

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

Oktober 1970

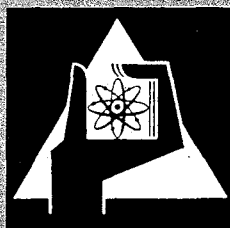
KFK 1292

Institut für Material- und Festkörperforschung

Projekt Schneller Brüter

Die Abscheidung von Vanadin auf UO_2 -Kugeln aus der Gasphase

H. Schneider, D. Schönwald



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Oktober 1970

KFK 1292

Institut für Material- und Festkörperforschung

PSB

Die Abscheidung von Vanadin auf UO_2 -Kugeln
aus der Gasphase.

von

Helga Schneider
Dieter Schönwald

Gesellschaft für Kernforschung mbH., Karlsruhe

I. Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur Herstellung von metallischen Vanadin-Überzügen mit einem Chlorgehalt $\leq 0,01\%$ auf UO_2 -Kugeln im Fließbett beschrieben. Durch Reduktion von VCl_4 oberhalb 950°C mittels Wasserstoff wurden bei Chargen von 30-50g UO_2 -Kugeln bis zu 45 Vol% Vanadin aufgedampft. Die Schichten waren von guter Qualität, metallisch glänzend, dicht und gleichmäßig.

Die beschichteten Teilchen werden zur Herstellung von UO_2/V -Cermets mit idealisiertem Gefüge verwendet und haben sich durch isostatisches Heißpressen gut verdichten lassen.

I. Résumé

Nous décrivons une méthode de fabrication de revêtements en vanadium à une teneur en chlore $\leq 0,01\%$ appliqués aux sphères UO_2 dans le lit fluidisé. Par réduction de VCl_4 au-dessus de 950°C en présence de l'hydrogène jusqu'à 45 vol.% de vanadium ont été déposés par évaporation à des charges de 30-50 g de sphères UO_2 . Les revêtements obtenus furent de bonne qualité, brillants comme du métal, denses et homogènes.

Les particules revêtues sont utilisées pour la fabrication de cermets UO_2/V à la structure idéalisée; elles pouvaient être comprimées de façon satisfaisante par compression à chaud isostatique.

I. Summary

A method is described to provide for fluidized bed coating of spherical UO_2 with metallic vanadium having a chlorine content $\leq 0.01\%$. By reduction of VCl_4 above 950°C in the presence of hydrogen up to 45 vol.% of vanadium were vapor deposited on batches of 30-50 g of UO_2 spheres. The coatings were of good quality, brilliant as metal, dense and uniform.

The coated particles were used for fabrication of UO_2/V cermets of ideal structure and could be packed satisfactorily by isostatic hot compaction.

Inhaltsverzeichnis

- I. Zusammenfassung
1. Einleitung
2. Eigene Versuche zur Herstellung von Vanadin-Überzügen
 - 2.1 Auswahl des Verfahrens der Reduktion von Vanadin(IV)-chlorid
 - 2.2 Apparatur zur Herstellung von Vanadin(IV)-chlorid
 - 2.3 Eigenschaften des Vanadin(IV)-chlorid
 - 2.4 Herstellung von Vanadin-Überzügen durch Reduktion von Vanadin(IV)-chlorid
 - 2.4.1 Aufbau der Apparatur
 - 2.4.2 Durchführung der Versuche
 - 2.4.3 Beschaffenheit und Reinheit der Überzüge
 - 2.4.4 Versuche zur Vanadin-Bedampfung im Drehrohrofen
3. Diskussion der Ergebnisse
4. Literaturverzeichnis

1. Einleitung

Bei der Entwicklung neuer Brennelemente für Schnelle Brutreaktoren werden sowohl Vanadin-Basislegierungen als Hüllwerkstoffe als auch bestimmte Cermettypen als Brennstoffe in Betracht gezogen. Es lag daher nahe, auch Cermets der Kombination UO_2 -V herzustellen und auf ihre Eigenschaften zu untersuchen, da Vanadin einen günstigen Absorptionsquerschnitt für schnelle Neutronen aufweist. Auch hier würden durch isostatisches Heißpressen hergestellte Cermets mit sog. "idealisiertem" Gefüge besonders interessant sein, was wiederum die Verwendung beschichteter Teilchen notwendig macht [1,2,3]. Auf diesem Wege hergestellte Cermets besitzen hinsichtlich ihrer Eigenschaften wesentliche Vorteile, auf die bereits früher hingewiesen wurde [4].

Zur Beschichtung von UO_2 -Kugeln - Durchmesser 100-120 μm - mit Vanadin bot sich die Reduktion von Vanadinhalogeniden im Fließbett an.

Battelle [5] berichtet über die Herstellung von Überzügen auf UO_2 , bestehend aus einer Nb-5V-Legierung, die durch gemeinsame Reduktion von $NbCl_5$ und VCl_4 in der Gasphase im Fließbett erfolgt. Es wird darauf hingewiesen, daß die Reduktion von VCl_4 im Vergleich zum $NbCl_5$ nicht so glatt erfolgt, da Vanadinchloride eine größere Stabilität gegenüber ihrer Wasserstoffreduktion zum V-Metall haben. So können u. U. Einschlüsse von VCl_2 in den V-Schichten auftreten, wenn nicht bestimmte Bedingungen, z. B. Wasserstoffmenge oder Abscheidungstemperatur, genau eingehalten werden.

