

MAX-PLANCK-INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK
GARCHING BEI MÜNCHEN

OBERFLÄCHENSTRUKTUREN UND ELEMENTANALYSEN
AM LIMITER DES PULSATOR-TOKAMAK

H. Kukral

IPP 9/28

Mai 1979

*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.*

IPP 9/28

H. Kukral Investigations of the
surface composition of a
Limiter from PULSATOR
tokamak.

May, 1979

Abstract

The surface structure and the surface composition of a Molybdenum limiter from PULSATOR tokamak have been investigated with a Scanning Electron Microscope (SEM) combined with X-ray microanalysis (XMA). Different surface structures and compositions were observed on the electron drift side and on the ion drift side of the limiter. On the electron side more wall material was found compared to the ion side.

IPP 9/28

H. Kukral Oberflächenstrukturen und
Elementanalysen am
Limiter des PULSATOR-
Tokamak

Mai 1979

Zusammenfassung

Es wurden eine Reihe von Messungen zur Analyse eines Mo-Limiters vom PULSATOR, sowie Strukturuntersuchungen durchgeführt. Die Untersuchungen wurden ausgeführt an der kombinierten Rasteranlage CORA mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Röntgenmikroanalyse (RMA).

Die Elektronen- und Ionenseite des Limiters unterscheiden sich in der Oberflächenstruktur in der Verteilung der Elemente sehr stark voneinander. So wurde auf der Elektronenseite ein deutlich höherer Gehalt an Cr, Fe, Ni (Wandmaterial) gegenüber der Ionenseite festgestellt.

Ebenso wurden auf der Stirnseite Veränderungen der Oberflächenstruktur auf der Elektronenseite gegenüber der Ionenseite gefunden.

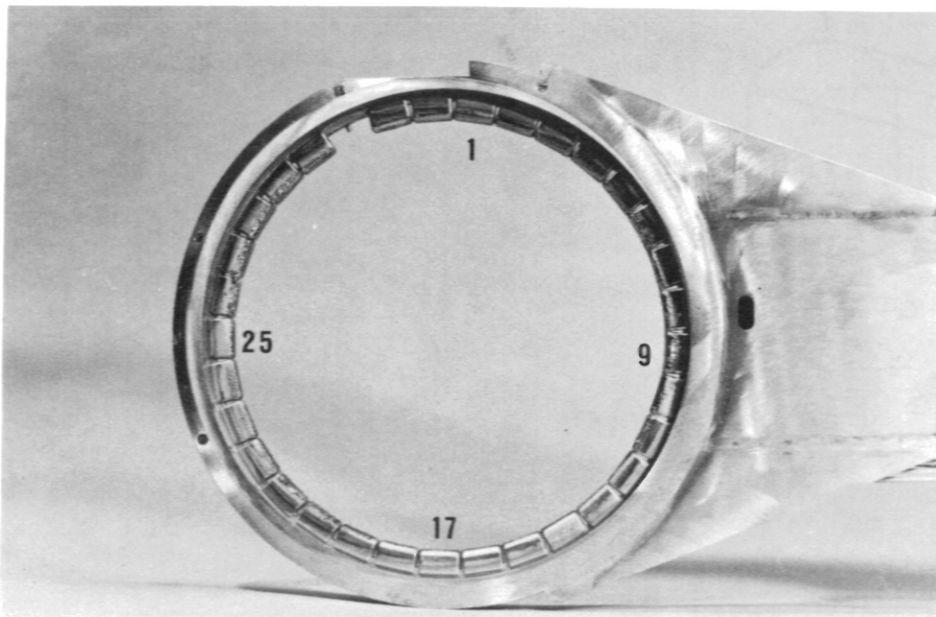
Mai 1979

(in Deutsch)

Einleitung

PULSATOR ist ein Tokamak, dessen technische Daten in /1/ beschrieben sind. Er hat einen Ringblenden-Limiter. Der Teil des Limiters, der das Plasma begrenzt, besteht aus 33 Mo-Blöcken mit den Abmessungen 12 x 12 x 10 mm, die auf einen Edelstahltragring aufgebracht sind. Der Liner besteht aus Edelstahl (Type 1.4541). Nach circa 600 Schuß und 50 000 Reinigungsentladungen wurden die Limiterblöcke ausgebaut. Oberflächenuntersuchungen am Limiterblock Nr. 2 (vgl. Abb. 1) sind im folgenden rein phänomenologisch beschrieben.

oben



außen

Abb. 1: Gesamtansicht der Elektronenseite des Limiters.

