

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM**

**KARLSRUHE**

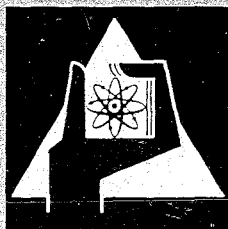
Juli 1968

KFK 787  
EUR 3959 d

Institut für Material- und Festkörperforschung

Die Abscheidung von Chrom auf  $\text{UO}_2$ - und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kugeln  
aus der Gasphase

H. Schneider, D. Schönwald



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Juli 1968

KFK 787

EUR 3959 d

Institut für Material- und Festkörperforschung

Die Abscheidung von Chrom auf  $UO_2$ - und  $Al_2O_3$ -Kugeln  
aus der Gasphase\*)

von

Helga Schneider und Dieter Schönwald

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

\*) Diese Arbeit wurde im Rahmen der Assoziation zwischen der Europäischen Atomgemeinschaft und der Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe, auf dem Gebiet der schnellen Reaktoren durchgeführt.



## I n h a l t

1. Einleitung
2. Eigene Versuche zur Herstellung von Chrom-Überzügen
  - 2.1 Auswahl des Verfahrens der thermischen Zersetzung von Chromdicumol
  - 2.2. Eigenschaften des Chromdicumols
  - 2.3. Herstellung von Chrom-Überzügen durch thermische Zersetzung von Chromdicumol
    - 2.3.1. Aufbau der Apparatur
    - 2.3.2. Durchführung der Versuche
    - 2.3.3. Beschaffenheit und Zusammensetzung der Überzüge
  - 2.4. Herstellung von Chrom-Überzügen durch thermische Zersetzung von Chromdicumol in Anwesenheit von Jod als Katalysator
    - 2.4.1. Aufbau der Apparatur
    - 2.4.2. Durchführung der Versuche
    - 2.4.3. Beschaffenheit und Zusammensetzung der Überzüge
3. Diskussion der Ergebnisse
4. Zusammenfassung
5. Literaturverzeichnis

## 1. Einleitung

Im Zuge der Entwicklung neuer Brennelemente für schnelle Brutreaktoren sind auch Cermets der Kombination  $UO_2$ -Cr von Interesse, da Chrom einen günstigen Absorptionsquerschnitt für schnelle Neutronen besitzt und daneben wesentlicher Legierungsbestandteil des Hüllrohrmaterials ist. Insbesondere Cermets mit sehr gleichmäßigem ("idealisiertem") Gefüge bieten in diesem Zusammenhang interessante Möglichkeiten. Solche durch isostatisches Heipressen beschichteter Teilchen hergestellte Werkstoffe [1,2] besitzen einerseits gegenüber normalen Cermets wesentlich günstigere Eigenschaften [3], zum anderen darf man ein in mancher Hinsicht, z.B. bezüglich der Zurückhaltung von Spaltprodukten günstiges Verhalten unter Bestrahlung erwarten. Bisherige Untersuchungen bezogen sich vor allem auf das System  $UO_2$ -Mo, das für Brüterelemente jedoch nur als Modellsystem anzusehen ist.

Zur Herstellung allseitiger metallischer Chromüberzüge auf keramische Teilchen sind in der Literatur verschiedene Verfahren angegeben. Das in der Technik vielfach angewandte sogenannte Inchromierungsverfahren lät sich in diesem Fall nicht einsetzen, da es nur die Herstellung von Chromüberzügen auf metallischen Körpern erlaubt. Es verlangt einen Austausch zwischen Chrom und dem zu überziehenden Metall. Bei Eisen bildet ein mit  $CrCl_2$  beladenes  $HCl-H_2$  Gemisch bei einer Temperatur von über  $900^\circ C$  Eisen-Chrom-Mischkristalle, wobei  $FeCl_2$  in die Gasphase geht, und die Oberfläche sich immer stärker an Chrom anreichert [4]. Ein Verfahren, das sich an die Inchromierung anlehnt, wird von NUMEC beschrieben [5]. Die Keramikteilchen werden hier jedoch vorher mit Niob oder Nickel überzogen. Selbst bei einer Temperatur von  $1100^\circ C$  erzielt man ohne Niob- bzw. Nickelschicht unzusammenhängende Chromabscheidungen.

Eine weitere Möglichkeit besteht im Aufdampfen von Chrommetall im Vakuum [5,6]. Abgesehen vom hohen apparativen Aufwand ist es hier problematisch größere Mengen  $UO_2$  mit einem gleichmäßigen Chromüberzug zu versehen. Man gibt 15 g als maximale Menge an [5].

Über die Verwendung von  $\text{CrJ}_2$  berichtet Battelle [7]. Zufriedenstellende Chromüberzüge sind nur auf Niob-überzogenen  $\text{UO}_2$ -Teilchen erzielt worden. Auf nicht mit Niob beschichteten Teilchen erhielt man unzusammenhängende Chromabscheidungen. Das Arbeiten mit  $\text{Cr}(\text{CO})_6$  erbrachte zwar zusammenhängende Überzüge, die jedoch sehr stark mit Oxid und Carbid verunreinigt waren [5,7]. Hingegen erzielte man durch Zersetzung von Chromdicumol zufriedenstellende Chromschichten.

