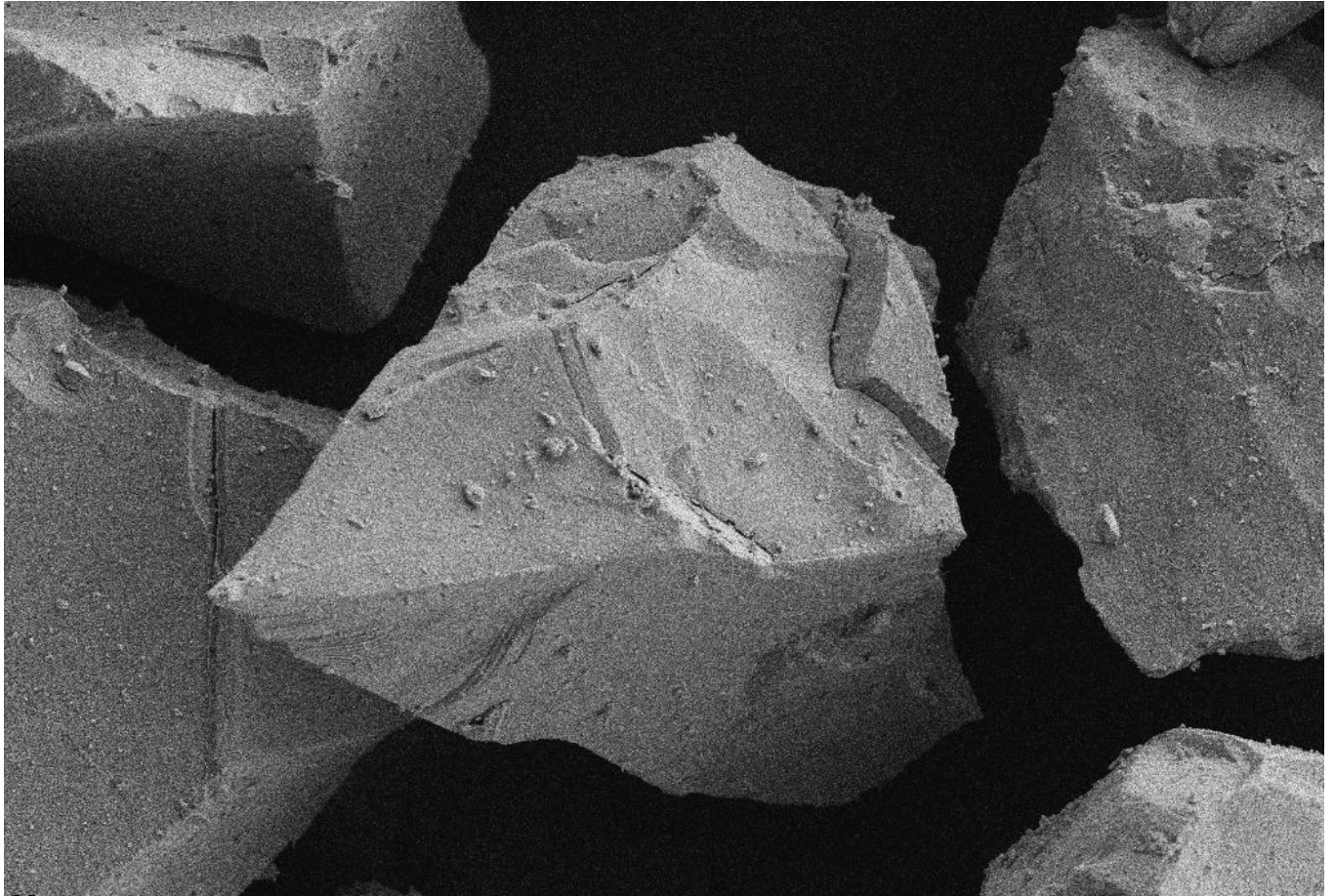




CHALMERS



Direktreduktion av järnoxider i fluidbäddar vid låg temperatur

Examensarbete inom Kemiteknik 180 hp

Payman Al Silo & Laura Lahdo

Examensarbete 2025

Direktreduktion av järnoxider i fluidbäddar vid låg temperatur

Payman Al Silo & Laura Lahdo



CHALMERS

Avdelning för Energi och Material
Institution för Kemi och Kemiteknik
Chalmers Tekniska Högskola
Göteborg, Sverige 2025

Direktreduktion av järnoxider i fluidbäddar vid låg temperatur

Payman Al Silo & Laura Lahdo

Handledare : Victor Purnomo och Ivana Stanicic

Examinator: Henrik Leion

Examensarbete 2025

Avdelning för Energi och Material
Institution för Kemi och Kemiteknik
Chalmers Tekniska Högskola
Göteborg, Sverige 2025

Abstract

This study investigates the direct reduction of iron oxides in a fluidized bed reactor at low temperatures using hydrogen gas. The purpose was to examine how variations in hydrogen flow rate and concentration affect the reduction efficiency and fluidization behavior, with a specific focus on the minimum fluidization velocity (u_{mf}). Experiments were conducted at 550 °C using different gas flow velocities. The reduced samples were analyzed using Scanning Electron Microscopy (SEM) to assess morphological changes.

The results confirmed that higher hydrogen concentration and gas velocity enhance the reduction process and shorten reaction time. However, issues such as defluidization and melted areas were observed at lower flow rates or concentrations, leading to incomplete reduction. SEM analysis revealed the presence of pores, melted surfaces, and cracks, particularly in defluidized samples, suggesting localized overheating. These findings highlight the importance of maintaining stable fluidization to avoid structural degradation of the reduced material. Further research is needed to fully understand the mechanisms behind these phenomena and to optimize the process.

Sammanfattning

Denna studie undersöker den direkta reduktionen av järnoxider i en fluidbäddreaktor vid låga temperaturer med hjälp av vätgas. Syftet var att undersöka hur variationer i gashastighet och koncentration av vätgas påverkar reduktions effektiviteten och fluidiserande beteendet, med särskilt fokus på den minimala fluidisering hastigheten (umf). Experimenten genomfördes vid 550 °C med olika gashastigheter. De reducerade proverna analyserades med svepelektronmikroskopi (SEM) för att undersöka de morfologiska förändringar.

Resultaten bekräftade att högre vätgaskoncentration och gashastighet förbättrar reduktions processen och förkortar reaktionstiden. Dock observerades problem såsom defluidisering och smälta områden vid lägre gashastigheter och koncentrationer, vilket ledde till ofullständig reduktion. SEM-analysen visade porer, smälta ytor och sprickor, särskilt i defluidiserade prover, vilket kan tyder på lokal överhettning. Dessa resultat understryker vikten av att upprätthålla stabil fluidisering för att undvika strukturell nedbrytning av det reducerade materialet. Ytterligare forskning behövs för att fullt ut förstå mekanismerna bakom dessa fenomen och för att optimera processen.

Acknowledgment

Vi vill rikta ett varmt tack till vår handledare Victor Purnomo samt Ivana Stanicic vid Institutionen för Rymd- geo- och miljövetenskap på Chalmers Tekniska Högskola för deras stöd, engagemang och tålamod ni har visat oss genom hela projektet.

Även ett stort tack till Henrik Leion vid Institutionen för Kemi och Kemiteknik, din dörr har alltid varit öppen för våra frågor och bekymmer kring experimentets gång. Vi har verkligen uppskattat eran positiva inställning, förtroende och tillit.

Tack ännu en gång för att ni gjorde det här projektet både givande, lärorikt och roligt.

Laura Lahdo och Payman Al Silo, Göteborg 2025

Innehållsförteckning

Abstract.....	4
Sammanfattning.....	5
Acknowledgment.....	6
Innehållsförteckning.....	7
1. Introduktion.....	1
1.1 Tillverkningsmetoder.....	1
1.1.1 Masugn/syreblåsningssugn.....	1
1.1.2 Elektrisk ljusbågsugn.....	1
1.1.3 Smältreduktion.....	2
1.1.4 Direktreduktion.....	2
1.2 Tillämpning av direktreduktion.....	2
1.3 Reduktion med H ₂ vid låg temperatur.....	3
1.5 Syfte.....	4
2. Material och Metod.....	5
2.1 Material.....	5
2.2 Fluidbäddreaktor.....	5
2.3 Kalibrering av flöden.....	6
2.3.1 Umf.....	6
2.3.2 Flödesberäkningar.....	6
2.5 Fluidbädd experiment.....	7
2.6 SEM.....	8
2.7 Felkällor.....	8
3. Resultat.....	9
3.1 5*umf med 90% H ₂ och 10% N ₂	9
3.5 4*umf med 90% H ₂ och 10% N ₂	12
3.6 SEM analys.....	13
4. Diskussion.....	14
4.1 Defluiderade prover.....	14
4.2 Morfologi.....	14
5. Slutsats.....	15
6. Referenser.....	16
7. Bilagor.....	18

1. Introduktion

Stålindustrin är viktig för samhället eftersom den är grunden för bland annat byggindustrin, transporter, energisystem och maskiner. Den påverkar många andra företag, både de som levererar till industrin och de som använder stål i sina produkter. Eftersom stål är ett starkt och hållbart material som bygger upp viktiga delar av samhället, såsom broar och byggnader, är det svårt att ersätta det. [1][2] Produktionen av stål väntas dessutom öka med 25–30% till år 2050, vilket visar att industrin kommer att fortsätta vara viktig för ekonomin. [2]

Stålindustrin står för ungefär 7% av världens totala koldioxidutsläpp [2][3]. Det beror främst på att den vanligaste tillverkningsmetoden, masugn/syreblåsningsugn-processen, använder stora mängder kol och koks för att omvandla järnpulver till metalliskt järn. Detta medför höga utsläpp i flera steg, särskilt vid själva järnreduktionen, men även vid kokstillverkning och förbehandling av pulvret (sintring eller pelletisering). Det finns mer hållbara lösningar, till exempel att använda återvunnet skrot eller vätgas i kombination med fossilfri el.

Projektet har därmed valt att fokusera på att reducera järnpulver med vätgas, då biprodukten är vatten istället för koldioxid. Men eftersom masugnprocessen fortfarande dominerar, är utsläppen från stålindustrin fortsatt höga. Sammanfattningsvis är stålindustrin viktig för samhällets ekonomi och infrastruktur, men den bidrar också kraftigt till klimatpåverkan på grund av sin höga användning av fossila bränslen. [1][2]

1.1 Tillverkningsmetoder

De huvudsakliga metoderna för stålproduktion i världen idag är masugn/syreblåsningsugn och elektrisk ljusbågsugn. År 2010 stod massugn/syreblåsningsugn-processen för cirka 65% av den globala stålproduktionen, medan elektrisk ljusbågsugn-processen för cirka 30%. [4]

1.1.1 Masugn/syreblåsningsugn

Masugn/syreblåsningsugn är en traditionell process där järnpulver reduceras kemiskt. I en masugn, som är en stor schaktugn, matas järnpulver, koks och kalksten in från toppen. Varm luft blåses in vid ugnens botten, vilket får koksen att förbrännas och bilda värme samt kolmonoxid. Den genererade värmen smälter materialet medan kolmonoxiden avlägsnar syret från järnpulvret, vilket producerar flytande järn vid cirka 1480°C som innehåller 4% kol och lite kisel. Det flytande järnet tappas periodvis och transporteras till en syreblåsningsugn där det raffinerar till stål. Masugnen är det mest energikrävande steget i masugn/syreblåsningsugn-processen och står för en stor andel av koldioxidutsläppen. Hela masugn/syreblåsningsugn-processen genomförs vanligtvis i ett integrerat stålverk. [4]

1.1.2 Elektrisk ljusbågsugn

Elektrisk ljusbågsugn är en metod där stål framställs genom att smälta metallskrot med hjälp av elektriska ljusbågar. Ugnen använder tre grafit elektroder som sänks ner i metallskrotet och producerar ljusbågar när de kommer i kontakt med metallen. Dessa ljusbågar genererar mycket höga temperaturer, vilket gör att metallen smälter. Elektrisk ljusbågsugn står för en betydande del av den globala stålproduktionen. I den elektriska ljusbågsugnen bidrar främst förbrukningen av elektricitet till indirekta CO₂-utsläpp, särskilt under smältning och efterföljande processer som valsning. Elektriska ljusbågsugn-anläggningar kan vara fristående eller ingå i ett integrerat stålverk. [4]

1.1.3 Smältreduktion

Smältreduktion är en alternativ metod för järntillverkning som syftar till att minska behovet av koks och sinter, två energiintensiva produkter som används i den traditionella masugnsprocessen. I smältreduktionen används istället kol och små partiklar av järnpulver för att producera flytande järn. Järnpulvret reduceras först i fast form och smälts sedan i en smältreduktionsenhet, där kol omvandlas till gas som både ger värme och CO-rik gas för att smälta järnet. Smältreduktion kräver mindre energi jämfört med traditionella metoder och utvecklas genom processer som COREX och FINEX. [4]

1.1.4 Direktreduktion

Direktreduktion är en process där järnpulver reduceras i fast fas genom att syre avlägsnas. Som reduktionsmedel används främst naturgas, men ibland även kol [4]. Slutprodukten, kallad direktreducerat järn, kan bearbetas vidare till stål. År 2008 producerades 68,5 miljoner ton direktreducerat järn globalt, varav majoriteten framställdes med MIDREX-teknologi. [4]

Direktreduktion av järnoxider utgör ett alternativ till den traditionella masugnsprocessen för järntillverkning. Utöver sin roll i järnproduktion erbjuder denna metod även möjligheten att lagra energi vid reducering av järnoxider. Den lagrade energin kan frigöras senare under oxidation. Metoden har flera fördelar jämfört med masugnsprocessen, bland annat lägre kapitalkostnader och flexibilitet i val av reaktor. Processen kan genomföras i olika typer av reaktorer, såsom roterugnar, schaktugnar eller fluidbäddar, beroende på behov och tillämpning. Samtidigt finns vissa nackdelar. Produkten, direktreducerat järn, är brandfarlig och kräver därför noggrann hantering för att minimera riskerna. Vid användning av fluidbädd ökar dessutom risken för defluidisering, vilket orsakas av att materialet fastnar eller agglomererar under processen. [5]

1.2 Tillämpning av direktreduktion

Vid direktreduktion av järnoxider i ugn tillämpas två olika metoder beroende på materialets fysiska form. När järnpulver förekommer i form av pellets används en schaktugn, där pelletsen genomgår kontinuerlig rotation, vilket säkerställer en jämn exponering för reaktionsgasen och förbättrar både värmeöverföringen och reduktionens homogenitet. Dock är det en enormt energikrävande process att omvandla järnoxider från pulver till pellets och kostsamt. Genom att använda schaktugn riskerar även materialet att smälta samman under processens gång vid högre temperaturer. [6]

Ett alternativ är att använda fluidisering som är en process där en bädd av fasta partiklar försätts i ett tillstånd som liknar en vätska. När ett gasflöde, exempelvis luft, passerar upp genom en bädd av fasta partiklar, skapas ett friktionsmotstånd som resulterar i ett tryckfall över bädden. Detta tryckfall ökar i takt med att lufthastigheten ökar. Vid den punkt där friktionskraften från gasflödet balanserar tyngdkraften på partiklarna börjar partiklarna röra sig isär, varpå bädden expanderar och övergår till ett tillstånd där den uppvisar vätskeliknande egenskaper. Detta tillstånd benämns som en fluidiserad bädd. [7]

Processen är central för att uppnå effektiv kontakt mellan gas och fast fas, vilket i sin tur förbättrar värmeöverföring och reaktionskinetik under reduktionsförloppet. Tack vare den intensiva blandningen och den jämna temperaturfördelningen som uppnås i en fluidiserad bädd, kan processen genomföras vid lägre temperaturer och med lägre energiförbrukning, vilket medför lägre driftskostnader. Denna reaktortyp erbjuder en mer energieffektiv och kostnadseffektiv metod för reduktion av järnpulver. [5][8]

Fluidbäddar fluidiserar materialet med hjälp av ett gasflöde som tillförs under bädden, detta skapar ett dynamiskt tillstånd där de fasta partiklarna hålls svävande i gasfasen, ett tillstånd som beter sig likt vätska. En annan fördel med fluidbäddreaktorn är att järnpulvret kan användas direkt, utan att behöva pelleteras. Detta förenklar materialhanteringen och minskar både processteg och kostnader. Den goda blandningen i bädden säkerställer dessutom en effektiv reduktion av pulvret.

