

**Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses  
durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid  
zur Untersuchung von  
Transportprozessen in Fusionsplasmen**

Rainer Fischer

IPP III/155

Januar 1990



**MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK**

**8046 GARCHING BEI MÜNCHEN**

# MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

## GARCHING BEI MÜNCHEN

Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	1
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	4
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	4
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	7
<b>Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen</b>	<b>8</b>
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	10
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	10
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	18
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	20
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	23
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	23
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	27
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	31
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	34
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	38
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	41
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	41
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	47
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	54
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	56
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	81
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	84
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	66
Erzeugung eines kurzen Wasserstoffpulses durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen	70

IPP III/155

Januar 1990

Rainer Fischer

*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.*

## Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	1
2. Methoden zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen....	4
2.1 Teilchentransport in einem Tokamak.....	4
2.2 Anforderungen an den Diagnostikgaspuls.....	7
2.3 Methoden zur Erzeugung kurzer Gaspulse.....	8
3. Laserdesorption.....	10
3.1 Das System Titan-Wasserstoff.....	10
3.2 Prinzip der Laserdesorption.....	13
3.3 Ergebnisse von Modellrechnungen.....	20
4. Experimente zur Laserdesorption aus $TiH_x$ .....	23
4.1 Herstellung des $TiH_x$ -Targets.....	23
4.2 Aufbau zur Untersuchung des durch laserinduzierte Desorption erzeugten Wasserstoffgaspulses.....	27
4.3 Eichung der Druckmessung.....	31
4.4 Messung des Wasserstoffflusses.....	34
4.5 Messung der Verunreinigungen.....	38
5. Meßergebnisse und Vergleich mit den numerischen Modellrechnungen.....	41
5.1 Gesamtmenge des desorbierten Wasserstoffs.....	41
5.2 Verhalten der desorbierten Wasserstoffmenge bei Mehrfachschüssen auf denselben Fleck.....	47
5.3 zeitliche Entwicklung des durch Laserdesorption erzeugten Gaspulses	54
5.4 Verunreinigung des Wasserstoffpulses mit Titan.....	56
6. Diagnostikgaspuls durch laserinduzierte Desorption aus $TiH_x$ am Tokamak ASDEX.....	61
7. Zusammenfassung.....	64
Anhang A: Thermodynamische Daten von Ti und $TiH_x$ .....	66
Anhang B: Numerische Lösung der Wärmeleitungs- und Diffusionsgleichung ..	70

## Abstract

The investigation of particle transport in fusion plasmas requires short intense gas pulse to produce spatially and temporally localised density perturbations. Such gas pulses can be produced by laser induced desorption of hydrogen from titanium hydride.

To study the properties of this method samples of  $\text{TiH}_{1.5}$  have been heated by 1 ms ruby laser with an energy content up to 10J. With target spot diameters of 4.5mm desorption rates of  $2 \times 10^{18}$  hydrogen atoms have been achieved. The duration of the gas puffs is closely coupled to the laser pulse. Computer simulation have shown that the desorption rate is probably reduced by surface effects.

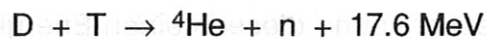
When heating the same target spot repeatedly the release of hydrogen is reduced drastically. This due to the depletion of the 100  $\mu\text{m}$  thick heated region at the target surface which cannot be refilled by hydrogen from the bulk because of the low diffusion coefficient of hydrogen in titanium at temperatures below 200°C. For practical applications it therefore seems to be necessary to change the target spot after each shot.

With respect to radiation cooling of the plasma the titanium content of the hydrogen pulses is important. In our experiments we found a 1% contamination with titanium atoms mainly produced by evaporation from edges of cracks in the target surface. Such cracks inevitably occur during the target preparation. By proper conditioning of the target surface with short giant laser pulses the titanium contamination could be reduced by a factor of two without reduction of the hydrogen release.

The results of our measurements show that with a 40J laser system gas pulses suitable for transport studies can be produced.

## 1. Einleitung

Das Ziel der Fusionsforschung ist die Energiegewinnung aus der Verschmelzung von Atomkernen [1], z.B.



Zur Erreichung des Ziels werden weltweit zwei Wege verfolgt: der Trägheitseinschluß und der magnetische Einschluß [2].

Beim Trägheitseinschluß werden bei einem Brennstoffpellet die Fusionsbedingungen dadurch erreicht, daß es schneller aufgeheizt wird als es expandieren kann. Beim magnetischen Einschluß wird das Plasma längere Zeit mithilfe eines Magnetfeldes eingeschlossen. Hier werden hauptsächlich zwei Linien verfolgt:

- der Stellarator: Das einschließende Magnetfeld wird vollständig von externen Spulen erzeugt, so daß das Plasma nettostromfrei ist.
- der Tokamak: Im Plasma wird ein elektrisches Feld induziert, das einen Strom im Plasma treibt. Das von diesem Strom erzeugte Magnetfeld trägt wesentlich zum Einschluß bei.

Das Ziel der Fusionsexperimente mit dem magnetischen Plasmaeinschluß besteht darin, ein gezündetes Plasma herzustellen, in dem die Energieverluste durch Konvektion, Wärmeleitung und Strahlung durch die  $\alpha$ -Teilchenheizung kompensiert werden. Eine Analyse der Energiebilanz eines Fusionsplasmas führt zur sogenannten Zündbedingung: Das Produkt aus Ionendichte  $n_i$  und Energieeinschlußzeit  $\tau_E$  ( = Energieinhalt des Plasmas / Heizleistung ) muß größer als ein von der Temperatur abhängiger Minimalwert sein.

Bei der Ionentemperatur  $T_i \approx 20 \text{ keV}$  gilt:

$$n_i \cdot \tau_E \geq 1.6 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-3} \text{ s}$$

Für eine Ionendichte  $n_i \approx 10^{20} \text{ m}^{-3}$  ergibt sich hieraus die für eine Zündung notwendige Energieeinschlußzeit  $\tau_E \geq 1.6 \text{ s}$ .

Am weitesten fortgeschritten sind zur Zeit Experimente zum magnetischen Plasmaeinschluß nach dem Tokamakprinzip [3]. Zahlreiche Tokamak-

experimente ( z.B. JET, TFTR, JT-60, T15, ASDEX ) untersuchen das Plasmaverhalten mit einer Vielzahl an Diagnostiken.

Die in den Tokamakexperimenten erreichten Energieeinschlußzeiten  $\tau_E$  sind etwa 100 mal kleiner, als die von der neoklassischen Theorie vorhergesagten Werte [4]. Ansätze zur Beschreibung dieser kleinen Energieeinschlußzeiten  $\tau_E$  gehen von Fluktuationen ( Turbulenzen ) aus. Ein wesentlicher Schritt auf dem Weg zum Fusionsreaktor ist also das Verständnis der Energie- und Teilchentransportprozesse.

In den letzten Jahren wurden an Tokamaks mit einem magnetischen Limiter ( sogenannter Divertor ) mehrere Entladungsformen mit verbessertem Energieeinschluß entdeckt [5]. Von besonderem Interesse sind in diesem Zusammenhang Entladungen, bei denen die Teilchennachfüllung nicht durch Einblasen von Wasserstoffgas, sondern durch Einschub von Pellets aus festem Wasserstoff erfolgt. Bei diesen Entladungen wurde ein starkes Zuspitzen des Dichteprofiles nach der Pelletinjektion beobachtet, das nicht durch die lokale Dichteerhöhung nach der Ablation des Pellets verursacht werden kann [6]. Zur Erklärung dieser Profilveränderung muß ein erhöhter, nach innen gerichteter Teilchentransport im Innenbereich des Plasmas angenommen werden.

Zur Untersuchung des Transportverhaltens auch im Außenbereich des Plasmas wird eine kurzzeitige Dichteerhöhung am Plasmarand benötigt. Wenn es gelingt, einen sehr kurzen Gaspuls herzustellen, so könnte eine Erhöhung des Neutralteilchenflusses am Plasmarand und damit ein entsprechender, räumlich lokalisierter Quellterm im Außenbereich des Plasmas erzeugt werden. Zur Untersuchung des Transportverhaltens sind eine ausreichende Wasserstoffmenge und eine sehr kurze Pulsdauer erforderlich.

Diese Bedingungen konnten bisher gleichzeitig von keiner Gasquelle erfüllt werden. Deshalb wurde vorgeschlagen, einen sehr kurzen Gaspuls durch laserinduzierte Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid zu erzeugen. Das hätte gegenüber der Pelletinjektion auch den Vorteil, daß die Gasquelle an der Seite des Plasmas montiert werden kann, die in einer toroidalen Geometrie das höhere Magnetfeld hat. An dieser sogenannten Hochfeldseite konnte bisher das Transportverhalten des Plasmas nicht untersucht werden.

In dieser Arbeit wird untersucht, ob ein solcher Gaspuls durch laserinduzierte Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid hergestellt werden kann. Dazu

wird die Oberfläche eines Titanhydridtargets durch einen Laserpuls für etwa 1 ms auf ungefähr 1500 °C erhitzt.

Die Desorptionsrate hängt wesentlich vom Dampfdruck des Wasserstoffgases ab, der durch die Temperatur und die Wasserstoffkonzentration an der Titanhydridoberfläche gegeben ist. Somit bestimmen Energie und Zeitverlauf des Laserpulses den durch Desorption erzeugten Wasserstoffpuls.

Ziel dieser Diplomarbeit ist festzustellen, ob die charakteristischen Größen des Gaspulses, wie Gesamtmenge des desorbierten Wasserstoffs, zeitlicher Verlauf der Flußdichte, Ablation von Titanatomen, den Bedingungen zur Untersuchung des Teilchentransports genügen. Dazu wurden zwei Apparaturen, eine zur Hydrierung von Titan und eine zur Erzeugung und Untersuchung der Eigenschaften des Gaspulses, aufgebaut.

In Kapitel 2 dieser Arbeit werden einige Grundlagen zur Beschreibung und Untersuchung des Teilchentransports in einem Tokamakplasma behandelt.

In Kapitel 3 werden die wesentlichen Eigenschaften des Titanhydrids und die Theorie der Laserdesorption ausgeführt.

In Kapitel 4 werden die experimentellen Aufbauten und die Messungen beschrieben.

In Kapitel 5 werden die Meßergebnisse dargestellt und mit den Ergebnissen aus den numerischen Modellrechnungen verglichen.

In Kapitel 6 wird der mögliche Einsatz der Laserdesorption beim Tokamak ASDEX beschrieben.

In Anhang A sind die thermodynamischen Daten von Titan und  $TiH_x$  zusammengestellt.

In Anhang B wird die numerische Lösung der die Laserdesorption beschreibenden Gleichungen, eine Abschätzung der vernachlässigten Terme in der Wärmeleitungs- und Diffusionsgleichung und ein Test des numerischen Programms mit analytischen Lösungen dargestellt.

## 2. Methoden zur Untersuchung von Transportprozessen in Fusionsplasmen

### 2.1 Teilchentransport in einem Tokamak

Ein Plasma besteht aus den Elektronen, den Ionen des Hintergrundplasmas ( $H^+$ ,  $D^+$ ,  $T^+$ ) und den zum Teil unvollständig ionisierten Verunreinigungsatomen (Wand-, Limiter- oder Prallplattenmaterial). Direkt meßbar ist nur die Elektronendichte  $n_e = n_i + \sum_{z \geq 1} n_z z$  ( $n_i$ : Dichte des Hintergrundplasmas,  $n_z$ : Dichte der z-fach ionisierten Verunreinigungsionen).

Für sehr reine Plasmen ( $n_z \ll n_e$ ) gilt näherungsweise  $n_e \approx n_i$ . Unter dieser Voraussetzung kann die Entwicklung des Elektronendichteprofiles  $n_e(r, t)$  zur Untersuchung des Transportverhaltens benützt werden.

Das Elektronendichteprofil muß die zeitabhängige Kontinuitätsgleichung erfüllen:

$$\frac{\partial n_e}{\partial t} + \text{div } \Gamma_e = Q \quad (2.1)$$

Der Quellterm  $Q$  beschreibt die Produktionsrate von Elektronen durch Ionisation von Neutralgas und die Verlustrate durch Rekombination. Beiträge zu diesem Term resultieren aus Neutralgasflüssen von den Wänden (Recycling, Divertorrückfluß), aus Ventilen, von eingeschossenen Pellets (Teilchennachfüllung) oder durch Neutralstrahlen (Heizung). Der Quellterm  $Q$  wird aus  $H_\alpha$ -Messungen bestimmt. Die Elektronendichteprofile  $n_e$  werden mit Laserlicht-Thomsonstreuung gemessen.

Die mittleren radialen Flüsse  $\Gamma_e$  werden somit aus der Messung vom Elektronendichteprofil  $n_e$  und dem Quellterm  $Q$  bestimmt. Beobachtet wird, daß die experimentell ermittelten radialen Flüsse  $\Gamma_e$  viel größer sind als die theoretischen Werte. Diese werden im Rahmen einer Theorie berechnet, die den Transport durch Teilchen-Teilchen-Stöße in einer toroidalen Magnetfeldkonfiguration mit helikal verschraubten Feldlinien beschreibt [4].

Ein empirischer Ansatz für den radialen Fluß  $\Gamma_e(r)$ , der auch den Teilchentransport aufgrund fluktuierender elektrischer Felder berücksichtigt, lautet.



$$\Gamma_e(r) = -D(r) \frac{\partial n_e(r)}{\partial r} + v(r) n_e(r) \quad (2.2)$$

Ein Großteil der zeitlichen Entwicklung der Elektronendichteprofile kann mit zeitlich konstanten Diffusionskoeffizienten  $D = D_0$  und Driftgeschwindigkeiten  $v = -v_{in}(a) r/a$  (  $a$  : kleiner Plasmaradius ) gut beschrieben werden.

Im stationären Fall (  $\frac{\partial n_e}{\partial t} = 0$  ) mit den zeitlich konstanten Transportkoeffizienten  $D$  und  $v$  läßt sich die Lösung von Gleichung (2.1) durch Integration ermitteln. Die Lösung hängt nur vom Verhältnis von Inwärtsdrift  $v$  und Diffusionskoeffizienten  $D$  ab. Im quellenfreien Bereich des Plasmas (  $r < 3a/4$  ) gilt dann:  $\frac{v}{D} = \frac{\partial n_e / \partial r}{n_e}$ . Eine getrennte Bestimmung von  $v$  und  $D$  ist im stationären Fall also nicht möglich. Im instationären Fall hängt dagegen das Dichteprofil  $n_e(r)$  im allgemeinen von  $D$  und  $v$  explizit ab.

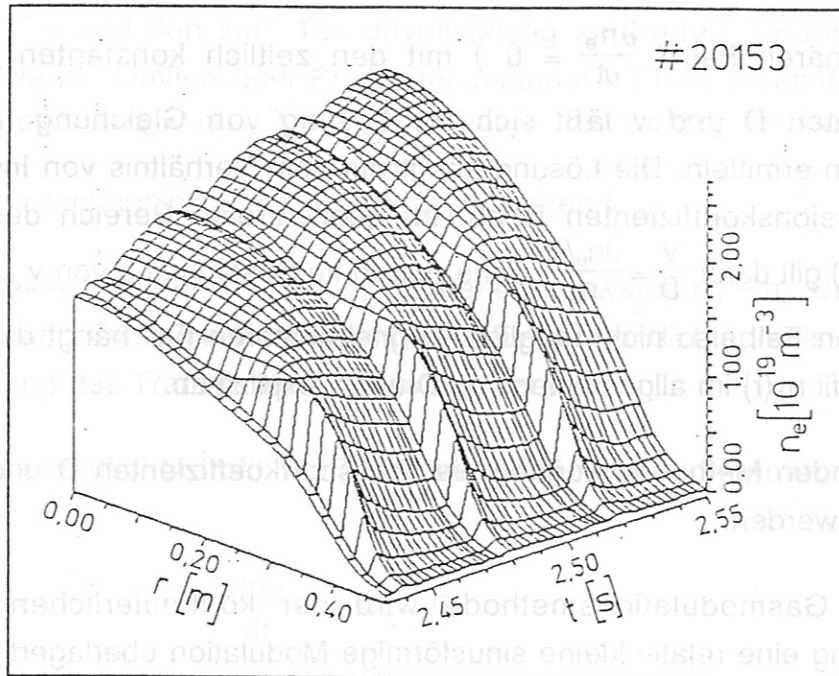
Mit folgenden Methoden können die Transportkoeffizienten  $D$  und  $v$  explizit bestimmt werden.

Bei der Gasmodulationsmethode wird der kontinuierlichen Teilchennachfüllung eine relativ kleine sinusförmige Modulation überlagert [7]. Da die Amplitude und Phase der sich im Plasma ausbreitenden Dichtestörung aus den Transportkoeffizienten  $D$  und  $v$  berechenbar ist, können die Transportkoeffizienten durch Anpassung an die gemessenen Amplituden und Phasen der Störung des Elektronendichteprofiles bestimmt werden. Vorteilhaft ist dabei die relativ kleine Störung des Plasmagleichgewichts, so daß die Transportkoeffizienten  $D$  und  $v$  des ungestörten Plasmas ermittelt werden können.

Die Gasmodulationsmethode setzt ein während der Modulationsperiode quasistationäres Plasma voraus. Das ist z. B. bei der Injektion von Pellets zur Teilchennachfüllung nicht der Fall. Hier muß die numerische Lösung von (2.1) durch geeignete Wahl von  $D(r)$  und  $v(r)$  an das gemessene Dichteprofil angepaßt werden.

Die Injektion von Pellets verursacht im Gegensatz zu den Gasoszillationen ein verändertes Transportverhalten im Plasma [6]. Pellets ( Pelletgeschwindigkeit  $v_p = 600$  m/s ) dringen nur bis etwa zum halben kleinen Radius ins Plasma ein. Trotzdem wird ein Zuspitzen des Dichteprofiles, d. h. ein Teilchentransport ins Plasmazentrum beobachtet. In Abbildung 2.1 ist die zeitliche Entwicklung des

Elektronendichteprofil in einem Zeitintervall, in dem drei langsame Pellets ( $v_p = 200 \text{ m/s}$ ) injiziert wurden, dargestellt. Die langsamen Pellets dringen typischerweise 5 cm ins Plasma ein und stellen somit einen räumlich im Außenbereich des Plasmas lokalisierten Quellterm  $Q$  dar.



**Abb. 2.1:** Zeitliche Entwicklung des Dichteprofil  $n_e(r,t)$  während und nach der Injektion von drei langsamen Pellets (Geschwindigkeit  $v = 200 \text{ m/s}$ )

Aus der Analyse des zugespitzten Elektronendichteprofil nach den Pelletinjektionen ergibt sich ein hohes Verhältnis der Transportkoeffizienten  $v_{in}/D$  am Plasmarand. Eine Extrapolation dieses Transportverhaltens in den Außenbereich des Plasmas führt dort zu hohen Werten der nach innen gerichteten Driftgeschwindigkeit  $v_{in}$  des Plasmas [6]. Eine kurzzeitige Dichteerhöhung in diesem Bereich sollte demnach nur geringe Auswirkungen auf das Dichteprofil haben.

Mithilfe eines sehr kurzen Gaspulses kann diese Voraussage erstmals überprüft werden. Wenn durch eine kurze, räumlich lokalisierte Verdopplung des Neutralteilchenflusses eine deutliche Beeinflussung der Plasmadichte im Außenbereich auftritt, muß die Inwärtsdrift  $v_{in}$  erheblich kleiner sein als bisher angenommen. Die für eine solche Untersuchung notwendigen Eigenschaften eines Gaspulses werden in Kapitel 2.2 abgeschätzt.

## 2.2 Anforderungen an den Diagnostikgaspuls

Um das Transportverhalten mit einem Diagnostikgaspuls untersuchen zu können, müssen Forderungen an die Teilchenzahl und die Pulsdauer erfüllt werden. Die Teilchenzahl ist durch den Wasserstoffneutralteilchenfluß auf das Plasma und die Pulsdauer durch die Zeitskala des anomalen Transports bestimmt.

Der Wasserstoffneutralteilchenfluß beträgt bei ASDEX typisch  $3 \cdot 10^{21} \text{ s}^{-1}$  [8]. Um ein ausreichendes Signal-Untergrund-Verhältnis bei der Messung der Elektronendichte zu erhalten, sollte der Diagnostikgaspuls  $(1-2) \cdot 10^{19}$  H-Atome/ms enthalten. Mit dieser Teilchenzahl kann dann auch aus der Änderung des Dichteprofiles durch den Gaspuls auf die Höhe der Inwärtsdrift  $v_{in}$  geschlossen werden.

Aus der Abbildung 2.1 ist die Zeitskala des Transportprozesses sichtbar. Innerhalb der zeitlichen Auflösung der Entwicklung der Dichteprofile von 3 ms ist nach der Pelletinjektion ein nach innen gerichteter Massentransport zu beobachten. Der Diagnostikgaspuls sollte also höchstens 1-2 ms lang sein.

### 2.3 Methoden zur Erzeugung kurzer Gaspulse

Kurze Gaspulse lassen sich am einfachsten mit piezoelektrischen Ventilen erzeugen. Piezoventile benötigen zum Öffnen bzw. Schließen 2 ms. Sie haben bei 1 bar Druckdifferenz und 100 V Spannung einen Durchlaß von ca. 2.5 Torr-l/s (Piezoventil PV-10 von Veeco Instruments). In 3 ms werden also  $5 \cdot 10^{17}$  H-Atome freigesetzt. Durch Vergrößerung der Durchlaßöffnung, durch Erhöhung der Druckdifferenz auf 2 bar und durch Erhöhung der Spannung auf bis zu 300 V kann die Durchgangsrate der Ventile bis auf 100 Torr-l/s =  $6.4 \cdot 10^{18}$  H-Atome/ms vergrößert werden [9]. Ab 2 bar Druckdifferenz läßt sich das Ventil mangelhaft oder nicht mehr öffnen.  $H_{\alpha}$ -Messungen bei ASDEX zeigten, daß sich die oben angegebene Durchgangsrate mit einer Zeitkonstante von 3-5 ms einstellte [10]. Bei Verkleinern des Spannungsimpulses auf 1 ms öffnete sich das Ventil nicht vollständig. 1 ms dauernde Gaspulse durch Piezoventile enthalten also maximal  $6 \cdot 10^{18}$  H-Atome. Um die erforderliche Teilchenzahl von  $(1-2) \cdot 10^{19}$  H-Atome pro Gaspuls zu erhalten, muß die Pulsdauer verlängert werden.

Piezoventile verändern sich oberhalb einer Temperatur von 60 °C irreversibel. Es wurde beobachtet, daß das Ventil nach einer Überhitzung nicht mehr richtig schloß [11]. Deshalb müssen sie beim Ausheizen einer Vakuumapparatur gekühlt und vor den schnellen Ionen und runaway-Elektronen geschützt werden.

Beim im Aufbau befindlichen Tokamak ASDEX Upgrade werden sich die Piezoventile in relativ großer Entfernung vom Plasma befinden. Der Gaspuls wird durch Rohre ans Plasma geführt. Erste Versuche mit einem Rohr von etwa 3 cm Durchmesser und 3 m Länge zeigten eine Verbreiterung eines Gaspulses mit Zimmertemperatur von mehr als 10 ms. Ein 5 ms dauernder Gaspuls mit etwa  $2 \cdot 10^{19}$  H-Atomen hat dann am Plasma ebenfalls eine zeitliche Länge von mehr als 10 ms.

Vorteilhaft ist bei Piezoventilen die nahezu unerschöpfliche Zahl der Gaspulse. Die Gasflaschen befinden sich außerhalb des Vakuumgefäßes und können beliebig gewechselt werden.

Kurze Gaspulse lassen sich außer mit Piezoventilen auch mit der in dieser Diplomarbeit untersuchten laserinduzierten Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid erzeugen. Um die beiden Methoden zur Erzeugung von

Gaspulsen vergleichen zu können, werden im folgenden die wesentlichen Ergebnisse der in dieser Arbeit vorgestellten Untersuchungen angeführt.

Die Wasserstoffmenge des Gaspulses wird im wesentlichen durch die zur Verfügung stehende Energie des Laserpulses beschränkt ( Kapitel 5.1 ). Die zeitliche Länge des Gaspulses ist eng an die Länge des Laserpulses gekoppelt ( Kapitel 5.3 ). Mit 40 J Laserpulsenergie kann ein Wasserstoffpuls mit  $(1-2) \cdot 10^{19}$  H-Atomen und 1 ms Länge erzeugt werden.

Nachteilig ist bei der Laserdesorption die beschränkte Anzahl von Gaspulsen, die mit einem  $TiH_x$ -Target erzeugt werden können ( Kapitel 5.2 ).

Außerdem wird neben Wasserstoff auch Titan desorbiert. Die Verunreinigung eines Wasserstoffgaspulses mit Fremtteilchen darf Höchstwerte nicht überschreiten, damit das Plasma keinen nennenswerten Energieverlust durch Linien- und Rekombinationsstrahlung erleidet. Bei einer Elektronentemperatur von 1 keV, einer Elektronendichte von  $3 \cdot 10^{19}/m^3$  verursachen  $5 \cdot 10^{16}$  Titanatomen einen Strahlungsverlust von etwa 10 kW. Das entspricht etwa 5% der totalen Strahlungsverluste von 220 kW bei einer ASDEX-Entladung ohne Zusatzheizung. Ein Wasserstoffgaspuls mit  $(1-2) \cdot 10^{19}$  Wasserstoffatomen enthält etwa  $(1-3) \cdot 10^{16}$  Ti-Atome ( Kapitel 5.4 ).

Das  $TiH_x$ -Target kann in die Nähe des Plasmas montiert werden ( am ASDEX-Innenzylinder etwa 6 cm vom Plasmarand ). Die zeitliche Verbreiterung des etwa 1500 °C heißen Gaspulses ist dann gegenüber der Pulsdauer von 1 ms vernachlässigbar.

Beim Ausheizen des ASDEX Vakuumgefäßes werden von Titanhydrid bei etwa 150 °C innerhalb von 2 Tagen etwa  $2 \cdot 10^{20}$  H-Atome/cm<sup>2</sup> desorbiert. Die Wasserstoffkonzentration in der für die Laserdesorption wichtigen Oberflächenschicht ( 10-20 µm ) und damit die freisetzbare Wasserstoffmenge wird durch den Ausheizprozeß um etwa 20% vermindert.

### 3. Laserdesorption

#### **3.1 Das System Titan-Wasserstoff**

TiH<sub>x</sub> ist aus mehreren Gründen als Targetmaterial besonders geeignet:

- a. Titan besitzt von allen Metall-Wasserstoff-Systemen eine der höchsten Speicherkapazitäten für Wasserstoff. Die Wasserstoffdichte kann bis zu  $9.0 \cdot 10^{22}$  Atome/cm<sup>3</sup> betragen [13].
- b. Der die Desorptionsrate bestimmende Partialdruck des Wasserstoffs in TiH<sub>x</sub> ist bei höheren Temperaturen sehr groß. Deshalb können sehr große Wasserstoffflüsse erreicht werden ( vergleiche Kapitel 3.2 ).
- c. Der Diffusionskoeffizient von Wasserstoff in Titan ist bei höheren Temperaturen sehr groß. Er sorgt deshalb für eine hohe Wasserstoff-Nachlieferungsrate aus dem Volumen zur erhitzten und wasserstoffverarmten Oberfläche. Mit dem Diffusionskoeffizienten erhöht sich die Dicke der Schicht, aus der Wasserstoff desorbiert wird und deshalb die Zahl der freigesetzten Wasserstoffatome. In Anhang B wird für das 2. Fick'sche Gesetz eine analytische Lösung für spezielle Randbedingungen angegeben, die eine Abschätzung der desorbierten Wasserstoffmenge  $\Delta N_H \sim \sqrt{D}$  erlaubt.
- d. Die Materialeigenschaften von Ti und TiH<sub>x</sub> sind wegen vielfacher Verwendung in Luft- und Raumfahrt, in der chemischen Industrie und verwandten Industriezweigen gut bekannt [14].

