

**EUR 1823.d**

EUROPÄISCHE ATOMGEMEINSCHAFT - EURATOM

MESSUNGEN ZUR FÜLLSTANDANZEIGE, ZUR  
BENETZUNG UND ZUM BLASENNACHWEIS  
BEI FLÜSSIGEM Na IN EINEM BEHÄLTER  
AUS NICHTROSTENDEM STAHL

von

K.-H. SPILLER und D. PERSCHKE

1964



Gemeinsame Kernforschungsstelle  
Forschungsanstalt Ispra - Italien

Hauptabteilung Werkstoffe  
Wärmeübertragungsdienst



## HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Atomgemeinschaft (EURATOM) ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Euratomkommission, ihre Vertragspartner und alle in deren Namen handelnden Personen :

- 1° — Keine Gewähr dafür übernehmen, dass die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind oder dass die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt ;
- 2° — Keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

Dieser Bericht wird zum Preise von 60,— bfrs. verkauft. Bestellungen sind zu richten an : PRESSES ACADEMIQUES EUROPEENNES — 98, chaussée de Charleroi, Brüssel 6.

Die Zahlung ist zu leisten durch Überweisung an :

- die BANQUE DE LA SOCIETE GENERALE (Agence Ma Campagne) — Brüssel — Konto Nr. 964.558 ;
- die BELGIAN AMERICAN BANK AND TRUST COMPANY - New York - Konto Nr. 22.186,
- die LLOYDS BANK (Europe) Ltd. - 10 Moorgate, London E.C.2,

als Bezug ist anzugeben : « EUR 1823.d — Messungen zur Füllstandanzeige, zur Benetzung und zum Blasenachweis bei flüssigem Na in einem Behälter aus nichtrostendem Stahl ».

Das vorliegende Dokument wurde an Hand des besten Abdruckes vervielfältigt, der zur Verfügung stand.



## EUR 1823.d

### LEVEL INDICATION MEASUREMENTS WETTING AND BUBBLE INDICATION OF LIQUID SODIUM IN A STAINLESS STEEL CONTAINER by K.-H. SPILLER and D. PERSCHKE

European Atomic Energy Community — EURATOM  
Joint Nuclear Research Center — Ispra Establishment (Italy)  
Materials Department — Heat Exchanges Service  
Brussels, June 1964 — pages 40 — figures 14

With a pool-boiling device manufactured of stainless steel tests are made with Na concerning the registration of charge levels, wetting and bubbles. The method is based on changements of the electrical resistance.

The level indication by an absolute method (calibration in ohms) is a bad one. A relative method is useful.

## EUR 1823.d

### LEVEL INDICATION MEASUREMENTS WETTING AND BUBBLE INDICATION OF LIQUID SODIUM IN A STAINLESS STEEL CONTAINER by K.-H. SPILLER and D. PERSCHKE

European Atomic Energy Community — EURATOM  
Joint Nuclear Research Center — Ispra Establishment (Italy)  
Materials Department — Heat Exchanges Service  
Brussels, June 1964 — pages 40 — figures 14

With a pool-boiling device manufactured of stainless steel tests are made with Na concerning the registration of charge levels, wetting and bubbles. The method is based on changements of the electrical resistance.

The level indication by an absolute method (calibration in ohms) is a bad one. A relative method is useful.

Wetting does not happen suddenly. A better wetting begins at very different temperatures. With our tests complete wetting was obtained at 240 to 320 °C.

Boiling bubbles are indicated well ; bubbles of inert gas are not detected.

Wetting does not happen suddenly. A better wetting begins at very different temperatures. With our tests complete wetting was obtained at 240 to 320 °C.

Boiling bubbles are indicated well ; bubbles of inert gas are not detected.

**EUR 1823.d**

EUROPÄISCHE ATOMGEMEINSCHAFT - EURATOM

MESSUNGEN ZUR FÜLLSTANDANZEIGE, ZUR  
BENETZUNG UND ZUM BLASENNACHWEIS  
BEI FLÜSSIGEM Na IN EINEM BEHÄLTER  
AUS NICHTROSTENDEM STAHL

von

K.-H. SPILLER und D. PERSCHKE

1964



Gemeinsame Kernforschungsstelle  
Forschungsanstalt Ispra - Italien

Hauptabteilung Werkstoffe  
Wärmeübertragungsdienst



## INHALTSVERZEICHNIS

	Page
1. Einleitung .....	5
2. Die Meßapparatur .....	6
3. Die Messung der Füllhöhe .....	8
3.1. Kontaktsonde	
3.2. Widerstandssonde	
3.3. Ein neues Widerstandsverfahren	
4. Das Studium der Benetzung .....	13
4.1. Allgemeines	
4.2. Oxydierende Beize	
4.3. Nichtoxydierende Beize	
5. Der Nachweis von Blasen .....	17
5.1. Allgemeines	
5.2. Siedeblasen	
5.3. Schutzgasblasen	
6. Tabellen und Abbildungen .....	20
7. Symbole .....	38
8. Anhang: Verbesserung der Füllstandanzeige durch Verwendung eines Differenziergliedes.....	39

## VERZEICHNIS DER TABELLEN UND ABBILDUNGEN

- Tabelle 1 Höhenunterschied zwischen Wende- und Kontaktpunkt bei der Füllstandanzeige.
- Tabelle 2 Ablaß- und Einfüllfehler bei der Füllstandanzeige.
- Tabelle 3 Benetzung zwischen flüssigem Na und nichtrostendem Stahl.
- Figur 1 Das Meßgefäß mit den elektrischen Anschlüssen.
- Figur 2 Die gesamte Meßanordnung
- Figur 3 Das Kernstück aus Fig. 2
- Figur 4 Das obere Glasgefäß mit den Vakuum- und Schutzgasanschlüssen.
- Figur 5 Bekannte Verfahren der Füllstandanzeige  
a) Kontakt-Sonde  
b) Widerstand-Sonde
- Figur 6  $R = f(T)$  ohne und mit Na
- Figur 7 Eichkurven des Meßrohres.
- Figur 8 Registrierung von Entleeren und Füllen des Meßrohres.
- Figur 9 Benetzungsmessung: Nichtrostender Stahl AN 11 gegen flüssiges Na. Erstes Hochheizen und Abkühlen.
- Figur 10 Wie Fig. 9, aber zweites Hochheizen und Abkühlen.
- Figur 11 Nachweis von Siedeblasen.
- Figur 12 Zum Blasennachweis in 2 Ebenen.
- Figur 13 Verwendung eines Differenziergliedes bei der Füllstandanzeige.
- Figur 14 Registrierung von Entleeren und Füllen des Meßrohres ohne und mit Differenzierglied.
-



## SYMBOLE

h	Stunden	Dauer eines Versuches
J	A	elektrische Stromstärke
K	-	Kontaktpunkt
$l_h$	mm	Füllstand
Min	Minuten	Dauer eines Versuches
P	mV	Potential am Meßrohr
R	$m\Omega$	elektrischer Widerstand
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur
$T_f$	$^{\circ}\text{C}$	Schmelzpunkt
$T_s$	$^{\circ}\text{C}$	Siedepunkt
$T_1$	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur des Meßrohres
$T_2$	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur des oberen Glasofens
$T_3$	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur der Schliffverbindung
W	-	Wendepunkt
ZM	-	Zeitmarke





## 1. EINLEITUNG

Die Bedeutung der Flüssigmetalle steigt ständig. Alkalimetalle unter Siedebedingungen sollen zur Wärmeübertragung bei Kernreaktoren, bei der Direktkonversion und zum Betrieb von Alkalimetall-Dampfturbinen, insbesondere zur Deckung des Energiebedarfes von Weltraumstationen eingesetzt werden. Diese Projekte machen kleinere und größere Versuche erforderlich und zur glatten Durchführung dieser Versuche sind wiederum kleine Vorversuche zweckmässig, wodurch die Experimentier- und Meßmethoden klargestellt werden. Um solche Vorversuche handelt es sich in diesem Bericht.

Die folgende Aufstellung nennt die Schmelz- und Siedepunkte der Alkalimetalle unter normalem Atmosphärendruck:

	Li	Na	K	Rb	Cs	
$T_f$	180	98	63	39	30	°C
$T_s$	1327	883	760	688	690	°C

Versuche an Alkalimetallen unter Siedebedingungen erfordern also Temperaturen, die ganz rund mit 1000° C angegeben werden können. Bei dieser Temperatur gibt es kein durchsichtiges oder durchscheinendes Material, das dem Angriff durch Alkalimetalle widerstehen könnte. Damit ist es unmöglich, sich einfach optisch über die Vorgänge in den Apparaturen zu unterrichten. Es müssen spezielle Meßverfahren eingesetzt werden, um z. B. die Füllhöhe zu bestimmen oder über die Existenz von Siedebblasen eine Aussage zu machen.

Soweit bei solchen Messungen der elektrische Kontakt zwischen dem Flüssigmetall und einer metallischen Wand oder Sonde eine Rolle spielt, sind die Benetzungseigenschaften von hoher Wichtigkeit.

Im Folgenden wird also von der Füllstandanzeige, der Benetzung und dem Blasennachweis die Rede sein.

## 2. MESSAPPARATUR

Der verwendeten Meßapparatur liegt der Gedanke zugrunde, die zu messenden Größen - Einfüllhöhe, Benetzung, Blasenbildung - durch Registrieren ihres Einflusses auf den elektrischen Widerstand des flüssigen Alkalimetalles im Behälter aus nichtrostendem Stahl zu erfassen.

An ein rohrförmiges Meßgefäß aus nichtrostendem Stahl, von den in der Fig. 1 angegebenen Abmessungen, sind in gleicher Höhe und diametral gegenüberliegend 2 Drähte aus nichtrostendem Stahl als Stromzuführungen angeschweißt. Es ist klar, daß ein Teil des Stromes nun den Weg über die Rohrwandung nehmen wird; die elektrische Leitfähigkeit des einzufüllenden Flüssigmetalles ist aber groß gegen die des Rohrmaterials und der Querschnitt des Flüssigmetalls ebenfalls bedeutend. Eine elektrisch isolierte Durchführung von Meßelektroden durch das Rohr ist beim Arbeiten mit Flüssigmetall schlecht möglich, da die Isolierung zwischen 80 und 1000° C vakuumdicht sein soll und dem Angriff durch Alkali-Flüssigmetalle bei der Temperatur standhalten muß. Zudem würde die Isolierung durch das gutleitende Flüssigmetall wieder überbrückt.

Da der elektrische Widerstand des Meßgefäßes kleiner ist als der der Zuleitungen, benötigt man noch 2 Potentialdrähte (P in Fig. 1). Um Thermospannungen zu vermeiden, wurden alle zu verschweißenden Teile aus dem gleichen Material gefertigt. Die Prüfung ergab nur vernachlässigbare Thermokräfte. Das Potential P, das bei konstantem Speisestrom I proportional dem Widerstand der Anordnung ist, wurde durch einen selbstabgleichenden Linienschreiber (Linecomp der Fa. Hartmann & Braun) registriert. Um einen leicht meßbaren Spannungsabfall zu bekommen, wäre es zweckmäßig, etwa 10 A quer durch die Anordnung zu schicken. Dieser Strom muß aber kontinuierlich konstanter Gleichstrom ohne einen überlagerten Wechselstromanteil sein, der in dieser Stärke nur aus Batterien von 100 Ah Fassungsvermögen zur Verfügung stand. Bei 10 A Stromstärke sackten diese aber noch zu schnell ab, sodaß am günstigsten mit etwa 5 A Speisestrom I gearbeitet wurde. Eine Änderung des Potentials P um 1 mV gab auf dem Linecomp einen Ausschlag über die volle Schreibweite von 230 mm. Dabei waren 3 bis 4 mV unterdrückt, je nach Größe des Widerstandes. Schreibaus schläge von  $\pm 0,5$  mm sind eindeutig zu erkennen, das sind  $\pm 22 \mu V$ ; bezogen auf 4 mV mittlere registrierte Spannung, wären Abweichungen von  $\pm 0,055$  % noch nachweisbar. Versuche über die Ansprechempfindlichkeit des Linecomp ergaben aber, daß Spannungsänderungen unterhalb ca 10  $\mu V$  nicht mehr registriert wurden; bezogen auf 4 mV bedeutet das 0,25 % Änderung als Grenze der Nachweisbarkeit.



Die Konstanz des Speisestromes von 5 A wurde zur Kontrolle auf einem Polycomp (selbstabgleichender 12-Meßstellen-Punktschreiber) verfolgt, dem er als Spannungsabfall an einem 1 m  $\Omega$  -Normalwiderstand zugeführt wurde. In der gewählten Betriebsart des Schreibers (2,5 mV Meßbereich und 4 mV Unterdrückung) liegt seine Fehlergrenze bei 8,3  $\mu$  V, was 0,17 % der 5 A entspricht. Die Stromkonstanz kann also mit ausreichender Genauigkeit verfolgt werden.

Ein hinreichend konstanter Speisestrom wurde durch Verwendung einer 6 V Bleibatterie von 100 Ah Kapazität und eines im Ölbad thermostatisierten Vorwiderstandes erzielt. Die Batterie wurde mit einem wenig unter der Entnahmestromstärke liegenden Strom dauernd aufgeladen, der unter Vollweggleichrichtung und Umspannung aus einem stabilisierten Netzgerät ( $\pm 0,1$  % bei  $\pm 15$  %) entnommen wurde, das seinerseits am Labor-Konstantspannungsnetz ( $\pm 1$  %) angeschlossen war.

