

申请上海交通大学博士学位论文

PandaX-II 暗物质实验与 PandaX-4T 制冷循环与精馏系统

论文作者:	崔祥仪
学 号:	015072910009
导 师:	季向东教授
专 业:	粒子物理专业
答辩日期:	2019 年 9 月



Submitted in total fulfillment of the requirements for the degree of Doctor  
in A Very Important Major

PandaX-II Dark Matter Experiment and the  
PandaX-4T Cryogenics, Circulation and  
Distillation System

XIANGYI CUI

Advisor

Prof. XIANGDONG JI

SCHOOL OF PHYSICS AND ASTRONOMY

SHANGHAI JIAO TONG UNIVERSITY

SHANGHAI, P.R.CHINA

September, 2019



# 上海交通大学

## 学位论文原创性声明

本人郑重声明：所呈交的学位论文《PandaX-II 暗物质实验与 PandaX-4T 制冷循环与精馏系统》，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已经注明引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品成果。对本文的研究做出重要贡献的个人和集体，均已在文中以明确方式标明。本人完全意识到本声明的法律结果由本人承担。

学位论文作者签名：\_\_\_\_\_

日期：\_\_\_\_\_年\_\_\_\_月\_\_\_\_日



# 上海交通大学

## 学位论文版权使用授权书

本学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅和借阅。本人授权上海交通大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

本学位论文属于

保 密 ，在 \_\_\_\_\_ 年解密后适用本授权书。

不保密 。

(请在以上方框内打“√”)

学位论文作者签名： \_\_\_\_\_

指导教师签名： \_\_\_\_\_

日期： \_\_\_\_\_年 \_\_\_\_月 \_\_\_\_日

日期： \_\_\_\_\_年 \_\_\_\_月 \_\_\_\_日



## PandaX-II 暗物质实验与 PandaX-4T 制冷循环与精馏系统

### 摘 要

2019 年 4 月 10 日发布的首张黑洞照片引起了世界对于黑洞以及天文学观测的广泛热议，但仍有许多天文学观测超出了现有的理论模型。在上世纪提出的不参与电磁相互作用的暗物质是其中的一个关键谜团，其中大质量弱相互作用粒子（WIMPs）是最被青睐的暗物质候选粒子。近些年来，利用两相型时间投影室技术作为探测手段的暗物质直接探测实验不断刷新暗物质探测灵敏度，其中液氙具有较高的原子量以及没有长衰变时间的同位素，成为了暗物质直接探测实验的优秀媒介。

由上海交通大学牵头，位于中国锦屏地下实验室（CJPL）的 PandaX 实验同样采用两相型液氙时间投影室进行暗物质的直接探测。PandaX-I 于 2014 年 10 月完成取数，PandaX-II 于同年开始建造，总液氙质量由 120 公斤提升为 1.1 吨，并通过改进时间投影室结构、优化光电倍增管系统、降低探测器本底水平等，于 2016 年 7 月与 2017 年 10 月分别发表两次重要的物理结果，最终筛选事例数均小于本底预计，未发现暗物质信号。在将两次不同运行阶段 Run9 与 Run10 的数据汇总之后，在 WIMP 质量为  $40 \text{ GeV}/c^2$  时，得出暗物质与核子自旋不相关散射截面的最强限制为  $8.6 \times 10^{-47} \text{ cm}^2$ ，是当时世界对暗物质截面最严格的限制之一。

本文作者在 PandaX-II 暗物质探测实验的搭建运行与数据分析部分中均有重要的工作参与。其中探测器相关工作中包括参与探测器的搭建与调试，锦屏实验室维持运行，以及 PandaX-II 精馏系统运行等。数据分析部分包括 Run8 运行期间的探测器均匀性修正，能量重建参数的得出，以及 Run9 运行期间的氦本底与氩本底分析。

PandaX-4T 实验位于占地约 900 平米的锦屏二期实验室，探测器可总共容纳 6 吨的液氙，优化的探测器结构、更低的本底要求以及探测媒介质量的增加都将会进一步提高发现暗物质的可能性。预计在 6 吨 × 年的曝光量下，PandaX-4T 可以达到  $10^{-47} \text{ cm}^2$  的 WIMP 与核子自旋不相关散射截面的灵敏度限制。

然而 PandaX-II 所用单冷头制冷的制冷系统已无法满足漏热量的需求，而更长的电子漂移距离要求更高的提纯流量。此外，作为液氙内主要的本底来源，氦与氩的含量也需要通过新的系统来满足更低的本底要求。本文作者基于 PandaX-4T 的基本实验要求，对 PandaX-4T 的制冷循环与精馏系统进行设计计算，并通过测试运行验证系统的可靠性。

基于设计计算，PandaX-4T 制冷系统可以为探测器稳定运行提供约 700 W 的制冷功率，并满足 1 吨每天的氙气灌注与回收流量，而循环系统可以通过两支路并行满足 200 SLPM 的提纯流量。此外，PandaX-4T 精馏系统可以满足在 17.7 公斤每小时的精馏流量下，将氦浓度衰减 8 个数量级，同时可以满足 60.8 公斤每小时的在线除氦流量将探测器内氦含量衰减 2.33 倍。

通过测试运行，制冷系统的多冷头协同制冷方案可行，利用温度调节能够维持系统的压力与温度稳定。精馏系统可以满足除氦与除氩运行的设计流量，未发现液泛现象。而循环系统运行流量与精馏系统杂质衰减系数需要在其他辅助系统进行进一步的测量。

**关键词：**暗物质，PandaX, 制冷循环, 精馏

# **PANDAX-II DARK MATTER EXPERIMENT AND THE PANDAX-4T CRYOGENICS, CIRCULATION AND DISTILLATION SYSTEM**

## **ABSTRACT**

The first pictures of the black hole, released on April 10, 2019, have sparked a worldwide discussion about the black hole and astronomical observations, but there are still many astronomical observations beyond existing theoretical models. Dark matter, which have no electromagnetic interactions, is one of the key mysteries proposed in the last century. And the weakly interacting massive particles (WIMPs) are the most favored dark matter candidate particles. In recent years, direct dark matter detection experiments using two-phase time projection chamber technology as the detection method have continuously improved the sensitivity of dark matter detection. And the liquid xenon with high atomic weight and no long-lived isotopes has become an excellent medium for direct dark matter detection experiments.

Led by Shanghai jiaotong university, the PandaX experiment is located in the China Jinping Underground Laboratory(CJPL) and also based on the two-phase liquid xenon detector for the dark matter direct detection. The PandaX-I experiment finished data taking in October 2014. Then the PandaX-II experiment start the construction began in the same year and upgraded the liquid xenon quality from 120 kilograms to 1.1 tons. By improving the time projection chamber structure, optimization of photomultiplier tubes system and reducing the background level, PandaX-II experiment published two important physical result in July 2016 and October 2017, respectively. Both final event number after all quality cuts are less than the expected back-

ground that no dark matter signal was observed. After the collection of the different operation stages Run9 and Run10 data, the lowest spin-independent WIMP-nucleon cross sections at  $40 \text{ GeV}/c^2$  of  $8.6 \times 10^{-47} \text{ cm}^2$ , is the world one of the most strict limits of the dark matter cross section.

The author has been participate in the detector construction, operation and data analysis of the PandaX-II dark matter detection experiment. The detector related work includes the construction and debugging of the detector, the detector maintenance in CJPL, and the operation of the PandaX-II distillation system. The data analysis section includes the uniformity correction and determination of the energy reconstruction parameters during the PandaX-II Run8 operation, and the krypton and radon background analysis during the Run9 operation.

The PandaX-4T experiment with total 6 tons liquid xenon is constructed in CJPL-II, which covers an area of about  $900 \text{ m}^2$ . The optimized detector structure, lower the radioactivity background requirements and increase of the detection medium quality will further improve the possibility of finding dark matter. Expected in the  $6 \text{ ton} \times \text{year}$  exposure, the PandaX-4T spin-independent WIMP-nucleon cross sections limit could reach  $10^{-47} \text{ cm}^2$ .

While the cryogenics system of the PandaX-II experiment with single refrigeration can no longer suitable for the heat leakage demand and the longer electron drift distance requires higher purification flow rate. In addition, the main background in liquid xenon which the krypton and radon in liquid xenon also require a new system to lower the concentration. Based on the basic experimental requirements of the PandaX-4T, the author designed and calculated the cryogenics, circulation system and the distillation system of the PandaX-4T, and verified the reliability of the system through test operations.

Based on the designed result, the PandaX-4T cryogenics system could provide  $700 \text{ W}$  cooling power for the stable operation of the detector, and

meet 1 ton per day flow rate for the xenon filling and recovery. The purification flow rate could achieve 200 SLPM through two parallel circulation loops of the new circulation system. In addition, the PandaX-4T distillation system can attenuate the krypton concentration by 8 orders of magnitude at a flow rate of 17.7 kg/h, and the on-line radon removal flow rate of 60.8 kg/h can attenuate the radon content in the detector by 2.33 times.

Through the test operation, the multi-head cooperative refrigeration scheme of the cryogenics system is feasible, and the pressure and temperature stability of the system can be maintained by the temperature regulation. The distillation system can satisfy the designed flow rate of removing krypton and radon, and no flooding was happened. The circulating flow rate and impurity attenuation coefficient of distillation system need to be further measured in other auxiliary systems.

**KEY WORDS:** Dark matter, PandaX, Cryogenics and Circulation, Distillation



## 目 录

插图索引	XVII
表格索引	XIX
<b>第一章 绪论</b>	<b>1</b>
1.1 暗物质简介 . . . . .	1
1.1.1 暗物质存在证据 . . . . .	2
1.1.2 暗物质候选粒子 WIMP . . . . .	5
1.1.3 暗物质探测现状 . . . . .	6
1.2 液氩作为暗物质探测媒介 . . . . .	8
1.2.1 液氩基本物理性质 . . . . .	8
1.2.2 液氩光电特性 . . . . .	9
1.3 液氩温区制冷方法 . . . . .	12
1.3.1 制冷机 . . . . .	12
1.3.2 液氮制冷 . . . . .	15
1.4 液氩中杂质气体去除 . . . . .	16
1.4.1 非惰性气体的去除 . . . . .	16
1.4.2 惰性气体的去除 . . . . .	18
1.4.3 氮含量测量方法 . . . . .	20
1.4.4 氦含量测量方法 . . . . .	23
1.5 PandaX 实验简介 . . . . .	25
1.5.1 中国锦屏地下实验室 . . . . .	26
1.5.2 PandaX 分期进展 . . . . .	27
<b>第二章 PandaX-II 暗物质实验</b>	<b>31</b>
2.1 PandaX-II 实验主要构成 . . . . .	31
2.1.1 时间投影室与光电倍增管系统 . . . . .	31
2.1.2 电子学和数据获取系统 . . . . .	35
2.1.3 刻度系统 . . . . .	37
2.1.4 PandaX-II 其他系统 . . . . .	39

2.2	PandaX-II 实验数据分析 . . . . .	40
2.2.1	数据分析框架及处理流程 . . . . .	41
2.2.2	波形修正与事例选择 . . . . .	42
2.2.3	位置重建 . . . . .	44
2.2.4	均匀性修正与能量重建 . . . . .	46
2.2.5	ER 与 NR 刻度 . . . . .	51
2.2.6	本底估计 . . . . .	54
2.2.7	暗物质探测结果 . . . . .	58
2.3	PandaX-4T 暗物质探测实验 . . . . .	60
<b>第三章 PandaX-II 氦与氡本底分析</b>		<b>65</b>
3.1	PandaX-II 氦气精馏 . . . . .	65
3.1.1	PandaX-II 精馏系统 . . . . .	65
3.1.2	PandaX-II 氦精馏流程 . . . . .	66
3.2	PandaX-II 氦本底分析 . . . . .	69
3.2.1	$^{85}\text{Kr}$ 事例筛选 . . . . .	69
3.2.2	PandaX-II 氦本底变化 . . . . .	71
3.3	PandaX-II 氡本底分析 . . . . .	73
3.3.1	$^{222}\text{Rn}$ 本底分析 . . . . .	73
3.3.2	$^{220}\text{Rn}$ 本底分析 . . . . .	76
3.3.3	$\alpha$ 事例分析 . . . . .	80
3.3.4	PandaX-II 氡本底变化 . . . . .	84
<b>第四章 PandaX-4T 制冷与循环系统</b>		<b>87</b>
4.1	PandaX-II 制冷与循环系统 . . . . .	87
4.2	PandaX-4T 制冷循环系统设计的要求 . . . . .	89
4.3	制冷循环系统设备选型 . . . . .	90
4.3.1	制冷方式与设备选型 . . . . .	90
4.3.2	循环系统设备选型计算 . . . . .	92
4.3.3	真空泵组选型 . . . . .	95
4.4	PandaX-4T 制冷循环系统结构 . . . . .	96
4.4.1	制冷系统结构 . . . . .	97
4.4.2	循环系统结构 . . . . .	99
4.4.3	气体回收存储系统结构 . . . . .	100

4.5	制冷机测试运行	102
4.5.1	制冷机制冷量测试	102
4.5.2	PID 控制	104
4.5.3	接触面处理工艺	105
4.6	制冷系统整体测试运行	106
4.6.1	制冷系统搭建与测试流程	107
4.6.2	制冷系统中制冷机功率变化	108
4.6.3	单冷头制冷	109
4.6.4	双冷头制冷	110
<b>第五章</b>	<b>PandaX-4T 精馏系统设计</b>	<b>115</b>
5.1	PandaX-4T 本底要求	115
5.2	设计目标	116
5.3	氦精馏设计计算	119
5.3.1	规整填料	120
5.3.2	最小回流比	120
5.3.3	塔高及理论塔板数	121
5.3.4	泛点气速与塔径	123
5.3.5	基于 Aspen Hysys 模拟优化	125
5.4	填料处理	129
5.4.1	不锈钢填料处理工艺	129
5.4.2	填料酸洗结果测量	130
5.4.3	填料筛选与装配	132
5.5	氦精馏计算	133
5.5.1	运行参数选择	133
5.5.2	未考虑系统自身放氦率的精馏结果	135
5.5.3	考虑系统自身放氦率的精馏结果	137
5.5.4	PandaX-4T 探测器内氦的衰减	139
5.6	PandaX-4T 精馏系统结构与工艺流程	141
5.6.1	精馏系统结构	141
5.6.2	基于 PLC 的监控控制系统	142
<b>第六章</b>	<b>PandaX-4T 精馏系统试运行与数据分析</b>	<b>145</b>
6.1	测试运行流程	145

---

6.2	进料状态分析 . . . . .	146
6.2.1	板式热交换器效率 . . . . .	147
6.2.2	进料液相分率 . . . . .	148
6.3	运行参数优化 . . . . .	150
6.3.1	气相负荷与压差 . . . . .	150
6.3.2	运行流量与加热量 . . . . .	151
6.4	系统运行状态与分析 . . . . .	153
6.4.1	系统流阻 . . . . .	153
6.4.2	系统压力 . . . . .	157
6.4.3	压力与液位波动 . . . . .	159
6.4.4	系统外真空度 . . . . .	160
	<b>全文总结</b>	<b>163</b>
	<b>附录 A PandaX-4T 精馏系统设备计算</b>	<b>165</b>
	<b>参考文献</b>	<b>167</b>
	<b>攻读学位期间发表的学术论文</b>	<b>183</b>

## 插图索引

1-1 宇宙质量分布, 图片来自 <sup>[15]</sup> . . . . .	2
1-2 M33 星系旋转曲线观测, 图片来自 <sup>[20]</sup> . . . . .	3
1-3 来自 M87 星系的人类首张黑洞图像, 图片来自 <sup>[21]</sup> . . . . .	3
1-4 利用引力透镜效应得出星系中物质分布 . . . . .	4
1-5 Planck2015 年 CMB 能谱, 图片来自 <sup>[14]</sup> . . . . .	5
1-6 暗物质探测三种方式, 图片来自 <sup>[39]</sup> . . . . .	6
1-7 通过 ATLAS 实验结果得出 WIMP 能量与碰撞截面上限, 图片来自 <sup>[42]</sup>	7
1-8 间接探测暗物质实验结果 . . . . .	7
1-9 对于 $50\text{GeV}/c^2$ 的 WIMP 与核子散射截面的时间发展图, 图片来自 <sup>[46]</sup>	8
1-10 氙三相图, 图片来自 <sup>[53]</sup> . . . . .	9
1-11 液氙中电离与闪烁光产生过程图, 图片来自 <sup>[55]</sup> . . . . .	10
1-12 光子中子在液氙中的, 图片来源于 <sup>[55]</sup> . . . . .	10
1-13 TPC 示意图, 图片来自 <sup>[56]</sup> . . . . .	11
1-14 液氙中, 不同入射粒子光产额与电产额随漂移电场的变化, 图片来自 <sup>[57]</sup>	12
1-15 不同类型制冷机基本工作原图, 图片来自 <sup>[58]</sup> . . . . .	13
1-16 80K 温度下, 不同类型制冷机效率图, 图片来自 <sup>[58]</sup> . . . . .	13
1-17 不同类型制冷机冷头在 Z 方向的振动情况, 图片来自 CRYOMECH INC. . . . .	14
1-18 利用液氮制冷液氙实验 . . . . .	15
1-19 高纯锆提纯器对杂质气体去除效率, 图片来自 <sup>[87]</sup> . . . . .	16
1-20 MEG 实验利用分子筛技术对液氙进行提纯, 图片来自 <sup>[90]</sup> . . . . .	17
1-21 钛火花提纯器流程示意图, 图片来自 <sup>[91]</sup> . . . . .	17
1-22 日本东京大学精馏系统流程示意图, 图片来自 <sup>[94]</sup> . . . . .	18
1-23 Xenon 实验组除氦精馏系统流程示意图, 图片来自 <sup>[99]</sup> . . . . .	18
1-24 Xenon 除氦精馏系统氦含量变化图, 图片来自 <sup>[99]</sup> . . . . .	19
1-25 氮与氙在活性炭中的吸附等温线图, 图片来自 <sup>[101]</sup> . . . . .	19
1-26 LUX 实验通过活性炭进行氦氙分离, 图片来自 AC_LUX . . . . .	20
1-27 XMASS 实验通过活性炭进行氦氙分离, 图片来自 <sup>[105]</sup> . . . . .	21

