

KFK-311

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

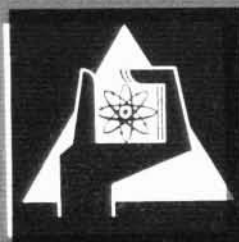
Januar 1965

KFK 311

Abteilung Reaktorbetrieb

Metallographische Zelle für Untersuchungen an bestrahlten
Kernbrennstoffelementen

H. -L. Krautwedel



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE

Metallographische Zelle für Untersuchungen an bestrahlten Kernbrennstoffelementen

Metallographic cell for investigations on irradiated fuel elements

Von H.-L. Krautwedel Aus der Abteilung Reaktorbetrieb im Kernforschungszentrum Karlsruhe

1. Einleitung

Von der Arbeitsgruppe für Werkstoffüberwachung der Abteilung Reaktorbetrieb im Kernforschungszentrum Karlsruhe wurde eine gasdichte, bleiabschirmte Zelle errichtet, die mit geeigneten Fernbedienungseinrichtungen zur Untersuchung von Proben aus bestrahlten Kernbrennstoffen und Strukturmaterialien ausgerüstet ist. Die Zelle ist hauptsächlich für metallographische Untersuchungen an Brennelementen des Forschungsreaktors FR 2 bestimmt und enthält daher die für diese Arbeiten erforderlichen Apparaturen. Zusätzlich wurden Einrichtungen zur Härtemessung, zur Dichtemessung, zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit sowie zur Längenmessung aufgestellt.

Da mit einer derartigen Anordnung in Deutschland bisher nur wenig Erfahrungen vorliegen, soll sie im folgenden näher beschrieben werden.

2. Aufbau der Zelle, Strahlenabschirmung und Fernbedienungseinrichtungen

Die metallographische Zelle besteht – entsprechend den Anforderungen beim Umgang mit Kernbrennstoffen – aus einer gasdichten Box aus V2A-Blech, die auf einem Beton-

tisch von 4700 mm Länge und 1130 mm Breite aufgebaut ist und deren Vorderwand durch zwei Plexiglasscheiben gebildet wird. Auch in die Decke dieses Stahlblechkastens wurden zwei Plexiglasscheiben eingelassen, über denen sich Leuchtstoffröhren zur Beleuchtung der Anlage befinden. Die Box ist von einer 100 mm dicken Abschirmwand aus Bleisteinen umgeben. Die Decke wird durch Betonformsteine abgeschirmt.

Die Abschirmwand umschließt zusätzlich einen Schleusenraum von 600 mm Breite, wie Abb 1 erkennen läßt. Der Schleusenraum ist vorn durch eine mit Bleischrot gefüllte Abschirmschiebetür verschlossen. In ihn werden die Behälter für den Probentransport mit einem Kran hineingehoben und dann be- oder entladen. Außerdem wird Hilfsmaterial über diesen Raum ein- und ausgeschleust. Abb 2 zeigt unterhalb der Rundschiebe, durch die die Proben in die Stahlbox gelangen, eine kleinere Schlauchschleuse, die zum Ausschleusen von Abfällen (z. B. verbrauchter Schleifpapiere) dient.

Die Zuluft der Zelle wird durch ein Vorfilter gereinigt. Die Abluft wird nach Passieren eines Absolutfilters dem Gebäudeabluftsystem zugeführt. Das beim Naßschleifen und

