

ИЗУЧЕНИЕ ДОЛГОВРЕМЕННОЙ СТАБИЛЬНОСТИ ХАРАКТЕРИСТИК СЧЕТЧИКОВ, СОСТОЯЩИХ ИЗ ЭКСТРУДИРОВАННОГО СЦИНТИЛЛЯТОРА И ПЕРЕИЗЛУЧАЮЩИХ СВЕТ ОПТИЧЕСКИХ ВОЛОКОН

© 2024 г. В. Н. Евдокимов^{а,*}

^аИнститут физики высоких энергий им. А.А. Логанова
Национального исследовательского центра
“Курчатовский институт”
Россия, 142281, Протвино, Московская обл., пл. Науки, 1
*e-mail: evdokimovv@ihep.ru

Поступила в редакцию 27.03.2023 г.

После доработки 26.06.2023 г.

Принята к публикации 07.07.2023 г.

Приведены результаты изучения долговременной стабильности счетчиков, состоящих из полос экструдированного сцинтиллятора и переизлучающих свет оптических волокон. Перед массовым изготовлением счетчиков было проведено исследование старения сцинтилляторов и волокон прототипов с использованием ускоренного старения при более высоких температурах, которое потом было продолжено как интересная методическая работа. За первые 5–6 лет происходит снижение световыхода на уровне 3% в год. Затем старение происходит медленнее, и после снижения выхода света за 20 лет на 26% старение почти прекращается. Проведенное после перерыва около двух с половиной лет повторение изучения старения “состаренных” ранее образцов показало, что старение такого сцинтиллятора не превышало 0.5% в год при температуре 20 °С. Проверки методики ускоренного старения прямыми измерениями в течение 4.5 лет показали, что результаты, полученные прямыми измерениями и с использованием методики ускоренного старения, хорошо согласуются между собой.

DOI: 10.31857/S0032816224010055, EDN: GAIJF

1. ВВЕДЕНИЕ

Эксперимент Mu2e выполняется большой международной коллаборацией. Конечной целью эксперимента [1] является наблюдение безнейтринного преобразования $\mu \rightarrow e$ или установка верхнего предела реакции $6 \cdot 10^{-17}$ при уровне достоверности (CL) 90% за три года работы. Это в 10 000 раз лучше предыдущего предела. Группа ИФВЭ принята в эксперимент и включена в состав коллаборации в 2017 году. Основные усилия участников группы ИФВЭ были сосредоточены на разработке и создании детектора для активного подавления фона космических лучей. Важной и срочной частью этой работы являлось изучение долговременной стабильности

характеристик счетчиков, включающее изучение естественного старения экструдированного сцинтиллятора и смещающих спектр волокон (WLS), а также всего прототипа. Необходимость изучения долговременной стабильности прототипов счетчиков до массового изготовления вызвана большим числом таких счетчиков в экспериментальной установке и большим сроком их эксплуатации в экспериментах на современных ускорителях. В качестве примера можно привести переднюю мюонную систему международного эксперимента D0 из 4214 счетчиков, состоящих из пластин сцинтиллятора и смещающих спектр полос переизлучателя. Счетчики успешно проработали в течение

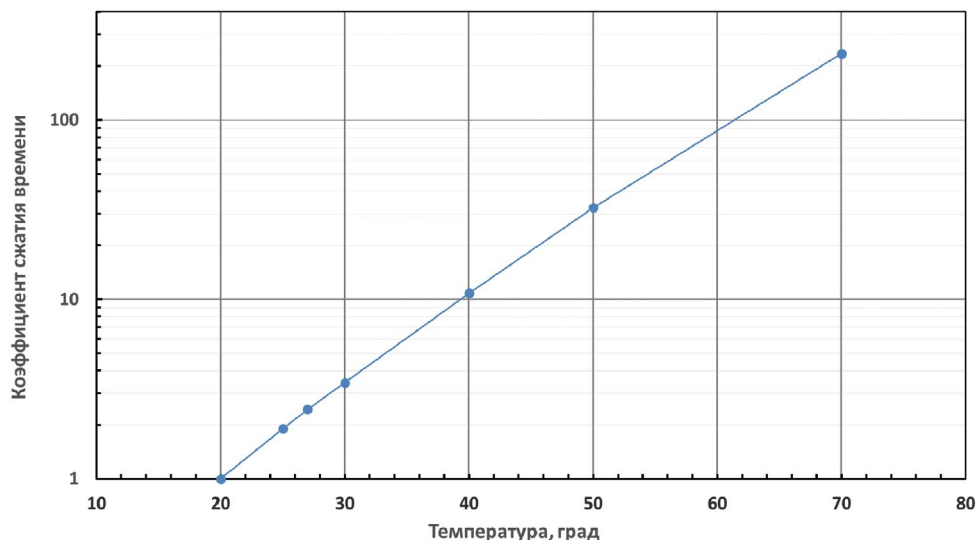


Рис. 1. Сжатие шкалы времени (в логарифмической шкале) химических реакций по формуле Аррениуса при данной температуре по сравнению с ожидаемой при температуре эксперимента 20 °С.

эксперимента, но световыход счетчиков уменьшился на 11% за 10 лет [2]. Проведенное перед изготовлением счетчиков для установки Mu2e исследование старения (уменьшение световыхода) сцинтилляторов и волокон прототипов далее продолжено как интересная методическая работа.