NUMEC [6] hat verschiedene Vanadinhalogenide im Hinblick auf ihre Wasserstoffreduktion zu V-Metall untersucht, wobei das Interesse an Vanadin-Überzügen ursprünglich vom Interesse an Nb-5V als korrosionsbeständigem Überzug ausging. Vanadinjodid und Vanadin(III)-chlorid erfordern höhere Temperaturen sowohl für die Verdampfung als auch für die Reduktion. Vanadin(IV)-chlorid dagegen kann relativ leicht verdampft und auch reduziert werden.

Mit Vanadin(III)-bromid wurden ebenfalls Versuche gemacht. Das durch Überleiten von Brom über Vanadin-Metall hergestellte VBr_3 kristallisierte sogar noch an $600^\circ C$ heißen Flächen aus. In Verbindung mit Wasserstoff entsteht bei dieser Temperatur ein braun-schwarzes Pulver, das vermutlich ein niedrigeres Halogenid ist. Eine Temperatur von weit über $1000^\circ C$ würde zur Reduktion zum V-Metall erforderlich sein.

NUMEC ist daher bei der Herstellung von V-Metallüberzügen von Vanadin(IV)-chlorid ausgegangen und hat gute V-Schichten erhalten. Hauptproblem ist die Vermeidung von niedrigeren Chloriden. Noch bei $900^\circ C$ Reduktionstemperatur können sie nicht verhindert werden. Es entsteht wahrscheinlich VCl_2 , selbst wenn V-Metall auf den UO_2 -Kugeln abgeschieden worden ist. Bei niedrigeren Temperaturen enthalten die V-Schichten Einschlüsse von VCl_2 . Eine vollständige Reduktion erhält man erst oberhalb $950^\circ C$. Bei Verwendung von Wasserstoff als Trägergas werden auch bei $950^\circ C$ noch niedrige Chloride gebildet. Erst Argon als Trägergas verhindert dies.

Alle anderen Angaben in der Literatur gehen in jedem Fall von Vanadinhalogeniden aus mit dem Schwergewicht auf der Reduktion von VCl_4 .

Van Arkel [7] z. B. reduziert VCl_4 mit Wasserstoff bei Probekörpertemperaturen von $800-1000^\circ C$. Die Verdampfung des VCl_4 erfolgt bei $50^\circ C$. Er beobachtete kein reines Metall, aber stabile Lösungen von Wasserstoff in Vanadin. Durch Glühen in Vakuum wird ein duktiler Material erhalten. Die Anwesenheit von Spuren Stickstoff im Wasserstoff führen zu einer Versprödung des Metalls durch gleichzeitig abgeschiedene Nitride. Erwähnt wird außerdem die Bildung von niedrigeren Chloriden.

2. Eigene Versuche zur Herstellung von Vanadin-Überzügen

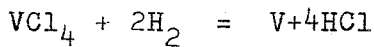
2.1 Auswahl des Verfahrens der Reduktion von Vanadin(IV)-chlorid

Die Angaben in der Literatur beinhalten alle die Reduktion von Vanadinhalogeniden. Das Vanadin(IV)-chlorid hat sich als das geeignetste herausgestellt, da es folgende Vorteile besitzt:

- a) leichte Herstellbarkeit,
- b) leichte Handhabung,
- c) leichte Verdampfbarkeit,

- d) bei annehmbarer Temperatur gute Reduzierbarkeit zum V-Metall, sofern bestimmte Versuchsbedingungen eingehalten werden.
- e) Anwendbarkeit im Fließbett.

Der Reaktionsablauf ist folgender:



2.2 Apparatur zur Herstellung von VCl₄

Die Herstellung von VCl₄ ist relativ einfach. Man erhält es durch Überleiten von Chlor über Vanadin-Späne, die auf 250°C erhitzt sind [6]. Nach Beginn der Reaktion ist keine weitere Wärmezufuhr erforderlich, um sie in Gang zu halten. Wir haben sogar neben Chlor noch Argon über das V-Metall geleitet, um damit die Reaktion, die u. U. sehr heftig verlaufen kann, steuern zu können. Entsprechend einfach ist auch die Apparatur (s. Abb. 2). Sie besteht im wesentlichen aus einem senkrechten Reaktionsrohr aus Quarz, auf dem in einer Siebplatte die V-Späne liegen. In Höhe des V-Metalls wird das Rohr mit einem Heizband umwickelt. Von oben können getrennt Chlor und Argon eingeleitet werden. Dieses Reaktionsgefäß geht in einen Wasserkühler über, von dem aus das gebildete flüssige VCl₄ in einen Rundkolben tropft, der später direkt als Verdampfer verwendet wird. Zweckmäßigerweise geht man so vor, daß man zunächst während des Aufheizens der Vanadinspäne mit Argon spült und erst bei Erreichen der erforderlichen Temperatur Chlor-Gas zuströmen läßt. Ist die Reaktion in Gang gekommen, wird die Heizung abgestellt. Mit Hilfe eines mehr oder weniger starken Argondurchflusses kann der Prozess gesteuert werden.

Das so hergestellte VCl₄ sollte möglichst umgehend verwendet werden.