Die Photos sind typisch, andere im gleichen Abstand zur Vorderkante (d.h. im gleichen Abstand zum Plasma) sehen praktisch genau so aus.

Die Untersuchungen wurden ausgeführt an der kombinierten Rasteranlage CORA /2/ mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Röntgenmikroanalyse (RMA). Es wurde mit einer Elektronenenergie von 20 keV gearbeitet. Der Einfallswinkel zur Oberflächennormale war 60° , die Energieauflösung des Röntgendetektors beträgt 160 eV.

Von dem Block 2 wurden die Seiten I, II und III abgesägt (vgl. Abb. 2). Beim Abtrennen wurde darauf geachtet, daß die zu analysierenden Flächen weder beschädigt noch verschmutzt wurden. Die Seiten wurden ohne weitere Vorbehandlung einzeln auf einem Probenhalter montiert und untersucht.

LIMITER BLOCK 2

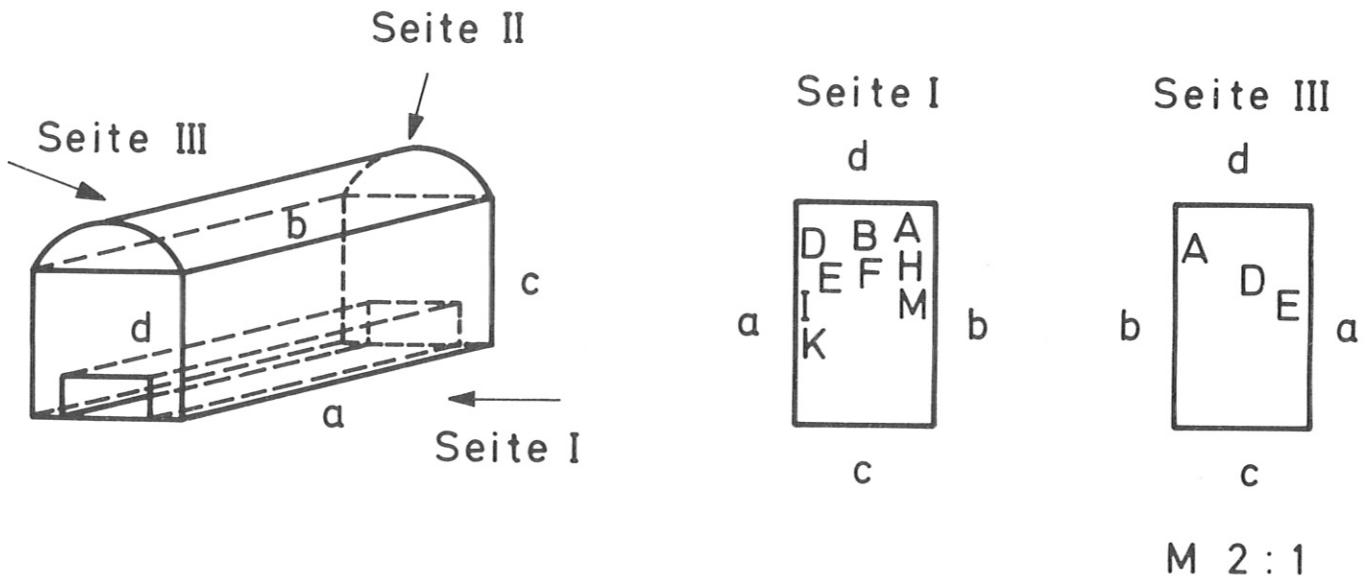


Abb. 2: Seite I Elektronenseite, Seite II Stirnseite (gekrümmt), Seite III Ionenseite. Die Buchstaben A, B, C usw. bezeichnen die Flächen, an denen die Röntgen-Mikro-Analyse durchgeführt wurden, bzw. die REM-Aufnahmen entstanden.

Seite I: Elektronenseite

Vom Plasma ausgehend in Richtung Wand sind in der Oberflächenstruktur sowie in der Elementenverteilung starke Veränderungen festzustellen.

Die Oberfläche zeigt nahe dem Plasma starke Rißbildungen, die meist in Längsrichtung c - d (Abb. 2) verlaufen. Die Ränder sind abgerundet, auch die Oberfläche zeigt stark verrundete (verschmolzene) flache Strukturen. Die Risse sind ungefähr 5 - 10 μm breit (siehe Abb. 3a und 3b).



