

# Aufbau und Inbetriebnahme einer mit Lithium gefüllten Plasmazelle

## **Bachelorarbeit**

zur Erlangung des akademischen Grades

Bachelor of Engineering "B.Eng."

Matr.-Nr.: 102240827

Technische Hochschule Wildau

Fachbereich Ingenieurwesen / Wirtschaftsingenieurwesen

Studiengang: Ingenieurwesen

Studienrichtung: Physikalische Technik

eingereicht von: Mathis Reimann

geboren am: 26.07.1985

eingereicht am: 06.01.2014

Betreuer/Einrichtung: Dipl.-Physiker Harald Beyer / TH Wildau

Betreuer/Einrichtung: Dr. Matthias Groß / DESY Zeuthen

Themenstellendes Institut: DESY Zeuthen

## **Bibliografische Beschreibung und Referat**

Mathias Reimann

Aufbau und Inbetriebnahme einer mit Lithium gefüllten Plasmazelle

Bachelorarbeit, Technische Hochschule Wildau (FH), 50 Seiten, 37 Abbildungen, 13 Literaturangaben

### **Zielsetzung:**

Das Ziel dieser Bachelorarbeit sind vorbereitende Arbeiten bei dem Aufbau einer mit Lithium gefüllten Plasmazelle für ein Experiment der Plasmabeschleunigung. Dabei soll ein Elektronenstrahl des „PITZ“ Beschleunigers in einem Plasma zur Selbstmodulation gebracht werden. Dazu wird eine Plasmazelle benötigt, die am „DESY“ aufgebaut wird.

### **Inhalt:**

Inhalt der Arbeit ist die Beschreibung der durchgeführten Arbeiten und der Vorbereitungen, die für die Plasmazelle notwendig sind. Sowie theoretische Grundlagen und konstruktive Eigenschaften.

- Optimierung einer Handschuhbox zum Arbeiten in einer Schutzgasatmosphäre
- Temperaturverlaufsmessungen in einem Plasmazellenprototypen
- Schmelzversuche mit Lithium
- Aufbau der Plasmazelle
- Temperaturmessungen mit der Plasmazelle

## **Selbstständigkeitserklärung**

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe, dass alle Stellen der Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus anderen Quellen übernommen wurden, als solche kenntlich gemacht und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegt wurde.

Datum/Unterschrift:



# Inhaltsverzeichnis

<b>Verzeichnis der Formelzeichen, Symbole und Funktionen</b> .....	iii
<b>1. Einleitung</b> .....	1
<b>2. Theoretischer Grundlagen</b> .....	4
<b>3. Aufbau des Experiments</b> .....	6
3.1 Heizungsanordnung.....	6
3.1.1 Das Testmodell der Kammer.....	7
3.1.2 Das Heizungssystem.....	8
3.1.3 Die Temperaturmessung.....	8
3.2 Glovebox.....	9
<b>4. Experimentelle Vorversuche</b> .....	10
4.1 Verhalten der Glovebox.....	10
4.2 Temperaturverhalten des Testaufbaus.....	11
4.3 Handhabung von Lithium.....	13
4.3.1 Eigenschaften von Lithium.....	14
4.3.2 Berechnungen.....	16
4.3.3 Schmelzversuche unter Normaldruck.....	20
4.3.4 Schmelzversuche im Vakuum.....	24
4.3.5 Optimierung der Methode.....	33
<b>5. Aufbau der Plasmazelle</b> .....	40
5.1 Plasmazelle Kern.....	41
5.2 Gasversorgung und Kühlung.....	42
5.3 Heizungssystem und Isolierung.....	44
<b>6. Temperaturmessungen</b> .....	47
<b>7. Zusammenfassung und Ausblick</b> .....	48
<b>Literaturverzeichnis</b> .....	51
<b>Abbildungsverzeichnis</b> .....	52



## Verzeichnis der Formelzeichen, Symbole und Funktionen

### Formelzeichen

Größe	Formelzeichen	Einheit
Boltzmann-Konstante J/K	$k_B$	$k_B = 1,38 \cdot 10^{-23}$
Dichte	$\rho$	$\text{g/cm}^3$
Dicke	$s$	m
Differenzdruck	$\Delta p$	$\text{N/m}^2$
Druck	$p$	$\text{N/m}^2$
elektrische Leistung	$P$	W
elektrische Spannung	$U$	V
Energie	$E$	eV
Fläche	$A$	$\text{m}^2$
Flächengewicht	$x$	$\text{kg/m}^2$
Kreisdurchmesser	$d$	m
Kreiszahl	$\pi$	$\pi = 3,141\dots$
Länge	$l$	m
Masse	$m$	kg
Neigungswinkel	$\theta$	°
Normalfallbeschleunigung	$g$	$g = 9,81 \text{m/s}^2$
Oberflächenspannung	$\sigma$	N/m
Teilchendichte	$n$	$1/\text{cm}^3$
Teilchenzahl	$N$	
Temperatur	$T$	K; °C
Volumen	$V$	$\text{m}^3$

## Chemische Symbole

Lithium	Li
Lithiumhydroxid	LiOH
Lithiumnitrid	Li <sub>3</sub> N
Lithiumoxid	Li <sub>2</sub> O
Sauerstoff	O <sub>2</sub>
Stickstoff	N <sub>2</sub>
Wasser	H <sub>2</sub> O
Wasserstoff	H <sub>2</sub>



## 1. Einleitung

Das Deutsche Elektronen-Synchrotron („DESY“) hat zwei Standorte: Hamburg und Zeuthen. Es ist ein Forschungszentrum der Helmholtz-Gemeinschaft mit rund 2000 Mitarbeitern auf dem Gebiet der Beschleunigerphysik und Technik, Forschung mit Photonen und der Teilchenphysik[1]. Am Standort Zeuthen arbeiten Forscher an der Astroteilchenphysik, der theoretischen Teilchenphysik und bei „PITZ“ an Elektronenquellen.

„PITZ“ ist die Abkürzung für Photo-Injektor-Teststand-Zeuthen. Am „PITZ“ werden Elektronenquellen für den im Bau befindlichen „XFEL“ und „FLASH“ getestet und vorbereitet. Beides sind Anlagen, die hochenergetische Röntgenstrahlung zu Forschungszwecken liefern bzw. liefern sollen. Herzstück von „PITZ“ ist eine Elektronenbeschleunigeranlage mit zahlreichen Analyse- und Messeinrichtungen zur Qualitätsbestimmung des erzeugten Elektronenstrahls. Die Elektronenquelle („gun“) kann gewechselt werden, wenn die bisherige Quelle für den Einsatz in Hamburg konditioniert wurde. Da es sich um einen Teststand handelt, der nicht permanent betrieben wird, können auch neue Analyseverfahren eingebaut und getestet werden. Die Anlage unterliegt daher einem ständigen Um- und Ausbau. Eines der zukünftig geplanten und neuen Bestandteile der Anlage ist ein neuartiges Beschleunigerverfahren auf der Basis von Plasma.

Auf dem Gebiet der Hochenergiephysik und Beschleunigertechnik wurden in den letzten Jahrzehnten immer neue Anlagen in Betrieb genommen und immer höhere Energien erreicht und damit auch neue Erkenntnisse im Bereich der Teilchenphysik gewonnen.

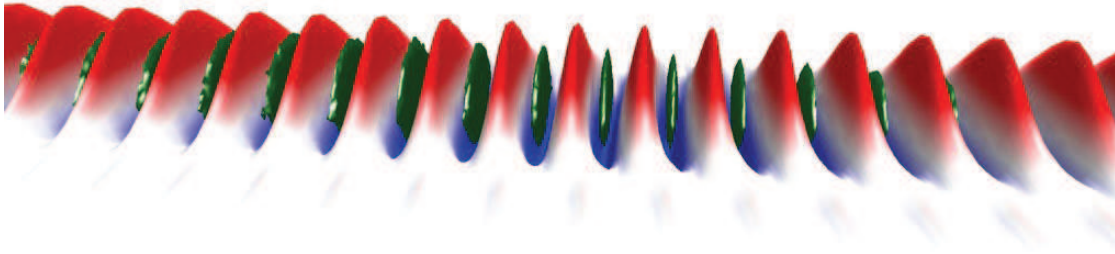
Das Prinzip, das dabei in Ring- sowie in Linearbeschleunigern zur Anwendung kommt, hat sich dabei aber im Wesentlichen nicht verändert. Die Beschleunigung erfolgt durch äußere elektrische Felder, die wahlweise gleichförmig oder mittels Hochfrequenz angelegt werden. Hierbei sind der maximalen Feldstärke jedoch Grenzen gesetzt. Bei dieser Methode beträgt der maximale Wert 20-50MeV/m bevor die Durchschlagfeldstärke erreicht wird und das Feld zusammenbricht und eine Entladung erfolgt[2]. Daher werden für hohe Energien auch lange Beschleunigungsstrecken benötigt. In einem Ringbeschleuniger kann der Teilchenstrahl zwar im Kreis geführt und so mehrfach beschleunigt werden, jedoch verliert man durch Synchrotronstrahlung wieder einen erheblichen Teil an Energie. So ist diese Beschleunigerart langsam an ihre technischen und wirtschaftlichen Grenzen gestoßen. Immer wieder wurden geplante Projekte aus finanziellen Gründen gestoppt[2].

Bei der Suche nach alternativen Methoden hat sich die Beschleunigung mittels Plasmawellen als sehr aussichtsreich herausgestellt. Hierbei dienen extrem große elektrische Felder innerhalb des Plasmas zur Beschleunigung und erlauben Werte, die die herkömmliche Technik um das 1000-fache übertreffen[2]. Schon 1979 wurde die Idee in den USA geboren, Plasmen zur Teilchenbeschleunigung zu verwenden. Der experimentelle Beweis erfolgte dann 1993[2].

Im Wesentlichen erzeugt man mittels Laser- oder Teilchenstrahl innerhalb eines Gases ein Plasma. Dieses ist gewöhnlich elektrisch neutral. Bei sehr hohen Strahlintensitäten jedoch werden die Elektronen von den Ionen räumlich getrennt. Es entstehen Raumladungszonen die sich mit nahezu Lichtgeschwindigkeit durch das Gas bewegen. Diese Art Welle vermag nachfolgende Teilchenstrahlen sehr stark zu beschleunigen. Im Vergleich zu den herkömmlichen Beschleunigern mit Werten von max. 20-50MeV/m sind im Plasma 100GeV/m möglich. Dies lässt erahnen, welche Möglichkeiten diese Technik im Bezug auf die Größe und die Kosten von Beschleunigern dieser Art bietet.

Das „DESY“ als eines der weltführenden Zentren auf dem Gebiet der Beschleuniger, ist demnach ebenso an dieser Zukunftstechnologie interessiert und entwickelt in Hamburg entsprechende Anlagen zur Erforschung der laserstrahlgetriebenen Plasmabeschleunigung [3]. Bei der oben beschriebenen Methode wird die Plasmawelle kollinear zum Teilchenstrahl erzeugt und beschleunigt diesen. Jedoch liegt bei dem Konzept der Plasmazelle beim „DESY“ in Zeuthen noch ein anderer Hintergrund vor. Zum einen wird der Laser hier quer zur Strahlrichtung eingekoppelt und ionisiert das Gas. Zum anderen soll ein langer Teilchenstrahl nicht beschleunigt, sondern über Selbstmodulation in kürzere Bunche aufgeteilt werden. Als Bunch bezeichnet man ein Teilchenpaket, das in der Quelle eines Beschleunigers erzeugt wird.

Am „DESY“ werden hierzu Erprobungen durchgeführt, die für ein geplantes Plasmabeschleunigungsexperiment am „CERN“ in Genf relevant sind. Am „CERN“ ist ein Beschleuniger geplant, bei dem als plasmagenerierender Treiber (Driver) ein Protonenstrahl zur Beschleunigung eines nachfolgenden Teilchenstrahles dient. Hierzu benötigt man einen Protonenstrahl, dessen Bunchlänge im Bereich der Plasmawellenlänge liegt. Andernfalls wird der nachfolgende Strahl nicht beschleunigt. Die Plasmawellenlänge ist abhängig von der Plasmadichte und liegt im Bereich von  $10^{-3}$ m. Technisch lassen sich Bunche von Elektronen problemlos in diesen Dimensionen erzeugen. Der Protonenbeschleuniger am „CERN“ jedoch erzeugt Protonenbunche im Bereich von  $10^{-1}$ m. Und auch generell lassen sich kurze Protonenbunche im Bereich  $10^{-3}$ m mit heute existierenden Beschleunigern nicht erzeugen[4]. Daher muss dieser Bunch nachträglich verändert werden. Hier kommt die Selbstmodulation ins Spiel (siehe Abb. 1). Erst kann man den Driver auf die Anforderungen konfigurieren, um dann in einer weiteren Plasmazelle mittels dieses Drivers die optimalen Plasmawellen zur Beschleunigung des nachfolgenden Teilchenstrahls zu erzeugen. Mit der am „DESY“ in Zeuthen geplanten und aufgebauten Plasmazelle soll dieses Prinzip erprobt werden. Die praktische Umsetzung der theoretischen Grundlagen der Plasmabeschleunigung ist schon gelungen, bei dem Prinzip der Selbstmodulation hingegen muss der praktische Beweis noch erfolgen. Mit dem Aufbau der in der Arbeit beschriebenen Plasmazelle wird die Hardware für die praktische Erprobung geliefert. Am „DESY“ steht dazu der Elektronenbeschleuniger am „PITZ“ zur Verfügung. Da die Elektronenquelle variable Bunchlängen erlaubt, kann die Aufspaltung längerer Bunche erprobt werden. Dies ist relevant, da die physikalischen Gesetzmäßigkeiten für Elektronen und Protonen im Wesentlichen die Gleichen sind.



**Abb. 1** Aufspaltung eines Elektronenstrahls(grün) in einem Plasmawellenpaket(rot), Darstellung des Ortes über die Intensität (Aus [Pukhov])

## 2. Theoretische Grundlagen

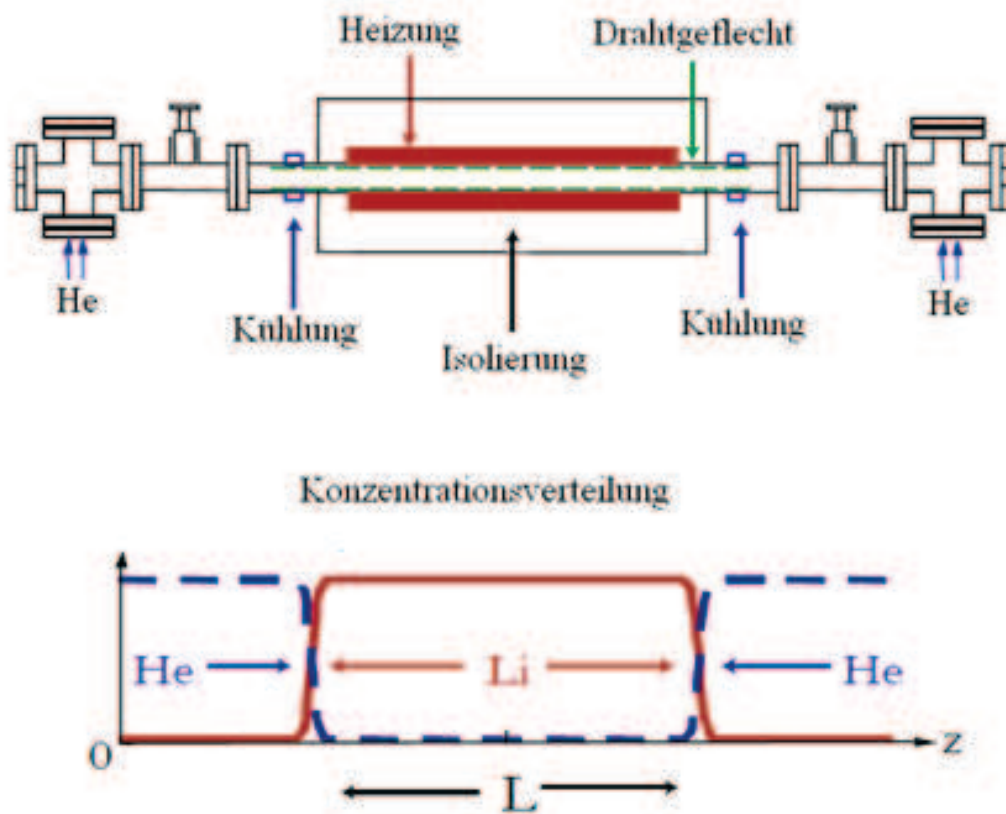
Zur Konstruktion der Plasmazelle wurde auf die Konzepte vorhergegangener Experimente zurückgegriffen, bei denen die Beschleunigung mittels Plasmawellen erfolgreich untersucht wurde. Basis dieser Konzepte ist ein Ofen nach dem Wärmerohrprinzip.

Aufgrund der speziellen Anforderungen an das zu ionisierende Gas wurde Lithium als Material ausgewählt. Lithium ist ein bei Raumtemperatur festes Alkali-Metall. Es besitzt mit 5,39eV eine der niedrigsten Ionisationsenergien und die Ordnungszahl 3 ist ebenfalls sehr klein. Somit lässt sich Lithium sehr gut ionisieren und ein hoher Ionisationsgrad erzeugen[4]. Dies ist wichtig um den Einfluss der Neutralteilchen gering zu halten. Ist der Ionisationsgrad zu gering, würde es zu übermäßiger Stoßionisation zwischen Neutralteilchen und Teilchenstrahl kommen. Ebenfalls ist der Stoßradius proportional zur Ordnungszahl und somit bei Lithium sehr gering[4].

Aus vorangegangenen Simulationen und Experimenten hat sich ergeben, dass die optimale Plasmadichte für das Plasmabeschleunigungsexperiment am „CERN“ im Bereich von  $(10^{14}-10^{15})\text{cm}^{-3}$  liegt[5]. Diese Plasmadichte ist auch vorteilhaft für die Selbstmodulation bei „PITZ“, da dann eine gut zu messende Signatur mit 3 bis 4 Plasmawellenlängen entsteht. Bei einem angenommenem Ionisationsgrad von 10% bei der Verwendung eines ArF-Excimerlasers und einer benötigten Plasmadichte von  $10^{15}\text{cm}^{-3}$  ergibt das eine Gasdichte von  $10^{16}\text{cm}^{-3}$ . Daraus folgt an Hand der Dampfdruckkurve für Lithium eine erforderliche Temperatur von mehr als 730°C um die genannte Gasdichte erzeugen zu können[5].

Durch die Verwendung von Lithium ergeben sich damit besondere Anforderungen in der Gestaltung der Kammer. Man benötigt einen Ofen der für die entsprechende Wärmezufuhr sorgt, um das Lithium zu verdampfen. Es muss verhindert werden, dass sich das Lithium an kalten Teilen der Kammer niederschlägt. Des Weiteren ist eine Druckregulierung zum Einstellen der gewünschten Gasdichte unabdingbar. Dies wird durch Helium erreicht, was an den Rohrenden, sowie den Fenstern der Kammer als Puffer vorhanden ist. Über den Heliumdruck wird der Innendruck der Zelle definiert. Diese wird mit einem definierten Druck an Helium und einem Lithiumblock gefüllt. Nach dem Aufheizen und Erreichen des Siedepunktes von Lithium bildet sich ein Gasgemisch, was sich durch die spezielle Anordnung wieder entmischt. Dieses Gasgemisch unterliegt einer ständigen Zirkulation durch permanentes Verdampfen des Lithiums. Gleichzeitig kondensiert dieses Lithiumgas im Bereich der gekühlten Flansche und fließt über das Gitter zurück in die Verdampfungszone, sodass sich in den kalten Bereichen Helium konzentriert und das Lithiumgas im heißen Bereich verbleibt. Das Lithiumgas reicht dabei nur einige freie Weglängen in das kalte Helium, bevor es durch Stoßprozesse kondensiert. So entstehen sehr scharfe Grenzen in der Temperatur und Konzentration[4]. Dieses Verhalten kann über Temperaturmessungen untersucht werden. Erreicht man eine Verteilung wie in Abb. 2, so funktioniert das Prinzip.

