

СТАБІЛЬНІСТЬ СЕНСОРІВ ХОЛЛА НА ОСНОВІ НАНОПЛІВОК ЗОЛОТА ТА МОЛІБДЕНУ, ОПРОМІНЕНИХ ПОТОКАМИ РЕАКТОРНИХ НЕЙТРОНІВ

*Большакова І. А.¹, Васильєв О. В.¹, Горелкін П. С.¹, Кость Я. Я.¹, Куєч Т.²,
Михащук Ю. С.¹, Мороз А. П.¹, Павлик Б. В.³, Радішевський М. І.¹, Шуригін Ф. М.¹*

*Національний університет «Львівська політехніка»,
79013, Україна, м. Львів, вул. С. Бандери, 12,*

² Університет Вісконсин-Медісон,

Інженіринг Драйв, 1415, м. Медісон, WI 53706, США.

*³ Львівський національний університет імені Івана Франка,
вул. Університетська, 1, м. Львів, 79000, Україна.*

inessa.bolshakova@gmail.com

СТАБИЛЬНОСТЬ СЕНСОРОВ ХОЛЛА НА ОСНОВЕ НАНОПЛЕНОК ЗОЛОТА И МОЛИБДЕНА, ОБЛУЧЕННЫХ ПОТОКАМИ РЕАКТОРНЫХ НЕЙТРОНОВ

*Большакова И. А.¹, Васильев А. В.¹, Горелкин П. С.¹, Кость Я. Я.¹, Куэч Т.²,
Михащук Ю. С.¹, Мороз А. П.¹, Павлык Б. В.³, Радисhevский М. И.¹, Шурыгин Ф. М.¹*

*¹ Национальный университет «Львовская политехника»,
79013, Украина, г. Львов, ул. С. Бандеры, 12,*

² Университет Висконсин-Мэдисон,

Инжениринг Драйв, 1415, г. Мэдисон, WI 53706, США.

*³ Львовский национальный университет имени Ивана Франко,
ул. Университетская, 1, г. Львов, 79000, Украина.*

inessa.bolshakova@gmail.com

STABILITY OF HALL SENSORS BASED ON THE GOLD AND MOLYBDENUM NANOFILMS IRRADIATED BY THE REACTOR NEUTRON FLUXES

*Bolshakova I. A.¹, Vasyliiev O. V.¹, Horelkin P. S.¹, Kost Y. Y.¹, Kuech T.²,
Mykhashchuk Y. S.¹, Moroz A. P.¹, Pavlyk. B. V.³, Radishevskiy M. I.¹, Shurygin F. M.¹*

*¹ Lviv Polytechnic National University,
12 S. Bandera St., Lviv, 79013, Ukraine.*

*² University of Wisconsin-Madison,
1415 Engineering Drive, Madison, WI 53706, USA.*

*³ Ivan Franko National University of Lviv,
1 Universytetska St., Lviv, 79000, Ukraine.*

inessa.bolshakova@gmail.com

Анотація. Експериментально досліджено вплив довготривалого опромінення нейтронами до флюенсу $\sim 10^{24}$ н·м⁻² на сенсори Холла, виготовлені на основі наноплівки золота та молибдену, які призначені для використання у системах магнітної діагностики плазми квазістаціонарних (steady-state) термоядерних реакторів нового покоління типу ITER та DEMO. Експеримент проводився в опромінюваному каналі № 3 дослідницького ядерного реактора на швидких нейтронах IBR-2. Інтенсивність нейтронного потоку в місці розміщення зразків складала $\sim 1,5 \times 10^{17}$ н·м⁻²·с⁻¹, температура зразків становила (130 ± 5) °С. В процесі опромінення здійснювалось in-situ вимірювання струмової чутливості сенсорів за допомогою спеціально розробленої керуючої електроніки. Для обох типів зразків впродовж усього експерименту чутливість залишалася

124 *Большакова І. А., Васильєв О. В., Горелкін П. С., Кость Я. Я., Куєч Т., Michaщук Ю. С.,
Мороз А. П., Павлик Б. В., Радішевський М. І., Шуригін Ф. М.*

стабільною в межах помилки вимірювань. Для золотих сенсорів залежність чутливості від флюенса не має ознак, які вказують на деградацію матеріалу при подальшому опроміненні. Для молибденових сенсорів спостерігається тенденція зміни чутливості в діапазоні великих флюенсів, яка однак не корелює з результатами інших авторів щодо впливу нейтронів на електрофізичні параметри молибдену. Тому така зміна може бути пов'язана з перебудовою кристалічної структури молибдену при довготривалому перебуванні при підвищеній температурі та/або з впливом на нього атмосфери. Стабільність чутливості під дією нейтронів, а також висока термічна стійкість золота та молибдену, роблять виготовлені на основі цих металів сенсори Холла сумісними з жорсткими умовами експлуатації сенсорів магнітного поля у системах магнітної діагностики плазми ITER та DEMO.

Ключові слова: сенсор Холла; струмова чутливість; наноплівка; золото; молибден; нейтронне опромінення; in-situ дослідження.

