

JUNO液闪在不锈钢容器中的老化研究

陈海涛 俞伯祥

中科院高能物理研究所

2014.8.14

目录

1. 背景和目的
2. 实验介绍
 - 2.1 实验装置
 - 2.2 老化时间换算
3. 测量结果
 - 3.1 相对光产额
 - 3.2 衰减长度
 - 3.3 吸收光谱
 - 3.4 杂质分析
4. 结论及分析

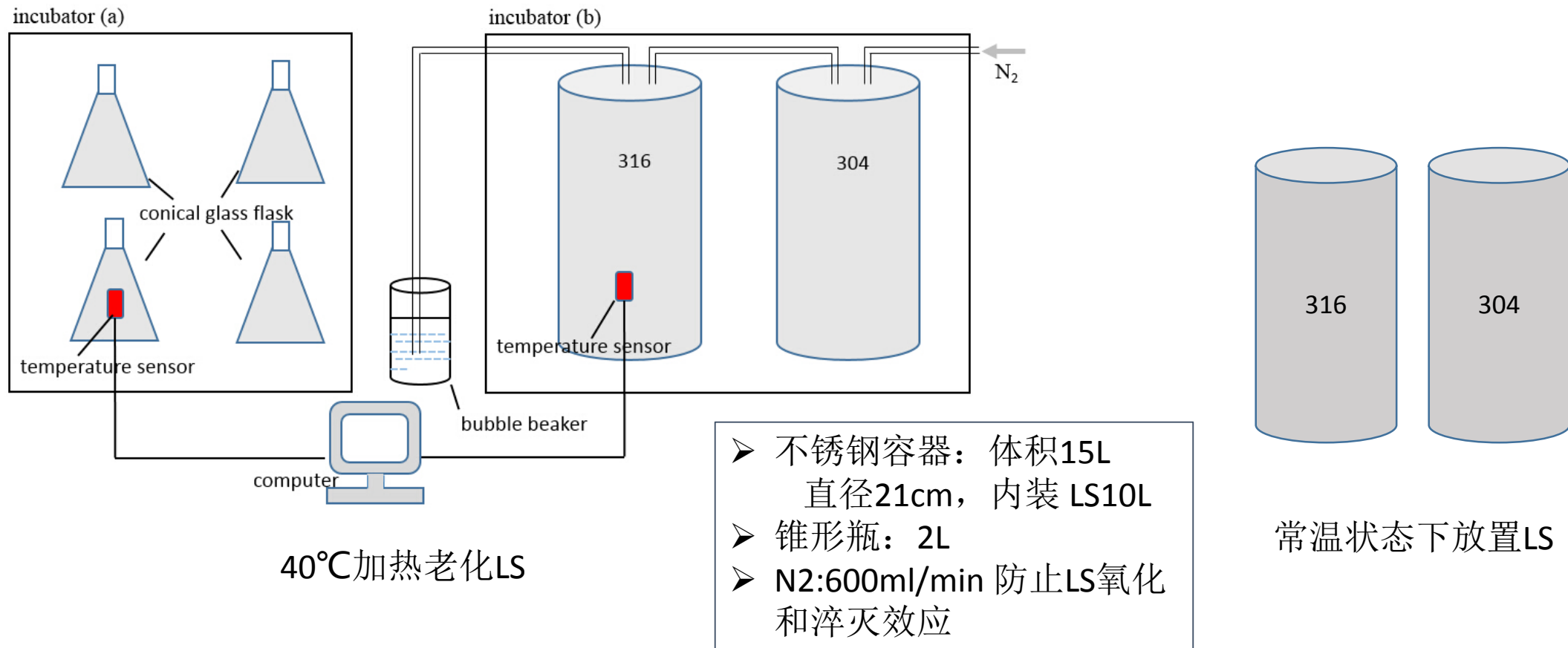
1、背景和目的

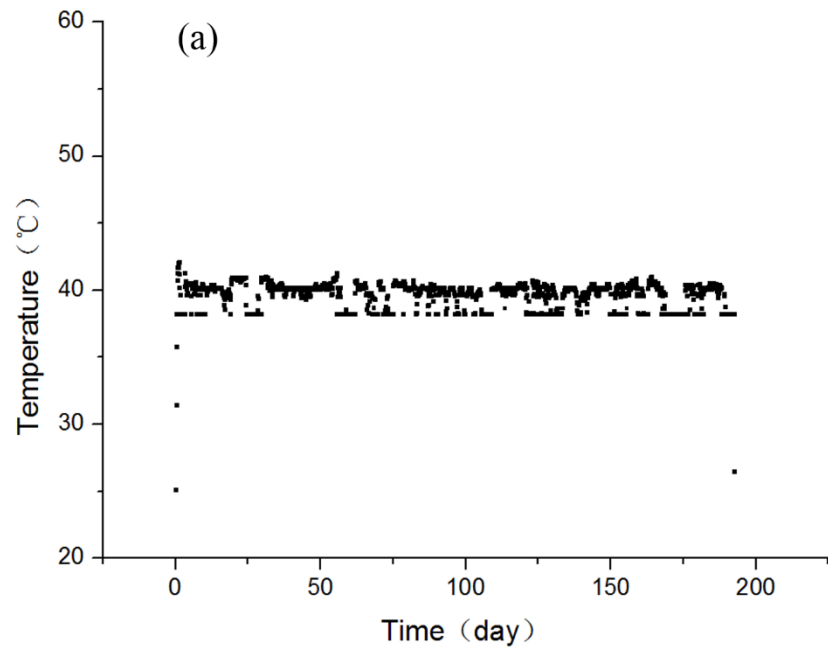
- 江门中微子实验（JUNO）将于2019年开始运行取数，是用2万吨的液体闪烁体（LS）作为靶物质的中基线反应堆中微子震荡实验，对LS参数要求极高：光产额~1200 pe/MeV，衰减长度~22m，放射性本底 $< 10^{-15}$ g/g。
