

KfK 2665
Juli 1978

Untersuchungen zur Zusammensetzung von Lösungsrückständen aus der Wiederaufarbeitung bestrahlter LWR-Brennstäbe

H. Kleykamp
Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

KfK 2665

Untersuchungen zur Zusammensetzung von Lösungsrückständen aus
der Wiederaufarbeitung bestrahlter LWR-Brennstäbe

H. Kleykamp

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Zusammenfassung

In einer Vorstudie zur Analyse hochaktiver Lösungsrückstände aus der Wiederaufarbeitung bestrahlter Mischoxidbrennstoffe wurden mit der abgeschirmten Elektronenstrahl-Mikrosonde Lösungsrückstände von LWR-Brennelementen untersucht, die im Kernkraftwerk Obrigheim in der Zeit des ersten bis vierten Reaktorzyklus eingesetzt waren. In den Rückständen von etwa 0,2 % des Brennstoffanteils wurden zwei Typen von Phasen beobachtet. Der erste, nicht gelöste Typ besteht aus metallischen Phasen, die nach ihrer Zusammensetzung auf Reste von Federtellern, Brennstabhüllen und -hüllen sowie Hartlot für die Abstandshalter hinweisen, und keramischen Phasen, die im wesentlichen aus Al_2O_3 (Ausgleichsscheiben), SiO_2 , SiC und oxidiertem Zircaloy bestehen. Der zweite, während des Auflösungsprozesses wahrscheinlich wieder ausgeschiedene Typ ist volumenmäßig der überwiegende, liegt in mehrphasiger nichtmetallischer Form vor und besteht hauptsächlich aus Ruthenium und Molybdän sowie in geringerer Konzentration aus Zirkonium, Technetium, Rhodium, Palladium, Tellur und Uran (0,5 bis 2 %). Ferner existieren in den kleineren Siebfractionen ($< 0,3$ mm) des Lösungsrückstands einige vorwiegend aus Zinnoxid bestehende Sekundärpartikel, in denen sich bis zu $5 \mu\text{m}$ große $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ -Einschlüsse mit einem PuO_2 -Anteil von maximal 80 % befinden.

Studies of the Composition of Solution Residues from the Reprocessing of LWR Fuel Pins

Summary

Preliminary studies in the scope of the analysis of high active residues from the reprocessing of irradiated mixed oxide fuels have been performed, using the shielded electronprobe microanalyser, to investigate the residues of LWR fuel elements which have been operated in the nuclear power plant Obrigheim from the first to the fourth reactor cycle. Two types of precipitates have been observed in the residues of 0.2 % of the total fuel fraction. The first undissolved type consists of metallic phases which in respect of their composition point to remainders of spring caps, distance tubes, clads and brazing lots for the spacers, and ceramic phases which are essentially composed of Al_2O_3 (washers), SiO_2 , SiC and oxidized zircaloy. The second type probably reprecipitated during the dissolution dominates with regard to its volume, appears in a multi-phase non-metallic form and consists mainly of ruthenium and molybdenum, in smaller amounts of zirconium, technetium, rhodium, palladium, tellurium and uranium (0.5 to 2 %). Further, the smaller sieve fractions (< 0.3 mm) of the residues contain some secondary particles essentially of tin oxide; within these particles, $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ inclusions are found up to $5 \mu\text{m}$ in diameter with a maximum PuO_2 content up to 80 %.

Als Manuskript eingereicht am 4.7.78

Inhaltsverzeichnis:

Seite

1. Einleitung	1
2. Probenverteilung für die Mikrobereichsanalyse	1
3. Ergebnisse	2
4. Folgerungen	8
5. Abbildungen	9-28

1. Einleitung

In einer Vorstudie über die Zusammensetzung von hochaktiven Rückständen aus der Wiederaufarbeitung bestrahlter SNR-Mischoxidbrennstoffe wurden Lösungsrückstände von LWR-Brennelementen untersucht, die im Kernkraftwerk Obrigheim in der Zeit des ersten bis vierten Reaktorzyklus (März 1969 bis September 1973) eingesetzt worden waren. Die in der Milli-Anlage des Instituts für Heiße Chemie im Versuch Nr. 8 wiederaufgearbeiteten Brennstäbe entstammen den Standard-Brennelementen Nr. 104 (Erstkern, 3 Zyklen) und Nr. 127 (1. Nachladung, 3 Zyklen), die bei einer Einsatzzeit von 1091 bzw. 869 Vollasttagen bis zu einem Abbrand von 30100 bzw. 31200 MWd/t U bestrahlt worden waren. Die Abstandshalter dieser Brennelemente waren unter Verwendung eines als "Microbrass" bekannten Hartlots geschweißt worden, das dem Nickelbasis-Werkstoff 2.4508 ähnlich ist. Die Startanreicherung des UO_2 -Brennstoffs hatte 3,1 % U-235 betragen. Die Zircaloy-Hüllrohre waren von Sandvik hergestellt worden.

2. Probenvorbereitung für die Mikrobereichsanalyse

Das für die Auflöserversuche vorgesehene Material aus den genannten Brennelementen enthielt eine Brennstoffmenge von 8,3 kg. Vom gesamten Material blieben etwa 16 g, das sind auf den Brennstoff bezogen 0,2 % als Lösungsrückstand zurück. Diese Menge hatte eine Quellstärke von etwa 15 Ci(γ). Das trockene Pulver wurde in vier Fraktionen mit einer Sekundärpartikelgröße von > 1 mm, 0,3 bis 1 mm, 0,1 bis 0,3 mm und $< 0,1$ mm ausgesiebt. Die Siebanalyse ist in Tabelle I dargestellt. Die häufigste Sekundärpartikelgröße befindet sich in der Fraktion 2 mit 0,3 bis 1 mm Durchmesser.

Tabelle I: Siebanalyse des Lösungsrückstands in einer Gesamtmenge von etwa 16 g

Fraktion	Korngröße (μm)	Masse (g)
1	> 1000	4,2
2	315 - 1000	7,2
3	100 - 315	1,9
4	< 100	2,6

Aus jeder Siebfraktion wurden nur einige Partikel in Schliffe eingebettet (Übersichtsaufnahmen in Abb. 1, 6, 9 und 15), um die Quellstärke möglichst niedrig zu halten. Als γ -Dosisleistung wurden Werte zwischen 20 und 80 mrem/h in 30 cm Abstand gemessen, die zwar um einen Faktor zehn niedriger lagen als die üblichen Werte von Brennstabquerschliffen, die zur Untersuchung gelangen; da die Quellstärke aber auf wenige mm² aktive Fläche konzentriert war, konnte eine quantitative Analyse in der notwendigen Genauigkeit nicht in allen Fällen durchgeführt werden. Von den Schliffen wurden α - und β - γ -Autoradiographien angefertigt (Abb. 1, 6, 10 und 16), die bereits qualitative Hinweise auf stärker α -strahlende Partikel (z.B. Position 4 in Abb. 10) und auf Anreicherungen β -strahlender Spaltprodukte (z.B. Abb. 6) ergaben.

3. Ergebnisse

An den angeschliffenen Sekundärpartikeln wurden mikrobereichsanalytische Untersuchungen durchgeführt, aus denen sich eine eindeutige Aussage über die Herkunft der Lösungsrückstände ergibt. An den in den Abb. 2, 7, 9, 11, 12, 13, 15 und 18 mit lateinischen oder griechischen Buchstaben angegebenen Rückständen oder Ausscheidungen wurden quantitative Punktanalysen durchgeführt, deren Ergebnisse in den Tabellen II bis V nach den Siebfraktionen geordnet zusammengestellt sind. Die Herkunft der Ausscheidungen wird in den Tabellen mitgeteilt. Ferner sind in den Abb. 2, 7, 9 und 10 mit arabischen Ziffern bezeichnete Ausschnitte angegeben, denen die in den Abb. 3, 4, 8, 13 und 14 dargestellten Sekundärelektronenbilder und elementspezifische Verteilungsbilder entsprechen, welche über die flächenhafte Verteilung und Konzentration der Elemente Auskunft geben. Weiterhin ist in Abb. 5 ein unbehandeltes Partikel mit seiner ursprünglichen Oberfläche aus der Fraktion 1 durch Sekundärelektronenbilder in verschiedenen Vergrößerungen dargestellt.

In den Rückständen werden zwei Gruppen von Phasen beobachtet, eine Gruppe von nicht oder nur teilweise gelösten Materialien, die im lichtoptischen Gefügebild kompakt und dicht erscheinen, und eine zweite Gruppe von Phasen, die porös sind, sich aus der Lösung wahrscheinlich wieder ausgeschieden haben und zu größeren Einheiten agglomeriert sind. Zur ersten Gruppe zählen nach ihrer Zusammensetzung metallische Reste von Federn, Federtellern, Brennstabhülsen und Zircaloy-Hüllrohren sowie

Tabelle II: Quantitative Analyse von Lösungsrückständen aus der Fraktion 1 (in Gew. %)

Ausscheidung	Abbildung	Zusammensetzung	Herkunft
a	2, 3	35 % Fe 18 % Cr 42 % Ni 2 % Mo 0,3 % Ti 0,5 % Cu	Hartlot für Abstandshalter
b	2, 4	98 % Zr 1,3 % Sn	Zry-Hüllrohre
c	2, 3, 4	18 % Mo ⁺ 2 % Te 8 % Ru 2 % Rh 2 % Pd 8 % Zr 1 % Te < 1 % U 8 % O	Spaltprodukte, im Gefügebild stark porös und dunkelgrau
d	2, 3	21 % Mo ⁺ 4 % Te 40 % Ru 7 % Rh 6 % Pd 2 % Zr 2 % Te 1,2 % U 8 % O	Spaltprodukte, im Gefügebild porös und hellgrau
e	2	Al ₂ O ₃	Endscheiben
f	2, 4	Ti - Cr - Al	Federn

⁺ unkorrigierte Intensitäten

Tabelle III: Quantitative Analyse von Lösungsrückständen aus der Fraktion 2 (in Gew. %)

Ausscheidung	Abbildung	Zusammensetzung	Herkunft
g	7, 8	19 % Mo 3 % Tc 44 % Ru 7 % Rh 6 % Pd 3 % Zr 3 % Te 1 % U 13 % O	Spaltprodukte, im Gefügebild porös und hellgrau
h	7, 8	42 % Si ~ 50 % O 2 % Al 0,2 % Ca	Glas
i	7, 8	wie Aussch. a	Hartlot für Abstandshalter
k	7	71 % Fe 18 % Cr 11 % Ni 1 % Mn	Brennstabhülsen oder Federteller
l	7	34 % Fe 18 % Cr 43 % Ni 1,5 % Cu 2,2 % Mo 0,3 % Ti	Hartlot für Abstandshalter, ähnlich den Ausscheidungen a und i
m	7	1,4 % U Rest Spaltprodukte	Spaltprodukte, ähnlich den Aussch. d und g.
n	7	68 % Si 30 % C	Schleifkorn
o	7	35 % Fe 42 % Ni Cr - Cu - Mo - Ti	Hartlot für Abstandshalter, ähnlich den Aussch. a, i und l
p	7	Si - O	Quarzglas
q	7	C - Cl	Araldit - Einbettmasse

Tabelle IV: Quantitative Analyse von Lösungsrückständen aus der Fraktion 3 (in Gew. %)

Ausscheidung	Abbildung	Zusammensetzung	Herkunft
r	9	32 % Si ~ 55 % O 2 % Al	Glas
s	9, 11	38 % Al ~ 54 % O 0,7 % Si	Aluminat
t	9, 11	70 % Zr 1 % Sn ~ 26 % O	oxidiertes Zircaloy (~ ZrO ₂)
u	9, 11	17 % Mo 3 % Tc 47 % Ru 6 % Rh 5 % Pd 3 % Zr 3 % Te 5 % U 7 % O	Spaltprodukte, im Gefügebild porös und hellgrau
v	11	33 % Fe 19 % Cr 45 % Ni 2 % Mo 1,7 % Cu 0,3 % Ti	Hartlot für Abstandshalter, ähnlich den Ausscheidungen a, i, l und o
w	11	43 % Mo 0,5 % Ru 20 % Zr 3 % Te 2,4 % U 37 % O	Spaltprodukte
x	12	Si - C	Schleifkorn
y	13	62 % Pu ⁺ 10 % U 8 % O	Pu-reiches Mischoxid mit geringen Mengen Spaltprodukten (Zr)

Fortsetzung dieser Tabelle siehe nächste Seite

Fortsetzung Tabelle IV:

δ	13	32 % Sn ⁺ 7 % Mo 5 % Zr 2 % Te ~ 1 % U < 1 % Pu 13 % O	Spaltprodukte
----------	----	---	---------------

⁺ unkorrigierte Intensitäten

Tabelle V: Quantitative Analyse von Lösungsrückständen aus der Fraktion 4 (in Gew. %)

Ausscheidung	Abbildungung	Zusammensetzung	Herkunft
z	18	Al - O	Al ₂ O ₃ -Endscheiben
α	18	Fe - Cr - Ni - Mo - Ti - Cu	Hartlot für Abstandshalter
β	18	Fe - Cr - Ni - Mo	Brennstabhülsen oder Federteller

"Microbrass", das eine Nickelbasis-Legierung darstellt, dem Werkstoff 2.4508 ähnlich ist und als Hartlot für die Abstandshalter in den Brennelementen Verwendung findet; ferner keramische Phasen, die im wesentlichen aus Al₂O₃ (von den Endscheiben stammend), SiC (vermutlich von Trenn- oder Schleifscheiben herrührend), SiO₂ und aus oxidiertem Zirca-loy bestehen.

