

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM  
KARLSRUHE**

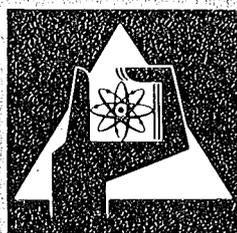
Mai 1975

KFK 2117

Institut für Reaktorentwicklung  
Projekt Schneller Brüter

**Ultraschall-Tastarm für natriumgekühlte Reaktoren**

H.A. Rohrbacher, R. Bartholomay



**GESELLSCHAFT  
FÜR  
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

**KARLSRUHE**

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.  
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 2117

Institut für Reaktorentwicklung  
Projekt Schneller Brüter

Ultraschall-Tastarm  
für natriumgekühlte Reaktoren

H.A.Rohrbacher  
R.Bartholomay

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe



## Kurzfassung

Im vorliegenden Bericht wird über die Erfahrungen mit einer neuartigen Überwachungs- und Prüfeinrichtung zur Detektion von Komponenten unter Natrium berichtet. Das beschriebene Verfahren benützt Ultraschall-Impulse, die mit Hilfe neu entwickelter Hochtemperaturschallgeber in das Natriumplenum Schneller Brutreaktoren emittiert werden. Die Basisarbeiten hierzu wurden out-of-pile in einem Natriumtank der Natriumbehälter-Anlage des Instituts für Reaktorentwicklung in Karlsruhe durchgeführt. Die hierzu vorausgegangene Sensor-Entwicklung führte zum Einsatz gelöteter Lithium-Niobat-Piezokristalle, deren Betriebseigenschaften durch die angegebene Vorbehandlung verbessert werden konnten. Spezielle, für die Herstellung der Sensoren geeignete Werkstoffe und Technologien werden vorgeschlagen. Als Alternative für die Kontaktierung der Kristalle mit ihrem Diaphragma wird eine Anpreßmethode für den Einsatzbereich bis 2MHz dem Lötverfahren gegenübergestellt.

## Abstract     Ultrasonic Sweep Arm for LMFBR

This report describes experience in the use of a new type of monitoring and testing device to be applied in conjunction with components under sodium. In the method outlined, ultrasonic pulses are used which are emitted into the sodium plenum of fast breeder reactors by newly developed high temperature transducers. The basic work was conducted under out-of-pile conditions in a sodium tank of the sodium tank facility of the Karlsruhe Institute for Reactor Development. The sensor development, which preceded this phase, resulted in the use of soldered lithium niobate crystals whose operating characteristics were improved by the preliminary treatment outlined in the report. Special materials and techniques suitable for sensor fabrication are proposed. An alternative to soldering is suggested for contacting the crystals with their diaphragms, i.e. a contact pressure concept for the range of application up to 2 MHz.

Inhaltsverzeichnis

	<u>Seite</u>
1. Aufgabenstellung	1
2. Auswahl des Ultraschallmeßprinzips	1
3. Simulations-Experimente	2
4. Natriumerprobung des Ultraschalltastarms	3
5. Elektrische Anpassung	7
6. Öffnungswinkel und Frequenz	12
7. Betriebserfahrungen mit den Sensoren	12
8. Isolationswiderstand der Monokristalle	13
9. Ortungsergebnisse	17
10. Verbesserungen und Alternativen zur Sensortechnik	20
11. Schlußfolgerung	21
Literatur	22

## 1. Aufgabenstellung

Für die Betriebssicherheit natriumgekühlter Reaktoren muß gewährleistet sein, daß nach einer erfolgten Beladung das Natriumplenum frei ist von gegebenenfalls restverbliebenen mechanischen Komponenten. Das Auffinden derartiger Teile unter Natrium mit Hilfe herkömmlicher Verfahren wirft meßtechnische und konstruktive Probleme auf [1]. So wird bisher in der KNK beispielsweise ein mechanischer Tastarm benutzt, der zu Testzwecken ausgeschwenkt und anschließend gedreht werden muß. Hierbei stellen nicht nur die im Hinblick auf zukünftige, größere Schnelle Brutreaktoren wesentlich umfangreicheren Massen und Geometrien des Tastarms Probleme, auch die Detektierbarkeit kleiner Partikel wird in Frage gestellt. Weiterhin ist eine vollständige Lagebestimmung der Störstelle nicht möglich.

Als Referenzlösung hierzu bietet die Ultraschall-Meßtechnik erfolgversprechende Voraussetzungen. Die vorrangige Aufgabe besteht darin, für den Natriumeinsatz bei hohen Temperaturen und Strahlenbelastungen geeignete Schallsensoren zu entwickeln und zu erproben.

Ziel der Arbeiten war, die Funktionsfähigkeit der in Aussicht genommenen Ultraschallmeßmethode in einem Natriumsystem unter reaktorähnlichen Bedingungen hinsichtlich Temperatur und Geometrie zu demonstrieren. Die dabei erzielte Genauigkeit und Empfindlichkeit der Detektion von Störgrößen sowie deren Lagebestimmung stellen ein Auswahlkriterium für die Anwendbarkeit des Verfahrens dar und müssen den Eigenschaften der konventionellen Meßmethode mit einem mechanischen Tastarm gegenübergestellt werden.

## 2. Auswahl des Ultraschallmeßprinzips

Grundsätzlich wird zwischen dem Ultraschall-Durchschallungsprinzip und dem Echo-Impulsverfahren unterschieden.

Für die vorliegende Aufgabenstellung wurde das Reflexionsverfahren gewählt, das das Echo eines oder mehrerer aufeinander

folgender Schallimpulse als Meßgröße für die Distanz der Echo-  
stelle und deren Ausdehnung benützt. Gepulster Ultraschall wird  
dabei von einem im Megahertz-Bereich arbeitenden Schallgeber in  
den Ortungsraum emittiert, wobei das von einem georteten Gegen-  
stand, z.B. ein bei der Kernumladung steckengebliebenes Rohr  
oder Kastenteil, reflektierte Echo vom gleichen Schallkopf nach  
einer dem Abstand des Objekts vom Sensor proportionalen Zeit  
wieder aufgenommen wird.

Die Anwendung dieses Meßprinzips bietet sich auch im Rahmen der  
Komponentenüberwachung oder für die Positionierung von Brenn-  
elementköpfen an. Während für die letztgenannte Applikation  
Schallimpulswege von nur einigen Zentimetern zu berücksichtigen  
sind, müssen für den Ultraschall-Tastarm Ortungsweglängen von  
einigen Metern vorausgesetzt werden. Außerdem kann davon ausge-  
gangen werden, daß bei der Brennelement (BE)-Positionierung  
ebene Referenz-Echo-Flächen, z.B. die plangedrehten Ränder des  
Vermischungskopfes oder einige zusätzliche Hilfsflächen, vorge-  
geben werden können, so daß eine nach den Reflexionsgesetzen für  
ebene Schallwellenfronten optimale Energiebilanz für das Rück-  
echo erwartet werden kann. Schließlich ist es möglich, den stö-  
renden Einfluß von Vielfach-Echos wegen der begrenzten und be-  
kannten Ortungslänge durch den Einsatz eines Laufzeit-Diskrimi-  
nators für die Echo-Impulse auszuschalten.

Diese, für die BE-Positionierung vereinfachten und klar abge-  
grenzten Voraussetzungen sind für den Tastarm nicht uneinge-  
schränkt gültig. Allerdings wird hierbei nicht die hohe Ortungs-  
genauigkeit gefordert.

Ein Vergleich der beiden Meßaufgaben zeigt, daß im Falle des  
Tastarm-Verfahrens erhöhte Anforderungen an die Ultraschall-  
übertragung und an die wegen der größeren Weglängen benötigten  
Schallfeldbündelung gestellt werden.

### 3. Simulations-Experimente

Wasser-Simulationsmessungen haben deutlich gemacht, daß für  
die vorliegende Aufgabenstellung sog."Direkt-Sensoren", also

unmittelbar in das Natrium immersierte Schallköpfe, wesentliche Vorteile bieten [2].

- Es treten keine nennenswerten Nebenechos aus zusätzlich benötigten Koppelsystemen (Waveguides, Koppelstangen etc.) auf.
- Der Piezo-Wandler eines Direkt-Sensors kann unmittelbar über eine dünne Membrane oder über ein  $\lambda/2$ -Diaphragma an das Flüssigmetall akustisch angepaßt werden.
- Die Schallfeldbündelung läßt sich durch die Wahl einer geeigneten Geometrie des Wandler-Elements in einem weiten Bereich festlegen.
- Die Wahl von Lithium-Niobat ( $\text{LiNbO}_3$ ) als Wandlermaterial gestattet - unter Berücksichtigung einiger Betriebsparameter - den Betrieb des Schallkopfes bei hohen Na-Temperaturen.
- Die Strahlenresistenz wird nach heutiger Sicht bei der Verwendung von abgereichertem Lithium in der Zusammensetzung  $^7\text{LiNbO}_3$  für den Reaktoreinsatz positiv beurteilt.

