

Strahlungsresistente, temperaturstabile Bolometer für Fusionsexperimente

Radiation Resistant High-temperature Bolometer Sensors for Fusion Experiments

Stefan Schmitt (stefan.schmitt@imm.fraunhofer.de), Dr. Peter Detemple, Fraunhofer IMM, Mainz, Deutschland,
Dr. L.C. Ingesson, F4E, Barcelona,
Dr. F. Penzel, Dr. H. Meister, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching.

Kurzfassung

Zur Messung der Strahlungsleistung in Fusionsanlagen werden Bolometersensoren eingesetzt. Das Messprinzip basiert auf der Umwandlung einer eintreffenden elektromagnetischen Strahlung in Wärme. Hierbei müssen die Sensoren den harschen Umgebungsbedingungen insbesondere der hochenergetischen Strahlung und häufigen Temperaturwechseln standhalten. Die zwei unterschiedlichen Varianten, welche entwickelt wurden, basieren auf verschiedenen Grundmaterialien und wurden in ersten Untersuchungen auf ihre Eignung für den Einsatz in modernen Hochleistungsanlagen für die Fusionsforschung getestet.

Abstract

Bolometer sensors are used to measure the radiation power in current fusion facilities. The measuring principle is based on the conversion of the incoming electromagnetic radiation into heat. The sensors have to withstand the harsh environmental conditions, especially the high-energy radiation and frequent temperature changes. The two different variants that have been developed employ different base materials and have been tested in initial trials for their suitability for use in modern high-power fusion facilities.

1 Bolometer in der Fusionsforschung

Die Messung der Strahlungsleistung, welche von einem Fusionsplasma emittiert wird, ist eine wichtige Methode zur Ermittlung der Energiebilanz in Fusionsexperimenten. Zudem liefert diese Messung wichtige Kenndaten, um die Vorgänge innerhalb des Plasmas zu verstehen und zu optimieren. Viele Versuchsanlagen, die ein magnetisch eingeschlossenes Plasma verwenden, setzen Bolometer zur Überwachung des Plasmas ein. Hierzu gehören z.B. die Reaktoren Wendelstein7-X, ASDEX-Upgrade, MAST-U, und zukünftig auch der neue Fusionsreaktor ITER [1]. Bolometer sind Strahlungssensoren, die die Temperaturerhöhung einer von Strahlung beschienenen Absorberfläche messen. In der Fusionsforschung wird meist eine Absorberstruktur verwendet, die von einer dünnen Membran getrennt, rückseitig ein Metall-Widerstandsmäander zur elektrischen Temperaturmessung trägt (**Bild 1**) [2]. Durch geeignete Kalibrierung kann die gemessene Temperaturerhöhung in eine Energiedichte umgerechnet werden. Durch eine Blendenanordnung wird meist nur eine kleine Sichtlinie senkrecht zum Plasmaeinschluss betrachtet. Aus einer Anzahl von unter unterschiedlichen Winkeln aufgenommener Sichtlinien kann ein Querschnittsprofil der Plasmapverteilung berechnet werden.

Die ersten Generationen dieser Bolometer nutzten als Substratmaterial Polyimid-Folien und waren daher nur für

niedrige Temperaturen geeignet (bis 230°C). Eine Variante, die stattdessen Glimmer als Substrat verwendete, war für höhere Temperaturen geeignet [3] und zeigte eine vielversprechende Strahlungsstabilität [4].

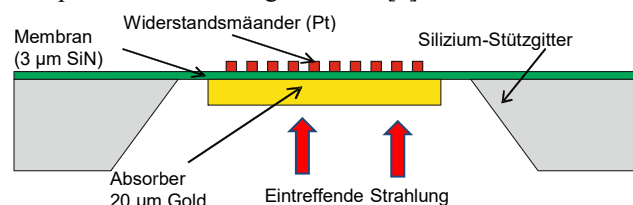


Bild 1 Querschnittsdarstellung eines Bolometer Sensors (siliziumbasierter Typ)

