



KFA

KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH
GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG
Institut für Reaktorwerkstoffe

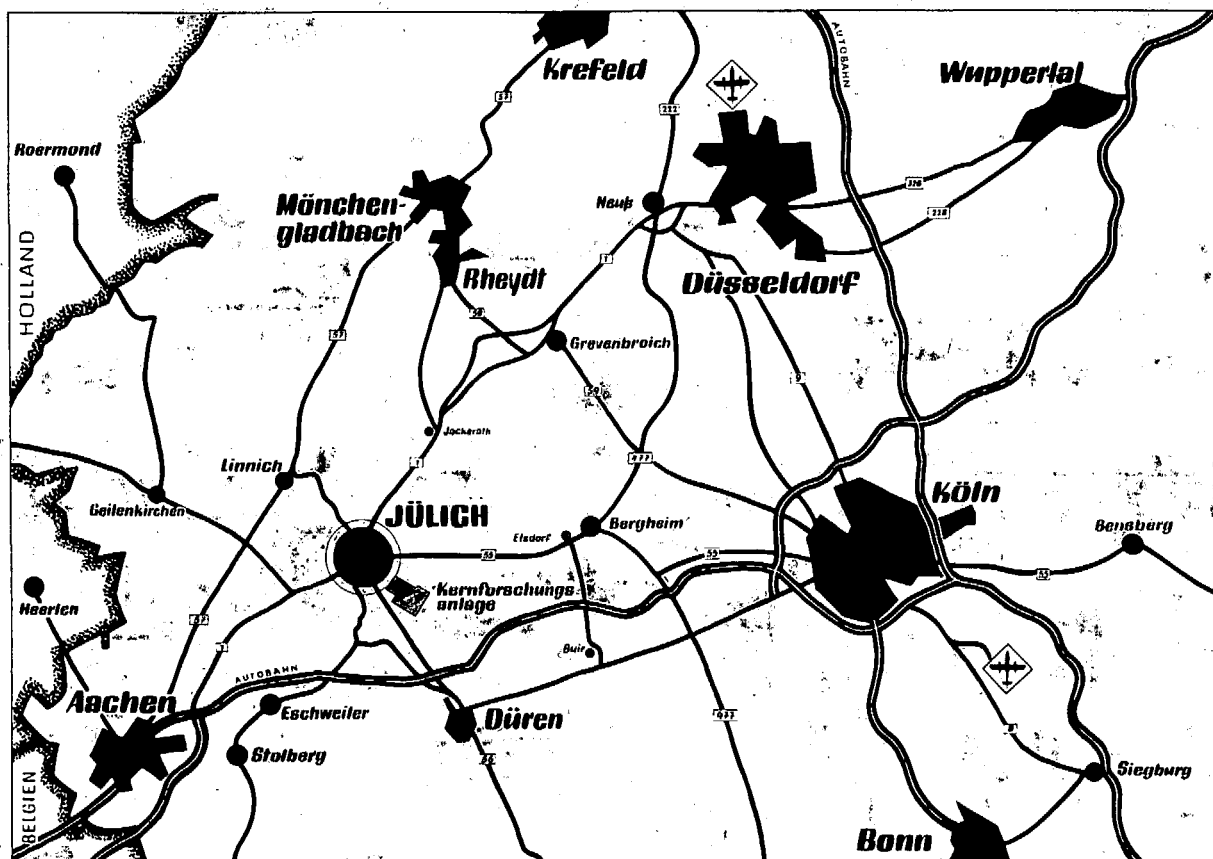
**Löslichkeit und Korrosionsverhalten von Eisen,
Stahl, Molybdän, Niob, Tantal, Vanadium, Wolfram
und Chrom in Bleischmelzen bei höheren
Temperaturen**

von

I. Ali Khan

Jül - 661 - RW
Mai 1970

Als Manuskript gedruckt



Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 661

Institut für Reaktorwerkstoffe Jül - 661 - RW

Dok.: Reactor Materials - Solubility
 Reactor Materials - Corrosion
 Lead (Liquid) - Corrosive Effects
 Lead (Liquid) - Solvent Effects

DK: 621.039.53 : 541.123.33
 621.039.53 : 621.039.553.36
 669-154 : 546.815 : 621.039.553.36
 669-154 : 546.815 : 541.123.33

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH,
 Jülich, Bundesrepublik Deutschland

Löslichkeit und Korrosionsverhalten von Eisen, Stahl, Molybdän, Niob, Tantal, Vanadium, Wolfram und Chrom in Bleischmelzen bei höheren Temperaturen

von

I. Ali Khan

unter Mitarbeit von:

E. Miketta, M. Schmidt,	
E. Forkel von Quednow	(Versuchsdurchführung)
H. Hoven	(Metallographie)
G. Scheidler, W. Tirtey	(Mikrosonde)
K. Souschek	(Konstruktion)
H. R. Ellinghaus	(Meß- und Regelanlagen, Energieversorgung)

INHALTSVERZEICHNIS	Seite
1. Einleitung	4
2. Zusammenfassung	6
3. Experimentelles	8
3.1. Aufbau der Apparatur	8
3.2. Versuchsdurchführung	9
4. Das System Eisen-Blei	11
4.1. Literaturübersicht	11
4.2. Versuchsergebnisse	13
4.2.1. Löslichkeit von Eisen in Blei	13
4.2.2. Korrosionsverhalten von Armco-Eisen und den Stählen X 7 Cr 14, X 20 Cr 13, X 8 CrTi 17 und X 8 CrNb 17 in Blei	16
5. Das System Molybdän-Blei	46
5.1. Literaturübersicht	46
5.2. Versuchsergebnisse	46
6. Das System Niob-Blei	48
6.1. Literaturübersicht	48
6.2. Versuchsergebnisse	48
7. Das System Tantal-Blei	50
7.1. Literaturübersicht	50
7.2. Versuchsergebnisse	50
8. Das System Vanadium-Blei	53
8.1. Literaturübersicht	53
8.2. Versuchsergebnisse	53
9. Das System Wolfram-Blei	56
9.1. Literaturübersicht	56
9.2. Versuchsergebnisse	56
10. Das System Chrom-Blei	57
10.1. Literaturübersicht	57
10.2. Versuchsergebnisse	57
11. Literaturverzeichnis	59 - 62

1. Einleitung

In der Kerntechnik werden flüssige Metalle¹⁻⁴⁾ vorwiegend als Kühlmittel eingesetzt. Sie finden bei den Hochtemperaturaufbereitungsprozessen als Dispersions- und Lösungsmittel Verwendung und sind außerdem als Trägerschmelzen für die "flüssigen Kernbrennstoffe" von Interesse.

Es ist daher erforderlich, Strukturmaterialien zu finden, die bei den geplanten Einsatzbedingungen mit Schmelzen verträglich sind.

Im Rahmen der von der Kernforschungsanlage Jülich in den Jahren 1963 bis 1968 durchgeführten Salzschnmelzenbrüter-Studie und der MOSEL- (Molten Salt Epithermal) Reaktor-Studie⁵⁻⁸⁾ wurde unter anderem auch ein Reaktor-Konzept⁹⁾ untersucht, bei dem der Kernbrennstoff (eine Fluoridsalzschnmelze) durch direkten Kontakt mit flüssigem Blei gekühlt wird. Ein wesentliches Problem ist dabei das Auffinden der Strukturmaterialien, die mit Blei und Fluoridsalzschnmelzen bei höheren Temperaturen verträglich sind und eine genügende Warmfestigkeit aufweisen. In Frage kommen dafür hauptsächlich hochschmelzende Metalle, wie z. B. Niob, Molybdän, Vanadin, Wolfram und deren Legierungen und eventuell Stähle. Ihr Korrosionsverhalten in flüssigen Metallen wurde besonders in den USA untersucht. Bei diesen Arbeiten^{2,3,4)} handelt es sich hauptsächlich um Untersuchungen zum Korrosionsverhalten von Stählen und hochschmelzenden Metallen in flüssigem Wismut und Wismutlegierungen sowie in Alkalimetallen.

Die Verträglichkeit von Strukturmaterialien mit flüssigem Blei ist jedoch nicht genügend untersucht worden. Die wenigen Untersuchungsergebnisse, die in der Literatur vorliegen, weichen voneinander ab. Es lag daher auf der Hand, das Korrosionsverhalten von einigen in Frage kommenden Strukturmaterialien in Blei unter verschiedenen Bedingungen zu untersuchen.

In der vorliegenden Arbeit wird über das Korrosionsverhalten und die Löslichkeit von Eisen und hochschmelzenden Metallen in stationären Bleischmelzen im Temperaturbereich zwischen 350°C und 1100°C berichtet. Die Bestimmung der Löslichkeit war von Bedeutung, um dadurch ein Bild über die thermodynamische Stabilität der Strukturmaterialien gegenüber flüssigem Blei zu bekommen.

Über Korrosionsuntersuchungen in Thermokonvektions-Loops sowie über Spannungskorrosion der Strukturmaterialien in flüssigem Blei wird in späteren Arbeiten berichtet.

2. Zusammenfassung

Im Temperaturbereich zwischen 350°C und 1100°C wurde die Eisenlöslichkeit von Armco-Eisen sowie die der Stähle X 7 Cr 14 und X 20 Cr 13 in Blei bestimmt. Außerdem wurde bei einer Temperatur von 650°C die Eisenlöslichkeit der Stähle X 8 CrTi 17 und X 8 CrNb 17 in Blei ermittelt. Dabei wurde bei dem kohlenstoffreichen Stahl X 20 Cr 13 eine geringere Eisenlöslichkeit festgestellt als beim Stahl X 7 Cr 14 und bei Armco-Eisen. Beim Armco-Eisen zeigte die Temperaturabhängigkeit der Eisenlöslichkeit in Blei oberhalb und unterhalb von 910°C unterschiedlichen Verlauf. Daraus wurde auf eine unterschiedliche Löslichkeit der α - und γ -Phase des Eisens in Blei geschlossen.

Anschließend wurden die Proben auf ihr Korrosionsverhalten metallographisch untersucht. Im allgemeinen zeigten sie an den Stellen stärkeren Korrosionsangriff, an denen sie unter Spannung beansprucht wurden. Bei einer Armco-Eisen Probe, die 520 Stunden lang bei einer Temperatur von 950°C mit Blei in Kontakt war, wurde interkristalline Korrosion festgestellt. Die Stähle X 8 CrTi 17 und X CrNb 17 wurden durch die Bleischmelze bei 650°C während einer Versuchsdauer von 1000 Stunden in der gleichen Weise angegriffen. In beiden Stählen betrug die Eindringtiefe unter diesen Versuchsbedingungen etwa $38\text{ }\mu\text{m}$.

Die hochschmelzenden Metalle, wie Molybdän, Niob, Tantal, Vanadium und Wolfram, zeigten bis zu etwa 1000°C keine Löslichkeit im flüssigen Blei.

Die metallographische Untersuchung ergab jedoch, daß Vanadium durch Blei bei 950°C korrodiert wurde. Bei 1110°C wurde es schon bei einer Versuchsdauer von 20 Stunden stark angegriffen. In Tantal traten bei 925°C nach 324 Stunden im gebogenen Teil der Probe Risse auf, die vermutlich auf Materialspannung zurückzuführen sind.

Bei einer Temperatur von 985°C wurde Chrom während der Versuchsdauer von 233 Stunden durch Blei stark angegriffen.

Übersichtstabelle zum Korrosionsverhalten von hochschmelzenden Metallen in einer Bleischmelze.

Proben- material	Versuchs- temperatur		Gesamt- versuchsdauer	Bemerkungen
	von [°C]	bis [°C]		
Mo	368	1000	200	keine Reaktion
Nb	422	1000	213	" "
Ta	360	960	162	" "
Ta	415	925	324	Risse in der Proben- biegung
V	352	950	265	angegriffen
V	bei 1110°C		20	stark angegriffen
W	420	950	306	keine Reaktion
Cr	405	985	233	stark angegriffen

3. Experimentelles

3.1. Aufbau der Apparatur

Die Apparatur zur Bestimmung der Festmetall-Flüssigmetall-Löslichkeit ist im Prinzip nach Donald G. Schweitzer und John R. Weeks²⁾ aufgebaut. Der Aufbau der Apparatur wird im einzelnen in den Abb. 1 bis 10 dargestellt.

Im wesentlichen besteht die Versuchsanlage aus den folgenden Teilen:

1. Widerstandsbeheizter Ofen mit einem Ofeneinsatz aus Thermax 11 A, in dem sich eine Halterung für den Al_2O_3 -Tiegel befindet (Abb. 1).
2. Vakuum-Schleuse mit einer Quarzpipette (Abb. 2), die von außen durch einen Ofen beheizt wird (Abb. 3). Diese Vorrichtung wird zur Bleireinigung durch Wasserstoff sowie zur Einfüllung des Bleis in den Al_2O_3 -Tiegel eingesetzt.
3. Vorrichtung zur Probenentnahme (Abb. 4, 5 und 6). Diese besteht aus einem Gleitrohr (Abb. 5) mit einem Probenheber, wobei das Gleitrohr sich in einer Vakuum-Schleuse befindet, die über ein Tor-Ventil auf dem Ofenansatz aufgeflanscht wird. Der Vorgang zur Probenentnahme wird schematisch in den Abbildungen 4, 5 und 6 dargestellt.
4. Apparaturen zur Reinigung von Argon (Abb. 7 und 8) und Wasserstoff (Abb. 9). Argon wird über Titanspäne bei 850°C gereinigt. Zur Reinigung des Wasserstoffs standen zwei Einrichtungen (Abb. 9) zur Verfügung. Die Reinigung des Wasserstoffs konnte entweder über einen Aktivkohle-Filter bei der Temperatur von flüssiger Luft oder durch eine Palladium-Diffusionszelle erfolgen.

3.2. Versuchsdurchführung

Die Metallproben von etwa 10 x 5 x 1 mm Abmessung, von welchen die Löslichkeit in Blei zu bestimmen war, wurden zunächst durch Entfettung und Beizung gereinigt. Die Stahlproben wurden in Salpetersäure und die Proben der hochschmelzenden Metalle in einem Salpetersäure-Flußsäure Gemisch gebeizt. Eine so vorbehandelte Probe wurde U-förmig in einen Aluminiumoxid-Tiegel eingespannt und dann im Ofenansatz in die konstante Temperaturzone hineingebracht. Nach dem Evakuieren des Reaktionsrohres auf 10^{-4} Torr wurde die Probe unter Argongas-Atmosphäre gebracht. Das Inertgas war über ein Molekularsieb und über Titanspäne bei 850°C gereinigt worden.

Nachdem der Ansatz für die Bleireinigung (er bestand aus einer Vakuumschiebevorrichtung, einer Quarzpipette mit Quarzfilter von etwa $30\text{ }\mu\text{m}$ Porosität und einem Heizofen) auf die Apparatur montiert war, erfolgte die Reinigung des Bleis mit gereinigtem Wasserstoff bei 750°C . Das Blei wurde bei etwa 350°C über Nacht stehen gelassen, so daß die reduzierten Verunreinigungen auskristallisierten und die Poren des Quarzfilters nicht passieren konnten. Der Eisengehalt der primären Bleischmelze wurde durch diesen Reinigungsprozeß von ursprünglich 50 ppm auf 5 ppm reduziert. Nun wurde die Temperatur im Reaktionsrohr, in dem sich der Aluminium-Tiegel befand, auf 400°C gebracht. Die Pipette mit dem reduzierten flüssigen Blei wurde bis zum Tiegel, der sich im Reaktionsrohr befand, heruntergeschoben. Das flüssige Blei wurde dann mit Hilfe von Argongas aus der Pipette durch den Filter in den Tiegel herausgedrückt und die Tiegeltemperatur bis auf 1000°C erhöht. Das nochmals gereinigte Argongas wurde etwa 100 Stunden bei dieser Temperatur durch das Blei geperlt, Damit wurde eine gute Rührung der Bleischmelze ermöglicht. Wie die Untersuchung ergab, stellte sich das Gleichgewicht der Löslichkeit zwischen Fest- und Flüssigphasen innerhalb von 50 Stunden ein.

Die erste Bleiprobe wurde zur Bestimmung der Eisenlöslichkeit in Blei durch chemische Analyse stets bei etwa 1000°C entnommen. Die Versuchstemperatur wurde dann um etwa 100°C gesenkt, so daß die Löslichkeitsgrenze der festen Phase in der Schmelze überschritten wurde und bei 900°C auskristallisierte. Aus der Bleischmelze bei 900°C wurde nochmals eine weitere Probe für die chemische Analyse entnommen. Auf diese Weise konnte man Bleiprobe bei verschiedenen Temperaturen bis zu etwa 350°C (Schmelzpunkt von Blei: 327°C) entnehmen.

Der Eisengehalt im Blei wurde spektroskopisch über dem Acetylacetonatkomplex des Fe^{III} bestimmt¹⁰⁾. Die Analyse¹⁰⁾ der hochschmelzenden Metalle Mo, Ta, V, W in Blei wurde teils spektralphotometrisch (Mo, V), teils durch Aktivierungsanalyse (Ta) vorgenommen. Der Nachweis von Wolfram und Niob erfolgte durch Emissionsspektrometrie.

Die Nachweisgrenze für die einzelnen Metalle war:

Mo	< 10 ppm
Nb	< 0,1 ppm
V	< 10 ppm
Ta	< 0,001 ppm
W	< 0,1 ppm

4. Das System Eisen-Blei

4.1 Literaturübersicht

Von den älteren Angaben über die Eisenlöslichkeit in Blei seien die Werte von Tamman und Oelsen¹¹⁾ erwähnt. Bei ihren magnetischen Messungen an Blei, das mit Eisen bis 1600°C erhitzt worden war, fanden sie eine Eisenlöslichkeit von ca. $3 \cdot 10^{-4}\%$ (~ 3 ppm) in Blei. Nach Weeks¹²⁾ soll die Löslichkeit von reinem Eisen in Blei bei 600°C bei etwa 2,3 ppm liegen. Die Temperaturabhängigkeit der Eisenlöslichkeit in Blei wurde auch von D. Gurinsky¹³⁾ ermittelt.

Von K.O. Miller und J.F. Elliott¹⁴⁾ werden die Systeme Fe - Ni - C (_{sat}) und Fe - Pb - Ni - C bei 1300°C bis 1550°C ausführlich behandelt. Nach ihnen steigt die Eisenlöslichkeit in Blei mit steigender Temperatur und mit zunehmendem Nickelgehalt der Fe-Legierung. Mit steigendem Kohlenstoffgehalt soll sich die Mischungslücke erweitern. Weiter wird ein Fe-Pb-Phasendiagramm angegeben. In diesem Diagramm sind die von B. Fleischer und J.F. Elliott¹⁵⁾ gefundenen Werte zwischen 700°C bis 1100°C für die Eisenlöslichkeit in Blei zugrunde gelegt worden. Nach B. Fleischer und J.F. Elliott¹⁵⁾ soll die Eisenlöslichkeit in Blei bei etwa 87 ppm bei 700°C liegen. Im Gegensatz zu diesen Autoren fanden D.A. Stevenson und J. Wulff¹⁶⁾ bei 700°C keine und über 1000°C nur geringe Löslichkeit von Eisen in Blei. Eine Unterbrechung in der Temperaturabhängigkeitsgeraden der Eisenlöslichkeit in Blei (um die α - γ Umwandlungstemperatur von Eisen) war nach den Angaben von D.A. Stevenson und J. Wulff¹⁶⁾ auch bei B. Fleischer und J.F. Elliott¹⁵⁾ nicht zu beobachten. Die Untersuchungsergebnisse von O. Cutler Shepard und Ralph Parkman¹⁷⁾ deuten jedoch auf eine solche Unterbrechung hin (Abb. 11 und 12). Für die unterschiedlichen Löslichkeitsverhältnisse von α - und γ -Eisen geben O. Cutler

Shepard und Ralph Parkman¹⁷⁾ folgende thermodynamischen Werte an: ΔH_s für die Temperatur von $538^\circ - 816^\circ\text{C} = 14000 \text{ cal/Mol}$, für $904^\circ\text{C} = 51000 \text{ cal/Mol}$ und für $1010^\circ\text{C} = 167000 \text{ cal/Mol}$.