Vorausgegangene Untersuchungen haben gezeigt [2], daß der Einsatz von massiven Koppelstangen zur Strahlen- und Temperatur-entkopplung des Piezoelements zu unbefriedigenden Ergebnissen führt. Besonders stören dabei die Phasenübergänge von Kristall: Stahl: Natrium, an denen Vielfachechos im Bereich hoher Ordnungszahlen erzeugt werden, und wobei gleichzeitig der überwiegende Teil der Impulsenergie reflektiert bzw. vernichtet wird.

Die Ergebnisse dieser Untersuchungen stellen die Basis für die hier beschriebenen Natrium-Experimente dar.

#### 4. Natriumerprobung des Ultraschall-Tastarms

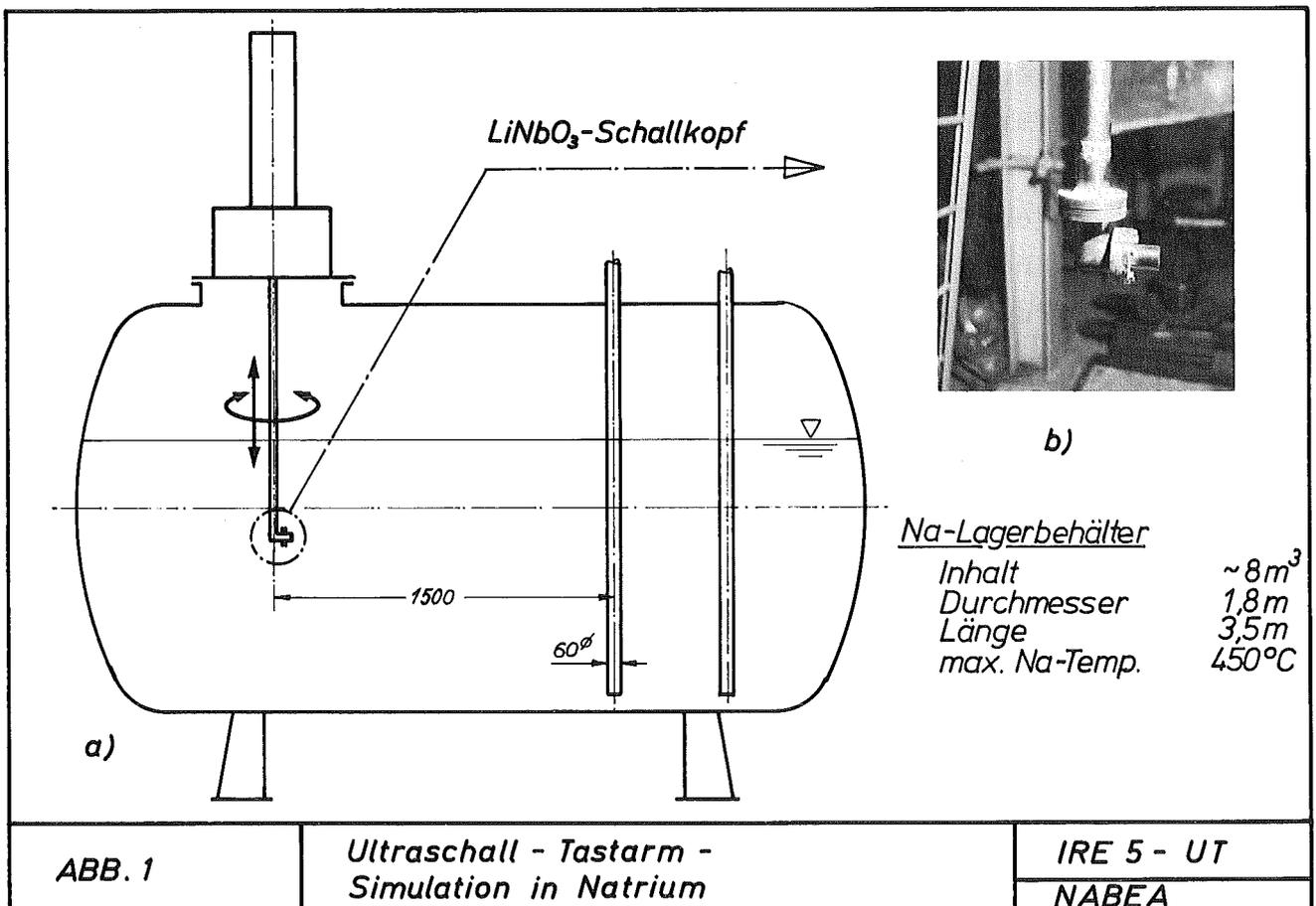
Seit Beginn des Jahres 1974 wurden im Institut für Reaktorentwicklung (IRE) Ultraschall-Natrium-Experimente in Einzelschritten durchgeführt. Als Testbehälter diente der große Vorrats-

behälter der Natriumbehälter-Anlage (NABEA) des IRE, (Abb.1).  
Der benutzte Na-Tank hat folgende Daten:

Fassungsvermögen: 8000 l  
Größe: 3500 x 1800 Ø mm, liegend  
Temperatur: max.450°C, zweikreisige Begleit-  
heizung.

Das gesamte Natrium-System verfügt über eine Reinigungsanlage. Die für die Versuche zur Verfügung stehende Natriummenge erlaubte den Tank bis etwa 0,3 m über die Mittellinie zu füllen, entsprechend einer Füllstandshöhe von 1,20 m.

Der Tank verfügt über ein Einstiegsloch, das 700 mm von einer der beiden Stirnseiten angeordnet ist. Mit Hilfe eines Zwischenflansches (Bild 2) wurde durch diese Öffnung eine drehbare Anordnung eingebracht, die aus einem Schutzrohr und einem endseitig angebrachten  $\text{LiNbO}_3$ -Schallkopf sowie einem im Schutzrohr untergebrachten Signalkabel bestand (Abb.3 und 4).



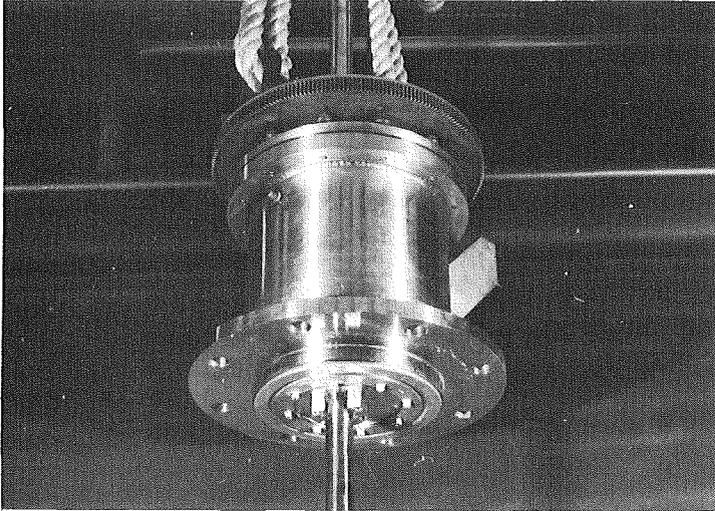


Abb.2: Zwischenflansch mit Drehdeckel (oberer Teil) und durchgeführtem Schutzrohr

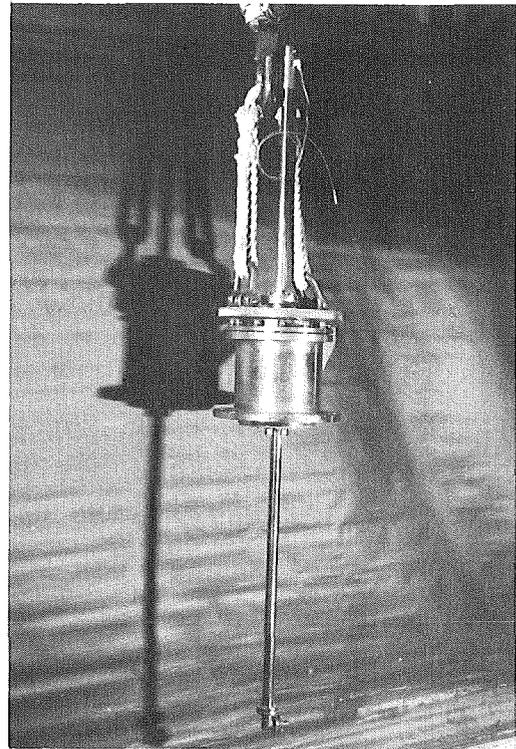


Abb.3: Ultraschall-Meßeinsatz zur Tastarm-Simulation in Natrium bei Temperaturen bis zu 450°C