2. ИЗУЧЕНИЕ ПРОТОТИПОВ СЧЕТЧИКОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УСКОРЕННОГО СТАРЕНИЯ ПРИ БОЛЕЕ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ ДО НАЧАЛА МАССОВОГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ СЦИНТИЛЛЯТОРА

Использование ускоренного старения при более высоких температурах основано на возрастании скорости химических реакций от температуры [3] (закон Аррениуса). Старение сцинтиллятора рассматривалось как простейшая химическая реакция вида $A \rightarrow X$, приводящая к деградации главных характеристик сцинтиллятора — световыхода и прозрачности. Скорость химической реакции описывается формулой $dA/dt = k(T) \cdot A$, где A — концентрация реагента, $k(T)$ — константа химической реакции. Температурная зависимость константы скорости химической реакции описывается уравнением Аррениуса:

$$k(T) = k_0 \cdot \exp(E / RT),$$

где k_0 — множитель, который определяется только видом реакции и не зависит от температуры, а R и T — универсальная газовая постоянная и температура соответственно. Здесь E — энергия активации, которая представляет собой некоторую пороговую энергию: если энергия сталкивающихся частиц меньше E , то при столкновении реакция не произойдет, если энергия превышает E , реакция произойдет. Энергия активации не зависит от температуры и задает масштаб изменения скорости реакции при изменении температуры. Энергию активации полистирола можно определить, измерив константу скорости реакции при двух или более температурах.

Соотношение скоростей реакций, вычисленное по этой формуле, например, при температуре 20 °С (рабочая температура эксперимента) и +70 °С (искусственное старение) при значении энергии активации для полистирола, равного 91.19 кДж/моль [4], составляет 234. В этом случае один месяц старения при 70 °С соответствует 19 годам старения при 20 °С (рис. 1). Ускоренное старение при повышенной температуре использовано также в работе [5] со ссылкой на внутренний отчет.

Для измерения световыхода был собран и налажен стенд с использованием космических частиц, состоящий из крейтов электроники NIM и CAMAC и контроллера связи “Wiener CC-USB CAMAC crate controller”. В качестве

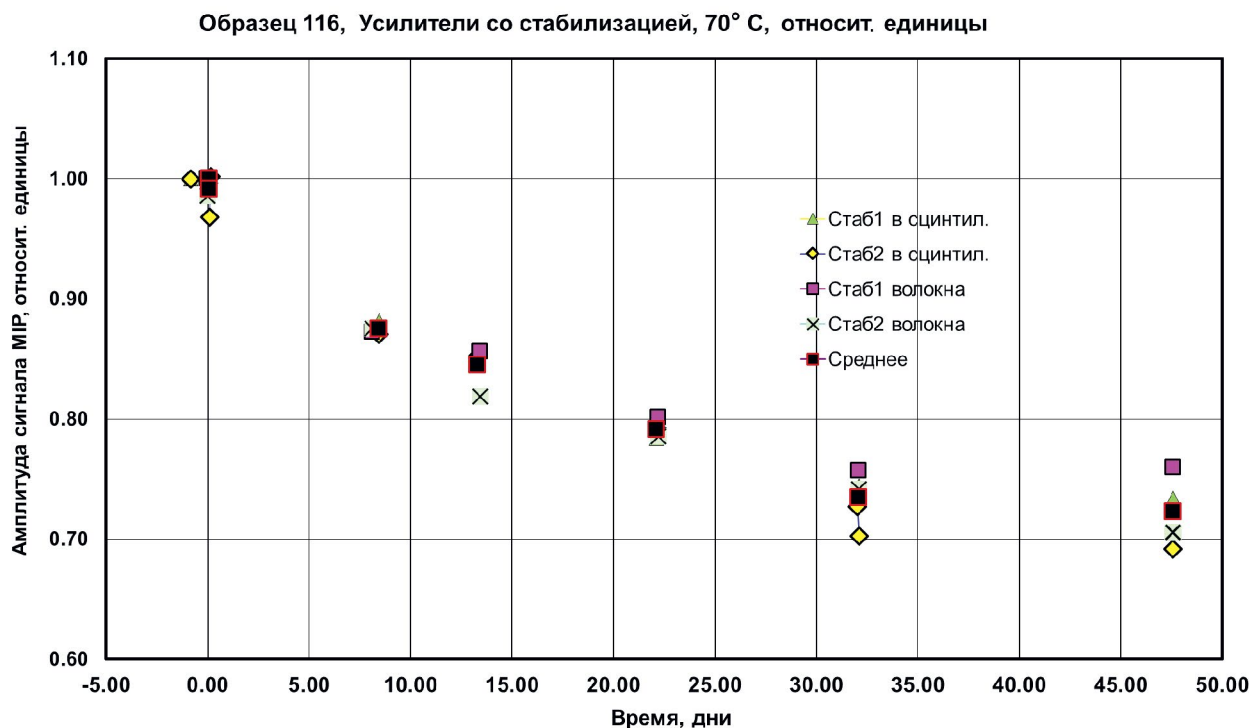


Рис. 2. Зависимость амплитуды сигналов МІР от счетчика № 116 от времени при температуре 70 °С для ускоренного старения. Стаб1 и Стаб2 — сигналы с различных полос сцинтиллятора с использованием усилителей со стабилизацией температурной зависимости усиления; “в сцинт” и “волокна” — измерения, отличающиеся деталями ввода калибровочного сигнала от светодиода.

триггера использовались два сцинтилляционных счетчика размером 98×180 мм². В качестве основных фотоприемников использовались модули Hamamatsu C13365-3050SA, состоящие из силиконовых фотоумножителей SiPM (MMPC) S13360-3050CS и усилителей с встроенной компенсацией температурной зависимости усиления SiPM. Дополнительно в качестве фотоприемников использовались силиконовые фотоумножители S13360-3050CS с усилителями AMP-PLN05 без компенсации температурной зависимости. В этом случае температура внутри коробок с фотоприемниками измерялась с использованием температурных датчиков TMP35 для последующей компенсации усиления. Калибровочные сигналы светодиода (LED) с частотой 1 Гц подмешивались непрерывно к триггерам от космических мюонов.