Battelle [8] berichtet über die Herstellung von Chromüberzügen auf  $\text{UO}_2$ -Pellets in einem horizontalen Dreh-Rohr-Ofen, und NUMEC [5] stellt Chromüberzüge auf  $\text{UO}_2$ -Teilchen her. Dabei verwendet man einen horizontalen Ofen, einen sog. Bomben-Reaktor, in den 100 g  $\text{UO}_2$ -Kügelchen sowie die berechnete Menge Chromdicumol eingebracht werden. Der Ofen wird mit Argon gespült, verschlossen und unter Vibrieren auf  $425^\circ\text{C}$  erhitzt.

Die in beiden Fällen erhaltenen Überzüge sind schön glänzend, zusammenhängend und nicht porös. Angaben über die Reinheit der so erhaltenen Überzüge werden nicht gemacht.

Powell, Oxley und Blocher, Jr. [9] geben an, daß beim Arbeiten mit Chromdicumol Überzüge erzielt werden können, die zwischen Chromcarbid und Chrommetall mit ca. 0,1 % C variieren.

Knap, Pesetsky und Hill [10] berichten ausführlich über Überzüge, die durch Zersetzung vom Chromdicumol hergestellt wurden. Man gelangte dort zu dem Carbid  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  und ermittelte durch Analyse Kohlenstoffgehalte zwischen 7,5 und 12,9 Gewichts-Prozent.

In zwei Patenten [11,12] wird über die Verwendung von Halogenen bzw. Halogenverbindungen als Katalysatoren bei der Zersetzung organischer Chromverbindungen zum Zwecke der Abscheidung von Chrom berichtet. Wesentlich ist hierbei, daß die Zersetzungstemperatur durch einen geeigneten Katalysator erheblich herabgesetzt werden kann, so daß es möglich wird, Kunststoffteile auf diesem Wege mit Chrom zu überziehen.

## 2. Eigene Versuche zur Herstellung von Chrom-Überzügen

### 2.1. Auswahl des Verfahrens der thermischen Zersetzung von Chromdicumol

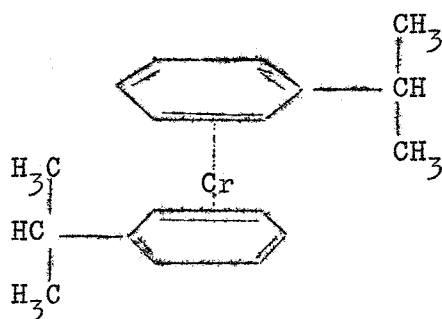
Aus den in der Literatur beschriebenen Arbeiten wurde ein Verfahren ausgewählt, das

- a. Einwandfreie Überzüge liefert,
- b. apparativ leicht zu handhaben ist,
- c. das Arbeiten im Fließbett erlaubt.

Unter Zugrundelegung obiger Forderungen kam nur die Chrom-Abscheidung durch thermische Zersetzung von Chromdicumol in Frage.

### 2.2. Eigenschaften von Chromdicumol

Chromdicumol ist bei Raumtemperatur eine dunkle, viskose Flüssigkeit, die nach [7] einen Gefrierpunkt von  $-21,8^{\circ}\text{C}$  hat und bei ca.  $297^{\circ}\text{C}$  unter Zersetzung siedet. Die Verbindung kann durch folgende Strukturformel - genannt Sandwich-Struktur - dargestellt werden [5,10].



Die Zersetzung erfolgt, ohne daß ein Reduktionsmittel wie z.B. Wasserstoff erforderlich ist, unter Abscheidung von Chrom und Bildung von 2 Molekülen Isopropylbenzol (Cumol), das bei  $153^{\circ}\text{C}$  siedet. Die Handhabung des Chromdicumols soll nach Möglichkeit unter Schutzgas erfolgen, da es an Luft ziemlich schnell oxidiert. Die Oxidation erfolgt sehr schnell - sogar unter Entzündung - wenn es an Luft mit Papier oder Kleidung in Berührung kommt [10]. Daneben ist Chromdicumol sehr toxisch und soll nicht eingeatmet oder sonst wie inkorporiert werden. Auch Berührungen mit der Haut müssen vermieden werden, da sehr starke Verätzungen die Folge sind [10].