1-28 ATTA 系统原理图, 图片来自 <sup>[111]</sup> . . . . .	21
1-29 Xenon 实验组 ATTA 系统图, 图片来自 <sup>[112]</sup> . . . . .	22
1-30 RGA 氦测量成分含量时间图, 图片来自 <sup>[113]</sup> . . . . .	22
1-31 基于液氮冷井与 RGA 的氦测量系统图, 图片来自 <sup>[113]</sup> . . . . .	23
1-32 Xenon 实验组通过 RGMS 系统对氦含量进行测量, 图片来自 <sup>[117]</sup> . . . . .	23
1-33 HPGe 对 Hamamatsu R8520 光电倍增管测量能谱图, 图片来自 <sup>[118]</sup> . . . . .	24
1-34 美国 DURRIDGE 公司 RAD7 测氦仪 . . . . .	24
1-35 利用静电探测器测量氦含量 . . . . .	25
1-36 CJPL-I 示意图, 图片来自 <sup>[130]</sup> . . . . .	26
1-37 世界上主要实验室 $\mu$ 通量值, 图片来自 <sup>[130]</sup> . . . . .	26
1-38 CJPL-II 结构示意图, 图片来自 <sup>[131]</sup> . . . . .	27
1-39 PandaX-I 暗物质探测实验 . . . . .	27
1-40 PandaX-III 探测器示意图, 图片来自 <sup>[144]</sup> . . . . .	28
2-1 PandaX-II 采用光电倍增管 Hamamatsu R11410-MOD . . . . .	32
2-2 PandaX-II 光电倍增管系统阵列 . . . . .	33
2-3 PandaX-II 电极位置分布 . . . . .	33
2-4 PandaX-II 所用电极构造 . . . . .	34
2-5 PandaX-II 丝状电极加工图 . . . . .	34
2-6 PandaX-II 漂移室外围图片 . . . . .	35
2-7 PandaX 电子学与数据获取系统示意图 . . . . .	36
2-8 PandaX 原始触发信号机制示意图 . . . . .	37
2-9 PandaX-II LED 刻度时 PMT 阵列光密度分布 . . . . .	38
2-10 PandaX-II 外部刻度源管道 . . . . .	38
2-11 PandaX-II 内部刻度源管道 . . . . .	39
2-12 PandaX-II 低本底材料检测站 . . . . .	39
2-13 PandaX 被动屏蔽层 . . . . .	40
2-14 PandaX UDM 框架结构图 . . . . .	41
2-15 基线修正对波形影响 . . . . .	42
2-16 LED 刻度与靶击事例选择 . . . . .	43
2-17 Cluster 信号形成与辨别 . . . . .	44
2-18 LRF 算法重建迭代中事例位置分布变化 . . . . .	45
2-19 不种不同位置重建算法事例分布 . . . . .	46
2-20 S2 信号大小随 Z 方向的变化 . . . . .	46

2-21 对 S2 在 XY 方向均匀性修正 . . . . .	47
2-22 三维插值方法示意图 . . . . .	47
2-23 对 S1 进行均匀性修正 . . . . .	48
2-24 Run10 通过改进的均匀性修正方法得出 S1 与 S2b 在 XY 方向上的 不均匀性 . . . . .	48
2-25 PandaX-II 拟合单电子 S2 信号电荷谱 . . . . .	49
2-26 Run9 中通过光电反关联图得出重建能量与 S1, S2 关系 . . . . .	49
2-27 利用能量分布反相关性拟合能量重建参数 . . . . .	50
2-28 重建能量分辨率图 . . . . .	50
2-29 PandaX-II NR 刻度事例分布 . . . . .	51
2-30 NR 事例 $\log_{10}(S2/S1)$ : S1 分布与调整后 NEST 模型对比 . . . . .	52
2-31 NR 刻度得出核反冲探测效率 . . . . .	52
2-32 ER 事例 $\log_{10}(S2/S1)$ : S1 分布与 MC 对比 . . . . .	53
2-33 NR 与 ER 能谱与模型对比 . . . . .	53
2-34 PandaX-II ER 事例不同能量下的电产额与光产额 . . . . .	54
2-35 $^{127}\text{Xe}$ 衰变模式 . . . . .	54
2-36 $^{127}\text{Xe}$ 对探测器本底的影响 . . . . .	55
2-37 PandaX-II 对独立 S1 的寻找 . . . . .	56
2-38 PandaX-II 对独立 S2 的寻找 . . . . .	57
2-39 BDT 方法用于训练样本与测试样本的结果 . . . . .	57
2-40 经过筛选后偶然符合事例的 $\log_{10}(S2/S1)$ : S1 分布 . . . . .	58
2-41 Run10 中 Fiducial Volumn 选择范围 . . . . .	59
2-42 PandaX-II Run9 经过 FV 及条件选择后事例分布 . . . . .	59
2-43 PandaX-II Run10 经过 FV 及条件选择后事例分布 . . . . .	60
2-44 PandaX-II 得出不同质量 WIMP 粒子与核子自旋不相关散射截面排 除曲线 . . . . .	61
2-45 PandaX-4T 探测器高纯水屏蔽系统 . . . . .	61
2-46 PandaX-4T 时间投影室示意图 . . . . .	62
2-47 PandaX-4T 升级电子学逻辑图 . . . . .	62
2-48 PandaX-4T 本底水平模拟, 图片来自 <sup>[160]</sup> . . . . .	63
2-49 PandaX-4T 实验室示意图 . . . . .	63
2-50 PandaX-4T 实验预期在 6 ton·year 曝光时间下的暗物质排除曲线 . . . . .	64
3-1 PandaX-II 除氮精馏系统, 图片来自 <sup>[96]</sup> . . . . .	66

3-2 PandaX-II 精馏系统压力液位变化 . . . . .	67
3-3 PandaX-II 精馏系统热负荷与流量关系 . . . . .	68
3-4 通过 Hysys 模拟 PandaX-II 精馏系统氦浓度分布 . . . . .	68
3-5 $^{85}\text{Kr}$ 的衰变能级图, 图片来自 <sup>[162]</sup> . . . . .	69
3-6 PandaX-II run9 中 $^{85}\text{Kr}$ 筛选事例 S1 的 TBA 的分布 . . . . .	70
3-7 $^{85}\text{Kr}$ 信号波形 . . . . .	71
3-8 $^{85}\text{Kr}$ 信号分布 . . . . .	72
3-9 PandaX-II 液氦中氦含量变化 . . . . .	72
3-10 PandaX-II run10 期间记录液氦中氦含量变化 . . . . .	73
3-11 $^{222}\text{Rn}$ 衰变链示意图 . . . . .	74
3-12 $^{214}\text{Bi}$ - $^{214}\text{Po}$ 事例选择中通过 $\alpha$ 与 $\beta$ 的 S1 信号 TBA 进行筛选 . . . . .	75
3-13 筛选事例 $\beta$ 与 $\alpha$ 的 S1 分布 . . . . .	75
3-14 $\alpha$ 体事例与阴极事例位置分布 . . . . .	75
3-15 两种事例衰减时间与拟合结果 . . . . .	76
3-16 $^{220}\text{Rn}$ 衰变链示意图 . . . . .	76
3-17 $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$ 事例筛选与位置分布 . . . . .	77
3-18 $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$ 延迟符合事例中 $\alpha$ 的 S1 分布与衰变时间 . . . . .	78
3-19 $^{220}\text{Rn}$ - $^{216}\text{Po}$ 延迟符合事例筛选 . . . . .	79
3-20 $^{220}\text{Rn}$ - $^{216}\text{Po}$ 延迟符合事例事例分布 . . . . .	79
3-21 探测器事例 $\log_{10}(\text{S2/S1}):\log_{10}\text{S1}$ 分布 . . . . .	80
3-22 单 $\alpha$ 事例波形筛选 . . . . .	80
3-23 靶区域中氦 $\alpha$ 粒子能量分布 . . . . .	81
3-24 阴极 $\alpha$ 事例分布 . . . . .	82
3-25 栅极 $\alpha$ 事例分布 . . . . .	82
3-26 墙壁 $\alpha$ 事例选择 . . . . .	83
3-27 墙壁 $\alpha$ 事例分布 . . . . .	83
3-28 探测器中不同位置 $\alpha$ 事例 $\log_{10}(\text{S2/S1}):\log_{10}\text{S1}$ 分布 . . . . .	84
3-29 PandaX-II 运行中氦本底变化 . . . . .	85
4-1 PandaX-II 制冷系统 . . . . .	88
4-2 水冷机温度对制冷量的影响 . . . . .	91
4-3 KNF 泵空气下特性曲线 . . . . .	93
4-4 PandaX-II 循环系统支路 1 流量测试 . . . . .	94
4-5 KNF 泵氦气下特性曲线 . . . . .	94

4-6	100SLPM 时不同管道直径下雷诺数	95
4-7	PandaX-4T 制冷系统剖面图	97
4-8	RDK500B 制冷模块内部结构	98
4-9	PandaX-4T 水下热交换器模块	99
4-10	PandaX-4T 循环面板逻辑图	99
4-11	循环系统热交换模块实物图	100
4-12	PandaX-4T 回收系统所用高压回收泵	101
4-13	制冷机测试系统	102
4-14	RDK500B 制冷机制冷功率测试曲线	103
4-15	PT90 制冷机制冷功率测试曲线	103
4-16	RDK500B 制冷机降温与升温过程温度变化	104
4-17	PID 控制 RDK500B 温度调节	105
4-18	PID 参数变化对加热量温度影响	105
4-19	无氧铜扩展面积中低温导热脂分布	106
4-20	主要管道部分搭建完成	107
4-21	制冷模块部件装配	107
4-22	制冷系统搭建图	108
4-23	制冷系统中制冷机制冷量测试曲线	109
4-24	PC150 降温曲线	109
4-25	单冷头工作时温度与压力关系	110
4-26	单冷头工作时制冷功率与温度关系	111
4-27	双冷头工作状态参数变化	111
4-28	双冷头工作时设定温度调节参数影响	113
4-29	PandaX-II 制冷系统冷头加热量与系统压力关系	114
5-1	氮、氦与氙的饱和蒸气压曲线	117
5-2	精馏塔基本流程图	117
5-3	精馏系统所选填料	120
5-4	氮氙相对挥发度与温度关系	121
5-5	全气相进料且回流比为 145 时, 氮氙精馏 M-T 图	122
5-6	全液相进料且回流比为 45 时, 氮氙精馏 M-T 图	123
5-7	Aspen Hysys 建模氮氙精馏模块流程	125
5-8	氮浓度于每层塔板上的分布	126
5-9	模拟优化最优进料位置	127

5-10 模拟回流比与回收率对精馏效果的影响	127
5-11 保证 5-9 成立时, 产品中氦含量与回流比、回收率间的关系	128
5-12 酸洗处理填料放射性测量	130
5-13 精馏系统填料酸洗处理工艺流程图	132
5-14 光学显微镜 $\times 200$ 倍观察处理材料表面	132
5-15 填料清洗后质量分布	133
5-16 氦氩相对挥发度曲线	134
5-17 未考虑系统放氦率下的氦氩 M-T 图	136
5-18 考虑系统放氦率下的精馏系统运行图	137
5-19 打靶法计算考虑系统放氦率时, 产品氦含量的变化	138
5-20 产品氩中氦含量与系统参数的关系	139
5-21 探测器内氦本底影响流程图	140
5-22 探测器内氦衰减系数与精馏流速、衰减系数的关系	141
5-23 精馏系统塔体装配过程图	142
5-24 PandaX-4T 精馏系统主体示意图	143
5-25 精馏系统主体与面板系统图片	143
5-26 基于 PLC 的精馏监控控制系统	144
5-27 精馏系统控制流程示意图	144
6-1 低温检漏外真空 RGA 组分谱	145
6-2 精馏系统真空罩中板式热交换器安装图	147
6-3 通过热负荷计算板换气-气热交换效率	148
6-4 板换低温、常温流体出口温度变化	149
6-5 除氦运行时进料状态与流量的关系	149
6-6 压差与精馏段气相负荷的关系	151
6-7 再沸器加热量与流量对气相负荷的贡献	151
6-8 除氦运行产品氩中氦含量随回流比的变化	152
6-9 精馏系统除氦循环流阻	153
6-10 不同运行管道流阻变化	154
6-11 回收阶段流量关系	155
6-12 FM2 流量控制器流阻关系	156
6-13 系统压力与 AL300 热补偿间关系	157
6-14 除氦运行 100SLPM 压力突变时废品氩与热负荷的变化	158
6-15 冷凝器内部图	159

---

6-16 系统运行参数波动 . . . . .	160
6-17 预冷阶段外真空变化图 . . . . .	161



## 表格索引

2-1	PandaX-II 运行期间故障 3 英寸光电倍增管 . . . . .	32
2-2	PandaX-II 运行期间电极电压表 . . . . .	35
2-3	PandaX-II 运行期间能量重建参数表 . . . . .	51
2-4	PandaX-II 运行期间电子本底参数表 . . . . .	56
2-5	PandaX-II 置信区域选择表 . . . . .	58
2-6	PandaX-II 运行阶段本底预测与事例表 . . . . .	59
3-1	$^{85}\text{Kr}$ 符合事例筛选条件效率表 . . . . .	71
3-2	$^{214}\text{Bi}$ - $^{214}\text{Po}$ 符合事例筛选条件效率表 . . . . .	74
3-3	$^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$ 符合事例筛选条件效率表 . . . . .	77
3-4	$^{220}\text{Rn}$ - $^{216}\text{Po}$ 符合事例筛选条件效率表 . . . . .	78
3-5	单 $\alpha$ 体事例筛选能量拟合结果 . . . . .	82
4-1	PandaX-4T 制冷循环系统设计目标 . . . . .	90
4-2	板式换热器参数对照表 . . . . .	92
4-3	无氧铜换热面积参数对照表 . . . . .	98
4-4	温差与铜表面处理工艺关系表 . . . . .	106
4-5	双冷头工作稳态参数表 . . . . .	112
5-1	PandaX-4T 本底模拟与要求, 表格来自 <sup>[160]</sup> . . . . .	116
5-2	PACK-13C 填料主要参量 . . . . .	120
5-3	PandaX-4T 精馏系统除氮运行参数表 . . . . .	129
5-4	填料放氮率测量结果 . . . . .	131
5-5	清洗工艺对不锈钢板粗糙度的影响 . . . . .	131
5-6	PandaX-4T 精馏系统除氮运行参数表 . . . . .	141
6-1	精馏系统优化运行参数表 . . . . .	153
A-1	PandaX-4T 精馏系统主要设备一览表 . . . . .	165



## 第一章 绪论

对宇宙基本物质构成的好奇心是物理学家们推动粒子物理学发展的主要动力。随着基本粒子的逐步发现提升了人们对于物质基本构成的认知，尤其是标准模型<sup>[1]</sup>的出现将除引力外的三种基本相互作用力构建同一框架之中，并且将 61 种基本粒子纳入之中。其中希格斯粒子的发现便是其重要推论的成功<sup>[2]</sup>。然而仍有部分实验现象超出了标准模型的框架，其中暗物质自 30 年代就被提出以来仍无法被人们所完全确信其的存在。虽然众多天文学观测表明暗物质的存在，但由于其不发生电磁相互作用，寻找非常困难以至在粒子物理实验中尚未发现其存在的直接证据。

目前世界上有许多优秀的实验团队在为揭开暗物质的神秘面纱而努力，其中由上海交通大学主导的 PandaX<sup>[3]</sup> 暗物质探测项目是中国两个暗物质探测项目之一，其于 2009 年成立，实验设备位于中国四川省锦屏地下实验室。实验采用两相型液氙时间投影室技术，通过探测暗物质粒子与液氙碰撞后产生的光子与电子信号来探测暗物质的存在，以及研究其基本特性。

由于 PandaX 实验采用探测介质液氙的工作温区约为 $-100^{\circ}\text{C}$ ，需要通过可靠的制冷设备来保证探测器内温度与气液两相状态的稳定，以及满足实验需求的灌注回收等任务。同时，由于液氙中存在的杂质性气体会影响到信号的探测与分辨，则要求有相应的提纯设备来提高信号质量，以及降低实验本底水平。