Изучались 6 образцов прототипов вето-счетчиков Mu2e длиной 75 см и сечением 10×2 см², обозначенных как образцы от № 115 до № 120. Счетчики-прототипы изготавливались путем склеивания двух сцинтилляционных полос с поперечным сечением 5×2 см² с двумя

оптическими волокнами в каждом. Каждый образец использует 4 волокна Kuraray Y11 и состоит из смещающих спектр волокон WLS диаметром 1.4 мм, вставленных в отверстия для волокон в сцинтилляторе, по два в каждое из двух склеенных вместе смежных полос. Для присоединения детектирующих коробок с SiPM и усилителями прототипы вето-счетчиков имеют на обоих концах приклеенные к сцинтиллятору пластины из непрозрачного пластика с отверстиями, куда вклеены концы WLS-волокон. Эти пластины имеют также по 2 отверстия диаметром 4 мм, используемые для ввода калибровочного светового сигнала от LED прямо в сцинтиллятор. Использовался также второй способ ввода калибровочного светового сигнала — через оптические волокна, приставленные к противоположным от фотодетектора торцам WLS-волокон, при этом способе старение сцинтиллятора не влияет на величину калибровочных сигналов.

Использовались два термостата ХТ-3/70, один поддерживал температуру 70 °С, другой — температуру 50 °С. Образцы № 115 и № 118 после

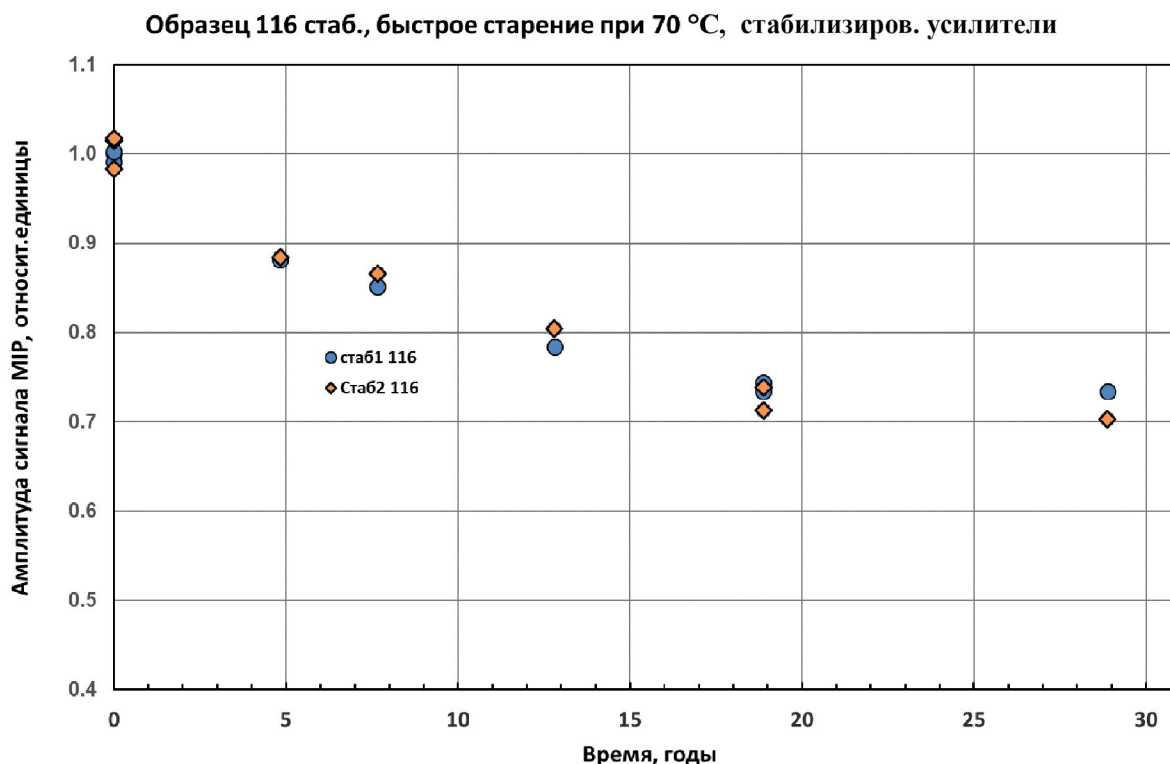


Рис. 3. Зависимость амплитуды сигналов МІР от образца № 116 от времени при температуре 70 °С для ускоренного старения. Приведены сигналы, полученные с использованием усилителей со стабилизацией от различных полос сцинтиллятора с вводом калибровочных сигналов прямо в сцинтиллятор. Шкала времени пересчитана по формуле Аррениуса от 70 °С к температуре эксперимента 20 °С.

первоначального измерения амплитуд сигналов от минимально ионизирующих частиц (МІР) обоих концов счетчиков с использованием космических мюонов хранились при температуре 50 °С, образцы № 116 и № 119 – при 70 °С. Разница в скорости старения сцинтиллятора из полистирола при этих температурах составляла примерно 7 раз. Образцы вынимались из термостатов для измерений амплитуд при комнатной температуре на время около 10 ч примерно раз в неделю. Счетчики № 117 и № 120 как контрольные образцы хранились при комнатной температуре около 27 °С, амплитуды сигналов от этих образцов измерялись также примерно раз в неделю.

Результаты измерений старения сцинтиллятора показали уменьшение сигнала на 27% за 32 дня при температуре хранения сцинтиллятора 70 °С, причем в первые дни старение происходит быстрее (рис. 2, 3). При температуре 50 °С старение происходит медленнее, амплитуда сигнала уменьшается на 14% за 53 дня. Отображение результатов старения образцов при

температуре 50 °С и при 70 °С в шкале времени, пересчитанной на 20 °С по формуле зависимости скорости химической реакции от температуры (рис. 4), показывает хорошее согласие данных. За первые 5–6 лет происходит около 15% снижения световыхода, или на уровне 3% в год. Затем старение происходит медленнее, в результате получается около 26% снижения выхода света с дальнего конца сцинтилляторов за 20 лет, что дает усредненную скорость старения на уровне 1.4% в год.

