

KERNFORSCHUNGSZENTRUM

KARLSRUHE

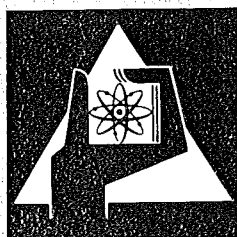
Februar 1974

KFK 1941

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

Anlage zur Natriumdestillation für analytische Zwecke
„NADESTAN 4“

H.U. Borgstedt, Z. Perić, G. Wittig



**GESELLSCHAFT
FÜR
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK-1941

Institut für Material- und Festkörperforschung

Projekt Schneller Brüter

Anlage zur Natriumdestillation für analytische Zwecke "NADESTAN 4"

von

Hans Ulrich Borgstedt

Zlata Perić

Gerhard Wittig

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

I n h a l t

1. Einführung
2. Aufbau der Vorrichtung "Nadestan 4"
 - 2.1 Probenziehvorrichtung "Harfe"
 - 2.2 Schutzgasbox
 - 2.3 Natriumdestillationsanlage
 - 2.31 Destillationsgefäße
 - 2.32 Pumpstand
 - 2.33 HF-Generator
3. Erfahrungen mit "Nadestan 4"
 - Literatur
 - Anhang 1: Sauerstoffsättigung in Natrium
 - Literatur zu Anhang 1
 - Anhang 2: Vorschrift zur analytischen Trennung von
Na-Metall und Na₂O durch Vakuumdestillation

Übersicht

Zur analytischen Anwendung der Natriumdestillation ist eine Apparatur in Betrieb genommen worden. Die Apparatur "NADESTAN 4" bildet ein Glied einer verfahrenstechnischen Kette bestehend aus der Probenschleife der Natriumanlagen, der Reinstargon-Box und der Destillationseinrichtung. Die in Tiegeln gesammelten Natriumproben werden dabei außerhalb der Natriumanlagen in Glasapparaturen mit Induktionsheizung von den nicht flüchtigen Verunreinigungen abdestilliert, die dann ohne Störung durch große Natriummengen analysiert werden können.

Die neue Anlage ist für Natriumproben aus dem Hochtemperatur-Natriumkreislauf und aus dem Verschleißprüfstand des IRB und für Proben aus dem Tankprüfstand des IRE eingesetzt worden. Die Ergebnisse von Sauerstoffbestimmungen nach analytischer Destillation stehen in guter Übereinstimmung mit der Kaltfalltemperatur der Anlagen und mit der Anzeige elektrochemischer Sonden.

Abstract Apparatus for sodium distillation for analytical purposes
 "NADESTAN 4"

We have started the operation of an apparatus for analytical application of the sodium distillation. The apparatus "NADESTAN 4" is part of a process chain comprehending the sodium sampling by-pass of the sodium loop, the pure atmosphere sodium handling box and the distillation device itself.

The sodium overflow samples collected in nickel crucibles are distilled in a glass vessel separated from the sodium loop. The sodium is evaporated by induction heating. By the process the sodium metal can be separated from the contaminants, which can be analyzed in the residue of the distillation with high sensitivity.

The new apparatus is in use for analyses of sodium samples out of the high temperature corrosion loop, the wear test rig and the tank facility for self welding experiments. The results of oxygen analyses are in good agreement to cold trap temperatures of the loops and to the output of emf oxygen meters operated in the same loops.

1. Einführung

Zur Analyse von nichtmetallischen Verunreinigungen im Natrium mit chemischen Methoden empfiehlt sich eine Trennung der im parts-per-million-Bereich vorliegenden Anteile von dem metallischen Natrium. Für diese Trennung wurden chemische, physikalisch-chemische und physikalische Prozesse vorgeschlagen und erprobt. Für die Zweckmäßigkeit des gewählten Verfahrens zur Trennung des Metalls von nichtmetallischen Verunreinigungen ist der Gesichtspunkt der Vermeidung einer Kontamination der schwerwiegendste (1). Eine Trennungsmöglichkeit, die diese Anforderung bei technischer Vervollkommenheit gut erfüllen kann, ist die Vakuumdestillation, die schon Mitte der fünfziger Jahre eingeführt worden ist (2), aber erst in den letzten 5 Jahren den Stand einer gewissen Vollkommenheit erreicht hat (3-6). Die Methode von Rutkauskas (4) hat sich in einer Variante von Hissink (7), der auch eine geeignete Vorrichtung zur Entnahme von Natriumproben aus den Versuchskreisläufen entwickelt hat, bewährt. Dieses Verfahren wurde auch von uns den Erfordernissen angepaßt und seit 1969 in einer Prototypanlage ausgeführt, nachdem eine Prüfung des Verfahrens mit Natriumproben, die mit Sauerstoff gesättigt waren, ausgezeichnete Ergebnisse gebracht hatte (8,9). Diese Prototypanlage war, da immer nur ein Probenziegel mit einem Zeitaufwand von einigen Stunden verarbeitet werden konnte, für die analytischen Arbeiten zu den metallkundlichen Versuchen in Natriumkreisläufen im Kernforschungszentrum Karlsruhe (Arbeiten zur Korrosion durch Natrium und zum Verschleiß und Selbstverschweißen in Natrium) unzureichend. Auf den Erfahrungen mit der Prototypanlage aufbauend wurde die Natriumdestillationsanlage "Nadestan 4", in der alle Proben einer Probenziehung gleichzeitig destilliert werden können, entwickelt.