Weil Untersuchungen bei verschiedenen Temperaturen geplant waren, konnte das Meßgefäß durch Elektrothermal-Heizband bis etwa 450° C aufgeheizt werden. Die Temperatur wurde an der Außenwand des Rohres in mittlerer Höhe der Füllung gemessen. Wegen der guten Wärmeleitfähigkeit des Flüssigmetalls reicht diese Anordnung für unsere Zwecke aus, zumal das Meßgefäß dick in Quarzwolle eingepackt war. Die Spannung des Ni-CrNi-Thermoelementes gegen eine 0°-Lötstelle wurde auch mit dem Polycomp registriert.

Fig. 2 zeigt eine Foto der gesamten Meßanordnung. Auf der rechten Seite des Bildes sieht man in den beiden Gestellen die Registriergeräte. Weiter links schließt sich die Vakuumanlage und die Reinigung für das Argon als Schutzgas an. Die weiße Wolke ist die Quarzwolle-Isolierung, in der sich das geheizte Meßrohr befindet. Fig. 3 zeigt dieses Kernstück der Anordnung in Großaufnahme und zwar in einer gegenüber Fig. 2 späteren, endgültigen Form. Aus der thermischen Quarzwolle-Isolierung ragt oben ein durchsichtiger, elektrisch geheizter Ofen heraus, der eine weites Rohr aus Pyrexglas enthält, das mit dem Füll- und Steigrohr der Fig. 1 verschmolzen ist. Die Verbindung zwischen oberem Glas- und unterem Metallteil erfolgte durch einen Normschliff NS 45, wobei die Hülse zum Stahl- und der Kern zum Glasteil der Apparatur gehörte. Über den Glaskern wurde eine Sonde (s. Fig. 1) und ein Vakuum- bzw. Schutzgasanschluß von außen zugeleitet. Die Sonde diente zur Kontrolle des Höhenstandes während der Messungen. Sie endete mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,5$  mm in der Ebene der angeschweißten Elektroden. Wesentlich ist, daß sich zentral im flüssigem Na nur die Sonde befindet, und diese besteht auf den letzten 20 mm Länge nur aus einem dünnen Wo-Draht mit 0,25 mm Durchmesser; das Steigrohr ist im Na-Raum zur Seite weggekröpft. In Verbindung mit dem relativ großen Innendurchmesser des Stahlrohres werden so Störungen der Sondenanzeige infolge der hohen Ober-

flächenspannung des Na vermieden. Fig. 4 zeigt schematisch den oberen Glasteil mit den Vakuum- und Schutzgasanschlüssen.

Sämtliche Versuche wurden mit analysenreinem Na der Firma Merck durchgeführt, das unter reinstem Petroleum aufbewahrt war. Zum Füllen des Meßgefäßes wurden die Na-Stangen unter Abtupfen des Petroleums rasch in ein weites, senkrecht stehendes Glasrohr überführt, in dem sie sich unter Schutzgas befanden. Dieser Rohr war nach unten durch eine Glasfritte abgeschlossen und über einen NS 29 auf die Apparatur der Fig. 4 aufgesetzt. Nach oben wurde das Glasrohr nach Einfüllen des Na durch den obersten Schliff der Fig. 4 verschlossen. Das Na wurde nur wenig über seinen Schmelzpunkt erwärmt und durch Druckdifferenz in die Meßapparatur filtriert. Auf dem Filter bleiben die Oxydhäute zurück. Unter Spülung mit Schutzgas wird dann der Filterteil herausgenommen und der obere Verschuß entspr. Fig. 4 wiederhergestellt. Durch Manipulieren mit dem Schutzgasdruck bzw. Vakuum kann nun ein Fallen oder Steigen des Flüssigmetallspiegels im Meßrohr erreicht werden. Am kalibrierten Glasrohr wird der Stand des Na beobachtet und unter Berücksichtigen der Rohrquerschnitte der Stand im Stahlrohr daraus berechnet. Sind die Temperaturen in beiden Rohren gleich, so braucht eine Volumenänderung nicht berücksichtigt zu werden. Bei je 1 cm Höhenänderung des flüssigen Na im oberen Glasrohr wird auf jeden Schreiber eine Zeitmarke gegeben. Dadurch können die Größen: Höhe des Flüssigmetallstandes, Potential, Stromstärke, Temperatur und Kontaktzeitpunkt der Sonde einander zugeordnet werden.

### 3. DIE MESSUNG DER FÜLLHÖHE

#### 3.1. Kontakt - Sonde

Da die Alkalimetalle gute Leiter der Elektrizität sind, wäre es das Einfachste, die Füllhöhe durch isoliert eingebaute Sonden zu ermitteln, indem das Flüssigmetall beim Erreichen des betr. Füllstandes Kontakt gibt, s. Teil a der Fig. 5. Bei mäßigen Temperaturen ist dieses Verfahren auch möglich. Aber bei  $1000^{\circ}$  C gibt es drei Schwierigkeiten. Zunächst fehlt ein elektrisch isolierendes Material, das sich für diese Temperatur vakuumdicht einbauen läßt und der Korrosion durch die Alkalimetalldämpfe widersteht. Ferner neigt das Flüssigmetallkondensat dazu die Isolatoren elektrisch zu überbrücken. Die Kondensation müßte also verhindert werden, indem die Temperatur der Isolatoren höher gemacht wird als die ihrer Umgebung, was, abgesehen von dem Aufwand, ihre Beanspruchung noch



weiter steigert. Wenn weiterhin beim Überschreiten der normalen Siedetemperatur Überdruck entsteht, sind die benötigten isolierten Durchführungen dem auch nicht gewachsen, insbesondere wegen der herrschenden Temperatur von  $1000^{\circ}\text{C}$  und der Korrosion.

### 3.2. Widerstandssonde

Ein anderes, bekanntes Verfahren zur Bestimmung des Füllstandes zeigt Fig. 5 b. Es würde sogar gestatten kontinuierlich zu messen, indem der elektrische Widerstand des U-förmig hochgebogenen und am Ende mit den Innenleitern verschweißten äußeren Rohrmantels der abgeschirmten Doppelleitung direkt vom Füllstand abhängt. Auch die Temperaturkompensation gelingt gut in der Brückenschaltung, wenn wenigstens der Mantel und ein Innenleiter aus dem gleichen Werkstoff bestehen. Bei diesem System muß die Durchführung durch die Wand der Apparatur nicht elektrisch isoliert erfolgen, so daß man sie sicher temperatur- und druckfest bekommen kann. Auf der Sonde bleiben aber Flüssigmetallschichten zurück und mit der Zeit bildet sich eine leitende Schmiere. Eine eichbare Messung des Flüssigmetallstandes wird so vereitelt.

### 3.3. Ein neues Widerstandsverfahren.

In dem Bestreben die bei den Verfahren 3.1. und 3.2. auftretenden Schwierigkeiten zu umgehen, haben wir versucht, die Änderung des elektrischen Widerstandes des Metallbehälters, in den Flüssigmetall eingefüllt wird, durch das elektrisch gut leitende Flüssigmetall als Anzeige für die Höhe des Flüssigmetallstandes zu verwenden.

Die Meßanordnung nach Fig. 1 bis 4 kann zunächst den Leerwiderstand feststellen, der bei gleichmäßigem Einfüllen des Flüssigmetalles erst langsam, dann schneller abnehmen muß. Beim Durchgang des Flüssigmetallspiegels im Meßgefäß durch die Ebene der angeschweißten elektrischen Anschlüsse müßte die Widerstandsänderung am stärksten sein, um beim weiteren Einfüllen von flüssigem Metall wieder geringer zu werden. Es sind nun zwei verschiedene Verfahren denkbar: eine Absolutmethode, d.h. Eichung der Füllhöhe in Ohm mit der Temperatur als Parameter; oder eine Relativmethode, bei der nur die zeitliche Änderung des Widerstandes während des Füllvorganges registriert zu werden braucht.

Mit der Absolutmethode könnte man theoretisch jede beliebige Füllhöhe, auch unter - oder oberhalb der angeschweißten elektrischen Anschlüsse, bestimmen; allerdings dürfte die Meßgenauigkeit nach unten oder oben schnell abnehmen. Mit dem Relativverfahren kann von vorneherein nur die Füllhöhe in unmittelbarer Nähe der angeschweißten Elektroden zu messen sein.

Wir haben zunächst das Absolutverfahren geprüft und bei verschiedenen Temperaturen den Widerstand in Abhängigkeit von der Einfüllhöhe des flüssigen Na registriert. Für praktisch entleertes Meßrohr, d.h. wenn das Na im Glasrohr 200 mm hoch stand, und für gefülltes Meßrohr, d.h. das Na stand im Glasrohr 200 mm tiefer auf Marke 0, sind die ermittelten Widerstände in die Darstellung der Fig. 6 eingetragen. Bei den ersten Messungen nach Einfüllen des Na, die bei etwa 180° C durchgeführt wurden, trat zwischen gefülltem und entleertem Meßrohr kaum ein Widerstandsunterschied auf. Bei 315° C dagegen betrug dieser Unterschied 21,9 %. (Punkte x und o in Fig. 6). Eine Wiederholung bei 180° C brachte jetzt 22,2 % Unterschied zwischen leerem und gefülltem Meßrohr. Bei ca 160° C betrug er dann 22,4 %. Man muß dieses Verhalten so deuten, daß erst durch das Hochheizen die richtige Benetzung zwischen dem frisch gebeizten Rohr aus nichtrostendem Stahl und dem neu eingefüllten Na eingetreten ist. Daher wurden anschließend die Untersuchungen über die Benetzung, welche in Teil 4 zu finden sind, durchgeführt und einige weitere Messungen, von denen hier später die Rede sein wird. Danach sollten noch Messungen des Widerstandes in Abhängigkeit von der Einfüllhöhe bei ca 245° C ausgeführt werden, um eine Lücke in Fig. 6 zu schließen. Es zeigte sich aber, daß nun die Werte zu hoch lagen, s. Fig. 6, vor allem auch im leeren Zustande des Meßrohres. Eine Wiederholung der Messungen bei 315° C ergab dies auch. Bei längerer Benutzungsdauer erhöht sich also der Widerstand der Anordnung, was vor allem auf das häufige Reinigen und Beizen des Meßrohres zurückzuführen sein dürfte.

In den Eichkurven des Meßgefäßes - Fig. 7 - d.h. Darstellung der Abhängigkeit von Einfüllhöhe und elektrischem Widerstand mit der Temperatur als Parameter mußten die Messungen bei 245° C aus den ebengenannten Gründen herausgelassen werden.

Wie die Eichkurven zeigen, tritt die größte Widerstandsänderung auf, wenn die freie Oberfläche des Flüssigmetalls ca 8 mm unterhalb der angeschweißten Elektroden steht. Dies muß an der Benetzung in Verbindung mit der großen Oberflächenspannung des flüssigen Na liegen - Meniskusbildung. (In Fig. 7 sind nur Messungen nach Erreichen einer guten Benetzung verwendet).

Zusammenfassend ist über die Absolutmethode für die Messung der Einfüllhöhe festzustellen, daß sie sich in der Praxis schlecht anwenden läßt; Der Widerstand hängt sehr vom Benetzungszustand ab, sodaß erst eine bestimmte Temperatur überschritten sein muß, um ihn eichbar angeben zu können. Ferner ändert sich schon der Leerwiderstand des Meßgefäßes mit seiner Benutzung bzw. Reinigung.

Besser geeignet ist die Relativmethode, weil keine Eichung erforderlich ist und sich die vom Füllstand abhängige Widerstandsänderung gut registrieren läßt. Fig. 8 zeigt ein Beispiel einer solchen Registrierung. Die Schreibstreifen mehrerer Meßgeräte sind dabei schon kombiniert. Die Abszisse weist verschiedene Maßstäbe und Einheiten auf, von links nach rechts zunächst die Temperatur im Meßrohr und im oberen Glasrohr in  $^{\circ}\text{C}$ , dann die Stärke des Meßstromes in A, den Spannungsabfall am Meßrohr in mV (wegen der Konstanz des Meßstromes zeigt die Potentialregistrierung sofort den Verlauf des Widerstandes) und das Arbeiten der Kontaktsonde. Die Ordinate ist die Zeit, zunehmend von unten nach oben. Ganz am rechten Rande sind Zeitmarken (ZM) angegeben. Bei ZM 0 beginnt die Messung; das flüssige Na steht im oberen Glasrohr bei der Höhenmarke 0. Durch Steigern des Schutzgasdruckes im unteren Stahlrohr stieg es nun mit gleichmäßiger Geschwindigkeit in das Glasrohr hinein, wobei nach je 10 mm Steighöhe eine Zeitmarke gegeben wurde. Das Abreißen des Kontaktes an der Sonde registrierte den Zeitpunkt  $K_1$  des Durchganges des Flüssigkeits-Spiegels durch die Meßebene der angeschweißten Elektroden. Nachdem das Na bei ZM 21 um 210 mm im Glasrohr angestiegen war, wurde die Druckverteilung so umgeschaltet, daß es wieder langsam und gleichmäßig absank, d. h. im Metallrohr anstieg. Den Durchgang des Flüssigkeitsspiegels durch die Elektrodenebene kennzeichnet der wiedereinsetzende ( $K_2$ ) Kontakt mit der Sonde. Während der Messung war die Temperatur im Stahlrohr fast konstant und hinreichend genau gleich der im Glasrohr. Der Meßstrom war völlig konstant geblieben, sodaß die Potentialregistrierung ein Abbild des Widerstandsverlaufes ist. Wie erwartet, beschreibt die Kurve bei den beiden Kontaktpunkten einen Wendepunkt; aber man muß auch feststellen, daß die Kontakt- und Wendepunkte nicht zusammenfallen, was sich schon in Fig. 7 dadurch andeutete, daß der Bereich größter Empfindlichkeit nicht symmetrisch um  $\pm 0$  herumlag, sondern nach negativem Flüssigkeitsstand im Metallrohr verschoben war. Da beim Absinken des Na im Metallrohr der Wendepunkt nach dem Kontaktpunkt und beim Ansteigen der Wendepunkt vor dem Kontakt liegt, muß sich eine Benetzungsschicht an der Innenwand des Stahlrohres hochziehen, welche diese Fälschung der Anzeige hervorruft. Aus dem Abstand von Kontakt- und Wendepunkt, ausgedrückt in Zeitmarken, kann man die Anzeigeabweichung ermitteln. Sie beträgt in Fig. 8 beim Absinken des Flüssigmetallspiegels im Metallrohr 8,6 mm und beim Ansteigen 6,1 mm Füllhöhe.