Für den Fall einer unterschiedlichen Löslichkeit von α - und γ -Eisen in Blei haben auch D.A. Stevenson und J. Wulff¹⁶⁾ die ΔH und ΔS Werte für die beiden Phasen wie folgt ermittelt: Für die Löslichkeit der α -Phase:

$\Delta H = 27900 \text{ cal/Mol}$, $\Delta S = 7,0 \text{ cal/Grad.Mol}$ und für die Löslichkeit der γ -Phase: $\Delta H = 22000 \text{ cal/Mol}$, $\Delta S = 1,9 \text{ cal/Grad.Mol}$.

Nach A. Brasunas¹⁸⁾ wird Eisen bis 1000°C durch Blei nur wenig angegriffen. Ferner weisen die chromhaltigen Stähle bessere Korrosionseigenschaften in Blei auf als die austenitischen Chrom-Nickel-Stähle^{19,20)}. Dies ist im wesentlichen auf die höhere Löslichkeit von Nickel in Blei zurückzuführen. Wie auch Metzger²¹⁾ feststellte, fehlen jedoch in der Literatur Versuchsergebnisse, die eine sichere Aussage über die Eigenschaften der Stähle und hochschmelzenden Metalle hinsichtlich ihrer Verwendung in Bleischmelze zulassen.

4.2 Versuchsergebnisse

4.2.1. Löslichkeit von Eisen in Blei

In Abb. 11 ist die Löslichkeit von Eisen in Blei in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen. Hier sind die eigenen sowie die von anderen Autoren angegebenen Untersuchungsergebnisse eingetragen. Zum Vergleich wird auch die Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit von Chrom und Nickel in Blei sowie die Löslichkeit von Eisen in Wismut wiedergegeben. Die Übereinstimmung zwischen den eigenen Untersuchungsergebnissen und den in der Literatur angegebenen Eisenlöslichkeitswerten ist bei Temperaturen über 900°C gut. Bei Temperaturen unter 900°C weichen die gefundenen Werte jedoch von den Literaturwerten ab.

Durch die Auftragung der Eisenlöslichkeit gegen die Temperatur lassen sich die ΔH und ΔS Werte nach der Gleichung¹⁶⁾: $\log N = - \Delta H / 2,303RT + \Delta S / 2,303R$ ermitteln. Die Auftragung ermöglichte einen Vergleich der eigenen Werte mit den bereits in der Literatur angegebenen (Abb. 12). Eine solche Auftragung dient eigentlich zur Beschreibung der Liquiduslinien in idealeutektischen Systemen. Es wurde hier vorausgesetzt, daß sich das binäre System (Fe - Pb)_{fl} unter den Versuchsbedingungen thermodynamisch ideal verhält. Zur Errechnung der ΔH und ΔS Werte wurde zuerst derjenige Teil der Konzentration-Temperaturabhängigkeits-Geraden (Abb. 11 u. 12) in Betracht gezogen, der über 900°C liegt, weil hier eine bessere Vergleichbarkeit mit den von anderen Autoren gefundenen Eisenlöslichkeitswerten (Abb. 11) gegeben ist. Es ergab sich:

$$\log N = - \frac{67087}{T} + 0,67 \quad (1)$$

Folglich $\Delta H = 30700 \text{ cal/Mol}$, $\Delta S = 3,0 \text{ cal/Grad.Mol}$.

Die gestrichelte Gerade kennzeichnet die Löslichkeitswerte von Eisen in Blei (Abbildungen 11 und 12), die unterhalb 900°C liegen. Die folgende Gleichung gibt

die Löslichkeitsverhältnisse für die Temperatur $< 911^{\circ}\text{C}$ wieder:

$$\log N = - \frac{30857}{T} + 2,42 \quad (2)$$

Daraus lassen sich ΔH und ΔS errechnen: Von 538°C bis 816°C $\Delta H = 14119 \text{ cal/Mol}$, $\Delta S = 11,0 \text{ cal/Grad.Mol}$ und für 904°C $\Delta H = 57283 \text{ cal/Mol}$.

Die Temperatur 904°C (anstatt 911°C) ist hier eingesetzt worden, um einen Vergleich zwischen den eigenen und den von O. Cutler Shepard und Ralph Parkman¹⁷⁾ angegebenen ΔH -Werten aufstellen zu können. Die Übereinstimmung zwischen den in dieser Arbeit ermittelten und den von (17) angegebenen thermodynamischen Werten ist gut.

Wie aus den obigen Berechnungen und aus der Abbildung 11 ersichtlich wird, unterscheidet sich die Löslichkeit von α -Eisen in Blei von der des γ -Eisens. In diesem Fall ist die Gleichung (1) der Löslichkeit von γ -Eisen und die Gleichung (2) der Löslichkeit von α -Eisen in Blei zuzuordnen.

Wie aus der Steigung der Geraden (Abb. 13) zu ersehen ist, nimmt die Eisenlöslichkeit der Stähle X 7 Cr 14 und X 20 Cr 13 in flüssigem Blei mit steigender Temperatur nicht so stark zu wie es im System Armco-Eisen-Blei der Fall ist. Der Unterschied in der Steigung der Geraden in den Systemen Armco-Eisen-Blei und Chromstähle-Blei ist ziemlich beachtlich. Die Gerade im System Stahl (X 20 Cr 13)-Blei liegt unterhalb der Geraden des Systems Stahl (X 7 Cr 14)-

Zusätzlich wurde die Eisenlöslichkeit und das Korrosionsverhalten der niob- und titanstabilisierten Stähle X 8 Cr Nb 17 und X 8 Cr Ti 17 in Blei bestimmt. Dabei

ΔH setzt sich zusammen aus einer Schmelzwärme ΔH_{Fe} und einer partiellen Mischungsgröße $\Delta \bar{H}_{\text{Fe}} (\text{Misch})$, ΔS aus einer Schmelzentropie und einer Mischungsentropie $\Delta \bar{S}_{\text{Fe}}^{\text{exc}} (\text{Misch})$. Der Index: exc steht für excess oder Überschuß-Größe.

wurde auch die Zeit bis zur Gleichgewichtseinstellung der Eisenlöslichkeit in Blei bestimmt: das Gleichgewicht wurde bei 650°C in etwa 50 Stunden erreicht. In Abbildung 13 sind auch die Gleichgewichtswerte der Eisenlöslichkeit in Blei eingetragen worden, sie betrugen für die Stähle X 8 Cr Nb 17 und X 8 Cr Ti 17 etwa 14 bzw. 16 ppm. Diese Werte liegen zwischen denen der Eisenlöslichkeit der Stähle X 7 Cr 14 und X 20 Cr 13.

4.2.2. Korrosionsverhalten von Armco-Eisen und den Stählen

X 7 Cr 14, X 20 Cr 13, X 8 CrTi 17 und X 8 CrNb 17 in Blei

Die Metallproben, deren Eisenlöslichkeit in Blei bestimmt worden war, wurden nach dem Versuch aus dem Tiegel herausgenommen und metallographisch sowie mittels der Mikrosonde auf ihr Korrosionsverhalten untersucht. Von Interesse ist daher ein Vergleich der Schliffbilder von Armco-Eisen-, X 7 Cr 14 Stahl- und X 20 Cr 13 Stahl-Proben.

Abb. 14 zeigt eine Eisenprobe (Armco-Eisen), die mit Blei bei $415^{\circ} - 1018^{\circ}\text{C}$ 168 Stunden lang in Kontakt war. Die ursprüngliche Wandstärke des Probenbleches betrug 1 mm. Die Ursache für die veränderte Wandstärke der Probe nach dem Versuch liegt bei der Korrosion und der Auflösung des Materials (in diesem Fall Eisen) durch das Blei.

Ferner sind in der anhaftenden Bleischicht (Abb. 15 und 16) auf der Armco-Eisen-Probe Dendriten zu sehen. Wie die Mikrosondenanalyse (Abb. 17) ergab, enthalten diese Dendriten, die sonst aus reinem Eisen bestehen, Blei. Vermutlich war dieses Blei beim Korrosionsangriff in die Körner eingedrungen. Beim fortschreitenden Korrosionsangriff lösten sich dann die Körner aus dem Probenmaterial. Es ist jedoch nicht auszuschließen, daß das Blei auch nachträglich durch Korrosionsangriff in die herausgelösten Körner eindrang. Daß dieser Korrosionsvorgang im wesentlichen an den Korngrenzen stattfindet, konnte bei der Untersuchung einer anderen Armco-Eisen-Probe festgestellt werden (s. Abb. 18 und 19). Hierbei wurde das Blei eindeutig an der Korngrenze der herausgelösten Dendriten festgestellt. Die grauen Körner, Abb. 17 und 20, die in der Bleimasse zu sehen sind, bestehen aus Silicium-Karbid, das sich während des Schleifvorganges in der weichen Bleimasse festsetzte.

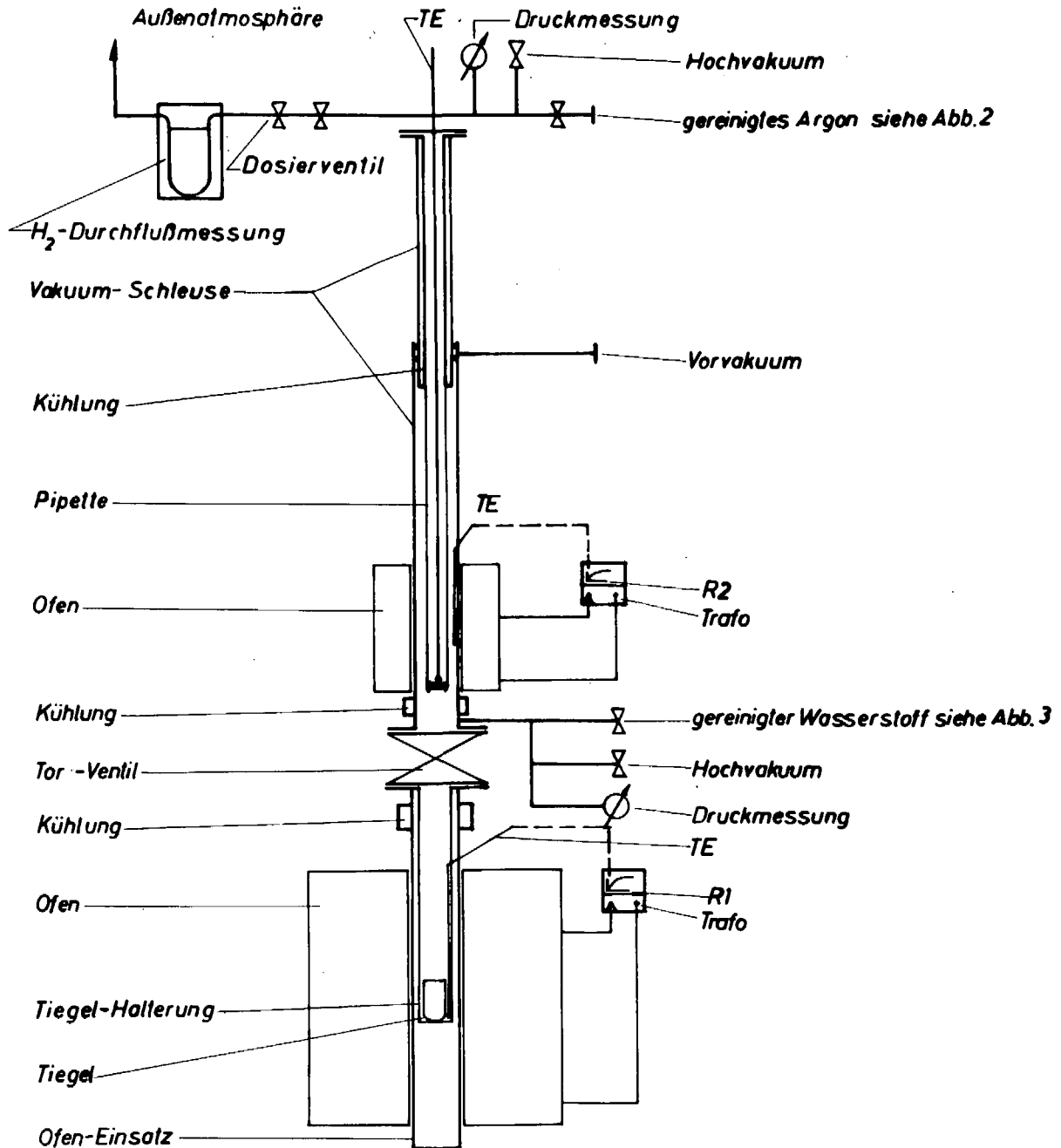
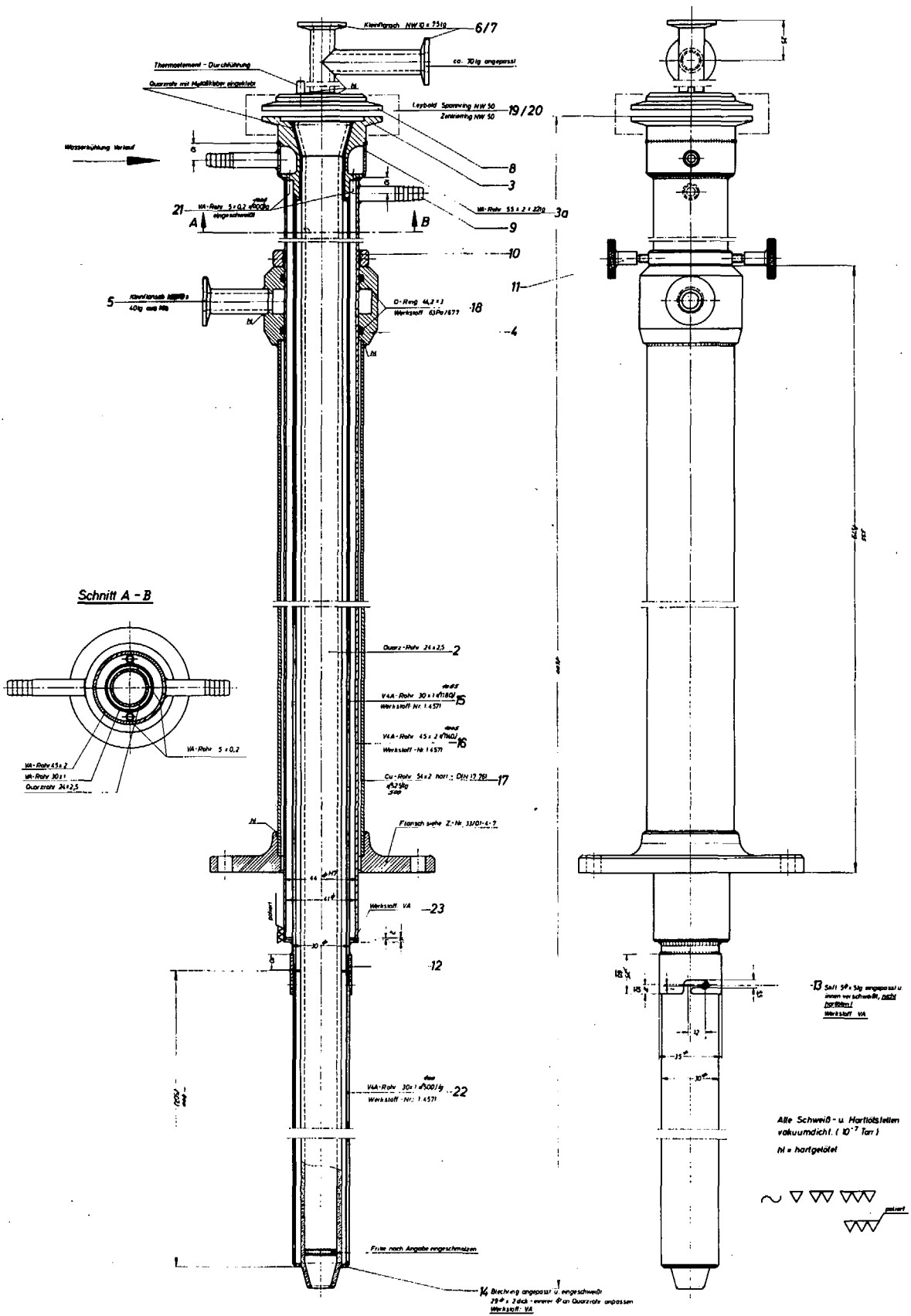


Abb. 1: Schema der Apparatur zur Bestimmung der Löslichkeit und des Korrosionsverhaltens metallischer Werkstoffe in stationären Schmelzen



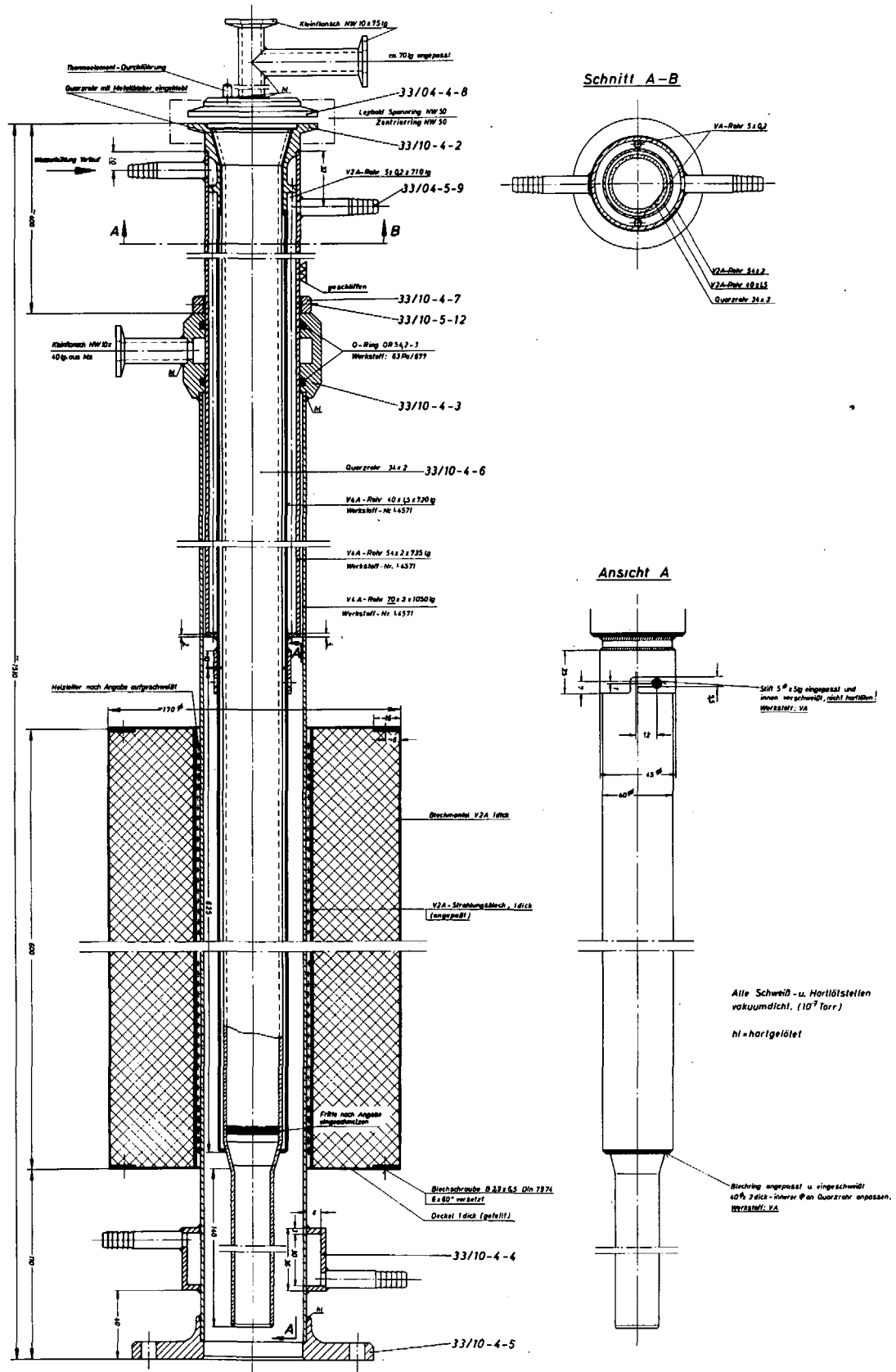


Abb. 3: Bleireinigungs- und Beladungseinrichtung mit Schmelzofen für die Apparatur zur Bestimmung der Löslichkeit und des Korrosionsverhaltens metallischer Werkstoffe in stationären Schmelzen