Som tidigare nämnt finns det också vissa utmaningar. En av de största riskerna är defluidisering, som kan uppstå om partiklarna börjar klumpa ihop sig eller agglomerera, vilket stör fluidiseringen och kan orsaka driftproblem. Dessutom är den slutliga produkten, direktreducerat järn, mycket brandfarlig och kräver därför noggrann hantering samt omfattande säkerhetsåtgärder vid både lagring och transport. [9]

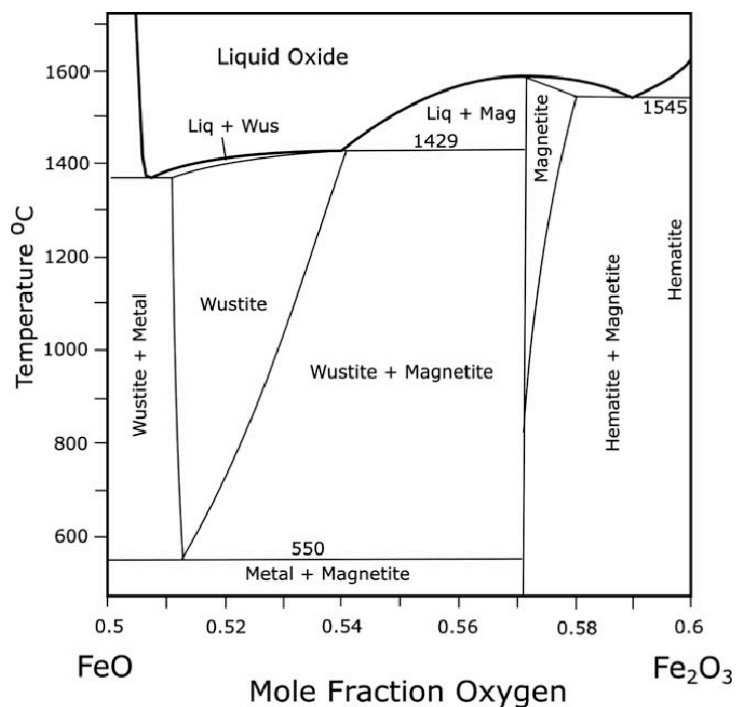
För att minska risken för defluidisering i bädden väljer man att öka gashastigheten[10]. Den minsta fluidiseringshastigheten (umf) är den lägsta hastighet hos fluidiseringsgasen, i detta fall en blandning av vätgas och kvävgas som krävs för att få fasta partiklar till exempel järnpulver eller pellets att bete sig som en vätska i en fluidbäddreaktor.[5]

1.3 Reduktion med H₂ vid låg temperatur

Ett sätt att minimera risken för defluidisering är genom att ha ett låg temperatur. För det första syftar temperaturen till att minimera risken för defluidisering i fluidbädden, ett vanligt problem vid reduktion av järnpulver på grund av partikelagglomerering. För det andra är syftet att undvika bildning av wüstite (FeO), en mellanprodukt i reduktionsförloppet som termodynamiskt kan bildas vid temperaturer över 570 °C. [11] Detta illustreras i figur 1 som förtydligar valet av temperatur. För det tredje är temperaturintervallet avgörande för att uppnå en fullständig reduktion till metalliskt järn. I reduktions förloppet vid temperaturer högre än 570°C;



Det sista steget, FeO → Fe, är det mest krävande, både kinetiskt och termodynamiskt. Det kännetecknas av låg reaktionshastighet och hög syre avlägsnande. Genom att arbeta vid temperaturer under 570 °C undviks detta steg, vilket ökar möjligheten att nå fullständig reduktion. [5]



Figur 1: Fe-O phase diagram [12]

1.5 Syfte

Syftet med denna studie är att undersöka hur gashastighet och gaskoncentration påverkar direktreduktionen av järnoxider i en bubblande fluidbäddsreaktor vid konstant temperatur. Genom att analysera parametrar som reaktivitet (vätgasomvandling), tryckfall, morfologi och reaktionstid syftar studien till att ge en djupare förståelse för vilka driftförhållanden som är mest lämpliga för att uppnå en fullständig reduktion till metalliskt järn, utan att defluidisering uppstår.

2. Material och Metod

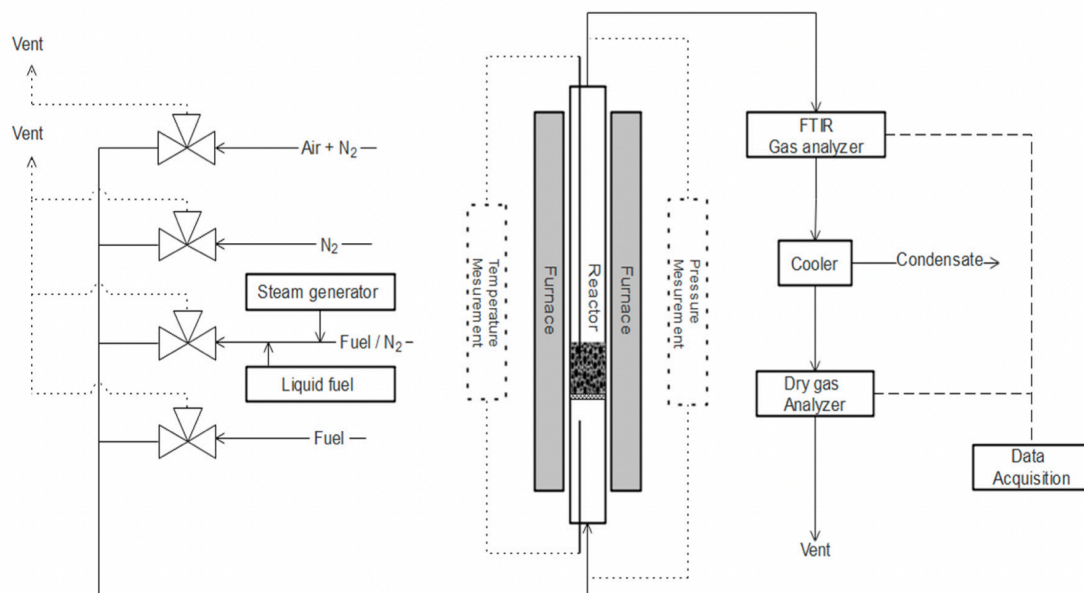
2.1 Material

Det järnpulver som användes i studien hämtades från norra Sverige. Materialet användes utan föregående förbehandling och siktades till en partikelstorlek mellan 125 och 180 μm . Det uppvisade en bulkdensitet på 2400 kg/m^3 och hade en minimal fluidiseringshastighet på 0,01 m/s, uppmätt vid 550 $^{\circ}\text{C}$ i en fluidbäddreaktor med ren kvävgas. Järnhalten i materialet uppgick till 94,52 %.

2.2 Fluidbäddreaktor

En fluidbäddreaktor består av själva reaktorn, som är tillverkad av kvartsglas och indelad i tre sektioner: en övre del, en mittersta del samt en nederdel. Den största delen av reaktorn utgörs av den mittersta sektionen, vilket placeras i ugnen och där reduktionen av järnpulvret sker. Den mittersta delen är i sin tur uppdelad i två delar, separerade av en kvartsplatta. Järnpulvret befinner sig på kvartsplattan och fluidiseras med hjälp av gasflöde som strömmar uppåt. Den nedre sektionen är ansluten till gasinloppet och en temperatursensor som mäter temperaturen strax under filtret i reaktorn. Den övre delen av reaktorn är ansluten till gasutloppet, där temperaturen mäts direkt i bädden. Temperaturen mäts med två temperatur stavar, en placeras i den övredelen och mäter temperaturen i bädden. Den andra placeras i den nedredelen och mäter temperaturen strax under kvartplattan, denna temperatur är inte lika exakt som den andra och är några grader kallare. [3]

Figur 2 nedan illustrerar hur fluidbäddreaktorn är kopplad till resten av systemet, den indikerar på de olika ventilerna samt analysatorn. I experimentet som utfördes har H_2 använts som "Fuel" och N_2 som den inerta gasen.



Figur 2 : Skiss över reaktorsystemet, figur hämtad från Leion et al. [8]

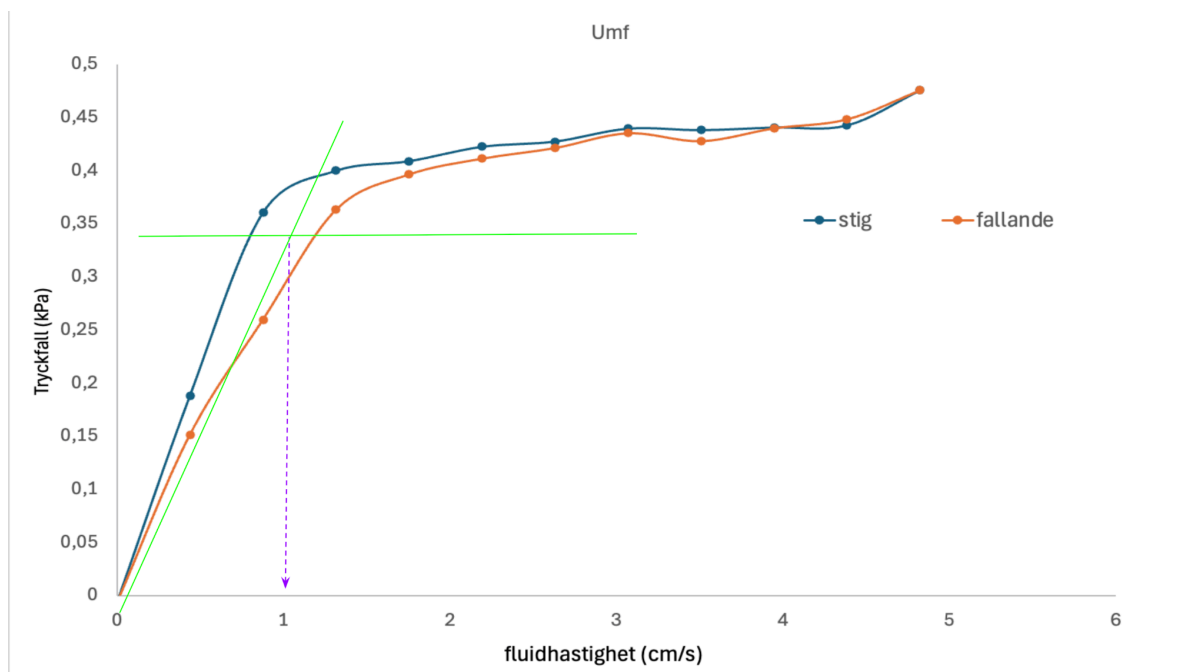
2.3 Kalibrering av flöden

I den här studien användes två massflödeskontroller (MFC), MFC#48 för vätgas (H_2) och MFC#410 för kvävgas (N_2). Båda systemen kalibrerades noggrant innan experimentet startade för att säkerställa tillförlitliga och jämförbara mätvärden. Kalibreringen genomfördes genom att ställa in varje system på olika procentuella nivåer och mäta gasflödet vid varje inställning (se tabell A och tabell B i bilagor). Med hjälp av mätdata från tabell 3 och 4 konstruerades två kalibreringskurvor, en för varje system (se figur A och figur B i bilagor). Dessa kalibreringskurvor visade linjära samband mellan procent inställningen och gasflödet. Utifrån dessa samband togs två linjära ekvationer fram för att beräkna hur stor procentandel som skulle matas in i systemet vid olika umf-försök (se tabell C och tabell D i bilagor).

Innan varje experiment påbörjades noll- och spannkalibrerades gasanalysatorn. Med nollkalibrering menas att nollställa analysatorn med kvävgas. Spannkalibrering är när analysatorn ställs in efter en känd koncentration av gasen. Läckagetest utfördes på reaktorn, och gaslarmet aktiverades, särskilt vid hantering av reduceringsgaser och kalibreringsgas.

2.3.1 U_{mf}

Den första delen av experimentet syftade till att beräkna den minimala fluidiseringshastigheten (umf) för reaktorn. Försöket genomfördes både med och utan bädd i reaktorn, under identiska förhållanden ($550\text{ }^\circ\text{C}$, $100\% N_2$). Tryckdata loggades och medelvärdet togs fram. Med hjälp av kalibreringskurvan beräknades både stigande och fallande tryck. Därefter subtraherades stigande tryck med bädd från stigande tryck utan bädd, samt fallande tryck med bädd från fallande tryck utan bädd. En graf konstruerades och användes för att bestämma den minimala fluidiseringshastigheten (umf), vilken uppmättes till 1 cm/s . Detta illustreras i figur 3 nedanför.



Figur 3: Beräkning av U_{mf}

2.3.2 Flödesberäkningar

Flöden beräknas enligt formeln:

$$V = u \times A \quad (\text{ek. 1})$$

där

u = gashastighet

u_{mf} = minsta fluidiseringshastigheten = 1 cm/s

u/u_{mf} = fluidiseringstal

A = reaktorns tvärsnittsarea = 3,8013 cm²

u/u_{mf}	V (ml/min)	#48 (H ₂ 90%)	#410 (N ₂ 10%)
5	1140,39	1026,35	114,03
4	910,31	821,08	91,23
3	684,23	615,81	68,42

Tabell 1: Flöden (V) för olika gashastigheter u

u/u_{mf}	V (ml/min)	#48 (H ₂ 25%)	#410 (N ₂ 75%)
5	1140,39	285,09	855,29
4	910,31	228,07	684,23
3	684,23	171,05	513,17

Tabell 2: Flöden (V) för olika u_{mf}

Den omvandlade mängden vätgas beräknas utifrån mol flödet in och ut av vätgas:

$$\frac{\dot{n}_{H_2in} - \dot{n}_{H_2ut}}{\dot{n}_{H_2in}} \quad (\text{ek. 2})$$

där

$\dot{n}_{(H_2)in}$ = mol flöde av vätgas (mol/s)

$\dot{n}_{(H_2)ut}$ = mol flöde av vätgas (mol/s)

2.5 Fluidbädd experiment

Försöken genomfördes vid en temperatur på 550 °C med en partikelstorlek i intervallet 125–180 µm. Vid varje försök användes 18g som motsvarade en höjd/diameter på 1 cm i bädden. Den minimala fluidiseringshastigheten (umf) beräknades till 1 cm/s (se figur 19). Vid 5*umf användes en reduceringsgas bestående av 25% H₂/75% N₂, medan övriga gashastigheter (5*umf, 4*umf och 3*umf) genomfördes bara med en reduceringsgas innehållande 90% H₂/10 % N₂.

Varje experiment inleddes med uppvärmning i inert atmosfär (100 % N₂) till 550 °C. Därefter påbörjades reduktionen med den valda reduceringsgasen, med start från det högsta flödet (se tabell 5 och 6 i bilagorna). Experimentet pågick tills vätgas-koncentrationen i utloppet återgick till 90 %, vilket indikerar att reaktionen i huvudsak var avslutad. Under experimentet kontrollerades tryckfallet över bädden, och eventuella tecken på defluidisering noterades (se figur 12 och figur 14). Efter avslutad reduktion, kylde systemet ner till rumstemperatur med kvävgas. Därefter togs materialet ut och samlades in, nytt material tillsattes, och proceduren upprepades för nästa gashastighet.

2.6 SEM

Svepelektronmikroskopi (SEM) används för att skapa detaljerade bilder av ett prov genom att fokusera en elektronstråle och svepa den över provets yta. När elektronerna träffar ytan interagerar de med atomerna i materialet, vilket ger upphov till olika signaler som kan analyseras. Genom att detektera de tillbakaspridda elektronerna (backscattered electrons) kan man få information om provets atomnummer (kontrast mellan olika element) samt topografi.

SEM har förmågan att ha ett skarpt fokus längst med djupet av materialet, vilket gör metoden särskilt lämpad för ytor med stora topografiska variationer, som till exempel sprickor och porer. [13]

I experimentet som utfördes användes Ultra 55 och är utrustad med en fullt integrerad energi- och vinkel selektiv "backscattered-elektron detektor" (EsB-detektor).

Ultra 55 kan ta bilder med ultrahög upplösning både för sekundärelektroner (SE), som används för att avbilda ytstrukturer, och för tillbaka spridda elektroner (BSE), som används för att visa skillnader i materialets sammansättning. Den är dessutom mindre känslig för kantkontrast och laddnings effekter, vilket möjliggör noggranna avbildningar och mätning av gränser, partiklar och strukturer. [14]

2.7 Felkällor

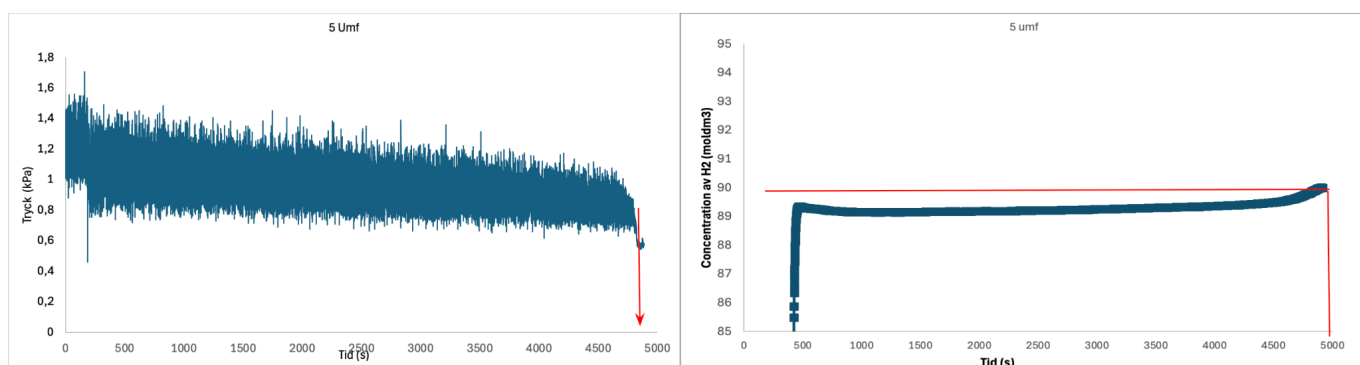
Gasanalysatorn var endast kalibrerad för koncentrationer i intervallet 0–20 %, vilket innebar att vätgas-koncentrationen aldrig kunde mätas upp till det eftersträvade värdet på 90 % under experimentets gång. För att normalisera detta togs maxvärdet av den uppmätta vätgas-koncentrationen från loggningen, och 90 dividerades med detta värde.

Flödesmätaren är kalibrerad med kvävgas vilket har en annan densitet än vätgas, så när flödet blev för lågt vid 90% vätgas slutade flödesmätaren att visa flödet som strömmade ut ur reaktorn vidare in i analysatorn. För att kompensera för detta gjordes manuella beräkningar för att räkna ut ett teoretiskt flöde ut ur reaktorn.

