

**MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK**  
**GARCHING BEI MÜNCHEN**

**Das Wasserstoffinventar in plasmaexponierten  
Oberflächen**

The Hydrogen Inventory of Plasma Exposed Surfaces

**Matthis Langhoff**

IPP 9/107

Juli 1995

*Die nachstehende Arbeit wurde im Rahmen des Vertrages zwischen dem  
Max-Planck-Institut für Plasmaphysik und der Europäischen Atomgemeinschaft über die  
Zusammenarbeit auf dem Gebiete der Plasmaphysik durchgeführt.*

Juli 1995

## Zusammenfassung

Das Wasserstoffinventar in Graphit bei Plasmaexposition wurde untersucht. Als Plasmaquelle wurde eine HF-Entladung verwandt. In der geerdeten Elektrode der Plasmakammer war eine Graphitprobe eingebaut war. Mit einem 2.6 MeV  $^4\text{He}^+$ -Strahl konnte das Wasserstoffinventar während und nach der Plasmaexposition beobachtet werden.

Das Wasserstoffinventar steigt zunächst erheblich schneller an, als man dies durch ein hundertprozentiges Aufsammeln der aus dem Plasma stammenden Ionen erwarten würde. Des weiteren stellt sich eine Sättigung erst bei viel höheren Wasserstoffkonzentrationen ein, als man es von mit Ionenstrahl implantiertem Graphit gewohnt ist. Nach Abschalten des Plasmas konnte keine spontane Emission von Wasserstoff beobachtet werden, dafür allerdings eine um eine Größenordnung effektivere Desorption durch die Analysestrahlionen.

Die Phänomene können durch die Bildung einer wasserstoffreichen C:H-Schicht erklärt werden. Ein Modell zeigt, daß bei gleichzeitigem Beschuß einer Kohlenstoffoberfläche mit atomarem Wasserstoff und energiereichen Ionen eine solche Schicht tatsächlich entstehen kann.

Es wurden des weiteren Experimente mit verunreinigtem Graphit durchgeführt. Dabei entwickelt sich mit der Zeit eine Nadelstruktur, wodurch die Oberfläche erheblich vergrößert wird. Die C:H-Schicht verschwindet allerdings.

Eine spontane Emission wie sie von Messungen an Fusionsexperimenten nahe gelegt wird, konnte jedoch in keinem Falle beobachtet werden, auch nicht bei Temperaturen bis zu 600 K.

\* Diese Arbeit ist identisch mit der Dissertation gleichen Titels, die im Januar 1995 bei der Universität Bayreuth eingereicht wurde.

July 1995

### Abstract

The trapping of hydrogen in graphite was investigated during and after exposure by a RF-plasma. The target placed in the grounded electrode of the RF-reactor was analysed *in-situ* by means of a 2.6 MeV  $^4\text{He}^+$  ion beam.

The increase in the hydrogen inventory is much faster than expected from a 100 % trapping of the plasma ions. Secondly saturation occurs at a hydrogen concentration almost twice as high as obtained by ion beam implantation. A spontaneous release of hydrogen after switching off the plasma could not be observed. The desorption induced by the analysing ions, however, is a magnitude more effective than in ion beam implanted graphite.

This leads to the conclusion, that a hydrogenrich C:H-layer is formed, which would explain all observed phenomena. A model of the buildup of such a C:H-layer is presented, which takes into account the simultaneous impact of thermal atomic hydrogen and energetic plasma ions.

Investigations of graphite covered with metal impurities have been performed that show the formation of a needle covered surface topology. The hydrogen inventory increases enormously due to the enlargement of the surface. The C:H-layer however vanishes.

Time resolved measurements of the hydrogen inventory were performed to test for a spontaneous emission of hydrogen after plasma exposure as observed in fusion experiments. No transient uptake, however, could be found at temperatures below 600 K.

\* This report is identical with a dissertation under the same title which was submitted to the Universität Bayreuth in January 1995.

# Inhaltsverzeichnis

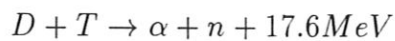
<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Die Wechselwirkung von Wasserstoff aus einem Plasma mit Graphit</b>	<b>7</b>
2.1	Ionen . . . . .	7
2.1.1	Reflexion . . . . .	7
2.1.2	Energieverlust . . . . .	9
2.1.3	Rückhaltevermögen und Reemission . . . . .	11
2.1.4	Strahlenschäden . . . . .	14
2.1.5	Erosion . . . . .	14
2.1.6	Desorption . . . . .	17
2.2	Neutrale . . . . .	18
2.3	Temperatur . . . . .	19
<b>3</b>	<b>Der Wasserstoffkreislauf in Fusionsexperimenten</b>	<b>22</b>
3.1	Die Teilchenbilanz . . . . .	22
3.2	Verunreinigungen . . . . .	23
3.3	Experimentelle Beobachtungen . . . . .	24
3.3.1	JET . . . . .	24
3.3.2	Tore Supra . . . . .	25
3.3.3	TFTR . . . . .	25
<b>4</b>	<b>Experimentbeschreibung</b>	<b>28</b>
4.1	Ionenstrahlanalyse . . . . .	28
4.1.1	Rutherford Rückstreuung . . . . .	28
4.1.2	Elastische Ionenrückstoßanalyse . . . . .	29
4.1.3	Kernumwandlungsmethode . . . . .	30
4.2	Der Plasmareaktor . . . . .	31
4.2.1	Aufbau . . . . .	31
4.2.2	<i>In-situ</i> Ionenstrahlanalysen im Plasmareaktor . . . . .	34
4.2.3	Plasmaparameter . . . . .	36
4.2.4	Die Meßmethode . . . . .	37
4.3	Die Apparatur zur Ionenstrahlimplantation . . . . .	39

<b>5</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>42</b>
5.1	Ioneninduzierte Desorption . . . . .	42
5.1.1	Deuteriuminventar bei Plasmaexposition . . . . .	42
5.1.2	Nachweis der ioneninduzierten Desorption . . . . .	44
5.1.3	Vergleich mit Ionenstrahlimplantation . . . . .	46
5.1.4	Diskussion . . . . .	47
5.1.5	Das Zwei-Schichten-Modell . . . . .	49
5.2	Einfluß metallischer Verunreinigungen . . . . .	54
5.2.1	Die Deposition auf Graphit . . . . .	54
5.2.2	Die Struktur der Oberfläche . . . . .	55
5.2.3	Der Einfluß auf das Wasserstoffinventar . . . . .	56
5.3	Messungen bei erhöhter Temperatur . . . . .	59
5.3.1	Ionenstrahlimplantation . . . . .	59
5.3.2	Plasmaexposition . . . . .	60
5.3.3	Metallverunreinigung und Plasmaexposition . . . . .	62
5.4	Dynamisches Inventar . . . . .	63
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>69</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Die Energieversorgung auf der Erde ist eines der größten Probleme unserer Zeit, da die bisher rentabel nutzbaren Energiequellen begrenzt sind und die Umwelt stark beeinträchtigen. Die kontrollierte Kernfusion stellt heute eine der aussichtsreichsten Alternativen dar, wobei insbesondere die Fusion von Deuterium und Tritium



am ehesten realisierbar zu sein scheint. Dazu muß den Kernen genügend Energie zugeführt werden, damit sie die Coulombabstoßung überwinden können. Um dabei einen guten Wirkungsgrad zu erzielen, heizt man ein Wasserstoffplasma, das von starken magnetischen Feldern eingeschlossen wird. Während die bei der Fusion entstehenden Neutronen das Plasma verlassen, werden die Heliumkerne im magnetischen Käfig eingefangen und heizen das Plasma mit ihrer Energie auf, d.h., das Plasma hält nach dem Zünden seine Brenntemperatur durch die  $\alpha$ -Teilchenheizung aufrecht. Aus der Energiebilanz von Heizungs- und Verlustprozessen erhält man dafür die Bedingung, daß das Fusionsprodukt aus der Teilchendichte  $n$ , der Energieeinschlußzeit  $\tau_E$  und der Temperatur  $T$  im Plasma

$$n \cdot \tau_E \cdot T \geq 3 \cdot 10^{21} \frac{\text{keV} \cdot \text{s}}{\text{m}^{-3}}$$

sein muß. Mit einer Erhöhung der Teilchendichte steigt also das Fusionsprodukt. Wird sie jedoch zu groß, kann das Magnetfeld dem Druck nicht mehr standhalten: Es kommt zu Instabilitäten, die zu einer Disruption führen können, bei der das Plasma direkt auf die Wand geleitet wird und dort starke Schäden hervorruft. Wünschenswert ist also eine kontrollierbare Teilchendichte knapp unterhalb dieses Dichtelimits.

Der magnetische Einschluß ist jedoch begrenzt: Geladene Teilchen können senkrecht zum Magnetfeld zur Randschicht diffundieren und auf die Wand gelangen (vor allem auf Divertor und Limiter, siehe Abb.1.1). Zusätzlich erreicht ein Strom von Neutralteilchen, die durch Umladungsstöße mit dem Neutralgas entstehen, die gesamte Wandoberfläche. Daher muß man die Gefäßwände als mögliche Teilchenquellen oder -senken mitberücksichtigen. Die Prozesse, die für die Wasserstoffbilanz zwischen Fusionsplasma und Wand eine Rolle spielen, sind:

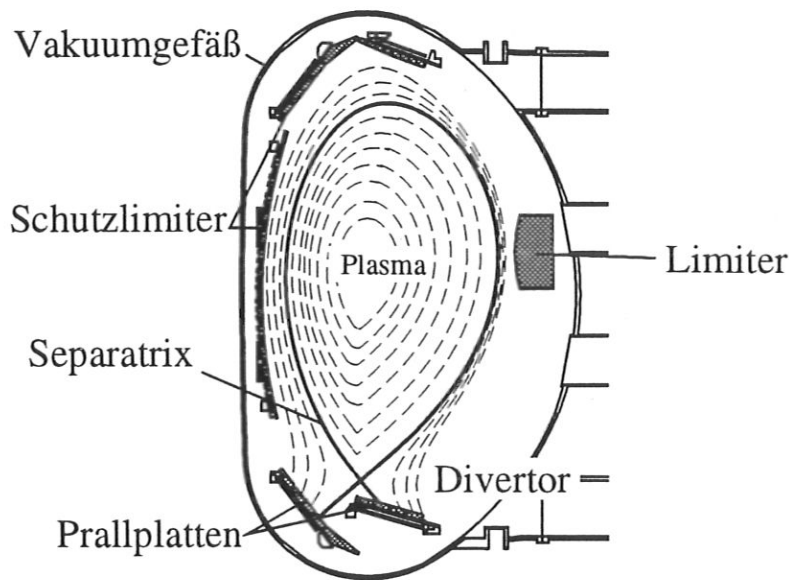


Abbildung 1.1: Der Querschnitt durch ein Fusionsexperiment (TOKAMAK). Gestrichelt eingezeichnet sind die magnetischen Flußflächen. Hervorgehoben ist die letzte geschlossene, magnetische Flußfläche (Separatrix). Diese wird entweder durch einen Limiter definiert oder durch zusätzliche Magnetfelder, die das Plasma außerhalb dieser Flußfläche auf Prallplatten im Divertor leiten (hier dargestellt).

- Reflexion: Teilchen werden an den Atomen einer Oberflächenschicht elastisch zurückgestreut und gelangen direkt zurück ins Plasma.
- Implantation: Energiereiche Wasserstoffionen und neutrale Wasserstoffatome werden in einer Oberflächenschicht der Wand entsprechend ihrer Energie abgebremst. Je nach Wandmaterial und -temperatur können sie zum Teil gebunden werden oder diffundieren.
- Reemission: Implantierte Teilchen diffundieren zur Oberfläche und gelangen ins Plasma zurück.
- Induzierte Emission: Im Gegensatz zur Reemission wird bei diesem Vorgang gebundener Wasserstoff desorbiert. Die Energie zum Lösen der Bindung kann durch den Beschuß mit energiereichen Teilchen oder durch Aufheizen der Wand aufgebracht werden.
- Chemische Erosion: Kann der Wasserstoff flüchtige Verbindungen mit dem Wandmaterial eingehen, wie zum Beispiel mit Kohlenstoff, so kann das Anbieten von Wasserstoff eine Desorption von solchen Verbindungen bewirken.

- Schichtdeposition: Wandmaterial, das einmal als Verunreinigung ins Plasma gelangt ist, kann an anderer Stelle wieder deponiert werden. Es werden Schichten aufgebaut, die wiederum Wasserstoff auf sammeln können. Auch chemisch an die Verunreinigungen gebundener Wasserstoff, wie zum Beispiel bei Kohlenwasserstoffen, kann mit auf die Wand gebracht werden.

Die Reflexion ändert die Teilchenbilanz nicht, d.h. jedes Teilchen, das an der Wand reflektiert wird, gelangt sofort in das Plasma zurück. Bei Implantation und Schichtdeposition dagegen können große Mengen an Wasserstoff von der Wand auf gesammelt werden. Diesen Vorgang bezeichnet man mit Wandpumpen. Durch Reemission, induzierte Emission und chemische Erosion kann auf gesammelter Wasserstoff wieder ins Plasma zurückgelangen. Während einer Entladung mit einer typischen Dauer von 1 s - 10 s werden Teilchen mehrfach zwischen Wand und Plasma ausgetauscht [Pospieszczyk et al. 1976]. Dieser sogenannte Wasserstoffkreislauf muß quantitativ verstanden sein, um die Dichte kontrollieren zu können. Das Wasserstoffinventar in der Wand, also die Menge an auf gesammeltem Wasserstoff, ist außerdem bei Verwendung von radioaktivem Tritium als Fusionspartner wichtig in Hinsicht auf die reaktortechnische Sicherheit.

Der Wasserstoffkreislauf wird im allgemeinen durch den Recyclingkoeffizienten  $R$  beschrieben. Er gibt das Verhältnis an von Wasserstofffluß von der Wand,  $\Gamma_{out}$ , zu dem auf die Wand,  $\Gamma_{in}$ :

$$R := \frac{\Gamma_{out}}{\Gamma_{in}}$$

Dieser Wert ist je nach Position auf der Wand lokal unterschiedlich. An manchen Stellen, insbesondere an stark belasteten Stellen wie auf dem Divertor oder Limiter, kann  $R > 1$  werden (zum Beispiel durch Erhöhung der Temperatur und damit der thermisch induzierten Emission). Als Ergebnis von Fusionsexperimenten wird im allgemeinen  $R$  global gemittelt über die gesamte Wand angegeben.

In heutigen Fusionsexperimenten wird als Wandmaterial oftmals Kohlenstoff in Form von Graphit oder amorphen Beschichtungen eingesetzt. Er bietet folgende Vorteile anderen Materialien gegenüber:

- Es ist ein Material mit niedriger Ordnungszahl. Die Toleranzgrenze für Verunreinigungen im Plasma ist für solche Elemente größer als für Materialien mit hoher Ordnungszahl. [Cecchi 1980]
- Die thermische Belastbarkeit von Kohlenstoff ist außerordentlich hoch: Er schmilzt nicht und die Sublimation ist sehr gering [Honig und Kramer 1969].
- Kohlenstoff kann Thermoschocks mit relativ hoher Leistung ohne Ribildung aushalten [McCracken und Stott 1979].

Der Wasserstoffkreislauf für magnetisch eingeschlossene Plasmen in Gefäßen mit Graphitwänden ist jedoch nur ansatzweise verstanden. Bei Fusionsexperimenten findet man



ein dynamisches Wasserstoffinventar. Darunter versteht man, daß implantierte Teilchen nicht zurückgehalten werden, sondern spontan aus der ihrer Implantationsenergie entsprechenden Tiefe an die Oberfläche diffundieren und reemittiert werden. Die Zeitkonstanten für eine solche Reemission von Wasserstoff aus den Wänden der Fusionsexperimente sind in der Größenordnung von 10 s bis 1000 s [Ehrenberg 1989]. Eine spontane Emission durch Diffusion und Oberflächenrekombination ist bekannt für Wasserstoff in Metallen.

Aus Implantationsmessungen mit Ionenstrahlen dagegen kann man schliessen, daß der Wasserstoff im Graphit bis zu einer bestimmten Sättigungskonzentration permanent gebunden wird. Sind keine Bindungsplätze innerhalb der Implantationstiefe mehr frei, so rekombiniert der Wasserstoff lokal zu  $H_2$  und diffundiert mit einer sehr kleinen Zeitkonstante aus dem Festkörper [Möller 1989]. Ein dynamisches Inventar, also Wasserstoff, der nicht sofort, sondern mit einer Zeitkonstante von einigen Sekunden reemittiert wird, wurde nicht beobachtet [Scherzer et al. 1986]. Für die Wand in einem Fusionsexperiment, die wegen der hohen Teilchenflüsse als gesättigt betrachtet werden kann, bedeutet das, Wasserstoff wird sofort wieder reemittiert.

In dieser Arbeit soll versucht werden, diesen Widerspruch über die Existenz eines dynamischen Inventars zu klären. Es stellt sich dabei die Frage, inwieweit Meßergebnisse mit Ionenstrahlen auf Beobachtungen in Fusionsexperimenten übertragbar sind. Dazu seien hier zunächst die wesentlichen Unterschiede der Implantation von Wasserstoff in Graphit bei den beiden genannten Experimenten aufgeführt:

- Die Teilchenflüsse sind in Fusionsexperimenten erheblich höher als sie von Ionenquellen geliefert werden. Der Wasserstofffluß auf die hoch belasteten Prallplatten im Divertor eines Fusionsreaktors läßt sich abschätzen auf  $3.5 \cdot 10^{22} \frac{D}{s \cdot m^2}$  [Behrisch 1991]. Die höchsten Teilchenflüsse bei Ionenstrahlimplantation dagegen erreichen nur  $1 \cdot 10^{20} \frac{D}{s \cdot m^2}$  [Davis et al. 1990].
- Die Experimente mit Ionenstrahlen haben im allgemeinen Energien im keV-Bereich, während man in Fusionsexperimenten versucht, die Ionen aus der Randschicht mit einer Energie in der Größenordnung von 10 eV - 100 eV auf die Wand treffen zu lassen [Behrisch 1991].
- Die Untersuchungen zum dynamischen Inventar mit Ionenstrahlen sind bisher nur bei Raumtemperatur durchgeführt worden [Scherzer et al. 1986, Scherzer 1989]. Die Wandtemperaturen in Fusionsexperimenten sind jedoch mit 600 K höher als bei diesen Messungen.
- Die Wände der Fusionsexperimente bestehen nicht aus reinem, wohldefiniertem Graphit wie bei Ionenstrahlexperimenten, sondern sind durch das Plasma modifiziert und mit Metallverunreinigungen [McCracken et al. 1982] und codeponierten Schichten belegt [Wampler et al. 1988].

- Zusätzlich zu dem Ionenbeschuß liefert das Fusionsplasma auch thermische und energiereiche Neutrale [Verbeek und das ASDEX-Team 1991]. Letztere können implantierten Wasserstoff desorbieren [Erents 1980, Roth et al. 1980] und damit den Wasserstoffkreislauf beeinflussen.

Die Klärung der Frage, ob ein dynamisches Wasserstoff-Inventar in Graphit tatsächlich existiert, setzt also eine Untersuchung der Effekte voraus, welche die aufgelisteten Unterschiede bewirken. Das Ziel dieser Arbeit ist deswegen, eine Graphit-Oberfläche möglichst wie in einem Fusionsexperiment zu behandeln in Hinsicht auf die folgenden Punkte:

- Das Wasserstoff-Inventar soll bei möglichst hohem Ionenfluß und bei niedrigen Energien gemessen werden.
- Es muß überprüft werden, wieviel des Inventars auch für längere Zeit und bei Temperaturen um 600 K in der Wand bleibt.
- Die Untersuchungen sollen nicht nur an reinem Graphit, sondern auch an verunreinigtem Graphit und an Kohlenwasserstoffschichten durchgeführt werden.
- Die Auswirkungen hochenergetischer Teilchen auf solche Oberflächen müssen untersucht werden.

Das Hauptgewicht dieser Arbeit ist also, festzustellen, ob einer der aufgeführten Punkte das Phänomen „dynamisches Inventar“ erklären kann. Erste Messungen dazu an einem Niederdruck-Plasmareaktor deuten darauf hin, daß metallische Verunreinigungen dafür verantwortlich sind [Jandl 1993].

## Kapitel 2

# Die Wechselwirkung von Wasserstoff aus einem Plasma mit Graphit

Dieses Kapitel soll einen Überblick über den Stand der Forschung bezüglich der Wechselwirkung von energetischen und thermischen Wasserstoffionen und -atomen mit Graphit geben. Im folgenden sollen die einzelnen Prozesse bei fusionsrelevanten Plasmametern diskutiert werden, d.h. niedrige Ionenenergien ( $<100$  eV), hohe Ionenflüsse (ca.  $10^{23} \frac{at}{m^2 \cdot s}$ ) und Vorhandensein von thermischen und von hochenergetischen Neutralen (durch Ladungsaustausch) [Behrisch 1991].

### 2.1 Ionen

Die Implantation von Wasserstoff in eine Kohlenstoffoberfläche ist bisher experimentell sehr intensiv mit Ionenstrahlen untersucht worden. Wasserstoffionen mit definierter Energie werden dabei unter festgelegtem Einfallswinkel auf Graphit geschossen. Ein Teil wird direkt an der Oberfläche reflektiert, der Rest dringt darin ein. Im Festkörper werden die Teilchen durch inelastische Stöße mit den Elektronen und durch elastische Stöße mit den Atomkernen abgebremst und kommen in einer ihrer Anfangsenergie entsprechenden Tiefe zur Ruhe (d.h., ihre Endenergie entspricht der Temperatur des Festkörpers). Dort können sie dann gebunden werden oder zur Oberfläche diffundieren und reemittieren. Der Energieverlust im Festkörper bewirkt die Entstehung von Strahlenschäden, die Erosion des Kohlenstoffs oder auch die thermische und ioneninduzierte Desorption von zurückgehaltenem Wasserstoff.

#### 2.1.1 Reflexion

Die Kollision des Projektilions mit einem Targetatom kann neben Energieverlust auch zu einer Richtungsänderung der Flugbahn führen. Dadurch kann ein einfliegendes Ion den Festkörper wieder verlassen. Diesen Prozeß bezeichnet man als Reflexion. Die Menge und Energie des reflektierten Wasserstoffs ist von der Energie der einfallenden Ionen und dem Einfallswinkel abhängig

[Eckstein und Verbeek 1984]. Die Abhängigkeit vom Verhältnis der Massen und Kernladungszahlen von Projektil- zu Targetatomen sei hier erwähnt, ist aber für die angestellte Betrachtung der Reflexion von Wasserstoff an Graphit unwichtig. Messungen existieren von [Eckstein und Verbeek 1978, Staudenmaier et al. 1979, Eckstein und Verbeek 1979, Overbury et al. 1980, Thomas et al. 1980, Braun und Thomas 1982, Chen et al. 1984].

Wird vorher Wasserstoff implantiert, so ändert sich das Verhalten: Die Reflexion ist vom Verhältnis Wasserstoffatome zu Kohlenstoff im Target abhängig [Aratari und Eckstein 1989b, Aratari und Eckstein 1989a]. Den Einfluß der Oberflächenrauigkeit des Kohlenstoffs insbesondere bei großen Einfallswinkeln konnten Mayer et al. zeigen [Mayer et al. 1994]. Es zeigt sich unter anderem dabei, daß für den rauheren Graphit, die Winkelabhängigkeit nicht so stark ausgeprägt ist.

Die bei kleinen Energien reflektierten Teilchen sind überwiegend neutral. Der Anteil an geladenem Wasserstoff bei der Reflexion an Stahl ist abhängig von der Energie der reflektierten Teilchen. Unterhalb von 1 keV sind nur noch etwa 5% des reflektierten Wasserstoffs geladen [Eckstein et al. 1976]. Dieser Anteil kann jedoch bei verunreinigten Oberflächen zunehmen [Mühling 1986].

Die experimentell beobachteten Reflexionsverteilungen stimmen gut mit Monte-Carlo Simulationsrechnungen überein [Eckstein und Verbeek 1979, Overbury et al. 1980, Chen et al. 1984, Eckstein und Verbeek 1984, Eckstein und Biersack 1985, Aratari und Eckstein 1989b, Aratari und Eckstein 1989a, Eckstein 1991c, Thomas et al. 1992]. Diese Programme (z.B. TRIM.SP oder MARLOWE) verfolgen die Bahn der Ionen im Festkörper in Zweierstoßnäherung (siehe Kap.2.1.2). Die Oberflächenrauigkeit wurde von Ruzic und Chiu durch eine fraktale Oberfläche in das Programm TRIM integriert [Ruzic und Chiu 1989].

Das Reflexionsverhalten wird im allgemeinen charakterisiert durch den Teilchenreflexionskoeffizient  $R_N$  und den Energiereflexionskoeffizient  $R_E$  angegeben. Während ersterer die Anzahl der reflektierten zu der der eingefallenen Teilchen angibt, ist der zweite das Verhältnis aus der Gesamtenergie der reflektierten zu der der eingefallenen Teilchen. Die Energie- und Winkelverteilung, aus TRIM-Rechnungen gewonnen, sind von einer Datenbasis abrufbar [Eckstein und Heifetz 1986, Eckstein und Heifetz 1987]. Von Mayer et al. berechnete und gemessene Ergebnisse für pseudoeinkristallinen, hochorientierten (HOPG) und isostatisch gepressten Graphit (EK98) bei fusionsrelevanten Ionenenergien zeigt Abb.2.1 [Mayer et al. 1994].

### 2.1.2 Energieverlust

Teilchen mit hohen Energien verlieren ihre Energie im wesentlichen durch inelastische Stöße mit den Elektronen. Bei kleineren Energien sind elastische Stöße mit den Targetatomen für die Abbremsung verantwortlich, deswegen auch nuklearer Energieverlust genannt.

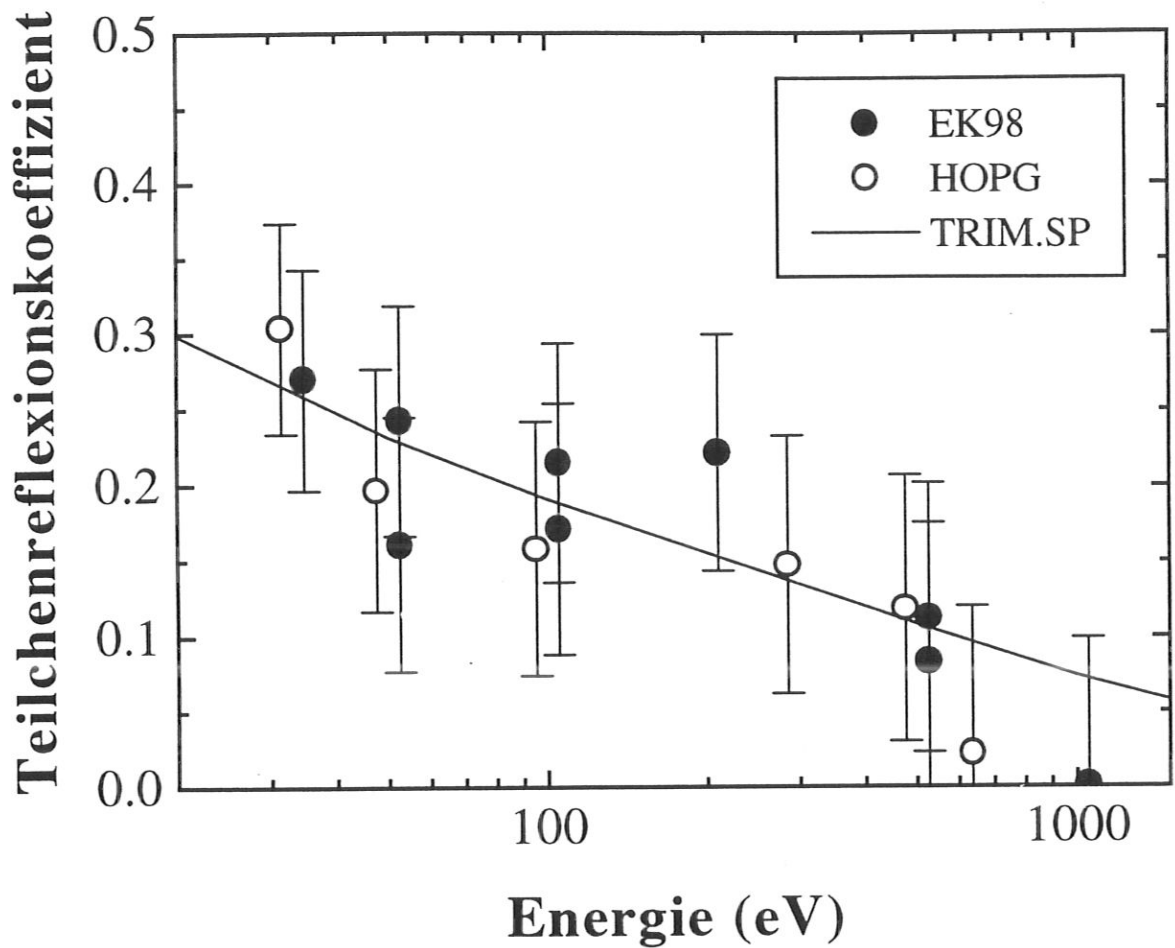


Abbildung 2.1: Der Teilchenreflexionskoeffizient von Deuterium an hochorientiertem pyrolytischen Graphit (HOPG) und an rauhem, isostatisch gepresstem Graphit (Ringsdorff EK98) in Abhängigkeit von der Energie der Deuteriumionen [Mayer et al. 1994]. Die durchgezogene Linie zeigt Rechnungen mit dem Programm TRIM.SP.

Der inelastische Energieverlust setzt sich aus verschiedenen Wechselwirkungen zusammen [Ziegler et al. 1985]:

- Direkter kinetischer Energieübertrag an Targetelektronen aufgrund von Elektron-Elektron Stößen.
- Anregung und Ionisierung vor allem von lokalisierten (stark gebundenen) Elektronen in den Targetatomen.
- Anregungen von Valenz- und Leitungsbandelektronen, d.h., von schwach gebundenen oder nicht lokalisierten Elektronen
- Anregung, Ionisation oder Elektroneneinfang des Projektils

Die Bethe-Bloch Theorie [Bethe 1930, Bloch 1933] geht von einer Punktladung aus, die mit einem Atom wechselwirkt, das durch harmonische Oszillatoren beschrieben wird. Für

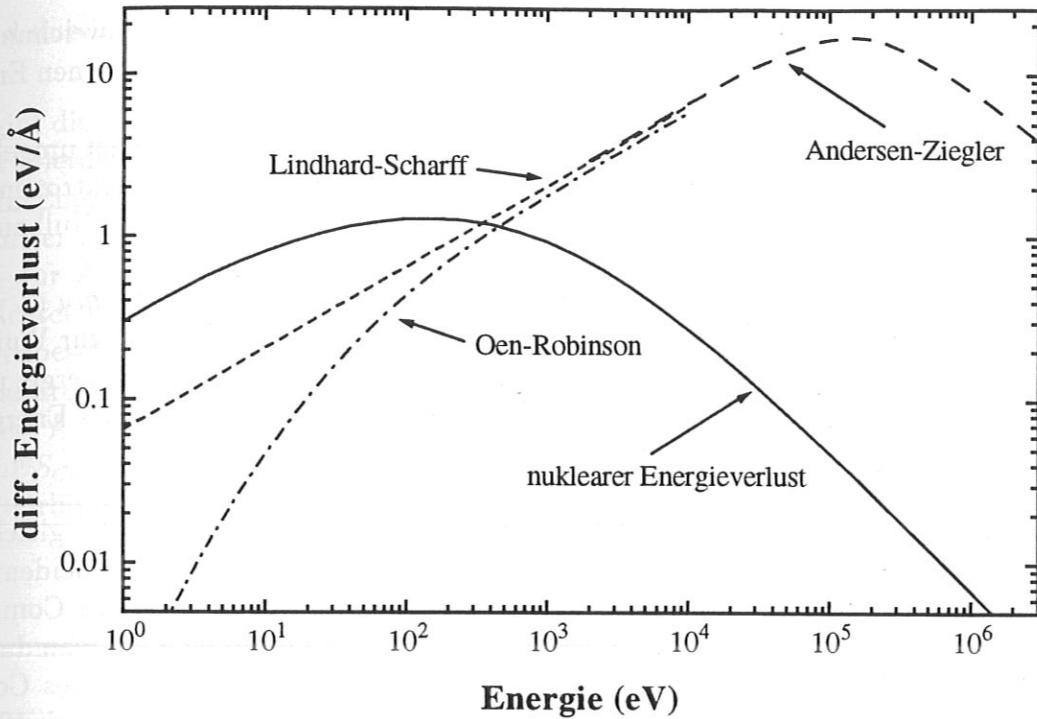


Abbildung 2.2: Der elastische (nukleare) und inelastische Energieverlust von Deuterium in Kohlenstoff. Bei niedrigen Energien ist der Verlauf nach der Lindhard-Scharff-Schiøtt Theorie und der Theorie von Oen und Robinson (siehe Text) eingezeichnet. Bei Energien oberhalb 10 MeV schließt der Energieverlust nach Bethe und Bloch an.

den Energieverlust  $\frac{dE}{dx}$  ergibt sich die folgende Abhängigkeit von der Energie  $E$  des Projektils:

$$\frac{dE}{dx} \propto -\frac{1}{E} \ln\left(\frac{E}{I}\right)$$

Dabei ist  $I$  das effektive Ionisierungspotential des Targetatoms. Dies ist nur gültig für Projektile mit einer Energie oberhalb von 10 MeV/amu. Darunter sind die Projektile nach dem Eintritt in den Festkörper nicht mehr vollständig ionisiert und damit ist die Ladung beim Durchdringen des Festkörpers nicht mehr bekannt.

Bei kleinen Energien gibt es verschiedene Theorien: Für einen Festkörper mit nicht lokalisierten Elektronen ist die Beschreibung als Elektronenplasma nach Fermi und Teller zutreffend [Fermi 1940, Fermi und Teller 1947]. Dabei wird berücksichtigt, daß dieses Plasma polarisierbar ist. Daraus entstand die Theorie von Lindhard, Scharff und Schiøtt, die die Wechselwirkung als eine Störung eines freien Elektronengases annehmen [Lindhard 1954, Lindhard et al. 1963]. Der mit dieser Theorie (auch LSS-Theorie genannt) berechnete Energieverlust (siehe Abb.2.2) stimmt bis auf einen Faktor 2 mit experimentellen Daten überein (siehe z.B. [Anderson und Ziegler 1977, Ziegler 1977]).

Ein anderer Ansatz von Firsov geht von lokalisierten Elektronen aus [Firsov 1959]. Dabei wird angenommen, daß sich die Elektronenwolken von Projektil und Targetatom während der Stoßzeit überlappen. Ursprünglich für schwere Ionen formuliert, wurde diese

Theorie auch auf leichte Projektile übertragen [Oen und Robinson 1976]. Abweichungen gegenüber den Berechnungen mittels LSS-Theorie ergeben sich vor allem bei kleinen Energien unterhalb von 100 eV/amu (siehe Abb.2.2).

Des weiteren gibt es Modelle, die das Atom in Schalen aufteilen: Der Kern ist umgeben von einer Hülle die als Festkörper-Elektronengas und einer die als freies Elektronengas beschrieben wird. Ausserhalb des Atomvolumens wird die Elektronendichte zu Null angenommen [Nagy et al. 1986, Green et al. 1969].

Diese Theorien sind nur gültig bis zu einer Energie  $E < 25keV \cdot Z^{4/3} \cdot M/amu$  (Z und M sind Kernladungszahl bzw. Masse des Projektils) und steigen proportional zur Wurzel der Energie. Der Übergangsbereich, d.h., bei Energien zwischen dieser Grenzenergie und der Gültigkeit der Bethe-Bloch Theorie wird durch die Summe der reziproken Energieverluste beschrieben [Varelas und Biersack 1970].

Bei kleinen Energien sind nuklearer und elektronischer Energieverlust in der gleichen Größenordnung (siehe Abb.2.2). Daher ist es schwierig, mit Experimenten die beiden separat zu bestimmen. Genauere und detailliertere Aussagen werden heute durch Computersimulationen erhalten [Eckstein 1991a]. Den elastischen Energieverlust kann man durch einen Zweikörperstoß zuverlässig theoretisch beschreiben. Das wird mit Hilfe des Computers unter Verwendung z.B. der Programme TRIM.SP [Biersack und Haggmark 1980, Biersack und Eckstein 1984] TRIDYN [Möller und Eckstein 1984], MARLOWE [Robinson und Torrens 1974, Oen und Robinson 1976] oder BARBOUM [Becerra-Acevedo und Terreaux 1987] bewerkstelligt. Ein Problem dabei ist, die Simulation des Potentials zwischen den kollidierenden Atomen, das für die Berechnung des Stoßparameters nötig ist. Für die Potentiale existieren eine Vielzahl von Ansätzen. Ein Vergleich mit experimentell bestimmten Projektil-Target Kombinationen ergab für das Krypton-Carbon Potential [Wilson et al. 1977] und das universelle Potential von Ziegler, Biersack und Littmark [Ziegler et al. 1985] die besten Übereinstimmungen [O'Connor und Biersack 1986].

Mit Hilfe der oben genannten Programme lassen sich die Stoßkaskaden verfolgen, die ein Projektil im Festkörper verursacht. Der elektronische Energieverlust kann nach der LSS- oder der Oen-Robinson-Theorie berücksichtigt werden. Ein Atom wird solange verfolgt bis seine Energie eine bestimmte Energie im eV-Bereich erreicht hat. Dann gilt es als thermalisiert. Berechnet man eine Vielzahl solcher Kaskaden, so kann man Aussagen über die Strahlenschäden (die Anzahl der verlagerten Atome), über die Tiefenverteilung der implantierten Projektile und über reflektierte (siehe Kap.2.1.1) und erodierte Teilchen (siehe Kap.2.1.5) machen. Solche Berechnungen der Tiefenverteilung implantierten Wasserstoffs in Graphit finden sich für diverse Energien zum Beispiel in [Eckstein 1980, Leblanc und Ross 1993]. Experimentelle Werte für den Energieverlust sind tabelliert für Wasserstoff in [Anderson und Ziegler 1977] und für Helium in [Ziegler 1977].