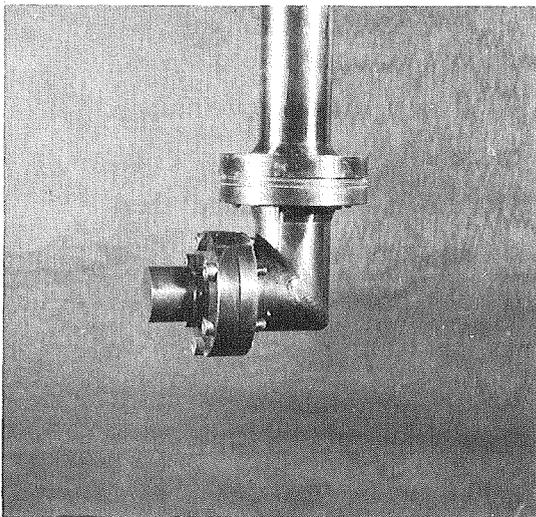


Abb.4: Ultraschallkopf, angeflanscht an das Schutzrohr

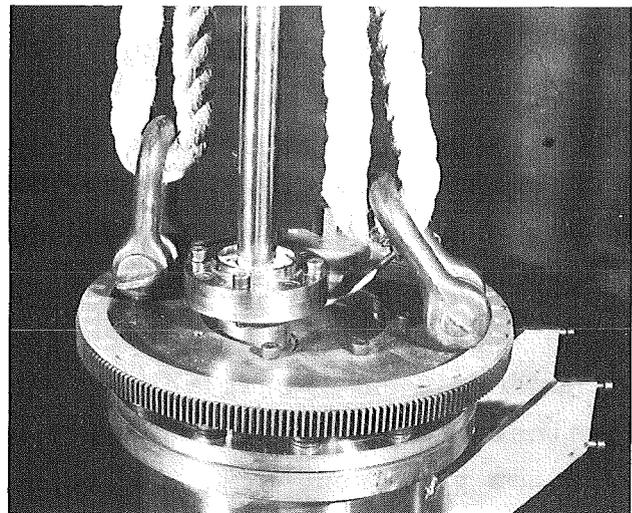


Abb.5: Drehkranz des oberen Abschlußdeckels mit Hub- und Drehschutzrohr für das Signalkabel und den Ultraschallkopf

Sowohl der Abschlußdeckel als auch das Schutzrohr waren drehbar (Abb.5). Das Schutzrohr konnte außerdem durch einen Hub-Mechanismus auf-und abbewegt werden. Die maximale Hubverstellung betrug 400 mm. Die beschriebene Einrichtung war mit einer elektrischen Steuereinheit verbunden, die auch die Position des Schallkopfes anzeigte.

Nachdem diese Anordnung zunächst in einem Wasser-Modell-Versuch in einem 1 x 2 Ø m messenden, offenen Wassertank erprobt worden war, wurden zum Jahresbeginn 1974 die ersten Natriumexperimente durchgeführt.

Es zeigte sich, daß die Na-Benetzung der Membrane des Schallkopfes eine wesentliche Voraussetzung für eine gute Schallkopplung an das Natrium ist. Die Benetzung wurde bei 200°C nach etwa zwei Stunden erreicht. Bei 280°C war ein kopplungsfähiger Zustand bereits nach einer Stunde erreicht. Diese Wartezeit konnte auf wenige Minuten abgekürzt werden, wenn der Schallkopf in 350°C warmes Natrium eingetaucht wurde. Bei diesen Angaben handelt es sich jeweils um Benetzungszeiten für einen erstmaligen Vorgang. Nach erfolgter Benetzung traten selbst bei Temperaturen um 150°C keine Wartezeiten mehr auf.

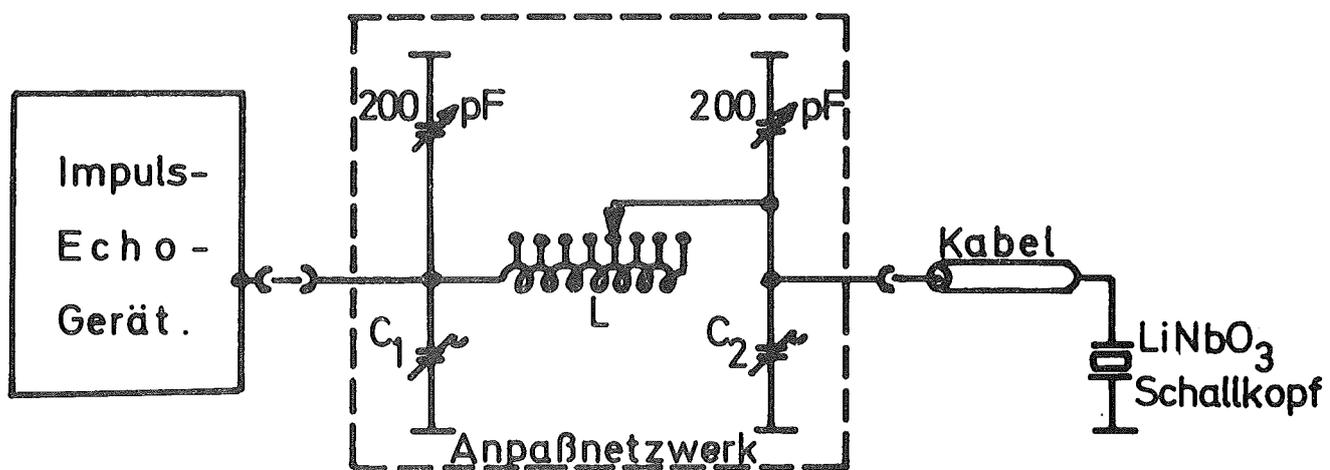
Als Ortungsziel diente einmal ein aus einem 4 mm starken VA-Blech bestehendes Hindernis, das zuvor in einem Wasserversuch kurz vor dem Einbau in den Na-Tank ausgemessen worden war, zum anderen mehrere im Tank bereits enthaltene Rohre in Abständen von 1500 mm und mehr. Das erstgenannte Ortungsobjekt war 75 mm von der Sensor-Oberfläche entfernt angebracht und konnte vor dem Na-Einsatz mittels Stellschrauben zur Richtung der Membrane des Schallkopfes geneigt werden. Diese Möglichkeit gab Aufschluß darüber, inwieweit die reflektierte Schallenergie von schräg zum Schallfeld angeordneten Zielen gedämpft, d.h. durch die damit verbundene Streuung herabgesetzt aufgenommen wird.

Es zeigte sich, daß der Auftreffwinkel des Schallbeams auf ein Hindernis nur wenig von 90° abweichen darf. So wurde z.B. bei einem Schrägauffall von  $\Delta\psi = 3^\circ$  eine relative Echodämpfung von 20 db gemessen, d.s. nur noch 10 % restverbleibende Echointensität auf der Empfängerseite. Die auftretenden Verluste können jedoch bei ausreichender Verstärkung auf der Empfängerseite

weitgehend ausgeglichen werden. So wird eine Gesamtverstärkung von 80 db benötigt, wenn mit optimal angepaßten  $\text{LiNbO}_3$ - Schallköpfen und bei Temperaturen unterhalb  $300^\circ\text{C}$  gearbeitet wird.

### 5. Elektrische Anpassung

Für den Einsatz von Lithium-Niobat-Köpfen an handelsüblichen Impuls-Echogeräten, die ausschließlich mit keramischen Schallköpfen arbeiten, muß eine elektrische Anpassung für die deutlich niederohmigeren  $\text{LiNbO}_3$ -Transducer vorgenommen werden. Die monokristallinen Lithium-Niobat-Kristalle arbeiten in der Stromresonanz (Serienkreis-Verhalten) und weisen eine hohe Betriebsgüte auf. Es hat sich als sehr vorteilhaft erwiesen, eine Resonanztransformation mit Hilfe eines abgestimmten  $\pi$ -Gliedes (Collins-Filter) zu wählen, dessen Resonanzfrequenz mit der Arbeitsfrequenz des Piezowandlers übereinstimmt (Bild 6). Resonanzwiderstände von 10 bis  $30\ \Omega$  im Bereich 1 bis 6 MHz sind dabei typisch und erlauben die Verwendung von niederohmigen Koaxialkabeln mit Längen von 50 m und mehr.



$C_1$  und  $C_2$  : 0 bis 2000 pF, schaltbar in Stufen zu je 100 pF  
L : schaltbar in 11 Stufen von 0 bis  $80\ \mu\text{H}$

Bild 6: Anpassungsschaltung

Die vorgenannten Maßnahmen zur Leistungsanpassung des Schallkopfes an den Impulsgenerator bzw. Empfänger lieferte im Mittel 10 bis 15 db Gewinn bei einer guten Selektion der Grundfrequenz (verbessertes S/S+N-Verhältnis).

Die Abbildungen 7 und 8 zeigen den Echoimpuls des Ortungsziels zunächst in Wasser (Bild 7) und nach Einbau des gleichen Schallkopfes in den Na-Tank (Bild 8) bei einer Arbeitstemperatur von 380°C. Die Empfindlichkeit der Elektronik war dabei nicht verändert worden. Wie Bild 8 zeigt, erscheint die Intensität des Echos beim Natriumversuch reduziert. Im vorliegenden Falle beträgt die Dämpfung -5db, die durch eine Anhebung der Empfänger-Verstärkung ausgeglichen werden kann.