#### Eigenschaften von Ti und TiH<sub>x</sub>

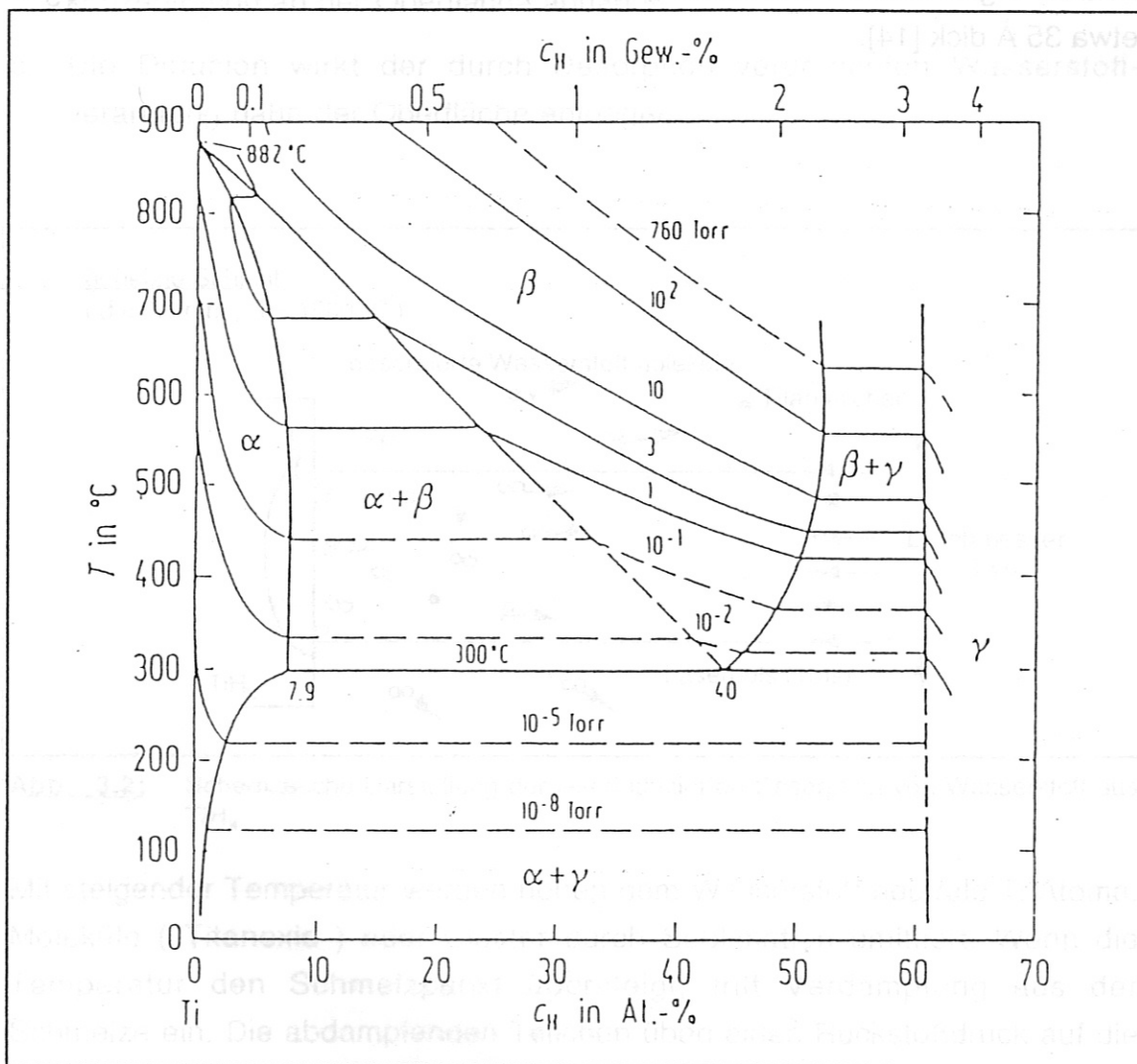
Titan wandelt sich von der bei Raumtemperatur beständigen hexagonalen  $\alpha$ -Phase bei 882.5 °C in eine kubisch-raumzentrierte Hochtemperaturphase  $\beta$  um [14].

Im  $\alpha$ -Titan kann bis zu 7.9 At.% (  $\text{At.}\% = \frac{N_H}{N_H + N_{Ti}}$ , N : Teilchendichte ), in  $\beta$ -Titan bis zu 50 At.% (TiH) und in der nur durch Hydrierung zugänglichen  $\gamma$ -Phase bis zu 66.7 At.% Wasserstoff (TiH<sub>2</sub>) gelöst werden. In der  $\gamma$ -Phase liegt das Titan in einer kubisch-flächenzentrierten Gitterstruktur vor. Die Gitterkonstanten bei Raumtemperatur betragen [14]:

$\alpha$ -Titan (hcp)  $a=2.95 \text{ \AA}$ ,  $c=4.68 \text{ \AA}$   
 $\beta$ -Titan (bcc)  $a=3.3 \text{ \AA}$  ( $T = 320 \text{ }^\circ\text{C}$ )  
 $\gamma$ -Titan (fcc)  $\bar{a}=4.40 \text{ \AA}$  (50 At.% H) -  $4.46 \text{ \AA}$  (62.4 At.% H)

Die interstitielle Einlagerung von Wasserstoff erfolgt im  $\alpha$ -Titan in Oktaederlücken, im  $\beta$ -Titan in die Tetraederlücken des bcc-Gitters und im  $\gamma$ -Titan in die des fcc-Gitters [12].

In Abb. 3.1 ist das Phasendiagramm des  $\text{TiH}_x$  dargestellt.



**Abb. 3.1:** Phasendiagramm des Systems Titan-Wasserstoff mit Isobaren [15]

Mit steigender Wasserstoffkonzentration geht das Titan aus der  $\alpha$ - über eine  $\alpha$ - $\beta$ -Mischphase in die reine  $\beta$ -Phase und dann durch das Zweiphasengebiet  $\beta$ - $\gamma$  in die  $\gamma$ -Phase über. Bei Raumtemperatur existiert zwischen den reinen  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Phasen eine  $\alpha$ - $\gamma$ -Mischphase. Der bei höherer Temperatur ( $T \geq 320 \text{ }^\circ\text{C}$ )

gelöste Wasserstoff scheidet sich bei Raumtemperatur als Titanhydrid (  $Ti + TiH_2$  ) in Hydridplatten ab [14]. Diese plattenförmigen Ausscheidungen von Titanhydrid aus Titan sorgen für eine erhöhte Neigung zur Rißbildung [14]. Bei höheren Wasserstoffkonzentrationen bricht Titanblech bei kleinster Beanspruchung.

Die Wasserstoffabsorption von Titan wird durch Oberflächenoxidschichten sehr stark herabgesetzt [15]. Die Affinität des Sauerstoffs zu Titan ist größer als die des Stickstoffs. Deswegen wird von Titan in Luft wesentlich mehr Sauerstoff als Stickstoff aufgenommen [14]. Die Dicke der Oxidschicht wächst zeitlich logarithmisch an. Nach 2 Stunden ist sie 17 Å und nach 40 Tagen etwa 35 Å dick [14].

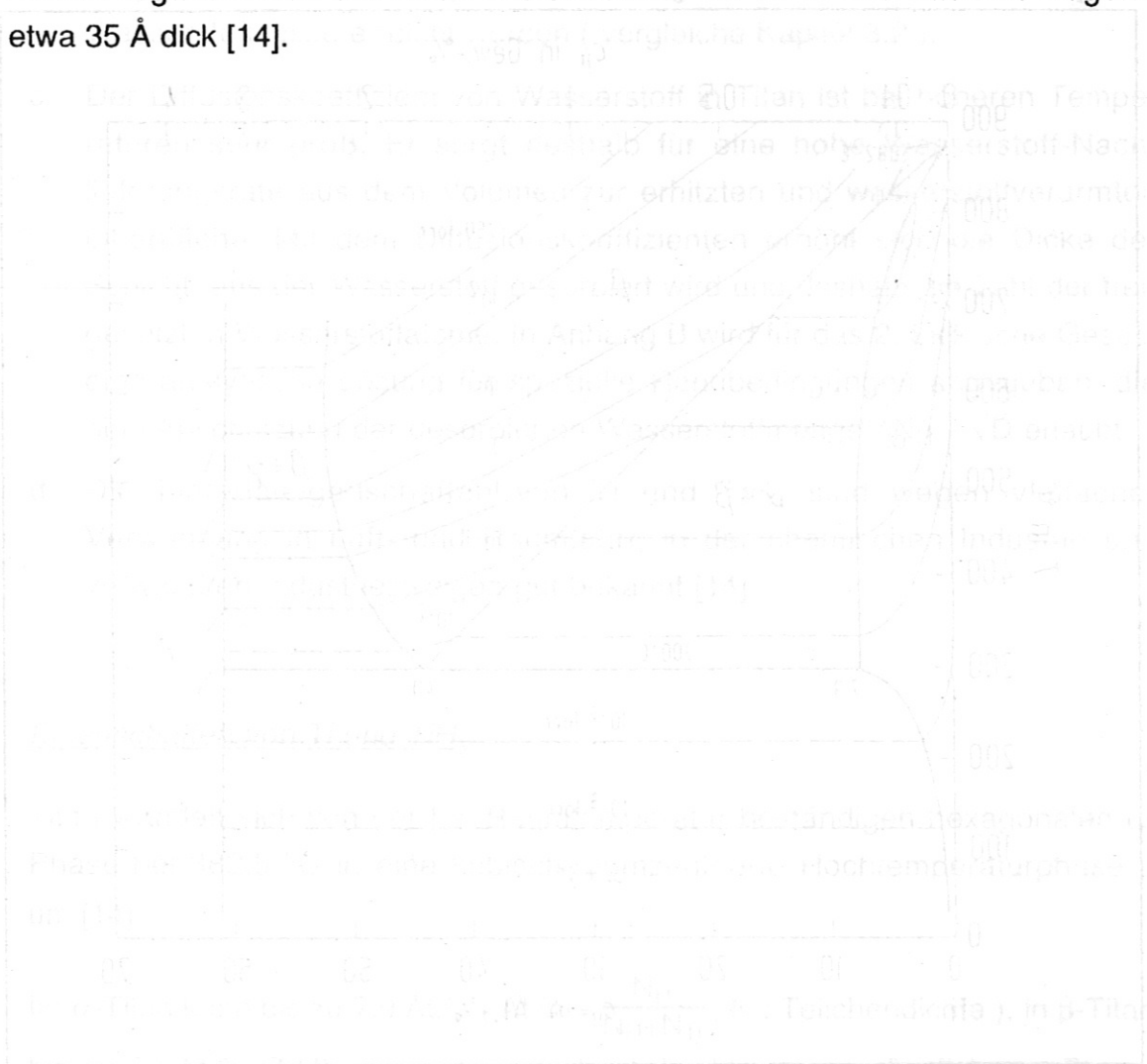


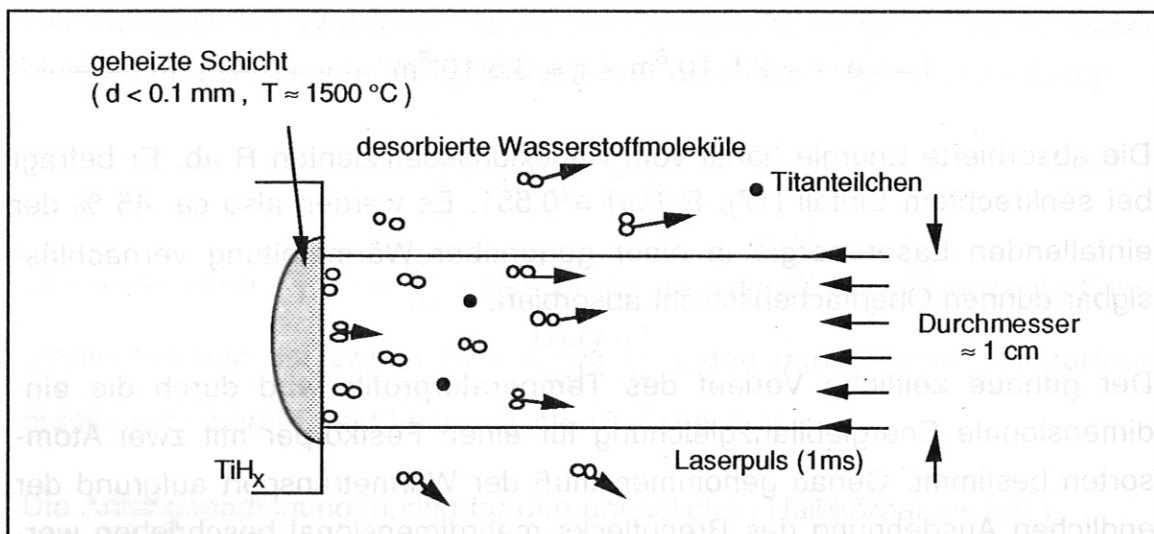
Abb. 3.1: Phasendiagramm des Systems Titan-Wasserstoff mit Lösungslimiten. Die Kurve zeigt die Löslichkeit des Wasserstoffs in Titan in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Kurve ist in zwei Teile unterteilt: der obere Teil zeigt die Löslichkeit in der  $\alpha$ -Phase und der untere Teil die Löslichkeit in der  $\beta$ -Phase. Die Kurve ist in zwei Teile unterteilt: der obere Teil zeigt die Löslichkeit in der  $\alpha$ -Phase und der untere Teil die Löslichkeit in der  $\beta$ -Phase.



### 3.2 Prinzip der Laserdesorption

Die laserinduzierte Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid kann folgendermaßen beschrieben werden:

- Die an der Oberfläche absorbierte Laserstrahlung erzeugt einen Temperaturgradienten, der durch die zeitabhängige Wärmeleitungsgleichung (Fourier-Gleichung) beschrieben wird.
- Wasserstoffmoleküle und -atome werden von der erwärmten Oberfläche mit einer Rate emittiert, die von der Temperatur und der Wasserstoffkonzentration an der Oberfläche abhängt.
- Die Diffusion wirkt der durch Desorption verursachten Wasserstoffverarmung nahe der Oberfläche entgegen.



**Abb. 3.2:** Schematische Darstellung der laserinduzierten Desorption von Wasserstoff aus  $TiH_x$

Mit steigender Temperatur werden neben dem Wasserstoff neutrale Ti-Atome, Moleküle (Titanoxid) oder Cluster durch Sublimation emittiert. Wenn die Temperatur den Schmelzpunkt übersteigt, tritt Verdampfung aus der Schmelze ein. Die abdampfenden Teilchen üben einen Rückstoßdruck auf die Flüssigkeit aus, so daß nach dem Abkühlen und Erstarren Krater zurückbleiben. Bei weiterem Temperaturanstieg werden außerdem thermische Elektronen und Ionen emittiert [16].

Für den vorgesehenen Einsatzzweck muß die Anzahl von Titanatomen pro Wasserstoffpuls möglichst niedrig sein, um Störungen der Plasmaentladung

durch Strahlungskühlung zu verhindern. Die Oberflächentemperatur des Targets darf deswegen nicht zu groß werden ( Kapitel 5.4 ). Dem steht gegenüber, daß bei höherer Temperatur mehr Wasserstoff desorbiert wird ( Kapitel 5.1 ).

Die zeitliche und räumliche Temperaturverteilung im Titanhydrid hängt von der Energiedeposition durch den Laserpuls und dem Energiefluß in den Festkörper ab. Aus dem wellenlängenabhängigen Extinktionskoeffizienten [17] ( $k = 3.12$ ) bestimmt sich die Eindringtiefe  $\xi$  für die Strahlung des Rubinlasers ( $\lambda_R = 6943 \text{ \AA}$ ) zu:

$$\xi = \lambda_R / (2\pi k) = 354 \text{ \AA} \quad (3.1)$$

Nach der Zeit  $\tau = 1 \text{ \mu s}$  ( Kapitel 3.3: zeitliche Länge der Spikes des Rubinlasers ) fällt ein anfänglich stufenförmiges Temperaturprofil bei Titan ( Temperaturleitfähigkeit  $a = 6 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$  ) über die Eindringtiefe  $l$  ab:

$$l = \sqrt{a \cdot \tau} \approx 2.5 \cdot 10^{-6} \text{ m} \gg \xi = 3.5 \cdot 10^{-8} \text{ m}$$

Die absorbierte Energie hängt vom Reflexionskoeffizienten  $R$  ab. Er beträgt bei senkrechtem Einfall [17]:  $R(\lambda_R) = 0.551$ . Es werden also ca. 45 % der einfallenden Laserenergie in einer gegenüber Wärmeleitung vernachlässigbar dünnen Oberflächenschicht absorbiert.

Der genaue zeitliche Verlauf des Temperaturprofils wird durch die eindimensionale Energiebilanzgleichung für einen Festkörper mit zwei Atomsorten bestimmt. Genau genommen muß der Wärmetransport aufgrund der endlichen Ausdehnung des Brennflecks mehrdimensional beschrieben werden. Da der Brennfleckdurchmesser groß gegenüber der Eindringtiefe der Wärmeenergie ist, kann der Wärmetransport parallel zur Oberfläche näherungsweise vernachlässigt werden. Die Energiebilanzgleichung beinhaltet Terme für die Wärmeleitung ( $j = -\kappa \frac{\partial T}{\partial x}$ ), für den Wärmetransport durch Diffusion der Atome ( $j = -DQ_{N_{Ti}} \frac{\partial y}{\partial x}$ ) und für den Wärmefluß durch einen Konzentrationsgradienten ( $DN_{Ti} \left( \frac{\partial y}{\partial x} + \frac{Q_y}{k_B T^2} \frac{\partial T}{\partial x} \right) \frac{\partial H_H(y)}{\partial x}$ ) ( Dufour-Effekt ) [18].

Mit diesen Termen lautet die Wärmeleitungsgleichung:

$$\rho c_v \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D Q N_{Ti} \frac{\partial y}{\partial x} + \kappa \frac{\partial T}{\partial x} \right) + D N_{Ti} \left( \frac{\partial y}{\partial x} + \frac{Q y}{k_B T^2} \frac{\partial T}{\partial x} \right) \frac{\partial H_H}{\partial x} \quad (3.2)$$

$T(x,t)$	Temperatur
$y$	H/Ti-Verhältnis
$\rho c_v$	Wärmekapazität pro Volumeneinheit
$\kappa$	Temperaturleitfähigkeit von TiH <sub>x</sub>
$D$	Diffusionskoeffizient von H in Ti
$Q$	Transportwärme
$N_{Ti}$	Teilchendichte von Ti
$k_B$	Boltzmannkonstante
$H_H$	partielle molare Enthalpie von H in TiH <sub>x</sub>

Der Transport der Wasserstoffatome zur Oberfläche, an der sie zu H<sub>2</sub> rekombinieren und verdampfen, wird beschrieben durch die Diffusionsgleichung:

$$\frac{\partial y}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial y}{\partial x} + \frac{D Q y}{k_B T^2} \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad (3.3)$$

Der erste Term ( $j = -D \frac{\partial y}{\partial x}$ ) beschreibt den durch einen Konzentrationsgradienten und der zweite ( $j = -\frac{D Q y}{k_B T^2} \frac{\partial T}{\partial x}$ ) den durch einen Temperaturgradienten (Soret-Effekt) verursachten Teilchenfluß.

Die Anfangsbedingungen sind für den unendlichen Halbkörper ( $x \geq 0$ ):

$$T(x, 0) = T_0 \quad (3.4)$$

$$y(x, 0) = y_0 \quad (3.5)$$

Die Randbedingungen in großer Entfernung von der Oberfläche ( $x = \infty$ ) sind:

$$T(\infty, t) = T_0 \quad (3.6)$$

$$y(\infty, t) = y_0 \quad (3.7)$$

Die Randbedingung der Wärmeleitungsgleichung an der Oberfläche ( $x = 0$ ) ist durch die Bilanz der ein- und austretenden Wärmeströme gegeben. Der Energiefluß vom Laser  $q(t)$  wird bilanziert durch den Wärmetransport ins Innere ( $j = -(\kappa - \frac{DQ^2 N_{Ti} y_s}{k_B T_s^2}) (\frac{\partial T}{\partial x})_s$ ), den Energieverlust durch den von der Oberfläche desorbierten molekularen Wasserstoff ( $j = -2\Phi(T_s, y_s) (\Delta H_{vap} - Q)$ ) und den Energieverlust durch Strahlungskühlung ( $j = \epsilon \sigma_s (T_s^4 - T_a^4)$ ):

$$-(\kappa - \frac{DQ^2 N_{Ti} y_s}{k_B T_s^2}) (\frac{\partial T}{\partial x})_s = -2\Phi(T_s, y_s) (\Delta H_{vap} - Q) - \epsilon \sigma_s (T_s^4 - T_a^4) + q(t) \quad (3.8)$$

Die Rate des von der Oberfläche emittierten molekularen Wasserstoffs  $\Phi(T_s, y_s)$  ist mit der Näherung Kondensationskoeffizient  $s \approx 1$  gegeben durch:

$$\Phi(T_s, y_s) = \frac{p(T_s, y_s)}{\sqrt{2\pi M_{H_2} k_B T_s}} \quad (3.9)$$

$T_s = T(0, t)$	Temperatur an der Oberfläche
$y_s = y(0, t)$	Konzentration an der Oberfläche
$p(T_s, y_s)$	Dampfdruck von molekularem Wasserstoff
$M_{H_2}$	Masse des Wasserstoffmoleküls
$\Delta H_{vap}$	Verdampfungswärme von Wasserstoff
$\epsilon$	Emissivität
$\sigma_s$	Stefan-Boltzmann-Konstante
$q(t)$	Energiefluß auf die Oberfläche

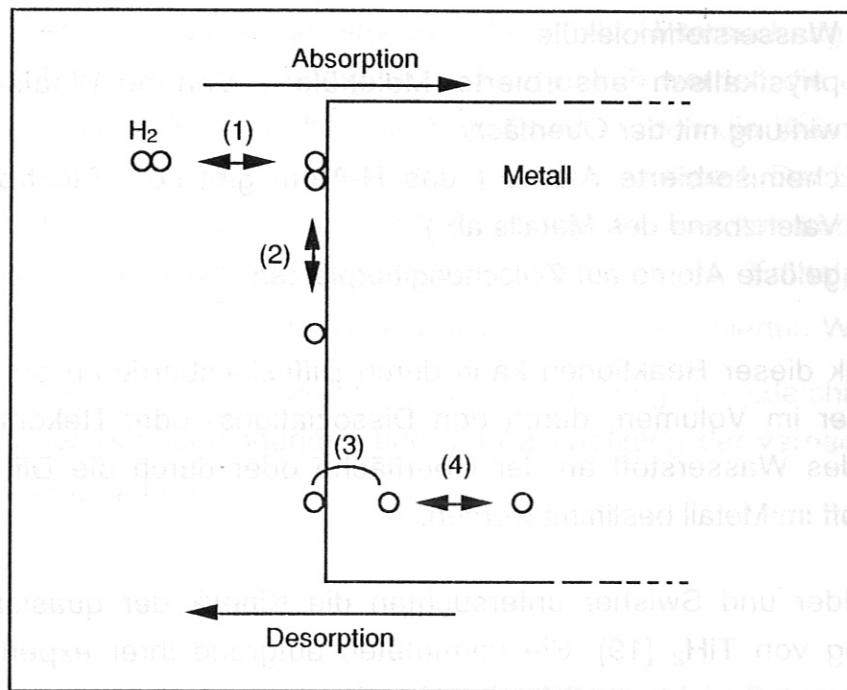
Die Randbedingung der Diffusionsgleichung an der Oberfläche beinhaltet neben dem Soret-Term ( $j = -\frac{DQy_s}{k_B T_s^2} (\frac{\partial T}{\partial x})_s$ ) den Teilchenverlust durch

Wasserstoffemission ( $j = -\frac{2\Phi(T_s, y_s)}{N_{Ti}}$ ):

$$-D (\frac{\partial y}{\partial x})_s = -\frac{2\Phi(T_s, y_s)}{N_{Ti}} - \frac{DQy_s}{k_B T_s^2} (\frac{\partial T}{\partial x})_s \quad (3.10)$$

In der Herleitung der Gleichungen (3.2) und (3.3) wird das Titan-Wirtsgitter, durch das die Wasserstoffatome wandern, als starr angenommen.

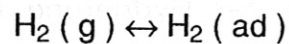
Der Durchtritt des Wasserstoffs durch die Titanoberfläche sowohl bei der Laserdesorption wie auch beim Hydrieren der Targets ist in Abb. 3.3 schematisch dargestellt.



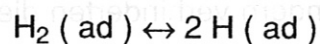
**Abb. 3.3:** Reaktionsmechanismen der Wasserstoffaufnahme und Abgabe.

Die reversible Wasserstoffaufnahme bzw. Abgabe erfolgt in mehreren Teilschritten:

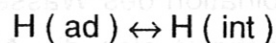
- (1) Transport des Wasserstoffmoleküls durch die Gasphase zur Metalloberfläche mit nachfolgender physikalischer Adsorption der Moleküle



- (2) Dissoziation des Wasserstoffmoleküls unter gleichzeitiger Chemisorption der Wasserstoffatome



- (3) Durchtritt der Wasserstoffatome durch die Metalloberfläche



- (4) Diffusion der Wasserstoffatome im Metallgitter

H <sub>2</sub> ( g )	Wasserstoffmoleküle
H <sub>2</sub> ( ad )	physikalisch adsorbierte Moleküle ( Van-der-Waals-Wechselwirkung mit der Oberfläche )
H ( ad )	chemisorbierte Atome ( das H-Atom gibt sein Elektron an das Valenzband des Metalls ab )
H ( int )	gelöste Atome auf Zwischengitterplätzen

Die Kinetik dieser Reaktionen kann durch Diffusionsbarrieren an der Oberfläche oder im Volumen, durch den Dissoziations- oder Rekombinationsprozess des Wasserstoff an der Oberfläche oder durch die Diffusion von Wasserstoff im Metall bestimmt werden.

Schoenfelder und Swisher untersuchten die Kinetik der quasistationären Zersetzung von TiH<sub>2</sub> [19]. Sie vermuteten aufgrund ihrer experimentellen Ergebnisse, daß nicht die Diffusion der Wasserstoffatome durch die Oxidschichten, sondern die veränderte katalytische Eigenschaft der Oberfläche bei der Teilreaktion (2) ( Rekombination ) geschwindigkeitsbestimmend ist. Kasemo und Törnqvist untersuchten, warum die Absorptionsgeschwindigkeit von Wasserstoff in Titan durch Oxidschichten vermindert wird [20]. Sie dampften eine 15 Å dicke Ti-Schicht auf die Oberflächenoxidschicht auf. Vor der Ti-Aufdampfung war die Wasserstoffabsorption durch die Oxidschicht herabgesetzt. Nach der Ti-Aufdampfung beobachteten sie eine erhöhte Wasserstoffabsorption bei der Hydrierung des Titans. Die absorbierte Wasserstoffmenge war größer als die Menge, die von einer 15 Å dicken Ti-Schicht aufgenommen werden kann. Die Oxidschichten bildeten bei den Versuchen von Kasemo und Törnqvist also keine Diffusionsbarriere für den atomaren Wasserstoff, sondern verhinderten die Dissoziation des molekularen Wasserstoffs.

Die Dissoziation und Rekombination des Wasserstoffs an der Oberfläche des Metalls ( Teilreaktion (2) ) scheint also die Absorptions- und Desorptionskinetik wesentlich zu bestimmen. Bei der laserinduzierten Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid könnte deshalb die Rekombination von atomarem zu molekularem Wasserstoff an der Oberfläche des Titanhydrids die desorbierte Wasserstoffmenge vermindern.

Aufgrund dieses Problems ist eine experimentelle Untersuchung der laserinduzierten Desorption notwendig. Zur Interpretation werden die experimentellen Daten mit einem Modell verglichen. Dazu wurden die Wärmeleitungsgleichung (3.2) und die Diffusionsgleichung (3.3) diskretisiert. Der Soret-Effekt und der Enthalpietransport durch diffundierende Wasserstoffatome wurden vernachlässigt (Transportwärme  $Q = 0$ , partieller molarer Enthalpiegradient  $\frac{\partial H_H}{\partial x} = 0$ ). Beide Terme tragen weniger als 10% zur desorbierten Wasserstoffmenge bei. In Anhang B werden die Diskretisierung der Gleichungen, die Anbindung der Randbedingungen und die Abschätzung der vernachlässigten Terme wiedergegeben.

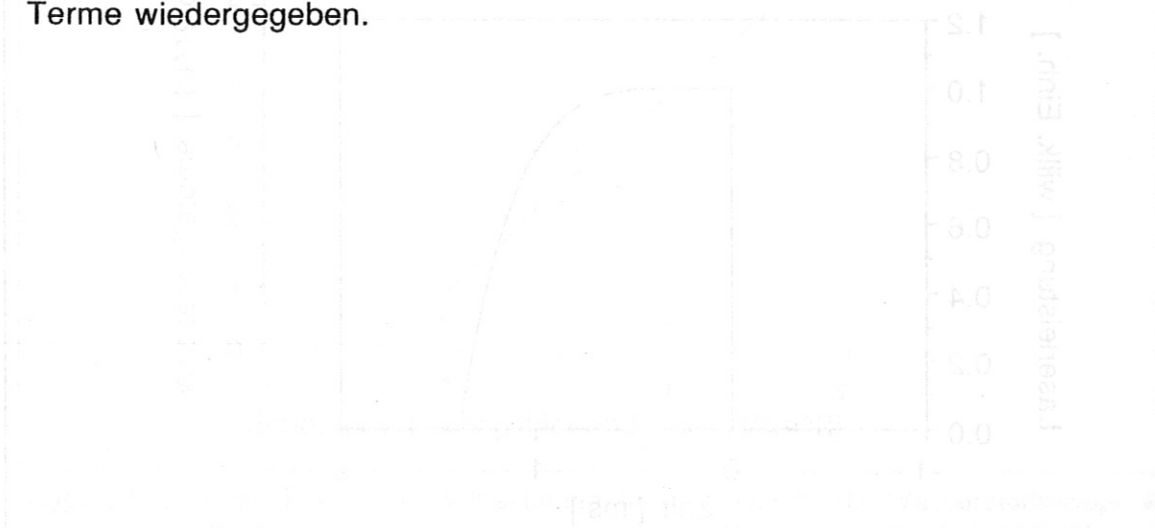
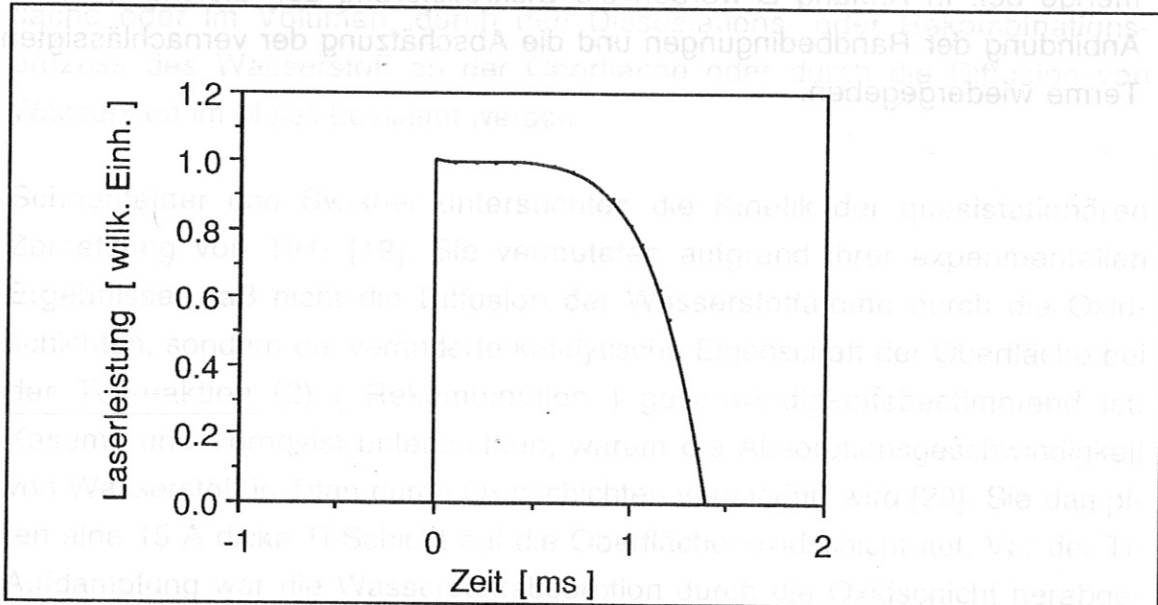


Abb. 3.4: Modell für die zeitliche Entwicklung der Desorptionsrate von Wasserstoffatomen.