Аннотация. Экспериментально исследовано влияние долговременного облучения нейтронами до флюенса $\sim 10^{24} \text{ н}\cdot\text{м}^{-2}$ на сенсоры Холла, изготовленные на основе нанопленок золота и молибдена, которые предназначены для использования в системах магнитной диагностики плазмы квазистационарных (steady-state) термоядерных реакторов нового поколения типа ITER и DEMO. Эксперимент проводился в облучаемом канале № 3 исследовательского ядерного реактора на быстрых нейтронах IBR-2. Интенсивность нейтронного потока в месте размещения образцов составляла $\sim 1,5 \times 10^{17} \text{ н}\cdot\text{м}^{-2}\cdot\text{с}^{-1}$, температура образцов составляла $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$. В процессе облучения проводилось in-situ измерение токовой чувствительности сенсоров с помощью специально разработанной управляющей электроники. Для обоих типов образцов на протяжении всего эксперимента чувствительность оставалась стабильной в пределах ошибки измерений. Для золотых сенсоров зависимость чувствительности от флюенса не имеет признаков, которые указывают на деградацию материала при дальнейшем облучении. Для молибденовых сенсоров наблюдается тенденция изменения чувствительности в диапазоне больших флюенсов, которая, однако, не коррелирует с результатами других авторов по влиянию нейтронов на электрофизические параметры молибдена. Поэтому такое изменение может быть связано с перестройкой кристаллической структуры молибдена при долговременном пребывании при повышенной температуре и/или с влиянием на него атмосферы. Стабильность чувствительности под действием нейтронов, а также высокая термическая стойкость золота и молибдена, делают изготовленные на основе этих металлов сенсоры Холла совместимыми с жесткими условиями эксплуатации сенсоров магнитного поля в системах магнитной диагностики плазмы ITER и DEMO.

Ключевые слова: сенсор Холла; токовая чувствительность; нанопленка; золото; молибден; нейтронное облучение; in-situ исследование.

Abstract. It was investigated experimentally the influence of long-term neutron irradiation up to the fluence of $\sim 10^{24} \text{ n}\cdot\text{m}^{-2}$ on Hall sensors made on the basis of gold and molybdenum nanofilms, that are intended for application in the plasma's magnetic diagnostic systems of the new-generation steady-state fusion reactors of the ITER and DEMO type. The experiment was carried out in the irradiation channel #3 of the research nuclear fast neutron reactor IBR-2. The neutron flux intensity at the samples location was $\sim 1.5 \times 10^{17} \text{ n}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$, the samples temperature was $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$. During the irradiation it was carried out, the in-situ measurement of the sensors' current-related sensitivity with the using of specially designed control electronics. For both types of samples, throughout the experiment, the sensitivity remained stable within the measurement error. For gold sensors, the sensitivity dependence on fluence has no signs that indicate the material degradation at further irradiation. For molybdenum sensors, there is a tendency of the sensitivity change in the high fluences range, which however does not correlate with the results of other authors regarding the neutrons influence on the electrophysical parameters of molybdenum. Therefore, such change may be connected with the rearranging of crystalline structure of molybdenum during long-term exposure at elevated temperature and/or with the atmosphere effect of it. The sensitivity stability under neutron irradiation, as well as the high thermal stability of gold and molybdenum, make Hall sensors based on these metals compatible with the severe operating conditions of magnetic field sensors in the plasma's magnetic diagnostic systems of ITER and DEMO.

Key words: Hall sensor; current-related sensitivity; nanofilm; gold; molybdenum; neutron irradiation; in-situ investigation.

Сенсори Холла здатні вимірювати магнітні поля в широких діапазонах індукції та частоти [1]. Це робить їх перспективними для застосування у системах магнітної діагностики плазми термоядерних реакторів з магнітним утриманням плазми, серед яких

основними є токамаки та стелларатори, де магнітні поля можуть сягати $B = 16$ Т і при цьому мати нестабільності з частотами в декілька сотень кілогерц [2-4]. Одне з головних завдань магнітної діагностики полягає в безперервному моніторингу розподілу поля, утворюваного гарячою ($T \geq 10^8$ °С) замагніченою дейтерій-тритієвою плазмою, та подальшому real-time розрахунку її положення, форми, енергії, струму, характеристик збурень тощо [2, 5]. Отримані дані необхідні для керування плазмою з метою її утримання на безпечній відстані від елементів конструкції реактора та підтримки оптимального сценарію його роботи.

Значну проблему для магнітної діагностики створюють інтенсивні потоки нейтронів та великі температури в місцях розміщення сенсорів магнітного поля (зазвичай за бланкетом реактора), що призводять до їх деградації. Тому традиційно в якості сенсорів застосовують індукційні (pick-up) котушки, які за своєю природою мають високу термічну та радіаційну стійкість. Однак котушка індуктивності реєструє не саму магнітну індукцію B , а її похідну в часі dB/dt . Відповідно, для визначення індукції вихідну напругу pick-up котушки необхідно інтегрувати за допомогою спеціальних сигнальних перетворювачів [2]. Виміряне при такому інтегруванні поле B_m можна показати у вигляді:

$$B_m(t) = K_{PC} \int_0^{t \leq \Delta t} [V_i(\tau) + V_s(\tau)] d\tau, \quad (1)$$

де K_{PC} – коефіцієнт, що залежить від параметрів котушки; t – час; τ – змінна інтегрування; Δt – тривалість горіння плазми; V_i – корисна складова (індукована зміною поля в часі) вихідної напруги; V_s – паразитна складова, обумовлена радіаційно-індукованими ефектами в котушці та лініях зв'язку [5, 6].

