

Использование реакторных нейтронов для исследования радиационной стойкости полупроводниковых материалов группы III–V и сенсоров

© И.А. Большакова¹, С.А. Куликов², Р.Ф. Коноплева³, В.А. Чеканов³, И.С. Васильевский⁴,
Ф.М. Шурыгин¹, Е.Ю. Макидо¹, I. Duran⁵, А.П. Мороз¹, А.П. Штабальук¹

¹ Национальный университет „Львовская политехника“,
Львов, Украина

² Объединенный институт ядерных исследований,
Дубна, Россия

³ Петербургский институт ядерной физики,
Гатчина, Россия

⁴ Национальный исследовательский ядерный университет „МИФИ“,
Москва, Россия

⁵ Institute of Plasma Physics AS CR, Association EURATOM/IPP.CR,
Prague, Czech Republic

E-mail: krf@mail.pnpi.spb.ru

Исследование радиационной стойкости полупроводниковых материалов группы III–V является важной и актуальной задачей. Магнитные сенсоры на основе радиационно стойких полупроводниковых материалов широко используются в магнитоизмерительных комплексах термоядерных промышленных и экспериментальных реакторов. Представлены основные подходы к исследованию полупроводниковых материалов в условиях нейтронного облучения, а также результаты некоторых экспериментов по испытанию индийсодержащих полупроводниковых материалов InSb, InAs и их твердых растворов $\text{InAs}_x\text{Sb}_{1-x}$. Представленный опыт разработки аппаратуры для on-line тестирования материалов и сенсоров магнитной диагностики в радиационных условиях может быть использован для тестирования широкого круга материалов в условиях, приближенных к условиям ITER и других термоядерных реакторов.

Работа выполнена при поддержке гранта Министерства образования и науки (контракт № 14.518.11.7028) и Государственного агентства по вопросам науки, инноваций и информатизации Украины (грант № М/213-2012.)

1. Введение

Полупроводниковые соединения группы III–V широко используются для изготовления сенсоров физических величин в различных измерительных системах. К таким измерительным системам относится комплекс магнитной диагностики термоядерных реакторов — как действующих (TORE SUPRA, JET), так и строящихся (ITER, DEMO), а также контрольно-измерительные системы экспериментальных коллайдеров, таких как CERN, NICA, FAIR. Сенсорные системы, работающие в этих установках, должны обеспечивать высокую точность измерений в условиях нейтронного облучения.

В связи с этим тестирование полупроводниковых материалов для работы в подобных устройствах необходимо проводить с учетом влияния всех внешних факторов: температуры, флюенса нейтронов и спектра нейтронного потока. Использование исследовательских ядерных реакторов, таких как ИБР-2 (Объединенный институт ядерных исследований, Дубна), ВВР-М (Петербургский институт ядерной физики, Гатчина) и LVR-15 (Nuclear Research Institute Rež, Czech Republic), дает возможность создать необходимые температурные и радиационные условия для такого тестирования. Каналы этих реакторов позволяют получить необходимую дозу облучения, специальные экраны формируют необходи-

мый спектр нейтронов. Разработанная в Лаборатории магнитных сенсоров (ЛМС) Национального университета „Львовская политехника“ аппаратура позволяет размещать тестируемые образцы в каналах реакторов и поддерживать необходимую температуру во время продолжительного тестирования до высоких флюенсов нейтронов.

2. Методы радиационного тестирования

С учетом требований последующей эксплуатации полупроводникового материала его тестирование необходимо проводить в условиях различной радиационной нагрузки: $10^{14} - 10^{15} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2}$ для CERN и $\sim 10^{18} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2}$ для ITER. Такие эксперименты требуют использования специальных методов и материалов, являются дорогостоящими и сложными, что особенно проявляется в условиях тестирования до высоких флюенсов нейтронов.

