

Ingeborg Lillevik Straum
Bjørner Tordhol

Sammensetning, struktur og variasjon av tappeslagg fra silisium produksjon

Composition, Structure and Variation of Tapped
Slag in Silicon Production

Bacheloroppgave i Materialteknologi
Veileder: Viktor Myrvågnes
Medveileder: Vegar Andersen
Mai 2024

Ingeborg Lillevik Straum
Bjørner Tordhol

Sammensetning, struktur og variasjon av tappeslagg fra silisium produksjon

Composition, Structure and Variation of Tapped Slag
in Silicon Production

Bacheloroppgave i Materialteknologi
Veileder: Viktor Myrvågnes
Medveileder: Vegar Andersen
Mai 2024

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet
Fakultet for naturvitenskap
Institutt for materialteknologi



Kunnskap for en bedre verden

Ingeborg Lillevik Straum
Bjørner Trodhol

Sammensetning, struktur og variasjon av tappeslagg fra silisium produksjon

Composition, Structure and Variation of Tapped Slag in Silicon Production

Bacheloroppgave i materialteknologi

Prosjektnummer: IMA-B-19-2024

Veileder: Viktor Myrvågnes

Ekstern veileder: Vegar Andersen

Mai 2024

Forord

Denne rapporten utgjør en avsluttende hovedoppgave for bachelorgraden i materialteknologi ved Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet (NTNU), under Institutt for materialteknologi (IMA). Oppgaven var i samarbeid med Elkem AS i prosjektet Recursive. Oppgaven var tilknyttet et forskningsprosjekt under navnet "Recursive" som var finansiert av Norges forskningsråd (NFR). Recursive var et industrielt samarbeidsprosjekt mellom norske industrier innenfor silisium og ferrosilisium produksjon og forskningspartnerne NTNU og SINTEF.

Hovedmålet med denne oppgaven var å øke forståelsen for slagget som kommer ut av ovnen under tappeprosessen av metallurgisk silisiummetall. Slagget ble hentet fra ett av Elkem AS sine verk. Slaggprøvene ble preparert og analysert ved NTNU sine campuser.

Vi vil gjerne takke vår interne veileder ved NTNU, Viktor Myrvågnes, og vår eksterne veileder fra Elkem, Vegar Andersen. Vi er svært takknemlige for all hjelpen og veiledningen dere har gitt oss gjennom prosjektet. Takk til Merete Tangstad og Håvard Mølnås for verdifulle tips og råd. Vi vil også rette en stor takk til alle som har hjulpet oss med laboratoriearbeidet ved IMA.

I tillegg ønsker vi å takke Elkem for et godt samarbeid. I den forbindelse vil vi gjerne takke Kristian Røhmesmo sin innsats med organisering og Caroline Sindland for sine råd og hjelp med transport. Sist, men ikke minst, en stor takk til alle operatørene som stilte opp og tok slaggprøver for oss. Deres bidrag har vært uvurderlig for gjennomføringen av prosjektet.

Vi erklærer herved at denne oppgaven er selvstendig produsert i samsvar med NTNU sine retningslinjer. Alle bilder og illustrasjoner som ikke er kreditert, er laget av forfatterne selv.



Ingeborg Lillevik Straum



Bjørner Tordhol

Trondheim, Mai 2024

Sammendrag

Slagget som dannes i ovnen er et biprodukt av silisiummetallproduksjonen og betraktes som "avfall". Analysen av tappeslagget kan gi verdifull innsikt i de pågående prosessene i ovnen. Slagget består hovedsakelig av urenheter fra råmaterialene, elektrodene og fluksen som benyttes i prosessen.

Formålet med oppgaven var å undersøke sammensetningen og variasjonen i slagget, samt å sammenligne to prøvetyper. Den ene prøvetypen innebærer å ta slaggrøver mens det fortsatt er i flytende fase, mens den andre prøvetypen innebærer å ta slagget som har akkumulert i fast fase i enden av tapperennen.

I løpet av en 41-dagers periode ble det tatt totalt 28 slaggrøver fra en ovn ved et av Elkems verk, hvorav 27 prøver ble analysert. Analysemetodene som ble brukt inkluderte SEM-EDS og EPMA-WDS. I tillegg ble bildeanalyse benyttet for å undersøke variasjonene i prøvene.

Den gjennomsnittlige sammensetningen til slagget basert på resultatene ble funnet til å være 56 vekt% SiO_2 - 28 vekt% CaO - 16 vekt% Al_2O_3 . Slaggsammensetningen varierte mellom 44-71 vekt% SiO_2 med et $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstall mellom 0,4 til 3,8.

Det ble analysert 18 delprøver med SEM-EDS, noe som ga mer detaljerte resultater om prøvenes innhold. Tilstedeværelsen av silisiummetall ble bekreftet i alle prøvene, SiC ble bekreftet i 14 av 18 delprøver og ureagert karbon ble funnet i 5 av de 18 delprøvene, hvilket utgjør 33% av prøvene analysert med SEM-EDS. De resterende 30 prøvene ble analysert med EPMA-WDS, hvor slaggsammensetningen fra et homogent område ble identifisert.

Resultatene viste at 44% av slaggrøvene inneholdt varierende mengder kondensat, og omtrent 15% inneholdt ureagert kvarts. Det er bekreftet kjemisk for noen av prøvene, men en stor del av observasjonene er antatt fra observasjoner i stereomikroskopet og ikke kjemisk bekreftet. Disse observasjonene har vist at noe av råmaterialet, som kvarts og karbonmaterialer, sannsynligvis har gått gjennom ovnen uten å reagere.

Bildeanalysen viste seg å være et effektivt hjelpemiddel dersom en bruker det korrekt. I dette forsøket ble bilder tatt med stereomikroskop samt kjemisk analyse fra fargene benyttet for å finne variasjon i prøvene. Denne metoden ville vært forbedret ved å koble bildeanalysen til pikselkoordinatene til den kjemiske sammensetningen funnet ved SEM-EDS. Det foreslås derfor å bruke SEM/EPMA-bilder i bildeanalysen i stedet for stereomikroskopbilder.

Prøvemethodene viste seg å være relativt like. Flyteslagg har i gjennomsnitt høyere viskositet enn skjeggprøvene, men det er uklart om dette er tilfeldig. Det kan antas at det er lettere å samle slaggrøver i flytende fase med høyere viskositet, i motsetning til en med lignende viskositet som silisiummetallet. En skjeggprøve bestående av rent silisium ble funnet, noe som indikerer at skjeggprøver kan være utsatt for flere ytre påvirkninger over tid.

Abstract

Slag formed in the furnace is a byproduct of silicon metal production and is considered “waste”. Analyzing the tapped slag can provide valuable insights into the ongoing processes in the furnace. The slag mainly consists of impurities from the raw materials, electrodes, and flux that is used in the process.

The aim of this thesis was to investigate the composition and variation in the slag, as well as to compare two sampling methods. One sample method involved taking slag samples while it is still in the liquid phase, while the other sample method involved collecting the solid slag at the end of the runner.

Over a 41-day period, a total of 28 slag samples were collected from one of Elkem’s furnaces, of which 27 samples were analyzed. The methods used for analysis was SEM-EDS and EPMA-WDS. Additionally, image analysis was employed to examine the variations within the samples.

The average composition of the slag based on the results was found to be 56 wt% SiO₂ - 28 wt% CaO - 16 wt% Al₂O₃. The slag composition varied between 44-71 wt% SiO₂, with a CaO/Al₂O₃ ratio ranging from 0.4 to 3.8.

A total of 18 subsamples were analyzed with SEM-EDS, this provided more detailed results about the sample contents. The presence of silicon metal was confirmed in all samples, SiC was confirmed in 14 out of 18 subsamples, and unreacted carbon was found in 5 of the 18 subsamples, which constitutes 33% of the samples analyzed with SEM-EDS. The remaining 30 samples were analyzed with EPMA-WDS, where the slag composition from a homogeneous area was identified.

The results showed that 44% of the slag samples contained varying amounts of condensate, and approximately 15% contained unreacted quartz. This was confirmed chemically for some of the samples, but a significant portion of the observations are assumed from observations in a stereomicroscope and is therefore not chemically confirmed. This experiment has shown that some of the raw materials, such as quartz and carbon materials, have likely passed through the furnace without reacting.

Image analysis proved to be an effective tool when used correctly. In this experiment, images taken with a stereomicroscope, along with chemical analysis from the different colors, were used to find variations in the samples. This method would be improved by linking the image analysis to the pixel coordinates of the chemical composition found by SEM-EDS. Therefore, it is suggested to use SEM/EPMA images in the image analysis instead of stereomicroscope images.

The sampling methods proved to be relatively similar. Liquid slag samples generally had a higher viscosity than the solid slag samples, though it is unclear if this is coincidental. It can be assumed that it is easier to collect slag samples in the liquid phase with higher viscosity, as opposed to those with similar viscosity as silicon metal. A settled slag sample consisting of pure silicon was found, indicating that settled slag samples can be subjected to more external influences over time.

Innhold

| | |
|---|-------------|
| Innhold | vii |
| Figurer | xi |
| Tabeller | xxii |
| Nomenklatur | xxiv |
| 1 Innledning | 1 |
| 2 Teori | 2 |
| 2.1 Silisium produksjon | 2 |
| 2.1.1 Generelt om prosessen | 2 |
| 2.2 Råvarer og urenheter | 3 |
| 2.2.1 Kvarts | 4 |
| 2.2.2 Karbon | 5 |
| 2.2.3 Fluks | 5 |
| 2.3 Reaksjoner inne i ovnen | 5 |
| 2.3.1 Temperatursoner i ovnen | 5 |
| 2.3.2 Tidligere utgravinger | 6 |
| 2.3.3 Kondensater | 7 |
| 2.3.4 Si-C-O-systemet | 9 |
| 2.3.5 Akkumulering | 11 |
| 2.4 Tapping av silisium | 12 |
| 2.4.1 Hindringer i tappeprosessen | 13 |
| 2.4.2 Tappeverktøy | 13 |
| 2.5 Slagg i silisiumprosessen | 14 |
| 2.5.1 Ellingham-diagrammet | 14 |
| 2.5.2 Tertiær systemet $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$ | 15 |
| 2.5.3 Strukturen til slagget | 17 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 2.5.4 | Tetthet og viskositet | 18 |
| 2.5.5 | Slaggsammensetning | 19 |
| 2.6 | Tidligere arbeid | 20 |
| 2.6.1 | Slaggsammensetning til tappeslagg fra tidligere studier | 20 |
| 2.6.2 | Korrelasjon mellom slaggsammensetning og tappehull | 22 |
| 2.6.3 | Andre funn i tappeslagg-prøver | 23 |
| 2.6.4 | Funn fra utgravingene | 23 |
| 2.6.5 | Temperaturer i øse i forhold til tappehull | 23 |
| 3 | Metode | 24 |
| 3.1 | Prøvetaking av industrielt slag | 24 |
| 3.2 | Navngiving av prøvene | 27 |
| 3.3 | Prøvepreparering | 27 |
| 3.3.1 | Sliping og polering av prøvene | 29 |
| 3.4 | Karakterisering | 29 |
| 3.4.1 | SEM-EDS | 29 |
| 3.4.2 | EPMA | 31 |
| 3.4.3 | Bildeanalyse | 31 |
| 3.5 | Metode for karakterisering | 32 |
| 4 | Resultater | 34 |
| 4.1 | Slaggprøvene | 34 |
| 4.1.1 | Verktøybruk for prøvetaking | 36 |
| 4.2 | Slaggsammensetning | 37 |
| 4.2.1 | SEM-EDS | 37 |
| 4.2.2 | EPMA-WDS | 41 |
| 4.3 | Slaggsammensetning over tid | 45 |
| 4.3.1 | CaO/Al ₂ O ₃ -forhold | 46 |
| 4.3.2 | CaO-analyser fra forskjellige tappehull | 47 |
| 4.4 | Funn i slaggprøvene | 49 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 4.4.1 | Funn av karbon | 49 |
| 4.4.2 | Funn av kondensat | 51 |
| 4.4.3 | Funn av kvarts | 54 |
| 4.4.4 | Funn av silisiumkarbid | 57 |
| 4.4.5 | Funn av silisiummetall | 58 |
| 4.4.6 | Andre interessante funn | 60 |
| 4.5 | Bildeanalyse | 64 |
| 5 | Diskusjon | 67 |
| 5.1 | Variasjon blant delprøvene | 67 |
| 5.1.1 | Visuelt utseende | 67 |
| 5.1.2 | Kjemisk slaggsammensetning innad i prøven | 69 |
| 5.1.3 | Konklusjon om delprøver | 71 |
| 5.2 | Analysemetode | 71 |
| 5.3 | Slaggsammensetning og variasjon | 73 |
| 5.3.1 | Slaggsammensetning | 73 |
| 5.3.2 | Grønt og grått slagg | 74 |
| 5.3.3 | Kondensat i prøvene | 77 |
| 5.3.4 | Si og SiC i prøvene | 78 |
| 5.3.5 | Andre funn i slaggprøvene | 79 |
| 5.4 | Funn av ureagert materiale | 79 |
| 5.4.1 | Ureagert kvarts i prøvene | 79 |
| 5.4.2 | Ureagert karbonmateriale i slaggprøvene | 79 |
| 5.5 | Bildeanalysen | 82 |
| 5.5.1 | Variasjon | 82 |
| 5.5.2 | Usikkerhet i bildeanalysen | 82 |
| 5.5.3 | Bildeanalyse som metode | 83 |
| 5.6 | Prøvetakingmetodene | 83 |
| 5.7 | Sammensetning fra tappehull over tid | 84 |

| | | |
|----------|---|--------------|
| 6 | Konklusjon | 85 |
| 7 | Videre arbeid | 86 |
| | Referanser | 87 |
| A | Vedlegg - Sporelementer | I |
| B | Vedlegg - Risikoanalyse | II |
| C | Vedlegg - Slaggprøvene | IV |
| | C.1 Bilder av prøve S-1 til S-12 | V |
| | C.2 Bilder av prøve S-13 til F-26 | XXIII |
| D | Vedlegg - EPMA rådata | XXXIX |
| E | Vedlegg - EDS-analyser | XL |
| | E.1 Resultater fra viktige EDS-analyser | XL |
| | E.1.1 Ureagert karbon | XL |
| | E.1.2 Kondensat | XLII |
| | E.1.3 Ureagert kvarts | XLIII |
| | E.1.4 Silisiumkarbid | XLIV |
| | E.1.5 Andre interessante funn | XLV |
| F | Vedlegg - Bildeanalysene | XLIX |

Figurer

| | | |
|------|--|----|
| 2.1 | Flytskjema av en typisk silisiumprosess [2] [3]. | 3 |
| 2.2 | Grunnstoffdistribuering mellom det ferdig raffinerte Si-metallet, slagget og avgassen. Verdiene er oppgitt i vekt% [6]. | 4 |
| 2.3 | Overblikk over prosessen som viser kald- og varm-sonene i ovnen med de tilhørende reaksjonene. Entalpiverdiene indikerer at reaksjonene er eksoterme i den kalde sonen, mens de er endoterme i den varme sonen. Verdiene er hentet fra <i>HSC Chemistry 9</i> [14] | 6 |
| 2.4 | Resultatet av utgravinger fra tre forskjellige ovner: a) Wacker, ovn 1 b) Elkem Thamshavn c) Wacker, ovn 4. Utgravningene gir bilde på hvor i ovnen en kan forvente å finne de forskjellige reaksjonsonene i prosessen [16] | 7 |
| 2.5 | Illustrasjonen viser et tverrsnitt av en silisiumovn, hvor det er gjennomført estimater på lokaliseringen av slagg, SiC og kondensater. Disse estimatene er basert på tidligere utgravinger fra flere norske silisium- og ferrosilisiumovner. Det må understrekes at dette er et generalisert sammendrag og at variasjoner kan forekomme ettersom ikke alle ovner er identiske [2] [19] [20] [21]. | 9 |
| 2.6 | Grafen viser likevektstrykket for SiO og forklarer hvilke reaksjoner som kan forventes basert på ulike kombinasjoner av temperatur og trykk. [23]. De røde linjene indikerer likevektstrykket til SiO i en industriell ovn under forutsetning av kjemisk likevekt. | 11 |
| 2.7 | Ellinghamdiagrammet for dannelse av oksider, med Gibbs energi over temperatur [27] | 15 |
| 2.8 | Fasediagrammet viser mineralfasene i et SiO ₂ -CaO-Al ₂ O ₃ -system [28]. | 16 |
| 2.9 | Fasediagrammet viser variasjon i SiO ₂ -nivå og CaO/Al ₂ O ₃ fra Folstad og Jusnes et al. [17] [29]. | 17 |
| 2.10 | Viser hvordan et silikat nettverket er bygget opp. Det er også vist hvordan Al kan være en nettverksdanner. Figur er fra [31] | 18 |
| 2.11 | Isoviskositet linjer viser ulike viskositeter i Pa · s ved 1600°C. Figur er fra [4] | 18 |
| 2.12 | Viser sammensetningen til tidligere tappeprøver gjort av Folstad [17] og Jusnes et al. [29]. Figuren er hentet fra [33] | 20 |
| 2.13 | Viskositet som en funksjon SiO ₂ innhold i slagget for forskjellige temperaturer. Økt mengde SiO ₂ gir høyere viskositet [34] | 21 |

| | | |
|------|--|----|
| 2.14 | Bildene viser prøver som representerer normalt tappeslagg under Folstads forsøk [17]. De første to bildene til venstre viser EPMA bilder av tappe-slagget fra en silisiumovn, mens bildet til høyre viser slagget fra produksjonen av ferrosilisium. Det venstre bildet viser en slagprøve fra Elkem Thamshavn, med en forstørrelse på 40x. Bildet i midten presenterer en prøve fra “Furnace B” forstørret 100x. Det høyre bildet viser en prøve fra en FeSi75-ovn hos Finnfjord AS tatt med en forstørrelse på 40x. Typisk inneholder vanlig slag visse mengder SiC og Si. [35]. | 21 |
| 2.15 | Bildet viser bilder fra Folstads sitt forsøk tatt i EPMA av et høyviskositet slagget tatt med en forstørrelse på 40x. Prøvene er fra en FeSi75-ovn. Bildene viser to bilder av prøve TPO231120 og ett bilde av TPR0102_T5. I prøve TPO231120 kan en se store mengder av smeltet kvarts, SiO ₂ , noe som bidrar til å øke viskositeten til slagget. Bildet til høyre inneholder en del porer, og et slaggsammensetning. [36] | 22 |
| 2.16 | Bildet viser EPMA-bilder prøvene TPR2710 fra Jusnes sitt forsøk på FeSi-slagg. På bildet til høyre kan en tydelig se funn av karbonmateriale [37]. | 22 |
| 3.1 | Bildet viser én av tapperennene til lysbueovnen. På bildet ser en det flytende slagget bak metallstrålen. Oppsamling av slag i fast fase i enden av tapperenna, kalles “skjegg” | 24 |
| 3.2 | Bildet av prøvedigelen som ble brukt ved første prøvetaking. Digelen er laget av grafitt, mens stangen er av stål. | 25 |
| 3.3 | Bildet viser et eksempel på en “støter”. | 26 |
| 3.4 | Bildet er tatt av en dataskjerm, og illustrerer hvordan prøvene ble tatt med prøvedigelen. | 26 |
| 3.5 | Visuelt flytskjema som illustrerer rekkefølgen av trinnene som ble benyttet under prøveprepareringen. | 28 |
| 3.6 | Bildet illustrerer et typisk størrelsesforholdet mellom hovedprøve og delprøvene som blir analysert. | 29 |
| 3.7 | Bilde til venstre er SEM-bilde av prøve <i>S-10.1</i> med markerte punkter og områder hvor det er gjort EDS-analyser. Bilde til høyre er et stereomikroskop-bilde med markerte områder hvor SEM bildene ble tatt. Den røde pilen viser hvilket område som er avbildet til venstre. . | 30 |
| 3.8 | Eksempelet er hentet fra prøve <i>F-11.1</i> , der a) viser bildeanalysen utført med fire fargenyanser, og b) viser bildeanalysen utført med 15 fargenyanser. | 32 |

| | | |
|-----|---|----|
| 3.9 | Denne figuren demonstrerer metoden brukt for å karakterisere den kjemiske sammensetningen av slaggrøvene, illustrert med prøve <i>S-1.2</i> . Den viser de spesifikke feltene som ble analysert. I midten vises et bilde av prøven tatt med stereomikroskop. Til høyre og venstre for bildet vises fire representative SEM-bilder, som detaljert fremstiller de analyserte punktene og områdene i prøven. Alle SEM-bildene er tatt med en forstørrelse på 100x. | 33 |
| 4.1 | Figuren gir en oversikt over perioden for innsamling av slaggrøver. Blå trekant representerer skjeggprøver, oransje sirkler indikerer slaggrøver tatt i flytende fase, og rød trekant markerer et avvik som ikke ble videre analysert. | 34 |
| 4.2 | Grafisk fremstilling av verktøybruk for innsamling av prøver i både flytende og fast fase. Blå farge indikerer skjeggprøve, og oransje farge indikerer slaggrøve tatt i flytende fase. | 36 |
| 4.3 | Resultatene fra oksidanalysen utført med SEM-EDS på prøvene <i>S-1</i> til <i>S-12</i> er illustrert i et $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$ -fasediagram. I diagrammet representerer de røde punktene flytende slaggrøver, mens de grønne trekantene angir skjeggprøver. | 38 |
| 4.4 | Resultatene fra oksidanalysen utført med SEM-EDS på prøvene <i>S-1</i> til <i>S-12</i> er illustrert i et $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$ -fasediagram. Prøvene er skilt etter dagene de ble tatt. | 39 |
| 4.5 | Resultatene fra oksidanalysen av prøvene <i>S-1</i> til <i>S-12</i> , utført med SEM-EDS, er illustrert i et $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$ -fasediagram. Prøvene er kategorisert basert på hvilken tapping de stammer fra, etter den første tappingen og tilhørende prøvetaking. | 40 |
| 4.6 | Resultatene fra EPMA-analysen av slagget presenteres i fasediagrammet. Blå trekant representerer skjeggprøver, mens en oransje sirkler viser prøver av slagget som ble tatt i den flytende fasen. Diagrammet dekker prøveserien fra <i>S-13</i> til <i>F-26</i> | 43 |
| 4.7 | Resultatene fra EPMA-analysen er presentert ut i fra hvilken dag prøven ble tatt på. | 44 |
| 4.8 | Tertiær fasediagram i et $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$ -system. Den blå trekanten og den gule sirkelen representerer resultater fra EPMA-WDS-analysen, mens den grønne trekanten og den røde sirkelen stammer fra SEM-EDS-analysen. Trekant indikerer skjeggprøve og sirkel indikerer flytende slaggrøver. | 45 |
| 4.9 | Alle resultater fra slagganalysene er oppsummert og organisert etter datoene de ble tatt. Den første prøven ble tatt på dag én, mens den siste prøven ble tatt 42 dager senere. Merk at alle resultater er normalisert for å sikre sammenlignbarhet. Sirkel indikerer slaggrøve tatt i flytende fase, mens trekant indikerer skjeggprøve. | 46 |

| | | |
|------|--|----|
| 4.10 | Figuren illustrerer forholdstallene mellom slagganalysene og tappeprøven fra Si-metallet i tidsrommet hvor slaggrøven ble tatt. De blå punktene representerer $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstallet fra slagganalysen, mens de oransje punktene viser Ca/Al -forholdstallet fra analysen av Si-metallet. Fargen i kolonnene skiller dagene slaggrøvene ble tatt på, og de grå linjene inne i det skraverte feltet skiller de forskjellige tappingene. | 47 |
| 4.11 | Diagrammet viser sammenhengen mellom tappehull og CaO -analyser fra slaggsammensetningen. | 48 |
| 4.12 | Fem prøver inneholdt ureagert karbonmateriale. Analysene ble utført på prøvene fra S-1 til S-12, som bekreftet tilstedeværelsen av karbon. Det er visuelt vanskelig å se karbonet i stereomikroskopet. Uten analyser kan det derfor ikke trekkes konklusjoner om de øvrige prøvene. 49 | 49 |
| 4.13 | Karbon funnet i SEM-EDS-analyse. Bildene viser prøve <i>F-2.1</i> , <i>B-4.1</i> , <i>B-4.2</i> og <i>S-12.2</i> . I tillegg til karbon var det også forekomster av SiC , slag, FeSi og Si-metall. Forstørrelsene i bildene er på 100x. | 50 |
| 4.14 | Eksempel på funn av karbonmateriale i prøve <i>S-10.1</i> : Til venstre vises et bilde tatt med stereomikroskop, og til høyre er det tilhørende SEM-bildet. I SEM-bildet er punktene og områdene som ble analysert med EDS markert. De røde prikkene og områdene indikerer hvor det er funnet karbon. EDS-punkt verdiene kan finnes i <i>Vedlegg E</i> | 50 |
| 4.15 | Figuren viser funn av kondensat i prøvene. Det ble funnet at 12 av 27 hovedprøver inneholdt en form for kondensat. De brune stolpene indikerer funn av kondensat, de mørke skraverte indikerer antatte funn og de skraverte lyse stolpene indikerer ikke funn. | 51 |
| 4.16 | De seks bildene illustrerer forskjellige typer kondensatfunn i slagget. Alle bildene er tatt med et stereomikroskop, og hver av dem har en målestokk på 1 mm for størrelsesreferanse. | 52 |
| 4.17 | Prøve <i>F-9.1</i> inneholder betydelige mengder kondensat. Bildet øverst i midten er tatt med stereomikroskop, mens bildene nede til høyre og venstre er tatt med SEM-EDS. De røde markeringene indikerer funn av kondensat. EDS-punktverdiene kan finnes i <i>Vedlegg E</i> | 53 |
| 4.18 | Eksempler på funn av hvitt kondensat i prøvene inkluderer prøve <i>S-21</i> , som består av to delprøver. Begge delprøvene antas å inneholde hvitt kondensat. Bilde a) viser delprøve <i>S-21.1</i> , mens bilde b) viser delprøve <i>S-21.2</i> med en målestokk på 1 mm. | 54 |
| 4.19 | Det ble gjort funn av ureagert kvarts i 4 av 27 hovedprøver. De blå stolpene indikerer funn, de mørke skraverte markerer antatte funn og de grå indikerer ikke funn. | 54 |

| | | |
|------|---|----|
| 4.20 | To eksempler på bekreftet funn av kvarts i slaggrøvene. Begge er fra samme tappenummer, <i>FM-7</i> er tatt i flytende fase før mellomstamping av tappehull, mens <i>S-8</i> er tatt fra skjegget. Målestokken er 1 cm for bildene a) og c), mens den er 1 mm for bildene b) og d) | 55 |
| 4.21 | Prøve <i>FM-7.1</i> inneholder kvarts. Bildene nederst er tatt med SEM. Det ble tatt en punkt- og en områdeanalyse for å stadfeste dette. Disse er markert i rødt i bildet øverst. Resultatene fra punktanalysen vises i <i>Vedlegg E</i> | 56 |
| 4.22 | Det ble gjort funn av SiC i 14 av 18 prøver. Grønn stolpe indikerer funn, grå indikerer ikke funn og rød indikerer at det ikke kan bekreftes uten videre undersøkelser. | 57 |
| 4.23 | Eksempelet viser prøve <i>F-5.1</i> . Bildet i øverst i venstre er tatt i stereomikroskop med en målestokk på 1 mm, mens de øvrige bildene er tatt i SEM-EDS med en forstørrelse på 100x. De røde punktene i SEM-EDS bildet indikerer funn av SiC. | 58 |
| 4.24 | Skjeggprøven inneholdt rent silisiummetall, og ble derfor ikke videre analysert. | 58 |
| 4.25 | Bildet viser prøver prøve <i>F-6.1</i> , som illustrerer et eksempel på funn av Si-metall i slaggrøvene. Bildet øverst til venstre viser prøven avbildet med stereomikroskop, med en målestokk på 1 mm. Si-metallet vises som mørke flekker på grunn av lysets refleksjon. De andre bildene er tatt med SEM-EDS, hvor Si-metallet fremstår som lyse flekker. Disse bildene er tatt med en forstørrelse på 100x. | 59 |
| 4.26 | Prøve <i>S-8.1</i> med funn av K. Det ble funnet ved fire av EDS-punktene/område. Til venstre er stereomikroskopbildet av prøven og til høyre er SEM-bilde. EDS-punktene ligger også vedlagt i <i>Vedlegg E</i> | 60 |
| 4.27 | Prøve <i>F-9.1</i> med funn av FeSi. Bildet til venstre er i stereomikroskop og bildet til høyre er tatt med SEM. | 61 |
| 4.28 | Prøve <i>F-11.1</i> med funn av FeSi og Mg. Øverst i venstre er stereomikroskopbilde og resten er SEM-bilder. | 62 |
| 4.29 | Prøve <i>S-12.1</i> med spor av Na. Det ble funnet ved to punkter. Bildet til venstre er i et stereomikroskopbilde og bildet til høyre er tatt med SEM. | 62 |
| 4.30 | Prøve <i>S-12.2</i> med funn av Fe, Ti og P. Det ble funnet som en enkelt sfære i prøven. | 63 |
| 4.31 | Bilde av prøve <i>S-1.1</i> med før og etter en separasjon på fire fargenyanser. | 64 |

- 5.1 Prøve *B-4* viser et eksempel på at delprøvene kan være relativt like. Bildet til øverst viser slaggbiten. Bildene nederst viser stereomikroskopbildet av delprøvene med delprøve *B-4.1* til venstre og til høyre viser delprøve *B-4.2*. 68
- 5.2 Prøve *S-12* illustrerer hvordan resultatene kan variere avhengig av hvor på slaggbiten delprøven er tatt fra. Det øveste bildet er av slaggrøven, og de nederste bildene er delprøvene avbildet i stereomikroskopet. Bildet til venstre viser delprøve *S-12.1*, og bildet til høyre viser delprøve *S-12.2*, med en målestokk på 1 mm. 69
- 5.3 Eksempelene viser at det kan forekomme forskjellige mineralfaser innad i en hovedprøve. Et eksempel fra en skjeggprøve er fra *S-12*, som ble delt opp i to delprøver. Den mørkegrønne sirkelen representerer den første delprøven og den lysegrønne sirkelen representerer den andre delprøven. Et eksempel fra en prøve tatt i flytende fase er *F-16* i blått. Delprøve *F-16.1* er representert med en mørkeblå farge, mens delprøve *F-16.2* er i lyseblått. 70
- 5.4 Viser WDS og EDS prøvene med en rød strek trekt igjennom hver av plasseringene av prøvene. Der den røde linjen til venstre er omtrentlig CaO/Al₂O₃ forhold til EDS prøvene på 2,64 og den til høyre er for WDS prøvene som har en CaO/Al₂O₃ forhold på 1,27. Dette utgjør en differanse på 1,37. 72
- 5.5 Diagrammet sammenligner resultatene fra Folstad [17] og Jusnes [29] sine forsøk med disse resultatene som er markert i lyse grønt. Dette forsøket resultater er plassert relativt høyt i diagrammet, i likhet med andre det andre Si-slagget fra Elkem Thamshavn. Slaggrøvene fra Finnfjord AS stammer fra FeSi-produksjon, mens opprinnelsen til slaggrøvene fra "Furnace B" er ukjent. Disse slaggsammensetningen ligger lavere til høyre i forhold til slagget fra Si-produksjon. Den oransje sirkelen viser høy-viskositetslagget som ble rapportert fra Finnfjord [17] 73
- 5.6 Fasediagrammet oppsummerer figuren vist over som areal. Arealene er laget slik at linjene til høyre og venstre for hvert areal er den gitte maksimale og minimale CaO/Al₂O₃-forholdet som er nevnt tidligere. 74
- 5.7 Bildene illustrerer eksempler på forskjellen mellom slagget med grønn og grå farge. Bildene til venstre er tatt i stereomikroskop med en målestokk på 1 mm, mens bildene til høyre er fra EPMA-analysen med en forstørrelse på 200x. Bilde a) viser et eksempel på at større og færre SiC partikler gjør slagget mer grålig. Bildet b) viser et eksempel på at små SiC partikler bidrar til en grønnlig farge på slagget. 75

| | | |
|------|--|------|
| 5.8 | Eksempelet viser prøve <i>F-16.1</i> som har en veldig markant grønn farge på slagget. Bildet til venstre viser prøven avbildet med stereomikroskop med en målestokk på 1 mm, mens bildet til høyre visertilhørende EPMA-bilde med forstørrelse 200x. De blå pilene er ikke bekreftet kjemisk, men antatt i forhold til tidligere studier. Den røde pilen viser hvor slagget har blitt analysert. | 76 |
| 5.9 | Bildet illustrerer hvordan det ureagerte materialet og kondensatet kan ha kommet ut av tappehullet uten å komme i kontakt med høye temperaturer i kratersonen. | 77 |
| 5.10 | Bildene viser en sammenligning av funn av karbonmateriale i dette forsøket og Jusnes sitt. Til venstre vises et SEM-EDS-bilde av prøve <i>F-2.1</i> med en forstørrelse på 100x, og til høyre vises en av prøvene tilhørende Jusnes sitt forsøk under en EPMA-analyse med en forstørrelse på 200x. Karbonmaterialet ser ut til å være relativt likt, noe som kan skyldes tilstedeværelsen av ureagert koks eller kull på bakgrunn av et det er et porøst materiale [37]. | 80 |
| 5.11 | Bildet til venstre viser delprøve <i>S-10.1</i> tatt i SEM med en forstørrelse på 100x. Bildet til høyre er fra Folstad sine undersøkelser av FeSi-slagg fra Finnfjord AS. Bildet er tatt med 200x forstørrelse under en EPMA-analyse. Hun konkluderte med funn av karbon som stammet fra stampemasse [17] [35]. | 81 |
| 5.12 | Bildeanalysen av prøve <i>F-6.1</i> | 82 |
| C.1 | Bildet viser slaggsprøve <i>S-1</i> | V |
| C.2 | Bildene viser delprøve <i>S-1.1</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | V |
| C.3 | Bildene viser delprøve <i>S-1.2</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt i en SEM-EDS-analyse av prøven. | VI |
| C.4 | Bildet viser slaggsprøve <i>F-2</i> | VII |
| C.5 | Bildene viser delprøve <i>F-2.1</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | VII |
| C.6 | Bildene viser delprøve <i>F-2.2</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | VIII |
| C.7 | Bildet viser slaggsprøve <i>S-3</i> | IX |
| C.8 | Bildene viser delprøve <i>S-3.1</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | IX |

| | | |
|------|--|-------|
| C.9 | Bildene viser delprøve <i>S-3.2</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | X |
| C.10 | Bildet til venstre viser slaggrøve <i>B-4</i> sammen med de tilhørende delprøvene <i>B-4.1</i> og <i>B-4.2</i> , innstøpt i epoksy. | XI |
| C.11 | Bildene viser delprøve <i>B-4.1</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XI |
| C.12 | Bildene viser delprøve <i>B-4.2</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XII |
| C.13 | Bildet til venstre viser slaggrøve <i>F-5</i> , samt de tilhørende delprøvene <i>F-5.1</i> og <i>F-5.2</i> , innstøpt i epoksy. | XIII |
| C.14 | Bildene viser delprøve <i>F-5.1</i> . Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XIII |
| C.15 | Bildene viser delprøve <i>F-5.2</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XIV |
| C.16 | Bildet til venstre viser slaggrøve <i>F-6</i> sammen med den innstøpte delprøven <i>F-6.1</i> | XV |
| C.17 | Bildene viser delprøve <i>F-6.1</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XV |
| C.18 | Bildet viser slaggrøve <i>FM-7</i> sammen med den innstøpte delprøven <i>FM-7.1</i> | XVI |
| C.19 | Bildene viser delprøve <i>FM-7.1</i> . Bildet øverst er tatt i et stereomikroskop, mens bildene under er tatt under en SEM-EDS-analyse av delprøven. | XVI |
| C.20 | Bildet viser slaggrøve <i>S-8</i> sammen med den innstøpte delprøven <i>S-8.1</i> | XVII |
| C.21 | Bildene viser delprøve <i>S-8.1</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XVII |
| C.22 | Bildet viser slaggrøve <i>F-9</i> sammen med den innstøpte delprøven <i>F-9.1</i> | XVIII |
| C.23 | Bildene viser delprøve <i>F-9.1</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XVIII |

| | |
|--|--------|
| C.24 Bildet viser slaggrøve <i>S-10</i> sammen med den innstøpte delprøven <i>S-10.1</i> | XIX |
| C.25 Bildene viser delprøve <i>S-10.1</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XIX |
| C.26 Bildet viser slaggrøve <i>F-11</i> sammen med den innstøpte delprøven <i>F-11.1</i> | XX |
| C.27 Bildene viser delprøve <i>F-11.1</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XX |
| C.28 Bildet viser slaggrøve <i>S-12</i> samt delprøvene <i>S-12.1</i> og <i>S-12.2</i> , innstøpt i epoksy. | XXI |
| C.29 Bildene viser delprøve <i>S-12.1</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XXI |
| C.30 Bildene viser delprøve <i>S-12.2</i> . Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven. | XXII |
| C.31 Bildene viser prøve <i>S-13 (1)</i> , som består av to delprøver: <i>S-13.1 (1)</i> og <i>S-13.2 (1)</i> | XXIV |
| C.32 Bildene viser prøve <i>S-13 (2)</i> , som består av to delprøver: <i>S-13.1 (2)</i> og <i>S-13.2 (2)</i> | XXV |
| C.33 Bildene viser prøve <i>F-14</i> , som består av to delprøver: <i>F-14.1</i> og <i>F-14.2</i> | XXVI |
| C.34 Bildene viser prøve <i>S-15</i> , som består av to delprøver: <i>S-15.1</i> og <i>S-15.2</i> | XXVII |
| C.35 Bildene viser prøve <i>F-16</i> , som består av to delprøver: <i>F-16.1</i> og <i>F-16.2</i> | XXVIII |
| C.36 Bildene viser prøve <i>S-17</i> , som består av to delprøver: <i>S-17.1</i> og <i>S-17.2</i> | XXIX |
| C.37 Bildene viser prøve <i>F-18</i> , som består av to delprøver: <i>F-18.1</i> og <i>F-18.2</i> | XXX |
| C.38 Bildene viser prøve <i>S-19</i> , som består av to delprøver: <i>S-19.1</i> og <i>S-19.2</i> | XXXI |
| C.39 Bildene viser prøve <i>F-20</i> , som består av tre delprøver: <i>F-20.1</i> , <i>F-20.2</i> og <i>F-20.3</i> | XXXII |
| C.40 Bildene viser prøve <i>S-21</i> , som består av to delprøver: <i>s-21.1</i> og <i>S-21.2</i> . Analyse av delprøve <i>S-21.1</i> ble ikke utført, ettersom det manglet områder med slag. Det ble imidlertid identifisert betydelige mengder kondensat og SiO ₂ | XXXIII |
| C.41 Bildene viser prøve <i>F-22</i> , som består av tre delprøver: <i>F-22.1</i> , <i>F-22.2</i> og <i>F-22.3</i> | XXXIV |

| | | |
|------|--|---------|
| C.42 | Bildene viser prøve <i>S-23</i> , som består av to delprøver: <i>S-23.1</i> og <i>S-23.2</i> . | XXXV |
| C.43 | Bildene viser prøve <i>F-24</i> som hadde én delprøve, <i>F-24.1</i> . | XXXVI |
| C.44 | Bildene viser prøve <i>S-25</i> som består av én delprøve, <i>S-25.1</i> . Denne delprøven ble utelatt fra EPMA-analysene på grunn av store mengder Si-metall og SiO ₂ . Hvis en ser på hovedprøven, så er denne ca. 1 cm. Denne prøven ble derfor ikke knust når den skulle støpes inn i epoksy, og kan dermed antas at den ikke inneholder slagget, siden det ikke ble funnet i analysen. | XXXVII |
| C.45 | Bildene viser prøve <i>F-26</i> som bestod av to delprøver: <i>F-26.1</i> og <i>F-26.2</i> . Delprøve <i>F-26.1</i> inneholdt store mengder Si-metall, og ble derfor tatt to bilder av i de interessante områdene hvor slagget befant seg. | XXXVIII |
| E.1 | Områdeanalyse 300 av prøve nummer <i>S-10.1</i> , som bekrefter funn av karbon. | XL |
| E.2 | Analyser fra EDS for punktene 301 til 304 bekrefter forekomsten av ureagert karbonmateriale. | XLI |
| E.3 | EDS-analyse av prøve <i>F-9.1</i> a) viser område 268, b) viser område 270 og C) viser punkt 267. Alle analysene viser funn av Si-SiO ₂ (brunt-kondensat). | XLII |
| E.4 | EDS-analyse av prøve <i>FM-7.1</i> bekrefter funn av ureagert kvarts. a) viser område 152 og b) punkt 155. Begge analysene identifiserer tilstedeværelsen av SiO ₂ samt urenheter. | XLIII |
| E.5 | EDS-analyse av prøve <i>F-5.1</i> a) viser punkt 757, b) viser punkt 766 og C) viser punkt 771. Alle analysene viser funn av SiC. | XLIV |
| E.6 | EDS-analyser fra punkt 27-29 og punkt 33 som bekrefter funn av Ka på litt over én vektprosent i prøve <i>S-8.1</i> . | XLV |
| E.7 | Punkt 272 bekrefter funn av FeSi med høy Fe prosent i prøve <i>F-9.1</i> . | XLVI |
| E.8 | EDS-analyse av prøve <i>F-11.1</i> som bekrefter funn av FeSi. a) viser punkt 336, b) viser punkt 341 og C) viser punkt 351. Punkt 351 og 341 viser funn av FeSi, mens punkt 336 indikerer små mengder Mg. | XLVII |
| E.9 | EDS-analyse fra prøve <i>S-12.1</i> indikerte små funn av Na i to punkter i prøven. a) viser punkt 469 og b) vier punkt 470. | XLVIII |
| E.10 | EDS-analyse fra prøve <i>S-12.2</i> indikerte funn av betydelige mengder Fe og Ti i ett punkt som var i nærheten av noe som ble antatt til å være ureagert karbon. a) viser punkt 425 og b) 426. Punktene overlappet, men viser litt forskjellige resultater. | XLVIII |
| F.1 | Bildeanalysen av prøve <i>S-1.1</i> | XLIX |
| F.2 | Bildeanalysen av prøve <i>S-1.2</i> | XLIX |

| | | |
|------|--------------------------------------|------|
| F.3 | Bildeanalysen av prøve <i>F-2.1</i> | XLIX |
| F.4 | Bildeanalysen av prøve <i>F-2.2</i> | XLIX |
| F.5 | Bildeanalysen av prøve <i>S-3.1</i> | L |
| F.6 | Bildeanalysen av prøve <i>S-3.2</i> | L |
| F.7 | Bildeanalysen av prøve <i>B-4.1</i> | L |
| F.8 | Bildeanalysen av prøve <i>B-4.2</i> | L |
| F.9 | Bildeanalysen av prøve <i>F-5.1</i> | LI |
| F.10 | Bildeanalysen av prøve <i>F-5.2</i> | LI |
| F.11 | Bildeanalysen av prøve <i>F-6.1</i> | LI |
| F.12 | Bildeanalysen av prøve <i>FM-7.1</i> | LI |
| F.13 | Bildeanalysen av prøve <i>S-8.1</i> | LII |
| F.14 | Bildeanalysen av prøve <i>F-9.1</i> | LII |
| F.15 | Bildeanalysen av prøve <i>S-10.1</i> | LII |
| F.16 | Bildeanalysen av prøve <i>F-11.1</i> | LII |
| F.17 | Bildeanalysen av prøve <i>S-12.1</i> | LIII |
| F.18 | Bildeanalysen av prøve <i>S-12.2</i> | LIII |

Tabeller

| | | |
|------|--|----|
| 3.1 | Tabellen viser hvordan navnsetningsystemet er organisert. | 27 |
| 3.2 | Tabellen viser slipe- og poleringsprogrammet som ble benyttet på alle slaggrøvene | 29 |
| 4.1 | Bakgrunnsinformasjon om alle slaggrøvene som ble tatt under prøvetakingsperioden. Fra venstre: prøvens ID, datoen prøven ble tatt på, hvilket tappeshull som var i bruk, tappeanalyse til metallet, rapportert temperatur i øse og verktøyet som ble benyttet for å samle prøven. Verdiene markert med rødt indikerer unormalt lave tall, mens blått representerer høye verdier. | 35 |
| 4.2 | Resultater fra SEM-EDS analysene av slaggsamensetningene fra de første 18 prøvene som ble tatt. Fra prøve <i>S-1</i> til og med <i>S-12</i> . Det ble tatt flere punkt- og områdeanalyser av de mest representative slaggområdene av hver prøve. Resultatet består av et gjennomsnitt av flere generelle slaggsjoner innad i prøven. Likvidustemperaturene er lest fra fasediagrammet vist i <i>Figur 2.8</i> sammen med mineralfasene. Viskositetsverdiene er lest av fra <i>Figur 2.11</i> | 37 |
| 4.3 | Slaggsfasene fra prøve <i>S-13</i> til og med <i>F-26</i> , ble analysert i EPMA ved bruk av WDS-detektorer. Resultatene presenteres som gjennomsnittsverdier fra tre målepunkter i homogene områder av slagget. Verdiene er uttrykt i vekt%. | 41 |
| 4.4 | Beregninger fra EPMA-analysen som viser forholdstallet mellom CaO og Al ₂ O ₃ i prøvene, den tilhørende likvidustemperaturen og mineralfasen til sammensetningen, og tilslutt vises tappinger mellom prøvene fra første prøvetaking. Viskositetsverdiene er lest av fra <i>Figur 2.11</i> | 42 |
| 4.5 | EDS-punkt/område verdiene i vekt% til prøve <i>S-8.1</i> | 60 |
| 4.6 | EDS-punktverdien i vekt% til prøve <i>F-9.1</i> | 61 |
| 4.7 | EDS-punktverdiene i vekt% til prøve <i>F-11.1</i> | 62 |
| 4.8 | EDS-punktverdiene i vekt% til prøve <i>S-12.1</i> | 63 |
| 4.9 | EDS-punktverdiene i vekt% til prøve <i>S-12.2</i> | 63 |
| 4.10 | Resultatene av bildeanalysene. Her vist med fargene og prosentandelen av hver fase. Fargene er sortert etter synkende rekkefølge fra øverst til nederst og hvis en fase hadde flere farger så ble det også sortert etter stigende rekkefølge til venstre. Alle fargene er den samme HEX-kodefargen som kom fra analysen. | 65 |

| | | |
|-----|--|----|
| A.1 | Sammenligningen av Kamfjord og Myrhaugs studier om massebalansen i silisiumovnen gir innsikt i hva en kan forvente av spormateriale i slagg/metall-fase. Kamfjord samlet data fra en Si-ovn over 2 dager (2012), mens Myrhaug samlet data fra en FeSi-ovn (2003). Tabellen er fra [43] | I |
| C.1 | Bakgrunnsinformasjon om alle slaggprøvene som ble tatt under prøveperioden. | IV |

Nomenklatur

| Bokstav | Betydning |
|----------------|--|
| (g), (l), (s) | Aggregattilstanden til reaktanter eller produkter (gas), (liquid), (solid) |
| X | Oppløst stoff |
| G | Gibbs energi [J/mol] |
| H | Entalpi [J/mol] |
| T | Absolutt temperatur [K] |
| S | Entropi [J/(mol·K)] |
| η | Viskositet [Pa·s] |
| η_0 | Frekvensfaktor eller pre-eksponentiell faktor [Pa·s] |
| E_η | Aktiveringsenergi [J/mol] |
| R | Universal gasskonstant (8,31446... [J/(mol·K)]) |
| η_e | Effektive viskositeten [Pa·s] |
| Φ | Volumfraksjon av faste partikler [-] |
| ρ | Tetthet [g/cm ³] |
| $\sum X$ | Summen av X_n |
| x_i | Molfraksjon av komponent i [-] |
| M | Molarmasse [g/mol] |
| V_m | Molar volum [cm ³ /mol] |
| P_i | Partialtrykk [bar] |
| μm | Mikrometer, måleenhet for partikkelstørrelse |
| MW | Mega watt, energinotasjon/størrelse |
| N | Newton, måleenhet for kraft |

| Forkortelse | Norsk betydning | Engelsk betydning |
|--------------------|--|---|
| SAF | Lysbueovn | (submerged arc furnace) |
| MG-Si | Metallurgisk silisium | (metallurgical grade silicon) |
| SoG-Si | Solcellesilisium | (Solar Grade Silicon) |
| EG-Si | Elektrisk silisium | (Electronic-grade silicon) |
| SEM | Skanningselektronmikroskop | (scanning electron microscope) |
| EDS | Energidispersiv røntgenspektroskopi | (energy dispersive X-ray spectroscopy) |
| SE | Sekundær elektroner | (secondary electrons) |
| EPMA | Elektronprobe mikroanalyse | (electron micro probe analyzer) |
| WDS | Bølgelengdedispersiv røntgenspektrometer | (wavelength dispersive spectroscopy) |
| ZAF-korreksjon | Atomnummer røntgenabsorpsjon sekundær fluorescens -korreksjon | (Atomic number X-ray absorption secondary fluorescence) |
| AMCA | | (Automated Metal Cleanliness Analyzer) |
| TIFF | | (Tag Image File Format) |
| XRD | Røntgendiffraksjon | (X-ray diffraction) |
| ICP-MS | Induktivt koblet plasmamasse- spektrometri | (Inductively coupled plasma mass spectrometry) |

Kapittel 1

1 Innledning

Silisium er det nest vanligste elementet i jordskorpen, og det anslås å utgjøre omtrent 27,7 vektprosent av jordskorpen. Det klassifiseres som et halvmetall på grunn av sine begrensede ledningsevner for strøm, samt hvordan det reagerer med ikke-metalliske elementer. På grunn av de elektriske egenskaper spiller silisium en viktig rolle som halvleder, og er derfor viktig i elektronikkindustrien. I tillegg til halvleder, brukes silisium som legeringselement i andre metaller og som råmateriale i produksjon av silikon [1]. Silisium kan grovt sett deles inn i tre hovedkategorier: metallurgisk-silisium (MG-Si), solcelle-silisium (SoG-Si) og elektrisk-silisium (EG-Si). Denne rapporten fokuserer på tappeslagget fra metallurgisk silisium, altså slagget fra primærproduksjonen.

Målet med denne oppgaven er å utvide kunnskapen om tappeslagg fra primærproduksjonen av metallurgisk silisium. Problemstillingene denne oppgaven skal ta for seg er:

- Hva er den kjemiske sammensetningen og variasjonen av industrielt tappeslagg fra silisiumsproduksjon over en tidsperiode?
- Er det forskjell på analysene av prøvene tatt direkte fra ovnen i flytende fase og størknet slaggtatt fra enden av tapperennen?

For å svare på disse problemstillingene blir det tatt i bruk flere ulike analysemetoder. Metodene som blir benyttet er skanningelektronmikroskop (SEM) med energidispersiv spektroskopi (EDS), elektronprobe mikroanalyse (EPMA) med bølglengdedispersiv røntgenspektroskopi (WDS) og bildeanalyse med bruk av EDS data. Bildeanalysen utført i denne studien har ikke tidligere vært anvendt på silisiumslaggt. Derfor inkluderer oppgaven også en vurdering av metodens anvendelse for å analysere variasjoner i silisiumslaggt.

Bakgrunn for oppgave

Opgaven var tilknyttet forskningsprosjektet “Recursive” som ble finansiert av Norges forskningsråd. “Recursive” var et samarbeidsprosjekt mellom norsk industri innenfor silisium og ferrosilisium produksjon. Samarbeidspartnerne var NTNU og SINTEF for forskning, sammen med bedriftene Elkem, Wacker og Finnfjord. Opgaven kommer fra et ønske om å forbedre kontrollen på prosessene for produksjon for silisium og ferrosilisium. Hovedmålet var å redusere energiforbruket og CO₂-utslippet ved å forbedre kunnskapen om materialene og prosessene som inngår i produksjonsprosessen. I denne oppgaven er aktørene NTNU og Elkem involvert.

Kapittel 2

2 Teori

2.1 Silisium produksjon

Dette kapitlet skal gi bakgrunnsteori som er relevant for prosjektet. Dette inkluderer generelt om silisiumproduksjonen, slagget fra prosessen og tidligere relevant arbeid.

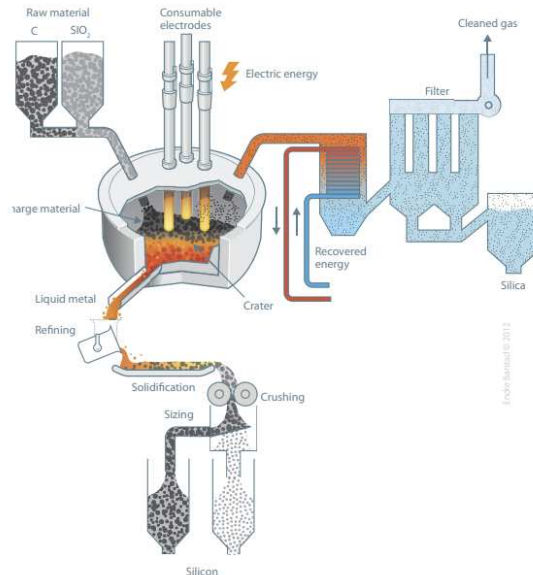
2.1.1 Generelt om prosessen

Metallurgisk silisium fremstilles gjennom en karbotermisk reduksjon av kvarts, ved hjelp av elektroder som leverer energi. Lysbuen som genereres er så varm at det oppnår en estimert temperatur på over 2000°C [2]. Nettoreaksjonen til prosessen er vist i *Likning 2.1*, hvor kvarts (SiO_2) reduseres med karbon (C) og danner silisium (Si) og karbonmonoksid (CO).



Råvarene som anvendes i prosessen omfatter karbon i ulike former som kull, koks, trekull og treffis. Samt kvarts og en mindre mengde fluks [3]. En mer detaljert beskrivelse av råvarene gis i *Kapittel 2.2*.

Reaksjonene skjer i en elektrisk lysbueovn (SAF). De vanligste ovnene er tre-faset med vekselstrøm. Ovnene har vanligvis en diameter mellom 5 til 11 meter med en høyde fra 3 til 5 meter, og kan variere med kapasitet på mindre enn 10 MW for små ovner, til over 40 MW for store ovner [2]. Reaksjonene som finner sted i ovnen blir forklart mer utdypende i *Kapittel 2.3*. Det flytende metallet tappes ut gjennom “tappehullene” i bunnen av ovnen. Deretter raffineres det i ildfaste øser før det til slutt støpes ut. Avgassen fra prosessen ledes gjennom filtre for å filtrere ut silikastøv (SiO_2). Silikastøvet blir solgt som et biprodukt av prosessen [2]. I tillegg genererer noen verk elektrisitet fra den varme avgassen via en dampkjele og turbin. Forløpet til en typisk silisiumprosess er illustrert i *Figur 2.1*.



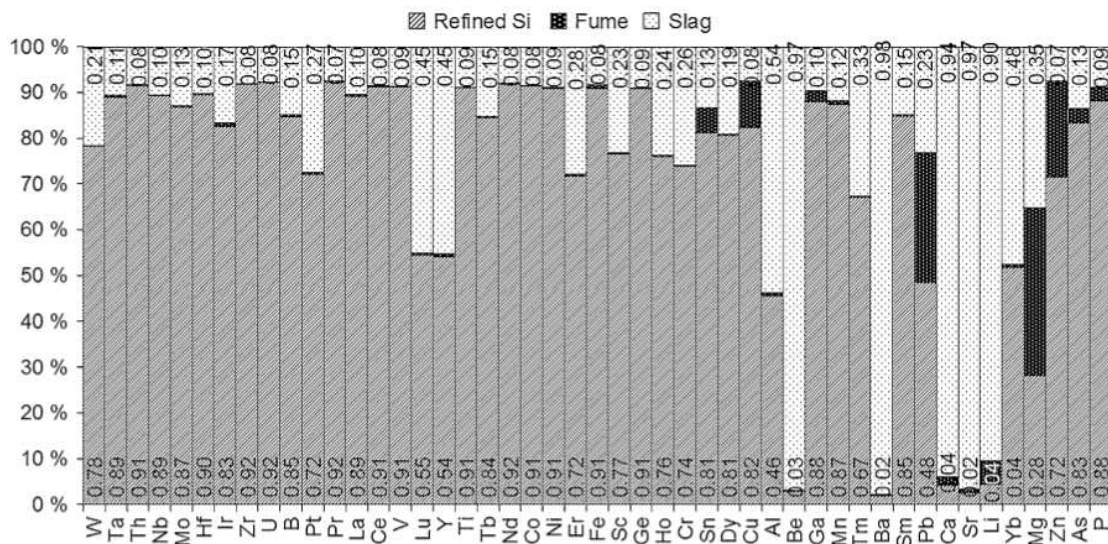
Figur 2.1: Flytskjema av en typisk silisiumprosess [2] [3].

2.2 Råvarer og urenheter

Selv om silisiumprosessen tidligere ofte blir beskrevet som en “slaggfri prosess”, viser erfaringer at dette ikke stemmer. Urenheter fra råmaterialer, flukser og elektroder bidrar til dannelsen av slagg. Dette skyldes ufullstendig reduksjoner i ovnen. Valget av råmaterialer spiller derfor en avgjørende rolle for kvaliteten på sluttproduktet [2].

Underkapitlene vil gå i dybden på de forskjellige materialene som inngår i produksjon av MG-Si og belyse kildene til urenheter. Myrhaug (2003) og Kamfjord (2012) gjennomførte studier som undersøkte massebalansen i prosessen. En oppsummering av Myrhaug og Kamfjord sine funn er presentert i *Vedlegg A, Tabell A.1*. Tabellen gir innsikt i fordelingen av ulike komponenter, og viser hva som typisk forventes å ende opp i metall-/slaggfase, silikastøvet og avgassen. De mest betydningsfulle urenheter for slagg annet en oksidene til Si, Ca og Al, er jern (Fe) magnesium (Mg), kalium (K) og natrium (Na) [4].

Næss (2014) gjorde et videre studie på distribuering av grunnstoffer mellom metall, avgass og slagg under øse raffinering. Resultatet er illustrert i *Figur 2.2*. Deler av slagget stammer fra det raffinerte metallet i øsa etter at utgravingen er fullført. Dette gir en bedre oversikt over fordelingen av grunnstoffene. Fra denne undersøkelsen ble det funnet at grunnstoffene som Ca, Al, litium (Li), beryllium (Be), barium (Ba), strontium (Sr) og ytterbium (Yb), er vanlig å finne i slagget etter raffinering av Si-metallet [5].



Figur 2.2: Grunnstoffdistribuering mellom det ferdig raffinerte Si-metallet, slagget og avgassen. Verdiene er oppgitt i vekt% [6].

2.2.1 Kvarts

I produksjonen av silisium anvendes både kvarts og kvartsitt som kilder til SiO_2 . Vanligvis foretrekkes kvarts over kvartsitt på grunn av et høyere renhetsnivå [2]. Ved valg av SiO_2 -kilde er det essensielt å ta hensyn til flere faktorer, ikke bare renheten, men også kornstørrelse og mekanisk styrke. Kvartsens termiske egenskaper spiller en avgjørende rolle, ettersom de påvirker strømmen av gass gjennom råmateriale under produksjonsprosessen. Kvarts mykner og blir klebrig og svært viskøst før den når smeltepunktet, noe som påvirker ovns permeabilitet [7]. I tillegg er størrelsen til kvartsen en viktig parameter for permeabiliteten. Lav mekanisk styrke gir finkornede materialer, noe som tetter materialmiksen og skaper problemer for reduksjonsprosessene [2].

Industriell kvarts inneholder som regel oksidene til Al, Fe, Ca, Na, K, fosfor (P), mangan (Mn), nikkel (Ni) og Mg som de vanligste forurensingene [8]. Disse grunnstoffene regnes som vanlige sporstoffer i kvarts, med konsentrasjoner på opptil 0,5 [7]. Andre stoffer som kan forekomme er titan (Ti) og bor (B). Graden av forurensning varierer med konsentrasjon av silisiumdioksid [8]. Smeltepunkts-temperaturen til ren kvarts er 1713°C [9]. Det faktiske smeltepunktet varierer imidlertid avhengig av mengden urenheter i kvartsen [8]. Et lavere smeltepunkt for kvarts fører også til økt mengde slagg. Dette skyldes en kjemisk ubalanse i ovnen [2].

2.2.2 Karbon

Det finnes flere forskjellige typer karbonkilder, men grovt sett kan de deles inn i to grupper: fossilt karbon (kull, koks, metallurgisk-koks og petroleum-koks) og biokarbon (treffis og trekull). Valg av mengde karbon og karbontype varierer med forskjellige parametere som karbonbalanse, silisiummonoksid (SiO) reaktivitet, elektrisk motstand, porøsitet, mekanisk- og termisk-robusthet, overflatearealets størrelse og mengden av forurensing. De vanligste forurensingene i karbon-holdige materialer er: Si, Al, Ca, Ti, Fe, B og svovel (S) [2] [10].

Valget av karbonmaterialer i materialmiksen er essensielt, både for prosesskontroll og for reduksjon av miljøutslipp. For eksempel, ved en blåsete ovn der en produserer store mengder silikastøv, kan bruken av koks reduseres til fordel for treffis for å øke permeabiliteten i ovnen [11]. Når det gjelder miljøhensyn, kan erstatning av koks med et mer miljøvennlig karbonmateriale, slik som biokarbon, bidra til å redusere utslippene av fossilt CO₂. Størrelsen på karbonmaterialene varierer fra 1 mm og til 30 mm. Små partikler er lette og kan derfor ende opp i avgassen, noe som forstyrrer karbonbalansen i ovnen ved å skape et underskudd. Dette er uønsket i produksjonsprosessen, da det fører til vanskeligheter i drift av elektrodene og avvik i reaksjonsbalansen [2].

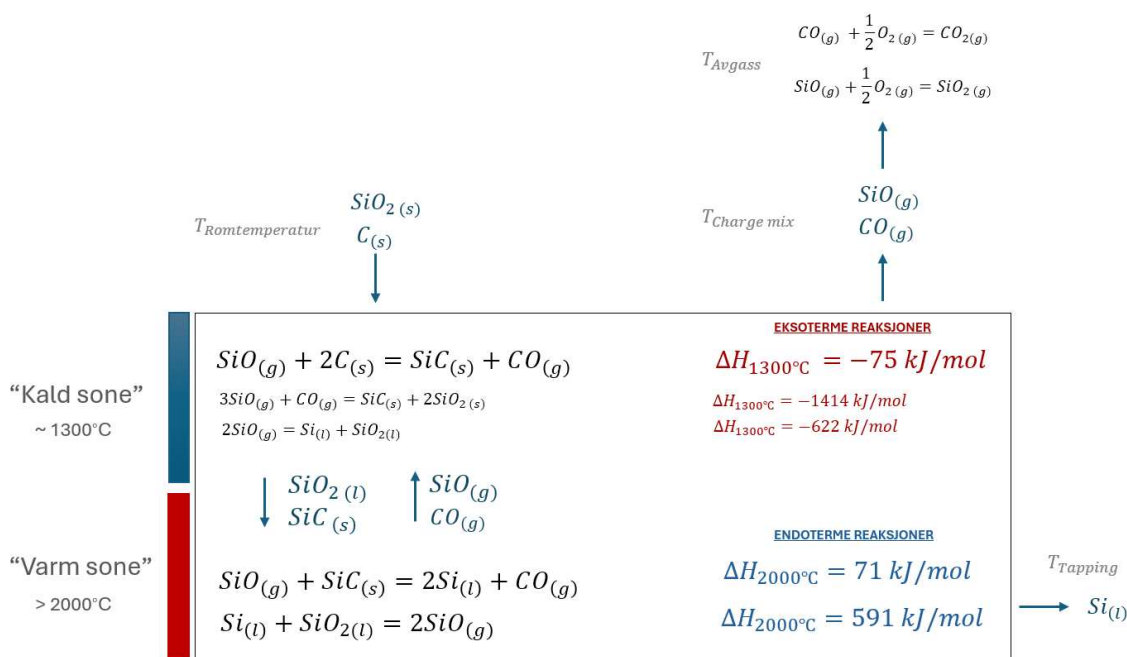
2.2.3 Fluks

Kalsiumoksid (CaO) i form av kalkstein (CaCO₃) er en vanlig fluks som brukes i silisiumprosessen. Tilsetting av disse basiske materialene forbedrer slaggets kjemiske sammensetning, viskositet og senker smeltepunktet. Dette bidrar til effektiv drift av ovnen og øker utbyttet av silisium, og senker dermed sjansen for akkumulering ved at slagget blir mindre viskøst og flyter lettere ut ved tapping [2] [11].

2.3 Reaksjoner inne i ovnen

2.3.1 Temperatursoner i ovnen

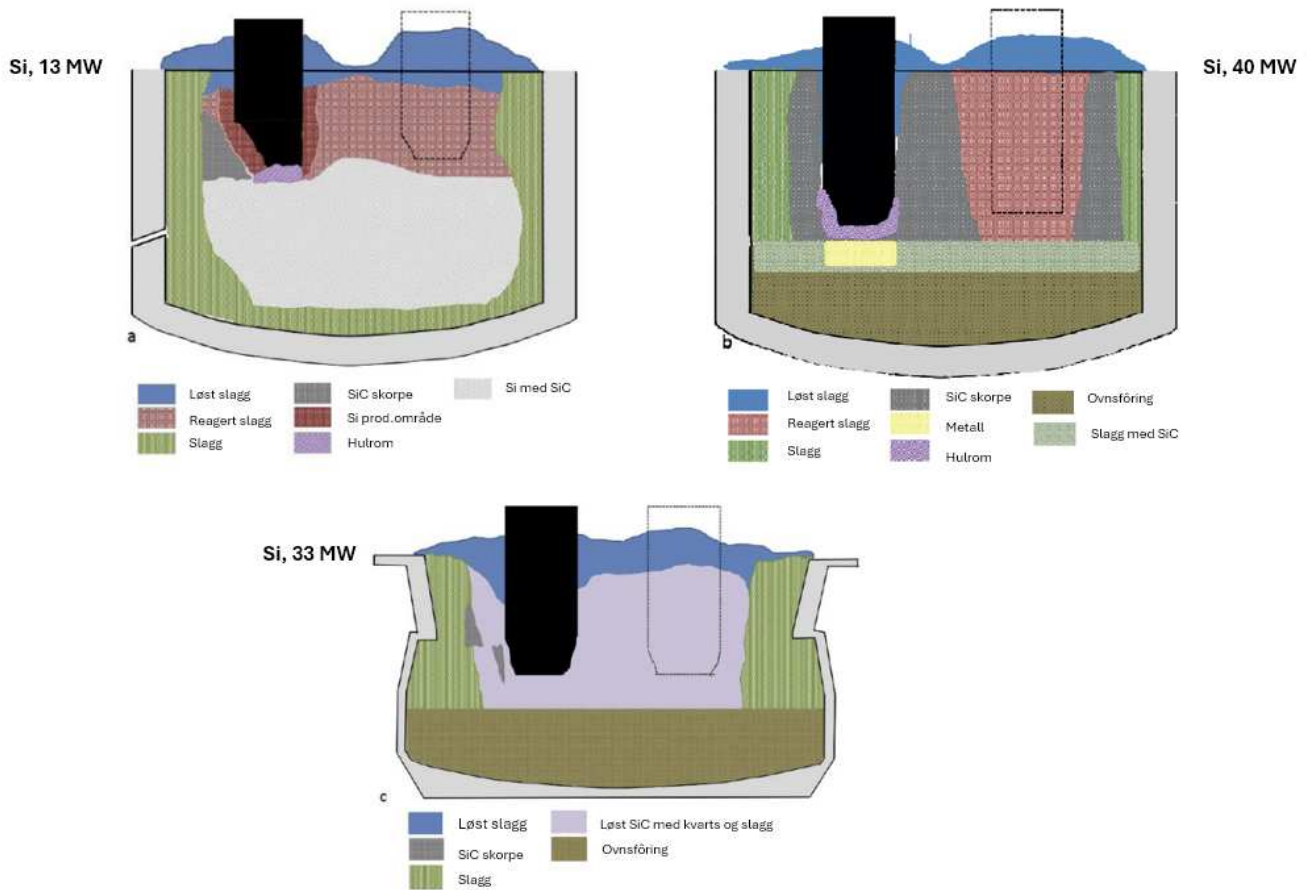
Gjennom utgravinger har det vært mulig å estimere hvor reaksjonene finner sted inne i ovnen. Dette ble gjort ved å se på hvilken tilstand materialene har i forskjellige områder. Råvaremiksen blir introdusert ved ovnstoppen og er nær romtemperatur før det raskt varmes opp ved kontakt med ovnens overflate. Generelt kan ovnen inndeles i to temperatursoner, som illustrert i *Figur 2.3*. Det lavere temperaturområdet, lokalisert ved ovnens øvre del, varierer fra 1300°C til 1900°C. Hvis en ser på reaksjonene som skjer i dette området, er hovedreaksjonene eksoterme og skaper dermed varme. Det høyeste temperaturområdet, som er selve reaksjonsområdet, befinner seg nær elektrodespissene og kan oppnå temperaturer på rundt 2000°C [2] [12]. Det er i dette området reduksjonen skjer, og hovedreaksjonene her er endoterme. I realiteten finnes det ikke én fast temperaturzone, men heller en gradvis økning i temperatur nedover i ovnen [13].



Figur 2.3: Overblikk over prosessen som viser kald- og varm-sonene i ovnen med de tilhørende reaksjonene. Entalpi-verdiene indikerer at reaksjonene er eksoterme i den kalde sonen, mens de er endoterme i den varme sonen. Verdiene er hentet fra *HSC Chemistry 9* [14]

2.3.2 Tidligere utgravinger

Tidligere utgravninger av ovner har gitt innsikt om hvor de forskjellige reaksjonene skjer i ovnen, både kjemisk og fysisk. Dette gir verdifull informasjon om hvordan materialene transformeres på ulike stadier av produksjonsprosessen, og hjelper til med å forstå hvordan ovnens design og driftsparametere påvirker disse prosessene. Ved å identifisere de spesifikke områdene der ulike reaksjoner finner sted, er det mulig å optimalisere ovnens effektivitet og produktkvalitet. *Figur 2.4* illustrer utgravinger fra tre forskjellige ovner [15]. Utgravingene viser tydelige variasjoner mellom ovnene, som er avhengig av materialenes sammensetning og de anvendte ovnparametrene under prosessen.



Figur 2.4: Resultatet av utgravinger fra tre forskjellige ovner: a) Wacker, ovn 1 b) Elkem Thamshavn c) Wacker, ovn 4. Utgravningene gir bilde på hvor i ovnen en kan forvente å finne de forskjellige reaksjonszonene i prosessen [16]

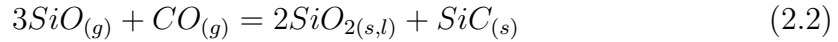
Som en kan se på *Figur 2.4* har slagget en tendens til å akkumulere i de inaktive sonene av ovnen. Med dette menes kantene hvor det ikke er høye nok temperaturer til å smelte ut slagget. Dette gjelder veggene av ovnen, og av og til helt opp til ovnstoppene, og noen ganger dannes det et tykt lag med slag i bunnen av ovnen hvor metallet må strømme igjennom for å komme til tappehullet [17].

2.3.3 Kondensater

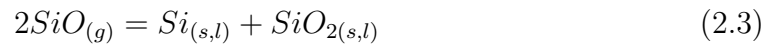
Et tverrsnitt av en seksjon i ovnen er illustrert i *Figur 2.5*. Her observeres en elektrode og områdene hvor en kan forvente de forskjellige reaksjonene i ovnen. Det hvite området rundt elektroden representerer et hulrom. Hulrommet dannes på grunn av en brodannelse forårsaket av kondensater, som hindrer masse-gjennomtrenging nedover i ovnen. Primært observeres to varianter av kondensater: brun- og hvitt kondensat [17]. Kondensatene fungerer som et lim mellom massene, og kan derfor skape problemer for prosessen ved opphopning og ujevn materialflyt. Reaksjonsmekanismen skiller silisiumprosessen fra andre metallurgiske prosesser.

Hvitt kondensat, dannet via *Likning 2.2*, finnes typisk i øvre deler av ovnen. Hvitt kondensat er i hovedsak en blanding av SiO_2 og silisiumkarbid (SiC). Broggi [18] utførte studier på kondensater fra silisiumprosessen i en "lukket grafittrør".