Сьогодні більшість токамаків у світі поки що працює з короткими імпульсами горіння плазми ($\Delta t \leq 10$ с), внаслідок чого похибка визначення B , пов'язана з наявністю в рівнянні (1) доданку V_s , є малою і $B_m \approx B$. Однак в наступному поколінні квазістаціонарних (steady-state) реакторів імпульси горіння будуть набагато довшими: $\Delta t > 400$ с – для експериментального токамака ITER, що зараз будується у Франції, та $\Delta t > 7000$ с – для прототипу першої термоядерної електростанції DEMO, що зараз проектується консорціумом EUROfusion за програмою Horizon-2020/Europe-Euratom [6]. За таких великих значень Δt похибка діагностики на основі pick-up котушок буде суттєво зростати через довготривале інтегрування паразитної напруги V_s . Цю проблему дозволяють подолати сенсори Холла, які без інтегрування реєструють як змінні, так і постійні поля [2]. Виміряне ними поле B_m можна показати як:

$$B_m(t) = K_{HS} [V_H(t) + V_0], \quad (2)$$

де K_{HS} – коефіцієнт, що залежить від чутливості та струму живлення сенсора; V_H – корисна складова вихідної напруги (напруга Холла); V_0 – паразитна складова (offset напруга), що виникає через геометричні недосконалості чутливого елемента [7]. На сьогодні розроблено багато технологічних підходів для мінімізації V_0 , а також схемотехнічних рішень для відокремлення V_H від V_0 , що дозволяє значно підвищити точність магнітних вимірювань [7].

Основною задачею на шляху впровадження холлівських сенсорів у термоядерних реакторах є підвищення їх радіаційної стійкості, оскільки у сучасних промислових сенсорах на основі Si вона є недостатньою. Автори статті в попередніх дослідженнях створили сенсори на основі наногетероструктур InAs/i-GaAs та експериментально довели, що їх чутливість є стабільною при опроміненні нейтронами до флюенса $F = 10^{22}$ н·м⁻² [8]. Такі сенсори можуть бути використані в усіх діючих термоядерних реакторах, а також в майбутньому токамаці ITER на зовнішній поверхні його вакуумної камери (ex-vessel), де вказаний флюенс буде накопичуватися приблизно за 20 років роботи [5]. В 2009 р. 18 таких

126 *Большакова І. А., Васильєв О. В., Горелкін П. С., Кость Я. Я., Куєч Т., Михашук Ю. С., Мороз А. П., Павлик Б. В., Радішевський М. І., Шуригін Ф. М.*

сенсорів були встановлені в найбільшому у світі серед діючих токамаці JET (Великобританія), де вони успішно працюють і сьогодні [8].

Спеціалісти Institute of Plasma Physics (Чехія) запропонували сенсори Холла на основі тонких плівок напівметалу Ві. Проте у таких приладів вихідна напруга нелінійно залежить від поля B та температури T , що значно ускладнює методи та засоби оброблення сигналів таких сенсорів [9].

В реакторах нового покоління типу DEMO флюенси нейтронів будуть набагато вищими ніж в ITER – до $F \sim 10^{26} \text{ н} \cdot \text{м}^{-2}$ – при робочих температурах сенсорів $T > 300 \text{ }^\circ\text{C}$ [10]. В таких жорстких умовах вищезгадані типи матеріалів нездатні працювати: напівпровідники InAs/i-GaAs – через радіаційну деградацію, а напівметал Ві – через термічне руйнування (точка плавлення $\sim 271 \text{ }^\circ\text{C}$). Тому автори цієї статті запропонували використовувати в сенсорах Холла тонкі полікристалічні металеві плівки, яким притаманні висока радіаційна та термічна стійкості [10].

Метою статті є дослідження впливу опромінення нейтронами на працездатність сенсорів Холла, виготовлених на основі наноплівки золота та молибдену та призначених для використання у системах магнітної діагностики плазми steady-state термоядерних реакторів.

Технологія виготовлення та підготовки зразків сенсорів до експериментів по опроміненню нейтронами. Основною експлуатаційною характеристикою холлівського сенсора є чутливість до магнітного поля, яка визначає рівень корисного сигналу. В режимі живлення постійним струмом при відомій величині магнітної індукції $B = B_t$ струмова чутливість S сенсора визначається як:

$$S = \left| \frac{1}{I} \cdot \frac{V_H}{B_t} \right| = \left| \frac{R_H}{d} \right|, \quad (3)$$

де I – струм живлення, що пропускається через струмові виводи; V_H – холлівська напруга, що генерується на потенційних виводах; B_t – індукція тестового магнітного поля; R_H – коефіцієнт Холла матеріалу чутливого елементу; d – його товщина.