Обычные методы радиационного исследования материалов базируются на проведении измерений их параметров до и после облучения (так называемые off-line методы). При высоких радиационных нагрузках эти методы имеют ограничения, связанные с наведенной радиоактивностью облучаемого материала, продолжительность спада которой составляет от нескольких месяцев

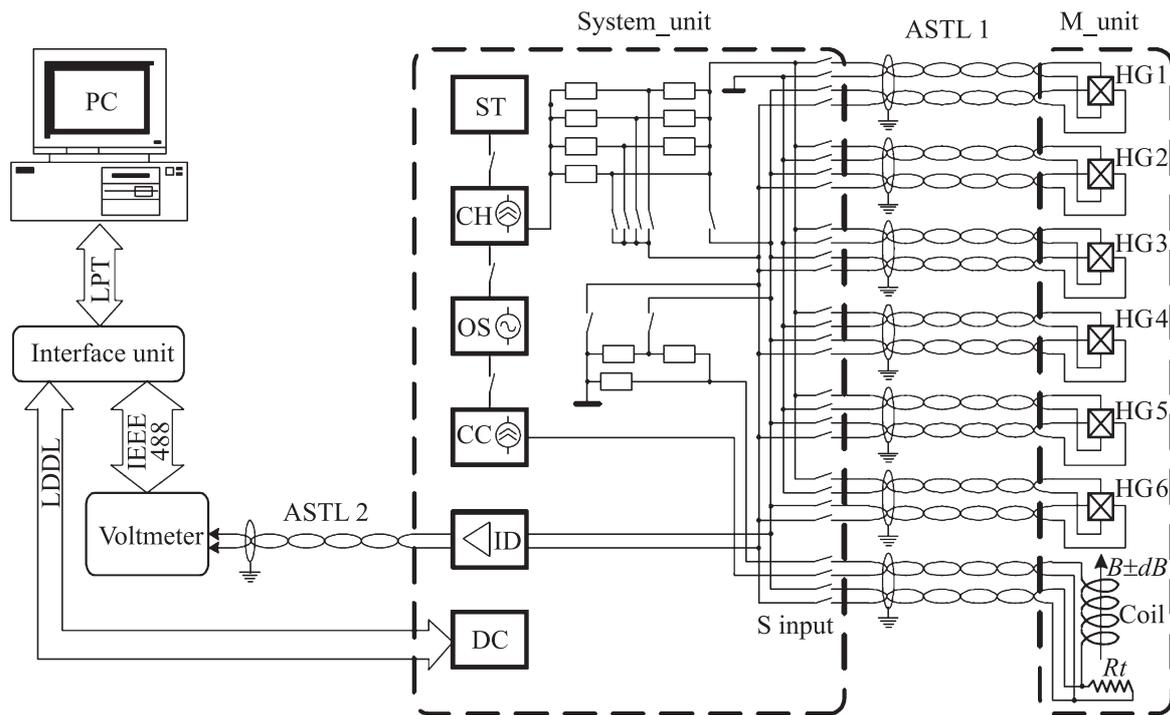


Рис. 1. Схема измерительной установки. HG1–HG6 — исследуемые образцы, ST — стабилизатор напряжения, CH и CC — источники тока, OS — формирователь опорного напряжения, ID — входной усилитель, DC — дешифратор команд, ASTL 1, ASTL 2 — линии передачи сигналов.

до нескольких лет, что не дает возможности получить результаты эксперимента в течение всего этого времени. Кроме того, полученные результаты могут содержать погрешности, связанные с релаксационными процессами, протекающими в материале во время ожидания спада наведенной активности до фонового уровня [1].

Для решения проблемы тестирования полупроводниковых сенсоров в условиях высокой радиационной нагрузки в ЛМС был разработан и реализован метод on-line измерений сигналов сенсоров непосредственно в процессе их облучения. Метод on-line измерений разрешает в режиме реального времени получать информацию об изменении параметров сенсора в процессе радиационного тестирования. Это исключает влияние релаксационных процессов на результаты эксперимента, а также сокращает его сроки.