Bei insgesamt 11 Registrierungen nach Art der Fig. 8 ergaben sich die in Tabelle 1 zusammengestellten Werte der Abweichung zwischen Wendepunkt und Kontaktpunkt, ausgedrückt in mm Einfüllhöhe. Insbesondere bei ansteigendem Na-Spiegel ist die Streuung der Werte ziemlich groß. Ab Messung 7 wird die Abweichung zwischen Wendepunkt und Kontaktpunkt bei im Stahlrohr ansteigendem Na-Spiegel auffällig kleiner als bei den Messungen 1 bis 6. Die Messungen 7 - 11 sind 1 Monat später als die Messungen 1 - 6 ausgeführt worden. Anscheinend hat sich inzwischen die Benetzung verschlechtert, was sich bei steigendem Na-Spiegel zunächst mehr auswirkte als bei fallendem Na.

Die große Streuung der Werte von Tabelle 1 rechtfertigt es, keine Ausgleichsrechnung nach der Methode der kleinsten Quadrate durchzuführen. Nach einfacher arithmetischer Mittelwertbildung kann man aussagen, daß bei ansteigendem Na der Wendepunkt ca 6 mm vor der richtigen Einfüllhöhe und bei absinkendem Na ca 8 mm nach dem richtigen Flüssigkeitsstand registriert wird. Berücksichtigt man dies bei der Anwendung des Verfahrens, so kann man den richtigen Füllstand ganz gut einhalten. Bei ansteigendem Na z. B. ist die Berücksichtigung der Abweichung gar nicht schwer, denn beim Füllen eines Gefäßes mit Na unter Beobachtung der Registrierung des Potentials auf dem Schreiber, kann man den Wendepunkt ja erst einwandfrei erkennen, nachdem er schon überschritten ist, sodaß die Tatsache, daß er erscheint, wenn das Flüssigmetall noch 6 mm unterhalb der richtigen Einfüllhöhe steht, als sehr zweckmäßig empfunden wird. Das Ablassen des flüssigen Na bis auf die Höhe der angeschweißten Elektroden gelingt nach diesem Verfahren aber auch; jedoch ist dazu etwas Gewöhnung an die Art und Weise erforderlich, wie die Registrierkurve auf dem Schreiber erscheint. Hier sei darauf hingewiesen, daß eine beachtliche Steigerung der Genauigkeit erzielt werden kann, wenn ein differenzierender Verstärker für die Registrierung der Wendepunkte eingesetzt wird. Der weniger markante Wendepunkt wird dadurch in eine Spitze der registrierten Kurve verwandelt. Siehe den Anhang am Ende dieses Berichtes.

Übrigens eignet sich das Verfahren auch noch bei ungünstigerem Meßquerschnitt. Bei dem hier verwendeten Rohr 75,5 x 69,5 mm  $\varnothing$  beträgt die Widerstandsänderung durch das eingefüllte flüssige Na ca 0,2 m $\Omega$ , die mit einem Schreiberausschlag von 100 mm Größe registriert werden, bei einer Nullpunktsunterdrückung von 0,63 m $\Omega$ . Die Registrierung enthält also große Empfindlichkeitsreserven, sodaß sie bei kleinem Gefäß-Durchmesser und größerer Wandstärke noch arbeitet. In Kapitel 5 dieses Berichtes wird auch ein Rohr 40 x 24 mm Durchmesser mit Erfolg verwendet.

Die Untersuchungen über die Füllstandanzeige wurden durch eine Meßreihe abgeschlossen, mit welcher die Abweichungen bei achtmaligem Füllen nach unserem Relativverfahren ermittelt wurden.



Im Gegensatz zu den bisherigen Messungen wurde nicht erst die ganze Kurve geschrieben und dann die Abweichung zwischen Wendepunkt und mitregistriertem Kontaktpunkt untersucht, sondern während das Flüssigmetall im Meßrohr anstieg oder absank, wurde vom Beobachter des Schreibers in dem Augenblick eine Zeitmarke gegeben, in dem er die richtige Füllhöhe für erreicht hielt. Da zugleich der Kontaktpunkt - also die wahre richtige Füllhöhe - auf einem anderen Schreiber registriert wurde, konnte der Füllfehler festgestellt werden. Bei dieser Meßreihe betrug der Papiervorschub auch wieder 1600 mm/h. Auf eine etwaige Korrektur zwischen der Aufzeichnung der Schreibfeder und der Zeitmarkenfeder wurde besonders geachtet. Die Lage der Kontaktsonde im Meßrohr ist in ihrer Höhe auf  $\pm 0,5$  mm genau bekannt.

Die Ergebnisse der 8 Messungen sind in Tab. 2 zusammengestellt. Bei Messung d und e wurde nur das Füllen mit Na geprüft, um nicht durch die sonst schon geschriebene Kurve für das Ablassen des Na beeinflußt zu werden. Diese beiden sind etwas schlechter als das arithmetische Mittel aus allen Messungen bei steigendem Na. Im Übrigen sieht man, daß stets zu hoch eingefüllt und zu tief abgelassen wird; und zwar im arithmetischen Mittel 2,7 mm zu hoch eingefüllt und 4,5 mm zu tief abgelassen.

Man könnte die Genauigkeit des Verfahrens weiter steigern, indem man die anzuschweißenden Elektroden von vorneherein um die genannten Beträge versetzt.

#### 4. STUDIUM DER BENETZUNG.

##### 4.1. Allgemeines.

Für die Benetzungsversuche sollte eine wohldefinierte innere Oberfläche des Meßgefäßes vorliegen. Dieses Gefäß ist aus einem handelsüblichen Rohr der Qualität AN 11 (Mannesmann, Düsseldorf) gebaut. Das ist ein mit Nb stabilisierter Chrom-Nickel-Stahl; Werkstoff-Nr. 4961. Es wurden mehrere Versuche gefahren, die sich durch die Art der Beizung unterscheiden.

##### 4.2. Oxydierende Beize.

Meßgefäß mit denaturiertem Aethylalkohol und anschließend mit destilliertem Wasser ausgespült.

10 Minuten geheizt mit frisch zubereiteter Beize der Zusammensetzung

12,5	Vol. -Teile	konz. Salpetersäure
2,5	"	konz. Flußsäure
3	"	konz. Schwefelsäure
100	"	dest. Wasser

3 mal mit dest. Wasser nachgewaschen. Um wasserfrei zu machen, 3 mal mit Aethylalkohol abs. p. a. gespült.

Sofort in die Apparatur eingebaut und unter Argon-Gas gesetzt.

Aufgeheizt auf  $100^{\circ}$  C unter Vakuum.

Danach wurden ca 400 g Na, wie am Ende von Kap. 2 geschildert, bei ca  $100^{\circ}$  C in das Meßgefäß hinein filtriert und 500 Torr Ar-Schutzgasdruck gegeben. Die registrierende Meßeinrichtung war beim Einlaufen des Na schon in Betrieb:

Potential am Meßrohr mit Linecomp registriert,

Meßbereich	2,50 mV
Unterdrückung	2,95 mV

Temperatur am Meßrohr mit Polycomp registriert,

Meßstelle	2
Meßbereich	15 mV
Unterdrückung	4 mV

Strom durch das Meßrohr mit Polycomp registriert,

Meßstelle	1
Meßbereich	15 mV
Unterdrückung	0 mV

Papiervorschub: Bei beiden Schreibern 80 mm/h. Auf beide Schreibstreifen konnten bei Bedarf synchrone Zeitmarken gegeben werden.

Mit der genannten Beize wurden 3 Versuchsreihen gefahren, dazwischen das Na aus dem Rohr entleert und unter Schutzgas gehalten und das Rohr wie beschrieben gereinigt. Die 3 Ergebnisse stimmen einigermaßen überein und werden an Hand der Fig. 9 und 10 erläutert.

In Fig. 9 erkennt man bei der Zeitmarke 1, daß sich das Einfüllen von ca 400 g Na bei  $108^{\circ}$  C mit einer Änderung des elektrischen Widerstandes zwischen den angeschweißten Potentialdrähten von nur 1,3 % auswirkt.

Bei ZM 1 wurde auch ein Programmregler eingeschaltet, der bei einem Umlauf der Zeitplanscheibe innerhalb 8 Stunden die Apparatur von  $50^{\circ}\text{C}$  auf  $350^{\circ}\text{C}$  zeitlinear hinauf und wieder herunter fährt, sodaß also  $300^{\circ}\text{C}$  Temperaturänderung in 4 Stunden durchlaufen wurden. Beim Aufheizen, das nach zunächst kleinen Schwingungen fast zeitlinear erfolgte (s. Fig. 9), steigt der elektrische Widerstand nicht einfach, sondern nach anfänglicher Zunahme bis ca  $180^{\circ}\text{C}$  bleibt er konstant bis  $225^{\circ}\text{C}$ , fällt dann sogar bis ca  $260^{\circ}\text{C}$ , bleibt dann wieder konstant auf dem kleinen Wert bis zur Temperatur von  $290^{\circ}\text{C}$ . Erst nach Überschreiten von  $290^{\circ}\text{C}$  nimmt der Widerstand dauernd mit der Temperatur zu und zwar mit gleichbleibender Steigung. Dieses Verhalten muß man doch so auslegen, daß erst oberhalb  $290^{\circ}\text{C}$  die volle Benetzung eingetreten ist, sodaß sich die positiven Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes von nichtrostendem Stahl und von Na richtig auswirken. Zuvor hat bei steigender Temperatur die Verbesserung der Benetzung, d. h. die Abnahme des Übergangswiderstandes zwischen Rohr und flüssigem Na die Temperaturkoeffizienten kompensiert oder sogar übertroffen.

Nachdem  $354^{\circ}\text{C}$  erreicht waren, fährt der Zeitplanregler die Apparatur praktisch linear wieder herunter auf  $100^{\circ}\text{C}$ . Der elektrische Widerstand der Anordnung folgt ohne Unregelmäßigkeiten linear und fällt bei  $108^{\circ}\text{C}$  - der ursprünglichen Einfülltemperatur - auf  $0,69\text{ m}\Omega$ . Diesen Wert also hätte die Apparatur nach dem Einfüllen des Na schon vor dem Temperaturzyklus haben müssen, anstatt der gemessenen  $0,77\text{ m}\Omega$  zu Beginn, wenn keine Benetzungsschwierigkeiten aufgetreten wären.

Unmittelbar nach dem Herunterfahren auf  $100^{\circ}\text{C}$  führte der Zeitplanregler den Temperaturzyklus noch einmal durch; s. Fig. 10. Dabei stieg der Widerstand des Meßgefäßes praktisch linear mit der Temperatur an ohne die Unregelmäßigkeiten des erstmaligen Hochfahrens, d. h. die gute Benetzung war unverändert bestehen geblieben.

Eine der 3 Versuchsreihen wurde nicht in dem Rohr  $75,5 \times 69,5\text{ mm } \varnothing$  gefahren, sondern in einem Gefäß  $40 \times 24\text{ mm } \varnothing$ , also bei größere Wandstärke und geringerem Durchmesser. Dadurch ist der durch das Rohr bedingte parallel liegende Widerstand kleiner, der in Serie liegende größer; andererseits ist auch die Na-Füllung geringer und es war die Frage, ob die Benetzungsänderung auch in diesem Falle nach unserem Verfahren angegeben werden kann. Die Messung ergab ein bei  $195^{\circ}\text{C}$  beginnendes und bei  $244^{\circ}\text{C}$  beendetes Ausknicken der Registrierkurve um  $10\text{ mm}$  Höhe, also einen einwandfreien Nachweis der Benetzungsverbesserung. Daß das Ende schon bei  $244^{\circ}\text{C}$  erreicht wurde, kann daran liegen, daß es sich um ein anderes Meßgefäß handelt, das durch Herausdrehen aus dem vollen Material entstanden war.

#### 4.3. Nichtoxydierende Beize.

Die Art und Weise, wie bei der Messung 4.2. die Benetzung besser wurde, ließe die Deutung zu, daß ein elektrisch ziemlich isolierender dünner Oxydfilm die Innenwand des Rohres bedeckte, der vom flüssigen Na erst beseitigt wird. Die Versuchsreihe 4.2. wurde daher unter Verwendung einer Beize wiederholt, die keine Sauerstoff abgebenden Bestandteile enthielt.

Nachdem das Rohr von Na entleert war, wurde es in der unter 4.2. beschriebenen Weise gereinigt, aber als Beize 5 %-ige Salzsäure benutzt, die 20 Minuten einwirkte. Alle übrigen Daten, auch der Registrierung, blieben unverändert. Beim Hochfahren der Temperatur blieb der elektrische Widerstand zunächst konstant, um dann erst langsam, schließlich normal stark anzusteigen, sodaß bis dahin der Eindruck bestand, die Benetzung sei ab 180° C voll eingetreten. Ab 226° C ließ aber die Zunahme des elektrischen Widerstandes, trotz weiterhin linear ansteigender Temperatur, wieder nach. Es kommt bis zur Widerstandsabnahme bei steigender Temperatur und erst bei 296° C wird die wahrscheinlich endgültige Benetzung erreicht. Bei der Abkühlung und bei erneutem Temperaturzyklus treten keine Unregelmäßigkeiten mehr auf.