Die Leistungsdichte des Lasers beträgt  $10^{10} \text{ W/cm}^2$ . Um den Einfluss der Leistungsdichte des Lasers im Spiking-Maße auf die absolute Wasserstoffmenge zu untersuchen, wurde nun mit dickeren, röhrenförmigen Spikes gerechnet. Die Basisbreite der Spikes war  $0.5 \mu\text{m}$  und der zeitliche Abstand  $1.5 \mu\text{s}$ . In Tabelle 3.4 sind die Ergebnisse für eine Spiking-Dichte von  $0.1 \text{ W/cm}^2$  und eine Spiking-Dichte von  $10^{10} \text{ W/cm}^2$  angegeben. Die Wasserstoffkonzentration an der Oberfläche  $\gamma_0$  moduliert die Oberflächen-Wasserstoffkonzentration an der Oberfläche  $\gamma_0$  modular. Die Oberflächen-Wasserstoffkonzentration  $\gamma_0$  schwankt um maximal 10%, die Wasserstoffkonzentration  $\gamma_0$  um maximal 15%. Der Wasserstofffluss ist fast vollständig durch die Spikes moduliert. Bei einer Mittelung über mehrere Spikes ergeben sich jedoch dieselbe Temperatur  $T_s$ , Konzentration  $\gamma_0$  und derselbe Wasserstofffluss wie bei einer Rechnung mit einem zeitlich gemittelten Energiefluss. Die relative Differenz der Gesamtmenge an desorbiertem Wasserstoff mit und ohne Spikes ist im Modell kleiner als 1%. Deswegen kommt, für Rechnungen zu Spikes, für eine Leistungsabgabe ohne Spikes gerechnet werden. Die Spiking-Dichte  $10^{10} \text{ W/cm}^2$  ist eine typische Spiking-Dichte für die Laserinduzierte Desorption.

### 3.3 Ergebnisse von Modellrechnungen

Der zeitliche Verlauf der Leistung in einem Laserpuls wurde aus der Messung mit einer Photodiode bestimmt ( siehe Ende dieses Kapitels). Dabei wurde über die Leistungsspitzen der Spikes des Rubinlasers ( siehe Abb. 4.4 ) gemittelt.



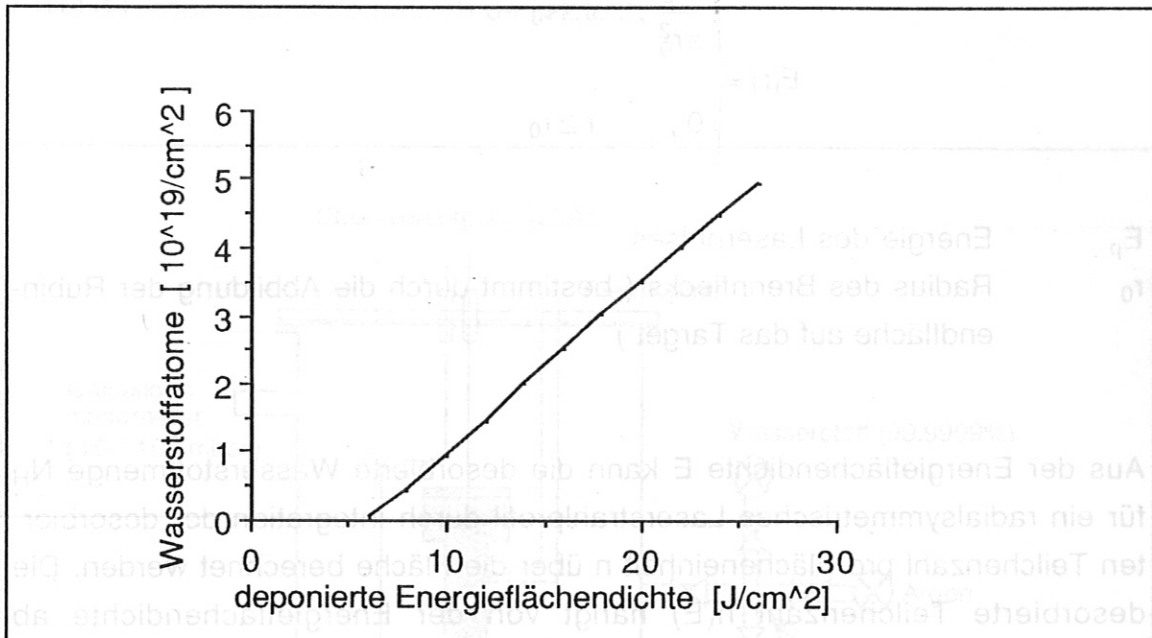
**Abb. 3.4:** Modell für die zeitliche Entwicklung der Leistung des Laserpulses  
Die Leistung wurde über mehrere Spikes gemittelt.

Um den Einfluß der Leistungsspitzen des Lasers im Spiking Mode auf die desorbierte Wasserstoffmenge zu untersuchen, wurde auch mit dreiecksförmigen Spikes gerechnet. Die Basisbreite der Spikes war  $0.5 \mu\text{s}$  und der zeitliche Abstand  $1.5 \mu\text{s}$ .

Bei Berücksichtigung der Spikes wird die Oberflächentemperatur  $T_s$  und die Wasserstoffkonzentration an der Oberfläche  $y_s$  moduliert. Die Oberflächentemperatur  $T_s$  schwankt um maximal 10%, die Wasserstoffkonzentration  $y_s$  um maximal 15 %. Der Wasserstofffluß ist fast vollständig durch die Spikes moduliert. Bei einer Mittelung über mehrere Spikes ergeben sich jedoch dieselbe Temperatur  $T_s$ , Konzentration  $y_s$  und derselbe Wasserstofffluß wie bei einer Rechnung mit einem zeitlich gemittelten Energiefluß. Die relative Differenz der Gesamtmenge an desorbiertem Wasserstoff mit und ohne Spikes ist im Modell kleiner als 1%. Deswegen konnte, um Rechenzeit zu sparen, mit einer Leistungsdeposition ohne Spikes gerechnet werden.



Die desorbierte Wasserstoffmenge in Abhängigkeit von der deponierten Energieflächendichte des Laserpulses  $\alpha E_p/A$  ist in Abbildung 3.5 dargestellt ( $\alpha = 45\%$  : relativer Anteil der deponierten zur totalen Energie des Laserpulses,  $E_p$  : Energie des Laserpulses,  $A$  : Fläche des Brennflecks ).



**Abb. 3.5** : Resultate der Modellrechnung für die desorbierte Wasserstoffmenge in Abhängigkeit von der deponierten Energieflächendichte des Laserpulses

Die desorbierte Wasserstoffmenge steigt oberhalb eines Schwellwerts nahezu linear mit der deponierten Energieflächendichte des Laserpulses an. Es wurden zwei Bereiche beobachtet: Unterhalb einer Energieflächendichte von  $6 \text{ J/cm}^2$  ist die Desorption durch den mit der Oberflächentemperatur exponentiell steigenden Dampfdruck  $p_{\text{H}_2}$  bestimmt ( Wasserstoffkonzentration  $y = N_{\text{H}}/N_{\text{Tl}}$  an der Oberfläche nahezu konstant ). Oberhalb von etwa  $10 \text{ J/cm}^2$  fällt die Oberflächenkonzentration  $y$  stark ab und die Desorption ist in diesem Modell diffusionslimitiert.

Um die Modellergebnisse mit den experimentellen Ergebnissen vergleichen zu können, ist die Kenntnis des räumlichen Laserstrahlprofils nötig. Da der Rubin im Multimode-Betrieb arbeitet und wegen der Energieverluste keine Modenblenden verwendet wurden, kann kein Gaußprofil erwartet werden. Das Laserstrahlprofil an der Rubinendfläche wurde näherungsweise ermittelt. Dazu wurde unter verschiedenen Abbildungsmaßstäben die fotografische Schicht eines Films verbrannt. Der stark nichtlineare Verbrennungsvorgang läßt Rückschlüsse auf eine bestimmte Energieflächendichte in Abhängigkeit

vom Radius des Brennflecks ziehen. Es zeigte sich, daß das Laserstrahlprofil einem Kastenprofil mit abgerundeten Ecken ähnelt. Die Radialsymmetrie war nicht vollständig erfüllt. Für einen Vergleich der experimentellen und berechneten Daten wurde das Laserstrahlprofil deshalb durch ein Kastenprofil genähert. Die Energieflächendichte für das Kastenprofil ist:

$$E(r) = \begin{cases} \frac{E_p}{\pi r_0^2}, & r \leq r_0 \\ 0, & r \geq r_0 \end{cases} \quad (3.11)$$

$E_p$  Energie des Laserpulses

$r_0$  Radius des Brennflecks ( bestimmt durch die Abbildung der Rubinendfläche auf das Target )

Aus der Energieflächendichte  $E$  kann die desorbierte Wasserstoffmenge  $N_H$  für ein radialsymmetrisches Laserstrahlprofil durch Integration der desorbierten Teilchenzahl pro Flächeneinheit  $n$  über die Fläche berechnet werden. Die desorbierte Teilchenzahl  $n(E)$  hängt von der Energieflächendichte ab ( vergleiche Abbildung 3.5 ).

$$N_H = \int_0^{\infty} n(E(r)) 2\pi r dr \quad (3.12)$$

$$= n(E) \cdot \pi r_0^2$$

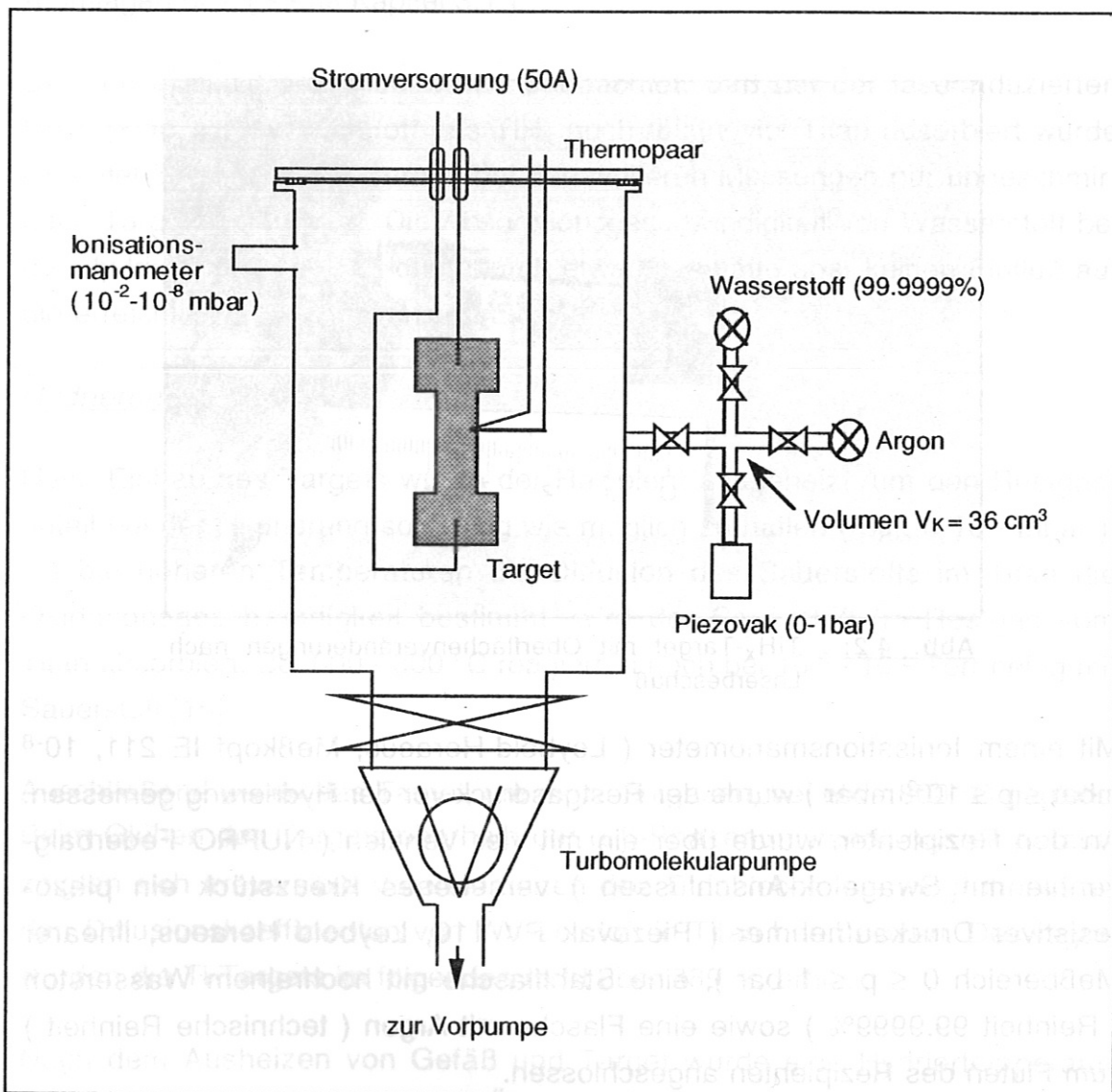
$N_H$  desorbierte Wasserstoffmenge

$n(E(r))$  desorbierte Wasserstoffmenge pro Flächeneinheit

## 4. Experimente zur Laserdesorption aus $TiH_x$

### 4.1 Herstellung der $TiH_x$ -Targets

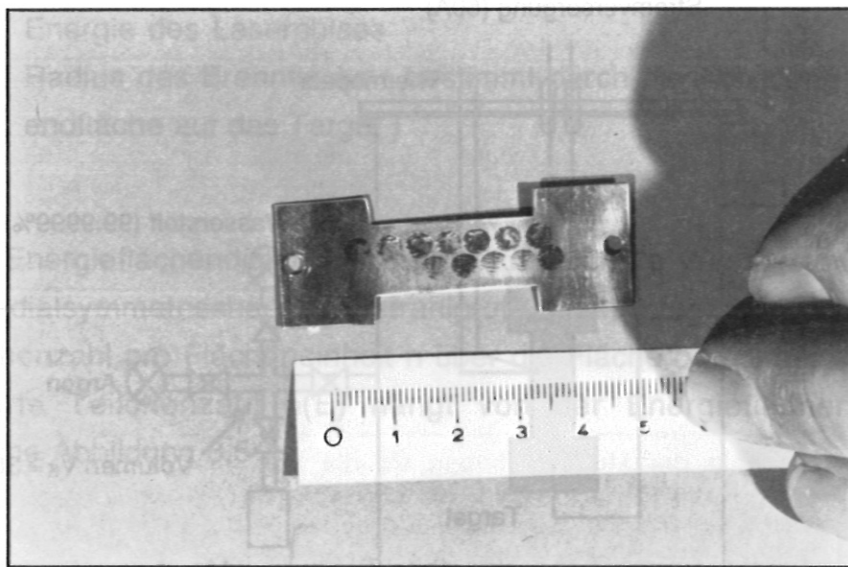
Da das für diese Untersuchung benötigte Titanhydrid nicht käuflich erhältlich war, mußte es in einer Vakuumapparatur hergestellt werden. In Abbildung 4.1 ist diese Apparatur schematisch dargestellt.



**Abb. 4.1:** Schematischer Aufbau zur Hydrierung von Ti-Blechen

An ein Edelstahlgefäß ( Volumen 2.5 l ) wurde über einen Schieber eine Turbopumpe ( Pfeiffer TPU200, Sauggeschwindigkeit  $S = 190$  l/s ) angeflanscht. Der abnehmbare Deckel des Rezipienten war mit zwei Hochstromdurchführungen versehen, an denen das Ti-Target befestigt wurde. Zur

Messung der Targettemperatur diente ein Thermopaar. Mit einer externen Stromversorgung (  $I_{\max} = 50 \text{ A}$  ) wurde das Ti-Blech durch Stromdurchgang geheizt. Um die Wärmeabgabe an die Stromzuführungen, die gleichzeitig die Halterung für das Blech sind, zu reduzieren, ist das Ti-Blech ( 0.5 mm dick ) so geschnitten, daß sich die maximale Temperatur in einem zentralen Steg einstellt. Es hat sich die in Abb. 4.2 dargestellte Form bewährt. Die Maße wurden so gewählt, daß die Targettaille für die Laserdesorption mindestens 10 mm breit und das Titan ausheizbar waren.



**Abb. 4.2:**  $\text{TiH}_x$ -Target mit Oberflächenveränderungen nach Laserbeschuß

Mit einem Ionisationsmanometer ( Leybold-Heraeus, Meßkopf IE 211,  $10^{-8} \text{ mbar} \leq p \leq 10^{-2} \text{ mbar}$  ) wurde der Restgasdruck vor der Hydrierung gemessen. An den Rezipienten wurde über ein mit vier Ventilen ( NUPRO Federbalgventile mit Swagelok-Anschlüssen ) versehenes Kreuzstück ein piezoresistiver Druckaufnehmer ( Piezovak PV 110, Leybold Heraeus, linearer Meßbereich  $0 \leq p \leq 1 \text{ bar}$  ), eine Stahlflasche mit hochreinem Wasserstoff ( Reinheit 99.9999% ) sowie eine Flasche mit Argon ( technische Reinheit ) zum Fluten des Rezipienten angeschlossen.

Das von den vier Ventilen begrenzte Volumen betrug  $36 (1) \text{ cm}^3$ , das Volumen des piezoresistiven Druckaufnehmers  $1 \text{ cm}^3$ . Durch Messung des Drucks  $\Delta p_{\text{H}_2}$  im Kreuzstück kann deshalb die in das Gefäß eingelassene Wasserstoffmenge  $\text{N}_{\text{H}_2}$  bestimmt werden:

$$N_{H_2} = \frac{\Delta p_{H_2} V_K}{k_B T} \quad (4.1)$$

### Vorbereitung des Targets

Nach dem Zuschneiden wurde das Ti-Blech geschmirgelt, um die Oxidschicht auf der Oberfläche zu vermindern, und danach mit Aceton gereinigt. Da zwischen dem Schmirgeln des Titans und dem Evakuieren des Rezipienten mit der Probe maximal 30 min vergingen, war die Oxidschicht nur wenige Atomlagen dick ( siehe Kapitel 3.1 ).

Bei den ersten Versuchen wurde beobachtet, daß bei der laserinduzierten Desorption von Wasserstoff aus  $TiH_x$  auch relativ viel Titan desorbiert wurde ( Kapitel 5.4 ). Deshalb wurden bei den weiteren Messungen nur ungeschmirgelte Targets verwendet. Die Absorptionsgeschwindigkeit von Wasserstoff bei der Hydrierung halbierte sich dadurch etwa. Das hatte aber keinen Einfluß auf die erreichte Wasserstoffkonzentration.

### Hydrierung

Nach Einbau des Targets wurde der Rezipient ausgeheizt, um den Restgasanteil bei der Hydrierung so gering wie möglich zu halten (  $p_{RG} \approx 10^{-8}$  mbar ). Da bei höheren Temperaturen die Diffusion des Sauerstoffs im Titan die Oxidationsgeschwindigkeit bestimmt, wird der Sauerstoff im Restgas vom Titan absorbiert. Bei 600 - 800 °C reagiert Ti noch bei  $10^{-6}$  -  $10^{-5}$  Torr heftig mit Sauerstoff [15].

Anschließend wurde das Target, um es zu entgasen, bei etwa 800 °C geglüht. Beim Glühen des Targets oberhalb der  $\alpha$ - $\beta$ -Phasenumwandlungstemperatur zeigten sich irreversible Veränderungen des Titanblechs, die möglicherweise den Diffusionskoeffizienten von Wasserstoff in Titan herabsetzen. Deswegen wurden die Ti-Targets im folgenden nicht über 880 °C erhitzt.

Nach dem Ausheizen von Gefäß und Target wurde eine Hydriertemperatur von 300 °C - 500 °C eingestellt. Über das Kreuzstück wurde dosiert Wasserstoff in das Reaktionsvolumen eingelassen. Das Target absorbierte den Wasserstoff, der Druck im Rezipienten nahm bis zu einem Sättigungswert  $p_s$  ab. Die von Titan aufgenommene Wasserstoffmenge  $N_H$  wurde aus der Druckänderung  $\Delta p_{H_2}$  im Rezipienten bestimmt.

$$\Delta p_{H_2} = p_K \frac{V_K}{V_K + V_R} - p_S \quad (4.2)$$

- $p_K$       Druck im Kreuzstück bei geschlossenen Ventilen ( $\approx 1$  bar)  
 $p_S$       Sättigungsdruck im Rezipienten bei geöffneten Ventilen ( $\approx 10$  mbar)  
 $V_K$       Volumen von Kreuzstück und piezoresistivem Druckaufnehmer  
 $V_R$       Volumen des Rezipienten

$$N_H = 2 \frac{\Delta p_{H_2} (V_R + V_K)}{k_B T} \quad (4.3)$$

- $T$       Temperatur des Wasserstoffgases im Reaktionsvolumen  
 $k_B$       Boltzmannkonstante

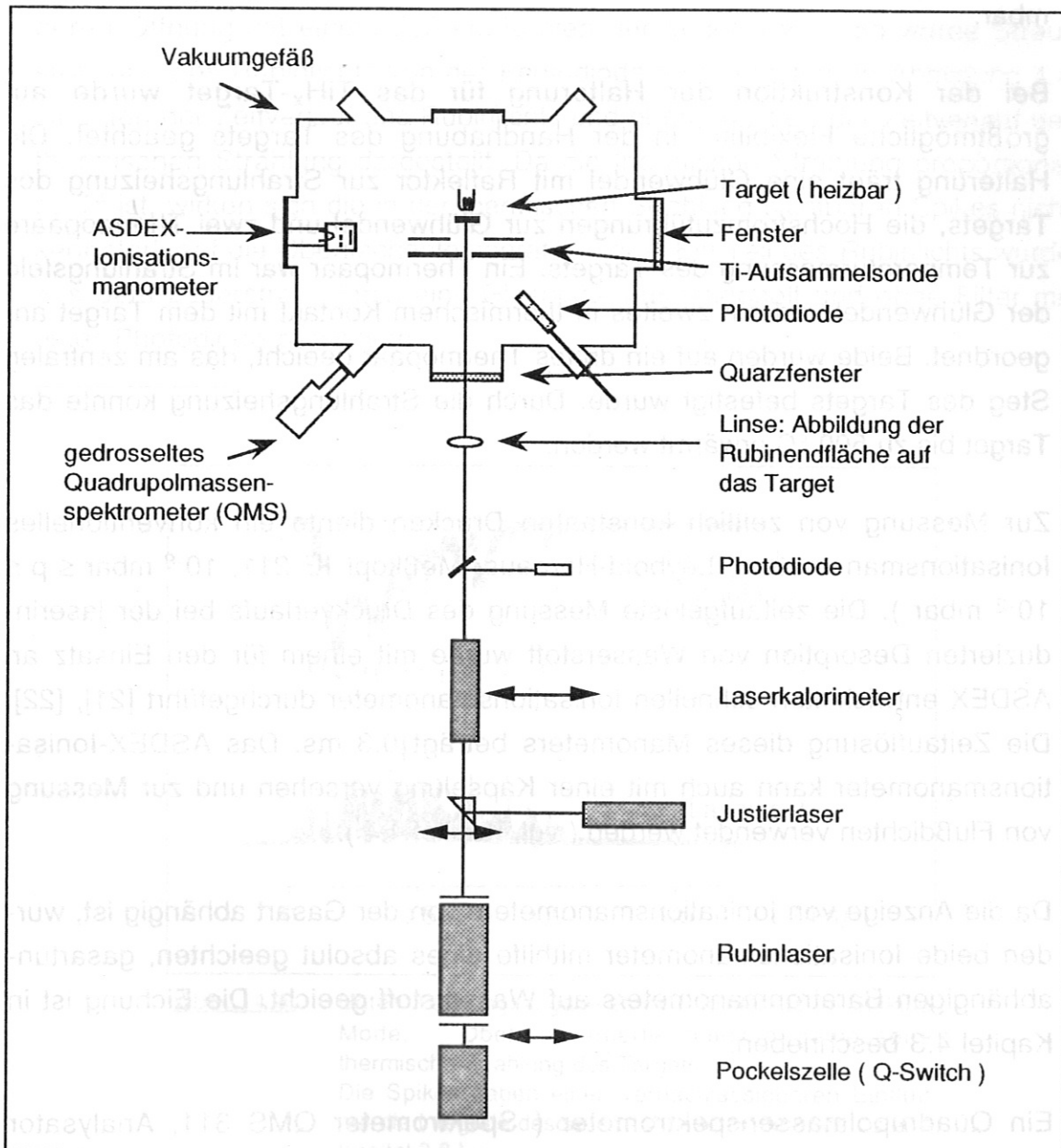
Um eine vorgegebene Wasserstoffkonzentration im Titan zu erhalten, wurde mehrmals Wasserstoff in den Rezipienten eingelassen. Zur Vermeidung von systematischen Fehlern bei der manometrischen Methode, z.B. durch Be-gasung des Rezipienten, wurde der Wasserstoffgehalt zusätzlich gra-vimetrisch bestimmt. Vor dem Ein- und nach dem Ausbau wurde das Titan-blech mit einer Mikrowaage (Mettler H8, Genauigkeit  $\Delta g = 1$  mg) gewogen. Die aufgenommene Wasserstoffmenge  $N_H$  läßt sich aus dem Gewichtszuwachs des Targets  $\Delta m$  und der Masse des H-Atoms  $m_H$  berechnen:

$$N_H = \frac{\Delta m}{m_H} \quad (4.4)$$

Die aus beiden Methoden bestimmten Gasaufnahmen wichen voneinander um weniger als 10 % ab.

#### 4.2 Aufbau zur Untersuchung des durch laserinduzierte Desorption erzeugten Wasserstoffgaspulses

In Abbildung 4.3 ist die Apparatur zur Bestimmung der charakteristischen Größen des durch Laserdesorption erzeugten Gaspulses schematisch dargestellt.



**Abb. 4.3:** Schematischer Aufbau des Experiments zur Bestimmung der charakteristischen Größen des Gaspulses durch Laserdesorption

Der Aufbau bestand aus einem Edelstahlgefäß (Volumen  $V = 73 (2) \text{ l}$ ), das das Target und die diagnostischen Einrichtungen enthielt, einem Pumpstand

(Pfeiffer, Turbomolekularpumpe Typ TPU200, Sauggeschwindigkeit  $S=190$  l/s) und einer optischen Bank, auf der die Komponenten des Lasersystems angeordnet waren.

Der Rezipient war vom Pumpstand durch einen pneumatischen Schieber getrennt. Das Volumen des Rezipienten wurde so groß gewählt, daß der Druck von  $10^{19}$  Wasserstoffmolekülen bei Zimmertemperatur im Bereich von Ionisationsmanometern liegt ( $p \leq 10^{-3}$  mbar). Der Restgasdruck betrug  $2 \cdot 10^{-7}$  mbar.

Bei der Konstruktion der Halterung für das  $TiH_x$ -Target wurde auf größtmögliche Flexibilität in der Handhabung des Targets geachtet. Die Halterung trägt eine Glühwendel mit Reflektor zur Strahlungsheizung des Targets, die Hochstromzuführungen zur Glühwendel und zwei Thermopaare zur Temperaturmessung des Targets. Ein Thermopaar war im Strahlungsfeld der Glühwendel und ein zweites in thermischem Kontakt mit dem Target angeordnet. Beide wurden auf ein drittes Thermopaar geeicht, das am zentralen Steg des Targets befestigt wurde. Durch die Strahlungsheizung konnte das Target bis zu  $500$  °C erwärmt werden.

Zur Messung von zeitlich konstanten Drucken diente ein konventionelles Ionisationsmanometer (Leybold-Heraeus, Meßkopf IE 211,  $10^{-8}$  mbar  $\leq p \leq 10^{-2}$  mbar). Die zeitaufgelöste Messung des Druckverlaufs bei der laserinduzierten Desorption von Wasserstoff wurde mit einem für den Einsatz an ASDEX entwickelten schnellen Ionisationsmanometer durchgeführt [21], [22]. Die Zeitauflösung dieses Manometers beträgt  $0.3$  ms. Das ASDEX-Ionisationsmanometer kann auch mit einer Kapselung versehen und zur Messung von Flußdichten verwendet werden (vgl. Kapitel 4.4).