Die zweite Gruppe ist volumenmäßig die weitaus überwiegende. Diese Ausscheidungen sind nadelförmig und ineinander verfilzt (Abb. 5) und erscheinen im Gefügebild (Abb. 2, 7, 9, 11 und 12) als dunkelgraue, stark poröse und als hellgraue, weniger stark poröse Agglomerate. Sie bestehen hauptsächlich aus Ruthenium und Molybdän, sowie in geringerer Konzentration aus Rhodium, Palladium, Technetium, Zirconium, Tellur und Sauerstoff, ferner enthalten sie Uran bis zu 2 %, meistens jedoch zwischen 0,5 und 1 %. Diese Ausscheidungen liegen sowohl aufgrund der Mikrobereichsanalyse

als auch nach ihrem matten Aussehen im Gefügebild oxidisch oder hydroxidisch vor, es sei denn, daß innerhalb der porösen Oxidphasen noch kleine Spaltproduktphasen mit einer Teilchengröße $< 1 \mu\text{m}$ metallisch ausgeschieden sind.

Bei der Analyse des Lösungsrückstands von Schnellbrüterbrennstoffen wurden Reste von Edelmetallausscheidungen gefunden; die Zusammensetzung entsprach der bei der Nachuntersuchung von Schnellbrüterbrennstabquerschnitten beobachteten Zusammensetzung. Gegen die Vermutung, daß es sich bei den Spaltproduktausscheidungen des LWR-Lösungsrückstands ebenfalls um ungelöste Edelmetallausscheidungen handelt, sprechen folgende Argumente: (1) die nadelförmige Gestalt der Ausscheidungen im Lösungsrückstand (Abb. 5) stimmt nicht mit der runden Gestalt der Ausscheidungen in LWR-Brennstabquerschnitten überein; (2) die Zusammensetzung der Ausscheidungen im Lösungsrückstand stimmt nicht mit der Zusammensetzung der Ausscheidungen überein, die z.B. in Brennstabproben des Brennelements Nr. 247 der 3. KWONachladung beobachtet wurde: etwa 55 % Mo, 30 % Ru, 10 % Tc, 5 % Rh und Pd; (3) setzt man Einphasigkeit in den beiden oxidischen Phasen (hellgrau und dunkelgrau) voraus, so widerspricht die Anwesenheit von Zirconium und Tellur der Vorstellung, die Phasen seien ungelöste Edelmetallausscheidungen, da diese nur die Elemente Mo, Tc, Ru, Rh und Pd enthalten.

In den kleineren Siebfraktionen mit einer Sekundärpartikelgröße $< 0,3 \text{ mm}$ liegen einige Ausscheidungen vor, die aus oxidierten Zircaloy-Resten, hier vorwiegend aus Zinnoxid bestehen, in welchem Oxide des Zirconiums, Urans, Plutoniums und anderer Elemente gelöst sind. Sie zeichnen sich durch eine erhöhte α -Aktivität aus. Eine Ausscheidung ist als "4" in Abb. 9 und 10 markiert. Eine vergrößerte Darstellung ergibt sich aus Abb. 13 und 14 mit einer halbquantitativen Analyse der Stelle "8", die in Tabelle IV angegeben ist. In diesen Partikeln befinden sich bis zu $5 \mu\text{m}$ große $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ -Einschlüsse mit Maximalwerten von 80 % PuO_2 (Stelle "y" in Abb. 13 mit halbquantitativer Analyse in Tabelle IV).

Bei der oxidativen Auflösung des Zircaloy bleibt ein zinnoxidreicher Mischkristall in feinsten Form im Lösungsrückstand zurück. Ferner kann man annehmen, daß sich das konvertierte Plutonium während des Auflösungsprozesses in kleinen plutoniumoxidreichen $(\text{U,Pu})\text{O}_2$ -Phasen anreichert, die

eine mittlere Teilchengröße von 2 μm annehmen und während des weiteren Verlaufs mit dem Zinnoxidmischkristall zu größeren Einheiten agglomerieren.

Bei einem Versuch zur Abschätzung der Gesamtzusammensetzung des Lösungsrückstands liegt die Beobachtung zugrunde, daß in den Sekundärpartikeln der größeren Siebfractionen die nadelförmigen, porösen Ausscheidungen die zusammenhängende Phase mit über 90 % des Lösungsrückstands darstellen. Dieser Anteil nimmt in den kleineren Siebfractionen jedoch ab. Damit ergibt sich folgende Volumenbilanz:

Spaltprodukte	90 %
Hüll- und Strukturmaterial	8 %
Uranoxid	2 %
Plutoniumoxid	0,02 - 0,1 %

Diese Angaben beziehen sich auf Vol.-% und sollen nur eine grobe Vorstellung vom Anteil der Actiniden im Lösungsrückstand vermitteln.

4. Folgerungen

Während des Auflösungsprozesses ist nur ein Teil der im Rückstand verbliebenen Hüll- und Strukturmaterialreste in Lösung gegangen. Die Menge des Lösungsrückstands läßt sich durch Mahlen vor einem zweiten Lösungsschritt verringern. Die vermutete Wiederausscheidung von Spaltprodukten muß durch eingehende Analyse der Zwischenschritte beim Auflösungsprozeß noch bestätigt werden. Die auch in konzentrierter Salpetersäure unlöslichen Oxide SnO_2 und PuO_2 treten bei der Auflösung des Brennstoffs zunächst als Schwebstoffe mit Teilchengrößen im Submikronbereich auf und agglomerieren im späteren Verlauf des Auflösungsprozesses zu größeren Sekundärpartikeln.

Dank

Den Herren Dipl.Ing. Pejasa, Weih und Weiser RBT, sei für die Probenpräparation und den Herren Gottschalg und Fritzen für die Untersuchungen an der Elektronenstrahl-Mikrosonde gedankt.

Das Manuskript wurde abgeschlossen am 24.05.1978.



Abb. 2

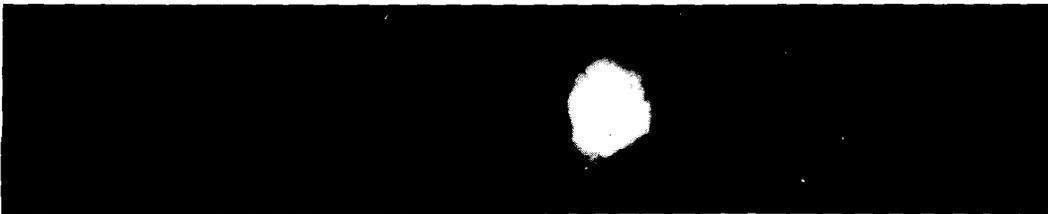


Abb. 1. Gefügeübersicht, α - und β - γ -Autoradiographie (120 bzw. 20 s) eines Schiffs aus der Partikelfraktion 1.

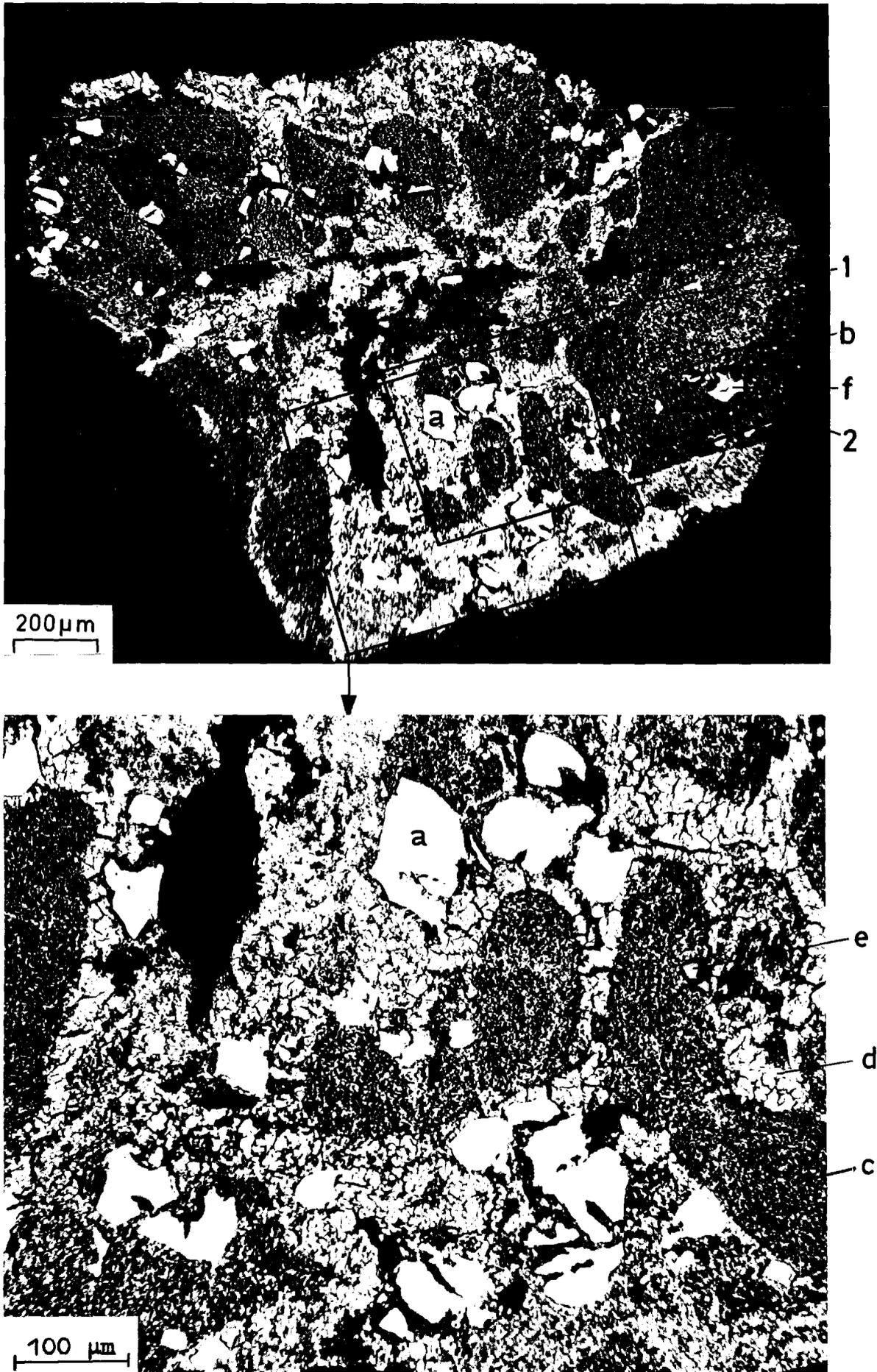
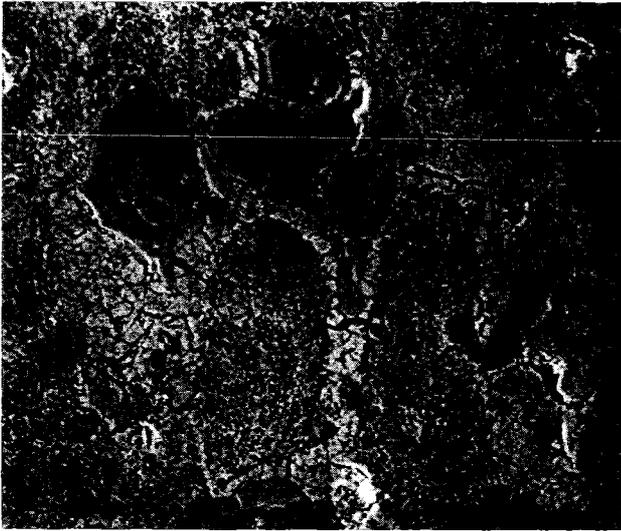
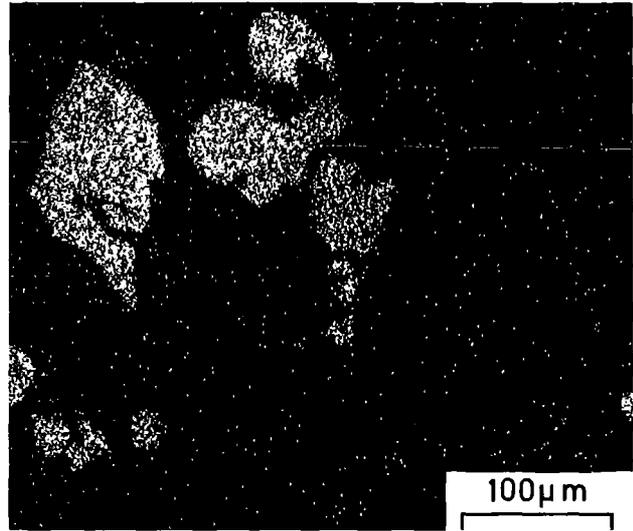