Сравнение различной степени уменьшения амплитуд сигналов от ближнего и дальнего от фотоприемников концов полосы сцинтиллятора показало, что старение в основном связано с уменьшением длины поглощения сцинтиллятора. Такой же вывод следует из сравнения уменьшения калибровочных сигналов от LED, вводимых через сцинтиллятор, и стабильности калибровочных сигналов от LED, вводимых через торцы WLS-волокон. За 10 лет проведения эксперимента можно ожидать уменьшения световыхода сцинтиллятора 20%, что

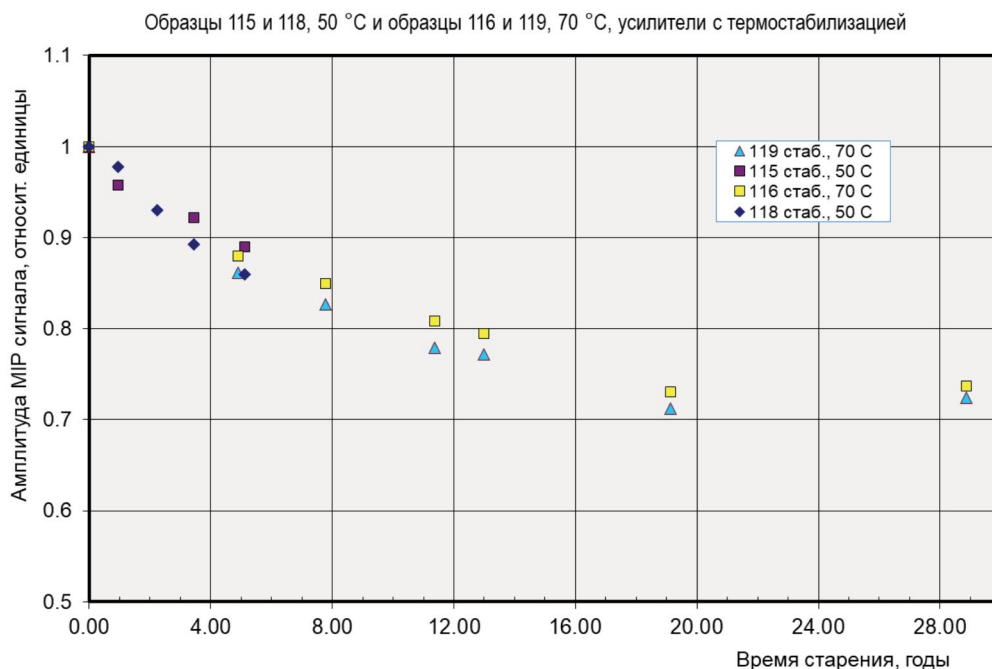


Рис. 4. Отображение результатов старения образцов № 115 и № 118 при температуре 50 °С и образцов № 116 и № 119 при температуре 70 °С в шкале времени, пересчитанной по формуле Аррениуса. Показаны усредненные по двум волокнам в сцинтилляторе данные с использованием усилителей с термостабилизацией.

является вполне приемлемым результатом. Затем старение происходит медленнее, в результате получается около 26% снижения выхода света с дальнего конца сцинтиллятора за 20 лет. Использование большого числа данных измерений показало четкое насыщение: сигнал сцинтиллятора уменьшается до уровня около 73% от первоначального уровня и далее почти не изменяется.

Результаты старения при температурах 50 °С и 70 °С в шкале времени, пересчитанной по формуле зависимости скорости химической реакции от температуры, хорошо согласуются и ложатся на общую кривую. Измерение старения при двух разных температурах равнозначно новому измерению энергии активации, а при использовании известной из литературы величины энергии активации позволяет делать перекрестную проверку результатов.

Такие измерения были проведены, и их основные результаты были доложены на совещании коллаборации в 2017 году, что позволило вовремя начать производство экструдированного сцинтиллятора. Однако доклад перед коллаборацией вызвал ряд вопросов о надежности полученных данных при использовании

ускоренного старения, особенно о смысле и точности имеющихся данных об энергии активации полистирола, что потребовало дополнительных измерений и изучения данных. Крайне желательным для будущих использований метода ускоренного старения для сцинтиллятора является прямое сравнение данных, полученных при ускоренном старении и требующих много времени прямых измерений старения.

Совпадение результатов по старению, полученных при двух различных температурах, показывает надежность использования ускоренного старения и правильность расчетов увеличения скорости старения от температуры (использованного значения энергии активации для полистирола). Анализ данных показал, что изменение значения энергии активации на 10% соответствует изменению отношения скоростей старения при температурах 50 °С и 70 °С на 20%. Результаты подгонки экспонентой скорости уменьшения сигнала при этих температурах показали, что точность определения энергии активации из наших данных составляет 10%, а ее величина совместима с данными из литературы. Таким образом, измерение старения при двух разных температурах оказалось