Оскільки у металів коефіцієнт Холла R_H є невеликим в порівнянні з напівпровідниковими, то для підвищення чутливості металевих сенсорів їх доцільно виготовляти на основі тонких плівок. В цій статті були використані наноплівки товщиною $d = 50 \text{ нм}$, нанесені на промислові сапфірові (Al_2O_3) прошарки товщиною 450 мкм . Подальше зменшення d вважається недоцільним, оскільки воно обмежує максимально допустимий струм живлення, а крім того, може призводити до небажаної зміни R_H внаслідок розмірних ефектів [11].

Наноплівки Au виготовлялись методом електронно-променевого випаровування. Для покращення адгезії золота перед його напиленням на сапфір додатково осаджувався прошарок титану товщиною 10 нм . Нанесення Ti та Au проводилось послідовно без порушення вакуумних умов для запобігання окисленню титану. Наноплівки Mo виготовлялись методом магнетронного розпилення без застосування додаткових шарів. При напиленні плівок застосовувалась зворотна («вибухова» або lift-off) фотолітографія, за допомогою якої були сформовані активні елементи сенсорів у формі симетричного хреста з розмірами перехрестя $(200 \times 200) \text{ мкм}^2$.

Для електричної комутації сенсорів з вимірювальним обладнанням на кінцівки кожного хрестоподібного чутливого елементу методом термічного напилення були осаджені золоті контактні площадки товщиною $(1,5 - 2,0) \text{ мкм}$. Після цього сапфіровий прошарок розрізався на чіпи з розмірами $\sim (1 \times 1) \text{ мм}^2$, на кожному з яких розміщувався

один сенсор. Для механічної релаксації зразки сенсорів додатково відпалювались у вакуумі ($\sim 10^{-4}$ тор) при $T \approx 400$ °С протягом 3 годин.

Рентгенівський мікроаналіз (растровий електронний мікроскоп-мікроаналізатор РЕММА-102-02) показав, що металеві чутливі елементи не містять сторонніх атомів.

При проведенні подальших досліджень до контактних площадок методом термокомпресійного зварювання приєднувались зовнішні електричні виводи – золоті дротики діаметром 30 мкм.

Методика in-situ експерименту з нейтронного опромінення сенсорів. Холлівські сенсори опромінювались в дослідницькому ядерному реакторі IBR-2 (Міжнародна міжурядова науково-дослідна організація «Об'єднаний інститут ядерних досліджень») на опромінювальній установці в каналі № 3. Активна зона цього реактора охолоджується рідким натрієм, що дозволяє отримати радіаційний потік зі значним вмістом швидких нейтронів ($E > 0,1$ MeV), частка яких становить $\sim 40\%$ [12]. Крім того, унікальною особливістю IBR-2 є механічна модуляція реактивності, що забезпечує велику густину потоку нейтронів ($\geq 10^{17}$ н·м⁻²·с⁻¹). Сукупність цих факторів вигідно відрізняє IBR-2 від поширених дослідницьких реакторів з водяним охолодженням, оскільки дозволяє наблизити умови експерименту до радіаційної обстановки, в якій перебувають сенсори магнітного поля в реальних термоядерних реакторах [5].

Експеримент в реакторі проводився при in-situ вимірюванні параметрів сенсорів в процесі їх опромінення нейтронами. Такий підхід дозволяє уникати контакту персоналу з активованими матеріалами і досягати високих значень флюенсу нейтронів. Крім того, **in-situ вимірювання надає можливість спостерігати за динамікою параметрів сенсорів при накопиченні ними радіаційних дефектів в міру зростання флюенсу.**

Загальна схема in-situ експерименту показана на рис. 1,а. Сенсори розміщувались в виносних головках, виготовлених з радіаційностійкої кераміки Масор, рис. 1,б. Головки закріплювались на опромінювальній установці, рис. 1,в, яка вводилась в канал реактора. Вимірювання здійснювались за допомогою спеціально розробленої керуючої електроніки, розташованої за межами каналу на відстані ~ 15 м від оснасток та з'єднаної з ними радіаційностійкими кабелями типу «вита пара». Для керування електронікою було використано спеціальне програмне забезпечення, інстальоване на локальному комп'ютері, що знаходився на відстані ~ 40 м. Отримані дані через internet-канал зберігалися на віддаленому сервері, що знаходився в нашій лабораторії ($\sim 1,5$ тис. км від реактора).

На рис. 2 показані основні елементи головки та структурна схема керуючої електроніки. Сенсори Холла та термодавач – платиновий термометр опору, призначений для моніторингу температури – закріплювались на керамічній пластині за допомогою спеціального клею. Пластинка розміщувалась всередині мініатюрного соленоїда з мідною обмоткою, який утворював тестове магнітне поле B_t . Кожна головка вмішувала 4 холлівських сенсори, 1 термодавач та 1 соленоїд.

Основними функціональними вузлами керуючої електроніки є мікроконтролер МК – для керування робочим алгоритмом, первинного оброблення результатів вимірювань та обміну даними з локальним комп'ютером; джерело струму I_s – для живлення соленоїда та утворення тестового поля B_t ; омметр Ω – для вимірювання опору термодавача; джерело струму I – для живлення сенсорів струмом I ; вольтметр V – для вимірювання їх вихідної напруги V ; комутатор K для підвищення точності визначення холлівської напруги за допомогою методу обертового струму.