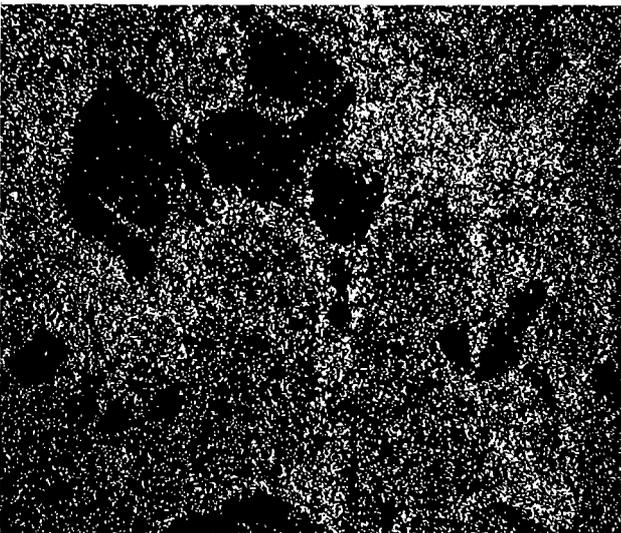
Abb.2. Gefügeübersicht und Ausschnitt aus einem Partikel der Fraktion 1. Die Details "1" und "2" sind in Abb.3 und 4 dargestellt. Die Positionen a bis f beziehen sich auf Punktanalysen (Werte im Text).



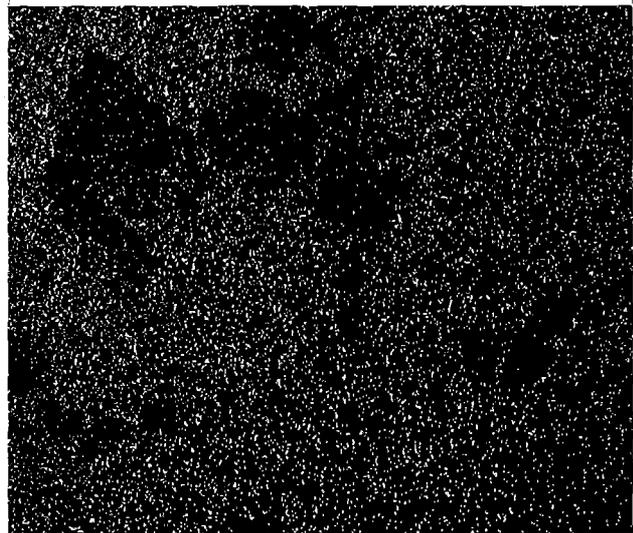
Sekundärelektronenbild



Fe (Ni, Cr, Cu)



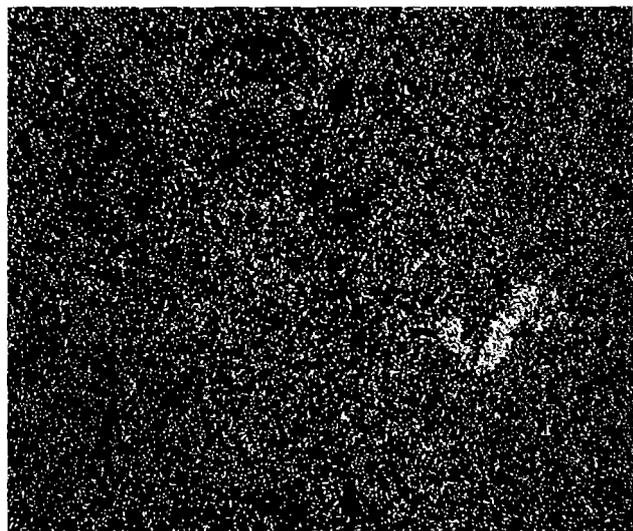
Ru (Tc, Rh, Pd)



Mo (Te)

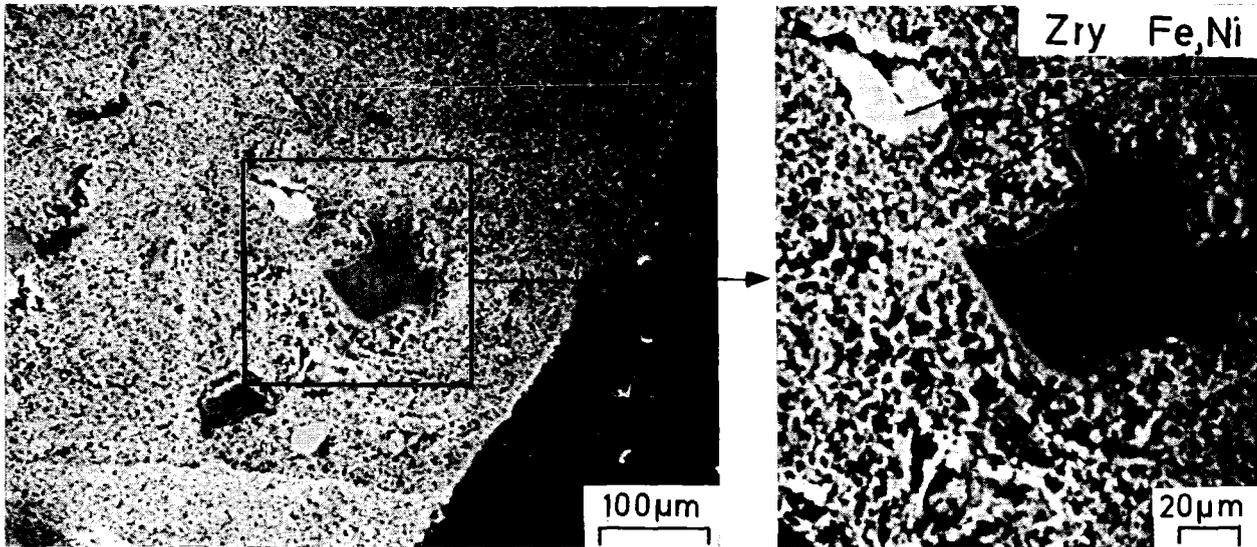


Al

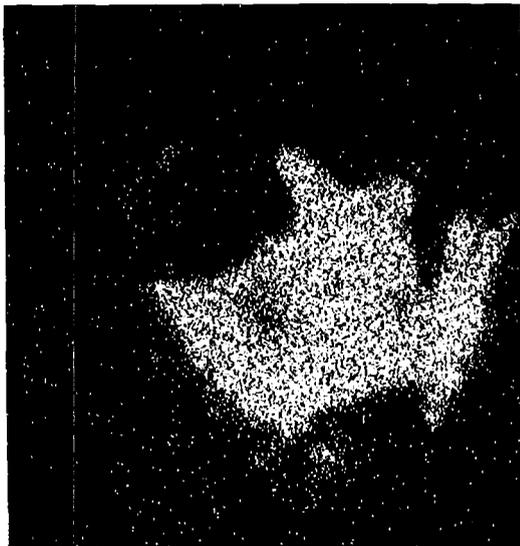


O

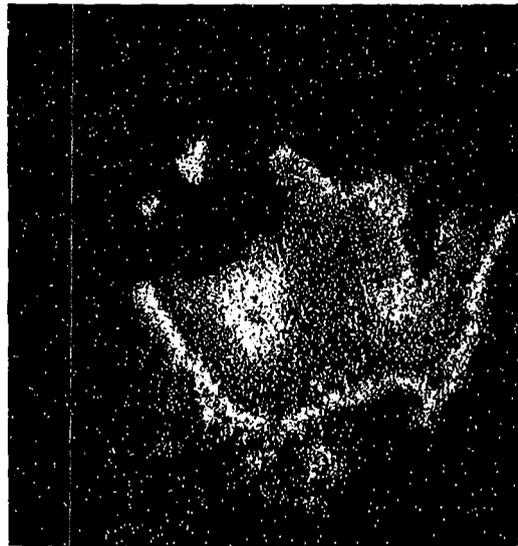
Abb. 3. Sekundärelektronenbild und elementspezifische Verteilungsbilder des Ausschnitts 1 (Abb. 2).



Sekundärelektronenbild

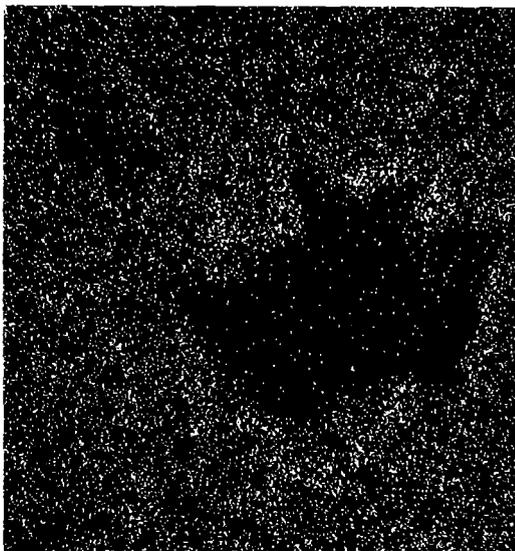


Ti (Al)

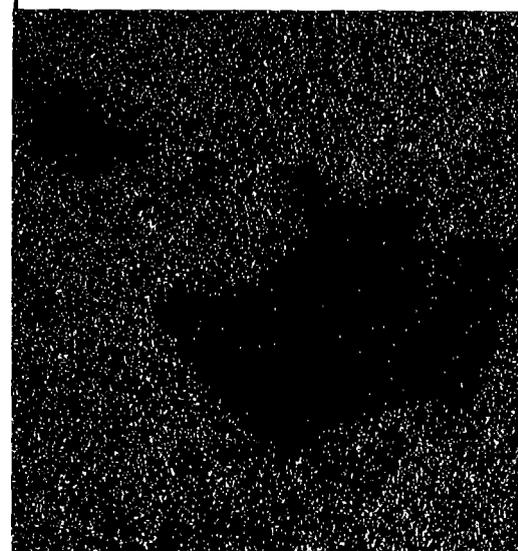


Cr

20µm



Ru



Mo (Tc, Rh, Pd, Te)

Abb. 4. Sekundärelektronenbilder und elementspezifische Verteilungsbilder des Ausschnitts 2 (Abb. 2)

Partikel Einbettung

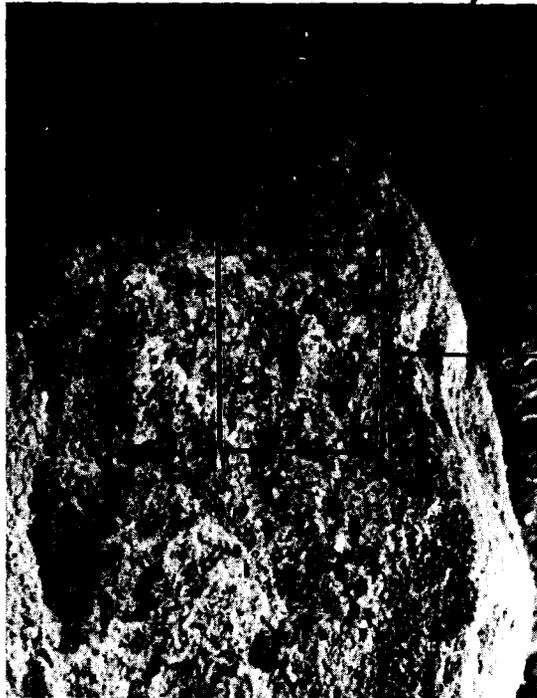


Abb. 5. Sekundärelektronenbilder unterschiedlicher Vergrößerung eines un-
behandelten Partikels der Fraktion 1.