3. Методика и аппаратура для проведения on-line измерений

Метод on-line измерений является высокоэффективным и информативным, но достаточно сложным в реализации. Проблема таких исследований заключается в сложности реализации *in situ* тестовых методов, а именно создании радиационно стабильных тестовых мер и измерении малых сигналов на большом расстоянии между объектами исследования (в зоне реактора) и электронной аппаратурой обработки сигналов (в зоне

персонала), которое может достигать нескольких десятков метров.

Новизна предложенного метода базируется на:

- 1) on-line измерения динамического влияния радиации на сигнал сенсоров магнитного поля;
- 2) использовании радиационно стабильных тестовых мер магнитного поля;
- 3) использовании измерительного комплекса с помехоустойчивыми сигнальными преобразователями и интерфейсами.

Поскольку эксперименты по облучению до высоких флюенсов $10^{17} - 10^{19} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2}$ являются продолжительными (от нескольких недель до нескольких месяцев), надежность аппаратуры, которая облучается нейтронами при высоких температурах, имеет решающее значение. Подобные эксперименты, направленные на измерение холловских сенсоров, требуют расположения в канале реактора источника магнитного поля, в качестве которого используется малогабаритный электромагнит в форме соленоида. Для расположения в поле такого магнита миниатюрных холловских сенсоров была спроектирована и изготовлена специальная измерительная головка, конструкционные элементы которой созданы из специальной керамики MACCOR, которая обеспечивала возможность качественной механической обработки и высокую радиационную и температурную стойкость. Электромагнит и кабели, которые находятся в зоне облучения нейтронами, изготавливались из анодированной алюминиевой проволоки. Блок-схема измерительной установки представлена на рис. 1.

Исследуемые образцы, постоянный магнит и измерительная аппаратура пространственно были расположены в трех зонах. В первой зоне — зоне реактора — располагался блок постоянного магнита с исследуемыми образцами *M_unit*. Во второй зоне — техническом помещении на расстоянии 10 м от канала реактора — находился основной блок измерительной аппаратуры *System_unit*. В третьей зоне — помещении для работы персонала на расстоянии 30 м от канала реактора — были расположены вольтметр Keithly-2000, интерфейсный блок и персональный компьютер. Запись результатов измерений, как и коррекция функций измерительной аппаратуры, проводилась в автоматическом режиме.

4. Результаты исследований

Испытания радиационной стойкости полупроводниковых материалов и сенсоров проводились в нейтронных потоках исследовательских ядерных реакторов ИБР-2 (ОИЯИ, Дубна), ВВР-М (ПИЯФ, Гатчина) и LVR-15 (NRI Rež, Czech Republic) с использованием обоих *off-line* и *on-line* методов. Реакторы различаются спектром потоков нейтронов, т.е. соотношением тепловых и быстрых нейтронов: от 0.8 для ИБР-2 и 10–18 для ВВР-М и LVR-15. Для регулирования соотношения быстрых и медленных нейтронов в потоке реактора также использовались кадмиевые экраны, которые задерживают большую часть тепловых нейтронов.

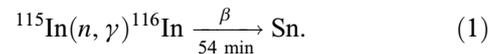
Предварительно изучение радиационно-физических процессов в облученных полупроводниках в ЛМС проводилось на структурно-совершенных монокристаллических вискерах InSb, InAs и их твердых растворах $InAs_xSb_{1-x}$. Полупроводниковые микромонокристаллы в виде вискеров выращивались в условиях свободной кристаллизации из газовой фазы (метод CVD) и в сравнении с тонкопленочными гетероструктурами, а также с объемными кристаллами характеризуются малым количеством собственных структурных дефектов, поэтому они хорошо подходят для исследования процессов дефектообразования в материале под действием облучения. Результаты исследований, проведенных на микромонокристаллических образцах, дают возможность определить параметры материала, которые обеспечат высокую радиационную стойкость сенсоров, изготовленных на их основе [2].

Известно, что под действием излучения высокоэнергетических частиц в кристаллической решетке полупроводниковых материалов происходит формирование радиационных дефектов, что вызывает изменение концентрации носителей заряда и их подвижности [1]. Это является основной причиной нестабильности параметров сенсоров магнитного поля на их основе при работе в условиях облучения реакторными нейтронами.