## 2.3. Herstellung von Chrom-Überzügen durch thermische Zersetzung von Chromdicumol

### 2.3.1. Aufbau der Apparatur

Die Apparatur zur Chrombeschichtung besteht im wesentlichen aus einem horizontalen, in einem Widerstandsofen liegenden Verdampfungsgefäß, das, über einen Schliff verbunden, in das Zersetzungsrohr übergeht. An das Zersetzungsrohr ist eine Staub- und Kühlfalle angeschlossen, in der mitgerissene Teilchen zurückgehalten und das gebildete Isopropylbenzolkondensiert werden. Die als Trägergas für das Chromdicumol und zur Erzeugung des Fließbettes erforderliche Gasmenge (es können Argon oder Stickstoff verwendet werden) wird zu je 50 % durch den Verdampfer sowie seitlich dahinter zugeführt und durch zwei Strömungsmesser kontrolliert. Das Verbindungsstück zwischen Verdampfer und Zersetzungsrohr sowie das seitliche Ansatzstück zur Gasinleitung werden mittels Heizbändern auf die Temperatur des Verdampfers erwärmt. Das Zersetzungsrohr selbst kann ebenfalls mittels Heizbändern beheizt werden, da die maximale Temperatur nur 400°C beträgt. Die gesamte Apparatur ist in Abb. 1 skizziert. Trägergas und Chromdicumol gelangen über eine Kapillare in das Zersetzungsrohr, das unten einen konischen Teil hat, in dem das Fließbett erzeugt wird. Die durch die Kapillare erzeugte hohe Strömungsgeschwindigkeit des Gases bewirkt ein ständiges Umwälzen der Teilchen, das durch die konische Form des unteren Rohrteiles noch unterstützt wird.

### 2.3.2. Durchführung der Versuche

Den hier gewählten Versuchsbedingungen wurden Erfahrungen aus früheren Arbeiten zur Herstellung metallischer Überzüge im Fließbett zu Grunde gelegt [1]. Zunächst war es interessant zu sehen, ob sich zufriedenstellende Cr-Schichten im Fließbett erzeugen lassen, so daß als erstes drei Chargen von 25 bzw. 50 g  $Al_2O_3$ -Kugeln (100 - 120  $\mu$ m Durchmesser) bedampft wurden. In Tabelle 1 sind die Einzelheiten dieser ersten drei Versuche festgehalten. Die zugeführte Argonmenge wurde je zur Hälfte durch den Verdampfer und das seitliche Ansatzstück dahinter geleitet. Versuch Nr. 3 zeigt, daß die Zersetzungsgeschwindigkeit des Chromdicumols bei der relativ niedrigen Fließbettemperatur von 320°C vermutlich zu klein ist und daß daraus, verglichen mit Versuch Nr. 2, eine lange Beschichtungszeit resultiert.

### 2.3.3. Beschaffenheit und Zusammensetzung der Überzüge

Die unter 2.3.2. angegebenen sowie einige weitere Versuche ergaben stets hellglänzende Schichten, die den gestellten Anforderungen entsprachen. Dabei betrug bei Chargen von 50 g  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kugeln der Chromcarbid-Anteil bis zu 20 Vol-%. Abb. 2 zeigt bedampfte  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kugeln aus Versuch Nr. 1. Röntgenographische Untersuchungen, die mit bedampften  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kugeln aus verschiedenen Versuchen gemacht wurden, ergaben das Carbid der Zusammensetzung  $\text{Cr}_7\text{C}_3$ . Die Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes bestätigte dieses Ergebnis. So wurden in den Schichten aus den Versuchen 2 und 3 folgende C-Gehalte festgestellt. (Vgl. Tabelle 2)

### 2.4. Herstellung von Chromüberzügen durch thermische Zersetzung von Chromdicumol in Anwesenheit von Jod als Katalysator

Da Halogene bzw. verschiedene Halogenverbindungen [11,12] die Zersetzungstemperatur des Chromdicumols herabsetzen, lag die Vermutung nahe, daß auf diese Weise auch eine Verringerung des Kohlenstoffgehaltes zu erreichen sei. Wegen seines hohen Dampfdruckes wurde Jod als Katalysator ausgewählt.

#### 2.4.1. Aufbau der Apparatur

Der Unterschied zu der in Abb. 1 skizzierten Apparatur bestand darin, daß von oben in das Zersetzungsrohr ein dünnes Glasrohr eingeführt wurde, welches bis in das Fließbett hineinreichte. Dieses Einleitungsrohr war über einen PVC-Schlauch mit einem Glaskolben, der einige Gramm Jod enthielt, verbunden. In Abb. 3 ist dieser Teil der Versuchsanordnung skizziert. Das bei Raumtemperatur verdampfende Jod wurde mittels Argon oder Stickstoff als Trägergas ständig in den untersten Teil des Zersetzungsrohrs und damit in das Fließbett eingeleitet, wobei die Trägergasmenge wieder über einen Strömungsmesser kontrolliert wurde.

#### 2.4.2. Durchführung der Versuche

Drei Vorversuche galten zunächst der Feststellung der günstigsten Fließbettemperatur. Sie wurden mit Chargen von 70 bzw. 50 g  $\text{UO}_2$ -Kugeln durchgeführt. In Tabelle 3 sind die Bedingungen in den Einzelheiten festgehalten.

Vergleicht man in dieser Tabelle die Fließbett-Temperaturen mit den C-Gehalten, so sieht man, daß die höhere Temperatur sich günstig auf die Zersetzung des Chromdicumols auswirkt. Wegen des ausgezeichneten Ergebnisses bei Versuch Nr. 6 wurden die dabei ermittelten Daten den weiteren Versuchen zur Festlegung aller Arbeitsbedingungen zu Grunde gelegt. In Tabelle 4 sind die noch durchgeführten Versuche zusammengestellt.

