

KERNFORSCHUNGSZENTRUM

KARLSRUHE

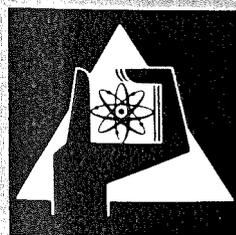
August 1977

KFK 2474

Institut für Reaktorbauelemente
Projekt Schneller Brüter

**Heizstäbe zur Simulation von Brennstäben für
Natrium-Siedeexperimente
Teil II**

V. Casal, A. Demski, E. Graf, W. Hartmann



**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 2474

Institut für Reaktorbauelemente

Projekt Schneller Brüter

Heizstäbe zur Simulation von Brennstäben für
Natrium - Siedeexperimente
Teil II

V. Casal, A. Demski, E. Graf, W. Hartmann

Gesellschaft für Kernforschung mbH, Karlsruhe

Zusammenfassung:

Der vorliegende Bericht beschreibt die Weiterentwicklung elektrischer Heizstäbe für Natriumsiedeexperimente.

Die Wärme wird im Heizstab durch Ohm'sche Beheizung einer Bandwendel erzeugt. Sie fließt über den Isolator, eine Schicht aus verdichtetem Bornitridpulver, zur Heizstabhülle. Durch Verwendung von Hüllrohren aus Tantal und Stromleitern aus Tantal 10% Wolfram lassen sich mit diesen Heizstäben bei Hüllentemperaturen von 1050⁰C Heizflächenbelastungen von mehr als 250 W/cm² verwirklichen. Durch die Beibehaltung des geometrischen Aufbaues und der Fertigungsmethoden konnten die Erfahrungen der bereits erfolgreich in Einsatz befindlichen Siedeheizstäbe mit Nickelchromstromleitern und Edelstahlhüllen voll übernommen werden.

Summary

Heater Rods for Simulation of Fuel Pins in Liquid-Metal-Boiling Experiments Part II.

This report describes advancements in the development of electric heater rods to be used in sodium boiling experiments.

The heat is generated in the heater rod by ohmic heating of a tape helix. The heat passes through the insulator, a layer made of compacted boron nitride powder, and reaches the clad of the heater rod. By use of tantalum cladding tubes and conductors consisting of tantalum 10 % tungsten, heat surface loads of more than 250 W/cm² can be realized with these heater rods at clad temperatures of 1050⁰C. Since the geometric layout and the fabrication methods were maintained, it was possible to benefit from experience gathered on heater rods for boiling experiments equipped with nickel-chromium conductors and stainless steel clads, which have operated successfully.

Inhalt

1. Einführung
2. Auswahl der Werkstoffe und Werkstoffpaarungen
 - 2.1 Werkstoff für den Stromleiter
 - 2.2 Hüllrohrwerkstoff
 - 2.3 Werkstoffe der Kaltenden
 - 2.4 Stützkeramik
3. Fertigungsmethoden
4. Abmessungen gefertigter Heizstäbe
5. Prüfung der Heizstäbe
6. Erprobung der Heizstäbe
 - 6.1 Erprobung von Heizstäben mit Pt/10 W-Stromleiter
 - 6.2 Erprobung der Heizstäbe mit Stromleiter aus Ta/10 W
7. Nachuntersuchungen
 - 7.1 Nachuntersuchungen von Heizstäben mit Pt/10 W-Stromleiter
 - 7.2 Nachuntersuchungen von Heizstäben mit Ta/10 W-Stromleiter
8. Bewertung der Heizstäbe
9. Danksagung

1. Einführung

Zur Durchführung von Siedeexperimenten in elektrisch beheizten Attrappen von Brennelementbündeln werden elektrische Heizstäbe benötigt, welche die Brennstäbe in befriedigender Weise simulieren. In /1/ wurden Siedeheizstäbe der Entwicklungsstufe I beschrieben, welche inzwischen in Großbündeln /2,3/ erfolgreich eingesetzt werden. Diese Heizstäbe besitzen eine Isolation aus verdichtetem Bornitridpulver, einen Stromleiter aus einer Nickelchromlegierung in Form einer Bandwendel. Sie sind ausgelegt für eine Heizflächenbelastung von 170 W/cm^2 bei einer Siedetemperatur des Natriums von $950 \text{ }^\circ\text{C}$. Diese Heizflächenbelastung entspricht bei einem Heizstabdurchmesser von 7,6 mm einer Stableistung von 406 W/cm .

Für Untersuchungen mit noch größeren Heizflächenbelastungen bei noch höheren Siedetemperaturen wurden Heizstäbe der Stufe II entwickelt, die bei Siedetemperaturen bis $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ Heizflächenbelastungen bis zu 250 W/cm^2 erzeugen. Der vorliegende Bericht beschreibt die Entwicklung der Stufe II.

Die Leistungssteigerung wurde erreicht durch die Verwendung hochschmelzender Metalle für Stromleiter und Hüllrohr der Heizstäbe.

Der Aufbau der Heizstäbe der Stufe II folgt in seinem Konzept dem der Stufe I, welches sich als sehr zuverlässig erwiesen hatte. Es erlaubt die Fertigung großer Stückzahlen mit relativ niedrigen Kosten bei geringem Ausschuß. Abb. 1 zeigt schematisch den Aufbau der Heizstäbe. Als wesentliche Merkmale des Heizstabkonzeptes sind zu bezeichnen:

- Stromleiter in Form einer Bandwendel mechanisch durch eine Stützkeramik gleicher Wärmedehnung abgestützt.
- Verdichtetes BN-Pulver als Isolator zwischen Leiter und Hülle

- Extrem hohe Kaltverformung der Heizstäbe bei dem Herstellungsprozess, so daß eine gleichmäßige Pulverdichte zwischen Stromleiter und Hülle gewährleistet ist.

Die Beibehaltung des gleichen Heizstabaufbaues wie bei den Heizstäben der Stufe I erfordert für Hülle und Stromleiter zum einen die Verwendung gut kaltverformbarer, zum anderen hoch temperaturbeständiger Werkstoffe. Deshalb scheidet der Hochtemperaturwerkstoff Graphit aus.

Mit den Heizstäben sollen Siedeexperimente in teilweise blockierten Bündeln durchgeführt werden; die Ergebnisse solcher Experimente lassen sich nur dann befriedigend interpretieren, wenn die Wärmeproduktion des Heizstabes nicht unzulässig stark von der äußeren Kühlmitteltemperatur abhängt. Diese Forderung läßt sich durch die Verwendung von Stromleiterwerkstoffen mit temperaturunabhängigem elektrischem Widerstand erfüllen und führte zu den Heizstäben der Stufe I. Bei den hier besprochenen Heizstäben der Stufe II müssen bezüglich der Leistungskonstanz Abstriche gemacht werden, weil Hochtemperaturwerkstoffe in der Regel einen elektrischen Widerstand mit recht starkem Temperaturkoeffizienten besitzen.

2. Auswahl der Werkstoffe und der Werkstoffpaarungen

Vorgegeben ist das Isolationsmaterial zwischen Hüllrohr und Stromleiter (Bornitrid-Pulver), der geometrische Aufbau der Heizstäbe (Abb. 1) und das Fertigungsverfahren /1/. Die Werkstoffe für die Stromleiterwendel, die Bolzen der sogenannten Kaltenden, die Stützkeramik und das Hüllrohr müssen gewählt werden.

2.1 Auswahl des Werkstoffes für den Stromleiter

Aufgrund der geforderten Leistungsdaten muß der Stromleiterwerkstoff bis zu Temperaturen von 1500 °C folgende Eigenschaften aufweisen:

- hohe Festigkeit
- geringer Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes
- geringe chemische Reaktion mit dem Bornitrid
- gute Kaltverformbarkeit (Bruchdehnung $\delta_{10} > 20 \%$)
- geeignete Wärmedehnung
- gute Wärmeleitfähigkeit.

Tabelle 1 zeigt Schmelzpunkt, Festigkeit, Bruchdehnung und den Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes verschiedener Hochtemperaturwerkstoffe. Wolfram, Molybdän und TZM kommen danach wegen zu geringer Bruchdehnung ($\delta < 20 \%$) nicht infrage. Bewertet man die verbleibenden Werkstoffe, einmal nach dem kleinsten Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes, ein zweites Mal nach der höchsten Bruchfestigkeit bei Temperaturen oberhalb $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, so erhält man das erste Mal Pt/10 W als idealen Stromleiterwerkstoff, das zweite Mal Ta/10 W. Um nicht zu zuvielen Lösungen für den Stromleiter zu gelangen, sei abschließend nur noch die Verträglichkeit mit Bornitrid betrachtet.

Bor reagiert mit fast allen Metallen; aus diesem Grund muß bei der Werkstoffauswahl für Heizstäbe mit Bornitridisolation der Verträglichkeit der Werkstoffe mit Bor Rechnung getragen werden. Einen Überblick über nachgewiesene Metall-Bor-Verbindungen gibt Tab. 2.

Nach dieser Tabelle bilden alle Metalle Boride. Die Verwendbarkeit der diskutierten Stromleiterwerkstoffe muß deshalb nach der Bildungsgeschwindigkeit von Metallboriden entschieden werden.

In /8/ sind Glühversuche von Pt/8 W in BN-Pulver bis $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ beschrieben; diese Versuche zeigten keine Reaktionen des Metalls mit BN. Mit den Werkstoffen Nb, Mo und Ta wurden eigene Verträglichkeitsversuche durchgeführt. Die Metallproben wurden in BN-Tabletten mit einer Dichte von 2 gr/cm^3 einge-

bettet und in Vakuum jeweils 50 h bei 1250 °C und 1500 °C
geglüht. Die Niobprobe (1500 °C) wurde dagegen 100 h geglüht.

Folgende Reaktionszonen wurden in den Randzonen der Metall-
proben ermittelt:

Glühtemperatur		
Werkstoff	1250 °C	1500 °C
Nb	12 ÷ 15 µm	100 µm
Ta	15 ÷ 20 µm	300 µm
Mo	20 ÷ 30 µm	300 µm

In den Reaktionszonen wurden Mikrohärtens von HV 0,1 > 1000 kp/mm²
ermittelt. Diese Härte läßt auf die Bildung von Metall-
boriden schließen. Da die Heizstäbe nur eine maximale Betriebs-
zeit von 10 h aufweisen müssen, wurden alle Werkstoffe hin-
sichtlich der Verträglichkeit als beschränkt verwendbar ange-
sehen. Nach /8/ besitzen Metallboride etwa gleiche elektrische
Leitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit und Wärmeausdehnung wie die
Grundmetalle, so daß eine Boridbildung in beschränktem Umfange
den Betrieb des Heizstabes nicht gravierend beeinflussen dürfte.
Lediglich die Schockbeständigkeit ist bei Boriden in der Regel
infolge der großen Härte sehr gering.

Aufgrund obiger Überlegungen haben wir uns für 2 Stromleiter-
werkstoffe entschieden:

- a) Pt/10 W
Vorteil: geringer Temperaturkoeffizient des elektrischen
Widerstandes

- b) Ta/10 W
Vorteil: sehr hohe mechanische Festigkeit im Temperatur-
bereich bis 1500 °C.

Da thermodynamische Experimente überschaubarere Ergebnisse liefern, wenn die Brennstabsimulatoren eine temperaturunabhängige Wärmeproduktion liefern, wurde dem Werkstoff a) in der Entwicklung gegenüber b) Priorität eingeräumt.

2.2 Auswahl des Hüllrohrwerkstoffes

Das von Heizstäben der Stufe I übernommene Auslegungsprinzip empfiehlt für die Heizstabhüllrohre und Stromleiter, Werkstoffe mit etwa gleichem Wärmeausdehnungskoeffizienten zu verwenden. Dadurch dehnt sich im Betrieb der Stromleiter aufgrund des treibenden Temperaturgefälles im Heizstab stärker als das Hüllrohr.

Dieser Überschuß an realer Dehnung des Stromleiters ist aus drei Gründen erforderlich:

- zum Ausgleich der zu geringen Dehnung des Bornitrids im Ringspalt zwischen Stromleiter und Hülle
- zur Erzeugung einer Flächenpressung an den thermischen Kontaktflächen zwischen dem Isolierspalt einerseits und dem Stromleiter bzw. der Hülle andererseits
- zur Erzeugung einer Flächenpressung an den Klemmverbindungen des Stromleiters.

Aufgrund dieser Überlegungen wurden für die Heizstabhüllen Tantal ausgewählt. Im Zuge der Entwicklungsparameter wurden auch Hüllrohre aus Edelstahl untersucht.

2.3 Auswahl des Werkstoffes für die unbeheizten Zonen des Stromleiters

Zur Reduktion des Wärmeflusses in den unbeheizten Zonen der Heizstäbe muß der Stromleiter in diesen Zonen einen möglichst geringen elektrischen Widerstand aufweisen. Der Stromleiter

besteht dort aus einem Bolzen mit gleichem Durchmesser wie die Bandwendel. Der spezifische elektrische Widerstand des Bolzens soll möglichst klein sein. Andererseits muß der Werkstoff bei den vorgesehenen Temperaturen beständig sein; der Wärmeausdehnungskoeffizient muß etwa dem der Bandwendel entsprechen, damit die Klemmverbindungen des Stromleiters in Takt bleiben. Unter Beachtung dieser Kriterien wurde im vorliegenden Falle Tantal als Werkstoff der unbeheizten Zonen des Stromleiters gewählt.

2.4 Auswahl der Stützkeramik

Aufgrund der Dehnungsdifferenz zwischen Stromleiter und Hülle treten bei Betrieb im Stromleiter Druckspannungen auf, welche die Hülle als Zugspannungen aufnimmt. Ein unerwünschter Abbau dieser Spannungen durch Fließen läßt sich durch Füllung des Stromleiters mit einer Keramik gleicher Wärmedehnung vermeiden. Der Stromleiter kann sich dann bei allen Betriebstemperaturen auf der Stützkeramik abstützen. Im vorliegenden Falle wurde BN als Stützkeramik gewählt.

3. Fertigungsmethoden

Für die Heizstäbe der Stufe II sollten die Fertigungsmethoden der Heizstäbe der Stufe I verwendet werden. Diese bestanden in:

- Wickeln der Bandwendel
- Einvibrieren der Stützkeramik in die Bandwendel und Verschließen mit den Bolzen der unbeheizten Enden
- Einbau des Stromleiters in das Hüllrohr
- Einstampfen des Bornitrids in den Ringspalt zwischen Stromleiter und Hüllrohr
- Rundhämmern des Heizstabes mit starker Durchmesserreduktion zum Verdichten der Keramik.

Die ersten Fertigungsversuche zeigten, daß das Fertigungsverfahren geringfügig modifiziert werden mußte. Bei Hämmerver-

suchen beulten die Stromleiterwendel, sowohl Pt/10% W, als auch Ta/10% W. Dies war bei Nickelchromstromleitern nie aufgetreten. Die verwendeten Pt/W- und Ta/W-Legierungen besitzen aufgrund des hohen Wolframanteils eine sehr hohe Festigkeit, die sich bei Kaltverformung weiter erhöht. Dadurch setzen sie beim Hämmern der Durchmesserreduktion einen zunehmenden Widerstand entgegen und beulen schließlich.

Abb. 2 zeigt im oberen Bild einen Querschliff eines Heizstabes mit zerbeultem Stromleiter. Bei den nachfolgenden Stäben wurde das Beulen durch die Verwendung von Stangen aus heißgepreßtem Bornitrid als Stützkeramik vermieden. Heißgepreßtes Bornitrid verdichtet sich beim Rundhämmern nicht mehr, kann aber andererseits bei konstantem Volumen fließen. Das untere Bild von Abb. 2 zeigt einen Heizstab der letzten Version. Abb. 3 zeigt Röntgenaufnahmen eines Heizstabes bei verschiedenen Durchmesserreduktionen. Die Aufnahmen zeigen, wie sich die Bandwendel während der einzelnen Hämmerstufen gleichmäßig über die Länge öffnet. Der Kern in der Wendel aus heißgepreßtem Bornitrid folgt der Formänderung mit dem notwendigen Widerstand. Der Stromleiter mit seiner Stützkeramik erfährt beim Hämmern eine gleichmäßige Formänderung bei konstantem Volumen, während das BN-Pulver im Ringspalt verdichtet wird.

Weitere Modifikationen der Fertigungsverfahren gegenüber der ersten Entwicklungsstufe waren nicht notwendig.

4. Abmessungen gefertigter Heizstäbe

Heizstäbe der Stufe II wurden bisher in folgenden Abmessungen hergestellt:

Außendurchmesser:	6 ÷ 6,6 mm
beheizte Länge:	200 ÷ 600 mm
Gesamtlänge:	1000 ÷ 1500 mm

Da die Fertigungsmethoden weitgehend von Stufe I übernommen wurden, ist davon auszugehen, daß Stäbe der Stufe II in den gleichen Abmessungen wie die der Stufe I hergestellt werden können; bisherige Fertigungsmaße der Stufe I lauten:

Außendurchmesser:	6	÷	7,6 mm
beheizte Länge:	200	÷	1000 mm
Gesamtlänge:	1000	÷	2000 mm

5. Prüfung der Heizstäbe

Aufbau, Fertigungsmethoden und Prüfung der Heizstäbe wurde fast unverändert von /1/ übernommen. Das Grundprinzip der Prüfung beruht auf frühzeitiger formalisierter Prüfung, so daß Fehler sofort erkannt und eliminiert werden können. Deshalb werden die Rohprodukte in allen wichtigen Eigenschaften geprüft; während der Fertigung sind viele formalisierte Prüfschritte eingebaut. Die eigentliche Abnahmeprüfung kann dann beschränkt werden auf:

- Rißprüfung der Hülle
- Röntgenprüfung des inneren Aufbaues
- Widerstandsprüfung
- elektr. Funktionstest in Wasser.

6. Erprobung der Heizstäbe

Die Heizstaberprobung erfolgte im gleichen Kreislauf, in dem auch die Heizstäbe der Stufe I getestet wurden. Die maximal zulässige Natriumtemperatur am Eintritt der Teststrecke beträgt 600 °C, am Austritt 650 °C. In der Teststrecke selbst sind Kühlmitteltemperaturen von 950 °C zulässig. Über einen Bypass wird in der Teststrecke Natrium mit Eintrittstemperatur zugemischt, so daß die am Stabende vorliegenden Kühlmitteltemperaturen von 950 °C am Austritt der Teststrecke bis auf 650 °C abgesenkt sind. Der zulässige Betriebsdruck am Austritt

der Teststrecke beträgt 3,5 atü. Die Heizstäbe werden bei der Erprobung von unten in die Teststrecke eingebaut, das Kühlmittel strömt in einem Ringspalt von 1 bzw. 2 mm Stärke um den Heizstab nach oben; dabei erwärmt es sich von 600 auf 950 °C. Die Steuerung des Kühlmitteldurchsatzes durch die Teststrecke und die Wärmeabfuhr aus dem Kreislauf erfolgt über ein Thermoelement oberhalb des Heizstabes, welches die maximal zulässige Temperatur von 950 °C als Stellanzeige verwendet. Diese Temperatur ist die mittlere Kühlmittelaustrittstemperatur. Im Bereich der beheizten Zone des Heizstabes besteht von der Heizstabhülle ins Kühlmittel ein radialer Temperaturabfall.

Dadurch liegt die Hüllentemperatur der Heizstäbe am oberen Ende der beheizten Zone oberhalb der gemessenen mittleren Austrittstemperatur. Bei konstanter Geschwindigkeit im Kühlmittel (Kolbenströmung) ist der radiale Gradient proportional der Heizflächenbelastung n [W/cm²]. Berücksichtigt man für den radialen Wärmetransport nur Wärmeleitung, so bestimmt sich der radiale Temperaturgradient im Natrium $\Delta\vartheta_r$ und die Übertemperatur der Heizstabhülle über der mittleren Natriumtemperatur $\Delta\vartheta_M$ zu:

n [W/cm ²]	Stärke des Strömungsringspaltes		
	1 [mm]	2 [mm]	
200	18	33	$\Delta\vartheta_r$ [°C]
400	36	66	
600	54	99	
200	12	24	$\Delta\vartheta_M$ [°C]
400	25	48	
600	37	72	

Die Tabelle zeigt, daß bei einem Ringspalt um den Heizstab von 2 mm die Übertemperatur der Heizstabhülle über der mittleren Kühlmitteltemperatur bei einer Heizflächenbelastung von 400 W/cm² bereits ~ 50 °C beträgt; die tatsächliche Hüllentemperatur liegt dann also bei einer gemessenen mittleren Kühlmittelaustrittstemperatur von 950 °C bereits bei 1000 °C.

Zu der mittleren Übertemperatur $\Delta\vartheta_M$ bei zentrischem Einbau des Heizstabes in den Ringraum überlagern sich zusätzliche Übertemperaturen durch unvermeidbare Exzentrizität des Heizstabes im Führungsrohr. Der Heizstab wird im Führungsrohr durch Abstandsnocken zentriert. Das Spiel zwischen Stab und Nocken beträgt beim Einbau, also in kaltem Zustand, 0,1 mm. Dieses Spiel vergrößert sich bei 950 °C auf ~ 0,2 mm, da sich das Führungsrohr aus Edelstahl stärker ausdehnt als der Tantalheizstab. Ein Spiel von 0,2 mm läßt eine Stabexzentrizität von 0,1 mm zu.

Diese Exzentrizität verändert den Kühlspalt. Sie führt bei konstanter Massenstromdichte, also unter Vernachlässigung der veränderten Geschwindigkeitsverteilung im Fluid, zu einer stärkeren Aufheizung des Kühlmittels im engen Spalt und entsprechend geringerer im weiten Spalt. Berücksichtigt man für den Abbau der Übertemperatur im engen Spalt nur Wärmeleitung und vernachlässigt Quervermischung, so lassen sich die maximalen Übertemperaturen $\Delta\vartheta_{\ddot{u}}$ bei axial gleichbleibender Exzentrizität berechnen. Sie betragen bei einer Heizflächenbelastung von 400 W/cm²:

	Stärke des Kühlmittelspaltes	
	1 [mm]	2 [mm]
$\Delta\vartheta_{\ddot{u}}$ [°C]	44	21

$\Delta\vartheta_{\ddot{u}}$ und $\Delta\vartheta_M$ müssen addiert werden. Damit ist bei einer mittleren Heizflächenbelastung von 400 W/cm² mit tatsächlichen Heizstabhüllentemperaturen von etwa 1020 °C zu rechnen. Zusätzliche Effekte wie Stabverbiegungen sind schwer abschätzbar, erhöhen aber die Hüllentemperaturen weiter.

