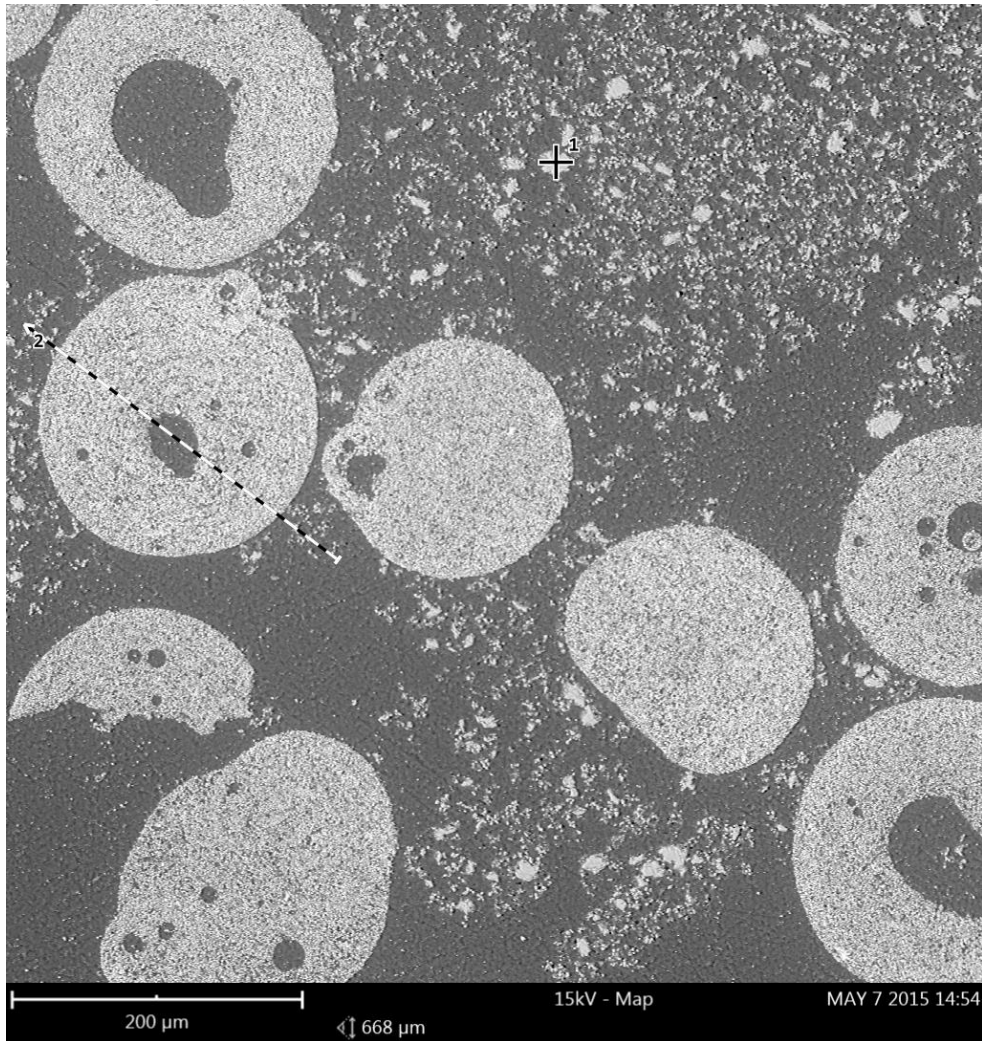


Combined line scan



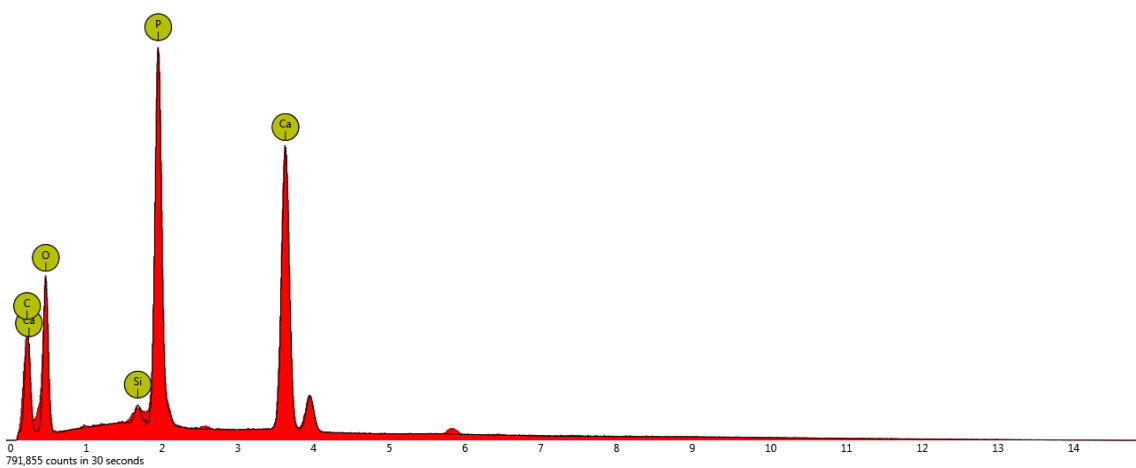
Figur 75 Grafer över detekterade ämnen längs linjen

M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad



Figur 76 Svepelektronbild över tvärsnitt av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, oxiderad

Spot 1

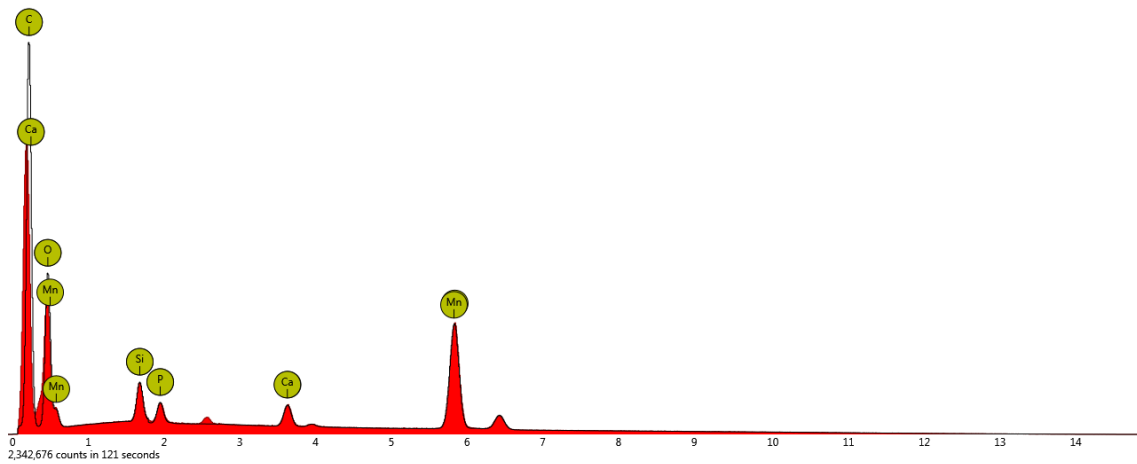


Figur 77 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 26 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
15	P	Phosphorus	13.7
20	Ca	Calcium	13.0
8	O	Oxygen	64.9
6	C	Carbon	7.8
14	Si	Silicon	0.6

Linescan 1

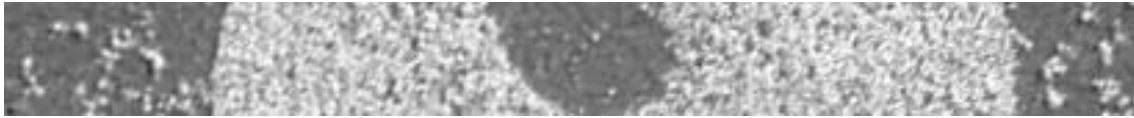


Figur 78 Graf över detekterade ämnen längs linje 1

Tabell 27 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

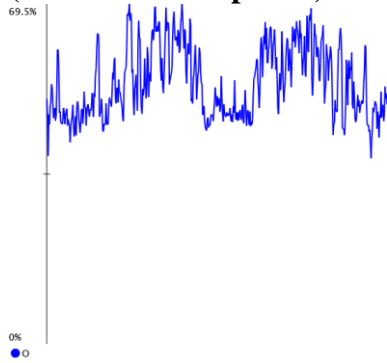
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	22.0
25	Mn	Manganese	14.6
8	O	Oxygen	57.4
14	Si	Silicon	2.8
20	Ca	Calcium	1.6
15	P	Phosphorus	1.6

Cut out of line scan

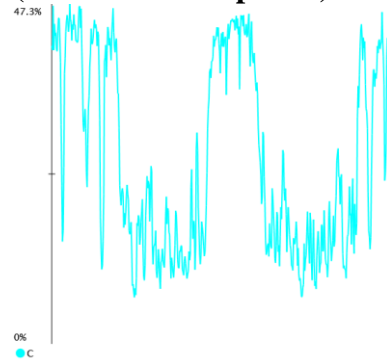


Figur 79 Översiktsbild av det analyserade området

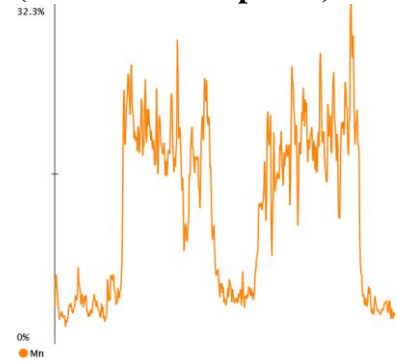
Line scan: Oxygen (resolution: 512 points)



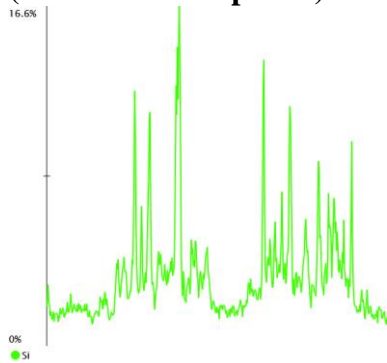
Line scan: Carbon (resolution: 512 points)