3. Resultat

3.1 5*umf med 90% H₂ och 10% N₂

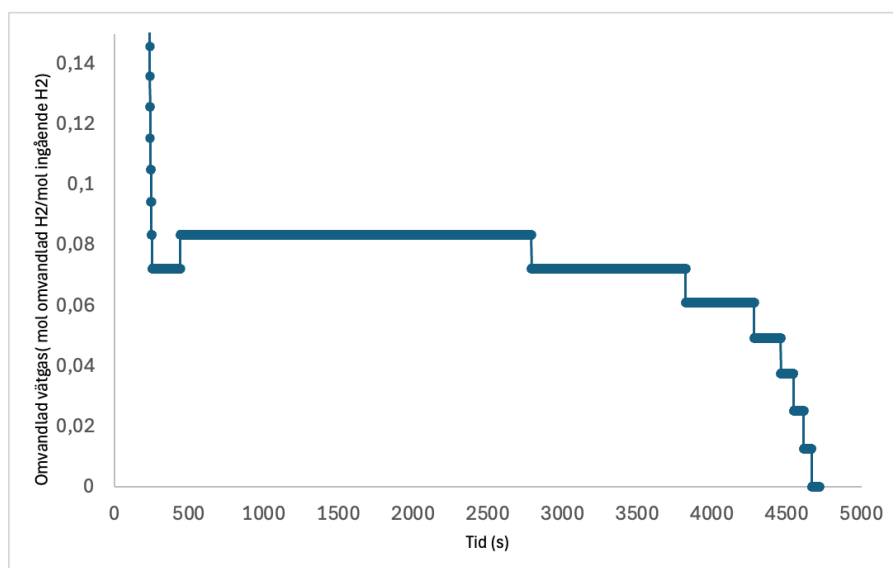
Tryckfallet för 5*umf visar att både trycket och bäddmassan minskar, vilket framgår i grafen. Under experimentets gång observeras en successiv minskning i amplitud nivån, vilket sannolikt är ett resultat av att reduktionen fortskridit mot fullständighet och att materialets massa därmed minskat. I och med att reduktionsreaktioner innebär att syre avlägsnas från det fasta ämnet, leder ett fullständigt syre uttag till en reducerad restmassa, vilket återspeglas i den minskade amplituden. Detta syns tydligt i både figur 4a som indikerar tryckfallet samt figur 4b som visar hur lång tid det tog för materialet att färdig reducera. Grafen indikerar att ämnet är färdig reducerat efter 5000 sekunder. Tryckfallet visar en hög amplitud vilket indikerar att fluidiseringen fungerade effektivt och att reaktionsförloppet inleddes på ett korrekt sätt. Detta tyder på att försöket genomfördes enligt förväntningarna



Figur 4a: Tryckfall mot tid

Figur 4b: Koncentration av vätgas mot reduktionstid

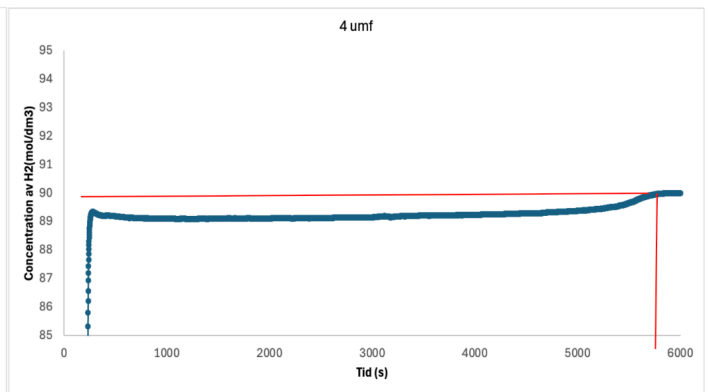
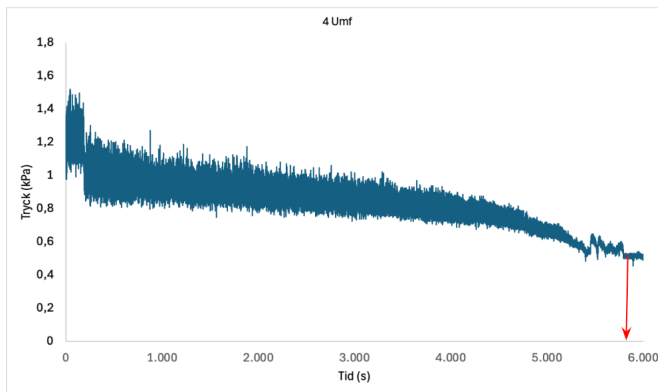
För att veta hur mycket av vätgasen faktiskt omvandlades beräknas mängden vattenånga som kommer ut (enligt ek. 2). Mängden omvandlad vätgas visar på hur effektiv processen är, enligt figur 5 ligger omvandlings siffran strax under 0,1.



Figur 5: Omvandlad vätgas mot reaktionstid

3.2 4*umf med 90% H₂ och 10% N₂

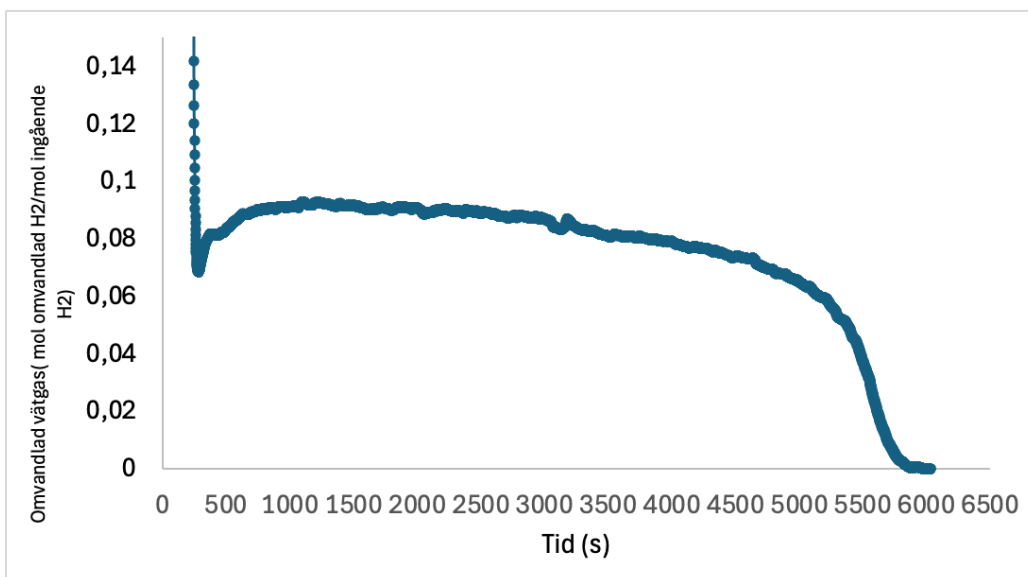
Grafen för 4*umf med en reduceringsgas bestående av 90% vätgas och 10% kvävgas visar att materialet lyckas fluidisera, vilket framgår av att tryckfallet (figur 5a) uppvisar en hög amplitud genom majoriteten av experimentet, dock mot slutet av tryckfallet så minskar amplituden, vilket indikerar att ämnet är färdig reducerat. Tryckfallet minskar också i takt med massan. Figur 6b visar att ämnet är färdig reducerat efter 5671 sekunder, vilket indikeras av att kurvan stiger något och sedan stabiliseras.



Figur 6a: Tryckfall mot tid

Figur 6b: Koncentration av vätgas mot reduktionstid

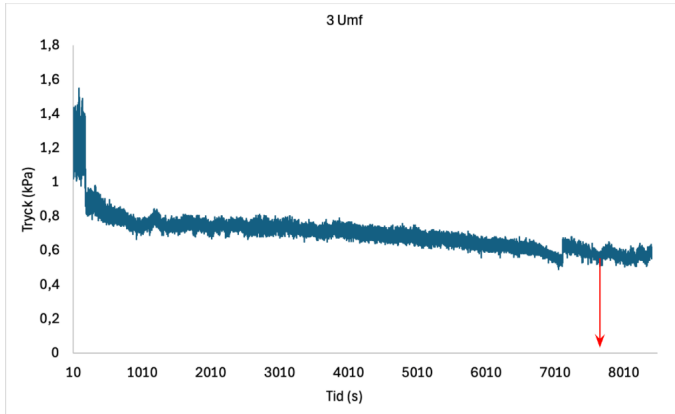
För att avgöra hur stor del av vätgasen som faktiskt omvandlats beräknas mängden producerad vattenånga enligt ekvation 2. Denna mängd ger en indikation på processens effektivitet. Enligt figur 6 ligger omvandlings- siffran strax under 0,1 vilket tyder på en begränsad omvandling. Detta är något lägre än vad som observerades vid en gashastighet på 5.



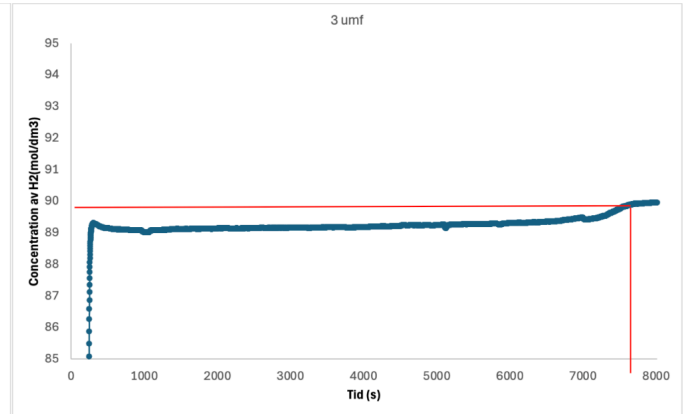
Figur 7: Omvandlad vätgas mot reaktionstid

3.3 3*umf med 90% H₂ och 10% N₂

I experimentet som genomfördes med 3*umf och en reduceringsgas bestående av 90 % väte och 10 % kväve visar att materialet uppnår en effektiv fluidisering, dock är amplituden låg. Den sänkta hastigheten ökar risken för defluidisering. Observera att amplituden ändras drastiskt även om den är stabil, detta beskrivs i figur 8a där tryckfallet visualiseras. Reduktionstiden ligger på 7640 sek, enligt figur 8b. Detta observeras med hjälp av kurvan i figur 7b då kurvan stiger och sen stabiliseras, när den väl har stabiliserats så är ämnet färdig reducerat.



Figur 8a: Tryckfall mot tid



Figur 8b: Koncentration av vätgas mot reduktionstid

Mängden omvandlad vätgas utgör ett mått på processens effektivitet. Enligt figur 9 ligger omvandlingen runt 0,01 vilket tyder på en betydligt lägre reaktion omvandling. Den låga omvandlingen indikerar att reduceringen ej är lika effektiv som de experiment med högre gashastighet.

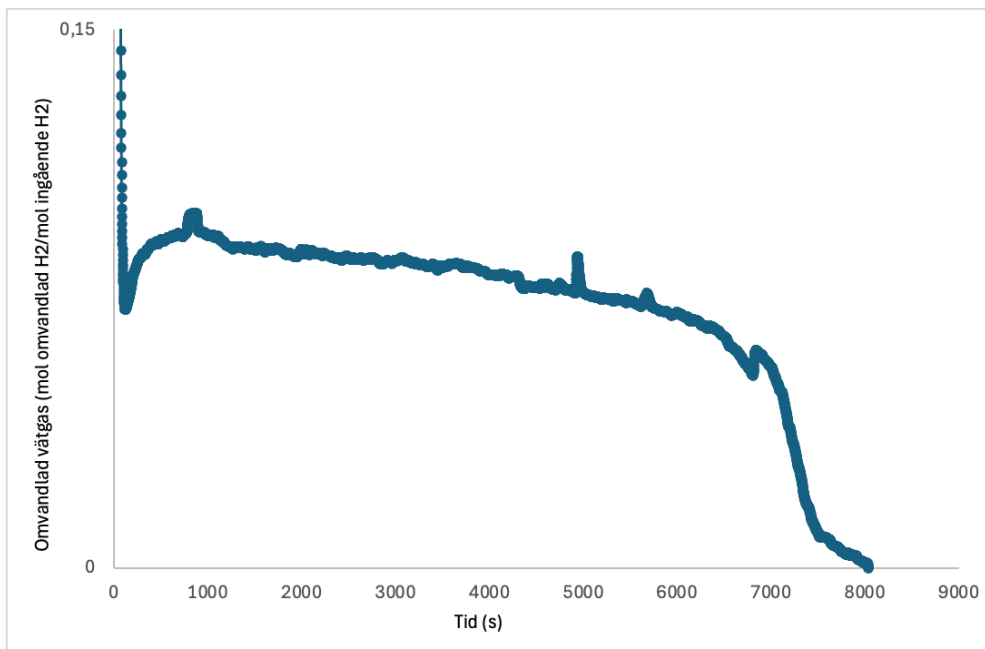
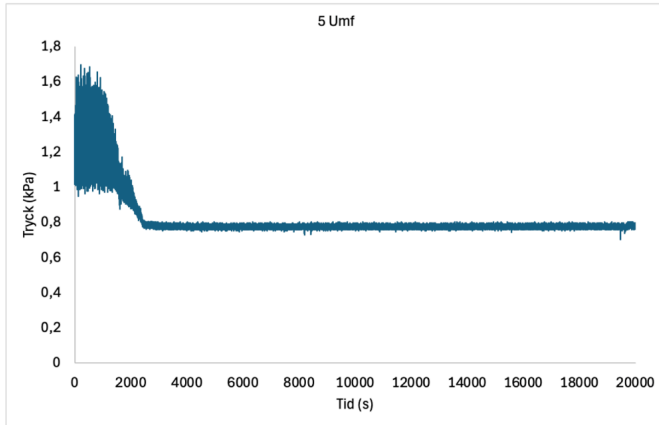


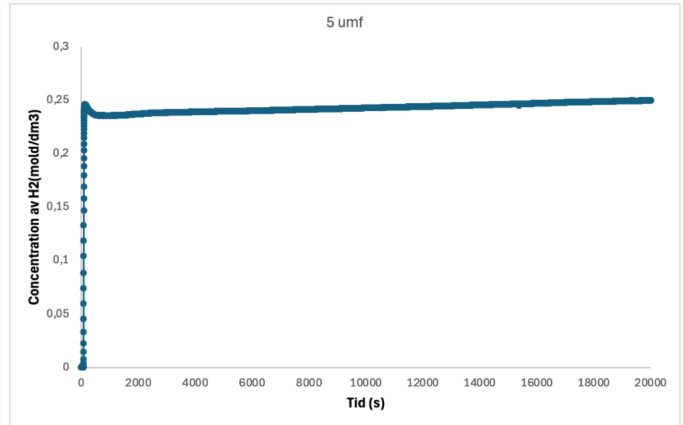
Figure 9: Omvandlad vätgas mot reaktionstid

3.4 5*umf med 25% H₂ och 75% N₂

Tryckfallet i figur 10a för 5*umf, där reduceringsgas består av 25 % vätgas och 75 % kvävgas, indikerar att materialet fluidiserades i början, vilket framgår av att amplituden ökar. Därefter minskar amplituden kraftigt och förblir konstant, vilket tyder på att materialet defluidiserades. I figur 10b observeras att kurvan stiger något i början för att sedan plana ut, vilket indikerar att en fullständig reduktion av ämnet inte inträffade.



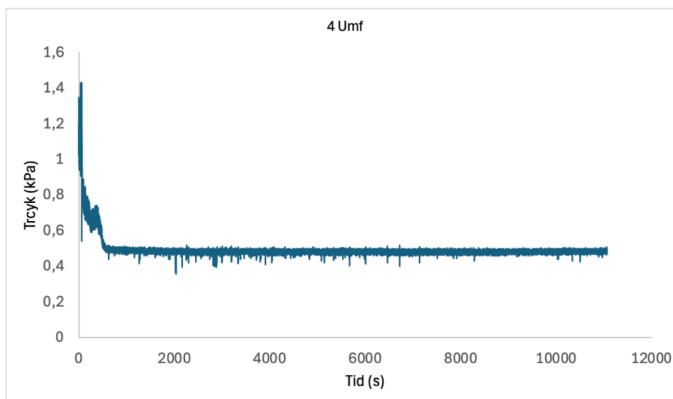
Figur 10a: Tryckfall mot tid



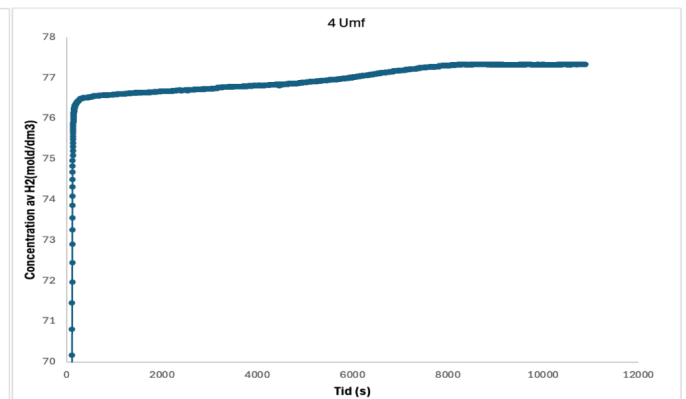
Figur 10b: Koncentration av vätgas mot reduktionstid

3.5 4*umf med 90% H₂ och 10% N₂

Grafen för 4*umf, med en reduceringsgas bestående av 90 % vätgas och 10 % kvävgas, visar att materialet defluidiserades, vilket framgår av att amplituden i tryckfallet förblir låg och konstant genom hela experimentet, figur 11a konstaterar detta. Figur 11b stärker denna slutsats, då kurvan stiger långsamt utan att stabiliseras, vilket tyder på att materialet inte fullständigt reducerades under försöket.