Man hat in bisherigen Experimenten die Kammer nach dem Prinzip des Wärmerohres konstruiert. Und dieses Prinzip kommt auch hier zur Anwendung. Innerhalb eines Rohres befindet sich ein engmaschiges Drahtgeflecht, welches das flüssige Lithium aufnimmt und über Kapillarkräfte zum heißen Zentrum transportiert, wo es erneut verdampft. Nach den Gesetzen der Thermodynamik ist die Menge an Lithium, die verdampfen kann, begrenzt durch die Temperatur, den Dampfdruck und den äußeren Gegendruck. So erreicht man einen permanenten Kreislauf von flüssigem Lithium, was in den Poren des Geflechts gehalten und transportiert wird, und dem Lithiumgas, dessen Dichte über eine konstante Temperatur und eine äußere Druckregelung konstant gehalten wird. Der Großteil des Lithiums befindet sich dabei in flüssiger Form im Geflecht. Das Gas macht nur einen sehr kleinen Teil aus.



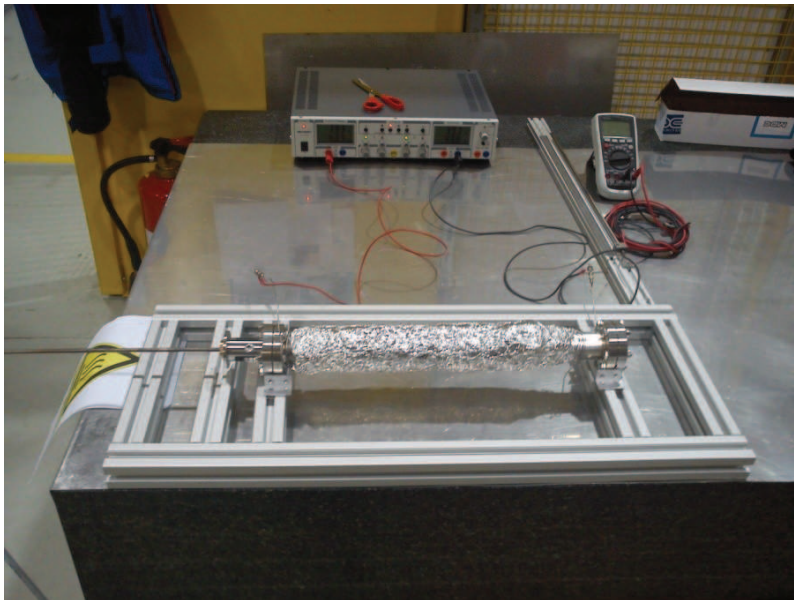
**Abb. 2** schematische Abbildung der Plasmazelle mit Konzentrationsverteilung im Betrieb (aus [F.-J. Decker])

### 3. Aufbau des Experimentes

Im Vordergrund dieser Arbeit steht das Verhalten von Lithium unter den geforderten Bedingungen. Zu Untersuchen ist das Schmelzverhalten und die optimale Methode zum Einfüllen von Lithium in die Plasmazelle. Lithium ist sehr reaktiv in Verbindung mit Sauerstoff, Stickstoff und Wasser. So müssen die Bedingungen experimentell analysiert werden, unter denen Lithium schmilzt oder nur oxidiert. Zur experimentellen Untersuchung dieser Bedingungen wurde ein Testmodell der Plasmazelle angefertigt, das bestimmte Bedingungen simulieren kann.

#### 3.1 Heizungsanordnung

Grundlage für den Aufbau der Plasmazelle ist das Schmelzen des Lithiums. Hierzu wurde eine Anordnung mit einem Modell der Zelle, Stromversorgung, Temperaturmessung und Gasversorgung aufgebaut (siehe Abb. 3).



**Abb. 3** Arbeitsplatz mit Modell und Elektronik

Das Experiment wurde auf einem Granittisch platziert, der mit einem Edelstahlblech bedeckt ist. Das Modell ist auf einem geschraubten Rahmen aus einem Profilsystem gelagert. Dieser Rahmen lässt sich variabel umbauen und erweitern.



### 3.1.1 Das Testmodell der Kammer

Zur Erprobung des Fließverhaltens und der Simulation der späteren Bedingungen in der Plasmazelle wurde ein neues Modell in der hauseigenen Werkstatt gefertigt. Dieses verfügt über Flansche an den Enden, was zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten bietet wie den Anschluss einer Vakuumpumpe (Abb. 4). Das alte Modell, was als erster Prototyp für Temperaturmessungen gebaut wurde, war für weitere Versuche ungeeignet, da die Kammer nicht verschlossen werden konnte. Dieser erste Aufbau hatte ein Quarzglasrohr als Kern und dieser ist beim Zerlegen zerstört worden.

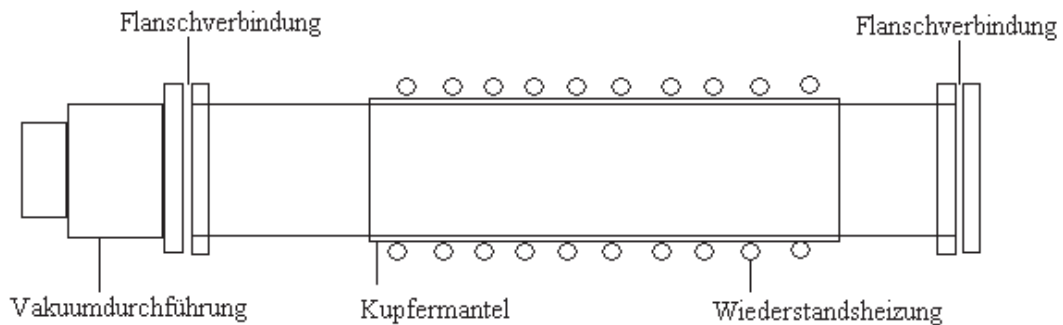


Abb. 4 schematische Abbildung des neuen Testmodells

Des Weiteren wird die Funktion einer mechanischen Vakuumdurchführung für die Temperaturmessung getestet. Dieses Bauteil verfügt über eine  $\frac{1}{4}$  Zoll-Bohrung mit zwei Viton<sup>®</sup>-Dichtungen. Diese erlaubt es, den Temperatursensor innerhalb der Kammer zu verschieben, ohne dass das Vakuum beeinträchtigt wird. Eine Darstellung des Testmodelles ist in Abb. 5 zu sehen. Die Vakuumdurchführung ermöglicht es zusätzlich, die Kammer während der Aufheizphase mit Argon zu beaufschlagen.



Abb. 5 neues Testmodell mit Heizung und Isolation aus Glasfaserband

### 3.1.2 Das Heizungssystem

Das Heizungssystem besteht aus der Widerstandsheizung der Firma Thermocoax und dem Netzteil zur Stromversorgung.

Die Heizelemente sind ummantelte Widerstände mit kleinem Durchmesser und lassen sich beliebig in Form biegen. Sie bestehen aus einer geradenstromführenden Ader in einem verformbaren Metallmantel, gegen den Mantel durch hochkomprimiertes Mineralpulver isoliert. Die Länge des Heizleiters beträgt 3m. Zusätzlich hat die Heizung zwei „Kalte Enden“ mit einer Länge von je 1,5m. Hier wurde der Widerstandsdraht an beiden Enden durch Adern mit wesentlich geringerem Widerstand verlängert[6]. Dies reduziert die Unfallgefahr beim Umgang mit der Heizung. Die Leistung ist vom Hersteller mit 400W angegeben.

Das Netzteil Voltcraft VSP 2410 liefert die nötige Stromversorgung für die Heizung. Dieses Element hat 3 Ausgänge von denen die ersten beiden in Reihenschaltung betrieben werden können. Die ersten zwei Ausgänge liefern eine Spannung von maximal 40V bei einem maximalen Strom von 10A. In Reihenschaltung lassen sich so maximal 80V mit 10A erreichen, was einer Leistung von 800W entspricht. Für die Versuche wurde der Strom auf 5A begrenzt um die 400W Leistung der Heizung nicht zu überschreiten.

### 3.1.3 Die Temperaturmessung

Für die Temperaturmessung wird ein Thermoelement vom Typ J verwendet. Die Thermospannung wird mit einem Multimeter der Firma Voltcraft VC-870 aufgenommen. Dieses Multimeter hat eine Messgenauigkeit von 0,01mV und ist damit bestens für die Messungen geeignet.

Thermoelemente vom Typ J besitzen ein Thermopaar aus Fe-CuNi und haben ein definiertes Verhalten. Vom Hersteller mitgelieferte Tabellen erlauben die Umrechnung der Spannung in die Temperatur. Über das Tabellenkalkulationsprogramm Excel wurde aus diesen Tabellen der Verlauf mit einem Polynom 3. Grades beschrieben (Gl. 3.1). Diese Funktion gibt die Temperatur in °C an, wenn man die Spannung in mV einsetzt. Damit lassen sich die gemessenen Thermospannungen umrechnen.

$$T = 14,80701 + 14,87267 * U + 0,19159 * U^2 - 0,00306 * U^3 \quad (\text{Gl. 3.1})$$

Das Thermoelement besteht aus einem Kabel und dem Sensor mit einer Länge von 500mm um die gesamte Kammer abzudecken. An der Spitze sitzt das Thermopaar. Dieses arbeitet nach dem Seebeck-Effekt[7]. Dieser beschreibt das Auftreten einer Spannung innerhalb eines Leiters mit unterschiedlicher Temperatur. Der Sensor besteht aus zwei unterschiedlichen Metallen, die an der Spitze verbunden sind. Des Weiteren wird eine Vergleichsstelle benötigt. Besteht eine Temperaturdifferenz zwischen der Spitze und der



Vergleichsstelle, ist ein Potenzialunterschied messbar. Diese Spannung ist proportional zur Temperaturdifferenz.

Der Sensor ist in einem  $\frac{1}{4}$  Zoll-Edelstahlrohr eingesteckt und nur der Messkopf auf einer Länge von 3cm ist frei. Dies ist notwendig, da der Sensor mit 1mm sehr dünn und instabil ist. Ohne die Stabilisierung würde er durchbiegen. Dieser Aufbau ist auf einem Profilschlitten verschiebbar und über ein Lineal lässt sich der Weg bestimmen.

Dieses System ist sehr einfach aufgebaut und wenig anfällig für Störungen, da keine weitere Elektrik notwendig ist und das Signal direkt vom Sensor geliefert und abgelesen werden kann.

### **3.2 Glovebox**

Das Arbeiten mit Lithium und das Befüllen der Plasmazelle und des Prototypen sollen unter Schutzgasatmosphäre stattfinden. Hierzu wurde eine Handschuhbox aus der hauseigenen Werkstatt übernommen. Da die Box zum Schweißen unter Schutzgas verwendet wurde, war der Zustand dementsprechend schlecht. Die Handschuhe waren beschädigt und zudem nur mit Gewebepband eingeklebt. Die Box aus Plexiglas besitzt keinen eigenen Boden, sodass sie auf einen Stahltisch gestellt und ebenfalls mit Gewebepband abgedichtet wurde. Die Öffnungsklappe wird mit Magneten geschlossen, die zu wenig Kraft aufbringen können, um die Klappe abzudichten. Da keine Mittel zum Anschaffen einer neuen Glovebox vorhanden waren und diese Anschaffung auch wenig Nutzen bringt, musste die vorhandene Box optimiert werden. Das Anschaffen einer neuen Box ist deshalb nicht sinnvoll, da die spätere Zelle nur solange neu befüllt werden muss, bis die Funktionsfähigkeit gegeben ist. Danach verbleibt das Lithium in der Zelle und diese verschlossen.

Zur Optimierung der Box wurden neue Handschuhe bestellt, und für diese gleichzeitig Aluminiumstutzen angefertigt, die dann mit der Box verschraubt werden konnten. Um in der gesamten Box arbeiten zu können, wurden zwei Paar Handschuhe auf der je gegenüberliegenden Seite montiert. Alle Öffnungen wurden bestmöglich verklebt um möglichst einen minimalen Überdruck in der Kammer halten zu können. Der Gasauslass der Box ist mit einem Schlauch versehen der wahlweise abgeklemmt werden kann.

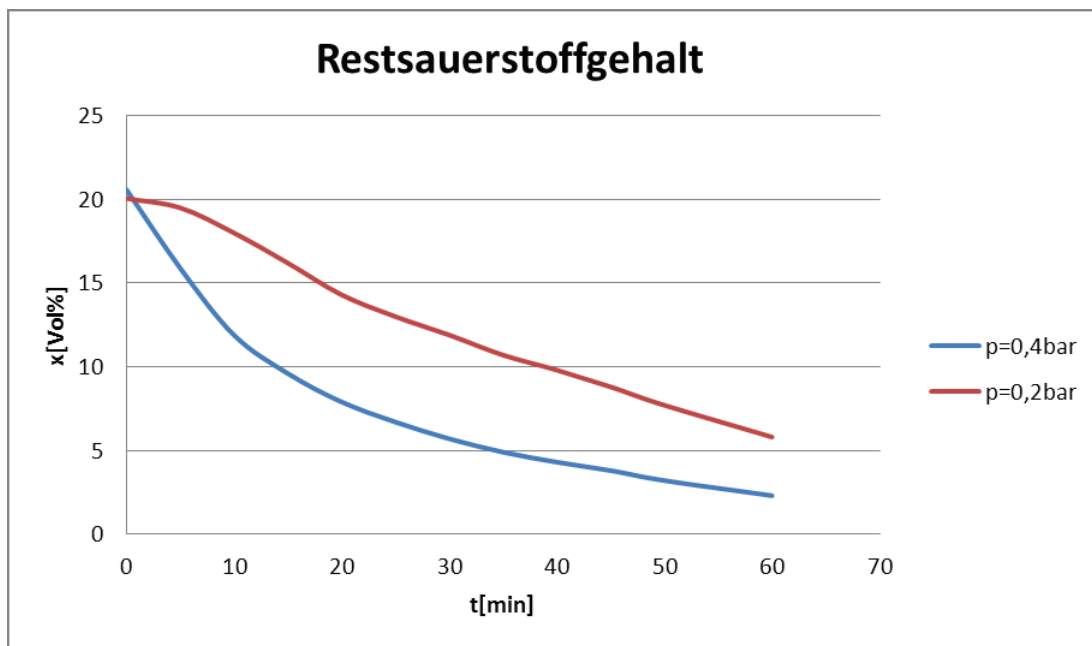
Zur Qualitativen Analyse der Atmosphäre wurde ein Restsauerstoffmessgerät der Firma J aero aus der Schweißtechnik verwendet. Dieses Gerät saugt über eine Pumpe eine kleine Menge Gas an und bestimmt den Sauerstoffgehalt. Der Ansaugstutzen des 2m langen Plastikschlaues wurde auf halber Höhe der Box an der Wand befestigt. Auf halber Höhe der Box, da Argon eine höhere Dichte als Luft besitzt und daher den Sauerstoff von unten nach oben verdrängt. Der Einlassstutzen der Argonversorgung ist aus diesem Grund auch unten am Boden der Box. Die Argonversorgung selbst wird über Gasflaschen erreicht.

## 4. Experimentelle Vorversuche

### 4.1 Verhalten der Glovebox

Um das Befüllen der Kammer mit Lithium unter optimalen Bedingungen durchführen zu können, muss das Verhalten des Restsauerstoffes in der Glovebox bekannt sein. Daher wurde die Konzentration des Sauerstoffes in Abhängigkeit von der Zeit und der einströmenden Argonmenge untersucht. Beim Einströmen von Argon werden die Luft und damit der Sauerstoff unter idealen Bedingungen in einer laminaren Strömung nach oben verdrängt. Da diese idealen Bedingungen aber nicht zu erreichen sind, werden sich die Gase mischen. Dieses Mischen verdünnt die Luft permanent, sodass sich ein exponentieller Verlauf der Konzentration zeigen sollte, der gegen Null geht.

Um das Verhalten des Sauerstoffgehaltes zu bestimmen, wurde die Box mit 2 unterschiedlichen Ausgangsdrücken an der Gasversorgungsflasche beaufschlagt. Der Gehalt an  $O_2$  wurde in 5min. Abständen abgelesen. Der Druck am Reduzierventil wurde auf 0,2bar und 0,4bar eingestellt. Das Ergebnis dieser Messungen ist im Diagramm 1 dargestellt.



**Abb. 6** Verhalten des Sauerstoffgehaltes in der Glovebox unter Argonzufluss bei unterschiedlichem Druck

Bei einem Druck von 0,4bar zeigen die Messwerte den erwarteten exponentiellen Verlauf mit einem starken Abfall bei hohen Sauerstoffkonzentrationen und einer immer geringeren Abnahme des Sauerstoffgehaltes mit steigender Zeit.

Bei 0,2bar hingegen verhält sich die Konzentration nicht exponentiell. Mit Beginn der Messung verändert sich die Konzentration kaum. Dies liegt am langen Schlauch des Messgerätes und der geringen Einsaugmenge. Es kommt zu einer Verzögerung zwischen Messwert und Konzentration in der Box. Anschließend zeigt sich ein annähernd linearer Verlauf, der darauf hindeutet, dass das Argon die Luft nach oben verdrängt, ohne dass ein durchmischen einsetzt. Gleichzeitig ist die Abnahme langsamer. Da für die Anwendung ein geringer Sauerstoffanteil akzeptabel ist, ist die Zufuhr bei höheren Drücken und einer schnellen Abnahme möglich.

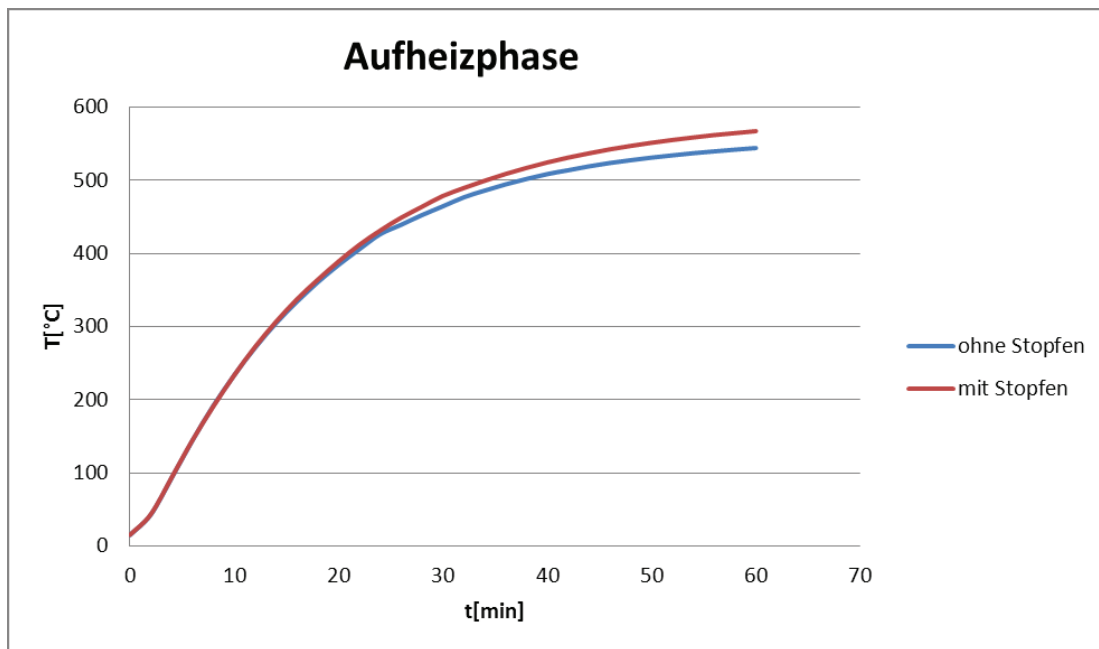
#### **4.2 Temperaturverhalten des Testaufbaus**

Das Aufheizen der Kammer mit gleichzeitigem Beaufschlagen mit Argon erlaubt keine Temperaturmessung. Daher musste das Temperaturverhalten in der Kammer in Abhängigkeit von der Zeit bestimmt werden. Wie schon erwähnt erlaubt der Aufbau nicht das gleichzeitige Befüllen mit Argon und eine Temperaturmessung. Daher muss bei den Versuchen darauf verzichtet werden. Die Ergebnisse sind dann nicht in vollem Umfang auf die Versuche mit Argonzufuhr zu übertragen, geben aber Aufschluss darüber, wie schnell die erforderliche Schmelztemperatur erreicht werden kann.