Die letzte Versuchsreihe wurde mit dem einzigen Unterschied wiederholt, daß als Beize nicht 5 %-ige sondern 15 %-ige Salzsäure verwendet wurde. Sofort beim Einsetzen der Temperaturzunahme sinkt der Widerstand der Anordnung, steigt dann wieder, sodaß man bei 176° C den Eindruck hat, die Benetzung sei erreicht. Aber bei 212° C nimmt der Widerstand nicht weiter zu, trotz wachsender Temperatur, fällt sogar, und erst ab 290° C dürfte die volle Benetzung eingetreten sein.

Auch eine Beize, die sauerstoffabgebende Bestandteile nicht enthält, läßt die Benetzungsschwierigkeiten nicht vermeiden, die im zweiten Temperaturzyklus nicht mehr auftreten.

Die beiden Meßreihen unter Beizen mit 5 bzw. 15 %-iger Salzsäure haben einen gut übereinstimmenden Verlauf gezeigt. Die Messungen nach Verwendung einer Beize, die auch Sauerstoff abgebende Bestandteile enthielt, gleichen sich nicht so in ihrem Verlauf. Die Temperatur, bei der die volle Benetzung erreicht ist, übereinstimmt bei einer von 3 Meßreihen aber gut mit den Werten von der HCl-Beizung, wie man aus Tab. 3 ersieht. (Dort sind für die 5 ausgeführten Meßreihen die Temperaturen zusammengestellt, bei denen die vollständige Benetzung erreicht wurde). Die beiden anderen Meßreihen zeigen nach oben und unten größere Streuung. Das Einsetzen der



Benetzungsverbesserung mit steigender Temperatur erfolgt sehr unterschiedlich, teils sofort, teils erst bei höherer Temperatur. Wiederholungen von Messungen, nachdem die Apparatur in benetztem Zustand einen Monat lang unter Schutzgas bei ca 20° C (also mit erstarrtem Na) geruht hatte, ergaben beim Wiederaufheizen zunächst andere Widerstandswerte, die wieder etwas schlechtere Benetzung anzeigten.

Um die Benetzung genau zu studieren, müßten zahlreiche Versuchsreihen gefahren werden unter Veränderung von Rohrmaterial, mechanischer Rauigkeit, chemischer Behandlung, Aufheizgeschwindigkeit, Versuchsdauer und bei verschiedenen Flüssigmetallen und Spureneinflüssen. Das führt über den Rahmen des hier zunächst Beabsichtigten hinaus. Für uns ist wichtig, daß die von uns verwendeten Rohre bei der üblichen Reinigungsweise und bei einer Aufheizgeschwindigkeit von 75° C/h erst bei Überschreiten einer Temperatur von ca 240 bis 320° C volle Benetzung mit flüssigem Na zeigten, daß die Benetzung nicht plötzlich einsetzt und daß sie sich bei außer Betrieb befindlichen Anlagen langsam wieder verschlechtert.

## 5. BLASENNACHWEIS.

### 5.1. Allgemeines.

Ein Blasennachweis ist wichtig bei Siedevorgängen und im Falle von Zweiphasenströmung mit eigenem Dampf oder auch mitgerissenem Schutzgas z. B. Da der Dampf oder Gase eine wesentlich schlechtere elektrische Leitfähigkeit haben als das flüssige Metall, müßte unsere Methode der Messung des elektrischen Querwiderstandes zum Blasennachweis geeignet sein.

Die Apparatur nach Fig. 1 - 3 wurde um eine Temperaturmeßstelle mit Thermoelement erweitert, die am stählernen Meßrohr ca 3 cm oberhalb der Heizung saß und durch Anzeigen der Temperaturerhöhung infolge von Kondensationswärme einen Beweis für das Sieden erbrachte. Registriert wurde also: Die Temperatur am geheizten Teil des Meßrohres und am Kondensationsteil, der Potentialabfall und der Meßstrom; die Kontaktspitze blieb auch eingeschaltet.

### 5.2. Siedeblasen.

In der schon weiter oben beschriebenen Weise mit Na gefüllt,

wurde die Apparatur unter mäßigem Schutzgasdruck (100 - 150 mbar) auf eine bestimmte Temperatur eingefahren und dann der Druck erniedrigt, sodaß Sieden einsetzte. Wie nach der Dampfdruckkurve zu erwarten, trat bei einem Druck von  $10^{-3}$  Torr das Sieden erst oberhalb  $440^{\circ}$  C ein. Fig. 11 zeigt eine Registrierung des Vorganges. Die Temperatur unten im Meßrohr ist zunächst auf ca  $450^{\circ}$  C eingefahren, wobei das Rohr oben  $186^{\circ}$  C angenommen hat. Bei ZM 2 wurde der Druck auf  $10^{-3}$  mm Hg herabgesetzt. Sofort sinkt die Temperatur im unteren Teil des Meßrohres unter  $441^{\circ}$  C, während ein wenig später im Kondensationsraum die Temperatur von  $186^{\circ}$  C auf  $255^{\circ}$  C ansteigt. Das ist ein sicheres Zeichen für das Freiwerden von Kondensationswärme, und das Absinken der Temperatur unten im Rohr ist durch Verbrauch von Verdampfungswärme gut zu erklären. Das Na im Rohr siedet also. Die Aufzeichnung des vorher konstanten Potentials ist bei völlig unverändertem Meßstrom mit dem Einsetzen des Siedens etwas gesunken und vor allem schwankend geworden. Diese Schwankungen zeigt die Registrierung der Kontaktelektrode besonders schön. (Ihre Empfindlichkeit ist eben größer, weil die, elektrisch gesehen, parallel liegende Rohrwandung fehlt. Man kann die hohe Empfindlichkeit einer Mittelelektrode dann ausnutzen, wenn eine isolierte Elektrode in der Apparatur technisch möglich ist). Bei ZM 3 wurde der Schutzgasdruck wieder auf ca 130 mbar erhöht. Sofort hören die Schwankungen bei der Registrierung der Kontaktelektrode und des Querwiderstandes auf. Im Kondensationsraum sinkt die Temperatur wieder. Unten im Rohr steigt sie, fällt dann aber auch kurzzeitig, wohl weil nun kälteres Na von oben herabtropft. Schließlich nehmen alle Größen die ursprünglichen Werte wieder an. Der Versuch wurde mehrmals mit praktisch gleichem Ergebnis ausgeführt.

Bei der Widerstandsregistrierung wäre infolge der Siedebblasen eine Zunahme und ein Unregelmäßigwerden zu erwarten gewesen. Die Unregelmäßigkeiten sind aufgetreten; aber eine Widerstandsabnahme. Offensichtlich überwiegt der Temperatureinfluß den Querschnittseinfluß.

Man sieht: Empfindlicher als der Widerstand reagiert die Temperatur auf das Sieden infolge der Auswirkung von Verdampfungs- und Kondensationswärme. Die Temperaturregistrierung löst aber die Struktur des Vorganges nicht so stark auf wie die Widerstandsregistrierung.

Als Nächstes interessierte, ob man mit unserem Verfahren auch feststellen kann, wenn sich unten im Siedegefaß gebildete Dampfblasen während des Aufsteigens in der Flüssigkeit wieder auflösen. Dazu wurde eine zweite Gruppe diametraler Elektroden 40 mm oberhalb der ersten an das Meßrohr angeschweißt und eine getrennte Speisung mit konstantem Strom sowie ein weiterer Linecomp zur Registrie-

zung des Potentials angeschlossen. Ferner wurde mit einer schnell folgenden Transduktorregelung die Temperatur im Meßrohr konstant gehalten. Die Regelung wirkte auf den Heizstrom, der auch registriert wurde. In Fig. 12 sieht man unterhalb der ZM 10 das temperaturmäßige Hochfahren der Anordnung. Zwischen ZM 10 und 12 erreicht die Regelung die konstante Temperatur  $476^{\circ}$  C. Bei ZM 14 wurde der Druck herabgesetzt. Sofort werden die vorher konstanten Potentiale unruhig - unten sehr, oben weniger - und ebenso die Temperatur unten am Meßgefäß; die aber infolge der Regelung jetzt nicht wegläuft. Das starke Einsetzen der Regelung erkennt man am Heizstrom. Kurz vor ZM 15 wurde der Druck wieder vergrößert und alle Werte nehmen den ursprünglichen Zustand wieder an.

Die schärfste Reaktion auf das Einsetzen des Siedens zeigt der geregelte Heizstrom; er weist aber keinerlei Feinstruktur auf, die nähere Auskunft über den Siedevorgang geben könnte. Das untere Potential macht grobe Schwankungen und steigt als Ganzes etwas. Man kann das als Auswirkung großer Siedebblasen auffassen. Das obere Potential macht feine Schwankungen und sinkt etwas. Das Letztere ist durch Abkühlung an der Oberfläche infolge des Siedens verständlich; die Regelung geht von der bulk-Temperatur aus. Die nur kleinen Schwankungen könnten auf nur kleinere Blasen hinweisen.

### 5.3. Schutzgasblasen.

Um den Blasennachweis zu prüfen, wurden durch einen schwachen und dann durch einen starken Schutzgasstrom unten im Flüssigmetall Blasen erzeugt, die dann aufsteigen mußten. Ergebnis: Keinerlei Registrierung. Bei näherer Überlegung ist dieses Ergebnis aber nicht erstaunlich. Eine mitten in der Flüssigkeit erzeugte und vorhandene Schutzgasblase beeinflusst den Widerstand der Meßanordnung gar nicht. Die Stromfäden weichen in der gutleitenden Flüssigkeit einfach etwas aus und Temperaturänderungen werden durch Blasen von gleicher Temperatur, wie die Flüssigkeit sie aufweist, auch nicht hervorgerufen. Bildet sich die Blase dagegen als Siedeblase an der Wand, so wird der wirksame Querschnitt des Leiters durch das Aufsitzen der Blase auf der Wand tatsächlich verringert und beim Ablösen und Aufsteigen der Blase werden Temperaturänderungen in der Flüssigkeit hervorgerufen.

Insgesamt kann man über den Blasennachweis sagen, daß nach unserem Verfahren Siedebblasen gut nachgewiesen werden können, daß man wohl auch große und kleine Siedebblasen unterscheiden kann, daß aber im bulk befindliche Schutzgasblasen oder dergleichen nicht erfaßt werden.

Tabelle 1: Höhenunterschied zwischen Wende- und Kontaktpunkt bei der Füllstandanzeige.

Messung	Bewegung des Na im Stahlrohr	Wendepunkt	
		mm vor Kontaktpunkt	mm nach
1	↓		7,6
2	↓		6,3
	↑	8,6	
3	↓		9,2
	↑	7,2	
4	↓		9,3
	↑	8,5	
5	↓		8,6
	↑	6,1	
6	↓		8,0
	↑	7,5	
7	↓		4,7
	↑	5,8	
8	↓		6,8
	↑	3,1	
9	↓		8,0
	↑	4,1	
10	↓		6,7
	↑	2,6	
11	↓		9,0



Tabelle 2: Ablaß- und Einfüllfehler bei der Füllstandanzeige.

Messung	Richtung in Metallrohr	mm	zu tief / hoch abgelassen	zu tief / hoch eingefüllt
a	↓	7,4	zu tief	zu hoch
	↑	1,2		
b	↓	4,0	zu tief	zu hoch
	↑	2,1		
c	↓	2,3	zu tief	zu hoch
	↑	3,4		
d	↑	3,1		zu hoch
e	↑	3,9		zu hoch
f	↓	9,4	zu tief	zu hoch
	↑	2,4		
g	↓	0,8	zu tief	zu hoch
	↑	1,9		
h	↓	2,8	zu tief	zu hoch
	↑	3,5		

Tabelle 3: Benetzung zwischen flüssigem Na und nichtrostendem Stahl.

Meßreihe	Rohr		Beize	volle Benetzung bei	
	mm $\varnothing$	Bearbeitung			
Vorversuch	40 x 24	ausgedreht	} siehe S. 12	244° C	
Vorversuch	75,5 x 69,5	} handels- üblich		320° C	
4.2	75,5 x 69,5			290° C	
4.3	75,5 x 69,5			5 % HCl	296° C
4.3	75,5 x 69,5			15 % HCl	290° C

## A N H A N G

### 8. Verbesserung der Füllstandanzeige durch Verwendung eines Differenziergliedes.

Bei unserer Bestimmung der richtigen Einfüllhöhe von Flüssigmetallen wurden die Wendepunkte einer Registrierkurve entspr. Fig. 8 benutzt. Im Kap. 3.3 ist schon erwähnt, daß ein Differenzieren der Registrierkurve eine wesentliche Verbesserung bedeutet, da der etwas schwierig festzustellende Wendepunkt der Kurve dadurch in eine leicht zu erkennende Kurvenspitze verwandelt wird. Dementsprechend wurde zwischen die Potentialklemmen des Meßrohres und den Schreiber eine differenzierende Anordnung mit den zugehörigen Verstärkern und Filtern eingeschaltet. Fig. 13 zeigt dies im schematischen Bild. Als Vorverstärker diente ein Leeds & Northrup-Gleichspannungsverstärker (verwendeter Verstärkungsbereich:  $1 \text{ mV} \rightarrow 1 \text{ V}$ ). Das darauf folgende Siebglied nimmt höher frequente Störkomponenten fort, die das Differenzierglied sonst unerwünscht in Funktion setzen. Die Zeitkonstante des Siebgliedes soll so klein sein, wie es bei ausreichender Siebwirkung möglich ist, damit die Aufzeichnung der Maxima nicht verspätet erfolgt. Das Differenzierglied wurde unter Verwendung eines Operationsverstärkers Type 0 der Firma Tektronix aufgebaut. Dahinter war eine Anpassung an den Linienschreiber erforderlich.