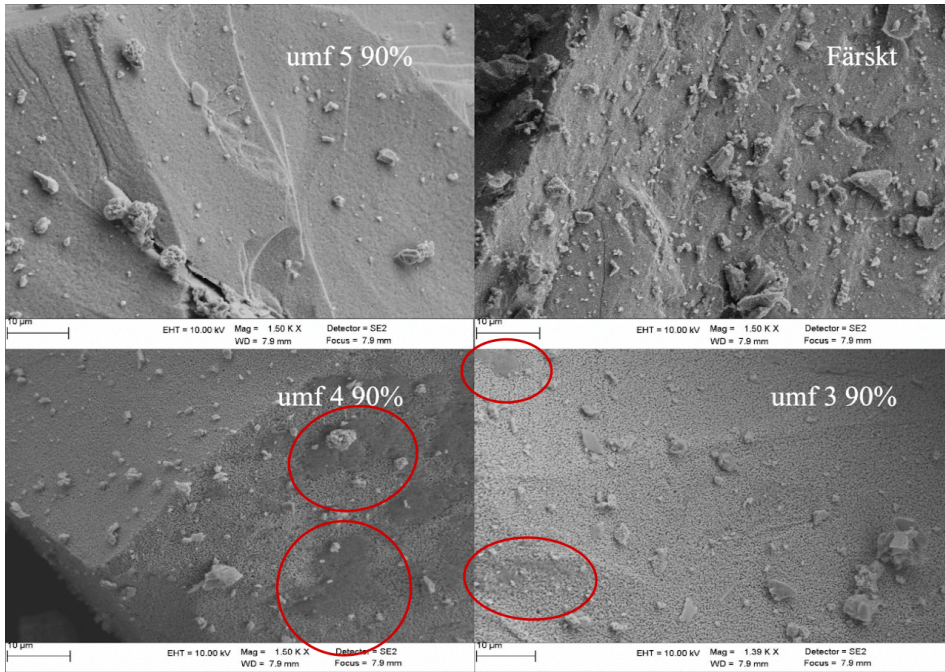
Figur 11a: Tryckfall mot tid



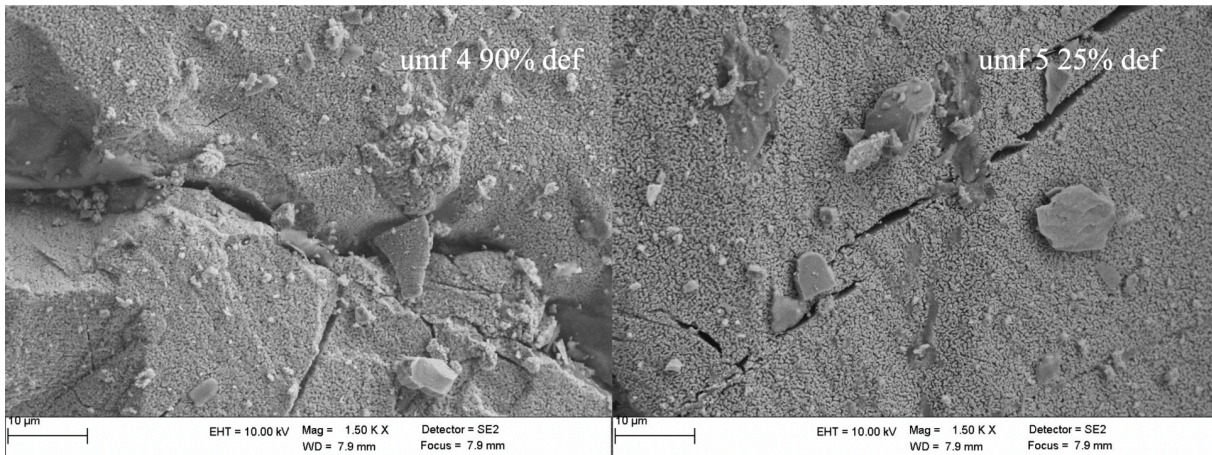
Figur 11b: Koncentration av vätgas mot reduktionstid

3.6 SEM analys

I SEM analyserades 6 olika prover, ett färskt, 2 defluidiserade och 3 fluidiserade prover. Färskta proven visar inga tecken på sprickor, porer eller smälta ytor. De defluidiserade proverna har stora sprickor, smälta ytor och stora porer. Medan de fluidiserade proverna har en slätare yta och porer men inga sprickor. Det observeras smälta ytor i 4*umf och 3*umf men inga i 5*umf vid samma koncentration. Utöver det så ökar porstorleken ju lägre gashastighet och koncentration som används. Förekomsten av smälta ytor ökade i takt med minskad gashastighet och lägre koncentration, vilket bekräftas av resultaten i umf 3 och umf 4. De defluidiserade prover uppvisade ännu fler smälta ytor vilket beror på den låga gashastighet och koncentrationen.



Figur 12: SEM-analys prover, fluidiserade prover samt färskt, de inringade delarna är smälta områden



Figur 13: SEM-analys bilder, defluidiserade prover

4. Diskussion

Den första slutsatsen som kan dras är att teorin stämmer, om koncentrationen och hastigheten ökar blir reduktionen snabbare. Det finns omfattande forskning om morfologin hos järnoxider vid reduktion och oxidation, men få studier har fokuserat på SEM-analyser av porstruktur, sprickbildning eller smälta områden vid låga temperaturer i fluidbäddsreaktorer. Varför detta uppstår är fortfarande ett stort frågetecken och vidare forskning behövs för att kunna dra fler konkreta slutsatser. Det färska provet som undersöktes med SEM-analys indikerade på inga sprickor, smälta områden eller porer. Detta tyder på att de uppstod efter reduktion. Dock kan vi inte utesluta att sprickorna som uppstod i de defluidiserade proverna inte är en konsekvens av defluidisering. Då proverna slutade fluidisera under processens gång kan de ha uppstått kollisioner mellan partiklarna vilket ledde till sprickor.

4.1 Defluiderade prover

De prover som uppvisade defluidisering var de med fluidiseringshastighet umf 4 i en atmosfär med 90 % vätgas, samt umf 5 med 25 % vätgas. Dessa prover kännetecknades av omfattande sprickbildning, vilket kan ha uppstått i samband med att fluidiseringen upphörde. När partiklarna inte längre hålls i suspension av gasflödet kan tryckfördelningen i bädden förändras kraftigt, vilket kan leda till mekaniska spänningar och brott i materialet.

Det går dock inte att utesluta att sprickorna uppstod efter själva defluidiseringen, exempelvis som en följd av kollaps i bädden då partiklar föll samman och kolliderade. Sådana kolliderande rörelser kan ge upphov till lokala punktbelastningar som förvärrar materialskador.

Utöver sprickorna uppvisade de defluidiserade proverna även betydligt större smälta ytor jämfört med de som förblev stabilt fluidiserade. Detta överensstämmer med hypotesen att fluidisering bidrar till att jämna ut temperatur- och reaktionsförhållanden. När partiklarna inte längre hålls i rörelse av gasflödet störs inte de lokala reaktionerna i samma utsträckning, vilket kan leda till att vissa områden överhettas. Denna överhettning kan i sin tur orsaka att ytor smälter och därmed ytterligare försämra materialets struktur.

Sammantaget tyder dessa observationer på att upprätthållen fluidisering är avgörande för att undvika både strukturella och termiska skador i processen.

4.2 Morfologi

Ju lägre koncentration och gashastighet desto större porer, vilket är motsatsen till hypotesen då det förväntade resultatet skulle visa större porer vid högre koncentration och umf. Enligt SEM visar det färska provet inga tecken på porer, så det uppstår som ett resultat av reduktionen. Dock i de prover som kördes med högsta gashastighet och högsta koncentration ser vi mindre porer än de andra resultaten, det kan vara en konsekvens av att provet oxiderade vid uttag från reaktorn. Där syns också en mycket slätare yta än de andra proven vilket kan vara ytterligare en konsekvens av oxideringen.

Det förväntades synas smälta punkter vid de defluidiserade proverna men det observerades smälta punkter vid alla prover oavsett koncentration och gashastighet. Det enda provet som inte indikerade på smälta var provet som kördes vid 5*umf med 90% vätgas, dock oxiderade de provet vid uttag.

Den stora frågan är hur järnpulvret smälte då experimentet kördes vid en konstant temperatur på 550 och järn (Fe) har en smältpunkt på 1538 °C och magnetit (Fe₃O₄) 1594°C. Dessa siffror är långt ifrån den aktuella temperaturen. De färska provet hade inga smälta punkter vilket antyder att de skedde under reduktionen.

Då det uppstår en exoterm reaktion i bädden kan det vara så att vissa partiklar reagerar med varandra och smälter samman dock avbryts reaktionen då bädden fluidiseras. Detta är då små lokala reaktioner som skulle kunna vara en förklaring till varför det är små smälta områden utöver partiklarna. Dock kvarstår frågan om hur järnpulvret lyckas smälta vid så låg temperatur.

5. Slutsats

Den slutsats som kan dras från resultaten är att den befintliga teorin till stor del kunde bekräftas: en högre koncentration av vätgas i kombination med ökad gashastighet leder till förbättrade resultat. Detta stärker hypotesen om att dessa två parametrar har en direkt inverkan på reduktions effektivitet.

Vidare kunde det konstateras att gashastigheten har en tydlig inverkan på reduktionstiden. Högre gashastigheter resulterade i kortare reduktionstider, vilket ligger i linje med antagandet att ett ökat flöde förbättrar transporten av reaktiva gaser och därmed påskyndar reduktionsförloppet. Däremot kunde ingen säker slutsats dras om koncentrationens inverkan på reduktionstiden, eftersom provet vid lägre koncentrationer av vätgas defluidiserade och därmed aldrig reducerade klart.

Samtidigt har experimentet väckt ett antal nya frågor som för närvarande saknar entydiga svar. Ett av de mest framträdande problemen är just defluidiseringen av vissa prover, vars bakomliggande orsaker ännu inte är fullt klarlagda. Trots att det finns hypoteser om att sprickbildning, smälta ytor och porbildning kan ha ett samband med förändrade gas flödesförhållanden och lokala temperatur toppar, är det fortfarande oklart varför dessa fenomen uppträder i vissa fall men inte i andra. Det tyder på att ytterligare parametrar, såsom partikelstorleksfördelning, värmeöverföring effektivitet eller materialets mikroskopiska struktur, kan spela en avgörande roll.

Dessa observationer gör ämnet än mer intressant och visar på behovet av fördjupad forskning inom området. För att kunna ge tillförlitliga förklaringar till de observerade effekterna krävs mer omfattande analyser med högre upplösning, exempelvis termografi, mikroskopisk strukturstudie och flödesmodellering. Vidare forskning är därför avgörande för att kunna identifiera de exakta mekanismer som styr processens stabilitet, och för att i framtiden kunna optimera parametrarna på ett kontrollerat och reproducerbart sätt.

6. Referenser

- [1] Rodríguez Diez, J., Tomé-Torquemada, S., Vicente, A., Reyes, J., & Orcajo, G. A. (2023). Decarbonization Pathways, Strategies, and Use Cases to Achieve Net-Zero CO₂ Emissions in the Steelmaking Industry. *Energies*, *16*(21). <https://doi.org/10.3390/en16217360>
- [2] Holappa, L. (2020). A general vision for reduction of energy consumption and CO₂ emissions from the steel industry. *Metals*, *10*(9), 1–20. <https://doi.org/10.3390/met10091117>
- [3] Holappa, L. (2020). A general vision for reduction of energy consumption and CO₂ emissions from the steel industry. *Metals*, *10*(9), 1–20. <https://doi.org/10.3390/met10091117>
- [4] Hasanbeigi, A., Arens, M., & Price, L. (2014). Alternative emerging ironmaking technologies for energy-efficiency and carbon dioxide emissions reduction: A technical review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *33*, 645–658.
- [5] Purnomo V. (2025). The 25th Fluidized Bed Conversion Conference. Hydrogen-Based, Low-Temperature Reduction of Iron Oxide in a Bubbling Fluidized Bed.
- [6] *ALUSCAN 2106*. (n.d.). Issuu. https://issuu.com/198712/docs/aluscan_2106_issuu/s/13881725
- [7] Horio, M. (2013). Overview of fluidization science and fluidized bed technologies. In *Fluidized Bed Technologies for Near-Zero Emission Combustion and Gasification* (pp. 3–41). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1533/9780857098801.1.3>
- [8] Leion, H., Frick, V., & Hildor, F. (2018). Experimental method and setup for laboratory fluidized bed reactor testing. *Energies*, *11*(10), 2505.
- [9] Wallin, M., Tagami, T., Chen, L., Yang, M., & Chan, H. K. (2018). Pulmonary drug delivery to older people. *Advanced Drug Delivery Reviews*, *135*, 50–61. <https://doi.org/10.1016/j.addr.2017.11.010>

[10] Wolfinger, T., Spreitzer, D., & Schenk, J. (2022). Analysis of the Usability of Iron Ore Ultra-Fines for Hydrogen-Based Fluidized Bed Direct Reduction—A Review. In *Materials* (Vol. 15, Issue 7). MDPI.

<https://doi.org/10.3390/ma15072687>

[11] Suup, A.M. (2009). Studie av kvartsits effekt på fasomvandlingarna under reduktion av magnetitpellets. Luleå tekniska universitet. <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:1026939/FULLTEXT01.pdf>

[12] Genge, M. J., & van Ginneken, M. (2018). Comment on “Unmelted cosmic metal particles in the Indian Ocean” by Prasad et al. In *Meteoritics and Planetary Science* (Vol. 53, Issue 2, pp. 326–332). University of Arkansas. <https://doi.org/10.1111/maps.13013>

[13] CSI Nordic AB. (2023, 24 augusti). *Scanning electron microscopy (SEM)*. CSI Nordic.

<https://csinordic.com/en/scanning-electron-microscopy-sem/>

[14] FELMI-ZFE – TU Graz. (n.d.). *Zeiss Ultra 55*. FELMI-ZFE.

<https://felmi-zfe.at/instrumentation/sem/zeiss-ultra-55/>

7. Bilagor

%	ml/min
10	130,16
20	250,15
30	370,1
40	490,86
50	611,12
60	733,13
70	854,56
80	975,73
90	1097
97,4	1176,1

Tabell A: Kalibrering av flöden #48 H2

%	ml/min
10	130,16
20	250,15
30	370,1
40	490,86
50	611,12
60	733,13
70	854,56
80	975,73
90	1097
97,4	1176,1

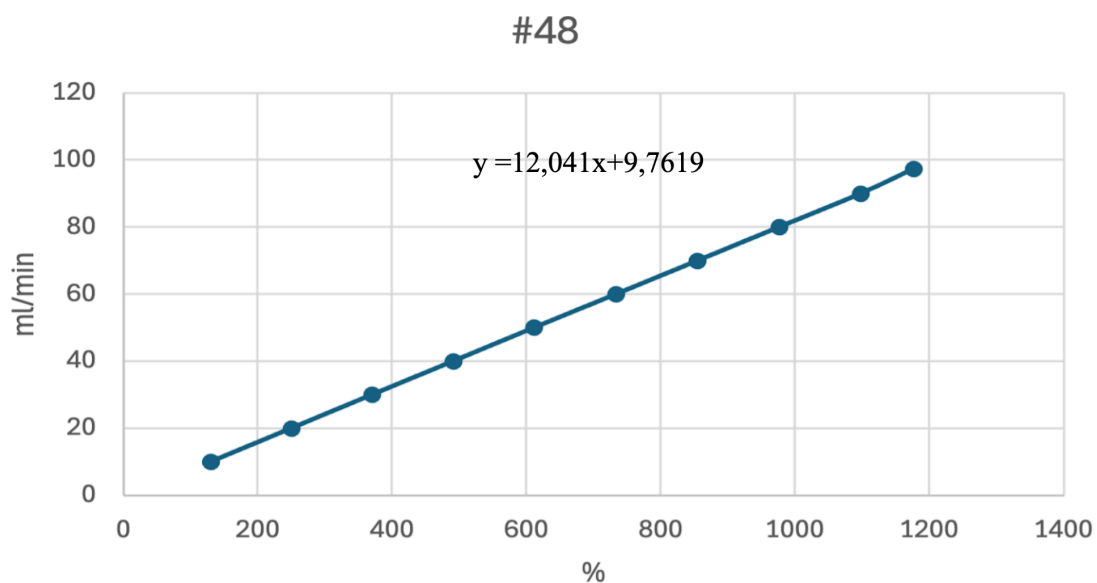
Tabell B: Kalibrering av flöden #410 N2

u/umf	% H2	ml/min
5	84,42	1026,35
4	67,38	821,08
3	50,33	615,85

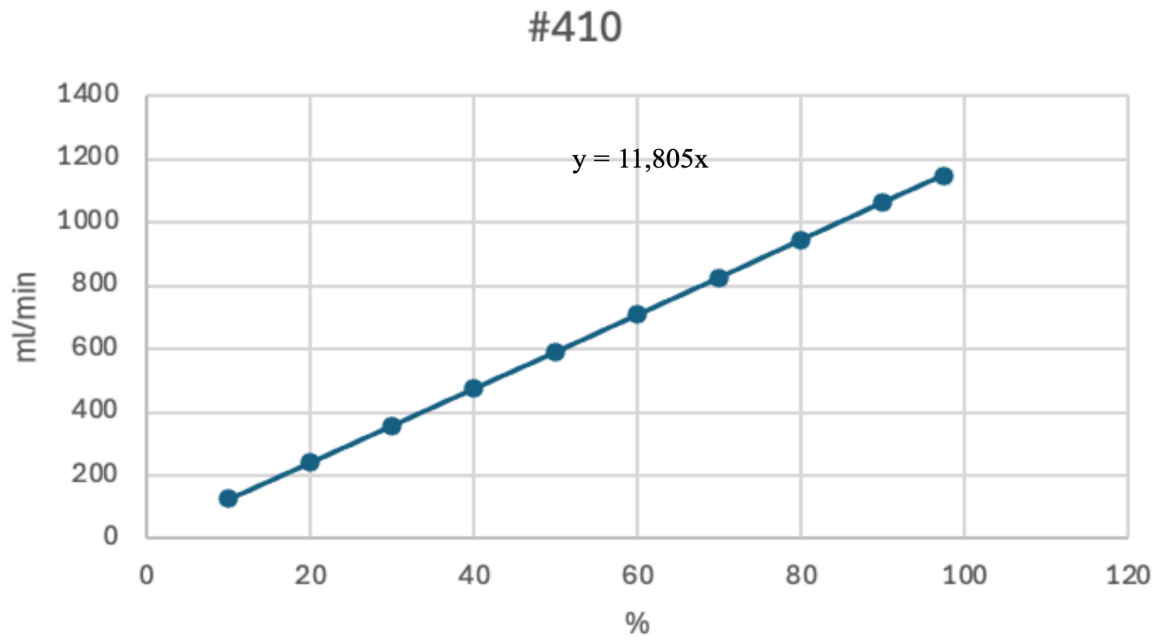
Tabell C: Flöden omvandlat till procentandelar