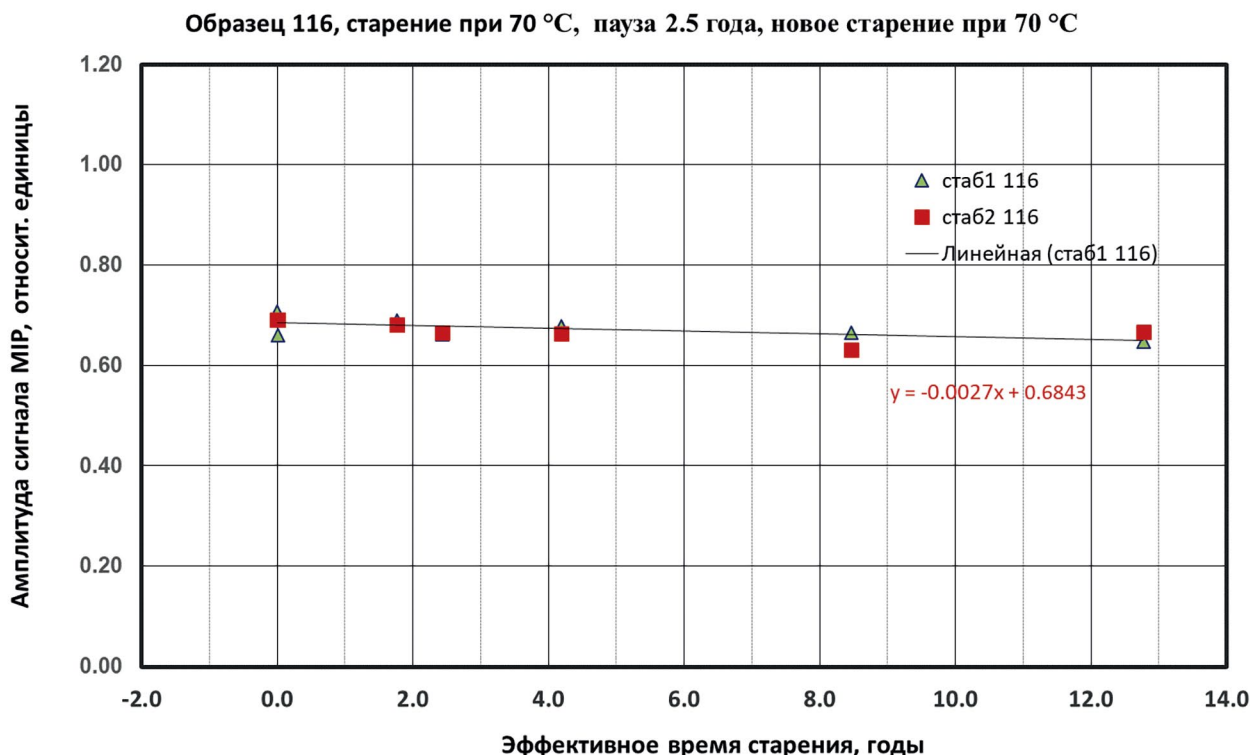


Рис. 5. Зависимость амплитуды сигналов МПР от прототипа сцинтилляционного счетчика № 116 от времени во втором сеансе ускоренного старения, после 2.5 лет выдержки после первого старения, при температуре 70 °С. Стаб1 и Стаб2 – сигналы от различных полос сцинтиллятора.

равнозначно новому измерению энергии активации, совместимой с известной из литературы величиной.

3. ПОВТОРЕНИЕ ИЗУЧЕНИЯ СТАРЕНИЯ “СОСТАРЕННЫХ” РАНЕЕ ОБРАЗЦОВ СЦИНТИЛЛЯТОРА ПОСЛЕ ВЫДЕРЖКИ ОКОЛО ДВУХ С ПОЛОВИНОЙ ЛЕТ

Данные проведенных подробных измерений на нескольких образцах с использованием методики ускоренного старения показали, что за 20 лет сигнал сцинтиллятора уменьшается до уровня около 70% от первоначального уровня и далее практически не изменяется. Такое поведение сигнала побудило нас провести дополнительное изучение “состаренных” ранее образцов сцинтиллятора. После выдержки около двух с половиной лет (для стабилизации или возможного восстановления свойств) в конце 2019 года было проведено новое изучение старения этих образцов сцинтилляторов с использованием космических частиц и уже отлаженной техники ускоренного старения. Два крайних варианта ожидаемых результатов – или это теперь

стабильные сцинтилляторы почти без старения, или старение продолжится, например, за счет других реакций, приводящих к ухудшению сцинтиллятора.

Два прототипа, каждый из которых содержит два изолированных друг от друга по сбору света полос сцинтиллятора, были в 2017 году подвергнуты ускоренному старению с выдержкой в течение 53 дней в термостате при температуре 70 °С, что было эквивалентно старению в течение 30 лет при температуре 20 °С (рис. 3). Сигнал сцинтиллятора за это время уменьшился до уровня около 70% от первоначального уровня и далее практически не изменялся в течение 2.5 лет. После этого, в конце 2019 года, эти же образцы были подвергнуты новому сеансу ускоренного старения выдержкой в термостате при температуре 70 °С с перерывами для измерений, в течение 20 дней, что было эквивалентно старению в течение 13 лет при температуре 20 °С. Результаты измерений всех 4 счетчиков показали стабильные амплитуды сигналов от мюонов, старение сцинтиллятора не превышало 0.5% в год при температуре 20 °С (рис. 5, 6).