Abb. 6 Apparatur zur Bestimmung der Löslichkeit von Reaktorstrukturmaterialien in flüssigen Metallen
Schematische Darstellung des Proben-Ziehvorganges

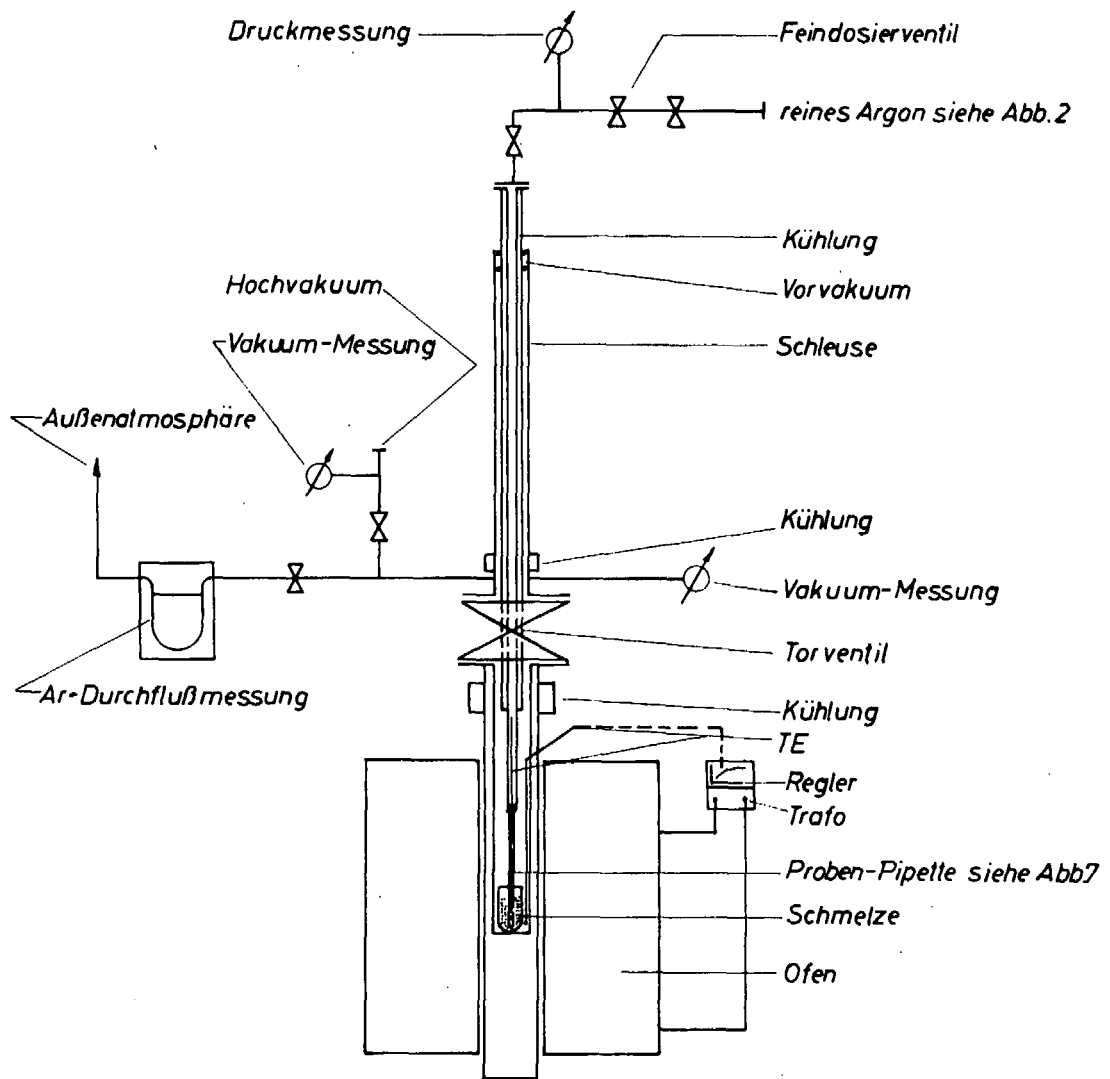


Abb. 4: Schema der Apparatur zur Bestimmung der Löslichkeit metallischer Werkstoffe in flüssigen Metallen im Zustand der Probenentnahme

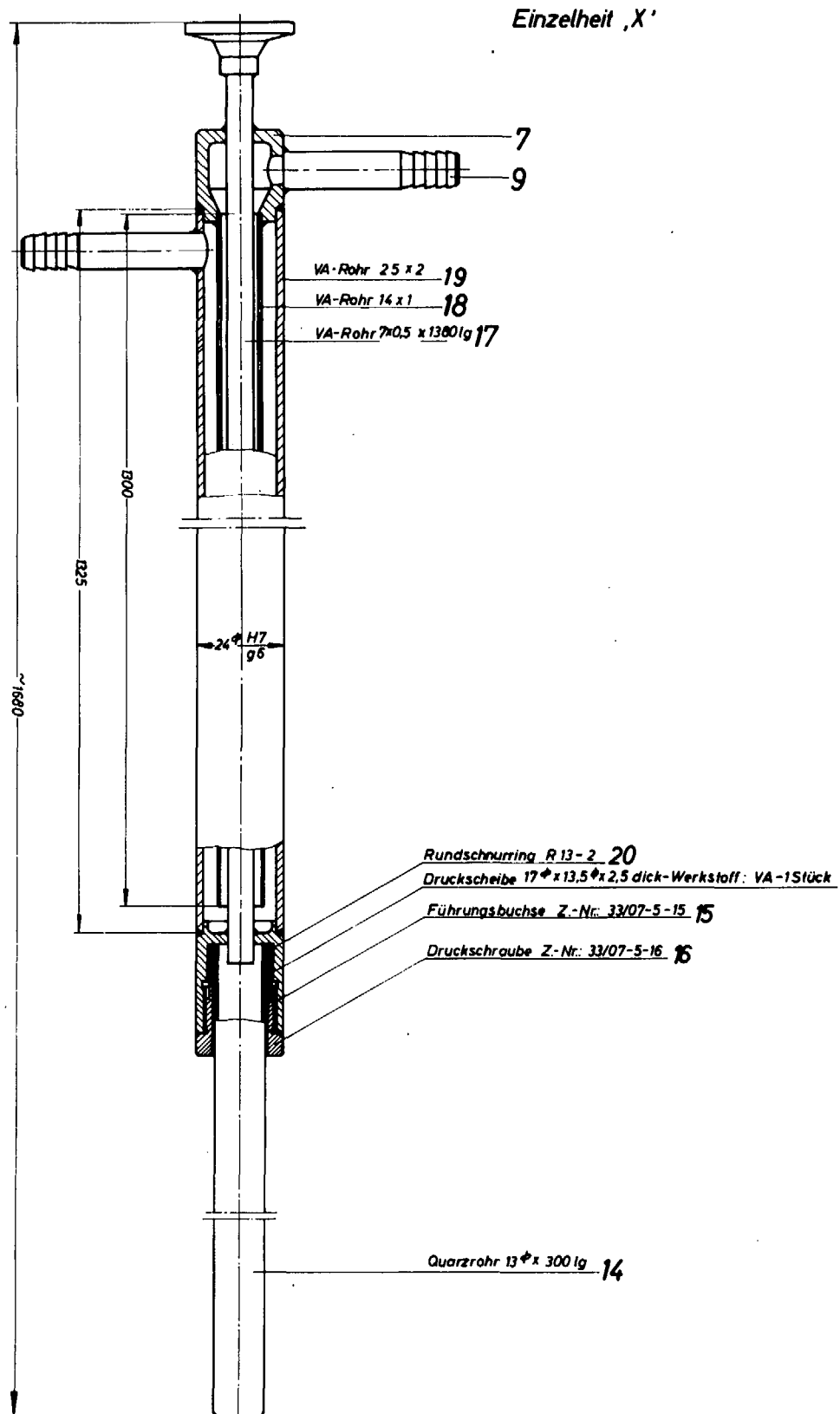


Abb. 5: Gleitrohr mit Probenheber aus Quarz zur Probenentnahme aus der Schmelze

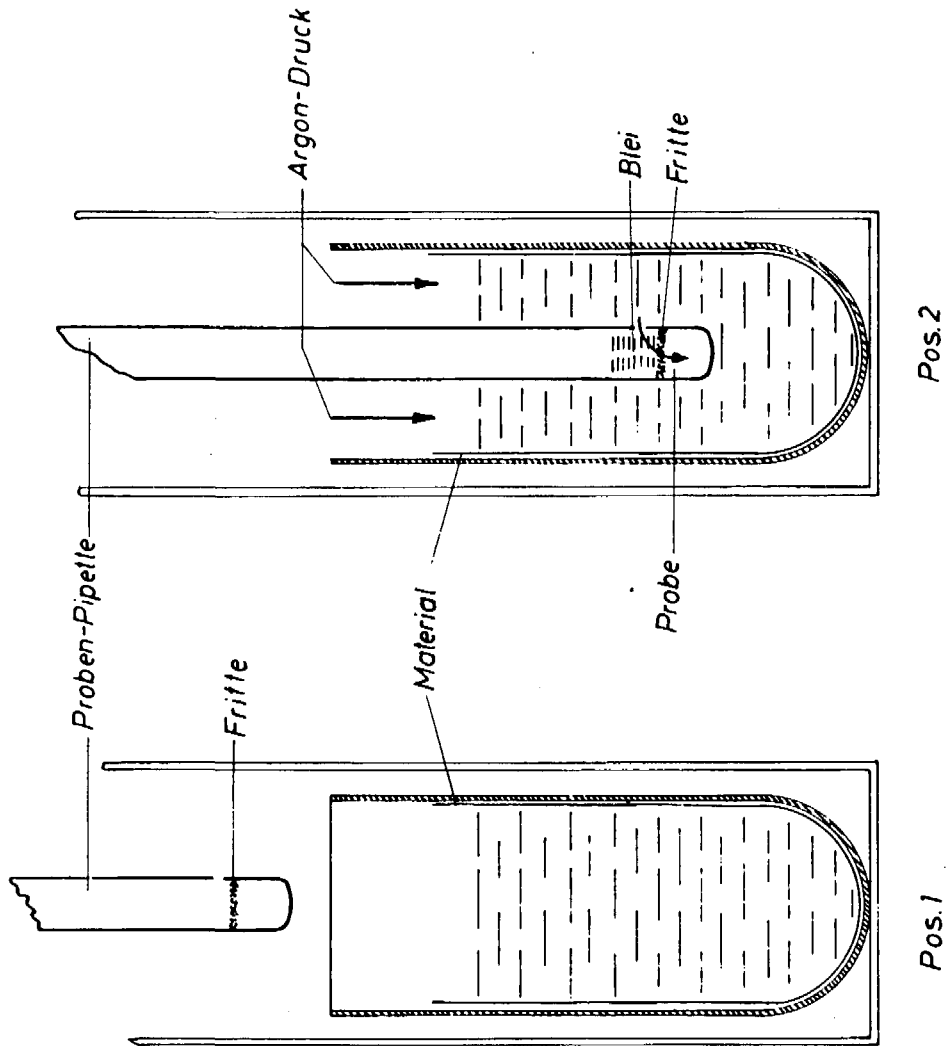


Abb. 6: Schematische Darstellung des Proben-Ziehvorganges bei der Bestimmung der Löslichkeit von metallischen Werkstoffen in flüssigen Metallen

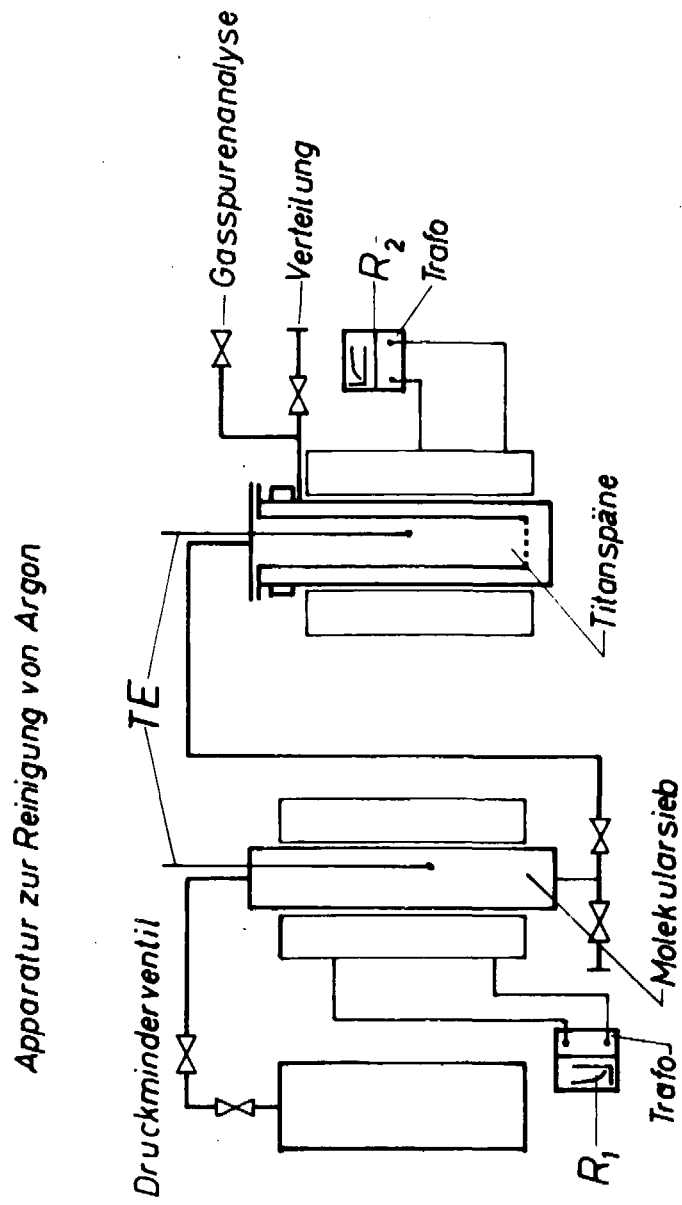


Abb. 7: Schema der Argon-Reinigung

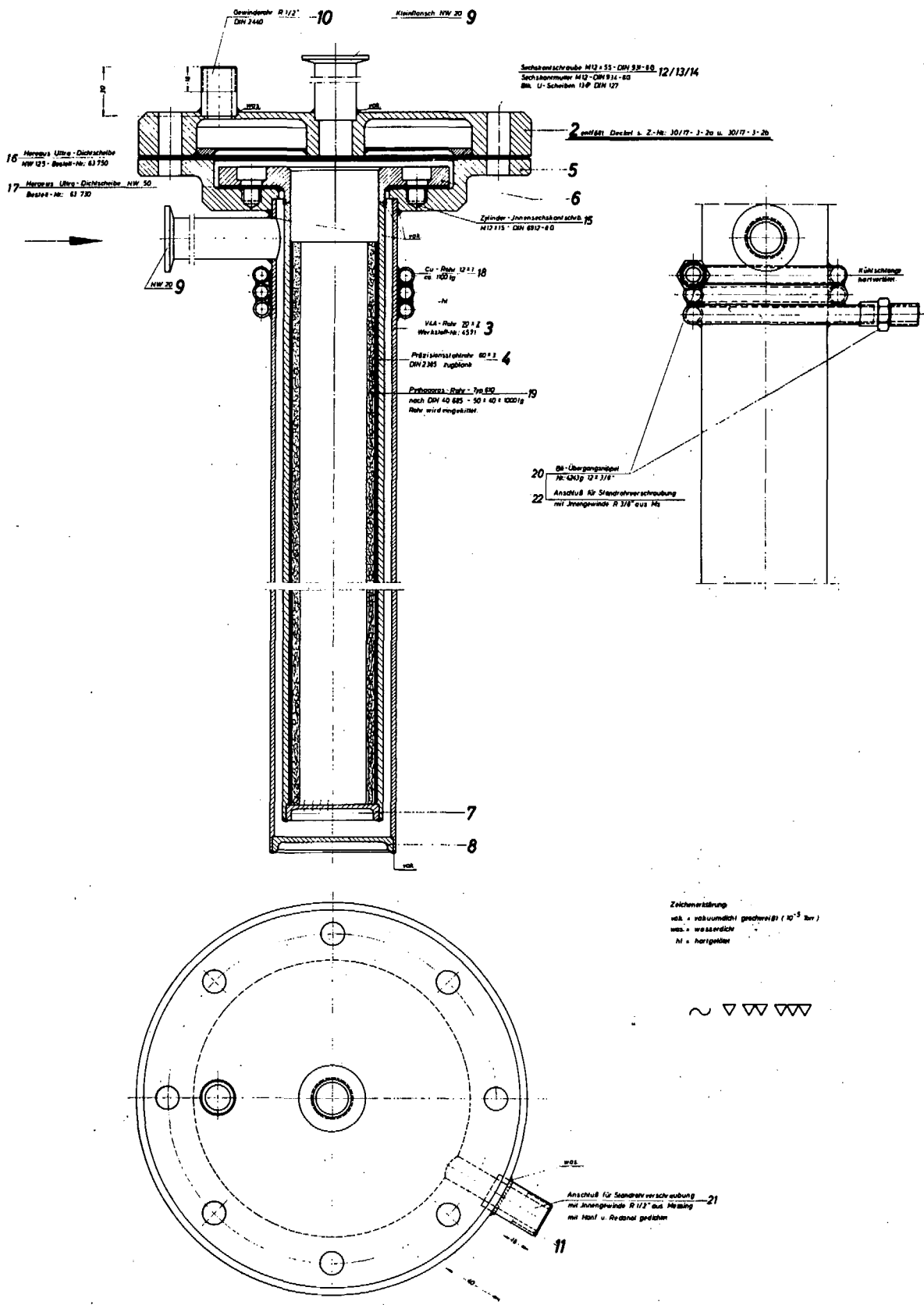


Abb. 8: Patrone zur Argon-Reinigung (Füllung: Titanspäne)

