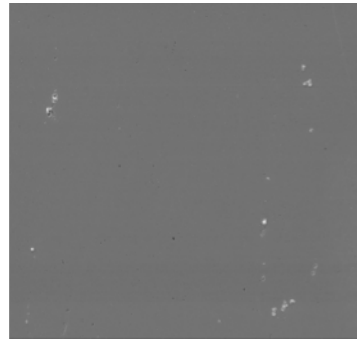
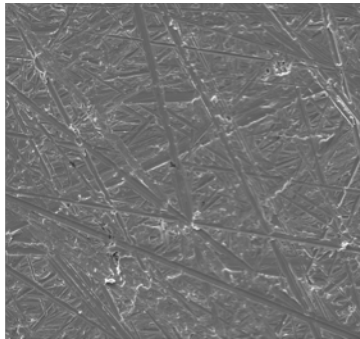
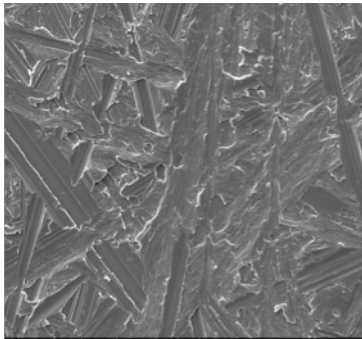




CHALMERS



Högtemperaturkorrosion av FeCrAl-materialiet Kanthal APMT

Ytbehandlingens effekt på oxidbildningen

Examensarbete inom högskoleingenjörsprogrammet Kemiteknik

SARA BRAZÉE

LINNÉA HANSSON

Institutionen för Kemi- och Bioteknik
Avdelningen för oorganisk miljökemi
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige 2014

Förkortningar:

BSE - Bakåtspridda elektroner

EDX - Energidispersivröntgenanaly

SE - Sekundära elektroner,

SEM- Svepelektronmikroskop

XRD - Röntgendiffraktion

Omslag: SE SEM-bilder över FeCrAl materialet Kanthal APMT med olika ytbehandling. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit slipning samt 1 μm polering. Se också figur 8.

Göteborg, Sverige 2014

Abstrakt

FeCrAl materialet Kanthal APMT används vid höga temperaturer i korrosiva miljöer. För att öka materialets hållbarhet och livslängd undersöks i detta projektet hur materialet kan ytbehandlas med slipning eller polering för att öka dess motstånd mot korrosion. Tre olika ytbehandlingar undersöktes, 80 grit, 320 grit samt 1µm. Varje slipning eller ploering applicerades på vardera tolv stycken prover. Hälften av proverna från samtliga ytbehandlingar föroxiderades vid 900°C resterande prover föroxiderades vid 1100°C. Oxidbildningen på de exponerade proverna undersöktes. Därefter behandlades proverna med KCl och cyklades vid 600°C i 24 timmar per cykel tills oxiden fallerade. Resultaten från de SEM/EDX, XRD analyser som genomfördes visade att proverna som oxiderats vid 1100°C bildade en mer skyddande oxid än de vid 900°C. Slipningen som bäst stod emot korrosion efter en saltcykel var 1 µm provet från föroxideringen vid 1100°C. Det observerades att korrosionen ofta initieras på provernas kanter som efter föroxideringen var rikare på defekter som sprickor och flakor i oxiden.

Keywords: Kanthal APMT, FeCrAl, högtemperaturkorrosion, KCl, aluminiumoxid

Innehållsförteckning

Abstrakt.....	1
1. Introduktion.....	2
2. Teori.....	3
2.1 Spontanitet och Gibbs fria energi.....	3
2.2 Oxidation vid högre temperaturer	4
2.3 Defekter	4
2.4 Diffusion	5
2.5 Kinetik.....	5
2.6 Passivitet	6
2.7 Aluminiumoxid.....	7
2.8 Reaktiva element.....	7
2.9 KCl påverkan på korrosion av Kanthal APMT	7
3. Analysmetoder	8
3.1 Röntgendiffraktion (XRD)	8
3.2 Svepelektronmikroskop (SEM).....	10
3.3 Energidispersivröntgenanalys (EDX)	11
4. Metod	11
4.1 Slipning	12
4.2 Tvättning	13
4.3 Vägning.....	13
4.4 Horisontell rörugn	13
4.5 Föroxidering.....	13
4.6 Exponering med KCl	14
5. Resultat	14
5.1 SEM-analys av oexponerade ytor.	14
5.2 Massökningsanalys av föroxiderade prover, 900°C respektive 1100°C.....	15
5.3 XRD-analys.....	16
5.3.1 XRD på föroxiderade prover	16
5.3.2 XRD på saltade prover	17
5.4 SEM/EDX analys av prover som föroxiderats vid 900°C.	18
5.5 SEM/EDX-analys på prover som föroxiderats vid 1100°C	20

5.6 SEM/EDX-analys på KCl behandlade prover från föroxideringen vid 900°C.	21
5.7 KCl behandlade prover från föroxideringen vid 1100°C, SEM/EDX.	23
6. Diskussion	25
6.1 Jämförelse mellan ytbehandlingarna	25
6.1.1 Föroxiderade prover	25
6.1.2 Saltade prover	26
6.2 Korrosion lokaliserad till kanterna	26
6.3 Jämförelse mellan oxiden på de olika slipningarna från 900°C respektive 1100°C exponeringarna.	26
6.4 Framtida arbete:	27
7. Slutsats	28
8. Tack	29
9. Referenser	30
10. Appendix	31
10.1 Oexponerade prover	31
10.2 Mapping över område med ansamling av reaktiva element	32
10.3 Saltade prover	34

1. Introduktion

Högtemperaturkorrosion är idag ett vanligt förekommande problem inom industrin, där många processer arbetar i miljöer vid temperaturer från 500°C och högre. De höga temperaturerna ställer stora krav på materialet som används eftersom korrosionshastigheten ökar och applikationen riskerar att falla. I biomass- och avfallseldade pannor är miljön högt korrosiv bl.a. på grund av en hög temperatur i samband med närvaron av salt. Idag är det vanligt att material innehållande krom som bildar en kromoxid används i denna typ av pannor. Kromoxiden är en känd skyddande oxid, men vid dessa extrema miljöer fallerar kromoxiden och materialet kommer till skada. Därför undersöks möjligheterna att hitta ett bättre lämpat material som har större förmåga att stå emot korrosionen och ge pannorna en längre livslängd.

Kanthal APMT (advanced powder metallurgical technology) är en FeCrAlMo legering som har potential att kunna ersätta kromlegeringarna. Vid temperaturer över 1000°C bildas på Kanthalmaterialet en skyddande α -aluminiumoxid som sänker korrosionshastigheten trots den höga temperaturen. Detta skyddande lager har dock visat sig komma till skada och få sämre skyddande förmåga då metallen kommer i kontakt med salt som kaliumklorid, KCl[1]. Att materialet fallerar antas vara kopplat till defekter i oxiden kring vilka korrosionen initieras och sedan sprids. För att öka livslängden på Kanthal APMT vill man undersöka olika sätt att behandla ytan för att förbättra materialets motståndskraft mot korrosion. En ökad livslängd hos materialet hade inte bara varit ekonomiskt fördelaktigt utan hade dessutom varit en lättnad för miljön.

Målet med den här experimentella studien har varit att undersöka om oxidkvaliteten och därmed livslängden på FeCrAl-materialet Kanthal APMT vid högre temperaturer kan optimeras genom att polera eller slipningsbehandla ytan. Tre olika ytbehandlingar har undersökts, 80 grit respektive 320 grit slipning samt en polering ner till 1 μ m. Samtliga ytbehandlingar föroxiderades vid två olika temperaturer, 900°C och 1100°C i 24 timmar som därefter behandlades med saltet KCl och exponerades vid 600°C i 24 timmars cykler. Motståndskraften hos oxiden på de olika slipningarna/poleringarna i en KCl miljö har undersökts med hjälp av analysmetoderna svepelektronmikroskopi/energidispersivröntgenanalys (SEM/EDX), röntgendiffraktion (XRD) samt vägning för att bestämma massökningen.

2. Teori

Reaktionen mellan ett oxidationsmedel, vanligen syre, och en metall eller legering kallas oxidering. Denna reaktion konsumerar metallen och bildar istället en oxid. I fallet då järn oxideras omnämns oxiden som rost i dagligt tal. Reaktionsformeln för då en godtycklig metall reagerar med syre och bildar en metalloxid kan skrivas[2][3]:



2.1 Spontanitet och Gibbs fria energi.

Att oxidbildning är den spontana reaktionsriktningen för reaktion (1) och därför ett så frekvent förekommande fenomen kan förklaras med hjälp av Gibbs fria energi och det faktum att föreningar i naturen strävar efter att ha så låg energi som möjligt[3][4]. Formeln för Gibbs fria energi presenteras i ekvation (2) där H står för entalpi T för temperatur och S för entropi.

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (2)$$

ΔG för en specifik reaktion kan beräknas genom ekvation (3) där termerna i högerled beräknas genom summering av ΔG från ekvation (2) för alla produkter respektive reaktanter i reaktionen.

$$\Delta G_{reaktion} = \sum \Delta G_{produkter} - \sum \Delta G_{reaktanter} \quad (3)$$

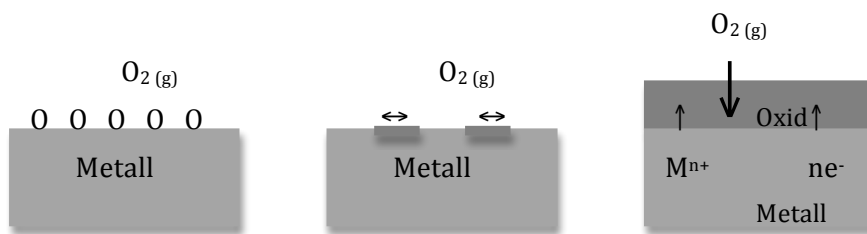
För att en reaktion skall vara spontan krävs att ΔG i (3) är negativt. För att ΔG skall bli negativt krävs att produkterna har en lägre energi än reaktanterna i reaktionen, vilket är sant för oxidering av en metall eller legering.

Det kan förklaras genom att titta på i vilken form metaller existerar i naturen. Där är metall i regel bundet i föreningar som oxider och mineral, former som har låg energi. För att få en ren metall krävs en betydande tillförsel av energi. Vid oxidering enligt reaktion (1) återgår metallen till sitt naturliga tillstånd och den energi som tillförts vid förädlingen frigörs[2]. Detta ger reaktionen ett negativt ΔG . Det skall tilläggas att även om vi kan bestämma i vilken riktning reaktionen går så vet vi av detta inget om reaktionshastigheten.[5]

2.2 Oxidation vid högre temperaturer

I det speciella fallet då syrgas i luft agerar som oxidationsmedel på en metall under hög temperatur inleds oxidationen med att syremolekylerna bryts upp och absorberas av metallen. Väl absorberad reagerar syret med metallen enligt den spontana reaktionen som beskrivs i (1)[2]. Oxiden kärnbildar vid ytan, ofta i samband med korngränser i metallen, och fortsätter att växa utmed metallytan tills en kontinuerlig oxid täcker hela materialet. Se Figur 1.

När ett första lager av oxid har bildats på metallytan resulterar det i en separation av de två reaktanterna och den vidare oxidationen blir beroende av diffusion av metall- och syrejoner samt elektroner genom oxidskiktet. Diffusion, eller transport av joner, är en energikrävande process, då jonerna skall bryta loss från sina platser i oxidgittret och flyttas till en ny plats. Transporten sker framförallt i materialets korngränser och via defekter i materialet då det kräver mindre energi.