Der Versuchsaufbau umfasst das Testmodell mit Heizung und die Temperaturmessung mit Thermoelement Typ J, sowie dem Multimeter zum Erfassen der Thermospannung. Die Kammer wurde mit Argon befüllt und einseitig mit einem Festflansch und Kupferdichtung verschraubt. Auf der anderen Seite der Kammer ist die Vakuumdurchführung angeflanscht, über die das Thermoelement verschiebbar ist.

Bei den Versuchen sind zwei Abhängigkeiten von großer Bedeutung. Zum einen der Temperaturverlauf über die Aufheizdauer am heißesten Punkt der Kammer und zum anderen der Temperaturverlauf über die Länge der Kammer bei konstanter Heizleistung. Temperaturverläufe dieser Art sind schon aus anderen Versuchen bekannt, jedoch wurde ein anderes Modell verwendet.

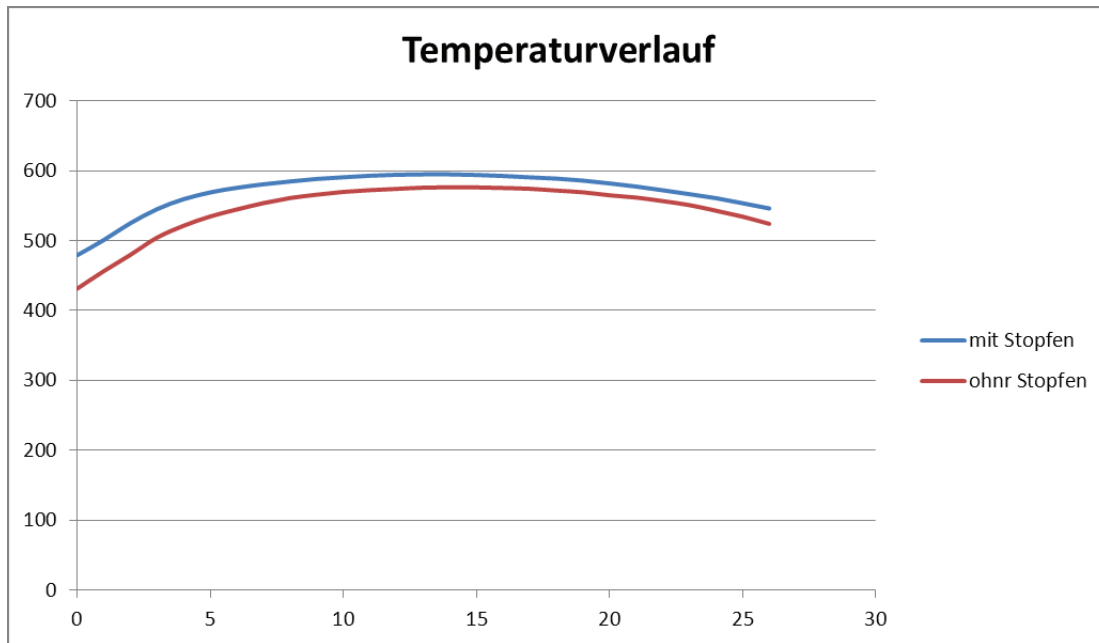
Alle Versuche wurden bei maximaler Heizleistung von rund 340W durchgeführt. Die Leistung sinkt minimal aber konstant bei steigender Temperatur. Bei Raumtemperatur liegt diese bei 346W und bei maximaler Temperatur sinkt sie auf 335W.



**Abb. 7** Temperaturverhalten beim Aufheizen der Kamme mit und ohne Stopfen

Abb. 7 zeigt den Temperaturverlauf während der Aufheizphase am heißesten Punkt. Die Kurve zeigt einen typischen exponentiell asymptotischen Verlauf, wobei die Temperatur gegen ihren maximalen Wert strebt. Der Anstieg wird dabei immer geringer. Mit Einschalten der Heizung verzögert sich dieser Anstieg kurz, bis der Heizdraht sich vollständig erwärmt hat und sich die Heizleistung auf den Kammerinnenraum übertragen hat. Dabei zeigt sich nur ein geringer Unterschied zwischen dem Aufbau mit Stopfen und ohne. Diese Stopfen, aus Glasfaserband gerollte Pakete, sollen den Raum auf die Länge der Wicklung beschränken. Der Temperaturunterschied beträgt aber lediglich 23K. Das bedeutet, das Edelstahlrohr hält die Wärme sehr gut in der Kammer.

Dieser Eindruck bestätigt sich zudem beim Betrachten der Temperaturverläufe über die Länge der Kammer in Abb. 8.



**Abb. 8** Temperaturverlauf über die Kammer bei maximaler Temperatur mit und ohne Stopfen

Die Temperatur ist über einen Bereich von 20cm hinreichend konstant und fällt dann zu den Seiten stark ab.

### 4.3 Handhabung von Lithium

Die mit Lithium gefüllte Kammer arbeitet nach dem Prinzip des Wärmerohres[8]. Dieses Prinzip beruht darauf, dass eine Wärmemenge über ein zirkulierendes Medium transportiert wird. Der Transport geschieht dabei durch Kapillarwirkung, z.B. in einem engmaschigen Gitter. Durch Verdampfen des Mediums im heißen Bereich und kondensieren im kalten Bereich entsteht die Zirkulation. Beim Verdampfen verringert sich die Menge an flüssigem Medium in den Poren des Gitters und der Krümmungsradius der Flüssigkeit im Gitter wird kleiner(Abb. 9).

In der Plasmazelle soll Lithium das Medium sein, was im Wärmerohr zirkuliert. Das Ziel ist es jedoch, ein konstantes Lithiumgas in der Kammer zu erhalten. Das Wärmerohrprinzip dient dabei nur diesem Zweck. Hätte man nicht diese Zirkulation, bestünde die Gefahr, dass sich das Lithium in den kälteren Bereich ablagert und nicht mehr verdampft. Daher ist der Transport im Gitter entscheidend, um immer ausreichend flüssiges Lithium in der Verdampfungszone zu haben. Der genaue Aufbau, mit dem dieses Prinzip erreicht werden soll, wird in Abschnitt 5 detailliert beschrieben.

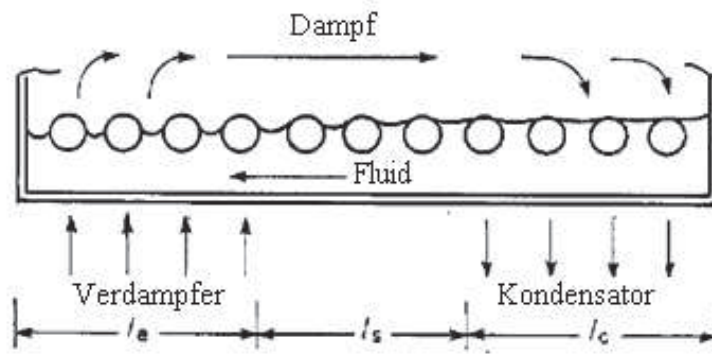
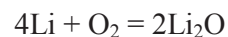


Abb. 9 Kapillarkwirkung im horizontalen Wärmerohr (aus [I C Finlay and D B Green])

### 4.3.1 Eigenschaften von Lithium

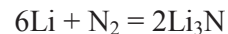
Nach [10] sind die Eigenschaften von Lithium wie folgt gegeben. Es ist ein Alkalimetall der 1. Hauptgruppe. Es ist härter und mit einem Schmelzpunkt von  $180^{\circ}\text{C}$  höher schmelzend als andere Metalle dieser Gruppe. Lithium hat ein silber-weißes Aussehen und läuft unter Luftatmosphäre schnell an. Für die Problematik der Plasmazelle sind die Reaktionen unter Luft und Wassereinfluss von Bedeutung.

Reaktion mit Sauerstoff



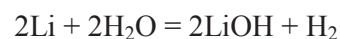
Lithium reagiert mit Sauerstoff zu Lithiumoxid. Es hat eine weiße Farbe und einen Schmelzpunkt von  $1427^{\circ}\text{C}$ .

Reaktion mit Stickstoff



Lithiumnitrid ist eine rötliche Substanz, die sehr gut wasserlöslich ist und hat einen Schmelzpunkt von  $845^{\circ}\text{C}$ .

Reaktion mit Wasser

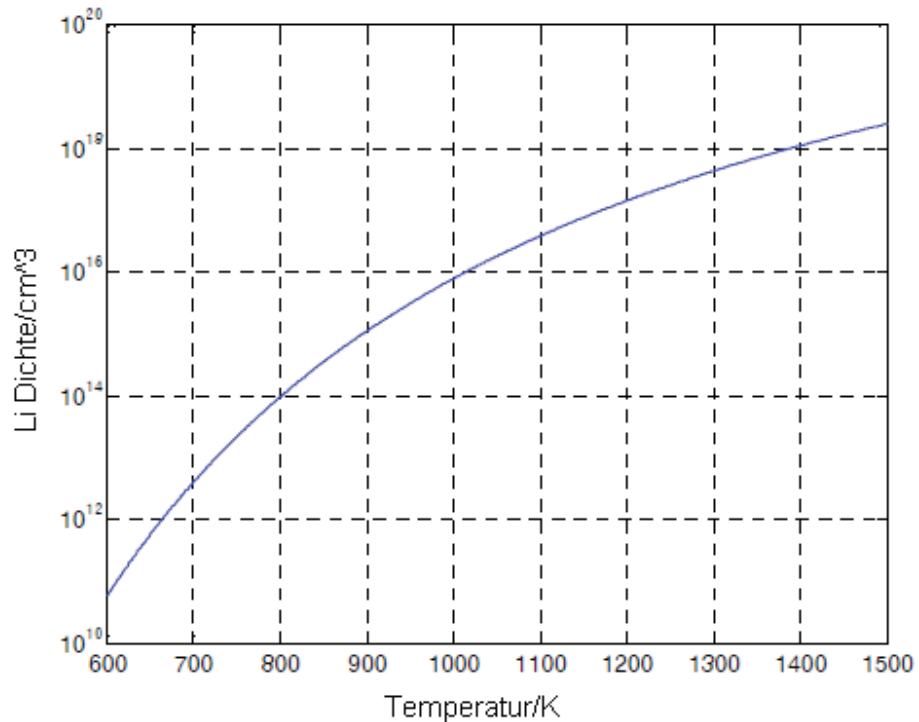


Lithium reagiert mit Wasser zu Lithiumhydroxid unter Bildung von Wasserstoff. Lithiumoxid reagiert mit Wasser nur unter Bildung von Lithiumhydroxid. Diese

Reaktionen sind die Ursache für das mattgraue Anlaufen unter normaler Atmosphäre mit Luft und Wasseranteilen.

### Dampfdruckkurve

Die Dampfdruckkurve von Lithium beschreibt die Verdampfungstemperatur in Abhängigkeit vom Umgebungsdruck. In den Versuchen für die Plasmazelle ist der Bereich um  $10^{15} \text{cm}^{-3}$  von Bedeutung. Die Temperatur liegt im Bereich um 900K was einer Temperatur von  $630^\circ\text{C}$  entspricht.



**Abb. 10** Dampfdruckkurve von Lithium (aus [F.-J. Decker])

Zur Umrechnung der Teilchendichte  $n$  wird die ideale Gasgleichung in folgender Form verwendet

$$p * V = N * k_B * T$$

mit  $k_B$  als Boltzmann-Konstante und

$$n = N/V$$

damit ergibt sich für den Druck folgender Zusammenhang

$$p = n * k_B * T$$

$$k_B = 1.3806488 * 10^{-23} \frac{\text{Nm}}{\text{K}}$$

Beispielrechnung für  $n=10^{15} \text{cm}^{-3}$  und der Temperatur von 900K aus der Dampfdruckkurve des Lithiums

$$p = n * k_B * T$$

$$p = 10^{15} \frac{1}{\text{cm}^3} * 10^6 \frac{\text{cm}^3}{\text{m}^3} * 1.3806488 * 10^{-23} \frac{\text{Nm}}{\text{K}} * 900\text{K}$$

$$p = 12,4 \frac{\text{N}}{\text{m}^2}$$

$$p = 12,4\text{Pa} = 1,24 * 10^{-1} \text{mbar}$$

Lithium hat bei 900K einen Dampfdruck von 12,4Pa und geht bei gleichem Umgebungsdruck in die Gasphase über.

### 4.3.2 Berechnungen

Die beschriebene Funktion des Gitters im Wärmerohr ist im Wesentlichen abgänglich von der Kapillarwirkung. Diese Kapillarwirkung muss auch im Bereich der Trichter ausreichend stark sein, um das flüssige Lithium auf der schrägen Anordnung zurück zu führen. Ein Vergleich der Kapillarwirkung mit dem Einfluss der Gravitation gibt Rückschlüsse darauf. Aus [8] lassen sich beide Einflüsse vergleichen.

Eine Veränderung des Krümmungsradius über die Länge des Gitters bewirkt einen Kapillardruck. Unter Idealbedingungen, das heißt vollständige Benetzung des Gitters und ein sehr großer Krümmungsradius in der Kondensationszone (Abb. 9), lässt sich die Differenz des Kapillardruckes berechnen[8]

$$\Delta p_c = \frac{2\sigma}{r}$$

mit der Oberflächenspannung  $\sigma$  und dem Krümmungsradius in der Verdampfungszone  $r$ . Im Betrieb unter konstanten Bedingungen entspricht diese Druckdifferenz den Reibungsverlusten der strömenden Medien.

Ist die Anordnung nicht horizontal, wie es in den Flügeln der Zelle der Fall ist, muss der Einfluss der Gravitationskraft mit betrachtet werden.

$$\Delta p_g = \pm g * l * \rho * \sin\theta$$

Mit der Länge  $l$  des Rohres, der Dichte  $\rho$  des Mediums und dem Neigungswinkel  $\theta$  zur Horizontalen. Vergleicht man die beiden Drücke, kann man beurteilen, ob die Kapillarwirkung in dem geneigten Gitter ausreichend groß ist. Der Krümmungsradius kann mit dem Porenradius des Gitters gleichgesetzt werden. Aus [8] sind folgende Werte für flüssiges Lithium bei 690° entnommen

$$r = 0,265\text{mm} = 0,000265\text{m}$$



$$l = 50\text{mm} = 0,05\text{m}$$

$$\theta = 18^\circ$$

$$\rho = 467 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} [7]$$

$$\sigma = 0,33 \frac{\text{N}}{\text{m}} [7]$$

Damit ergibt sich für die Kapillardruckdifferenz

$$\Delta p_c = \frac{2 * 0,33 \frac{\text{N}}{\text{m}}}{0,000265\text{m}}$$

$$\Delta p_c = 2490\text{Pa}$$

Im Vergleich dazu der Einfluss der Gravitation

$$\Delta p_g = g * 0,05\text{m} * 467 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} * \sin 18^\circ$$

$$\Delta p_g = 71\text{Pa}$$

Der Einfluss der Gravitation bei dem Aufbau ist also sehr gering und hat keinen signifikanten Einfluss auf das Fließverhalten des Lithiums. Die Werte aus [8] wurden für 4bar Druck ermittelt. Daher sind sie nur bedingt auf den Aufbau mit 0,13mbar zu übertragen. Das Fließverhalten und die Kapillarwirkung muss in Vorversuchen untersucht werden.

Die Menge an benötigtem Lithium ist abhängig von dem verwendeten Drahtgeflecht. Anhand einer Beispielrechnung wird gezeigt, wie man diese ermitteln kann. Die Werte sind angelehnt an das Design der im Aufbau befindlichen Plasmazelle.

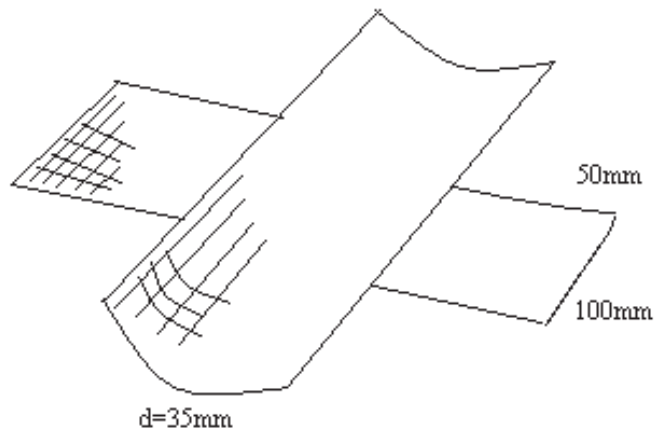


Abb. 11 Prinzipskizze der Drahtgitterauskleidung

Das Drahtgitter soll das Rohr zu  $\frac{1}{4}$  auf einer Länge von 300mm, sowie die Flügel, ausfüllen und hat folgende Parameter:

Dicke  $s = 0,53\text{mm}$

Gewicht  $\chi = 0,9\text{kg/m}^2$

Über das Volumen des Gitters und dessen Gewicht lässt sich mit der Dichte von Stahl dessen Anteil bestimmen. Auf den leeren Raum wird das Lithium eingerechnet.

Das Volumen bestimmt sich

$$V = \frac{\pi}{4} d_a^2 - d_i^2 * \frac{l}{4} + 2s * a * b$$

$$d_i = d_a - 2s$$

Mit a und b als Kantenlänge der Flügel

$$V = \frac{\pi}{4} ((35\text{mm})^2 - (35\text{mm} - 1,06\text{mm})^2) * \frac{300\text{mm}}{4} + 1,06\text{mm} * 100\text{mm} * 50\text{mm}$$

$$V = 9604,6\text{mm}^3$$

Stahlanteil im Geflecht

$$m = x * A$$

$$A = \frac{\pi}{4} * d * l + 2 * a * b$$

$$A = \frac{\pi}{4} * 35mm * 300mm + 2 * 50mm * 100mm$$

$$A = 18246,7mm^2 = 0,0018247m^2$$

$$m = 0,9 \frac{kg}{m^2} * 0,0018247m^2$$

$$m = 16,4g$$

Mit der Dichte von Edelstahl  $\rho_s=7,9g/cm^3$  ergibt sich der Stahlanteil

$$V_s = \frac{m}{\rho}$$

$$V_s = \frac{16,4g}{7,9 \frac{g}{cm^3}} = 2,076cm^3 = 2076mm^3$$

Die Differenz vom Gesamtvolumen zum Stahlvolumen wird vom Lithium belegt

$$\Delta_V = V - V_s$$

$$\Delta_V = 9604,6mm^3 - 2076mm^3 = 7528,6mm^3 = 7,529cm^3$$

Aus der Dichte von Lithium  $\rho_L=0,534g/cm^3$  ergibt sich die Masse

$$m_L = \rho_L * \Delta_V$$

$$m_L = 0,534 \frac{g}{cm^3} * 7,529cm^3$$

$$m_L = 4,02g$$

Zum Ausfüllen des Gitters sind 4g Lithium notwendig. Nach Informationen der Gruppe um Dr. Muggli ist es ratsam, mehr als die errechnete Menge einzufüllen. Sodass 10g als guter Wert für erste Versuche angenommen werden kann. Die Schmelzversuche im Prototypen erfolgen mit minimalen Mengen an Lithium.

### 4.3.3 Schmelzversuche unter Normaldruck

Das Schmelzen des Lithiums und die Vorbereitung, die notwendig ist, um ein sauberes Ergebnis zu erhalten, musste getestet werden. Es gilt, die ideale Methode zu finden, um das Lithium ohne Verschmutzungen, die zu unerwünschten Nebenreaktionen führen würden, in die Plasmazelle zu füllen. Für die Versuche wird das Testmodell verwendet. Das Befüllen erfolgt immer in der Glovebox. Diese muss zum Einbringen aller notwendigen Materialien geöffnet werden. Anschließend wird Sie verschlossen und die Box mit Argon befüllt. Dies nimmt ca. 60min in Anspruch. Der Sauerstoffgehalt wird dabei permanent mit dem Restsauerstoffmessgerät überprüft. Nach dem Befüllen und Verschrauben der Kammer, wird die Box wieder geöffnet und das Modell entnommen. Für die Versuche wird das vorgesehene Drahtgitter mit einer Stärke von 0,53mm verwendet.