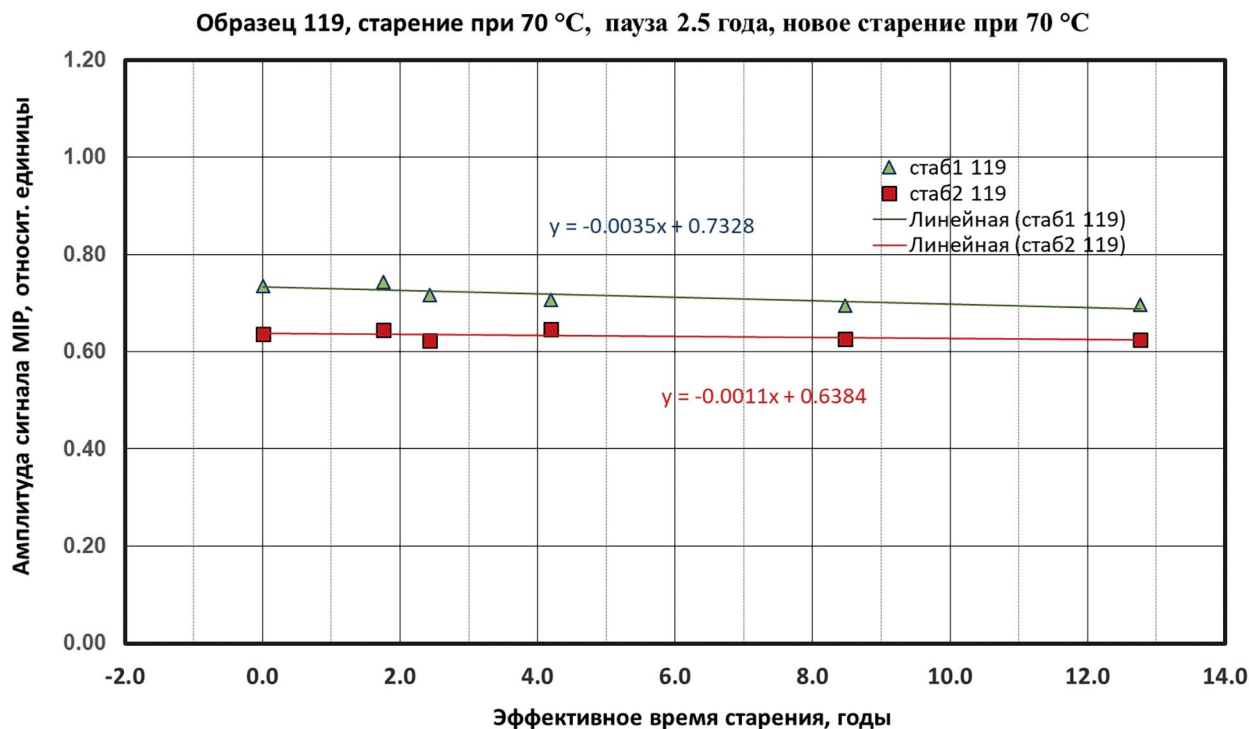


Рис. 6. Зависимость амплитуды сигналов МПР от счетчика № 119 от времени во втором сеансе ускоренного старения, после 2.5 лет выдержки после первого старения, в шкале эффективного времени старения в годах.

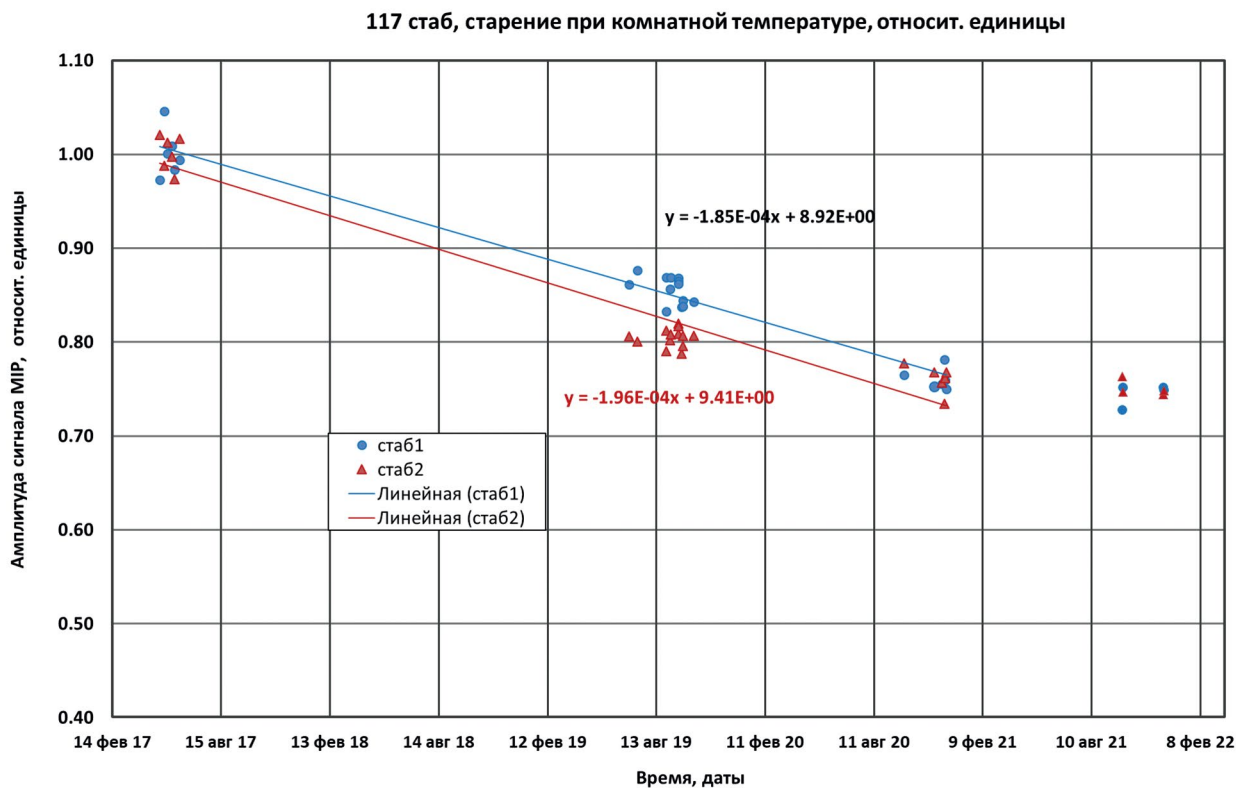


Рис. 7. Зависимость амплитуды сигналов от счетчика № 117 от времени при естественном старении в лабораторной комнате при температуре 27 °С в течение 4.5 лет. Стаб1 и Стаб2 – сигналы от различных полос сцинтиллятора.