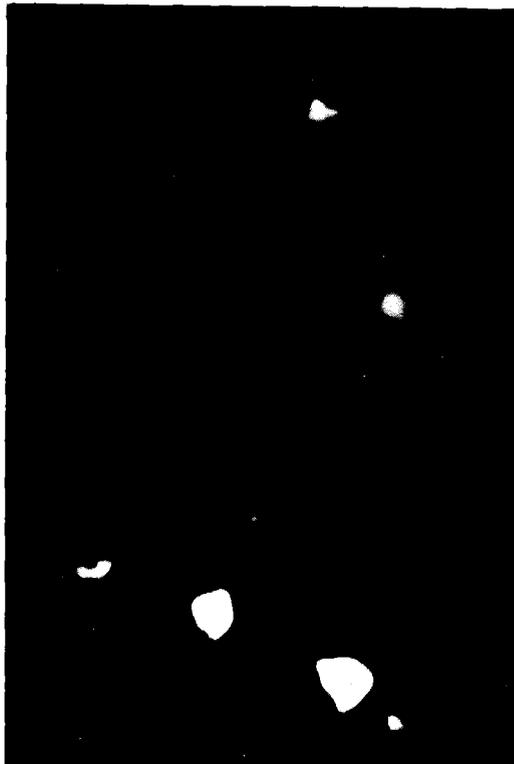
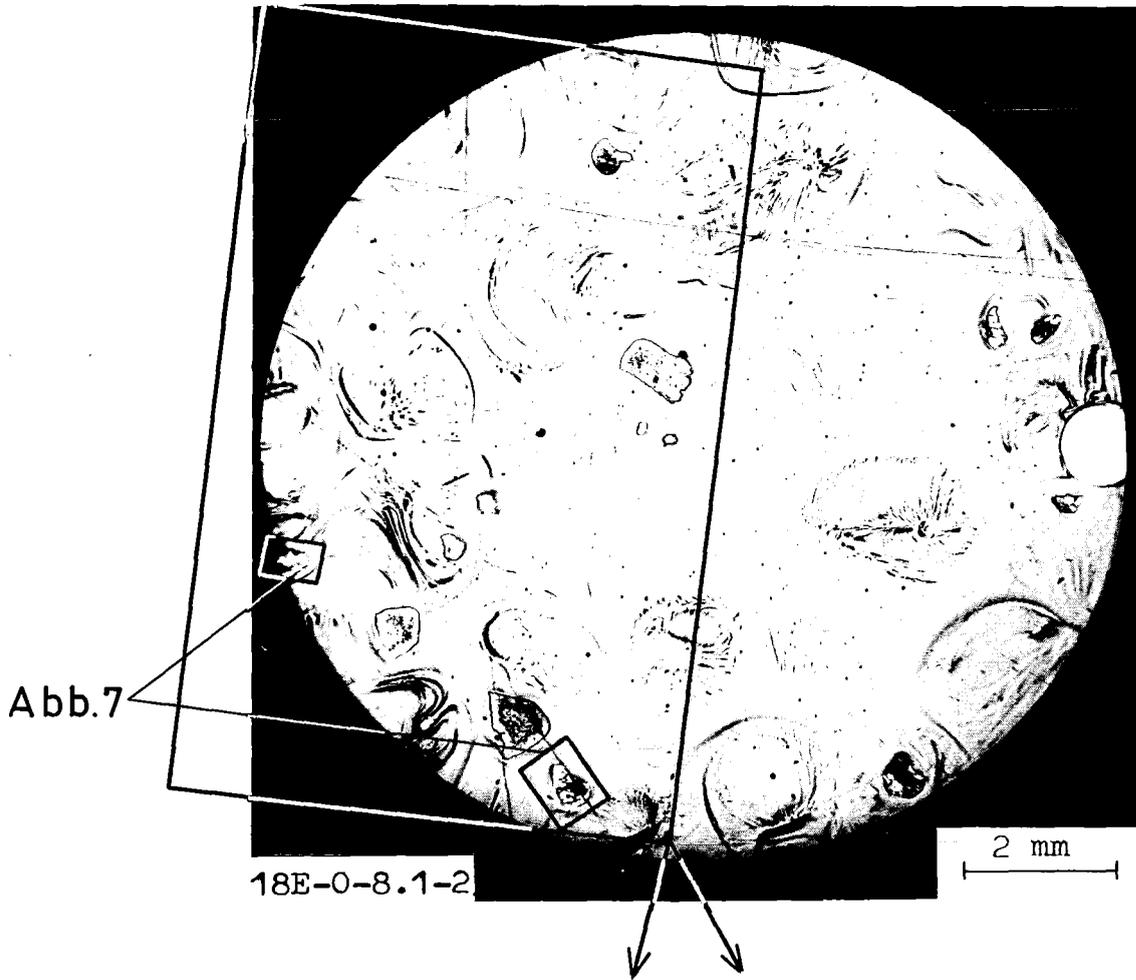


Abb. 6. Gefügeübersicht, α - und β - γ -Autoradiographie (120 bzw. 20 s) eines Schliffs aus der Partikelfraktion 2.

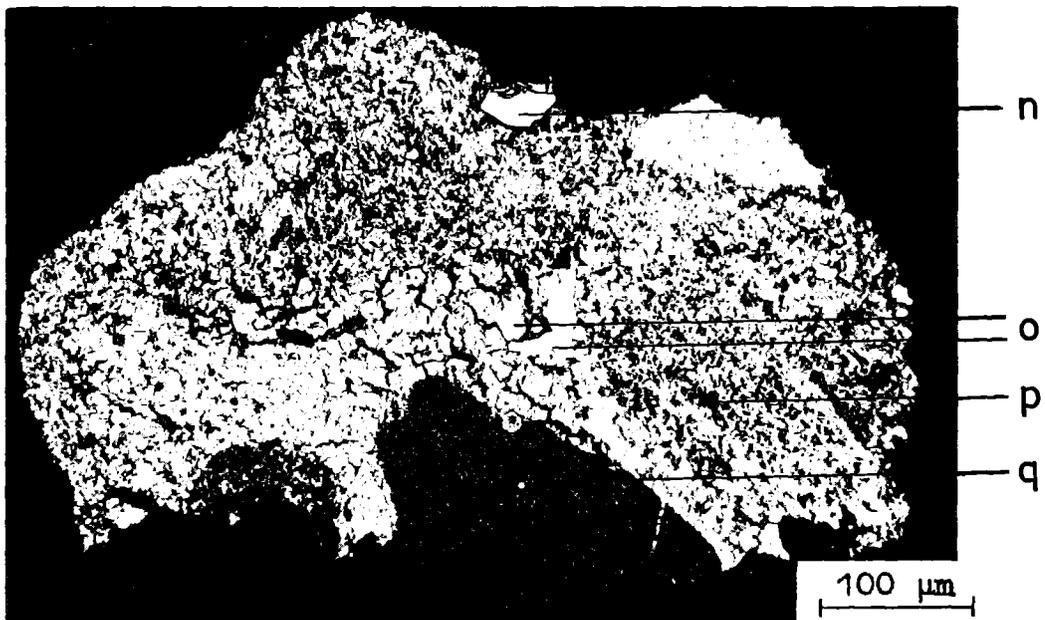
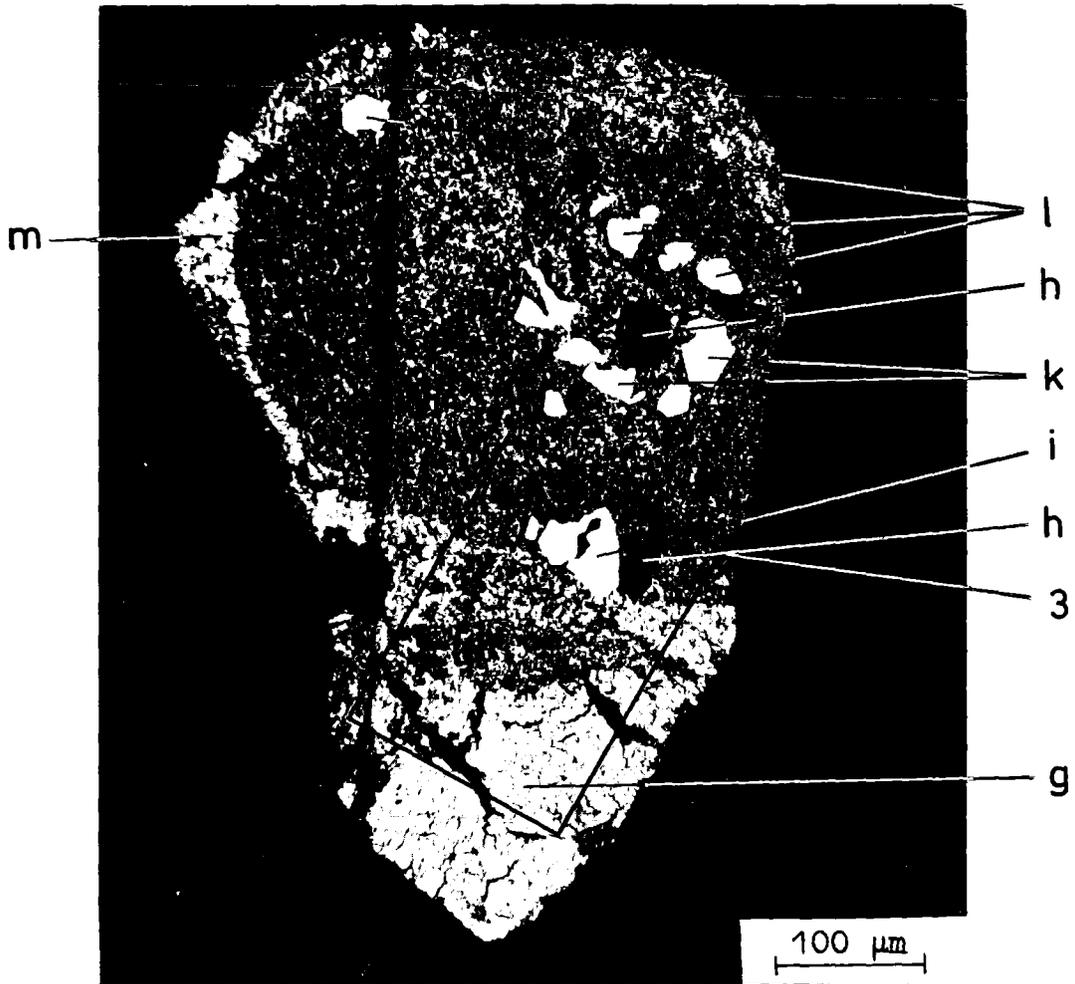
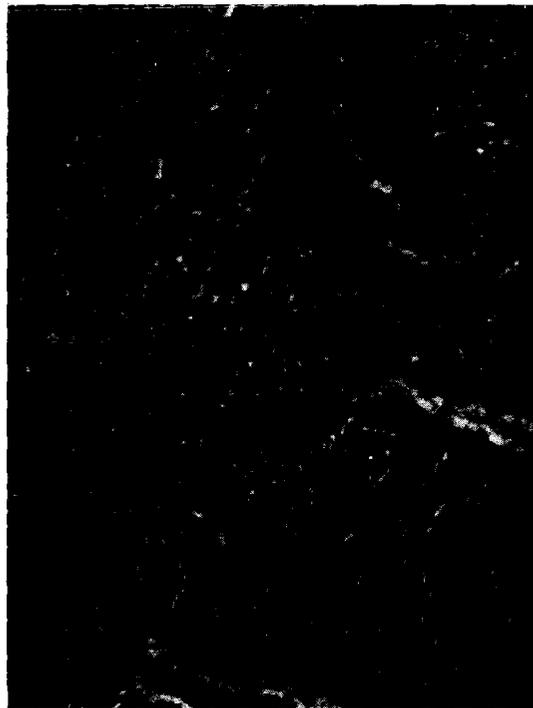


Abb.7. Gefügeübersicht von zwei Partikeln der Fraktion 2. Das Detail "3" ist in Abb.8 dargestellt. Die Positionen g bis q beziehen sich auf Punktanalysen (Werte im Text).



