

**Thermische Desorption zur quantitativen Untersuchung von
Wasserstoffisotopen in Proben aus Fusionsexperimenten**

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

doctor rerum naturalium
(Dr. rer. nat.),

genehmigt durch
die Fakultät für Naturwissenschaften
der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

von Diplomphysiker Detlef SCHLEUBNER

geb. am 5.4. 1970 in Calbe/Saale

Gutachter: Prof. i. R. Christian Edelmann

Prof. Dr. Burkhard Jüttner

Privatdozent Dr. Tilo Drüsedau

Eingereicht am: 28. Mai 2002

Verteidigung am: 5. November 2002

Diese Arbeit wurde an der
Fakultät für Naturwissenschaften
der
Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg
durchgeführt

in Zusammenarbeit mit dem

Projekt Plasma-Wand-Wechselwirkungen
am
Max-Planck-Institut für Plasmaphysik,
Garching bei München.

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Prof. Dr. Chr. Edelmann, Dr. R. Behrisch und Dr. P. Franzen für die Betreuung und für zahlreiche fruchtbare Diskussionen.

Weiterhin herzlich danken möchte ich

- Dr. W. Knapp für die Beratung in Bezug auf die verwendete Meßtechnik und die Konzeption und Optimierung von Probenheizung und Temperaturmeßsystemen,
- Dipl.-Phys. D. Rösler, Dipl.-Phys. J. Becker, Dipl.-Phys. M. Ehrt und Dipl.-Phys. M. Perl für die Unterstützung bei den Messungen,
- Herrn G. Nuglisch für die technische Unterstützung,
- Dr. R. Kauert für die Simulationsrechnungen zur Probenheizung,
- Dipl.-Phys. V. Hauer für die Simulationsrechnungen zur Leitwertbestimmung,
- Dr. S. Biehl und Dr. N. Schindler für die Unterstützung bei der Kalibrierung der Meßsysteme sowie
- Frau U. Lehmann, Dipl.-Phys. B. Garke und Dr. O.F.O. Kieler für die allgemeine Unterstützung und die gute Zusammenarbeit innerhalb der Abteilung Vakuumphysik und -technik.

Inhaltsverzeichnis

1 EINLEITUNG	1
1.1 EINFÜHRUNG.....	1
1.2 NACHWEISVERFAHREN FÜR WASSERSTOFF(ISOTOPE) IN DIVERTORMATERIALIEN	3
1.2.1 Nachweismethoden für Wasserstoff in Oberflächenschichten.....	3
1.2.1.1 Kernreaktionsanalyse (NRA) zum Nachweis von Deuterium	3
1.2.1.2 Elastische Rückstoß-Detektionsanalyse (ERDA)	4
1.2.1.3 Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)	4
1.2.2 Vakuumphysikalische Methoden zur Bestimmung des Wasserstoffgehaltes.....	4
1.2.3 TPD-Messung als Untersuchungsmethode der vorliegenden Arbeit.....	5
1.3 ZIELSETZUNG DER ARBEIT	5
2 EXPERIMENTELLE ANORDNUNG	7
2.1 TPD-ANLAGE	7
2.2 PROBENHEIZUNG.....	10
2.3 TEMPERATURMESSUNG	11
3 VORUNTERSUCHUNGEN DER EXPERIMENTIERANLAGE	14
3.1 KALIBRIERUNG DER MEßGERÄTE	14
3.1.1 Grundlagen zur Kalibrierung.....	14
3.1.2 Bestimmung der Empfindlichkeiten und Bruchstückfaktoren.....	15
3.2 TPD-MESSUNGEN.....	20
3.2.1 Ablauf der TPD-Messungen	20
3.2.2 Auswahl der zu detektierenden Massenzahlen	21
4 VERFAHRENSWEISE ZUR AUSWERTUNG DER TPD-MESSUNGEN	23
4.1 BEZIEHUNG ZWISCHEN DEM GASDRUCK UND DER VON DER PROBE ABGEBEBENEN GASMENGE	23
4.2 BERECHNUNG VON DESORPTIONSFLUßDICHTEN UND INVENTAR IN DEN PROBEN	24
4.3 FEHLERDISKUSSION	26
4.4 VERGLEICHSMESSUNGEN AN PROBEN MIT A-C:D-SCHICHT	30
5 CHARAKTERISIERUNG DER PROBEN	31
5.1 PROBENARTEN UND VORBEHANDLUNG	31
5.2 EINBAUPOSITIONEN DER PROBEN UND BEDINGUNGEN IM ASDEX-UPGRADE	32
5.2.1 Einbaupositionen der Proben im ASDEX-Upgrade.....	32
5.2.2 Bedingungen im ASDEX-Upgrade während der Anwesenheit der untersuchten Proben	34
6 EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE	40
6.1 GRAPHIT	40
6.1.1 Langzeitproben.....	40
6.1.2 Kurzzeitproben	43
6.2 WOLFRAMPROBEN	46
7 DISKUSSION DER MEßERGEBNISSE	50
7.1 GRAPHITPROBEN.....	50
7.1.1 Inventar von Wasserstoff in Graphit	50
7.1.2 Vergleich mit den Ergebnissen anderer Meßmethoden.....	50
7.1.3 Tiefenprofile von Schnittproben	52
7.1.4 Einbaumechanismen.....	53
7.1.4.1 Oberflächenbeschaffenheit	53
7.1.4.2 Korrelation von Inventaren und Separatrixposition.....	55
7.1.5 Deuteriumbilanz	57
7.2 WOLFRAMPROBEN	59
7.2.1 Vergleich mit den Ergebnissen anderer Meßmethoden.....	59
7.2.2 Einbaumechanismen.....	60
7.2.2.1 Oberflächenbeschaffenheit	60
7.2.2.2 TPD-Spektren von Deuterium	60
7.2.2.3 Korrelation von Inventaren und Separatrixposition.....	62
7.2.3 Deuteriumbilanz	63

7.3 MODELLRECHNUNGEN	63
7.3.1 Modelle zur Beschreibung der Wechselwirkungen von Gasen mit Divertormaterialien	63
7.3.2 Modellrechnungen mit dem Programm PIDAT	65
7.4 VERGLEICH DER ERGEBNISSE FÜR GRAPHIT UND WOLFRAM	67
8 ZUSAMMENFASSUNG	69
9 LITERATURVERZEICHNIS.....	72
10 ANHANG.....	A
10.1 KONTROLLIERTE KERNFUSION.....	A
10.2 ASDEX-UPGRADE	E
10.3 MATERIALIEN FÜR DEN EINSATZ AN DEN WÄNDEN VON FUSIONSEXPERIMENTEN	F
10.4 WECHSELWIRKUNGEN VON ENERGIEREICHEM WASSERSTOFF MIT FESTKÖRPERN	H
10.4.1 Reflexion/Rückstreuung.....	I
10.4.2 Einbau von Wasserstoff.....	I
10.4.3 Freisetzung von Wasserstoff.....	L
10.4.4 Zerstäubung.....	M
10.4.5 Kodeponierung von Wasserstoff mit Kohlenstoff	M
10.5 KORREKTUR DER GEMESSENEN IONENSTRÖME	N
10.6 H/D-VERHÄLTNIS	P
10.6.1 Graphitproben.....	P
10.6.2 Wolframproben.....	Y
10.7 INFORMATIONEN ZUM PROGRAMM PIDAT	Z
10.8 ERGEBNISSE DER MODELLRECHNUNGEN ZUR FREISETZUNG VON WASSERSTOFF AUS GRAPHIT	AA
10.8.1 Einfluß der Tiefenverteilung von Deuterium	AA
10.8.2 Einfluß der Bindungsenergien.....	BB
10.8.3 Einfluß der Diffusionsparameter.....	CC
VERZEICHNIS HÄUFIG VERWENDETER SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN.....	EE
ABBILDUNGSVERZEICHNIS	GG
TABELLENVERZEICHNIS	JJ
LEBENS LAUF	KK
KLAPPKARTE MIT PROBENPOSITIONEN.....	LL

1 Einleitung

1.1 Einführung

Neben der Erzeugung, Detektierung [74,134,137] und Analyse [28,175,181,202] des Vakuums ist die Aufnahme und Abgabe von Gasen durch Festkörper [40,73,79,114,144,183,200-203,237] seit mehr als 7 Jahrzehnten ein wichtiges Gebiet der Vakuumphysik [70,71,76,239]. Zum einen wird die Erzeugung und Aufrechterhaltung des Vakuums in einem Rezipienten durch die eingebrachten Festkörper und Gefäßwände infolge von Adsorption, Absorption, Desorption, Gasabgabe und Permeation wesentlich mitbestimmt, zum anderen werden auch einige physikalische Eigenschaften von Festkörpern durch Gase im Gitter modifiziert. Obwohl die Prozesse der Gasaufnahme und -abgabe bei Festkörpern bereits seit dem ersten Drittel des vorigen Jahrhunderts untersucht wurden, bilden sie auch heute noch ein wichtiges Forschungsgebiet mit vielen offenen Fragen.

Sowohl bei der theoretischen als auch der experimentellen Untersuchung der **Ad- und Desorption** beschränkte man sich anfangs auf den reinen Oberflächenprozeß an der Grenzfläche zwischen Festkörper und Vakuumraum. Den Festkörper stellte man sich dabei als völlig gasfrei vor. Seit langem weiß man aber, daß in fast allen realen Festkörpern infolge von Herstellung, Lagerung, Be- oder Verarbeitung Gase vorhanden sind. Bringt man die Oberfläche eines Festkörpers mit dem Vakuumraum in Kontakt, wird das im Festkörper enthaltene Gas bei ausreichender Temperatur allmählich durch Diffusion aus dem Inneren des Festkörpers zur Oberfläche und durch anschließende Desorption von dort in das Vakuum abgegeben. Diese beiden Teilprozesse werden unter dem Begriff der **Gasabgabe** [73,114,131,144,200-203] zusammengefaßt. Während Wasserstoff in einigen Metallen als Zwischengittergas gelöst ist, wird er in anderen Materialien vorwiegend an Korngrenzen oder an Fehlstellen im Gitter gebunden. Zur theoretischen Beschreibung der für viele technische Probleme bedeutsamen Gasabgabe geht man in der Vakuumphysik in vielen Fällen von der vereinfachenden Annahme aus, daß das Gas im Festkörper zunächst annähernd **homogen** verteilt ist. Erst, wenn der Festkörper in ein Vakuum gebracht wird oder mit mindestens einer Oberfläche dem Vakuum ausgesetzt wird, stellt sich im Festkörper als Folge der Gasabgabe nach einer längeren Zeit eine quasistationäre Dichteverteilung der Gasteilchen ein, die in Richtung zur Oberfläche abfällt.

Im Unterschied zu diesen Vorstellungen können in einem Festkörper aber auch **inhomogene Fremdteilchendichteverteilungen**¹ auftreten, die beispielsweise durch Beschuß des Festkörpers mit Ionen oder energiereichen Neutralteilchen verursacht werden. Durch Temperprozesse läßt sich der örtliche Verlauf dieser Fremdteilchendichte im Inneren des Festkörpers noch beeinflussen. Diese anfänglich inhomogenen Teilchendichteverteilungen spielten bisher in der Vakuumphysik kaum eine Rolle.

In der Vakuumphysik wurde zur Untersuchung von Desorptionsprozessen adsorbierter Gase von einer Oberfläche bereits 1948 von L. R. Apker [8] die **Flash-Filament-Technik (FFT)** und 1962 von Redhead [183] und Carter [40] die Methode der **thermischen Desorptionsspektrometrie (TDS)** vorgeschlagen und angewandt. Diese Techniken ermöglichen bei reinen Gasadsorbat-Festkörpersystemen die Bestimmung der Adsorptionsparameter (Haftwahrscheinlichkeit und Oberflächenbelegung mit Adsorbatteilchen) und der Desorptionsparameter (Aktivierungsenergie für die Desorption, präexponentielle Faktoren, Adsorbatteilchendichte,

¹ Der Begriff "Fremdteilchen" wurde an dieser Stelle bewußt gewählt, weil Festkörper nicht nur mit **Gas**ionen beschossen werden können. In der Halbleitertechnologie werden beispielsweise auch andere Materialien ionisiert und zur Dotierung des Halbleiters benutzt. Die auf diese Weise erzeugten inhomogenen Verteilungen der Fremdteilchen können für elektronische Zwecke ausgenutzt werden.

Ordnung des Desorptionsprozesses). Da bei diesen Verfahren nicht nur die Gasfreiheit des Festkörperinneren, sondern auch die Adsorbatfreiheit der Festkörperoberfläche durch Hochtemperaturbehandlungen des Festkörpers im Vakuum realisiert wird, beschränkte sich der Einsatz ursprünglich nur auf hochschmelzende Metalle als Festkörper [145].

Zur Bestimmung der im Festkörper enthaltenen **Gasmenge** benutzte man in der Vakuumphysik ursprünglich die sog. Extraktionsanalyse, bei welcher der Festkörper unter Vakuum geschmolzen und gleichzeitig das gesamte abgegebene Gas akkumuliert und analysiert wurde. Über die Verteilung der Gasteilchendichte im Festkörper sagt dieses Meßverfahren aber nichts aus.

Für die Bestimmung des vom Festkörper abgegebenen **Gasabgabestromes** wurden in der Vakuumphysik verschiedene Meßmethoden entwickelt. Bei diesen Verfahren der Gasabgabemessung werden die Proben ins Vakuum gebracht und in der Regel auf einer definierten, konstanten Temperatur gehalten. Während bei Materialien mit geringer Dichte (z. B. organische Kunststoffe) und starker Gasabgabe das Wägeverfahren [70-71,76,144,186] benutzt wird, verwendet man bei Materialien mit größerer Dichte und kleinerer Gasabgabe das Druckanstiegsverfahren [70-76,144] oder das Durchsatzverfahren [70,73,76,114,115,200-203, 208,243]. Wenn man hinreichend lange wartet, könnte man auch durch Integration des Gasabgabestromes die gesamte im Material enthaltene Gasmenge ermitteln. Die Meßzeit kann durch Auswahl erhöhter Temperaturen verringert werden. Meist beschränkt man sich jedoch darauf, aus den Messungen den zeitlichen Abfall und den (exponentiellen) Einfluß der Probertemperatur auf die Gasabgabestromdichte des Festkörpers zu bestimmen. Informationen zur Bindungsenergie und über die im Inneren des Festkörpers vorliegende Gasteilchendichteverteilung erhält man dabei nicht. Letzteres ist zumindest in der Vakuumtechnik kein Mangel, weil man annimmt, daß die Gase in den Konstruktionsmaterialien vor Kontakt der Materialgrenzflächen mit dem Vakuum homogen verteilt sind, und daß sich mit wachsender Verweildauer des Konstruktionsmaterials im Vakuum charakteristische Diffusionsprofile der Gasteilchendichte im Materialinneren einstellen.

In der vorliegenden Arbeit sollte mit **vakuumphysikalischen** Methoden experimentell eine **inhomogene Gasteilchendichteverteilung** in einem Festkörper untersucht werden. Als Untersuchungsobjekte wurden die Systeme Graphit-Wasserstoff und Wolfram-Wasserstoff ausgewählt, bei denen eine inhomogene Wasserstoffisotopenverteilung im Festkörper durch den Einschub von Wasserstoffisotopen in ionisierter oder neutraler Form aus einem heißen Plasma entstanden ist. Ein derartiger Beschub tritt bei den Graphit- oder Wolframwänden (vgl. Anhang 10.3) von Fusionsexperimenten auf, bei denen sehr heiße magnetisch eingeschlossene Plasmen untersucht werden, in denen zukünftig mittels einer D-T-Reaktion Energie gewonnen werden soll (s. Anhang 10.1 und 10.2). Eine genaue Kenntnis der im Wandmaterial aufgesammelten Wasserstoffisotope und der Temperaturabhängigkeit der Wasserstoffabgabe aus dessen Innerem ist für das Verständnis des Beitrages der Gefäßwände zur Wasserstoffteilchenbilanz bei magnetisch eingeschlossenen Fusionsplasmen (s. Anhang 10.1) wichtig, um für die Auslegung der Fusions-Experimentieranlagen den zu erwartenden Wasserstoffisotopengehalt¹ im Wandmaterial und die zur Freisetzung erforderlichen Temperaturen genau zu wissen. Diese Temperaturen werden letztlich durch die Aktivierungsenergien für die Freisetzung aus den Haftstellen, die Diffusion im Festkörper und die Desorptionsenergien bestimmt. Beim Erhitzen der Proben wird nicht nur das an der

¹ Der Wasserstoffgehalt wird von den Physikern, die sich mit den Fusionsproblemen befassen, üblicherweise als **Wasserstoffinventar** bezeichnet.

Oberfläche adsorbierte Gas desorbiert, sondern auch das im Inneren gebundene, das durch Diffusion infolge des sich einstellenden Teilchendichtegradienten zur Grenzfläche gelangt. In der Literatur hat sich für die hier angewandte Untersuchung der Gasabgabe bei wachsender Temperatur der Begriff „temperaturprogrammierte Desorption“ (**temperature programmed desorption = TPD**) eingebürgert [149,219].¹

Zur geplanten Untersuchung des Wasserstoffinventars in Proben des Wandmaterials eines solchen Hochtemperatur-Plasmaexperimentes wurde in der vorliegenden Arbeit die Methode der **TDS** modifiziert. In Anlehnung an die klassischen Apparaturen zur **TDS** wurde eine UHV-Anlage entwickelt [207], bei der die Temperatur der Proben (kleine Graphitquader oder Wolframproben) durch Elektronenbeschuß von der Rückseite zeitlich definiert erhöht werden kann. Durch die Wahl der Probenheizung ist das Meßverfahren nicht auf feine Drähte oder dünne Bänder als Festkörperprobenmaterial beschränkt [106].

Bei dem System Wasserstoff-Graphit treten bezüglich der Bestimmung des Wasserstoffinventars besondere Schwierigkeiten auf. Bedingt durch die chemische Verbindung von Kohlenstoffatomen mit Wasserstoff(isotopen) tritt hier (im Unterschied zur klassischen **TDS**) neben der Abgabe von reinen Wasserstoffisotopen auch die Abgabe eines Gasgemisches, das neben den Wasserstoffisotopen auch Kohlenwasserstoffe enthält, auf.

Diese abgegebenen Gase können massenspektrometrisch bestimmt werden. Will man die gesamte, von der Probe absorbierte Wasserstoffmenge [4,19,113] ermitteln, muß man zusätzlich zu den atomaren und molekularen Wasserstoffisotopen auch die chemischen Verbindungen des Kohlenstoffs [158] mit den Wasserstoffisotopen berücksichtigen.

1.2 Nachweisverfahren für Wasserstoff(isotope) in Divertormaterialien

In der Fusionsforschung werden zur Ermittlung des Wasserstoffgehaltes in Wandmaterialien zahlreiche Meßverfahren [24,25] benutzt, die im Folgenden kurz genannt werden sollen. Während eine häufig benutzte Gruppe von Verfahren nur die Bestimmung der Wasserstoffkonzentration in oberflächennahen Schichten (wenige µm Tiefe) ermöglicht (s. Kapitel 1.2.1), können mit den Verfahren der Vakuumtechnik auch Wasserstoffmengen in größeren Materialtiefen bestimmt werden (Kapitel 1.2.2). Für die vorliegende Arbeit wird zur Bestimmung des Gesamtinventars von Wasserstoffisotopen in (z. T. mit Wolfram beschichteten) Graphitproben die TPD-Messung angewendet [207], die eine modifizierte Gasabgabemeßmethode der Vakuumtechnik darstellt und auf der TDS aufbaut (Kapitel 1.2.3).

1.2.1 Nachweismethoden für Wasserstoff in Oberflächenschichten

Die Methoden zur Messung der Wasserstoffkonzentration in oberflächennahen Schichten von Festkörpern wurden kürzlich in einem Übersichtsartikel [25] zusammengestellt. Dies sind: Kernreaktionsanalyse („Nuclear Reaction Analysis“; NRA) [3,24-25,95,197], Elastische Rückstoß-Detektionsanalyse („Elastic Recoil Detection Analysis“; ERDA) [25,39,69,141,178-179,197-198,222], RUTHERFORD-Rückstreuung („RUTHERFORD Backscattering“; RBS) für Deuterium und Tritium [25] und Sekundärionen-Massenspektrometrie („Secondary Ion Mass Spectrometry“; SIMS) [13,16,25,128-129,151,220], einschließlich Beschleuniger-Massenspektrometrie („Accelerator Mass Spectrometry“; AMS) [25,220]. Während bei SIMS und AMS die analysierte Fläche zerstört wird, sind NRA, RBS und ERDA nahezu zerstörungsfrei.

1.2.1.1 Kernreaktionsanalyse (NRA) zum Nachweis von Deuterium

Bei der NRA [95] wird die zu untersuchende Probe z. B. mit energetischen ³He-Ionen beschossen. Der Wirkungsquerschnitt der resultierenden Kernreaktion besitzt ein breites Maximum bei Energien der ³He-Ionen von ungefähr 640 keV [25,161]. Um eine nahezu

¹ Die **TDS** wäre dann — im Nachhinein betrachtet — der Sonderfall der **TPD**, bei der das Innere des Festkörpers gasfrei ist!

gleichmäßige Empfindlichkeit für Deuterium für eine Nachweistiefe von etwa 1 μm zu gewährleisten, beträgt die Energie der ^3He -Ionen üblicherweise 790 keV [3,25]. Durch die Kernreaktion



entstehen dann Protonen, die z. T. aus der Oberfläche austreten und mit einem Detektor gemessen werden. Aus dem resultierenden Meßsignal kann schließlich das Deuteriuminventar berechnet werden. Mit NRA können nur die oberflächennahen Schichten untersucht werden. Die Nachweistiefe hängt von der Energie der verwendeten Beschußteilchen ab. Für die Kernreaktion $790 \text{ keV } ^3\text{He}(\text{d},\alpha)\text{p}$ beträgt der Nachweisbereich in reinem Wolfram 0,5 μm und etwa 2 μm in einer amorphen kodeponierten Kohlenwasserstoffschicht [206].

Mit NRA ist es durch Variation der Energie der ^3He -Ionen möglich, aus der Energie der emittierten Ionen Tiefenprofile, d. h. Inventare als Funktion der Tiefenkoordinate der untersuchten Schicht, zu erstellen. Der erfaßbare Tiefenbereich hängt von der Energie der Beschußteilchen ab und wird durch Probleme infolge des Auftretens anderer Kernreaktionen bei diesen Energien eingeschränkt.

1.2.1.2 Elastische Rückstoß-Detektionsanalyse (ERDA)

Bei diesem Verfahren benutzt man schwere Ionen, deren Masse größer als die von Wasserstoff bzw. Deuterium ist (z.B. ^4He -Ionen) und die mit einer Energie von einigen MeV unter einem bzgl. der Normalenrichtung schrägen Winkel auf die zu untersuchende Probe geschossen werden [10,25,39,69,141,178,222]. Durch elastische Stöße mit diesen Ionen werden Wasserstoffionen der oberflächennahen Probenschichten nach vorn herausgeschossen, detektiert und bezüglich ihrer Energie analysiert. Betrachtet man eine bestimmte Austrittsrichtung, z. B. 30° zur Probennormale, dann kann man aus der Energieverteilung der in dieser Richtung austretenden Wasserstoffionen auf die Wasserstoffkonzentration in Oberflächennähe schließen. Für Energien der Beschußteilchen im Bereich von einigen MeV liegt die Nachweistiefe unterhalb von 1 μm . Die Erstellung von Tiefenprofilen ist — wie schon bei der NRA — möglich, wobei die Nachweistiefe von der Energie der Beschußteilchen und vom Einschußwinkel abhängt [178]. Ein großer Vorteil ist die Möglichkeit, mit diesem Verfahren gleichzeitig alle Wasserstoffisotope zu messen [25].

1.2.1.3 Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)

Bei der Sekundärionen-Massenspektrometrie wird die Festkörperoberfläche durch Beschuß mit niederenergetischen, mittelschweren Ionen durch Zerstäubung abgetragen. Die abgetragenen Ionen werden mit einem Massenspektrometer nachgewiesen, während die Neutralteilchen, deren Anteil bei über 90% liegt, nicht erfaßt werden können [129]. Da der Anteil der Ionen von vielen Parametern abhängt, ist die Quantifizierbarkeit fraglich. Durch Nachionisation der emittierten Neutralteilchen versucht man diesen Mangel zu beseitigen (SNMS [13,31,220]). Vorteilhaft ist bei SIMS die Möglichkeit einer großen Tiefenauflösung [220]. Diese erreicht man durch Abrastern des Targets oder eines Targetbereiches mit dem Ionenstrahl bzw. durch Rastern des Targets und nutzt zur Tiefenanalyse nur die emittierten (abgestäubten) Sekundärionen aus der Mitte des Beschußflecks [236]. Die erfaßbare Tiefe ist abhängig von der Primärstromdichte, vom Einschußwinkel und der Beschußdauer.

1.2.2 Vakuumphysikalische Methoden zur Bestimmung des Wasserstoffgehaltes

In der Vakuumphysik beschäftigt man sich mit dem Gasgehalt und der Gasabgabe von Festkörpern, die als Konstruktionswerkstoffe benutzt werden. Im Unterschied zum in der vorliegenden Arbeit behandelten Problem ist das Gas dort anfangs im Allgemeinen nahezu homogen im Festkörper verteilt (vgl. Kapitel 1.1). Die zur Messung der Gesamtmenge des im

Festkörper gelösten Gases verwendete Extraktionsanalyse [82] ist für die vorliegende Arbeit nicht geeignet, da Kohlenstoff unter den betreffenden Bedingungen nicht schmilzt und Wolfram auch unterhalb der Schmelztemperatur vollständig von Gasen befreit werden kann. Häufig wird in der Vakuumtechnik auch die Gasabgabestromdichte als Funktion der Temperatur und der Zeit untersucht [70-76,144-145,200-203,208-209,239], da diese Materialeigenschaft für die Auslegung einer Vakuumapparatur besonders wichtig ist.

Die TDS [40,97,183] setzt vollkommen gasfreie Festkörper voraus, auf deren Oberfläche bestimmte Gase definiert adsorbiert werden. Dieses klassische Verfahren der TDS liefert neben der Information über die Desorptionsenergie [40,97,183] auch Informationen über die Ordnung des Desorptionsprozesses (entspricht der Anzahl der Atome, die sich zusammenschließen müssen, um als einheitliches Teilchen desorbieren zu können) und die mittlere Verweilzeit der Adsorbate auf der Festkörperoberfläche. Bei diesem Verfahren wird das hochreine, aber mit einem Gasadsorbat bedeckte Material nach einem bestimmten Temperatur-Zeit-Programm geheizt (z. B. linearer Temperaturanstieg), wobei gleichzeitig die Desorptionsrate R_D (Anzahl der desorbierten Teilchen pro Zeiteinheit) als Funktion der Zeit (bzw. Temperatur) bestimmt wird. Diese steigt infolge der Temperaturerhöhung zuerst bis zu einem Maximalwert an, um dann infolge der abnehmenden Adsorbateilchendichte wieder abzusinken. Der Verlauf der Gasabgaberate als Funktion der Zeit (oder Temperatur) weist infolgedessen mindestens ein Maximum auf. (Bei Vorhandensein mehrerer Bindungszustände können mehrere Maxima auftreten.) Aus der Temperatur, bei der ein Maximum auftritt, lassen sich Informationen über die Anzahl und Belegung der Adsorptionsphasen, die Aktivierungsenergien für die Desorption der jeweiligen Phase und die Ordnung des Desorptionsprozesses [183] ableiten, wenn keine Diffusion ins Innere stattfindet.

1.2.3 TPD-Messung als Untersuchungsmethode der vorliegenden Arbeit

Im Rahmen dieser Arbeit sollten (mit Wolfram beschichtete) Graphitproben aus dem Fusionsexperiment ASDEX-Upgrade hinsichtlich der in ihnen während der Plasmaentladungen aufgesammelten Wasserstoffisotope in einer für diese Zwecke anzupassenden UHV-Anlage untersucht werden. Da die Wasserstoffisotope auch in tieferen Bereichen der Proben aufgesammelt wurden, konnten die Nachweismethoden für Wasserstoff in Oberflächenschichten (s. Kapitel 1.2.1) und TDS (s. Kapitel 1.2.2) nicht zur Bestimmung des Gesamtinventars verwendet werden. Einige vakuumtechnische Verfahren (s. Kapitel 1.2.2) hätten zwar prinzipiell die Bestimmung des Gesamtinventars ermöglicht, waren aber nicht für die zu untersuchenden Probenarten (Extraktionsverfahren) bzw. für die zu vermutende inhomogene Gasverteilung in den Proben (Gasabgabemessung) geeignet.

1.3 Zielsetzung der Arbeit

Für das vorliegende Problem, bei dem die Wasserstoffkonzentration von der Festkörpertiefe abhängt, wurde deshalb das massenspektrometrische Verfahren der quantitativen TPD gewählt: Durch die Erweiterung der TDS auf die Untersuchung von Festkörpern, die auch im **Inneren** Gase enthalten können, wird hierbei mit Hilfe der Methode der TPD [80,101,120,149,219] sowohl das an der Oberfläche adsorbierte als auch das im Inneren des Festkörpers vorhandene Gas quantitativ nachgewiesen. Durch die Nutzung eines kalibrierten Massenspektrometers [133] konnten die desorbierten Gasarten quantitativ separiert werden.

Die Trennung beider Anteile (im Volumen gebundenes Gas und adsorbiertes Gas) und weitergehende Aussagen zu Bindungsenergien, Diffusions- und Desorptionsparametern lassen sich nur durch eine im Vergleich zur klassischen TDS erweiterte Auswertung der Desorptionsspektren realisieren [1,154,162], da diese nicht nur von der Heizrate β und den Desorptionsparametern (Bindungsenergie E_B), sondern zusätzlich auch von den Diffusionsparametern

abhängen. Somit ist eine direkte Berechnung der Desorptionsenergie aus der Kenntnis der Temperatur des Desorptionsmaximums nicht mehr auf einfache Art möglich. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden folgende Möglichkeiten für eine erweiterte Auswertung der TPD-Spektren herangezogen:

- Simulationsrechnungen [162], die auf Modellen [32-34,66,81,83,86,107,109,164-166] zum Transport von Wasserstoffisotopen in Divertormaterialien basieren und auf Literaturwerten der relevanten Parameter (Bindungen, Diffusion und Desorption) sowie den mittels TPD gemessenen Gesamtinventaren aufbauen, ermöglichen (für identischen Parameter der TPD) durch den Vergleich der gemessenen mit den simulierten TPD-Spektren Aussagen zu möglichen Parametersätzen von Bindungsenergie, Diffusions- und Desorptionsparametern (vgl. Anhang 10.8).
- Durch den Vergleich des gemessenen mit dem erwarteten Verhältnis von Wasserstoff zu Deuterium (H/D-Verhältnis) in den Proben lassen sich Aussagen zum adsorbierten bzw. absorbierten Anteil am gesamten gemessenen Inventar bzw. zur Verfälschung des gemessenen Inventars durch Adsorption von Gasen außerhalb der Plasmaentladungen treffen.
- Mit Hilfe der GAUSS-Entfaltung der TPD-Spektren für Deuterium ist z. T. eine Aufteilung der Spektren auf die verschiedenen Bindungszustände möglich.

2 Experimentelle Anordnung

2.1 TPD-Anlage

Das Vakuumschaubild der verwendeten Meßapparatur ist in Abbildung 2.1 schematisch dargestellt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein UHV-System, das ursprünglich von WÖFLICK [237] und später von ENGERS [79] zur klassischen TDS (siehe Kapitel 1.2.2) an Metallen aufgebaut und verwendet wurde, für die TPD-Messungen modifiziert [207]. Die Anlage wurde aus handelsüblichen UHV-Bauelementen aus Edelstahl mit Conflat-Flanschen [130] hergestellt.

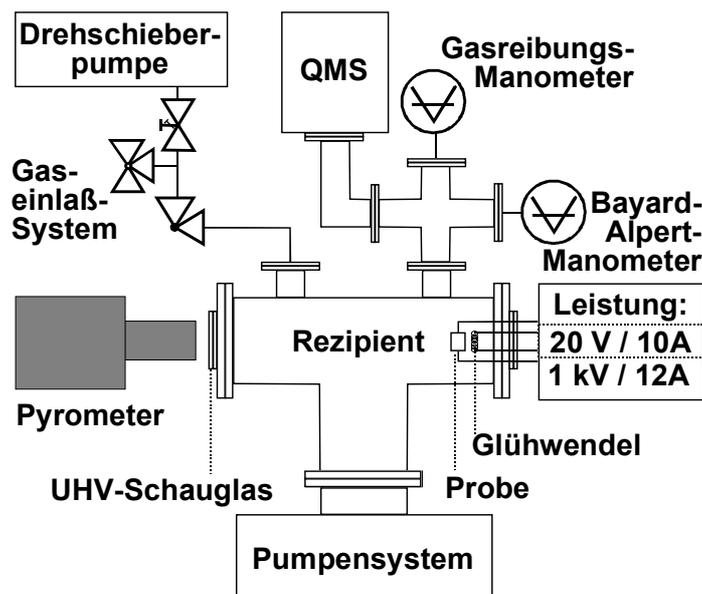


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der verwendeten Meßapparatur

Der Basisdruck von einigen 10^{-10} mbar bis 10^{-9} mbar wird durch ein Pumpensystem¹ erreicht, das aus der Kombination einer Turbomolekularpumpe² mit einer zweistufigen Drehschieberpumpe³ als Vorpumpe besteht. Dieses Pumpensystem weist nach Herstellerangaben für Stickstoff ein maximales Saugvermögen von 230 l/s auf, das bei einem Druck von einigen 10^{-3} mbar erreicht wird und bis $1 \cdot 10^{-10}$ mbar konstant bleibt. Ein UHV-T-Stück DN100CF aus Edelstahl mit zwei zusätzlichen Flanschen DN35CF dient als Rezipient.

An der elektrischen Durchführung, die in Abbildung 2.1 auf der rechten Seite des T-förmigen Rezipienten schematisch dargestellt ist, sind sowohl die Probe als auch die Probenheizung befestigt. Abbildung 2.2 zeigt den Aufbau des Probenhalters, der aus Molybdändrähten besteht und die Probe nur an 4 Punkten berührt, so daß der Wärmeübergang von der Probe zum Halter klein ist. Der Probenhalter ist elektrisch isoliert gegen Masse und kann über die elektrische Durchführung auf Hochspannung gebracht werden. Die beiden Hochstromanschlüsse der Durchführung dienen zum Betreiben einer direkt geheizten Katode [170], die auf zwei Edelstahldrähten in einem Abstand von ca. 2 mm von der Rückseite der Probe angebracht ist. An der entgegengesetzten Seite des Rezipienten befindet sich ein UHV-Schauglas aus Quarz bzw. Magnesiumfluorid, das in Kombination mit einem Pyrometer die berührungslose Messung der Proben temperatur ermöglicht (s. Kapitel 2.3).

¹ Hersteller: Balzers; Typ: TSU 242

² Hersteller: Balzers; Typ: TPU 240

³ Hersteller: Balzers; Typ: DUO 016B

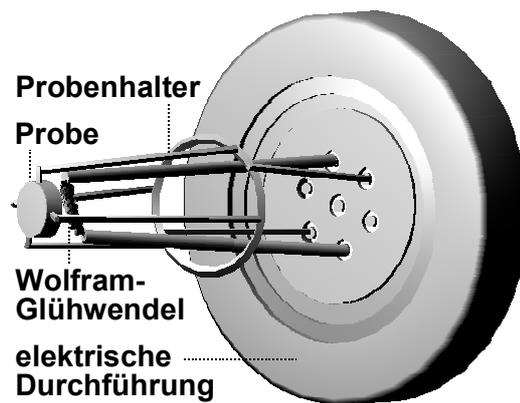


Abbildung 2.2: Anordnung des Probenhalters mit eingesetzter Probe und der Wolfram-Glühwendel der Probenheizung auf einem UHV-Flansch (DN 35CF) mit den elektrischen Durchführungen

Das Gaseinlaßsystem ist durch ein UHV-Eckventil vom Hauptrezipienten getrennt und kann mit Hilfe einer separaten Drehschieberpumpe des Typs Trivac D1,6B¹ bis zu einem Druck von ca. 10^{-2} mbar evakuiert werden. In Kombination mit einem mit Viton gedichteten Dreibegekegelventil des Typs Selectomite² lassen sich alle Bereiche des Gaseinlaßsystems bis zum Ventil des Gasreservoirs (Druckdosen mit einem Kalibriergas) evakuieren. Als Druckmeßgerät für das Gaseinlaßsystem dient ein PIRANI-Manometer [177] des Typs TM 20³ (Meßbereich: 1 mbar - 1000 mbar).

Die Totaldruckmessung [63] erfolgt mit einem Glühkathodenionisationsmanometer⁴, mit der BAYARD-ALPERT-Meßröhre [18] IE 414 (Meßbereich: $2 \cdot 10^{-11}$ mbar - $1 \cdot 10^{-2}$ mbar; Röntgen-grenze: $< 10^{-11}$ mbar). Zur Partialdruckmessung [63] findet ein Quadrupol-Massenspektrometer⁵ Verwendung, mit dem Ionenströme für die Massenzahlen von 1 bis 200 aufgenommen werden können. Als Detektor beim QMS dient wahlweise ein Faraday-Auffänger (Meßbereich: $6,6 \cdot 10^{-12}$ mbar - $7,6 \cdot 10^{-5}$ mbar) oder ein Channeltron (Meßbereich: $2,6 \cdot 10^{-14}$ mbar - $7,6 \cdot 10^{-6}$ mbar).

Für die Kalibrierung der Druckmeßgeräte [38,118,133,160,217] wurde als gasartunabhängiges Manometer zeitweise ein Viskositätsmanometer nach FREMEREY [96] („Spinning Rotor Gauge“ (SRG); Typ: SRG 2⁶) am Rezipienten angebracht. Die beschriebenen Manometer befinden sich jeweils an äquivalenten Positionen, die in Bezug auf die Probe bzw. den Gaseinlaß den gleichen Leitwert aber keine direkte Sichtlinie (keine „Line-of-Sight“ (LOS)-Anordnung) zur Probe aufweisen.

Die im Rahmen dieser Arbeit gewählte örtliche Trennung von QMS und Probe hat einige entscheidende Vorteile:

- Die Ionisationszone des Massenspektrometers ist weit genug von der Probe entfernt, und daher haben weder die heiße Probe noch die Elektronenstoßheizung einen direkten Einfluß

¹ Hersteller: Balzers

² Hersteller: Hoke

³ Hersteller: Leybold

⁴ Hersteller: Leybold; Typ: IONIVAC IM 520

⁵ Hersteller: Leybold; Typ: Transpector H200M

⁶ Hersteller: MKS

auf Ionisation und Bruchstückverteilung der nachzuweisenden Moleküle [86]. Gasteilchen, welche die Ionenquelle des Massenspektrometers erreichen, haben durch mehrere Wandstöße bereits thermodynamisches Gleichgewicht mit der Umgebung erreicht (sind **thermalisiert**¹). Die Proben­temperatur liegt während der TPD-Messung infolge des gewählten linearen Temperaturanstiegs nur am Ende der Messung für eine kurze Zeitdauer im Bereich der maximalen Temperatur von 2100 K. Demzufolge tritt keine wesentliche Erwärmung der Rezipientenwände auf, so daß deren Temperatur und somit auch die der Temperatur T_0 entsprechende Energie der nachzuweisenden Gasteilchen in guter Näherung als konstant angesehen werden kann. Da die Kalibrierung der Manometer bei dieser Temperatur T_0 durchgeführt wird, sind Abweichungen der Bruchstückfaktoren und Empfindlichkeiten des QMS als Folge unterschiedlicher Temperaturen der Gasteilchen bei Kalibrierung bzw. TPD-Messung — wie sie bei einer Positionierung des QMS unmittelbar vor der Probe auftreten könnten — nicht zu erwarten.

- Durch die gewählte Anordnung wird auch ein Schutz der Manometer vor allzu starken Gasfreisetzungen und auch vor lokalen Gasentladungen, die in ungünstigen Fällen bei sehr großen Gaseruptionen aus der Probe in deren unmittelbarer Umgebung auftreten können, gewährleistet. Solch starke Gasfreisetzungen lassen sich nicht ausschließen, da das Gasinventar in den zu untersuchenden Proben vor den jeweiligen Messungen nicht bekannt ist und von Probe zu Probe stark variieren kann.

Die gewählte Anordnung hat jedoch auch einige Nachteile:

- Die von der Probe freigesetzten Gasteilchen müssen erst zahlreiche Zusammenstöße mit den Rezipienten- und Rohrleitungswänden erleiden, ehe sie ins Massenspektrometer gelangen. Dadurch könnte eine Zeitverzögerung zwischen dem mit dem QMS registrierten Signal und der Gasabgabe der Probe entstehen, die zu fehlerhaften Temperaturangaben führen könnte.
- Außerdem ist kein direkter Nachweis von atomarem Wasserstoff bzw. atomarem Deuterium möglich, da desorbierender atomarer Wasserstoff und andere desorbierende Radikale vor dem Erreichen des QMS bei Stößen mit der Wand rekombinieren [91]. Neben der Anlagerung auf den Rezipientenwänden wird ein Teil der dort rekombinierten Gasteilchen wieder freigesetzt und kann im QMS nachgewiesen werden. Unter der Voraussetzung, daß an den Wänden vorwiegend Wasserstoff (H) als **Rekombinationspartner** zur Verfügung steht, rekombiniert atomarer Wasserstoff vorrangig zu H_2 . Aus demselben Grund wird atomares Deuterium hauptsächlich als HD nachgewiesen und dabei die korrekte Anzahl von Deuteriumatomen erfaßt. Unter dieser Voraussetzung wird atomares Deuterium in Form von rekombiniertem HD korrekt erfaßt. Somit liefern die von den Proben freigesetzten H- und D-Atome nach Rekombination an der Anlagenwand beim Nachweis jeweils eine erhöhte Anzahl von Wasserstoffatomen und eine verfälschte Gaszusammensetzung. Weiterhin wird aber auch ein Teil des atomaren Deuteriums in die Wand eingebaut, was letztendlich zur Freisetzung von H_2 aus der Wand führt.
- Eine weitere Fehlerquelle der gewählten Anordnung ist der **Isotopenaustausch** an den Rezipientenwänden, der von FRANZEN [86] bzw. DAVIS und HAASZ [58] näher beschrieben wird. Durch den Isotopenaustausch zwischen jeweils einem Molekül aus der Gasphase (z. B. D_2) und einem Molekül aus der Wand (z. B. H_2) ist der Einbau eines der beiden Atome des Moleküls der Gasphase (z. B. ein Deuteriumatom) in die Wand bei gleichzeitiger Freisetzung eines gemischten Moleküls (mit je einem Gasatom aus Anlagenwand und Gasphase; z. B. HD) möglich. Somit wird der Anteil solcher Isotope in der Gasphase erhöht, deren prozentualer Anteil in der Anlagenwand höher als in der Gasphase ist. Einerseits macht man sich diesen Effekt z. B. bei der Entfernung von Tritium

¹ verbreitete fachsprachliche Übersetzung von „thermalised“

aus den Wänden von Fusionsexperimenten (vgl. DOYLE et al. [66]), bei denen schon mit Deuterium-Tritium-Plasmen gearbeitet wird, zunutze. Andererseits führt der erhöhte Anteil von Isotopen, die aus der Anlagenwand stammen, bei den vorliegenden TPD-Messungen zu einer Verfälschung der Ergebnisse des QMS.

2.2 Probenheizung

Als Heizmethode [53-54,170,238] wurde für die vorliegenden Untersuchungen die Heizung der Proben durch Elektronenstoß von der Rückseite ausgewählt, da diese Methode neben einer ausreichend hohen Endtemperatur auch eine einfache Anpassung an verschiedene Probenformen [106] und -größen ermöglicht. Dabei werden die von einer direkt geheizten Glühkatode [170] (Wolfram mit einer Temperatur von ca. 2000 K) emittierten Elektronen durch ein elektrisches Feld in Richtung der auf positiver Hochspannung (bis zu 1000 V) liegenden Probe beschleunigt. Hiermit wird eine nahezu gleichmäßige Erwärmung der Probe auf Temperaturen von bis zu ca. 2100 K erreicht, die zur Entgasung der Probe führen. Die Katode befindet sich auf Erdpotential, also Rezipientenpotential. Mit der gewählten Konfiguration (vgl. Abbildung 2.2) erreicht der überwiegende Teil der Elektronen die Probe. Dies wurde durch Simulationsrechnungen von KAUERT [134] mit dem Programm „Iontra3D“ bestätigt, bei denen für die vorliegende Geometrie die Elektronenbahnen berechnet wurden. Danach erreichen schon für eine Beschleunigung von 400 V nur 0,53% der emittierten Elektronen umliegende Rezipientenwände, während sich dieser Anteil für eine Beschleunigungsspannung von 1000 V noch weiter auf etwa 0,12% verringert. Somit können Effekte durch Elektronenstoßdesorption (ESD) an den Rezipientenwänden vernachlässigt werden.¹ Selbst die wenigen Elektronen, die bei der gewählten Anordnung die Rezipientenwände treffen, können keine ESD verursachen, da ihre Energie vernachlässigbar klein ist.² Infolge der endlichen Wärmeleitfähigkeit von Graphit und der ständigen Wärmestrahlung von der Probe stellt sich während des Heizprozesses zwischen der geheizten Rückseite und der Vorderseite der Probe ein stationärer Temperaturgradient ein. Mit Hilfe der Wärmeleitungsgleichung wurde dieser Temperaturgradient unter der Berücksichtigung von Strahlungskühlung von den Probenoberflächen und unter Vernachlässigung von Wärmeverlusten infolge der Wärmeleitung über den Probenhalter berechnet [146]. Für eine Probe aus EK98-Feinkorngraphit mit einer Dicke von 3 mm und einer Wärmeleitfähigkeit von $35 \text{ WK}^{-1}\text{m}^{-1}$ ergibt sich bei einer Probentemperatur von 2000 K, die auf der Vorderseite gemessen wird, ein Temperaturunterschied von ungefähr 40 K zwischen Vorder- und Rückseite.

Die Temperaturverteilung in der Umgebung des Probenhalters bzw. auf der Vorderseite der Probe wurde mit einem Thermografiesystem des Typs TH 3140S³ gemessen, das außerhalb des Rezipienten anstelle des Pyrometers plazierte wurde. Zunächst soll der Einfluß der heißen Glühkatode der Probenheizung betrachtet werden. Dazu ist in Abbildung 2.3 (linke Seite) die Temperaturverteilung im Rezipienten nach der Inbetriebnahme der Glühwendel (bei inaktiver Elektronenstoßheizung) dargestellt. Anhand der erhöhten Temperaturen ist zu erkennen, daß die von der Glühkatode ausgehende Wärmestrahlung zum Teil an den Haltestäben des Probenhalters (Meßpunkte d, e und f) und an den Rezipientenwänden (äußerer Ring um die Haltestäbe) reflektiert wird. Diese Bereiche stellen — bis auf den Einschaltzeitpunkt mit der dabei auftretenden Desorption adsorbierter Gasteilchen von der Glühwendel — eine vernachlässigbare Gasquelle dar. Weiterhin zeigt sich, daß die Probe infolge der Bestrahlung

¹ Diese Stromverteilung kann noch zu Gunsten der Probe verbessert werden, wenn die Katode wenige Volt positiv gegenüber Masse ist. Dann kann kein Elektron mehr auf die Rezipientenwände treffen.

² Um eine Elektronenstoßdesorption zu bewirken, müssen die Elektronen Energien oberhalb einer Schwellenenergie besitzen, deren Wert systemspezifisch vom jeweiligen System Festkörpermateriale-Adsorbat abhängt und in der Regel oberhalb von 10 eV liegt [72].

³ Hersteller: NEC

durch die heiße Glühkatode nur geringfügig erwärmt wird. Zur Separation der Einflüsse von Glühwendel und benachbarten Rezipientenwänden auf die Gesamtgasabgabe genügt es daher, nach der Inbetriebnahme der Glühwendel das Anlegen der Beschleunigungsspannung — und somit das Heizen der Probe — entsprechend zu verzögern.

Mit dem verwendeten Thermografiesystem TH 3140S konnten Temperaturen von maximal 573 K gemessen werden, so daß die Untersuchungen zur lateralen Temperaturverteilung auf der Vorderseite der Probe auf diese Endtemperatur beschränkt werden mußten. Um weiterhin Störeffekte infolge reflektierter Strahlung der heißen Glühwendel zu vermeiden, wurde die Probe zunächst bis auf die Endtemperatur aufgeheizt und dann die gesamte Probenheizung ausgeschaltet. Die resultierende Temperaturverteilung, welche unmittelbar nach dem Ausschalten der Probenheizung aufgenommen wurde, ist in Abbildung 2.3 (rechte Seite) dargestellt. Dabei wird deutlich, daß die Probentemperatur die Temperatur der Rezipientenwände schon bei 573 K erheblich übersteigt. Außerdem kann eine weitgehend gleichmäßige laterale Temperaturverteilung auf der Vorderseite der Probe festgestellt werden, so daß keine zeitlich verzögerte Desorption infolge unterschiedlicher Temperaturen verschiedener Bereiche der Probenoberfläche zu erwarten ist.

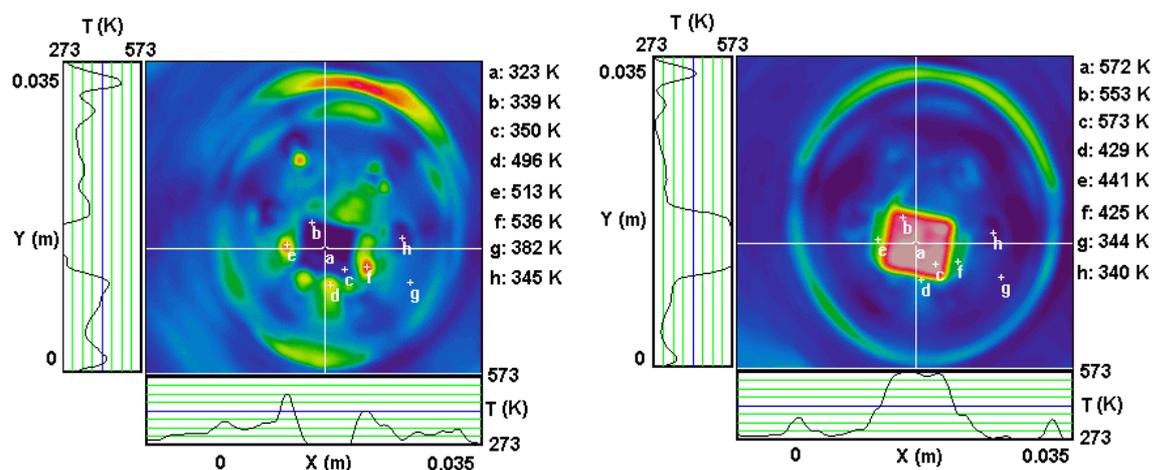


Abbildung 2.3: Thermographiebild mit der Temperaturverteilung auf der Probenoberseite und in der näheren Umgebung der Probe bei eingeschalteter Glühwendel (links) und direkt nach dem Abschalten der gesamten Probenheizung (rechts)

2.3 Temperaturmessung

Bei allen folgenden Experimenten wurde zur Messung der Probentemperatur ein Pyrometer eingesetzt, das außerhalb der Vakuumanlage plaziert ist und durch ein UHV-Schauglas eine direkte Sichtlinie auf die Vorderseite der Probe besitzt (Abbildung 2.1). Für die Untersuchungen der Langzeit-Graphitproben wurde ein Pyrometer des Typs HPH 2000S¹ in Kombination mit einem Quarz-UHV-Schauglas verwendet. Im Hinblick auf die Vergrößerung des direkt meßbaren Temperaturbereiches fand im späteren Verlauf der Untersuchungen (Kurzzeit-Graphitproben, Wolframproben) ein Spektralpyrometer Thermophil INFRAplus des Typs SP-51² Anwendung. Da jedoch bei diesem Pyrometer ein Schmalbandfilter eingesetzt wird und Quarz für die genutzte Wellenlänge ($\lambda=3,9 \mu\text{m}$) nur einen sehr geringen Transmissionsgrad aufweist (vgl. Abbildung 2.4), konnte das bisher genutzte UHV-Schauglas nicht mehr verwendet werden. Bei den folgenden Messungen wurde das UHV-Schauglas mit

¹ Hersteller: VEB Meßgerätewerk „Erich Weinert“, Meßbereich: (800-2000)°C; Spektralbereich: (0,7-1,1) μm

² Hersteller: Infra Sensor; Meßbereich: (350-2000)°C; Spektralbereich: Schmalbandfilter bei 3,9 μm

Quarzfenster daher durch ein Magnesiumfluorid-Schauglas ersetzt, da Magnesiumfluorid — im Gegensatz zu Quarz — auch für die betreffende Wellenlänge ($\lambda=3,9\ \mu\text{m}$) einen Transmissionskoeffizienten von etwa 93 % aufweist, der zudem über einen Wellenlängenbereich von $0,2\ \mu\text{m}$ bis etwa $5\ \mu\text{m}$ konstant ist (siehe Abbildung 2.4) und somit auch den Einsatz des zuerst genannten Pyrometers (z. B. für Vergleichsmessungen) ermöglicht.

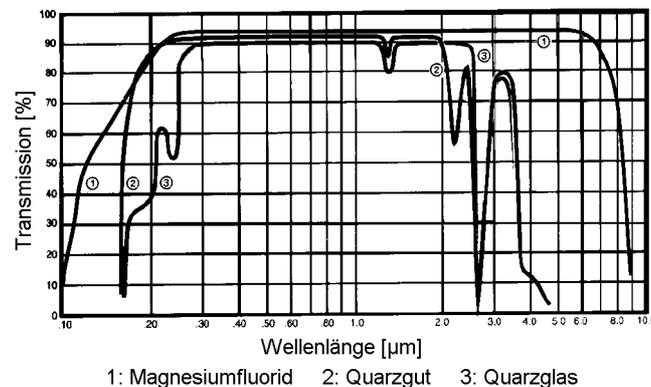


Abbildung 2.4: Transmissionskoeffizient für Schaugläser aus Magnesiumfluorid bzw. Quarz als Funktion der Wellenlänge [37]

Die Benutzung eines Pyrometers erlaubt eine berührungslose Temperaturmessung. Somit werden Probleme der Isolierung bzw. der Signalerfassung vermieden, die bei der direkten Temperaturmessung mit (Mantel-)Thermoelementen an der auf positiver Hochspannung liegenden Probe auftreten würden. Allerdings erfordert die Temperaturmessung mit einem Pyrometer die genaue Kenntnis des Transmissionskoeffizienten des verwendeten Schauglases und des Emissionskoeffizienten der zu untersuchenden Probe. Um festzustellen, ob die Proben temperatur die Transmission des verwendeten Schauglases beeinflusst, wurde in Vorversuchen der Transmissionskoeffizient des Magnesiumfluorid-Schauglases als Funktion der Temperatur unter Nutzung von Öfen¹, bei denen die Temperatur genau eingestellt werden kann und die als schwarze Strahler bekannter Temperatur dienen, für den Temperaturbereich von $400\ \text{°C}$ bis $1800\ \text{°C}$ bestimmt und in Abbildung 2.5 dargestellt.

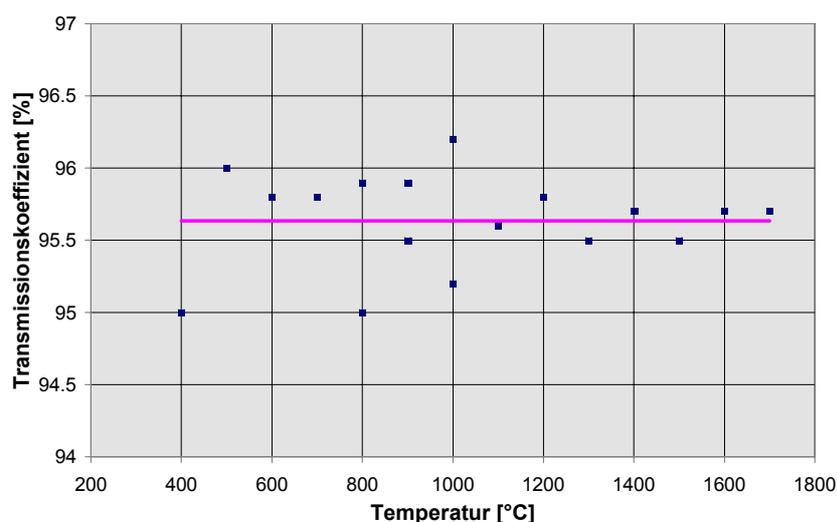


Abbildung 2.5: Transmissionskoeffizient τ_{MgF_2} des Magnesiumfluorid-Schauglases in Abhängigkeit von der Proben temperatur T

¹ Hersteller: Infra Sensor; Typ: Mikron 300 bzw. Mikron 330

Der Transmissionskoeffizient beträgt $(95,6 \pm 0,7)\%$ und weist damit eine gute Übereinstimmung mit den Herstellerangaben¹ (vgl. Abbildung 2.4) auf.

Zur korrekten Temperaturmessung mit einem Pyrometer muß auch der Emissionskoeffizient berücksichtigt werden. Im Gegensatz zu a-C:H-Schichten, bei denen nach DAVIS et al. [55] mit zunehmender Temperatur eine Erhöhung des Emissionskoeffizienten von anfangs 0,64 auf 0,95 (typisch für schwarze amorphe Oberflächen) für Temperaturen ≥ 800 K zu verzeichnen ist, weist EK98 über den gesamten untersuchten Temperaturbereich einen konstanten Emissionskoeffizienten ($\epsilon=0,84$ [185]) auf. Der effektive Emissionsgrad für das betrachtete System (Produkt aus dem Emissionskoeffizienten für EK98-Feinkorngraphit und dem Transmissionskoeffizienten für Magnesiumfluorid) beträgt somit $\epsilon_{\text{eff}}=0,8$.

Aufgrund der beschränkten Meßbereiche der eingesetzten Pyrometer lassen sich nur Temperaturen von 800°C (HPH 2000S) bzw. 350°C (Thermophil SP-51) bis jeweils 2000°C direkt messen. Temperaturen unterhalb der Meßbereiche der Pyrometer müssen daher durch lineare Interpolation zwischen Raumtemperatur und dem ersten Temperaturmeßwert bzw. unter Zuhilfenahme der konstanten Heizrate durch Extrapolation bestimmt werden.

¹ Fa. Caburn-MDC [37]

3 Voruntersuchungen der Experimentieranlage

3.1 Kalibrierung der Meßgeräte

3.1.1 Grundlagen zur Kalibrierung

Ein wichtiges Teilziel der Untersuchungen der vorliegenden Arbeit ist es, die Menge der aus den Proben freigesetzten Gase, die Wasserstoffisotope enthalten, quantitativ zu bestimmen. Da sich der Totaldruck p entsprechend dem DALTONSchen Gesetz [76] additiv aus den Partialdrücken p_i der verschiedenen Gase i zusammensetzt

$$p = \sum_i p_i, \quad (3.1)$$

ist es nötig, die verwendeten Meßgeräte für jedes wichtige Gas i zu kalibrieren [102].