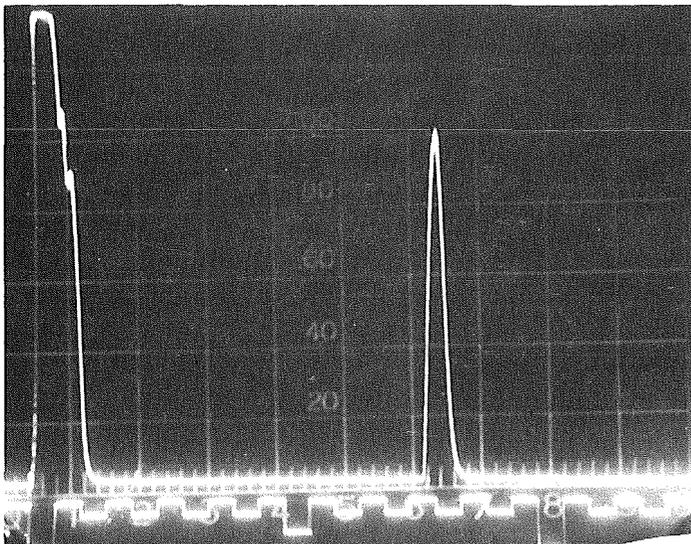


Abb.7:

Testeinrichtung in Wasser (vor Einbau in die NABEA). Darstellung = gesiebter Impuls. Echoimpuls von ebener Wand, gebildet durch ein VA-Blech in 75 mm Abstand. Gesamtverstärkung = 62 db.

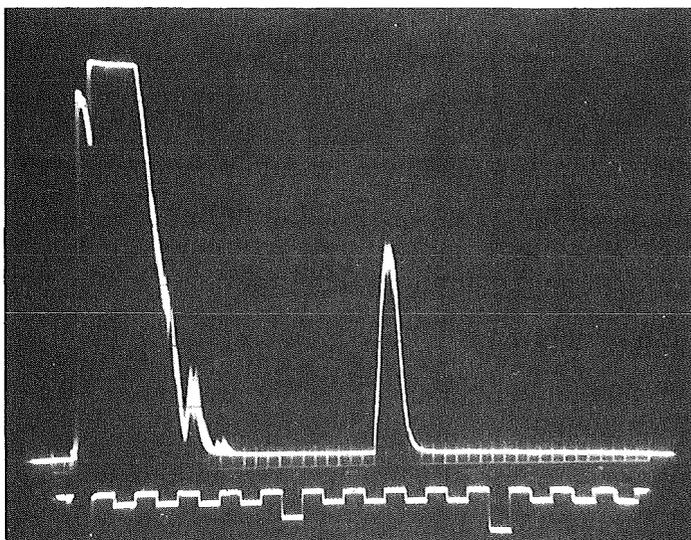


Abb.8:

Echoimpuls  $I_E$  in Natrium bei 380°C. Gleiche Einstellung der Empfindlichkeit wie beim Wasser-Test vor dem Einbau. Elektronisch gesiebter Echo-Impuls  $I_E$  von einem VA-Blech-Ortungsziel. Nullimpuls  $I_0$  nicht unterdrückt.

Bild 9 zeigt den um 5 db hochverstärkten Echo-Impuls bei einer Gesamtverstärkung von 67 db. Der Null-Impuls wurde durch eine elektronische Einrichtung (Tiefenausgleich), die der Unterdrückung von Signalen mit einer kurzen Laufzeit gleichkommt, stark gedämpft.

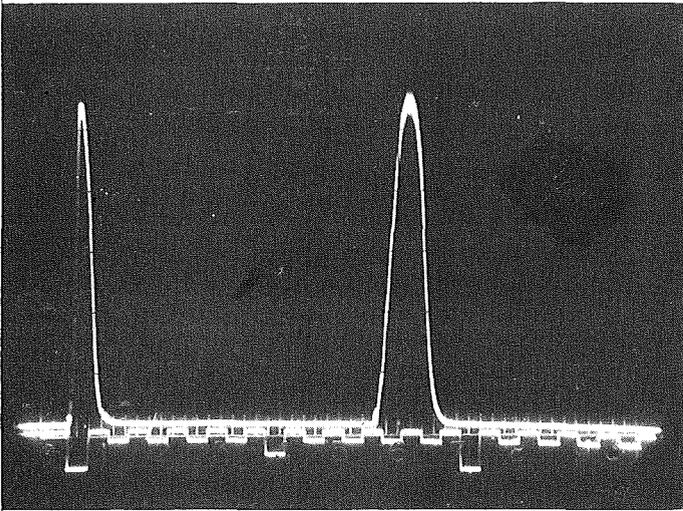


Abb.9:

Echoimpuls in Natrium bei 380°C bei einer Gesamtverstärkung von 67 db. Als Ortungsziel diente ein 4 mm starkes VA-Blech in 75 mm Entfernung. Der Null-Impuls wurde bei dieser Darstellung mit Hilfe einer laufzeitabhängigen Verstärkungsregelung (Tiefenausgleich) abgeschwächt.

Die Bilder 10 und 11 zeigen die hochfrequenten Echogramme ohne bzw. mit selektiver Impedanztransformation. Obwohl bereits ein Tiefenausgleich für die Darstellung in Bild 10 wirksam ist, können Interferenzen der Harmonischen des bei 3,4 MHz in der Grundfrequenz erregten Wandlers beobachtet werden. Sie erscheinen als Impulspaket IP unmittelbar an den ersten Hauptecho-Impuls  $E_1$  angehängt. Durch die breitbandige Übertragung der Gesamtstrecke wird das 2. Hauptecho  $E_2$  durch Interferenzeinfluß nur schwach sichtbar.

Im Vergleich dazu zeigt Bild 11 eine nach der Anordnung in Bild 6 benutzte selektive und impedanztransformierte Strecke zwischen Impulsgerät und Schallkopf. Die Interferenzen verschwinden, und wegen der nunmehr erfüllten Anpaßbedingungen erhält man ein verstärktes zweites Hauptecho.

Schließlich zeigt Bild 12 die elektronisch gleichgerichteten und gesiebten Impulse von Bild 11. Diese Darstellungsweise bietet eine bessere Übersicht und wird daher allgemein bevorzugt.

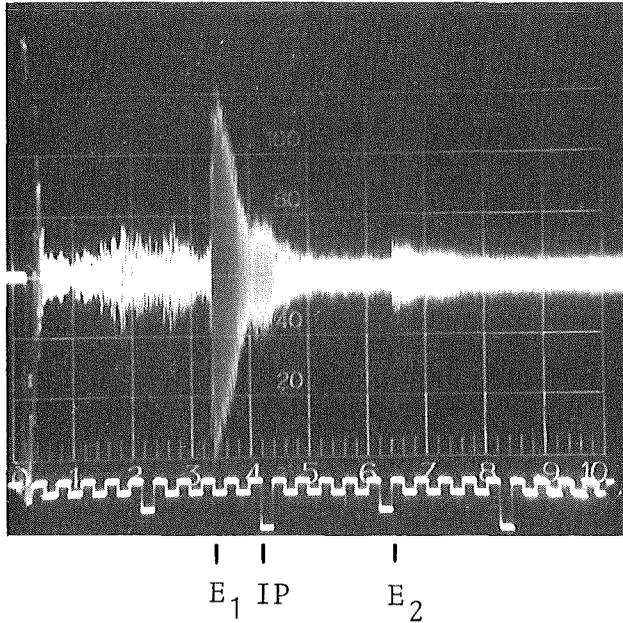


Bild 10:  
ohne Selektivtransformation

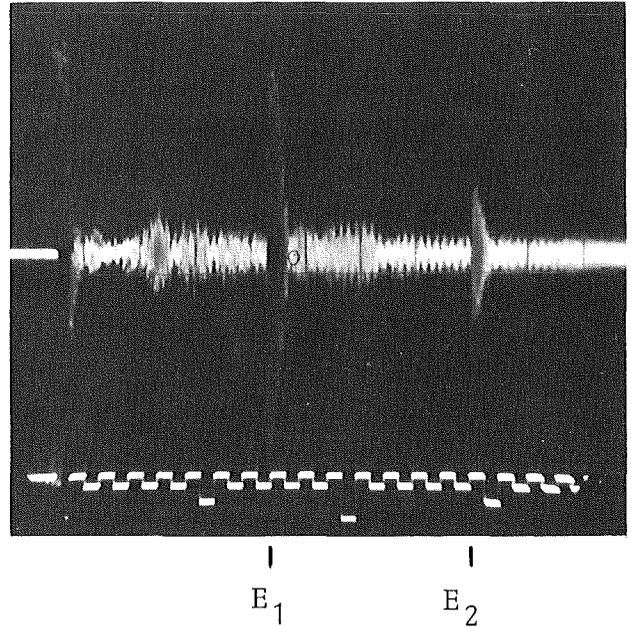


Bild 11:  
mit Selektivtransformation

Gegenüberstellung zweier Echogramme, die bei 300<sup>o</sup>C Na-Temperatur unter gleichen Testbedingungen aufgenommen wurden. Bild 10 zeigt das Ergebnis einer üblichen, und für keramische Schallköpfe bevorzugten breitbandigen Ankopplung des Transducers an das Impuls-Echo-Gerät, während bei Bild 11 ein selektives, d.h. nur auf der Grundfrequenz des Lithium-Niobat-Kristalls abgestimmtes  $\pi$ -Filter nach Bild 6 benutzt wurde.