Abb. 9 a: Apparatur zur Reinigung von Wasserstoff
(Palladium-Diffusionszelle)

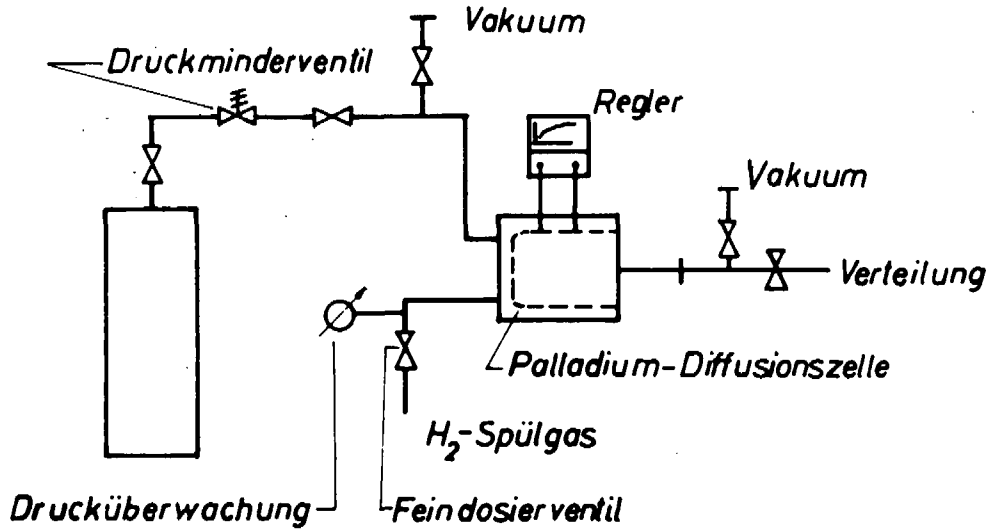


Abb. 9 b: Apparatur zur Reinigung von Wasserstoff
(Aktiv-Kohle-Filter)

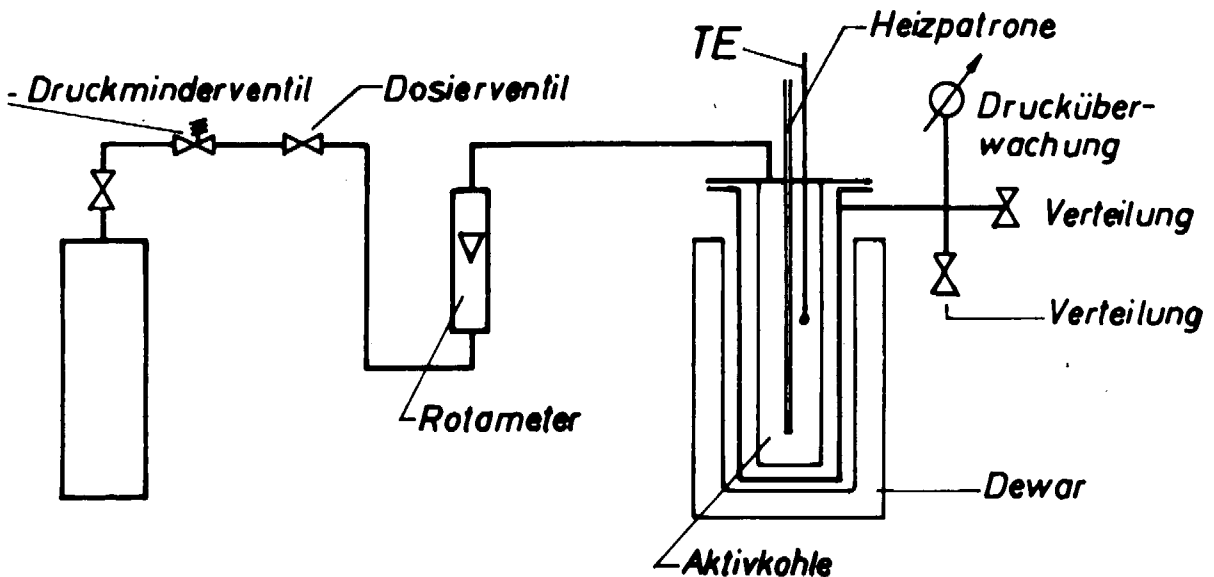


Abb. 9: Schema der Wasserstoff-Reinigung

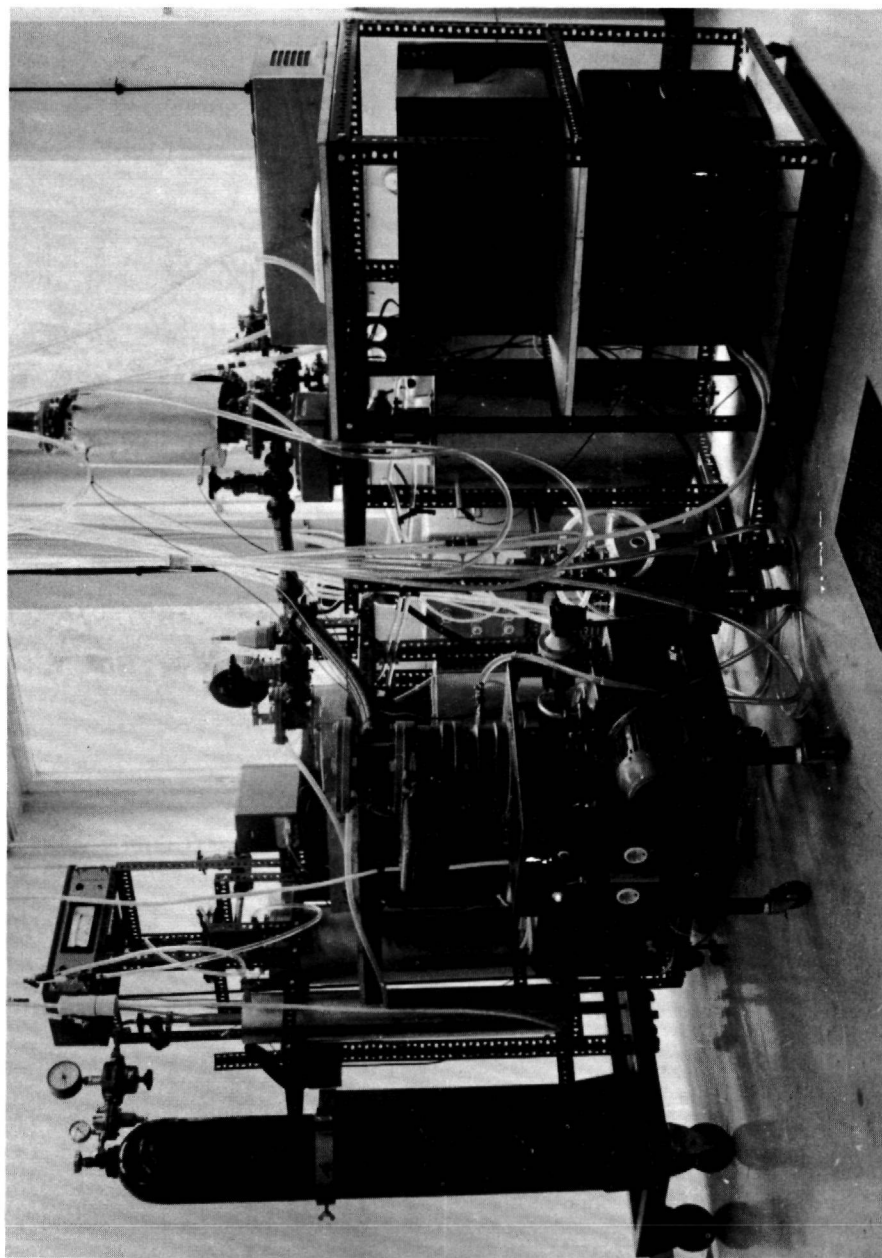


Abb. 10: Apparatur zur Bestimmung der Löslichkeit und der isothermen statischen Korrosion
metallischer Werkstoffe in flüssigen Metallen

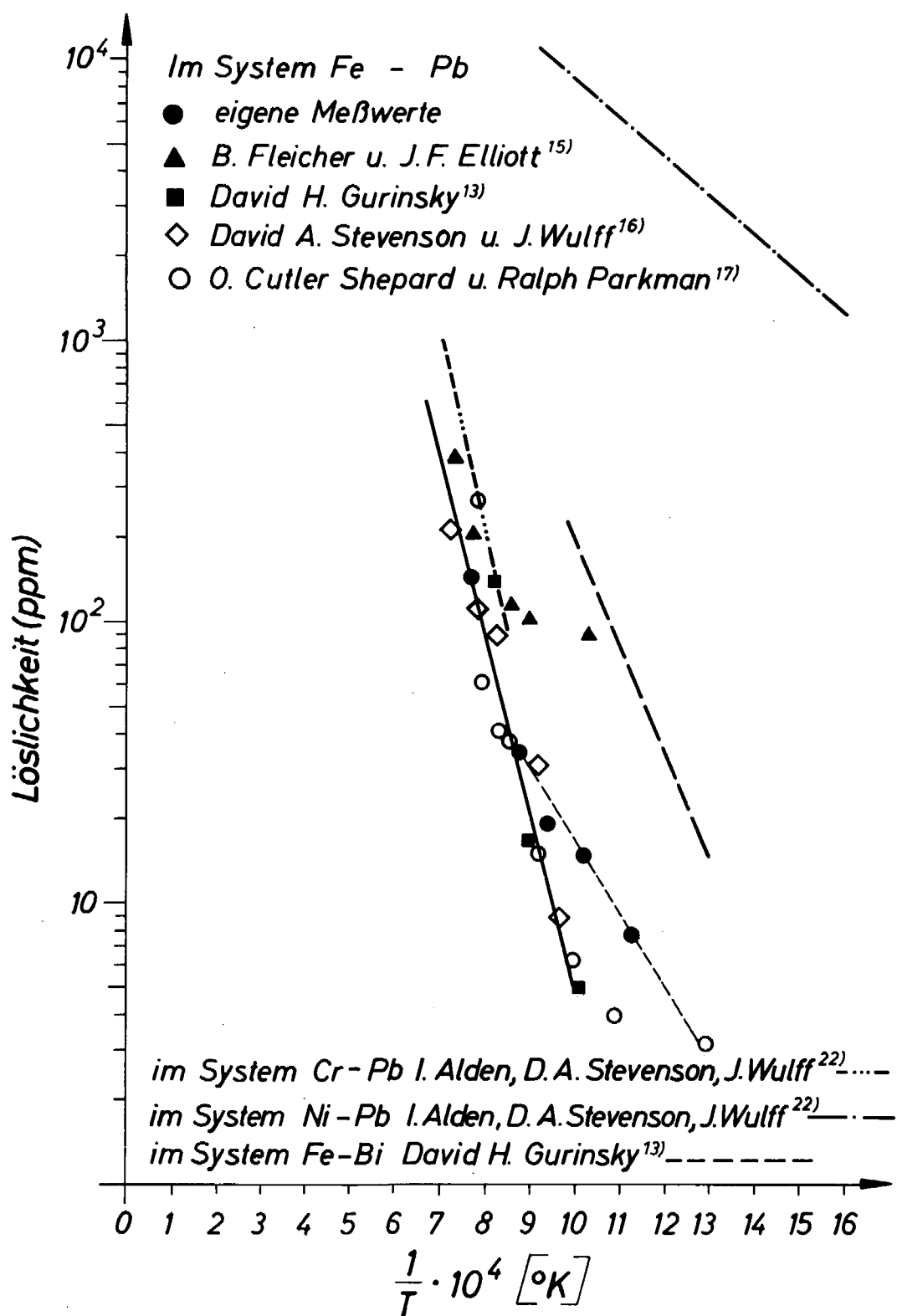


Abb. 11: Löslichkeit von Eisen, Chrom und Nickel in flüssigem Blei sowie die Löslichkeit von Eisen in flüssigem Wismut in Abhängigkeit von der Temperatur

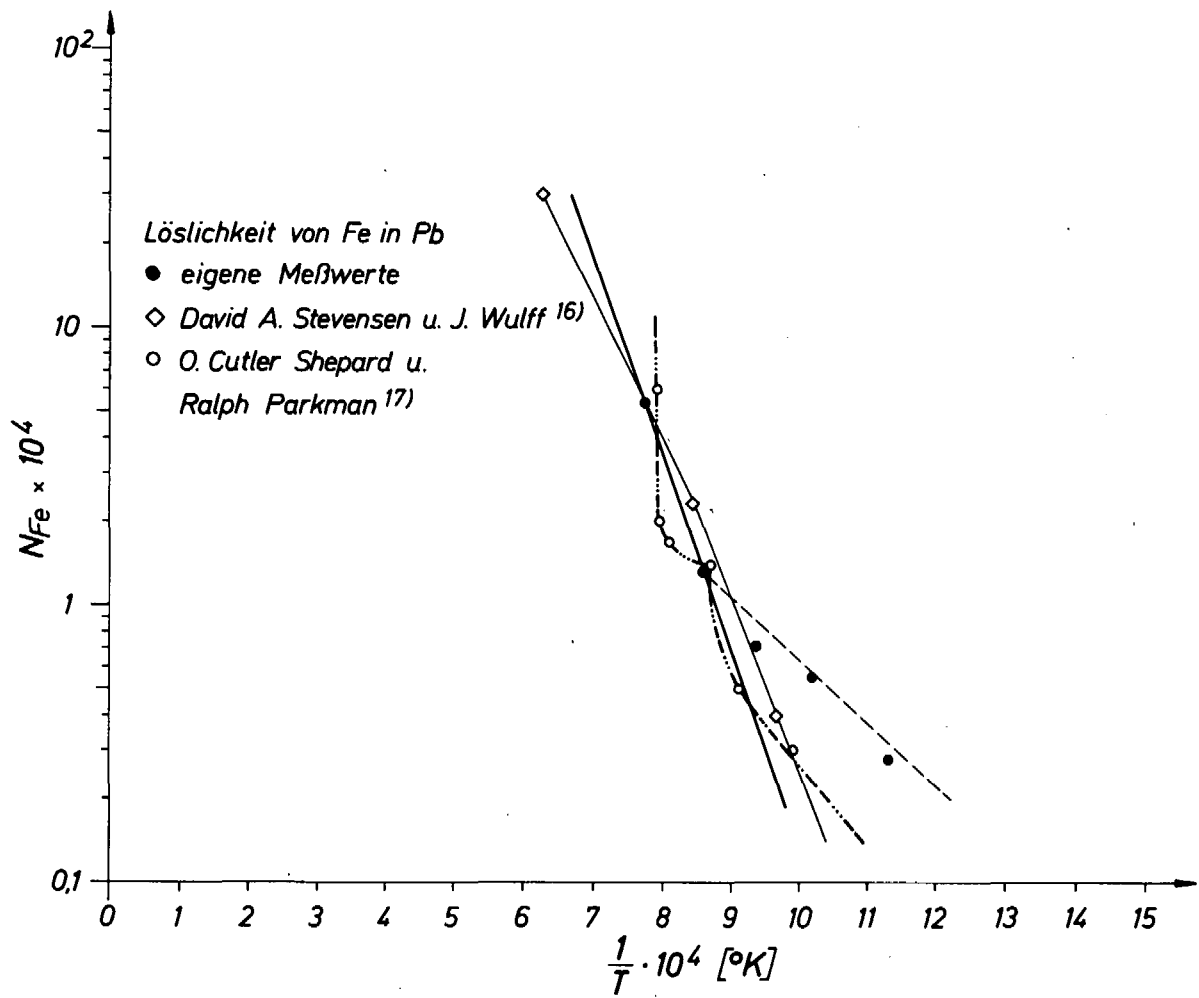


Abb. 12. Eisenlöslichkeit in flüssigem Blei in Abhängigkeit von der Temperatur (N = Molenbruch)

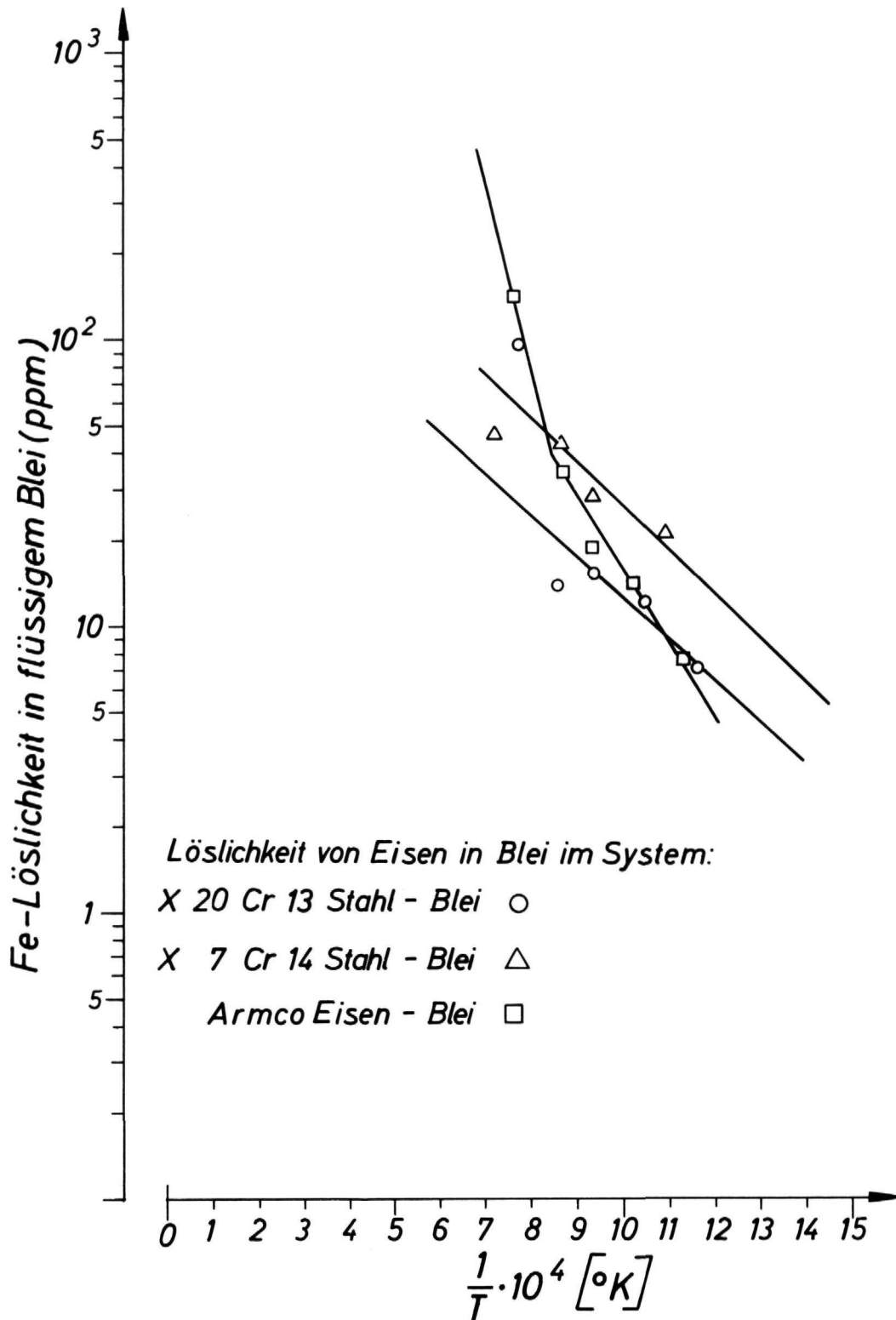


Abb. 13: Eisenlöslichkeit von Stählen in flüssigem Blei in Abhängigkeit von der Temperatur

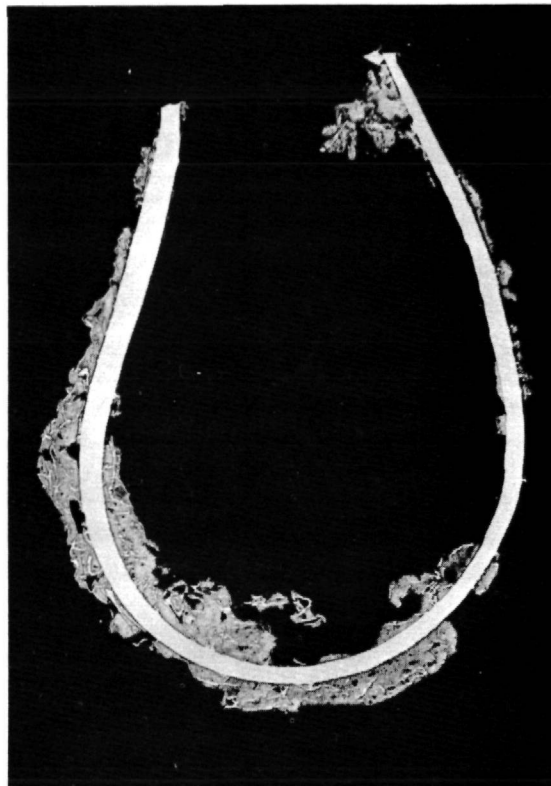


Abb. 14:

4:1

Armco-Eisen-Probe in Bleischmelze bei
415° bis 1018°C, 168 h bei der maximalen
Temperatur von 1018°C, Gesamtversuchs-
dauer 225 h.