Як уже зазначалося, вихідну напругу V сенсора Холла можна подати сумою [7]:

$$V(I, B) = V_H(I, B) + V_0(I), \quad (4)$$

128 *Большакова І. А., Васильєв О. В., Горелкін П. С., Кость Я. Я., Куєч Т., Михашук Ю. С., Мороз А. П., Павлик Б. В., Радішевський М. І., Шуригін Ф. М.*

де B – магнітна індукція; I – струм живлення; V_H – напруга Холла; V_0 – паразитна напруга (offset), яка виникає, головним чином, через неідеальність форми чутливого елементу, неоднорідність розподілу характеристик матеріалу в ньому, несиметричність приєднання зовнішніх виводів тощо, і тому вона не залежить від магнітного поля B [7]. Важлива особливість такого «геометричного» offset полягає в тому, що у випадку симетричного чутливого елементу з чотирма виводами перекомутація джерела струму з однієї пари протилежних виводів сенсора на іншу (обертання струму на $\pi/2$) інвертує знак V_0 , але зберігає його модуль, тоді як V_H залишається незмінним [7]. Це дозволяє мінімізувати offset простим усередненням результатів декількох вимірювань вихідної напруги V , проведених для різних конфігурацій живлення сенсора (при незмінних величинах поля $B=B_t$ та струму I). В цій роботі керуюча електроніка усереднювала результати чотирьох послідовних вимірювань. Отриманий сигнал можна надати як:

$$V_{SC}(I, B_t) = \frac{V_{db}(I_{ac}, B_t) + V_{ac}(I_{bd}, B_t) + V_{bd}(I_{ca}, B_t) + V_{ca}(I_{db}, B_t)}{4} = V_H(I, B_t) + V_{SC}(I), \quad (5)$$

$$I_{ac} = I_{ca} = I_{bd} = I_{db} = I > 0,$$

де V_{SC} – результат усереднення; V_{OSC} – залишковий offset; індекси a, b, c та d біля V або I позначають вивід сенсора, до якого при вимірюванні була приєднана позитивна (перший індекс) та негативна (другий індекс) клемма вольтметра V або джерела струму I , рис. 1, б.

Слід зазначити, що метод обертального струму не усуває offset повністю, але дозволяє суттєво його зменшити. Вимірювання в лабораторії показали, що зазначена вище реалізація методу обертального струму дозволяє зменшити offset у $V_0/V_{OSC} \sim 10000$ разів.

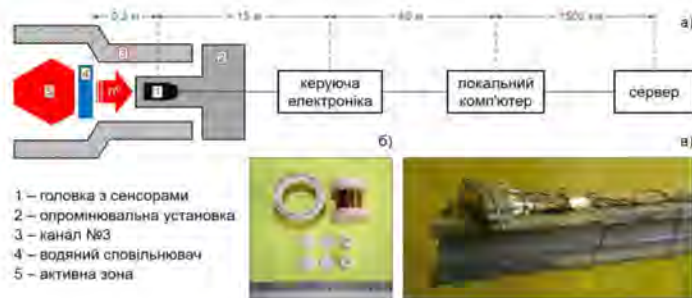


Рисунок 1 – Загальна схема in-situ експерименту з нейтронного опромінення а); елементи конструкції виносної головки б); розміщення головок з сенсорами на опромінювальній установці в каналі № 3 реактора IBR-2 в)

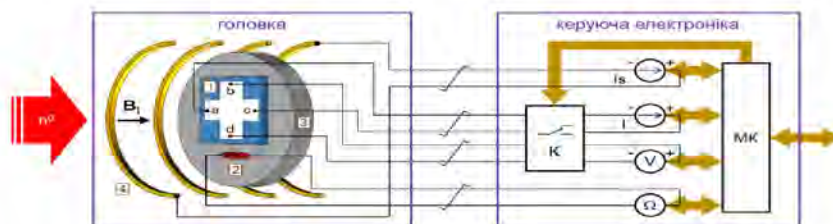


Рисунок 2 – Спрощена схема головки і керуючої електроніки. 1 – сенсор Холла (буквами а-д позначені виводи); 2 – термодавач; 3 – керамічна площадка для закріплення сенсорів; 4 – обмотка соленоїда (в розрізі)

Таким чином, справедливо вважати, що $V_{SC} \approx V_H$.

Загальний час, необхідний для проведення чотирьох вимірювань та розрахунку V_{SC} у відповідності з (5) становив лише 0,1 с. Отже, за час отримання кожного значення V_{SC} флюенс нейтронів, а також температура сенсорів практично залишалися незмінними.

Отримані значення I_H в подальшому застосовувались для розрахунку чутливості сенсорів S згідно з (3) та побудови її залежності від флюенсу.

Результати дослідження. В нейтронних потоках було досліджено 16 сенсорів на основі наноплівки Au та Mo. Параметри опромінення: потік нейтронів у місці розміщення сенсорів, рис. 1,б, становив $1,5 \times 10^{17} \text{ н} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$, тривалість експерименту ~ 2148 год., загальний флюенс $1,16 \times 10^{24} \text{ н} \cdot \text{м}^{-2}$, температура сенсорів під час опромінення становила $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$, живлення зразків здійснювалось сталим струмом $I = 40$ мА при тестовому полі $B_T = 15$ мТл.