Figur 1. Schematisk bild över högttemperaturoxidationens tre steg

2.3 Defekter

Då en helt felfri oxid bara är ett möjligt tillstånd av miljontals andra defekta konstruktioner kommer det alltid att bildas en viss mängd defekter i oxidgittret för att öka dess entropi, betecknas S , och därmed sänka den fria energin[5]. Entropi beskrivs som strävan efter ökad oordning.

Vanliga typer av defekter är håligheter i oxidgittret som kallas vakanser, interstitiella atomer vilket innebär att en atom är placerad mellan de ordnade atomerna i gittret, dislokationer även kallat linjedefekter är en annan typ av defekt som ofta ansamlas i materialets korngränser [6]. Beroende på vad för defekter som dominerar kommer oxiden att växa inåt eller utåt. En oxid med framförallt syrevakanser eller en oxid i en miljö med syreöverskott kommer att växa inåt. En oxid med framförallt metalljonsvakanser eller med en hög halt av interstitiella metalljoner kommer att växa utåt.

2.4 Diffusion

Interstitiell diffusion och substitutionell diffusion, är två typer av diffusion i oxidgittret där den senare kräver mer energi. Interstitiell diffusion innebär att en atom rör sig i hålrummen mellan de ordinarie gitterplatserna, substitutionell diffusion kallas det då atomer placerade på de ordinarie gitterplatserna rör sig från en gitterplats till en annan. För att en substitutionell diffusion skall äga rum måste en vakans vara närvarande [7].

Short-circuit diffusion är diffusion som sker i de defektrika korngränserna, denna typ av diffusion har en betydligt lägre aktiveringsenergi än diffusionen i oxidgittret och går därmed snabbare[4].

Då metaller och legeringar utsätts för höga temperaturer ökar diffusionen av joner genom oxiden ner till metallytan tack vare att mer energi tillförs [8] [4] [7]. Arrheniusuttrycket, (4) beskriver hur en ökad temperatur innebär en ökad diffusion. I formeln betecknas temperaturen med T, R är den allmänna gaskonstanten, E_a är aktiveringsenergin och D_0 är en konstant [7].

$$D = D_0 e^{(E_a/RT)} \quad (4)$$

2.5 Kinetik

Oxidbildningens hastighet och utsträckning kan mätas genom att titta på den massökning som sker över tid då mer oxid bildas på materialet[1]. Oxidationshastigheten kategoriseras i regel in i någon av de tre hastighetsekvationerna linjär, parabolisk, eller logaritmisk. Kurvorna fås genom att plotta exponeringstiden mot massökningen.

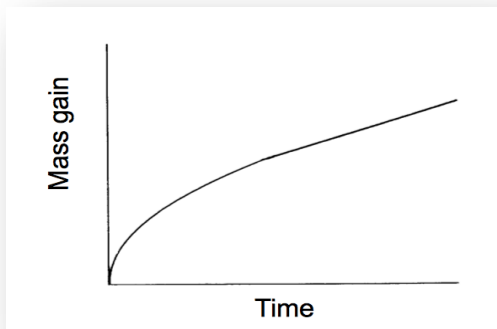
I vårt fall är den paraboliska hastighetsekvationen, figur 2, av störst intresse då den är sann för de flesta högttemperaturs oxidationer[4][2]. Ekvation (5) beskriver den paraboliska hastighetskurvan där x står för massökningen, t för tiden, K_p är den paraboliska hastighetskonstanten och C är en konstant.

$$X^2 = K_p \cdot t + C \quad (5)$$

och hastighetskonstanten K_p i den paraboliska hastighetsekvationen beror även av syrepartialtrycket enligt ekvation (6)

$$K_p = C \cdot p_{O_2}^{(1/n)} \quad (6)$$

Initialt, innan en heltäckande oxid har hunnit bildas sker oxidationen mycket snabbt, men när hela ytan har oxiderat sänks oxidationshastigheten på grund av att en vidare oxidation nu är begränsad av den diffusion av kat- och anjoner, samt elektroner som nu måste ske genom oxiden. Det är när diffusionen blivit det hastighetsbestämmande steget som hastighetskurvan planar ut och får sin karakteristiska form, se figur 2[2].



Figur2. Skiss över en paraboliskhastighetskurva från den paraboliska hastighetsekvationen.

2.6 Passivitet

Oxiden kan själv, eftersom den separerar reaktanterna, markant sakta ner den vidare bildningen av oxid vilket benämns som passivitet. En oxid som begränsar sin egen tillväxt kallas passivfilm och är i regel tunn och måste besitta egenskaper som gör den långsamtväxande och stabil. [2]

För att kunna betecknas som passiverande bör oxiden fästa bra vid materialet samt vara kontinuerlig med få defekter så att diffusion av joner minimeras, den bör heller inte ha för hög ledningsförmåga. En hög smältpunkt är att föredra och oxiden bör ej heller vara lättflyktig. För att minska risken för flagnings vid termisk stress bör oxiden och metallens (eller legeringens) volymer variera på samma sätt vid temperaturvariationer, det vill säga, de skall ha liknande termiska expansions koefficienter[2]. En av de kända oxiderna som klassas som passiverande vid höga temperaturer är aluminiumoxid, vilket också är den oxid som FeCrAl legeringar bildar vid exponering i höga temperaturer[2].

2.7 Aluminiumoxid

Vid temperaturintervallet 900 till 1100°C finns det studier som visar på att FeCrAlMo legeringens alla komponenter oxideras initialt och bildar ett tunt oxidlager, därefter bildas metastabil aluminiumoxid som sedan omvandlas till α -Al₂O₃[1][4]. När α -strukturen breder ut sig sjunker tillväxtshastigheten av oxid markant. Aluminiumoxiden har två tillväxts riktningar, både inåt och utåt. Den utåtväxande α -Al₂O₃ oxiden, närmast oxidationsmedlet antar formen av likaxliga korn medans den inåtväxande α -Al₂O₃, närmast legeringen bildar korn som är mer avlånga till formen. De båda strukturerna skiljs av det tunna bandet av den initialt bildade oxiden som är rikare på krom och järn.[9]

α -formen av aluminiumoxid dominerar vid högre temperaturer, över 1000 °C, och har visat sig vara en mycket skyddande oxid tack vare den låga halten av defekter vilket gör att diffusionen av joner kraftigt begränsas[10][4]. Däremot har aluminiumoxiden en tendens att flaga, något som kan åtgärdas genom att tillsätta en liten mängd reaktiva element i legeringen. En liten grad av flagning kan materialet själv laga genom att låta ny aluminiumoxid bildas på det blottade området, men om flagningen blir för omfattande kommer materialet att utarmas på aluminium och därmed inte längre kunna bilda tillräckligt mycket ny aluminiumoxid. I ett sådant scenario kommer järn och kromoxid att bildas istället, oxider som inte har lika skyddande egenskaper.

Vid lägre temperaturer kan aluminium även bilda metastabila oxider som ofta har sämre passiverande egenskaper än den termodynamiskt stabila α -formen. Anledningen till att metastabila oxider såsom γ -, δ - eller θ -Al₂O₃ dominerar vid de lägre temperaturerna beror på att α -strukturen kärnbildar betydligt långsammare under mildare förhållanden[10][4].

2.8 Reaktiva element

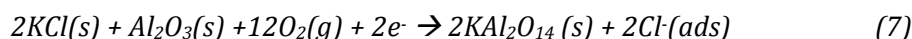
För att öka materialets motståndskraft mot korrosion tillsätts till legeringen reaktiva element såsom yttrium, hafnium och zirkonium. Vid tillsatts av dessa ämnen ökar oxidens vidhäftning till metallen vilket minskar risken att flagning uppstår.[3][9]

2.9 KCl påverkan på korrosion av Kanthal APMT

En reaktionsmekanism som försöker förklara korrosion i samband med salt är "kloridcykeln" [11 ws.287]. Mekanismen innebär att klorgas diffunderar genom oxidlagret, reagerar med metallytan

och diffunderar ut till oxidytan där en dåligt skyddande oxid bildas. Denna förklaring har dock vissa problem som diskuteras i Israelsson N[1]. Där presenteras istället en elektrokemisk mekanism för reaktionen då en FeCrAl-legering reagerar med KCl. Denna mekanismen innebär att joner, metall- och klorjoner, och elektroner kan transporteras i korngränserna genom oxidlagret, tillskillnad från kloridcykeln där klogasmolekylen föreslås diffundera genom oxiden. Korrosionsmekanismen som beskriver reaktionen då KCl reagerar med ett FeCrAl-material visas nedan: [1]

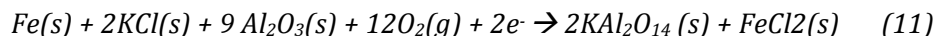
Oxidyten:



Mellanlagret metall/oxid:



Summareaktionen (för reaktionen med Fe, liknande reaktioner för Cr, Al):



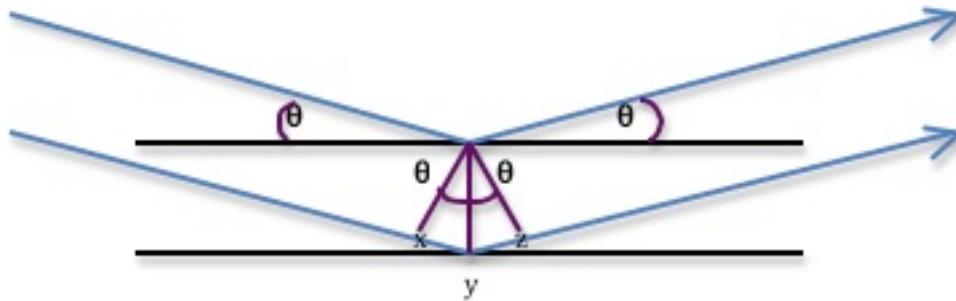
3. Analysmetoder

Flertal metoder för att analysera metaller och dess oxider finns utvecklade idag. Med hjälp av de avancerade instrumenten kan information om provets morfologi, topografi, sammansättning och kristallstruktur erhållas. I detta projekt användes SEM, EDX, XRD för att analysera den bildade oxiden på Kanthal APMT.

3.1 Röntgendiffraktion (XRD)

Röntgendiffraktion (XRD) är en analysmetod som används för att bestämma metallers kristallstruktur. Under analysen utsätts provet av röntgenstrålning som är en form av elektromagnetisk strålning där energirika vågor med kort våglängd och hög frekvens sänds ut. Strålning av en viss våglängd, λ , sänds ut och interagerar med provet vilket leder till ett diffraktionsmönster som kan analyseras. Den utsända röntgenstrålningen kolliderar med

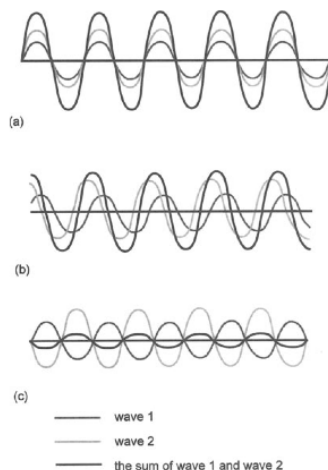
atomernas elektroner och energin från strålningens fotoner absorberas av atomen och emitteras sedan i olika riktningar. De elektromagnetiska vågorna är i fas när de når provet men kan beroende på avståndet mellan atomerna reflekteras ut i fas eller inte i fas. [12][5]



Figur 3. Förklarar Braggs lag.

I figur 3 förklaras hur strålningen kommer i kontakt med provet. De svarta linjerna representerar kristallplan, de blå strålningens väg. Strålningen sänds mot provet i en vinkel θ och kolliderar med elektronerna. I de underliggande kristallagrena färdas fotonerna $xy+yz$ längre sträcka än den strålning som utsätter de överliggande lagren.