Abb. 15:

50:1

Armco-Eisen-Probe in Bleischmelze bei 415° bis 1018°C , 162 h
bei der maximalen Temperatur von 1018°C , Gesamtversuchsdauer
225 h.

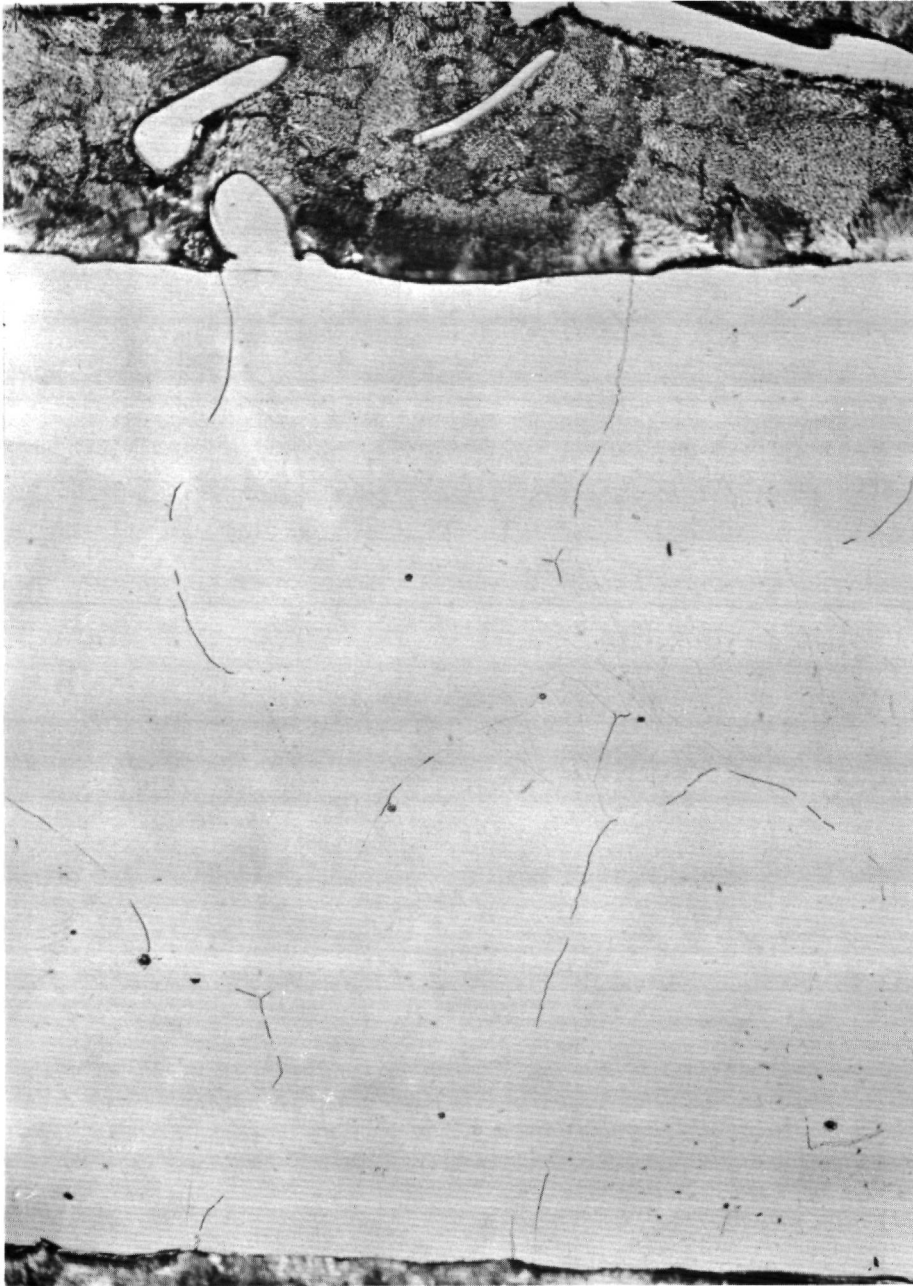


Abb. 16:

alcohol 3%iger HNO_3
200:1

Armco-Eisen-Probe in Bleischmelze bei 415° bis 1018°C , 162 h
bei der maximalen Temperatur von 1018°C , Gesamtversuchsdauer
225 h.

Abb. 17: Mikrosondenanalyse, Armco-Eisen-Probe in Blei bei 415° bis 1018°C, 162 h bei der maximalen Temperatur von 1018°C, Gesamtversuchsdauer 225 h.

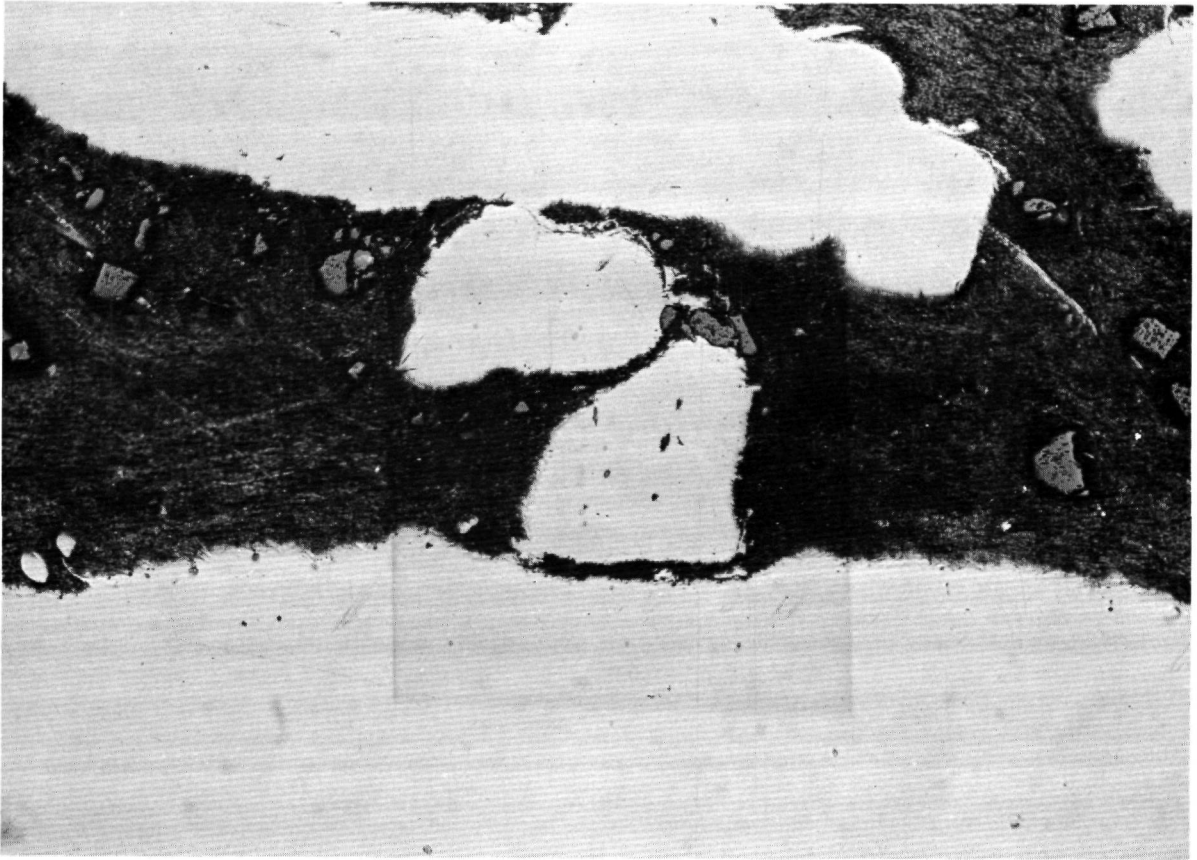


Abb. 17 a: Feld der Mikrosondenuntersuchungen

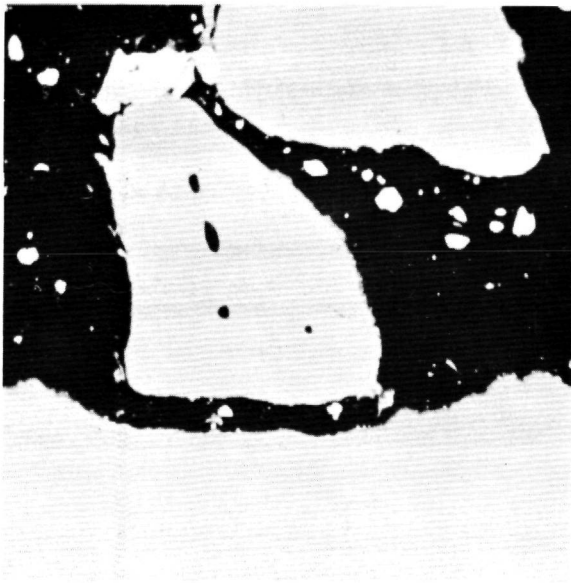


Abb. 17 b: Elektronenbild

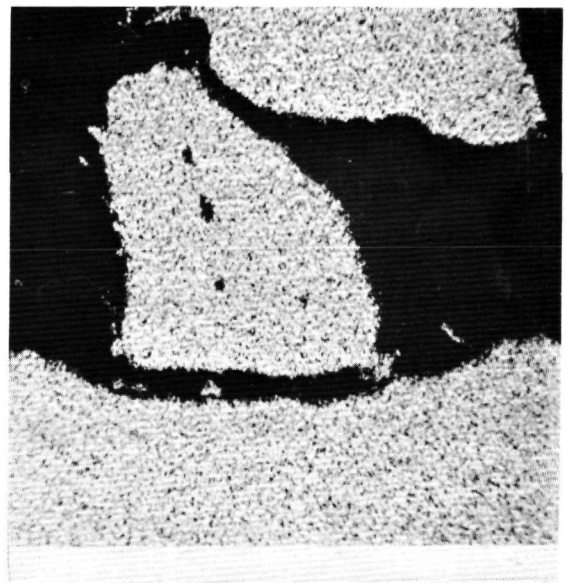


Abb. 17 c: Fe (helles Feld)

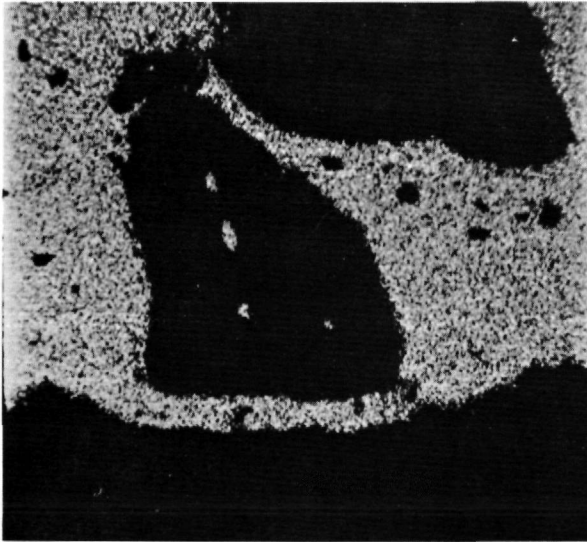


Abb. 17 d: Pb (helles Feld)

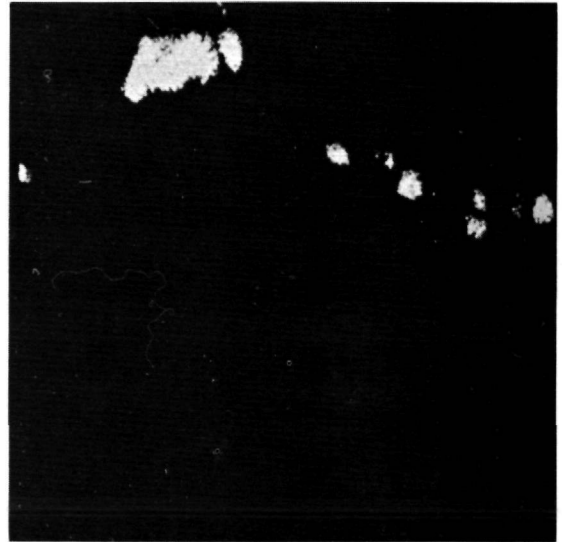


Abb. 17 e: Si (helles Feld)

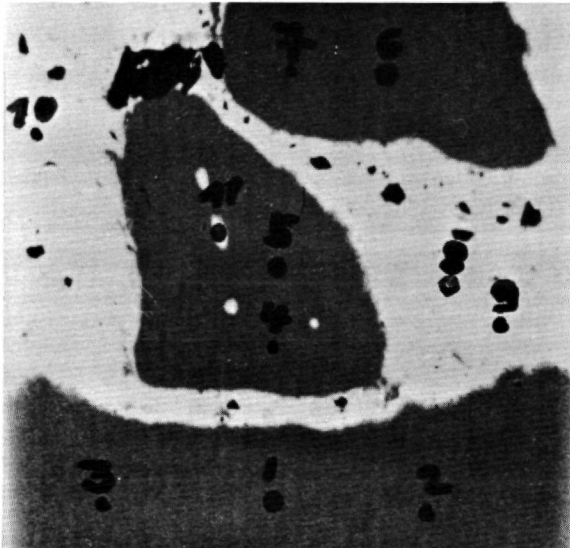


Abb. 17 f: Elektronenbild -

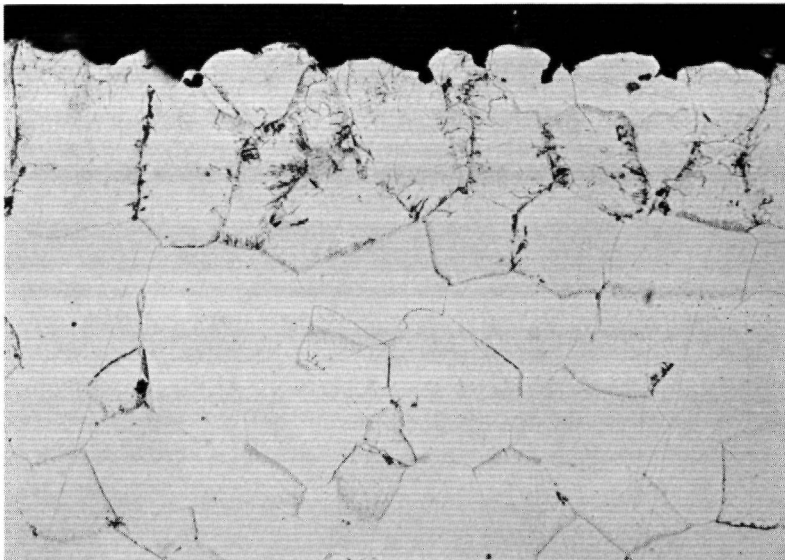
Gezählte Impulse

	Fe	Pb
1)	36853	370
2)	37018	
3)	36755	
4)	37397	464
5)	37602	
6)	37551	
7)	37352	403
8)	156	15616
9)	148	15355
10)	216	15772
11)	909	15413

Fe-Untergrund 125

Pb-Untergrund 390

Die Armco-Eisen-Probe, die für 520 h bei 1000°C mit Blei in Kontakt war, zeigt interkristallinen Korrosionsangriff (Abb. 17 und 18). Vermutlich wurde hier die interkristalline Korrosion durch die Abscheidung von Zementit an der Korngrenze begünstigt oder gar hervorgerufen. Wie aus diesen Abbildungen zu ersehen ist, unterlag die Probe auch transkristalliner Korrosion. Außerdem ist das Korrosionsausmaß an dem gebogenen Teil der Probe stärker als bei den Schenkeln der Probe.

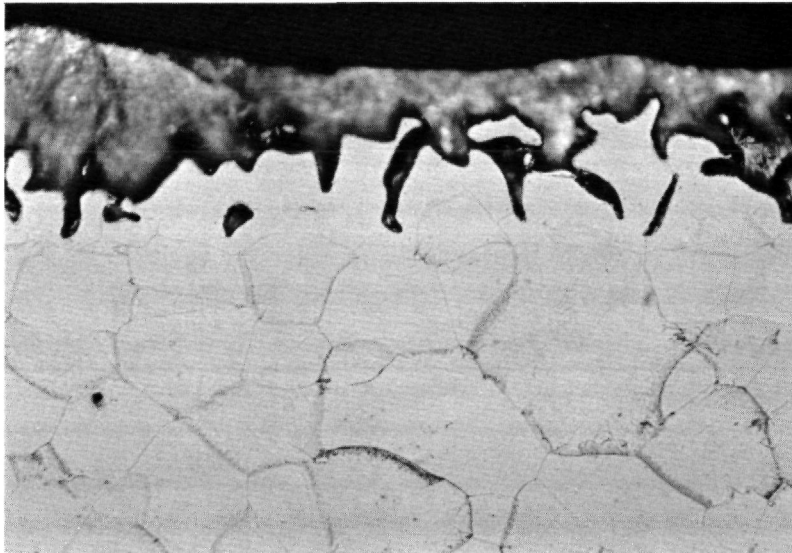


alcohol 3 %-iger HNO_3

Abb. 18:

200:1

Armco-Eisen in Bleischmelze bei 1000°C über 520 h. Die Probe wurde aus dem Schenkel der untersuchten U-förmigen Probe entnommen.



alcohol 3 %-iger HNO_3

Abb. 19:

200:1

Armco-Eisen in Bleischmelze bei 1000°C , 520 h.

Die Probe wurde aus der Biegung der untersuchten
U-förmigen Probe entnommen.

Abb. 20: Mikrosondenanalyse, Armco-Eisen-Probe in flüssigem Blei bei 1000°C, 520 h.