Abb. 3a:

Elektronenseite (I)
Abbildungsfläche H

Risse nahe dem
Plasma
x 100

—|
100 μm

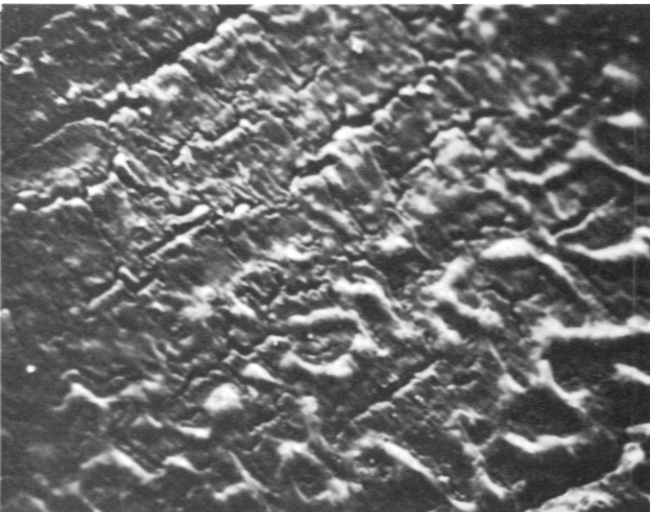


Abb. 3b:

Elektronenseite (I)
Abbildungsfläche M

—|
100 μm

In diesem Bereich wurden mit der RMA keine bzw. nur geringe Spuren von den Elementen Cr, Fe und Ni (Wandmaterial) nachgewiesen (siehe Spektrum A der Elektronenseite).

Näher zur Wand, etwa ab der Mitte der zu untersuchenden Seite I, verändert sich auffallend die Struktur der Oberfläche und die Raumverteilung der Elemente. Die Oberfläche ist übersät mit kleinen verrundeten Erhebungen in der Größe von $1\ \mu\text{m}$ - $15\ \mu\text{m}$, scheinbar vorherrschend die Größe um $10\ \mu\text{m}$, im Abstand von etwa $10\ \mu\text{m}$ zueinander (siehe Abb. 4). Nur wenige dieser Erhebungen sind so um die $50\ \mu\text{m}$ - $100\ \mu\text{m}$ groß.

Die RMA zeigt in diesem Bereich ein deutliches Ansteigen der Elemente Cr, Fe und Ni (vgl. Spektrum B der Elektronenseite).



Abb. 4

Elektronenseite (I)
Abbildungsfläche F

verrundete Erhebungen etwa in der Mitte der zu untersuchenden Fläche

$100\ \mu\text{m}$

Weiter in Richtung Wand sind zwei verschiedene Strukturen im REM zu beobachten.

Erstens: eine relativ glatte Oberfläche mit tröpfchenförmigen Kügelchen in einer Größe von etwa $20 - 40\ \mu\text{m}$, viele scheinbar in eine Richtung geordnet, wie aus einer Rille hervorquellend (Abb. 5a, 5b und 6a, 6b). Einige dieser Kügelchen sind bereits abgeplatzt.