Forsøket viste at fargen på kondensatet avhenger av sammensetningen, mens temperaturen styrer hvilke kondensater som dannes og hvilken fargenyanse kondensatet har. I temperaturområdet 900–1500°C vises kondensatet med en blålig farge. Når temperaturen øker til mellom 1275–1800°C, kan kondensatet ha en grålig farge. Samtidig kan kondensatet mellom 910–1800°C også fremstå som hvitt. Hvitt kondensat ble dannet ved et partialtrykk (p_{SiO}) mellom 0,53-0,99, under forsøket som ble gjennomført i et pilotanlegg [18].

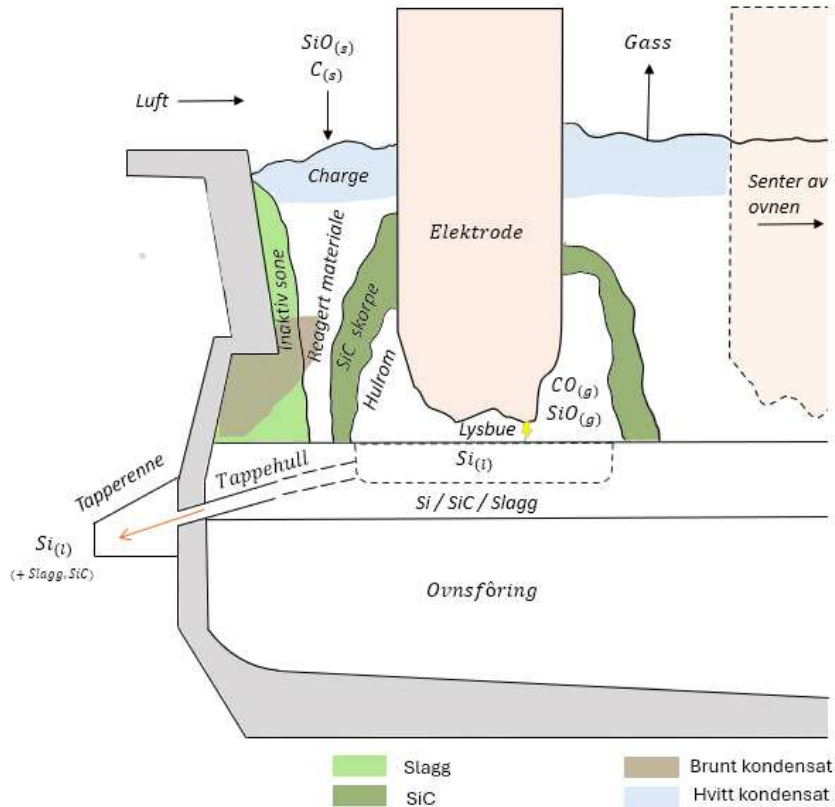


Brunt-kondensat, beskrevet i *Likning 2.3*, utmerker seg med sin brunlige farge. Brunt-kondensat inneholder Si-sfærer innkapslet i en SiO₂-matriks. Kondensatet ble dannet ved en temperatur mellom 1400-1810°C og p_{SiO} mellom 0,58-0,99. Fargen kan fremstå som mørkere dersom det er dannet ved høyere temperaturer. Dette er på grunn av at Si-sfærene er større. [18]. Ved langvarig oppvarming av brunt-kondensat, vil Si-metall etterhvert smelte ut av kondensatet, og det resulterer i et porøst grått lag av porøs silika.



Det er essensielt å forstå at resultater på pilotskala kan avvike betydelig fra industrielle forhold. For eksempel, en industriell Si-ovn kan ikke oppnå like høye SiO-partielltrykk som observert i pilotskalen. Dette skyldes at gassammensetningen ikke kan styres like enkelt i en industriell ovn som i pilotskala. I en industriell prosess vil SiO-trykket være opp mot 0,5 bar i krateronen, og synker etterhvert som gassen stiger opp i råvarene og her reagere med SiC, C eller kondenserer. I en industriovn skjer kondenseringen langsommere, med et SiO-trykk på omtrent $p_{SiO} = 0,05-0,10$ [18].

Alle kondensattypene er med på å senke permeabiliteten i ovnen. Spesielt hvitt kondensat, som en kan finne i øvre deler av ovnen. Dannelsen av dette kondensatet, ofte kalt stake-skorpe, kan forhindre at reaktive materialer når ned i krateret. En overflod av denne skorpen bidrar til økt trykk inne i ovnen. Dette utgjør en utfordring for tappeoperasjoner, ettersom økt trykk gir mer tappegass. Utgravingene har vist at ved tetting av ovnen dannes det kanaler for gassgjennomstrømning, noe som fører til tap av Si-utbytte. En har også sett at brunt kondensat har en tendens til å akkumulere seg rundt tappehullene og i de inaktive sonene. For kondensat som faller ned i krateronen blir det antatt at Si smelter ut og SiO₂ reagerer som normalt [15] [17].

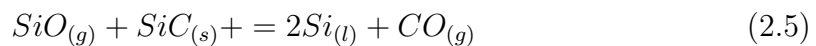
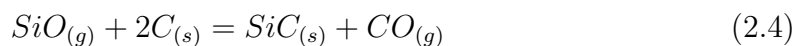


Figur 2.5: Illustrasjonen viser et tverrsnitt av en silisiumovn, hvor det er gjennomført estimater på lokaliseringen av slagg, SiC og kondensater. Disse estimatene er basert på tidligere utgravninger fra flere norske silisium- og ferrosiliciumovner. Det må understrekes at dette er et generalisert sammendrag og at variasjoner kan forekomme ettersom ikke alle ovner er identiske [2] [19] [20] [21].

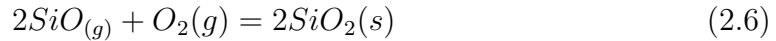
2.3.4 Si-C-O-systemet

Det er mange delreaksjoner som inngår i ovnen. Dette delkapittelet vil hovedsakelig konsentrere seg om de primære reaksjonene som finner sted i de forskjellige temperatursonene i ovnen.

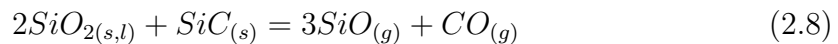
Råmaterialene tilsettes i ovnen, hvor de reagerer med prosessgassene SiO med CO, som dannes nær ovnens krater. I henhold til *Likning 2.4*, reagerer SiO-gassen og C og danner SiC samt CO. Denne reaksjonen er muliggjort på grunn av karbonmaterialets porøsitet, som tillater SiO-gassen å diffundere inn i materialet. Dette fører til dannelsen av et porøst SiC-lag som dekker karbonmaterialet. Ettersom SiC-laget vokser, avtar diffusjonshastigheten. Dette resulterer i dannelsen av en SiC-skorpe i kraterområdet. SiO-gassen vil etterhvert reagere med SiC og danne Si-metall og CO-gass. Dette er vist i *Likning 2.5* [2].



Deler av overskuddet av SiO kondenseres til hvitt- og brunt-kondensat, som forklart tidligere kapittel, og vist i *Likning 2.2 og 2.3*. Dette er eksoterme reaksjoner, som øker varmen i den kalde sonen av ovnen. Den resterende SiO-gassen vil forbrenne i ovnstoppen til silikastøv, vist i *Likning 2.6* [2].

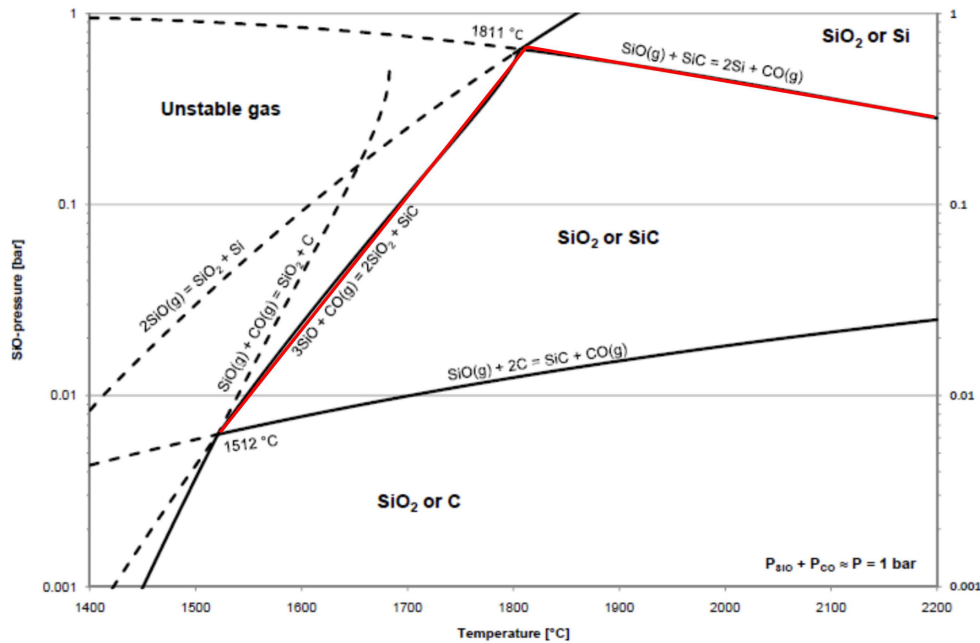


I høytemperatursonen av ovnen, genereres det varme gjennom en elektrisk lysbue fra elektrodene, en prosess som er avgjørende for å drive de svært endoterme reaksjonene. Dette er illustrert i *Figur 2.3 og 2.5*. Dannelsen av SiO-gass skjer gjennom reaksjoner mellom enten SiO₂ og SiC, eller SiO₂ og Si, som er beskrevet i *Likning 2.7 og Likning 2.8*. Den endelige og avgjørende reaksjonen i denne prosessen er vist i *Likning 2.5*, hvor Si-metall dannes fra en reaksjon mellom SiC og SiO-gass. Dette antas å være hovedreaksjonene i krateren [2].



I ettertid har det kommet frem at reaksjonen av brunt-kondensat, som beskrevet i *Likning 2.3*, er viktigere enn tidligere antatt [13]. Det anslås at opp til 10% av det totalt produserte silisium kommer fra brunt-kondensat, som skiller seg ut ved høye temperaturer (1500 - 1800°C) [22]. Etterfulgt av at lysbuene treffer SiC-skorpen og danner SiO-gass og Si-metall, dette skjer i kantene av krateret ved ca. 1800°C [13]. Hovedreaksjonene i ovnen er oppsummert i *Figur 2.3*, hvor de kalde og varme sonene er illustrert sammen med deres respektive reaksjoner.

Figur 2.6 illustrerer de grunnleggende reaksjonene ved hjelp av en graf som representerer likevektstrykket for SiO-gass i forhold til temperaturen. Denne figuren indikerer at minimumstemperaturen for silisiumproduksjon er 1811°C, forutsatt at aktiviteten til silisium er lik én. Dette betyr at hvis en øker temperaturen, kan en produsere silisium, ved et lavere SiO-trykk. Det er vanligvis uønsket for reaksjonen å gå i motsatt retning, der produksjon av silikastøv forekommer istedenfor Si-utbytte. Derfor er temperaturen kritisk for å dannelsen av Si-metall. Dersom temperaturen er under, kan dannelsen av slagg og SiO-gass forekomme istedenfor [2].



Figur 2.6: Grafen viser likevektstrykket for SiO og forklarer hvilke reaksjoner som kan forventes basert på ulike kombinasjoner av temperatur og trykk. [23]. De røde linjene indikerer likevektstrykket til SiO i en industriell oven under forutsetning av kjemisk likevekt.

2.3.5 Akkumulering

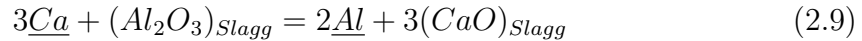
Akkumulering refererer til den uønskede oppsamlingen av materialer i ovnen, slik som slagg, SiC og Si-metall. Dette fenomenet kan spores tilbake til tre primære årsaker [2]:

- Ufullstendige reaksjoner som danner slagg.
- Overproduksjon av SiC, som gir en blanding av SiC og Si i bunnen av ovnen.
- Sintret materialmiks i øvre del av ovnen som senker permeabilitet, og dermed øker trykket, og forhindrer råvarer å komme ned i reaksjonsområdet.

Å kontrollere mengden materialer i ovnen er avgjørende for å sikre effektiv produksjon. Gitt de høye temperaturene, den kompakte materialmassen og det aggressive kjemiske miljøet, er direkte visuell inspeksjon av ovnens indre både utfordrende og nesten umulig. Det har tidligere blitt gjort forsøk med “pinhole”-metoder for å observere innsiden av ovnen, men metoden per nå har ikke gitt en helhetlig oversikt over prosessen [2]. Derfor er en avhengig av styringssystemer og programvarer for å overvåke prosessen, samt informasjon fra tidligere utgravinger nevnt i *Kapittel 2.3.2*. Inngående kjennskap til slagg og dets oppførsel i ovnen er essensielt for å forhindre akkumulering av ovnen.

Slagg, som vanligvis har høyere viskositet enn metallet, kan forhindre effektiv drenering av metallet. Ved akkumulering av metall kan det skje uønskede tilbakereaksjoner av *Likning 2.3*. Når det akkumuleres sammen med SiC, begrenser det reaksjonsområdene i prosessen og virker som et isolerende lag rundt elektrodene. Overflødig slagg gjør det vanskelig å oppnå ønsket lysbue, noe som

fører til lavere temperaturer og redusert silisiumutbytte. Derfor er det ikke ønskelig med store mengder slagg i ovnen og det må derfor dreneres ut. Slagg som inneholder mye aluminium, er spesielt viskøst og har en tendens til å bygge seg opp og gjøre det vanskeligere å drenere, med mindre det reagerer med kalsium for å redusere viskositeten, som beskrevet i *Likning 2.9* [2].



Oterkjær foreslo en masseratio mellom Ca- og Al-oksider for ferrosilisiumproduksjon, for å unngå akkumulering. Dette er vist i *Likning 2.10* [24]. Slagg som er over denne verdien dreneres nærmest av seg selv ut av ovnen, og er derfor ønskelig [2] [13]. Dette forholdet gjelder også for silisiumproduksjon.

$$\left(\frac{\%CaO}{\%Al_2O_3} \right) > 0.6 \quad (2.10)$$

Fra tidligere utgravinger har de funnet en del akkumulering av SiC i bunnen av ovnen. Dette kan skyldes ubalanse i de kjemiske reaksjonene. Typisk for akkumulering av SiC, er ovner som kjører for høy karbonbalanse, også kalt overkoksing. Ved gjenopprettet balanse vil SiC kunne reagere som vanlig igjen, men det skjer bare i nærheten av elektroden. For mye SiC i bunnen av ovnen, vil forhindre reduksjonsprosessen av kvarts [2].

2.4 Tapping av silisium

Drenering av ovnen er essensielt for å kontrollere prosessen. Operatørene, også kalt tappere, har ansvaret for å drenere ovnen for metall. Ansvarsområdet for tappere er primært tappingen og støpingen av metallet. Tappeprosessen kan være kontinuerlig eller diskontinuerlig. Ved kontinuerlig tapping tappes det metall til tappehullsbytte, mens ved diskontinuerlig blir tappehullet tettet mellom tappingene. Tapperne benytter ulike verktøy for å holde tappekanalen åpen, da en blokkert kanal kan føre til opphopning av materiale, noe som kan forstyrre balansen i ovnen og potensielt reversere de kjemiske reaksjonene som foregår [2].

Tidligere studier har vist at tappestrømhastighet påvirkes betydelig av kratertrykket inne i ovnen. Dreneringsmekanismen fungerer i samspill med høyden på det lokale metallbadet og trykkfallet ved tappehullet i forhold til krateret. Det høye kratertrykket fører til at slagget og Si-metallet presses mot ovnens sider og dreneres ut via tappehullet [11]. Det som ikke dreneres presses seg mot kantene og oppover, og skaper en “inaktiv sone” i prosessen, som illustrert i Figur 2.5 [17]. Normalt sett vil prosessgassen stige opp i ovnen, men dersom det er lav permeabilitet i materialmiksen, vil trykket i krateret øke. Dette skaper et potensial for at prosessgasser kan unnsnippe gjennom tappehullet [11]. Trykket i krateret kan lettes ved at brodannelse i materialmiksen kollapser, enten spontant, kalt en “raus”, eller gjennom aktiv inngrep som staking av ovnen.

Stakeprosessen er en manuell jobb som gjennomføres av en operatør. Formålet er å flytte materialer i ovnen dit det er behov. Det er mest aktivitet rundt elektrodene og i indre deler av ovnen, i forhold til de ytre-sonene. Selv om de fleste ovnene har automatisk-mating av råvarer, er det fortsatt behov for manuell staking for å ha kontroll på prosessen, både for sjekk av vannlekkasjer og for fordeling av råvarer. En ovnstopp der store mengder av prosessgassen slipper ut er uønsket da effektiviteten senkes [2].

2.4.1 Hindringer i tappeprosessen

Det er to hovedproblemer som hindrer drenering av ovnen: store mengder prosessgass som slipper ut igjennom tappehullet som hindrer metallet å strømme ut og tetning eller blokkering inne i tappekanalen.

Høyt kratertrykk er også en vesentlig faktor som kan bidra til store mengder tappegass. Høyt kratertrykk påvirkes av tre hovedparametere: ovnens elektriske last, råmaterial permeabilitet og stakeprosessen [11]. Ved økt produksjon av gass i nedre del av ovnen og i områder med lav permeabilitet, øker trykket i ovnen.

Store mengder prosessgass er problematisk da det kan hindre effektiv drenering av ovnen, og også utgjøre en risiko for både operatører og utstyr på grunn av gassens høye temperatur. Videre fører tap av prosessgass til kjemisk ubalanse i ovnen, noe som reduserer silisiumutbyttet [2].

Det er flere årsaker til at det kan oppstå store mengder tappegass under tappingen. En mulig grunn er feilplassering av tappekanalen. Ovnene er som regel roterbare, slik at det byttes på hvilket tappeportal som benyttes. Dette er for å spare tappeportalene for slitasje fra varme og mekanisk påkjenning. Sentralt i denne prosessen er operatørene. Operatørene borrar igjennom tappeportalen slik at de havner i bunnen av ovnen. Borrer en langt nok opp, kan en unngå metallbadet og heller få store mengder prosessgass. Videre kan bruk av oksygenlanse over tid føre til dannelse av kanaler som tillater gassen å unnslippe gjennom tappehullet i stedet for metallet, og dermed gir kratergassen fri passasje ut tappehullet [2].

Den andre faktoren som påvirker dårlig drenering av ovnen er tetting av tappekanalen. Slaggets viskositet er sterkt påvirket av dets sammensetning. Dette blir forklart senere i Kapittel 2.5. Et svært viskøst slagget renner ikke lett ut av ovnen på egen hånd, og bidrar dermed til å tette tappekanalen. Denne økte viskositeten fører til en tykkere masse, noe som skaper utfordringer for operatørene. Tapperne må ofte bruke en rekke verktøy for å varme opp og fjerne det seige slagget [2] [17].

2.4.2 Tappeverktøy

Som hjelpemidler for å holde tappehullet åpent brukes det som regel oksygenlanser eller trelekter. Oksygenlanser er rør med oksygen og luft gjennomstrømming, typisk fremstilt av materialer som jern eller aluminium. Lansene kan være dekt med et keramisk belegg for å forlenge levetiden, spesielt på grunn eksponering av for høye temperaturer fra smeltet metall. Antall lanser en kan bruke under en tapping varierer ut i fra hvilken silisiums-kvalitet som produseres. Jern er ikke raffinert i

følge Ellingham Diagrammet illustrer i *Figur 2.7*, og vil derfor kontaminere metallet. Lansen oppnår høy varme på grunn av oksidering av lansens material, som er en eksotermreaksjon. Dette er med å varme opp slagg og metall som tetter igjen tappehullet ved å senke viskositeten [2]. I tillegg kan en bruke lansen til å mekanisk skyve ut slagg. Dette er imidlertid kortvarig ettersom den raskt brennes opp [25].

Trelekter bidrar ikke til forurensning av metallet og brukes primært i tappekanalen. Mekanismen baserer seg på at fukten i treverket gjør at den utvider seg ved oppvarming, noe som resulterer i en kraftig fordampning ved kontakt med den varme tappekanalen. Effekten av å bruke trelekt varierer med type blokkering i kanal samt temperatur. I tillegg absorberer den energi, som kan føre til nedkjøling og potensielt forverre situasjonen hvis den forblir i kanalen for lenge. Av denne grunn er det anbefalt å bruke trelekter ved høye temperaturer i kanalen for å oppnå optimal effekt [25].

2.5 Slagg i silisiumprosessen

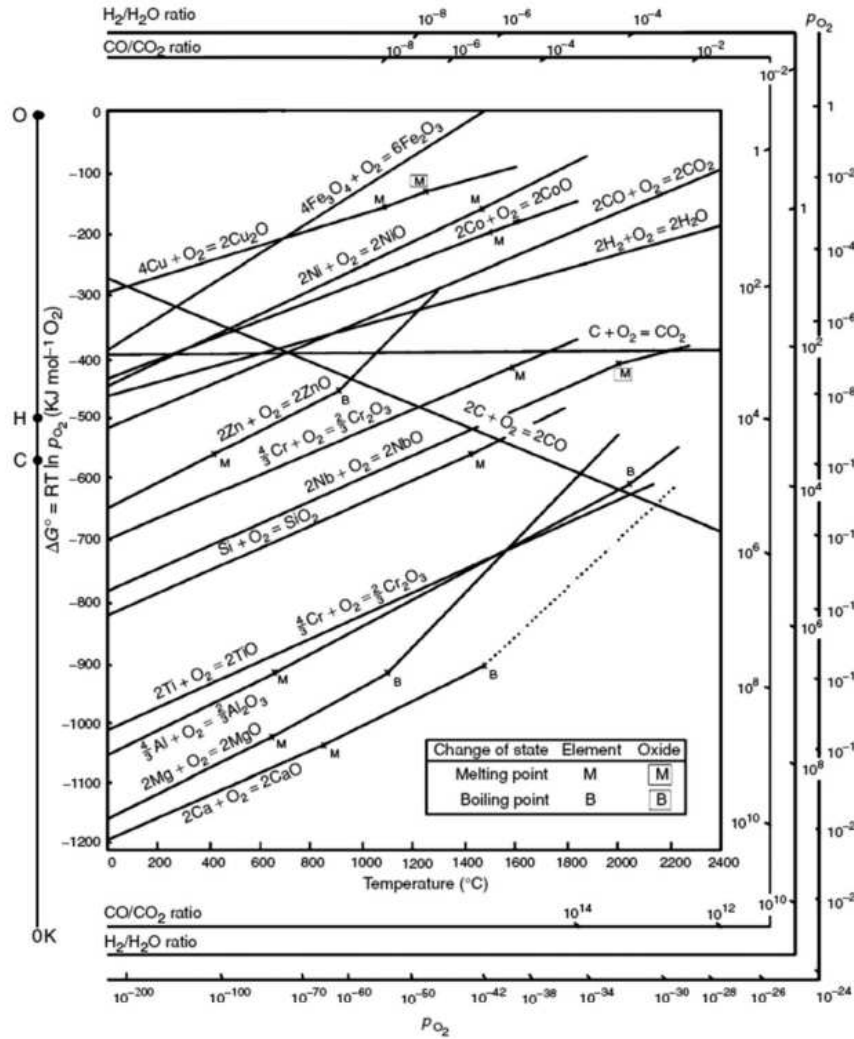
2.5.1 Ellingham-diagrammet

Gibbs fri energi er en måte å uttrykke kjemisk affinitet for reaksjoner ved et bestemt trykk og temperatur. Ved negative verdier av Gibbs vil reaksjoner bli spontane, uten tilførsel fra omgivelsene. For positive vil de ikke være spontane. Gibbs fri energi er gitt i *Likning 2.11* [17] [26].

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (2.11)$$

Hvor ΔG er endringen i Gibbs fri energi, ΔH er endringen i entalpi, T er absolutt temperatur og ΔS er endringen i entropi.

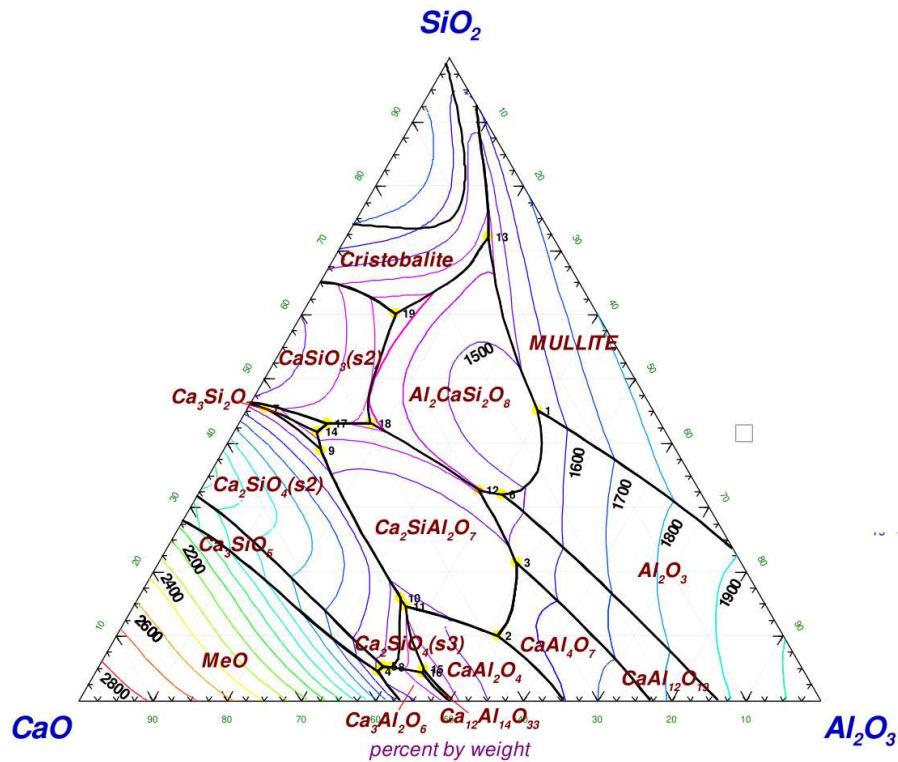
Ellinghamdiagrammet er et plot av ΔG mot temperatur. I dette diagrammet er ΔH konstantleddet og ΔS er stigningstallet. I diagrammet er det antatt ΔH og ΔS er konstante, siden det kun er en liten endring ved temperatur-økning. Det kan sees at alle linjene i diagrammet har positiv stigningstall, dette er fordi det blir eliminert en mol gass og det blir bare en aggregattilstand. Dette gir negativ entropi, som igjen fra *Likning 2.11* gir et positivt stigningstall. Det er noen unntak, og det er reaksjonene med karbon for dannelse av CO og CO₂. I diagrammet blir det vist forskjellige metaller som reagerer med en mol oksygen. Det viser også hvor stabile oksidene til metallene er. Metaller lengre ned krever høyere temperaturer om de skal reduseres med karbon. Reduksjonen med karbon skjer dersom summen av Gibbs fri energi for reaksjonene er $\Delta G \leq 0$, som i teorien vil si der linjen krysser karbonreaksjonslikningen. Ut i fra ellinghamdiagrammet skjer dette henholdsvis for SiO₂, Al₂O₃ og CaO ved 1600°C, 2000°C og 2100°C. Dette viser at Al₂O₃ og CaO er mer stabile enn SiO₂, derfor vil disse havne i slagghfasen. Imidlertid kan Al₂O₃ og CaO bli redusert under elektroden, siden temperaturen der er $\sim 2000^\circ\text{C}$.



Figur 2.7: Ellinghamdiagrammet for dannelse av oksider, med Gibbs energi over temperatur [27]

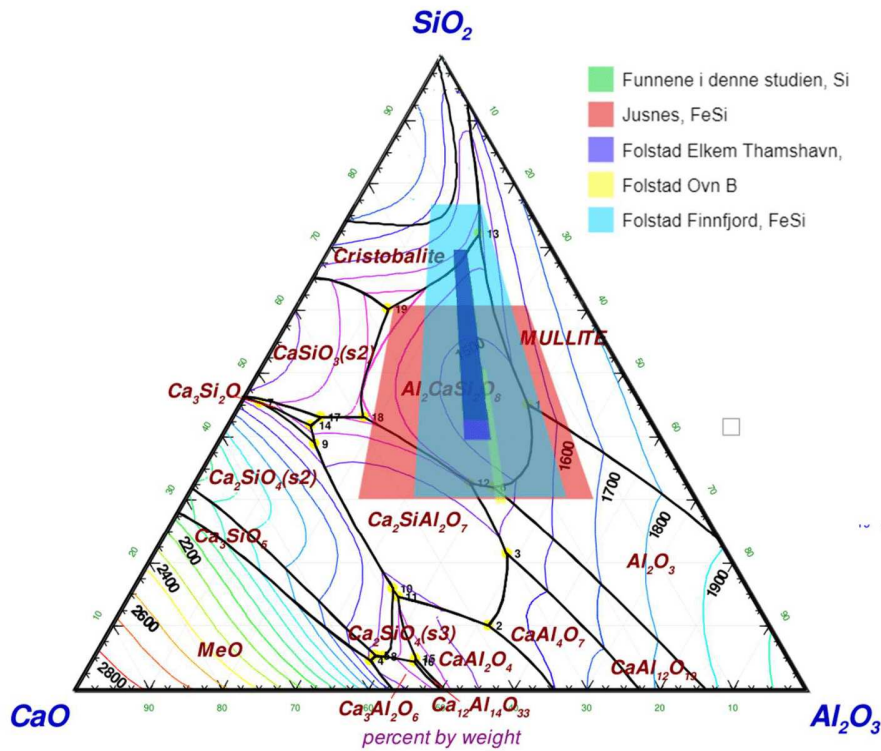
2.5.2 Tertiær systemet $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$

For å kunne forstå hva som skjer med slagget i ovnen er det viktig å se på det tertiære fasediagrammet til $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$. Det er fordi det meste av slagget som dannes i silisiumproduksjonen består hovedsakelig av disse komponentene. Fasediagrammet i Figur 2.9 viser likvidus isotermer og grenser mellom forskjellige faser. Det er tydelig at alle likvidustemperaturene i dette diagrammet representerer den laveste temperaturen der systemet er i væskefase [17]. Det er verdt å merke seg at kristobalittfasen er adskilt fra den ikke-navngitte SiO_2 -fasen, selv om begge fasene består av SiO_2 .



Figur 2.8: Fasediagrammet viser mineralfasene i et SiO_2 - CaO - Al_2O_3 -system [28].

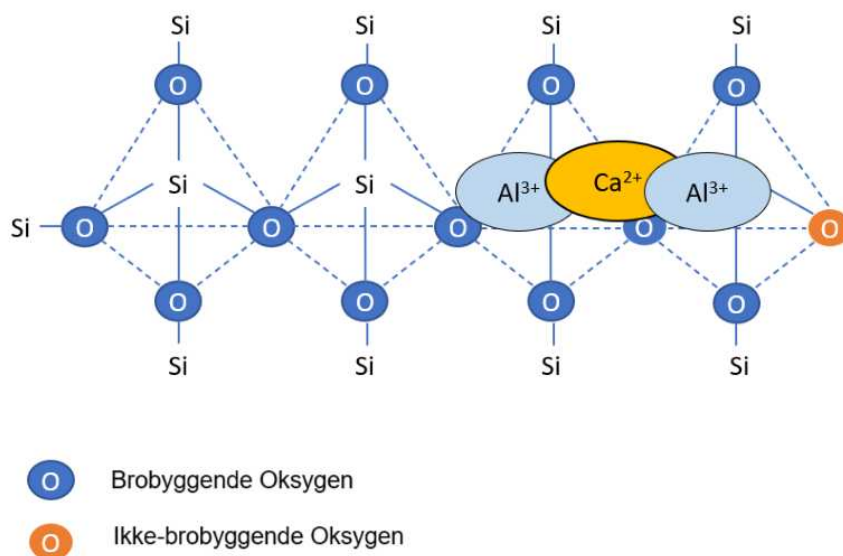
Typiske slaggsammensetninger fra tidligere er fra Jusnes et al. og Folstad. Jusnes et al. fant i sitt forsøk om silisium tappeslagg fra en FeSi-ovn tilhørende Finnfjord AS, at sammensetningen varierer fra 30-60 vekt% SiO_2 med en $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstall fra 0,25 til 1,9 [29]. Folstad fant i sitt forsøk fra en FeSi-ovn fra Finnfjord AS at sammensetningen fra tappeslagget har et gjennomsnittlig SiO_2 -innhold på 30 til 78 vekt%, og et forholdstall mellom 0,33 til 1,21. Hvorav 5 av 34 av disse prøvene ble rapportert som høy-viskositetslagg med høyt innhold av SiO_2 , noe som førte til et $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstall på mindre enn 0,4 og høyere enn 1,2. Fra Folstad ble det også sett på en Si-ovn fra Elkem Thamshavn, der ble slagget målt til å inneholde mellom 40-70 vekt% SiO_2 , og med et forholdstall på mellom 0,8 og 3,3 [17]. Alle disse variasjonene er oppsummert i Figur 2.9.



Figur 2.9: Fasediagrammet viser variasjon i SiO_2 -nivå og $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ fra Folstad og Jusnes et al. [17] [29].

2.5.3 Strukturen til slagget

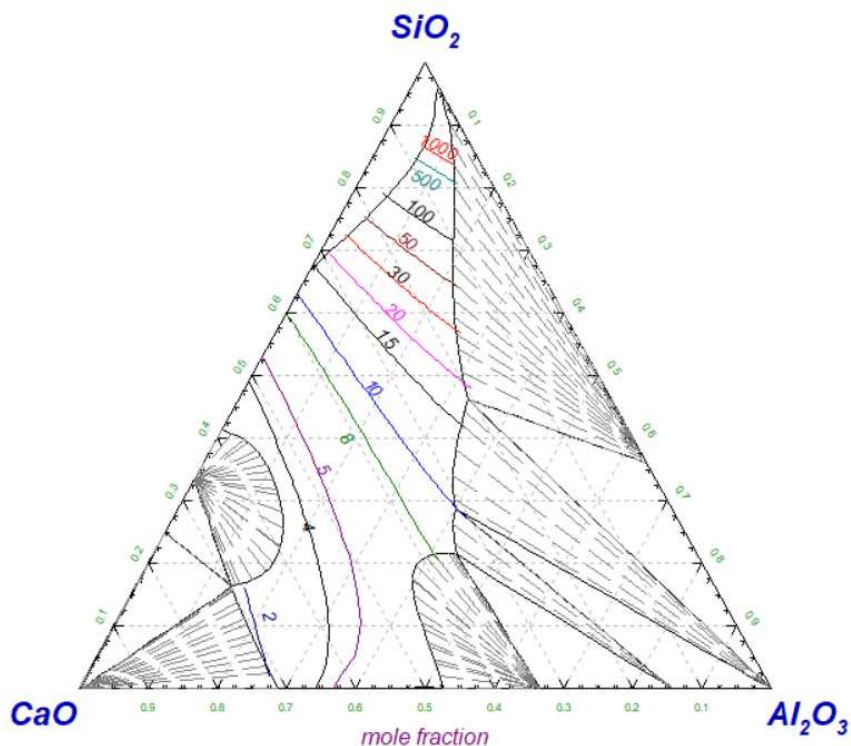
Slagget fra silisiumproduksjonen inneholder ofte store mengder SiO_2 [17]. Hvis mengden blir for stor, kan dette føre til at slagget får høy viskositet. Dette er fordi flytende silikat er nettverksdannende på grunn av brobyggende-oksygen i væsken. Brobyggende-oksygen er oksygen som kobler sammen silikatene i væsken og gjør den tyktflytende. Det er som vist i *Figur 2.10*. Ved å tilsette kation i form av CaO , kan strukturen brytes ned, for da vil det dannes ikke-brobyggende-oksygen. Dette fører til mindre polymerisering av silikater og viskositeten minsker. Slagget inneholder også Al_2O_3 , og den oppfører seg som både brobyggende og ikke. Det kommer an på mengden Al_2O_3 , der liten mengde er brobyggende og store mengder er ikke-brobyggende [30].



Figur 2.10: Viser hvordan et silikat nettverket er bygget opp. Det er også vist hvordan Al kan være en nettverksdanner. Figur er fra [31]

2.5.4 Tetthet og viskositet

Viskositeten til slagget blir sterk påvirket av hvilken sammensetning og temperatur det har. På *Figur 2.11* øker viskositeten med økende mengde SiO₂ og økende Al₂O₃. Dette er tidligere snakket om i *Kapittel 2.5.3*.



Figur 2.11: Isoviskositet linjer viser ulike viskositeter i Pa · s ved 1600°C. Figur er fra [4]

Viskositeten, η , er temperatur avhengig som vist i en variant av Arrhenius likning, *Likning 2.12*. Viskositeten er viktig for å unngå akkumulering og problemer under tapping. Høy viskositet på slagget gjør at den lettere akkumuleres i forhold til lav som renner ut sammen med metallet.

$$\eta = \eta_0 \exp\left(\frac{E_\eta}{RT}\right) \quad (2.12)$$

Her representerer η_0 frekvensfaktoren eller pre-eksponentiell faktor, som beskriver slagget ved en referanse temperatur. E_η beskriver aktiveringsenergien, R er den universale gasskonstanten og T er absolutt temperatur.

Slagg i flytende fase er sjelden homogent og er derfor ofte i en kompleks struktur på grunn av tilstedeværelsen av faste partikler, som for eksempel SiC og forskjellige mineraler som kan være til stede. Økt mengde faste partikler, senker viskositeten, og er derfor viktig å ta hensyn til. For å ta hensyn til heterogeniteten til slagget kan det bli tatt hensyn til faste partikler, slik som gjennom *Likning 2.13*

$$\eta_e = \eta(1 - 1.35\Phi)^{-5/2} \quad (2.13)$$

Her representerer η_e den effektive viskositeten med solide partikler til stede. η representerer viskositeten til den flytende massen, mens Φ representerer volumfraksjonen av faste partikler. Partiklene antas å være av ensartet størrelse og ha sfærisk form. Faste stoffer som kan forekomme i slagg fra smelteovner er SiC-partikler, ureagert SiO₂ og primære utfellinger av mineralfaser under likvidustemperaturen [4].

Figur 2.11 viser en oversikt over viskositeten til de forskjellige sammensetningene av SiO₂-CaO-Al₂O₃-slagget.

Tettheten til slagg bestående av 30% – 65% SiO₂ varierer mellom 2.30 – 2.66 g/cm³, mens tettheten til rent silisium er beregnet til å være 2.47 g/cm³ ved 1550°C. Dette indikerer at slagg- og metallfase har relativt lik tetthet [17] [4].

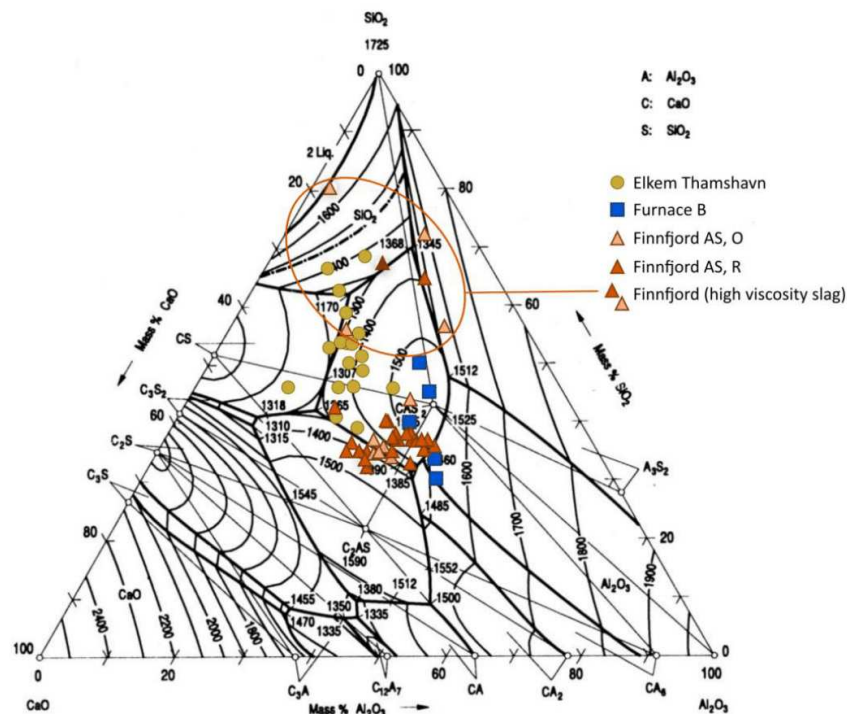
2.5.5 Slaggsammensetning

Sett bort fra de tre vanlige grunnstoffene Si, Ca og Al i slagget, kan slagget også inneholde sporstoffer som magnesiumoksid (MgO) på rundt 1%, kaliumoksid (K₂O) på cirka 0,2%, og natriumoksid (Na₂O) på omtrent 0,05%. Disse estimerte verdiene stammer fra slagg produsert i ferrosilisiumproduksjon, men lignende sporstoffer kan også forventes i slagget fra silisiumproduksjon. Det er også vanlig å finne grunnstoffer som jernoksid (FeO) og titandioksid (TiO₂) i slagget [2].

2.6 Tidligere arbeid

2.6.1 Slaggsammensetning til tappeslagg fra tidligere studier

Det har tidligere blitt sett på tappeslagg fra silisiums- og ferrosilisiums-produksjon her i Norge. Disse er blant annet Folstad [17] og Jusnes et al. [29]. Resultatene av sammensetningene til slagget fra forsøkene er vist i *Figur 2.12*. Det blir fra Folstad et al. konkludert med at det er liten variasjon fra tappeprøvene fra enkelt-ovner på daglig og månedlig basis [32]. Det ble også konkludert med at et økende SiO_2 -innhold fører til økt viskositet. Dette samsvarer med konklusjonene til Jusnes et al [29]. Folstad et al. [32] foreslår også at alt slagget som er akkumulert over og under tappehullet blir med ut med metallet som tappes etterhvert. Konklusjonen ble gjort etter at funnet fra tappeprøvene og de akkumulerte slaggsprøvene ligger i samme område i det tertiære fasediagrammet [17]. Arbeidet til Jusnes et al. og Folstad er vist i *Figur 2.12*

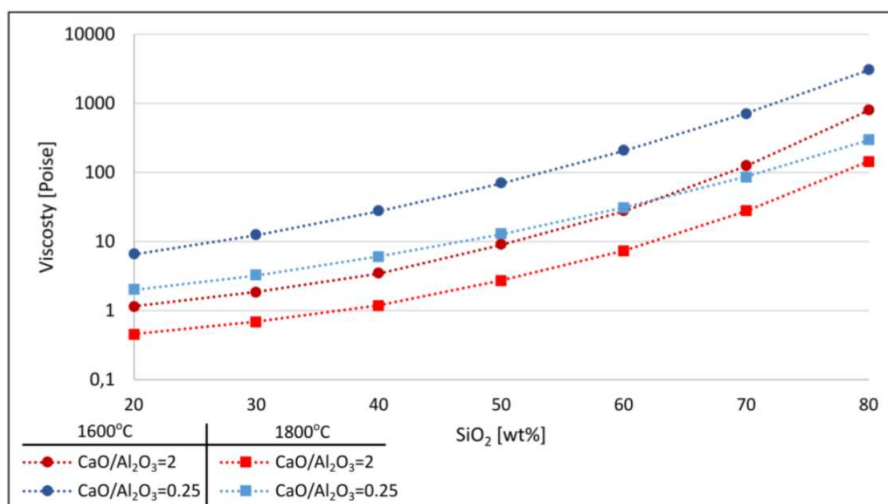


Figur 2.12: Viser sammensetningen til tidligere tappeprøver gjort av Folstad [17] og Jusnes et al. [29]. Figuren er hentet fra [33]

Tidligere analyser av slag, viser at fargen på slagget kan være påvirket av mengden Al_2O_3 i slagget. Det ble funnet at økt mengde Al_2O_3 resulterte i at slagget ble grønn-farget [2]. Dette var derimot ikke tilfelle i Folstad sitt forsøk. Det ble funnet at fargen er sterkt påvirket av mengden SiC i prøven. Er slagget mere grønn-farget, inneholder slagget små partikler av SiC sammenlignet med et mer grålig slag som har større og færre SiC-partikler. Det ble funnet at fargen til slagget ikke er så avhengig av slaggsammensetningen, men heller mengde og størrelse på SiC-partikler [17]. Smelte-temperaturen til SiC er på 2730°C, noe som betyr at SiC blir værende som faste partikler i slagget [9].

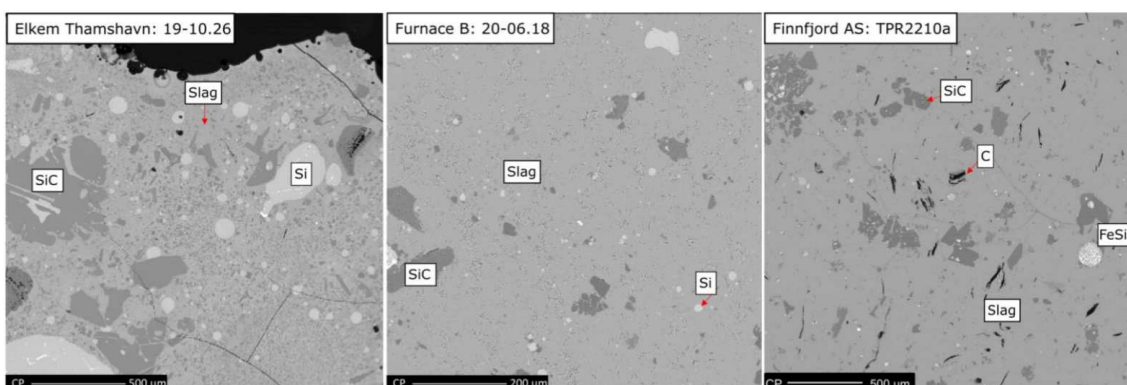
Det ble rapportert at slag med høyt innhold av SiO_2 og kondensater var funnet til å være mer viskøst enn slag med lavere konsentrasjon. Årsaken kan være at kvartsen ikke er helt smeltet, men heller ikke fullt oppløst i slagget. Mengde slag, SiC og viskositeten til slagget er tre viktige parametere som påvirker slagget og hvor lett det dreneres [17].

Figur 2.13 viser et plott av viskositeten i forhold til SiO_2 -innholdet i slaggsammensetningen. Grafen illustrerer viskositeten til slagget ved to forskjellige temperaturer. Det vises tydelig at en økning i SiO_2 -innholdet fører til økt viskositet i slagget [17].



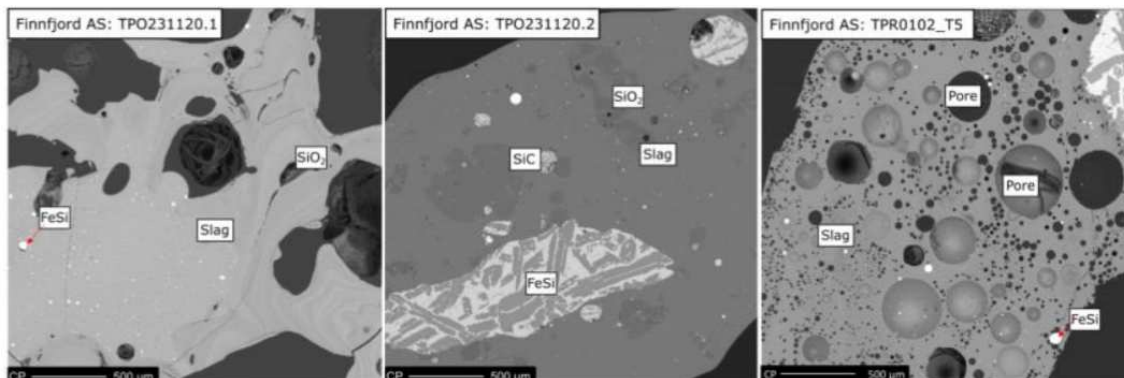
Figur 2.13: Viskositet som en funksjon SiO_2 innhold i slagget for forskjellige temperaturer. Økt mengde SiO_2 gir høyere viskositet [34]

Figur 2.14 viser slaggrøver som ble karakterisert som “normalt” tappeslag for FeSi-produksjon. Det ble funnet at slagget inneholdt SiO_2 , CaO , Al_2O_3 , SiC og rester av Si-metall, samt mindre mengder av karbon og andre grunnstoffer.



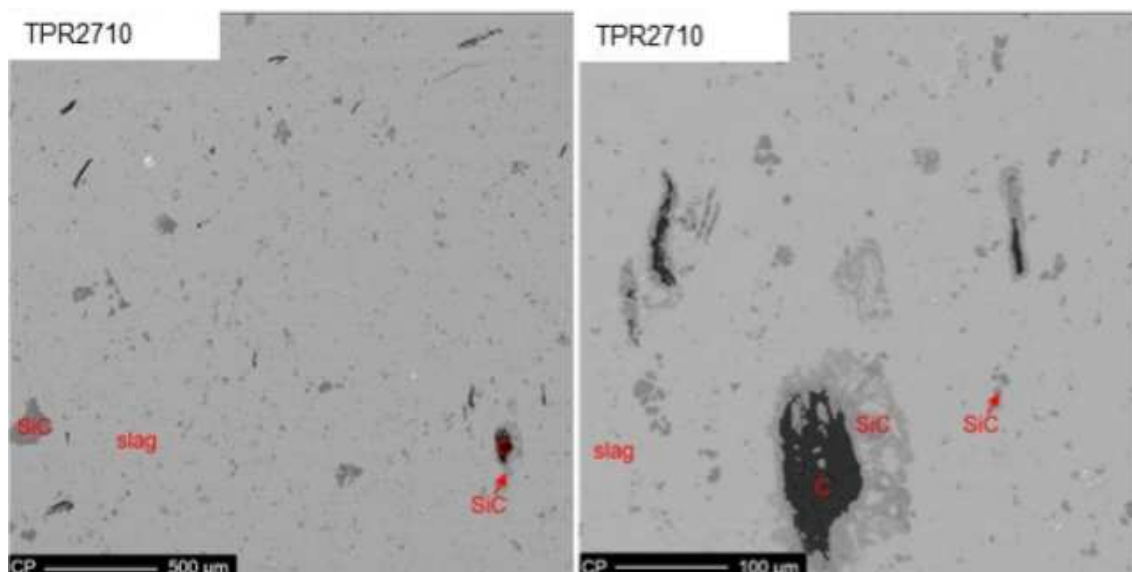
Figur 2.14: Bildene viser prøver som representerer normalt tappeslag under Folstads forsøk [17]. De første to bildene til venstre viser EPMA bilder av tappe-slagget fra en silisiumovn, mens bildet til høyre viser slagget fra produksjonen av ferrosilisium. Det venstre bildet viser en slagprøve fra Elkem Thamshavn, med en forstørrelse på 40x. Bildet i midten presenterer en prøve fra “Furnace B” forstørret 100x. Det høyre bildet viser en prøve fra en FeSi75-ovn hos Finnfjord AS tatt med en forstørrelse på 40x. Typisk inneholder vanlig slag visse mengder SiC og Si. [35].

Figur 2.15 viser EPMA-bilder av prøvene som ble karakterisert som høy-viskøse slaggrøver. Disse prøvene inneholdt en høyere andel SiO_2 i slaggsammensetningen samt smeltet kvarts [17].



Figur 2.15: Bildet viser bilder fra Folstads sitt forsøk tatt i EPMA av et høy-viskositet slag tatt med en forstørrelse på 40x. Prøvene er fra en FeSi75-ovn. Bildene viser to bilder av prøve TPO231120 og ett bilde av TPR0102_T5. I prøve TPO231120 kan en se store mengder av smeltet kvarts, SiO_2 , noe som bidrar til å øke viskositeten til slagget. Bildet til høyre inneholder en del porer, og et slaggsammensetning. [36]

Jusnes et al. [29] fant i sitt forsøk om tappeslagg fra FeSi-produksjon at noen av prøvene inneholdt ureagert karbon. EPMA-bildene av prøven dette gjaldt, er vist i Figur 2.16.



Figur 2.16: Bildet viser EPMA-bilder prøvene TPR2710 fra Jusnes sitt forsøk på FeSi-slagg. På bildet til høyere kan en tydelig se funn av karbonmateriale [37].

2.6.2 Korrelasjon mellom slaggsammensetning og tappeshull

Både Folstad og Jusnes sammenlignet slaggsammensetningen med tappeshullene de ble hentet fra. Ingen av dem fant noen signifikant korrelasjon mellom tappeshullene [17] [29]. Jusnes observerte noe variasjon, men konkluderte at dette kunne skyldes ovnsdesignet og asymmetri i ovnen [29]. For å trekke konklusjoner om eventuelle forskjeller, er det nødvendig med flere prøver fra ulike tappeshull.

2.6.3 Andre funn i tappeslagg-prøver

Tidligere studier har avdekket tilstedeværelsen av sporstoffer som Na_2O , MgO og bariumoksid (BaO) i tappeslagg [17]. Forskningen til Hoover et al. bekreftet liknende sammensetninger av sporstoffer i slagget, og de rapporterte også funn av kondensat som inneholdt K_2O og Na_2O under utgravninger av ovner [38].

2.6.4 Funn fra utgravingene

Fra utgravingene, ble det funnet at slagget over tappehullet inneholdt høy konsentrasjon av SiO_2 sammenlignet med nedre del av tappeportalen. Som regel hadde slagget et SiO_2 -innhold $>50\%$. Dette ble konkludert med at det kan ha noe med tettheten til slagget å gjøre [17]. Det ble også funnet at en CaO -mengde på 15-21% to 25-30% gir en betydelig reduksjon i viskositet. Prosentandelen er i sammenheng med et SiO_2 - CaO - Al_2O_3 -system.

2.6.5 Temperaturer i øse i forhold til tappehull

Det har blitt gjennomført flere temperaturstudier i silisiumprosessen. Det ble funnet at temperaturen i øsen er 100-300°C lavere enn metallet som kommer direkte ut fra ovnen, som vanligvis ligger mellom 1700-1800°C. Temperaturen i øsen kan også variere når det ble målt, hvor mye oksygen som tilføres øsen og om det er tilsatt raffineringmiddel eller kjølemetall [2] [17] [39].

Kapittel 3

3 Metode

Dette kapitlet gir en detaljert beskrivelse av metoden som ble benyttet for prøvetakingen, samt karakterisering og analysering av slaggprøvene. Risikoanalysen til prosjektet er vist i *Vedlegg B*.

3.1 Prøvetaking av industrielt slagg

Formålet med denne oppgaven var å undersøke slagget over tid og å identifisere eventuelle forskjeller som kan skyldes metoden en bruker for å hente ut slaggprøver. Det ble valgt ut to ulike typer prøvetakingsmetoder. Den ene typen skulle samles inn i fast form, mens den andre skulle hentes mens den ennå var i flytende fase. Prøvene ble tatt regelmessig, med mål om prøvetaking to ganger i uken og med noen dagers mellomrom. Slaggprøvene ble samlet inn fra en Si99-ovn på et verk tilhørende Elkem i perioden 21. februar til 2. april 2024. Analysene av slagget ble utført ved NTNU på campusene: *Kalvskinnnet* og *Gløshaugen*, og bildeanalysene ble gjennomført av firmaet MetIQ.

Under prøvetakingsperioden, ble det tatt to forskjellige slaggprøver. Den første metoden, kalt “flytende slaggprøver”, innebærer å hente prøver mens slagget fortsatt er i flytende fase, som vist i *Figur 3.1*.

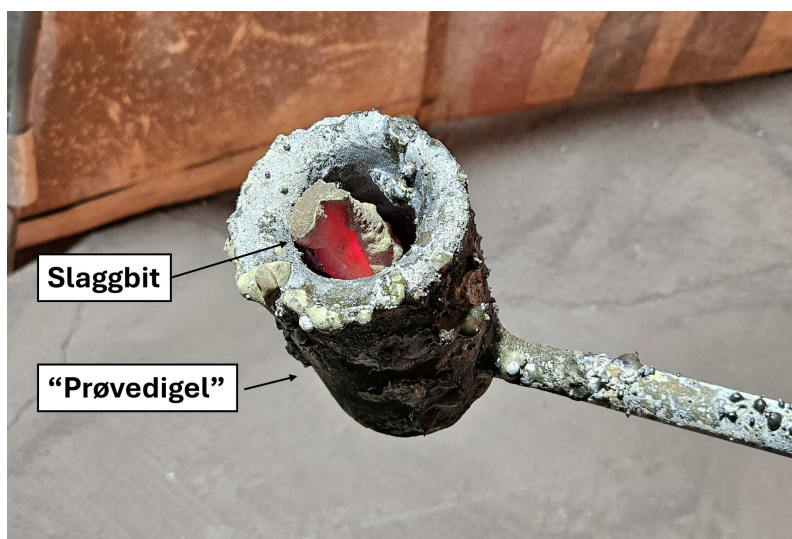


Figur 3.1: Bildet viser én av tapperennene til lysbueovnen. På bildet ser en det flytende slagget bak metallstrålen. Oppsamling av slagg i fast fase i enden av tapperenna, kalles “skjegg”

Den andre metoden, kalt “skjeggprøver”, innebærer å samle prøver fra det stivnede slagget som fester seg i enden av taperrennen. Skjegget kan strekke seg over flere tappinger og er avhengig av forholdene i ovnen og verktøybruket. Hvis skjegget er samlet opp over en periode, kan smitte fra verktøy som brukes under tappingen antageligvis påvirke resultatene. Dette inkluderer blåsing med Al- eller Fe-lanse, vedlikehold i renne og diverse andre utstyr som kommer i kontakt med metallstrømmen og slagget.

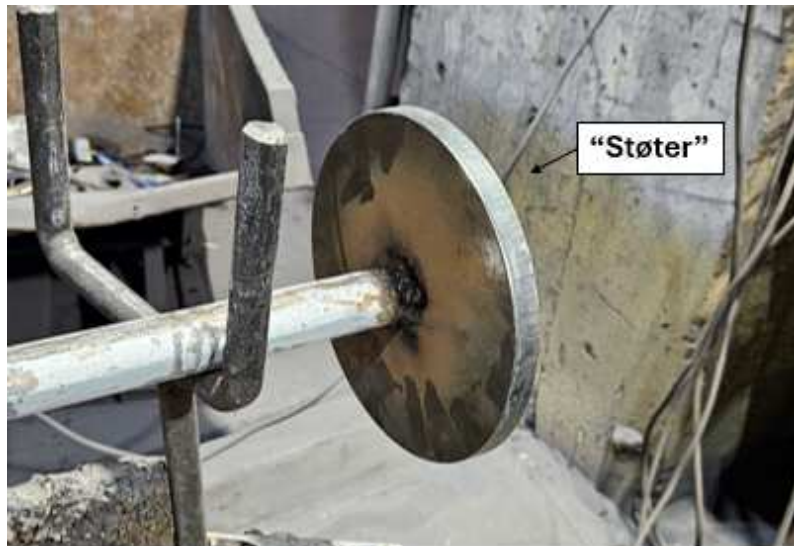
Når skjegget blir langt nok, vil det naturlig knekke under overdragelsen ved neste tapping. Nøyaktig hvor “gamle” prøvene er, kan variere etter hvor mye slagg som kommer ut av ovnen og hvor mye smitte av metall en får fra for eksempel omrøring i øse som spruter opp mot taperrennen.

I tidligere lignende forsøk ble det benyttet forskjellige verktøy for å samle slaggprøvene. Det har blant annet blitt brukt en større “pappskje” laget av komprimert papp og en diegel laget av karbon [40]. Av praktiske årsaker ble en “prøvedigel” / “smeltedigel” laget av karbon valgt. Dette gjorde det enklere for operatøren å manøvrere seg og komme til de riktige stedene under taperrennen for å få tak i prøven. Prøvedigelen er avbildet i *Figur 3.2*. Den brukes vanligvis til prøvetaking av tappeprøver av Si-metallet.



Figur 3.2: Bildet av prøvedigelen som ble brukt ved første prøvetaking. Digelen er laget av grafitt, mens stangen er av stål.

Alternativt, ble det benyttet en “støter” for å innhente de flytende slaggprøvene. Et bilde av støteren, er avbildet i *Figur 3.3*. Støteren kan variere i størrelse, alt etter anvendelse og bruk.



Figur 3.3: Bildet viser et eksempel på en "støter".

En alternativ metode for å samle det flytende slagget, i stedet for å bruke støteren, er å bruke en trelekt. Den vil ha samme funksjon som støteren, bare at den begynner å brenne i kontakt med det varme slagget. Under forsøket ble én prøve innhentet med denne metoden.

Med tanke på sikkerhet, var det kyndige operatører som tok slagprøvene. Operatøren sto ved siden av ovnen og førte prøvedigelen under tapperenna for å samle både det flytende og det størknede slagget. Dette er vist i *Figur 3.4*. Ved bruk av støter og trelekt ble samme fremgangsmåte benyttet. Det var ikke gitt at det kom ut slag av ovnen, så prøvetakingen måtte vurderes etter forholdene.



Figur 3.4: Bildet er tatt av en dataskjerm, og illustrerer hvordan prøvene ble tatt med prøvedigelen.

3.2 Navngiving av prøvene

Prøvene ble navngitt etter hvert som de ankom fra verket. *Tabell 3.1* viser forkortelsene for bokstavene som står foran tallene og deres betydning. Tallene angir slagprøvens identifikasjon og rekkefølgen de ble mottatt i. For eksempel er prøve *S-1* navngitt slik for å indikere at det er den første prøven som ble tatt, og “S” står for skjeggprøve. Benevnelsene *S-1.1* og *S-1.2* refererer til to distinkte delprøver innenfor samme hovedprøve. Dette systemet hjelper til med å systematisere og identifisere prøvene tydelig.

Tabell 3.1: Tabellen viser hvordan navnsettsystemet er organisert.

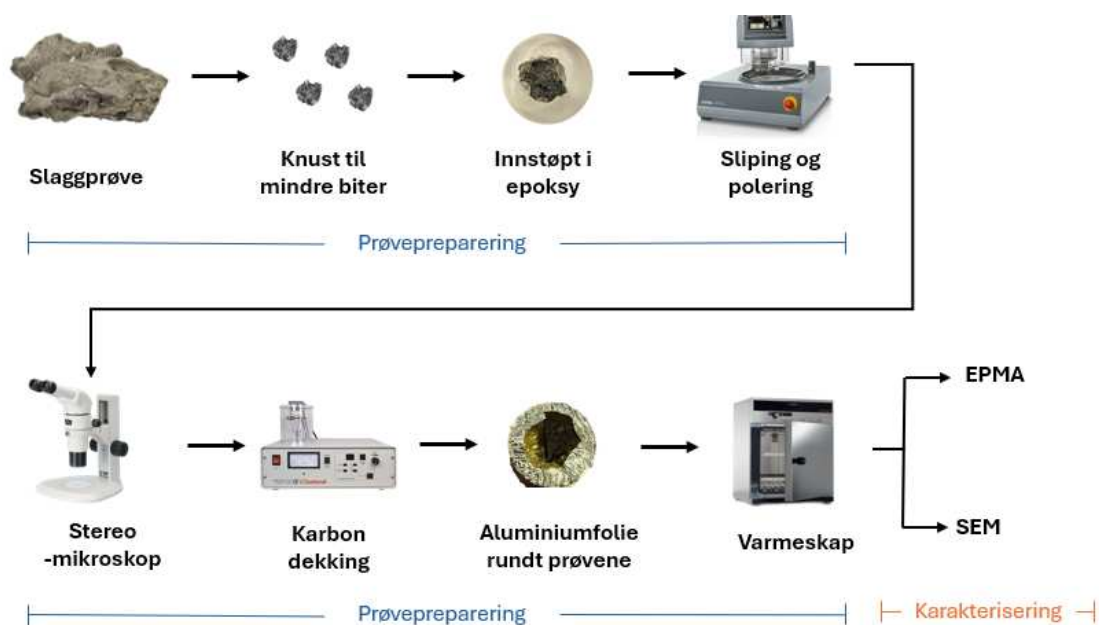
| Forkortelse | Betydning | Forklaring |
|-------------|---|--|
| F-# | Flytende slagg | Prøven ble innsamlet mens den fortsatt var i flytende fase |
| S-# | Skjeggprøve | Prøven ble hentet i fast fase, idet den hang som et skjegg fra enden av tapperennens utløp |
| B-# | Blanding | Prøven ble samlet i det øyeblikket den gikk over til fast fase. |
| FM-# | Flytende slagg tatt ved mellomstamping av tappehullet | Prøven ble tatt før mellomstamping/tetting av tappehullet, noe som kan bety økt sjans for forurensning i slaggprøven på grunn av kontaminering fra verktøybruk |
| # | Nummer | Et tall mellom 1 og 26 som angir rekkefølgen prøvene ble mottatt i |
| -.# | Tallet bak punktum | Tallet etter punktumet indikerer antallet delprøver som ble tatt fra hver enkelt hovedprøve |
| (#) | Flere prøver med samme tappenummer og fase | Nummeret i parentes indikerer at det finnes flere prøver under samme tappenummer og prøvemethode |

3.3 Prøvepreparering

Prøvene ble knust til mindre biter og støpt inn i epoksy. Grunnen til at prøvene ble delt opp i mindre biter, var for å få plass til prøvene i støpeformen, og for å ha et mindre tverrsnitt å analysere. Epoksy består av en blanding mellom *EpoFix Resin* og *Epofix Hardner*. Det ble benyttet støpeformer med diameter på 30 mm og 25 mm. For å maksimere antallet analyser som kunne utføres med EPMA, ble det besluttet å benytte 25 mm prøver, noe som gjorde det mulig å plassere ni prøver i prøvekommeret. Prøvene på 30 mm i diameter ble anvendt i SEM-EDS.

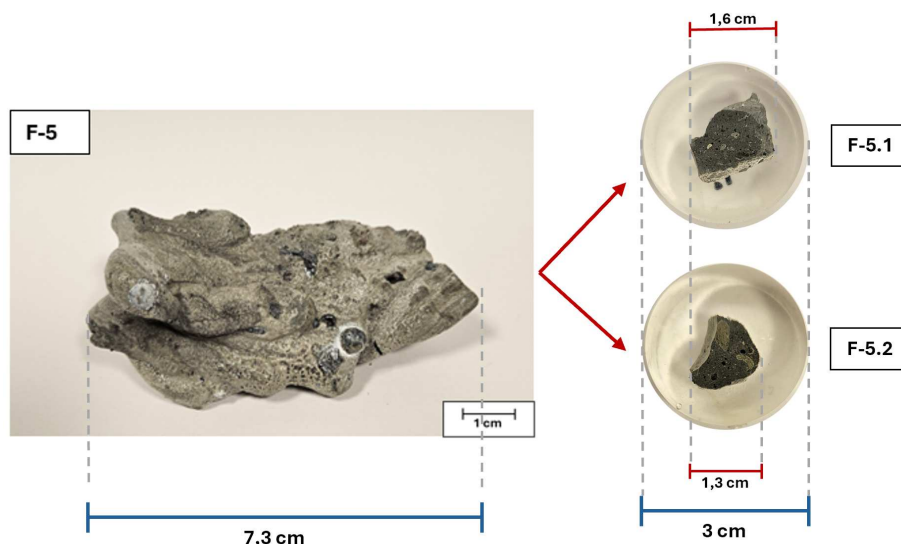
Etter å ha herdet i minst tolv timer, ble epoksyprøvene slipt og polert. Deretter ble overflatene avbildet med stereomikroskop for å dokumentere overflate for bruk i videre behandling ved bildeanalyse. I neste trinn ble prøvene dekket med et karbonlag, innpakket i aluminiumsfolie, og plassert i et varmekammer. Formålet med dette var å avgasse prøvene ved en konstant temperatur på 65°C. Denne prosessen er avgjørende for å eliminere eventuelle gasser eller fuktighet fra prøvene. Målet er å oppnå et høyt vakuumnivå i prøvekamrene for både SEM og EPMA. Dette sikrer at analysene blir nøyaktige ved å forhindre forstyrrelser fra gasser og fra fukt fra prøven.

Fremgangsmåten for prøvepreparering er oppsummert i flytskjemaet vist i *Figur 3.5*.



Figur 3.5: Visuelt flytskjema som illustrerer rekkefølgen av trinnene som ble benyttet under prøveprepareringen.

Størrelsesforholdet mellom hovedprøven og de oppdelte bitene varierte fra prøve til prøve. Mens de oppdelte bitene stort sett holdt samme størrelsesforhold, varierte hovedprøven som ble levert fra smelteverket fra ca. 2-10 cm. Et eksempel på dette er fra prøve *F-5*, vist i *Figur 3.6*. Her vises slaggrøven til venstre, mens de oppdelte bitene fra hovedprøven, *F-5.1* og *F-5.2*, er til høyre.



Figur 3.6: Bildet illustrerer et typisk størrelsesforholdet mellom hovedprøve og delprøvene som blir analysert.

3.3.1 Sliping og polering av prøvene

Prøvene ble slipt og polert for å oppnå flate overflater med en glatthet på $1\mu\text{m}$. Dette var nødvendig for å eliminere eventuelle overflatetopografier som kunne føre til unøyaktigheter i resultatene ved bruk av SEM og EPMA. Siden slaggrøvene er inhomogene, porøse og harde, ble det anvendt en kraft på 20N og en rotasjonshastighet på 300 omdreininger per minutt. *Tabell 3.2* viser slipe-/poleringsprogrammet som ble anvendt på alle prøvene.

Tabell 3.2: Tabellen viser slipe- og poleringsprogrammet som ble benyttet på alle slaggrøvene

| Skive | Grovhet [μm] | Varighet [min.] |
|-----------------|---------------------------|-----------------|
| Aka-Piatto 120 | 125 | 5-15 |
| Aka-Piatto 220 | 75 | 4-6 |
| Aka-Piatto 600 | 30 | 2-3 |
| Aka-Piatto 1200 | 15 | 2 |
| Aka-Piatto 2400 | 6 | 2 |
| Mag-Ramda | 3 | 2 |
| MD Nap | 1 | 1 |

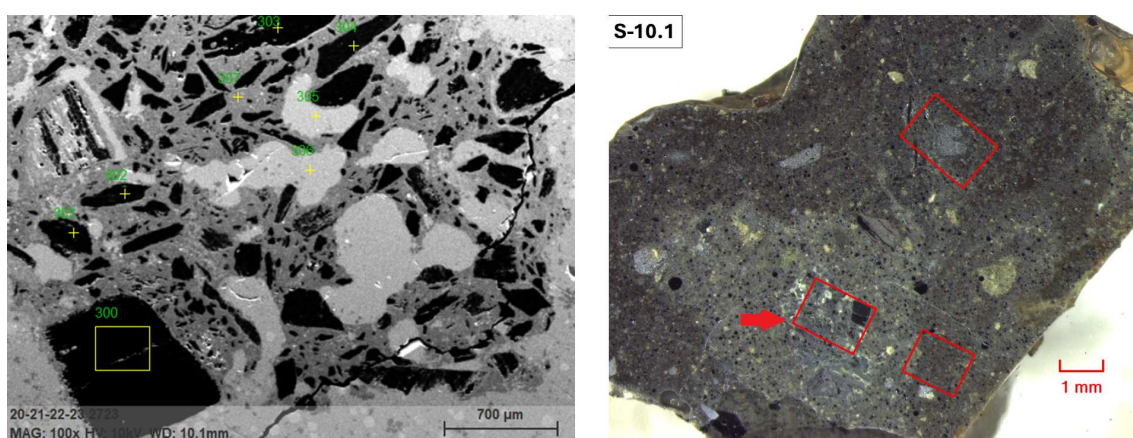
3.4 Karakterisering

3.4.1 SEM-EDS

SEM er et mikroskop som bruker en fokusert elektronstråle til å se på prøver. Når elektronstrålen treffer prøven, genereres ulike typer signaler fra et interaksjonsvolum. Disse signalene samles inn og brukes til å danne detaljerte bilder og innhente verdifull informasjon om prøvens overflate. Noen av disse signalene er: sekundær elektroner (SE), karakteristisk røntgenstråling og tilbakesendte elektroner (BSE). SE blir brukt til å se på overflatetopografien til prøvene og karakteristisk røntgenstråling sier noe om den kjemisk

sammensetningen til prøven. EDS blir brukt for å detektere denne stråling og kan si noe om hvilke grunnstoffer som er tilstede. Videre kan det gjøres en semi-kvantitativ analyse av EDS-dataene for å estimere mengde av forskjellige grunnstoff [41].