Der über das Jod geleitete Argonstrom wurde bei 20 l/h belassen. Auch bei Versuchen, bei denen das Jod zwecks schnellerer Verdampfung noch erwärmt wurde, erwies sich diese Gasmenge als vollkommen ausreichend. Die so eingebrachte Jod-Menge betrug 20-30 mg/h, was 0,1 - 0,2 % der pro Stunde verdampften Chromdicumol-Menge entspricht. Beim Einbringen größerer Jodmengen ergaben sich hinsichtlich der Reinheit der Chrom-Schichten ungünstigere Ergebnisse.

#### 2.4.3. Beschaffenheit und Zusammensetzung der Überzüge

Die erzielten Chrom-Schichten wurden zunächst visuell unter dem Mikroskop beurteilt. Bei Versuch Nr. 4 (Abb. 4) war die Chrom-Schicht fast schwarz, bei Nr. 5 (Abb. 5) immer noch dunkelgrau und erst bei Versuch Nr. 6 (Abb. 6) hatte sie ein hellglänzendes und metallisches Aussehen. Die höhere Fließbettemperatur brachte also auch unter diesem Gesichtspunkt betrachtet ein besseres Ergebnis. So war das Aussehen der Kugeln aus den Versuchen 6 bis 11 ausgezeichnet.

Auf naßchemischem Wege konnte festgestellt werden, daß das Chrom kein Jod enthielt. Mit Hilfe der Röntgenbeugungs- und Röntgenfluoreszenzanalyse konnten auch andere Verunreinigungen nicht nachgewiesen werden. Der Kohlenstoff wurde nach Verbrennung der überzogenen Kugeln im Sauerstoffstrom coulometrisch bestimmt. Sein Gehalt lag immer zwischen ca. 0,01 und 0,05 %.

#### 3. Diskussion der Ergebnisse

Die thermische Zersetzung von Chromdicumol ergibt in Abwesenheit eines Katalysators stets Chromschichten mit Kohlenstoffgehalten von ca. 10 %. Fast der gesamte Kohlenstoff ist in Form von  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  gebunden. Der theoretische C-Gehalt des  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  beträgt 9 %, liegt also um 1 %

unter den von uns gefundenen Werten. Es kann angenommen werden, daß neben dem  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  noch andere Carbide bzw. gelöster Kohlenstoff vorliegen. Auf eingehendere Untersuchungen wurde verzichtet, zumal in der Literatur ausführlich darüber berichtet wird.

Technisch wichtig und interessant könnten dagegen solche Schichten für carbidischen Kernbrennstoff werden, wenn man diesen mit einem Überzug versehen will. Wie Abb. 7 zeigt, sind diese aus der Gasphase im Fließbett abgeschiedenen Carbid-Schichten gleichmäßig und dicht. Neben Kohlenstoff konnten keine anderen Bestandteile festgestellt werden. Gibt man bei der Zersetzung etwas Jod in Form von Dampf als Katalysator hinzu, erhält man Chrom-Schichten, die nur noch einige Hundertstel % Kohlenstoff enthalten. Offensichtlich bewirkt die Anwesenheit von Jod, abgesehen von der Erniedrigung der Zersetzungstemperatur, eine saubere Spaltung in Chrom und Cumol, während bei der rein thermischen Zersetzung organische Reste am Chrom hängenbleiben, die die Carbidbildung verursachen. Wie Abb. 8 zeigt, sind die erzielten metallischen Chrom-Abscheidungen dicht und gleichmäßig in der Wandstärke. Die beste Qualität erzielt man, wenn man mit einer Fließbettemperatur von ca.  $350^\circ\text{C}$  arbeitet. Auch hier wurden neben C keine anderen Verunreinigungen festgestellt. Wie vor allen Dingen die Versuche 10 und 11 zeigen, dürfte bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  eine Abscheidungsrate von 3 % pro Stunde bei einer Chromausbeute von ca. 70 %, bei  $\text{UO}_2$ -Kugeln eine Rate von 4 % pro Stunde bei 80 % Ausbeute am günstigsten sein. Wie die erzielten Ergebnisse beweisen, läßt sich die thermische Zersetzung von Chromdicumol im Fließbett zum Zwecke der Beschichtung von Keramikeilchen mit Chrom bzw. Chromcarbid ohne großen apparativen Aufwand durchführen.

#### 4. Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur Herstellung von Chromcarbid bzw. Chrom-Metall-Überzügen auf  $\text{UO}_2$ - bzw.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kugeln im Fließbett beschrieben. Bei der thermischen Zersetzung von Chromdicumol in Abwesenheit eines Katalysators wurden Überzüge von Chromcarbid ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ) mit ca. 10 % C erhalten, wobei die aufgedampften Chromcarbidmengen bei Chargen von 50 g  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kugeln bis zu 20 Vol-% betragen.

In Anwesenheit von Jod als Katalysator enthielten die durch die thermische Zersetzung von Chromdicumol erhaltenen Chrom-Metall-Überzüge maximal 0,05 % C. Dabei wurden bei Chargen von 50 g  $UO_2$ -Kugeln bis zu 34 Vol-% Chrom aufgebracht.