Vågorna som reflekteras ut från provets kristallplan överlappar och resulterar i en våg med en amplitud som är summan av de enskilda vågornas amplitud, Figur 4. [12][5]



Figur 4. Bilden visar hur strålningsvågor sammanlänkas när de är a) i fas, b) ur fas, c) 180° ur fas. [12]

Är den reflekterade strålningen inte i fas, figur 4c, uppstår destruktiv interferens. Är den reflekterande strålningen i fas, figur 4a, kommer vågorna ge konstruktiv interferens sk. diffraktion.

Då gäller att avståndet $xy+yz=n\lambda$ där n är ett heltal, $n=1, 2, 3\dots$ och λ är våglängden. För konstruktiv interferens tillämpas Braggs lag som ger ett samband mellan strålningens våglängd λ med avståndet mellan atomerna, d .

$$\text{Braggs lag: } n\lambda = 2d \sin\theta \quad (12)$$

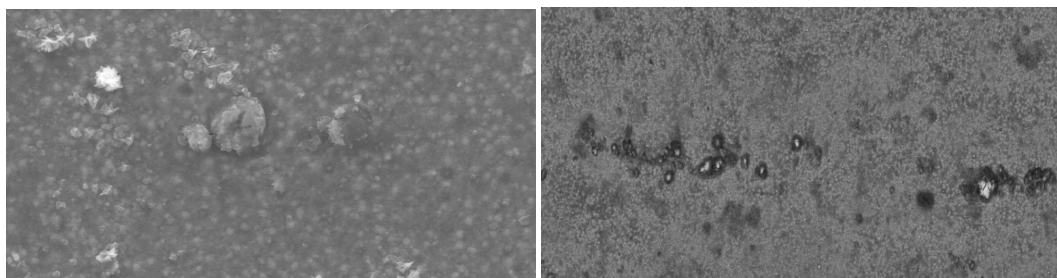
I detta projektet användes en Siemens D 5000 GI-XRD.

3.2 Svepelektronmikroskop (SEM)

SEM är en metod som används för att karaktärisera provets sammansättning och ger högupplösta bilder av provets topografi. En elektronstråle sveper över provet och får elektronerna att interagerar med provets atomer vilket resulterar i signaler i form av sekundära elektroner, bakåtspridda elektroner och röntgenstrålning. Dessa signaler kan detekteras och ger information om provets kemiska sammansättning och yttopografi.

Sekundära elektroner, SE, är mindre energirika elektroner som emitteras från atomerna efter att elektroner från elektronstrålen kolliderat med löst bundna elektroner i provets atomer. [13] SE som detekteras av detektorn emitteras från atomer i provets yta [13] och ger information om provets topografi.

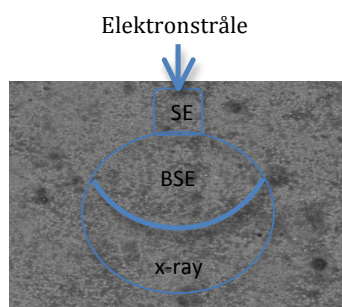
Bakåtspridda elektroner, BSE, är energirika elektroner från elektronstrålen som efter att ha kolliderat med atomer i provet blivit bakåtspridda ut ur provvolymen och detekteras av en detektor. BSE reflekteras från atomer djupare ner i provet än SE och dess energimängd ligger mellan elektronstrålens och de sekundära elektronernas energimängd. BSE ger information om provets kemiska sammansättning i form av färgkontraster mellan de olika ämnena beroende på atomnummer. [13] Figur 5 visar skillnaden mellan SE och BSE bilderna.



Figur 5. a) SE-bild som visar provytans topografi. b) BSE-bild som ger kontrast beroende på elementkompositionen.

Röntgenstrålningen som avges från provet gör det möjligt att identifiera den kemiska sammansättning då den emitterade strålningen är specifik för ett visst element. När elektronstrålen fokuseras på provet kommer elektroner från strålen att interagera med atomens elektroner genom att skjuta ut en elektron i ett av atomens inre skal, vilket leder till en tom elektronplats. Denna plats kommer sedan att fyllas med en elektron från ett yttre atomskal samtidigt som energi i form av strålning avges från provet. Den avgivna energin är karaktäristisk för varje element vilket leder till att provets elementära sammansättning kan avgöras.[13]. Figur 6 visar att röntgenstrålningen interagerar med atomer som ligger längre från ytan än SE och BSE.

I projektet användes FEI Quanta 200 FEG ESEM. Elektronstrålen var på 20 kV, vilket ger signaler ca 1µm ner i oxiden vid EDX analys.



Figur 6. Schematisk bild som visar att röntgenstrålningen interagerar med atomer som ligger längre från ytan än SE och BSE.

3.3 Energidispersivröntgenanalys (EDX)

Till ett svepelektromikroskop kan en EDX-detektor vara kopplad. Detektorn fångar upp den emitterade röntgenstrålningen och ger både kvantitativ och kvalitativ information om provets sammansättning. [13] Med EDX möjliggörs kartläggning av elementsammansättningen i provet i form av mapping eller punktanalys.

4. Metod

Materialet Kanthal APMT med sammansättningen 5% Al, 21% Cr, 3% Mo, balans Fe [14] användes i projektet och tillhandahölls av Sandvik AB. Inför experimenten delades materialet upp i 15x15x2mm prover. Provförberedningen beskrivs i texten nedan.

4.1 Slipning

Inför de planerade testerna förbereddes 12 st prover av vardera 80 grit, 320 grit och $1\mu\text{m}$:s slipning och polering, totalt förbereddes 36 prover. De $15\times 15\times 2\text{mm}$ skurna proverna tvättades inledningsvis av för att avlägsna eventuella fett och oljerester, detta för att proverna skulle fästa bättre vid provplattan under slipningen. Därefter förbereddes materialytorna enligt beskrivningen nedan:

80 och 320 grit

Provernas kanter/kortsidor slipades med hjälp av RotoPol – 31 i vilken ett Si-C papper med grovhet 80 respektive 320 grit lades. Därefter monterades proverna i en cirkel på provplattan till TegraPol – 31 och slipades i 20 sekunder med ett tryck på 180 N^* mot ett Si-C papper med grovheten 80 respektive 320 grit. För att kompensera för slitningen av slippappret och därmed risken att slipningen blir finare än önskat sattes ett nytt Si-C papper med respektive grovhet in mot vilken proverna slipades i 5 sekunder. Proverna slipades på samma sätt på båda ytorna.

$1\mu\text{m}$

Provernas kanter/kortsidor slipades med hjälp av RotoPol – 31 först med ett Si-C papper med grovheten 500 grit, och sedan ett med 1000 grit. Därefter lades en poleringsplatta av slaget Dur i maskinen. Denna fuktades med DP-lubrikant och diamantspray och kanterna polerades ner till $1\mu\text{m}$. De tolv proverna monterades sedan likt de föregående slipningarna på provplattan till TegraPol – 31 och slipades enligt följande program:

40 sekunder mot 320 grit Si-C papper med trycket 180 N .

4 minuter mot polerplatta Largo ner till 9mm , med trycket 180 N .

4 minuter mot polerplatta Dur ner till 3mm , med trycket 150 N .

4 minuter mot polerplatta Nap ner till 1mm , med trycket 120 N .

Mellan byterna av poleringsplatta togs plattan med proverna av och tvättades med vatten och diskmedel. Detta för att få bort korn och smuts från föregående polering så att de inte skadar den finare poleringen som följer.

*trycket är uträknat för 12 prover

4.2 Tvättning

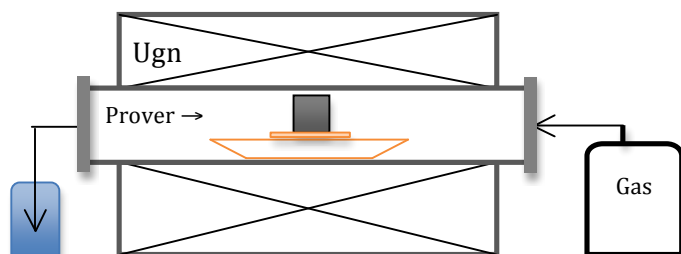
Efter slipningen och poleringen tvättades proverna i Elmasonic P ultraljudsbad. Proverna lades i en provhållare som fylldes med destillerat vatten, hållaren placerades i ultraljudsbadet och kördes i tio minuter. Därefter tas hållaren med prover ut och vattnet byttes mot acteon och kördes i ytterligare tio minuter. Acetonen byttes sedan ut mot etanol och proverna kördes en sista gång i tio minuter. Tillsist torkades proverna med hjälp av ett luftflöde.

4.3 Vägning

När proverna slipats, polerats och tvättats och torkats vägdes de. Varje prov vägdes två gånger.

4.4 Horisontell rörugn

En horisontell rörugn användes både för föroxidering och för exponering med KCl. Till respektive ugn kopplades ett gassystem med tillförsel av 40 ml/min syrgas och 160 ml/min kvävgas, denna gastillförseln användes vid alla exponeringar. Tre prover åt gången ställdes på en platta av aluminiumoxid. Provplattan med prover ställdes sedan på en båt av aluminiumoxid och fördes in i röret på ugnen. Röret var av aluminiumoxid i föroxideringsugnen och av glas i ugnen för exponering med KCl. Proverna föroxiderades i 24 timmar och exponerades med KCl i 24 timmars cykler, placerade längsmed gasflödet i ugnarna för att undvika kontaminering. Figur 7 Schematisk bild på en Horisontell rörugn.



Figur 7. Schematisk bild på en Horisontell rörugn.

4.5 Föroxidering

Proverna föroxiderades vid 900°C respektive 1100°C i 24 timmar för att få en skyddande aluminiumoxid. Innan proverna fördes in i ugnen bestämdes zonen där temperaturen var som högst och 900°C respektive 1100°C ställdes in. Proverna exponerades tre och tre och två exponeringar

gjordes vid varje temperatur. Sammanlagt exponerades sex prover av varje slipning vid vardera temperatur.

4.6 Exponering med KCl

Efter att proverna föroxiderades valdes ett prov från varje slipning från vardera temperatur ut, sammanlagt sex prover, för att behandlas med KCl och sedan exponeras vid 600°C. Den eftersträvade saltmängden på provytorna var 0,2 mg/cm², vilket kontrollerades med hjälp av vägning. Proverna exponerades i 24 timmars cykler tills oxiden fallerade. Mellan cyklerna togs proverna ut ur ugnen, blev fotograferade och åter behandlade med KCl.

5. Resultat

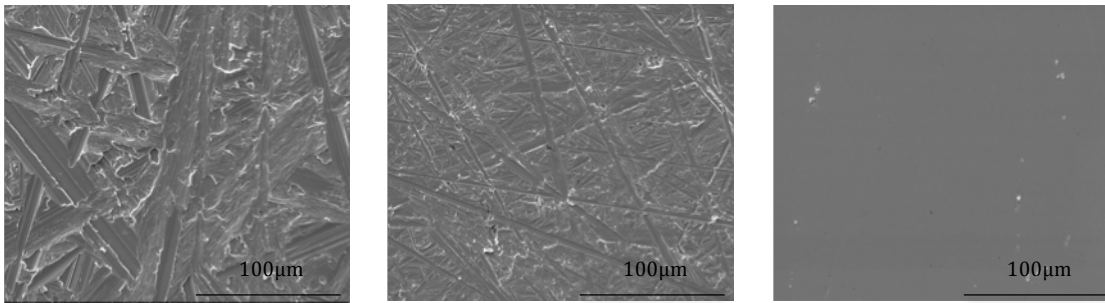
I detta avsnitt presenteras de data och resultat som erhållits från de tre analysmetoder som utförts på proverna. Analysmetoderna var SEM/EDX, XRD samt vägning av proverna före och efter exponering för att mäta viktökningen. Resultatet från massökningen presenteras bara för de osaltade proverna, då vikterna för de prover som oxiderats med KCl flagat så kraftigt att de erhållna vikterna ej kan anses representativa. SEM och XRD presenteras dock för både enbart föroxiderade prover och för prover som föroxiderats och behandlats med KCl.