For å analysere prøvene ble en SEM av type “Zeiss - Ultra 55 - FEG-SEM” benyttet. Totalt ble 18 prøver analysert med dette mikroskopet. Innstillingene som ble brukt på SEM-en var 10kV elektronstråle, 60 μ m apertur, en forstørrelse på 100x og bildene ble tatt med SE. På hver prøve ble det valgt minst tre områder og det ble gjort tre til 13 punkt- og/eller områdeanalyser med EDS. Et eksempel på dette er vist i *Figur 3.7*. Figuren viser to bilder: På venstre side vises et bilde tatt med SEM, hvor spesifikke analysepunkter og -områder er tydelig markert. Til høyre er et bilde tatt med et stereomikroskop, som viser de tre områdene hvor SEM-analysene ble utført. En rød pil indikerer det nøyaktige området på stereomikroskopbildet der SEM-bildet ble tatt.



Figur 3.7: Bilde til venstre er SEM-bilde av prøve *S-10.1* med markerte punkter og områder hvor det er gjort EDS-analyser. Bilde til høyre er et stereomikroskop-bilde med markerte områder hvor SEM bildene ble tatt. Den røde pilen viser hvilket område som er avbildet til venstre.

Punkt- og områdeanalysene ble gjennomført på de mest interessante områdene i prøvene. Med et “interessant område” menes nyanseforskjeller, mikrostruktur og andre visuelt identifiserbare trekk som trengte bekreftelse med kjemisk analyse.

Resultatene av EDS-analysen ble behandlet av en ”Atomnummer røntgenabsorpsjon sekundær fluorescenskorreksjon (ZAF-korreksjon). Og det ble sammen med et referansebilde for plassering, registrert i et regneark for videre analyse. Disse dataene ble deretter brukt i blant annet bildeanalysen for å fastslå variasjonen i prøvene.

For å bestemme slaggsammensetningen av prøvene ved bruk av SEM-EDS, ble gjennomsnittet av punkt- og områdeanalysene fra det som defineres som hovedområdet, beregnet. Dette hovedområdet representerer delen av prøven hvor slagget fremstår som mest homogent. Antallet analyser utført i disse områdene varierte fra to til 13 områder. Etter gjennomføringen av analysene ble verdiene normalisert til hundre prosent for å kunne anvendes videre i et tertiær fasediagram og sammenlignes med andre prøver.

3.4.2 EPMA

EPMA er et mikroskop som er veldig likt SEM, men det er noen forskjeller mellom dem. Begge bruker en elektronstråle for å danne ulike signaler for å se på EDS, SE og BSE. Det som skiller EPMA fra SEM er WDS. WDS utnytter karakteristisk røntgenstråling for å utføre nøyaktige kvantitative målinger av grunnstoffer. En WDS-detektor kan bare ta opp et lite utvalg bølgelengder til en bestemt tid, så det er en tidkrevende, men nøyaktig målemetode. EPMA instrument har ofte installert flere WDS-detektorer, slik at analysen dekker flere bølgelengder, og kan detektere flere grunnstoffer samtidig [41].

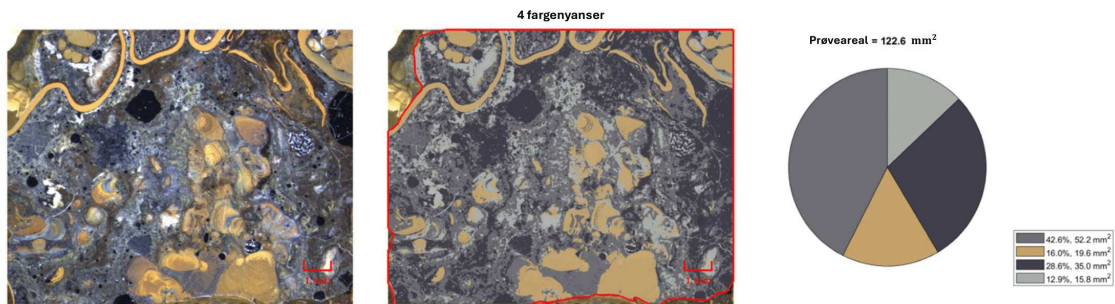
Slaggprøvene ble analysert ved bruk av WDS med en EPMA av type “JEOL JXA 8500”. Totalt ble det analysert 28 prøver. Alle prøvene ble analysert i et representativt område med slagg, som var forstørret til 200x og det ble tatt tre tilfeldige punkt analyser i de homogene områdene fra prøvene.

3.4.3 Bildeanalyse

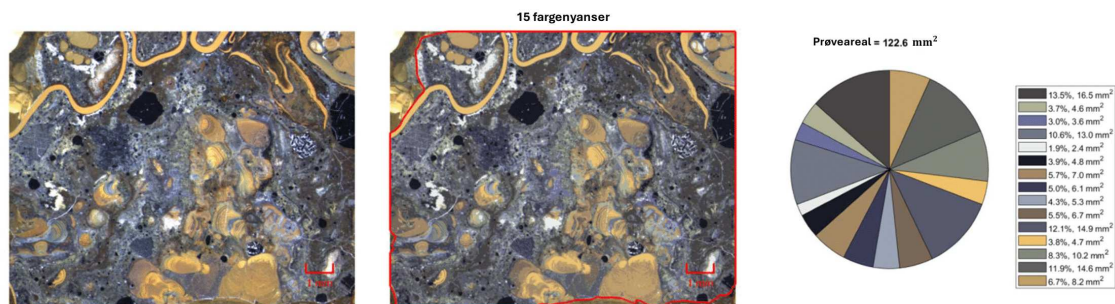
Bildeanalysene ble utført av firmaet MetIQ ved hjelp av AMCA-metoden (Automated Metal Cleanliness Analyzer). For å bevare en høy bildekvalitet som mulig og for å sikre at viktige detaljer ikke gikk tapt, ble bildene lagret i *Tag Image File Format* (TIFF), etterhvert som de ble avbildet i stereomikroskopet.

Bildene ble først beskåret semi-manuelt for å fokusere analysen på overflaten av prøven. Dette ble gjort fordi epoksyen er gjennomsiktig, og prøven under overflaten ble med på bildet. Deretter ble differansen i fargenyansen kalkulert ved bruk av *deltaE*-funksjonen i Matlab. Det ble så påført flere utjevningfiltre, videre ble det konvertert til LAB-fargerommet og det ble utført k-mediangruppering. Der *k* står for antallet grupper man skal gruppere etter. Det vil si hvor mange farger man ville analysere etter [42].

Analysene involverte separasjon av ulike farger fra prøven, med en variasjon som spente seg fra fire til femten distinkte fargeforskjeller i hver prøve. Denne variasjonen i fargenyanser påvirker resultatenes detaljgrad, som tydelig vist i *Figur 3.8*. Her illustreres det hvordan variasjonen i antall brukte fargenyanser kan betydelig påvirke det endelige resultatet.



(a) Bilde av prøve *F-11.1*, analysert med fire fargenyanser

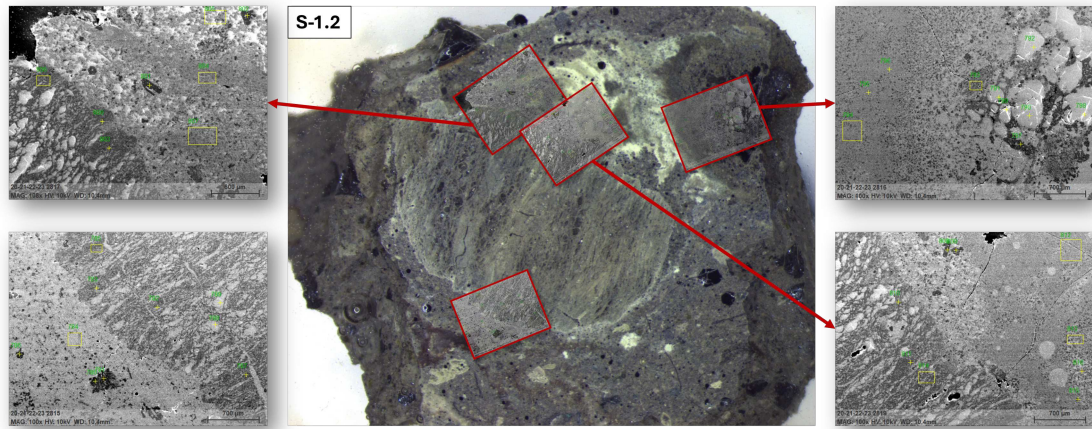


(b) Bilde av prøve *F-11.1*, analysert med 15 fargenyanser

Figur 3.8: Eksempelet er hentet fra prøve *F-11.1*, der a) viser bildeanalysen utført med fire fargenyanser, og b) viser bildeanalysen utført med 15 fargenyanser.

3.5 Metode for karakterisering

Ved bruk av SEM-EDS-analysene kan sammensetningen bestemmes i spesifikke punkter eller områder. Analyser av alle relevante punkter ble utført. Deretter ble fargene i bildeanalysen bestemt etter den kjemiske sammensetningen fra punktene og områdene. *Figur 3.9* illustrerer et eksempel på prøveområder hvor den kjemiske analysen med bruk av EDS ble gjennomført. Karakteriseringen som ble gjennomført i denne oppgaven tok utgangspunkt i en oppdeling på fire farger for alle prøvene. Dette er på grunn av at det er tidkrevende arbeid å sette hvilken farge som stemmer til hvilket punkt, men også fordi det var ble utfordrende å skille fargene eller finne EDS-punkter for de forskjellige fargene. Disse fire fargene fikk deretter utpekt en rekke EDS-punkter som var innen fargeområdene. Når alle punktene hadde blitt plassert, ble det gjort et gjennomsnitt av EDS-analyseresultatene for hver av prøvene for å estimere hvilken fase de forskjellige fargene bestod av ut i fra *Figur 2.8*.



Figur 3.9: Denne figuren demonstrerer metoden brukt for å karakterisere den kjemiske sammensetningen av slaggsprøvene, illustrert med prøve *S-1.2*. Den viser de spesifikke feltene som ble analysert. I midten vises et bilde av prøven tatt med stereomikroskop. Til høyre og venstre for bildet vises fire representative SEM-bilder, som detaljert fremstiller de analyserte punktene og områdene i prøven. Alle SEM-bildene er tatt med en forstørrelse på 100x.

Kapittel 4

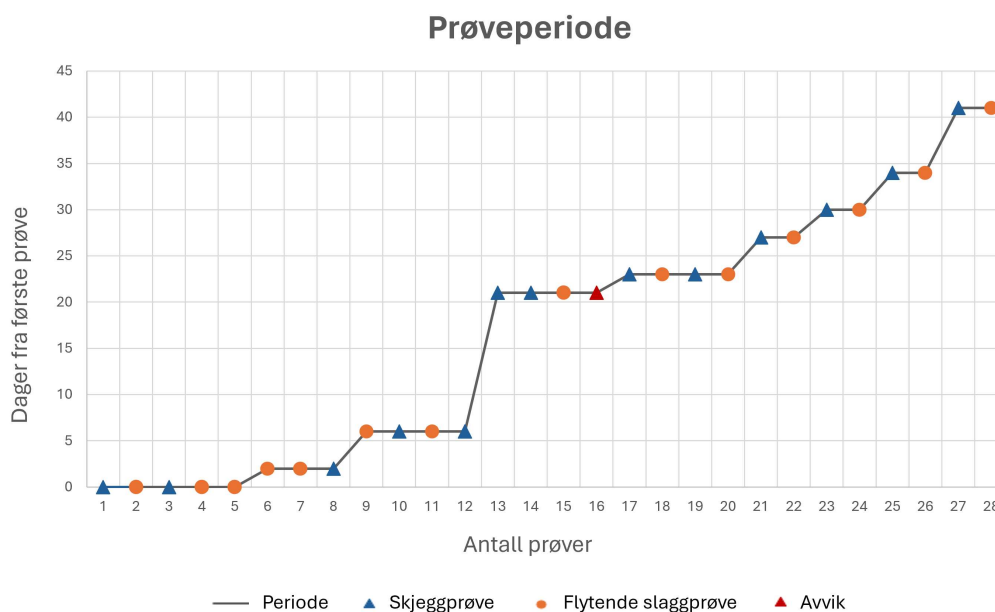
4 Resultater

Dette kapitlet presenterer resultatene fra prosjektet. Dette innebærer observasjoner, valg av prøvetakingsmetode, analyseresultater, sammensetningen til slaggrøvene og resultater fra bildeanalysene.

4.1 Slaggprøvene

I løpet av seks uker ble det samlet inn totalt 28 slaggrøver. Alle prøvene med tilhørende analysebilder ligger i *Vedlegg C*. En av prøvene ble imidlertid fjernet før analyse på grunn av høyt innhold av Si-metall. De resterende 27 prøvene ble videre delt opp i 48 separate delprøver. Formålet med denne oppdelingen var å undersøke to til tre seksjoner av hver prøve for å vurdere om et tverrsnitt fra en enkelt bit var representativt for hele prøven.

Figur 4.1 gir en grafisk fremstilling av tidspunktene for prøvetakingen. Det ble tatt mellom to til fire prøver, to ganger i uken, i tilsammen seks uker. I den tredje uken var det et opphold, noe som resulterte i et betydelig tidsintervall mellom prøve 12 og 13. I figuren representerer den blå trekanten at det ble tatt en skjeggprøve, mens den oransje sirkelen symboliserer at slagget ble tatt i flytende fase. Den ene prøven som ikke ble analysert var en skjeggprøve som besto utelukkende av rent silisium og ble derfor ekskludert fra den videre analysen. Den er markert som en rød trekant i figuren under betegnelsen “avvik”.



Figur 4.1: Figuren gir en oversikt over perioden for innsamling av slaggrøver. Blå trekanter representerer skjeggprøver, oransje sirkler indikerer slaggrøver tatt i flytende fase, og rød trekant markerer et avvik som ikke ble videre analysert.

Totalt ble 27 av slagprøvene analysert i SEM-EDS eller EPMA-WDS. 13 av dem ble tatt i flytende fase, 13 i fast fase og én i blandet fase. Den “blandede fasen” karakteriseres her som tatt i flytende fase. Prøven er tatt idet den størknet i skjegget, og kan antas at den hadde høy viskositet. Grunnen til at de ble skilt, er for å se om det kan være noe forskjeller mellom denne prøven og andre prøver tatt i flytende fase.

Tabell 4.1 gir detaljert oversikt av hver slagprøve, inkludert dato for prøvetaking, hvilket tappehull prøven ble tatt fra, tilhørende tappeanalyse fra Si-metallet, den rapporterte temperaturen i øse før øsetilsats, samt verktøyene som ble brukt for å samle prøven.

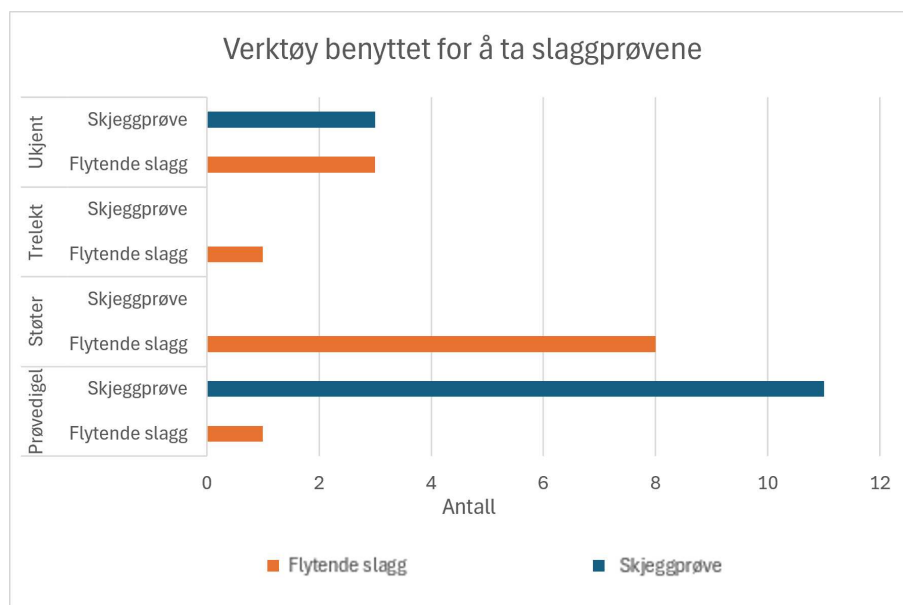
Tabell 4.1: Bakgrunnsinformasjon om alle slagprøvene som ble tatt under prøvetakingsperioden. Fra venstre: prøvens ID, datoen prøven ble tatt på, hvilket tappehull som var i bruk, tappeanalyse til metallet, rapportert temperatur i øse og verktøyet som ble benyttet for å samle prøven. Verdiene markert med rødt indikerer unormalt lave tall, mens blått representerer høye verdier.

| Prøve ID | Dato | Tappehull Nr. | Tappeanalyser | | | Ratio [Ca/Al] | Tappetemperatur [°C] | Verktøy |
|----------|------------|------------------|---------------|-------|-------|------------------|-------------------------|------------|
| | | | %Fe | %Ca | %Al | | | |
| S-1 | 21.02.2024 | 3 | 0,277 | 0,836 | 0,560 | 1,54 | 1490 | Prøvedigel |
| F-2 | 21.02.2024 | 3 | 0,228 | 0,487 | 0,413 | 1,18 | 1450 | Støter |
| S-3 | 21.02.2024 | 3 | 0,228 | 0,487 | 0,413 | 1,18 | 1450 | Prøvedigel |
| B-4 | 21.02.2024 | 3 | 0,235 | 0,432 | 0,437 | 0,99 | 1460 | Prøvedigel |
| F-5 | 21.02.2024 | 3 | 0,235 | 0,432 | 0,437 | 0,99 | 1460 | Prøvedigel |
| F-6 | 23.02.2024 | 3 | 0,246 | 0,694 | 0,504 | 1,38 | 1440 | Støter |
| FM-7 | 23.02.2024 | 3 | 0,246 | 0,694 | 0,504 | 1,38 | 1440 | Støter |
| S-8 | 23.02.2024 | 3 | 0,246 | 0,694 | 0,504 | 1,38 | 1400 | Prøvedigel |
| F-9 | 27.02.2024 | 4 | 0,344 | 0,500 | 0,568 | 0,88 | 1400 | Støter |
| S-10 | 27.02.2024 | 4 | 0,344 | 0,500 | 0,568 | 0,88 | - | Prøvedigel |
| F-11 | 27.02.2024 | 4 | 0,266 | 0,633 | 0,669 | 0,95 | - | Støter |
| S-12 | 27.02.2024 | 4 | 0,266 | 0,633 | 0,669 | 0,95 | - | Prøvedigel |
| S-13 (1) | 13.03.2024 | 5 | 0,246 | 0,600 | 0,195 | 3,08 | - | Prøvedigel |
| S-13 (2) | 13.03.2024 | 5 | 0,246 | 0,600 | 0,195 | 3,08 | - | Prøvedigel |
| F-14 | 13.03.2024 | 5 | 0,344 | 0,027 | 0,154 | 0,18 | - | Støter |
| S-15 | 15.03.2024 | 5 | 0,330 | 0,440 | 0,457 | 0,96 | - | Ukjent |
| F-16 | 15.03.2024 | 5 | 0,330 | 0,440 | 0,457 | 0,96 | - | Ukjent |
| S-17 | 15.03.2024 | 5 | 0,318 | 0,330 | 0,350 | 0,94 | - | Ukjent |
| F-18 | 15.03.2024 | 5 | 0,318 | 0,330 | 0,350 | 0,94 | - | Ukjent |
| S-19 | 19.03.2024 | 5 | 0,260 | 0,460 | 0,450 | 1,02 | - | Ukjent |
| F-20 | 19.03.2024 | 5 | 0,260 | 0,460 | 0,450 | 1,02 | - | Ukjent |
| S-21 | 22.03.2024 | 5 | 0,269 | 0,582 | 0,488 | 1,19 | - | Prøvedigel |
| F-22 | 22.03.2024 | 5 | 0,269 | 0,582 | 0,488 | 1,19 | - | Trelekt |
| S-23 | 26.03.2024 | 1 | 0,264 | 0,388 | 0,433 | 0,90 | - | Prøvedigel |
| F-24 | 26.03.2024 | 1 | 0,264 | 0,388 | 0,433 | 0,90 | - | Støter |
| S-25 | 02.04.2024 | 1 | 0,260 | 0,471 | 0,480 | 0,98 | - | Prøvedigel |
| F-26 | 02.04.2024 | 1 | 0,260 | 0,471 | 0,480 | 0,98 | - | Støter |

I *Tabell 4.1* indikerer de røde verdiene unormalt lave nivåer av Ca og Al i tappeanalysen, noe som fører til at forholdstallet enten blir svært lavt eller høyt. På den annen siden representerer de blå verdiene høye analyseresultater. For eksempel resulterer høye Ca-verdier i prøve *S-1* i et relativt høyt forholdstall, mens lave Ca-verdier i prøve *F-14* gir et forholdstall på 0,18. Lave Al-verdier i prøve *S-13* bidrar også til et unormalt høyt forholdstall.

4.1.1 Verktøybruk for prøvetaking

Figur 4.2 illustrerer fordelingen av redskapene benyttet i prøvetakingen. Prøvedigelen var det mest foretrukne verktøyet for innsamling av skjeggprøver, mens støteren var mest anvendt for prøvetaking av slagget i dens flytende fase. I ett tilfelle ble det rapportert bruk av trelekt for prøvetaking.



Figur 4.2: Grafisk fremstilling av verktøybruk for innsamling av prøver i både flytende og fast fase. Blå farge indikerer skjeggprøve, og oransje farge indikerer slaggrøve tatt i flytende fase.

4.2 Slaggsammensetning

Sammensetningen til slagget ble analysert for alle prøvene, totalt 48 delprøver, som igjen ble inndelt i to grupper. De første 18 prøvene, fra hovedprøve *S-1* til *S-12*, ble analysert med SEM-EDS, mens de påfølgende 30 delprøvene, fra hovedprøve *S-13* til *F-26*, ble undersøkt ved hjelp av EPMA-WDS. Resultatene fra disse to analysemetodene er presentert i to separate delkapitler. Feil kan oppstå innenfor analysemetodene, så for å sikre nøyaktigheten av resultatene blir resultatene sammenlignet og oppsummert i tabeller og diagrammer i slutten av dette kapittelet.

4.2.1 SEM-EDS

Resultatene fra SEM-EDS-analysen av slaggsammensetningene er presentert i *Tabell 4.2*. Tabellen inkluderer data fra de normaliserte oksidanalysene, forholdstallet mellom CaO og Al₂O₃, likvidustemperaturen for den aktuelle sammensetningen, viskositeten ved 1600°C, mineralfasen for sammensetningen, samt antall tappinger som er utført siden den første prøven ble tatt. Viskositeten ble lest ut i fra *Figur 2.11* og mineralfasen ble lest ut av diagrammet vist i *Figur 2.8*. Normaliseringen innebar å fjerne andre grunnstoff som var detektert, slik som overflødig C fra karbondekkingen og andre grunnstoffer som måtte utelukkes for å kunne normalisere og få summen til SiO₂, CaO og Al₂O₃ til 100%, for å kunne gjøre de sammenliknbare og plasserbare i et tertiært fasediagram.

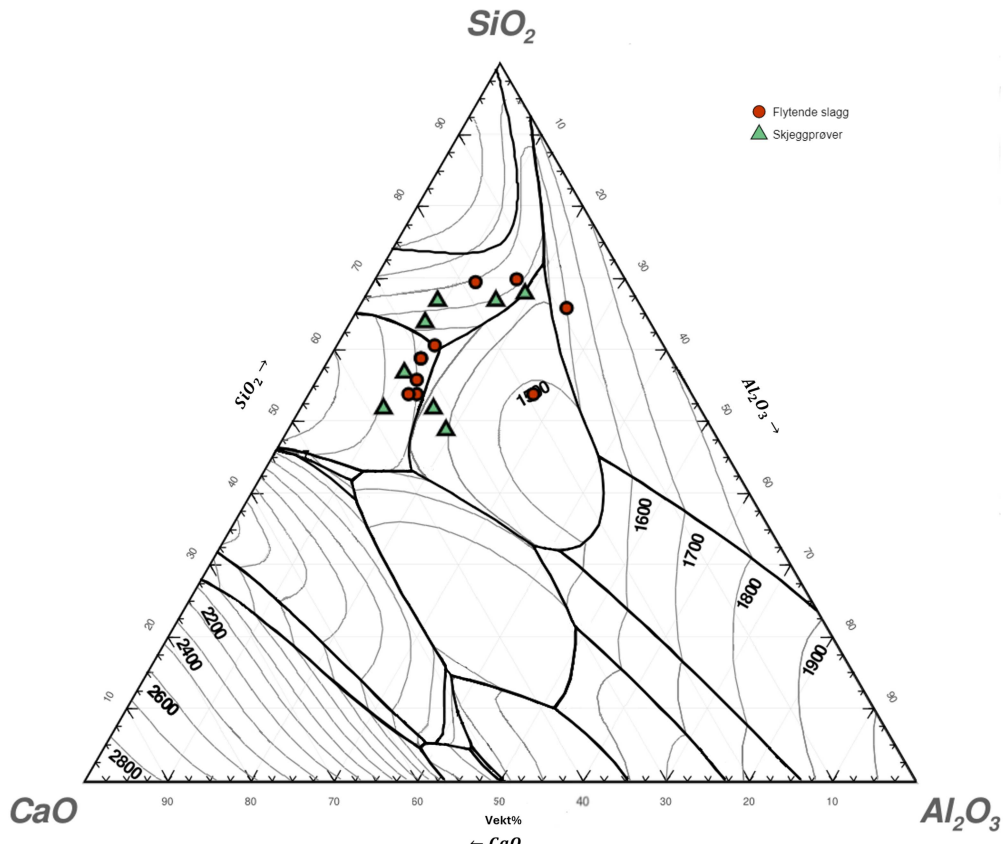
Tabell 4.2: Resultater fra SEM-EDS analysene av slaggsammensetningene fra de første 18 prøvene som ble tatt. Fra prøve *S-1* til og med *S-12*. Det ble tatt flere punkt- og områdeanalyser av de mest representative slaggsområdene av hver prøve. Resultatet består av et gjennomsnitt av flere generelle slaggsoner innad i prøven. Likvidustemperaturene er lest fra fasediagrammet vist i *Figur 2.8* sammen med mineralfasene. Viskositetsverdiene er lest av fra *Figur 2.11*.

| Prøve ID | Oksidanalyse | | | Ratio [CaO/Al ₂ O ₃] | T _{Likvidus} [°C] | Viskositet 1600°C [Pa·s] | Mineralfase | Tapping nr. |
|----------|------------------|-----|--------------------------------|--|-------------------------------|-----------------------------|--|----------------|
| | SiO ₂ | CaO | Al ₂ O ₃ | | | | | |
| S-1.1 | 52 | 38 | 10 | 3,8 | 1390 | 7 | CaSiO ₃ | 0 |
| S-1.2 | 57 | 33 | 10 | 3,3 | 1340 | 10 | CaSiO ₃ | 0 |
| F-2.1 | 54 | 33 | 13 | 2,5 | 1300 | 10 | CaSiO ₃ | 1 |
| F-2.2 | 56 | 32 | 12 | 2,7 | 1300 | 11 | CaSiO ₃ | 1 |
| S-3.1 | 67 | 24 | 9 | 2,7 | 1425 | 25 | Kristobalitt | 1 |
| S-3.2 | 64 | 27 | 9 | 3,0 | 1350 | 18 | Kristobalitt | 1 |
| B-4.1 | 59 | 30 | 11 | 2,7 | 1275 | 13 | CaSiO ₃ | 2 |
| B-4.2 | 62 | 28 | 10 | 2,8 | 1275 | 15 | CaSiO ₃ | 2 |
| F-5.1 | 59 | 30 | 11 | 2,7 | 1275 | 13 | CaSiO ₃ | 2 |
| F-5.2 | 54 | 34 | 12 | 2,8 | 1325 | 9 | CaSiO ₃ | 2 |
| F-6.1 | 66 | 9 | 25 | 0,4 | 1500 | 100 | Al ₆ Si ₂ O ₁₃ | 29 |
| FM-7.1 | 71 | 18 | 12 | 1,5 | 1510 | 50 | Kristobalitt | 29 |
| S-8.1 | 68 | 13 | 19 | 0,7 | 1350 | 75 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 29 |
| F-9.1 | 54 | 19 | 27 | 0,7 | 1510 | 23 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 77 |
| S-10.1 | 49 | 32 | 19 | 1,7 | 1400 | 10 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 77 |
| F-11.1 | 70 | 13 | 17 | 0,8 | 1410 | 80 | Kristobalitt | 78 |
| S-12.1 | 67 | 17 | 16 | 1,1 | 1400 | 50 | Kristobalitt | 78 |
| S-12.2 | 52 | 32 | 16 | 2,0 | 1330 | 10 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 78 |

Prøve *F-6.1* skiller seg ut i tabellen med et CaO/Al₂O₃-forholdstall på 0,4, noe som ligger under Oterskjærs anbefalte forholdstall på over 0,6 [24]. Alle prøvene etter *F-6.1* har betydelig lavere verdier enn de som er før denne prøven. Ser en på tappingene, tyder resultatene på at de dekker en periode på tre dager. Dag tre

synker CaO-analysene, mens Al_2O_3 -analysene øker noe, slik at forholdet nærmer seg 1:1 eller lavere. På dag syv, under tapping 78 i prøve *S-12.2*, øker CaO-innholdet igjen, og forholdstallet blir det dobbelte. CaO/ Al_2O_3 -forholdstallene sammen med Ca/Al-forholdstallene blir sett nærmere på i *Delkapittel 4.3*.

Slaggsammensetningen vist sammen med likvidustemperaturen, er illustrert i fasediagrammet i *Figur 4.3*. Prøvene som ble tatt i flytende fase er markert med røde sirkler, mens skjeggprøvene vises som grønne trekanter.

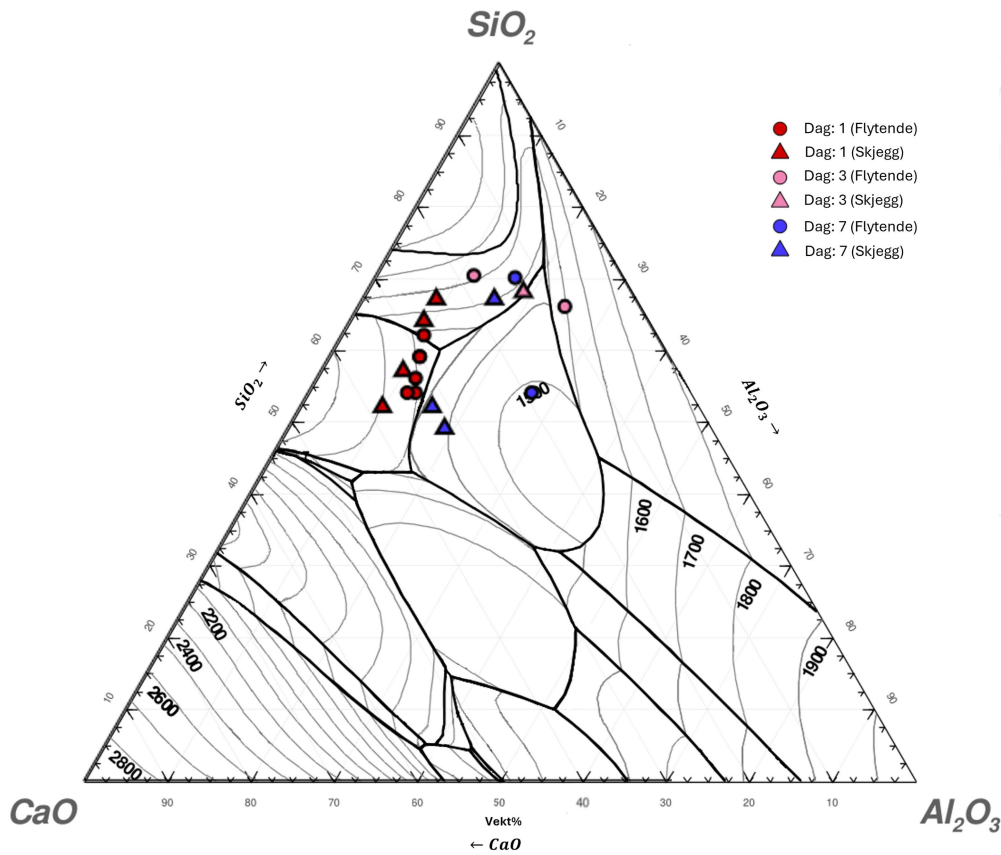


Figur 4.3: Resultatene fra oksidanalysen utført med SEM-EDS på prøvene *S-1* til *S-12* er illustrert i et SiO_2 -CaO- Al_2O_3 -fasediagram. I diagrammet representerer de røde punktene flytende slagprøver, mens de grønne trekantene angir skjeggprøver.

Diagrammet viser ingen tydelige mønstre som skiller de flytende prøvene fra skjeggprøvene. Begge prøvemethodene er gruppert nær hverandre uten et klart skille. De fleste prøvene til venstre i diagrammet har lignende CaO-innhold, mens et fåtall prøver viser lavere nivåer av CaO. Forholdet mellom SiO_2 og Al_2O_3 varierer moderat.

Imidlertid skiller to av de flytende slagprøvene seg ut med et høyere Al_2O_3 -nivå enn de øvrige prøvene. Prøven er identifisert som prøve *F-6.1* og *F-9.1*. Prøve *F-6.1* inneholder også et veldig lavt innhold av CaO, noe som gjør at den stikker seg ut i diagrammet.

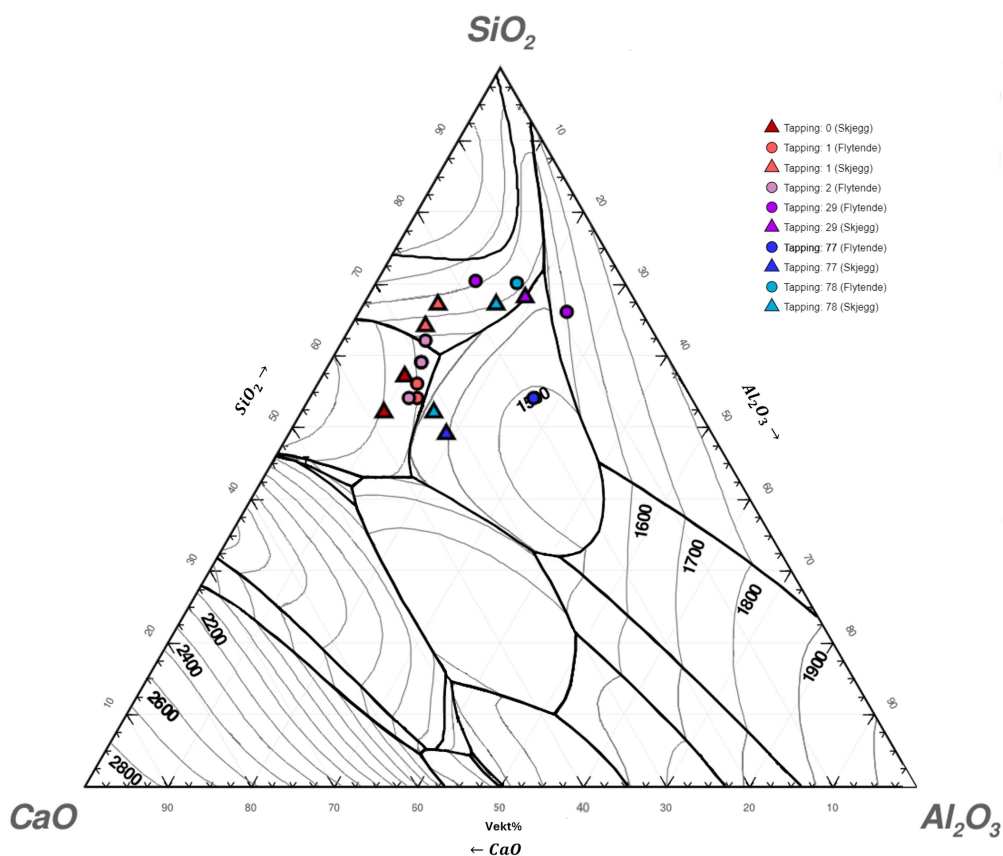
Figur 4.4 grupperer prøvene etter innsamlingsdato. Prøvene S-1 til F-6, som ble tatt på første dag, er markert med rødt. Prøvene FM-7 til F-11, tatt to dager etter, er angitt i rosa. Prøvene S-10 til S-12, tatt syv dager etter første dag, er vist i mørkeblå.



Figur 4.4: Resultatene fra oksidanalysen utført med SEM-EDS på prøvene S-1 til S-12 er illustrert i et SiO₂-CaO-Al₂O₃-fasediagram. Prøvene er skilt etter dagene de ble tatt.

Resultatene viser at prøvene tatt innenfor samme dag, ligger i nærheten av hverandre, bortsett fra dag syv som ligger litt mere spredd. Prøvene tatt på første dag inneholder tilsynelatende en større mengde CaO enn på de andre dagene, men varierer i nivåene av SiO₂ og Al₂O₃, noe som resulterer i stor variasjon. Prøvene fra dag tre har et høyt SiO₂-innhold, men en større variasjon i CaO-innhold. På den syvende dagen varierer prøvene betydelig i Al₂O₃- og SiO₂-innhold.

For en mer detaljert undersøkelse av variasjonen, illustrerer Figur 4.5 forskjellene mellom de ulike tappingene som prøvene ble hentet fra. De 18 prøvene som ble tatt innenfor denne perioden er fra seks forskjellige tappinger som er spredd på tre forskjellige dager.



Figur 4.5: Resultatene fra oksidanalysen av prøvene *S-1* til *S-12*, utført med SEM-EDS, er illustrert i et SiO_2 – CaO – Al_2O_3 -fasediagram. Prøvene er kategorisert basert på hvilken tapping de stammer fra, etter den første tappingen og tilhørende prøvetaking.

Dette diagrammet viser en klarere sammenheng mellom de forskjellige tappingene. Den første tappingen, merket som tapping null, inneholder relativt høye CaO -konsentrasjoner sammenlignet med den påfølgende tappingen, som viser en noe lavere konsentrasjon av CaO , men en økning i SiO_2 . Tappingen etter den første inkluderer også to hovedprøver, med hver sine to delprøver. Disse delprøvene viser variasjon i SiO_2 og Al_2O_3 -nivåer innenfor samme tapping, mens CaO -nivået forblir stabilt. Tapping to viser også stabile CaO -konsentrasjoner, mens SiO_2 og Al_2O_3 viser variasjoner. Ifølge *Tabell 4.2*, har to av hovedprøvene identisk sammensetning, noe som reflekteres i deres overlapping i diagrammet.

Tapping 29 skiller seg markant fra tidligere tappinger, med analyser som viser ganske høye konsentrasjoner av SiO_2 , men lave nivåer av CaO . Den lave konsentrasjonen av CaO fortsetter også gjennom tapping 77 og 78. Prøve *F-9.1* er veldig forskjellig fra prøve *S-10.1* som er fra samme tapping. Prøve *F-9.1* inneholdt en høyere konsentrasjoner av CaO , sammen med prøve *S-12.2* fra tappingen etter.

4.2.2 EPMA-WDS

Totalt ble 30 prøver analysert med EPMA-WDS. Det ble tatt et bilde av hver prøve, hvor det ble tatt tre punktanalyse av den homogene slagghfasen. Spesifikke grunnstoffer som: Si, Al, Ca, Fe, Ti, C, Zn, Mg og K, ble valgt for deteksjon i WDS-detektoren.

To av prøvene ble ekskludert fra resultatene fordi de inneholdt for lite slaggh for å ta analyse av. Dette gjaldt prøve *S-21.1* og *S-25.1*. Prøve *S-21.1* inneholdt bare SiO₂ og kondensater, mens prøve *S-25.1* inneholdt store mengder Si-metall og SiO₂.

Gjennomsnittlig sammensetning av slagget i hver av prøvene, er vist i *Tabell 4.3*. Rådataene av analysen er presentert i *Vedlegg D*.

Tabell 4.3: Slagghfasene fra prøve *S-13* til og med *F-26*, ble analysert i EPMA ved bruk av WDS-detektorer. Resultatene presenteres som gjennomsnittsverdier fra tre målepunkter i homogene områder av slagget. Verdiene er uttrykt i vekt%.

| Prøve ID | SiO ₂ | CaO | Al ₂ O ₃ | K ₂ O | MgO | TiO ₂ | FeO | ZnO | Totalt |
|------------|------------------|------|--------------------------------|------------------|-----|------------------|-----|-----|--------|
| S-13.1 (1) | 50,7 | 34,0 | 14,9 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0,1 | 0 | 99,9 |
| S-13.2 (1) | 56,9 | 16,8 | 24,9 | 0,1 | 0,2 | 0 | 0 | 0 | 98,9 |
| S-13.1 (2) | 46,4 | 38,2 | 15,0 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0,1 | 99,8 |
| S-13.2 (2) | 46,2 | 38,0 | 14,9 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 99,2 |
| F-14.1 | 50,8 | 31,9 | 16,7 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0,1 | 99,6 |
| F-14.2 | 50,6 | 30,4 | 15,0 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 96,1 |
| S-15.1 | 45,6 | 35,0 | 18,4 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0,1 | 99,3 |
| S-15.2 | 45,5 | 38,9 | 14,7 | 0 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0,1 | 99,4 |
| F-16.1 | 50,8 | 27,5 | 20,2 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 98,7 |
| F-16.2 | 58,3 | 31,0 | 10 | 0,1 | 0,2 | 0 | 0 | 0,1 | 99,7 |
| S-17.1 | 43,5 | 40,4 | 15,0 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 99,0 |
| S-17.2 | 43,8 | 40,4 | 14,9 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 99,2 |
| F-18.1 | 47,9 | 30,7 | 16,0 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 94,8 |
| F-18.2 | 49,6 | 33,1 | 16,0 | 0,1 | 0,2 | 0 | 0 | 0 | 99,0 |
| S-19.1 | 52,6 | 33,3 | 13,0 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0,1 | 99,2 |
| S-19.2 | 53,2 | 33,8 | 12,9 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 100,1 |
| F-20.1 | 67,1 | 22,0 | 11,7 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 101,0 |
| F-20.2 | 72,9 | 21,7 | 8,3 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 103,0 |
| F-20.3 | 59,7 | 27,5 | 12,8 | 0,1 | 0,2 | 0 | 0,1 | 0 | 100,4 |
| S-21.2 | 49,4 | 30,9 | 19,1 | 0 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 99,6 |
| F-22.1 | 59,4 | 21,6 | 17,9 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 99,0 |
| F-22.2 | 58,0 | 23,1 | 19,0 | 0 | 0,2 | 0 | 0 | 0 | 100,3 |
| F-22.3 | 64,3 | 18,6 | 17,3 | 0 | 0,2 | 0 | 0 | 0 | 100,4 |
| S-23.1 | 44,2 | 20,3 | 34,3 | 0,4 | 0,3 | 0 | 0 | 0 | 99,5 |
| S-23.2 | 43,6 | 21,4 | 33,9 | 0,2 | 0,2 | 0 | 0 | 0 | 99,3 |
| F-24.1 | 61,5 | 20,8 | 17,7 | 0 | 0,1 | 0 | 0 | 0,1 | 100,2 |
| F-26.1 | 58,2 | 23,5 | 18,3 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 100,2 |
| F-26.2 | 54,7 | 25,4 | 20,5 | 0,1 | 0,1 | 0 | 0 | 0 | 100,8 |

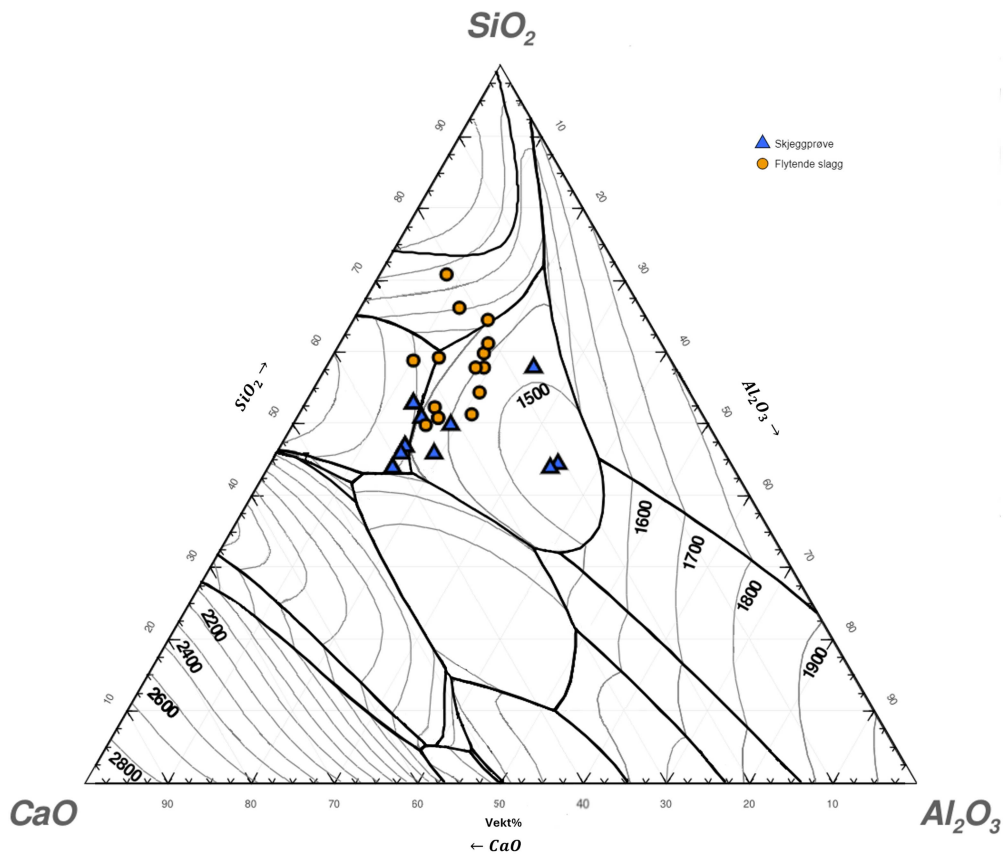
Tabell 4.4 gir en detaljert oversikt basert på data fra EPMA-analyser kombinert med verdier fra SiO₂-CaO-Al₂O₃-fasediagrammet. Tabellen inkluderer en oppsummering av de normaliserte oksidanalysene fra Tabell 4.3, sammen med det tilhørende forholdstallet mellom CaO og Al₂O₃ i hver prøve. Videre inneholder tabellen informasjon om likvidustemperaturene for de analyserte prøvene. Likvidustemperaturen ble lest av Figur 2.9. I tillegg vises mineralfasen til den tilhørende sammensetningen. Mineralfasen ble lest ut av diagrammet vist i Figur 2.8. Tabellen avslutter med å vise hvilken tapping prøven er tatt fra, hvor tapping null regnes som den første tappingen. Normalisering her vil si at alle andre grunnstoff utenom SiO₂, CaO og Al₂O₃ ble fjernet og disse ble summert til 100%.

Tabell 4.4: Beregninger fra EPMA-analysen som viser forholdstallet mellom CaO og Al₂O₃ i prøvene, den tilhørende likvidustemperaturen og mineralfasen til sammensetningen, og tilslutt vises tappinger mellom prøvene fra første prøvetaking. Viskositetsverdiene er lest av fra Figur 2.11.

| Prøve ID | Normalisert oksidanalyse | | | Ratio [CaO/Al ₂ O ₃] | T _{Likvidus} [°C] | Viskositet 1600°C [Pa·s] | Mineralfase | Tapping nr. |
|------------|--------------------------|-----|--------------------------------|--|-------------------------------|-----------------------------|--|----------------|
| | SiO ₂ | CaO | Al ₂ O ₃ | | | | | |
| S-13.1 (1) | 51 | 34 | 15 | 2,28 | 1300 | 9 | CaSiO ₃ | 272 |
| S-13.2 (1) | 56 | 17 | 25 | 0,67 | 1475 | 30 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 272 |
| S-13.1 (2) | 47 | 38 | 15 | 2,55 | 1310 | 7 | CaSiO ₃ | 272 |
| S-13.2 (2) | 47 | 38 | 15 | 2,55 | 1310 | 7 | CaSiO ₃ | 272 |
| F-14.1 | 51 | 32 | 17 | 1,91 | 1350 | 10 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 273 |
| F-14.2 | 53 | 32 | 16 | 2,03 | 1325 | 10 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 273 |
| S-15.1 | 46 | 35 | 19 | 1,90 | 1350 | 8 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 306 |
| S-15.2 | 46 | 39 | 15 | 2,65 | 1310 | 6 | CaSiO ₃ | 306 |
| F-16.1 | 52 | 28 | 21 | 1,36 | 1430 | 13 | CaSiO ₃ | 306 |
| F-16.2 | 59 | 31 | 10 | 3,10 | 1310 | 13 | CaSiO ₃ | 306 |
| S-17.1 | 44 | 41 | 15 | 2,69 | 1300 | 6 | CaSiO ₃ | 307 |
| S-17.2 | 44 | 41 | 15 | 2,71 | 1300 | 6 | CaSiO ₃ | 307 |
| F-18.1 | 51 | 32 | 17 | 1,91 | 1350 | 10 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 307 |
| F-18.2 | 50 | 34 | 16 | 2,07 | 1325 | 9 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 307 |
| S-19.1 | 53 | 34 | 13 | 2,56 | 1300 | 9 | CaSiO ₃ | 345 |
| S-19.2 | 53 | 34 | 13 | 2,62 | 1300 | 9 | CaSiO ₃ | 345 |
| F-20.1 | 67 | 22 | 12 | 1,88 | 1410 | 30 | Kristobalitt | 345 |
| F-20.2 | 71 | 21 | 8 | 2,61 | 1550 | 40 | Kristobalitt | 345 |
| F-20.3 | 60 | 28 | 13 | 2,15 | 1200 | 15 | CaSiO ₃ | 345 |
| S-21.2 | 50 | 31 | 19 | 1,62 | 1400 | 10 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 385 |
| F-22.1 | 60 | 22 | 18 | 1,21 | 1390 | 25 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 385 |
| F-22.2 | 58 | 23 | 19 | 1,22 | 1410 | 20 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 385 |
| F-22.3 | 64 | 19 | 17 | 1,08 | 1310 | 35 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 385 |
| S-23.1 | 45 | 21 | 35 | 0,59 | 1375 | 17 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 435 |
| S-23.2 | 44 | 22 | 34 | 0,63 | 1390 | 15 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 435 |
| F-24.1 | 62 | 21 | 18 | 1,18 | 1350 | 25 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 435 |
| F-26.1 | 58 | 24 | 18 | 1,28 | 1400 | 20 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 526 |
| F-26.2 | 54 | 25 | 20 | 1,24 | 1425 | 15 | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | 526 |

Prøven som skiller seg mest ut her er *S-23.1*, som har et CaO/Al₂O₃-forholdstall på 0,5, noe som er lavere enn anbefalt [24]. Dette etterfølges av prøvene *S-13.2* og *S-23.2*, som også viser lave forholdsverdier. De øvrige prøvene viser stor variasjon i sammensetning, uavhengig av om de ble tatt under samme tapping eller dag.

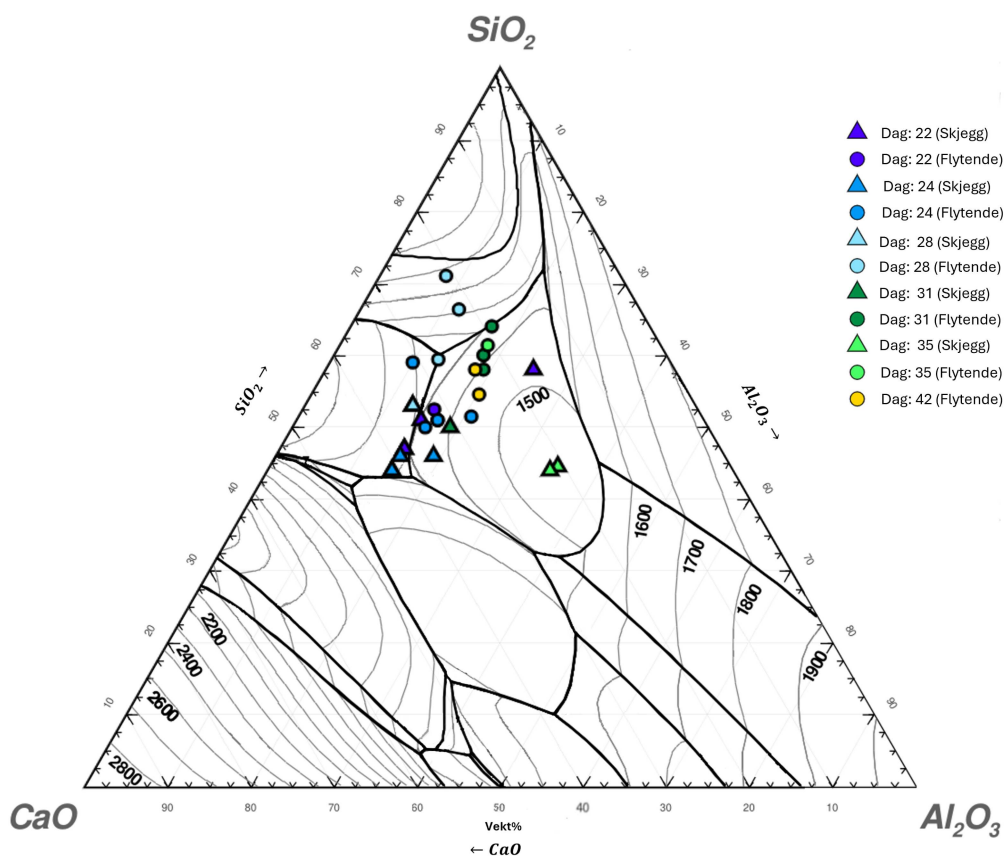
For en dypere forståelse av resultatene fra slaggsammensetningsanalysen, er de normaliserte oksidanalysene fra EPMA-WDS-undersøkelsen presentert i et tertiært fasediagram. Figur 4.6 illustrerer forskjellene mellom de to prøvetakingsmetodene. De oransje sirkulære punktene representerer slaggtatt i flytende fase, mens de blå trekantene viser skjeggprøvene.



Figur 4.6: Resultatene fra EPMA-analysen av slagget presenteres i fasediagrammet. Blå trekantene representerer skjeggprøver, mens en oransje sirkler viser prøver av slagget som ble tatt i den flytende fasen. Diagrammet dekker prøveserien fra *S-13* til *F-26*

Her skiller prøvene *S-23.1* og *S-23.2* seg ut med en høyere konsentrasjon av Al_2O_3 . Det er også observert en viss form for sammenheng for hver av prøvetakingsmetodene. Slaggprøvene tatt i flytende fase inneholder høyere nivåer av SiO_2 sammenlignet med skjeggprøvene, mens skjeggprøvene viser en generelt høyere konsentrasjon av Al_2O_3 . Inneholdet av CaO varierer mellom prøvene.

Figur 4.7 organiserer resultatene etter de dagene prøvene ble tatt, med fortsatt inndeling basert på skjegg- og flytende prøver. Fargene indikerer dagen de ble tatt på, med utgangspunktet fra den første prøvetakingen. Lilla indikerer dag 22, blå dag 24, lyseblå dag 28, grønn dag 31, lysegrønn dag 35, og gul representerer dag 42.



Figur 4.7: Resultatene fra EPMA-analysen er presentert ut i fra hvilken dag prøven ble tatt på.

Diagrammet viser interessante trender og funn over en tidsperiode. På dag 22 observeres en konsekvent samling av prøver, unntatt *S-13.2 (1)*, som skiller seg ut med et lavt CaO/Al_2O_3 -forholdstall.

På dag 24 er samlingen også jevn, men *F-16.2* avviker med et høyere forholdstall, noe som indikerer et betydelig høyere CaO -innhold sammenlignet med de andre prøvene. Det kan også se ut til at skjeggprøvene har en lavere mengde SiO_2 og en høyere konsentrasjon av Al_2O_3 sammenlignet med de flytende slagprøvene, som befinner seg noe høyere i diagrammet.

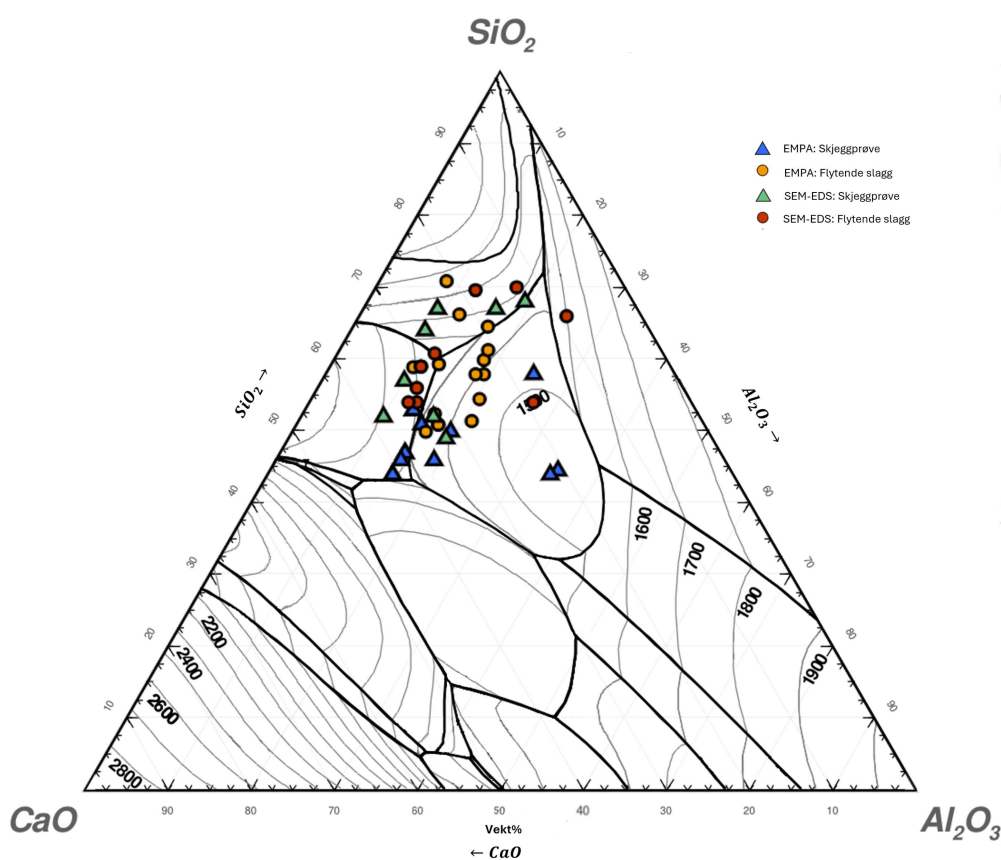
Dag 28 har høye SiO_2 -verdier og lave Al_2O_3 -verdier, mens CaO -innholdet ser ut til å være stabilt blant prøvene. Dag 31 viser likhet med dag 28, med stor variasjon i SiO_2 og Al_2O_3 -nivåer. Skjeggprøvene på denne dagen viser lavere SiO_2 -verdier og høyere CaO -innhold, noe som antyder forskjeller i slaggets kjemiske sammensetning over tid.

Dag 35 avdekker betydelig variasjon mellom skjeggprøver og flytende slag. Flytende slagprøve *F-24.1* inneholder høyt SiO_2 - og CaO -innhold sammenlignet med skjeggprøvene *S-23.1* og *S-23.2* som begge viser lave CaO/Al_2O_3 -forholdstall og befinner seg nederst til høyre i diagrammet.

4.3 Slaggsammensetning over tid

Hvis en oppsummerer slaggsammensetningen fra begge analysemetodene, ble det funnet at tappeslagget som ble undersøkt i dette prosjektet har et gjennomsnitt på 56 vekt% (SD=7,4) SiO_2 , med et forholdstall mellom CaO og Al_2O_3 på 1,96 (SD=1,0). Hvis en ser på gjennomsnittet mellom prøvemetodene så har prøvene tatt i flytende fase et gjennomsnitt på 59 vekt% (SD=6,9) SiO_2 med et $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstall på 1,64 (SD=0,9). Skjeggprøvene hadde totalt et gjennomsnitt på 53 vekt% (SD=8,2) SiO_2 og et $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstall på 1,80 (SD=1,1).

Figur 4.8 oppsummerer slagganalysene utført med to forskjellige analysemetoder. Den blå trekanten og den gule sirkelen representerer resultater fra EPMA-WDS-analysen, mens den grønne trekanten og den røde sirkelen stammer fra SEM-EDS-analysen.

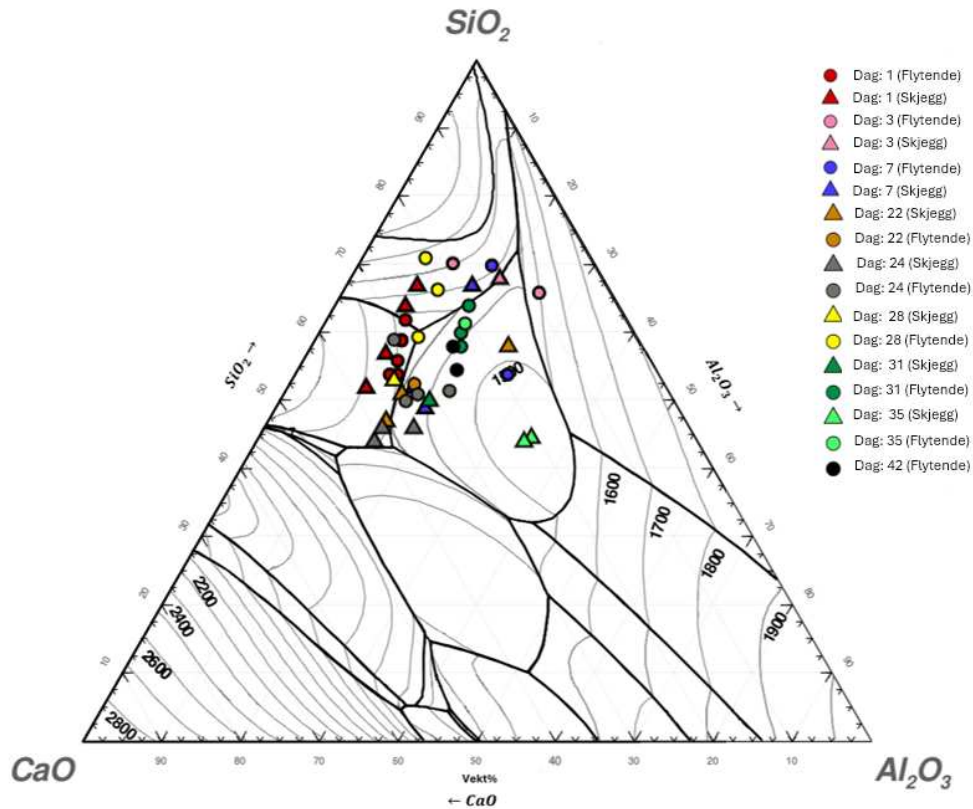


Figur 4.8: Tertiær fasediagram i et SiO_2 - CaO - Al_2O_3 -system. Den blå trekanten og den gule sirkelen representerer resultater fra EPMA-WDS-analysen, mens den grønne trekanten og den røde sirkelen stammer fra SEM-EDS-analysen. Trekant indikerer skjeggprøve og sirkel indikerer flytende slagprøver.

Resultatene presentert i Figur 4.9 gir en oversikt over slagganalysene fra alle prøvene, med en variabel sammensetning av SiO_2 , CaO og Al_2O_3 gjennom ulike dager. Diagrammet har et hovedområde hvor meste parten av prøvene ligger og med noen avvik som inneholder et lavere $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ forholdstall, dette kan potensielt reflektere variasjoner i kvaliteten på råmaterialene eller forskjeller i prosessforholdene de ulike dagene. Forskjellene kan også være knyttet til

analysemetodene som ble brukt. Som tidligere nevnt, ble 18 prøver analysert med SEM-EDS, mens 30 prøver ble undersøkt med WDS i EPMA, hvorav 28 av prøvene ble tatt med i resultatene.

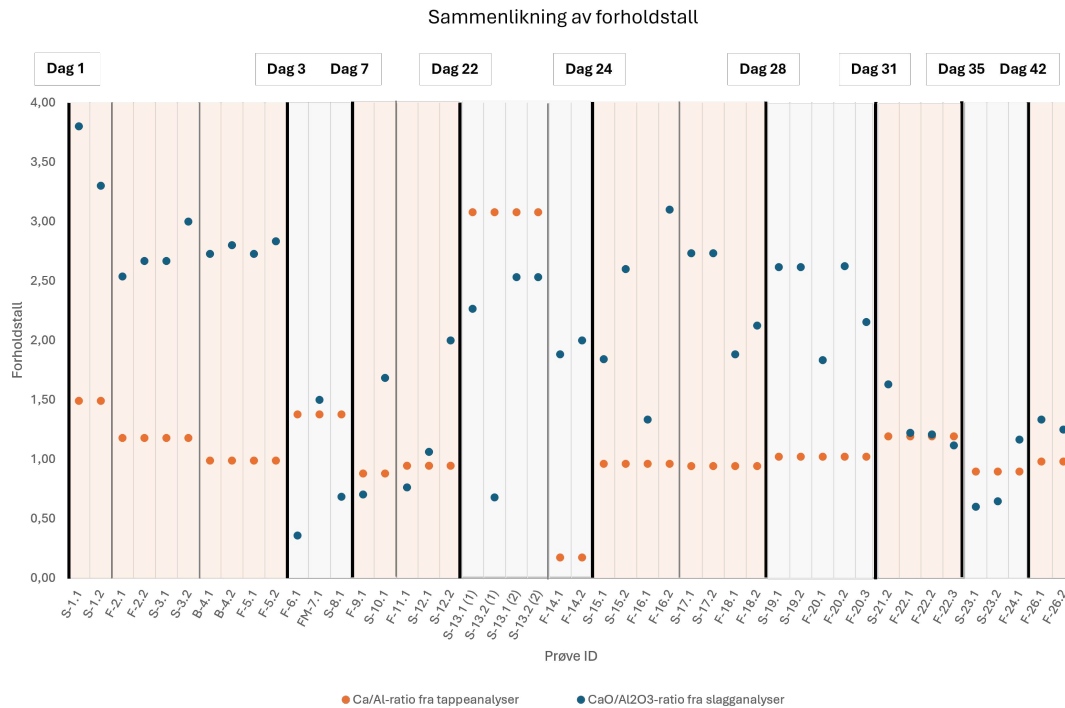
Prøvene tatt på dag én (rødt), dag tre (rosa), dag sju (mørkeblått) og dag 28 (gul) har generelt sett høyere konsentrasjoner av SiO_2 . På den annen side viser prøvene fra dag 35 (lysegrønn), en tendens til økte nivåer av Al_2O_3 , mens prøver fra dag 24 (grå) inneholdt størst mengder CaO .



Figur 4.9: Alle resultater fra slaganalysene er oppsummert og organisert etter datoene de ble tatt. Den første prøven ble tatt på dag én, mens den siste prøven ble tatt 42 dager senere. Merk at alle resultater er normalisert for å sikre sammenlignbarhet. Sirkel indikerer slagprøve tatt i flytende fase, mens trekant indikerer skjeggprøve.

4.3.1 $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ – forhold

For å sammenligne analysene blir forholdet til slagget og metallet sammenliknet i *Figur 4.10*. De blå punktene viser $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstallet til slaganalysen, mens den oransje punktene viser Ca/Al -forholdet fra tappestrålen av Si-metall under samme tapping som prøven ble tatt på. Fargene på diagrammet markerer de forskjellige dagene prøvene ble tatt, med en beskrivelse øverst som angir hvilken dag hver prøve ble tatt på. De grå tykkere strekene viser skille mellom tappingene. Dette er også lett å se, fordi tappeanalysen er fra en tapping, så de vil være like helt til neste tapping.



Figur 4.10: Figuren illustrerer forholdstallene mellom slagganalysene og tappeprøven fra Si-metallet i tidsrommet hvor slaggrøven ble tatt. De blå punktene representerer $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstallet fra slagganalysen, mens de oransje punktene viser Ca/Al -forholdstallet fra analysen av Si-metallet. Fargen i kolonnene skiller dagene slaggrøvene ble tatt på, og de grå linjene inne i det skraverete feltet skiller de forskjellige tappingene.

Figuren viser at $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdet er generelt høyere enn Ca/Al -forholdstallet. Tappeanalysen viser et høyere forholdstall enn for oksidanalysen til prøve *S-13*, *S-23* og delprøve *F-6.1*, *S-8.1*, *F-9.1*, *F-11.1* og *F-22.3*.

Diagrammet viser også at sammensetning kan variere stort i løpet av en tapping. Hvis en ser på første tapping på dag 24, prøve *S-15* og *F-16*, varierer dette stort. Dette kan også ha innvirkning i prøvetakingsmetoden, med tanke på viskositet og hva som fester seg i skjegget.

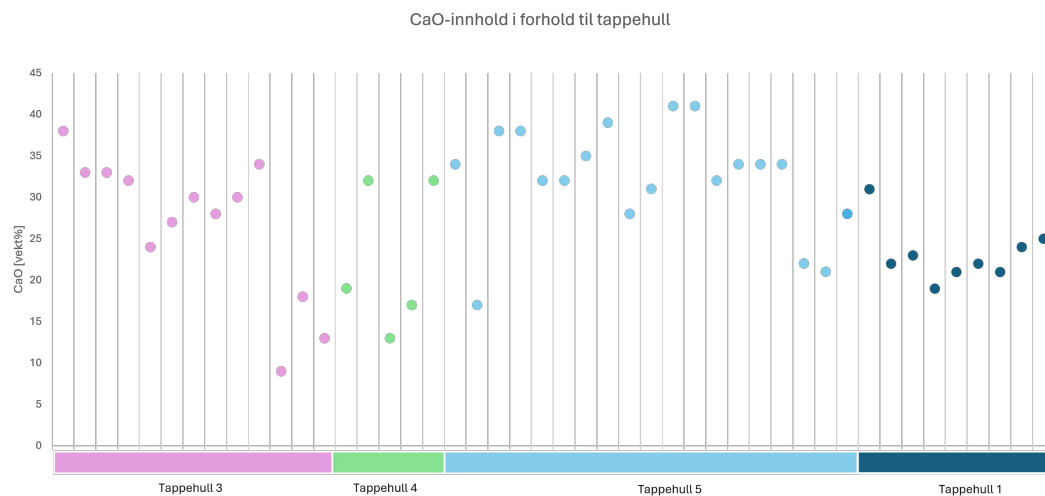
Det er også variasjon innad i delprøvene. For eksempel prøve *S-1*, hvor første delprøven har et forholdstall på 3,8 etterfulgt av den andre delprøven som har et forholdstall på 3,3. Dette er de høyeste forholdstallene, noe som indikerer høyt innhold av CaO .

Sammensetningen av slag varierer betydelig innenfor samme prøve. For eksempel, i prøve *F-20*, som inneholder tre delprøver, er det store variasjoner i $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdet innad i prøven.

4.3.2 CaO -analyser fra forskjellige tappehull

Tidligere studier har sett på sammenhengen mellom tappehull og sammenhengen av slagganalyser uten å finne en korrelasjon eller sammenheng [29] [17]. I dette prosjektet ser det ut som at det kan være sammenheng mellom CaO -innhold i slagget og hvilket tappehull som var i bruk når prøven ble tatt.

Figur 4.11, viser en oppsummering av alle prøvene og hvilket tappehull prøven kommer fra. Verdiene er hentet fra Tabell 4.1. X-akse viser tappehullet, og Y-akse viser CaO-innholdet oppgitt i vekt%.



Figur 4.11: Diagrammet viser sammenhengen mellom tappehull og CaO-analyser fra slaggsammensetningen.

Her kan en tydelig se lave verdier av CaO over en kort tidsperiode. Perioden varer fra prøve *F-6.1* til og med prøve *S-13.2 (1)*, med tre prøver som viser høyere verdier i perioden. Tidsrammen er innenfor 19 dager, og tre forskjellige tappehull.

I tillegg viser det seg at prøver hentet fra tappehull én har lavere verdier av CaO sammenlignet med prøver fra tappehull tre og fem. Dette kan indikere en faktisk sammenheng, men det kan også være tilfeldig. Det er nødvendig med ytterligere parametere for å fastslå om dette er en reell sammenheng.

4.4 Funn i slaggrøvene

Det ble gjort flere interessante funn av forskjellige materialer og sammensetninger i slaggrøvene. Bortsett fra slag, ble det funnet ureagert kvarts og karbon, kondensat, spor av alkalimetaller, SiC og Si-metall.