ITER, das derzeit weltweit größte Fusionsexperiment, welches sich aktuell im Aufbau befindet, stellt enorme Anforderungen an alle Bauteile, die in unmittelbarer Umgebung des Plasmas installiert werden. Neben Reinheit der verwendeten Materialien sind besonders die hohen Anforderungen in Bezug auf Temperaturstabilität und Strahlungsfestigkeit zu nennen [5]. Zusätzlich zu einer thermischen Wechsellastbeständigkeit bis zu 400°C, müssen die Bolometer in der Lage sein, hohen Neutronenflüssen bis zu $10^{13} \frac{n}{cm^2s}$ stand zu halten [6]. Über die voraussichtliche Lebensdauer von ITER bedeutet dies zum Beispiel für eine Si_3N_4 -Membran als Substratmaterial eine Strahlungsbelastung von bis zu 0,3 dpa (Verschiebungen pro Atom) [7]. Die Verwendung neuer Materialien war der Schlüssel, um diesen hohen Anforderungen gerecht zu werden.

Bild 2 zeigt das Layout eines Bolometer-Arrays mit vier voneinander unabhängigen Messkanälen auf einem Chip. Zur Kompensation der Umgebungstemperatur und Temperatureinflüssen durch Neutronenstrahlung verfügt jeder Kanal über ein Referenzbolometer, welches von der zu messenden Plasmastrahlung abgeschattet wird [8]. Unter jedem der Absorber befinden sich je zwei ineinander verschachtelte Platinmäander zur Messung der Temperatur. Die jeweiligen Mäander der Mess- und Referenzbolometer sind auf dem Chip zu einer Wheatstone Brücke verschaltet.

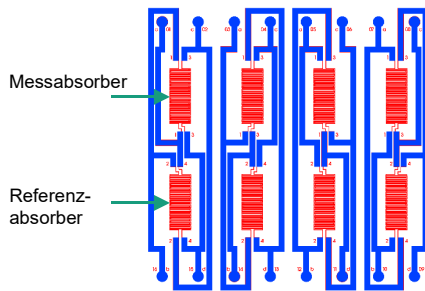


Bild 2 Elektrische Zuleitungen (blau) und Messmäander (rot) auf einem 4-Kanal Bolometerchip

Für den Einsatz an ITER wurden zwei Bauarten mit unterschiedlichen Substratmaterialien entwickelt und gefertigt. Die erste Bauart verwendet eine dünne ($3\ \mu\text{m}$) Membran aus Silizium-Nitrid (Si_3N_4), welche an einem umgebenden Silizium-Stützgitter aufgehängt ist [9]. Die zweite, selbsttragende Variante verwendet ein $20\ \mu\text{m}$ dickes Substrat aus Zirkonia (Yttrium-stabilisiertes ZrO_2). Die Siliziumnitrid Membran bzw. entsprechend das freitragende Zirkonia-Material wird mit Goldabsorbern versehen, denen jeweils Platin-Widerstandsthermometer gegenüber stehen, so dass der Bolometer-Aufbau, wie in **Bild 3** gezeigt, realisiert wird. Alle verwendeten Materialien wurden auf ihre Eignung für die Umgebungsbedingungen an ITER überprüft und als geeignet klassifiziert. Um eine hinreichende Sensitivität der Bolometer auch für hochenergetische Röntgenstrahlung bis zu einigen $10\ \text{keV}$ gewährleisten zu können, ist für den Einsatz an ITER eine vergleichsweise große Schichtdicke der Goldabsorber von $20\ \mu\text{m}$ erforderlich.

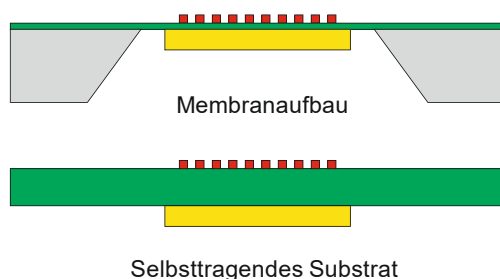


Bild 3 Zwei verschiedene Varianten der Bolometer Sensoren (nicht maßstäblich)