Die weiteren, der analytischen Destillation folgenden Verfahrensschritte zur Bestimmung von Sauerstoff, Kohlenstoff und einigen weiteren Verunreinigungen sind oder wurden gesondert beschrieben (8,10).

2. Aufbau der Vorrichtung "Nadestan 4"

Die Anlage ist dazu vorgesehen, Proben aus verschiedenen Natriumprüfständen zur Analyse zu verarbeiten. Sie ist daher nicht mit einem Natriumkreislauf verbunden. Die Natriumproben müssen den Kreisläufen entnommen und unter Vermeidung von Kontamination in die Destillationsge-

fäße der "Nadestan 4" überführt werden. Daher stellen die Probenziehungs-
vorrichtung, die Schutzgasbox und "Nadestan 4" eine verfahrenstechnische
Kette dar. Obwohl die in den Kreisläufen übliche Probenziehungs-
vorrichtung nicht in allen Prüfständen des Kernforschungszentrums anwendbar ist,
soll nur sie in diese Beschreibung mit aufgenommen werden.

2.1 Probenziehvorrichtung "Harfe"

Die "Harfe" (siehe Abb. 1) ist ein mit lösbaren Verbindungen an zwei
Stutzen des Natriumkreislaufs angeschlossener Bypass mit einer dicht-
verschließbaren Öffnung (7). Durch die Öffnung werden, in einer Halte-
rung befestigt, eine Reihe von Tiegeln in den zentralen Teil der "Harfe"
eingesetzt. Sie werden, wenn die Zu- und Ableitungen geöffnet sind, von
oben mit Natrium durchspült (overflow-Methode). Man läßt die "Harfe"
eineinhalb Stunden bei ausreichend hoher Strömungsgeschwindigkeit und
Temperatur, wobei diese Parameter von den übrigen im Natriumsystem ab-
hängen, von Natrium durchströmen. Nach dem Verschließen der Zu- und Ab-
leitungen öffnet man eine dritte Leitung in ein Vakuumgefäß und zieht
das überschüssige Natrium ab. Dabei bleiben die Tiegel und die Rohr-
stutzen zum System mit Natrium gefüllt. Nach dem Lösen der "Conoseal"-
Verbindungen kann man das durch drei Natriumstopfen und einen "Conoseal"-
Flansch verschlossene System in eine Schutzgasbox überführen, dort öff-
nen und die Tiegel entnehmen, die dann in die Destillationsgefäße ein-
gesetzt werden.

Die Tiegel sind je nach der vorgesehenen Analyse aus Reinnickel, Zirkon
oder Sinterkorund. Sie sind auch in ihrer Form der späteren analytischen
Prozedur angepaßt. Abb. 2 zeigt die verwendeten Tiegel.

Zur Beheizung der "Harfe" am Kreislauf wurde eine einfach zu bedienende
Heizmanschette entwickelt, die für sich mit Spannung versorgt und gere-
gelt wird.

2.2 Schutzgasbox

Zur Vermeidung von Kontamination der Natriumproben beim Entnehmen aus der
dichten "Harfe" ist eine Schutzgasatmosphäre notwendig, an die hinsicht-
lich ihrer Reinheit hohe Anforderungen zu stellen sind (11). In einer

kommerziellen Anlage (siehe Abb. 3), die von Vacuum Atmospheres Corp., Los Angeles, Cal., geliefert wurde, benutzen wir eine Argonatmosphäre, die nach Angaben der Lieferer weniger als 1 vpm $O_2 + H_2O$ enthalten sollte, wenn das Schutzgas ständig über den regenerierbaren Reinigungskreis umgepumpt wird.

Zur Kontrolle der Reinheit dient eine geöffnete 25 Watt-Birne, deren Glühfaden in der Box brennt. Bei der geforderten Reinheit der Atmosphäre hält der Glühfaden 1000 h und länger stand. Ein weiteres Indiz für gute Reinheit des Argons ist ein blanker Spiegel einer offenen Natriumschmelze. Die Oberfläche der Schmelze sollte einige Stunden ohne jede Trübung bleiben.