- 从LS生产到灌装到JUNO中心探测器的这段时间，会采用不锈钢材料进行运输和储存。部分液闪最长储存时间达2~3年，甚至更久。
- 不锈钢材料表面会产生氧化膜，有很强的抗氧化性和耐腐蚀性，会保护钢材本身受到外界环境中的空气、水、某些酸、碱的氧化腐蚀。316和304型号不锈钢材料应用最为广泛。
- 本实验目的是研究用316/304不锈钢材料作容器，长期储存LS后，LS参数的变化，主要是光产额，衰减长度，吸收光谱的变化。
- 增加接触面积和加热方法可以增大反应速率，应用于本实验可缩短实验时间。
本实验用液闪为DYBLS，与JUNO LS成分相同。

2、实验介绍

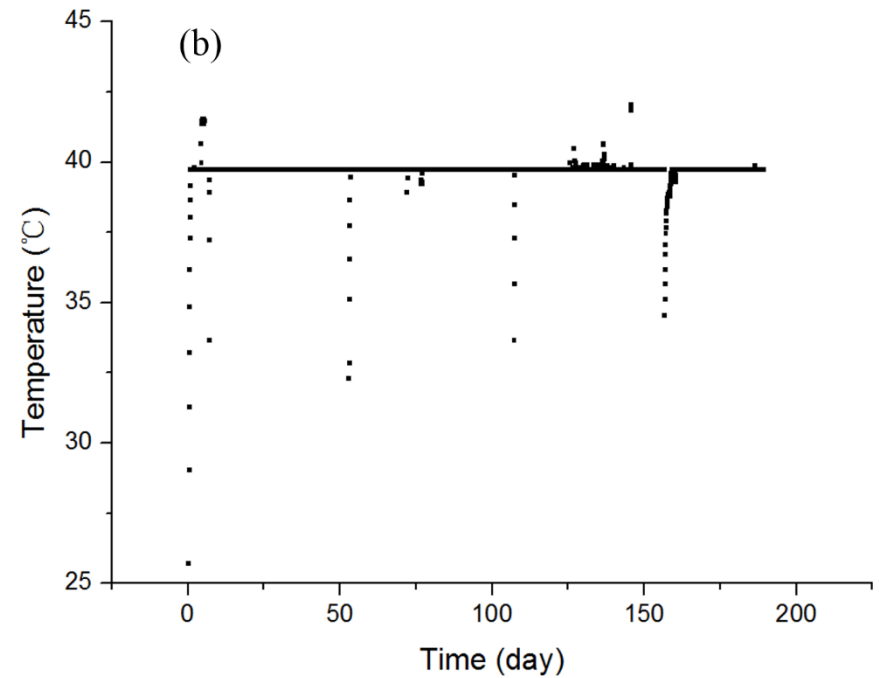
- LS的储存温度在室温（25°C）附近，实验采用加热温度为40°C。并增加玻璃容器，对比试验（认为玻璃不与LS作用）。