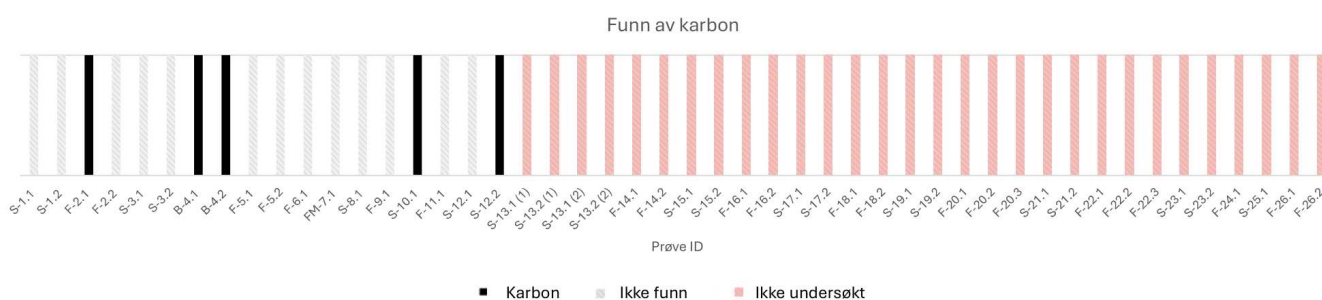
Totalt ble 18 prøver, prøve *S-1* til og med *S-12*, analysert med SEM-EDS, og kan derfor underbygges med kjemiske analyser fra punkt og områdeanalyser på prøven. De øvrige prøvene, prøve *S-13* til *F-26*, ble analysert i EPMA-WDS med punktanalyse kvantifiseringer for å finne sammensetning til slagget i prøvene. Antagelsene av øvrige funn i disse prøvene må betraktes som indikasjoner. I de følgende delkapitlene vil det bli forklart grundig hvorfor antagelsene er gjort for hver kategori.

4.4.1 Funn av karbon

Det ble identifisert at 5 av 18 delprøver inneholdt ureagert karbon. Hvis en ser på hovedprøvene inneholdt 4 av 12 karbon, noe som utgjør ca. 33% av prøvene.

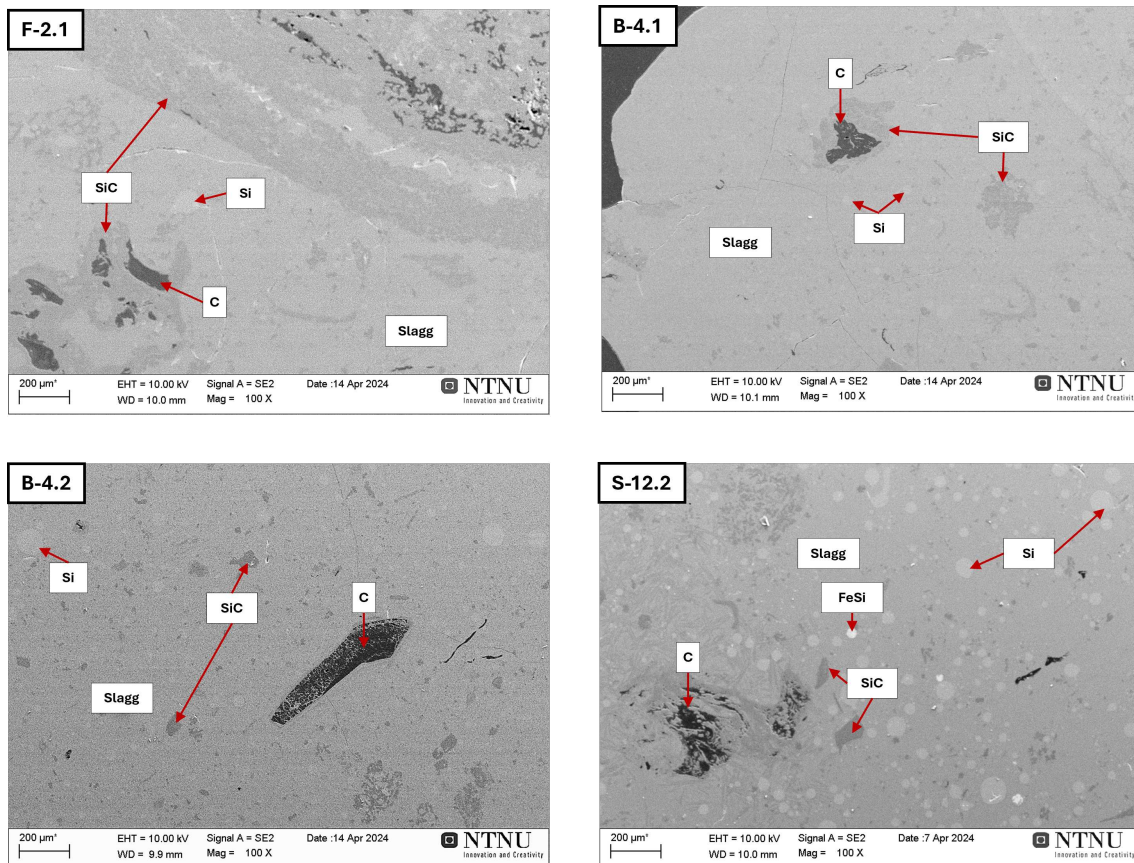
Karbonmaterialet var ikke synlig ved bruk av stereomikroskop, hovedsakelig på grunn av refleksjonene fra det polerte silisiumet som resulterte i en lignende mørk farge. Dette førte til at bekreftelsen av karbonmaterialet ble kun gjort gjennom SEM-EDS-analyser. De prøvene som ikke ble undersøkt med denne metoden, kunne ikke karakteriseres nøyaktig og er derfor utelatt fra de endelige resultatene.

Et stolpediagram i *Figur 4.12* viser hvilke prøver som inneholdt spor av ureagert karbon. I diagrammet indikerer de svarte stolpene prøver hvor det ble funnet karbon, mens de lyse stolpene indikerer ikke funn. Stolper i en mørkere nyanse representerer prøver som ikke ble analysert for å bekrefte eventuelle funn.



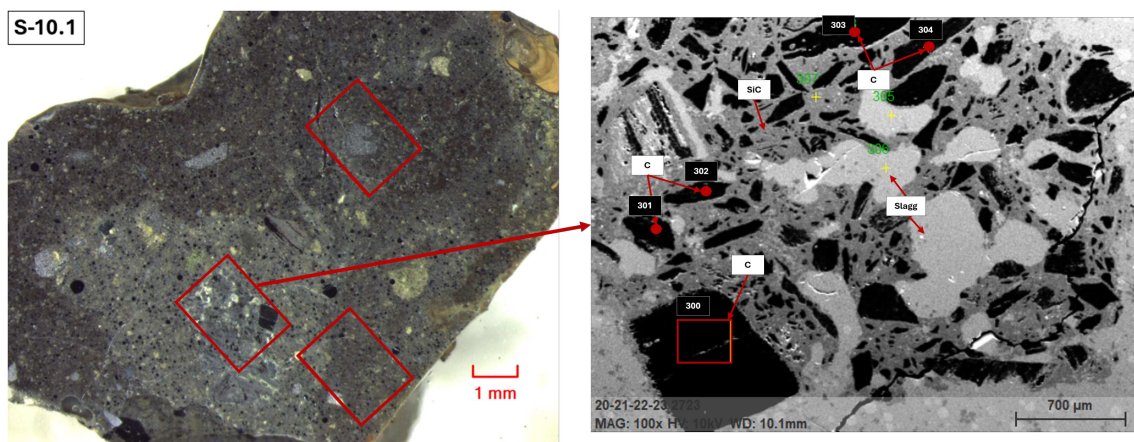
Figur 4.12: Fem prøver inneholdt ureagert karbonmateriale. Analysene ble utført på prøvene fra S-1 til S-12, som bekreftet tilstedeværelsen av karbon. Det er visuelt vanskelig å se karbonet i stereomikroskopet. Uten analyser kan det derfor ikke trekkes konklusjoner om de øvrige prøvene.

Figur 4.13 viser prøvene som inneholdt karbon. Figuren viser også hvordan karbon skiller seg ut i et SEM-bildet. De svarte områdene er tilnærmet hundre prosent karbon. EDS-analysene som bekrefter dette vises i *Vedlegg E*.



Figur 4.13: Karbon funnet i SEM-EDS-analyse. Bildene viser prøve F-2.1, B-4.1, B-4.2 og S-12.2. I tillegg til karbon var det også forekomster av SiC, slagg, FeSi og Si-metall. Forstørrelsene i bildene er på 100x.

Figur 4.14 viser et eksempel på prøven som inneholdt mest karbon, prøve S-10.1. Bildet til venstre er tatt med et stereomikroskop og til høyre er det tilhørende SEM-bildet fra analysen. De fire røde prikkene og det røde markerte området ble analysert og bekreftet å være karbon. Basert på disse funnene kan det antas at alle de svarte områdene i bildet representerer karbonmateriale innkapslet i en matrise. I denne matrisen utgjør de lysere områdene slagg, mens de mørkere grå områdene består av SiC.



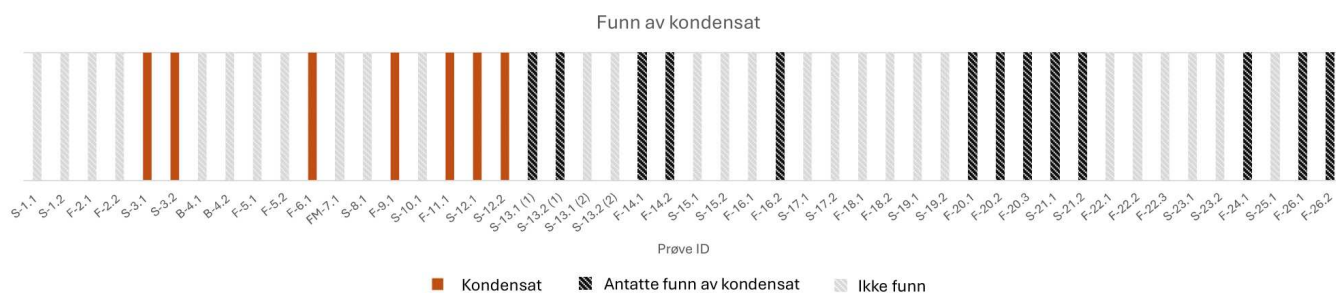
Figur 4.14: Eksempel på funn av karbonmateriale i prøve S-10.1: Til venstre vises et bilde tatt med stereomikroskop, og til høyre er det tilhørende SEM-bildet. I SEM-bildet er punktene og områdene som ble analysert med EDS markert. De røde prikkene og områdene indikerer hvor det er funnet karbon. EDS-punkt verdiene kan finnes i Vedlegg E.

Denne prøven skiller seg ut fra de andre prøvene der karbon ble funnet, både i mengden karbon og i utseende. På de andre prøvene vist i *Figur 4.13*, kan en se at det stammer fra et porøst materiale, som indikerer ureagert kull eller koks. Prøve *S-10.1* virker mere kompakt, og derfor vanskeligere å finne en kilde til karbonet.

4.4.2 Funn av kondensat

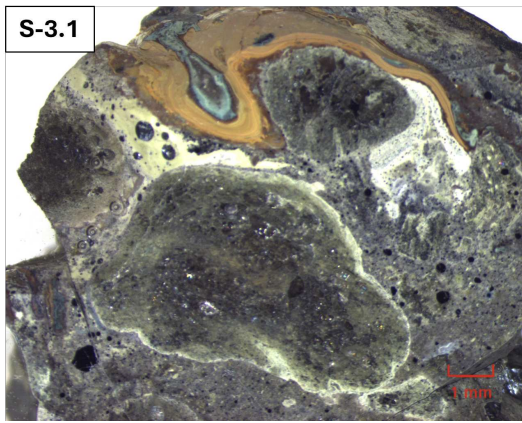
Det ble også gjort funn på store mengder kondensat i slaggrøvene, varierende farger som brunt, hvitt, grått og blått. Merk at noe av det hvite-kondensatet ikke ble tatt med, da det var vanskelig å skille det fra andre faser uten bekrefte med kjemisk analyse. I tillegg var det vanskelig å se forskjellen på smeltet kvarts og kondensat, prøve *S-13* til og med *F-26* er antatt basert på visuelle observasjoner og ikke-kjemisk analyse. Det antas dermed at 20 av 48 prøver inneholdt kondensat, med mengder som varierte fra små spor til å dominere hele prøven. Tilsammen er dette 12 av 27 hovedprøver som utgjør funn av kondensat i 44% av prøvene.

Figur 4.15 oppsummerer observasjonene. Her indikerer de brune stolpene funn av kondensat, det mørke skraverte indikerer antatte funn og de skraverte lyse stolpene indikerer ikke funn.

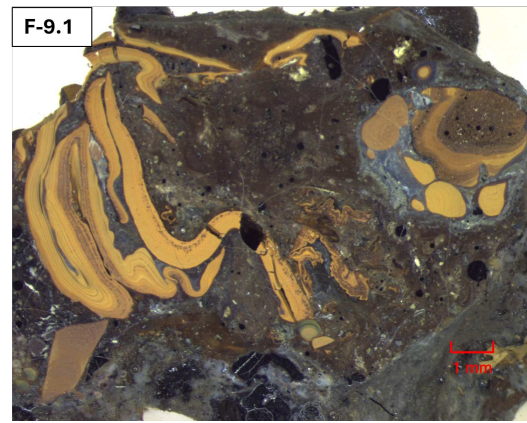


Figur 4.15: Figuren viser funn av kondensat i prøvene. Det ble funnet at 12 av 27 hovedprøver inneholdt en form for kondensat. De brune stolpene indikerer funn av kondensat, de mørke skraverte indikerer antatte funn og de skraverte lyse stolpene indikerer ikke funn.

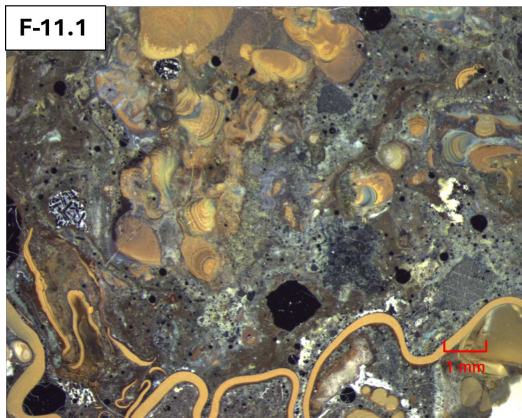
Visuelt skiller kondensatet seg ut med markante fargeforskjeller, som vises i nyanser av brun/oransje, blå, grått eller hvit [18]. *Figur 4.16* viser eksempler fra seks prøver, avbildet med et stereomikroskop. Det er viktig å merke seg at disse bildene representerer prøvene som inneholdt mest kondensat, noen av de andre funnene var mindre markante. Alle de seks prøvene ser ut til å inneholde brunt kondensat, mens prøve *S-21.1* antas å inneholde store mengder hvitt kondensat i fargene blått og grått.



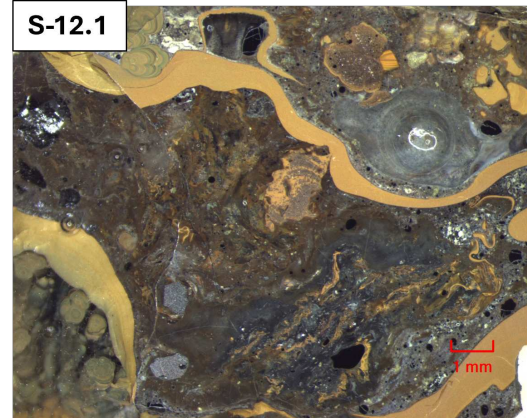
(a) Prøve S-3.1



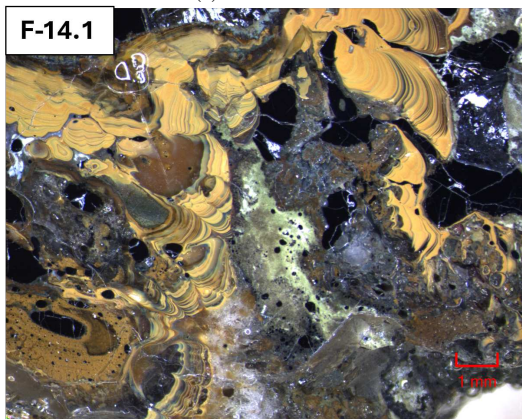
(b) Prøve F-9.2



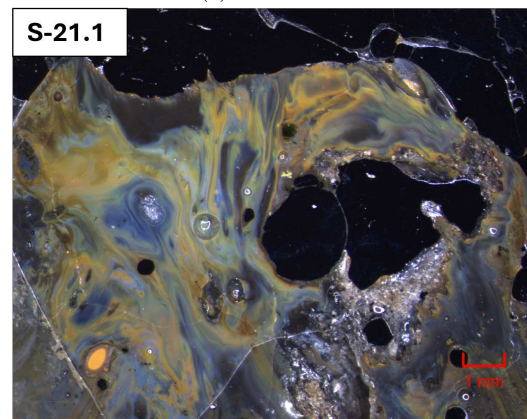
(c) Prøve F-11.1



(d) Prøve S-12.1



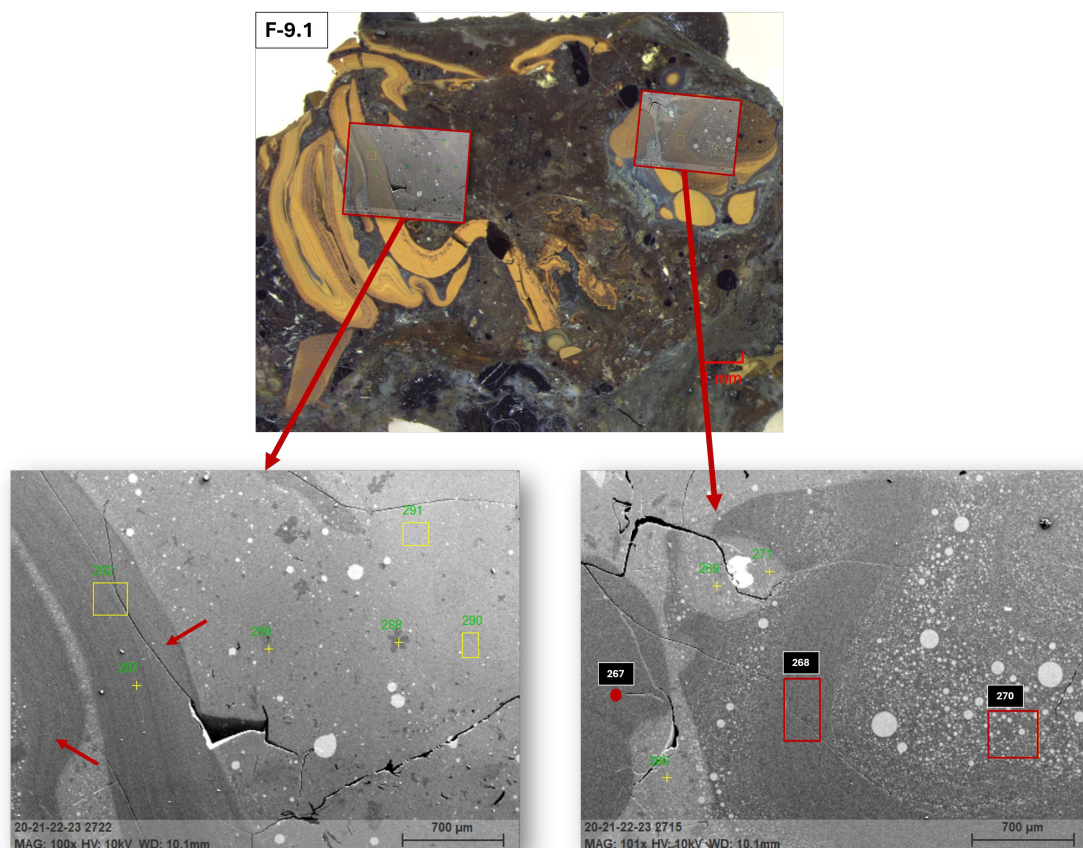
(e) Prøve F-14.1



(f) Prøve S-21.1

Figur 4.16: De seks bildene illustrerer forskjellige typer kondensatfunn i slagget. Alle bildene er tatt med et stereomikroskop, og hver av dem har en målestokk på 1 mm for størrelsesreferanse.

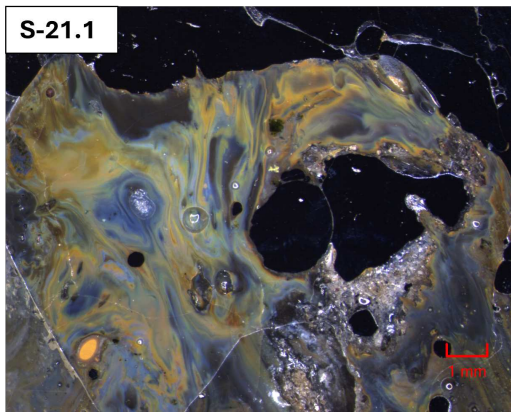
Kondensat vises som brunt når det primært består av Si-SiO₂, mens det kan fremstå i nyanse av hvitt, blått eller grått når det inneholder en blanding av SiC og SiO_x [18]. *Figur 4.17* illustrerer et eksempel fra prøve *F-9.1*, som viser kondensatets utseende på mikronivå. Bildet er tatt med 100x forstørrelse, og viser kondensatet som et mørkt materiale. Inne i denne mørke massen er det lyse prikker, som representerer sfærer av Si-metall. Mørkere farge på kondensatet, indikerer flere Si-sfærer og varmere temperatur [18].



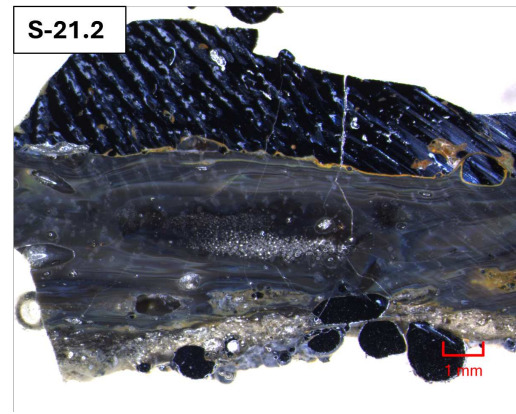
Figur 4.17: Prøve *F-9.1* inneholder betydelige mengder kondensat. Bildet øverst i midten er tatt med stereomikroskop, mens bildene nede til høyre og venstre er tatt med SEM-EDS. De røde markeringene indikerer funn av kondensat. EDS-punktverdiene kan finnes i *Vedlegg E*.

De røde pilene viser hvor i prøven det ble funnet kondensat. EDS-punktene som er markert indikerer funn av Si-SiO₂, brunt kondensat. Basert på fargenyansene observert i disse prøvene, antas det at de øvrige prøvene også inneholdt kondensat. Bildet nede til venstre illustrerer også kondensat, men dessverre gikk resultatene fra EDS-analysene tapt for disse spesifikke punktene.

Det ble også identifisert materiale som antas å være hvitt kondensat, bestående av SiC-SiO_x. *Figur 4.18* presenterer et eksempel på dette. Disse prøvene gjennomgikk ikke kjemisk SEM-EDS-analyse, men i stedet avslørte EPMA-analyser høye konsentrasjoner av SiO₂ og Si. Dette førte til at disse prøvene ble ekskludert fra resultatene for slaggsammensetnings-analyser i prøveserien *S-13* til *F-26*, noe som støtter hypotesen om at dette materialet er kondensat. Bilde til venstre viser en variant som kan fremstå som blåfarget hvitt-kondensat, mens bildet til høyre viser en grålig variant.



(a) Prøve S-21.1

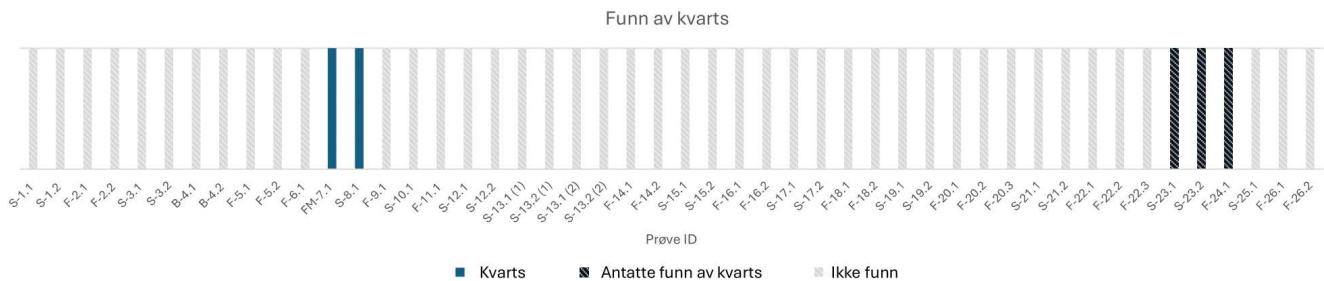


(b) Prøve S-21.2

Figur 4.18: Eksempler på funn av hvitt kondensat i prøvene inkluderer prøve *S-21*, som består av to delprøver. Begge delprøvene antas å inneholde hvitt kondensat. Bilde a) viser delprøve *S-21.1*, mens bilde b) viser delprøve *S-21.2* med en målestokk på 1 mm.

4.4.3 Funn av kvarts

Det ble observert kvarts i 5 av 48 delprøver. Noe som betyr at totalt 4 av 27 hovedprøver ble gjort funn i, noe som utgjør 15% av prøvene. Dette illustreres i *Figur 4.19*, hvor de blå stolpene indikerer funn, de mørke skraverte markerer antatte funn og de øvrige ikke funn. De tre første av disse funnene er bekreftet gjennom SEM-EDS-analyser. Merk at de resterende tre funnene ble identifisert visuelt ved bruk av stereomikroskop, og er derfor kun basert på antagelser.

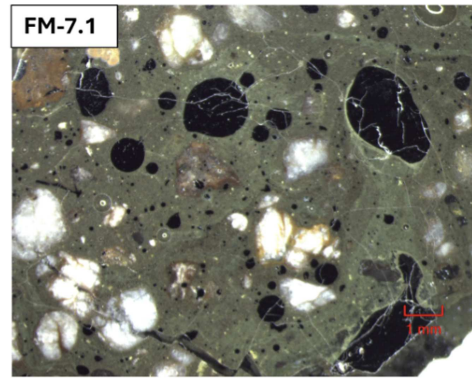


Figur 4.19: Det ble gjort funn av ureagert kvarts i 4 av 27 hovedprøver. De blå stolpene indikerer funn, de mørke skraverte markerer antatte funn og de grå indikerer ikke funn.

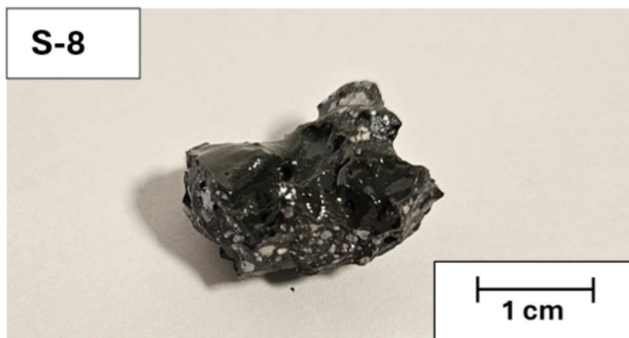
Figur 4.20 illustrerer disse funnene. Bildene til venstre viser slaggrøven mottatt fra verket, mens bildene til høyre viser tversnitt av delprøvene observert i stereomikroskopet. På bildene av slaggrøvene kan kvartsmaterialet tydelig sees på avstand med det blotte øyet. På bildet vises kvarts som hvite fragmenter i prøven.



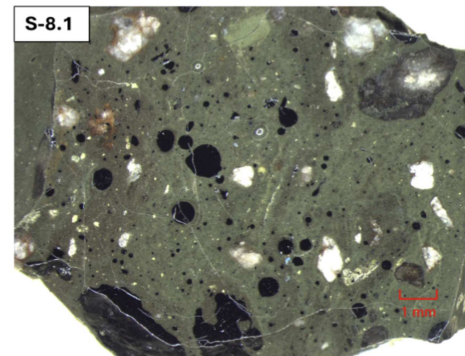
(a) Slaggklump FM-7



(b) FM-7.1 i stereomikroskop



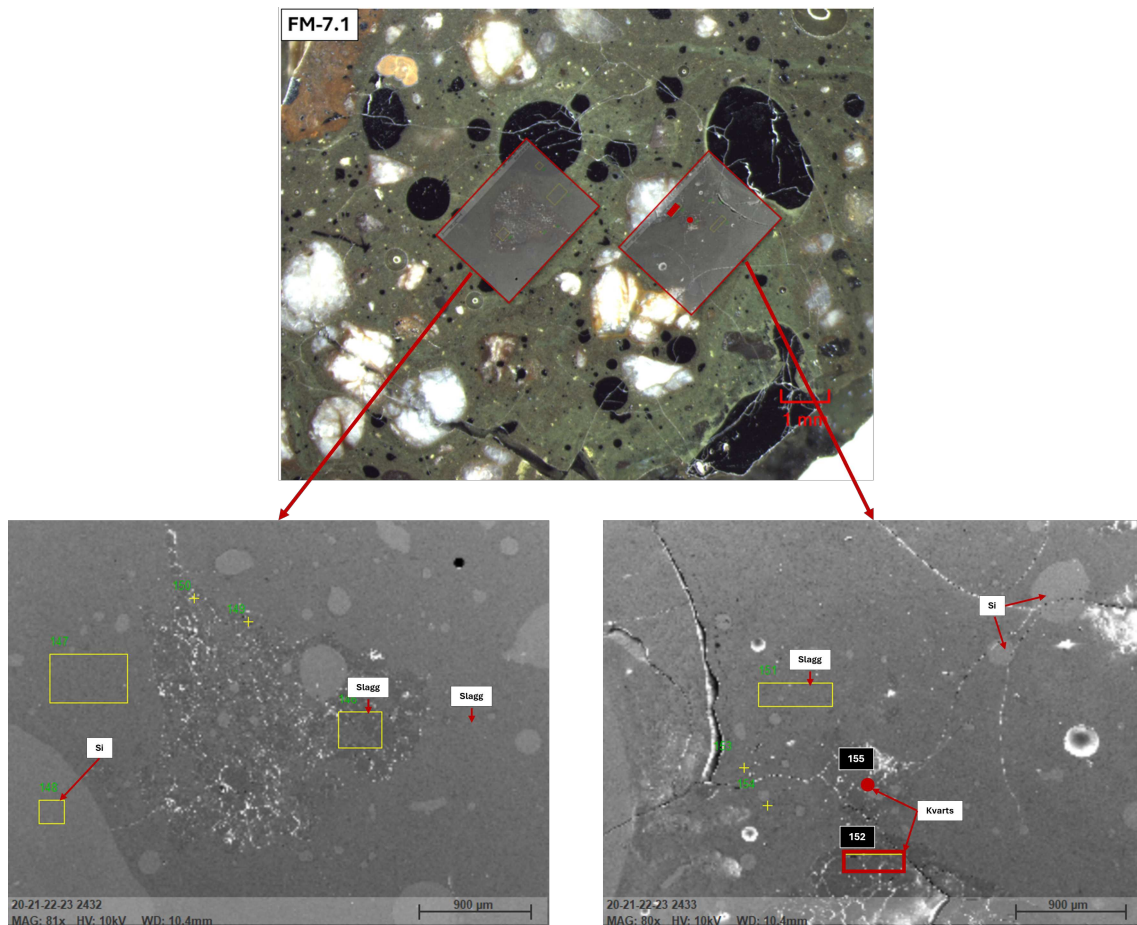
(c) Slaggklump S-8



(d) S-8.1 i stereomikroskop

Figur 4.20: To eksempler på bekreftet funn av kvarts i slagprøvene. Begge er fra samme tappenummer, *FM-7* er tatt i flytende fase før mellomstamping av tappehull, mens *S-8* er tatt fra skjegget. Målestokken er 1 cm for bildene a) og c), mens den er 1 mm for bildene b) og d)

Kvarts ble identifisert i to av prøvene analysert med EDS. Visuell inspeksjon tyder på at ytterligere tre prøver også kan inneholde kvarts. Samlet indikerer dette at kvarts er til stede i 5 av de 48 prøvene. *Figur 4.21* viser et eksempel av *FM-7.1*. Bilde til øverst er tatt med stereomikroskop, mens bildene nederst er avbildet i SEM.



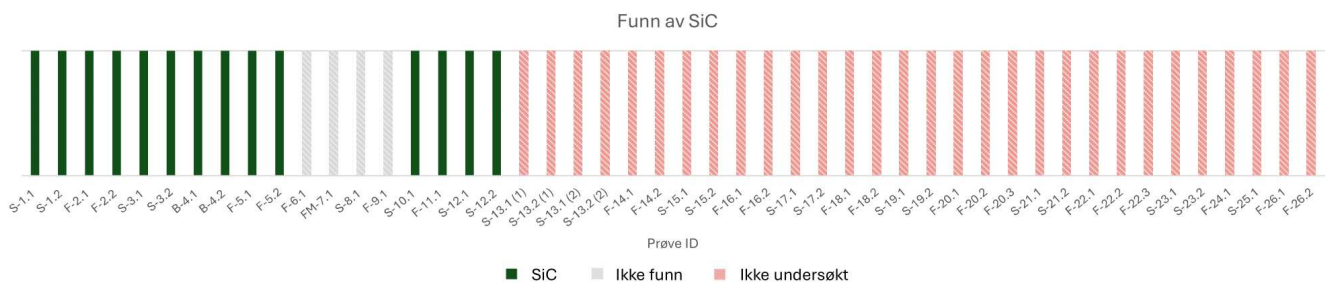
Figur 4.21: Prøve *FM-7.1* inneholder kvarts. Bildene nederst er tatt med SEM. Det ble tatt en punkt- og en områdeanalyse for å stadfeste dette. Disse er markert i rødt i bildet øverst. Resultatene fra punktanalysen vises i *Vedlegg E*.

For å styrke påstanden om at det hvite materialet i bildet er kvarts, ble det utført en SEM-EDS-analyse for å bekrefte dette. EDS-analysen kan en se i *Vedlegg E*. Resultatene viser at punktet og området består av SiO_2 med noen urenheter som Ca og Al, som er typiske forurensninger i kvarts [7].

4.4.4 Funn av silisiumkarbid

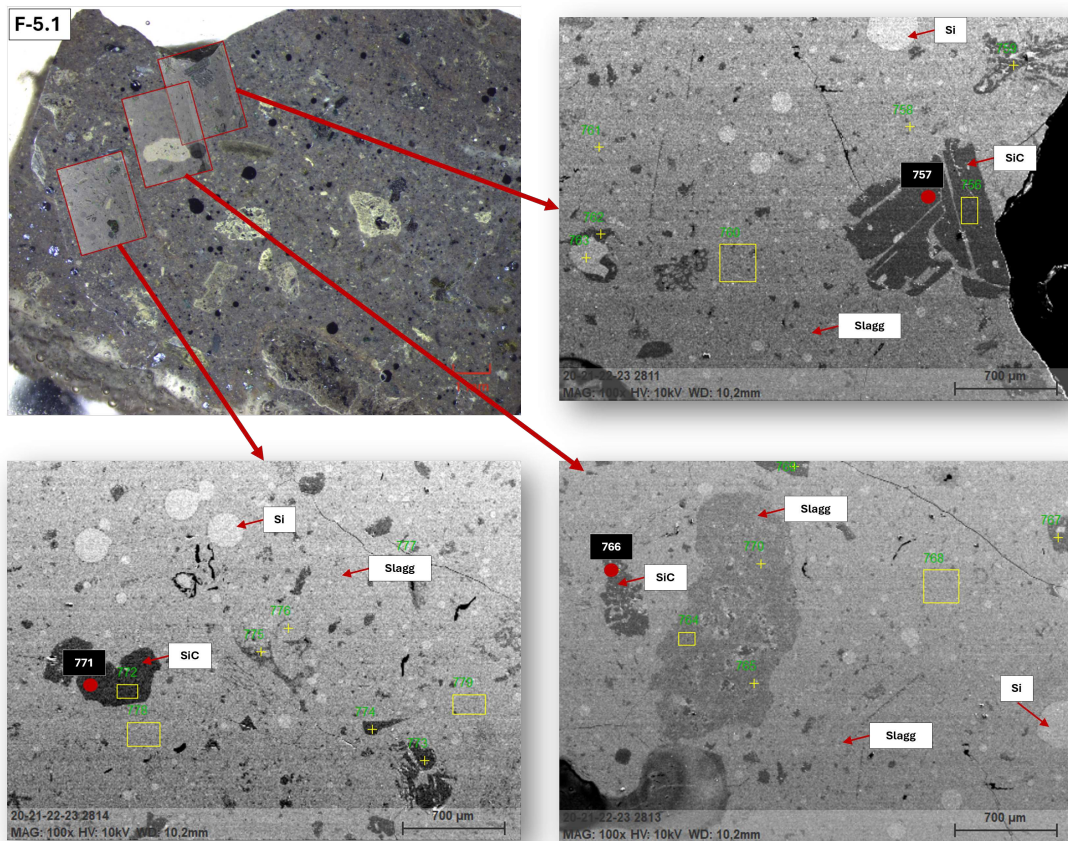
Det ble bekreftet funn av SiC i 14 av de 18 prøvene som ble undersøkt med SEM-EDS. Av disse er det 8 av 12 hovedprøver som er bekreftet funn av SiC, noe som utgjør ca. 67% funn i prøvene. De prøvene som ble undersøkt med EPMA-WDS-analyse, ble imidlertid ikke verifisert, og er derfor utelatt fra disse resultatene. En kan anta funn basert på tidligere analyser, men dette ble ikke tatt med i resultatene.

SiC ble ikke påvist i prøvene *F-6* til *F-8*, som alle ble samlet på samme dag. Prøve *F-9* derimot, som ble tatt fire dager senere, ble det heller ikke funnet SiC. I de øvrige 14 prøvene ble SiC funnet i varierende mengder. *Figur 4.22* viser visuelt hvor mange prøver som ble bekreftet innhold av SiC.



Figur 4.22: Det ble gjort funn av SiC i 14 av 18 prøver. Grønn stolpe indikerer funn, grå indikerer ikke funn og rød indikerer at det ikke kan bekreftes uten videre undersøkelser.

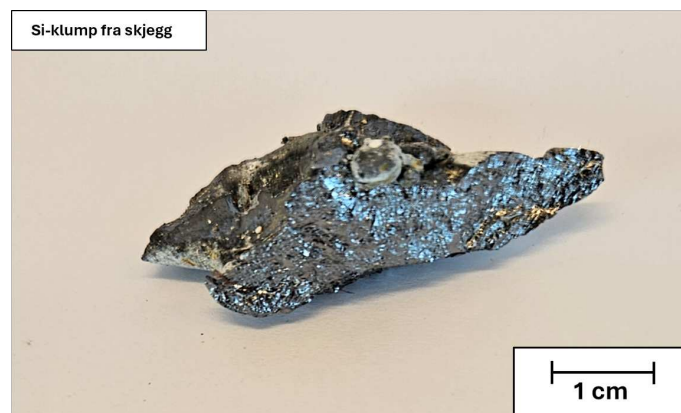
Figur 4.23 presenterer et typisk eksempel fra prøve *F-5.1*, der SiC fremstår som en mørk farge i SEM-bildet, noe som gjør den lettere å skille fra andre faser. De øvrige prøvene som ble tatt i EPMA-WDS-analyse, ble ikke kjemisk bekreftet og er derfor ikke inkludert i disse funnene. Men en kan anta at de mørke partiklene som vises i bildene er SiC, på grunn av muntlig forklaring i etterkant av teknisk personell som utførte analysen.



Figur 4.23: Eksemplet viser prøve *F-5.1*. Bildet i øverst i venstre er tatt i stereomikroskop med en målestokk på 1 mm, mens de øvrige bildene er tatt i SEM-EDS med en forstørrelse på 100x. De røde punktene i SEM-EDS bildet indikerer funn av SiC.

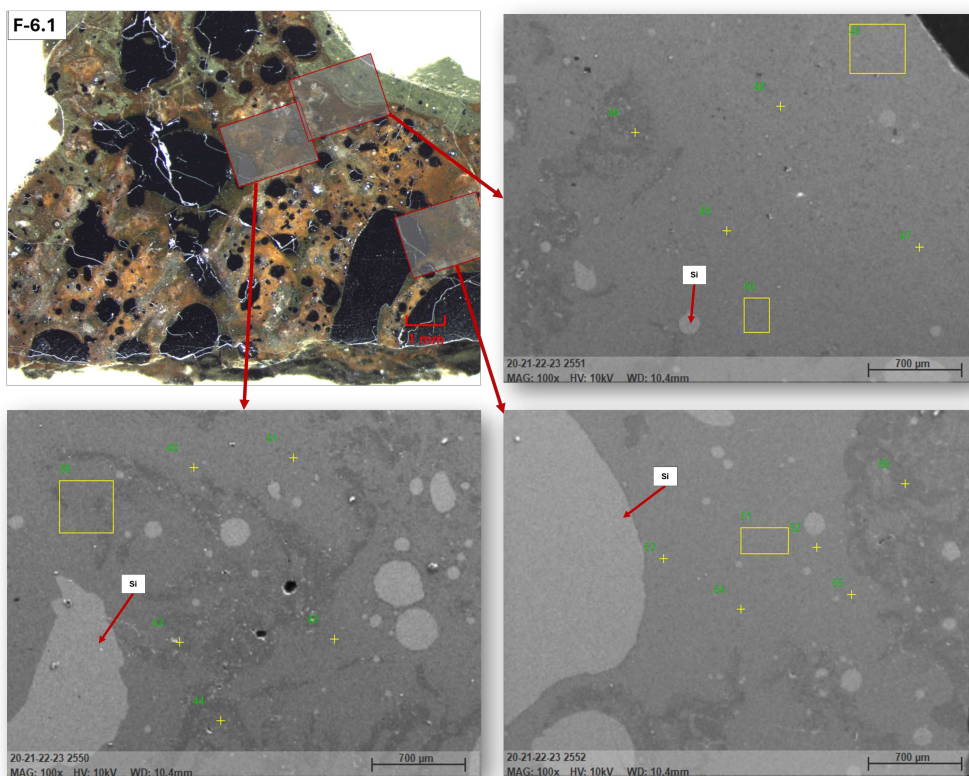
4.4.5 Funn av silisiummetall

Alle prøvene inneholdt Si-metall i varierende mengder. Én av prøvene som ble mottatt fra verket inneholdt rent silisiummetall. Prøven er avbildet i *Figur 4.24*. Selv om denne prøven ikke ble ytterligere analysert, er det viktig å inkludere den i diskusjonen om prøvetakingsmetoden.



Figur 4.24: Skjeggprøven inneholdt rent silisiummetall, og ble derfor ikke videre analysert.

Figur 4.25 viser et eksempel på hvordan Si-metall vises i både stereomikroskopet og i SEM-bilder. I stereomikroskopet vises silisium som mørke flekker. Dette er på grunn av refleksjon fra lyset på en polert overflate. I SEM vises Si-metall som lyse flekker.

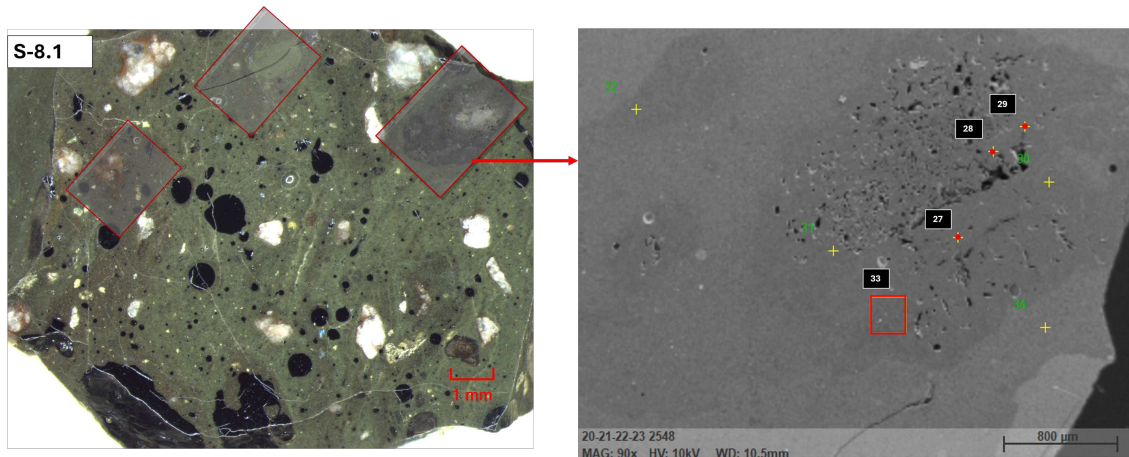


Figur 4.25: Bildet viser prøver prøve *F-6.1*, som illustrerer et eksempel på funn av Si-metall i slagprøvene. Bildet øverst til venstre viser prøven avbildet med stereomikroskop, med en målestokk på 1 mm. Si-metallet vises som mørke flekker på grunn av lysets refleksjon. De andre bildene er tatt med SEM-EDS, hvor Si-metallet fremstår som lyse flekker. Disse bildene er tatt med en forstørrelse på 100x.

4.4.6 Andre interessante funn

I flere av prøvene ble det funnet andre interessante grunnstoff. Dette er for eksempel funn av Fe, Ti, K, Na, Mg, S og P. Fe ble funnet som FeSi fase, Ti ble funnet sammen med Fe. K, Na og Mg ble funnet spor av i flere punkter, som vist i *Tabell 4.5, 4.7 og 4.8*. Svovel ble funnet som spor på steder som var av karbon. Diagrammene for EDS-punktene/område ligger i *Vedlegg E*.

I prøve *S-8.1* ble det funnet K ved flere punkter. Punktene med funn er markert med rødt i figuren under. EDS-punktene/område-verdiene ligger i *Tabell 4.5*. Disse punktene ligger ved og i en bit kvarts, som vist i mikroskopbilde. Merk at K kan komme fra urenheter i kvarts [7].

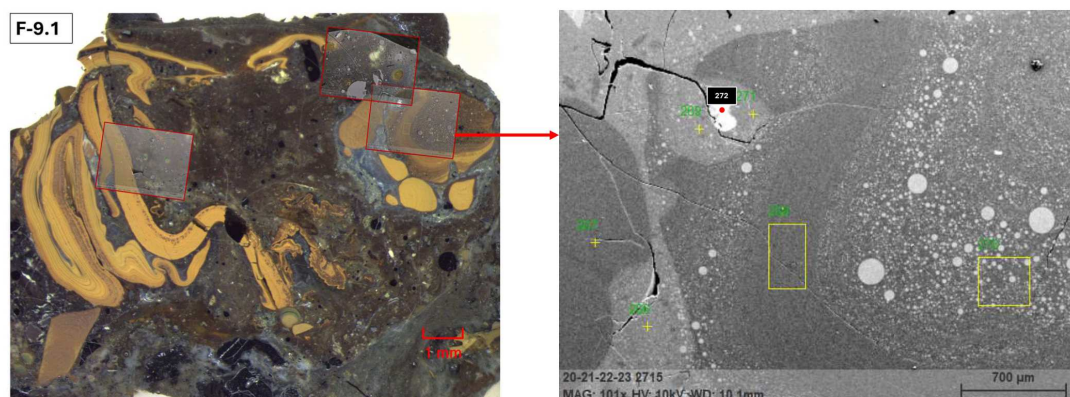


Figur 4.26: Prøve *S-8.1* med funn av K. Det ble funnet ved fire av EDS-punktene/område. Til venstre er stereo-mikroskopbildet av prøven og til høyre er SEM-bilde. EDS-punktene ligger også vedlagt i *Vedlegg E*.

Tabell 4.5: EDS-punkt/område verdiene i vekt% til prøve *S-8.1*

| EDS nr. | Si | C | O | Ca | Al | S | Fe | K | Ti | Na | Mg | P |
|---------|-------|---|-------|------|-------|---|----|------|----|----|----|---|
| 27 | 29,88 | | 38,89 | 0,70 | 29,16 | | | 1,37 | | | | |
| 28 | 32,83 | | 39,40 | 0,93 | 25,38 | | | 1,46 | | | | |
| 29 | 33,01 | | 39,49 | 1,89 | 24,33 | | | 1,28 | | | | |
| 33 | 30,34 | | 38,22 | 3,97 | 26,43 | | | 1,05 | | | | |

I ett sted på prøve *F-9.1* ble det funnet en lys fase som inneholdt Fe. Dette er da en FeSi fase. Det er markert i figuren under med en rød prikk og *Tabell 4.6* viser EDS-verdien til punktet tatt i fasen.

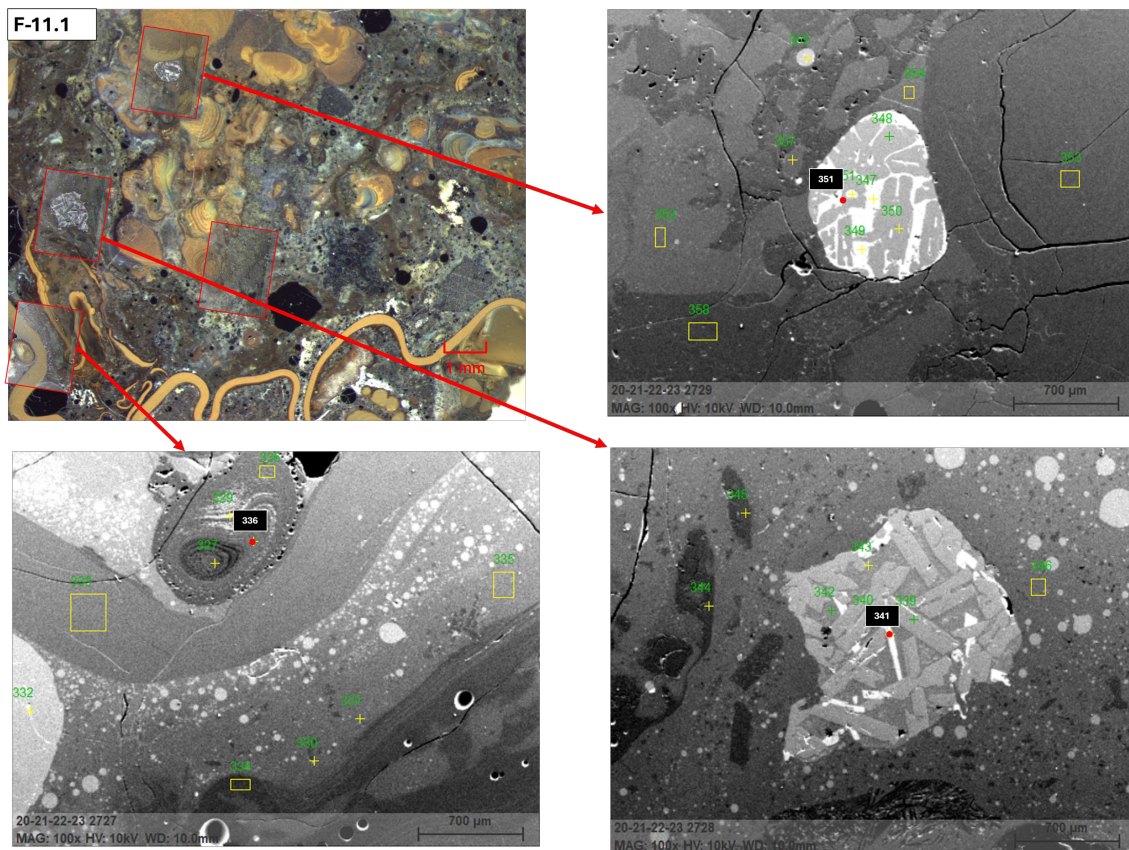


Figur 4.27: Prøve *F-9.1* med funn av FeSi. Bildet til venstre er i stereomikroskop og bildet til høyre er tatt med SEM.

Tabell 4.6: EDS-punktverdien i vekt% til prøve *F-9.1*

| EDS nr. | Si | C | O | Ca | Al | S | Fe | K | Ti | Na | Mg | P |
|---------|-------|------|---|----|----|---|-------|---|----|----|----|---|
| 272 | 52,27 | 6,38 | | | | | 41,34 | | | | | |

Det ble også funnet lyse faser i SEM-bildene til prøve *F-11.1*. Disse inneholdt Fe. Dette er da en FeSi fase og det ble funnet spor av Mg. Stereomikroskopbilde og EDS-analyse punktene er vist i figuren under sammen med *Tabell 4.7* som inneholder verdiene.

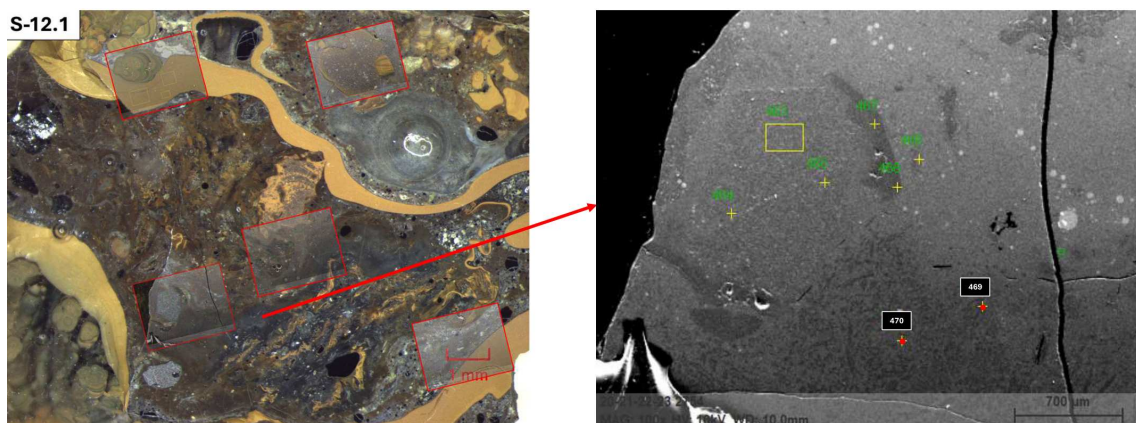


Figur 4.28: Prøve *F-11.1* med funn av FeSi og Mg. Øverst i venstre er stereomikroskopbilde og resten er SEM-bilder.

Tabell 4.7: EDS-punktverdiene i vekt% til prøve *F-11.1*.

| EDS nr. | Si | C | O | Ca | Al | S | Fe | K | Ti | Na | Mg | P |
|---------|-------|------|-------|----|-------|---|-------|---|----|----|------|---|
| 336 | 57,66 | 9,67 | 32,43 | | | | | | | | 0,24 | |
| 341 | 28,91 | 7,27 | 1,38 | | 35,36 | | 27,08 | | | | | |
| 351 | 51,80 | 6,89 | | | | | 41,31 | | | | | |

I prøve *S-12.1* ble det funnet spor av Na i to punkter. Disse er vist i *Figur 4.29* og verdiene er vist i *Tabell 4.8*. Det er også observert kondensat i denne prøven.

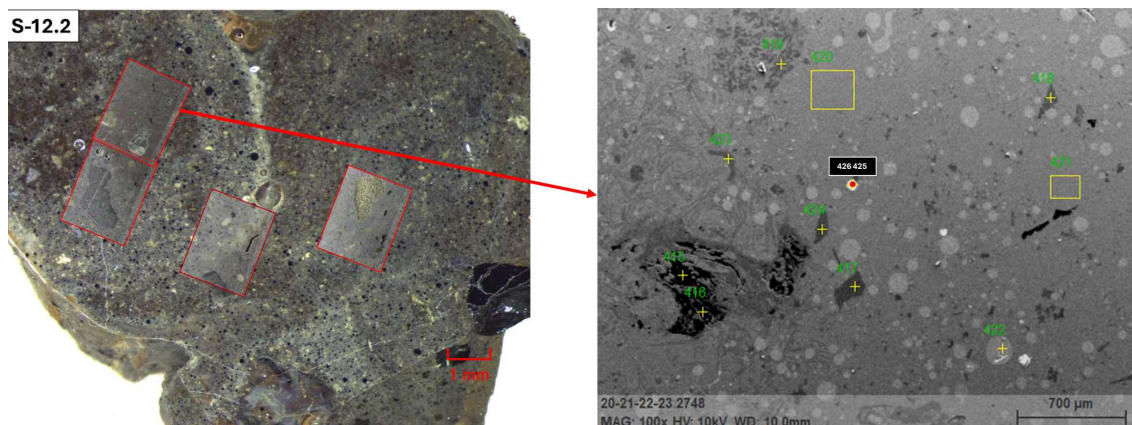


Figur 4.29: Prøve *S-12.1* med spor av Na. Det ble funnet ved to punkter. Bildet til venstre er i et stereomikroskopbilde og bildet til høyre er tatt med SEM.

Tabell 4.8: EDS-punktverdiene i vekt% til prøve *S-12.1*.

| EDS nr. | Si | C | O | Ca | Al | S | Fe | K | Ti | Na | Mg | P |
|---------|-------|------|-------|------|-------|---|----|---|----|------|----|---|
| 469 | 30,08 | 9,59 | 35,84 | 4,34 | 19,63 | | | | | 0,52 | | |
| 470 | 34,20 | 9,61 | 34,94 | 6,59 | 14,03 | | | | | 0,64 | | |

Det ble funnet en sfære i prøve *S-12.2*, som inneholdt Fe, Ti og P. Det ble tatt to punktanalyser for å bekrefte funnene i denne prøven.



Figur 4.30: Prøve *S-12.2* med funn av Fe, Ti og P. Det ble funnet som en enkelt sfære i prøven.

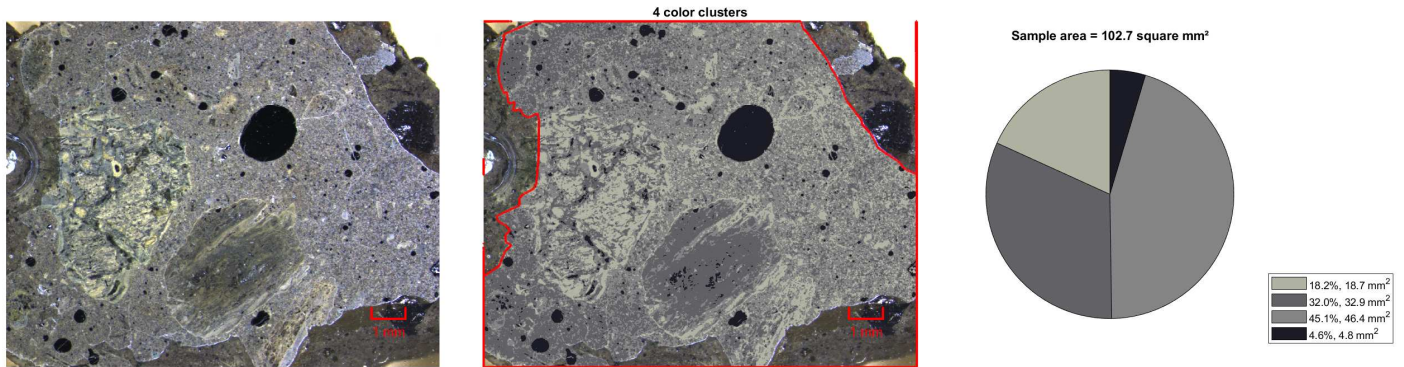
Tabell 4.9: EDS-punktverdiene i vekt% til prøve *S-12.2*.

| EDS nr. | Si | C | O | Ca | Al | S | Fe | K | Ti | Na | Mg | P |
|---------|-------|------|------|----|----|---|-------|---|-------|----|----|------|
| 425 | 43,18 | 6,18 | 1,24 | | | | 34,19 | | 14,13 | | | 1,08 |
| 426 | 46,19 | 6,82 | | | | | 35,37 | | 10,91 | | | 0,72 |

EDS-dataene sammen med grafene for spekterene er vist i *Vedlegg E* der kan det sees hvor betydelige toppene er for de ulike sporstoffene som ble funnet.

4.5 Bildeanalyse










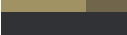

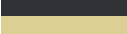












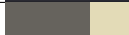











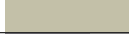
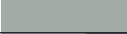




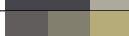







Under viser resultatene fra bildeanalysen gjort på 18 av prøvene som undergitt SEM-EDS-analyse. Analysene blir gjort med utgangspunkt i plasseringen på det forskjellige punktene der EDS-analysen var gjennomført. Fargene de områdene hadde ble tilknyttet EDS-punktanalysen og derfra bestemt kjemisk sammensetning. Bildeanalysen av alle bildene er vist i *Vedlegg F*.



Figur 4.31: Bilde av prøve S-1.1 med før og etter en separasjon på fire fargenyanser.

Tabellen under viser også hvilken faser som ble regnet ut med EDS-punkter på de forskjellige fargenyansene for prøvene. Hver farge ble gitt et faseområde fra fasediagrammet i *Figur 2.8*, en Si-fase eller SiC-fase. Det ble skilt mellom kristobalitt og SiO₂ fordi det er skilt i den tidligere nevnte figuren. Hver fase er basert på gjennomsnittet av EDS-punktverdiene som var i den gitte fargen. Det må merkes at fargen nødvendigvis ikke er fasen den blir tildelt, men er et gjennomsnitt av analysene gjort innenfor fargen.

Tabell 4.10: Resultatene av bildeanalysene. Her vist med fargene og prosentandelene av hver fase. Fargene er sortert etter synkende rekkefølge fra øverst til nederst og hvis en fase hadde flere farger så ble det også sortert etter stigende rekkefølge til venstre. Alle fargene er den samme HEX-kodefargen som kom fra analysen.

| Prøve | Farge | Andel | Fase(r) | Prøve | Farge | Andel | Fase(r) |
|-------|---|---------|--|---------|--|--|--|
| S-1.1 |  | 63,38 % | CaSiO ₃ | F-5.2 |  | 50,52 % | Kristobalitt |
| |  | 31,99 % | Kristobalitt | |  | 45,31 % | CaSiO ₃ |
| |  | 4,63 % | Si | |  | 4,18 % | Si |
| S-1.2 |  | 55,95 % | Kristobalitt | F-6.1 |  | 58,01% | Al ₆ Si ₂ O ₁₃ |
| |  | 44,05 % | SiO ₂ | |  | 28,07% | Si |
| F-2.1 |  | 81,21 % | CaSiO ₃ | |  | 13,92% | Kristobalitt |
| |  | 10,37 % | SiO ₂ | FM-7.1 |  | 86,65 % | SiO ₂ |
| |  | 8,41 % | Si og SiC | |  | 13,35 % | Si |
| F-2.2 |  | 84,82 % | CaSiO ₃ | S-8.1 |  | 45,86% | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ |
| |  | 10,42 % | SiO ₂ | |  | 36,40% | SiO ₂ |
| |  | 4,76 % | Si | |  | 9,61% | Si |
| S-3.1 |  | 50,07 % | Kristobalitt | |  | 8,13% | Al ₆ Si ₂ O ₁₃ |
| |  | 31,35 % | Si/ikke nok data | F-9.1 |  | 58,76 % | SiO ₂ |
| |  | 18,59 % | Kristobalitt/SiO ₂ | |  | 41,24 % | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ |
| S-3.2 |  | 69,39 % | Kristobalitt | S-10.1 |  | 65,16 % | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ |
| |  | 23,04 % | CaSiO ₃ | |  | 29,39 % | Si/C |
| |  | 7,57 % | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ | |  | 5,45 % | CaSiO ₃ |
| B-4.1 |  | 82,20 % | Kristobalitt | F-11.1 |  | 71,16 % | CaSiO ₃ |
| |  | 17,80 % | CaSiO ₃ | |  | 28,84 % | SiO ₂ |
| B-4.2 |  | 73,91 % | Kristobalitt | S-12.1 |  | 33,94 % | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ |
| |  | 26,09 % | Si/SiC | |  | 31,73 % | Si/SiC/SiO ₂ |
| F-5.1 |  | 54,06 % | SiO ₂ | |  | 18,85 % | SiO ₂ |
| |  | 41,10 % | CaSiO ₃ | |  | 15,48 % | ikke nok data |
| |  | 4,85 % | Si/SiC | | S-12.2 |  | 69,24 % |
| | | |  | 24,37 % | | Al ₂ CaSi ₂ O ₈ /Si/SiC | |
| | | |  | 6,40 % | | Kristobalitt | |

Det ble funnet at 9 av 18 prøver hadde en sammensetning som var innenfor faseområdet CaSiO₃. Andelen av det faseområdet på prøvene som inneholdt CaSiO₃ varierte mellom 5,5% og 84,8%. Det ble også funnet at 9 av 18 prøver hadde en sammensetning som var innenfor kristobalitt. Her varierte andelen mellom 6,4% og 82,2%. For Si-fasen ble det funnet i 13 av 18 prøver. Den varierte mellom 4,2% og 31,7%. Si-fasen var vanskelig å skille fra andre mørke faser, og ble derfor ofte gruppert sammen med andre mørke faser hvis de var tilstede. SiO₂ faseområde ble funnet i 10 av 18 prøver. Andelen av faseområdet varierte mellom 10,4% og 86,7%.

SiC blir nevnt som en fase sammen med andre faser som Si og SiO₂. SiC er mørkt og er tatt med i de mørke fasene når det ble detektert der. Det ble funnet SiC fase i 4 av 18 prøver. Der varierte andelen mellom 4,9% og 31,7%. Faseområde Al₂CaSi₂O₈ ble funnet i 6 av 18 prøver og andelen varierte mellom 7,6% og 45,9%. Faseområdet det ble funnet minst av, var Al₆Si₂O₁₃, som ble funnet i 2 av 18 prøver. Der prøve *S-8.1* hadde 8,1% og prøve *F-6.1* hadde 58,0%.

På to av prøvene var det for lite data for én av fargene, for å kunne si noe om sammensetningen. Det var på prøve *S-12.1* og *S-3.1*, men her var det noen sirkulære mørke kuler som blir antatt til å være Si-metall.

Alle prøvene inneholdt flere faser, varierende fra to til fire faser per prøve. Variasjonen opptil fire faser skyldes at det kun ble valgt fire fargenyanser. Hadde flere farger blitt valgt, kunne det ha vist enda større variasjon i prøvene. Dette ble imidlertid ikke gjort på grunn av den tidkrevende prosessen.

Kapittel 5

5 Diskusjon

Det forrige kapittelet presenterte funnene fra prosjektet, hvor målet var å undersøke variasjonen og sammensetningen av industrielt tappeslagg fra silisiumprosessen over tid. Totalt ble det analysert 48 delprøver fra 27 forskjellige slaggrøver, tatt over en periode på 41 dager. Det ble gjennomført kjemisk analyse av prøvene med SEM-EDS og EPMA-WDS, samt bildeanalyse for å se på variasjonen i prøvene. Underkapitlene vil diskutere funnene fra dette studiet, samt mulige feilkilder og deres potensielle innvirkning på de innsamlede dataene.

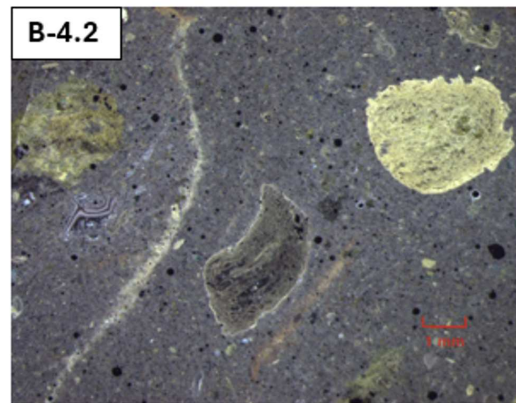
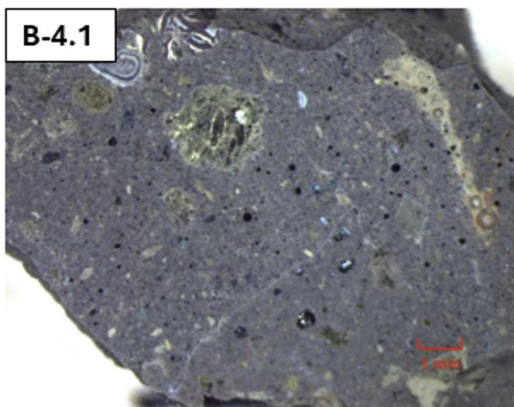
5.1 Variasjon blant delprøvene

Oppgaven innebærer en kvantitativ analyse av tappeslagg over tid, noe som krevde undersøkelse av et betydelig antall prøver. Derfor var det avgjørende å analysere så mange prøver som mulig innenfor den fastsatte tidsrammen. Hvis en ser på *Figur 3.6* i *Kapittel 3.3*, er tversnittet av en delprøve relativt lite i forhold til hele hovedprøven. I dette eksempelet var hovedprøven ca. 7 cm, mens tversnittet av delprøven var i underkant av 1,5 cm. For å sikre at et tversnitt av én enkelt bit fra slaggrøven kunne representere hele prøven, ble det i tillegg tatt ytterligere en til to ekstra delprøver fra forskjellige områder på noen av prøvene. Dette ble gjort for å finne ut om tversnittet av én delprøve er representativ for hele hovedprøven eller ikke.

5.1.1 Visuelt utseende

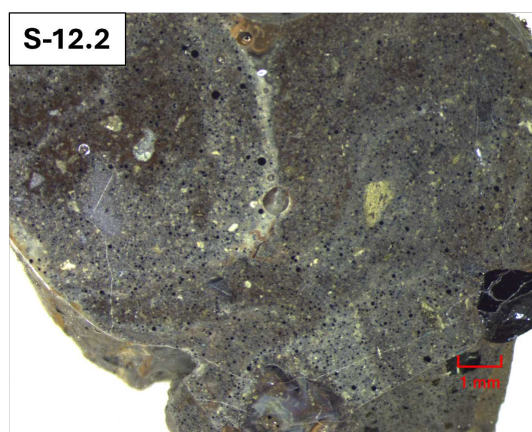
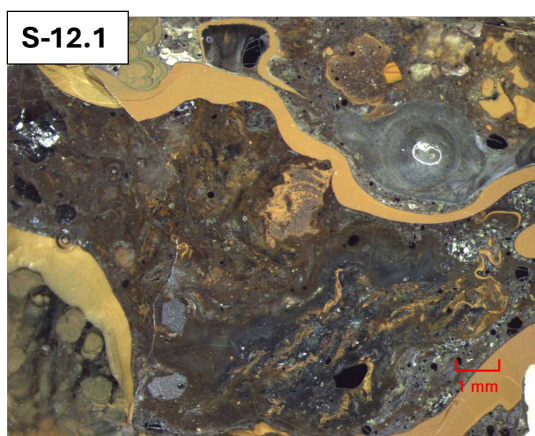
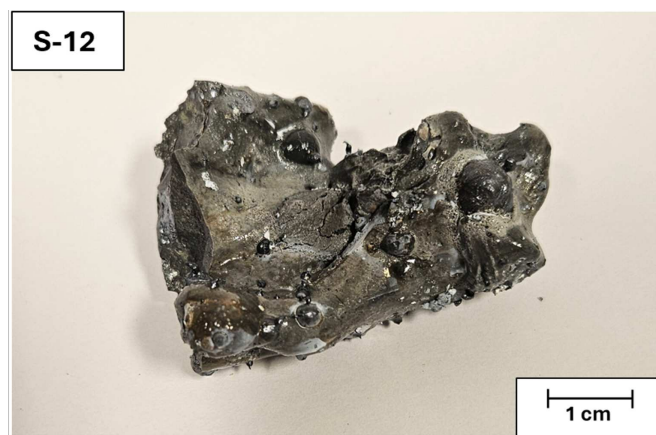
Ved å undersøke utseendet til delprøvene, observeres det at noen varierer og andre inneholder de samme fasene. I noen tilfeller kan det sees en lysere fase i en ellers gråfarget prøve. Videre kan det i enkelte delprøver observeres kondensat eller smeltet kvarts i én av delprøvene, men ikke i den andre. Bildene av alle prøvene ligger oppsummert i *Vedlegg C*.

Et eksempel på at prøvene kan være ganske like visuelt er hentet fra prøve *B-4*. *Figur 5.1* viser at noen av de samme fasene kan være til stede. Det øverste bildet viser slaggrøven, og bildene under viser delprøvene *B-4.1* og *B-4.2*. Likheten mellom disse to prøvene er at de begge ser ut til å inneholde en grå-slaggsammensetning og en mindre mengde lysere slaggfaser.



Figur 5.1: Prøve *B-4* viser et eksempel på at delprøvene kan være relativt like. Bildet til øverst viser slaggbiten. Bildene nederst viser stereomikroskopbildet av delprøvene med delprøve *B-4.1* til venstre og til høyre viser delprøve *B-4.2*.