Die Feuchte in der Boxatmosphäre wird mit einem Adsorptionsmeßgerät (Panametrics, Waltham, Mass.) laufend überwacht. Der Meßfühler ist in die Schutzgasbox eingebaut. Die langzeitige Anzeige läßt auf Feuchtegehalte unter 0,1 vpm schließen, bei Manipulationen in der Box steigt der Feuchtegehalt meßbar an.

Zur Wägung der Natriumproben in der Box hat sich eine Oberschalige Waage mit Leuchtskala (Mettler, Zürich, Typ P 1210 N) bewährt. Sie weist selbst nach mehrjährigem Verbleiben in der Box keine Mängel im Betrieb auf.

Da zur Kontrolle der Reinheit und für Hilfsvorgänge zur Destillation ständig eine offene Natriumschmelze in der Box vorhanden sein sollte, ist eine Heizvorrichtung für das Badgefäß notwendig. Die Heizung ist gegen Übertemperatur gesichert.

Die Schleuse des Systems ist ausreichend dimensioniert für bequem zu handhabende Geräte für die analytische Destillation. Sie wird mit einer Drehschieberpumpe in etwa 15 min. auf 10^{-2} Torr evakuiert. Die mitgelieferte Vakuummeßvorrichtung ist unzureichend; wir haben sie durch eine Pirani-Röhre ersetzt.

2.3 Natriumdestillationsanlage

Die Natriumdestillationsanlage besteht aus den Destillationsgefäßen, dem Vakuumpumpstand und dem Hochfrequenzgenerator zum Beheizen der Tiegel. Eine Gesamtansicht der Anlage vermittelt die Abb. 4.

2.31 Destillationsgefäße⁺⁾

Das ursprünglich verwendete Destillationsgefäß aus Glas (8) konnte in seiner Form nicht verwendet werden. Zur Verbesserung der Ankopplung an den HF-Generator wurde der untere Teil des Gefäßes im Durchmesser reduziert. Abb. 5 zeigt die neue Form des Glasgefäßes, dessen Oberteil bessere Ventile erhalten hat, während die mobile Thermoelementdurchführung und die Tiegelhalterung beibehalten wurden.

Die Mantelthermoelemente werden durch KPG-Rührwellen geführt, die in vakuumdichten Hülsen beweglich sind. Beim Schmelzen der Natriumproben kann man die Thermoelemente nachführen, bei der Vordestillation aber oberhalb der Tiegel feststellen. Die Spitzen der Thermoelementmäntel sind mit Kupfer und Nickel überzogen. Kupfer verbessert die Wärmeleitung und verhindert damit Überhitzungen an der Spitze, Nickel dient zur Verhinderung von Reaktionen mit Natrium bzw. Natriumoxid.

An einem kommerziell erhältlichen Glas-Metallrohr im Kopf des Gefäßes ist das Gestänge zur Tiegelhalterung hart angelötet. Die Tiegel werden an der Halterung durch eine Schraube im Tiegelboden befestigt.

2.32 Pumpstand

Es wurde ein kommerzieller Pumpstand in fahrbarem Gestell (Balzers, Liechtenstein, Typ DUO 25/Diff 650) verwendet. Mit dem Pumpstand kann ein Endvakuum von 10^{-5} Torr, gemessen in der Verbindungsleitung, erreicht werden. Zur Messung des Vakuums stehen eine Kaltkathodenröhre IKR 010 und zwei Pirani-Röhren Typ TPR 010 zur Verfügung.

Ein Anpassungsproblem an "Nadestan 4" bestand darin, die Schwingungen des Pumpstandes am Leitungssystem so zu dämpfen, daß sie nicht auf die

⁺⁾ Wir danken Herrn Müller, Institut für Heiße Chemie des Kernforschungszentrums, für die glastechnische Bearbeitung dieses Teilproblems.

Glasgefäße übertragen wurden. Das gelang durch dämpfende Abstützung gegen den Boden und Verwendung von Federbälgen in den Zuleitungen zu den Destillationsgefäßen.

2.33 HF-Generator

Der bereits von M. Hissink beschriebene HF-Generator (7), geliefert von Elphiac, HWG Reichenbach/F., fand auch in "Nadestan 4" Verwendung. Der Generator liefert bei einer Frequenz von 800 kHz eine maximale Leistung von 1,5 kW. Eine für unsere Zwecke anwendbare HF-Spule war auf dem Markt nicht erhältlich. Wir haben daher aus Kupferrohr von 6 mm Durchmesser Spulen hergestellt und uns in mehreren Entwicklungsschritten an die Erfordernisse angenähert. Schließlich erhielten wir mehrere wassergekühlte Spulen, die zur Natriumdestillation geeignet sind. In Abb. 6 sind derartige HF-Spulen dargestellt. Diese Spulen sind zugleich eine gute und billige Lösung für das Ankopplungsproblem. Eine weitere Verbesserung der Ankopplung wurde mit einer luftgekühlten Spule aus Kupferblechen (s. Abb. 7) erreicht.