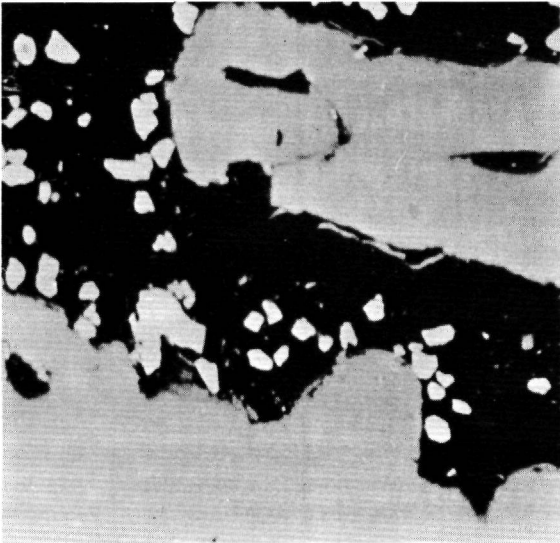


Abb. 20 a: Elektronenbild +

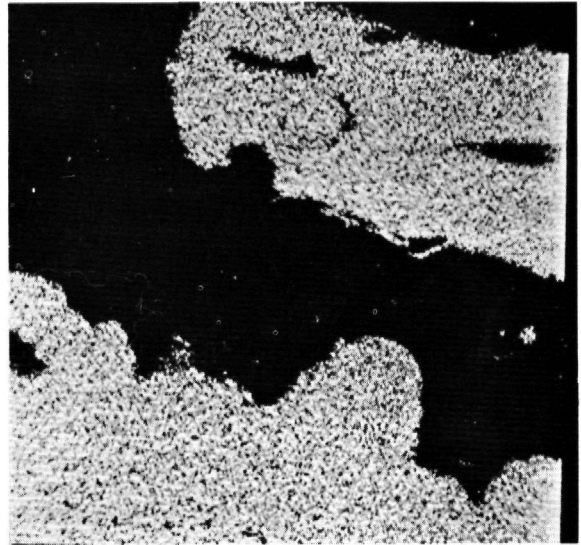


Abb. 20 b: Fe (helles Feld)

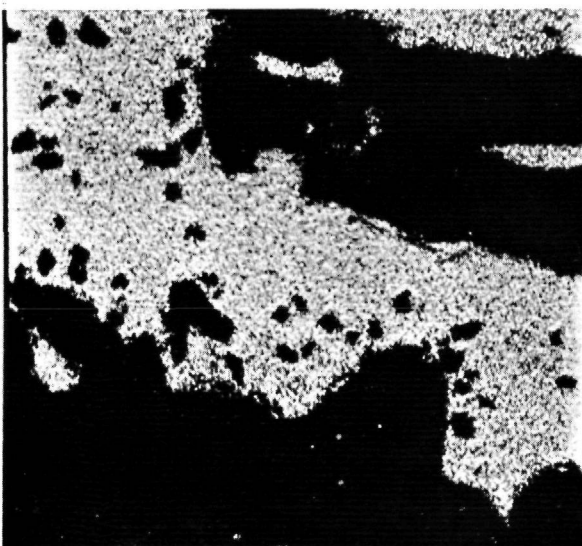


Abb. 20 c: Pb (helles Feld)

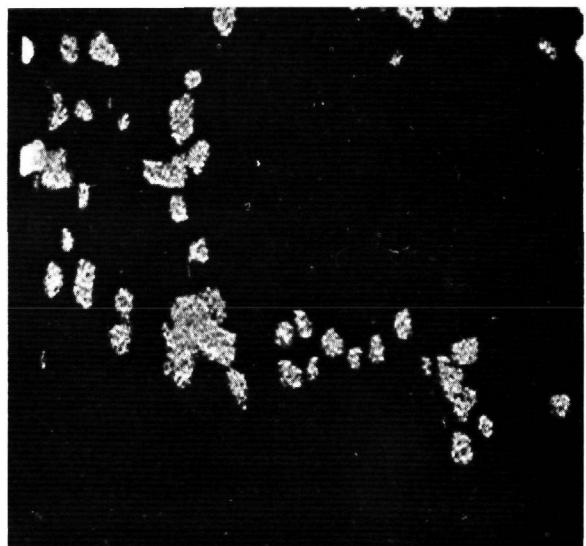


Abb. 20 d: Si (helles Feld)

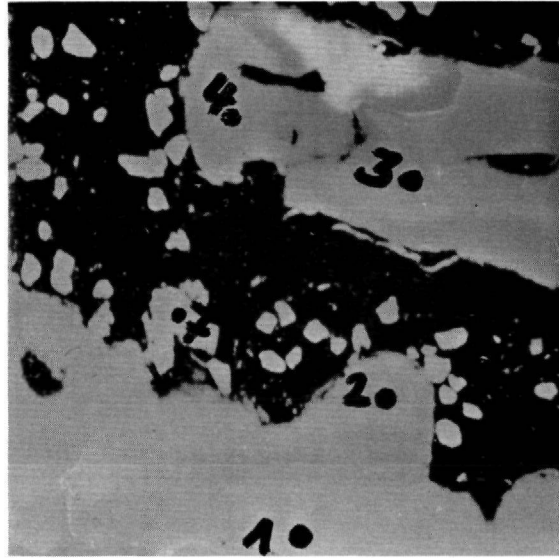


Abb. 20 e:

	Gezählte Impulse		10sec.
1)	42510	Fe	94 Pb
2)	42457		105
3)	42457		102
4)	42807		97
5)	132		6321
6)	529		6166
7)	38		55

Untergrund = 82 Fe

77 Pb

In den Systemen Stahl X 20Cr 13 und X 7Cr 14-Blei (Abb. 20, 21 und 22) scheint der primäre Korrosionsvorgang interkristalliner Natur zu sein. Die Karbide werden an der Korngrenze bevorzugt angegriffen. Wie aus der Abb. 20 zu ersehen ist, kann der Korrosionsangriff soweit fortschreiten, daß ganze Körner herausgelöst werden. Der Korrosionsangriff ist wiederum an der Stelle größer, an welcher das Probenmaterial unter Spannung beansprucht wurde. Bei der X 20 Cr 13 Stahl-Probe (Abb. 21) ist der gebogene Teil stärker korrodiert als die Schenkel der Probe (Abb. 20). Die Eindringtiefe betrug in der Biegung der Probe etwa $380\text{ }\mu\text{m}$ und in den Schenkeln etwa $150\text{ }\mu\text{m}$.

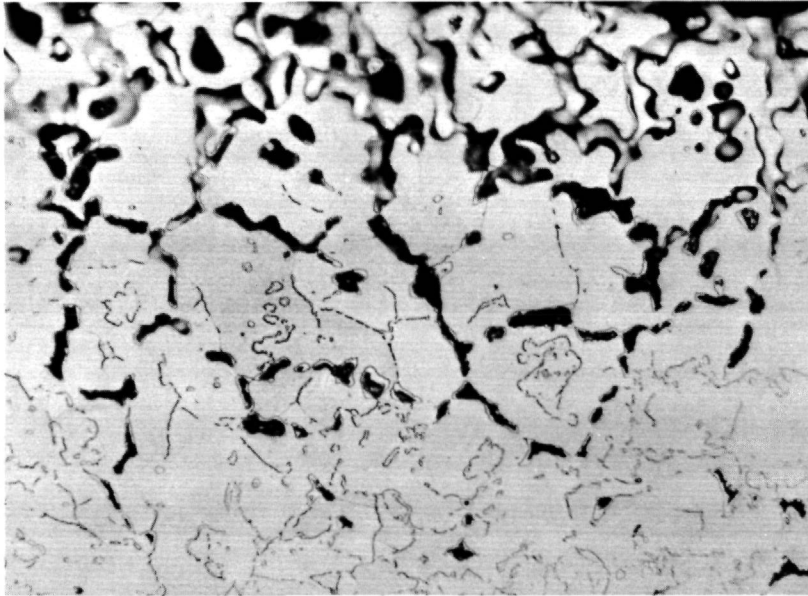


alcohol 3 %-iger HNO_3

Abb. 21:

200:1

Stahl X 20 Cr 13 in Bleischmelze bei $388^\circ - 1000^\circ\text{C}$, 103 h, bei der maximalen Temperatur von 1000°C , Gesamtversuchsdauer 200 h. Die Probe wurde aus dem Schenkel der untersuchten U-förmigen Probe entnommen.



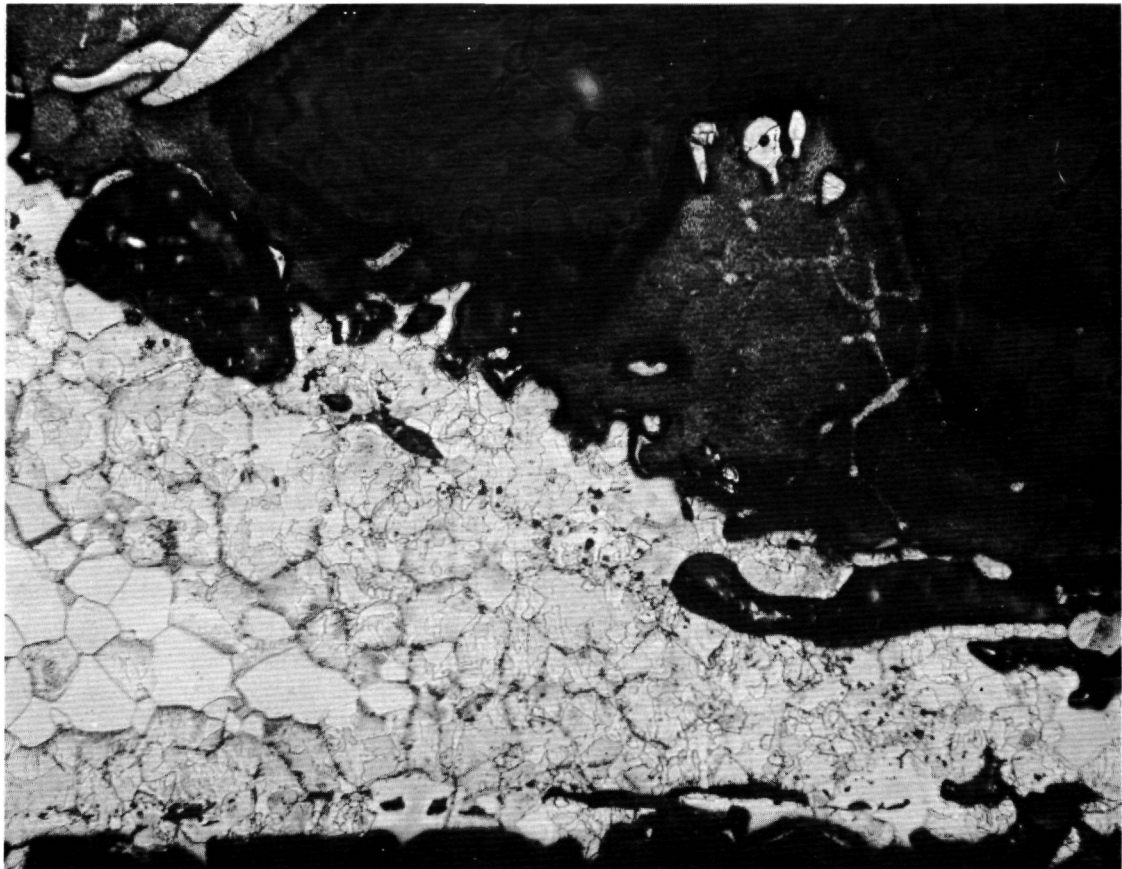
alcohol 3 %-iger HNO_3

Abb. 22:

200:1

Stahl X 20 Cr 13 in Bleischmelze bei 388° -
 1000°C , 103 h, bei der maximalen Temperatur
von 1000°C , Gesamtversuchsdauer 200 h. Die
Probe wurde aus der Biegung der untersuchten
U-förmigen Probe entnommen.

Der Einfluß der Spannung beim Korrosionsangriff im Material wird in einem anderen Versuch noch deutlicher beobachtet. Die X 7 Cr 14 Stahl-Probe ist z.B. an dem gebogenen Teil fast völlig aufgelöst worden (Abb. 22), wobei die Schenkel der Probe noch erhalten geblieben sind.



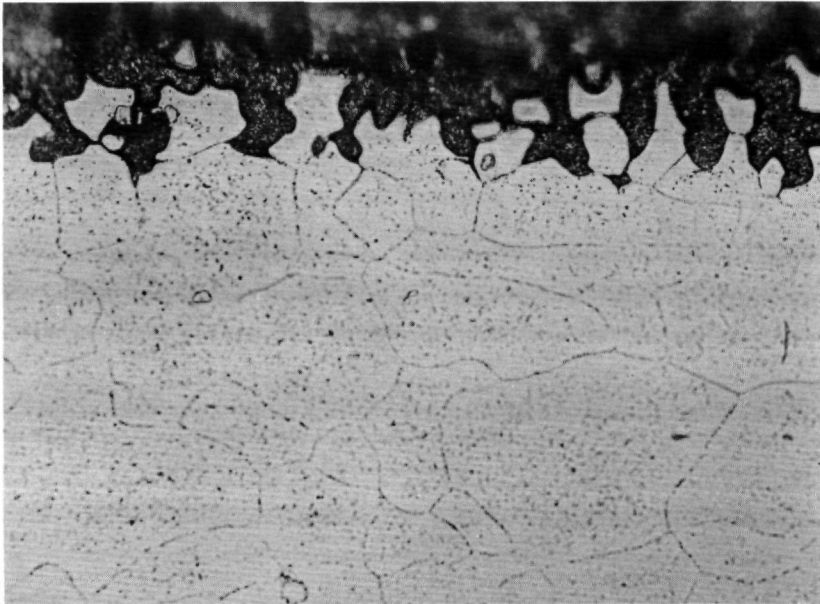
V2A Beize

Abb. 23:

200:1

Stahl X 7 Cr 14 (aus der Biegung der U-förmigen Probe) in Bleischmelze bei $400 - 1100^{\circ}\text{C}$, 220 h, bei der maximalen Temperatur von 1100°C , Gesamtversuchsdauer 420 h.

Wie aus den Abbildungen 23 und 24 zu ersehen ist, wurden die Stähle X 8 CrTi 17 und X 8 CrNb 17 bei 650°C und 1000 Stunden Versuchsdauer gleichermaßen angegriffen. Ferner wurde festgestellt, daß durch die fortschreitende Korrosion an der Korngrenze des Probenmaterials die Körner zu zerfallen beginnen. Ein so zerfallenes Korn wurde mit der Mikrosonde analysiert (Abb. 25). Dabei betrug der Eisengehalt etwa 30% mehr und der Chromgehalt etwa 20% weniger als in der ursprünglichen Zusammensetzung des Probenmaterials, da Chrom aus dem Stahl durch Blei bevorzugt herausgelöst wird.

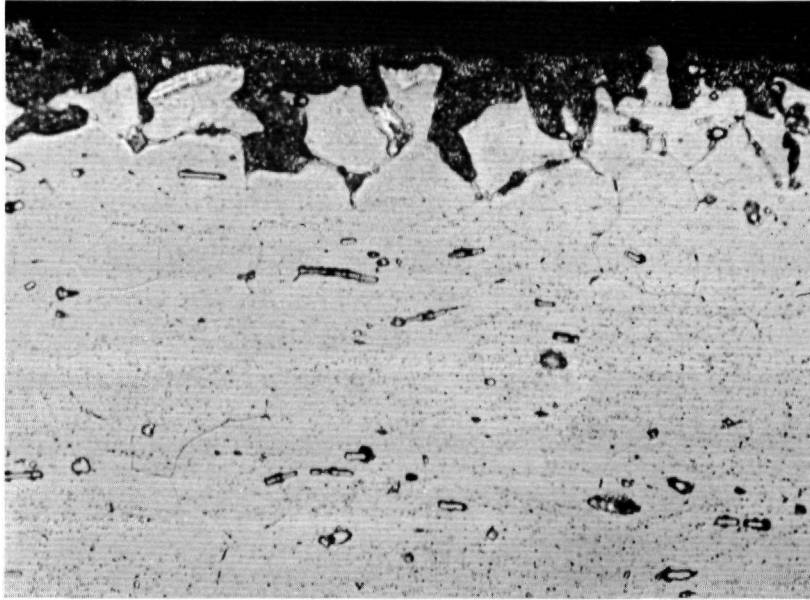


V2A Beize

Abb. 24:

500:1

Stahl X 8 CrTi 17 in Bleischmelze bei 650°C,
1000 h



V2A Beize

Abb. 25:

500:1

Stahl X 8 CrNb 17 in Bleischmelze bei 650°C,
1000 h.

Abb. 26: Mikrosondenanalyse, X 8 CrTi 17 Stahl-Probe aus dem Schenkel der U-Probe in Blei bei 650°C, 1000 h.

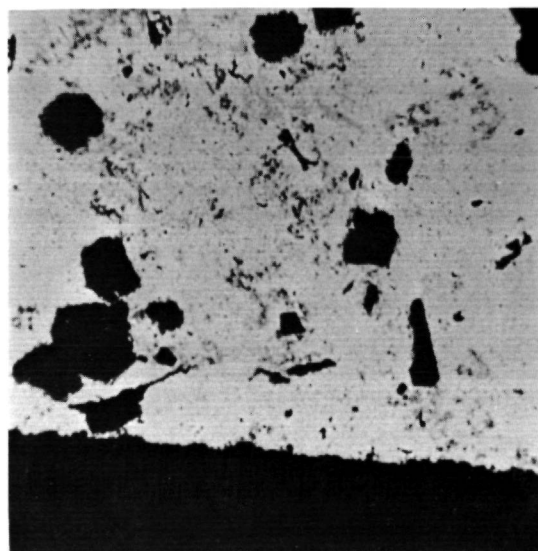
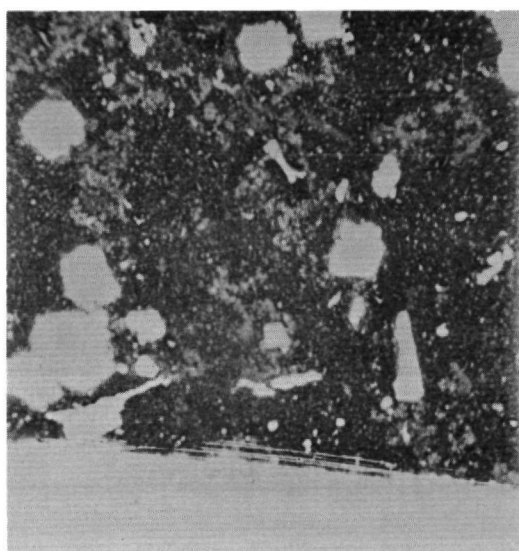


Abb. 26 a: x 240
Feld 300 x 300 μm
Elektronenbild +

Abb. 26 b: x 240
Elektronenbild -

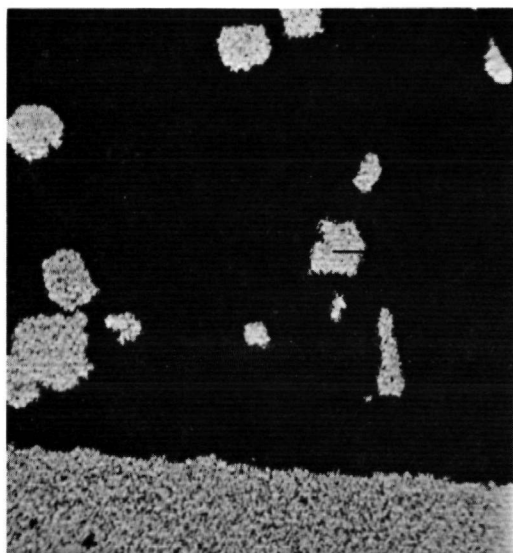


Abb. 26 e: Fe (helles Feld)

Abb. 26 d: Cr (helles Feld)



Abb. 26 e: Ti (helles Feld)

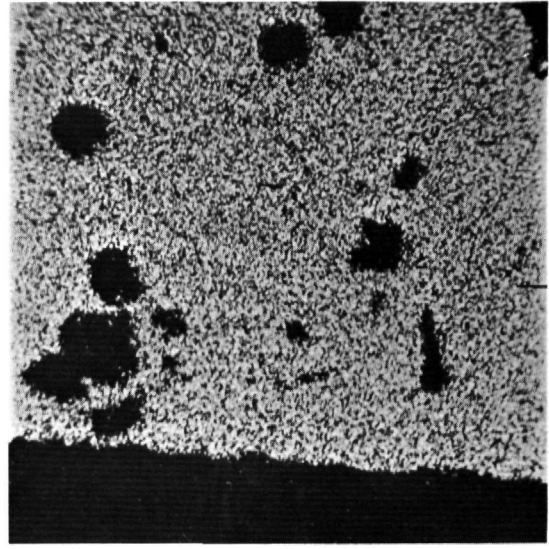


Abb. 26 f: Pb (helles Feld)

5. Das System Molybdän - Blei

5.1 Literaturübersicht

In ihrer Untersuchung von 250 Stunden Dauer fanden O. Cutler Shepard und Ralph Parkman²³⁾ bei 982°C keinen Korrosionsangriff von Blei auf Molybdän. Bei diesen Vorversuchen fanden sie jedoch eine Molybdän-Löslichkeit von $\text{ca. } 3 \cdot 10^{-4} \% (\sim 3 \text{ ppm})$ in Blei bei 816°C.