u/umf	% N2	ml/min
5	9,66	114,03
4	7,72	91,23
3	5,79	68,42

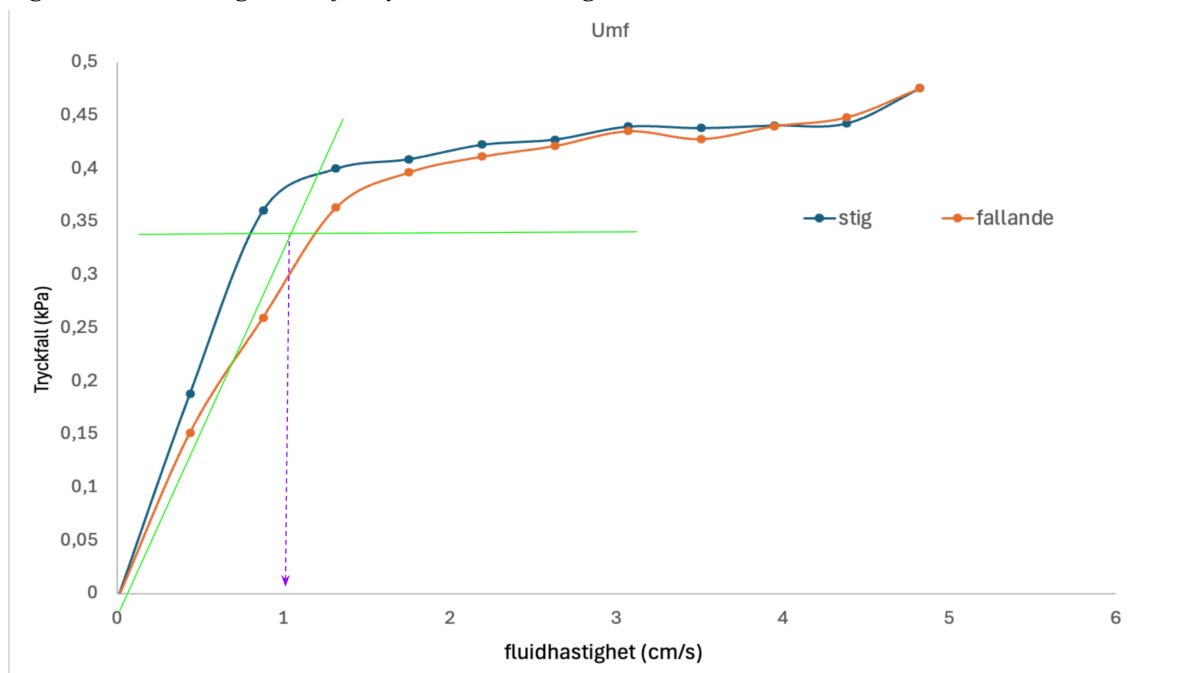
Tabell D: Flöden omvandlat till procentandelar