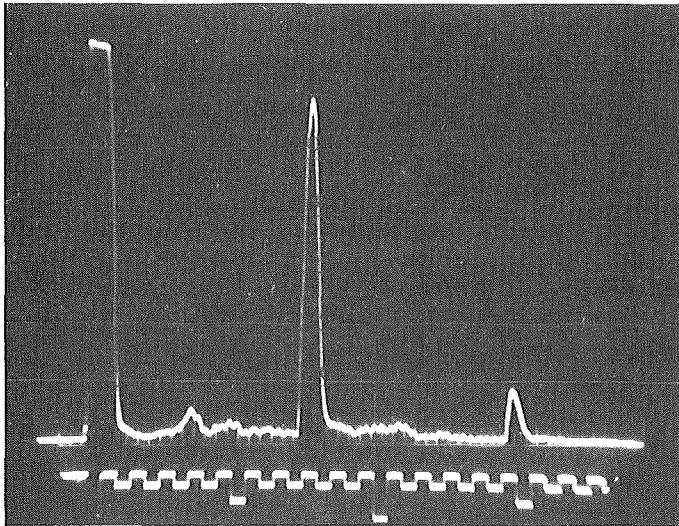


Bild 12:  
Echogramm von Bild 11 nach elektronischer Gleichrichtung und Siebung.

Um sicherzugehen, daß der Transducer auf der Grundwelle und nicht etwa im 3. oder 5. Oberton arbeitet, wird die Arbeitsfrequenz auf eine einfache Weise ermittelt. Moderne Impuls-Echo-Geräte verfügen über eine "Lupe", die es gestattet, die Impulse mit ihren hochfrequenten Schwingungen gedehnt darzustellen. Ein mitgeschriebenes Zeitzeichen dient dabei als Referenz.

Bild 13 zeigt den um den Faktor 10 gespreizt dargestellten Echoimpuls; die Zeitbasis entspricht 10  $\mu$ sec/Teilung. Ein Auszählen der Nulldurchgänge ergibt im Beispiel 1,3 MHz für die Resonanzfrequenz des  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalls. Es ist ohne weiteres möglich, den Kristall auf seiner 3. Obertonfrequenz zu erregen. Hierzu wird die Filterfrequenz geändert und die Impulsflanke des Anrege-Impulses des Generators versteilert. Eine weitere Voraussetzung ist der Betrieb in der Serienresonanz, wobei die Obertonfrequenzen nicht exakt ganzzahlige, ungerade Vielfache ( $3 \times f_0$ ,  $5 \times f_0$  etc.) der Grundfrequenz  $f_0$  sind.

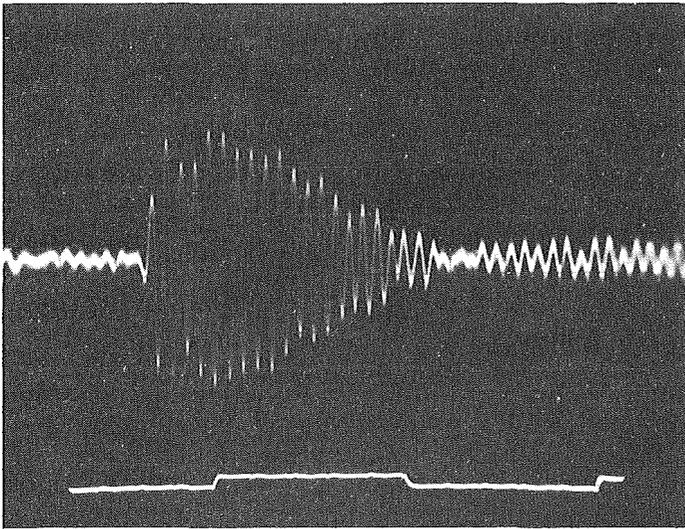


Bild 13:

Gespreizte Darstellung eines Echoimpulses eines auf seiner Grundfrequenz  $f_0 = 1,3$  MHz schwingenden  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalls in Natrium bei  $300^\circ\text{C}$ .

Beide Betriebsarten, Grundwellenerregung und Obertonbetrieb im 3. Oberton, wurden untersucht. Die Grundfrequenz lag bei einem gesputterten und gelöteten, 1 mm starken  $\text{LiNbO}_3$ -Kristall (c-cut) bei  $f_0 = 1,29$  MHz. Der 3. Oberton wurde auf einer Frequenz  $f_{3 \text{ OT}} = 3,42$  MHz erzeugt.

Beide Betriebsarten lieferten etwa gleichwertige Ergebnisse hinsichtlich der Auflösung des Objekts, der Dämpfung der

Gesamt-Strecke und ließen sich gut einstellen. So konnte das 75 mm entfernte Testobjekt auch noch bei einer vorhandenen Schräglage von einigen Winkelgraden ausreichend sicher bei Temperaturen bis zu 380°C detektiert und lagebestimmt werden.

## 6. Öffnungswinkel und Frequenz

Die verhältnismäßig geringe Dämpfung von flüssigem Natrium erlaubt dabei auch Objekte in größeren Entfernungen zu orten, wobei vorausgesetzt wird, daß der Schallfeld-Öffnungswinkel unter  $3^{\circ}$  gehalten wird. Da letzterer eine Funktion des Verhältnisses der aktiv schwingenden Fläche des Transducers zur Wellenlänge ist, sind Grenzen gesetzt. So wurde u.a. ein 10 mm  $\emptyset$ -Kristall mit 2 mm Stärke auf seiner Grundfrequenz erregt. Für  $f_0$  wurden 0,72 MHz gemessen, der Öffnungswinkel des Schallfeldes lag bei  $7^{\circ}$ . So attraktiv es erscheint, wegen der geringeren Streckendämpfung eine niedrigere Frequenz zu wählen, so wenig erfolgreich ist die Detektion eines Objekts in Entfernungen von 1 m und mehr, wegen der zu großen Öffnung des Feldes und der damit verbundenen Dämpfung des Echos. Dieses Ergebnis war jedoch wegen der vorausgegangenen Wasser-Simulations-Versuche erwartet worden.

## 7. Betriebserfahrungen mit den Sensoren

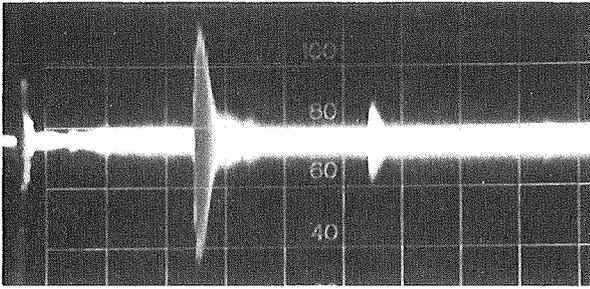
Die während der einzelnen Experimente gesammelten Erfahrungen mit verschiedenen Ultraschall-Sensoren zeigen, daß Temperaturschocks und das mehrfache Ein- und Ausbauen der Sensoreinheit keinen Einfluß auf die Empfindlichkeit der Schallköpfe hatten. Technische Mängel traten in zwei Fällen durch Kabelfehler an der Einschweißstelle des Sensorgehäuses auf und konnten rasch beseitigt werden. Als Hochtemperatur-Signalleitung diente ein mineralisoliertes Thermocoax-Kabel mit einer Kupferader und einem Inconel-Mantel von 1,5 mm Durchmesser. Die Dämpfung des insgesamt 3 m langen Kabels betrug bei 3,5 MHz 3,6 db, entsprechend 34% Verlust an Impulsspannung. Ein Betrieb mit einem 10 m

langen, gleichartigen Hochtemperaturkabel ergab noch keine zu hohen Dämpfungswerte.

Vergleicht man die elektrischen Daten von 2- und 4 mm-Kablen mit denen des 1,5 mm-Typs, so ergeben sich für ein 3 m langes Sensorkabel nur noch Signaldämpfungen von 21% bzw. 14%. Auch gestaltet sich das Verlöten oder Verschweißen derartiger Leitungen mit dem Gehäuse des Schallkopfes weniger problematisch. Mehrere, zum Na-Einsatz vorbereitete Schallköpfe zeigten bereits im Wasserbad eine zu schwache akustische Kopplung von Kristall zu Diaphragma, so daß das Lötverfahren geändert werden mußte. Die besten Kopplungseigenschaften zeigten Platin-gesputterte Kristalle in Verbindung mit einem 84%igen Goldlot. Bei diesem Verfahren werden in einer Vakuum-Anlage Metallionen in einem elektrischen Feld beschleunigt. Aufgrund der geometrischen Anordnung von Quelle und Target treffen die Metallionen auf die Oberfläche der in einer Maske aus Teflon gehaltenen Lithium-Niobat-Scheibe auf und bilden einen gut haftenden metallischen Überzug. Die Stärke dieser "Sputter"-Schicht kann über die gewählte Sputterzeit frei vorgegeben werden und richtet sich nach der Art und der Schmelztemperatur des benutzten Lots.

