

**ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ И РАЗРАБОТКА ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ
УСТРОЙСТВ КОНТРОЛЯ РАДИАЦИОННЫХ ПОТОКОВ НА ОСНОВЕ АЛМАЗНЫХ
ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СТРУКТУР ДЛЯ ПЕРСПЕКТИВНЫХ
АТОМНЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ НА БАЗЕ ЯДЕРНОГО РЕАКТОРА
НА ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНАХ ТИПА ВВЭР**

© 2016 г. С.А. АФАНАСЬЕВ, К.Н. ЗЯБЛЮК

Московский технологический университет,
ООО «Производственно-технологический центр «УралАлмазИнвест», г. Москва
e-mail: michaela2005@yandex.ru

Объектом исследования является твердотельное устройство контроля радиационных потоков на основе алмазных полупроводниковых эпитаксиальных структур.

Целями работы являются: 1) создание технологической базы модернизации и развития аппаратуры контроля нейтронного потока, обеспечивающей повышение надежности эксплуатации существующих и перспективных атомных электростанций, в том числе, на базе ядерного реактора на тепловых нейтронах типа ВВЭР 2) Создание новых типов твердотельных устройств контроля радиационных потоков на основе алмазных полупроводниковых эпитаксиальных структур.

Работа выполнена теоретико-экспериментальным методом.

В ходе выполнения ПНИЭР получены следующие результаты:

1. Изготовлены 3 макетных образца чувствительных элементов радиационных потоков на основе тонкопленочных алмазных структур, которые состоят из монокристаллической алмазной подложки, заглубленного графитизированного слоя, полученного методом ионной имплантации с последующим отжигом и активного алмазного слоя толщиной около 10 мкм, выращенного методом газофазной эпитаксии. Отработана технология нанесения металлических электродов на поверхности алмазной структуры, обеспечивающая его работоспособность. Технология состоит из операции нанесения слоя алюминия методом магнетронного распыления и формирования изолирующего промежутка между электродами на верхней грани структуры с помощью методов фотолитографии. Чувствительные элементы помещены в экранирующие металлические корпуса с коаксиальным разъемом для проведения испытаний.

2. Проведены успешные испытания макетных образцов чувствительных элементов датчиков радиационных потоков. Испытание на моноэнергетическом альфа-источнике показали высокую эффективность сбора заряда в пределах, заданных в программе и методиках испытаний $80 \pm 20\%$. В процессе испытаний не обнаружено явление поляризации, когда после некоторой дозы ионизирующего излучения в активном слое образуется объемный заряд, снижающий эффективность сбора заряда. Испытания на источнике медленных нейтронов производились с использованием конвертера в виде металлической фольги с нанесенным слоем бора-10. Испытания показали, что датчики выдают сигналы в диапазоне, соответствующем диапазону энергий продуктов реакции $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$, проходящей при взаимодействии медленных нейтронов с ядром ^{10}B . Также были измерены средние скорости счета датчиков с гамма-фильтром из висмута толщиной 2 см, который существенно ослабляет интенсивность гамма-излучения источника. Разница скоростей счета импульсов составила 15—18%, что подтверждает низкую чувствительность макетных образцов на основе тонкопленочного алмаза к гамма-излучению.

3. Произведена доработка макетных образцов чувствительных элементов датчиков радиационных потоков на основе алмазных полупроводниковых структур по результатам исследовательских испытаний. На предыдущих этапах ПНИЭР предполагалось изготавливать чувствительные элементы датчиков на основе алмазных пластин толщиной 100 мкм и менее с электродами, нанесенными на противоположные грани. Однако опыт показал сложность работы с такими пластинами из-за их механической хрупкости. Поэтому было принято решение перейти к тонким алмазным пленкам, выращенным на подложках с проводящим слоем. Такие алмазные структуры требуют другой технологии нанесения электродов и других режимов работы. Изменением также подверглись режимы химической и плазменной очистки поверхности структуры перед нанесением контактов и технология формирования контактов. Также принято решение использовать конвертер бор-10 на самостоятельном носителе вместо его нанесения на поверхность алмазной структуры.