Figur A: Kalibreringskurva för system #48 vätgas

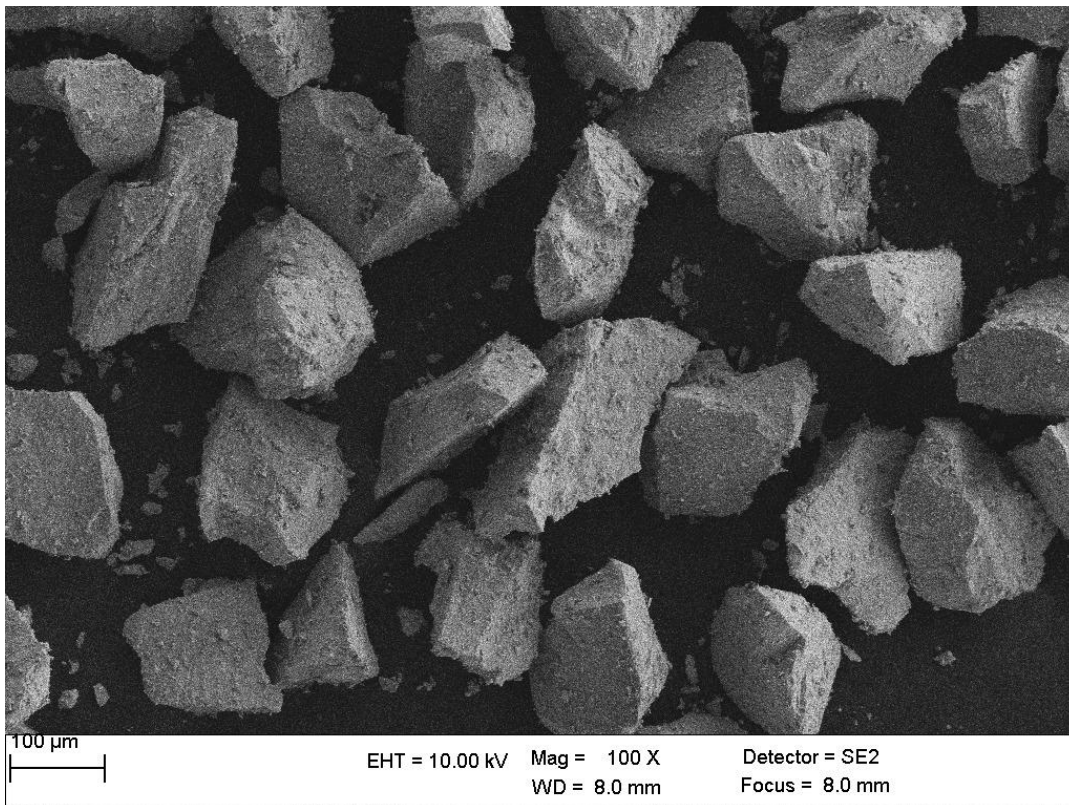


Figur B: Kalibreringskurva för system #410 kvävgas

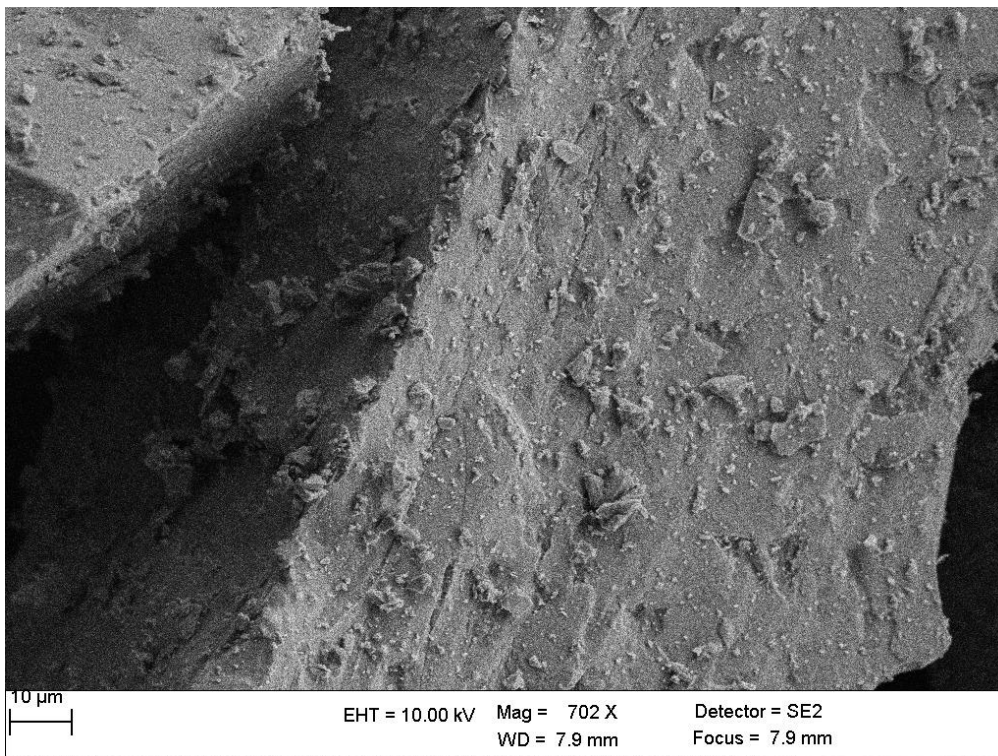


Figur C : Umf kurva

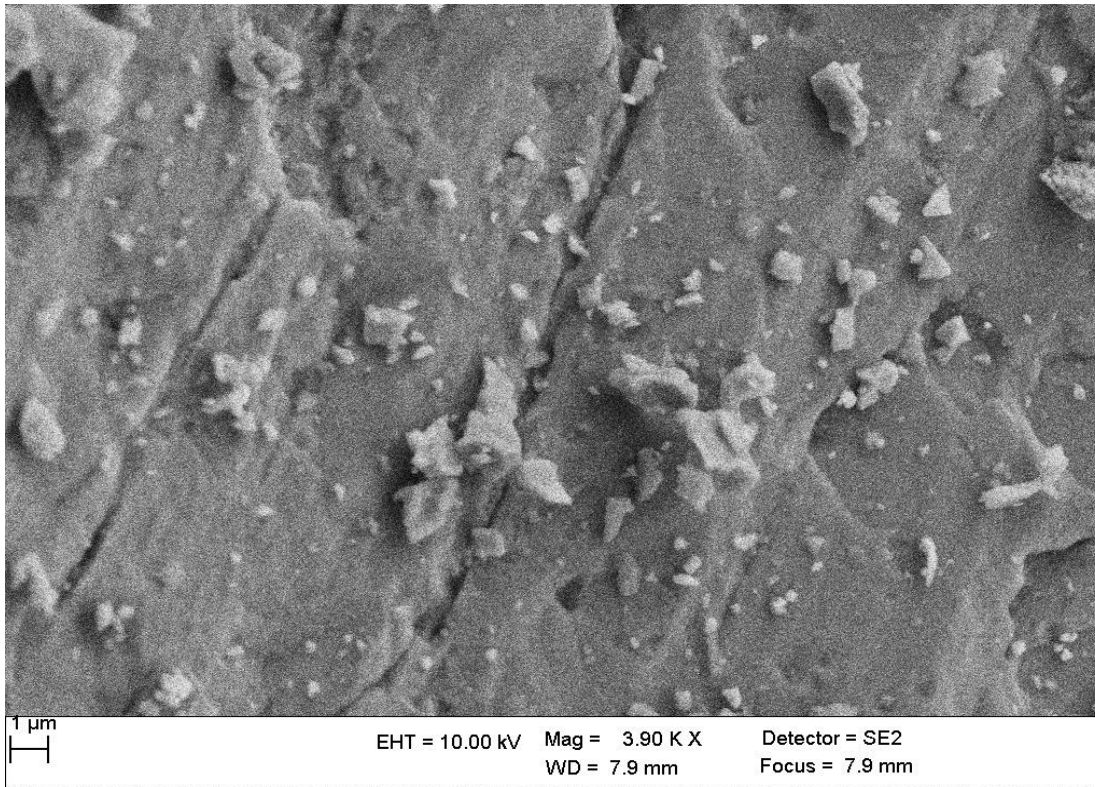
SEM bilder



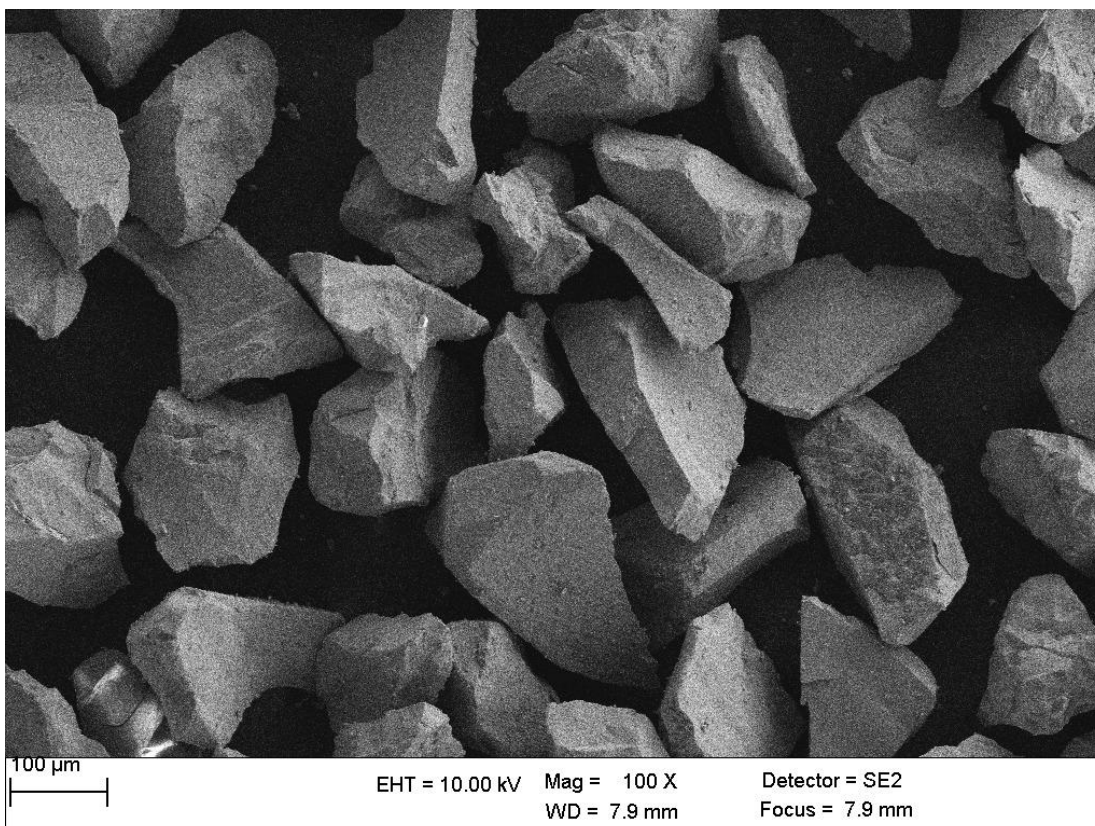
Figur D: Färskt prov 100x 100 μm



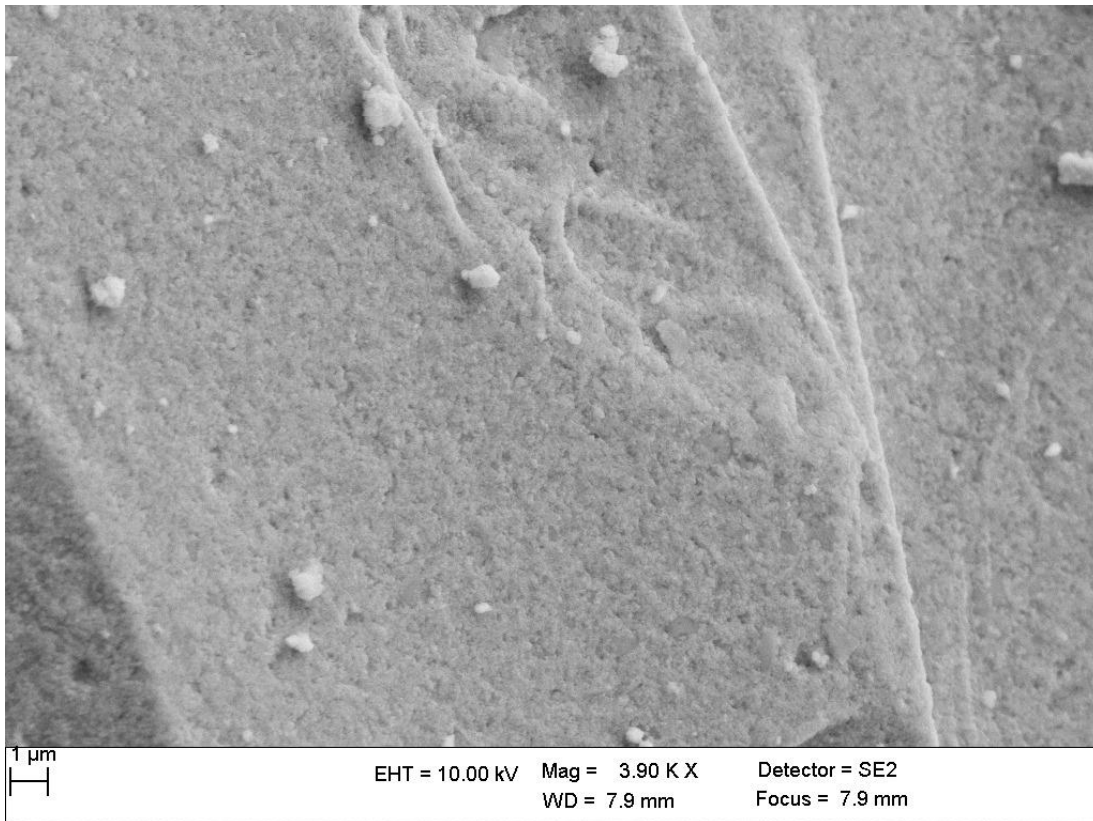
Figur E: Färskt prov 100x 10 μm



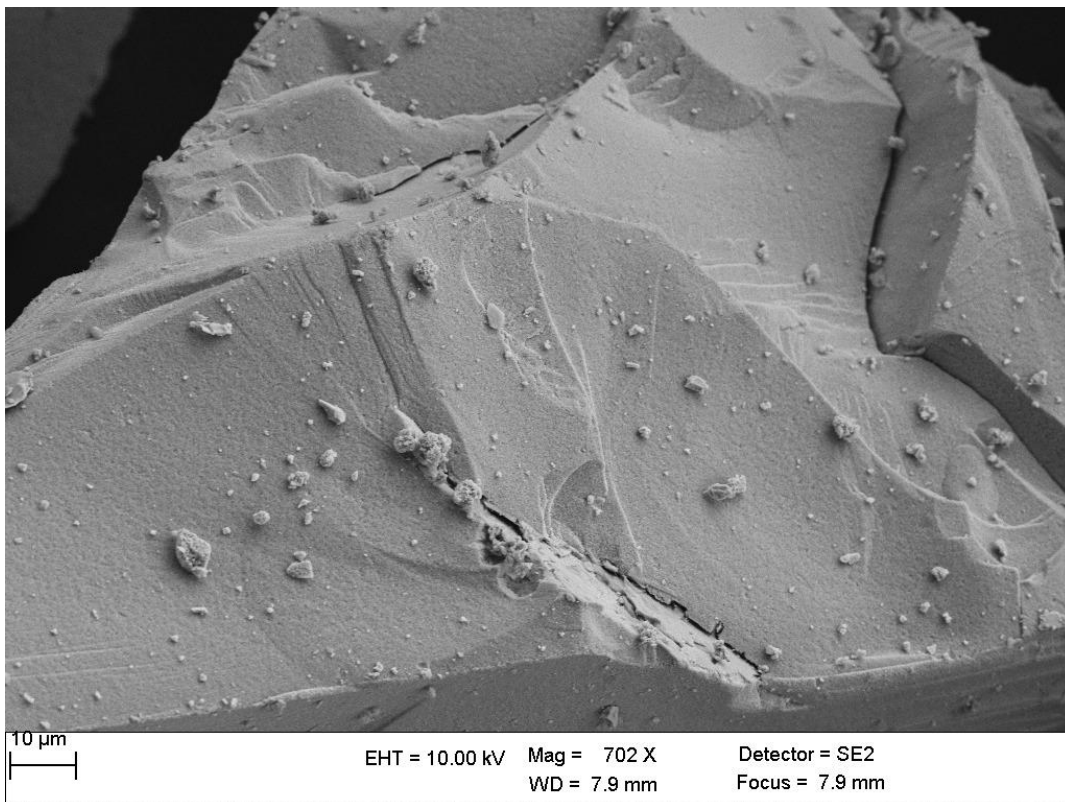
Figur F: Färskt prov 3900x 1 μm



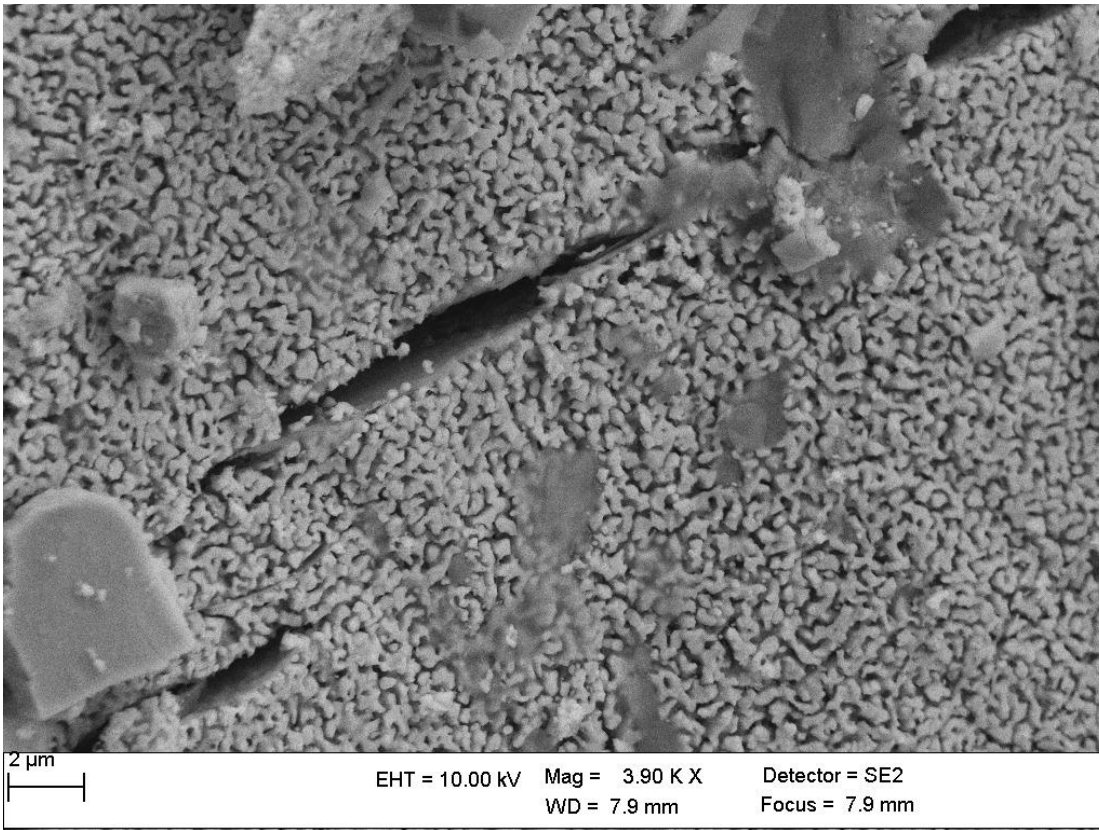
Figur G: 5*umf 90% H₂ 100x 100µm



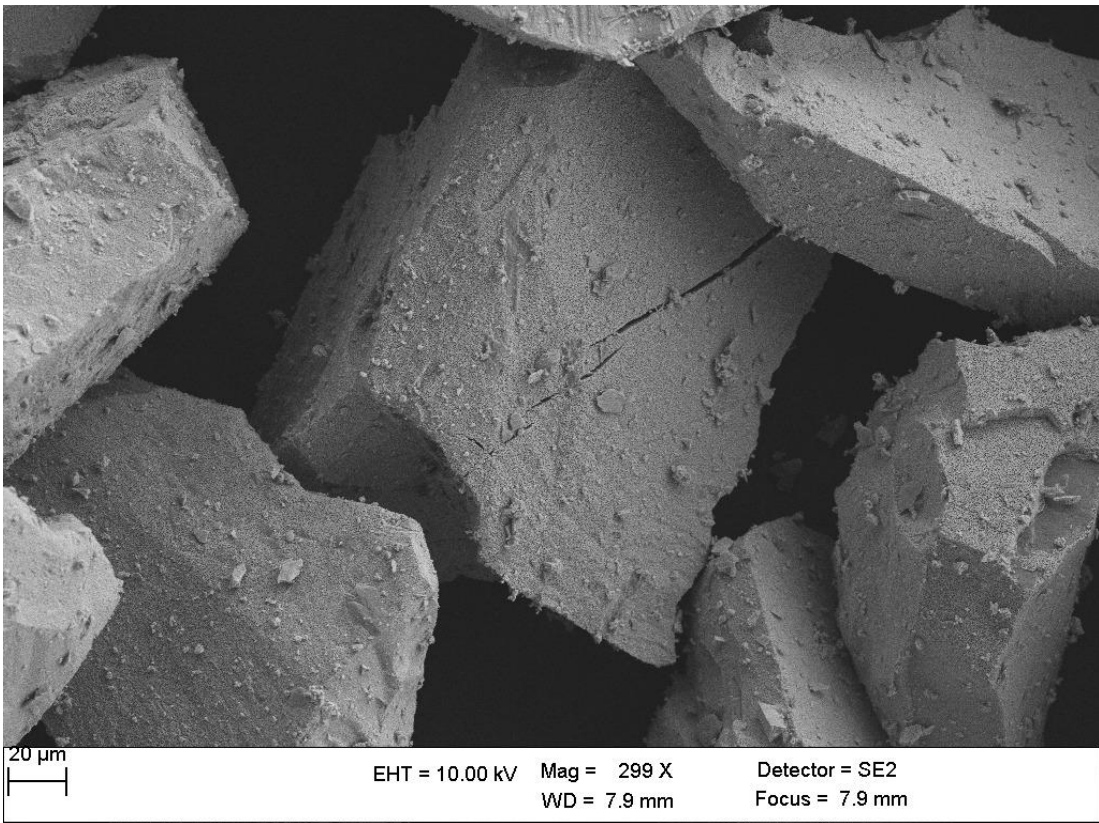