Sekundärelektronenbild

Inverses Sek. Elektr. Bild

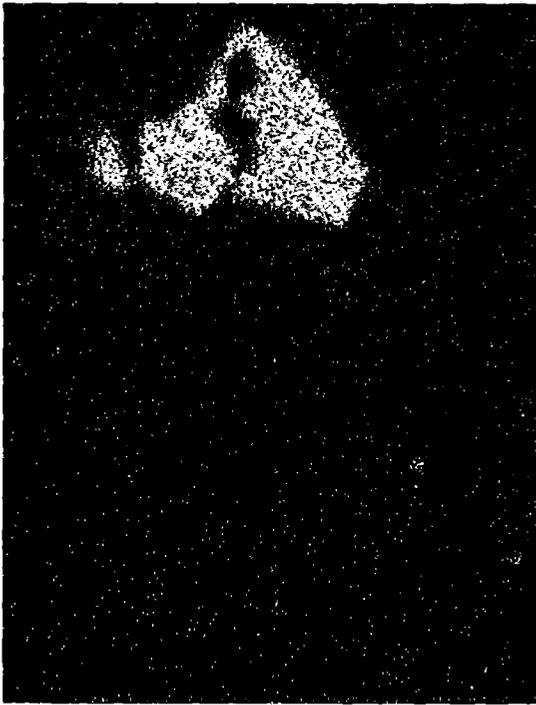
20µm



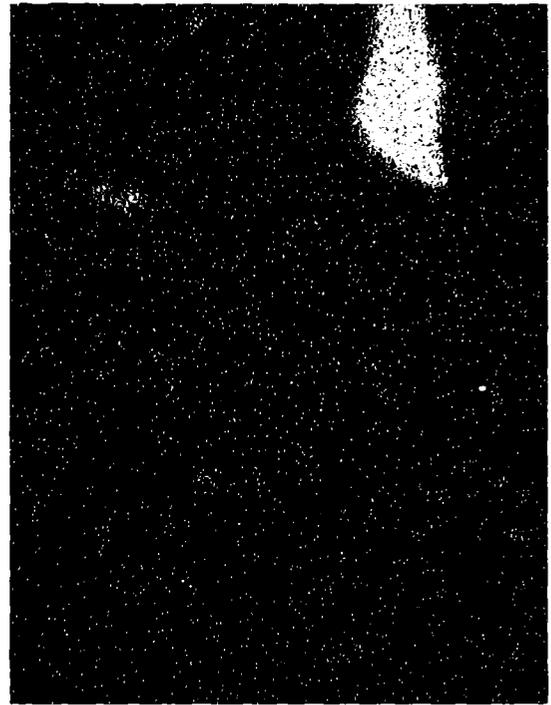
Ru (Tc, Rh, Pd)

Mo

Abb. 8. Sekundärelektronenbilder und elementspezifische Verteilungsbilder des Ausschnitts 3 (Abb. 7)



Fe (Cr, Ni, Cu)

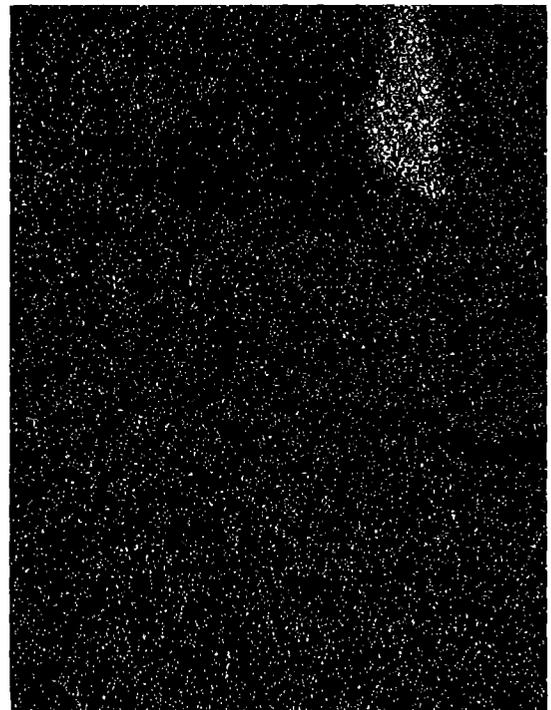


Si (Al, Ca)

20 μ m



Zr



O

Abb. 8 Fortsetzung

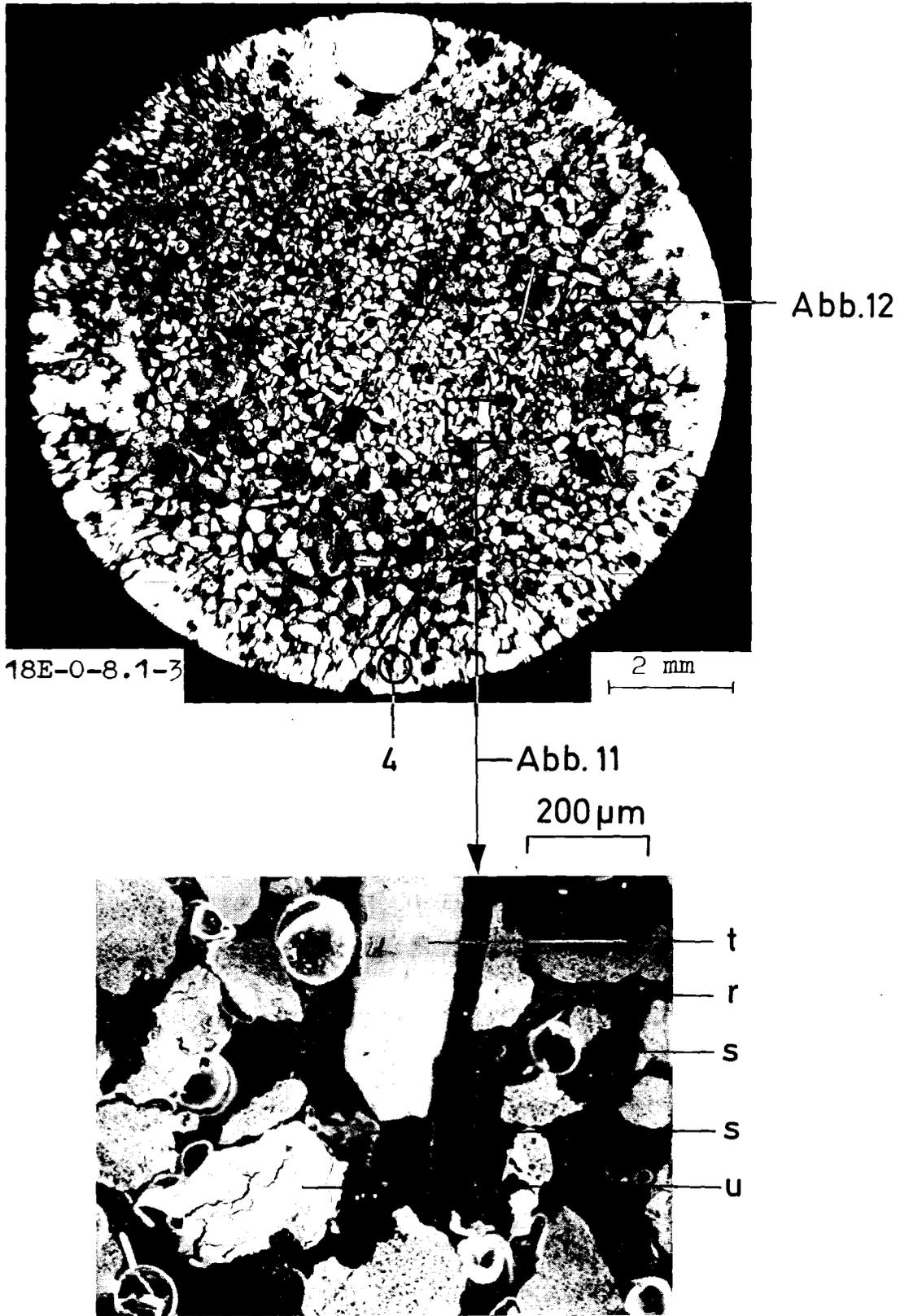


Abb. 9. Gefügeübersicht und sekundärelektronenoptischer Ausschnitt eines Schiffs aus der Partikelfraktion 3. Das Detail "4" ist in Abb. 13 dargestellt. Die Positionen r bis u beziehen sich auf Punktanalysen (Werte im Text).

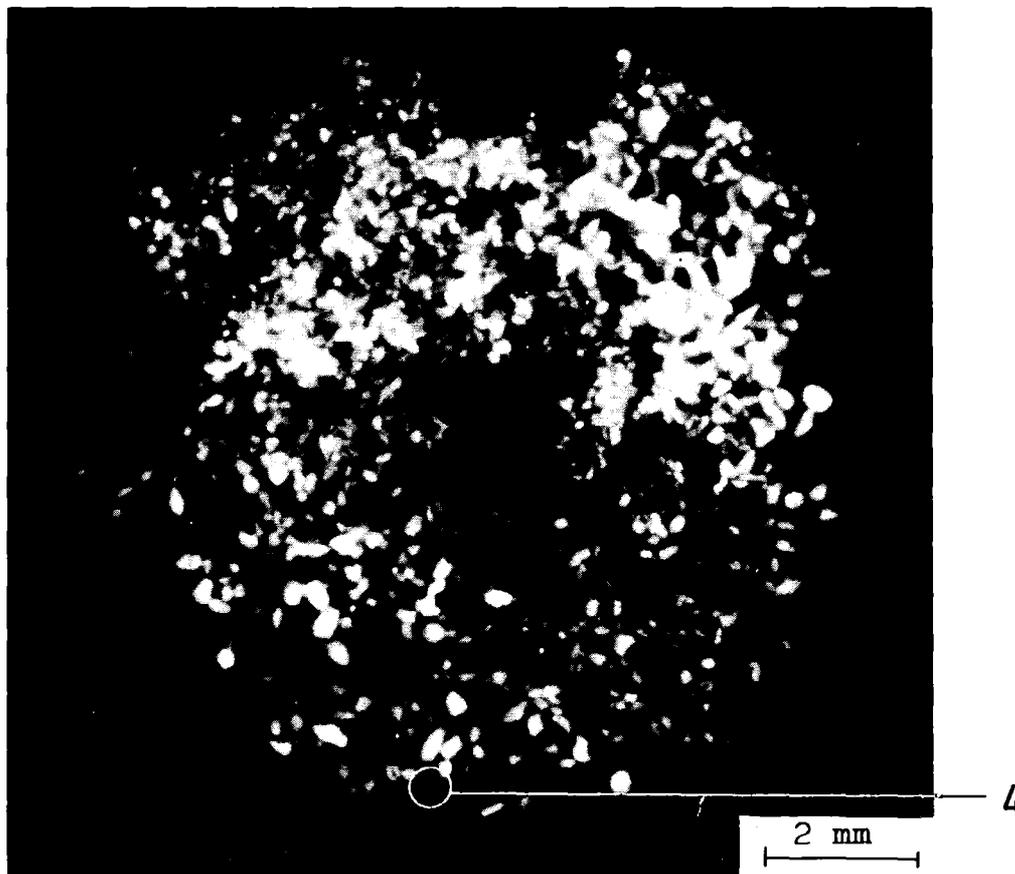
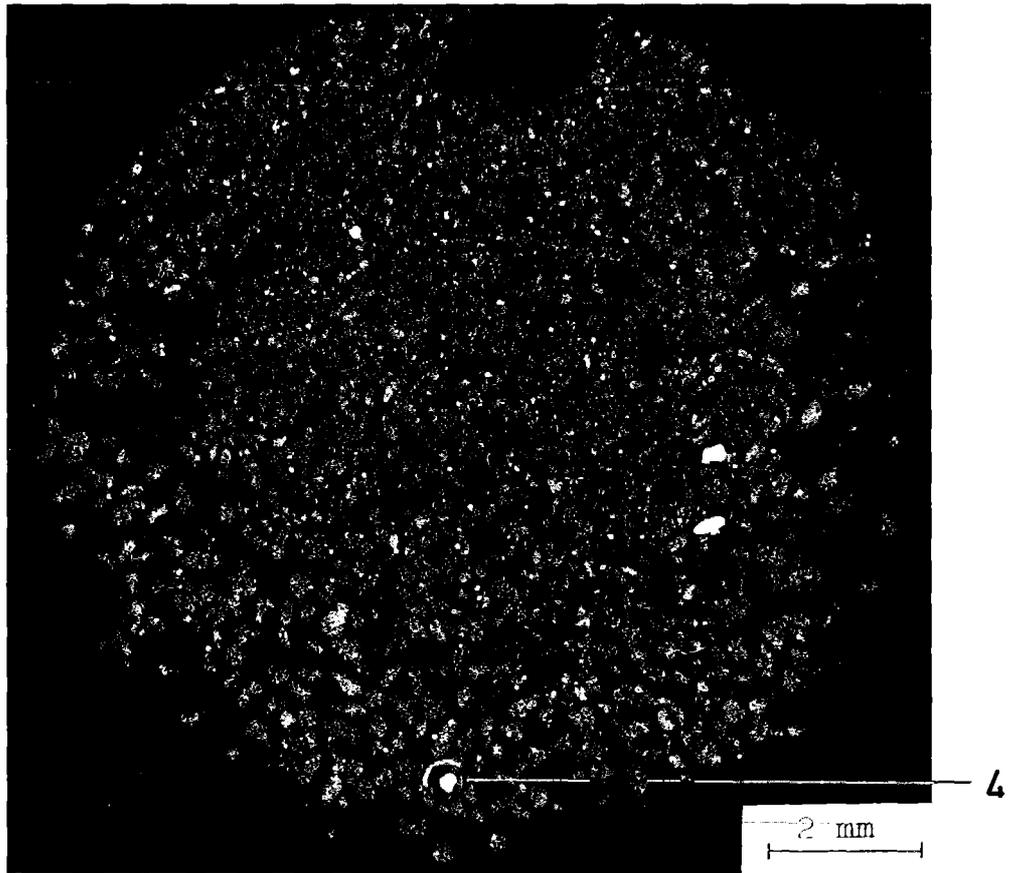


Abb.10. α - und β - γ -Autoradiographie (180 bzw. 60 s) desselben Schliffs aus der Partikelfraktion 3. Das Detail "4" des Gefügebilds und der Autoradiographie ist in Abb.13 dargestellt.