Die nach beiden Verfahren erhaltenen Überzüge waren von sehr guter Qualität, metallisch glänzend, dicht und gleichmäßig. Röntgenographisch und chemisch konnten, abgesehen vom Kohlenstoff, keine Verunreinigungen festgestellt werden. Die beschichteten Teilchen werden zur Herstellung von  $UO_2$ -Cr-Cermets mit idealisiertem Gefüge verwendet.

## Literaturverzeichnis

- [1] H. Schneider Die Abscheidung von Mo auf  $ZrO_2$  und  $UO_2$ -  
D. Schönwald Kugeln aus der Gasphase.  
KFK-Bericht 555, Jan. (1967)
- [2] H. Bumm Isostatisches Heißpressen - ein neues Ver-  
F. Thümmeler dichtungungsverfahren der Pulvermetallurgie.  
P. Weimar KFK-Bericht 708, EUR 3717d, Jan. (1968)
- [3] H. Bumm Herstellung und Eigenschaften von Cermets  
F. Thümmeler mit idealisiertem Gefüge durch isostatisches  
P. Weimar Heißpressen beschichteter Teilchen.  
2. Europäisches Symposium über Pulvermetal-  
lurgie Stuttgart, Mai (1968)
- [4] C. Wagner Praktische Nutzenanwendung auf die Einzelvor-  
V. Stein gänge bei der Chromierung von Eisen.  
Zeitschr. f. phys. Chemie Bd. 192, S. 149 (1943)
- [5] Numec Corrosion and radiation damage resistant fuel  
material. (Coating of U and  $UO_2$  particles)  
Final report NYO - 9187 Nov. (1960)
- [6] C. Sari Recouvrement de particules par metallisation  
E. Jonckheere sous vide.  
4. Plansee-Seminar S. 600, (1961)
- [7] J.M. Blocher Jr. Fluidized bed coating of  $UO_2$ -powder with Nb  
et al. and other elements.  
BMI-report 1440 Mai (1960)
- [8] J.H. Oxley et al. Microminiaturized fuel elements by vapor  
deposition techniques.  
I.u.E.C.Prod.Res.and Developm. 1, S. 102 (1962)
- [9] C.F. Powell Vapor deposition.  
J.H. Oxley Battelle Memorial Institute Columbus Ohio  
J.M. Blocher Jr. (1966)

- [10] J.E. Knap Vapor plating with dicumenechromium.  
B. Pesetzky Preparation and properties of the chromium-  
F.N. Hill plate.  
Plating S. 772, Jun. (1966)
- [11] F.N. Hill Chromium plating process.  
Union Carbide United States Patent Office, USP 3203827  
Corp. Aug. (1965)
- [12] J. Blasko Werkwijze voor het neet chroom bekleden van  
een oppervlak, alsmede aldus verkregen voor-  
werpen.  
Octrooiraad Nederland, Octrooriaanrage  
Nr. 6413438 Mai (1965)

Vers. Nr.	Mat.	Menge (g)	Argon (l/h)	Temp. Fl. (°C)	Temp. Ver. (°C)	Cr-dicu. (g)	Cr-Geh. (%)	Zeit (h)
1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	25	-	400	280	-	3,9	~1,5
2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50	100	400	280	-	4,75	2,25
3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50	100	320	260	27	4,1	5