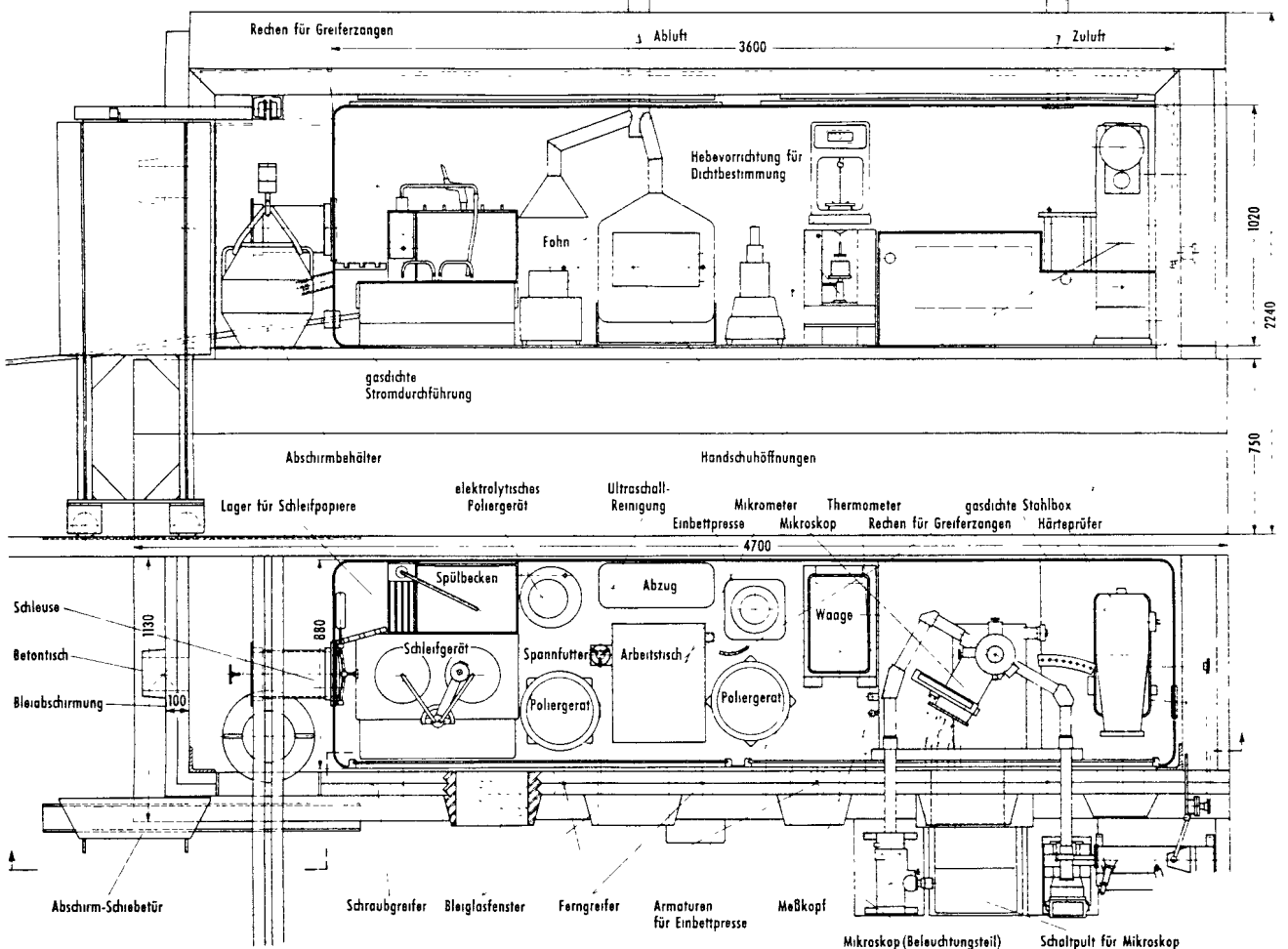


Abb 1 Skizze der metallographischen Zelle

Spülen der Proben verbrauchte Wasser kann wahlweise über ein Filter in Tanks oder in bleiabgeschirmte Transportbehälter geleitet werden.

Bei der Wahl der Fernbedienungseinrichtungen mußte wegen der geringen Bauhöhe des zur Verfügung stehenden Raumes auf Manipulatoren verzichtet werden. Es konnten lediglich Ferngreifer eingebaut werden. Hierbei machte sich der Umstand, daß die Zelle wegen der begrenzten Bodenbelastbarkeit in eine Ecke des Raumes gelegt werden mußte und daß dadurch nur die Vorderwand und die linke Seitenwand zugänglich sind, besonders erschwerend bemerkbar. Insgesamt wurden sechs Ferngreifer in die Bleiwand eingebaut, von denen sich einer an der linken Seitenwand (Abb 2) befindet, der zum Öffnen der Rundschleuse und zum Einschleusen der Proben und des Hilfsmaterials verwendet wird. Die übrigen wurden an der Bedienungsseite der Zelle angeordnet, an der zusätzlich ein Schraubgreifer zum Öffnen des