2.1 实验装置





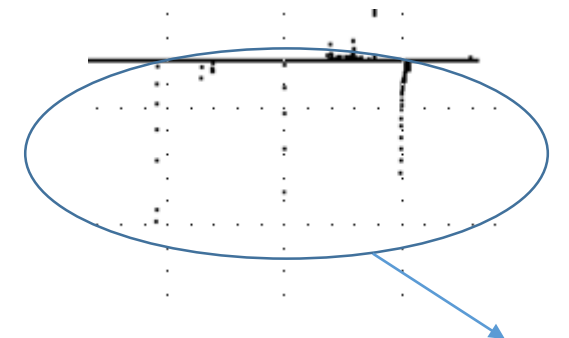
1号箱温度监控



2号箱温度监控



增加接触面积



取样

- 1号箱38~40.5°C
- 2号箱39.75~40.5°C
- 接触面积增加
- 常温LS温度变化为 $25 \pm 3^\circ\text{C}$
- 取样：40°C样品（glass、316、304）：
53d.94d.144d.192d. 常温老化样品(316、304) :
307d

2.2 老化时间换算

取样：40°C样品（glass、316、304）：53d.94d.144d.190d. 常温老化样品(316、304)：307d

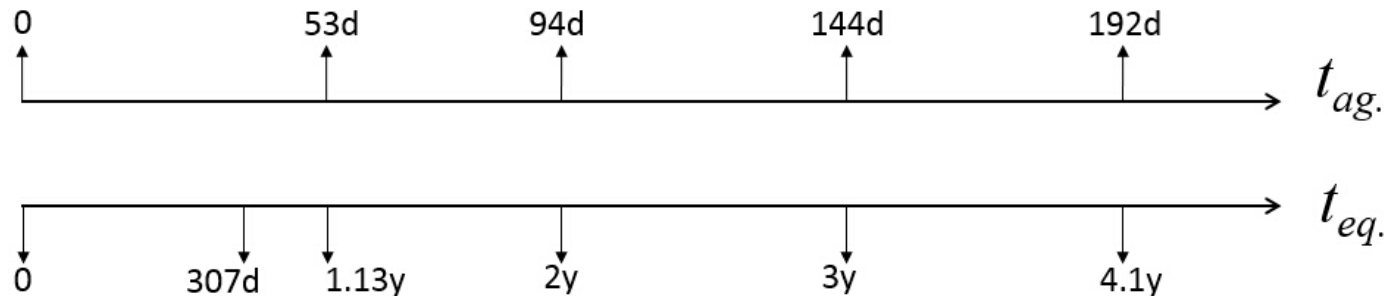
① Arrhenius方程： $k = Ae^{-\frac{E\alpha}{RT}}$ ， k 为化学反应速率， R 为摩尔气体常量， T 为热力学温度， $E\alpha$ 为表观活化能， A 为频率因子。自由基反应速率常数与温度密切相关，从常温开始，温度每升高10°C反应速率是升温前的2~4倍。

② 范特霍夫经验规则表明，对于均相热化学反应，反应温度每升高10°C，其反应速率变为原来的2~4倍。

$$\Rightarrow \quad k = Q \frac{T-25}{10} \quad (1) \quad t_{eq.} = t_{ag.} \sigma Q \frac{T-25}{10} \quad (2)$$