Проведенные исследования показали, что сенсоры магнитного поля на основе индийсодержащих полупроводников (InSb, InAs и их твердые растворы $InAs_xSb_{1-x}$)

могут использоваться в магнитометрических приборах при радиационных условиях эксплуатации. Разработанные в ЛМС технологические методы повышения радиационной стойкости сенсоров основаны на использовании технологий легирования полупроводниковых материалов комплексом примесей (донорных, изовалентных, редкоземельных) до оптимальной исходной концентрации свободных носителей заряда (n_{opt}), а также технологий радиационного модифицирования их свойств [1–3].

При этом учитывается, что при облучении в полупроводниковом материале (например, в InSb) происходят одновременно два взаимокомпенсирующих процесса: 1) генерация радиационных дефектов акцепторного типа быстрыми нейтронами; 2) генерация доноров за счет реакций трансмутационного легирования при взаимодействии медленных (а также резонансных и промежуточных) нейтронов с атомами индия основного вещества с образованием олова, которое для InSb является донорной примесью:



Скорость изменения концентрации носителей заряда в материале сенсоров под влиянием облучения потоком нейтронов определяется как $\Delta n/\Delta F \approx \alpha - \beta n$, где n — концентрация носителей заряда в облученном материале, F — флюенс нейтронов, α — коэффициент введения доноров (или акцепторов) за счет ядерного легирования медленными нейтронами, β — сечение образования радиационных дефектов акцепторного (или донорного) типа быстрыми нейтронами. Для оптимальной исходной концентрации $\alpha \approx \beta n$, что соответствует $\Delta n/\Delta F \approx 0$.

При оптимальном составе полупроводникового материала за счет баланса этих двух механизмов и с учетом

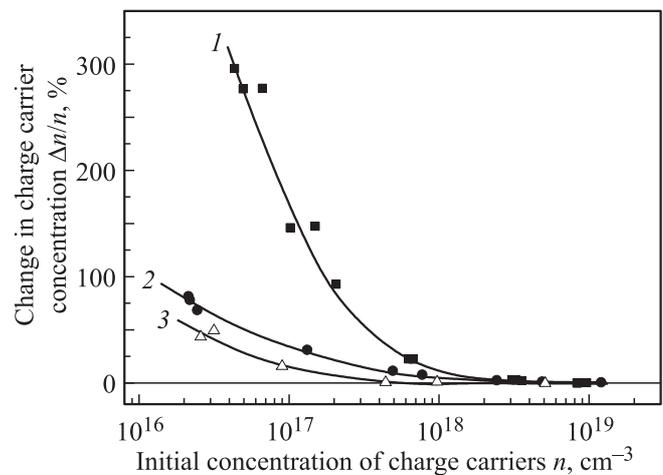


Рис. 2. Концентрационная зависимость относительного изменения концентрации носителей заряда после облучения реакторными нейтронами до флюенса $F = 1 \cdot 10^{16} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2}$ при интенсивности потока $\phi = 10^{10} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$: 1 — вискеры InAs, 2 — вискеры $InAs_{0.84}Sb_{0.16}$, 3 — вискеры InSb.

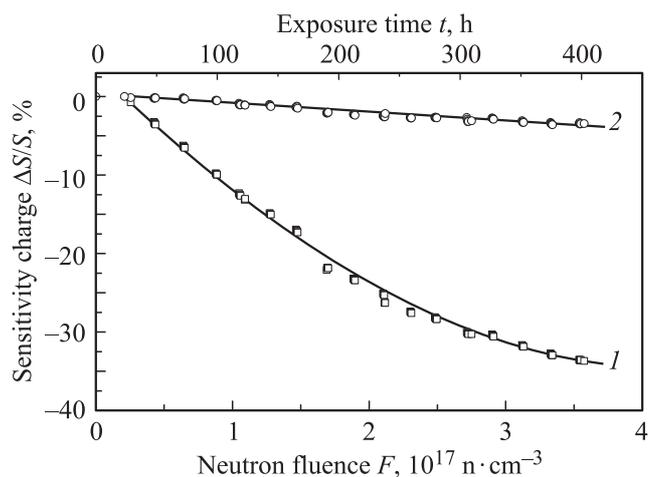


Рис. 3. Изменение чувствительности тонкопленочных сенсоров на основе InSb под действием нейтронного облучения. 1 — стандартный сенсор, 2 — радиационно стойкий сенсор.