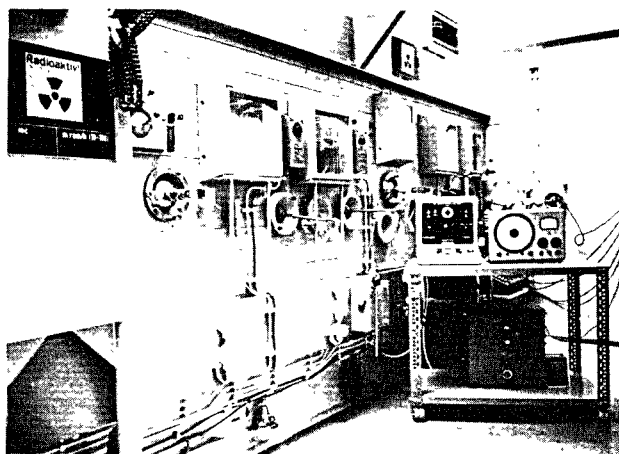


Abb 3 Die Bedienungsseite der Zelle

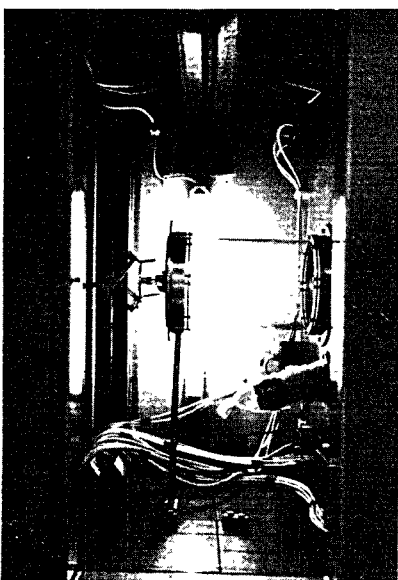


Abb 2 Blick in den geöffneten Schleusenraum. Man erkennt die Schiene des Transportkranes an der Decke der Schleuse

inneren Deckels der Rundschleuse angebracht wurde. Fünf Bleiglasfenster ermöglichen eine gute Beobachtung der verschiedenen Arbeitsgänge (Abb. 3). Ein weiteres Fenster zur Beobachtung des Schleusenraumes wurde in die linke Bleiwand eingesetzt. Mit Hilfe von drei an der Vorderfront befindlichen Handschuhöffnungen können eventuell erforderliche Reparaturen durchgeführt werden.

3. Die Arbeitsgeräte

Die Einrichtung der Box besteht (abgesehen vom Metallmikroskop) aus konventionellen Geräten, die nach eigenen Vorstellungen für Fernbedienung umgebaut wurden. Die Geräte für die Probenbearbeitung befinden sich in der linken Hälfte der Zelle (Abb 1). Hierzu gehören:

- 1 Die Einbettpresse, deren Armaturen in einem Kasten vorn an der Zellenwand angeordnet sind. In diesem Kasten wurde auch die Pumpe des hydraulischen Systems der Presse montiert, mit deren Hilfe der erforderliche Einbettdruck aufgebracht wird.
2. Ein Naßschleifgerät, das mit einem Arm zur Führung der Proben beim Schleifen ausgerüstet wurde.
- 3 Zwei Vibrationspoliergeräte, die unverändert in die Zelle eingesetzt wurden. Die Poliertücher dieser Geräte werden, wenn ein Austausch erforderlich ist, mit Hilfe der

Handschuhöffnungen gewechselt. Die Regler der Poliergeräte wurden in Höhe der Bleiglasfenster an der Zellenwand montiert. Beim Schleifen und Polieren werden die Proben jeweils mit Gewichten belastet.

4. Ein Gerät zum elektrolytischen Polieren und Ätzen, das ebenfalls nahezu unverändert verwendet werden konnte.
5. Ein Ultraschallreinigungsbad, das sich in einem Abzug an der hinteren Zellenwand befindet.
6. Ein Spülbecken aus Kunststoff und daneben ein Schleifpapierlager, in dem die Schleifpapiere hängend unter Wasser aufbewahrt werden,
- 7 Ein Fohn zum Trocknen der Proben.

Im rechten Teil der Box stehen die folgenden Geräte für die Probenuntersuchung:

1 Das fernbediente Mikroskop, Typ »Telatom« der Firma Reichert. Es wurde zum Schutz gegen Korrosion mit Plexiglas allseitig verkleidet (Abb. 4). Die Einstellung des Mikroskops erfolgt zum Teil durch Elektromotoren, die von einem Schaltpult aus gesteuert werden, oder über Gelenkwellen, die auf einer Frontplatte zusammengefaßt sind (Abb. 5). Das »Telatom« erlaubt die Anwendung aller Untersuchungsverfahren, die auch bei der Normalausführung des Mikroskops vorgesehen sind (z. B. Mikrohärteprüfungen, Untersuchungen im polarisierten Licht oder im Phasenkontrast). Lediglich Lupenvergrößerungen sind nicht mehr möglich, was im Hinblick