2.3 Eigenschaften des VCl₄

VCl₄ ist bei Normalbedingungen eine relativ dickflüssige schwarzbraune Substanz und siedet bei einer Temperatur von ca. 150°C unter teilweiser Zersetzung in festes VCl₃ und Chlor [8]. Es ist stets mit mehr oder weniger VOCl₃ verunreinigt, wenn bei der Herstellung nicht vollkommen frei von Sauerstoff und Feuchtigkeit gearbeitet wird. Auch

in reinem Zustand zerfällt flüssiges VCl_4 allmählich. Es kann jedoch in Tetrachlorkohlenstoff als Lösungsmittel unbegrenzt lange aufbewahrt [9] und bei Bedarf durch Destillation gewonnen werden. Auch eine Aufbewahrung in Ampullen ist bei Lagerung im Dunkeln möglich [10]. Da jedoch die Herstellung - wie oben gesagt - relativ einfach ist, stellt man zweckmäßigerweise das VCl_4 erst direkt vor dem Gebrauch her. Unterhalb der Siedetemperatur läßt sich VCl_4 weitgehend unzersetzt verdampfen. Es zerfällt nur zu einem geringen Teil in VCl_3 und Chlor. VCl_4 -Dampf ist bis ca. $700^\circ C$ noch relativ beständig [11,12]. In unserem Fall würde bei einer Verwendung von Wasserstoff als Trägergas das VCl_4 zu VCl_3 bzw. zu einem Gemisch von VCl_3 und VCl_2 reduziert [13]. Man verwendet deshalb Argon und mischt den Wasserstoff erst später zu.

2.4 Herstellung von Vanadin-Überzügen durch Reduktion von Vanadin(IV)-chlorid

2.4.1 Aufbau der Apparatur

Die Apparatur zur Vanadinbeschichtung ist im wesentlichen so aufgebaut wie die zur Molybdänbedampfung (1). Unterschiede sind die Form des Verdampfers, der hier ein Rundkolben mit seitlicher Gaszuführung ist, die Zwischenschaltung eines Vorheizofens und eine Erweiterung unterhalb der Kapillare des Reaktionsrohres, die erforderlich ist, um bei längeren Versuchen ein Verstopfen zu vermeiden. Vom mit einem Heizpilz beheizten Verdampfer wird das gasförmige VCl_4 mittels Argon als Trägergas zunächst durch die Vorheizzone geleitet und auf $500 - 700^\circ C$ aufgeheizt. Erst dahinter wird durch ein seitliches Ansatzstück das zur Reduktion bzw. Erzeugung des Fließbettes erforderliche Wasserstoff-Helium- bzw. Wasserstoff-Argon-Gemisch zugeführt. Das nun aus Wasserstoff, Helium, Argon und VCl_4 bestehende Reaktionsgemisch wird zwischen Vorheizofen und Kapillare des Reaktionsrohres mit einem Heizband auf Temperatur gehalten und gelangt so durch die Kapillare in den eigentlichen Reaktionsraum. An das Reaktionsrohr schließen sich Entspannungsgefäß, Staubfalle und Wasservorlage zur HCl -Absorption an. Die Durchflußmengen der Gase werden über 3 Strömungsmesser kontrolliert. Die Vorheizung und die Beheizung des Reaktionsraumes erfolgen durch

2 Rohröfen, wobei der letztere in seinem unteren Teil eine engere Heizwicklung haben muß, um das durch die Kaminwirkung entstehende Temperaturgefälle auszugleichen. Die Apparatur ist in Abb. 1 skizziert.

2.4.2 Durchführung der Versuche

Allen durchgeführten Experimenten wurden Erfahrungen aus vorangegangenen Arbeiten zur Beschichtung mit Molybdän und Chrom zugrunde gelegt [1,2]. Erste Versuche wurden mit 30 g-Chargen UO_2 -Kugeln (100-120 μ m Durchmesser) zunächst ohne Vorheizung des VCl_4 durchgeführt, wobei ein Argon-Wasserstoff-Gemisch zur Reduktion verwendet wurde. Dabei wurden relativ kleine Gasmengen bei einem Überschuß von Argon gewählt. Einige dieser Versuche sind in Tab. 1 wiedergegeben. Die Ergebnisse waren wenig befriedigend. Es ließ sich zwar Vanadin auf den Kugeln abscheiden, aber die Schichten waren nicht metallisch glänzend, sondern grau. Infolge der fehlenden Vorheizzone entstanden immer größere Mengen von niedrigeren Chloriden, die z. T. schon nach kurzer Zeit zu einem Verstopfen der Anlage führten.

Eine nächste Versuchsreihe mit Vorheizung des VCl_4 unter Beibehaltung der anderen Versuchsbedingungen brachte insofern einen Fortschritt, als die Bildung der niedrigeren Chloride im Reaktionsrohr vermieden wurde. Die Daten einiger dieser Versuche sind in Tab. 2 angegeben. Hinsichtlich der Vanadinabscheidung waren die Ergebnisse jedoch auch noch nicht befriedigend. Bei den beiden Versuchsreihen war außerdem ein starkes Zusammenkleben der UO_2 -Partikel während der Beschichtung zu beobachten.

Bei der 3. Versuchsreihe wurde deshalb die Durchflußmenge erhöht. Aus technischen Gründen wählten wir anstelle des Wasserstoff-Argon-Gemisches ein Gemisch aus Wasserstoff und Helium. Die Daten einiger Versuche dieser Reihe sind in Tab. 3 festgehalten. Hier wurden bei Versuch Nr. 9 in 2 h 6 Gew.% Vanadin aufgedampft. Die Schichten waren hell glänzend und metallisch, aber etwas rau. Das Zusammenkleben der Kugeln war nicht mehr so stark, am schwächsten beim Versuch 11, was vermutlich auf die größere Gasmenge zurückzuführen war.