Für den ersten Versuch wird die Kammer unter Normalbedingungen mit Argonatmosphäre aufgeheizt. Ein Teil der Lithiumgranalien ist in der Verpackung oxidiert. Das heißt, die Oberfläche ist teilweise mit einer Oxidschicht umgeben. Für Vorversuche war dieses noch ausreichend, jedoch hätte dieses Lithium eine Vakuumpumpe viel zu stark verschmutzt. Daher wurde erst einmal auf ein Vakuum verzichtet.

#### Versuch 1.

oxidiertes Lithium bei Normaldruck unter Argonatmosphäre bei 500°C

Für den 1. Versuch wurde die Kammer bei voller Heizleistung von 335W für 30min aufgeheizt. Nach einer Abkühlzeit von 60min wurde der Festflansch gelöst und die Probe entnommen. Lithium hat unter Normalbedingungen einen Schmelzpunkt von 180°C. Dennoch ist das Lithium in der Kammer nicht geschmolzen. Die Granalien befanden sich fast unverändert auf dem Gitter, in Abb. 12 dargestellt. Es zeigen sich minimale Verlauferscheinungen um die Körner herum, die auf ein Austreten geschmolzenen Lithiums hindeuten. Die Menge ist jedoch so gering, dass sich die Poren des Gitters nicht gefüllt haben und nur der Draht selbst benetzt ist.

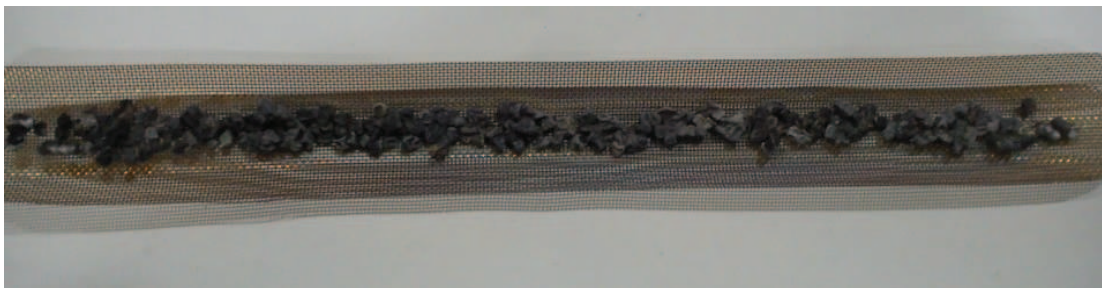


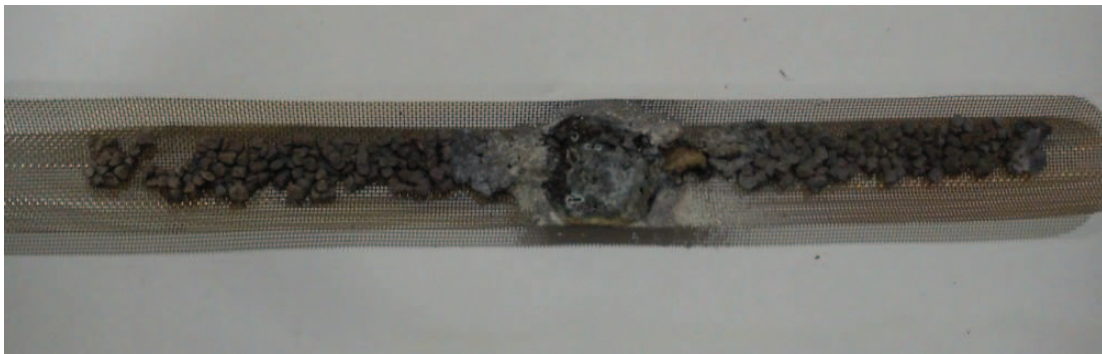
Abb. 12 oxidiertes Lithium

Lithiumoxid hingegen hat einen Schmelzpunkt von  $1427^{\circ}\text{C}$ . Die Oberfläche des Lithiums war stark oxidiert. Daher kam es zu keinem Schmelzen und die Körner blieben meist unverändert. Bereits bei der Lagerung oxidiertes Lithium eignet sich daher nicht für die Verwendung in der Plasmazelle.

## Versuch 2.

Lithium bei Normaldruck unter Argonatmosphäre bei  $500^{\circ}\text{C}$

Für den zweiten Versuch wurde Lithium frisch aus der Verpackung entnommen und war in optimalem Zustand ohne jegliche Anzeichen von Oxidation. Das Vorgehen war gleich zum ersten Versuch. Mit dem Ergebnis, das sich keine wesentlichen Unterschiede zum oxidierten Lithium zeigten. In der Mitte des Gitters fing das Lithium Feuer und musste gelöscht werden (Abb. 13). Die Probe wurde zu früh entnommen. Ein untersuchen der Körner nach dem Versuch zeigte auch, dass diese nur Äußerlich oxidiert sind. Im Inneren befindet sich noch das reine Metall. Demnach war nicht der Zustand des verwendeten Lithiums für das Ergebnis verantwortlich.



**Abb. 13** Probeversuch mit frisch entnommenem Lithium

Der Versuchsaufbau mit der Kammer in der Form ist unzureichend. Das Befüllen und Verschließen in der Glovebox unter Argonatmosphäre reicht nicht aus, um eine Oxidation des Lithiums beim Aufheizen zu verhindern. Wie aus den ersten beiden Versuchen erkenntlich wurde, oxidiert das Lithium an der Oberfläche bevor das Schmelzen eintreten kann. Eine Ursache hierfür könnten Rückstände von Wasser im Gitter oder eine unzureichende Dichtigkeit der Kammer sein.

Zur Anschauung ist in Abb. 14 der Unterschied von blankem Lithium zu oxidiertem Lithium dargestellt. Das oxidierte Lithium weist eine leicht bläulich-grüne Färbung auf. Die Oxidschicht umgibt das Lithium wie einen Mantel und verhindert ein weiteres Oxidieren im Inneren.



**Abb. 14** oxidiertes Lithium(links) im Vergleich zum Ausgangsmaterial(rechts)

### **Versuch 3.**

Lithium auf ausgeheiztem Gitter unter ständiger Argonzufuhr

Der Aufbau wird dahin gehend geändert, dass vor dem Befüllen der Kammer das Gitter ausgeheizt wird. Dies geschieht unter permanenter Zufuhr von Argon über die Durchführung für die Temperaturmessung. Desweiteren wird während der Aufheizphase ebenfalls kontinuierlich Argon eingeleitet.

Für den Versuch wurde ein Argongasanschluss an ein  $\frac{1}{4}$  Zoll-Rohr montiert. So kann über die Vakuumdurchführung Schutzgas in das Testmodell geleitet werden. Im Vorfeld des Versuches ist das Gitter im Ultraschallbad und mit Alkohol gereinigt worden. Dieses sollte Rückstände entfernen.

Für das Ausheizen des Gitters wurde die Zelle einseitig offen gelassen und für 30min bei maximaler Leistung aufgeheizt. Anschließend ist die Kammer mit Argon gespült und verschlossen worden. Nach dem Abkühlen konnte Sie in der Glovebox wieder mit Lithium befüllt werden. Dies geschah analog zu Versuch 1 und 2.

Die Aufheizphase wurde aber verändert. Zunächst wurde am Druckminderungsventil der Gasversorgung ein Druck von 0,15bar eingestellt und die Kammer bei voller Leistung aufgeheizt. Hierbei blieb der Festflansch leicht geöffnet um mögliche Reste von Sauerstoff oder Wasser auszuspülen. Nach 10min wurde der Druck auf 0,05bar reduziert und der Flansch fest verschraubt. In der mit Argon beaufschlagten Kammer herrschte ein permanenter Überdruck, der das Eindringen von Sauerstoff verhinderte. Einer 30min Heizphase folgte das öffnen des Festflansches und eine Erhöhung des Druckes auf 0,15bar. Die Kammer wurde so 30min mit Argon gespült und kühlte sich ab.

Das Ergebnis dieses Versuches zeigte kaum eine Verbesserung zu den Vorherigen. Das Gitter ließ sich nicht aus der Kammer entnehmen, weil ein kleiner Teil des Lithiums geschmolzen war und mit der Rohrwand in Berührung kam. Desweiteren war der Großteil des Lithiums wiederum oberflächlich oxidiert.

Um die Beschaffenheit des Gitters als Ursache für die Oxidation auszuschließen, wurde ein Versuch mit mehrlagiger Aluminiumfolie durchgeführt. Zusätzlich wurden Stopfen aus Isoliermaterial eingebracht um den Arbeitsraum, in dem sich das Lithium befindet, noch schneller aufheizen zu können. Die Vorteile dieser Stopfen zeigten sich in den Temperaturmessungen (Abb. 6).

Ein Ergebnis dieses Versuchs konnte nicht ermittelt werden, da die Folie zusammen mit dem Lithium teilweise geschmolzen und verschmolzen ist. Aluminium schmilzt bei 660°C. Ob diese Temperatur erreicht wurde, kann nicht genau gesagt werden, da keine Temperaturmessung vorgenommen werden kann. Lithium kann auch zur Legierungsbildung beigetragen und den Schmelzpunkt des Gemisches gesenkt haben. Eine genaue Untersuchung der Probe war nicht möglich, da Sie beim entnehmen zerstört wurde.

Der Aufbau des Versuches und der Materialträger für Lithium muss weiter überarbeitet werden.

#### **Versuch 4.**

##### Lithium in Edelstahlhalbschale

Um das Gitter als Ursache des Oxidationsprozesses auszuschließen, wurde eine Halbschale aus Edelstahl als Träger für das Silicium verwendet. Als Ursache für das Oxidieren wurden Wassereinschlüsse in den feinen Poren des Gitters angenommen. Die Kammer wurde vor dem Verschließen ausgeheizt. Eine Stunde bei einer Leistung von 160W unter konstanter Argonzufuhr. Am Reduzierventil wurde ein minimaler Gasausstrom eingestellt. Nach dem Aufheizen wurde die Kammer verschlossen und in der Glovebox unter Argonatmosphäre mit Lithium befüllt. Das anschließende Aufheizen geschah bei 320W Heizleistung für eine Stunde. Dabei wurde die Kammer konstant mit Argon beaufschlagt.



**Abb. 15** Lithium in der Halbschale vor dem Aufheizen



Nach dem Abkühlen wurde die Probe aus der Kammer entnommen. Es zeigte sich kaum ein Unterschied zu den vorherigen Versuchen. Das Lithium ist kaum in der Kammer geschmolzen. Die Körner zeigten wieder die typische Oxidschicht an der Oberfläche. Einige Körner sind zusammengebacken und einige zeigen leichte Verformungserscheinungen. Die Ränder um die Granalien deuten auf ein Verlaufen des Lithiums hin.



**Abb. 16** Lithium in der Halbschale nach dem Aufheizen

Dieser Oxidationsprozess stellt ein großes Problem im Hinblick auf das Befüllen der späteren Plasmazelle dar. Die Atmosphäre unter der die Kammer in der Box befüllt wurde, ist ausreichend, um das Oxidieren zu verhindern. Das Lithium wurde auch unter dieser Atmosphäre abgefüllt und in Laborflaschen gelagert. Es zeigt nach 2 Wochen der Lagerung keine Oxidationserscheinungen. Für nachfolgende Versuche wird eine Drehschieberpumpe verwendet, um ein Vakuum im Bereich von  $10^{-3}$  bar in der Kammer zu erzeugen bevor sie aufgeheizt wird. Dieser Versuch gibt jedoch Rückschlüsse darauf, dass das Gitter und die in den Poren gebundenen Wasser und Luft Moleküle nicht ausschließlich die Ursache für die Oxidation während des Aufheizens ist.

#### **4.3.4 Schmelzversuche im Vakuum**

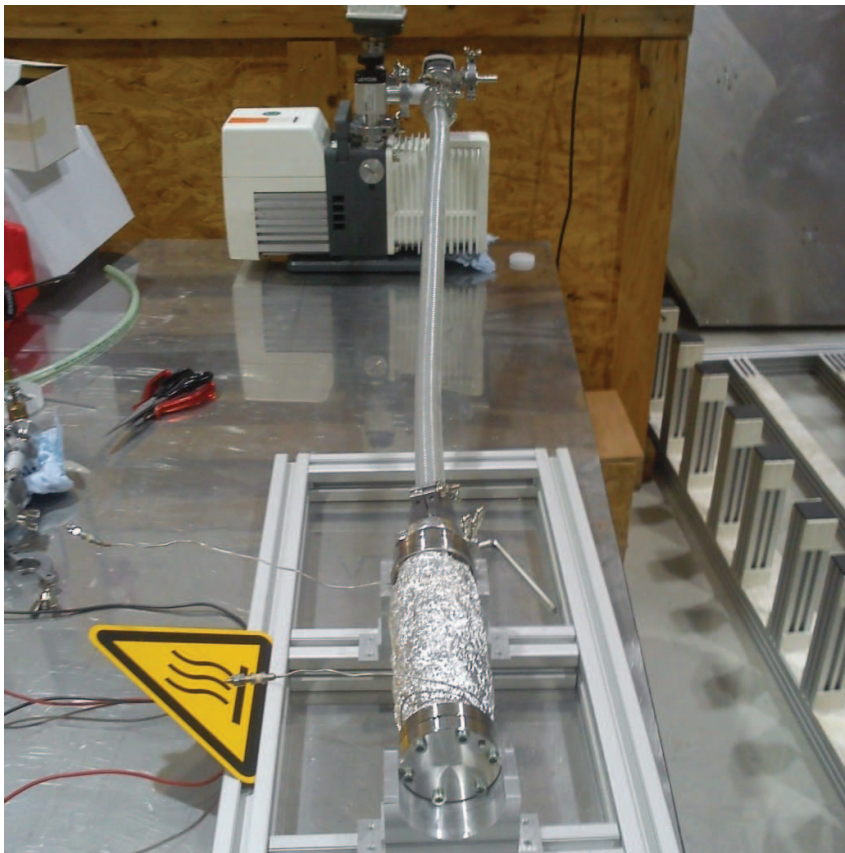
Der Aufbau wird um eine Drehschieberpumpe Typ Alcatel Pascal 1005SD erweitert. Drehschieberpumpen haben in ihrem Stator mit Ein und Auslass einen exzentrisch laufenden Rotor mit zwei Schieber, die an den Stator gepresst werden[9]. Dieser Pumpentyp arbeitet daher nach dem Verdrängerprinzip.

Die hier eingesetzte Pumpe ist einstufig mit einem Nennsaugvermögen von  $5,4\text{m}^3/\text{h}$ . Der erreichbare Enddruck ist mit  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar angegeben[9]. Die Pumpe ist über einen Schlauch mit der Kammer verbunden und kann mittels Ventil abgesperrt werden. Der Aufbau ist in Abb. 15 dargestellt. Neben dem Erweitern des Aufbaus um eine



Vakuumpumpe wurde auch das Rohr der Kammer getauscht. Die alte Kammer musste einer Reinigung unterzogen werden. Daher wurde ein kürzerer Prototyp aus Titan verwendet. Dieser wurde hergestellt, um die mechanischen Eigenschaften des Titans unter Wärmeeinfluss zu testen. Titan ist ebenfalls neben Edelstahl als Material für eine Plasmakammer angedacht, jedoch ist die Stabilität bei Temperaturen um  $700^{\circ}\text{C}$  nicht bekannt.

Zur Bestimmung des Temperaturverhaltens dieser neuen Kammer wurde ebenfalls die maximale Temperatur bei der höchsten Heizleistung gemessen. Mit diesem Aufbau ist eine Temperatur von  $675^{\circ}\text{C}$  erreicht worden.



**Abb. 17** Titankammer mit Vakuumpumpe

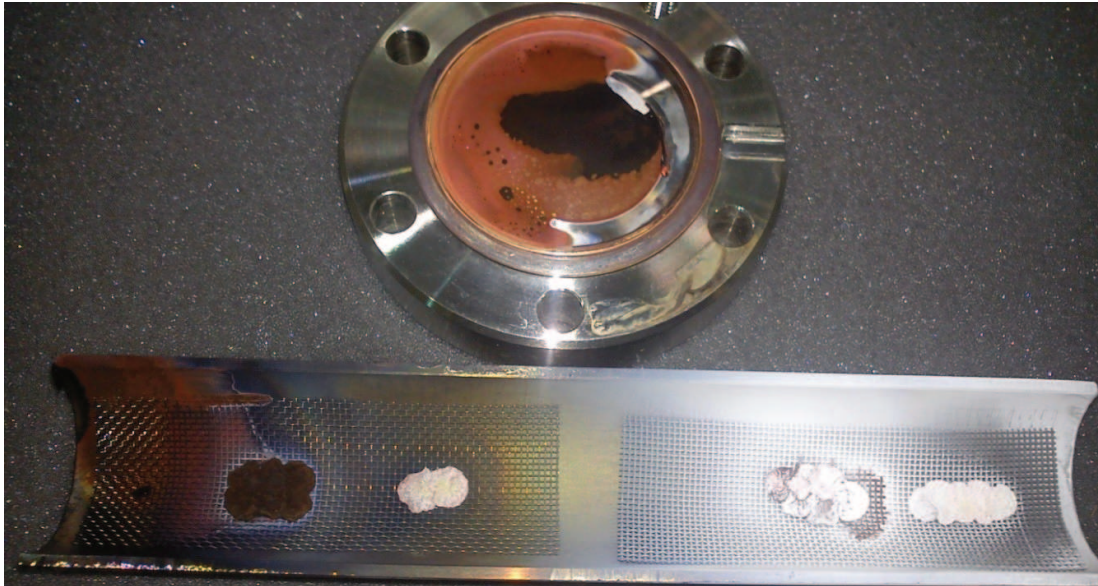
### **Versuch 5.**

Lithium auf Gitter verschiedener Porengröße im Vakuum.

Bisher wurde nur ein Gitter mit einer Stärke von  $0,53\text{mm}$  verwendet. Da aber nach langer Bestellzeit ein weiteres Gitter mit einer Stärke von  $0,71\text{mm}$  zur Verfügung steht, soll auch dieses im Vergleich mit dem alten Gitter untersucht werden. Es besitzt kleine Poren die ein unterschiedliches Fließverhalten bewirken können.

Hierzu ist die Halbschale aus Edelstahl jeweils mit den zwei Gittern ausgelegt. Das Befüllen erfolgt wieder in der Box unter Argonatmosphäre, jedoch wird die Kammer an sich nicht in der Box gefüllt und verschraubt, da nicht der gesamte Aufbau mit Pumpe untergebracht werden kann. Daher wurde die Halbschale mit Lithium schnell aus der Box entnommen, in die Kammer verbracht und diese dann verschraubt. Nach dem Verschließen der Kammer wurde für 2h evakuiert und anschließend mit laufender Pumpe 30min aufgeheizt. Nach einer sehr langen Abkühlphase über Nacht wurde die Probe entnommen.

Das Ergebnis dieses Versuchs ist in Abb. 18 dargestellt. Es unterscheidet sich von den vorherigen Ergebnissen in mehreren Punkten. Dadurch dass die Probe über Nacht in der Kammer verblieb, ist die Oxidation hin zu dem weißen Lithiumoxid sehr ausgeprägt. Desweiteren ist der rötliche Teil der Probe und Niederschlag auf dem Flansch sehr auffällig. Hierbei handelt es sich um Lithiumnitrid  $\text{Li}_3\text{N}$ . Aus dem Verlauf dieses roten Niederschlages, lässt sich ableiten, dass der Flansch nicht dicht war und damit Luft und in hoher Konzentration auch Stickstoff in die Kammer eingedrungen ist. Die rote Seite der Halbschale war zum Flansch hin gewandt und hat sofort reagiert.



**Abb. 18** Schmelzversuch unter Vakuum und verschiedener Gittertypen

Bei der Untersuchung unter dem Mikroskop wurde festgestellt, dass die Überreste der Granalien hohl und sehr porös waren. Sie sind sofort zerfallen und es kam eine rote Schicht  $\text{Li}_3\text{N}$  und darüber eine weiße Schicht  $\text{Li}_2\text{O}$  zum Vorschein. Der Mantel an Reaktionsprodukten mit Luft war gleich zu den vorherigen Versuchen, jedoch ist das reine Lithium im Kern nicht mehr vorhanden.