Die bisher angestellten Betrachtungen galten nur für homogene Festkörper. Für Materialien, die aus mehreren Elementen bestehen, wird der Energieverlust mittels der Bragg'schen Regel bestimmt. Diese besagt, daß der gesamte Energieverlust  $S$  zusammengesetzt

wird durch:

$$S = \sum c_i \cdot S_i$$

$c_i$  gibt die Konzentration eines Elements und  $S_i$  dessen Energieverlust an. Dies berücksichtigt allerdings nicht die Bindung zwischen den beiden Elementen [Neuwirth et al. 1975]. Zum Energieverlust in Kohlenwasserstoffen liefert sie jedoch einen wesentlichen Beitrag [Sautter und Zimmerman 1965, Sabin und Oddershede 1987]. Während von diesen Autoren nur Abweichungen bei Energien unterhalb des Maximums des Energieverlustes beobachtet wurden, wird von Boutard et al. auch von einem Einfluß der C-H-Bindung bei Ionenbeschuß von a-C:H Schichten mit Energien oberhalb dieses Maximums berichtet [Boutard et al. 1988, Boutard et al. 1989]. Die Zusammensetzung des Energieverlusts aus einem Anteil für die C-H Bindung  $S_{C-H}$ , einem für die Kohlenstoffbindungen (C-C, C=C, etc.)  $S_{CC}$  und einem Energieverlust durch die Wechselwirkung mit den Elektronen des  $1s^2$ -Orbitals  $S_{1s^2}$ , nach der Formel

$$S = S_{C-H} + S_{CC} + S_{1s^2}$$

beschreibt die experimentellen Daten [Sabin und Oddershede 1987, Boutard et al. 1988].

### 2.1.3 Rückhaltevermögen und Reemission

Das besondere am Aufsammeln von Wasserstoff in Kohlenstoff ist ein Sättigungseffekt: Eingeschossener, nicht reflektierter Wasserstoff wird zunächst in Graphit zu 100% zurückgehalten. Mit zunehmendem Beschuß steigt das Wasserstoffinventar an bis eine bestimmte Konzentration innerhalb der Implantationstiefe erreicht ist. Erhöht man die Fluenz<sup>1</sup>, wächst die Konzentration nicht mehr weiter, für jedes eingeschossene Wasserstoffatom wird eines reemittiert. Aus Tiefenprofilen des implantierten Wasserstoffs läßt sich die Sättigungskonzentration bestimmen. In der gesamten Implantationszone entspricht sie bei Raumtemperatur einem H/C-Verhältnis von etwa 0.4. Dieser Wert ist jedoch temperaturabhängig. [Armstrong und Johnson 1976, Erents 1976, Scherzer et al. 1976, Langley et al. 1978, Staudenmaier et al. 1979, Doyle et al. 1980b, Erents 1980, Doyle et al. 1981, Wampler und Magee 1981, Sone und McCracken 1982, Braun und Emmoth 1984, Scherzer 1989, Davis et al. 1990, Hansali et al. 1990, Scherzer et al. 1990b, Siegele et al. 1993, Haasz und Davis 1994] Abb.2.3 zeigt die Reemission in Abhängigkeit von der Fluenz. Außer der Reemission von Wasserstoff beobachtet man auch einen Anteil Methan. Dies wird im nachfolgenden Abschnitt über die Erosion (Kap.2.1.5) diskutiert. Nach Abschalten des Implantationsstrahls bleibt das Inventar konstant, die Reemission hört auf [Erents et al. 1976, Scherzer et al. 1986, Scherzer 1989, Yamada und Saidoh 1989, Davis et al. 1990, Chiu und Haasz 1991]. Messungen von Morita et al., nach denen ein Teil des Inventars bei Raumtemperatur mobil ist [Morita et al. 1989], konnten von Scherzer nicht bestätigt werden [Scherzer 1989].

Das Auftreten der Sättigung rührt von einer maximalen Anzahl an Bindungsplätzen für Wasserstoff her [Cohen und McCracken 1979, Erents und Hotston 1980]. Dies wird

<sup>1</sup>Die Fluenz ist die Menge Wasserstoff, die pro Fläche eingeschossen wird.



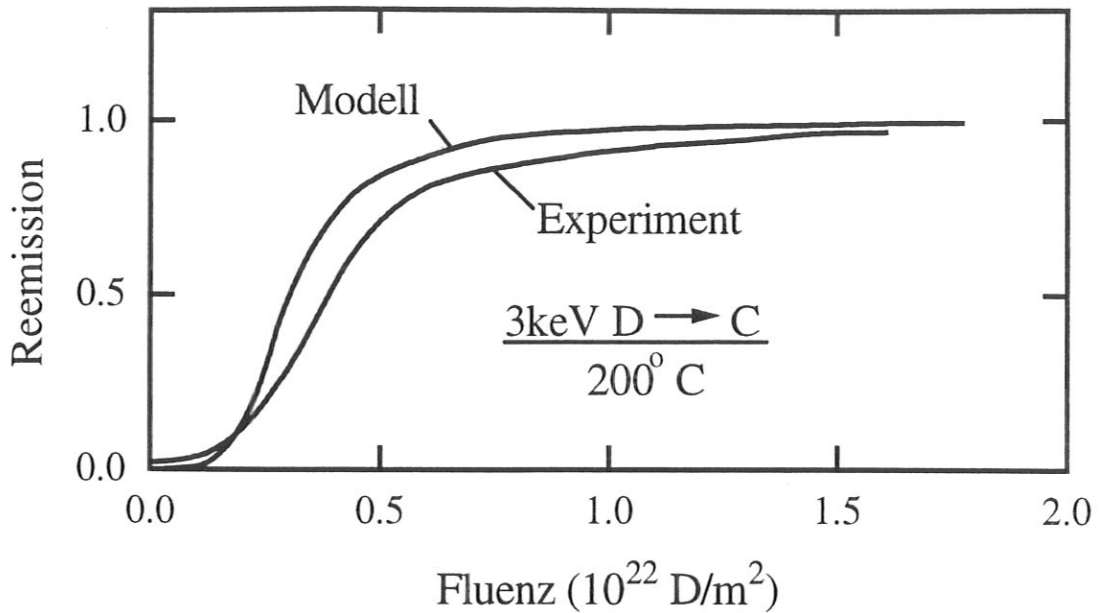


Abbildung 2.3: Die Reemission von Wasserstoff in Abhängigkeit von der Fluenz [Möller und Scherzer 1988]. Eingezeichnet sind experimentelle Daten [Möller et al. 1987] und Rechnungen nach dem Modell der lokalen Rekombination.

durch das folgende Experiment bestätigt: Schießt man mit Deuterium auf Graphit, der bereits mit Wasserstoff gesättigt ist, so wird der Wasserstoff mit dem Deuterium verdünnt, die Sättigungskonzentration ändert sich dadurch nicht [Doyle et al. 1980b, Doyle et al. 1980a, Erents 1980, Doyle et al. 1981, Möller et al. 1987].

Ein Vergleich von zurückgehaltenem Wasserstoff mit berechneten Verteilungen von Strahlenschäden legt nahe, daß diese die Bindungsplätze für den Wasserstoff darstellen [Cohen und McCracken 1979, Erents und Hotston 1980, Scherzer et al. 1982, Möller und Scherzer 1988, Wampler et al. 1990]. Ein Modell von Sone und McCracken zeigt, daß man mit dieser Vorstellung experimentelle Ergebnisse gut erklären kann [Sone und McCracken 1982]. Bei thermischer Desorption ergibt sich, daß Wasserstoff erst bei Temperaturen oberhalb von  $\simeq 900$  K [Erents 1976, Langley et al. 1978, Doyle et al. 1981, Scherzer et al. 1982, Braun und Emmoth 1984, Atsumi et al. 1985, Sawicki et al. 1989, Hansali et al. 1990, Gotoh et al. 1992] emittiert wird. Dies entspricht einer Aktivierungsenergie von etwa 2.3 eV. Die Breite der Desorptionskurven zeigt jedoch, daß es eher ein Spektrum von verschiedenen Bindungsenergien geben muß [Brice et al. 1982, Ashida et al. 1984, Nakayama et al. 1987, Kuzminov et al. 1991, Guo et al. 1992]. Die ermittelten Werte variieren zwischen 1.9 und 4.4 eV.

Ashida et al. und Gotoh bestimmen zwei verschiedene Bindungsarten [Ashida et al. 1982, Ashida et al. 1983, Ashida et al. 1984, Gotoh 1984]: Einmal kann Wasserstoff auf Zwischengitterplätzen gebunden werden, die durch Strahlenschäden entstehen, zum zweiten kann er sich chemisch an freie Kohlenstoffbindungen anlagern. Letz-

tere Möglichkeit wurde auch von Biener et al. an amorphen Kohlenwasserstoffschichten gezeigt [Biener et al. 1994]. Dabei werden acetylenische und aromatische Kohlenstoffe zu  $sp^3$ -Gruppen umgewandelt. Alimov et al. schließen aus SIMS-Messungen und Restgasanalysen, daß implantiertes Deuterium im wesentlichen an den  $sp^3$ -koordinierten Kohlenstoffen sitzt [Alimov et al. 1991]. Bei kleinen Fluenzen wird Wasserstoff an Fehlstellen eingefangen [Kuzminov et al. 1991]. Nach Messungen von Siegele et al. reichen die Fehlstellen in natürlichem Graphit aus, um kleine Mengen Deuterium ( $< 10^{19} \frac{D}{m^2}$ ) zurückzuhalten [Siegele et al. 1993].

Die Diffusion des Wasserstoffs zur Oberfläche ist noch nicht ganz geklärt. Das Modell der lokalen Rekombination von Möller und Scherzer geht von der Vorstellung aus, daß Wasserstoff in einem aktivierten und einem gebundenem Zustand im Graphit vorliegen kann. Der Übergang von aktiviertem zu gebundenem Zustand ist von der Anzahl der freien Bindungsplätze abhängig. Umgekehrt muß thermisch oder strahlungsinduziert eine Aktivierungsbarriere überwunden werden, um gebundenen Wasserstoff in den aktivierten Zustand zu bringen. Die Reemission geschieht dadurch, daß der aktivierte Wasserstoff rekombiniert und dann als Molekül so schnell aus dem Festkörper diffundiert, daß eine Beobachtung als Molekül im Festkörper nicht möglich ist [Möller und Scherzer 1988].

Dieser Vorstellung liegt ein Experiment zu Grunde, bei dem Wasserstoff und Deuterium in unterschiedlichen Tiefen implantiert wurden. Ist Wasserstoff mit kleinerer Energie näher an der Oberfläche implantiert und genauso viel Deuterium mit höherer Energie in der Tiefe, so beobachtet man bei thermischer Desorption kaum HD sondern im wesentlichen  $H_2$  und  $D_2$  [Möller und Scherzer 1987]. Würde das Deuterium atomar zur Oberfläche diffundieren und erst dort rekombinieren, so würde man ein Verhältnis von HD: $D_2$  von 1:1 erwarten. Auch Sawicki et al. beobachten keine Durchmischung bei thermischer Desorption einer mit Wasserstoff und Tritium implantierten Probe [Sawicki et al. 1989]. Ähnliches Verhalten kann man bei der thermischen Desorption einer a-C:H/a-C:D Doppelschicht beobachten (a-C:H : amorphe Kohlenwasserstoffschicht) [Wild und Koidl 1987b, Wild und Koidl 1987a]. Nachgewiesen wurde die lokale Rekombination auch bei der Erosion (siehe Kap.2.1.5), allerdings in diesem Fall zu Methanmolekülen.

Die Möglichkeit schneller, molekularer Diffusion zeigt ein Experiment von Pillath et al.: Die Permeation von Wasserstoff durch eine Eisenmembran wird durch eine a-C:H Schicht (bis zu 100 nm dick) nicht beeinflusst [Pillath et al. 1989]. Des weiteren kann man die molekulare Diffusion beobachten, wenn man Kohlenstoff bei tiefen Temperaturen (123 K) implantiert. Die Diffusion wird so weit verlangsamt, daß man eine Reemission auch nach Abschalten des Implantationsstrahls beobachten kann [Scherzer et al. 1990a].

Mit diesem Modell der lokalen Rekombination lassen sich die meisten experimentellen Beobachtungen beschreiben [Möller 1989]. Eine Weiterentwicklung des Modells von Federici und Wu nimmt die Diffusion von Wasserstoffmolekülen in einem Netzwerk von Poren an und schließt eine Adsorption in diesen Poren ein [Federici und Wu 1992]. Ein Modell von Lomidze et al. formuliert das Modell der lokalen Rekombination mit einem CD-Komplex als aktiviertem Zustand und einem  $CD_2$ -Komplex als gebundenem Zustand

[Lomidze et al. 1994].

In Frage gestellt wird dieses Konzept durch Messungen von Chiu und Haasz, die die Durchmischung von Isotopen bei gleichzeitiger Implantation in verschiedene Tiefen beobachteten [Chiu und Haasz 1992]. Erklärt wird dieses Experiment durch eine schnelle, atomare Diffusion konkurrierend mit der Rekombination an Porenoberflächen oder Korngrenzen (Zwei-Regionen-Modell) [Haasz et al. 1995]. Implantierte Wasserstoffatome diffundieren in Kristalliten, bis sie gebunden werden oder eine Pore oder Korngrenze erreichen. Entlang dieser können sie atomar diffundieren und an Bindungsplätzen an den Porenwänden eingefangen werden. Eine Diffusion in die Kristallite hinein ist nach diesem Modell nicht möglich.

Eine Diffusion von kleinen Mengen an Tritium in tiefe, ungeschädigte Bereiche des Graphits wurde schon bei 600 K beobachtet [Causey und Wilson 1986]. Außerdem wird so der Beginn der thermischen Desorption bei 600 K verstanden [Sawicki et al. 1989]. Auch das oben beschriebene Durchmischungsexperiment gleichzeitig implantierter Isotope läßt sich durch dieses Modell beschreiben. Die atomar diffundierende Menge ist jedoch so klein, daß nach Abschalten der Implantationsquelle keine verzögerte Reemission zu beobachten ist. Die postulierte schnelle Diffusion auch bei Raumtemperatur ist jedoch bisher nicht beobachtet worden.

Oberhalb von 1000 K kann Wasserstoff in Kohlenstoff merklich atomar diffundieren und dann auch atomar emittiert werden [Franzen et al. 1992, Franzen und Vietzke 1994]. Diese Effekte sind nur mit dem Zwei-Regionen Modell zu beschreiben. Das Modell der lokalen Rekombination ist nur für den Temperaturbereich unterhalb von 900 K gültig.

Unabhängig davon, welches Modell nun richtig ist, läßt sich zusammenfassend feststellen, daß an gesättigtem Graphit die Reemission immer 100% beträgt. Ein Ausgasen des Kohlenstoffs oder eine weitere Aufnahme von Wasserstoff ist nur dann möglich, wenn sich die Temperatur ( $> 900\text{ K}$ ) oder die Energie der Ionen stark ändern.

#### 2.1.4 Strahlenschäden

Strahlenschäden entstehen im wesentlichen durch den elastischen Energieverlust. Durch den Energieübertrag beim Stoß kann ein Gitteratom permanent verlagert werden. Dadurch entstehen Leerstellen und Zwischengitteratome. Durch die Diffusion von einzelnen Defekten können Leerstellen und Zwischengitteratome rekombinieren oder es können sich größere Defektstrukturen zusammenlagern [Kelly 1981]. Da bei der Implantation von leichten Ionen in Kohlenstoff Stoßkaskaden und damit auch Strahlenschäden über ein großes Volumen verteilt sind, treten solche größeren Defekte erst bei hohen Fluenzen auf.

Die Konzentration der Strahlenschäden in Graphit hängt von der Rekombination der primär erzeugten Punktfehler und der Bildung von größeren Defektstrukturen ab. Bei 600 K wurden selbst nach Verlagerung aller Atome ( $= 1\text{ dpa}$ ) noch keine vollständig amorphe Schicht beobachtet, während bei Raumtemperatur bereits nach weniger als 1 dpa Amorphisierung beobachtet wird [Niwase et al. 1988]. Nach neueren TEM-Messungen

[Alimov et al. ] ist die Probe allerdings noch nach wesentlich mehr Verlagerungen pro Atom als 1 dpa kristallin.

Graphit besteht zunächst aus Kristalliten, die je nach Art des Graphits unterschiedlich geordnet sind. Bei Beschuß mit Ionen spalten sich diese in kleinere Bruchstücke senkrecht zu den Kohlenstoffebenen. Die dazu nötige Fluenz ist abhängig von der Temperatur. Dies läßt sich mit Elektronenmikroskopie [Bacon und Rao 1980, Niwase et al. 1988, Niwase et al. 1989, Gotoh et al. 1989, Niwase und Tanabe 1991] und durch Beobachtung der Raman-Linie bei  $1355 \text{ cm}^{-1}$  nachweisen [Tanabe et al. 1989]. In hochorientierten Graphiten beobachtet man bei hohen Temperaturen ( $> 870 \text{ K}$ ) zwischen Graphitebenen linienartige Öffnungen, die vermutlich aus der Ansammlung von Gas ( $\text{H}_2$  oder  $\text{CH}_4$ ) entstehen [Niwase et al. 1989, Niwase und Tanabe 1991]. Roth et al. stellen sogar ein Ablättern von ca. 200 nm dicken Graphitschichten bei Fluenzen oberhalb von  $10^{21} \frac{\text{H}}{\text{m}^2}$  fest [Roth et al. 1988].

Bei Temperaturen von 1770 K beginnt das Ausheilen der Strahlenschäden. Eine vollständige, dreidimensionale Ordnung wird jedoch erst bei Temperaturen oberhalb von 2570 K erreicht [Elman et al. 1985, Roth et al. 1988].

### 2.1.5 Erosion

Es gibt verschiedene Erosionsmechanismen, die durch den Wasserstoffbeschuß bedingt sind: Die (physikalische) Zerstäubung, die chemische Erosion und strahlungsinduzierte Sublimation.

Physikalische Zerstäubung bezeichnet das Herausschlagen von einzelnen Atomen aus der Oberfläche durch Stöße des Projektils mit den Targetatomen und dieser untereinander. Dieser Prozeß besitzt eine untere Schwellenergie, die nötig ist, um einem Targetatom so viel Energie zu übertragen, daß dessen Bindung aufgebrochen werden kann. Die Ausbeute, d.h. die Anzahl der zerstäubten Targetatome pro einfallendem Projektil, ist abhängig von Energie und Einfallswinkel. Einen umfassenden Überblick über theoretische Überlegungen und experimentelle Messungen findet man in [Behrisch 1981, Roth 1986, Eckstein 1991b, Eckstein et al. 1993].

Mit zunehmender Oberflächenrauhigkeit wird die Zerstäubungsausbeute bei senkrechtem Einfall größer, verringert sich aber bei flachen Einfallswinkeln [Haasz et al. 1989, Roth et al. 1991a]. Ebenso wie bei der Reflexion stimmen experimentelle Daten mit durch Computersimulation (z.B. TRIM.SP oder MARLOWE) berechneten Werten gut überein (siehe z.B. [Eckstein et al. 1993]).

Die Schwellenergie der physikalischen Zerstäubung liegt zwischen 20 und 30 eV. (Diese Werte stammen aus Simulationsrechnungen [Eckstein et al. 1993], da man experimentell wegen der chemischen Erosion keine Schwellenergie beobachtet.) Die Zerstäubungsausbeute ist im Maximum bei ca. 300 eV etwa 0.01 für Wasserstoff und 0.03 für Deuterium [Eckstein et al. 1993]. Die Energie der zerstäubten Teilchen läßt sich (über alle Winkel integriert) durch eine Thompsonverteilung beschreiben [Sigmund 1981, Bogen et al. 1987]. Die Winkelverteilung ist für senkrechten Einfall und hohe Energien cosinusförmig [Sigmund 1981, Roth 1986]. Für die Plasma-Wand Wechselwirkung in Fusionsreaktoren (also bei kleinen Energien und streifendem Einfall) muß die Energie- und Winkelverteilung

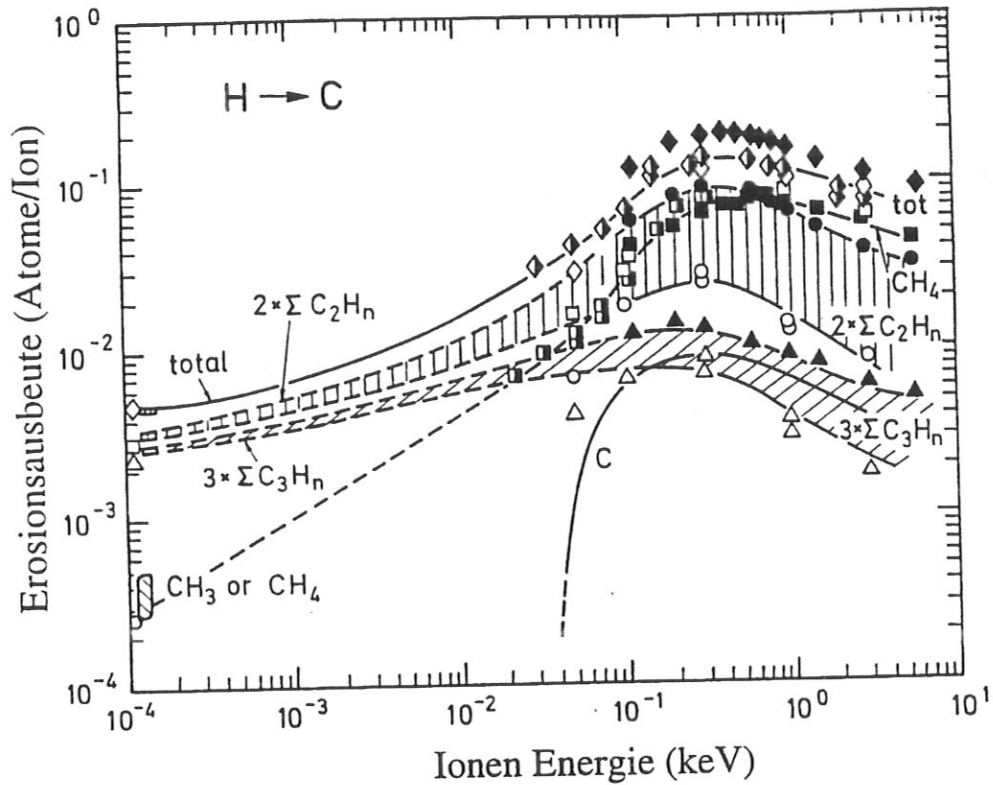


Abbildung 2.4: Die Energieabhängigkeit der Erosionsausbeute bei Beschuss von Graphit mit Wasserstoffionen aufgeschlüsselt nach den Beiträgen der dominanten Kohlenwasserstoffe [Roth et al. 1991b]. Bei 40 eV setzt die physikalische Zerstäubung ein.

lung durch individuelle Messungen oder aber TRIM-Rechnungen bestimmt werden.

Bei Senkung der Projektilenergie unterhalb der Schwellenergie beobachtet man weiterhin Erosion. Durch die chemische Bindung von Wasserstoff- mit Kohlenstoffatomen können sich flüchtige Kohlenwasserstoffe bilden [Roth 1983, Roth 1984]. Die Abb.2.4 zeigt die Abhängigkeit der Kohlenstoffausbeute von der Ionenenergie aufgeschlüsselt nach den dominanten  $C_xH_y$ -Spezies.

Messungen mit verschiedenen Wasserstoff- und Kohlenstoffisotopen, die verschieden tief in das Target implantiert wurden, zeigen, daß die Methanmoleküle dort gebildet werden, wo die Wasserstoffionen zur Ruhe kommen [Roth und Bohdanský 1987a, Chiu und Haasz 1994a]. Ein Vergleich der Erosionsprodukte bei Beschuss mit Ionen und mit thermischen Neutralen (die direkt an der Oberfläche erodieren) legt nahe, daß sich zunächst  $CH_3$ -Radikale in der Tiefe bilden, die dann zu Methan werden und aus dem Graphit diffundieren [Vietzke et al. 1984, Vietzke und Philipps 1987]. Man beobachtet auch, daß bei niedrigen Ionenenergien bevorzugt höhere Kohlenwasserstoffe gebildet werden. [Yamada 1987, Davis et al. 1988, Haasz und Davis 1990] (siehe auch Abb.2.4). Zusammen mit einer Abhängigkeit der Methanbildung von der Fluenz (und damit von Strah-

lenschäden) [Yamada 1990, Chiu und Haasz 1994a] bestätigt dies die Vorstellung, daß die Diffusion bestimmt wird von der Größe des Moleküls und der Struktur der Diffusionskanäle (also der Strahlenschäden).

Die Abstraktion der  $\text{CH}_3$ -Moleküle kann entweder rein thermisch oder ioneninduziert passieren. Voraussetzung ist dabei jedoch die Existenz einer  $\text{C}_x\text{H}_y$ -Gruppe mit  $\text{sp}^3$ -Charakter, die durch Aufhydrierung eines Kohlenstoffnetzwerkes erreicht werden kann [Biener et al. 1993, Biener et al. 1994, Horn et al. ]. Die Tatsache, daß die Methanbildung flußabhängig ist und bis zu einem Ionenfluß von etwa  $10^{19} \frac{\text{H}}{\text{s}\cdot\text{m}^2}$  zunimmt [Davis et al. 1987], interpretieren Chiu und Haasz als eine nicht ausreichende Hydrierung von Bildungsplätzen von  $\text{CH}_4$ . Die kleiner werdenden Erosionsausbeuten bei noch höheren Flüssen lassen sich dann erklären durch eine Sättigung aller  $\text{CH}_4$ -Bildungsplätze [Chiu und Haasz 1994a], wodurch die  $\text{H}_2$ -Emission favorisiert wird. Das Maximum in der Temperaturabhängigkeit kann von einer solchen Konkurrenz von  $\text{CH}_4$ - und  $\text{H}_2$ -Bildung herkommen [Erents et al. 1976].

Die chemische Erosion wird erheblich verstärkt durch das Zusammenwirken von thermischen Neutralen und energetischen Ionen. Dieses wird auch synergistischer Effekt genannt. Eine Übersicht über die experimentelle Ergebnisse von Haasz et al. zeigt, daß die Methanausbeute je nach Verhältnis von neutralem zu energetischem, ionisiertem Wasserstoff Faktor 1.5 bis 15 größer sein kann, als die Summe der Ausbeuten bei Beschuß mit jeweils einer Spezies erwarten läßt [Haasz et al. 1984, Haasz et al. 1987]. Ein Modell, das die Aktivierung der Kohlenstoffatome durch Ionen und die Hydrierung durch thermische Atome und Ionen annimmt, kann diesen synergistischen Effekt beschreiben [Haasz und Davis 1986].

Ein dritter Erosionsmechanismus setzt erst bei Temperaturen oberhalb von 1200 K ein: Die strahlungsinduzierte Sublimation. Dieser Prozeß führt zu einer Erhöhung der Zerstäubungsausbeute mit der Probertemperatur. Er wird auch für Beschuß mit anderen Projektilen als Wasserstoff beobachtet [Philipps et al. 1982] und skaliert mit dem Energieübertrag beim elastischen Stoß [Roth et al. 1984]. Daher beruht dieser Effekt auf physikalischen Stößen und nicht auf chemischer Wechselwirkung. Der emittierte Kohlenstoff ist atomar [Philipps et al. 1982] und hat eine thermische Energieverteilung [Philipps et al. 1991]. Die Bindungsenergien und Aktivierungsenergien für die Diffusion von Zwischengitteratomen und Leerstellen [Kelly 1981, Philipps et al. 1986] legen nahe, daß Zwischengitteratome emittiert werden. Die Temperatur, bei der die strahlungsinduzierte Sublimation einsetzt, entspricht jedoch gerade derjenigen, bei der die Diffusion der Fehlstellen möglich wird. Daraus entstand die Vorstellung [Roth und Möller 1985, Roth 1986, Philipps et al. 1991, Roth et al. 1991b], daß die Emission der Zwischengitteratome abhängig ist von deren Produktionsrate durch Stöße mit dem Projektil und von der Möglichkeit, mit Leerstellen zu rekombinieren. Diese können nun aber oberhalb von 1000 K diffundieren und sogenannte Leerstellenlinien bilden, die dann kollabieren. Damit lassen sich die Messungen erklären [Roth und Bohdansky 1982, Haasz und Davis 1987, Bohdansky und Roth 1988, Philipps et al. 1988, Philipps et al. 1991].

Für die Wasserstoffemission der Wände in Fusionsreaktoren spielt im wesentlichen nur die chemische Erosion eine Rolle, da nur in diesem Fall Wasserstoff mit erodiert wird. Die physikalische Zerstäubung ist zudem bei den niedrigen Plasmatemperaturen am Rand vernachlässigbar. Die strahlungsinduzierte Sublimation setzt erst bei sehr hohen Temperaturen ein, die höchstens an stark belasteten Stellen erreicht werden, wie z.B. Limiter oder Divertor. Kohlenstoff im Plasma führt zur Deposition von codeponierten Schichten.

### 2.1.6 Desorption

Die Desorption von aufgesammeltem Wasserstoff kann thermisch oder ioneninduziert erfolgen. Die thermische Desorption geschieht erst oberhalb von 900 K (siehe Kap.2.1.3). Die emittierten Teilchen sind überwiegend Methan- und Wasserstoffmoleküle. Die Angaben über das Verhältnis von  $\text{CH}_4$  zu  $\text{H}_2$  variieren allerdings zwischen 0.6% und 50% bei Implantation bei Raumtemperatur [Erents et al. 1976, Langley et al. 1978, Ashida et al. 1982, Atsumi et al. 1985, Nakayama et al. 1987, Philipps et al. 1987, Möller 1989, Davis et al. 1990, Gotoh et al. 1992, Guo et al. 1992, Chiu und Haasz 1994b]. Der Grund für diese Differenzen wird in unterschiedlichen Mikrostrukturen der untersuchten Graphite vermutet [Möller 1989]. Während des Beschusses reemittieren Deuterium und Methan gleichzeitig [Erents et al. 1976]. Bei der thermischen Desorption dagegen liegt das Maximum der Emission von Deuterium bei höherer Temperatur als das von Methan. Das bedeutet, daß es sich bei ioneninduzierter und thermischer Desorption um zwei verschiedene Prozesse handelt.

Philipps et al. beobachten bei der thermischen Desorption von Graphit, der thermischen Deuteriumatomen exponiert war, neben  $\text{D}_2$  auch  $\text{CD}_3$ . Bei Graphit dagegen, der mit energetischen Ionen implantiert wurde, entsteht lediglich  $\text{CD}_4$  [Philipps et al. 1987]. Nimmt man an, daß der Wasserstoff in der Tiefe thermalisiert ist und daher über den gleichen Mechanismus wie thermischer Wasserstoff Methylradikale an inneren Oberflächen (z.B. Poren) bildet, so bindet er vor oder während der Diffusion an die Oberfläche ein weiteres Wasserstoffatom. In einem Modell beschreibt Yamawaki et al. die Bildung von Methylgruppen durch ein ständiges Desorbieren und Binden von Wasserstoffatomen, bis sich eine  $\text{CH}_3$ -Gruppe gebildet hat, die dann thermisch abstrahiert werden kann [Yamawaki et al. 1992]. Sowohl die Aufhydrierung eines Kohlenstoffnetzwerkes bis zu  $\text{CH}_3$ -Gruppen als auch die thermische Desorption von Methylradikalen konnte von Biener et al. an amorphen Kohlenwasserstoffschichten nachgewiesen werden, [Biener et al. 1993, Biener et al. 1994].

Die oben geschilderte Durchmischung von Isotopen bei simultaner Implantation der Teilchen (siehe Kap.2.1.3) tritt bei der thermischen Desorption nicht auf [Chiu und Haasz 1994b]. Dies kann entweder einen unterschiedlichen Prozeß für die thermisch induzierte Emission nach und für die Reemission während des Ionenbeschusses bedeuten, oder es liegt daran, daß die bei thermischer Desorption diffundierenden Konzentrationen an den Porenwänden zu niedrig sind. Dadurch würde die Rekombination im wesentlichen in der Nähe der implantierten Zonen stattfinden.

Für die ioneninduzierte Desorption ist der Energieverlust der einfallenden Teilchen verantwortlich. Das bedeutet, es gibt zwei verschiedene Mechanismen: Während bei niedrigen Energien vorwiegend durch direkte Stöße der Wasserstoff freigesetzt wird, geschieht dies bei hohen Energien durch die elektronische Wechselwirkung (siehe Kap.2.1.2). Zu berücksichtigen ist, daß ein desorbiertes Teilchen auch wieder gebunden werden kann. Dieser Effekt ist vor allem zu beachten bei der Desorption von nicht gesättigtem Graphit oder bei hohen Ionenflüssen, bei denen große Mengen an Wasserstoff freigesetzt werden [Wampler und Myers 1982].

Erents et al. bezogen den Effekt der ioneninduzierten Desorption zum ersten Mal in ihrem Modell für die Methanbildung mit ein [Erents et al. 1976]. Die ersten Messungen wurden von Braganza et al. [Braganza et al. 1978], Erents [Erents 1980] und Underwood et al. [Underwood et al. 1980] durchgeführt, indem sie in mit Deuterium gesättigten Graphit Wasserstoff implantierten und die Desorption des Deuteriums beobachteten. Die Desorption von implantiertem Deuterium durch Wasserstoff, Helium und Kohlenstoff mit wesentlich größeren Reichweiten als die implantierte Schicht haben Wampler und Myers gemessen [Wampler und Myers 1982]. Die Beschreibung der Desorption durch das Modell der lokalen Rekombination von Möller und Scherzer (siehe Kap.2.1.3) haben Scherzer et al. versucht [Scherzer et al. 1988]. Als Ursache für die Desorption wurde der elastische Energieverlust in dem implantierten Wasserstoff aus dynamischen TRIM-Rechnungen ([Möller und Eckstein 1984]) genommen. Es zeigt sich, daß die Desorption nicht nur durch einen solchen Prozeß beschrieben werden kann. Die Übereinstimmung mit den Meßdaten ließe sich zum Beispiel verbessern, indem zusätzlich Kollisionen mit den Kohlenstoffatomen Rechnung getragen würde.

Heizt man Graphit nach der Implantation auf, jedoch nicht auf Temperaturen, bei denen die thermische Desorption einsetzt, so sinkt zwar das Rückhaltevermögen (also die maximal erreichbare Sättigungskonzentration), jedoch nicht das Inventar. Es kann zu einer Übersättigung kommen. Diese wird durch ioneninduzierte Desorption abgebaut [Möller et al. 1987]. Führt man dieses Experiment unterhalb der Raumtemperatur durch, so kann man bei genügend großem Überlapp der Reichweite der desorbierenden Ionen und der Implantationszone einen zweistufigen Prozeß erkennen [Scherzer et al. 1989]. Diese Messung wird durch das Modell der lokalen Rekombination nicht wiedergegeben. Ein Grund dafür kann die Vernachlässigung des inelastischen Energieverlusts sein.

Die Messungen der ioneninduzierten Desorption bei Energien, bei denen der elektronische Energieverlust dominant ist, sind rar. Lediglich Roth et al. haben Wirkungsquerschnitte für Desorption von Wasserstoff durch Protonen mit der Energie 790 keV, durch Helium und Stickstoff mit 400 keV, 790 keV und 2,5 MeV bzw. 1,6 MeV gemessen. Der Wiedereinfang von desorbiertem Wasserstoff ist dabei nicht berücksichtigt. Beobachtet wurde die ioneninduzierte Desorption durch 2.6 MeV  $^4\text{He}^+$  auch an C:H-Schichten [Boutard et al. 1989].



## 2.2 Neutrale

Die neutralen Wasserstoffatome, die auf die Wand eines Fusionsreaktors auftreffen, können zum einen durch Ladungsaustausch erzeugt werden oder als Franck-Condon Atome von Wasserstoffmolekülen. Erstere können hohe Energien bis zu einigen keV besitzen [Verbeek und das ASDEX-Team 1991] und dringen daher ähnlich wie Ionen in den Festkörper ein. Die für Ionen aufgeführten Prozesse treten in diesem Fall sicherlich ebenfalls auf. Die Franck-Condon Atome haben dagegen Energien, die sogar kleiner als 1 eV werden können [Janev et al. 1987]. Diese können keine Atome mehr verlagern. Deswegen gibt es nur eine Chemisorption oder eine Bindung an aktivierte Kohlenstoffbindungen an der Oberfläche. Die Diffusion in den Graphit ist erst bei hohen Temperaturen möglich. Durch die Bildung flüchtiger Kohlenwasserstoffe ist es möglich, den Graphit zu erodieren. Auch die Frage nach dem Aufsammeln von Wasserstoffmolekülen soll im folgenden diskutiert werden.

Die Messungen des Aufsammelns von thermischem, atomarem Wasserstoff in Graphit zeigen sehr verschiedene Ergebnisse [Youle und Haasz 1991]. Der Grund wird in einer unterschiedlichen Oberfläche des Graphits vermutet, also darin, wieviel freie Bindungsplätze oder Poren zur Verfügung stehen. Eine Sättigung des Graphits, wie sie bei der Ionenimplantation auftritt, wird beim Aufsammeln von thermischem Wasserstoff bei Raumtemperatur bis zu Fluenzen von  $10^{23} \frac{D}{m^2}$  nicht beobachtet [Hucks et al. 1980]. Davis et al. konnten zeigen, daß dies abhängig ist von der Struktur des Graphits: Je größer die Verkipfung der einzelnen Graphitkristallite, desto früher tritt eine Sättigung ein. Abhängig ist die aufgesammelte Menge auch von der Oberflächenrauigkeit [Strehlow 1986].