Da die Anzeige von Ionisationsmanometern von der Gasart abhängig ist, wurden beide Ionisationsmanometer mithilfe eines absolut geeichten, gasartenabhängigen Baratronmanometers auf Wasserstoff geeicht. Die Eichung ist in Kapitel 4.3 beschrieben.

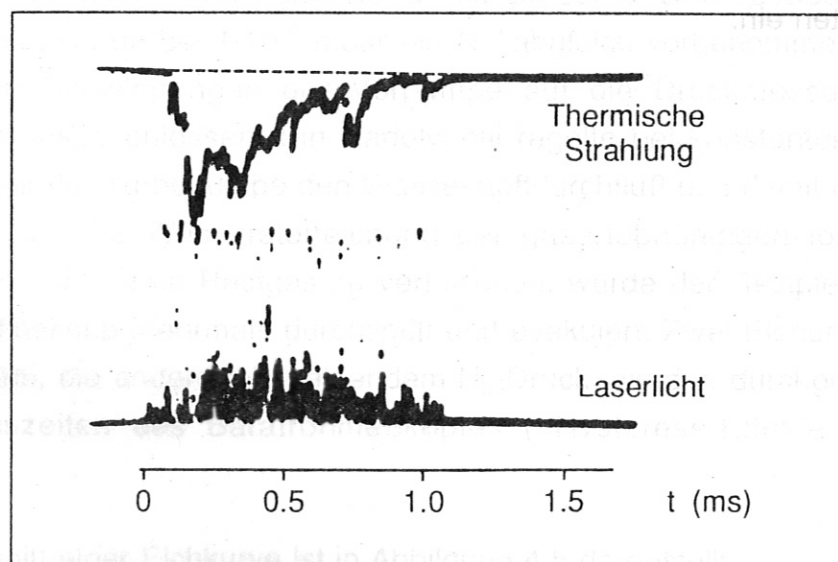
Ein Quadrupolmassenspektrometer (Spektrometer QMS 311, Analysator QMA 140, Elektrometerverstärker QME 301 von Leybold-Heraeus) diente der Aufnahme von Massenspektren einige ms vor und nach der Laserdesorption. Da der schnelle Druckanstieg durch den desorbierten Wasserstoff die Schutzschaltung des QMS auslöste, wurde es gedrosselt. Da das QMS für zeitaufgelöste Messungen wegen der maximalen Massengeschwindigkeit



von 1 ms/amu nicht zu verwenden war, war die Erhöhung der Zeitkonstanten durch die Drosselung nicht nachteilig.

Zur Messung der Titanmenge im Wasserstoffgaspuls konnten vor das Target eine Blende und an eine Drehdurchführung im Vakuumgefäß ein Träger für Ti-Auffänger montiert werden ( Kapitel 4.5 ).

Mit einer Photodiode wurde die thermische Strahlung des Targets bei Laserdesorption gemessen. Die Photodiode wurde mit einer Kapselung versehen, deren Öffnung mit einem 780 nm-Kantenfilter bedeckt war. So wurde Streustrahlung des Rubinlichts von der Photodiode fern gehalten. In Abbildung 4.4 ist unten der Zeitverlauf des Rubinlichts und oben invertiert der Zeitverlauf der thermischen Strahlung dargestellt. Da die thermische Strahlung proportional zu  $T^4$  ist, wirken sich die in der thermischen Strahlung sichtbaren Spikes nicht sehr stark auf die Oberflächentemperatur  $T$  aus. Ein Teil des Rubinlichts wurde aus dem Laserstrahl durch eine Glasplatte ausgekoppelt und ohne Filter mit einer Photodiode gemessen.



**Abb. 4.4:** Unten: Leistungsabgabe eines Rubinlasers im Spiking Mode; Oben: Invertierte simultan gemessene thermische Strahlung des Targets  
Die Spikes haben einen vernachlässigbaren Einfluß auf die integrale desorbierte Wasserstoffmenge ( siehe Kapitel 3.3 ).

Der Laser besteht aus einem 4 x 3/8-in. Rubinstab, gepumpt mit einer helikalen Blitzlampe ( Korad K2 System ) sowie zwei externen Reflektoren. Der Laser gibt die Leistung im Spiking Mode ab. Der Energieinhalt eines Pulses

$E_p$  betrug maximal ca. 11 J, die Pulsdauer  $t_p$  etwa 1.4 ms. Mit einer Pockelszelle ( Q-Switch ) konnte der Laser auch im Riesenpuls-Mode betrieben werden (  $E_p \approx 1$  J,  $t_p \approx 50$  ns ).

Mit einem Justierlaser ( He-Ne-Laser von Spectra Physics, Model 132), dessen Strahl über ein Prisma in den Strahlengang des Rubinlasers eingekoppelt wurde, konnten die Brennflecken gezielt auf dem  $TiH_x$ -Target verteilt werden. Dazu wurde die optische Bank in ihrer Höhe verstellt.

Die Energie des Laserpulses wurde in Abhängigkeit von der Pumpspannung der Blitzlampe mit einem Laserkalorimeter ( Scientec ) vor und nach den Meßreihen bestimmt.

Eine bikonvexe Linse ( Quarz, Brennweite  $f = 30$  cm ) bildete die Rubinendfläche verkleinert auf das Target ab. Dadurch wurde die Energieflächendichte auf dem Target erhöht.

Durch ein Quarzfenster ( Material: Herasil 1 ), das sich durch einen vernachlässigbaren Absorptionskoeffizienten auszeichnet, trat der Laserstrahl in den Rezipienten ein.



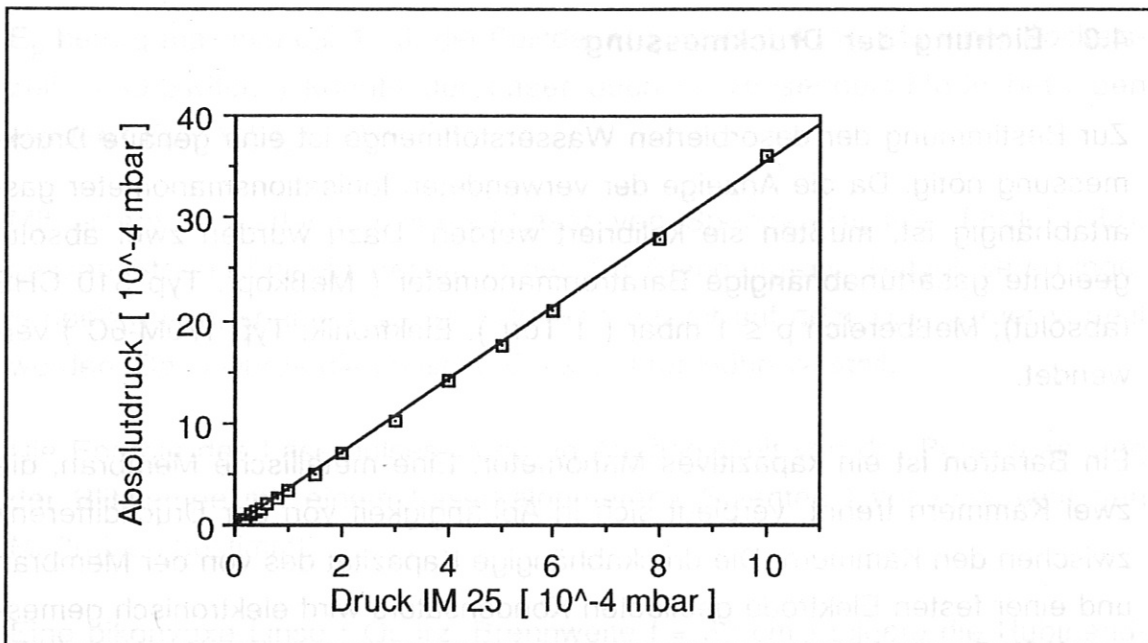
### 4.3 Eichung der Druckmessung

Zur Bestimmung der desorbierten Wasserstoffmenge ist eine genaue Druckmessung nötig. Da die Anzeige der verwendeten Ionisationsmanometer gasartabhängig ist, mußten sie kalibriert werden. Dazu wurden zwei absolut geeichte gasartunabhängige Baratronmanometer ( Meßkopf: Typ 310 CHS (absolut); Meßbereich  $p \leq 1$  mbar ( 1 Torr ), Elektronik: Typ 170M-6C ) verwendet.

Ein Baratron ist ein kapazitives Manometer. Eine metallische Membran, die zwei Kammern trennt, verbiegt sich in Abhängigkeit von der Druckdifferenz zwischen den Kammern. Die druckabhängige Kapazität des von der Membran und einer festen Elektrode gebildeten Kondensators wird elektronisch gemessen [23]. Da die Membran sehr empfindlich auf Erschütterungen und mechanische Spannungen des Meßkopfes reagiert, wurde der zur erschütterungsarmen Lagerung auf dämpfendem Material liegende Meßkopf mittels Federungskörper an den Rezipienten angeschlossen.

Nachdem der temperaturregulierte Meßkopf seine Betriebsbedingungen erreicht hatte, wurde bei  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar ein Nullabgleich vorgenommen und der Einfluß von Schwingungen der Vorpumpe auf die Druckmessung durch Abschalten ausgeschlossen. Ein Nadelventil regelte bei konstanter Sauggeschwindigkeit der Turbopumpe den Wasserstoffdurchfluß und damit den Druck im Gefäß. Um die Wasserstoffeichung der gasartabhängigen Ionisationsmanometer nicht durch Restgas zu verfälschen, wurde der Rezipient bis zur Wasserstoffflasche mehrmals durchspült und evakuiert. Zwei Eichungen, eine mit fallendem, die andere mit steigendem  $H_2$ -Druck, wurden durchgeführt, um Relaxationszeiten des Baratronmeßkopfes ( Hysterese-Effekte ) auszuschließen.

Ein Ausschnitt einer Eichkurve ist in Abbildung 4.5 dargestellt.



**Abb. 4.5:** Eichkurve des Ionisationsmanometers IM 25 auf Absolutdruck durch ein Baratron  
 Eine Regressionsanalyse ergab für die Druckanzeige  $p_{IM}^{H_2}$  des Ionisationsmanometers IM 25 für Wasserstoff den Absolutdruck  $p_{abs}$ :

$$p_{abs} = (-1.5 \pm 0.7) \cdot 10^{-5} \text{ mbar} + (3.56 \pm 0.02) p_{IM}^{H_2} \quad (4.5)$$

Die Eichung mit dem zweiten Baratronmeßkopf ergab:

$$p_{abs} = (1.0 \pm 0.6) \cdot 10^{-5} \text{ mbar} + (3.71 \pm 0.02) p_{IM}^{H_2} \quad (4.6)$$

$$1 \cdot 10^{-5} \text{ mbar} < p_{abs} < 1 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$$

Bei Vernachlässigung des Offsets, der durch einen fehlerbehafteten Nullabgleich des Baratrons entsteht, folgt also für den Absolutdruck  $p_{abs}$ :

$$p_{abs} = (3.64 \pm 0.08) p_{IM}^{H_2} \quad (4.7)$$

Um bei der pulsartigen Freisetzung von Wasserstoff bei der Laserdesorption aus der gemessenen Druckerhöhung  $\Delta p_{H_2}$  auf die freigesetzte Wasserstoffmenge  $N_H$  schließen zu können, muß berücksichtigt werden, daß auf den Wänden Wasserstoff adsorbiert werden kann. Eine nennenswerte Adsorption von Wasserstoff würde zu einer Unterschätzung der desorbierten Wasserstoffmenge führen.

Eine massenspektrometrische Analyse des Restgases ergab hauptsächlich  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{N}_2$  und  $\text{O}_2$ . Die Wand des Rezipienten ist bei dem Restgasdruck  $p_{\text{RG}} = 2 \cdot 10^{-7}$  mbar also mit Wasser bedeckt. Um zu überprüfen, ob dadurch die Adsorption von Wasserstoff genügend vermindert wird, wurde zweimal unter denselben Bedingungen bei geschlossenem Schieber Wasserstoff desorbiert. Dabei wurde bei der ersten und zweiten Laserdesorption innerhalb der Schwankungen von 10% keine signifikante Änderung des Druckanstiegs beobachtet. Der absolute Wasserstoffdruck  $p_{\text{abs}}$  war nach der ersten Laserdesorption  $7.3 \cdot 10^{-4}$  mbar. Bei diesem Druck ist die Oberfläche der Wand gesättigt, so daß beim zweiten Schuß kein Wasserstoff adsorbiert werden kann.

Wenn die Wand beim ersten Schuß mehr als 10% der freigesetzten Wasserstoffmenge adsorbiert hätte, dann wäre der Druckanstieg beim zweiten Schuß größer gewesen. Da dies nicht der Fall war, kann angenommen werden, daß die Oberfläche der Wand bei  $p_{\text{RG}} = 2 \cdot 10^{-7}$  mbar vernachlässigbar wenig Wasserstoff adsorbierte.

Deshalb kann die freigesetzte Wasserstoffmenge  $N_{\text{H}}$  aus dem Absolutdruck im Rezipienten  $p_{\text{abs}}$  ( $p_{\text{abs}} \gg p_{\text{RG}}$  : Restgasdruck) folgendermaßen berechnet werden:

$$N_{\text{H}} = 2 \frac{p_{\text{abs}} V}{k_{\text{B}} T} \quad (4.8)$$

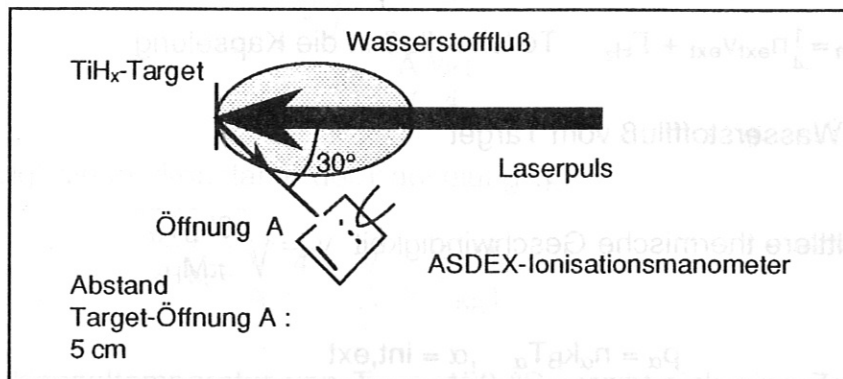
- V Volumen des Rezipienten
- T Gefäßtemperatur
- $k_{\text{B}}$  Boltzmannkonstante

#### 4.4 Messung des Wasserstoffflusses

Die zeitliche Entwicklung der anisotropen Wasserstoffflußdichte wurde mit dem ASDEX-Ionisationsmanometer bestimmt. Dazu wurde der offene Meßkopf mit einer Kapsel versehen, die an einer Seite eine Öffnung hatte. Aus dem zeitlichen Druckverlauf außerhalb und innerhalb der Kapselung läßt sich die anisotrope Wasserstoffflußdichte durch die Kapselöffnung berechnen.

Um die Zeitauflösung des Manometers zu erhöhen, wurde die Taktfrequenz der Steuerelektronik des ASDEX-Ionisationsmanometers von 10 kHz auf 20 kHz heraufgesetzt. Die obere Grenzfrequenz der phasenempfindlichen Differenzverstärker (SYNDA) wurde von etwa 700 Hz auf 4 kHz erhöht. Die dominanten Zeitkonstanten im SYNDA sind durch zwei RC-Glieder gegeben:  $\tau_1 = 0.14$  ms,  $\tau_2 = 0.15$  ms. Mit diesen Zeitkonstanten wird das gemessene Signal später entfaltet.

Die Kapselung des Manometers sollte eine möglichst kleine Zeitkonstante  $\tau_K$  haben (siehe Gleichung 4.19). Deshalb wurden das Volumen ( $V = 19.5$  cm<sup>3</sup>) so klein und die Öffnung (Fläche  $A = 1.8$  cm<sup>2</sup>) so groß wie möglich gewählt. Gleichzeitig sollte die Fläche der Öffnung im Verhältnis zur gesamten Kapsel­fläche klein sein, um Thermalisierung des Wasserstoffs mit der Kapselung zu gewährleisten. In eine von zwei Kapselungen wurden Ablenkplatten so eingebaut, daß das eintretende Gas durch Stöße mit der Kapselung thermalisiert wird, bevor es ins Ionisationsvolumen gelangt. Es zeigte sich, daß die Anwesenheit dieser Platten keinen Einfluß auf die Flußmessung hatte. In Abbildung 4.6 ist die Meßanordnung zur Flußmessung schematisch dargestellt.



**Abb.4.6:** Schematische Darstellung der Meßanordnung zur Flußmessung mit einem gekapselten ASDEX-Ionisationsmanometer. Die Zeitauflösung betrug etwa 0.2 ms.

Im folgenden wird eine Formel hergeleitet, mit der aus den gemessenen Größen die anisotrope Teilchenflußdichte berechnet wurde. Meßgrößen sind:

- $p_{int}(t)$       Druck in der Kapselung
- $p_{ext}(t)$       Druck außerhalb der Kapselung
- $T_{int}$           Temperatur der Kapselung
- $T_{ext}$           Temperatur des Rezipienten ( i. allg. Zimmertemperatur )

Die Annahmen für die Flußberechnung sind:

- (a) Der Wasserstoff im Rezipienten steht im thermischen Gleichgewicht mit den Gefäßwänden.
- (b) Der Wasserstoff in der Kapselung steht im thermischen Gleichgewicht mit den Kapselwänden.

Die über das Volumen  $V$  der Kapselung integrierte Kontinuitätsgleichung lautet:

$$V \frac{\partial n_{int}}{\partial t} + A \cdot \Gamma = 0 \quad (4.9)$$

$n_{int}$       Teilchendichte innerhalb der Kapselung

$$\Gamma = \Gamma_{out} - \Gamma_{in} \quad (4.10)$$

$$\Gamma_{\text{out}} = \frac{1}{4} n_{\text{int}} v_{\text{int}} \quad \text{Teilchenflu\ss aus der Kapselung} \quad (4.11)$$

$$\Gamma_{\text{in}} = \frac{1}{4} n_{\text{ext}} v_{\text{ext}} + \Gamma_{\text{H}_2} \quad \text{Teilchenflu\ss in die Kapselung} \quad (4.12)$$

$\Gamma_{\text{H}_2}$  Wasserstoffflu\ss vom Target

$$\text{mittlere thermische Geschwindigkeit } v_{\alpha} = \sqrt{\frac{8k_{\text{B}}T_{\alpha}}{\pi M_{\text{H}_2}}} \quad (4.13)$$

$$p_{\alpha} = n_{\alpha} k_{\text{B}} T_{\alpha} \quad , \alpha = \text{int, ext} \quad (4.14)$$

Daraus ergibt sich der H<sub>2</sub>-Flu\ss  $\Gamma_{\text{H}_2}$

$$\Gamma_{\text{H}_2} = \frac{p_{\text{int}}}{\sqrt{2\pi M k_{\text{B}} T_{\text{int}}}} - \frac{p_{\text{ext}}}{\sqrt{2\pi M k_{\text{B}} T_{\text{ext}}}} + \frac{V}{A} \frac{1}{k_{\text{B}} T_{\text{int}}} \frac{\partial p_{\text{int}}}{\partial t} \quad (4.15)$$

$p_{\text{ext}}(t)$  wurde in einer separaten Messung ohne Kapselung bestimmt, da nur ein ASDEX-Ionisationsmanometer zur Verf\u00fcgung stand. Da im allgemeinen der Enddruck  $p_{\text{ext}}(t \rightarrow \infty)$  von zwei Sch\u00fcssen auch bei gleichen experimentellen Bedingungen voneinander etwas abwich, mu\ssste dieser angeglichen werden. Aus der Gleichung (4.15) folgt f\u00fcr  $\Gamma_{\text{H}_2} = 0$  und  $\partial p_{\text{int}}/\partial t = 0$  die Bedingung f\u00fcr die Dr\u00fccke innerhalb und au\sserhalb der Kapselung:

$$\frac{p_{\text{ext}}}{p_{\text{int}}}(t \rightarrow \infty) = \sqrt{\frac{T_{\text{ext}}}{T_{\text{int}}}} \quad (4.16)$$

$T_{\text{ext}}$  ist durch die Temperatur der Gef\u00e4\ssw\u00e4nde gegeben ( i.allg. Raumtemperatur ),  $T_{\text{int}}$  durch die Temperatur der Kapselw\u00e4nde. Wegen der Heizung durch die Gl\u00fchkatode des ASDEX-Ionisationsmanometers betr\u00e4gt  $T_{\text{int}}$  etwa 450 °C.

Um eine gute Aufl\u00f6sung der Wasserstoffflu\ssdichte  $\Gamma_{\text{H}_2}$  zu erreichen, mu\ss die Zeitkonstante der Kapselung  $\tau_{\text{K}}$  kleiner als die zeitliche L\u00e4nge des Gaspulses sein. Aus der Gleichung (4.9) l\u00e4\ssst sich die Zeitkonstante der Kapselung berechnen:

Mit der Fouriertransformierten der Teilchendichte

$$n_{\text{int}}(t) = \int_0^{\infty} d\omega \tilde{n}(\omega) e^{i\omega t} \quad (4.17)$$

ergibt sich aus (4.9)



$$\tilde{n}(\omega) = \frac{\frac{A}{V} \int_0^{\infty} d\omega \Gamma_{in} e^{i\omega t}}{i\omega + \frac{A}{V} \frac{V_{int}}{4}} \quad (4.18)$$

Daraus folgt die Zeitkonstante der Kapselung  $\tau_K$ :

$$\tau_K = \frac{V}{A} \frac{4}{V_{int}} = \frac{V}{A} \sqrt{\frac{2\pi M_{H_2}}{k_B T}} \quad (4.19)$$

Mit einer Kapseltemperatur von  $T_{int} = 450 \text{ }^\circ\text{C}$  ergibt sich eine Zeitkonstante von  $\tau_K = 0.16 \text{ ms}$ . Eine Zeitkonstante  $\tau_K$  von etwa  $0.2 \text{ ms}$  ist ausreichend für die Bestimmung der Wasserstoffflußdichte mit einer zeitlichen Länge von etwa  $1 \text{ ms}$ .

Die Zeitkonstante der Kapselung  $\tau_K$  wird bereits bei der Bestimmung von  $\Gamma_{H_2}$  aus Gleichung (4.15) berücksichtigt. Die Zeitkonstanten der Steuerelektronik  $\tau_1$  und  $\tau_2$  müssen durch zweimaliges Entfalten der Meßgrößen berücksichtigt werden. Da  $\Gamma_{H_2}$  linear aus den Meßgrößen  $p_{int}$  und  $p_{ext}$  berechnet wird, sind die Entfaltung der Meßgrößen und die Berechnung von  $\Gamma_{H_2}$  vertauschbar. Die gemessene Wasserstoffflußdichte  $\Gamma_{H_2}(t)$  berechnet sich aus der tatsächlichen Wasserstoffflußdichte  $\Phi_{H_2}(t)$  und den Antwortfunktionen  $g_1(\tau)$ ,  $g_2(\tau)$  wie folgt:

$$\begin{aligned} \Gamma_{H_2}(t) &= \int_{-\infty}^t g_1(t-\tilde{t}) \int_{-\infty}^{\tilde{t}} g_2(\tilde{t}-\bar{t}) \Phi_{H_2}(\bar{t}) d\bar{t} d\tilde{t} \\ &= \int_{-\infty}^t \frac{1}{\tau_1} \exp\left(-\frac{t-\tilde{t}}{\tau_1}\right) \int_{-\infty}^{\tilde{t}} \frac{1}{\tau_2} \exp\left(-\frac{\tilde{t}-\bar{t}}{\tau_2}\right) \Phi_{H_2}(\bar{t}) d\bar{t} d\tilde{t} \end{aligned} \quad (4.20)$$

Durch zweimalige Differentiation nach  $t$  erhält man:

$$\Phi_{H_2}(t) = \tau_1 \tau_2 \frac{\partial^2 \Gamma_{H_2}(t)}{\partial t^2} + (\tau_1 + \tau_2) \frac{\partial \Gamma_{H_2}(t)}{\partial t} + \Gamma_{H_2}(t) \quad (4.21)$$

#### 4.5 Messung der Verunreinigungen

Um die Menge der Titanatome im Wasserstoffgaspuls zu messen, wurden Auffänger ( Substrat ) vor dem Target angebracht, auf denen die vom Target desorbierten Titanteilchen ( Atome, Titanoxide, Cluster ) adsorbiert wurden. Die Flächendichte der adsorbierten Ti-Atome auf der Substratoberfläche wurde gemessen und aus der Geometrie der Anordnung Auffänger -  $TiH_x$ -Target die Gesamtmenge der desorbierten Titanmenge berechnet.

Zur Messung der Flächendichte von dünnen Verunreinigungsschichten auf Substratoberflächen gibt es zwei Techniken:

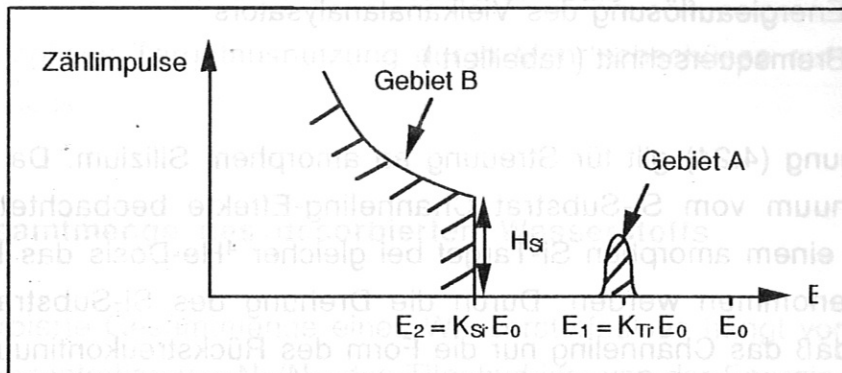
- Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)
- Particle Induced X-Ray Emission (PIXE)

Bei der Rutherford Backscattering Spectrometry wird die Probe mit Ionen ( z.B. Protonen, He-Ionen ) der Masse  $M_1$  und der Energie  $E_0$  ( einige MeV ) bestrahlt und die Energie der unter einem Winkel  $\Theta$  rückgestreuten Projektile gemessen ( massenspezifische Methode ). Bei der PIXE-Technik sind die Projektile ebenfalls Ionen, nachgewiesen wird aber die charakteristische Röntgenstrahlung der Targetatome, die durch den einfallenden Strahl ionisiert werden ( kernladungszahlspezifische Methode ).

RBS wird bei Fremdatomen auf der Oberfläche bevorzugt, PIXE bei Verunreinigungen im Volumen der Probe. Vom  $TiH_x$ -Target abgedampftes Titan stellt vermutlich den größten Anteil an Fremdatomen im  $H_2$ -Puls. Da Titan auf der Substratoberfläche adsorbiert wird, wurde die RBS-Technik angewandt. Als Substrat wurde Silizium (  $M_{Si} < M_{Ti}$  ) von Wafern aus der Halbleiterherstellung benutzt, das sich durch seinen hohen Reinheitsgrad auszeichnet.

Die Si-Auffänger ( 12 mm x 30 mm x 0.5 mm ) wurden auf eine Halterung montiert, die mittels einer Durchführung im Vakuumgefäß vertikal verschoben werden konnte. Eine Blende vor dem  $TiH_x$ -Target deckte alle Si-Auffänger bis auf einen ab. So konnten bis zu vier Si-Auffänger unter verschiedenen experimentellen Bedingungen einzeln bedampft werden, ohne den Rezipienten dazwischen fluten zu müssen. Der Abstand zwischen Titanhydrid und Auffänger betrug in verschiedenen Experimenten 19-28 mm, die Fläche des Brennflecks A betrug 14 mm<sup>2</sup> -21 mm<sup>2</sup>.

Die Analyse der bedampften Substrate wurde am van-dè-Graaf-Beschleuniger der Abteilung PWW des MPI für Plasmaphysik durchgeführt.  $^4\text{He}$ -Ionen mit der Energie  $E_0 = 1.00 \text{ MeV}$  wurden senkrecht auf den Si-Auffänger geschossen und die unter dem Streuwinkel  $\Theta = 165 \text{ Grad}$  rückgestreuten Projektile spektrometriert. In Abbildung 4.7 ist ein Spektrum der rückgestreuten  $^4\text{He}$ -Ionen schematisch dargestellt.



**Abb. 4.7:** Energiespektrum der rückgestreuten  $^4\text{He}$ -Ionen

Das Spektrum setzte sich aus dem Rückstreupeak bei  $E_1 = 720 \text{ keV}$  und dem Rückstreukontinuum vom Siliziumsubstrat mit einer Kante bei  $E_2 = 570 \text{ keV}$  zusammen. Aus der Gleichung (4.22) wurde die Masse der Streuzentren bestimmt [24].

$$E_1(\Theta) = K_{M_2} \cdot E_0 \quad (4.22)$$

$$K_{M_2} = \frac{1}{\left(1 + \frac{M_2}{M_1}\right)^2} \left[ \cos \Theta + \left( \frac{M_2^2}{M_1^2} - \sin^2 \Theta \right)^{\frac{1}{2}} \right]^2 \quad (4.23)$$

- $K_{M_2}$      kinetischer Faktor
- $\Theta$          Streuwinkel
- $M_1$          Masse des Projektils
- $M_2$          Masse des Streuzentrums

Es ergab sich für den Rückstreupeak ein Masse von  $M_2 = 48 \text{ u}$ . Die Atommasse von Titan ist  $47.90 \text{ u}$ . Damit ist Titan als Hauptverunreinigung nachgewiesen.