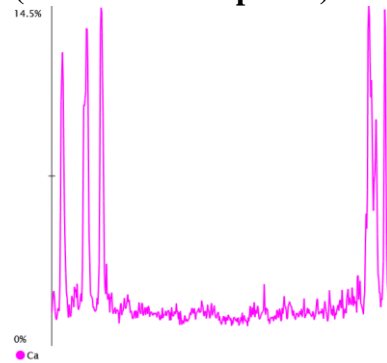
Line scan: Manganese (resolution: 512 points)



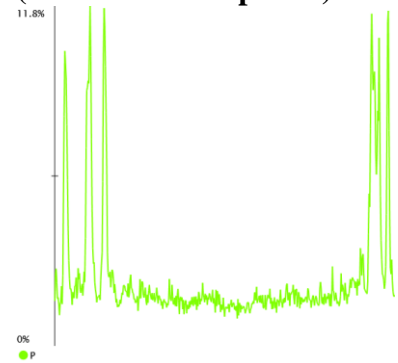
Line scan: Silicon (resolution: 512 points)



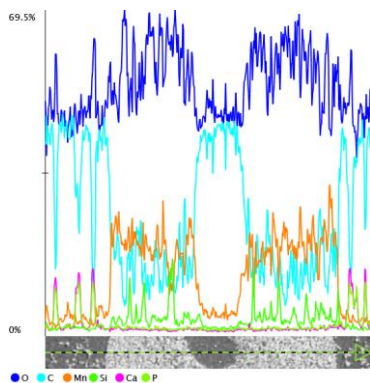
Line scan: Calcium (resolution: 512 points)



Line scan: Phosphorus (resolution: 512 points)

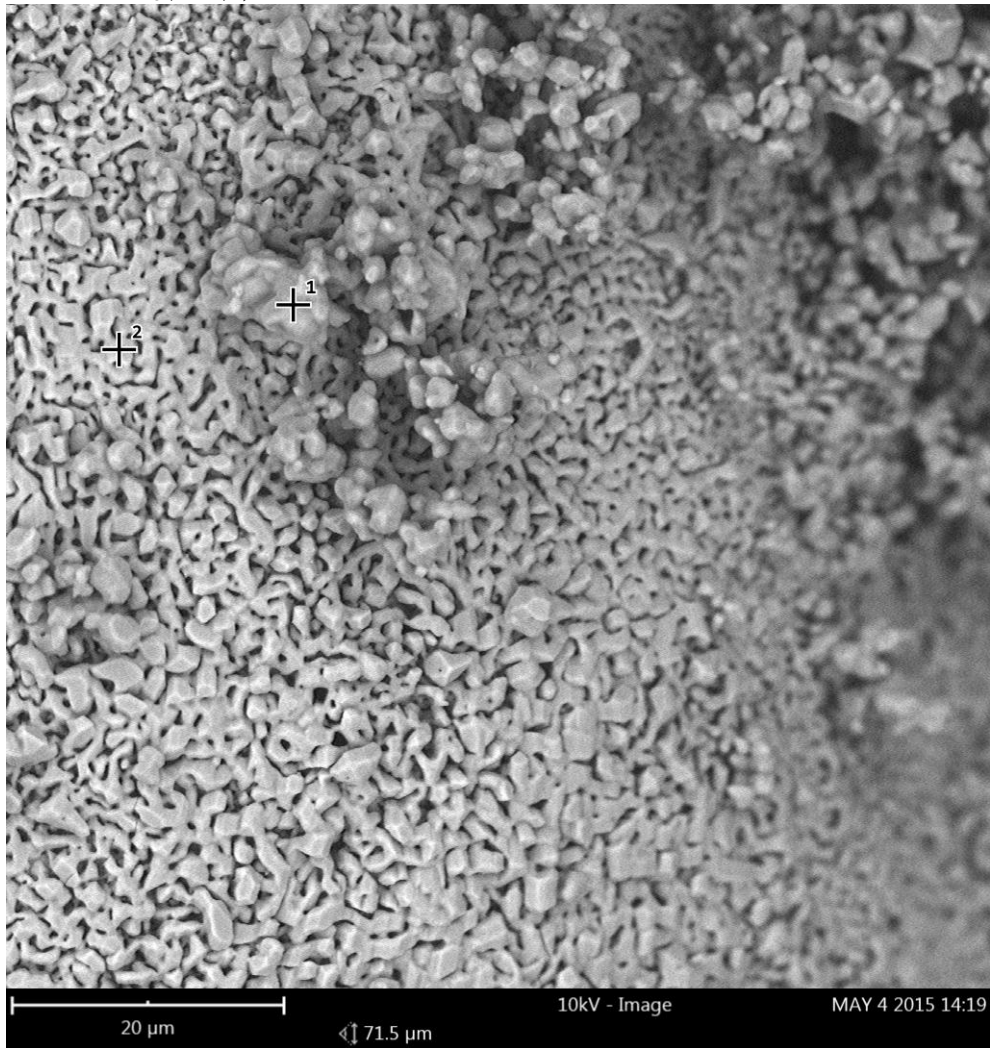


Combined line scan



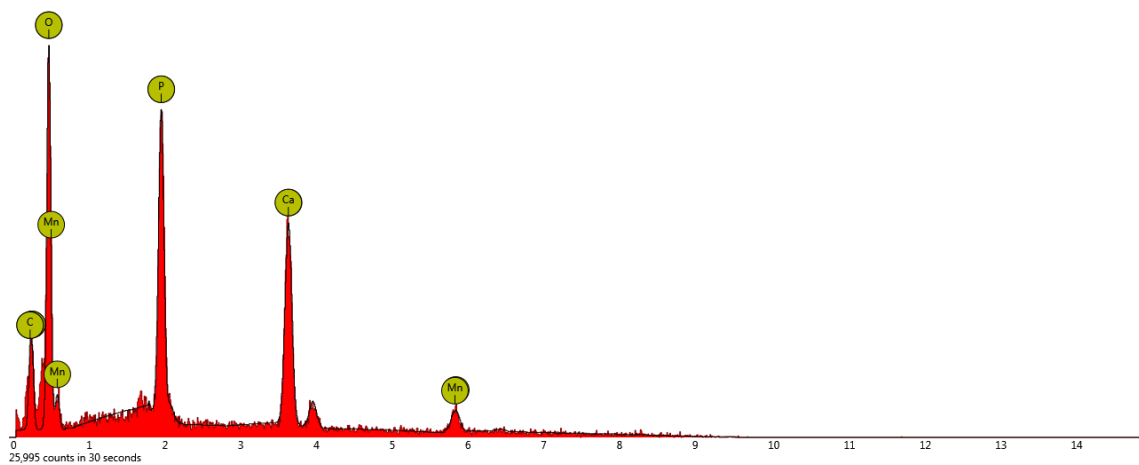
Figur 80 Grafer över detekterade ämnen längs linjen

M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad



Figur 81 Svepelektronbild av M3 med $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, reducerad

Spot 1

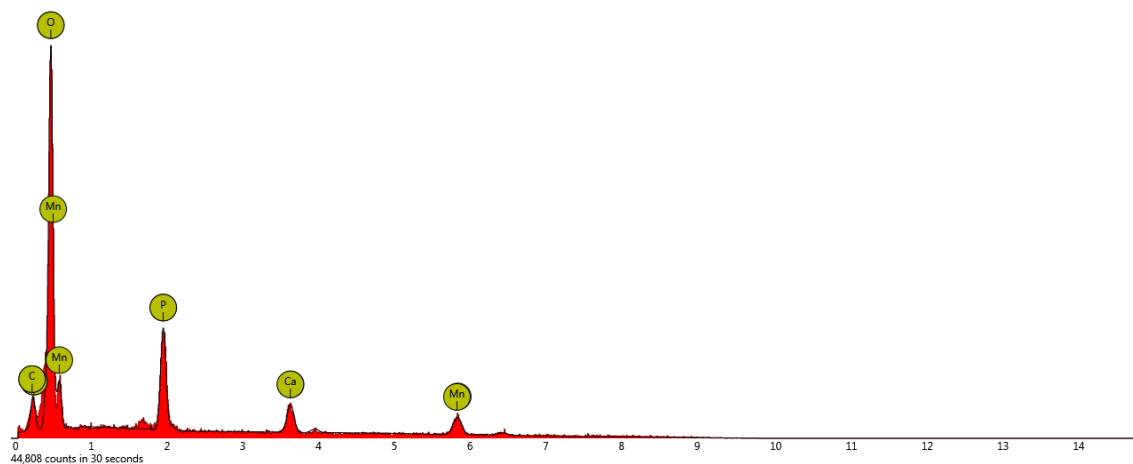


Figur 82 Graf över detekterade ämnen oi punkt 1

Tabell 28 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
15	P	Phosphorus	11.5
8	O	Oxygen	68.2
20	Ca	Calcium	12.9
6	C	Carbon	3.0
25	Mn	Manganese	4.3