Der Kühlmitteldruck am Austritt der Teststrecke betrug maximal 3,5 atü. Die Sättigungstemperatur bei diesem Druck beträgt 1070 °C. Die effektiven Kühlmitteltemperaturen lagen also nahe bei der Siedetemperatur. Tatsächlich wurde bei vielen Stäben

bei hohen Heizflächenbelastungen Durchsatzstörungen beobachtet, die auf unkontrolliertes Sieden hindeuten.

Aus den durchgeführten Abschätzungen läßt sich schließen, daß die Heizstäbe der Stufe II bei einer nominellen mittleren Kühlmitteltemperatur von 950°C am Austritt der Teststrecke bei hohen Heizflächenbelastungen tatsächliche Hüllentemperaturen aufwiesen, die am Ende der Betriebsphase (hohe Heizflächenbelastungen) häufig im Bereich von $1000 \div 1050^{\circ}\text{C}$ lagen.

Die Erprobung der Heizstäbe wurde nach folgendem Schema durchgeführt:

Bei einer Natriumtemperatur von 300°C wurde der frische Heizstab angefahren und etwa in 2 h auf eine Heizflächenbelastung von $170 \div 200 \text{ W/cm}^2$ hochgefahren. Dabei stiegen die Kühlmitteltemperaturen auf die gewünschten 600°C am Eintritt der Teststrecke und 950°C am Ende der beheizten Zone des Heizstabes. Nach Beendigung der Anfahrphase wurde der Stab etwa 1 \div 2 h bei diesen Bedingungen gefahren; danach wurde die Leistungsdichte etwa in einstündigem Takt um $30 \div 40 \text{ W/cm}^2$ bei konstanten Kühlmitteltemperaturen erhöht bis zum Versagen der Stäbe. Um die Wechsellastbeständigkeit zu ermitteln, wurden einzelne Stäbe zusätzlich zyklisch erprobt. Dazu wurde die Erregung des als Stromquelle dienenden Generators zyklisch ab- und zugeschaltet. Beim Abschalten sank die Leistung innerhalb von 0,025 sec auf 10% der Nennleistung, der Minimalwert von 0,1% wurde nach 0,6 sec erreicht. Beim Zuschalten stieg die Leistung assyptotisch und erreichte den Nennwert in 18 sec.

Im einzelnen brachte die Erprobung folgende Ergebnisse:

6.1 Erprobung von Heizstäben mit Stromleiter aus Pt/10W

Die Versuchsergebnisse sind in Tab. 3 dargestellt. Sie lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Bei 950°C nomineller mittlerer Kühlmittelaustrittstemperatur lassen sich die Heizstäbe mit Heizflächenbelastungen bis

zu 400 W/cm^2 und mehr betreiben, wenn Abschaltungen vermieden werden. Nach den obigen Ausführungen liegen dann die maximalen Hüllentemperaturen zwischen 1000 und $1050 \text{ }^\circ\text{C}$.

- Bei Abschaltungen oder Leistungszyklen fallen die Heizstäbe durch Reißen des Stromleiters aus.
- Sehr milde Leistungszyklen ohne schnelle Laständerung (Stab 279) können dagegen selbst bei Heizflächenbelastungen von über 400 W/cm^2 noch in großer Zahl ausgeführt werden. Bei diesem Stab sank die Leistung bei den Zyklen in $2,6 \text{ sec}$ von 100% auf 10% . Beim Hochfahren wurde der Endwert nach 18 sec erreicht.

6.2 Erprobung von Heizstäben mit Stromleiter aus Ta/10W

Die Versuchsergebnisse sind in Tab. 4 dargestellt. Daraus läßt sich folgendes ersehen:

- Eine recht große Zahl von Heizstäben versagte durch sekundäre Effekte, die nicht von den Heizstäben verursacht wurden. Meist waren es schwere Durchsatzstörungen, die auf unkontrolliertes Natriumsieden zurückzuführen waren.
- Bei störungsfreiem Betrieb lassen sich die Heizstäbe mit Heizflächenbelastungen größer 400 W/cm^2 bei einer nominellen Kühlmittelaustrittstemperatur von $950 \text{ }^\circ\text{C}$ betreiben; dabei liegt dann die maximale Heizstabhüllentemperatur oberhalb $1000 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Eine zyklische Belastung der Heizstäbe ist auch bei hohen Heizflächenbelastungen möglich, wenn die Heizstäbe bei niedrigeren Leistungen bereits zyklisch belastet wurden; die Ursache hierfür liegt offenbar darin, daß sich der Stromleiter dabei axiales Spiel verschafft (Heizstab Nr. 275,277,282,288). Wird dagegen erst bei hohen Heizflächenbelastungen mit zyklischem Betrieb begonnen, so reißt der Stromleiter bei den Abschaltungen (Stab Nr. 273, 280,281). Die Zyklen wurden teilweise durch Schalten der Generatorerregung, teilweise durch Betätigung eines Thyristorschalters gefahren, der den Heizstab vom Generator trennte. Dabei wurden rampenartige Leistungsänderungen erzielt.

- Heizstäbe mit Edelmstahlhülle und Stromleiter aus Tantal 10% Wolfram versagten häufig durch Kontaktprobleme. Bei zyklischem Betrieb bildete sich dann an den Kontaktstellen zwischen Bandwendel und den Bolzen der Kaltenden ein Übergangswiderstand, der einen Weiterbetrieb der Heizstäbe ausschloß. Dieser Effekt war nie bei Heizstäben der Stufe I aufgetreten und wurde bei Heizstäben der Stufe II mit einem Hüllrohr aus Tantal nur in einem Falle beobachtet (Stab Nr. 270). Dieser Stab besaß eine Drahtwendel als Stromleiter. Als Ursache für die Kontaktprobleme bei den Heizstäben mit Edelmstahlhülle ist deshalb die große Wärmedehnung von Edelmstahl im Vergleich zu Tantal anzusehen. Dadurch fehlt bei hohen Betriebstemperaturen die Flächenpressung des Hüllrohres, die zur Aufrechterhaltung eines guten elektrischen Kontaktes an den Klemmstellen erforderlich ist. Edelmstahlrohre wurden lediglich im Rahmen von Entwicklungsparametern mituntersucht.

7. Nachuntersuchungen

Zur Beurteilung der Heizstäbe ist ihre Nachuntersuchung nach der Erprobung unerläßlich. Sie gibt Aufschluß über die Schadensursache und über die Betriebszustände während der Erprobung. Dadurch wird letztlich erst die Festlegung von Leistungsgrenzen für den späteren Einsatz möglich.

Nach der Erprobung wurden die Heizstäbe geröntgt. Aufgrund des dabei ermittelten Schadensbereiches wurden die Schliffebenen der Heizstäbe festgelegt. Durch die Verteilung der Schliffe über den gesamten beheizten Bereich, mit hoher Schliffdichte in der Schadenszone, läßt sich dann ein recht detailliertes Bild über die Belastungen und die dabei aufgetretenen Veränderungen gewinnen.

An den Schliffen wurde das Gefüge sichtbar gemacht, die Mikrohärtigkeit im Gefüge ermittelt; zusätzlich wurden teilweise autoradiografische Untersuchungen und Untersuchungen mit der Mikrosonde zum Nachweis von Reaktionen mit dem Isolationsmaterial durchgeführt.

7.1 Nachuntersuchungen von Heizstäben mit Pt/10 W-Stromleiter

Stellvertretend für alle untersuchten Pt-Stäbe wird im folgenden detailliert nur über die Nachuntersuchungen an einem Stab (Nr. 255) berichtet. Dieser versagte bei einer relativ niedrigen Heizflächenbelastung von 345 W/cm^2 . Die dabei ermittelte starke Schädigung des Stromleiters macht deutlich, daß diese Heizstäbe kaum die gestellten Erwartungen erfüllen können.

Dem Heizstab wurden Querschliffe entnommen, deren Positionen in Abb. 4 angegeben sind. Zusätzlich zeigt dieses Bild die Hüllen- und die geschätzten Stromleitertemperaturen an.

In den Abb. 5 ÷ 13 sind die metallografischen Schliffe abgebildet. Sie lassen sich wie folgt bewerten:

- Abb. 5 und 6: unteres Kaltende bzw. Beginn der beheizten Zone; Stromleiter und Hülle zeigen feine Gefüge, die Härte des Stromleiters beträgt: $\text{HV}_{0,5} \approx 300 \text{ kp/mm}^2$.
- Abb. 7: Ende unteres Drittel der beheizten Zone; Härte des Stromleiters: $\text{HV}_{0,5} \approx 240 \text{ kp/mm}^2$
Der Stromleiter zeigt auf der Innenseite eine Reaktionszone; das Gefüge ist noch feinkörnig. An 2 Stellen ist der Stromleiter gerissen.
- Abb. 8: Mitte der beheizten Zone; Härte des Stromleiters: $\text{HV}_{0,5} \approx 245 \text{ kp/mm}^2$
Der Stromleiter zeigt innen eine Reaktionszone; das Gefüge ist wesentlich gröber als bei den bisher besprochenen Schliffen. Der Bruch des Stromleiters verläuft an Korngrenzen.

- Abb. 9: Anfang letztes Viertel der beheizten Zone;
Härte des Stromleiters: HV 0,5 \approx 225 kp/mm²
Das Gefüge des Stromleiters ist sehr grobkörnig.

- Abb. 10: Letztes Viertel der beheizten Zone;
Der Stromleiter ist extrem grobkörnig. Die Risse im Stromleiter verlaufen an den Korngrenzen.
Die Hülle ist feinkörnig, es sind jedoch deutliche Spuren von Erosion zu beobachten, die im Strömungsschatten der Abstandhalterstiften bei dieser Hüllentemperatur auftraten.

- Abb. 11: Letztes Viertel der beheizten Zone;
Der Stromleiter ist an mehreren Stellen entlang den Korngrenzen gerissen. Die ungeätzten Aufnahmen des Stromleiters zeigen Fremdmaterial im Gefüge, die offenbar bevorzugt an den Korngrenzen vordringen.
Die Hülle besitzt ein feines Gefüge mit unbedeutendem Angriff an der Innenseite.

Faßt man die Ergebnisse zusammen, so läßt sich feststellen:

- Das Hüllrohr hat während der Erprobung sein Gefüge nicht geändert. Am Innenrand ist ein schwacher Angriff, wahrscheinlich durch Bornitrid, zu erkennen. Diese Reaktionsschicht ist aber höchstens 50µm stark, so daß sie das Hüllrohr nicht gefährdet. Ab einer Temperatur von ungefähr 950 °C wird das Hüllrohr offenbar von turbulent strömendem Natrium (hinter den Abstandhaltern) erodiert. Diese Effekte können auf zu hohe Sauerstoffverunreinigung des Natriums zurückgeführt werden. Das Tantal des Hüllrohres oxidiert dann durch Reduktion des Natriumoxids. Die Tantaloxide werden vom Kühlmittel weggespült. Bei nachfolgenden Versuchen wurde dieser Effekt durch entsprechende Vorreinigung des Natriums in einer Kaltfalle vermieden.

- Der Stromleiter neigt ab einer Temperatur von 1300 °C zu starkem Kornwachstum. Etwa bei 1350 °C sind starke Belegungen

der Korngrenze zu beobachten. Bei 1400 °C bilden sich im Grundwerkstoff breite Inseln eines fremden Gefüges. Die Härte des Stromleiters von HV0,5 \approx 250 kp/mm² ist relativ gering. Sie liegt nahe der Härte des völlig weich geglühten Werkstoffes von HV0,5 \approx 200 kp/mm².

Zur Identifizierung der Ablagerungen wurde der Schliff, dargestellt in Abb. 12/13, mit der Mikrosonde auf Pt, Wo, Fe und C untersucht. Die untersuchten Positionen innerhalb des Schliffes sind in Abb. 14 eingezeichnet. Die Untersuchung der Pt- und W-Verteilung gibt Aufschluß über mögliche Entmischungen, C und Fe könnte während der Heizstabfertigung vom Stromleiter aufgenommen worden sein, was zur Schädigung des Gefüges führen könnte.

Die Untersuchung mit der Mikrosonde brachte folgende Ergebnisse:

- Abb. 15: Pt-Verteilung:

In den beiden untersuchten Positionen zeigen sich keine Änderungen der Pt-Konzentration.

- Abb. 16: W-Verteilung:

Das Fremdgefüge ist deutlich als Bereich zu erkennen, in welchem annähernd kein W vorhanden ist. Die aufgeschmolzenen Zonen der Pos. 2 haben dagegen eine höhere W-Konzentration.

- Abb. 17: Fe-Verteilung:

Die Fe-Konzentration ist im Fremdgefüge geringer als im Grundgefüge.

- Abb. 18: C-Verteilung:

Die Kohlenstoffverteilung ist völlig homogen. Sie ist im Stromleiter etwas höher als im BN.

Das sich längs der Korngrenzen ausbreitende Fremdgefüge ist offenbar völlig frei von Wolfram. Dies legt den Verdacht nahe, daß sich in diesen Zonen Pt-Boride gebildet haben. Zum Nachweis des Bors wurde dem Heizstab ein zusätzlicher Querschleiff zwischen den Schlifffen der Abb. 11 und 12 entnommen. Die Hüllentemperatur beim Einsatz des Stabes lag zwischen 950 und 1000 °C, die Stromleitertemperatur zwischen 1350 und 1400 °C. Nach Aktivierung des Bors in einem thermischen Reaktor lassen sich die von dem aktivierten Bor ausgesandten Strahlen auf einem Film nachweisen. Abb. 19 zeigt eine fotografische und eine autoradiografische Aufnahme der Probe. Deutlich ist das Fremdgefüge im Stromleiter auf der fotografischen Aufnahme zu erkennen. Die autoradiografische Aufnahme zeigt im Fremdgefüge und entlang der Korngrenzen eine starke Borkonzentration. Schwarze Geraden im übrigen Gefüge, meist in einer Richtung, sind ohne Aussage, sie sind auf Schleifspuren zurückzuführen.

Aus diesen Untersuchungen lassen sich folgende Schlüsse ziehen:

- Durch Aufnahme von Fe und C wurde der Stromleiter nicht geschädigt.
- Die Verteilung der Wolfram-Konzentration läßt den Schluß zu, daß das Fremdgefüge aus Pt-Boriden besteht.
- Die Verteilung der Borkonzentration entlang den Korngrenzen, also in Bereichen mit Wolframmangel, stützt die These, daß sich Pt-Boride gebildet haben. Diese besitzen einen niedrigen Schmelzpunkt (≈ 1000 °C), der unter den Betriebstemperaturen des Stromleiters liegt.

Zur Sicherung der Aussagen, die sich auf überschläglich berechnete Stromleitertemperaturen stützen, wurden zusätzliche Glühversuche an kurzen Heizstabproben in H₂-Atmosphäre durchgeführt. Die Proben waren wahlweise im Innern des Stromleiters mit heißgepreßtem BN mit einem B₂O₃-Gehalt von 3.9% bzw. mit BN-Pulver mit einem B₂O₃-Gehalt < 1% gefüllt; dadurch sollte zusätzlich der Einfluß des Oxidanteils auf die Pt-Boridbildung

erfaßt werden. Die Proben wurden jeweils 2,5 h bei den Temperaturen 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C, 1450 °C, 1500 °C geglüht. Die Schlifffolien der Proben nach dem Glühen sind in den Abb. 20 - 24 abgebildet. Es bilden sich schon bei 1300 °C entlang der Korngrenzen Boride, wie die Autoradiografie (Abb. 25) einer bei 1300 °C geglühten Probe nachweist. Mit zunehmender Temperatur werden diese Zonen immer breiter, die Kristalle werden zunehmend aufgelöst. Die Boridbildung ist bei den Glühproben deutlich stärker als beim Heizstab. Daraus darf nicht geschlossen werden, daß der Heizstab Stromleitertemperaturen niedriger als 1300 °C hatte; dies ist mit Sicherheit auszuschließen. Offenbar spielen zusätzliche Bedingungen eine Rolle, so daß die Vergleichsglühung nicht die gewünschte Aussage erbrachte. So wurden die Glühversuche in H₂-Atmosphäre durchgeführt. In die Heizstäbe wird dagegen bei der Fertigung N₂ eingepumpt. Eine N₂-Atmosphäre könnte der Zersetzung des BN entgegenwirken und damit die Bildung von Pt-Boriden behindern. Vergleicht man die Proben mit verschiedenem B₂O₃-Anteil, so läßt sich keine unterschiedliche Reaktion erkennen. Zusätzliche Härtemessungen lieferten folgende Ergebnisse:

Glühtemperatur [°C]	Härte des ungeschädigten Gefüges HV (0,1) [kp/mm ²]	Härte der Boridzonen HV (0,1) [kp/mm ²]
1300	250 - 260	
1450	263 - 273	380 - 429
1500	281 - 302	250

Mit zunehmender Glühtemperatur wächst die Härte des ungeschädigten Gefüges. Dies könnte auf eine Zunahme des W-Anteils in den noch ungeschädigten Zonen zurückzuführen sein, weil die in Pt-Borid umgewandelten Zonen sich immer mehr ausbreiten. Das aus diesen Zonen verdrängte W muß die W-Konzentration des ungeschädigten Gefüges erhöhen.

Die Vergleichsglühung von Heizstabproben weisen die Grenzen von Pt-Legierungen klar aus. Danach genügen bereits bei 1300 °C

2,5 h, um alle Kristalle durch eine dünne Pt-Boridschicht voneinander zu trennen. Diese Boridschicht scheint jedoch hinsichtlich ihrer elektrischen Leitfähigkeit den Betrieb von Heizstäben nicht zu stören. Treten jedoch Zugspannungen auf, so reißt der Stromleiter entlang den Korngrenzen. Dies ist aufgrund des vermuteten niedrigen Schmelzpunktes von Pt-Boriden ($< 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$) erklärlich.

7.2 Nachuntersuchungen von Heizstäben mit Ta/10W-Stromleiter

Von diesem Heizstabtyp wird stellvertretend detailliert nur über die Nachuntersuchung von Heizstab Nr. 288 berichtet, der eine max. Leistungsdichte von 730 W/cm^2 erbracht hat bei einer nominellen Kühlmittelaustrittstemperatur von $950\text{ }^{\circ}\text{C}$. Die tatsächliche Hüllentemperatur lag nach Kap. 6 dabei ca. bei $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$. Die mit diesem Heizstab erreichten Leistungsdaten liegen weit oberhalb der Anforderungen. Deshalb müßte die Schädigung dieses Heizstabes am größten sein. Abb. 26 zeigt die Position der Schliffe und gibt die mittleren Kühlmitteltemperaturen sowie die geschätzten Stromleitertemperaturen an. Aufnahmen der Schliffe zeigen die Abb. 27 ÷ 34.

Im einzelnen ist folgendes festzustellen:

- Abb. 27: Unteres Kaltende, Gefüge des Stromleiters ist gegenüber dem Anlieferungszustand nicht sichtbar verändert; Härte des Stromleiters: $\text{HV}_{0,5} \approx 300 - 310\text{ kp/mm}^2$. Das Material ist also durch die Heizstabfertigung noch kaltverformt (Anlieferungszustand $\text{HV}_{0,5} \approx 200\text{ kp/mm}^2$).
- Abb. 28 - 30: Beheizte Zone, unteres Viertel; Gefüge des Stromleiters vergleichbar mit Abb. 27.
- Abb. 31, 32: 3. Viertel der beheizten Zone; Gefüge vergleichbar mit Abb. 27 ÷ 30, jedoch am Innenrand beginnender Korngrenzenangriff.

- Abb. 33: Beheizte Zone, 30 mm vor dem oberen Ende; Stromleiter mehrfach gerissen; Gefüge teils grobkörnig, teilweise über den gesamten Querschnitt Korngrenzenreaktionen, teilweise bereits das gesamte Gefüge umgesetzt.
- Abb. 34: Beheizte Zone, 12 mm vor dem oberen Ende, unmittelbar unterhalb der Durchbrennzone. Stromleiter mehrfach gerissen; Gefüge teils grobkörnig, teils reagiert wie in Abb. 33, teilweise aus Schmelzphase erstarrt.
Härte des Stromleiters in der reagierten Zone:
HV0,5 = 1350 - 1484 kp/mm².

Zur besseren Beurteilung der Stromleitertemperaturen wurden wieder Vergleichsglühungen durchgeführt. Die Proben wurden in He-Atmosphäre jeweils 2,5 h bei 1200, 1300, 1400 bzw. 1500 °C geglüht. Die Ergebnisse zeigt Abb. 35. Danach treten ab 1400 °C erkennbare Gefügeänderungen auf. Bei 1500 °C ist die Reaktionsschicht nach 2,5 h maximal 0,05 mm stark.

Vergleicht man das Gefüge von Heizstab 288 mit den Probeglühungen, so fällt auf, daß das Gefüge bei einer geschätzten Stromleitertemperatur von maximal 1450 °C (Abb. 32), trotz der wesentlich längeren Expositionszeit, eher dem der Probeglühung bei 1300 °C entspricht. Der nächste Schliff (Abb. 33) mit einer geschätzten maximalen Stromleitertemperatur von 1550 °C hat dagegen über den ganzen Querschnitt reagiert. Die Vergleichsprobe (bei 1500 °C geglüht) zeigt dagegen nur eine sehr dünne Reaktionszone. Entweder nimmt die Boridbildung oberhalb 1500 °C exponentiell zu, oder die geschätzte Stromleitertemperatur in Abb. 33 liegt zu niedrig. Plötzliche Gefügeänderungen zwischen zwei Schliffen ist bei anderen Heizstäben ebenfalls beobachtet worden; dies zeigt auszugsweise Abb. 36. Sie enthält Gefügaufnahmen des Stromleiters von Heizstab 280; die geschätzten Stromleitertemperaturen lagen bei 1200 °C bzw. 1300 °C. Die sprunghafte Gefügeänderung bei angeblich sehr unterschiedlichen Temperaturen ist aufgrund dieser Beobachtungen darauf zurückzuführen, daß bei

exzentrischer Lage der Heizstäbe im Kühlkanal ab einer bestimmten axialen Länge unkontrolliertes Natriumsieden auftrat, so daß die geschätzten Stromleitertemperaturen dort sprunghaft wesentlich überschritten wurden.