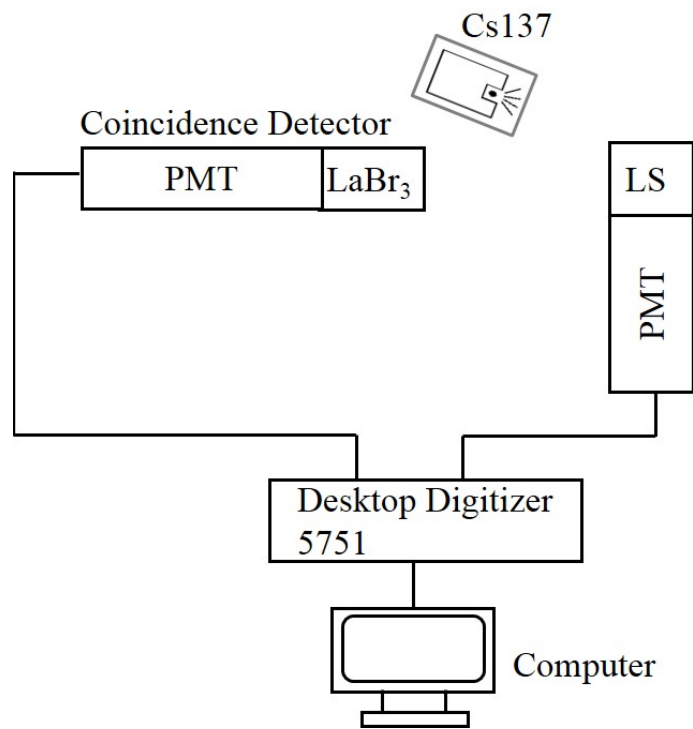
(1)常温25°C开始，每升高10°C的反应速率是升温前的 Q 倍，(2)液闪在 T 温度工作 $t_{ag.}$ 时间，相当于25°C温度下工作 $t_{eq.}$ 时间。 σ 为接触面积倍数。

➤ 40°C实验， σ 取1.5， Q 取3。

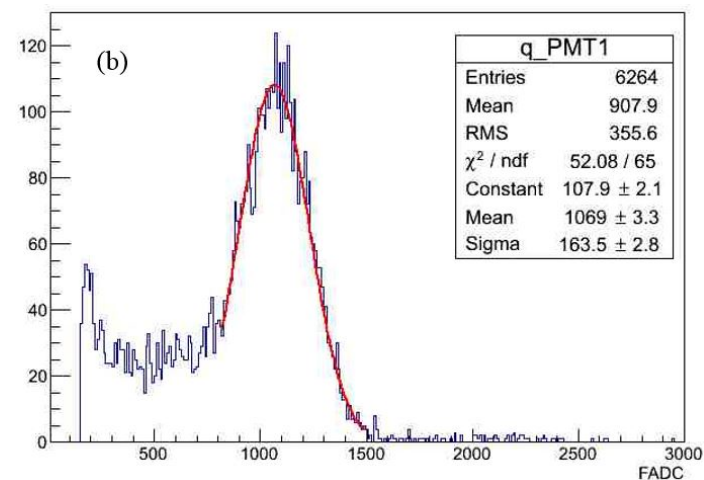
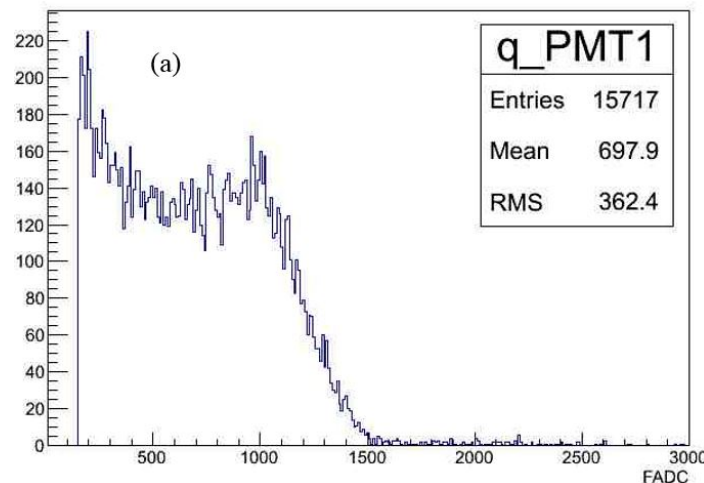