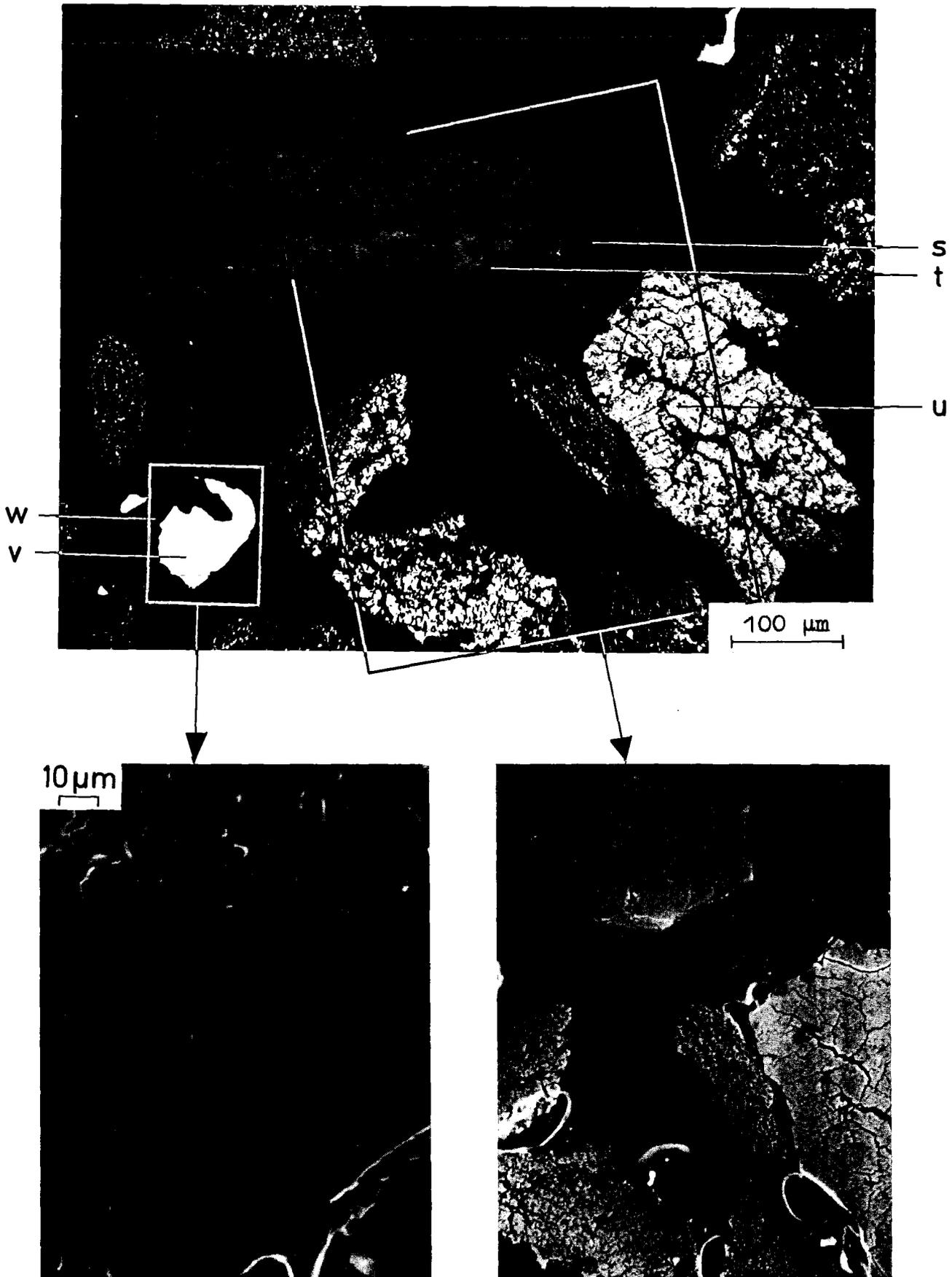
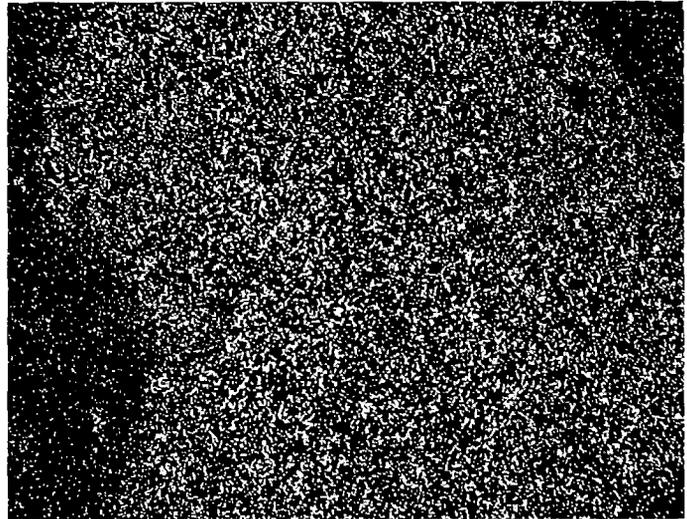
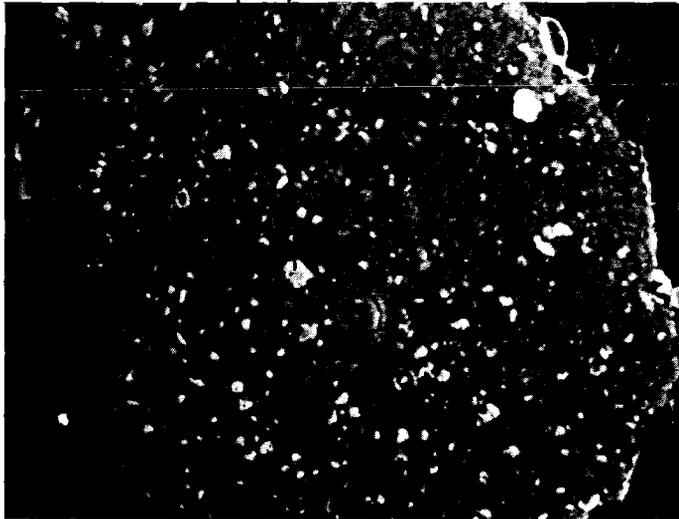


Abb.11. Gefügeübersicht und sekundärelektronenoptische Ausschnitte einiger Partikel aus der Fraktion 3. Die Positionen s bis w beziehen sich auf Punktanalysen (Werte im Text).



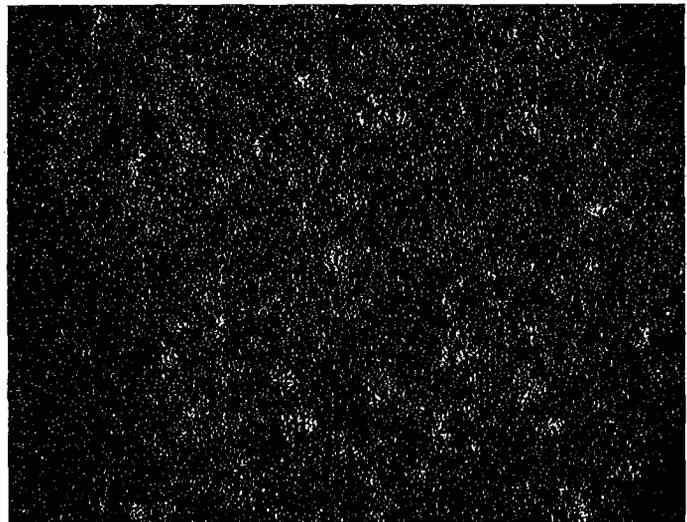
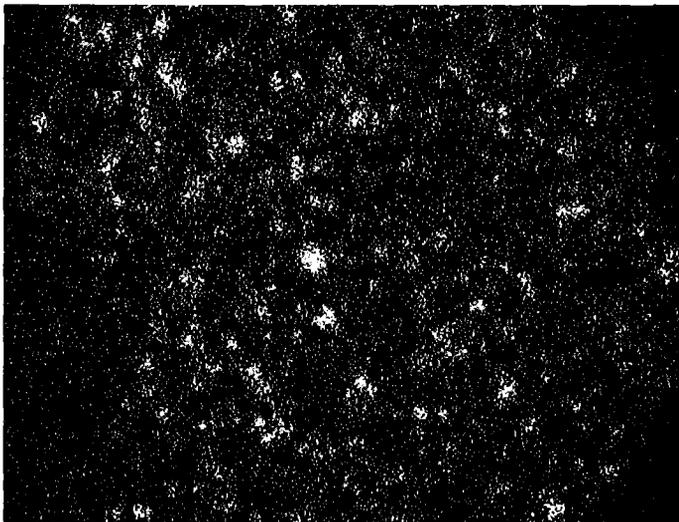
Abb.12. Gefügeübersicht einiger Partikel aus der Fraktion 3. Sekundärelektronenoptischer Ausschnitt aus einem stark porösen Partikel. Die Position x bezieht sich auf Punktanalysen (Werte im Text).

δ y



Sekundärelektronenbild

O



Pu

50 μ m

U



Zr

Sn

Abb. 13: Sekundärelektronenbild und elementspezifische Verteilungsbilder des Ausschnitts 4 (Abb. 9 und 10). Die Positionen δ und y beziehen sich auf Punktanalysen (Werte im Text).

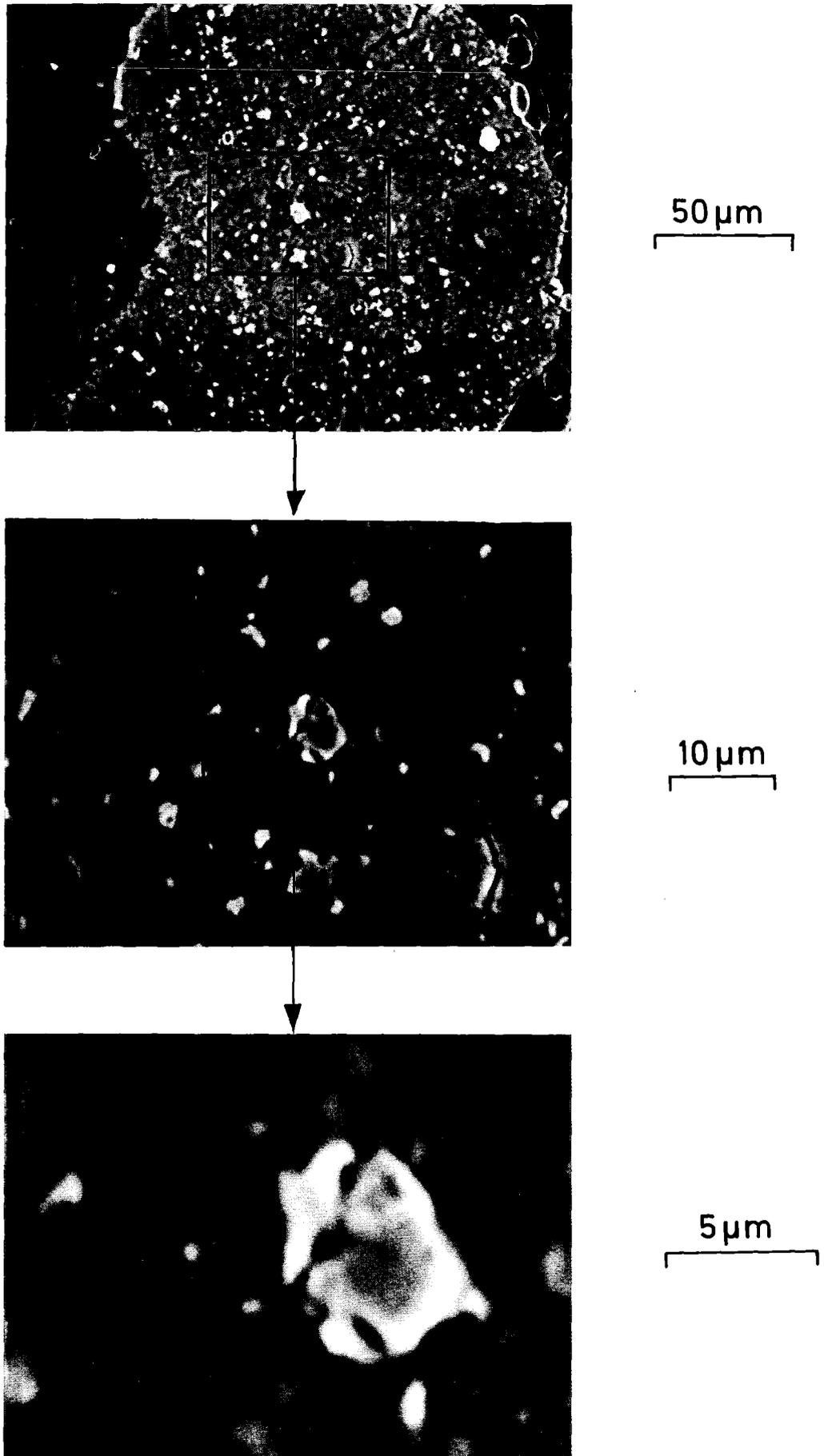


Abb.14. Sekundärelektronenbilder unterschiedlicher Vergrößerung eines stark α -aktiven Partikels (Ausschnitt 4 in Abb.9 und 10), in dem $(U, Pu)O_2$ -Teilchen mit Werten bis zu 80 % PuO_2 ausgeschieden sind.