Um diesen Effekt ganz zu vermeiden, wurde bei einer 4. Versuchsreihe das Reaktionsrohr während der Bedampfung leicht vibriert, ohne daß dadurch ein wesentlicher Vorteil zutage trat. Das Zusammenkleben wurde wenigstens z. T. immer noch beobachtet. Bei Versuch 16 bildete sich sogar ein stabiler Hohlkegel in Form des konischen Teils des Reaktionsrohres aus. Die Konzentration an Vanadin innerhalb dieses Kegels an Innen- und Außenseite sowie die Konzentration der noch lose vorhandenen Kugeln wurde festgestellt. Die Analyse ergab folgende Werte:

lose vorliegende Kugeln	11% V
Kugeln von Kegel-Innenseite	45% V
Kugeln von Kegel-Außenseite	5% V

Einige Versuche dieser Reihe sind in Tab. 4 zusammengestellt. Die Schichten waren metallisch glänzend wie bei Versuchsreihe 3.

In der letzten Versuchsserie Nr. 5 wurden dann die Gasmengen nochmals erhöht, da ein stärkerer Gasstrom sich offensichtlich günstig auswirkte. Die dabei erzielten Ergebnisse waren hinsichtlich der Qualität der Schichten gut. Trotzdem ließ sich auch hier ein lockeres Zusammenkleben der Partikel nicht immer vermeiden, daher war die Beschichtung nicht so gleichmäßig wie bei der Cr- bzw. Mo-Bedampfung [1,2].

Vermutlich kommt es bei der Reaktionstemperatur schon zu einem leichten Zusammensintern Vanadin-beschichteter Kugeln, da der Schmelzpunkt des Vanadin mit 1715°C verglichen mit dem von z. B. Molybdän relativ niedrig ist. Der hohe Gasstrom brachte noch V-Ausbeuten von ca. 50%. Erheblich schlechter ist die Ausbeute, wenn infolge geringerer Gasmen- gen ein Hohlkegel entsteht. Einige Daten zu Versuchen der letzten Serie sind in Tab. 5 enthalten.

2.4.3 Beschaffenheit und Reinheit der Überzüge

Die in der letzten Versuchsreihe hergestellten V-Schichten waren hell und glänzend. Eine gewisse Rauigkeit war jedoch immer noch vorhanden. Die Abb. 4 - 7 zeigen Schliffbilder von UO_2 -Kugeln mit 20, 30 und 45 Vol% Vanadin. Wie man sieht, sind die Überzüge relativ gleichmäßig und dicht.

Da als Verunreinigung im wesentlichen Chlorid zu erwarten war, wurde aus einem Versuch der Reihe 5 eine nephelometrische Chloridbestimmung durchgeführt, die einen Gehalt von $\leq 0,01\%$ Chlorid ergab (gefunden $0,005\%$). Eine vorhergehende Untersuchung auf Chlorid in abgeschiedenem Vanadin aus dem Versuch 16 der Versuchsreihe 4 hatte noch einen Gehalt von $0,025\%$ ergeben.

Weitere Verunreinigungen wurden nicht festgestellt.

2.4.4 Versuche zur Vanadin-Bedampfung im Drehrohrofen

Neben der Bedampfung im Fließbett wurden auch Versuche mit einem Drehrohrofen gemacht, wie er in Abb. 3 skizziert ist. Wesentlicher Bestandteil der Apparatur war ein drehbar gelagertes Reaktionsrohr aus Quarz, das an seinen Enden Einrichtungen hatte, die die Gaseinleitung bzw. -Ableitung während des Drehens gestatteten. Die Beheizung erfolgte durch einen Rohrofen. An der Innenseite des Quarzrohres waren Rippen angebracht, die die UO_2 -Kugeln durch den Drehvorgang zum Umwälzen brachten. Angetrieben wurde das Rohr durch einen stufenlos regelbaren Elektromotor. Alle Versuche erbrachten zwar V-Schichten auf den UO_2 -Partikeln, aber die abgeschiedenen Vanadinmengen waren so gering, daß auf eingehendere Experimente verzichtet wurde. Eine Einrichtung in dieser Form ist also kaum geeignet. Das Fließbett ist auf jeden Fall vorzuziehen, da hierbei das Reaktionsgas das Kugelbett durchströmen muß, und eine bessere Ausbeute zu erzielen ist.

3. Diskussion der Ergebnisse

Die Reduktion von VCl_4 mit Wasserstoff ergibt im Fließbett bei Temperaturen oberhalb $950^\circ C$ Vanadinschichten auf den UO_2 -Kugeln, die hinsichtlich ihrer Beschaffenheit und Reinheit zufriedenstellend sind.

Die Schichten sind metallisch hell und glänzend und enthalten bei Einhaltung der in Tab. 5 angegebenen Daten unter $0,01\%$ Chlorid. Wie die Schliffbilder zeigen, sind sie außerdem dicht und relativ gleichmäßig (Abb. 4 - 7). Wichtig zur einwandfreien Reduktion ist ein Vorheizen des VCl_4 bzw. des Gasgemisches auf $500-700^\circ C$. Weiter-

hin sind relativ große Gasmengen erforderlich, um ein Zusammenkleben zu vermeiden. Dieses Verkleben ist vermutlich auf einen Sinter-effekt, der bei der Reaktionstemperatur von 1000°C auftritt, zurückzuführen. Versuche mit Gasmengen von 300-400 l Wasserstoff/h und 250-300 He pro Stunde erbrachten die besten Ergebnisse. Dabei spielt es keine Rolle, ob ein Wasserstoff-Argon- oder ein Wasserstoff-Helium-Gemisch verwendet wird. Bei diesen Gasmengen können bei Chargen von ca. 30g und Vanadinausbeuten um 50% ca. 5Gew.% Vanadin/h abgeschieden werden. Die Ausbeute ist, verglichen mit denen bei Molybdän und Chrom [1,2] relativ niedrig, jedoch von untergeordneter Bedeutung, da das VCl_4 leicht und billig herzustellen ist.