5.1 SEM-analys av oexponerade ytor.

De slipade proverna analyserades med SEM innan exponeringen för att undersöka om det fanns områden med defekter i basmaterialet som kan påverka oxidbildningen.

Topografibilderna visar de olika slipningarnas grovhet där, 80 grit provet uppvisar en ojämn yta med grova repor med genomsnittsbredden 11 µm. 320 grit ytan är även den repig och ojämn med genomsnittsbredden 2 µm på reporna. Bara 1 µm slipningen har en polerad och jämn yta.

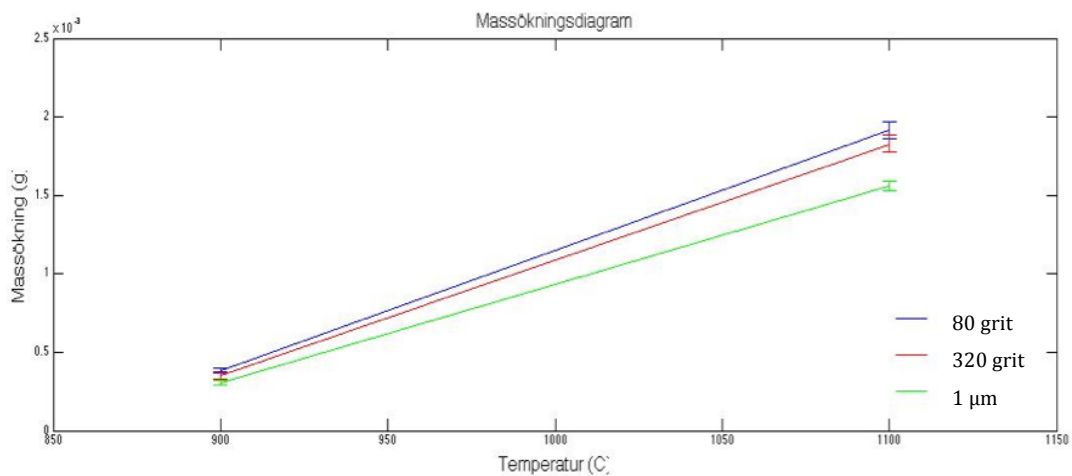
SEM-bilder på oexponerade ytor på de olika slipningarna presenteras i figur 8. På framförallt 1 µm provet kunde ansamlingar av reaktiva element detekteras, exempel på detta redovisas i appendix 10.1.



Figur 8. SEM-bilder av typen SE över oexponerade prover. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit 1 µm.

5.2 Massökningsanalys av föroxiderade prover, 900°C respektive 1100°C.

I figur 9 presenteras det massökningsdiagram som sammanställts utifrån de vikter som erhöles från vägningen före och efter föroxideringen. Massökningsdiagrammet visar att aluminiumoxiden är tjockare på 1100°C proverna än på 900°C. Vid 900°C har alla tre slipningar näst intill samma massökning. Vid 1100°C har det bildats mer oxid på provet som slipats till 80 grit, minst massökning ser vi på 1 µm provet. 80 grit proverna från både 900°C och 1100°C föroxideringen visar den största massökningen följt av 320 grit och 1 µm.



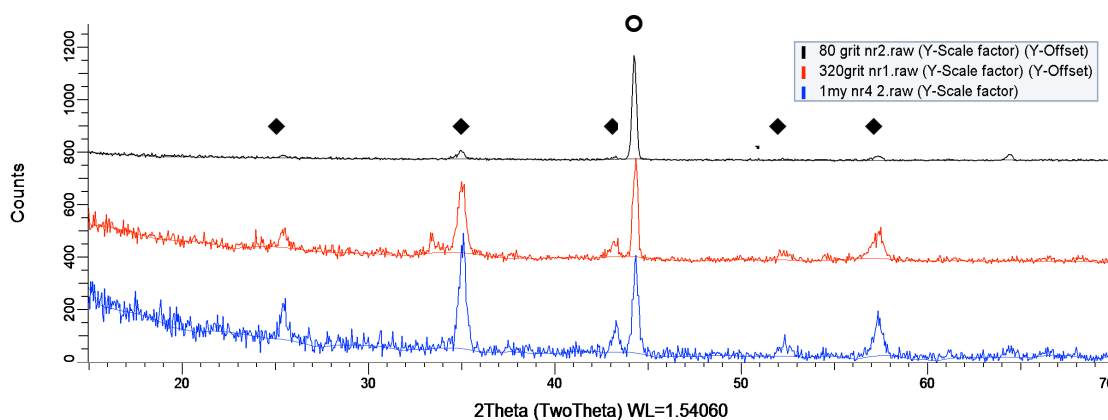
Figur 9. Massökningsdiagram för FeCrAl-proverna vid exponering vid 900°C samt 1100°C i 24 timmar.

5.3 XRD-analys

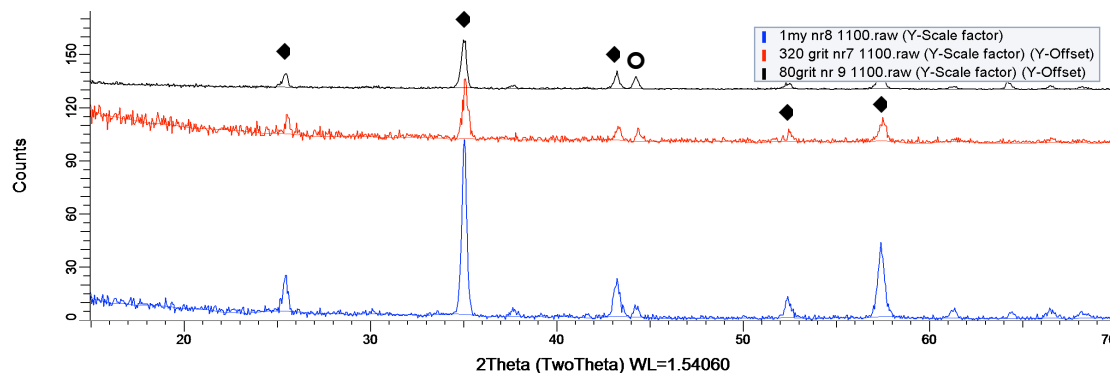
Nedan presenteras diffraktogram över alla tre ytbehandlingar från båda föroxideringarna. Utvalda diffraktogram över de prover som behandlats med KCl presenteras också.

5.3.1 XRD på föroxiderade prover

I diffraktogrammen från de olika proverna syns toppar som representerar aluminiumoxid och basmaterial. Diffraktogrammen normaliserades för att jämföra mängden aluminiumoxid som bildats. I figur 10 syns diffraktogrammen från 900°C exponeringen, i figur 11 visas diffraktogrammen från 1100°C exponeringen. Vid jämförelse av diffraktogrammen från 900°C och 1100°C exponeringarna kan man se att aluminiumoxiden är tjockare för alla tre slipningarna från exponeringen vid 1100°C. Detta eftersom basmaterialtopparna i 1100°C diffraktogrammet är mindre och aluminiumoxidtopparna mer framträdande. Diffraktogrammen från 900°C och 1100°C exponeringarna tyder även på att det bildats en tjockare aluminiumoxid på 1 µm provet jämfört med de grövre slipningarna.



Figur 10. Diffraktogram från 900°C exponeringen. Uppifrån 80grit, 320grit och 1µm. ○-Basmaterial, ◆-Aluminiumoxid.

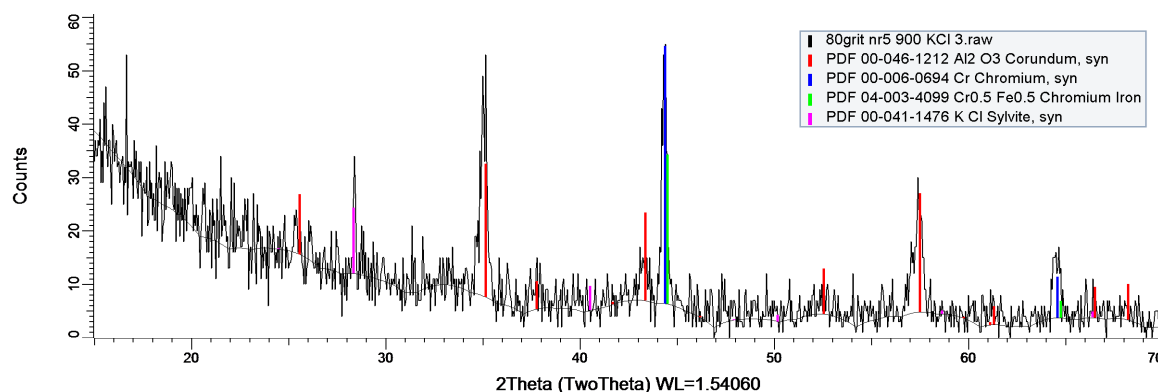


Figur 11. Diffraktogram från 1100°C exponeringen. Uppifrån 80grit, 320grit och 1μy. ○-Basmaterial, ◆-Aluminiumoxid.

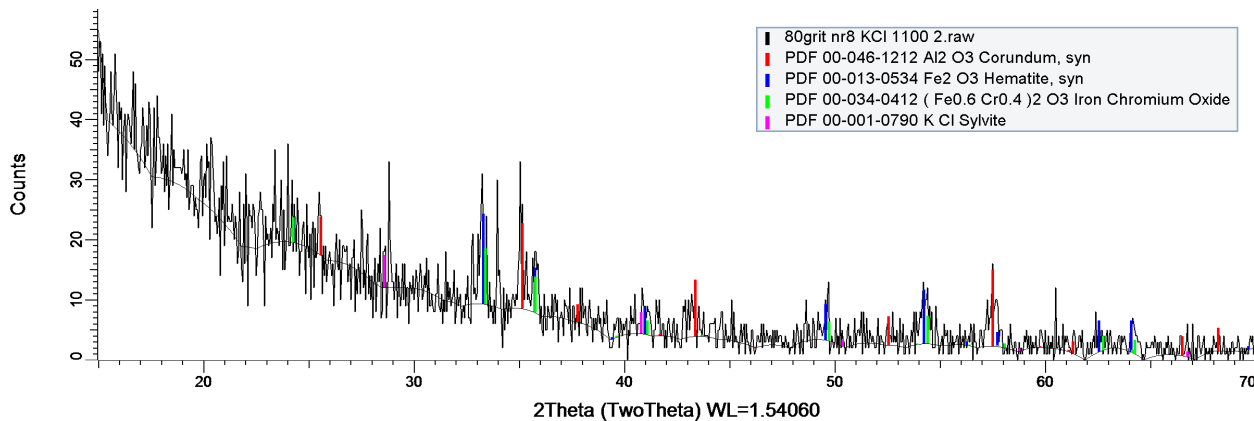
5.3.2 XRD på saltade prover

Enligt de diffraktogram som erhöles efter analys av de saltade 900°C proverna kunde aluminiumoxid och basmaterial urskiljas på alla tre. 80 grit provet var det enda som visade en tydlig topp för KCl. Diffraktogramen för 80 grit proverna som behandlats med KCl presenteras i figur 12, diffraktogramen för övriga prover redovisas ej, då de inte bidrar med någon ytterligare information. Kaliumkromat kunde svagt urskiljas på diffraktogramen från 320 grit och 1 μm proverna. Järn- och kromoxid var mest framträdande på 1 μm provet och kunde bara nätt och jämt urskiljas på de andra.

Även på 1100°C proverna var aluminiumoxidthoppen den mest framträdande om än något mindre på 80 grit provet. Ingen av proverna visade på KCl eller kaliumkromat. Järnoxidthoppen var störst på 80 grit provet och troligtvis närvarande men otydlig på de andra två.