本章中将首先对暗物质进行简单介绍，然后对 PandaX 实验所用液氙特性以及常用制冷与杂质气体去除方法进行介绍。最后阐述 PandaX 实验的阶段进展。

### 1.1 暗物质简介

1933 年，瑞士天文学家 Fritz Zwicky 在研究 Coma 星系团外星系运动红移时发现，通过观测得出的星系平均速度为通过维里定理得出速度的 100 倍，即星系团密度应该至少是观测到发光物质密度的近 400 倍<sup>[4, 5]</sup>，这是暗物质被首次引入对宇宙学观测的解释当中。后续对银河系以及处女座星云的研究发现了类似的现象<sup>[6, 7]</sup>。除了暗物质外，仍有着各种不同的理论来解释这种不符合理论的现象<sup>[8-10]</sup>。但到 70 年代，随着天文学观测数据的增加，天文学家们开始慎重考虑星系中物质是否远大于我们所能观测到的部分<sup>[11]</sup>时，与之相关的研究文章迅速增加<sup>[12]</sup>，暗物质的概念也越来越被人们所接受，而通过实验寻找暗物质粒子也成为了粒子物理

方向最为重要的课题之一。

通过宇宙微波背景辐射实验 Planck 的探测结果<sup>[13, 14]</sup> 表明，我们可见的物质只占宇宙总质量的 5%，暗物质占 27%，暗能量占 68%，如图 1-1。

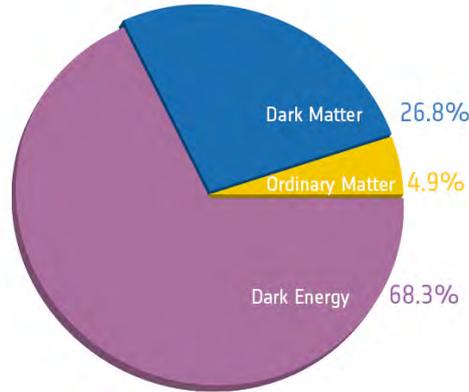


图 1-1 宇宙质量分布，图片来自<sup>[15]</sup>

下面我们将简要回顾暗物质的天文学观测证据、候选粒子以及目前的实验探测现状。

### 1.1.1 暗物质存在证据

现代天文观测手段的提升为了解宇宙的构成提供了重要的基础，其中星系旋转曲线，引力透镜效应以及宇宙微波背景辐射等都是暗物质存在的有力证据。

星系旋转曲线是指星系中恒星的公转速度应当满足牛顿的万有引力定律，如式 1-1，可以看出如果当星系的大部分质量位于星系的核心区域时，轨道速度会随着轨道半径的增加而减小。但在上世纪七八十年代，Rubin 等科学家在利用 21 厘米（中性氢）辐射对临近星云 M31 以及银河系研究其旋转曲线时<sup>[16, 17]</sup>，发现星系的旋转速度比理论更高，且在半径较大区域更加显著。这表明了星系中确实存在无法被看到的大量物质，后续通过对更多星系旋转曲线的研究更加证实了这一点<sup>[18]</sup>。

$$v(r) = \sqrt{\frac{G \cdot 4\pi \int \rho(r)r^2 dr}{r}} \quad (1-1)$$

图 1-2 为 M33 星系旋转曲线的观测结果，其中白色虚线为从探测发光物质推导出的理论曲线<sup>[19]</sup>。其中还可以发现这部分缺失的质量分布随半径增加而线性增加，说明这部分看不到的物质并非盘状分布，而成包裹整个星系的“晕”状。

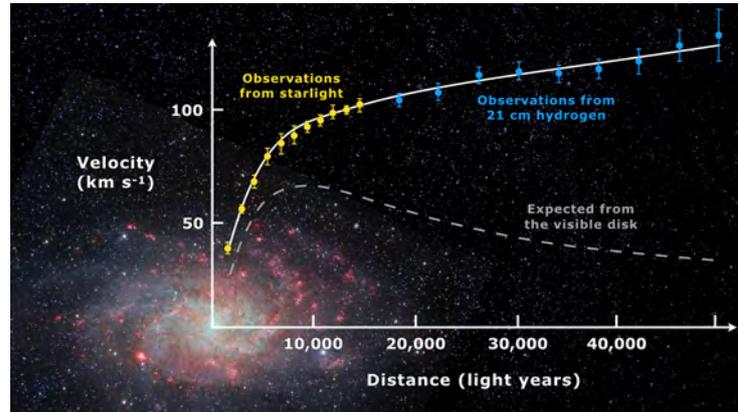


图 1-2 M33 星系旋转曲线观测，图片来自<sup>[20]</sup>

2019 年 4 月 10 日首张黑洞图片的发布<sup>[21]</sup> 引起了广泛的关注，如图 1-3，这也是爱因斯坦广义相对论预言的又一次成功。根据广义相对论，物质会引起时空的弯曲，当光线经过弯曲时空时其路径也会发生弯曲。当同一个星体光源在传递到观察者的路径中存在一大质量的区域时，观察者会发现原本被单一光源的物体形成多个影像，或是爱因斯坦环等。这类似与光学中透镜原理的现象被称之为引力透镜效应，如 1-4 左图。

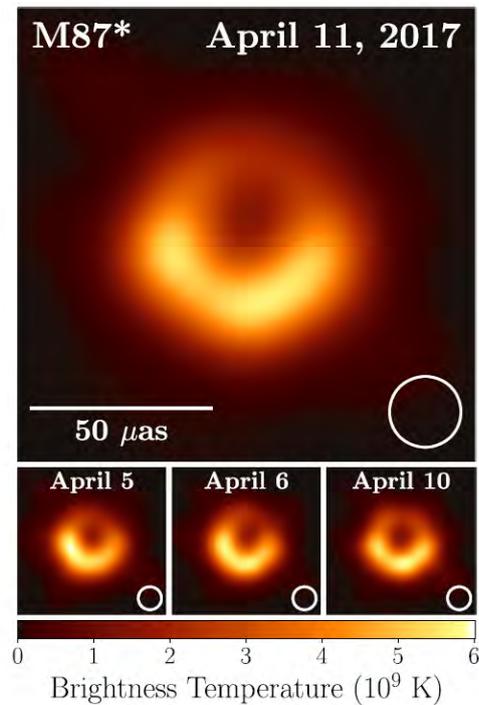


图 1-3 来自 M87 星系的人类首张黑洞图像，图片来自<sup>[21]</sup>

根据引力透镜效应，可以通过光线被弯曲的程度来得出中间大质量区域的质量，是探测暗物质的最佳工具之一。其中对“子弹星系团”的观测是暗物质存在的重要依据<sup>[22]</sup>。“子弹星云”是当两个星系团相对运动发生碰撞时形成的，星系团内重子物质会由于电磁相互作用的存在而使得更易聚集在碰撞后的中心区域，而暗物质则因没有电磁相互作用而被抛离于中心区域之外。1-4右图即为 1E 0657-558 星系系统质量分布图。其中中部亮斑位置即为观测到的热重子分布，绿色等高线为通过引力透镜得到的引力分布。可以发现观测物质分布与引力透镜得到的结果不同，且更多的不可见物质位于远离中心区域的位置。这是暗物质存在的强有力证据。

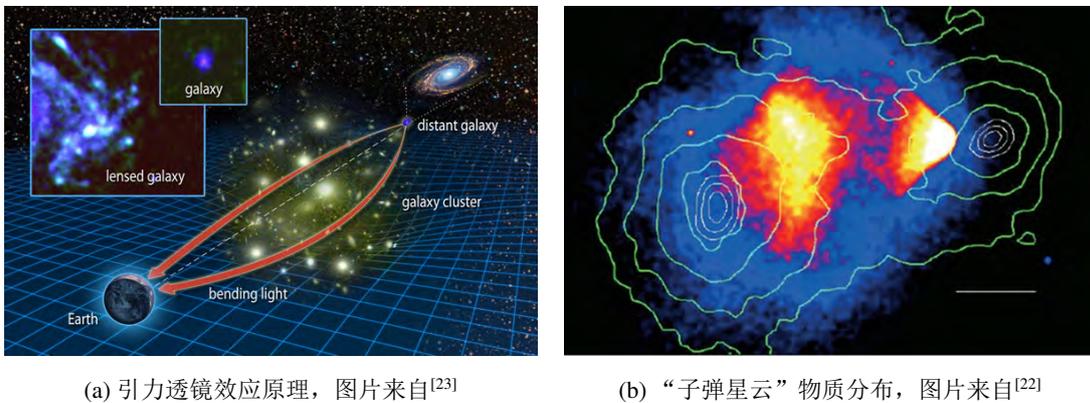
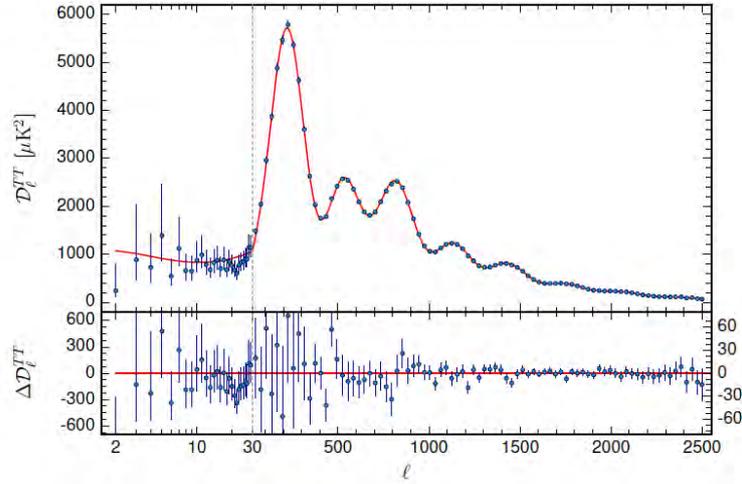


图 1-4 利用引力透镜效应得出星系中物质分布

宇宙微波背景辐射（Cosmic Microwave Background, CMB）在 1964 年 Arno Penzias 与 Robert Wilson 偶然发现后<sup>[24]</sup>，因其包含了宇宙早期发展的重要信息，成为大爆炸宇宙模型发展的重要里程碑。宇宙初期热辐射来源于大爆炸之后残留下来的电磁辐射，光子经过红移后变为微波段，温度冷却为 2.73 K<sup>[25]</sup>。此外 CMB 存在的各向异性也揭示了宇宙早期的演化过程，其温度各向异性可以通过能谱 1-5 表现，其中横坐标  $l$  代表多极距。

通过如此小的温度扰动无法推导出目前的星系形成，科学家们利用暗能量以及冷暗物质的  $\Lambda$ CDM 模型对能谱进行拟合，如图中实线所示，非常成功的解释了能谱的分布问题。通过 Planck 最新的分析结果<sup>[26]</sup> 可以得出重子物质与暗物质在宇宙中的密度分别为  $\Lambda_b h^2 = 0.0224 \pm 0.0001$  与  $\Lambda_c h^2 = 0.120 \pm 0.001$ 。

基于众多暗物质存在的证据，可以得出这种不可见物质的基本属性。其中最关键的是四种基本作用力中不参与电磁相互作用，其次应为非相对论的，即速度远低于光速。除此之外，由于其在宇宙学尺度上稳定，则认为其寿命非常长。虽然还有其他的理论，比如对广义相对论的修正等<sup>[27]</sup>，试图尝试解决这些天文学的

图 1-5 Planck2015 年 CMB 能谱，图片来自<sup>[14]</sup>

现象，但更多的人转而去寻找暗物质存在的可能粒子。

### 1.1.2 暗物质候选粒子 WIMP

大质量致密暗晕天体 (MACHOs, Massive Compact Halo Objects)<sup>[28]</sup>，比如黑洞、褐矮星等发光很弱难以被电磁波探测到的星体，以及标准模型内的中微子虽然都可以解释部分的天文学观测现象。但均无法完全解释宇宙中暗物质的总量问题，寻找标准模型之外的粒子是解决暗物质问题的关键。

目前主要的候选粒子包括轴子 (Axions)<sup>[29]</sup> 与弱相互作用重离子 (WIMP)<sup>[30]</sup>。对于其余的暗物质候选粒子的介绍，比如惰性中微子 (sterile neutrinos)<sup>[31]</sup>，MeV 暗物质粒子<sup>[32]</sup> 等，在许多文献中均有详细介绍<sup>[33, 34]</sup>，此处将不再赘述，仅对 WIMP 做简单介绍且之后仅将 WIMP 作为暗物质的指代。

假设粒子处于热平衡状态，暗物质粒子在大爆炸之后的残留粒子数密度  $n_X$  应满足式1-2。其中  $n_X^{eq}$  代表达到热平衡态的粒子数密度， $\langle \sigma_{ann} v \rangle \equiv \sigma_0(T/m)^n$  代表暗物质粒子热平均湮灭截面与平均速度乘积的平均值， $H$  代表哈勃常数。

$$\frac{dn_X}{dt} = -\langle \sigma_{ann} v \rangle [(n_X)^2 - (n_X^{eq})^2] - 3Hn_X \quad (1-2)$$

可以发现在宇宙初期，暗物质粒子湮灭并急剧减少。而当宇宙中温度下降会导致公式右侧第一项的相互作用系数降低，进而第二项中因宇宙膨胀造成的密度降低成为主导，称之为“热退耦” (freeze out)。则基于  $\Lambda$ CDM 模型假设，则当前暗物质的残余密度  $\Omega_X h^2$  可以得出，如式1-3<sup>[35]</sup>。

$$\Omega_X h^2 = \frac{3 \times 10^{-27} \text{cm}^3 \text{s}^{-1}}{\langle \sigma_{ann} v \rangle} \quad (1-3)$$

而如果暗物质粒子间的相互作用截面在弱相互作用量级，即  $\langle \sigma_{ann} v \rangle \sim 10^{-25} \text{cm}^3 \text{s}^{-1}$ ，则当前观测到的暗物质残余密度刚好与计算结果接近。这个巧合被称为“WIMP 奇迹”，也是 WIMP 称为物理学家们最为青睐的暗物质候选粒子的原因。不过值得注意的是，WIMP 并没有指向具体的暗物质粒子，像超对称模型 (SUSY) 中的最轻超对称粒子 (Lightest Supersymmetric Particle, LSP)<sup>[36]</sup>，额外维度模型 (UED) 中的最轻 K-K 粒子 (Lightest Kaluza-Klein Particle, LKP)<sup>[37]</sup> 或是小希格斯模型 (Little Higgs) 中的最轻 T-odd 粒子 (Lightest T-odd Partical, LTP)<sup>[38]</sup>。

### 1.1.3 暗物质探测现状

目前，基于暗物质粒子与普通物质的相互作用方式，以及产生的次级粒子将暗物质探测实验分为直接探测，间接探测以及对撞机实验，如图1-6。

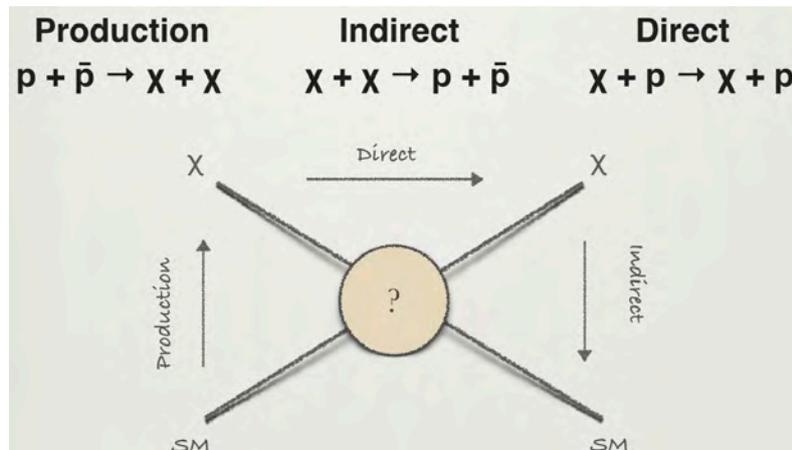


图 1-6 暗物质探测三种方式，图片来自<sup>[39]</sup>

其中对撞机实验是通过对撞标准模型粒子已达到产生暗物质粒子，并探测缺失能量的方法<sup>[40, 41]</sup>寻找暗物质特性。目前在大型强子对撞机 (Large Hardon Collider, LHC) 上利用质子质子对撞研究丢失能量  $E_{mis}$  的分布情况。通过 ATLAS<sup>[42]</sup> 实验数据发现在缺失横向动量，但结果符合标准模型预言，对于暗物质粒子的能量区域给出了探测上限，如图1-7。其中左图代表探测介质能量  $m_A$  与暗物质能量  $m_X$  间的影响，右图表示对于自旋相关的暗物质-核子相互作用截面的限制。

间接探测实验则通过探测宇宙中暗物质的湮灭信号 ( $\gamma$  射线，正负电子等) 来间接探测暗物质。而由于正负电子产生所需能量较少，则认为 WIMP 湮灭产生的