Spot 2

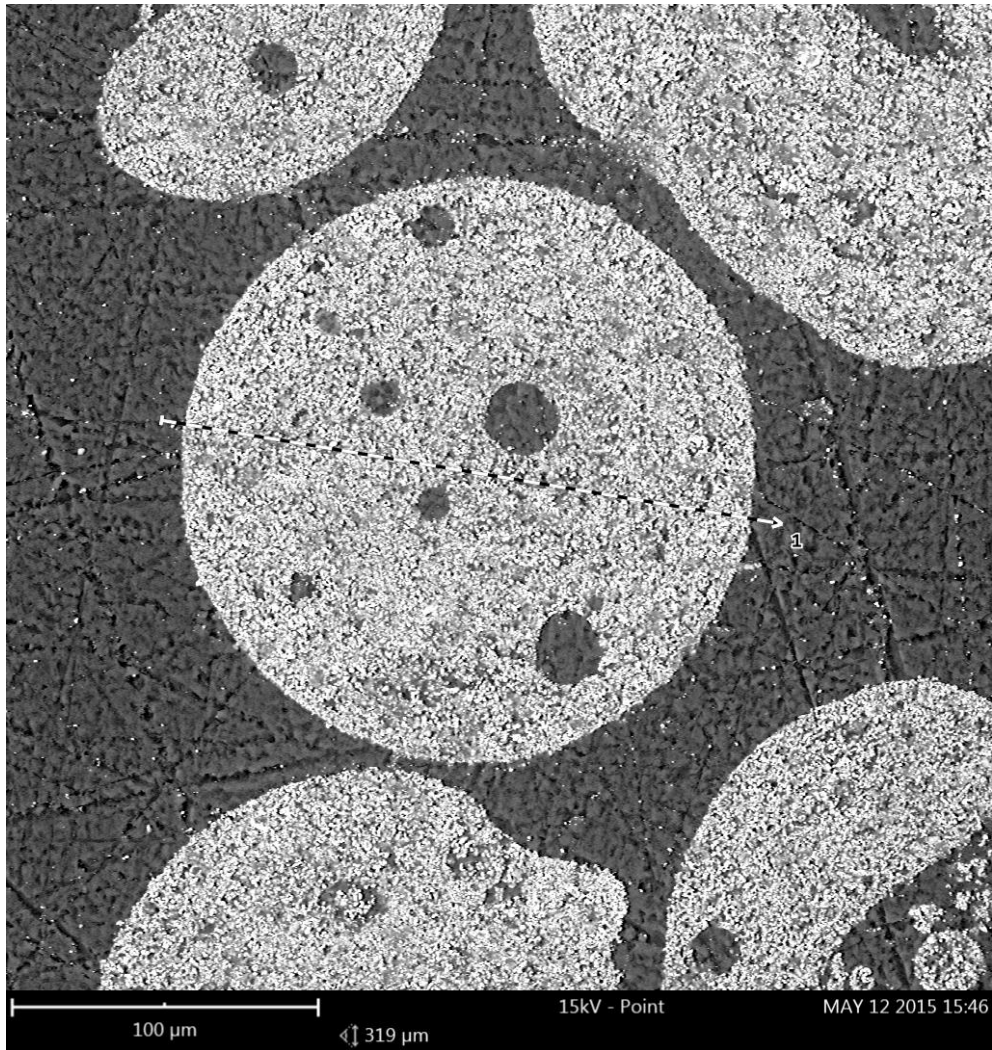


Figur 83 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

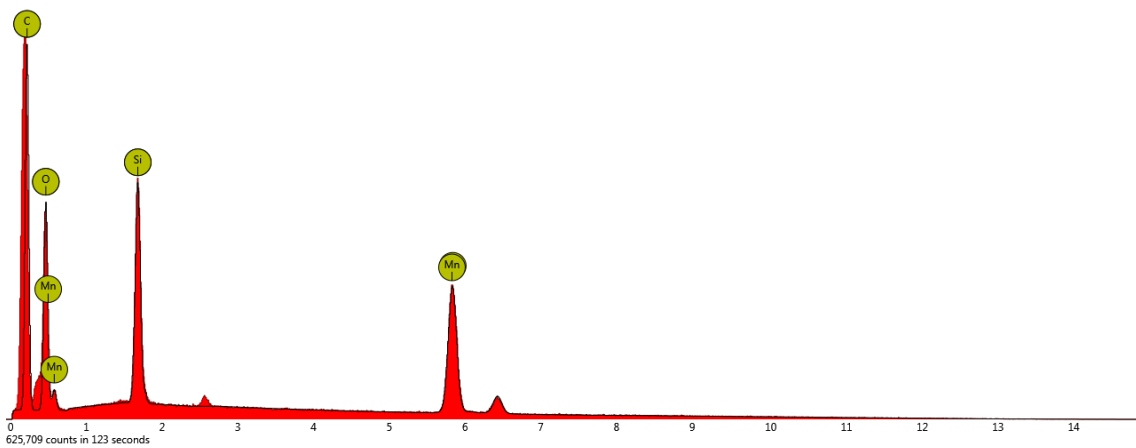
Tabell 29 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	80.1
15	P	Phosphorus	7.7
20	Ca	Calcium	3.5
25	Mn	Manganese	6.9
6	C	Carbon	1.9

M9, oxiderad



Tabell 30 Svepelektronbild av M9, oxiderad

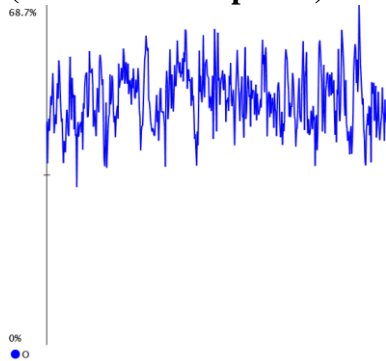


Figur 84 Graf över detekterade ämnen längs linjen

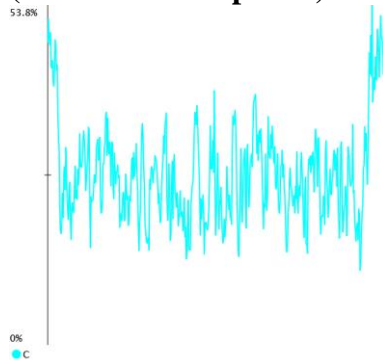
Tabell 31 Tabell över detekterade ämnen längs linjen

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	25.3
14	Si	Silicon	10.0
25	Mn	Manganese	13.3
8	O	Oxygen	51.4

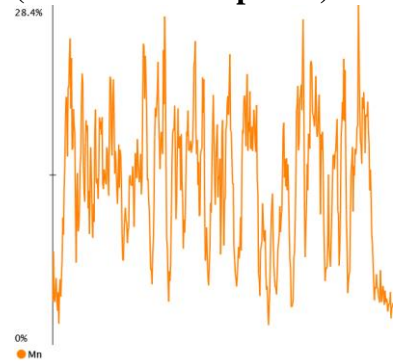
Line scan: Oxygen
(resolution: 512 points)



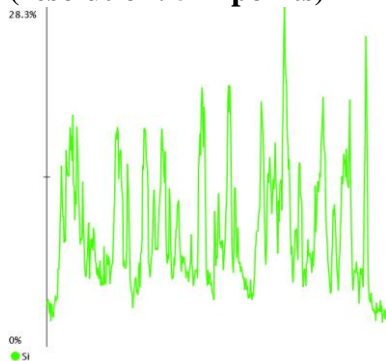
Line scan: Carbon
(resolution: 512 points)



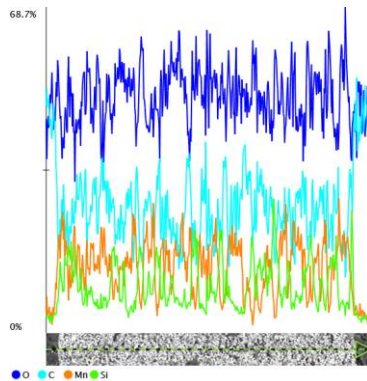
Line scan: Manganese
(resolution: 512 points)



Line scan: Silicon
(resolution: 512 points)