Залежності чутливості від флюенсу $S(F)$ для сенсорів на основі наноплівки Au та Mo показані на рис. 3. Табл. 1 містить параметри досліджуваних зразків: R_H – коефіцієнт Холла [13] (дані для об'ємних матеріалів); S_0^* – оцінкове значення чутливості для сенсора з товщиною активного елементу $d = 50$ нм при вказаному R_H , розраховане згідно з (3); S_0 – чутливість, виміряна до опромінення; S_m – чутливість, виміряна після опромінення сенсора максимальним флюенсом; $\Delta S = (S_m - S_0)/S_0$ – відносна зміна чутливості після опромінення; d^* – оцінкове значення товщини плівки для виміряного значення S_0 при вказаному R_H , розраховане згідно з (3).

З табл. 1 видно, що для Au-сенсора виміряна чутливість S_0 є меншою на $\sim 20\%$ ніж значення S_0^* , очікуване для золотого чутливого елементу з товщиною $d = 50$ нм. При цьому оцінкова товщини d^* , яка відповідає експериментальному значенню S_0 є більшою від d на $(d_{est} - d) \approx 11$ нм. Таку різницю можна пояснити впливом на холлівську напругу сенсора електропровідного прошарку титану, товщина якого дорівнює 10 нм. Крім того, не виключена похибка у визначенні d на етапі напилення золотої наноплівки.

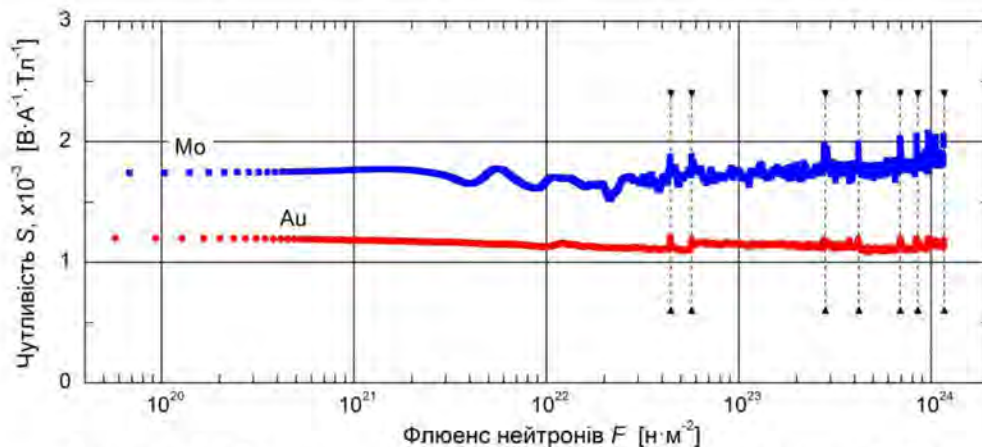


Рисунок 3 – Залежності чутливості від флюенсу нейтронів $S(F)$ для сенсорів Холла на основі наноплівки Au та Mo

Таблиця 1 – Параметри опромінених зразків Au та Mo

Матеріал	$R_H, \times 10^{-11}$ мЗ·А·л·с·л	$S_0^*, \times 10^{-3}$ В·А·л·Тл·л	$S_0, \times 10^{-3}$ В·А·л·Тл·л	$S_m, \times 10^{-3}$ В·А·л·Тл·л	$\Delta S,$ %	$d^*, \times 10^{-9}$ м
Au	-7,3	1,46	1,19	1,16	-2,5	61
Mo	18,0	3,60	1,74	1,83	5,2	103

¹³⁰ Большакова І. А., Васильєв О. В., Горелкін П. С., Кость Я. Я., Куєч Т., Михашук Ю. С., Мороз А. П., Павлик Б. В., Радішевський М. І., Шуригін Ф. М.

Для сенсора на основі Мо виміряна чутливість S_0 є меншою за очікувану S_0^* майже в 2 рази, що не можна пояснити лише похибкою вимірювання товщини d . Можливою причиною такої великої різниці є залежність коефіцієнта Холла R_H від умов осідання плівки Мо або проявів розмірних ефектів. Проте ці припущення потребують окремого дослідження.

Криві $S(F)$ демонструють пікоподібні викиди, окремі з яких позначені пунктирними лініями на рис. 3. Даний ефект не слід пов'язувати з пошкодженням сенсорів нейтронами, оскільки для всіх досліджених зразків величина чутливості S до та після виникнення кожного піка є однаковими. Причиною можуть бути певні технологічні процеси в ІВР-2, такі як запуск реактора, маневрування його потужністю, включення додаткового обладнання тощо. На користь цього припущення говорить кореляція піків у часі для різних зразків. Крім того, як видно з рис. 3, для Мо-сенсора амплітуда викидів є помітно більшою. Це може свідчити про те, що піки виникають через наведення паразитних струмів в електричних колах, утворених довгими лініями зв'язку, які замикаються металевими чутливими елементами (рис. 2). При цьому більш високе падіння напруги повинно спостерігатися саме на молібденових чутливих елементах, оскільки їх електричний опір є більшим ніж у золотих. Точне визначення природи піків ускладнене обмеженням доступом до керуючої електроніки під час опромінення.