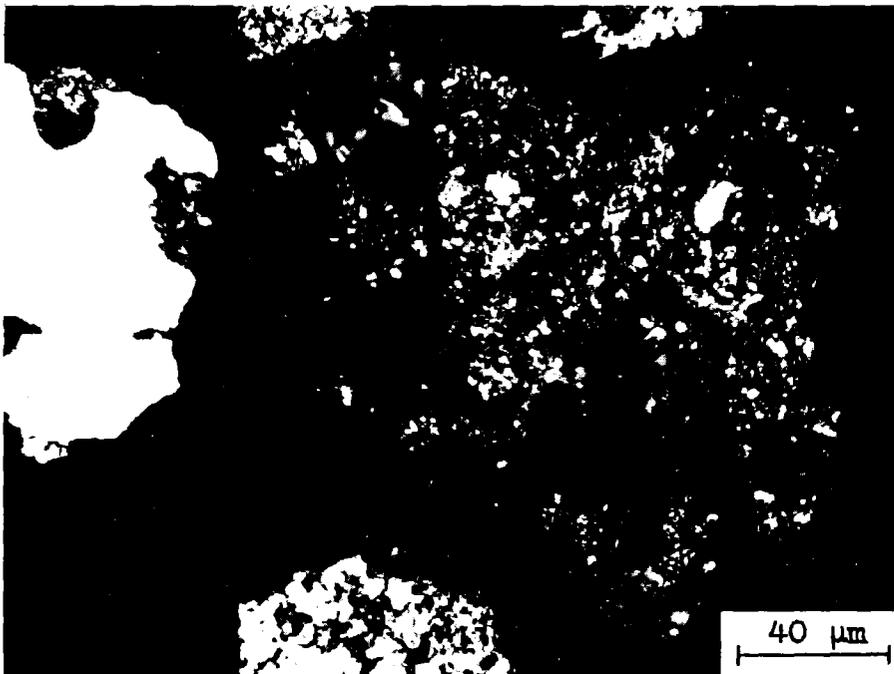
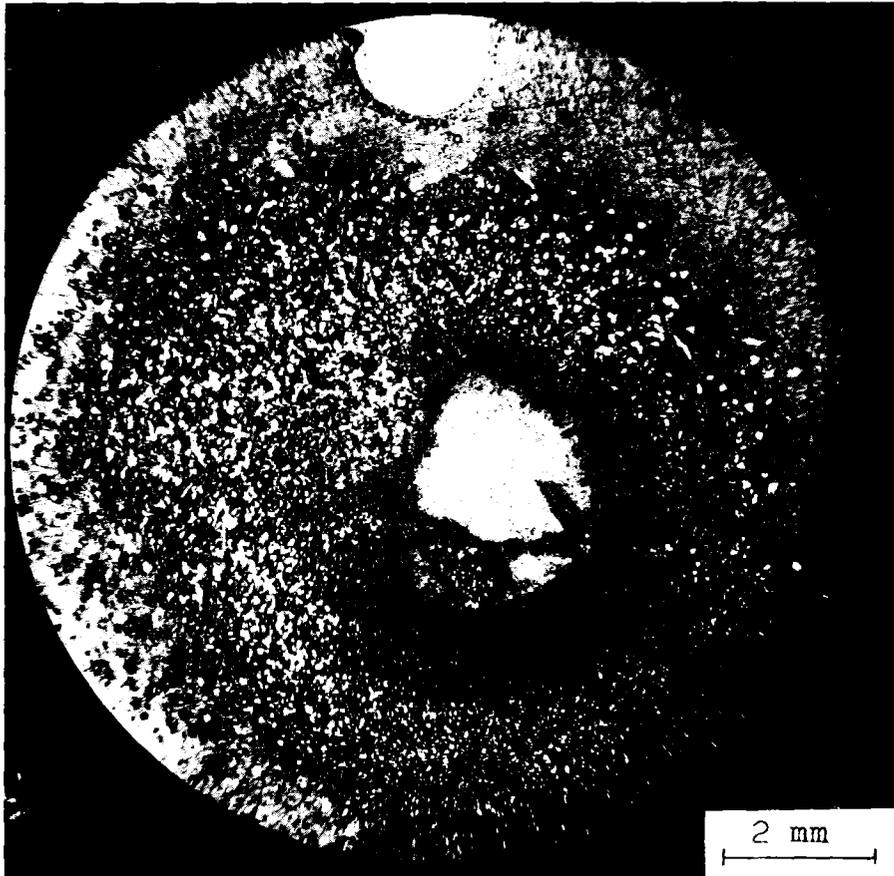


Abb. 15: Gefügeübersicht und nicht lokalisierbarer Gefügeausschnitt eines Schliffs aus der Partikelfraktion 4 mit Stahl- und Al_2O_3 -Ausscheidungen sowie Resten ($< 3 \mu\text{m}$) von oxidierten Spaltprodukten (Mo, Ru,....).

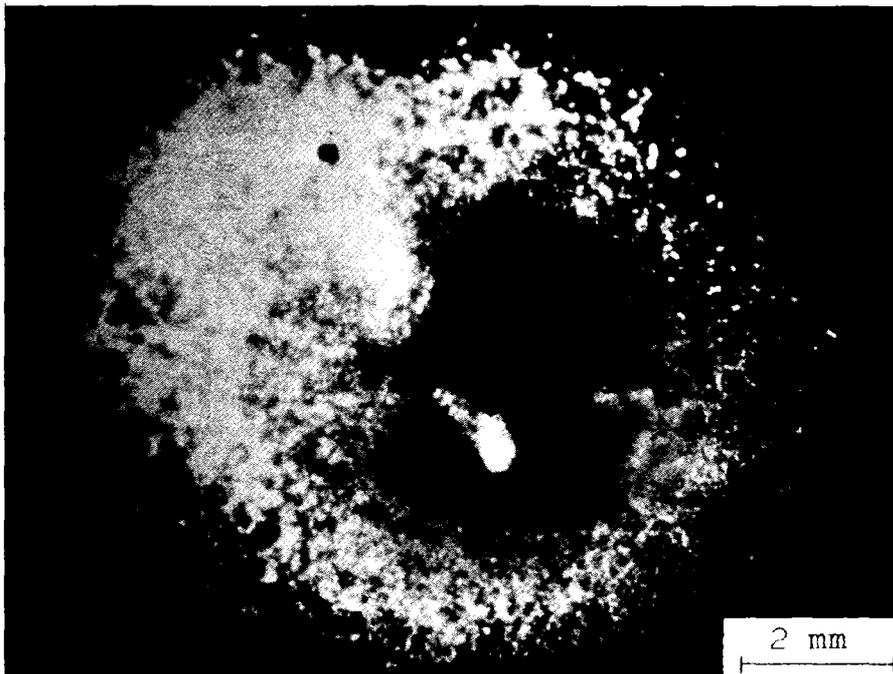
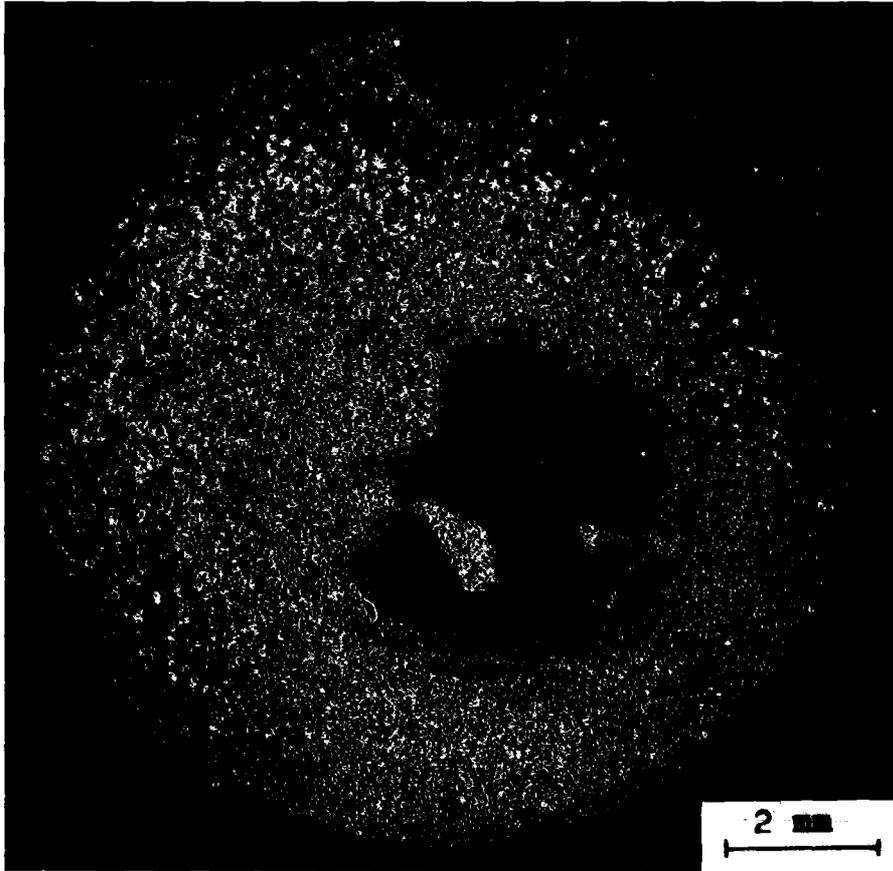
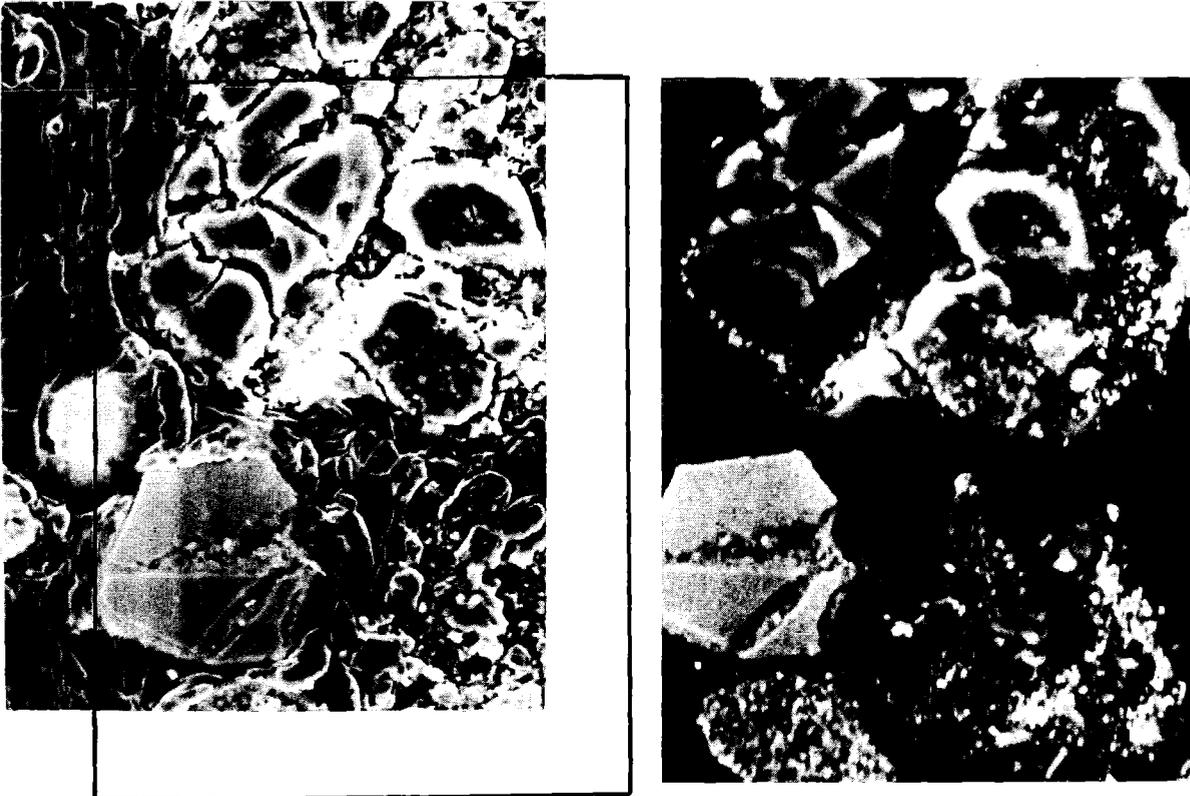
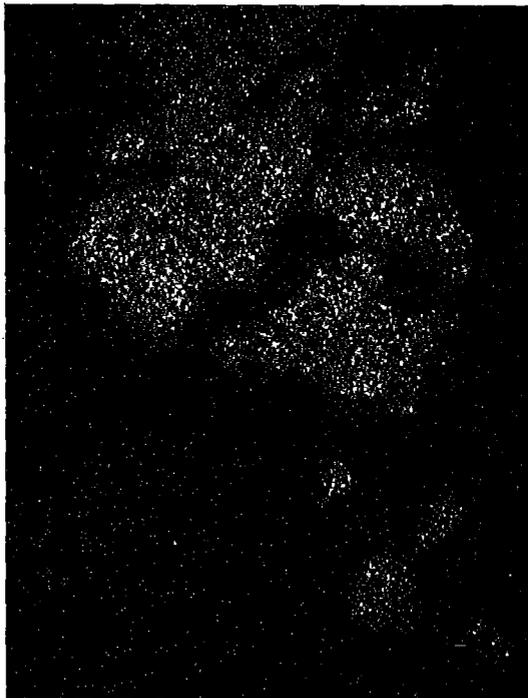