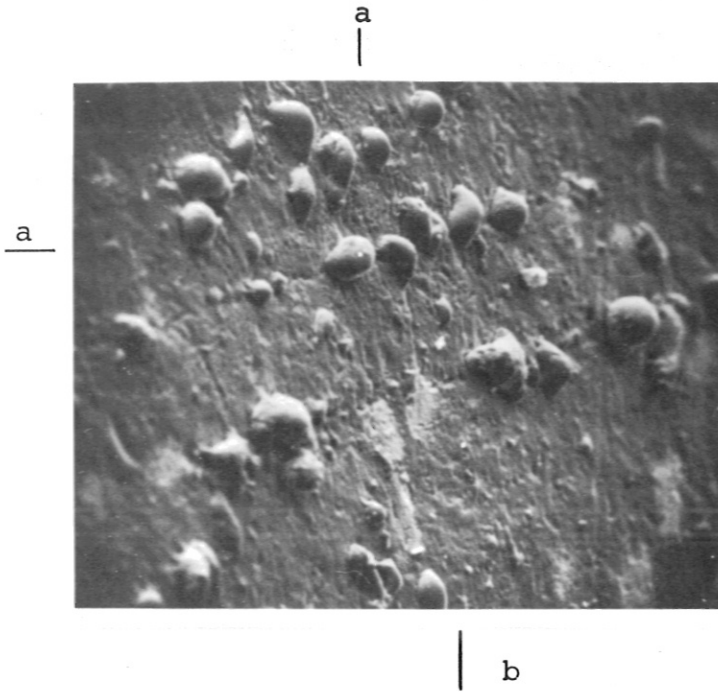


Abb. 5a:
Elektronenseite (I)
Abbildungsfläche D

tröpfchenförmige
Kügelchen

b

100 μ m

Punktanalyse a + b

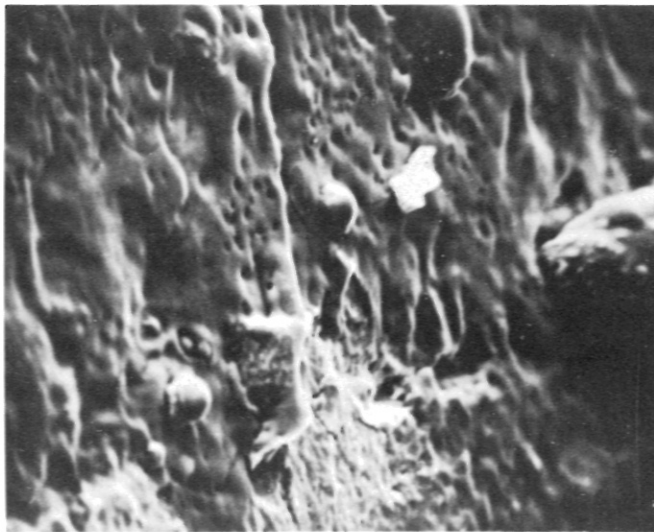


Abb. 5b:
Elektronenseite (I)
Abbildungsfläche D
x 1000

10 μ m

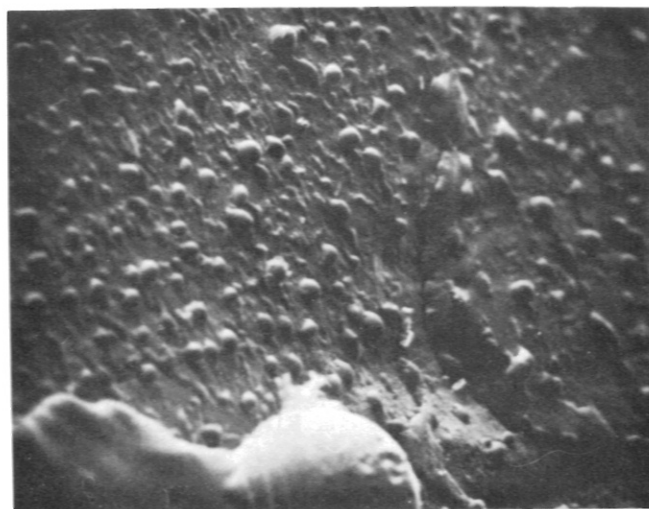


Abb.6a:

Elektronenseite (I)
Abbildungsfläche E

—|—
100 / μm

Abb. 6b:

Elektronenseite (I)
Abbildungsfläche E
x 40

—|—
250 / μm



Zweitens: Eine leicht wellige Schicht mit sehr feinen Rissen $1/10 - 1 \mu\text{m}$, die in Richtung Plasma abbricht (siehe Abb. 7a).

Die RMA zeigt noch ein weiteres Ansteigen der Elemente Cr, Fe, Ni (siehe Spektrum D der Elektronenseite).

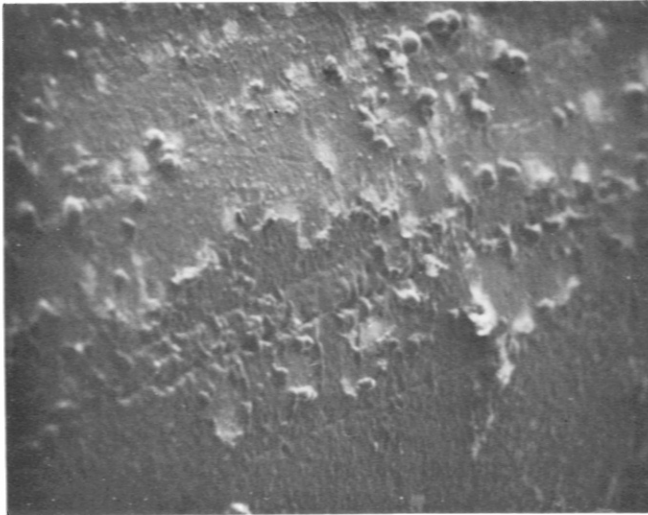


Abb. 7a:

Abbildungsfläche J
Elektronenseite (I)
nahe der Wand

—|—
100 μm

Abb. 7b:

Abbildungsfläche K
x 500

—|—
20 μm

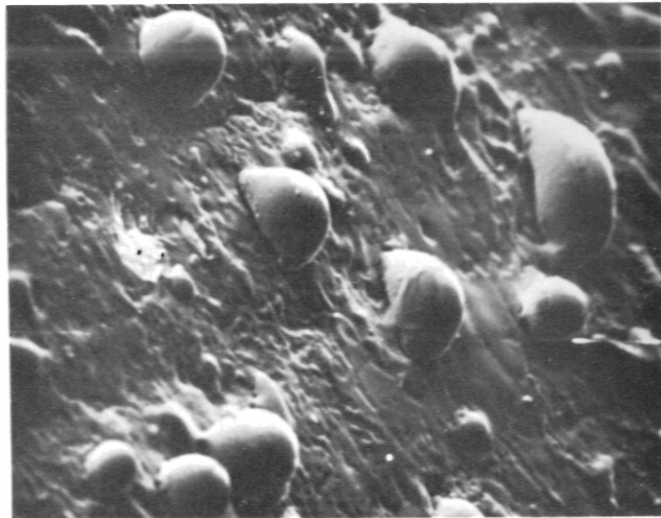
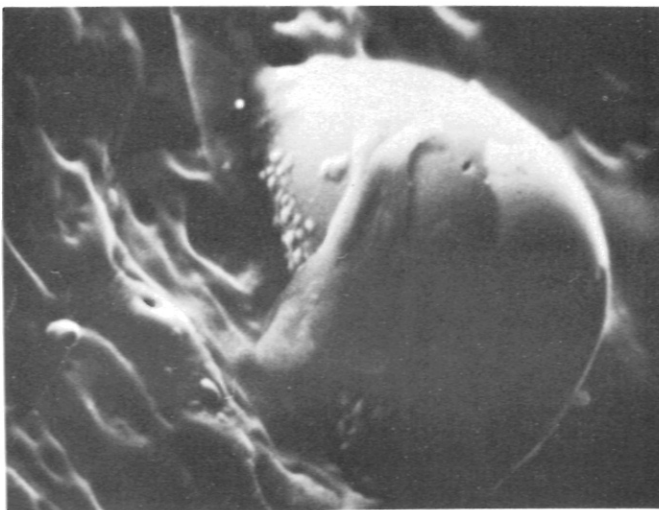


Abb. 7c:

Abbildungsfläche K
x 2000

—|—
5 μm



Zusammenfassung der Messungen an der Elektronenseite:

Vom Plasma zur Wand wird ein zunehmender Gehalt an Wandmaterial (Cr, Fe, Ni) festgestellt. Außerdem verändert sich die Struktur der Oberfläche sehr stark. Von relativ abgerundeten Flächen mit Rißbildungen (Breite der Risse 5 - 10 μm) zur leicht welligen Oberfläche mit tröpfchenförmigen Kügelchen, die zur Wand größer werden.

Im folgenden sind einige Beispiele für die beobachteten Röntgenspektren gezeigt:

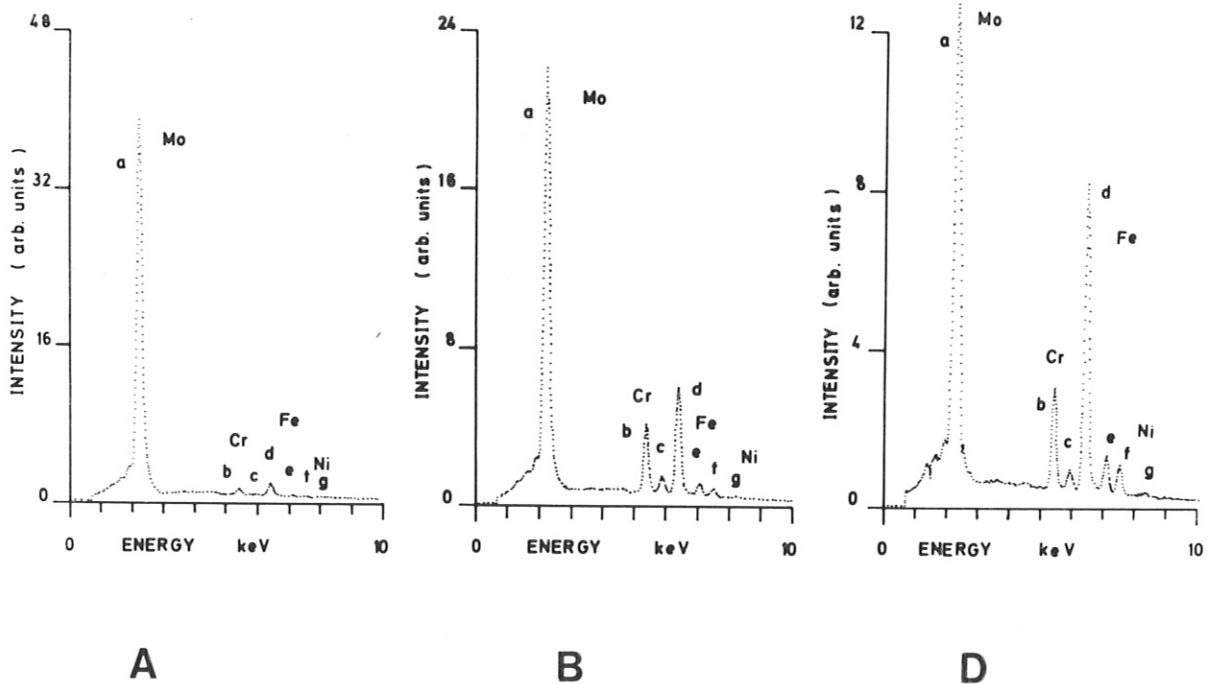


Abbildung 8: Spektren A, B, D (zu Abb. 3a, 4, 5a)

Elektronenseite

- | | |
|-----------------------------|-----------------------------|
| a = Mo L_{α} 2.9 keV | e = Fe K_{β} 7.1 keV |
| b = Cr K_{α} 5.4 keV | f = Ni K_{α} 7.5 keV |
| c = Cr K_{β} 5.5 keV | g = Ni K_{β} 8.3 keV |
| d = Fe K_{α} 6.4 keV | |

Es wurden Flächenanalysen durchgeführt (1 mm x 1 mm), die den dargestellten Abbildungen 3a, 3b, 4, 5a, 6a, 7a, 9 und 10 entsprechen. Auf der Fläche der Abb. 5 wurden zwei Punktanalysen (a + b) durchgeführt, die keine signifikanten Unterschiede zeigten.

Seite III: Ionenseite

Die leicht rauhe Struktur verändert sich vom Plasma in Richtung Wand kaum. Die charakteristischen tröpfchenförmigen Kügelchen von Seite I fehlen hier völlig. Ribildungen sind auch nicht festgestellt worden. Es wurden einige interessante "Schmelzstellen" (vergleichbar mit den Schmelzstellen auf einem Arcing Zylinder - Elektronenseite - von TFR 600 /3/ und früheren Beobachtungen am Pulsator Limiter /4/) beobachtet (siehe Abb. 9, 10, 11).

Der Cr-, Fe-, Ni-Gehalt steigt nur sehr langsam in Richtung Wand an und auch die Absolutmenge ist geringer als auf der Elektronenseite (vgl. die Spektren A, D, E Ionen- seite und A, B, D der Elektronenseite).



Abb. 9:

Ionenseite

Abbildungsfläche A
mit Schmelzstellen

—|
100 μ m

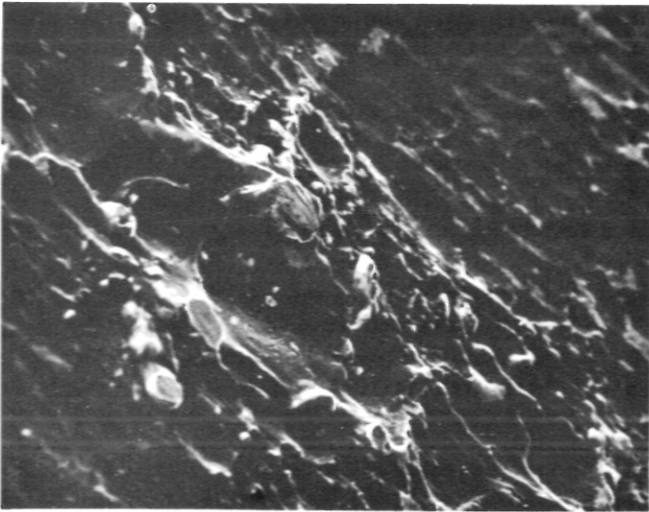


Abb. 10:

Ionenseite

Abbildungsfläche A
Schmelzstelle

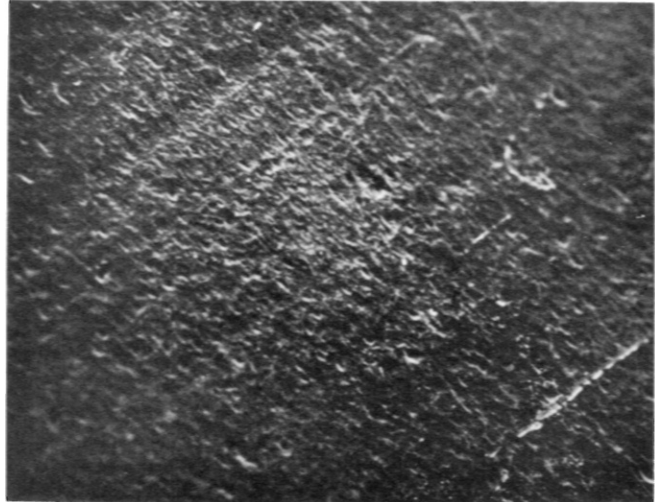
—|—
20 μ m

Abb. 11:

Ionenseite

Abbildungsfläche B

—|—
100 μ m



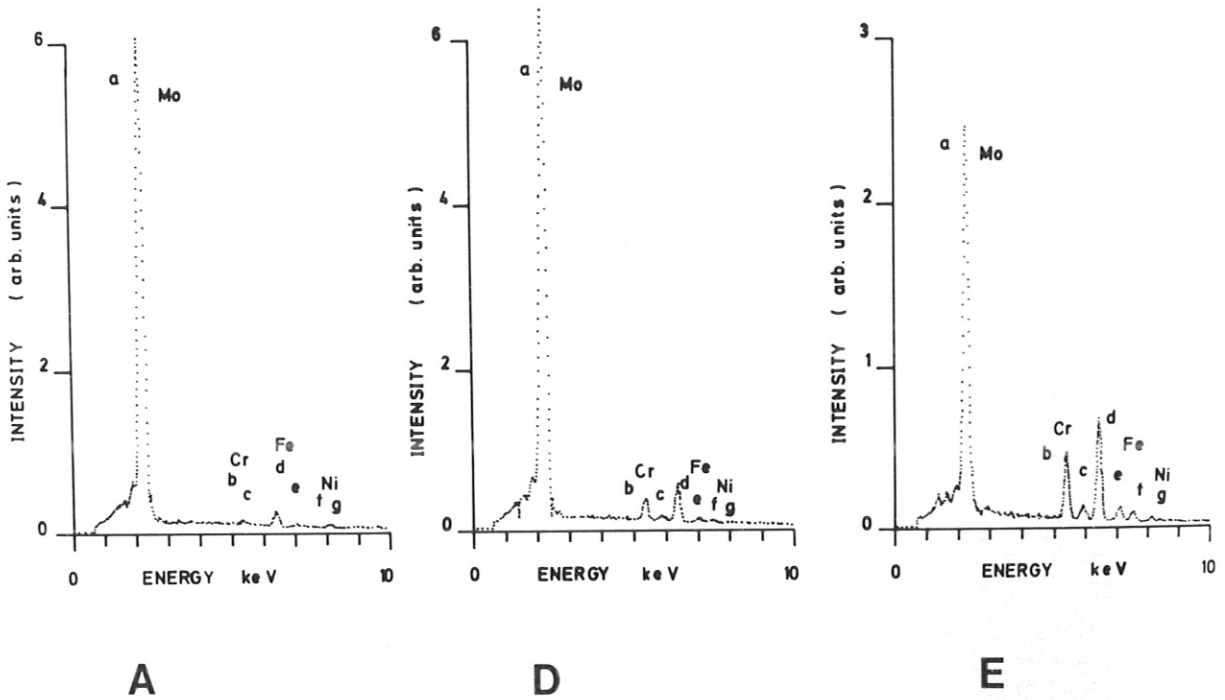


Abb. 12: Spektren A, D, E (zu Abb. 9)
Ionenseite

a = M L α 2.9 keV
b = Cr K α 5.4 keV
c = Cr K β 5.5 keV
d = Fe K α 6.4 keV

e = Fe K β 7.1 keV
f = Ni K α 7.5 keV
g = Ni K β 8.3 keV

Seite II: Stirnseite

Diese Seite macht den Eindruck einer mehrmals geschmolzenen oder verschmolzenen Oberfläche mit starker Rißbildung, deren Ränder abgerundet sind, also "verschmolzen".