8. Bewertung der Heizstäbe

Heizstäbe der Entwicklungsstufe II wurden nach den gleichen Grundüberlegungen ausgelegt wie Stäbe der Stufe I. Nach den bisher vorliegenden Erfahrungen hat sich dieses Konzept bewährt. Es lassen sich Heizstäbe mit hoher Betriebssicherheit bei geringem Fertigungsausschuß herstellen.

Sowohl Heizstäbe mit Stromleiter aus Pt/10 W als auch Heizstäbe mit Ta/10 W-Stromleiter können bei nominellen mittleren Kühlmitteltemperaturen von 950 °C mit sehr hohen Heizflächenbelastungen (450 W/cm²) betrieben werden. Bei diesen Leistungsdichten reagiert allerdings der Stromleiter Pt/10 W sehr schnell mit Bornitrid unter Bildung niedrig schmelzender Pt-Boride, welche den stationären Betrieb der Heizstäbe nicht zu stören scheinen. Sie führen aber bei prompten Leistungsabschaltungen, wie sie bei Natriumsiedeversuchen erforderlich sind, zum Reißen des Stromleiters. Aus diesem Grunde halten wir Heizstäbe mit Pt/10 W-Stromleiter für derartige Versuche für ungeeignet.

Heizstäbe mit Stromleiter aus Ta/10 W reagieren dagegen wesentlich langsamer mit Bornitrid. Die Reaktion setzt erst ab 1400 °C merklich ein und bleibt selbst bei 1500 °C in noch erträglichen Grenzen. Diese Heizstäbe können bei Einhaltung eines geeigneten Einfahrprogrammes auch bei hohen Leistungsdichten prompt abgeschaltet werden.

Abb. 37 zeigt das Leistungsdiagramm der Heizstäbe der Stufen I und II. Es stellt die zulässige Heizflächenbelastung als Funktion der Heizstabhüllentemperatur für Betriebszeiten von ca. 10h

dar. Da die thermische Belastbarkeit im wesentlichen durch die zulässige Stromleitertemperatur beschränkt wird, nimmt die realisierbare Heizflächenbelastung mit zunehmender Hüllentemperatur ab.

Reduziert man bei gegebener Heizstabhüllentemperatur die Heizflächenbelastung, so erhöhen sich die zulässigen Betriebszeiten beträchtlich.

9. Danksagung

Die Ergebnisse dieser Arbeit ließen sich nur durch umfassende Unterstützung durch Mitarbeiter des Instituts für Material- und Festkörperforschung erzielen. Die Verfasser bedanken sich hierfür.

An erster Stelle ist Frau Schlenker zu nennen, die umfangreiche metallurgische Untersuchungen durchgeführt und zur Deutung der Ergebnisse wichtige Beiträge geliefert hat. Herr Schanz ermöglichte durch eine Vielzahl von Beratungen die Bewertung der Versuchsergebnisse. Herrn Dr. Kleykamp verdanken wir die Untersuchungen mit der Mikrosonde.

Literatur:

- /1/ V. Casal, A. Demski, E. Graf, W. Hartmann
Heizstäbe zur Simulation von Brennstäben für Natrium-
siedeexperimente - Teil I
KFK-2368, Januar 1977
- /2/ A.J. Brock, F. Huber, W. Pepler
Temperature Distribution and Local Boiling behind a
Critical Blockage in a Simulated FBR-Subassembly
Int. Meeting Chicago, 5.-8. Oct. 76
- /3/ F. Huber, E. Jenes, K. Mattes
Teststrecken zum lokalen Sieden im kompakten Natrium-
siedekreislauf
KFK-2475 (1977)
- /4/ Landolt-Börnstein
Zahlenwerte und Funktionen aus Physik, Chemie, Astronomie,
Geophysik und Technik ; Technik 2. Teil, Bandteil b
Springer-Verlag 1964
- /5/ A. Goldsmith, Th. E. Waterman, H.J. Hirschhorn
Handbook of Thermophysical Properties of Solid Materials
Mc Millan Company New York
Collier-Mc Millan Limited London 1966, Bd. I
- /6/ K. Giesen
Legierungstechnik hochschmelzender Metalle für Luft- und
Raumfahrt
Molybdän-Dienst, Nr. 26, März 1964
- /7/ Mitteilung der Firma W.C. Heraeus, Hanau, Oktober 1973
- /8/ ORNL TM-3670, November, Dezember 1971

/9/ A.V. Arutyunov, S.N. Banchila
High Temp. 10,1972
S. 116 - 168

/10/ Progress in Boron Chemistry
Vol. 2
Edited by R.J. Brotherton, H. Steinberg
Pergamon Press 1970

/11/ ORNL 4234, November 1973

/12/ A.A. Bauer et al
An Evaluation of Electrical Insulators for Fusion
Reactors
BMI 1930; 1974

Nomenklatur

n	$[\text{W}/\text{cm}^2]$	Heizflächenbelastung
α	$[\text{K}^{-1}]$	Wärmeausdehnungskoeffizient
δ	$[\%]$	Bruchdehnung
ϑ_H	$[\text{°C}]$	Heizstabhüllentemperatur
$\Delta\vartheta_M$	$[\text{K}]$	Mittleres treibendes Temperaturgefälle Heizstabhülle - Kühlmittel
$\Delta\vartheta_r$	$[\text{K}]$	radialer Temperaturgradient im Kühlmittel
$\Delta\vartheta_{\ddot{u}}$	$[\text{K}]$	Übertemperatur der örtlichen Kühlmitteltemperatur über dem Mittelwert
ρ	$[\Omega \cdot \text{cm}]$	spezifischer elektrischer Widerstand

Werkstoff	Schmelzpunkt [°C]	Warmfestigkeit [kp/mm ²]	Bruchdehnung bei 20 °C (%)	$\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt} \cdot 10^4$ [K ⁻¹]
Mo	2610	31 (1100 °C) 5 (1650 °C)	<< 20	47 (0 ÷ 1000 °C)
Nb	2470	9 (1100 °C)	35	11 (0 ÷ 600 °C)
Nb/15W/5Mo/1Zr	-	40 (1100 °C)	-	-
Pt/5W	~ 1900	13 (1000 °C) 11 (1100 °C) 8 (1200 °C)	21	6,35 (0 ÷ 100 °C)
Pt/8W	~ 1900	-	-	4,9 (0 ÷ 1000 °C)
Pt/10W	~ 1900	26 (1000 °C) 21 (1000 °C) 16 (1200 °C)	21	5,81 (0 ÷ 100 °C) 2,7 ¹⁾ (0 ÷ 1000 °C)
Ta	3000	12 (1100 °C) 7 (1650 °C) 2 (2200 °C)	35	27 (0 ÷ 1000 °C)
Ta/8W/2Hf	~ 3000	-	-	17 (20 ÷ 1000 °C)
Ta/10W	~ 3000	42 (1100 °C) 9 (1650 °C) 3 (2200 °C)	20	14 ¹⁾ (300 ÷ 1100 °C) 8 ¹⁾ (1000 ÷ 1200 °C) 7 (700 ÷ 1200 °C)
W	3410	41 (1100 °C) 15 (1650 °C) 5 (2200 °C)	0	51 (0 ÷ 1000 °C)

¹⁾ eigene Messungen an Heizstäben

TAB. 1: SCHMELZPUNKT, WARMFESTIGKEIT, BRUCHDEHNUNG SOWIE TEMPERATURKOEFFIZIENT DES ELEKTRISCHEN WIDERSTANDES HOCHSCHMELZENDER METALLISCHER WERKSTOFFE /4, 5, 6, 7/

Periode	Gruppe I		Gruppe II		Gruppe III		Gruppe IV		Gruppe V		Gruppe VI		Gruppe VII		Gruppe VIII	
	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b	a	b
II	LiB ₄ (LiB ₆)		Be ₅ B Be ₄ B Be ₂ B BeB ₂ BeB ₆ BeB ₁₂				B ₄ C		BN							
III	NaB ₆		MgB ₂ MgB ₄ MgB ₆ MgB ₁₂		AlB ₂ AlB ₁₀ (?) α-AlB ₁₂ β-AlB ₁₂ (?) γ-AlB ₁₂		B _{2.89} Si B ₄ Si B ₆ Si B ₁₂ Si		BP B ₁₂ B ₂ B ₁₃ P ₂							
IV	KB ₆ CuB ₂₂ (?)	(CaB ₂) CaB ₄ CaB ₆	ScB ₂ ScB ₄ ScB ₆ ScB ₁₂		(TiB) Ti ₃ B ₄ TiB ₂		V ₂ B V ₃ B ₂ VB V ₂ B ₄ VB ₂	BAAs B ₁₃ As ₂	(Cr ₄ B) Cr ₂ B Cr ₅ B ₃ CrB Cr ₃ B ₄ CrB ₂ CrB ₆	Mn ₄ B(?) Mn ₂ B MnB Mn ₃ B ₄ MnB ₂ MnB ₄ (?)	Fe ₂ B FeB	Co ₃ B Co ₂ B CoB	Ni ₂ B Ni ₂ B Ni ₃ B ₂ Ni ₄ B ₃ NiB (Ni ₂ B ₃) (NiB ₂) NiB ₁₂			
V	(RbB ₆)AGB ₂ (?)	SrB ₆	YB ₂ YB ₄ YB ₆ YB ₁₂ YB ₅₀₋₇₀ (?)		ZrB ZrB ₂ ZrB ₁₂		Nb ₃ B ₂ NbB Nb ₃ B ₄ NbB ₂		Mo ₂ B (Mo ₃ B ₂) MoB (MoB ₂) Mo ₂ B ₅ MoB ₄		Tc ₃ B Tc ₇ B ₃ TcB ₂	Ru ₇ B ₃ Ru ₁₁ B ₈ RuB _{1.1} Ru ₂ B ₅ RuB ₂	Rh ₇ B ₃ RhB _{1.1}	Pd ₂ B Pd ₅ B ₂		
VI	(CsB ₆)AuB ₂ (?)	BaB ₆	La ₂ B LaB ₂ LaB ₄ LaB ₆ (see below)		HfB ₂		Ta ₂ B Ta ₃ B ₂ TaB Ta ₃ B ₂ TaB ₂		W ₂ B WB WB ₂ W ₂ B ₅ WB ₄		Re ₄ B(?) Re ₃ B Re ₇ B ₃ Re ₂ B(?) Re ₃ B ₂ (?) ReB Re ₃ B ₄ (?) Re ₂ B ₃ (?) ReB ₂ Re ₂ B ₅ (?) ReB ₃	OsB ₂ Os ₂ B ₅	IrB _{1.1}	Pt ₃ B Pt ₂ B Pt ₂ B ₂ PtB		

TABELLE 2: ÜBERBLICK ÜBER METALL-BOR-VERBINDUNGEN NACH /10/

Stab-Nr.	Heizflächenbel. n [W/cm ²]	Betriebs- zeit [h]	Zyklenzahl	Schadensursache
255	170 → 364	11,5	1 A	Risse im Stromleiter nach Abschaltung
256	200 → 412	4	1 A	" " " " "
261	180 → 267	2	3 A	" " " " "
262	170 → 335	3	2 A	" " " " "
263 ¹⁾	200 → 310	1,5	3 A	" " " " "
268	200 → 545	5,5	0	Stromleiter durchgebrannt
269 ¹⁾	208	0,5	1 A	Risse im Stromleiter nach Abschaltung
278	193 → 267	2	1 A	" " " " "
279	190 → 476	8,5	300 + 1 A	" " " " "

- Stäbe mit ¹⁾ gekennzeichnet besitzen eine Hülle aus Edelstahl
- Heizflächenbelastung n bei einer mittleren Kühlmittelaustrittstemperatur von 950 °C
- A = Zahl der Abschaltungen
- Stab 279 wurde zyklisch bei den Leistungsstufen 390, 410, 440 W/cm² erprobt. Dabei fiel bei Abschaltung die Leistung in 2,6 sec. auf 10 % ab.

TAB. 3: VERSUCHSERGEBNISSE VON HEIZSTÄBEN MIT STROMLEITER AUS PT 10 % W

Stab-Nr.	Heizflächenbel. n [W/cm ²]	Betriebs- zeit [h]	Zyklenzahl	Schadensursache
170 1) 2)	200 → 341	1,5	417	Heizleiter durchgebrannt
257 2)	207 → 573	10	1 A	Heizleiter durchgebrannt
258 2)	180 → 433	6	1 A	nach Abfahren Verlust d. elektr. Kontaktes
270 2)	180 → 523	6		" " " " " "
271 1)	185 → 516	6		Heizleiter durchgebrannt
273	207 → 400	5	1 A + 7	Hülle durch hohen Oxidgeh. d. Na durchkorrodiert
274	187 → 319	3		Pumpenausfall
275	172 → 488	16	300	Kühlmittelaustrittstemp. außer Kontrolle
276	167 → 399	4,5	30	" " "
277 1)	170 → 445	6	105	" " " (~1050°C)
280	180 → 417	4	3	Risse im Stromleiter
281	178 → 397	9	2	" " "
282 1)	180 → 394	4	68	Kühlmitteldurchflußstörung
283 1)	177 → 405	4,5	5 A + 55	nach Zyklen Verlust d. elektr. Kontaktes
284 1)	172 → 201	0,5	1 A	nach Abschaltung Verlust d. elektr. Kontaktes
287	175 → 237	9	20	Teststrecke defekt
288	175 → 730	15	243	Stromleiter durchgebrannt
289	194 → 439	4,5	85	nach Zyklen Risse im Stromleiter
290 3)	173 → 299	11	45	Versuch unterbrochen, Heizstab in Ordnung
291 3)	174 → 417	14,5	45	äußere Stromzufuhr defekt

- Stäbe gekennzeichnet mit ¹⁾ besitzen eine Hülle aus Edelstahl
- Stäbe gekennzeichnet mit ²⁾ besitzen einen Stromleiter in Form eines Drahtwendels
- Stäbe gekennzeichnet mit ³⁾ besitzen einen Stromleiter aus Ta
- A = Zahl der Abschaltungen

TAB. 4: VERSUCHSERGEBNISSE VON HEIZSTÄBEN MIT STROMLEITER AUS TA 10 % W

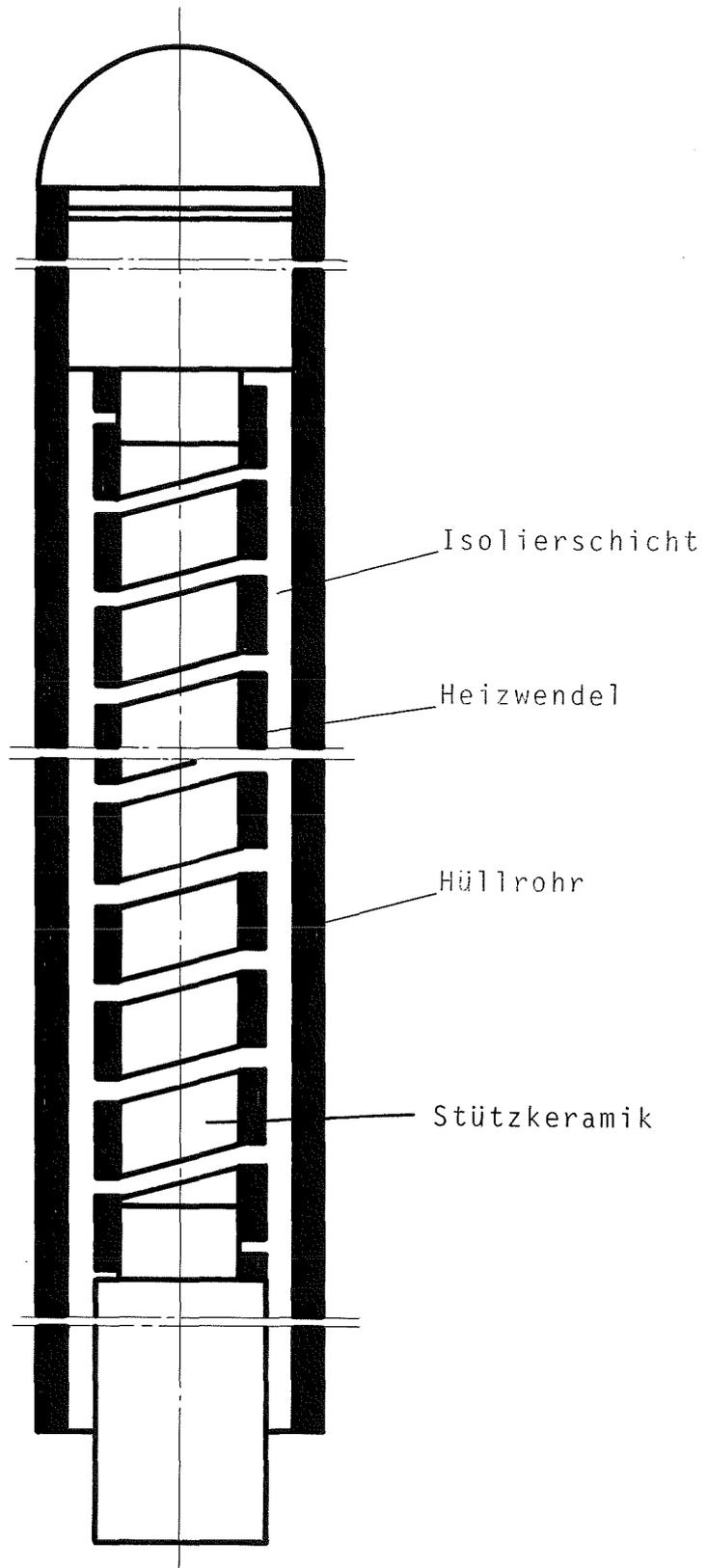


ABB. 1 HEIZSTABLÄNGSSCHNITT

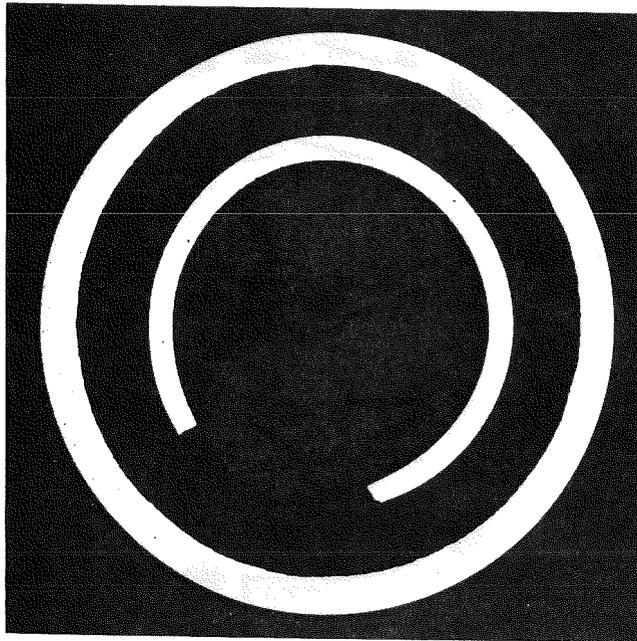
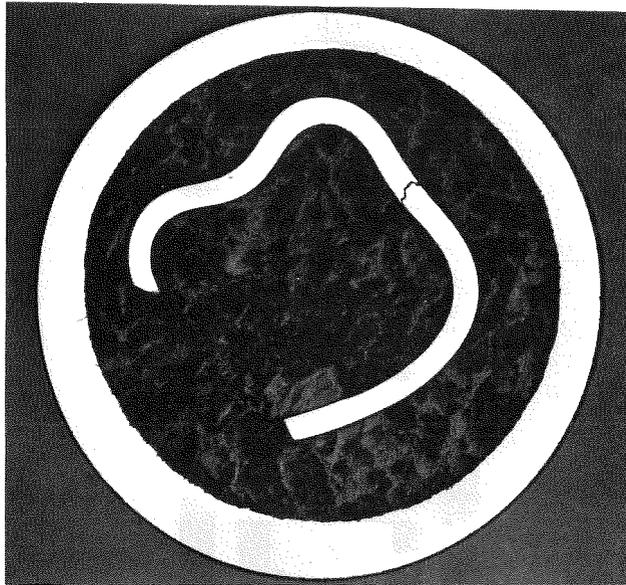


ABB. 2: HEIZSTABQUERSCHLIFFE, OBEN BN-PULVER, UNTEN HEISS-
GEPRESSTES BN IM STROMLEITER; RISSE SIND BEI ERPROBUNG
ENTSTANDEN



ABB. 3: RÖNTGENAUFNAHMEN EINES HEIZSTABES WÄHREND DER FERTIGUNG
BEI VERSCHIEDENEN DURCHMESSERSTUFEN (OBEN ANFANGSDURCH-
MESSER, UNTEN ENDDURCHMESSER)