Entlang der Drahtgitter hat es sich verteilt und ist als weißes, porös aufgewachsenes Oxid übergeblieben. Die Poren des Gitters sind nicht gefüllt, da die Menge an flüssigem Lithium zu gering war. Das feine 0,53mm Gitter ist dabei weniger bis kaum mit Oxid behaftet. Das

0,71mm Gitter zeigt doch eine sehr deutliche Anlagerung über die gesamte Fläche. Dies kann als Ursache das Eindringen von Luft haben. Oder dieses feinmaschigere Gitter ist nicht geeignet. Das muss in weiteren Versuchen überprüft werden.

Desweiteren deutet die Verteilung des Lithiumoxides auf dem Träger und im Rohr darauf hin, dass das Lithium vollständig verdampft ist und sich dann an allen Wänden angelagert hat. Im Bereich mit einströmender Luft ist die Reaktion zu Lithiumnitrid abgelaufen. Das Verdampfen des Lithiums ist bei Temperaturen von über 650°C und dem Vakuum im Bereich von  $10^{-1}$ mbar aus Herstellerangaben gut zu erreichen. Aus Abb. 10 (Dampfdruckkurve Lithium) ergibt sich bei diesen Parameter eine notwendige Temperatur von 600-630°C die mit dem Aufbau erreicht wird.

Der Aufbau wurde weiter erweitert. Die Kammer wurde mit einem Sichtfenster ausgestattet, um den Ablauf verfolgen zu können. Desweiteren wurde ein Manometer mit einem Messbereich von 0 bis 1000mbar installiert. Dies erlaubt zwar nicht, den exakten Druck in der Kammer zu messen, der durch die Pumpe erreicht werden kann, aber es erlaubt zu erkennen, ob Gas in die Kammer eindringt. Aus Versuch 5 hat sich die Erkenntnis ergeben, dass ein zu geringer Druck dazu führt, dass das Lithium verdampft. Ziel der versuche ist es aber es zu schmelzen. Daher wurde an der Pumpe ein Argonanschluss geschaffen, um die Kammer mit diesem Gas beaufschlagen zu können. Das Rohr hat nur zwei Flansche. Da einer für das Sichtfenster vorgesehen ist, muss das Abpumpen und fluten über den zweiten passieren. Die Erweiterung erlaubt es jetzt, die Kammer zu evakuieren und anschließend mit Argon zu befüllen. Dieses Vorgehen mehrmals wiederholt, ermöglicht eine bessere Reinigung der Kammer und des Lithiums.

## **Versuch 6.**

### Lithium im Block

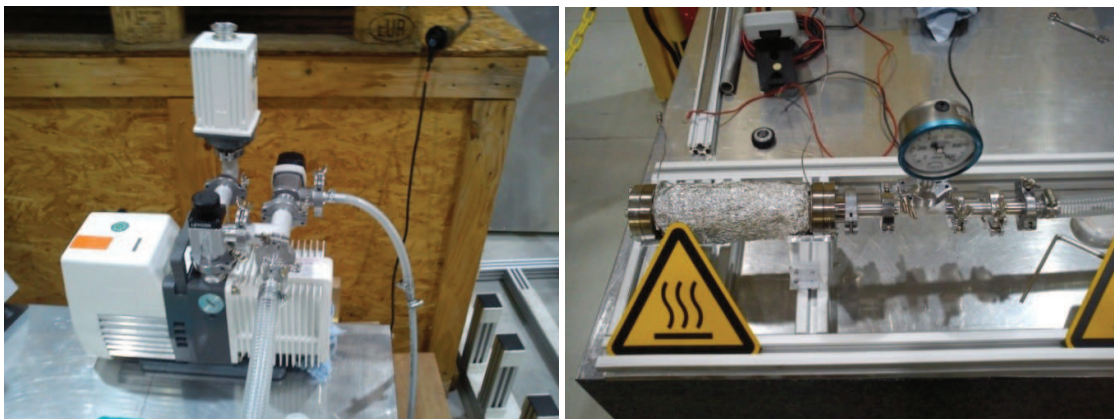
Der Aufbau erlaubt nun mehr Möglichkeiten und ist wesentlich variabler. Jedoch ist ein weiteres Problem die sehr Große Oberfläche der Granalien. Um dies zu minimieren, wurde eine Form und ein Stempel angefertigt, um die Körner zu einem Block zu fügen. Dies ist in Abb. 18 dargestellt. Die so gefügten Blöcke haben ein Gewicht von 1g.





**Abb. 19** Form und Stempel zum Komprimieren der Lithiumgranalien, geformtem Block(Mitte)

Der Träger ist die Edelstahlhalbschale und als Gitter wird das 0,71mm Model verwendet. Diese wurden im Vorfeld gereinigt. Der geformte Lithiumblock wurde in der Glovebox gepresst und dann auf dem Gitter verlegt. Dieses Präparat wurde dann zügig in die Kammer eingebracht und diese schnell verschlossen, da dies außerhalb der Box stattfinden musste. Anschließend wurde die Kammer wechselnd mit Argon geflutet und 20min evakuiert. Dies wurde 5mal wiederholt. Dann erfolgte das Einschalten der Heizung. Der Druck wurde dann mittels Ventilen und dem Argonanschluss auf 100-150mbar gehalten. Hierzu musste mit der Pumpe bei Erreichen der 150mbar auf 100mbar abgepumpt werden. Der Druck stieg konstant an. Ursache sind Undichtigkeiten im Schlauchsystem, da dieses ein Steck und kein Schraubsystem ist. Über das Sichtfenster konnte der Ablauf verfolgt werden. In Abb. 20 ist der erweiterte Aufbau dargestellt. Vor dem saugseitigen Ventil sitzt ein T-Stück, an das ein neues Ventil mit dem Argonanschluss montiert ist. Zwischen der Kammer und dem Saugschlauch wurde das Manometer neu dazwischen geschaltet.



**Abb. 20** erweiterter Aufbau mit Manometer und Argonanschluss

Mittels Taschenlampe konnte die Kammer während der Aufheizphase bei maximaler Leistung beobachtet werden. Nach Einschalten der Heizung zeigte sich für 10min keine Veränderung des Lithiumblocks. Er blieb in seiner Form stabil und zeigte keine sichtbaren Änderungen der Oberfläche in der Farbe. Aus Abschnitt 4.2 und Abb. 7 zu folgern, wurde nach ca. 10min der Schmelzpunkt des Lithiums von 180°C erreicht. Bei dieser Temperatur begann der Block weich zu werden. Er sank leicht in sich zusammen und gleichzeitig bildete sich die typische schwarze Oxidschicht. Weiteres Aufheizen bewirkte nur, dass die Oberfläche weiter oxidierte ohne dass flüssiges Metall sichtbar wurde und im Gitter verlaufen konnte. Das Ergebnis ist in Abb. 21 gezeigt.



**Abb. 21** Lithiumblock nach der Aufheizphase

Aufgrund der Probleme mit dem feinkörnigen Lithium ist die Umstellung auf einen Zylinder angedacht. Es zeigt sich, dass bis zum Erreichen der Schmelztemperatur keine Veränderung der Oberfläche erfolgt. Daher sollte das Einbringen des Lithiums in die Kammer bei aufgeheiztem Zustand und mit Argonfluss erfolgen um die Reaktionszeit zu verringern. So könnte das Lithium schmelzen, bevor es oxidiert.

### **Versuch 7.**

#### Schnelles Befüllen in vorgeheizter Kammer

Für den 7. Versuch wurde das Vorgehen geändert. Die Kammer wurde bei voller Leistung 60min aufgeheizt und offen gelassen. So konnte auch die Temperatur gemessen werden. Der Lithiumblock wurde wieder innerhalb der Box auf die Halbschale mit Gitter gelegt und dann schnell in die Kammer überführt. Bevor das Lithium eingebracht wurde, wurde Argon in die Kammer geleitet. Dabei hatte diese eine Temperatur von 460°C. Anschließend wurde die Kammer verschlossen und das Verhalten über das Sichtfenster beobachtet.

Der Block zeigte das gleiche Verhalten wie in Versuch 6. Es trat nur eine Oxidation der Oberfläche ein. Der Block wurde 10min unter Normaldruck und Argonatmosphäre beobachtet. Nach Einschalten der Vakuumpumpe beschlug das Fenster und der Vorgang konnte nicht weiter beobachtet werden. Im Unterschied zu Versuch 6. wurde der Druck nicht auf 100mbar gehalten, sondern war kleiner als 10mbar. Der genaue Druck ist außerhalb des Messbereichs liegt aber im Bereich kleiner als 1mbar.

Nach 60minütigem Verbleiben in der evakuierten Kammer und anschließendem Abkühlen konnte das Ergebnis betrachtet werden. Dieses ist sehr positiv. Die Oxidschicht um den Block ist aufgebrochen und das flüssige Lithium hat sich im Gitter verteilt und dieses sehr gut ausgefüllt (Abb. 22).

Aufgrund der Temperatur über 650°C, die bei geschlossener Kammer erreicht wird, verdampft das Lithium innerhalb des Mantels aus Oxid und Nitrid. Dabei entsteht ein Druck, der diesen Mantel aufbrechen lässt. Ein kompakter Lithiumblock enthält wesentlich mehr flüssiges Lithium, was dann auslaufen kann.

Nachteilig ist immer noch festzustellen, dass ein großer Teil Oxid in der Kammer und auf dem Gitter zu finden ist.

Es zeigt sich, dass es möglich ist, Lithium zu schmelzen. Dabei ist ein kompakter Block wesentlich besser geeignet als ein feinkörniges Material.



**Abb. 22** geschmolzenes Lithium im Gitter verlaufen.

Es ist also vorteilhaft, Lithium schnell in die heiße Kammer einzubringen. Nachdem damit eine Methode gefunden wurde, die das Schmelzen erlaubt, kann in folgenden Versuchen

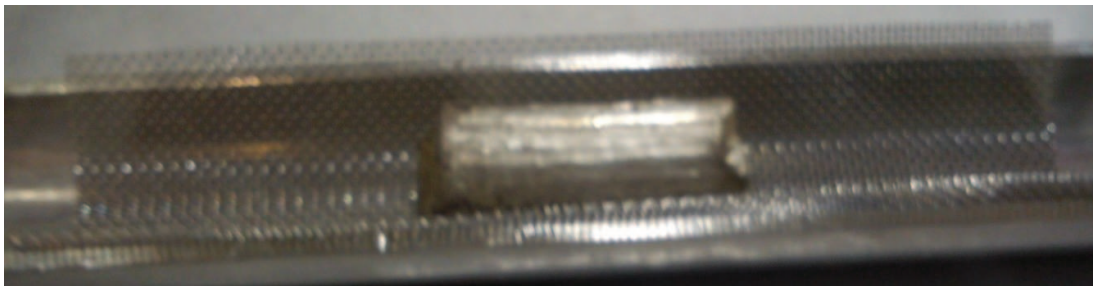


die Eigenschaft des Gitters untersucht werden. Nach dem Vorgehen in Versuch 7. wird das Gitter mit 0,53mm Stärke untersucht. Gleichzeitig wird Versuch 7. mit dem 0,71mm Gitter wiederholt, aber die Fläche vergrößert. Wie in Abb. 21 zu sehen, reicht sie nicht aus um die Menge an Lithium aufzunehmen. Die Halbschale muss komplett ausgekleidet sein.

### **Versuch 8.**

Nach der Erkenntnis, dass kompaktes Lithium vorteilhafter ist, wurde von feinkörnigem Material auf Stangen mit 12,7mm Durchmesser umgestiegen. Diese Stangen lassen sich leicht mit einem Messer portionieren. Es werden in der Box 2 Proben mit Lithiumblöcken bestückt. Dabei sind die Halbschalen je vollständig mit 0,71mm und 0,53mm Gitter ausgelegt. Die Präparate werden in die heiße Kammer geschoben und diese schnellstmöglich unter Argonfluss verschlossen. Nach dem Verschließen der Kammer wurde diese unverzüglich evakuiert.

Die Stäbe haben ein Gewicht von 1,5g und enthalten damit mehr Lithium als die gefügten Blöcke mit einem Gewicht von 1g. Auffällig bei der Arbeit mit den Stäben ist, dass sie viel schneller anlaufen, auch unter Schutzgas. Abb. 23 zeigt das zuerst verwendete Präparat mit dem feinen 0,53mm Gitter. Der Stab wurde mit einem Messer portioniert und die angelaufene Kruste so gut wie möglich mit dem Messer entfernt.



**Abb. 23** Lithiumstab auf 0,53mm Gitter vor dem Einbringen in die Kammer

Der Versuch ist misslungen. Beim Füllen der Kammer mit Argon zum Druckausgleich auf Normaldruck ist die Titanröhre an der Schweißnaht gerissen. Es entzündete sich sofort das austretende Lithium. Durch einen bereitgestellten Argonschlauch konnte dieses Feuer aber gelöscht werden.

Desweiteren wurde beim Öffnen der Kammer festgestellt, dass der Lithiumstab vom Gitter gefallen ist und sich das flüssige Lithium in der gesamten Kammer ausgebreitet hat. Die Titankammer ist daher für weitere Versuche nicht mehr zu verwenden und wird gegen das Edelstahlrohr ausgetauscht.

Mit dem Umbau auf das Edelstahlrohr wurde auch das Manometer gegen ein Piranie-Vakuummeter getauscht. Dies hat einen Messbereich bis  $10^{-4}$ mbar. Das Edelstahlrohr

wurde in seiner Länge auf 250mm gekürzt um Wärmeverluste zu vermeiden. Zur Bestimmung des Verhaltes dieses Aufbaues wurde die maximale Temperatur ermittelt. Diese lag bei 618°C und liegt damit deutlich unter dem Titanrohr. Der Enddruck im System wurde mit dem Vakuummeter auf  $4 \cdot 10^{-2}$ mbar bestimmt und deckt sich damit im Wesentlichen mit den Herstellerangaben von  $5 \cdot 10^{-2}$ mbar. Der Messkopf wurde direkt vor dem Saugventil der Pumpe installiert, um in möglichst weit von der Kammer entfernt zu halten. So soll das verschmutzen und der Niederschlag von Lithium verhindert werden.

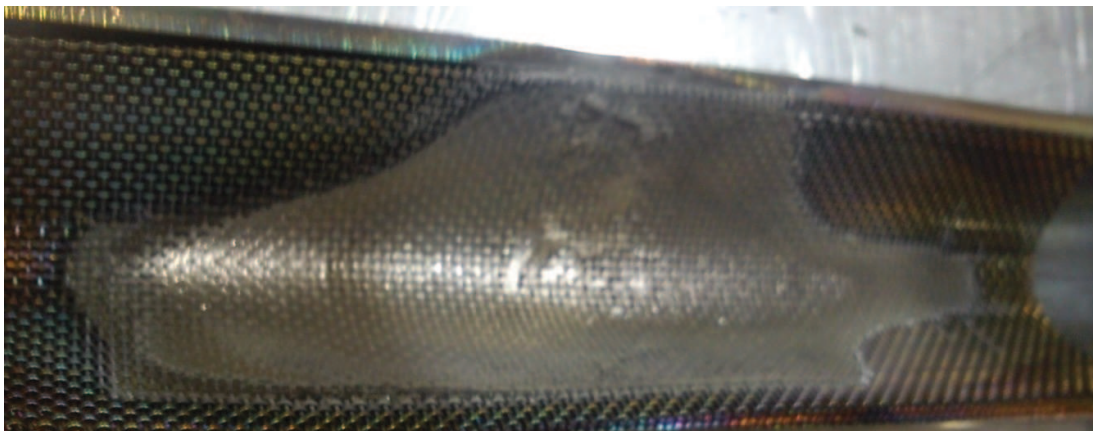
Desweiteren wurde die Kammer um ein Ventil erweitert, um das Befüllen in der Glovebox zu ermöglichen. Die Kammer kann jetzt gasdicht verschlossen werden, bevor sie von dem Anschluss der Pumpe gelöst wird. Dies ermöglicht einen Vergleich zwischen dem Befüllen und Verschließen unter Argon und anschließendem Aufheizen, sowie dem schnellen Einbringen in die vorgeheizte Kammer.

### **Versuch 9.**

Vergleich zwischen schnellem Befüllen der heißen Kammer und langsamem Aufheizen der unter Argon verschlossenen Kammer

Die Versuche werden auf 0,71mm Gitter mit Lithiumstangen von 1,5g durchgeführt. Der erste Teilversuch erfolgt in der aufgeheizten Kammer und ist im Vorgehen identisch mit Versuch 7 um dessen Reproduzierbarkeit zu untersuchen.

Nach dem Abkühlen zeigt sich folgendes Ergebnis.



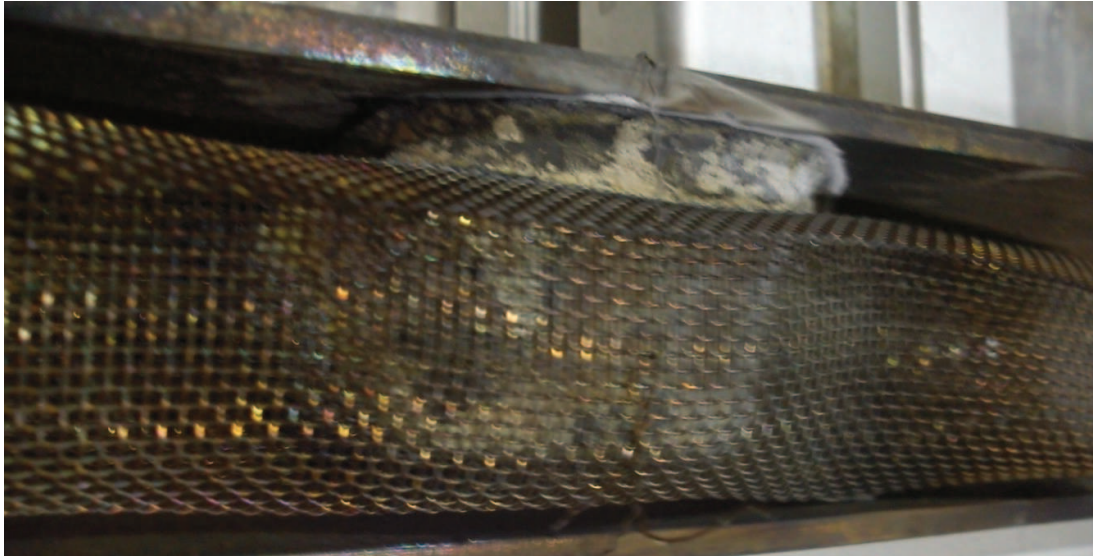
**Abb. 24** Lithium nach Versuch in vorgeheizter Kammer

Wie in Abb. 24 gezeigt, ist das Ergebnis hervorragend. Der Lithiumblock ist ohne größere Rückstände geschmolzen. Lediglich im Bereich wo der Block vor dem Schmelzen gelegen hat ist ein geringer Oxidrückstand festzustellen. Das flüssige Lithium hat sich gut in dem Gitter verteilt.



Der Versuch bestätigt das Ergebnis aus Versuch 7. Ein kompakter Block eignet sich besser zum Schmelzen als feinkörniges Material.

Als zweiter Teilversuch wird das Lithium in der Glovebox in die Kammer gefüllt und diese dann mittels Ventil abgesperrt. Die Kammer wurde entnommen und an das Pumpsystem angeschlossen und dann evakuiert. Nach einer Heizdauer von 2h konnte folgendes Ergebnis festgestellt werden.



**Abb. 25** Lithium nach Versuch mit kalter Kammer

Das Ergebnis bestätigt ebenfalls Versuch 7 und die Erkenntnis, dass schnelles Einbringen in die heiße Kammer die besseren Ergebnisse bringt. Der Block ist nicht geschmolzen. Er ist durch das Gitter geflossen und dort in einer kompakten Form verblieben und es hat sich der bekannte Oxid- und Nitridmantel gebildet. Aufgrund dieser Erkenntnis und der Tatsache, dass die Befüllung der Kammer in der Box erhebliche Schwierigkeiten im Bezug auf das Arbeiten mit den Handschuhen, dem Verschrauben in der Kammer und den Transport auf den Experimentiertisch mit sich bringt, wird diese Methode nicht weiter untersucht. 3 Versuche sind im Vorfeld gescheitert, weil der Lithiumstab vom Gitter gerollt und in der Kammer geschmolzen ist. Nach jedem dieser Fehlversuche musste die gesamte Kammer ausgebaut und gereinigt werden. Daher wird im weiteren Verlauf der Versuche die Methode mit dem Einbringen in die vorgeheizte Kammer angewendet.