4. Изготовлен макет устройства контроля радиационных потоков, состоящий из блока датчиков и блока усиления. Основным элементом блока усиления является зарядочувствительный усилитель на основе малошумящих операционных усилителей и формирователь импульса из дифференцирующей и интегрирующей цепей для максимизации отношения сигнал/шум. Импульсы на выходе формирователя имеют длительность 5 мкс, поэтому устройство контроля может обеспечивать усиление входных сигналов при нагрузке вплоть до $2 \times 10^5 \text{ с}^{-1}$.

5. Проведены успешные испытания макета устройства контроля радиационных потоков. Испытания проводились на источнике нейтронов на основе калифорния-252 в полиэтиленовом замедлителе. Измеренная скорость счета импульсов, поступающих с чувствительного элемента датчика, сравнивалась с теоретически рассчитанной. Разница оказалась в пределах допустимого диапазона, записанного в программе и методике испытаний. Для проверки применимости устройства контроля при максимальных потоках нейтронов, заданных в ТЗ ($10^{10} \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$), был использован чувствительный элемент с минимальной площадью контакта ($1.5 \times 1.5 \text{ мм}^2$) в комплекте с конвертером в виде пластины со слоем природного оксида бора толщиной 0.3 мкм с низкой эффективностью регистрации. Испытания показали, что устройства контроля в комплекте с таким датчиком может обеспечивать эффективную регистрацию нейтронов в диапазоне от 3×10^7 до $1.27 \times 10^{10} \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$. При потоках менее 3×10^7 целесообразно использовать датчик ST3 с 3-мкм конвертером ^{10}B с высокой эффективностью регистрации. Было произведено сравнение скоростей счета импульсов на разных расстояниях датчика от источника нейтронов. Сравнение показало закономерность $1/R^2$ с точностью в пределах 15%. Таким образом, изготовленное устройство контроля радиационных потоков удовлетворяет требованиям технического задания.

6. Разработана и приведена эскизная конструкторская документация на изготовление макета устройства контроля радиационных потоков.

7. Проведена корректировка технической, технологической и программной документации по результатам исследовательских испытаний. Необходимость корректировки возникла в связи с доработкой конструкции и технологии изготовления чувствительных элементов датчиков, упомянутой выше.

Таким образом были изготовлены и испытаны 3 макетных образца датчиков алмазных тепловых нейтронов (ДАТН) и 1 устройство контроля радиационных потоков (УКРП). К устройству контроля может быть подключен один датчик. Согласно техническому заданию, устройство контроля радиационных потоков должно обеспечивать измерение плотности нейтронного потока в диапазоне $1—10^{10}$ нейтронов/($\text{см}^2 \text{ с}$). Измерение потока в таком широком диапазоне только одним датчиком затруднительно, так как скорость счета импульсов устройства контроля ограничена $2 \times 10^5 \text{ с}^{-1}$. Для датчиков с высокой эффективностью регистрации нейтронов при высоких потоках нейтронов сигналы будут накладываться друг на друга, а для датчиков с низкой эффективностью регистрации нейтронов при низких потоках нейтронов необходимо слишком большое время измерения для набора достаточного количества сигналов. Поэтому целесообразно использование нескольких датчиков с разной эффективностью регистрации ней-

ронов. При потоках нейтронов $1\text{--}3 \times 10^7 \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ предлагается использовать устройство контроля с датчиком с измеренной эффективностью 3.1%, а при потоках нейтронов $3 \times 10^7\text{--}10^{10} \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ его необходимо заменить на другой датчик с эффективностью 0.07%. Если замена датчиков в процессе измерения невозможна, то необходимо дублирование цепей блока усиления и процессора импульсных сигналов для возможности одновременного измерения с нескольких датчиков. С учетом этого замечания, требования технического задания в части 4 этапа НИР выполнены в полном объеме.

Результаты ПНИЭР могут быть использованы для постановки опытно-конструкторской работы по разработке и изготовлению радиометров нейтронного потока для применения в конкретной отрасли, в частности: в ядерной энергетике, в нейтрон-захватной терапии в медицине, для нейтрон-нейтронного каротажа скважин в геологоразведке.