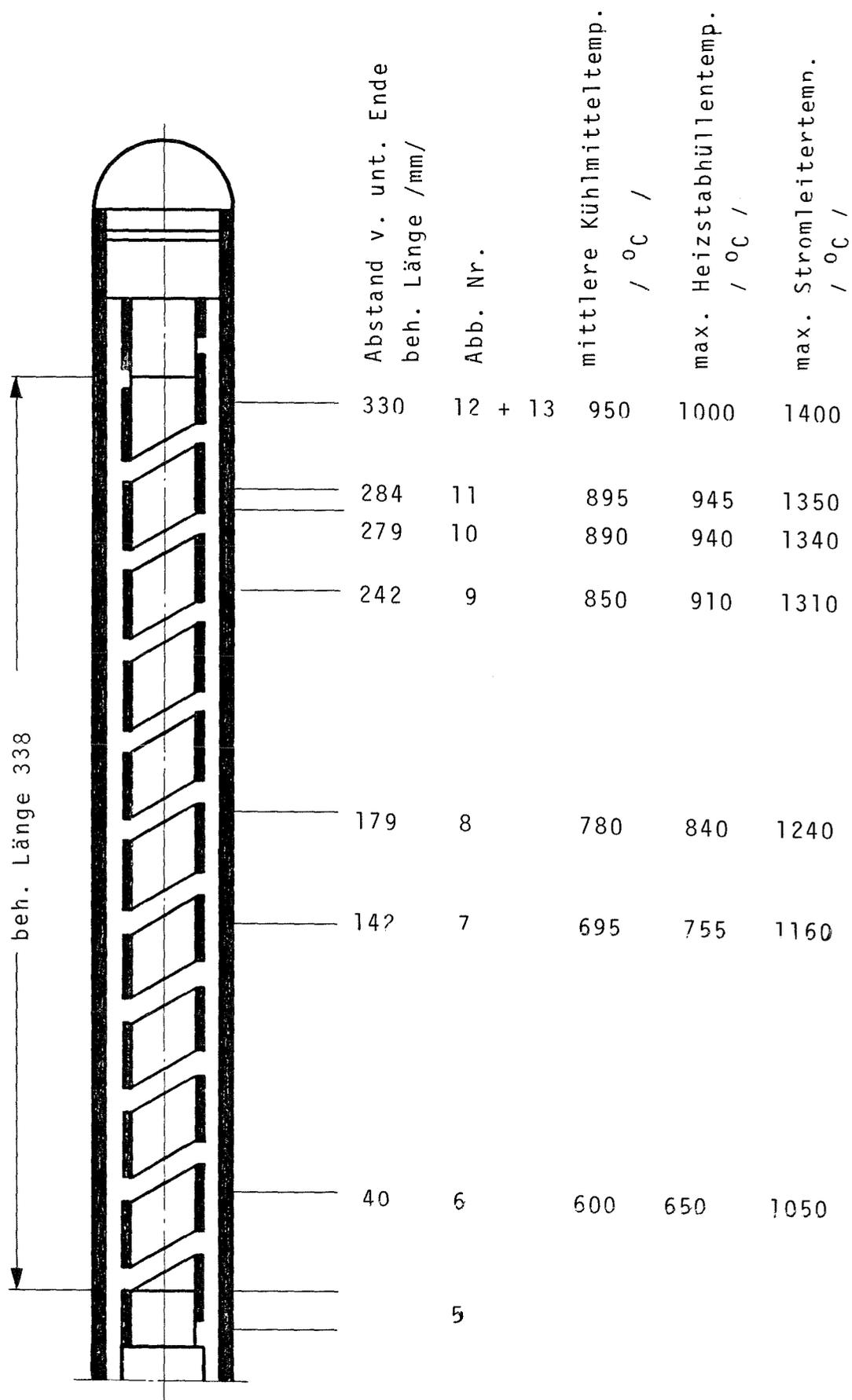
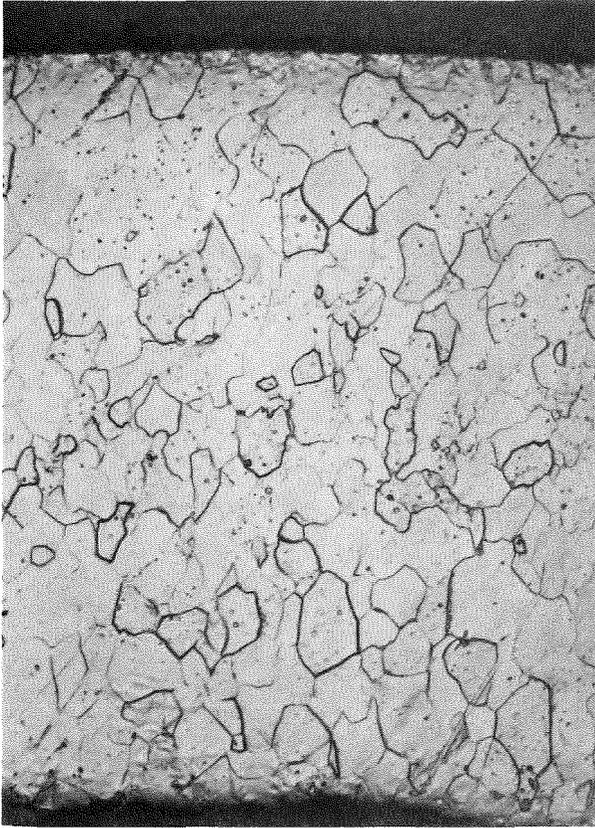
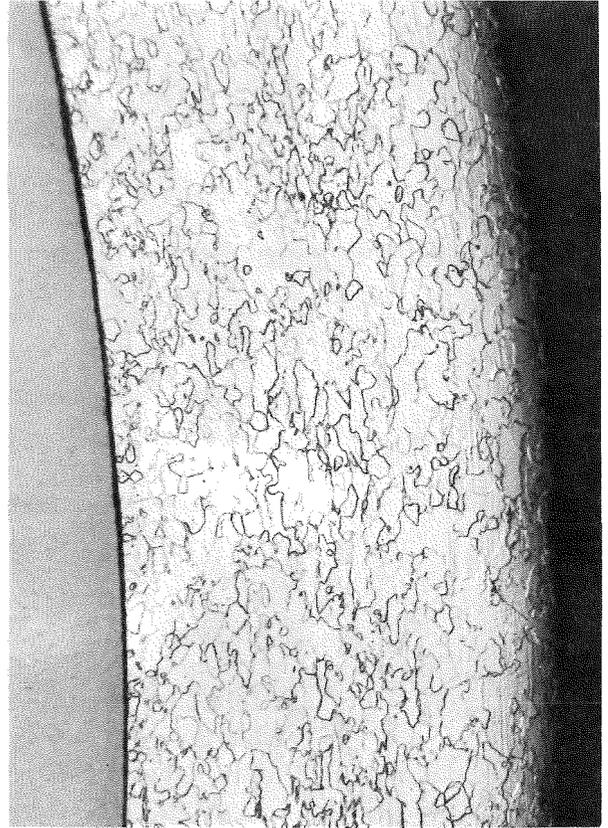