Der apparative Aufwand zur V-Beschichtung im Fließbett ist ebenfalls gering.

Literaturverzeichnis

- [1] H. Schneider Die Abscheidung von Mo auf ZrO_2 und
D. Schönwald UO_2 -Kugeln aus der Gasphase.
KFK-555 (Jan. 1967)
- [2] H. Schneider Die Abscheidung von Chrom auf UO_2 - und
D. Schönwald Al_2O_3 -Kugeln aus der Gasphase.
KFK-787, EUR 3959d (Juli 1968)
- [3] H. Bumm Isostatisches Heißpressen - ein neues Ver-
F. Thümmeler dichtungungsverfahren der Pulvermetallurgie.
P. Weimar KFK-708, EUR 3717d (Jan. 1968)
- [4] H. Bumm Herstellung und Eigenschaften von Cermets
F. Thümmeler mit idealisiertem Gefüge durch isostatisches
P. Weimar Heißpressen beschichteter Teilchen.
2. Europ. Symposium über Pulvermetallurgie
Stuttgart (Mai 1968)
- [5] J.M. Blocher jr. Fluidized bed coating of UO_2 -powder with
et al. Nb and other elements
BMI-report 1440 (Mai 1960)
- [6] NUMEC Corrosion and radiation damage resistance
fuel material (Coating of U and UO_2 -particles
Final-report NYO-9187 (Nov. 1960)
- [7] v. Arkel Reine Metalle
J. Springer, Berlin (1939)
- [8] Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie
Vanadin - Teil B (1967)
- [9] A.T. Mertes Journ. Amer. Chem. Soc. 35, 671/2, (1913)
- [10] J.H. Simons Journ. Amer. Chem. Soc. 67, 75/7 (1945)
M.G. Powell

- [11] O. Ruft Zeitschr. Anorg. Allg. Chem. 89
L. Friedrich 279/306 (1914)
- [12] L. Brewer Natl. Nucl. Energy Ser. Div. IV
 19B, 193/275 (1950)
- [13] G. Jantsch Monatsheft für Chemie
F. Zemek 84, 1119/26 (1953)

Versuch Nr.	UO ₂ -Menge (g)	Gas Fließbett (l/h Ar)(l/h H ₂)		Gas Verdampfer (l/h Ar)	T _{Fließ- bett} (°C)	T _{Verdampfer} (°C)
13/1	30	100	20	40	~950	max. 90
14/1	30	50	40	40	~950	max. 90
16/1	30	60-70	40	50	~980	max.120
18/1	30	140	40	30-40	~980	max.120

Tabelle 1
(Versuchsreihe 1)

Versuch Nr.	UO ₂ -Menge (g)	Gas Fließbett (l/h Ar)(l/h H ₂)		Gas Verdampfer (l/h Ar)	T _{Fließ- bett} (°C)	T _{Ver- dampfer} (°C)	T _{Vorhei- zung} (°C)
2/2	30	80-100	20	20	~1000	max.200	~700
3/2	30	40	80	20	~1040	max.170	~700
4/2	50	100	30	10-20	~1040	max.170	~740
5/2	50	100	20	10	~1000	max. 80	~700

Tabelle 2
(Versuchsreihe 2)

Versuch Nr.	UO ₂ -Menge (g)	Gas _{Fließbett} (1/h He)(1/h H ₂)		Gas Verdampfer (1/h Ar)	T _{Fließ- bett} (°C)	T _{Ver- dampfer} (°C)	T _{Vorhei- zung} (°C)
9/3	30	220	100	20	~1000	max. 90	~700
10/3	30	220	100	30	~1000	max. 90	~700
11/3	50	50	350-400	30	~1000	max. 90	~700

Tabelle 3
(Versuchsreihe 3)

Versuch Nr.	UO ₂ -Menge (g)	Gas _{Fließbett} (1/h He)(1/h H ₂)		Gas Verdampfer (1/h Ar)	T _{Fließ- bett} (°C)	T _{Ver- dampfer} (°C)	T _{Vorhei- zung} (°C)
12/4	30	50	250	30	~1000	max. 90	~700
14/4	50	50-60	350-400	20-30	~1000	max. 90	~650
15/4	50	50	350-400	10-20	~1000	max. 130	~650
16/4	50	50	200	20	~1000	max. 160	~500
17/4	50	50	200	20	~970	max. 150	~500

Tabelle 4
(Versuchsreihe 4, mit Vibration)

Ver- such Nr.	Ein- waage VCl ₄ (g)	Gas- Fließbett (1/hH ₂)	Gas- Ver- dampfer (1/hHe)	T- Fließ- bett (1/hAr)	T- Fließ- bett (°C)	T- Ver- dampfer (°C)	T- Vor- heizung (°C)	Zeit (h)	abge- schie- dene V- Menge (g)	V (Gew.%)	V (Vol%)	V (<u>Gew.%</u>) h	UO ₂ - Menge (g)	Ausbeute (%)
1/5	56,0	300-400	250-300	10-20	~1000	max.170	~550	-	6,7	13	20,6	-	45	~45
2/5	95,8	300-400	250-300	10-20	~1000	max.170	~550	6	13,3	30,7	43,5	~5	30	~51
3/5	45,6	300-400	250-300	10-20	~1000	max.170	~550	-	6,0	11,7	18,7	-	45	~50
4/5	23,0	300-400	250-300	10-20	~1000	max.170	~550	2,25	2,9	6,7	11	~3	40	~47
5/5	29,3	300-400	250-300	10-20	~1000	max.170	~550	2	3,8	11,3	18,1	~5,5	30	~49