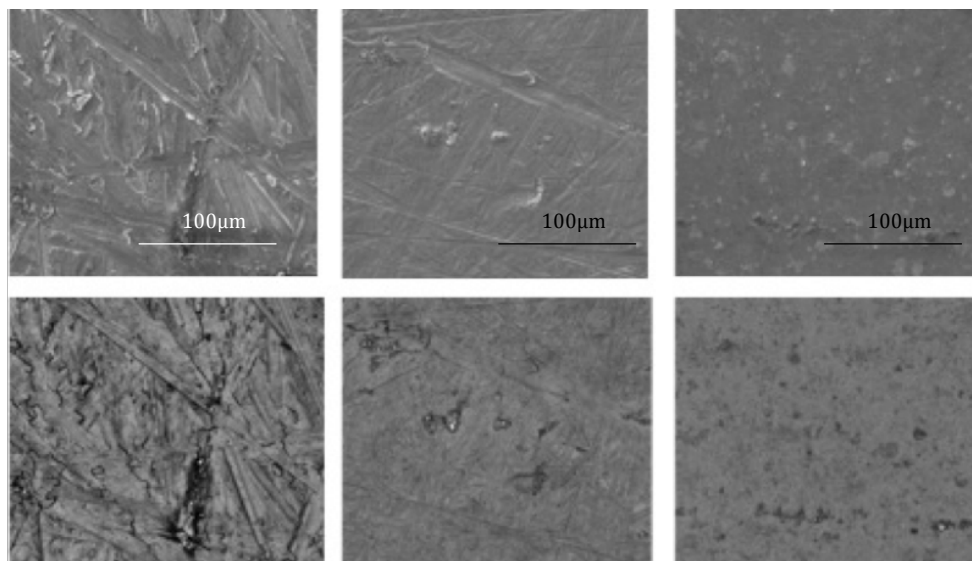
Figur 12a. Difraktogram över 80 grit provet från föroxideringen vid 900 °C som behandlats med KCl.



Figur 12b. Difraktogram över 80 grit provet från föroxideringen vid 1100 °C som behandlats med KCl.

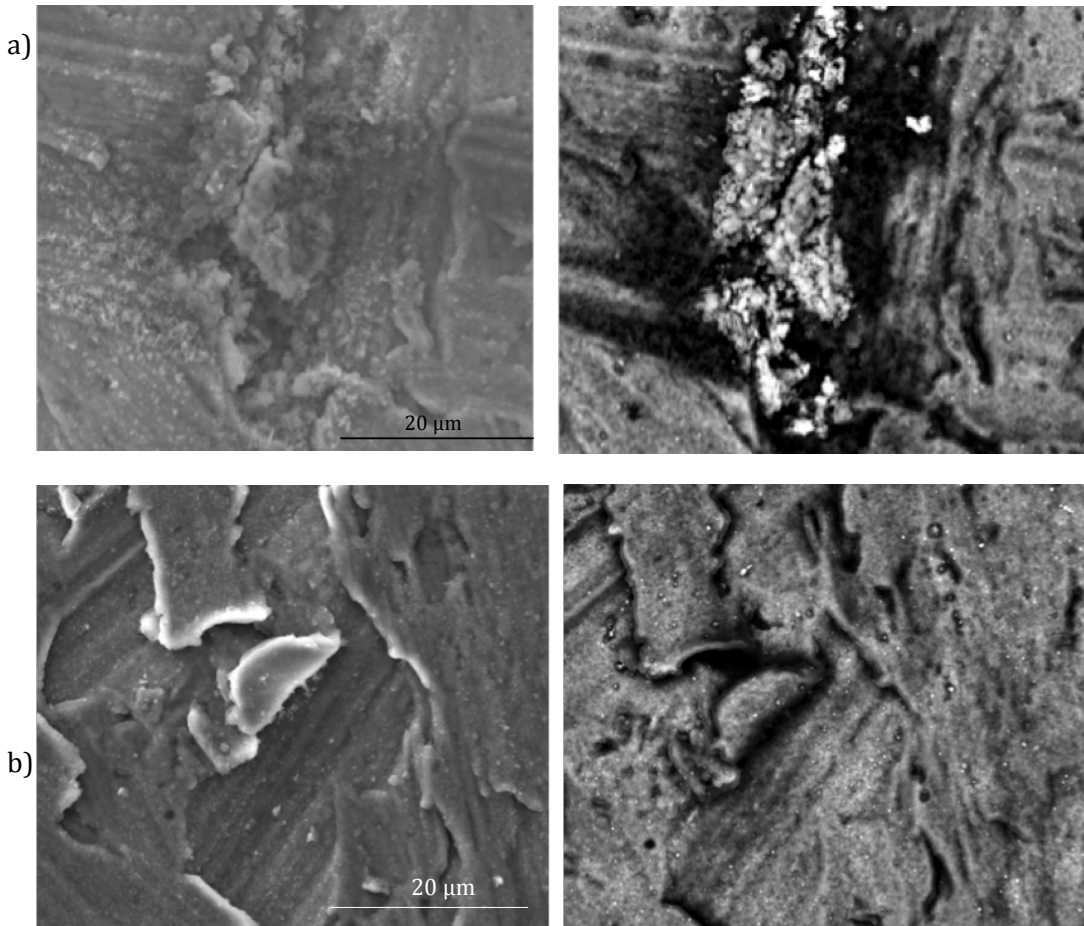
5.4 SEM/EDX analys av prover som föroxiderats vid 900°C.

En översiktlig vy över de tre slipningarna kan ses i figur 13 som visar SEM-bilder tagna efter exponering vid 900°C i 24 timmar, där en tunn skyddande aluminiumoxid bildats på ytorna. 80 grit provet var rikt på fördjupningar (fig 14b) och flikningar (fig 14a) i ytan, i vissa fördjupningar påträffades ansamlingar av reaktiva element och i samband med dem hittades järnoxid och en blandliknande aluminiumoxid, vilket är karakteristiskt för de metastabila formerna av aluminiumoxid. I figur 14a presenteras SEM-bilder över påträffade fördjupningar med reaktiva element, järnoxid samt bladoxid. Figur 14b visas SEM-bilder över den flikstruktur som var vanligt förekommande på 80 grit provets yta.



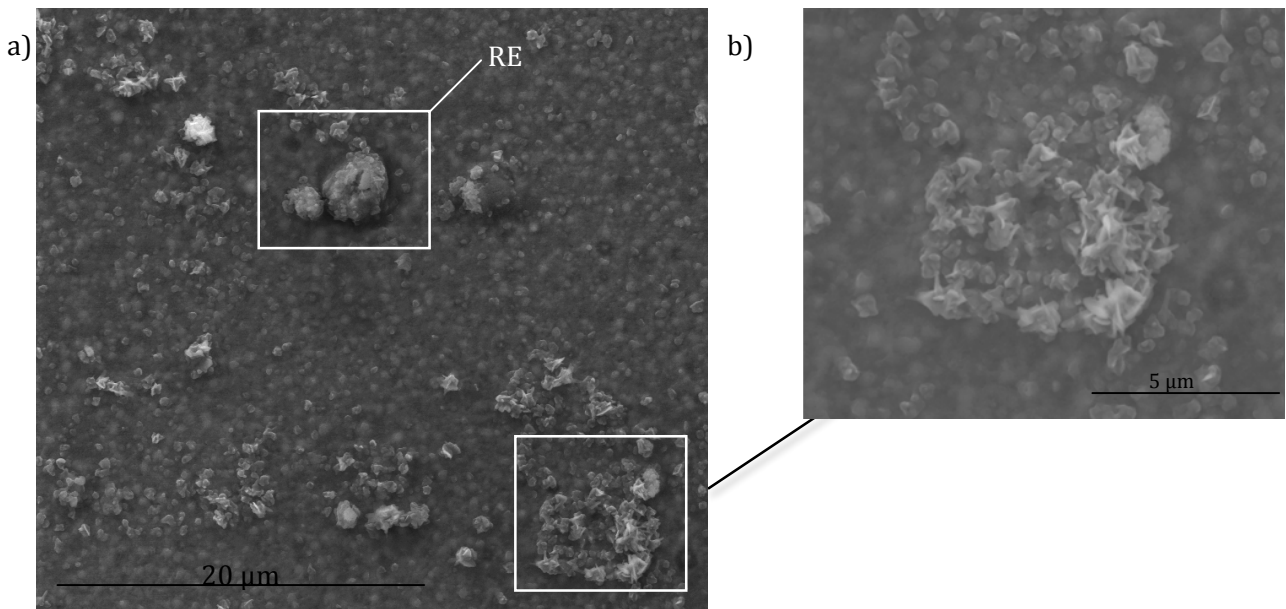
Figur 13. SEM-bilder över föroxiderade prover vid 900 °C i 24 timmar. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit 1 µm. Övre raden visar SE bilder och undre raden BSE.

Över området som visas i figur 14a gjordes även en EDX mapping vilken presenteras i appendix 10.2. Utifrån den analysen framgick att reaktiva elementen Y och Zr ansamlats i fördjupningen som visas i bild 14a. EDX analysen visade också att det fanns fläckar av krom som kan associeras med närvaron av Mo i området kring fördjupningen.



Figur 14. SEM-bilder från ett 80 grit prov som föroxiderats vid 900°C i 24 timmar. Översta raden visar en fördjupning med reaktiva element, syns i BSE- bilden tillhöger, som omgärdas av bladliknande Al_2O_3 , syns i SE bilden till vänster. Den undre raden visar exempel på den flikstruktur som var vanlig på 80 grit provets yta.

På 320 grit provet förekom flikningar och öar av reaktiva element, dock fanns ingen bladliknande aluminiumoxid kopplad till dessa eller ytan i övrigt. Den bladliknande oxiden var däremot vanligt förekommande på 1 µm provet och återfanns jämt spridd över hela ytan. En 20000x förstoring som tydligare visar strukturen på den bladliknande aluminiumoxiden visas i figur 15b. Öar med reaktiva element likt de på 320 grit provet fanns också på 1 µm ytan, det kunde dock inte fastställas något samband mellan de reaktiva elementen och den bladliknande metastabila aluminiumoxiden, se figur 15a.



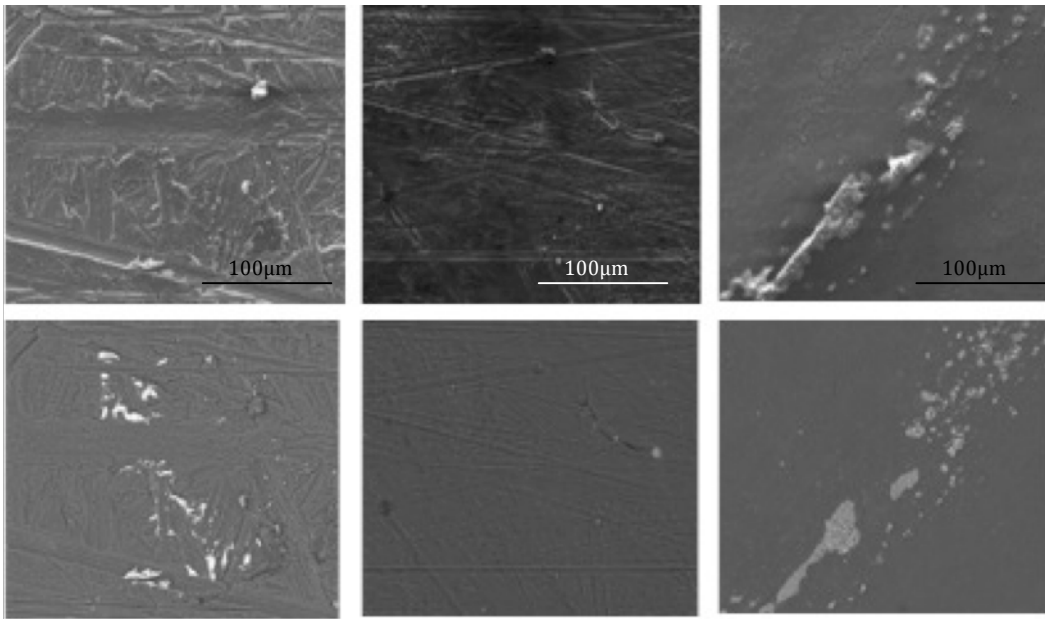
Figur 15. SEM-bild av typen SE från 1 µm provet som föroxiderats vid 900°C i 24 timmar. Bilden a) visar både reaktiva element samt den bladliknande aluminiumoxiden som ytterligare förstörats i b).