Die Flächendichte des Titans auf dem Substrat  $(N)_{\text{Ti}}$  wurde folgendermaßen bestimmt [25]:

$$(N)_{Ti} = \frac{A_{Ti} \sigma_{Si} \delta E}{H_{Si} \sigma_{Ti} [\epsilon]_{Si}} \quad (4.24)$$

- $(N)_{Ti}$  Zahl der Titanatome pro Flächeneinheit  
 $A_{Ti}$  Integrierte Zählpulse im Gebiet A  
 $H_{Si}$  Zählpulse an der Si-Kante ( amorphes Silizium )  
 $\frac{\sigma_{Si}}{\sigma_{Ti}} \cong \left( \frac{Z_{Si}}{Z_{Ti}} \right)^2$  Verhältnis der Rutherford'schen Wirkungsquerschnitte für Streuung von  $^4He$  an Si und Ti  
 $\delta E$  Energieauflösung des Vielkanalanalysators  
 $[\epsilon]_{Si}$  Bremsquerschnitt ( tabelliert )

Die Gleichung (4.24) gilt für Streuung an amorphem Silizium. Da im Rückstreukontinuum vom Si-Substrat Channeling-Effekte beobachtet wurden, mußte mit einem amorphen Si-Target bei gleicher  $^4He$ -Dosis das Eichspektrum aufgenommen werden. Durch die Drehung des Si-Substrats wurde bestätigt, daß das Channeling nur die Form des Rückstreukontinuums, nicht aber die Fläche  $A_{Ti}$  des Rückstreupeaks beeinflusst.

## 5. Meßergebnisse und Vergleich mit den numerischen Modellrechnungen

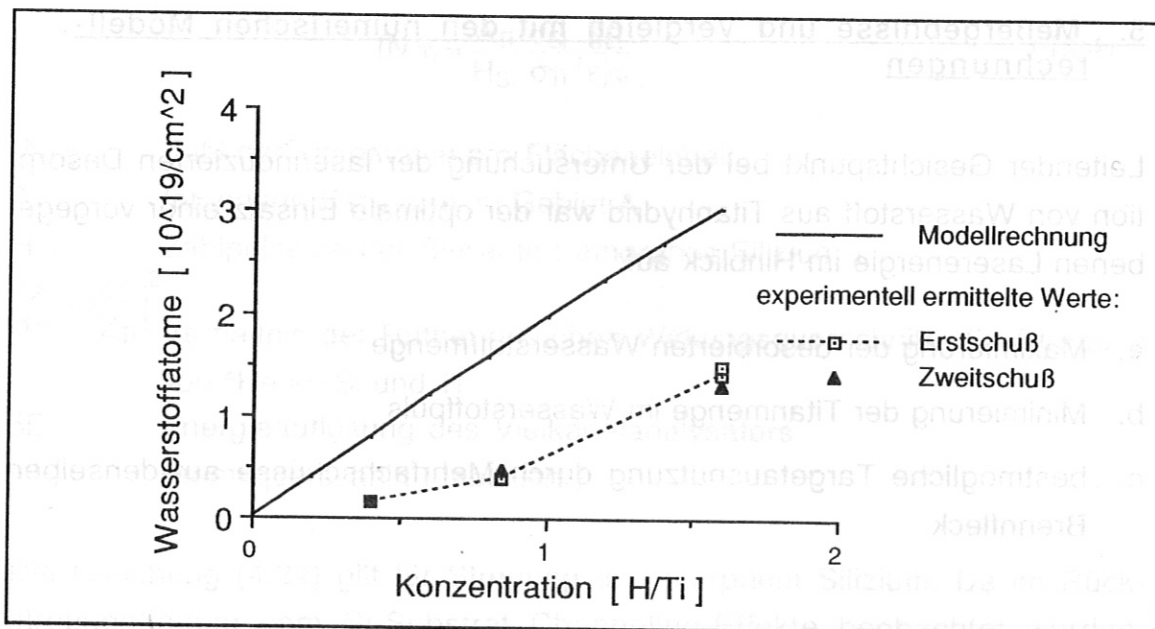
Leitender Gesichtspunkt bei der Untersuchung der laserinduzierten Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid war der optimale Einsatz einer vorgegebenen Laserenergie im Hinblick auf:

- a. Maximierung der desorbierten Wasserstoffmenge
- b. Minimierung der Titanmenge im Wasserstoffpuls
- c. bestmögliche Targetausnutzung durch Mehrfachschüsse auf denselben Brennfleck

### 5.1 Gesamtmenge des desorbierten Wasserstoffs

Die desorbierte Gesamtmenge eines Wasserstoffpulses hängt von der Wasserstoffkonzentration  $y = N_H/N_{Ti}$  des Titanhydrids, von der Energie des Laserpulses  $E_p$ , von der insgesamt bestrahlten Fläche  $A$  und von der Ausgangstemperatur  $T_a$  des Titanhydrids ab.

In Abbildung 5.1 ist die gemessene desorbierte Wasserstoffmenge  $N_H$  in Abhängigkeit von der Wasserstoffkonzentration  $y$  dargestellt. Das quadratische Symbol bezeichnet den ersten Schuß auf ein hydriertes Target, und das dreieckige den zweiten Schuß auf denselben Fleck. Die Energie des Laserpulses  $E_p$  betrug 9.0 (5) J und die Brennfleckfläche  $A = 16$  (2)  $\text{cm}^2$ . Die Ausgangstemperatur  $T_a$  des Targets vor der Laserdesorption war 20 °C. Das Verhalten der desorbierten Wasserstoffmenge bei Mehrfachschüssen auf denselben Fleck wird ausführlich in Kapitel 5.2 beschrieben. Außerdem sind in Abbildung 5.1 die Resultate der in Kapitel 3 beschriebenen Modellrechnungen eingezeichnet.



**Abb. 5.1:** Experimentell ermittelte desorbierte Wasserstoffmenge pro Flächeneinheit in Abhängigkeit von der Wasserstoffkonzentration im  $TiH_x$  für Erst- und Zweitschüsse im Vergleich zu Resultaten von Modellrechnungen für Erstschüsse  
Energieflächendichte des Laserpulses:  $E_p/A = 56$  (8)  $J/cm^2$   
( Laserenergie:  $E_p = 9.0$  (5) J, Brennfleckfläche:  $A = 16$  (2)  $mm^2$  )  
Ausgangstemperatur des Targets:  $T_a = 20$  °C

Es zeigte sich, daß die desorbierte Wasserstoffmenge mit der Wasserstoffkonzentration im Titanhydrid zunimmt. Die Modellrechnungen ergaben allerdings eine etwa zweimal größere desorbierte Wasserstoffmenge. Mögliche Ursachen dieser Abweichungen werden am Ende dieses Abschnitts diskutiert.

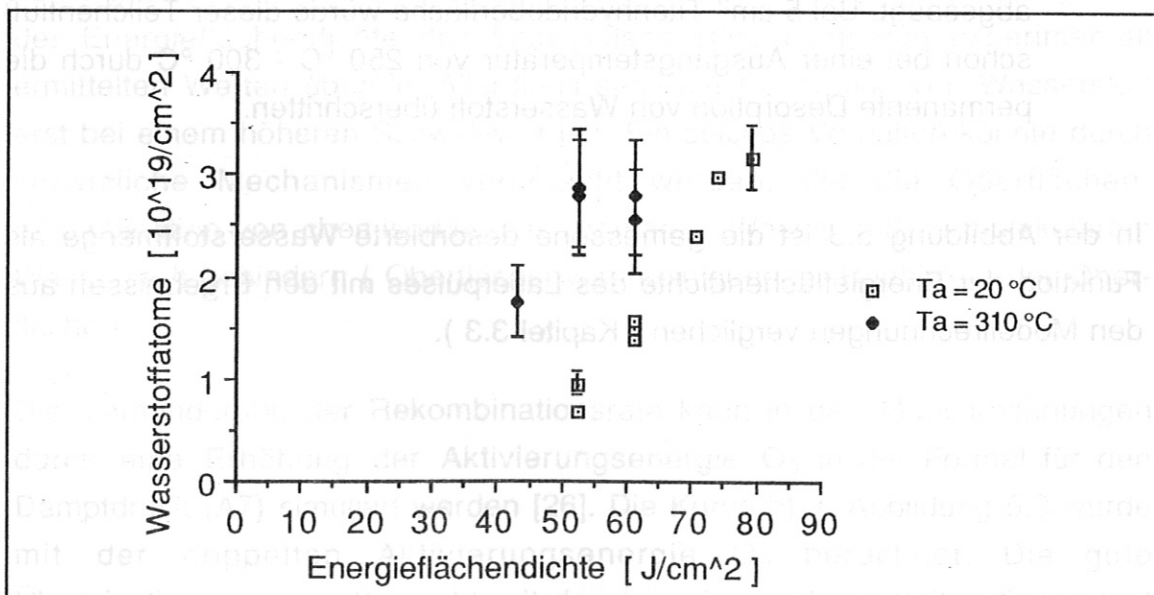
Oberhalb der Wasserstoffkonzentration  $H/Ti = 1.6$  konnten keine Messungen durchgeführt werden, da das Target während des Hydrierens zu brüchig wurde. An den Enden der Targettaille verursachten Konzentrationsgradienten eine unterschiedliche Ausdehnung des Titans, so daß dort Risse entstanden. Für die folgenden Untersuchungen wurden deshalb Targets mit einer Wasserstoffkonzentration  $H/Ti = 1.6$  benutzt.

Die desorbierte Wasserstoffmenge in Abhängigkeit von der Energie des Laserpulses  $E_p$  wurde für verschiedene Ausgangstemperaturen  $T_a$  des Titanhydrids untersucht. Durch die Erhöhung der Ausgangstemperatur  $T_a$  soll die durch den Laserpuls erzielte Temperaturerhöhung auf den Temperaturbereich beschränkt bleiben, in dem sich der Dampfdruck und damit die Desorptionsrate stark ändert. Auf diese Weise kann eine gegebene Laserenergie möglichst gut ausgenutzt werden. In Übereinstimmung mit der Modellrechnung wurde eine Auswirkung auf die Nachlieferungsrate von Wasserstoff zur Titanhydridoberfläche durch eine höhere Ausgangstemperatur nicht beob-

achtet ( siehe Kapitel 5.2 ). Der Diffusionskoeffizient ist in diesem Temperaturbereich noch zu gering.

In Abbildung 5.2 ist die desorbierte Wasserstoffmenge pro Flächeneinheit für Erstschüsse in Abhängigkeit von der Energieflächendichte des Laserpulses dargestellt. Das Target bestand aus  $\text{TiH}_{1.5(2)}$ . Die Fläche des Brennflecks A betrug  $16(2) \text{ mm}^2$ . Die offenen Symbole kennzeichnen die desorbierte Wasserstoffmenge von Targets, deren Ausgangstemperatur  $T_a = 20^\circ \text{C}$  ist und die geschlossenen Symbole Targets mit  $T_a = 310^\circ \text{C}$ . Ab etwa  $T_a = 250^\circ \text{C}$  stieg der Untergrunddruck im Rezipienten merklich. Bei dieser Temperatur ist der Dampfdruck  $p_{\text{H}_2}$  von Wasserstoff in Titanhydrid so groß, daß verstärkt Wasserstoff desorbiert wird.

Der damit verbundene Druckanstieg zwischen den Manometerablesungen vor und nach jedem Schuß bedingt bei den Messungen mit einer Ausgangstemperatur  $T_a > 300^\circ \text{C}$  einen relativen Fehler der desorbierten Wasserstoffmenge von etwa 20%. Bei Zimmertemperatur ist die Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid vernachlässigbar. Zum Fehler der desorbierten Wasserstoffmenge bei den Messungen mit  $T_a = 20^\circ \text{C}$  trägt daher nur der Fehler der Druckeichung und die Anzeigegenauigkeit des Manometers bei. Der Gesamtfehler dieser Messungen beträgt etwa 10%.



**Abb. 5.2:** Experimentell ermittelte desorbierte Wasserstoffmenge pro Flächeneinheit in Abhängigkeit von der Energieflächendichte des Laserpulses und zwei Ausgangstemperaturen des Targets  
 Fläche des Brennflecks:  $A = 16(2) \text{ mm}^2$ ; Target:  $\text{TiH}_{1.5(2)}$

Die Ergebnisse der Meßreihen können folgendermaßen zusammengefaßt werden:

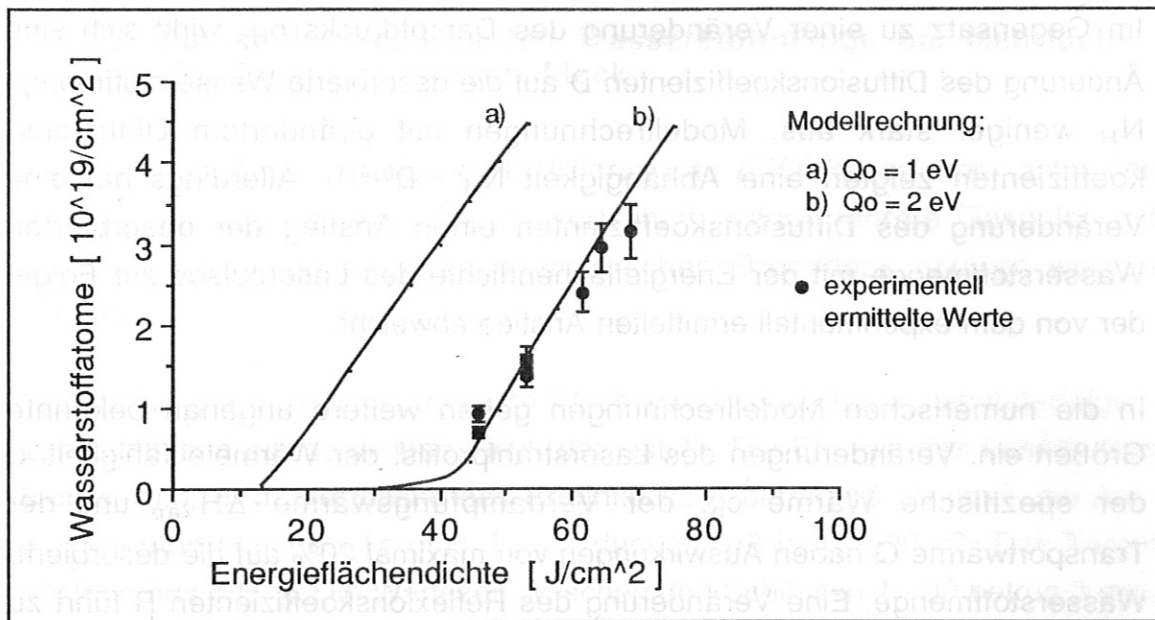
- a. Es ist ein nahezu linearer Anstieg der desorbierten Wasserstoffmenge mit der Energieflächendichte des Laserpulses festzustellen.
- b. Der lineare Anstieg beginnt bei einem Schwellwert für die Energieflächendichte des Laserpulses.
- c. Die desorbierte Wasserstoffmenge kann durch eine höhere Ausgangstemperatur  $T_a$  des Targets gesteigert werden.

Diese Methode hat allerdings einige Nachteile:

- a. Bei einer Ausgangstemperatur von 400-500 °C wurde beobachtet, daß bei Erstschüssen auf dasselbe Target die desorbierte Wasserstoffmenge mit der Zeit drastisch sank. Bei dieser Temperatur wird die Wasserstoffkonzentration an der Oberfläche durch den erhöhten Dampfdruck  $p_{H_2}$  bereits merklich herabgesetzt.
- b. Die erhöhte Desorptionsrate von Wasserstoff aus Titanhydrid bei einer höheren Ausgangstemperatur  $T_a$  führt in einer Vakuumapparatur zu einem erhöhten Untergrunddruck. Beim Tokamak ASDEX treten bei einem Untergrunddruck  $p_{UG} \geq 10^{-7}$  mbar Störungen in der Plasmaentladung auf. Die Sauggeschwindigkeit  $S$  im Hauptraum von ASDEX beträgt 10000 l/s. Bei  $10^{-7}$  mbar werden also  $2.4 \cdot 10^{16}$  Teilchen/s abgesaugt. Bei 5 cm<sup>2</sup> Titanhydridoberfläche würde dieser Teilchenfluß schon bei einer Ausgangstemperatur von 250 °C - 300 °C durch die permanente Desorption von Wasserstoff überschritten.

In der Abbildung 5.3 ist die gemessene desorbierte Wasserstoffmenge als Funktion der Energieflächendichte des Laserpulses mit den Ergebnissen aus den Modellrechnungen verglichen ( Kapitel 3.3 ).





**Abb. 5.3:** Vergleich der experimentell ermittelten und der berechneten desorbierten Wasserstoffmengen pro Flächeneinheit in Abhängigkeit von der Energieflächendichte des Laserpulses.  
 Kurve a) : Modellrechnung mit den thermodynamischen Daten aus Anhang A  
 Kurve b) : Modellrechnung mit vermindertem Dampfdruck zur Simulation einer durch Oberflächeneffekte verminderten Rekombinationsrate ( siehe Text )  
 Target:  $\text{TiH}_{1.5}$  (2)  
 Ausgangstemperatur:  $T_a = 20 \text{ }^\circ\text{C}$

Die Kurve a) wurde mit den in Anhang A angegebenen thermodynamischen Daten berechnet. Wie schon in Abbildung 5.1 ist die experimentell ermittelte desorbierte Wasserstoffmenge kleiner als die von diesen Modellrechnungen vorhergesagten Werte. Der Anstieg der desorbierten Wasserstoffmenge mit der Energieflächendichte des Laserpulses stimmt mit den experimentell ermittelten Werten überein. Allerdings setzt die Desorption von Wasserstoff erst bei einem höheren Schwellwert ein. Ein solches Verhalten könnte durch zusätzliche Mechanismen verursacht werden, die die Oberflächenrekombination von chemisorbiertem, atomarem Wasserstoff zu molekularem Wasserstoff behindern ( Oberflächenverunreinigungen, Rauigkeit der Oberfläche ).

Die Verminderung der Rekombinationsrate kann in den Modellrechnungen durch eine Erhöhung der Aktivierungsenergie  $Q_0$  in der Formel für den Dampfdruck (A7) simuliert werden [26]. Die Kurve b) in Abbildung 5.3 wurde mit der doppelten Aktivierungsenergie  $Q_0$  berechnet. Die gute Übereinstimmung von Kurve b) mit den experimentell ermittelten Daten legt die Annahme nahe, daß die Rekombinationsrate durch Oberflächeneffekte vermindert wird. In diesem Fall könnte die Menge des desorbierten Wasserstoffs durch eine geeignete Oberflächenbehandlung erhöht werden.

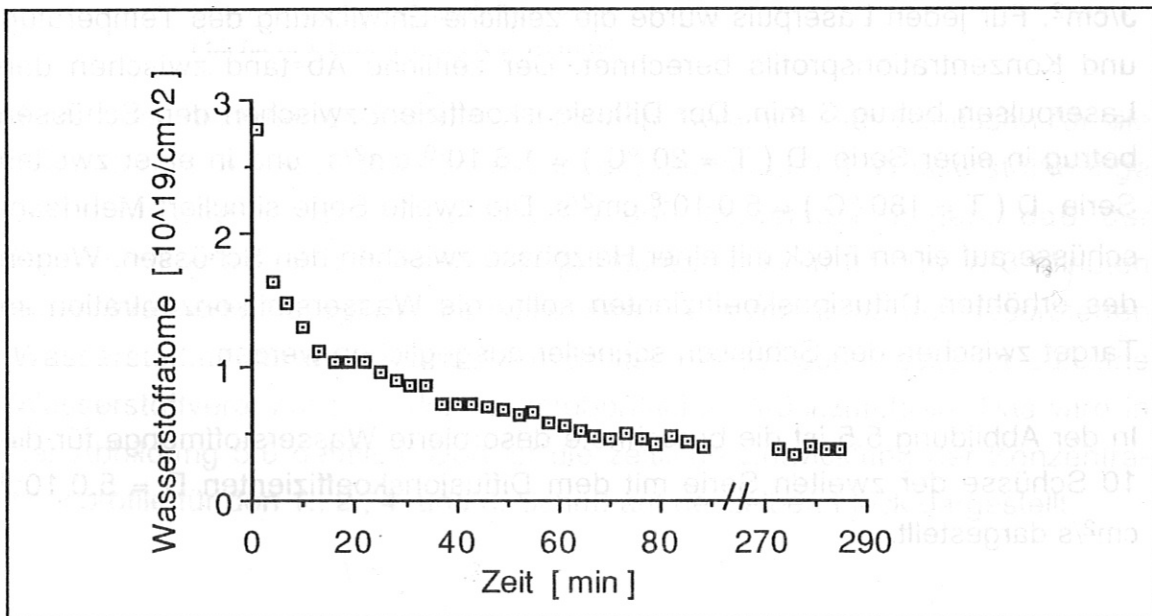
Im Gegensatz zu einer Veränderung des Dampfdrucks  $p_{H_2}$  wirkt sich eine Änderung des Diffusionskoeffizienten  $D$  auf die desorbierte Wasserstoffmenge  $N_H$  weniger stark aus. Modellrechnungen mit geändertem Diffusionskoeffizienten zeigten eine Abhängigkeit  $N_H \sim D^{0.4(1)}$ . Allerdings hat eine Veränderung des Diffusionskoeffizienten einen Anstieg der desorbierten Wasserstoffmenge mit der Energieflächendichte des Laserpulses zur Folge, der von dem experimentell ermittelten Anstieg abweicht.

In die numerischen Modellrechnungen gehen weitere ungenau bekannte Größen ein. Veränderungen des Laserstrahlprofils, der Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$ , der spezifische Wärme  $c_p$ , der Verdampfungswärme  $\Delta H_{vap}$  und der Transportwärme  $Q$  haben Auswirkungen von maximal 20% auf die desorbierte Wasserstoffmenge. Eine Veränderung des Reflexionskoeffizienten  $R$  führt zu einem von den experimentell ermittelten Werten abweichenden Anstieg der desorbierten Wasserstoffmenge mit der Energieflächendichte des Laserpulses.

## 5.2 Verhalten der desorbierten Wasserstoffmenge bei Mehrschüssen auf denselben Fleck

Im Hinblick auf die technische Realisierung an ASDEX und einer optimalen Ausnutzung des Targets wäre es vorteilhaft, wenn mehrere Gaspulse mit konstanter Wasserstoffmenge vom gleichen Brennfleck erzeugt werden könnten.

In Abbildung 5.4 ist die desorbierte Wasserstoffmenge bei aufeinanderfolgenden Schüssen auf denselben Fleck dargestellt. Die Energie des Laserpulses betrug 10.0 (5) J, die Fläche des Brennflecks A betrug 16 (2) mm<sup>2</sup>, die Ausgangstemperatur des Targets  $T_a$  vor dem Schuß betrug 20 °C. Das Target bestand aus TiH<sub>1.5</sub>. Die Wartezeit zwischen den Schüssen 1 - 30 betrug 3 min, zwischen Schuß 30 und 31 3 h und zwischen Schuß 31 und 35 wieder 3 min.



**Abb. 5.4:** Experimentell desorbierte Wasserstoffmenge bei aufeinanderfolgenden Schüssen auf dieselbe TiH<sub>1.5</sub>-Fläche  
 Die Wartezeit zwischen den Schüssen 1 - 30 betrug 3 min, zwischen Schuß 30 und 31 3 h und zwischen Schuß 31 und 35 wieder 3 min.  
 Ausgangstemperatur:  $T_a = 20$  °C  
 Energieflächendichte des Laserpulses:  $E_p/A = 63$  (8) J/cm<sup>2</sup>  
 ( Laserenergie:  $E_p = 10.0$  (5) J, Brennflecksfläche:  $A = 16$  (2) mm<sup>2</sup> )

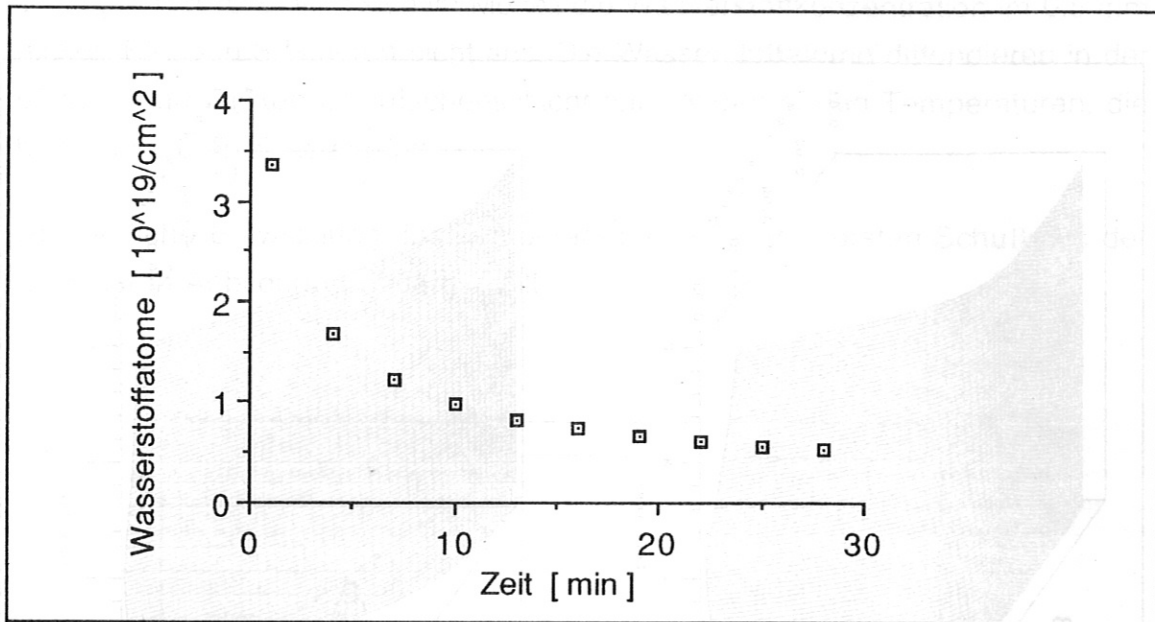
Durch den ersten Schuß auf ein hydriertes Target wurde die größte Wasserstoffmenge (  $4.2 \cdot 10^{18}$  H-Atome ) desorbiert, durch den zweiten nur noch 60% der beim ersten Schuß desorbierten Menge. Danach nahm die desorbierte Wasserstoffmenge exponentiell ab. Auch dreistündiges Warten oder Erhitzen

des Targets auf 180 °C zwischen den Schüssen veränderte die Wasserstofffreisetzung nicht.

Bei einer Serie von 40 Schüssen auf denselben Brennfleck ( $A = 17 \text{ mm}^2$ ) wurden  $4.1 \cdot 10^{19}$  Wasserstoffatome desorbiert. Ein 0.5 mm dickes Ti-Blech mit derselben Fläche speichert bei einer Konzentration  $H/Ti = 1.5 \cdot 4.7 \cdot 10^{20}$  Wasserstoffatome. Es wurden bei dieser Schußserie also 9% des Wasserstoffs im Titanhydrid freigesetzt.

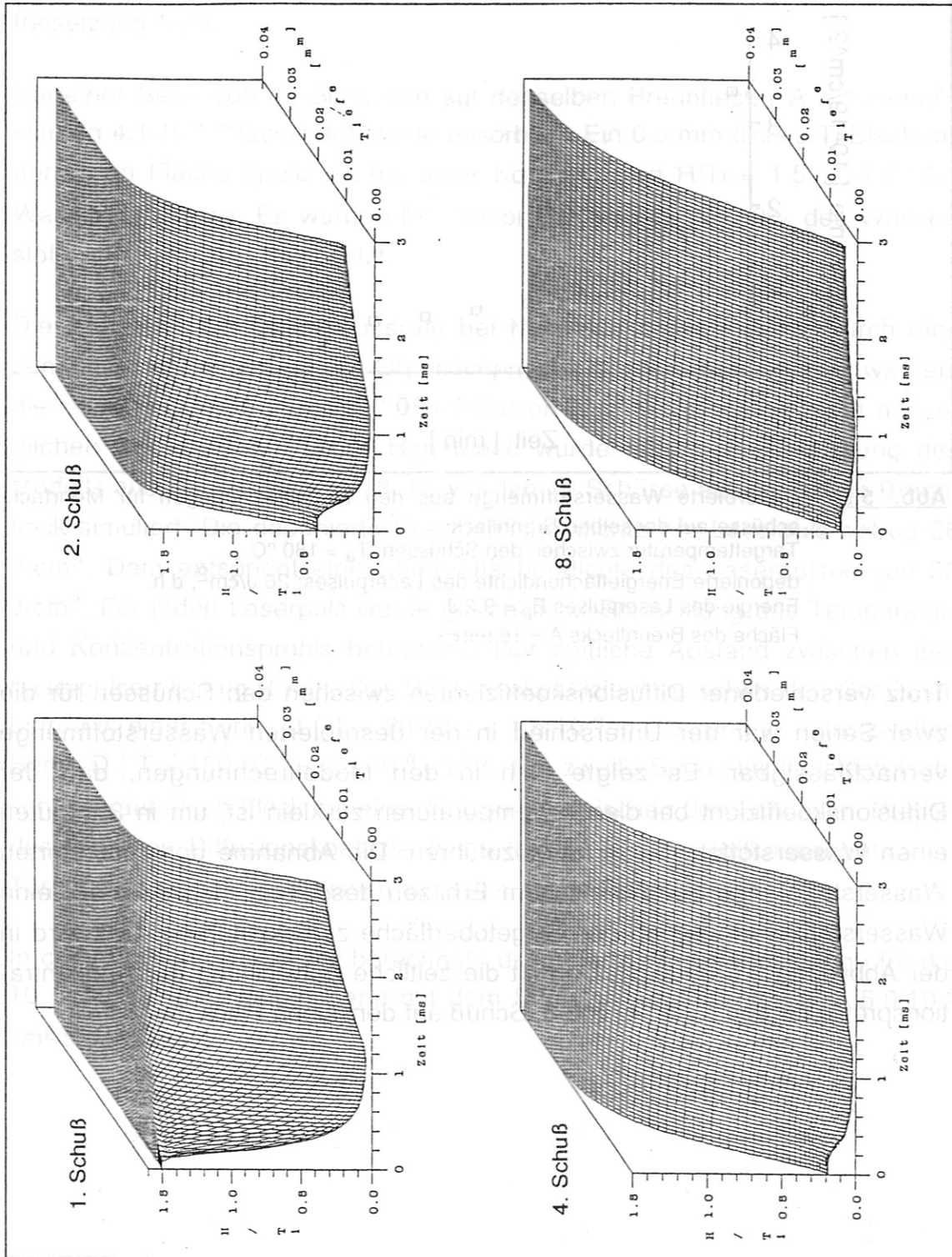
Die Abnahme der Desorptionsrate bei Mehrschüssen kann durch eine zunehmende Entleerung der Oberflächenschicht des Targets erklärt werden, die zwischen den Schüssen durch Diffusion aus dem Volumen nicht ausgeglichen werden kann. Diese Hypothese wurde mit einer Erweiterung des Modells aus Kapitel 3 überprüft. Es wurden 10 Schüsse auf denselben Brennfleck simuliert. Die deponierte Energieflächendichte pro Laserpuls betrug  $26 \text{ J/cm}^2$ . Dem entspricht eine Energieflächendichte des Laserpulses von  $58 \text{ J/cm}^2$ . Für jeden Laserpuls wurde die zeitliche Entwicklung des Temperatur- und Konzentrationsprofils berechnet. Der zeitliche Abstand zwischen den Laserpulsen betrug 3 min. Der Diffusionskoeffizient zwischen den Schüssen betrug in einer Serie  $D (T = 20 \text{ °C}) = 1.6 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$  und in einer zweiten Serie  $D (T = 180 \text{ °C}) = 5.0 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$ . Die zweite Serie simuliert Mehrschüsse auf einen Fleck mit einer Heizphase zwischen den Schüssen. Wegen des erhöhten Diffusionskoeffizienten sollte die Wasserstoffkonzentration im Target zwischen den Schüssen schneller ausgeglichen werden.