Tabelle 5
(Versuchsreihe 5)

- 1 Ar - Einleitung
- 2 VCl_4 - Verdampfer
- 3 Vorheiz - Zone
- 4 Ofen
- 5 He/ H_2 - Einleitung
- 6 Heizband
- 7 1 mm - Kapillare
- 8 Reaktionsrohr
- 9 Ofen
- 10 Entspannungsgefäß
- 11 zur Staubfalle

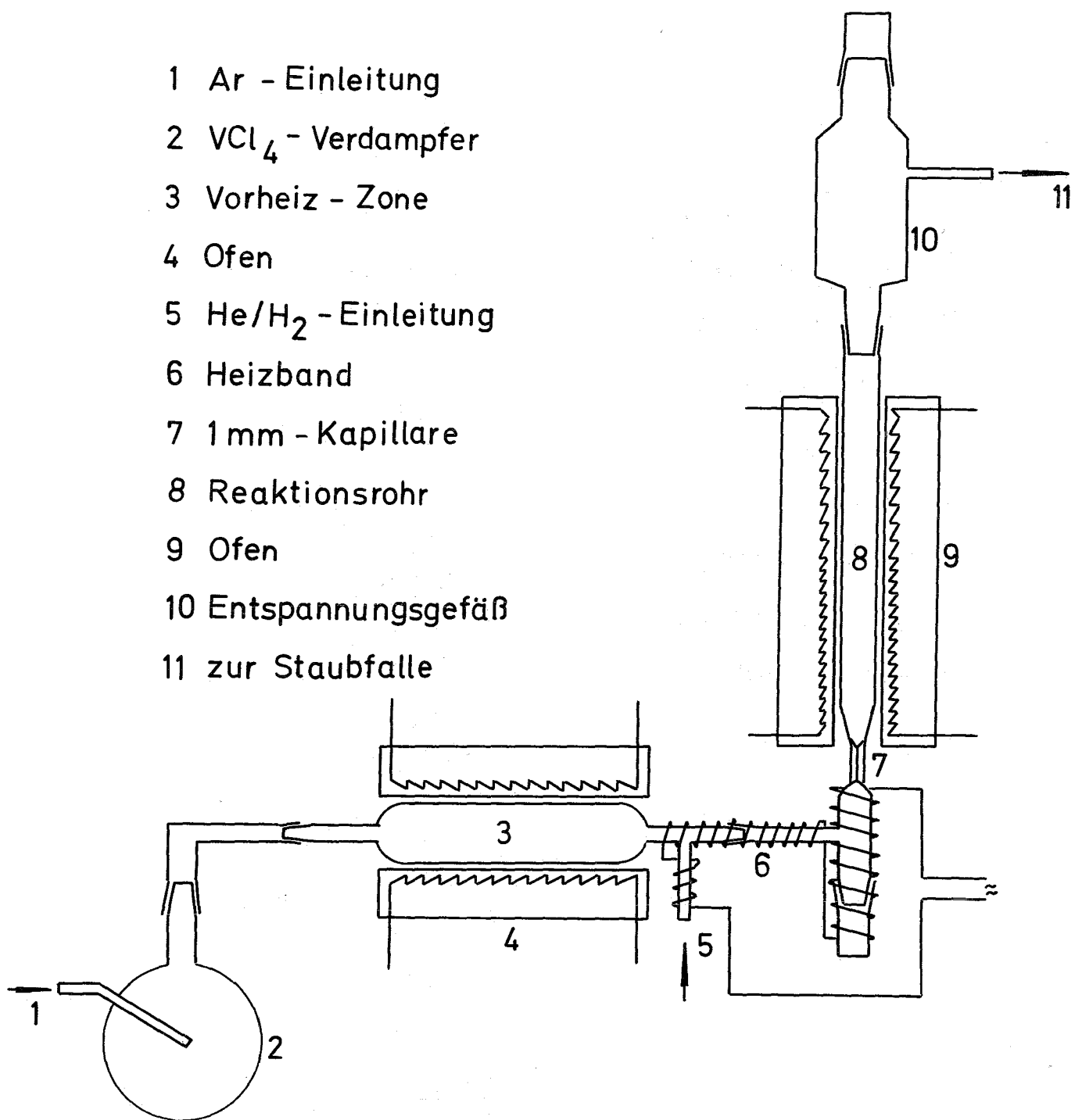


Abb. 1 Apparatur zur V-Bedampfung
von UO_2 -Kugeln .

- 1 Ar - Einleitung
- 2 Cl_2 - Einleitung
- 3 Reaktionsgefäß
- 4 V - Späne
- 5 Heizband
- 6 Kühler
- 7 VCl_4 -Vorlage
bzw. Verdampfer
- 8 zum Abzug