Experimente mit thermischer Desorption deuten auf zwei verschiedene Bindungsenergien mit 2.5 eV und 3.5 eV hin. Bei niedrigen Fluenzen werden zunächst die energetisch tiefer liegenden Bindungsplätze (mit 3.5 eV) gefüllt [Pitcher et al. 1984, Philipps et al. 1987]. Hoinkis bestimmt eine Aktivierungsbarriere für chemisorbierten Wasserstoff mit 4 eV [Hoinkis 1991a].

Die Temperaturabhängigkeit der aufgesammelten Menge Wasserstoffs bei einer bestimmten Fluenz steigt von Raumtemperatur bis etwa 500 K an und fällt danach wieder ab. [Philipps et al. 1987, Tanabe und Watanabe 1991, Youle und Haasz 1991]. Bei Temperaturen um 600 K diffundieren kleine Mengen Wasserstoff in die Tiefe [Stangeby et al. 1984]. Diese Diffusion, die man entlang von Poren annimmt, wurde auch von Causey und Wilson bei Beschuß von Graphit mit Wasserstoffplasmen beobachtet [Causey und Wilson 1986]. Oberhalb von etwa 900 K setzt dann die Diffusion auch innerhalb der Kristallite ein. Eine Löslichkeit von Graphit ist jedoch nicht zu unterscheiden vom Einfang von Wasserstoff an Strahlenschäden [Tanabe und Atsumi 1994]. Es existieren eine Reihe von Messungen an verschiedenen Graphiten für die Löslichkeit [Causey et al. 1979, Atsumi et al. 1988, Causey 1989, Hoinkis 1991a, Shirasu et al. 1991] und die Diffusion [Rohrig et al. 1976, Fischer et al. 1977, Malka et al. 1980, Saeki 1983, Saeki 1985, Causey et al. 1979, Ashida et al. 1988, Atsumi et al. 1988, Morita et al. 1989, Tanabe und Watanabe 1991, Kushita et al. 1991]. Eine Übersicht findet sich in [Ashida und Watanabe 1991, Wilson et al. 1991]. Die von verschiedenen Messungen angegebenen Diffusionskoeffizienten im Temperaturbereich von 700 bis 2500 K dif-

ferieren allerdings erheblich. Die Unterschiede rühren von verschiedenen Diffusionskanälen her, die zum Teil von der Art des Graphits abhängen [Ashida und Watanabe 1991]. Saeki und Kushita et al. finden zum Beispiel eine unterschiedliche Diffusion je nach Orientierung der Kristallite [Saeki 1985, Kushita et al. 1991]. Gelöster Wasserstoff diffundiert langsam zunächst bis zu einer Pore und dann schnell durch das Porennetzwerk [Hoinkis 1991b].

Molekularer Wasserstoff wird von Graphit in der Regel nur sehr langsam aufgesammelt. Pontau und Morse konnten zeigen, daß an ausgeheiztem Graphit nach etwa 40 Tagen an Luft eine Sättigung der Aufnahme von Gasmolekülen ( $H_2$ ,  $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $CH_4$  und höhere Kohlenwasserstoffe) erreicht wird [Pontau und Morse 1986]. Die Menge der einzelnen Spezies hängt von der Art des Graphits und von der Vorbehandlung (z.B. dem Ausheizen) ab. Die Wasserstoffkonzentration in Graphit kann von vorne herein schon ungefähr  $10^{24} \frac{H}{m^3}$  betragen. Durch Ausheizen bis auf 2500 K läßt sich der Wasserstoffgehalt um drei bis vier Größenordnungen verringern [Beutler et al. 1987, Andrew et al. 1989].

## 2.3 Temperatur

Durch die Abstrahlung von Energie aus dem Plasma und das Auftreffen von Teilchen aus dem Plasma wird die Wand aufgeheizt. Die Wärmeleitung von Graphit wird vom Hersteller Ringsdorf für EK98, einen isostatisch gepressten Graphit, mit  $80 \frac{W}{m \cdot K}$  angegeben. Dieser Wert ist allerdings abhängig von der Temperatur und von der Schädigung des Graphits [Kelly 1981]. Nimmt man eine Belastung der Wand von  $1 MW/m^2$  und eine auf 300 K gekühlte Rückseite einer 1 cm dicken Wand an, so erhöht sich die Temperatur an der Oberfläche auf 425 K.

Zusammenfassend kann man festhalten: Der Beschuß einer bereits mit Wasserstoff gesättigten Kohlenstoffoberfläche führt effektiv zu einer Umwandlung von Neutralen und Ionen in Wasserstoff- und Kohlenwasserstoffmoleküle. Dies ist abhängig von der Wandtemperatur und der Energieverteilung der ankommenden Teilchen. Da die erste Wand in einem Fusionsreaktor großen Wasserstoffflüssen ausgesetzt ist, wird der ursprünglich verwendete Graphit derart modifiziert, daß man keine wohlgeordnete Struktur erwarten kann.

## Kapitel 3

# Der Wasserstoffkreislauf in Fusionsexperimenten

Die Plasma-Wand Wechselwirkung in Fusionsexperimenten unterscheidet sich von den im vorhergehenden Kapitel dargestellten Wechselwirkung von Plasmateilchen und Wand dadurch, daß die von der Wand emittierten Teilchen das Plasma maßgeblich beeinflussen. Dies ändert wiederum Flüsse und Energie des auf die Wand treffenden Wasserstoffs. Da die Wandbelastung sehr inhomogen über die gesamte Wand verteilt ist, lassen sich nur über eine globale Teilchenbilanz Aussagen zur Plasma-Wand Wechselwirkung machen. Es wird jedoch angenommen, daß diese von den hochbelasteten Stellen wie Limiter oder Divertor dominiert wird.

### 3.1 Die Teilchenbilanz

Im allgemeinen wird für die Teilchenbilanz das Plasma in zwei Zonen aufgeteilt [Ehrenberg 1989, Ehrenberg und Harbour 1991, Brakel et al. 1993]: das zentrale Plasma und die Abschältschicht, im folgenden mit SOL (von englisch „scrape-off-layer“) abgekürzt. Letztere bezeichnet die Zone außerhalb der letzten geschlossenen Flußfläche (siehe Abb.1.1). Da Wasserstoffionen an die magnetischen Feldlinien gebunden ist, werden sie in der SOL auf die Wand geleitet. Durch Diffusion senkrecht zu den magnetischen Flußflächen gelangen insgesamt Teilchen aus dem zentralen Plasma in die SOL. Die von der Wand emittierten Neutrale werden zum Teil in dieser Schicht ionisiert und gelangen dadurch wieder schnell auf die Wand zurück. Nur Wasserstoffionen, die im zentralen Plasma ionisiert werden haben einen Einfluß auf die Dichte des Plasmas. Die Teilchenbilanz für die drei Bereiche zentrales Plasma  $N_p$ , Abschältschicht  $N_s$  und Wand  $N_w$  lauten:

$$\begin{aligned}\frac{dN_p}{dt} &= -\frac{N_p}{\tau_p} + f \cdot r_n \cdot \frac{N_s}{\tau_s} + f \cdot \frac{N_w}{\tau_w} + f_{ex} \cdot \Gamma_{ex} \\ \frac{dN_s}{dt} &= -\frac{N_s}{\tau_s} + \frac{N_p}{\tau_p} + (1-f) \cdot r_n \cdot \frac{N_s}{\tau_s} + (1-f) \cdot \frac{N_w}{\tau_w} + (1-f_{ex}) \cdot \Gamma_{ex} \\ \frac{dN_w}{dt} &= -\frac{N_w}{\tau_w} + (1-r_n) \cdot \frac{N_s}{\tau_s}\end{aligned}$$

Darin bezeichnen  $\tau_p$ ,  $\tau_s$  und  $\tau_w$  Aufenthaltszeiten von Wasserstoff jeweils in den drei Bereichen.  $f$  und  $f_{ex}$  geben die Wahrscheinlichkeiten an, mit der neutraler Wasserstoff von der Wand bzw. der durch die externe Gaszufuhr eingelassene Fluß  $\Gamma_{ex}$  erst im zentralen Plasma ionisiert wird. Der Anteil der direkt an der Wand reflektierten Teilchen wird durch den Faktor  $r_n$  bezeichnet. Der Recyclingkoeffizient  $R$ , also das Verhältnis des Wasserstoffflusses von der Wand zu dem auf die Wand (siehe Einleitung), ist:

$$R = \frac{\Gamma_{out}}{\Gamma_{in}} = \frac{N_w/\tau_w}{N_s/\tau_s} + r_n.$$

Unter der Annahme, daß die Aufenthaltszeit der Teilchen in der SOL,  $\tau_s$ , sehr klein ist im Vergleich zu  $\tau_p$  und  $\tau_w$ , ist  $\frac{dN_s}{dt} = 0$  und man erhält für die Anzahl der Teilchen im zentralen Plasma:

$$\frac{dN_p}{dt} = -\frac{N_p}{\tau_p} + f \cdot \Gamma_{recycling} + f_{ex} \cdot \Gamma_{ex},$$

wobei  $\Gamma_{recycling}$  der Fluß ist, der von der Wand in das Plasma zurückgelangt. Er ist gegeben durch:

$$\Gamma_{recycling} = \frac{R}{1 - R \cdot (1 - f)} \cdot \frac{N_p}{\tau_p}.$$

Nimmt man an, daß  $\tau_p$ ,  $r_n$ ,  $f$  und  $f_{ex}$  konstant sind, so läßt sich aus dem Verlauf und der Plasmadichte  $N_p$  Aufschlüsse über das Recycling an den Wänden erhalten.

Schließt man die externe Gaszufuhr, so kann man aus dem Abfall der Plasmadichte eine Zeitkonstante  $\tau_p^*$  ermitteln. Diese ist definiert durch:

$$\frac{dN_p}{dt} = -\frac{N_p}{\tau_p^*}.$$

Damit ist:

$$\tau_p^* = \tau_p \cdot \left(1 + \frac{f \cdot R}{1 - R}\right).$$

Diese Größe hängt bei  $R \simeq 1$  sehr empfindlich vom Recyclingkoeffizienten  $R$  ab. Für  $R = 1$ , wie man es bei gesättigtem Kohlenstoff erwarten würde, geht  $\tau_p^*$  gegen unendlich, d.h., die Plasmadichte ist konstant.

## 3.2 Verunreinigungen

Die Erosion von Wänden eines Fusionsexperiments führt zu Verunreinigungen im Plasma. Diese werden im allgemeinen an einer anderen Stelle wieder redeponiert. Durch die

Zerstäubung von metallischen Wandflächen werden Wandverkleidungen aus Graphit verunreinigt. Dies zeigen Untersuchungen von verschiedenen Wandteilen in Fusionsexperimenten, die teilweise mit Kohlenstoff ausgekleidet sind: DITE [McCracken et al. 1982], PDX [Doyle et al. 1984], ASDEX [Behrisch et al. 1984, Roberto et al. 1984, Staudenmaier 1984, Sawicka et al. 1987], TFTR [Dylla et al. 1985, Pontau et al. 1986, Wampler et al. 1988, Mills et al. 1989], JET [Ehrenberg et al. 1985, Scherzer et al. 1986, Behrisch et al. 1987a, Roth et al. 1987], TEXTOR [McGrath et al. 1987]. Verunreinigungskonzentrationen aus den verschiedensten Metallen bis zu  $10^{22} \text{at/m}^2$  wurden beobachtet.

Wie im vorhergehenden Kapitel (Kap.2.1.5) dargelegt wird Kohlenstoff erodiert. Die Deposition von Kohlenstoff führt zum Aufbau einer Schicht, die wieder Kohlenstoff aufnehmen kann [Ehrenberg et al. 1985, Behrisch et al. 1987b, Bergsaker et al. 1987, Roth et al. 1987, Wampler et al. 1988, Hsu et al. 1989, Mills et al. 1989]. Darunter liegende Kohlenstoffschichten werden vergraben. Dadurch kann die Wand erheblich mehr Wasserstoff aufnehmen als man es von der Implantation mit Ionen her erwarten würde. Dieser Wasserstoff befindet sich in viel größerer Tiefe als die Reichweite der Ionen. Er ist dort fest gebunden und kann nur über thermische oder ioneninduzierte Desorption oder Erosion emittiert werden.

Aus diesen Betrachtungen zeigt sich, daß der lokale Recyclingkoeffizient sehr unterschiedlich sein kann. Der globale Recyclingkoeffizient, den man aus der Teilchenbilanz gewinnt mittelt über die gesamte Wand. Man nimmt allerdings an, daß die stark belasteten Wandteile, also Limiter oder die Prallplatten im Divertor, die Plasma-Wand Wechselwirkung dominieren.

### 3.3 Experimentelle Beobachtungen

Es gibt eine Vielzahl von Fusionsexperimenten. In dieser Arbeit sollen nur Beobachtungen an den Experimenten beschrieben werden, die große Anteile der Wand mit Graphit ausgekleidet haben und explizit den Wasserstoffkreislauf untersucht haben. Zwar zeigen Experimente mit Kohlenwasserstoff beschichtete Wände ähnliches Verhalten wie mit Graphit ausgekleidete, aber durch die große Menge an Wasserstoff, die durch die Beschichtung mit Methan in die Wände gelangt, ist eine Teilchenbilanz sehr viel schwieriger zu interpretieren.

#### 3.3.1 JET

An dem Experiment JET <sup>1</sup> gibt es sehr ausführliche Untersuchungen zum Wasserstoffkreislauf, die schließlich zu der Vorstellung eines dynamischen Inventars führen [Ehrenberg 1989, Ehrenberg und Harbour 1991].

- Vergleicht man Entladungen mit Limiterkonfigurationen, bei der die mit Graphit ausgekleidete Fläche um Faktor 6 unterschiedlich ist,

---

<sup>1</sup>„Joint European Torus“ in Culham, Grobritannien

zeigt sich, daß bei dem größeren Limiter ein um Faktor 36 kürzeres  $\tau_p^*$  gefunden wurde. Das bedeutet, der Kohlenstoff pumpt Wasserstoff aus der Entladung, obwohl er gesättigt sein müßte. Ehrenberg schätzt  $f = 0.7$  ab [Ehrenberg 1989]. Aus Messungen von Dichte und Flüssen von der Wand und auf die Wand läßt sich die Einschlußzeit messen zu  $\tau_p \simeq 0.2 \text{ s}$  [Stangeby 1987, Erents et al. 1989]. Damit ergibt sich für den Recyclingkoeffizienten mit kleiner Graphitfläche:  $R = 0.99965$ . Mit der größeren Graphitfläche dagegen:  $R = 0.935$ .

- Mit zunehmender Plasmadichte ist es notwendig, verhältnismäßig mehr Wasserstoff einzufüllen. Bei höherer Plasmadichte wird auch der Fluß auf die Wand  $\frac{N_p}{\tau_p}$  größer.
- Bei Verschieben des Plasmas von der Lage am Limiter zur inneren Wand beobachtet man eine starke Abnahme der Plasmadichte. Nimmt man an, daß sich die Einschlußzeit nicht ändert, so bedeutet das, die innere Wand pumpt stärker als der Limiter. Fährt man das Plasma wieder in die Normallage zurück, steigt die Plasmadichte wieder an. Daraus kann man schließen, daß Wasserstoff transient von der inneren Wand aufgenommen wird.
- Schaltet man die Entladung ab, so beobachtet man einen Anstieg des Gasdrucks um mehr als den im Plasma eingefangenen Teilchen entspricht. Dies wird interpretiert als ein Ausgasen der Wände mit Zeitkonstanten zwischen 10 s und 1000 s. Daraus entsteht die Vorstellung, daß ein Teil des Wasserstoffs (ca. 10 %) bei Temperaturen zwischen 400 K und 500 K mobil ist.

### 3.3.2 Tore Supra

Tore Supra <sup>2</sup> ist vollständig mit Graphit ausgekleidet. An diesem Experiment entwickelte Grisolia et al. ein Modell über das Aufsammeln von Wasserstoff in Kohlenstoff, was eine Diffusion von Wasserstoff bis in eine maximale Tiefe hin annimmt und Entladung für Entladung den Kohlenstoff bis zu dieser Tiefe hin auffüllt. Dabei kann ein Teil des Wasserstoffs zwischen diesen Entladungen herausdiffundieren. Diese Vorstellung entwickelt sich aufgrund eines ähnlichen Verschiebeexperimentes wie in JET. Das Plasma wird am äußeren Limiter gezündet und dann an die innere Wand verlagert. Die Zeitkonstante  $\tau_p^*$  nimmt mit der Anzahl der Entladungen zu, die Wand pumpt weniger Wasserstoff aus der Entladung [Grisolia et al. 1992].

---

<sup>2</sup>in Cadarache, Frankreich

### 3.3.3 TFTR

In TFTR<sup>3</sup> konnte ein Wandpumpen nur nach Helium-Glimmentladungen beobachtet werden. Die Wand sollte jedoch nach 0.5 s gesättigt sein. Das Wandpumpen dauert jedoch die gesamte Entladungsdauer von 3 s an [Dylla und das TFTR Team 1987, Dylla et al. 1987]. Bei Vergrößerung der Graphitfläche durch Verwendung eines anderen Limiters, zeigt sich, daß der Gasverbrauch größer wird, der nötig ist, um eine bestimmte Plasmadichte zu erreichen.

Diesen Beobachtungen ist zu entnehmen, daß die Implantation von Wasserstoff in Kohlenstoff das Aufsammeln von Wasserstoff aus dem Plasma eines Fusionsreaktors nicht korrekt beschreibt. Da aber nie während der Plasmaeinwirkung *in-situ* die Wand untersucht wurde, ist nicht sicher, ob nicht auch Wandteile die Plasma-Wand Wechselwirkung beeinflussen, die nicht aus Kohlenstoff bestehen oder die eine sehr viel höhere Temperatur besitzen, bei der Wasserstoff mobil sein könnte.

---

<sup>3</sup> „Tokamak Fusion Test Reactor“ in Princeton, USA

# Kapitel 4

## Experimentbeschreibung

Für die Untersuchungen wurde ein Niederdruck-Plasmareaktor verwendet, dessen Wand mit Ionenstrahlanalysen *in-situ* untersucht wurde. Der Aufbau ist eine Modifikation des Experiments von Jandl [Jandl 1993]. Zum Vergleich von Plasmaexposition und Ionenstrahlimplantation wurden Proben in einer zweiten Apparatur mit Hilfe eines niederenergetischen Ionenstrahls implantiert. Diese wurden ebenfalls mit hochenergetischen Ionenstrahlen analysiert. Beide Experimente wurden im Pumpstand BOMBARDINO der Beschleunigeranlage am Max-Planck-Institut für Plasmaphysik in Garching betrieben. Kernstück dieser Anlage ist ein 2.6 MeV van de Graaff Beschleuniger.

Im folgenden sollen zunächst die verwendeten Analyseverfahren mit Ionenstrahlen vorgestellt werden. Danach werden dann die beiden Apparaturen beschrieben.

### 4.1 Ionenstrahlanalyse

#### 4.1.1 Rutherford Rückstreuung

Bei diesem Analyseverfahren (abgekürzt RBS von „Rutherford backscattering spectrometry“) werden energiereiche Ionen (MeV-Bereich) von einer oberflächennahen Schicht zurückgestreut (siehe Abb.4.1). Ionen der Anfangsenergie  $E_1$  und der Masse  $m_1$  verlieren beim Eindringen in den Festkörper bis zur Tiefe  $x$  die Energie  $\delta E_1$ :

$$\delta E_1(E_1, x, \alpha) = \frac{1}{\cos \alpha} \cdot \int_0^x S(E(\xi)) d\xi.$$

$\alpha$  ist dabei der Einfallswinkel,  $S(E)$  der Energieverlust. Während der Abbremsung werden sie im allgemeinen wenig von ihrer Bahn abgelenkt, es sei denn sie stoßen mit dem Kern eines Targetatoms. Der Wirkungsquerschnitt dafür ist der Rutherfordquerschnitt. Der Energieübertrag  $\Delta E$  bei einem solchen elastischen Stoß ist von den Massen der Stoßpartner ( $m_1$  und  $m_2$ ) und vom Streuwinkel  $\Theta$  abhängig. Damit ist die Energie eines Ions nach dem Stoß in der Tiefe  $x$ :

$$E_2 = E_1 - \delta E_1(E_1, x, \alpha) - \Delta E(m_1, m_2, \Theta)$$



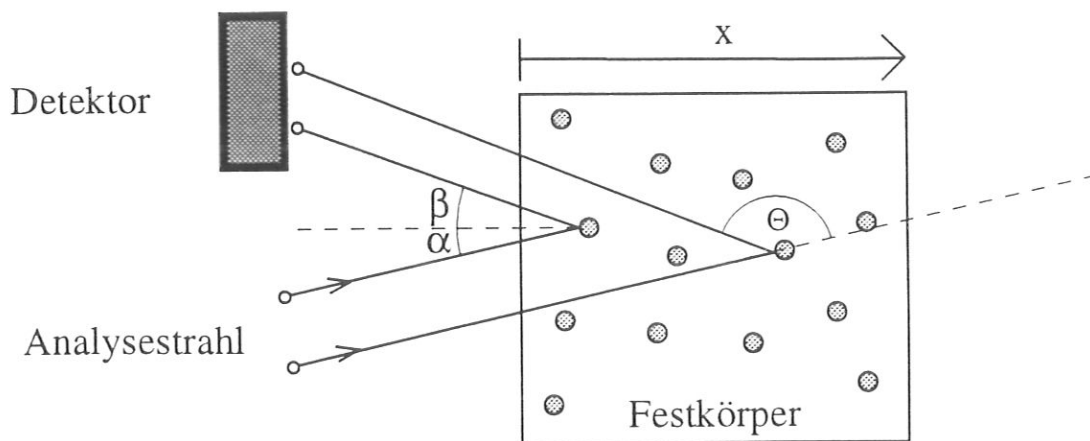


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung der Analysetechnik mit Rutherford Rückstreuung.

Beobachtet man die zurückgestreuten Teilchen unter dem Winkel  $\beta$  (in ebener Geometrie ist  $\beta = 180^\circ - \Theta - \alpha$ ), so haben sie die Energie:

$$E = E_1 - \delta E_1(E_1, x, \alpha) - \Delta E(m_1, m_2, \Theta) - \delta E_2(E_2, x, \beta)$$

$\delta E_2$  ist der entsprechende Ausdruck für den Energieverlust des herausfliegenden Teilchens. Zu berücksichtigen ist, daß der Energieverlust  $S(E)$  von der Elementzusammensetzung der abbremsenden Schicht abhängt. Aus dem Energiespektrum der zurückgestreuten Ionen läßt sich somit die Elementzusammensetzung tiefenaufgelöst in der oberflächennahen Schicht ermitteln. Eine ausführliche Beschreibung dieser Methode findet sich zum Beispiel in [Chu et al. 1978].

In dieser Arbeit wurde die Rutherford-Rückstreu Methode überwiegend mit einem 2.6 MeV  $^4\text{He}^+$ -Strahl durchgeführt. Damit lassen sich schwere Elemente bis hinunter zum Kohlenstoff nachweisen. Elemente schwerer als Nickel sind allerdings kaum noch voneinander zu unterscheiden. Oberhalb von 2.2 MeV treten bei Kohlenstoff [Hill 1953] und Sauerstoff [Camerson 1953, Jarjis 1979] Kernresonanzen auf, so daß Wirkungsquerschnitt und Energieübertrag in diesem Energiebereich korrigiert werden muß. Der Energieverlust  $S$  kann in Form von numerischen Daten oder empirischen Formeln Tabellenwerken entnommen werden (z.B. [Ziegler 1977]). Die Auswertung der RBS-Messungen wurde hier mit einem Computercode gemacht, der den Weg des einfallenden Ions in einem Festkörper mit vorgegebener Zusammensetzung verfolgt und damit ein zu erwartendes RBS-Spektrum simuliert. Durch Änderung der Vorgabe wird das simulierte an das gemessene Spektrum angepaßt.

#### 4.1.2 Elastische Ionenrückstoßanalyse

Leichte Elemente lassen sich tiefenaufgelöst mit elastischer Ionenrückstoßanalyse nachweisen (englisch „elastic recoil detection analysis“, daher mit ERDA abgekürzt)

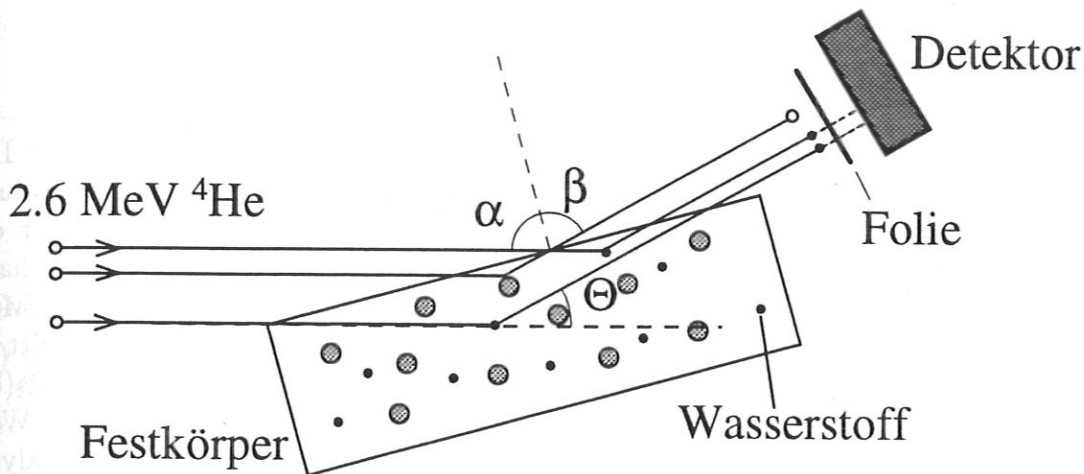


Abbildung 4.2: Schematische Darstellung der elastischen Ionenrückstreuanalyse.

[L'Ecuyer et al. 1976, Terreault et al. 1977]. Bei einem Stoß eines energiereichen Ions mit einem Targetatom kann letzteres aus dem Festkörperverband gelöst werden und in Vorwärtsrichtung den Festkörper verlassen. Bei der Analyse von Folien muß also der Detektor hinter das Target positioniert werden, bei dicken Proben wird bei streifendem Einfall und kleinem Streuwinkel  $\Theta$  beobachtet (siehe Abb.4.2). Wie bei RBS ist die Tiefeninformation durch den Energieverlust des einfallenden Ions und des herausfliegenden Targetatoms gegeben. Besteht der Festkörper aus mehreren unterschiedlichen Elementen, so gelangen nicht nur die interessierende Elementsorte, in diesem Fall Wasserstoff, sondern auch andere, gestreute Targetatome zum Detektor. Außerdem wird ein großer Teil des Analysestrahls in Vorwärtsrichtung zum Detektor gestreut. Daher muß der Detektor in der Lage sein, die verschiedenen Targetatome und vorwärtsgestreute Analysestrahlionen voneinander zu trennen und deren Energie separat zu bestimmen (z.B. mit einem Energie-Masse-Analysator).

Wesentlich einfacher ist diese Methode, wenn man nur den Wasserstoffgehalt einer Probe bestimmen möchte: Dazu eignen sich besonders He-Ionen, da zum einen der Energieübertrag bei ähnlichen Massen groß ist, und zum anderen die Trennung von Wasserstoff und Helium (und auch schwereren Atomen) einfach durch eine Metallfolie bewerkstelligt werden kann [Doyle und Peercy 1979] (siehe Abb.4.2). Die optimale Geometrie in Hinblick auf Auflösungsvermögen und maximale Tiefe ist ein Streuwinkel von  $\Theta = 30^\circ$  bei einem Einfallswinkel und Austrittswinkel von  $\alpha = \beta = 75^\circ$  senkrecht zur Targetnormalen [Tuross und Meyer 1984]. Der Wirkungsquerschnitt für  $H(^4\text{He},H)^4\text{He}$  wird in der Regel nach Rutherford berechnet [Tuross und Meyer 1984]. Experimentell bestimmte Wirkungsquerschnitte zeigen jedoch wesentlich höhere Werte. Insgesamt variieren die Ergebnisse verschiedener Gruppen sehr stark (ca. 20%) [Baglin et al. 1992], so daß zur absoluten Bestimmung des Wasserstoffgehalts ein Vergleich mit einem bekannten Eichtarget ratsam ist. Weist man mit derselben Methode Deuterium nach, so muß man eine Kernresonanz

bei 2.1 MeV berücksichtigen [Besenbacher et al. 1986].

### 4.1.3 Kernumwandlungsmethode

Bei dieser Methode tritt an die Stelle des elastischen Stoßes eine Kernreaktion. Der Detektor weist die Reaktionspartner nach. Im allgemeinen bleibt bei der Kernumwandlung die kinetische Energie der Stoßpartner nicht erhalten. In dieser Arbeit wurde nur die Kernreaktion  ${}^3\text{He}(\text{D}, {}^4\text{He})\text{H}$  bei  $E_{{}^3\text{He}} = 650 \text{ keV}$  zur Bestimmung des Deuteriumgehalts verwendet [Bonner et al. 1952, Pronko und Pronko 1974]. Bei den hier vorgestellten Messungen mit niedrigen Implantationsenergien (300 eV) besitzt der Wirkungsquerschnitt eine genügend große Halbwertsbreite (70 keV), um in der gesamten Implantationstiefe (ca. 7 nm [Eckstein 1980]) Deuterium nachzuweisen. Auf eine Tiefenauflösung wurde kein Wert gelegt. Die nachgewiesene Menge an  $\alpha$ -Teilchen ist proportional zur Anzahl der Analysestrahlungen und dem Deuteriuminventar [Ziegler et al. 1978]. Der Proportionalitätsfaktor wurde durch den Vergleich mit einer Probe bekannten Deuteriumgehalts kalibriert.

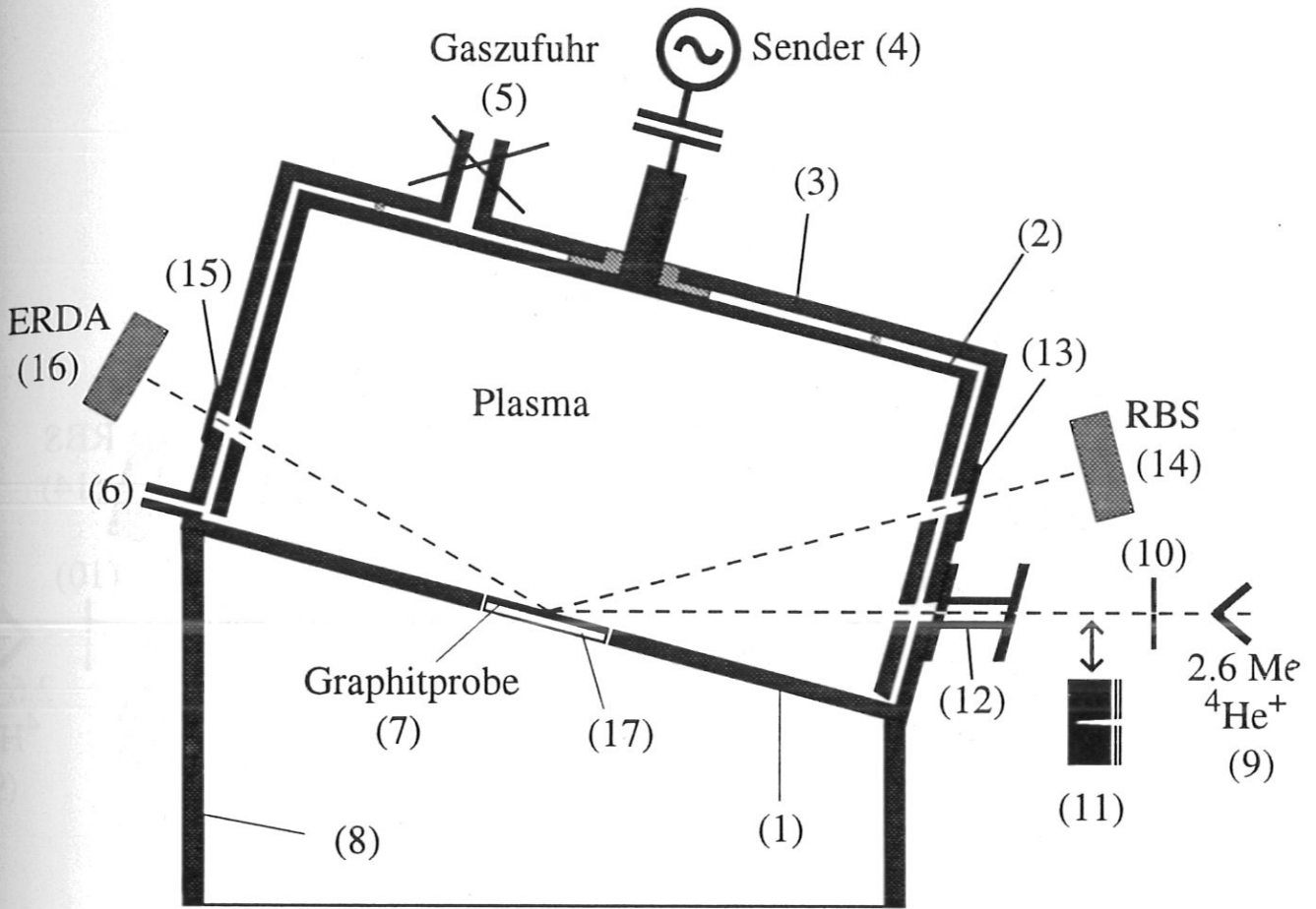


Abbildung 4.3: Ein Querschnitt durch den Niederdruck-Plasmareaktor mit Probenheizung. Der gesamte Aufbau befindet sich in einem Hochvakuumpumpstand.

## 4.2 Der Plasmareaktor

### 4.2.1 Aufbau

Die Plasmakammer wurde in zwei verschiedenen Versionen betrieben: einmal mit Probenheizung und zum anderen mit einem Masse-Energie Analysator. Der schematische Aufbau ist jeweils in den Abbildungen 4.3 und 4.4 dargestellt. Abgesehen von der geerdeten Elektrode und der Topfhalterung sind beide Konfigurationen identisch.

Das Plasma wird in einem Hohlzylinder erzeugt. Die untere Grundfläche ist durch einen Abstand von zwei Millimetern vom oberen Teil des Zylinders isoliert und bildet die geerdete Elektrode (1). Die andere, topfförmige Leistungselektrode (2) wird von einem kommerziellen Hochfrequenz-Sender (4) über einen Anpassungskondensator gespeist. Diese Elektrode ist von einem zweiten, geerdeten Zylinder (3) umgeben, der mit der geerdeten Elektrode abschließt. Dieser dient nicht nur der Abschirmung der HF-Strahlung, sondern auch dem Gaseinschluß in der Plasmakammer gegenüber dem äußeren Vaku-

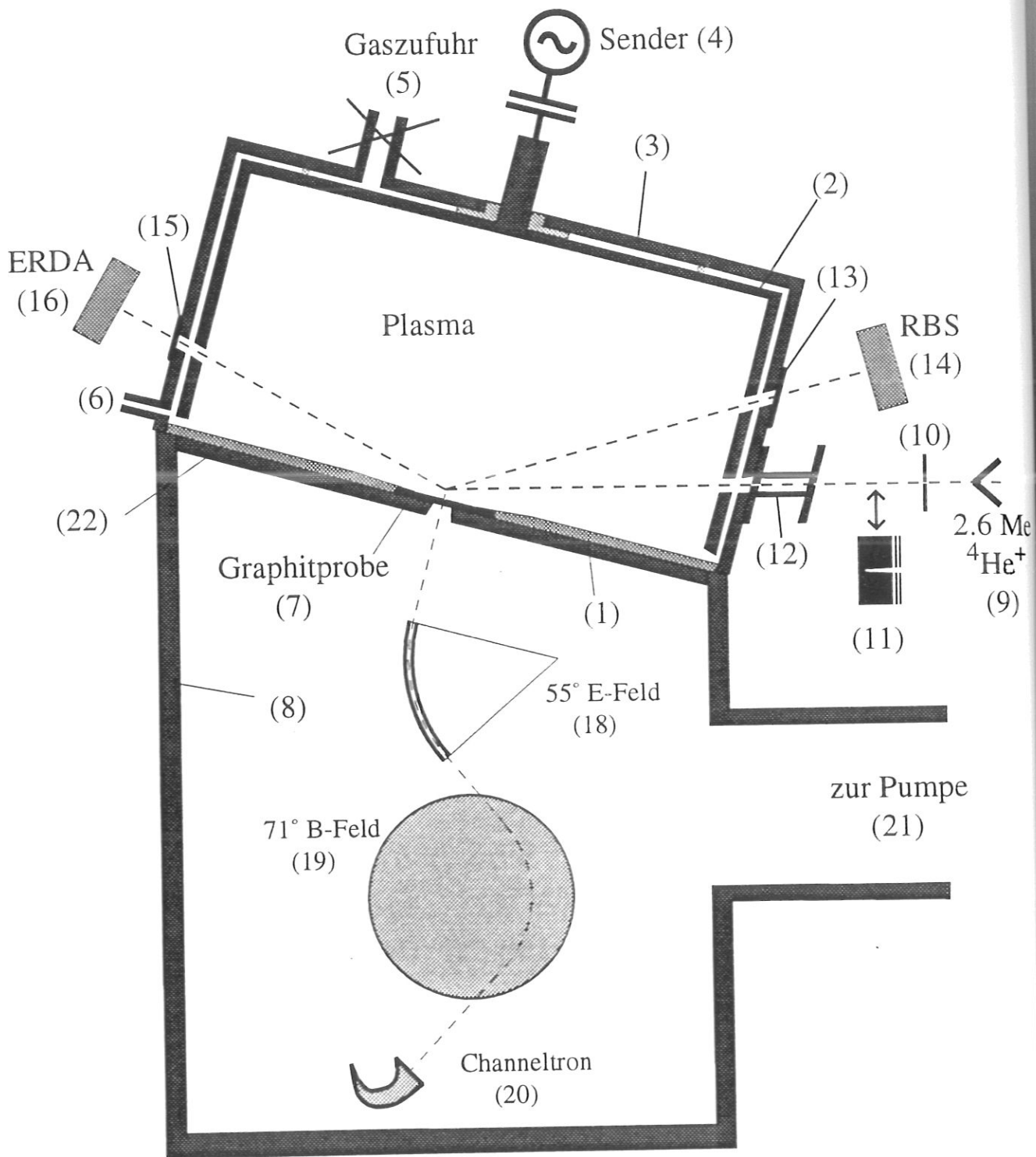


Abbildung 4.4: Der schematische Aufbau des Niederdruck-Plasmareaktors mit Masse-Energie Analysator. Die Plasmakammer befindet sich in einem Hochvakuum, der Masse-Energie Analysator wird differentiell gepumpt.