Tabelle 1

Vers. Nr.	Cr-Geh. (%)	Cr + C (%)	C in Cr (%)
2	4,75	5,28	10,0
3	4,1	4,57	10,2

Tabelle 2

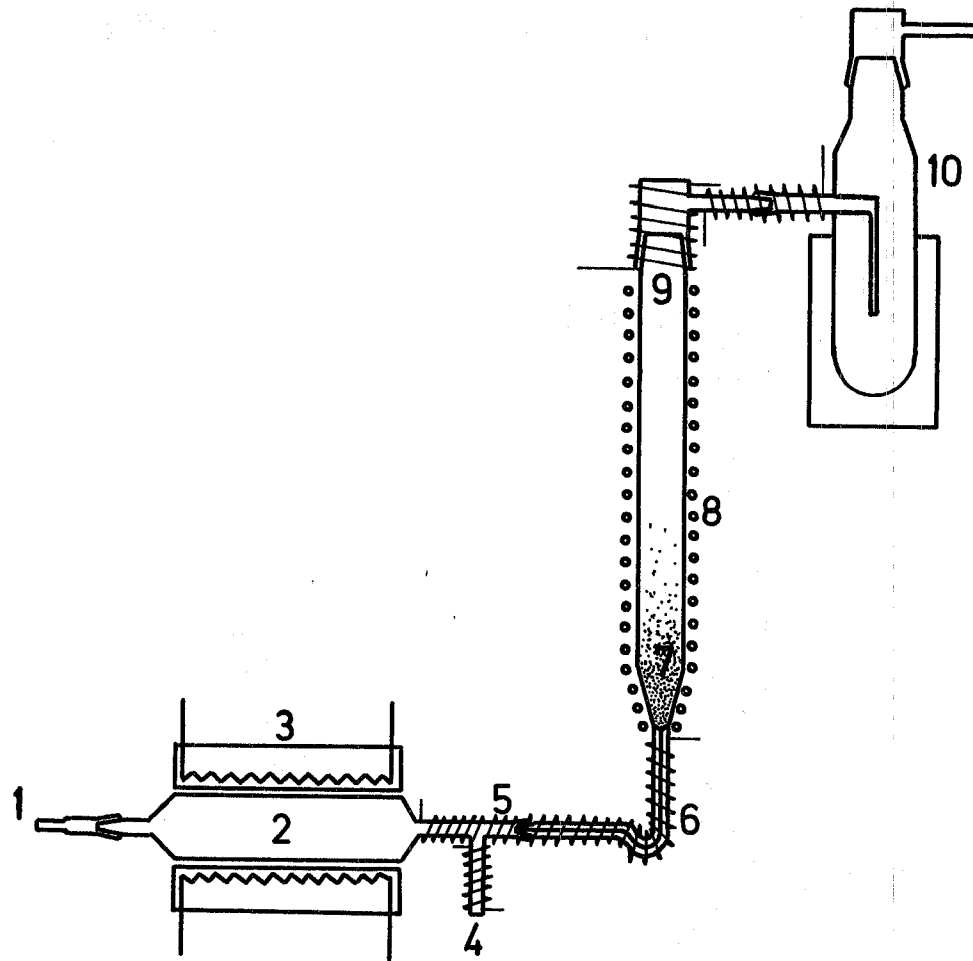


Vers. Nr.	Mat.	Menge (g)	Argon (l/h)	Ar f.Jod (l/h)	Temp. Fl. (°C)	Cr-dicu. (g)	Zeit (h)	Cr-Geh. (%)	Cr-Ausb. (%)	C in Cr (%)
4	UO <sub>2</sub>	70	220	-	250	-	-	5,6	-	0,12
5	UO <sub>2</sub>	50	220	20	280	31	6	7,1	76	0,14
6	UO <sub>2</sub>	50	190	20	350	45	2,5	10,2	71	0,04

Tabelle 3

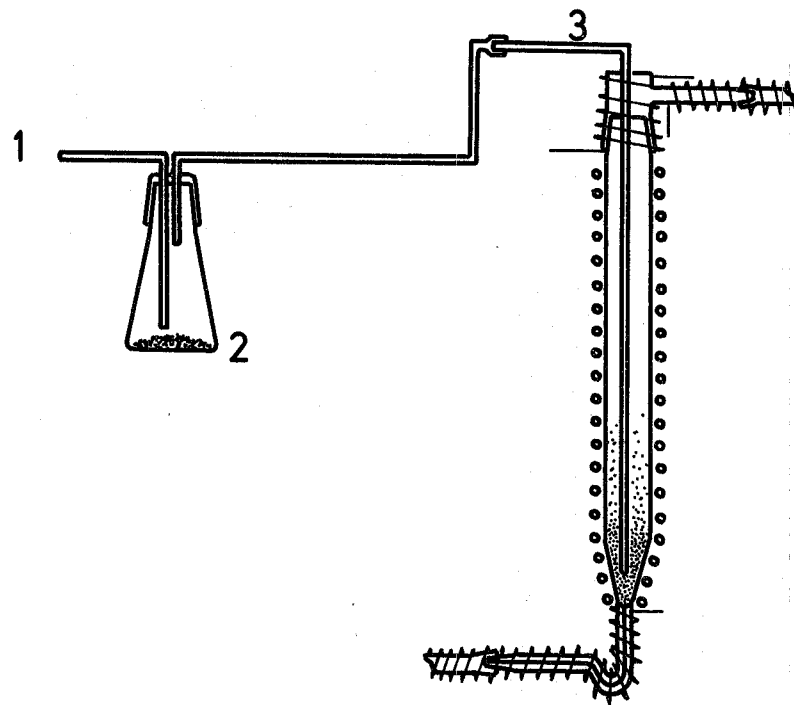
Vers. Nr.	Mat.	Menge (g)	Argon (l/h)	T <sub>Fließb.</sub> (°C)	T <sub>Verd.</sub> (°C)	Cr-dicu. (g)	Zeit (h)	Cr -Geh. (Gew.%)	Cr-Geh. (Vol.%)	Ausbeut (%)	C in Cr (%)	Schicht (μm)
7	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> >80μm	50	220	345	280	103,4	3	13,8	~ 9,1	44	0,00	-
8	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> >80μm	70	260	320	250	48,2	1,75	4,9	~ 3,2	43	0,06	-
9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> >80μm	70	180	325	290	91,5	3	11,4	~ 7,4	56	0,01	-
10	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> >80μm	70	160	370	240	220,7	9	26,2	~ 17	67	0,01	-
11	UO <sub>2</sub> 110μm	50	200	350	230	112,9	6,5	24,0	~ 34	80	0,03	8,2

Tabelle 4



- 1 Argon-Einleitung
- 2 Cr-dicumol-Verdampfer
- 3 Ofen
- 4 Argon-Einleitung
- 5 Heizband
- 6 1mm-Kapillare
- 7 Fließbett
- 8 Heizband
- 9 Zersetzungsrohr
- 10 Staub-und Kühlfalle

Abb. 1 Apparatur zur Chrom-Beschichtung von  $UO_2$ -Kugeln.