På alla tre proverna, 80 grit, 320 grit och 1 µm, syntes på BSE-bilder ljusa stråk av basmaterial vid kanter och hörn, vilket tyder på att defekter så som flagor och sprickor i oxiden framförallt bildas nära kanten.

5.5 SEM/EDX-analys på prover som föroxiderats vid 1100°C

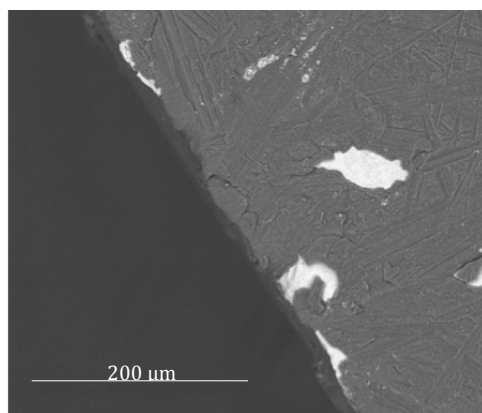
Alla prover som exponerats vid 1100°C hade bildat en jämn och kontinuerlig aluminiumoxid. Oxiden på 1100°C proverna uppfattades som något tjockare än den som bildats på proverna från 900°C exponeringen. På alla 1100°C proverna förekom flagningar och sprickor, ofta i närheten av kanter. På 80 grit ytan förekom flera flagningar och sprickor i aluminiumoxiden vilket syns tydligt på BSE bilden i fig 16 där den järnrika basmaterialsytan blottlagts och syns som vita fläckar på ytan.

På provet som slipats ner till 320 grit förekom små ansamlingar av reaktiva element eller djupare spår från slipningen i blygsamma mängder på ytan. Provet som slipats ner till 1 µm uppvisade en mängd större stråk av reaktiva element kring vilka det bildats järnoxid på den i övrigt jämnt oxiderade ytan. En EDX mapping över ett sådant område finns bifogat i appendix 10.2. Ingen metastabil aluminiumoxid kunde hittas på 1100°C proverna.



Figur 16. SEM över prover som oxiderats vid 1100 °C i 24 timmar. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit 1 μm. Övre raden visar SE bilder och undre raden BSE.

SEM analysen visade att oxiden flagat och spruckit i närheten av kanter och hörn i högre grad än på 900 °C exponeringen, exempel på kantflagning visas i figur 17.



Figur 17. SEM-bild av typen BSE över 80 grit provet som oxiderats vid 1100 °C i 24 timmar. På bilden kan man se att oxiden flagat vid kanten och blottlagt det järnrika basmaterialet som syns som vita områden.

5.6 SEM/EDX-analys på KCl behandlade prover från föroxideringen vid 900°C.

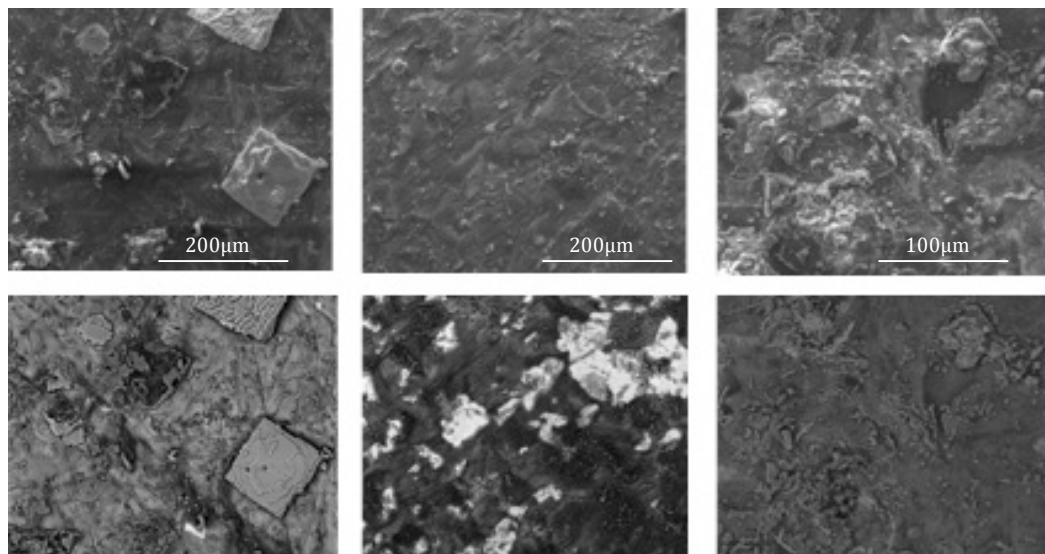
Proverna från 900°C exponeringen behandlades med KCl och cyklades en gång under 24 timmar vid 600°C. Efter exponeringen hade proverna korroderat främst i kanterna och en del fläckvis på ytan, men områden med oskadd aluminiumoxid förekom också, se figur 18. Alla tre proverna visade

flagor i aluminiumoxiden där järn- och kromoxid bildats. Provet som kan anses haft den minst motståndskraftiga oxiden vid detta försök är provet som slipades ner till 1 μm .



Figur 18. Foto på proverna som föroxiderats vid 900°C efter en cykel á 24 timmar vid 600°C med KCl. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit samt 1 μm .

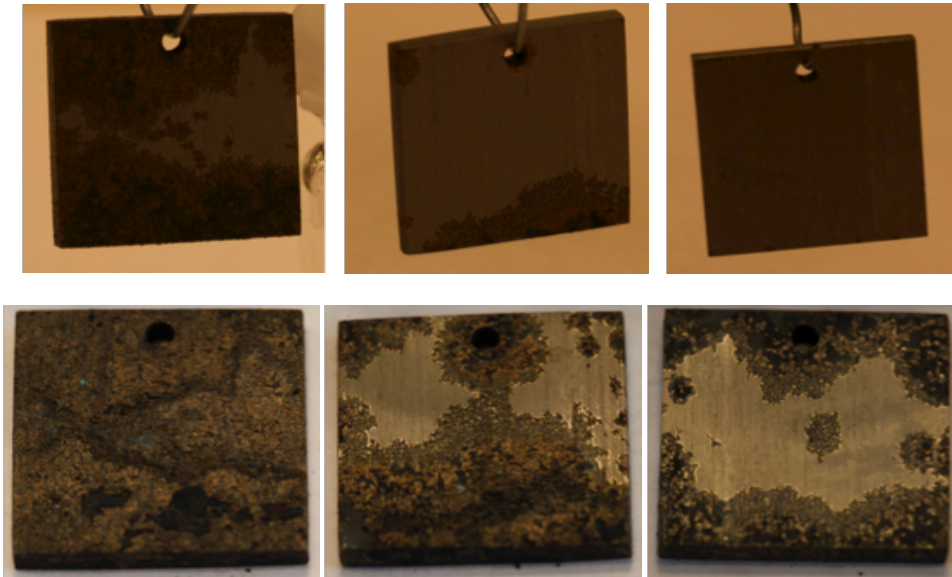
På 80 grit provet fanns områden som var rika på järn- och kromoxidöar vilka i vissa fall var omgärdade av kaliumkromat. En del KCl kristaller fanns närvarande på ytan likaså några få extremt klorrika partiklar. På 320 grit hittades inga KCl kristaller, inte heller de klorrika partiklarna som varit närvarande på 80 grit. Däremot fanns i samband med att aluminiumoxiden flagat områden med järnoxid, ofta blandat med krom och aluminiumoxid i jämna stråk över ytan. 1 μm provet hade områden där järn och kromoxid brett ut sig tillsammans med kaliumkromat. KCl hade reagerat och inga kristaller påträffades, kalium kan ha bildat kaliumkromat och en liten del av klorret påträffades i ett fåtal klorrika områden. Exempel från alla ytorna visas i figur 19. En EDX mapping över 80 grit provet som visas i figur 19 finns tillgänglig i appendix 10.3.



Figur 19. SEM över prover som oxiderats vid 900°C i 24 timmar och sedan behandlats med KCl. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit 1 μm . Övre raden visar ETD bilder och undre raden BSE.

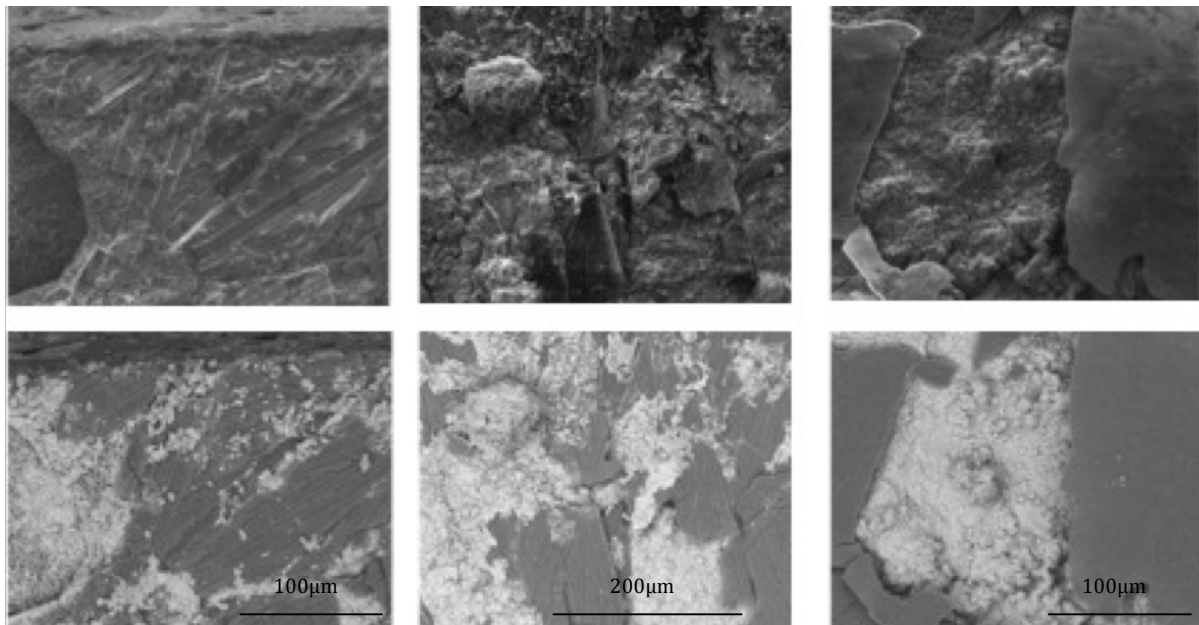
5.7 KCl behandlade prover från föroxideringen vid 1100°C, SEM/EDX.

Proverna som föroxiderats vid 1100°C cyklades med KCl två gånger á 24 timmar. Bilderna i figur 20 visar hur provytorna såg ut efter den första respektive andra och sista cykeln. Från bilderna kunde det konstateras att den värsta korrosionen var lokaliserad till kanterna.