Im QMS wird das zu messende Gas durch Elektronenstoß ionisiert. Die einzelnen Ionenarten werden nach erfolgter Analyse des Masse / Ladungs-Verhältnisses nacheinander dem Ionenkollector zugeführt. Nach BARKHAUSEN [12] gilt für Glühkathodenionisationsmanometer

$$I_+ = C p I_-, \quad (3.2)$$

wobei I_+ der am Ionenkollector gemessene Strom, C die gas- und systemspezifische Empfindlichkeit, die auch noch von den Elektrodenpotentialen abhängt, I_- der Elektronenstrom und p der Druck sind. Bei Quadrupol-Massenspektrometern arbeitet man – wie auch bei den meisten Massenspektrometern – in der Regel mit einem festen Elektronenstrom. Deshalb ist es üblich, bei diesen Geräten den Elektronenstrom I_- und die Empfindlichkeit C zusammenzufassen. Während man sich bei Glühkathodenionisationsmanometern häufig auf eine einzige Gasart (Stickstoff oder Argon) oder eine typische Gasmischung (Luft) beschränkt und Fehler in der Druckanzeige infolge unbekannter Gaszusammensetzung in Kauf nimmt, muß man bei der quantitativen Auswertung der Massenspektren die Gasspezifität berücksichtigen [132,201]:

$$I_{+,i} = s_i p_i \quad (3.3)$$

mit

$$s_i = C_i I_- \quad (3.4)$$

als Empfindlichkeit des Massenspektrometers für die Gaskomponente i .

Bei der Ionisation der Gasmoleküle werden diese z. T. noch in Bruchstücke unterschiedlicher Masse m (und z. T. auch unterschiedlicher Ladung Q) aufgespalten. Mit Hilfe eines QMS wird der Ionenstrom als Funktion des Quotienten aus der Masse m und der Ladung Q der (Bruchstück-)Ionen gemessen, aber häufig auch als Funktion des Quotienten M/n_L aus der Massenzahl M und der Anzahl der Ladungen n_L angegeben.

Die Bestimmung der Empfindlichkeit muß für jede Gasart separat erfolgen. Dazu müssen für jede Gasart neben den auftretenden Bruchstückionen auch die entsprechenden Bruchstückfaktoren bestimmt werden (siehe auch Kapitel 10.5). Im Folgenden werden die Bruchstückfaktoren auf die Hauptmassenzahl des betreffenden Gases i bezogen, d. h. $B_{\max,i}=1$. Dementsprechend sind die Bruchstückfaktoren $B_{M,i}$ für die Nebenmassenzahlen des Gases i durch das Verhältnis aus dem Ionenstrom I_M für die jeweilige Nebenmassenzahl M und dem Ionenstrom I_{\max} für die Hauptmassenzahl gegeben:

$$B_{M,i} = \frac{I_{M,i}}{I_{\max,i}}. \quad (3.5)$$

Für die Empfindlichkeit s_i des betreffenden Gases i gilt danach:

$$s_i = \frac{I_{\max,i}}{p_i} = \frac{I_{M,i}}{B_{M,i} p_i}. \quad (3.6)$$

Für BAYARD-ALPERT-Manometer (BAG) werden dagegen meist die Empfindlichkeit für Stickstoff C_{N_2} (vgl. Gleichung 3.2) und die auf Stickstoff bezogenen Korrekturfaktoren $K_{BAG,i}$ der anderen Gase angegeben:

$$K_{BAG,i} = \frac{C_i}{C_{N_2}}. \quad (3.7)$$

3.1.2 Bestimmung der Empfindlichkeiten und Bruchstückfaktoren

Die Kalibrierung der Druckmeßgeräte wurde im dynamischen Gleichgewicht, das sich bei kontinuierlichem Einlassen eines konstanten Gasstromes und gleichzeitigem Abpumpen einstellt, durch direkten Vergleich mit einem Bezugsmeßgerät durchgeführt. Da die TPD-Anlage nicht die Anforderungen der DIN 28418 [64] für die Kalibrierung von Meßgeräten erfüllt, erfolgte die Kalibrierung in zwei Schritten:

1. Kalibrierung des Gasreibungsmanometers (SRG 2; vgl. Kapitel 2.1) sowie — zu Vergleichszwecken — aller übrigen Druckmeßgeräte der TPD-Anlage (Quadrupol-Massenspektrometer (QMS), BAYARD-ALPERT-Manometer (BAG)) mit Hilfe von Sekundärnormalen (BAG, SRG) an einem separaten Kalibrierpumpstand,
2. Kalibrierung von QMS und BAG in ihrer endgültigen Einbaulage an der TPD-Anlage mit Hilfe des zuvor kalibrierten Gasreibungsmanometers SRG 2.

Zur Bestimmung der Empfindlichkeiten von QMS und BAG sowie der Korrekturfaktoren des SRG 2 für verschiedene Gase wurden diese Druckmeßgeräte der TPD-Anlage im ersten Teilschritt in einen speziellen UHV-Kalibrierpumpstand CS1001¹ eingebaut, der den Anforderungen von ISO 3567 und 3568 zur „Kalibrierung von Vakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsmeßgerät“ (DIN 28418 [64]) genügt [28]. Als Bezugsmeßgeräte standen am CS1001 ein BAYARD-ALPERT-Manometer IM 520 mit Meßröhre IE 414² und ein Gasreibungsmanometer Viscovac VM 211³ zur Verfügung, die beide bereits vom Deutschen Kalibrierdienst (DKD) kalibriert worden waren. Die beiden Gasreibungsmanometer können aufgrund ihres Meßprinzips erst für Drücke oberhalb von 10^{-6} mbar nutzbare Werte liefern. Die Meßunsicherheit liegt nach BIEHL [28] für diesen Bereich zwischen zwei und drei Prozent. Für den unteren Druckbereich konnte nur das kalibrierte BAYARD-ALPERT-Manometer — trotz einer Meßunsicherheit von mehr als fünf Prozent [28] — als Referenz genutzt werden. Alle Meßgeräte am CS1001 waren in Bezug auf das Pumpensystem (Turbomolekularpumpe mit Drehschieber-Vorpumpe [28,205]) an identischen Positionen angebracht und besaßen keine direkte Sichtlinie untereinander.

Am CS1001 wurden die Gase H_2 , D_2 , CH_4 , H_2O , N_2 , CO und CO_2 , die bei den geplanten TPD-Messungen zu erwarten waren, und zusätzlich Argon (als Referenz) für die Kalibrierung der Druckmeßgeräte verwendet. Die Reinheit der Kalibriergase betrug mindestens 99,7%. Die Kalibrierung erfolgte einzeln für jedes Gas unter dynamischen Bedingungen in einem Druck-

¹ Hersteller: Fa. Leybold

² Hersteller: Fa. Leybold

³ Hersteller: Fa. Leybold

bereich von $10^{-8} \text{ mbar} \leq p < 10^{-3} \text{ mbar}$. Der Startdruck lag immer im Bereich von einigen 10^{-10} mbar . Bei der Kalibrierung wurde das separat gepumpte Gaseinlaßsystem zunächst bis zu einem Druck von einigen 10^{-3} mbar evakuiert. Danach wurde das jeweilige Gas mit leichtem Überdruck in das als Gasreservoir dienende Gaseinlaßsystem gebracht und mit Hilfe des Gaseinlaßventils ein konstanter Gasstrom eingestellt, der im dynamischen Gleichgewicht zu einem konstanten Druck p im Kalibrierpumpstand führte. Durch diese Verfahrensweise ist eine hohe Reinheit der eingelassenen Kalibriergase gewährleistet, so daß der Anteil von Verunreinigungen bei weniger als einem Prozent liegt (vgl. [205]). Der mit dem vom DKD kalibrierten Gasreibungsmanometer (Viscovac-SRG) gemessene Druck p_{SRG} weist den kleinsten Meßfehler auf. Daher soll für die Kalibrierungen am CS1001 gelten:

$$p = p_{SRG} \quad (3.8)$$

Da das Gasreibungsmanometer SRG 2 im zweiten Teilschritt der Kalibrierung und für spätere „in situ“-Zwischenkalibrierungen mit Argon (jeweils an der TPD-Anlage) als Bezugsmanometer vorgesehen war, lag bei der Kalibrierung am CS1001 das größte Augenmerk auf der Bestimmung der Korrekturfaktoren K_{SRG2} , während die Bestimmung der Korrekturfaktoren des BAG und der Empfindlichkeiten und Bruchstückfaktoren des QMS nur zu Vergleichszwecken dient. Die Korrekturfaktoren für das Gasreibungsmanometer SRG 2 sind definiert als

$$K_{SRG2} = \frac{p_{SRG}}{p_{SRG2}} \quad (3.9)$$

wobei p_{SRG2} die Druckanzeige des SRG 2 ist.

Abbildung 3.1 zeigt den Zusammenhang zwischen den Drücken p_{SRG} und p_{SRG2} .

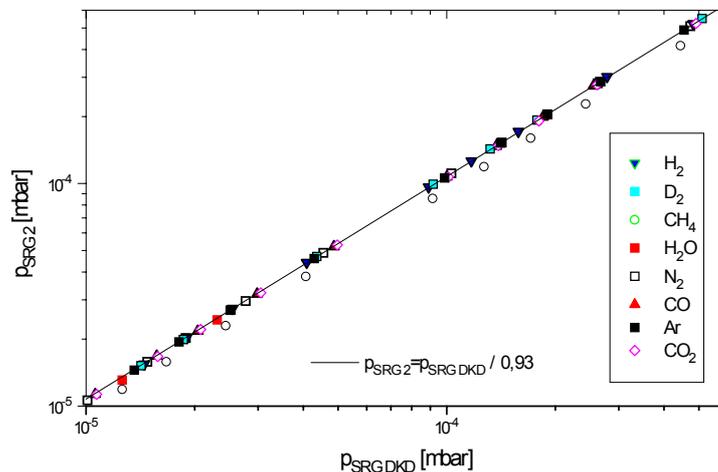


Abbildung 3.1: Verlauf der Druckanzeige des Gasreibungsmanometers SRG 2 als Funktion der Druckanzeige des durch den DKD kalibrierten Gasreibungsmanometers Viscovac zur Bestimmung der Korrekturfaktoren für das SRG 2

Im betrachteten Druckbereich von 10^{-5} mbar bis 10^{-3} mbar ist p_{SRG} proportional zu p_{SRG2} und kann mit

$$p_{SRG2} = \frac{1}{K_{SRG2}} p_{SRG} \quad (3.10)$$

beschrieben werden, wobei der Korrekturfaktor $K_{SRG\ 2}$ — entsprechend des von der Gasart unabhängigen Meßprinzips des SRG — für die Kalibrier gases identisch ist ($K_{SRG\ 2}=0,93\pm 0,03$). Lediglich der Wert für Methan weicht etwas ab, was jedoch mit hoher Wahrscheinlichkeit auf einen unzureichenden Abgleich bei einem der beiden Gasreibungsmanometer zurückgeführt werden muß.

Um die Bedeutung von Systemeinflüssen auf die Kalibrierung einschätzen zu können, wurden am Kalibrierpumpstand CS1001 ebenfalls die Korrekturfaktoren für das BAG und die Empfindlichkeiten für das QMS bestimmt. Die Ergebnisse der Kalibrierung am CS1001 sind in Tabelle 3.1 zusammengestellt. Die Korrekturfaktoren des BAG sind auf eine Empfindlichkeit für Stickstoff von $13,8\text{ mbar}^{-1}$ bezogen, die bei einem Elektronenstrom von 0,6 mA bestimmt wurde. Für das QMS sind neben der Empfindlichkeit auch der zu deren Berechnung verwendete Bruchstückfaktor und das Verhältnis M/n_L , für das der Ionenstrom gemessen wurde, aufgeführt.

Tabelle 3.1: Ergebnisse der Kalibrierung am CS1001: Korrekturfaktoren des BAG sowie Empfindlichkeiten, Massenzahlen und Bruchstückfaktoren des QMS für wichtige Gase. (Für Stickstoff und Methan sind die Empfindlichkeiten für die Bruchstückionen N^+ bzw. CH_3^+ der wichtigsten Nebenmassenzahl 14 bzw. 15 aufgeführt, da bei deren Hauptmassenzahl 28 (N_2^+) bzw. 16 (CH_4^+) eine starke Überlagerung mit anderen Gasen vorliegt.)

Kalibriergas		BAG	QMS (Faraday-Auffänger)		
		K_{BAG}	s_{QMS} [A/mbar]	M/n_L	Bruchstückfaktor
Wasserstoff	H ₂	0,37	$1,03 \cdot 10^{-4}$	2	1
Deuterium	D ₂	0,37	$1,45 \cdot 10^{-4}$	4	1
Stickstoff	N ₂	1	$6,12 \cdot 10^{-5}$	14	0,10
Methan	CH ₄	1,28	$7,23 \cdot 10^{-5}$	15	0,86
Wasser	H ₂ O	0,77	$6,86 \cdot 10^{-5}$	18	1
Kohlenmonoxid	CO	1,01	$7,82 \cdot 10^{-5}$	28	1
Argon	Ar	1,22	$6,36 \cdot 10^{-5}$	40	1
Kohlendioxid	CO ₂	1,33	$7,34 \cdot 10^{-5}$	44	1

Nach der Kalibrierung am speziellen Kalibrierpumpstand wurden die Druckmeßgeräte in ihre endgültige Position an der TPD-Anlage gebracht. Da bei dieser die Anordnung der Druckmeßgeräte gegenüber derjenigen am Kalibrierpumpstand erheblich abweicht (vgl. Kapitel 2.1), werden die Anforderungen von ISO 3567 und ISO 3568 nicht mehr erfüllt. Da jedoch die Anordnung der Druckmeßgeräte auch Auswirkungen auf die Druckanzeige haben kann, wurden QMS und BAG für diejenigen Gase, die schon am Kalibrierpumpstand verwendet wurden, auch an der TPD-Anlage in situ kalibriert [15], indem die Druckanzeige dieser beiden Geräte mit der des im ersten Teilschritt kalibrierten SRG 2 verglichen wurde. Das SRG 2 hatte an der TPD-Anlage eine ähnliche Position wie am Kalibrierpumpstand, so daß dessen Druckanzeige die größere Genauigkeit zugeschrieben wird. Diese Art der Kalibrierung hat zur Folge, daß BAG und QMS andere „Empfindlichkeiten“ als am Kalibrierpumpstand CS1001 aufweisen. Zusätzlich zu den in Tabelle 3.1 aufgeführten Kalibriergasen standen bei diesem zweiten Schritt O₂ und CD₄ als Kalibriergase zur Verfügung. Die Vorgehensweise bei der Kalibrierung ist identisch mit der am CS1001. Als Bezugsmanometer diente nun das im Rahmen des ersten Teilschrittes kalibrierte SRG 2.

Die Tabelle 3.2 zeigt die wichtigsten Ergebnisse der Kalibrierung an der TPD-Anlage. Die angegebenen Korrekturfaktoren des BAG für die verschiedenen Kalibriergase beziehen sich

auf eine „Empfindlichkeit“ für Stickstoff, die hier $16,1 \text{ mbar}^{-1}$ beträgt (bei identischem Elektronenstrom von 0,6 mA).

Tabelle 3.2: Ergebnisse der Kalibrierung an der TPD-Anlage: Korrekturfaktoren des BAG sowie Empfindlichkeiten, Massenzahlen und Bruchstückfaktoren des QMS für wichtige Gase. (Für Stickstoff und Methan sind die Empfindlichkeiten für die Bruchstückionen N^+ bzw. CH_3^+ der wichtigsten Nebenmassenzahl 14 bzw. 15 aufgeführt, da bei deren Hauptmassenzahl 28 (N_2^+) bzw. 16 (CH_4^+) eine starke Überlagerung mit anderen Gasen vorliegt.)

Kalibriergas		BAG	QMS (Faraday-Auffänger)		
		K_{BAG}	s_{QMS} [A/mbar]	M/n_L	Bruchstückfaktor
Wasserstoff	H_2	0,37	$9,48 \cdot 10^{-5}$	2	1
Deuterium	D_2	0,35	$9,25 \cdot 10^{-5}$	4	1
Stickstoff	N_2	1	$1,44 \cdot 10^{-4}$	14	0,09
Methan	CH_4	1,39	$8,30 \cdot 10^{-5}$	15	0,84
Wasser	H_2O	0,96	$5,62 \cdot 10^{-5}$	18	1
Methan	CD_4	1,45	$7,39 \cdot 10^{-5}$	20	1
Kohlenmonoxid	CO	1,35	$4,54 \cdot 10^{-5}$	28	1
Sauerstoff	O_2	0,99	$3,98 \cdot 10^{-5}$	32	1
Argon	Ar	1,35	$1,08 \cdot 10^{-4}$	40	1
Kohlendioxid	CO_2	1,52	$8,94 \cdot 10^{-5}$	44	1

Insgesamt weisen die Werte der Korrekturfaktoren für das BAG eine gute Übereinstimmung mit den Angaben anderer Autoren [14,28,70,76,85,121,169,175,181,203,202,239] auf. Die Abweichung zwischen den Kalibrierungen des BAG an den beiden Vakuumsystemen (vgl. Tabelle 3.1 und Tabelle 3.2) zeigt sich hauptsächlich in den Empfindlichkeiten, die um ca. 15% voneinander abweichen. Die unterschiedlichen Empfindlichkeiten ($13,8 \text{ mbar}^{-1}$ beim Kalibrierpumpstand CS1001 und $16,1 \text{ mbar}^{-1}$ bei der TPD-Anlage) sind keine Eigenschaft des Meßgerätes, sondern sie resultieren aus den bei beiden Vakuumanlagen unterschiedlichen Strömungsverhältnissen.

Zur Einschätzung der Ergebnisse der Kalibrierung des QMS sind die wichtigsten der ermittelten Bruchstückfaktoren für die Untersuchungen am CS1001 und an der TPD-Anlage zusammen mit den Angaben dreier Hersteller in Tabelle 3.3 aufgeführt. Insgesamt weisen auch die ermittelten Bruchstückfaktoren sowohl für die Kalibrierung am CS1001 als auch an der TPD-Anlage eine gute Übereinstimmung mit den Herstellerangaben auf. Für die Kalibrierung von Wasserstoff ergab sich ein zusätzlicher Beitrag bei der Massenzahl 3, der nach DOBROZEMSKY [65] nicht HD, sondern H_3^+ zuzuschreiben ist. Diese Annahme wird auch dadurch gestützt, daß die relative Häufigkeit für das Auftreten von Deuterium als Isotop des natürlichen Wasserstoffs kleiner als 0,015% [175] ist. Somit sollte HD bei der Kalibrierung von Wasserstoff keinen signifikanten Beitrag zum Ionenstrom leisten.

Tabelle 3.3: Vergleich von Bruchstückfaktoren für wichtige Kalibriergase nach Herstellerangaben mit den am Kalibrierpumpstand CS1001 und an der TPD-Anlage ermittelten Werten.

Gas	M/n _L		Balzars [11]	Hidden [117]	Leybold [150]	CS1001	TPD-Anlage
Wasserstoff H ₂	2	B_{2,H_2}	1	1	1	1	1
	1	B_{1,H_2}	0,03	0,02		0,01	0,01
	3	B_{3,H_2}				0,02	0,02
Methan CH ₄	16	B_{16,CH_4}	1	1	1	1	1
	15	B_{15,CH_4}	0,85	0,85	0,87	0,86	0,84
	14	B_{14,CH_4}	0,16	0,16	0,15	0,13	0,12
	13	B_{13,CH_4}	0,08	0,08	0,09	0,06	0,06
Wasser H ₂ O	18	B_{18,H_2O}	1	1	1	1	1
	17	B_{17,H_2O}	0,26	0,21	0,25	0,28	0,26
	1	B_{1,H_2O}	0,02		0,07	0,01	0,01
	16	B_{16,H_2O}	0,02	0,02	0,03	0,03	0,02
Stickstoff N ₂	28	B_{28,N_2}	1	1	1	1	1
	14	B_{14,N_2}	0,14	0,05	0,12	0,10	0,09
	29	B_{29,N_2}	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Kohlenmonoxid CO	28	$B_{28,CO}$	1	1	1	1	1
	12	$B_{12,CO}$	0,06	0,05	0,06	0,04	0,03
	16	$B_{16,CO}$	0,03	0,02	0,03	0,01	0,01
Sauerstoff O ₂	32	B_{32,O_2}	1	1	1		1
	16	B_{16,O_2}	0,18	0,09	0,05		0,09
Argon Ar	40	$B_{40,Ar}$	1	1	1	1	1
	20	$B_{20,Ar}$	0,23	0,16	0,20	0,25	0,24
	36	$B_{36,Ar}$	<0,01	0,01		<0,01	<0,01
	38	$B_{38,Ar}$	<0,01	0,01		<0,01	<0,01
Kohlendioxid CO ₂	44	B_{44,CO_2}	1	1	1	1	1
	16	B_{16,CO_2}	0,16	0,09	0,16	0,12	0,12
	28	B_{28,CO_2}	0,13	0,08	0,09	0,16	0,09
	12	B_{12,CO_2}	0,1	0,07	0,01	0,06	0,06

Abbildung 3.2 zeigt für die Kalibrierung mit Methan (CH₄) an der TPD-Anlage den gemessenen Ionenstrom in Abhängigkeit vom Verhältnis Massenzahl / Ladungszahl. Für die Massenzahlen 12 bis 16, die alle Methan repräsentieren, treten die größten Maxima des Ionenstromes auf. Im Vergleich dazu ist der Ionenstrom für die Massenzahlen der Bruchstückionen von Verunreinigungen, wie etwa Luft (Hauptmassenzahlen $M=28$ und $M=32$; $n_L=1$) oder Wasser (Hauptmassenzahl $M=18$; $n_L=1$), mindestens zwei Größenordnungen geringer. Folglich kann bei der vorliegenden Kalibrierung der Einfluß von Verunreinigungen vernachlässigt werden, so daß keine Korrektur des gemessenen Ionenstromes nötig ist.

Durch die regelmäßige Wiederholung solcher „in situ“-Kalibrierungen für ein ausgewähltes Gas (hier: Argon) wurden Änderungen der Empfindlichkeiten der Meßröhren (z. B. infolge Alterung) überwacht und der Zeitpunkt für die nächste vollständige Kalibrierung festgelegt.

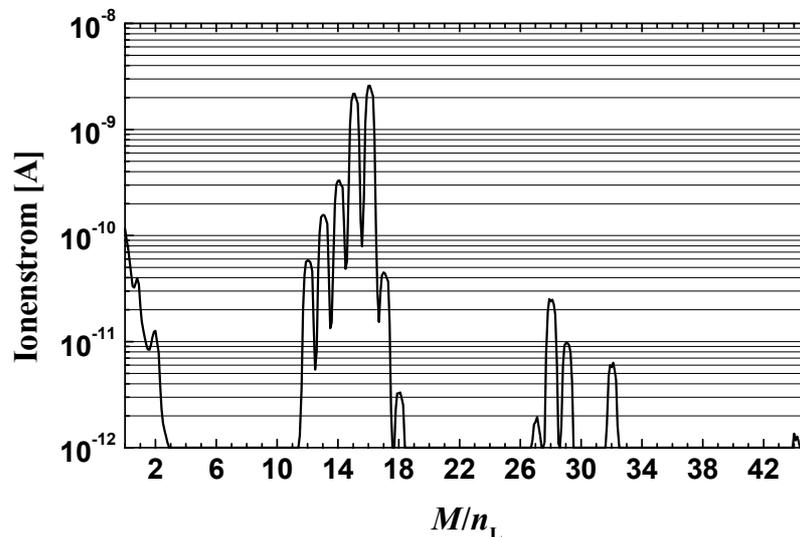


Abbildung 3.2: Massenspektrum für die Kalibrierung mit Methan (CH_4).

3.2 TPD-Messungen

3.2.1 Ablauf der TPD-Messungen

Um reproduzierbare Messungen zu gewährleisten, wurde der Ablauf der TPD-Messungen nach einem fest vorgegebenen Zeitplan durchgeführt. Nach dem Einbau der jeweiligen Probe in die TPD-Anlage und anschließendem Evakuieren der Anlage erfolgte ein ca. 16-stündiges Ausheizen der Anlagenwände bei einer Temperatur von ca. 200 °C. Während der Abkühlung werden sowohl das Glühkatenionisationsmanometer, als auch das Quadrupol-Massenspektrometer und die Glühkatode der Elektronenstoßheizung entgast, um die jeweilige Glühwendel von adsorbierten Gasen zu reinigen. Die eigentliche TPD-Messung wird erst dann durchgeführt, wenn die Vakuumanlage wieder auf Zimmertemperatur abgekühlt ist. Als Startdruck hat sich dann ein stickstoffäquivalenter Totaldruck im Bereich von 10^{-10} mbar bis 10^{-9} mbar in der TPD-Anlage eingestellt. Am Anfang der Messung wird das QMS zunächst für 30 s mit eingeschaltetem Channeltron (SEV-Modus) betrieben, um Meßwerte für die Restgaszusammensetzung in der TPD-Anlage zu erhalten. Der Moduswechsel vom SEV- auf den Faraday-Modus benötigt weitere ca. 30 s, ehe unter Nutzung des Faraday-Auffängers wiederum für eine Dauer von 30 s die Restgaszusammensetzung aufgenommen wird. In den folgenden 10 s wird der Heizstrom der Glühkatode schrittweise auf den Endwert von 3,8 A erhöht, was zu einem kurzzeitigen Anstieg des Druckes und somit der mit dem QMS gemessenen Ionenströme infolge der Desorption der an der Glühwendel adsorbierten Gasteilchen führt. Nach Erreichen des maximalen Heizstromes wird innerhalb des Meßzeitraumes von 160 s die Hochspannung zwischen Glühwendel, die wie auch die Vakuumanlage auf Erdpotential liegt, und Probe, die dadurch auf positive Hochspannung gelegt wird, zeitproportional bis auf +1 kV erhöht, wodurch sich ein nahezu linearer Temperaturanstieg einstellt:

$$T = T_0 + \beta t \quad (3.11)$$

(T_0 : Anfangstemperatur, T : Proben­temperatur, β : Heizrate und t : Meßzeit). Typische Heizraten β lagen zwischen 8 K/s und 12 K/s. Die Proben­heizung wird dann nur noch wenige Sekunden bei maximaler Beschleunigungsspannung betrieben, bevor sie wieder aus­gestellt wird.

Um das in der Probe verbliebene Gasinventar abzuschätzen, wurde nach dem Abkühlen der Probe — jeweils im Abstand von ca. einer Stunde zur Hauptmessung — eine Folgemessung unter sonst gleichen Bedingungen durchgeführt.

3.2.2 Auswahl der zu detektierenden Massenzahlen

Während der TPD-Messung werden der Totaldruck (mit BAG), ausgewählte Ionenströme (mit QMS im FARADAY-Modus) und die Proben­temperatur (mit Pyrometer) gemessen. Für die erste TPD-Messung mit einer Probe vom ASDEX-Upgrade wurden — an Stelle der zeitaufgelösten Messung mit einigen fest vorgegebenen Massenzahlen — jeweils komplette Massenspektren im Bereich von Massenzahl 1 bis 60 aufgenommen. Für diese Messung wurde die Temperatur zuerst auf ca. 1000 K erhöht, etwa 30 Sekunden konstant gehalten und anschließend auf ca. 1700 K erhöht. Da sich aber der Druck in der TPD-Anlage schon während der Aufnahme eines Massenspektrums (Dauer ca. 12 Sekunden) ändert, konnten diese Messungen nur zur prinzipiellen Auswahl der bei den künftigen TPD-Messungen zu registrierenden Massenzahlen sowie zur Ermittlung von deren genauer Lage M/n_L dienen. Um ein Meßintervall von ca. einer Sekunde einhalten zu können, mußte die Anzahl der zu messenden Ionenströme (d.h. die Anzahl der zu registrierenden Massenzahlen) infolge der endlichen Abtastgeschwindigkeit des QMS auf 12 begrenzt werden. Tabelle 3.4 zeigt die Bruchstückionen der bei den TPD-Messungen nachzuweisenden Gase für die zwölf wichtigsten Massenzahlen.

Tabelle 3.4: Verteilung von Bruchstückionen der nachzuweisenden Gase für die zwölf zu registrierenden Massenzahlen M .

Gas \ M	2	3	4	12	14	15	16	18	20	28	32	44
H₂	x	x										
HD	x	x										
D₂	x	x	x									
CH₄	x			x	x	x	x					
H ₂ O	x						x	x				
CD₄	x		x	x	x	x	x	x	x			
N ₂					x					x		
CO				x			x			x		
O ₂							x				x	
CO ₂				x			x			x	x	x

Neben Wasserstoff und Deuterium sind für die vorliegenden Untersuchungen (bis auf Wasser) prinzipiell alle Gase von besonderem Interesse, die H- bzw. D-Atome enthalten (HD, (deuterierte) Kohlenwasserstoffe, fettgedruckt in Tabelle 3.4).

In Tabelle 3.5 sind für verschiedene höhere deuterierte Kohlenwasserstoffe die Bruchstück­faktoren der wichtigsten Massenzahlen aufgelistet. Als Hinweis für das Vorhandensein höherer Kohlenwasserstoffe eignet sich wegen der starken Überlagerungen von Bruchstück­ionen bei den anderen Massenzahlen nur die Massenzahl 30. Für die untersuchten Proben des unteren Divertors vom ASDEX-Upgrade zeigte sich jedoch, daß Kohlenwasserstoffe im Massenspektrum hauptsächlich als Methan (CH₄; Massenzahlen s. Tabelle 3.4) bzw. deuteriertes Methan (CD₄; Massenzahlen s. Tabelle 3.4) und in geringeren Mengen als C₂-Kohlenwasserstoffe (C₂H _{ν}) nachzuweisen waren, während höhere Kohlenwasserstoffe (C _{x} H _{y} ;

mit $x > 2$) und deuterierte Kohlenwasserstoffe (C_xD_y ; mit $x > 1$; Massenzahlen s. Tabelle 3.5) nicht in signifikanten Mengen auftraten.

Tabelle 3.5: Bruchstückfaktoren von deuterierten C_2 -Kohlenwasserstoffen [52]. Die angegebenen Bruchstückfaktoren sind jeweils bezogen auf das Hauptmaximum (Bruchstückfaktor: 1).

Molekül \ M/n_L	24	26	28	30	32	34	36
C_2D_2	0,04	0,18	1				
C_2D_4		0,1	0,64	0,61	1		
C_2D_6		0,02	0,18	0,24	1	0,16	0,2 ¹

¹ Die Tatsache, daß die Massenzahl 36 nur eine untergeordnete Rolle spielt, könnte man vielleicht damit erklären, daß C_2D_4 stabiler als C_2D_6 ist, so daß in der Ionenquelle des Massenspektrometers durch Elektronenstoß vom C_2D_6 meist ein Deuteriummolekül abgespalten wird.

4 Verfahrensweise zur Auswertung der TPD-Messungen

Am Ende einer TPD-Messung liegen die gemessenen Werte der Ionenströme $I_M(t)$ für die zwölf wichtigsten Massenzahlen M sowie die Probentemperatur $T(t)$ als Funktion der Zeit t vor. Abbildung 4.1 gibt ein Beispiel für das resultierende Desorptionsspektrum $I_M(t)=f(T(t))$ an.

Im Rahmen der vorliegenden TPD-Messungen sind jedoch nicht die zum jeweiligen Zeitpunkt vorherrschenden Ionenströme $I_M(t)$ bzw. Partialdrücke $p_i(t)$, sondern die von der Probe freigesetzten Teilchenflüsse bzw. Desorptionsflußdichten $\Gamma_i(t)$ sowie die daraus berechneten Inventare Q_i der jeweiligen Gasart i in den Proben von Interesse. Die folgenden beiden Kapitel zeigen den Weg, um aus den gemessenen Ionenströmen die desorbierten Flußdichten und schließlich die Inventare von Deuterium und Wasserstoff in den untersuchten Proben zu berechnen.

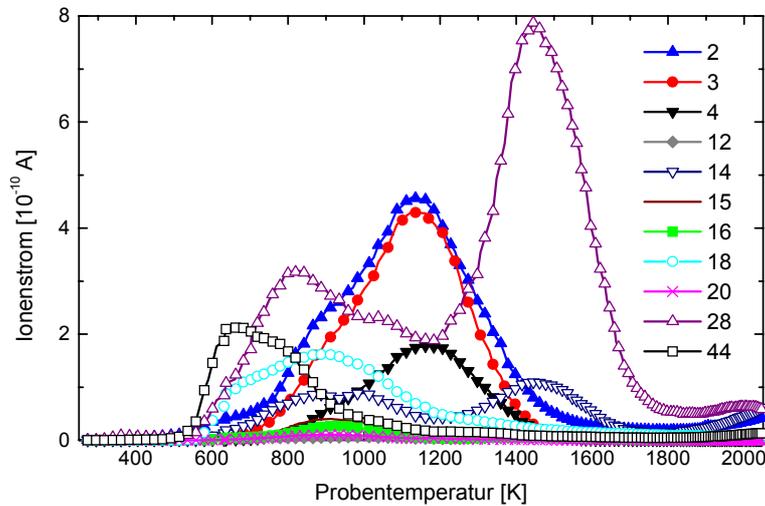


Abbildung 4.1: Desorptionsspektrum $I_M(t)=f(T(t))$ für eine Graphitprobe (EK98) der Kachel D des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade bei einer Heizrate von $\beta=10$ K/s.

4.1 Beziehung zwischen dem Gasdruck und der von der Probe abgegebenen Gasmenge

Zur Auswertung der Desorptionsspektren geht man nach REDHEAD [183] von einem System aus, in das Gas mit einer konstanten Leckrate R_L einströmt und mittels einer Pumpe mit dem effektiven Saugvermögen S_{eff} evakuiert wird. Nach Beendigung der Adsorption stellt sich als Gleichgewicht im System der Gleichgewichtsdruck p_{Gl} ein [183]:

$$p_{Gl} = kT \frac{R_L}{S_{eff}}, \quad (4.1)$$

wobei T die Gastemperatur in der Vakuumanlage ist, die im Gleichgewicht der Wandtemperatur entspricht. Wenn die Readsorption während des Desorptionsprozesses vernachlässigt wird, ergibt sich für die Teilchenzahländerung dN/dt im betrachteten System die Bilanzgleichung

$$\frac{dN}{dt} = R_D(t) + R_L - \frac{dN_p}{dt} \quad (4.2)$$

(R_D Desorptionsrate der von der Probe desorbierenden Teilchen und N_p Anzahl der abgepumpten Teilchen). Mit Hilfe der Gleichung idealer Gase

$$pV = NkT \quad (4.3)$$

(V Volumen des Vakuumsystems) und der Beziehung für die zeitliche Änderung der Anzahl der abgepumpten Teilchen

$$\frac{dN_p}{dt} = \frac{S_{eff}}{kT} p \quad (4.4)$$

erhält man die Gleichung

$$\frac{V}{kT} \frac{dp}{dt} = R_D(t) + R_L - \frac{S_{eff}}{kT} p \quad (4.5)$$

bzw. nach Einsetzen von R_L aus Gleichung 4.1:

$$\frac{V}{kT} \frac{dp}{dt} = R_D(t) - \frac{S_{eff}}{kT} (p - p_{Gl}) . \quad (4.6)$$

Ist weiterhin der Gleichgewichtsdruck p_{Gl} klein gegenüber dem während der Desorption herrschenden Druck $p(t)$, so vereinfacht sich die Gleichung zu

$$\frac{dp}{dt} = \frac{kT}{V} R_D(t) - \frac{p}{\tau} , \quad (4.7)$$

wobei

$$\tau = \frac{V}{S_{eff}} \quad (4.8)$$

die charakteristische Zeitkonstante des Abpumpvorganges ist. Daraus ergibt sich für die Desorptionsrate:

$$R_D(t) = \frac{V}{kT} \left(\frac{dp}{dt} + \frac{p}{\tau} \right) . \quad (4.9)$$

Ausgehend von dieser Gleichung können zwei Fälle unterschieden werden, welche jeweils die Berechnung der Desorptionsrate ermöglichen und daher bei TDS-Experimenten häufig angestrebt werden:

- Bei geringem Saugvermögen $S_{eff} \rightarrow 0$ geht $\tau \rightarrow \infty$, und die Desorptionsrate $R_D(t)$ ist proportional zu dp/dt . Durch elektrische Differentiation des zeitlichen Druckverlaufes kann man die Desorptionsrate bestimmen.
- Bei großem Saugvermögen wird τ sehr klein, so daß der zweite Term in Gleichung 4.9 dominiert und die Desorptionsrate angenähert proportional zum Druck wird.

Bei den Untersuchungen der vorliegenden Arbeit ist die Bedingung von Fall 2 erfüllt. Außerdem stellt R_D im Falle der TPD eigentlich eine Gasabgaberrate dar, da auch Gasteilchen desorbieren können, die zuvor durch Diffusion aus dem Inneren an die Oberfläche der Proben gelangt sind.

4.2 Berechnung von Desorptionsflußdichte und Inventar in den Proben

Aus den für die verschiedenen Massenzahlen M gemessenen Ionenströmen I_M , die sich aus den überlagerten Anteilen der Ionenströme mehrerer Gase zusammensetzen können, müssen die Ionenströme I_i für die einzelnen Gase i bestimmt werden. Die dazu durchgeführte Korrektur der Ionenströme wird im Anhang (Kapitel 10.5) ausführlich beschrieben.

Aus den für die Einzelgase i bestimmten Ionenströmen I_i (s. Anhang: Gleichung 10.12 bis 10.21) und den durch Kalibrierung (vgl. Kapitel 3.1) bestimmten Empfindlichkeiten s_i des QMS können für die zehn wichtigsten Gasarten die Partialdrücke $p_i(t)$ für jeden Zeitpunkt der TPD-Messung berechnet werden. Mit deren Hilfe kann nach Gleichung 4.9 unter der Annahme $\tau \rightarrow 0$ für das vorliegende System die Desorptionsflußdichte der jeweiligen Gasart i berechnet werden:

$$\Gamma_i = \frac{S_{\text{eff},i} p_i}{kT_0 A} = \frac{S_{\text{eff},i} I_i}{kT_0 A s_i}, \quad (4.10)$$

wobei der Zusammenhang zwischen der Desorptionsrate R_D und Desorptionsflußdichte gegeben ist durch:

$$\Gamma = \frac{R_D}{A}. \quad (4.11)$$

Als Temperatur der Gasteilchen wird die Temperatur T_0 der Rezipientenwände angenommen, da durch Stöße mit den Wänden ein schneller Energieaustausch erfolgt. A ist die Probenoberfläche, die Gase abgibt. Im vorliegenden Fall wurden quadratische Proben mit der Kantenlänge a und der Dicke d bzw. zylindrische Proben mit dem Radius r und der Dicke d verwendet. Die Gesamtoberfläche der Proben wäre bei der verwendeten Quadratform

$$A_{Q,\Sigma} = 2a^2 + 4ad \quad (4.12)$$

und bei der zylindrischen Form:

$$A_{Z,\Sigma} = 2\pi r^2 + 2\pi rd. \quad (4.13)$$

Diese Proben sind nicht homogen mit Wasserstoff und Deuterium durchsetzt, da sie aus der ersten Wand des Fusionsexperimentes stammen und einseitig mit Wasserstoffionen beschossen wurden. Diese Ionen haben im Vergleich zur Probendicke nur eine geringe Eindringtiefe [91], so daß man in guter Näherung annehmen kann, daß das eingeschossene Gas beim Erhitzen auch hauptsächlich zur Einschubseite wieder aus der Probe diffundiert. Demzufolge sind die „gasabgebenden“ Flächen für die quadratischen Proben

$$A_Q = a^2 \quad (4.14)$$

und für die zylindrischen Proben

$$A_{Z,\Sigma} = \pi r^2. \quad (4.15)$$

Das effektive Saugvermögen $S_{\text{eff},i}$, mit dem eine Gasart i im betrachteten Vakuumsystem abgepumpt wird, ergibt sich nach WUTZ et al. [239] aus dem Nennsaugvermögen S_N des verwendeten Pumpensystems und dem korrigierten Leitwert L_i entsprechend der Gleichung:

$$\frac{1}{S_{\text{eff},i}} = \frac{1}{S_N} + \frac{1}{L_i}. \quad (4.16)$$

Bei der Korrektur des Leitwertes L_i wird die unterschiedlichen relativen Molekülmassen M_i der Gasteilchen in dessen Berechnung einbezogen:

$$L_i = L_L \sqrt{\frac{T_i}{T_L} \frac{M_L}{M_i}}, \quad (4.17)$$

wobei M_L die scheinbare relative Molekülmasse von Luft ist. Der Leitwert für Luft L_L kann unter der Annahme einer Molekularströmung aus dem Leitwert der Eintrittsblende L_B

(Gleichung 4.19 [76]) des Pumpensystems und der Durchtrittswahrscheinlichkeit Φ_D der Teilchen (von der Probe bis zu dieser Blende) berechnet werden [239]:

$$L_L = L_B \Phi_D \quad (4.18)$$

mit

$$L_B = A_B \frac{\bar{v}}{4} = A_B \sqrt{\frac{kT_L}{2\pi N_A M_L}}. \quad (4.19)$$

Hier bedeuten: A_B Querschnitt der Eintrittsblende, \bar{v} mittlere Teilchengeschwindigkeit und N_A AVOGADRO-Zahl. Für die vorliegende Geometrie wurde die Durchtrittswahrscheinlichkeit von HAUER [114] mit dem Programm „MOVAK 3D“ [49] durch Monte-Carlo-Simulationen zu $\Phi_D = 42\%$ (Anzahl: > 8 Millionen; statistischer Fehler: $< 0,002\%$) bestimmt, so daß sich entsprechend Gleichung 4.18 für Luft der Leitwert $L_L = 381$ l/s ergibt.

Korrigiert man diesen Wert entsprechend Gleichung 4.17 und bestimmt mit Gleichung 4.16 das effektive Saugvermögen, so ist dieses selbst für Wasserstoff groß genug (≈ 140 l/s), um unter Einbeziehung des Rezipientenvolumens die für Gleichung 4.10 notwendige Annahme ($\tau \rightarrow 0$) zu erfüllen.

Durch Integration der Desorptionsflußdichte über die gesamte Meßzeit (von $t = 0$ s bis $t = t_E$) bzw. unter Berücksichtigung von Gleichung 3.11 durch Integration über die Probertemperatur T (von $T(t = 0 \text{ s}) = T_0$ bis $T(t_E) = T_E$) kann das Inventar Q_i der jeweiligen Gasart i berechnet werden:

$$Q_i = \int_0^{t_E} \Gamma_i dt = \frac{1}{\beta} \int_{T_0}^{T_E} \Gamma_i dT. \quad (4.20)$$

Das Gesamtinventar $Q_{\Sigma D}$ für Deuterium kann durch Summation der Inventare von Deuterium enthaltenden Gasen multipliziert mit der Anzahl $n_{i,D}$ der Deuteriumatome im betreffenden Gas i bestimmt werden:

$$Q_{\Sigma D} = \sum_i n_{i,D} Q_i. \quad (4.21)$$

Das Gesamtinventar $Q_{\Sigma H}$ für Wasserstoff ergibt sich analog zu:

$$Q_{\Sigma H} = \sum_i n_{i,H} Q_i. \quad (4.22)$$

Da die untersuchten Proben aus dem ASDEX-Upgrade [226] entsprechend der Voruntersuchung (vgl. Kapitel 3.2.2) keine nennenswerten Mengen höherer Kohlenwasserstoffe enthalten sollten, können die Gleichungen 4.21 und 4.22 unter Vernachlässigung höherer Kohlenwasserstoffe vereinfacht werden:

$$Q_{\Sigma D} = 2 \cdot Q_{D_2} + Q_{HD} + 4 \cdot Q_{CD_4} \quad (4.23)$$

bzw.

$$Q_{\Sigma H} = 2 \cdot Q_{H_2} + Q_{HD} + 4 \cdot Q_{CH_4}. \quad (4.24)$$

4.3 Fehlerdiskussion

In die Berechnung der desorbierten Flußdichte und des Inventars gehen verschiedene Meßgrößen ein. Diese können jedoch aufgrund von zufälligen und/oder systematischen

Fehlern nicht exakt erfaßt werden. Mit dem Fehlerfortpflanzungsgesetz [100,124] läßt sich entsprechend Gleichung 4.10 eine Bestimmungsgleichung für den absoluten Größtfehler der Desorptionsflußdichte angeben:

$$\Delta\Gamma_i = \left| \frac{\partial \Gamma_i}{\partial S_{eff,i}} \right| \Delta S_{eff,i} + \left| \frac{\partial \Gamma_i}{\partial A} \right| \Delta A + \left| \frac{\partial \Gamma_i}{\partial T_0} \right| \Delta T_0 + \left| \frac{\partial \Gamma_i}{\partial I_i} \right| \Delta I_i + \left| \frac{\partial \Gamma_i}{\partial s_i} \right| \Delta s_i. \quad (4.25)$$

Nach Einsetzen der partiellen Ableitungen und Umformung erhält man für den relativen Größtfehler der Desorptionsflußdichte:

$$\frac{\Delta\Gamma_i}{\Gamma_i} = \frac{\Delta S_{eff,i}}{S_{eff,i}} + \frac{\Delta A}{A} + \frac{\Delta T_0}{T_0} + \frac{\Delta I_i}{I_i} + \frac{\Delta s_i}{s_i}. \quad (4.26)$$

Für das Inventar ergibt sich analog der absolute Größtfehler:

$$\Delta Q_i = \left| \frac{\partial Q_i}{\partial \Gamma_i} \right| \Delta \Gamma_i + \left| \frac{\partial Q_i}{\partial t} \right| \Delta t. \quad (4.27)$$

Während der Größtfehler den schlimmsten anzunehmenden Fall darstellt, ermöglicht der wahrscheinliche Fehler [124] eine bessere Einschätzung des wirklich zu erwartenden Fehlers. Für den relativen wahrscheinlichen Fehler der Desorptionsflußdichte gilt hier:

$$\frac{\Delta_w \Gamma_i}{\Gamma_i} = \sqrt{\left(\frac{\Delta S_{eff,i}}{S_{eff,i}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta A}{A} \right)^2 + \left(\frac{\Delta T_0}{T_0} \right)^2 + \left(\frac{\Delta I_i}{I_i} \right)^2 + \left(\frac{\Delta s_i}{s_i} \right)^2}. \quad (4.28)$$

Tabelle 4.1 zeigt die Abschätzungen für die relativen Größtfehler der einzelnen Größen, welche anschließend näher betrachtet werden und mit denen unter Nutzung der Gleichung 4.28 bzw. 4.26 der relative wahrscheinliche Fehler ($\approx 40\%$) und der relative Größtfehler ($\approx 75\%$) für die Desorptionsflußdichte von Deuterium berechnet wurden.

Tabelle 4.1: Abschätzung der relativen Größtfehler der betreffenden Meßgrößen zur Berechnung des relativen wahrscheinlichen Fehlers und des relativen Größtfehlers für die Desorptionsflußdichte von D_2 .

$\frac{\Delta_w \Gamma_{D_2}}{\Gamma_{D_2}}$	$\frac{\Delta \Gamma_{D_2}}{\Gamma_{D_2}}$	$\frac{\Delta S_{eff,D_2}}{S_{eff,D_2}}$	$\frac{\Delta A}{A}$	$\frac{\Delta T_0}{T_0}$	$\frac{\Delta I_{D_2}}{I_{D_2}}$	$\frac{\Delta s_{D_2}}{s_{D_2}}$
40 %	75 %	15 %	5 %	5 %	20 %	30 %

Der Fehler des effektiven Saugvermögens setzt sich entsprechend Gleichung 4.16 aus den Fehlern für den korrigierten Leitwert und für das Nennsaugvermögen zusammen. Während der Fehler für den korrigierten Leitwert hauptsächlich von der Güte der Simulation abhängt, geht in den Fehler für das Nennsaugvermögen neben der möglichen Abweichung der verwendeten Turbomolekularpumpe von der Herstellerspezifikation (hinsichtlich des Absolutwertes für das Nennsaugvermögen und dessen Abhängigkeit vom Druck) auch die Gasartabhängigkeit des Saugvermögens ein, da aufgrund unzureichender Daten für alle Gase das Nennsaugvermögen für Stickstoff (Abweichung für Wasserstoff $<10\%$) verwendet wurde. Die Oberfläche jeder Probe wurde mit Hilfe eines Meßschiebers einzeln bestimmt. Demzufolge haben die Variationen der Probenoberfläche für verschiedene Proben keinen Einfluß auf den Fehler ΔA der Probenoberfläche. Somit setzt sich ΔA (vgl. Tabelle 4.1) aus dem Meßfehler bei der Bestimmung der Kantenlänge bzw. des Durchmessers der Probe und aus der Abweichung der jeweiligen Probe von der Quader- bzw. Zylinderform (z. B. durch Absplitterungen) zusammen.

Zur Abschätzung des Fehlers ΔT_0 der Anfangstemperatur T_0 muß beachtet werden, daß die Temperatur der Rezipientenwände bei den TPD-Messungen in unmittelbarer Nähe des Probenhalters und der Glühkathoden von QMS und BAG um (15-20)K erhöht ist, während die Temperatur der sonstigen Bereiche der TPD-Anlage — bis auf die Schwankungen der Raumtemperatur — als nahezu konstant angesehen werden kann.

Zur Abschätzung des Fehlers ΔI_i der Ionenströme müssen sowohl die Auswirkungen der verwendeten Anordnung der Meßsysteme auf die korrekte Erfassung der Teilchen der verschiedenen Gasarten (kein Nachweis von atomaren Wasserstoffisotopen, Isotopenaustausch an den Rezipientenwänden), die bereits in Kapitel 2 diskutiert wurden, als auch der Fehler bei der eigentlichen Messung der Ionenströme einbezogen werden [28,29,70,76,137]. Da zur Bestimmung der Empfindlichkeiten des QMS für die verschiedenen Gase ebenfalls Ionenströme gemessen werden, treten bei deren Fehler Δs_i dieselben Fehlerquellen auf, die im Folgenden näher betrachtet werden sollen:

Zuerst sollen die Auswirkungen auf die Gaszusammensetzung, die aus der Verwendung von Glühkathoden resultieren, die im betrachteten System beim QMS, beim BAYARD-ALPERT-Manometer und auch bei der Elektronenstoßheizung Anwendung finden, am Beispiel der Meßröhre IE 414 diskutiert werden. Abbildung 4.2 zeigt als Auszug aus den Massenspektren die Ionenströme ausgewählter Massenzahlen bei ein- bzw. ausgeschalteter Meßröhre IE 414 des zur Totaldruckmessung verwendeten BAYARD-ALPERT-Manometers. Es ist zu erkennen, daß die Inbetriebnahme einer Glühkathode (Meßröhre IE 414) vorrangig zu einem Anstieg der Partialdrücke für die Massenzahlen 1, 2, 12, 16, 28 und 44 führt, während der Anstieg für das Signal von Wasserdampf (Massenzahlen 17, 18) deutlich geringer ausfällt (siehe auch Tabelle 4.2). Diese beobachteten Partialdruckänderungen infolge des Betriebes einer Glühkathode stehen auch im Einklang mit den Beobachtungen von SAITOH [195].

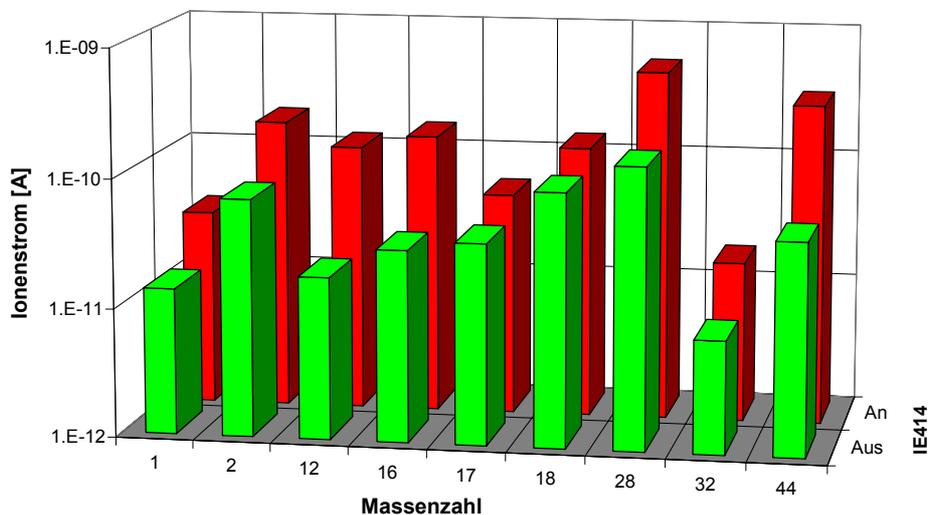


Abbildung 4.2: Vergleich von Massenspektren mit ein- bzw. ausgeschalteter Meßröhre IE 414

Die Ursache für dieses unterschiedliche Verhalten der einzelnen Gase ist eine Überlagerung verschiedener an den Elektroden der Meßröhre ablaufender Prozesse, die von EDELMANN in [70,76] näher beschrieben werden. Danach werden beim Betrieb der Meßröhre die an der Anode adsorbierten Gasteilchen durch Elektronenbombardement (**Elektronenstoßdesorption** ESD) wieder freigesetzt. Bei den an der Anode adsorbierten Gasen handelt es sich nach [70] und [184] vorwiegend um O_2 , CO , CO_2 , H_2 , H_2O und Halogene. Die Anode der IE 414 besteht aus Wolfram. Da Wolframdrähte während ihrer Herstellung mit Graphit behandelt

werden, weisen diese i. allg. Verunreinigungen von Kohlenstoff auf, die nach **chemischer Reaktion** mit chemisch aktiven Bestandteilen des Restgases (z. B. O₂, H₂, CO; vgl. [70]) als CO_x- und C_xH_y-Verbindungen desorbieren können. Die Erwärmung der Oberflächen in der Umgebung der Meßröhre infolge ihrer Inbetriebnahme führt zu einer allgemein erhöhten **Gasabgabe**. In einem weiteren wichtigen Prozeß gelangen beim Betrieb der Meßröhre Verunreinigungen aus der Katode durch Diffusion und durch das Abtragen der Katodenoberfläche infolge der **Verdampfung des Katodenmaterials** an deren Oberfläche und desorbieren (unterstützt durch die hohe Temperatur der Katode) in die Gasphase. Nach dem Einschalten der Meßröhre tritt neben der Desorption von Gasen und adsorbierten Wassermolekülen an der heißen Katode durch thermische Dissoziation und anschließende Ionisation durch Elektronenstoß ein zusätzliches Aufspalten dieser Moleküle in deren Bruchstückionen H₂⁺ und O⁺ bzw. durch die Aufspaltung des Wasserstoffs an der Wolfram-Glühwendel (vgl. [216]) zusätzlich in H⁺-Ionen auf. Dies führt im Massenspektrum zu einem größeren Anteil dieser Komponenten (Massenzahlen 16, 2 und 1) beim Betrieb der Meßröhre, während der Anstieg für die Hauptmassenzahlen von Wasser (Massenzahlen 18 und 17) geringer ausfällt (siehe Tabelle 4.2). Die Meßröhre IE 414 wird im Normalbetrieb im UHV-Bereich mit einem Emissionsstrom von 0,6 mA betrieben. Dies führt nach Untersuchungen von OSHIMA et al. [174], die sich mit den Auswirkungen verschiedener Emissionsströme befaßten, zu einer meßbaren Gasabgabe der Meßröhre und bestätigt somit die eigenen Meßergebnisse (vgl. Abbildung 4.2 und Tabelle 4.2). Beim Ausheizen der Meßröhren werden die oben beschriebenen Prozesse wegen der dann größeren Emissionsströme und eines stärkeren Elektronenbombardements (infolge größerer Potentialunterschiede zwischen den Elektroden) noch wesentlich verstärkt [174]. Für ausgeheizte Meßröhren gewinnen bei kleinen Totaldrücken (im UHV-Bereich) auch die chemische und elektrische Gasauflösung, die ein Saugvermögen der Meßröhre darstellt, sowie das „Ionenpumpen“ durch die Rezipientenwände [70] an Bedeutung. Da das zur Untersuchung der Einflüsse von Glühkatoden benutzte QMS ebenfalls mit einer Glühkatode arbeitet und so zu einer Veränderung der Gaszusammensetzung durch die bereits für die IE 414 angegebenen Prozesse führt (siehe auch [17,127]), sind die erhaltenen Ergebnisse allerdings nur eingeschränkt isoliert zu betrachten. Neben der Änderung der Gaszusammensetzung kann durch andere Störeffekte (Augereffekt am Ionenkollektor; inverser RÖNTGENeffekt) eine Änderung der Empfindlichkeit der Meßröhren bewirkt werden [70,76], die eine Verfälschung der Meßergebnisse zur Folge hat.

Tabelle 4.2: Veränderung des Massenspektrums durch die Inbetriebnahme der Meßröhre IE 414

Massenzahl <i>M</i>	Differenz der Ionenströme $\Delta I = I_{an} - I_{aus}$	prozentualer Anstieg $\frac{\Delta I}{I_{aus}}$
1	$1,9 \cdot 10^{-11}$ A	150 %
2	$1,1 \cdot 10^{-10}$ A	160 %
12	$1 \cdot 10^{-10}$ A	550 %
16	$1,2 \cdot 10^{-10}$ A	390 %
17	$1,7 \cdot 10^{-11}$ A	50 %
18	$3,8 \cdot 10^{-11}$ A	40 %
28	$3,7 \cdot 10^{-10}$ A	250 %
32	$1 \cdot 10^{-11}$ A	130 %
44	$2,6 \cdot 10^{-10}$ A	600 %

Zur Verringerung der Einwirkungen der vorhandenen Meßsysteme auf die eigentlichen TPD-Messungen werden alle Glühkatoden vor jeder Messung mehrfach entgast. Weiterhin werden die Betriebsparameter für die Glühwendel der Probenheizung bereits kurz vor dem Anlegen

der Beschleunigungsspannung eingestellt, um eine Überlagerung der Desorption von an der Glühwendel adsorbierten Gasteilchen mit der zu untersuchenden thermischen Desorption aus der Probe zu vermeiden. Ein längeres Betreiben der Probenheizung nach dem Erreichen der Endtemperatur führt zu einer zunehmenden Verfälschung der gemessenen Gaszusammensetzung infolge der Erwärmung umgebender Rezipientenwände und der daraus resultierenden zusätzlichen Desorption.

4.4 Vergleichsmessungen an Proben mit a-C:D-Schicht

Um die Kalibrierung zu überprüfen, wurden im Rahmen eines sogenannten „Round Robin“-Experimentes zeitgleich mit anderen Laboratorien, bei denen andere Meßverfahren (NRA, ERDA, „Sputter depth profiling“ SIMS, TPD) zum Einsatz kamen, identische Vergleichsproben hinsichtlich des Deuteriuminventars untersucht [24]. Bei diesen Vergleichsproben handelt es sich um Teile einer Graphitprobe, auf deren polierte Oberseite eine a-C:D-Schicht abgeschieden wurde [7,10]. Somit sollten alle Vergleichsproben — bei identischer Größe — gleiche Deuteriuminventare aufweisen und eine Bewertung der Genauigkeit für die Meßergebnisse, die mit der verwendeten Meßapparatur erzielt werden können, ermöglichen.

Im Rahmen des Vergleichsexperimentes wurden zwei nahezu identische Vergleichsproben mit definiert abgeschiedener a-C:D-Schicht (Probe RR24 und RR33) auf einem Substrat aus EK98-Graphit mittels TPD — ohne vorherige Kenntnis der zu erwartenden Inventare — quantitativ untersucht. Tabelle 4.3 zeigt die ermittelten Inventare für relevante Gase und die Gesamtinventare für Wasserstoff und Deuterium. Während bei den beiden Vergleichsproben für Wasserstoff Abweichungen von etwa 30% auftreten, zeigen die Gesamtinventare von Deuterium eine gute Übereinstimmung ($\approx 10\%$ Abweichung).

Tabelle 4.3: Inventare von Teilchen mit Wasserstoff- bzw. Deuteriumatomen, sowie Gesamtinventare von Wasserstoff $Q_{\Sigma H}$ bzw. Deuterium $Q_{\Sigma D}$ in den Vergleichsproben RR24 und RR33 des Vergleichsexperimentes.