Bei 1200°C stellten T. Alden, D.A. Stevenson und J. Wulff²²⁾ eine Molybdän-Löslichkeit von $< 0,005 \text{ Gew.}\%$ ($< 50 \text{ ppm}$) in Blei fest.

LeRoy R. Kelman, Walter D. Wilkinson und Frank L. Yaggee²⁴⁾ geben an, daß bei einer Temperatur von 1000°C und 9 Tagen Versuchsdauer keine wesentliche Korrosion von Molybdän durch Blei beobachtet werden konnte. Eine eindeutige Aussage fehlt jedoch.

Nach der Aussage von R.C. Grassi, D.W. Bainbridge und J.W. Harman²⁵⁾ wurde Molybdän bis zu einer Temperatur von 1093°C in 500 Stunden durch Blei nicht angegriffen.

5.2 Versuchsergebnisse

Bei der eigenen Untersuchung von 200 Stunden Dauer wurde bis 1000°C keine Löslichkeit von Molybdän in Blei gefunden. Auch ein Korrosionsangriff durch Blei konnte nicht festgestellt werden (Abb. 26 und 27). Wie aus der Abb. 27 zu ersehen ist, trat in dem Probenmaterial während der Versuchsdauer eine Rekristallisation ein. Die Probe in nichtbehandeltem Zustand (Abb. 26) zeigt die Walztextur.

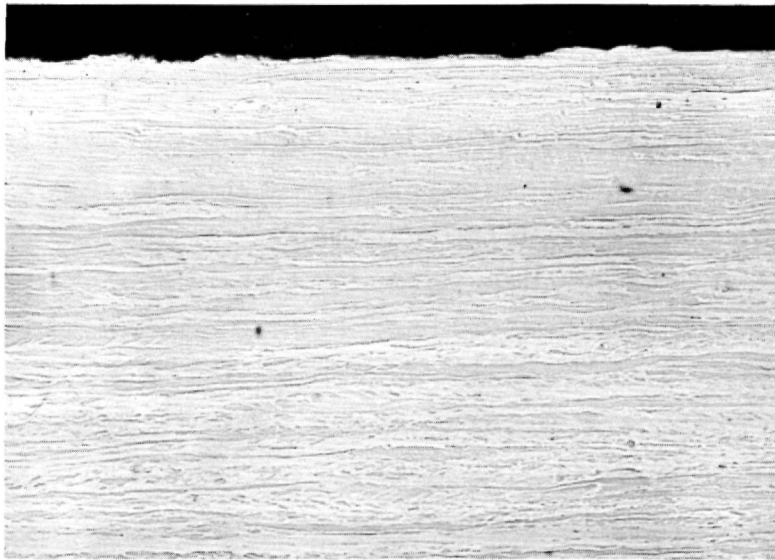
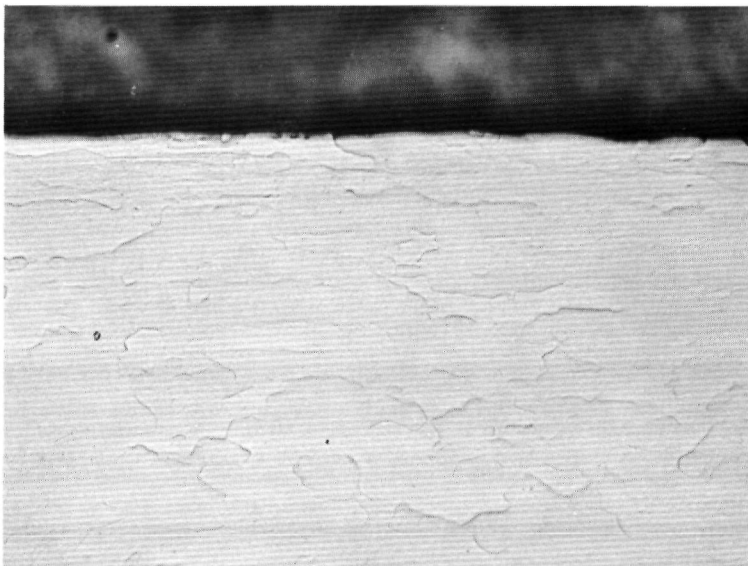


Abb. 27: 200:1
Molybdän-Probe vor der Untersuchung
(in nicht behandeltem Zustand)



wässrig. HNO_3 -HF Lösung
Abb. 28: 200:1
Molybdän-Probe in Bleischmelze bei 368° -
 1000°C , 100 h, bei der maximalen Tempera-
tur von 1000°C , Gesamtversuchsdauer 200 h.

6. Das System Niob - Blei

6.1 Literaturübersicht

Hinsichtlich des Korrosionsverhaltens von Niob gegenüber Blei widersprechen sich die Literaturangaben.

D. Cutler Shepard und Ralph Parkman²³⁾ konnten in Niob bei 816°C und 100 Stunden Versuchsdauer keinen Korrosionsangriff durch Blei feststellen. Ferner fanden sie, daß Niob auch bei einer Temperatur von 982°C in 50 Stunden durch Blei nicht angegriffen wurde. Bei einer Temperatur von 1000°C haben W.D. Wilkinson, E.W. Hoyt und H.V. Rhode²⁶⁾ den Angriff von Blei in Niob festgestellt. Sie schätzen, daß dabei eine Korrosionsrate von etwa 25 µm/Jahr auftrat.

Zwischen 760°C und 982°C wurde bei R.C. Grassi, D.W. Bainbridge und Harman²⁵⁾ keine Löslichkeit von Niob in Blei festgestellt. Auch ein Korrosionsangriff wurde an der Nioboberfläche nicht beobachtet. Sie fanden jedoch, daß Niob durch Blei bei 1093°C nach 500 Stunden stark angegriffen wurde.

Bei den Untersuchungen von LeRoy R. Kelman, Walter D. Wilkinson und Frank L. Yaggee²⁴⁾ zeigte es sich, daß Niob bei einer Temperatur von 1000°C und einer Versuchsdauer von 17 Tagen nur unwesentlich durch Blei angegriffen war. Ein interkristalliner Angriff wurde auch hier nicht beobachtet.

6.2 Versuchsergebnisse

In der vorliegenden Untersuchung konnte bei einer Temperatur von 1000°C und einer Versuchsdauer von 213 Stunden eine Korrosion von Niob durch Blei nicht festgestellt werden (s. Abbildungen 29 und 30).



Abb. 29: 200:1
Niob-Probe vor der Untersuchung
(in nicht behandeltem Zustand)



Abb. 30: HNO_3 -HF-Glycerin-Lösung 200:1
Niob-Probe in Blei bei $422^\circ - 1000^\circ\text{C}$,
100 h, bei der maximalen Temperatur von
 1000°C , Gesamtversuchsdauer 213 h.

7. Das System Tantal - Blei

7.1. Literaturübersicht

Bei einer Temperatur von 954°C und einer Versuchsdauer von 250 Stunden wurde bei O. Cutler Shepard und Ralph Parkman²³⁾ kein Korrosionsangriff von Blei auf Tantal festgestellt. LeRoy R. Kelman, Walter D. Wilkinson und Frank L. Yaggee²⁴⁾ konnten bei ihrer Untersuchung (1000°C und 9 Tage Tantal-Blei Kontaktzeit) keinen interkristallinen Angriff, wohl aber einen wesentlichen Korrosionsangriff transkristalliner Natur feststellen. Hieraus errechneten sie eine durchschnittliche Korrosionsrate von etwa $0,02 \text{ mil/Monat}$. Von W.D. Wilkinson, E.W. Hoyt und H.V. Rhode²⁶⁾ wird dagegen eine Korrosionsrate von weniger als $2,5 \text{ um/Jahr}$ bei 1000°C angegeben.

7.2. Versuchsergebnisse

Bei der eigenen Untersuchung wurde Tantal, wie aus den Abbildungen 31 und 32 ersichtlich ist, bei einer Temperatur von 960°C und einer Versuchsdauer von 162 Stunden durch Blei nicht angegriffen.

Nach einem anderen Versuch von 324 Stunden (Temperatur: $415^{\circ} - 925^{\circ}\text{C}$) zeigte es sich, daß die Tantal-Probe sehr spröde war. Bei der metallographischen Untersuchung wurden viele Risse in dem gebogenen Teil der Probe festgestellt (Abbildungen 33 u. 34, die vermutlich durch die Materialspannungen unter den Versuchsbedingungen entstanden waren).

Zur Bestimmung der Löslichkeit von Tantal wurde eine Aktivierungsanalyse an den Blei-Proben durchgeführt. Dabei enthielt die Blei-Probe weniger als $0,001 \text{ ppm}$ Tantal.



Abb. 31: HNO_3 -HF-Glycerinlösung
200:1

Tantal-Probe vor der Untersuchung (in
nicht behandeltem Zustand)

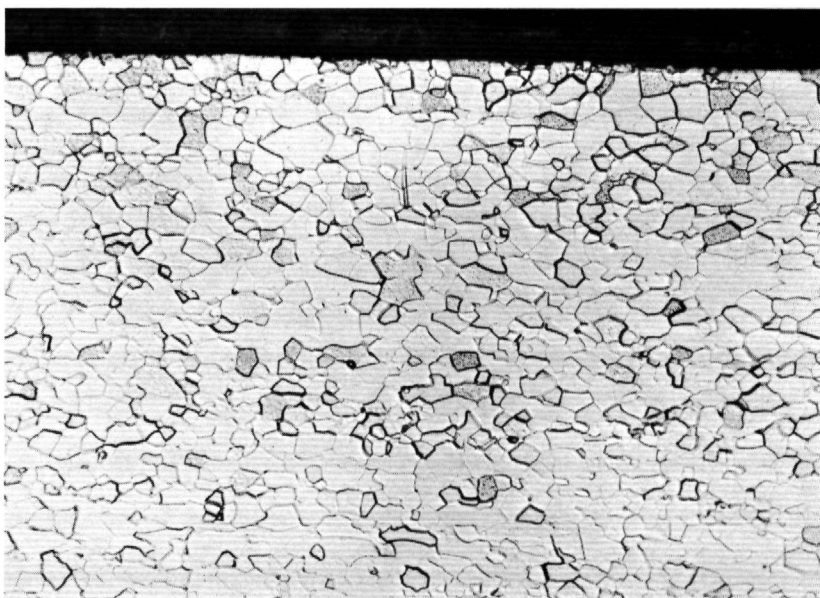


Abb. 32: HNO_3 -HF-Glycerinlösung
200:1

Tantal-Probe in Bleischmelze bei 360°C - 960°C ,
100 h bei der maximalen Temperatur von 960°C ,
Gesamtversuchsdauer 162 h.

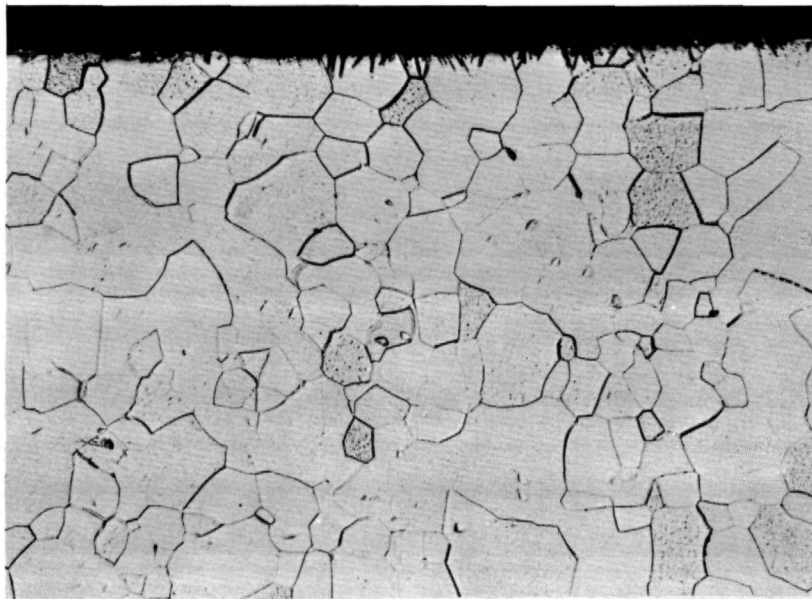


Abb. 33: HNO_3 -HF-Glycerinlösung
200:1

Tantal-Probe (Druckstelle in der Biegung) in Bleischmelze bei 415°C - 925°C , 100 h bei der maximalen Temperatur von 925°C , Gesamtversuchsdauer 324 h.

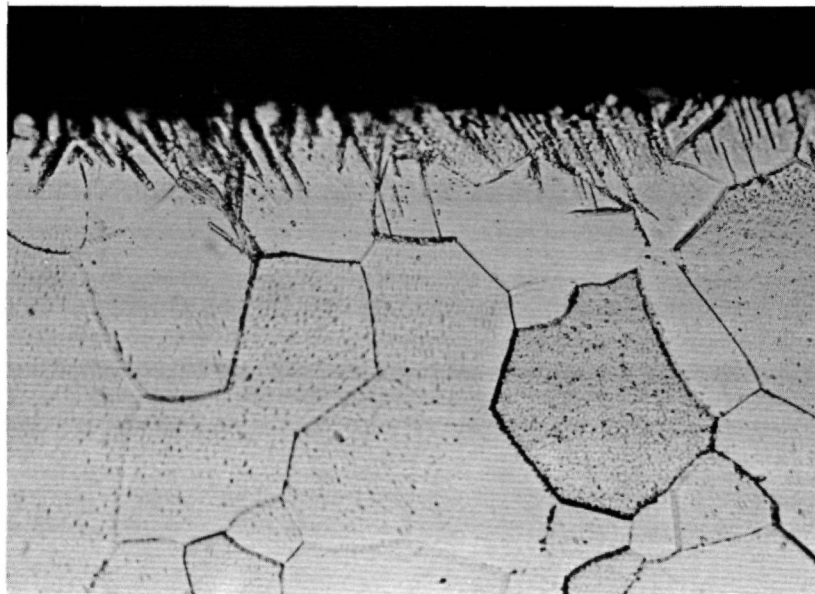


Abb. 34: HNO_3 -HF-Glycerinlösung
500:1

Tantal-Probe (Druckstelle in der Probenbiegung) in Bleischmelze bei 415°C - 925°C , 100 h bei der maximalen Temperatur von 925°C , Gesamtversuchsdauer 324 h.

8. Das System Vanadium - Blei

8.1. Literaturübersicht

Das System Vanadium-Blei wurde in der Literatur kaum behandelt. Manly²⁷⁾ stellte an der Oberfläche einer Vanadium-Probe, die in Blei 400 Stunden lang bei einer Temperatur von 1000°C eingetaucht wurde, eine intermetallische Phase fest.

In der vorliegenden Arbeit wurde bis zu 1000°C keine Löslichkeit von Vanadium in Blei gefunden. Bei der metallographischen Untersuchung wurde jedoch festgestellt, daß Vanadium durch Blei stark angegriffen wurde.

8.2. Versuchsergebnisse

Abbildung 35 zeigt die Mikrostruktur einer Vanadium-Probe bevor sie mit Blei in Kontakt gebracht wurde.

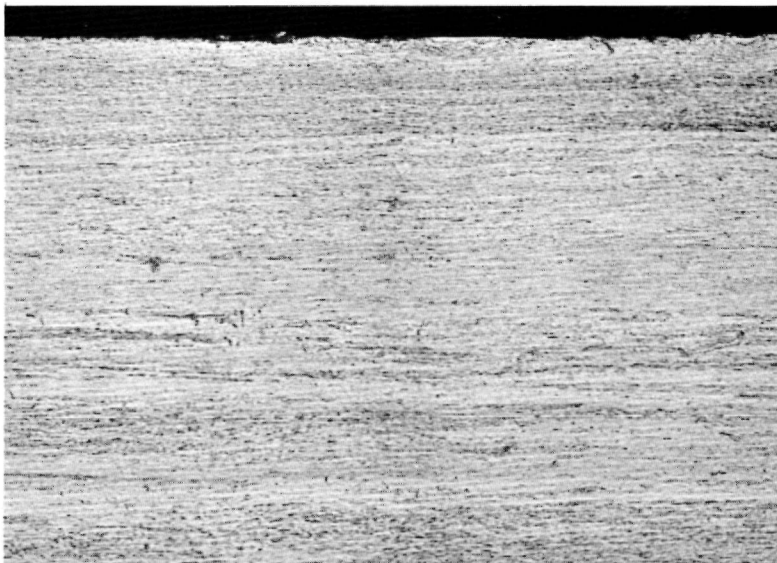


Abb. 35: 200:1
Vanadium-Probe vor der Untersuchung (in nicht behandeltem Zustand)

In den Abbildungen 36 und 37 wird die Oberfläche der mit Blei behandelten Proben (Versuchsbedingungen: Temperaturen zwischen $352-950^{\circ}\text{C}$, Versuchsdauer 265 Stunden) bei 200-facher Vergrößerung gezeigt. Die in der Biegung der Probe an den Korngrenzen beobachteten Risse (Abb. 36 und 37) sind anscheinend durch Spannungskorrosion hervorgerufen worden. Die unregelmäßige Oberfläche (Abb. 36) ist auf die Lösung von Vanadin in Blei zurückzuführen.

Da mit der bei dieser Arbeit angewandten Untersuchungsmethode eine Löslichkeit von Vanadium in Blei nicht gefunden wurde, handelt es sich hierbei vermutlich um die Bildung einer intermetallischen Phase, die in Blei unter diesen Bedingungen nicht löslich ist. In Abbildung 35 ist an der Vanadium-Probe noch ein Rest der Korrosionsschicht zu sehen. Vermutlich bildete sich diese Phase zuerst über die gesamte Oberfläche der Vanadium-Probe, wurde jedoch im Laufe der Zeit von der Probenoberfläche abgetragen. Ferner wurde in allen Proben, die in Blei bei höheren Temperaturen eingetaucht wurden, eine Rekristallisation festgestellt.