In der Abbildung 5.5 ist die berechnete desorbierte Wasserstoffmenge für die 10 Schüsse der zweiten Serie mit dem Diffusionskoeffizienten  $D = 5.0 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2/\text{s}$  dargestellt.



**Abb. 5.5:** Desorbierte Wasserstoffmenge aus den Modellrechnungen für Mehrschüsse auf denselben Brennfleck  
 Targettemperatur zwischen den Schüssen:  $T_a = 180 \text{ °C}$   
 deponierte Energieflächendichte des Laserpulses:  $26 \text{ J/cm}^2$ , d.h.  
 Energie des Laserpulses  $E_p = 9.2 \text{ J}$   
 Fläche des Brennflecks  $A = 16 \text{ mm}^2$

Trotz verschiedener Diffusionskoeffizienten zwischen den Schüssen für die zwei Serien war der Unterschied in der desorbierten Wasserstoffmenge vernachlässigbar. Es zeigte sich in den Modellrechnungen, daß der Diffusionskoeffizient bei diesen Temperaturen zu klein ist, um in 3 Minuten einen Wasserstoffausgleich herbeizuführen. Die Abnahme der desorbierten Wasserstoffmenge bei mehrfachem Erhitzen desselben Flecks ist auf eine Wasserstoffverarmung an der Targetoberfläche zurückzuführen. Das wird in der Abbildung 5.6 deutlich. Dort ist die zeitliche Entwicklung der Konzentrationsprofile für den 1., 2., 4. und 8. Schuß auf denselben Fleck dargestellt.

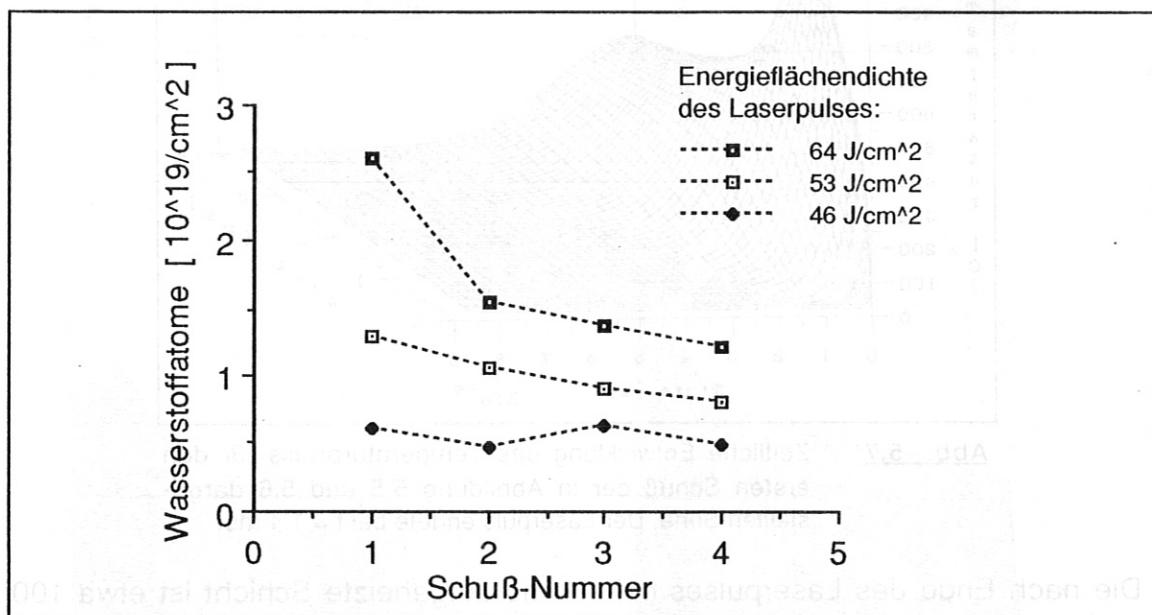


**Abb. 5.6:** Zeitliche Entwicklung der Konzentrationsprofile für eine Serie von Schüssen auf denselben Brennfleck  
 Die Entwicklung der bei diesen Schüssen freigesetzten Wasserstoffmenge ist in Abbildung 5.5 dargestellt.



exponentiell zunehmende Desorptionsrate ( Gleichungen (3.9) und (A7) ) kompensiert.

Die schnelle Entleerung der Oberflächenschicht bei der Laserdesorption kann verringert werden, wenn die Energieflächendichte des Laserpulses und damit die Oberflächentemperatur vermindert wird. Mit einer kleineren Energieflächendichte nimmt aber auch die desorbierte Wasserstoffmenge pro Flächeneinheit ab. In Abbildung 5.8 ist die experimentell ermittelte desorbierte Wasserstoffmenge pro Flächeneinheit für drei Laserpulsenergien in Abhängigkeit von der Schußnummer dargestellt. Die Ausgangstemperatur  $T_a$  betrug  $25\text{ }^\circ\text{C}$ , die Brennfleckfläche  $A$  betrug  $16\text{ (2) mm}^2$ .



**Abb. 5.8:** Experimentell ermittelte desorbierte Wasserstoffmenge von drei Brennflecken auf demselben Target mit verschiedener Energieflächendichte des Laserpulses  
 Fläche der Brennflecken:  $A = 16\text{ (2) mm}^2$   
 Ausgangstemperatur:  $T_a = 25\text{ }^\circ\text{C}$   
 Target:  $\text{TiH}_{1,5}$

Die Ergebnisse dieses Kapitels können folgendermaßen zusammengefaßt werden:

- a. Bei hohen Energieflächendichten des Laserpulses nimmt die desorbierte Wasserstoffmenge nach dem ersten Schuß durch die Entleerung der Oberflächenschicht des Targets stark ab.



- b. Die Wasserstoffkonzentration im Titan läßt sich durch Heizen zwischen den Schüssen nicht ausgleichen. Bei Temperaturen ab etwa 350 °C wird die Wasserstoffkonzentration an der Oberfläche durch die permanente Wasserstoffdesorption merklich herabgesetzt.
- c. Die Abnahme der desorbierten Wasserstoffmenge bei Mehrfachschüssen auf denselben Brennfleck läßt sich durch eine kleinere Energiefächendichte des Laserpulses vermindern. Allerdings verringert sich dann die pro Flächeneinheit desorbierte Wasserstoffmenge.

Die Abbildung 5.9 zeigt die desorbierte Wasserstoffmenge in Abhängigkeit von der Laserpulsenergie. Die desorbierte Wasserstoffmenge steigt mit der Laserpulsenergie an und erreicht bei einer Laserpulsenergie von 10 J/cm<sup>2</sup> ein Maximum von ca. 1,2 mg/cm<sup>2</sup>. Bei weiterer Erhöhung der Laserpulsenergie nimmt die desorbierte Wasserstoffmenge wieder ab. Die desorbierte Wasserstoffmenge ist bei einer Laserpulsenergie von 10 J/cm<sup>2</sup> ca. 1,2 mg/cm<sup>2</sup> und bei einer Laserpulsenergie von 20 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,8 mg/cm<sup>2</sup>. Die desorbierte Wasserstoffmenge ist bei einer Laserpulsenergie von 30 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,6 mg/cm<sup>2</sup> und bei einer Laserpulsenergie von 40 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,4 mg/cm<sup>2</sup>. Die desorbierte Wasserstoffmenge ist bei einer Laserpulsenergie von 50 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,2 mg/cm<sup>2</sup> und bei einer Laserpulsenergie von 60 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,1 mg/cm<sup>2</sup>. Die desorbierte Wasserstoffmenge ist bei einer Laserpulsenergie von 70 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,05 mg/cm<sup>2</sup> und bei einer Laserpulsenergie von 80 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,02 mg/cm<sup>2</sup>. Die desorbierte Wasserstoffmenge ist bei einer Laserpulsenergie von 90 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,01 mg/cm<sup>2</sup> und bei einer Laserpulsenergie von 100 J/cm<sup>2</sup> ca. 0,005 mg/cm<sup>2</sup>.

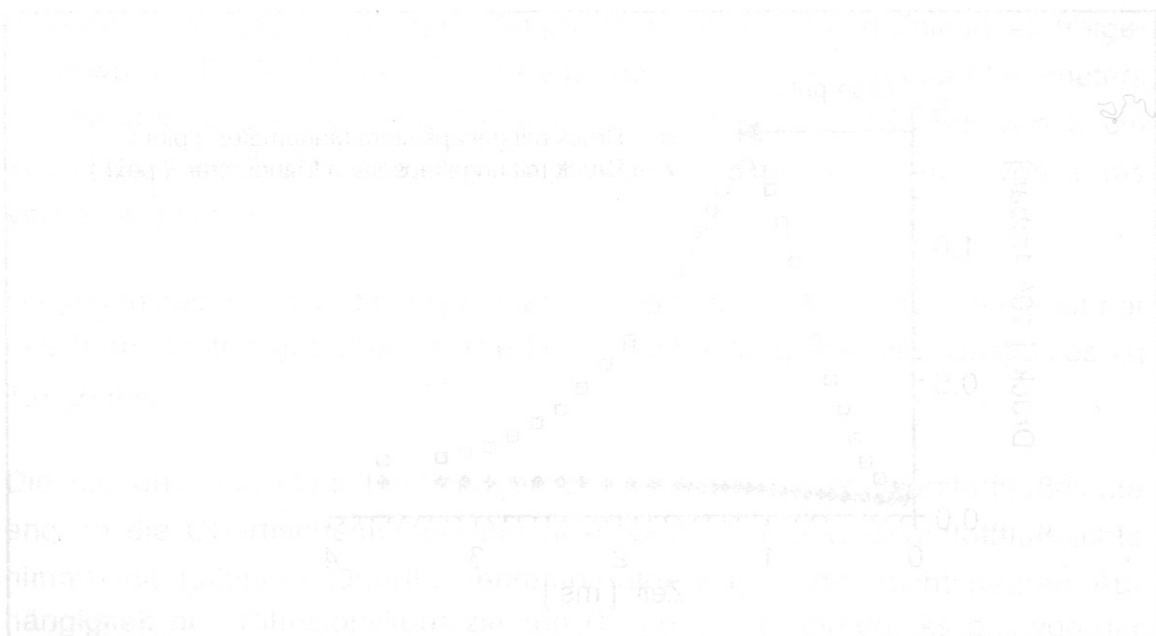
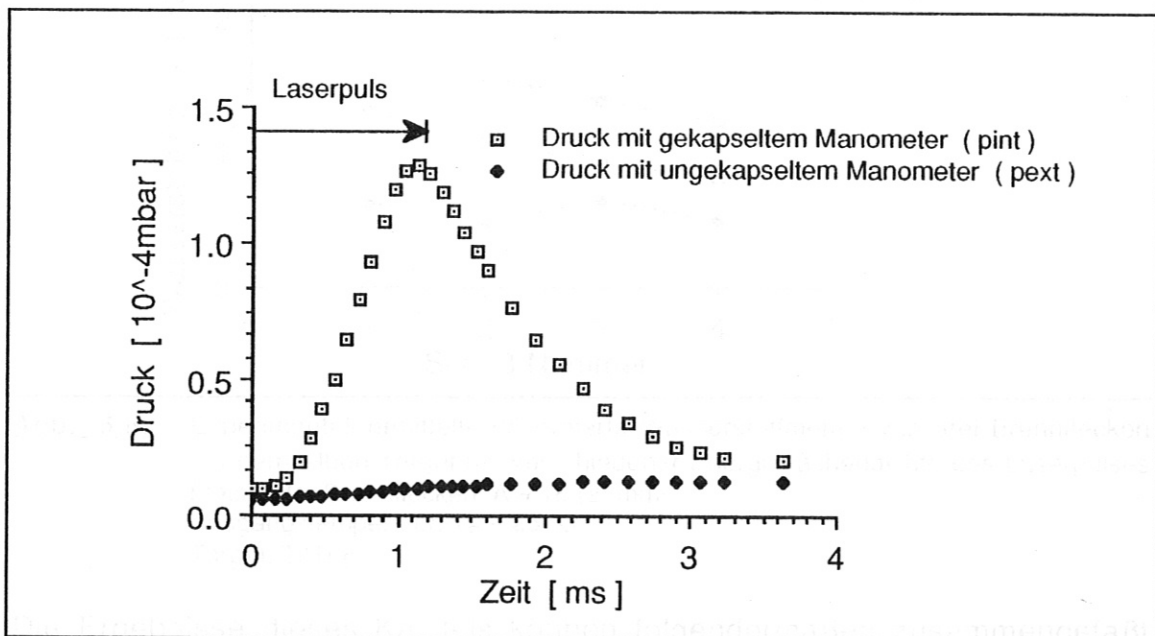


Abbildung 5.9: Desorbierte Wasserstoffmenge in Abhängigkeit von der Laserpulsenergie. Die desorbierte Wasserstoffmenge steigt mit der Laserpulsenergie an und erreicht bei einer Laserpulsenergie von 10 J/cm<sup>2</sup> ein Maximum von ca. 1,2 mg/cm<sup>2</sup>. Bei weiterer Erhöhung der Laserpulsenergie nimmt die desorbierte Wasserstoffmenge wieder ab.

### 5.3 Zeitliche Entwicklung des durch Laserdesorption erzeugten Gaspulses

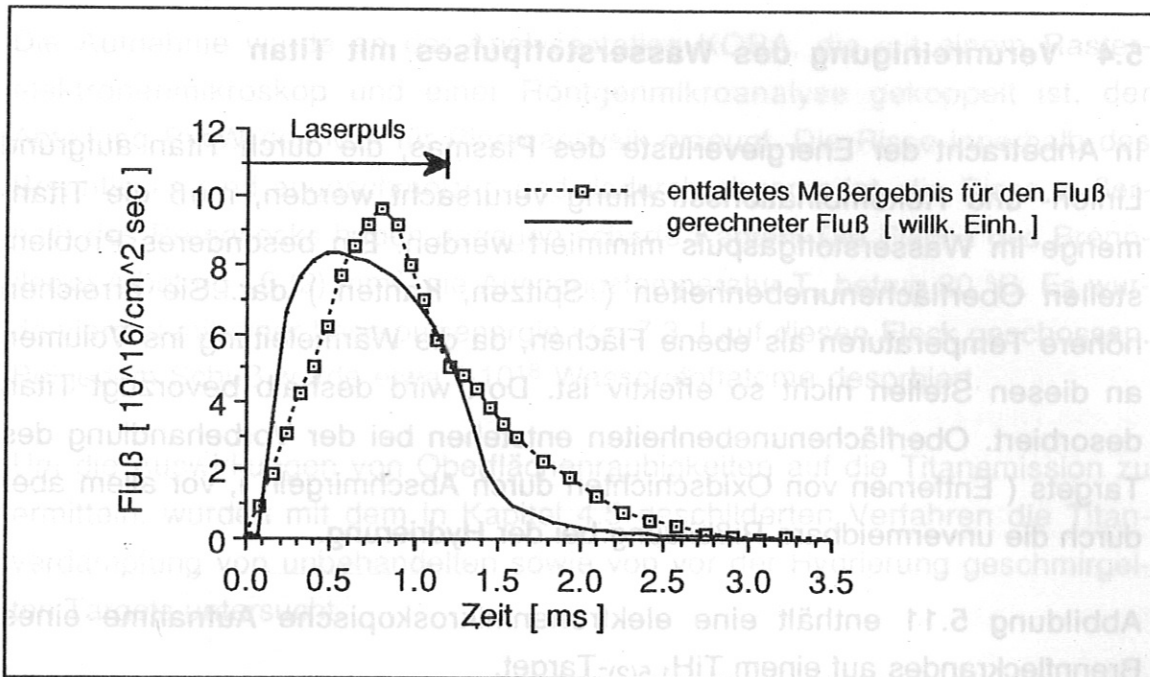
In diesem Kapitel wird untersucht, wie eng die zeitliche Länge des Wasserstoffpulses an die Dauer des Laserpulses gekoppelt ist. Mit dem in Kapitel 4.4 dargestellten experimentellen Verfahren wurde die zeitliche Entwicklung der Wasserstoffflußdichte durch die Öffnung des gekapselten ASDEX-Ionisationsmanometers ermittelt.

In Abbildung 5.9 ist der mit einem gekapselten sowie einem ungekapselten ASDEX-Ionisationsmanometer gemessene Druckverlauf bei der Laserdesorption dargestellt. Das Target bestand aus  $\text{TiH}_{1.5(2)}$ . Die Dauer des Laserpulses betrug 1.2 (2) ms, die Fläche des Brennflecks 16 (2)  $\text{cm}^2$  und die Laserpulsenergie  $E_p$  7.0 (2) J. Dabei wurden  $0.4 \cdot 10^{18}$  H-Atome desorbiert. Die mit einem Thermopaar gemessene Temperatur  $T_{\text{int}}$  der Kapselung betrug 390 (20)  $^{\circ}\text{C}$ .



**Abb. 5.9:** gemessener Druck mit und ohne Kapselung am ASDEX-Ionisationsmanometer

Die in Kapitel 4.4 beschriebene Berechnung der Wasserstoffflußdichte  $\Gamma_{\text{H}_2}$  aus diesen Daten und die Entfaltung von  $\Gamma_{\text{H}_2}$  mit den Zeitkonstanten  $\tau_1 = 0.14$  ms und  $\tau_2 = 0.15$  ms der Elektronik des ASDEX-Ionisationsmanometers ergibt die in Abbildung 5.10 dargestellte Wasserstoffflußdichte an der Kapselöffnung.



**Abb. 5.10:** Berechneter Wasserstofffluß an der Titanhydridoberfläche pro Flächeneinheit und das mit den Zeitkonstanten  $\tau_1 = 0.14$  ms und  $\tau_2 = 0.15$  ms entfaltete Meßergebnis an der Kapselöffnung.

Zusätzlich wurde die mit dem in Kapitel 3.3 beschriebenen Modell berechnete Wasserstoffmenge eingetragen, die pro Flächeneinheit und Zeiteinheit freigesetzt wurde. Beide Größen sind für eine bestimmte Position des Manometers zueinander proportional. Laufzeiteffekte sind bei einer Distanz von 5 cm zwischen Target und Kapselöffnung gegenüber der Pulsdauer von 1 ms vernachlässigbar.

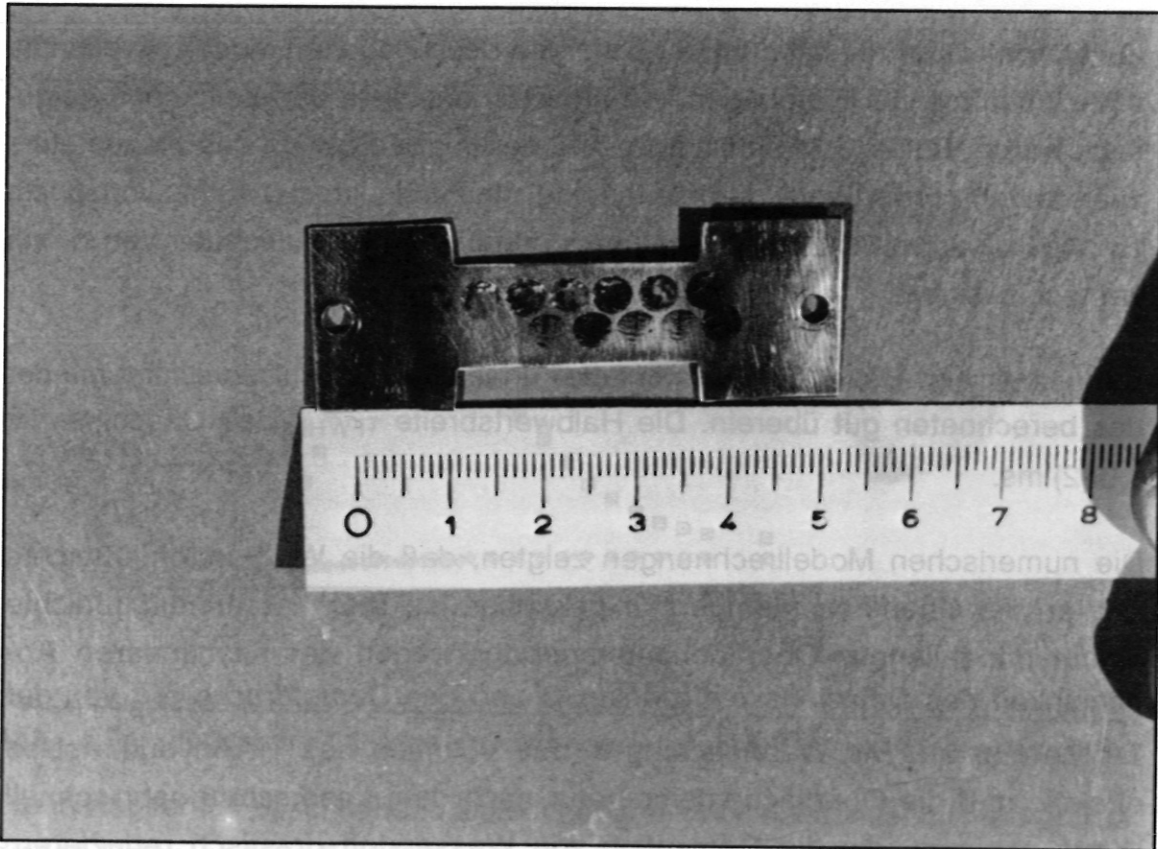
Die gemessene Dauer des experimentell ermittelten Gaspulses stimmt mit der des berechneten gut überein. Die Halbwertsbreite  $\tau_{FWHM}$  des Gaspulses ist 1.0 (2) ms.

Die numerischen Modellrechnungen zeigten, daß die Wasserstoffflußdichte eng an die Oberflächentemperatur gekoppelt ist. Die Wasserstoffflußdichte nimmt mit fallender Oberflächentemperatur wegen der nichtlinearen Abhängigkeit des Diffusionskoeffizienten  $D$  und des Dampfdrucks  $p_{H_2}$  von der Temperatur ab. Die Wärmeleitung in das Volumen des Titanhydrids ist so effektiv, daß die Oberflächentemperatur nach dem Laserschuss sehr schnell Werte annimmt, die die Desorption von Wasserstoff drastisch reduzieren. Deshalb wurden im Modell selbst bei Laserpulsen mit einer hohen Energieflußdichte Gaspulse mit einer Dauer kleiner als der des Laserpulses berechnet.

#### 5.4 Verunreinigung des Wasserstoffpulses mit Titan

In Anbetracht der Energieverluste des Plasmas, die durch Titan aufgrund Linien- und Rekombinationsstrahlung verursacht werden, muß die Titanmenge im Wasserstoffgaspuls minimiert werden. Ein besonderes Problem stellen Oberflächenunebenheiten (Spitzen, Kanten) dar. Sie erreichen höhere Temperaturen als ebene Flächen, da die Wärmeleitung ins Volumen an diesen Stellen nicht so effektiv ist. Dort wird deshalb bevorzugt Titan desorbiert. Oberflächenunebenheiten entstehen bei der Vorbehandlung des Targets (Entfernen von Oxidschichten durch Abschmirlagen), vor allem aber durch die unvermeidbare Ribbildung bei der Hydrierung.

Abbildung 5.11 enthält eine elektronenmikroskopische Aufnahme eines Brennfleckrandes auf einem  $\text{TiH}_{1.5(2)}$ -Target.

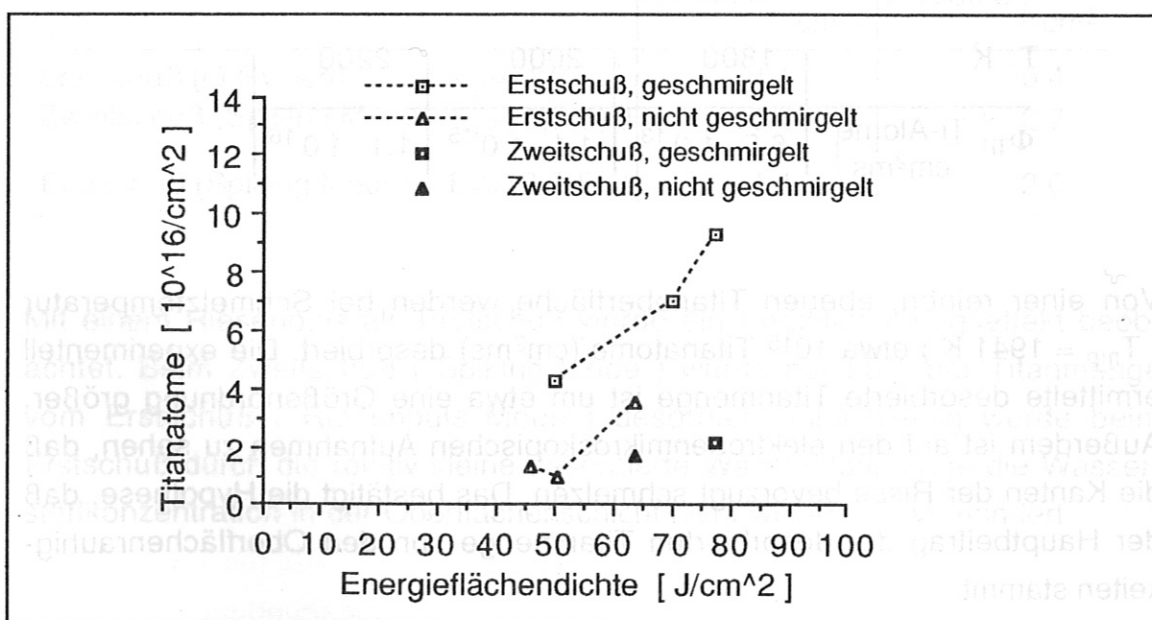


**Abb. 5.11:** Elektronenmikroskopische Aufnahmen eines Brennfleckrandes  
Dieser Brennfleck wurde viermal mit einer Laserpulsenergie  $E_p = 7.3 \text{ J}$  beschossen. Innerhalb des Brennflecks (oben) sind die Kanten der Risse abgeschmolzen, außerhalb (unten) haben die Risse scharfe Kanten.  
Fläche des Brennflecks:  $A = 16 (2) \text{ mm}^2$ , Target:  $\text{TiH}_{1.5(2)}$   
(Photo: H. Kukral, MPI für Plasmaphysik, Garching)

Die Aufnahme wurde an der Analysestation KORA, die mit einem Raster-elektronenmikroskop und einer Röntgenmikroanalyse gekoppelt ist, der Abteilung PWW des MPI für Plasmaphysik erzeugt. Die Risse innerhalb des Brennflecks sind angeschmolzen und dadurch abgerundet, die Risse außerhalb des Brennflecks haben dagegen scharfe Kanten. Die Fläche des Brennflecks A betrug  $16 \text{ (2) mm}^2$ , die Ausgangstemperatur  $T_a$  betrug  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ . Es wurde viermal mit einer Laserpulsenergie von  $7.3 \text{ J}$  auf diesen Fleck geschossen. Bei jedem Schuß wurde etwa  $1 \cdot 10^{18}$  Wasserstoffatome desorbiert.

Um die Auswirkungen von Oberflächenrauigkeiten auf die Titanemission zu ermitteln, wurden mit dem in Kapitel 4.5 geschilderten Verfahren die Titanverdampfung von unbehandelten sowie von vor der Hydrierung geschmirgelten Targets untersucht.

In Abbildung 5.12 ist die gemessene, desorbierte Titanmenge pro Flächeneinheit in Abhängigkeit von der Laserenergie dargestellt. Die Fläche des Brennflecks betrug  $18 \text{ (2) mm}^2$ , das Target bestand aus  $\text{TiH}_{1.5(2)}$ . Die offenen Symbole markieren Erstschüsse und die geschlossenen Zweitschüsse auf denselben Fleck. Die rechteckigen Symbole bezeichnen ein Target, das bei der Vorbehandlung geschmirgelt, und die dreieckigen bezeichnen ein Target, das nicht geschmirgelt wurde.