Um die Wirkung des Differenziergliedes zu demonstrieren, wurde der Potentialverlauf am Meßrohr direkt und zugleich hinter der Differenzieranordnung mit je einem Linecomp registriert. In Fig. 14 sind die erhaltenen Kurven gegenübergestellt. Die beachtliche Verbesserung der Genauigkeit, mit der das Meßgefäß bis zur gewünschten Höhe entleert oder gefüllt werden kann, ist deutlich zu erkennen, da eben die nach rechts oder links gerichteten scharfen Maxima der rechten Kurve in Fig. 14 wesentlich besser zu verwenden sind als die zugehörigen Wendepunkte der linken Kurve. Natürlich lassen sich derartig ausgeprägte Maxima auch zur automatischen Betätigung von Ventilen benutzen.



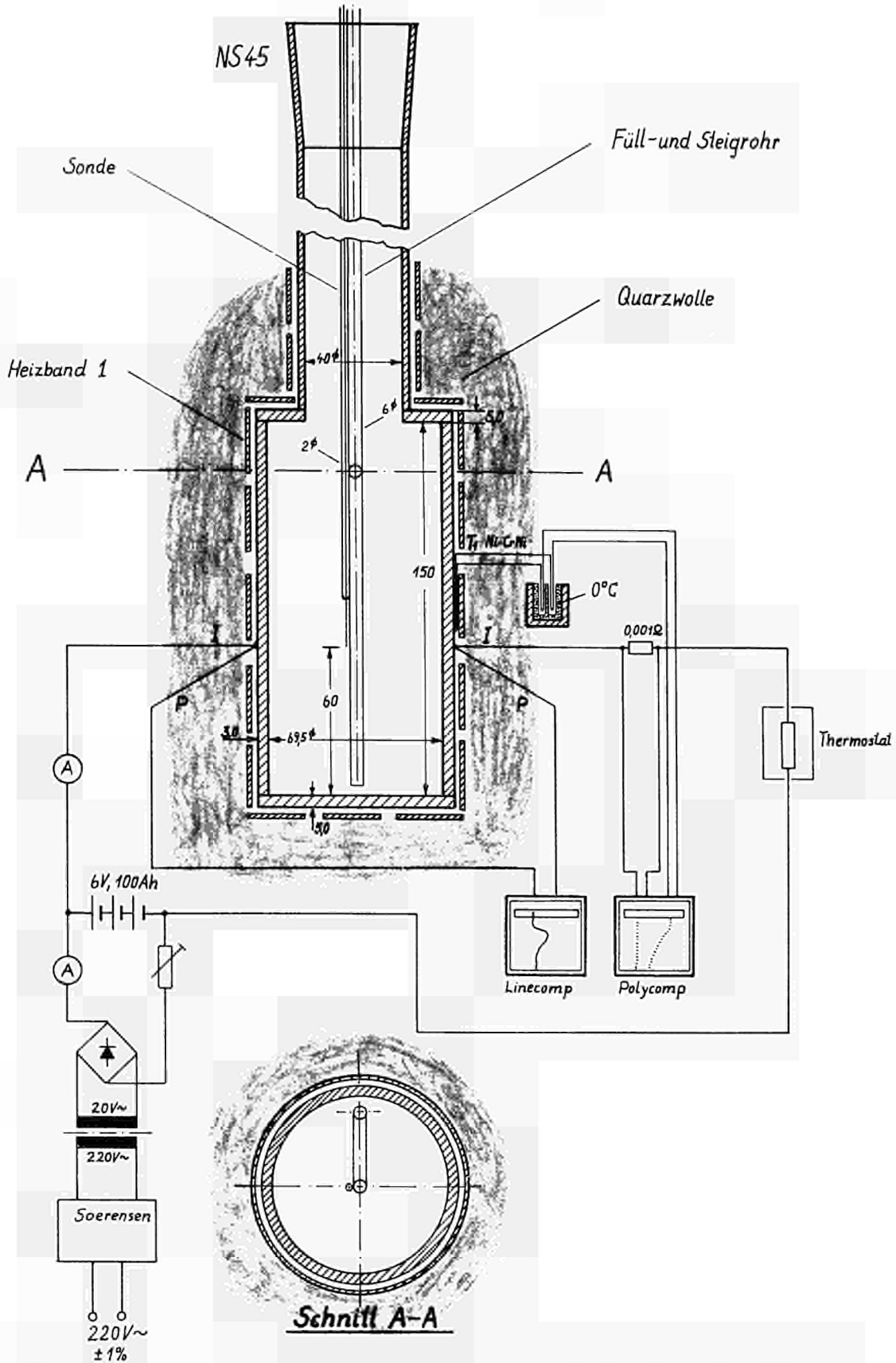


Fig. 1

Das Meßgefäß mit den elektrischen Anschlüssen

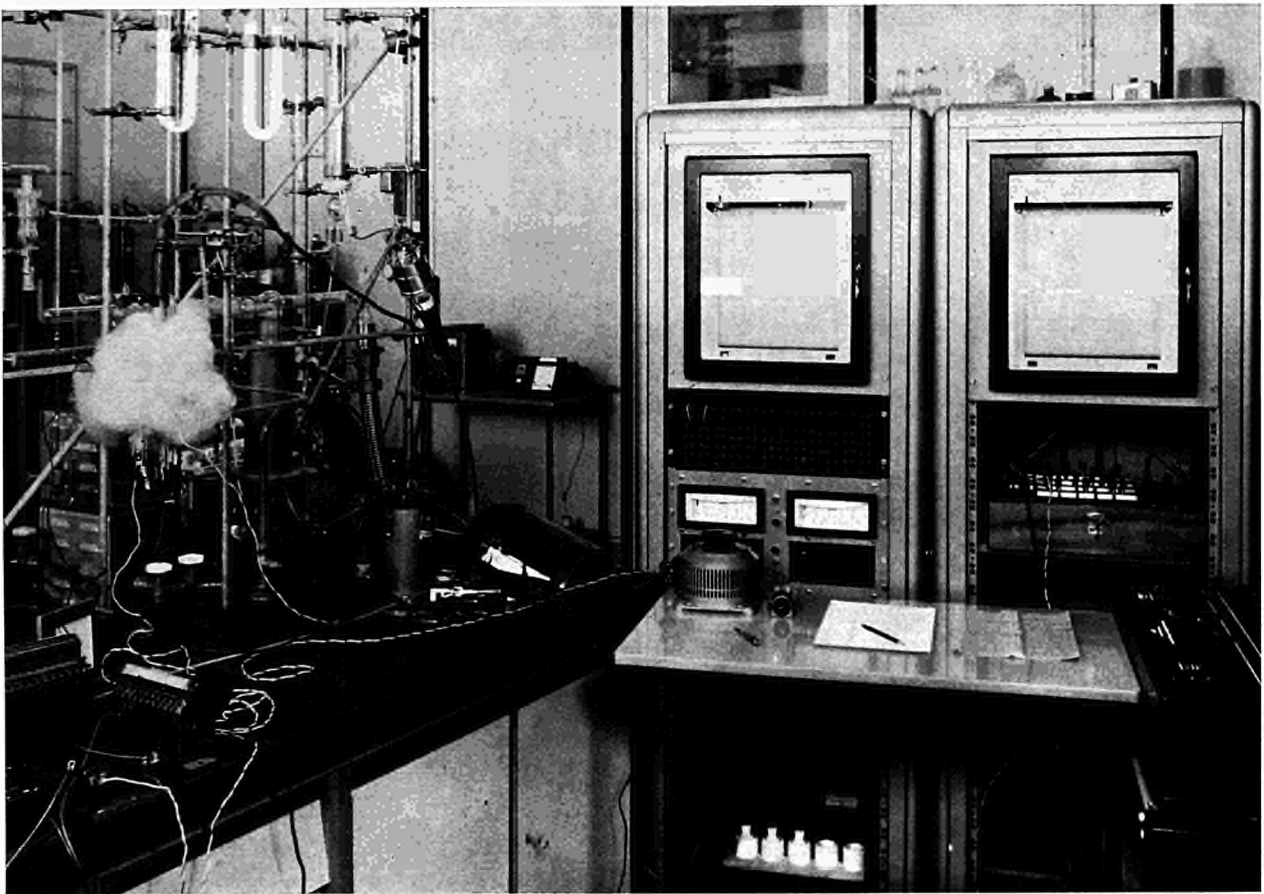


Fig. 2

Die gesamte Messanordnung



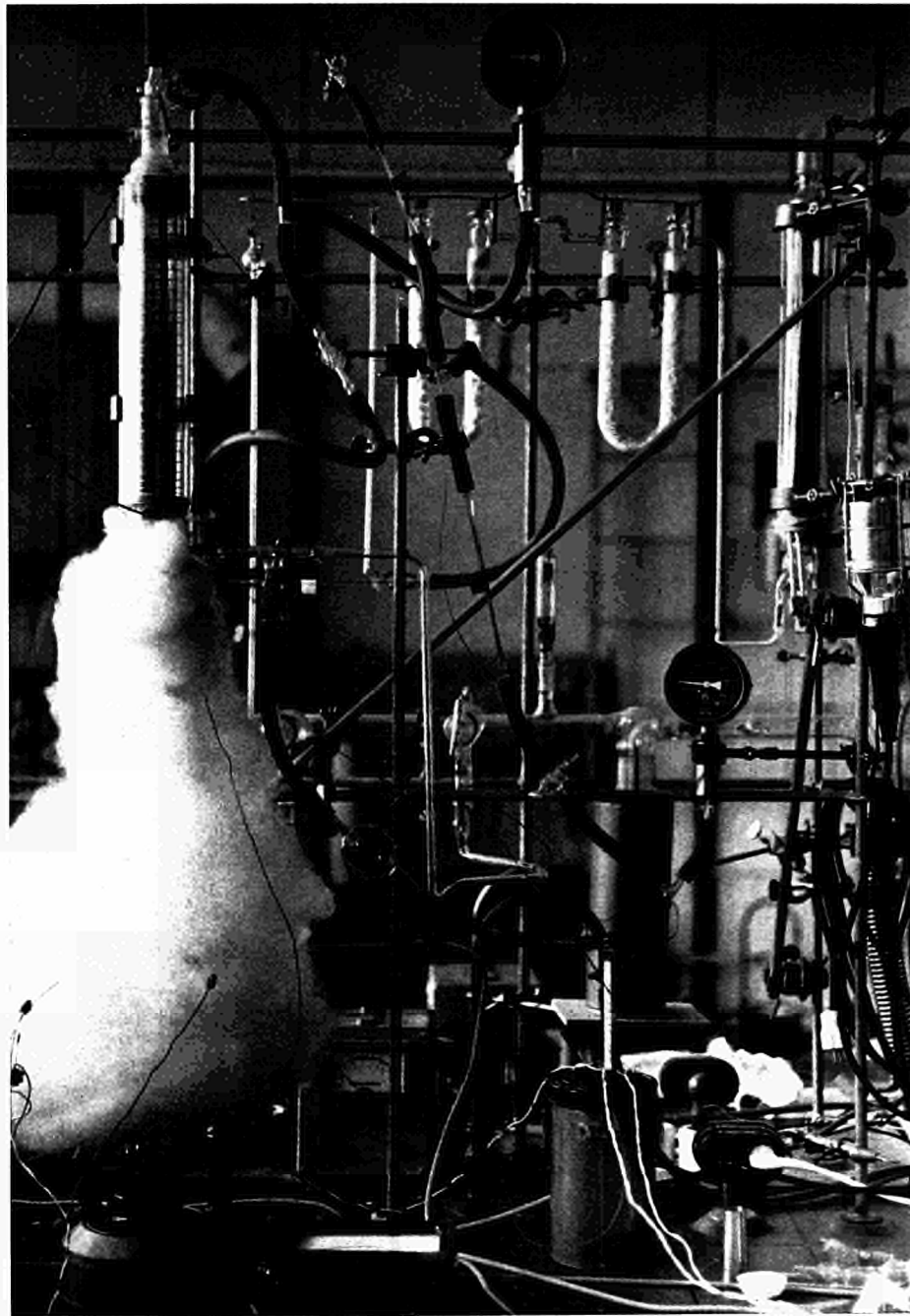


Fig. 3

Das Kernstück aus Fig. 2

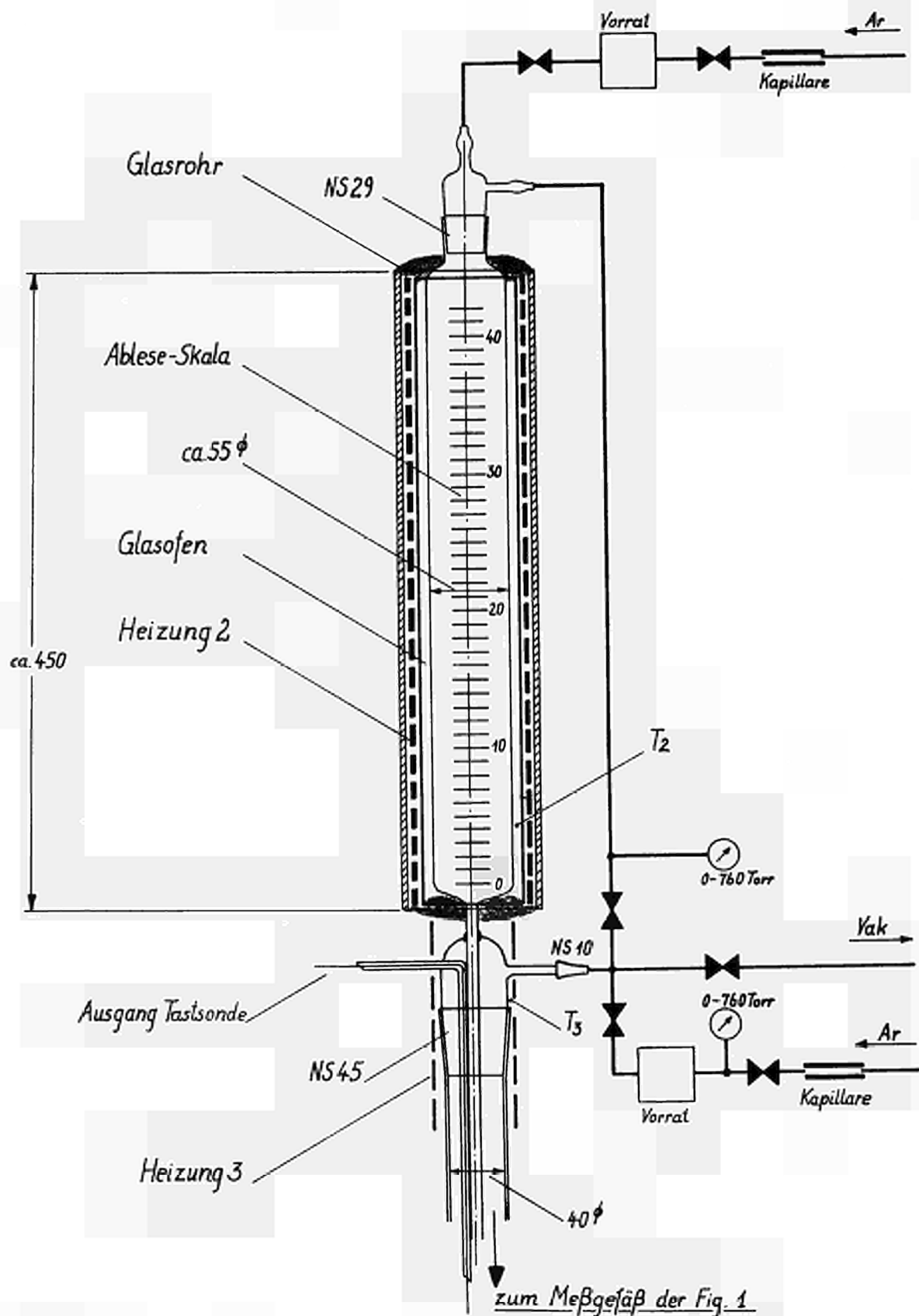
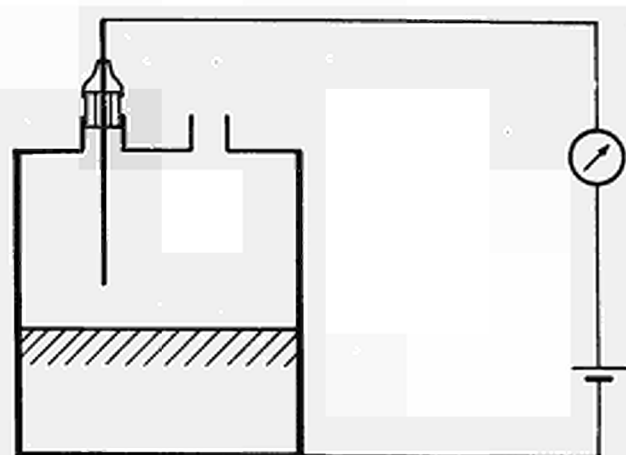


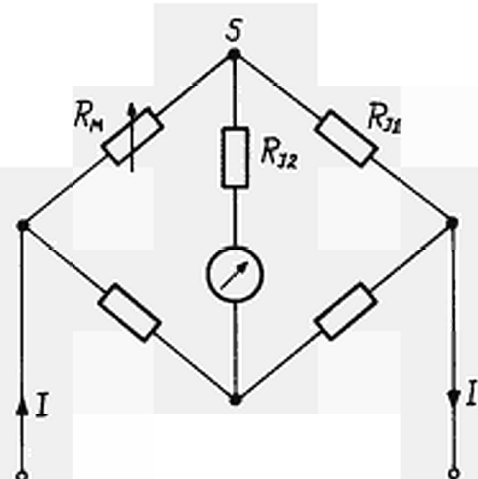
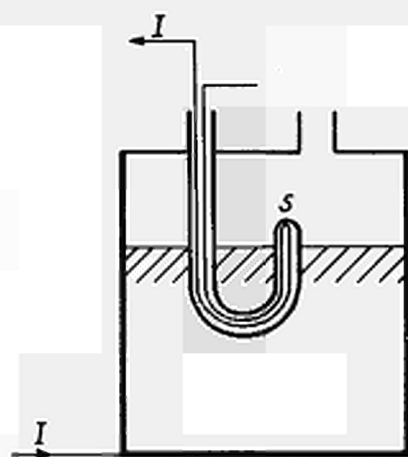
Fig. 4

Das obere Glasgefäß mit den Vakuum- und Schutzgasanschlüssen.

a)



b)



$R_M$  Widerstand Mantel  
 $R_{J1}$  Widerstand Innenleiter 1  
 $R_{J2}$  Widerstand Innenleiter 2