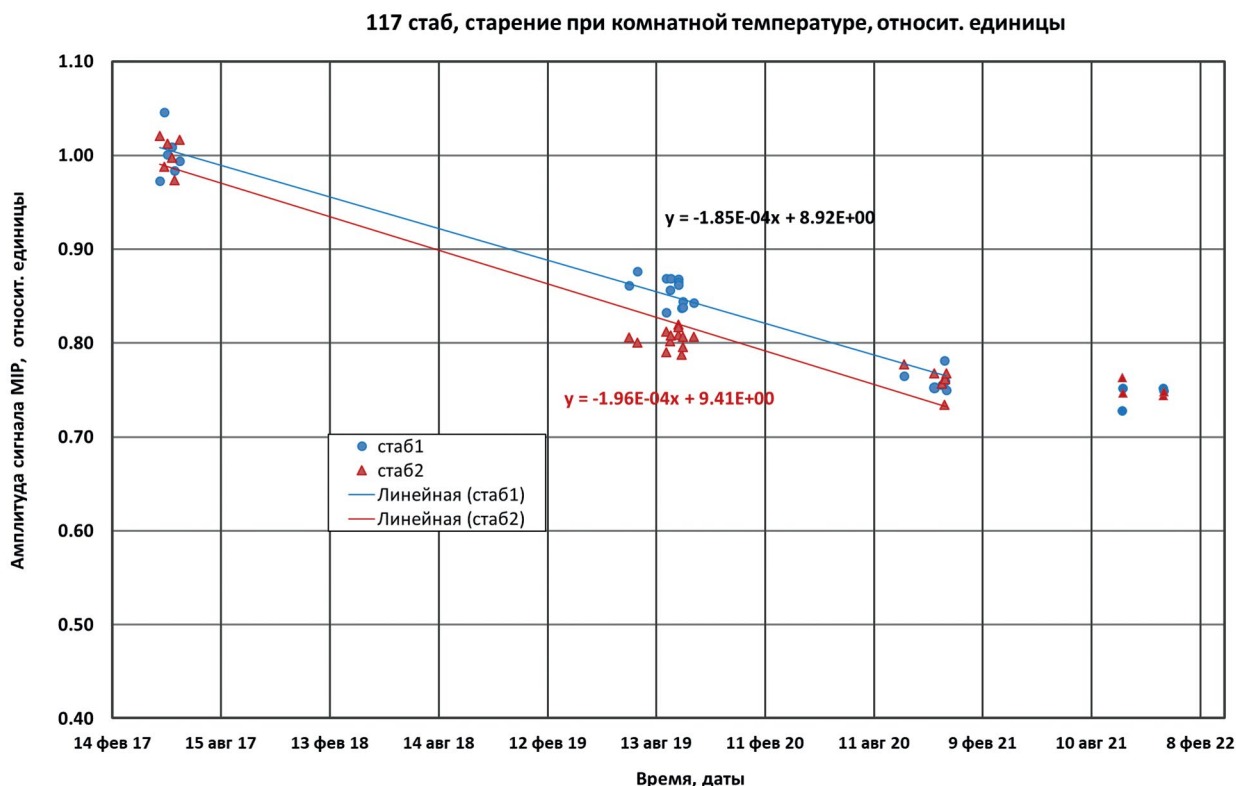


Рис. 8. Зависимость амплитуды сигналов от счетчика № 120 от времени при естественном старении в лабораторной комнате при температуре 27 °С в течение 4.5 лет. Стаб1 и Стаб2 – сигналы от различных полос сцинтиллятора.

Приведены данные описания изменений сигнала линейной функцией, показывающие, что уменьшение величины сигнала от прототипов счетчиков после предварительного ускоренного старения не превышает $0.27\% / 0.67 = 0.4\%$ в год для Стаб1 и Стаб2 на рис. 5 и $0.35\% / 0.73 = 0.5\%$ в год для Стаб1 и $0.11\% / 0.63 = 0.2\%$ в год для Стаб2 на рис. 6.

Новое изучение старения дало интересный результат – состаренные ранее сцинтилляторы теперь стабильны и дальше не стареют.

4. ПРОВЕРКА МЕТОДИКИ УСКОРЕННОГО СТАРЕНИЯ ПРЯМЫМИ ИЗМЕРЕНИЯМИ

Согласованность наших результатов по старению, полученных для нескольких образцов при двух различных температурах, показало надежность данных изучения старения и правильность расчетов увеличения скорости старения от температуры. Тем не менее проверка методики ускоренного старения прямыми измерениями имеющихся образцов сцинтиллятора, которые были

реперными в предыдущих измерениях, хранились при комнатной температуре и не подвергались ускоренному старению, представляется интересной. В основных измерениях по изучению старения, проведенных в 2017 году за время около двух месяцев, естественное старение этих образцов было меньше разброса данных измерений. При повторении таких измерений в конце 2019 года (через 2.5 года) прямые измерения старения стали доступны по точности, так как ожидается уже уменьшение сигнала в результате старения более 10%, что в несколько раз больше ошибки измерений. Новые циклы таких измерений, проведенные в конце 2020 г. и в сентябре-декабре 2021 г., позволили получить еще более надежные результаты. Проведено сравнение величины сигнала от космических мюонов в этих двух сериях измерений, проведенных для двух образцов счетчиков, каждый из которых имеет отдельные каналы измерений, двумя разными по способу температурной стабилизации кремниевыми фотодетекторами.