3、测量结果

3.1 光产额



测量装置

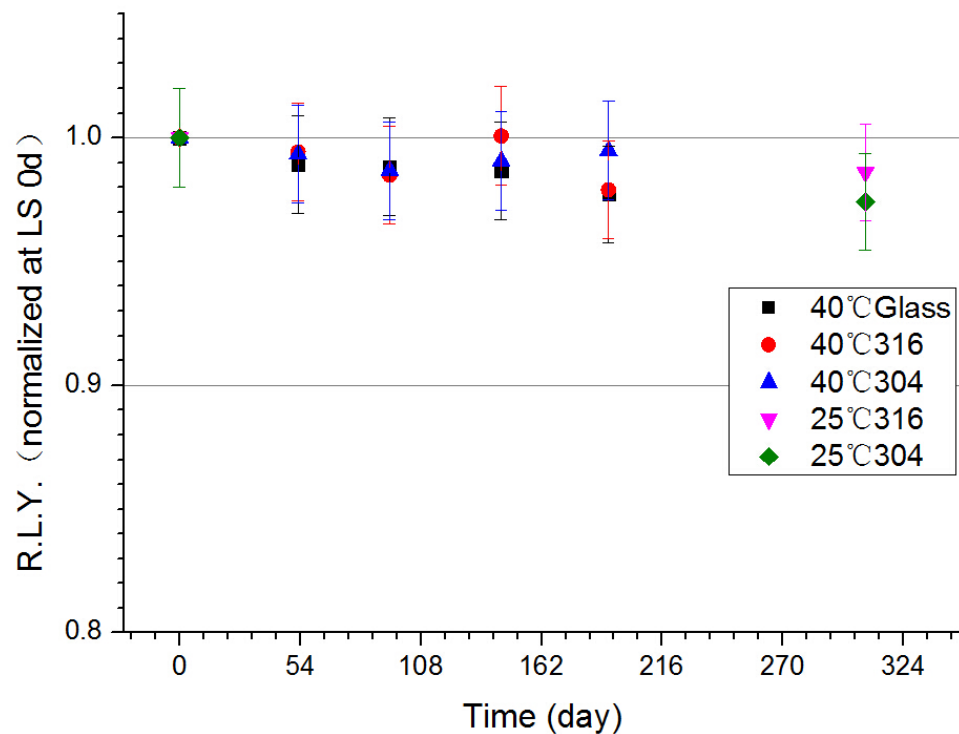


没有符合探测和符合探测比较

- 放射源Cs-137 (15 μ Ci)
- LS放在10cm石英罐中，石英罐包裹ESR反射膜。

- 测量中，样品的所有操作都在暗室中进行。
- Labview 软件取数

- 挑角度符合探测，减小拟合误差，实验中，统计误差+拟合误差 ~2%



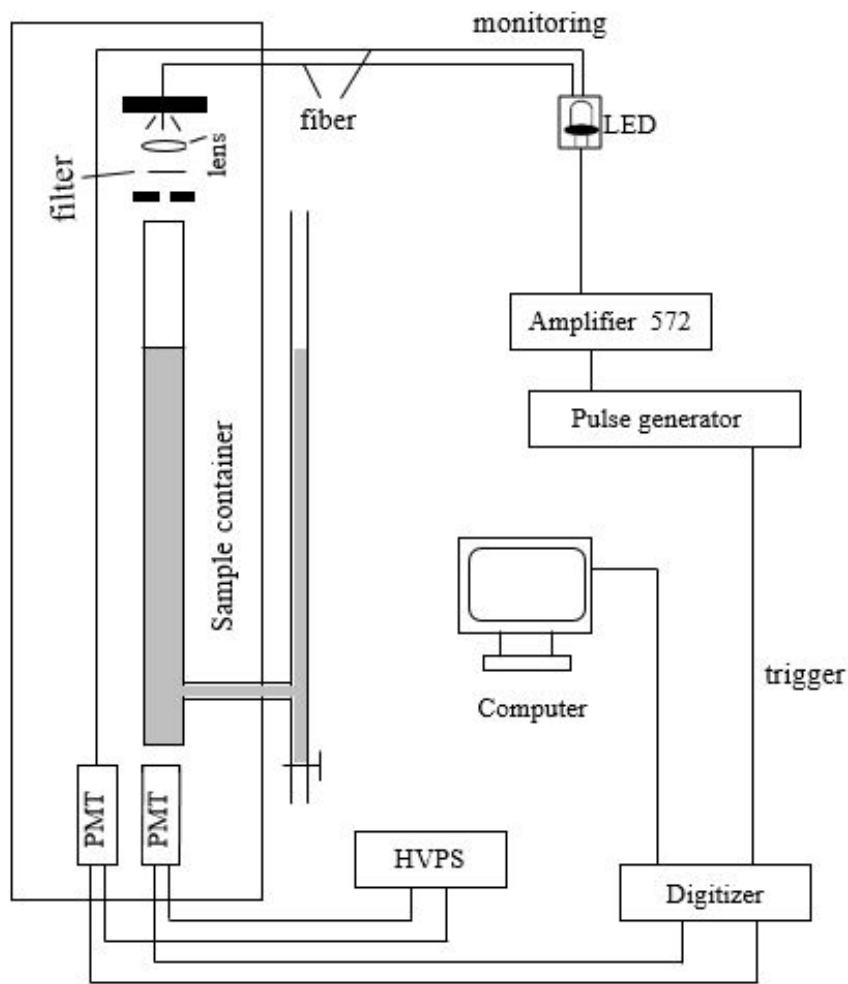
- 光产额测量结果表明，与LS0d相比较 192天 316和304LS 下降2%左右。