- 1 Argon - Einleitung
- 2 Verdampfungsgefäß für Jod
- 3 Einleitungsrohr für Argon - Jod ins Fließbett

Abb. 3 Zersetzungsrohr mit Einleitungsrohr für Jod - Dampf zur Chrom-Beschichtung von  $UO_2$ -Kugeln.

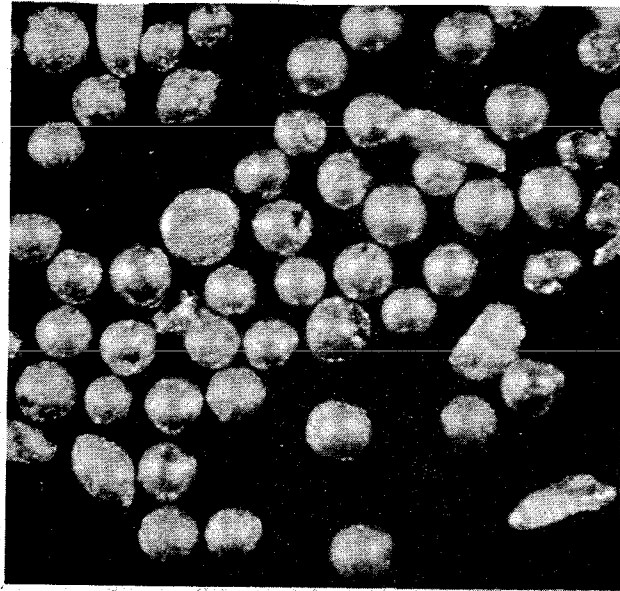


Abb. 2  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kugeln aus Versuch Nr. 1, beschichtet mit Chromcarbid.  
Vergrößerung ca. 65-fach

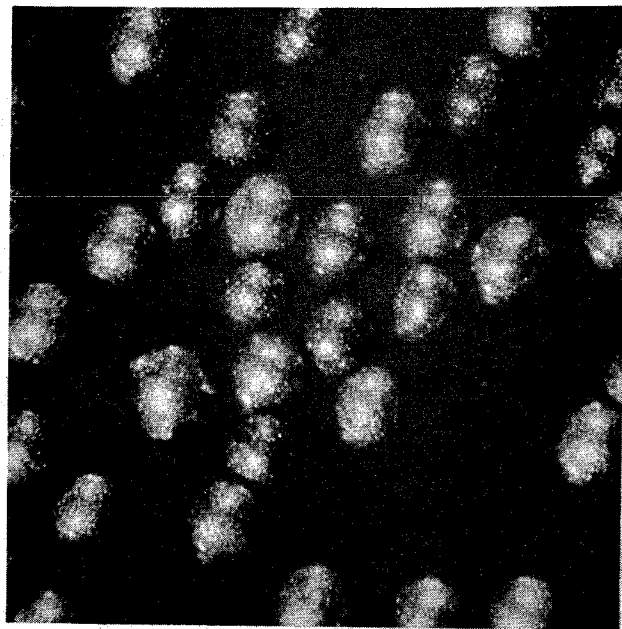


Abb. 4  $\text{UO}_2$ -Kugeln aus Versuch Nr. 4, beschichtet mit 5,6% Chrom.  
Vergrößerung ca. 65-fach

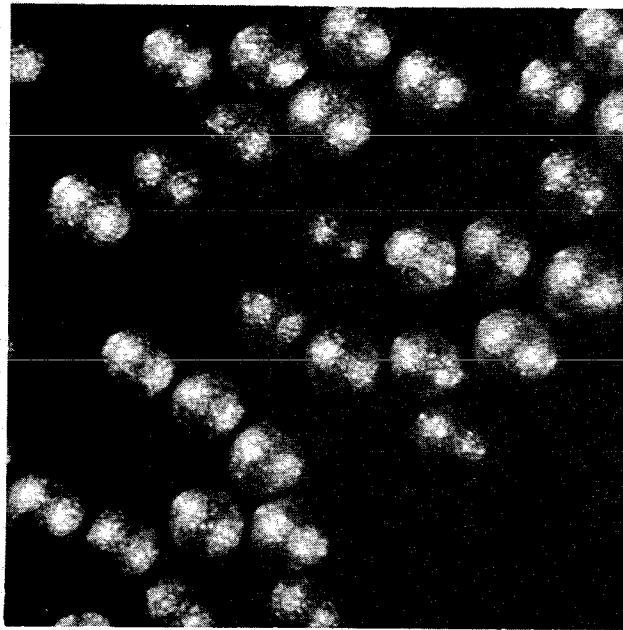


Abb.5  $\text{UO}_2$ -Kugeln aus Versuch Nr. 5 , beschichtet mit 7,1% Chrom.  
Vergrößerung ca.65-fach