#### **4.3.5 Optimierung der Methode**

In den vorangegangenen Versuchen hat sich gezeigt, dass ein kompakter Lithiumblock oder Stab schnell in die heiße Kammer eingebracht werden sollte, um das optimale Ergebnis mit den vorhandenen Mitteln zu erreichen.

Um diese Methode weiter zu untersuchen und weitere Erkenntnisse für die Anwendung in der späteren Plasmakammer zu gewinnen, werden im Folgenden die Eigenschaften der zwei verschiedenen Gitter und das Verhalten bei unterschiedlichen Drücken untersucht.

### **Versuch 10.**

#### Fließverhalten im Gitter unterschiedlicher Porengröße

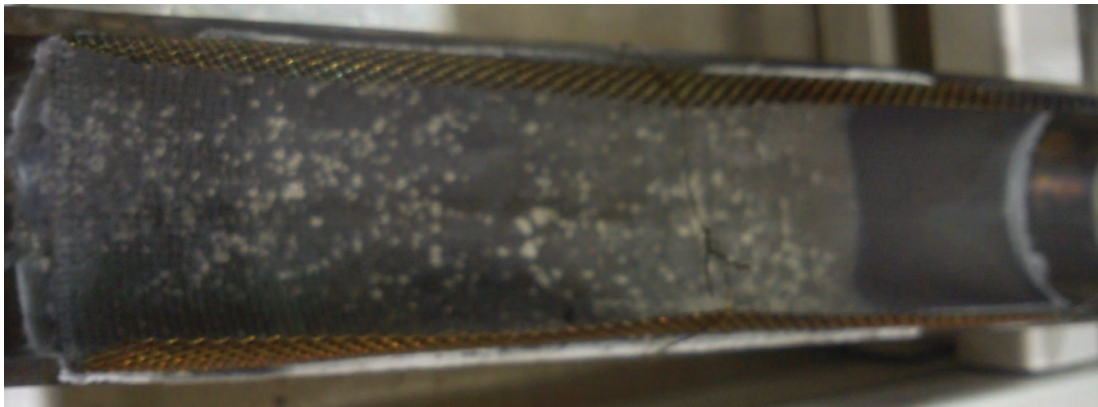
Um Aussagen für die Wahl des Gitters für die spätere Plasmazelle treffen zu können, soll in weiteren Versuchen untersucht werden, ob die Gitter verschiedener Porengröße und Gitterstärke unterschiedliche Fließverhalten bewirken.

Hierzu werden zwei Halbschalen mit je einem Gitter 0,71mm und 0,53mm belegt. Die Gitterfläche wurde im Vergleich zu vorhergehenden Versuchen vergrößert und es steht nun deutlich über den Halbschalen hinaus. Die Menge an Lithium beträgt 1,5g in der Form eines kompakten Stabes.

Die Präparate werden nach der gefundenen Methode in die vorgeheizte Kammer eingebracht und diese dann verschlossen. Nach einer Verweilzeit von 60min wird die Kammer geöffnet und die Präparate entnommen.

Der erste Teilversuch erfolgte mit dem 0,53mm Gitter und zeigt ein hervorragendes Ergebnis. Siehe dazu Abb. 26. Das Lithium ist ohne Rückstände geschmolzen und hat sich vollständig im Gitter verteilt. Das flüssige Metall ist im Gitter genau bis zur Höhe der Wand der Halbschale gestiegen. Dies zeigt, welche große Bedeutung es hat, dass das Gitter in der späteren Zelle vollständig und passgenau an der Wand anliegt.

In Versuch 9 lag das Gitter nicht gut an der Wand. Dementsprechend ist ein Großteil des flüssigen Lithiums zwischen Gitter und Wand verblieben ohne dabei gut im Gitter zu fließen. Die gleiche Menge an Lithium füllt das Gitter vollständig aus, wie in Abb. 26 im Vergleich zu sehen ist.



**Abb. 26** 0,53mm Gitter 1,5g Lithium vollständig im Gitter verlaufen

Der gleiche Versuch wurde mit dem dickeren 0,73mm Gitter und der gleichen Menge Lithium wiederholt. Wie in Abb. 27 zu sehen, zeigt sich kein Unterschied. Das flüssige Lithium hat sich ebenso sehr gut im Gitter verteilt und ist bis zur Wand der Schale aufgestiegen.

Daher zeigen diese beide Versuche, dass sich die Methode des Einbringens in die heiße Kammer gleich bleibend sehr gute Ergebnisse bringt. Jedoch kann kein Unterschied im Verhalten durch die Unterschiede im Gitter ausgemacht werden.



**Abb. 27** 0,71mm Gitter mit 1,5g Lithium vollständig im Gitter verlaufen

### **Versuch 11.**

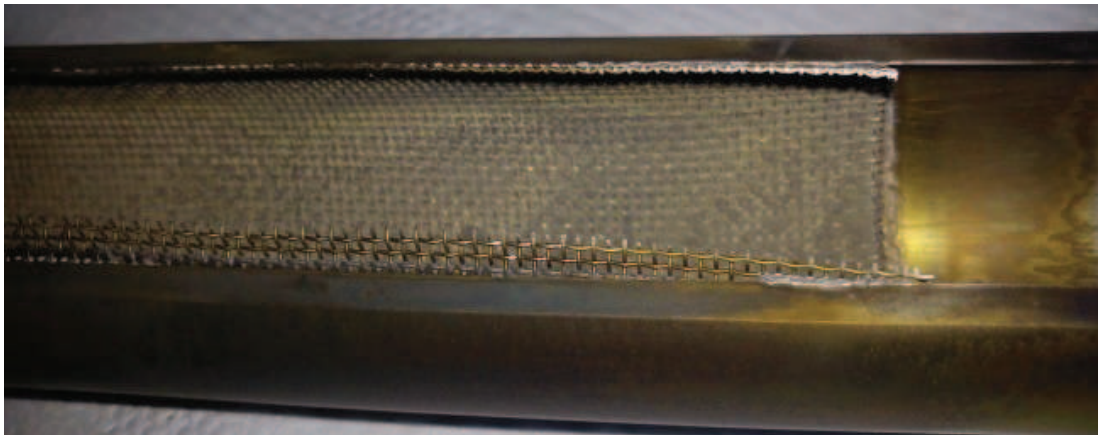
Untersuchung des Fließverhaltens in Abhängigkeit vom Gitter mit höherer Wand

Um noch bessere Aussagen über die Gittereigenschaften treffen zu können, wurde die Schale verändert. Zuvor wurde ein Rohr halbiert und diese Halbschale verwendet. Für die folgenden Versuche wurde von einem Rohr mit einem Durchmesser von 24mm das Oberteil auf einer Höhe von 20mm abgenommen. So bleibt ein fast vollständiges Rohr mit hohen und sich wieder nach innen wölbenden Wänden für die Versuche.

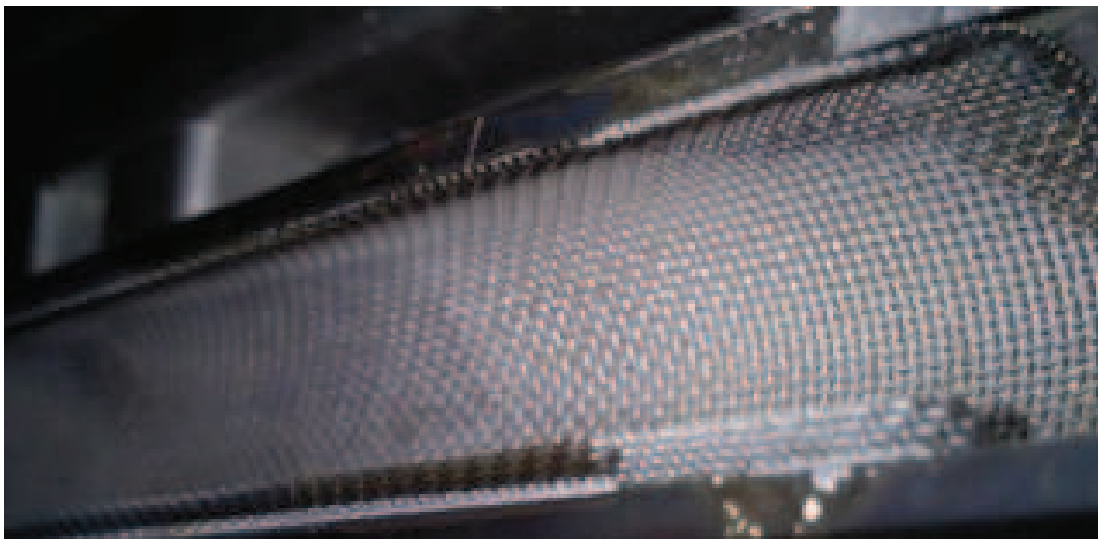
Die unterschiedlichen Gitter wurden an diese Form angepasst und die Menge an Lithium auf 2g erhöht. Dieser Aufbau sollte Unterschiede durch die Gitter aufzeigen, sofern relevante Unterschiede bestehen. Das Vorgehen ist analog zu den vorangegangenen Versuchen.

Abb. 28 und 29 zeigen beide Ergebnisse und weisen wiederum keine Unterschiede auf. Es treten immer dann Lücken in der Benetzung auf, wenn das Gitter nicht passgenau an der Wand anliegt. Ansonsten ist in beiden Versuchen das Lithium vollständig bis zum Ende der Wand aufgestiegen.

Aus den Versuchen lässt sich nicht ableiten, welches Gitter zur Anwendung kommen sollte. Beide Gitter zeigen hervorragende Ergebnisse. Für die spätere Auswahl werden die mechanischen Eigenschaften und die Formstabilität ausschlaggebend sein. Hier ist das dickere Gitter im Vorteil, da es stabiler ist. Für die Formgebung ist eine Drei-Walzen-Rundbiegemaschine vorgesehen. Diese wird normalerweise zum Rundbiegen von Blechen verwendet. Hier wird sich zeigen, welches Gitter besser die Form annimmt.



**Abb. 28** 0,53mm Gitter 2g Lithium vollständig im Gitter verlaufen



**Abb. 29** 0,71mm Gitter 2g Lithium vollständig im Gitter verlaufen



## Versuch 12.

In bisherigen Versuchen mit der Vakuumpumpe wurde der minimale Enddruck der Pumpe von  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar angelegt. In der späteren Plasmazelle soll aber das Lithium bei einem Druck von  $1,24 \cdot 10^{-1}$  mbar zum Schmelzen und zum Übergang in die Dampfphase gebracht werden.

Um die Abhängigkeit des Druckes auf das Schmelzverhalten zu untersuchen, soll der Druck variiert werden. Das Ergebnis bei minimalem Enddruck der Pumpe ist ausreichend bekannt. Zusätzlich sollen Schmelzversuche bei  $5 \cdot 10^{-1}$  mbar und 5 mbar mit der Methode aus den vorangegangenen Versuchen durchgeführt werden.

Der Druck im System lässt sich über das Ventil am Saugstutzen der Pumpe beeinflussen. Je mehr das Ventil geschlossen wird, desto größer wird der Widerstand im System und der zu erreichende Enddruck wird größer.

Für den ersten Teilversuch wurde ein Präparat wie zuvor vorbereitet und in die vorgeheizte Kammer eingebracht. Als Träger wurde für diese Versuche die Halbschale mit 0,71 mm Gitter und 1,5 g Lithium verwendet. Nach dem Verschließen wurde die Vakuumpumpe bei geschlossenem Ventil eingeschaltet und das Ventil langsam geöffnet und der Druck beobachtet. Das Ventil wurde solange weiter geöffnet bis sich ein Druck von  $5 \cdot 10^{-1}$  mbar einstellte. Dann verblieb das Präparat wieder für eine Stunde in der Kammer.

Nach dem Entnehmen aus der Kammer zeigt sich das gleiche bekannte und hervorragende Ergebnis. Das Lithium ist ohne Rückstände geschmolzen und hat sich überall im Gitter verteilt. Abb. 30 zeigt das Ergebnis. Wie bei allen entnommenen Präparaten weißt das Lithium in der Kammer den typisch metallischen Glanz auf. Erst bei Kontakt mit der Luft läuft die Oberfläche mattgrau an.

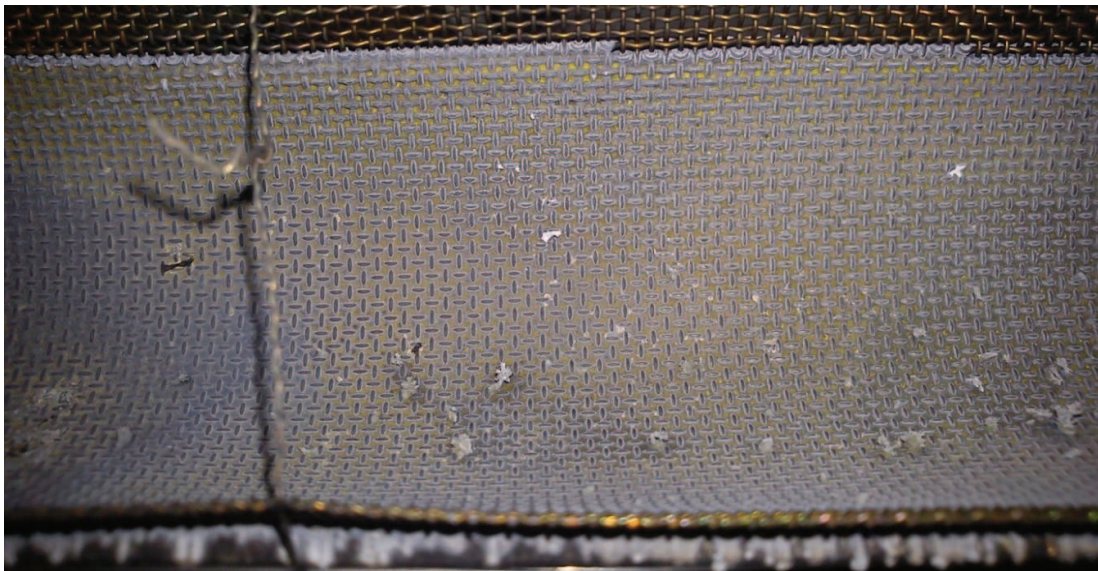
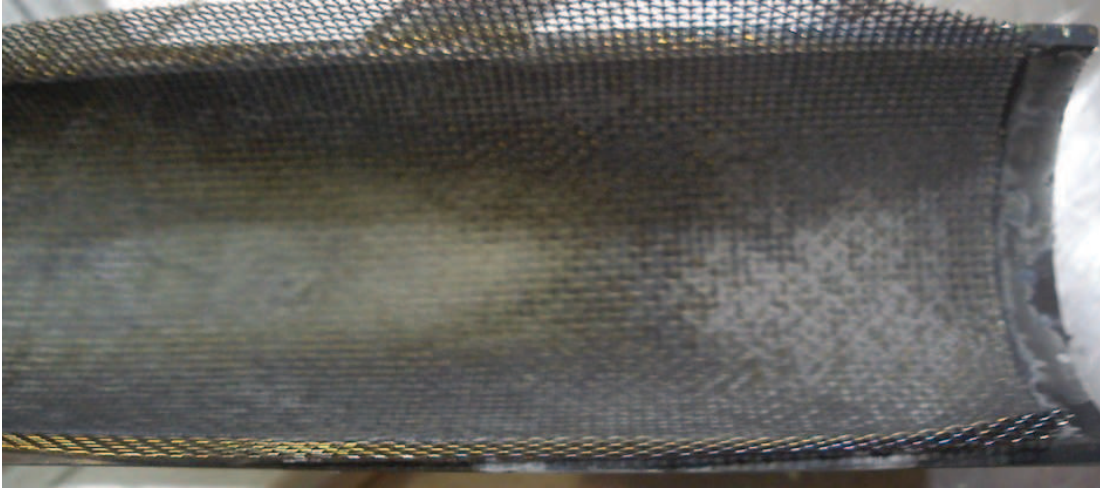


Abb. 30 1,5g Lithium bei  $5 \cdot 10^{-1}$  mbar im 0,71mm Gitter

Im zweiten Teilversuch wurde bei gleichem Vorgehen der Druck auf 5mbar eingestellt. Dies war nur bedingt möglich. Das Ventil war in der Einstellung nicht fein genug, um in dem Bereich genau eingestellt werden zu können. Es wurde versucht, den Druck im Bereich von 5mbar zu halten. Nach der Verweildauer von 60min konnte ebenfalls ein hervorragendes Ergebnis festgestellt werden. Das Lithium ist ebenso gut und rückstandsfrei geschmolzen und im Gitter verlaufen. Abb. 31 zeigt das Resultat des Teilversuches.



**Abb. 31** 1,5g Lithium bei 5mbar im 0,71mm Gitter

### **Bestimmung der Fläche und Vergleich mit der Rechnung aus 4.3.2**

Das Präparat aus Versuch 10 mit dem 0,53mm Gitter wurde untersucht auf die Verteilung des Lithiums hinsichtlich der Fläche, um einen Vergleich mit der theoretischen Berechnung aus 4.3.2 ziehen zu können.

Für den Versuch wurden 1,5g Lithium verwendet. Diese haben sich auf einer Länge von  $a=140\text{mm}$  und einer Breite von  $b=39\text{mm}$  im Gitter verteilt. Die Höhe  $h$  des Gitters wird angenommen als Stärke des Drahtes von  $0,53\text{mm}$  analog zur Berechnung in 4.3.2.

Damit ergibt sich ein Volumen  $V$  von

$$V = a * b * h$$

$$V = 140\text{mm} * 39\text{mm} * 0,53\text{mm}$$

$$V = 2893,8\text{mm}^3$$

In 4.3.2 wurde für ein Volumen von  $9604,6\text{mm}^3$  eine Menge an Lithium von  $4,02\text{g}$  errechnet. Dies entspricht einem theoretischen Verhältnis  $X_1$  von

$$X_t = \frac{9604,6 \text{ mm}^3}{4,02 \text{ g}}$$

$$X_t = 2389,2 \frac{\text{mm}^3}{\text{g}}$$

Aus dem Versuch kann ein Verhältnis  $X_v$

$$X_v = \frac{2893,8 \text{ mm}^3}{1,5 \text{ g}}$$

$$X_v = 1929,2 \frac{\text{mm}^3}{\text{g}}$$

Das theoretische Gittervolumen, das 1g Lithium bedecken kann, ist minimal größer als der praktische Wert aus dem Versuch. Hier ist insbesondere der Spalt zwischen Wand und Gitter von Bedeutung. Denn in diesem sammelt sich zusätzlich Lithium.

Für die Anwendung in der Plasmazelle ergibt sich damit die Erkenntnis, dass die Menge an Lithium um etwa 20% größer sein muss als theoretisch errechnet. Je passgenauer das Gitter die Wand bedeckt, desto geringer muss dieser Überschuss ausfallen. Aber aus Sicherheitsgründen sollten diese 20% auf 50% erhöht werden. Sodass immer genügend Lithium vorhanden ist, auch wenn ein Teil in kalten Bereichen oder in Lücken verbleibt.

### **Zusammenfassung der Schmelzversuche**

Aus den Versuchen mit dem feinkörnigen Lithium konnte noch eine Druckabhängigkeit abgeleitet werden. Diese ergab sich daraus, dass um das Lithium ein Oxid- und Nitridmantel durch Reaktionen entstanden ist, der nur bei ausreichend kleinem Druck durch verdampftes Lithium aufgebrochen wurde. Bei dem Lithium in der Stabform ist dies nicht mehr der Fall. Es schmilzt und das ohne Rückstände.

Mit den Versuchen zur Druckabhängigkeit sind die Schmelzversuche mit Lithium abgeschlossen und die gewonnenen Erkenntnisse werden bei der Präparation der Plasmazelle angewendet werden.

Der entscheidende Faktor für das Erreichen zufriedenstellender Ergebnisse, war der Umstieg von feinkörnigem auf kompaktes Lithium. Auf Grund der Reaktivität an Luft dieses Materials ist die Größe der Oberfläche eine Problematik. Diese Oberfläche gilt es so gering wie möglich zu halten. Und dies wird durch einen einzelnen Block erreicht.