Die Plasmakammer

- (1) geerdete Elektrode
- (2) Leistungselektrode
- (3) HF-Abschirmung und Vakuumdichtung
- (4) HF-Sender, kapazitiv angekoppelt (13.56 MHz, 50 W)
- (5) Gaszufuhr mit elektronisch geregelttem Ventil
- (6) Gasleitung zum Druckmeßgerät
- (7) Die Graphitprobe (EK98 Firma Ringsdorff)
- (8) Die Topfhalterung

Die Ionenstrahlanalyse

- (9) Analysestrahl (2.6 MeV  $^4\text{He}^+$ )
- (10) strahldefinierende Blende 0.5 mm
- (11) verschiebarer Faraday-Cup
- (12) Blendensystem am Eingang der Plasmakammer
- (13) Kohlenstoffolie zum Schutz des RBS-Detektors
- (14) RBS-Detektor (Si-Halbleiter Detektor)
- (15) Stahlfolie zur ERD-Analyse
- (16) ERDA-Detektor (Si-Halbleiter-Detektor)

Die Probenheizung (nur Abb.4.3)

- (17) Widerstands-Heizelement mit Thermoelement

Der Masse-Energie Analysator (nur Abb.4.4)

- (18) Elektrisches Sektorfeld ( $55^\circ$ )
- (19) Magnetisches Sektorfeld ( $71^\circ$ )
- (20) Channeltron
- (21) Differentielle Pumpstufe (Turbomolekularpumpe)
- (22) Abdeckung der geerdeten Elektrode

Tabelle 4.1: Legende zu Abb.4.3 und Abb.4.4.

um. Das Arbeitsgas wird über ein elektrisch regelbares Ventil (5) eingelassen, das, mit einem Membran-Druckmeßgerät (6) gekoppelt, den Druck in der Kammer konstant einstellt. Das Plasma wurde für diese Arbeit bei 13.56 MHz mit 10 Pa Deuterium und einer Senderleistung von 50-60 W (bei ca. 1 l Plasmavolumen) betrieben.

In der Mitte der geerdeten Elektrode ist die zu untersuchende Graphitprobe (7) befestigt. Als Graphit wurde EK98 (Firma Ringsdorff) gewählt. Dies ist ein isostatisch gepresster Graphit, bestehend aus Körnern von etwa 25  $\mu\text{m}$  Durchmesser, die wiederum aus 10 nm großen Kristalliten mit statistisch verteilten Orientierungen aufgebaut sind. Solche feinkörnigen Graphite werden in vielen Fusionsexperimenten eingesetzt (z.B. JET, TFTR).

Die Probenheizung (17) (siehe Abb.4.3) besteht aus einem Widerstand-Heizelement (BORALECTRIC<sup>R</sup> der Firma Advanced Ceramics), auf dem die Probe befestigt wird. In dem Heizer ist in der Mitte ein Loch, durch das ein Ni/Cr/Ni-Thermoelement mit Hilfe einer Feder an die Rückseite der Probe gedrückt wird. Damit kann nur die Probentemperatur auf der Rückseite bestimmt werden. Nimmt man allerdings an, daß bei evakuierter Plasmakammer die Vorderseite der Probe Wärme nur durch Abstrahlung abgibt (schwarzer Strahler), kann man den Temperaturgradienten in der Probe von Vorder- zur Rückseite hin abschätzen. Bei einer Probendicke von 1 mm und der maximalen Temperatur von 1000 K beträgt der Temperaturunterschied weniger als 1 K. Dies ist kleiner als die Meßgenauigkeit von ca. 10 K. Um eine möglichst gute thermische Isolation der Probe zu erzielen, ist zwischen Probe und der umgebenden Elektrode eine Lücke von 1 mm. Dadurch stellt sich in der gegenüber dem Hauptvakuum abgeschlossenen Topfhalterung (8) der gleiche Druck wie in der Plasmakammer ein. Der Abstand zwischen Probe und Elektrode ist klein genug, um einen nennenswerten Plasmadurchgriff in die Topfhalterung zu verhindern.

Alternativ kann an die Topfhalterung (8) der Energie-Masse Analysator angebracht werden (siehe Abb.4.4). In diesem Falle muß die geerdete Elektrode zur Topfhalterung hin möglichst vakuumdicht sein, um die Ionen, die durch ein Loch in der Mitte der Probe durch diese Kammer zum Analysator gelangen, nicht durch Stöße mit dem Arbeitsgas abzubremesen oder abzulenken. Über eine Turbomolekularpumpe (21) wird der Masse-Energie Analysator und auch die Topfhalterung differentiell gepumpt. Der Analysator basiert auf einer Konstruktion von Liebl [Liebl 1987] und besteht aus einem elektrischen 55°-Sektorfeld (18) und einem magnetischen 71°- Sektorfeld (19). Die durch diese beiden Felder massen- und energiegefilterten Ionen werden mit einem „Channeltron“ (20) nachgewiesen.

Bei der Variante mit Masse-Energie Analysator wird die Probe mit einer Abdeckung (22) auf die geerdete Elektrode gepresst. Durch die Verwendung verschiedener Materialien als Abdeckung ist es möglich, gezielt bestimmte Verunreinigungen in das Plasma einzubringen. Die Leistungselektrode wurde zu Beginn der Arbeit *in-situ* durch ein Methanplasma mit einer amorphen Kohlenwasserstoffschicht überzogen. Diese Schicht änderte sich im gesamten Verlauf der Messungen nicht. Daraus läßt sich schließen, daß die Belastung der Leistungselektrode mit Ionen und thermischem Wasserstoff gering ist und somit nicht für Verunreinigungen im Plasma verantwortlich ist.

## 4.2.2 *In-situ* Ionenstrahlanalysen im Plasmareaktor

Für die Ionenstrahlanalysen kann der hochenergetische Ionenstrahl (9) durch ein Blendensystem aus zwei Blenden mit jeweils 1 mm Durchmesser (12) in die Kammer eintreten, ohne daß die Leckrate von Arbeitsgas aus der Plasmakammer in den Pumpstand durch das Eintrittsloch allzu groß ist. Vor der Kammer befindet sich eine Blende mit 0.5 mm Durchmesser (10), die den Querschnitt des Strahls definiert. Zur Einstellung des Analysestrahls ist am Rand des Pumpstandes eine Vier-Sektoren-Blende<sup>1</sup> angebracht. Für die Detektoren für ERDA (16) und RBS (14) sind zwei Bohrungen mit einem Durchmesser von 5 mm jeweils in der Leistungselektrode und der Abschirmung. Diese sind mit einer Stahlfolie (15) für ERDA (5 µm dick) und einer Kohlenstoffolie (13) für RBS (44 nm dick) abgedichtet. Diese Folien dienen einerseits dazu, die Leckrate von Plasmakammer zum Hauptvakuum im Pumpstand klein zu halten. Zum anderen schützen sie die Silizium-Halbleiterdetektoren vor den niederenergetischen Plasmaionen. Bei ERDA ist die Stahlfolie auch für die Separation von Deuterium und Helium notwendig (siehe Kap.4.1.2). Die Kohlenstoffolie vor dem RBS-Detektor wurde wegen ihres niedrigen Energieverlusts für die zurückgestreuten Analyseionen gewählt.

Ein Problem bei den Ionenstrahlanalysen ist die Bestimmung des Primärstrahlstromes. Da die Probe einen nicht vernachlässigbaren Anteil der Fläche der geerdeten Elektrode einnimmt, darf sie nicht elektrisch isoliert werden. Aufladung und damit ein Einfluß auf das Plasma wären die Folge. Damit ist eine direkte Messung des Strahlstromes an der Probe nicht möglich. Jandl verwendete statt dessen einen schwenkbaren Faradaycup (11) zwischen der strahlbestimmenden 0.5 mm-Blende und dem Blendensystem am Eingang der Kammer [Jandl 1993]. Der van de Graaff Beschleuniger liefert jedoch einen Strahlstrom, der um mehr als ± 10 % schwankt. Die Meßpunkte wurden daher nicht alle mit der gleichen Fluenz<sup>2</sup> registriert. Um die dabei auftretenden Fehler zu vermeiden, wurde in der vorliegenden Arbeit ein Energieintervall im RBS-Spektrum zur Strahlstrombestimmung genutzt: Da die Plasmaionen nur relativ geringe Energien besitzen, können sie höchstens eine sehr dünne, oberflächennahe Schicht modifizieren. Daher darf angenommen werden, daß das aus größerer Tiefe vom Kohlenstoff stammende RBS-Signal nicht beeinflusst wird. Man kann also ein Energieintervall wählen, das von einer Schicht reinen Graphits herrührt. Für eine solche homogene Schicht gilt für die RBS-Ausbeute  $Y$ :

$$Y = N \cdot \Omega \cdot \frac{d\sigma}{d\Omega} \cdot \frac{1}{\cos \alpha} \cdot \nu,$$

wobei  $N$  die Dosis<sup>3</sup>,  $\Omega$  der Raumwinkel des Detektors,  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  der differentielle Wirkungsquerschnitt,  $\alpha$  der Einfallswinkel und  $\nu$  die Flächendichte der homogenen Kohlenstoffschicht ist [Chu et al. 1978].  $\Omega$ ,  $\alpha$  und  $\nu$  sind Konstanten, der differentielle Wirkungsquerschnitt ist nur von der Energie des Strahlions vor dem Stoß abhängig. Ändert sich die Abbremsung

<sup>1</sup>Eine Vier-Sektoren-Blende ist eine Blende, die in vier elektrisch isolierte Sektoren aufgeteilt ist, an denen man jeweils den Strom messen kann.

<sup>2</sup>Fluenz ist der zeitlich integrierte Teilchenstrom pro Fläche.

<sup>3</sup>Die Dosis ist die Anzahl der einfallenden Analysestrahlionen.



in der darüber liegenden oberflächennahen Schicht nicht, so gilt:

$$Y_N = \gamma \cdot N.$$

Die RBS-Ausbeute  $Y_N$  in diesem selektierten Energieintervall  $\Delta E_N$  kann als Maß für die Dosis  $N$  dienen. Der Proportionalitätsfaktor soll im folgenden mit  $\gamma$  bezeichnet werden. Der relative Fehler, mit der die Fluenz für die einzelnen Meßpunkte bestimmt werden kann, ist dann  $1/\sqrt{Y_N}$ . Ein Vergleich der Strommessung mit dem schwenkbaren Faradaycup zeigte, daß nur etwa 60% des Strahlstromes durch das Blendensystem auf die Probe gelangt.

Zur Bestimmung der Raumwinkel von ERDA- und RBS-Detektor wurde die Kohlenstoffprobe durch eine weiche polymerartige Kohlenwasserstoffschicht ersetzt (im weiteren als C:H-Schicht bezeichnet): Die vorteilhafte Eigenschaft einer solchen Schicht ist, daß durch hochenergetische Ionenstrahlen viel Wasserstoff desorbiert wird [Boutard et al. 1989]. Dies läßt sich bei kleinen Fluenzen durch einen exponentiellen Abfall der Wasserstofflächendichte  $\nu_D$  beschreiben:

$$d\nu_D = -\nu_D \cdot \sigma \cdot dn_{He},$$

wobei  $\sigma$  der Wirkungsquerschnitt für die Desorption und  $n_{He}$  die Fluenz des Heliumstrahls ist. Diese Eigenschaft wird dazu genutzt, den Proportionalitätsfaktor  $\gamma_{C:H}$  von RBS-Ausbeute  $Y_N$  in dem Energieintervall  $\Delta E_N$  zu Dosis  $N$  zu bestimmen. Da das Substrat, auf das die C:H-Schicht aufgebracht ist, im allgemeinen nicht aus Kohlenstoff besteht, ist  $\gamma_{C:H}$  für diese Schicht nicht gleich dem  $\gamma_C$  für die Graphitproben. Der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  wird zunächst in einer geeichten Rückstreukammer bestimmt, indem die Desorption bei der Analyse mit einem 2.6 MeV  $^4He^+$ -Strahl gemessen wird. In der Plasmakammer wird der gleiche exponentielle Abfall bestimmt, diesmal in Abhängigkeit von der RBS-Ausbeute  $Y_N$ . Es gilt:

$$\Delta\nu_D = -\nu_D \cdot \sigma \cdot \frac{\Delta N}{A_R} = -\nu_D \cdot \sigma \cdot \frac{\Delta Y_N}{\gamma_{C:H} \cdot A_P},$$

wobei  $A_R$  bzw.  $A_P$  die Fläche des Strahlflecks in der geeichten Rückstreukammer bzw. in der Plasmakammer ist. Diese erhält man durch vergrößerte Projektion des sichtbaren Strahlflecks auf ein Millimeterpapier und Abzählen der bedeckten Quadrate.

Nun wird ein ERDA- und ein RBS-Spektrum mit einer bestimmten Dosis  $N$  in der geeichten Rückstreukammer an der Beschleunigeranlage gemessen. Die Geometrie der Meßanordnung ( $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\Theta$ ) ist die gleiche wie in der Plasmakammer. Die beiden Spektren werden verglichen mit zwei entsprechenden Spektren, die mit derselben Dosis  $N$  in der Plasmakammer aufgenommen wurden. Die Probe ist in beiden Meßapparaturen dieselbe, sowie Dosis und Geometrie sind identisch. Unterschiedlich sind lediglich die Raumwinkel der Detektoren, was einen energieunabhängigen Faktor zwischen den beiden Spektren ausmacht. Durch Vergleich der beiden Spektren lassen sich daher die Raumwinkel von ERDA- und RBS-Detektor bestimmen. Der Proportionalitätsfaktor  $\gamma_C$  von RBS-Ausbeute  $Y_N$  in  $\Delta E_N$  zur Dosis für Graphit wurde durch den Vergleich mit einem vom Auswerteprogramm

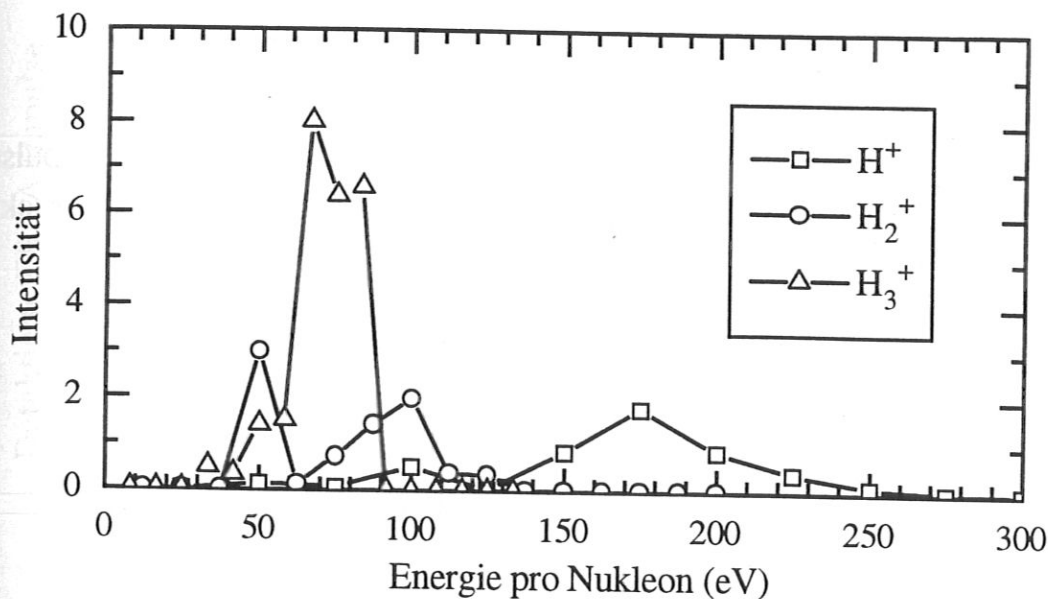


Abbildung 4.5: Die gemessene Energieverteilung von H<sup>+</sup>, H<sub>2</sub><sup>+</sup> und H<sub>3</sub><sup>+</sup>.

simulierten Spektrum ermittelt. Da die Strahlführung beim Umbau von der einen Konfiguration zur anderen neu justiert wurde, ergaben sich unterschiedliche Werte. Diese sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

Aufbau	$\gamma_C (10^{-11} \text{ at}^{-1})$	Analyse	Raumwinkel ( $10^{-3} \text{ sr}$ )
mit Probenheizung	$5.1 \pm 1.7$	ERD	$0.29 \pm 0.10$
		RBS	$0.32 \pm 0.11$
mit Masse-Energie Analysator	$7.1 \pm 1.6$	ERD	$0.218 \pm 0.048$
		RBS	$0.402 \pm 0.088$

### 4.2.3 Plasmaparameter

Das Plasma dient im wesentlichen nur als Teilchenlieferant. Daher sind die wichtigsten Größen der Fluß und die Energieverteilung der Ionen. Der Fluß wurde mit einem Faraday-Cup bestimmt, der hinter das Target in den Strahl zum Masse-Energie Analysator montiert wurde. Die Messung ergab einen Fluß von  $4.0 \pm 0.4 \cdot 10^{18} \frac{\text{at}}{\text{s} \cdot \text{m}^2}$ .

Ein typisches Masse- Energie-Spektrum zeigt Abb.4.5. Unter der Annahme einer konstanten Energie- bzw. Massenaufösung, d.h.,  $\Delta E/E = \text{const.}$  bzw.  $\Delta m/m = \text{const}$  (E:Energie, m:Masse), wurde die Intensität mit einem Faktor  $1/E \cdot 1/m$  korrigiert. Wegen fertigungsbedingten Mängeln war es jedoch nicht möglich, die tatsächliche Transmission des Analysators abzuschätzen. Eine experimentelle Überprüfung der Transmission wurde ebenfalls nicht durchgeführt. Daher ist die Aussagekraft der Masse-Energie Spektren sehr gering. Die Spektren zeigen allerdings die erwartete Struktur mit zwei Maxima, wie sie an ähnlichen Plasmareaktoren beobachtet wurden [Coburn und Kay 1972, Kuypers 1989].

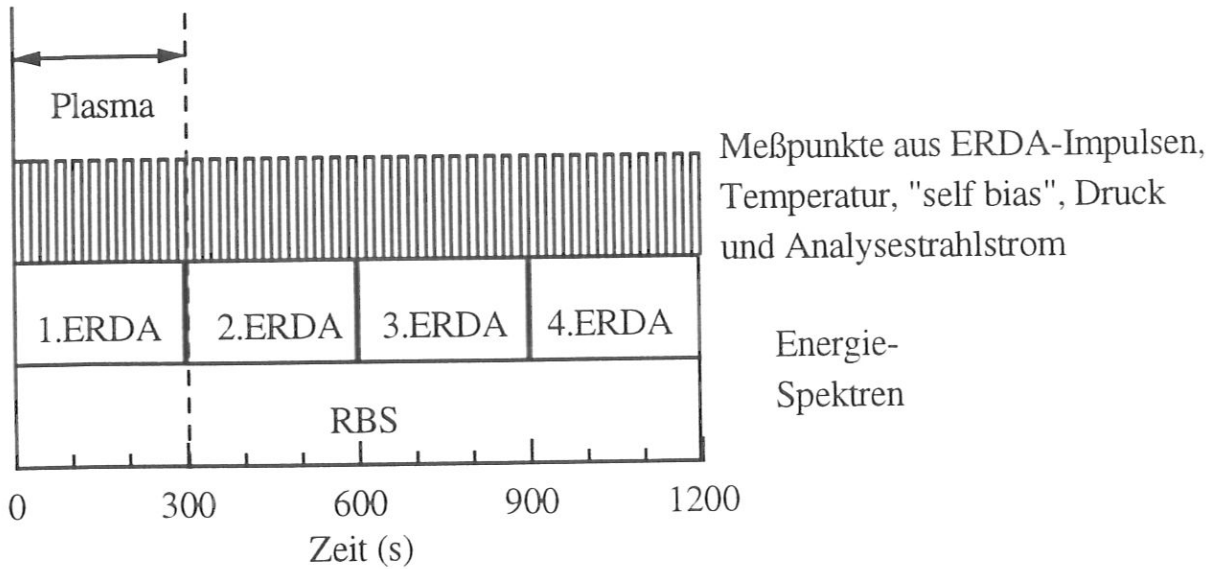


Abbildung 4.6: Der zeitliche Ablauf eines Meßzyklus. Die vorgestellten Daten sind über mehrere solcher Zyklen gemittelt.

#### 4.2.4 Die Meßmethode

Abb.4.6 zeigt den typischen Verlauf eines Meßzyklus. Die Messungen wurden mit dem Computer gesteuert. Dabei wurden bei jedem Meßpunkt die folgenden Daten aufgenommen:

- Der Deuterium- bzw. Wasserstoffgehalt der Probe: Dazu wurden alle ERDA-Impulse aufsummiert, die oberhalb einer bestimmten Impulshöhe lagen. Diese Schwelle wurde kurz oberhalb des Wasserstoffsignals (siehe Abb.4.7) bzw. oberhalb des Rauschens (bei Bestimmung von Wasserstoff- und Deuteriumgehalt) gewählt. Die Dauer der Messung wird bestimmt durch eine vorgegebene Anzahl von Impulsen  $Y_{RBS}$ , die in das selektierte Energiefenster  $\Delta E_N$  des RBS-Spektrums fallen. Unter der Annahme einer homogen verteilten Schicht ist die Flächendichte  $\nu_D$  in dieser Schicht:

$$\nu_D = \frac{Y_{ERDA} \cdot \cos \alpha}{N \cdot \Omega_{ERDA}} \cdot \left( \frac{d\sigma}{d\Omega} \right)^{-1},$$

wobei  $\alpha$  der Einfallswinkel des 2.6 MeV  $^4\text{He}^+$ -Strahls,  $N$  die Dosis,  $Y_{ERDA}$  die gezählten Impulse für ERDA und  $\Omega_{ERDA}$  der Raumwinkel des ERDA-Detektors ist. Der differentielle Wirkungsquerschnitt  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  für Deuterium ist über das entsprechende Energieintervall gemittelt:  $\frac{d\sigma}{d\Omega} = 4.4 \cdot 10^{-25} \text{ m}^2$ . Die Annahme der homogenen Schicht ist berechtigt, da die Implantationstiefe kleiner ist, als das Auflösungsvermögen des ERDA-Detektors (ca. 100 nm).

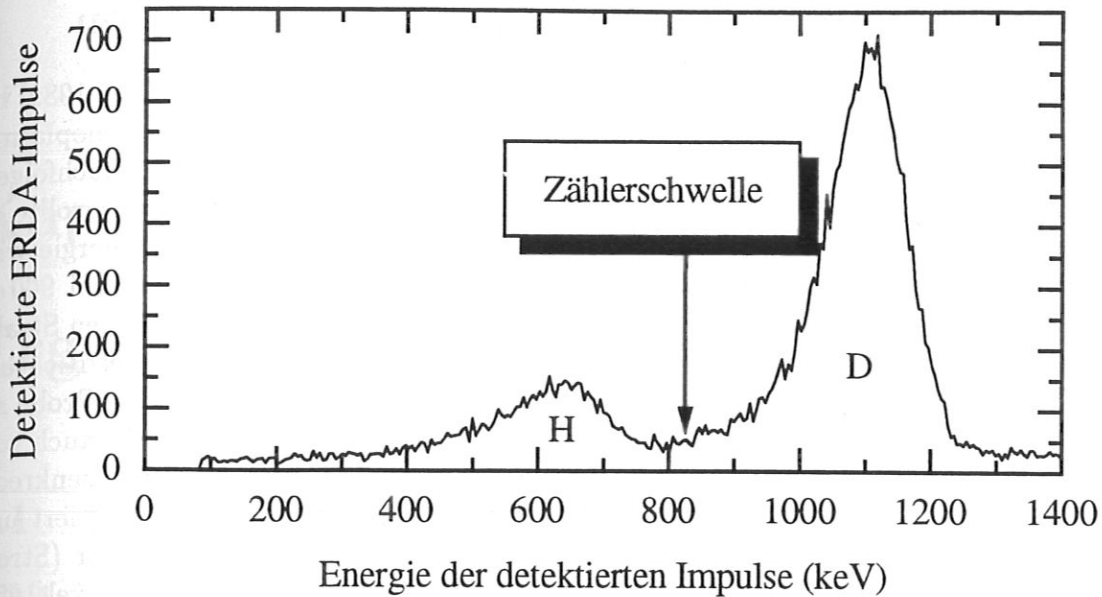


Abbildung 4.7: Ein typisches ERDA-Spektrum. Das untere Maximum stammt vom Wasserstoff aus dem Restgas, das obere vom Deuterium. Oberhalb der eingezeichneten Schwellenergie werden die Impulse zusätzlich mit einem Zähler aufsummiert.

- Die Probentemperatur
- Die „self bias“ Spannung: Dies ist die Gleichspannung, die sich an der Leistungselektrode einstellt. Damit wurde überprüft, ob und wie lange das Plasma brannte.
- Der Gasdruck in der Plasmakammer
- Der Analysestrahlstrom mit dem schwenkbaren Faradycup. Damit wurden Schwankungen des Analysenstrahls und kurzzeitige Ausfälle des Beschleunigers registriert. Dies diente zum Aussortieren von schlechten Meßpunkten.

Da die Fehler der ERDA-Messungen recht groß waren, wurde über eine Anzahl von gleichartigen Meßzyklen (siehe Abb.4.6) gemittelt. Innerhalb eines solchen Zyklus wurde das Plasma für eine bestimmte Zeit (meist 300 s) eingeschaltet und danach der Verlauf des Deuteriumgehalts bei abgeschaltetem Plasma (in der Regel für 900 s) beobachtet. Vier Tiefenprofile des Wasserstoff- und Deuteriumgehalts (ERDA-Spektren) wurden jeweils gemittelt über 10 aufeinanderfolgende Meßpunkte und über alle Meßzyklen ermittelt (siehe Abb.4.6). Während der gesamten Dauer der Meßzyklen wurde ein RBS-Spektrum aufgenommen.

### 4.3 Die Apparatur zur Ionenstrahlimplantation

Die Apparatur zur Ionenstrahlimplantation ist ausführlich in [Petitpierre et al. 1989] beschrieben. Zur Implantation wurde ein Ionenstrahl verwendet, der aus einem Duoplasmatron extrahiert wird. Der Strahl aus dieser 30 keV Ionenquelle wird mit einem nachfolgenden Magnet massenselektiert. Um relevante Vergleichsmessungen durchzuführen, sollte die Energie der Ionen möglichst klein gewählt werden. Mit kleiner werdender Energie wird jedoch der Strahlstrom ebenfalls geringer. Akzeptable Bedingungen wurden bei 900 eV  $D_3^+$  mit einem Strom von etwa  $10^{16} \frac{D}{s \cdot m^2}$  erreicht. Um einen möglichst homogenen Strahlfleck zu erreichen, wurde der Implantationsstrom in vertikaler und horizontaler Richtung hin und her geschwenkt. Die drehbare Probenhalterung ist so plaziert, daß die Probe sowohl vom hochenergetischen Analysestrahl des van de Graaff Beschleunigers als auch vom Ionenstrahl aus dem Duoplasmatron getroffen wird. Die beiden Strahlen stehen senkrecht zueinander, so daß bei geeignetem Winkel *in-situ* gleichzeitig implantiert und analysiert werden kann. Zur Analyse steht zur Verfügung: ein ERDA-Detektor (Streuwinkel  $30^\circ$ ) mit einer Stahlfolie davor ( $5 \mu\text{m}$  dick), ein RBS-Detektor (Streuwinkel  $165^\circ$ ) mit einer Kohlenstoffolie davor ( $44 \text{ nm}$  dick) und ein großflächiger Detektor (Streuwinkel  $109^\circ$ ) zur Messung der  $\alpha$ -Teilchen, die von der Kernreaktion  ${}^3\text{He}(\text{D}, {}^4\text{He})\text{H}$  stammen.

# Kapitel 5

## Ergebnisse und Diskussion

### 5.1 Ioneninduzierte Desorption

#### 5.1.1 Deuteriuminventar bei Plasmaexposition

Abb.5.1 zeigt die mittlere Flächendichte von Deuterium bei Plasmaexposition. Gemittelt ist über den gesamten Tiefenbereich oberhalb der Zählerschwelle (siehe Abb.4.7). Dies sind etwa 80 nm, was einer Reichweite von Plasmaionen mit mehr als 20 keV entspricht [Staudenmaier et al. 1979, Braun und Emmoth 1984]. Es wird also das gesamte implantierte Deuterium nachgewiesen. Die Tiefenauflösung der ERD-Analyse ist relativ schlecht, da der Raumwinkel des ERDA-Detektors relativ groß gewählt wurde. Dadurch kann die Deuteriumkonzentration nicht tiefenaufgelöst bestimmt werden, d.h., sie kann lokal erheblich größer sein. Im folgenden wird die mittlere Flächendichte als ein Maß für das Deuteriuminventar angegeben. Bei einer Energie von maximal 200 eV dringt Deuterium in eine Tiefe von  $6 \pm 2$  nm ein [Eckstein 1980]. Nimmt man an, das Sättigungsinventar sei wie bei der Ionenstrahlimplantation homogen bis zur maximalen Tiefe von 8 nm verteilt, so ergibt sich daraus ein H/C-Verhältnis von 1.2. Daraus ist ersichtlich, daß das Sättigungsinventar erheblich höher ist, als bei Implantation mit Ionenstrahlen, wo das maximale H/C-Verhältnis mit 0.4 gemessen wurde [Roth et al. 1980]. Zum Vergleich ist das Aufsammeln von Deuterium in Graphit bei Implantation mit Ionenstrahlen der Flußdichte  $4 \cdot 10^{18} D/(s \cdot m^2)$  in Abb.5.1 eingezeichnet.

Der Anstieg des Deuteriuminventars  $n$  erfolgt in zwei Schritten: In relativ kurzer Zeit ( $\tau_0 = 20$ s) erreicht es einen Wert von  $n_0 = (4.06 \pm 0.49) \cdot 10^{20} \frac{D}{m^2}$ . Im weiteren Verlauf der Plasmentladung steigt das Inventar mit einer sehr langsamen Zeitkonstante ( $\tau_1 = 700$ s) bis zur Sättigung von  $n_0 + n_1 = (8.77 \pm 0.77) \cdot 10^{20} \frac{D}{m^2}$ . Die in Abb.5.1 eingezeichnete Kurve ist eine Anpassung der folgenden Funktion an die Daten:

$$n = n_0 \cdot (1 - e^{-t/\tau_0}) + n_1 \cdot (1 - e^{-t/\tau_1}).$$

Vergleicht man diese Funktion mit der Ionenstrahlimplantation, so ist zu erkennen, daß das Deuteriuminventars schneller ansteigt, als es einem Aufsammeln der Ionen zu 100% entspricht.

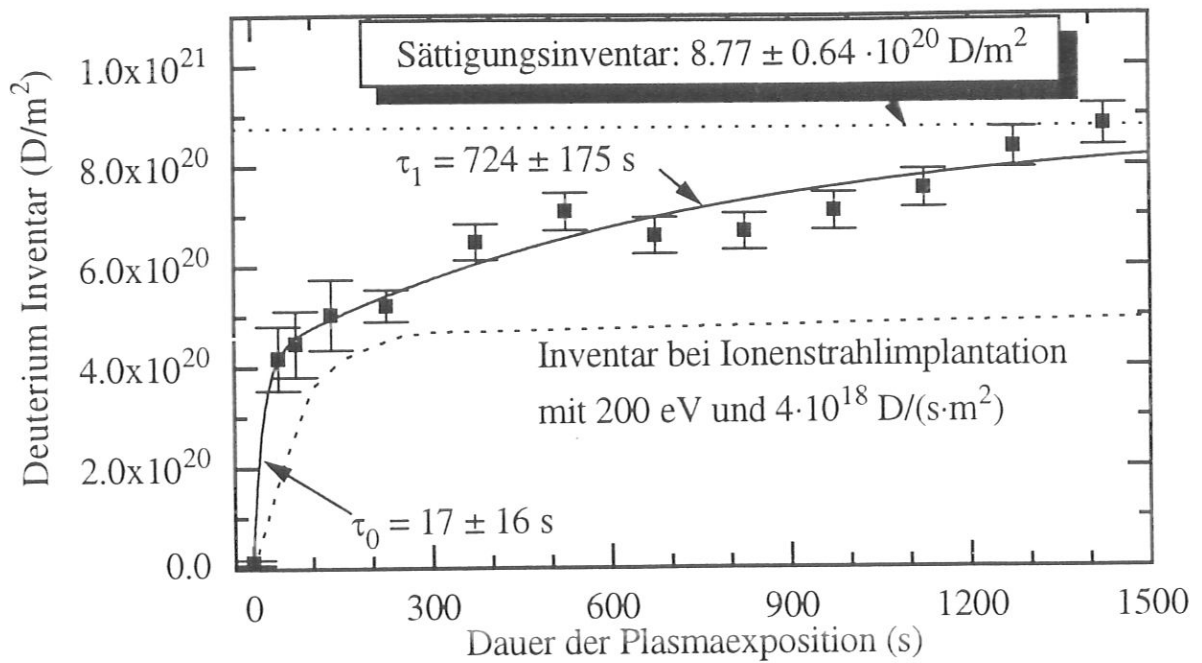


Abbildung 5.1: Das Deuteriuminventar bei Plasmaexposition. Die durchgezogene Linie ist eine Anpassung an die Daten (siehe Text), die gestrichelte Linie gibt das Inventar bei Implantation mit einem Ionenstrahl der Energie 200 eV und der Flußdichte  $4 \cdot 10^{18} D/(s \cdot m^2)$  an.

Abb.5.2 zeigt das Deuteriuminventar während und nach der Plasmaexposition. Die Daten sind über 10 hintereinander durchgeführte Meßzyklen gemittelt, d.h., an den letzten Meßpunkt schließt sich der erste wieder an. Man beobachtet eine langsame Abnahme des Inventars nach der Plasmaexposition. Hierbei handelt es sich, wie im nächsten Kapitel gezeigt wird, um ioneninduzierte Desorption durch den Analysestrahl, d.h., das Abfallen der Deuteriumflächendichte ist eigentlich von der Fluenz des Analysestrahls abhängig (obere x-Achse in Abb.5.2). Diese ist jedoch proportional zur Zeit, da jeder Meßpunkt mit der gleichen Fluenz jeweils in einem Zeitintervall von 30 s aufgenommen wurde.

Es wird allerdings nicht das gesamte Inventar desorbiert, sondern lediglich ein Anteil von  $(39.3 \pm 3.7)\%$ . Dieses ist in etwa so viel Deuterium, wie über das Sättigungsinventar  $n_{stat}$  bei Ionenstrahlimplantation hinaus aufgesammelt wurde. Durch Einschalten des Plasmas steigt die Flächendichte von Deuterium wieder langsam an.

Die Daten legen die Anpassung eines exponentiellen Abfalls nahe. Ist das erneute Binden von einmal desorbiertem Deuterium (englisch „retrapping“) vernachlässigbar, so läßt sich daraus der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  für die ioneninduzierte Desorption ablesen:

$$n = n_{stat} + n_{des} \cdot e^{-\sigma \cdot n_{He}},$$

wobei  $n$  die mittlere Flächendichte des Wasserstoffs bis zur maximal detektierten Tiefe und  $n_{He}$  die Analysestrahlfluenz ist.  $n_{des}$  ist der Anteil der Flächendichte, der desorbiert wird.