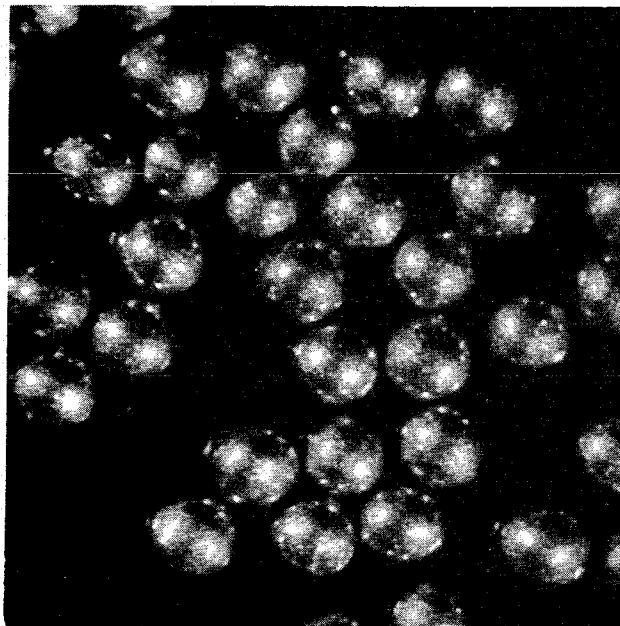


Abb.6  $\text{UO}_2$ -Kugeln aus Versuch Nr. 6 , beschichtet mit 10,2% Chrom.  
Vergrößerung ca.65-fach

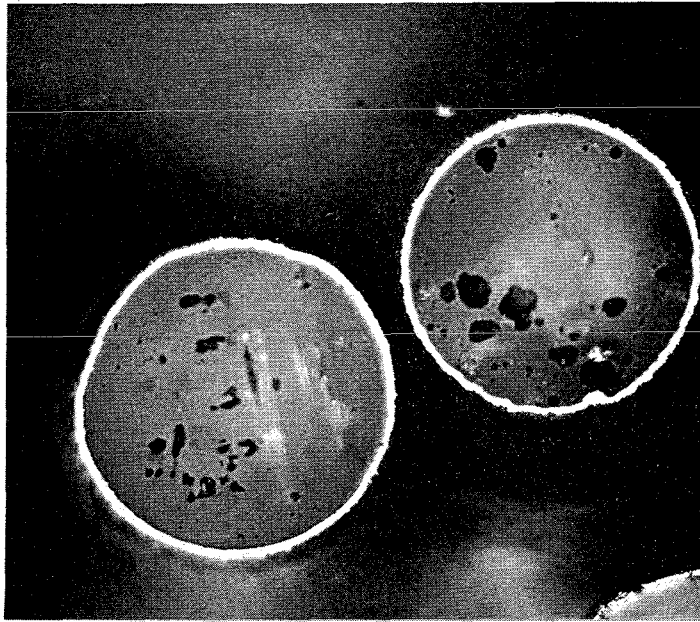


Abb. 7 Schliffbild von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -  
Kugeln , beschichtet mit  
15% Chromcarbid.  
Vergröß. ca. 400 - fach

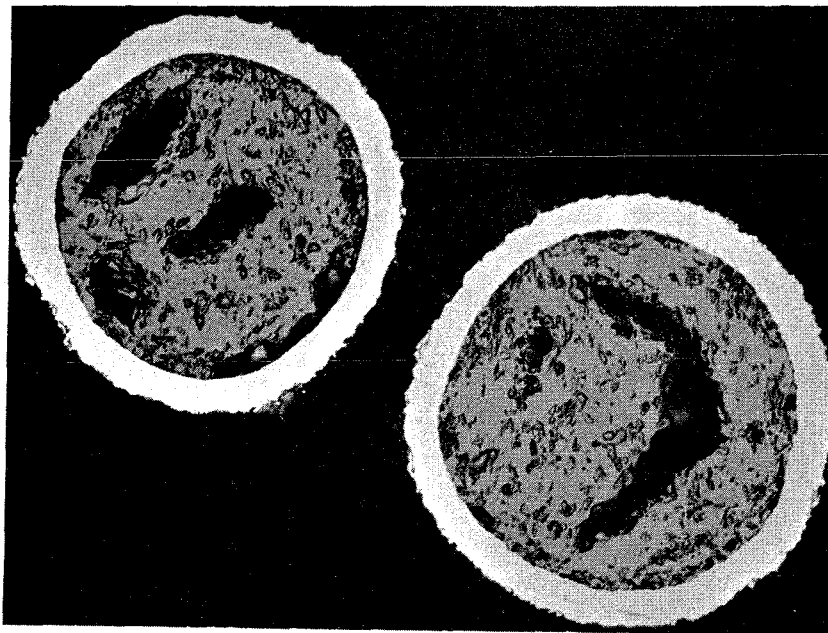


Abb.8 Schliffbild von  $\text{UO}_2$ -  
Kugeln aus Versuch Nr.11,  
beschichtet mit 24% Cr.  
Vergröß. ca. 400 - fach