Bezeichnung der Probe	Q_{H_2} [10^{21} m^{-2}]	Q_{D_2} [10^{21} m^{-2}]	Q_{HD} [10^{21} m^{-2}]	Q_{CH_4} [10^{21} m^{-2}]	Q_{CD_4} [10^{21} m^{-2}]	$Q_{\Sigma H}$ [10^{21} m^{-2}]	$Q_{\Sigma D}$ [10^{21} m^{-2}]
Vergleichsprobe RR24	8,6	3,5	1,0	0,2	1,3	18,9	13,2
Vergleichsprobe RR33	6,1	3,3	0,8	0,1	1,1	13,6	11,9

Der Mittelwert der Deuteriuminventare des „Round Robin“-Experimentes [24], die z. T. mit anderen Meßverfahren bestimmt wurden, liegt 17% (RR24) bzw. 25% (RR33) über den selbst ermittelten, in Tabelle 4.3 angegebenen Werten der TPD-Messungen. Der Grund hierfür ist mit hoher Wahrscheinlichkeit die Vernachlässigung der bei den TPD-Messungen an den hier verwendeten a-C:D-Schichten auftretenden höheren Kohlenwasserstoffe. Ein Indiz für das Vorhandensein höherer Kohlenwasserstoffe in den a-C:D-Schichten der Vergleichsproben stellt der hohe Anteil von CD_4 am Gesamtinventar von Deuterium dar, der für beide Vergleichsproben etwa 38% beträgt.

5 Charakterisierung der Proben

5.1 Probenarten und Vorbehandlung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Proben von den Wänden des Plasmaexperimentes ASDEX-Upgrade in Garching untersucht. Bei diesen Proben wurde der Wasserstoff nicht nur „thermisch“ wie bei einem mit Wasserstoff gefüllten Gefäß in die Wände eingebracht, sondern aufgrund der Temperatur des Plasmas von über 1 Million Grad K tiefer in das Wandmaterial eingeschossen. Die Proben wurden ausschließlich dem unteren Divertor entnommen.¹ Bei allen Plasmaentladungen mit diesen Proben wurden beim ASDEX-Upgrade jeweils Magnetfeldkonfigurationen verwendet, die lediglich den unteren Divertor benutzten, d. h. bei denen die Separatrix und somit auch die ersten offenen Magnetfeldlinien nur auf den unteren Divertor treffen [91]. Der obere Divertor diente ebenso wie das Hitzeschild lediglich als Schutzbegrenzung (Limiter) des Plasmas [91,94]. Deshalb wird der Begriff „Divertor“ in den folgenden Abschnitten ausschließlich zur Bezeichnung des unteren Divertors verwendet.

Für die TPD-Messungen wurden einerseits **Graphitproben**, die aus dem Feinkorngraphit EK98-Substrat bestehen, und andererseits „**Wolframproben**“, die aus einem EK98-Substrat bestehen, auf das eine 10 µm dicke Zwischenschicht aus Rhenium und darüber eine 500 µm dicke Wolframschicht mittels eines Plasmasprühverfahrens aufgetragen wurde [98,173], verwendet. Tabelle 5.1 zeigt für die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Probenarten die Verweildauer und die Anzahl der Plasmaentladungen im ASDEX-Upgrade. Im Gegensatz zu diesen **Langzeitproben**, wurden die **Kurzzeitproben** nur bei jeweils zwei Entladungen mit identischen Parametern eingesetzt.

Tabelle 5.1: Überblick zu den in der vorliegenden Arbeit untersuchten Probenarten, deren Verweildauer im ASDEX-Upgrade und zur Anzahl der Plasmaentladungen mit den jeweiligen Proben.

Probenart / Bezeichnung	Typ	Aufenthaltszeitraum im ASDEX-Upgrade	Entladungen
Graphitproben (EK 98)			
Langzeitproben	Langzeit	März 1991 - Juli 1995	2029
Kurzzeitproben	Kurzzeit	Entladungen 7269/7270 bzw. 7536/7539	2
Wolframproben	Langzeit	Dezember 1995 - Juli 1996	799

Die Kurz- und Langzeitproben aus dem Feinkorngraphit EK98 wurden in Form von Kacheln sowohl direkt nach dem Herstellungsprozeß als auch vor dem Einbau im ASDEX-Upgrade für etwa 2 Stunden unter Vakuum bei 1800 K bis 2100 K entgast [91]. Die Wolframproben wurden nach dem Aufbringen der Wolframschichten unter Vakuum eine Stunde lang Temperaturen von etwa 1700 K ausgesetzt [98]. Vor jeder Experimentierphase wurde weiterhin die gesamte Vakuumanlage des Tokamaks ASDEX-Upgrade unter Vakuum für etwa fünf Tage bei ca. 420 K geheizt. Außerdem wurden die inneren Oberflächen des Vakuumgefäßes vom ASDEX-Upgrade zu Beginn und z. T. auch mehrfach im späteren Verlauf der jeweiligen Experimentierphase boriert, d. h. mit einer dünnen Schicht aus B und B₄C überzogen [91].

¹ Zur Erläuterung von Begriffen und zur Veranschaulichung des Fusionsexperimentes ASDEX-Upgrade enthält der Anhang jeweils ein Kapitel zur Kernfusion (Kapitel 10.1) und zum ASDEX-Upgrade (Kapitel 10.2).

5.2 Einbaupositionen der Proben und Bedingungen im ASDEX-Upgrade

5.2.1 Einbaupositionen der Proben im ASDEX-Upgrade

Zur Veranschaulichung der Geometrie des torusförmigen¹ Gefäßes (vgl. Abbildung 10.1) vom ASDEX-Upgrade (s. Kapitel 10.2) zeigt Abbildung 5.1 einen Torus, bei dem die poloidale und die toroidale Richtung gekennzeichnet sind.

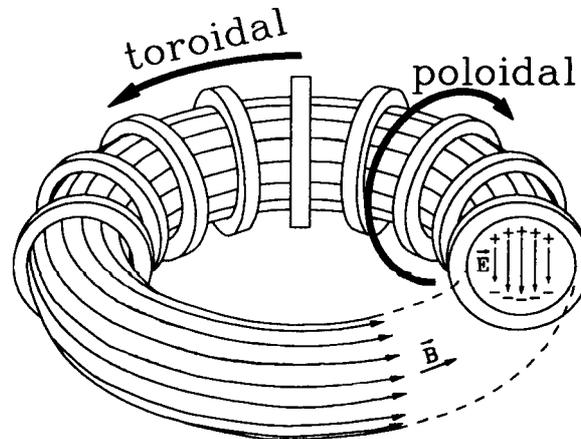


Abbildung 5.1: Torus mit eingezeichneter toroidaler und poloidaler Richtung. Zusätzlich sind das toroidale magnetische Feld und in einem poloidalen Schnitt das elektrische Feld dargestellt. [182]

Abbildung 5.2 zeigt einen poloidalen Schnitt (links) und eine Aufsicht (rechts) für den inneren und äußeren Divertor vom ASDEX-Upgrade.

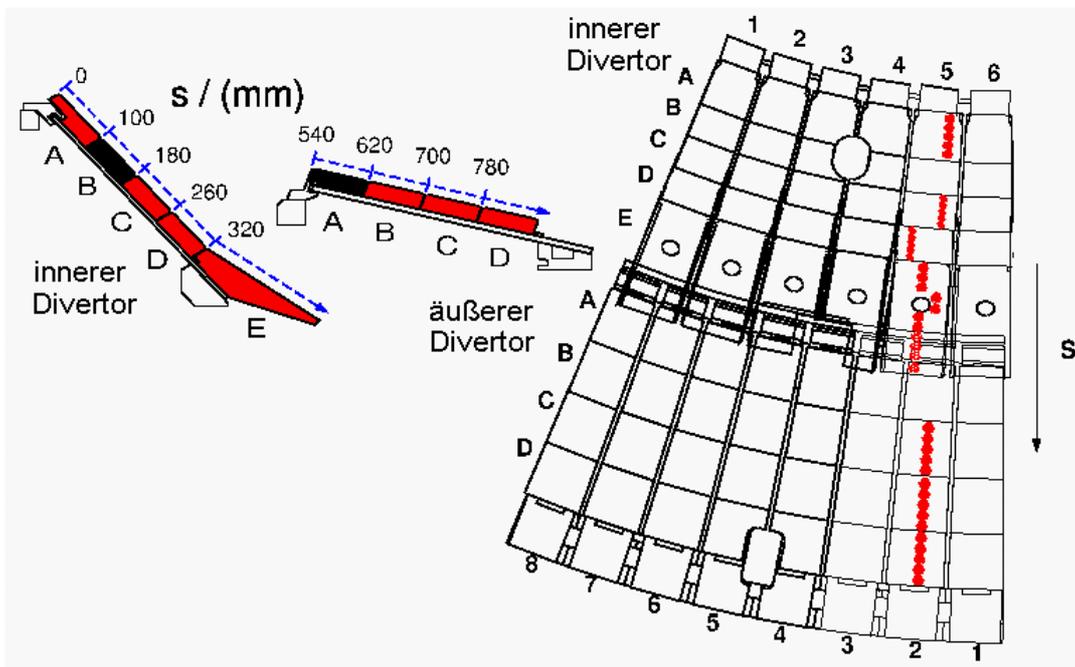


Abbildung 5.2: Graphitdivertor vom ASDEX-Upgrade im Bereich von Sektor 10 mit den Langzeitproben als poloidaler Schnitt (links) und als Aufsicht (rechts). Die Buchstaben kennzeichnen die Kacheln A-E des inneren und die Kacheln A-D des äußeren Divertors. Die Koordinate s beschreibt die poloidale Position auf der Oberfläche des unteren Divertors und verläuft von innen nach außen. Die Positionen der untersuchten Langzeitproben sind in der Aufsicht durch die ausgefüllten Kreise gekennzeichnet.

¹ Als Torus wird ein zu einem Ring gebogener Zylinder bezeichnet. Dessen Oberfläche weist einen kleinen und einen großen Umfang auf. Die Richtung des kleinen Umfangs wird als poloidal und die Richtung des großen Umfangs als toroidal bezeichnet. [182]

Um die poloidale Verteilung des Wasserstoffinventars entlang der Koordinate s , die entlang des Divertors von innen nach außen verläuft, zu messen, wurden zylindrische Proben (Durchmesser: ca. 11 mm, Dicke: ca. 3 mm) aus den Kacheln geschnitten. Die genauen Positionen der Langzeitproben sind in Abbildung 5.2 (Aufsicht) durch ausgefüllte Kreise gekennzeichnet.

Zur Untersuchung der Plasma-Wand-Wechselwirkung während einer Plasmaentladung mit definierten Parametern, kann eine C-Kachel (s. Abbildung 5.2) in Sektor 10 des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade mit Hilfe eines Manipulators [142] zwischen den Entladungen ersetzt werden. Die Kurzzeitproben wurden dieser Kachel nach jeweils zwei Plasmaentladungen mit identischen Parametern entnommen.

Im Experimentierzeitraum von Dezember 1995 bis Juli 1996 wurde Wolfram als Material für die Oberflächen der Kacheln CD des inneren und der Kacheln BC des äußeren Divertors, d. h. im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix, eingesetzt. Die übrigen Kacheln bestanden wiederum aus dem Feinkorngraphit EK98. Abbildung 5.3 zeigt den Wolframdivertor in einem poloidalen Schnitt (linkes Bild) und als Aufsicht (rechtes Bild).

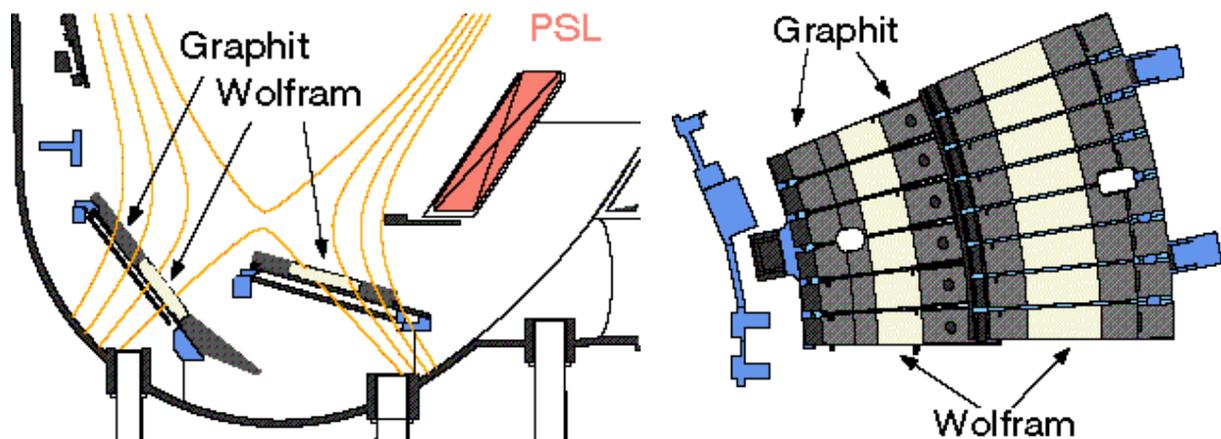


Abbildung 5.3: Wolframdivertor vom ASDEX-Upgrade als poloidaler Schnitt (links; mit Magnetfeldlinien (orange), innerer Wand (u. a. Divertor), passiver Stabilisierungsspule (PSL) und diversen Zugängen (Ports); vgl. Abbildung 10.1) und als Aufsicht (rechts) [173]. Die Kacheln CD des inneren und BC des äußeren Divertors sind hell dargestellt und besitzen eine Oberfläche aus Wolfram, während die übrigen Kacheln vollständig aus EK98 bestehen.

Zur Vermeidung von heißen Stellen an den Kachelkanten, sind die Wolframkacheln in toroidaler Richtung geneigt. Wie Abbildung 5.4 zeigt, ist ein Teil der Kacheln vor den Magnetfeldlinien abgeschattet und deshalb geringeren Implantationsflußdichten ausgesetzt als der nicht abgeschattete Bereich.

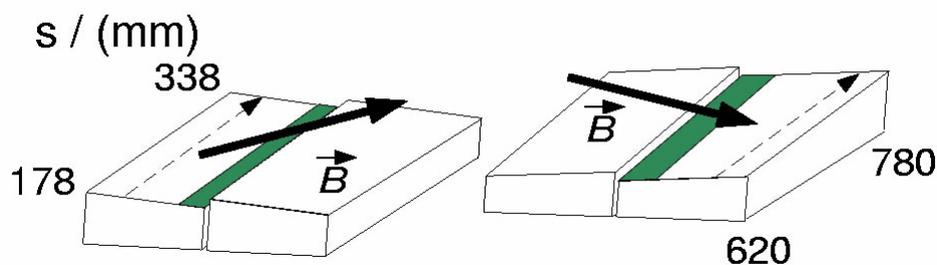


Abbildung 5.4: Wolframkacheln CD (links) und BC (rechts) des inneren bzw. äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade [206]. Zur Vermeidung von lokalen Überhitzungen sind die Kacheln in toroidaler Richtung geneigt. Die resultierenden abgeschatteten Gebiete sind dunkel dargestellt. Zur Kennzeichnung der Position auf dem Divertor dient die poloidale Koordinate s .

5.2.2 Bedingungen im ASDEX-Upgrade während der Anwesenheit der untersuchten Proben

a) Isotopenzusammensetzung des Wasserstoffplasmas (H/D-Verhältnis)

Langzeitproben

Die Langzeitproben waren im ASDEX-Upgrade insgesamt 2029 Plasmaentladungen ausgesetzt. Tabelle 5.2 zeigt eine Aufstellung der Anzahl der Plasmaentladungen in Abhängigkeit vom Füllgas (Wasserstoff / Deuterium / Helium) und von der verwendeten Heizungsart (OHMsche Heizung bzw. Neutralteilcheninjektion von Wasserstoff bzw. Deuterium). Beim überwiegenden Teil der Plasmaentladungen wurde Deuterium als Füllgas verwendet. Außerdem wurde mehr als die Hälfte der Entladungen ausschließlich mit OHMscher Heizung durchgeführt. Zwei Drittel der Entladungen, bei denen die Heizung durch Neutralteilcheninjektion (NBI) zum Einsatz kam, wurden mit Deuterium durchgeführt.

Tabelle 5.2: Statistik der Plasmaentladungen mit den Langzeitproben: Anzahl der Entladungen in Abhängigkeit von der genutzten Heizungsart und vom verwendeten Füllgas

Heizung \ Füllgas	H	D	He	Summe
OHMsche Heizung	15	1190	46	1251
NBI mit H	94	242	5	341
NBI mit D	0	437	0	437
Summe	109	1869	51	2029

Für die Plasmaentladungen, bei denen Wasserstoff als Füllgas genutzt wurde, kann der Anteil von Deuterium im Plasma in guter Näherung vernachlässigt werden. Demgegenüber ist Wasserstoff aus den inneren Wänden infolge des dort stattfindenden Isotopenaustausches auch bei den Plasmaentladungen mit Deuterium als Füllgas zu einem beträchtlichen Anteil im Plasma vorhanden [91]. Bei den Plasmaentladungen mit Langzeitproben und Deuterium als Füllgas betrug der Anteil von Wasserstoffteilchen H an der Gesamtteilchenzahl der Wasserstoffisotope (H+D) im Plasmazentrum nach FRANZEN et al. [91] bei ausschließlich OHMscher Heizung etwa 20%, bei NBI mit Wasserstoff etwa 40% und bei NBI mit Deuterium etwa 20%.

Mit diesen Werten für H/(H+D) und den Zahlen aus Tabelle 5.2 läßt sich für die Plasmaentladungen mit den Langzeitproben ein Mittelwert für H/(H+D) von etwa 27% angeben. Da die Isotopenzusammensetzung des Plasmazentrums jedoch auch von anderen Parametern (z. B. Plasmadichte, Leistung der NBI, usw.) beeinflusst werden könnte, stellt der berechnete Mittelwert lediglich eine grobe Abschätzung dar.

Kurzzeitproben

Die Verwendung der beiden Divertorsonden, denen die Kurzzeitproben entnommen wurden, diente hauptsächlich dazu, im Fusionsexperiment ASDEX-Upgrade Isotopeneffekte beim Einbau von Wasserstoff beobachten und analysieren zu können. Daher wurden für die Plasmaentladungen, während denen Sonde 1 bzw. Sonde 2 im Divertor eingebaut waren, nahezu identische Parameter gewählt. Eine Übersicht über die Plasmaparameter der betreffenden Entladungen gibt Tabelle 5.3. Der Plasmastrom betrug jeweils 1 MA, die toroidalen Magnetfelder lagen im Bereich von 2,5 T bis 3 T und die mittlere Elektronendichte lag bei ungefähr $5 \cdot 10^{19} \text{ m}^{-3}$. Außerdem wurde in beiden Fällen Deuterium als Füllgas verwendet. Lediglich das zur NBI genutzte Gas wurde mit Wasserstoff für Sonde 1 bzw. Deuterium für Sonde 2 verschieden gewählt. Folglich wiesen die Plasmaentladungen für die Sonden erwartungsgemäß eine stark unterschiedliche Isotopenzusammensetzung auf. Die Auswertung der CX-Spektren¹ (vgl. Kapitel 10.2) ergab im zeitlichen Mittel der jeweiligen

¹ Spektren der durch Ladungsausgleich entstandenen Neutralteilchen (Charge Exchange Neutrals)

Entladung eine Isotopenzusammensetzung des Plasmazentrums von $H/(H+D) \approx 40\%$ für Sonde 1 und von etwa $H/(H+D) \approx 20\%$ für Sonde 2 [94]. Der Wasserstoffanteil zeigte für die Plasmaentladungen beider Divertorsonden keine poloidale Verteilung und nur eine geringe Schwankungsbreite während der einzelnen Entladungen. Somit sollte die Isotopenzusammensetzung des Wasserstoff- bzw. Deuteriuminventars in den Divertorsonden nicht von Effekten des Isotopenaustausches beeinflusst werden.

Tabelle 5.3: Parameter der Plasmaentladungen mit den Divertorsonden 1 und 2. Die Plasmaparameter weisen nur geringe Unterschiede auf. Den Hauptunterschied stellt das zur NBI verwendete Gas (Wasserstoff bzw. Deuterium) dar. [94]

Nummer der Plasmaentladung	Sonde 1 #7269/7270	Sonde 2 #7536/7539	Einheit
Plasmastrom	1,0	1,0	MA
Toroidales Magnetfeld	2,5	2,9	T
mittlere Elektronendichte	5,2	5,4	10^{19} m^{-3}
Füllgas der Plasmaentladung	D	D	
Parameter der Neutralteilcheninjektion:			
Ionen	H	D	
Leistung	1,8	2,5	MW
Zeitbereich	1,6 - 3,55	1,4 - 3,6	s
Gesamtenergie	3,5	5,5	MJ
Isotopenzusammensetzung im Plasmakern: H/(H+D)	≈ 40	≈ 20	%
relative abgestrahlte Leistung	≈ 40	≈ 70	%

Wolframproben

Während der Experimente mit dem Wolframdivertor wurden insgesamt 799 Plasmaentladungen durchgeführt. In Tabelle 5.4 ist die Anzahl der verschiedenen Entladungen in Bezug zur verwendeten Heizungsart und zum genutzten Füllgas aufgeführt. Im Gegensatz zu den Entladungen mit den Langzeitproben wurde für den Wolframdivertor der überwiegende Teil der Plasmaentladungen mit einer zusätzlichen Heizung durch Neutralteilcheninjektion durchgeführt. Sowohl als Füllgas als auch als Gas für die Neutralteilcheninjektion wurde zumeist Deuterium verwendet. Lediglich in der Mitte des Experimentierzeitraumes und für die letzten zehn Entladungen wurde Wasserstoff als Füllgas verwendet. Wie schon bei den Plasmaentladungen mit den Lang- und Kurzzeitproben ist Wasserstoff mit einem Anteil von $H/(H+D) = 10\% - 20\%$ im Plasmazentrum auch dann vorhanden, wenn Deuterium als Füllgas verwendet wird [94]. Für Neutralteilcheninjektionen mit Wasserstoff beträgt der Anteil von Wasserstoff sogar etwa 40% [91]. Mit diesen Annahmen und den Werten von Tabelle 5.4 ergibt sich für Wasserstoff ein mittlerer Anteil an den Wasserstoffisotopen im Plasmazentrum von $H/(H+D) \approx 35\%$.

Tabelle 5.4: Statistik der Plasmaentladungen mit dem Wolframdivertor [92,206]

Heizung \ Füllgas	H	D	Summe
OHMSche Heizung	21	295	316
NBI mit H	106	15	121
NBI mit D	0	362	362
Summe	127	672	799

b) Wärme- und Teilchenbelastung der Divertorkacheln

Langzeitproben

Um die Belastung durch Wärmeeintrag und durch Teilchen einschätzen zu können, der die Langzeitproben im eingebauten Zustand ausgesetzt waren, sind in Abbildung 5.5 für die Experimentierphase 12/94-7/95 die Temperaturverteilung an der Oberfläche der Divertorkacheln und die Verteilung der Summe der aus dem Plasma auftreffenden Fluenzen von Wasserstoffisotopen (H, D) dargestellt. Die mittlere Separatrixposition befindet sich für den inneren und den äußeren Divertor definitionsgemäß jeweils im Bereich des Maximums der Temperaturverteilung und der maximalen Belastung durch auftreffende Teilchen. Aufgrund der Magnetfeldkonfiguration beim ASDEX-Upgrade weisen die mittlere Temperatur und die auftreffende Fluenz im Bereich des Maximums für den äußeren Divertor deutlich größer Werte als für den inneren Divertor auf.

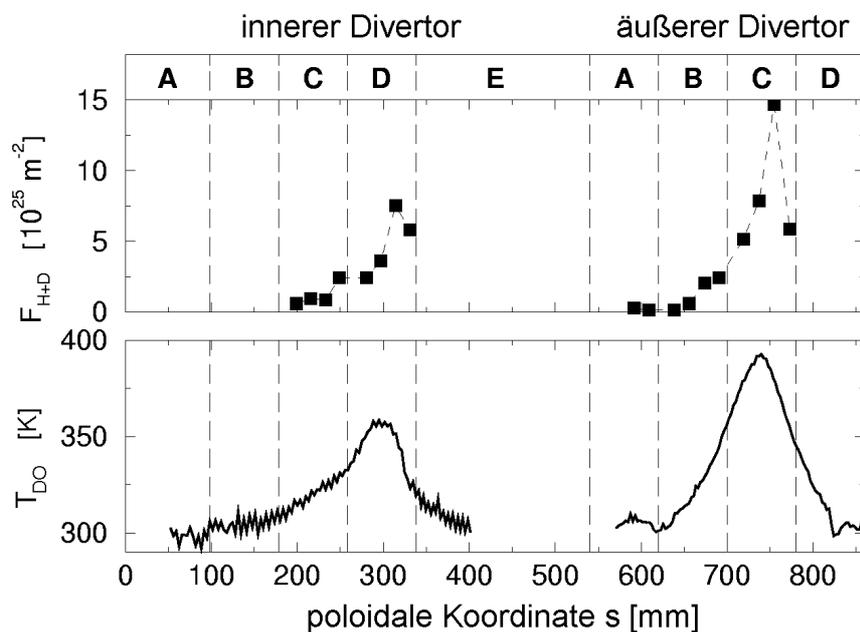


Abbildung 5.5: Poloidale Verteilung der mittleren Temperatur T_{DO} an der Oberfläche der Divertorkacheln und der Fluenzen F_{H+D} auftreffender Wasserstoffisotope für den Experimentierzeitraum von Dezember 1994 bis Juli 1995. [91,93]

Die maximalen Oberflächentemperaturen, die allerdings während einer Entladung nur kurzzeitig (weniger als eine Sekunde) auftreten, lagen für beide Seiten des Divertors im Bereich von 700 K bis 900 K. Insgesamt ist die Temperaturbelastung der Prallplatten des Divertors extremen Schwankungen unterworfen, bei denen sich sowohl von Entladung zu Entladung als auch innerhalb einer einzelnen Plasmaentladung neben der maximalen Temperatur auch die Position der maximalen thermischen Belastung ändert [91].

Abbildung 5.6 zeigt für die Experimentierphase von Dezember 1994 bis Juli 1995 die Maxima der mittleren Oberflächentemperatur des inneren und äußeren Divertors als Funktion der laufenden Nummer der Plasmaentladung. Die Maxima der mittleren Oberflächentemperaturen liegen für den äußeren Divertor in den meisten Fällen merklich über denen des inneren Divertors.

Neben den Plasmaeinflüssen kann auch das Ausheizen der Anlage und der Einbauten, welches vor jedem Start einer neuen Experimentierphase und nach dem kurzzeitigem Öffnen der Anlage infolge irgendwelcher Havarien (wie z. B. nach der Entladung #6590; vgl. Abbildung 5.6 unten) erfolgt, einen großen Einfluß auf die Temperaturgeschichte der Prallplatten und wahrscheinlich auch auf deren Deuterium- und Wasserstoffinventar haben.

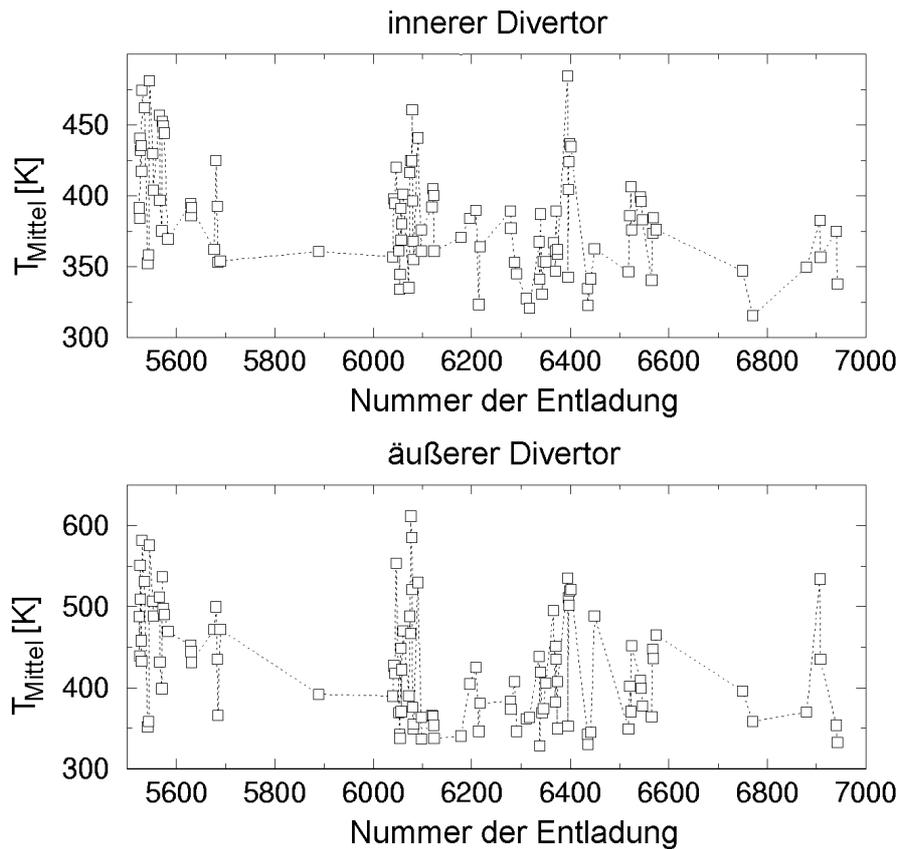


Abbildung 5.6: Zeitlicher Verlauf der Maxima der mittleren Oberflächentemperatur T_{Mittel} des inneren und äußeren Divertors als Funktion der Nummer der Plasmaentladung für den Experimentierzeitraum von Dezember 1994 bis Juli 1995. [91,93]

Kurzzeitproben

Beide Divertorsonden waren nur jeweils zwei identischen Plasmaentladungen ausgesetzt. Abbildung 5.7 zeigt den mit einem IR-Thermographiesystem [116] während der Plasmaentladung (Sonde 1: Entladung #7269; Sonde 2: Entladung #7539) gemessenen zeitlichen Verlauf der Temperatur am Rand der Kacheln und im Bereich der jeweiligen Separatrixposition.

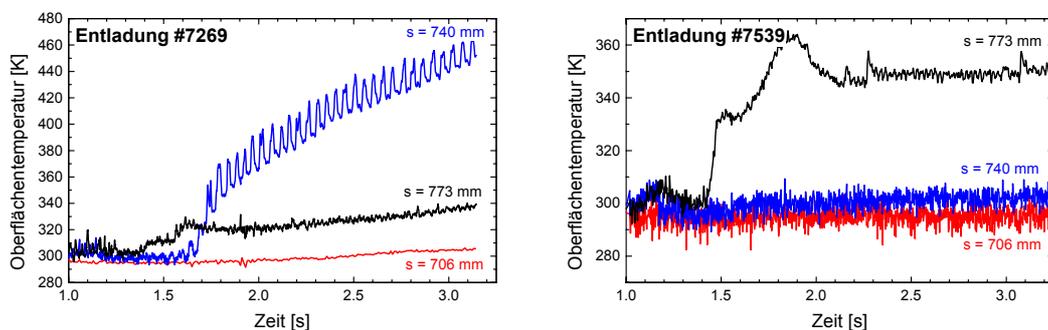


Abbildung 5.7: Zeitlicher Verlauf der Temperatur auf der Oberfläche der Divertorsonden während einer einzelnen Plasmaentladung für 3 poloidale Positionen (innerer Rand: $s=706$ mm, zentraler Bereich: $s=740$ mm, äußerer Rand: $s=773$ mm) der jeweiligen Divertorsonde (Sonde 1 in Entladung #7269; Sonde 2 in Entladung #7539). [94]

In Abbildung 5.8 ist jeweils die Temperaturverteilung an der Sondenoberfläche zum Zeitpunkt der maximalen Oberflächentemperatur für die entsprechende Entladung dargestellt

(Sonde 1: Entladung #7269 $t=3$ s; Sonde 2: Entladung #7539 $t=1,85$ s). Die maximalen Oberflächentemperaturen lagen für die Sonde 1 bei etwa 450 K und für Sonde 2 bei etwa 380 K. Insgesamt war die Temperaturbelastung der beiden Sonden deutlich geringer als die, denen die Langzeitproben ausgesetzt waren. Trotz niedrigerer Heizleistungen (vgl. Tabelle 5.3) ergeben sich bei den Plasmaentladungen mit Divertorsonde 1 — im Vergleich zu denen mit Divertorsonde 2 — insgesamt deutlich höhere Temperaturen auf der Sondenoberfläche. Dies ist auf die aus dem Plasma abgestrahlte Leistung, d. h. auf Strahlungskühlung, zurückzuführen, die im Fall der Entladungen mit Divertorsonde 1 deutlich niedrigere Werte aufweist (vgl. Tabelle 5.3).

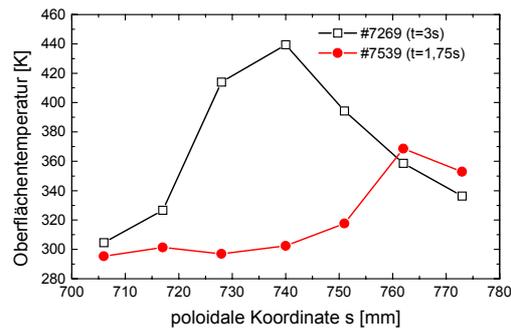


Abbildung 5.8: Poloidale Verteilung der Oberflächentemperatur für die Divertorsonden zum Zeitpunkt des Temperaturmaximums auf der Sondenoberfläche für die jeweilige Entladung (Sonde 1: $t=3$ s in Entladung #7269; Sonde 2: $t=1,75$ s in Entladung #7539) [94]

Abbildung 5.9 zeigt die poloidale Verteilung der Fluenz von Wasserstoff (H und D) für die beiden Divertorsonden. Die Kurzzeitproben waren den Plasmaentladungen insgesamt nur für ungefähr sechs Sekunden ausgesetzt. Daher liegen die Fluenzen der Wasserstoffisotope für die Kurzzeitproben etwa um drei Größenordnungen unter denen der Langzeitproben, die dem Plasma insgesamt etwa 6000 Sekunden ausgesetzt waren (vgl. Abbildung 5.5). Das Maximum der Fluenz stimmt zumindest für die Divertorsonde 2 gut mit dem Temperaturmaximum und somit auch mit der Position der Separatrix überein, während für die Divertorsonde 1 Schwierigkeiten mit den LANGMUIR-Sonden auftraten.

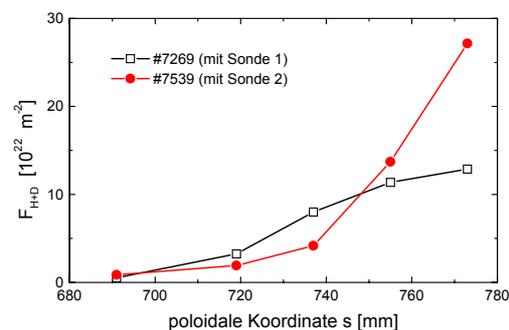


Abbildung 5.9: Poloidale Verteilung der Fluenzen von Wasserstoffisotopen, die während der Plasmaentladung #7269 bzw. #7539 auf die Divertorsonde 1 bzw. 2 auftrafen und mit Hilfe von LANGMUIR-Sonden bestimmt wurden. [94]

Wolframproben

Zum Schutz des Wolframdivertors vor Beschädigungen durch zu große Wärmebelastungen wurde der Wärmeeintrag auf die Wolframkacheln zu Beginn der Experimentierphase auf 7 MW/m^2 begrenzt. Im späteren Verlauf der Experimente wurden — nachdem sich herausgestellt hatte, daß die Kacheln höheren Belastungen standhalten können — auch Entladungen durchgeführt, bei denen Wärmebelastungen von mehr als 10 MW/m^2 auftraten [173]. Abbildung 5.10 zeigt die resultierende Verteilung der mittleren Temperatur an der Oberfläche des Wolframdivertors und der Fluenzen von aufgetroffenem Deuterium. Dabei stimmen die Maxima der Deuteriumfluenz sowohl für den inneren als auch für den äußeren Divertor gut mit dem Maximum der mittleren Oberflächentemperatur überein.

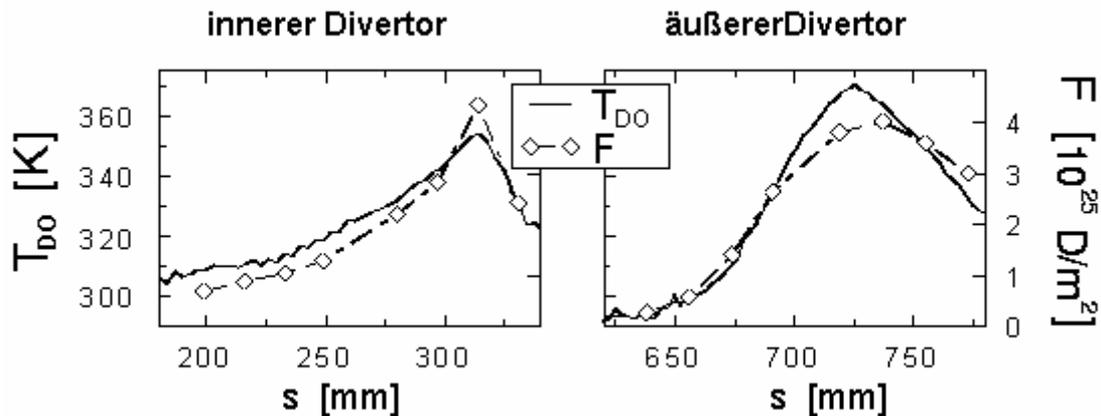


Abbildung 5.10: Poloidale Verteilung der mittleren Temperatur T_{D0} an der Oberfläche der Wolframkacheln und der Fluenzen F des aufgetroffenen Deuteriums. [92,206]

6 Experimentelle Ergebnisse

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die wichtigsten Ergebnisse der im Verlauf der Arbeit durchgeführten TPD-Messungen an Graphit- (Kapitel 6.1.1 und 6.1.2) und Wolframproben (Kapitel 6.2), die dem Plasma im Fusionsexperiment ausgesetzt waren.

6.1 Graphit

6.1.1 Langzeitproben

TPD-Spektren

Abbildung 6.1 zeigt für den inneren und Abbildung 6.2 für den äußeren Divertor vom ASDEX-Upgrade anhand ausgewählter Positionen¹ einige Beispiele zugehöriger TPD-Spektren. Insgesamt wurden 26 Langzeitproben untersucht.

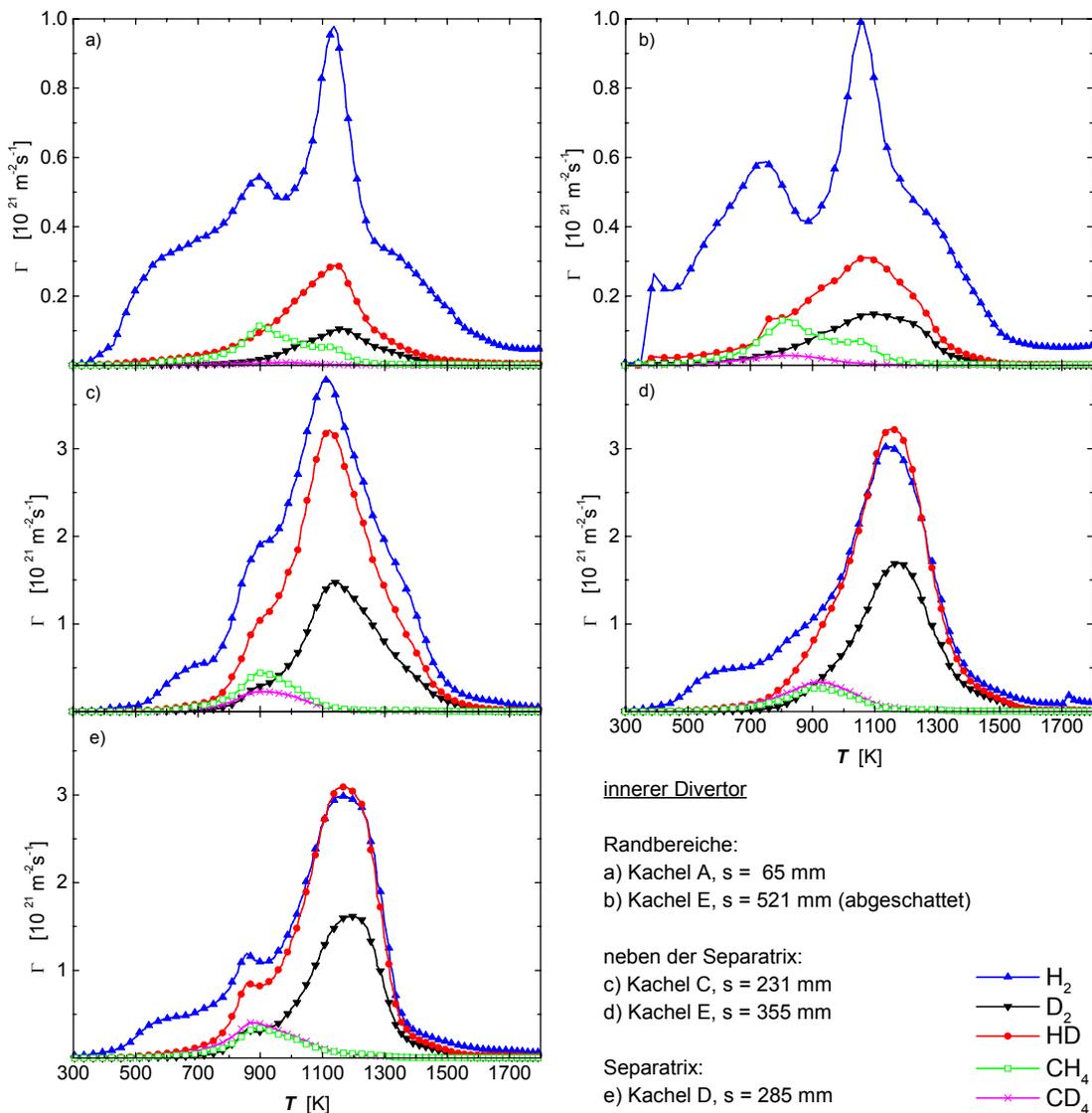


Abbildung 6.1: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von H_2 , D_2 , HD, CH_4 und CD_4 für Langzeitproben aus den Kacheln (A, C, D und E) des inneren Divertors (Randbereiche sowie Gebiete neben und an der Separatrixposition).

¹ Zur besseren Veranschaulichung der Probenpositionen dient die aufklappbare letzte Seite des Anhangs. Dort sind die für die verschiedenen Probenarten die Anordnung der Divertorkacheln, die poloidale Koordinate s und die mittlere Separatrixposition dargestellt.

In den ausgewählten Abbildungen sind jeweils die Desorptionsflußdichten der während der TPD-Messung desorbierten Moleküle von H_2 , D_2 , HD , CH_4 und CD_4 dargestellt. Zur besseren Veranschaulichung der Spektren wurde z. T. eine unterschiedliche Skalierung der Ordinatenachse verwendet. Die Heizrate betrug jeweils etwa 10 K/s. In den Diagrammen a und b von Abbildung 6.1 sind die resultierenden TPD-Spektren von Proben mit geringem Plasmakontakt, d. h. aus den Randbereichen des inneren Divertors (Kachel A und abgeschatteter Teil von Kachel E; vgl. Abbildung 6.5), dargestellt. Im Gegensatz dazu zeigen die Diagramme c und d von Abbildung 6.1 die Ergebnisse für Proben, die Kacheln des inneren Divertors in unmittelbarer Nähe der mittleren Separatrixposition entnommen wurden (Kachel C und nicht abgeschatteter Teil von Kachel E) und deren Inventare ungefähr den ermittelten Maxima entsprechen. Diagramm e von Abbildung 6.1 und Diagramm c von Abbildung 6.2 zeigen die TPD-Spektren für die Gebiete mit dem größten Plasmakontakt, d. h. für eine Probe der Kachel D des inneren und für eine Probe der Kachel C des äußeren Divertors. Als Vergleich zu den Diagrammen c und d von Abbildung 6.1 sind in den Diagrammen a und b von Abbildung 6.2 die Ergebnisse für Proben von Kacheln aus der Umgebung der mittleren Separatrixposition des äußeren Divertors (Kachel B und D) dargestellt.

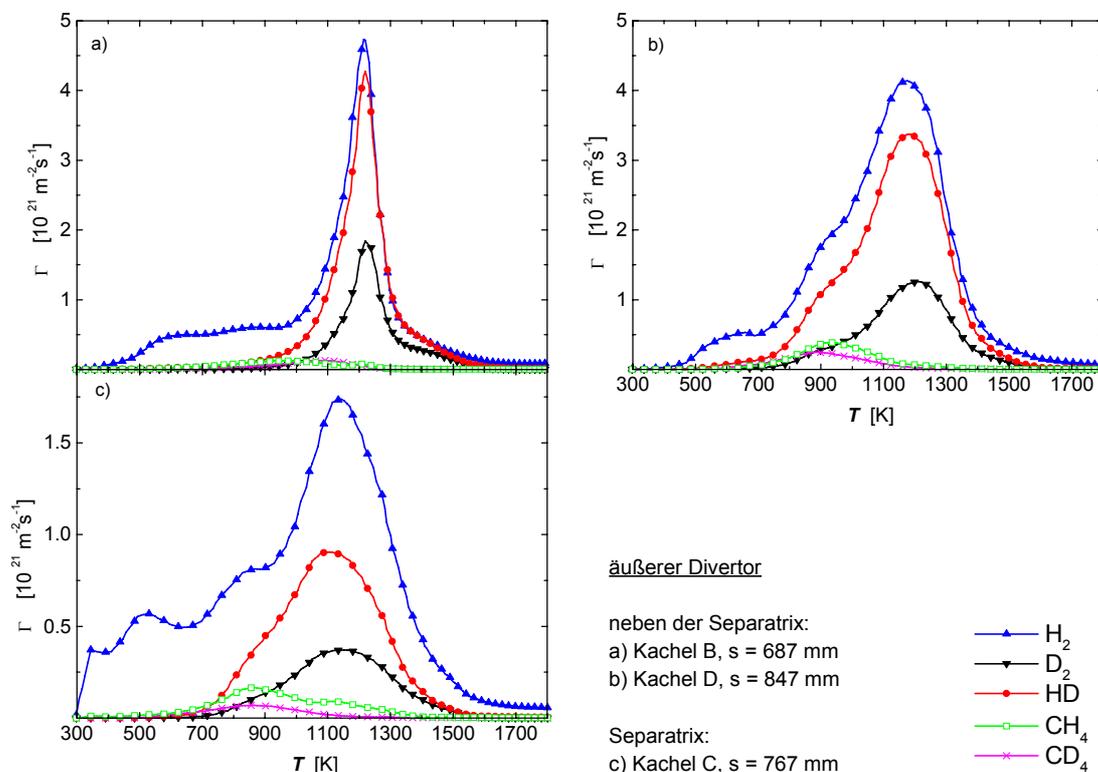


Abbildung 6.2: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von H_2 , D_2 , HD , CH_4 und CD_4 für Langzeitproben der Kacheln (B, C und D) des äußeren Divertors (neben und an der Separatrixposition).

Alle TPD-Spektren weisen für H_2 , HD und D_2 ein Hauptmaximum bei etwa (1150-1200) K auf. Für H_2 — und in geringerem Maße auch für HD — existieren weitere Nebenmaxima bei ungefähr 600 K, 850 K und z. T. auch bei ca. 1400 K. Das Hauptmaximum für CH_4 und CD_4 liegt bei etwa 900 K. Bei Temperaturen oberhalb von etwa 1600 K wird kein Deuterium mehr aus der Probe freigesetzt.

Um die vollständige Freisetzung von Deuterium aus den Proben im Temperaturbereich bis 2000 K zu überprüfen, wurden einige Proben im Abstand von mindestens einer Stunde nach der Hauptmessung erneut untersucht. Abbildung 6.3 zeigt am Beispiel einer Langzeitprobe die typischen Verläufe der TPD-Spektren von H_2 und D_2 für eine Hauptmessung und die zugehörige Folgemessung. Bei allen Folgemessungen konnte oberhalb der Meßgrenze

keinerlei Deuterium nachgewiesen werden. Die Desorptionsflußdichte für Wasserstoff wies keine Maxima auf und kann ausschließlich dem im Restgas der Anlage enthaltenen Wasserstoff zugewiesen werden. Der leichte Anstieg der Kurve liegt in der zunehmenden Freisetzung von Wasserstoff infolge der fortschreitenden Erwärmung benachbarter Rezipientenwände im Verlauf der Messung begründet.

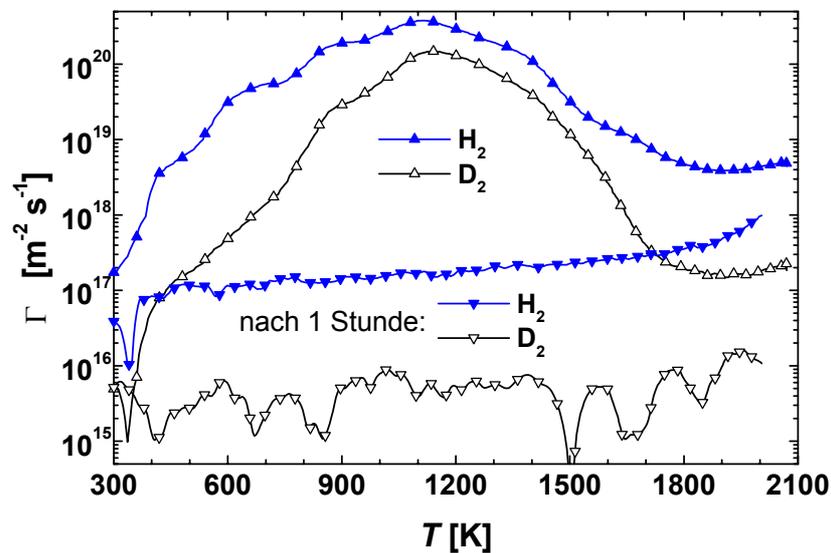


Abbildung 6.3: Vergleich der TPD-Spektren von Hauptmessung und Folgemessung anhand der Desorptionsflußdichten von H_2 und D_2 . Die Folgemessung wurde im Abstand von einer Stunde nach der Hauptmessung durchgeführt. Zur besseren Vergleichbarkeit der Kurven wurde eine logarithmische Skalierung der Ordinatenachse verwendet.

Inventare

Abbildung 6.4 zeigt als Überblick über die Größenordnungen der Inventare von Wasserstoff enthaltenden Gasen in den Langzeitproben die poloidale Verteilung der Inventare von H_2 , HD, CH_4 und des Gesamtinventars von Wasserstoff ($Q_{\Sigma H}$). Wasserstoff aus den Langzeitproben wird hauptsächlich in Form von H_2 und HD sowie in geringerem Maße in Form von CH_4 nachgewiesen.

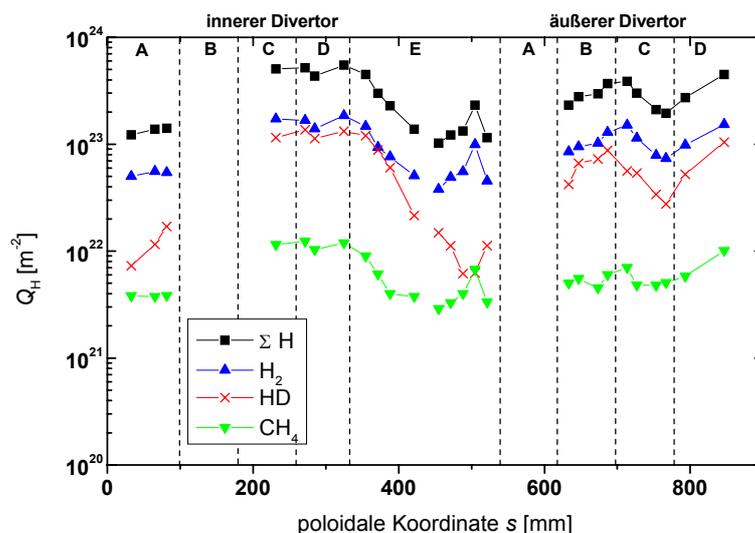


Abbildung 6.4: Poloidale Verteilung der Inventare von Gasen, die Wasserstoffatome enthalten, sowie des Inventars von Wasserstoff in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade.

Abbildung 6.5 zeigt die poloidale Verteilung der Inventare von D_2 , HD und CD_4 , sowie des Gesamtinventars von Deuterium ($Q_{\Sigma D}$). Deuterium wird aus den Proben hauptsächlich in Form von HD und D_2 sowie in geringerem Maße in Form von CD_4 abgegeben. Das gemessene Deuteriuminventar liegt im Bereich von 10^{22} m^{-2} bis $3 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ und ist damit im Vergleich zum Inventar einer gesättigten Oberflächenschicht, die unter den Bedingungen des Divertors vom ASDEX-Upgrade (Ionenenergien im Bereich von 100 eV) einige 10^{20} D-Atome/ m^2 enthält, um bis zu drei Zehnerpotenzen größer.

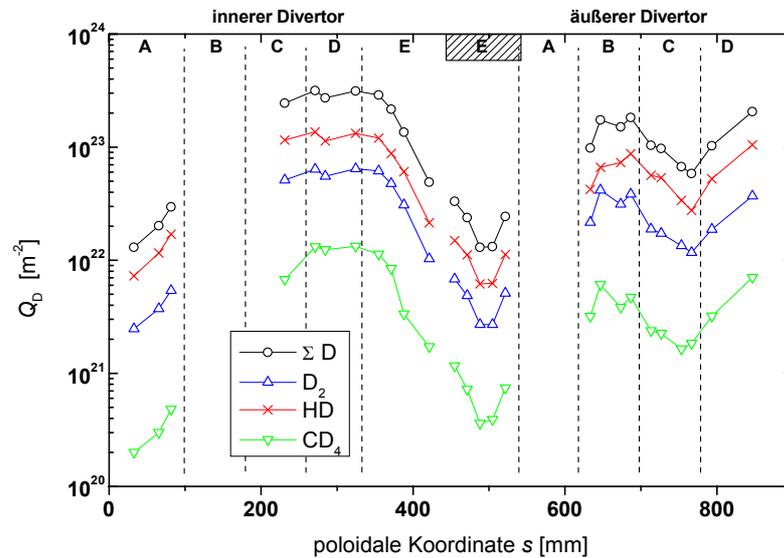


Abbildung 6.5: Poloidale Verteilung der Inventare von Gasen, die Deuteriumatome enthalten, sowie des Gesamtinventars von Deuterium in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade.

Das Maximum des Inventars liegt sowohl für Wasserstoff als auch für Deuterium im Bereich der Separatrixposition des inneren Divertors (vgl. Abbildung 5.5) und beträgt ungefähr $6 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ (für H) bzw. $3 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ (für D). Im Gegensatz dazu weisen die Inventare von Wasserstoff und Deuterium im Bereich der Separatrixposition des äußeren Divertors ein Minimum auf (vgl. Abbildung 5.5). Die kleinsten Inventare treten in den Randbereichen des inneren Divertors (Kachel A und abgeschatteter Teil von Kachel E) auf. Bis auf diese Randbereiche sind die Inventare der Wasserstoffisotope für den inneren Divertor um den Faktor ca. 2 größer als diejenigen für den äußeren Divertor.

6.1.2 Kurzzeitproben

Für die Kurzzeitproben liegen die Desorptionsflußdichten von H_2 im Mittel etwa zwei Größenordnungen über denen von D_2 . Da dieser Unterschied nicht aus den Plasmabedingungen herrühren kann (vgl. Tabelle 5.3) und Wasserstoff — im Gegensatz zu Deuterium — neben dem Plasmaeinfluß noch weitere Quellen besitzt (ausführliche Diskussion im Anhang: Kapitel 10.6), deutet dies darauf hin, daß der Anteil des aus dem Plasma stammenden Wasserstoffs nur eine untergeordnete Rolle spielt. Im Folgenden wird daher nur noch auf die Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 eingegangen. Lediglich die Wasserstoffinventare werden zum Vergleich mit den entsprechenden Deuteriuminventaren in den Kurzzeitproben und den Wasserstoffinventaren in den Langzeitproben aufgeführt.

TPD-Spektren

Von den beiden Divertorsonden wurden jeweils 7 Kurzzeitproben mittels TPD untersucht. Abbildung 6.6 zeigt die TPD-Spektren einer Probe der Divertorsonde 1 (links) und einer Probe der Divertorsonde 2 (rechts) im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix. Die Desorptionsflußdichten von D_2 und HD weisen bei einer Temperatur von ca. 1150 K jeweils ein breites Hauptmaximum auf. Außerdem deutet sich für eine Temperatur von ca. 800 K ein Nebenmaximum an. Für CD_4 existiert lediglich ein Maximum bei etwa 900 K. Während die Desorptionsflußdichte von HD für die Divertorsonde 1 etwa $10^{19} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ beträgt und somit etwa um den Faktor 2,5 größer als die Desorptionsflußdichte von D_2 ist, liegt die Desorptionsflußdichte von HD für Divertorsonde 2 nur noch wenig über der Desorptionsflußdichte von D_2 .

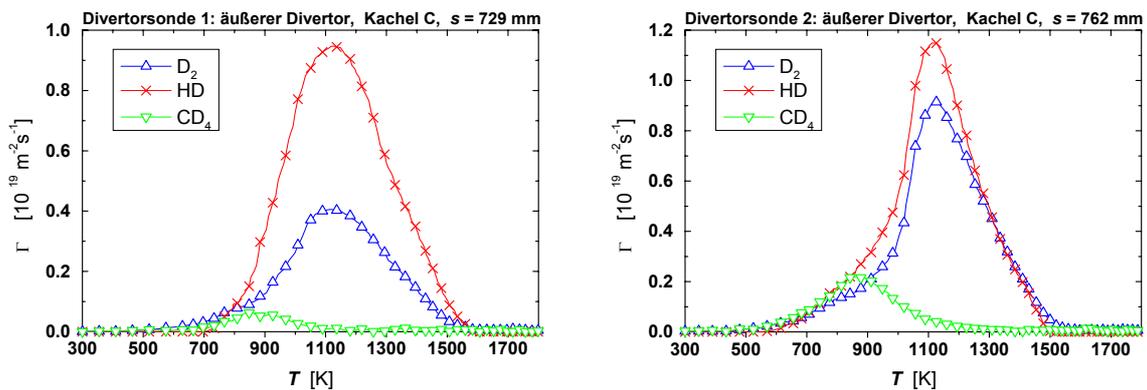


Abbildung 6.6: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für die beiden Proben im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix auf der jeweiligen Divertorsonde, d.h. für die Proben mit dem jeweils größten Deuteriuminventar (vgl. Abbildung 6.9).

Abbildung 6.7 zeigt die TPD-Spektren einer Probe der Divertorsonde 1 (links) und einer Probe der Divertorsonde 2 (rechts) für Bereiche außerhalb des Auftreffpunktes der Separatrix. Qualitativ sind die TPD-Spektren für Bereiche außerhalb der Separatrixposition (Abbildung 6.7) identisch mit denen im Bereich der Separatrixposition (Abbildung 6.6). Lediglich die Absolutwerte der Desorptionsflußdichten unterscheiden sich und sind außerhalb der Separatrixposition deutlich geringer.