соотношения между быстрыми и медленными нейтронами в потоке можно минимизировать дрейф параметров сенсоров при облучении до такого уровня, который затем поддается коррекции электроникой и программным обеспечением магнитоизмерительной аппаратуры.

Результаты исследования влияния нейтронного облучения до малых флюенсов ($F \leq 1 \cdot 10^{16} \text{ н} \cdot \text{см}^{-2}$) на параметры монокристаллических образцов InSb, InAs и InAs_{0,84}Sb_{0,16} (рис. 2) показали, что для каждого из этих материалов при данных условиях облучения характерно определенное значение оптимальной исходной концентрации носителей заряда: в материале InSb(Sn) она составляет $n_{\text{opt}} = 6.4 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, в InAs(Sn) $n = 3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$, в InAs_{0,84}Sb_{0,16} $n_{\text{opt}} = 1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Это позволило вплотную подойти к решению задачи создания радиационно-стойких тонкопленочных сенсоров на основе этих материалов.

В результате исследований, проведенных в ЛМС совместно с Центром развития нанотехнологий и наноматериалов в атомных комплексах НИЯУ „МИФИ“, разработаны и изготовлены радиационно стойкие сенсоры магнитного поля на основе полупроводниковых гетероструктур InSb/*i*-GaAs.

На рис. 3 приведены результаты on-line измерений чувствительности тонкопленочных сенсоров на основе антимонида индия, облученных реакторными нейтронами до флюенса $3.5 \cdot 10^{17} \text{ н} \cdot \text{см}^{-2}$.

Повышение радиационной стойкости сенсора 2 в сравнении с сенсором 1 обеспечивается созданием оптимальной исходной концентрации носителей заряда в материале сенсора с последующей его радиационной модификацией. При этом изменение чувствительности сенсора 2 при максимальном флюенсе $F = 3.5 \cdot 10^{17} \text{ н} \cdot \text{см}^{-2}$ не превышает 5%, в то время как изменение чувствительности стандартного сенсора достигает 35%.

5. Заключение

Результаты проведенных исследований подтвердили возможность создания радиационно стойких сенсоров магнитного поля на основе индийсодержащих полупроводников, в частности антимонида и арсенида индия. Специальная технология изготовления и модифицирования чувствительных элементов на основе этих материалов обеспечивает стабильность их параметров в условиях радиационной нагрузки, а остаточный дрейф чувствительности таких сенсоров поддается коррекции электронной аппаратурой.

Стойкие к нейтронному облучению сенсоры магнитного поля получили практическое применение в реакторе термоядерного синтеза Joint European Torus (JET, UK) во время проведения дейтериевой сессии в 2009 г. [4] и продолжают использоваться в системе магнитной диагностики этого самого большого из действующих реакторов до сих пор.

Список литературы

- [1] И.А. Большакова, В.М. Бойко, В.Н. Брудный, И.В. Каменская, Н.Г. Колин, Е.Ю. Макидо, Т.А. Московец, Д.И. Меркурисов. ФТП **39**, 814 (2005).
- [2] I. Bolshakova, I. Duran, R. Holyaka, E. Hristoforou, A. Marusenkov. Sensor Lett. **5**, 283 (2007).
- [3] Н.Г. Колин. Изв. вузов. Физика **46**, 6, 12 (2003).
- [4] I. Bolshakova, A. Quercia, V. Coccoresse, A. Murari, R. Holyaka, I. Duran, L. Viererbl, R. Konopleva, V. Yerashok. IEEE Trans. Nuclear Sci. **59**, 1224 (2012).