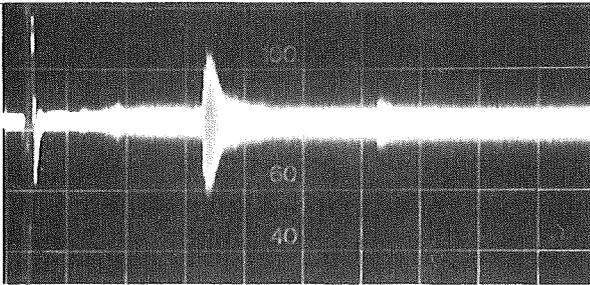
#### 8. Isolationswiderstand der Monokristalle

Nachdem kurzzeitig die Ortung eines der 1500 mm entfernten Rohre möglich war, begann während des Versuchs der Isolationswiderstand des Kristalls auf wenige Kiloohm zu fallen. Es wird vermutet, daß Metallionen des Lots mit steigender Temperatur in den Kristall eindiffundierten und einen Halbleiterzustand des  $\text{LiNbO}_3$  herbeiführten. Die Abhängigkeit von Isolationswiderstand und Temperatur ist nicht reproduzierbar. Beim Zyklieren der Temperatur, wie auch beim stationären Betrieb bei Temperaturen oberhalb  $250^\circ\text{C}$ , wurde eine fortschreitende Verschlechterung des Widerstandes beobachtet. Dieser Zustand führte dazu, daß weit entfernte ( $x > 1$  m) oder schräg angeordnete Ortungsobjekte bei der maximal zur Verfügung stehenden Verstärkung der Elektronik von 80 db nicht mehr festgestellt werden konnten. Eine Nachuntersuchung des zuletzt eingesetzten Schallkopfes im Wasserbad ergab



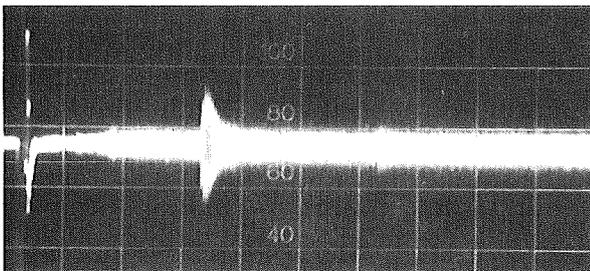
250°C  
 $R_{IS} = 25 \text{ k}\Omega$

Bild 14



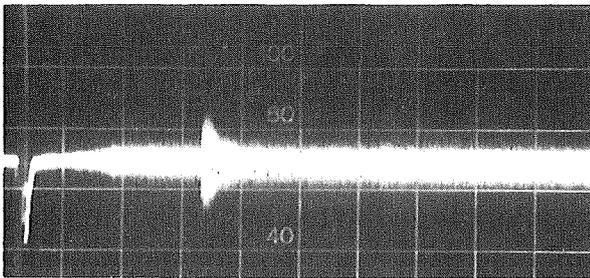
265°C  
 $R_{IS} = 17 \text{ k}\Omega$

Bild 15



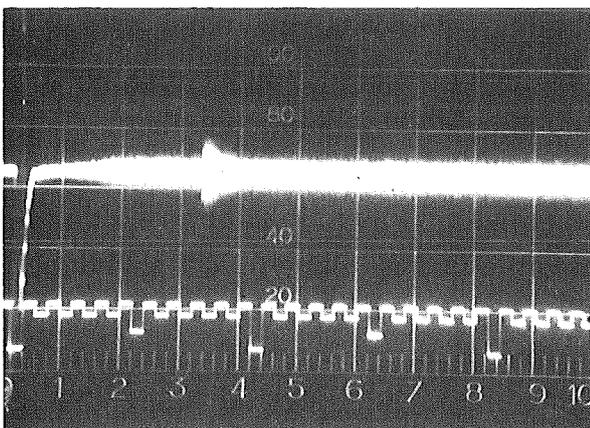
280°C  
 $R_{IS} = 14 \text{ k}\Omega$

Bild 16



290°C  
 $R_{IS} = 12 \text{ k}\Omega$

Bild 17



300°C  
 $R_{IS} = 10 \text{ k}\Omega$

Bild 18

Einfluß der Ionen-Implantation in  $\text{LiNbO}_3$  bei ungenügender Platin-Abdeckung der Ladungsflächen nach dem Sputtern. Mit zunehmender Temperatur diffundieren Metall-Ionen des Lots in den Kristall und bilden einen Halbleiterzustand aus, dessen Fremd-Ionen-Dotierung mit der Anzahl der Temperatur-Zyklen zunimmt. Dieser Vorgang ist nicht vollständig reversibel, so daß der Isolationswiderstand annähernd logarithmisch abnimmt und im vorliegenden Fall einem Endwert von etwa  $250 \text{ }\Omega$  zustrebt ( $500^\circ\text{C}$ ).

einen Empfindlichkeitsverlust von über 30 db, das entspricht nur noch 3% der vor dem Na-Einsatz gemessenen Empfindlichkeit.

Die Bilder 14 - 18 verdeutlichen die Abhängigkeit der Ortungsempfindlichkeit hinsichtlich der Echoimpuls-Intensität in Abhängigkeit von der Temperatur eines gelöteten und unbeabsichtigt Ionen-implantierten  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalls bei einer konstant gehaltenen Empfänger-Empfindlichkeit von  $v = 55$  db und im Bereich  $250^\circ$  bis  $300^\circ\text{C}$ .

Bild 19 zeigt den bei  $300^\circ\text{C}$  kaum mehr detektierfähigen Echoimpuls, der empfangsseitig auf 80 db hochverstärkt wurde.

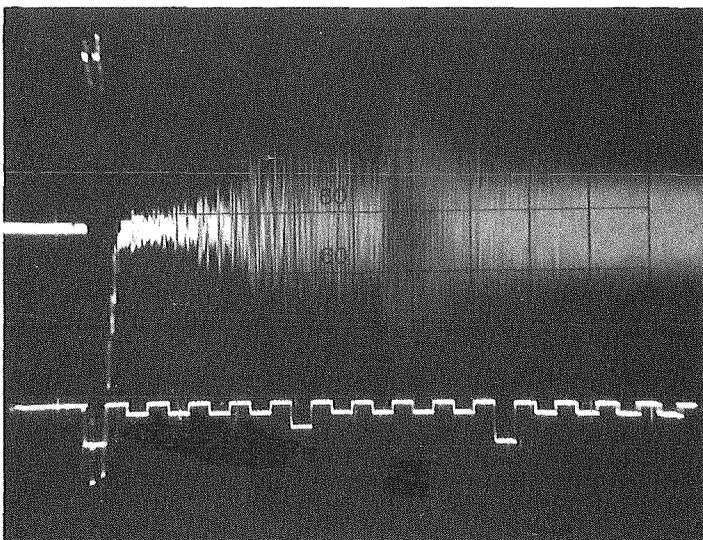


Bild 19:

Echogramm des in Bild 18 dargestellten Echos bei der vollen Empfängerverstärkung von 80 db.

$T = 300^\circ\text{C}$ .

Der unterhalb  $150^\circ\text{C}$  arbeitende  $\text{LiNbO}_3$ -Kristall weist im Normalfall Isolationswiderstände von  $>1000$  M $\Omega$  auf. Das Isolationsverhalten von rohen und einfach gesputterten Kristallen wurde bei Heiztests in einem Ofen und bei Normalatmosphäre untersucht. Kristalle und Goldauflagen oder mit einer nicht vollständigen Platinabdeckung der Ladungsflächen und darüber befindlichen Goldloten zeigen ein anormales, temperaturabhängiges Isolationsverhalten.

Ein Teil der gelöteten Kristalle, die für die Tastarmsimulation eingesetzt worden waren, gehörten zu dieser Kategorie von gold-dotierten Kristallen.

Das anormale Isolationsverhalten des Lithium-Niobat-Schallkopfes des letzten Versuchs in Natrium zeigt Bild 20.