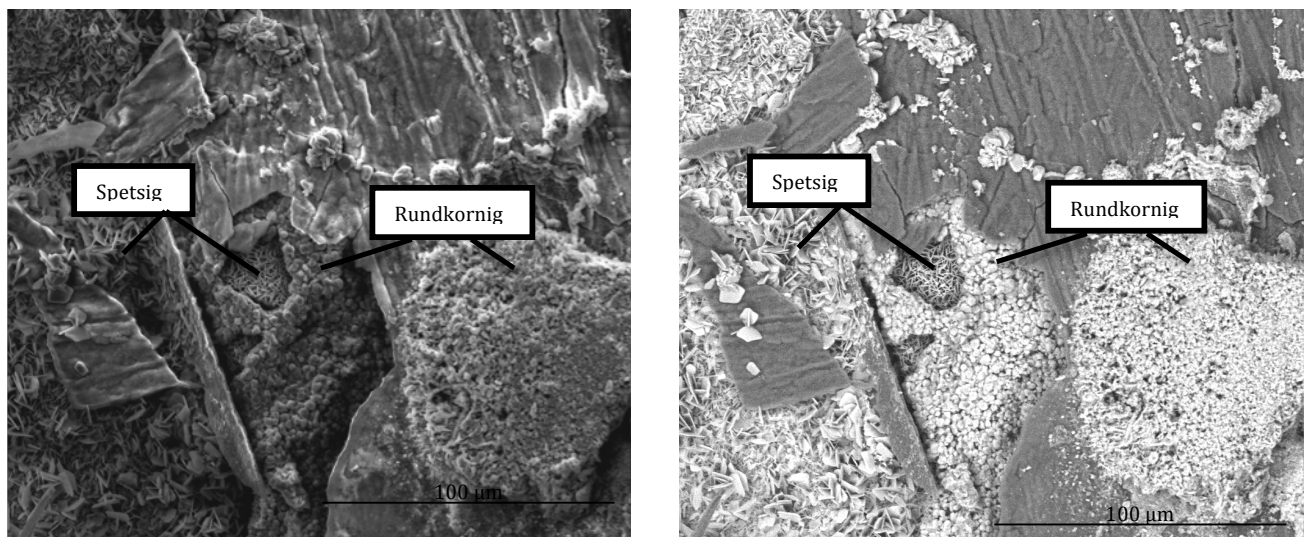
Figur 20. Foto på prover från föroxideringen vid 1100°C efter en respektive två KCl behandlingar. Övre raden är tagen efter första cykeln och nedre raden är tagen efter andra och sista cykeln, en cykel var 24 timmar. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit 1 µm.

De tre proverna som föroxiderats vid 1100°C visade på likande korrosion efter behandling med KCl, men i olika utsträckning. SEM-bilder från ytorna presenteras i figur 21. På 80 grit provet hade hela provytan korroderat medan 320 grit och 1 µm fortfarande hade områden som helt klarat sig undan flagning och korrosion, av de två hade 1 µm klart sig något bättre. De korroderade områdena på proverna dominerades av flagning och järnoxid i olika former.



Figur 21. SEM över prover som oxiderats vid 900°C i 24 timmar och sedan behandlats med KCl. Från vänster till höger, 80 grit, 320 grit 1 µm. Övre raden visar ETD bilder och undre raden BSE.

I figur 22 visas en SEM-bild där järnoxid i både rundkornig och spetsig struktur finns närvarande. Inga KCl kristaller påträffades och klor förekom i mindre mängd än kalium. Kromoxid var också närvarande i samband med järnoxiden.



Figur 22. SEM-bilder över de två strukturformerna av järnoxid som påträffades på 80 grit, 320 grit och 1 µm från föroxideringen vid 1100°C efter två cykler med KCl behandling. SE till vänster och BSE till höger.

6. Diskussion

I följande avsnitt kommer de resultat som erhöles att diskuteras, jämföras och i största möjliga mån förklaras. Eventuella felkällor som kan ha uppstått under experimenten eller analyserna omnämns och tillsist listas förslag på fortsatt forskning.

6.1 Jämförelse mellan ytbehandlingarna

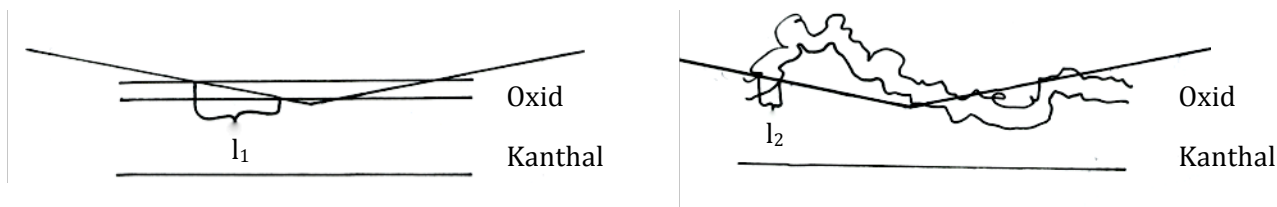
En jämförelse av analysresultaten från de två olika slipningarna 80 grit 320 grit samt poleringen till 1 μm gordes, både på de föroxiderade och saltade proverna.

6.1.1 Föroxiderade prover

Som det framgår i resultatdelen så gav 80 grit slipningen högst massökning följt av 320 grit och 1 μm proverna. XRD analys på samma prover visade att 1 μm var det prov som gav störst utslag för aluminiumoxid, vid båda föroxiderings temperaturerna, och 80 grit provet det som gav minst utslag.

En anledning till att 80 grit provet gav den högsta massökningen är att den ojämna och repiga ytan ger prover en större oxidationsarea. Det kan då bildas mer oxid på det repiga provet än på en provyta som är plan.

Orsaken till att XRD gav mindre utslag för aluminiumoxid på 80 respektive 320 grit än den på 1 μm provet kan bero på att strålningen som går genom oxiden färdats en kortare sträcka genom oxiden på 80 grit provet, se figur 23. Eftersom XRD analysen utfördes med GI inställning hade den infallande strålningen liten vinkel mot provet. Strålningen går då en kortare väg genom oxiden på en ojäm yta än en jämn yta, vilket resulterade i starkare signal från 1 μm provet med en plan yta.



Figur 23. När vinkel på röntgenstrålningen in mot provet är väldigt låg blir sträckan som strålen vandrar genom en plan oxid längre, l_1 , än sträckan genom en ojäm oxid, l_2 .

6.1.2 Saltade prover

XRD resultaten från de saltade proverna var överlag svårtolkade, diffraktogrammen som erhöles var svåra att analysera både på grund av att brusnivån på flera av saltproverna var högre än normalt, men också på grund av att basmaterialtoppen var svår att urskilja för vissa prover. En möjlig åtgärd för att göra basmaterialtopparna tydligare på proverna med en tjockare oxid hade kunnat vara att öka infallsvinkeln till provet för att strålningen bättre skall kunna nå ner till basmaterialet. Under SEM analysen upptäcktes mer järnoxid på ytorna än vad XRD resultaten uppgav, detta kan bero på att järnoxiden bildats på ett sådant sätt att den liknar ett amorft material och därför inte reflekterar strålningen till detektorn lika starkt. Bruset i de diffraktogram som tillhör proverna som behandlats med KCl kan bero på flakor och sänkor i den ojämna provytan.

6.2 Korrosion lokaliserad till kanterna

Efter att ha studerat de saltade proverna både med blotta ögat och med hjälp av en SEM analys kunde majoriteten av korrosionen lokaliseras till provernas kanter. För att utreda orsaken till detta gjordes en grundligare undersökning av de enbart föroxiderade provernas kanter. Det visade sig att både sprickor och flakor var vanligare vid kanterna. Sprickorna kan bero på den termiska spänningen som uppstår då proverna förs in och ut ur den varma horisontella rörugnen. Eftersom kanterna ofta är rikare på defekter samt drabbas av kraftigare temperaturförändringar är dessa extra utsatta. På proverna som föroxiderats vid 1100°C var sprickorna och flagorna mer förekommande än på de prover som föroxiderats vid den lägre temperaturen.

Förutom vid kanterna kunde bildandet av den oönskade järnoxiden kopplas till större ansamlingar av reaktiva element. De reaktiva elementen omgärdades ofta av järnoxid, vilket gör det troligt att fortsatt korrosion initierats här. För att minska denna typ av initiering vill man undvika ansamlingar av de här elementen vid själva materialtillverkningen.

6.3 Jämförelse mellan oxiden på de olika slipningarna från 900°C respektive 1100°C exponeringarna.

Den lägre massökningen vid 900°C jämfört med den vid 1100°C visar på att aluminiumoxiden inte bildas i lika stor utsträckning vid den temperaturen. Detta bekräftas i XRD-analysen där skillnaden mellan basmaterialtoppen och aluminiumoxidtoppen är större för 1100°C. Att oxiden på 1100°C var tjockare och stabilare syns också då man studerar resultatet från behandlingen med KCl.

Av de tre 900°C proverna som saltades drabbades 1 µm provet värst av korrosion, medan 1 µm provet vid 1100°C var det som klarade sig bäst. Orsaken till 1 µm provets varierande motståndskraft vid de två temperaturerna kan bero på att vid den lägre temperaturen verkar inte bara α -strukturen av aluminiumoxid ha bildas, utan även den bladliknande metastabila aluminiumoxiden. Den bladliknande formen av aluminiumoxid som syntes i SEM analysen på framförallt 1 µm provet som föroxiderats vid 900°C och på vissa ställen på 80 grit provet vid samma temperatur, kan om den inte omvandlats till α -Al₂O₃ ha en negativ effekt på aluminiumoxidens passiverande egenskaper. Detta kan i så fall vara en förklaring till varför 1 µm provet som föroxiderats vid 900°C uppvisar en kraftigare korrosion vid saltningen än de grövre slipade proverna som föroxiderats vid samma temperatur. Det förklarar också varför 1 µm provet går från att vara den minst passiverande till att vara den med bäst motståndskraft mellan de två olika temperaturerna.

Andra orsaker till den oväntat kraftiga korrosionen på 1 µm provet som föroxiderats vid 900°C kan bero på olika osäkerheter vid experimentförberedelserna, så som repor på provytan eller en ojämn fördelning av saltet. Innan exponeringen kunde vissa områden med oönskad repor anas på provytan av 1 µm provet, vilket kan ha bidragit till att korrosionen initieras.

Även de saltade 80 grit proverna visade väldigt olika motståndskraft vid de olika föroxideringstemperaturerna. Det saltade provet som föroxiderats vid 900°C visade mindre korrosion än det som föroxiderats vid 1100°C. Detta kan bero på att termisk cykling på en tjockare oxid innebär mer spänningar, vilket i sin tur leder till fler flagor och sprickor i oxiden.

6.4 Framtida arbete:

Om projektet varit större eller om fortsatt arbete blir aktuellt skulle följande punkter följas upp:

- En tvärsnittsanalys skulle gjorts på proverna för att få en klarare bild om oxidens utseende och egenskaper.
- Pröva fler slipningar/poleringar mellan 320 och 1 µm .
- Testa hur ytbehandlingen påverkar korrosionen om provet saknar kanter, alltså en tub.
- Testa fler föroxideringstemperaturer för att hitta en temperatur som både ger en så skyddande oxid som möjligt men inte förbrukar onödigt mycket energi.

7. Slutsats

Syftet med projektet var att undersöka ytbehandlings effekt på oxidbildningen på Kanthal APMT.

Slutsatser som kan dras är att:

- Vid föroxidering vid 1100°C korroderar grövre slipningar mer.
- Vid föroxidering 900°C verkar inte slipningen ha någon större betydelse för oxidbildningen
- Korrosionen initieras i defekter vid provernas kanter och i samband med större ansamlingar av reaktiva element.
- 1 µm slipningen från föroxideringen vid 1100°C var det prov som uppvisade minst utbredd korrosion.

Utifrån de slutsatser som vi kommit fram till i det här projektet skulle vi göra följande rekommendationer för att få så lite korrosion som möjligt:

- Föroxidera vid 1100°C på en fint polerad yta, utan kanter med så få reaktiva element ansamlingar som möjligt.

8. Tack

Vi vill rikta ett stort tack till Kristina Hellström som har varit vår handledare och största stöd under projektets gång. Tack för att du alltid tagit dig tid för oss och med stort engagemang svarat på våra många frågor.