3. Erfahrungen mit "Nadestan 4"

Die bisher gewonnenen Erfahrungen deuten dahin, daß die Probenziehung für die Qualität der Analysen von entscheidender Bedeutung ist. Sind die Natriumproben aus Kreisläufen mit Anlauffarben oder Häuten bedeckt, so kann man die Proben verwerfen. In diesem Falle war die Probe nicht repräsentativ für ein bei Kaltfallentemperaturen unter 200°C betriebenes System. Grund dafür kann eine ungenügende Spülung, zu kurze Zeit oder zu geringe Strömungsgeschwindigkeit sein, oder aber die Temperatur war zu niedrig und hat die Bildung und Ausscheidung von Na-Fe-Komplexoxiden begünstigt. Da diese sich bei der Destillation zersetzen, wird ein zu hoher Wert für Na₂O gemessen. Ferner hat eine solche Probe gewöhnlich auch zu hohe Metallgehalte.

Dagegen hat die Destillation bei der Prüfung mit Natriumproben definierten Sauerstoffgehaltes ergeben, daß dieser Teil des Verfahrens bei genauer Einhaltung der Vorschriften (s. Anhang 2) keine Störungen der Analyse verursacht (8).

Ergebnisse von Analysen einiger Natriumproben, die mit einer neuen, der "Harfe" ähnlichen Probenziehvorrichtung aus der Apparatur für Kaltverschweißversuche (12) gezogen worden sind, entsprachen relativ gut den Sauerstoffgehalten, die man aus der Temperatur der zur Reinigung benützten Kaltfalle erwarten konnte:

1. Probenziehung	14,2 ⁺	4,9	7,2	5,2	ppm
2. "	4,3	14,4 ⁺	4,5	4,2	"

⁺ sichtbar kontaminierte Proben

Die Mittelwerte für die Proben, die nicht kontaminiert waren, errechneten sich zu 5,8 (1) und 4,3 (2) ppm, während der Pluggingmetertemperatur ein Gehalt von rund 2 ppm Sauerstoff entsprochen hätte.

Messungen an Proben, die während des Korrosionsversuchs HT 1 aus dem Hochtemperaturnatriumkreislauf gezogen, zeigten in sich und gegenüber den Meßwerten der elektrochemischen Sonden gute Übereinstimmung. Die gemessenen Sauerstoffwerte entsprachen auch recht gut den Erwartungen, die man aus den Betriebsdaten der Kaltfalle hegen konnte.

Meßergebnisse:

	EMK-Mess. (ppm)	Analysen n. Dest. (ppm)	
Probe HT 1.1	18,0	15	20
" HT 1.2	8,3	6,9	11,0
" HT 1.3	7,0	6,4	9,4
		9,4	6,6

Die Apparatur "Nadestan 4" wird nun laufend zur Verarbeitung von Natriumproben aus verschiedenen Anlagen für die nachfolgende Sauerstoffbestimmung verwendet.

Literatur:

- (1) J. W. Mausteller, F. Tepper, S.J. Rodgers,
"Alkali Metal Handling and Systems Operation Techniques"
Gordon and Breach, Science Publishers, New York, 1967
- (2) J.R. Humphreys jr., Selected papers Nucl. Engng. Sci. Congr. 1st.,
Cleveland, Ohio, 1955
- (3) K.W. Bergstresser, G.R. Waterburg, C.F. Metz, USAEC Report LA-3345
- (4) V.J. Rutkauskas, USAEC Report LA-3879 (1968)
- (5) J.A.J. Walker, E.D. France, W.T. Edwards,
Analyst 90 (1965) 727-731
- (6) V.I. Subbotin, F.A. Kozlov, E.K. Kuznezov, N.N. Ivanowskij,
"Alkali Metal Coolants" IAEA Wien 1967, 461-478, deutsch als KFK-tr-241
- (7) M. Hissink, Atomenergie, Mai 1970, 165-170
- (8) H.U. Borgstedt, G. Drechsler, G. Frees, H. Schneider, G. Wittig,
Reaktortagung 1971, Tagungsbericht S. 379-382
- (9) H.U. Borgstedt, H. Schneider, G. Wittig,
Atomwirtschaft 17 (1972) 361-362
- (10) H. Schneider, Berichte in Vorbereitung
- (11) R. Ainsley, Report AERE-M 2461 (1971)
- (12) F. Huber, R.A. Müller, KFK-1203 (1970)

Anhang 1: Sauerstoffsättigung in Natrium

Die Sättigungskonzentrationen des Sauerstoffs in Natrium wurden nach der von Eichelberger | A 1 | angegebenen Kurve berechnet. (s. Gleichung 1).