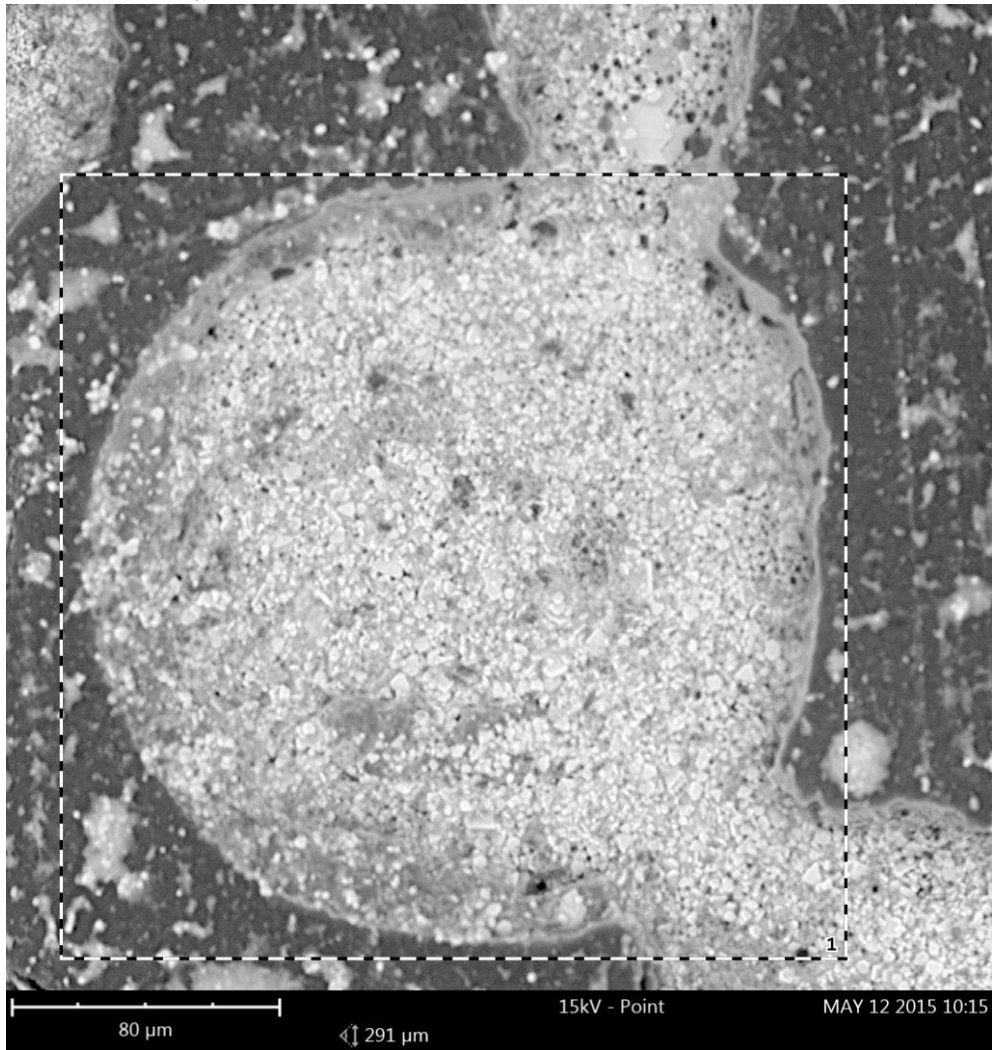


Combined line scan

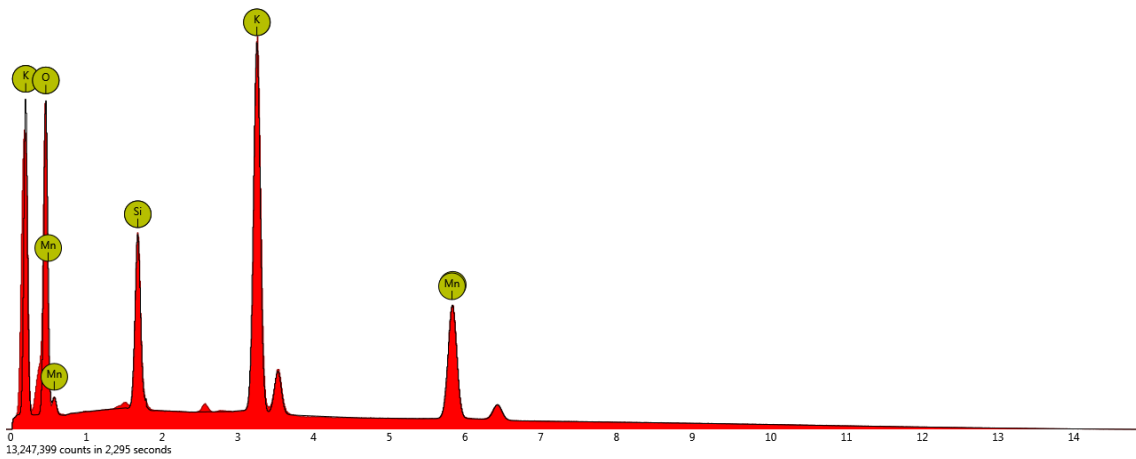


Figur 85 Grafer över detekterade ämnen längs linjen

M9 med K_2CO_3 , oxiderad



Figur 86 Svepelektronbild över tvärsnitt av M9 med K_2CO_3 , oxiderad

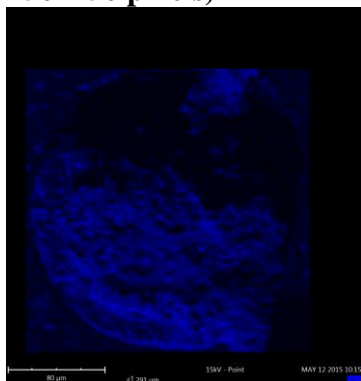


Figur 87 Graf över detekterade ämnen i det analyserade området

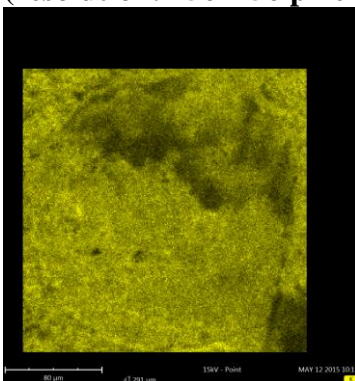
Tabell 32 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade området

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
19	K	Potassium	13.7
8	O	Oxygen	72.7
25	Mn	Manganese	8.4
14	Si	Silicon	5.2

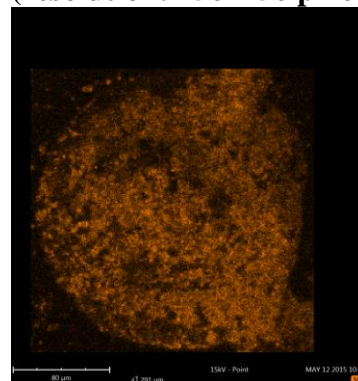
Map: Oxygen (resolution: 256x256 pixels)



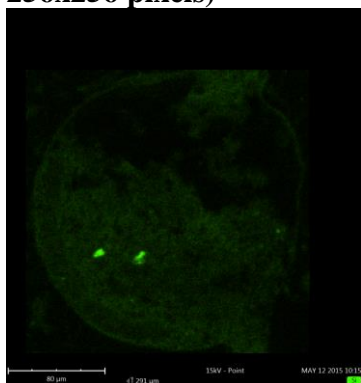
Map: Potassium (resolution: 256x256 pixels)



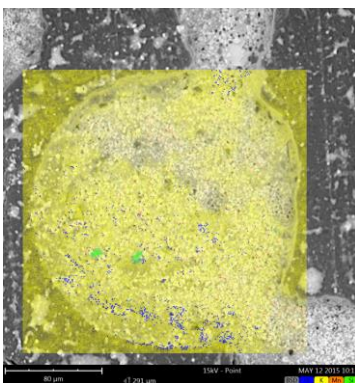
Map: Manganese (resolution: 256x256 pixels)



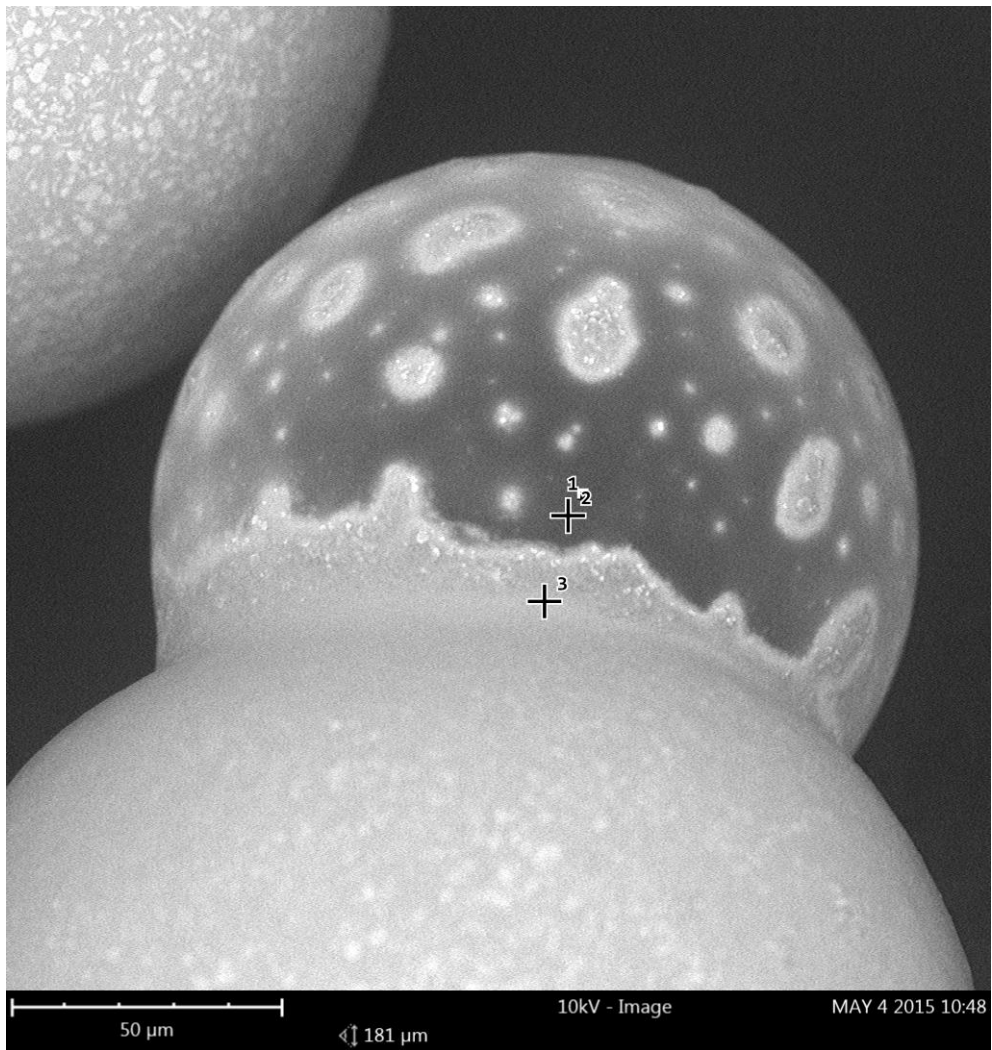
Map: Silicon (resolution: 256x256 pixels)