ABB.4: SCHLIFFPOSITIONEN SOWIE HÜLLEN- UND STROMLEITER-
TEMPERATUREN VON HEIZSTAB NR. 255



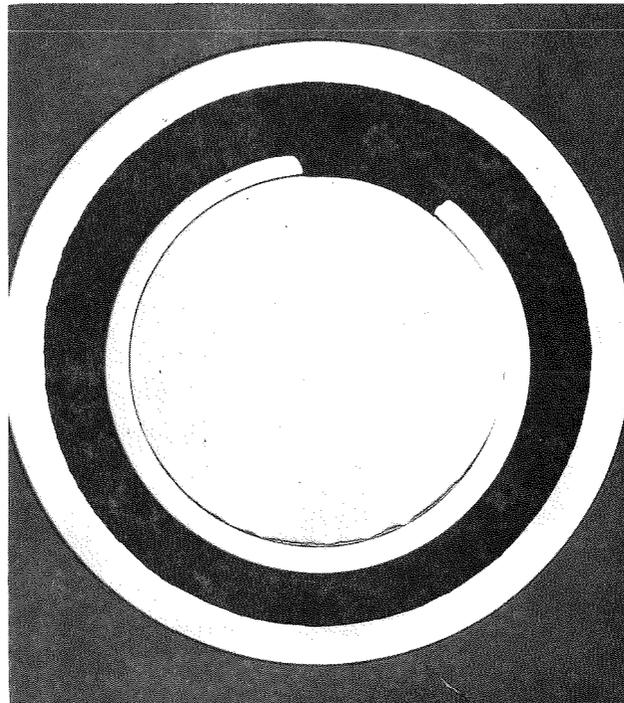
Hülle geätzt

20fach



Stromleiter geätzt

20fach

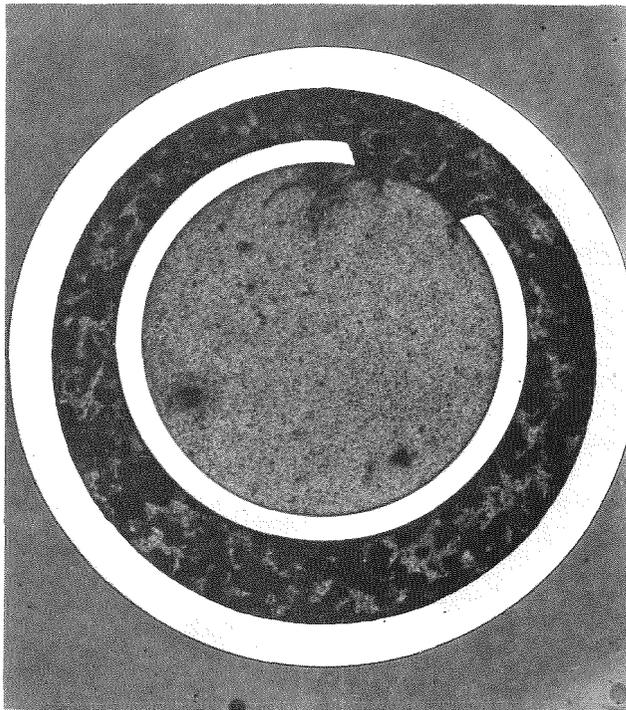


Übersicht

12fach

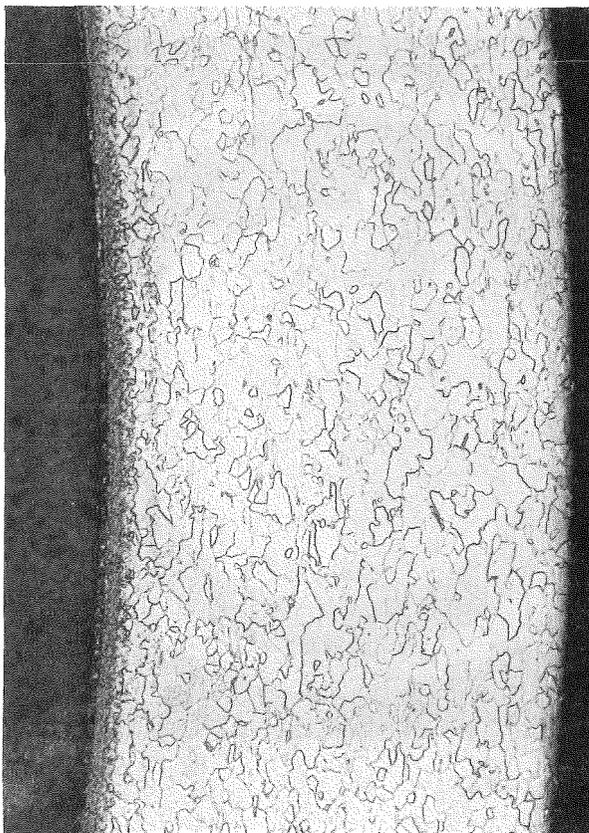
ABB. 5

SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



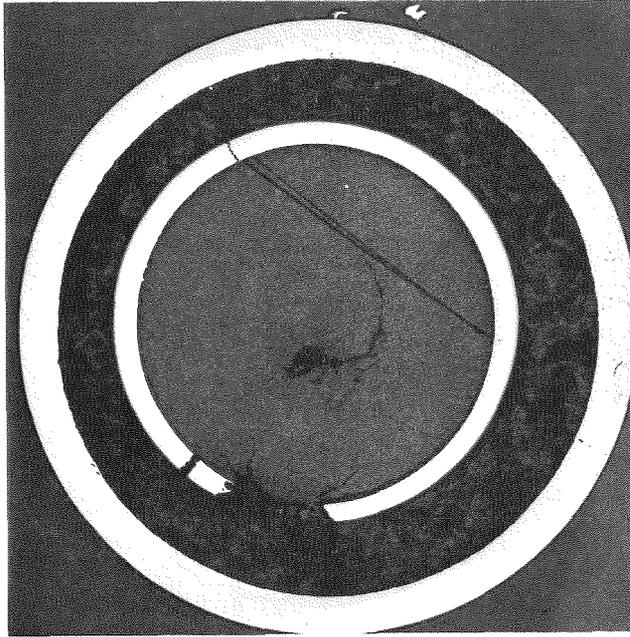
Übersicht

12fach



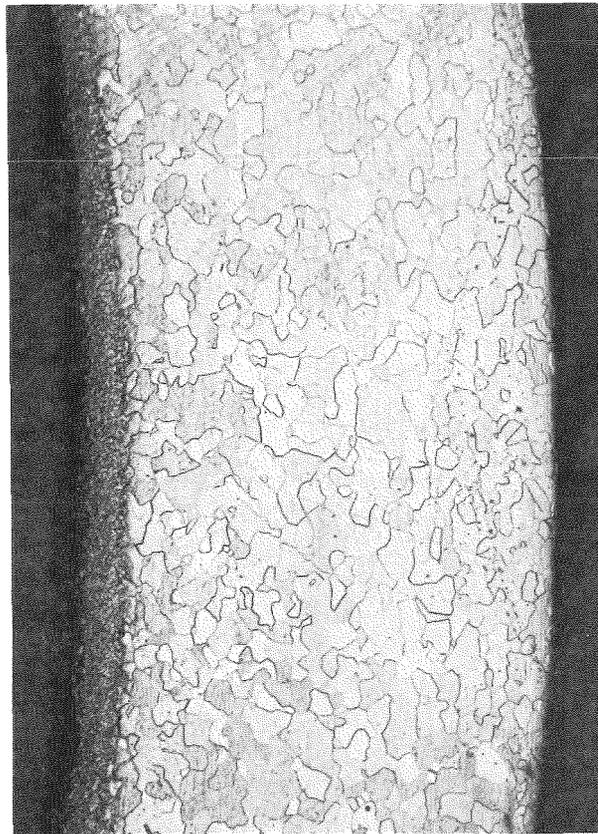
Stromleiter geätzt

200fach



Übersicht

12fach

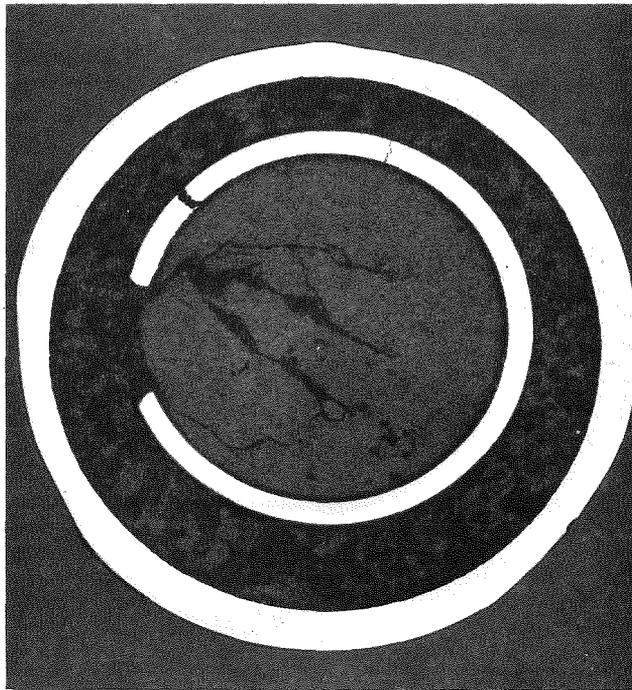


Stromleiter geätzt

200fach

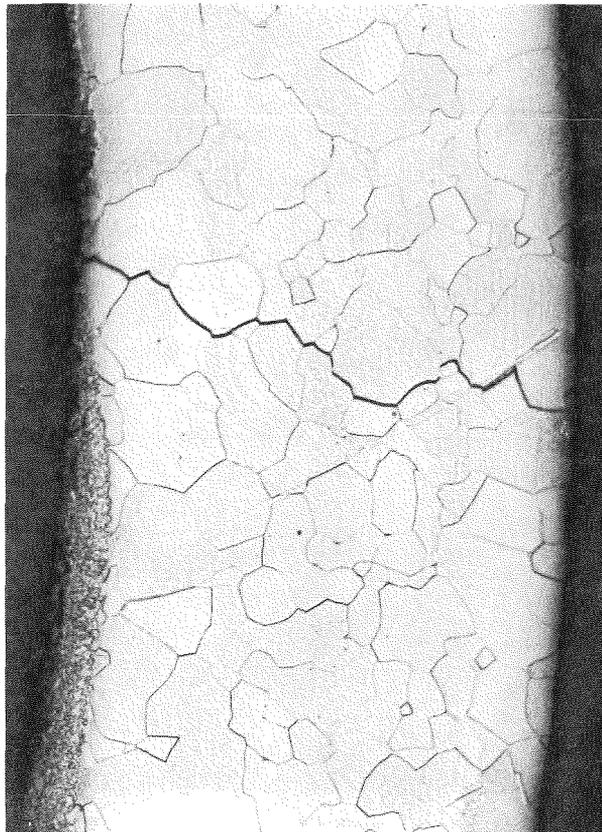
ABB. 7

SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



Übersicht

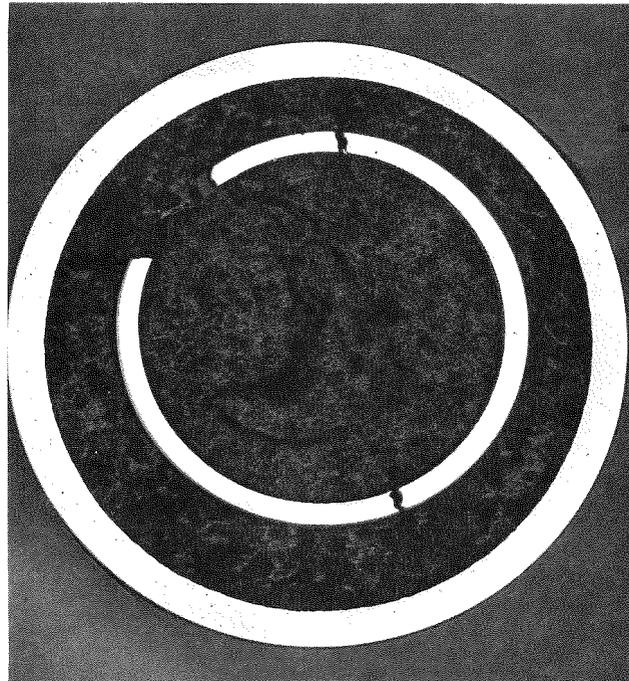
12fach



Stromleiter geätzt

20ofach

ABB. 8: SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



Übersicht

12fach

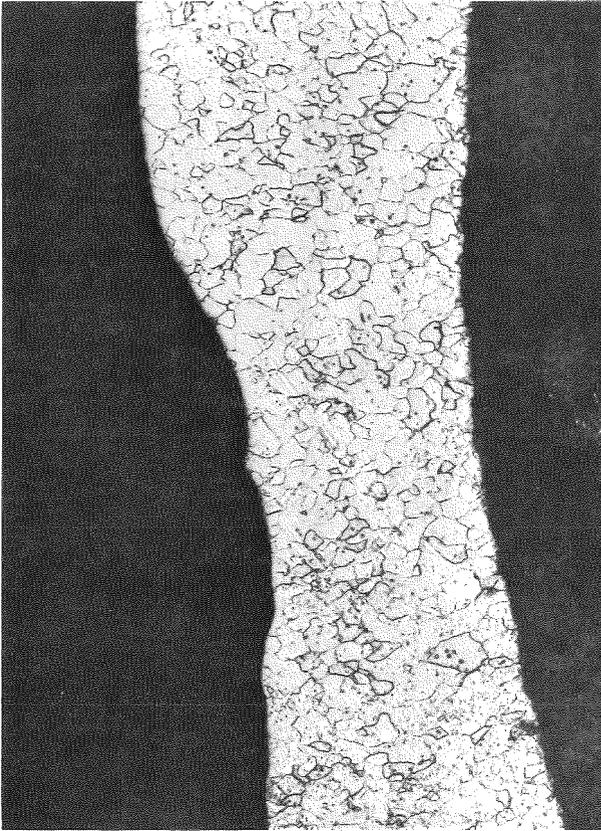


Stromleiter geätzt

20ofach

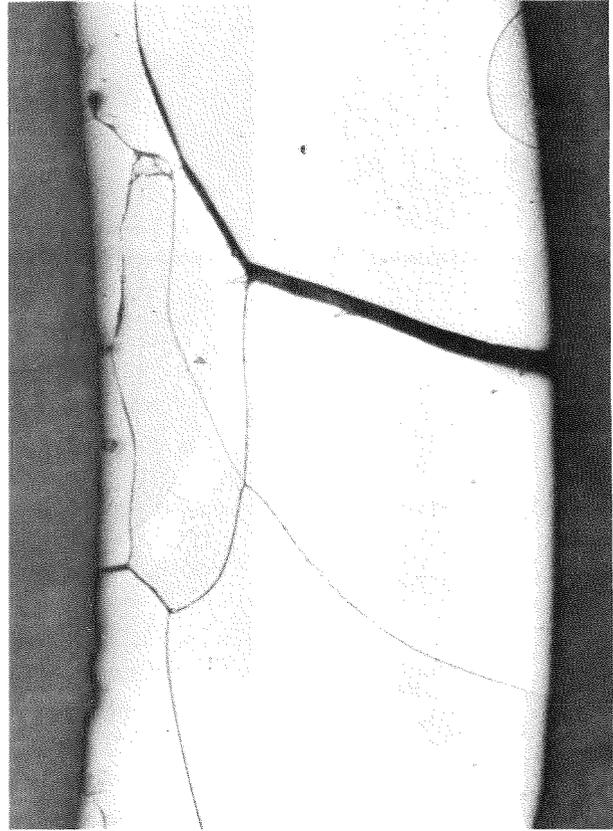
ABB. 9

SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



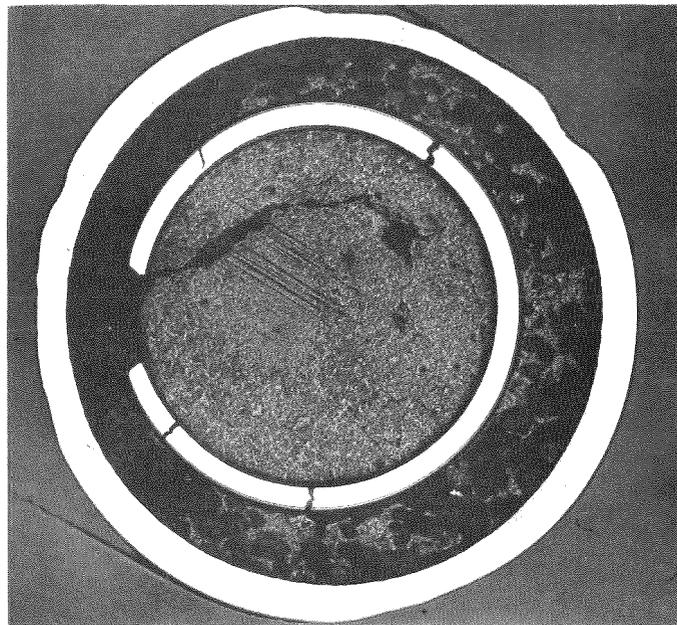
Hülle geätzt

10fach



Stromleiter geätzt

20fach



Übersicht

12fach

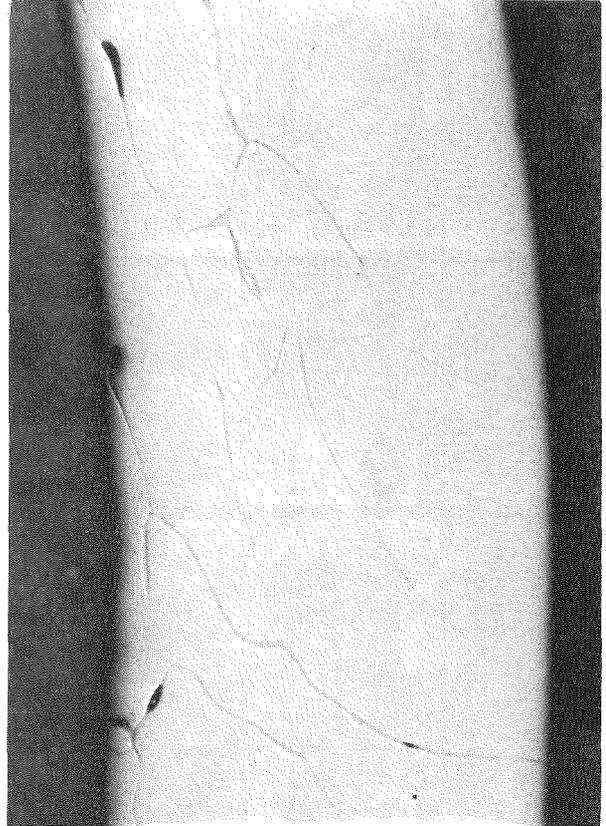
ABB. 10

SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



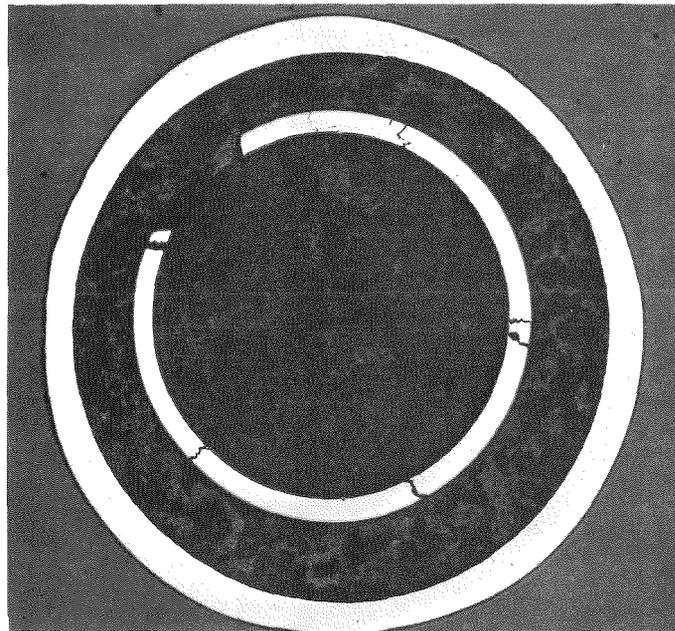
Hülle geätzt

500-fach



Stromleiter ungeätzt

200fach

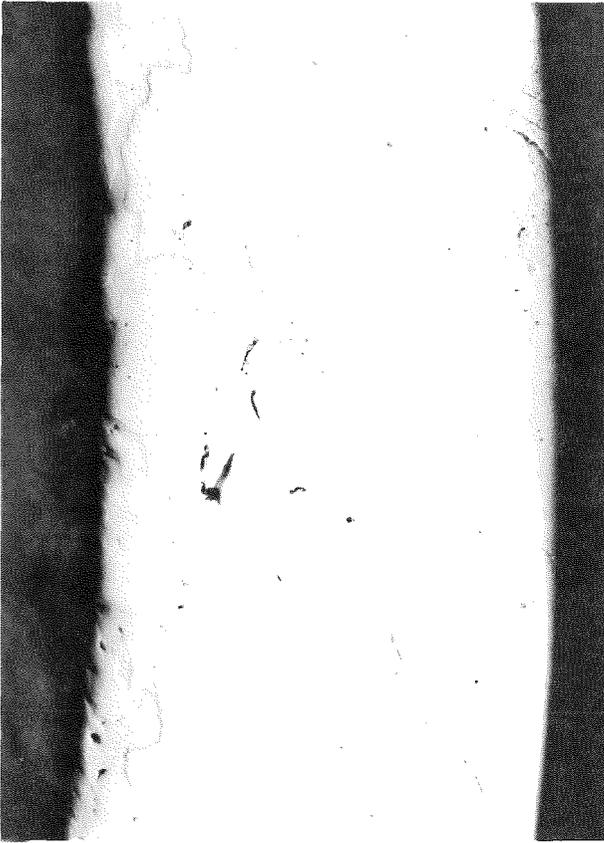


Übersicht

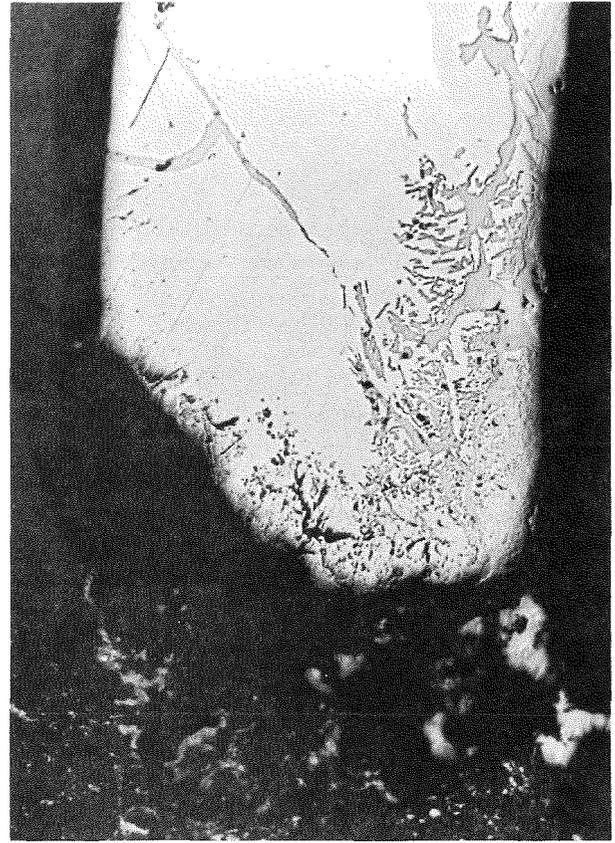
12fach

ABB. 11

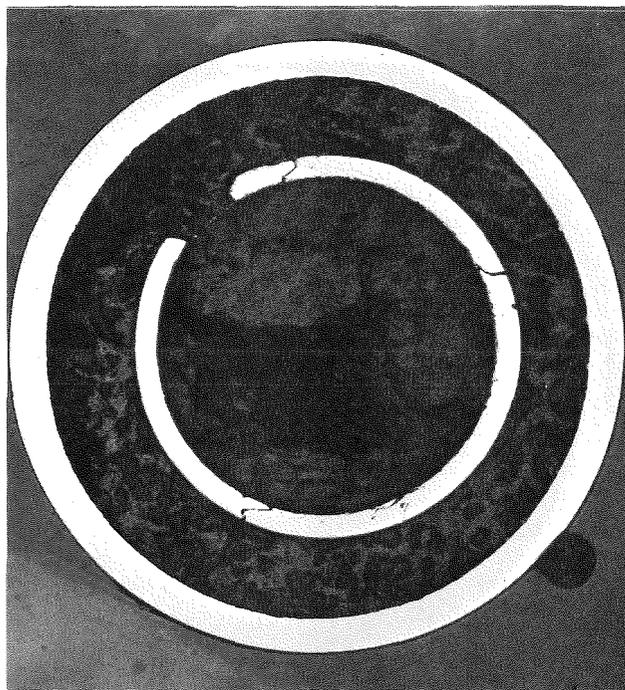
SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



Stromleiter ungeätzt 20fach



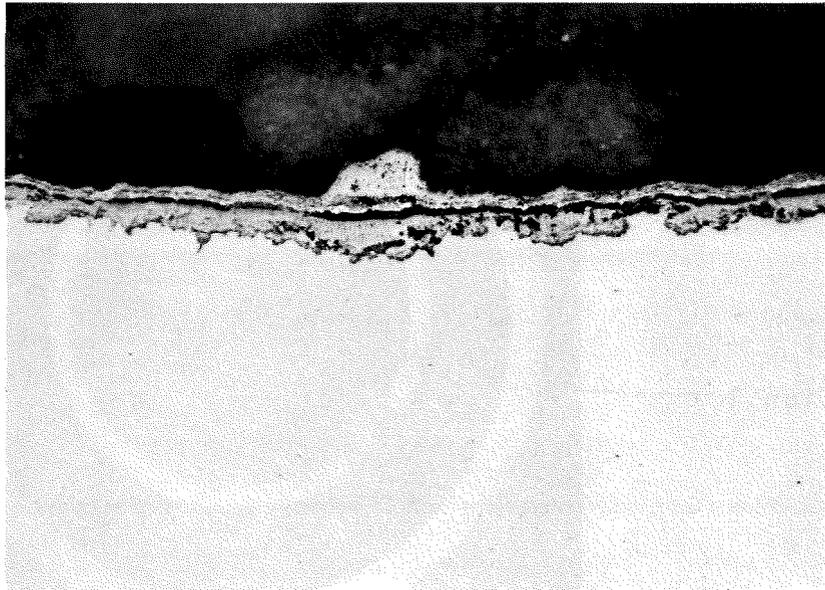
Stromleiter ungeätzt 20fach



Übersicht

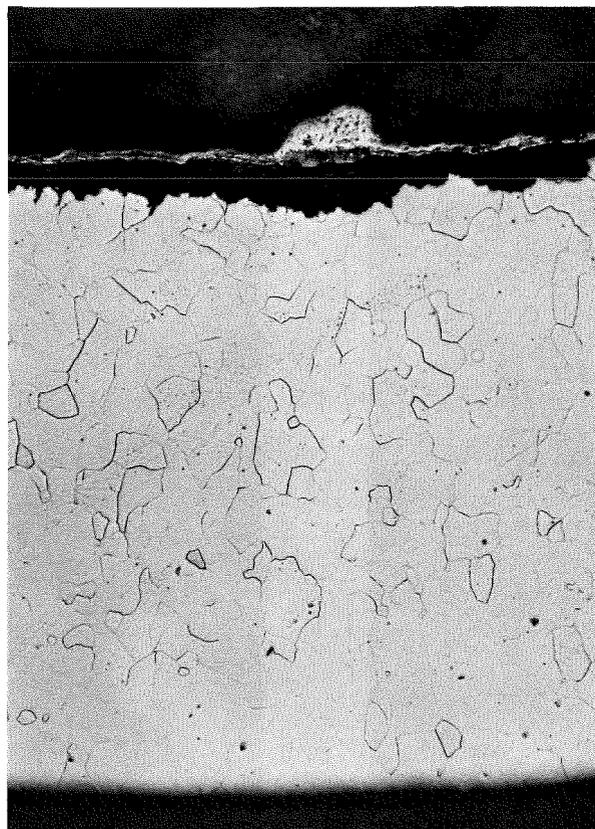
12fach

ABB. 12 SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



Hülle ungeätzt

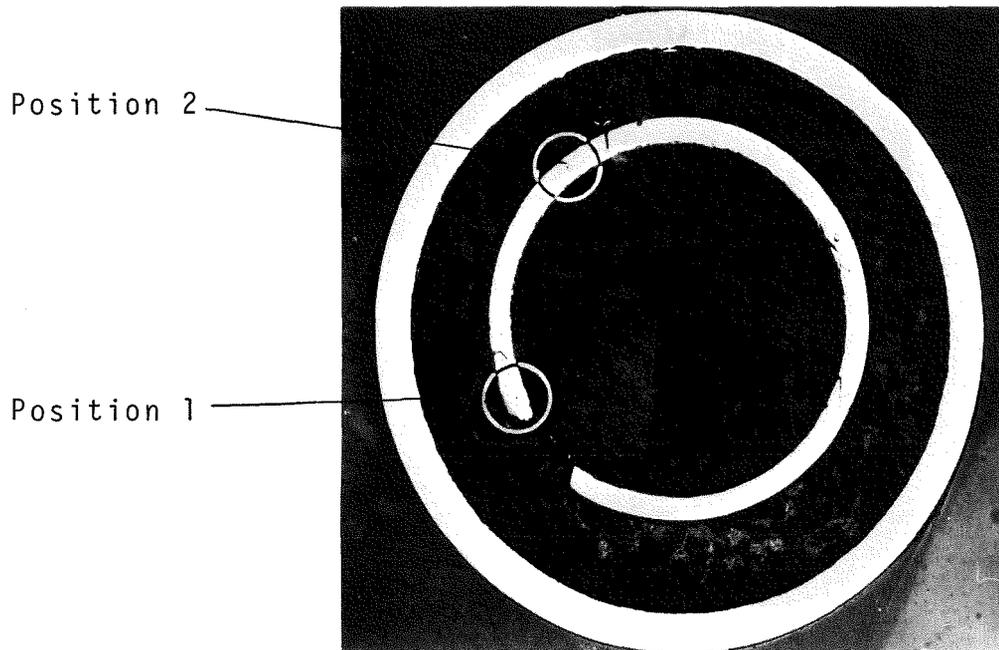
20ofach



Hülle geätzt

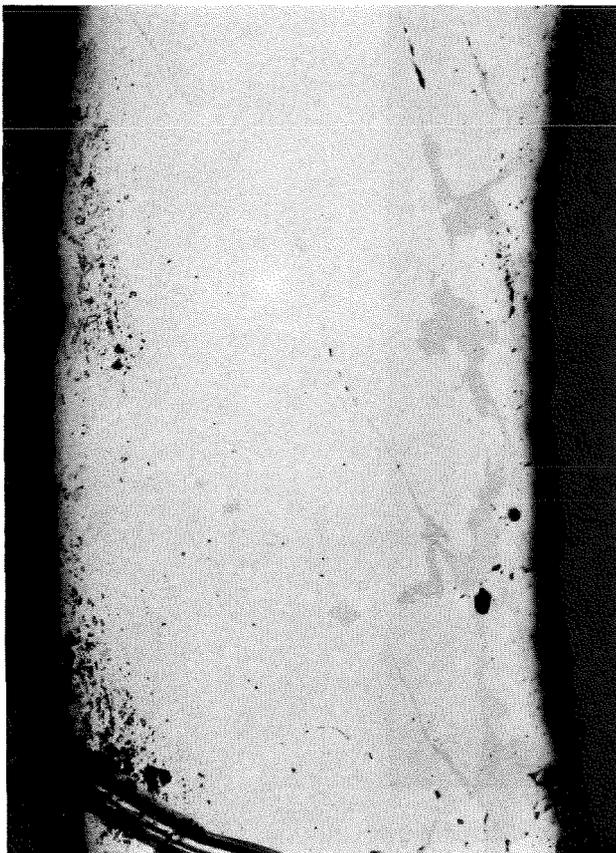
20ofach

ABB. 13 SCHLIFF VON HEIZSTAB 255



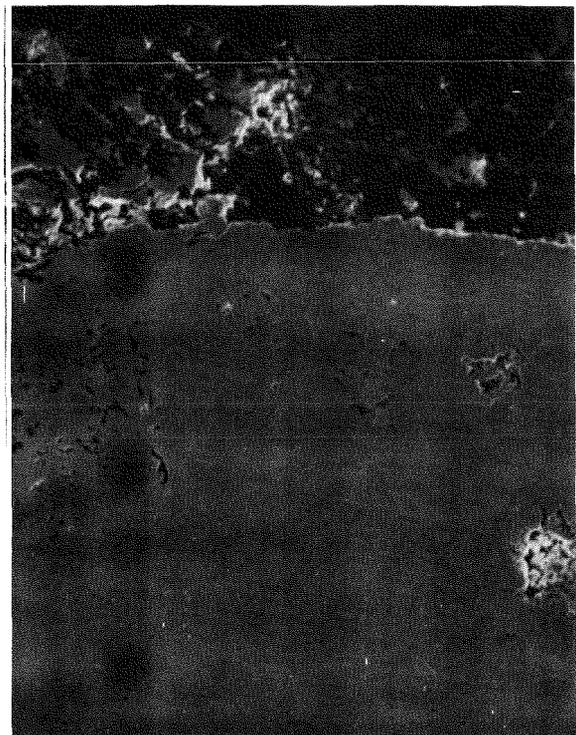
Übersicht

12fach



Position 1

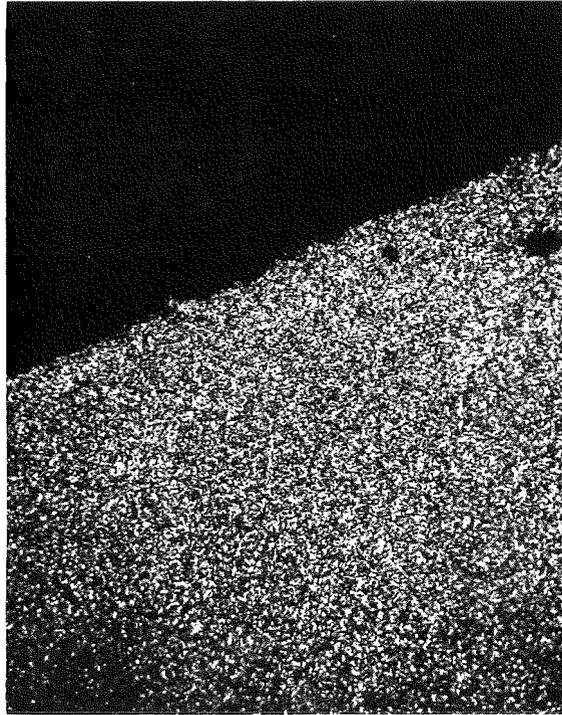
20fach



Position 2

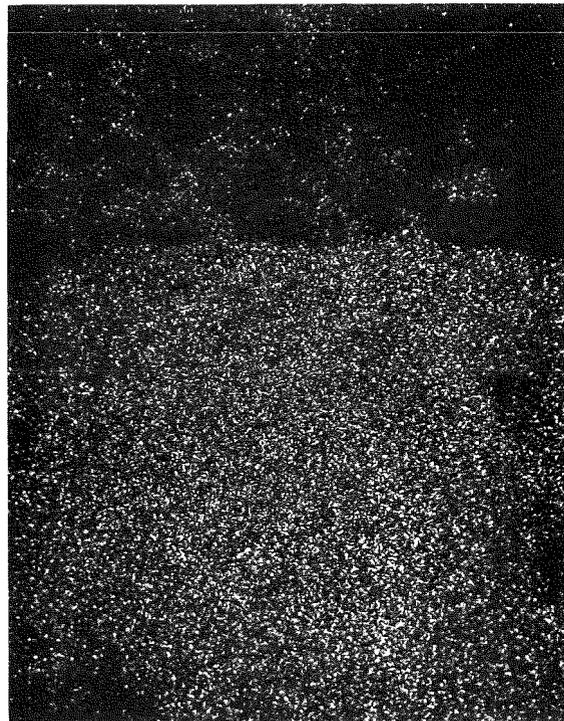
30fach

ABB. 14 SCHLIFF VON HEIZSTAB 255; ANGABE DER POSITIONEN ZUR UNTERSUCHUNG MIT DER MIKROSONDE



Position 1

300fach



Position 2

helle Punkte zeigen Pt an

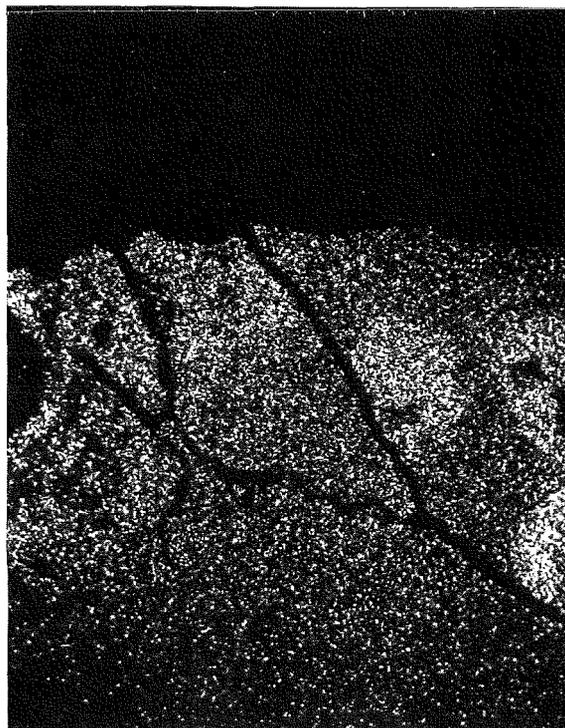
300fach

ABB. 15 PT-VERTEILUNG IN POSITION 1 UND 2 VON HEIZSTAB 255



Position 1

300fach



Position 2

300fach

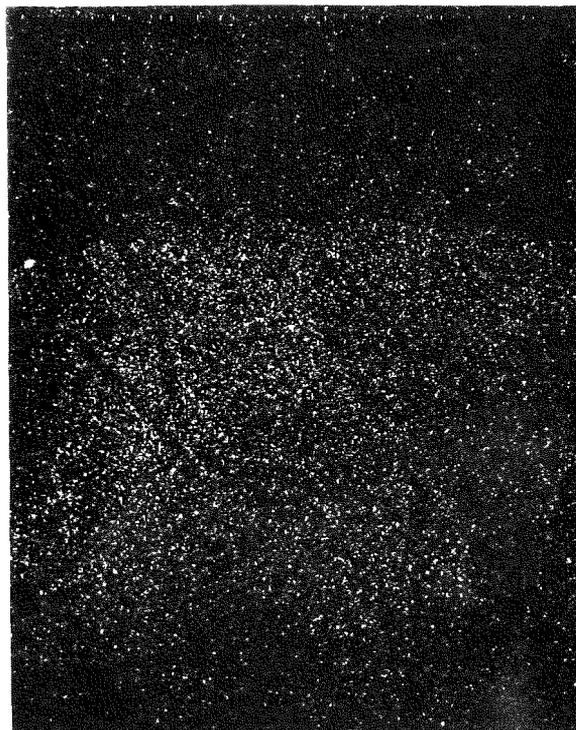
helle Punkte zeigen W an

ABB. 16: W-VERTEILUNG IN POSITIONEN 1 UND 2 VON HEIZSTAB 255



Position 1

300fach



Position 2

300fach

helle Punkte zeigen Fe an

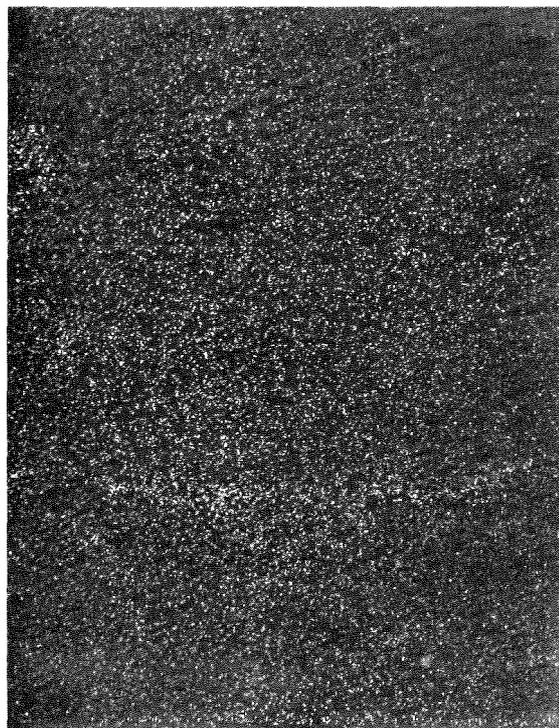
ABB. 17:

FE-VERTEILUNG IN POSITIONEN 1 UND 2
VON HEIZSTAB 255



Position 1

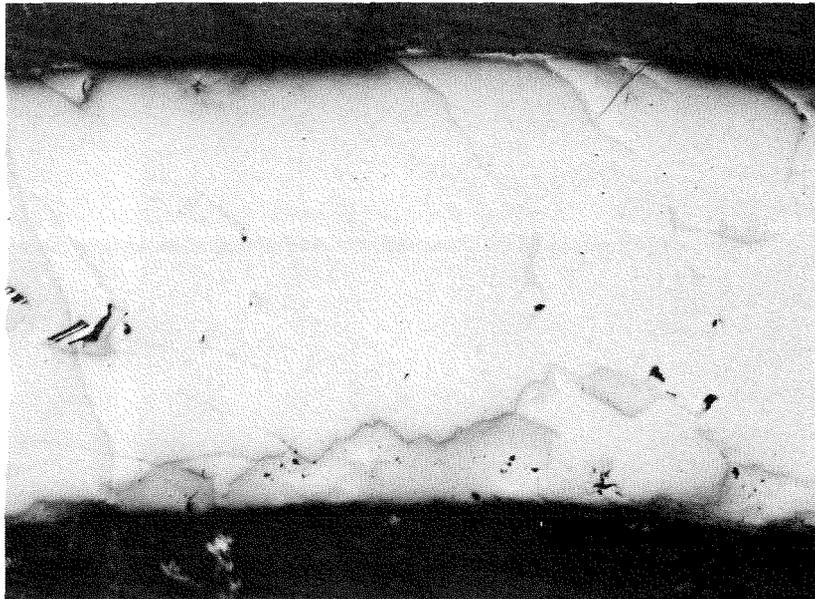
300fach



Position 2
helle Punkte zeigen C an

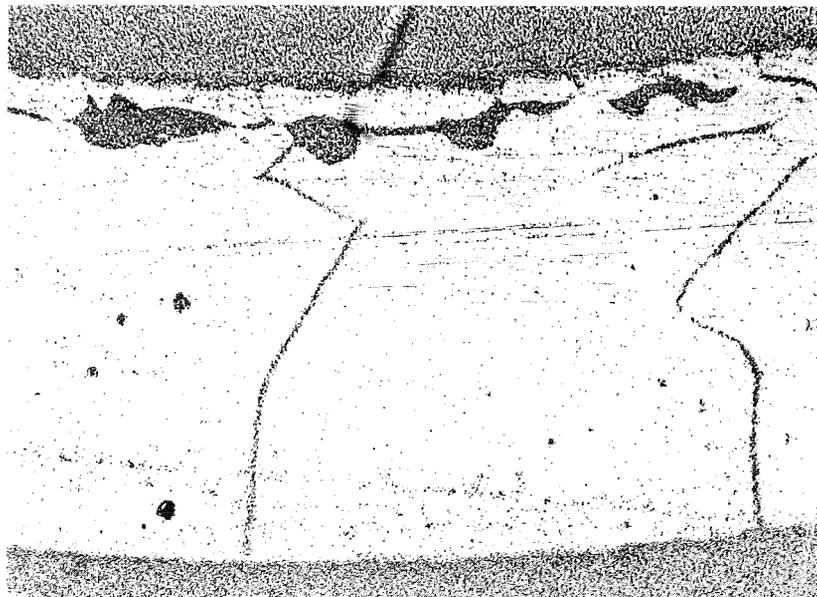
300fach

ABB. 18 C-VERTEILUNG IN POSITIONEN 1 UND 2 VON HEIZSTAB 255



Fotografie

200fach



Autoradiografie

200fach

schwarze Punkte zeigen B an

ABB. 19: FOTOGRAFISCHE UND AUTORADIOGRAFISCHE AUFNAHME VON HEIZSTAB 255

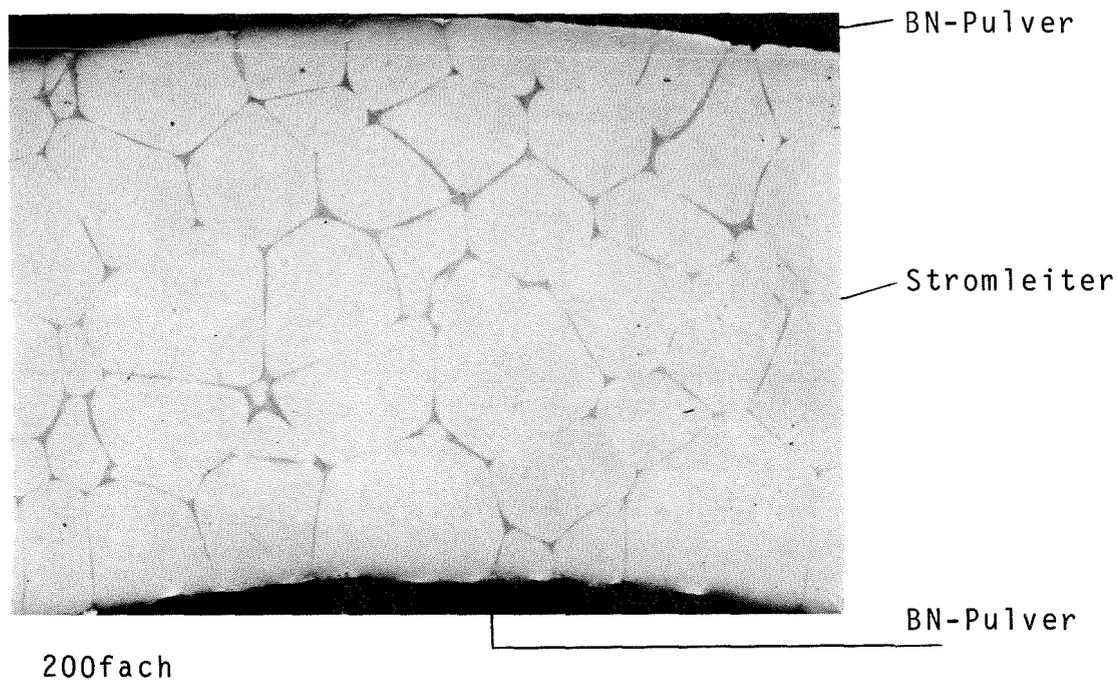
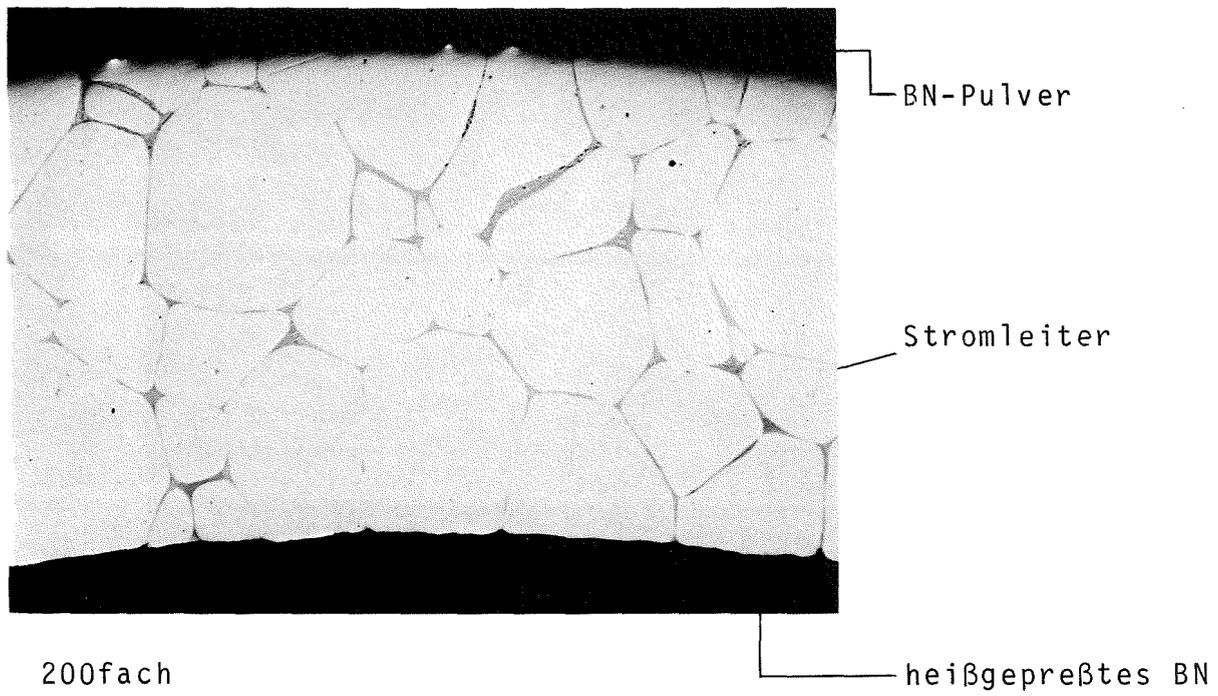


ABB. 20: STROMLEITER PT 10% W, 2,5 H BEI 1300 °C IN H₂ ATMOSPHERE GEGLÜHT

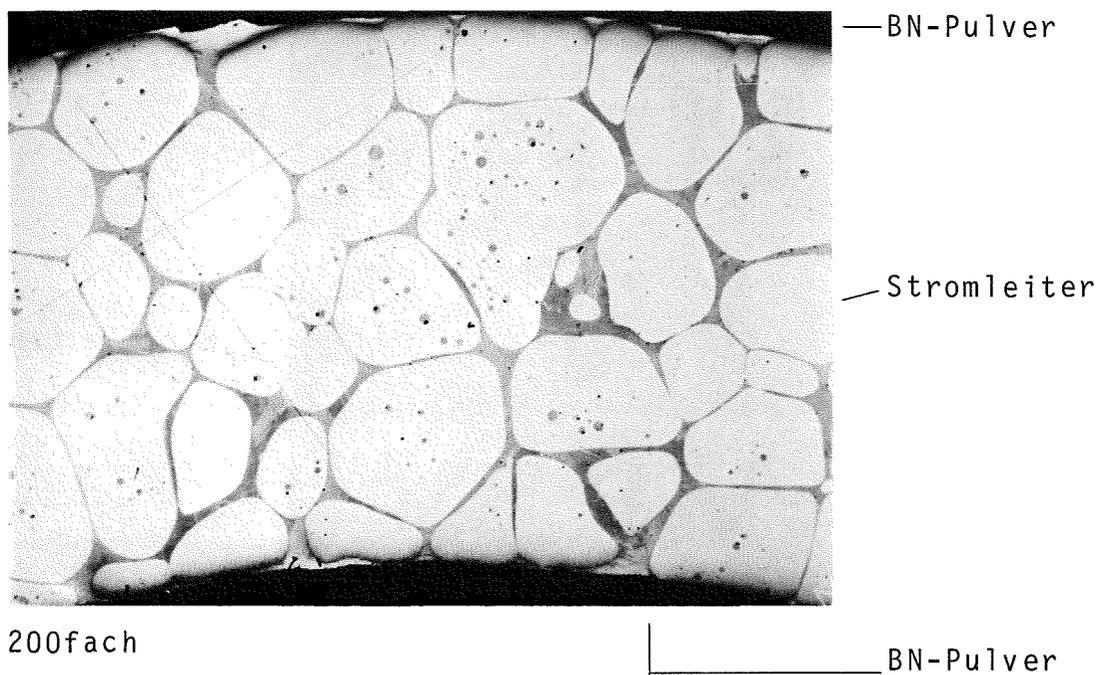
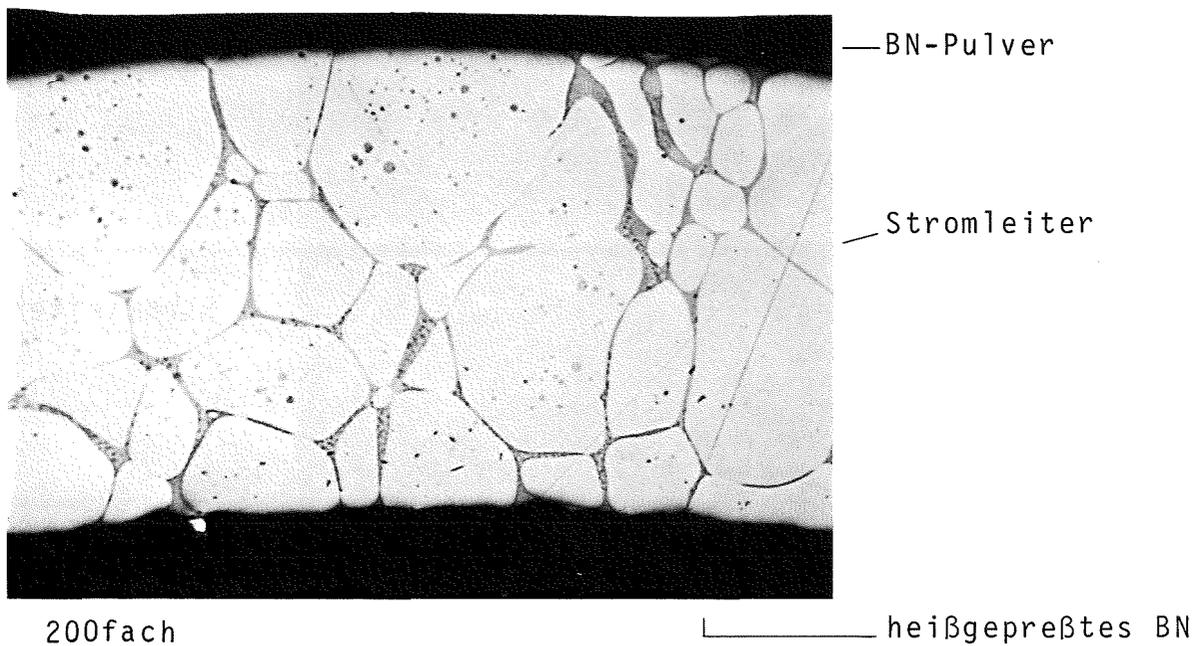
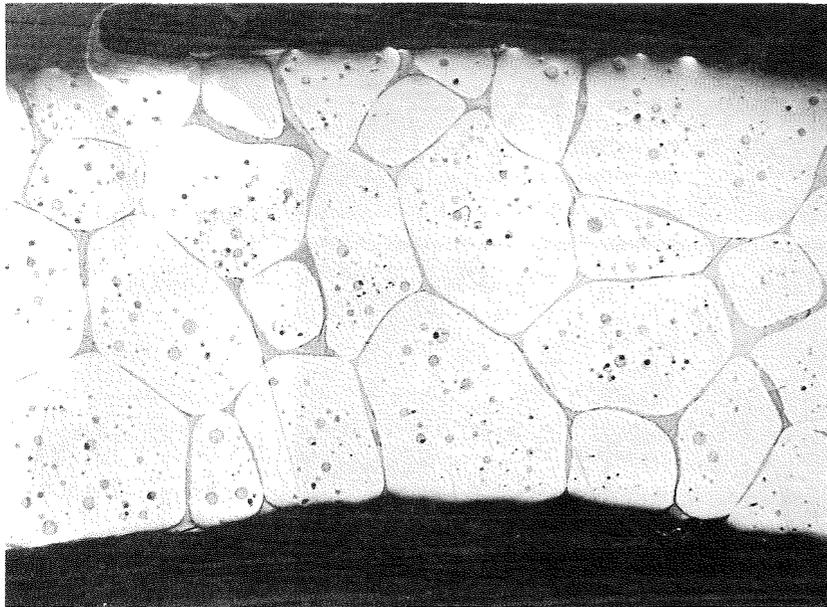