$$\log_{10} C_o \text{ | ppm |} = 6,239 - \frac{2447}{T \text{ | } ^\circ\text{K |}} \quad (1)$$

Diese Kurve ist neuerdings von Noden | A 2 | recht gut bestätigt worden, der für die Aufstellung seiner Beziehung 268 ausgewählte Analysenergebnisse benutzt hat, die von 12 verschiedenen Arbeitsgruppen gemessen worden sind (s. Gleichung 2).

$$\log_{10} C_o \text{ | ppm |} = 6,2571 - \frac{2444}{T \text{ | } ^\circ\text{K |}} \quad (2)$$

Die geringfügigen Änderungen gegenüber der Gleichung (1) geben keine Veranlassung, an der Löslichkeitsbeziehung von Eichelberger Korrekturen vorzunehmen. Die beiden Löslichkeitsgleichungen stehen auch in guter Übereinstimmung mit Ergebnissen von Messungen mit elektrochemischen Sauerstoffmessungen | A 3, A 4 | (siehe Gleichung 3 A und 3 B).

$$\log_{10} C_o \text{ | ppm |} = 6,55 - \frac{2600}{T \text{ | } ^\circ\text{K |}} \quad (3A)$$

$$\log_{10} C_o \text{ | ppm |} = 6,429 - \frac{2606}{T \text{ | } ^\circ\text{K |}} \quad (3B)$$

Die Werte der freien Bildungsenthalpie des Na_2O bei Sättigung und verschiedenen Graden der Untersättigung sind in einer Arbeit von Riethmüller | A5 | zusammengestellt.

Literatur zu Anhang 1:

- | A 1 | R.L. Eichelberger, USAEC Report AI-AEC-12685 (1968)
- | A 2 | J.D. Noden, J. Brit.Nucl. Energy Soc. 12 (1973) 57-62
- | A 3 | B. Minushkin, G. Kissel, "Corrosion by Liquid Metals",
Plenum Press, New York, 1970, 515-522
- | A 4 | H.U. Borgstedt, A. Marin, Z. Perić, G. Wittig,
Atomwirtschaft 17 (1972) 361-362
- | A 5 | R. Riethmüller, KFK, Ext.-Ber. 8/71-5 (1971)

Anhang 2

Vorschrift zur analytischen Trennung von Na-Metall und Na₂O durch Vakuumdestillation

Zur Probenziehung und Analyse für die Sauerstoffbestimmung in Kreislaufnatrium werden Tiegel aus Rein-Nickel mit einem Volumen von 10 ml verwendet. Vor dem Einsatz in die "Harfe" werden die Tiegel mit einer speziellen Nickelbeize (250 ml CH₃CO OH, 150 ml HNO₃, 50 ml H₂SO₄ und 50 ml H₃PO₄ etwa 8-10 sec) behandelt und gewogen. Bei der Probenziehung müssen Strömungsbedingungen und guter Abschluß der "Harfe" gegen die Atmosphäre jede Kontamination der Natriumproben verhüten. Eine Röntgenprüfung der gefüllten "Harfe" ermöglicht eine Kontrolle und hilft zu vermeiden, daß die aufwendigen Arbeiten an unbrauchbaren Proben ausgeführt werden. Die ordnungsgemäß gefüllte und verschlossene "Harfe" kann ausgebaut und in die Box eingeschleust werden.

Zuerst werden die vier Destillationsgefäße präpariert. Dazu wird in jedes ein Tiegel mit etwa 1 g Na aus dem Vorrat der Box eingesetzt. Die Gefäße werden wie zur analytischen Destillation angeschlossen. In einer Vordestillation werden die Glaswände mit Natrium verspiegelt. Dadurch wird an der Glaswand haftendes oxydierendes Material gebunden. Bei der Vordestillation darf das Thermoelement nicht in die Schmelze eintauchen.

Die Destillationsgefäße werden dann in die Box zurückgeschleust und geöffnet. An die Stelle der Vorprobe wird der Tiegel aus der "Harfe" eingesetzt und das Gefäß gut verschlossen. Wegen der großen Natriumoberfläche an der Glaswand wirkt die Atmosphäre in dem Glasgefäß nicht merklich oxydierend auf die Probe.