Combined map

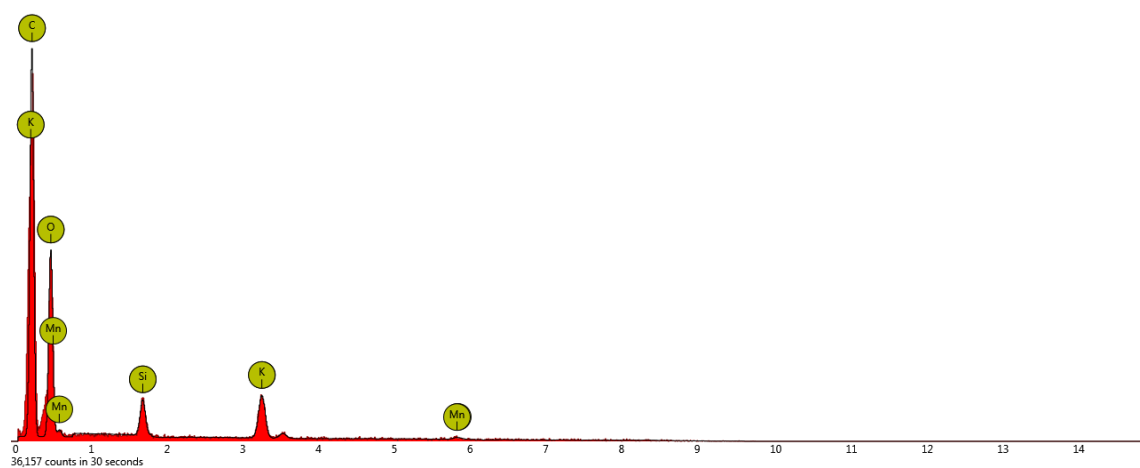


Figur 88 Översiktbilder av detekterade ämnen i det analyserade området



Figur 89 Svepelektronbild av M9 med K₂CO₃, oxiderad

Spot 2

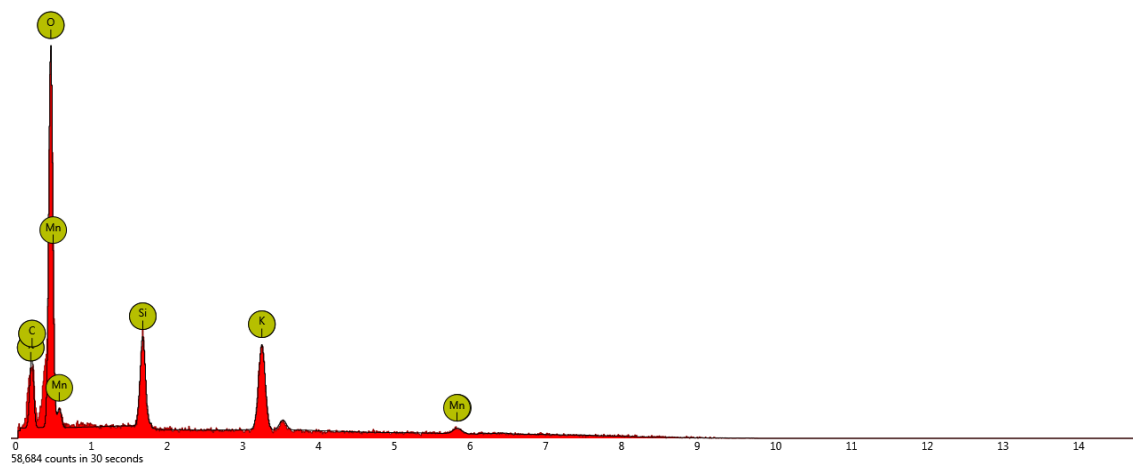


Figur 90 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

Tabell 33 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	20.2
8	O	Oxygen	69.3
19	K	Potassium	6.6
14	Si	Silicon	2.9
25	Mn	Manganese	1.0

Spot 3

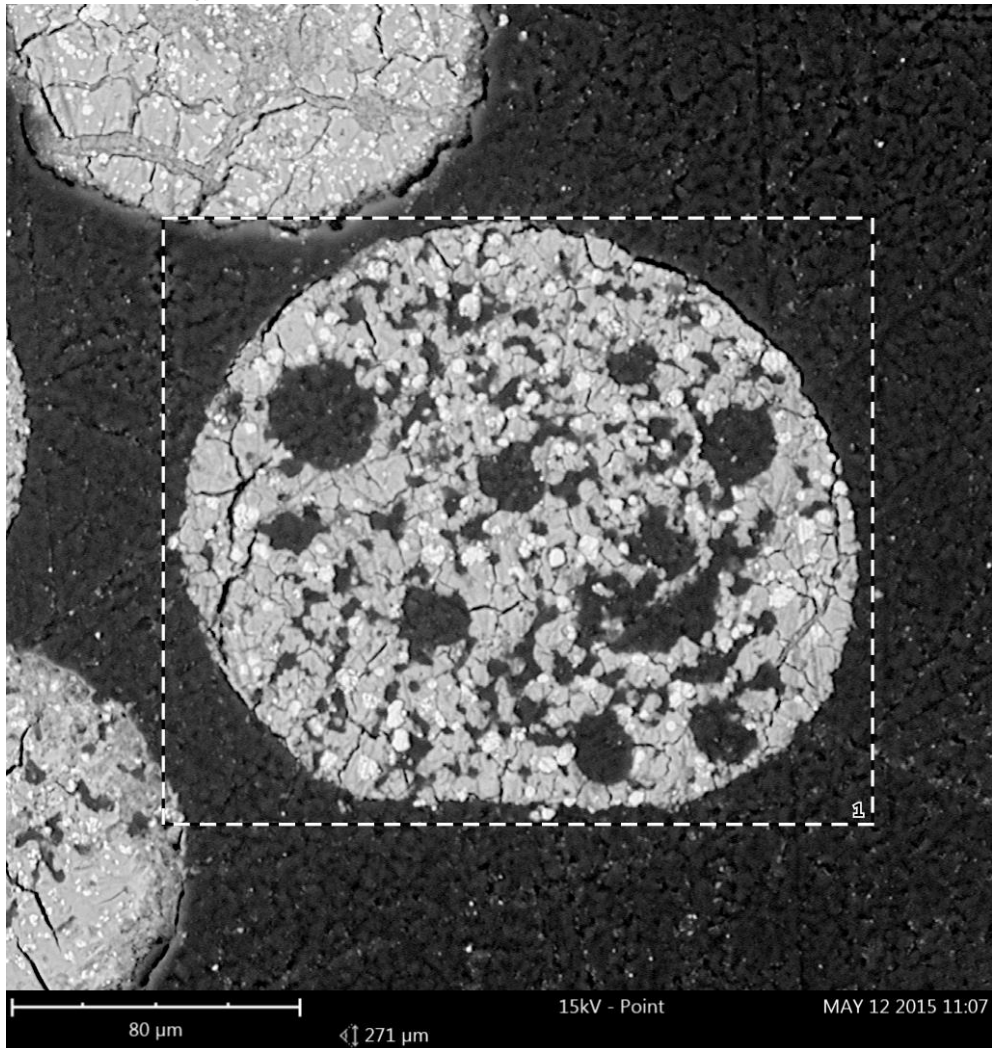


Figur 91 Graf över detekterade ämnen i punkt 3

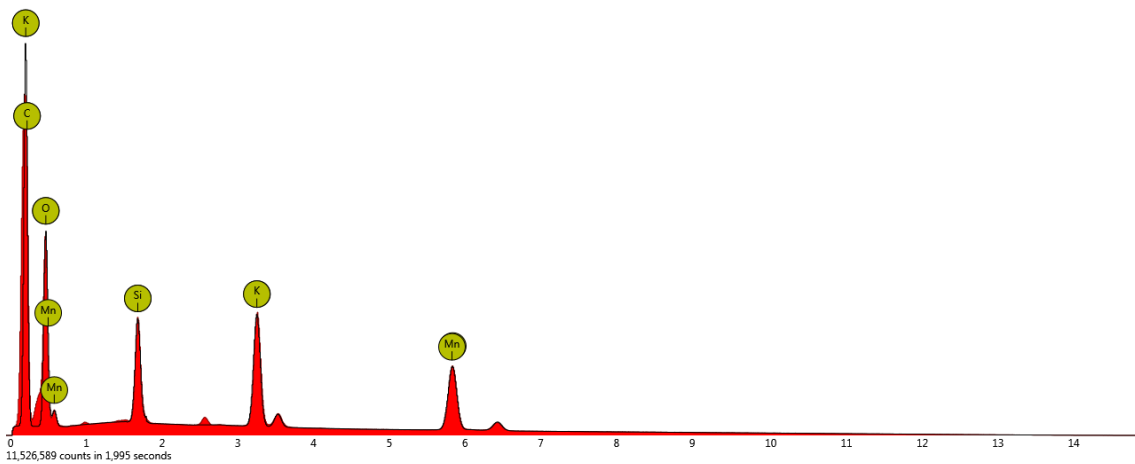
Tabell 34 Tabell över detekterade ämnen i punkt 3

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	81.9
19	K	Potassium	8.5
14	Si	Silicon	4.8
6	C	Carbon	2.9
25	Mn	Manganese	1.9

M9 med K_2CO_3 , reducerad



Figur 92 Svepelektronbild över tvärsnitt av M9 med K_2CO_3 , reducerad

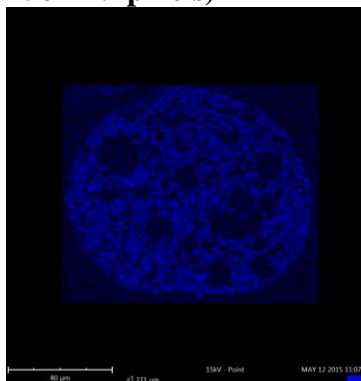


Figur 93 Graf över detekterade ämnen i det analyserade området

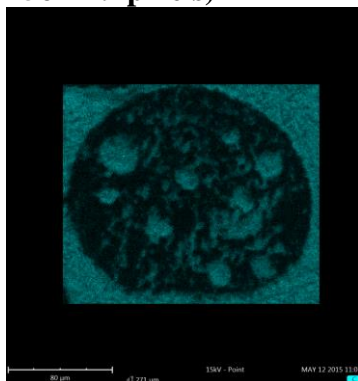
Tabell 35 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade området

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	18.2
8	O	Oxygen	63.3
19	K	Potassium	6.5
14	Si	Silicon	4.8
25	Mn	Manganese	7.3

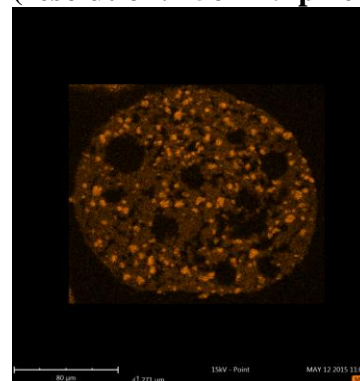
Map: Oxygen (resolution: 256x219 pixels)



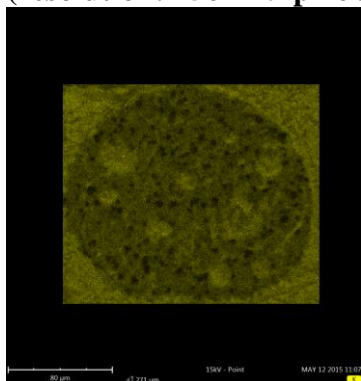
Map: Carbon (resolution: 256x219 pixels)



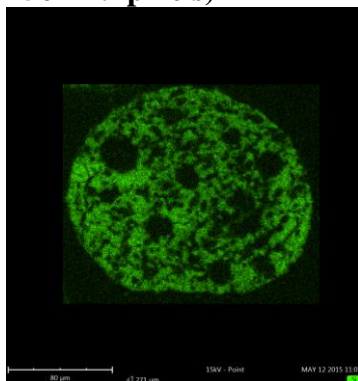
Map: Manganese (resolution: 256x219 pixels)