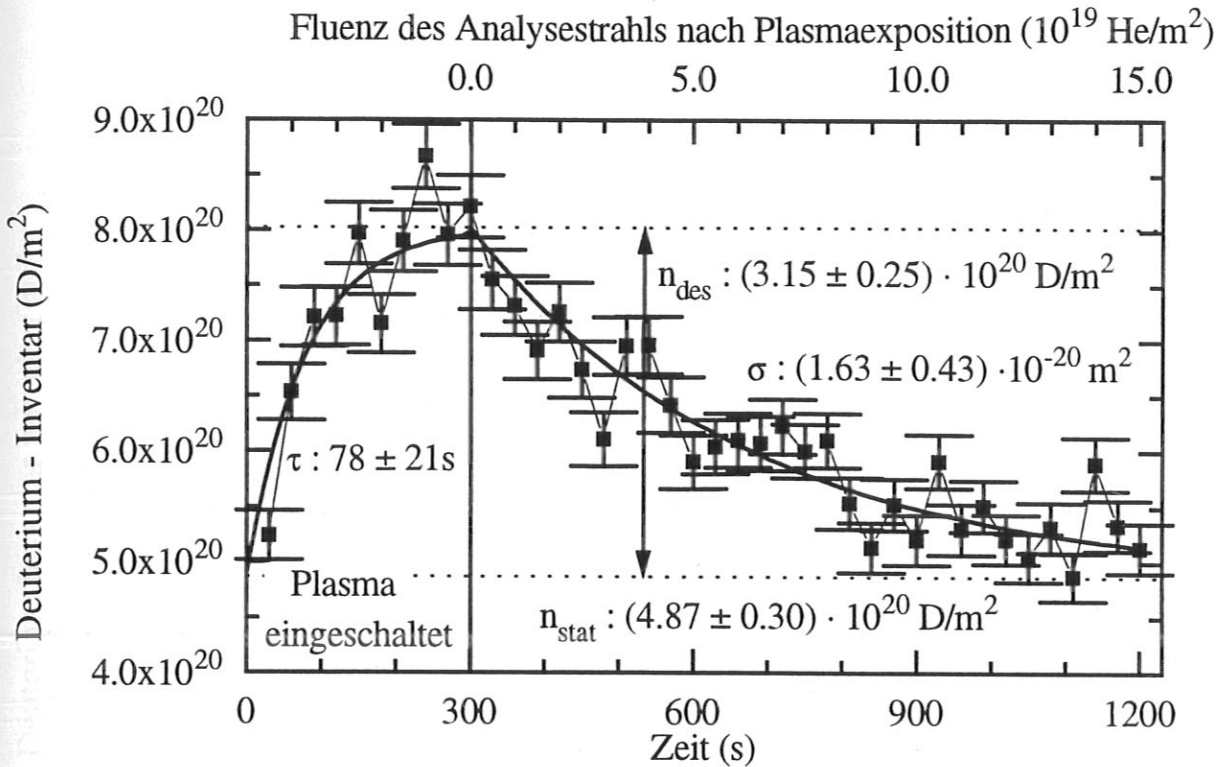


Abbildung 5.2: Das Deuteriuminventar während und nach der Plasmaexposition. Die durchgezogene Linie ist eine an die Daten angepaßte Kurve (siehe Text).

$n_{stat}$  das restliche, stationäre Inventar. Die Annahme, daß „retrapping“ tatsächlich vernachlässigt werden kann, begründet sich in dem hohen D/C-Verhältnis, das weit über dem Maximalwert von 0.4 bei Implantation mit Ionenstrahlen liegt, d.h., nach der Desorption eines Deuteriumatoms ist die exponierte Schicht immer noch über dem Sättigunginventar und damit nicht bereit, Deuterium wieder aufzunehmen.

Deutet man den Anstieg als ein Auffüllen von einer begrenzten Anzahl von Bindungsplätzen  $n_{des}$  durch das Plasma, die durch den Analysestrahl entleert wurden, so kann der Anstieg durch eine exponentielle Annäherung an diesen Sättigungswert beschrieben werden:

$$n = n_{stat} + n_{des} \cdot (1 - e^{-t/\tau}).$$

Dabei ist  $\tau$  die charakteristische Zeitkonstante für den Anstieg. Ein exponentieller Anstieg mit zwei Zeitkonstanten wie bei der ersten Plasmaexposition des neu eingebauten Graphits (in Abb.5.1 dargestellt) ist wegen der geringen Anzahl an Datenpunkten und deren Fehlern nicht sinnvoll. Die beobachtete Zeitkonstante entspricht keinem der beiden, dabei bestimmten Zeiten.

Eine Anpassung der beiden Funktionen für Anstieg und Abfall des Inventars ist in



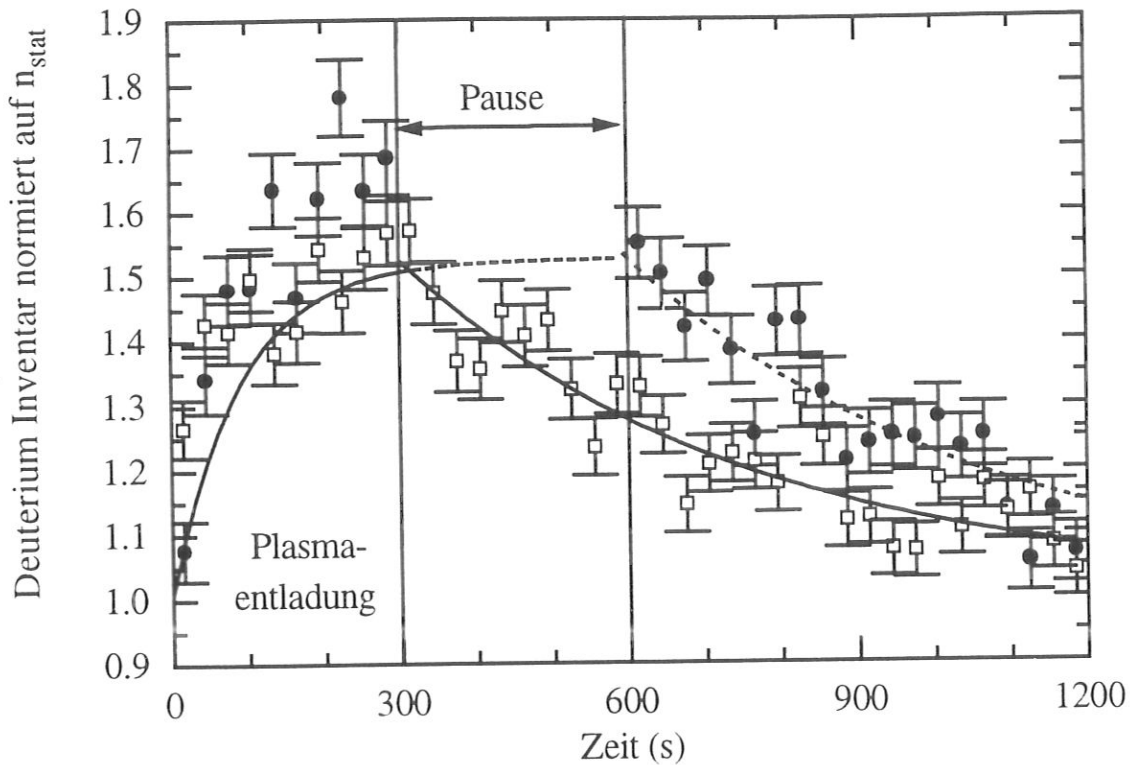


Abbildung 5.3: Der Nachweis für ioneninduzierte Desorption: Nach Abschalten des Plasmas wurde eine Pause von 300 s eingelegt, bevor die nächsten Meßpunkte mit dem Analysestrahl aufgenommen wurden (schwarze Punkte). Im Vergleich dazu ist ein durchgehender Meßzyklus eingezeichnet (offene Quadrate). Die an die beiden Messungen angepaßte Funktion sind einmal eingezeichnet unter der Annahme einer spontanen Emission (durchgezogene Linie) und zum zweiten für einen ioneninduzierten Prozeß (gestrichelte Linie). Das Deuteriuminventar ist auf den Anfangs- und Endwert des Zyklus normiert.

Abb.5.2 eingezeichnet. Daraus lassen sich die folgenden Daten ablesen:

$$\begin{aligned}
 n_{stat} &= (4.87 \pm 0.30) \cdot 10^{20} \frac{D}{m^2} \\
 n_{des} &= (3.15 \pm 0.25) \cdot 10^{20} \frac{D}{m^2} \\
 \sigma &= (1.63 \pm 0.43) \cdot 10^{-20} m^2 \\
 \tau &= (78 \pm 21) s
 \end{aligned}$$

Die hier angegebenen Fehler entstammen der Anpassung an die Daten.

### 5.1.2 Nachweis der ioneninduzierten Desorption

Um nachzuweisen, daß es sich bei dem Abfallen des Deuteriuminventars nach dem Abschalten des Plasmas um einen ioneninduzierten Prozeß handelt, wurden die Analyse-

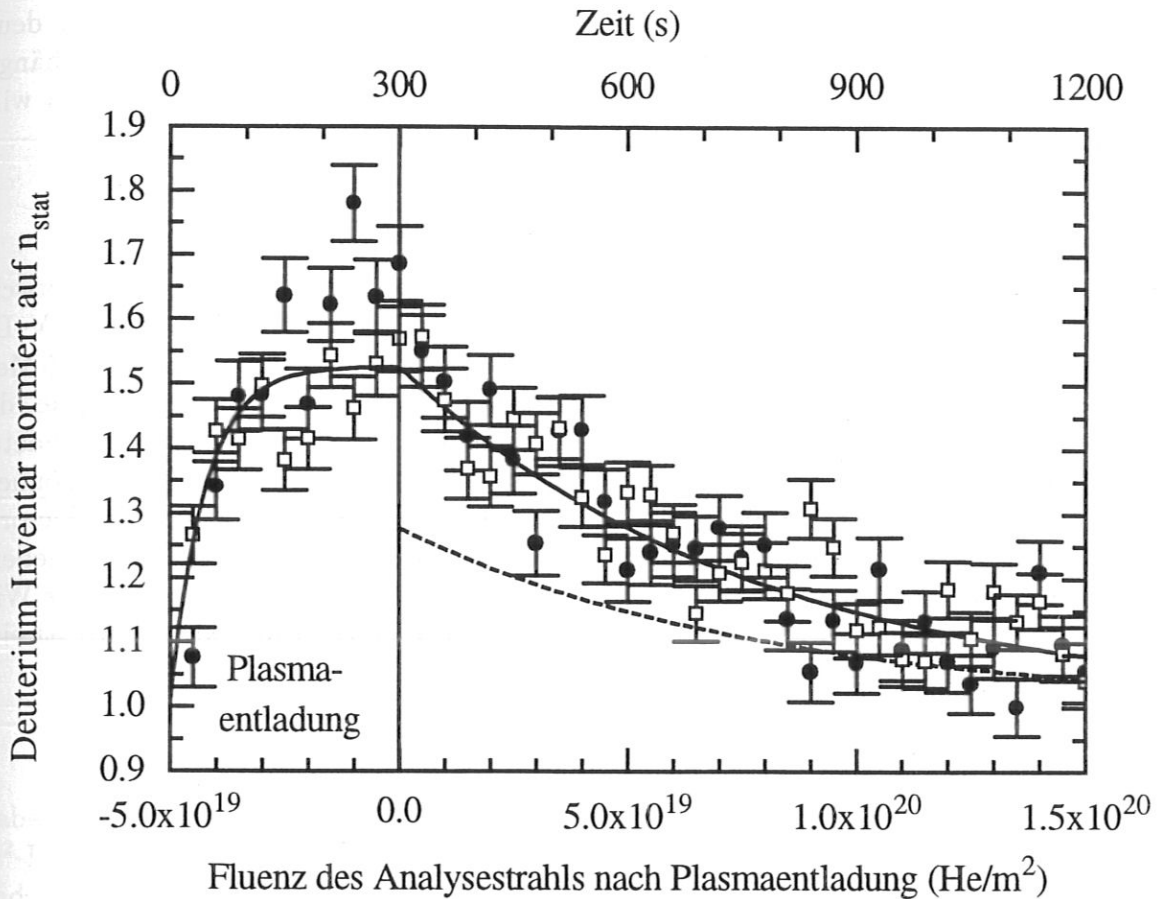


Abbildung 5.4: Dieselbe Messung wie in Abb.5.3, lediglich das Deuteriuminventar nach Abschalten des Plasmas in Abhängigkeit von der Analysestrahlfluenz ist dargestellt. Diesmal ist die durchgezogene Linie das Ergebnis von ioneninduzierter Desorption, die gestrichelte würde für ein „dynamisches“ Inventar zutreffend sein. Die Meßpunkte sind auf den Anfangs- und Endwert des Zyklus normiert.

strahlungsmessungen zur Bestimmung des Wasserstoffgehalts nach der Plasmaentladung für 300 s ausgesetzt (schwarze Punkte in Abb.5.3 und Abb.5.4). Zum Vergleich wurden Meßzyklen durchfahren, bei denen die Meßpunkte ohne Unterbrechung durchgehend aufgenommen wurden (offene Quadrate in Abb.5.3 und Abb.5.4). Würde der Wasserstoff spontan emittiert werden, wie von Jandl vermutet [Jandl 1993], so müßte der Verlauf des Inventars in Abhängigkeit von der Zeit bei beiden Meßzyklen identisch sein (siehe Abb.5.3 durchgezogene Linie). Handelt es sich um einen ioneninduzierten Effekt, so zeigen sie zwar den gleichen exponentiellen Abfall mit der Analysestrahlfluenz (durchgezogene Linie in Abb.5.4), in Abhängigkeit von der Zeit aufgetragen allerdings um die Dauer der Pause zeitverzögert (siehe Abb.5.3 gestrichelte Linie). In Abb.5.4 müßte sich ein dynamisches Inventar durch einen Unterschied in der Wasserstoffkonzentration nach Abschalten der Entladung bemerkbar machen (gestrichelte Linie in Abb.5.4). In diesem Fall beweist die

Identität der beiden Meßzyklen, daß kein dynamisches Inventar existiert. Es ist deutlich zu erkennen, daß das Deuteriuminventar nur von der Analysestrahlfluenz abhängig ist (durchgezogene Linie in Abb.5.4), d.h., daß kein Wasserstoff spontan emittiert wird (gestrichelte Linie in Abb.5.4).

### 5.1.3 Vergleich mit Ionenstrahlimplantation

Die ioneninduzierte Desorption von implantiertem Wasserstoff durch hochenergetische Ionenstrahlen ist bekannt [Roth et al. 1980]. Für pyrolytischen Graphit, mit 1 keV  $D^+$  implantiert, geben Roth et al. einen Wirkungsquerschnitt für die Desorption mit 2.5 MeV  $^3He^+$  von  $\sigma = 9.4 \cdot 10^{-23} m^2$  an. Er ist allerdings von der Implantationsenergie, der Energie der Ionen, die die Desorption bewirken, und vor allem von dem verwendeten Graphit abhängig. Um möglichst gut mit dem Plasmaexperiment vergleichen zu können, wurde der dafür verwendete Graphit (EK98) mit 3 keV  $D_3^+$  implantiert und die Desorption mit 2.6 MeV  $^4He^+$  bei  $75^\circ$  durchgeführt. Dazu wurde die in Kap.4.3 beschriebene Apparatur verwendet. Der aus dem exponentiellen Abfall des Inventars bestimmte Wirkungsquerschnitt beträgt  $\sigma = 2.55 \pm 0.97 \cdot 10^{-21} m^2$ . Dieser Wirkungsquerschnitt ist eine Größenordnung geringer als der für die plasmaexponierte Oberfläche.

$\frac{dE}{dx}$	2.6 MeV $^4\text{He}^+$	1.74 MeV D
$S_{1s}$	$1.40 \cdot 10^{-18} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{CAtom}}$	$2.2 \cdot 10^{-19} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{CAtom}}$
$S_{C-H}$	$1.21 \cdot 10^{-18} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{Bindung}}$	$2.5 \cdot 10^{-19} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{Bindung}}$
$S_{C-C}$	$1.12 \cdot 10^{-18} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{Bindung}}$	$2.2 \cdot 10^{-19} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{Bindung}}$
$S_{C=C}$	$1.10 \cdot 10^{-18} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{Bindung}}$	$2.3 \cdot 10^{-19} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{Bindung}}$
$S_C$	$2.2 \cdot 10^{-18} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{CAtom}}$	$3.0 \cdot 10^{-19} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{CAtom}}$
$S_H$	$5.9 \cdot 10^{-19} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{HAtom}}$	$7.5 \cdot 10^{-20} \frac{\text{eV} \cdot \text{m}^2}{\text{HAtom}}$

Tabelle 5.1: Der elektronische Energieverlust für C-H, C-C, C=C-Bindungen und für  $1s^2$ -Elektronen des Kohlenstoffs (aus [Sabin und Oddershede 1987, Boutard et al. 1988]) und der elektronische Energieverlust an Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen nach [Ziegler 1977, Anderson und Ziegler 1977].

### 5.1.4 Diskussion

Um den Unterschied der Wirkungsquerschnitte für die ioneninduzierte Desorption bei Ionenstrahlimplantation einerseits und Plasmaexposition andererseits zu verstehen, muß man sich zunächst überlegen, welche physikalischen Größen darin eingehen:

- a) Der Energieverlust des einfallenden Ions
- b) Die Bindungsenergie des Wasserstoffs
- c) Die Ankopplung der abgegebenen Energie an die Bindung

Zu a): Die Energie der desorbierenden  $^4\text{He}^+$ -Ionen ist so groß, daß sie Energie an den Festkörper überwiegend durch inelastische Wechselwirkung abgeben. Da die Geschwindigkeit der Heliumionen mit  $v = 1.12 \cdot 10^7 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  nicht viel größer ist als die Bohr Geschwindigkeit  $v_0 = 2.19 \cdot 10^6 \frac{\text{m}}{\text{s}}$ , muß ein Einfluß der chemischen Bindung auf den Energieverlust berücksichtigt werden. In Kohlenwasserstoffen ist anstatt der elektronischen Wechselwirkung mit den Elektronen der einzelnen Atome diejenige der  $1s^2$ -Elektronen des Kohlenstoffs und

der C-H, C-C und C=C Bindungen zu verwenden [Sabin und Oddershede 1987]. Der gesamte Energieverlust  $S_{C:H}$  in einer Schicht aus Kohlenstoff und Wasserstoff ist gegeben durch:

$$S_{C:H} = n_C \cdot S_{1s} + n_H \cdot S_{C-H} + n_{C-C} \cdot S_{C-C} + n_{C=C} \cdot S_{C=C}$$

$S_{C-H}$ ,  $S_{C-C}$ ,  $S_{C=C}$  bzw.  $S_{1s}$  bezeichnet dabei den Energieverlust der einzelnen Bindungen bzw. der  $1s^2$ -Elektronen des Kohlenstoffs,  $n_C, n_H$  die Flächendichten von Kohlenstoff und Wasserstoff und  $n_{C-C}, n_{C=C}$  die Flächendichten der Kohlenstoff Einfach- bzw. Doppelbindung. In Tab.5.1 sind die Werte für die 2.6 MeV  $^4\text{He}^+$ -Ionen und dem bei der ERD-Analyse gestreuten Deuterium mit maximal 1.74 MeV angegeben. Außerdem ist der Energieverlust eingetragen, bei dem keine chemischen Bindungen berücksichtigt sind (nach [Ziegler 1977, Anderson und Ziegler 1977]). Daraus ist ersichtlich, daß der Energieverlust an den C-H-Bindungselektronen doppelt so groß ist, wie derjenige an ungebundenem Wasserstoff.

Zu b): Auch wenn die in der Literatur angegebenen Werte für die Bindungsenergie des ionenimplantierten Wasserstoffs stark variieren, zeigt sich jedoch, daß der Wasserstoff mindestens mit 1.9 eV gebunden ist [Brice et al. 1982, Ashida et al. 1984, Nakayama et al. 1987, Kuzminov et al. 1991, Guo et al. 1992]. Das Modell der lokalen Rekombination geht von einer mittleren Bindungsenergie von 2.7 eV aus [Möller und Scherzer 1988]. Kohlenwasserstoffschichten kann man allerdings auch mit Eigenschaften herstellen, die eine leichte Desorption ermöglichen. Als Beispiel seien hier die codeponierten Schichten aus Fusionsexperimenten genannt, die schon bei Kontakt mit Luft Wasserstoff emittieren [Causey et al. 1989]. Solche instabilen Schichten sind allerdings nur schwer herzustellen, da C:H-Schichten in der Regel beim Wachstum versuchen, internen Streß abzubauen und dadurch stabil werden [Angus und Jansen 1986, Angus 1992, Jacob und Möller 1993]. Die thermische Desorption von Wasserstoff aus solchen C:H-Filmen wurde erst oberhalb von 700 K beobachtet, was einer Bindungsenergie von etwa 2.1 eV entspricht [Wild und Koidl 1987b, Wild und Koidl 1987a].

Betrachtet werden müssen im Falle der Plasmaexposition auch der Einfluß von Neutralen. Es ist vorstellbar, daß ein hoher Fluß von atomarem Wasserstoff auf die Graphitprobe trifft und ein Teil des Inventars aus lediglich adsorbiertem Wasserstoff besteht. Es wird jedoch von mehreren Autoren berichtet, daß sich thermisch angebotener Wasserstoff an freien Kohlenstoffbindungen oder an Strahlenschäden anlagert und genauso wie implantierter Wasserstoff erst bei sehr hohen Temperaturen desorbiert [Hucks et al. 1980, Pitcher et al. 1984, Stangeby et al. 1984, Philipps et al. 1987, Youle und Haasz 1991].

Zu c): Wie die Energie, die der hochenergetische Ionenstrahl verliert, an den Festkörper abgegeben wird, ist bisher noch ungeklärt. In der Praxis wird bei Geschwindigkeiten in der Größe der Bohrschen Geschwindigkeit der elektronische Energieverlust zusammengesetzt aus dem für sehr hohe Energien (nach [Bethe 1930, Bloch 1933]) und einem für niedrige Energien (z.B. nach [Lindhard et al. 1963] für nicht lokalisierte Elektronen oder nach [Oen und Robinson 1976] für lokalisierte) [Varelas und Biersack 1970]. Im folgenden

soll abgeschätzt werden, ob beide Anteile genügend Energie an den Festkörper abgeben, um die beobachtete Ioneninduzierte Desorption zu erklären.

Im Extremfall hoher Energien nimmt man keine Kopplung der Atome untereinander an, d.h., die Energie muß an das Elektron des Wasserstoffatoms übertragen werden. Bei einer Flächendichte von  $n_H = 10^{20} \frac{H\text{Atome}}{m^2}$  werden dann 67 eV pro einfallendem Heliumion an Elektronen von Wasserstoffatomen übertragen. Bei einer Bindungsenergie von 2.7 eV [Möller und Scherzer 1988] könnte man damit 25 Wasserstoffatome desorbieren. Zum Vergleich: An der plasmaexponierten Oberfläche sind es im Maximum  $\sigma \cdot n = 13$ , bei dem mit Ionenstrahl implantatierten Graphit sind es nur 3, obwohl beides Mal die Flächendichte des Deuteriums höher als  $n_D = 10^{20} \frac{D\text{Atome}}{m^2}$  ist.

Bei niedrigen Projektilenergien muß man bei Graphit von lokalisierten Bindungen ausgehen, da sich Wasserstoff an die  $sp^2$ - oder  $sp^3$ -Bindungen anlagert. Wie schon unter a) erwähnt, ist die direkte Anregung einer solchen lokalisierten C-H-Bindung durch ein schnelles Heliumion möglich. Geht man wieder von einer Flächendichte von  $n_{C-H} = 10^{20} \frac{\text{Bindungen}}{m^2}$  mit 2.7 eV aus, so werden 146 eV deponiert. Dies reicht aus, um pro Heliumatom 54 Wasserstoffatome zu desorbieren. Die Energiedeposition ist also beiden Fällen ausreichend, um die bei der Plasmaexposition beobachtete Desorption zu bewirken.

Die dargestellten oberen Abschätzungen für Energieankopplung und Bindungsenergie geben also keinen Hinweis, warum plasmaexponierter Graphit eine höhere Ioneninduzierte Desorption aufweist als mit Ionenstrahlen implantierter. Am naheliegensten ist die Vermutung, daß sich bei Plasmaexposition eine C:H-Schicht ausbildet, die einer wasserstoffreichen, polymerartigen Schicht ähnlich ist. Untersuchungen an C:H-Schichten mit unterschiedlichem Wasserstoffgehalt zeigen nämlich, daß der Energieverlust in solchen, polymerartigen, wasserstoffreichen Schichten gegenüber wasserstoffarmen wegen des hohen Energieverlustes an den C-H-Bindungen bis zu etwa 30 % größer ist. [Boutard et al. 1988]. Die Konsequenz ist eine starke Abnahme des Wasserstoffgehalts bei Beschuß mit hochenergetischen Ionen. Ein Wirkungsquerschnitt von maximal  $4.5 \cdot 10^{-20} m^2$  wurde beobachtet [Boutard et al. 1989]. Wenn also die Struktur der Implantationszone bei Plasmaexposition polymerartigen Charakter hat, so ist eine höhere Ioneninduzierte Desorption nicht außergewöhnlich. Ein hoher Wasserstoffgehalt (wesentlich höher als ein H/C-Verhältnis von 0.4) wurde tatsächlich beobachtet (siehe Kap.5.1.1).

### 5.1.5 Das Zwei-Schichten-Modell

Die Frage ist nun, wie sich eine solche, wasserstoffreiche Schicht bilden kann. Ein wesentlicher Unterschied zur Ionenstrahlimplantation ist der simultane Beschuß von atomarem, thermischem Wasserstoff zusammen mit energiereichen (bis zu 200 eV) Ionen. Dieser simultane Beschuß wurde bisher nur im Hinblick auf die Erosion untersucht. Dabei entstand die Vorstellung, daß aktivierte Bindungen durch die Energiedeposition der Ionen geschaffen werden, die dann von thermischem Wasserstoff zu Methylgruppen aufhydriert werden [Haasz und Davis 1986]. Letzterer Prozeß konnte an C:H-Schichten nachgewiesen werden [Biener et al. 1993, Biener et al. 1994]. Nimmt man an, daß die gesamte Oberfläche mit solchen  $CH_3$ -Gruppen bedeckt ist, so erhält man ein H/C-Verhältnis von maximal 3 in

der ersten Monolage (etwa  $10^{19} \text{at/m}^2$ ). Bei einem H/C-Verhältnis von 0.4 hinter dieser Oberflächenschicht, wie es von der Implantation mit Ionenstrahlen her bekannt ist, ergibt sich ein mittleres H/C-Verhältnis von 0.5. Um das beobachtete Verhältnis von 1.2 zu erreichen, müßte eine Schicht von mehr als 10 Monolagen ( $2.4 \cdot 10^{20} \text{at/m}^2$ ) ein H/C-Verhältnis von 3 besitzen. Mit der Adsorption von thermischem Wasserstoff ist also eine so wasserstoffreiche Schicht nicht zu erklären.

Vergleicht man die Plasmaexposition mit der Schichtabscheidung von Polymerfilmen aus Methanplasmen, so stellt man zunächst fest, daß das reine Wasserstoffplasma insgesamt den Graphit erodiert (siehe Kap.5.2.2). Die Ausbildung einer polymerartigen Schicht muß also aus einem Gleichgewicht aus Strukturumwandlung und Erosion dieser Struktur folgen. Dieses kann man sich folgendermaßen vorstellen: Thermische Neutrals bilden bei der Erosion bevorzugt  $\text{CH}_3$ -Radikale [Vietzke et al. 1984, Vietzke und Philipps 1987]. Die Vorstufe dieser Emission sind wie oben schon erwähnt Methylgruppen, die sich aufgrund der kleinen Energie der Neutralen nur direkt an der Oberfläche befinden. Nach den bisherigen Vorstellungen ist ein Hauptmechanismus für das Wachstum von C:H-Schichten die Adsorption von  $\text{CH}_3$ -Radikalen und ein nachfolgender Einbau in die aufwachsende Schicht durch schnelle Teilchen (Ionen oder Elektronen), englisch auch „sticking“ genannt [Cathérine und Couderc 1986, Deutsch et al. 1988, Kersten und Kroesen 1990, Möller 1993]. Nimmt man nun an, daß der Fluß von atomarem Wasserstoff und sehr niederenergetischen Ionen hoch ist, wird der Bedeckungsgrad der Oberfläche mit  $\text{CH}_3$  groß. Vorstellbar ist, daß die Methylgruppen vor der Emission zunächst in einen chemisorbierten Zustand gelangen, oder daß  $\text{CH}_3$  erst in das Plasma gelangt und dann wieder auf der Oberfläche adsorbiert. Der Beschuß dieser Methylgruppen durch schnelle Teilchen (Ionen oder Elektronen) führt zum Einbau in die Oberfläche und so ergibt sich die gleiche Situation wie bei der Schichtdeposition. Es entsteht eine Zwischenschicht, unter der sich die gewohnte Implantationszone befindet.

Bei der Implantation mit Ionen dagegen wird als Erosionsprodukt nur Methan beobachtet. Dies entsteht in der Tiefe, wo die Ionen gestoppt werden [Roth und Bohdansky 1987a, Chiu und Haasz 1994a]. Damit stehen an der Oberfläche keine Methylgruppen zur Ausbildung einer Zwischenschicht zur Verfügung.

Die Vorstellung des Aufbaus einer polymerartigen Schicht soll in dem Zwei-Schichten-Modell formuliert werden. Dazu teilt man die gesamte durch die Plasmaexposition beeinflusste Oberfläche in zwei Regionen auf: einmal die polymerartige Zwischenschicht mit der Wasserstoffflächendichte  $n_0$  und zum anderen eine darunterliegende Implantationszone mit der Wasserstoffflächendichte  $n_1$  und der Dicke  $d_{impl}^1$  (siehe Abb.5.5). Um zu vereinfachen, wird angenommen, daß alle Ionen genug Energie besitzen, um einen ioneninduzierten Einbau zu bewirken und so tief in die Oberfläche eindringen werden, daß als Erosionsprodukt nur  $\text{CH}_4$  emittiert wird. Die Neutralen dagegen sollen nur  $\text{CH}_3$  bei der Erosion bilden können.

Die Bildung von  $\text{CH}_3$ -Radikalen auf der Oberfläche wird durch eine Bedeckung  $\Theta$

---

<sup>1</sup>Als Schichtdicken werden hier Kohlenstoffflächendichten angegeben.

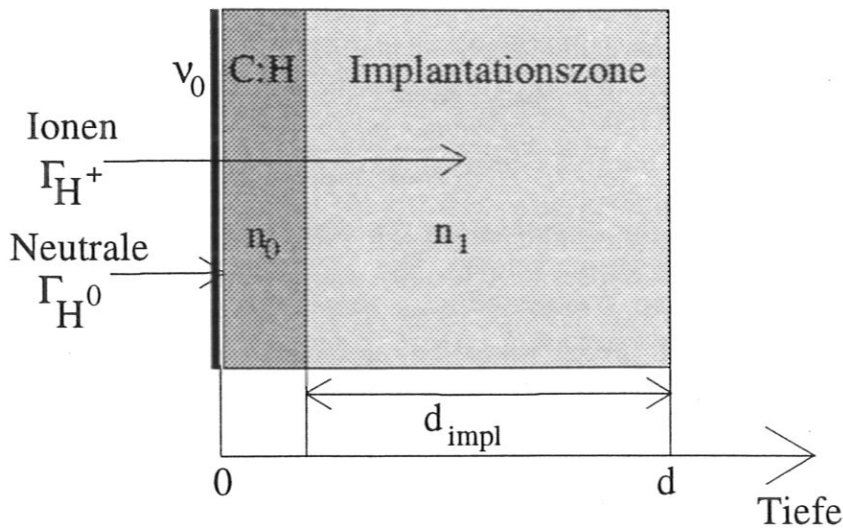


Abbildung 5.5: Die Aufteilung der plasmaexponierten Oberfläche in zwei Schichten.

beschrieben:

$$\partial_t \Theta = (1 - \Theta) \frac{1}{3} \frac{\Gamma_{H^0}}{\nu_0} - \Theta \cdot \Gamma_{H^+} \cdot \sigma_{st} - \frac{\Theta}{\tau} \quad (5.1)$$

Der erste Term beschreibt die Hydrierung von Kohlenstoff zu Methylgruppen durch atomaren Wasserstoff der Flußdichte  $\Gamma_{H^0}$ .  $\nu_0$  ist die Flächendichte der  $CH_3$ -Bildungsplätze. Der zweite Term gibt an, wieviel Wasserstoff ioneninduziert eingebaut wird („stiching“). Darin geht ein die Oberflächenbedeckung  $\Theta$ , die Ionenflußdichte  $\Gamma_{H^+}$  und ein Wirkungsquerschnitt  $\sigma_{st}$  für diesen Prozeß. Die Temperatur bestimmt eine begrenzte Aufenthaltsdauer  $\tau$  der adsorbierten Radikale. Damit wird der thermisch desorbierende Anteil im letzten Term beschrieben.

Der Aufbau der C:H-Schicht wird durch die folgende Differentialgleichung beschrieben:

$$\partial_t n_0 = r \cdot \Theta \cdot \Gamma_{H^+} \cdot \sigma_{st} \cdot \nu_0 - 4 \cdot f \cdot \Gamma_{H^+} \cdot Y_{CH_4} - \sigma_{C:H} \cdot f \cdot \Gamma_{H^+} \cdot n_0 \quad (5.2)$$

Der erste Term gibt wie in Gleichung 5.1 den Einbau von Wasserstoff an. Pro eingebautem  $CH_3$ -Radikal können maximal  $r$  Wasserstoffatome in die C:H-Schicht gelangen. Dies gibt das maximal mögliche H/C-Verhältnis in der C:H-Schicht vor. Der nächste Term zieht den Wasserstoff ab, der durch die Erosion durch Ionen als  $CH_4$  die Schicht verläßt. Der Einfachheit halber wird angenommen, daß nur der Anteil  $f$  der Ionen genügend Energie für eine Erosion in der Zwischenschicht deponiert. Das gleiche gilt für die Desorption von Wasserstoff in der Zwischenschicht durch schnelle Ionen. Diese beschreibt der letzte Term durch einen Wirkungsquerschnitt  $\sigma_{C:H}$ .

Die dritte Gleichung behandelt die Wasserstoffflußdichte  $n_1$  in der Implantationszone. Das Modell der lokalen Rekombination wurde hier auf ein Reservoir reduziert. Das gelöste Inventar, sowie thermische und ioneninduzierte Desorption wurden vernachlässigt.



Dafür wurde eine chemische Erosion berücksichtigt.

$$\begin{aligned} \partial_t n_1 = & \left(1 - \frac{n_1}{c_{max} \cdot d_{impl}}\right) \cdot (1 - f) \cdot \Gamma_{H^+} \\ & - 4 \cdot Y_{CH_4} \cdot \frac{n_1}{c_{max} \cdot d_{impl}} \cdot (1 - f) \cdot \Gamma_{H^+} \end{aligned} \quad (5.3)$$

Der erste Term beschreibt die Implantation von dem Anteil  $(1 - f)$  der Ionenflußdichte  $\Gamma_{H^+}$ , die in die Implantationszone gelangt. Der Sättigungseffekt wird erzielt, indem die maximale Konzentration von Wasserstoff  $c_{max}$  vorgegeben wird. Die Dicke (Kohlenstoff-flächendichte) der Implantationszone  $d_{impl}$  wird in der nächsten Gleichung (5.4) berechnet. Der zweite Term zieht den Anteil des Wasserstoffs ab, der durch die chemische Erosion verloren geht. Die Erosionsausbeute  $Y_{CH_4}$  wird mit dem Verhältnis von tatsächlichem Wasserstoffinventar zu maximalem Sättigungsinventar korrigiert, da sie nur für gesättigte Schichten bekannt ist.

Die Dicke der Implantationszone hängt vom Energieverlust in der polymerartigen Schicht und in der Implantationstiefe ab. Wird zur C:H-Schicht eine Monolage Kohlenstoffatome addiert, so kann eine Monolage am Ende der Implantationszone nicht mehr erreicht werden. Eine Desorption von Wasserstoff in der Zwischenschicht bewirkt, daß Kohlenstoffatome wieder mehr graphitischen Charakter bekommen und zur Implantationszone gerechnet werden können. Daraus ergibt sich die folgende Gleichung:

$$\partial_t d_{impl} = \frac{d - d_{impl}}{n_1} \cdot \sigma_{C:H} \cdot f \cdot \Gamma_{H^+} \cdot n_1 - \Theta \cdot \nu_0 \cdot \sigma_{st} \cdot \Gamma_{H^+} + Y_{CH_4} \cdot f \cdot \Gamma_{H^+} \quad (5.4)$$

Der erste Term beschreibt diesen Übergang von Kohlenstoffatomen aus der C:H-Schicht in die Implantationszone (siehe letzter Term in Gleichung 5.2). Der Term  $d - d_{impl}$  ist die Dicke der C:H-Schicht, der Vorfaktor  $\frac{d - d_{impl}}{n_1}$  also das reziproke tatsächliche H/C-Verhältnis in der C:H-Schicht. Die beiden anderen Terme geben den Zuwachs von Kohlenstoff durch Einbau von  $CH_3$ -Radikalen oder die Abtragung durch Erosion der Zwischenschicht an und sind schon in Gleichung 5.2 beschrieben.

Das hier vorgeschlagene Modell bietet eine Vielzahl von Parametern, die nicht alle exakt bekannt sind. Durch die Wahl von vernünftigen Größen ist es trotzdem möglich, die Größenordnung des implantierten Wasserstoffs zu berechnen und eine qualitative Diskussion der Ergebnisse anhand dieses Modells vorzunehmen:

$\Gamma_{H^+}$  Die gesamte Ionenflußdichte wurde in Kap.4.2.3 zu  $4 \cdot 10^{18} \frac{H^+}{s \cdot m^2}$  bestimmt. Es wird angenommen, daß lediglich die Hälfte der Ionen zu der Flußdichte  $\Gamma_{H^+}$  gerechnet werden kann. Dies entspricht nach der Energieverteilung in Kap.4.2.3 allen Ionen über einer Energie von etwa 70 eV pro Nukleon. Alle anderen Ionen werden zum Neutralenfluß gezählt.

$\Gamma_{H^0}$  Die Flußdichte von Neutralen ist in diesem Experiment unbekannt. Sie wurde abgeschätzt unter der Annahme, daß der schnelle Anstieg des Inventars in Abb.5.1 einem Einfang von Ionen und Neutralen zu 100% entspricht. Daraus ergibt sich ein Wert von  $1 \cdot 10^{19} \frac{H^0}{s \cdot m^2}$ .