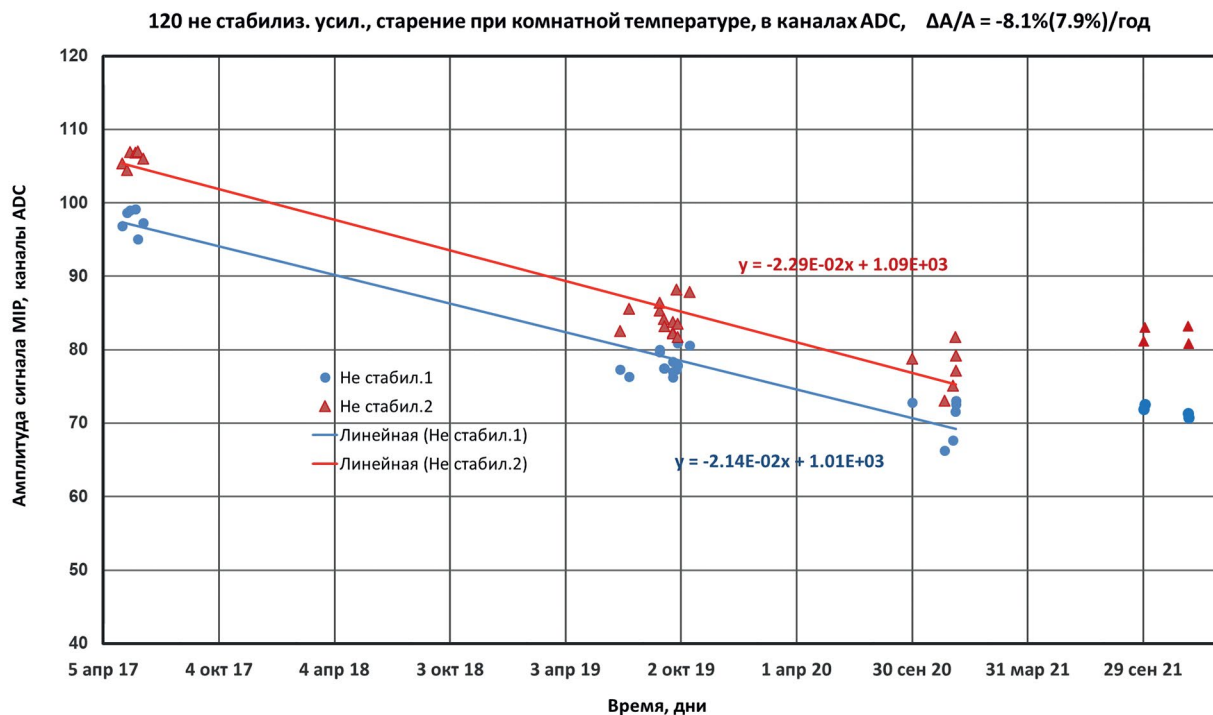


Рис. 9. Зависимость амплитуды сигналов MIP от прототипа счетчика № 120 от времени при естественном старении в лабораторной комнате при температуре 27 °С в течение 4.5 лет. Приведены сигналы кремниевых ФЭУ с усилителями без компенсации температурной зависимости SiPM, при учете зависимости от температуры путем внесения поправок.

Несмотря на небольшое различие в поведении образцов, данные показали устойчивый результат. Средний результат по скорости уменьшения сигнала от времени для образцов № 117 и № 120 показан на рис. 7 и 8. Приведены параметры подгонки данных линейной функцией без включения измерений, проведенных в 2021 году, так как они выпадают (из-за начала насыщения изменений усиления) из простого линейного описания, удобного для сравнения данных в начале цикла старения сцинтиллятора с прежними измерениями при ускоренном старении. Результат описания линейной функцией на рис. 7 и рис. 8 дает скорость старения $1.9 \cdot 10^{-4}$ в день, или $1.9 \cdot 10^{-4} / \text{день} \cdot 365 \text{ дней/год} = 6.9\% / \text{год}$.

Пример данных с использованием кремниевых ФЭУ (SiPM) и усилителей без компенсации температурной зависимости SiPM при учете зависимости от температуры внесением поправок при обработке показан на рис. 9. Результаты измерений дают скорость старения около 8% в год. Разброс точек значителен, но результат устойчив и совместим с данными рис. 7, 8.

Измерения старения сцинтиллятора, проведенные ранее способом ускоренного старения, результаты которых были доложены ранее на совещании коллаборации, показали, что при приведении к температуре экспериментальной установки 20 °С за первые 5–6 лет происходит 15% уменьшения световыхода, на уровне (2.5–3)% в год, что почти вдвое меньше результатов данных прямых измерений. Однако следует учесть, что температура в лабораторной комнате, где хранились изучаемые образцы счетчиков, не стабилизировалась, непрерывного отслеживания температуры не было (прямые измерения этих образцов ранее не планировались). Проведенные позже измерения температуры в комнате, где хранились сцинтилляторы, показали величину от 23 °С до 32 °С и в среднем около 27 °С (окна на юг). Пересчет скорости старения с 20 °С на 27 °С дает увеличение скорости старения в 2.4 раза от величины около 3% в год до величины около 7% в год, полученные при температуре 27 °С. В данном случае пересчет скорости старения с 20 °С на 27 °С носит условный характер и потребовался лишь для сравнения с данными по изучению старения,

полученными при температурах 50 °С и 70 °С, которые были ранее пересчитаны (и приведены на рисунках) на ожидаемую в эксперименте температуру 20 °С. Реально изучение старения было выполнено в разное время при температурах 27 °С (прямые измерения), 50 °С и 70 °С (ускоренное старение), и пересчет для сравнения результатов можно было сделать прямо между этими температурами. Насыщение изменений усиления, выражающееся в том, что сигнал сцинтиллятора уменьшается до уровня около 75% от первоначального уровня и далее почти не изменяется, также повторяется в прямых измерениях. Таким образом, результаты, полученные прямыми измерениями и с использованием методики ускоренного старения, хорошо согласуются между собой.

5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе приведены результаты изучения стабильности счетчиков, состоящих из полос сцинтиллятора и переизлучающих свет оптических волокон. Исследование старения сцинтилляторов и волокон прототипов проведено с использованием возрастания скорости химических реакций от температуры (закон Аррениуса) при температурах 50 °С и 70 °С. За первые 5–6 лет происходит снижение световых выходов на уровне 3% в год. Затем старение происходит медленнее, выход света за 20 лет уменьшается на 26%, после чего старение почти

прекращается. Проведенное после перерыва около двух с половиной лет повторение изучения старения “состаренных” ранее образцов показало, что старение такого сцинтиллятора не превышает 0.5% в год при температуре 20 °С. Использование ускоренного старения, позволяющее быстро провести изучение стабильности, ранее тормозилось из-за отсутствия доступных ссылок на надежность таких измерений. Проверка ускоренного старения прямыми измерениями, проведенная в данной работе, показала, что результаты, полученные с использованием методики ускоренного старения, надежны.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Mu2e (Collabor)*. Mu2e Technical Design Report, Cornell University, 2015.
<http://arxiv.org/abs/1501.05241>
2. *Bezzubov V., Denisov D., Evdokimov V., Lipaev V., Schukin A., Vasilyev I.*// Nuclear Instrum. Methods A. 2014. V. 753 P. 105.
3. *Еремин В.В., Каргов С.И., Кузьменко Н.Е.* Задачи по физической химии. Часть 2. Химическая кинетика. М: Электрохимия, 1999.
4. *Карюхин А.Н.* Разработка и исследование сцинтилляционных детекторов в экспериментах на ускорителях и коллайдерах. ИФВЭ 2000-51. Дис. ... канд. физ.-мат. наук. Протвино: Институт физики высоких энергий, 2000.
5. *Гаврилов Ю.К., Гуцин Е.Н., Лантев С.В., Постоев В.Е., Филиппов С.Н.*// ПТЭ. 2012. № 5. С. 13.