Et eksempel på at prøvene kan se forskjellige ut er hentet fra prøve *S-12*, vist i *Figur 5.2*. Her kan en se at utseende til delprøvene skiller seg fra hverandre. Prøve *S-12.1* inneholder kondensat, mens prøve *S-12.2* i hovedsak består av forskjellige slaggsammensetninger.



Figur 5.2: Prøve *S-12* illustrerer hvordan resultatene kan variere avhengig av hvor på slaggbiten delprøven er tatt fra. Det øveste bildet er av slaggbiten, og de nederste bildene er delprøvene avbildet i stereomikroskopet. Bildet til venstre viser delprøve *S-12.1*, og bildet til høyre viser delprøve *S-12.2*, med en målestokk på 1 mm.

Flere eksempler på variasjon innenfor delprøvene er presentert i *Underkapittel 5.5 - Bildeanalyse*. I dette avsnittet ble prøvene analysert med fokus på farge, noe som bidrar til å belyse variasjonene basert på utseende kombinert med kjemisk analyse av fargenyanser. Også her viser resultatene at variasjonen mellom delprøvene er for stor til å representere hele prøven.

5.1.2 Kjemisk slaggsammensetning innad i prøven

Den kjemiske slaggsammensetningen til delprøvene var varierende for noen av hovedprøvene, men stort sett samsvarte analysen mellom delprøvene. Et eksempel på lik slaggsammensetning er i hovedprøvene *S-13(2)* og *S-17* som begge har to delprøver som består gjennomsnittlig av helt lik sammensetning.

I kontrast viser prøven *F-16* stor variasjon i $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdet mellom delprøvene. Delprøve *F-16.1* har et forhold på 1,36, mens delprøve *F-16.2* har et forholdstall på 3,10, noe som indikerer betydelige forskjeller innad i prøven. Begge delprøvene befinner seg derfor i to forskjellige minalfaser, $\text{Al}_2\text{CaSi}_2\text{O}_8$ for delprøve *F-16.1* og CaSiO_3 for *F-16.2*, ifølge fasediagrammet i *Figur 5.3*. Figuren viser delprøvene blåfarget i diagrammet. Sammensetningen til delprøvene er gitt under, hvor en tydelig kan se variasjon:

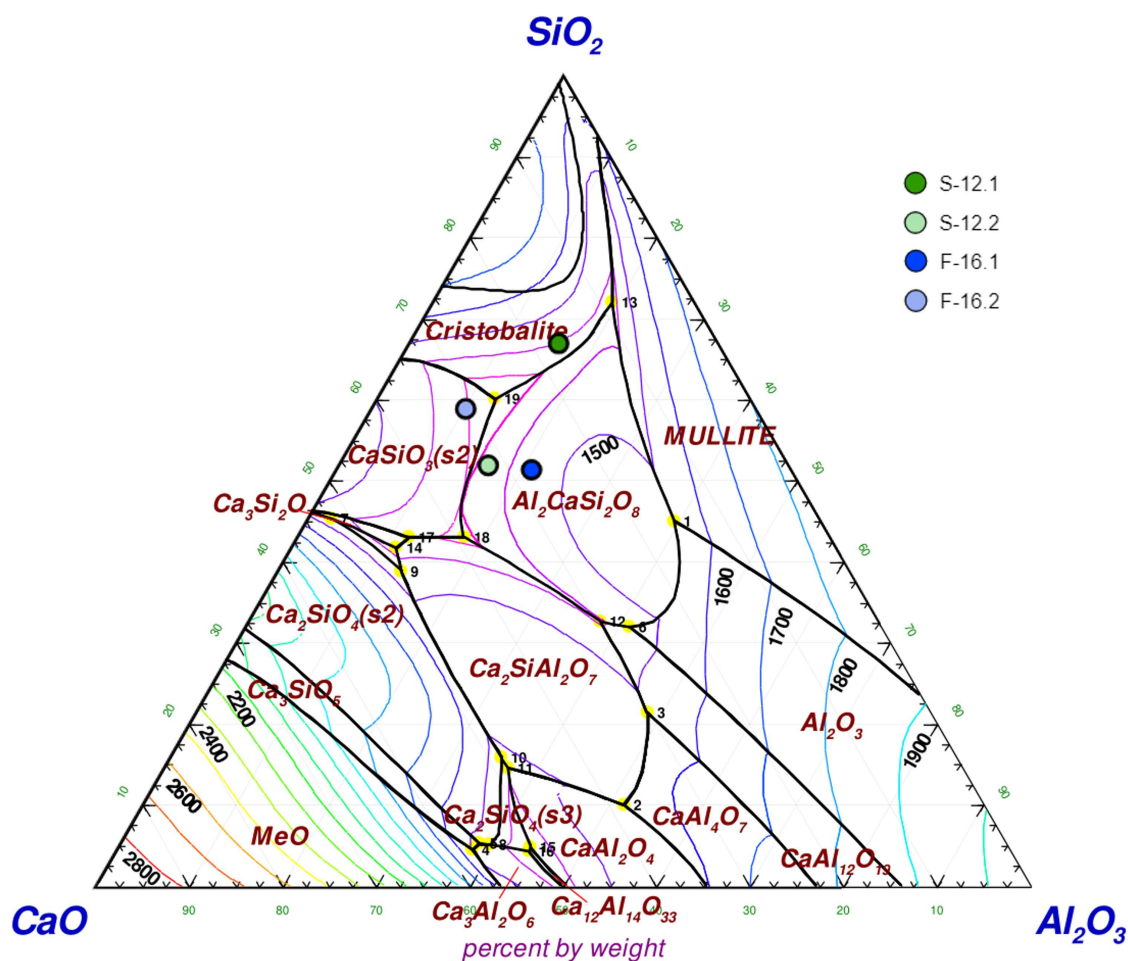
F-16.1: 52% SiO₂ - 28% CaO - 21% Al₂O₃

F-16.2: 59% SiO₂ - 31% CaO - 10% Al₂O₃

Et eksempel på variasjon i mineralfaser innenfor delprøvene fra en skjeggprøve er vist i prøve S-12. Visuelt skilte prøven seg ut med de tilhørende delprøvene, som vist tidligere i Figur 5.2. Figur 5.3 viser de forskjellige mineralfasene i prøven. Her er prøven indikert med en grønn farge. For eksempel inneholdt delprøve S-12.1 en gjennomsnittlig slaggfase som ble indentifisert som kristobalitt, mens delprøve S-12.2 primært bestod av Al₂CaSi₂O₈. Sammensetningen til delprøvene er gitt under:

S-12.1: 67% SiO₂ - 17% CaO - 16% Al₂O₃

S-12.2: 52% SiO₂ - 32% CaO - 16% Al₂O₃



Figur 5.3: Eksempelene viser at det kan forekomme forskjellige mineralfaser innad i en hovedprøve. Et eksempel fra en skjeggprøve er fra S-12, som ble delt opp i to delprøver. Den mørkegrønne sirkelen representerer den første delprøven og den lysegrønne sirkelen representerer den andre delprøven. Et eksempel fra en prøve tatt i flytende fase er F-16 i blått. Delprøve F-16.1 er representert med en mørkeblå farge, mens delprøve F-16.2 er i lyseblått.

Her observeres betydelig variasjon innenfor enkelte hovedprøver. De forskjellige mineralfasene i prøven kan være relatert til hvordan slagget størkner.

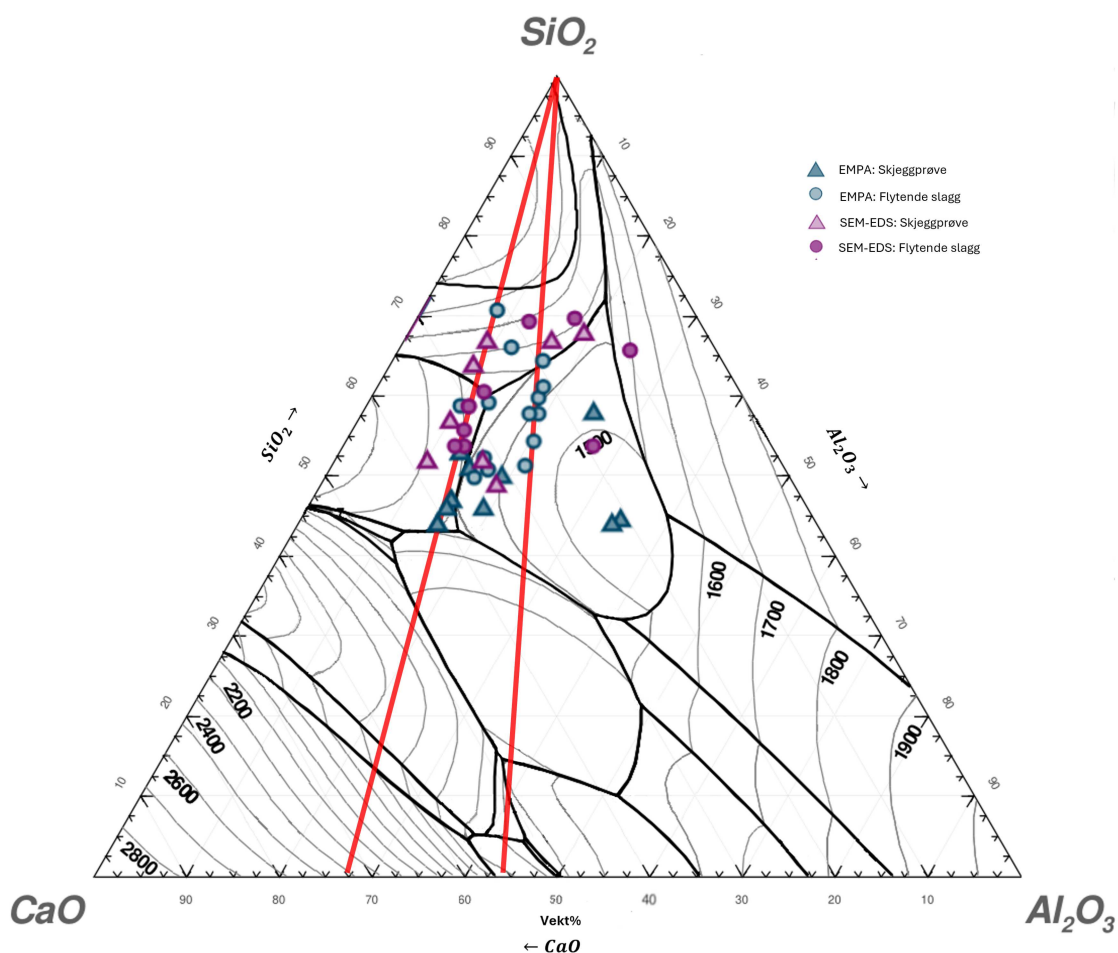
5.1.3 Konklusjon om delprøver

Basert på observasjoner, er det tydelig at én delprøve ikke nødvendigvis representerer hele hovedprøven. Selv om mange prøver er like, forekommer det signifikante forskjeller i noen prøver, noe som ikke kan ignoreres. Det er derfor en betydelig sannsynlighet for at flere delprøver kan mangle visse nøkkelkomponenter.

For å få en grundig oversikt over sammensetningen av hele prøven, kunne analyseteknikker som *røntgendiffraksjon* (XRD) og *induktivt koblet plasmamassespektrometri* (ICP-MS) ha vært anvendt. En XRD-analyse gir innsikt i hvilke krystallstrukturer og volumfraksjonen av faser som generelt finnes i prøven. På den annen side tillater en ICP-MS-undersøkelse en mer presis bestemmelse av grunnstoffenes sammensetning og konsentrasjoner utenom grunnstoffet Fe.

5.2 Analysemetode

Det kan være flere faktorer som påvirker forskjellene i prøvene. En viktig faktor som spiller inn, er analysemetoden som ble anvendt. WDS har vanligvis lavere deteksjonsgrenser og dermed en høyere nøyaktighet i forhold til EDS [41]. I tillegg kan det være deteksjonsforskjeller mellom apparatene, noe som gjør at det blir en forskyvning i mengde detektert stoff. Dette kan være tilfellet her, som vist i *Figur 5.4*. Hvor en tydelig kan se at de fleste prøvene ligger spredt på to forskjellige linjer i diagrammet. De rosa prøvene indikerer at prøvene er analysert i SEM-EDS, mens de blå indikerer EPMA-WDS-analyse. Hvis en tar et punkt i nullpunktet øverst i diagrammet og strekker en linje ned i diagrammet, kan en se at prøvene som ligger på linjen har en differanse som utgjør et forholdstall på ca. 1,37 for CaO/Al₂O₃-forholdet.



Figur 5.4: Viser WDS og EDS prøvene med en rød strek trekt igjennom hver av plasseringene av prøvene. Der den røde linjen til venstre er omtrentlig CaO/Al₂O₃ forhold til EDS prøvene på 2,64 og den til høyre er for WDS prøvene som har en CaO/Al₂O₃ forhold på 1,27. Dette utgjør en differanse på 1,37.

Ved å fokusere utelukkende på analysemetoden og prøvetype, viser resultatene at sammensetningen av tappeslagget er gjennomsnittlig:

SEM-EDS (Skjeggprøver): 59,5% SiO₂ - 27,0% CaO - 13,5% Al₂O₃
EPMA-WDS (Skjeggprøver): 48,0% SiO₂ - 33,0% CaO - 19,0% Al₂O₃

SEM-EDS (Flytende slagg): 60,5% SiO₂ - 24,5% CaO - 15,0% Al₂O₃
EPMA-WDS (Flytende slagg): 58,0% SiO₂ - 26,0% CaO - 16,0% Al₂O₃

Disse funnene kan indikere at SEM-EDS-analyser i gjennomsnitt registrerer høyere SiO₂-nivåer eller lavere CaO og/eller Al₂O₃ nivåer enn EPMA-WDS. Dette kan skyldes variasjoner i slaggsammensetningen eller forskjeller i analysemetodene. Det ble tatt flere punktanalyser i SEM-EDS enn i EPMA-WDS.

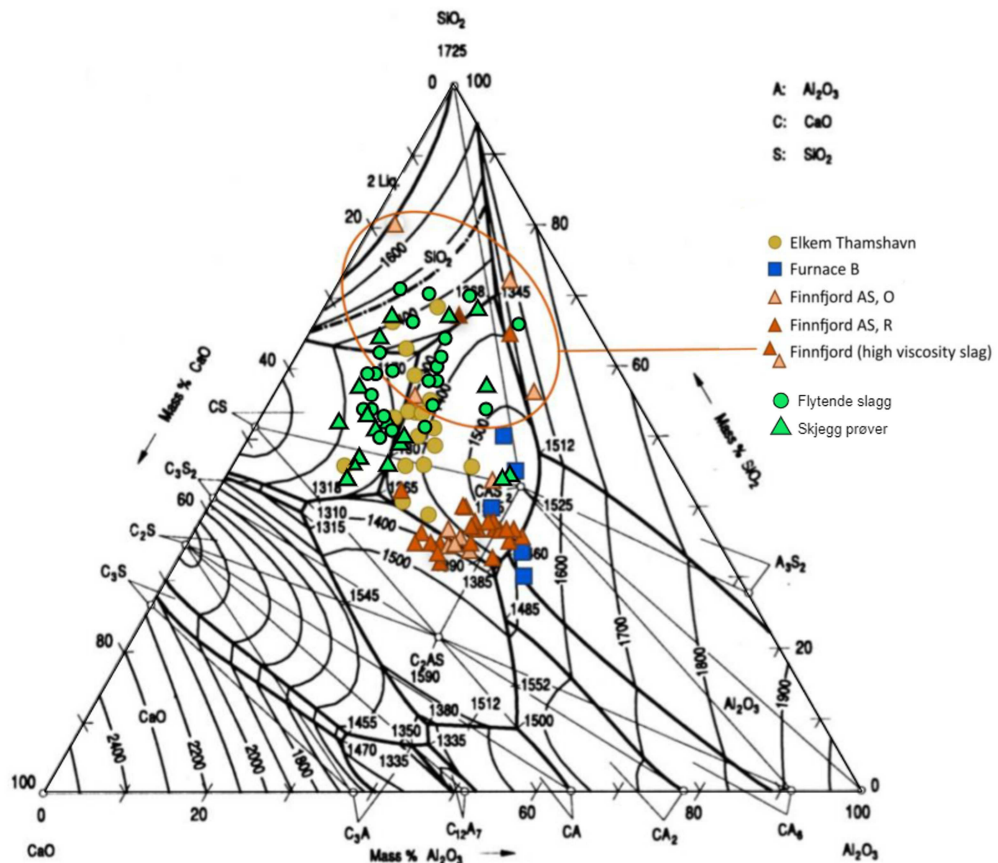
Forskjellene som er vist her er med på å underbygge at det burde vært benyttet en bulkanalysemetode som analyserer hele prøven, fremfor et lite tverrsnitt. Slik som XRD og ICP-MS.

5.3 Slaggsammensetning og variasjon

5.3.1 Slaggsammensetning

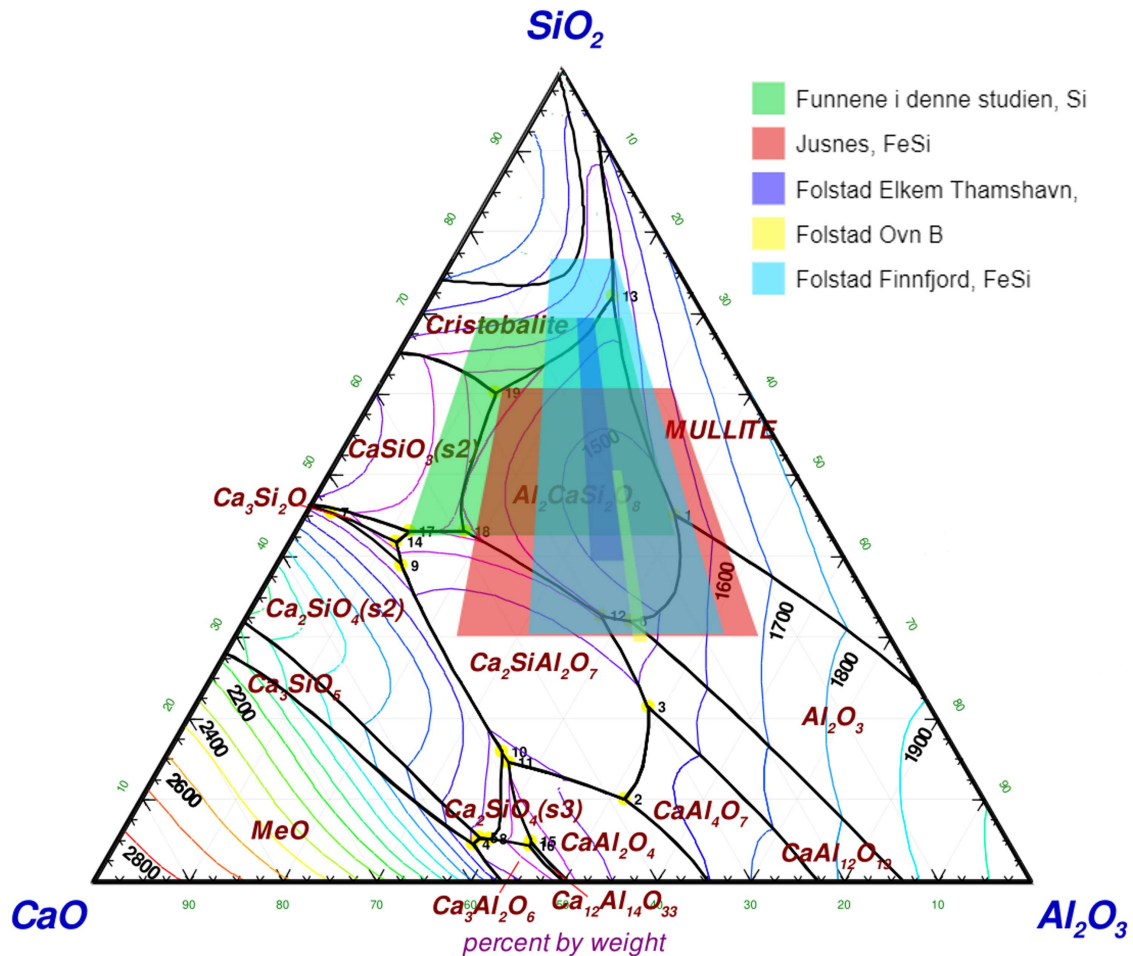
I denne undersøkelsen ble det funnet at sammensetningen til tappeslagget varierer fra 44-71 vekt% SiO_2 og $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstallet varierer mellom 0,4-3,8. Dette utgjør et gjennomsnitt på 56 vekt% SiO_2 og et $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdstall på 1,96, noe som er relativt høyt sammenlignet med de tidligere undersøkelsene.

Som vist tidligere i *Kapittel 2.5.2* er det gjort tidligere analyser av tappeslagg. *Figur 5.5* viser en oppsummering av resultater av slaggsammensetningen fra industrielt tappeslagg sammenlignet med tidligere studier. Resultatene fra dette studiet vises som lysegrønne. Tidligere slaggrøver fra Elkem Thamshavn ovn 2, vises i gult, og ser ut til å samsvare med resultater fra dette forsøket. De øvrige prøvene er fra ovner som produserer FeSi-metall, noe som gjør at de skiller seg ut i diagrammet med en annen sammensetning. Analysemetoden som ble brukt i de tidligere studiene er hovedsakelig EPMA, noe som gjør resultatene sammenlignbare med dette studiet.



Figur 5.5: Diagrammet sammenligner resultatene fra Folstad [17] og Jusnes [29] sine forsøk med disse resultatene som er markert i lyse grønt. Dette forsøket resultater er plassert relativt høyt i diagrammet, i likhet med andre det andre Si-slagget fra Elkem Thamshavn. Slaggrøvene fra Finnjord AS stammer fra FeSi-produksjon, mens opprinnelsen til slaggrøvene fra "Furnace B" er ukjent. Disse slaggsammensetningen ligger lavere til høyre i forhold til slagget fra Si-produksjon. Den oransje sirkelen viser høy-viskositetslagget som ble rapportert fra Finnjord [17]

For å oppsummere de tidligere nevnte verdiene og variasjonen i SiO_2 -vektprosent og forholdet $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$, vises dette i *Figur 5.6*. Fasediagrammet illustrerer tydelig den variasjonen som ble omtalt tidligere.



Figur 5.6: Fasediagrammet oppsummerer figuren vist over som areal. Arealene er laget slik at linjene til høyre og venstre for hvert areal er den gitte maksimale og minimale $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -forholdet som er nevnt tidligere.

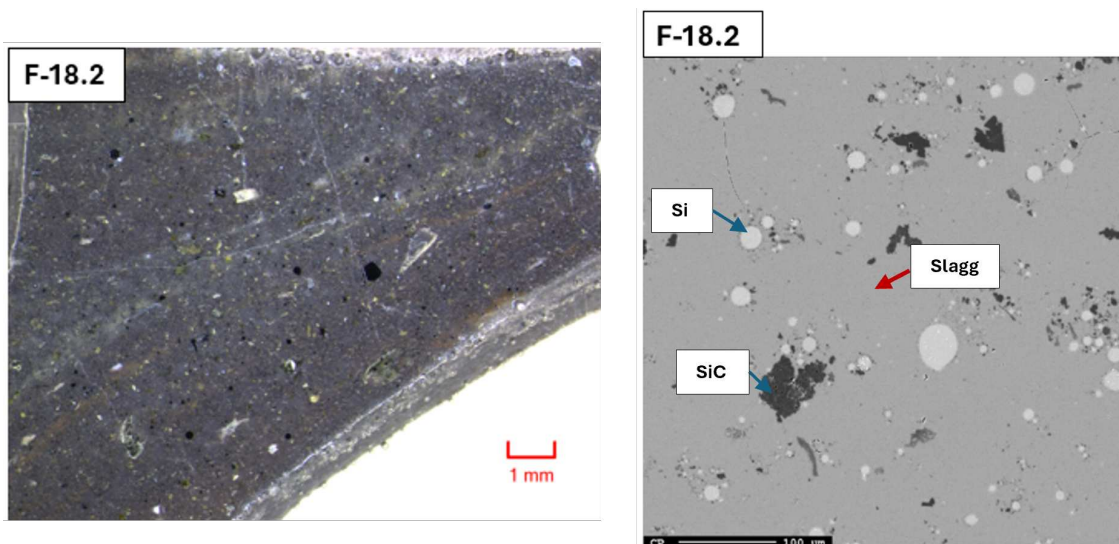
Resultatene fra dette studiet viser at slagget som ble analysert har relativt lik sammensetning som tidligere funn. Det mørkeblå feltet viser undersøkelsene som Folstad gjorde hos Elkem Thamshavn på en Si-ovn, som er mest sammenlignbar til dette forsøket. Dette forsøket viser at tappeslagget har generelt høyere CaO -innhold enn tidligere funn.

5.3.2 Grønt og grått slagg

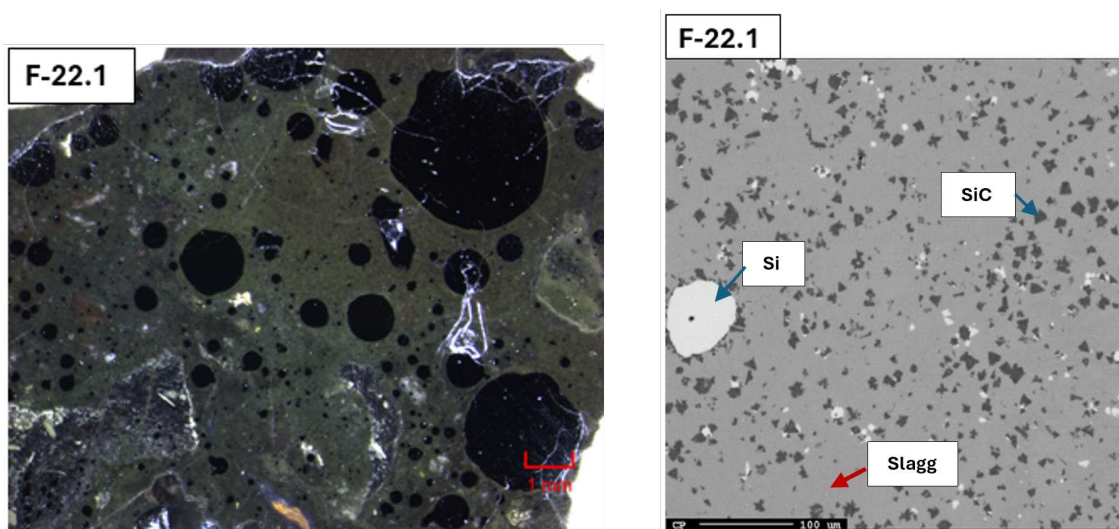
Fargen på slagget har tidligere vært omdiskutert i forskjellige studier. En tidligere hypotese hevdet at høyere konsentrasjoner av Al_2O_3 i slagget resulterte i en grønn farge på slagget [2]. I følge Folstads resultat [17], fører en økning i antallet små SiC -partikler til at slagget får en grønn farge, mens større og færre SiC -partikler resulterer i en grålig farge. I dette forsøket varierte også fargen på slagget mellom prøvene. Alt fra grønn, grå og brunt.

Figur 5.7 presenterer et eksempel fra denne undersøkelsen som støtter Folstads

påstand. Bildene til venstre viser delprøvene *F-18.2* og *F-22.1* avbildet i stereomikroskop. Til høyre er tilhørende EPMA-bilder, tatt for å analysere slaggsammensetningen. Vær oppmerksom på at de blå pilene representerer antakelser basert på tidligere undersøkelser, mens den røde pilen peker på slagget som ble analysert.



(a) Prøve *F-18.2*, grått slag



(b) Prøve *F-22.1*, grønt slag

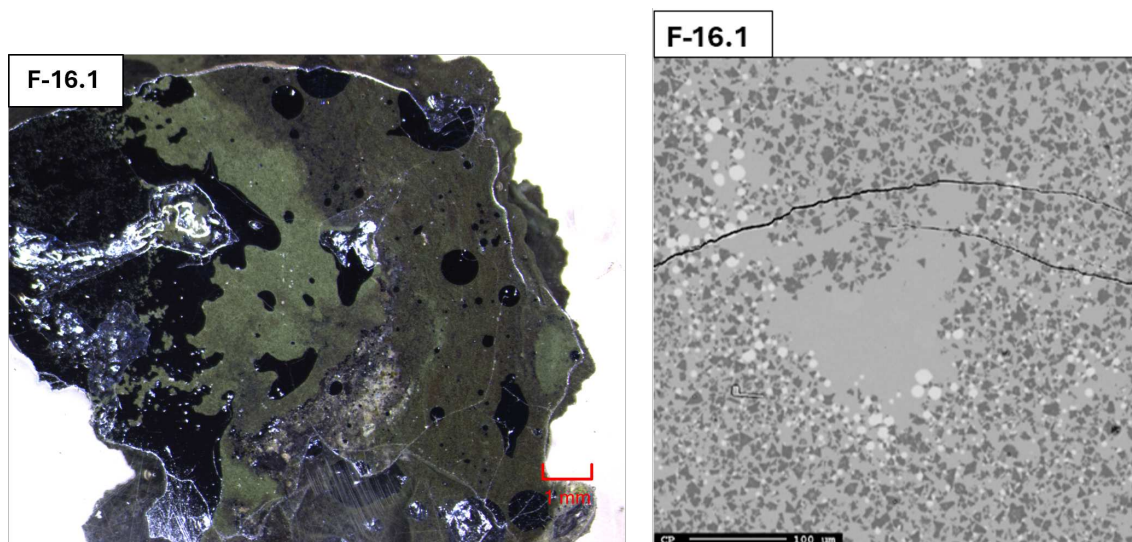
Figur 5.7: Bildene illustrerer eksempler på forskjellen mellom slag med grønn og grå farge. Bildene til venstre er tatt i stereomikroskop med en målestokk på 1 mm, mens bildene til høyre er fra EPMA-analysen med en forstørrelse på 200x. Bilde a) viser et eksempel på at større og færre SiC partikler gjør slagget mer grålig. Bildet b) viser et eksempel på at små SiC partikler bidrar til en grønnlig farge på slagget.

For å avkrefte eller bekrefte at mengden Al_2O_3 påvirker fargen, kan en se på sammensetningen til begge prøvene:

F-18.2: 50% SiO_2 - 34% CaO - 16% Al_2O_3

F-22.1: 60% SiO_2 - 22% CaO - 18% Al_2O_3

I disse prøvene er innholdet av Al_2O_3 relativt likt, mens andelene av SiO_2 og CaO varierer i forhold til Al_2O_3 . Selv om dette eksempelet hadde lik mengde Al_2O_3 , var det stor variasjon mellom prøvene. Et eksempel på økt innhold av Al_2O_3 i en prøve med grønnslagg er fra prøve *S-16.1*, vist i *Figur 5.8*.



Figur 5.8: Eksempelet viser prøve *F-16.1* som har en veldig markant grønn farge på slagget. Bildet til venstre viser prøven avbildet med stereomikroskop med en målestokk på 1 mm, mens bildet til høyre visertilhørende EPMA-bilde med forstørrelse 200x. De blå pilene er ikke bekreftet kjemisk, men antatt i forhold til tidligere studier. Den røde pilen viser hvor slagget har blitt analysert.

Her er det usikkert hvor EPMA-bildet ble tatt. Det kan være fra det lysegrønne eller det mørkegrønne området. På EPMA-bildet er de mørke SiC-partiklene godt synlige, omgitt av slagg-matriks og noen få Si-sfærer. Slaggsammensetningen av denne prøven er:

F-16.1: 52,5% SiO_2 - 28% CaO - 20,5% Al_2O_3

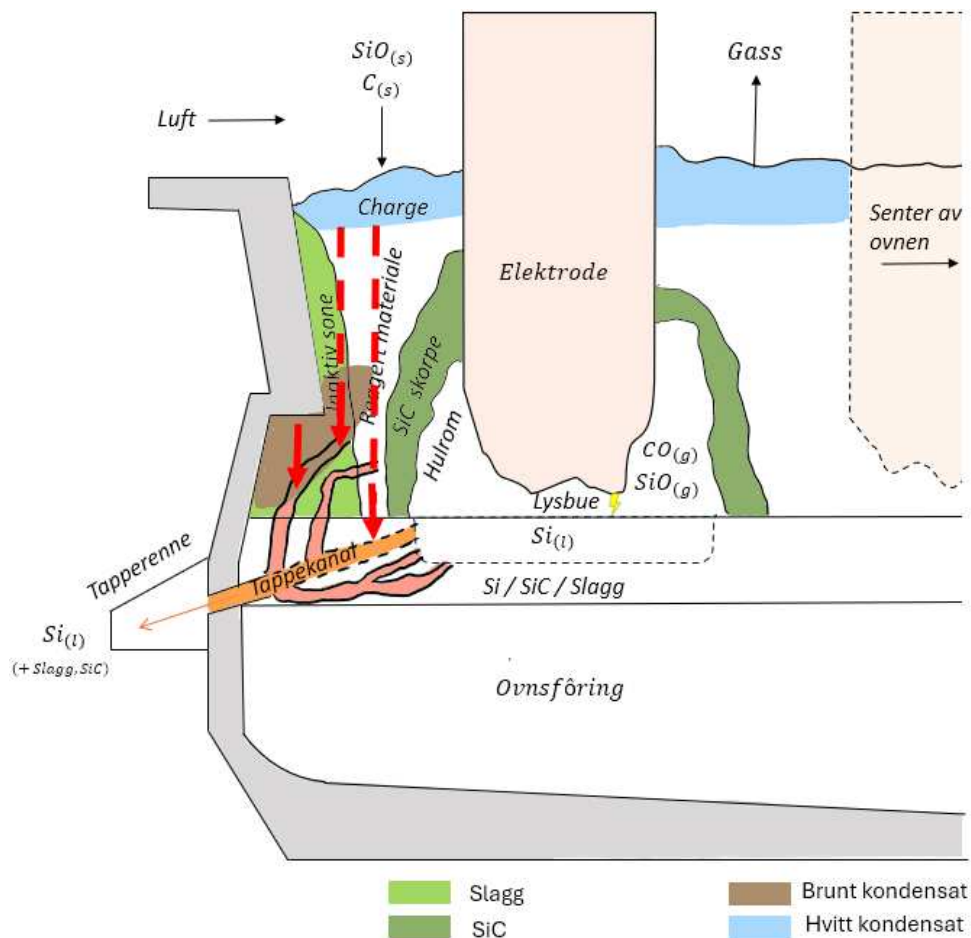
Flere resultater kunne blitt presentert for å styrke denne påstanden, men det er utfordrende ettersom det er uklart hvor i prøven bildene ble tatt ved EPMA-analysen. Bildene som ble tatt i SEM-analysen er tatt med en mindre forstørrelse og med SE, så det er derfor vanskeligere å se de små SiC-partiklene. De eksemplene som er vist her, antyder likevel at slaggets farge ikke bare påvirkes av sammensetningen, men også av mengden og størrelsen på de involverte SiC-partiklene. Det vil si at resultatene så langt viser at begge hypotesene holder, både Al_2O_3 innhold og fin fordeling av SiC partikler kan føre til grønn farge.

5.3.3 Kondensat i prøvene

Det ble tidligere vist under hvilke omstendigheter ulike typer kondensater blir dannet i *Kapittel 2.3.3*. Dette var i laboratorieskala og det er ikke forventet å finne kondensat i tappeslagget ettersom temperaturen i tappeslagget er rundt 1900°C og partialtrykket av SiO i ovnen er lavere enn i pilotforsøket til Broggi [17] [18].

I dette prosjektet ble kondensat funnet i 12 av 27 hovedprøver. Når kun hovedprøvene vurderes, utgjør dette funn av kondensat i 44% av prøvene, noe som er betydelig. Kondensat ble også funnet i tappeslagg under Folstads forsøk, men i mindre grad [17].

Kondensatet kan ha kommet fra området over tappehullet, hvor det kan ha falt ned i metallstrømmen og blitt ført ut sammen med metallet og slagget. Alternativt har kvarts og kondensat blitt smeltet og passert krateret, uten å oppnå høye nok temperaturer til å reduseres før tappingen. En illustrasjon på hvordan dette kan ha skjedd er vist i *Figur 5.9*. Her er også Folstads teorier om plassering av kondensat tatt med [17]. På figuren kan en se at tappekanalen har utviklet seg falske kanaler over tid. Her kan materialet strømme ned, men dette er ikke sikkert. Hvis dette stemmer, kommer materialet igjennom ovnen uten å ha kontakt med krater sonen, noe som mest sannsynlig har skjedd her.



Figur 5.9: Bildet illustrerer hvordan det ureagerte materialet og kondensatet kan ha kommet ut av tappehullet uten å komme i kontakt med høye temperaturer i krateret.

Resultatene kan være påvirket av rapporterte lave temperaturer i øsen før tilsetningen av raffineringmiddel. Temperaturen ble ikke konsekvent overvåket for alle slaggrøvene, men de rapporterte tappetemperaturer lå under 1490°C, noe som er svært lavt sammenlignet med det som antas å være normale temperaturer [17]. De rapporterte temperaturer ble vist i *Tabell 4.1*. Den lave temperaturen kan skyldes at målingen ble utført senere i tappingen, noe som kan forklare avviket fra normal temperatur. Flere parametere kan påvirke temperaturen, som mengden oksygen i luftblandingen, starttemperaturen på øsen, samt om øsen ble tilsatt kjølemetall og/eller raffineringmiddel før temperaturmåling.

Siden disse målingene gjelder temperaturen i øsen, kan det være relevant å legge til en ekstra 100-300 °C for å reflektere temperaturen på metallet som kommer direkte fra tappehullet [17]. Med denne justeringen når temperaturen opp til nivåer som er sammenlignbare med tidligere funn av kondensater. Det er derfor rimelig å anta at temperaturen fra ovnen var under 1790 °C.

5.3.4 Si og SiC i prøvene

Det ble funnet Si-metall i alle prøvene. Dette ble bekreftet med EDS-analyse for flere av prøvene, og basert på utseendet til de bekreftede prøvene, ble det antatt at resten av prøvene også inneholdt Si-metall. EDS-analysen for bekræftelsen av Si-metallet kan finnes i *Vedlegg E* og oversiktsbildene av prøvene er vist i *Vedlegg C*.

SiC ble funnet i 8 av 12 hovedprøver i SEM-EDS-analysen, noe som utgjør 67% av prøvene. Dette var uventet, da Folstad [17] fant SiC i alle prøvene. Manglende funn kan skyldes innstillingene som ble brukt på SEM-en, hvor det ble brukt for lav forstørrelse til å se SiC partiklene, samt bruken av SE. Fra EDS-analysen ble det heller ikke funnet SiC, grunnen var nok at de små mengdene C som ble detektert var antatt til å være karbonbelegget på prøven. Men fra *Kapittel 5.3.1* blir det diskutert at små SiC-partikler og mengde Al₂O₃ kan gi en grønnlig farge på slagget. Alle prøvene det ikke ble bekreftet SiC på, uten om prøve *F-9.1*, var grønnlig farget. Dette kan tilsi at SiC-partikler er tilstede i prøvene selv om det ikke ble bekreftet kjemisk.

Prøvene som ble sett på i EPMA-analysen, ble ikke tatt med under disse resultatene på grunn av manglende kjemisk bekræftelse. En kan likevel anta funn av SiC og Si, basert på uteseende til EPMA-bildene. Det er fordi at bildene ligner det som er funnet i tidligere studier, slik som Folstad som fant SiC i alle sine prøver [17]. Basert på dette ser det ut til at de 28 resterende prøvene også inneholder SiC.

SiC vil også påvirke viskositeten til prøvene. Viskositetene som var vist til tidligere i *Kapittel 4.2* vil i realiteten være høyere på grunn av tilstedeværelsen av SiC-partikler. Det blir vist i *Likning 2.13* at økende mengde faste partikler vil føre til økt viskositet.

5.3.5 Andre funn i slaggrøvene

I prøvene ble det funnet spor av grunnstoffer som K, Na, P og Mg. Dette kan forventes siden det er urenheter i råmaterialene som kan inneholde disse grunnstoffene. Dette ble tidligere vist i *Kapittel 2.2.1* [8]. Tidligere har Folstad rapportert funn av spor av Na_2O , MgO og/eller BaO i sine tappeprøver. Det har tidligere blitt sett på massebalansen i silisiumsovner av Kamfjord og Myrhaug. Som vist i *Tabell A.1* og i *Figur A* så er det lite forventet å finne K, Na og Mg i metall/slagg. Disse funnene ser ut til å kun være i prøver som inneholder ureagert råmateriale eller kondensat. K ble funnet i en prøve som inneholdt kvarts. Na og Mg ble funnet i en prøve som inneholdt kondensat. Funnene som er gjort her, kan tyde på at det blir med ureagert råmateriale og kondensat ut fra ovnen ved tapping.

Funnet av Fe i FeSi-fasen kan skyldes jernsmitte fra blåsing av tappehullet. På grunn av manglende informasjon fra tappeprosessen er dette imidlertid usikkert, da det også kan være forurensning fra kvarts og karbonmateriale.

5.4 Funn av ureagert materiale

5.4.1 Ureagert kvarts i prøvene

Det kan være flere årsaker til at det ble gjort funn av ureagert kvarts i ca. 19% av hovedprøvene. De tre første funnene, som vist i *Figur 4.15* er tatt under samme tappenummer, noe som kan bety at de er tatt kort tid etter hverandre. Mens de tre siste funnene er fra to hovedprøver som også ble tatt under samme tapping. Prøvetypen varierer og er dermed ikke avgjørende i dette tilfellet.

En mulig årsak til funn av ureagert kvarts i prøvene kan være tidspunktet de ble tatt på. Dersom prøvetakingen fant sted under tilsetning av raffineringmiddel eller kort tid etterpå, kan forurensninger ha oppstått fra kvartsrester som kan ha havnet i tapperennen og deretter overført til slaggrøvene. To av hovedprøvene var tatt fra skjegget, mens tre prøver ble tatt i flytende fase. Det er utfordrende å forestille seg at prøven i den flytende fasen kunne blande seg så mye med kvartsen fra tapperennen, dersom dette skyldtes øsens påsetting. Som vist i *Figur 4.20*, er kvartsbitene tydelig innblandet i prøven, noe som tyder på at det kan være ureagert råmateriale fra ovnen som har kommet ut gjennom tappehullet. Det kan tyde på kvartsen ikke har blitt eksponert for en temperatur over 1700°C lenge nok til å smelte sammen med slagget, men kan komme fra samme sted som hypotesen i *Kapittel 5.3.3*.

5.4.2 Ureagert karbonmateriale i slaggrøvene

Det ble også funnet ureagert karbonmateriale i noen av slaggrøvene. Folstad og Jusnes fant begge spor av ureagert karbonmateriale i prøver fra FeSi-ovner tilhørende Finnfjord AS. Folstad konkluderte med at karbonet kunne stamme fra stampemasse [17], mens Jusnes ikke kunne fastslå opprinnelsen til funnene [29].

De analyserte prøvene omfattet kun delprøver fra *S-1.1* til *S-12.2*.

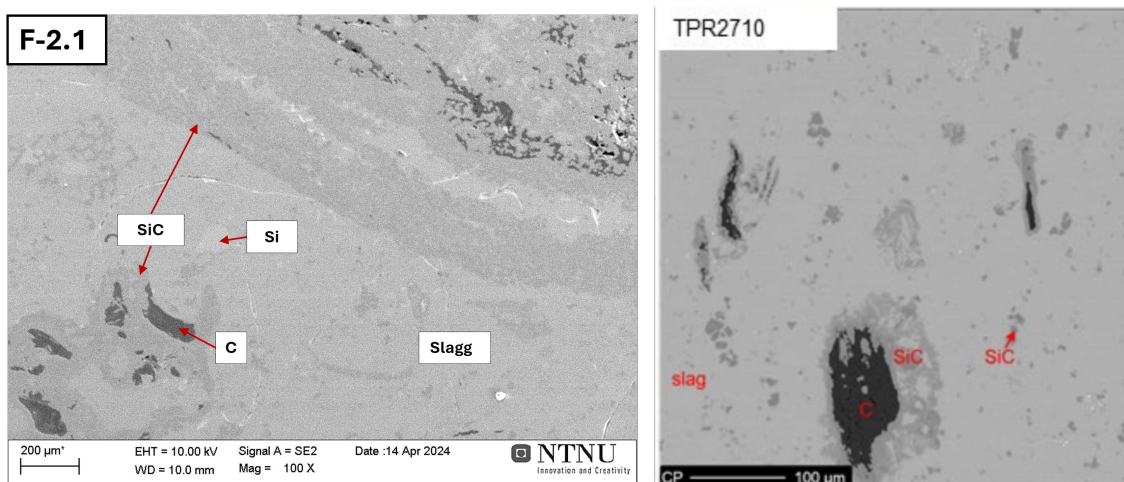
Karbonmateriale ble identifisert i prøvene *F-2.1*, *B-4.1*, *B-4.2*, *S-10.1* og *S-12.2*.

Bilder av disse funnene er presentert i *Delkapittel 4.4.1*, og tilhørende EDS-analyser er dokumentert i *Vedlegg E*.

Karbonet som er funnet ser ut til å være ureagert karbonmateriale. En mulig årsak kan være forurensning fra verktøyet som ble brukt ved prøvetakingen. Prøvedigelen er laget av grafitt, som kan potensielt overføre partikler til prøvene og forurense overflaten. Alle prøvene med funn av karbon ble tatt med prøvekoppen utenom *F-2.1*, som ble tatt med en støter. En kan anta at utsiden av prøvene ikke er analysert, siden alle prøvene ble knust og slipt ved prøvepreparering. Det vil si at overflaten som blir sett på er fra innsiden av prøven og det er derfor usannsynlig at karbonmaterialet kan komme fra prøvedigelen.

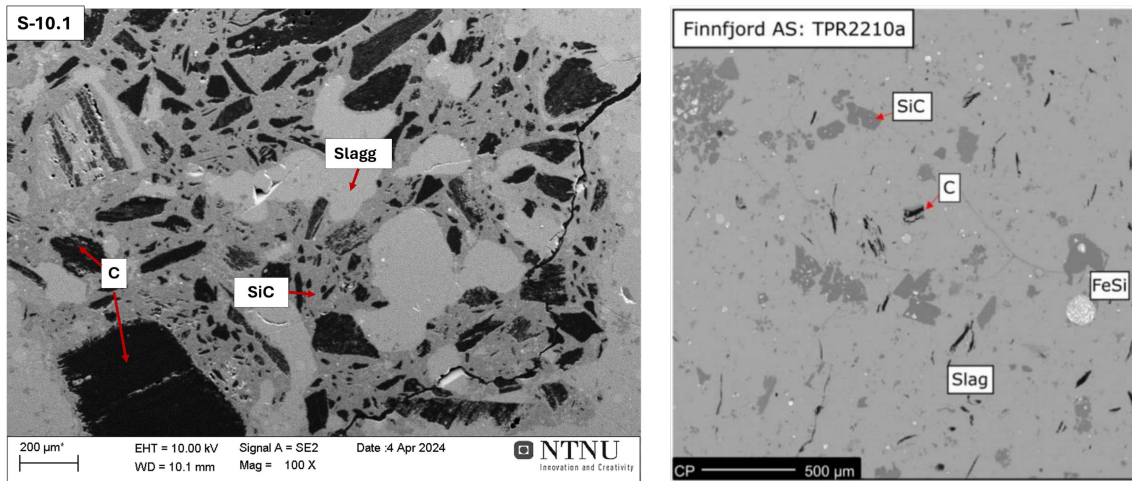
Hvis en ser på bildene i *Figur 4.13* kan det se ut til at karbonmaterialet er fra kull eller koks på grunn av porøsiteten [10]. Dette kan en spesielt se i prøve *S-12.2*. Prøve *B-4.2* mangler denne porøsiteten og kan derfor ha kommet fra andre årsaker som for eksempel under prøveprepareringen, men siden den andre delprøven *B-4.1* og tilsynelatende inneholder ureagert kull eller koks, kan en anta at det samme gjelder for denne delprøven også.

Figur 5.10 viser en sammenligning fra én av prøvene i dette forsøket, sammenlignet med funn av karbon i FeSi-slaggprøvene som ble funnet i Jusnes sitt forsøk [29]. Ved en nærmere kikk på bildet, kan det se ut til at dette er samme karbonmateriale. På grunn av porøsiteten og utseende kan det se ut til at dette karbonmateriale er ureagert koks eller kull. Dette ble ikke bekreftet av Jusnes.



Figur 5.10: Bildene viser en sammenligning av funn av karbonmateriale i dette forsøket og Jusnes sitt. Til venstre vises et SEM-EDS-bilde av prøve *F-2.1* med en forstørrelse på 100x, og til høyre vises en av prøvene tilhørende Jusnes sitt forsøk under en EPMA-analyse med en forstørrelse på 200x. Karbonmaterialet ser ut til å være relativt likt, noe som kan skyldes tilstedeværelsen av ureagert koks eller kull på bakgrunn av et det er et porøst materiale [37].

I delprøve *S-10.1*, vist i *Figur 4.14*, var det tydelig at prøven skilte seg ut, både på grunn av sin kompakte masse og mengden materiale. Dette indikerer at opphavet til karbonmaterialet kan komme fra stampemasse fra tappekanalen eller tapperennen, noe som Folstad konkluderte med i sine studier. Sammenligningen mellom hennes funn og funnene i prøve *S-10.1* er vist i *Figur 5.11*. Her kan en se de samme kompakte nål-strukturene som samsvarer med noen av materialet i prøven fra dette studiet.



Figur 5.11: Bildet til venstre viser delprøve *S-10.1* tatt i SEM med en forstørrelse på 100x. Bildet til høyre er fra Folstad sine undersøkelser av FeSi-slagg fra Finnfjord AS. Bildet er tatt med 200x forstørrelse under en EPMA-analyse. Hun konkluderte med funn av karbon som stammet fra stampemasse [17] [35].

Sett bort i fra stampemasse, kan denne type karbonmateriale også komme fra karbondigelen eller fragmenter fra tapperen. Dette kan ikke bekreftes uten videre undersøkelser.

Det virker usannsynlig at både kvarts og karbon kan komme fra kratersonen uten å blitt påvirket av temperaturen. Derfor kan en anta at materialet kommer fra en inaktiv sone i ovnen. Hvordan materialet har kommet ut gjennom tappehullet uten å ha reagert er usikkert. Det kan komme fra stakeprosessen eller ved kollaps av materialskorpen [2]. Det andre hypotesen til dette tilfellet er at materialet kommer fra fragmenter i tapperen. For delprøve som er vist i *Figur 4.13*, virker det som at karbonkilden er ureagert kull eller koks på grunn av utseendet.

5.5 Bildeanalysen

I dette delkapittelet blir bildeanalysen og sammensetningen til prøvene diskutert. Bildeanalysen er kun gjort på de 18 SEM-EDS-prøvene *S-1.1* til *S-12.2*.

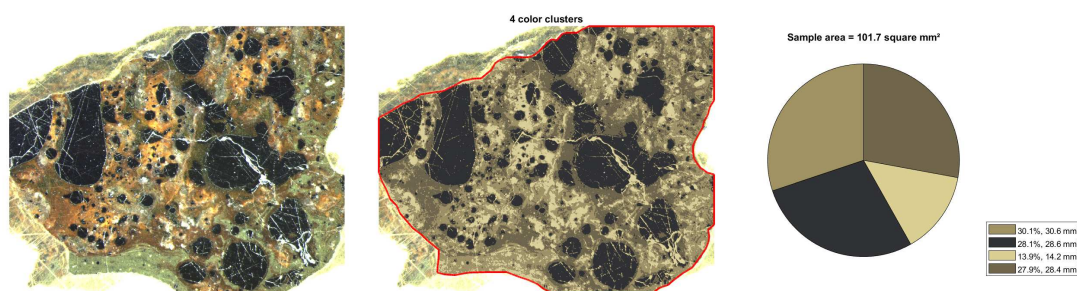
5.5.1 Variasjon

Prøvene varierte mellom to til fire faser per prøve med fire fargenyanser. Det er for eksempel prøve *S-1.1* som inneholdt CaSiO_3 , Kristobalitt og Si-metall. Det vil si at sammensetningen til en prøve varierer innad i prøven. Dette ser ut til å være tilfellet for resten av prøvene. Utenom *S-1.2* som bestod utelukkende av SiO_2 og kristobalitt. Disse to fasene er i praksis begge SiO_2 med forskjellig krystallstruktur, men de er skilt her på grunn av bruk av fasediagrammet som skiller dem.

5.5.2 Usikkerhet i bildeanalysen

Det ble inkludert noen deler av ett bilde som ikke skulle være med i bildeanalysen på to av bildene. Men grunnet tidsbegrensinger så ble disse dessverre ikke rettet opp. Det er på prøve *S-1.2*, der en karbonteip fra bruk i SEM-en ble med som en mørk farge. I prøve *F-5.1* ble det inkludert en del av epoksyen som en del av den gulaktige fargen. Alle bildene som ble analysert og brukt er vist i *Vedlegg F*.

En annen del som påvirker resultatene fra bildeanalysen er lysartefakter fra refleksjon i sprekker og lignende i prøven. Disse øker andelen av lysefarger i prøvene. Et eksempel på dette er vist i *Figur 5.12*.



Figur 5.12: Bildeanalysen av prøve *F-6.1*

5.5.3 Bildeanalyse som metode

Metoden kunne vært mere nøyaktig om EDS-punktene/områdene-analysene kunne plasseres på bildeanalysen med pikselkoordinater. Dette kunne automatisert plasseringen av punktene og gjort det enklere og bedre å ha med flere fargenyanser for analysen. I denne oppgaven ble det manuelt gjort. For å unngå både å bruke lang tid og for å unngå feil ble det valgt bare 4 fargenyanser for analysen, istedenfor fem til 15 som også var mulig.

Metoden er tidligere ikke gjort innenfor forskning på silisiumslag. Den har gitt noen resultater og viser variasjon innad i prøven. Som forslag til videre arbeid med bildeanalyse på silisiumslagprøver, vil det anbefales å se på bildeanalyse av SEM/EPMA-bilder istedfor. Der det kan sees på gråtonene i bilde og knytte den kjemiske EDS-analysen til piksel-koordinater, slik at det kan kartlegges på en bedre og mer effektiv måte.

5.6 Prøvetakingmetodene

I tillegg til å undersøke variasjon og sammensetning i prøvene, var et annet mål å avgjøre om det er forskjeller mellom prøver tatt fra skjegget sammenlignet med de som er tatt i flytende fase. Tidligere prøver har både blitt tatt i flytende fase og skjeggprøver [17] [29], uten at det har blitt funnet en klar forskjell mellom prøvetypene. Slagg tatt i flytende fase er tidsavhengig. Det er ikke alltid at slagg kommer ut av ovnen, og derfor må man være forberedt og klar til å samle slagget så snart det blir tilgjengelig. En kan fremprovosere slagg ut av ovnen, om en bruker oksygenlanser for å smelte ut slagget, men da blir det stor sannsynlighet for kontaminering av lansematerialet i prøvene. Skjeggprøver er lettere å samle, siden de kan henge i enden av tapperennen helt til det knekker av. Men dette kan føre til at skjeggprøven er fra en tidligere tapping med andre faktorer, siden skjegget kan henge over lengre tid.

Under forsøket ble det tilsammen tatt 14 skjeggprøver og 14 slagprøver i flytende fase. Den ene skjeggprøven var utelukkende bestående av kun Si-metall, som er avbildet i *Figur 4.24*.

Når man undersøker de tertiære fasediagrammene i *Figur 4.8*, avslører EPMA-analysene variasjoner mellom ulike slagtyper. Spesifikt har skjeggprøvene et generelt lavere SiO₂-innhold sammenlignet med slagget tatt i flytende fase. Derimot indikerer resultater fra SEM-EDS-analyser ingen tydelig korrelasjon mellom slagtypene. En kan se at skjeggprøvene også her viser et lavere SiO₂-nivå, men det er mye mere spredt, og kan derfor sees som tilfeldig.

Gjennomsnittlig viser det seg at flytende slagprøver har en høyere viskositet sammenlignet med skjeggprøvene. Dette kommer av forskjellen i SiO₂-innhold i prøvene [30]. Den merkbare forskjellen kan komme av at det er lettere å samle slagprøven når det er en seig masse, fremfor at slagget har samme viskositet som metallet og renner direkte ned i øsen. Når en ser på hvilket verktøy som ble benyttet mest, som vist tidligere i *Figur 3.4*, var støteren en klar favoritt for å samle flyteslag. Dette bekrefter at slagget ikke kunne ha særlig lav viskositet, siden støteren ikke har en "samlende" utforming.

Når man ser på innholdet i prøvene, er det ingen tydelig forskjell bortsett fra variasjon i sammensetningen av slaggfase. Selv om man kunne forvente å finne mer Si-metall i skjeggprøvene på grunn av sprut og varme fra øsen, viser resultatene at dette ikke er et fremtredende trekk ved skjeggprøvene. Det kan imidlertid tyde på at det forekommer flere Si-metall dråper på utsiden av skjeggprøvene, men dette har liten betydning hvis man undersøker kjernen av prøven.

På grunn av funn av store mengder Si-metall i skjeggprøver, sammenlignet med flytende slag, er flytende slag foretrukket som prøvetakingsmetode. Dette skyldes at det nøyaktige tidspunktet for prøvetakingen kan fastslås, noe som muliggjør sammenligning med ovnsparametere på det eksakte tidspunktet, noe som kan være interessant for å se en sammenheng i et større perspektiv. Skjeggprøver er enkle å ta siden de ofte henger på enden av tapperennen og er lett tilgjengelige. Imidlertid viser de seg å ha mer variabel kvalitet. Flytende slagprøver er vanskeligere å ta, men ser ut til å være av høyere kvalitet.

5.7 Sammensetning fra tappehull over tid

Tidligere studier har sett på sammenheng mellom CaO-analyser og hvilket tappehull det kommer fra uten å finne en klar sammenheng [29] [17]. I dette forsøket, ser det ut til at det er betydelige variasjoner som kan gi en sammenheng utifra hvilket tappehull det er hentet fra.

Ved å studere *Figur 4.11* kan man observere et tydelig område med lave CaO-verdier. Dette kan indikere at det har forekommet et midlertidig skifte i prosessen. Enten endringer i råvarer eller endringer av prosessparametre. På grunn av manglende data kan denne antagelsen ikke bekreftes.

Det observeres en nedgang i CaO-verdier mot slutten av perioden for tappehull tre, en trend som vedvarer gjennom nesten hele tappehull fire. Deretter identifiseres det en enkelt prøve fra tappehull fem som viser et markant lavt nivå av CaO. Siden disse prøvene skiller seg såpass mye ut i forhold til de andre prøvene, kan det tyde på at forekomsten er reell.

I tillegg viser dataene en tydelig trend der CaO-innholdet varierer betydelig fra tappehull fem til tappehull én, med betydelig høyere verdier i tappehull fem sammenlignet med tappehull én. Det er usikkert om denne variasjonen skyldes tilfeldige faktorer eller en underliggende årsak, og videre undersøkelser med flere parametere er nødvendig for å fastslå dette.

Som vist tidligere i *Figur 4.10*, ser det ut til at det ikke er noen sammenheng mellom CaO/Al₂O₃-forholdet og Ca/Al-forholdet fra tappeanalysen. Selv om det var forventet å finne en sammenheng, viser den store variasjonen at forholdet kan være tilfeldig. Dette kan innebære at det ikke er mulig å trekke konklusjoner om slaggets sammensetning basert på tappeanalysen fra metallet.

Kapittel 6

6 Konklusjon

Under prosjektet med prøvetakingsperiode på 41 dager, har det blitt gjort flere interessante funn innenfor slaggets sammensetning og variasjon. I løpet av prosjektet ble det tatt 28 hovedprøver som ble videre delt opp i 48 delprøver. Det ble funnet at ett tversnitt av en prøve ikke var representativt for hele prøven. Skjeggprøver viste seg å variere mest innad i hovedprøven i forhold til flyteslagg.

Den gjennomsnittlige sammensetningen til slagget ble funnet til å være 56 vekt% SiO₂ - 28 vekt% CaO - 16 vekt% Al₂O₃, med et gjennomsnittlig CaO/Al₂O₃-forholdstall på 1,96, noe som er et relativt høyt forholdstall i forhold til tidligere studier. Slaggsammensetningen varierer mellom 44-71 vekt% SiO₂ med et CaO/Al₂O₃-forholdstall mellom 0,4 og 3,8.

Basert på resultatene fra EPMA-WDS, har flytende slagget et høyere innhold av SiO₂ enn skjeggprøvene. Derimot viser resultatene fra SEM-EDS-analysen at det er en sammenheng mellom prøvetypene, hvor de er nesten identiske. I gjennomsnitt inneholder flytende slagget en høyere vekt% SiO₂, men et lavere CaO/Al₂O₃-forhold sammenlignet med skjeggprøvene.

Det ble også funnet ureagert masse i form av kvarts og karbon, noe som tyder på ufullstendige prosesser som har kommet ut av tappekanalen. Det ble funnet at ca. 44% av slagget inneholdt kondensat, ca. 15% inneholdt kvarts, ca. 33% inneholdt ureagert karbon. Det ble ikke bekreftet funn av SiC i 4 av de 18 prøvene som ble analysert i SEM, men det kan ikke bekreftes at det ikke var tilstedeværende uten flere analyser.

Fra bildeanalysen kunne en se tydelige variasjoner innad i prøven basert på farge og kjemisk data fra EDS. Denne metoden hadde vært bedre om en kunne knyttet bildeanalysen til piksel-koordinaten til den kjemiske analysen funnet ved SEM-EDS. Forslaget videre er å bruke SEM-bilder i bildeanalysen istedenfor stereomikroskopbilder.

Prøvemethodene viste seg å være relativt like. Den kjemiske sammensetningen til flyteslagget har høyere viskositet enn skjeggprøvene, men det er uklart om dette er tilfeldig eller ikke. Det kan antas at det er lettere å samle slagget i flytende fase med høyere viskositet, sammenlignet med slagget som har samme viskositet som silisiummetallet. Flytende slagget er foretrukket fordi de har høyere kvalitet og kan tillate sammenkobling av ovnsparametere med det nøyaktige tidspunktet slagget kom ut av ovnen. Dette gir en bedre forståelse av prosessforholdene sammenlignet med skjeggprøver, som kan ha hengt over lengre tid og dermed være mindre representative. I tillegg ble det funnet høyere andel Si-metall i skjeggprøver som kan komme fra for eksempel sprut fra øse eller andre faktorer som reduserer kvaliteten.

7 Videre arbeid

Dette studiet avdekket mange interessante funn. For å øke forståelsen til slagget er det fortsatt flere interessante temaer som kan utforskes:

- Dette studiet ga innsikt i slagget over tid. Tidspunktene for prøvetakingen varierte betydelig, noe som gjorde det vanskelig å identifisere sammenhenger. Det ville derfor vært nyttig å kartlegge slaggets sammensetning systematisk over tid. For eksempel, ved å ta prøver hver time gjennom en dag, eller fire ganger daglig over en uke. Dette er viktig fordi materialmiksen som mates inn i ovnen, kan ha stor innvirkning på resultatene. For å få en bedre forståelse av prosessene i ovnen, kunne det også være interessant å sammenstille disse dataene med ovnsparametere og informasjon om råvarene som brukes i ovnen.
- En interessant analyse kunne vært å kartlegge hele prøveoverflaten i SEM. For så å bruke bildeanalyse for å kvantifisere mengden SiC eller andre faser som er tilstede.
- Et interessant tema for videre arbeid er å undersøke opprinnelsen til det ureagerte karbonmaterialet og kvartsen. Kommer disse materialene gjennom ovnen uten å reagere? I så fall, stammer de fra porer i materialmiksen eller fra en kraftige utstrømninger eller kollapser av materialmiksen?
- Det ser ut til å være mangelfull informasjon om karbonmaterialer, som for eksempel stampemasse. Spesielt når det gjelder mikrostrukturen i SEM-bilder. Med et referansebilde kunne en bedre konkludere om funnene av karbonmateriale i denne studien stammer fra stampemassen eller har en annen opprinnelse.
- Se på slagget i alternativ analysemetode som for eksempel XRD, ICP-MS og XRF for å få en større forståelse av hele prøven, fremfor et lite tversnitt.
- Finnes det andre metoder for å ta tappeslagget prøver som er bedre?

Referanser

- [1] Lykkenes A. Silisium – Store norske leksikon; 2023. (Hentet: 20.02.2024). <https://snl.no/silisium>.
- [2] Schei A, Tveit H, Tuset JK. Production of High Silicon Alloys. Trondheim: TAPIR; 1998. ISBN: 82-519-1317-9.
- [3] Tangstad M, et al. Metal Production in Norway. Trondheim: Akademika Publishing; 2013. ISBN: 978-82-321-0241-9.
- [4] Tangstad M, et al. Production of High Silicon Alloys (Revised Edition); To be published in 2025. Chapter 4.
- [5] Næss MK, Kero I, Tranell G, Tang K, Tveit H. Element Distribution in Silicon Refining: Thermodynamic Model and Industrial Measurements. 2014. DOI: 10.1007/s11837-013-0797-7.
- [6] Næss MK, Kero I, Tranell G, Tang K, Tveit H. Element Distribution in Silicon Refining: Thermodynamic Model and Industrial Measurements. 2014. Fig. 7. Distribution of elements in the mass flows out of the refining ladle: refined Si, the slag, and the fume. The distribution fractions for the refined silicon and the slag are displayed in each column, at the base and at the top, respectively. The distribution is given in mass%. Please note that the mass of the fume is much smaller than the mass of the condensed phases.; p. 2350.
- [7] Nordnes E. Softening and Melting Properties of Quartz; 2019. (Hentet: 14.04.2024). <https://ntnuopen.ntnu.no/ntnu-xmlui/handle/11250/2624261>.
- [8] Ringdalen E, Tangstad M. Quartz Properties in the FeSi/Si Process; 2023. (Hentet: 24.10.23). Silisium Seminar.
- [9] Blackman A, Gahan L. SI Chemical Data, 7th Edition; 2013. ISBN: 978-0-730-30246-9.
- [10] Monsen B, Tangstad M, Midtgaard H. Use of Charcoal in Silicomanganese Production; 2004. ISBN: 0-9584663-5-1. https://www.researchgate.net/publication/242591146_USE_OF_CHARCOAL_IN_SILICOMANGANESE_PRODUCTION.
- [11] Kadkhodabeigi M, Tveit H, Johansen ST. Modelling the Tapping Process in Submerged Arc Furnaces Used in High Silicon Alloys Production. ISIJ International. 2011;51(2):193-202. DOI: 10.2355/isijinternational.51.193.
- [12] Sindland C. Production Rate of SiO Gas from Industrial Quartz and Silicon; 2021. (Hentet: 29.02.2024). <https://link.springer.com/article/10.1007/s11663-021-02143-4>.
- [13] Tangstad M, et al. Production of High Silicon Alloys (Revised Edition); To be published in 2025. Chapter 2.
- [14] Roine A. HSC Chemistry [Software]. Pori: Metso; 2023. Available from: <https://www.metso.com/hsc>.

- [15] Ksiazek M, Tangstad M, Ringdalen E. Silicon for the Chemical and Solar Industry XIII [Research Report]; 2016. (Hentet: 09.04.2024).
<https://www.ntnu.no/trykk/publikasjoner/SiliconforthechemicalandsolarindustryXIII/HTML/files/assets/common/downloads/publication.pdf>.
- [16] Ksiazek M, Tangstad M, Ringdalen E. Silicon for the Chemical and Solar Industry XIII [Research Report]; 2016. Figure 9: Overview of zones in Si furnaces: a) Wacker furnace no.1, b) Elkem Thamshavn, c) Wacker furnace no.4; p.39. <https://www.ntnu.no/trykk/publikasjoner/SiliconforthechemicalandsolarindustryXIII/HTML/files/assets/common/downloads/publication.pdf>.
- [17] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production [PhD thesis]. Norwegian University of Science and Technology; 2023.
<https://ntnuopen.ntnu.no/ntnu-xmlui/handle/11250/3096091> (Hentet: 07.02.2024).
- [18] Broggi A. Condensation of SiO and CO in Silicon and Ferrosilicon Production. NTNU; 2021. ISBN: 978-82-326-5929-6.
<https://ntnuopen.ntnu.no/ntnu-xmlui/handle/11250/2734899>.
- [19] Tangstad M. Zones and Materials in the Si Furnace - Furnace Excavations and Small Scale Experiments; 2023. (Hentet: 24.10.2024). Silicon Conference.
- [20] Tangstad M, et al.. Silicon for the Chemical and Solar Industry XV. NTNU; 2020. ISBN: 978-82-997357-9-7. Available from:
<https://hdl.handle.net/11250/2724094>.
- [21] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production; 2023. Figure 135: Illustration of where the condensates are likely to be found in the Si and FeSi furnaces; p.164.
- [22] Vangskåsen J. Metal-producing Mechanisms in the Carbothermic Silicon Process; 2012. (Hentet: 29.03.2024).
https://ntnuopen.ntnu.no/ntnu-xmlui/bitstream/handle/11250/249099/566367_FULLTEXT01.pdf?sequence=1.
- [23] Schei A, Tveit H, Tuset JK. Production of High Silicon Alloys. Trondheim: TAPIR; 1998. Figure 2.8: Equilibrium SiO pressures above the condensed phase combinations C-SiC, SiO₂-C, SiO₂-SiC, SiC-Si, and SiO₂-Si calculated from the JANAF Thermochemical Tables (Chase 1985). Gas compositions corresponding to points above the condensation reactions are unstable. Broken lines indicate that the gas composition lies in an unstable area. ; p.29.
- [24] Oterkjær H. An Investigation of the Al and Ca Balance in the Industrial Production of 75% FeSi. Trondheim: NTH; 1976.
- [25] Hosum BD, Pedersen TA. The Effect of Different Tapping Tools Used in Silicon Production; 2018.
- [26] Rosenqvist T. Principles of Extractive Metallurgy. 2nd ed. Tapir Akademisk

- Forlag; 2004. ISBN: 9788251919227.
- [27] Birks N, Meier GH, Pettit FS. Introduction to the High Temperature Oxidation of Metals. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press; 2006. ISBN: 978-11-391-6390-3. DOI: <https://doi.org/10.1017/CBO9781139163903>.
- [28] GTT-Technologies. Slagatlas; 2020. (Weight percent Liquidussurface; p.596). <https://gtt-technologies.de/wp-content/uploads/2021/04/Schlackenatlas-Vers.-16.0-without-references.pdf>.
- [29] Jusnes KF, Hjelmseth R, Folstad MB, Ditlefsen NS, Tangstad M. Investigation of Slag Compositions and Possible Relation to Furnace Operation of a FeSi75 Furnace; 2021. (Hentet: 11.04.24). https://papers.ssrn.com/sol3/papers.cfm?abstract_id=3930046.
- [30] Seetharaman S. Treatise on Process Metallurgy, Volume 1: Process Fundamentals. Elsevier Science; 2013. ISBN: 9780080969879. Available from: <https://books.google.no/books?id=qNEe8Y5CmwMC>.
- [31] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production; 2023. Figure 11: Schematic drawing showing the silicate (SiO_4^{4-}) network system with blue bridging oxygen and one orange non-bridging oxygen. Cations Ca^{2+} and Al^{3+} breaks into the network; p.16.
- [32] Folstad MB, Tangstad M. SiO₂-CaO-Al₂O₃ Slags in Si/FeSi Furnaces; 2021. (Hentet: 11.04.24). https://papers.ssrn.com/sol3/papers.cfm?abstract_id=3922187.
- [33] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production; 2023. Figure 143: The composition of all tapped slag samples collected during operation; p.170.
- [34] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production; 2023. Figure 144 Viscosity versus
- [35] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production; 2023. Figure 43: EPMA images of normal tapped samples. To the left is from is from Elkem Thamshavn 19-10.26 with magnification 40X, in the middle is Furnace B 20-06.18 with magnification 100X, and to the right. Is from Finnfjord AS 20-10.22 with magnification 40X. All samples are mainly slag together with some SiC and Si. Small cracks are in the slag phase from Elkem Bremanger, while small SiC particles are in the slag phase from Elkem Thamshavn; p.62.
- [36] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production; 2023. Figure 44: The five samples with high viscosity slag from Finnfjord AS, Two areas from TPO231120, TPO0102_T5, TPO230221, two areas from TPO030322 and TPX2022. The high-viscosity slag consists of SiO₂-rich slag, in addition to some SiC and FeSi. In addition, several samples have SiO₂, and some have condensate of SiO₂ and Si. Many of the samples are also porous; p.63.