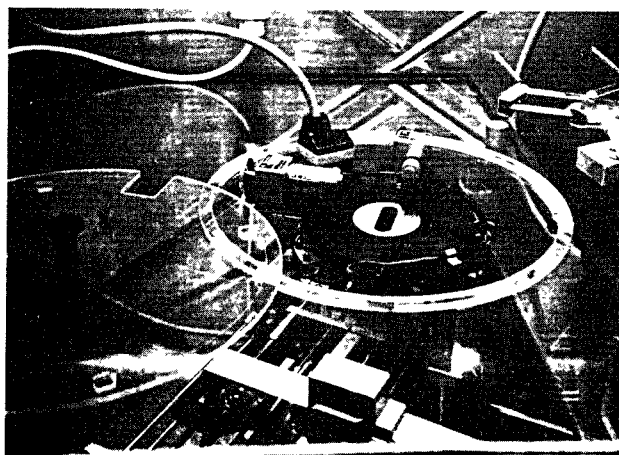


Abb 4 Blick durch ein Zellenfenster auf den Kreuztisch des »Telatom« mit den beiden Motoren für die Koordinatenbewegung

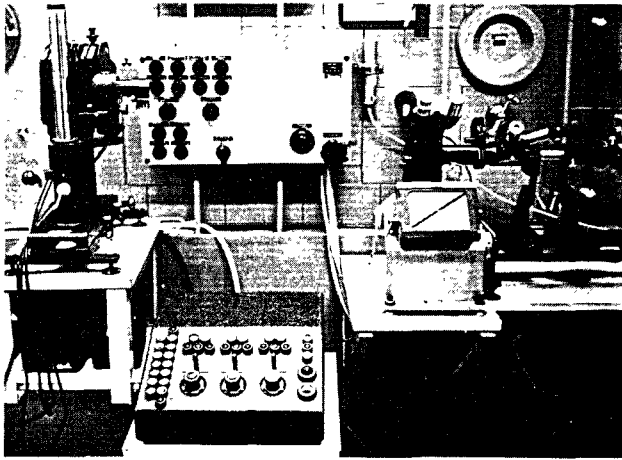


Abb 5. Steuerpult, Beleuchtungseinrichtung, Frontplatte mit Drehdurchführungen und Beobachtungsteil des fernbedienten Mikroskops

auf eventuelle Untersuchungen an bestrahlten Kernbrennstoffproben aus UO_2 einen gewissen Nachteil darstellt, da dann vorwiegend kleine Vergrößerungen erforderlich sind.

2. An der rechten Zellenwand steht ein Härteprüfer für Messungen der Rockwell-, Vickers- und Brinellhärte. Dieses Gerät wurde von der Herstellerfirma mit magnetischen Prüfkörpern ausgerüstet, die mit dem Ferngreifer leicht gewechselt werden können. Die Druckschalter des Härteprüfers für die Lastwahl sind in einer Reihe übereinander angeordnet. Die Einschaltung der jeweiligen Prüflast erfolgt mit Hilfe eines senkrecht verschiebbaren Hebels, der mit einem Bowdenzug in die Höhe des entsprechenden Druckschalters gehoben und dann mit dem Ferngreifer betätigt wird. Die Lastfreigabe wird über eine durch die Bleiwand hindurchgeführte Rollenkette mit einem Hebel ausgelöst. Als Probenaufgabe dient ein Kreuztisch, der mit Hilfe von Elektromotoren verstellt wird. Der Eindruck des Prüfkörpers auf der Probenoberfläche wird auf einer mit Millimetereinteilung versehenen Mattscheibe projiziert und durch ein Bleiglasfenster abgelesen.

3. Eine Einrichtung zur Dichtebestimmung nach der Auftriebsmethode. Hierzu gehören eine Analysenwaage mit Gehängedurchführung und eine Vorrichtung zum Heben und Senken des Bechers mit der Auftriebsflüssigkeit, die mit dem Ferngreifer bedient wird. Lastschaltung und Nullpunkteinstellung der Waage erfolgen von außen über biegsame Wellen oder über Wellen mit Wellengelenken. Die Gewichtsanzeige der Waage wird ebenso wie die Anzeige des vor der Waage befindlichen Thermometers durch ein Bleiglasfenster beobachtet. Als Auftriebsflüssigkeit wird Toluol verwendet.

4. Vor der Waage wurde der Meßkopf eines Gerätes zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit der Proben montiert. Das eigentliche Meßgerät befindet sich – zusammen mit dem Versorgungsgerät für die elektrolytische Ätzung und dem Ultraschallgenerator – auf einem Wagen außerhalb der Zelle und wird im Bedarfsfall an die Zelle herangefahren (Abb. 3).