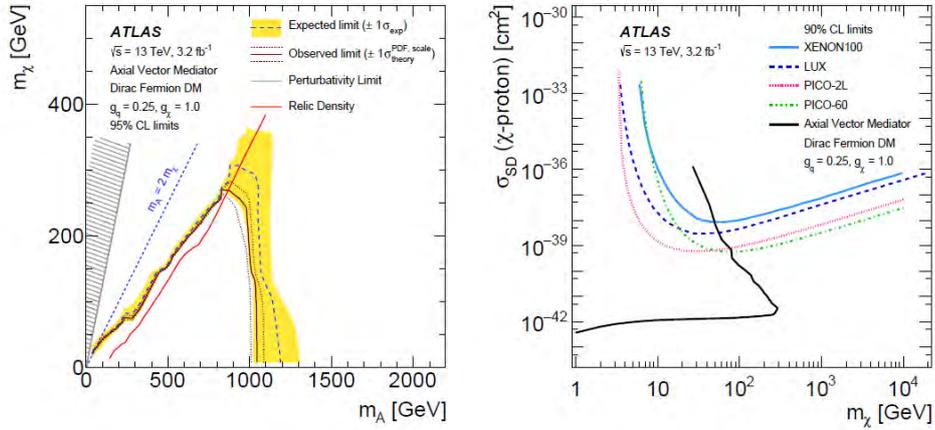
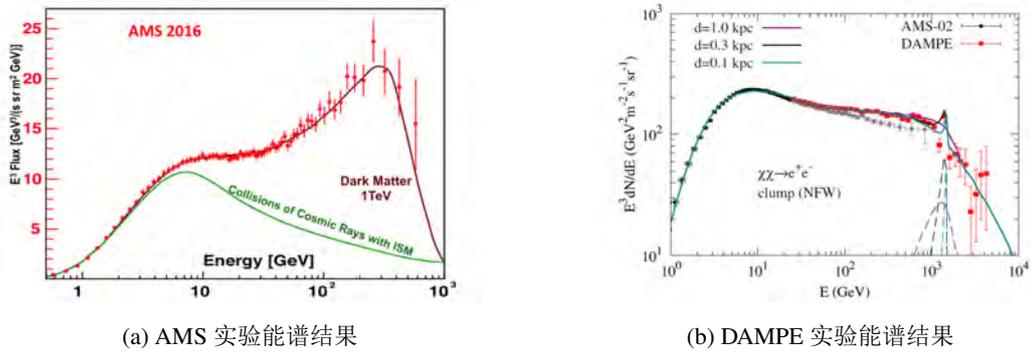


图 1-7 通过 ATLAS 实验结果得出 WIMP 能量与碰撞截面上限，图片来自 [42]

正电子比例较高，同时更易探测。目前主要卫星实验 AMS-02<sup>[43]</sup> 以及 DAMPE<sup>[44, 45]</sup> 实验均发现了疑似暗物质湮灭后产生的正电子结构谱，如图1-8，其中在 DAMPE 的最近结果中在 1 TeV 处出现了拐折便可能是暗物质存在的证据。但由于数据量较少分辨率较差，仍需要更长时间的运行来确认所发现的结果。



(a) AMS 实验能谱结果

(b) DAMPE 实验能谱结果

图 1-8 间接探测暗物质实验结果

当太阳系于银河系中以约 220 km/s 的速度运动时，会以一定的相对速度在银河系的暗物质晕中穿行，暗物质粒子会与地球中的物质产生低概率的散射。而利用暗物质粒子与标准模型中普通物质发生反应，通过观测产生的光子、电子或者是声子信号来分析暗物质事例的方法称为直接探测。而由于 WIMP 与 A~100 的原子核散射出的动能小于 10 keV，而电子散射动能要小得多，则直接探测实验主要观测的为核反冲 (Nuclear Recoil, NR) 事例。

近些年来，通过不同手段进行暗物质直接探测的实验越来越多，而随着探测手段的成熟，其取得的成果也有目共睹。图1-9中展示了各时期不同类型的探测实验对 50 GeV/c<sup>2</sup> 的 WIMP 暗物质粒子与核子散射截面上面的发展。

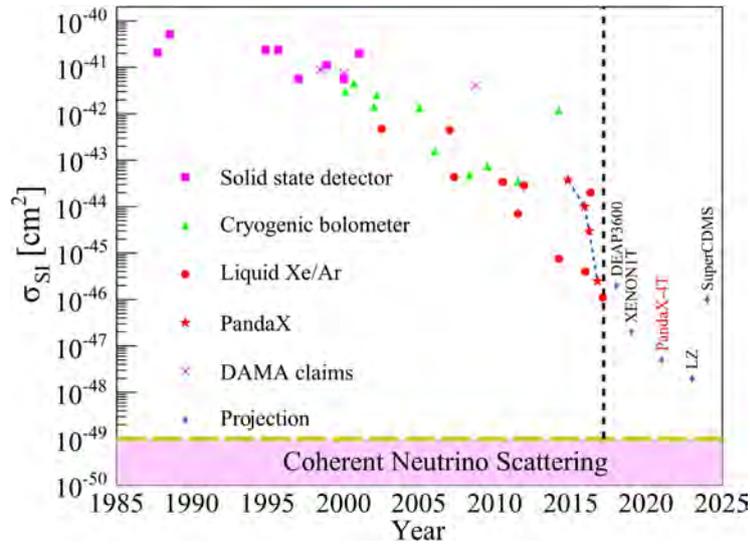


图 1-9 对于  $50\text{GeV}/c^2$  的 WIMP 与核子散射截面的时间发展图，图片来自<sup>[46]</sup>

图中以时间线的发展来看，最早期（洋红方框）的是系统较为稳定的晶体探测器，随后是低温固态探测器（绿三角），而近些年来占据主导地位的是液氙或液氙探测器（红色圆形）。而后续的实验中还包含了更大体量的液态惰性气体探测器以及还在筹建的第二代探测器。可以发现利用液态惰性气体作为探测介质是目前暗物质直接探测中占主导地位的实验方法。

目前世界上有着众多的暗物质直接探测实验，其中包括最近发表重要结果的气泡室探测器 PICO<sup>[47]</sup>，闪烁体探测器 DAMA/LIBRA-II<sup>[48]</sup>，低温半导体探测器 CDMS<sup>[49]</sup>，以及液氙探测器 LUX<sup>[50]</sup>，PandaX<sup>[51]</sup> 以及 Xenon1T<sup>[52]</sup> 等。由于实验较多，其余将不再赘述，下面将主要介绍以液氙为探测媒介的暗物质直接探测实验。

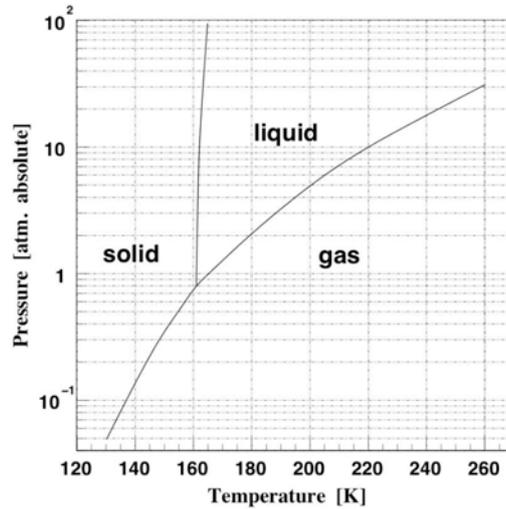
## 1.2 液氙作为暗物质探测媒介

在图1-9中还可以发现目前国际上主导的暗物质直接探测实验均是以液氙作为探测媒介，而液氙作为广泛的粒子物理探测器媒介具有非常优秀的特性。下面将对其进行简要介绍。

### 1.2.1 液氙基本物理性质

液氙作为暗物质直接探测实验媒介的主要优点在于：

- 液氙的三相点为  $161.3\text{ K}$ ，相对于其它惰性气体而言具有较高的液化温度，对制冷设备的要求更低，对维持大质量探测器是非常重要的考虑因素，图1-10为氙的三相图。

图 1-10 氙三相图，图片来自<sup>[53]</sup>

- 氙的原子序数为 54，平均摩尔质量为 131.3，具有很高的液相密度。对于自旋不相关的暗物质-核子碰撞，其碰撞几率与原子的质量平方  $A^2$  成正比，说明液氙与暗物质产生碰撞的事例率也更高。同样得益于其较高的液相密度，液氙具有自屏蔽效应，可以利用外围液氙对探测器外部材料产生的  $\gamma$  射线进行屏蔽，可以为探测器提供更大的低本底有效探测区域。
- 除丰度较低的  $^{136}\text{Xe}$  的半衰期为  $2.1 \times 10^{21}$  年之外，自然界的氙没有长半衰期的放射性同位素。说明作为探测媒介，氙本身并不会引入“本征”的本底。
- 在氙中产生电子离子对或闪烁光子的平均能量为 13.7 eV，是所有惰性气体中最低的，这也说明氙可以达到更低的探测阈值和更高的能量分辨率。
- 作为高效的闪烁体，液氙可以同时产生闪烁光与电离信号，且具有较高的光产额与电子迁移率。

### 1.2.2 液氙光电特性

入射粒子会在液氙中发生能量沉积并产生闪烁光及电离信号，但对于不同性质的入射粒子所产生的的光电信号有所不同。对于带电粒子，会直接与运行轨迹中的氙原子核以及轨迹上电子发生库仑相互作用，电离激发氙原子，产生闪烁光与电离信号。而对于中性粒子，如中子，则会先与原子核或是电子产生弹性或非弹性散射，获得反冲能量的电子或氙离子再激发或电离氙原子产生光电信号。如图1-11所示。而对于 WIMP 则与中性粒子机制类似。

其中入射粒子沉积能量产生受激发的氙原子  $\text{Xe}^*$  与电子  $e^-$ ，之后受激发的氙

原子与邻近氙原子组合成“二聚体” $Xe_2^*$ 后，再通过退激发产生频率为 $\nu$ 的闪烁光子。此外，当入射粒子造成高电离密度的轨迹（ $\alpha$ 粒子或核反冲）时，会产生两个受激发原子产生一个基态原子以及一个氙离子-电子对，而电子在随后的结合中产生出一个光子，造成了光产额的降低<sup>[54]</sup>。液氙中产生的为178 nm的闪烁光，宽度为13 nm。

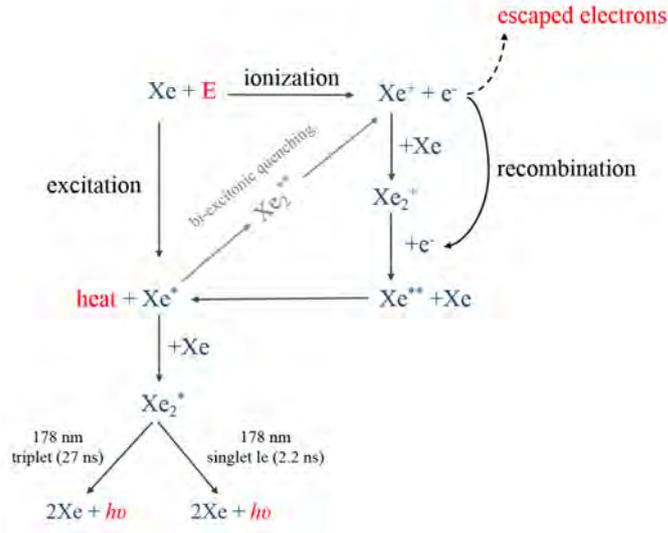
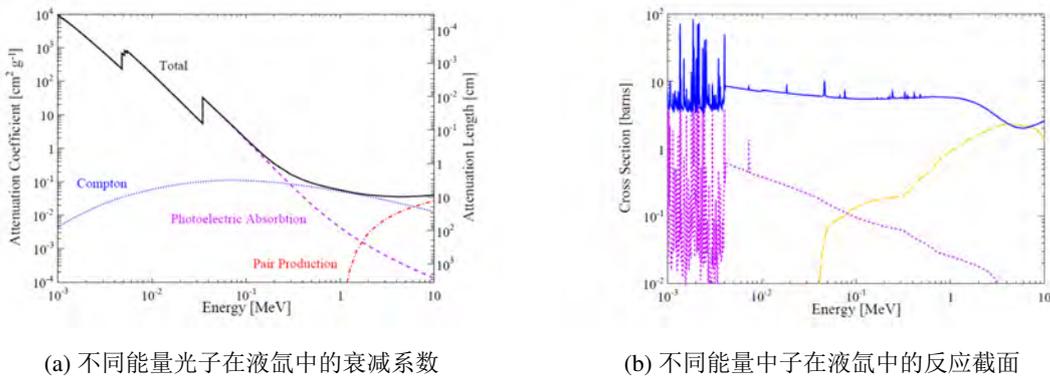


图 1-11 液氙中电离与闪烁光产生过程图，图片来自<sup>[55]</sup>

而产生的电子也可能会由于与离子的重新结合造成电子产额的降低，则需要通过施加外部电场来抑制电子的重新结合，并使得电子能够在液氙中漂移一段距离。这个外加电场称之为漂移电场（Drift field），而电子的漂移速度与电场场强之比称之为迁移率（Mobility）。



(a) 不同能量光子在液氙中的衰减系数

(b) 不同能量中子在液氙中的反应截面

图 1-12 光子中子在液氙中的，图片来源于<sup>[55]</sup>

对于低能的 X 射线与  $\gamma$  射线主要与核外电子发生散射，进而产生与  $\beta$  射线类

似的电子反冲事例（ER）。而暗物质粒子与中子等主要与氙原子核发生散射，产生核反冲事例（NR）。不同能量的光子在液氙中的衰减系数以及中子与氙的反应截面分别见1-12左图与右图。

为了甄别事例并重构事例发生的位置信息，利用两相型时间投影室（TPC）对事例产生的光电信号进行同时测量成为液氙探测器的主要选择<sup>[56]</sup>，如图1-13所示。结构主要包含顶部与底部的光电倍增管（PMT）阵列，阴极（Cathode）、阳极（Anode）以及栅极（Gate）三层电极。其中位于阴极与栅极之间形成的电场即为漂移电场，而位于阳极与栅极之间的电场称之为萃取电场（Extraction field），其中液氙的液面位于萃取电场之中。

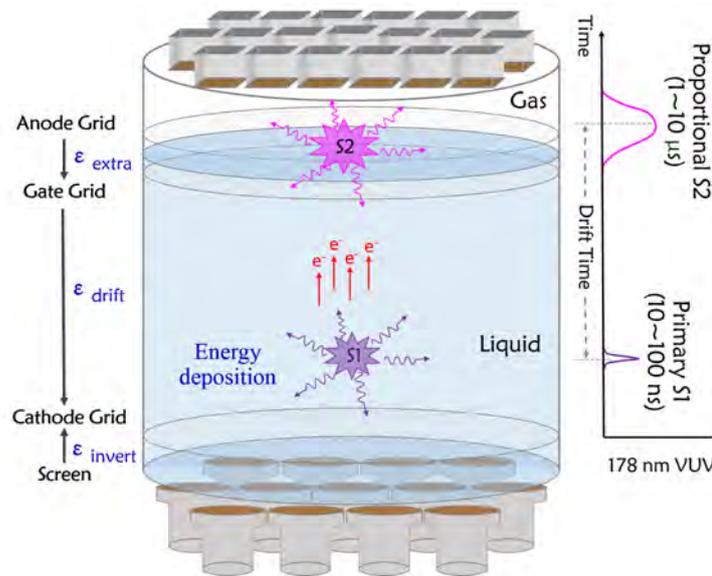


图 1-13 TPC 示意图，图片来自<sup>[56]</sup>

当入射粒子进入液氙漂移电场中产生闪烁光与电子后，其中闪烁光会被光电倍增管观测到，称之为 S1 信号，信号宽度多为 10~100 ns。而自由电子根据漂移电场漂移到液面位置被萃取电场拽出至气氙中，而由于气氙中更强的电场作用下，电子加速与气氙原子碰撞而产生电致发光，被探测到的光信号称之为 S2 信号，宽度为  $\mu s$  量级。利用两个信号之间的时间差对事例的纵向位置（Z）进行重建，而利用 S1 信号在光电倍增管阵列中的分布则可以重建事例的水平位置（XY）。

对于不同入射粒子，由于在能量沉积过程中产生的 S1 与 S2 信号比例不同，则可以利用此方法对入射粒子进行甄别。比如相同能量沉积下的核反冲事例，由于能量沉积径迹较短沉积密度（ $dE/dx$ ）更大，则由于电子离子对密度更高的缘故造成电子重新结合概率升高，造成产生的光子比率升高导致 S2/S1 的比例小于电子

反冲。即  $(S2/S1)_{NR} \ll (S2/S1)_{ER}$ ，这是甄别不同入射粒子的重要依据。图1-14展示了不同漂移电场下，不同入射粒子光产额与电产额的变化。