2 Siliziumbasierter Membranaufbau Bolometer

Die wichtigsten Arbeitsschritte zur Fertigung der siliziumbasierten Membran-bolometer sind in **Bild 4** dargestellt. Die Prozesskette startet mit dem Aufbringen einer $3\ \mu\text{m}$ dicken Schicht aus Siliziumnitrid auf beiden Waferseiten mittels LPCVD-Verfahren. Die Schicht weist eine leichte Zugspannung von ca. $100\ \text{MPa}$ auf und ist somit ideal als dünne, aber dennoch stabile Membranschicht geeignet. Danach werden die Leiterbahnen (in **Bild 2** blau gekennzeichnet) und Widerstandsmäander (in **Bild 2** rot) aus Platin strukturiert, wobei die Zuleitungen in einem zweiten Teilprozess verstärkt werden, um ihren Beitrag zum Gesamtwiderstand möglichst klein zu halten. Die hierzu erforderlichen beiden Platin-Beschichtungen werden mittels Aufdampfen bzw. Kathodenzerstäubung hergestellt und erzielen in den verstärkten Bereichen eine Dicke von $800\ \text{nm}$. Die Strukturierung der Platinschichten erfolgt jeweils durch einen Lift-off Prozess. Anschließend wird die Leiterbahnseite mit einem Schutzlack abgedeckt und Öffnungen in die Rückseite des Wafers mittels anisotropem (KOH) Ätzen eingebracht. Durch diesen Prozess entstehen freitragende Membranfenster aus Siliziumnitrid, welche die Platin-Strukturen auf der Vorderseite tragen. Zum Schluss wird auf die Innenseite dieser Membran eine Start-Haftschrift aufgebracht, auf der dann mittels Sprühhäufung und anschließender Fotolithographie eine Maskierung für die Herstellung der Absorber erzeugt wird. Diese wird dann mit einem speziell entwickelten Galvanikprozess mit einer bis zu $20\ \mu\text{m}$ dicken Goldschicht gefüllt, die als Absorber dient.

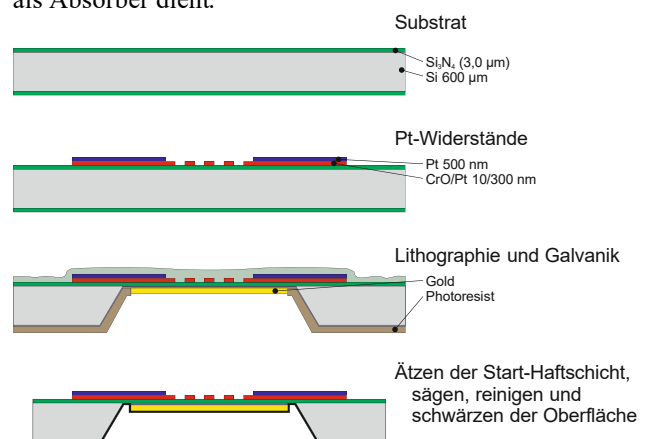


Bild 4 Vereinfachter Prozessablauf zur Fertigung der siliziumbasierten Membranbolometer

Mit entsprechend optimierten Prozessparametern zur Fertigung der Mäanderstrukturen konnte ein Widerstand von $(1000 \pm 200)\ \Omega$ und ein Temperaturkoeffizient (TCR) von mehr als $2,4 \cdot 10^{-3}\text{K}^{-1}$ erreicht werden.

Bei den $20\ \mu\text{m}$ dicken Gold-Absorbern auf den Siliziumnitridmembranen wurde eine Dickentoleranz inklusive Wafer-zu-Wafer-Abweichung von besser als $\pm 2\ \mu\text{m}$ er-

reicht. Besonderer Augenmerk wurde auf eine geringe Dickenabweichung zwischen Referenz- und Messabsorber gelegt. Die Abweichung der Absorberdicken innerhalb eines Messkanals beträgt lediglich $\pm 0,5 \mu\text{m}$ (siehe **Bild 5**).