- [37] Jusnes KF, Hjelmseth R, Folstad MB, Ditlefsen NS, Tangstad M. Investigation of Slag Compositions and Possible Relation to Furnace Operation of a FeSi75 Furnace; 2021. Figure 6: Step by step of sample TPR2710 from original sample in the upper left-hand corner, prepared piece ready for analysis and two images with different magnification of the sample. In the two bottom images the different material phases are marked.; p. 7. https://papers.ssrn.com/sol3/papers.cfm?abstract_id=3930046.
- [38] Hoover H. Excavation of 160 KW Pilot Scale Si Furnace, vol. 9; 2022. (Hentet 05.05.2024).
- [39] Folstad MB, Einarsrud KE, Tangstad M. Dissolution of CaO in SiO₂-CaO-Al₂O₃ Slag in Si Production; 2024. (Hentet: 05.05.2024). <https://www.mdpi.com/2075-4701/14/2/243>.
- [40] Folstad MB. NTNU Open: Slag and Its Effect on Si and FeSi Production; 2023. Pages: 35-36 (Hentet: 01.03.24). <https://ntnuopen.ntnu.no/ntnu-xmlui/handle/11250/3096091>.
- [41] Goldstein JI, Newbury DE, Michael JR, Ritchie NWM, Scott JHJ, Joy DC. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Springer Nature; 2018. ISBN: 978-1-4939-6676-9.
- [42] Zedel H, Vada E, Fritzsich R, Akhtar S, Aune RE. Automated Metal Cleanliness Analyzer (AMCA): Improving Digital Image Analysis of PoDFA Micrographs by Combining Deterministic Image Segmentation and Unsupervised Machine Learning. In: Wagstaff S, editor. Light Metals 2024. Cham: Springer Nature Switzerland; 2024. p. 977-83. ISBN: 978-3-031-50308-5.
- [43] Kamfjord NE. Mass and Energy Balances of the Silicon Process: Improved Emission Standards. Norwegian University of Science and Technology, Faculty of Natural Sciences; 2012. Table 4-4: Comparison of Distributions. ISBN: 978-82-471-3614-0.

A Vedlegg - Sporelementer

Tabell A.1: Sammenligningen av Kamfjord og Myrhaugs studier om massebalansen i silisiumovnen gir innsikt i hva en kan forvente av spormateriale i slag/metall-fase. Kamfjord samlet data fra en Si-ovn over 2 dager (2012), mens Myrhaug samlet data fra en FeSi-ovn (2003). Tabellen er fra [43]

| <i>Element</i> | Kamfjord 2012 | | | Myrhaug 2003 | | |
|--|----------------------|-------------------------|---------------------|---------------------|--------------------|------------------------------|
| | <i>% to Metal</i> | <i>% to Silica fume</i> | <i>% to Off gas</i> | <i>% to Metal</i> | <i>% to Silica</i> | <i>% to Filtered off-gas</i> |
| Cl | 0 | 33 | 67 | No Analysis | | |
| P | 21 | 79 | 0 | 75 | 25 | 0 |
| Hg | 0 | 100 | 0 | 0 | 60 | 40 |
| S | 0 | 4 | 96 | 15 | 10 | 75 |
| As | 8 | 92 | 0 | 30 | 65 | 5 |
| Se | 15 | 85 | 0 | 0 | 60 | 40 |
| Cd | 28 | 70 | 3 | 10 | 90 | 0 |
| K | 0 | 100 | 0 | 10 | 90 | 0 |
| Zn | 4 | 90 | 6 | 30 | 70 | 0 |
| Na | 0 | 100 | 0 | 20 | 80 | 0 |
| Mg | 3 | 97 | 0 | 10 | 90 | 0 |
| Sr | 79 | 21 | 0 | 70 | 30 | 0 |
| Tl | 12 | 87 | 0 | No Analysis | | |
| Ca | 79 | 21 | 0 | 60 | 40 | 0 |
| Bi | No Analysis | | | 70 | 30 | 0 |
| Sb | 2 | 97 | 1 | 30 | 70 | 0 |
| Ba | 90 | 10 | 0 | 80 | 20 | 0 |
| Pb | 0 | 98 | 2 | 5 | 95 | 0 |
| Mn | 51 | 21 | 28 | 80 | 20 | 0 |
| Al | 91 | 9 | 0 | 80 | 20 | 0 |
| Be | 64 | 36 | 0 | No Analysis | | |
| Cu | 79 | 20 | 1 | 80 | 20 | 0 |
| Cr | 96 | 4 | 0 | 90 | 10 | 0 |
| Sn | No Analysis | | | 80 | 20 | 0 |
| Sc | No Analysis | | | 80 | 20 | 0 |
| Co | 92 | 7 | 1 | 95 | 5 | 0 |
| Ni | 96 | 3 | 0 | 95 | 5 | 0 |
| Fe | 96 | 4 | 0 | 99 | 1 | 0 |
| V | 99 | 1 | 0 | 99 | 1 | 0 |
| B | 68 | 32 | 0 | 95 | 5 | 0 |
| Zr | No Analysis | | | 99 | 1 | 0 |
| Mo | 83 | 16 | 1 | 80 | 20 | 0 |
| W | No Analysis | | | 100 | 0 | 0 |
| Si | 80 | 20 | 0 | No Analysis | | |
| Ti | 100 | 0 | 0 | No Analysis | | |
| Green elements have close results | | | | | | |
| Yellow elements show similar main features | | | | | | |
| Red elements show major differences in the distributions | | | | | | |

B Vedlegg - Risikoanalyse

RISIKOANALYSE (alternativ til bruk av RiskManager)

| | | | |
|---|---|------------------------|------------|
| Enhet/institutt: | Institutt for materialteknologi | Dato: | 25.01.2024 |
| Ansvarlig/Ingjelder (navn): | Ida Westermann | Prosjekt slutt: | 04.06.2024 |
| Ansvarlig for aktiviteten som risikovurderes (navn): | Viktor Myrvågnes | | |
| Deltakere (navn): | Ingeborg Lillevik, Straum og Bjørner, Tordhol | | |

Beskrivelse av den aktuelle aktiviteten, området mv.:

Akrimp, T02.5Z/1002 og Bergbygget, E-520 og E-514A;
 Prøvepreparering av ålaggprøver
 Bergbygget, EM-lab;
 SEM-apparat: Zeiss SUPRA 55VP og Zeiss ULTRA 55
 Ta bilder/analyse av slagprøver med bruk av SEM

| Aktivitet/arbeidsoppgave | Mulig uønsket hendelse | Eksisterende risikoreduerende tiltak | Vurdering av sannsynlighet (S) | Vurdering av konsekvens (K) | | | Risikoventil (S x K) | Forslag til forebyggende og/eller korrigerende tiltak (sannsynlighetsreduerende tiltak) (foran skjeperet, beredskap (konsekvensreduerende tiltak)) | Restrisiko etter tiltak (S x K) |
|------------------------------|-----------------------------------|--|--------------------------------|-----------------------------|-----------------------|------------------|----------------------|--|---------------------------------|
| | | | | Menneske (L-5) | Øvr./materieill (L-5) | Ytre miljø (L-5) | | | |
| Inngaveringsmaskin | Hørselskade | Bruk hørselsvern | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 2 | |
| Deling/knusing av prøver | Slå finger(e) med hammer | Bruk tykke hansker eller ikke holde prøven når hammeren skal slås. | 1 | 2 | | | 2 | 2 | |
| Innstøping av prøver | Søling av epoxy | Søling kan skje. Blandingen av epoxy skjær under et avtrekkskap. Tørk opp sølet og kast det i riktig avfall. Bruk hansker. (HP-setning; se under) | 4 | 1 | 1 | 1 | 4 | 4 | |
| | Søling av epoxy på hud | Bruk hansker og labfrakk, og bytt de om de blir sølt på. "Epoxy harde" er etsende og "Epoxy resin" er irriterende, og dermed farlig ved øye- og hudkontakt. (HP-setning; se under) | 3 | 1 | | | 3 | 3 | |
| | Innhalering av avgass fra epoxy | Epoxyen skal blandes og holdes under avtrekkskap, slik at det ikke påvirker ytre miljø og mennesker. (HP-setning; se under) | 2 | 1 | 1 | | 2 | 2 | |
| Sliping og polering | Kontakt med roterende slipesplate | Ved bruk av roterende utstyr, burde en ikke bruke hansker og andre hjelpemidler som kan hekte seg fast. Fingrene kan derfor komme i kontakt med den roterende disken og slipes. Unngå kontakt med disk. Både med tanke på smitte til prøvene og hudslitasje. Bruk heller en automatisert slipesmaskin for å minimere risiko. | 2 | 1 | | | 2 | 2 | |
| | Søling av etanol | Søling kan skje. Rensing av prøve skjær som regel over en vask. Slik at ytre miljø ikke blir påvirket. Tørk opp med vanlig papir om søling forekommer, og kast i avfall. Bruk hansker og vernebriller. (HP-setning; se under) | 4 | 1 | 1 | | 4 | 4 | |
| | Gass fra prøver | Må ha punktavsug over sliping og poleringen. Dette er for å minimere risikoen om at uønskede gasser lekker ut til ytre miljø. | 2 | 1 | 1 | | 2 | 1 | |
| Tørkeovn (60 grader celsius) | Fornrensning av prøven | Det faretas rutinesvis rydding av tørkeskap, slik at det holdes en viss standard for miljøet i tørkeskapet. | 1 | 1 | 1 | | 1 | 1 | |
| | Kan brenne seg på varme prøver | Prøvene er varme når de kommer rett ut fra skapet. Skapet holder en relativt lav temperatur. For å unngå skader kan en bruke hjelpeverktøy som for eksempel klype eller hansker. | 2 | 1 | | | 2 | 2 | |
| SEM | Klemfare ved ut-/inntak av prøver | Ved inn- og utsetning av prøver kan en risikere klemfare i koblingspunktet og ved kammeret. | 2 | 1 | | | 2 | 2 | |

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ødeleggelse av instrument | Ved bruketjell, kan en risikere å ødelegge apparatet. For å unngå dette burde en tenke varsomt over handlingene og i tillegg ha utført SEM-opplæring. | 2 | 3 | 3 | 2 | 2 | 2 |
| Avfallhåndtering | Sørg for å ha håndtere avfallst riktig. Spør: Johannes Hammo / Andrey Kosinskiy om noe er usikkert. | 2 | 1 | 4 | 2 | 2 | 2 |
| Oppbevaring av prøver Besøkt på verk | Prøvene skal lagres løst i lukkede beholdere. Følger verktøys sikkerhetsprosedyrer | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |

Kjemikalie H/P-Setninger:

EPOFIX HARDENER

H302 + H312
H314
H317
H412
P280
P304 + P310
P301 + P310



- Førlig ved sveiging eller hudkontakt.
- Gir alvorlige etseskader på hud og øyne.
- Kan utløse en allergisk hudreaksjon.
- Stadelig, med langtidsvirkning, for liv i vann.
- Bruk vernehansker: > 8 timer (gjennombruddstid): Anbefales: Butylgummihansker / Nitrilhansker... Bruk vernebriller eller ansiktsvern.
- VED INNÅNDING: Kontakt umiddelbart et GIFTINFORMASJONSSENTER eller lege.
- VED SVEIGING: Kontakt umiddelbart et GIFTINFORMASJONSSENTER eller lege.

- VED HUDKONTAKT (eller håret): Tilsøtte klar må fjernes straks. Skyll huden med vann. Kontakt umiddelbart et GIFTINFORMASJONSSENTER eller lege.

- Disponer innholdet og emballasje i henhold til lokale, regionale, nasjonale og internasjonale forskrifter.

P501

EPOFIX RESIN

H315
H317
H319
H411
P280
P273
P261
P391
P501



- Irriterer huden.
- Kan utløse en allergisk hudreaksjon.
- Gir alvorlig øverirritasjon.
- Giftig, med langtidsvirkning, for liv i vann.
- Bruk vernehansker. Bruk vernebriller eller ansiktsvern.
- Unngå utslipp til miljøet.
- Unngå innånding av damp.
- Vask grundig etter håndtering.
- Samle opp spill.
- Disponer innholdet og emballasje i henhold til lokale, regionale, nasjonale og internasjonale forskrifter.

Etanol

H225
H319
P210
P403+P233
P305+P351+P338
P337+P313
P501



- Highly flammable liquid and vapour.
- Causes serious eye irritation.
- Keep away from heat, hot surfaces, sparks, open flames and other ignition sources. No smoking.
- Store in a well-ventilated place. Keep container tightly closed.
- IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing.
- If eye irritation persists: Get medical advice / attention.
- Dispose of contents / container to an approved waste disposal plant.

C Vedlegg - Slaggprøvene

Vedlagt finner du alle bildene av slaggprøvene. Vedlegget er delt i to seksjoner: den første delen viser prøvene *S-1* til *S-12*, som ble analysert med SEM-EDS, mens den andre delen viser prøvene *S-13* til *F-26*, som ble analysert med EPMA-WDS.

Tabell C.1 gir en oversikt over alle slaggprøvene.

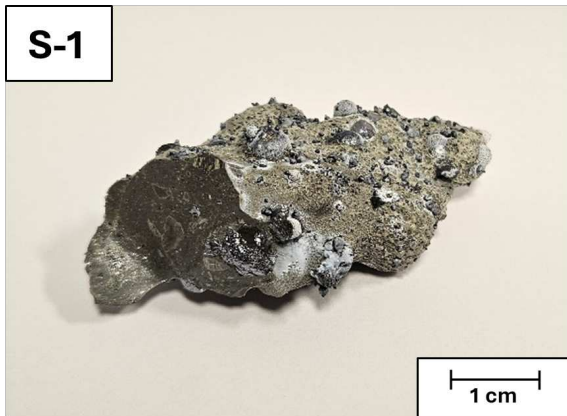
Tabell C.1: Bakgrunnsinformasjon om alle slaggprøvene som ble tatt under prøveperioden.

| Prøve ID | Dato | Tappeshull | Verktøy | Analysemetode |
|----------|------------|------------|------------|---------------|
| S-1 | 21.02.2024 | 3 | Prøvedigel | SEM-EDS |
| F-2 | 21.02.2024 | 3 | Støter | SEM-EDS |
| S-3 | 21.02.2024 | 3 | Prøvedigel | SEM-EDS |
| B-4 | 21.02.2024 | 3 | Prøvedigel | SEM-EDS |
| F-5 | 21.02.2024 | 3 | Prøvedigel | SEM-EDS |
| F-6 | 23.02.2024 | 3 | Støter | SEM-EDS |
| FM-7 | 23.02.2024 | 3 | Støter | SEM-EDS |
| S-8 | 23.02.2024 | 3 | Prøvedigel | SEM-EDS |
| F-9 | 27.02.2024 | 4 | Støter | SEM-EDS |
| S-10 | 27.02.2024 | 4 | Prøvedigel | SEM-EDS |
| F-11 | 27.02.2024 | 4 | Støter | SEM-EDS |
| S-12 | 27.02.2024 | 4 | Prøvedigel | SEM-EDS |
| S-13 (1) | 13.03.2024 | 5 | Prøvedigel | EPMA-WDS |
| S-13 (2) | 13.03.2024 | 5 | Prøvedigel | EPMA-WDS |
| F-14 | 13.03.2024 | 5 | Støter | EPMA-WDS |
| S-15 | 15.03.2024 | 5 | Ukjent | EPMA-WDS |
| F-16 | 15.03.2024 | 5 | Ukjent | EPMA-WDS |
| S-17 | 15.03.2024 | 5 | Ukjent | EPMA-WDS |
| F-18 | 15.03.2024 | 5 | Ukjent | EPMA-WDS |
| S-19 | 19.03.2024 | 5 | Ukjent | EPMA-WDS |
| F-20 | 19.03.2024 | 5 | Ukjent | EPMA-WDS |
| S-21 | 22.03.2024 | 5 | Prøvedigel | EPMA-WDS |
| F-22 | 22.03.2024 | 5 | Trelekt | EPMA-WDS |
| S-23 | 26.03.2024 | 1 | Prøvedigel | EPMA-WDS |
| F-24 | 26.03.2024 | 1 | Støter | EPMA-WDS |
| S-25 | 02.04.2024 | 1 | Prøvedigel | EPMA-WDS |
| F-26 | 02.04.2024 | 1 | Støter | EPMA-WDS |

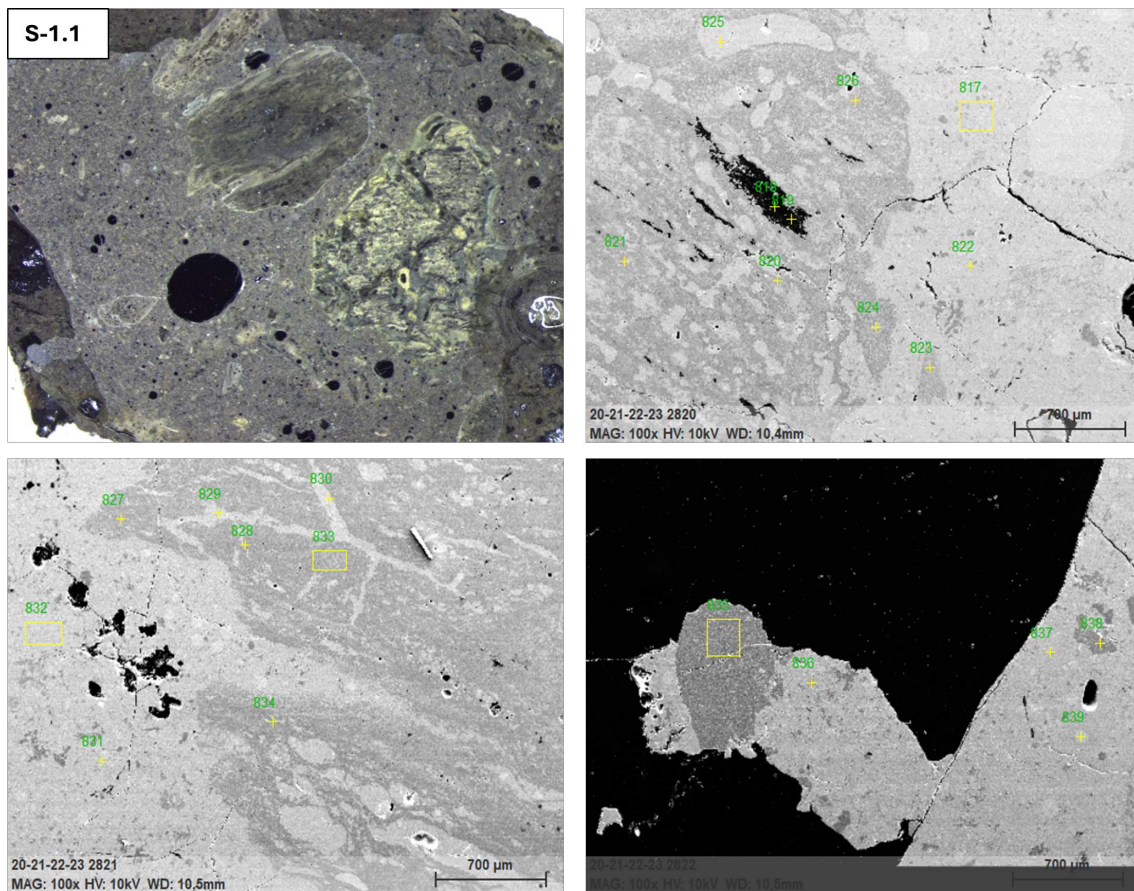
C.1 Bilder av prøve S-1 til S-12

Bildet av slaggrøven er tatt med et vanlig kamera og har en målestokk på 1 cm. Delprøvene er støpt inn i en sirkulær form med en diameter på 30 mm. Bildene tatt med stereomikroskopet har en målestokk på 1 mm. Bildene tatt under SEM-EDS-analysen har en forstørrelse på 100x.

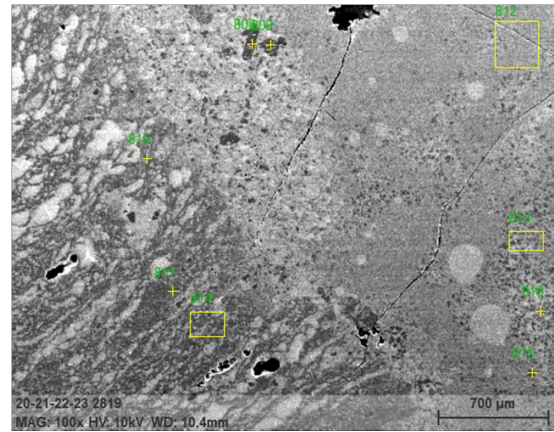
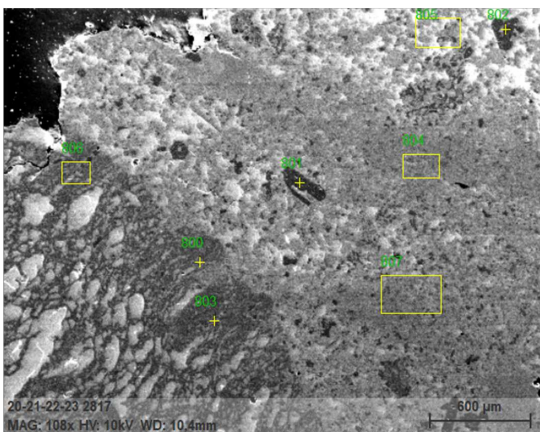
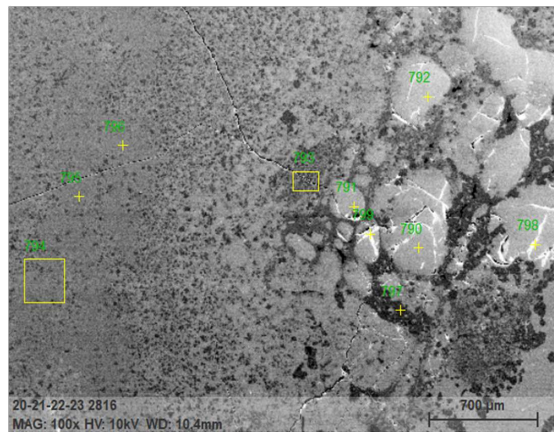
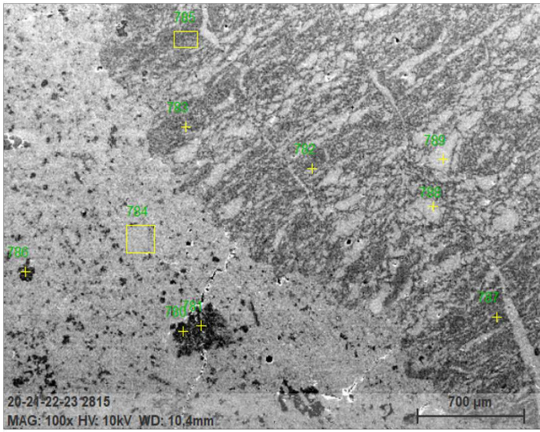
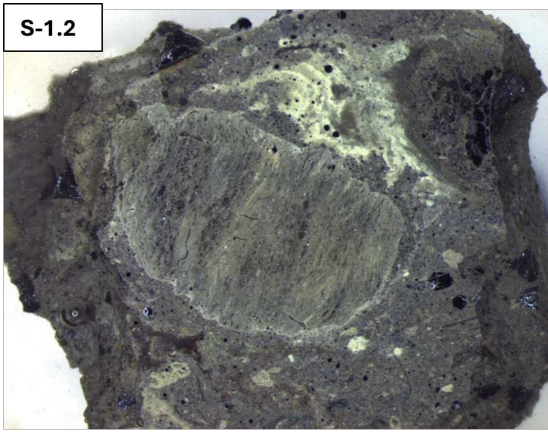
C.1.1 Prøve S-1



Figur C.1: Bildet viser slagprøve S-1.



Figur C.2: Bildene viser delprøve S-1.1. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

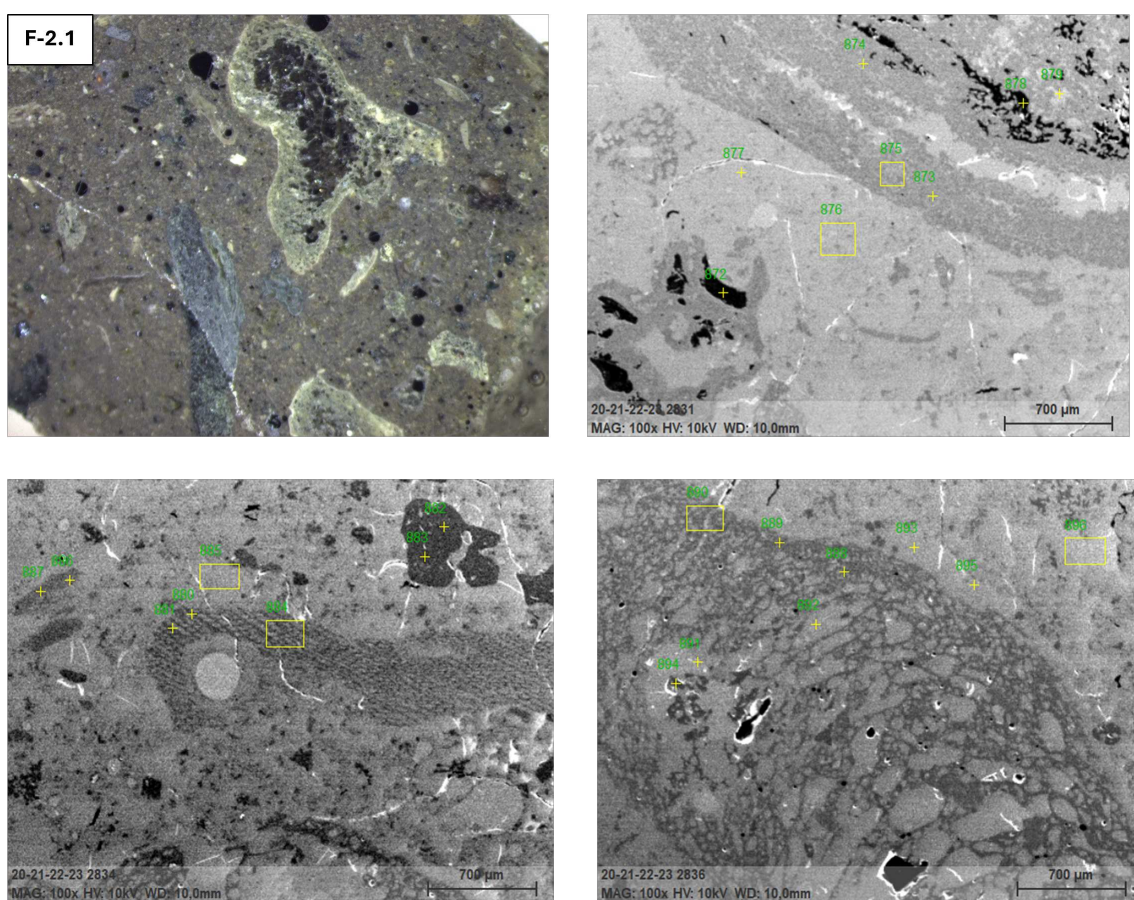


Figur C.3: Bildene viser delprøve S-1.2. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt i en SEM-EDS-analyse av prøven.

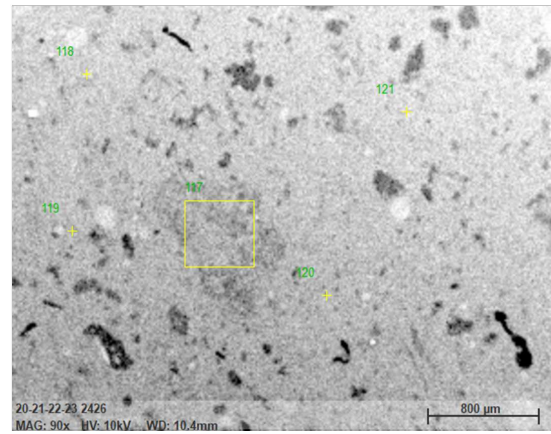
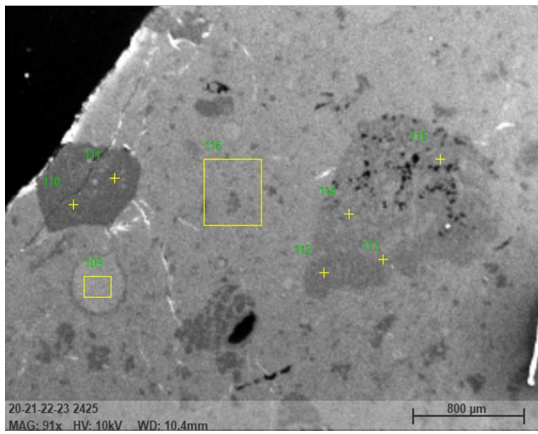
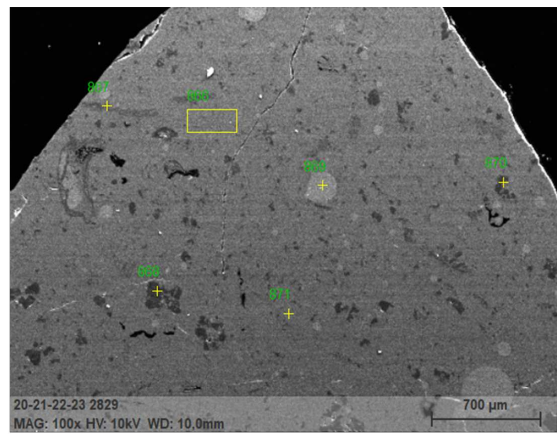
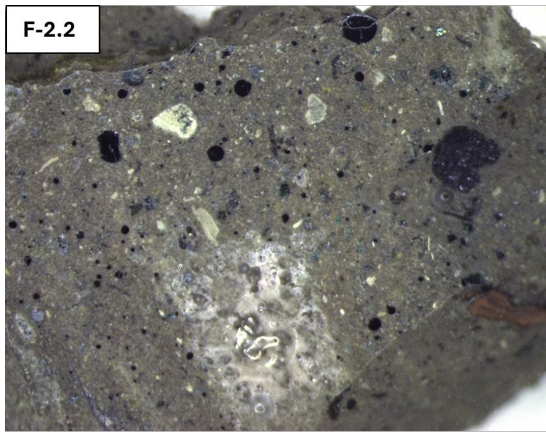
C.1.2 Prøve F-2



Figur C.4: Bildet viser slagprøve *F-2*.



Figur C.5: Bildene viser delprøve *F-2.1*. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

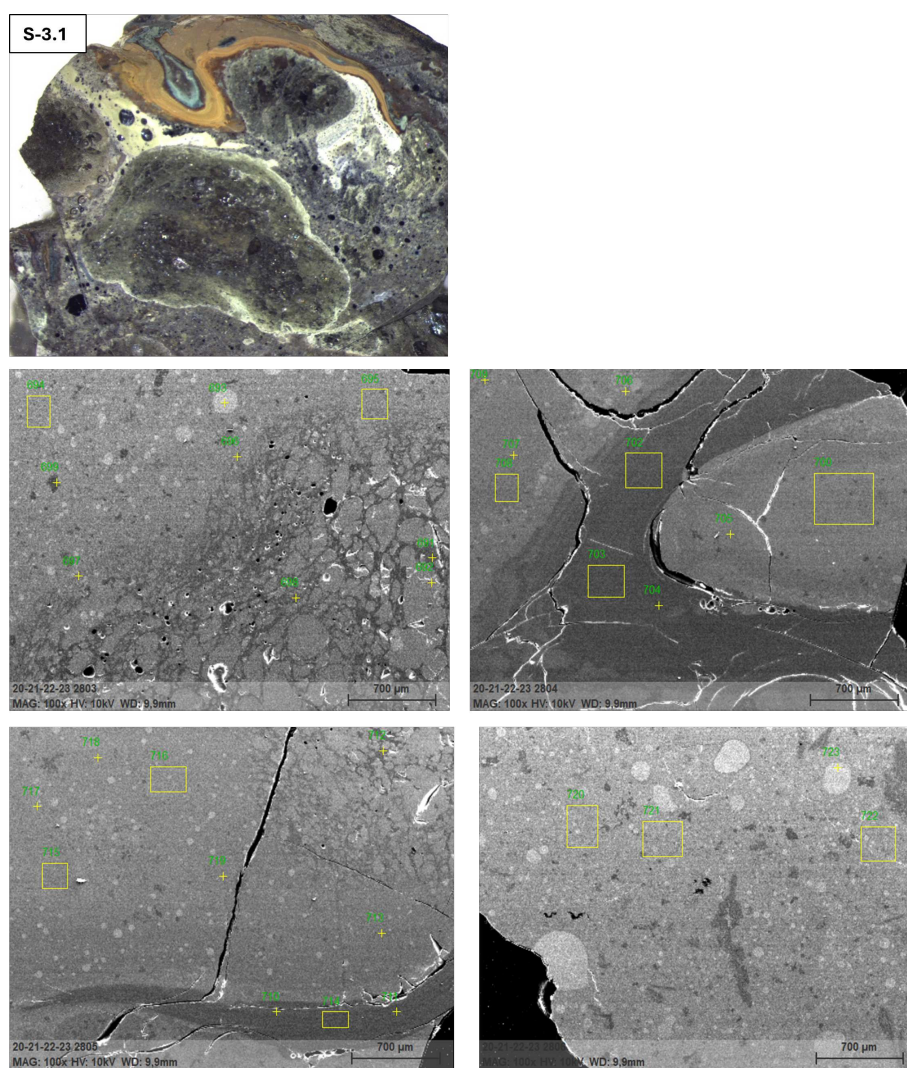


Figur C.6: Bildene viser delprøve *F-2.2*. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

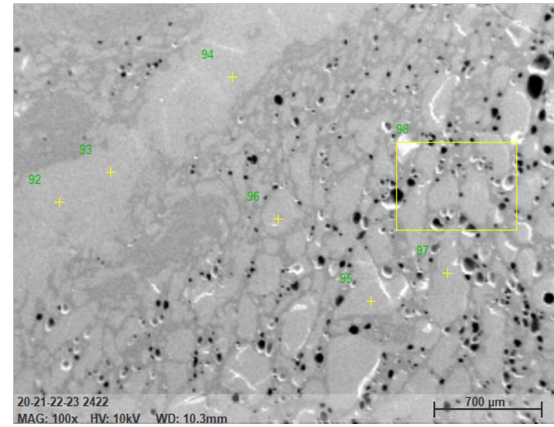
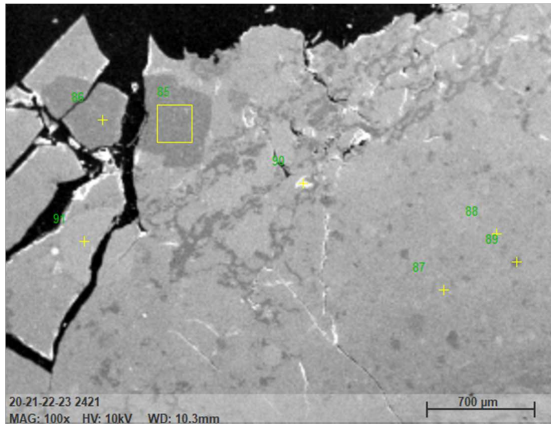
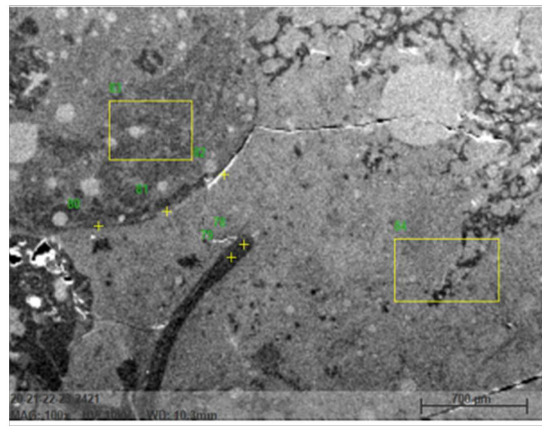
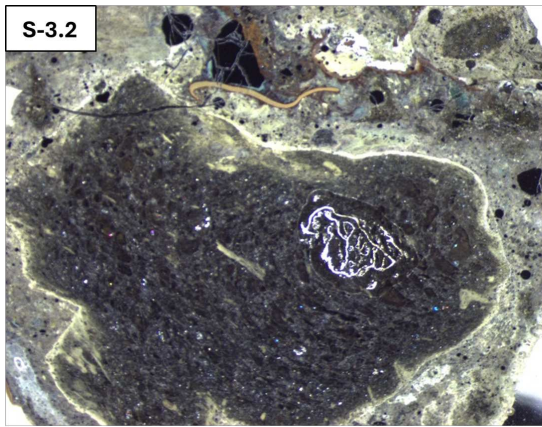
C.1.3 Prøve S-3



Figur C.7: Bildet viser slagprøve S-3.



Figur C.8: Bildene viser delprøve S-3.1. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

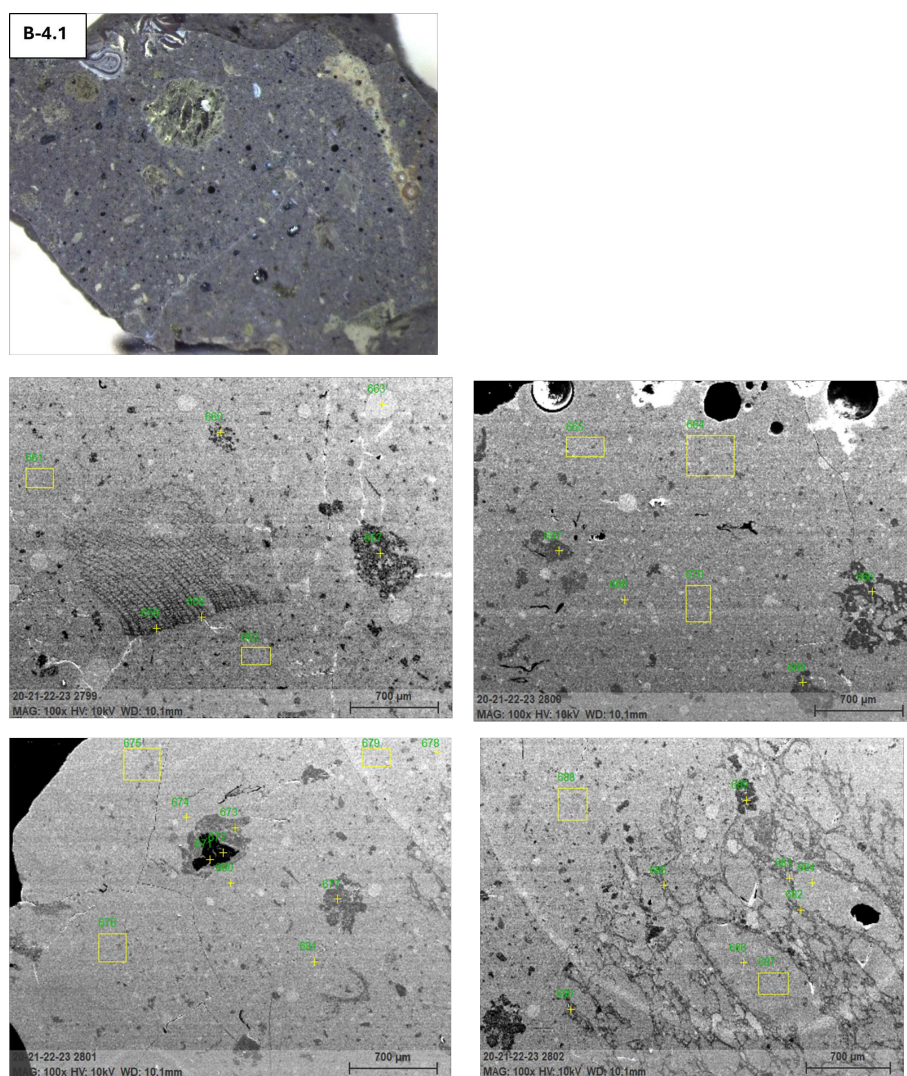


Figur C.9: Bildene viser delprøve S-3.2. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

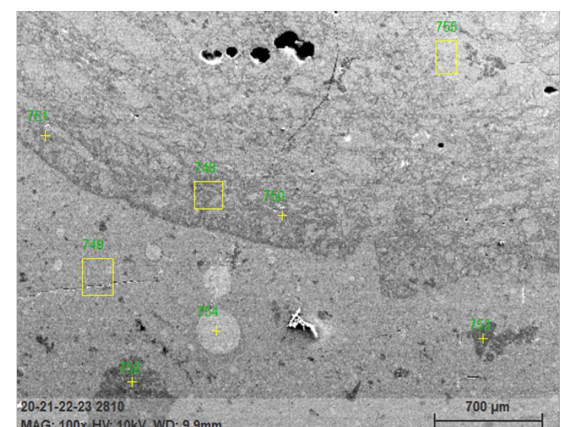
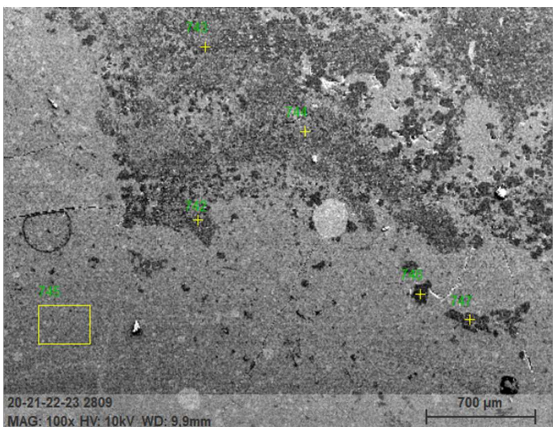
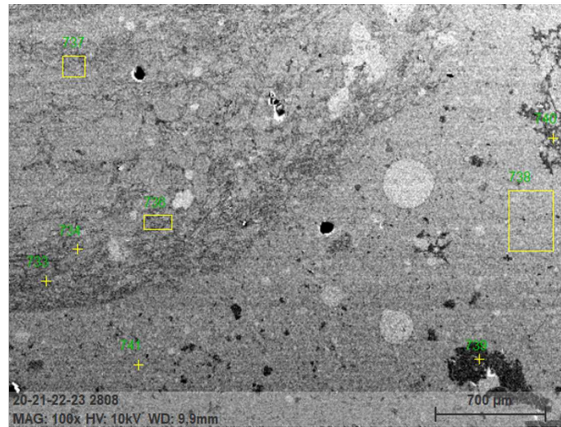
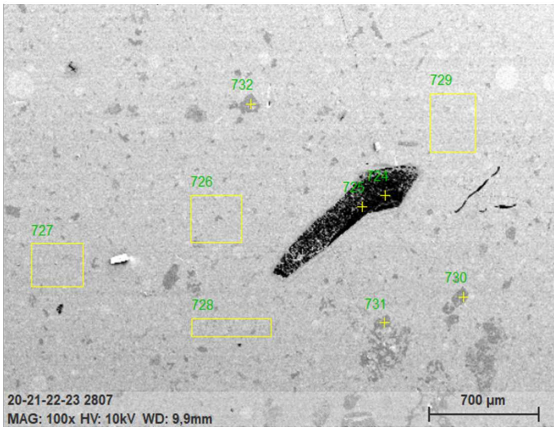
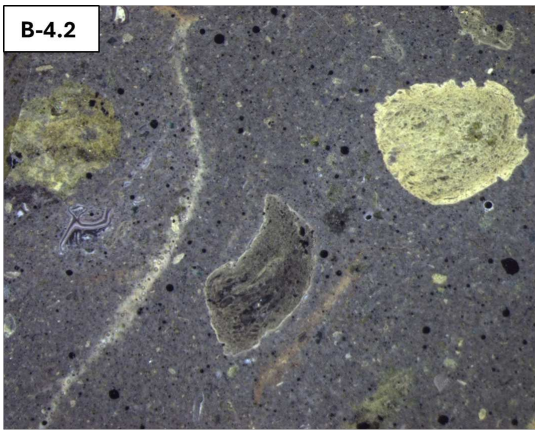
C.1.4 Prøve B-4



Figur C.10: Bildet til venstre viser slaggprøve *B-4* sammen med de tilhørende delprøvene *B-4.1* og *B-4.2*, innstøpt i epoksy.



Figur C.11: Bildene viser delprøve *B-4.1*. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

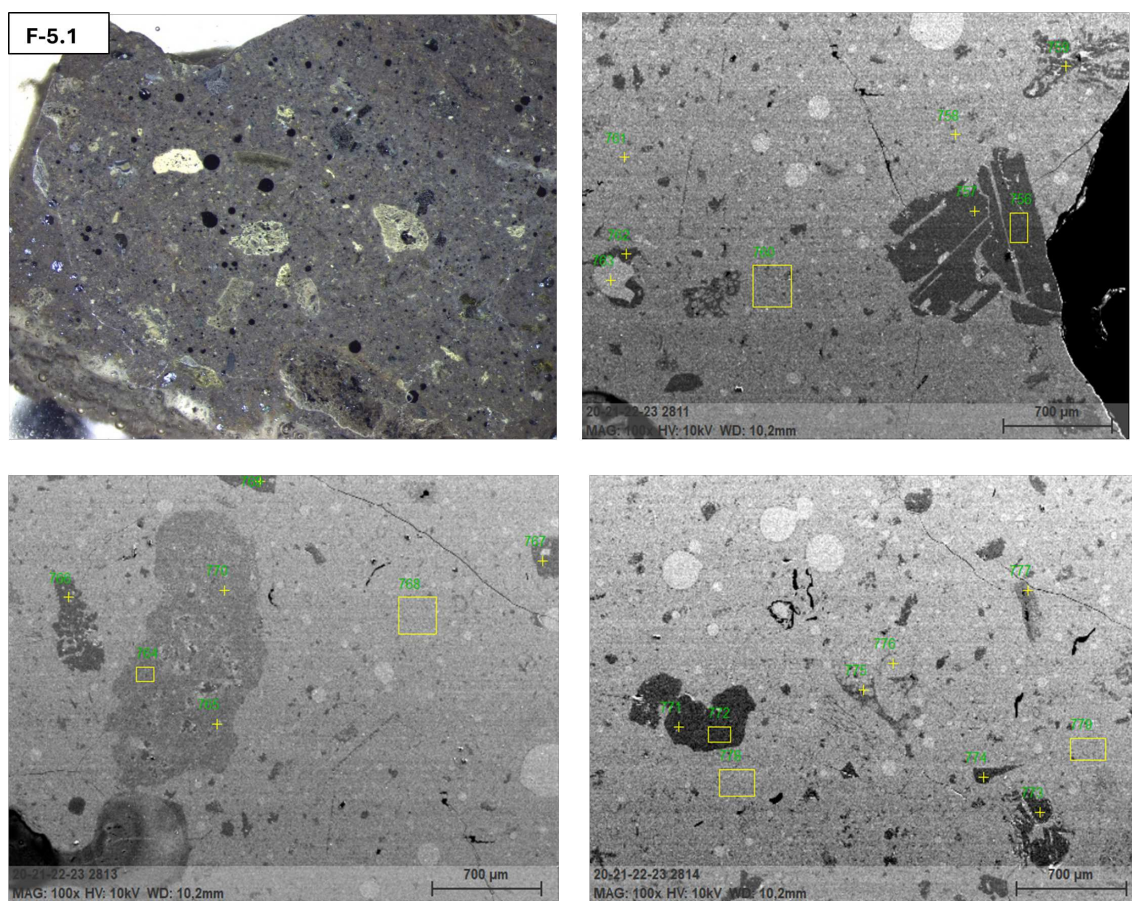


Figur C.12: Bildene viser delprøve *B-4.2*. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

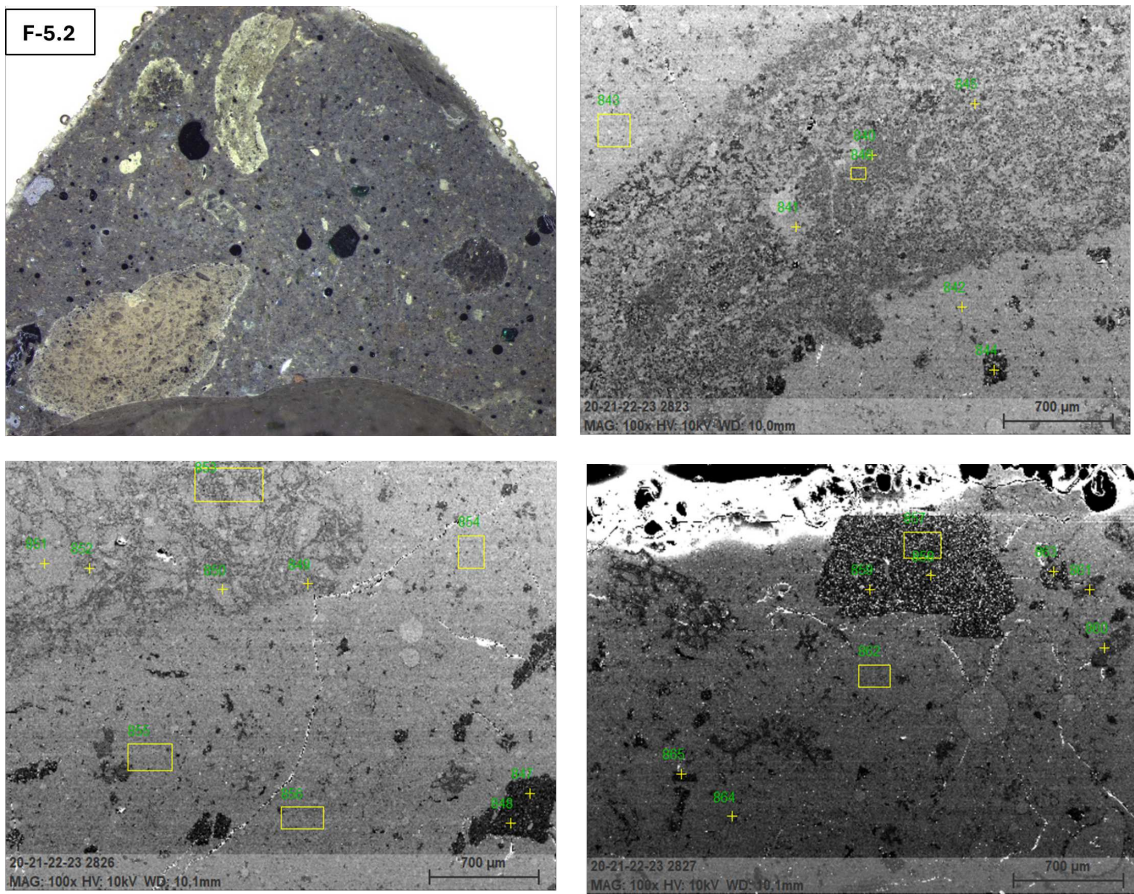
C.1.5 Prøve F-5



Figur C.13: Bildet til venstre viser slagprøve *F-5*, samt de tilhørende delprøvene *F-5.1* og *F-5.2*, innstøpt i epoksy.

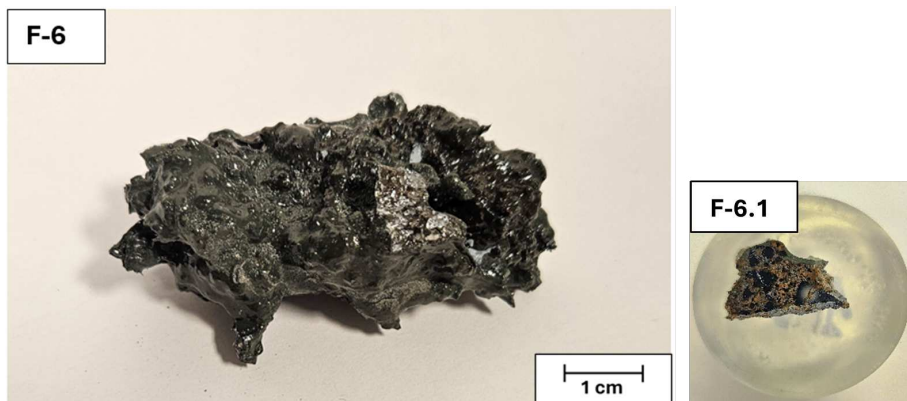


Figur C.14: Bildene viser delprøve *F-5.1*. Bildet øverst til venstre er avbildet i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

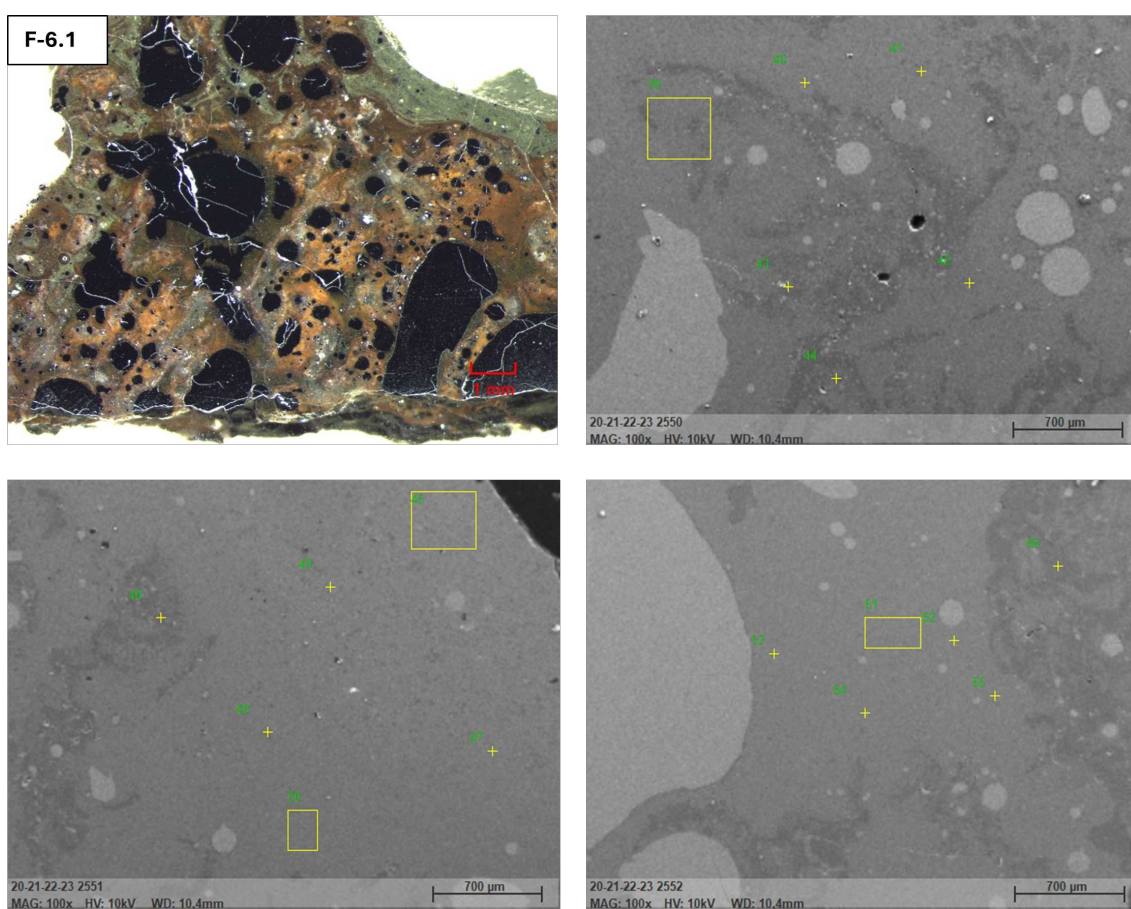


Figur C.15: Bildene viser delprøve *F-5.2*. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

C.1.6 Prøve F-6

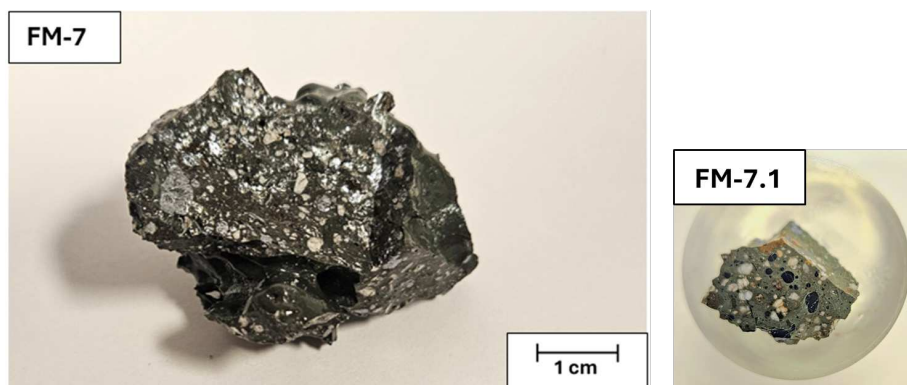


Figur C.16: Bildet til venstre viser slaggprøve *F-6* sammen med den innstøpte delprøven *F-6.1*.

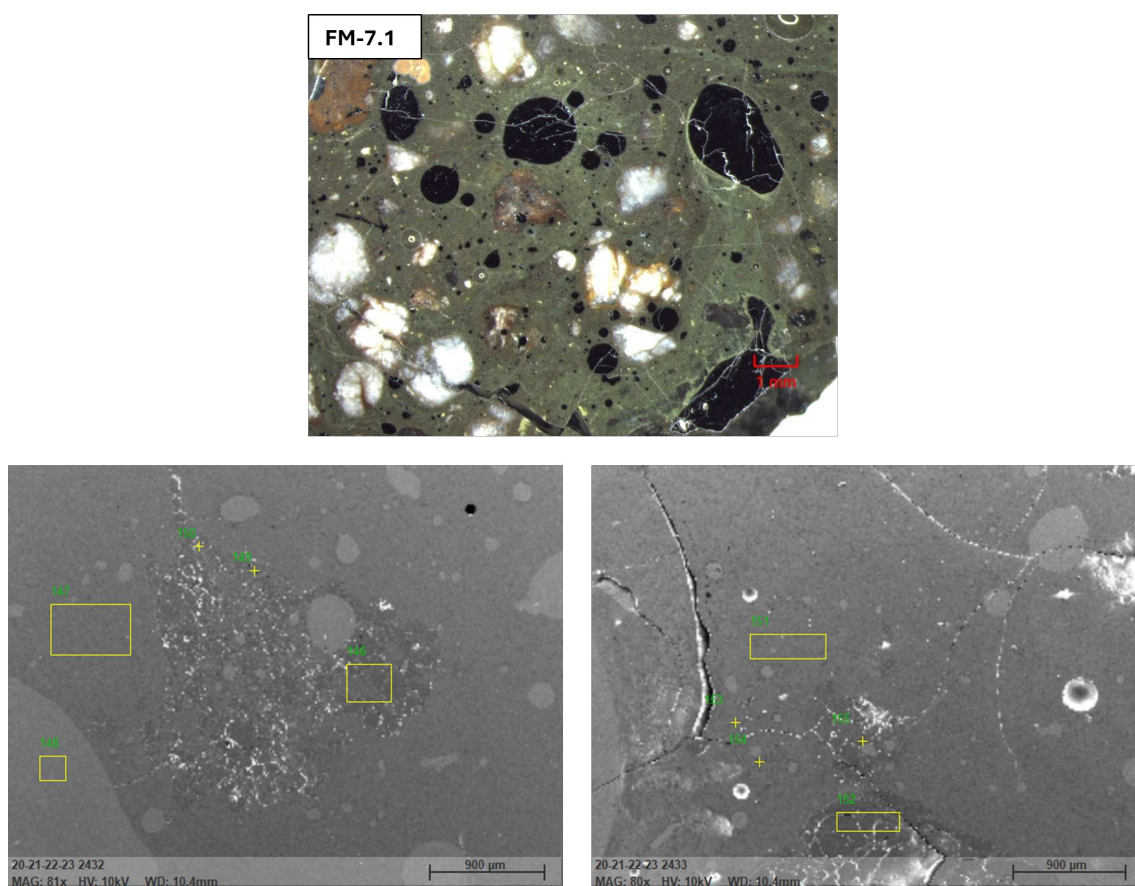


Figur C.17: Bildene viser delprøve *F-6.1*. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

C.1.7 Prøve FM-7

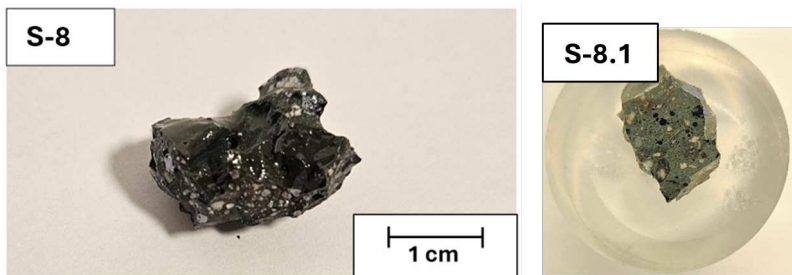


Figur C.18: Bildet viser slaggprøve *FM-7* sammen med den innstøpte delprøven *FM-7.1*.

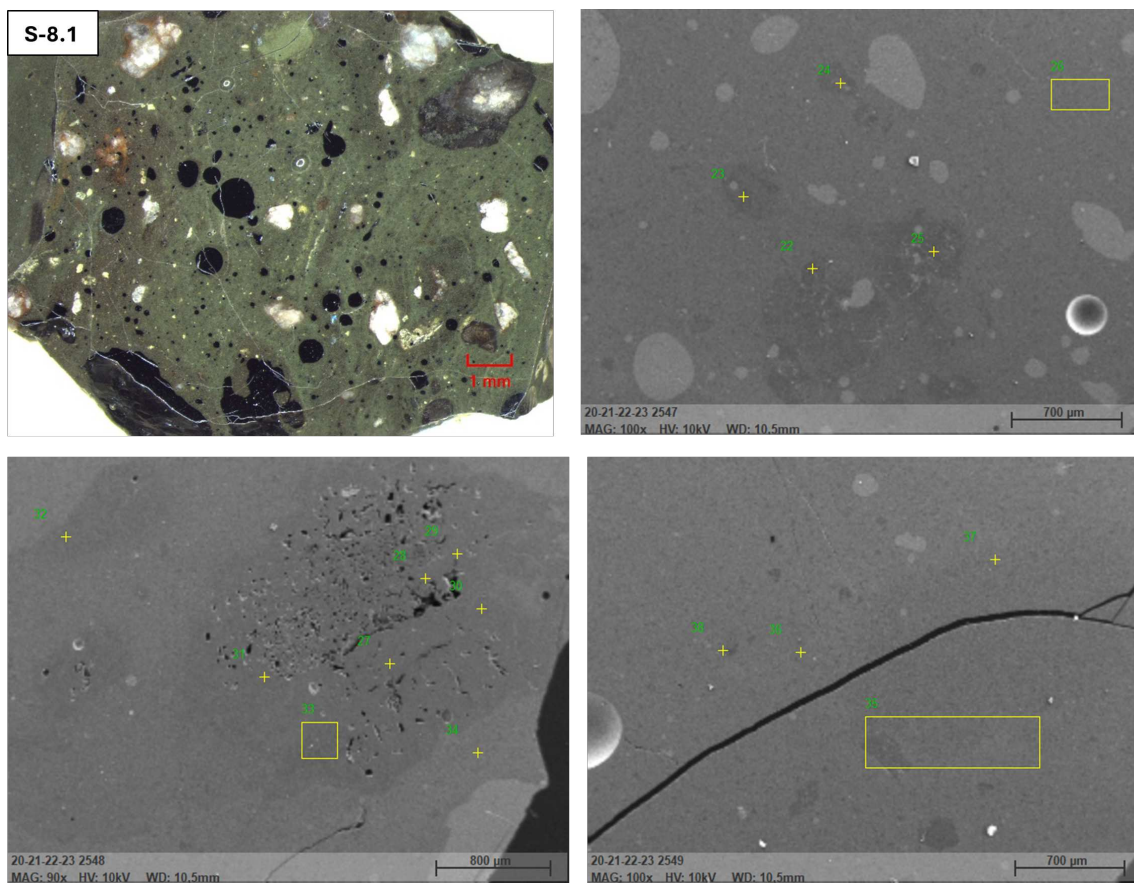


Figur C.19: Bildene viser delprøve *FM-7.1*. Bildet øverst er tatt i et stereomikroskop, mens bildene under er tatt under en SEM-EDS-analyse av delprøven.

C.1.8 Prøve S-8

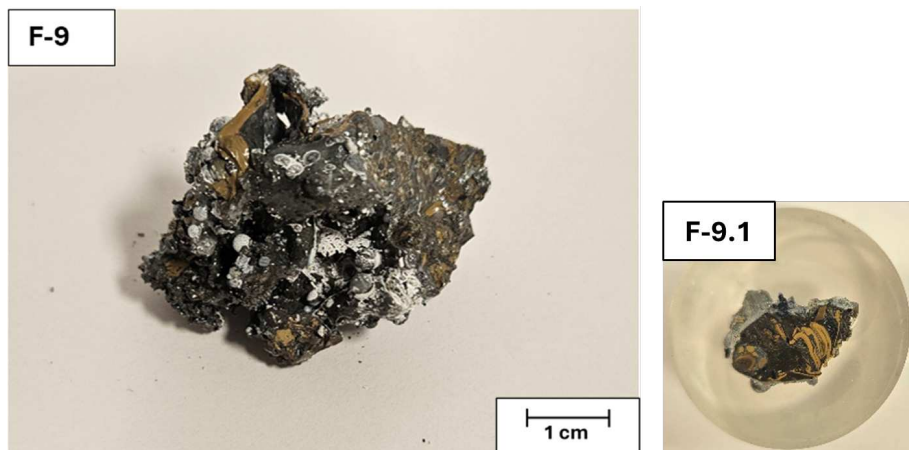


Figur C.20: Bildet viser slagprøve S-8 sammen med den innstøpte delprøven S-8.1.

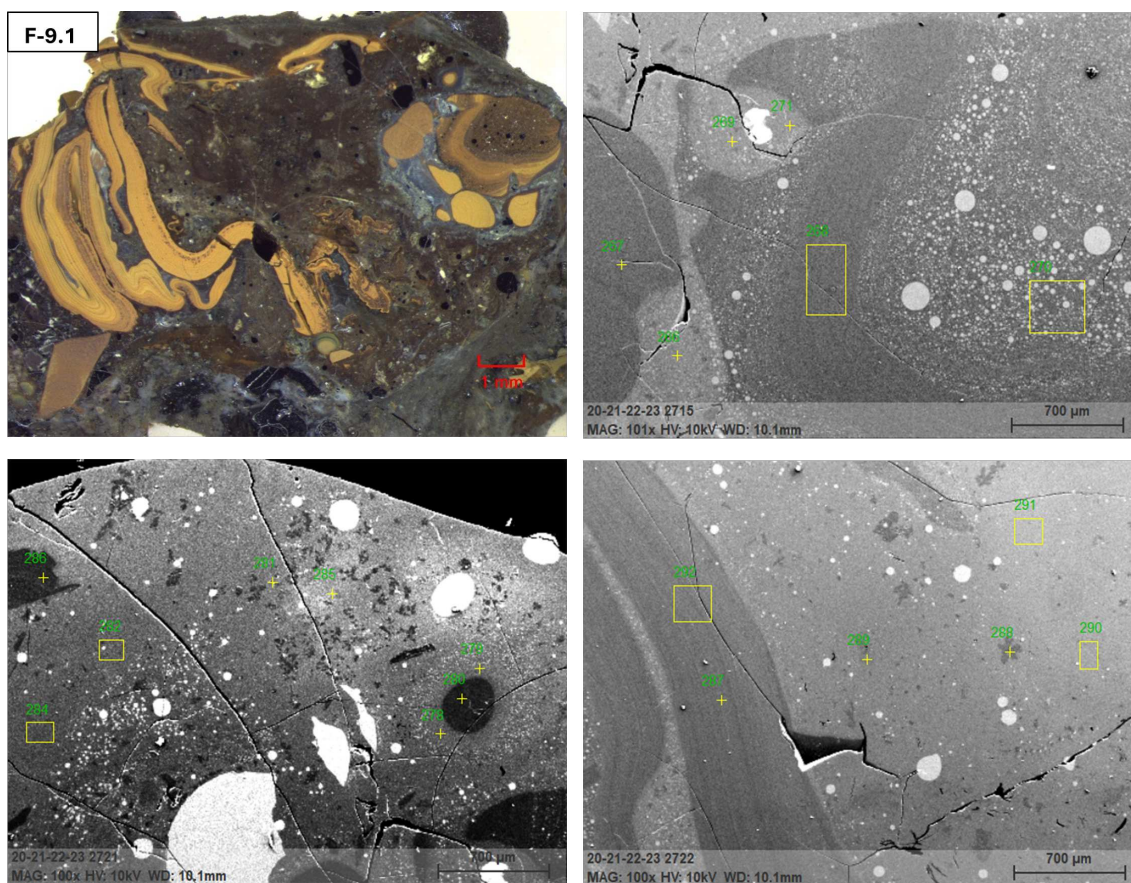


Figur C.21: Bildene viser delprøve S-8.1. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

C.1.9 Prøve F-9

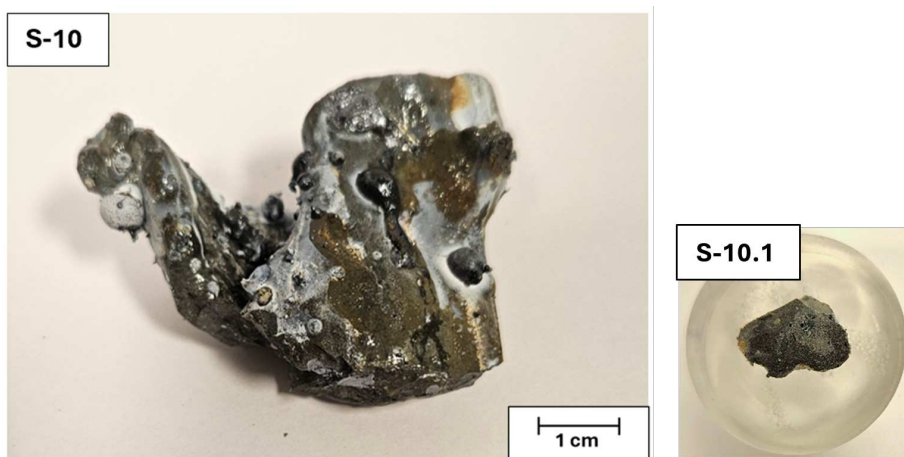


Figur C.22: Bildet viser slaggprøve *F-9* sammen med den innstøpte delprøven *F-9.1*.