5. Neben dem Arbeitstisch in der Mitte der Zelle sind zwei Mikrometerschrauben mit digitaler Anzeige (Meßbereich 0 bis 25 mm und 25 bis 50 mm) schwenkbar angeordnet. Sie werden über biegsame Wellen bedient und dienen vor allem zur Durchmesserbestimmung an Brennelementproben.

Die Platte des Arbeitstisches kann aufgeklappt werden. Darunter befindet sich ein Probenlager, das mit 50 mm Blei zusätzlich abgeschirmt ist. Ein Spannfutter findet hauptsächlich beim Öffnen der gasdichten Aluminiumkapseln, in denen die Proben transportiert und in die Zelle eingeschleust werden, Verwendung. Die freien Flächen zwischen den Geräten sind mit Kunststoffplatten abgedeckt, um das Herunterfallen von Proben an für die Ferngreifer unerreichbare Stellen zu vermeiden.

4. Herstellung von Uranschliffen

Wie bereits erwähnt wurde, ist die Zelle hauptsächlich für metallographische Untersuchungen an Brennelementen des Forschungsreaktors FR 2 bestimmt, die aus Uranstäben bestehen. Daher soll abschließend auf das Verfahren eingegangen werden, nach dem Schliffe aus metallischem Uran mit Hilfe der zur Verfügung stehenden Geräte hergestellt werden: Die Proben werden zunächst in Bakelit warm eingebettet, dem 6% Graphit zugemischt werden, um die Einbettmasse elektrisch leitend zu machen. Es folgt das Naßschleifen mit SiC-Papier der Körnungen 240, 320, 400 und 600 und das Vorpolieren mit Diamantpaste der Körnungen $6\ \mu\text{m}$

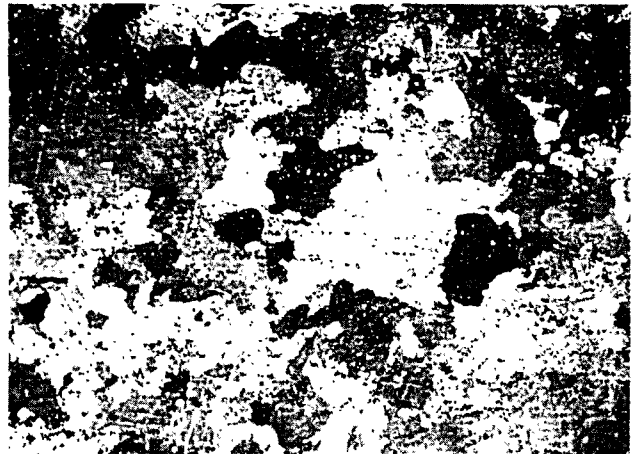


Abb. 6. Längsschliff eines FR-2-Brennelementstabes aus $U + 0,4\% \text{ Nb}$, unbestrahlt. Polarisiertes Licht, 200fach vergrößert



Abb. 7: Längsschliff eines FR-2-Brennelementstabes aus $U + 0,4\% \text{ Nb}$, nach einem Abbrand von 1000 MWd/t. Polarisiertes Licht, 200fach vergrößert

und 1 μm . Abschließend wird der Schliff elektrolytisch poliert und gegebenenfalls elektrolytisch geätzt. Zur Untersuchung des Gefüges im polarisierten Licht wird hierbei ein Phosphorsäure-Äthylenglykol-Äthylalkohol-Elektrolyt, für Betrachtungen im Hellfeld eine Chromsäure-Eisessig-Lösung verwendet. Zwischen den einzelnen Arbeitsgängen wird die Probe im Ultraschallbad mit Alkohol gereinigt und mit einem Föhn getrocknet. Abb. 6 und 7 zeigen das Gefüge von nach diesem Verfahren hergestellten Schliffen aus bestrahltem und

unbestrahltem Uran. — Die Aufnahmen, die die Funktionsfähigkeit der beschriebenen Einrichtung demonstrieren sollen, wurden bei der zur Zeit andauernden Untersuchung eines bestrahlten FR-2-Kernbrennstoffelementes gemacht, über die nach ihrem Abschluß berichtet werden wird.

Der Verfasser dankt Herrn Dr. Wolfgang Dienst für zahlreiche Hinweise und Anregungen bei der Ausarbeitung dieses Berichtes. Am Aufbau der Zelle und an den konstruktiven Vorarbeiten waren die Herren Fritz Merten und Winfried Stegmayer maßgeblich beteiligt.

(Eingegangen am 17. 4. 1964)