光产额结果（在0dLS归一）

3.2 衰减长度

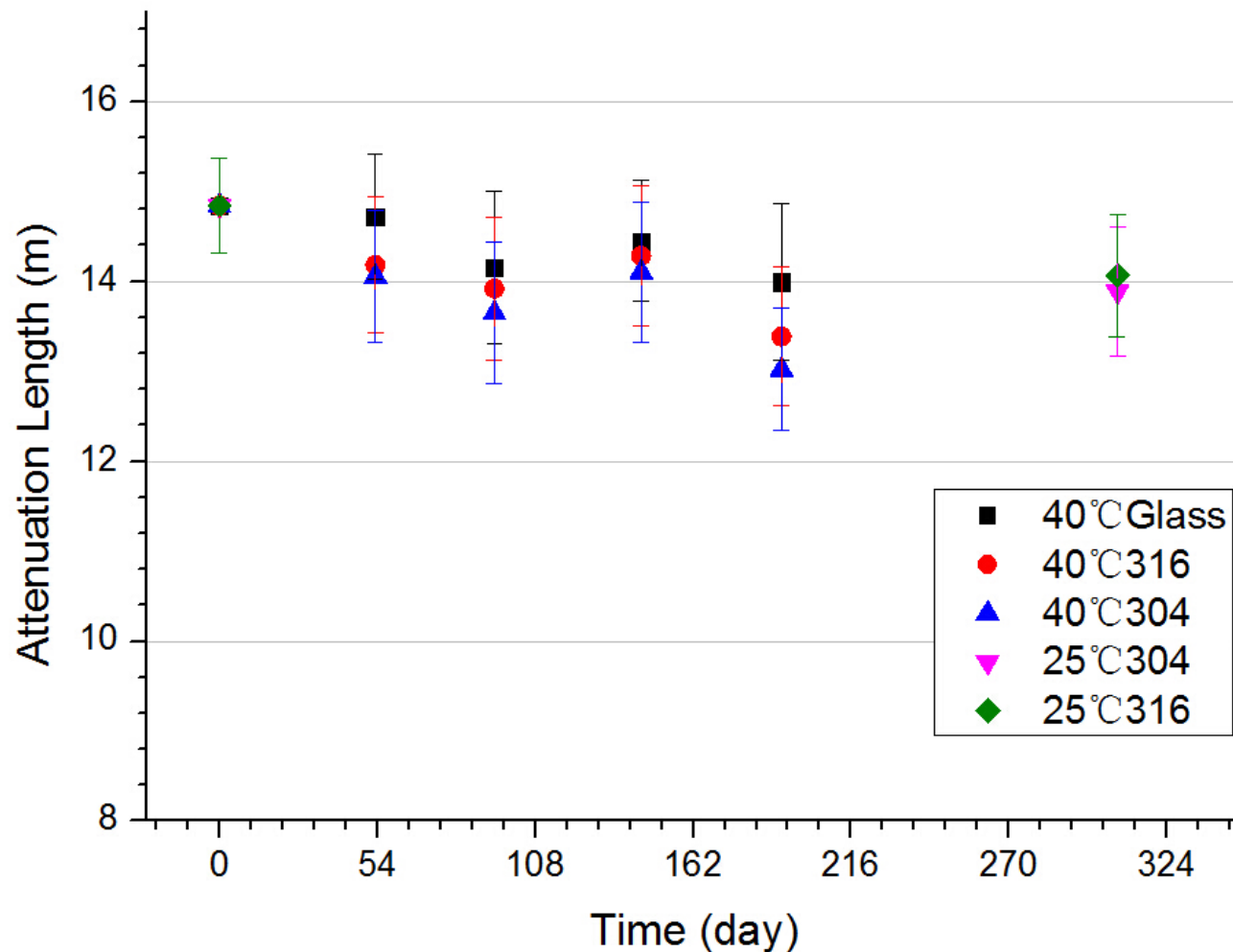
- L为光子通过LS样品，数目减少63%（吸收、散射等作用）的距离

$$I(\lambda, x) = I_0(\lambda)e^{-\frac{x}{L}}$$



衰长测量装置

- 脉冲发生器驱动LED提供光源： $430\text{nm} \pm 5\text{nm}$ 经过聚焦透镜、滤波片、准直孔