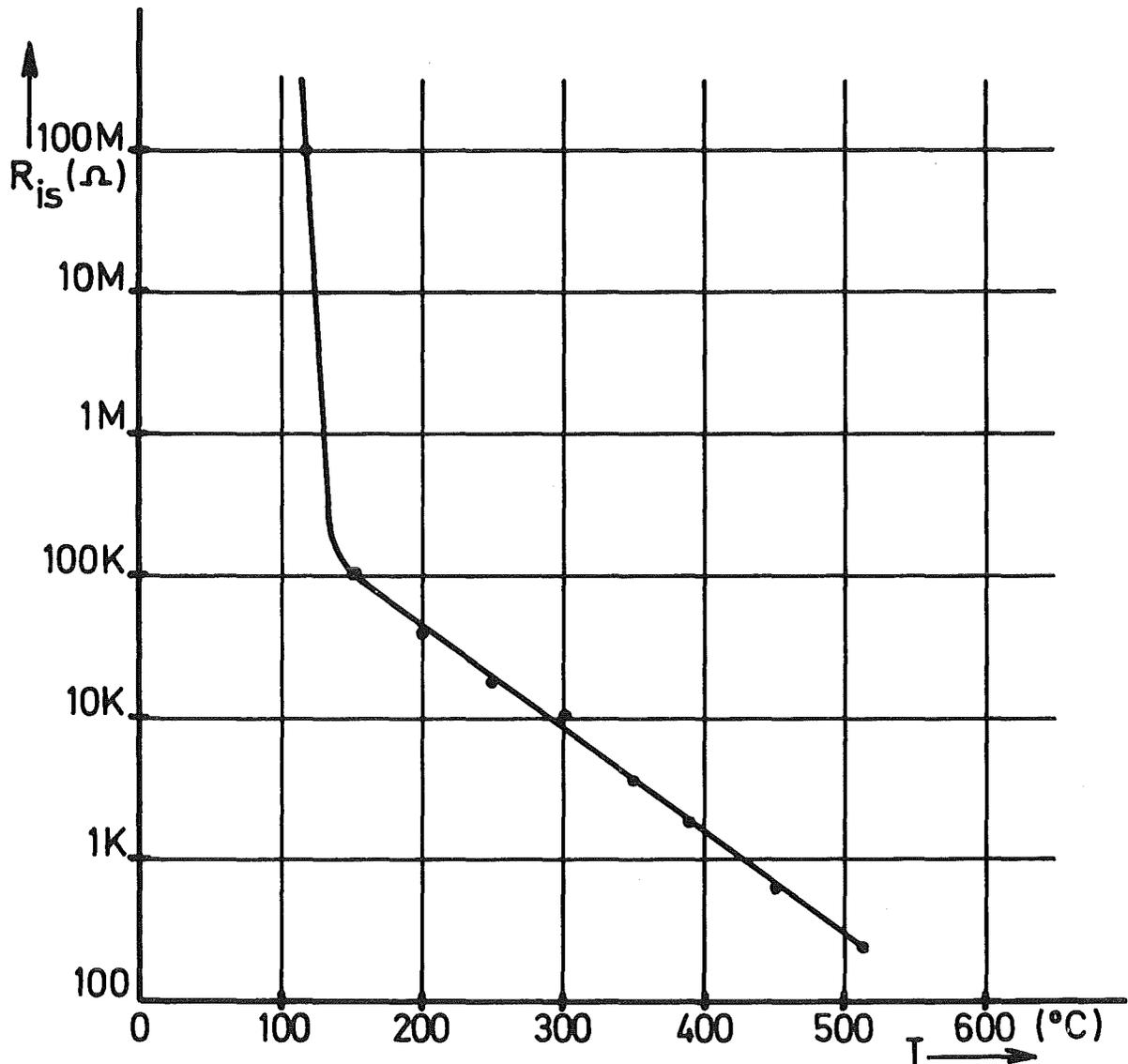


Bild 20: Isolationswiderstand  $R_{IS}$  in Abhängigkeit von der Temperatur  $T$  eines golddotierten  $\text{LiNbO}_3$ -Kristalls. Durch eine Fehlstelle der Platin-Sputter-Schicht auf den Ladungsflächen sind Goldionen in den Kristall diffundiert, die einen Halbleiterzustand des Kristalls herbeiführten.

Die während der Experimente mit gesputterten Kristallen gemachten Erfahrungen machen deutlich, wie wichtig die Auswahl eines hochreinen Sputter-Materials für die Oberflächenabdeckung und

für die akustische Kontaktgabe der Piezoscheiben ist. Parallel zur Tastarmsimulation wurden Untersuchungen an goldaufgedampften Lithium-Niobat-Kristallen vorgenommen. Diese waren für Schallköpfe mit einer mechanischen Preßkontaktierung in einer Kleinserie hergestellt und Wärmetests unterzogen worden. Es kann als sicher angenommen werden, daß vorwiegend Gold-Ionen in den Kristall eindiffundiert waren, da der Verlauf des Isolationswiderstands derart kontaktierter Kristalle dem der gelöteten gleichkommt. Nur platingesputterte Kristalle zeigen um Größenordnungen höhere Isolationswerte und darüber hinaus keine sprunghafte Abnahme derselben bei einer zunehmenden Betriebstemperatur.

In allen Fällen wurden die Kristalle mit einer Restatmosphäre von Sauerstoff betrieben, um sicherzustellen, daß bei höheren Temperaturen keine Reduktion von  $\text{LiNbO}_3$  einsetzt. Letztere würde zu einer Anreicherung freier Metallionen beitragen und damit zu einem unerwünschten Ladungsaustausch im Kristall führen. Der Piezo-Effekt geht verloren und kann selbst bei zurückgenommenen Temperaturen nicht mehr vollständig hergestellt werden.

## 9. Ortungsergebnisse

Alle Einzelexperimente mit dichtgesputterten Kristalloberflächen und mit goldgelöteten Schallköpfen zeigten gute Ortungsergebnisse über den gesamten interessierenden Temperaturbereich von  $150^{\circ}$  bis  $350^{\circ}\text{C}$ . In allen Fällen konnten die vorgegebenen Objekte aus 75 mm Entfernung mit einer Abstandsgenauigkeit von  $\pm 1$  mm gemessen werden. In einigen Fällen war es sogar möglich, die Wandstärke des 4 mm starken Ortungsziels festzustellen und auszumessen.

Die Ergebnisse mit einwandfreien Sensoren liegen im Vergleich zur Wasser-Simulation im Rahmen der zu erwartenden Werte:

- die Empfindlichkeit, bezogen auf das Signal-zu-Rauschverhältnis, wurde mit -10 db ermittelt (etwa im Drittel).
- die Streckendämpfung lag im Mittel bei -6 db, entsprechend dem doppelten Wert einer vergleichbar langen Wasserstrecke.

Dieses Ergebnis liegt nur 30% über dem theoretischen Wert für Natrium bei 250<sup>0</sup>C (Normaldruck, Oxydgehalt <10 ppm).

- der Schallfeld-Öffnungswinkel war - soweit eine Aussage aus dem Echogramm möglich ist - etwa doppelt so groß wie im entgasten Wasser. Dieses Ergebnis war zu erwarten, da die Wellenlänge in Natrium wegen der höheren Ausbreitungsgeschwindigkeit fast doppelt so groß ist. Ultraschallköpfe mit runden Wandlern und mit einem wirksamen Wandler-Durchmesser D liefern für die Halbwertsbreite des Schallfeldöffnungswinkels  $\alpha$ :

$$\sin \alpha_{-6 \text{ db}} = 0,55 \frac{\lambda}{D}$$

Diese Beziehung wurde durch die Experimente bestätigt.

- Störende, akustische Betriebsgeräusche oder Oberflächenwellen des schwappenden Natriums blieben ohne erkennbaren Einfluß auf das Untergrundrauschen des Signals.  
Die Aufheizung des Natriums hatte auf die Genauigkeit keinen nennenswerten Einfluß, da die Temperatur mitgemessen und als Korrekturwert verwendet wurde. Im Bereich T=200 bis 400<sup>0</sup>C ergab sich ein von der Temperatur abhängiger Fehler für die Entfernungsmessung von kleiner 1%. Zur Fehlerbestimmung diente eine elektronische Referenz mit einer Genauigkeit von 10<sup>-5</sup> für die Laufzeitbestimmung des Echoimpulses.  
Kurzzeitig auftretende Netz-Störimpulse, die von Schaltern und Schützen der Natriumanlage stammten, waren als Nadelimpulse beobachtet worden, konnten jedoch einwandfrei von den Ultraschall-Impulsen getrennt werden.

Beim letzten der vorgesehenen Experimente war das 75 mm vom Sensor entfernte Ortungsziel nicht mehr benutzt worden. Es wurde das 1500 mm vom drehbaren Schallkopf angebrachte Rohr geortet. Dieses Objekt konnte einwandfrei identifiziert und auf Entfernung bestimmt werden.

Bild 21 zeigt das Echogramm der Ortung eines 1,5 m VA-Rohres. Bei dieser Darstellung wurde das Echosignal gleichgerichtet und nur wenig gesiebt, um für die Entfernungsmessung eine ausreichend

hohe Impulsflanke zu schaffen. Die nach dem ersten Einzelimpuls in kurzen Abständen folgenden Impulse rühren von den hochfrequenten Resonanzschwingungen des Kristalls (s.auch Bild 13).