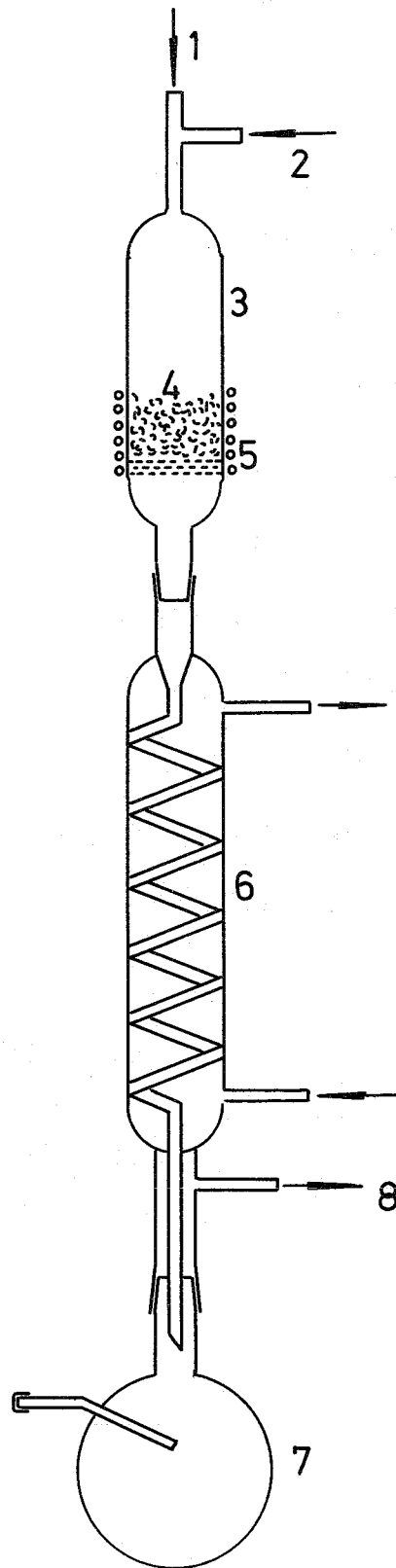


Abb. 2 Apparatur zur Herstellung
von Vanadintetrachlorid VCl_4 .

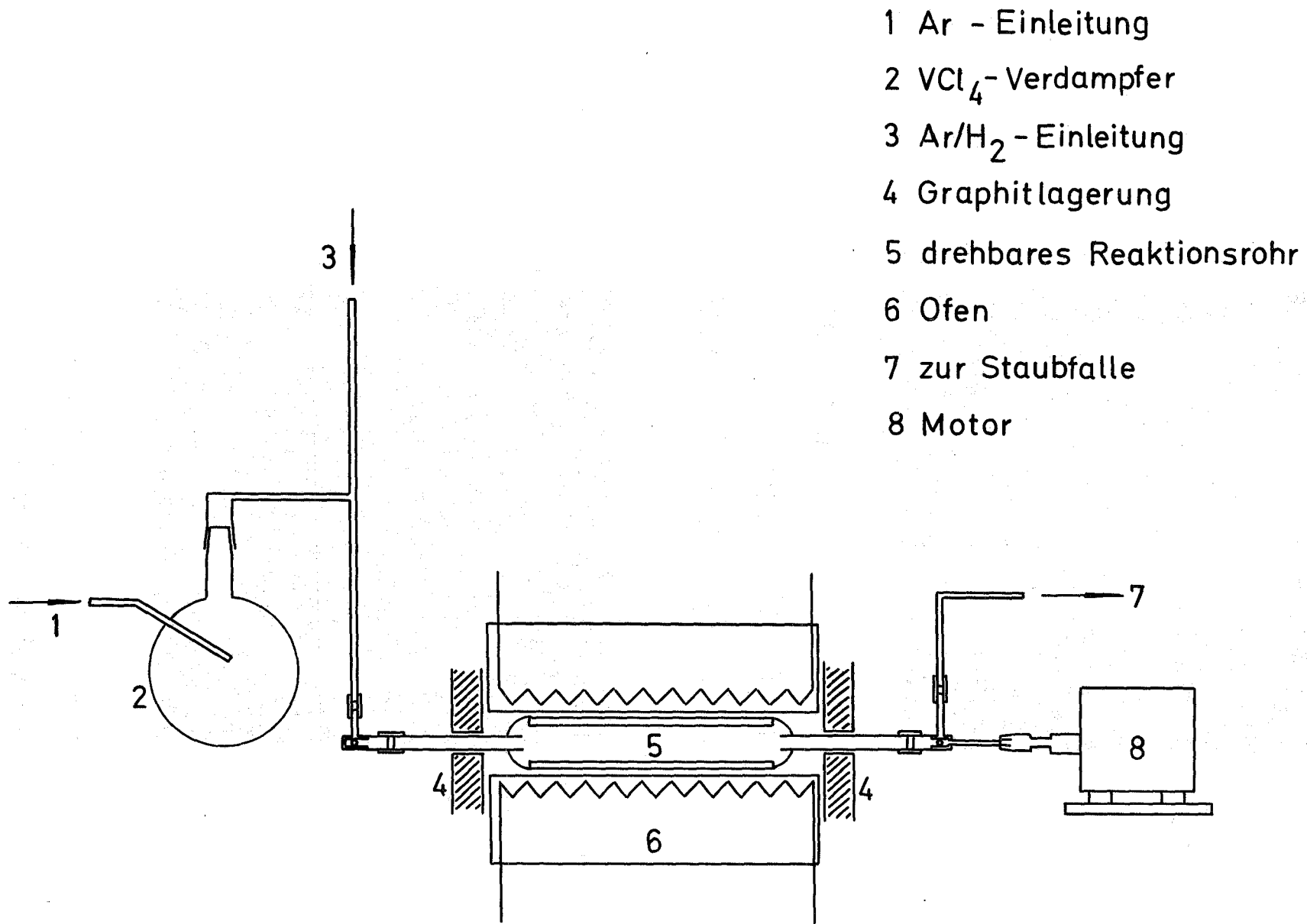


Abb. 3 Drehrohrofen zur V - Bedampfung von UO_2 - Kugeln .