- $\sigma_{C:H}$  Da die Wirkungsquerschnitte für ioneninduzierte Desorption bei verschiedenen C:H-Schichten sehr unterschiedlich sein können, wurde hier das Verhältnis des Desorptionsquerschnittes von Wasserstoffatomen durch 2.6 MeV  $^4\text{He}^+$  in der plasmaexponierten Oberfläche (Kap.5.1.2) zu dem in implantiertem Graphit (Kap.5.1.3) auf die Desorption durch niederenergetische Ionen übertragen. Die ioneninduzierte Desorption an implantiertem Graphit für kleine Ionenenergien sind von Wampler und Doyle über einen weiten Energiebereich linear interpoliert worden [Wampler und Doyle 1989]. Daraus wurde ein Wirkungsquerschnitt von  $10^{-21} \text{ m}^2$  bestimmt. Damit ist die Abschätzung für den Wirkungsquerschnitt  $\sigma_{C:H} = 6 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$ .
- $\sigma_{st}$  Der Wirkungsquerschnitt für den ioneninduzierten Einbau wird bei der Modellierung der Deposition von C:H-Schichten in der Größenordnung von  $10^{-19} \text{ m}^2$  angenommen [Möller et al. 1981, Möller 1993]. Es existieren auch Messungen, die erheblich höhere [Deutsch et al. 1988] und auch niedrigere [Kersten und Kroesen 1990] Wirkungsquerschnitte zeigen, so daß dieser Parameter sich etwas variieren ließe.
- $\tau$  Da die  $\text{CH}_3$ -Radikale auf der Oberfläche nicht von einem echten Adsorptionsprozeß stammen, sondern von einer Aufhydrierung, wird angenommen, daß die Aufenthaltsdauer von solchen Methylgruppen bei Raumtemperatur wesentlich größer ist als für Adsorbate im allgemeinen angenommen [Möller 1993]. Der Parameter wurde daher derart gewählt, daß die Ausbeute an desorbierten  $\text{CH}_3$ -Radikalen dem gemessenen und berechneten Wert von ca. 0.01 [Haasz und Davis 1986] entspricht. Bei 600 K kann mit  $\tau = 1 \text{ s}$  die beobachtete Reduzierung des Inventars in der Zwischenschicht beschrieben werden.
- $\nu_0$  Die Anzahl der Adsorbatplätze ist etwa eine Monolage Graphit, das sind etwa  $10^{19} \frac{\text{at}}{\text{m}^2}$ . Da EK98 kein kristalliner sondern ein relativ rauher Graphit ist, wurde willkürlich angenommen, daß fünf Monolagen als Adsorptionsplätze zur Verfügung stehen.
- $Y_{\text{CH}_4}$  Für die Erosionsausbeute für die chemische Erosion von Wasserstoff an Graphit wurde der Wert 0.01 angenommen, der Zerstäubungsmessungen von Ionen an Graphit entnommen wurde [Roth und Bohdanský 1987b].  $Y_{\text{CH}_4}$  wurde für die Implantationszone noch mit dem Verhältnis  $n_0/(d_{\text{impl}} \cdot c_{\text{max}})$  von tatsächlicher Wassermenge in der Implantationszone zu der maximal möglichen bei Sättigung korrigiert, da die angegebenen Ausbeuten nur für gesättigte Schichten gelten.
- $r$  Das H/C-Verhältnis muß sehr groß sein, da gemittelt über die gesamte Tiefe ein H/C-Verhältnis von 1.2 möglich ist. Bedenkt man, daß

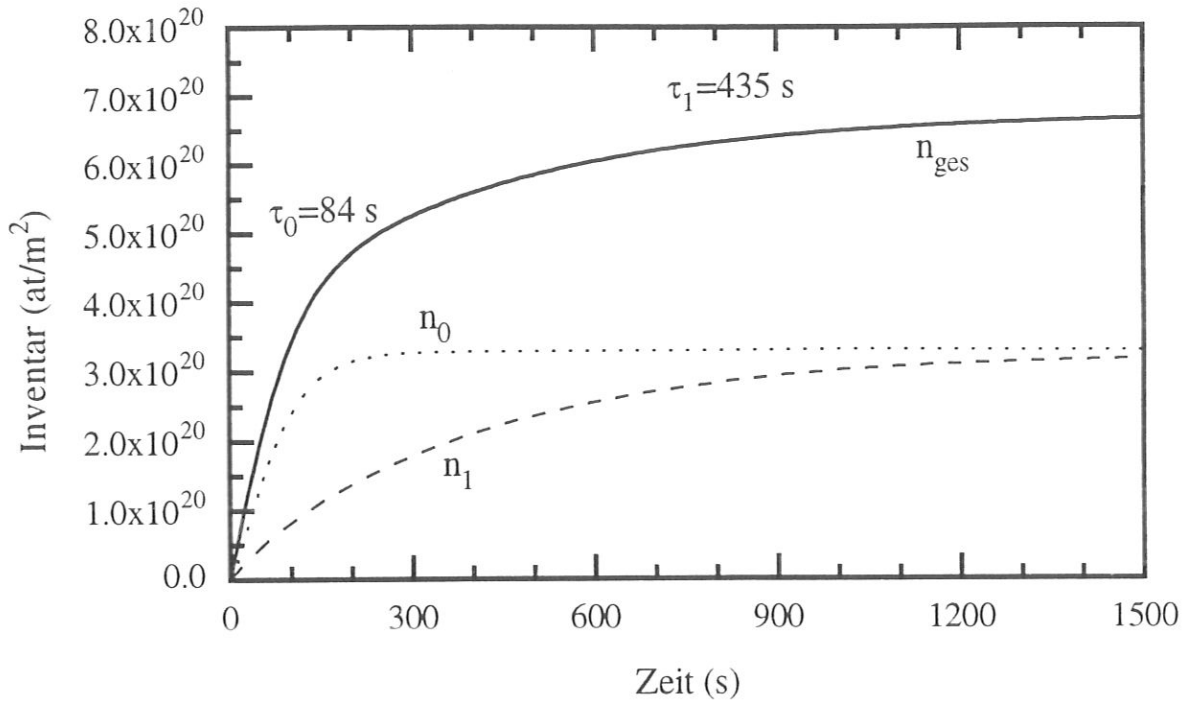


Abbildung 5.6: Das Wasserstoffinventar mit dem Zwei-Schichten-Modell berechnet. Die gestrichelten Linien geben den Verlauf des Inventars in der C:H-Schicht ( $n_0$ ) und in der Implantationszone ( $n_1$ ) wieder. Die Zeiten  $\tau_0$  und  $\tau_1$  sind durch Anpassung einer exponentiellen Annäherung an die gerechnete Kurve des zusammengesetzten Inventars entstanden.

$\text{CH}_3$ -Moleküle mit einem H/C-Verhältnis von 3 eingebaut werden, so läßt sich eine Annahme von  $r = 1.7$  rechtfertigen. Damit stellt sich im Gleichgewicht ein H/C-Verhältnis von 1.5 ein, was man bei deponierten polymerartigen Schichten durchaus beobachten kann [Jacob und Möller 1993]. Eine Änderung von  $r$  beeinflusst das Verhältnis von Wasserstoffmenge in der Zwischenschicht zu der in der Implantationszone erheblich.

$c_{max}$  Dafür wurde nach der Modellierung von Ionenstrahlimplantation der Wert 0.4 angenommen [Möller und Scherzer 1988].

$d$  Die maximale Tiefe für Wasserstoff der Energie 200 eV ist etwa 10 nm [Eckstein 1980], das entspricht einer Flächendichte von  $1 \cdot 10^{21} \frac{\text{C}}{\text{m}^2}$ .

Abb.5.6 zeigt das Ergebnis der numerischen Integration (Runge-Kutta Verfahren 4.Ordnung) des gekoppelten Differentialgleichungssystems. Die obere Kurve gibt das gesamte Inventar an, darunter das in der Implantationszone und das in der Zwischenschicht. Mit den gewählten Parametern ergibt sich eine gute qualitative und näherungsweise sogar quantitative Übereinstimmung mit den in Kap.5.1.1 dargestellten Messungen. Ein Anstieg

mit zwei verschiedenen Zeitkonstanten wird beobachtet, der sowohl die gemessene Wasserstoffmenge wiedergibt als auch die Größenordnung der Anstiegszeiten. Das berechnete Inventar in der Implantationszone unterscheidet sich nicht wesentlich von dem bei Ionenstrahlimplantation, wie auch in den Messungen beobachtet (siehe Abb.5.1 und Abb.5.2). Im Einklang mit den gemessenen Werten in Abb.5.1 ist auch der schnelle Anstieg auf das Sättigungsinventar in der Implantationszone und der langsamere in der Zwischenschicht. Die angegebenen Zeiten  $\tau_0$  und  $\tau_1$  sind wie in Abb.5.1 durch Vergleich einer exponentiellen Annäherung an das Sättigungsinventar mit der gerechneten Kurve des Gesamtinventars entstanden. Eine bessere Übereinstimmung von Modellrechnung und Messung ließe sich zwar durch Variieren der Parameter erreichen, führt aber zu keinem besseren Verständnis.

Die ioneninduzierte Desorption durch den Heliumstrahl bewirkt nun die Entleerung der wasserstoffreichen Polymerschicht und der Implantationszone. Der nachfolgende Plasmaschuss baut diese Zwischenschicht wieder langsam auf und füllt die Implantationszone wieder bis zum Sättigungsinventar. Die Zeitkonstante dafür liegt zwischen  $\tau_0$  und  $\tau_1$ , da beide Schichten bei der Desorption involviert sind.

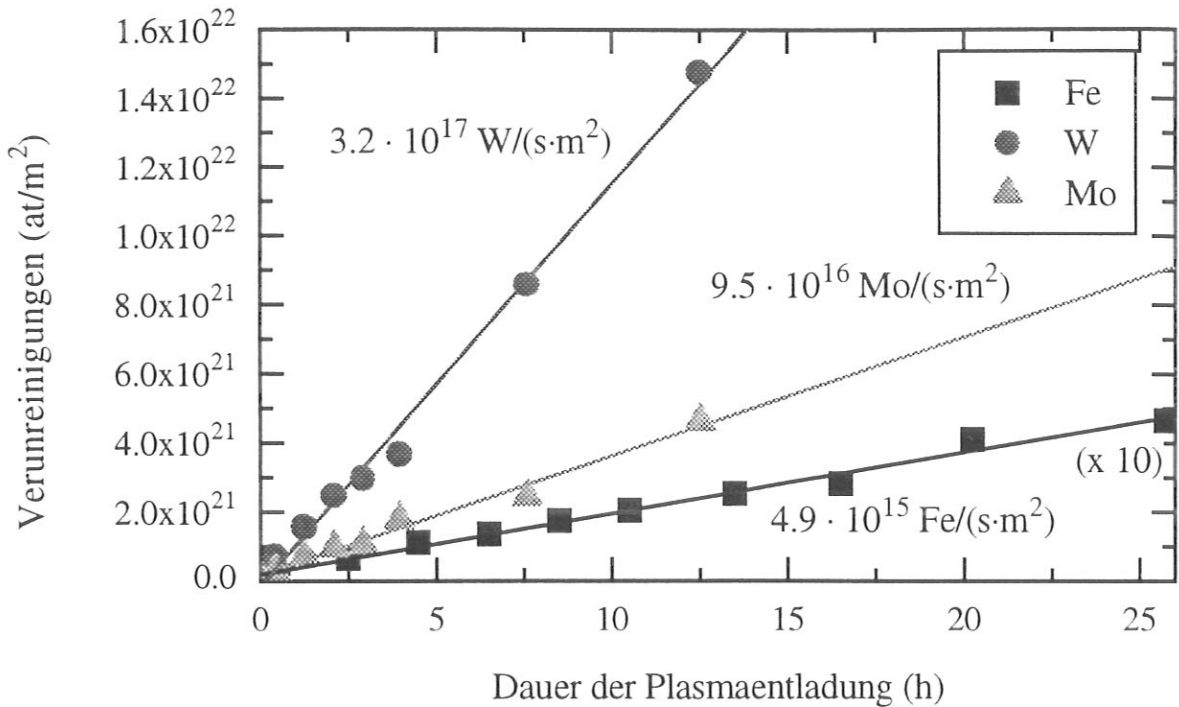


Abbildung 5.7: Das Anwachsen von metallischen Verunreinigungen auf der Graphitprobe. Das Eisen wurde mit einer Elektrodenabdeckung aus Stahl beobachtet. Wolfram und Molybdän stammen von einer zweiten Abdeckung, die mit diesen Elementen bedampft wurde.

## 5.2 Einfluß metallischer Verunreinigungen

### 5.2.1 Die Deposition auf Graphit

Während des Brennens der Plasmaentladung werden metallische Verunreinigungen auf den Kohlenstoff aufgebracht (siehe Abb.5.7): Die geerdete Elektrode, welche die Graphitprobe umgibt, wird durch die Wasserstoffionen im Plasma zerstäubt und die dabei ausgelösten Atome mit der Zeit auf der Probe deponiert. Durch die Wahl der Abdeckung der geerdeten Elektrode kann bestimmt werden, welche Elemente deponiert werden sollen. Es wurden Experimente mit einer Abdeckung aus Stahl aus Wolfram und Molybdän und einer aus Graphit durchgeführt. Abb.5.7 zeigt das Anwachsen der Verunreinigungskonzentration auf der Graphitprobe in der Mitte der jeweiligen Elektrode. Bei Verwendung der Graphitelektrode wurde das Anwachsen einer sehr harten C:H-Schicht beobachtet.

Die Zerstäubungsausbeute von Stahl bei Beschuß mit Deuterium der Energie 200 eV beträgt 0.01 [Eckstein et al. 1993]. Bei einer Fläche der geerdeten Elektrode von  $0.017 \text{ m}^2$  und einer Ionenflußdichte von  $2 \cdot 10^{17} \frac{D}{\text{s} \cdot \text{m}^2}$  gelangen dadurch  $1.7 \cdot 10^{13} \frac{Fe}{\text{s}}$  in das Plasma. Nimmt man an, daß diese Menge gleichmäßig auf die gesamten Wände der Plasmakammer verteilt wird, so trifft eine Flußdichte von  $5.5 \cdot 10^{15} \frac{Fe}{\text{s} \cdot \text{m}^2}$  auf die Graphitprobe. Dies ist etwa so viel wie mit der RBS-Analyse nachgewiesen wurde (siehe Abb.5.7). Die

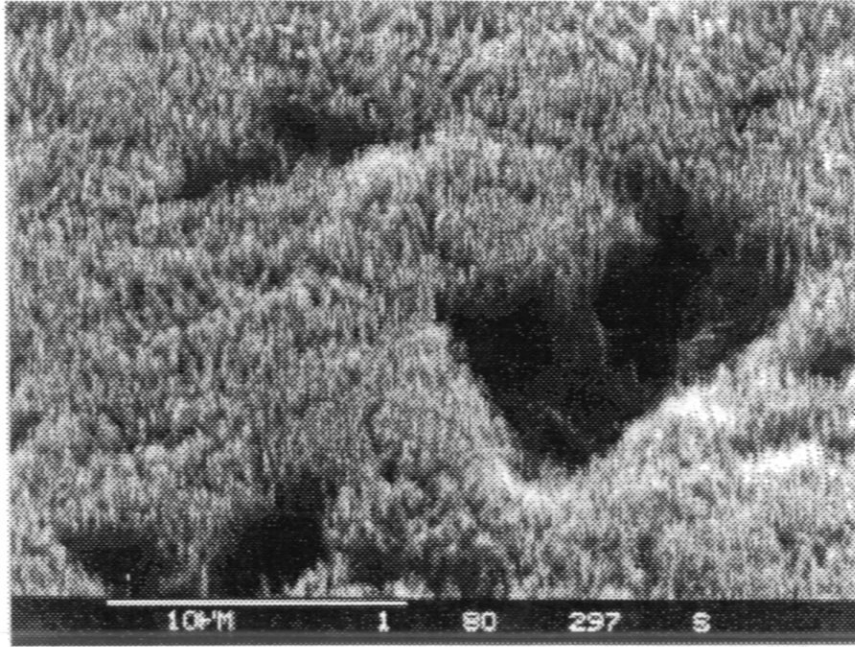


Abbildung 5.8: Eine Elektronenmikroskop-Aufnahme von der Oberfläche der Graphitprobe. Die Probe war etwa 10 Stunden dem Plasma ausgesetzt. Die umgebende Elektrode war aus Stahl.

Annahme der homogenen Verteilung ist gerechtfertigt, da die mittlere freie Weglänge eines Eisenatoms in Wasserstoff bei 10 Pa sehr klein ist (ca. 0.5 mm). Die Differenz zwischen dieser Abschätzung und der Messung in Abb.5.7 geht auf die Zerstäubungsausbeute zurück: Da zum einen die Energieverteilung der Ionen kompliziert ist, ist es schwierig eine Zerstäubungsausbeute anzugeben. Zum anderen kommt hinzu, daß Verunreinigungen im Plasma die Zerstäubungsausbeute unkontrolliert erhöhen. Letzteres zeigt sich darin, daß die Deposition von Wolfram und Molybdän schneller ist als die von Eisen (siehe Abb.5.7), obwohl die Zerstäubungsausbeute kleiner sein sollte [Eckstein et al. 1993].

Die Metalldeposition auf der Probe wurde mit der RBS-Technik *in-situ* bestimmt. Da man die einzelnen Bestandteile des Stahls (Eisen, Chrom, Nickel) mit RBS nicht trennen konnte, wurden die Probe nach dem Experiment *ex-situ* mit Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie, im folgenden mit XPS bezeichnet (von „x-ray photoelectron spectroscopy“), untersucht. Damit ließ sich nachweisen, daß im wesentlichen Eisen auf der Probe deponiert wurde.

### 5.2.2 Die Struktur der Oberfläche

Durch die Deposition der metallischen Verunreinigungen entsteht auf der Oberfläche eine Nadelstruktur. Abb.5.8 und Abb.5.9 zeigen Elektronenmikroskop-Aufnahmen der Graphitoberfläche nach 10 Stunden Plasmaexposition in verschiedener Vergrößerung <sup>2</sup>. Sowohl

<sup>2</sup>Die Aufnahmen wurden bei Dr.H.Klinge, München durchgeführt.

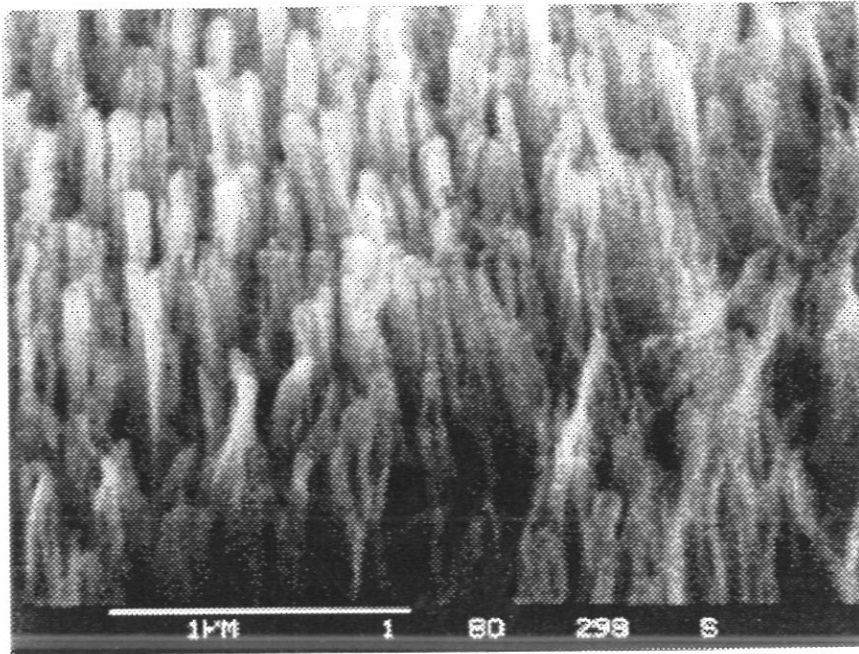


Abbildung 5.9: Eine Vergrößerung von Abb.5.8.

Eisen- wie auch Wolfram- und Molybdän-Verunreinigungen bewirken eine solchartige Struktur.

Aus dem Spektrum der während der Elektronenmikroskopie emittierten Röntgenstrahlung läßt sich erkennen, daß in der Spitze der Nadeln die Konzentration an Verunreinigungen höher ist. Dies wird auch durch Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie (XPS) deutlich, wenn man mit einer Ionenquelle Schicht für Schicht zerstäubt und somit die jeweils darunterliegende für das oberflächenempfindliche XPS zugänglich macht. Die RBS-Messungen ergeben, daß die Verunreinigungskonzentration an der Spitze  $\leq 10\%$  ist.

Nadelstrukturen entstehen bei gleichzeitigem Auftreffen von Verunreinigungsatomen zusammen mit Ionen, welche die Oberfläche zerstäuben [Wehner und Hajicek 1971, Hauffe 1991]. Dieser Effekt ist nicht durch die unterschiedliche Erosion von Probe und Verunreinigungen bedingt, sondern durch die Beweglichkeit der Verunreinigungen auf der Probe [Wehner und Hajicek 1971, Kaufman und Robinson 1979, Robinson und Rossnagel 1982]. Bei Metallverunreinigungen auf Metallsubstraten ist der Schmelzpunkt die entscheidende Größe [Wehner 1985]. Bei Beschuß einer Kohlenstoffoberfläche mit Ionenstrahlen und Eisenverunreinigungen entsteht allerdings keine Erosionsstruktur, sondern die Verunreinigungen werden deponiert, die Nadeln wachsen auf [Robinson und Rossnagel 1982]. Bei der Plasmaexposition, also bei Einwirken von Ionen und thermischen Neutralen, die den Graphit genauso effektiv wie Ionen chemisch erodieren, zeigt sich jedoch, daß die gesamte Graphitprobe, am Fuß der Nadeln gemessen, mit im Mittel etwa  $0.1 \text{ nm/s}$  abgetragen wird. Der mit Eisen verunreinigte Graphit an der Spitze der Nadeln wird mit im Mittel etwa  $0.07 \text{ nm/s}$  langsamer erodiert. Von daher ist anzunehmen, daß die verschieden starke Erosion von Eisen und Graphit der Hauptgrund

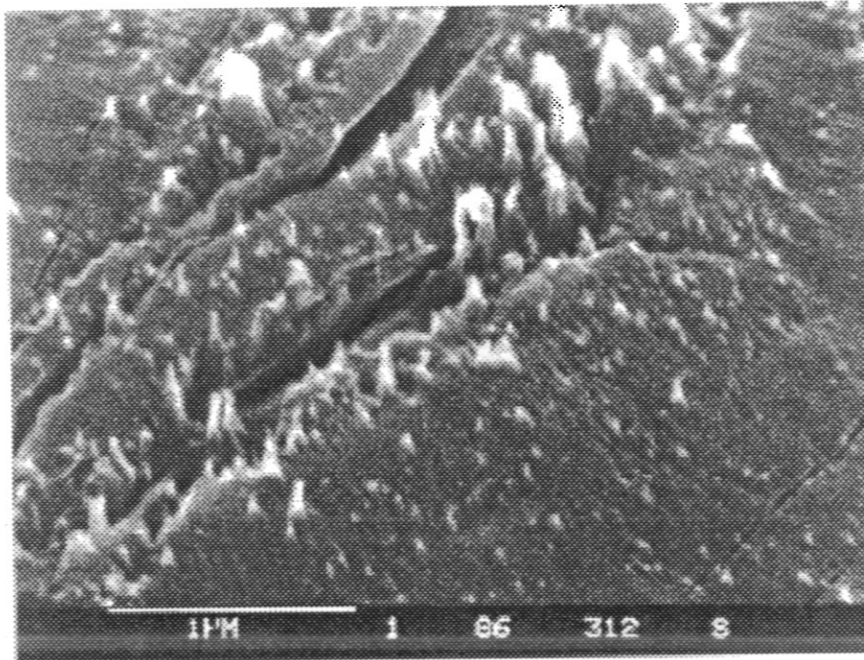


Abbildung 5.10: Der Strahlfleck des Analysestrahls auf der Graphitprobe. Diese Probe war etwa acht Stunden dem Plasma ausgesetzt, wurde allerdings zwischendurch mehrmals auf 1000 K aufgeheizt, um das Nadelwachstum zu verzögern. Die umgebende Elektrode war aus Stahl.

für die Entstehung der Nadelstruktur ist. Eine Diffusion und Agglomeration der Eisenatome muß allerdings dazu beitragen, daß Nadeln von der beobachteten Dicke von ca. 100 nm entstehen.

Betrachtet man den Strahlfleck des Analysestrahls (siehe Abb.5.10<sup>3</sup>), so kann man dort deutlich eine höhere Schädigung des Graphits erkennen. An diesen Stellen, wo die Strahlenschäden am größten sind, beginnt das Nadelwachstum. XPS-Messungen zeigen, daß die Metalle in chemisch reiner Form vorliegen. Es entstehen nur wenig Karbide, d.h., die Metalle werden überwiegend an Fehlstellen oder Strahlenschäden eingefangen, nicht aber chemisch gebunden. Offensichtlich dienen wohl Strahlenschäden als Kondensationskeime für die Ansammlung von Metallatomen. Heizt man den Graphit auf hohe Temperaturen, so verzögert sich der Beginn des Nadelwachstums. Bei Plasmaentladungen mit einer Proben temperatur von 600 K sind Nadeln erst nach zehn Stunden zu erkennen, bei Raumtemperatur dagegen schon nach vier. Bekannt ist, daß eine Strukturänderung durch Strahlenschäden bei erhöhten Temperaturen sich erst bei höheren Fluenzen einstellt [Niwase et al. 1988]. Von daher kann man annehmen, daß sich bei 600 K Kondensationskeime erst nach längerer Plasmaexposition bilden.



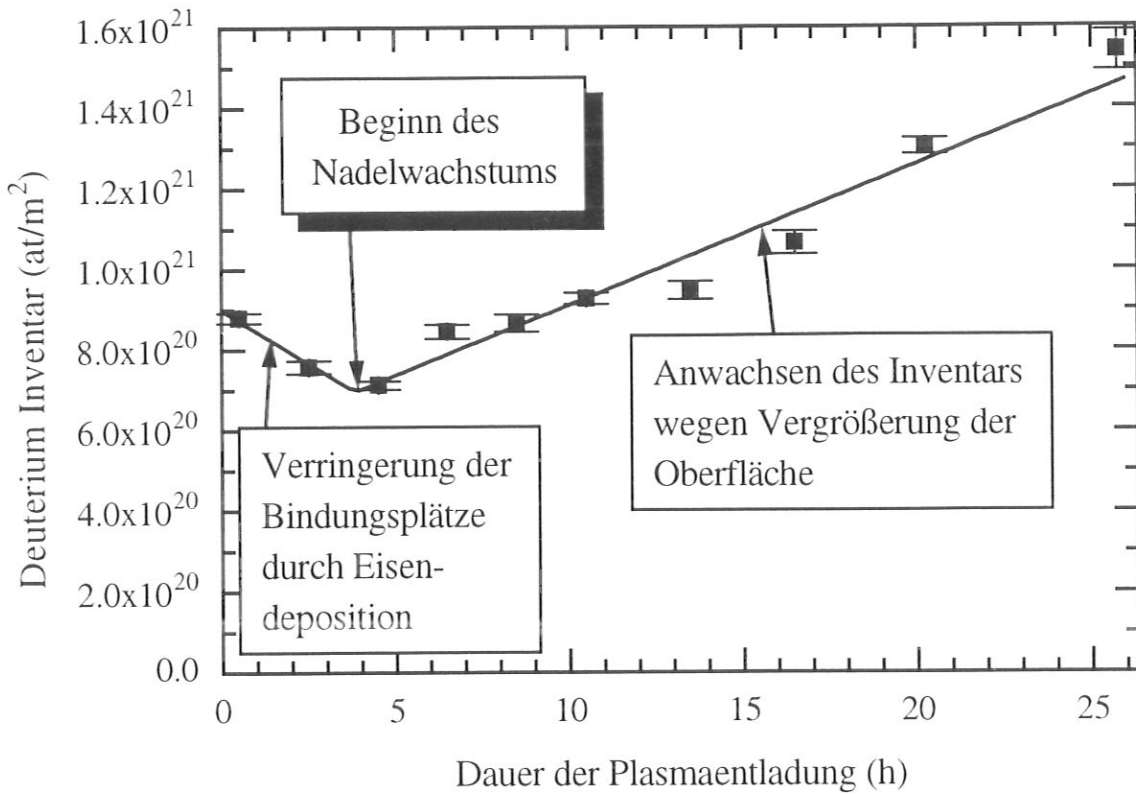


Abbildung 5.11: Das gesamte Wasserstoffinventar in Abhängigkeit von der Dauer der Plasmaexposition. Jeder Datenpunkt entspricht einer über 10 Zyklen gemittelten Messung.

### 5.2.3 Der Einfluß auf das Wasserstoffinventar

Es ist zu erwarten, daß mit der Vergrößerung der Oberfläche ein Anstieg des Deuteriuminventars verbunden ist. Dies ist in Abb.5.11 für eine Graphitprobe mit Stahlelektrode zu sehen: Das Nadelwachstum setzt etwa nach vier Stunden ein, nämlich genau dann, wenn der Anstieg des Inventars beginnt. Danach steigt die während eines Plasmazyklus maximal erreichte Deuteriumkonzentration unaufhaltsam an. Ein Sättigungseffekt auf dieser Zeitskala von mehreren Stunden wurde nicht beobachtet, d.h., mit zunehmendem Nadelwachstum sind sehr viel höhere Wasserstoffflächendichten ( $\geq 1.6 \cdot 10^{21} \frac{D}{m^2}$ ) erreichbar als bei Ionenstrahlimplantation.

Am Anfang des Experiments bis zu einer Dauer der Plasmaentladungen von vier Stunden ist noch kein Nadelwachstum zu beobachten. In diesem Stadium sinkt die Deuteriumkonzentration. Diese Phase läßt sich verlängern, indem man durch Aufheizen der Probe den Beginn des Nadelwachstums verzögert. Es ist anzunehmen, daß die Verringerung des Deuteriuminventars über die Zeit von vier Stunden hinaus andauert, jedoch von dem Anstieg aufgrund der Oberflächenvergrößerung überdeckt wird. Der erhöhte Wirkungs-

<sup>3</sup>Die Aufnahme wurde bei Dr.H.Klinge, München, durchgeführt.

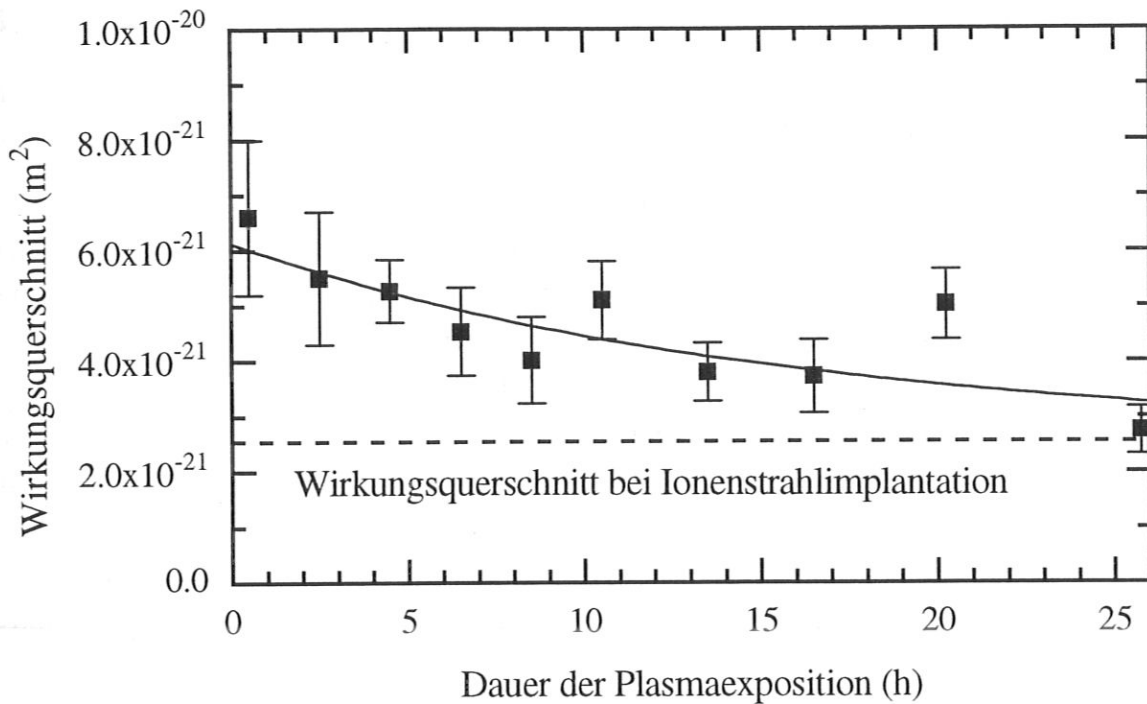


Abbildung 5.12: Der Wirkungsquerschnitt für die ioneninduzierte Desorption. Diese Probe war von Beginn an leicht verunreinigt, daher ist der Wirkungsquerschnitt am Anfang kleiner als bei der in Kap.5.1.1 vorgestellten Messung.

querschnitt für die Desorption fällt mit zunehmender Dauer der Plasmaexposition ab bis auf den Wert der ioneninduzierten Desorption an mit Ionenstrahlen implantierten Graphiten (siehe Abb.5.12).

Der Einfluß der Metalle auf das Wasserstoffinventar betrifft also die Struktur der Zwischenschicht. Nimmt man an, ein Metallatom besetze einen Bindungsplatz für eine Methylgruppe, so bedeutet dies, daß pro deponiertem Eisenatom drei Wasserstoffatome weniger gebunden werden. Bis zur Dauer von vier Stunden gibt die in Abb.5.11 eingezeichnete Kurve die entsprechende Abnahme des Inventars an, danach ist ein linearer Anstieg an die Daten angepaßt, der die Vergrößerung der Oberfläche berücksichtigt. Durch die Reduktion der Methylgruppen kann nicht mehr so viel CH<sub>3</sub> ioneninduziert eingebaut werden. Dadurch nimmt der polymerartige Charakter der Zwischenschicht ab. Dies zeigt sich in der Abnahme des Wirkungsquerschnitts. Letztendlich entsteht eine Oberfläche, wie man sie von der Implantation mit Ionen erwartet.

Bei Verwendung der Wolframelektrode konnte keine anfängliche Abnahme beobachtet werden. Da ein Unterschied im chemischen Bindungszustand von Wolfram im Vergleich zu Eisen durch XPS-Messungen nicht festgestellt werden konnte, alle Metalle lagen in überwiegend reiner Form vor, ist dies wohl nicht auf ein anderes Verhalten dieses Metalls zurückzuführen. Vielmehr könnte ein Grund sein, daß das Anwachsen der Nadelstruktur bei Wolfram wesentlich früher beginnt, da die Verunreinigungskonzentrationen auf

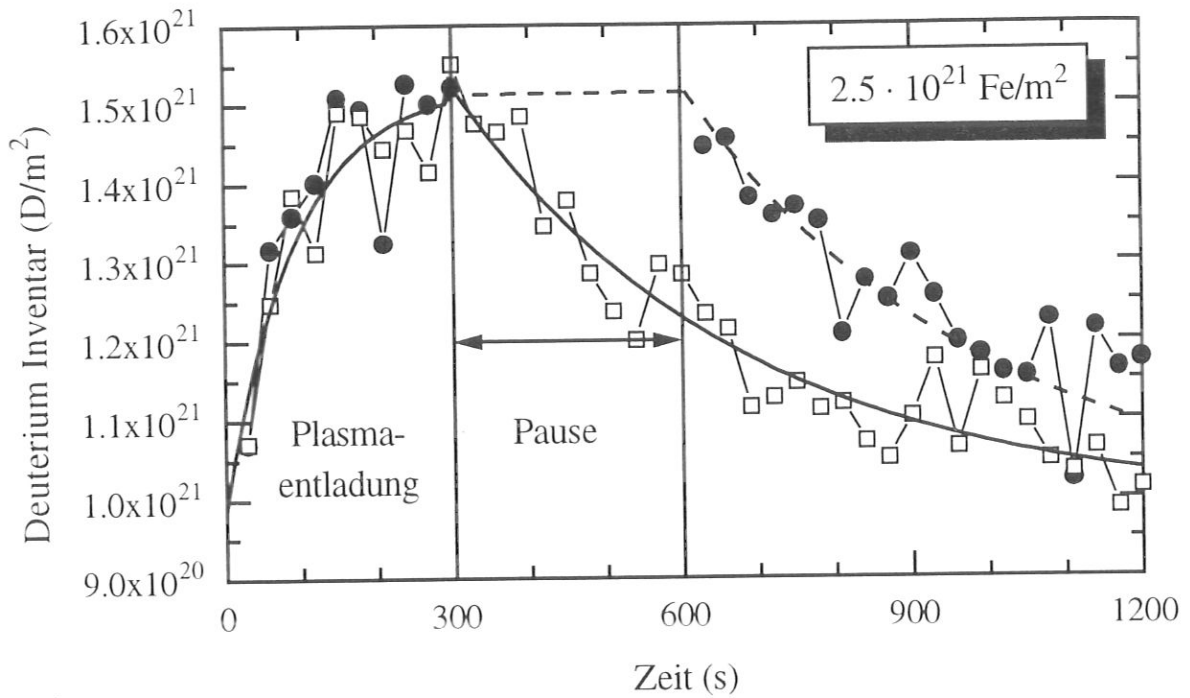


Abbildung 5.13: Die gleiche Messung wie in Kap.5.1.2, allerdings nach 13 h Plasmaexposition. Auf der Oberfläche befinden sich nun  $2.5 \cdot 10^{21} \text{ Fe/m}^2$ . (schwarze Punkte mit Pause, offene Quadrate ohne Pause).

der Probe sehr viel höher sind. Eine Aufnahme im Elektronenmikroskop bei niedriger Wolframkonzentration wurde nicht durchgeführt.