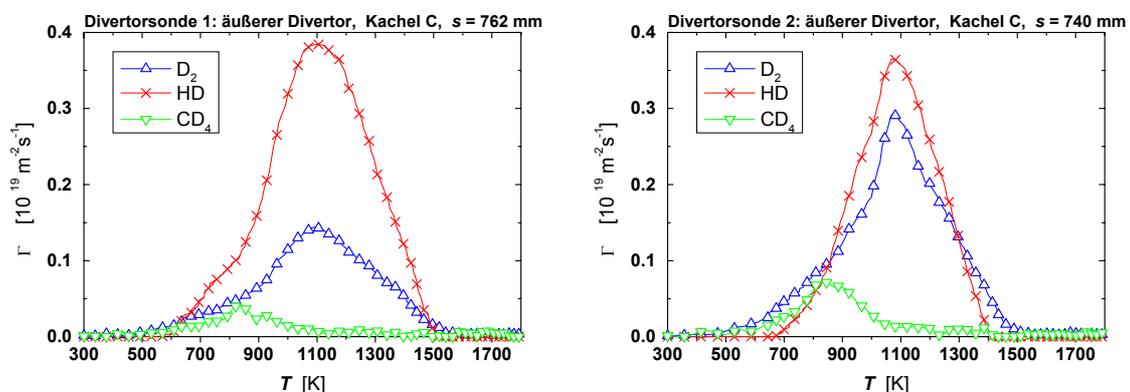


Abbildung 6.7: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für eine Probe von Divertorsonde 1 (links) und eine Probe von Divertorsonde 2 (rechts) von Bereichen außerhalb der Separatrixposition.

Inventare

Abbildung 6.8 zeigt die poloidale Verteilung der Inventare von H_2 , CH_4 und des Gesamtinventars von Wasserstoff in den Kurzzeitproben der beiden Divertorsonden. Die Inventare von Wasserstoff sind im untersuchten poloidalen Bereich (Kachel C des äußeren Divertors) nahezu konstant. Die ermittelten Gesamtinventare für Wasserstoff in den Kurzzeitproben liegen in der Größenordnung von einigen 10^{22} m^{-2} und sind somit etwa um den Faktor zehn kleiner als die entsprechenden Inventare in den Langzeitproben.

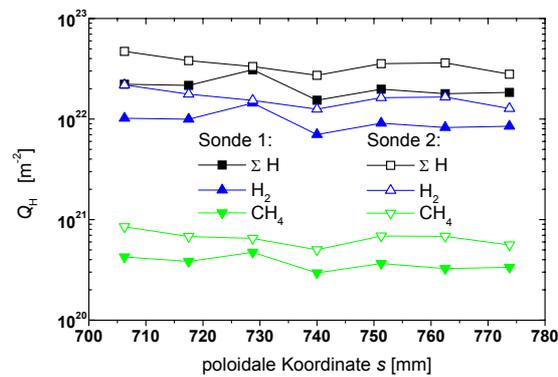


Abbildung 6.8: Poloidale Verteilung der Inventare von H_2 , CH_4 und des Gesamtinventars von Wasserstoff in den Proben der Divertorsonden 1 und 2.

Abbildung 6.9 zeigt die poloidale Verteilung der Inventare von Gasen, die Deuterium enthalten, in den Kurzzeitproben der beiden Divertorsonden. Für die Proben der Divertorsonde 1, die ausschließlich Plasmaentladungen mit Wasserstoff als Gas der Neutralteilcheninjektion ausgesetzt waren, wird Deuterium hauptsächlich in Form von HD freigesetzt. Demgegenüber wird für die Proben der Divertorsonde 2, die ausschließlich Plasmaentladungen mit Deuterium ausgesetzt waren, immerhin noch etwa 25 % des gesamten Deuteriuminventars als HD freigesetzt. Die Ursache dafür ist der Wasserstoffuntergrund von ca. 20 % in diesen Entladungen (vgl. Tabelle 5.3). Für die Divertorsonde 1 liegen die Deuteriuminventare im Bereich von $(2,4-5,4) \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2}$ und für die Divertorsonde 2 im Bereich von $(0,2-1) \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$. Die Maxima der Deuteriuminventare befinden sich für beide Sonden im Bereich der jeweiligen Separatrixposition (vgl. Abbildung 5.8 und Abbildung 5.9).

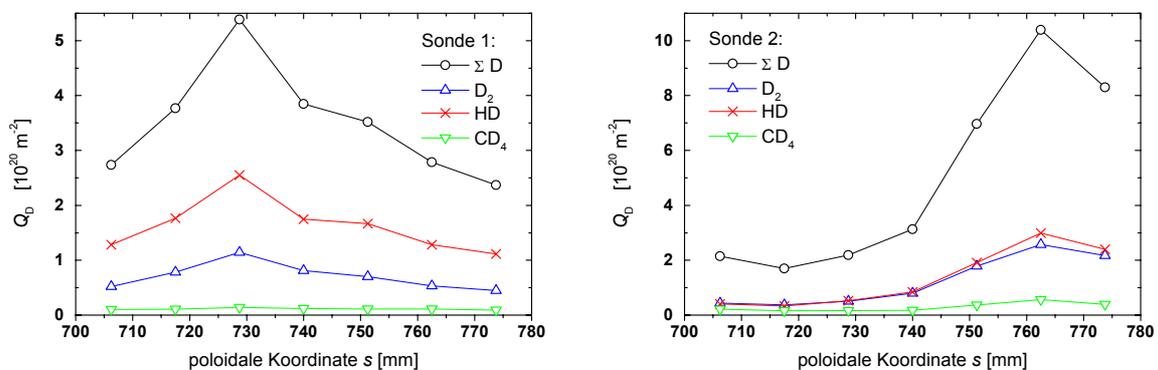


Abbildung 6.9: Poloidale Verteilung der Inventare von D_2 , HD, CD_4 und des Gesamtinventars von Deuterium in den Proben der Divertorsonden 1 (links) und 2 (rechts).

6.2 Wolframproben

TPD-Spektren

Wegen der toroidalen Neigung der Probenoberfläche der Wolframkacheln (s. Abbildung 5.4) existieren für jede poloidale Koordinate zwei Proben, von denen eine direkt dem Plasma ausgesetzt war (Plasmagebiet), während die andere vor dem Plasma abgeschattet war (Schattengebiet). Abbildung 6.10, Abbildung 6.11 und Abbildung 6.12 zeigen für die Kachel BC des inneren Divertors und Abbildung 6.13 und Abbildung 6.14 zeigen für die Kachel CD des äußeren Divertors die TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) für verschiedene poloidale Koordinaten¹. Im Allgemeinen bildet HD die Hauptkomponente in den TPD-Spektren der Wolframproben. Lediglich im abgeschatteten Bereich des inneren Divertors liegen die Desorptionsflußdichten von D_2 über denen von HD. Insgesamt lassen sich für D_2 zumindest vier verschiedene Maxima unterscheiden. Beim inneren Divertor liegt das breite Hauptmaximum für alle Proben bei einer Temperatur von etwa 1100 K. Für den äußeren (und z. T. auch für den inneren) Divertor tritt ein breites Maximum bei einer Temperatur von etwa 900 K auf. Ausschließlich beim äußeren Divertor treten ein kleines Maximum (vgl. Abbildung 6.13), das z. T. nur als Schulter ausgebildet ist, bei etwa 600 K und ein schmales Maximum bei etwa 1400 K auf. Das Maximum bei 1400 K ist besonders stark an der Separatrixposition im Plasmabereich des äußeren Divertors ausgeprägt (vgl. Abbildung 6.14). Bis auf das letztgenannte Maximum weist HD dieselben Maxima wie D_2 auf. Für CD_4 ist lediglich (hauptsächlich im abgeschatteten Bereich) ein Maximum bei einer Temperatur von etwa 900 K zu erkennen.

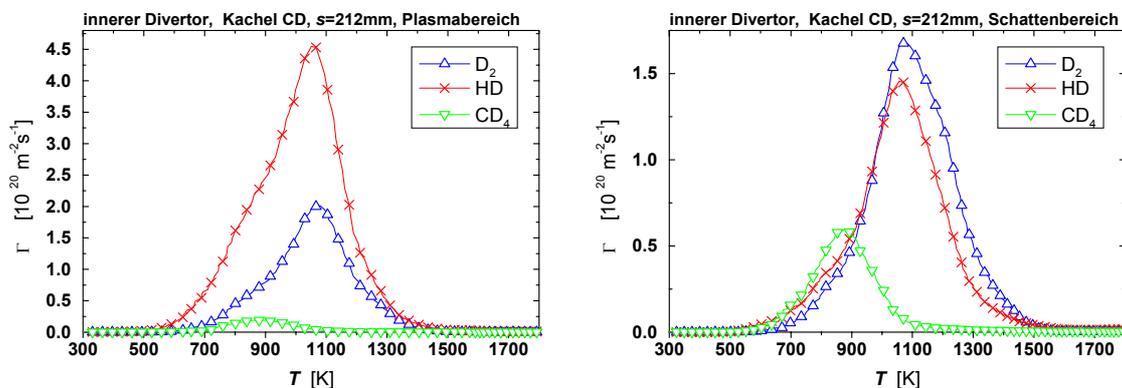


Abbildung 6.10: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) des linken Randes der Kachel CD des inneren Divertors.

¹ Zur besseren Veranschaulichung der Probenpositionen dient die aufklappbare letzte Seite des Anhangs. Dort sind die für die verschiedenen Probenarten die Anordnung der Divertorkacheln, die poloidale Koordinate s und die mittlere Separatrixposition dargestellt.

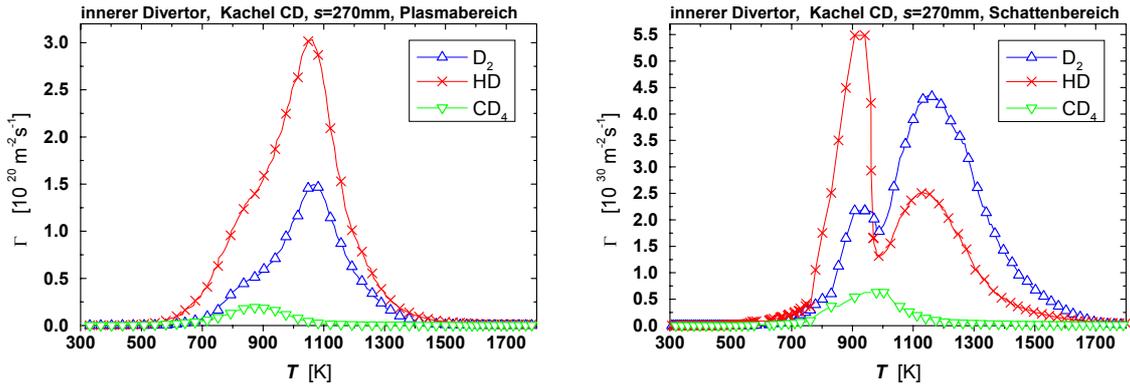


Abbildung 6.11: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) neben der Separatrixposition für die Kachel CD des inneren Divertors.

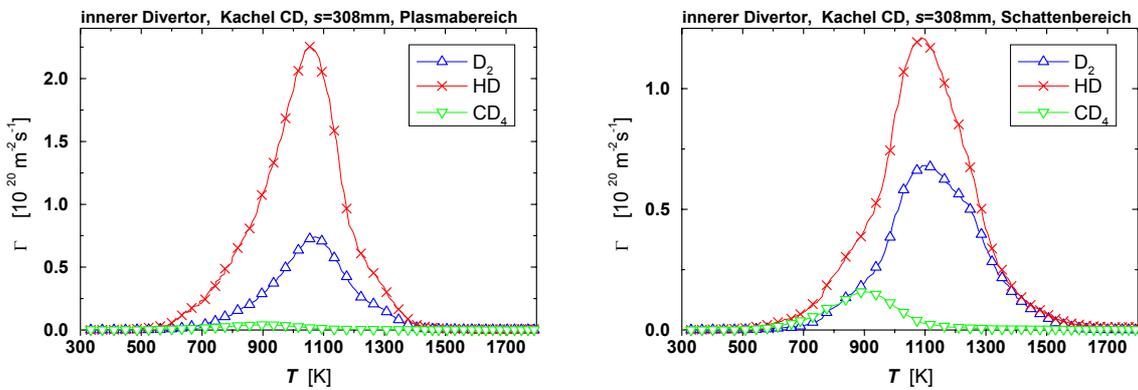


Abbildung 6.12: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) der Kachel CD des inneren Divertors im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix.

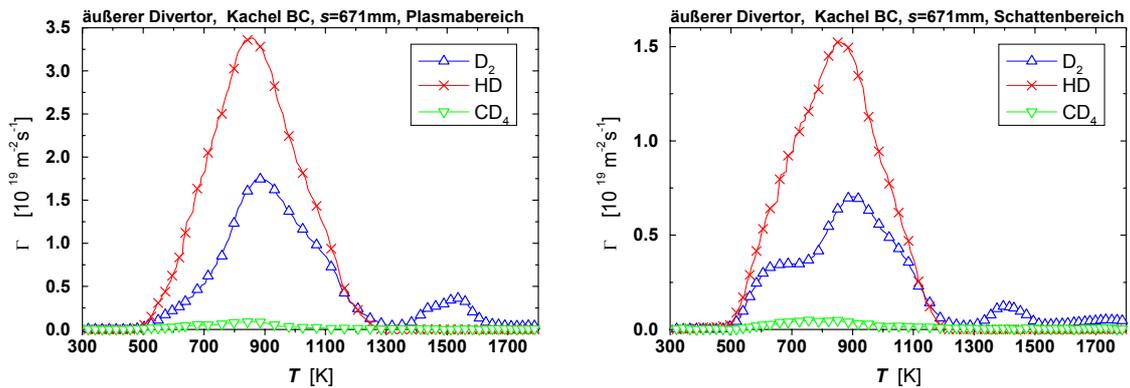


Abbildung 6.13: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) außerhalb der Separatrixposition der Kachel BC des äußeren Divertors.

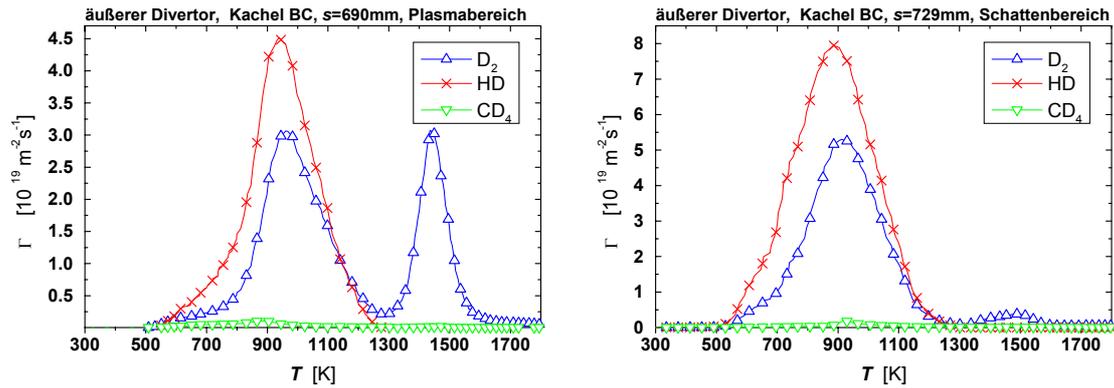


Abbildung 6.14: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und CD_4 für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) der Kachel BC des äußeren Divertors im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix.

Inventare

Wie schon im Fall der Lang- und Kurzzeitproben des Graphitdivertors dominiert der Wasserstoff auch für die Proben der Prallplatten mit Wolframschicht während der TPD-Messungen bei der Freisetzung der Wasserstoffisotope [91]. Abbildung 6.15 zeigt den poloidalen Verlauf sowohl für die Inventare von H_2 und CH_4 als auch für das Gesamtinventar von Wasserstoff. Die ermittelten Inventare von Wasserstoff liegen für alle Proben im Bereich von $(1,7-5,5) \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$. Wasserstoff wird aus den Wolframproben hauptsächlich als H_2 freigesetzt. Während im abgeschatteten Bereich der Anteil von HD am freigesetzten Wasserstoff bis zu einem Drittel beträgt, liegt der Anteil im Plasmabereich bei maximal 7 %.

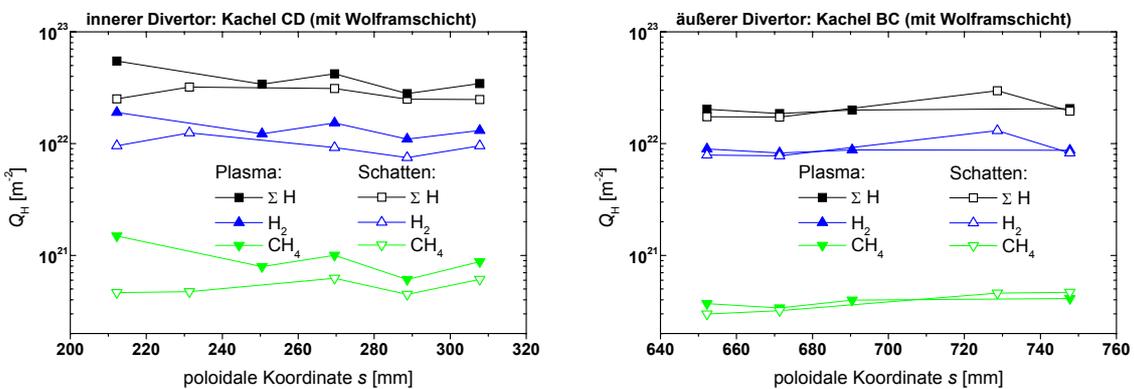


Abbildung 6.15: Poloidale Verteilung der Inventare von H_2 , CH_4 und des Gesamtinventars von Wasserstoff in den Wolframproben.

Abbildung 6.16 und Abbildung 6.17 zeigen die poloidale Verteilung der Inventare von Gasen, die Deuterium enthalten, in den Proben aus dem Plasmabereich bzw. dem abgeschatteten Bereich der Kachel CD des inneren (linke Seite der Abbildungen) und der Kachel BC des äußeren Wolframdivertors (rechte Seite der Abbildungen). Grundsätzlich sind die Inventare für den inneren Divertor etwa um den Faktor zehn größer als die Inventare für den äußeren Divertor. Die Inventare von Deuterium besitzen sowohl im Plasmabereich als auch im abgeschatteten Gebiet ein Minimum im Bereich der Separatrixposition ($s \approx 310 \text{ mm}$; vgl. Abbildung 5.10) des inneren Divertors und ein Maximum an der Separatrixposition ($s \approx 725 \text{ mm}$; vgl. Abbildung 5.10) des äußeren Divertors. Das größte Deuteriuminventar tritt im abgeschatteten Bereich des inneren Divertors unmittelbar neben der Separatrixposition auf

und beträgt etwa $5 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$. Der Anteil von deuteriertem Methan ist im abgeschatteten Gebiet grundsätzlich höher als im Plasmabereich mit derselben poloidalen Koordinate.

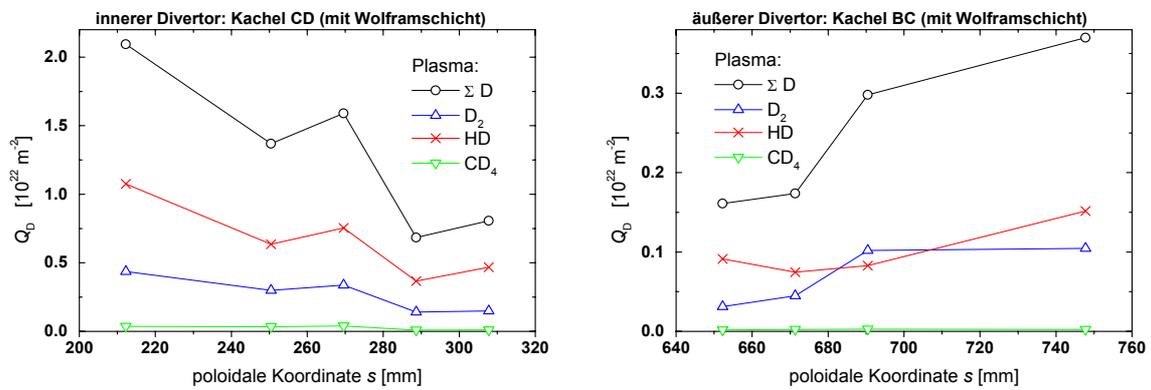


Abbildung 6.16: Poloidale Verteilung der Inventare von D_2 , HD, CD_4 und des Gesamtinventars von Deuterium in den Proben der Kacheln CD (links) bzw. BC (rechts) des Wolframdivertors, die dem Plasma direkt ausgesetzt waren.

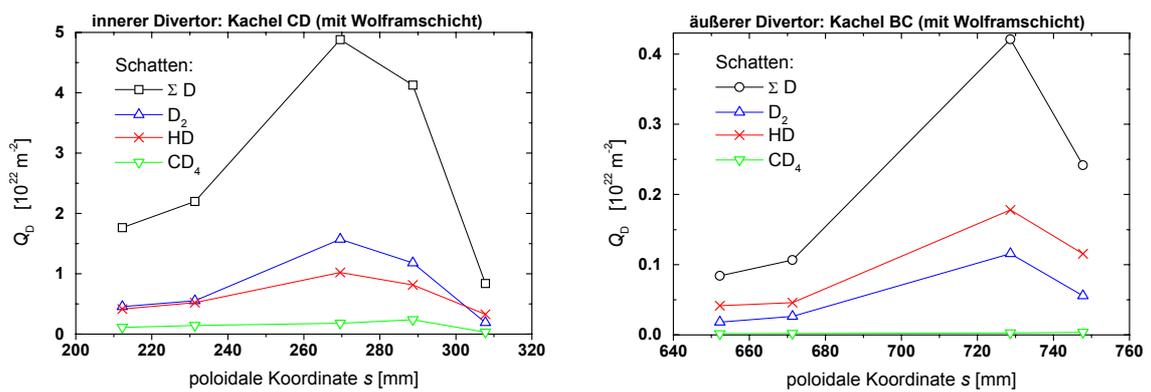


Abbildung 6.17: Poloidale Verteilung der Inventare von D_2 , HD, CD_4 und des Gesamtinventars von Deuterium in den Proben der abgeschatteten Bereiche der Kacheln CD (links) bzw. BC (rechts) des Wolframdivertors.

7 Diskussion der Meßergebnisse

7.1 Graphitproben

In diesem Kapitel sollen die wichtigsten Ergebnisse zu den Graphitproben diskutiert werden:

- die Wasserstoffinventare liegen trotz geringerer Fluenzen über den Deuteriuminventaren,
- die TPD-Messungen ergeben größere Deuteriuminventare als die NRA/ERDA-Messungen,
- die Deuteriuminventare in den Proben sind höher als sich mit Hilfe einer gesättigten Oberflächenschicht erklären läßt und
- die Inventare des inneren und äußeren Divertors weisen große Unterschiede mit einem Maximum an der Separatrixposition des inneren und einem Minimum an der Separatrixposition des äußeren Divertors auf.

7.1.1 Inventar von Wasserstoff in Graphit

Der mittlere Anteil von Wasserstoff (H) an den Wasserstoffisotopen (H+D) während der Plasmaentladungen im Plasmazentrum beträgt 27% für die Langzeitproben und 40% bzw. 20% für die Kurzzeitproben der beiden Divertorsonden. Demgegenüber liegt der in den Proben gemessene Anteil der Wasserstoffinventare Q_H am Gesamtinventar der Wasserstoffisotope (Q_H+Q_D) deutlich höher und beträgt 62% bzw. 72% für die Langzeitproben des inneren bzw. äußeren Divertors und 55% bzw. 35% für die Kurzzeitproben der beiden Divertorsonden.

Eine detaillierte Diskussion dieses überschüssigen Wasserstoffs in den Graphitproben ist im Kapitel 10.6 („H/D-Verhältnis“) des Anhangs zu finden.

Aus diesen Betrachtungen (anhand unbehandelter Graphitproben und der Diskussion der H/D-Verhältnisse) im Anhang wird ersichtlich, daß Wasserstoff in Graphitproben auch ohne Einwirkung eines Plasmas vorhanden ist. Mit hoher Wahrscheinlichkeit ist die Adsorption von Wasser während der Lagerung an Luft die Hauptquelle für den zusätzlichen Wasserstoff im Graphit. Somit lassen sich aus den Wasserstoffinventaren nur bedingt Aussagen zur Plasma-Wand-Wechselwirkung ableiten.

7.1.2 Vergleich mit den Ergebnissen anderer Meßmethoden

Abbildung 7.1 zeigt zur Einordnung der eigenen Ergebnisse den Vergleich der Deuteriuminventare, die mit TPD (s. Kapitel 3.2.1) bzw. den Ionenstrahlanalyseverfahren SIMS [220] und NRA [211] gemessen wurden. Die SIMS-Messungen wurden von SUN et al. [220] unter Nutzung von 5 keV Cs^+ -Ionen an Proben der Kachel B des inneren und der Kacheln A, B und D des äußeren Divertors durchgeführt. Die Nachweistiefe lag bei 10 μm bzw. 25 μm . Für die NRA-Messungen (s. Kapitel 1.2.1.1) nutzten SCHWÖRER und ROTH [211] die Kernreaktion ${}^3He(d,\alpha)p$, wobei Heliumionen mit einer Energie von 790 keV verwendet wurden. Die Nachweistiefe lag bei ungefähr einem Mikrometer.

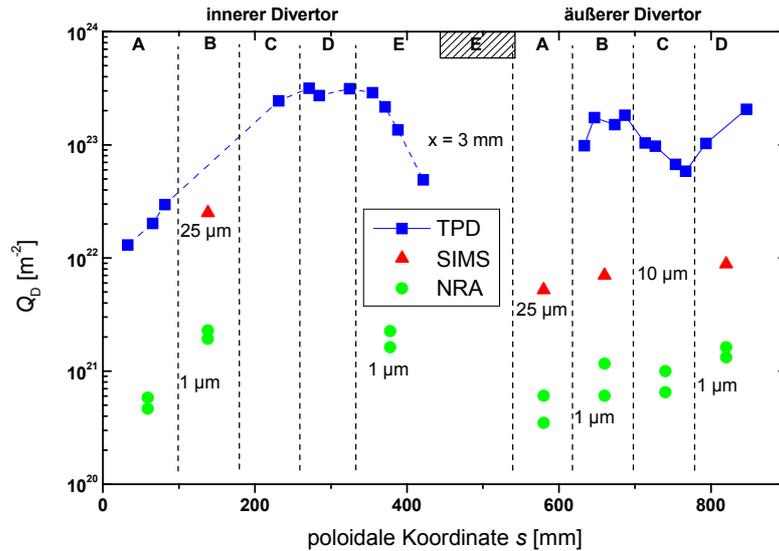


Abbildung 7.1: Vergleich der mit TPD und verschiedenen Ionenstrahlanalyseverfahren (SIMS [220] und NRA [211]) bestimmten Inventare von Deuterium in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. Der abgeschattete Bereich von Kachel E ist schraffiert dargestellt. Die Werte an den Datenpunkten geben die jeweilige Nachweistiefe an.

Die Wasserstoffinventare wurden mittels TPD bzw. mit ERDA [211] gemessen und sind in Abbildung 7.2 dargestellt. Für die ERDA-Messungen (vgl. Kapitel 1.2.1.2) benutzten SCHWÖRER et al. [211] einen ⁴He-Strahl mit einer Energie 2,6 MeV. Dabei betrug die Nachweistiefe $\leq 1,8 \mu$ m.

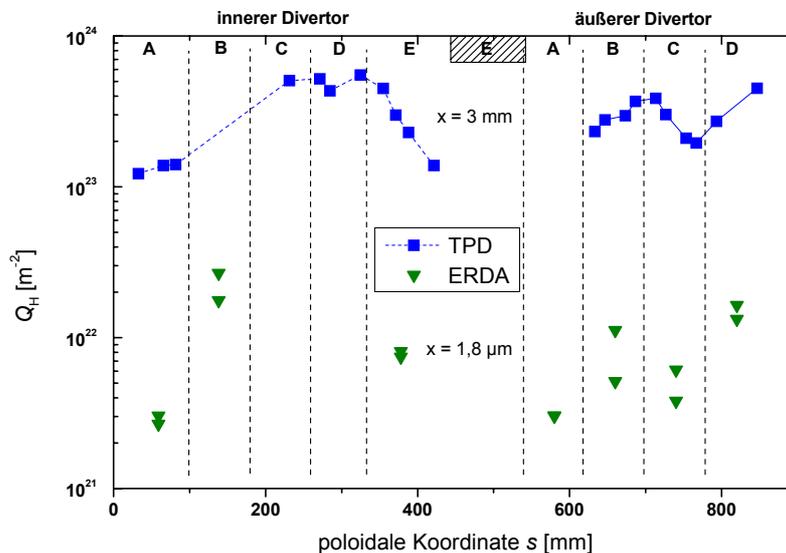


Abbildung 7.2: Vergleich der mit TPD und ERDA [211] bestimmten Inventare von Wasserstoff in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. Zu beachten sind die unterschiedlichen Nachweistiefen x der beiden Verfahren.

Während mit der TPD das Inventar in der gesamten Probe gemessen wurde (und die Nachweistiefe somit der Probendicke entspricht), lag die Nachweistiefe bei den Ionenstrahlanalyseverfahren jeweils im Bereich einiger Mikrometer. Mit den Ionenstrahlanalyseverfahren wurden jeweils nur einige Proben untersucht. In Abbildung 7.1 und Abbildung 7.2 ist eine direkte Abhängigkeit der ermittelten Inventare von der jeweiligen Nachweistiefe der

verwendeten Nachweisverfahren zu erkennen. Das Verhältnis der Deuteriuminventare, die mittels TPD, SIMS und NRA gemessen wurden, beträgt etwa

$$Q_D(TPD; x \approx 3\text{mm}) : Q_D(SIMS; x < 10\mu\text{m}) : Q_D(NRA; x < 1\mu\text{m}) = 100:10:1. \quad (7.1)$$

Die mit TPD gemessenen Wasserstoffinventare liegen bis zu zwei Größenordnungen über denen, die mit ERDA gemessenen wurden.

Diese Ergebnisse deuten darauf hin, daß ein großer Teil der Inventare von Deuterium und Wasserstoff in den Graphitproben des Divertors vom ASDEX-Upgrade an Haftstellen gebunden ist, die sich bis zu mehreren hundert Mikrometern tief im Graphitfestkörper befinden.

7.1.3 Tiefenprofile von Schnittproben

Zur groben Abschätzung der maximalen Tiefe von Deuterium in den Langzeitproben vom ASDEX-Upgrade wurde eine Graphitprobe (EK98) der Kachel E des inneren Divertors ($s=421$ mm) parallel zur Probenseite, die dem Plasma ausgesetzt war, in drei zylindrische Teile zerschnitten und jedes Teil einzeln mittels TPD untersucht. Abbildung 7.3 zeigt eine schematische Darstellung der drei Schnittproben mit den zugehörigen Werten der Tiefenkoordinate x .

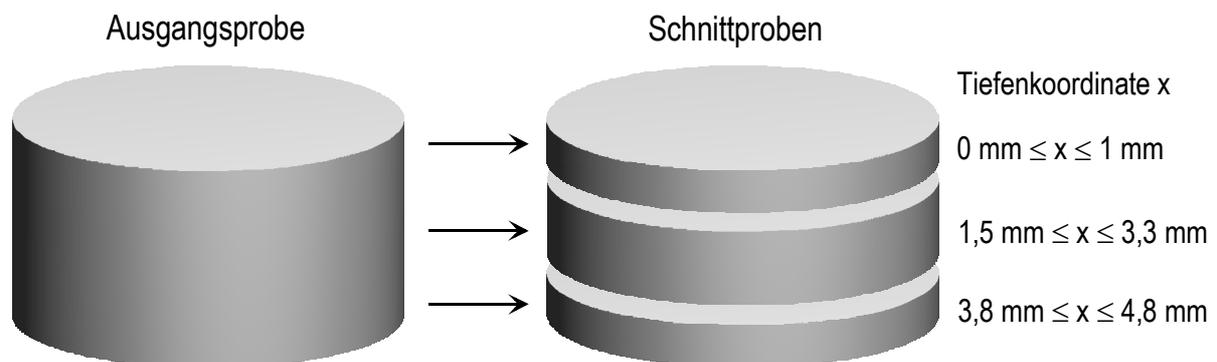


Abbildung 7.3: Schematische Darstellung der untersuchten Schnittproben (rechte Seite), welche aus einer Langzeitprobe aus EK98-Graphit (linke Seite) hergestellt wurden, die der Kachel E (poloidale Koordinate $s=421$ mm) des inneren Divertors vom ASDEX-Upgrade entnommen wurde. Für die Schnittproben sind weiterhin die zugehörigen Werte der Tiefenkoordinate x angegeben.

Abbildung 7.4 zeigt die Deuterium- und Wasserstoffinventare für die 3 Schnittproben entsprechend Abbildung 7.3 sowie für eine Probe gleichen Materials, die keinem Plasma ausgesetzt war. Außerdem sind die mit der benutzten Meßapparatur nachweisbaren kleinsten Deuterium- und Wasserstoffinventare angegeben. Diese wurden entsprechend Kapitel 4.2 aus den kleinsten oberhalb des Rauschens des QMS meßbaren Ionenströmen berechnet, die entsprechend Kapitel 10.5 korrigiert wurden. Ab einer Tiefe von 1,5 mm kann oberhalb der Nachweisgrenze kein Deuterium mehr in der Langzeitprobe vom ASDEX-Upgrade nachgewiesen werden. Unter Berücksichtigung der Ergebnisse von Kapitel 7.1.2 liegt die maximale Tiefe für das Vorhandensein von Deuterium in den Langzeitproben vom ASDEX-Upgrade somit im Bereich einiger hundert Mikrometer bis maximal 1,5 Millimeter.

Dagegen ist auch in größeren Probentiefen ein beträchtliches Wasserstoffinventar vorhanden, welches — extrapoliert auf die gesamte Probe — gut mit dem Inventar in der unbelasteten Probe übereinstimmt (s. a. Anhang 10.6.1). Dementsprechend ergibt sich der auf die Einwirkung des Plasmas zurückzuführende Anteil des Wasserstoffinventars in der Schnittprobe (Q_{H_Plasma}) aus der Differenz der Wasserstoffinventare für das oberste Teilstück (Tiefe ≤ 1 mm) und für eines der beiden anderen Teilstücke. Q_{H_Plasma} beträgt somit etwa $1 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$.

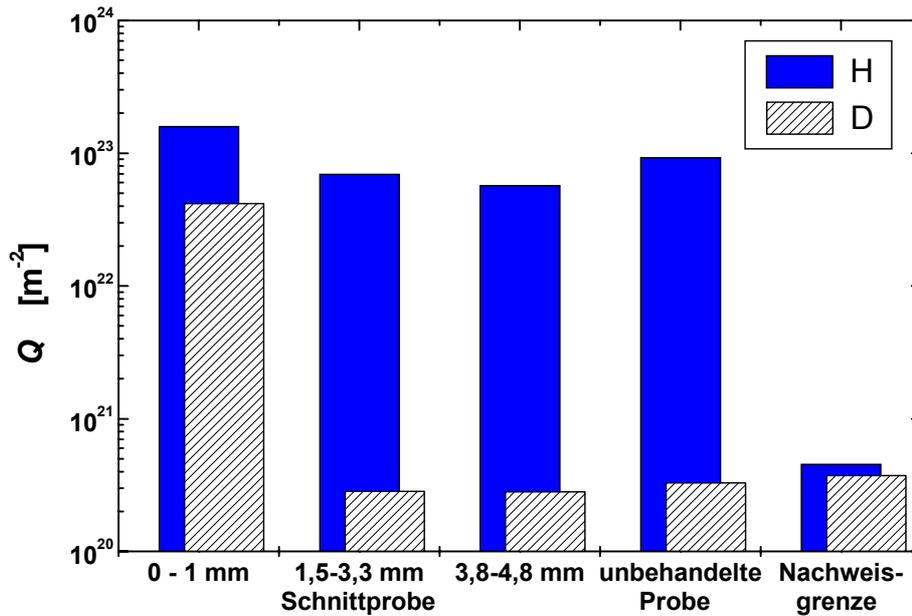


Abbildung 7.4: Gesamtinventare von Deuterium und Wasserstoff für unterschiedlichen Probentiefen am Beispiel der Ergebnisse für die drei Schnittproben. Zum Vergleich sind die Gesamtinventare für eine unbehandelte Probe, die keinerlei Entladungen ausgesetzt war, und für die Nachweisgrenze der Meßapparatur dargestellt.

7.1.4 Einbaumechanismen

Die gemessenen Deuteriuminventare weisen in Abhängigkeit von der poloidalen Position der untersuchten Proben große Unterschiede auf. Die Untersuchung der Oberflächenbeschaffenheit ermöglicht im Zusammenhang mit Tiefenprofilen Rückschlüsse auf das Vorhandensein kodeponierter Schichten (Kapitel 7.1.4.1). Mit diesen Informationen, der Kenntnis der poloidalen Plasmabedingungen und dem Vergleich der Inventare in oberflächennahen Schichten mit den Gesamtinventaren von Deuterium in den Proben lassen sich Aussagen zu den Mechanismen für den Einbau von Wasserstoffisotopen treffen (Kapitel 7.1.4.2).

7.1.4.1 Oberflächenbeschaffenheit

Das Vorhandensein kodeponierter Schichten beim Graphitdivertor vom ASDEX-Upgrade wurde von GARCÍA-ROSALES et al. [99] anhand von Wolframkacheln untersucht, die innerhalb der Experimentierphase 12/94 bis 7/95 zwischenzeitlich als Divertorsonden an den Positionen der C- und D-Kachel des inneren bzw. an den Positionen der B- und C-Kachel des äußeren Graphitdivertors eingesetzt waren.

Dazu wurde die Zusammensetzung der Oberflächenschichten dieser Testkacheln mit Auger-Tiefenanalyse ("sputter Auger analysis") unter Nutzung eines 10 keV Ar⁺-Strahls bestimmt [23,99]. Während im Gebiet der Separatrixposition in den Oberflächenschichten sowohl für den inneren als auch für den äußeren Divertor nur ein geringer Kohlenstoffgehalt nachgewiesen werden konnte, wurden für die Prallplatten des inneren Divertors außerhalb der Separatrixposition kodeponierte Schichten mit mehr als 20 µm Dicke gefunden. Dagegen wies der äußere Divertor außerhalb der Separatrixposition nur ca. 100 nm dünne kodeponierte Schichten auf. Diese Ergebnisse lassen sich mit den hinsichtlich der Materialbilanz der Plasma-Wand-Wechselwirkung unterschiedlichen Plasmabedingungen für den inneren und den äußeren Divertor erklären [143]. Für die Plasmabedingungen beim ASDEX-Upgrade (und z. B. auch beim Fusionsexperiment DIII-D [235]) überwiegt für den inneren Divertor —

besonders außerhalb der Separatrixposition — die Kodeponierung von C-H- bzw. C-D-Schichten, während beim äußeren Divertor — besonders im Bereich der Separatrix — Erosion von Divertormaterial vorherrscht [23].

Tiefenprofile

Abbildung 7.5 zeigt die Tiefenprofile von Deuterium für Proben der Kachel B des inneren und der Kacheln A, B und C des äußeren Graphitdivertors (Sektor 7) vom ASDEX-Upgrade. Diese wurden von SUN et al. [220] mit SIMS gemessen (s. Kapitel 7.1.2). Dabei konnte Deuterium noch in Tiefen von 10 μm bis 25 μm , d.h. weit außerhalb des Implantationsbereiches, mit Konzentrationen von einigen 10^{-4} D/C — also unterhalb der natürlichen Haftstellenkonzentration — nachgewiesen werden. Während die Tiefenprofile von Deuterium für die Proben des äußeren Divertors Deuteriumkonzentrationen aufweisen, die mit zunehmender Tiefe beständig abnehmen, zeigt das Tiefenprofil für die B-Kachel des inneren Divertors bis zu einem Abstand von der Oberfläche von 2 μm eine nahezu konstante Deuteriumkonzentration von ungefähr 0,08 D/C. Erst tiefer im Inneren der Probe ist eine Abnahme der Deuteriumkonzentration zu verzeichnen. Die über einen Bereich von 2 μm konstante Deuteriumkonzentration ist ein deutliches Indiz für das Vorhandensein einer kodeponierten Schicht. Verglichen mit der Sättigungskonzentration bei Raumtemperatur von ungefähr 0,4 D/C ist die Deuteriumkonzentration an der Oberfläche geringer. Dies kann mit den erhöhten Temperaturen während der Plasmaentladung erklärt werden. Mit den angegebenen Werten läßt sich für diese kodeponierten Schichten ein Deuteriuminventar von etwa $1,6 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$ berechnen, welches kleiner als das Gesamtinventar von Deuterium für vergleichbare Graphitproben des inneren Divertors ist (s. a. Abbildung 6.5). Die Kodeponierung ist daher nur für Gebiete außerhalb der Separatrixposition der bestimmende Mechanismus für den Einbau von Deuterium in die oberflächennahen Bereiche des inneren Divertors.

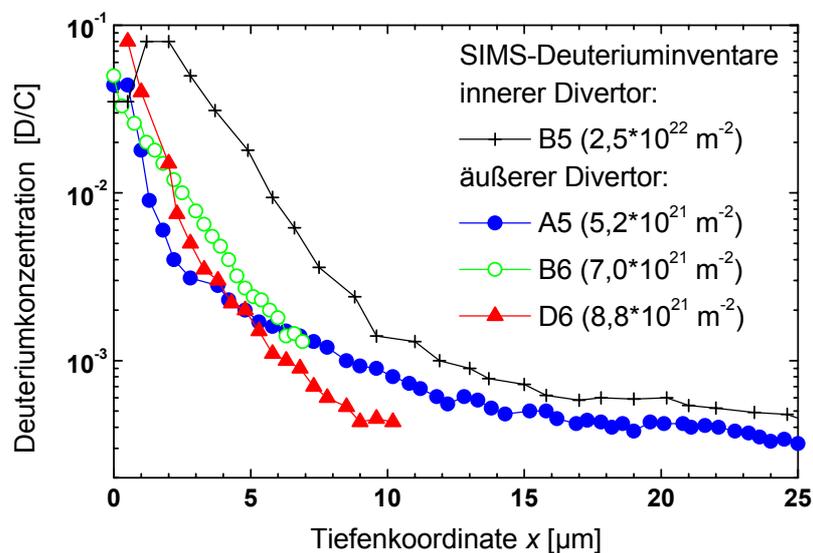


Abbildung 7.5: Tiefenprofile von Deuterium für Langzeitproben der Kachel B des inneren und der Kacheln A, B und C des äußeren Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade nach [220]. In Klammern sind die Deuteriuminventare angegeben, die durch Integration über die Tiefenkoordinate x berechnet wurden.

7.1.4.2 Korrelation von Inventaren und Separatrixposition

Langzeitproben

Abbildung 7.6 zeigt für die Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade einen Vergleich der Deuteriuminventare mit den Fluenzen der auf den Divertor getroffenen Wasserstoffisotope und mit dem Verlauf der mittleren Temperaturen an der Oberfläche des Divertors (vgl. Kapitel 5.2.2). Für den inneren Divertor stimmt die poloidale Verteilung des Deuteriuminventars in den Langzeitproben gut mit den Verteilungen von Fluenz und mittlerer Temperatur der Divertoroberfläche überein. Das Deuteriuminventar weist ein breites Maximum mit einem kleinen lokalen Minimum im Bereich der Separatrixposition (Maximum der mittleren Oberflächentemperatur; vgl. Kapitel 10.2) auf. Trotz der deutlich höheren Fluenzen sind die Deuteriuminventare beim äußeren Divertor um den Faktor ungefähr 2 kleiner als beim inneren Divertor und weisen im Bereich der Separatrixposition ein breites Minimum auf. Dies läßt sich damit erklären, daß die während der Plasmaentladungen deutlich höheren Temperaturen an der Oberfläche des äußeren Divertors zu einer Entleerung der oberflächennahen Schichten führen. Aufgrund der bei höheren Temperaturen geringeren Konzentrationen von Wasserstoff und Deuterium in Graphit (Festkörper und Oberflächenschichten) ist auch der Diffusionsfluß in tiefere Bereiche des Graphitfestkörpers reduziert. Schließlich können auch einzelne Entladungen, bei denen Temperaturen auftreten, die zur Desorption von Wasserstoffisotopen ausreichen, hinsichtlich der Inventare zu signifikanten Unterschieden zwischen innerem und äußerem Divertor führen. Als Beispiel hierfür läßt sich die Plasmaentladung 6907 (vgl. Abbildung 5.6) nennen, bei der zwischen innerem und äußerem Divertor ein Unterschied der mittleren Oberflächentemperatur von etwa 200 K auftrat.

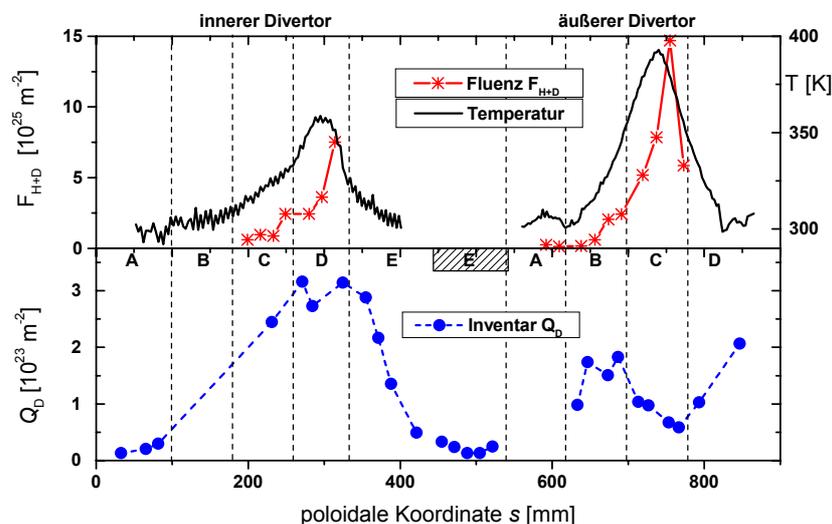


Abbildung 7.6: Vergleich der gemessenen poloidalen Verteilung des Deuteriuminventars mit den poloidalen Verteilungen der auf den Divertor getroffenen Fluenz von Wasserstoffisotopen [234] und der mittleren Oberflächentemperatur [116] für die Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. [91,93] Der abgeschattete Bereich von Kachel E ist schraffiert dargestellt.

Unter Berücksichtigung der Ergebnisse von GARCÍA-ROSALES et al. [99] und von SUN et al. [220] (s. Kapitel 7.1.4.1) läßt sich schlußfolgern, daß die Diffusion von Deuterium aus der Implantationszone bzw. aus den kodeponierten Schichten bis tief in den Graphit hinein der bestimmende Einbaumechanismus für Deuterium in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade ist.

Aus der Untersuchung der kodeponierten Schichten und den Tiefenprofilen wird ersichtlich, daß die Kodeponierung nur für die Gebiete des inneren Divertors außerhalb der Separatrix-

position den bestimmenden Mechanismus für den Einbau von Deuterium in die oberflächennahen Bereiche des Graphitdivertors darstellt. In den anderen Gebieten des Graphitdivertors scheinen die hohen Temperaturen zu einer Entleerung der dünnen kodeponierten Schichten (äußerer Divertor außerhalb der Separatrixposition) bzw. der gesättigten Oberflächenschichten (Separatrixpositionen) geführt zu haben [44]. In diesen Gebieten kann eine beträchtliche Anzahl von Deuteriumatomen aus den mehrere μm dicken kodeponierten Schichten bzw. den mehrere zehn Nanometer dicken, gesättigten Oberflächenschichten des Implantationsbereiches bis tief in den Graphitfestkörper diffundieren. Im Bereich der Separatrixposition beträgt der Anteil des tief in der Graphitprobe gebundenen Deuteriums am gesamten Deuteriuminventar der jeweiligen Graphitprobe bis zu 90 % (vgl. Abbildung 7.1). Mit den von SUN et al. [220] (s. Kapitel 7.1.4.1) für tiefere Schichten ($10\ \mu\text{m}$ bzw. $25\ \mu\text{m}$) bestimmten Konzentrationen und dem im Inneren der Proben (unterhalb der Oberflächenschichten) angesammelten Inventar Q_{D_tief} läßt sich eine maximale Tiefenkoordinate x_{Max} für Deuteriuminventare in den Graphitproben abschätzen. Q_{D_tief} ergibt sich aus dem Vergleich der Deuteriuminventare aus den SIMS- und den TPD-Messungen und liegt bei etwa $10^{23}\ \text{m}^{-2}$. Für die Langzeitproben des Graphitdivertors mit Deuteriumkonzentrationen c_D zwischen $10^{-3}\ \text{D/C}$ und $10^{-4}\ \text{D/C}$ [220] läßt sich mit Hilfe der Formel $x_{Max} = Q_{D_tief} / c_D n_C$ unter Verwendung der Teilchendichte n_C von Kohlenstoff (ca. $1 \cdot 10^{29}\ \text{m}^{-3}$) für das Vorhandensein von Deuteriuminventaren eine maximale Tiefe von mehr als 1000 Mikrometern berechnen. Dieses Ergebnis stimmt gut mit den Abschätzungen für den Vergleich der Ergebnisse von TPD und Ionenstrahlanalyseverfahren (Kapitel 7.1.2) sowie für die Ergebnisse für die Schnittproben (Kapitel 7.1.3) überein. Mit Konzentrationen von einigen $10^{-4}\ \text{D/C}$ [220] in den untersuchten Proben sind die natürlichen Haftstellen nicht vollständig gesättigt [91]. Demzufolge würden zusätzliche Plasmaentladungen zu einem weiteren Anstieg des Wasserstoff- und Deuteriuminventars in den Bereichen unterhalb der oberflächennahen Schichten des Graphitfestkörpers führen.

Kurzzeitproben

Abbildung 7.7 zeigt einen Vergleich der Deuteriuminventare in den beiden Kurzzeitproben mit den Fluenzen (H+D) und den mittleren Temperaturen an der Oberfläche der Divertorkacheln.

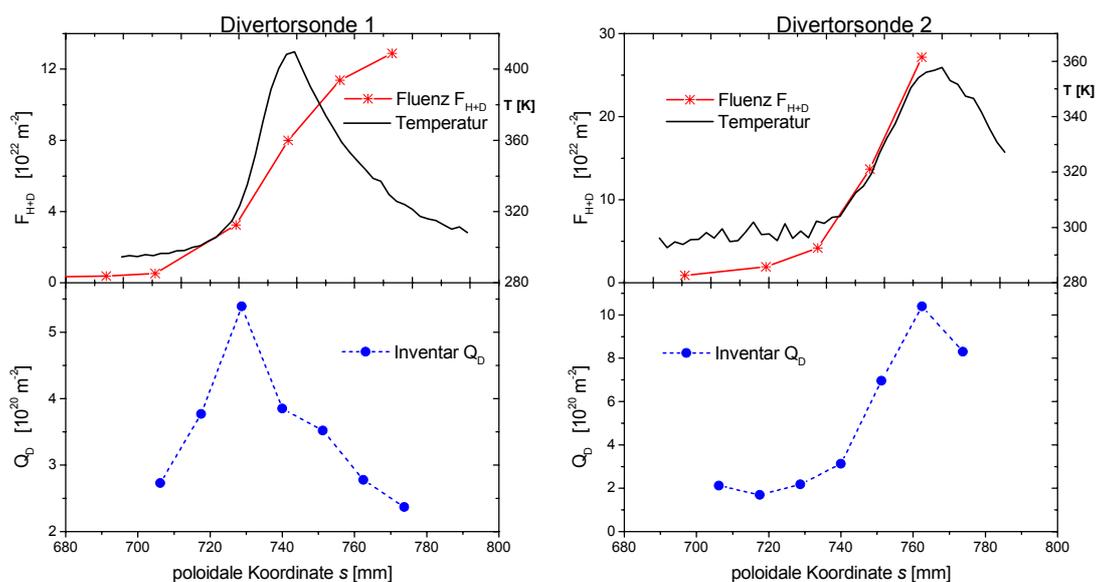


Abbildung 7.7: Vergleich der gemessenen poloidalen Verteilung des Deuteriuminventars mit den poloidalen Verteilungen der auf den Divertor getroffenen Fluenz von Wasserstoffisotopen [234] und der

mittleren Oberflächentemperatur [116] für die Kurzzeitproben der Divertorsonden des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. [94]

Im Gegensatz zu den Ergebnissen der Untersuchungen mit den Langzeitproben des äußeren Divertors weist das Deuteriuminventar im Bereich der Separatrixposition (Maximum der mittleren Oberflächentemperatur; vgl. Kapitel 10.2) ein Maximum auf. Die gemessenen Deuteriuminventare liegen für die Proben der Divertorsonden im Bereich von $(2,4-5,4) \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2}$ für Sonde 1 bzw. im Bereich von $(2-10) \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2}$ für Sonde 2. Die Inventare sind etwa um den Faktor 10 größer als das Inventar, welches unter den Bedingungen vom ASDEX-Upgrade in einer gesättigten Oberflächenschicht enthalten wäre. Das zusätzliche Inventar kann mit der Diffusion von Deuterium entlang offener Poren oder an Korngrenzen heraus aus der Implantationszone bis tief hinein in den Graphitfestkörper erklärt werden.

7.1.5 Deuteriumbilanz

Im Hinblick auf die Kontrolle der Plasmadichte und die für das ITER-Projekt [78,168,246, 249-250] geplante Verwendung von radioaktivem Tritium [104,167,176] sind die Deuteriumbilanz und das insgesamt aufgesammelte Wasserstoffinventar von Interesse.

Die Deuteriumbilanz kann anhand der mit TPD gemessenen Deuteriuminventare in den Proben und der auf die Probenoberflächen aufgetroffenen Fluenzen von Deuterium betrachtet werden. Im Gegensatz zu den Deuteriuminventaren können die Fluenzen F_D von Deuterium jedoch nicht direkt bestimmt werden, da mit den LANGMUIR-Sonden [103] die Fluenzen F_{H+D} aller auftreffenden Wasserstoffisotope gemessen werden. Allerdings kann das Verhältnis von Wasserstoff und Deuterium im Plasma aus den Spektren der durch Ladungsausgleich entstandenen energetischen Neutralteilchen (CX-Neutralteilchen) bestimmt werden. Dieses Verhältnis unterliegt während der Plasmaentladung einer zeitlichen Änderung. Sowohl der zeitliche Verlauf als auch die Absolutwerte unterscheiden sich für das Plasmazentrum und die Plasmarandschicht nicht wesentlich. Unter Zuhilfenahme des zeitlichen Mittelwertes $g_{H/(H+D)}$ für das Verhältnis von Wasserstoff und Deuterium kann die Fluenz F_D von Deuterium

$$F_D = (1 - g_{H/(H+D)}) \cdot F_{H+D} \quad (7.2)$$

und schließlich der relative Anteil Θ_D des in den Proben zurückgehaltenen Deuteriums am gesamten auf die Probenoberfläche aufgetroffenen Deuterium berechnet werden:

$$\Theta_D = \frac{\int Q_D ds}{\int F_D ds}, \quad (7.3)$$

wobei s die poloidale Koordinate ist.

Tabelle 7.1 zeigt eine Aufstellung von Parametern und Ergebnissen für die Langzeit- und Kurzzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. Verglichen mit den Ergebnissen für die Langzeitproben sind die Deuteriuminventare der Kurzzeitproben — trotz Fluenzen, die um teilweise mehr als drei Größenordnungen geringer sind — nur um etwa zwei Größenordnungen kleiner. Der relative Anteil des in den Proben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade zurückgehaltenen Deuteriums beträgt für die Langzeitproben etwa 0,1 % und für die Kurzzeitproben etwa 1 %.

Der höhere zurückgehaltene Anteil von Deuterium in den Kurzzeitproben läßt sich durch die niedrigen Maximaltemperaturen der Kacheln während der Entladungen erklären. Diese lagen bei 460 K bzw. 380 K (vgl. Abbildung 5.7) und waren somit deutlich niedriger als die zur Freisetzung von Deuterium aus den C-D-Bindungen des Graphits nötige Temperatur von

600 K [91,198]. Die maximalen Temperaturen bei den Langzeitproben lagen bei 900 K. Dies ist ausreichend, um zumindest eine teilweise Freisetzung des Deuteriums aus den Bindungen im Graphit — und somit eine Verringerung des zurückgehaltenen Anteils — zu bewirken.

Tabelle 7.1: Vergleich von Parametern [92-95,116,234] und Ergebnissen der eigenen TPD-Messungen für die Langzeit- und Kurzzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade.

Bezeichnung der Graphitproben	Langzeitproben		Kurzzeitproben	
	innen	außen	Sonde 1	Sonde 2
Divertor				
maximal aufgetroffene Fluenzen (H+D) [m ⁻²]	8·10 ²⁵	15·10 ²⁵	12·10 ²²	27·10 ²²
größtes Deuteriuminventar [m ⁻²]	4·10 ²³	2·10 ²³	5·10 ²⁰	10·10 ²⁰
zurückgehaltener Anteil Θ_D (aus Gl. 7.3)	0,1 %		1 %	
größte mittlere Temperatur T_{Mittel} [K]	350 K	400 K	440 K	370 K
maximale Temperatur [K]	900 K	900 K	460 K	380 K
Anzahl der Entladungen	2029		2	
Gesamtdauer der Entladungen	ca. 6000 s		ca. 6 s	
H/(H+D) (im Plasmazentrum)	27 %		40 %	20 %
$Q_H/(Q_H+Q_D)$	62%	72%	55%	35%

Beitrag der Inventare von CX-Neutralteilchen¹ zum Gesamtinventar von Wasserstoff

Für die Langzeitproben von Kachel A und dem abgeschatteten Bereich von Kachel E des inneren Divertors wurden trotz der dort geringen Plasmabelastung Deuteriuminventare von einigen 10²² m⁻² gemessen (s. Abbildung 7.2). Dies ist ein Hinweis darauf, daß auch die Implantation von CX-Neutralteilchen (s. Anhang 10.1) eine Rolle beim Aufbau des Deuteriuminventars in Graphit spielt. Die Flüsse — und somit auch die Fluenz — von CX-Neutralteilchen in Richtung des Divertors liegen etwa drei Größenordnungen unter denen der Plasmaionen [91,94]. Da die Energie der CX-Neutralteilchen einige Kiloelektronenvolt [21,94,215] betragen kann, liegt das Inventar der entsprechenden gesättigten Implantationsschicht im Bereich von einigen 10²¹ m⁻² (vgl. Gleichung 10.5) und ist somit vergleichbar mit dem Deuteriuminventar in den Kurzzeitproben. Allerdings kann eine Sättigung nur auftreten, wenn die Fluenz der auftreffenden CX-Neutralteilchen die zur Sättigung nötige Fluenz übersteigt. Die Fluenzen von CX-Neutralteilchen für die Entladungen mit den Kurzzeitproben betragen einige 10¹⁹ m⁻² [94]. Für eine Sättigung der Oberflächenschicht sind diese Werte jedoch zu gering. Dementsprechend spielen die Inventare von CX-Neutralteilchen — bis auf Gebiete mit geringer Plasmabelastung — für das Gesamtinventar von Deuterium nur eine untergeordnete Rolle.

Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen in den Langzeitproben

Für den Zeitraum der Anwesenheit der Langzeitproben im ASDEX-Upgrade beträgt die Anzahl der während der Entladungen insgesamt auf die Divertorplatten aufgetroffenen Wasserstoff- und Deuteriumatome etwa 7·10²³ (H+D). Dies entspricht einer Masse von $m_{H+D} \approx 2$ g. Im Vergleich dazu enthält eine typische Plasmaentladung im ASDEX-Upgrade etwa 5·10²⁰ Wasserstoff- oder Deuteriumteilchen, d. h. etwa 3 Größenordnungen weniger als in den Divertorplatten. Demgegenüber liegen die typischen Teilchenflüsse (H+D) während einer Plasmaentladung im Bereich von 10²⁰-10²¹ s⁻¹ und somit in der gleichen Größenordnung wie der in den Graphitkacheln aufgesammelte Teilchenfluß. Demzufolge wird ein bedeutender Anteil der in die Plasmaentladung eingebrachten Wasserstoff- und Deuteriumteilchen in den Graphitkacheln des Divertors aufgesammelt. Dieser während einer Plasma-

¹ energiereiche Wasserstoffatome, welche durch Ladungsaustausch im Plasma gebildet werden

entladung in den inneren Wänden zurückgehaltene Anteil hängt von den beim jeweiligen Fusionsexperiment herrschenden Bedingungen (Materialien der „Ersten Wand“, Plasma-parameter, Geometriefaktoren) ab und lag beispielsweise beim Fusionsexperiment JET [19,26,50,213,251] bei etwa 50% [19,196]. Für die Fusionsexperimente DIII-D und TFTR werden etwa 40% des eingebrachten Deuteriums in der „Ersten Wand“ aufgesammelt [233].

7.2 Wolframproben

In diesem Kapitel sollen die wichtigsten Ergebnisse zu den Wolframproben diskutiert werden:

- TPD und NRA ergeben — im Gegensatz zu den Ergebnissen für Graphit — vergleichbare Deuteriuminventare,
- TPD und NRA ergeben jeweils ein Minimum des Inventars an der Separatrixposition des inneren Divertors,
- TPD ergibt ein Maximum und NRA ergibt ein Minimum des Inventars an der Separatrixposition des äußeren Divertors,
- die Inventare des inneren Divertors liegen etwa um eine Größenordnung über denen des äußeren Divertors und
- signifikante Inventare von CD_4 treten nur für den inneren Divertor auf.

7.2.1 Vergleich mit den Ergebnissen anderer Meßmethoden

Abbildung 7.8 zeigt für die dem Plasma ausgesetzten Gebiete und für die abgeschatteten Gebiete des inneren bzw. äußeren Wolframdivertors vom ASDEX-Upgrade die poloidale Verteilung der mittels TPD und NRA [92,153,206] gemessenen Deuteriuminventare. Die poloidale Koordinate der mittleren Position der Separatrix liegt für den inneren Divertor etwa bei 310 mm und für den äußeren Divertor bei ca. 725 mm (vgl. Kapitel 5.2.2, Abbildung 5.10).

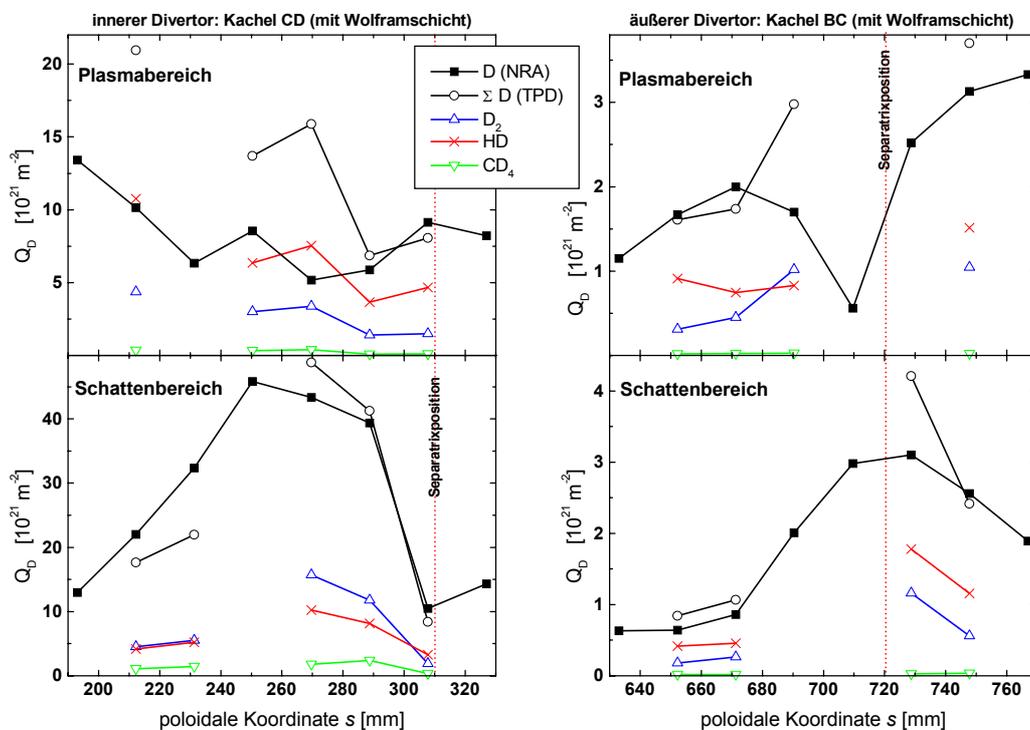


Abbildung 7.8: Poloidale Verteilung der mittels TPD gemessenen Inventare von D_2 , HD, CD_4 und des entsprechenden Gesamtinventars von Deuterium sowie der mittels NRA [206] gemessenen Deuteriuminventare von Proben des inneren (links) bzw. äußeren (rechts) Wolframdivertors für Proben aus dem Plasma- und Schattenbereich.

Aus der Unkenntnis der genauen Oberflächenzusammensetzung und der Änderung der Oberflächenzusammensetzung entlang der poloidalen Koordinate resultiert eine recht hohe Ungenauigkeit der mit der obigen Kernreaktionsanalyse erzielten Ergebnisse, so daß diese nur als Vergleichswerte für eine untere Grenze genutzt werden können. Trotz der geringeren Anzahl von Meßpunkten für die TPD-Messungen läßt sich feststellen, daß mittels TPD – bezogen auf NRA – lediglich für den äußeren Divertor im Bereich der Separatrixposition und für den inneren Divertor in Bereichen unmittelbar neben der Separatrixposition (im Plasma-gebiet auch weit außerhalb der Separatrixposition) größere Deuteriuminventare gemessen wurden.

7.2.2 Einbaumechanismen

7.2.2.1 Oberflächenbeschaffenheit

Sowohl theoretische Voraussagen [172] als auch experimentelle Untersuchungen von MAIER et al. [152,153] mit RUTHERFORD-Rückstreuung (RBS; mit 2 MeV H^+) und XPS ergaben hinsichtlich des Vorhandenseins kodeponierter Schichten bei den Proben des Wolframdivertors Resultate, die gut mit denen des Graphitdivertors (vgl. Kapitel 7.1.4.1) übereinstimmen. Für den inneren Divertor wurden mit RBS wiederum dicke kodeponierte Schichten mit Schichtdicken im Bereich einiger μm gefunden, die in poloidaler Richtung keine großen Schwankungen aufwiesen. Für den durch Erosion gekennzeichneten äußeren Divertor konnten nahezu keine kodeponierten Schichten nachgewiesen werden. Die Zusammensetzung der Oberfläche der Wolframproben wurde mit XPS analysiert [152]. Demzufolge bilden Bor (infolge Borierung [91]; vgl. Kapitel 5.1), Kohlenstoff, Sauerstoff und Wolfram die Hauptbestandteile der Oberflächenschichten des Wolframdivertors. Die größten Anteile von Bor (40%) und Sauerstoff (20%) wurden im Bereich der Separatrixposition des inneren Divertors gefunden. Jedoch konnten Bor und Sauerstoff auch auf der gesamten Oberfläche des äußeren Divertors nachgewiesen werden [152]. Wegen der großen Oberflächenrauigkeit der Wolframschicht [206] stehen keine Tiefenprofile für Deuterium zur Verfügung.

7.2.2.2 TPD-Spektren von Deuterium

Anhand der TPD-Spektren von Abbildung 6.10 bis Abbildung 6.14 sind für Deuterium in den verschiedenen Bereichen des inneren und äußeren Wolframdivertors vom ASDEX-Upgrade zumindest vier verschiedene Maxima bei Temperaturen von etwa (a) 600 K, (b) 900 K, (c) 1000-1100 K und (d) 1400 K zu erkennen, die vier verschiedenen Haftstellen entsprechen. Diese können unter Zuhilfenahme der Aussagen von Kapitel 10.4.2 und 10.4.3 den unterschiedlichen Einbaumechanismen zugeordnet werden. Aufgrund der monatelangen Lagerung der Proben zwischen den Experimenten im ASDEX-Upgrade und den TPD-Untersuchungen, die an Luft erfolgte, kann hierbei davon ausgegangen werden, daß der in der Wolframschicht gelöste Wasserstoff vollständig freigesetzt wurde (s. Kapitel 10.4.3) und somit zu vernachlässigen ist.

Deuterium aus natürlichen Haftstellen in der Wolframschicht ist im TPD-Spektrum als schmales Maximum bei ungefähr 600 K (a) zu erkennen (vgl. Kapitel 10.4.3) und kann für die Proben des äußeren Divertors (s. Abbildung 6.13 und Abbildung 6.14) sowie in geringerem Maße auch für die Probe der Separatrixposition im Plasmabereich des inneren Divertors (s. Abbildung 6.12) nachgewiesen werden.

Für Deuterium aus ioneninduzierten Haftstellen der Wolframschicht liegt das Maximum bei ca. 900 K (b) und tritt für die Proben des äußeren Divertors als breites Hauptmaximum sowie für die Proben des inneren Divertors in abgeschwächter Form als Nebenmaximum auf.

Das breite Hauptmaximum der TPD-Spektren von Deuterium im Temperaturbereich von 1000-1100 K (c) tritt nur für die Proben des inneren Divertors auf (Abbildung 6.10 bis Abbildung 6.12) und repräsentiert die C-D-Bindungen in den kodeponierten a-C:H-/a-C:D-Schichten (vgl. Kapitel 10.3).

Ein weiteres Maximum tritt ausschließlich für die Proben des äußeren Divertors bei etwa 1400 K (d) auf. Dieses Maximum ist mit Abstand am stärksten an der Separatrixposition des Plasmabereiches ausgeprägt (s. Abbildung 6.14), wo während der Plasmaentladungen die höchsten Flüsse auftreffender Teilchen und die größten Temperaturen — und somit auch die größten Diffusionskoeffizienten für Deuterium — auftraten. In Zusammenhang mit der hohen Temperatur des Maximums legt dies die Vermutung nahe, daß die Freisetzung von Deuterium aus den Haftstellen des unter der Wolframschicht befindlichen Graphitsubstrates mit nachfolgender Diffusion durch die Wolframschicht ursächlich für dieses Maximum ist.

Im Vergleich zu Laborexperimenten [198] sind bei den Magdeburger TPD-Messungen die Temperaturen der Maxima jeweils etwas zu höheren Werten verschoben. Dies deutet darauf hin, daß zumindest ein Teil des Deuteriums erst aus tieferen Regionen der Proben zur Oberfläche diffundieren muß, bevor es freigesetzt werden kann.

Abbildung 7.9 zeigt die relativen Anteile des in den verschiedenen Haftstellen gebundenen Deuteriums am gesamten gemessenen Deuteriuminventar. Die relativen Anteile der jeweiligen Haftstellen wurden unter Zuhilfenahme der entsprechenden Werte für die Temperatur des Maximums und für die Bindungsenergie durch GAUSS-Entfaltung der TPD-Spektren für Deuterium bestimmt.

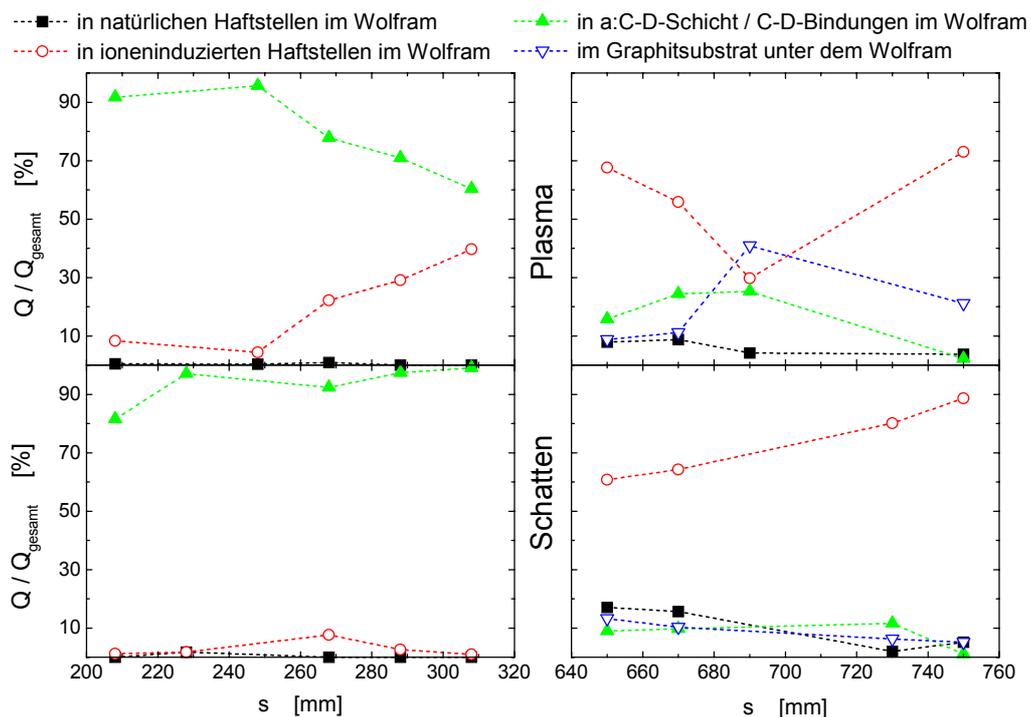


Abbildung 7.9: Poloidale Verteilung der relativen Anteile von in verschiedenen Haftstellen gebundenem Deuterium am Gesamtinventar von Deuterium in den Proben des inneren (links) bzw. äußeren (rechts) Wolframdivertors für den Plasma- bzw. Schattenbereich.

Abbildung 7.10 zeigt am Beispiel des TPD-Spektrums von Deuterium für eine mit Wolfram beschichtete Probe der Kachel BC des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade die GAUSS-Entfaltung für 4 Maxima (Temperaturen: (a) 600 K, (b) 900 K, (c) 1050 K und (d) 1400 K; s. oben).

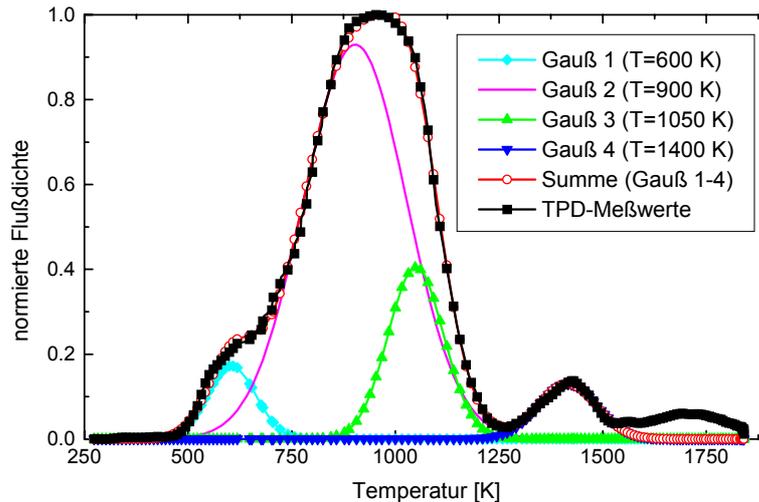


Abbildung 7.10: GAUSS-Entfaltung des TPD-Spektrums von Deuterium am Beispiel einer mit Wolfram beschichteten Probe des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade.

Für den inneren Divertor ist demnach — außer im Bereich der Separatrixposition des Plasmagebietes — mehr als 90% des Deuteriums in kodeponierten a-C:H-/a-C:D-Schichten gebunden. Demgegenüber beträgt im Plasmagebiet im Bereich der Separatrixposition der Anteil des in ioneninduzierten Haftstellen im Wolfram gebundenen Deuteriums bis zu 40%. Für den äußeren Divertor ist der größte Teil des Deuteriums in ioneninduzierten Haftstellen in der Wolframschicht gebunden. Lediglich im Bereich der Separatrixposition des Plasmagebietes ist ein bedeutender Anteil des Deuteriums (ca. 40%) an Haftstellen des unter der Wolframschicht befindlichen Graphitsubstrates und ein geringerer Anteil an Kohlenstoff, der im Wolfram infolge des Herstellungsprozesses vorhanden ist [206], gebunden.

7.2.2.3 Korrelation von Inventaren und Separatrixposition

Unter Einbeziehung von Ergebnissen der Oberflächenanalyse anderer Autoren [99,152-153] und aus dem Nachweis der Inventare von CD_4 läßt sich folgern, daß die Kodeponierung von Deuterium mit Kohlenstoffionen aus dem Plasma der maßgebliche Prozeß für den Aufbau des Deuteriuminventars in den Kacheln des inneren Wolframdivertors vom ASDEX-Upgrade ist. Die Kodeponierung von Deuterium erfolgt dabei — wie schon beim Graphitdivertor vom ASDEX-Upgrade — hauptsächlich außerhalb der Separatrixposition. Berücksichtigt man die im Vergleich zu den Plasmaentladungen mit den Langzeitproben des Graphitdivertors geringere Anzahl von Plasmaentladungen mit Wolframdivertor, so liegen die ermittelten Deuteriuminventare in vergleichbaren Größenordnungen.

Die geringeren Werte für die Inventare im Bereich der Separatrixposition und nahezu im gesamten Plasmagebiet sind auf die Entleerung der kodeponierten Schichten infolge der dort höheren Temperaturen zurückzuführen.

Demgegenüber wird das Aufsammeln von Deuterium beim äußeren Divertor durch die Implantation von Deuterium in die Wolframschicht bestimmt. Im ASDEX-Upgrade haben die Ionen der Wasserstoffisotope, die auf die Prallplatten des Divertors auftreffen, Implantationsenergien im Bereich von 100 eV, was einer Implantationstiefe von weniger als 10 nm entspricht [90]. Insofern resultieren die Schädigungen an den mit Wolfram beschichteten Prallplatten des Divertors vom ASDEX-Upgrade nicht aus auftreffenden Deuteriumionen, sondern aus dem Auftreffen mehrfach geladener Ionen von Verunreinigungen (hauptsächlich Kohlenstoff) aus dem Plasma [173].

Ein Vergleich des Deuteriuminventars der oberflächennahen Schichten (NRA-Messungen) mit dem Gesamtinventar von Deuterium (eigene TPD-Messungen) ergibt lediglich an der

Separatrixposition des äußeren und außerhalb der Separatrixposition im Plasmabereich des inneren Divertors signifikante Unterschiede zugunsten der TPD-Messungen.

Die Unterschiede der Inventare von TPD- und NRA-Messungen können für den inneren Divertor damit erklärt werden, daß die Dicke der kodeponierten Schichten die Nachweistiefe der NRA-Messung übertrifft. Die größeren Deuteriuminventare der TPD-Messungen im Bereich der Separatrixposition des äußeren Divertors sind darauf zurückzuführen, daß Deuterium auch außerhalb des Implantationsbereiches bis weit in die Wolframschicht diffundiert. Dieses Verhalten stimmt mit den Annahmen überein, die in Modellen gemacht werden, die das Verhalten von Wasserstoff in Wolfram beschreiben [90]. Im Plasmabereich des äußeren Divertors führt im Bereich der Separatrixposition die Kombination aus hohen Implantationsflußdichten auftreffender Teilchen und den hohen Temperaturen zu einer Entleerung der oberflächennahen Schichten, was sich als Minimum der mit NRA bestimmten Inventare darstellt, und gleichzeitig zu einer verstärkten Diffusion bis tief in die Wolframschicht und — wie die TPD-Spektren zeigen — sogar bis in das darunterliegende Graphitsubstrat (s. Kapitel 7.2.2.2).

7.2.3 Deuteriumbilanz

Der relative Anteil Θ_D der in den Wolframproben zurückgehaltenen Deuteriuminventare Q_D (s. Abbildung 7.8; vgl. [4]) an den auf die Probenoberfläche getroffenen Fluenzen F_D (s. Kapitel 5.2.2, Abbildung 5.10) kann wie schon bei den Langzeit-Graphitproben mit Hilfe von Gleichung 7.3 berechnet werden und liegt zwischen 0,1% (innerer Divertor) und 0,01% (äußerer Divertor).

Im Hinblick auf das zukünftige Fusionsexperiment ITER [78,168,246,249-250] und die geplante Verwendung von Tritium ist die Abschätzung der infolge der Plasmaentladungen in den Wandmaterialien aufgesammelten Wasserstoffisotope in Relation zu denen, die in die Plasmaentladung eingebracht wurden, wichtig. Tabelle 7.2 zeigt für die Plasmaentladungen mit Wolframdivertor in einer Aufstellung von MAIER [206] das eingebrachte Deuterium, das in den Wänden aufgesammelte Deuterium und den daraus resultierenden Anteil am gesamten (durch Gaseinlaß und NBI) eingebrachten Deuterium. Mehr als die Hälfte des insgesamt zurückgehaltenen Deuteriuminventars ist demzufolge in den Kacheln des Wolframdivertors zu finden. Das in der gesamten Ersten Wand zurückgehaltene Inventar beträgt nur etwa 2% des gesamten eingebrachten Deuteriums.

Tabelle 7.2: Deuteriumbilanz beim ASDEX-Upgrade während des Experimentierzeitraumes mit eingebautem Wolframdivertor [206]. (D : Deuteriumatome)

Deuteriumeintrag		Deuteriuminventar		Anteil am D-Eintrag
Gaseinlaß	$7,1 \cdot 10^{24}$ D	Wolfram-Divertorkacheln	$1,0 \cdot 10^{23}$ D	1,3 %
NBI	$0,6 \cdot 10^{24}$ D	Graphitkacheln	$0,5 \cdot 10^{23}$ D	0,7 %
Σ D-Eintrag	$7,7 \cdot 10^{24}$ D	Σ Erste Wand	$1,5 \cdot 10^{23}$ D	2,0 %

7.3 Modellrechnungen

Zur Überprüfung der bisherigen Schlußfolgerungen aus den TPD-Messungen und zur Abschätzung möglicher Parameter der Freisetzung von Wasserstoffisotopen aus Graphit wurden ergänzend Simulationsrechnungen durchgeführt und mit den experimentellen Ergebnissen verglichen.

7.3.1 Modelle zur Beschreibung der Wechselwirkungen von Gasen mit Divertormaterialien

Es gibt viele verschiedene Modellansätze [32-34,66,81,83,107,109,164-166], mit denen versucht wird, den Wasserstofftransport in Graphit zu erklären. Eine gute Übersicht zur

Entwicklung und den Annahmen der unterschiedlichen Modelle ist z. B. bei FRANZEN [86] und HAASZ et al. [109] zu finden.

Das Modell von MÖLLER und SCHERZER [164,165] baut auf dem sogenannten Prinzip der „überlaufenden Badewanne“, also einem Konzept mit lokaler Sättigung der Haftstellen, auf. Demnach besetzen die nicht reflektierten Wasserstoffisotope genau solange die Gitterbindungsplätze im Bereich der jeweiligen Ionenreichweite bis die lokale Sättigungskonzentration im Graphit erreicht ist. Das Modell von MÖLLER und SCHERZER geht von einer lokalen Molekülbindung aus. Weiterhin wird in diesem Modell eine unendlich schnelle Diffusion dieser Moleküle von Wasserstoffisotopen zur geometrischen Oberfläche angenommen. Somit ist im Rahmen dieses Modells keine Freisetzung atomarer Wasserstoffisotope möglich.

Das Zweibereichsmodell von HAASZ et al. [107,109], welches die Grundlage für die Simulationsrechnungen im Rahmen dieser Arbeit bildet, baut auf dem vorherigen Modell auf und integriert neben der Molekülbildung auch die atomare Diffusion. Es geht von Graphitproben mit Kristalliten aus, zwischen denen sich Kanäle befinden, welche auch die Diffusion von Molekülen erlauben. Somit können zum einen das Graphitgitter innerhalb der Kristallite und zum anderen die inneren Oberflächen der Kristallite, welche die Begrenzung der Verbindungskanäle zwischen den Kristalliten darstellen, als die beiden namensgebenden Bereiche des Modells unterschieden werden. Abbildung 7.11 zeigt schematisch die möglichen Diffusionskanäle für Graphit [109].

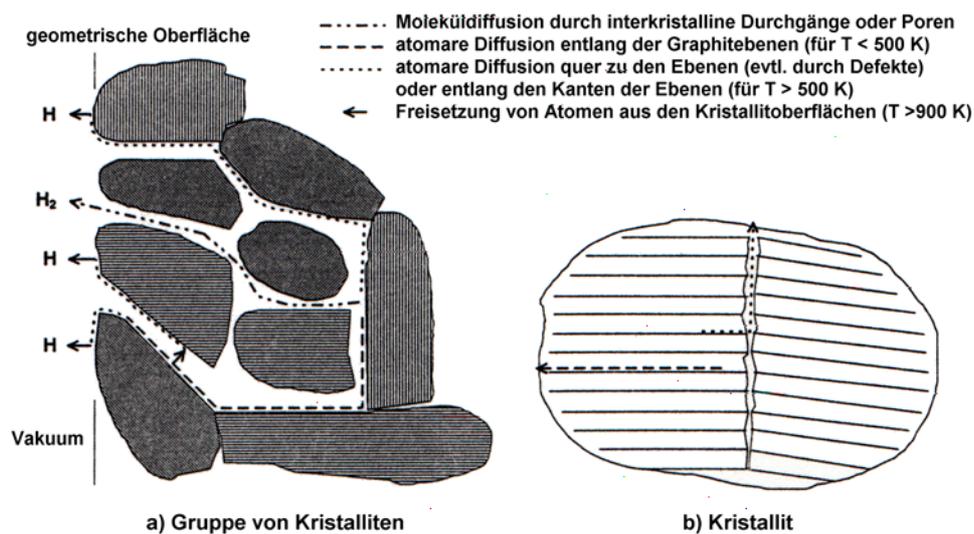


Abbildung 7.11: Diffusionskanäle in Graphit [109].

Das Zweibereichsmodell geht davon aus, daß die Wasserstoffisotope anfangs mit einer Tiefenverteilung, die dem jeweiligen Implantationsbereich entspricht, in die Kristallite gelangen. Es wird ferner angenommen, daß innerhalb der Kristallite nur eine atomare Diffusion von Wasserstoffisotopen möglich ist. Die Diffusion innerhalb der Kristallite erfolgt, bis entweder eine C-H-/C-D-Bindung (Bindungsenergie 2-4 eV [198,212]) eingegangen oder die Kristallitoberfläche erreicht wird. Die Diffusion der Wasserstoffisotope von der Kristallitoberfläche zurück in die Kristallite durch eine Potentialbarriere verhindert [107,109]. Atome, welche eine Kristallitoberfläche erreichen, können auf dieser inneren Oberfläche entlang der Kanäle zwischen den Kristalliten sowohl in Richtung der geometrischen Oberfläche als auch bis tief in das Innere des Graphitfestkörpers diffundieren (Korngrenzendiffusion; Aktivierungsenergie $E_D \approx 1$ eV [9]). Auf diese Weise können die Wasserstoffisotope auf Rekombinationspartner treffen und ein Molekül bilden oder aber zu natürlichen

Haftstellen auf der inneren Oberfläche gelangen und an Kohlenstoff gebunden werden [27,231]. Wie schon beim Modell von MÖLLER und SCHERZER wird die Moleküldiffusion entlang der inneren Oberflächen als unendlich schnell angenommen. Gelangen Wasserstoffisotope (als Atom bzw. nach Rekombination als Molekül) bis zur geometrischen Oberfläche, erfolgt dort schließlich mit einer temperaturabhängigen Wahrscheinlichkeit die Desorption. Die oben aufgeführten Modelle berücksichtigen nicht die Bildung von Kohlenwasserstoffen [48,190].

7.3.2 Modellrechnungen mit dem Programm PIDAT

Die Grundlage für die Modellrechnungen bildet das Programm PIDAT (A Computer Program For Implant Diffusion And Trapping) [162] (s. Anhang 10.7). In der dem Autor als FORTRAN 77-Quelltext vorliegenden Version 7.1 von FRANZEN [88] basiert das Programm PIDAT auf dem Zweibereichsmodell [109], beinhaltet also die Bindung von Wasserstoffisotopen in Haftstellen, die thermische und ioneninduzierte Freisetzung aus diesen Haftstellen, die atomare Diffusion und die Freisetzung in zwei Bereiche (das Innere der Kristallite und die Kristallitoberfläche).

Diese Version 7.1 von PIDAT wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit an die gestellten Anforderungen angepaßt und auf maximal 10 mögliche Typen von Haftstellen und die Annahme einer Energieverteilung um eine vorgegebene Bindungsenergie erweitert.

Um einen Vergleich mit den Ergebnissen der Freisetzung von Wasserstoffisotopen im Rahmen von TPD-Messungen zu ermöglichen, beinhaltet PIDAT die Simulation einer Temperaturrampe mit wählbarer Anfangstemperatur und Heizrate. Für alle Simulationsrechnungen wurde in Übereinstimmung mit den experimentellen TPD-Messungen als Anfangstemperatur 300 K und als Heizrate 10 K/s gewählt. Weiterhin konnten für die Simulationsrechnungen Anfangsverteilungen von Wasserstoffisotopen in den ioneninduzierten und natürlichen Haftstellen vorgegeben werden. Dazu wurden die experimentell bestimmten Gesamtinventare der TPD-Messungen bzw. die Tiefenprofile der SIMS-Messungen [220] jeweils von Deuterium beginnend mit dem oberflächennahen Implantationsbereich auf die ioneninduzierten und natürlichen Haftstellen aufgeteilt. Neben der Anfangsbelegung der Haftstellen wurden im Rahmen der Simulationsrechnungen auch die Bindungsenergien E_B und die Diffusionsparameter (E_D und D_0 ; vgl. Gleichung 10.6) variiert. Die weiteren Anfangsparameter und Koeffizienten wurden den Angaben von HAASZ et al. [109] zum Zweibereichsmodell entnommen.

Anpassung an TPD-Spektren experimenteller Untersuchungen

Aufgrund der langen Laufzeiten (z.T. mehrere Tage) der Simulationsrechnungen und der Unsicherheiten infolge der großen Bereiche für die Parameter der Diffusion wurde im Rahmen dieser Arbeit kein Satz von Parametern bestimmt, der eine absolute Übereinstimmung von Simulation und TPD-Messung ergibt. Aus Ergebnissen der Modellrechnungen (ausführlich im Anhang, Kapitel 10.8.1 bis 10.8.3) läßt sich jedoch zumindest ein physikalisch sinnvoller Satz von Parametern abschätzen, die eine Anpassung der Simulation an das Experiment erlauben.

Die Simulationen zum Einfluß der Tiefenverteilung (weitere Parameter: $E_B=2,7$ eV; $E_D=1$ eV, $D_0=3 \cdot 10^{-15}$ m²/s) ergaben für die mit SIMS [220] bestimmten Inventare der Oberflächenschichten lediglich ein schmales Maximum bei etwa 1050 K. Erst für Gesamtinventare, die sich bis in Diffusionstiefen von einigen hundert Mikrometern erstrecken, resultiert ein zusätzliches breites Maximum bei etwa 1400 K (vgl. Kapitel 10.8.1).

Für die Simulationen zum Einfluß der Bindungsenergien (weitere Parameter: TPD-Tiefenverteilung; $E_D=1$ eV, $D_0=3 \cdot 10^{-15}$ m²/s) wurden neben Einzelenergien auch GAUSS-Verteilungen verwendet. Während höhere Bindungsenergien eine Verschiebung des ersten

Maximums hin zu höheren Temperaturen bewirken, ergeben die Simulationen mit GAUSS-Verteilungen von Bindungsenergien eine Verbreiterung dieses Maximums. Für Bindungsenergien unterhalb von 4 eV liegt das zweite Maximum unveränderlich bei etwa 1400 K (vgl. Kapitel 10.8.2)

Der Einfluß der Diffusionsparameter auf die TPD-Spektren wurde anhand von Literaturwerten [109,198] für E_D und D_0 simuliert (weitere Parameter: TPD-Tiefenverteilung; $E_B=2,7$ eV). Für die Parameter der schnellen Diffusion in einer geschädigten Implantationszone tritt in Übereinstimmung mit entsprechenden Laborexperimenten [198] lediglich ein schmales Maximum bei etwa 1000 K auf. Die Parameter für die langsamere Diffusion in ungeschädigtem Graphit ergeben jeweils die beiden bereits bekannten Maxima. Dabei liegt das schmale erste Maximum unveränderlich bei etwa 1050 K. Das breite zweite Maximum hängt dagegen von den Diffusionsparametern ab und variiert zwischen 1200 K und 1400 K (vgl. Kapitel 10.8.3).

Abbildung 7.12 zeigt die wichtigsten Ergebnisse der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Simulationsrechnungen zusammen mit dem experimentell bestimmten TPD-Spektrum der Kachel D des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade. Das Nebenmaximum des TPD-Spektrums bei etwa 900 K wird gut durch die GAUSS-Verteilung der Bindungsenergie von 1,5 eV bis 2,5 eV beschrieben. Für das Hauptmaximum des TPD-Spektrums ermöglichen die Diffusionsparameter $E_D = 1,5$ eV und $D_0 = 3 \cdot 10^{-12}$ m²/s in Kombination mit einer Bindungsenergie von etwa 2,9 eV ($2,7$ eV < E_B < 3 eV; vgl. Abbildung 7.12) beispielsweise eine gute Übereinstimmung von Simulation und Experiment. Möglicherweise ist jedoch das Hauptmaximum des TPD-Spektrums auch ausschließlich der Diffusion zuzuordnen, so daß der oben aufgeführte Diffusionskoeffizient in Kombination mit der GAUSS-Verteilung für die Bindungsenergie des Nebenmaximums das TPD-Spektrum schon vollständig beschreibt. Dies ist jedoch nur sehr unwahrscheinlich, da einige TPD-Spektren (vgl. z. B. Abbildung 6.1) für Proben aus anderen Bereichen des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade recht deutlich 2 verschiedene Maxima für Temperaturen oberhalb von 1000 K erkennen lassen. Durchaus denkbar ist allerdings auch eine Kombination anderer Werte für die beiden Diffusionsparameter D_0 und E_D .

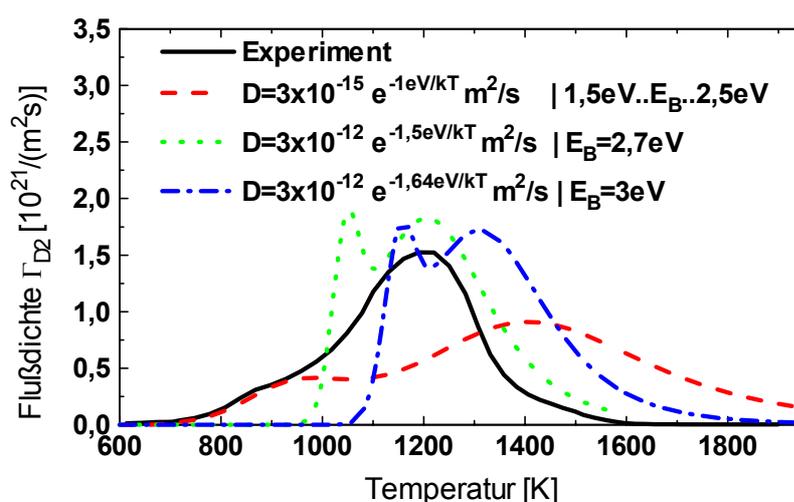


Abbildung 7.12: Mögliche Parameter zur Anpassung der Simulation an das experimentell bestimmte TPD-Spektrum.

Als Ergebnis bleibt festzuhalten, daß für die Probe der Kachel D des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade das Hauptmaximum gut durch die Überlagerung von zwei Maxima

beschreiben läßt, die aus einer einzelnen Bindungsenergie ($2,7 \text{ eV} < E_B < 3 \text{ eV}$) bzw. der Diffusion resultieren. Demgegenüber entspricht das Nebenmaximum gut der Überlagerung von Maxima einer Verteilung von Bindungsenergien (mit Maximum bei $E_B = 2 \text{ eV}$).

Wie schon die TPD-Messungen für das Gesamtinventar ergeben auch die Modellrechnungen für das TPD-Spektrum von Deuterium einen wesentlichen Einfluß der Diffusion aus tieferen Bereichen der Proben der Kachel D des äußeren Divertors.

Mit weiteren Simulationen für alle anderen Bereiche des Divertors vom ASDEX-Upgrade könnte ein Spektrum von Bindungsenergien bestimmt werden. Aus der Kenntnis dieses Spektrums und den Erkenntnissen der bisherigen Untersuchungen wäre ein besseres Verständnis hinsichtlich der bei den verschiedenen Einbaumechanismen auftretenden Bindungsplätze möglich.

7.4 Vergleich der Ergebnisse für Graphit und Wolfram

Tabelle 7.3 zeigt eine Zusammenstellung wichtiger Parameter und Ergebnisse für die Proben des Graphitdivertors (Langzeitproben und Kurzzeitproben) und für die Proben des Wolframdivertors vom ASDEX-Upgrade. Da die Wolframproben für insgesamt 799 Entladungen im ASDEX-Upgrade eingebaut waren, bieten sich für einen Vergleich die Langzeitproben des Graphitdivertors an. Zieht man das H/D-Verhältnis im Plasmazentrum in Betracht, so weisen die aufgetroffenen Fluenzen für beide Probenarten eine gute Übereinstimmung auf. Unter Beachtung der Gesamtdauer der Plasmaentladungen liegen die Inventare von Deuterium bei vergleichbaren Werten. Dementsprechend stimmen auch die Werte für den in den Proben aufgesammelten Anteil von Deuterium in Bezug zu den aufgetroffenen Fluenzen überein ($\Theta_D = 0,1 \%$). Sowohl den Wolfram- als auch den Graphitproben ist gemeinsam, daß die hohen Temperaturen (und Fluenzen auftreffender Teilchen) beim äußeren Divertor und vor allem in den Bereichen der Separatrix zu einer Entleerung der Haftstellen und somit zu verringerten Deuteriuminventaren und ebenfalls zu geringen Werten von Θ_D führen. Die Inventare für den äußeren Divertor, wo Erosion dominiert, sind jeweils etwa eine Größenordnung kleiner als für den inneren Divertor.

Tabelle 7.3: Vergleich von Parametern und Ergebnissen für die Proben des Graphit- und des Wolframdivertors vom ASDEX-Upgrade.

Divertor	Langzeit-Graphitproben		Kurzzeit-Graphitproben		Wolframproben	
	innen	außen	Sonde 1	Sonde 2	innen	außen
maximal aufgetroffene Fluenzen [m^{-2}]	$8 \cdot 10^{25}$ (H+D)	$15 \cdot 10^{25}$ (H+D)	$12 \cdot 10^{22}$ (H+D)	$27 \cdot 10^{22}$ (H+D)	$4,5 \cdot 10^{25}$ D	$4 \cdot 10^{25}$ D
größtes Deuteriuminventar [m^{-2}]	$4 \cdot 10^{23}$	$2 \cdot 10^{23}$	$5 \cdot 10^{20}$	$10 \cdot 10^{20}$	$5 \cdot 10^{22}$	$0,4 \cdot 10^{22}$
Θ_D (s. Gl. 7.3)	10^{-3}		10^{-2}		10^{-3}	10^{-4}
maximale T_{Mittel} [K]	350 K	400 K	440 K	370 K	350 K	370 K
Entladungen	2029		2		799	
Gesamtdauer	ca. 6000 s		ca. 6 s		ca. 2400 s	
H/(H+D) (Plasmazentrum)	27 %		40 %	20 %	35 %	
$Q_H/(Q_H+Q_D)$	62%	72%	55%	35%	35-55%	45-50%

Die größten Deuteriuminventare treten ebenfalls übereinstimmend für beide Probenarten beim inneren Divertor außerhalb des Auftreffpunktes der Separatrix auf, wo dicke kodeponierte C-H-/C-D-Schichten zu finden sind, die in den TPD-Spektren ein breites Hauptmaximum bei 1000-1100 K bzw. 1150 K besitzen (vgl. Abbildung 6.1 und Abbildung 6.11).

Bei den Wolframproben des inneren Divertors sind bis zu 90% des Deuteriuminventars in C-H-/C-D-Bindungen der kodeponierten Schichten, und bei den Wolframproben des äußeren Divertors sind bis zu 90% des Deuteriuminventars in ioneninduzierten Haftstellen im oberflächennahen Wolfram zu finden. Der wesentliche Unterschied zwischen Wolfram- und Graphitdivertor besteht somit darin, daß beim Wolframdivertor nahezu das gesamte Deuteriuminventar in oberflächennahen Schichten lokalisiert ist, während beim Graphitdivertor das Gesamtinventar von Deuterium bis zu einem Faktor 100 über dem Deuteriuminventar der oberflächennahen Schichten liegen kann. Somit tritt — bis auf das Gebiet der Separatrix im Plasmabereich des äußeren Divertors — bei den Wolframproben im Gegensatz zu den Graphitproben keine maßgebliche Diffusion (aus den kodeponierten Schichten bzw. Implantationsschichten) bis in tiefere Bereiche der Proben auf. Dies steht im Gegensatz zu den Ergebnissen bei den Langzeitproben des Graphitdivertors, wo das Gesamtinventar von Deuterium in den Proben (infolge der Diffusion von Deuterium aus der kodeponierten Schicht bzw. Implantationsschicht bis tief in den Graphitfestkörper) bis zu einem Faktor 100 über dem Deuteriuminventar des oberflächennahen Bereiches liegt.

Solange in den Fusionsexperimenten Kohlenstoff verwendet wird, stellt die Kodeponierung mit Kohlenstoff beim Wolfram den dominierenden Prozeß für die Aufsammlung von Wasserstoff dar. Somit sind die Wasserstoffinventare beim Wolfram im Vergleich zum Graphit lediglich in den Erosionsgebieten des äußeren Divertors geringer.

Schlußfolgerungen für das ITER-Projekt aus dem Vergleich von Graphit und Wolfram

Im Hinblick auf den geplanten experimentellen Fusionsreaktor ITER [78,168,246,249-250] weist Wolfram zumindest in Bezug auf die im Vergleich zu Graphit insgesamt geringeren Gesamtinventare von Wasserstoffisotopen einen Vorteil für den Einsatz als Divertormaterial auf. Aufgrund der für Wolfram zu starken Belastungen im Falle von Disruptionen (plötzlicher Zusammenbruch der Plasmaentladung), wird wahrscheinlich auch beim ITER-Projekt nicht völlig auf Graphit verzichtet werden können. Geplante Wandmaterialien sind z.Z. CFC (kohlenfaserverstärkter Graphit) für den Auftreffpunkt der Separatrix, Wolfram für restlichen Divertor und Beryllium für die übrige innere Wand [84,249,250]. Einen guten Überblick über die aktuellen Planungen zum ITER-Projekt und auch zum neu gestalteten Divertor geben die offiziellen Internetseiten [249,250], auf denen als Material für den Divertor Wolfram oder CFC angegeben wird.

8 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorgelegten Arbeit wurde das Inventar von Wasserstoff und Deuterium in Graphit- und Wolframproben aus den Wänden, speziell aus dem Divertor, des Fusionsexperimentes ASDEX-Upgrade gemessen. Bei Fusionsexperimenten ist der Divertor der Bereich der Gefäßwand, auf den der größte Teil der Wasserstoffatome auftrifft, welche aus dem magnetisch eingeschlossenen heißen Plasma herausdiffundieren.

Dazu wurde eine UHV-Anlage entsprechend der Anforderungen zur Durchführung von TPD-Messungen an Graphit- und Wolframproben modifiziert. Die implementierte Elektronenstoßheizung erlaubt in Kombination mit dem speziell angepaßten Probenhalter die gleichmäßige Erwärmung der jeweiligen Graphitprobe auf bis zu 2100 K bei einer Heizrate von 10 K/s. Die Probertemperatur wurde mit einem Pyrometer gemessen. Mit Hilfe eines Quadrupol-Massenspektrometers wurden die Ionenströme der wichtigsten desorbierten Gase detektiert. Für quantitative Ergebnisse wurde das QMS vor den TPD-Messungen für diese Gase kalibriert und die Eignung im Rahmen eines Vergleichsexperimentes verifiziert.

Bei den TPD-Messungen wurden Wasserstoff und Deuterium hauptsächlich in Form der Wasserstoffmoleküle H_2 , HD und D_2 und in geringerem Maße als Methan (CH_4 und CD_4) freigesetzt, während der Anteil höherer Kohlenwasserstoffe vernachlässigt werden konnte.

Das Verhältnis H/D der in den Proben gemessenen Inventare ist höher als während der Plasmaentladungen im Plasmazentrum. Der Grund dafür sind zusätzliche Quellen für Wasserstoff, während Deuterium ausschließlich durch die Plasmaentladungen in die Proben gelangt ist. Wie die Untersuchungen vermuten lassen, ist die Adsorption von Wasser während der Lagerung der Proben an Luft die Hauptquelle für den zusätzlichen Wasserstoff.

TPD-Messungen mit Graphitproben der Divertorplatten, die einer großen Anzahl von Plasmaentladungen ausgesetzt waren, ergeben eine Korrelation des Deuteriuminventars mit der Separatrixposition. Die größten Deuteriuminventare betragen für den inneren Divertor etwa $4 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$, während die Deuteriuminventare für den äußeren Divertor generell etwa um einen Faktor 2 geringer sind. Weiterhin weisen die Inventare für den inneren und den äußeren Divertor unmittelbar an den jeweiligen Auftreffpunkten der Separatrix trotz der dort auftretenden hohen Fluenzen auftreffender Teilchen ein lokales Minimum auf. Dies wird jeweils auf die während der Plasmaentladung höheren Temperaturen zurückgeführt, die zu einer Freisetzung der Teilchen aus den Haftstellen führen können.

Die TPD-Spektren für die Wasserstoffmoleküle weisen ein — im Vergleich zu Laborexperimenten an Graphitproben, in die Wasserstoff implantiert wurde — zu höheren Temperaturen verschobenes Hauptmaximum bei etwa 1150 K auf, welches bei Simulationsrechnungen mit dem Programm PIDAT zur Freisetzung von Wasserstoff bestätigt wurde.

Die mit TPD gemessenen Gesamtinventare von Deuterium liegen bis zu einem Faktor 100 über den mit NRA- und ERDA-Messungen bestimmten Deuteriuminventaren in den oberflächennahen Schichten.

Sowohl das verschobene Hauptmaximum als auch die höheren Gesamtinventare deuten an, daß Wasserstoffisotope in signifikanten Größenordnungen auch tief in das Innere des Festkörpers der Graphitproben diffundieren konnten und dort gebunden sind. Somit bestimmt sowohl für den durch kodeponierte Schichten geprägten inneren Divertor als auch für den durch Erosion geprägten äußeren Divertor die Diffusion aus den jeweiligen Schichten (kodeponierte Schicht bzw. Implantationsbereich) bis tief das Innere der Graphitproben und die Bindung an natürlichen Haftstellen den Einbau von Wasserstoffisotopen in die

Graphitproben des Divertors vom ASDEX-Upgrade. Diese Schlußfolgerung wird durch die mit dem Programm PIDAT durchgeführten und auf dem Zweibereichsmodell basierenden Modellrechnungen gestützt, die ausschließlich unter Einbeziehung der Diffusion bis in tiefe Schichten eine Übereinstimmung der simulierten mit den experimentell ermittelten TPD-Spektren ergaben.

Als Ergänzung wurden auch Graphitproben von zwei Sonden des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade mit quantitativer TPD untersucht, die jeweils nur zwei nahezu identischen Entladungen mit Deuterium als Füllgas ausgesetzt waren. Lediglich das Gas für die Neutralteilcheninjektion war mit Wasserstoff für Sonde 1 und Deuterium für Sonde 2 unterschiedlich.

Im Gegensatz zu den Graphitproben, die vielen Plasmaentladungen ausgesetzt waren, weisen die Deuteriuminventare für beide Divertorsonden ein Maximum an der Separatrixposition auf. Die Maximalwerte liegen im Bereich von 10^{22} m^{-2} und sind somit nur etwa eine Größenordnung geringer als bei den Langzeitproben, obwohl bei den vielen Plasmaentladungen ausgesetzten Graphitproben die Fluenzen der auf den Divertor treffenden Deuteriumionen um ungefähr 3 Größenordnungen höher waren. Beide Ergebnisse können mit den gemäßigten Oberflächentemperaturen der Divertorsonden an der Separatrixposition (maximal ca. 450 K) erklärt werden, die nicht für die thermische Freisetzung von Deuterium aus C-D-Bindungen ausreichen.

Die Deuteriuminventare in den Divertorsonden, die nur zwei Plasmaentladungen ausgesetzt waren, sind ungefähr eine Größenordnung höher als die Inventare für eine gesättigte Implantationsschicht, die man infolge der Implantation von Plasmaionen und hochenergetischen CX-Neutralteilchen zu erwarten hat. Dies deutet darauf hin, daß auch für die Proben der beiden Divertorsonden die Diffusion entlang offener Poren und / oder Korngrenzen aus der Implantationszone in den Festkörper mit nachfolgender Bindung an natürlichen Haftstellen den Hauptprozeß für den Einbau von Wasserstoffisotopen darstellt.

Für die Einlagerung von Wasserstoffisotopen in die mit Graphit bedeckte „Erste Wand“ von Fusionsexperimenten ist die Temperatur die entscheidende Einflußgröße. Im Gegensatz zu den für 2 Plasmaentladungen eingebauten Divertorsonden (maximale Temperaturen etwa 400 K), in denen etwa 1% der aufgetroffenen Deuteriumfluenz aufgesammelt wird, beträgt der Anteil des aufgesammelten Inventars in den Graphitproben (maximale Temperatur mindestens 900 K), die vielen Plasmaentladungen ausgesetzt waren, nur etwa 0,1 % in Bezug auf die aufgetroffenen Fluenzen.

Da für das geplante nächste große Fusionsexperiment ITER neben Graphit Wolfram als Divertormaterial vorgesehen ist, wurde beim ASDEX-Upgrade auch Wolfram in Form einer Schicht als alternatives Divertormaterial eingesetzt und mit TPD-Messungen untersucht.

Das Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen für diese Proben mit Wolframschicht wird im Fall des inneren Divertors (infolge der Ablagerung des von der Innenwand abgestäubten Kohlenstoffs) durch dicke kodeponierte C-H-/C-D-Schichten außerhalb der Separatrixposition bestimmt. In Anbetracht der Tatsache, daß diese Proben einer geringeren Anzahl von Plasmaentladungen ausgesetzt waren, sind die gemessenen Deuteriuminventare vergleichbar mit denen, die für die Langzeitproben des Graphitdivertors gemessen wurden. Erhöhte Temperaturen führen — wie schon bei den Proben des Graphitdivertors — besonders im Bereich der Separatrix zu einer Freisetzung der Teilchen aus den Haftstellen und somit zu um einen Faktor 5 geringeren Deuteriuminventaren. Im Gegensatz zu den Graphitproben wird allerdings die Diffusion aus den kodeponierten Schichten in die Wolframschicht durch den Übergangsbereich von Kohlenstoff zu Wolfram verhindert. Dementsprechend ist — ebenfalls im Gegensatz zu den Graphitproben — der bei weitem größte Teil des Deuteriuminventars in den oberflächennahen Schichten lokalisiert.

Die Deuteriuminventare für die Proben des äußeren Divertors liegen etwa eine Größenordnung unter denen des inneren Divertors. Beim äußeren Divertor wird die Einlagerung von Deuteriuminventaren durch die Implantation von Deuterium in die Wolframschicht und die Diffusion aus der Implantationsschicht in tiefere Bereiche der Proben des Wolframdivertors bestimmt. Im Bereich der Separatrix des äußeren Divertors scheint infolge der Kombination aus hohen Fluenzen aufgetroffener Teilchen und hohen Temperaturen Deuterium sogar bis in das unter der Wolframschicht gelegene Graphitsubstrat diffundiert zu sein.

Läßt man die kodeponierten Schichten außer Betracht, so liegt der Anteil des im Inneren der Wolframproben aufgesammelten Deuteriuminventars in Bezug auf die insgesamt aufgetroffenen Fluenzen von Deuterium etwa eine Größenordnung unter dem entsprechenden aufgesammelten Anteil im Inneren der Graphitproben.

Solange jedoch Kohlenstoff als wesentliche Verunreinigung im Plasma zu finden ist, läßt sich auch bei den Wolframproben der Aufbau kodeponierter Schichten und somit die Einlagerung großer Deuteriuminventare in Bereichen (vorrangig des inneren Divertors) mit geringerem Plasmakontakt nicht vermeiden. Die kodeponierten Schichten können im Prinzip unendlich dick werden und somit große Deuteriuminventare beinhalten.

Die Teilchenzahl der in den Divertorplatten aufgesammelten Wasserstoffisotope liegt mehrere Größenordnungen über der typischen Anzahl von Plasmateilchen bei einer Plasmaentladung vom ASDEX-Upgrade von etwa von $5 \cdot 10^{20}$ (H+D). Dies macht deutlich, daß die in den Gefäßwänden aufgesammelten Deuteriuminventare — und somit die Plasma-Wand-Wechselwirkung — ganz wesentlich für die Plasmateilchenbilanz bzw. Plasmadichtekontrolle sind.

Eine deutliche Verringerung dieses Einflusses der „Ersten Wand“ würde sich ergeben, wenn es möglich wäre, alle Bereiche der inneren Gefäßwände mit Materialien zu realisieren, die keine Kodeponierung aufweisen.