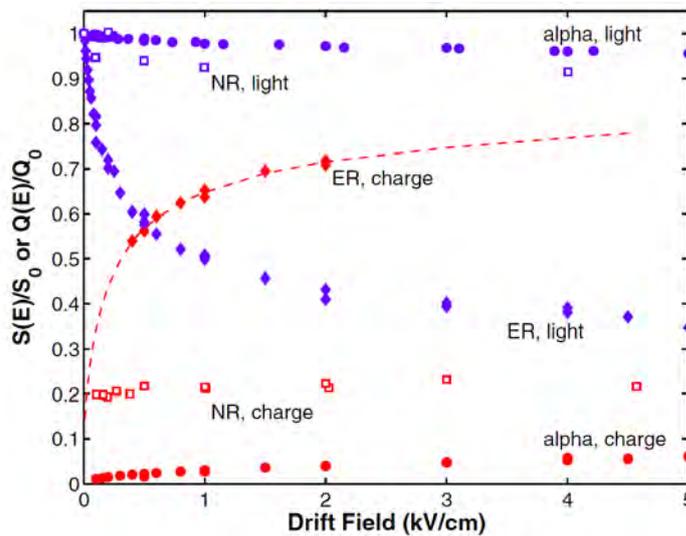


图 1-14 液氩中，不同入射粒子光产额与电产额随漂移电场的变化，图片来自<sup>[57]</sup>

### 1.3 液氩温区制冷方法

对于暗物质直接探测实验而言，液氩的重要性不言而喻，而保持两相型液氩探测器内的气液稳定是保证探测器长期平稳运行的关键。目前液氩暗物质实验中多采用的是制冷机或是液氮作为载冷剂制冷的方式，下面对其进行简单介绍。

#### 1.3.1 制冷机

制冷机制冷的基本原理大都是根据气体的膨胀吸热以及压缩放热对需冷端进行制冷的的方法。近 30 年来制冷机的发展非常迅速，根据不同工作原理，将制冷机类型分为 5 大类，包括 Joule-Thomson 制冷机 (J-T)，布雷顿制冷机 (Brayton)，斯特林 (Stirling) 制冷机，Gifford-McMahon 制冷机 (GM) 以及脉管制冷机 (PTR)<sup>[58, 59]</sup>。其工作原理如图1-15所示。

其中 J-T 制冷机采用节流效应，即当气体经过节流阀或是多孔筛时由于进出口压强的变化导致气体膨胀降温<sup>[60]</sup>。布雷顿制冷机与 J-T 制冷均属于间壁式制冷机，不同点在于节流装置变为膨胀机。由于此两种类型的制冷机制造成本较低且结构简单，应用范围非常广泛，家用空调制冷<sup>[61]</sup> 以及采用载冷剂的冷冻机常采用此种方法制冷。但受到制冷工质以及运行工作压力的限制，同时随着 GM 制冷机与脉管制冷机制冷量的提升，对于低温区应用逐渐向回热式制冷机转移。

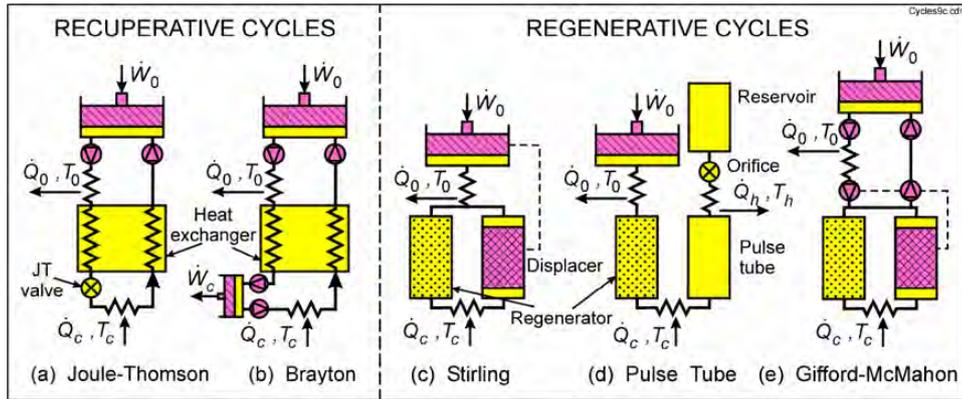


图 1-15 不同类型制冷机基本工作原理图，图片来自<sup>[58]</sup>

斯特林循环制冷<sup>[62]</sup>，GM 制冷<sup>[63]</sup> 以及脉管制冷<sup>[64]</sup> 均属于回热式制冷机，是指冷热振荡流体在同一个回热器或蓄冷器中换热，位于制冷循环过程的前后周期中，并不通过固体壁面分隔。其中相对而言斯特林制冷机效率更高，如图1-16。但由于存在两个气缸与活塞运动部件较多导致使用寿命较短，且振动较大，同时一般冷端的冷头位置与电机耦合在一起也造成了使用上的不便。

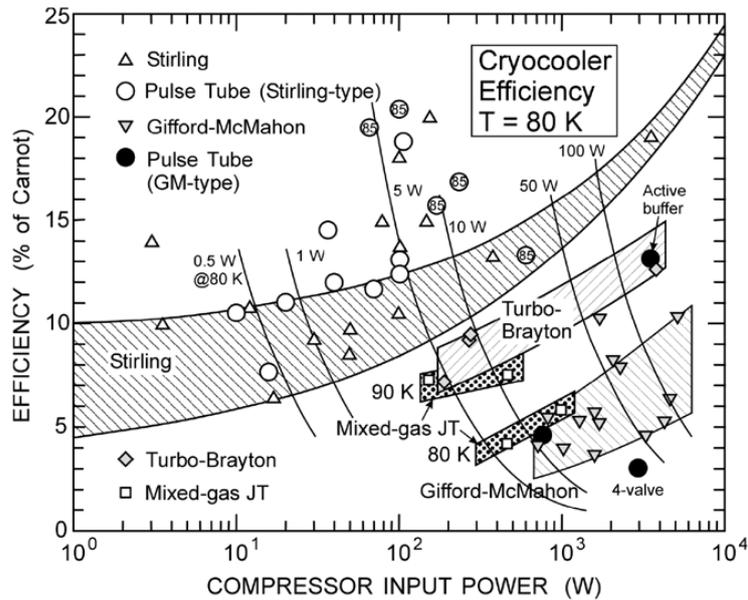


图 1-16 80K 温度下，不同类型制冷机效率图，图片来自<sup>[58]</sup>

而通过旋转阀对同一空腔体内进行充放气过程来实现制冷效果的脉管制冷机自出现以来，由于其冷头内部没有运动部件，进而维护周期长且振动较小，成为低温领域非常十分重要的应用<sup>[65]</sup>。但脉管制冷机的效率低于其他两种类型的制冷机，则通过改变气体驱动方式以及改进脉管结构成为脉管制冷机提升制冷量的研

究热点<sup>[66-68]</sup>。

GM 制冷机与脉管制冷机类似，均基于西蒙膨胀制冷，且冷头部分可以与压缩机部分分离，同时其在高于液氦温区的制冷量大于脉管制冷机，且可以通过将运行活塞与回热器耦合减少了所用空间。但冷头位置仍存在运行活塞部件，需要定时进行更换，一般而言更换周期为一年左右。

除上述之外，还有利用热声原理通过谐振管中行波或驻波来驱动脉管制冷机的热声制冷机<sup>[70]</sup>，与利用超流  $^4\text{He}$  稀释  $^3\text{He}$  的方法制冷的稀释制冷机<sup>[71]</sup>。热声制冷机其最大的优点在于不存在压缩机或是其他的运动部件，但由于其存在能量的二次转换导致制冷效率很低，所以如何进一步提升制冷量与降低最低制冷温度仍是研究重点，且其主要应用于存在大量热量富余的场所<sup>[72]</sup>。而稀释制冷机是当利用脉管制冷机将温度降至 4 K 后再进行降温的制冷机，其在无中微子双贝塔衰变实验 CUORE 可以将探测区域降至 10 mK 以下<sup>[73]</sup>。

对于低制冷量需求的液氦探测器而言，可靠性、使用寿命、振动以及造价是选择制冷机中最为关键的因素，所以脉管制冷机成为诸多实验中的主要选择，包括 XMASS<sup>[74]</sup>，PandaX<sup>[75]</sup> 和 Xenon 实验组<sup>[76, 77]</sup>，以及非暗物质探测液氦实验中<sup>[78, 79]</sup>。所采用的制冷机均为 Iwatani 公司生产的 PC150<sup>[80]</sup>，且均通过紫铜扩展面积与氦接触完成液化。GM 制冷机的冷头振动情况随着发展也逐渐与脉管制冷机接近，如图 1-17，不会成为选择 GM 制冷机的制约条件。

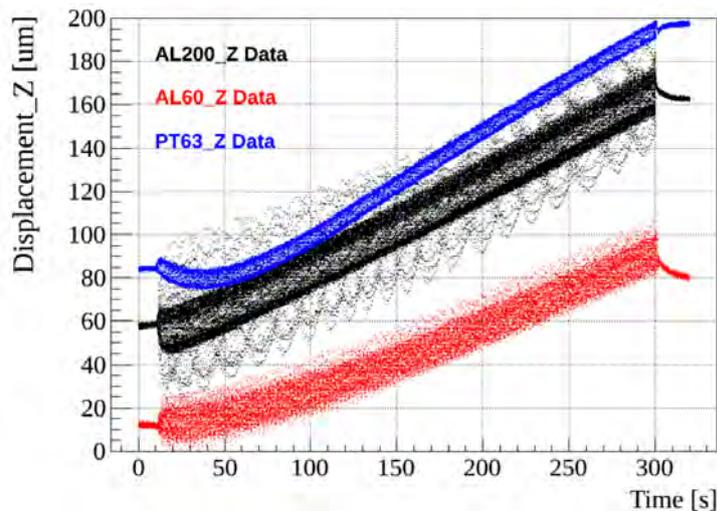


图 1-17 不同类型制冷机冷头在 Z 方向的振动情况，图片来自 CRYOMECH INC.

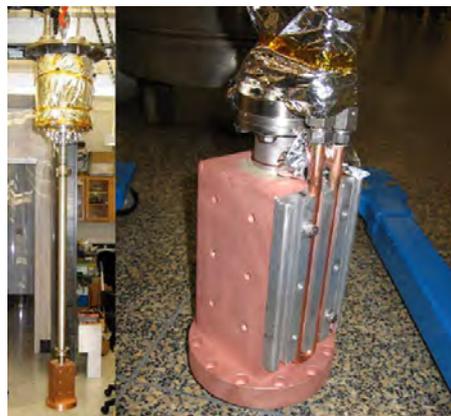
### 1.3.2 液氮制冷

除制冷机制冷外，容易制造且较为廉价的液氮也常作为液氙探测器的冷源使用。常压下液氮的温度为 77 K，远低于氙的沸点与熔点，所以在制冷过程多使用液氮的汽化热对氙气进行制冷。液氮的汽化潜热为 199 kJ/kg，约是液氙的两倍<sup>[81]</sup>。液氮制冷相较于制冷机而言优势在于制冷量与液氮流量与换热结构设计相关，较制冷机制冷量可以更高，并且不受制于用电约束。但主要问题在于如何准确控制系统温度。

由于液氮无法与氙气进行直接接触，需要借助不同的换热手段将液氮的冷量传递给氙气。常采用的方式是利用液氮管道<sup>[82]</sup>或紫铜宽展面积换热，以及利用热虹吸原理。其中第一种方法构造比较简单，但由于在换热表面会形成氙冰进而降低了换热效率，且单纯控制液氮流量比较难以准确控制系统温度。所以最常用于辅助系统制冷，比如 PandaX-II 实验中的紧急制冷模块，Xenon1T 液氙存储系统中的液氮管阵列<sup>[83]</sup>等，如 1-18 左图。对于仅通过制冷机制冷的系统而言，利用液氮作为备用方案是十分必要的。



(a) Xenon1T 实验组 ReStox 液氮盘管



(b) LUX 实验组热虹吸制冷系统

图 1-18 利用液氮制冷液氙实验

LUX 实验组利用热虹吸原理将液氮置于热虹吸管中构建冷头对氙进行制冷<sup>[84]</sup>，如 1-18 右图。经汽化的氮气上升至顶部液氮室中进行液化再通过重力流回底部，持续为系统提供制冷量。在未来 LZ 实验组中仍沿用此种方法<sup>[85]</sup>。

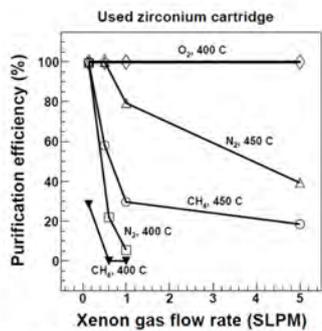
制冷机与液氮制冷并不矛盾且各有优缺点，需要视实验室条件与具体实验要求而进行选择，但其主要的目标均是保证实验运行期间探测器内温度与压力的稳定。实验运行除保证液氙的热力学状态稳定外，还需要对其中的杂质气体进行去除。

## 1.4 液氙中杂质气体去除

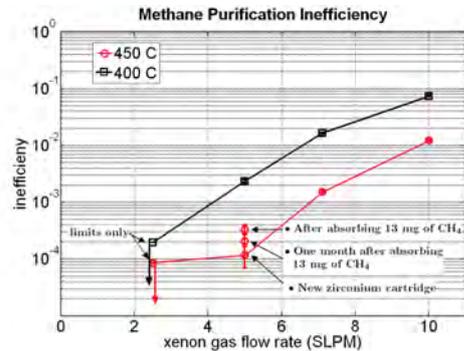
液氙中对暗物质探测起到主要影响的杂质性气体是惰性气体氦与氩以及电负性气体,包括水,氧气,二氧化碳等。其中前者中存在的放射性同位素如  $^{85}\text{Kr}$ ,  $^{220}\text{Rn}$  以及  $^{222}\text{Rn}$  会增加探测器内本底的水平,而后者会吸收闪烁光 S1 信号或者与漂移场中的电子进行结合,造成 S2 信号的减少甚至影响到底部事例的观测。商品氙中的这部分杂质含量均为国家标准  $<1\text{ ppm}$ , 但并不能满足实验要求。

### 1.4.1 非惰性气体的去除

对于液氙暗物质探测实验而言,目前非惰性气体的去除最为常用的方式是利用基于高温锆的商业提纯器 (Getter)<sup>[75, 77]</sup>, 在高温条件下杂质会由表面扩散至材料内部而保证可以持续不断的起到提纯效果。其可以将进口端气氙中  $1\text{ ppm}$  的杂质气体含量降低为  $1\text{ ppb}$ , 最为明显的优势是对大部分非惰性气体,比如水、氧气、二氧化碳包括甲烷等,均能起到有效的提纯效果。其中由于锆材料本身的特性,对于氧气的去除效果最为明显<sup>[86]</sup>, 不过,对于暗物质探测实验中常用的电子反冲刻度源氟化甲烷而言,其去除效率受到流量与温度的影响<sup>[87]</sup>, 如图1-19。



(a) 不同杂质成分随流量去除效率的变化



(b) 甲烷去除效率与温度的关系

图 1-19 高纯锆提纯器对杂质气体去除效率, 图片来自<sup>[87]</sup>

由于纯化器中高纯锆的体积有限,不可再生,则需要对内部滤芯进行定期更换。且由于需要将常温入口的气氙加热至  $400^{\circ}\text{C}$  的工作温度,则随着流量需求的提升对提纯器的要求更加严格。

除此之外,常温催化剂(分子筛)技术也常用于惰性气体的提纯技术中。其利用类镍催化剂等内表面积很大的材料通过吸附作用来达到提纯效果,但缺点是无法去除甲烷以及氮气杂质,对于暗物质探测实验而言具有很强的限制性。不过,在其他惰性气体实验中仍有很广泛的使用,除了可以对常温气氙<sup>[88, 89]</sup>进行提纯外,

在  $\mu$  子衰变探测实验 MEG 中使用  $500 \text{ cm}^3$  的分子筛 (MS13A) 腔体对液氙进行提纯<sup>[90]</sup>, 并使用低温离心泵达到了  $100 \text{ L/h}$  的循环流速, 如图1-20。

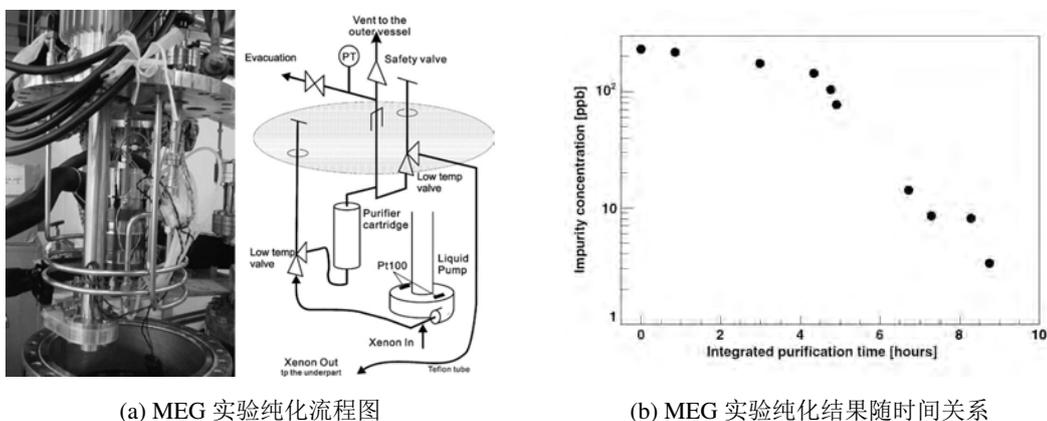


图 1-20 MEG 实验利用分子筛技术对液氙进行提纯, 图片来自<sup>[90]</sup>

1996 年, Bolotnikov 与 Ramsey 利用钛火花提纯器 (Titanium spark purifier) 作为进一步提升提纯效率的二级提纯器进行使用<sup>[91]</sup>, 如图1-21。其通过高压火花放电将钛电极变为钛粉尘, 再利用粉尘表面具有的清洁表面与化学活性吸附电负性杂质, 由于粉尘会吸附于容器壁表面则不会对后端探测器产生污染<sup>[92]</sup>。此外由于电火花会破坏大分子有机物, 所以对有机物杂质也能起到一定的吸附作用<sup>[93]</sup>。