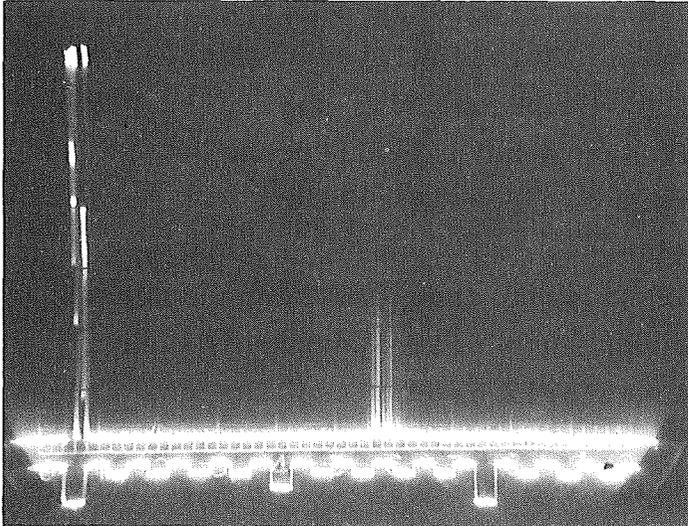


Bild 21:

Geortetes VA-Rohr aus 1,5 m Entfernung in Natrium ( $T=280^{\circ}\text{C}$ ). Kleinste Teilung des Wegmaßstabes  $\hat{=} 100$  mm. Der eingestellte Ortungsbereich beträgt etwa 2,8 m. Links im Bild: Nullzeit-Impuls.

Während dieses Tests war die Heizung des Natrium-Tanks eingeschaltet, so daß eine Aufheizgeschwindigkeit von etwa  $10^{\circ}\text{C}/\text{h}$  erreicht wurde. Nachdem das erwähnte Echo zunächst etwa 6 db über dem Grundrauschen ( $T=280^{\circ}\text{C}$ ) festgestellt werden konnte, begann, wie schon erwähnt, der Isolationswiderstand des Schallkopfes innerhalb kurzer Zeit auf einige hundert Ohm abzusinken, wobei das Ortungssignal im Rauschen verschwand.

Eine Nachuntersuchung des Schallkopfes zeigte, daß die bereits schon genannten Halbleitereigenschaften auf eine nicht vollständige Oberflächenversiegelung mit Platin zurückzuführen ist. Es handelt sich hierbei um einen vermeidbaren Fertigungsfehler, der erst im Zuge der Experimente erkannt werden konnte.

Die Genauigkeit bei allen in Natrium durchgeführten Objektor-tungen lag bei  $\hat{=} 2\%$ , bezogen auf die Wegstrecke zwischen Sensor und Ortungsziel.

Die Schallfeldöffnung eines auf 3,4 MHz arbeitenden Gebers beträgt 1,9 Winkelgrade (Halbwertbreite -6 db) und ist hinreichend klein, um zwei Ziele mit einem lichten Abstand von 60 mm aus einer Entfernung von 2 m noch getrennt darstellen zu können.

## 10. Verbesserungen und Alternativen zur Sensortechnik

Da bekannt ist, daß sowohl das Sauerstoffgettern als auch die Implantation von Fremdatomen in den Kristall die beiden Hauptursachen für die niedrigen Isolationswiderstände darstellen, wird vorgeschlagen, für die Gehäuse der Schallköpfe nur Inconel-Werkstoffe (Inconel 600 oder 625) zu verwenden; dies gilt gleichermaßen für den Hüllwerkstoff des mineralisierten Kabels. Das Material der Gehäuse ist nach der Fertigstellung der maschinellen Bearbeitung etwa 6 Stunden bei  $600^{\circ}\text{C}$  -  $750^{\circ}\text{C}$  in einem belüfteten Ofen zu glühen. Hierbei wird eine Oberflächenoxydation des Kristallgehäuses erreicht, die beim späteren Einsatz des Aufnehmers verhindert, daß weiterer Sauerstoff aus dem Kristall aufgenommen wird. Mit dieser "Vorsättigung" an Sauerstoff und bei einer zusätzlichen Eingabe von Sauerstoff in das Aufnehmergehäuse ist sichergestellt, daß keine nennenswerte Reduktion des Lithium-Niobats bis in den Temperaturbereich von  $600^{\circ}\text{C}$  stattfindet. Nach dem erfolgten Zusammenbau des Schallkopfes wird das gesamte System, samt Kabel und Stecker, nochmals für 6 Stunden bei  $600^{\circ}\text{C}$  geglüht.

Ähnlich wie beim Vorglühen des vorgefertigten Aufnehmergehäuses wird empfohlen, die unbearbeiteten Kristalle vor dem Einsatz ebenfalls bei  $600^{\circ}\text{C}$  einer mehrstündigen Wärmebehandlung unter Luft oder unter Sauerstoffeinwirkung zu unterziehen.

Lötungen erscheinen nur aussichtsreich, wenn die Pt-Beschichtung der Ladungsflächen vollständig ist. Hierzu eignet sich wiederum das Sputter-Verfahren, das mit einer Beschleunigungs-Spannung von 2000 Volt arbeitet und wenigstens 3 bis 5  $\mu\text{m}$  starke, homogene Beschichtungen herzustellen gestattet. Von besonderer Bedeutung ist die strikte Reinhaltung des Vakuumsystems sowohl beim Sputtern als auch beim anschließenden Löten.

Alternativ zur Löttechnik der Kristalle wurde ein Verfahren untersucht, bei welchem die  $\text{LiNbO}_3$ -Scheiben unter Verwendung von dünnen Gold- oder Platinfolien als Zwischenlagen auf die Membrane aufgepreßt werden. Es wird dabei empfohlen, ausschließlich

Pt-Folien mit Stärken von 0,001 bis 0,003 mm zu verwenden. Als Anpreßelemente dienen mehrstündig bei 650<sup>0</sup>C geglühte Tellerfedern, durch die das elektrische Signalkabel axial durchgeführt wird. Wegen des elektrisch unsymmetrisch aufgebauten Systems ist eine hochtemperaturbeständige Isolation des Federpakets vorzusehen. Hierzu eignen sich Keramikhülsen aus reinem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, die ebenfalls mehrstündig vorgeglüht sein sollen. Das zuletzt genannte Anpreßverfahren benötigt keine gesputterten Kristalle. Doch müssen die Piezoelemente geschliffene Oberflächen ("Shaped surfaces") aufweisen, deren Werte für die Rauhtiefe unter 2 µm liegen. Außerdem ist auch für diese Applikation ein mehrstündiges Glühen der Kristalle bei 600<sup>0</sup>C in einem belüfteten Ofen vorzusehen.

#### 11. Schlußfolgerung

Die Ultraschallortung von Reaktorkomponenten unter Natrium bei Temperaturen bis zu 400<sup>0</sup>C ist mit Hilfe von LiNbO<sub>3</sub>-Direktsensoren möglich und bietet, bei Berücksichtigung geeigneter und Lithium-Niobat-spezifischer Parameter und technologischer Vorschriften, ein hohes Maß an Ortungsgenauigkeit.

Optimale Ergebnisse wurden mit Arbeitsfrequenzen zwischen 2 und 4 MHz und mit gelöteten Lithium-Niobat-Kristallen von 15 mm Durchmesser erzielt. Kriterien für die Wahl der Resonanzfrequenz sind die Ortungsweglänge und der kleinste, für die Auflösung dicht beieinanderliegender Ortungsziele, erforderliche Schallfeld-Öffnungswinkel. Die Auswahl des Kontaktierungsverfahrens der Kristalle richtet sich nach der Betriebsart und nach der Frequenz der Kristalle.

Für den Arbeitsbereich 2 bis 6 MHz wurden mit Hilfe der gelöteten Kristalle die besseren Übertragungsergebnisse erzielt; für den Bereich unterhalb 2 MHz zeigt das Anpreßverfahren technologische und fertigungstechnische Vorteile. Die Temperaturverträglichkeit der Schallköpfe bis 400<sup>0</sup>C konnte bestätigt werden. Temperaturschocks und ein mehrmaliges Einfrieren in Natrium hatten keine nachteiligen Folgen hinsichtlich der Empfindlichkeit der Sensoren.

Bei der Verwendung von Inconel-Werkstoffen für alle metallischen Komponenten des Schallkopfes und des Kabels und bei einer ausreichenden Voroxydation der Innenflächen des Gehäuses wird eine Reduktion des Kristalls vermieden. Mit Hilfe einer Sauerstoffatmosphäre im Innern des Sensors ist es möglich, die  $\text{LiNbO}_3$  - Kristalle in einem erweiterten Temperaturbereich bis zu  $600^\circ\text{C}$  einzusetzen.

### Literatur

- [1] F.Huber,R.A.Müller: The Karlsruhe Sodium Tank Test Facility, KFK 1203 (Juli 1970)
- [2] H.A.Rohrbacher,R.Bartholomay: Ultraschallmeßtechnik in Natrium-Systemen, KFK 2116 (1975)