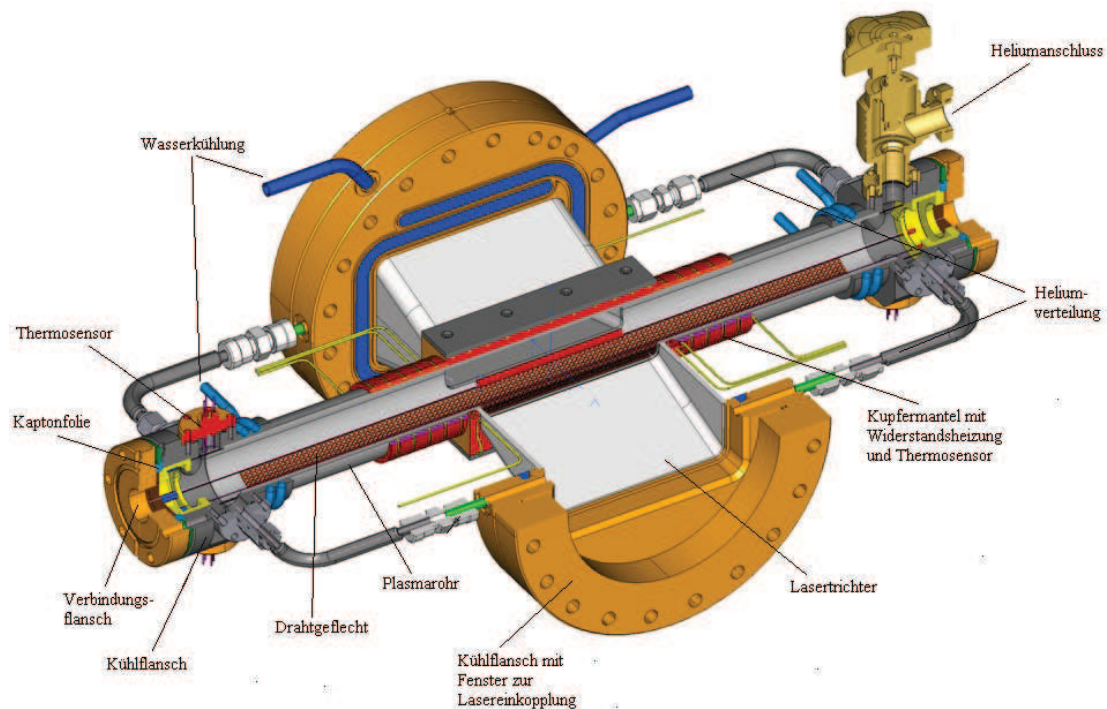
Desweiteren zeigte sich, dass eine möglichst sauerstofffreie Atmosphäre zum Aufheizen nicht das erwünschte Ergebnis bringt. Die lange Aufheizphase führt zu einer vermehrten Oxidation der Oberfläche und verhindert das Schmelzen. Durch schnelles Einbringen in die vorgeheizte Kammer wird das bedeutend bessere Ergebnis erzielt. Hier war eigentlich zu erwarten, dass durch den Transport an Luft die Oxidation der Oberfläche und das Anlagern von Sauerstoff zu vermehrter Oxidation in der Kammer führen. Genau das

Gegenteil war der Fall. Je schneller das Präparat in die Kammer verbracht und diese dann verschlossen wurde, desto besser war auch das Resultat.



## 5. Aufbau der Plasmazelle

Im folgenden Abschnitt wird der Aufbau der Plasmazelle beschrieben, die für die Laserexperimente und die Integration in den Elektronenbeschleuniger verwendet werden soll. Abb. 32 zeigt alle wesentlichen Komponenten der Zelle ohne Isolierung und Vakuumsystem. Die experimentellen Vorversuche und die Entwicklung, sowie Fertigung der Plasmazelle erfolgten parallel um gewonnene Erkenntnisse in die Konstruktion mit einfließen lassen zu können.



**Abb. 32** Plasmazelle im Schnitt mit Komponenten zur Heliumversorgung und Kühlung

In dieser Zelle soll Lithium in den gasförmigen Zustand gebracht und mittels Laser ionisiert werden. Gleichzeitig soll die Zelle in den „PITZ“-Elektronenbeschleuniger integriert sein, um die darin erzeugten Elektronenstrahlen manipulieren zu können.

Aus diesen Grundbedingungen ergibt sich der konstruktive Aufbau. Den Kern der Zelle bilden das Plasmarohr und die Trichter zur Lasereinkopplung. Um die notwendigen Temperaturen zum verdampfen des Lithiums zu erzeugen, werden elektrische Widerstandsheizungen eingesetzt, die zur gleichmäßigeren Wärmeverteilung um Kupferformteile gewickelt sind. Zur Überwachung der Temperaturparameter sind Sensoren an verschiedenen Stellen der Zelle installiert. Zur Kühlung der Flansche und des Heliums ist ein Kühlsystem mit Wasserzirkulation integriert. Das Helium ist notwendig, um den Innendruck in der Kammer zu regulieren. Um die notwendigen Temperaturen mit

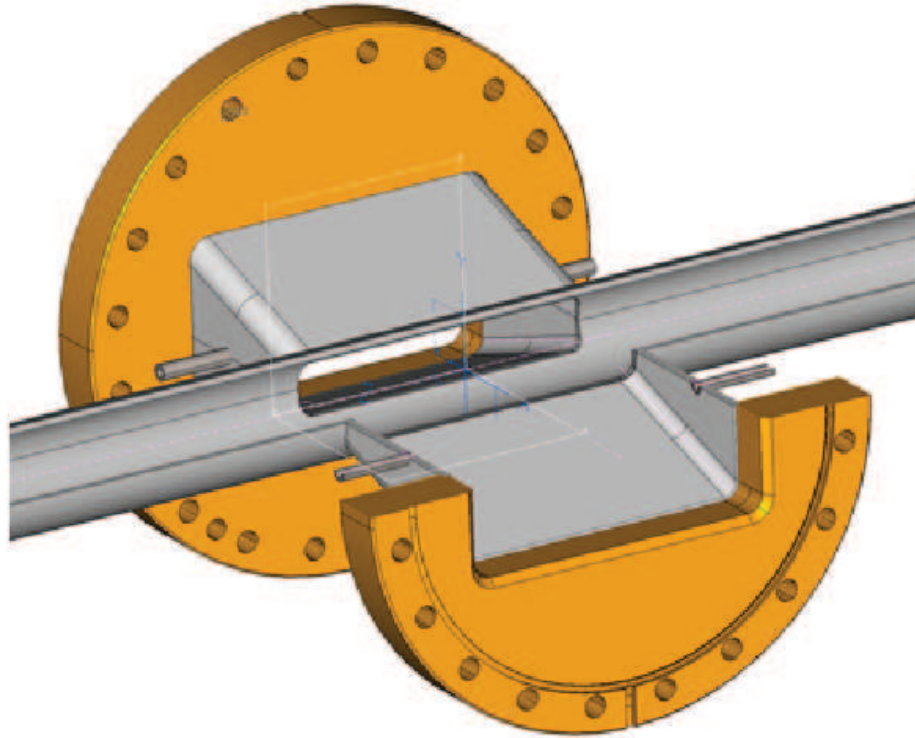
der vorhandenen Leistung zu erreichen und um Verluste gering zu halten, ist der gesamte Aufbau in eine Isolierung eingebettet. Im Folgenden werden die einzelnen Bestandteile und ihre Funktion genauer erläutert.

### **5.1 Plasmazelle Kern**

Den Kern der Zelle bildet das Plasmarohr. Dies ist ein 450mm langes Edelstahlrohr indem das Plasma erzeugt werden soll. Es hat einen Außendurchmesser von 40mm und innen 36mm. Das Material ist ein Edelstahl 1.4835. Dies ist ein austenitischer Stahl für den Hochtemperatureinsatz. Er hat gute mechanische Eigenschaften und eine sehr gute Zunderbeständigkeit in trockener Luft bis 1100°C[11] und ist damit bestens für den Einsatz bei 700°C geeignet. Der Stahl muss austenitisch und damit unmagnetisch sein, um die Bedingungen im Beschleuniger nicht zu beeinflussen.

Aus demselben Material wie das Rohr sind auch die Trichter mit demselben Hintergrund gefertigt. Die Trichterform ergab sich aus einer früheren Planungsphase der Zelle. Es war geplant, einen Titansaphir-Laser zu verwenden. Dieser beruhte auf dem Prinzip, dass die Ionisation durch die sehr hohe Laserionisation erfolgt, da der Laser in einer Wellenlänge von 800nm strahlt, und damit eine Ionisation durch die Photonenenergie nicht möglich ist. Dieser Laser musste daher mit einem breiten Querschnitt in das Fenster eingekoppelt werden und dann im Kern der Zelle fokussiert werden. Die Fenster wären sonst nicht bei so hohen Intensitäten beständig gewesen. Zum jetzigen Zeitpunkt ist aber die Verwendung eines ArF-Laser geplant und dieser ermöglicht jetzt die direkte Ionisation durch die ausreichende Photonenenergie. Das heißt, die Trichterform ist dafür nicht notwendig, wurde aber beibehalten um die Zelle auch für einen späteren Einsatz eines Titansaphir-Lasers verwenden zu können.

Die Trichter haben einen Flansch DN160 zum Anbringen der Fenster und sind mit dem Rohr verschweißt. Hierzu wurden zwei Aussparungen von 113x20mm im Rohr gefertigt, an die die Trichter angepasst sind. Abb. 33 zeigt den Kern in einem Schnittbild.



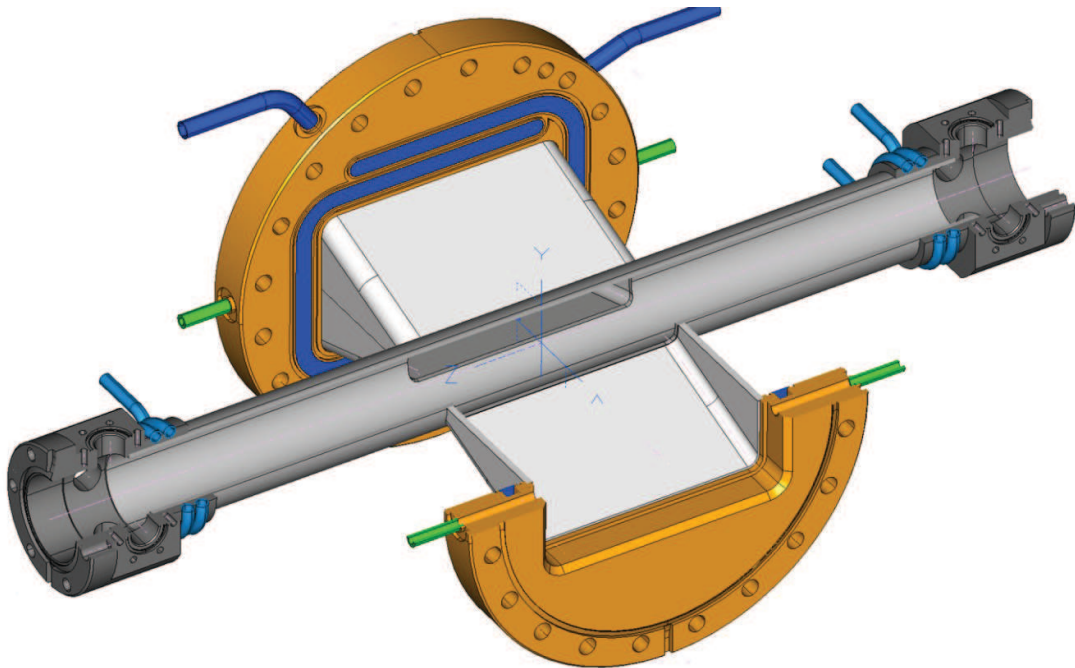
**Abb. 33** Kern der Zelle mit Plasmarohr und Trichter zur Lasereinkopplung

In das Rohr und die Trichter ist ein Drahtgitter aus Edelstahl integriert. Dieses ist in Abb. 32 mit dargestellt und ist wesentlicher Bestandteil des Wärmerohrprinzips. Dieses wurde in Abschnitt 4.3 erläutert, und ist notwendig um das Lithium in seiner flüssigen Form aufzunehmen und über Kapillarwirkung zur Zone der höchsten Temperatur zu transportieren. So wird verhindert, dass sich mit zunehmender Betriebsdauer Lithium außen an den kälteren Bereichen sammelt und nicht genügend zur Verdampfung vorhanden ist.

## 5.2 Gasversorgung und Kühlung

Für die Regulierung des Innendrucks und die Kondensation des Lithiums an den Rändern des Rohres und innerhalb der Trichter ist Helium notwendig. Dieses muss entsprechend auch gekühlt werden. Hierzu ist im Bereich der Fensterflansche und der Kühlflansche DN40( in Abb. 34 dunkelgrau dargestellt) ein Kühlsystem integriert. Die Fensterflansche verfügen über innenliegende Kühlrohre und die Kühlflansche sind mit einer Spiralnute versehen, um die Kühlrohre gewickelt sind. In den gekühlten Bereichen konzentriert sich das Helium und bildet die Heliumpuffer. Dem entsprechend ist auch das angesprochene Gitter so angeordnet, dass es ausreichend in die gekühlten Bereiche hinein reicht, um alles kondensierende Lithium aufzunehmen und ins Zentrum zurück transportieren zu können.

Die Anschlüsse und Kühlrohre sind aus Edelstahl 1.4301 mit einem Durchmesser von 8mm gefertigt (in Abb. 34 blau dargestellt).



**Abb. 34** Kern der Zelle mit Kühlsystem und Heliumanschlüssen

Das Helium wird an einem Kühlflansch DN40 über ein Ventil eingespeist und dann über 6,35mm Edelstahlrohren aus dem Material 1.4435 verteilt und im Kreislauf geführt. Dies wird in Abb. 32 dargestellt. Der Kühlflansch hat je zwei Anschlüsse für die Heliumleitungen, die mit den Fensterflanschen verbunden sind und somit für einen Druckausgleich in allen Bereichen sorgen. Die Heliumpuffer sind so alle verbunden und der Druck überall gleich. Dies geschieht auch um die Fenster gegen sich niederschlagendes Lithium zu schützen. Am anderen Kühlflansch DN40 werden die Leitungen wieder zusammengeführt. So bilden sich 4 Heliumpuffer, jeweils an den zwei Fenstern und im Bereich der Kühlflansche im Plasmarohr. So soll das Lithiumgas vollständig im Inneren im Bereich des Gitters gehalten werden.

Grundlage der Heliumdruckregulierung ist ein statisches System aus Druckbehältern. Dieses liefert durch schrittweises Aufteilen und Halbieren der Gasmenge den gewünschten Enddruck. Das genaue Konzept der Plasmazelle sieht einen Druck von 26,6Pa vor, was einer Teilchendichte von  $6,4 \cdot 10^{15} \text{cm}^{-3}$  entspricht. In diesem Bereich sind die bekannten Druckmessverfahren zu ungenau, um eine normale Druckregelung zu installieren.

Daher sollen 2 Gasbehälter zum Einsatz kommen, die beide an ein Hochvakuumssystem angeschlossen sind (Abb. 35). Die Behälter untereinander und die Behälter zu den

Anschlüssen für Helium und dem Hochvakuumsystem, sowie der Plasmazelle, sind mit Ventilen absperribar. Beide Behälter werden evakuiert und der erste dann mit Helium befüllt. Nach absperren der Gaszufuhr wird die Verbindung zwischen den Behältern geöffnet und die Gasmenge auf beide Behälter aufgeteilt. Anschließend wird die Verbindung wieder geschlossen und einer der Behälter erneut evakuiert um ihn dann mit der Gasmenge aus dem zweiten Behälter zu befüllen und die Gasmenge erneut zu halbieren. Dieses Verfahren wird bis zum erwünschten Enddruck in Behälter 2 durchgeführt. In [13] wird das Verfahren und die definierten und errechneten Volumina der Anordnung gezeigt. Über den erforderlichen Enddruck kann über die Anzahl der Schritte zum Halbieren auf den Anfangsdruck zurückgerechnet werden.

Im Betrieb der Plasmazelle in dem Elektronenbeschleuniger wird der Druck über eine mechanische Vorrichtung angepasst. Rückschlüsse über den erforderlichen Druck in der Kammer geben die Messungen der Plasmawellenlänge. Diese kann dann über die Druckregulierung auf den erforderlichen Wert eingestellt werden.

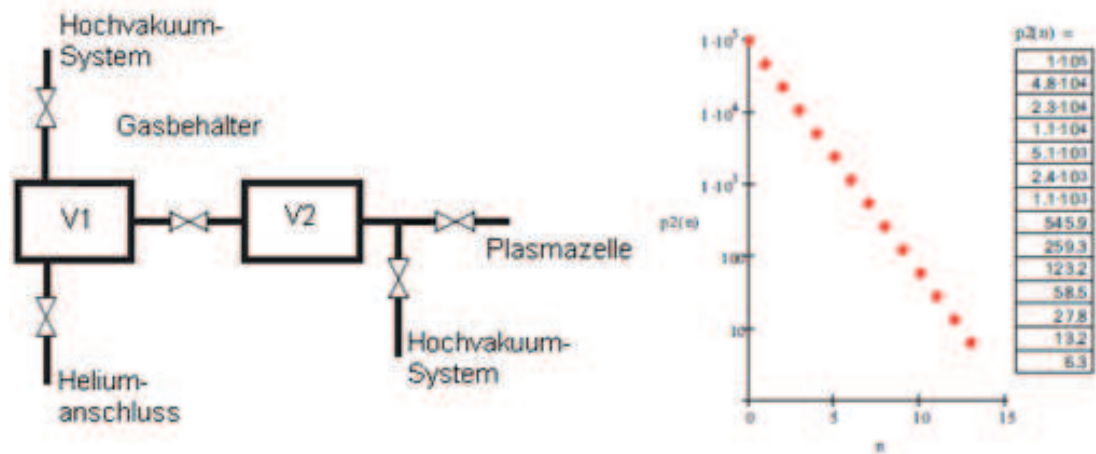


Abb. 35 Prinzip der Druckregelung mit Schema der Schritte  $n$  zum Erreichen des Enddruckes in logarithmischer Darstellung (aus [D. Richter])

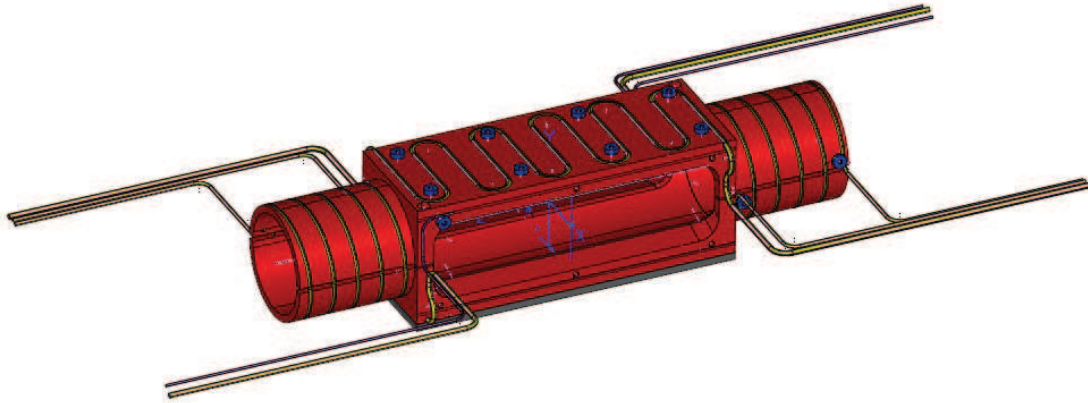
Um die Zelle in den Beschleuniger integrieren zu können, muss das Vakuum im Beschleuniger gegen die Plasmazelle getrennt sein. Gleichzeitig muss der Elektronenstrahl die Zelle ungehindert passieren können. Hierzu ist in den Verbindungsflanschen DN40 je eine Kaptonfolie<sup>®</sup> mit einer Dicke von 25 $\mu$ m verbaut, die die Diffusion von Helium in das Vakuum des Beschleunigers weitestgehend verhindert[12].

### 5.3 Heizungssystem und Isolierung

Um die erforderlichen 700°C in der Kammer zu erreichen, ist eine elektrische Widerstandsheizung integriert. Diese besteht aus 4 einzelnen Heizelementen, die nicht direkt um das Edelstahlrohr gewickelt sind, sondern um Formteile aus Kupfer.