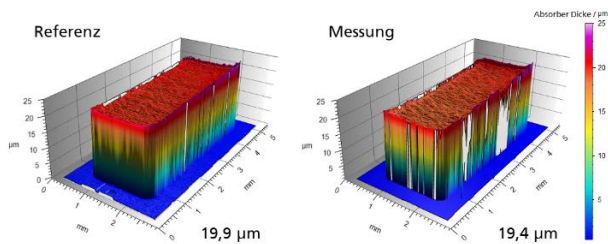


Bild 5 3D-Darstellung der Schichtdicke von Referenz- und Messabsorber

Zur Erhöhung der spektralen Empfindlichkeit im sichtbaren und UV-Wellenlängenbereich wurde eine dünne Kohlenstoffschicht auf die Absorberseite der Bolometer Sensoren mittels Kathodenzerstäubung abgeschieden. Untersuchungen zeigten, dass bereits eine 50 nm dünne Kohlenstoffschicht die Absorption im gewünschten Wellenlängenbereich deutlich verbessert (siehe **Bild 6**).

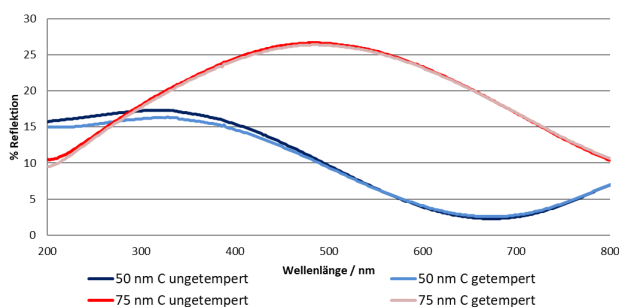


Bild 6 Reflektionsspektren zweier mit mit Aluminium beschichteter Glassubstrate mit Kohlenstoff beschichtet im Vergleich mit unbeschichteter Aluminium Oberfläche

Die so gefertigten Bolometer wurden je nach Kundenwunsch als 4-Kanal-Sensor-Arrays ausgeliefert (siehe Bild 7) oder in Einzelkanäle gesägt.

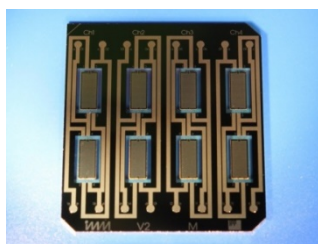


Bild 7 4-Kanal siliziumbasierter Membranbolometer

Erste Bestrahlungstests dieser Membran-basierten Bolometerversion bei niedriger Temperatur am Budapest Neutronen Zentrum in Ungarn zeigten, dass die Bolometer Sensoren selbst nach Exposition mit einer Neutronendosis von 0,3 dpa im Siliziumnitrid noch intakt waren [6].

3 Selbsttragende Bolometer aus Zirkonia

Zur Realisierung der selbsttragenden Bolometervariante wurden zunächst als denkbare Trägermaterialien Glimmer (Mica) und Zirkonia (YZS) auf ihre Eignung untersucht. Glimmer ist ein natürlich vorkommendes Mineral mit einer ausgeprägten Schichtstruktur. Aufgrund der relativ geringen Haftstärke zwischen den einzelnen Schicht lagen erwies sich das Material als weniger gut geeignet und hätte einen entsprechend höheren Aufwand zur Entwicklung reproduzierbarer Strukturen mit zufriedenstellender Ausbeute erfordert. So fiel die Wahl schließlich auf Zirkonia wegen seiner Fähigkeit, hohen Temperaturen zu widerstehen [10] und aufgrund seiner bekannt guten Strahlungsfestigkeit.

Als Trägermaterial wurden 20 μm dünne Substrate eines Yttrium-stabilisierten Zirkonias (YSZ) mit 109 mm Durchmesser für die Prozessierung verwendet. Im Vergleich zu den Siliziumsubstraten wies dieses dünne Material jedoch eine deutlich höhere Bruchanfälligkeit auf, so dass die oben genannten Prozessschritte nicht unmittelbar eingesetzt werden konnten. Zur Reduzierung der Bruchanfälligkeit war es daher -wie in **Bild 8** gezeigt- erforderlich, die Zirkoniasubstrate zur Prozessierung der Vorder- und Rückseite zweifach auf Handlingwafern aus Silizium zu fixieren.