9 Literaturverzeichnis

- [1] M. Akbi, D. Hildebrandt, B. Jüttner und W. Schneider, IPP Report No. **8/15**, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Bereich Berlin, 1998
- [2] V.Kh. Alimov und B.M.U. Scherzer, J. Nucl. Mater. **240** (1996) 75
- [3] C.J. Altstetter, R. Behrisch, J. Bottiger, F. Pohl und B.M.U. Scherzer, Nucl. Instr. Meth. **149** (1978) 59
- [4] R.A. Anderl, R.J. Pawelko und S.T. Schuetz, J. Nucl. Mater. **290-293** (2001) 38
- [5] H.H. Andersen und J.F. Ziegler, *Hydrogen Stopping Powers and Ranges in all Elements*, Pergamon Press, New York, 1977
- [6] P. Andrew, D. Brennman, J.P. Coad, J. Ehrenberg et al., J. Nucl. Mater. **266-269** (1999) 604
- [7] A. Annen, R. Beckmann und W. Jacob, J. Non-Cryst. Sol. **209** (1997) 240
- [8] L.R. Apker, Ind. Eng. Chem. **40** (1948) 846
- [9] K. Ashida und K. Watanabe, J. Nucl. Mater. **183** (1991) 89
- [10] F.-P. Bach, Diplomarbeit, MPI Garching, 1996
- [11] Balzers, Herstellerangaben
- [12] H. Barkhausen, *Elektronenröhren*, Bd. I, Verlag S. Hirzel, Leipzig, 1942
- [13] J. Bartella, Vakuum in Forschung und Praxis **1** (1997) 31
- [14] J.E. Bartmess und R.M. Georgiadis, Vacuum **33** (1983) 149
- [15] J.A. Basford, M.D. Boeckmann, R.E. Ellefson, A.R. Filippelli, D.H. Holkeboer, L. Lieszkovszky und C.M. Stupak, J. Vac. Sci. Technol. **A11** (1993) A22
- [16] R. Bastasz, J. Vac. Sci. Technol. **A6** (3) (1988) 2116
- [17] J.H. Batey, Vacuum **43** 1/2 (1992) 15
- [18] R.T. Bayard und D. Alpert, Rev. Sci. Instr. **21** (1950) 571
- [19] R. Behrisch, J. Ehrenberg, M. Wielunski, A.P. Martinelli, H. Bergsäter, B. Emmoth, L. de Kock und J.P. Coad, J. Nucl. Mater. **145-147** (1987) 723
- [20] R. Behrisch und V. Prozesky, Nucl. Fusion **30** (1990) 2166
- [21] R. Behrisch, *Particle Bombardment And Energy Fluxes To The Vessel Walls In Controlled Thermonuclear Fusion Devices*, in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion*, Nucl. Fusion, Suppl., **1**, IAEA, Vienna (1991) 7
- [22] R. Behrisch und G. Venus, J. Nucl. Mater. **202** (1993) 1

- [23] R. Behrisch, M. Mayer und C. García-Rosales, J. Nucl. Mater. **233-237** (1996) 673
- [24] R. Behrisch, M. Mayer, W. Jacob et al., J. Nucl. Mater. **281** (2000) 42
- [25] R. Behrisch, Physica Scripta **T94** (2001) 52
- [26] H. Bergsåker, R. Behrisch, J.P. Coad, J. Ehrenberg, B. Emmoth, S.K. Erents, G.M. McCracken, A.P. Martinelli und J.W. Partridge, J. Nucl. Mater. **145-147** (1987) 727
- [27] R. Beutler, A.A. Haasz und P.C. Stangeby, J. Nucl. Mater. **145-147** (1987) 280
- [28] St. Biehl, Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1995
- [29] J. Blears, Proc. Roy. Soc. London **A188** (1946/47) 62
- [30] E.E. Bloom, Nucl. Fusion **30** (1990) 1879
- [31] W. Bock, M. Kopnarski und H. Oechsner, Vakuum in Forschung und Praxis **1** (1998) 21
- [32] D.K. Brice und B.L. Doyle, J. Nucl. Mater. **103 & 104** (1981) 503
- [33] D.K. Brice und W.R. Wampler, J. Nucl. Mater. **145-147** (1987) 368
- [34] D.K. Brice, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. **B 52** (1990) 140
- [35] J. Brooks, D. Brice, A. Dewald und R. McGrath, J. Nucl. Mater. **162-164** (1989) 363
- [36] J.N. Brooks, D. Alman, G. Federici, D.N. Ruzic und D.G. White, J. Nucl. Mater. **266-269** (1999) 58
- [37] Caburn-MDC Katalog 1995, CABURN-MDC GmbH, 1995
- [38] A. Calcatelli, Vacuum **39** 7/8 (1989) 799
- [39] C. Cardinal et al., Appl. Phys. Letters **26** (1975) 543
- [40] G. Carter, Vacuum **12** (1962) 245
- [41] R.A. Causey und K. Wilson, J. Nucl. Mater. **138** (1986) 57
- [42] R.A. Causey, M. Baskes und K. Wilson, J. Vac. Sci. Technol. **A4** (1986) 1189
- [43] R.A. Causey, J. Nucl. Mater. **162-164** (1989) 151
- [44] R.A. Causey, W.R. Wampler und D. Walsh, J. Nucl. Mater. **176-177** (1990) 987
- [45] R.A. Causey, K. Wilson und W.R. Wampler, J. Nucl. Mater. **266-269** (1999)
- [46] R.A. Causey, persönliches Gespräch, San Diego, 21.5.1998
- [47] S. Chiu und A.A. Haasz, J. Nucl. Mater. **196-198** (1992) 972
- [48] S. Chiu und A.A. Haasz, J. Nucl. Mater. **208** (1994) 282

- [49] G. Class, K. Brockmüller und V. Hauer, *3D Monte Carlo Simulation of Molecular Movements and Photon Temperature Load in Arbitrarily Shaped Vacuum Vessels*, Movak 3D Manual, Karlsruhe, 1994
- [50] J.P. Coad, J. Nucl. Mater. **226** (1995) 156
- [51] J.P. Coad, M. Rubel und C.H. Wu, J. Nucl. Mater. **241-243** (1997) 408
- [52] A. Cornu und R. Massot, *Compilation of Mass Spectra Data*, Vol. 1, Heyden, London, 1979
- [53] J.W. Davis, A.A. Haasz, O. Auciello und P.C. Stangeby, J. Nucl. Mater. **128 & 129** (1984) 788
- [54] J.W. Davis, A.A. Haasz und P. Stangeby, J. Nucl. Mater. **138** (1986) 227
- [55] J.W. Davis und A.A. Haasz, J. Nucl. Mater. **149** (1987) 349
- [56] J.W. Davis, A.A. Haasz und P. Stangeby, J. Nucl. Mater. **155-157** (1988) 234
- [57] J.W. Davis, A.A. Haasz und D.S. Walsh, J. Nucl. Mater. **176 & 177** (1990) 992
- [58] J.W. Davis und A.A. Haasz, J. Nucl. Mater. **183** (1991) 229
- [59] J.W. Davis und A.A. Haasz, J. Nucl. Mater. **220-222** (1995) 832
- [60] Chr. Day, Vacuum **51** 1 (1998) 21, Special Issue
- [61] E. de la Cal und E. Gauthier, J. Vac. Sci. Technol. **A15** (5) (1997) 2597
- [62] W. Delle, K. Koizlik und H. Nickel, *Graphitic Materials for Use in Nuclear Reactors*, Vol. 2, Thiemig Verlag Munich (1983)
- [63] DIN 28400, *Vakuumtechnik - Benennungen und Definitionen*, 1980
- [64] DIN 28418, *Kalibrierung von Vakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsmeßgerät*, 1980
- [65] Dobrozemsky, persönliche Mitteilung, Magdeburg, 3.12.1997
- [66] B.L. Doyle, W.R. Wampler, D.K. Brice und S.T. Picraux, J. Nucl. Mater. **93 & 94** (1980) 551
- [67] W. Eckstein, *Reflection*, in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion*, volume 1 of *Nuclear Fusion, Special Issue*, IAEA, Vienna, 1991
- [68] W. Eckstein, J. Bohdanský und J. Roth, *Physical Sputtering*, in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion, Nuclear Fusion, Special Issue*, Vol. 1, IAEA, Vienna, 1991
- [69] J. L'Ecuyer et al., Nucl. Instr. Methods **149** (1977) 305

- [70] Chr. Edelmann und H.G. Schneider, *Vakuumphysik und -technik*, Geest & Portig KG, Leipzig, 1978
- [71] Chr. Edelmann, *Vakuumentchnik - Grundlagen und Anwendungen*, Dr. Alfred Hüthig Verlag, Heidelberg, 1985
- [72] Chr. Edelmann, *Wissenspeicher Vakuumentchnik*, VEB Fachbuchverlag, Leipzig, 1985
- [73] Chr. Edelmann, *Vakuumentchnik* **38** (1989) 223
- [74] Chr. Edelmann, *Wiss. Z. Techn. Univ. Magdeburg* **34** Heft 7 (1990)
- [75] Chr. Edelmann und I. Kunz, *Vacuum* **46** 2 (1995) 159
- [76] Chr. Edelmann, *Vakuumphysik - Grundlagen, Vakuumerzeugung und -messung, Anwendungen*, Spektrum Akademischer Verlag GmbH, Heidelberg - Berlin, 1998
- [77] F. Engelmann, in *Physics of Plasma-Wall Interaction in Controlled Fusion* (D.E. Post, R. Behrisch, Eds.), Plenum Press, New York, London (1986) 15
- [78] F. Engelmann, *Phys. Bl.* **53** (1997) 994
- [79] B. Engers, Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1995
- [80] B. Engers und Th. Iwert, *J. Vac. Soc. Jap.* **39** (1996)
- [81] S.K. Erents und E.S. Hotston, *Nucl. Instr. Meth.* **170** (1980) 449
- [82] W. Espe, *Werkstoffkunde der Vakuumentchnik*, Bd. 1, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaft, Berlin, 1959
- [83] G. Federici und C.H. Wu, *J. Nucl. Mater.* **186** (1992) 131
- [84] G. Federici, P. Andrew, J. Brooks, R. Causey, P. Coad, R. Doerner, A.A. Haasz, G. Janeschitz, G. Longhurst, A. Peacock, V. Philipps, J. Roth, C.S. Skinner und W.R. Wampler, *J. Nucl. Mater.* **266-269** (1999)
- [85] T.A. Flaim und P.D. Ownby, *J. Vac. Sci. Technol.* **8** (1990) 661
- [86] P. Franzen, Dissertation, TU München, 1992
- [87] P. Franzen, E. Vietzke, A.A. Haasz, J. Davis und V. Philipps, *J. Nucl. Mater.* **196-198** (1992) 967
- [88] P. Franzen, PIDAT Workstation Version (25.8.93), FORTRAN 77-Quelltext, 1993
- [89] P. Franzen und E. Vietzke, *J. Vac. Sci. Technol.* **A12** (3) (1994) 820
- [90] P. Franzen, C. García-Rosales, H. Plank und V. Kh. Alimov, *J. Nucl. Mater.* **241-243** (1997) 1082

- [91] P. Franzen, R. Behrisch, C. García-Rosales, das ASDEX Upgrade Team, D. Schleußner, D. Rösler, J. Becker, W. Knapp und Chr. Edelmann, *Nuclear Fusion* **37** (1997) 1375
- [92] P. Franzen, H. Maier, D. Schleußner, R. Behrisch und M. Balden, *Hydrogen isotope inventory in the tungsten coated divertor tiles of ASDEX Upgrade*, in *Europhysics Conference Abstracts (Proc. of the 24th EPS Conference on Controlled Fusion and Plasma Physics, Berchtesgaden, 1997)*, Geneva, 1997, EPS
- [93] P. Franzen, R. Behrisch, D. Schleußner, G.Y. Sun und C. García-Rosales, *Measurement of the H, D, and T collected at different areas of the carbon tiles from the vessel walls of ASDEX Upgrade*, Vortrag beim *Workshop on „Tritium Removal of Codeposited Layers“*, Garching, 6.-7.5.1997
- [94] P. Franzen, D. Schleußner, K. Krieger, R. Behrisch und das ASDEX-Upgrade Team, unveröffentlichte Ergebnisse
- [95] P. Franzen, H. Maier, R. Behrisch, D. Schleußner, G.Y. Sun und C. García-Rosales, in *Proceedings of the IEA Workshop on „Tritium Experience in Large Tokamaks, Application to ITER“*, Pinceton, USA, 1998
- [96] J.K. Fremerey, *J. Vac. Sci. Technol.* **9** (1972) 108
- [97] J.I. Frenkel, *Z. für Physik* **26** (1924) 117
- [98] C. García-Rosales, P. Franzen, H. Plank, J. Roth und E. Gauthier, *J. Nucl. Mater.* **233-237** (1996) 803
- [99] C. García-Rosales und D. Hildebrandt, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, in press
- [100] W. Göhler, *Höhere Mathematik: Formeln und Hinweise*, Dt. Verl. für Grundstoffind., Auflage 10, Leipzig, 1989
- [101] R.J. Gorte, *Journal of Catalysts* **75** (1982) 164
- [102] W. Große Bley, *Vakuumtechnik* **38** (1989) 9
- [103] E. Grimsehl et al., *Lehrbuch der Physik*, Band 4, Auflage 17, BSB B. G. Teubner Verlagsgesellschaft, Leipzig, 1988
- [104] W. Gulden und J. Raeder, *Phys. Bl.* **46** (1990) 179
- [105] G. Haas, M. Keilhacker, W. Poschenrieder, H. Vernickel und F. Wagner, *J. Nucl. Mater.* **63** (1976) 92
- [106] A.A. Haasz, O. Auciello und P.C. Stangeby, *J. Vac. Technol.* **A4** (3) (1986) 1176
- [107] A.A. Haasz, S. Chiu und J. Davis, in *Atomic and Molecular Data for Fusion Reactor Technology* (Proceedings of the IAEA Technical Committee Meeting, Cadarache, France, October 12-16, 1992), IAEA, Vienna (1992) 92
- [108] A.A. Haasz und J.W. Davis, *J. Nucl. Mater.* **209** (1994) 155

- [109] A.A. Haasz, P. Franzen, J.W. Davis, S. Chiu und C.S. Pitcher, *J. Appl. Phys.* **77** (1) (1995) 66
- [110] A.A. Haasz und J.W. Davis, *J. Nucl. Mater.* **241-243** (1997) 1076
- [111] A.A. Haasz und J.W. Davis, *J. Nucl. Mater.* **258-263** (1998) 889
- [112] A.A. Haasz, M. Poon und J.W. Davis, *J. Nucl. Mater.* **266-269** (1999)
- [113] A.A. Haasz, M. Poon, R.G. Macaulay-Newcombe und J.W. Davis, *J. Nucl. Mater.* **290-293** (2001) 85
- [114] V. Hauer, Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1995
- [115] R.P. Henry, *Le Vide* **82** (1959) 226
- [116] A. Herrmann, W. Junker, K. Günther, S. Bosch, M. Kaufmann et al., *Plasma Physics and Controlled Fusion* **37** (1995) 17
- [117] Hiden, Herstellerangaben
- [118] L.D. Hinkle, J. Provost und D.J. Surette, *J. Vac. Sci. Technol.* **A15** (5) (1997) 2802
- [119] J.V. Hofmann, I. Milch und F. Wagner, *Vakuum in der Praxis* **4** (1993) 237
- [120] E. Hoinkis, *J. Nucl. Mater.* **183** (1991) 9
- [121] R. Holanda, *J. Vac. Sci. Technol.* **10** (1992) 1133
- [122] W. Huber, *Schunk & Ebe Blätter* **26** (1972) 17
- [123] P. Hucks, K. Flaskamp und E. Vietzke, *J. Nucl. Mater.* **93 & 94** (1980) 558
- [124] W. Ilberg, *Physikalisches Praktikum für Anfänger*, BSB B.G. Teubner Verlagsgesellschaft, Leipzig, 1979
- [125] W. Jacob und W. Möller, *Appl. Phys. Lett.* **63** (1993) 1771
- [126] W. Jacob und W. Möller, *Appl. Phys. Lett.* **68** (1996) 475
- [127] T. Jirsak und V. Nikolajenko, *Vacuum* **47** 2 (1996) 173
- [128] W. Jitschin, *Vakuum in der Praxis* **1** (1991) 47
- [129] W. Jitschin und M. Péus, *Vakuum in der Praxis* **2** (1991) 139
- [130] W. Jitschin, *Vakuum in der Praxis* **4** (1992) 273
- [131] W. Jitschin, *Vakuum in der Praxis* **3** (1994) 209
- [132] W. Jitschin, *Vakuum in Forschung und Praxis* **3** (1997) 213
- [133] W. Jitschin, *Vakuum in Forschung und Praxis* **4** (1997) 289

- [134] R. Kauert, Dissertation, Otto-von-Guericke-Universität, Magdeburg, 1997
- [135] M. Keilhacker, M.L. Watkins und JET Team, J. Nucl. Mater. **266-269** (1999) 1
- [136] B.T. Kelly, J. Vac. Sci. Technol. **A4** (3) (1986) 1171
- [137] O.F.O. Kieler, Dissertation, Otto-von-Guericke-Universität, Magdeburg, 1998
- [138] W. Köppendörfer, Phys. Bl. **46** 8 (1990) 324
- [139] W. Köppendörfer, C. Andelfinger, M. Ballica, W. Becker, K. Behler et al., Results of the first operational phase of ASDEX Upgrade, in *Plasma Physics and Controlled Nuclear Fusion Research 1992*, volume 1, pages 127-140, Vienna, 1993, IAEA und Report No. IPP 1/277; IPP 5/54, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, 1993
- [140] W. Köppendörfer und I. Milch, Techn. Wiss./Naturw. (1993) 113
- [141] U. Kreissig, R. Grötzschel und R. Behrisch, Nucl. Instr. Meth. **B85** (1994) 71
- [142] K. Krieger, V. Rohde, R. Schwörer, K. Asmussen, C. García-Rosales et al., J. Nucl. Mater. **241-243** (1997) 734
- [143] K. Krieger, H. Maier, D. Grambole, D. Schleussner, P. Franzen und das ASDEX-Upgrade Team, *Hydrogen Isotope Inventories In Plasma Facing Components Of ASDEX Upgrade*, 17th IAEA Fusion Energy Conference, Yokohama, Japan, 19.-24. Oktober 1998
- [144] I. Kunz, Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität, Magdeburg, 1991
- [145] I. Kunz, *Untersuchung über die Gasabgabe aus den Wänden eines Tokamak-Fusionsreaktors vom Typ ITER II*, KfK 5374, Jülich 1994
- [146] T.Y. Kuren'yova, M.E. Ryskin und B.R. Shub, Surface Science **109** (1981) 482
- [147] R.A. Langley, R.S. Blewer und J. Roth, J. Nucl. Mater. **76-77** (1978) 313
- [148] J.D. Lawson, Proc. Phys. Soc. **B 70** (1957) 6
- [149] J. Lehmann, P. Roos und E. Bertel, Phys. Rev. **B 54** 4 (1996) 2347
- [150] Leybold, Herstellerangaben
- [151] C.W. Magee, S.A. Cohen, D.E. Voss und D.K. Brice, Nucl. Instr. Meth. **168** (1980) 383
- [152] H. Maier et al., J. Nucl. Mater., Special Issue; ICFRM 8, Sendai, Japan, 1997
- [153] H. Maier, K. Krieger, M. Balden, J. Roth et al., J. Nucl. Mater. **266-269** (1999)
- [154] M. Mavrikakis, J.W. Schwank und J.L. Gland, Surface Science **335** (1996) L385

- [155] M. Mayer, R. Behrisch, H. Plank, J. Roth, G. Dollinger und C.M. Frey, *J. Nucl. Mater.* **230** (1996) 67
- [156] D.M. Meade, *Nucl. Fusion* **14** (1974) 289
- [157] D. Mende und G. Simon, *Physik - Gleichungen und Tabellen*, Auflage 10, VEB Fachbuchverlag, Leipzig, 1988
- [158] T. Mieno und H. Takeda, *Vacuum* **47** 6-8 (1996) 951
- [159] I. Milch, *Kernfusion - Berichte aus der Forschung*, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, 1995
- [160] P. Mohan und A.C. Gupta, *Vacuum* **48** 6 (1997) 515
- [161] W. Möller und F. Besenbacher, *Nucl. Instr. Meth.* **168** (1980) 111
- [162] W. Möller, Report No. IPP **9/44**, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, 1983
- [163] W. Möller und B.M.U. Scherzer, *Appl. Phys. Lett.* **50** (1987) 1870
- [164] W. Möller und B.M.U. Scherzer, *J. Appl. Phys.* **64** (1988) 4860
- [165] W. Möller, *J. Nucl. Mater.* **162-164** (1989) 138
- [166] K. Morita und Y. Hasabe, *J. Nucl. Mater.* **176-177** (1990) 213
- [167] H. Müller, G. Pröhl, K. Henrichs und H.G. Paretzke, *Phys. Bl.* **46** (1990) 182
- [168] H. Nakamura, J. Dietz und P. Ladd, *Vacuum* **47** (1996) 969
- [169] F. Nakao, *Vacuum* **25** (1975) 431
- [170] K. Nakayama, S. Fukuda, T. Hino und T. Yamashina, *J. Nucl. Mater.* **145-147** (1987) 301
- [171] D. Naujoks, K. Asmussen, M. Bessenrodt-Weberpals, S. Deschka, R. Dux, W. Engelhardt, A.R. Field, G. Fussmann, J.C. Fuchs, C. García-Rosales, S. Hirsch, P. Ignacz, G. Lieder, K.F. Mast, R. Neu, R. Radtke, J. Roth, U. Wenzel und das ASDEX-Upgrade Team, *Nucl. Fusion* **36** (1996) 671
- [172] D. Naujoks und W. Eckstein, *J. Nucl. Mater.* **230** (1996) 93
- [173] R. Neu et al., *Plasma Physics and Controlled Fusion* **38** (1996) A165
- [174] C. Oshima und A. Otuka, *J. Vac. Sci. Technol.* **A12**(6) (1994)
- [175] *Partialdruckmessung in der Vakuumtechnik*, BG 800 169 PD (8907), Balzers AG, Liechtenstein, 1989
- [176] R.-D. Penzhorn, N. Bekris, U. Berndt, J.P. Coad, H. Ziegler und W. Nägele, *J. Nucl. Mater.* **288** (2001) 170

- [177] M. Pirani, Ber. Deutsch. Phys. Ges. **4** (1906) 686
- [178] K. Plamann und R. Behrisch, NIM B **129** (1997) 501
- [179] V.M. Prozesky, C.L. Churms, J.V. Pilcher, K.A. Springhorn und R. Behrisch, Nucl. Instr. Meth. **B84** (1994) 373
- [180] J. Raeder, *Kontrollierte Kernfusion: Grundlagen ihrer Nutzung zur Energieversorgung*, B.G. Teubner, Stuttgart, 1981
- [181] *Quantitative Massenspektrometrie*, Lehrgangsunterlagen, Leybold AG, 1992
- [182] E. Rebhan, *Heißer als das Sonnenfeuer - Plasmaphysik und Kernfusion*, R. Piper GmbH & Co. KG, München, 1992
- [183] P.A. Redhead, Vacuum **12** (1962) 203
- [184] P.A. Redhead, J. Vac. Sci. Technol. **A10** (4) (1992)
- [185] Ringsdorff, Herstellerangaben.
- [186] E. Robens, Th. Gast und H.R. Jenemann, Vakuum in Forschung und Praxis **4** (1997) 262
- [187] J. Roth, J. Bohdanský, W. Poschenrieder und M.K. Sinha, J. Nucl. Mater. **63** (1976) 222
- [188] J. Roth und W. Möller, Nucl. Instr. Meth. **B7/8** (1985) 788
- [189] J. Roth, Chemical Sputtering and Radiation Enhanced Sublimation of Carbon, in *Physics of Plasma-Wall-Interaction in Controlled Fusion*, D. Post und R. Behrisch (eds.), 389, Plenum Publishing Corp., 1986
- [190] J. Roth und J. Bohdanský, Appl. Phys. Lett. **51** (1987) 964
- [191] J. Roth, J. Nucl. Mater. **176-177** (1990) 132
- [192] J. Roth, E. Vietzke und A.A. Haasz, *Erosion of Graphite due to Particle Impact*, in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion*, Vol. **1**, Nuclear Fusion, Special Issue, IAEA, Vienna, 1991
- [193] J. Roth und C. García-Rosales, Nucl. Fusion **36** (1996) 12 1647
- [194] J. Roth, J. Nucl. Mater. **266-269** (1999)
- [195] M. Saitoh, K. Shimura, T. Iwata, T. Momose und H. Ishimaru, J. Vac. Sci. Technol. **A11**(5) (1993)
- [196] R. Sartori et al., J. Nucl. Mater. **176 & 177** (1990) 624
- [197] J.A. Sawicki, Nucl. Instr. Meth. **B23** (1987) 521
- [198] J.A. Sawicki, J. Roth und L.M. Howe, J. Nucl. Mater. **162-164** (1989) 1019

- [199] B.M.U. Scherzer, R. Behrisch, W. Eckstein, U. Littmark, J. Roth et al., *J. Nucl. Mater.* **63** (1976) 100
- [200] N. Schindler, D. Schleußner und Chr. Edelmann, *Vakuum in Forschung und Praxis* **1** (1995) 57
- [201] N. Schindler, D. Schleußner und Chr. Edelmann, *Vacuum* **47** (1996) No. 4 375
- [202] N. Schindler, Dissertation, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1997
- [203] D. Schleußner, Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1995
- [204] D. Schleußner, *Entgasungsmessungen von verschiedenen Graphitproben*, Zwischenbericht, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Juni 1995
- [205] D. Schleußner, M. Perl, St. Biehl und Chr. Edelmann, *Calibration of Vacuum Gauges for different Gases, Influence of the used Vacuum Systems*, Vortrag beim 2nd Otto-von-Guericke-Workshop, Magdeburg, 1997
- [206] D. Schleußner, H. Maier, P. Franzen, R. Behrisch, M. Balden, das ASDEX-Upgrade Team, M. Perl, W. Knapp, Chr. Edelmann., *J. Nucl. Mater.* **266-269** (1999) 1296
- [207] D. Schleußner, D. Rösler, J. Becker, W. Knapp, Chr. Edelmann, C. García-Rosales, P. Franzen und R. Behrisch, *J. Vac. Sci. Technol.* **A17** (5) (1999) 2785
- [208] A. Schram, *Le Vide* **103** (1963) 55
- [209] H. Schröder, Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1994
- [210] U. Schumacher, *Fusionsforschung - eine Einführung*, Wissensheft, Buchgesellschaft, 1993
- [211] R. Schwörer und J. Roth, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik Garching, unveröffentlichte Ergebnisse
- [212] R. Siegele, J. Roth, B.M.U. Scherzer und S. Pennycook, *J. Appl. Phys.* **73** (1993) 2225
- [213] C. Stan-Sion, R. Behrisch, J.P. Coad, U. Kreißig, F. Kubo, V. Lazarev, S. Lindig, M. Mayer, E. Nolte, A. Peacock, L. Rohrer und J. Roth, *J. Nucl. Mater.* **290-293** (2001) 491
- [214] G. Staudenmaier, J. Roth, R. Behrisch, J. Bohdanský, W. Eckstein, P. Staib, S. Matteson und S.K. Erents, *J. Nucl. Mater.* **84** (1979) 149
- [215] J. Stober et al., in *Conference on Controlled Fusion and Plasma Physics* (Proc. 23rd Eur. Conf. Kiev, 1996), Vol. **20C**, Part I, European Physical Society, Geneva (1996) 25
- [216] L. Stobinski und R. Dus, *Vacuum* **46** 5/6 (1995) 433
- [217] W. Streckelmacher, *Vacuum* **37** 8/9 (1987) 651

- [218] D.R. Stull und H. Prophet, *JANAF Thermochemical Tables*, Report NSRDS-NBS **37** (1971)
- [219] M. Suemitsu, Y. Tsukidate und N. Miyamoto, *Vacuum* **47** 6-8 (1996) 733
- [220] G.Y. Sun, M. Friedrich, R. Grötzschel, W. Bürger, R. Behrisch und C. García-Rosales, *J. Nucl. Mater.* **246** (1997) 9
- [221] F.C. Sze, L. Chousal, R.P. Doerner, S. Luckhardt, R. Seraydarian, and D.G. Whyte, *J. Nucl. Mater.* **266-269** (1999)
- [222] J. Tirira, Y. Serruys und P. Trocellier, *Forward Recoil Spectrometry. Application To Hydrogen Determination In Solids*, Plenum Press, New York and London, 1996
- [223] H. Verbeek, J. Stober, D.P. Coster, W. Eckstein und R. Schneider, *Nuclear Fusion* **38** (1998) 1789
- [224] H. Vernickel et al., Report IPP **1/239**, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching (1987)
- [225] E. Vietzke, K. Flaskamp und V. Philipps, *J. Nucl. Mater.* **128-129** (1984) 545
- [226] E. Vietzke, K. Flaskamp, V. Philipps, G. Esser, P. Wienhold und J. Winter, *J. Nucl. Mater.* **145-147** (1987) 443
- [227] E. Vietzke, P. Franzen, A.A. Haasz, J. Davis, V. Philipps et al., *Atomic reemission of hydrogen from pure and boronized graphites at temperatures above 1000 K*, in Proc. of the IAEA Technical Committee Meeting on Atomic and Molecular Data for Fusion Reactor Technology, Cadarache, France, October 12-16, 1992, R. Janev and H. Drawin (eds.), 76, Cadarache, 1993
- [228] E. Vietzke, M. Wada und M. Hennes, *J. Nucl. Mater.* **266-269** (1999)
- [229] F. Wagner, *J. Vac. Sci. Technol.* **20** (1982) 1211
- [230] W.R. Wampler und C. Magee, *J. Nucl. Mater.* **103-104** (1981) 509
- [231] W.R. Wampler, B.L. Doyle und A.E. Pontau, *J. Nucl. Mater.* **145-147** (1987) 353
- [232] W.R. Wampler, B.L. Doyle, S.R. Lee, A.E. Pontau, B.E. Mills, R.A. Causey, D. Buchenauer, H.F. Dylla, M.A. Ulrickson und P.H. LaMarche, *J. Vac. Sci. Technol.* **A6** (3) (1988) 2111
- [233] W.R. Wampler, *Nucl. Fusion*, Special Issue; IEA Workshop on Tritium Experience in Large Tokamaks, Application to ITER, Princeton Press, Bloomington, 1998
- [234] M. Weinlich, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, persönliche Mitteilung, 1996
- [235] D.G. Whyte, B.R. Bastasz, J.N. Brooks, W.R. Wampler, W.P. West und C.P.C. Wong, *J. Nucl. Mater.* **266-269** (1999)

- [236] K. Wittmaak, in *Sputtering by Particle Bombardment*, Bd. III (R. Behrisch, K. Wittmaak, Eds.), in *Topics in Applied Physics*, Vol. **64**, Springer Verlag, (1991) 190
- [237] T. Wölflick, Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1994
- [238] C.H. Wu, C. Alessandrini, R. Moorman, M. Rubel und B.M. Scherzer, *J. Nucl. Mater.* **220-222** (1995) 860
- [239] M. Wutz, H. Adam und W. Walcher, *Theorie und Praxis der Vakuumtechnik*, Vieweg Verlag, Braunschweig; Wiesbaden, 1992
- [240] R. Yamada, K. Nakamura, K. Sone und M. Saidoh, *J. Nucl. Mater.* **95** (1980) 278
- [241] R. Yamada, *J. Nucl. Mater.* **120** (1984) 119
- [242] R. Yamada, *J. Nucl. Mater.* **145-147** (1987) 359
- [243] R.M. Zabel, *Rev. Sci. Instr.* **4** (1933) 233
- [244] www.ipp.mpg.de/aug/aug.html, Homepage, ASDEX-Upgrade Fusionsexperiment
- [245] www.ipp.mpg.de/ipp/asdup.html, ASDEX-Upgrade Homepage beim Max-Planck-Institut für Plasmaphysik Garching
- [246] www.ipp.mpg.de/ipp/ipp.html, Homepage, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik Garching
- [247] www.ipp.mpg.de/ipp/w7as.html, Homepage, Wendelstein 7-AS
- [248] www.ipp.mpg.de/ipp/w7x.html, Homepage, Wendelstein 7-X
- [249] www.iter.org, Homepage, ITER-Joint Central Team
- [250] www.iter.eu.de, Homepage, ITER (Garching/Europe Joint Work Site)
- [251] www.jet.efda.org, Homepage, JET

10 Anhang

10.1 Kontrollierte Kernfusion

Die Kernfusion von Wasserstoff ist der Energielieferant der Sterne im Kosmos und auch unserer Sonne [180,210]. Bei der möglichen technischen Nutzung der Kernfusion besitzt nach gegenwärtigen Erkenntnissen die Fusionsreaktion von Deuterium und Tritium (D-T-Reaktion)



die größte Aussicht auf Erfolg, da diese den größten Wirkungsquerschnitt bei der niedrigsten Stoßenergie aufweist [21,77]. Damit diese Fusionsreaktion stattfindet, müssen die Atomkerne nahezu bis auf den Kernradius angenähert werden (Der restliche Abstand bis zur Verschmelzung wird durch den Tunneleffekt überbrückt. [77]). Dies kann man durch das Aufheizen des Deuterium-Tritium-Gases auf Temperaturen T_p von 100 bis 200 Millionen Kelvin erreichen [21,77,210]. Das resultierende thermische Plasma bietet den Vorteil, daß Stöße zwischen den Wasserstoffatomen, die nicht zur Fusion führen, keinen Energieverlust bedeuten.

Bei den heutigen Fusionsexperimenten werden anstelle des in einem Fusionsreaktor benötigten Deuterium-Tritium-Plasmas meist reine Deuterium-Plasmen (bzw. Deuterium-Wasserstoff-Plasmen) untersucht, um die Probleme, die sich aus der Radioaktivität des Tritiums ergeben, zu umgehen. Die gewonnenen Ergebnisse lassen sich aufgrund der ähnlichen Eigenschaften der Wasserstoffisotope auf die Verwendung von Deuterium-Tritium-Plasmen extrapolieren. [135]

Ein Plasma mit der für die Fusion notwendigen Temperatur von (100-200) Millionen Kelvin läßt sich nicht einfach in einem Gefäß zusammenhalten, da die Gefäßwände schmelzen und verdampfen würden. Ein wesentlicher Teil der Fusionsexperimente ist der Versuch das Plasma durch ineinander geschachtelte geschlossene toroidale Magnetfeldflächen einzuschließen. In Abhängigkeit von der Art der Erzeugung des poloidalen Magnetfeldes werden die „Tokamak“- und „Stellarator“-Geometrie unterschieden [77,119,140,159,182]. Bei der „Tokamak“-Geometrie dienen Spulen außerhalb des Torus zur Erzeugung eines starken toroidalen Magnetfeldes im Plasmagefäß. Die Verschraubung der Magnetfeldlinien, und damit die Erzeugung geschlossener toroidaler Magnetfeldflächen, erfolgt durch einen starken Strom im Plasma, welcher wie bei einem Transformator über ein veränderliches Magnetfeld in der Mitte der Toroidalfeld-Spulen erzeugt wird. Für diesen Einschluß ist der Strom im Plasma notwendig, dessen Dauer jedoch begrenzt ist. Der Strom dient gleichzeitig zur (OHMSchen) Heizung des Plasmas. Zur zusätzlichen Heizung verwendet man energiereiche Neutralteilchen („Neutral Beam Injection“ NBI) und die Einstrahlung von hochfrequenten Wellen.

Bei der „Stellarator“-Geometrie (z. B. Wendelstein 7-AS [247] und 7-X [248]) werden die geschlossenen magnetischen Flächen allein durch äußere Spulen erzeugt. Das ermöglicht einen kontinuierlichen Betrieb, da kein Strom im Plasma benötigt wird.

Bei diesen Magnetfeldgeometrien gyrieren die Plasmateilchen um die magnetischen Feldlinien und bewegen sich dabei entlang der magnetischen Flächen. Durch Drift und Diffusion bewegen sie sich in geringerem Maße auch senkrecht zu den magnetischen Flächen, was eine Ausdehnung des Plasmas zur Folge hat.

Abbildung 10.1 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines Tokamak. Dort gibt es eine größte (und somit auch letzte) geschlossene magnetische Fläche, welche durch an den Wänden befindliche Begrenzer (Limiter) bzw. mit Hilfe äußerer magnetischer Spulen (Divertorspulen) festgelegt wird. Die Trennfläche zwischen der letzten geschlossenen und der ersten offenen

(auf die innere Wand auftreffenden) magnetischen Fläche wird als Separatrix bezeichnet. Für Fusionsexperimente mit Limiter (z. B. TEXTOR, erste Betriebsphase von „Joint European Torus“ (JET) [251]) treffen die über die Separatrix hinausdiffundierenden und entlang der Magnetfeldlinien laufenden Plasmateilchen unmittelbar auf die Seiten des Limiters am Plasmarand. Dort erfolgt die stärkste Plasma-Wand-Wechselwirkung. Um eine größere räumliche Trennung vom Gebiet der Plasma-Wand-Wechselwirkung und dem zentralen Plasma zu erreichen und somit die Verunreinigung des Plasmas zu vermindern und das Abpumpen von Helium zu ermöglichen, werden bei Fusionsexperimenten mit Divertor (z. B. ASDEX-Upgrade [138,244] und auch JET [251] in seinen späteren Betriebsphasen) die magnetischen Flächen außerhalb der Separatrix auf die Oberfläche des sogenannten Divertors abgelenkt (divertiert), der im unteren (oder oberen) Teil der Plasmakammer angeordnet ist.

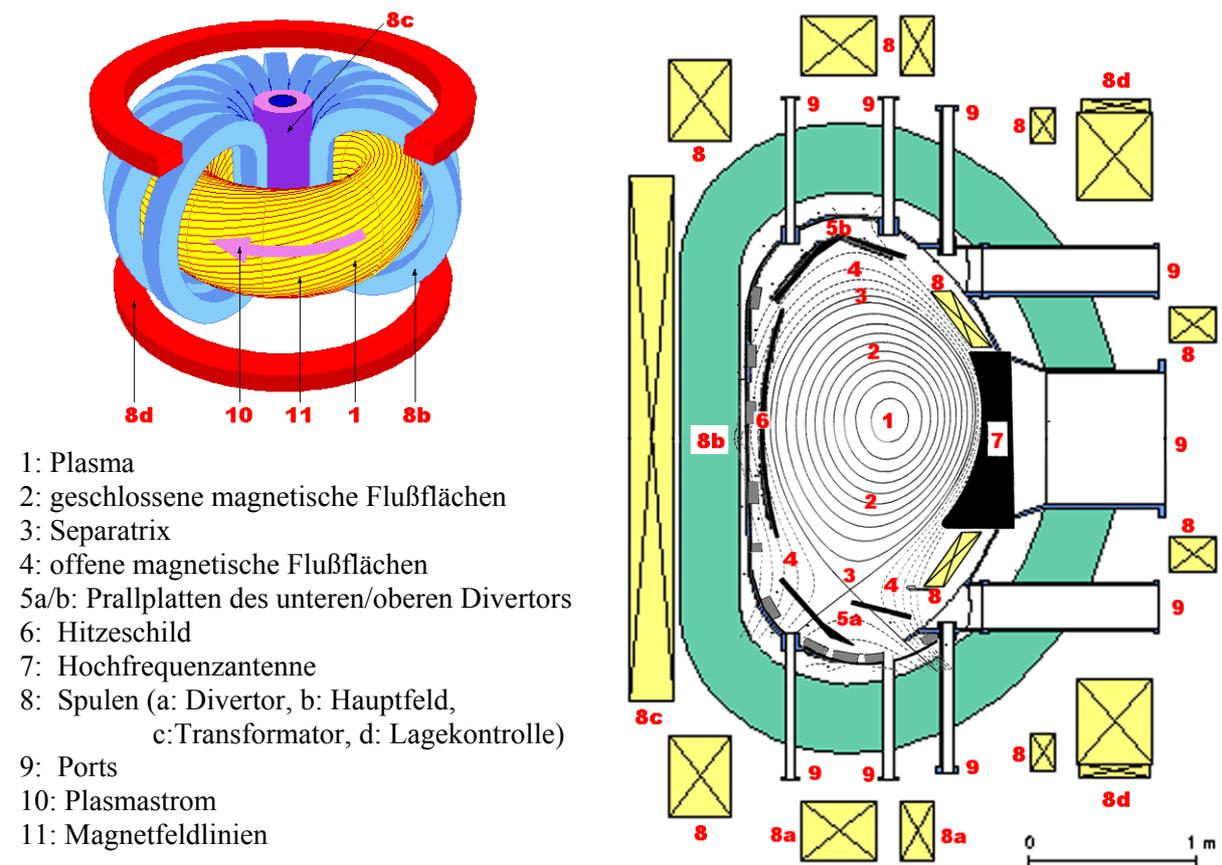


Abbildung 10.1: Aufbau eines Tokamak: Schematische 3D-Darstellung (links) und poloidaler Schnitt (rechts) am Beispiel des Fusionsexperimentes ASDEX-Upgrade in Garching (1992-1998). Die Schnitte durch die geschlossenen magnetischen Flächen innerhalb der Separatrix sind durchgezogene Linien. Die Schnitte durch die offenen magnetischen Flächen außerhalb der Separatrix, die auf die Divertorplatten und andere Bereiche der inneren Wände auftreffen, sind gestrichelt.

Brennbedingungen

a) Energieeinschluß

Bei der kontrollierten Kernfusion von Deuterium und Tritium muß die Plasmaenergie etwa 12-15 keV betragen. Für eine positive Energiebilanz muß die zur Heizung des Plasmas zugeführte Energie kleiner sein als die gesamte durch Fusion freigesetzte nukleare Energie, multipliziert mit einem Wirkungsgrad zur Umwandlung in elektrische Energie (und zur Heizung des Plasmas). Diese Bedingung wurde zuerst von D. LAWSON aufgestellt (LAWSON-Kriterium; [148]). Sie besagt, daß das Plasma bei ausreichender Plasmateilchendichte n für

eine genügend lange Zeit eingeschlossen sein muß, daß also auch die Energieeinschlußzeit τ_E ausreichend groß sein muß [148,156]:

$$n\tau_E \geq 4 \cdot 10^{20} \text{ s/m}^3. \quad (10.2)$$

Bei einem späteren stationär brennenden Fusionsplasma soll die Plasmaheizung direkt durch die bei der Fusionsreaktion erzeugten 3,5 MeV ^4He -Atome erfolgen [156]. Diese Energie muß bei ausreichender Plasmateilchendichte n für eine genügend lange Zeit τ_E im Plasma eingeschlossen bleiben [148,156]. Diese Forderungen lassen sich in einer Bedingung für das Fusionsprodukt $n\tau_E T_p$ zusammenfassen:

$$n\tau_E T_p \geq 4 \cdot 10^{28} \text{ K} \frac{\text{s}}{\text{m}^3}. \quad (10.3)$$

Für einen Wirkungsgrad von 20% zur Umwandlung der gesamten Fusionsleistung in elektrische Energie (und zur Heizung des Plasmas) sind die Bedingungen 10.2 und 10.3 identisch.

Die bei den verschiedenen Plasmaexperimenten in den letzten 35 Jahren beim Plasmaeinschluß international erzielten Fortschritte sind anhand der erreichten Fusionsprodukte in Abbildung 2.1 dargestellt. Das zur Zündung notwendige Fusionsprodukt erhofft man mit dem geplanten „International Tokamak Experimental Reactor“ (ITER) [78,168,246, 249-250] zu erreichen.

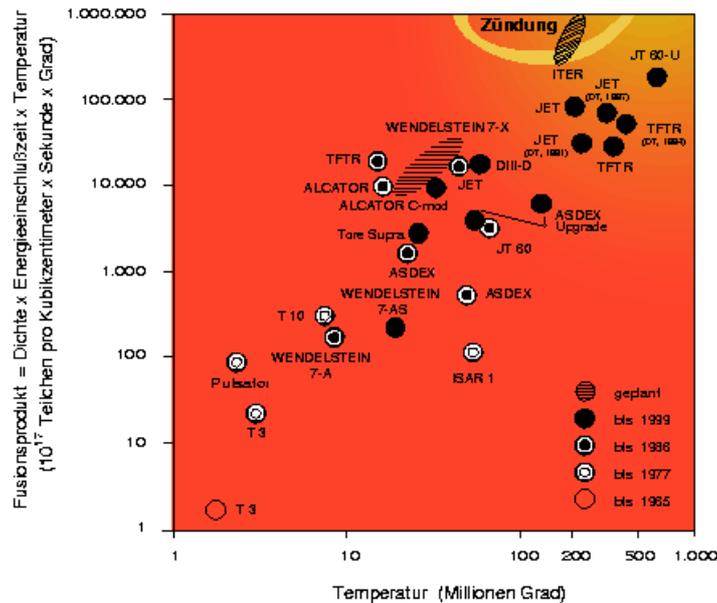


Abbildung 10.2: Fortschritte der verschiedenen internationalen Fusionsexperimente beim erreichten Fusionsprodukt $n\tau_E T_p$, heutiger Stand und Bereich für die Zündung eines D-T-Plasmas. Dabei sind für die USA Alcator in Boston, DIII-D in San Diego und TFTR in Princeton, für Japan JT60 in Takamura, für Rußland T3 und T10 als Tokamak in Moskau, für Deutschland Pulsator und ASDEX(-Upgrade) als Tokamak, ISAR 1 als Plasmaexperiment mit adiabatischer Plasmakompression und Wendelstein 7A als Stellarator (alle in Garching), für Frankreich Tore Supra in Cadarache, für England das europäische Projekt JET in Culham und das geplante internationale Fusionsexperiment ITER aufgeführt.

b) Teilcheneinschluß, Ascheabfuhr

Die bei der Fusion gebildete Asche (3,5 MeV ^4He -Atome bei der D-T-Fusionsreaktion) muß ihre Energie an das Plasma abgeben, um dieses heiß zu halten [20]. Die Einschlußzeit τ_{pHe} für

die ^4He -Ionen muß aber begrenzt sein, so daß im Mittel genau so viele ^4He -Ionen das Plasma verlassen, wie durch die D-T-Reaktion erzeugt werden [21,182]. Andernfalls nimmt die Konzentration von ^4He -Ionen im Plasmazentrum ständig zu, was zu einer Reduzierung der Anzahl der D-T-Reaktionen führt. Wenn man davon ausgeht, daß die ^4He -, T- und D-Ionen etwa die gleiche¹ Teilcheneinschlußzeit τ_p haben, muß gelten [20,21]:

$$n\tau_p \leq 2 \cdot 10^{21} \text{ s/m}^3 . \quad (10.4)$$

Aufgrund der notwendigen Begrenzung des Einschusses der Plasmateilchen muß das Plasma kontinuierlich Teilchen verlieren. Dieser Verlust aus dem zentralen Plasma erfolgt durch Drift und Diffusion in das Randschichtplasma außerhalb der Separatrix, d.h. in das „Scrape off layer“ (SOL)-Plasma. Hier läuft das Plasma entlang der magnetischen Feldlinien und trifft auf die Seiten der Limiter [91] oder die Prallplatten des Divertors, von wo die Teilchen dann abgepumpt werden sollen.

Tatsächlich müssen für die Ungleichungen 10.3 und 10.4 die Gleichheitszeichen gelten. Einerseits muß der Energieeinschluß ausreichend sein, damit das Plasma heiß bleibt, andererseits darf er aber nicht zu gut sein, damit die Plasmatemperatur konstant bleibt. Genauso darf die Teilcheneinschlußzeit einerseits nicht zu gut sein, damit die „Heliumasche“ abgeführt werden kann. Andererseits darf Sie aber auch nicht zu schlecht sein, um die Plasmadichte aufrechterhalten zu können. Damit sind bei magnetisch zusammengehaltenen Plasmen die Teilchen- und Energieflüsse aus dem Randschichtplasma auf die Seiten der Limiter und/oder Divertorplatten vorgegeben. Diese Flüsse bestimmen die dort stattfindenden Plasma-Wand-Wechselwirkungen, welche sich im Wesentlichen aus drei Prozessen zusammensetzt. Das sind die elektrische Ankopplung (LANGMUIR-Schicht), die Teilchenankopplung (Wasserstoff-Teilchenbilanz und Erosion der Wand) und die Energieankopplung (Kühlung der Wand).

Die vorliegende Arbeit stellt einen Beitrag zur Untersuchung der Wasserstoff-Teilchenbilanz am Beispiel des Garching Axial-Symmetrischen Divertor-Experimentes ASDEX-Upgrade [138,244-246] dar. Durch genaue Messungen der Inventare von Wasserstoffisotopen sowie von deren Tiefenverteilungen in den Divertorplatten erhält man Informationen über das Einbringen der Wasserstoffisotope, sowie zur Sättigung und den Gesamtmengen der in Abhängigkeit von den Temperatur der Divertorplatten in diesen aufgesammelten Wasserstoffisotope im Verhältnis zur Wasserstoffmenge im Plasma.

Plasma-Wand-Wechselwirkungen finden — allerdings in unterschiedlichem Ausmaß — in allen dem Plasma ausgesetzten Bereichen der Gefäßwände statt.

Die Divertorplatten und die Seiten der Limiter werden mit den Ionen der Wasserstoffisotope und Verunreinigungen mit einem Energiespektrum, das von wenigen Elektronenvolt bis zu einigen Kiloelektronenvolt reicht, sowie den Plasmaelektronen gleicher Energie beschossen, wodurch erhebliche Energie deponiert wird [36,223]. Die dabei in diese Prallplatten eingeschossenen (implantierten) Wasserstoffatome gehen dem Plasma verloren und werden im allgemeinen durch Einblasen von Gas oder Einschub von Wasserstoffpellets nachgefüllt.

Auf die weiter vom Plasma entfernten Gefäßwände treffen nur sehr kleine Ionenflüsse. Jedoch werden die inneren Gefäßwände — wie auch Divertor und Limiter — mit energiereichen neutralen Wasserstoffatomen mit Energien entsprechend der Plasmatemperatur beschossen. Diese entstehen vorwiegend durch Umladungsprozesse, wenn die von den Wänden desorbierten energiearmen Wasserstoffatome oder die zur Aufrechterhaltung der

¹ Tatsächlich ist die Einschlußzeit für ^4He -Ionen mit der höheren Kernladungszahl in einem stationären Wasserstoffplasma jedoch größer als für die Wasserstoffionen.

Plasmadichte eingeblasenen Wasserstoffteilchen auf energiereiche Ionen aus dem Plasma treffen [223], und werden im Folgenden als CX-Neutralteilchen (Charge-eXchange Neutrals) bezeichnet.

Die Implantationsflußdichten bzw. Fluenzen (Zeitintegral der Implantationsflußdichte) der auf den Divertor treffenden Ionen sind im Vergleich zu denen der CX-Neutralteilchen etwa um einen Faktor 1000 größer [91], aber die Flächen sind entsprechend kleiner. Die Energie der auftreffenden Ionen aus dem Plasma liegt für die betrachtete Konfiguration des Divertors im ASDEX-Upgrade etwa in der Größenordnung von hundert Elektronenvolt [91,206], während die Energie von CX-Neutralteilchen (und schnellen Neutralteilchen der NBI) bis zu einigen Kiloelektronenvolt betragen kann [21,91,215].

Die Isotopenzusammensetzung der Flußdichten von Wasserstoff zu den verschiedenen Teilen der Gefäßwände, sowie die dort aufgesammelten Mengen hängen von verschiedenen Parametern ab:

a) Isotopenzusammensetzung des Plasmas (H/D-Verhältnis)

Die Isotopenzusammensetzung läßt sich zum einen aus den Spektren der durch Ladungsaustausch entstandenen CX-Neutralteilchen bestimmen [229]. Zum anderen kann die Isotopenzusammensetzung auch durch die Aufsummierung der H/D-Verhältnisse der betreffenden Plasmaentladungen unter Berücksichtigung der jeweiligen Füllgase und der eingeschossenen Neutralteilchen in grober Näherung berechnet werden.

b) Temperatur

Das Maximum der mittleren Oberflächentemperatur der Kacheln, die z. B. mit einem Infrarot-Thermographiesystem [116] bestimmt werden kann, gibt in guter Näherung die Position für den Auftreffpunkt der Separatrix auf dem Divertor wieder. Sowohl die Separatrixposition als auch die Oberflächentemperatur kann schon während einer einzelnen Entladung einer sehr starken zeitlichen Änderung unterliegen [91]. Aufgrund der Kühlung der Kachelrückseite ergibt sich während der Plasmaentladungen ein Temperaturgradient zwischen Vorderseite und Rückseite der Kacheln.

c) Flußdichten und Energien von auf den Divertor treffenden Teilchen

Mit LANGMUIR-Sonden [234] können die Ströme auftreffender Ionen gemessen werden. Aus den Ionenströmen werden unter der Annahme einer Kernladungszahl von $Z = 1$ die Obergrenzen der Implantationsflußdichten und — durch zeitliche Integration dieser — auch die Obergrenzen der Fluenzen der während der Plasmaentladung auftreffenden Wasserstoffisotope berechnet. Verunreinigungen im Plasma verfälschen aufgrund ihrer abweichenden Kernladungszahl diese Werte.

Beim ASDEX-Upgrade war Kohlenstoff mit einer mittleren Konzentration von etwa 2 % [91] die Hauptverunreinigung während der Plasmaentladungen. Daraus ergibt sich — unter der Annahme einer Ladungszahl von 4 für Kohlenstoff — bezogen auf die Messung der Implantationsflußdichten von Wasserstoff ein Fehler von ungefähr 10 %.

Weiterhin wird von den mit den LANGMUIR-Sonden gemessenen auftreffenden Teilchenflüssen ein Anteil von etwa 10 % bis 30 % in Form von Neutralteilchen in Richtung des Randplasmas reflektiert und gelangt somit nicht in die Prallplatten des Divertors [68].

10.2 ASDEX-Upgrade

Beim ASDEX-Upgrade [138,244-246] — dem Nachfolger des Axial-Symmetrischen Divertor-Experimentes ASDEX [105] — am MAX-PLANCK-Institut für Plasmaphysik in Garching [246] handelt es sich um ein Fusionsexperiment mittlerer Größe vom Typ Tokamak mit offenem Poloidaldivertor [78,119,138,139,159,182,244,245].

Tabelle 10.1 zeigt die Aufstellung der wichtigsten technischen Daten und erreichten Plasmaparameter vom ASDEX-Upgrade [244,245].

Tabelle 10.1: Wichtige technische Daten und Plasmaparameter für das Fusionsexperiment ASDEX-Upgrade. [244,245]

Gesamthöhe des Experimentes	7 m
großer Plasmaradius	1,65 m
kleine Plasmaradien	0,5 m / 0,8 m
Plasmavolumen	14 m ³
Magnetfeld	maximal 3,1 T
Plasmastrom	0,4-1,6 MA
Pulsdauer	< 10 s
Plasmaheizung	maximal 27 MW
Plasmamenge	3 mg
Elektronendichte	1·10 ²⁰ m ⁻³
Plasmatemperatur	(60-100) · 10 ⁶ K

10.3 Materialien für den Einsatz an den Wänden von Fusionsexperimenten

An die Materialien, die als innere Gefäßwand („Erste Wand“) direkt dem Plasma gegenüberstehen („plasma-facing materials“), werden aufgrund der Belastungen durch Energie und Teilchen (vgl. Kapitel 10.1) besondere Anforderungen gestellt. Neben einer guten Wärmeleitfähigkeit sollten sie auch eine hohe Temperaturbeständigkeit besitzen [23].

Hinsichtlich der Verwendung von Tritium in den letztlich angestrebten Fusionsplasmen und dem Aufsammeln der Wasserstoffisotope in den Wandmaterialien (mit Tritium als radioaktivem Inventar) sollten die Wandmaterialien schließlich eine möglichst geringe Wasserstoffaufnahme und Gasabgabe aufweisen.

Die Erosion der Divertormaterialien durch Zerstäubung läßt sich nicht vollständig vermeiden und führt somit zu einer Verunreinigung des Plasmas. Neben der Verdünnung des Plasmas und der daraus resultierenden Reduzierung der D-T-Reaktionen, führen Verunreinigungen durch Stöße, Ionisation und Bremsstrahlungsverluste zu einer Kühlung des Plasmas. Da die Bremsstrahlungsverluste proportional zum Zerstäubungskoeffizienten und zur zweiten Potenz der Kernladungszahl Z sind [145,182], ergibt sich für die Wandmaterialien die Forderung nach einem geringen Zerstäubungskoeffizienten bzw. einer möglichst geringen Kernladungszahl.

Aus heutiger Sicht kann kein Material alle oben genannten Anforderungen für den Einsatz als „Erste Wand“ erfüllen [23,171]. In Fusionsexperimenten werden vor allem Beryllium, verschiedene Formen von Graphit und Wolfram für die verschiedenen Bereiche der „Ersten Wand“ eingesetzt.

Beim ASDEX-Upgrade wurden vor allem Graphit und für kurze Zeit auch eine Wolframbeschichtung eingesetzt. Nachfolgend sollen die Eigenschaften und als Konsequenz daraus die Vor- und Nachteile dieser Materialien für die „Erste Wand“ kurz aufgeführt werden.

Graphit

Der Graphitkristall besteht aus Ebenen hexagonaler Symmetrie mit schwachen Bindungen zwischen den Ebenen (0,1 eV bis 0,2 eV [86]) und starken Bindungen (4,8 eV [86]) zwischen den Atomen innerhalb einer Ebene. Somit weist kristalliner Graphit, wie hochorientierter pyrolytischer Graphit HOPG (**H**ighly **O**riented **P**yrolytic **G**raphite [136]), anisotrope

physikalische Eigenschaften auf [136]. Graphit hat eine Dichte von 2260 kg/m^3 [62] und kann aufgrund des Phasenübergangs bei Normaldruck nicht schmelzen. Der natürlich vorkommende Graphit liegt in einkristalliner Form vor [136].

An den Wänden der Fusionsexperimente werden heute verschiedene Modifikationen von Graphit verwendet, wie isotroper Feinkorngraphit (EK98, Poco Graphit) und kohlenfaserverstärkter Graphit (CFC). Durch den Einschub von Wasserstoffatomen werden amorphe, mit Wasserstoff angereicherte Kohlenstoffschichten (a-C:H-Schichten) [10] gebildet.

EK98 ist ein isostatisch gepreßter, isotroper Feinkorngraphit, der aus Körnern mit einem Durchmesser von bis zu $25 \text{ }\mu\text{m}$ besteht, die ihrerseits wieder aus ungeordneten Graphitkristalliten von 10 nm bis 100 nm Größe bestehen [86]. Zwischen den Körnern gibt es große Poren mit einem maximalen Durchmesser von $1,7 \text{ }\mu\text{m}$ was sich auch in der geringen Dichte von 1850 kg/m^3 [94] ausdrückt. Bei isotropen Graphiten tritt — im Gegensatz zu orientierten Graphiten (wie z. B. pyrolytischer Graphit) — kein durch Neutronenschäden verursachtes anisotropes Schwellen auf [86]. Der Feinkorngraphit EK98 weist eine mäßige Wärmeleitfähigkeit (50 W/(m K) bei 1000 K [22]) auf [82] und ist in ausreichenden Mengen sofort verfügbar.

Amorphe C:H-Schichten bestehen aus einem dreidimensionalen Netzwerk, das einen sehr großen Verknüpfungsgrad aufweist und in das kleinere Graphitcluster eingebaut sind [10]. Der Wasserstoffgehalt der a-C:H-Schicht hängt von den Ionenenergien bei der Abscheidung ab. So führen hohe Ionenenergien zu einer wasserstoffarmen und daher harten Kohlenwasserstoffschicht, während niedrige Ionenenergien eine wasserstoffreiche und daher „weiche“ a-C:H-Schicht zur Folge haben [10,125,126].

Die Anzahl der natürlichen Haftstellen von Wasserstoff bzw. Deuterium in Graphit läßt sich anhand des Wasserstoffinventars abschätzen, das direkt nach der Herstellung der Graphitproben in diesen gemessen wurde. Für pyrolytischen Graphit ergibt sich in Bezug auf Wasserstoff eine Konzentration natürlicher Haftstellen im Graphit im Bereich von 10^{-2} H/C bis 10^{-3} H/C [27]. Diese Konzentration kann aber im isotropen, polykristallinen EK98 durchaus höhere Werte aufweisen [91].

- Vorteile: Wegen der hohen Sublimationstemperaturen übersteht Graphit auch die bei plötzlichen Plasmaabbrüchen (Disruptionen) auftretenden hohen thermischen Kurzzeitbelastungen (100 MW/m^2 für ca. $0,1 \dots 1 \text{ ms}$ [182]). Graphit besitzt eine geringe Kernladungszahl ($Z=6$), so daß mit Blick auf die Bremsstrahlungsverluste der tolerierbare Anteil von Kohlenstoff im Plasma im Prozentbereich liegt. Weiterhin wird Graphit nicht wesentlich durch Neutronen aktiviert [136].
- Nachteile: Starke Zerstäubung durch auftreffende Teilchen (= hohe Zerstäubungsausbeute) führt zur Verunreinigung des Plasmas und zu einer geringen Lebensdauer der Divertorplatten. Kodeponierung von Wasserstoff und Kohlenstoff führt zum Aufbau von a-C:H-Schichten.

Wolfram

Wolfram besitzt eine hohe Schwellenenergie (Mindestenergie der auftreffenden Teilchen; vgl. Kapitel 10.4.4) für die Zerstäubung sowie eine hohe Wärmeleitfähigkeit (125 W/(m K) bei 1000 K [22]) und weist mit 3380°C bei Normaldruck [157] die höchste Schmelztemperatur und den geringsten Dampfdruck aller Metalle auf [171]. Die Dichte liegt – je nach Bearbeitungsgrad – zwischen 2000 kg/m^3 (Pulver) und 19300 kg/m^3 (gezogener Draht) [82]. Trotz der Kernladungszahl $Z=74$ tritt nach einem Neutronenbeschub keine Langzeitaktivierung des Wolframs auf [30]. Weiterhin existiert im Gegensatz zu Graphit keine Kodeponierung (s. Kapitel 10.4.2) von Wasserstoffisotopen mit Wolfram [155]. In der Fusionsforschung wird Wolfram nicht als massives Metall, sondern als Schicht auf einem Graphitsubstrat verwendet [98].

- Vorteile: Wolfram hat eine geringe Zerstäubungsausbeute bei einer hohen Schwellenenergie und weist keine Kodeponierung auf.
- Nachteile: Wolfram hat eine hohe Kernladungszahl ($Z=74$). Infolgedessen kann es bei Neutronenbeschuß aktiviert werden. Im Plasma darf Wolfram wegen der Bremsstrahlungsverluste (siehe oben) nur zu 0,01% vorhanden sein, d.h. ein Verhältnis von 10^{-4} $W/(H+D+T)$ darf nicht überschritten werden. Infolge hoher thermischer Belastungen (z. B. bei den sogenannten Disruptionen) können Risse entstehen.

In heutigen Fusionsexperimenten wird meist Graphit als „Erste Wand“ eingesetzt. Beim Fusionsexperiment ASDEX-Upgrade [244,245] wird neben EK98 auch Wolfram als Divertormaterial und bei JET [19,26,50,213,251] Beryllium als Material der inneren Wand verwendet. Dadurch können umfangreiche Daten gesammelt werden, die eine Auswahl geeigneter Materialien für die „Erste Wand“ in zukünftigen Fusionsreaktoren ermöglichen.

Für das ITER-Projekt ist der Einsatz von kohlenfaserverstärktem Graphit (CFC) [176] wegen der hohen thermischen Belastbarkeit für den Auftreffpunkt der Separatrix auf den Divertor, von Wolfram für die restlichen Bereiche des Divertors und von Beryllium für die innere Wand der Fusionsanlage vorgesehen [84,249,250].

Die geplante Kombination der drei genannten Materialien beim ITER-Projekt kann jedoch zu Synergieeffekten mit negativen Auswirkungen führen.

10.4 Wechselwirkungen von energiereichem Wasserstoff mit Festkörpern

Abbildung 10.3 zeigt schematisch die möglichen Prozesse beim Auftreffen von energiereichen Wasserstoffatomen und -ionen auf eine Festkörperoberfläche.

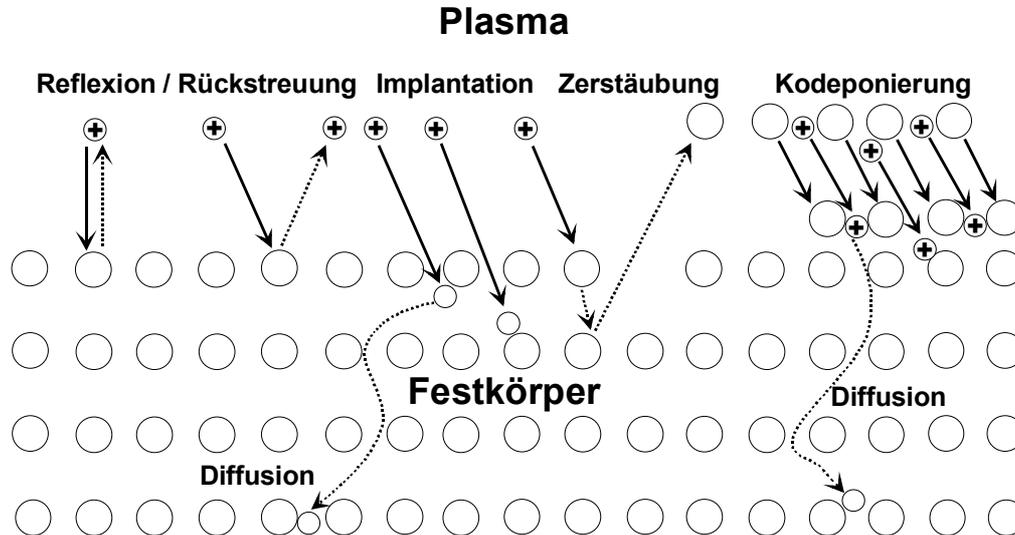


Abbildung 10.3: Prozesse beim Auftreffen energiereicher Wasserstoffatome und -ionen auf Festkörperoberflächen („Erste Wand“ bei Fusionsexperimenten).