Vi vill också tacka vår examiner Jan-Erik Svensson och alla andra medarbetare på högtemperaturkorrosionsavdelningen på Chalmers för ett så trevligt bemötande och gott arbetsklimat.

Tack också till Sandvik som försett oss med material.

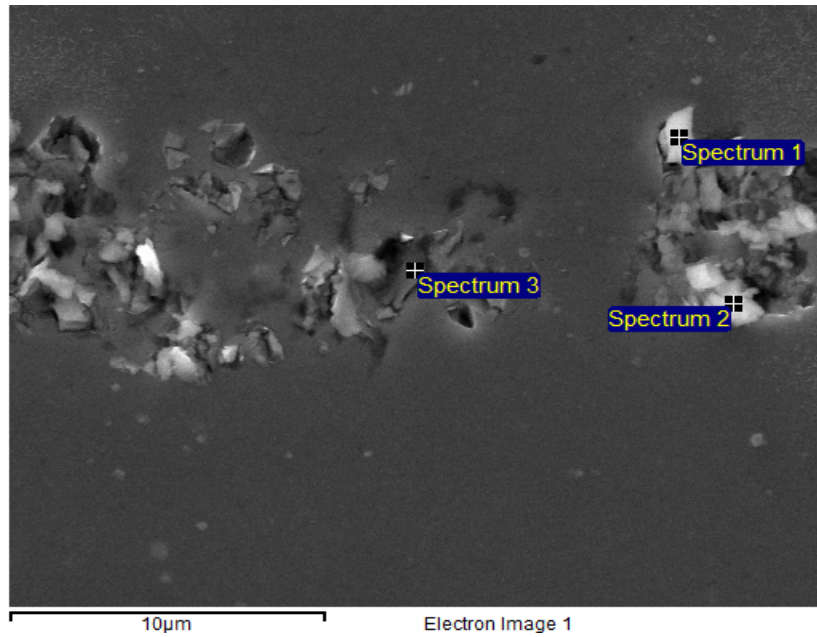
9. Referenser

- [1] Israelsson N, High Temperature Corrosion of FeCrAl Alloys the influence of water vapor and alkali salt. Göteborg: Department of Chemical engineering; 2013
- [2] Denny A Jones. *Principles and Prevention of Corrosion*. Andra upplagan. Harlow: Pearson Education Limited; 2014.
- [3] Briks N, Meier GH, Pettit FS. *Introduction to the High Temperature Oxidation of Metals*. Andra upplagan. New York: Cambridge University Press; 2006.
- [4] Götling H. *High Temperature Corrosion of the FeCrAl Alloy Kanthal AF, the influence of H₂O and KCl(s)*. Göteborg: Department of Chemical and Biological Engineering; 2007
- [5] Zumdahl SS, *Chemical Principles*, Sjätte upplagan. Belmont: Brooks/Cole Cengage Learning; 2009
- [6] Ohring M. *Material science of thin films: deposition and structure*. Andra upplagan. San Diego, CA: Academic Press, cop; 2002.
- [7] Chalmers tekniska högskola. *Kompendium 1 Metalliska material för K3/M3*. Göteborg: Metalliska konstruktionsmaterial; 1989
- [8] Elevated-Temperature Properties of Ferritic Steels, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. *ASM Handbook*, ASM International. Vol 11990, p 617–65
- [9] Engkvist J, Canovic S, Hellström K, Järnäs A, Svensson J-E, Johansson L-G, Olsson M, Halvarsson M. *Alumina Scale Formation on a Powder Metallurgical FeCrAl Alloy (Kanthal APMT) at 900–1,100 °C in Dry O₂ and in O₂+H₂O*. Springer Science+Business Media, LLC. 2009 25 September 73:233–253
- [10] Atkinson A. *Transport processes during the growth of oxide films at elevated temperature*. Review of Modern Physics. 1985 1 April Vol. 57;437-468,
- [11] Li Y.S, Niu Y, Spiegel M, *High temperature interaction of Al/Si-modified Fe–Cr alloys with KCl*, Corrosion Science 49, 1799-1815; 2007.
- [12 xrd1] Suryanarayana C, Norton M, *X-Ray Diffraction: A Practical Approach*, Boston Springer US; 1998.
- [13 SEM1] Goldstein, J I, *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*, Tredje upplagan, Boston: Springer US; 2003.
- [14] Kanthal.com [internet]. Hallstahammar: Sandvik AB; (publ) SE-734 27 [hämtad 2014.05.13] tillgänglig via: <http://www.kanthal.com/en/products/material-datasheets/wire/na/kanthal-apmt/>

10. Appendix

10.1 Oexponerade prover

Punktanalys på reaktiva element detekterade på ett oexponerat 1 μ m prov

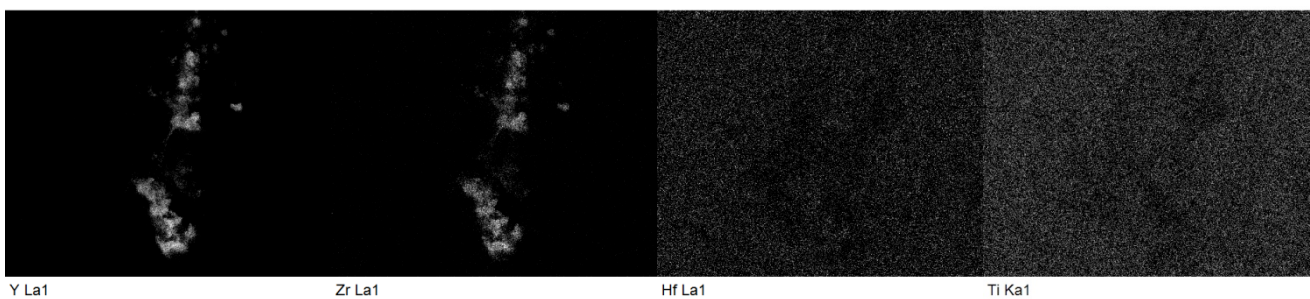
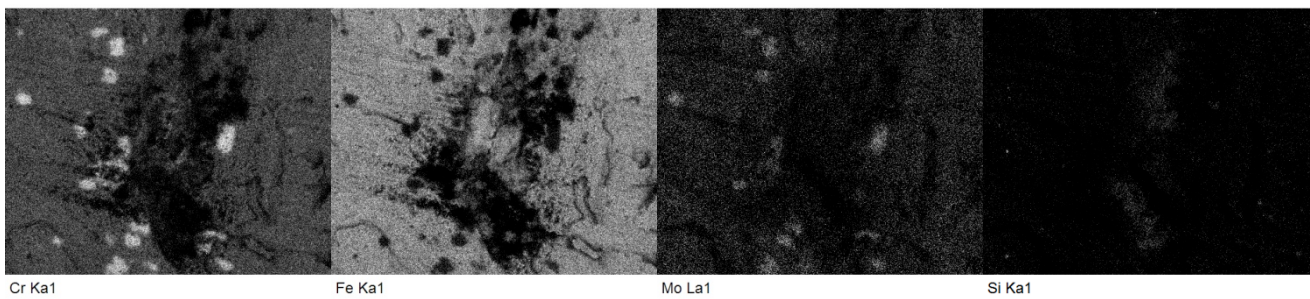
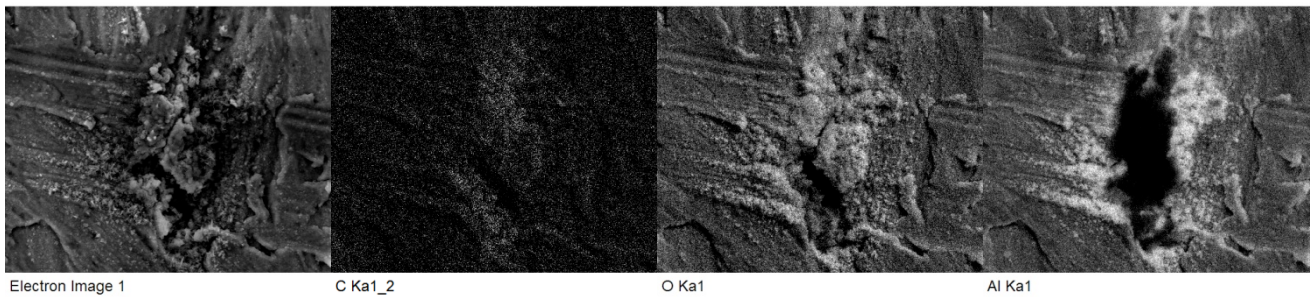


Processing option : All elements analysed (Normalised) 1 my oexponerad atom%

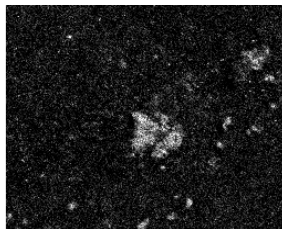
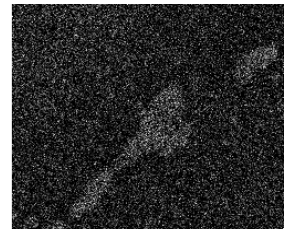
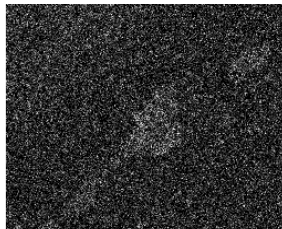
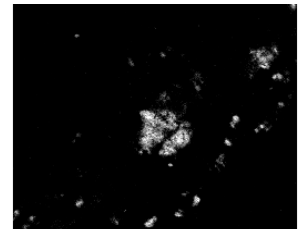
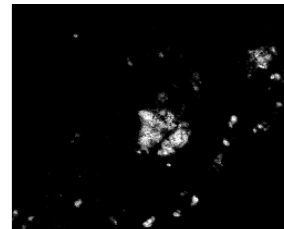
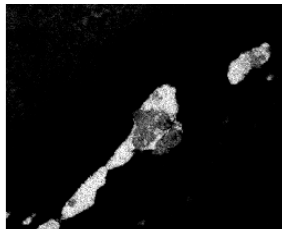
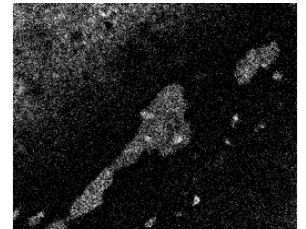
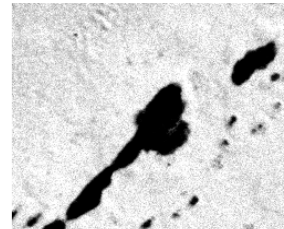
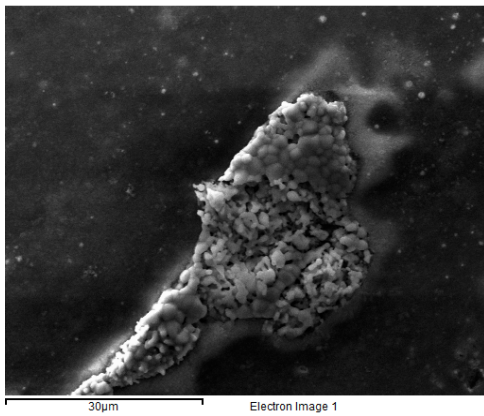
Spectr	In stats.	O	Al	Cr	Fe	Y	Mo	Hf
Spectrum 1	Yes	58	2	7	18	11	0.8	0.6
Spectrum 2	Yes	52	3	8	20	12	0.8	0.6
Spectrum 3	Yes	45	2	10	28	11	0.7	0.6

10.2 Mapping över område med ansamling av reaktiva element

Mappingen är gjord på 80 grit provet som föroxiderades vid 900°C.



Mappingen är gjord på 1 μm provet som föroxiderades vid 1100°C.



Comment: 1my 1100

10.3 Saltade prover

80grit 900