Die Destillationsgefäße werden an die Vakuumleitungen angeschlossen und fest in die Hochfrequenzspule eingesetzt. Dann werden alle Gefäße auf ein Vakuum von $<10^{-4}$ Torr evakuiert. Nach Erreichen dieses Vakuums wird vorsichtig aufgeheizt. Der HF-Generator hat dazu eine kontinuierliche Leistungsregelung erhalten. Bei etwa 80% der Maximalleistung wird bei 10^{-4} Torr eine Destillationstemperatur im Natrium, gemessen am Tiegelboden, von 350-360°C eingestellt. Die Destillation ist beendet, wenn bei gleicher Energie zuvor eine deutliche Temperaturerhöhung gemessen wird. Sind 400°C erreicht,

wird das Glasgefäß abgesenkt, daß die Probe nicht mehr von der HF-Spule geheizt werden kann. Sind alle vier Destillationen beendet, was mit dem Aufheizen etwa 45-60 Minuten in Anspruch nimmt, werden die Tiegel in den Glasgefäßen abgekühlt. Sie können an der Luft entnommen werden, wenn, wie in unserem Laboratorium, die Na-Bestimmung an der Atmosphäre erfolgt.

Einwandfreie Proben bestehen aus wenig hellem Rückstand im Tiegel. Sind dunkle Partikel enthalten, ist mit einer Kontamination der Proben zu rechnen, die Werte sind dann allgemein zu hoch.

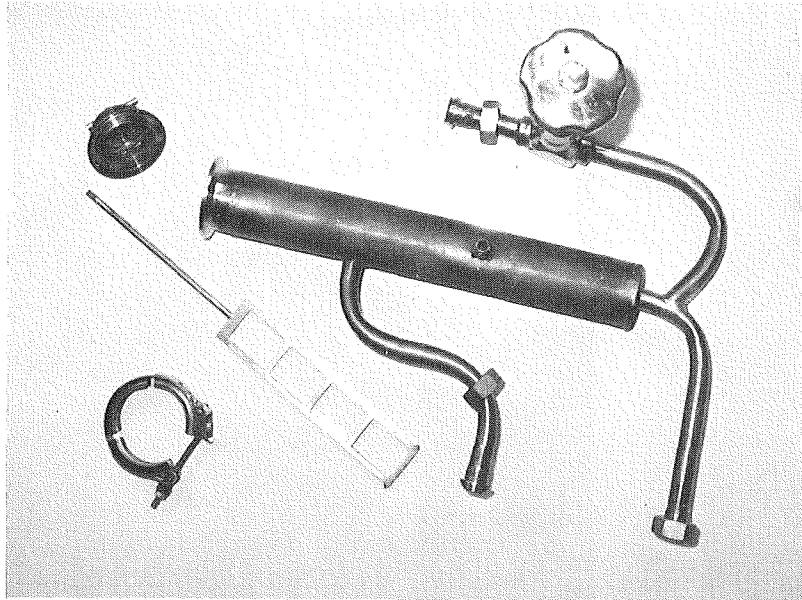


Abb. 1: Probenzieh-Bypass "Harfe" mit Halterung für die Tiegel

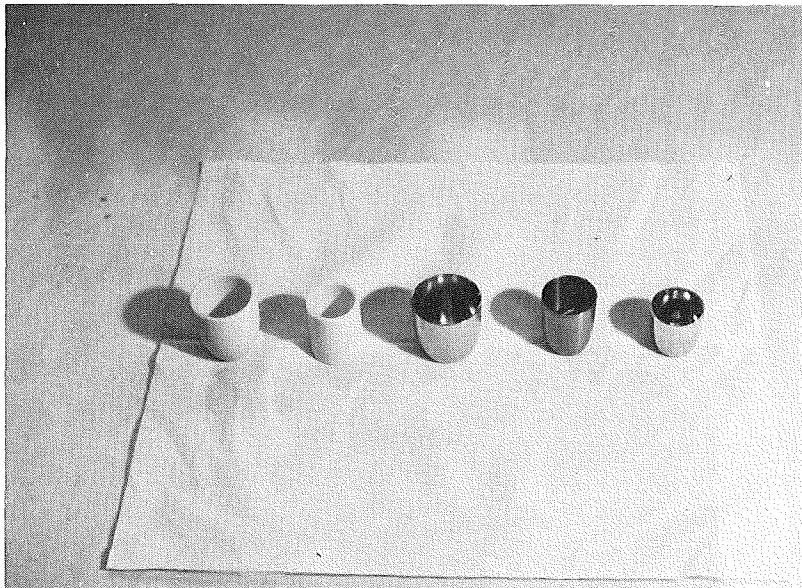


Abb. 2: Zur Probenziehung und analytischen Destillation verwendete Tiegel aus Sinterkorund, Nickel und Zirkon.