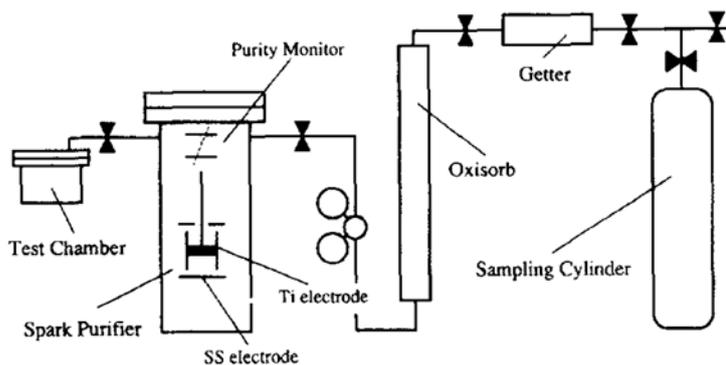


图 1-21 钛火花提纯器流程示意图, 图片来自<sup>[91]</sup>

对一些简单的情况下, 利用单一氧气吸附提纯器去除影响电子寿命较大的氧气同样可以满足部分实验要求。但对于不同的提纯器在提纯系统中搭配使用可以进一步提升提纯效果。

1.4.2 惰性气体的去除

由于化学性质接近，利用提纯器无法将惰性杂质气体氦气与氩气去除，需要借助于其他方法。利用沸点不同通过精馏提纯以及利用范德瓦耳斯力不同通过活性炭提纯是目前最为常用的两种去除方法。

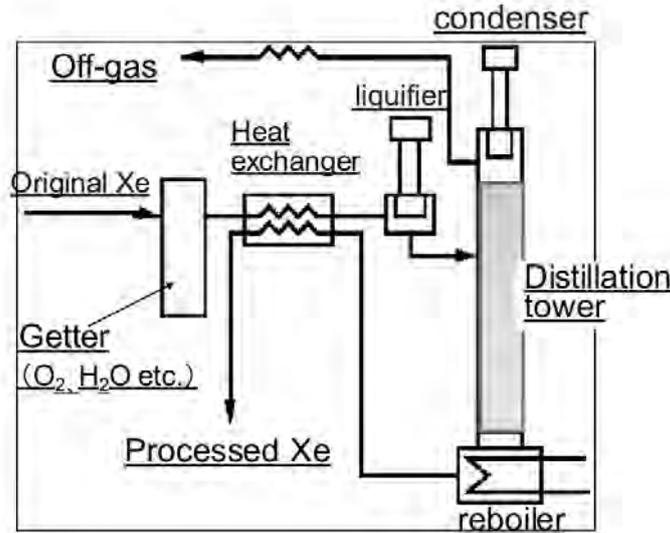


图 1-22 日本东京大学精馏系统流程示意图，图片来自<sup>[94]</sup>

常压下，氙气，氦气与氩气的沸点分别是 161 K，120 K 以及 211 K，则通过精馏原理可以满足对三者的分离，详细见章五。2009 年，日本东京大学搭建了 2 米高的精馏塔以 0.6 kg/h 的流量将原料氙中的氦含量降低了 3 个数量级<sup>[94]</sup>，如图 1-22。

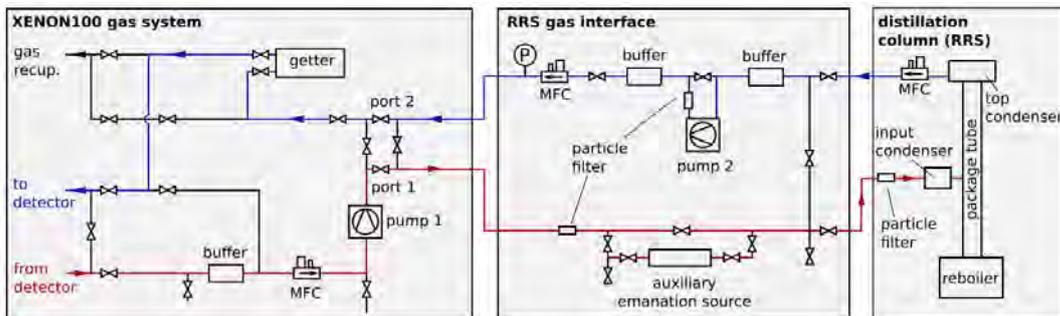


图 1-23 Xenon 实验组除氩精馏系统流程示意图，图片来自<sup>[99]</sup>

实验以 191 的回流比运行，之后 PandaX 一期精馏塔<sup>[95,96]</sup>与 Xenon1T 精馏塔<sup>[97]</sup>均依照此结构进行搭建，并将设计运行流速提升至 5 kg/h 与 3 kg/h。其中 Xenon1T 利用该精馏塔将氦浓度降低为 20 ppq。

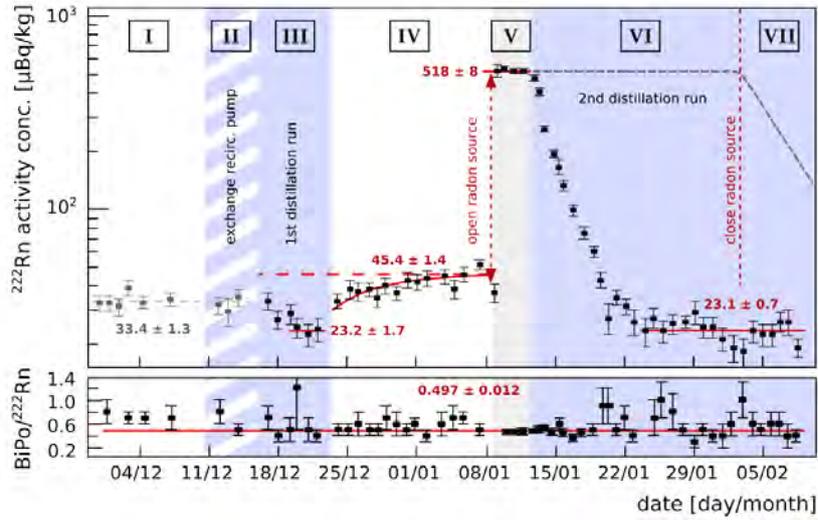


图 1-24 Xenon 除氡精馏系统氡含量变化图，图片来自<sup>[99]</sup>

由于相对于氦气，氡气的沸点更高，则氡氦精馏分离运行流程恰与氦氡分离相反。Xenon 实验组首先利用单级蒸馏对氦氡分离进行了研究<sup>[98]</sup>，证明精馏方法可行后，构建除氡精馏系统并与 Xenon100 探测器相连，利用外部氡源测试得出精馏系统对氡气的衰减系数约为 27<sup>[99]</sup>。系统结构与测试氡含量分布分别如图1-23与1-24所示。

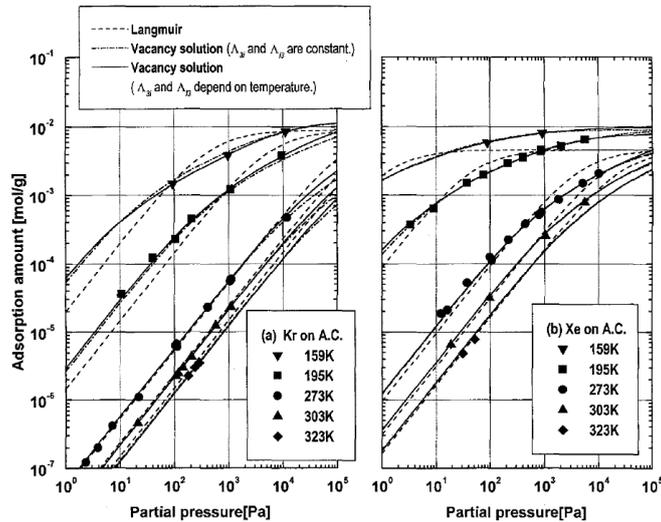
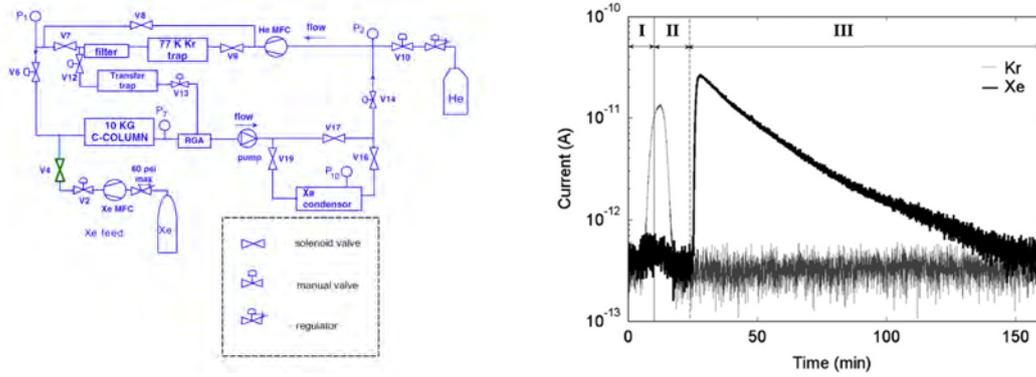


图 1-25 氦与氡在活性炭中的吸附等温线图，图片来自<sup>[101]</sup>

在上世纪，不同压力不同温度下分子筛与活性炭对于惰性气体的吸附等温线已经开始了研究<sup>[100, 101]</sup>，图1-25展示了不同温度下氦与氡在活性炭下的吸附量与

压力的关系，其中三种不同曲线代表不同的拟合方程。可以发现在活性炭中氙气较氪气具有更大的吸附量，即当混合气体经过活性炭时氙气优先被活性炭吸附而氪气更易流走。

LUX 实验团队利用活性炭吸附的方式将原料氙气内的氪含量降低至小于 3 ppt ( $10^{-12}\text{mol/mol}$ )<sup>[102-104]</sup>，其系统结构如1-26左图。通过将氦气作为载体气体存在于系统中，混合器经过活性炭后氦气由于吸附系数较小提前通过并被液氮冷井困住，之后根据氙气通过时间切换至氙气冷井，再对氙气进行回收，在整个过程中对氙气的损失可以忽略不计。两者通过的时间如1-26右图所示。



(a) LUX 实验活性炭氪氙分离系统流程图

(b) 氪氙通过活性炭时间图

图 1-26 LUX 实验通过活性炭进行氪氙分离，图片来自AC\_LUX

XMASS 实验团队则利用活性炭吸附的方法构建了除氦系统，并将氦含量降低至原料氙内的 7‰<sup>[105]</sup>。其系统结构如1-27左图所示，与氪氙分离不同的是没有使用氦气作为载体气体且氦的传输速度小于氙气，并且吸附室需保持小于-70°C 的低温状态。1-27右图展示了测试过程中氦含量的变化图。

与氪氙分离不同点在于探测器运行过程中主要的氦气来源为探测器与其配套系统自身的材料，一旦探测器完成后内部的放氦率将难以改变。所以在线除氦是未来大型液氙探测器实验所必须考虑的问题，未来的 Xenon 实验组仍沿用精馏除氦的方法，而 LZ<sup>[106]</sup> 与 EXO200<sup>[107]</sup> 实验等采用活性炭除氦的方法。

### 1.4.3 氦含量测量方法

氪氙提纯后的产品需要在灌入探测器前进行浓度的测量以保证氦含量满足要求，目前主要应用的测量方法可以分为测量氪放射性同位素  $^{85}\text{Kr}$  的冷原子阱痕量分析法 (Atom trap trace analysis, ATTA)，以及基于残余气体分析仪 (Residual gas analysis, RGA) 或质谱仪 (Mass spectrometer) 原子质量对氦含量进行测试。

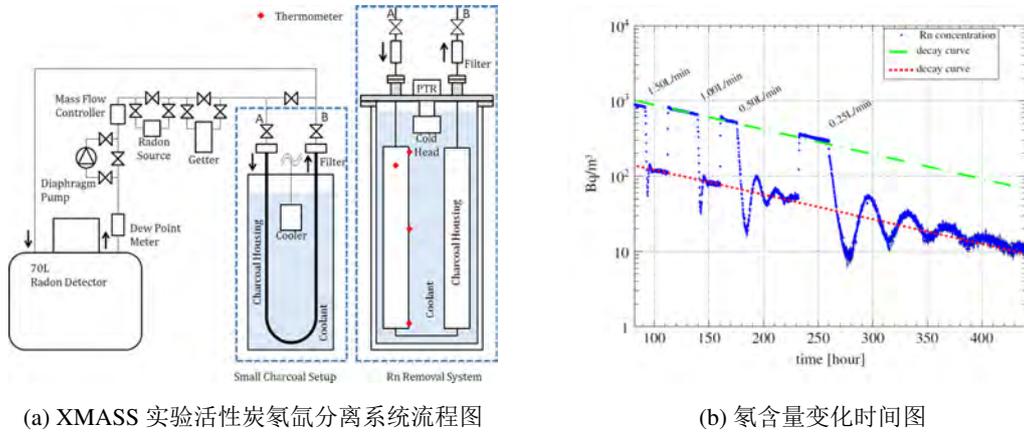


图 1-27 XMASS 实验通过活性炭进行氡氩分离，图片来自<sup>[105]</sup>

ATTA 系统在上世纪已用于测量氦中放射性同位素  $^{85}\text{Kr}$  与  $^{81}\text{Kr}$ <sup>[108]</sup>，并常用于空气或是水内的含量的测量<sup>[109, 110]</sup>。基本的原理结构图如图1-28所示，原子经过冷却的射频源（RF source），当激光频率接近其共振频率时，原子被激发至亚稳态，由于亚稳态原子会通过受激辐射释放光子回到基态，可以通过激光对其进行减速。之后原子束经过横向冷却（TC）后进入空间均匀变化的磁场（Zeeman slower）中，利用塞曼分裂调整原子能级间隔补偿多普勒频移引起的减速变差的现象，使得最终产生连续的低速原子束流，进入磁光阱（MOT）中进行单原子测量。

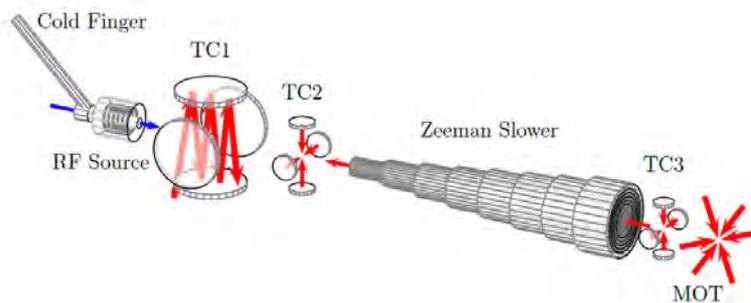


图 1-28 ATTA 系统原理图，图片来自<sup>[111]</sup>

Xenon 实验组已将 ATTA 测量方法应用于氦内的  $^{85}\text{Kr}$  含量测量<sup>[111]</sup>，系统如图1-29。这项方法测量的灵敏度较依赖于测量样品的总量， $^{85}\text{Kr}$  在自然氦中丰度约为  $10^{-11}\text{mol/mol}$ ，则每公斤 ppt 氦浓度的氦中只存在约 40 个  $^{85}\text{Kr}$  原子。当需要进一步提升测量灵敏度时需要增加测量样品的质量，是一个较大的限制。

残余气体分析仪通过电离气体原子，利用元素荷质比的不同测量不同偏转半径中的电流量，由于  $^{84}\text{Kr}$  含量最高，则一般以  $^{84}\text{Kr}$  作为测量元素，测量图谱如