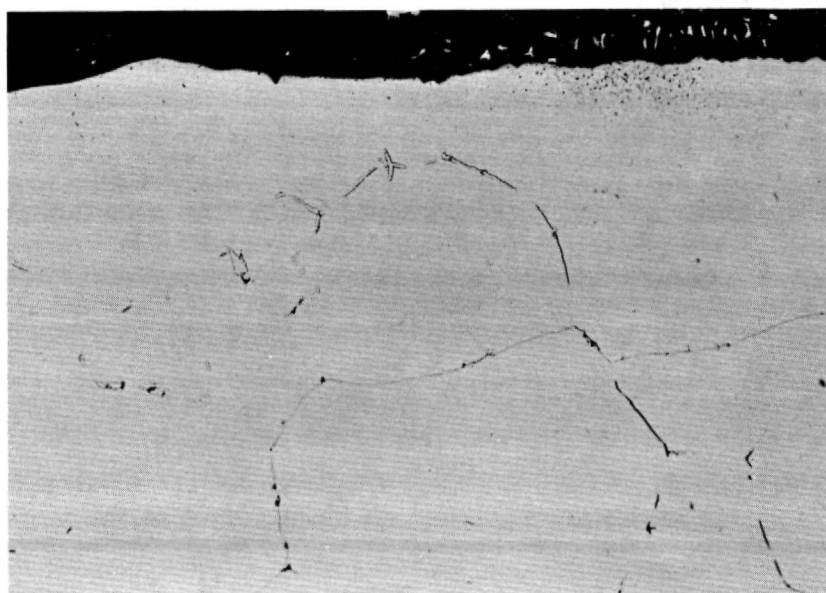


Abb. 36

$\text{KOH-K}_3(\text{FeCN})_6$ -Lösung
200:1

Vanadium (Druckstelle in der Probenbiegung) in Bleischmelze bei 352° bis 950°C , 100 h bei der maximalen Temperatur von 950°C , Gesamtversuchsdauer 265 h.

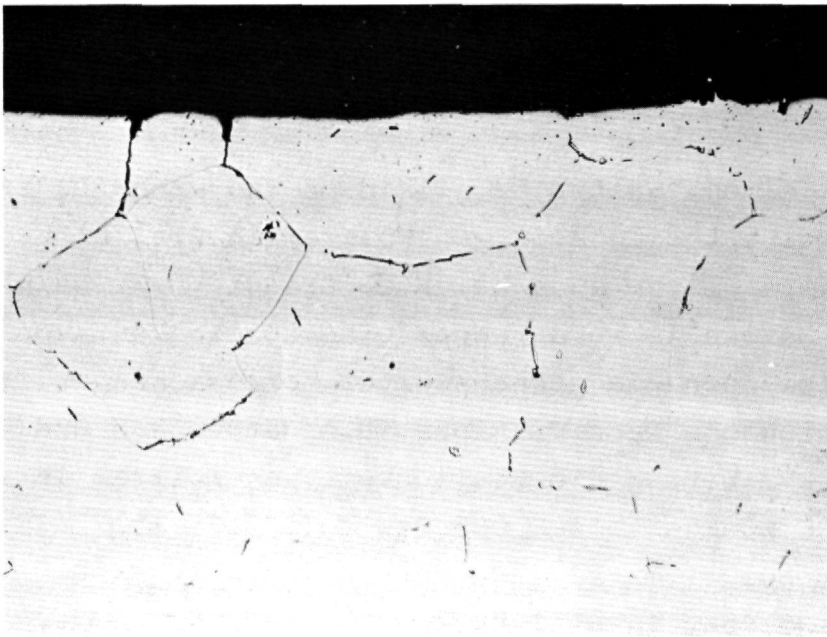


Abb. 37: $\text{KOH-K}_3(\text{FeCN})_6$ -Lösung
200:1

Vanadium (Zugstelle in der Probenbiegung) in Bleischmelze bei 352°C - 950°C , 100 h bei der maximalen Temperatur von 950°C , Gesamtversuchsdauer 265 h.

Bei einer Temperatur von 1110°C wurde Vanadium nach einer Versuchsdauer von 20 Stunden durch Blei stark angegriffen (Abb. 38). Der Probenschenkel zeigt noch die an der Oberfläche anhaftende Korrosionsschicht.

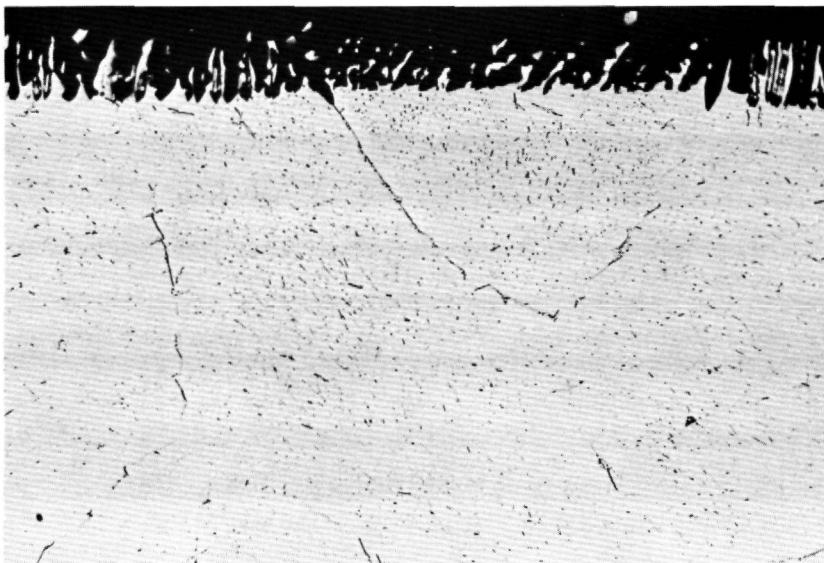


Abb. 38: $\text{KOH-K}_3(\text{FeCN})_6$ -Lösung
200:1

Vanadium-Probe in Bleischmelze bei 1110°C über 20 h.

9. Das System Wolfram - Blei

9.1. Literaturübersicht

LeRoy R. Kelman, Walter D. Wilkinson und Frank L. Yaggee²⁴⁾ konnten keine Löslichkeit von Wolfram in Blei bis zu 1000°C feststellen. Auch bei R.C. Grassi, D.W. Bainbridge und J.W. Harman²⁵⁾ wurde weder eine Löslichkeit von Wolfram in Blei noch ein nennenswerter Korrosionsangriff bis 1000°C gefunden. Nach T. Alden, D.A. Stevenson und J. Wulff²²⁾ betrug die Löslichkeit von Wolfram in Blei bei 1200°C weniger als 0,005 Gew.% (0,0056 At.%). Nach S. Inouye³¹⁾ soll bei 1200°C die Löslichkeit etwa 30 Gew.% Wolfram in Blei betragen.

9.2. Versuchsergebnisse

Die Wolfram-Probe wurde in Blei 306 Stunden lang bei einer Temperatur von 420°C-950°C (Abb. 39) eingetaucht. Es wurde keine Löslichkeit von Wolfram in Blei und auch keine nennenswerte Korrosion in der Probe beobachtet.

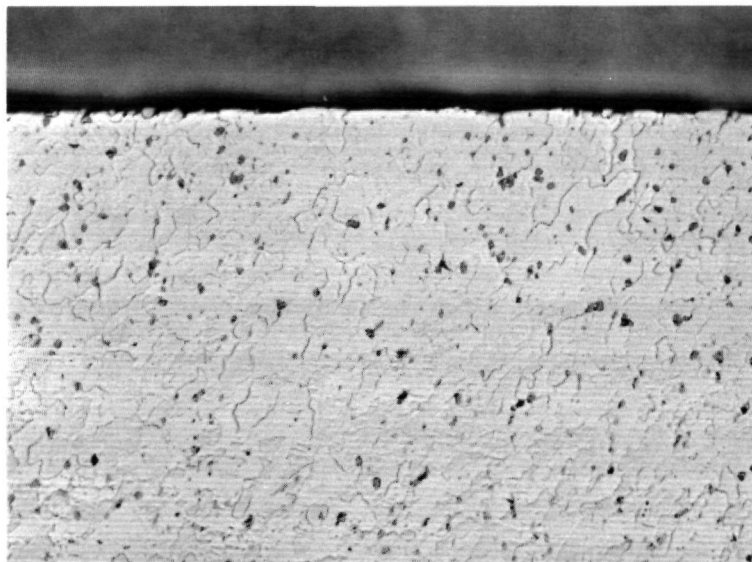


Abb. 39: alcohol. HNO₃-HF
Wolfram-Probe in Bleischmelze bei 420°C-950°C,
100 h bei der maximalen Temperatur von 950°C,
Gesamtversuchsdauer 306 h.

10. Das System Chrom - Blei

10.1. Literaturübersicht

Die Löslichkeit von Chrom in Blei wird an einigen Stellen^{28,29,30)} in der Literatur angegeben. In der Abb. 11 ist nach T. Alden, D.A. Stevenson und J. Wulff²²⁾ die Löslichkeit von Chrom in Blei gegen die Temperatur aufgetragen. Wie aus dieser Abbildung ersichtlich wird, ist die Löslichkeit von Chrom höher als die Eisenlöslichkeit, jedoch niedriger als die des Nickels in Blei.

10.2. Versuchsergebnisse

Abb. 40 zeigt eine Chrom-Probe bevor sie mit Blei bei höherer Temperatur in Kontakt gebracht wurde.

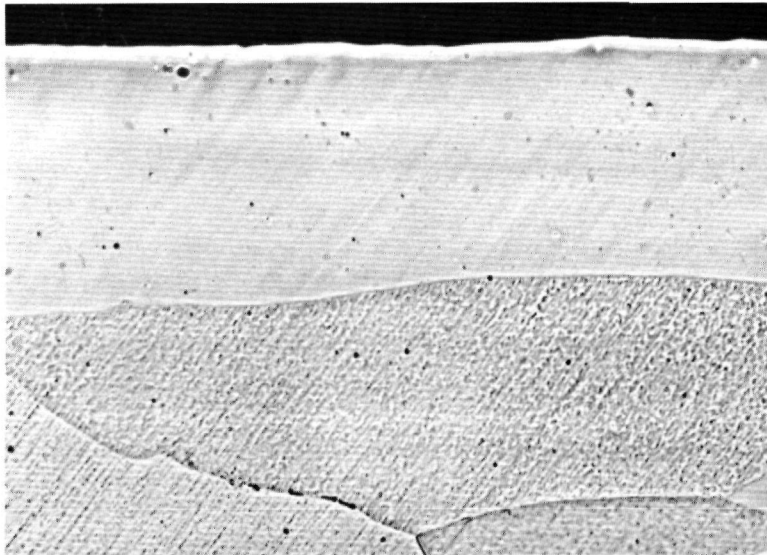


Abb. 40

50:1

Chrom-Probe vor der Untersuchung (in nicht behandeltem Zustand)

Nach einer Kontaktzeit von 233 Stunden bei 985°C war die Chrom-Probe von Blei stark angegriffen (Abb. 41). Eine interkristalline Korrosion wurde in diesem Falle nicht festgestellt. Im System Chrom-Blei scheint die Korrosion auf die Lösung von Chrom durch Blei zurückzuführen zu sein.

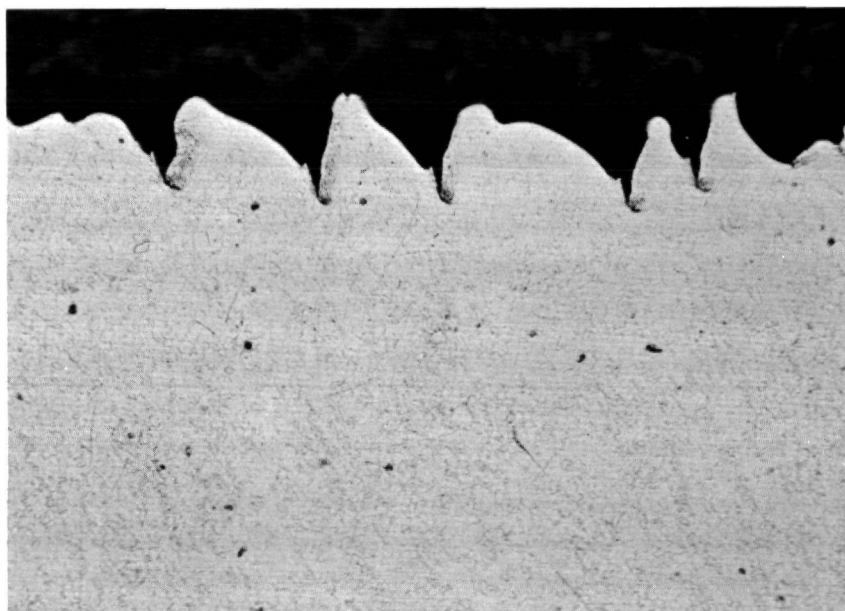


Abb. 41

alcohol. HNO_3 -HF
200:1

Chrom-Probe in Bleischmelze bei 405°C - 985°C ,
100 h bei der maximalen Temperatur von 985°C ,
Gesamtversuchsdauer 233 h.

11. Literaturverzeichnis

- 1) Alkali Metal Coolants, Proceedings of a Symposium, Vienna, 28 Nov.-2 Dec. 1966, International Atomic Energy Agency, Vienna 1967
- 2) Schweitzer, D.G. und Weeks, J.R.: "Liquid-Metal Fuel Constitution", Transactions of The ASM, Vol.53, 1961
- 3) Liquid Metal Fuel Reactor Experiment, Quarterly Technical Report, BAW-1033, Mai-September 1957, BAW-1033
- 4) Cordovi, M.A.: "Static Corrosion Behaviour of Construction Materials in an Environment of Liquid Bismuth Base Metals at 550°C", BNL-179, März, 1952.
- 5) Barthold, W.P., Wolf, L.A., Graf, I.: "Vergleich von Spektren und spektral gemittelten Größen einer Dreikomponenten (NaF-BeF₂)-Salzschmelze", JÜL-315-RG, Okt. 1965
- 6) Kasten, P.R.: "Eine Bewertung von Thorium-Brutstoff-Kreisläufen", JÜL-276-RG, Juni 1965
- 7) Barthold, W.P.; Wolf, L.A., Graf, I., "Das Brutverhalten eines epithermischen Salzschmelzenreaktors. Externe Kühlung durch Blei", JÜL-321-RG, Nov. 1965
- 8) Gat, U.: "MOSEL, Allgemeine Studie über Temperaturen, Leistungsdichte und Wärmeübergang", JÜL-296-RG, Aug. 1965
- 9) Kasten, P.R.; Bettis, E.S. und Robertson, R.C., "Design Studies of 1000-Mw (e) Molten Salt Breeder Reactors", ORNL-3996, August 1966
- 10) Bucker I. und Wolff G., KFA JÜL-Bericht, erscheint demnächst.

- 11) Tamman, G. und Oelsen, W.: "Die Abhängigkeit der Konzentration gesättigter Mischkristalle von der Temperatur", Zeitschrift für Anorganische Chemie, 186, 1930.
- 12) Weeks, J. R.: "The Liquidus Curves of Be, Mg, Ca, Al, Si, Yb, Lu, Ti, Hf, V, Nb, Ta, W, Mn, Re, Co, Os, Ir and Pt with Bismuth", BNL-9107 (Transactions of The American Society for Metals, September 1965).
- 13) Gurinsky, D. H.: "The Behavior of Materials in Aggressive Liquid Metals", IMD Special Report Series No. 2, Nuclear Metallurgy, A Symposium on Behaviour of Materials in Reactor Environment, Februar, 1956.
- 14) Miller, K. O. und Elliot, J. F.: "Phase Relationships in the Systems Fe-Pb-Ni, Fe-Ni-C (sat) and Fe-Pb-Ni-C; 1300[°] to 1550 C", Transactions of The Metallurgical Society of AIME, Vol. 218, Oktober 1960.
- 15) Fleischer, B. und Elliott, J.F.: "The Solubility of Iron-Nickel Alloys in Lead, 700[°] to 1100[°]C", Symposium on the Physical Chemistry of Metallic Solutions and Intermetallic Compounds, Teddington, England, Juni 1958.
- 16) Stevenson, D.A. und Wulff, J.: "Liquid-Solid Phase Distribution Studies in the Systems Iron-Lead, Chromium-Tin and Nickel-Silver", Transactions of The Metallurgical Society of AIME, Vol. 221, April 1961.
- 17) Shepard, O.C. und Parkman, R.: "Investigation of Materials for Use in Heat Transfer System containing Molten Lead Alloys", ORO 38, Progress Report No. 2, August 1, 1950 to Oktober 31, 1950
- 18) Brasunas, A.: "Interim Report on Static Liquid-Metal Corrosion", ORNL-1647, Juni 1954.

- 19) Cathart, J.V. und Manly, W.D.: "The Mass Transfer Properties of Various Metals and Alloys in Liquid Lead", U.S.A.E.C. Report ORNL-20008, Februar, 1956.
- 20) Everhart, J.L. und Van Nuis, E.L.: "Liquid Metal Heat Transfer Fluid; Unstressed Static Corrosion Tests", NP-1947, 20. März, 1950.
- 21) Metzger, G.: "Werkstoffe in der Konstruktion des MOSEL-Reaktors", JÜL-487-RW, Mai 1967.
- 22) Alden, T., Stevenson, D.A. und Wulff, J.: "Solubility of Nickel and Chromium in Molten Lead", Transactions of The Metallurgical Society of AIME, Februar, 1958.
- 23) Shepard, O.C. und Parkman, R.: "Investigation of Materials for Use in Heat Transfer System containing Molten Lead Alloys", ORO 24, Februar, 1951.
- 24) Kelman, LeRoy R., Wilkinson, W.D. und Yaggee, F.L.: "Resistance of Materials to Attack by Liquid Metals", ANL-4417, Juli 1950.
- 25) Grassi, R.C., Bainbridge, D.W. und Harman, J.W.: "Final Report on Metallurgical Investigation of Materials Subjected to Liquid Lead-Bismuth Alloy Environment", AECU-2201, Juli 31, 1952.
- 26) Wilkinson, W.D., Hoyt, E.W. und Rhodes, H.V.: "Attack on Materials by Lead at 1000°C", ANL-5449, Oktober, 1955.
- 27) Manly, W.D.: "Fundamentals of Liquid Metals Corrosion", Corrosion National Association of Corrosion Engineers, Vol. 12, Juli 1956.
- 28) Hindrichs, G., Zeitschrift für Anorganische Chemie, Vol. 59, 1908.

- 29) Grassi, R.C., Bainbridge, W. und Elliott, I.O.: "Metallurgical Investigations concerned with Behaviour of Materials in an Environment of Liquid Lead-Bismuth Alloy", Final Report of Office of Naval Research No. N.R. 031-363, 1950; University of California, Institute of Engineering Research (AEC) NP 1881.
- 30) Shepard, O.C., Morgan, J.R. und Parkman R.: "Investigation of Materials for Use in a Heat Transfer System containing Liquid Lead or Bismuth", AECU-2915, NO. XVI, 1954.
- 31) Inouye, S., Mem. Coll. Sc. Kyoto Univ., 4, 1919.