Figur H: 5*umf 90% H₂ 3900x 1µm



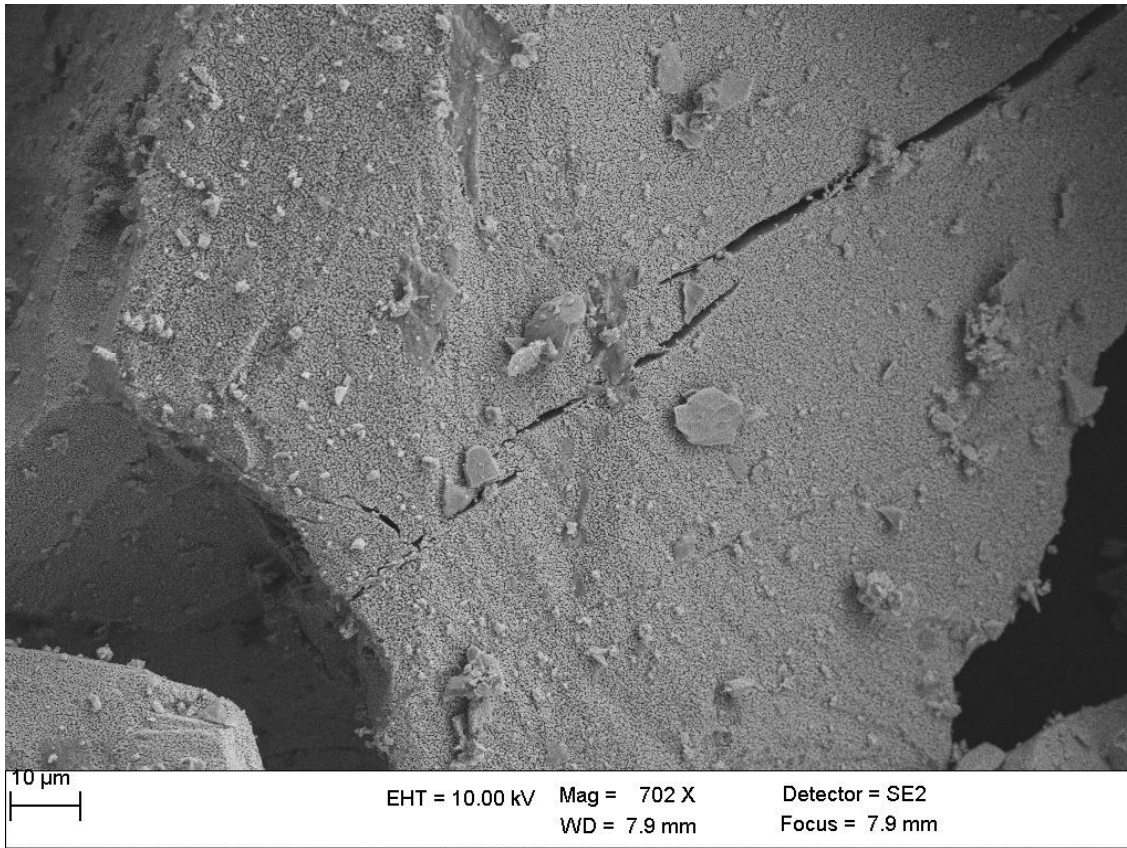
Figur I: 5*umf 90% H₂ 702x 10µm



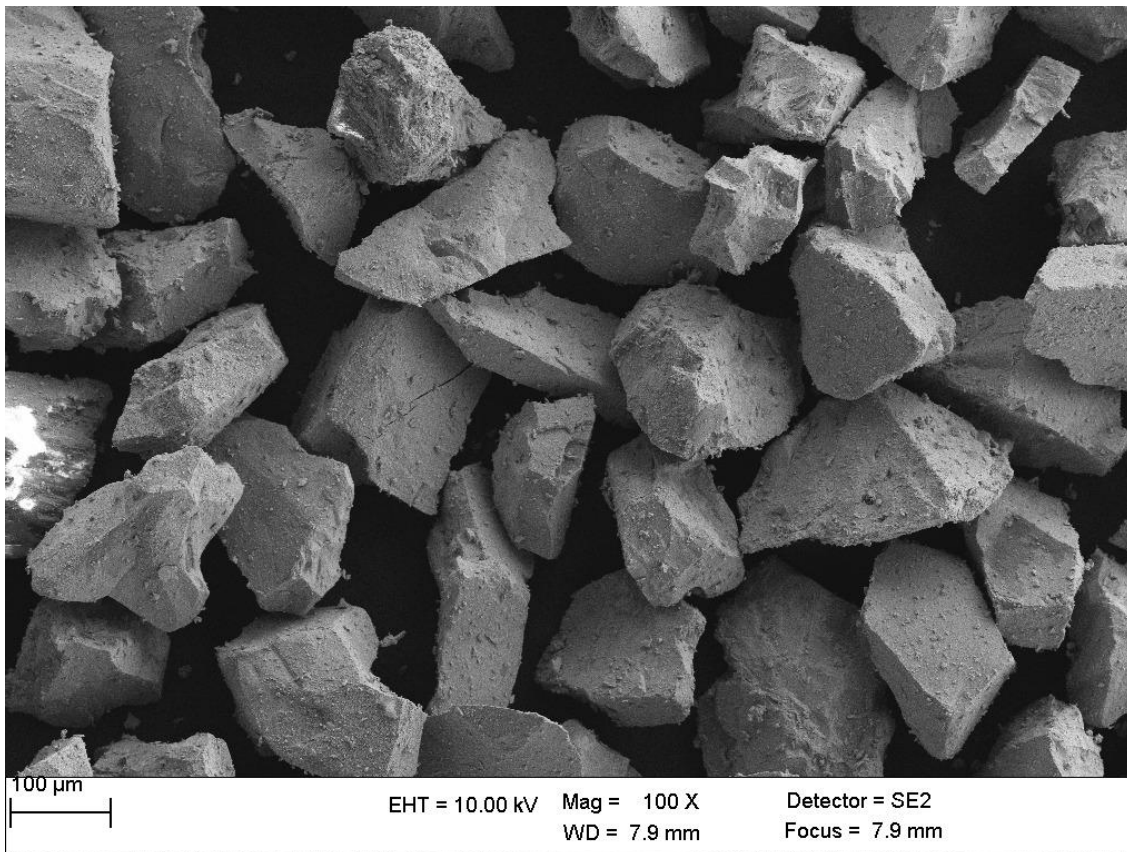
*Figur J: 5*umf def 25% H₂ 3900x 2μm*



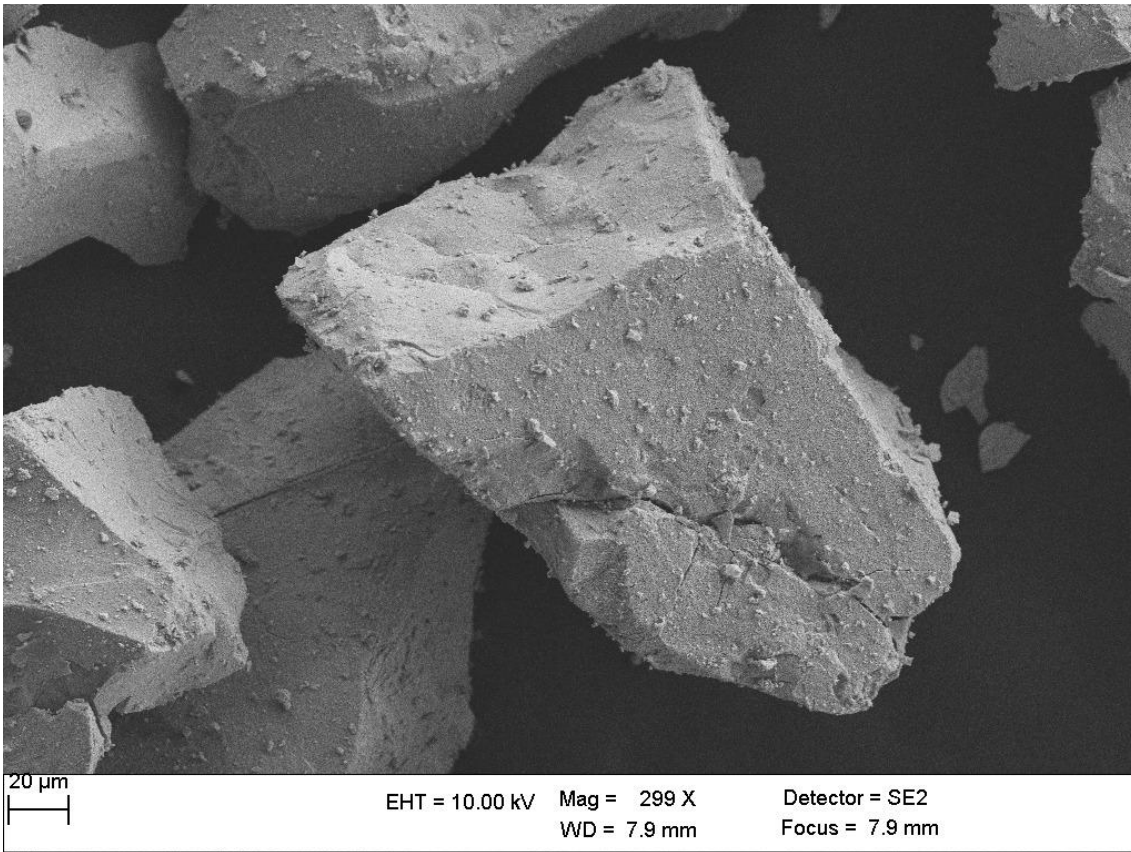
*Figur K: 5*umf def 25% H₂ 299x 20μm*



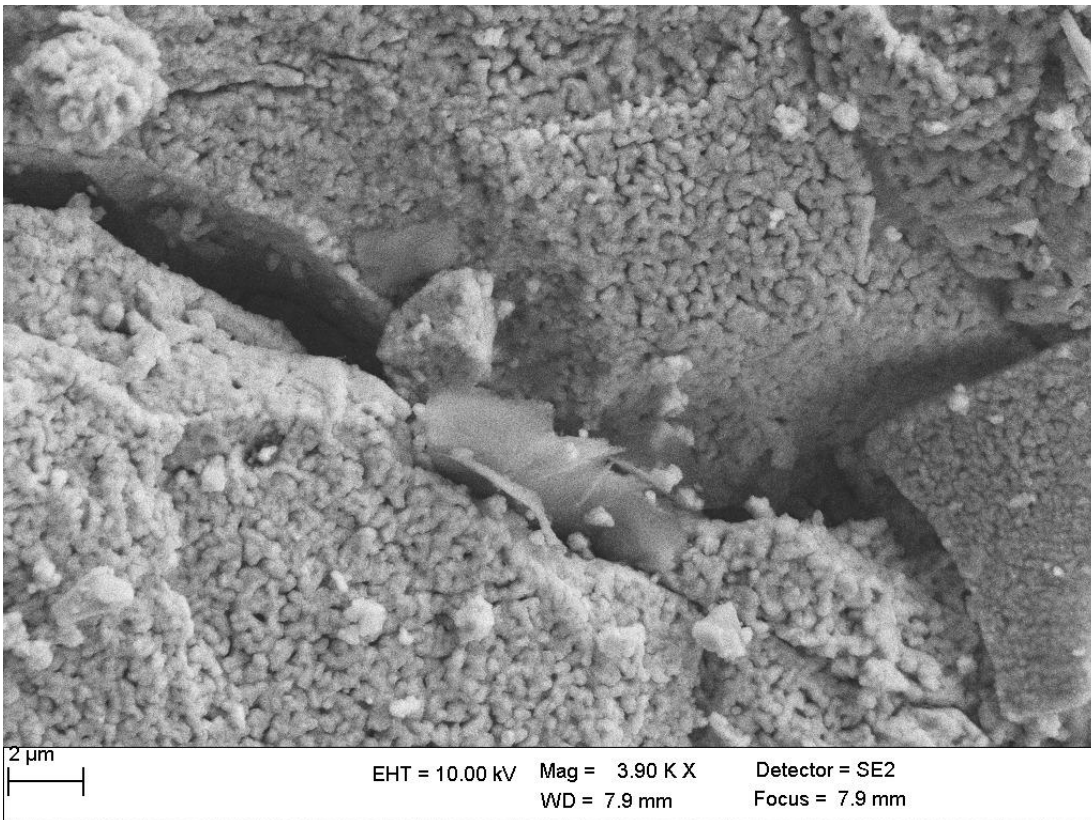
*Figur L: 5*umf def 25% H₂ 702x 10μm*



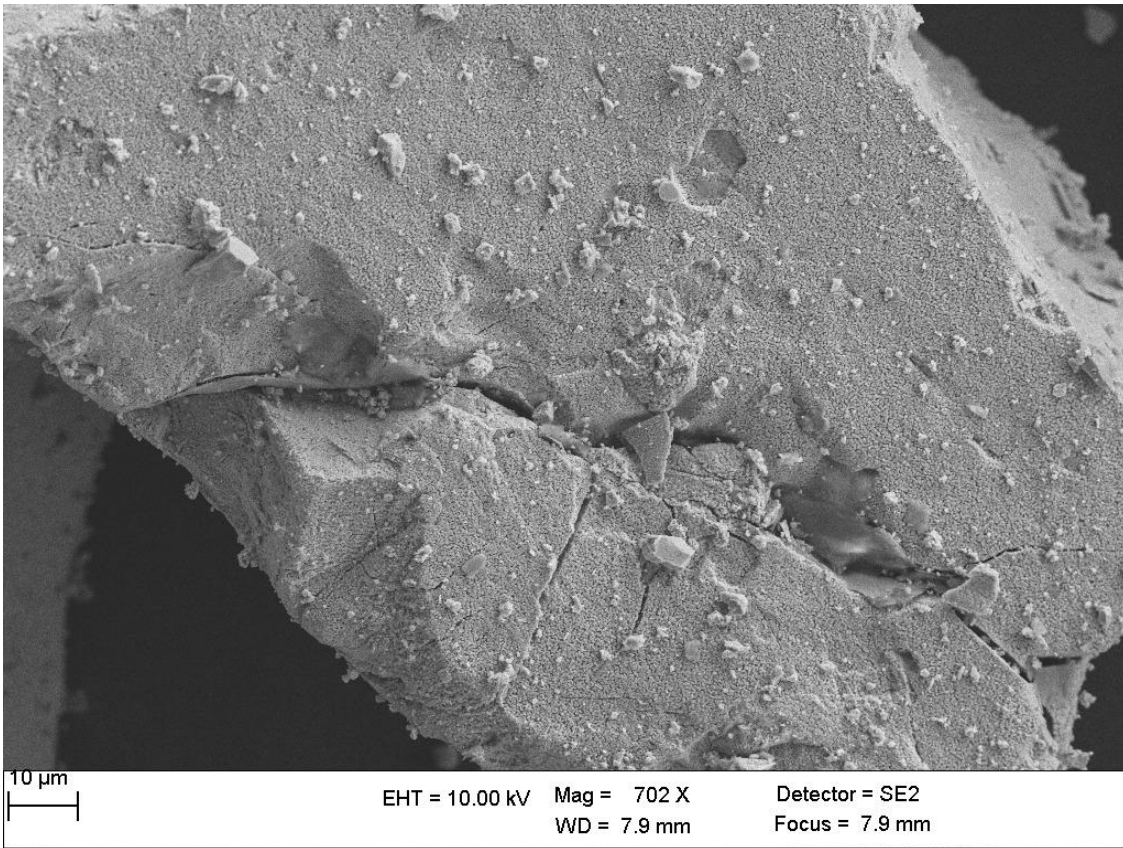
*Figur M: 5*umf def 25% H₂ 100x 100μm*



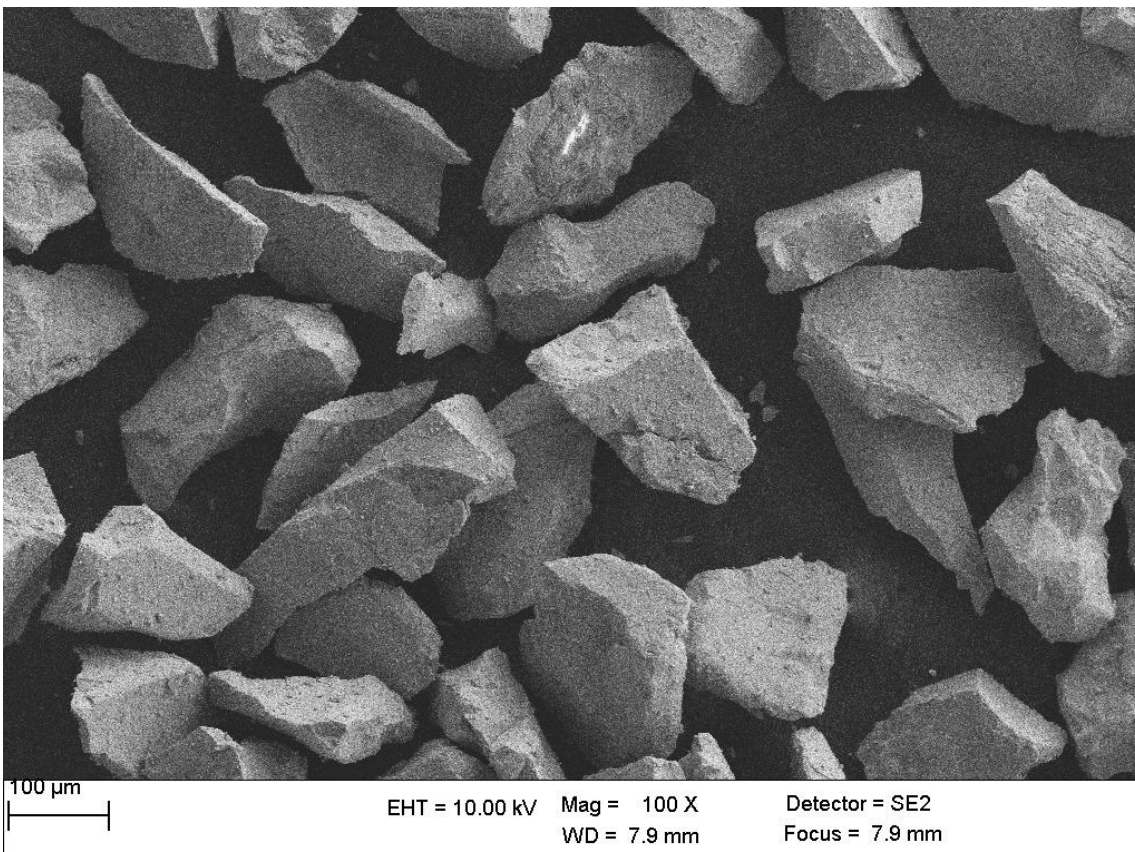
Figur N: 4*umf def 90% H₂ 299x 20µm



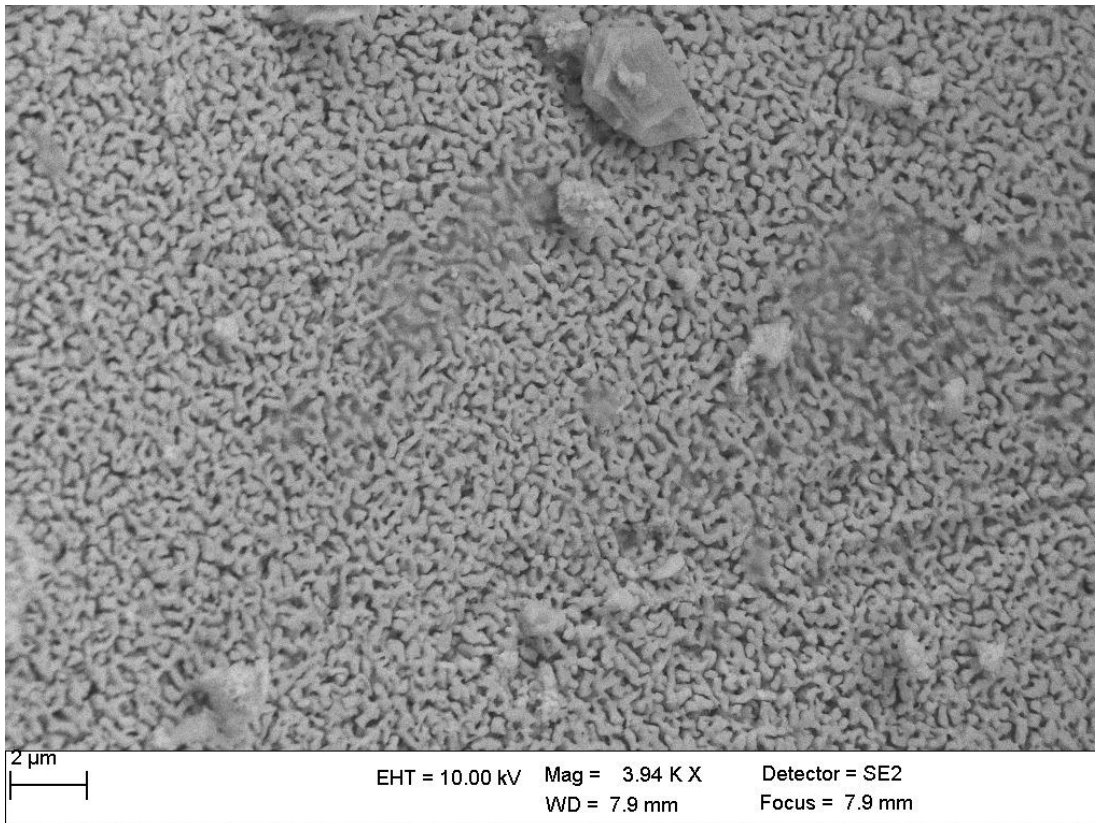
Figur O: 4*umf def 90% H₂ 3900x 2µm



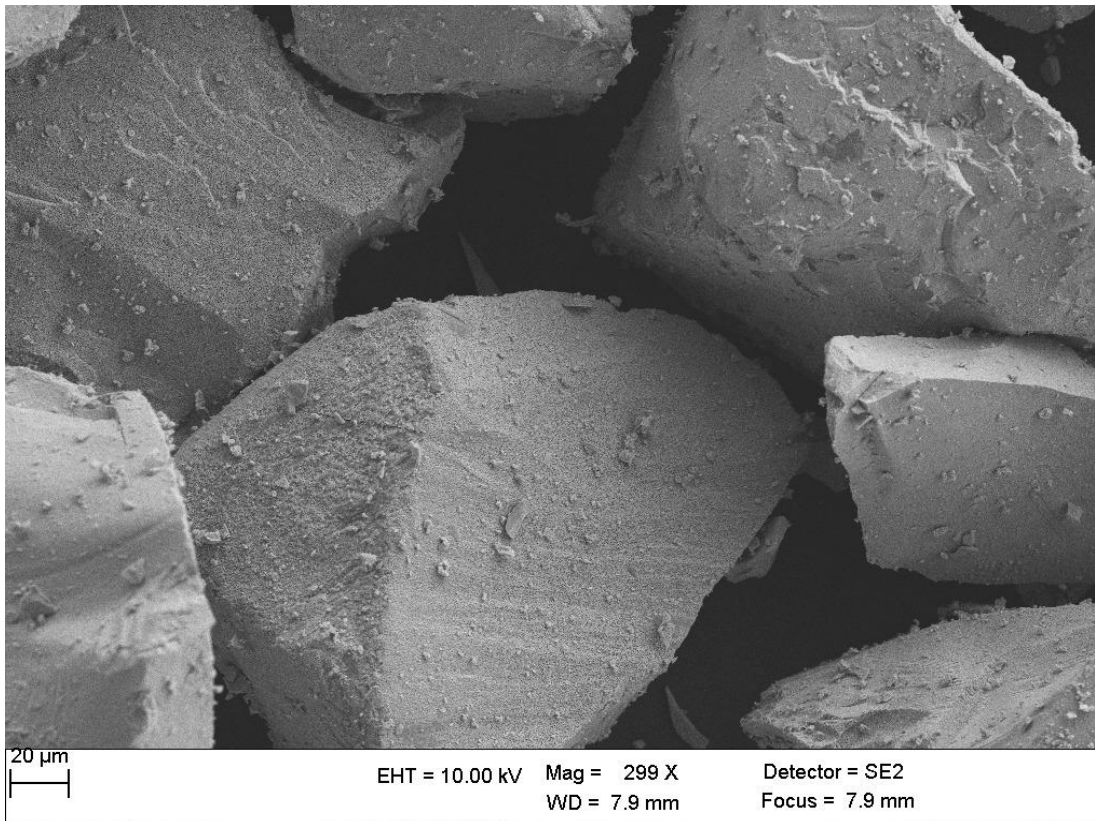