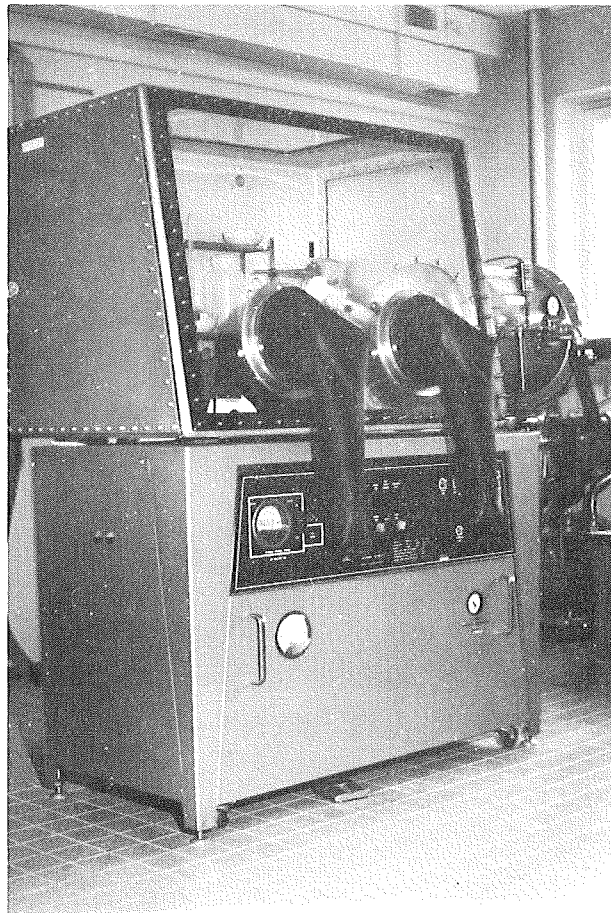


Abb. 3: Schutzgasbox zur Handhabung der Natriumproben
(mit Gasreinigung unterhalb der Arbeitsfläche).