Vorversuche haben gezeigt, dass ein Kupfermantel aufgrund seiner hervorragenden Wärmeleiteigenschaften die Temperaturverteilung gleichmäßiger werden lässt. Abb. 36 zeigt die Kupferteile mit den verbauten Heizleitern.



**Abb. 36** Kupferelemente mit Heizleitern

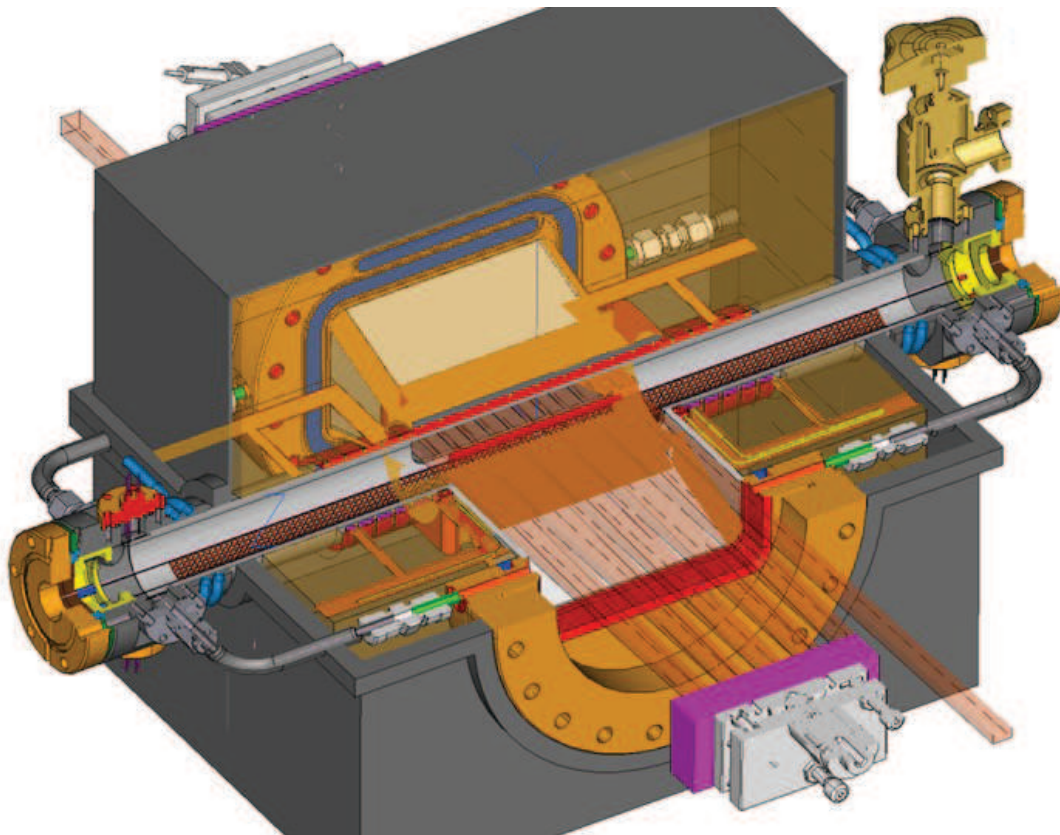
Die Heizelemente sind dafür konzipiert, in alle möglichen Formen angepasst werden zu können. Sie bestehen aus einem einadrigen Leiter mit einem Edelstahlmantel. Zur Isolierung ist der Leiter über ein Mineralpulver von dem Mantel getrennt. In dem Block sind zwei 2,0mm Heizelemente verbaut, um die Kupferhalbschalen zwei 1,5mm Heizelemente. Laut Hersteller beträgt der minimale Biegeradius drei Mal den Außendurchmesser. Dadurch können die Heizelemente sehr kompakt angeordnet werden. Die Länge der Elemente wurde genau an die Form der Kupferteile angepasst und der übrige Teil der Leiter sind kalte Bereiche mit einer verringerten Heizleistung.

Die Heizelemente mit 2,0mm Durchmesser haben je eine Leistung von 230W und die 1,5mm Leiter je 160W. So steht für die Plasmazelle eine Leistung von 780W zur Verfügung. Zm Vergleich wurden die Vorversuche mit einer Heizung durchgeführt, die laut Hersteller 400W Leistung hat. Praktisch wurden 346W erreicht.

Als Thermosensoren an der Plasmazelle werden vier Thermoelemente vom Typ J installiert. Diese sind identisch mit dem Thermoelement aus den Vorversuchen in Abschnitt 3.1 beschrieben. Diese werden über Sackbohrungen an der Plasmazelle angebracht. Die Daten der Thermoelemente gehen in die Temperaturregelung ein. Daher muss das System kalibriert werden. Die Daten der installierten Sensoren müssen mit den Messungen über das variable Thermoelement im Kern der Zelle verglichen und daraus Rückschlüsse gezogen werden.

Der gesamte Aufbau wird wie in Abb. 37 dargestellt isoliert. Die Isolierung besteht aus Blöcken BRA-BOARD<sup>®</sup> HT 4. Dies ist ein mitteldichter, asbestfreier Silikat-Werkstoff und wurde für das isolieren elektrischer Heizungen entwickelt[14]. Dieses Material ist

dafür ausgelegt, mittels spanender Verfahren in Form gebracht zu werden. Die Form der Plasmazelle wird aus den Blöcken gespannt und die Zelle eingepasst. In den Vorversuchen hat sich gezeigt, dass eine eng anliegende Isolierung notwendig ist, um in den gewünschten Temperaturbereich zu kommen.



**Abb. 37** Plasmazelle im Schnitt mit Isolierung und Darstellung der Lasereinkopplung

Zur Überwachung der Temperatur sind an mehreren Stellen der Zelle Sensoren angebracht. Dies sind Thermoelemente, die analog zur Temperaturmessung in den Vorversuchen funktionieren (vergleiche Abschnitt 3.1). Diese Messdaten der Sensoren sind Grundlage der Temperaturregelung, die die Bedingungen in der Zelle möglichst konstant halten soll.



## 6. Temperaturmessungen

Der Aufbau der Plasmazelle erfolgt in der hauseigenen Werkstatt und findet zum Zeitpunkt dieser Arbeit statt. Nach Beendigung dieses Aufbaus muss die Plasmazelle mit ihren Komponenten nach Hamburg ins DESY-Institut zur Reinigung gebracht werden. Dies nimmt einige Wochen in Anspruch und ermöglicht damit nicht mehr die Zelle mit Lithium zu befüllen und Temperaturversuche zur Funktionsfähigkeit durchzuführen. Bevor die Zelle jedoch verpackt und nach Hamburg geliefert wird, sollten Messungen zur maximalen Temperatur und zur Temperaturverteilung durchgeführt und in dieser Arbeit mit einbezogen werden. Das Konzept der Kupferteile und der Widerstandsheizung wurde anhand von Simulationen vorgenommen. Mit den Temperaturmessungen sollten diese Simulationen überprüft werden.

Während Arbeiten sind Probleme mit der Passgenauigkeit der Kupferteile aufgetreten, sowie ein Fehler in der Fertigung einer der Kühlflansche. Diese Probleme verschieben den Fertigstellungstermin auf unbestimmte Zeit und der zuständige Konstrukteur hat jegliche Arbeiten mit der Plasmazelle untersagt, solange diese nicht vollständig zusammengebaut ist. Aufgrund der komplexen Form der Zelle, insbesondere der angeschweißten Flügel und der Kühlflansche, sind Spannungsrisse im Material zu befürchten. Daher können die Temperaturmessungen nicht in absehbarer Zeit durchgeführt werden.

## 7. Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit war es, Erkenntnisse im Umgang mit Lithium für eine sich im Aufbau befindende Plasmazelle zu gewinnen und eine Methode zum Schmelzen und Verdampfen von Lithium unter den zu erwartenden Bedingungen zu finden. Um diese Bedingungen in der Plasmazelle zu simulieren, wurde ein Modellversuch aufgebaut und dieser schrittweise aus den sich ergebenden Erkenntnissen verändert und erweitert.

Die Schmelzversuche wurden zuerst unter einfachsten Bedingungen durchgeführt. Es zeigte sich jedoch, dass sich das Schmelzen von Lithium als nicht so trivial gestaltet wie angenommen. Die ersten Versuche wurden mit einem feinkörnigen Material angegangen. Dieses wurde beschafft, weil als eine der notwendigen Eigenschaften für das Lithium die Verpackung in Schutzgas gefordert war. Lithium ist ebenfalls als kompaktes Material erhältlich, dabei aber meist in einer organischen Flüssigkeit gelagert. Dies ist aber Aufgrund der Vakuumbedingungen in der Kammer nicht zu verwenden.

Dieses feinkörnige Material stellte sich als unbrauchbar für das Schmelzen heraus. Als Lithium in Stäben von 13mm Durchmesser und unter Schutzgas verpackt beschafft werden konnte, gelangen die gewünschten Ergebnisse. Das die Umstellung auf kompaktes Material notwendig ist, wurde deutlich, als mit komprimierten Ganalien erste Fortschritte sichtbar wurden.

Nachdem eine Methode zum Schmelzen gefunden wurde, die sich mehrfach gleichbleibend reproduzieren ließ, konnten verschiedene Parameter der Zelle untersucht werden. Hier war das Gitter von Interesse. Das Gitter dient als Transportmedium für die Lithiumzirkulation nach dem Wärmerohrprinzip (Abschnitt 4.3). Im Vorfeld wurden verschiedene Gittertypen beschafft, um diese auf ihre Tauglichkeit untersuchen zu können. Für die Versuche wurden Gitter mit 0,53mm und 0,71mm Drahtstärke verwendet. Es zeigte sich trotz unterschiedlicher Porengröße, die ja wesentlich auftretende Kapillarkräfte beeinflusst, kein Unterschied im Ergebnis. Sodass andere Aspekte wie die Formstabilität ausschlaggebend dafür sein werden, welches Gitter in der Plasmazelle verbaut wird.

Aus den ersten Vorversuchen mit feinkörnigem Lithium zeigte sich eine Druckabhängigkeit im Ergebnis. Dies wurde mit der reproduzierbaren Methode zum Schmelzen ebenfalls untersucht. Auch hier zeigte sich keine Veränderung in den Ergebnissen trotz veränderter Druckverhältnisse.

Mit diesen Erkenntnissen wurde gezeigt, dass sich mit der gefundenen Methode die Plasmazelle mit Lithium befüllen lässt und dabei ein gutes Ergebnis beim Schmelzen ohne große Rückstände möglich ist. Dies ist eine der Grundvoraussetzungen, um ein homogenes Lithiumgas für die Laserionisation erzeugen zu können.

Nachdem die Plasmazelle gereinigt aus Hamburg in Zeuthen eintrifft, wird sie zusammengebaut und für die ersten Laborversuche vorbereitet. Der Arbeitsplatz muss mit

Kühlwasser und Heliumversorgung ausgestattet werden. Dann können erste Versuche mit Lithium in der Kammer durchgeführt werden.

Die ersten Versuche sollten nicht direkt im Plasmarohr durchgeführt werden. Um sicherzustellen, dass die entwickelte Methode auch auf die Plasmazelle übertragbar ist, sollte zunächst das Gitter in einer Metallschale eingelegt sein und das Schmelzverhalten daran untersucht werden. Sollte ein Versuch scheitern, kann die Schale problemlos entfernt werden. Scheitert ein Versuch im Plasmarohr, das vollständig mit dem Gitter ausgekleidet ist, muss dieses aufwendig entfernt und erneuert werden.

Ist sichergestellt, dass die in dieser Arbeit gefundene Methode auf die Plasmazelle übertragbar ist, muss diese mit dem Gitter ausgekleidet werden. Dies ist insbesondere für die Lasertrichter eine Herausforderung. Es besteht die Idee, eine Negativform anzufertigen, um das Gitter in die Form der Trichter zu bringen. So kann das Gitter zwischen der Trichter- und der Negativform eingepasst und dann verschweißt werden. Die Form des Plasmarohres soll über eine Drei-Walzen-Rundbiegemaschine erfolgen.

Ist die Plasmazelle mit Lithium befüllt und das Schmelzen und Verdampfen des Lithiums erfolgreich erprobt, kann im Labor die Ionisation mit dem ArF-Laser erfolgen. Die Zelle wird, wenn sie einsatzfähig ist, nicht mehr geöffnet. Das Lithium verbleibt im Gitter und wird für die Versuche dann aufgeschmolzen.

Sind alle Versuche erfolgreich gestaltet, wird die Plasmazelle in den Elektronenbeschleuniger integriert. Dies ist immer nur dann möglich, wenn der Betrieb des Beschleunigers eingestellt und dieser für Aus- und Umbaumaßnahmen geöffnet ist. Der Laser wird dann entweder im Tunnel neben der Plasmazelle positioniert, oder er wird in einem gesonderten Raum stationiert und der Strahl in den unterirdischen Beschleunigertunnel geführt. Nach Beenden aller erforderlicher Arbeiten, der Integration in das Leitsystem und der Synchronisierung mit der Anlage, können die Versuche zur Selbstmodulation durchgeführt werden. Die Elektronenquelle wird dann auf lange Elektronenbunches eingestellt und mit der vorhandenen Messtechnik am Beschleuniger die Eigenschaften der Bunches nach dem Durchlaufen der Plasmazelle untersucht. Die Ergebnisse dieser Experimente sind ein wichtiger Schritt im Hinblick auf die Plasmabeschleuniger, die zukünftig am „CERN“ entwickelt und gebaut werden sollen.

## **Danksagung**

Ein besonderer Dank gilt den Mitarbeitern am „DESY“ in Zeuthen, die mich bei allen Arbeiten unterstütz, beraten und motiviert haben. Insbesondere Dr. Matthias Groß, Gerald Koß, Jochen Binge und Dr. Dieter Richter. Ihnen gebührt mein besonderer Dank.

## Literaturverzeichnis

- [1] DESY Accelerators 2012, Highlights and annual Reports, Seite14
- [2] Chandrashekhar Joshi, „Teilchenbeschleunigung mit Plasmawellen“, Spektrum der Wissenschaft 8/2006, Seite 58ff
- [3] A. Pukhov, “Phase Velocity and Particle Injection in a Self-Modulated Proton-Driven Plasma Wakefield Accelerator”, Phys. Rev. Lett.107, 145003 (2011)
- [4] P.Muggli, “Photo-Ionized Lithium Source for Plasma Accelerator Applications”, IEEE TRANSACTIONS ON PLASMA SCIENCE, VOL. 27, NO. 3, JUNE 1999
- [5] F.-J. Decker, “Multi-GeV Plasma Wakefield Acceleration Experiments”, SLAC, 2005-01-14
- [6] Webseite Thermocontrol:  
[http://www.thermocontrol.ch/de/heizleiter/heizleiter.htm/heizleiter\\_de.pdf](http://www.thermocontrol.ch/de/heizleiter/heizleiter.htm/heizleiter_de.pdf)
- [7] Lothar Weichert, Temperaturmessungen in der Technik, Expert Verlag 1975, 5. Auflage, 1992, Seite 76
- [8] I.C. Finlay and D.B. Green, “Heat pipes and their instrument applications”, 1976 J. Phys. E: Sci. Instrum. 9 1026
- [9] Alcatel, PASCAL Series Drehschieberpumpen, Betriebsanleitung, 103275-Ed.06/2004
- [10] Catherine E, Housecroft, Anorganische Chemie, Pearson Studium 2006, 2. Aktualisierte Ausgabe, 2006, Seite 281ff
- [11] Webseite Valbruna: <http://www.valbruna.de/de/werkstoff/1.4835.html>
- [12] D. Richter, Vacuum physical investigation of the kapton<sup>®</sup> foil terminating the plasma chamber, <https://teamcenter.desy.de/TC70PRD/controller/home,2013>
- [13] D. Richter, A helium inlet system for the plasma chamber, <https://teamcenter.desy.de/TC70PRD/controller/home,2013>
- [14] Technisches Datenblatt 11/11 Hü (H) BRA-BOARD<sup>®</sup> HT 4, [www.Brandenburger.de](http://www.Brandenburger.de)

## Abbildungsverzeichnis

- Abb. 1      Aufspaltung eines Elektronenstrahls(grün) in einem Plasmawellenpaket(rot), Darstellung des Ortes über die Intensität, A. Pukhov et al., Phys. Rev. Lett. 107, 145003 (2011).Seite 4
- Abb. 2      schematische Abbildung der Plasmazelle mit Konzentrationsverteilung im Betrieb, F.-J. Decker, “Multi-GeV Plasma Wakefield Acceleration Experiments”, Stanford Linear Accelerator Center, 14.01.2005, Seite 11
- Abb. 3      Arbeitsplatz mit Modell und Elektronik
- Abb. 4      schematische Abbildung des neuen Testmodells
- Abb. 5      neues Testmodell mit Heizung und Isolation aus Glasfaserband
- Abb. 6      Verhalten des Sauerstoffgehaltes in der Glovebox unter Argonzufluss bei unterschiedlichem Druck
- Abb. 7      Temperaturverhalten beim Aufheizen der Kamme mit und ohne Stopfen
- Abb. 8      Temperaturverlauf über die Kammer bei maximaler Temperatur mit und ohne Stopfen
- Abb. 9      Kapillarwirkung im horizontalen Wärmerohr, I.C. Finlay and D.B. Green, “Heat pipes and their instrument applications”, 1976 J. Phys. E: Sci. Instrum. 9 1026, Seite 1026
- Abb. 10     Dampfdruckkurve von Lithium, F.-J. Decker, “Multi-GeV Plasma Wakefield Acceleration Experiments”, Stanford Linear Accelerator Center, 14.01.2005, Seite 11
- Abb. 11     Prinzipskizze der Drahtgitterauskleidung
- Abb. 12     oxidiertes Lithium
- Abb. 13     Probeversuch mit frisch entnommenem Lithium
- Abb. 14     oxidiertes Lithium(links) im Vergleich zum Ausgangsmaterial(rechts)
- Abb. 15     Lithium in der Halbschale vor dem Aufheizen
- Abb. 16     Lithium in der Halbschale nach dem Aufheizen
- Abb. 17     Titankammer mit Vakuumpumpe
- Abb. 18     Schmelzversuch unter Vakuum und verschiedener Gittertypen

- Abb. 19 Form und Stempel zum Komprimieren der Lithiumgranalien mit geformtem Block
- Abb. 20 erweiterter Aufbau mit Manometer und Argonanschluss
- Abb. 21 Lithiumblock nach der Aufheizphase
- Abb. 22 geschmolzenes Lithium im Gitter verlaufen.
- Abb. 23 Lithiumstab auf 0,53mm Gitter vor dem Einbringen in die Kammer
- Abb. 24 Lithium nach Versuch in vorgeheizter Kammer
- Abb. 25 Lithium nach Versuch mit kalter Kammer
- Abb. 26 0,53mm Gitter 1,5g Lithium vollständig im Gitter verlaufen
- Abb. 27 0,71mm Gitter mit 1,5g Lithium vollständig im Gitter verlaufen
- Abb. 28 0,53mm Gitter 2g Lithium vollständig im Gitter verlaufen
- Abb. 29 0,71mm Gitter 2g Lithium vollständig im Gitter verlaufen
- Abb. 30 1,5g Lithium bei  $5 \cdot 10^{-1}$  mbar im 0,71mm Gitter
- Abb. 31 1,5g Lithium bei 5mbar im 0,71mm Gitter
- Abb. 32 Plasmazelle im Schnitt mit Komponenten zur Heliumversorgung und Kühlung
- Abb. 33 Kern der Zelle mit Plasmarohr und Trichter zur Lasereinkopplung
- Abb. 34 Kern der Zelle mit Kühlsystem und Heliumanschlüssen
- Abb. 35 Prinzip der Druckregelung mit Schema der Schritte n zum Erreichen des Enddruckes in logarithmischer Darstellung, D. Richter, A helium inlet system for the plasma chamber, <https://teamcenter.desy.de/TC70PRD/controller/home,2013>
- Abb. 36 Kupferelemente mit Heizleitern
- Abb. 37 Plasmazelle im Schnitt mit Isolierung und Darstellung der Lasereinkopplung