Технико-экономическая эффективность внедрения радиометров нейтронного потока на основе алмазных структур зависит от приложения. Значительную часть стоимости радиометра составляет стоимость алмазной структуры датчика. Там, где используются компактные полупроводниковые датчики (например, в нейтрон-захватной терапии в медицине или в аппаратуре контроля радиационной обстановки на спутниках), эффект от внедрения радиометров на основе алмазных структур может состоять в трехкратном увеличении срока службы по сравнению с радиометрами на основе кремниевых диодов. Так как стоимость компактного алмазного датчика незначительна по сравнению со стоимостью остальной аппаратуры, экономическая эффективность их внедрения будет пропорциональна увеличению срока службы. В тех приложениях, где требуются чувствительные элементы датчиков больших размеров (более нескольких см^2), экономическую эффективность внедрения алмазных датчиков оценить затруднительно из-за сложности изготовления алмазных структур большой площади. Однако, дороговизна алмазных полупроводниковых структур площадью более 1 см^2 обусловлена 1) отсутствием подложек для роста алмазных пленок большой площади и 2) медленной скоростью роста алмазных пленок (несколько мкм/час) которую нельзя превышать во избежание появления дефектов. Как показали результаты ПНИЭР, для нейтронных радиометров достаточны алмазные пленки толщиной 10 мкм , для их роста достаточна работа установки CVD-роста алмазов в течении нескольких часов. Поэтому рост активного алмазного слоя чувствительных элементов не будет составлять существенную часть стоимости, не зависимо от его площади. Касательно подложек, то в настоящее время технологии их изготовления развиваются по двум направлениям. Один из вариантов состоит из выращивания большой алмазной пластины на нескольких алмазных подложках малых размеров (т.н. мозаичные пластины). Далее такая пластина используется как подложка для роста других пластин, которые от нее отделяются путем создания заглубленного графитизированного слоя методом ионной имплантации с последующим электрохимическим травлением [2]. Другой способ состоит в гетероэпитаксиальном росте алмазных пленок на многослойных подложках, например на Ir/YSZ/Si [3] в комбинации с различными технологиями уменьшения поверхностной плотности дефектов. При развитии данных технологий стоимость изготовления эпитаксиальных алмазных структур может быть существенно снижена, так как стоимость исходных материалов для роста алмазных пленок (метан и водород) невысока.

Результаты ПНИЭР опубликованы в журналах [1, 4], по результатам составлена заявка на патент [5]. При изготовлении макетных образцов использовались технологии газофазного роста алмазных пленок электронного качества (с поверхностной плотностью дефектов менее 10^5 см^{-2}), технология ионной имплантации, технология нанесения контактов методом магнетронного распыления, технология травления в плазме. Правильность конструкции детекторов и технологии изготовления подтверждена результатами испытаний на источниках альфа-излучения и нейтронном источнике.

ПНИЭР выполняется в рамках соглашения о предоставлении субсидии от 27.11.2014 г. № 14.577.21.0150, уникальный идентификатор RFMEFI57714X0150.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Зяблюк К.Н., Колюбин В.А., Пашенцев В.Н., Недосекин П.Г., Тюрин Е.М., Афанасьев С.А. Чувствительность детекторов нейтронов на основе монокристаллических CVD-алмазов к γ -излучению. // Неорганические материалы. – 2016, №52, с. 303–308.
- 2 Yamada H., Chayahara A., Mokuno Y., Kato Y., Shikata S. A 2-in. mosaic wafer made of a single-crystal diamond. // Applied Physics Letters. – 2014, №104, 102110-1–4.
- 3 Stehl C., Fischer M., Gsell S., Berdermann E., Rahman M.S., Traeger M., Klein O., Schreck M. Efficiency of dislocation density reduction during heteroepitaxial growth of diamond for detector applications. // Applied Physics Letters. – 2013, №103, 151905-1–4.
- 4 Афанасьев С.А., Большаков А.П., Дравин В.А., Зяблюк К.Н., Колюбин В.А., Недосекин П.Г., Пашенцев В.Н., Ральченко В.Г., Тюрин Е.М., Хмельницкий Р.А. Детектор медленных нейтронов на основе тонкопленочного CVD-алмаза. // Станки и инструменты, в печати.
- 5 Алмазный Детектор Ионизирующих Излучений, заявка на изобретение RU 2015146092 от 27.10.2015 г.