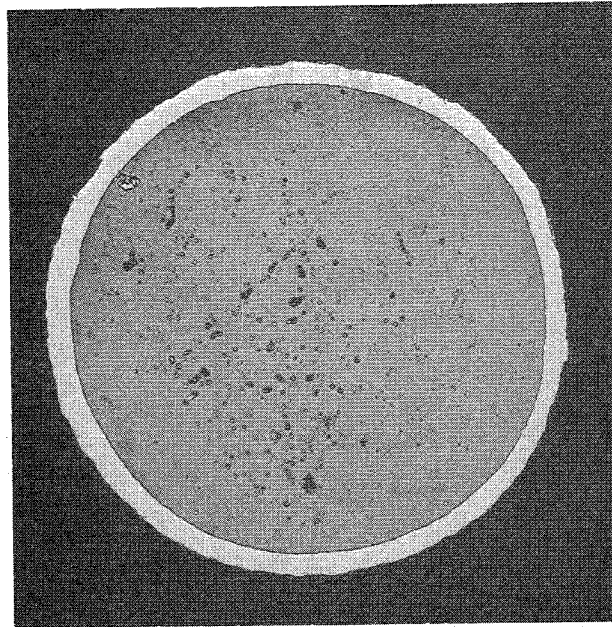


Abb. 4 UO₂-Kugel mit
20 Vol% Vanadin
Vergrößerung: ca. 500-fach

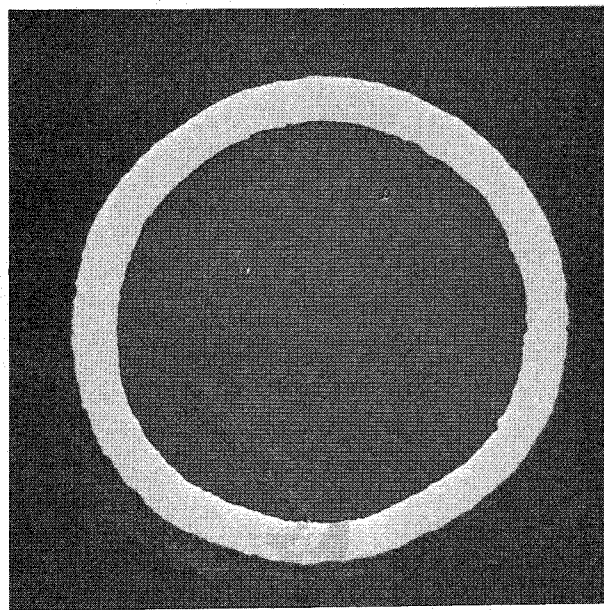


Abb. 5 UO₂-Kugel mit
30 Vol% Vanadin
Vergrößerung: ca. 500-fach

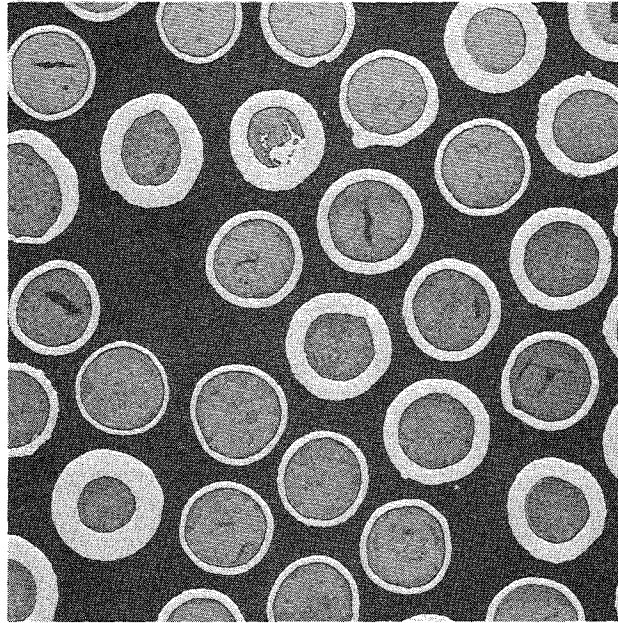


Abb. 6 UO_2 -Kugeln mit
45 Vol % Vanadin
Vergrößerung : ca. 100-fach

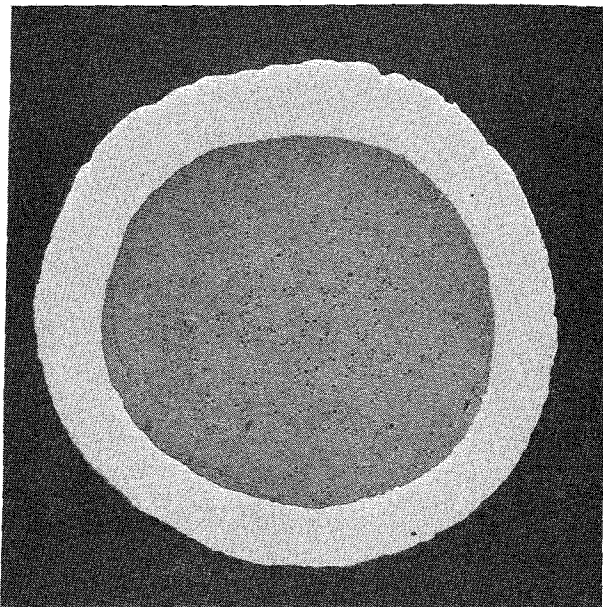


Abb. 7 UO_2 -Kugel mit
45 Vol % Vanadin
Vergrößerung : ca. 500-fach