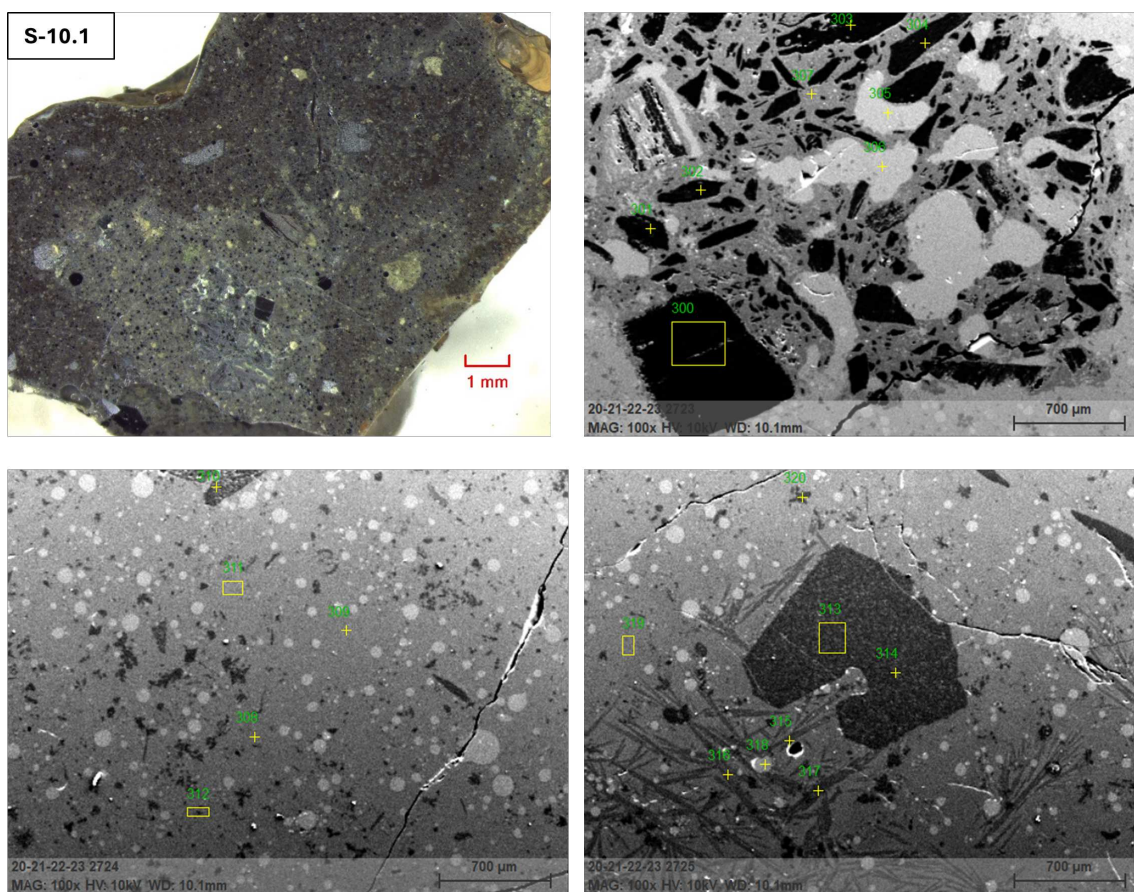


Figur C.23: Bildene viser delprøve *F-9.1*. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

C.1.10 Prøve S-10

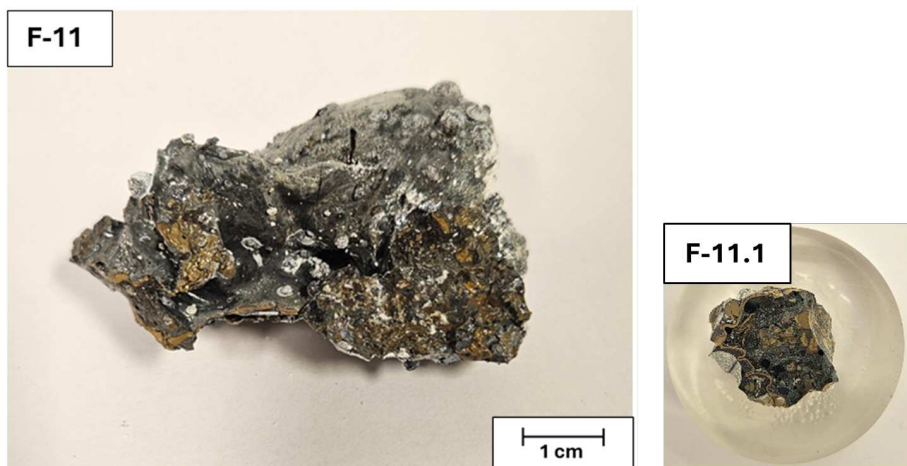


Figur C.24: Bildet viser slaggrøve *S-10* sammen med den innstøpte delprøven *S-10.1*.

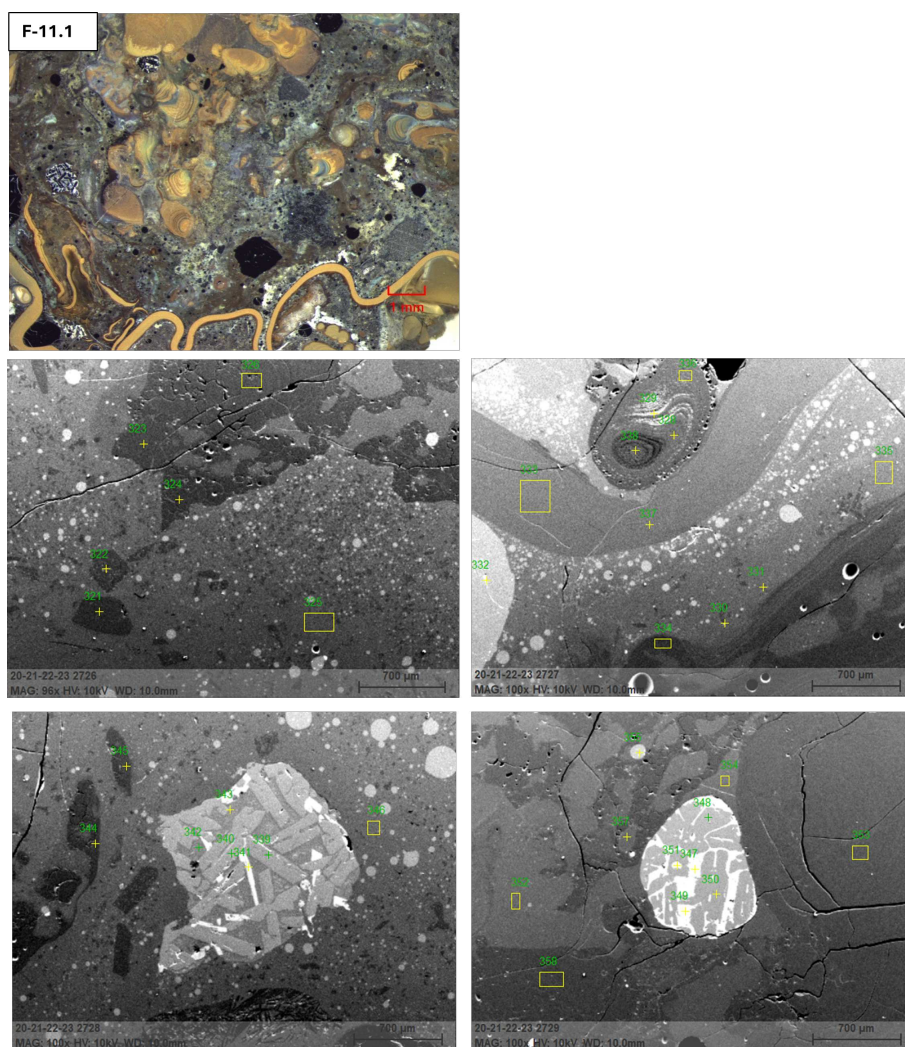


Figur C.25: Bildene viser delprøve *S-10.1*. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

C.1.11 Prøve F-11

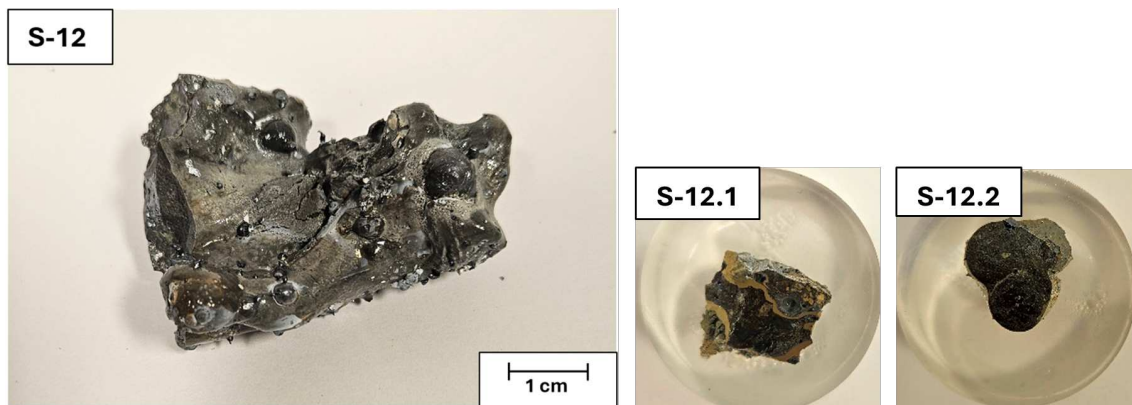


Figur C.26: Bildet viser slagprøve *F-11* sammen med den innstøpte delprøven *F-11.1*.

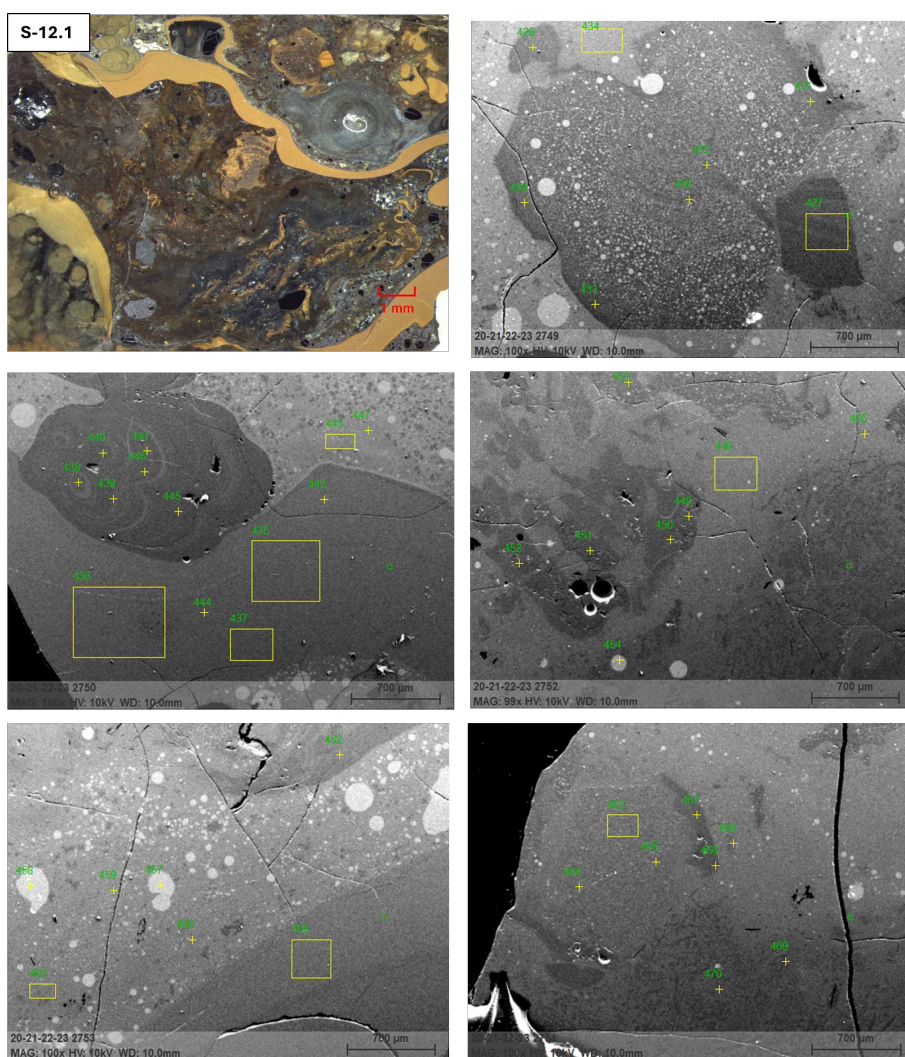


Figur C.27: Bildene viser delprøve *F-11.1*. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

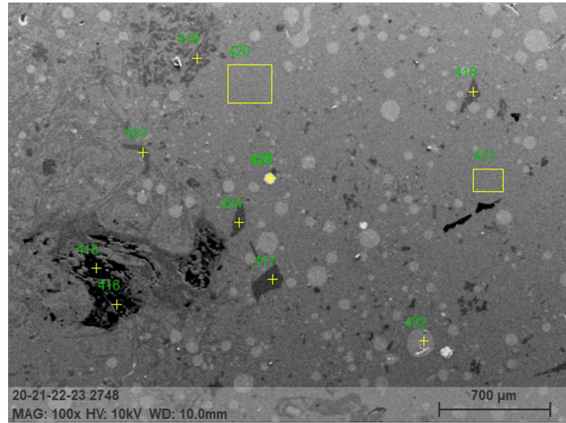
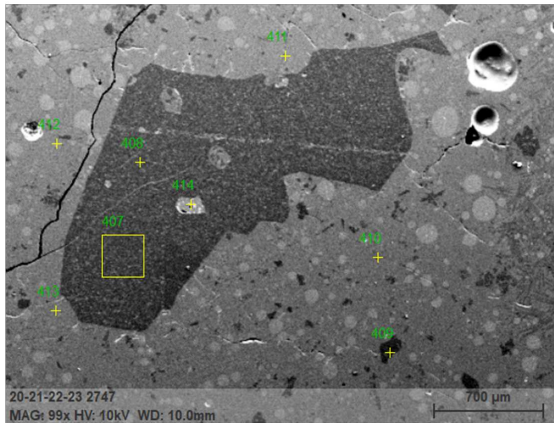
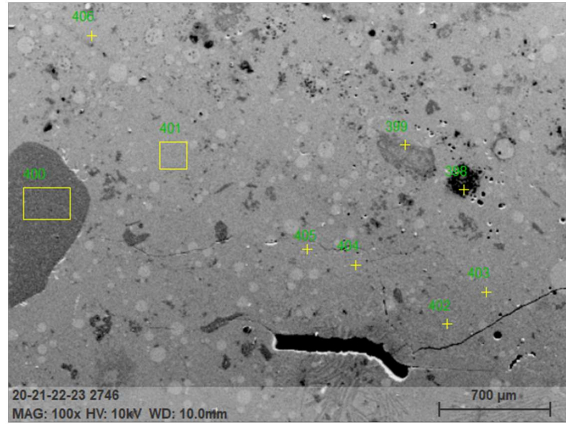
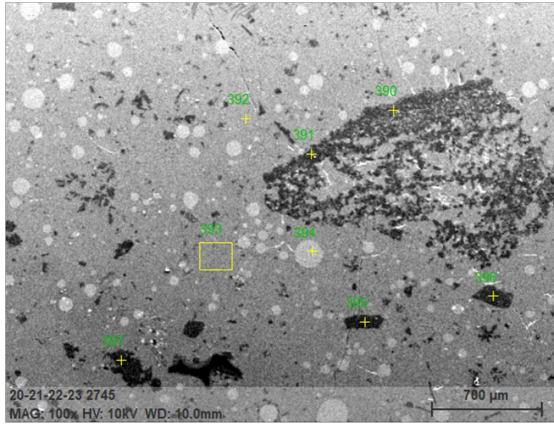
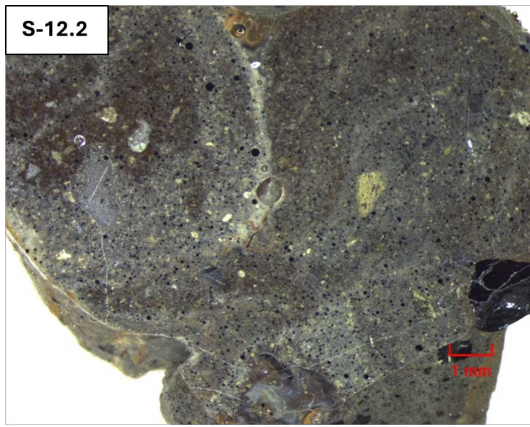
C.1.12 Prøve S-12



Figur C.28: Bildet viser slaggprøve *S-12* samt delprøvene *S-12.1* og *S-12.2*, innstøpt i epoksy.



Figur C.29: Bildene viser delprøve *S-12.1*. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.



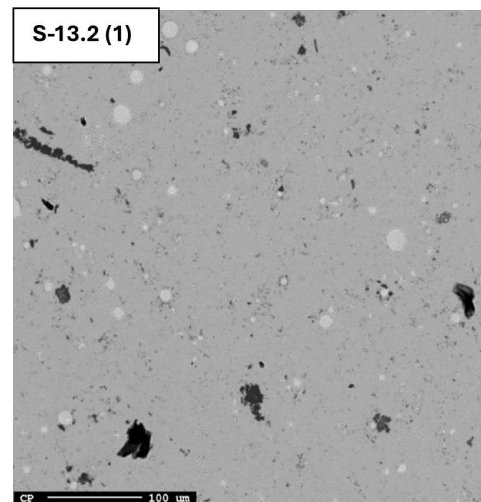
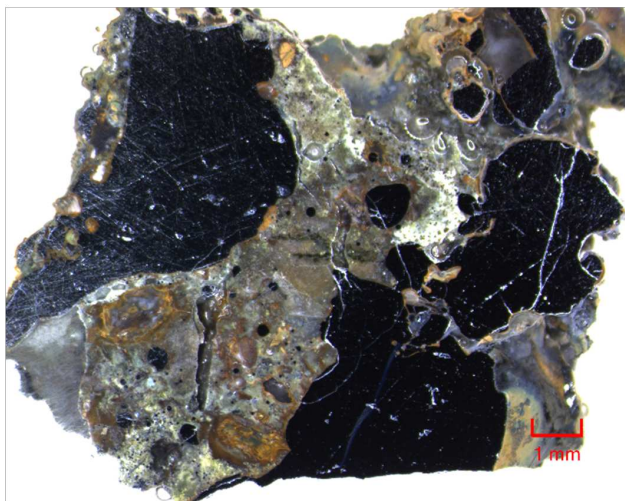
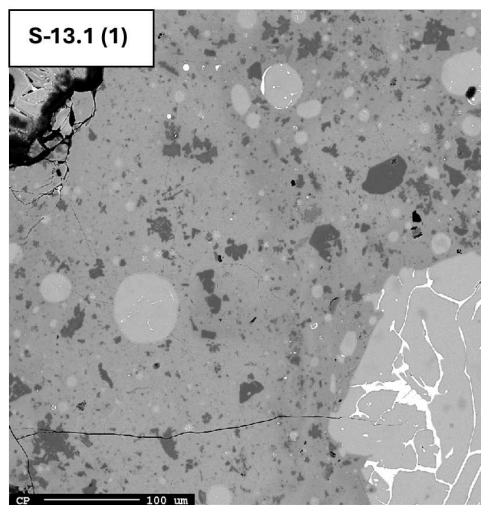
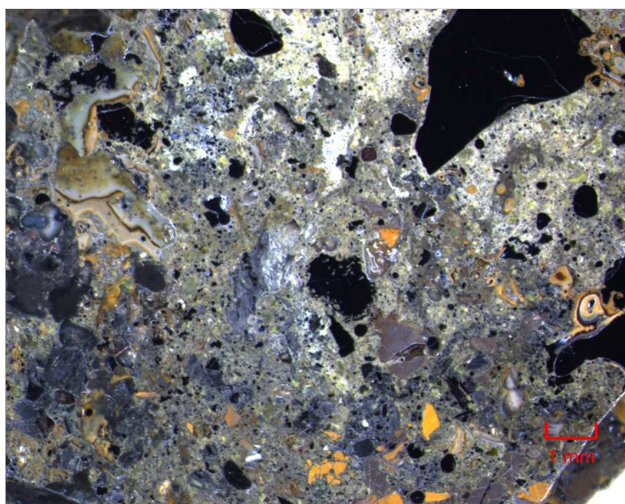
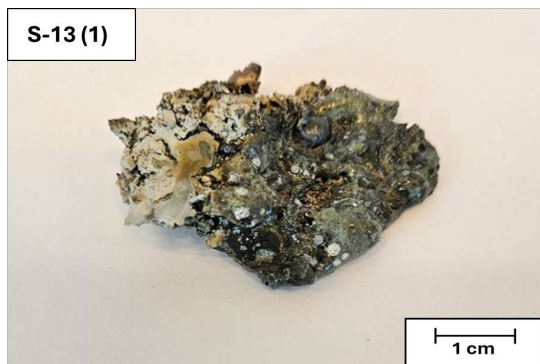
Figur C.30: Bildene viser delprøve S-12.2. Bildet øverst til venstre er tatt i et stereomikroskop, mens de øvrige er tatt under en SEM-EDS-analyse av prøven.

C.2 Bilder av prøve S-13 til F-26

Under er bildene fra EPMA-analysen for prøvene fra *S-13* til *F-26* presentert. Øverst i figuren vises slagprøven som ble mottatt fra smelteverket med en målestokk på 1 cm. Til venstre nedenfor er bildene av delprøvene tatt gjennom et stereomikroskop, hver med en målestokk på 1 mm. Bildene på høyre side er fra EPMA-analysen, hvor alle har en forstørrelse på 200x. De prøvene som har bildet av delprøven innstøpt i epoksy har en diameter på 25 mm.

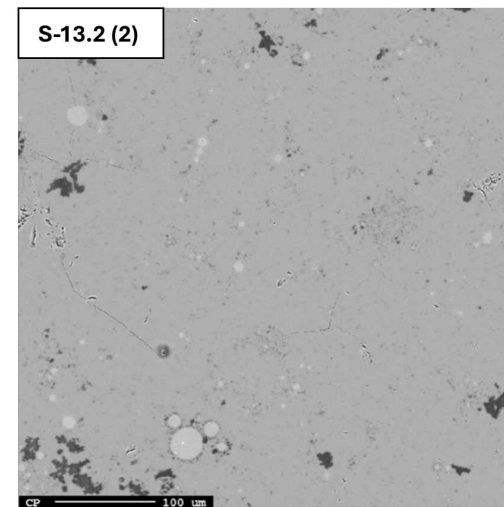
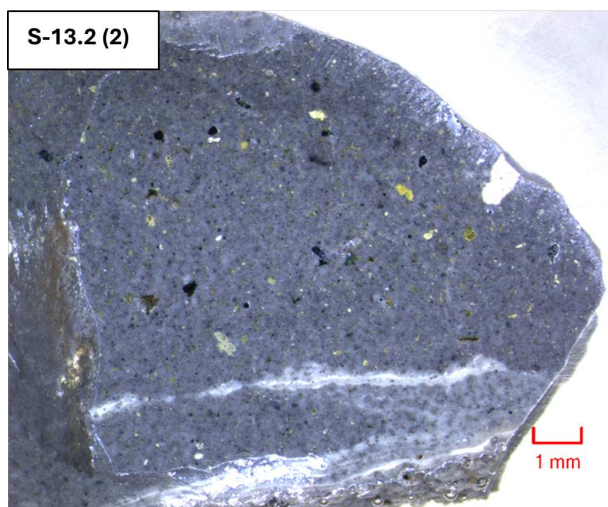
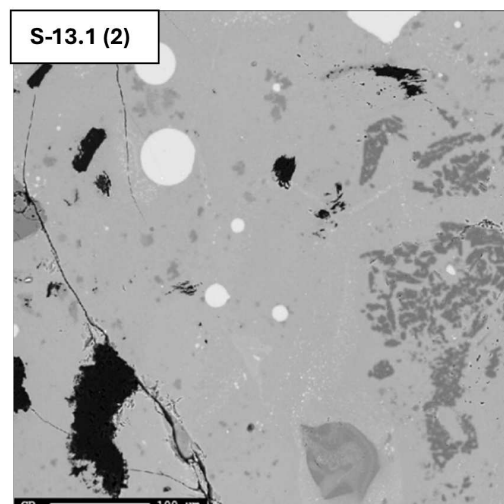
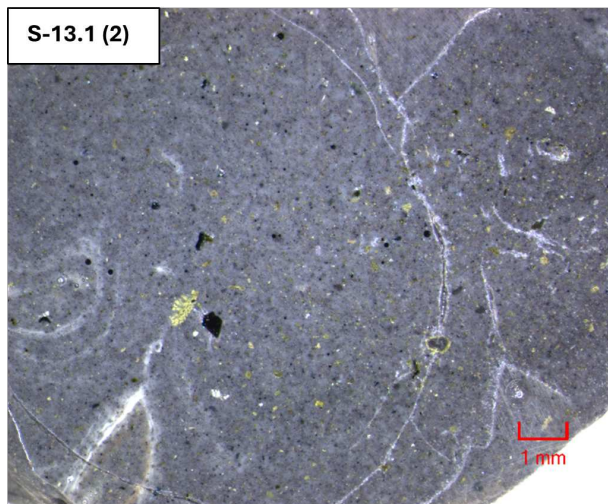
Det ble tatt ett bilde av hver av delprøvene i EPMA-analysen, hvor plasseringen er tilfeldig i et homogent område og dermed ukjent. Fra området på bildet ble det tatt tre punktanalyser fra områder hvor slagget var mest homogent. Resultatet ble en gjennomsnittlig sammensetning til slagget i alle prøvene.

C.2.1 Prøve S-13 (1)



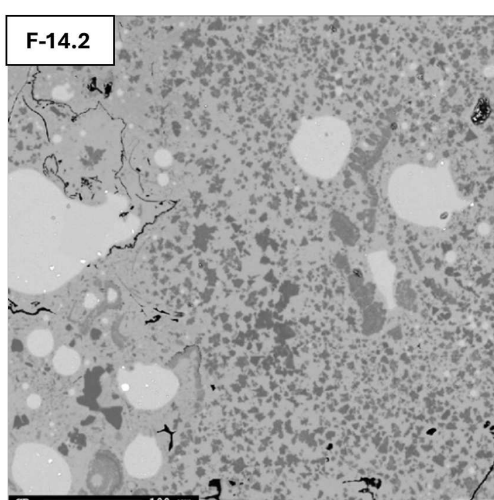
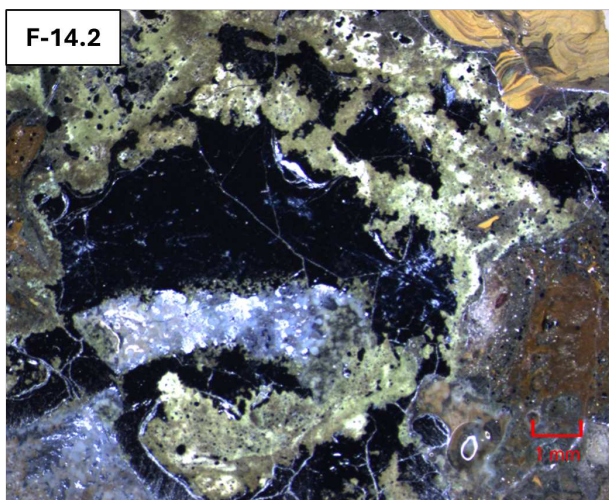
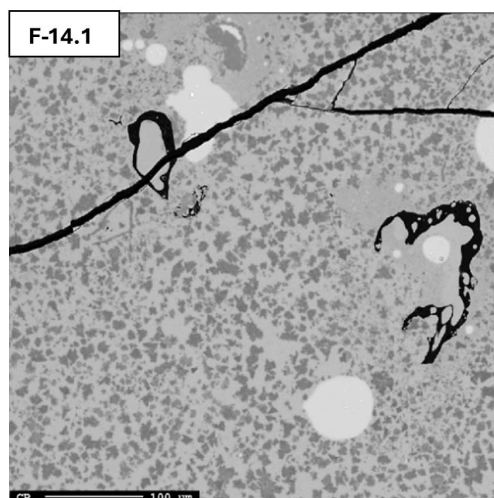
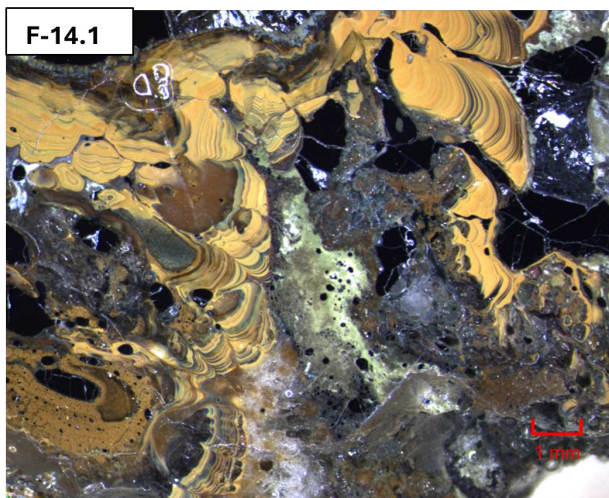
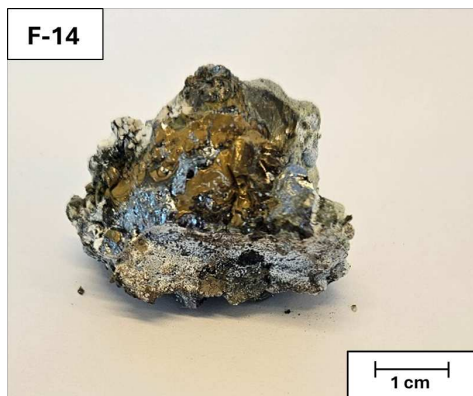
Figur C.31: Bildene viser prøve *S-13 (1)*, som består av to delprøver: *S-13.1 (1)* og *S-13.2 (1)*.

C.2.2 Prøve S-13 (2)



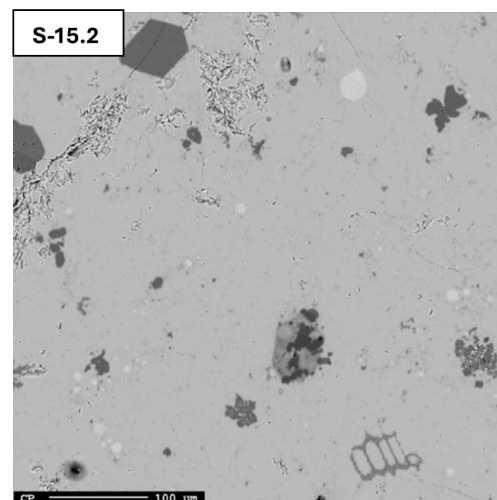
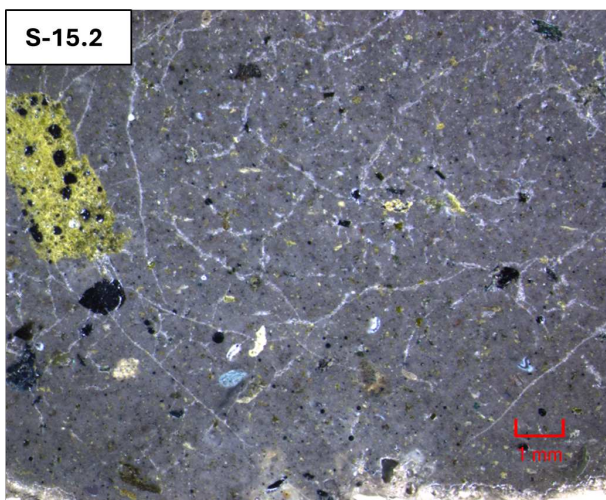
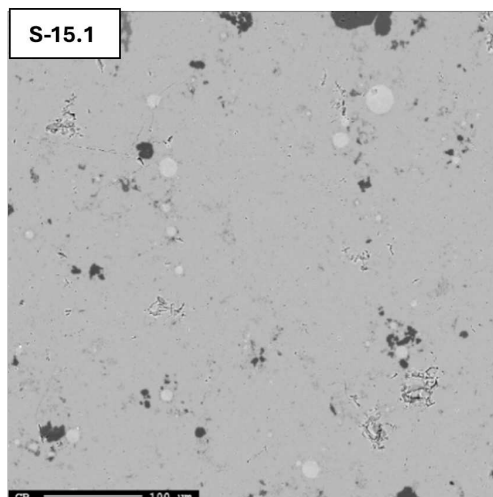
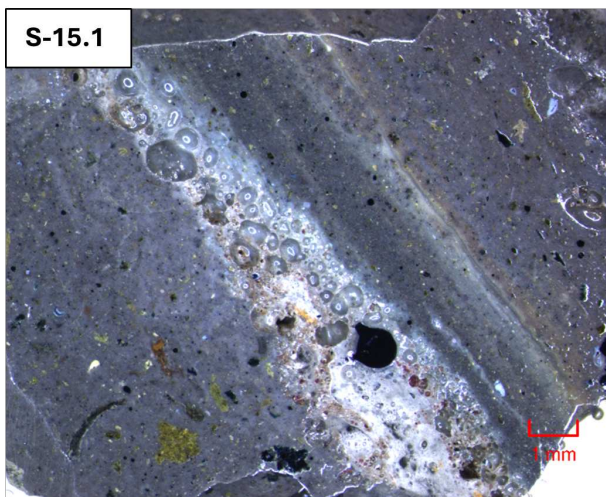
Figur C.32: Bildene viser prøve *S-13 (2)*, som består av to delprøver: *S-13.1 (2)* og *S-13.2 (2)*.

C.2.3 Prøve F-14



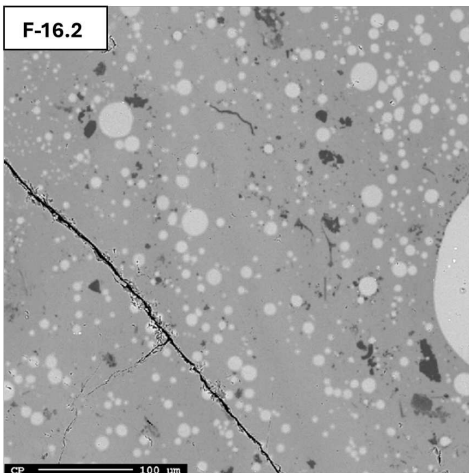
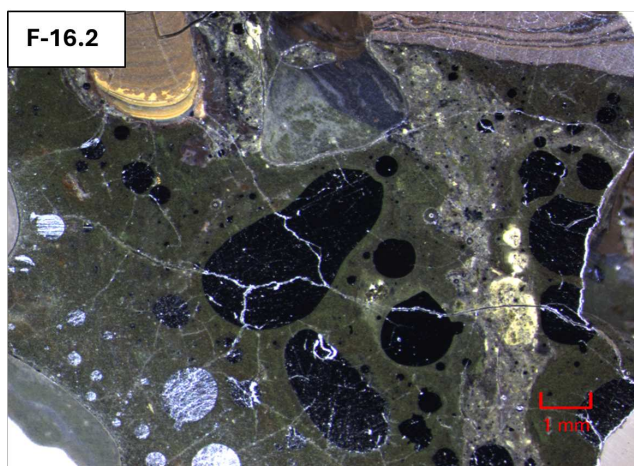
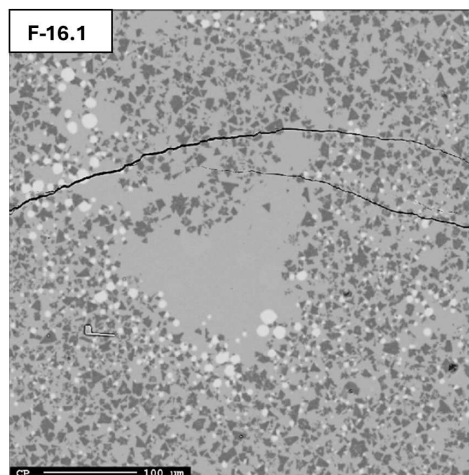
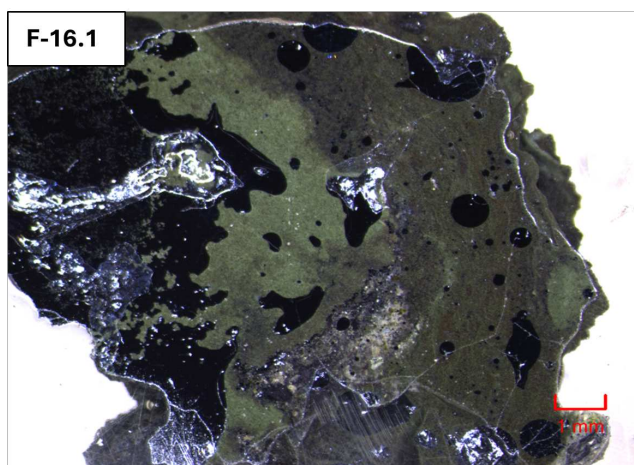
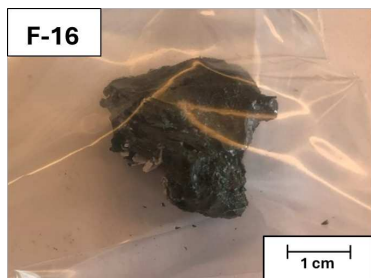
Figur C.33: Bildene viser prøve *F-14*, som består av to delprøver: *F-14.1* og *F-14.2*.

C.2.4 Prøve S-15



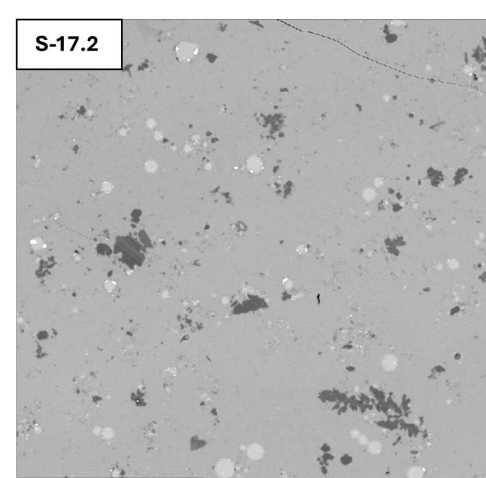
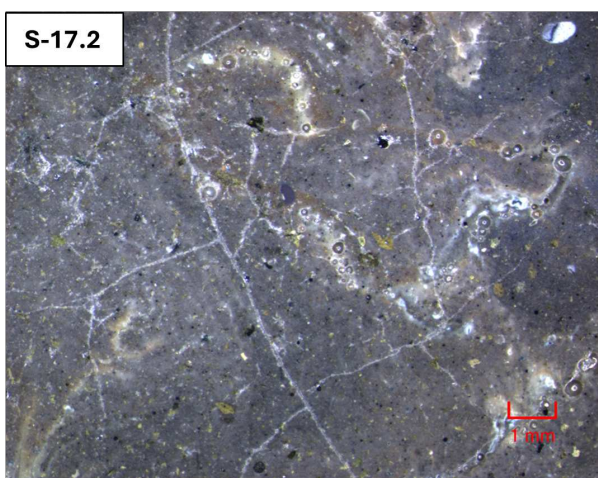
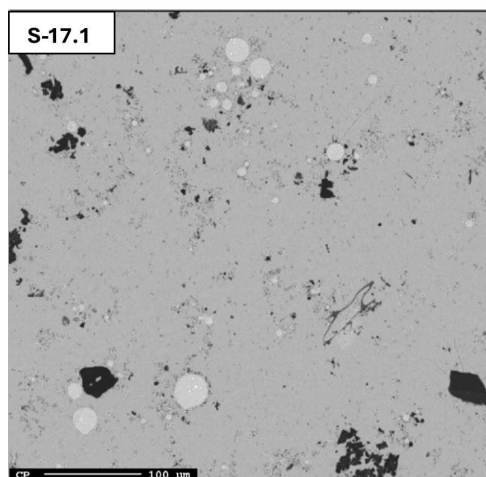
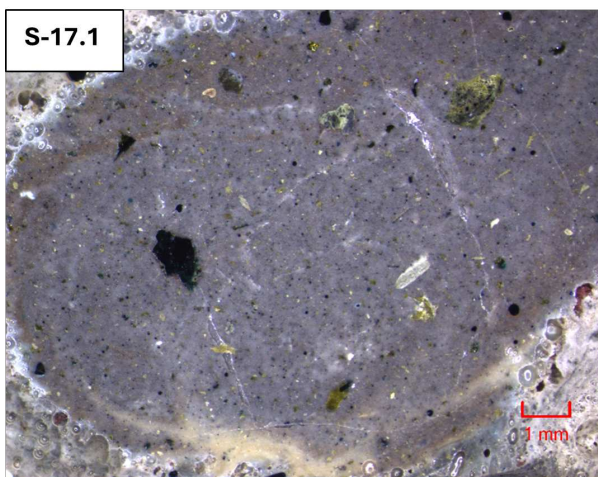
Figur C.34: Bildene viser prøve *S-15*, som består av to delprøver: *S-15.1* og *S-15.2*.

C.2.5 Prøve F-16



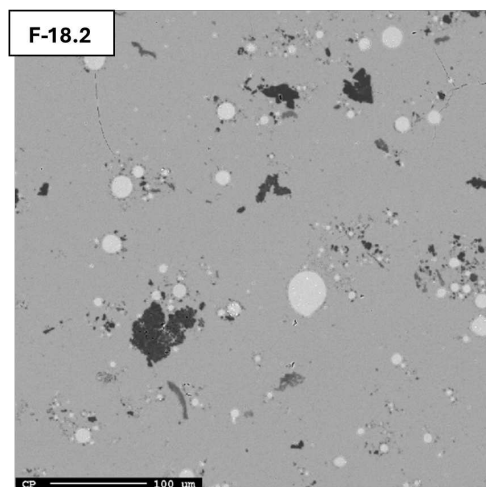
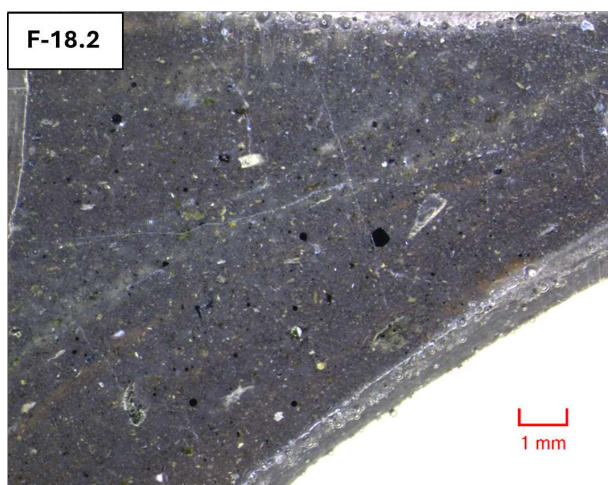
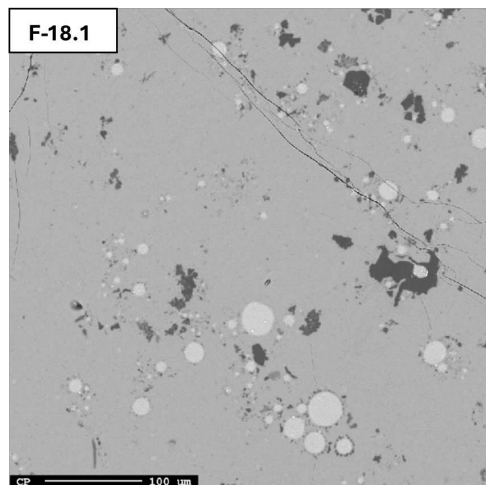
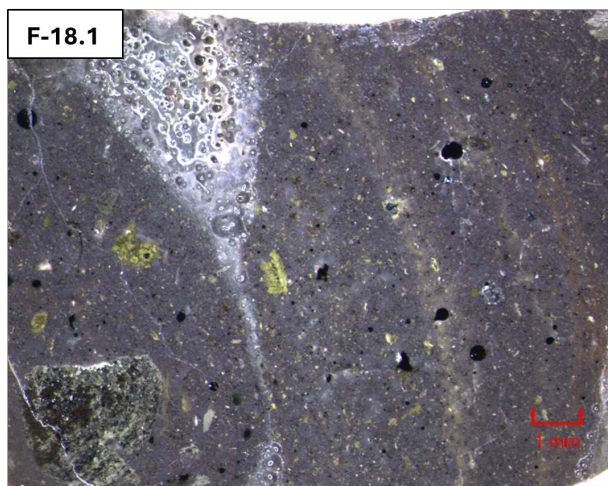
Figur C.35: Bildene viser prøve *F-16*, som består av to delprøver: *F-16.1* og *F-16.2*.

C.2.6 Prøve S-17



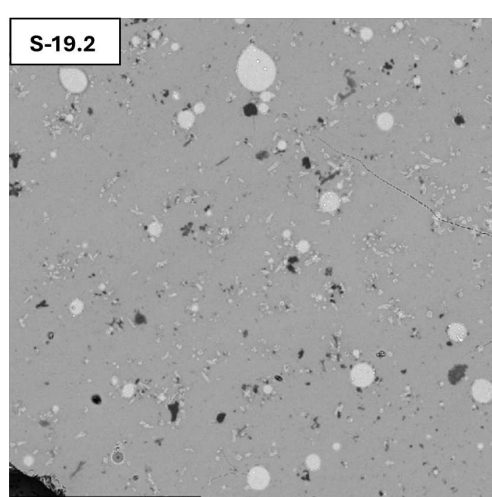
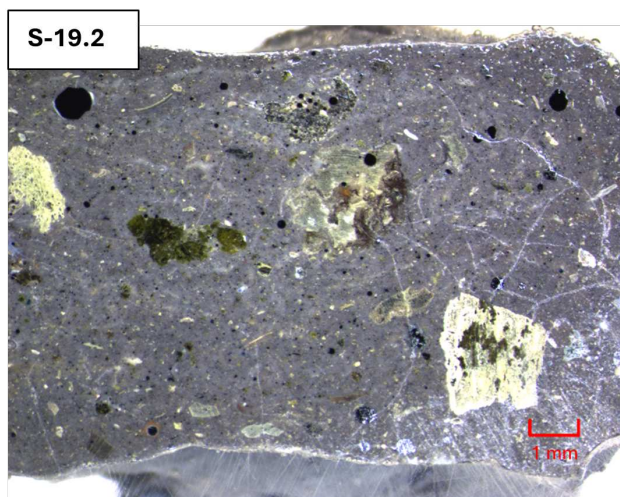
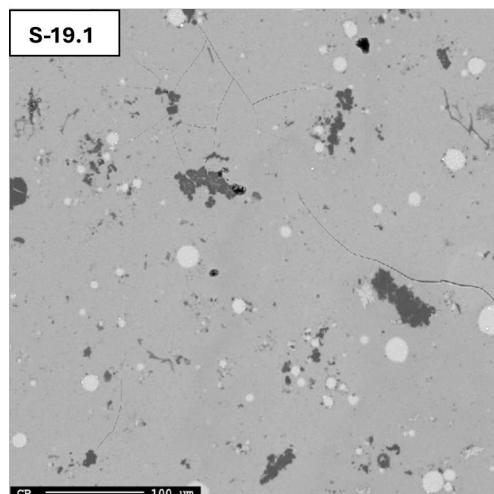
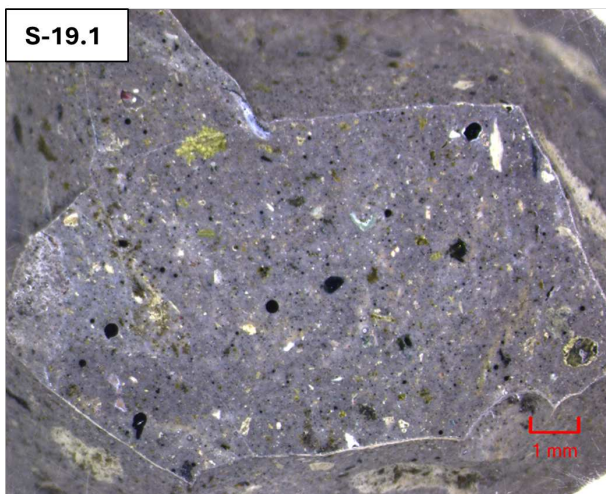
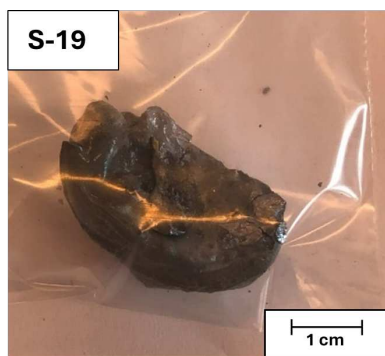
Figur C.36: Bildene viser prøve *S-17*, som består av to delprøver: *S-17.1* og *S-17.2*.

C.2.7 Prøve F-18



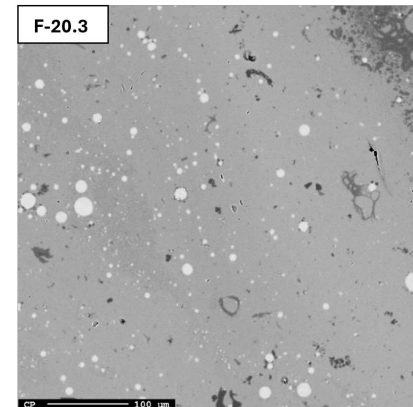
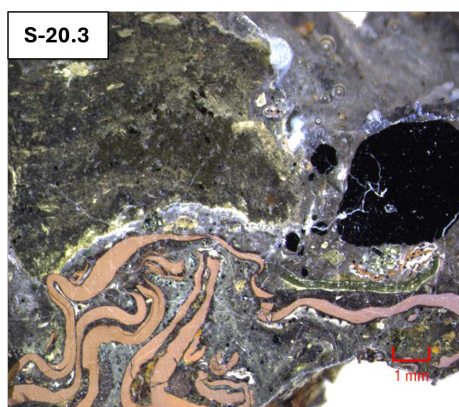
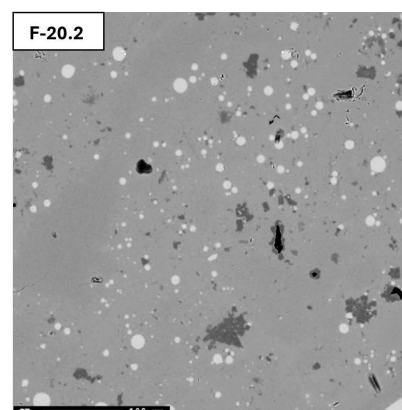
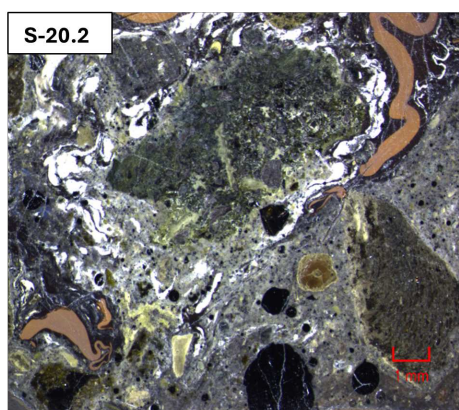
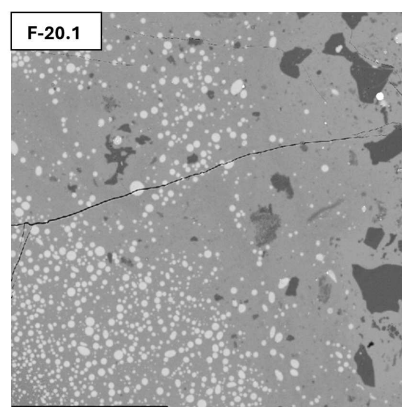
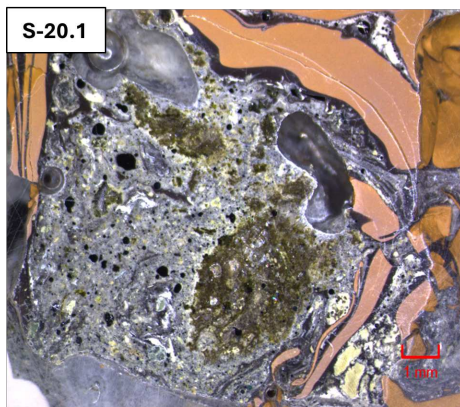
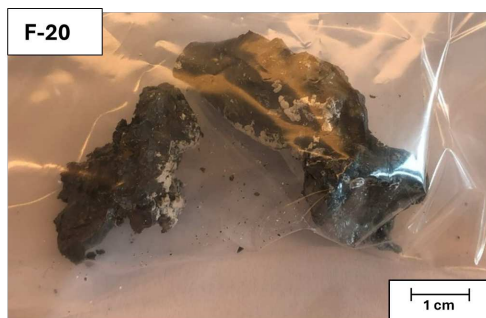
Figur C.37: Bildene viser prøve *F-18*, som består av to delprøver: *F-18.1* og *F-18.2*.

C.2.8 Prøve S-19



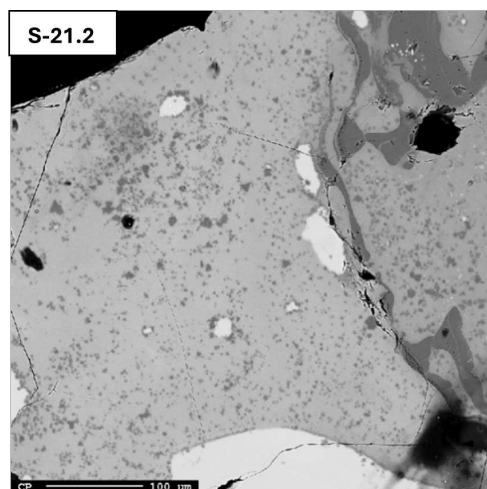
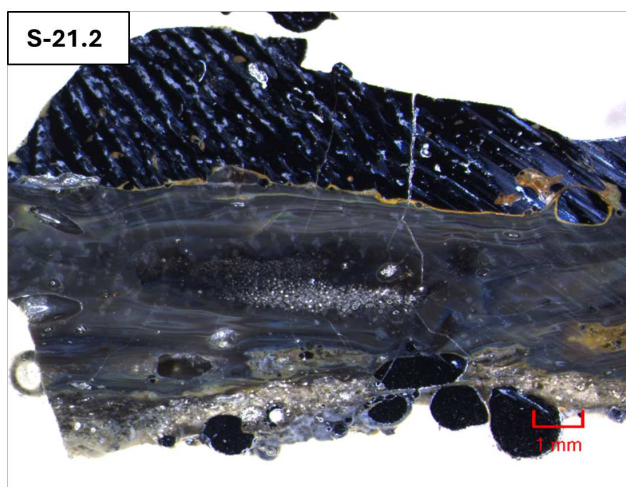
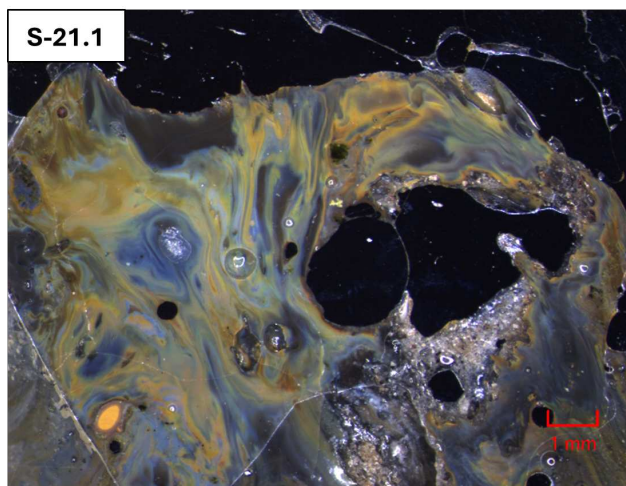
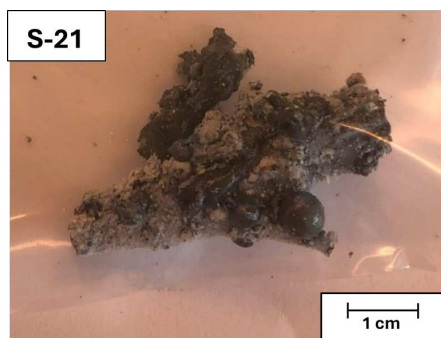
Figur C.38: Bildene viser prøve *S-19*, som består av to delprøver: *S-19.1* og *S-19.2*.

C.2.9 Prøve F-20



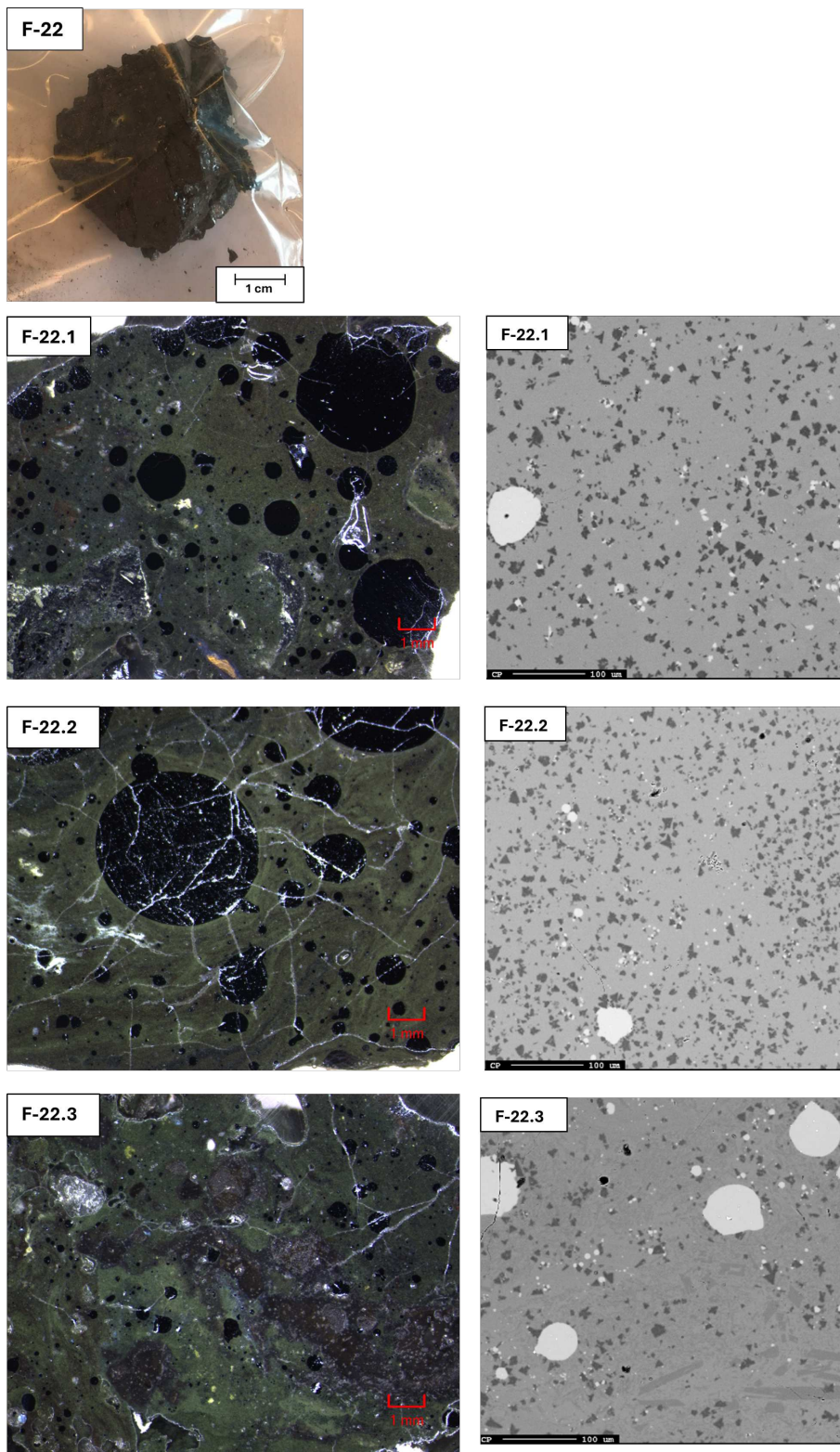
Figur C.39: Bildene viser prøve *F-20*, som består av tre delprøver: *F-20.1*, *F-20.2* og *F-20.3*.

C.2.10 Prøve S-21



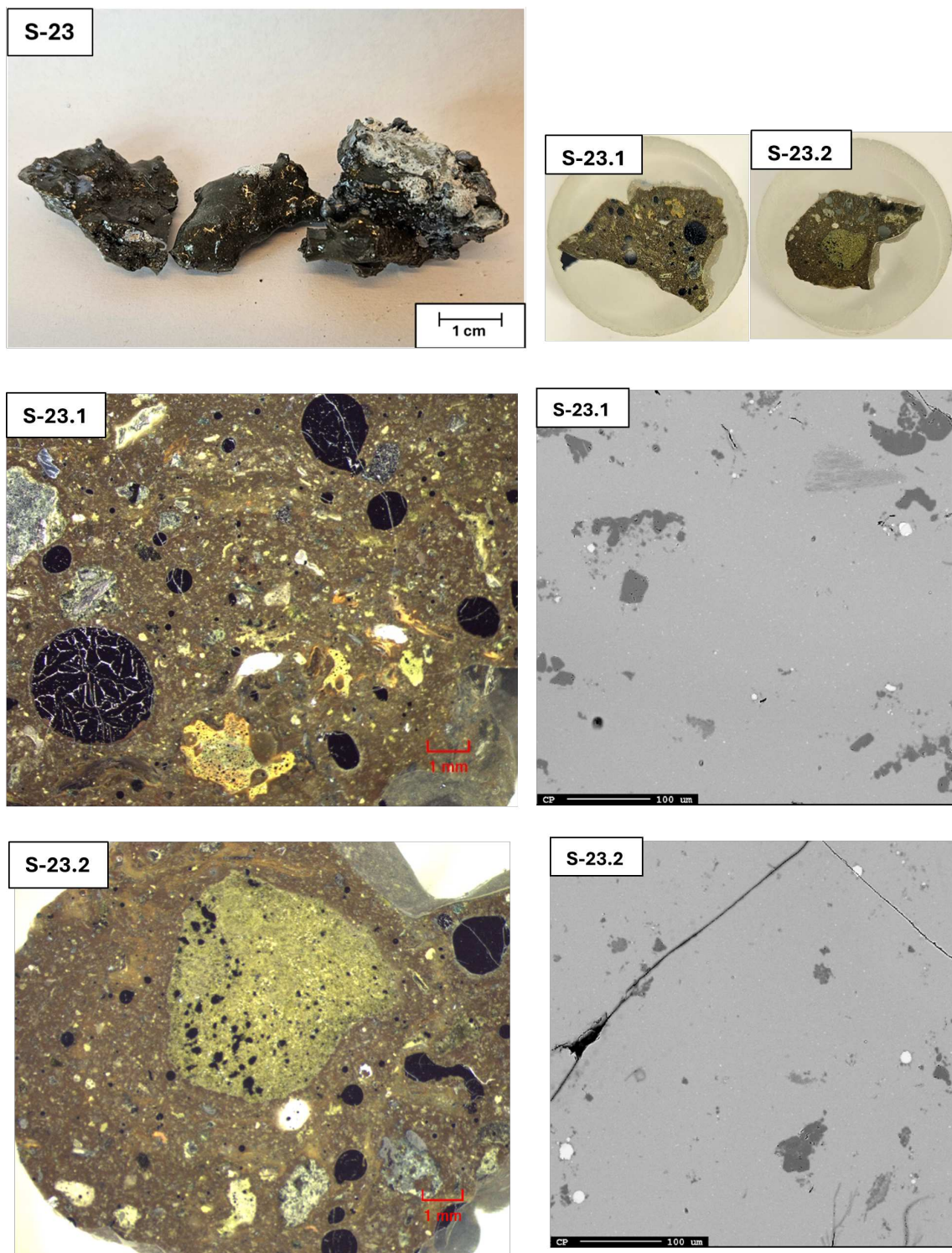
Figur C.40: Bildene viser prøve *S-21*, som består av to delprøver: *s-21.1* og *S-21.2*. Analyse av delprøve *S-21.1* ble ikke utført, ettersom det manglet områder med slagg. Det ble imidlertid identifisert betydelige mengder kondensat og SiO_2 .

C.2.11 Prøve F-22



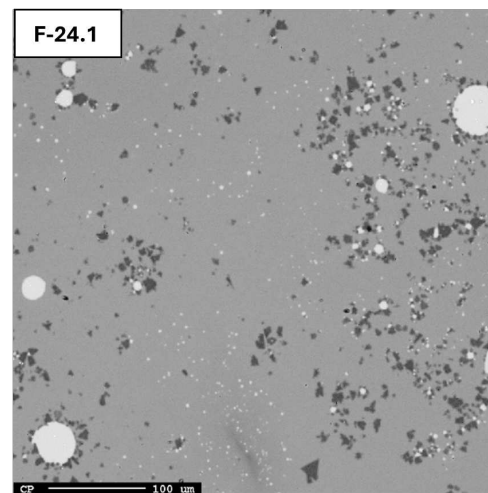
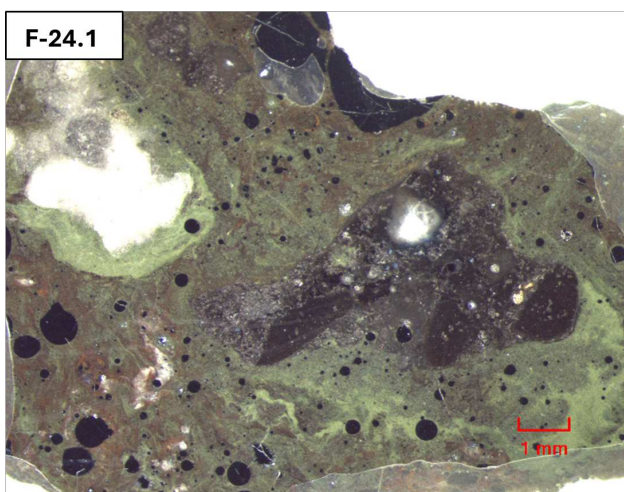
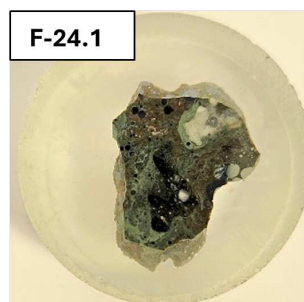
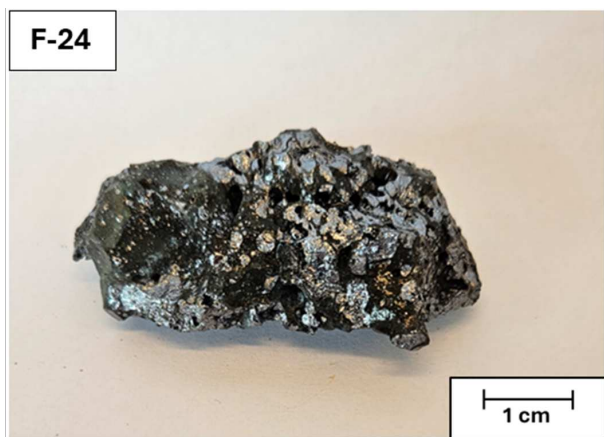
Figur C.41: Bildene viser prøve *F-22*, som består av tre delprøver: *F-22.1*, *F-22.2* og *F-22.3*.

C.2.12 Prøve S-23



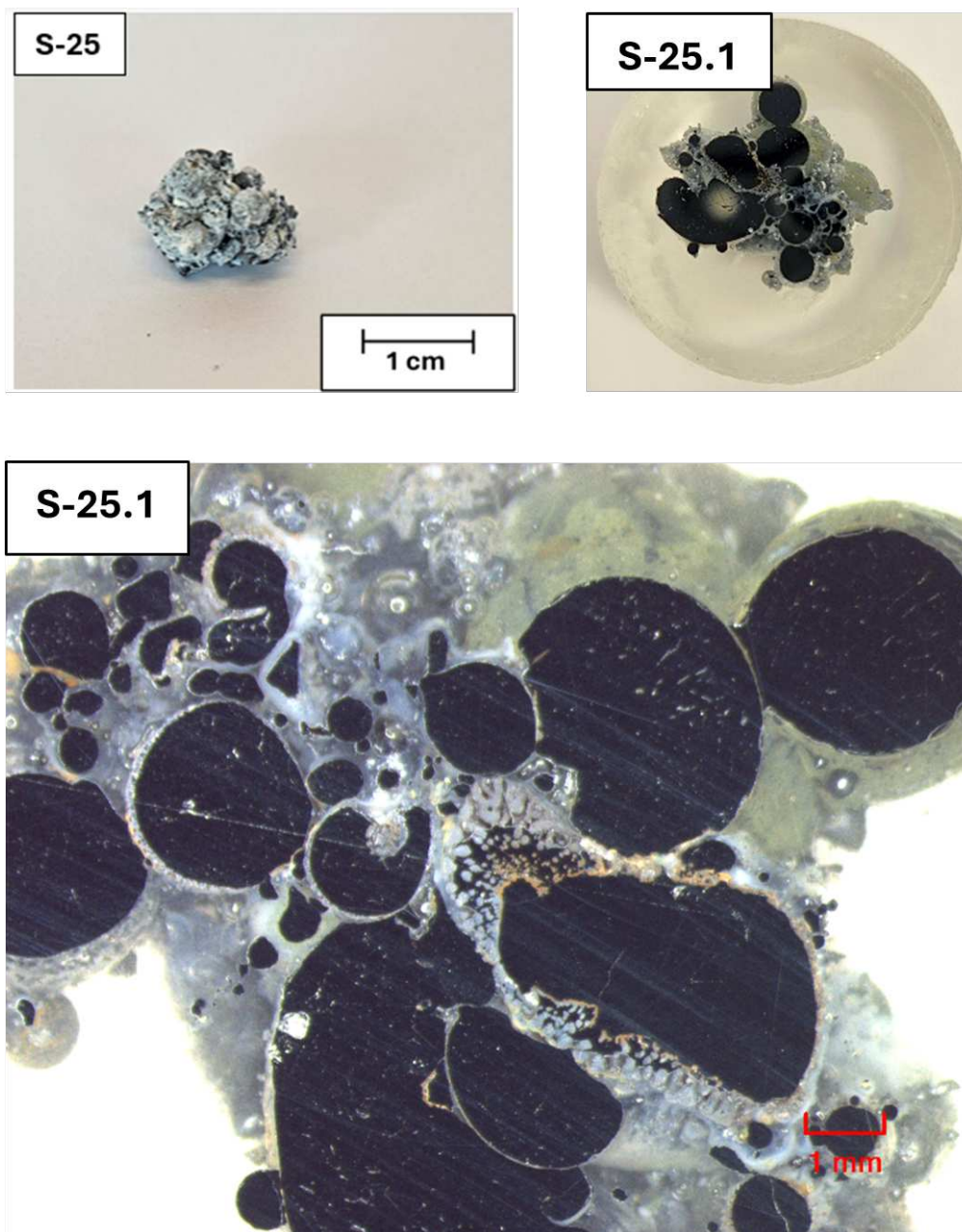
Figur C.42: Bildene viser prøve *S-23*, som består av to delprøver: *S-23.1* og *S-23.2*.

C.2.13 Prøve F-24



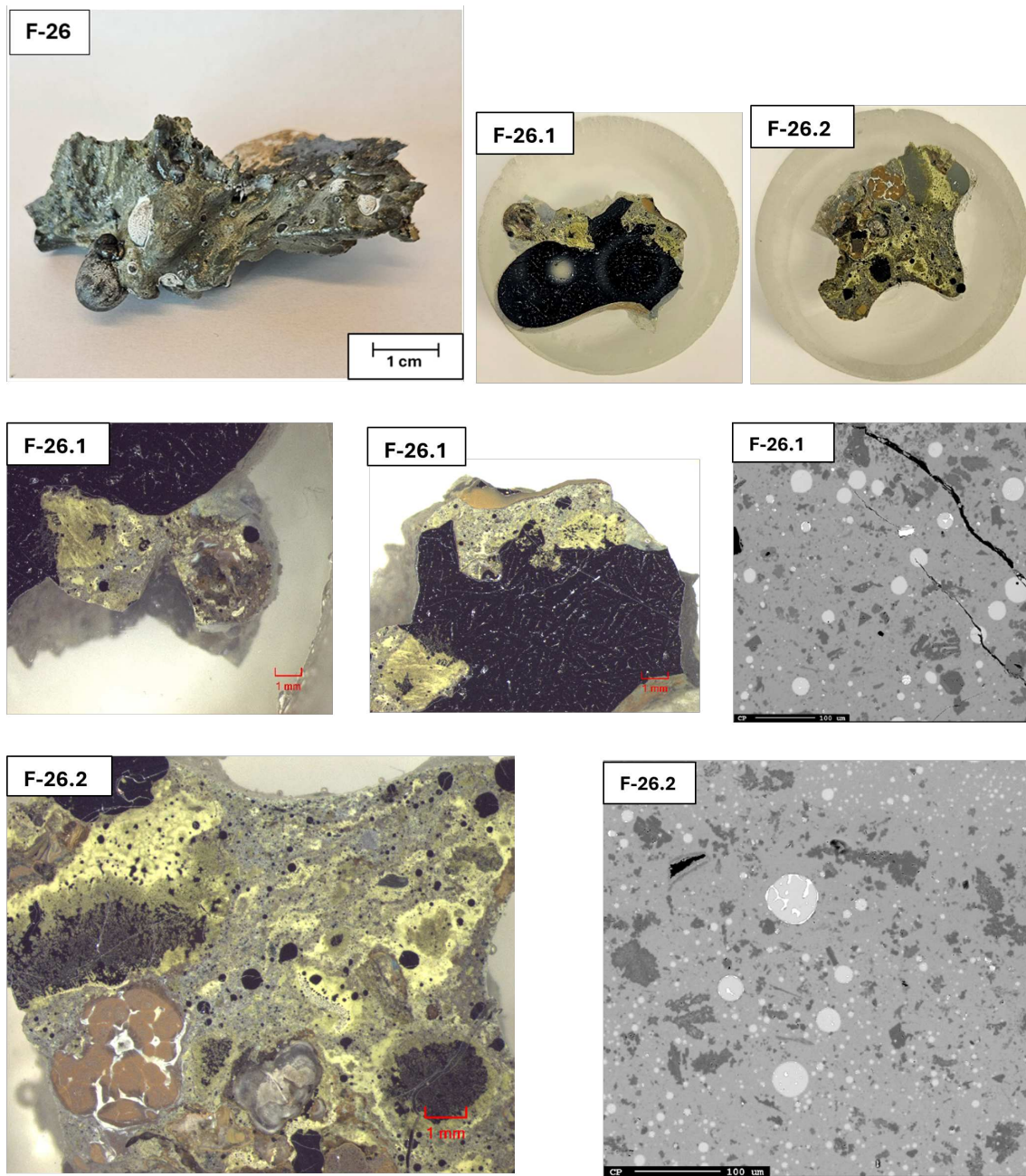
Figur C.43: Bildene viser prøve *F-24* som hadde én delprøve, *F-24.1*.