Fig. 5

Bekannte Verfahren der Füllstandsanzeige

- a) Kontakt-Sonde  
 b) Widerstands-Sonde

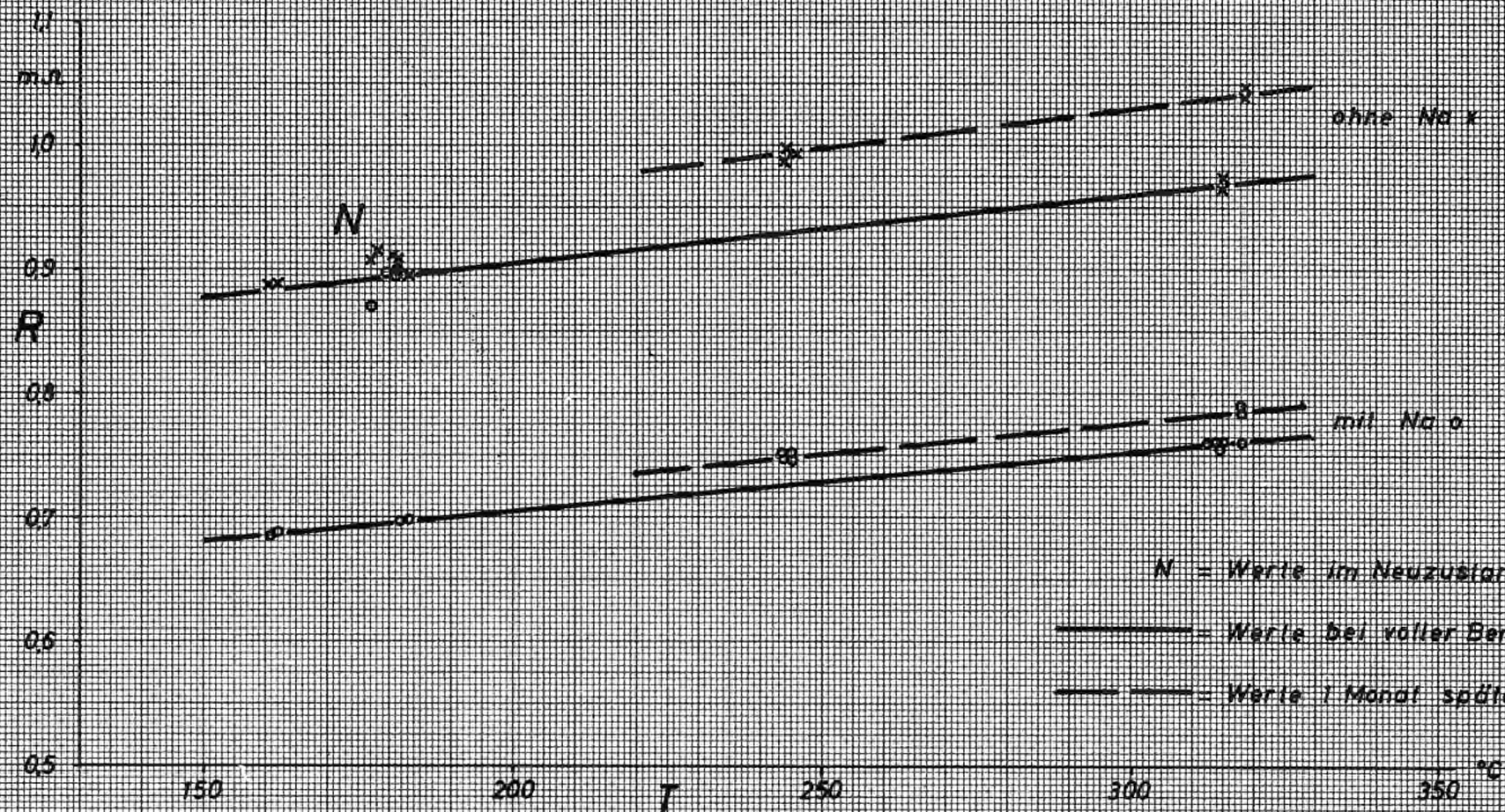


Fig. 6  $R=f(T)$  ohne u. mit Na

*Handwritten signature*



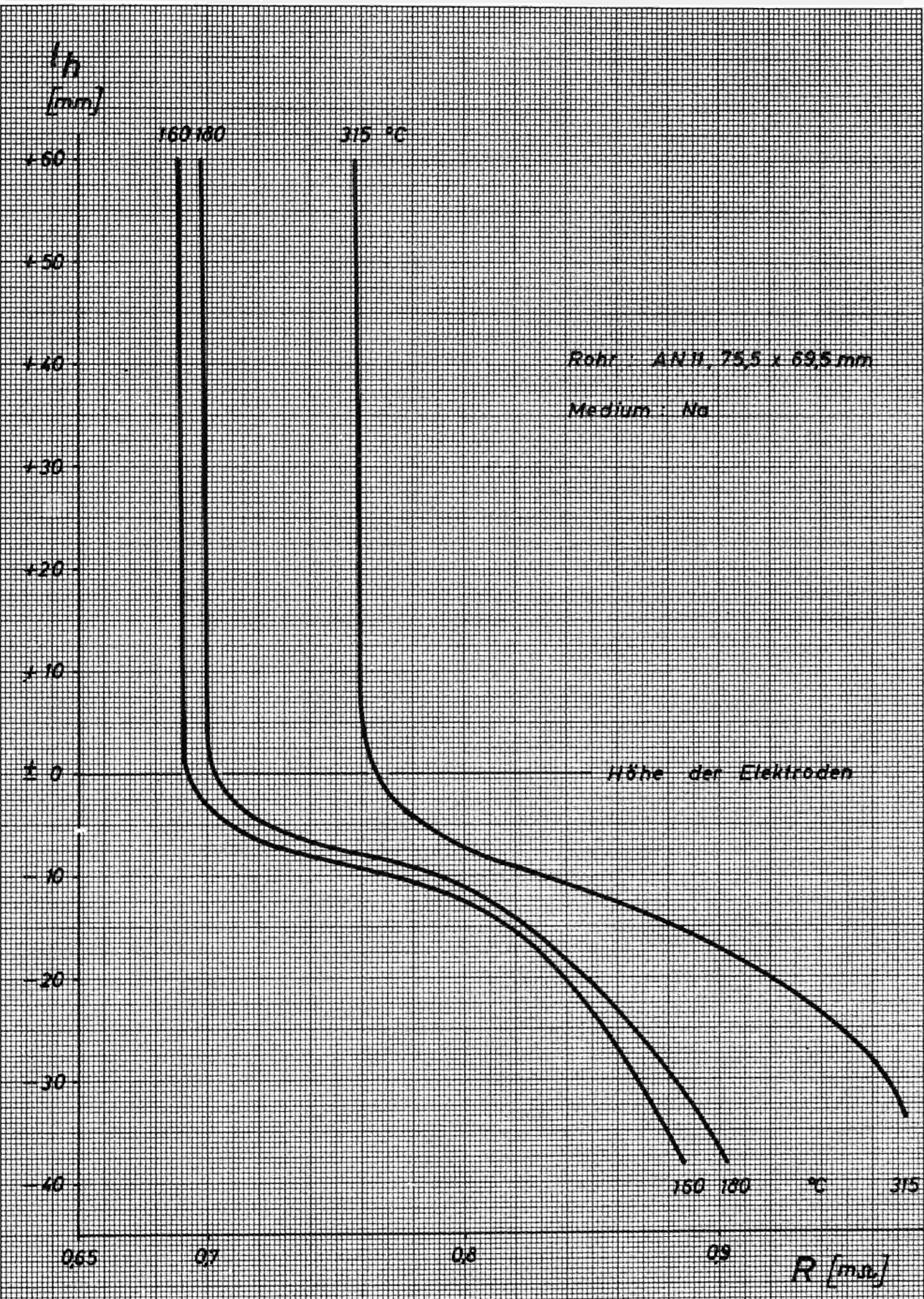


Fig.7 Eichkurven des Messrohres

*H. G.*

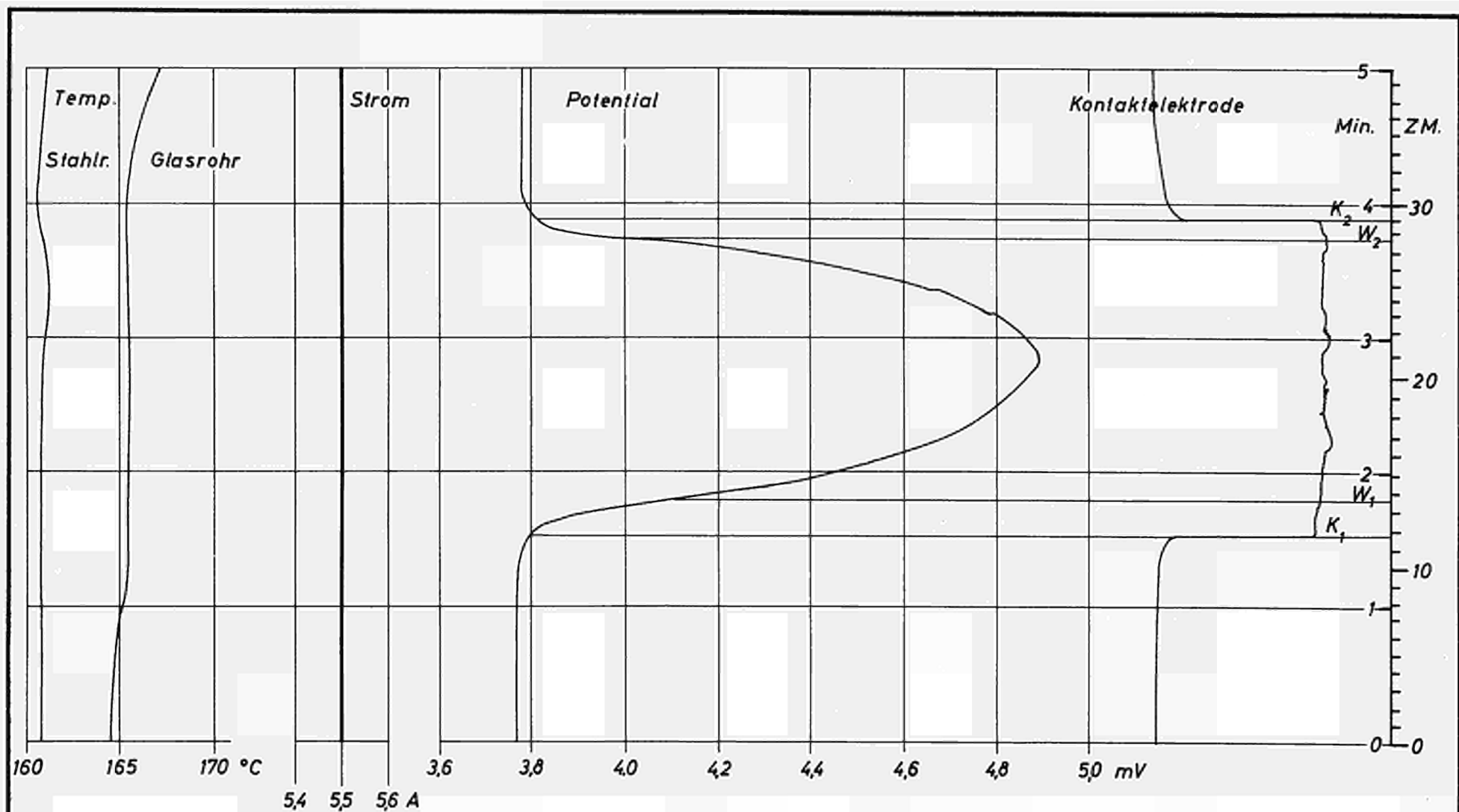