**Abb. 5.12:** Desorbierte Titanmenge pro Flächeneinheit in Abhängigkeit von der Energieflächendichte des Laserpulses für Targets mit unterschiedlicher Oberflächenbehandlung  
Fläche des Brennflecks:  $A = 18 \text{ (2) mm}^2$ ; Target:  $\text{TiH}_{1.5(2)}$

Vom Target, das in der Vorbehandlung geschmigt wurde, wurde mehr Titan desorbiert als von dem nicht geschmigten Target. Die desorbierte Wassermenge veränderte sich durch die unterschiedliche Vorbehandlung nicht.

Um eine Vergleichsbasis für die experimentell bestimmte desorbierte Titanmenge von  $TiH_x$  zu haben, wird im folgenden die Verdampfungsrate pro Flächeneinheit von reinem Titan abgeschätzt. Mit dem temperaturabhängigen Dampfdruck von festem Titan  $p_s(T)$  und flüssigem Titan  $p_f(T)$  ( Anhang A ) folgt für die Titan-Desorptionsrate pro Flächeneinheit  $\Phi_{Ti}$ :

$$\Phi_{Ti}(T) = \frac{p_{s,f}}{\sqrt{2\pi M_{Ti} k_B T}} \quad (5.1)$$

$M_{Ti}$  Masse des Titanatoms

$k_B$  Boltzmannkonstante

$T$  Temperatur [ K ]

In Tabelle 5.1 ist die Desorptionsrate von reinem Titan für verschiedene Temperaturen dargestellt. Da keine Daten für den Dampfdruck  $p_{s,f}(T)$  von Titan in Titanhydrid zur Verfügung stehen, wurden diese Daten auch für Titanhydrid benutzt.

**Tabelle 5.1:** Desorptionsrate (  $1/cm^2ms$  ) von reinem Titan für verschiedene Temperaturen

T [ K ]	1800	2000	2200
$\Phi_{Ti} \left[ \frac{Ti\text{-Atome}}{cm^2ms} \right]$	$6.5 \cdot 10^{13}$	$1.1 \cdot 10^{15}$	$1.1 \cdot 10^{16}$

Von einer reinen, ebenen Titanoberfläche werden bei Schmelztemperatur (  $T_{mp} = 1941$  K ) etwa  $10^{15}$  Titanatome/( $cm^2ms$ ) desorbiert. Die experimentell ermittelte desorbierte Titanmenge ist um etwa eine Größenordnung größer. Außerdem ist auf den elektronenmikroskopischen Aufnahmen zu sehen, daß die Kanten der Risse bevorzugt schmelzen. Das bestätigt die Hypothese, daß der Hauptbeitrag der desorbierten Titanmenge von den Oberflächenrauigkeiten stammt.

Zur Minimierung der Titanemission wurde versucht, die Titanoberfläche durch Erhitzen mit Riesenpulsen ( Q-Switch-Betrieb des Lasers ) zu konditionieren.

Die Energie eines etwa 50 ns andauernden Rieserpulses beträgt bei dem für diese Untersuchungen verwendeten Laser etwa 0.6-1.5 J, so daß an der Titanhydridoberfläche im Vergleich zu Laserpulsen im Spiking Mode eine um drei Größenordnungen höhere Leistungsdichte und damit eine erheblich höhere Oberflächentemperatur erreicht wird. Wegen der geringen Energie des Rieserpulses wird die Wasserstoffkonzentration nur in einer sehr dünnen Schicht an der Oberfläche erniedrigt. Mit einem nachfolgenden Laserpuls im Spiking Mode kann also nahezu die gleiche Wasserstoffmenge desorbiert werden wie ohne Konditionierungsschuß.

In Tabelle 5.2 ist die desorbierte Titan- und Wasserstoffmenge für einen Erstschuß im Rieserpuls-Mode, einen Zweitschuß auf denselben Fleck im Spiking Mode und zum Vergleich ein Erstschuß im Spiking Mode dargestellt. Die Fläche des Brennflecks betrug 18 (2) mm<sup>2</sup>, das Target bestand aus TiH<sub>1.5(2)</sub>.

**Tabelle 5.2:** Desorbierte Titan- und Wasserstoffmenge für einen Erstschuß im Rieserpuls Mode, den Zweitschuß auf denselben Fleck im Spiking Mode und zum Vergleich ein Erstschuß im Spiking Mode auf einen anderen Brennfleck  
 Target nicht geschmirgelt  
 Relativer Fehler der Titanmenge 30%  
 Relativer Fehler der Wasserstoffmenge 10%

		Ti-Atome $\left[ \frac{10^{17}}{\text{cm}^2} \right]$	H-Atome $\left[ \frac{10^{19}}{\text{cm}^2} \right]$
Erstschuß (Q-Switch)	$E_p=0.8(1) \text{ J}$	1.1	0.4
Zweitschuß (Spiking Mode)	$E_p=10.7(5) \text{ J}$	0.6	2.7
Erstschuß (Spiking Mode)	$E_p=10.7(5) \text{ J}$	1.1	2.0

Mit einem Rieserpuls als Erstschuß wurde ein Konditionierungseffekt beobachtet. Beim Zweitschuß ( Spiking Mode ) wurde nur 55% der Titanmenge vom Erstschuß ( Rieserpuls Mode ) desorbiert. Gleichzeitig wurde beim Erstschuß durch die relativ kleine desorbierte Wasserstoffmenge die Wasserstoffkonzentration in der Oberflächenschicht nicht wesentlich vermindert.

Wenn Titanatome mit dem Wasserstoffpuls in das Plasma gelangen, verursachen sie Linien- und Rekombinationsstrahlung, die einen merklichen Beitrag zum Gesamtstrahlungsverlust des Plasmas darstellen. In die Energieverlustrate  $P_{Ti}$  eines Tokamak-Plasmas im Koronagleichgewicht durch Linien- und Rekombinationsstrahlung geht die Teilchendichte von Titan  $n_{Ti}$  linear ein [27].

$$P_{Ti} = n_e n_{Ti} L_{Ti}(T) \quad (5.2)$$

$P_{Ti}$       Energieverlustrate  $[\frac{J}{m^3s}]$

$n_e$       Teilchendichte der Elektronen

$n_{Ti}$       Teilchendichte der Titanionen

$L_{Ti}(T)$       Strahlungskühlungskoeffizient  $[\frac{Jm^3}{s}]$

Strahlungskühlungskoeffizienten  $L(T)$  wurden von Post et al. berechnet [27].

Zur Abschätzung der zu erwartenden Strahlungsverluste durch Titan wurden die Daten von Laser-blow-off-Experimenten verwendet [28]. Bei einer ASDEX-Entladung ohne Zusatzheizung ergab sich durch  $3 \cdot 10^{16}$  Ti-Atome ein Strahlungsverlust von etwa 10 kW. Das waren etwa 5% der totalen Strahlungsverluste von 220 kW. Etwa diese Titanmenge wird bei Erzeugung eines Gaspulses mit  $(1-2) \cdot 10^{19}$  Wasserstoffatomen durch Laserdesorption freigesetzt.

Neben der Erhöhung der Gesamtstrahlung des Plasmas kann ein zu hoher Ti-Anteil im Wasserstoffpuls auch zu einer lokalen Strahlungskühlung beim Auftreffen auf die Plasmarandschicht und damit zu einer thermischen Instabilität führen.

Die in diesem Kapitel vorgestellten Ergebnisse zeigen die Wichtigkeit einer möglichst glatten Targetoberfläche. Die Konditionierung dieser Oberfläche durch Erhitzen mit Rieserpulsen erlaubt eine weitere Halbierung der emittierten Titanmenge.



## 6. Diagnostikgaspuls durch laserinduzierte Desorption aus $TiH_x$ am Tokamak ASDEX

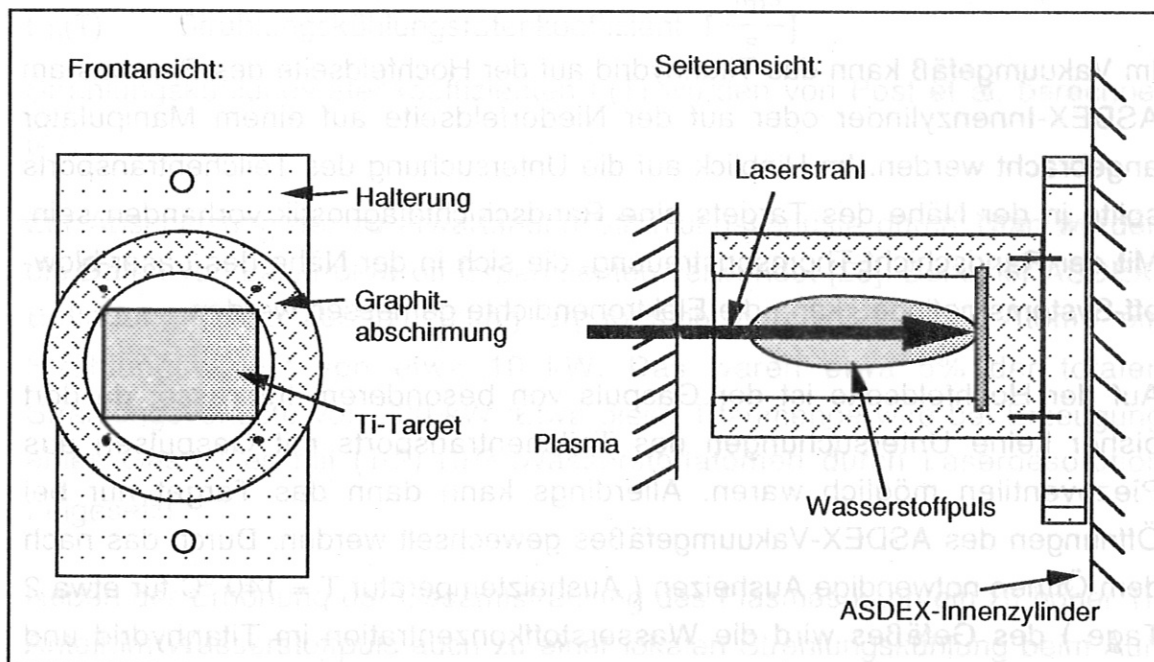
Der Aufbau zur Erzeugung des Diagnostikgaspulses an ASDEX kann folgendermaßen realisiert werden.

Wie in Kapitel 5.1 gezeigt, wird für die Realisierung eines Diagnostikgaspulses mit  $(1-2) \cdot 10^{19}$  Wasserstoffatome ein Laser mit einer Pulsenergie von etwa 40 J benötigt. Diese Energie wird von einem KORAD K1500 Laserkopf geliefert. Die Komponenten des Lasersystems können an ASDEX außerhalb des Vakuumsystems anstelle des Laser-blow-off-Systems [28] aufgebaut werden. Das Abbildungssystem muß die Verschiebung des Brennflecks auf der  $TiH_x$ -Oberfläche erlauben.

Im Vakuumgefäß kann das Titanhydrid auf der Hochfeldseite des Plasmas am ASDEX-Innenzylinder oder auf der Niederfeldseite auf einem Manipulator angebracht werden. Im Hinblick auf die Untersuchung des Teilchentransports sollte in der Nähe des Targets eine Randschichtdiagnostik vorhanden sein. Mit der Randschicht-Thomsonstreuung, die sich in der Nähe des Laser-blow-off-Systems befindet, kann die Elektronendichte gemessen werden.

Auf der Hochfeldseite ist der Gaspuls von besonderem Interesse, da dort bisher keine Untersuchungen des Teilchentransports mit Gaspulsen aus Piezoventilen möglich waren. Allerdings kann dann das Target nur bei Öffnungen des ASDEX-Vakuumgefäßes gewechselt werden. Durch das nach dem Öffnen notwendige Ausheizen ( Ausheiztemperatur  $T = 140 \text{ }^\circ\text{C}$  für etwa 2 Tage ) des Gefäßes wird die Wasserstoffkonzentration im Titanhydrid und damit die durch die Laserdesorption freigesetzte Wasserstoffmenge vermindert. In Modellrechnungen wurde abgeschätzt, daß bei der Targettemperatur  $T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$  in 48 Stunden etwa  $3 \cdot 10^{20}$  Wasserstoffatome desorbiert werden. Das ergibt bei ASDEX mit einer Sauggeschwindigkeit  $S = 10000 \text{ l/s}$  und einem Volumen  $V = 10 \text{ m}^3$  einen vernachlässigbaren Restgasdruck von  $p_{RG} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$ . Die Wasserstoffkonzentration an der Targetoberfläche und damit die Wasserstoffmenge des Gaspulses vermindert sich dabei um etwa 20%. Bei  $T = 200 \text{ }^\circ\text{C}$  wird die Wasserstoffmenge des Gaspulses schon nach etwa einer Stunde auf etwa die Hälfte vermindert. Um eine Verschlechterung der Wasserstoffausbeute pro Gaspuls zu vermeiden, muß die Temperatur des Titanhydrids beim Ausheizen somit unterhalb  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  bleiben.

Vorteilhaft ist auf der Hochfeldseite die einfache Strahlführung des Laserpulses, da durch ein Fenster im Vakuumgefäß das Target direkt bestrahlt werden kann. Um das Target vor den energiereichen Ionen zu schützen, muß es von einer Graphitabschirmung umgeben sein. In Abbildung 6.1 ist eine Halterung für das  $TiH_x$ -Target mit Graphitabschirmung für den ASDEX-Innenzylinder schematisch dargestellt. Durch eine plasmaseitige Öffnung der Graphitabschirmung gelangen der Laserpuls aufs Target und der Wasserstoffpuls aufs Plasma. Eine Vertiefung vor dem Target soll eventuell sich lösendes Targetmaterial sammeln, so daß keine makroskopischen Teilchen ins Plasma gelangen können ( sogenannte UFOs ).



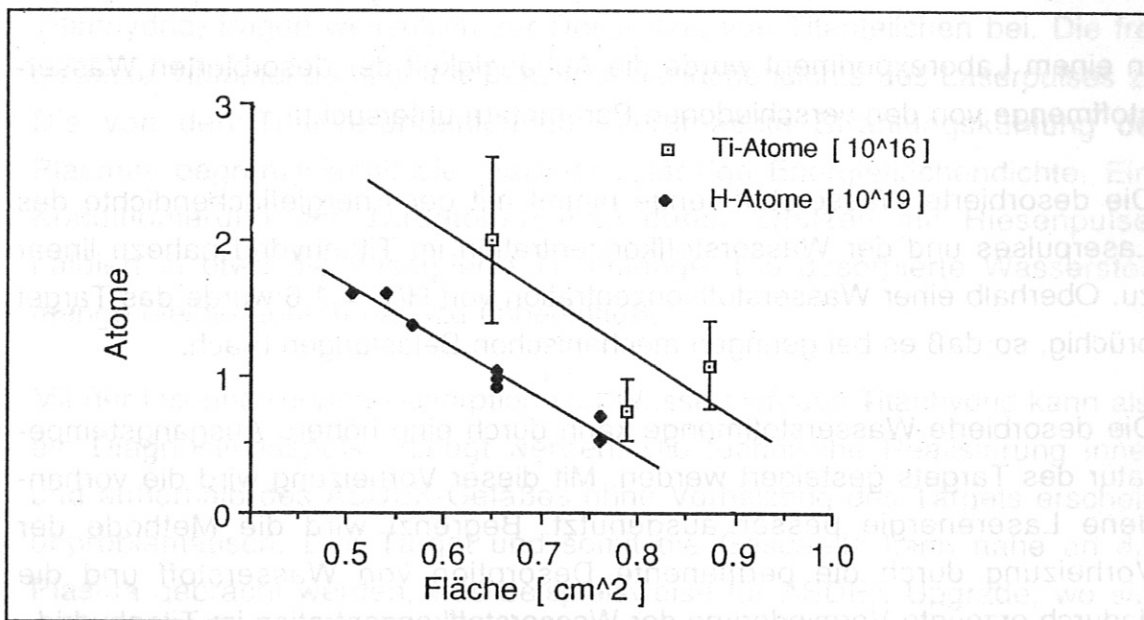
**Abb.6.1:** Vorschlag für die Halterung des Titanhydrids mit Graphitabschirmung für den ASDEX-Innenzylinder

Auf der Niederfeldseite des Plasmas können das Target auf dem Manipulator nach dem Ausheizen eingebaut und unabhängig vom ASDEX-Vakuumgefäß ausgewechselt werden. Dort kann die desorbierte Wasserstoffmenge des Gaspulses in situ mit einer kalibrierten  $H_\alpha$ -Photodiode gemessen, sowie Veränderungen des Targets leichter festgestellt werden. Allerdings ist dort ein größerer Flansch notwendig und die Laserstrahlführung komplizierter.

Die Erzeugung des Diagnostikgaspulses kann folgendermaßen ablaufen:

Vor der Plasmaentladung wird die  $TiH_x$ -Oberfläche mit einem Riesepuls konditioniert.

Zur vorgegebenen Zeit während der Plasmaentladung wird mit einem Laserpuls im Spiking Mode der Diagnostikgaspuls erzeugt. Dabei ist die Energieflächendichte des Laserpulses durch die maximal zulässige Titanmenge im Gaspuls beschränkt. In Abbildung 6.2 ist die aus den experimentellen Ergebnissen extrapolierte Wasserstoffmenge für einen Laserpuls mit einer Energie von 40 J in Abhängigkeit von der Fläche des Brennflecks dargestellt. Sollte die Plasmaentladung durch zuviel Titan gestört worden sein, muß beim nächsten Schuß der Brennfleck vergrößert werden, wobei weniger Titan, aber auch weniger Wasserstoff desorbiert wird.



**Abb. 6.2:** Desorbierte Wasserstoff- und Titanmenge bei konstanter Energie ( 40 J ) des Laserpulses in Abhängigkeit der Brennfleckfläche  
Das Target wurde nicht geschmirgelt und nicht konditioniert. Mit einem Konditionierungsschuß kann die Menge der Titanatome etwa um die Hälfte vermindert werden.

Ausgangstemperatur des Targets:  $T_a = 20 \text{ }^\circ\text{C}$

Target:  $TiH_{1.5(2)}$

## 7. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein durch laserinduzierte Desorption aus Titanhydrid erzeugter Wasserstoffgaspuls im Hinblick auf die zum Studium des Teilchentransports in einem Tokamakplasma erforderlichen Eigenschaften untersucht.

Es wurde gezeigt, daß  $4.4(4) \cdot 10^{18}$  Wasserstoffatome mit 11 J Laserpulsenergie desorbiert werden können. Das Target bestand aus  $\text{TiH}_{1.5(2)}$ . Die Halbwertsbreite des Gaspulses betrug 1.0 (2) ms. Die zeitliche Länge des Wasserstoffpulses ist eng an die zeitliche Länge des Laserpulses gekoppelt. Damit können mit der vierfachen Laserpulsenergie ( $E_p = 40 \text{ J}$ ) aus der vierfachen Fläche ( $A = 0.6 \text{ cm}^2$ ) etwa  $1.6 \cdot 10^{19}$  Wasserstoffatome in etwa 1 ms desorbiert werden. Das genügt den Anforderungen an einen Diagnostikgaspuls. Die benötigte Energie wird von einem zur Verfügung stehenden stärkeren Rubinlaser erreicht.

In einem Laborexperiment wurde die Abhängigkeit der desorbierten Wasserstoffmenge von den verschiedenen Parametern untersucht:

Die desorbierte Wasserstoffmenge nimmt mit der Energiedichte des Laserpulses und der Wasserstoffkonzentration im Titanhydrid nahezu linear zu. Oberhalb einer Wasserstoffkonzentration von  $\text{H/Ti} = 1.6$  wurde das Target brüchig, so daß es bei geringen mechanischen Belastungen brach.

Die desorbierte Wasserstoffmenge kann durch eine höhere Ausgangstemperatur des Targets gesteigert werden. Mit dieser Vorheizung wird die vorhandene Laserenergie besser ausgenutzt. Begrenzt wird die Methode der Vorheizung durch die permanente Desorption von Wasserstoff und die dadurch erzeugte Verminderung der Wasserstoffkonzentration im Titanhydrid.

Um abschätzen zu können, ob die experimentell ermittelten Resultate durch die Diffusion von Wasserstoff in Titan begrenzt sind, wurde die Laserdesorption durch ein Modell für den Wasserstoff- und Wärmetransport in Titanhydrid beschrieben, dessen Gleichungen numerisch gelöst wurden. Die experimentell ermittelte desorbierte Wasserstoffmenge ist kleiner als die vom Modell vorhergesagte. Die Ursache dieser Abweichung kann eine Verminderung der Rekombinationsrate von atomarem zu molekularem Wasserstoff durch Oberflächeneffekte sein. Dieser Effekt wurde durch eine Erhöhung der Aktivierungsenergie in der Formel für den Dampfdruck simuliert. Das führte zu

einer guten Übereinstimmung zwischen den experimentell ermittelten Werten und den Modellrechnungen.

Bei Mehrfachschüssen auf denselben Fleck nimmt die desorbierte Wasserstoffmenge mit der Energieflächendichte des Laserpulses in Übereinstimmung mit dem Modell ab. Durch Heizen des Titanhydrids zwischen den Schüssen konnte kein wesentlicher Wasserstoffausgleich in der etwa 20  $\mu\text{m}$  dicken Oberflächenschicht erreicht werden. Der Ausgleich der Wasserstoffkonzentration wird bei höheren Temperaturen durch die erhöhte Desorption von Wasserstoff kompensiert.

Bei konstanter Laserpulsenergie erhöhte sich bei Verkleinerung des Brennflecks die desorbierte Wasserstoffmenge. Dadurch vergrößert sich auch die Zahl der möglichen Erstschüsse pro  $\text{TiH}_x$ -Flächeneinheit.

Oberflächenunebenheiten, wie die unvermeidlichen Oberflächenrisse im Titanhydrid, tragen wesentlich zur Desorption von Titanteilchen bei. Die freigesetzte Titanmenge nimmt mit der Energieflächendichte des Laserpulses zu. Die von den Titanverunreinigungen verursachte Strahlungskühlung des Plasmas begrenzt somit die maximal zulässige Energieflächendichte. Eine Konditionierung der Targetoberfläche durch Erhitzen mit Rieserpulsen halbiert in etwa die desorbierte Titanmenge. Die desorbierte Wasserstoffmenge bleibt dadurch nahezu unbeeinflusst.

Mit der laserinduzierten Desorption von Wasserstoff aus Titanhydrid kann also ein Diagnostikgaspuls erzeugt werden. Die technische Realisierung inner- und außerhalb des ASDEX-Gefäßes ohne Vorheizung des Targets erscheint unproblematisch. Das Target und somit die Gasquelle kann nahe an das Plasma gebracht werden, was beispielsweise für ASDEX Upgrade, wo sich die piezoelektrischen Ventile in großer Entfernung vom Plasma befinden, von großer Bedeutung für die Transportuntersuchungen sein wird.

## Anhang A: Thermodynamische Daten von Titan und TiH<sub>x</sub>

### Schmelzpunkt $T_{mp}$ von Titan [14]

$$T_{mp} = 1668 \text{ °C} \pm 10 \text{ °C}$$

### Teilchendichte $N_{Ti}$ von Titan [14]

$$N_{Ti} = 5.74 \cdot 10^{28} \frac{\text{Ti-Atome}}{\text{m}^3}$$

### Spezifische Wärme von Titan

Die spezifische Wärme  $c_p$  von reinem Titan ist bei Raumtemperatur [14]:

$$c_p (T=25\text{°C}) = 522 \frac{\text{J}}{\text{kg}^\circ\text{C}}$$

Sie nimmt bis zur  $\alpha/\beta$ -Umwandlungstemperatur bei  $T = 880 \text{ °C}$  annähernd linear zu:

$$c_p (T=880\text{°C}) = 770 \frac{\text{J}}{\text{kg}^\circ\text{C}}$$

Zwischen  $880 \text{ °C}$  und  $1100 \text{ °C}$  ist  $c_p$  nahezu konstant

$$c_p (T=880\text{°C}-1100\text{°C}) = 650 \frac{\text{J}}{\text{kg}^\circ\text{C}}$$

und steigt dann bis zum Schmelzpunkt  $T_{mp}$  an

$$c_p (T=1660\text{°C}) = 980 \frac{\text{J}}{\text{kg}^\circ\text{C}}$$

In die numerischen Modellrechnungen geht die spezifische Wärme von Titanhydrid ein. Eine Näherung für diesen Wert ist obiger Mittelwert :

$$c_p (\text{TiH}_x) = 750 \frac{\text{J}}{\text{kg}^\circ\text{C}}$$

### Wärmeleitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit hängt von der Reinheit des Titans ab und ist bei Raumtemperatur [14]:

$\kappa = 19 \text{ W / (mK)}$  für Titan technischer Reinheit

$\kappa = 22 \text{ W / (mK)}$  für sehr reines Titan

Bis  $T = 500 \text{ °C}$  vermindert sich die Wärmeleitfähigkeit um ca. 10 %, nimmt dann aber wieder zu.

In die numerischen Modellrechnungen geht die Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid ein. Als Näherung für diesen Wert wurde  $\kappa = 19 \text{ W / (mK)}$  verwendet.

### Diffusionskoeffizient

Der temperatur- und phasenabhängige Diffusionskoeffizient von Wasserstoff in Titan hängt von der Reinheit des Titans ab. In [29] sind die experimentell ermittelten Diffusionskoeffizienten aus mehreren Veröffentlichungen zusammengestellt.

$$D [\text{cm}^2/\text{s}] = 2.8 \cdot 10^{-5} \cdot \exp(-2869/T[\text{K}]) \quad (\text{H in } \alpha\text{-Ti : 293-500 K}) \quad (\text{A1})$$

$$D [\text{cm}^2/\text{s}] = 3.3 \cdot 10^{-2} \cdot \exp(-6945/T[\text{K}]) \quad (\text{H in } \alpha\text{-Ti : 500-1100 K}) \quad (\text{A2})$$

$$D [\text{cm}^2/\text{s}] = 2.46 \cdot 10^{-3} \cdot \exp(-3798/T[\text{K}]) \quad (\text{H in } \beta\text{-Ti : 1160-1490 K}) \quad (\text{A3})$$

### Dampfdruck von Titan [14]

Der Dampfdruck von festem Titan  $p_s$  ist:

$$\log p_s [\text{Torr}] = 10.18 - \frac{24200}{T [\text{K}]} \quad (\text{A4})$$

Der des flüssigen Titans  $p_{fl}$  ist:

$$\log p_{fl} [\text{Torr}] = 9.15 - \frac{22330}{T [\text{K}]} \quad (\text{A5})$$

### Dampfdruck von $\text{TiH}_x$ [30]

In verdünnter Lösung genügt der mit der kondensierten Phase im Gleichgewicht stehende Druck des gasförmigen Wasserstoffs  $p_{\text{H}_2}$  [Pa] folgender Gleichung:

$$p_{\text{H}_2} = k c^2 \exp \frac{Q_0}{RT} \quad (\text{A6})$$

T      Temperatur

- c      Konzentration [ At.% ]
- $Q_0$       Lösungswärme von molekularem Wasserstoff im Metall [ J/mol<sub>H<sub>2</sub></sub> ]
- k      Konstante, die von der Struktur der kondensierten Phase abhängt.

Die Gleichung (A6) beschreibt das Verhalten der  $\alpha$ -Phase und der  $\beta$ -Phase unter 10 At.% Wasserstoff. In Tabelle 1 sind die Werte für  $Q_0$  und k angegeben.

Für Konzentrationen über 10 At.% Wasserstoff muß die Gleichung (A6) für die  $\beta$ -Phase an empirisch gewonnenen Daten angepaßt werden. Die Gleichung (A7) für die Druck-Temperatur-Konzentration-Beziehung in der  $\beta$ -Phase für alle Temperaturen und Wasserstoffkonzentrationen für die der Druck  $2.0 \cdot 10^4$  Pa nicht übersteigt, stimmt mit den experimentell ermittelten Daten bis auf 1 % überein:

$$p_{H_2} = k c^2 \exp(\lambda c^\mu) \exp\left(\frac{Q_0 (1 + \eta c^\xi)}{RT}\right) \quad (A7)$$

$\lambda, \mu, \eta, \xi$  sind Parameter, deren Werte in Tabelle 2 dargestellt sind.

Tabelle 1: Strukturabhängige Konstante k und Lösungswärme  $Q_0$  für Gleichung (A6) und (A7)

	$\alpha$ -Phase	$\beta$ -Phase
k	$1.282 \cdot 10^6$	$5.956 \cdot 10^6$
$Q_0$ $\left[ \frac{J}{mol_{H_2}} \right]$	$-9.043 \cdot 10^4$	$-11.65 \cdot 10^4$

Tabelle 2: Empirisch angepaßte Parameter des Dampfdrucks  $p_{H_2}$

$\lambda$	$\mu$	$\eta$	$\xi$
$1.331 \cdot 10^{-4}$	2.638	$9.433 \cdot 10^{-6}$	2.408

Für die  $\alpha$ - $\beta$ -Mischphase kann näherungsweise der Dampfdruck verwendet werden, der sich an den Grenzen der Mischphase ergibt. Für die  $\gamma$ -Phase kann wegen ihrer komplexen Struktur keine Gleichung für den Dampfdruck angegeben werden.