В цілому, опромінення металевих сенсорів до максимального флюенсу нейтронів $1,16 \times 10^{24} \text{ н} \cdot \text{м}^{-2}$ дуже слабо впливає на їх чутливість. Зокрема, для всіх зразків на основі золотих наноплівок зміна чутливості становить $|\Delta S| \leq 3\%$, що знаходиться в межах похибки вимірювань. При цьому, залежність $S(F)$ на рис. 3 не має чітких ознак, які б вказували на деградацію матеріалу при подальшому зростанні флюенсу F .

Для Мо-сенсорів ситуація дещо гірша. Зміна чутливості в усіх досліджених зразках є позитивною і становить $\Delta S \leq 6\%$, що також знаходиться в межах похибки вимірювань. Проте як видно з рис. 3, чутливість S має тенденцію до подальшого зростання при збільшенні флюенсу F . У той самий час маловірогідно, що цей тренд пов'язаний лише з впливом нейтронів. Виходячи з результатів інших дослідників, електрофізичні властивості Мо повинні набагато повільніше змінюватися при зростанні F . Так, опромінення монокристалів Мо швидкими нейтронами з надзвичайно високим флюенсом $F = 1,14 \times 10^{26} \text{ н} \cdot \text{м}^{-2}$ змінює його електричний опір лише на (10-14) % [14]. У той самий час, як правило, полікристалічні метали мають вищу радіаційну стійкість порівняно з монокристалічними, що пов'язано з впливом міжзеренних меж на заліковування радіаційних дефектів. Отже, більш вірогідною причиною спостереженого зростання $S(F)$ є перебудова кристалічної структури молібдену під впливом довготривалого перебування при підвищеній температурі, або його хімічна модифікація під дією атмосфери.

Висновки. Проведене в дослідницькому ядерному реакторі довготривале (2148 год.) in-situ дослідження з нейтронного опромінення показало, що чутливість сенсорів Холла, виготовлених на основі наноплівок золота та молібдену, залишається стабільною в межах похибки вимірювань до флюенсів $\sim 10^{24} \text{ н} \cdot \text{м}^{-2}$. Це майже на два порядки величини перевищує гранично-допустимі радіаційні навантаження для напівпровідникових сенсорів, які автори роботи розробили та випробували у своїх попередніх дослідженнях. При цьому золоті сенсори взагалі не демонструють ознак деградації, тоді як незначні зміни чутливості сенсорів на основі молібдену, скоріше за все, пов'язані зі змінами в його кристалічній структурі та/або хімічному складі під впливом довготривалих теплових навантажень при 130°C .

Досягнутий в експерименті високий флюєнс нейтронів відповідає рівню радіаційних навантажень на сенсори магнітного поля, очікуваних в термоядерних реакторах ITER та DEMO. Це означає, що золоті та молибденові сенсори є перспективними для застосування в системах магнітної діагностики плазми цих реакторів.

Подальші дослідження потрібні для вдосконалення технології золотих та молибденових сенсорів, а також продовження експериментів з їх нейтронного опромінення для визначення гранично-допустимих рівнів радіаційних навантажень.

Подяка

Робота виконана в межах консорціуму EUROfusion та отримала фінансову підтримку за Програмою досліджень і навчання Euratom 2014-2018 рр. та 2019-2020 рр. за грантовою угодою № 633053. Висловлені погляди та думки не обов'язково відображають погляди та думки Європейської Комісії. Автори висловлюють подяку І. С. Васильєвському за виготовлення молибденових сенсорів; Р. Я. Серкізу за рентгенівські дослідження зразків; а також С. А. Кулікову та М. В. Булавину за проведення нейтронного опромінення.

ЛІТЕРАТУРА:

1. Macintyre S. A. Magnetic measurements / S. A. Macintyre // *Electrical engineering* / ed. K. P. Wong. – Oxford : UNESCO, 2009. – V. 2. – P. 269–298. – (Series "Encyclopedia of life support systems"). – ISBN 978-1-84826-978-1.
2. Chapter 2: Magnetic diagnostics / E. J. Strait, E. D. Fredrickson, J.-M. Moret, M. Takech // *Fusion Science and Technology*. – 2008. – V. 53, № 2. – P. 304–334.
3. Magnet design considerations for fusion nuclear science facility / Y. Zhai, C. Kessel, L. El-Guebaly, P. Titus // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. – 2016. – V. 26, № 4. – 4202305 (5 p.).
4. Design and construction of high-frequency magnetic probe system on the HL-2A tokamak / S. Y. Liang, X. Q. Ji, T. F. Sun [et al.] // *AIP Advances*. – 2017. – V. 7, № 12. – 125004 (7 p.).
5. Boivin R. Diagnostics for magnetic fusion power plants / R. Boivin // *Magnetic fusion energy. From experiments to power plants* / ed. G. Neilson. – Cambridge : Woodhead Publishing, 2016. – P. 549–575. – (Series "Woodhead Publishing Series in Energy"). – ISBN 978-0-08100-315-2.
6. Diagnostics and control for the steady state and pulsed tokamak DEMO / F. P. Orsitto, R. Villari, F. Moro [et al.] // *Nuclear Fusion*. – 2016. – V. 56, №2. – 026009 (23 p.).
7. Popovic R. S. Halle effect devices / R. S. Popovic. Bristol and Philadelphia : IOP Publishing, 2004. – 420 p. – ISBN 978-0-75030-855-7.
8. Experimental evaluation of stable long term operation of semiconductor magnetic sensors at ITER relevant environment / I. Bolshakova, S. Belyaev, M. Bulavin [et al.] // *Nuclear Fusion*. – 2015. – V. 55, № 8. – 083006 (7 p.).
9. Steady state magnetic sensors for ITER and beyond: Development and final design / M. Kocan, I. Duran, S. Entler, [et al.] // *Review of Scientific Instruments*. – 2018. – V. 89, № 10. – 10J119 (6 p.).
10. Diagnostics for plasma control – From ITER to DEMO / W. Biel, R. Albanese, I. Bolshakova [et al.] // *Fusion Engineering and Design*. – 2019. – V. 146, Part A. – P. 465–472.
11. Size effects on the Hall constant in thin gold films / R. Henriquez, S. Oyarzun, M. Flores [et al.] // *Journal of Applied Physics*. – 2010. – V. 108, № 12. – 123704 (6 p.).
12. Spectrum and density of neutron flux in the irradiation beam line No. 3 of the IBR-2 reactor / E. P. Shabalin, A. E. Verkhoglyadov, M. V. Bulavin [et al.] // *Physics of Particles and Nuclei Letters*. – 2015. – V. 12, № 2. – P. 336–343.
13. Handbook of physical quantities / eds. I. S. Grigoriev, E. Z. Meilikhov. – Boca Raton : CRC Press, 1997. – 1548 p. – ISBN 978-0-84932-861-9.
14. Zakharova M. I. Effects of neutron irradiation and annealing on the elastic moduli and electrical resistivity of molybdenum and tungsten single crystals / M. I. Zakharova, N. A. Artemov, V. V. Bogdanov // *Inorganic Materials*. – 2001. – V. 37, № 8. – P. 786–789.

REFERENCES:

1. Macintyre, S. A. "Magnetic Measurements." *Encyclopedia of Life Support Systems: Electrical Engineering*, edited by K P Wong, UNESCO, 2009, pp. 269–298.
2. Strait, E. J., et al. "Chapter 2: Magnetic Diagnostics." *Fusion Science and Technology*, vol. 53, no. 2, 2008, pp. 304–334., doi:10.13182/fst08-a1674.
3. Zhai, Y., et al. "Magnet Design Considerations for Fusion Nuclear Science Facility." *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 26, no. 4, 2016, pp. 4202305-1–4202305-5., doi:10.1109/TASC.2016.2532921.
4. Liang, S. Y., et al. "Design and Construction of High-Frequency Magnetic Probe System on the HL-2A Tokamak." *AIP Advances*, vol. 7, no. 12, 2017, pp. 125004-1–125004-7., doi:10.1063/1.5000268.
5. Boivin, R. "Diagnostics for Magnetic Fusion Power Plants." *Magnetic Fusion Energy. From Experiments to Power Plants*, edited by G Neilson, Woodhead Publishing, 2016, pp. 549–575.
6. Orsitto, F. P., et al. "Diagnostics and Control for the Steady State and Pulsed Tokamak DEMO." *Nuclear Fusion*, vol. 56, no. 2, 2016, pp. 026009-1–026009-23., doi:10.1088/0029-5515/56/2/026009.
7. Popovic, R. S. *Hall Effect Devices*. Institute of Physics Pub., 2004.
8. Bolshakova, I., et al. "Experimental Evaluation of Stable Long Term Operation of Semiconductor Magnetic Sensors at ITER Relevant Environment." *Nuclear Fusion*, vol. 55, no. 8, 2015, pp. 083006-1–083006-7., doi:10.1088/0029-5515/55/8/083006.
9. Kocan, M., et al. "Steady State Magnetic Sensors for ITER and beyond: Development and Final Design." *Review of Scientific Instruments*, vol. 89, no. 10, 2018, pp. 10J119-1–10J119-6., doi:10.1063/1.5038871.
10. Biel, W., et al. "Diagnostics for Plasma Control – From ITER to DEMO." *Fusion Engineering and Design*, vol. 146, part A, 2019, pp. 465–472., doi:10.1016/j.fusengdes.2018.12.092.
11. Henriquez, R., et al. "Size Effects on the Hall Constant in Thin Gold Films." *Journal of Applied Physics*, vol. 108, no. 12, 2010, pp. 123704-1–123704-6., doi:10.1063/1.3525704.
12. Shabalin, E. P., et al. "Spectrum and Density of Neutron Flux in the Irradiation Beam Line No. 3 of the IBR-2 Reactor." *Physics of Particles and Nuclei Letters*, vol. 12, no. 2, 2015, pp. 336–343., doi:10.1134/s154747711502020x.
13. Grigorev I. S., et al. *Handbook of Physical Quantities*. CRC Press, 1997.
14. Zakharova, M. I., et al. *Inorganic Materials*, vol. 37, no. 8, 2001, pp. 786–789., doi:10.1023/a:1017979230262.

DOI: 10.33243/2518-7139-2019-1-2-124-133