ABB. 21: STROMLEITER PT 10% W, 2,5 H BEI 1350 °C IN H₂ ATMOSPHERE GEGLÜHT

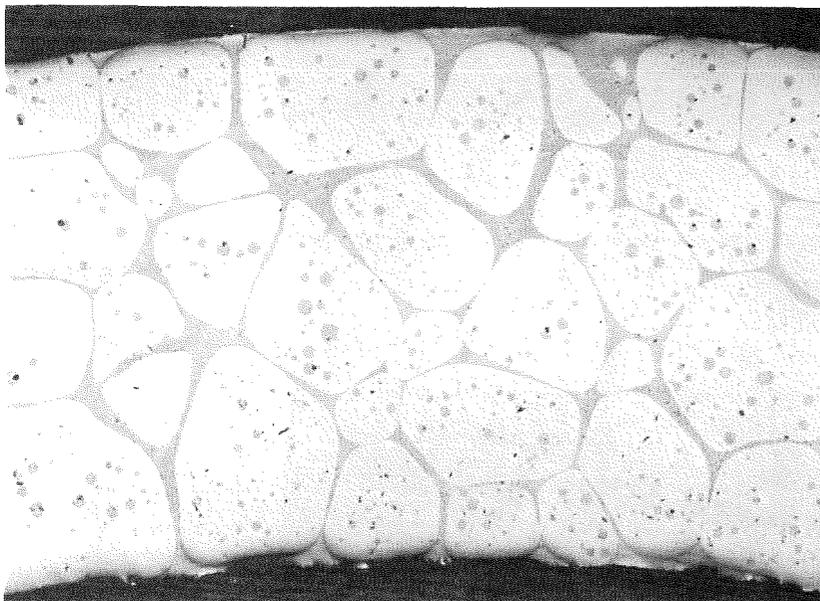


BN-Pulver

Stromleiter

200fach

heißgepreßtes BN



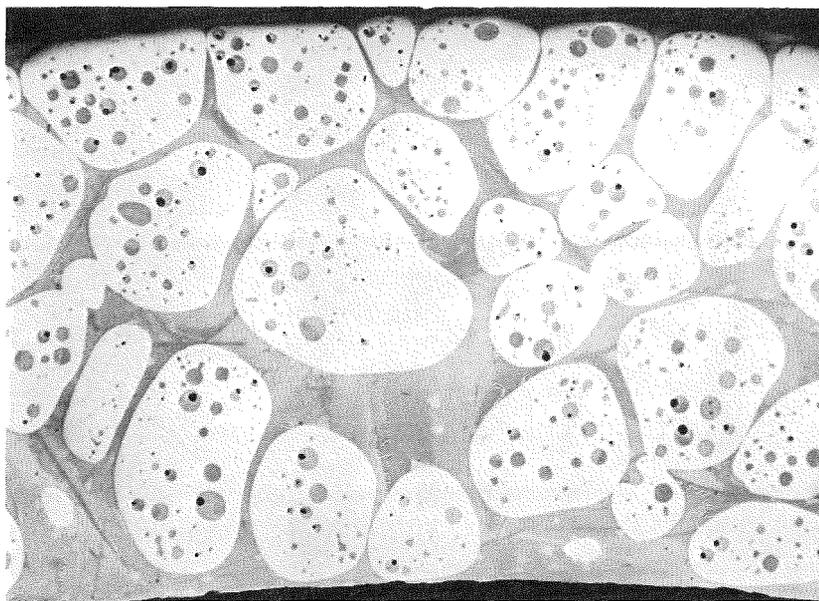
BN-Pulver

Stromleiter

200fach

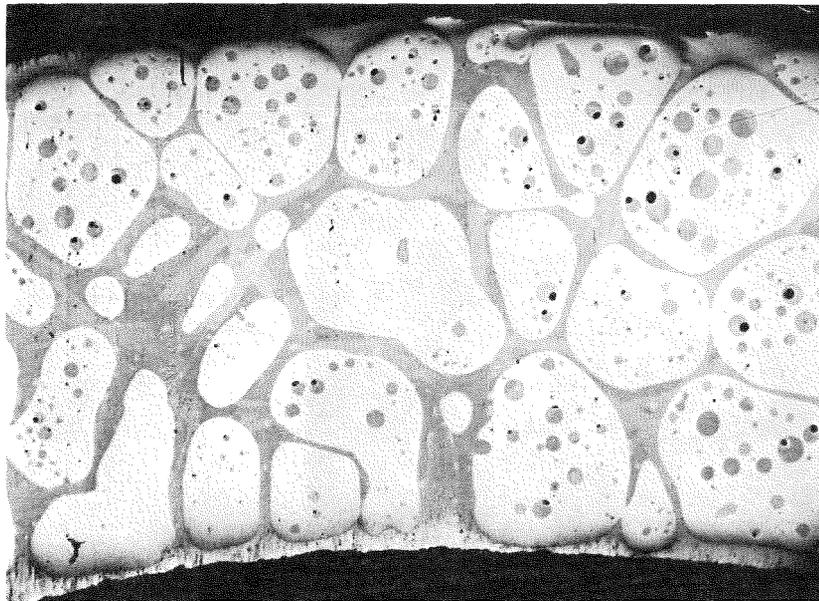
BN-Pulver

ABB. 22: STROMLEITER PT 10% W, 2,5 H BEI 1400 °C IN H₂ ATMOSPHERE GEGLÜHT



200fach

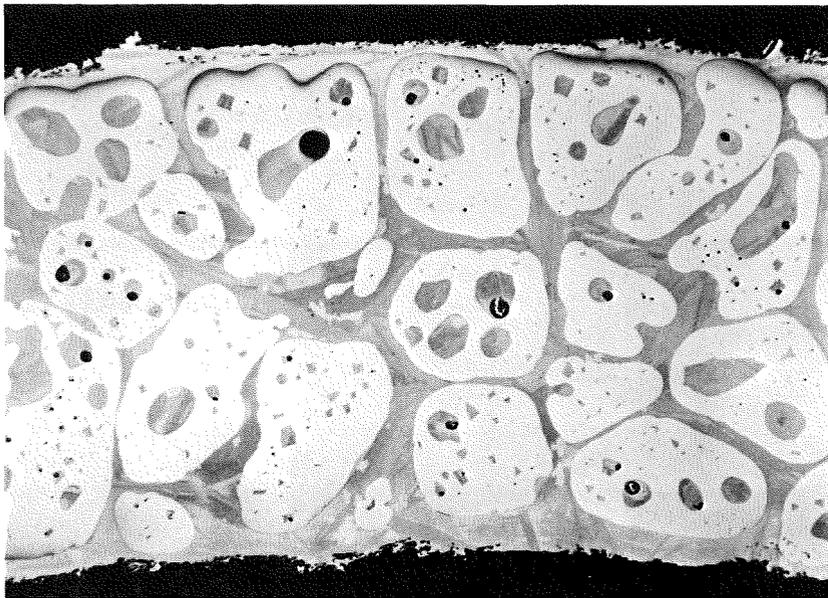
heißgepreßtes BN



200fach

BN-Pulver

ABB. 23: STROMLEITER PT 10% W, 2,5H BEI 1450 °C IN H₂ ATMOSPHERE GEGLÜHT

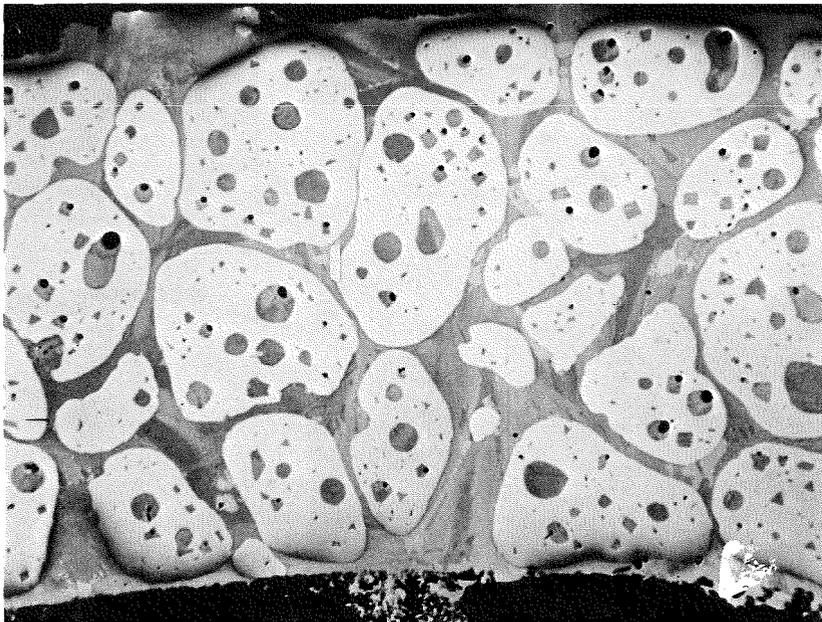


BN-Pulver

Stromleiter

200fach

heißgepreßtes BN



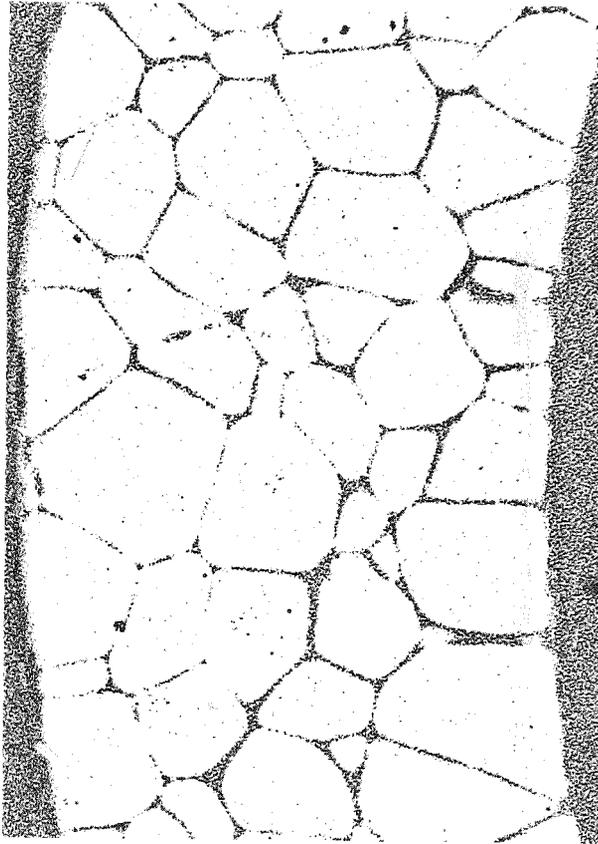
BN-Pulver

Stromleiter

200fach

BN-Pulver

ABB. 24: STROMLEITER PT 10 % W, 2,5 H BEI 1500 °C IN H₂ ATMOSPHERE GEGLÜHT



Autoradiografie
schwarze Punkte zeigen B an

200fach

ABB. 25: AUTORADIOGRAFIE DES STROMLEITERS (PT 10 % W) EINES
HEIZSTABES, 2,5 H BEI 1300°C GEGLOHT

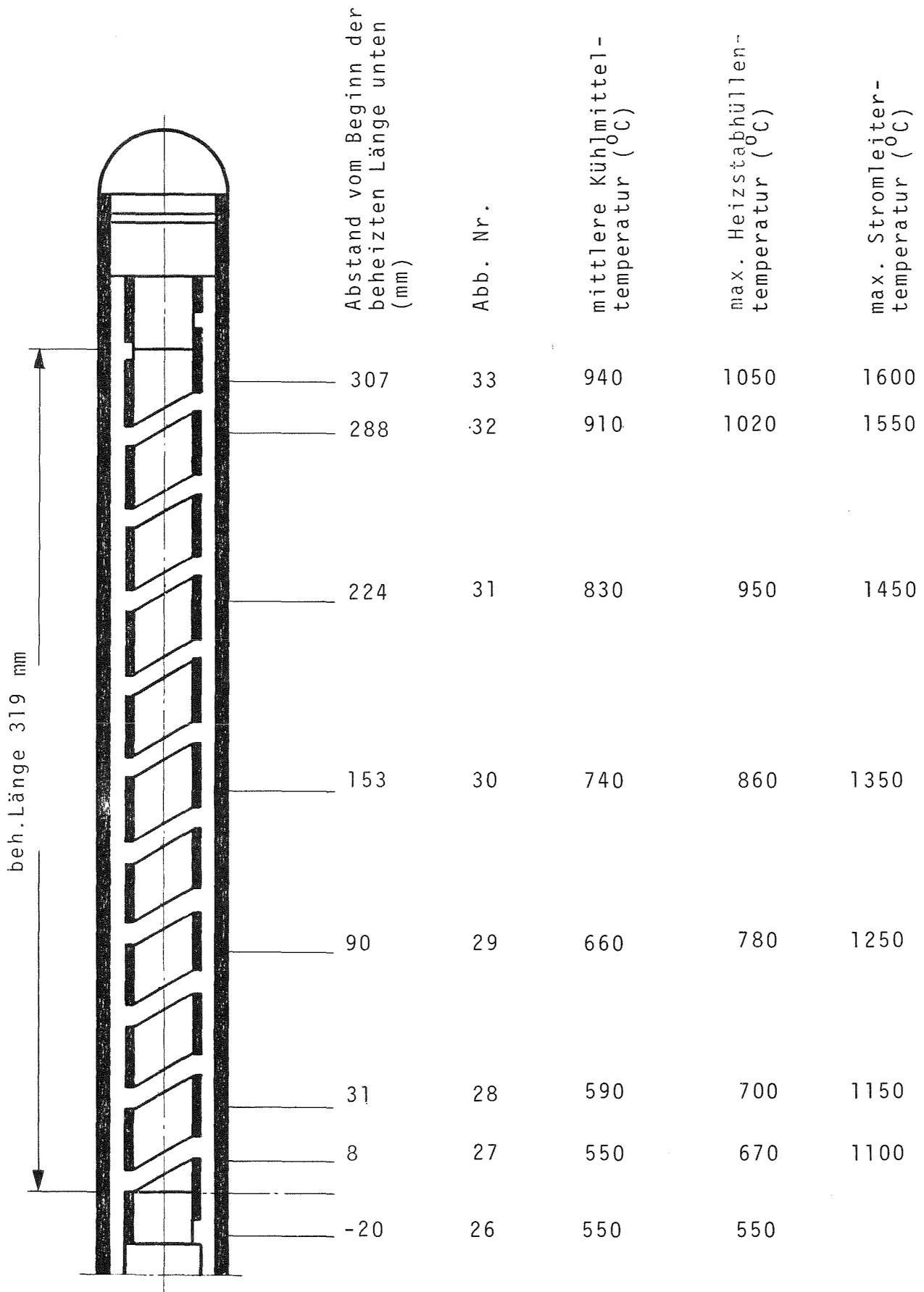
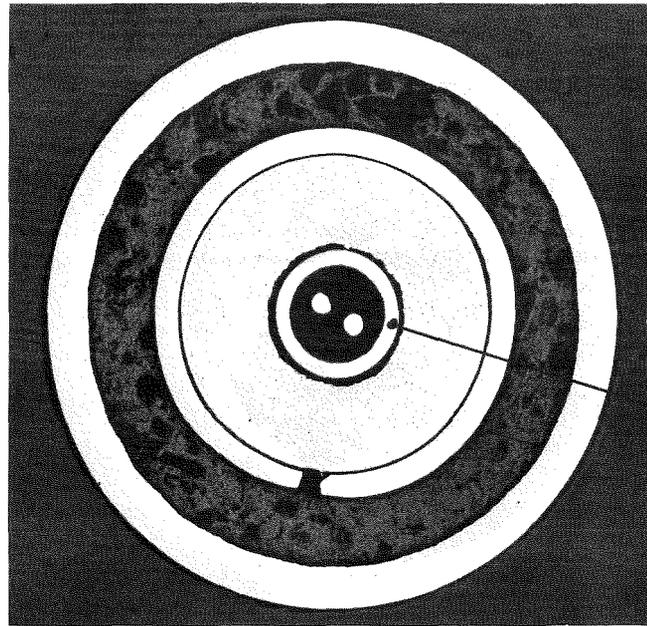


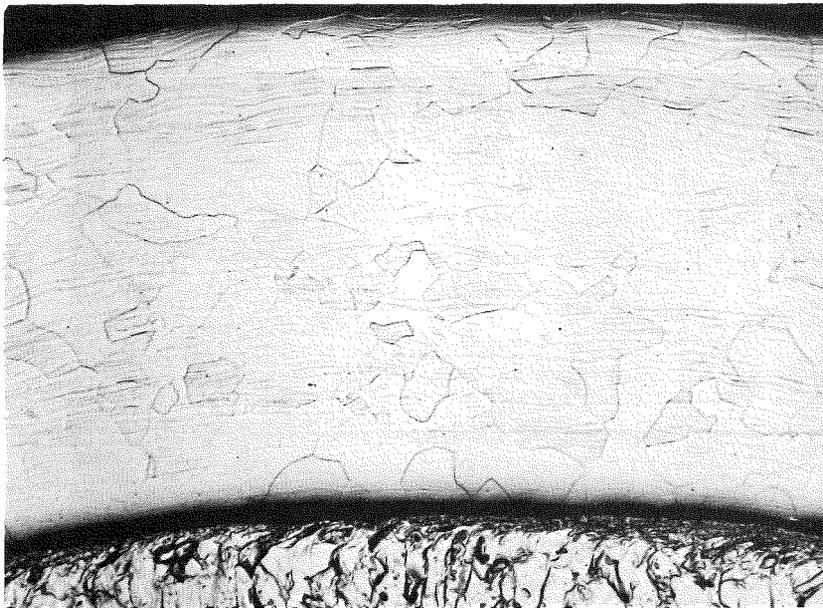
ABB. 26: ANGABE DER SCHLIFFEbenen UND DER BETRIEBSTEMPERATUREN VON HEIZSTAB NR. 288



Übersicht

Thermoelement

12fach

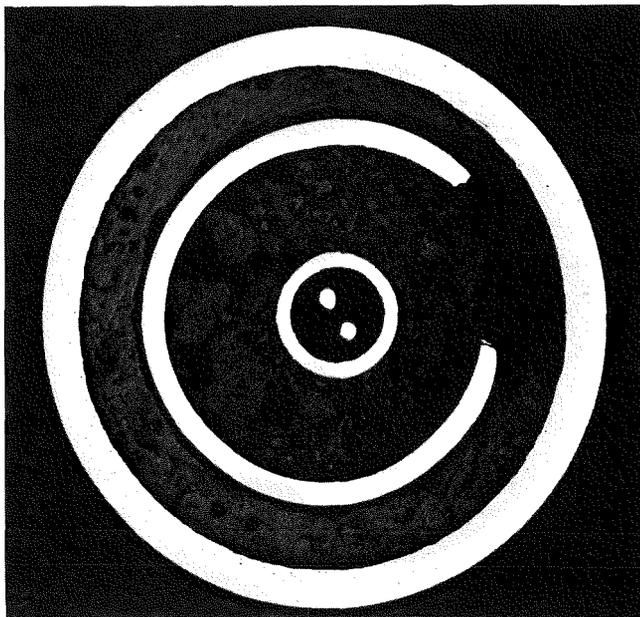


Stromleiter
geätzt

200fach

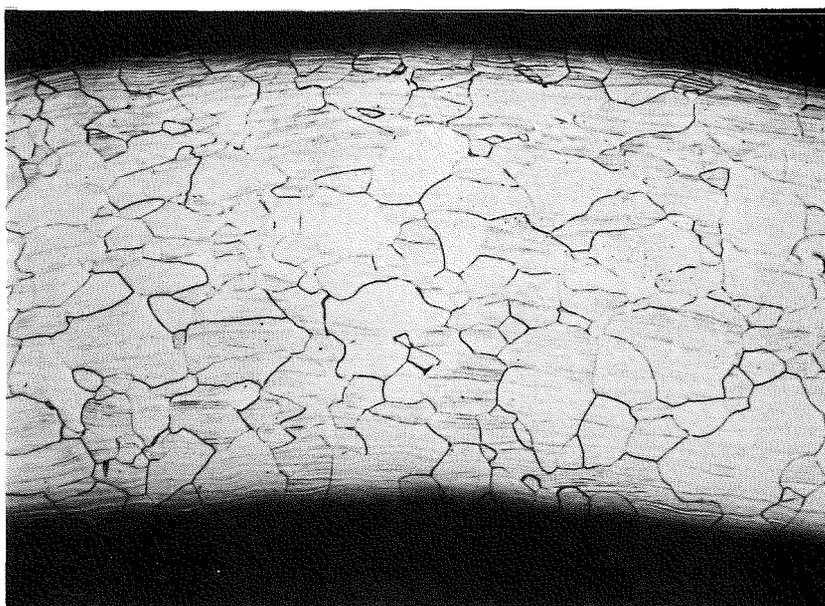
ABB. 27:

SCHLIFF VON STAB NR. 288



Übersicht

12fach

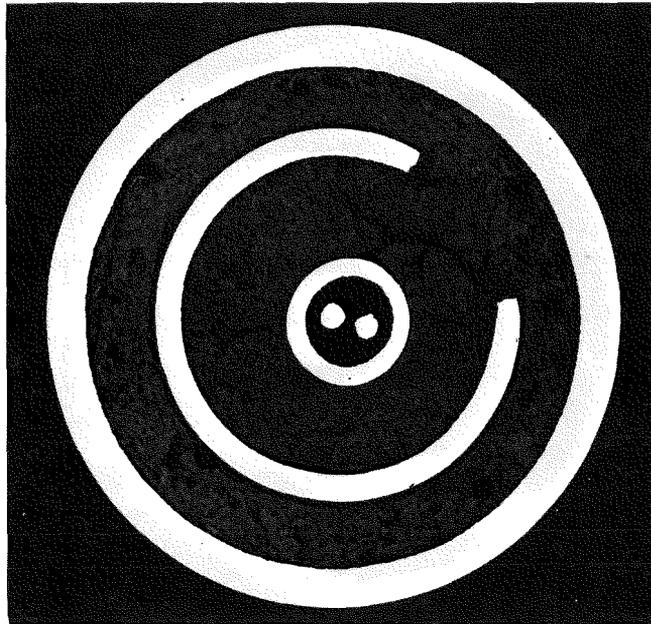


Stromleiter
geätzt

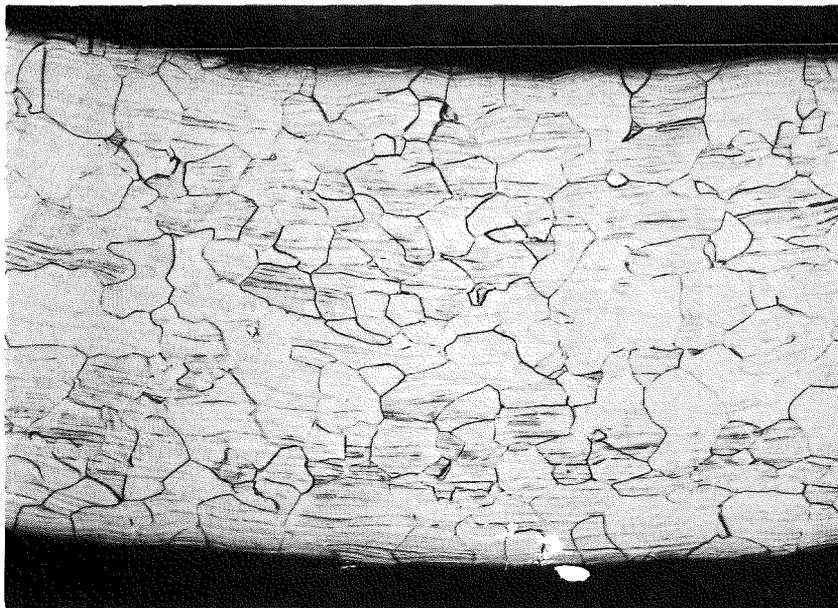
200fach

ABB. 28: SCHLIFF VON STAB NR. 288

Übersicht



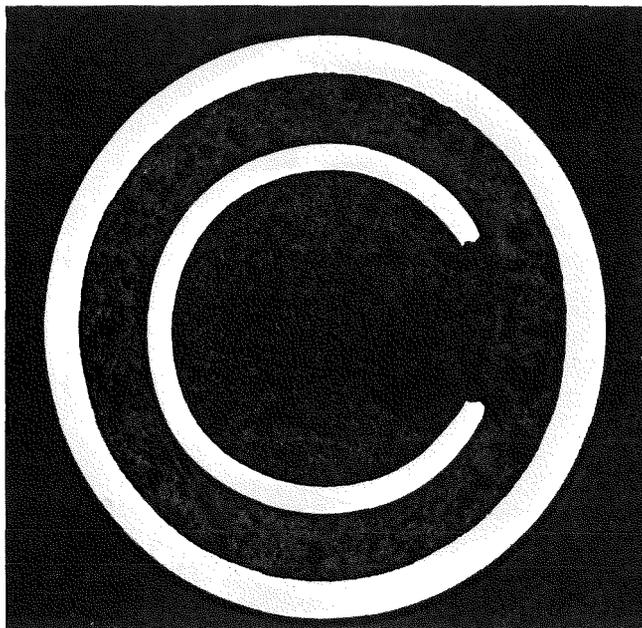
12-fach



Stromleiter
geätzt

200-fach

ABB. 29: SCHLIFF VON STAB NR. 288



Übersicht

12-fach

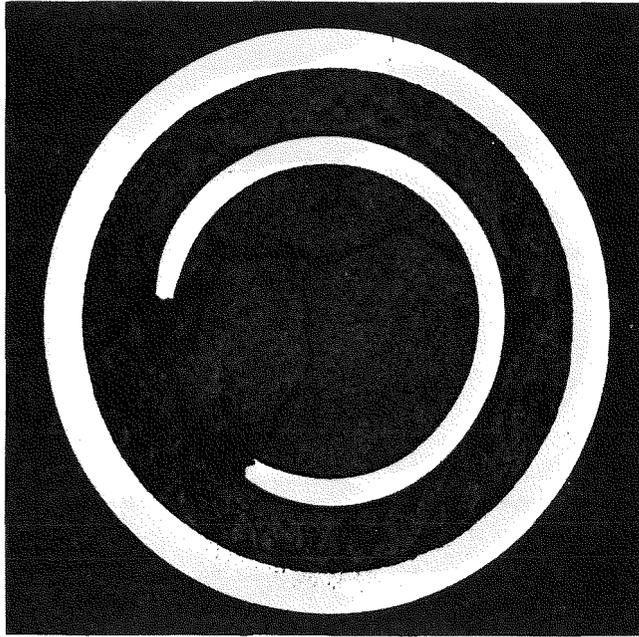


Stromleiter
geätzt

200-fach

ABB.30: SCHLIFF VON STAB NR.288

Übersicht



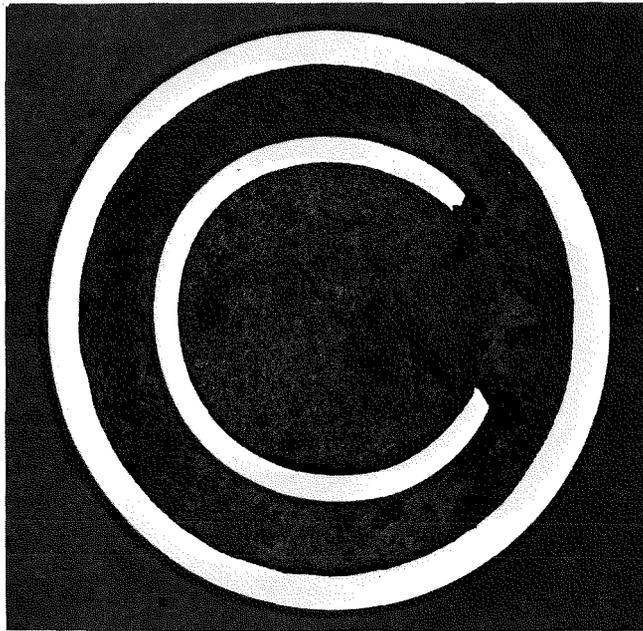
12-fach



Stromleiter
geätzt

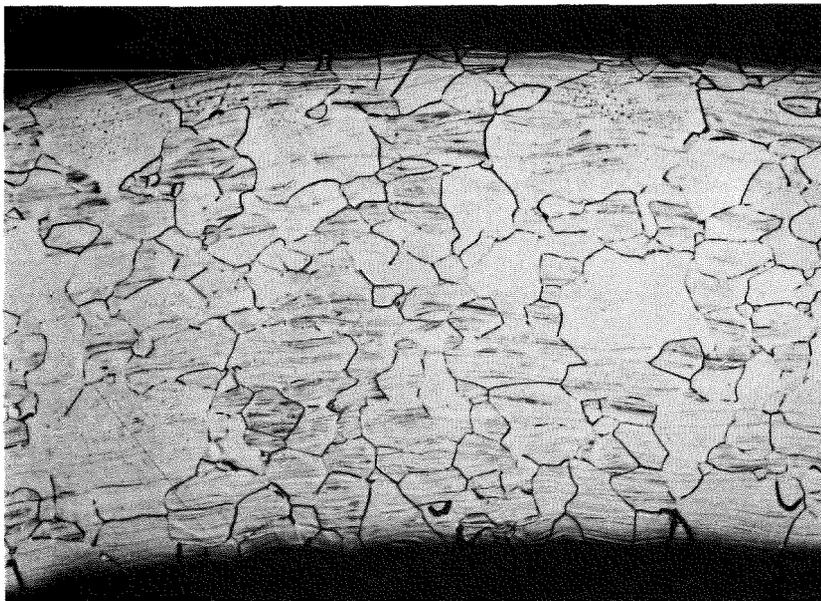
200-fach

ABB. 31: SCHLIFF VON HEIZSTAB NR. 288



Übersicht

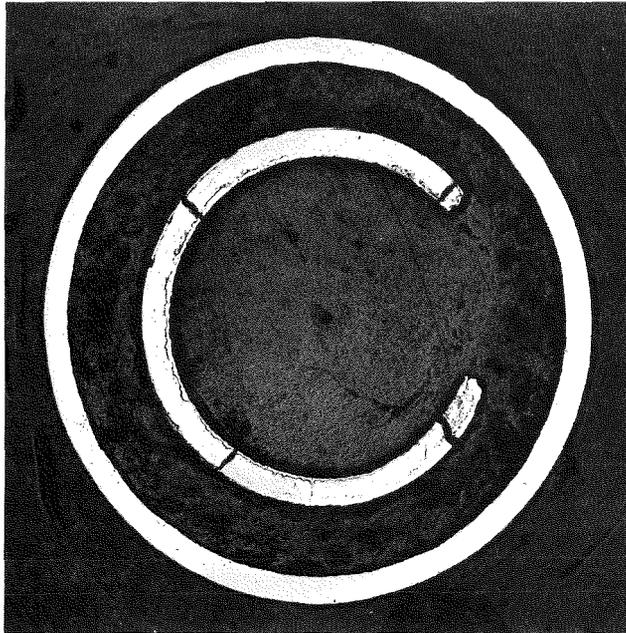
12-fach



Stromleiter
geätzt

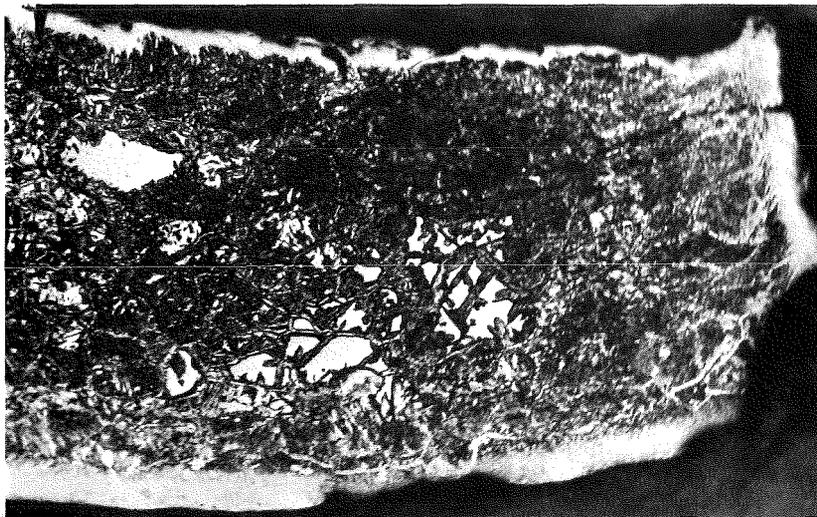
200-fach

ABB. 32: SCHLIFF VON HEIZSTAB NR. 288



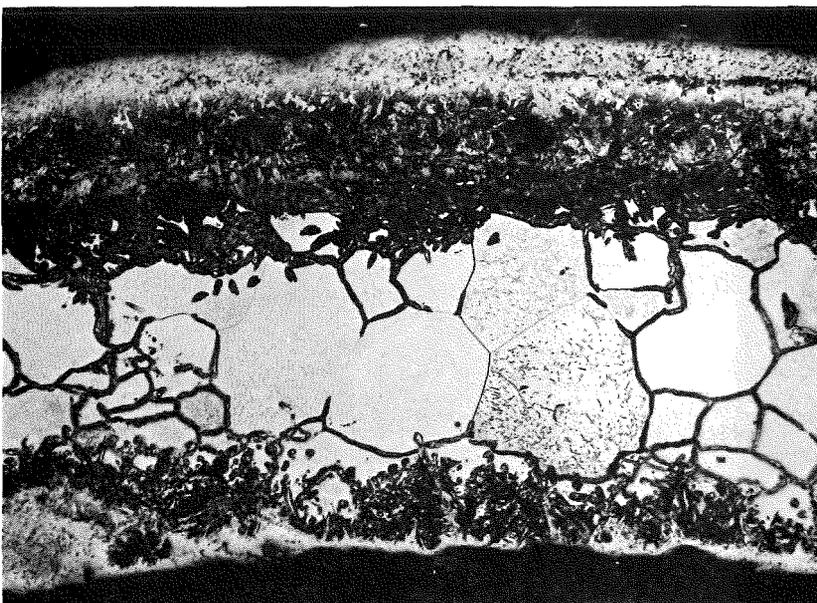
Übersicht

12-fach



Stromleiter
geätzt

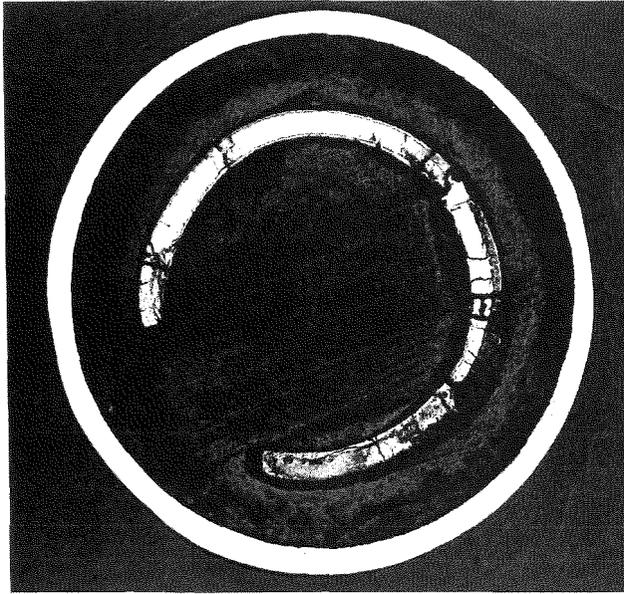
200-fach



Stromleiter
geätzt

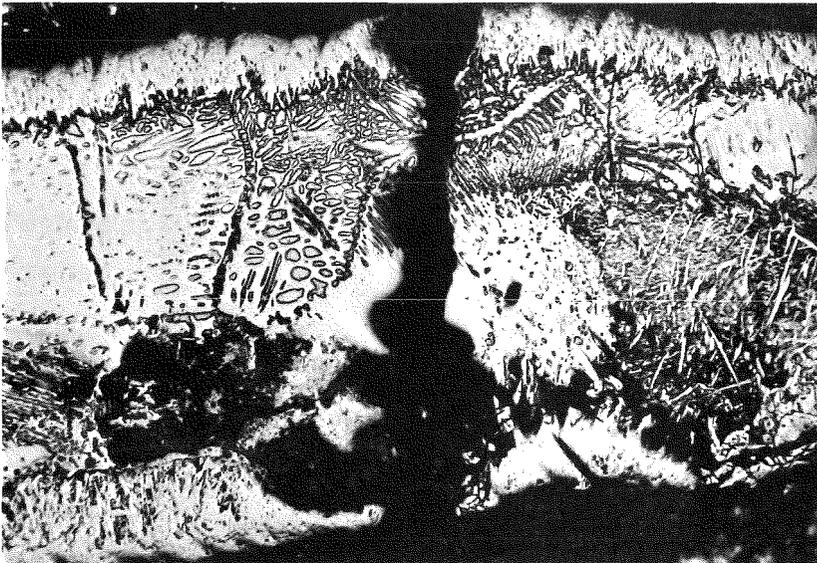
200-fach

ABB. 33: SCHLIFF VON HEIZSTAB NR. 288



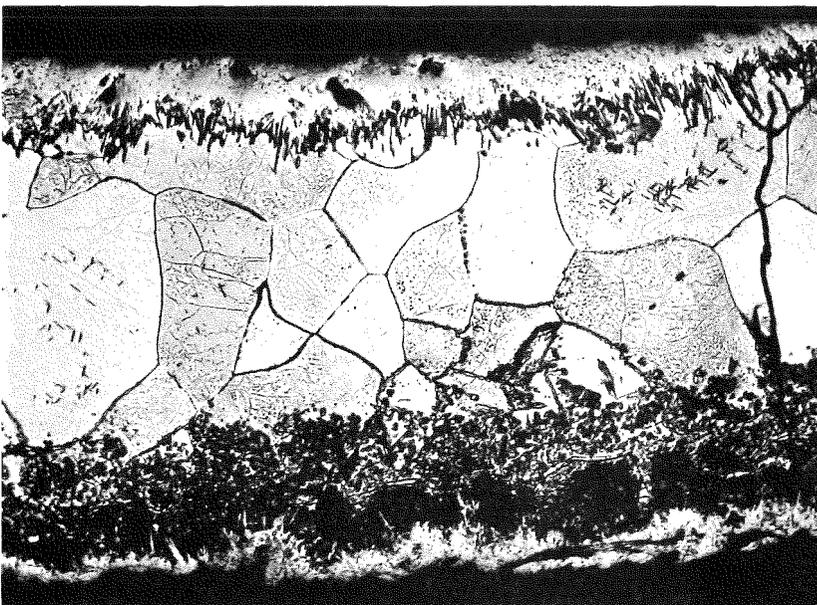
Übersicht

12-fach



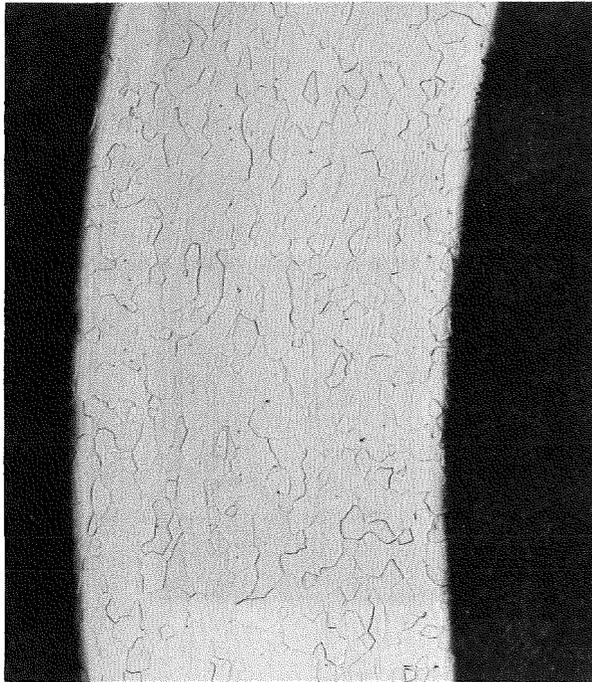
Stromleiter
geätzt

200-fach

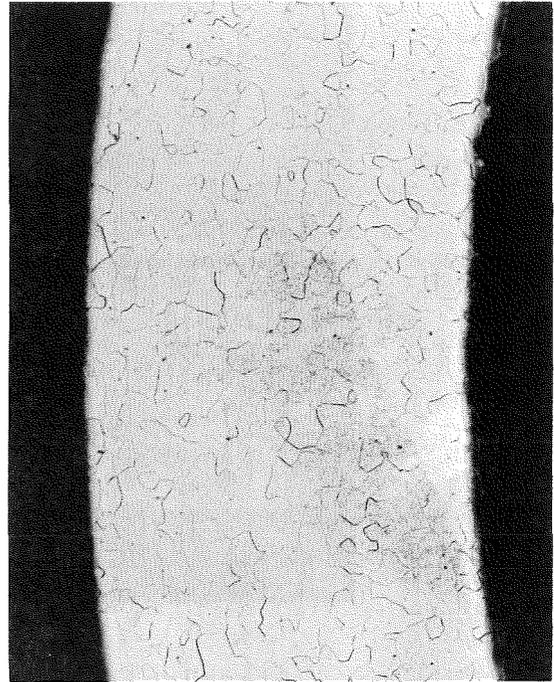


Stromleiter
geätzt

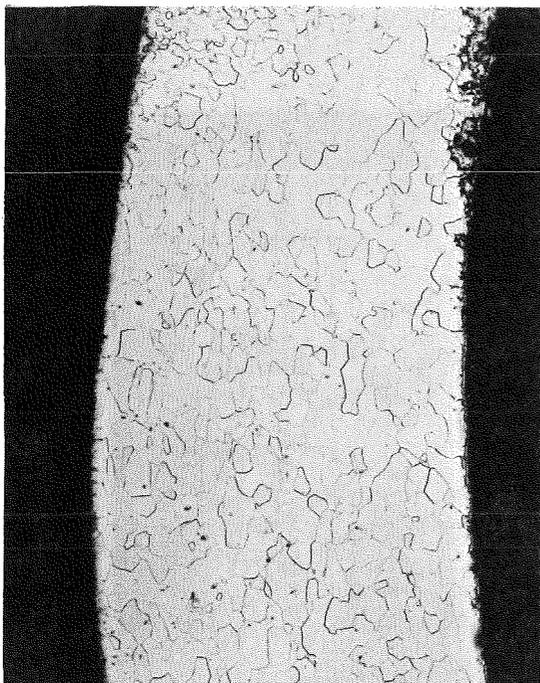
200-fach



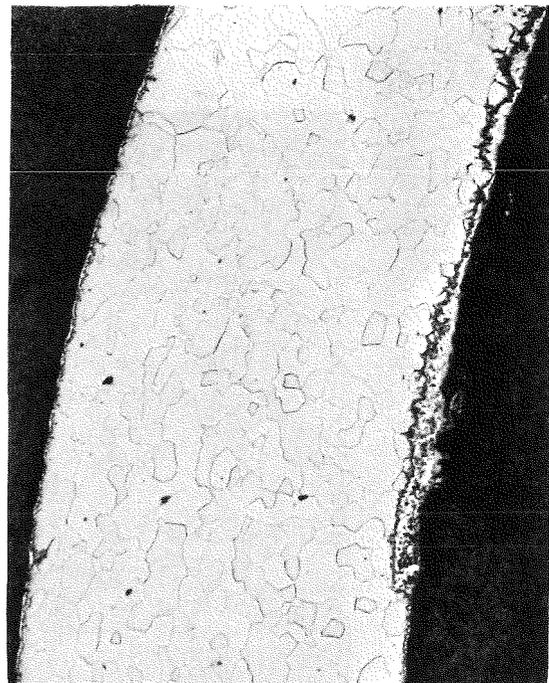
1200°C



1300°C

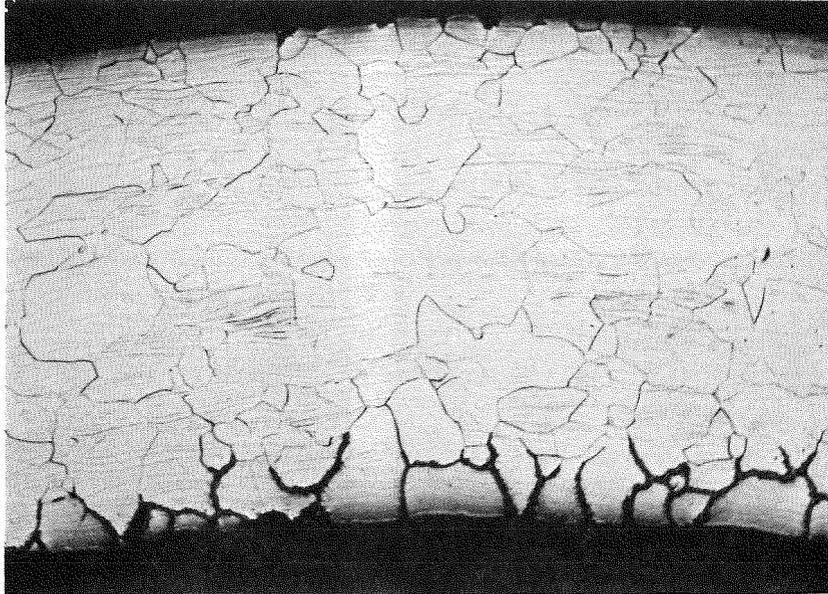


1400°C



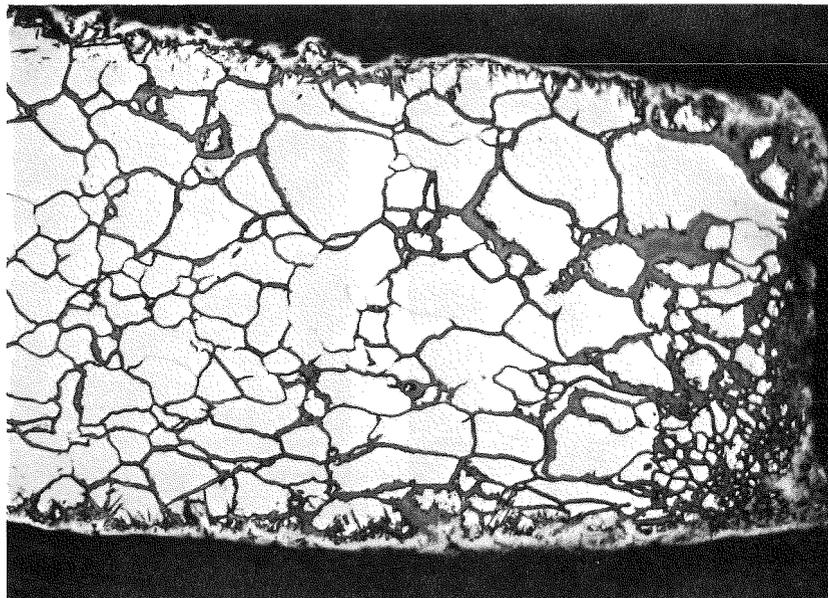
1500°C

ABB. 35: GEFÜGE DER STROMLEITER (TA 10 % W) NACH GLÜHVERSUCHEN ÜBER 2,5 H IN HE-ATMOSPHERE BEI VERSCH. TEMPERATUREN



200-fach

Stromleitertemperatur ~ 1200 °C



200-fach

Stromleitertemperatur ~ 1300 °C

ABB. 36: SCHLIFFE DES STROMLEITERS VON HEIZSTAB NR. 280 NACH DER ERPROBUNG AUS 2 VERSCHIEDENEN AXIALEN POSITIONEN