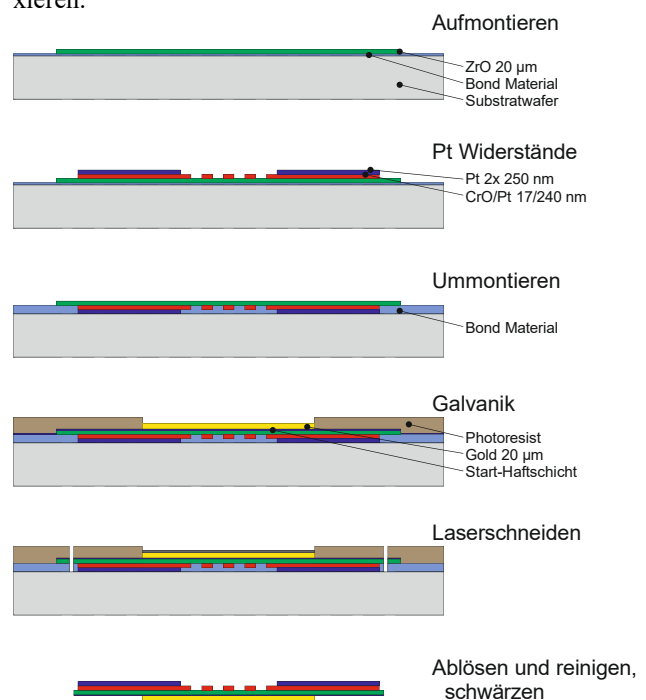


Bild 8 Vereinfachter Prozessablauf zur Fertigung der selbsttragenden Bolometer aus Zirkonia

Aufgrund der Undurchsichtigkeit der Siliziumträger musste eine neue Justagemethodik basierend auf einem Laserschnittverfahren entwickelt werden. Aber auch die anderen Prozessschritte mussten größtenteils angepasst wer-

den, um den speziellen Gegebenheiten der auf den Unterstützungswafern montierten Zirkonia-Substrate Rechnung zu tragen.

Die so gefertigten, selbsttragenden Zirkonia-Bolometer auf sind in **Bild 9** gezeigt. Obwohl das Material sehr spröde ist, konnten die fertig gestellten Bolometer-Chips mit einfachen Mitteln gehandhabt werden, ohne größeres Risiko, das Material zu brechen. Erste Tests bei Fraunhofer IMM zeigten, dass die Zirkonia-basierten Bolometer eine Temperaturbeständigkeit von über 400°C aufweisen. Zudem zeigte ein Dampftest bei 100°C über 3 Stunden keinerlei Degradation des Schichtaufbaus. Weitere Tests inklusive Bestrahlungstests werden zurzeit durchgeführt.

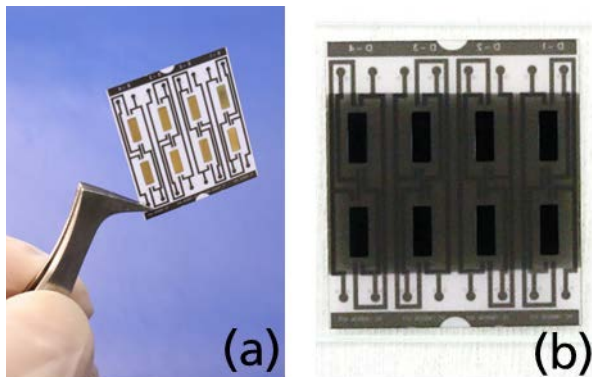


Bild 9 Selbsttragende Bolometer aus Zirkonia (a): Mäanderseite (b): Absorberseite (mit Schwärzung)

4 Zusammenfassung

Bolometer-Sensoren für den Einsatz an modernen Fusionsanlagen müssen sehr anspruchsvolle Anforderungen in Bezug auf Temperaturstabilität und Strahlungsfestigkeit erfüllen. Hierfür wurden zwei unterschiedliche Ansätze mit den Methoden der Dünnschichttechnologie entwickelt. Der erste Ansatz verwendet eine dünne Membran aus Siliziumnitrid, welche an einem Stützgitter aus Silizium aufgehängt wird, währenddessen der zweite Ansatz eine dünne Zirkonia-Folie als Basismaterial verwendet. Bei beiden Ansätzen konnten die elektrischen und mechanischen bzw. geometrischen Anforderungen erfüllt werden. Obwohl die Tests der Bauteile unter erhöhter Temperatur und auf Strahlungsfestigkeit noch andauern, zeigen die bisherigen Ergebnisse eine vielversprechende Perspektive für die zukünftige Nutzung sowohl an ITER als auch bei anderen Fusionsmaschinen.