Auftreffende Teilchen werden durch Stöße mit den Gitteratomen des Festkörpers zurückgestreut (Kapitel 10.4.1) oder dringen in den Festkörper ein und kommen dort zur Ruhe (Kapitel 10.4.2). Sie werden aufgesammelt und können in Abhängigkeit von der Materialart und der Temperatur zur Oberfläche bzw. auch in das Volumen des Festkörpers diffundieren.

Der Beschuß mit energiereichen Wasserstoffteilchen führt weiterhin zu einer Desorption Gasteilchen aus den Oberflächenschichten (Kapitel 10.4.3) und zu einer Zerstäubung des Materials (Kapitel 10.4.4). Bei Fusionsexperimenten können die so abgetragenen Teilchen als

Verunreinigung in das Plasma gelangen und — im Falle von zerstäubten Graphitoberflächen — auf den Oberflächen der „Ersten Wand“ wieder abgelagert werden (als CH_x -Radikale in der Umgebung koadponiert oder zusammen mit Wasserstoffionen aus dem Plasma in anderen Bereichen koimplantiert); Kapitel 10.4.5) [6,19, 21,51,86,91,109,155].

10.4.1 Reflexion/Rückstreuung

Wenn energiereiche Ionen oder Atome auf eine Festkörperoberfläche treffen, führen diese Stöße mit Elektronen und Kernen des Wandmaterials aus, werden abgebremst und ändern dabei ihre Bewegungsrichtung, so daß sie auch in Richtung der Oberfläche abgelenkt und somit vom Festkörper zurückgestreut werden können (s. Abbildung 10.3). Sowohl die Anzahl als auch die Energieverteilung der rückgestreuten Teilchen hängt von der Masse, der Kernladungszahl, der Energie und vom Einfallswinkel der auftreffenden Teilchen [35] sowie von der Masse, der Kernladungszahl und der Struktur des Wandmaterials ab [67,86,228]. Jedoch ist die Rückstreuung nicht von der Temperatur abhängig [67].

10.4.2 Einbau von Wasserstoff

Die auf die Festkörperoberfläche treffenden Wasserstoffatome und -ionen, welche nicht direkt zurückgestreut wurden, dringen in das Festkörpergitter ein und kommen dort zur Ruhe.

Für die Einlagerung von Wasserstoffisotopen aus einem Wasserstoffplasma sind drei Prozesse verantwortlich:

- a) Implantation der Wasserstoffisotope, Bindung an vorhandene oder auch durch den Ionenbeschuß gebildete Defekte und Ausbildung einer gesättigten Oberflächenschicht,
- b) atomare Diffusion in den Festkörper mit nachfolgender Bindung an natürlichen Haftstellen
- c) und Koimplantation bzw. Koadponierung der Wasserstoffisotope mit Kohlenstoff aus dem Plasma bzw. als CH_x -Radikale (s. Kapitel 10.4.5).

Graphit

Wird Feinkorngraphit bei Raumtemperatur mit Wasserstoffisotopen beschossen, so verbleibt der nicht rückgestreute Anteil innerhalb des Implantationsbereiches, d. h. innerhalb der Reichweite der eingeschossenen Ionen, im Graphit [86,91,123,147,164,165,214]. Die implantierten Wasserstoffisotope werden durch starke C-H-Bindungen mit Energien von 2 eV bis 4 eV an ioneninduzierten Schädigungen [198] und natürlichen Haftstellen [212] des Graphitgitters [206] gebunden. Die Haftstellenkonzentration liegt für die ioneninduzierten Haftstellen (im Implantationsbereich) bei maximal 0,4 und für die natürlichen Haftstellen bei $\leq 0,01$ Haftstellen pro Kohlenstoffatom [90,110,198, 206].

Das Inventar setzt sich aus einem gelösten und einem gebundenen Anteil zusammen. Für Graphit ist das gelöste Inventar sehr viel kleiner als das gebundene Inventar. Wenn örtlich eine bestimmte Sättigungskonzentration, die sehr stark von der Temperatur des Graphits abhängt, erreicht ist, wird im Mittel pro eingeschossenem Wasserstoffatom wieder ein Wasserstoffatom freigesetzt [109] und diffundiert in tiefere Bereiche bzw. zur Oberfläche des Graphits [198]. Bei Zimmertemperatur beträgt die Sättigungskonzentration für die ioneninduzierten Haftstellen etwa 0,4 H/C [86,91,214,230], während sie bei einer Temperatur von 900 K unter 0,1 H/C [86,91,147,199] absinkt. Das Deuteriuminventar in einer gesättigten Oberflächenschicht hängt von der Reichweite der auftreffenden Ionen und somit von der Energie ab. Für das zur Sättigung nötige Deuteriuminventar $Q_{D,sat}$ in Graphit (für Zimmertemperatur und senkrechtes Auftreffen der Ionen) gilt [214]:

$$Q_{D,sat} [\text{m}^{-2}] = 3,5 \cdot 10^{18} (E[\text{eV}])^{0,9}, \quad (10.5)$$

wobei E die Energie der Deuteriumionen ist.

Für den Fall der Implantation von Ionen von Wasserstoffisotopen (mit Energien von 20 eV bis 200 eV [94]) bei Zimmertemperatur ergibt sich eine gesättigte Implantationsschicht mit einer Dicke im Bereich mehrerer 10 nm und ein implantiertes Inventar von einigen 10^{19} m^{-2} [91,94,214]. Dieses Inventar kann durch die Implantation von CX-Neutralteilchen und von schnellen Teilchen, die aus den Neutralteilcheninjektionen stammen, noch erhöht werden, da beide Teilchenarten Energien von mehr als einem Kiloelektronenvolt aufweisen können [21, 94,215]. Beispielsweise enthält die gesättigte Oberflächenschicht von Graphit beim Beschuß mit Deuteriumionen der Energie von 5 keV und einer mittleren Reichweite von ca. 100 nm [5] eine Deuteriummenge von etwa $8 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ [214].

Wasserstoff kann in Graphit an Korngrenzen, entlang der Oberflächen der Körner und entlang der Poren diffundieren. Die im konkreten Material vorliegenden Diffusionsparameter hängen von der jeweiligen Graphitstruktur (z. B. Porendurchmesser) ab. Somit ist verständlich, daß die in der Literatur (Überblick in [9]) angegebenen Diffusionskoeffizienten:

$$D = D_0 e^{-E_D/kT}, \quad (10.6)$$

wobei D_0 ein präexponentieller Faktor, E_D die Aktivierungsenergie der Diffusion, k die BOLTZMANN-Konstante ($k=1,380662 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$) und T die absolute Temperatur sind, große Abweichungen um mehrere Zehnerpotenzen aufweisen. ASHIDA et al. [9] fanden jedoch die Möglichkeit, die vorhandenen Daten mit Hilfe der Beziehung

$$\log D_0 \sim E_D \quad (10.7)$$

drei hauptsächlich Diffusionsmechanismen zuzuordnen (vgl. Abbildung 7.11):

- a) Diffusion entlang der Oberflächen der Kristallite (Korngrenzendiffusion) mit $E_D \approx 1 \text{ eV}$,
- b) Diffusion durch die Kristallite entlang der Graphitebenen mit $E_D \approx 2,5 \text{ eV}$ und
- c) Diffusion durch die Kristallite quer zu den Graphitebenen mit $E_D \approx 4 \text{ eV}$.

Wegen der geringen Aktivierungsenergie kann die Korngrenzendiffusion schon bei Zimmertemperatur auftreten [91]. Somit können Wasserstoffatome aus der gesättigten Oberflächenschicht (Implantationszone, kodeponierte Schichten) in die darunterliegenden Graphitschichten diffundieren und dort an natürlichen Haftstellen gebunden werden [41-43,57,108]. So wurde beispielsweise von Davis et al. [57] nach vorheriger Implantation von Wasserstoffionen (Energie: 1 keV; Implantationstiefe in Graphit: ungefähr $0,02 \mu\text{m}$ [5]) noch Wasserstoff in Tiefen von mehr als $4 \mu\text{m}$ gefunden.

Abbildung 10.4 zeigt die Ergebnisse von Ionenstrahlexperimenten [57].

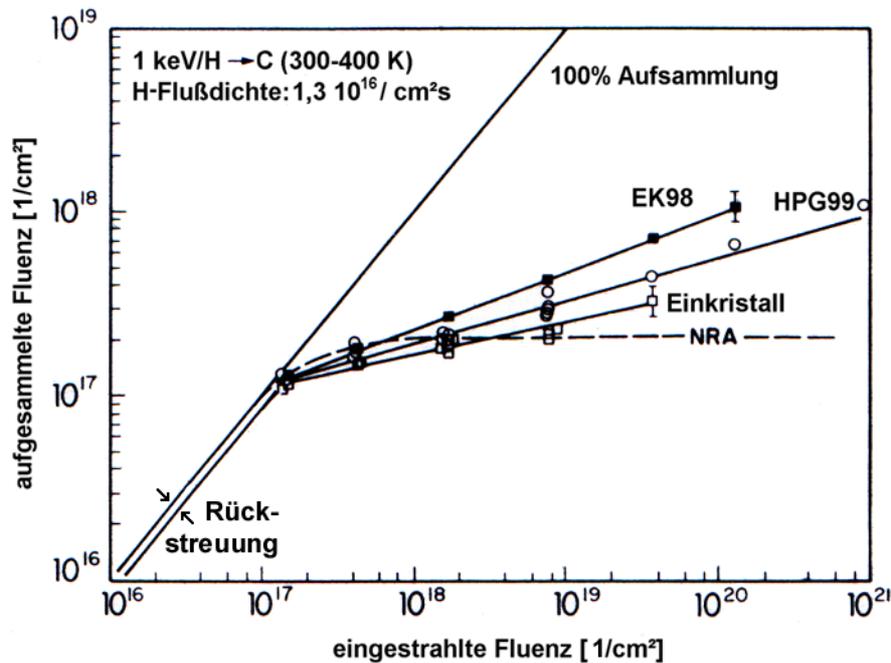


Abbildung 10.4: Experimente von Davis et al. [57] zeigen für Wasserstoff die direkte Abhängigkeit der aufgesammelten von der eingestrahnten Fluenz und von der Kristallitgröße der Graphitproben.

Dementsprechend geht die aufgesammelte Fluenz bzw. das Inventar von Wasserstoff in EK98-Graphit nicht in eine Sättigung über, sondern nimmt mit steigenden eingestrahnten Fluenzen weiter zu. Der Anstieg ist eine Folge der Diffusion in tiefere Bereiche des Festkörpers und hängt direkt von der Porösität des Graphits ab.

Wolfram

Beim Beschuß mit Wasserstoff kann dieser im Wolfram mit Bindungsenergien von ca. 0,5 eV an intrinsischen¹ Haftstellen mit einer Haftstellenkonzentration von $\leq 0,01$ Haftstellen pro Wolframatom gebunden werden [206]. Wenn die Implantationsenergie, die zum Einbau der Wasserstoffisotope führte, ausreichend war, um Schäden im Implantationsbereich oder Oberflächenschäden zu produzieren, d. h. wenn sie oberhalb der Schwellenergie für die physikalische Zerstäubung liegt (für Deuterium: ≥ 180 eV und für Wasserstoff: ≥ 430 eV [92]) können Wasserstoffisotope im Wolfram zusätzlich an ioneninduzierten Haftstellen gebunden werden [90,98,110-111]. Die entsprechende Bindungsenergie beträgt ca. 1,5 eV und die Haftstellenkonzentration liegt bei 0,1 bis 0,2 ioneninduzierten Haftstellen pro Wolframatom [90,206].

Weiterhin können infolge des Beschusses mit Deuteriumionen mit Energien im Bereich von 100 eV auch andere Mechanismen [45-46,112,221] zu Schädigungen der Oberfläche — und somit zum Entstehen von Haftstellen — führen, die einen Einfluß auf den Einbau von Wasserstoffisotopen in Wolfram haben können (z. B. Ausbildung von Blasen [45], Bindung an Haftstellen von Verunreinigungen [112]).

Im Gegensatz zum vernachlässigbaren gelösten Anteil beim Graphit liegt beim Wolfram der Anteil des gelösten Wasserstoffs in der gleichen Größenordnung wie der Anteil des an Haftstellen gebundenen Wasserstoffs [90,98]. Dies zeigen TPD-Messungen, die kurz nach der Beendigung der Implantation durchgeführt wurden. Infolge der im Vergleich zum Graphit schnellen Diffusion beim Wolfram wird Deuterium bei diesen Messungen direkt nach dem Start der Temperaturrampe freigesetzt [2,90,110].

¹ intrinsisch: materialeigen, stoffeigen

Infolge der schnellen Diffusion ist Wasserstoff nach der Implantation weit über den Implantationsbereich hinaus im Wolfram vorhanden. Somit hängt das gebundene Inventar neben der Temperatur auch von den Diffusionskoeffizienten ab.

10.4.3 Freisetzung von Wasserstoff

Der im Festkörper aufgesammelte Wasserstoff wird bei Erreichen der Sättigungskonzentration durch weiteren Beschuß mit energetischen Teilchen (ioneninduzierte Freisetzung) oder durch Heizen (thermische Freisetzung) wieder freigesetzt.

Laborexperimente zur TPD von Graphit nach vorheriger Implantation von Wasserstoff zeigen eine starke Freisetzung von Wasserstoff im Bereich von 900 K bis 1200 K [91,109], wobei die Temperatur des Maximums von der gewählten Heizrate abhängt [91].

Neben der die Freisetzung in Form von Wasserstoffmolekülen und Wasserstoffatomen (atomare Freisetzung bei hohen Temperaturen [227]; vgl. Abbildung 7.11 [109]) kann Wasserstoff beim Beschuß von Graphit auch in Form von Kohlenwasserstoffen (chemische Erosion; vgl. Kapitel 10.4.4) erfolgen. Dabei hängt die Art der freigesetzten Teilchen von der Graphittemperatur und von der Energie der Beschußteilchen ab:

Für niedrige Temperaturen (unterhalb von 900 K) ist die Freisetzung der Wasserstoffatome diffusionslimitiert. Eine Rückdiffusion der Wasserstoffatome von den Kristallitoberflächen in die Kristallite hinein wird durch eine Potentialbarriere [107,109] verhindert. Auf ihrem Weg zur geometrischen Oberfläche rekombinieren die freigesetzten Wasserstoffatome und werden als Wasserstoffmolekül freigesetzt. Dies wird durch Experimente von CHIU et al. [47] zur Implantation mit H^+ und D^+ mit verschiedenen Implantationsenergien bestätigt. Deuterium mit der höheren Implantationsenergie diffundiert in atomarer Form. Die Rekombinationen zu D_2 , HD und H_2 finden nicht am Ende der Ionenreichweite, sondern im gesamten Implantationsbereich bis hin zur geometrischen Oberfläche des Festkörpers statt [47,163]. Implantationsexperimente, bei denen nach dem Ausschalten des H^+ -Strahls ein unmittelbarer Abfall des Signals von freigesetztem H_2 zu verzeichnen ist [163], sind ein Hinweis darauf, daß die Diffusion der Wasserstoffmoleküle entlang offener Poren — im Vergleich zu den Wasserstoffatomen — sehr schnell ist.

Wie Implantationsexperimente [87,89] zeigen, tritt die atomare Freisetzung von Wasserstoff beim Beschuß von Graphit mit Wasserstoffionen erst für Temperaturen oberhalb von 900 K auf, da die Diffusion dann schnell genug erfolgt, damit Wasserstoffatome auch ohne Rekombination zur Oberfläche gelangen können.

Die Bildung von Methan im Graphit erfolgt im Gegensatz zur Bildung von Wasserstoffmolekülen nur am Ende der Ionenreichweite in der Implantationszone [47,163].

Beim Beschuß von Graphit mit 2,5 keV Wasserstoff- bzw. Deuteriumionen sind Kohlenwasserstoffe nach VIETZKE et al. [226] hauptsächlich als CH_4 bzw. CD_4 und in geringeren Mengen als C_2 -Kohlenwasserstoffe (C_2H_y) nachzuweisen, während höhere Kohlenwasserstoffe (CD_y ; C_xH_y mit $x>2$) nicht in signifikanten Größen auftreten. Diese Ergebnisse sind in Übereinstimmung mit denen der Experimente von Yamada et al. [240,242] und anderen Autoren [55,56,226], die gezeigt hatten, daß das Maximum der Bildungsrate von C_2 -Kohlenwasserstoffen bei einer Ionenenergie von 0,3 keV liegt, während oberhalb von 1 keV Methan dominiert [147]. C_3 -Kohlenwasserstoffe können völlig außer acht gelassen werden, da die Energie- und Temperaturabhängigkeit ähnlich wie bei den C_2 -Kohlenwasserstoffen ist und die Ausbeute beim Beschuß von Graphit mit Wasserstoff gegenüber C_2 -Kohlenwasserstoffen noch einmal um einen Faktor von etwa 10 reduziert ist [86].

Bei den Proben aus dem Divertor vom ASDEX-Upgrade sind die Wasserstoffisotope tiefer in den Kohlenstoff eingebaut. Deshalb werden keine höheren Kohlenwasserstoffe erwartet, da deren Freisetzung diffusionslimitiert ist und eine hohe Wahrscheinlichkeit besteht, daß diese

vor Erreichen der Oberfläche thermisch bzw. durch Beschuß mit Ionen dissoziiert werden [47,48].

Die Gasabgabe von Wasserstoff aus Wolfram weist ein TPD-Spektrum mit 2 Hauptmaxima auf [90,98,110,111], wobei das erste Hauptmaximum bei etwa 500 K bis 600 K liegt und intrinsischen Haftstellen zuzuschreiben ist [206]. Das zweite Hauptmaximum liegt zwischen 700 K und 800 K und repräsentiert ioneninduzierte Haftstellen [90,206].

Der gelöste Anteil des Wasserstoffs im Wolfram diffundiert schon bei Raumtemperatur zur Oberfläche und wird freigesetzt. Dementsprechend hängt das gelöste Inventar von Wasserstoffisotopen im Wolfram zusätzlich von der Lagerzeit der Proben ab.

10.4.4 Zerstäubung

Physikalische Zerstäubung

Bei der physikalischen Zerstäubung [68,86,187] werden die Atome des Festkörpers durch eine direkte Energie- und Impulsübertragung zwischen den auftreffenden Teilchen und den Atomen des Festkörpers freigesetzt. Das einfallende Teilchen erzeugt in der Oberflächenschicht eine Stoßkaskade. Wenn die resultierende kinetische Energie eines in Richtung der Oberfläche freigesetzten Festkörperatoms größer als die Oberflächenbindungsenergie [86,218] ist, verläßt dieses den Festkörper, d. h. es wird „abgestäubt“. Die auftreffenden Teilchen müssen dafür eine Mindestenergie besitzen, die als Schwellenenergie bezeichnet wird [86,191,192]. Die physikalische Zerstäubung von Festkörpern ist unabhängig von deren Temperatur [190].

Besonderheiten von Graphit

Im Gegensatz zu den meisten Metallen, bei denen die Zerstäubung ausschließlich physikalisch über Stoßkaskaden erfolgt, wurde für Graphit zusätzlich eine „chemische Zerstäubung“ [61, 187,189,193-194,226,240,241] gefunden.

Bei der *chemischen Zerstäubung* werden bei Beschuß flüchtige Gase gebildet, die freigesetzt werden können. Beim Beschuß mit Wasserstoff oder mit Sauerstoff wird Graphit unter Bildung von Kohlenwasserstoffen bzw. CO oder CO₂ erodiert. Die entstehenden Moleküle besitzen im Gegensatz zur physikalischen Zerstäubung thermische Energien [86].

Die chemische Zerstäubung hängt von der Temperatur des Graphits sowie von der Implantationsflußdichte der auftreffenden Teilchen ab. Die Art der gebildeten Kohlenwasserstoffe ist abhängig von der Energie der auftreffenden Teilchen [56,86,189,193,226,242].

Die Methanbildung erfolgt im Graphit an Haftstellen in den Kristalliten (oder an den Kanten der durch Implantation fragmentierten Kristallite) [107] im Endbereich der Implantationszone, wo die Ionen thermisches Gleichgewicht mit dem Festkörper erreicht haben (thermalisiert sind) [48,163,190,225]. Die gebildeten Moleküle [158] diffundieren dann entlang der Korngrenzen, zwischen den Gitterebenen oder in Poren zur Festkörperoberfläche und desorbieren.

10.4.5 Kodeponierung von Wasserstoff mit Kohlenstoff

In Verbindung mit der Zerstäubung kann Wasserstoff durch einen weiteren Prozeß, die sogenannte Kodeponierung, auf der „Ersten Wand“ von Fusionsexperimenten aufgesammelt werden. Die Ablagerung von C-H-Schichten resultiert aus zwei unterschiedlichen Prozessen. Bei der eigentlichen Kodeponierung werden infolge der chemischen Zerstäubung von Kohlenstoff mit Wasserstoff CH_x-Radikale abgetragen, die unmittelbar in der Umgebung wieder deponiert werden. Bei der Koimplantation [155,232] werden niederenergetische Wasserstoffionen aus dem Plasma zusammen mit Kohlenstoff, der zuvor durch Zerstäubung

oder Sublimation [188,189] der ersten Wand in den Plasmarandbereich freigesetzt und ionisiert wurde, in anderen Bereichen der „Ersten Wand“ abgelagert. Der Begriff der Kodeponierung wird im Folgenden allgemein zur Bezeichnung beider Prozesse verwendet. Dabei handelt es sich prinzipiell um eine Implantation von Wasserstoffisotopen in Oberflächenschichten, die aufgrund der kontinuierlichen Ablagerung von Kohlenstoff wachsen und somit immer freie Bindungsplätze aufweisen. Bei der Kodeponierung stellt die Implantationstiefe keine obere Grenze für den Einbautiefe von Wasserstoffisotopen in die kodeponierten Schichten dar, da immer wieder neue Schichten abgeschieden werden [43]. Die Sättigungskonzentration der Wasserstoffisotope für die Implantation in die C-H-Schichten beträgt — wie schon für die Implantation in Graphit — bei Zimmertemperatur etwa 0,4 H/C [155].

10.5 Korrektur der gemessenen Ionenströme

Der Ionenstrom für ein einzelnes Gas kann meist nicht direkt aus dem für eine einzige Massenzahl M gemessenen Ionenstrom I_M bestimmt werden, da sich dieser i. allg. aus der Überlagerung der Ionenströme $I_{M,i}$ verschiedener Gase i zusammensetzt [60,133]:

$$I_M = \sum_i I_{M,i} . \quad (10.8)$$

Unter Zuhilfenahme der bei der Kalibrierung bestimmten Bruchstückfaktoren $B_{M,i}$ erhält man:

$$I_M = \sum_i B_{M,i} I_i , \quad (10.9)$$

wobei I_i der Ionenstrom des Gases i bei dessen Hauptmassenzahl (mit $B_{\max,i}=100\%$) ist. Zur Bestimmung der Ionenströme I_i für die einzelnen Gase kann entsprechend Gleichung 10.9 das Gleichungssystem

$$\vec{m}_{(j)} = B_{(j,k)} \vec{i}_{(k)} \quad (10.10)$$

aufgestellt werden, bei dem die Ionenströme I_M den Spaltenvektor $\vec{m}_{(j)}$, die Bruchstückfaktoren die Koeffizientenmatrix $B_{(j,k)}$ und die Ionenströme I_i den Lösungsvektor $\vec{i}_{(k)}$ bilden. Die Zeilenzahl j der Matrix entspricht der Anzahl der registrierten Massenzahlen und die Spaltenzahl k der Matrix entspricht der Anzahl der signifikanten Gase. Dieses inhomogene Gleichungssystem ist aber wegen der auftretenden Meßungenauigkeiten selbst für den Fall, daß die Anzahl der registrierten Massenzahlen j gleich der Anzahl der nachzuweisenden Gase k ist, mit den üblichen Lösungsverfahren (vgl. [100]) nicht exakt lösbar. Für $j < k$ sind die gesuchten Ionenströme gar nicht oder nur für einige wenige Gasarten zu bestimmen. Bei einem Gleichungssystem mit $j \geq k$ läßt sich durch die Einführung der transponierten Matrix $B_{(k,j)}^T$ für den Ionenstrom jeder Gasart genau eine Bestimmungsgleichung erzeugen, die mit multipler Regression rechnergestützt gelöst werden kann [181].

$$B_{(k,j)}^T \vec{m}_{(j)} = B_{(k,j)}^T B_{(j,k)} \vec{i}_{(k)} \quad (10.11)$$

Da zum einen nicht immer bekannt ist, welche Gase aus der jeweiligen Probe freigesetzt werden und zum anderen nicht die Möglichkeit besteht, für jedes mögliche Gas eine Kalibrierung durchzuführen, konnte jedoch - wie bei den meisten realen Messungen - keine vollständige Koeffizientenmatrix der Bruchstückfaktoren erstellt werden.

Im vorliegenden Fall wurden daher für die zwölf registrierten Massenzahlen nur die Ionenströme für die zehn wichtigsten Gase bestimmt (siehe Tabelle 3.4). Die bei den Massenzahlen 12 und 16 gemessenen Ionenströme dienten zur Abschätzung des Anteils der im Rahmen der Auswertung nicht erfaßten Gase.

Wie in Tabelle 3.4 zu erkennen ist, können die bei den Massenzahlen 20 und 44 gemessenen Ionenströme direkt den Gasen CD_4 bzw. CO_2 zugeordnet werden:

$$I_{CD_4} = I_{20} \quad \text{und} \quad (10.12)$$

$$I_{CO_2} = I_{44} \quad (10.13)$$

Mit den Gleichungen 10.12 und 10.13 ist es möglich die gemessenen Ionenströme für die Massenzahlen 4, 18 und 32 unter Zuhilfenahme der entsprechenden Bruchstückfaktoren zu korrigieren, so daß sich daraus die Ionenströme für Deuterium:

$$I_{D_2} = I_4 - B_{4,CD_4} I_{CD_4} \quad (10.14)$$

für Wasser:

$$I_{H_2O} = I_{18} - B_{18,CD_4} I_{CD_4} \quad (10.15)$$

und für Sauerstoff ergeben:

$$I_{O_2} = I_{32} - B_{32,CO_2} I_{CO_2} \quad (10.16)$$

Der Ionenstrom für Massenzahl 15 wird entsprechend Tabelle 3.4 in der Hauptsache durch die Bruchstückionen von Methan (CH_3^+) und deuteriertem Methan (CHD^+) verursacht. Da für Methan der Hauptpeak bei der Massenzahl 16 liegt, muß zur Korrektur des Ionenstromes bei Massenzahl 15 der Bruchstückfaktor von Methan bei dessen Nebenmassenzahl 15 berücksichtigt werden. Für Methan kann der Ionenstrom demzufolge entsprechend

$$I_{CH_4} = \frac{I_{15} - B_{15,CD_4} I_{CD_4}}{B_{15,CH_4}} \quad (10.17)$$

berechnet werden, da bei der Hauptmassenzahl 16 eine sehr starke Überlagerung von Ionenströmen verschiedener Gase (z. B. CH_4 , H_2O , CD_4 , CO , CO_2) existiert. Außerdem liegt der Bruchstückfaktor B_{15,CH_4} nur wenig unter 100 %, so daß die Ionenströme I_{16} und I_{15} für Methan etwa in der gleichen Größenordnung liegen und daher mit ähnlicher Genauigkeit gemessen werden.

Sowohl Stickstoff (N_2) als auch Kohlenmonoxid (CO) besitzen die Hauptmassenzahl $M=28$. Der Ionenstrom für N_2 wird unter Nutzung der Nebenmassenzahl $M=14$ berechnet, da diese im Vergleich zur Nebenmassenzahl $M=16$ für CO deutlich weniger Überlagerungen mit den Ionenströmen anderer Gase aufweist (vgl. Tabelle 3.4). Dazu müssen von I_{14} die Anteile der Gase CH_4 und CD_4 abgezogen werden, bevor man unter Berücksichtigung des Bruchstückfaktors B_{14,N_2} den Ionenstrom für Stickstoff erhält:

$$I_{N_2} = \frac{I_{14} - B_{14,CH_4} I_{CH_4} - B_{14,CD_4} I_{CD_4}}{B_{14,N_2}} \quad (10.18)$$

Unter Zuhilfenahme von I_{N_2} aus Gleichung 10.18 läßt sich nun auch der Ionenstrom für Kohlenmonoxid aus dem Wert bei der Massenzahl 28 bestimmen:

$$I_{CO} = I_{28} - B_{28,CO_2} I_{CO_2} - I_{N_2} \quad (10.19)$$

wobei mögliche Anteile höherer Kohlenwasserstoffe vernachlässigt werden (s. Kapitel 3.2.2). Bei der Berechnung des Ionenstromes von Wasserstoff (H_2) sind die Anteile von deuteriertem Methan (CD_4), Wasser (H_2O), Methan (CH_4) und Deuterium (D_2) am Ionenstrom der Massenzahl 2 zu berücksichtigen:

$$I_{H_2} = I_2 - B_{2,CD_4} I_{CD_4} - B_{2,H_2O} I_{H_2O} - B_{2,CH_4} I_{CH_4} - B_{2,D_2} I_{D_2}. \quad (10.20)$$

Hierbei muß jedoch der Anteil von HD am Ionenstrom der Massenzahl 2 vernachlässigt werden, da für dieses Gas keine Kalibrierung vorgenommen werden konnte und somit dessen Bruchstückfaktoren nicht bekannt sind. Außerdem kann der Ionenstrom für HD erst nach Berücksichtigung der Anteile der Bruchstückionen von Wasserstoff (H_3^+ ; [65]) und Deuterium (HD^+) am Ionenstrom bei der Massenzahl 3 berechnet werden:

$$I_{HD} = I_3 - B_{3,D_2} I_{D_2} - B_{3,H_2} I_{H_2}. \quad (10.21)$$

Zur Analyse der Meßergebnisse stehen weiterhin die Ionenströme der Massenzahlen 12 und 16 bereit. Diese sollten nach der Korrektur entsprechend Gleichung 10.22 bzw. Gleichung 10.23 genau dann gleich Null sein, wenn nicht mehr als die betrachteten zehn Gasarten während der betreffenden Messung auftraten.

$$I_C = I_{12} - B_{12,CH_4} I_{CH_4} - B_{12,CD_4} I_{CD_4} - B_{12,CO} I_{CO} - B_{12,CO_2} I_{CO_2} \quad (10.22)$$

$$I_{Rest} = I_{16} - B_{16,CH_4} I_{CH_4} - B_{16,H_2O} I_{H_2O} - B_{16,CD_4} I_{CD_4} - B_{16,CO} I_{CO} - B_{16,O_2} I_{O_2} - B_{16,CO_2} I_{CO_2} \quad (10.23)$$

Falls die Werte für I_C bzw. I_{Rest} kleiner als Null sind, so würde dies auf fehlerhafte Annahmen bei der Lösung des vorliegenden Gleichungssystems hindeuten. Dahingegen weisen Werte für I_C , die größer als Null sind, auf das Vorhandensein weiterer Gase hin, die Kohlenstoff enthalten und im Rahmen der Auswertung nicht erfaßt werden konnten. Somit kann der Wert für I_C gut zur Abschätzung des Anteils höherer (deuterierter) Kohlenwasserstoffe genutzt werden. Aufgrund der bereits mehrfach beschriebenen starken Überlagerung von Ionenströmen verschiedener Gase bei der Massenzahl 16 kann der dort verbliebene Ionenstrom I_{Rest} (Gleichung 10.23) nicht direkt einer Gasart zugeordnet werden. Ursache für I_{Rest} können Gase sein, die O^+ , CH_4^+ , NH_2^+ , CD_2^+ oder auch CH_2D^+ als Bruchstücke enthalten.

10.6 H/D-Verhältnis

10.6.1 Graphitproben

Langzeitproben

Die meisten Plasmaentladungen mit den Langzeitproben und alle Plasmaentladungen mit den Kurzzeitproben der beiden Divertorsonden wurden unter Verwendung von Deuterium als Füllgas durchgeführt. Trotzdem ergaben die TPD-Messungen für die Langzeitproben, die dem Plasma direkt ausgesetzt waren, nahezu konstante Wasserstoffinventare Q_H , die im Mittel um Faktor 1,7 (innerer Divertor) bzw. 2,6 (äußerer Divertor) größer sind als die entsprechenden Deuteriuminventare Q_D . Somit liegt das H/D-Verhältnis für die Langzeitproben, die dem Plasma direkt ausgesetzt waren, etwa eine Größenordnung über dem Wert, der anhand der Zusammensetzung des Plasmazentrums zu erwarten war (vgl. Tabelle 5.2). Für die Langzeitproben des inneren Divertors mit geringem bzw. ohne direkten Plasmakontakt liegt das Wasserstoffinventar sogar bis zu Faktor 10 (Kachel A) bzw. Faktor 18 (abgeschatteter Bereich von Kachel E) über dem Deuteriuminventar. Betrachtet man ausschließlich die Inventare in der Oberflächenschicht der Langzeitproben, so ergibt sich aus den Wasserstoffinventaren der ERDA-Messungen [211] und den Deuteriuminventaren der NRA-Messungen [211] ein mittleres H/D-Verhältnis von 4,2 (vgl. Kapitel 7.1.2). Somit ist das H/D-Verhältnis in der Oberflächenschicht deutlich größer als in den tieferen Bereichen der Langzeitproben.

Bei den Langzeitproben liegen die Werte der H/D-Verhältnisse für die Fluenzen auftreffender Wasserstoff- und Deuteriumionen im Bereich von $0,2 \leq F_H/F_D \leq 0,5$ (vgl. Tabelle 5.2). Somit sind die H/D-Verhältnisse für die auftreffenden Teilchen um den Faktor 2 bis 3 kleiner als

das H/D-Verhältnis der in den Langzeitproben gemessenen Inventare. Der Grund für diese Abweichung ist bisher allerdings nicht geklärt.

Für den gemessenen Überschuss von Wasserstoff können mehrere unterschiedliche Prozesse verantwortlich sein:

- 1) Ein unvollständiges Ausheizen der Proben nach dem Herstellungsprozeß würde ein nachweisbares Grundinventar von Wasserstoff in den Proben zur Folge haben.
- 2) Unterschiede der Temperaturverläufe an der Oberfläche der Divertorkacheln zwischen Plasmaentladungen mit Wasserstoff bzw. Deuterium können das H/D-Verhältnis der Inventare in den Divertorkacheln beeinflussen.
- 3) Die Dissoziation von an der Probenoberfläche während der Lagerung an Luft adsorbiertem Wasser führt zur Diffusion von Wasserstoffatomen in tiefere Regionen der Graphitproben und zur Bindung der Wasserstoffatome an natürlichen Haftstellen im Graphit.
- 4) Durch die Dissoziation von Wasser, das vor dem Start der Experimentierphase vom ASDEX-Upgrade bzw. bei zwischenzeitlichen Öffnungen des Fusionsexperimentes auf den Oberflächen der inneren Wände adsorbiert ist, kann Wasserstoff nach vorheriger Diffusion an Haftstellen in tieferen Regionen von Graphitkacheln gebunden werden. Dieser Wasserstoff wird möglicherweise auch durch die Ausheizprozeduren beim ASDEX-Upgrade (vor dem Start der jeweiligen Experimentierphase) nicht vollständig aus den Graphitkacheln entfernt, sondern erst während der Plasmaentladungen freigesetzt und gelangt nach dem Transport entlang offener Magnetfeldlinien als zusätzlicher Beitrag auf die Prallplatten des Divertors.
- 5) Mögliche Isotopeneffekte können in Bezug auf das Verhalten (Diffusion, Rekombination) von Wasserstoff bzw. Deuterium in Graphit zu einem erhöhten Anteil von Wasserstoff am Inventar in den Graphitproben führen. Demgegenüber bewirkt der — im Vergleich zu Deuterium um einen Faktor 2 geringere — Reflexionskoeffizient von Wasserstoff eher eine Verringerung des H/D-Verhältnisses.
- 6) Von den Proben freigesetzte Deuterium- und Wasserstoffatome (Anteil ca. 10%-15% [59,89]) werden infolge Rekombination an den Rezipientenwänden hauptsächlich als HD bzw. H_2 erfaßt (vgl. Kapitel 2.1) und führen zu einer künstlichen Vergrößerung des H/D-Verhältnisses.
- 7) Die Adsorption von Wasser an der Probenoberfläche während der Lagerung an Luft und anschließende Diffusion entlang offener Poren in das Probeninnere führt zur Aufnahme von Wasser.

Zur Abschätzung des während Herstellung und Lagerung aufgenommenen Grundinventars von Wasserstoffisotopen im Graphit dienten unbelastete (noch nicht dem Plasma ausgesetzte) Proben verschiedener Graphitmodifikationen (Ringsdorff EK98, Schunk FP379 [122], CFC [204]; vgl. Kapitel 10.3), die nach dem Bezug vom Hersteller an Luft gelagert wurden.

Die Proben wurden entsprechend der in Kapitel 3.2.1 beschriebenen Vorgehensweise mittels TPD untersucht und die Desorptionsflußdichten entsprechend Gleichung 4.10 berechnet. Da der Anteil von Deuterium an den natürlich vorkommenden Wasserstoffisotopen nur 0,015% beträgt [157] und die Proben keinerlei zusätzlichen Belastungen mit Deuterium ausgesetzt waren, sollte Deuterium nicht in den Proben enthalten sein. Dies wurde durch die TPD-Messungen bestätigt. Für alle unbehandelten Proben wurde oberhalb der Nachweisgrenze kein Deuterium gemessen. Die weiteren Aussagen zu Wasserstoffisotopen in den unbehandelten Proben beziehen sich daher ausschließlich auf Wasserstoff und Methan. Der von den Proben atomar freigesetzte Wasserstoff (Anteil ca. 10%-15% [59,89]) wird infolge Rekombination an der Anlagenwand als H_2 erfaßt (vgl. Kapitel 2.1).

Insgesamt wurden jeweils 5 CFC- und EK98-Proben sowie eine FP379-Probe analysiert. Da die Unterschiede der Desorptionsflußdichten zwischen den fünf Einzelmessungen für EK98

bzw. CFC jeweils nur gering waren, wurden zur Verringerung der Einflüsse von zufälligen Fehlern die beiden Mittelwerte berechnet. Der besseren Übersichtlichkeit wegen werden diese Mittelwerte auch für die Darstellung der Desorptionsflußdichten genutzt. Abbildung 10.5 zeigt für die unbelasteten Proben die Flußdichte der Desorption von Wasserstoff (H_2) und Methan (CH_4) als Funktion der Proben­temperatur für eine Heizrate von ungefähr 10 K/s. Diese sogenannten Desorptionsspektren zeigen für Desorptionsflußdichten von Wasserstoff bei allen drei Probenarten einen ähnlichen Verlauf mit zumindest vier verschiedenen Desorptionsmaxima, die aus verschiedenen Bindungszuständen des Wasserstoffs im Graphit resultieren (vgl. Kapitel 1.2.2 und 10.4.3). Die Temperaturen (ca. 600 K, 800 K, 1000 K und 1300 K) der Desorptionsmaxima stimmen für die drei Probenarten ebenfalls in guter Näherung überein. Im Hinblick auf den Verlauf der Desorptionsflußdichte von Wasserstoff muß allerdings angemerkt werden, daß die Werte für die CFC-Proben — im Vergleich zu den Werten der anderen beiden Graphite — für Temperaturen bis etwa 1000 K kleiner und für höhere Temperaturen z. T. deutlich größer sind. Dies läßt sich dadurch erklären, daß CFC im Vergleich zu den anderen beiden Graphiten für Wasser(stoff) — zumindest entlang der Fasern — eine deutlich größere Diffusionskonstante besitzt und Wasser(stoff) daher auf inneren Oberflächen gebunden ist, die sich sehr viel tiefer in der Graphitprobe befinden. Somit tritt das Hauptmaximum für CFC erst bei einer Temperatur von ca. 1300 K auf. Der Anstieg der Desorptionsflußdichte von Wasserstoff für CFC bei Temperaturen oberhalb von 1500 K, der im Gegensatz zum Verlauf der TPD-Spektren von FP379 und EK98 steht, deutet an, daß sich auch nach der TPD-Messung noch größere Mengen von Wasserstoff in den CFC-Graphitproben befinden. Die Maximalwerte der Desorptionsflußdichte von Wasserstoff liegen für die drei untersuchten Graphitarten im Bereich von $7 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ bis $9 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$.

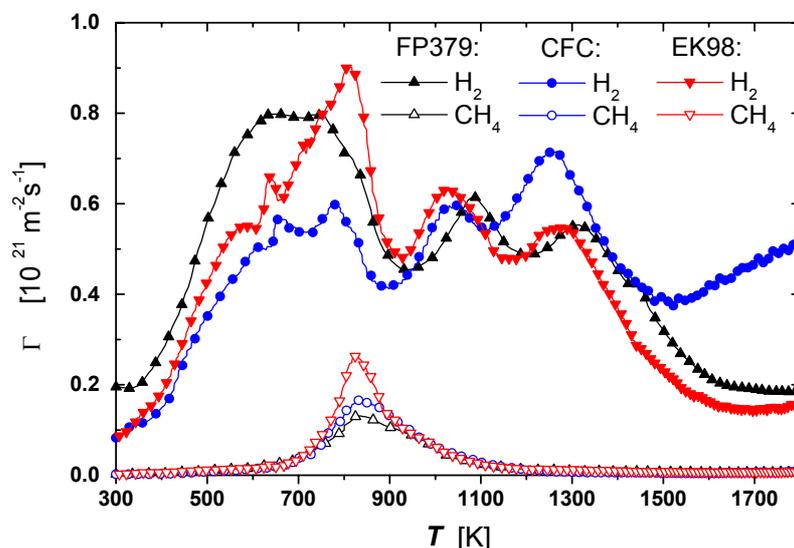


Abbildung 10.5: Desorptionsflußdichte von Wasserstoff als Funktion der Proben­temperatur für unbelastete Proben der Graphitmodifikationen EK98, FP379 und CFC bei einer Heizrate von $\beta \approx 10 \text{ K/s}$.

Für H_2 beträgt das durch zeitliche Integration der Desorptionsflußdichte (vgl. Gleichung 4.20) bestimmte Inventar in der FP379-Probe etwa $6,6 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$, in den EK98-Proben etwa $5,6 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$ und in den CFC-Proben mindestens $8,9 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$.

Auch die Desorptionsspektren von Methan zeigen für die drei verschiedenen Probenarten einen ähnlichen Verlauf der Desorptionsflußdichte mit jeweils einem Hauptmaximum bei einer Temperatur von ca. 850 K. Die größte Desorptionsflußdichte von CH_4 wurde für die

EK98-Proben gemessen und liegt bei etwa $3 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Bezogen auf diesen Wert beträgt die Abweichung der Desorptionsflußdichten der Maxima der beiden anderen Probenarten maximal 50 %. Die Inventare von Methan weisen maximal eine Abweichung von weniger als 20% auf und betragen $3,5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ für CFC, $4,2 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ für EK98 und $3,6 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ für FP379.

Aus den Inventaren für Wasserstoff (H_2) und Methan (CH_4) läßt sich mit Hilfe von Gleichung 4.22 das Gesamtinventar von Wasserstoffatomen $Q_{\Sigma \text{H}}$ in den unbehandelten Graphitproben berechnen. Dementsprechend beträgt das Gesamtinventar von Wasserstoff für CFC-Proben etwa $1,9 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$, für die EK98-Proben etwa $1,3 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ und für die FP379-Probe etwa $1,5 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$. Somit ist EK98 von den drei untersuchten Graphitmodifikationen — bezogen auf das Grundinventar von Wasserstoff — am besten für den Einsatz als Material der inneren Wand geeignet. Durch die vorliegenden TPD-Untersuchungen werden die Ergebnisse früherer qualitativer Gasabgabemessungen [204] verschiedener unbehandelter Graphitproben bestätigt, die bei Zimmertemperatur durchgeführt wurden und ebenfalls Abweichungen der Gesamtgasabgabe in Abhängigkeit von der Graphitmodifikation ergaben.

Ein möglicher Isotopenaustausch an den Anlagenwänden als Folge unterschiedlicher Füllgase, der zu einem erhöhten Anteil von Wasserstoff am Inventar in den Graphitproben führt, ist zu vernachlässigen, da die letzten 50 Plasmaentladungen ausschließlich mit Deuterium (sowohl als Füllgas als auch für den Neutralteilcheneinschuß) durchgeführt wurden.

Die Hauptquelle des überzähligen Wasserstoffs (H) in den Graphitproben ist sehr wahrscheinlich die Aufnahme von Wasser (H_2O) während der Lagerung an Luft nach dem Ausbau aus dem ASDEX-Upgrade und vor dem Beginn der TPD-Messungen.

Abbildung 10.6 zeigt als Indiz dafür den Vergleich der Desorptionsflußdichten von H_2 für die eigentliche TPD-Messung und für eine nach 90 Tagen Lagerung der Proben an Luft durchgeführte Wiederholungsmessung anhand jeweils einer Langzeitprobe der Kachel C bzw. E des inneren Divertors. Während für Probertemperaturen unterhalb von 600 K die Desorptionsflußdichten der jeweils nach 90 Tagen durchgeführten Wiederholungsmessung noch über denen der entsprechenden Hauptmessung liegen, überwiegen für höhere Temperaturen die Desorptionsflußdichten der Hauptmessung. Die Maxima der Desorptionsflußdichte liegen für die Hauptmessungen um mehr als eine Größenordnung über denen, die bei den Wiederholungsmessungen gemessen wurden. Bei den Wiederholungsmessungen wurde in den Proben kein Deuterium nachgewiesen.

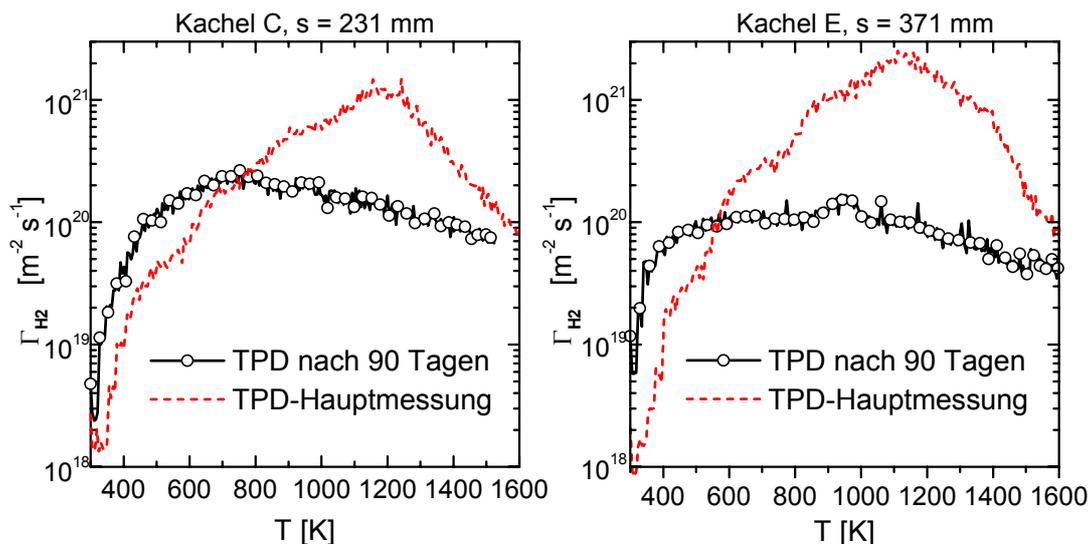


Abbildung 10.6: Vergleich der Desorptionsflußdichten von H_2 für die TPD-Messung und eine nach 90 Tagen Lagerung der Proben an Luft durchgeführte Wiederholungsmessung für jeweils eine Langzeitprobe der Kacheln C bzw. E des inneren Divertors bei einer Heizrate von 10 K/s.

Ein weiteres Indiz für die Wasseraufnahme ist die Freisetzung von H_2O , die bereits bei Temperaturen unterhalb von 600 K anfängt. Aufgrund der starken Adsorption von Wasser an den Rezipientenwänden ist die Kalibrierung der verwendeten Meßsysteme für Wasser (s. Kapitel 3.1) jedoch stark fehlerbehaftet, so daß in Bezug auf die Desorptionsflußdichte von Wasser keine quantitativen Aussagen getroffen werden können. Weiterhin kann Wasser, welches auf der Probenoberfläche infolge der Lagerung an Luft adsorbiert ist, an der heißen Probe bzw. im Massenspektrometer aufgespalten und als H_2 nachgewiesen werden.

Die hohen Probentemperaturen von mehr als 1600 K während der TPD-Messungen können zu einer teilweisen Graphitisierung der EK98-Proben und somit zu einem veränderten Kurvenverlauf bei den TPD-Spektren von Wiederholungsmessungen führen. Die TPD-Spektren der Wiederholungsmessungen weisen jedoch zumindest im unteren Temperaturbereich (unterhalb von 800 K) im Vergleich zur Hauptmessung einen ähnlichen Verlauf auf. Wegen der Übereinstimmung der Lage der Maxima für die Freisetzung von Wasser mit der Lage der Nebenmaxima für die Desorptionsflußdichte von H_2 (für Haupt- und Wiederholungsmessung), sind die Nebenmaxima im unteren Temperaturbereich der TPD-Spektren von H_2 und HD (vgl. Abbildung 6.1 bis Abbildung 6.2) der Freisetzung von oberflächlich gebundenem Wasser zuzuordnen. Das Hauptmaximum der Desorptionsflußdichten von H_2 , HD und D_2 , das sowohl für die Langzeit- als auch für die Kurzzeitproben bei Temperaturen um 1150 K liegt und jeweils nur bei den Erstmessungen der TPD auftritt, ist auf die Freisetzung von tief im Inneren der Probe in C-H-Bindungen bzw. C-D-Bindungen gebundenem Wasserstoff bzw. Deuterium zurückzuführen. Bei den Wiederholungsmessungen besitzt die Desorptionsflußdichte von H_2 für Temperaturen oberhalb von 800 K kein Maximum, sondern fällt beständig ab. Dies deutet darauf hin, daß das während der Lagerung der Proben an Luft aufgenommene Wasser nicht am Kohlenstoff im Inneren der Probe gebunden, sondern an der Probenoberfläche adsorbiert ist.

Wie Experimente [122,224] zeigten, bei denen mit Hilfe des Wägeverfahrens und der TDS die Aufnahme von Gasen in industriell hergestelltem Graphit untersucht wurde, wird beim Heizen der Graphitproben infolge der chemischen Reaktion ($H_2O + C \rightarrow H_2 + CO$) mehr als 50% des an der Oberfläche adsorbierten Wassers als H_2 und CO abgegeben. Die Sättigungsgrenze liegt in der Größenordnung von $\Delta m/m \approx 10^{-4}$ [224]. Legt man die bei den Wiederholungsmessungen nach 90 Tagen (s. Abbildung 10.6) bestimmten Inventare von H_2 zugrunde und nimmt weiterhin an, daß der dabei nachgewiesene Wasserstoff vollständig auf

die Adsorption von Wasser zurückzuführen ist, so ergibt sich für die Proben ein Wasserinventar von etwa $4 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$. Unter Berücksichtigung der Masse (0,5 g), des Durchmessers (10 mm), der Dicke (3 mm) und der Dichte (2000 kg/m^3) der EK98-Proben ergibt sich eine relative Massenzunahme von $\Delta m/m \approx 2 \cdot 10^{-4}$. Dieser Wert stimmt gut mit dem für gesättigte Graphitproben angegebenen Wert überein.

Der Vergleich der Desorptionsflußdichten von H_2 für Proben, die in Bezug auf die Hauptmessung nach einer Stunde der Lagerung im Vakuum (s. Abbildung 6.3) bzw. nach 90 Tagen der Lagerung an Luft (s. Abbildung 10.6) erneut untersucht wurden, bestätigt, daß das im Rahmen der nach 90 Tagen durchgeführten Wiederholungsmessung nachgewiesene Inventar von H_2 kein Restinventar ist, welches nach der TPD-Messung in den Proben verblieben ist, sondern während der Lagerung an Luft aufgenommen wurde. Bezogen auf das Maximum bei der Hauptmessung ist die Desorptionsflußdichte von H_2 bei der eine Stunde später durchgeführten Wiederholungsmessung um mehr als drei Größenordnungen geringer (vgl. Abbildung 6.3). Im Gegensatz dazu ist die Desorptionsflußdichte von H_2 bei der nach 90 Tagen der Lagerung der Proben an Luft durchgeführten Wiederholungsmessungen — wiederum bezogen auf das Maximum der entsprechenden Hauptmessung — nur etwa eine Größenordnung geringer (vgl. Abbildung 10.6).

Da die Langzeitproben auch vor der ersten TPD-Messung mehr als 180 Tage an Luft lagerten, muß angenommen werden, daß alle Proben vor ihrer Untersuchung bereits mit Wasser gesättigt waren. Folglich kann ein großer Teil des bei den TPD-Messungen als H_2 nachgewiesenen Wasserstoffs der Freisetzung von adsorbiertem Wasser zugeordnet werden. Dieser Anteil könnte durch die Lagerung der Proben in einem Vakuumgefäß drastisch verringert werden.

Die Wasseradsorption an der Probenoberfläche der Langzeitproben erklärt die im Vergleich zu tieferen Bereichen der Proben erhöhten Werte für H/D in der Oberflächenschicht. Die poloidale Verteilung der H/D-Verhältnisse wird in Zusammenhang mit der Adsorption von Wasser an der Probenoberfläche ebenfalls verständlich. Die Proben aus Gebieten mit geringem bzw. ohne direkten Plasmakontakt (Kachel A und abgeschatteter Teil von Kachel E des inneren Divertors) weisen nur ein geringes Deuteriuminventar auf. Weiterhin ist das Deuteriuminventar in den Proben des äußeren Divertors infolge der höheren Temperaturen geringer als in denen des inneren Divertors. Unter der Annahme einer für alle Proben nahezu gleichmäßigen Adsorption von Wasser weisen diese Gebiete mit geringem Deuteriuminventar folglich besonders hohe H/D-Verhältnisse auf.

Während zumindest für einige Proben die Tiefenprofile von Deuterium vorliegen (SIMS-Messungen [220]; vgl. Abbildung 7.5), ist die Verteilung des Wasserstoffs in den Proben nicht bekannt. Weiterhin kann der aus dem Plasma in die Proben eingebrachte Anteil des Wasserstoffs am gesamten nachgewiesenen Wasserstoff bisher nicht zugeordnet werden. Aus der Form der TPD-Spektren und den Verhältnissen der Desorptionsflußdichten von H_2 , HD und D_2 lassen sich jedoch einige Hinweise gewinnen. Während der TPD-Messungen werden sowohl die Deuterium- als auch die Wasserstoffatome thermisch freigesetzt. Da die atomare Diffusion im Vergleich zur Moleküldiffusion für Temperaturen unterhalb von 1000 K deutlich langsamer erfolgt, rekombinieren diese Atome auf dem Weg zur Oberfläche zu H_2 , HD oder D_2 und desorbieren dann. Für diese Moleküle ist der Zusammenhang zwischen der Desorptionsflußdichte Γ und der Gesamtkonzentration im Festkörper c gegeben durch [109]:

$$\Gamma(T) = k_{ss}(T) \int_0^d c(x,T)^2 dx, \quad (10.24)$$

wobei k_{ss} der Koeffizient für die Rekombination und d die Probendicke ist. Die Gesamtkonzentration c setzt sich aus den Konzentrationen von Deuterium c_D und Wasserstoff c_H im Festkörper zusammen:

$$c(x, T) = c_D(x, T) + c_H(x, T). \quad (10.25)$$

Unter der Annahme, daß k_{ss} nicht von der Isotopenzusammensetzung abhängt, gilt für Γ :

$$\Gamma(T) = k_{ss}(T) \int_0^d (c_D(x, T) + c_H(x, T))^2 dx, \quad (10.26)$$

$$\Gamma(T) = k_{ss}(T) \int_0^d (c_D(x, T)^2 + 2c_D(x, T)c_H(x, T) + c_H(x, T)^2) dx. \quad (10.27)$$

Somit gilt für die Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und H_2 :

$$\Gamma_{D_2}(T) = k_{ss}(T) \int_0^d c_D(x, T)^2 dx, \quad (10.28)$$

$$\Gamma_{HD}(T) = k_{ss}(T) \int_0^d 2c_D(x, T)c_H(x, T) dx, \quad (10.29)$$

$$\Gamma_{H_2}(T) = k_{ss}(T) \int_0^d c_H(x, T)^2 dx. \quad (10.30)$$

Für den Fall der Proportionalität von Wasserstoffkonzentration und Deuteriumkonzentration, d.h. für

$$c_H(x, T) = q c_D(x, T), \quad (10.31)$$

sind die Verhältnisse der Desorptionsflußdichten von D_2 , HD und H_2 jeweils konstant (vgl. Gleichungen 10.28 bis 10.30) und es gilt:

$$\Gamma_{H_2}(T) : \Gamma_{HD}(T) : \Gamma_{D_2}(T) = q^2 : 2q : 1. \quad (10.32)$$

Folglich müssen die Spektren von D_2 , HD und H_2 bei der angenommenen Proportionalität von Wasserstoff- und Deuteriumkonzentration ähnliche Verläufe aufweisen und proportional zueinander sein. Durch Integration von Gleichung 10.32 über den betrachteten Temperaturbereich ergibt sich auch für die Inventare von D_2 , HD und H_2 die Verhältnisgleichung

$$Q_{H_2} : Q_{HD} : Q_{D_2} = q^2 : 2q : 1. \quad (10.33)$$

Abbildung 10.7 zeigt für die Langzeitproben den poloidalen Verlauf der Verhältnisse Q_{H_2}/Q_{D_2} und Q_{HD}/Q_{D_2} .

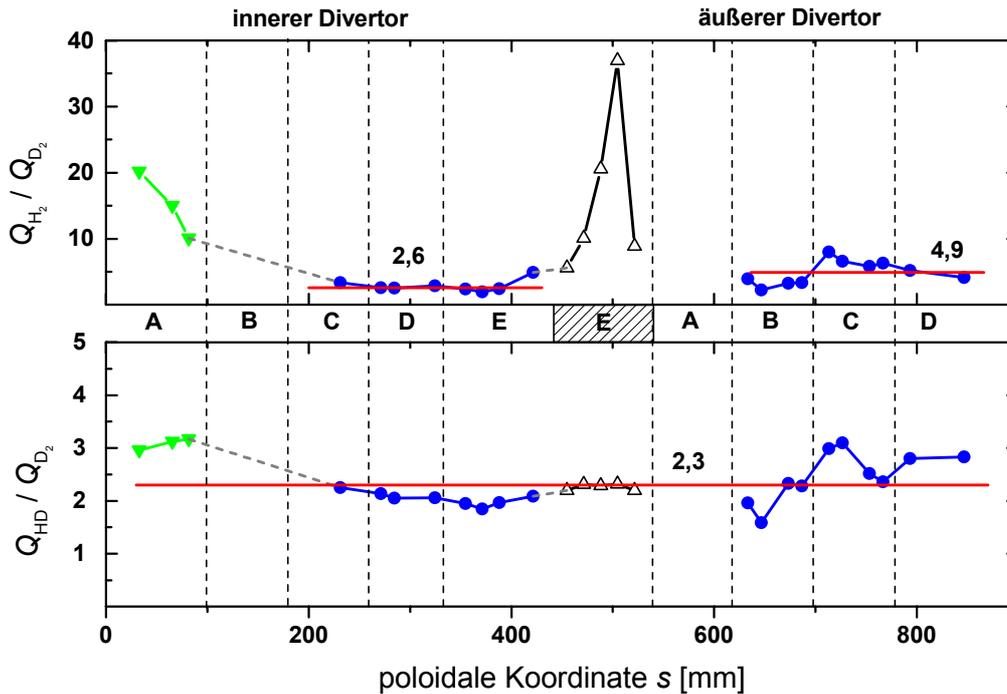


Abbildung 10.7: Poloidale Verteilung der Verhältnisse der für die Langzeitproben gemessenen Inventare von H_2 und D_2 (Q_{H_2}/Q_{D_2}) sowie von HD und D_2 (Q_{HD}/Q_{D_2}). Für die Bereiche mit geringen Schwankungen (vgl. Lage der horizontalen Linien) sind zusätzlich die Mittelwerte der jeweiligen Quotienten aufgeführt.