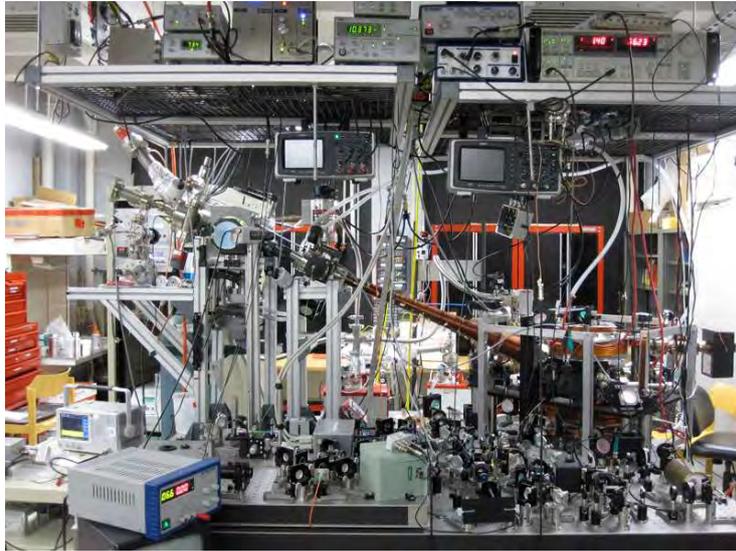
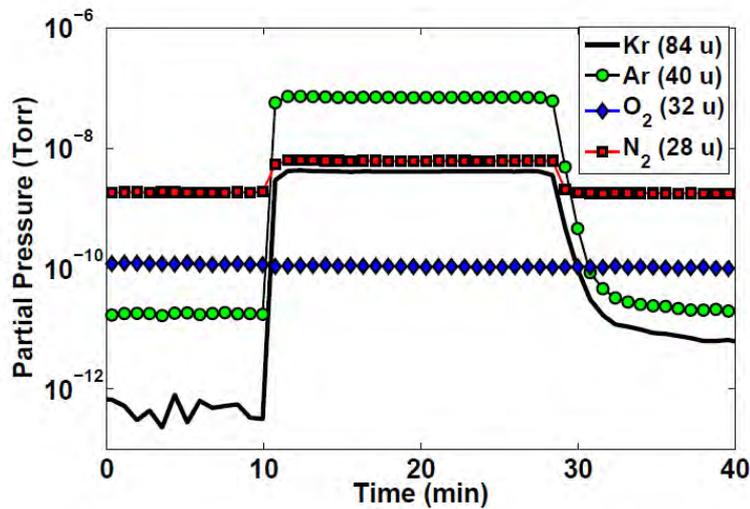
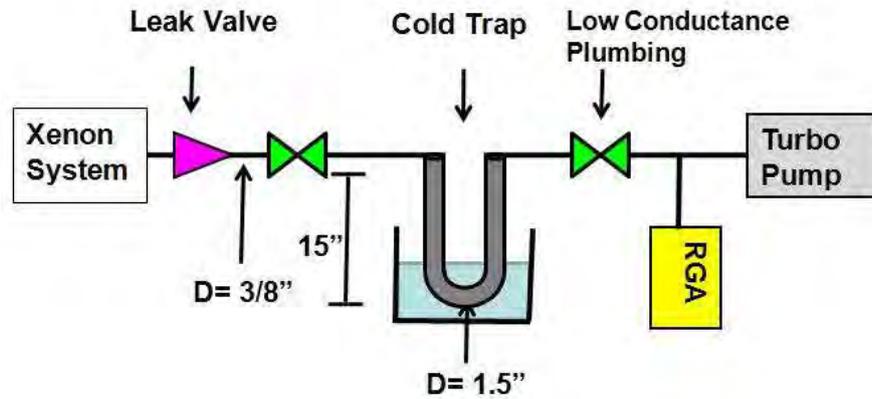
图 1-29 Xenon 实验组 ATTA 系统图，图片来自<sup>[112]</sup>

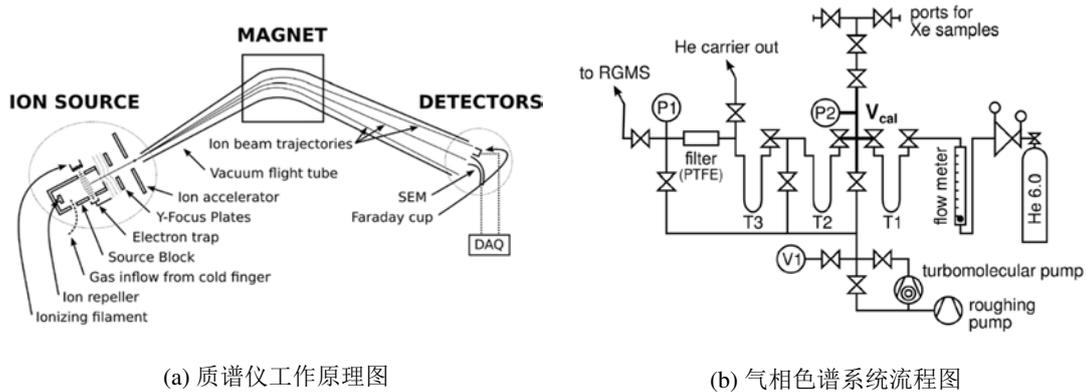
图1-30。但 RGA 一方面需要保证腔体真空度低于  $10^{-2}$  Pa 以保护灯丝，此外对于同时刻测量样品其测量范围为 6 个数量级。于是如何相对富集氦中的氦含量是测量的关键。

图 1-30 RGA 氦测量成分含量时间图，图片来自<sup>[113]</sup>

最为常见的方法是利用液氮冷井的方式。氦在液氮温区的饱和蒸气压比氦高约两个数量级，且由于氦含量总量一般低于其饱和蒸气压，则认为通过冷井后氦含量提升量级与氦气压力降低量级相同，再通过微漏阀调节 RGA 端真空度，对测量结果进行分析即可得出样品中的氦含量。这个方法结构简单且操作方便，如

图1-31, 被许多实验组所使用<sup>[113-116]</sup>。图 1-31 基于液氮冷井与 RGA 的氦测量系统图, 图片来自<sup>[113]</sup>

由于液氮冷井对于氦含量提升量级有限, 对于低于 ppt 氦浓度的样品测量难度非常高。此外, Xenon 实验组利用类似于上小节中活性炭氦氙分离系统的气相色谱系统对氦氙进行分离, 再通过对氦测量精度为  $10^{-13} \text{ cm}^3$  的 VG3600 质谱仪测量样品<sup>[117]</sup>, 如图1-32。该方法称之为气相质谱法 (Gas mass spectrometer method, RGMS), 其系统的探测灵敏度可以达到 8 ppq ( $10^{-15} \text{ mol/mol}$ )。



(a) 质谱仪工作原理图

(b) 气相色谱系统流程图

图 1-32 Xenon 实验组通过 RGMS 系统对氦含量进行测量, 图片来自<sup>[117]</sup>

#### 1.4.4 氦含量测量方法

对氦含量测量与氙含量测量不同的重点在于, 只有当探测器搭建完毕并实验运行后才能确定液氦中的氦含量。所以当探测器搭建完成后再对液氦中氦含量进

行测量意义并不大，而由于氡的来源主要是材料内的铀、钍元素，则重点在于测量材料本身的放射性本底。

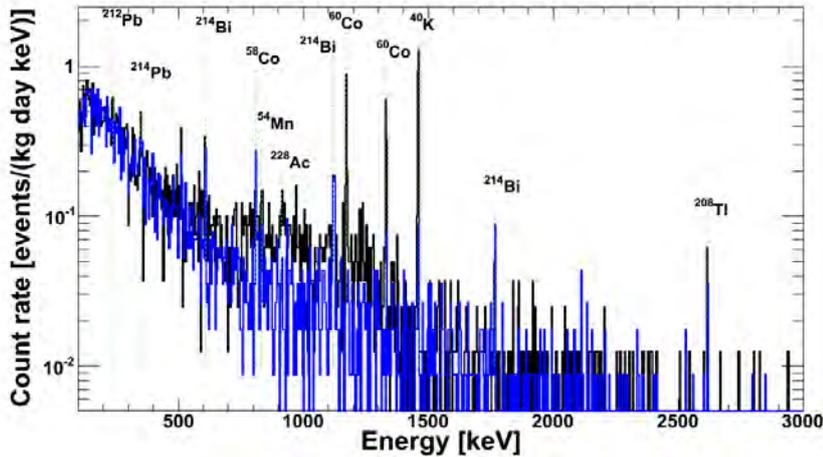


图 1-33 HPGe 对 Hamamatsu R8520 光电倍增管测量能谱图，图片来自<sup>[118]</sup>

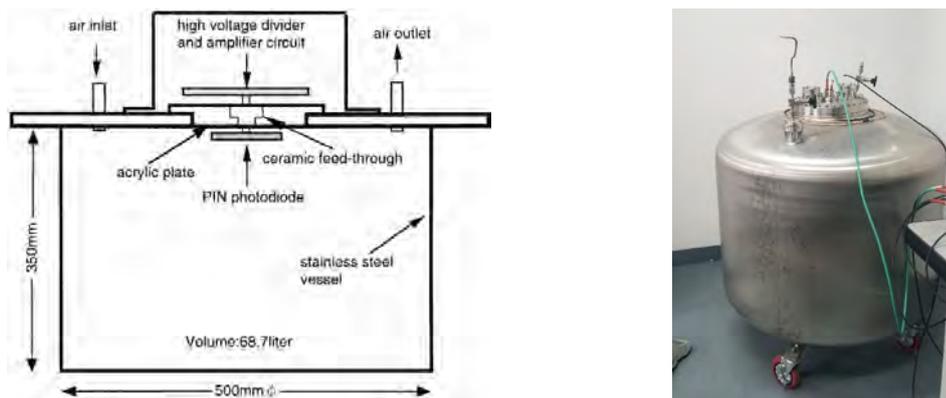
利用高纯锗探测器（High purity germanium detectors, HPGe）进行材料放射性检测的方法最为常见。HPGe 属于半导体探测器，当外界入射粒子在其耗尽区内产生能量沉积时，电离所产生的电子空穴将通过外加电场向两端移动，而被两端电极捕获的电信号总量则表征了入射粒子沉积能量的大小。通过外接放射源对不同能量的粒子进行标定则可以对测量样品内不同的放射性元素进行测量。比如 Xenon<sup>[118, 119]</sup>，LUX<sup>[103]</sup> 以及 PandaX<sup>[120]</sup> 实验均采用这种方法。

探测器全部材料均需要经过 HPGe 的测量与筛选，之后经过蒙特卡洛模拟对探测器内部的放射性本底进行计算，图1-33展示了 Xenon 实验组利用 HPGe 对光电倍增管测量的能谱图。



图 1-34 美国 DURRIDGE 公司 RAD7 测氡仪

由于 HPGe 为测量材料内的放射性同位素含量，并没有对材料直接的放氦率进行测量，则在探测器内材料放氦的影响应小于其对氦含量的测量值。利用美国 DURRIDGE RAD7 测氦仪<sup>[121]</sup> 常用于对环境空气中氦含量的测量<sup>[122]</sup>，如图1-34，对材料放氦率进行直接测量也被应用于部分材料的测量与筛选当中。

(a) 氦静电探测器原理示意图，图片来自<sup>[126]</sup>

(b) PandaX 实验氦静电探测器实物图

图 1-35 利用静电探测器测量氦含量

此外，常用于测量空气中氦含量的静电探测器（Electrostatic detector）也被粒子物理实验所广泛使用<sup>[123-125]</sup>。其通过外加电场将氦衰变产生的次级正电离子拽向硅 PIN 二极管，之后通过外接电子学系统读出次级离子产生的  $\alpha$  信号，对次级离子进行分辨并测量氦的含量水平。其原理示意图与 PandaX 实验中的探测器实物图分别如1-35左右图所示。

利用这种方法对探测空间内的测量灵敏度可以达到  $1 \text{ mBq/m}^3$ <sup>[127]</sup>，并通过将测量材料放置于探测腔体内对放氦率进行测量。

## 1.5 PandaX 实验简介

PandaX (Partical AND Astrophysics experiment with Xenon) 实验组成立于 2009 年，由上海交通大学牵头，在中国四川省锦屏地下实验室中以氙作为靶标物质探测暗物质或是无中微子双贝塔衰变 (Neutrinoless double beta decay,  $0\nu\beta\beta$ ) 的探测器实验。实验分为四个阶段，除第三阶段 PandaX-III 利用高压  $^{136}\text{Xe}$  通过径迹研究探测无中微子双贝塔衰变<sup>[128]</sup> 外，PandaX-I、PandaX-II 以及正在设计搭建的四期实验均以液氙两相型时间投影室探测暗物质。下面对 PandaX 实验进行简单介绍。

1.5.1 中国锦屏地下实验室

PandaX 探测器主体均位于中国西南部雅砻江流域锦屏山中的中国锦屏地下实验室 (China Jin-Ping Underground Laboratory, CJPL), 在建设水电站中在锦屏山下挖掘了一条 17.5 公里的隧道, 顶部岩石覆盖厚度为 2400 米, 等效水深 6720 米, 实验测得的宇宙线通量为  $2.0 \times 10^{-10} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  [129]。目前实验室分为两期, 第一期实验室 CJPL-I 于 2010 年开始使用, 其示意图与  $\mu$  通量分别如图 1-36 与图 1-37 所示。

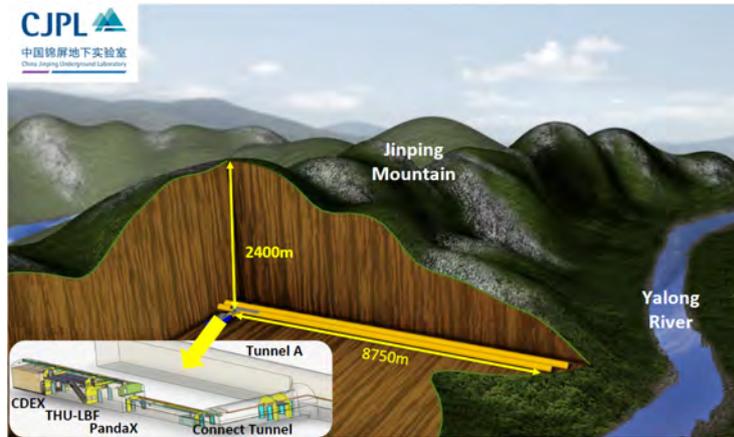


图 1-36 CJPL-I 示意图, 图片来自 [130]

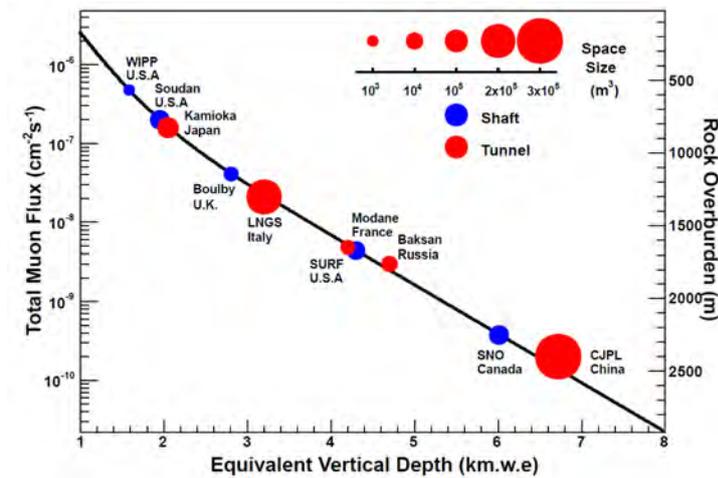


图 1-37 世界上主要实验室  $\mu$  通量值, 图片来自 [130]

CJPL-I 实验室空间约  $4000 \text{ m}^3$ , 而于 2013 年开始施工的二期锦屏地下实验室 CJPL-II [131] 包括四个实验大厅, 每个大厅又分为两个半区, 总实验空间接近于  $96000 \text{ m}^3$ , 结构如图 1-38 所示。目前已确定未来会在 CJPL-II 实验室进行的实验有

PandaX 四期实验，CDEX（China Dark Matter Experiment）以及锦屏地下核天体实验（Jinping Underground Nuclear Astrophysics Experiment, JUNA）。

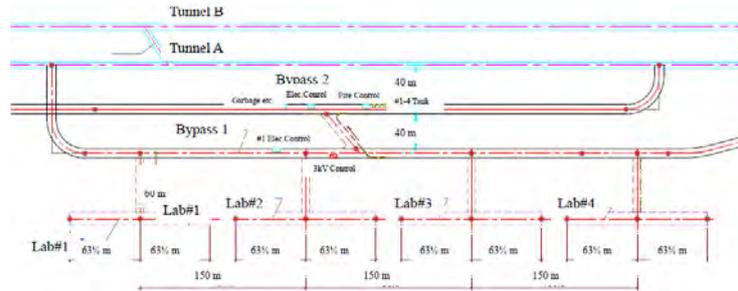


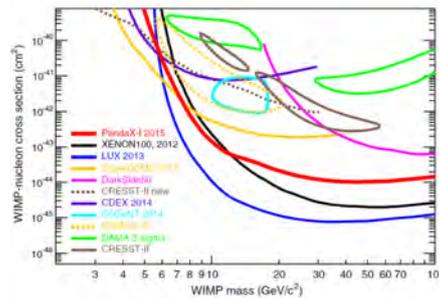
图 1-38 CJPL-II 结构示意图，图片来自<sup>[131]</sup>

### 1.5.2 PandaX 分期进展

PandaX-I 与 PandaX-II 暗物质探测实验位于 CJPL-I 实验室中。PandaX-I 探测器于 2012 年在上海交通大学完成组装调试并运至锦屏地下实验室，并于 2014 年 5 月正式取数，经过半年的运行于年底进行氙气回收完成运行<sup>[132]</sup>。探测器内总共 120 公斤液氙，靶区域为 37 公斤液氙，构建了直径为 60 cm，高 15 cm 的 TPC，顶部与底部分别采用了 143 个 1 英寸与 37 个 3 英寸的光电倍增管。并于 2014 年 8 月<sup>[133]</sup> 与 2015 年 9 月<sup>[134]</sup> 发表两个暗物质探测结果。图 1-39 分别展示了 PandaX-I 探测器图片与最终的暗物质探测灵敏图。