- LS液柱达到PMT，改变液柱高度 x ，即改变接收的光强，按照公式拟合后得到衰长 L 。测量误差 $\sim 3.7\%$



衰长结果

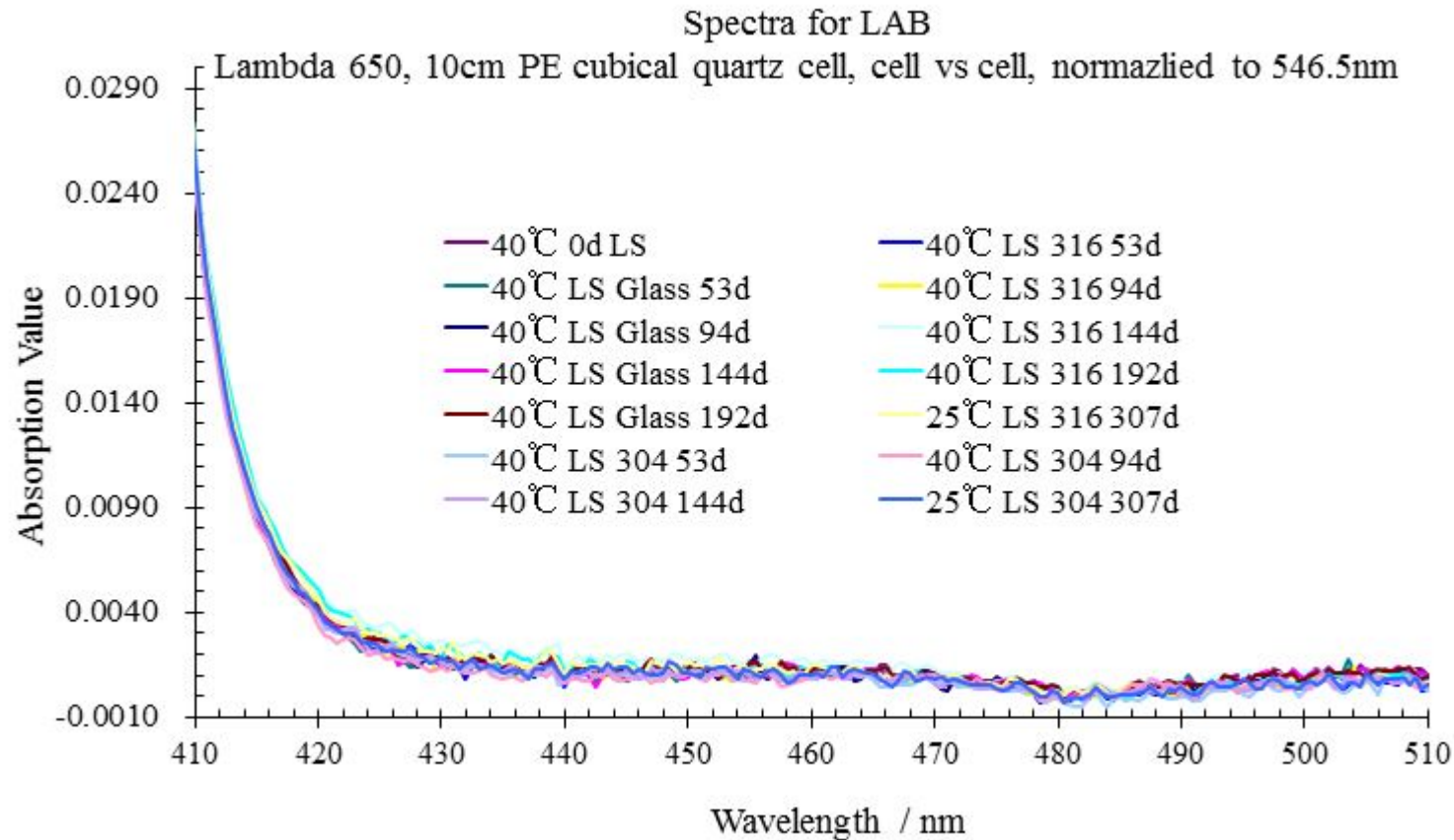
- 304LS衰长减少的比316LS多
- 192天 glass 316 304 与LS0d比较，减少6%~12%
- 307天与53天处316、304衰长接近。