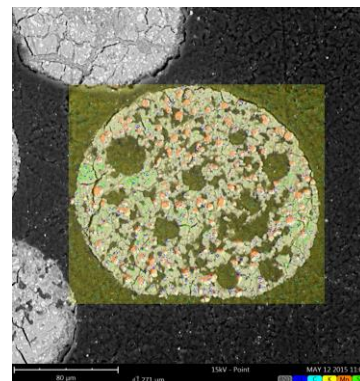
Map: Potassium (resolution: 256x219 pixels)



Map: Silicon (resolution: 256x219 pixels)

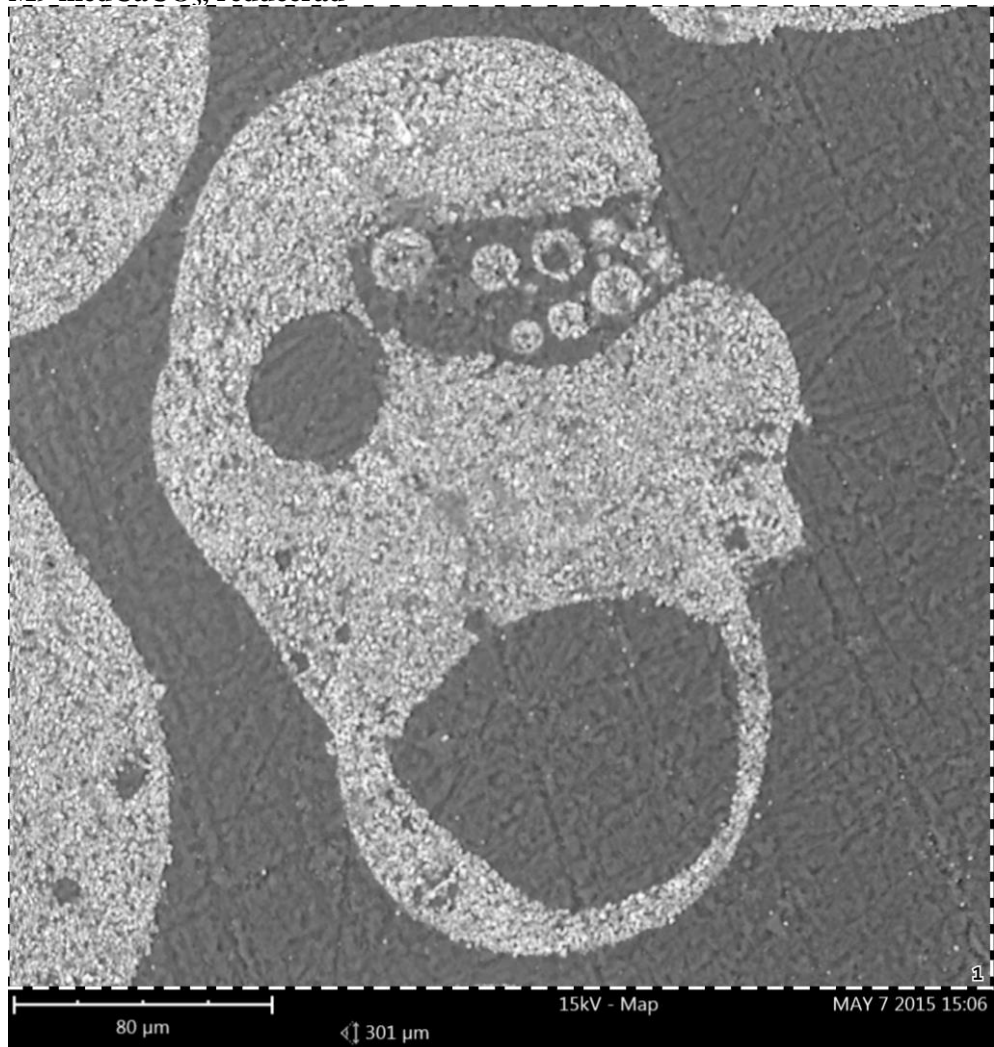


Combined map

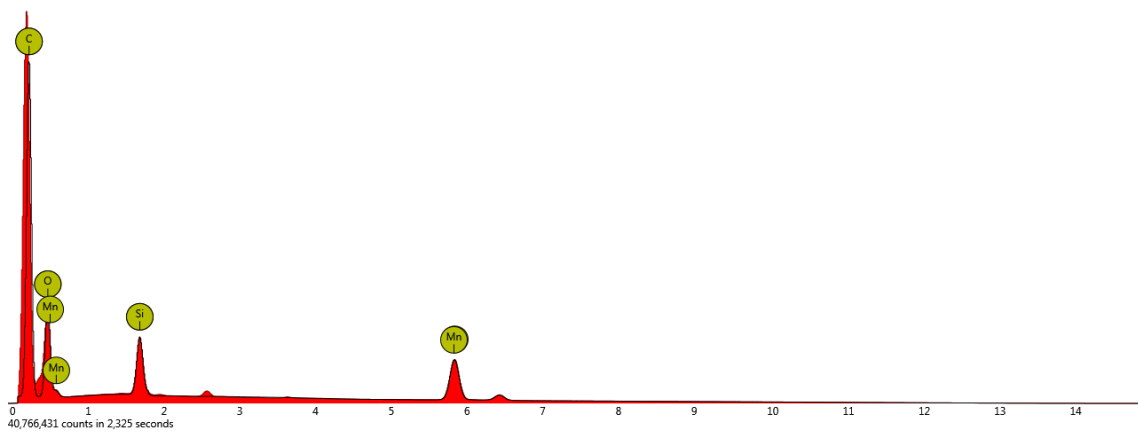


Figur 94 Översiktbilder av detekterade ämnen i det analyserade området

M9 medCaCO₃, reducerad



Figur 95 Svepelektronbild över tvärsnitt av M9 medCaCO₃, reducerad

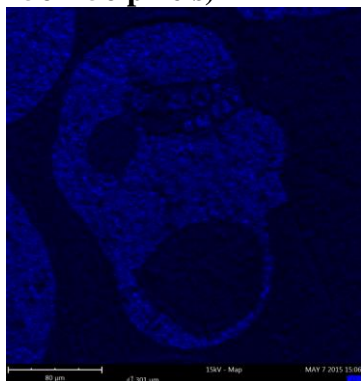


Figur 96 Graf över detekterade ämnen i det analyserade området

Tabell 36 Tabell över detekterade ämnen i det analyserade området

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
6	C	Carbon	35.9
8	O	Oxygen	52.0
14	Si	Silicon	4.7
25	Mn	Manganese	7.4

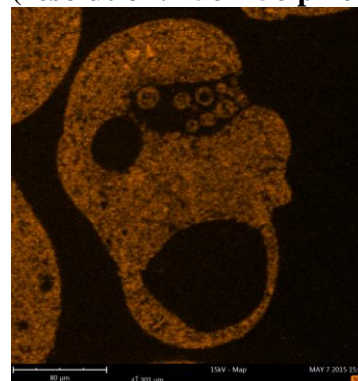
Map: Oxygen (resolution: 256x256 pixels)



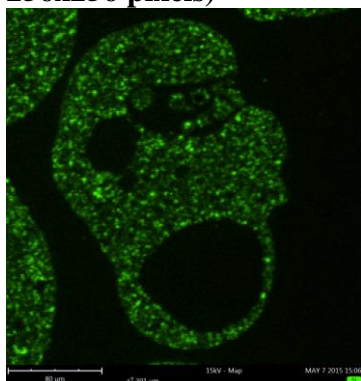
Map: Carbon (resolution: 256x256 pixels)



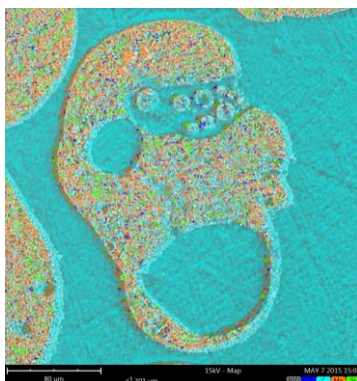
Map: Manganese (resolution: 256x256 pixels)



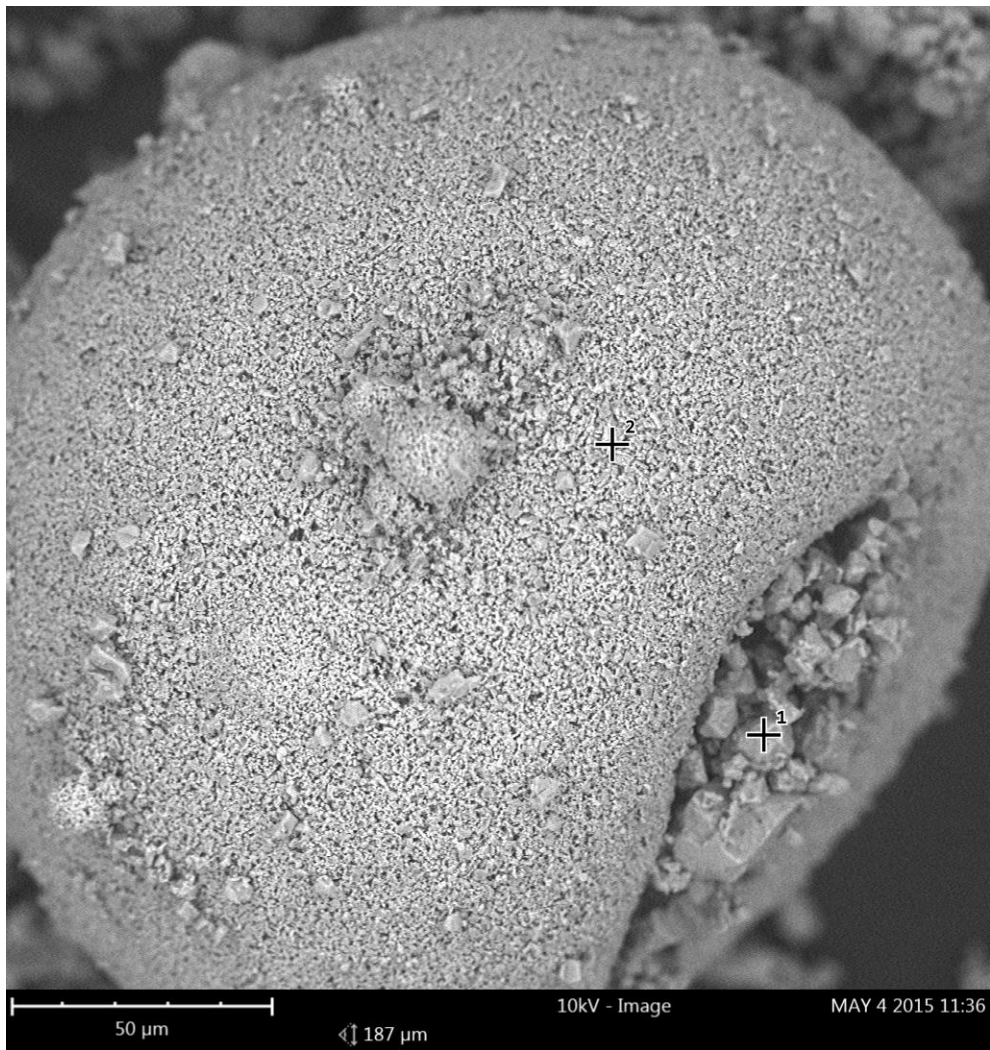
Map: Silicon (resolution: 256x256 pixels)