*Figur P: 4*umf def 90% H₂ 702x 10μm*



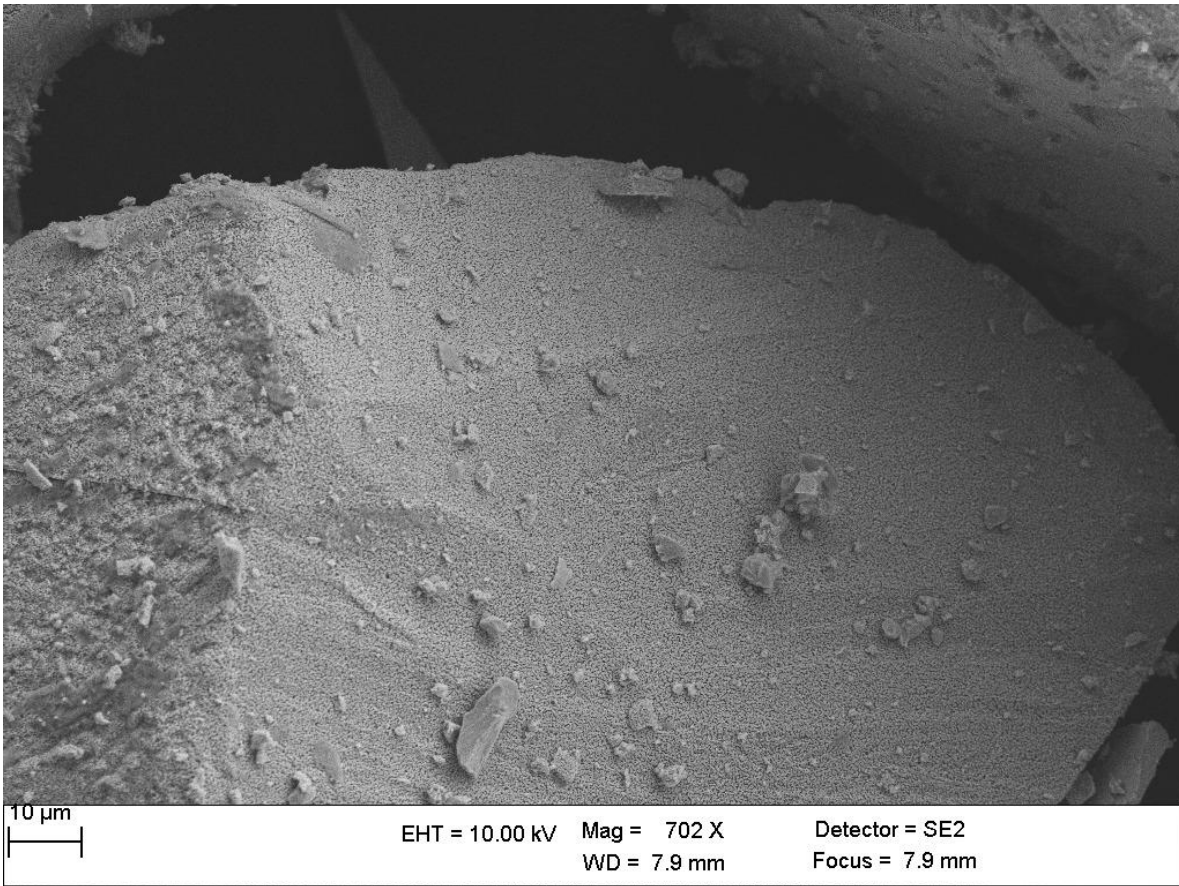
Figur Q: 4*umf def 90% H₂ 100x 100µm



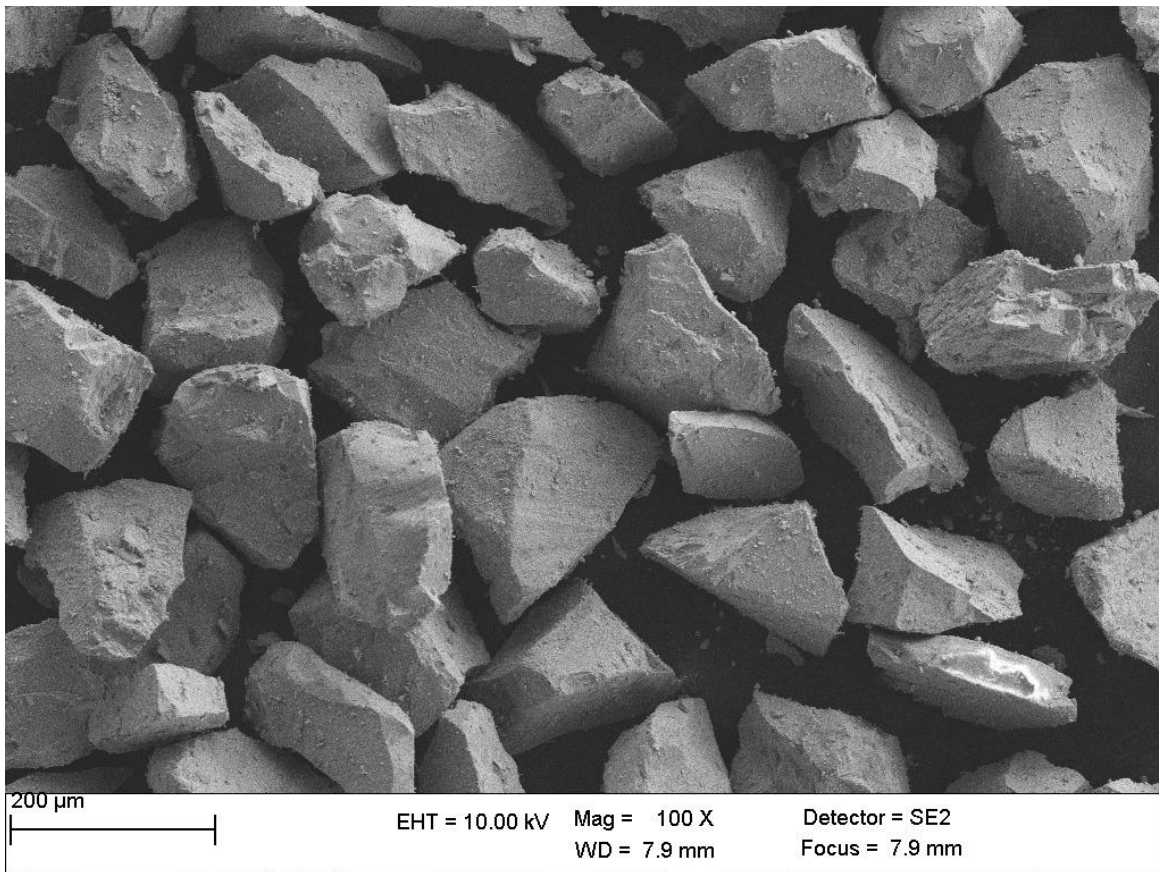
Figur R: 3*umf 90% H₂ 3900x 2µm



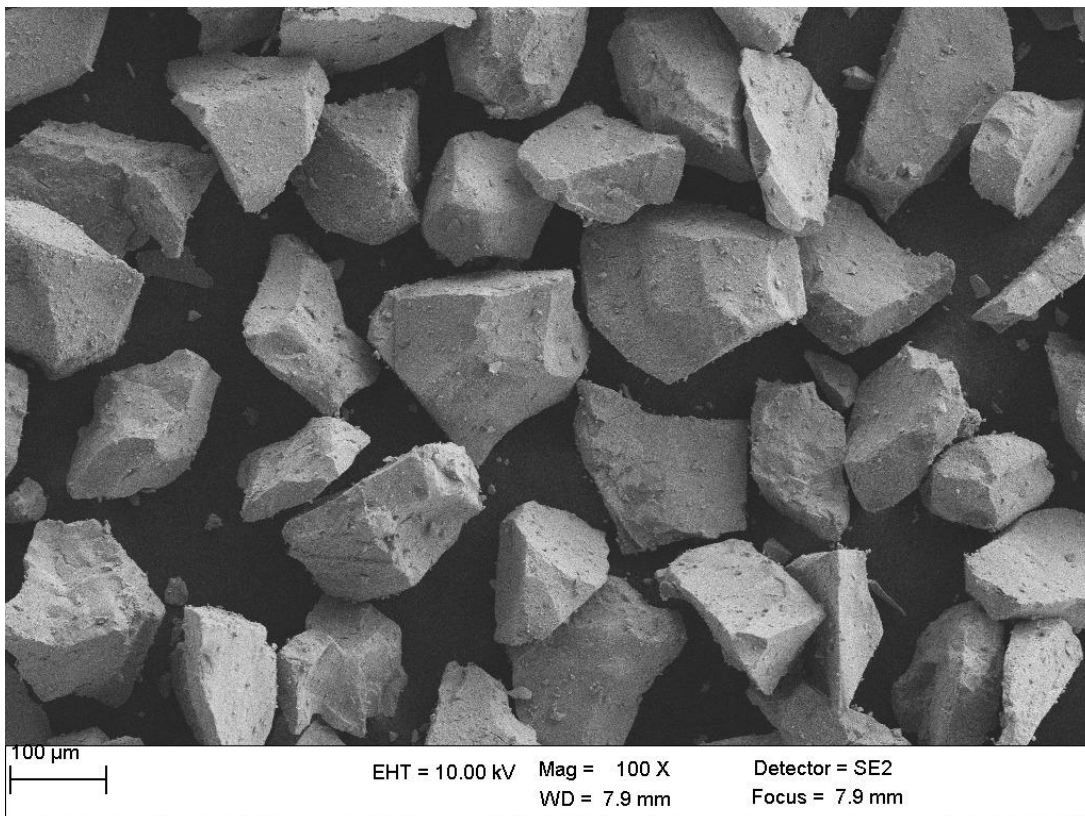
Figur S: 3*umf 90% H₂ 299x 20µm



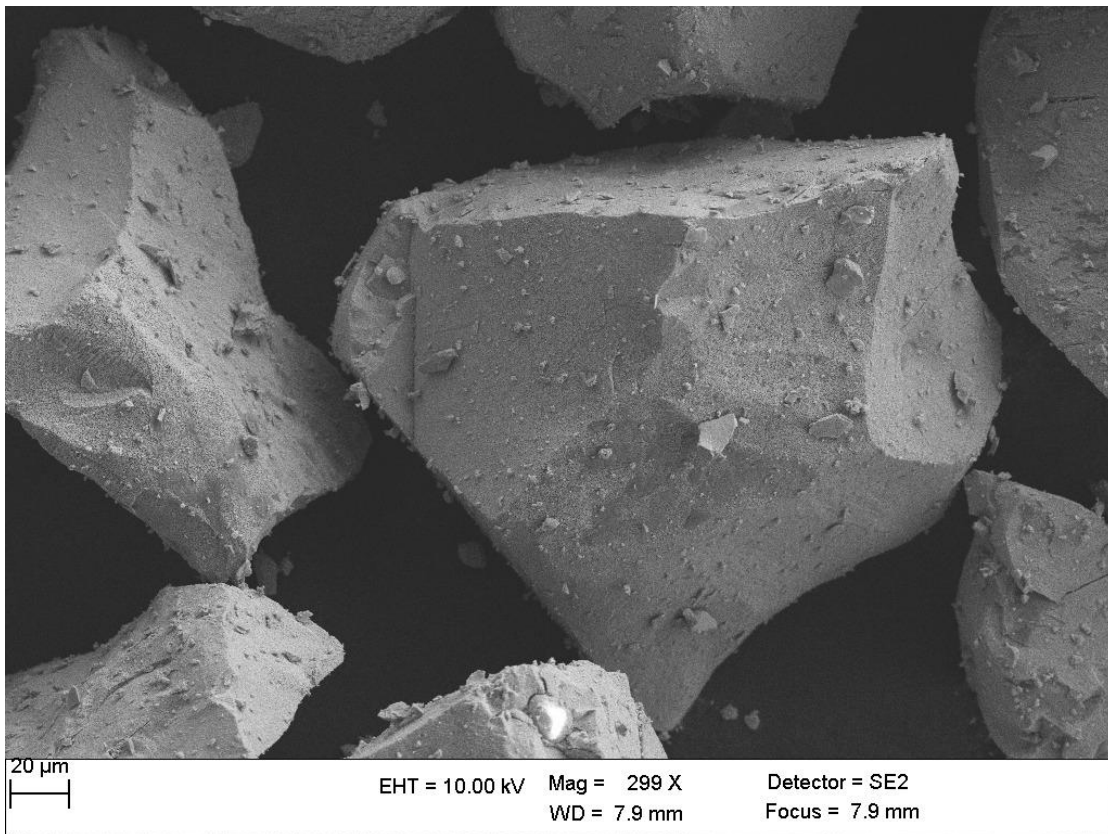
*Figur T: 3*umf 90% H₂ 702x 10µm*



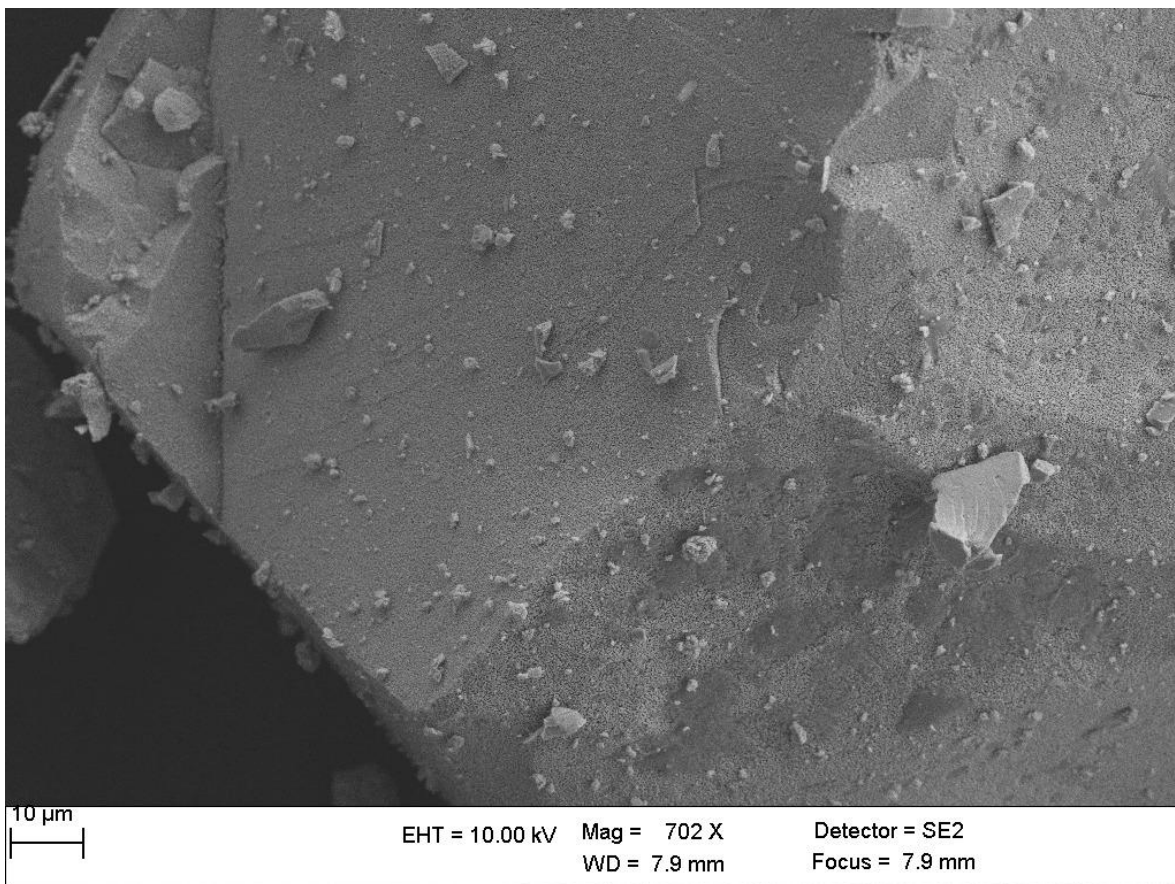
*Figur U: 3*umf 90% H₂ 100x 200µm*



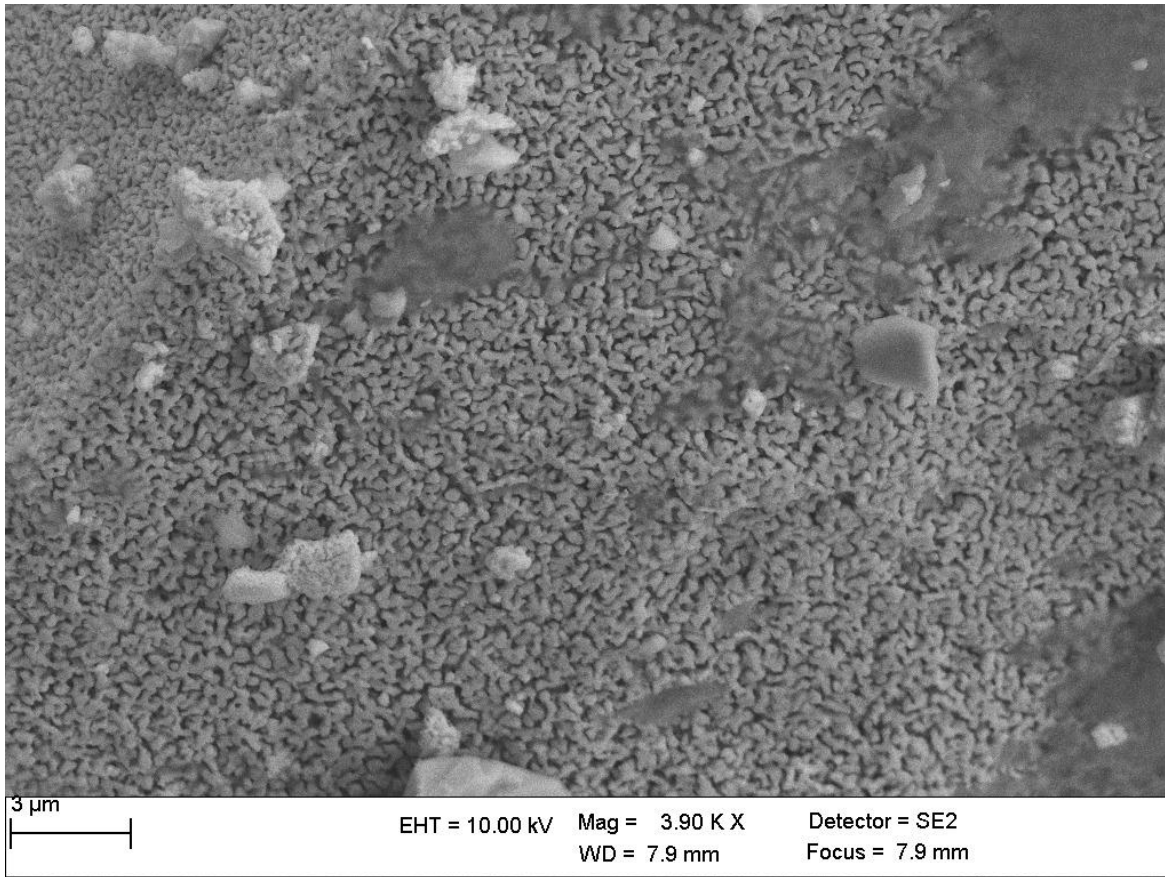
*Figur V: 4*umf 90% H₂ 100x 100µm*



*Figur W: 4*umf 90% H₂ 299x 20μm*



*Figur X: 4*umf 90% H₂ 702x 10μm*



*Figur Y: 4*umf 90% H₂ 3900x 3 μm*