Wie oben schon erwähnt, baute sich bei einer Graphitelektrode eine sehr harte a-C:H-Schicht auf, die sich durch sehr geringe Wasserstoffkonzentrationen auszeichnete. Lange andauernde Messungen an reinem Graphit konnten also nicht durchgeführt werden.

Überprüft wurde an dem verunreinigten Graphit letztendlich die Vermutung, daß metallische Verunreinigungen für ein dynamisches Inventar verantwortlich sind [Jandl 1993]. Die Abnahme des Wirkungsquerschnitts könnte darauf beruhen, daß das bislang desorbierte Inventar bei der Präsenz von Verunreinigungen mobil wird und spontan emittiert wird. Daher wurde das Experiment von Kap.5.1.2 nach 25 Stunden Plasmaexposition noch einmal wiederholt. Das Ergebnis zeigt Abb.5.13. Aufgrund des höheren Inventars zeigt diese Messung noch akurater, daß kein dynamisches Inventar bei Plasmaexposition zu beobachten ist. Die Vermutung von Jandl konnte also nicht bestätigt werden.

## 5.3 Messungen bei erhöhter Temperatur

Die letzten beiden Kapitel haben das Aufsammeln und die Reemission von reinem und verunreinigtem Graphit bei Plasmaexposition mit niedrigen Ionenenergien gezeigt. Ein dynamisches Inventar, wie in Fusionsexperimenten, wurde nicht beobachtet. Der Grund dafür könnte die Temperatur sein, da in Fusionsexperimenten die Wand oder auch nur die stark belasteten Teile der Wand oft auf leicht erhöhter Temperatur (ca. 600 K) gehalten werden, die bisherigen Untersuchungen dagegen alle bei Raumtemperatur durchgeführt wurden. Es ist gut vorstellbar, daß ein Inventar, das sich leicht durch Ionenstrahlen desorbieren läßt, schon bei wenig erhöhten Temperaturen mobil wird. Im Zwei-Schichten-Modell kann die C:H-Schicht instabil werden, d.h., daß durch verringerte Bindungsenergien oder durch eine Veränderung der Struktur nach Abschalten des Plasmas spontan Wasserstoff emittiert wird.

### 5.3.1 Ionenstrahlimplantation

Eine Schwierigkeit, das dynamische Inventar bei Ionenstrahlen nachzuweisen, ist die geringe Menge. Nur 10 % des Gesamtinventars reichen aus, um den Effekt des Wandpumpens in JET zu erklären [Ehrenberg und Harbour 1991]. Diese 10 % sind mit Ionenstrahlanalyseverfahren nur sehr schwer nachzuweisen. Es existieren bisher keine Messungen bei 600 K, die solch ein dynamisches Inventar widerlegen. Daher wurden zunächst Messungen mit Ionenstrahlimplantation an der in Kap.4.3 beschriebenen Apparatur durchgeführt. Zwei Möglichkeiten, ein dynamisches Inventar zu finden, wurden untersucht: Entweder ist nur ein sehr kleiner Anteil des Inventars mobil oder es wird so langsam emittiert, daß in den Fusionsexperimenten nur ein kleiner Anteil beobachtet wird bevor die nächste Plasmaentladung statt findet.

Es wurde pyrolytischer Graphit verwendet. Die Implantation wurde sowohl mit 300 eV als auch mit 6 keV  $D_3^+$  durchgeführt. Der Graphit wurde zuerst auf 1000 K ausgeheizt, um einen Einfluß von adsorbierten Molekülen zu vermeiden. Danach wurde er bei 600 K bis zur Sättigung implantiert. Das Erreichen der Sättigung wurde durch Ionenstrahlanalyse festgestellt. Das Sättigungsinventar ist bei 600 K niedriger als bei Raumtemperatur. Die Abnahme des Wasserstoffinventars mit der Zeit nach Abschalten des Implantationsstrahls ist in Abb.5.14 dargestellt. Die Graphitprobe wurde dabei die gesamte Dauer auf 600 K gehalten. Die durchgezogene Linie für die Messung mit hoher Implantationsenergie zeigt einen an die Daten angepaßten exponentiellen Abfall. Daraus erhält man eine obere Abschätzung für ein dynamisches Inventar:

$$n = (3.035 \pm 0.023) - (0.05 \pm 0.12) \cdot e^{-t/(4 \pm 26)h} \cdot 10^{21} \frac{D}{m^2}.$$

Dies sind weniger als 5.7 %. An die Daten für den mit 300 eV implantierten Graphit ist keine Anpassung einer Exponentialfunktion möglich. Existiert ein dynamisches Inventar, so ist ein Anteil von 10% vom gesamten Inventar (gestrichelte Linie) nicht mehr innerhalb der Fehlergrenzen. Die Fehler der einzelnen Meßpunkte sind kleiner als die Größe der Quadrate. Die durchgezogene Linie ist die Mittelung über alle Daten.

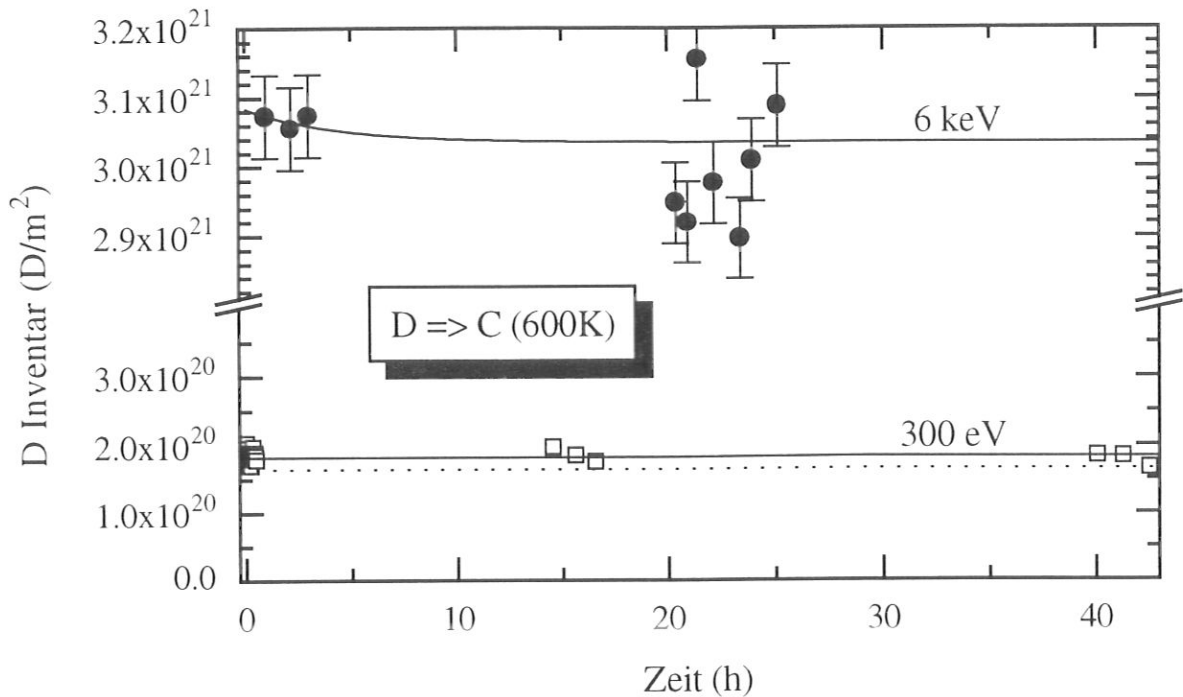


Abbildung 5.14: Die zeitliche Entwicklung des Inventars nach Implantation mit Ionenstrahlen, einmal der Energie 6 keV (schwarze Punkte) und einmal 300 eV pro Deuteron (offene Quadrate). Die durchgezogene Linie gibt bei 6 keV einen exponentiellen Abfall, bei 300 eV den Mittelwert an. Die gestrichelte Linie zeigt das erwartete dynamische Inventar von 10 % bei Implantation mit 300 eV.

### 5.3.2 Plasmaexposition

Eine Messung an reinem Graphit mit Plasmaexposition zeigt Abb.5.15. Der gleiche Test auf ioneninduziert desorbiertes bzw. dynamisches Inventar wie in Kap.5.1.2 wurde durchgeführt: ein Meßzyklus, bei dem die Ionenstrahlanalyse für 300 s nach der Plasmaentladung ausgesetzt wurde, verglichen mit einem ohne Unterbrechung. Die nachgewiesenen Mengen von Deuterium sind sehr klein. Dafür sind zwei Effekte verantwortlich: In der Implantationszone ist die Rekombination von Wasserstoff zu Molekülen gegenüber dem Einfang bevorzugt [Möller und Scherzer 1988]. Auf der Zwischenschicht, wird die Verweilzeit  $\tau$  von Adsorbaten kleiner. Dadurch sinkt die Aufwachsrate und der Wasserstoffgehalt [von Keudell 1992, von Keudell et al. 1993, Möller 1993].

Aufgrund des kleinen Inventars sind die statistischen Schwankungen sehr groß. Die Abb.5.15 zeigt zwar, daß die Messung durch ioneninduzierte Desorption allein erklärbar ist, eine obere Abschätzung für ein dynamisches Inventar ist jedoch größer als 10% des Gesamtinventars, da die Fehler der einzelnen Meßpunkte sehr groß sind. Der Wirkungsquerschnitt für die ioneninduzierte Desorption wird zudem mit  $(3.2 \pm 1.4) \cdot 10^{-16} \text{ m}^2$  noch größer ist als bei Raumtemperatur. Dies ist zu erwarten, da der Wasserstoff schon einen Teil thermischer Energie besitzt. Dadurch läßt sich ein dynamisches schwerer von einem

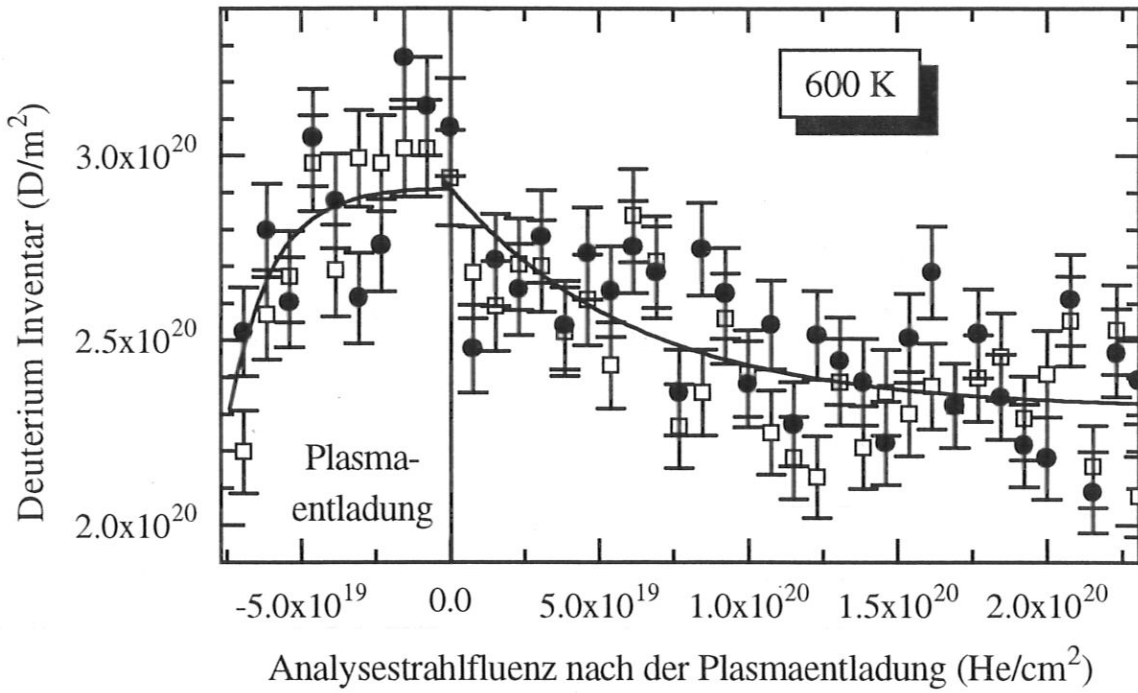


Abbildung 5.15: Ein Meßzyklus ist dargestellt, bei dem nach 300 s Plasmaentladung eine ebensolange Pause bei der Analyse mit dem hochenergetischen Ionenstrahl eingelegt wurde (schwarze Punkte). Verglichen mit einem ohne Pause (offene Quadrate) zeigt er, daß kein dynamisches Inventar zu beobachten ist.

ioneninduziert desorbierten Inventar trennen.

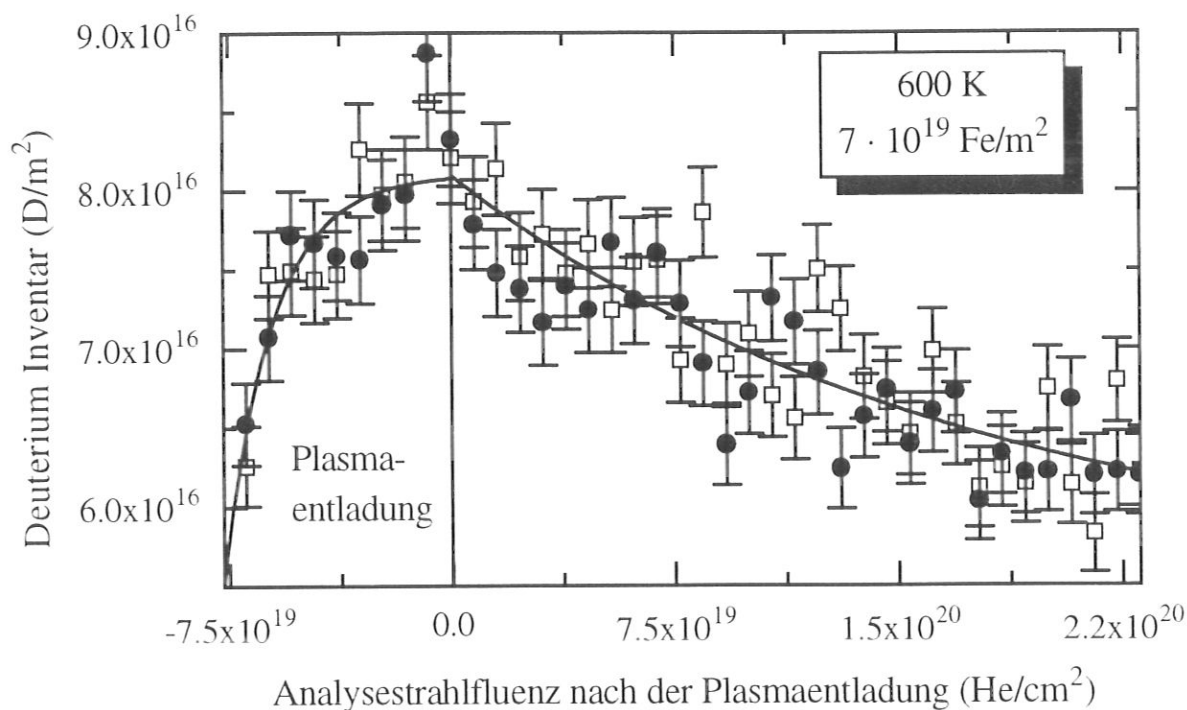


Abbildung 5.16: Die gleiche Messung wie in Abb.5.15. nach 16 Stunden Plasmaentladung bei 600 K. Auf der Probe sind  $7 \cdot 10^{19} \frac{Fe}{m^2}$  Eisen deponiert.

### 5.3.3 Metallverunreinigung und Plasmaexposition

Bei den Messungen mit Metallverunreinigungen läßt sich die vergrößerte Oberfläche aufgrund des Nadelwachstums nutzen. Je länger die Plasmaexposition dauert, desto höher wird das Inventar. Dadurch verbessert sich die Meßgenauigkeit. Abb.5.16 zeigt eine Messung nach 16 Stunden Plasmaexposition. Daraus kann man entnehmen, daß ein dynamisches Inventar kleiner als 6 % ist.

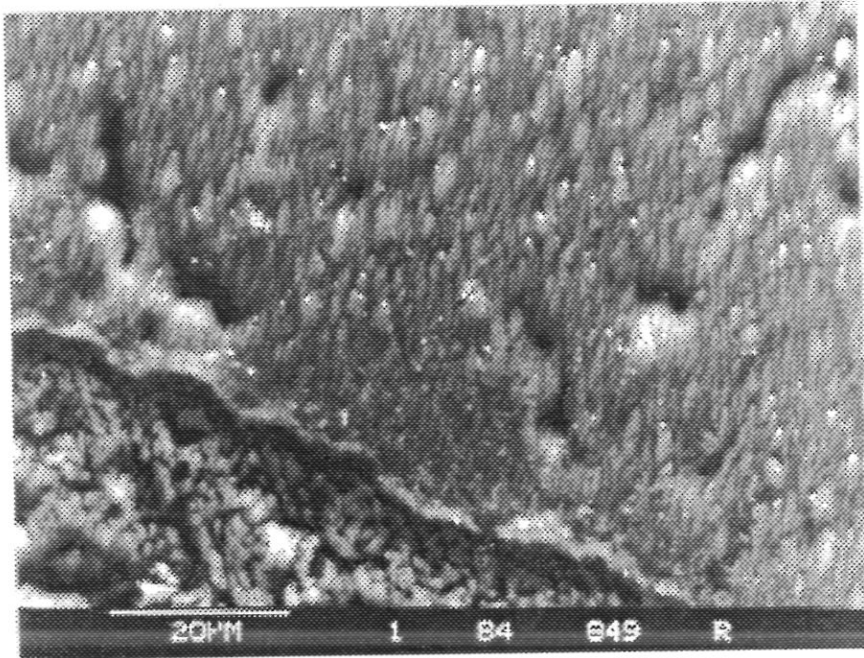


Abbildung 5.17: Eine Aufnahme der Divertorplatte von ASDEX Upgrade an einer Stelle, wo viel Kupfer deponiert wurde.

## 5.4 Dynamisches Inventar

Im diesem Kapitel soll nun versucht werden, die neu gewonnenen Ergebnisse auf die Plasma-Wand Wechselwirkung in einem Fusionsexperiment zu übertragen. Dabei soll gezeigt werden, daß die meisten Phänomene, die bisher einem dynamischen Inventar zugeschrieben wurden, durch das Zwei-Schichten-Modell ohne spontane Wasserstoffemission erklärt werden können.

Der Teilchenfluß auf die Wände eines Fusionsexperiments kann lokal extrem unterschiedlich sein. Daher entwickelt sich durch Erosion und Redeposition eine sehr inhomogene Wand. Eine Teilchenbilanz, wie sie zum Beispiel in JET [Ehrenberg 1989] oder TORE SUPRA [Grisolia et al. 1992] bisher aufgestellt wurden, mittelt jedoch über die gesamte Wand. Man nimmt also an, daß die Plasma-Wand Wechselwirkung von den am stärksten belasteten Wandteilen dominiert wird. Dies sind die Limiter oder die Divertorplatten (siehe Abb.1.1). Die Verunreinigungskonzentrationen auf diesen Wandteilen haben ähnliche Größenordnung wie die auf den Graphitproben aus der HF-Plasmakammer. Auch der chemische Bindungszustand der Verunreinigungen und die Oberflächenrauigkeit stimmt zumindest zu Beginn der Plasmaexposition überein. Unter bestimmten Bedingungen kann in Fusionsexperimenten sogar eine Nadelstruktur entstehen. Abb.5.17<sup>4</sup> zeigt eine Divertorplatte aus Graphit, auf die durch das Plasma Kupfer deponiert wurde. Da das Plasma hier unter einem kleinen Winkel zur Oberfläche auftrifft, ist die Richtung der Nadeln fast

<sup>4</sup>Diese Aufnahme wurde mir freundlicherweise von Dr.C.Garcia-Rosales zur Verfügung gestellt.



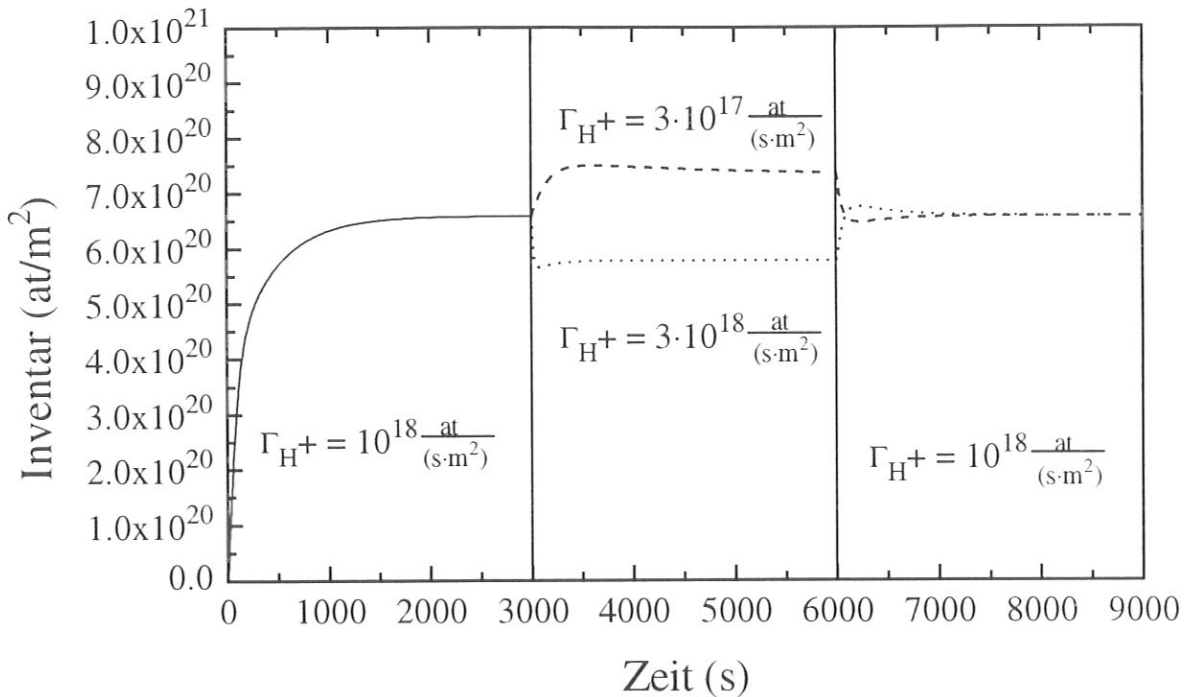


Abbildung 5.18: Das Inventar bei Plasmaexposition nach dem Zwei-Schichten-Modell. Bei  $t = 3000 \text{ s}$  wird die Ionenflußdichte um den Faktor 3 erniedrigt bzw. erhöht, bei  $t = 6000 \text{ s}$  wieder auf den alten Wert gesetzt. Der Fluß des neutralen Wasserstoffs wird konstant gehalten.

horizontal.

Auf Grund der Untersuchungen an der Plasmakammer soll nun angenommen werden, daß überall dort sich eine C:H-Schicht ausbilden kann, wo wenig verunreinigter Graphit mit der Randschicht des Plasmas in Berührung kommt. Wegen der inhomogenen Verteilung der Flüsse von Ionen und Neutralen auf die Wände muß man davon ausgehen, daß diese Schichten sehr unterschiedliche Eigenschaften haben können. Die Konsequenz der Ausbildung einer solchen wasserstoffreichen Schicht auf der Wand eines Fusionsexperimentes ist, daß das Aufsammeln der Graphitwände von dem Wandfluß von Ionen und thermischen Neutralen abhängig ist. Dies macht die Rechnung nach dem Zwei-Schichten-Modell in Abb.5.18 deutlich. In dieser Rechnung wird nach 3000 s der Ionenfluß verändert. Bei Erniedrigung nimmt das Wasserstoffinventar zu. Erhöht man den Fluß, so sinkt das Wasserstoffinventar auf ein niedrigeres Niveau. Sobald der Fluß wieder den ursprünglichen Wert erhält (bei  $t = 6000 \text{ s}$ ) erreicht auch das Inventar wieder den alten Wert vor der Flußänderung. Eine Flußabhängigkeit des Inventars beobachtet man auch in Fusionsexperimenten.

Versucht man dieses Verhalten durch die Implantation mit Ionen nach dem Modell der lokalen Rekombination [Möller und Scherzer 1988] oder dem Zwei-Regionen-Modell [Haasz et al. 1995] zu beschreiben, so stellt man fest, daß in diesem Fall die Wand mit

einer extrem kleinen Zeitkonstante auf die Flußänderung reagiert und sehr schnell wieder den Recycling-Koeffizienten  $R = 1$  einstellt. Schließlich beobachtet man bei Implantation mit Ionenstrahlen im Experiment bis zu relativ hohen Flußdichten von  $10^{20} \text{ at}/(\text{s} \cdot \text{m}^2)$  hin keine Flußabhängigkeit des Wasserstoffinventars [Davis et al. 1990]. Eine langsame Änderung des Wandinventars in Fusionsexperimenten wurde daher oft als diffundierendes, „dynamisches“ Inventar interpretiert.

Eine Erklärung findet sich auch für das Verschiebe-Experiment [Winter 1987a, Winter 1987b, Ehrenberg 1989, Ehrenberg und Harbour 1991, Grisolia et al. 1992]: Dabei wird das Plasma aus der Normallage an die innere Wand geschoben. Die Begrenzung des Plasmas, also die Stelle an der die Plasma-Wand Wechselwirkung im wesentlichen stattfindet, ist in der Normallage der äußere Limiter. An der inneren Wand begrenzen die dort installierten Graphitkacheln (JET, TORE SUPRA) bzw. die C:H-Beschichtung der inneren Wand (TEXTOR) das Plasma. Bei der Verschiebung vom äußeren Limiter zur inneren Wand beobachtet man einen langsamen Rückgang der Plasmadichte (Zeitkonstante in der Größenordnung von 1 s), d.h. die Wand nimmt Wasserstoff auf. Fährt man das Plasma wieder zurück in die Normallage, so gewinnt man soviel Wasserstoff zurück, wie die Wand vorher gepumpt hat. Dies war nicht nur ein Indiz für ein dynamisches Inventar, es zeigt auch, daß sich die innere Wand und der in der Normallage begrenzende Limiter unterschiedliche Eigenschaften haben. Ein wesentlicher Unterschied ist, daß die innere Wand weniger mit Metallen verunreinigt ist als der Limiter.

Das Zwei-Schichten-Modell sagt genau dieses Verhalten voraus: An der inneren Wand kann sich eine C:H-Schicht ausbilden, auf dem Limiter wegen der Verunreinigungen nicht. Sobald das Plasma in Richtung Wand geschoben wird, erhöht sich der Teilchenfluß auf die innere Wand. Das bedeutet ein Anwachsen der C:H-Schicht, d.h., die Wand nimmt Wasserstoff auf. Fährt man das Plasma wieder zurück, so nimmt der Fluß ab und damit auch das Wasserstoffinventar der Schicht. Das von dieser C:H-Schicht gepumpte Wasserstoffinventar wird also wieder freigesetzt.

Als letzter Punkt soll das Ausgasen der Wände am Ende einer Entladung diskutiert werden. Nach Abschalten der Entladung emittieren die Wände eines Fusionsexperiments Wasserstoff. Bei Ionenimplantation erwartet man dagegen, daß sobald der Ionenfluß aufhört, die Emission aus den Wänden ebenfalls stoppt. Am Ende einer Plasmaentladung fließt der gesamte Inhalt des Plasmas auf die Wand. Durch den erhöhten Teilchenstrom nimmt das Wasserstoffinventar in der Wand ab, d.h., durch diese Desorption wird effektiv Wasserstoff von der Wand emittiert. In einer C:H-Schicht, die sich nach dem Zwei-Schichten-Modell bildet, ist dieser Effekt wesentlich stärker als in einer implantierten Schicht. Da auch atomarer Wasserstoff die C:H-Schicht erodiert, ist die Zeit, in der nach der Entladung Wasserstoff emittiert wird, größer als die Einschlußzeit der Ionen. Eine Emission über mehrere Stunden, wie man sie z.B. in Jet beobachtet [Ehrenberg 1989] läßt sich jedoch so nicht erklären. Dazu muß man annehmen, daß die C:H-Schicht instabil wird, derart, daß sie spontan Wasserstoff emittiert. Dieses wurde jedoch bei den in dieser Arbeit vorgestellten Messungen mit der Plasmakammer nicht beobachtet.

Es zeigt sich, daß die Bildung einer Zwischenschicht die meisten Phänomene erklären kann, die dem dynamischen Inventar zugeschrieben werden. Für eine genauere, quantitati-

ve Diskussion fehlen detaillierte Messungen von Teilchenflüssen und Wandbeschaffenheit. Das Zwei-Schichten-Modell ist außerdem nicht die einzige Möglichkeit der Erklärung, bedenkt man, daß nur ein Teil des Fusionsexperiments mit Kohlenstoff ausgekleidet ist. Diese Fläche ist zwar in manchen Experimenten wie in JET oder TORE SUPRA so gewählt, daß Ionen aus dem Plasma aufgrund ihrer Bewegung entlang des Magnetfeldes nur Kohlenstoff sehen, aber es ist möglich, daß Neutrale, die sich auch senkrecht zum Magnetfeld bewegen, von den offen liegenden Metallwänden gepumpt werden können. In Metallwänden ist ein transientes Aufnehmen von Wasserstoff sowohl als energetisches als auch als thermisches Neutrales möglich [Möller 1983].

Existiert tatsächlich ein dynamisches Inventar, so bietet das Zwei-Schichten-Modell ebenfalls eine Erklärungsmöglichkeit, ohne daß ein neuer Mechanismus für das Verhalten von Wasserstoff in Graphit angenommen werden muß: Die Entstehung von C:H-Schichten an erosionsdominierten Wänden kann unter Umständen dazu führen, daß sich Schichten bilden, die ähnlich wie codeponierte Schichten äußerst instabil sind und eventuell Wasserstoff sogar spontan emittieren. Bisher wurde diese Möglichkeit immer ausgeschlossen, da man keine Kohlenstoffablagerung beobachten konnte.

# Kapitel 6

## Zusammenfassung

Die Untersuchungen an einem im Vergleich zum Fusionsexperiment einfachen Plasma haben folgendes gezeigt:

- Die Modellierung der Implantation von Wasserstoff in Graphit durch Ionenstrahlen läßt sich nicht ohne weiters auf die Plasma-Wand Wechselwirkung übertragen. Im Gegensatz zur Implantation mit Ionenstrahlen, bei der eine gesättigte Schicht mit einem H/C-Verhältnis bei Raumtemperatur von 0.4 entsteht, läßt sich die Plasmaexposition durch die Bildung einer wasserstoffreichen C:H-Schicht erklären, die eher einen polymerartigen Charakter hat. Darunter entsteht eine wie bei der Ionenstrahlimplantation gesättigte Schicht. Damit ist ein erheblich höheres Wandinventar möglich. Im allgemeinen hängt diese Schicht von den Flüssen des thermischen und des energiereichen Wasserstoffs auf die Wand ab.
- Durch den polymerartigen Charakter der sich bildenden C:H-Schicht ist der elektronische Energieverlust von energiereichen Teilchen in der Oberflächenschicht erheblich größer als bei Graphit, der mit Wasserstoff implantiert ist. Aus diesem Grund können schnelle Teilchen (z.B. auch Ladungsaustausch-Neutrale) große Mengen Wasserstoff in den Wänden eines Fusionsexperimentes freisetzen.
- Metalle auf den Graphitwänden eines Fusionsexperiments ändern die charakteristischen Eigenschaften der Wand: Zum einen kann durch die Entstehung von Erosionsstrukturen die Oberfläche stark vergrößert werden. Zum anderen beeinflussen Metalle die Bildung von C:H-Schichten. Bei Eisenverunreinigungen zeigt sich, daß die Bildung einer Methylgruppe an der Oberfläche behindert wird. Die Größe dieses Effekts hängt von den Teilchenflüssen auf die Wand, deren Zusammensetzung und deren Temperaturen ab.
- Ein dynamisches Wasserstoffinventar in Graphit konnte in dieser Arbeit nicht beobachtet werden. Es wurde überprüft, daß niedrige Ionenener-

gien (etwa 100 eV), Metallverunreinigungen in kleinen Konzentrationen (bis zu 10%) oder eine erhöhte Temperatur (bis 600 K) keine spontane Emission verursacht. Die Annahme von Jandl, daß Metallverunreinigungen eine spontane Emission von Wasserstoff ermöglichen, bestätigte sich nicht [Jandl 1993]. Ebenso konnte gezeigt werden, daß ein dynamisches Inventar auf jeden Fall kleiner als die von Ehrenberg angenommenen 10 % ist [Ehrenberg und Harbour 1991]. Die besten Abschätzungen liegen bei  $\leq 6\%$ . Offen bleibt, ob die extrem hohen Wasserstoffflüsse, wie sie in Fusionsexperimenten auftreten, ein transientes Wandpumpen bewirken können. Dazu ist jedoch ein bisher unbekannter Mechanismus nötig. Das Zwei-Schichten Modell, das in dieser Arbeit vorgestellt wurde, beschreibt den Aufbau einer wasserstoffreichen Oberflächenschicht, die auch unter relativ niedrigen, energetischen Teilchenflüssen Wasserstoff emittiert. Dieser Vorgang kann fast alle Beobachtungen erklären, die bisher auf ein dynamisches Wasserstoffinventar in Graphit hinweisen.

# Literaturverzeichnis

- [Alimov et al. ] V. Kh. Alimov, B.M.U.Scherzer, V. N. Chernikov und H. Ullmaier. „Helium Reemission, Desorption and Microstructure Evolution of Graphites under Helium Ion Implantation”. wird veröffentlicht in *J.Appl.Phys.*.
- [Alimov et al. 1991] V. Kh. Alimov, A. E. Gorodetsky und A. P. Zakharov, *J.Nucl.Mater.*, **186** (1991) 27.
- [Anderson und Ziegler 1977] H. Anderson und J. Ziegler, „Hydrogen - Stopping Powers and Ranges in all Elements”, *The Stopping and Ranges of Ions in Matter, Vol.3*, Pergamon Press, New York, Oxford, Toronto, Sydney, Frankfurt, Tokyo, (1977).
- [Andrew et al. 1989] P. L. Andrew, A. A. Haasz und S. Chiu, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 865.
- [Angus und Jansen 1986] J. C. Angus und F. Jansen, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A6** (1986) 1778.
- [Angus 1992] J. C. Angus, *Thin Solid Films*, **216** (1992) 126.
- [Aratari und Eckstein 1989a] R. Aratari und W. Eckstein, *Nucl.Instrum.Methods*, **B42** (1989) 11.
- [Aratari und Eckstein 1989b] R. Aratari und W. Eckstein, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 910.
- [Armstrong und Johnson 1976] T. R. Armstrong und P. B. Johnson, *J.Nucl.Mater.*, **60** (1976) 241.
- [Ashida et al. 1982] K. Ashida, K. Ichimura, M. Matsuyama, H. Miyake und K. Watanabe, *J.Nucl.Mater.*, **111&112** (1982) 769.
- [Ashida et al. 1983] K. Ashida, K. Ichimura und K. Watanabe, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A1(3)** (1983) 1465.

- [Ashida et al. 1984] K. Ashida, K. Ichimura, M. Matsuyama und K. Watanabe, *J.Nucl.Mater.*, **128&129** (1984) 792.
- [Ashida et al. 1988] K. Ashida, M. Matsuyama und K. Watanabe, *Fusion Technol.*, **14** (1988) 735.
- [Ashida und Watanabe 1991] K. Ashida und K. Watanabe, *J.Nucl.Mater.*, **183** (1991) 89.
- [Atsumi et al. 1985] H. Atsumi, S. Yamanaka, P. Son und M. Miyake, *J.Nucl.Mater.*, **133&134** (1985) 268.
- [Atsumi et al. 1988] H. Atsumi, S. Tokura und M. Miyake, *J.Nucl.Mater.*, **155-157** (1988) 241.
- [Bacon und Rao 1980] D. J. Bacon und A. S. Rao, *J.Nucl.Mater.*, **91** (1980) 178.
- [Baglin et al. 1992] J. E. E. Baglin, A. J. Kellock, M. A. Crockett und A. H. Shih, *Nucl.Instrum.Methods*, **B64** (1992) 469.
- [Becerra-Acevedo und Terreault 1987] . Becerra-Acevedo und B. Terreault, *Nucl.Instrum.Methods*, **28** (1987) 1.
- [Behrisch et al. 1984] R. Behrisch, P. Børgesen, J. Ehrenberg, B. M. U. Scherzer, B. D. Sawicka und J. A. Sawicki, *J.Nucl.Mater.*, **128&129** (1984) 470.
- [Behrisch et al. 1987a] R. Behrisch, J. Ehrenberg, H. Bergsåker, J. P. Coad, L. de Kock, B. Emmoth, H. Kukral, A. P. Martinelli, G. M. McCracken und J. W. Partridge, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 731.
- [Behrisch et al. 1987b] R. Behrisch, J. Ehrenberg, W. Wielunski, A. P. Martinelli, H. Bergsåker, B. Emmoth und L. de Kock, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 723.
- [Behrisch 1981] R. Behrisch (Hrsg.), „Sputtering by Particle Bombardment I“, *Topics in Applied Physics, Vol.47*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, (1981).
- [Behrisch 1991] 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.)*, pp. 7-16, IAEA, Vienna, 1991.
- [Bergsåker et al. 1987] 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.