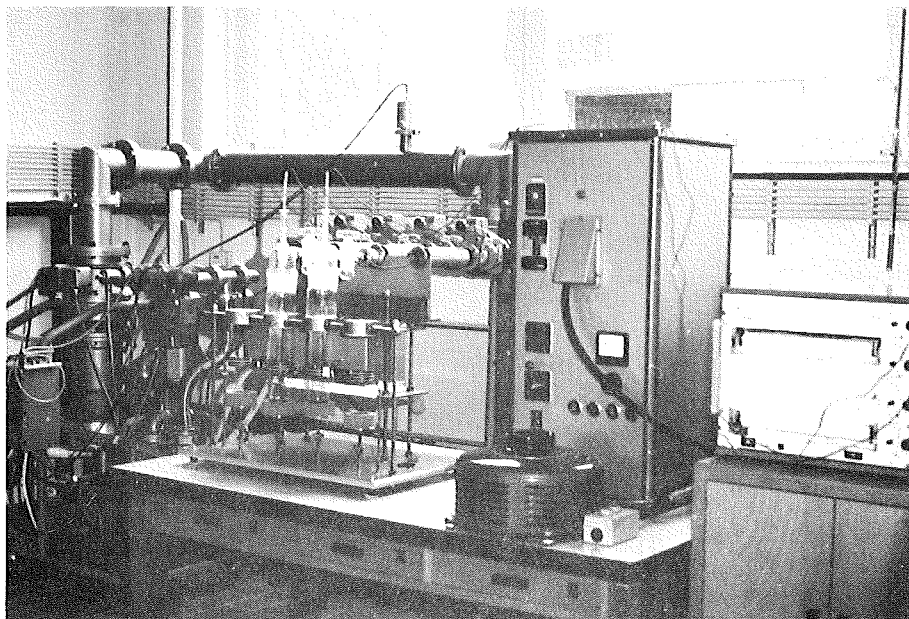


Abb. 4: Anlage "NADESTAN 4", Gesamtansicht

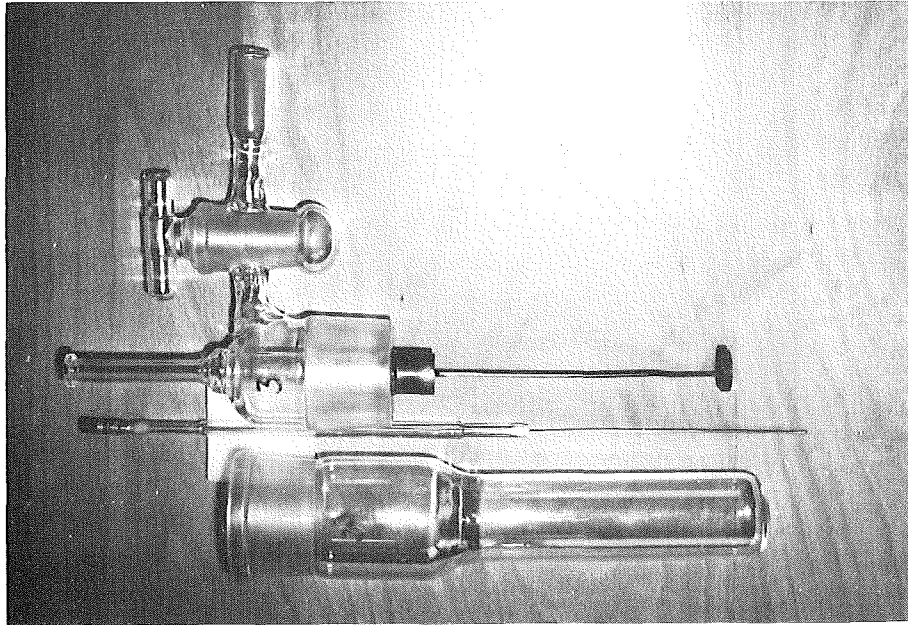


Abb. 5: Glasgefäße zur Ausführung der analytischen Natriumdestillation, Tiegelhalterung und Thermoelementdurchführung am Schliffdeckel.

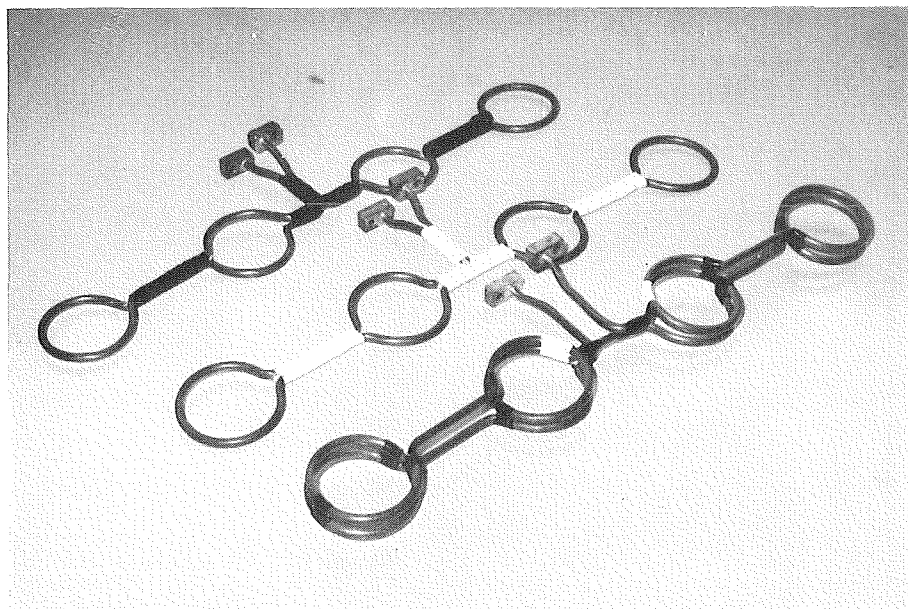


Abb. 6: Ausführungsformen der HF-Spulen zur Ankopplung des Generators.

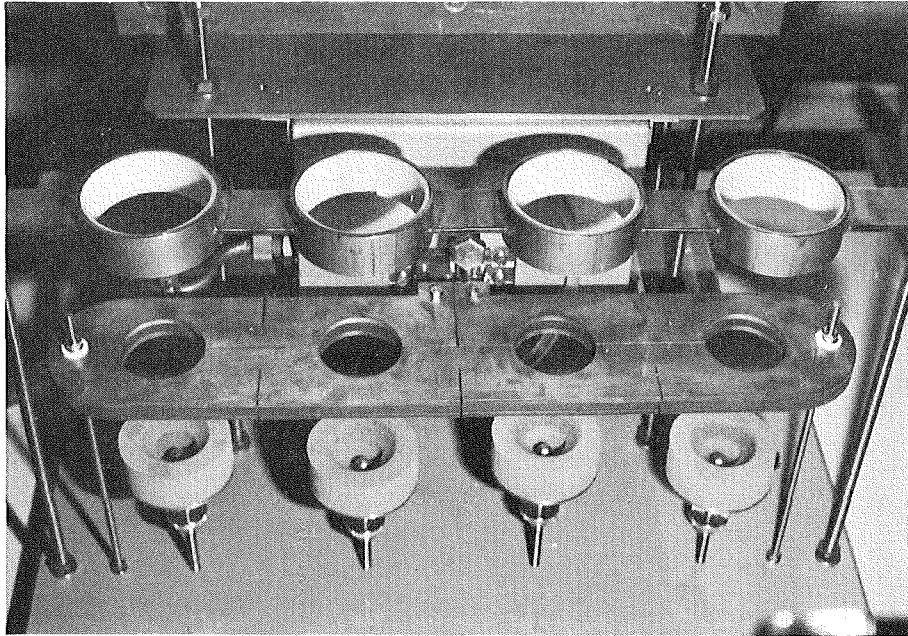


Abb. 7: Verbesserte HF-Spule zur Ankopplung an die Destillationsgefäße aus Kupferblech mit Luftkühlung