### Verdampfungswärme und partielle molare Enthalpie

Für die Verdampfungswärme  $\Delta H_{\text{vap}}$  und die partielle molare Enthalpie  $H_{\text{H}}$  erhält man aus der Clausius-Clapeyron Beziehung folgende Relation:

$$\Delta H_{\text{vap}} = - \left( H_{\text{H}} - \frac{1}{2} H_{\text{H}_2} \right) = - \frac{1}{2} R \left( \frac{\partial \ln p_{\text{H}_2}}{\partial \left( \frac{1}{T} \right)} \right)_{y=\text{const}} \quad (\text{A8})$$

Die absolute Größe der molaren Enthalpie  $H_{\text{H}_2}$  von molekularem Wasserstoff wird nicht benötigt, da in (3.2) nur die Ableitung von  $H_{\text{H}}$  nach  $x$  vorkommt.

Mit dem Dampfdruck  $p_{\text{H}_2}$  aus (A6) und (A7) ergibt sich:

$$\Delta H_{\text{vap}} = - \frac{1}{2} Q_0 \quad (c < 10 \text{ At.} \%) \quad (\text{A9})$$

$$\Delta H_{\text{vap}} = - \frac{1}{2} Q_0 (1 + \eta c^{\xi}) \quad (c > 10 \text{ At.} \% \text{ nur } \beta\text{-Phase})$$

Zahlenbeispiele:

$$\Delta H_{\text{vap}} (\alpha\text{-Phase}) = 45.2 \text{ kJ/mol}$$

$$\Delta H_{\text{vap}} (c = 50 \text{ At.} \% \equiv \text{TiH}) = 65.0 \text{ kJ/mol}$$

Bei  $\gamma$ -Titan ( $c > 50 \text{ At.} \%$ ) wurden Bildungswärmen bis zu  $170 \text{ kJ/mol}_{\text{H}_2}$  gemessen [14]. Das ergibt:

$$\Delta H_{\text{vap}} (\gamma\text{-Phase}) \leq 85 \text{ kJ/mol}$$

### Transportwärme

Für die Transportwärme  $Q$ , die die durch einen Temperaturgradienten verursachte Stromdichte der Wasserstoffteilchen bestimmt, wird angegeben:

$$\alpha\text{-Phase: } Q = + (1.9 - 3.2) \cdot 10^4 \text{ J/mol} \quad \text{für } 275 \text{ }^\circ\text{C} < T < 650 \text{ }^\circ\text{C} \quad [\text{15}]$$

$$Q = + (3.0 \pm 0.3) \cdot 10^4 \text{ J/mol} \quad \text{für } 100 \text{ }^\circ\text{C} < T < 300 \text{ }^\circ\text{C} \quad [\text{14}]$$

$$\beta\text{-Phase: } Q = - (2.6 \pm 0.8) \cdot 10^3 \text{ J/mol} \quad \text{für } 320 \text{ }^\circ\text{C} < T < 590 \text{ }^\circ\text{C} \quad [\text{15}]$$

Das Vorzeichen der Transportwärme  $Q$  bestimmt, wie in einem Temperaturgefälle der Teilchenstrom gerichtet ist.

## Anhang B: Numerische Lösung der Wärmeleitungs- und Diffusionsgleichung

Das zeitabhängige Temperatur- und Konzentrationsprofil wird bei Vernachlässigung der "kleinen" Terme in den Gleichungen (3.2) und (3.3) durch folgende parabolische partielle Differentialgleichungen beschrieben. Eine Abschätzung der "kleinen" Terme wird am Ende von Anhang B gegeben.

Die Wärmeleitungsgleichung vereinfacht sich zu:

$$\rho c_v \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} = \kappa \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} \quad (\text{B1})$$

und die Diffusionsgleichung zu:

$$\frac{\partial y(x,t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left\{ D(T(x,t), y(x,t)) \frac{\partial y(x,t)}{\partial x} \right\} \quad (\text{B2})$$

Der Diffusionskoeffizient ist in einer reinen Phase des  $\text{TiH}_x$  von der Konzentration unabhängig, in den Mischphasen nur schwach abhängig. Somit entfällt der Term mit  $\partial D/\partial y$  und es folgt:

$$\frac{\partial y(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 y(x,t)}{\partial x^2} + \frac{\partial y(x,t)}{\partial x} \left( \frac{\partial D}{\partial T} \right) \frac{\partial T}{\partial x} \quad (\text{B3})$$

Da die Temperatur- und Konzentrationsgradienten an der Oberfläche des Targets am größten sind, wurde der Ortsparemeter  $x$  transformiert:

$$x = \rho^\alpha \quad \text{mit} \quad \alpha > 1 \quad (\text{B4})$$

Mit

$$\frac{\partial}{\partial x} = \frac{1}{\alpha \rho^{\alpha-1}} \frac{\partial}{\partial \rho} \quad (\text{B5})$$

ergibt sich aus (B1) und (B2):

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\kappa}{\rho c_v} \frac{1}{\alpha^2 \rho^{2(\alpha-1)}} \left\{ \frac{\partial^2 T}{\partial \rho^2} + \frac{1-\alpha}{\rho} \frac{\partial T}{\partial \rho} \right\} \quad (\text{B6})$$

$$\frac{\partial y}{\partial t} = \frac{1}{\alpha^2 \rho^{2(\alpha-1)}} \left\{ D \frac{\partial^2 y}{\partial \rho^2} + \frac{\partial y}{\partial \rho} \left[ \left( \frac{\partial D}{\partial T} \right) \frac{\partial T}{\partial \rho} + \frac{(1-\alpha) D}{\rho} \right] \right\} \quad (\text{B7})$$

( Beachte:  $\rho$  in Verbindung mit  $c_v$  ist die Massendichte, sonst ist  $\rho$  ein Ortsparameter.)

Für die Randbedingungen

$$-\kappa \left( \frac{\partial T}{\partial x} \right)_s = -2\Phi(T_s, y_s) \Delta H_{\text{vap}} - \varepsilon \sigma_S (T_s^4 - T_a^4) + q(t) \quad (\text{B8})$$

$$-D \left( \frac{\partial y}{\partial x} \right)_s = -\frac{2\Phi(T_s, y_s)}{N_{\text{Ti}}} \quad (\text{B9})$$

erhält man:

$$-\frac{\kappa}{\alpha \rho^{\alpha-1}} \left( \frac{\partial T}{\partial \rho} \right)_s = -2\Phi(T_s, y_s) \Delta H_{\text{vap}} - \varepsilon \sigma_S (T_s^4 - T_a^4) + q(t) \quad (\text{B10})$$

$$-\frac{D}{\alpha \rho^{\alpha-1}} \left( \frac{\partial y}{\partial \rho} \right)_s = -\frac{2\Phi(T_s, y_s)}{N_{\text{Ti}}} \quad (\text{B11})$$

Um die partiellen Differentialgleichungen für gegebene Randbedingungen numerisch zu lösen, wurden die partiellen Ableitungen durch Differenzenquotienten ersetzt. Die Crank-Nicolson Methode [31] reduziert den Fehler bei dieser Näherung, indem die zentrale Differenz im Ort wie auch in der Zeit gebildet wird.

$$a \frac{\partial u}{\partial t} = \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (\text{B12})$$

$$u \in \{ T(x,t), y(x,t) \} \quad (\text{B13})$$

Es wird (B12) genähert durch:

$$a \left( \frac{u_i^{j+1} - u_i^j}{\Delta t} \right) = \frac{1}{2} \left( \frac{u_{i+1}^j - 2u_i^j + u_{i-1}^j}{(\Delta x)^2} + \frac{u_{i+1}^{j+1} - 2u_i^{j+1} + u_{i-1}^{j+1}}{(\Delta x)^2} \right) \quad (\text{B14})$$

mit

$$u_i^j = u(x_i, t_j) \quad (\text{B15})$$

Die Crank-Nicolson Diskretisierung der Gleichungen (B6) und (B7) ergibt:

$$\frac{T_i^{j+1} - T_i^j}{\Delta t} = \frac{\kappa}{\rho c_v} \frac{1}{\alpha^2 \rho_i^{2(\alpha-1)}} \frac{1}{2} \left\{ \frac{T_{i+1}^{j+1} - 2T_i^{j+1} + T_{i-1}^{j+1}}{(\Delta\rho)^2} + \frac{1-\alpha}{\rho_i} \frac{T_{i+1}^{j+1} - T_{i-1}^{j+1}}{2\Delta\rho} \right. \\ \left. + \frac{T_{i+1}^j - 2T_i^j + T_{i-1}^j}{(\Delta\rho)^2} + \frac{1-\alpha}{\rho_i} \frac{T_{i+1}^j - T_{i-1}^j}{2\Delta\rho} \right\} \quad (\text{B16})$$

$$\frac{y_i^{j+1} - y_i^j}{\Delta t} = \frac{1}{\alpha^2 \rho_i^{2(\alpha-1)}} \frac{1}{2} \left\{ D_i^{j+1} \frac{y_{i+1}^{j+1} - 2y_i^{j+1} + y_{i-1}^{j+1}}{(\Delta\rho)^2} + \right. \\ \left. \frac{y_{i+1}^{j+1} - y_{i-1}^{j+1}}{2\Delta\rho} \left[ \left( \frac{\partial D}{\partial T} \right)_i^{j+1} \frac{T_{i+1}^{j+1} - T_{i-1}^{j+1}}{2\Delta\rho} + \frac{(1-\alpha) D_i^{j+1}}{\rho_i} \right] + \right. \\ \left. D_i^j \frac{y_{i+1}^j - 2y_i^j + y_{i-1}^j}{(\Delta\rho)^2} + \frac{y_{i+1}^j - y_{i-1}^j}{2\Delta\rho} \left[ \left( \frac{\partial D}{\partial T} \right)_i^j \frac{T_{i+1}^j - T_{i-1}^j}{2\Delta\rho} + \frac{(1-\alpha) D_i^j}{\rho_i} \right] \right\} \quad (\text{B17})$$

mit

$$T_i^j = T(\rho_i, t_j) \quad (\text{B18})$$

$$y_i^j = y(\rho_i, t_j) \quad (\text{B19})$$

$$\rho_i = (i+i_0) \Delta\rho \quad (\text{B20})$$

i Ortsindex

j Zeitindex

i<sub>0</sub> Parameter

Δρ Schrittweite der Ortsvariablen ρ

Δt Schrittweite der Zeitvariablen t

$$D_i^j = D(T(\rho_i, t_j), y(\rho_i, t_j)) \quad (\text{B21})$$

$$\left( \frac{\partial D}{\partial T} \right)_i^j = \frac{\partial D}{\partial T}(T(\rho_i, t_j), y(\rho_i, t_j)) \quad (\text{B22})$$

Die Oberfläche des Targets ist bei:

$$x_0 = \rho_0^\alpha = (i_0 \cdot \Delta\rho)^\alpha \quad (\text{B23})$$

Um die Randbedingungen anzubinden, wird ein Hilfspunkt außerhalb des Halbkörpers ( i = -1 ) eingeführt.

$$-\frac{\kappa}{\alpha \rho_0^{\alpha-1}} \frac{T_1^j - T_{-1}^j}{2\Delta\rho} = -2\Phi(T_0^j, y_0^j) \Delta H_{\text{vap}} - \epsilon \sigma_s \left( (T_0^j)^4 - (T_a)^4 \right) + q(t_j) \quad (\text{B24})$$

$$-\frac{D_0^j}{\alpha \rho_0^{\alpha-1}} \frac{y_1^j - y_{-1}^j}{2\Delta\rho} = -\frac{2\Phi(T_0, y_0^j)}{N_{Ti}} \quad (\text{B25})$$

Aus der Wärmeleitungsgleichung wird mit den Abkürzungen

$$r1_i = \frac{\kappa}{\rho C_v} \frac{\Delta t}{4 \alpha^2 (i+i_0)^{2(\alpha-1)} (\Delta\rho)^{2\alpha}} \quad (\text{B26})$$

$$r2_i = \frac{1-\alpha}{i+i_0} \quad (\text{B27})$$

das lineare Gleichungssystem mit tridiagonaler Koeffizientenmatrix:

$$\begin{aligned} r1_i (-2 + r2_i) T_{i-1}^{j+1} + (1 + 4 r1_i) T_i^{j+1} + r1_i (-2 - r2_i) T_{i+1}^{j+1} \\ = r1_i (2 - r2_i) T_{i-1}^j + (1 - 4 r1_i) T_i^j + r1_i (2 + r2_i) T_{i+1}^j \end{aligned} \quad (\text{B28})$$

Und aus der Diffusionsgleichung wird mit

$$s1_i = \frac{\Delta t}{8 \alpha^2 (i+i_0)^{2(\alpha-1)} (\Delta\rho)^{2\alpha}} \quad (\text{B29})$$

$$s2_i^j = \left( \frac{\partial D}{\partial T} \right)_i^j (T_{i+1}^j - T_{i-1}^j) + \frac{2(1-\alpha) D_i^j}{i+i_0} \quad (\text{B30})$$

das lineare Gleichungssystem mit tridiagonaler Koeffizientenmatrix:

$$\begin{aligned} s1_i (-4D_i^{j+1} + s2_i^{j+1}) y_{i-1}^{j+1} + (1 + 8 s1_i D_i^{j+1}) y_i^{j+1} + s1_i (-4 D_i^{j+1} - s2_i^{j+1}) y_{i+1}^{j+1} \\ = s1_i (4D_i^j - s2_i^j) y_{i-1}^j + (1 - 8 s1_i D_i^j) y_i^j + s1_i (4 D_i^j + s2_i^j) y_{i+1}^j \end{aligned} \quad (\text{B31})$$

Die Randbedingungen werden nach  $T_{-1}^j$  und  $y_{-1}^j$  aufgelöst und diese Werte am Hilfspunkt  $\rho_{-1}$  in den linearen Gleichungssystemen eliminiert.

Die obere Grenze  $i_{\max}$  für den Index  $i$  wird durch die Randbedingung unendlicher Halbkörper gegeben:

$$T(x \rightarrow \infty, t) = T_0 \quad (\text{B32})$$

$$y(x \rightarrow \infty, t) = y_0 \quad (\text{B33})$$

Somit erhält man für alle berechneten Zeiten  $t_j$ :

$$T_{i_{\max}}^j = T_0 \quad (\text{B34})$$

$$y_{l_{\max}}^j = y_0 \quad (\text{B35})$$

Die linearen Gleichungssysteme wurden zur Verminderung der Programmlaufzeit auf verschiedene Arten gelöst:

- Das lineare Gleichungssystem der Wärmeleitungsgleichung hat eine konstante, d.h. zeitunabhängige Koeffizientenmatrix. Sie wurde in eine untere und obere Dreiecksmatrix zerlegt. In jedem Zeitschritt genügen zur Lösung des linearen Gleichungssystems zwei Rücksubstitutionen.
- Das lineare Gleichungssystem der Diffusionsgleichung hat eine Koeffizientenmatrix, die von der Temperatur und der Konzentration und somit von der Zeit abhängt. Die untere Diagonale wurde in jedem Zeitschritt eliminiert und eine Rücksubstitution liefert die Lösung.

Um die Gleichungen in linearisierter Form lösen zu können, wurden Näherungen gemacht:

Die Gleichungen (B1), (B2), (B8) und (B9) sind gekoppelt. Außerdem ist die Randbedingung (B8) nichtlinear in der Temperatur. Bei der erstmaligen Temperaturberechnung bei  $t_{j+1}$  wurde in die rechte Seite von (B17) und (B18) die Oberflächentemperatur und -konzentration zum Zeitpunkt  $t_j$  eingesetzt. Nach der Temperaturfeldberechnung wird die Koeffizientenmatrix der Diffusionsgleichung mit  $y_i^j$  statt  $y_i^{j+1}$  berechnet. Mit dem somit erhaltenen Temperatur- und Konzentrationsprofil zum Zeitpunkt  $t_{j+1}$  werden die Gleichungen ein zweites Mal gelöst. Es zeigte sich, daß bereits nach einer Iteration die Korrektur vernachlässigbar war. Falls die Lösungen in der Zeit oszillierten, konnte immer durch Verkleinerung des Zeitschrittes Stabilität und damit Konvergenz erreicht werden.

Die Temperatur wurde bis in Tiefen von ca. 1 mm und die Konzentration bis in 0.1 mm berechnet. Für die graphische Darstellung wurde das Temperatur- und Konzentrationsfeld auf die äquidistanten Stützstellen  $x_i$  zurücktransformiert. Für die Berechnung der Temperatur- und Konzentrationsprofile über die Zeit von 3 ms wurden ca.  $2 \cdot 10^5$  Zeitschritte benötigt. Das erforderte auf einer VAX 3200 eine Rechenzeit von etwa 60 Minuten.

## Abschätzung der vernachlässigten Terme in der Wärmeleitungs- und Diffusionsgleichung und in den Randbedingungen

In Kapitel 3.2 sind die die Laserdesorption beschreibenden Gleichungen dargestellt. Die Gleichungen (3.2) und (3.3) wurden mit der Transportwärme  $Q = 0$  und dem partiellen molaren Enthalpiegradienten  $\partial H_H / \partial x = 0$  gelöst. Mit der Lösung der reduzierten Gleichungen (B1), (B2), (B8) und (B9) wurden die vernachlässigten Terme berechnet und mit den Termen in den reduzierten Gleichungen verglichen.

Aus dem Temperaturfeld  $T(x,t)$  und dem Konzentrationsfeld  $y(x,t)$  wurden folgende Terme berechnet und verglichen:

$$\kappa \frac{\partial T}{\partial x} \quad \text{Wärmefluß durch Wärmeleitung}$$

$$DQ_{Ti} \frac{\partial y}{\partial x} \quad \text{Wärmefluß durch diffundierende Teilchen}$$

$$\rho c_v \frac{\partial T}{\partial t} \quad \text{zeitliche Energiedichteänderung}$$

$$DN_{Ti} \left( \frac{\partial y}{\partial x} + \frac{Qy}{k_B T^2} \frac{\partial T}{\partial x} \right) \frac{\partial H_H}{\partial x} \quad \text{zeitliche Energiedichteänderung durch einen Konzentrationsgradienten ( Dufour-Effekt )}$$

$$DN_{Ti} \frac{\partial y}{\partial x} \quad \text{Teilchenfluß durch Diffusion}$$

$$\frac{DQ_{Ti} y}{k_B T^2} \frac{\partial T}{\partial x} \quad \text{Teilchenfluß durch einen Temperaturgradienten (Soret-Effekt)}$$

Damit ergab sich:

- Der Wärmefluß durch diffundierende Teilchen ist kleiner als 10% des Wärmeflusses durch Wärmeleitung.
- Die zeitliche Energiedichteänderung durch den Dufour-Effekt ist kleiner als 0.1% der Energiedichteänderung durch Wärmeleitung.
- In der Randbedingung für die Wärmeleitungsgleichung ist der Term, der den Wärmefluß zu oder von der Oberfläche durch temperaturgradienten-

getriebenen Teilchenfluß beschreibt, kleiner als 0.1% des Wärmeflusses durch Wärmeleitung.

- Der Soret-Effekt trägt nahe der Oberfläche, d.h. dort wo Konzentrationsgradienten Teilchendiffusion verursachen, weniger als 10% zum Teilchentransport im Festkörper bei.
- Der Soret-Term in der Randbedingung der Diffusionsgleichung verursacht einen Teilchenfluß zu oder von der Oberfläche, der kleiner als 1% des Teilchenflusses durch Diffusion ist.

Die Vernachlässigung der Transportwärme  $Q$  und des Gradienten der partiellen molaren Enthalpie  $\partial H_H / \partial x$  liefert eine, bis auf 10% Genauigkeit bestimmte, Näherungslösung der Wärmeleitungs- und Diffusionsgleichung. Weil die Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$  und der Diffusionskoeffizient  $D$  um mehr als 10% unbestimmt sind, können obige Terme vernachlässigt werden.



## Vergleich der numerischen Lösung der Wärmeleitungs- und Diffusionsgleichung mit analytischen Lösungen

Die numerische Berechnung der Temperatur  $T(x,t)$  und der Wasserstoffkonzentration  $c(x,t)$  wurde mit analytischen Lösungen verglichen.

Für das 2. Fick'sche Gesetz im eindimensionalen Diffusionsproblem

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (\text{B36})$$

kann im unendlichen Halbraum unter den Anfangs- und Randbedingungen

$$\begin{aligned} c &= c_0 & \text{für } 0 < x < \infty & \text{ und } t = 0 \\ c &= c_s & \text{für } x = 0 & \text{ und } t > 0 \end{aligned}$$

folgende analytische Lösung für konzentrationsunabhängiges  $D$  angegeben werden [15]:

$$\frac{c-c_0}{c_s-c_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (\text{B37})$$

Die freigesetzte Teilchenmenge pro Flächeneinheit ergibt sich somit für  $c_s = 0$  zu:

$$\frac{\Delta N}{A} = \int_0^{\infty} (c_0 - c) dx = \frac{2}{\sqrt{\pi}} c_0 \sqrt{Dt} \quad (\text{B38})$$

Für  $D = 8 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2/\text{s}$ ,  $t = 0.3 \text{ ms}$ ,  $A = 1 \text{ cm}^2$  und  $c_0 = 2.8 \cdot 10^{22} \text{ Atome}/\text{cm}^3$  werden  $N = 1.55 \cdot 10^{19} \text{ Atome}$  freigesetzt.

Das an die Anfangs- und Randbedingungen angepaßte numerische Programm weicht relativ um 0.02 % vom analytischen Wert ab. Auch andere Werte für obige Parameter liefern relative Abweichungen zum exakten Wert unter 1%. Entscheidend zur guten Übereinstimmung ist die Vermeidung großer Konzentrationsgradienten nahe der Oberfläche durch geeignete Parametertransformation und angepaßte räumliche Schrittweite.

Außer der freigesetzten Teilchenmenge stimmte auch das zeitabhängige Konzentrationsprofil mit der analytischen Lösung bis auf einen relativen Fehler kleiner 1% überein.

Für die Fourierrechnung im eindimensionalen Wärmeleitungsproblem

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (\text{B39})$$

bei konstanter Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$  und Temperaturleitfähigkeit  $a$  kann im unendlichen Halbraum mit einer kontinuierlichen Wärmequelle auf der Oberfläche, die die konstante Leistung  $\Phi$  [ W ] abgibt, folgende analytische Lösung angegeben werden [32]:

$$\vartheta(x,t) = \frac{x}{\kappa A} \left[ \frac{\Phi}{x} \frac{1}{\sqrt{\pi}} \exp\left(-\frac{x^2}{4at}\right) - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{\sqrt{4at}}\right) \right] \quad (\text{B40})$$

$\Phi/A$  ... zugeführte Leistung pro Flächeneinheit

$\vartheta$  ... Temperaturdifferenz

Für  $\kappa = 15.5$  W/mK,  $a = 6.6 \cdot 10^{-6}$  m<sup>2</sup>/s und  $\Phi/A = 10^4$  W/cm<sup>2</sup> wurden analytisch berechnete Temperaturprofile zu mehreren Zeiten ( $0 < t < 1$  ms) mit den numerisch berechneten verglichen und ein relativer Fehler von unter 1% bestimmt.

Für obige Anfangs- und Randbedingungen werden die analytischen Lösungen bis auf einen vernachlässigbaren Fehler reproduziert. Damit wurde gezeigt, daß die Diskretisierungen der Fourierrechnung und des 2. Fick'schen Gesetzes gute Näherungen sind und richtig programmiert wurden. Die analytisch nicht lösbaren Differentialgleichungen mit den temperatur- und konzentrationsabhängigen Koeffizienten  $\kappa$  und  $D$  und den dem Experiment angepaßten Randbedingungen sollten durch das numerische Programm gelöst werden, da die Kopplung der Berechnungen des Temperaturfeldes mit denen des Konzentrationsfeldes einfacher Art ist und bei iterativem Vorgehen konvergiert.

## Literaturverzeichnis

- [1] K. Pinkau, U. Schumacher: Kernfusion mit magnetisch eingeschlossenen Plasmen, *Physik in unserer Zeit*, **13** (1982) 138-154.
- [2] J. Raeder, et. al.: "Kontrollierte Kernfusion", Teubner, Stuttgart, 1981.
- [3] J. Wesson: "Tokamaks", Oxford University Press, 1987.
- [4] F.L. Hinton, R.D. Hazeltine, *Review of Modern Physics* **48** (1976) 238
- [5] F. Wagner, et. al.: Regime of Improved Confinement and High Beta in Neutral-Beam-Heated Divertor Discharges of the ASDEX Tokamak, *Physical Review Letters* **49** (1982) 1408-1412
- [6] M. Kaufmann, et. al.: Pellet Injection With Improved Confinement In ASDEX, *Nuclear Fusion* **28** (1988) 827
- [7] K.W. Gentle, B. Richards, F. Waelbroeck: A Measurement of Hydrogen Ion Transport Parameters in Tokamak Discharges, *Plasma Physics and Controlled Fusion* **29** (87) 1077
- [8] M. Bessenrodt-Weberpals: Characterising the Edge Plasma of Different Ohmic Confinement Regimes in ASDEX, IPP 1/248, 1989
- [9] H. Finkelmeyer: priv. Mitteilung
- [10] W. Poschenrieder: priv. Mitteilung
- [11] G. Haas: priv. Mitteilung
- [12] G. Alefeld, J. Völkl (eds.): *Hydrogen in Metals 1: Basic Properties*. Topics in Applied Physics, **28** (Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1978).
- [13] G. Alefeld, J. Völkl (eds.): *Hydrogen in Metals 2: Application-Oriented Properties*. Topics in Applied Physics, **29** (Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1978).
- [14] U. Zwicker: "Titan und Titanlegierungen", Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1974.
- [15] E. Fromm, E. Gebhardt: "Gase und Kohlenstoff in Metallen", Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1976.
- [16] R.A. Olstad, D.R. Olander: Evaporation of Solids by Laser Pulses: Iron, *Journal of Applied Physics*, **46** (1975) 1499-1508.
- [17] Handbook of Chemistry and Physics, 67. Edition, CRC Press, 1986-1987.
- [18] R.A. Olstad, D.R. Olander: Evaporation of Solids by Laser Pulses: Zirkonium Hydride, *Journal of Applied Physics*, **46** (1975) 1509-1518.

- [19] C.W. Schoenfelder, J.H. Swisher: Kinetics of Thermal Decomposition of  $TiH_2$ , *Journal of Vacuum Science and Technology* **10** (1973) 862
- [20] B. Kasemo, E. Törnqvist: The Kinetics of Hydrogen Interaction with  $TiH_x$ -Films,  $0 \leq x \leq 2$ , *Applications of Surface Science* **3** (1979) 307-328
- [21] M. Lörcher: Messung von Lyman-Alpha-Strahlung an Ionisationsmanometern zur Bestimmung der Wasserstoffatomdichte in Fusionsexperimenten, Diplomarbeit, Garching, 1989, unveröffentlicht
- [22] Patente: G. Haas: Heißkathoden-Ionisationsmanometer, GbM 86 22 773.0,  
F. Schneider: Synchronisierter Meßverstärker P 36 27 610.3
- [23] A. Berman: "Total Pressure Measurements in Vacuum Technology", Academic Press, Inc., 1985
- [24] W.-K. Chu, J.W. Mayer, M.-A. Nicolet, "Backscattering Spectrometry", Academic Press, New York, 1978
- [25] J.W. Mayer, E. Rimini: Catania Working Data, A Compilation of Tables, Graphs and Formulae for Ion Beam Analysis Using the Methods of Backscattering, Nuclear Reaction, X-Ray Emission, Prepared by Participants in U.S.-Italy Seminar, Catania, Italy, June 1974
- [26] J. Völkl: priv. Mitteilung
- [27] D.E. Post, R.V. Jensen, C.B. Tarter, W.H. Grasberger, W.A. Lokke: Steady-State Radiative Cooling Rates for Low-Density, High-Temperature Plasmas, *Atomic Data and Nuclear Data Tables* **20** (1977) 397-439
- [28] C. Setzensack: Laser-blow-off-Experimente am ASDEX, IPP-Report 3/119, Garching 1987
- [29] H. Jehn, H. Speck, E. Fromm, G. Hörz: *Physik Daten / Physics Data: Gases and carbon in metals*. Herausgeber: H. Behrens, G. Ebel, Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, Karlsruhe, 5-5 (1979).
- [30] A.D. McQuillan: An experimental and thermodynamic investigation of the hydrogen-titanium system, *Proceedings of the Royal Society*, **A 204** (1950) 309-323.
- [31] C.F. Gerald, P.O. Wheatley: "Applied Numerical Analysis", Third Edition, Addison-Wesley Publishing Company, 1984.
- [32] U. Grigull, H. Sander: "Wärmeleitung", Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1979.

## Danksagung

Herrn Prof. Dr. K. Pinkau danke ich für die Möglichkeit, diese Arbeit im Max-Planck-Institut für Plasmaphysik durchführen zu können.

Bei Herrn Dr. M. Kaufmann möchte ich mich für die Stellung des Themas bedanken.

Herrn Dr. K.-H. Steuer danke ich für die Vergabe und Betreuung der Arbeit.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. R. Nolte für die Betreuung dieser Arbeit, zu deren Gelingen er in stets angenehmer Atmosphäre durch seine Hilfsbereitschaft und viele Diskussionen in hohem Maße beigetragen hat.

Herrn Dr. G. Haas, Herrn Dr. J. Roth, Herrn Dr. U. Schumacher, Herrn Dr. H. Vernickel und Herrn Dr. J. Völkl danke ich für ihre Unterstützung und zahlreiche nützliche Ratschläge.

Ganz herzlich bedanke ich mich bei Herrn K. Sahner und den Mechanikern seiner Werkstatt für die schnelle Erledigung zahlreicher Aufträge, sowie bei Herrn H. Kukral für die elektronenmikroskopischen Aufnahmen.

Für das fruchtbare Arbeitsklima möchte ich mich besonders herzlich bei Herrn Dr. R. Arartari bedanken.

Herrn W.F.C. Eberhard danke ich für das anregende Korrekturlesen.