Combined map

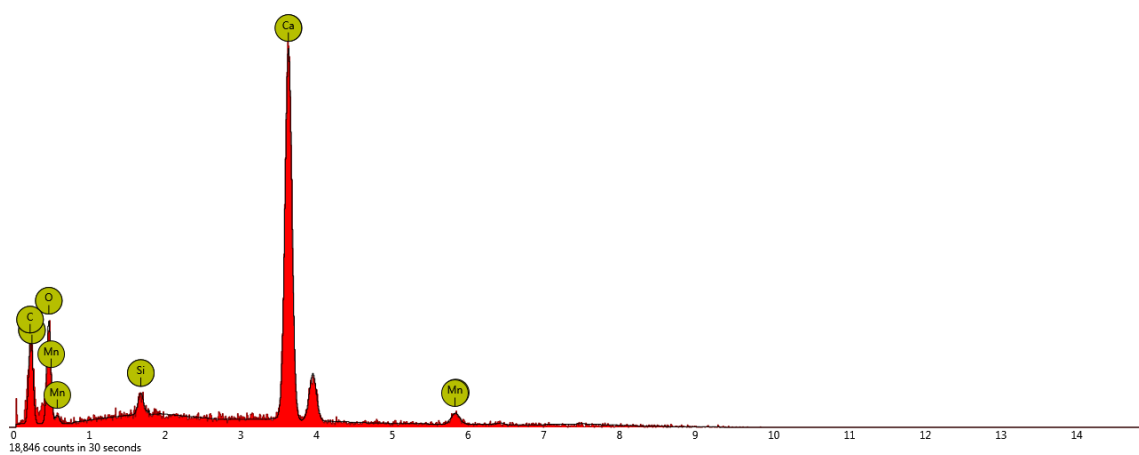


Figur 97 Översiktbilder av detekterade ämnen i det analyserade området



Figur 98 Svepelektronbild av M9 medCaCO₃, reducerad

Spot 1

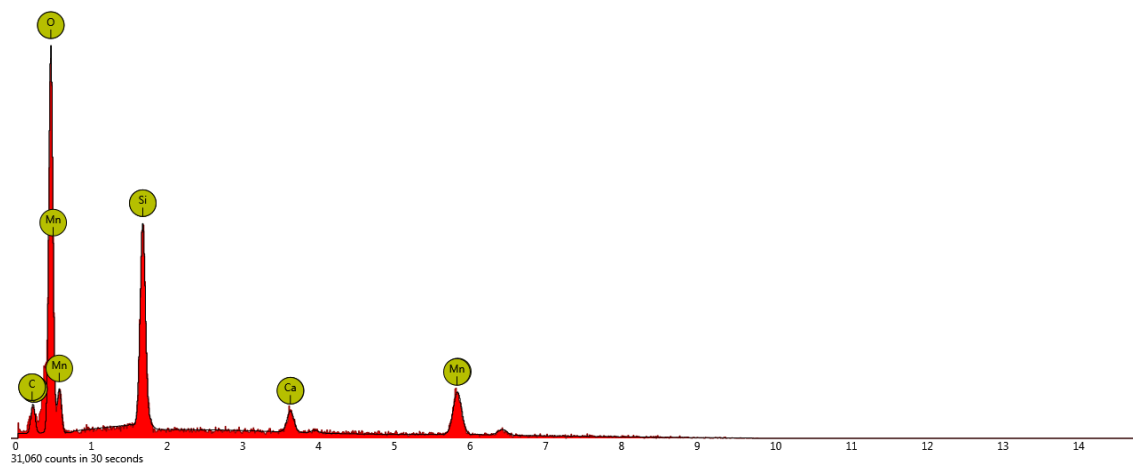


Figur 99 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 37 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
20	Ca	Calcium	40.0
8	O	Oxygen	52.0
6	C	Carbon	3.0
14	Si	Silicon	1.1
25	Mn	Manganese	3.9

2. spot

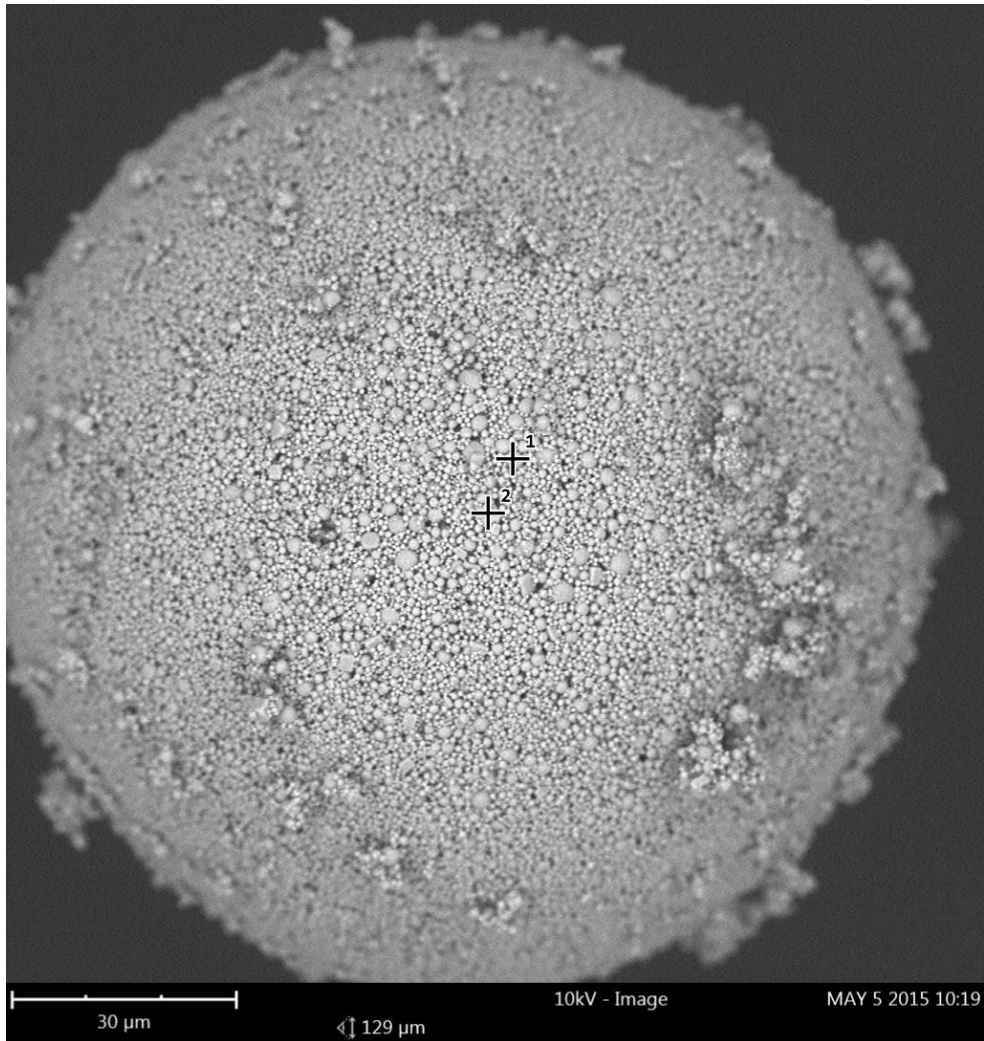


Figur 100 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

Tabell 38 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

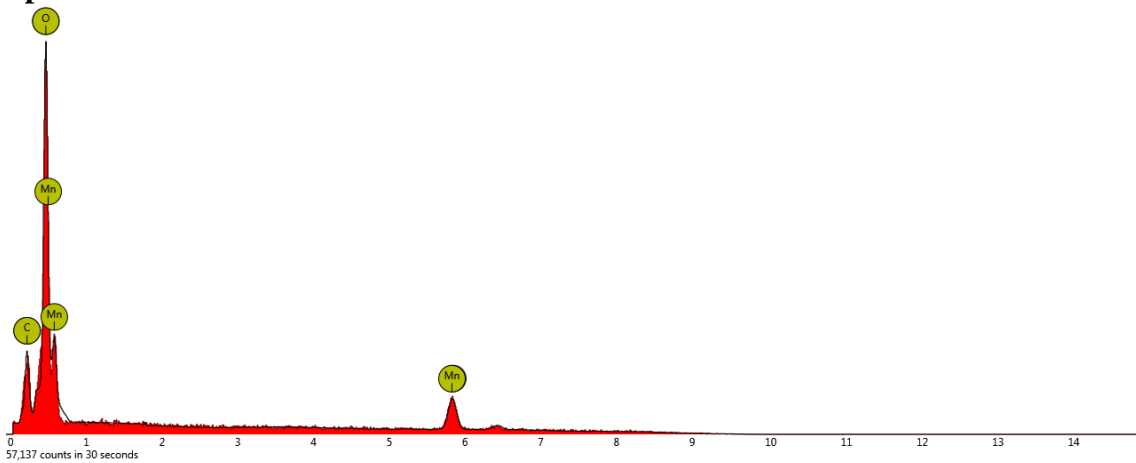
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	68.7
14	Si	Silicon	12.2
25	Mn	Manganese	15.1
20	Ca	Calcium	2.4
6	C	Carbon	1.6