Fig. 8 Registrierung von Entleeren u. Füllen des Messrohres.

fü



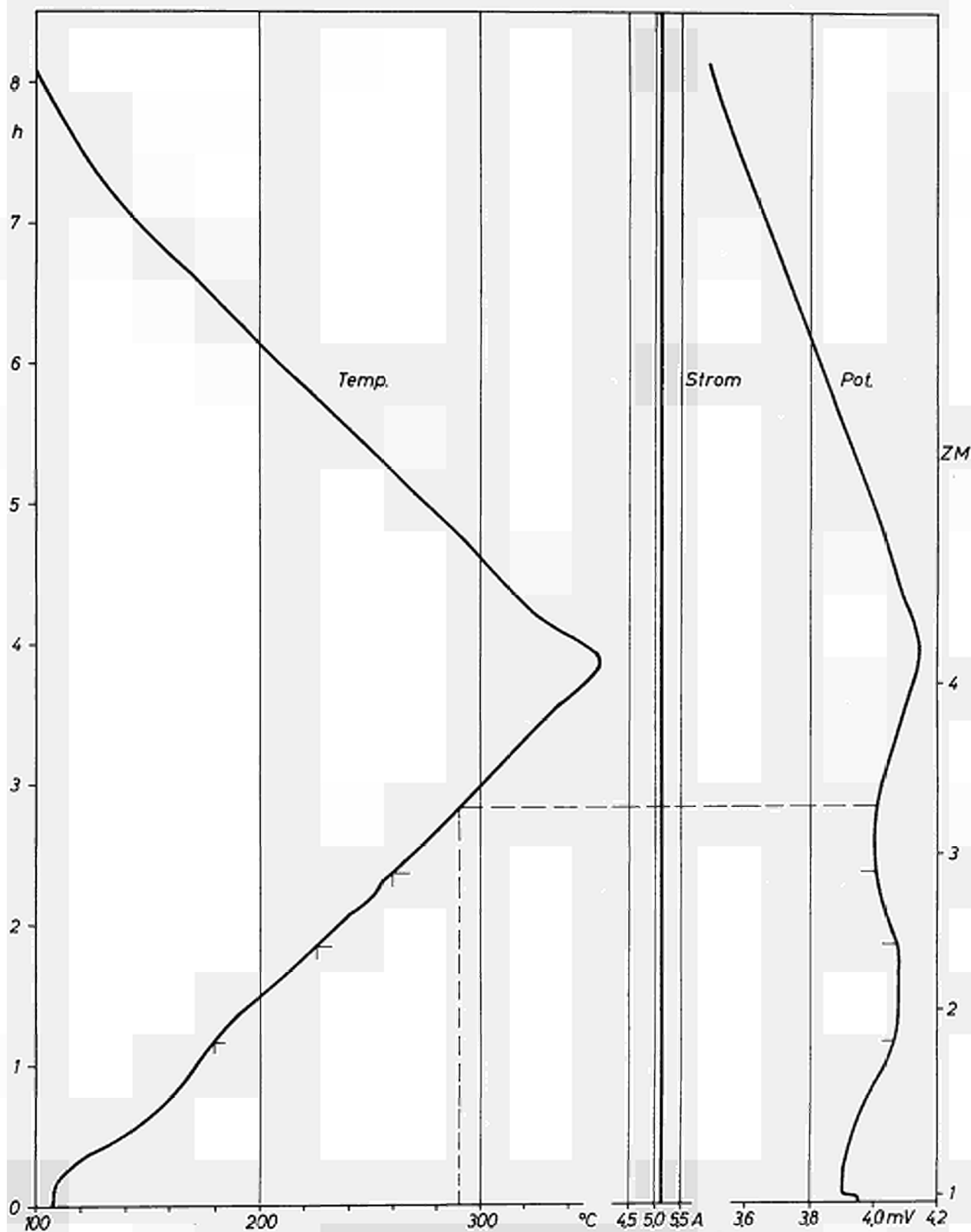


Fig.9 Benetzungsmessung: Nichtrostender Stahl/fl.Na  
Erstes Hochheizen u. Abkühlen.

*hpi.*

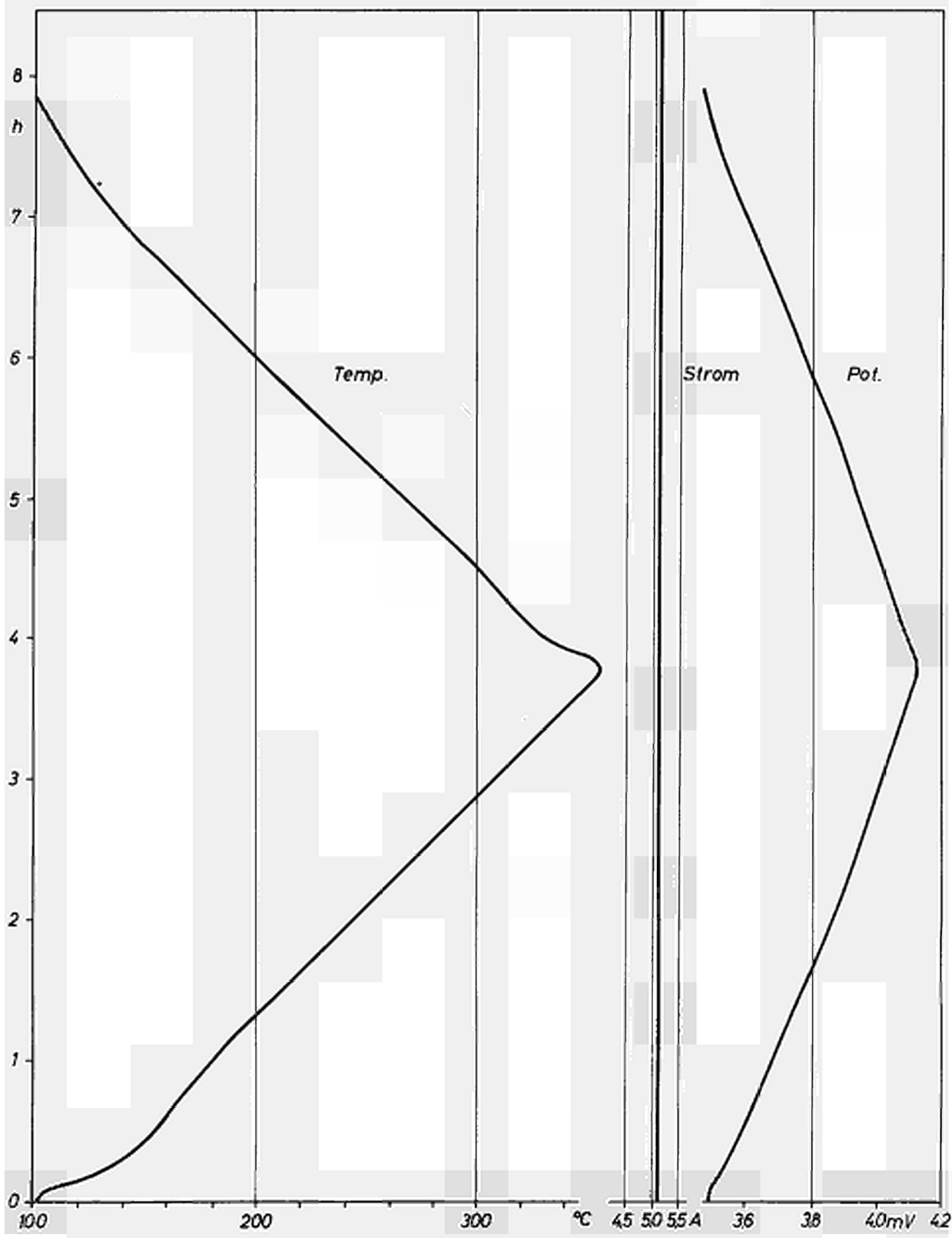


Fig.10 Wie Fig.9, aber zweites Hochheizen u. Abkühlen.

hpi.