5 Danksagung

Diese Arbeit wurde im Förderprojekt F4E-FPA-384 SG04 kofinanziert von „Fusion for Energy (F4E)“, die EU-Organisation, welche verantwortlich für Europas Beitrag für ITER ist. Die geäußerten Ansichten liegen in der alleinigen Verantwortung der Autoren und spiegeln nicht unbedingt die Ansichten von Fusion for Energy und der ITER-Organisation wider. Weder Fusion for Energy noch irgendeine

Person, die im Namen von Fusion for Energy handelt, ist verantwortlich für die Verwendung der in dieser Veröffentlichung enthaltenen Informationen.

Die Inhalte dieses Beitrags wurden bereits in abgewandelter Form im MikroSystemTechnik Kongress 2021 im VDE Verlag GmbH unter ISBN 978-3-8007-5656-8 veröffentlicht.

6 Literatur

- [1] H. Meister *et al.*, “Bolometer developments in diagnostics for magnetic confinement fusion,” *Journal of Instrumentation*, vol. 14, no. 10, C10004-C10004, 2019, doi: 10.1088/1748-0221/14/10/c10004.
- [2] E. R. Müller and F. Mast, “A new metal resistor bolometer for measuring vacuum ultraviolet and soft x radiation,” *Journal of Applied Physics*, vol. 55, no. 7, pp. 2635–2641, 1984, doi: 10.1063/1.333272.
- [3] R. Reichle *et al.*, “Bolometer for ITER,” in *Diagnostics for Experimental Thermonuclear Fusion Reactors*, P. E. Stott, G. Gorini, and E. Sindoni, Eds., Boston, MA: Springer US, 1996, pp. 559–570.
- [4] T. Nishitani *et al.*, “In-situ irradiation test of mica substrate bolometer at the JMTR reactor for the ITER diagnostics,” *Fusion Engineering and Design*, 63–64, pp. 437–441, 2002, doi: 10.1016/S0920-3796(02)00126-6.
- [5] G. Vayakis, E. R. Hodgson, V. Voitsenya, and C. I. Walker, “Chapter 12: Generic Diagnostic Issues for a Burning Plasma Experiment,” *Fusion Science and Technology*, vol. 53, no. 2, pp. 699–750, 2008, doi: 10.13182/FST08-A1684.
- [6] H. Meister, S. Schmitt, I. Szenthe, A. Szakál, H. Albrecht, and F. Gillemot, “Irradiation tests of bolometer sensor prototypes for ITER,” *Fusion Engineering and Design*, vol. 161, p. 111995, 2020, doi: 10.1016/j.fusengdes.2020.111995.
- [7] A. Suarez, R. Reichle, M. Loughlin, E. Polunovskiy, and M. Walsh, “Neutronic analysis for bolometers in ITER,” *Fusion Engineering and Design*, vol. 88, 6–8, pp. 1395–1399, 2013, doi: 10.1016/j.fusengdes.2013.01.063.
- [8] K. F. Mast, J. C. Vallet, C. Andelfinger, P. Betzler, H. Kraus, and G. Schramm, “A low noise highly integrated bolometer array for absolute measurement of VUV and soft x radiation,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 62, no. 3, pp. 744–750, 1991, doi: 10.1063/1.1142078.
- [9] L. Giannone, D. Queen, F. Hellman, and J. C. Fuchs, “Prototype of a radiation hard resistive bolometer for ITER,” *Plasma Physics and Controlled Fusion*, vol. 47, no. 12, pp. 2123–2143, 2005, doi: 10.1088/0741-3335/47/12/004.
- [10] H. HAYASHI, T. SAITOU, N. MARUYAMA, H. INABA, K. KAWAMURA, and M. MORI, “Thermal expansion coefficient of yttria stabilized zirconia for various yttria contents,” *Solid State Ionics*, vol. 176, 5–6, pp. 613–619, 2005, doi: 10.1016/j.ssi.2004.08.021.