Table 1. Specific data of aging LS' s attenuation length

Aging Time (day)	Attenuation length of LS (m)		
	Glass	316	304
0	14.84 ± 0.53	14.84 ± 0.53	14.84 ± 0.53
temperature 40°C			
53	14.72 ± 0.69	14.18 ± 0.75	14.05 ± 0.73
94	14.15 ± 0.85	13.92 ± 0.80	13.65 ± 0.79
144	14.45 ± 0.68	14.28 ± 0.78	14.10 ± 0.78
192	13.99 ± 0.87	13.39 ± 0.77	13.02 ± 0.68
temperature 25°C			
307		14.07 ± 0.68	13.89 ± 0.71

3.3吸收光谱

➤采用紫外可见分光光度计L650，扫描范围190~900nm。我们关心的波段410-510nm。仪器相对吸光度误差0.002，吸收光谱变化如下



3.4 杂质分析

- 不锈钢与液闪长时间作用，析出杂质成分，这些成分以离子状态存在于LS中，可能会是LS参数变化的原因。
- 检测不锈钢混入LS中最多的杂质成分Fe，即40LS192d和 常温LS307d的Fe元素含量
- 测试仪器采用ICP-OES（电感耦合等离子体发射光谱仪）。元素测试流程为量取，硝酸反萃后取下层样，电热板上赶酸（150°C），定容，仪器测量后得到数据。

目前192d不锈钢样品Fe含量0.47ppm，其他样品还在测量。

4、结论及分析

- 用40°C316、304不锈钢老化试验，来研究不锈钢与LS长期接触对LS的影响。40°C玻璃和常温下的316、304实验用来对比分析。采用了一套不锈钢老化时间的换算方法。Glass中的LS变化可视为LS自身反应。40°C老化试验进行了192天，常温下进行了307天。
- 对LS参数测量发现：
 - 与LS0d相比较 192天316和304LS 下降2%左右。
 - 304LS衰长减少的比316LS多，192天 glass 316 304 与LS0d比较，减少6%~12%
 - 吸收光谱结果显示变化不明显。
 - 杂质分析还在测量中。
 - 另外，常温下的老化试验仍在进行中。

谢谢