- [Besenbacher et al. 1986] F. Besenbacher, I. Stensgaard und P. Vase, *Nucl.Instrum.Methods*, **B15** (1986) 459.
- [Bethe 1930] H. A. Bethe, *Ann.Physik*, **5** (1930) 325.
- [Beutler et al. 1987] R. Beutler, A. A. Haasz und P. C. Stangeby, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 280.
- [Biener et al. 1993] J. Biener, U. A. Schubert, A. Schenk, B. Winter, C. Lutterloh und J. Küppers, *J.Chem.Phys*, **99** (1993) 3125.
- [Biener et al. 1994] J. Biener, A. Schenk, B. Winter, U. A. Schubert und J. Küppers, *Surface Science*, **307-309** (1994) 228.
- [Biersack und Eckstein 1984] . P. Biersack und W. Eckstein, *Appl.Phys.*, **34** (1984) 73.
- [Biersack und Haggmark 1980] . P. Biersack und L. G. Haggmark, *Nucl.Instrum.Methods*, **174** (1980) 257.
- [Bloch 1933] F. Bloch, *Ann.Physik*, **16** (1933) 287.
- [Bogen et al. 1987] P. Bogen, H. F. Döbele und Ph. Mertens, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 434.
- [Bohdansky und Roth 1988] J. Bohdansky und J. Roth, „Radiation Enhanced Sublimation of Graphite Bombarded by Low Energy H<sup>+</sup>, D<sup>+</sup> and He<sup>+</sup> Ions in the Range of 50 eV to 6 keV”, in *Proceedings of the 15<sup>th</sup> Symposium on Fusion Technology*, 1988, pp. 889–893.
- [Bonner et al. 1952] T. W. Bonner, J. P. Conner und A. B. Lillie, *Phys.Rev.*, **88** (1952) 473.
- [Boutard et al. 1988] D. Boutard, W. Möller und B. M. U. Scherzer, *Phys.Rev.*, **B38(5)** (1988) 2988.
- [Boutard et al. 1989] D. Boutard, B. M. U. Scherzer und W. Möller, *J.Appl.Phys.*, **65(10)** (1989) 3833.
- [Braganza et al. 1978] C. M. Braganza, S. K. Erents und G. M. McCracken, *J.Nucl.Mater.*, **75** (1978) 220.
- [Brakel et al. 1993] R. Brakel, das W7-AS Team und die ECRH Gruppe, „Recycling Studies in the Wendelstein 7-AS Stellerator”, in *9th International Workshop on Stellerators*, (Garching, Germany, 1993).
- [Braun und Emmoth 1984] M. Braun und B. Emmoth, *J.Nucl.Mater.*, **128&129** (1984) 657.



- [Braun und Thomas 1982] M. Braun und E. W. Thomas, *J.Appl.Phys.*, **53(9)** (1982) 6446.
- [Brice et al. 1982] D. K. Brice, B. L. Doyle und W. R. Wampler, *J.Nucl.Mater.*, **111&112** (1982) 598.
- [Camerson 1953] J. R. Camerson, *Phys.Rev.*, **90** (1953) 839.
- [Catherine und Couderc 1986] Y. Catherine und P. Couderc, *Thin Solid Films*, **144** (1986) 265.
- [Causey et al. 1979] R. A. Causey, T. S. Ellemann und K. Verghese, *Carbon*, **17** (1979) 323.
- [Causey et al. 1989] R. A. Causey, W. L. Chrisman, W. L. Hsu, R. Anderl und B. Wishard, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A7(3)** (1989) 1078.
- [Causey und Wilson 1986] R. A. Causey und K. L. Wilson, *J.Nucl.Mater.*, **138** (1986) 57.
- [Causey 1989] R. A. Causey, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 151.
- [Cecchi 1980] J. L. Cecchi, *J.Nucl.Mater.*, **93&94** (1980) 28.
- [Chen et al. 1984] C. K. Chen, B. M. U. Scherzer und W. Eckstein, *Appl.Phys.*, **A33** (1984) 265.
- [Chiu und Haasz 1991] S. Chiu und A. A. Haasz, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A9(3)** (1991) 747.
- [Chiu und Haasz 1992] S. Chiu und A. A. Haasz, *J.Nucl.Mater.*, **196-198** (1992) 972.
- [Chiu und Haasz 1994a] S. Chiu und A. A. Haasz, *J.Nucl.Mater.*, **208** (1994) 282.
- [Chiu und Haasz 1994b] S. Chiu und A. A. Haasz, *J.Nucl.Mater.*, **210** (1994) 34.
- [Chu et al. 1978] W. K. Chu, J. W. Mayer und M. A. Nicolet, „Backscattering Spectrometry“, Academic Press, New York, San Francisco, London, (1978).
- [Coburn und Kay 1972] J. W. Coburn und E. Kay, *J.Appl.Phys.*, **43(12)** (1972) 4965.
- [Cohen und McCracken 1979] S. A. Cohen und G. M. McCracken, *J.Nucl.Mater.*, **84** (1979) 157.

- [Davis et al. 1987] J. W. Davis, A. A. Haasz und P. C. Stangeby, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 417.
- [Davis et al. 1988] J. W. Davis, A. A. Haasz und P. C. Stangeby, *J.Nucl.Mater.*, **155-157** (1988) 234.
- [Davis et al. 1990] J. W. Davis, A. A. Haasz und D. S. Walsh, *J.Nucl.Mater.*, **176&177** (1990) 992.
- [Deutsch et al. 1988] H. Deutsch, H. Kersten, S. Klagge und A. Rutscher, *Contrib.Plasma Phys.*, **28** (1988) 149.
- [Doyle et al. 1980a] B. L. Doyle, D. K. Brice und W. R. Wampler, *Rad.Eff.Lett.*, **57** (1980) 81.
- [Doyle et al. 1980b] B. L. Doyle, W. R. Wampler, D. K. Brice und S. T. Picraux, *J.Nucl.Mater.*, **93&94** (1980) 551.
- [Doyle et al. 1981] B. L. Doyle, W. R. Wampler und D. K. Brice, *J.Nucl.Mater.*, **103&104** (1981) 513.
- [Doyle et al. 1984] B. L. Doyle, W. R. Wampler, H. F. Dylla, D. K. Owens und M. L. Ulrickson, *J.Nucl.Mater.*, **128&129** (1984) 955.
- [Doyle und Peercy 1979] B. L. Doyle und P. S. Peercy, *Appl.Phys.Lett*, **34(11)** (1979) 811.
- [Dylla et al. 1985] H. F. Dylla, M. A. Ulrickson, P. H. LaMarche, D. K. Owens und B. L. Doyle, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A3(3)** (1985) 1105.
- [Dylla et al. 1987] H. F. Dylla, P. H. LaMarche, M. Ulrickson, R. J. Goldston, D. B. Heifetz, K. W. Hill und A. T. Ramsey, *Nucl.Fusion*, **27(8)** (1987) 1221.
- [Dylla und das TFTR Team 1987] H. F. Dylla und das TFTR team, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 48.
- [Eckstein et al. 1976] W. Eckstein, F. E. P. Matschke und H. Verbeek, *J.Nucl.Mater.*, **63** (1976) 199.
- [Eckstein et al. 1993] W. Eckstein, C. García-Rosales, J. Roth und W. Ottenberger, „Sputtering Data“, Report IPP 9/82, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 1993.
- [Eckstein und Biersack 1985] . Eckstein und J. P. Biersack, *Appl.Phys.*, **A38** (1985) 123.

- [Eckstein und Heifetz 1986] W. Eckstein und D. B. Heifetz, „Data Sets for Hydrogen Reflection and their Use in Neutral Transport Calculations”, IPP-Report 9/59, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 1986.
- [Eckstein und Heifetz 1987] W. Eckstein und D. B. Heifetz, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 332.
- [Eckstein und Verbeek 1978] W. Eckstein und H. Verbeek, *J.Nucl.Mater.*, **76&77** (1978) 365.
- [Eckstein und Verbeek 1979] W. Eckstein und H. Verbeek, „Data on Light Ion Reflection”, Report IPP 9/32, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 1979.
- [Eckstein und Verbeek 1984] W. Eckstein und H. Verbeek. „Reflection of Light Ions from Solids”. in R. A. Langley, J. Bohdansky, W. Eckstein, P. Mioduszewski, J. Roth, E. Taglauer, E. W. Thomas, H. Verbeek und K. L. Wilson (Hrsg.): *Data Compendium for Plasma-Surface Interactions (Nucl.Fusion Suppl.)*, pp. 12-28, IAEA, Vienna, 1984.
- [Eckstein 1980] W. Eckstein, „Calculated Trapping Curves of D in C and Si”, Report IPP 9/33, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 1980.
- [Eckstein 1991a] W. Eckstein, „Computer Simulation of Ion-Solid Interactions”, *Springer Series in Material Science, Vol.10*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, (1991).
- [Eckstein 1991b] W. Eckstein. „Physical sputtering”. in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion (Nucl.Fusion Suppl.)*, pp. 51-61, IAEA, Vienna, 1991.
- [Eckstein1991c] . Eckstein „Reflection”. in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion (Nucl.Fusion Suppl.)*, pp. 17-30, IAEA, Vienna, 1991.
- [Ehrenberg et al. 1985] J. Ehrenberg, R. Behrisch, A. P. Martinelli und H. Kukral, „Surface Analysis of the Central and Top Part of a 1984 JET Graphite Limiter and of 1984 JET Long Term Samples”, Report No. 29, IPP-JET, 1985.
- [Ehrenberg und Harbour 1991] J. Ehrenberg und P. J. Harbour, *Nucl.Fusion*, **31(2)** (1991) 287.
- [Ehrenberg 1989] J. Ehrenberg, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 63.

- [Elman et al. 1985] B. S. Elman, G. Braunstein, M. S. Dresselhaus und T. Venkatesan, *Nucl.Instrum.Methods*, **B7/8** (1985) 493.
- [Erents et al. 1976] S. K. Erents, C. M. Braganza und G. M. McCracken, *J.Nucl.Mater.*, **63** (1976) 399.
- [Erents et al. 1989] S. K. Erents, J. A. Tagle, G. M. McCracken, G. Israel, H. W. Brinkschulte und L. De Kock, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 226.
- [Erents und Hotston 1980] S. K. Erents und E. S. Hotston, *Nucl.Instrum.Methods*, **170** (1980) 449.
- [Erents 1976] S. K. Erents. „Gas Release from Low-Z Materials under Hydrogen Bombardment”. in *Applications of Ion Beams to Materials, 1975*, pp. 318-322, The Institute of Physics, London, Bristol, 1976.
- [Erents 1980] S. K. Erents, *Nucl.Instrum.Methods*, **170** (1980) 455.
- [Federici und Wu 1992] G. Federici und C. H. Wu, *J.Nucl.Mater.*, **186** (1992) 131.
- [Fermi und Teller 1947] E. Fermi und E. Teller, *Phys.Rev.*, **72** (1947) 399.
- [Fermi 1940] E. Fermi, *Phys.Rev.*, **57** (1940) 485.
- [Firsov 1959] O. B. Firsov, *Zh.Eksp.Teor.Fiz.*, **36** (1959) 1517.
- [Fischer et al. 1977] P. G. Fischer, R. Hecker, H. D. Rohrig und D. Stover, *J.Nucl.Mater.*, **64** (1977) 281.
- [Franzen et al. 1992] P. Franzen, E. Vietzke, A. A. Haasz, J. W. Davis und V. Philipps, *J.Nucl.Mater.*, **196-198** (1992) 967.
- [Franzen und Vietzke 1994] P. Franzen und E. Vietzke, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A12(3)** (1994) 820.
- [Gotoh et al. 1989] J. Gotoh, H. Shimizu und H. Murakami, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 851.
- [Gotoh et al. 1992] Y. Gotoh, T. Yamaki, K. Tokiguchi und H. Shimizu, *J.Nucl.Mater.*, **191-194** (1992) 360.
- [Gotoh 1984] Y. Gotoh, *Fusion Tech.*, **Vol. 6** (1984) 424.
- [Green et al. 1969] A. E. S. Green, D. L. Sellin und A. S. Zachor, *Phys.Rev.*, **184(1)** (1969) 1.

- [Grisolia et al. 1992] C. Grisolia, Ph. Ghendrih, B. Pégourié und A. Grosman, *J.Nucl.Mater.*, **196-198** (1992) 281.
- [Guo et al. 1992] H. Y. Guo, G. G. Ross und B. Terreault, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A10(2)** (1992) 368.
- [Haasz et al. 1984] A. A. Haasz, O. Auciello, P. C. Stangeby und I. S. Youle, *J.Nucl.Mater.*, **128&129** (1984) 593.
- [Haasz et al. 1987] A. A. Haasz, J. W. Davis, O. Auciello, P. C. Stangeby, E. Vietzke, K. Flaskamp und V. Philipps, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 412.
- [Haasz et al. 1989] A. A. Haasz, J. W. Davis und C. H. Wu, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 915.
- [Haasz et al. 1995] A. A. Haasz, P. Franzen, J. W. Davis, S. Chiu und C. S. Pitcher, *J.Appl.Phys.*, **77(1)** (1995) 66.
- [Haasz und Davis 1986] A. A. Haasz und J. W. Davis, *J.Chem.Phys.*, **85(6)** (1986) 3293.
- [Haasz und Davis 1987] A. A. Haasz und J. W. Davis, *J.Nucl.Mater.*, **151** (1987) 77.
- [Haasz und Davis 1990] A. A. Haasz und J. W. Davis, *J.Nucl.Mater.*, **175** (1990) 84.
- [Haasz und Davis 1994] A. A. Haasz und J. W. Davis, *J.Nucl.Mater.*, **209** (1994) 155.
- [Hansali et al. 1990] G. Hansali, J. P. Biberian und M. Bienfait, *J.Nucl.Mater.*, **171** (1990) 395.
- [Hauffe 1991] W. Hauffe. „Production of Microstructures by Ion Beam Sputtering”. in R. Behrisch und K. Wittmaack (Hrsg.): *Sputtering by Particle Bombardment III*, pp. 305–338, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, London, Paris, Tokyo, Hongkong, Barcelona, Budapest, 1991. Topics in Applied Physics, Vol.64.
- [Hill 1953] R. W. Hill, *Phys.Rev.*, **90** (1953) 845.
- [Hoinkis 1991a] E. Hoinkis, *J.Nucl.Mater.*, **182** (1991) 93.
- [Hoinkis 1991b] E. Hoinkis, *J.Nucl.Mater.*, **183** (1991) 9.
- [Honig und Kramer 1969] R. E. Honig und D. C. Kramer, *RCA Rev.*, **30** (1969) 285.

- [Horn et al. ] A. Horn, A. Schenk, J. Biener, B. Winter, C. Lutterloh, M. Wittman und J. Küppers. „H Atom Impact Induced Chemical Erosion Reaction at C:H Film Surfaces”. to be published.
- [Hsu et al. 1989] W. L. Hsu, B. E. Mills, A. B. Eberhardt und Y. C. Sun, *J. Vac.Sci.Technol.*, **A7(3)** (1989) 1065.
- [Hucks et al. 1980] P. Hucks, K. Flaskamp und E. Vietzke, *J.Nucl.Mater.*, **93&94** (1980) 558.
- [Jacob und Möller 1993] W. Jacob und W. Möller, *Appl.Phys.Lett.*, **63(13)** (1993) 1771.
- [Jandl 1993] C. Jandl. *Untersuchung des dynamischen Inventars von Wasserstoff in Graphit unter Beschuß aus einem RF-Plasma*. Dissertation, TU München, 1993.
- [Janev et al. 1987] R. K. Janev, W. D. Evans und K. Evans, „Elementary Processes in Hydrogen-Helium Plasmas”, Springer-Verlag, Berlin, (1987).
- [Jarjis 1979] R. A. Jarjis, *J.Radioanal.Chem.*, **48** (1979) 311.
- [Kaufman und Robinson 1979] H. R. Kaufman und R. S. Robinson, *J. Vac.Sci.Technol.*, **16(2)** (1979) 175.
- [Kelly 1981] B. T. Kelly, „Physics of Graphite”, Applied Science Publishers, London, New Jersey, (1981).
- [Kersten und Kroesen 1990] H. Kersten und G. M. W. Kroesen, *J. Vac.Sci.Technol.*, **A8** (1990) 38.
- [Kushita et al. 1991] K. N. Kushita, I. Youle, A. A. Haasz und J. A. Sawicki, *J.Nucl.Mater.*, **179-181** (1991) 235.
- [Kuypers 1989] A. D. Kuypers. *High Flux Reactive Ion Etching in a Magnetic Multipole Reactor*. Dissertation, University of Utrecht, 1989.
- [Kuzminov et al. 1991] D. B. Kuzminov, S. L. Kanashenko, A. E. Gorodetsky und A. P. Zakharov, *J.Nucl.Mater.*, **185** (1991) 123.
- [Langley et al. 1978] R. A. Langley, R. S. Blewer und J. Roth, *J.Nucl.Mater.*, **76&77** (1978) 313.
- [Leblanc und Ross 1993] L. Leblanc und G. G. Ross, *Nucl.Instrum.Methods*, **B83** (1993) 15.

- [L'Ecuyer et al. 1976] J. L'Ecuyer, C. Brassard, C. Cardinal, J. Chabbal, L. Deschênes, J. P. Labrie, B. Terreault, J. G. Martel und R. St. Jacques, *J.Appl.Phys.*, **47(1)** (1976) 381.
- [Liebl 1987] H. Liebl, *Nucl.Instrum.Methods*, **A258** (1987) 323.
- [Lindhard et al. 1963] J. Lindhard, M. Scharff und H. E. Schiøtt, *Mat.Fys.Medd.Dan.Vid.Selsk.*, **33(14)** (1963) .
- [Lindhard 1954] J. Lindhard, *Mat.Fys.Medd.Dan.Vid.Selsk.*, **28(8)** (1954) .
- [Lomidze et al. 1994] M. A. Lomidze, A. E. Gorodetsky, S. L. Kanashenko, V. Kh. Alimov und A. P. Zakharov, *J.Nucl.Mater.*, **208** (1994) 313.
- [Malka et al. 1980] V. Malka, H. D. Rohrig und R. Hecker, „”, in *Tritium Technology in Fission, Fusion, and Isotope Application (Proc.Conf.Dayton)*, 1980, 102.
- [Mayer et al. 1994] M. Mayer, B. M. U. Scherzer und W. Eckstein, *Nucl.Instrum.Methods*, **B85** (1994) 560.
- [McCracken et al. 1982] G. M. McCracken, J. W. Partridge und S. K. Erents, *J.Nucl.Mater.*, **111& 112** (1982) 159.
- [McCracken und Stott 1979] G. M. McCracken und P. E. Stott, *Nucl.Fusion*, **19(7)** (1979) 889.
- [McGrath et al. 1987] R. T. McGrath, B. L. Doyle, J. N. Brooks, A. E. Pontau und G. J. Thomas, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 660.
- [Mills et al. 1989] B. E. Mills, D. A. Buchenauer, A. E. Pontau und M. Ulrickson, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 343.
- [Möller et al. 1981] W. Möller, Th. Pfeiffer und M. Schluckebier, *Nucl.Instrum.Methods*, **182/183** (1981) 297.
- [Möller et al. 1987] W. Möller, P. Børgesen und B. M. U. Scherzer, *Nucl.Instrum.Methods*, **B19/20** (1987) 826.
- [Möller und Eckstein 1984] W. Möller und W. Eckstein, *Nucl.Instrum.Methods*, **B2** (1984) 814.
- [Möller und Scherzer 1987] W. Möller und B. M. U. Scherzer, *Appl.Phys.Lett.*, **50(26)** (1987) 1870.

- [Möller und Scherzer 1988] W. Möller und B. M. U. Scherzer, *J.Appl.Phys.*, **64**(10) (1988) 4860.
- [Möller 1983] W. Möller, *Nucl.Instrum.Methods*, **209/210** (1983) 773.
- [Möller 1989] W. Möller, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 138.
- [Möller 1993] W. Möller, *Appl.Phys.*, **A56** (1993) 527.
- [Morita et al. 1989] K. Morita, K. Ohtsuka und Y. Hasebe, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 990.
- [Mühling 1986] E. M. Mühling, „Charge State Fractions of Backscattered, Desorbed and Sputtered Particles”, Report IPP 9/56, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 1986.
- [Nagy et al. 1986] I. Nagy, J. László und J. Giber, *Nucl.Instrum.Methods*, **B15** (1986) 8.
- [Nakayama et al. 1987] K. Nakayama, S. Fukuda, T. Hino und T. Yamashina, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 301.
- [Neuwirth et al. 1975] W. Neuwirth, W. Pietsch, K. Richter und U. Hauser, *Z.Phys.*, **A275** (1975) 215.
- [Niwase et al. 1988] K. Niwase, M. Sugimoto, T. Tanabe und F. E. Fujita, *J.Nucl.Mater.*, **155-157** (1988) 303.
- [Niwase et al. 1989] K. Niwase, T. Tanabe, M. Sugimoto und F. E. Fujita, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 856.
- [Niwase und Tanabe 1991] K. Niwase und T. Tanabe, *J.Nucl.Mater.*, **179-181** (1991) 218.
- [O'Connor und Biersack 1986] D. J. O'Connor und J. P. Biersack, *Nucl.Instrum.Methods*, **B15** (1986) 14.
- [Oen und Robinson 1976] O. Oen und M. Robinson, *Nucl.Instrum.Methods*, **132** (1976) 647.
- [Overbury et al. 1980] S. H. Overbury, P. F. Dittner, S. Datz und R. S. Thoe, *J.Nucl.Mater.*, **93&94** (1980) 529.
- [Petitpierre et al. 1989] O. Petitpierre, W. Möller und B. M. U. Scherzer, *J.Appl.Phys.*, **65**(5) (1989) 1893.
- [Philipps et al. 1982] V. Philipps, K. Flaskamp und E. Vietzke, *J.Nucl.Mater.*, **111&112** (1982) 781.



- [Philipps et al. 1986] V. Philipps, E. Vietzke und K. Flaskamp, *Surface Science*, **178** (1986) 806.
- [Philipps et al. 1987] V. Philipps, E. Vietzke, M. Erdweg und K. Flaskamp, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 292.
- [Philipps et al. 1988] V. Philipps, E. Vietzke, R. P. Schorn und H. Trinkaus, *J.Nucl.Mater.*, **155-157** (1988) 319.
- [Philipps et al. 1991] V. Philipps, E. Vietzke und H. Trinkaus, *J.Nucl.Mater.*, **179-181** (1991) 25.
- [Pillath et al. 1989] J. Pillath, J. Winter und F. Waelbroeck, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 1046.
- [Pitcher et al. 1984] C. S. Pitcher, O. Auciello, A. A. Haasz und P. C. Stangeby, *J.Nucl.Mater.*, **128&129** (1984) 597.
- [Pontau et al. 1986] A. E. Pontau, W. R. Wampler, B. E. Mills, B. L. Doyle, A. F. Wright, M. A. Ulrickson, P. H. LaMarche, H. F. Dylla und S. Fukuda, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A4(3)** (1986) 1193.
- [Pontau und Morse 1986] A. E. Pontau und D. H. Morse, *J.Nucl.Mater.*, **141-143** (1986) 124.
- [Pospieszczyk et al. 1976] A. Pospieszczyk, J. Burt, S. J. Fielding, G. M. McCracken und P. E. Stott, „The Role of Wall-Adsorbed Hydrogen in Tokamak Discharges”, in *Plasma Wall Interactions*, (Pergamon Press, 1976), pp. 471-474. Proc. Symp. Jülich.
- [Pronko und Pronko 1974] P. P. Pronko und J. G. Pronko, *Phys.Rev.*, **B9(7)** (1974) 2870.
- [Roberto et al. 1984] J. B. Roberto, J. Roth, E. Taglauer und O. W. Holland, *J.Nucl.Mater.*, **93& 94** (1984) 244.
- [Robinson und Rossnagel 1982] R. S. Robinson und S. M. Rossnagel, *J.Vac.Sci.Technol.*, **21(3)** (1982) 790.
- [Robinson und Torrens 1974] . T. Robinson und I. M. Torrens, *Phys.Rev.*, **B9(12)** (1974) 5008.
- [Rohrig et al. 1976] H. D. Rohrig, P. G. Fischer und R. Hecker, *J.Am.Ceram.Soc*, **59** (1976) 316.
- [Roth et al. 1980] J. Roth, B. M. U. Scherzer, R. S. Blewer, D. K. Brice, S. T. Picraux und W. R. Wampler, *J.Nucl.Mater.*, **93&94** (1980) 601.

- [Roth et al. 1984] J. Roth, J. B. Roberto und K. L. Wilson, *J.Nucl.Mater.*, **122-123** (1984) 1447.
- [Roth et al. 1987] J. Roth, J. Ehrenberg, K. Wittmaack, P. Coad und J. B. Roberto, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 383.
- [Roth et al. 1988] J. Roth, R. A. Zuhr, S. P. Withrow und W. P. Eatherly, *J.Appl.Phys.*, **63(8)** (1988) 2603.
- [Roth et al. 1991a] J. Roth, W. Eckstein, E. Gauthier und J. László, *J.Nucl.Mater.*, **179-181** (1991) 34.
- [Roth et al. 1991b] J. Roth, E. Vietzke und A. A. Haasz. „Erosion of Graphite due to Particle Impact”. in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion (Nucl.Fusion Suppl.)*, pp. 63-78, IAEA, Vienna, 1991.
- [Roth und Bohdansky 1982] J. Roth und J. Bohdansky, *J.Nucl.Mater.*, **111&112** (1982) 775.
- [Roth und Bohdansky 1987a] J. Roth und J. Bohdansky, *Appl.Phys.Lett.*, **51(13)** (1987) 964.
- [Roth und Bohdansky 1987b] J. Roth und J. Bohdansky, *Nucl.Instrum.Methods*, **B23** (1987) 549.
- [Roth und Möller 1985] J. Roth und W. Möller, *Nucl.Instrum.Methods*, **B7/8** (1985) 788.
- [Roth 1983] J. Roth. „Chemical Sputtering”. in R. Behrisch (Hrsg.): *Sputtering by Particle Bombardment II*, pp. 91-146, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, 1983. Topics in Applied Physics, Vol.52.
- [Roth 1984] J. Roth. „Chemical Effects in Sputtering”. in R. A. Langley, J. Bohdansky, W. Eckstein, P. Mioduszewski, J. Roth, E. Taglauer, E. W. Thomas, H. Verbeek und K. L. Wilson (Hrsg.): *Data Compendium for Plasma-Surface Interactions (Nucl.Fusion Suppl.)*, pp. 72-85, IAEA, Vienna, 1984.
- [Roth 1986] J. Roth. „Physical Sputtering of Solids at Ion Bombardment”. in D. E. Post und R. Behrisch (Hrsg.): *Physics of Plasma-Wall Interactions in Controlled Fusion*, pp. 355-388, Plenum-Press, New York, London, 1986.
- [Ruzic und Chiu 1989] D. Ruzic und H. Chiu, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 904.

- [Sabin und Oddershede 1987] J. R. Sabin und J. Oddershede, *Nucl.Instrum.Methods*, **B27** (1987) 280.
- [Saeki 1983] M. Saeki, *Int.J.Appl.Radiat.Isot.*, **43** (1983) 739.
- [Saeki 1985] M. Saeki, *J.Nucl.Mater.*, **131** (1985) 32.
- [Sautter und Zimmerman 1965] C. A. Sautter und E. J. Zimmerman, *Phys.Rev.*, **140(2A)** (1965) A490.
- [Sawicka et al. 1987] B. D. Sawicka, J. A. Sawicki und R. Behrisch, *J.Appl.Phys.*, **62(15)** (1987) 4844.
- [Sawicki et al. 1989] J. A. Sawicki, J. Roth und L. M. Howe, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 1019.
- [Scherzer et al. 1976] B. M. U. Scherzer, R. Behrisch, W. Eckstein, U. Littmark, J. Roth und M. K. Sinha, *J.Nucl.Mater.*, **63** (1976) 100.
- [Scherzer et al. 1982] B. M. U. Scherzer, R. A. Langley, W. Möller, J. Roth und R. Schulz, *Nucl.Instrum.Methods*, **194** (1982) 497.
- [Scherzer et al. 1986] B. M. U. Scherzer, P. Børgesen und W. Möller, „Reemission, Trapping, and Desorption of Implanted Deuterium from JET Samples“, IPP-JET-Report 32, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 1986.
- [Scherzer et al. 1988] B. M. U. Scherzer, M. Wielunski, W. Möller, A. Turos und J. Roth, *Nucl.Instrum.Methods Phys.Research*, **B33** (1988) 714.
- [Scherzer et al. 1989] B. M. U. Scherzer, J. Wang und W. Möller, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 1013.
- [Scherzer et al. 1990a] B. M. U. Scherzer, J. Wang und W. Möller, *Nucl.Instrum.Methods*, **B45** (1990) 54.
- [Scherzer et al. 1990b] B. M. U. Scherzer, J. Wang und W. Möller, *J.Nucl.Mater.*, **176&177** (1990) 208.
- [Scherzer 1989] B. M. U. Scherzer, *J.Nucl.Mater.*, **168** (1989) 121.
- [Shirasu et al. 1991] Y. Shirasu, S. Yamanaka und M. Miyake, *J.Nucl.Mater.*, **179-181** (1991) 223.
- [Siegele et al. 1993] R. Siegele, J. Roth und B. M. U. Scherzer, *J.Appl.Phys.*, **73(5)** (1993) 2225.

- [Sigmund 1981] P. Sigmund. „Sputtering by Ion Bombardment: Theoretical Concepts”. in R. Behrisch (Hrsg.): *Sputtering by Particle Bombardment II*, pp. 9–71, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1981. Topics in Applied Physics, Vol.47.
- [Sone und McCracken 1982] K. Sone und G. M. McCracken, *J.Nucl.Mater.*, **111&112** (1982) 606.
- [Stangeby et al. 1984] P. C. Stangeby, O. Auciello und A. A. Haasz, *J.Nucl.Mater.*, **122&123** (1984) 1592.
- [Stangeby 1987] P. C. Stangeby, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 105.
- [Staudenmaier et al. 1979] G. Staudenmaier, J. Roth, R. Behrisch, J. Bohdansky, W. Eckstein, P. Staib und S. Matteson, *J.Nucl.Mater.*, **84** (1979) 149.
- [Staudenmaier 1984] G. Staudenmaier, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A3(3)** (1984) 1091.
- [Strehlow 1986] R. A. Strehlow, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A4(3)** (1986) 1183.
- [Tanabe et al. 1989] T. Tanabe, K. Niwase und K. Nakamura, *J.Nucl.Mater.*, **168** (1989) 191.
- [Tanabe und Atsumi 1994] T. Tanabe und H. Atsumi, *J.Nucl.Mater.*, **209** (1994) 109.
- [Tanabe und Watanabe 1991] T. Tanabe und Y. Watanabe, *J.Nucl.Mater.*, **179-181** (1991) 231.
- [Terreault et al. 1977] B. Terreault, J. G. Martel, R. G. St-Jacques und J. L'Ecuyer, *J.Vac.Sci.Technol.*, **14(1)** (1977) 492.
- [Thomas et al. 1980] E. W. Thomas, R. Young und J. E. Harriss, *J.Nucl.Mater.*, **93&94** (1980) 524.
- [Thomas et al. 1992] . W. Thomas, R. K. Janev und J. Smith, *Nucl.Instrum.Methods* **B69** (1992) 427.
- [Turos und Meyer 1984] A. Turos und O. Meyer, *Nucl.Instrum.Methods*, **B4** (1984) 92.
- [Underwood et al. 1980] M. C. Underwood, S. K. Erents und E. S. Hotston, *J.Nucl.Mater.*, **93&94** (1980) 575.
- [Varelas und Biersack 1970] C. Varelas und J. P. Biersack, *Nucl.Instrum.Methods*, **79** (1970) 213.

- [Verbeek und das ASDEX-Team 1991] H. Verbeek und das ASDEX-Team, „Observation with the Low Energy Neutral Analyser (LENA) on ASDEX“, IPP-Report 9/84, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 1991.
- [Vietzke et al. 1984] E. Vietzke, F. Flaskamp und V. Philipps, *J.Nucl.Mater.*, **128&129** (1984) 545.
- [Vietzke et al. 1987a] . Vietzke, F. Flaskamp, V. Philipps, G. Esser, P. Wienhold und J. Winter, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 443.
- [Vietzke et al. 1987b] . Vietzke, V. Philipps, K. Flaskamp, P. Wienhold und H. G. Esser, „Erosion of a-C:H Films and Redeposited Carbon Layers by Atomic and Energetic Hydrogen“, in *Proc. 14<sup>th</sup> European Conf. Controlled Fusion and Plasma Physics*, (Madrid, 1987), pp.790-793.
- [Vietzke und Philipps 1987] E. Vietzke und V. Philipps. *Nucl.Instrum.Methods*, **B23** (1987) 449.
- [von Keudell et al. 1993] A. von Keudell, W. Möller und R. Hytry, *Appl.Phys.Lett.*, **62** (1993) 937.
- [von Keudell 1992] A. von Keudell. „Plasmagestützte Deposition von C:H-Schichten: Temperaturabhängigkeit des Schichtwachstums“. Diplomarbeit, TU München, 1992.
- [Wampler et al. 1988] 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.
- [Wampler et al. 1990] W. R. Wampler, B. L. Doyle, R. A. Causey und K. Wilson, *J.Nucl.Mater.*, **176&177** (1990) 983.
- [Wampler und Doyle 1989] W. R. Wampler und B. L. Doyle, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 1025.
- [Wampler und Magee 1981] W. R. Wampler und C. W. Magee, *J.Nucl.Mater.*, **103&104** (1981) 509.
- [Wampler und Myers 1982] W. R. Wampler und S. M. Myers, *J.Nucl.Mater.*, **111&112** (1982) 616.
- [Wehner und Hajicek 1971] G. K. Wehner und D. J. Hajicek. *J.Appl.Phys.*, **42(3)** (1971) 1145.
- [Wehner 1985] G. K. Wehner, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A3(4)** (1985) 1821.

- [Wild und Koidl 1987a] C. Wild und P. Koidl, „Network Structure and Thermal Decomposition of Plasma Deposited a-C:H Films Studied by Gas Effusion Spectroscopy”, in *Amorphous Hydrogenated Carbon Films*, 1987, pp. 207–211. Les editions de Physique, Paris.
- [Wild und Koidl 1987b] C. Wild und P. Koidl, *Appl.Phys.Lett.*, **51(19)** (1987) 1506.
- [Wilson et al. 1977] W. Wilson, L. Haggmark und J. Biersack, *Phys.Rev.*, **B15(5)** (1977) 2458.
- [Wilson et al. 1991] K. L. Wilson, R. Bastasz, R. A. Causey, D. K. Brice, B. L. Doyle, W. R. Wampler, W. Möller, B. M. U. Scherzer und T. Tanabe, „Trapping, Detrapping and Release of Implanted Hydrogen Isotopes”, in *Atomic and Plasma-Material Interaction Data for Fusion (Nucl.Fusion Suppl.)*, (IAEA, Vienna, 1991), pp. 31–50.
- [Winter 1987a] J. Winter, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 131.
- [Winter 1987b] J. Winter, *J.Vac.Sci.Technol.*, **A5(4)** (1987) 2286.
- [Yamada und Saidoh 1989] R. Yamada und M. Saidoh, *J.Nucl.Mater.*, **162-164** (1989) 1040.
- [Yamada 1987] R. Yamada, *J.Nucl.Mater.*, **145-147** (1987) 359.
- [Yamada 1990] R. Yamada, *J.Nucl.Mater.*, **174** (1990) 118.
- [Yamawaki et al. 1992] M. Yamawaki, K. Yamaguchi, M. Satoh und S. Tanaka, *J.Nucl.Mater.*, **191-194** (1992) 326.
- [Youle und Haasz 1991] I. S. Youle und A. A. Haasz, *J.Nucl.Mater.*, **182** (1991) 107.
- [Ziegler et al. 1978] J. F. Ziegler, C. P. Wu, P. Williams, C. W. White, B. Terreault, B. M. U. Scherzer, R. L. Schulte, E. J. Schneid, C. W. Magee, E. Ligeon, J. L'Ecuyer, W. A. Lanford, F. J. Kuehne, E. A. Kamykowski, W. O. Hofer, A. Giuvarc'h, C. H. Filleux, V. R. Deline, jr C. A. Evans, B. L. Cohen, G. J. Clark, W. K. Chu, C. Brassard, R. S. Blewer, R. Behrisch, B. R. Appleton und D. D. Allred, *Nucl.Instrum.Methods*, **149** (1978) 19.
- [Ziegler et al. 1985] J. F. Ziegler, J. P. Biersack und U. Littmark, „The Stopping and Range of Ions in Solids”, *The Stopping and Ranges of Ions in Matter, Vol.1*, Pergamon Press, New York, Oxford, Toronto, Sydney, Frankfurt, Tokyo, (1985).

[Ziegler 1977] J. F. Ziegler, „Helium - Stopping Powers and Ranges in all Elements”, *The Stopping and Ranges of Ions in Matter, Vol.4*, Pergamon Press, New York, Oxford, Toronto, Sydney, Frankfurt, Tokyo, (1977).

## **Danksagung**

Mein Dank geht zunächst an Herrn Prof. V. Dose für die akademische Betreuung der Arbeit und die freundliche Aufnahme in seine Abteilung am IPP.

Des weiteren möchte ich mich bei den Initiatoren dieser Arbeit Herrn Dr. W. Möller, vor allem aber Herrn Dr. B. Scherzer bedanken, die mir bei Planung und Durchführung der Experimente viel geholfen haben. Außerdem bin ich Herrn Dr. Behrisch, Herrn J. Roth und Herrn Dr. W. Poschenrieder für viele Diskussionen zu Dank verpflichtet.

Mein Dank gilt auch der Werkstatt der Abteilung Oberflächenphysik für ihre technische Unterstützung, vor allem aber Herrn Schmidl für seinen unermüdlichen Einsatz bei dem Betrieb des Beschleunigers.

Ebenso möchte ich mich bei allen Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Plasma-Wand-Wechselwirkung, sowie des Bereichs Oberflächenphysik für die angenehme Arbeitsatmosphäre bedanken.