Die Elektronenseite der Stirnfläche ist völlig geschmolzen. Sie zeigt thermische Risse, Abb. 13. Bei 1000-fach-Vergrößerung erkennt man eine leicht wellige Struktur (Abb. 14) der makroskopisch glatten Schmelzfläche. Bemerkenswert ist, daß die Schmelzfläche sich nicht bis zum Scheitel erstreckt, sondern ca. 0.5 mm eher endet (vgl. Abb. 15). Die Ionenseite der Stirnfläche zeigt ähnliche Strukturen wie Seite III.



Abb. 13:

Risse in der
Stirnseite der
Elektronenseite

thermische Risse

—
100 μ m

Andere Elemente - außer Mo - wurden mit der RMA nicht nachgewiesen.

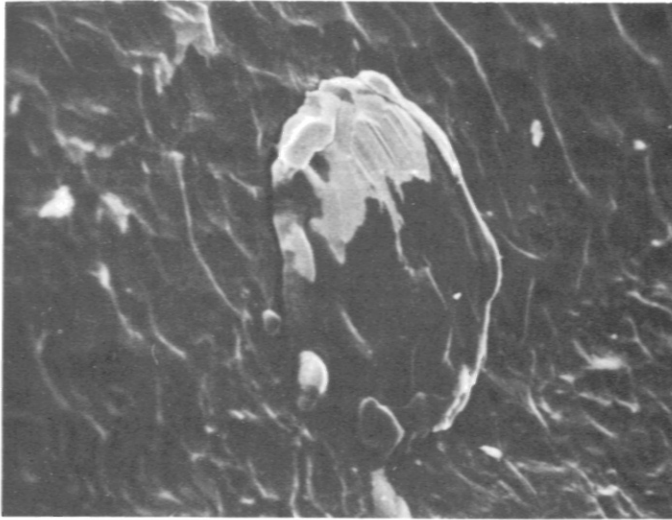


Abb. 14:

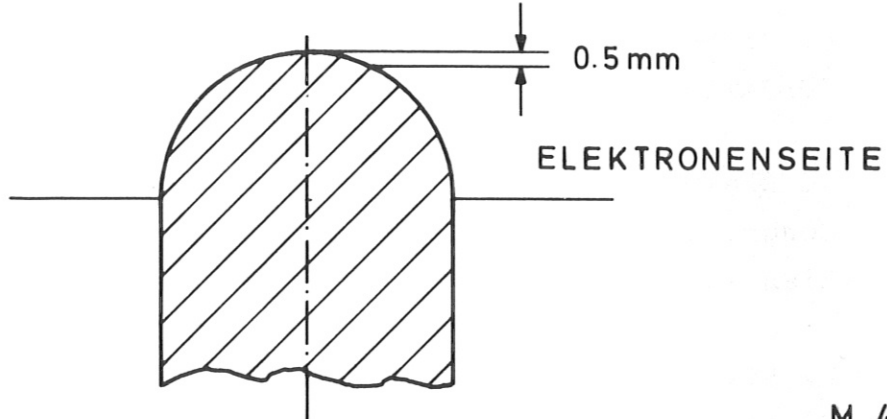
Stirnseite der
Elektronenseite

leicht wellige
Struktur

—|—
10 μ m

Abb. 15:

Seite II (Stirn-
seite)



M 4:1

Zusammenfassung:

Die Elektronen- und Ionenseite des Limiters unterscheiden sich in der Oberflächenstruktur und in der Raumverteilung der Elemente sehr stark voneinander.

Der Gehalt an Cr, Fe und Ni ist auf der Elektronenseite bedeutend höher als auf der Ionenseite.

Die starke Tröpfchenbildung auf der Elektronenseite ist auf der Ionenseite nicht zu finden.

Danksagung

Herrn Dr. Staib und Herrn Dr. Staudenmaier danke ich für viele Ratschläge und Hinweise bei der Durchführung der Messungen, Herrn Dr. Glock für die Überlassung der Abb. 1.

Literatur

- /1/ O. Klüber: Report IPP III/14 (1974)
PULSATOR Group: Report IPP/21 (1976)

- /2/ P. Staib, G. Staudenmaier: Proc. 7th Int. Vac. Congr. and 3rd Int. Conf. Solid Surfaces, Wien 1977, pg. 2355

- /3/ P. Staib, G. Staudenmaier, J. Nucl. Mat. 76/77, 78 (1978)

- /4/ J. Kirschner, Monatl. Mitt. des IPP Nr. 64 (1974) und P. Staib, J. Kirschner: Verhandl. DPG (VI) 10, 271 (1975).