C.2.14 Prøve S-25



Figur C.44: Bildene viser prøve *S-25* som består av én delprøve, *S-25.1*. Denne delprøven ble utelatt fra EPMA-analysene på grunn av store mengder Si-metall og SiO₂. Hvis en ser på hovedprøven, så er denne ca. 1 cm. Denne prøven ble derfor ikke knust når den skulle støpes inn i epoksy, og kan dermed antas at den ikke inneholder slagg, siden det ikke ble funnet i analysen.

C.2.15 Prøve F-26



Figur C.45: Bildene viser prøve *F-26* som bestod av to delprøver: *F-26.1* og *F-26.2*. Delprøve *F-26.1* inneholdt store mengder Si-metall, og ble derfor tatt to bilder av i de interessante områdene hvor slagget befant seg.

D Vedlegg - EPMA rådata

Tabell 1: Gir en oversikt over rådata fra EPMA-analysen fra prøve S-13 til og med F-26. Totalt ble 30 prøver undersøkt. Prøvene S-21.1 og S-25.1 ble imidlertid ekskludert fra denne analysen på grunn av deres lave slaginnhold. I prøve S-21.1 ble det funnet store mengder SiO₂ og kondensater, mens prøve S-25.1 inneholdt store mengder Si-metall og SiO₂.

| Nummer | Prøve | No. | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | K ₂ O | MgO | CaO | TiO ₂ | FeO | ZnO | Total |
|--------|----------|-----|------------------|--------------------------------|------------------|-------|--------|------------------|-------|-------|---------|
| 1 | S-13,1 | 1 | 48,091 | 14,844 | 0,044 | 0,135 | 35,142 | 0,004 | 0,09 | 0 | 98,35 |
| | | 2 | 49,425 | 14,665 | 0,058 | 0,147 | 34,589 | 0,066 | 0,035 | 0,012 | 98,997 |
| | | 3 | 54,641 | 15,102 | 0,066 | 0,135 | 32,343 | 0,024 | 0,064 | 0,062 | 102,437 |
| 2 | S-13,2 | 4 | 46,81 | 14,986 | 0,018 | 0,131 | 38,286 | 0,018 | 0 | 0,065 | 100,314 |
| | | 5 | 46,403 | 14,984 | 0,012 | 0,129 | 38,165 | 0,019 | 0,041 | 0,058 | 99,811 |
| | | 6 | 46,093 | 15,125 | 0,021 | 0,12 | 38,182 | 0,038 | 0,017 | 0,03 | 99,626 |
| 3 | F-14,1 | 7 | 51,134 | 16,624 | 0,017 | 0,145 | 31,867 | 0 | 0,047 | 0,062 | 99,896 |
| | | 8 | 50,542 | 16,685 | 0,017 | 0,109 | 31,97 | 0,015 | 0,022 | 0,09 | 99,45 |
| | | 9 | 50,626 | 16,877 | 0,028 | 0,085 | 31,898 | 0,035 | 0,021 | 0,003 | 99,573 |
| 4 | F-14,2 | 10 | 49,969 | 15,148 | 0,038 | 0,074 | 33,52 | 0,048 | 0,015 | 0,059 | 98,871 |
| | | 11 | 50,526 | 15,453 | 0,007 | 0,085 | 29,935 | 0 | 0 | 0,004 | 96,01 |
| | | 12 | 51,155 | 14,491 | 0,007 | 0,071 | 27,708 | 0,059 | 0,005 | 0,001 | 93,497 |
| 5 | S-15,1 | 13 | 45,066 | 18,454 | 0,041 | 0,063 | 35,256 | 0,02 | 0 | 0,115 | 99,015 |
| | | 14 | 46,63 | 17,989 | 0,124 | 0,149 | 34,639 | 0,033 | 0 | 0,071 | 99,635 |
| | | 15 | 45,112 | 18,658 | 0,111 | 0,133 | 34,999 | 0,085 | 0,051 | 0,064 | 99,213 |
| 6 | F-16,1 | 16 | 50,482 | 20,294 | 0,022 | 0,117 | 27,473 | 0,051 | 0,033 | 0 | 98,472 |
| | | 17 | 50,764 | 19,894 | 0,075 | 0,182 | 27,271 | 0,034 | 0,028 | 0 | 98,248 |
| | | 18 | 51,188 | 20,442 | 0,105 | 0,147 | 27,653 | 0,057 | 0,049 | 0 | 99,641 |
| 7 | S-17,1 | 19 | 43,405 | 14,98 | 0,018 | 0,08 | 40,582 | 0,003 | 0 | 0,079 | 99,147 |
| | | 20 | 43,459 | 14,954 | 0,004 | 0,112 | 40,336 | 0,047 | 0,025 | 0,032 | 98,969 |
| | | 21 | 43,535 | 15,087 | 0,009 | 0,043 | 40,324 | 0,026 | 0,073 | 0 | 99,097 |
| 8 | F-18,1 | 22 | 47,89 | 16,048 | 0,154 | 0,122 | 32,937 | 0,065 | 0,032 | 0,021 | 97,269 |
| | | 23 | 48,099 | 15,718 | 0,05 | 0,087 | 24,63 | 0 | 0,055 | 0,071 | 88,71 |
| | | 24 | 47,84 | 16,206 | 0,105 | 0,102 | 34,541 | 0,018 | 0,03 | 0 | 98,842 |
| 9 | S-19,1 | 25 | 52,195 | 13,036 | 0,111 | 0,145 | 33,069 | 0,047 | 0 | 0,086 | 98,689 |
| | | 26 | 53,677 | 12,861 | 0,107 | 0,109 | 33,029 | 0,026 | 0,028 | 0,096 | 99,933 |
| | | 27 | 52,033 | 13,084 | 0,037 | 0,106 | 33,769 | 0,011 | 0,022 | 0,1 | 99,162 |
| 10 | F-20,1 | 28 | 69,872 | 10,483 | 0,04 | 0,128 | 20,931 | 0,011 | 0,05 | 0,003 | 101,518 |
| | | 29 | 65,64 | 12,532 | 0,051 | 0,158 | 22,02 | 0,004 | 0 | 0,035 | 100,44 |
| | | 30 | 65,892 | 11,942 | 0,103 | 0,148 | 22,963 | 0,035 | 0 | 0,015 | 101,098 |
| 12 | F-22,1 | 31 | 58,436 | 18,774 | 0,001 | 0,138 | 21,648 | 0,046 | 0 | 0,052 | 99,095 |
| | | 32 | 59,829 | 17,619 | 0 | 0,12 | 21,607 | 0 | 0,055 | 0 | 99,23 |
| | | 33 | 59,975 | 17,445 | 0,004 | 0,148 | 21,54 | 0,049 | 0 | 0 | 99,161 |
| 13 | S-13,1,1 | 34 | 56,366 | 25,954 | 0,167 | 0,201 | 18,01 | 0,056 | 0,058 | 0 | 100,812 |
| | | 35 | 50,943 | 29,567 | 0,105 | 0,236 | 18,587 | 0,017 | 0,028 | 0,034 | 99,517 |
| | | 36 | 63,328 | 19,28 | 0,156 | 0,181 | 13,814 | 0,031 | 0,062 | 0,069 | 96,921 |
| 14 | S-13,2,1 | 37 | 46,313 | 14,972 | 0,021 | 0,138 | 37,708 | 0,027 | 0,043 | 0 | 99,222 |
| | | 38 | 46,087 | 14,944 | 0,025 | 0,133 | 38,253 | 0,019 | 0,079 | 0,059 | 99,599 |
| | | 39 | 46,256 | 14,886 | 0,004 | 0,107 | 38,047 | 0,05 | 0 | 0 | 99,35 |
| 15 | S-15,2 | 40 | 45,495 | 14,573 | 0,028 | 0,128 | 39,409 | 0,05 | 0 | 0,047 | 99,73 |
| | | 41 | 45,405 | 14,801 | 0,043 | 0,104 | 38,473 | 0,06 | 0 | 0,013 | 98,899 |
| | | 42 | 45,738 | 14,862 | 0,027 | 0,104 | 38,928 | 0,064 | 0,082 | 0,103 | 99,908 |
| 16 | F-16,2 | 43 | 59,332 | 10,23 | 0,101 | 0,165 | 30,503 | 0,033 | 0 | 0,04 | 100,404 |
| | | 44 | 57,887 | 10,057 | 0,085 | 0,201 | 30,936 | 0,036 | 0 | 0,074 | 99,276 |
| | | 45 | 57,607 | 9,845 | 0,061 | 0,214 | 31,63 | 0,015 | 0 | 0,057 | 99,429 |
| 17 | S-17,2 | 46 | 43,968 | 14,867 | 0,013 | 0,049 | 40,228 | 0,045 | 0,013 | 0,025 | 99,208 |
| | | 47 | 43,576 | 14,783 | 0 | 0,071 | 40,595 | 0,057 | 0,025 | 0 | 99,107 |
| | | 48 | 43,863 | 14,911 | 0,016 | 0,099 | 40,286 | 0,036 | 0,03 | 0,065 | 99,306 |
| 18 | F-18,2 | 49 | 48,766 | 16,152 | 0,06 | 0,172 | 33,148 | 0,027 | 0,043 | 0,048 | 98,416 |
| | | 50 | 50,856 | 15,845 | 0,115 | 0,148 | 32,555 | 0,023 | 0,027 | 0,05 | 99,619 |
| | | 51 | 49,272 | 16,065 | 0,179 | 0,162 | 33,662 | 0,048 | 0 | 0,003 | 99,391 |
| 19 | S-19,2 | 52 | 53,609 | 12,815 | 0,048 | 0,145 | 33,73 | 0,017 | 0,018 | 0,033 | 100,415 |
| | | 53 | 52,889 | 12,957 | 0,114 | 0,106 | 34,095 | 0,049 | 0,008 | 0,052 | 100,27 |
| | | 54 | 53,077 | 12,853 | 0,064 | 0,135 | 33,681 | 0,045 | 0,039 | 0 | 99,894 |
| 20 | F-20,2 | 55 | 71,757 | 9,132 | 0,028 | 0,148 | 24,239 | 0,01 | 0 | 0,053 | 105,367 |
| | | 56 | 77,832 | 7,932 | 0,047 | 0,102 | 16,792 | 0 | 0,066 | 0,032 | 102,803 |
| | | 57 | 69,116 | 7,95 | 0,046 | 0,15 | 23,936 | 0,019 | 0,02 | 0 | 101,237 |
| 21 | F-20,3 | 58 | 60,524 | 12,154 | 0,158 | 0,152 | 27,21 | 0,026 | 0,017 | 0 | 100,241 |
| | | 59 | 60,037 | 12,838 | 0,108 | 0,149 | 26,92 | 0,043 | 0,09 | 0,1 | 100,285 |
| | | 60 | 58,564 | 13,263 | 0,129 | 0,181 | 28,368 | 0,032 | 0,053 | 0,021 | 100,611 |
| 22 | S-21,2 | 61 | 50,42 | 19,655 | 0 | 0,078 | 29,421 | 0,077 | 0,006 | 0 | 99,657 |
| | | 62 | 49,051 | 18,825 | 0 | 0,08 | 31,711 | 0,008 | 0,072 | 0,017 | 99,764 |
| | | 63 | 48,723 | 18,894 | 0,004 | 0,111 | 31,571 | 0,066 | 0,051 | 0,068 | 99,488 |
| 23 | F-22,2 | 64 | 58,796 | 18,333 | 0,015 | 0,18 | 22,981 | 0,007 | 0,063 | 0,047 | 100,422 |
| | | 65 | 57,881 | 19,191 | 0,005 | 0,173 | 23,028 | 0,024 | 0,026 | 0,002 | 100,33 |
| | | 66 | 57,461 | 19,422 | 0,016 | 0,129 | 23,227 | 0,035 | 0,042 | 0 | 100,332 |
| 24 | F-22,3 | 67 | 65,132 | 16,322 | 0,001 | 0,184 | 18,75 | 0,041 | 0 | 0,02 | 100,45 |
| | | 68 | 63,78 | 17,255 | 0,011 | 0,156 | 18,431 | 0,024 | 0 | 0,008 | 99,665 |
| | | 69 | 63,976 | 18,383 | 0 | 0,139 | 18,675 | 0 | 0,047 | 0 | 101,22 |
| 25 | S-23,1 | 70 | 44,102 | 33,947 | 0,267 | 0,299 | 21,011 | 0,02 | 0,018 | 0,035 | 99,699 |
| | | 71 | 43,125 | 35 | 0,344 | 0,26 | 20,667 | 0,04 | 0,017 | 0,094 | 99,547 |
| | | 72 | 45,245 | 34,102 | 0,44 | 0,224 | 19,143 | 0,034 | 0,087 | 0 | 99,275 |
| 26 | S-23,2 | 73 | 42,627 | 34,55 | 0,085 | 0,238 | 21,582 | 0,037 | 0,015 | 0,051 | 99,185 |
| | | 74 | 43,052 | 34,026 | 0,098 | 0,213 | 21,695 | 0,038 | 0,032 | 0 | 99,154 |
| | | 75 | 45,189 | 33,055 | 0,271 | 0,251 | 20,935 | 0,027 | 0,045 | 0 | 99,773 |
| 27 | F-24,1 | 76 | 60,638 | 17,525 | 0,008 | 0,196 | 21,591 | 0,058 | 0,046 | 0,046 | 100,108 |
| | | 77 | 61,309 | 17,642 | 0,007 | 0,117 | 21,074 | 0,059 | 0,002 | 0,038 | 100,248 |
| | | 78 | 62,522 | 17,891 | 0,007 | 0,108 | 19,662 | 0,001 | 0,026 | 0,102 | 100,319 |
| 29 | F-26,1 | 79 | 55,821 | 19,817 | 0,147 | 0,121 | 23,595 | 0,064 | 0,025 | 0,027 | 99,617 |
| | | 80 | 54,693 | 20,895 | 0,141 | 0,139 | 24,02 | 0,043 | 0,01 | 0,026 | 99,967 |
| | | 81 | 63,961 | 14,266 | 0,135 | 0,115 | 22,789 | 0,025 | 0,07 | 0,093 | 101,454 |
| 30 | F-26,2 | 82 | 52,184 | 22,076 | 0,053 | 0,159 | 25,736 | 0,012 | 0,077 | 0 | 100,297 |
| | | 83 | 56,723 | 19,469 | 0,212 | 0,102 | 25,138 | 0,033 | 0,028 | 0 | 101,705 |
| | | 84 | 55,285 | 19,892 | 0,143 | 0,1 | 25,337 | 0,012 | 0,008 | 0,082 | 100,859 |

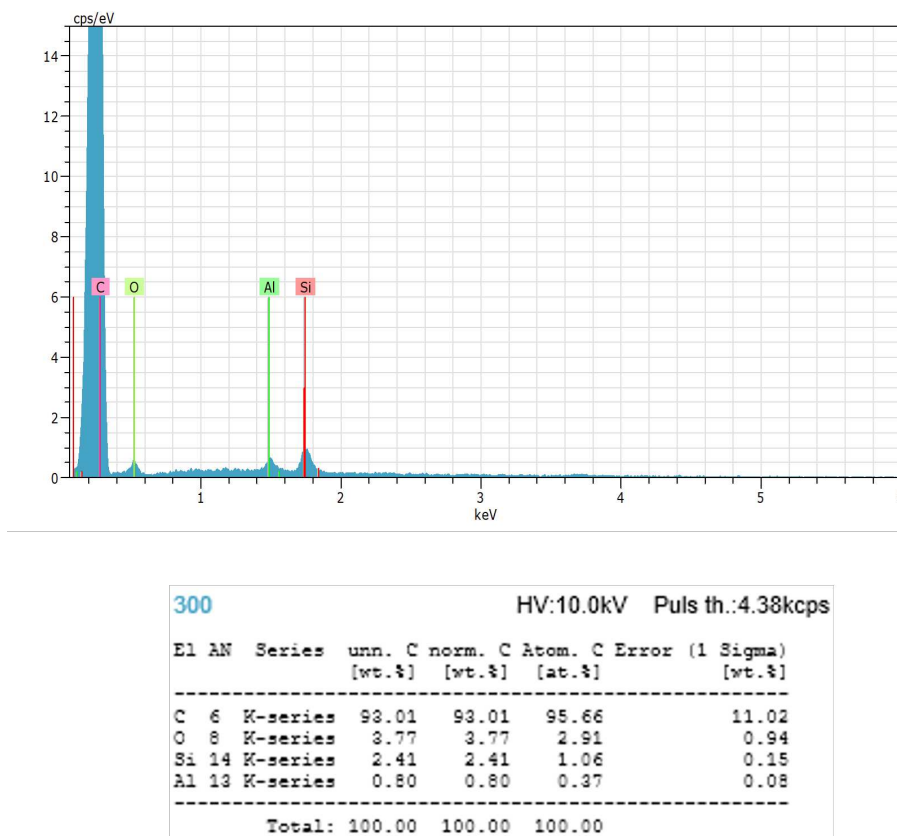
E Vedlegg - EDS-analyser

E.1 Resultater fra viktige EDS-analyser

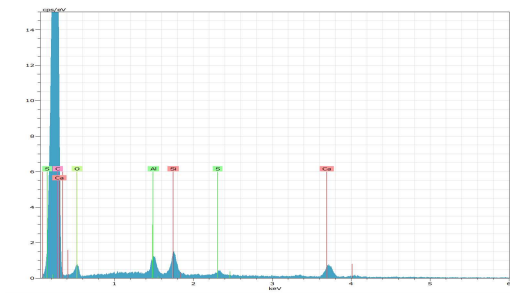
Analysene av prøvene har avslørt en rekke interessante funn. Dette vedlegget fremhever nøkkelresultatene fra EDS-analysene som støtter hypotesene presentert i hovedrapporten. Alle detaljerte resultater fra EDS-analysen finnes i en ekstern fil som er vedlagt for ytterligere referanse.

E.1.1 Ureagert karbon

Det ble funnet ureagert karbon i 5 av 18 prøver. Prøve *S-10.1*, som vist i *Figur 4.14* er et eksempel på dette tilfellet. *Figur E.1* viser EDS-resultatet fra områdeanalysen markert med nummer 300. Her er mengden karbon ca. 93 vektprosent. De resterende grunnstoffene som ble detektert antas å være urenheter i karbonmaterialet. *Figur E.2* illustrerer fire punktanalyser som også bekrefter tilstedeværelsen av karbon i prøven.



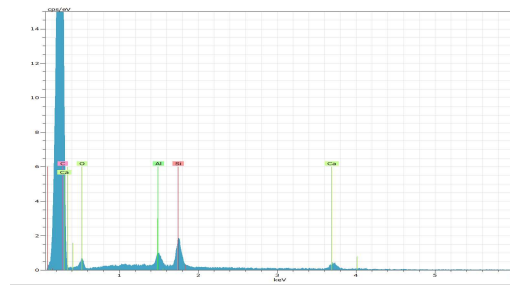
Figur E.1: Områdeanalyse 300 av prøve nummer *S-10.1*, som bekrefter funn av karbon.



301 HV:10.0kV Puls th.:4.39kcps

| El | AN | Series | unn. [wt.%] | C norm. [wt.%] | C Atom. [at.%] | C Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|-------------|----------------|----------------|--------------------------|
| C | 6 | K-series | 56.48 | 83.39 | 91.94 | 6.75 |
| O | 8 | K-series | 3.32 | 4.89 | 4.02 | 0.75 |
| Ca | 20 | K-series | 4.06 | 5.99 | 1.97 | 0.20 |
| Si | 14 | K-series | 2.19 | 3.23 | 1.51 | 0.13 |
| Al | 13 | K-series | 1.20 | 1.77 | 0.86 | 0.09 |
| S | 16 | K-series | 0.49 | 0.72 | 0.29 | 0.05 |
| Total: | | | 67.73 | 100.00 | 100.00 | |

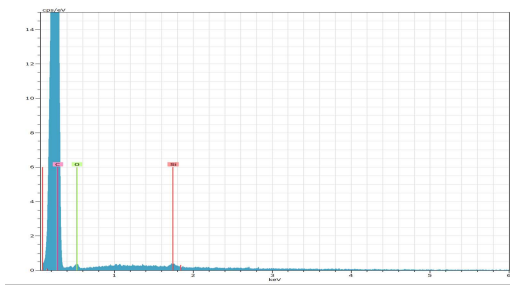
(a) Punkt 301



302 HV:10.0kV Puls th.:4.47kcps

| El | AN | Series | unn. [wt.%] | C norm. [wt.%] | C Atom. [at.%] | C Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|-------------|----------------|----------------|--------------------------|
| C | 6 | K-series | 87.14 | 87.14 | 93.07 | 10.36 |
| O | 8 | K-series | 4.19 | 4.13 | 3.36 | 0.98 |
| Si | 14 | K-series | 4.22 | 4.22 | 1.93 | 0.22 |
| Ca | 20 | K-series | 3.05 | 3.05 | 0.98 | 0.17 |
| Al | 13 | K-series | 1.41 | 1.41 | 0.67 | 0.10 |
| Total: | | | 100.00 | 100.00 | 100.00 | |

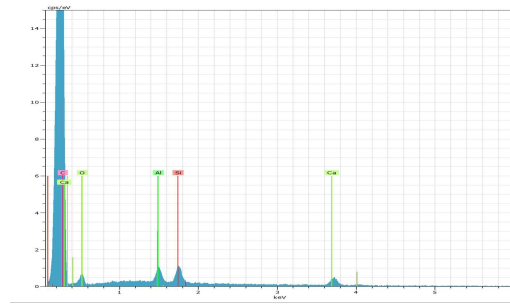
(b) Punkt 302



303 HV:10.0kV Puls th.:4.84kcps

| El | AN | Series | unn. [wt.%] | C norm. [wt.%] | C Atom. [at.%] | C Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|-------------|----------------|----------------|--------------------------|
| C | 6 | K-series | 97.21 | 97.21 | 98.04 | 11.38 |
| O | 8 | K-series | 2.31 | 2.31 | 1.75 | 0.69 |
| Si | 14 | K-series | 0.47 | 0.47 | 0.20 | 0.06 |
| Total: | | | 100.00 | 100.00 | 100.00 | |

(c) Punkt 303



304 HV:10.0kV Puls th.:4.30kcps

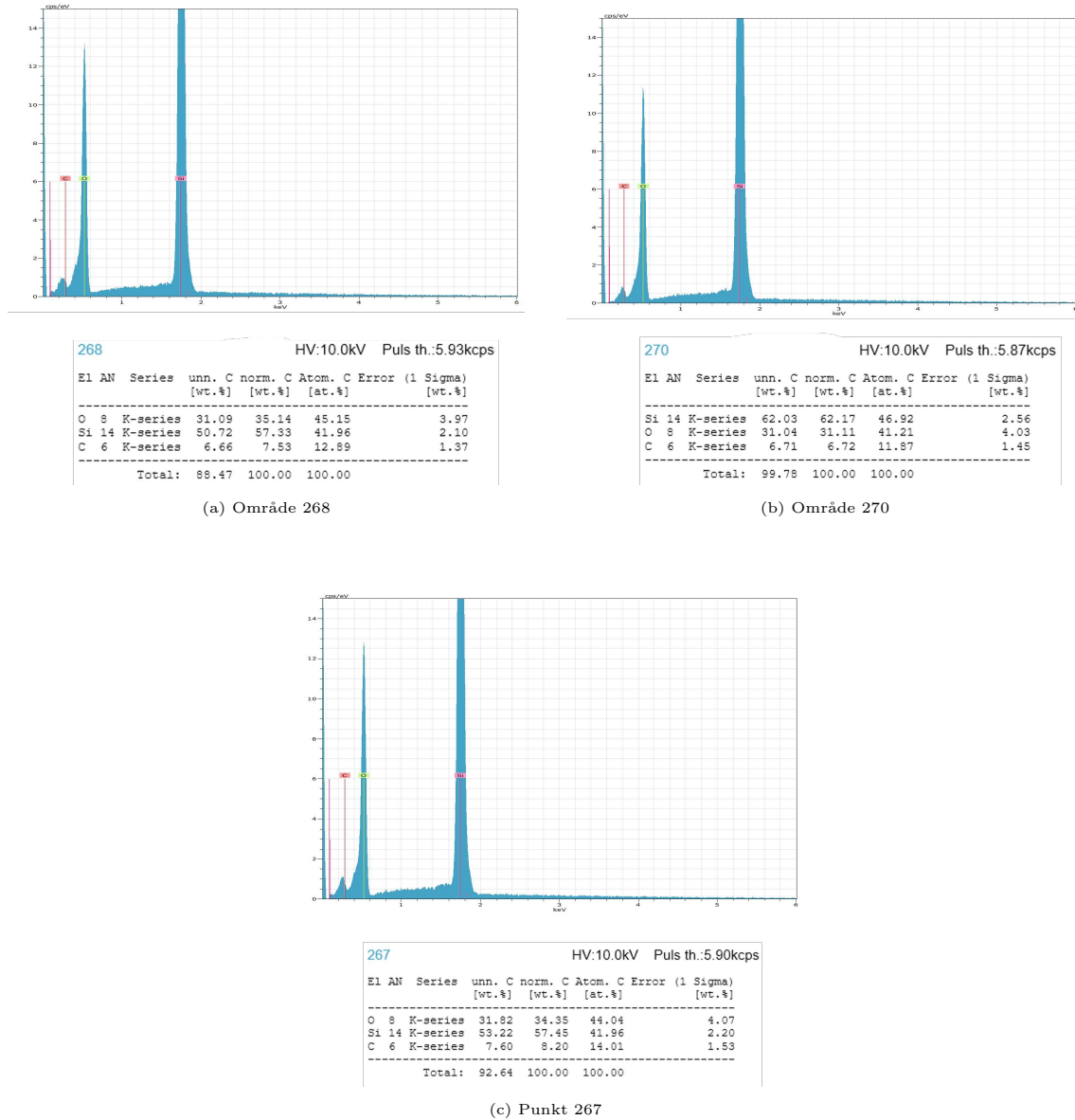
| El | AN | Series | unn. [wt.%] | C norm. [wt.%] | C Atom. [at.%] | C Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|-------------|----------------|----------------|--------------------------|
| C | 6 | K-series | 87.31 | 87.31 | 93.07 | 10.38 |
| O | 8 | K-series | 4.72 | 4.72 | 3.78 | 1.05 |
| Si | 14 | K-series | 2.66 | 2.66 | 1.21 | 0.16 |
| Ca | 20 | K-series | 3.72 | 3.72 | 1.19 | 0.20 |
| Al | 13 | K-series | 1.59 | 1.59 | 0.76 | 0.11 |
| Total: | | | 100.00 | 100.00 | 100.00 | |

(d) Punkt 304

Figur E.2: Analyser fra EDS for punktene 301 til 304 bekrefter forekomsten av ureagert karbonmateriale.

E.1.2 Kondensat

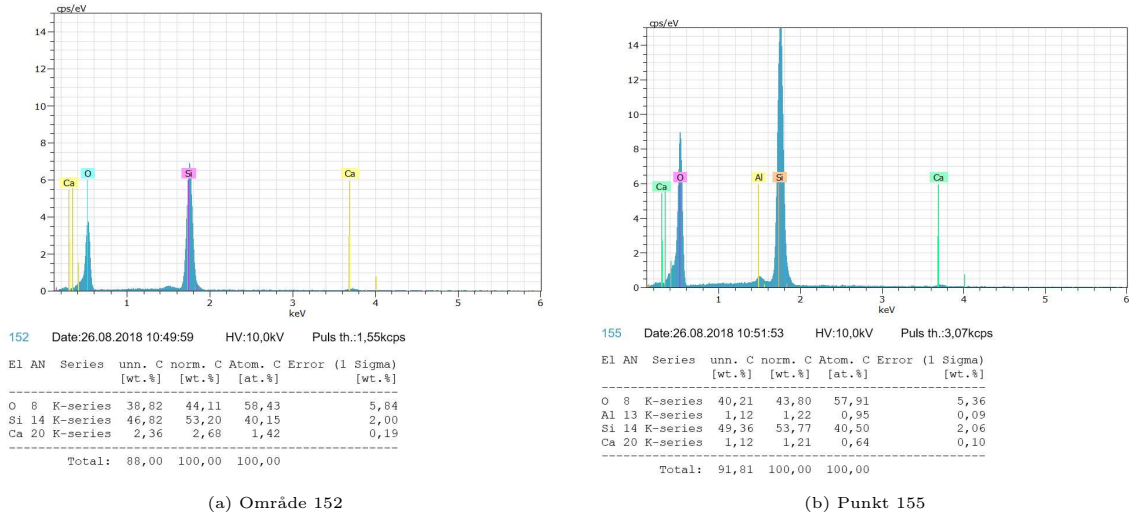
Totalt er det funnet kondensat i 24 av 48 delprøver. Dette representerer 63% av hovedprøvene. *Figur E.3* illustrerer de to punktene i EDS-analysene som bekrefter funnene beskrevet i hovedrapporten, som vist i *Figur 4.17*. Analyseresultatene bekrefter tilstedeværelsen av Si-SiO₂ i alle punktene, noe som indikerer at brunkondensat ble detektert i denne prøven [18].



Figur E.3: EDS-analyse av prøve *F-9.1* a) viser område 268, b) viser område 270 og c) viser punkt 267. Alle analysene viser funn av Si-SiO₂ (brunt-kondensat).

E.1.3 Ureagert kvarts

Det ble gjort 6 av 48 observasjoner av ureagert kvarts i prøvene. Dette utgjør ca. 19% av prøvene. Et eksempel på funn av kvarts ble presentert i *Figur 4.21* av prøve *FM-7.1*. *Figur E.4* viser EDS-resultatene fra analysen for område 152 og punkt 155. Punkt 152 viser tilstedeværelsen av SiO₂ samt urenheter av Ca. Punkt 155 viser også SiO₂ samt urenheterne Ca og Al.

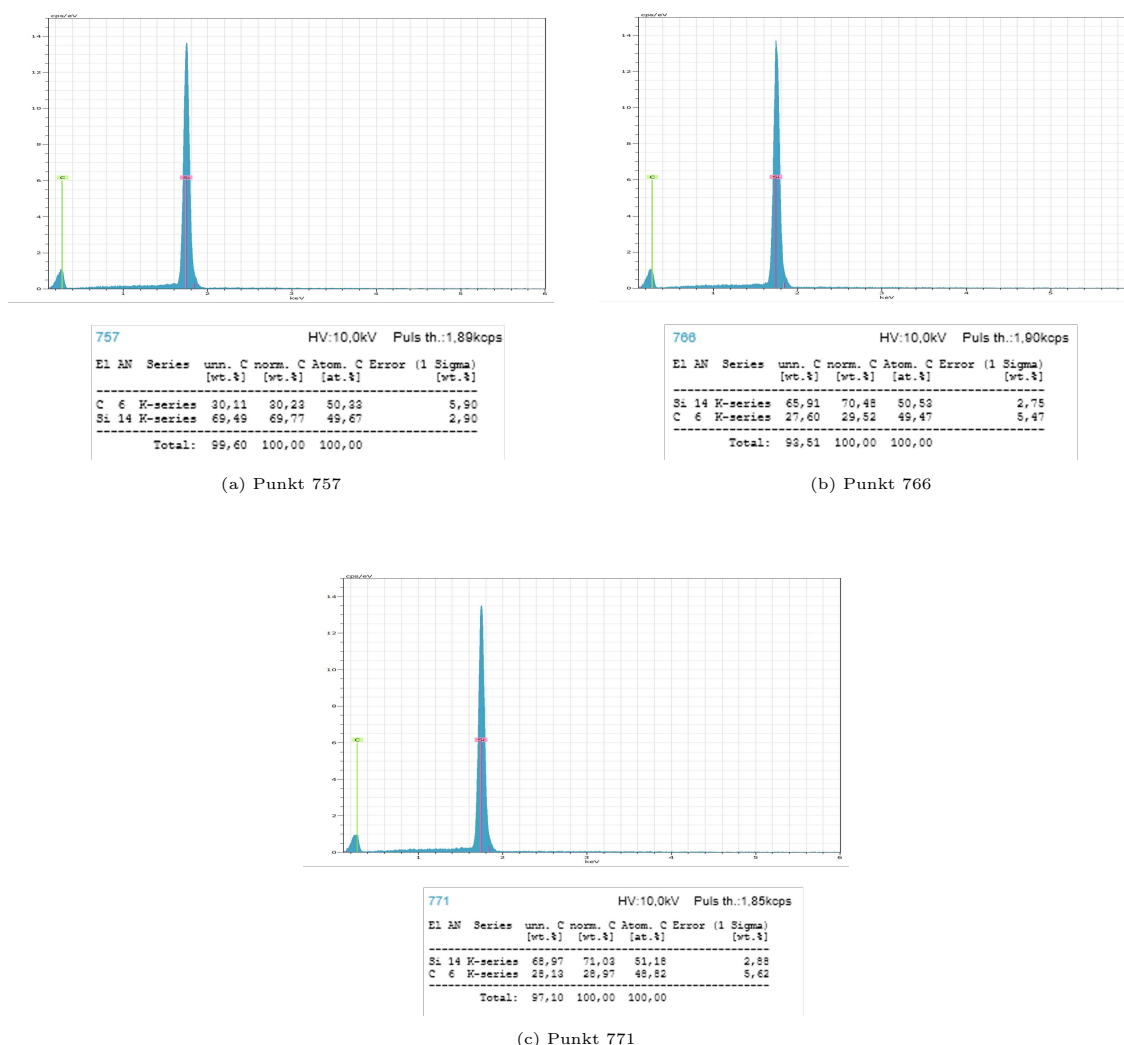


Figur E.4: EDS-analyse av prøve *FM-7.1* bekrefter funn av ureagert kvarts. a) viser område 152 og b) punkt 155. Begge analysene identifiserer tilstedeværelsen av SiO₂ samt urenheter.

E.1.4 Silisiumkarbid

SiC ble påvist i 14 av 18 undersøkte prøver, i tråd med forventningene grunnet de betydelige mengdene SiC observert i metallbadet i kratersonen [2], og det konsekvente funnet i alle slaggrøvene til Folstad [17]. Overraskende nok ble ikke SiC funnet i fire av prøvene under EDS-analysen. Dette uventede resultatet kan skyldes utilstrekkelig undersøkelse av prøvene eller for lav forstørrelse under analysen.

Figur E.5 viser eksempler på EDS-analyse som bekrefter funn av SiC i prøven. Analysene er hentet fra prøve F-5.1, som er illustrert i Figur 4.23. Analysepunkt 757, punkt 766 og punkt 771 bekrefter alle funn av SiC. Vær oppmerksom på at molforholdet ikke korresponderer med vektprosent, men er mer nøyaktig når det uttrykkes i atomprosent.



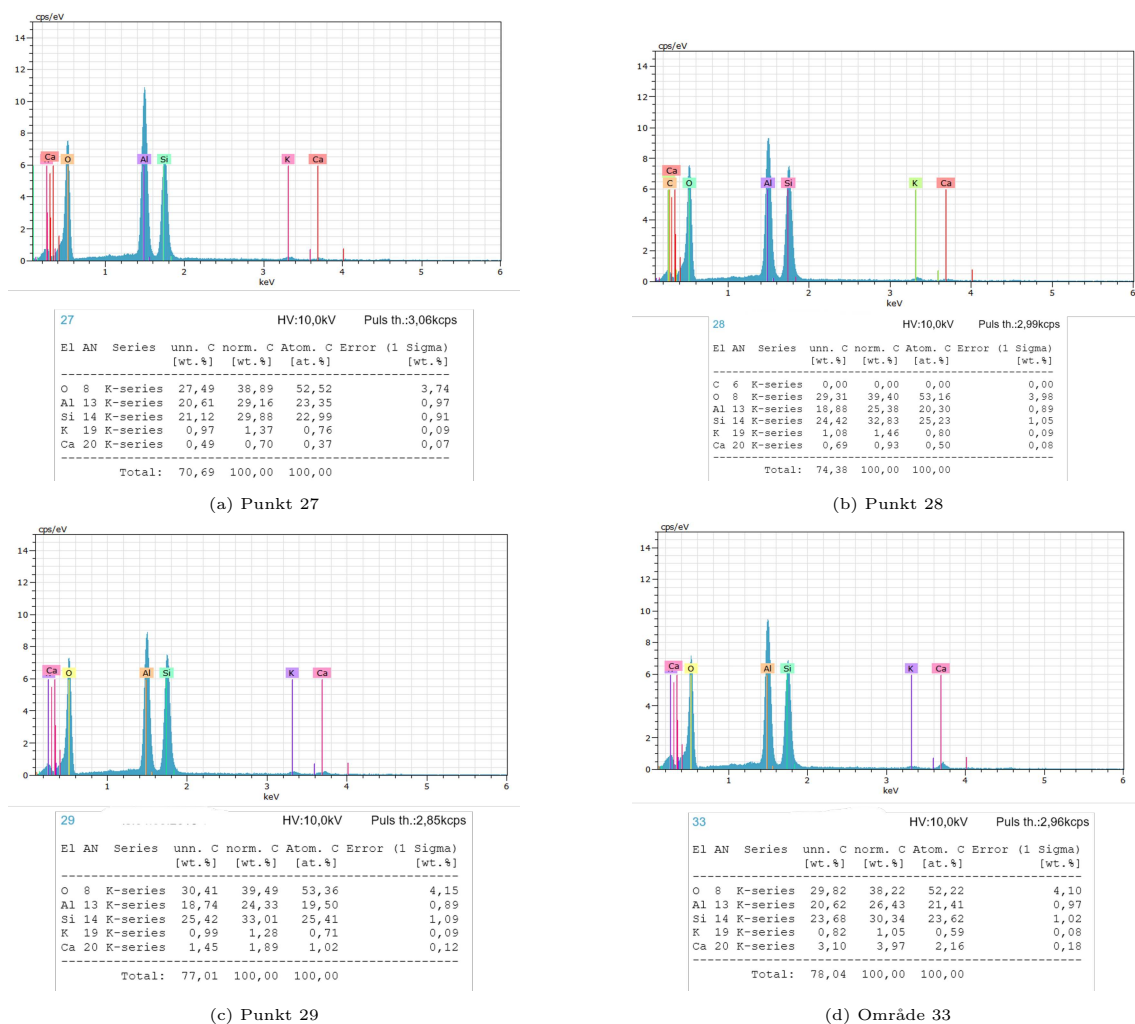
Figur E.5: EDS-analyse av prøve F-5.1 a) viser punkt 757, b) viser punkt 766 og c) viser punkt 771. Alle analysene viser funn av SiC.

For en grundigere undersøkelse av funnene der SiC ikke ble bekreftet, finnes relevante bilder i Vedlegg C. Tilhørende EDS-analyser er tilgjengelige i et separat vedlegg.

E.1.5 Andre interessante funn

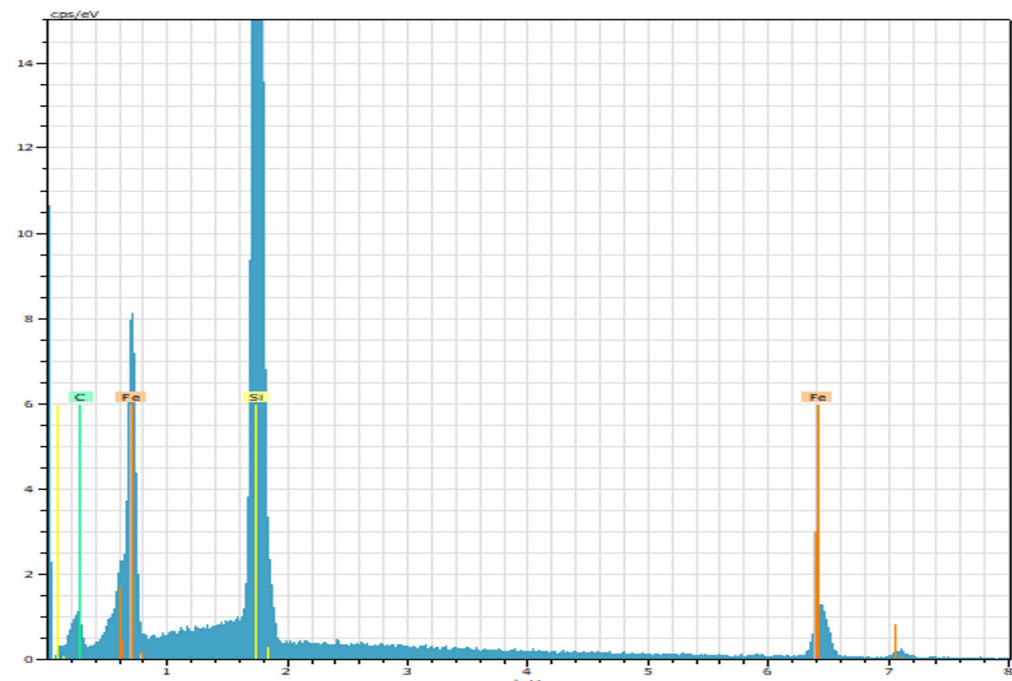
Andre interessante observasjoner omfatter funn av uvanlig høye konsentrasjoner av urenheter. Selv om disse ikke er av stor betydning, tiltrekker de seg interesse på grunn av deres lokale ansamlinger. Disse urenhetsnivåene varierer med råvaren og er derfor ikke avgjørende, men urenhetsnivåene kan imidlertid indikere tilstedeværelsen av inhomogent materiale. [2].

Det ble funnet over én vektprosent av kalium i prøve *S-8.1* som vist i *Figur 4.26*. *Figur E.6* viser EDS-analysene av de fire detekterte punktene.



Figur E.6: EDS-analyser fra punkt 27-29 og punkt 33 som bekrefter funn av Ka på litt over én vektprosent i prøve *S-8.1*.

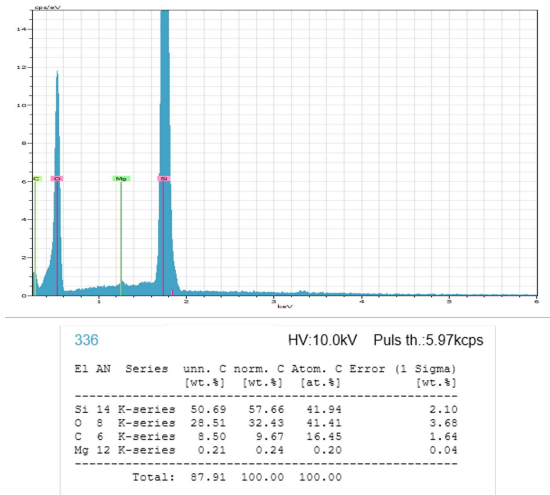
Det ble funnet spor av Fe i form av FeSi i prøve *F-9.1*, som er avbildet i *Figur 4.27*. EDS-analysen tilhørende punktet fra figuren er presentert under i *Figur E.7*. Punktet bekrefter FeSi-funn med høy prosent av Fe.



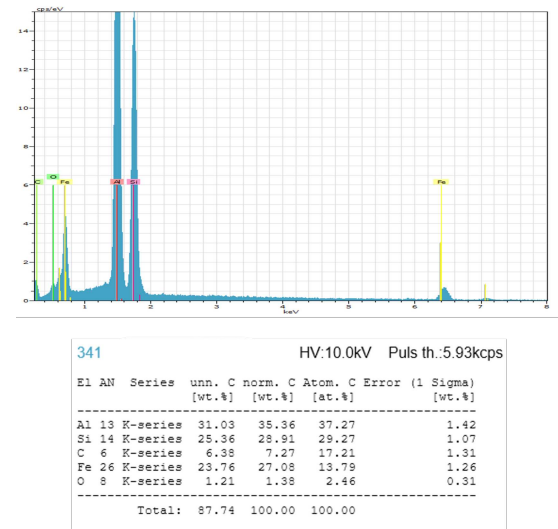
| 272 | | HV:10.0kV Puls th.:6.74kcps | | | | |
|--------|----|-----------------------------|---------------|----------------|----------------|------------------------|
| El | AN | Series | unn. C [wt.%] | norm. C [wt.%] | Atom. C [at.%] | Error (1 Sigma) [wt.%] |
| Si | 14 | K-series | 49.29 | 52.27 | 59.41 | 2.04 |
| Fe | 26 | K-series | 38.98 | 41.34 | 23.63 | 1.91 |
| C | 6 | K-series | 6.02 | 6.38 | 16.96 | 1.23 |
| Total: | | | 94.28 | 100.00 | 100.00 | |

Figur E.7: Punkt 272 bekrefter funn av FeSi med høy Fe prosent i prøve *F-9.1*.

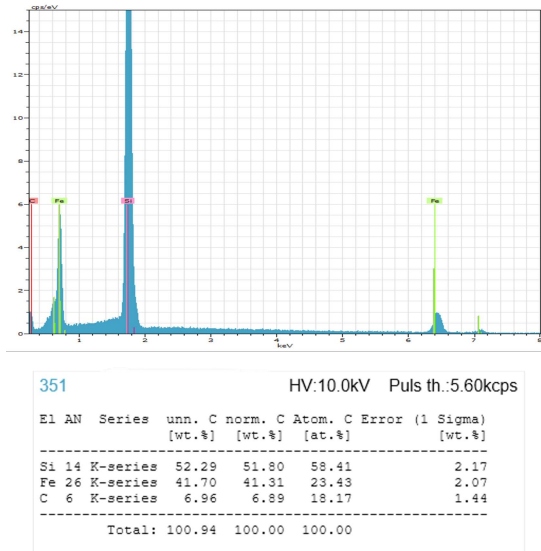
Figur 4.28 viser interessante funn i prøve *F-11.1*. Prøven viser funn av FeSi i punkt 351, men med et punkt med innhold av høy Al-prosent i tillegg til FeSi i punkt 341. Ett av funnene i samme prøve indikerte også funn av Mg i punkt 336. *Figur E.8* viser EDS-resultatene.



(a) Punkt 336



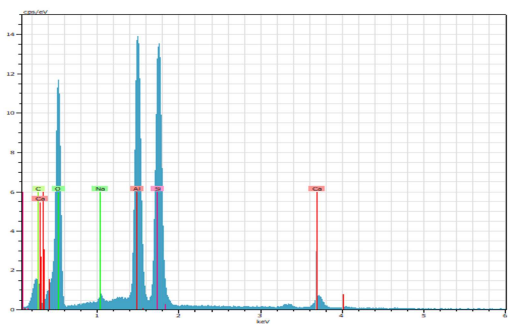
(b) Punkt 341



(c) Punkt 351

Figur E.8: EDS-analyse av prøve *F-11.1* som bekrefter finn av FeSi. a) viser punkt 336, b) viser punkt 341 og c) viser punkt 351. Punkt 351 og 341 viser funn av FeSi, mens punkt 336 indikerer små mengder Mg.

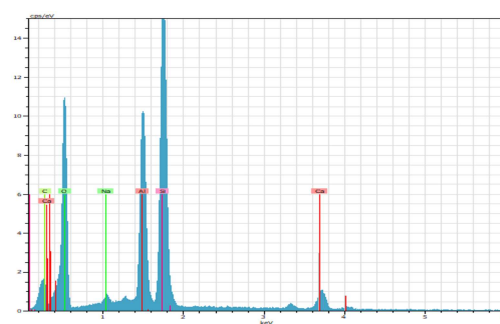
I prøve *S-12.1*, ble det funnet Na i to punkter. Prøven er avbildet i *Figur 4.29*. Bekreftelsen av tilstedeværelsen ble funnet i to punkter på prøven, punkt 469 og 470. Resultatene fra EDS-analysen i de to punktene vises i *Figur E.9*.



469 HV:10.0kV Puls th.:5.21kcps

| El | AN | Series | unn. C [wt.%] | norm. C [wt.%] | Atom. C [at.%] | Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|---------------|----------------|----------------|------------------------|
| O | 8 | K-series | 31.19 | 35.84 | 45.09 | 4.03 |
| Si | 14 | K-series | 26.18 | 30.08 | 21.56 | 1.11 |
| C | 6 | K-series | 8.35 | 9.59 | 16.08 | 1.59 |
| Al | 13 | K-series | 17.08 | 19.63 | 14.64 | 0.80 |
| Ca | 20 | K-series | 3.78 | 4.34 | 2.18 | 0.19 |
| Na | 11 | K-series | 0.45 | 0.52 | 0.45 | 0.06 |
| Total: | | | 87.02 | 100.00 | 100.00 | |

(a) punkt 469



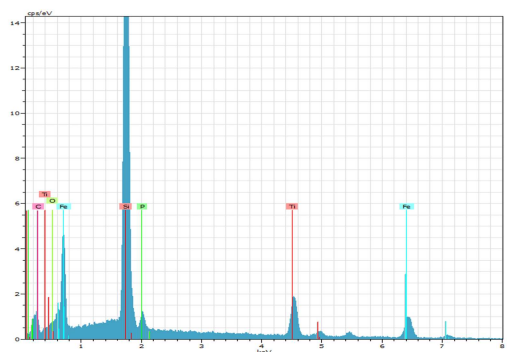
470 HV:10.0kV Puls th.:5.28kcps

| El | AN | Series | unn. C [wt.%] | norm. C [wt.%] | Atom. C [at.%] | Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|---------------|----------------|----------------|------------------------|
| O | 8 | K-series | 29.91 | 34.94 | 44.45 | 3.99 |
| Si | 14 | K-series | 29.27 | 34.20 | 24.78 | 1.23 |
| C | 6 | K-series | 8.22 | 9.61 | 16.28 | 1.55 |
| Al | 13 | K-series | 12.01 | 14.03 | 10.58 | 0.58 |
| Ca | 20 | K-series | 5.64 | 6.59 | 3.34 | 0.25 |
| Na | 11 | K-series | 0.55 | 0.64 | 0.56 | 0.07 |
| Total: | | | 85.59 | 100.00 | 100.00 | |

(b) Punkt 470

Figur E.9: EDS-analyse fra prøve *S-12.1* indikerte små funn av Na i to punkter i prøven. a) viser punkt 469 og b) vier punkt 470.

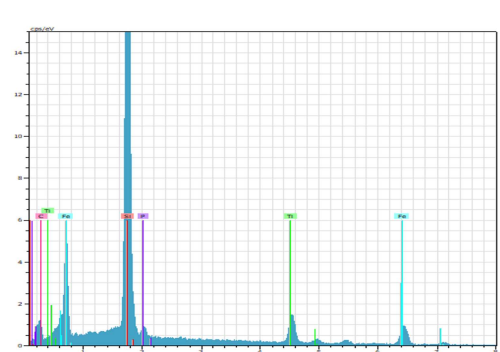
Det siste interessante funnet var i prøve *S-12.1*, hvor det ble funnet et punkt som inneholdet høye konsentrasjoner av Fe og Ti, samt mindre mengder P. Dette var i et overlappingspunkt i punkt 425 og 426. EDS-resultatet vises i *Figur E.10*.



425 HV:10.0kV Puls th.:6.38kcps

| El | AN | Series | unn. C [wt.%] | norm. C [wt.%] | Atom. C [at.%] | Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|---------------|----------------|----------------|------------------------|
| Si | 14 | K-series | 39.58 | 43.18 | 50.06 | 1.65 |
| Fe | 26 | K-series | 31.34 | 34.19 | 19.93 | 1.57 |
| C | 6 | K-series | 5.66 | 6.18 | 16.74 | 1.14 |
| Ti | 22 | K-series | 12.95 | 14.13 | 9.60 | 0.51 |
| O | 8 | K-series | 1.14 | 1.24 | 2.52 | 0.30 |
| P | 15 | K-series | 0.99 | 1.08 | 1.14 | 0.07 |
| Total: | | | 91.66 | 100.00 | 100.00 | |

(a) punkt 425



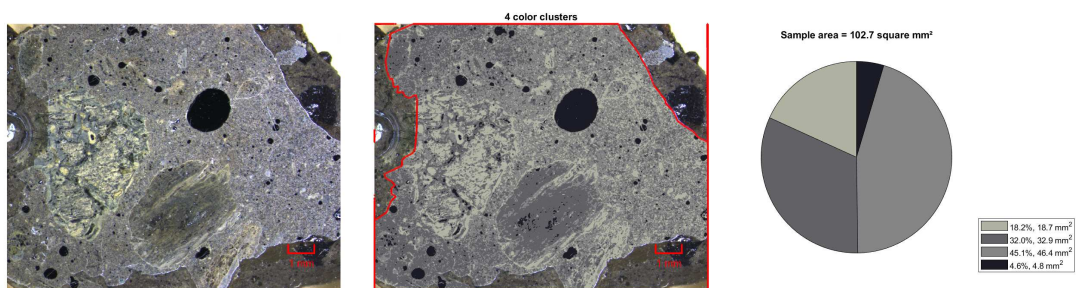
426 HV:10.0kV Puls th.:6.41kcps

| El | AN | Series | unn. C [wt.%] | norm. C [wt.%] | Atom. C [at.%] | Error (1 Sigma) [wt.%] |
|--------|----|----------|---------------|----------------|----------------|------------------------|
| Si | 14 | K-series | 41.46 | 46.19 | 53.11 | 1.72 |
| Fe | 26 | K-series | 31.75 | 35.37 | 20.45 | 1.59 |
| C | 6 | K-series | 6.12 | 6.82 | 18.33 | 1.22 |
| Ti | 22 | K-series | 9.79 | 10.91 | 7.36 | 0.41 |
| P | 15 | K-series | 0.64 | 0.72 | 0.75 | 0.06 |
| Total: | | | 89.76 | 100.00 | 100.00 | |

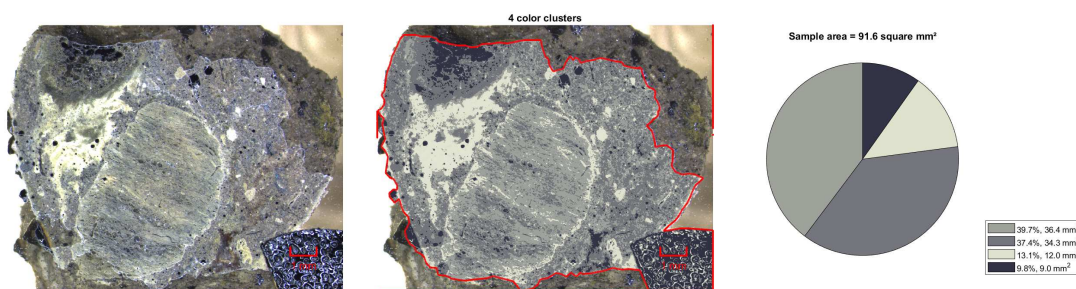
(b) Punkt 426

Figur E.10: EDS-analyse fra prøve *S-12.2* indikerte funn av betydelige mengder Fe og Ti i ett punkt som var i nærheten av noe som ble antatt til å være ureagert karbon. a) viser punkt 425 og b) 426. Punktene overlappet, men viser litt forskjellige resultater.

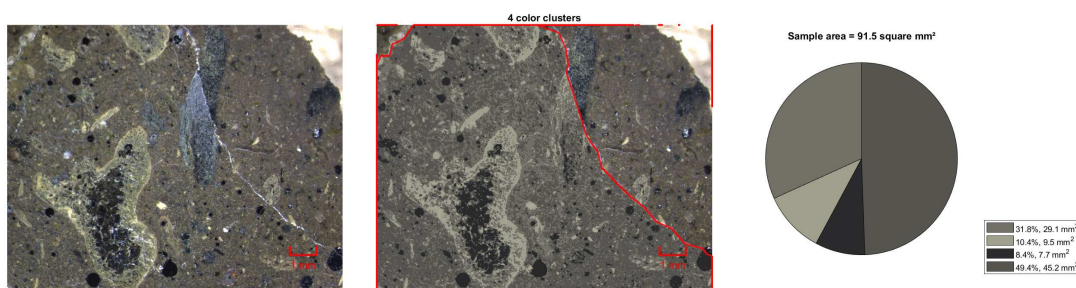
F Vedlegg - Bildeanalysene



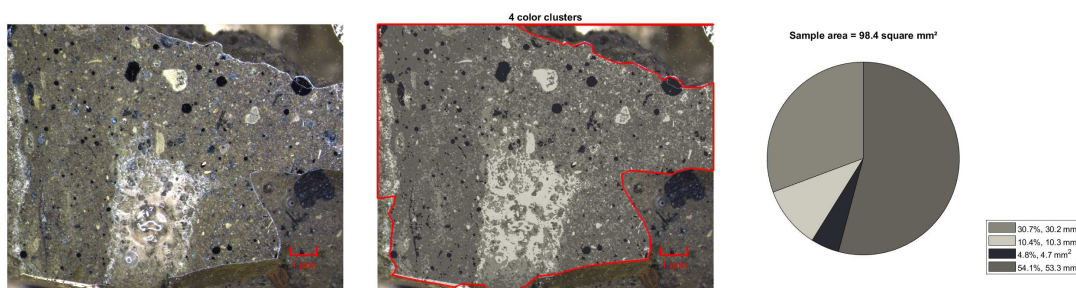
Figur F.1: Bildeanalysen av prøve *S-1.1*



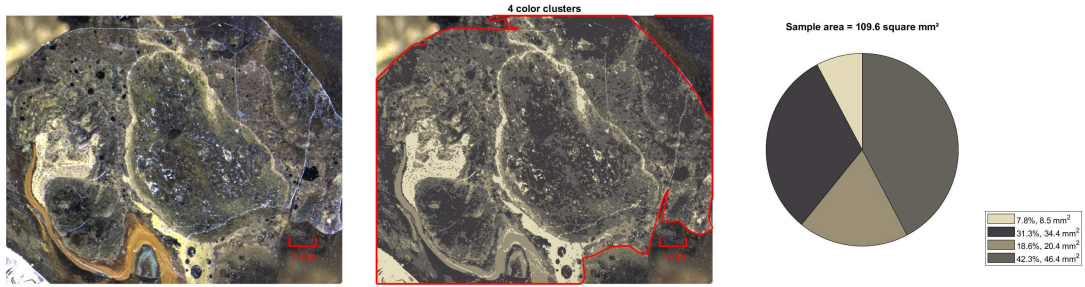
Figur F.2: Bildeanalysen av prøve *S-1.2*



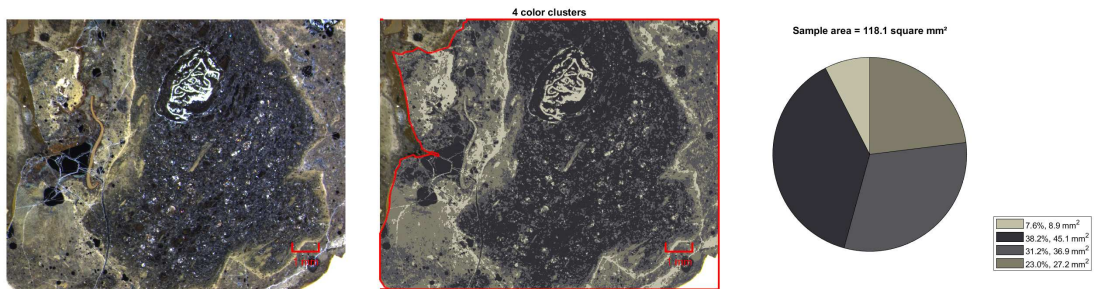
Figur F.3: Bildeanalysen av prøve *F-2.1*



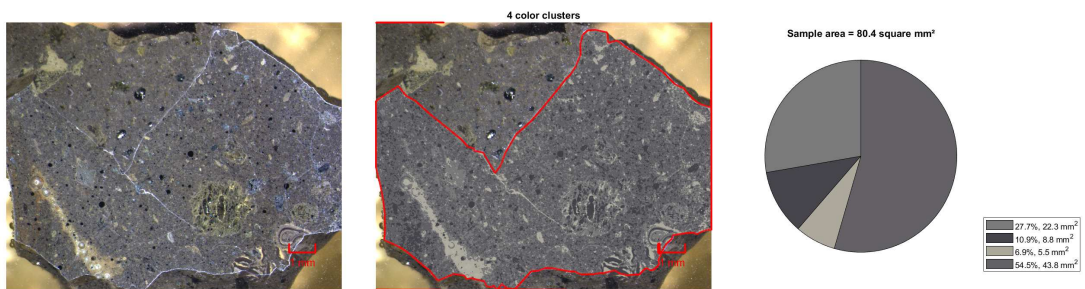
Figur F.4: Bildeanalysen av prøve *F-2.2*



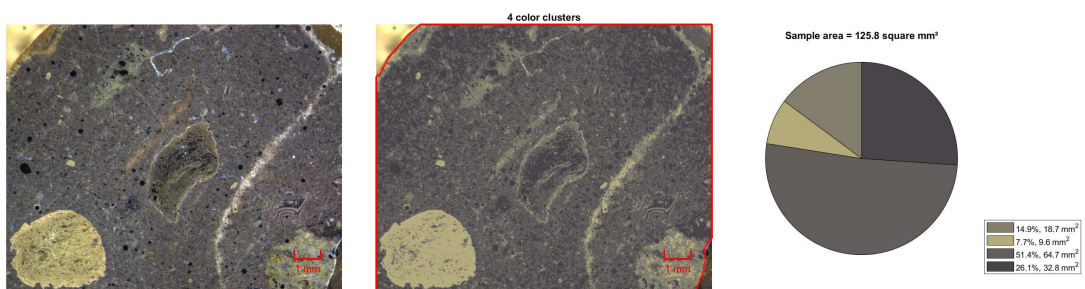
Figur F.5: Bildeanalyse av prøve S-3.1



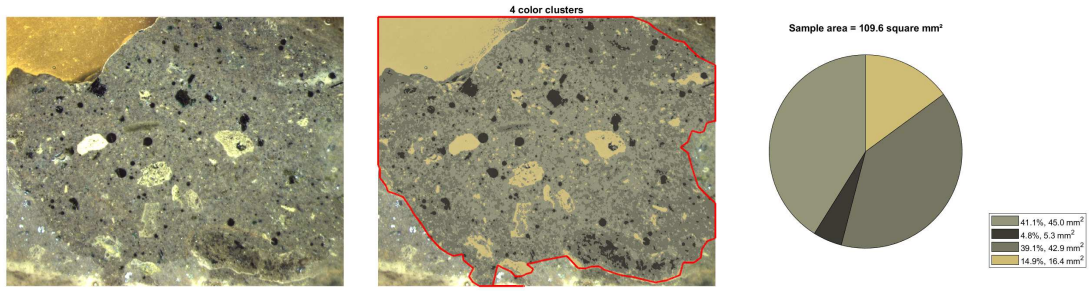
Figur F.6: Bildeanalyse av prøve S-3.2



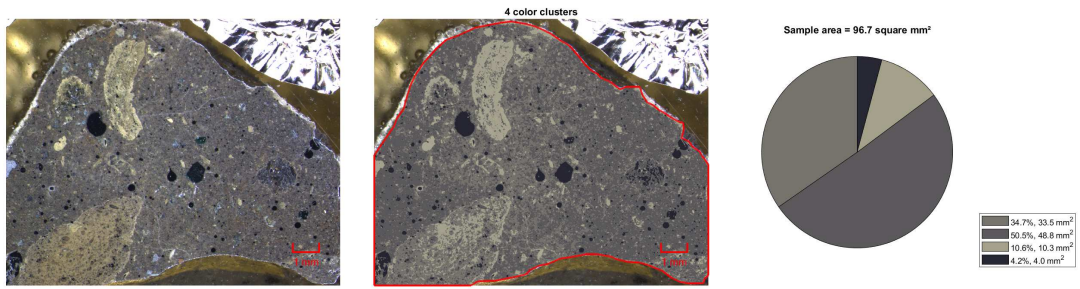
Figur F.7: Bildeanalyse av prøve B-4.1



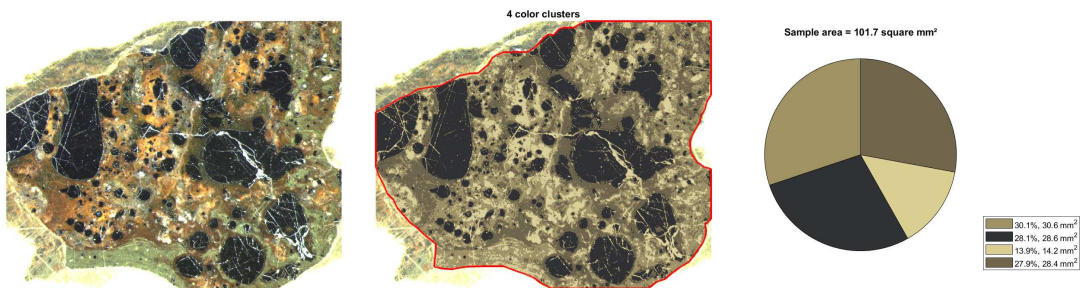
Figur F.8: Bildeanalyse av prøve B-4.2



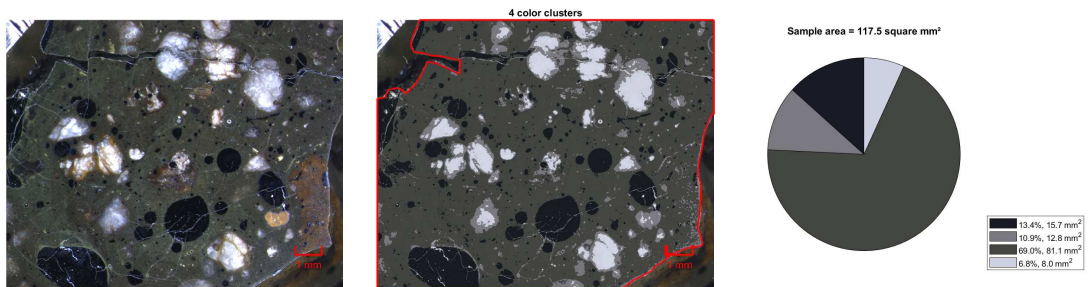
Figur F.9: Bildeanalysen av prøve *F-5.1*



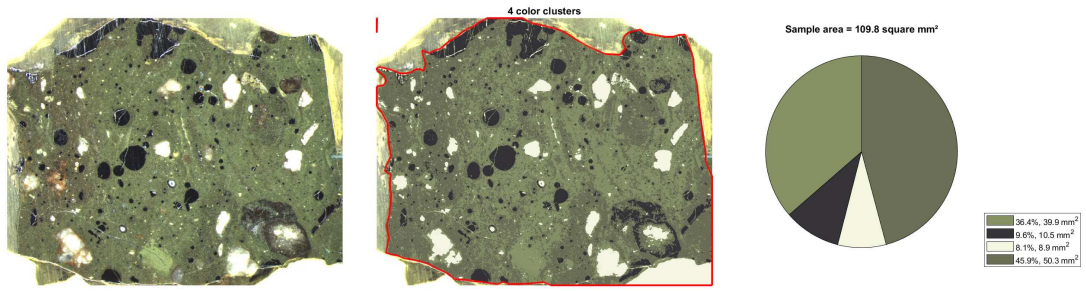
Figur F.10: Bildeanalysen av prøve *F-5.2*



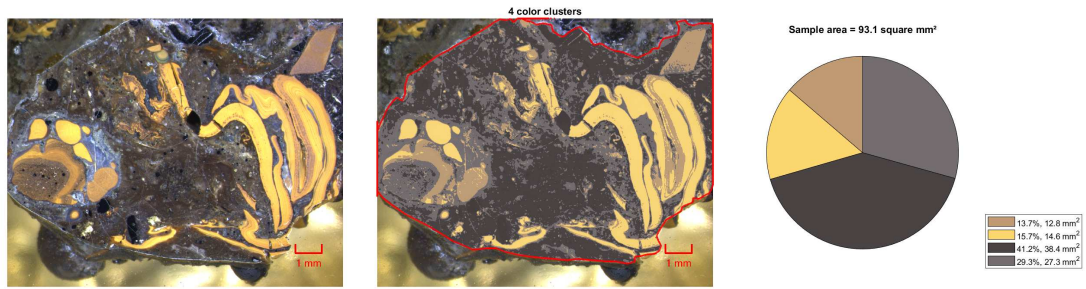
Figur F.11: Bildeanalysen av prøve *F-6.1*



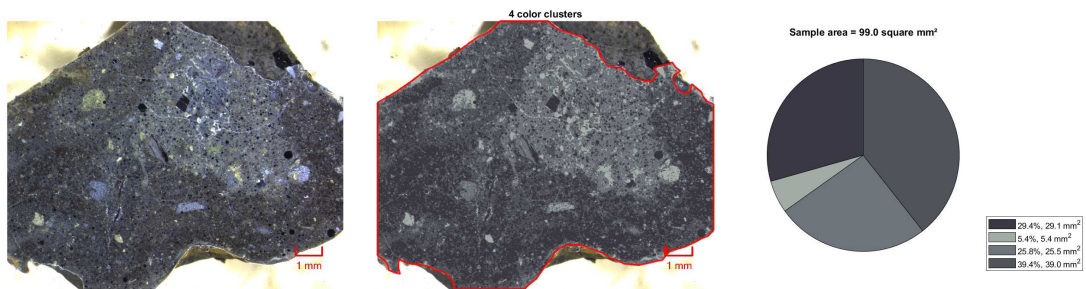
Figur F.12: Bildeanalysen av prøve *FM-7.1*



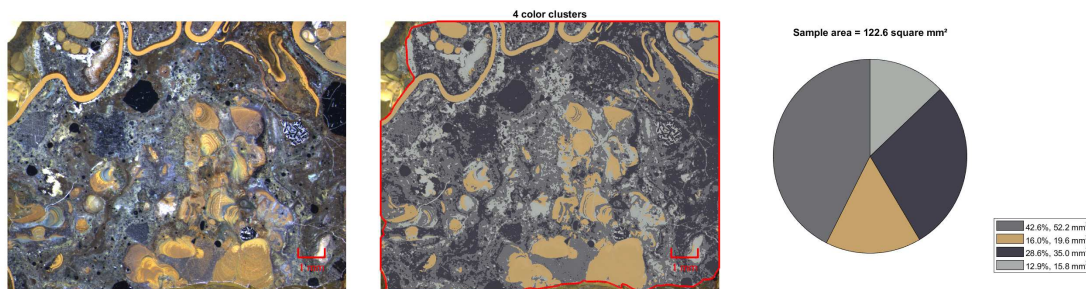
Figur F.13: Bildeanalysen av prøve *S-8.1*



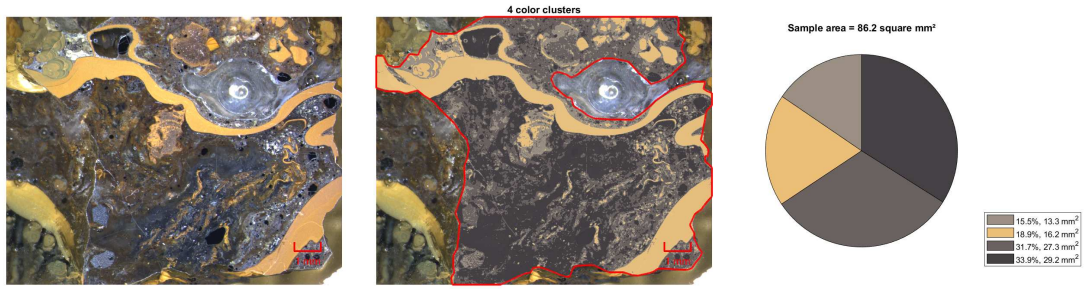
Figur F.14: Bildeanalysen av prøve *F-9.1*



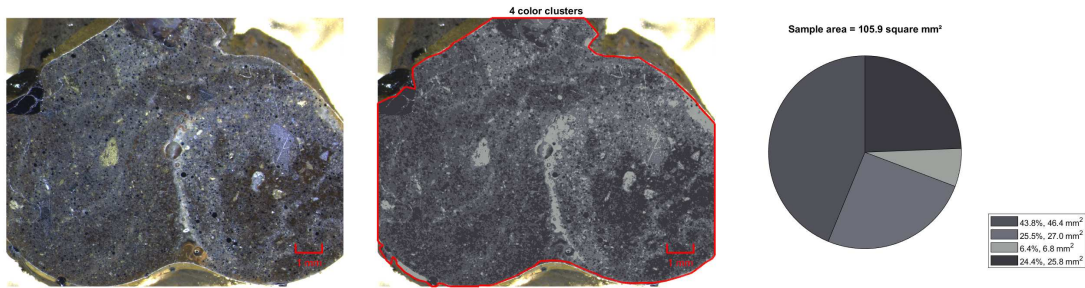
Figur F.15: Bildeanalysen av prøve *S-10.1*



Figur F.16: Bildeanalysen av prøve *F-11.1*



Figur F.17: Bildeanalysen av prøve *S-12.1*



Figur F.18: Bildeanalysen av prøve *S-12.2*