Während der Kurvenverlauf von Q_{H_2}/Q_{D_2} (mit starken poloidalen Schwankungen und Maximalwerten im Bereich der Kachel A und des abgeschatteten Teils der Kachel E des inneren Divertors) eine große Ähnlichkeit zum poloidalen Verlauf von Q_H/Q_D aufweist, sind die Werte von Q_{HD}/Q_{D_2} über den gesamten poloidalen Bereich nahezu konstant. Die Werte von Q_{H_2}/Q_{D_2} weisen zumindest im Bereich der Separatrixposition des inneren Divertors (Mittelwert: 2,6) sowie im Bereich des äußeren Divertors (Mittelwert: 4,9) nur geringe Schwankungen auf. Der Mittelwert von Q_{HD}/Q_{D_2} beträgt ungefähr 2,3 (vgl. Abbildung 10.7). Sowohl die nahezu konstanten Werte von Q_{HD}/Q_{D_2} als auch die Ähnlichkeit der TPD-Spektren von HD und D_2 für die Langzeitproben (vgl. Abbildung 6.1 bis Abbildung 6.2) deuten darauf hin, daß die Wasserstoffkonzentration in den Proben überwiegend proportional zur Deuteriumkonzentration ist. Lediglich die oberflächennahen Bereiche der Proben weisen infolge der Wasseradsorption überproportional hohe Wasserstoffkonzentrationen auf. Unter Zuhilfenahme von Gleichung 10.33 läßt sich aus dem Mittelwert für Q_{HD}/Q_{D_2} ein Proportionalitätsfaktor $q=1,15$ berechnen. Demzufolge ist die aus den C-H-Bindungen freigesetzte Wasserstoffmenge im Vergleich zu der aus den C-D-Bindungen freigesetzten Deuteriummenge um den Faktor $q^2=1,3$ größer. Daraus läßt sich schließlich der Anteil des freigesetzten Wasserstoffs berechnen, welcher der Adsorption von Wasser während der Lagerung an Luft zugeschrieben werden muß. Die resultierenden Wasserstoffinventare weisen Werte im Bereich von $(4-10) \cdot 10^{22} \text{ m}^{-2}$ auf und stimmen somit gut mit denen überein, die für 90 Tage an Luft gelagerte Proben gemessen wurden. Die poloidalen Unterschiede dieser Wasserstoffinventare zwischen der Kachel A, dem abgeschatteten Teil der Kachel E des inneren Divertors und den Separatrixgebieten können mit dem unterschiedlichen Grad der Beschädigung der Kacheln erklärt werden.

Die Konzentrationen von gelöstem Wasserstoff und Deuterium sind in Graphitproben direkt proportional zu den Implantationsflußdichten dieser Teilchen [109]. Solange noch unbesetzte Haftstellen vorhanden sind, gilt dies ebenfalls für die an Haftstellen gebundenen Deuterium- bzw. Wasserstoffatome. Sind die Haftstellen innerhalb des Implantationsbereiches besetzt,

erfolgt (bei weiter steigenden Fluenzen) infolge der Diffusion von Wasserstoff und Deuterium aus der gesättigten Oberflächenschicht heraus eine weitere — aber deutlich langsamere — Zunahme des Inventars [57].

In den Gebieten des Divertors, in denen Kodeponierung auftritt, werden infolge der ständigen Ablagerung von kodeponierten Schichten auch kontinuierlich neue Haftstellen gebildet. Demzufolge müßte das H/D-Verhältnis in den kodeponierten Schichten — auch für große Teilchenflüsse — dem H/D-Verhältnis der auftreffenden Teilchen entsprechen. D. h., das Verhältnis der Konzentrationen von Wasserstoff und Deuterium — und somit auch das Verhältnis der Inventare — sollte dem H/D-Verhältnis der auftreffenden Fluenzen entsprechen. Allerdings wird der Anteil des in den kodeponierten Schichten zurückgehaltenen Inventars — wie schon bei der Implantationsschicht — durch die Diffusion von Wasserstoff bzw. Deuterium aus den kodeponierten Schichten und den gesättigten Oberflächenschichten in die darunterliegenden Regionen des Graphitfestkörpers bestimmt, so daß auch die Haftstellen in den kodeponierten Schichten nur teilweise besetzt sind.

Kurzzeitproben

Wie bereits für die Langzeitproben gezeigt wurde (siehe oben), kann das H/D-Verhältnis anhand des Verhältnisses von HD zu D₂ betrachtet werden, wenn eine Proportionalität der Konzentrationen von Wasserstoff und Deuterium in den Graphitproben vorliegt, d.h. wenn Gleichung 10.31 erfüllt ist. Mit den Gleichungen 10.32 und 10.33 erhält man für das Verhältnis der Konzentrationen bzw. der Inventare von Wasserstoff Q_H und Deuterium Q_D die Gleichung

$$\frac{Q_H}{Q_D} = \frac{c_H}{c_D} = q = \frac{1}{2} \frac{\Gamma_{HD}}{\Gamma_{D_2}}. \quad (10.34)$$

Abbildung 10.8 (linke Seite) zeigt den Quotienten Γ_{HD}/Γ_{D_2} für die Entladungen #7269 (mit Divertorsonde 1) und #7539 (mit Divertorsonde 2). Dieser weist über die gesamte poloidale Ausdehnung der Divertorsonden nahezu konstante Werte von etwa 2,3 (Divertorsonde 1) bzw. 1,1 (Divertorsonde 2) auf, was in Zusammenhang mit der Form der TPD-Spektren von HD und D₂ (vgl. Abbildung 6.6 und Abbildung 6.7) ebenfalls auf die Gültigkeit der Annahme von Gleichung 10.31 hindeutet.

Unter Nutzung der Gleichungen 10.31 und 10.34 läßt sich mit

$$\frac{Q_H}{Q_H + Q_D} = \frac{Q_H/Q_D}{Q_H/Q_D + 1} = \frac{\Gamma_{HD}/\Gamma_{D_2}}{\Gamma_{HD}/\Gamma_{D_2} + 2} \quad (10.35)$$

der relative Anteil von Wasserstoff am Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen in den Kurzzeitproben in Abhängigkeit der Flüsse von HD und D₂ berechnen. Es ergeben sich wiederum nahezu konstante Werte von etwa 0,55 (Divertorsonde 1) bzw. 0,35 (Divertorsonde 2) entlang der gesamten poloidalen Ausdehnung der Divertorsonden (s. Abbildung 10.8, rechte Seite). Der somit bestimmte prozentuale Anteil von H am gesamten in der Probe enthaltenen Wasserstoff liegt für beide Divertorsonden deutlich über den Werten von 0,4 (Divertorsonde 1) bzw. 0,2 (Divertorsonde 2) im Plasmakern (vgl. Tabelle 5.3). Es ist jedoch lediglich eine konstante Erhöhung der Werte um ca. 15 % zu erkennen, die darauf hindeutet, daß es keine wesentlichen Isotopeneffekte für Wasserstoff und Deuterium in Graphit gibt, da sonst eine Proportionalität zwischen dem relativen Wasserstoffanteil $Q_H/(Q_H+Q_D)$ am Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen Q_H+Q_D in Graphit und dem relativen Anteil von Wasserstoff $F_{H/(H+D)}$ an der gesamten auftreffenden Fluenz von Wasserstoffisotopen F_{H+D} zu erkennen sein müßte. Eine konstante Anhebung für $Q_H/(Q_H+Q_D)$ von ca. 15 % bedeutet jedoch, daß zusätzlicher Wasserstoff, der zu einem größeren HD-Signal führt, entweder schon

in der Probe enthalten war (trotz der in Kapitel 5.2.1 beschriebenen Ausheizprozeduren, die auch für die hier verwendeten Proben durchgeführt wurden) und / oder ein Beitrag von an der Oberfläche adsorbiertem Wasser entstammt.

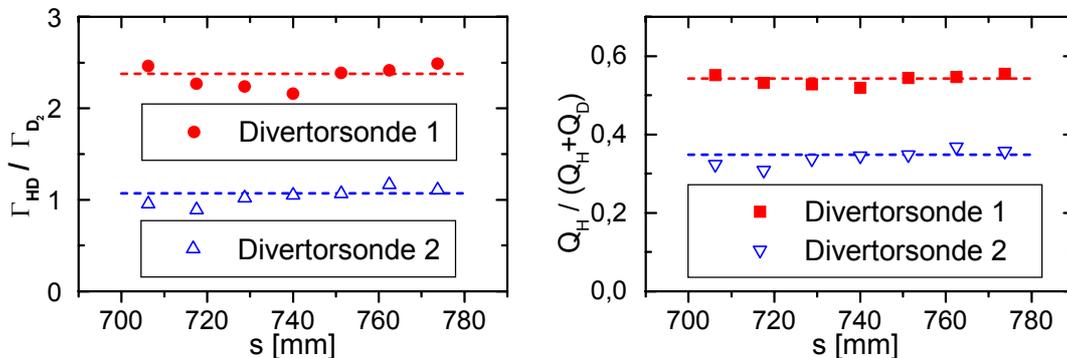


Abbildung 10.8: Poloidale Verteilung der mittleren Quotienten aus den Desorptionsflußdichten von HD und D₂ (linke Seite) sowie der Quotienten aus den Inventaren von Wasserstoff Q_H und den Gesamtinventaren der beteiligten Wasserstoffisotope Q_H+Q_D (rechte Seite) der beiden Divertorsonden. Der mittlere relative Anteil von Wasserstoff am Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen in den Kurzzeitproben beträgt 0,55 für Divertorsonde 1 bzw. 0,35 für Divertorsonde 2.

10.6.2 Wolframproben

Für die Plasmaentladungen mit Wolframdivertor beträgt der Anteil von Wasserstoff im Plasmazentrum im Mittel etwa 35% (vgl. Kapitel 5.2.2). Mit Hilfe von Gleichung 10.35 kann unter Annahme der Gültigkeit von Gleichung 10.31 auch der Anteil von Wasserstoff am mittels TPD bestimmten Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen in den Wolframproben berechnet werden. Abbildung 10.9 zeigt die resultierende poloidale Verteilung des Anteils von Wasserstoff für die Wolframproben des Plasma- und Schattenbereiches, die für beide Bereiche sowohl für den inneren als auch für den äußeren Divertor poloidale Abhängigkeiten aufweist. Für die Proben des inneren Divertors weist das H/D-Verhältnis im Bereich der Separatrix und für die Proben des äußeren Divertors außerhalb der Separatrix die größten Werte auf. Während sich die H/D-Verhältnisse von Plasma- und Schattenbereich für den äußeren Divertor nur geringfügig unterscheiden, ergeben sich beim inneren Divertor für den Plasmabereich verglichen mit dem Schattenbereich signifikant höhere H/D-Verhältnisse. Lediglich für die Proben aus dem Schattenbereich des inneren Divertors stimmt der Wasserstoffanteil am Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen $Q_H/(Q_H+Q_D)$ ungefähr mit dem Wasserstoffanteil $H/(H+D)$ im Plasmazentrum überein. Für die Proben aller anderen Bereiche liegt $Q_H/(Q_H+Q_D)$ zum Teil deutlich über dem Wasserstoffanteil $H/(H+D)$ im Plasmazentrum.

Diese Ergebnisse werden durch die Einbeziehung der Absolutwerte der Deuteriuminventare (vgl. Abbildung 7.8) in die Betrachtung verständlich. Demnach treten die größten H/D-Verhältnisse der jeweiligen Bereiche genau dort auf, wo die entsprechenden Deuteriuminventare die kleinsten Werte aufweisen. In Anbetracht eines zusätzlichen Grundinventars von Wasserstoff, das für alle Proben als gleich anzunehmen ist, ergeben sich bei kleinen Deuteriuminventaren erhöhte H/D-Verhältnisse. Das H/D-Verhältnis für die Proben aus dem Schattenbereich außerhalb der Separatrix des inneren Divertors, bei denen die größten Deuteriuminventare gemessen wurden, stimmt dagegen gut mit dem für das Plasmazentrum ermittelten H/D-Verhältnis überein.

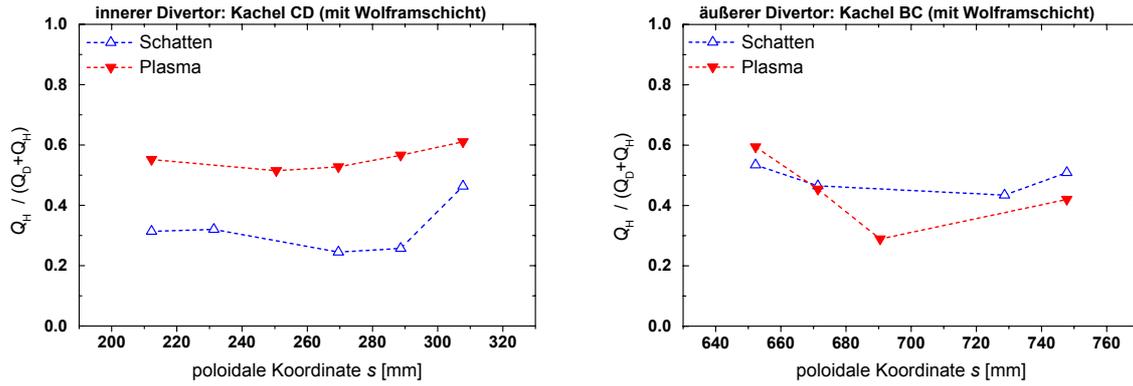


Abbildung 10.9: Poloidale Verteilung der Quotienten aus den Inventaren von Wasserstoff Q_H und den Gesamtinventaren der beteiligten Wasserstoffisotope Q_H+Q_D für die Proben des inneren (links) bzw. äußeren (rechts) Wolframdivertors jeweils für den Plasma- und Schattenbereich.

10.7 Informationen zum Programm PIDAT

Das Programm PIDAT wurde ursprünglich von MÖLLER [162] auf der Grundlage der Annahmen des Modells von MÖLLER und SCHERZER [164] (s. Kapitel 7.3.1) zur Simulation der Implantation, Diffusion und Freisetzung von Ionen (vgl. Kapitel 10.4), sowie zur Untersuchung der Plasma-Wand-Wechselwirkung (vgl. Kapitel 10.1) entwickelt.

Die Teilchenkonzentration $c(x,t)$ eines betrachteten Gases hängt von der Tiefenkoordinate x im Festkörper und der Zeit t ab und setzt sich aus einem gelösten Anteil $c_s(x,t)$ und mehreren gebundenen Anteilen $c_{ij}(x,t)$ zusammen:

$$c(x,t) = c_s(x,t) + \sum_{j=1}^{n_T} c_{ij}(x,t), \quad (10.36)$$

wobei n_T die Anzahl unterschiedlicher Bindungsplätze ist. Zur Behandlung der genannten Untersuchungsgebiete wird im Programm PIDAT die Diffusionsgleichung um einen Quellen- $S(x,t)$ und einen Bindungsanteil $T_i(c_s, c_{ij}; x, t)$ erweitert [162]:

$$\frac{\partial c_s}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c_s}{\partial x^2} - \sum_{j=1}^{n_T} T_j(c_s, c_{ij}; x, t) + S(x, t), \quad (10.37)$$

mit

$$\frac{\partial c_j}{\partial t} = T_j(c_s, c_j; x, t). \quad (10.38)$$

$T_i(c_s, c_{ij}; x, t)$ ist direkt proportional zum Diffusionskoeffizienten D (s. Gleichung 10.6) und beinhaltet sowohl die Freisetzung von Teilchen aus den Bindungen als auch das Eingehen von Bindungen.

Neuere Versionen von PIDAT — wie die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Version 7.1 von FRANZEN [88] — basieren auf dem Zweibereichsmodell [109]. Als Folge der Unterteilung in zwei Bereiche (vgl. Kapitel 7.3.1) wird Gleichung 10.36 um einen zusätzlichen Summanden erweitert. $c_s(x,t)$ und $c_{ij}(x,t)$ repräsentieren jetzt die Konzentrationen der in den Kristalliten gelösten bzw. gebundenen Teilchen, während $\gamma_s(x,t)$ die Konzentration der in Zwischenräumen außerhalb der Kristallite gelösten Teilchen beschreibt

$$c(x,t) = c_s(x,t) + \sum_{j=1}^{n_r} c_{ij}(x,t) + \gamma_s(x,t). \quad (10.39)$$

Da die Anwendbarkeit analytischer Annäherungen und Lösungen für die vorliegende Problemstellung eher eingeschränkt ist [162], dient das Programm PIDAT der Bestimmung von numerischen Näherungslösungen und bietet gleichzeitig eine gute Erweiterbarkeit und eine hohe Flexibilität in Bezug auf die Anpassung an bestimmte geänderte Teilaspekte.

Beim Programm PIDAT wird zur numerischen Lösung die „Methode endlicher Differenzen“ (Finite difference scheme) [134,162] benutzt, auf einem exponentiell veränderlichen Stützgitter aufgebaut und als Integrationsroutine das vielfach erfolgreich erprobte Programmpaket GEARB angewendet [162].

Vor dem Start der numerischen Berechnung müssen dem Programm die relevanten Koeffizienten, eine Anfangsverteilung von Haftstellen und von Teilchenkonzentrationen in den Haftstellen, sowie optional eine Quellenverteilung $S(x,t)$ übergeben werden. Die Berechnung beginnt zur Zeit $t = 0$ s und endet bei einer festgelegten Zeit t_{\max} . Die Temperatur wird als homogen angenommen und kann entsprechend Gleichung 3.11 durch Angabe einer Heizrate $\beta > 0$ K/s linear erhöht werden.

Als Ergebnis liefert Programm PIDAT bereits während der laufenden Berechnung jeweils nach dem dafür festgelegten Zeitintervall und nach der Beendigung der Berechnung die vollständigen Verteilungen der Konzentrationen $c_s(x,t)$, $\gamma_s(x,t)$ und $c_{ij}(x,t)$ der gelösten bzw. gebundenen Teilchen, die Flußdichten der durch die beiden Grenzflächen (Vorder- und Rückseite der betrachteten Probe) freigesetzten Teilchen und die entsprechenden Fluenzen.

10.8 Ergebnisse der Modellrechnungen zur Freisetzung von Wasserstoff aus Graphit

10.8.1 Einfluß der Tiefenverteilung von Deuterium

Die von Sun et al. [93,220] gemessenen Tiefenverteilungen von Deuterium reichen lediglich bis in eine Tiefe von 10 μm bzw. 25 μm (vgl. Abbildung 7.5) und umfassen somit nahezu ausschließlich den Implantationsbereich bzw. — falls vorhanden — die kodeponierte Schicht. Da die TPD-Messungen deutlich größere Inventarmengen ergaben, wurden weitere Simulationsrechnungen durchgeführt, bei denen die SIMS-Tiefenverteilung bis in größere Tiefen (80 μm , 500 μm , 1000 μm) fortgesetzt wurde, was einer Diffusion von Deuterium bis in diese Probentiefen entsprechen würde. Das gesamte mittels TPD gemessene Deuteriuminventar kann mit diesen Werten erst für eine Diffusionstiefe von 1000 μm vollständig auf die Haftstellen verteilt werden.

Abbildung 10.10 zeigt für eine Probe der Kachel D des äußeren Divertors den Verlauf der mittels TPD gemessenen Desorptionsflußdichte (Experiment; vgl. Abbildung 6.2) und den simulierten Verlauf für eine reine SIMS-Tiefenverteilung bis 10 μm sowie für erweiterte SIMS-Tiefenverteilungen, die bis in Diffusionstiefen von 80 μm , 500 μm und 1000 μm fortgesetzt wurden. Für die weiteren Parameter wurden eine Bindungsenergie von 2,7 eV, eine sehr langsame Diffusion ($D=3 \cdot 10^{-15} \cdot e^{-1\text{eV}/kT}$ m^2/s in ungeschädigtem Graphit [198]) und eine Heizrate von 10 K/s angenommen.

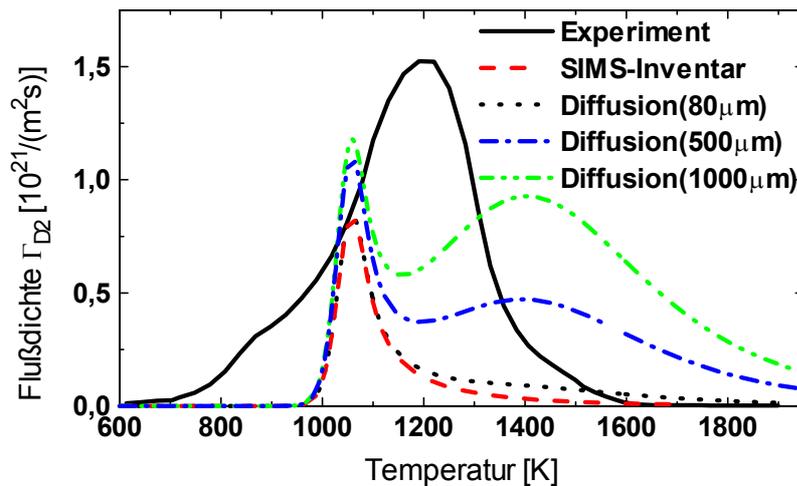


Abbildung 10.10: Einfluß der Anfangstiefenverteilung von Deuterium auf die Form der simulierten TPD-Kurven. Zum Vergleich wurde eine experimentell bestimmte TPD-Kurve (s. Abbildung 6.2) eingetragen.

Im Gegensatz zu vergleichbaren Laborexperimenten mit Implantationsenergien im keV-Bereich, die ein schmales Maximum bei 1000 K aufweisen [198], sind zumindest ein zu höheren Temperaturen verschobenes breites Maximum und die Schulter eines Nebenmaximums zu erkennen. Das Ergebnis der Simulation für das SIMS-Inventar weist — bis auf die geringfügig erhöhte Temperatur des Maximums — eine sehr große Ähnlichkeit mit den Ergebnissen der oben erwähnten Laborexperimente auf. Erst durch die Einbeziehung des durch Diffusion in die Probe gelangten Inventars ergibt sich ein zweites Maximum bei etwa 1400 K. Für dieses Hauptmaximum ergibt sich in Bezug auf die eingeschlossene Fläche mit zunehmender Diffusionstiefe eine größere Übereinstimmung von Simulation und TPD-Messung. Allerdings sind noch beide Maxima zu höheren Temperaturen verschoben.

Aufgrund dieser Ergebnisse wird bei allen weiteren Simulationen die TPD-Tiefenverteilung benutzt, d.h. die bis in eine Diffusionstiefe von 1000 µm fortgesetzte SIMS-Tiefenverteilung, bei der zudem das gesamte mittels TPD bestimmte Deuteriuminventar auf die Haftstellen verteilt werden kann.

10.8.2 Einfluß der Bindungsenergien

Zur Untersuchung des Einflusses der Bindungsenergie auf die Form der Spektren wurden sowohl Simulationen mit einzelnen, für jeweils alle Haftstellen identischen, Bindungsenergien (2,7 eV, 3 eV und 4 eV), als auch mit GAUSS-Verteilungen der Bindungsenergien auf die Haftstellen (1,5 eV - 2,5 eV und 2,2 eV - 3,2 eV) durchgeführt (vgl. Tabelle 10.2), deren Energieverteilung etwa der Breite des gemessenen Maximums entspricht. Als weitere Parameter für die Simulationen wurden die TPD-Tiefenverteilung, die Diffusionsparameter für eine sehr langsame Diffusion in ungeschädigtem Graphit ($D_0=3 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$, $E_D=1 \text{ eV}$ [198]) und eine Heizrate von 10 K/s verwendet.

Tabelle 10.2: Bindungsenergien von Wasserstoff in Graphit für die Modellrechnungen mit PIDAT [162].

	E_B [eV]	Art der Bindungsenergien
a	1,5..2,5	GAUSS-Verteilungen für die Bindungsenergien der Haftstellen
b	2,2..3,2	
c	2,7	identische Bindungsenergien für alle Haftstellen
d	3	
e	4	

Abbildung 10.11 zeigt den Einfluß der verschiedenen Bindungsenergien bzw. -verteilungen auf die Form der Spektren. Eine Bindungsenergie von 4 eV ergibt ein TPD-Spektrum mit einem einzelnen Maximum bei etwa 1500 K und somit keinerlei Übereinstimmung mit dem experimentell bestimmten TPD-Spektrum. Für alle anderen Bindungsenergien weist das TPD-Spektrum zwei Maxima auf, wobei das zweite Maximum, das nur durch die Diffusionsparameter bestimmt wird (s. Kapitel 10.8.3), jeweils nahezu identisch ist und bei einer Temperatur von 1400 K liegt. Sowohl Form als auch Lage des ersten Maximums sind abhängig von den gewählten Bindungsenergien. Mit zunehmender Bindungsenergie verschiebt sich auch die Temperatur des Maximums zu höheren Werten. Die GAUSS-Verteilung der Bindungsenergien bewirkt im TPD-Spektrum infolge der überlagerten Freisetzung von unterschiedlich stark gebundenem Deuterium eine Verbreiterung des Maximums im TPD-Spektrum. Die Simulation für eine Verteilung der Bindungsenergie im Bereich von 1,5 eV bis 2,5 eV zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem kleineren Maximum des experimentell bestimmten TPD-Spektrums.

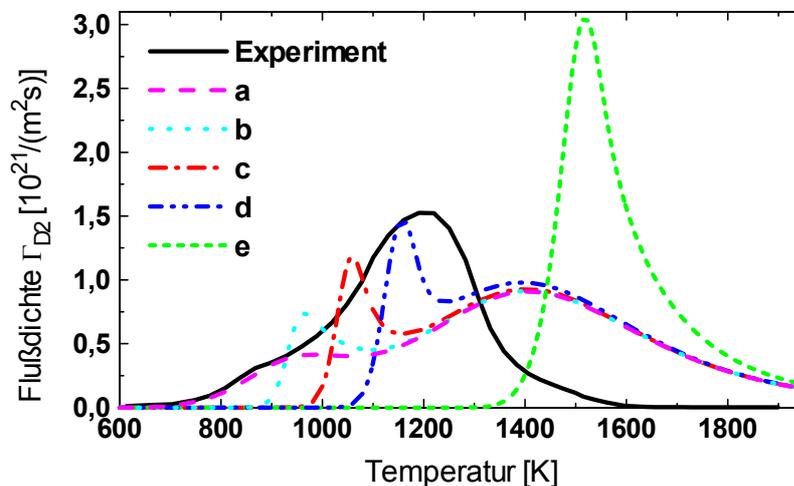


Abbildung 10.11: Modellrechnung zum Einfluß der Bindungsenergien (siehe Tabelle 10.2) auf die Form der Desorptionsspektren von Deuterium.

10.8.3 Einfluß der Diffusionsparameter

Zur Untersuchung des Einflusses der Diffusionsparameter (vgl. Gleichung 10.6) auf das TPD-Spektrum von Deuterium wurden die Aktivierungsenergie für die Diffusion E_D und der Diffusionskoeffizient D_0 ausgehend von Literaturwerten [109,198] variiert. In Tabelle 10.3 sind die bei den Simulationen genutzten Parameterpaare a bis d aufgeführt. Die Bindungsenergie lag jeweils bei 2,7 eV.

Tabelle 10.3: Diffusionskoeffizienten von Deuterium in Graphit, die als Ausgangsbasis für die Modellrechnungen mit PIDAT [162] dienen.

	E_D [eV]	D_0 [m ² /s]	Quellen der aufgeführten Werte
a	0,56	$1,48 \cdot 10^{-4}$	Zweibereichsmodell [109]: Diffusion in geschädigter Implantationszone
b	1,5	$3 \cdot 10^{-12}$	Literaturwerte [198] für Diffusion in ungeschädigtem Graphit (abhängig von der Graphitmodifikation);
c	1,64	$3 \cdot 10^{-12}$	
d	1	$3 \cdot 10^{-15}$	

Abbildung 10.12 zeigt die resultierenden durch Simulation bestimmten Spektren im Vergleich zum gemessenen TPD-Spektrum. Das Spektrum mit den Diffusionsparametern für eine sehr schnelle Diffusion in einer geschädigten Implantationszone weist ein einzelnes scharfes Hauptmaximum bei etwa 1000 K auf und ähnelt somit den Ergebnissen von Labor-experimenten [198]. Im Gegensatz dazu zeigen die Spektren mit den Diffusionsparametern für eine langsame(re) Diffusion im ungeschädigten Graphit insgesamt zwei Maxima. Das schmale erste Maximum ist im Vergleich zur TPD-Messung jeweils zu einer höheren Temperatur (etwa 1050 K) verschoben. Demgegenüber variiert die Temperatur des breiten zweiten Maximums in Abhängigkeit von den gewählten Diffusionsparametern erheblich. Zumindest das von der Diffusion abhängige zweite Maximum stimmt für die Diffusionsparameter b (s. Tabelle 10.3; $D_0=3 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$; $E_D=1,5 \text{ eV}$) gut mit dem Hauptmaximum der TPD-Messung überein.

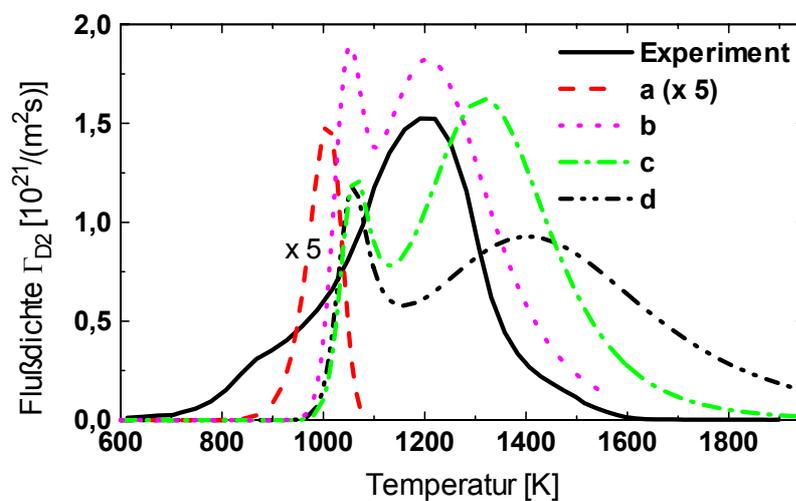


Abbildung 10.12: Einfluß der Diffusionskoeffizienten (siehe Tabelle 10.3) auf die TPD-Spektren von Deuterium.

Verzeichnis häufig verwendeter Symbole und Abkürzungen

Symbole

A	Fläche
β	Heizrate
$B_{M,i}$	Bruchstückfaktor der Massenzahl M des Gases i
c	Teilchenkonzentration
C_i	Empfindlichkeit des Glühkathodenionisationsmanometers für das Gas i
D	Diffusionskoeffizient
D_0	präexponentieller Faktor der Diffusion
ε	Emissionskoeffizient
E_B	Bindungsenergie
E_D	Aktivierungsenergie der Diffusion
F_i	Fluenz für das Gas i
Γ_i	Desorptionsflußdichte für das Gas i
i	Gasart
I	Strom
I_M	Ionenstrom für die Massenzahl M
k	BOLTZMANN-Konstante
k_{ss}	Koeffizient für die Rekombination
K	Korrekturfaktor
L_i	Leitwert für das Gas i
m	Masse
M	Massenzahl
n	Plasmateilchendichte
n_L	Anzahl der Ladungen
n_T	Anzahl unterschiedlicher Bindungsplätze
N	Anzahl der Teilchen
p	Druck
p_{Gl}	Gleichgewichtsdruck
p_i	Partialdruck für das Gas i
Θ_D	in den Proben aufgesammelter Anteil von Deuterium
Q	Ladung
Q_i	Inventar für das Gas i
R_D	Desorptionsrate
R_L	Leckrate
s	poloidale Koordinate
s_i	Empfindlichkeit des Quadrupol-Massenspektrometers für das Gas i
S_{eff}	effektives Saugvermögen
τ	Zeitkonstante
τ_E	Energieeinschlußzeit
t	Zeit
T	Temperatur
V	Volumen
x	Tiefenkoordinate

Abkürzungen

AMS	Beschleuniger-Massenspektrometrie („Accelerator Mass Spectrometry“)
ASDEX	axialsymmetrisches Divertorexperiment
BAG	BAYARD-ALPERT-Meßröhre („BAYARD-ALPERT Gauge“)
CFC	kohlenfaserverstärkter Graphit
CX	Ladungsausgleich („Charge Exchange“)
D	Deuterium
ERDA	Elastische Rückstoß-Detektionsanalyse („Elastic Recoil Detection Analysis“)
FFT	Flash-Filament-Technik
H	Wasserstoff
ITER	geplantes Fusionsexperiment „International Tokamak Experimental Reactor“
JET	Fusionsexperiment „Joint European Torus“
PIDAT	Simulationsprogramm „A Computer Program For Implant Diffusion And Trapping“
NBI	Neutralteilcheninjektion („Neutral Beam Injection“)
NRA	Kernreaktionsanalyse („Nuclear Reaction Analysis“)
QMS	Quadrupol-Massenspektrometer
RBS	RUTHERFORD-Rückstreuung („RUTHERFORD Backscattering“)
SIMS	Sekundärionen-Massenspektrometrie („Secondary Ion Mass Spectrometry“)
SRG	Viskositätsmanometer („Spinning Rotor Gauge“)
T	Tritium
TDS	thermische Desorptionsspektrometrie („Thermal Desorption Spectrometry“)
TPD	temperaturprogrammierte Desorption („Temperature Programmed Desorption“)
UHV	Ultrahochvakuum

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der verwendeten Meßapparatur	7
Abbildung 2.2: Anordnung des Probenhalters mit eingesetzter Probe und der Wolfram-Glühwendel der Probenheizung auf einem UHV-Flansch (DN 35CF) mit den elektrischen Durchführungen	8
Abbildung 2.3: Thermographiebild mit der Temperaturverteilung auf der Probenoberseite und in der näheren Umgebung der Probe bei eingeschalteter Glühwendel (links) und direkt nach dem Abschalten der gesamten Probenheizung (rechts).....	11
Abbildung 2.4: Transmissionskoeffizient für Schaugläser aus Magnesiumfluorid bzw. Quarz als Funktion der Wellenlänge [37].....	12
Abbildung 2.5: Transmissionskoeffizient τ_{MgF_2} des Magnesiumfluorid-Schauglases in Abhängigkeit von der Probentemperatur T	12
Abbildung 3.1: Verlauf der Druckanzeige des Gasreibungsmanometers SRG 2 als Funktion der Druckanzeige des durch den DKD kalibrierten Gasreibungsmanometers Viscovac zur Bestimmung der Korrekturfaktoren für das SRG 2	16
Abbildung 3.2: Massenspektrum für die Kalibrierung mit Methan (CH_4).....	20
Abbildung 4.1: Desorptionsspektrum $I_M(t)=f(T(t))$ für eine Graphitprobe (EK98) der Kachel D des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade bei einer Heizrate von $\beta=10$ K/s.	23
Abbildung 4.2: Vergleich von Massenspektren mit ein- bzw. ausgeschalteter Meßröhre IE 414	28
Abbildung 5.1: Torus mit eingezeichneter toroidaler und poloidaler Richtung. Zusätzlich sind das toroidale magnetische Feld und in einem poloidalen Schnitt das elektrische Feld dargestellt. [182]	32
Abbildung 5.2: Graphitdivertor vom ASDEX-Upgrade im Bereich von Sektor 10 mit den Langzeitproben als poloidaler Schnitt (links) und als Aufsicht (rechts). Die Buchstaben kennzeichnen die Kacheln A-E des inneren und die Kacheln A-D des äußeren Divertors. Die Koordinate s beschreibt die poloidale Position auf der Oberfläche des unteren Divertors und verläuft von innen nach außen. Die Positionen der untersuchten Langzeitproben sind in der Aufsicht durch die ausgefüllten Kreise gekennzeichnet.	32
Abbildung 5.3: Wolframdivertor vom ASDEX-Upgrade als poloidaler Schnitt (links; mit Magnetfeldlinien (orange), innerer Wand (u. a. Divertor), passiver Stabilisierungsspule (PSL) und diversen Zugängen (Ports); vgl. Abbildung 10.1) und als Aufsicht (rechts) [173]. Die Kacheln CD des inneren und BC des äußeren Divertors sind hell dargestellt und besitzen eine Oberfläche aus Wolfram, während die übrigen Kacheln vollständig aus EK98 bestehen.	33
Abbildung 5.4: Wolframkacheln CD (links) und BC (rechts) des inneren bzw. äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade [206]. Zur Vermeidung von lokalen Überhitzungen sind die Kacheln in toroidaler Richtung geneigt. Die resultierenden abgeschatteten Gebiete sind dunkel dargestellt. Zur Kennzeichnung der Position auf dem Divertor dient die poloidale Koordinate s	33
Abbildung 5.5: Poloidale Verteilung der mittleren Temperatur T_{DO} an der Oberfläche der Divertorkacheln und der Fluenzen F_{H+D} auftreffender Wasserstoffisotope für den Experimentierzeitraum von Dezember 1994 bis Juli 1995. [91,93].....	36
Abbildung 5.6: Zeitlicher Verlauf der Maxima der mittleren Oberflächentemperatur T_{Mittel} des inneren und äußeren Divertors als Funktion der Nummer der Plasmaentladung für den Experimentierzeitraum von Dezember 1994 bis Juli 1995. [91,93]	37
Abbildung 5.7: Zeitlicher Verlauf der Temperatur auf der Oberfläche der Divertorsonden während einer einzelnen Plasmaentladung für 3 poloidale Positionen (innerer Rand: $s=706$ mm, zentraler Bereich: $s=740$ mm, äußerer Rand: $s=773$ mm) der jeweiligen Divertorsonde (Sonde 1 in Entladung #7269; Sonde 2 in Entladung #7539). [94]	37
Abbildung 5.8: Poloidale Verteilung der Oberflächentemperatur für die Divertorsonden zum Zeitpunkt des Temperaturmaximums auf der Sondenoberfläche für die jeweilige Entladung (Sonde 1: $t=3$ s in Entladung #7269; Sonde 2: $t=1,75$ s in Entladung #7539) [94].....	38
Abbildung 5.9: Poloidale Verteilung der Fluenzen von Wasserstoffisotopen, die während der Plasmaentladung #7269 bzw. #7539 auf die Divertorsonde 1 bzw. 2 auftrafen und mit Hilfe von LANGMUIR-Sonden bestimmt wurden. [94].....	38
Abbildung 5.10: Poloidale Verteilung der mittleren Temperatur T_{DO} an der Oberfläche der Wolframkacheln und der Fluenzen F des aufgetroffenen Deuteriums. [92,206].....	39
Abbildung 6.1: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von H_2 , D_2 , HD, CH_4 und CD_4 für Langzeitproben aus den Kacheln (A, C, D und E) des inneren Divertors (Randbereiche sowie Gebiete neben und an der Separatrixposition).	40
Abbildung 6.2: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von H_2 , D_2 , HD, CH_4 und CD_4 für Langzeitproben der Kacheln (B, C und D) des äußeren Divertors (neben und an der Separatrixposition).	41
Abbildung 6.3: Vergleich der TPD-Spektren von Hauptmessung und Folgemessung anhand der Desorptionsflußdichten von H_2 und D_2 . Die Folgemessung wurde im Abstand von einer Stunde nach	

der Hauptmessung durchgeführt. Zur besseren Vergleichbarkeit der Kurven wurde eine logarithmische Skalierung der Ordinatenachse verwendet.	42
Abbildung 6.4: Poloidale Verteilung der Inventare von Gasen, die Wasserstoffatome enthalten, sowie des Inventars von Wasserstoff in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade.	42
Abbildung 6.5: Poloidale Verteilung der Inventare von Gasen, die Deuteriumatome enthalten, sowie des Gesamtinventars von Deuterium in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade.	43
Abbildung 6.6: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D ₂ , HD und CD ₄ für die beiden Proben im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix auf der jeweiligen Divertorsonde, d.h. für die Proben mit dem jeweils größten Deuteriuminventar (vgl. Abbildung 6.9).	44
Abbildung 6.7: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D ₂ , HD und CD ₄ für eine Probe von Divertorsonde 1 (links) und eine Probe von Divertorsonde 2 (rechts) von Bereichen außerhalb der Separatrixposition.	44
Abbildung 6.8: Poloidale Verteilung der Inventare von H ₂ , CH ₄ und des Gesamtinventars von Wasserstoff in den Proben der Divertorsonden 1 und 2.	45
Abbildung 6.9: Poloidale Verteilung der Inventare von D ₂ , HD, CD ₄ und des Gesamtinventars von Deuterium in den Proben der Divertorsonden 1 (links) und 2 (rechts).	45
Abbildung 6.10: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D ₂ , HD und CD ₄ für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) des linken Randes der Kachel CD des inneren Divertors.	46
Abbildung 6.11: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D ₂ , HD und CD ₄ für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) neben der Separatrixposition für die Kachel CD des inneren Divertors.	47
Abbildung 6.12: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D ₂ , HD und CD ₄ für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) der Kachel CD des inneren Divertors im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix.	47
Abbildung 6.13: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D ₂ , HD und CD ₄ für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) außerhalb der Separatrixposition der Kachel BC des äußeren Divertors.	47
Abbildung 6.14: TPD-Spektren der Desorptionsflußdichten von D ₂ , HD und CD ₄ für Wolframproben aus dem Plasmabereich (links) und dem abgeschatteten Bereich (rechts) der Kachel BC des äußeren Divertors im Bereich des Auftreffpunktes der Separatrix.	48
Abbildung 6.15: Poloidale Verteilung der Inventare von H ₂ , CH ₄ und des Gesamtinventars von Wasserstoff in den Wolframproben.	48
Abbildung 6.16: Poloidale Verteilung der Inventare von D ₂ , HD, CD ₄ und des Gesamtinventars von Deuterium in den Proben der Kacheln CD (links) bzw. BC (rechts) des Wolframdivertors, die dem Plasma direkt ausgesetzt waren.	49
Abbildung 6.17: Poloidale Verteilung der Inventare von D ₂ , HD, CD ₄ und des Gesamtinventars von Deuterium in den Proben der abgeschatteten Bereiche der Kacheln CD (links) bzw. BC (rechts) des Wolframdivertors.	49
Abbildung 7.1: Vergleich der mit TPD und verschiedenen Ionenstrahlanalyseverfahren (SIMS [220] und NRA [211]) bestimmten Inventare von Deuterium in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. Der abgeschattete Bereich von Kachel E ist schraffiert dargestellt. Die Werte an den Datenpunkten geben die jeweilige Nachweistiefe an.	51
Abbildung 7.2: Vergleich der mit TPD und ERDA [211] bestimmten Inventare von Wasserstoff in den Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. Zu beachten sind die unterschiedlichen Nachweistiefen x der beiden Verfahren.	51
Abbildung 7.3: Schematische Darstellung der untersuchten Schnittproben (rechte Seite), welche aus einer Langzeitprobe aus EK98-Graphit (linke Seite) hergestellt wurden, die der Kachel E (poloidale Koordinate $s=421$ mm) des inneren Divertors vom ASDEX-Upgrade entnommen wurde. Für die Schnittproben sind weiterhin die zugehörigen Werte der Tiefenkoordinate x angegeben.	52
Abbildung 7.4: Gesamtinventare von Deuterium und Wasserstoff für unterschiedlichen Probentiefen am Beispiel der Ergebnisse für die drei Schnittproben. Zum Vergleich sind die Gesamtinventare für eine unbehandelte Probe, die keinerlei Entladungen ausgesetzt war, und für die Nachweisgrenze der Meßapparatur dargestellt.	53
Abbildung 7.5: Tiefenprofile von Deuterium für Langzeitproben der Kachel B des inneren und der Kacheln A, B und C des äußeren Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade nach [220]. In Klammern sind die Deuteriuminventare angegeben, die durch Integration über die Tiefenkoordinate x berechnet wurden.	54
Abbildung 7.6: Vergleich der gemessenen poloidalen Verteilung des Deuteriuminventars mit den poloidalen Verteilungen der auf den Divertor getroffenen Fluenz von Wasserstoffisotopen [234] und der mittleren Oberflächentemperatur [116] für die Langzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. [91,93] Der abgeschattete Bereich von Kachel E ist schraffiert dargestellt.	55

Abbildung 7.7: Vergleich der gemessenen poloidalen Verteilung des Deuteriuminventars mit den poloidalen Verteilungen der auf den Divertor getroffenen Fluenz von Wasserstoffisotopen [234] und der mittleren Oberflächentemperatur [116] für die Kurzzeitproben der Divertorsonden des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade. [94].....	56
Abbildung 7.8: Poloidale Verteilung der mittels TPD gemessenen Inventare von D ₂ , HD, CD ₄ und des entsprechenden Gesamtinventars von Deuterium sowie der mittels NRA [206] gemessenen Deuteriuminventare von Proben des inneren (links) bzw. äußeren (rechts) Wolframdivertors für Proben aus dem Plasma- und Schattenbereich.....	59
Abbildung 7.9: Poloidale Verteilung der relativen Anteile von in verschiedenen Haftstellen gebundenem Deuterium am Gesamtinventar von Deuterium in den Proben des inneren (links) bzw. äußeren (rechts) Wolframdivertors für den Plasma- bzw. Schattenbereich.....	61
Abbildung 7.10: GAUSS-Entfaltung des TPD-Spektrums von Deuterium am Beispiel einer mit Wolfram beschichteten Probe des äußeren Divertors vom ASDEX-Upgrade.....	62
Abbildung 7.11: Diffusionskanäle in Graphit [109].....	64
Abbildung 7.12: Mögliche Parameter zur Anpassung der Simulation an das experimentell bestimmte TPD-Spektrum.....	66
Abbildung 10.1: Aufbau eines Tokamak: Schematische 3D-Darstellung (links) und poloidaler Schnitt (rechts) am Beispiel des Fusionsexperimentes ASDEX-Upgrade in Garching (1992-1998). Die Schnitte durch die geschlossenen magnetischen Flächen innerhalb der Separatrix sind durchgezogene Linien. Die Schnitte durch die offenen magnetischen Flächen außerhalb der Separatrix, die auf die Divertorplatten und andere Bereiche der inneren Wände auftreffen, sind gestrichelt.....	B
Abbildung 10.2: Fortschritte der verschiedenen internationalen Fusionsexperimente beim erreichten Fusionsprodukt $n\tau_E T_p$, heutiger Stand und Bereich für die Zündung eines D-T-Plasmas. Dabei sind für die USA Alcator in Boston, DIII-D in San Diego und TFTR in Princeton, für Japan JT60 in Takamura, für Rußland T3 und T10 als Tokamak in Moskau, für Deutschland Pulsator und ASDEX(-Upgrade) als Tokamak, ISAR 1 als Plasmaexperiment mit adiabatischer Plasmakompression und Wendelstein 7A als Stellarator (alle in Garching), für Frankreich Tore Supra in Cadarache, für England das europäische Projekt JET in Culham und das geplante internationale Fusionsexperiment ITER aufgeführt.....	C
Abbildung 10.3: Prozesse beim Auftreffen energiereicher Wasserstoffatome und -ionen auf Festkörperoberflächen („Erste Wand“ bei Fusionsexperimenten).....	H
Abbildung 10.4: Experimente von Davis et al. [57] zeigen für Wasserstoff die direkte Abhängigkeit der aufgesammelten von der eingestrahlten Fluenz und von der Kristallitgröße der Graphitproben.....	K
Abbildung 10.5: Desorptionsflußdichte von Wasserstoff als Funktion der Proben temperatur für unbelastete Proben der Graphitmodifikationen EK98, FP379 und CFC bei einer Heizrate von $\beta \approx 10$ K/s.....	R
Abbildung 10.6: Vergleich der Desorptionsflußdichten von H ₂ für die TPD-Messung und eine nach 90 Tagen Lagerung der Proben an Luft durchgeführte Wiederholungsmessung für jeweils eine Langzeitprobe der Kacheln C bzw. E des inneren Divertors bei einer Heizrate von 10 K/s.....	T
Abbildung 10.7: Poloidale Verteilung der Verhältnisse der für die Langzeitproben gemessenen Inventare von H ₂ und D ₂ (Q_{H_2}/Q_{D_2}) sowie von HD und D ₂ (Q_{HD}/Q_{D_2}). Für die Bereiche mit geringen Schwankungen (vgl. Lage der horizontalen Linien) sind zusätzlich die Mittelwerte der jeweiligen Quotienten aufgeführt.....	W
Abbildung 10.8: Poloidale Verteilung der mittleren Quotienten aus den Desorptionsflußdichten von HD und D ₂ (linke Seite) sowie der Quotienten aus den Inventaren von Wasserstoff Q_H und den Gesamtinventaren der beteiligten Wasserstoffisotope Q_H+Q_D (rechte Seite) der beiden Divertorsonden. Der mittlere relative Anteil von Wasserstoff am Gesamtinventar von Wasserstoffisotopen in den Kurzzeitproben beträgt 0,55 für Divertorsonde 1 bzw. 0,35 für Divertorsonde 2.....	Y
Abbildung 10.9: Poloidale Verteilung der Quotienten aus den Inventaren von Wasserstoff Q_H und den Gesamtinventaren der beteiligten Wasserstoffisotope Q_H+Q_D für die Proben des inneren (links) bzw. äußeren (rechts) Wolframdivertors jeweils für den Plasma- und Schattenbereich.....	Z
Abbildung 10.10: Einfluß der Anfangstiefenverteilung von Deuterium auf die Form der simulierten TPD-Kurven. Zum Vergleich wurde eine experimentell bestimmte TPD-Kurve (s. Abbildung 6.2) eingetragen.....	BB
Abbildung 10.11: Modellrechnung zum Einfluß der Bindungsenergien (siehe Tabelle 10.2) auf die Form der Desorptionsspektren von Deuterium.....	CC
Abbildung 10.12: Einfluß der Diffusionskoeffizienten (siehe Tabelle 10.3) auf die TPD-Spektren von Deuterium.....	DD

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3.1: Ergebnisse der Kalibrierung am CS1001: Korrekturfaktoren des BAG sowie Empfindlichkeiten, Massenzahlen und Bruchstückfaktoren des QMS für wichtige Gase. (Für Stickstoff und Methan sind die Empfindlichkeiten für die Bruchstückionen N^+ bzw. CH_3^+ der wichtigsten Nebenmassenzahl 14 bzw. 15 aufgeführt, da bei deren Hauptmassenzahl 28 (N_2^+) bzw. 16 (CH_4^+) eine starke Überlagerung mit anderen Gasen vorliegt.)	17
Tabelle 3.2: Ergebnisse der Kalibrierung an der TPD-Anlage: Korrekturfaktoren des BAG sowie Empfindlichkeiten, Massenzahlen und Bruchstückfaktoren des QMS für wichtige Gase. (Für Stickstoff und Methan sind die Empfindlichkeiten für die Bruchstückionen N^+ bzw. CH_3^+ der wichtigsten Nebenmassenzahl 14 bzw. 15 aufgeführt, da bei deren Hauptmassenzahl 28 (N_2^+) bzw. 16 (CH_4^+) eine starke Überlagerung mit anderen Gasen vorliegt.)	18
Tabelle 3.3: Vergleich von Bruchstückfaktoren für wichtige Kalibriergase nach Herstellerangaben mit den am Kalibrierpumpstand CS1001 und an der TPD-Anlage ermittelten Werten.	19
Tabelle 3.4: Verteilung von Bruchstückionen der nachzuweisenden Gase für die zwölf zu registrierenden Massenzahlen M .	21
Tabelle 3.5: Bruchstückfaktoren von deuterierten C_2 -Kohlenwasserstoffen [52]. Die angegebenen Bruchstückfaktoren sind jeweils bezogen auf das Hauptmaximum (Bruchstückfaktor: 1).	22
Tabelle 4.1: Abschätzung der relativen Größtfehler der betreffenden Meßgrößen zur Berechnung des relativen wahrscheinlichen Fehlers und des relativen Größtfehlers für die Desorptionsflußdichte von D_2 .	27
Tabelle 4.2: Veränderung des Massenspektrums durch die Inbetriebnahme der Meßröhre IE 414	29
Tabelle 4.3: Inventare von Teilchen mit Wasserstoff- bzw. Deuteriumatomen, sowie Gesamtinventare von Wasserstoff $Q_{\Sigma H}$ bzw. Deuterium $Q_{\Sigma D}$ in den Vergleichsproben RR24 und RR33 des Vergleichsexperimentes.	30
Tabelle 5.1: Überblick zu den in der vorliegenden Arbeit untersuchten Probenarten, deren Verweildauer im ASDEX-Upgrade und zur Anzahl der Plasmaentladungen mit den jeweiligen Proben.	31
Tabelle 5.2: Statistik der Plasmaentladungen mit den Langzeitproben: Anzahl der Entladungen in Abhängigkeit von der genutzten Heizungsart und vom verwendeten Füllgas	34
Tabelle 5.3: Parameter der Plasmaentladungen mit den Divertorsonden 1 und 2. Die Plasmaparameter weisen nur geringe Unterschiede auf. Den Hauptunterschied stellt das zur NBI verwendete Gas (Wasserstoff bzw. Deuterium) dar. [94]	35
Tabelle 5.4: Statistik der Plasmaentladungen mit dem Wolframdivertor [92,206]	35
Tabelle 7.1: Vergleich von Parametern [92-95,116,234] und Ergebnissen der eigenen TPD-Messungen für die Langzeit- und Kurzzeitproben des Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade	58
Tabelle 7.2: Deuteriumbilanz beim ASDEX-Upgrade während des Experimentierzeitraumes mit eingebautem Wolframdivertor [206]. (D : Deuteriumatome)	63
Tabelle 7.3: Vergleich von Parametern und Ergebnissen für die Proben des Graphit- und des Wolframdivertors vom ASDEX-Upgrade	67
Tabelle 10.1: Wichtige technische Daten und Plasmaparameter für das Fusionsexperiment ASDEX-Upgrade. [244,245]	F
Tabelle 10.2: Bindungsenergien von Wasserstoff in Graphit für die Modellrechnungen mit PIDAT [162]	BB
Tabelle 10.3: Diffusionskoeffizienten von Deuterium in Graphit, die als Ausgangsbasis für die Modellrechnungen mit PIDAT [162] dienten.	CC

Lebenslauf

Persönliche Angaben

Name: Detlef Schleußner
Familienstand: ledig
Staatsangehörigkeit: BRD
Geburtstag: 5. April 1970
Geburtsort: Calbe (Saale)
Wohnort: 39221 Klein Mühlingen, Kirchstraße 6

Bildungsweg

1976 - 1979 Besuch der Teiloberschule in Klein Mühlingen
1979 - 1986 Besuch der Polytechnischen Oberschule „Hermann Matern“ in Groß Mühlingen
1986 - 1988 Besuch der Erweiterten Oberschule „Otto Grotewohl“ in Schönebeck
1989 - 1995 Studium der Fachrichtung Physik an der Technischen Universität „Otto von Guericke“ in Magdeburg

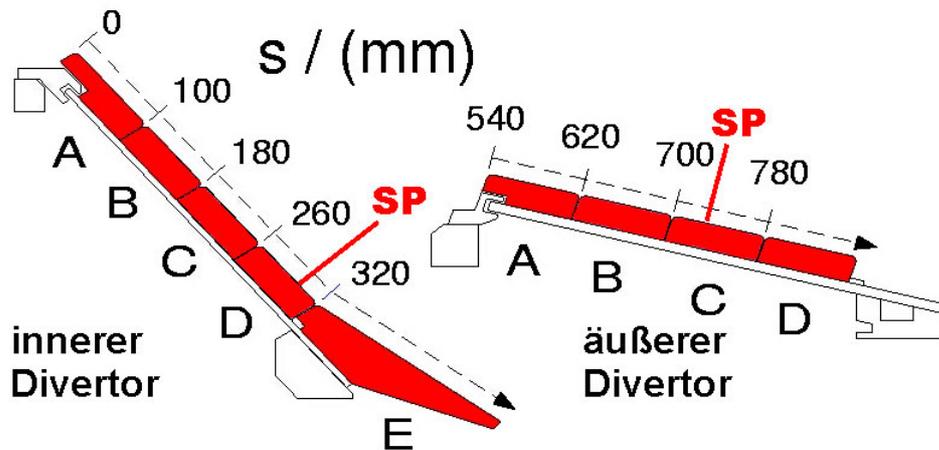
Sonstige Berufserfahrung

1995 - 1996 befristeter wissenschaftlicher Mitarbeiter der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg am Institut für Experimentelle Physik, Abteilung Vakuumphysik
1997 - 1998 Doktorand am Max-Planck-Institut für Plasmaphysik in Garching
1998 verschiedene befristete Beschäftigungsverhältnisse als Hilfwissenschaftler an der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg an den Instituten für Experimentelle Physik und für Theoretische Physik
seit 1999 befristeter wissenschaftlicher Mitarbeiter der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg am Institut für Experimentelle Physik, Abteilung Vakuumphysik

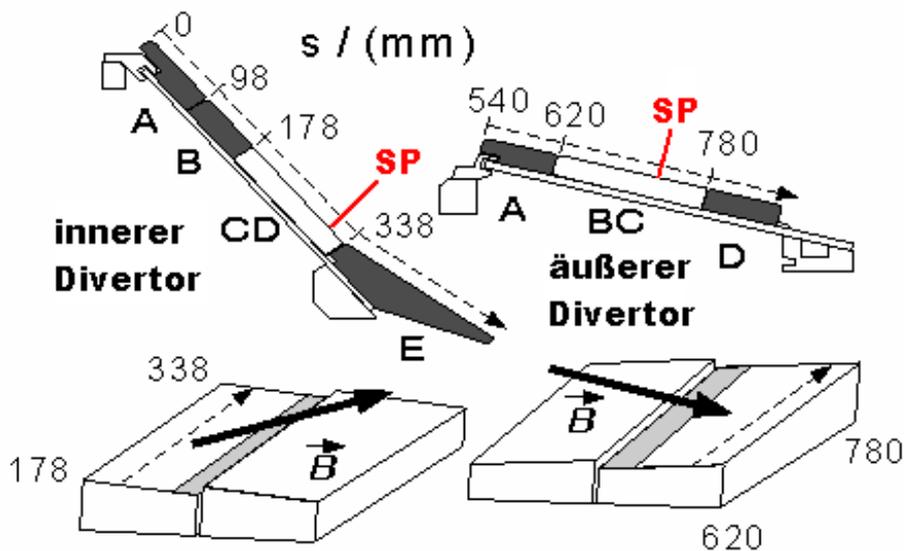
Sonstiges

1. 9. - 31.10. 1988 Praktikum im Sprengstoffwerk Schönebeck, Abteilung FTC
1988 - 1989 Wehrdienst

Klappkarte mit Probenpositionen



Separatrixpositionen (SP), poloidale Koordinate s und Positionen der Divertorkacheln A, C, D, E des inneren und B, C, D des äußeren Graphitdivertors vom ASDEX-Upgrade, denen die untersuchten Langzeitproben entnommen wurden.



Separatrixpositionen (SP), poloidale Koordinate s und Positionen der Divertorkacheln CD des inneren und BC des äußeren Wolframdivertors vom ASDEX-Upgrade, denen die untersuchten Wolframproben entnommen wurden. Die Wolframkacheln weisen aufgrund ihrer Neigung in toroidaler Richtung abgeschattete Bereiche auf.