Abb. 16: α - und β - γ -Autoradiographie (180 bzw. 360 s) desselben Schiffs in gleicher Lage (Partikelfraktion 4)

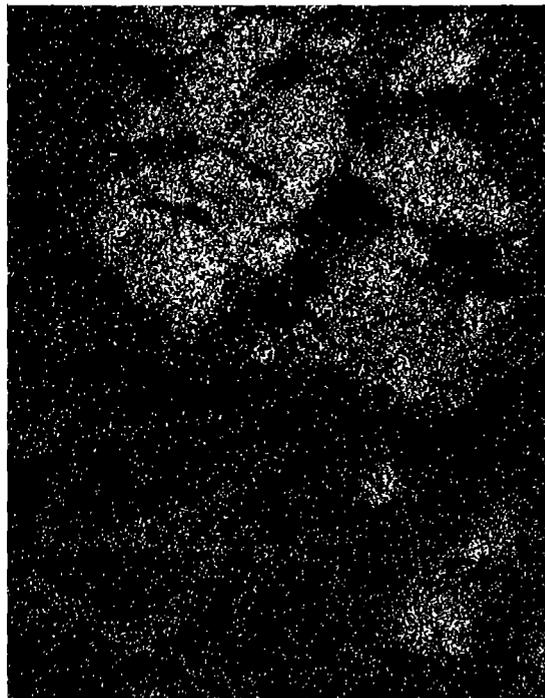


Sekundärelektronenbilder

50 μm

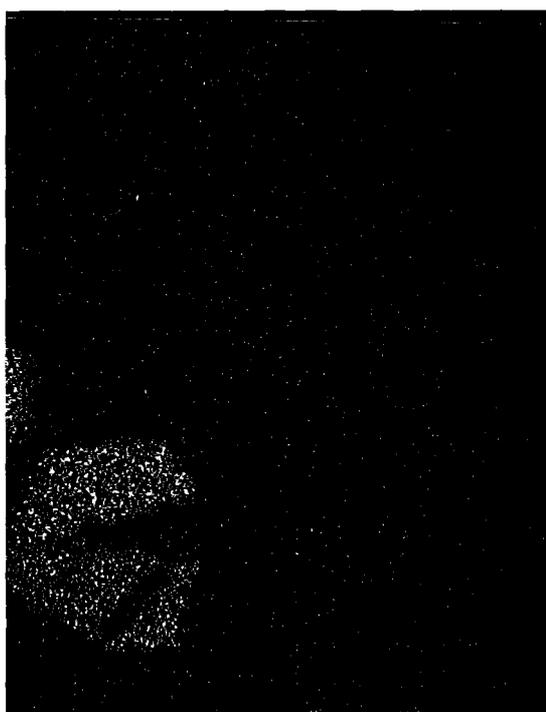


Al



O

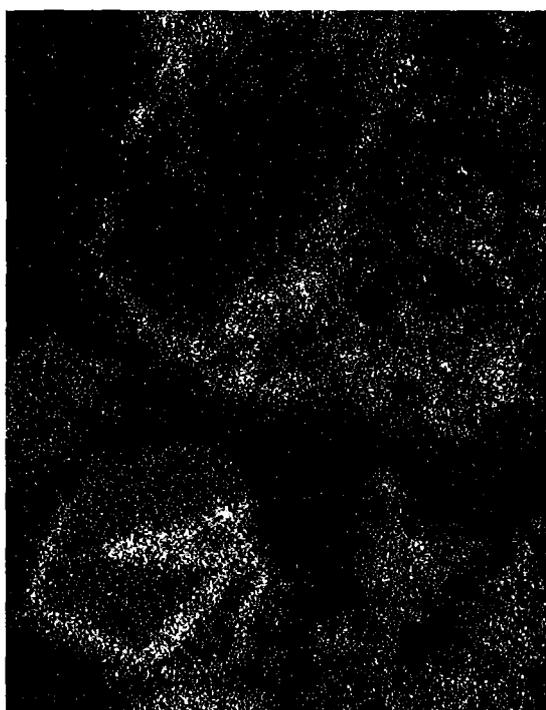
Abb. 19: Sekundärelektronenbilder unterschiedlicher Aufnahmetechnik und elementspezifische Verteilungsbilder verschiedener Ausscheidungen: Stahl, Al_2O_3 , oxidiertes Zircaloy-4 und oxidierte Spaltprodukte (Mo, Ru,...). Dieser Ausschnitt ist dem in Abb. 15 ähnlich



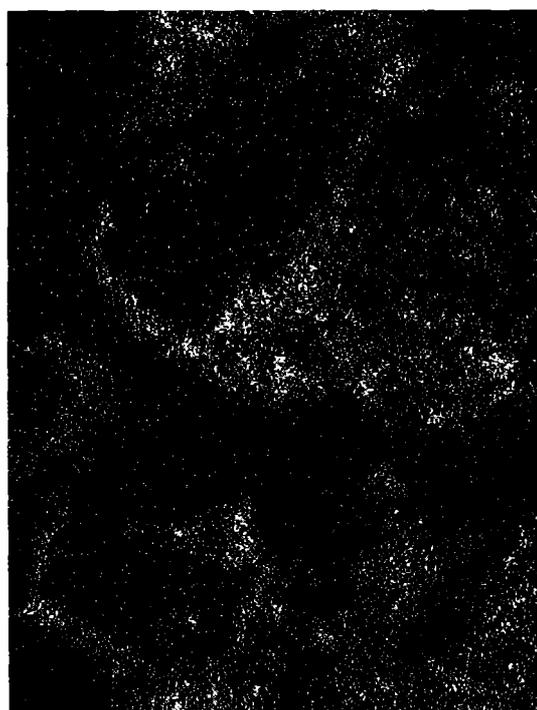
Ni (Fe, Cr)



Zr



Mo



Ru (Rh)

50µm

Abb. 19: Fortsetzung

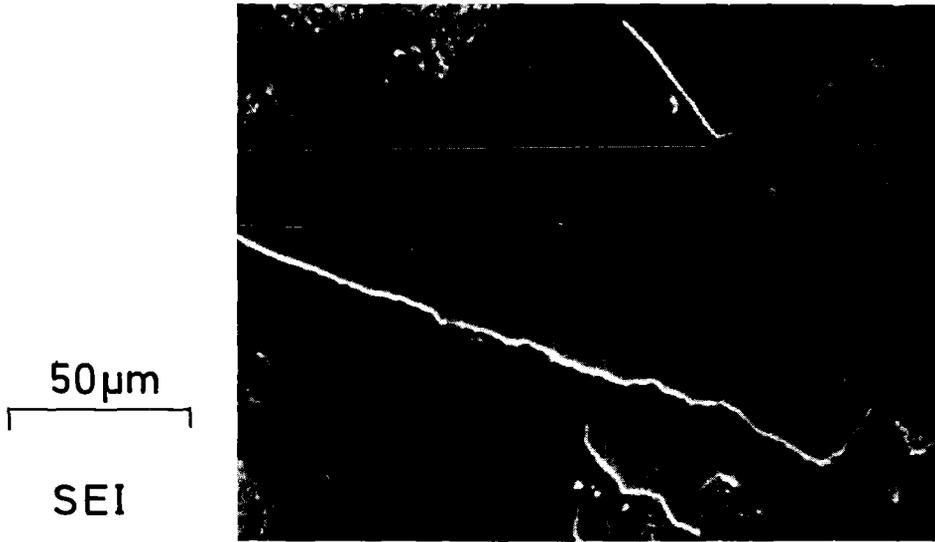
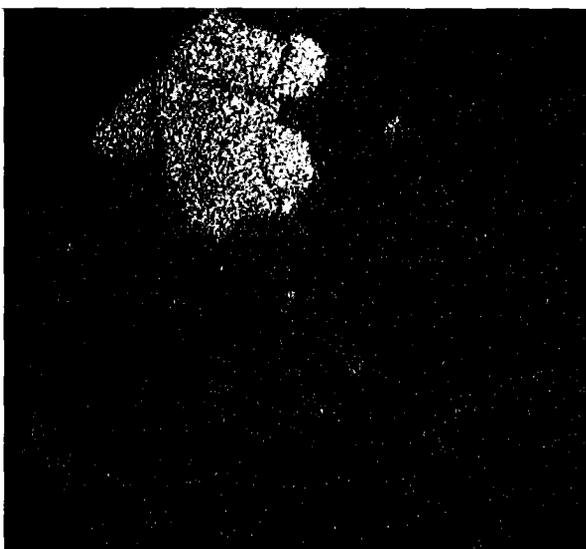
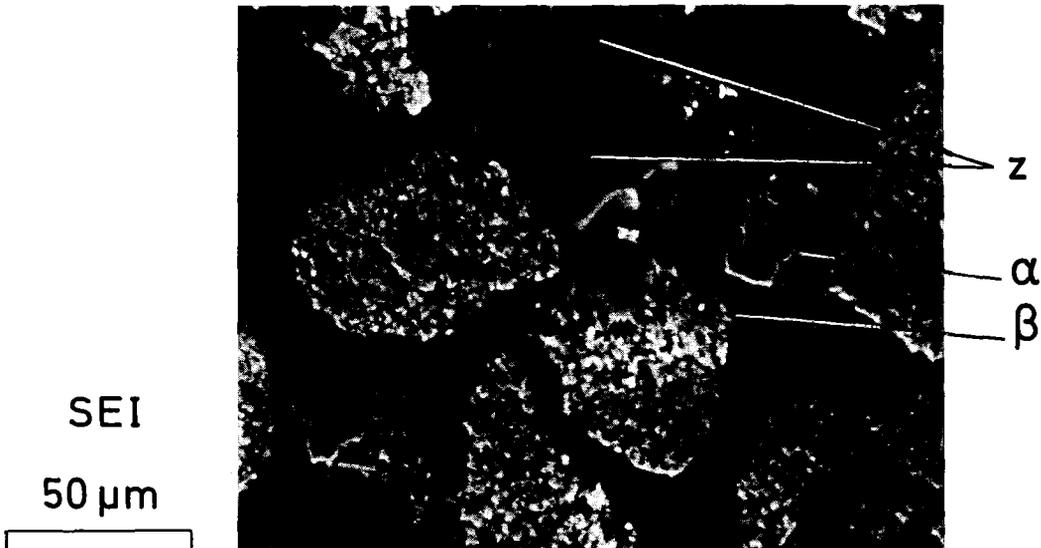
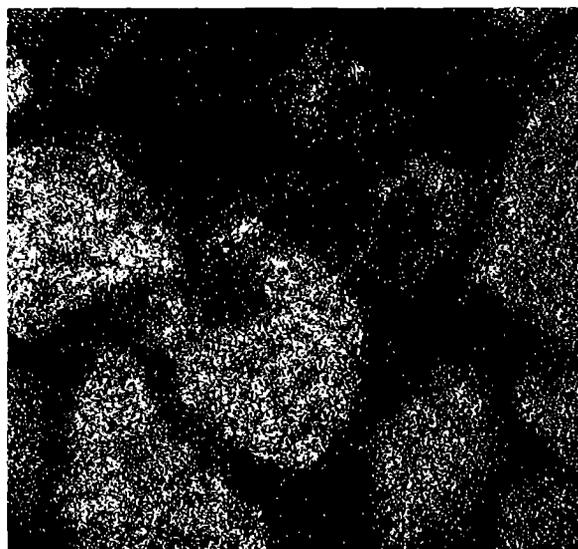


Abb. 17: Sekundärelektronenbild von vollständig oxidierten Zircaloy-4-Resten



Al



Ru

Abb. 18: Sekundärelektronenbild und elementspezifische Verteilungsbilder verschiedener Ausscheidungen: oxidierte Spaltprodukte, oxidiertes Zircaloy-4, Al_2O_3 und Stahl. Die Positionen z, α und β beziehen sich auf Punktanalysen (Werte im Text).