Colormax elkem, oxiderad



Figur 101 Svepelektronbild av Colormax elkem, oxiderad

Spot 1

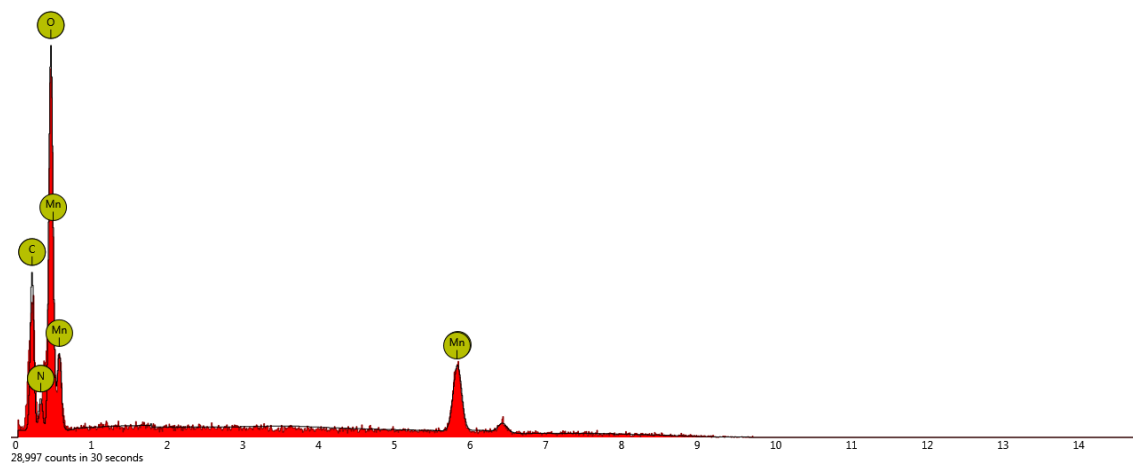


Figur 102 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 39 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	76.9
25	Mn	Manganese	18.9
6	C	Carbon	4.2

Spot 2

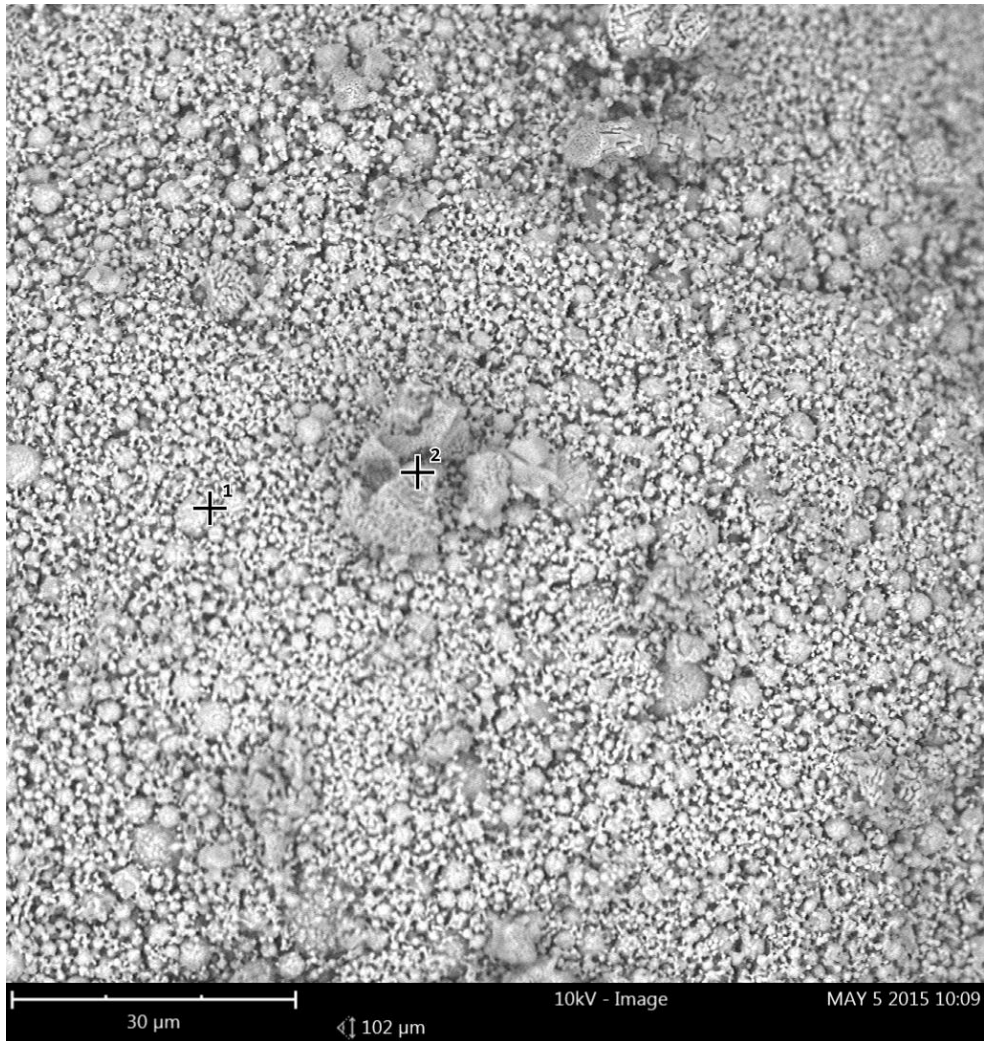


Figur 103 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

Tabell 40 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

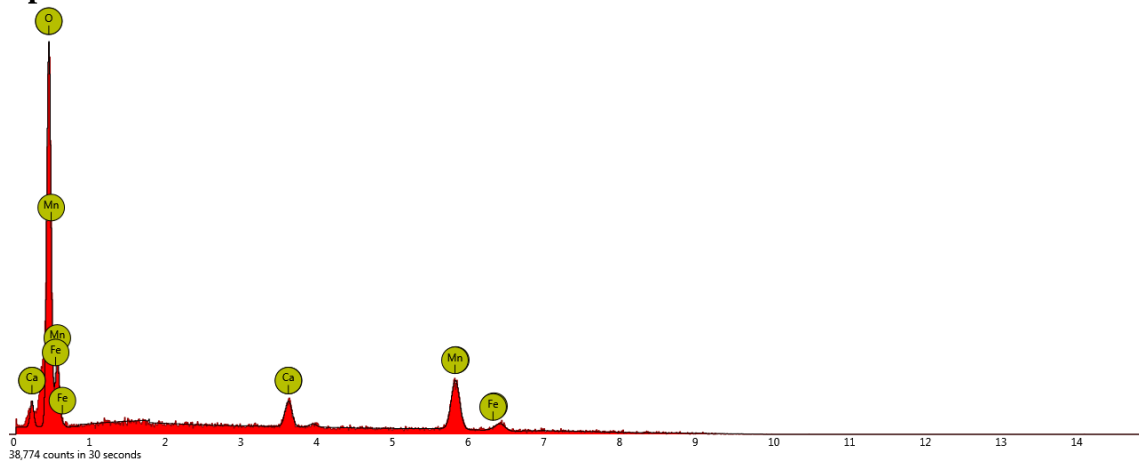
Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	63.1
6	C	Carbon	7.2
25	Mn	Manganese	25.8
7	N	Nitrogen	3.8

Colormax elkem med CaCO₃, reducerad



Figur 104 Svepelektronbild av Colormax elkem med CaCO₃, reducerad

Spot 1

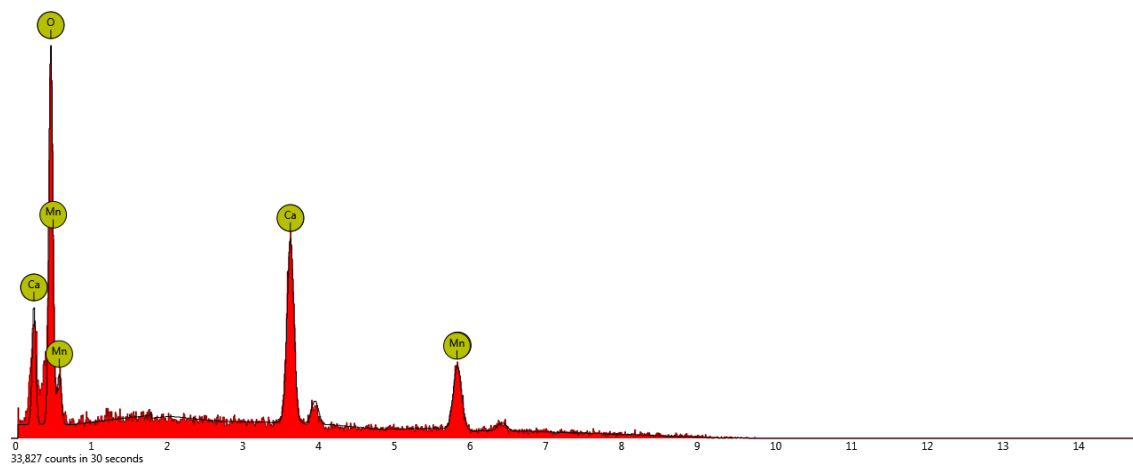


Figur 105 Graf över detekterade ämnen i punkt 1

Tabell 41 Tabell över detekterade ämnen i punkt 1

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	74.9
25	Mn	Manganese	20.6
20	Ca	Calcium	3.4
26	Fe	Iron	1.1

Spot 2



Figur 106 Graf över detekterade ämnen i punkt 2

Tabell 42 Tabell över detekterade ämnen i punkt 2

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Concentration
8	O	Oxygen	69.6
20	Ca	Calcium	14.5
25	Mn	Manganese	15.9