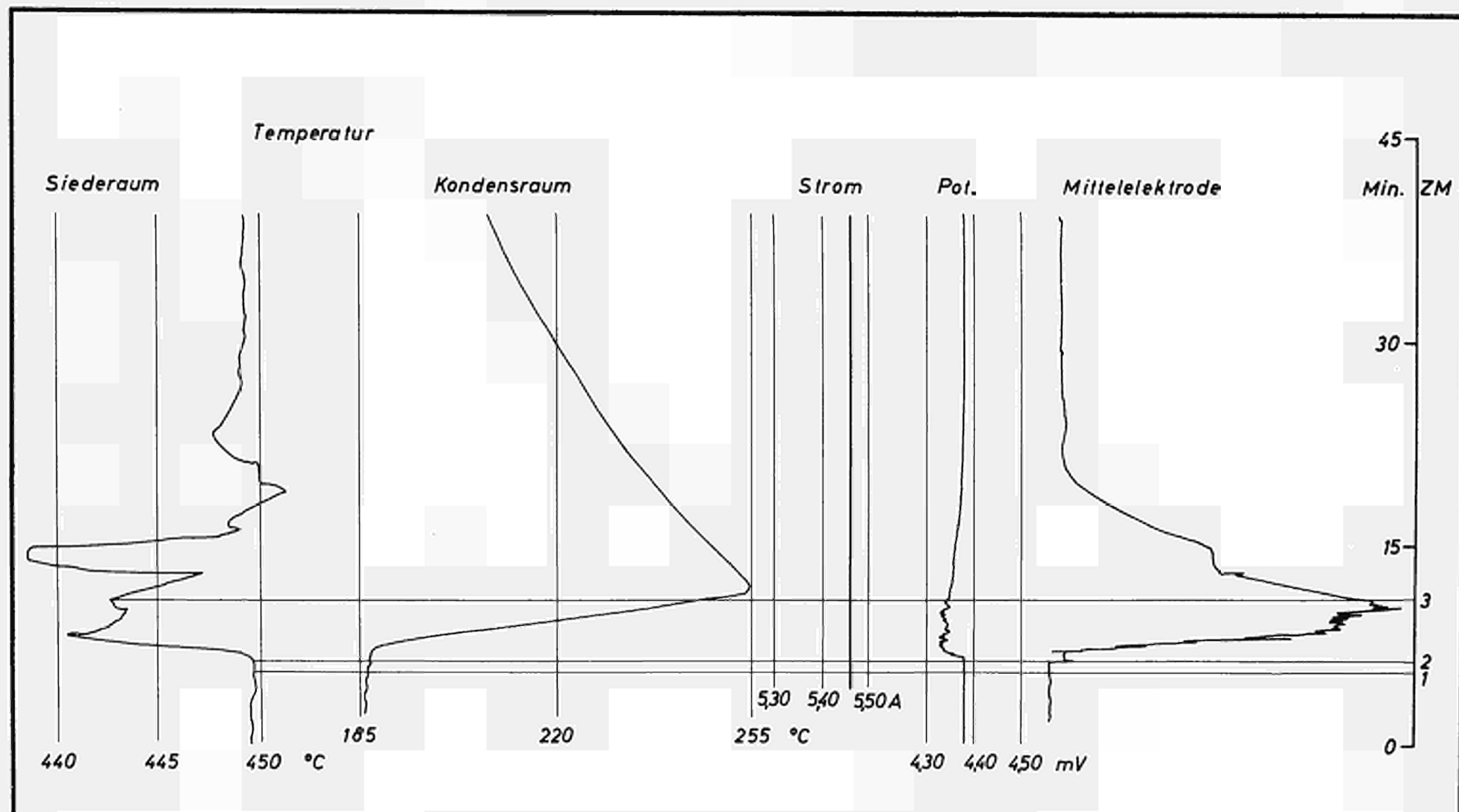


Fig.11 Nachweis von Siedebblasen

*Spil*

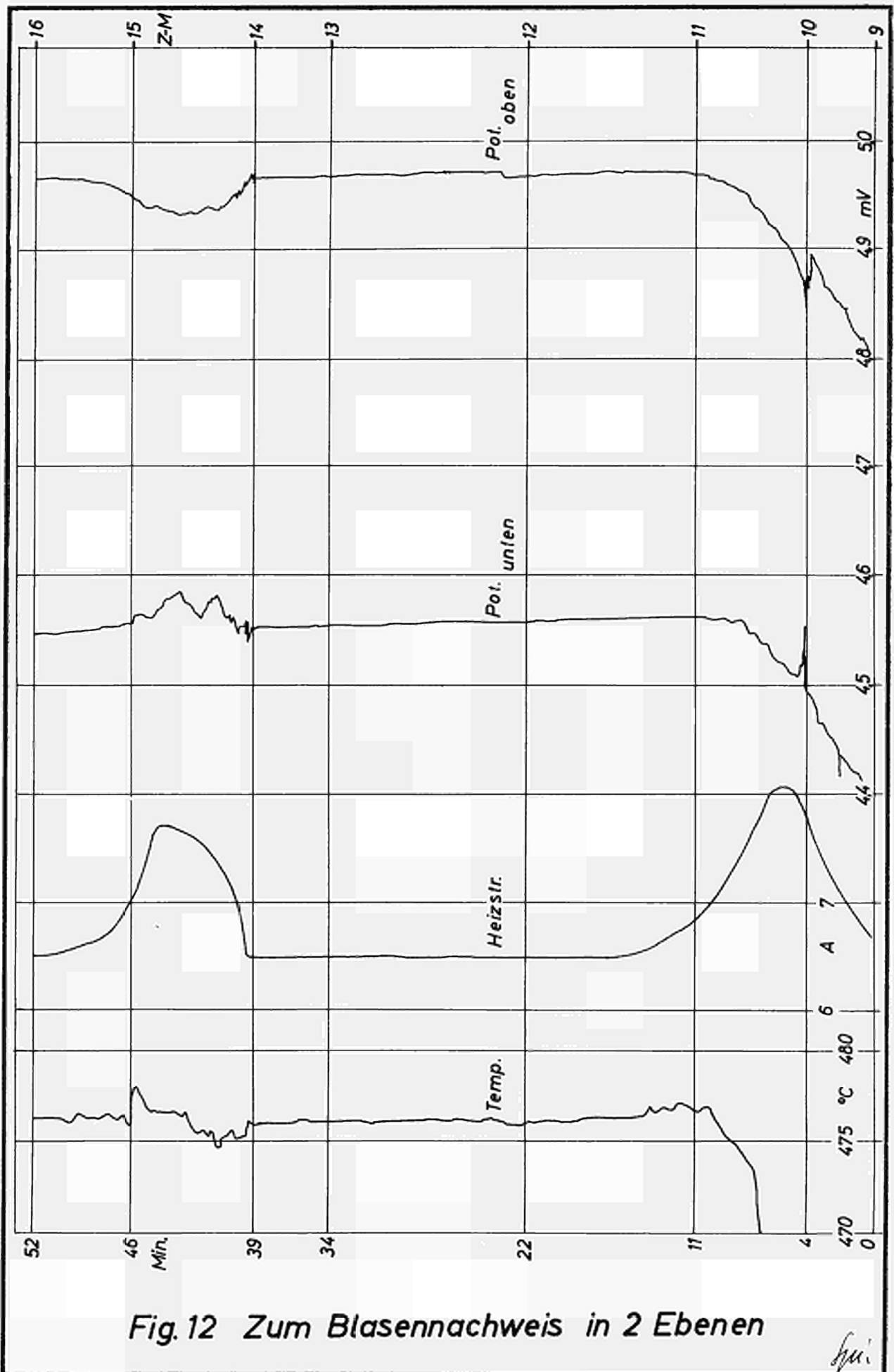
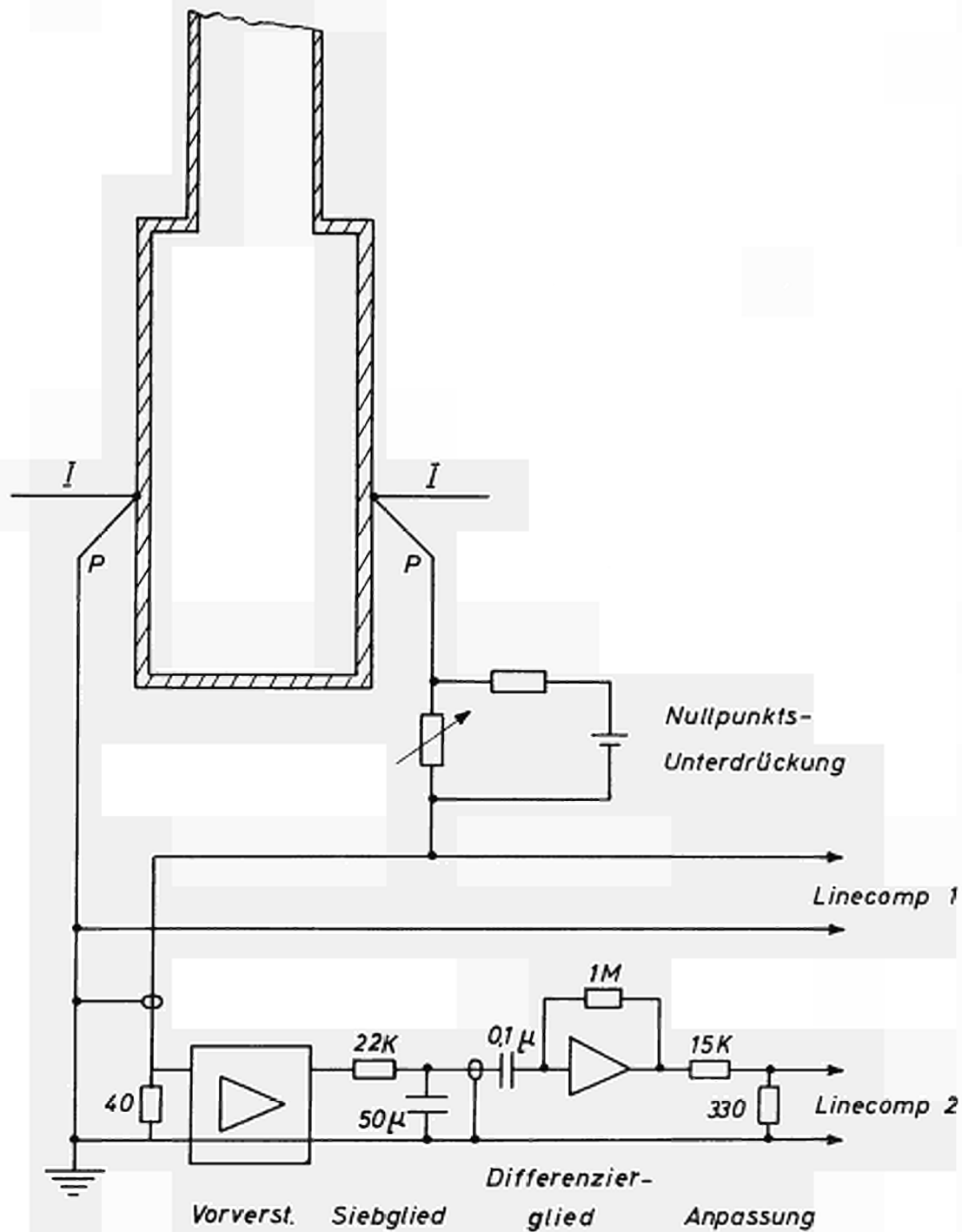


Fig.12 Zum Blasennachweis in 2 Ebenen

hpi



*Fig. 13 Verwendung eines Differenziergliedes  
bei der Füllstandanzeige*

*hjm*

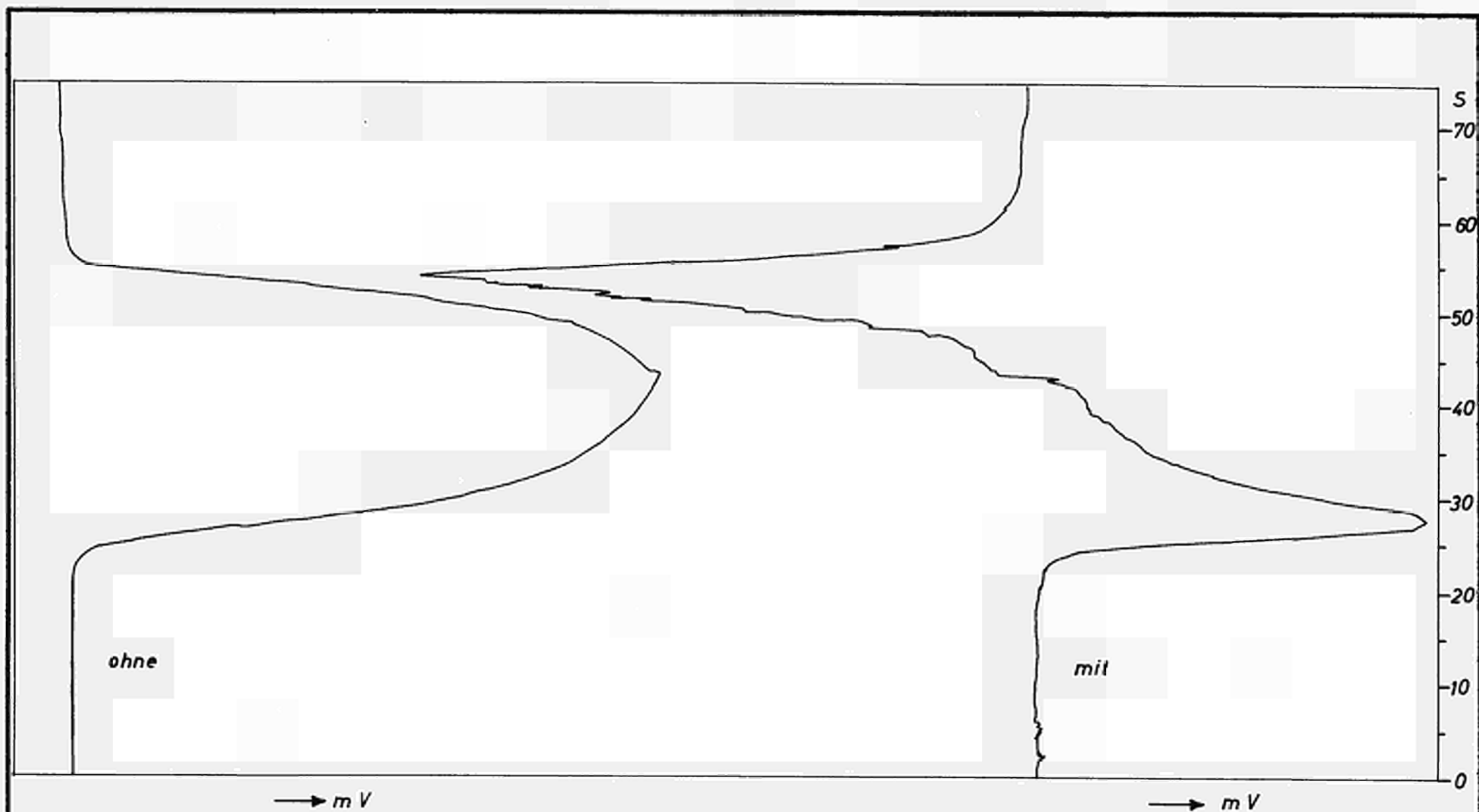


Fig. 14 Registrierung von Entleeren u. Füllen des Messrohres  
ohne u. mit Differenzierglied







CDNA01823DEC