(a) PandaX-I 探测器图片，图片来自<sup>[132]</sup>



(b) PandaX-I 最终暗物质探测结果，图片来自<sup>[134]</sup>

图 1-39 PandaX-I 暗物质探测实验

PandaX-I 实验结果排除了之前 DAMA 等实验声称的暗物质事例，并在低于  $5.5 \text{ GeV}/c^2$  的 WIMP 质量区域取得了当时液氙探测实验的最好结果。虽然在高能

区仍不足与当时的 Xenon100 与 LUX 实验相比，但其成功运行的经验为下一阶段的升级工作提供了重要的基础。

PandaX-II 实验于 2014 年 12 月开始探测器的组装，在接下去一年的测试运行中出现了法兰泄漏 (Run6)，栅极放电 (Run7) 以及氦污染 (Run8) 等问题，于 2016 年发表了氦含量为 507 ppt 的暗物质实验结果<sup>[135]</sup>。随后将氦全部回收后运回上海交大通过精馏将氦含量降低至 44 ppt，之后灌回探测器继续取数 (Run9)，并于 2016 年 7 月发布首批物理实验结果<sup>[136]</sup>。在 Run9 的最后阶段注入氙化甲烷进行了电子反冲的刻度，但发现通过提纯器 Getter 难以有效去除氙化甲烷。为了去除甲烷以及进一步降低氦含量，在已经运至锦屏二期地下实验室的精馏系统进行二次精馏，将氦含量降低至 6.6 ppt。取数运行 (Run10)，并于 2017 年 8 月发表了 54ton·day 的物理实验结果<sup>[137]</sup>。之后继续取数 (Run11)，并于 2019 年回收氙气结束运行。

PandaX-II 运行期间相继发表了多篇与暗物质相关的重要文章<sup>[138-140]</sup>，在世界暗物质探测领域取得了重要的影响。具体实验结构构造与物理分析过程见下章所示。

PandaX-III 是利用氙放射性同位素  $^{136}\text{Xe}$  对无中微子双贝塔衰变进行探测。中微子是否是自身反物质粒子，即是马约拉纳费米子还是狄拉克费米子同样是粒子物理学家们非常关心的事情，同时世界上也有着许多实验组通过不同的方法进行探测<sup>[141-143]</sup>。目前已在上海交通大学进行研究工作，未来会在 CJPL-II 进行正式运行。

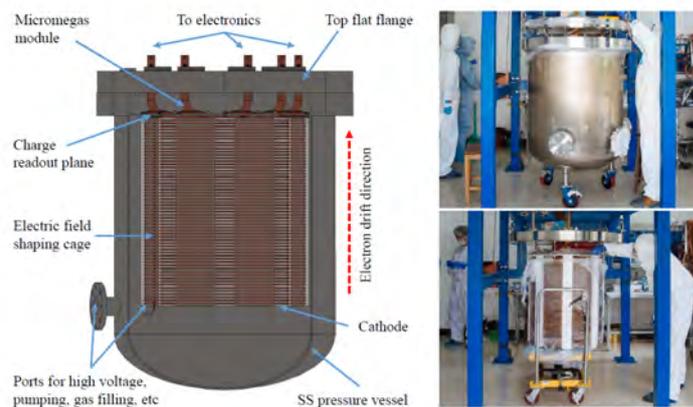


图 1-40 PandaX-III 探测器示意图，图片来自<sup>[144]</sup>

PandaX 四期实验是靶区域液氙质量为 4 吨的暗物质探测实验，于 2016 年开始进行研究设计阶段，目前已经对各子系统在上海交通大学进行测试运行，将于

2019 年进入 CJPL-II 完成组装。下章将进行详细介绍。



## 第二章 PandaX-II 暗物质实验

PandaX-II 实验基本沿用 PandaX-I 的配套子系统, 并根据实验需求做了部分的改进与升级。此外探测器刻度, 位置重建等重要的物理分析方法也有重要的改进。本章将对 PandaX-II 暗物质探测实验的主要结构组成以及物理数据分析进行介绍。之后并对未来升级实验 PandaX-4T 进行简要介绍。

### 2.1 PandaX-II 实验主要构成

PandaX-II 实验探测器主要包含有时间投影室 (Time Projection Chamber, TPC), 光电倍增管系统, 制冷循环系统, 电子学和数据获取系统, 以及刻度系统, 低本底检测站等其他辅助系统。其中探测器外真空腔体与外部屏蔽体仍完全沿用 PandaX-I 结构, 制冷循环系统在章四中有详细介绍, 本章中将不再赘述。下面将对其它系统进行分别介绍。

#### 2.1.1 时间投影室与光电倍增管系统

时间投影室是探测器最为关键的部分, 主要包含的结构是光电倍增管阵列, 电极, 以及中部漂移室, 其主要尺寸的设计需要考虑到内腔体以及光电倍增管的使用量与排布。考虑到液氩容量以及外真空腔体的体积, 内罐腔体的直径被限制为 800 mm。

PandaX-II 所用光电倍增管沿用 PandaX-I 所用 3 英寸光电倍增管 (Hamamatsu R11410-MOD), 如图 2-1(a), 其具有较高的量子化效率 (Quantum Efficiency, QE), 即表征 PMT 将光子转化为光电子的能力。在美国加州大学洛杉矶分校曾测量其对于不同波长光子的量子化效率曲线<sup>[145]</sup> 如图 2-1(b) 所示, 瑞士苏黎世大学曾研究其在升温降温中对增益与暗噪声的影响<sup>[146]</sup>, 如图 2-1(c) 所示。此款 PMT 也被用于许多其他液氩实验<sup>[147]</sup> 当中。

虽然利用正六边形排布方案可以增加光电倍增管的数量以及有限的提升平均光采集效率, 但由于利用正十二边形方案对丝状电极环的形变影响较小, 则最终采用的为正十二边形的光电倍增管排布方案<sup>[148]</sup>。顶部与底部的光电管阵列相同, 均为 55 个, 示意图与实物图分别如图 2-2 左右图所示。

PandaX-I 时采用单端供电的形式, 在 PandaX-II 中为了更加安全 3 英寸的光电倍增管全部采用双端供电, 阴极阳极分别加  $\pm 700$  V 的电压, 其中负极供电采用 8

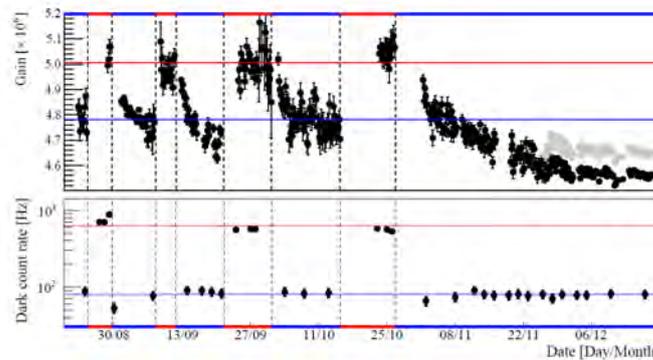
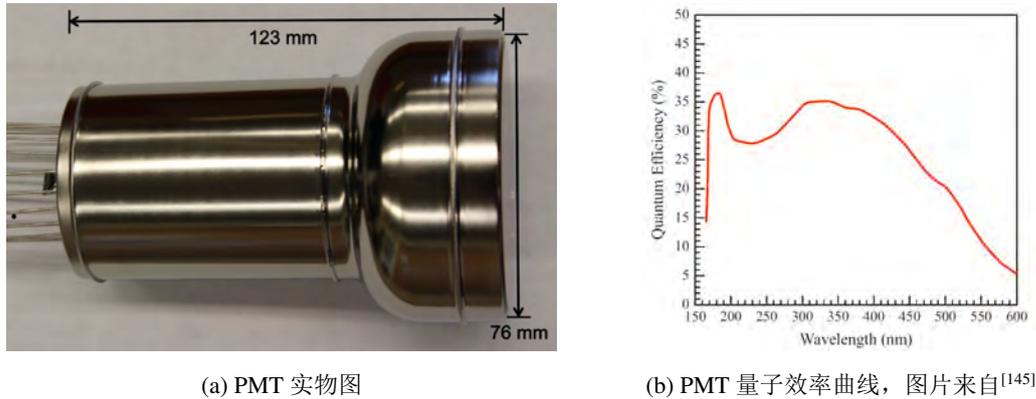


图 2-1 PandaX-II 采用光电倍增管 Hamamatsu R11410-MOD

只集体供电。通过调整供电电压所用 3 英寸 PMT 平均的暗噪声率较 PandaX-I 有了明显降低，约为 0.5kHz。其中 PMT 的平均增益为  $1.1 \times 10^6$ 。

为了防止阴极与接地的容器壁被高压击穿，所以在时间投影室的外部也有部分液氙的存在。其可以起到自屏蔽作用以屏蔽外部的  $\gamma$  射线本底。但为了进一步排除首先在外部分沉积能量的 MeV 能量的入射高能  $\gamma$  事例，在 3 英寸光电倍增管阵列外布置了 24 个 1 英寸光电倍增管 (Hamamatsu R8520-406) 探测该区域发生的闪烁光事件，称之为 veto 光电管。

	Run8				Run9		
PMT ID	10204	10602	11100	11407	10803	10604	11201
阵列	底	底	顶	顶	底	底	顶
原因	打火	波形异常	打火	打火	波形异常	损坏	打火

表 2-1 PandaX-II 运行期间故障 3 英寸光电倍增管

在 PandaX-II 运行过程中共有 7 只 3 英寸光电倍增管因各种原因无法正常工作，如表 2-1。在 PandaX-II 运行周期中每周三次使用 LED 对 PMT 增益进行刻度，修正事例能量沉积的分析。

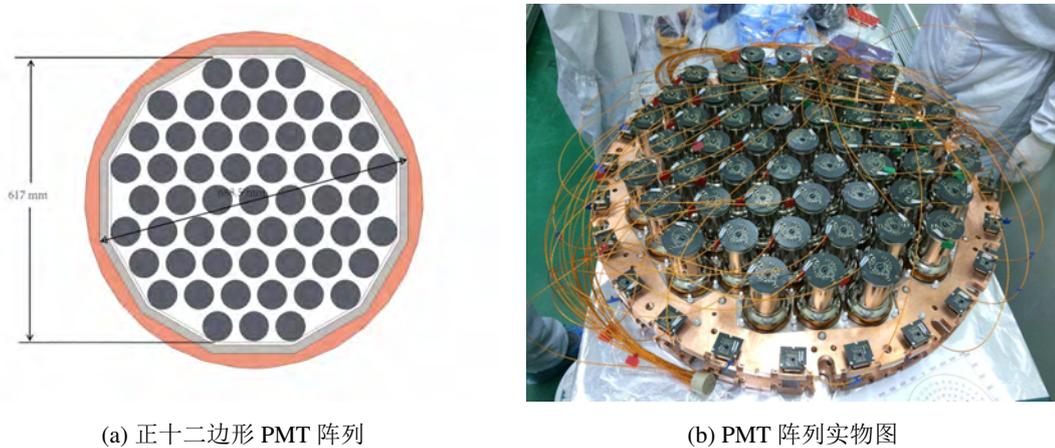


图 2-2 PandaX-II 光电倍增管系统阵列

上章已经提到电极的作用为在液氙中产生漂移电场与拽出电场，PandaX-II 电极分布如图 2-3 所示。运行过程中阳极（Anode）处于接地状态，并将栅极（Gate）加入负电压。在不同运行阶段的主要电场分布如表 2-2 所示，其中 Run10 时对阴极电压调低的原因在于降低假的放电信号。

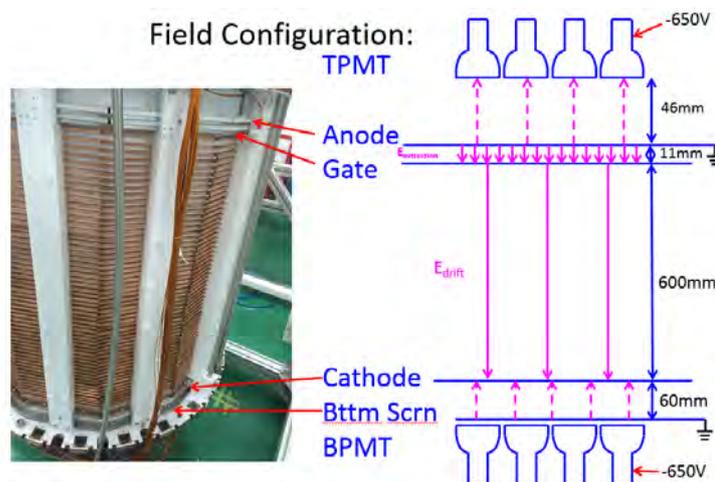


图 2-3 PandaX-II 电极位置分布

电极的选择需要考虑到透光率以及表面的粗糙度。丝状电极相比与用化学蚀刻工艺制作的网状电极透光率更高，并且通过扫描电子显微镜发现其表面更光滑，但由于拉紧工艺更加繁琐，且容易中心区域受重力影响造成部分电场不均。而网

状电极更加均匀且强度更高，但透光率较低。PandaX-II 中所用丝状电极与网状电极分别如2-4左右图所示。

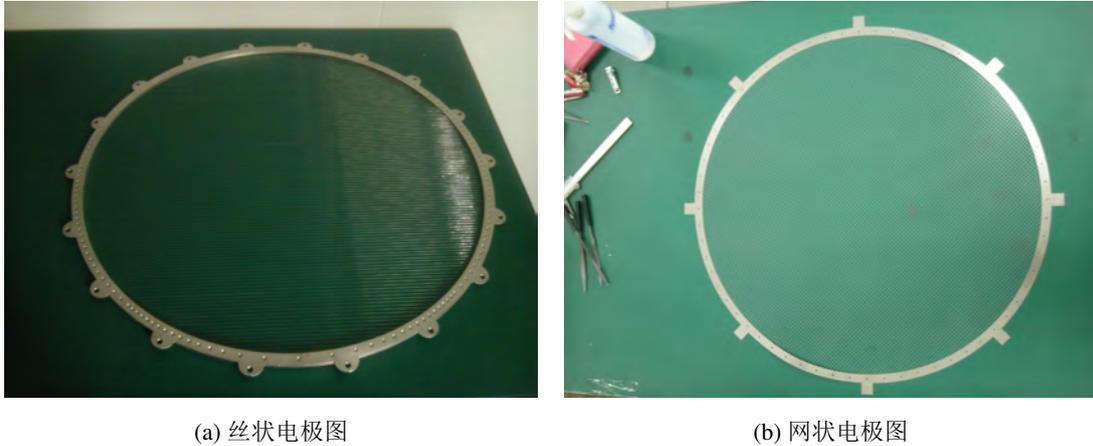


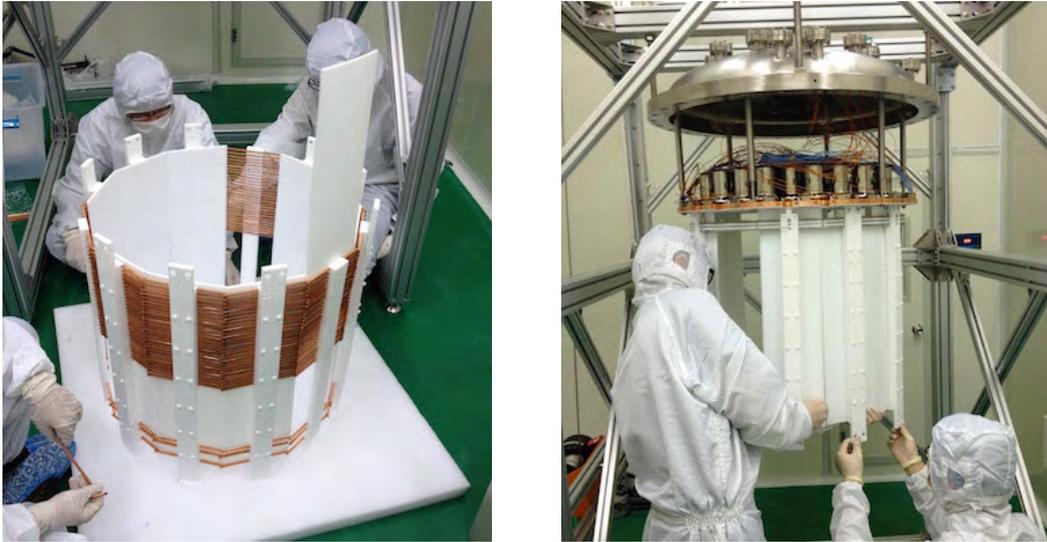
图 2-4 PandaX-II 所用电极构造

综合考虑后，除阳极与阴极采用的为直径  $200\ \mu\text{m}$  间距  $5\text{mm}$  的网状电极外，其余电极均采用丝状电极，其中栅极采用的为  $100\ \mu\text{m}$  间距为  $5\text{mm}$  的丝状结构。由于通过锡焊或点焊的方式对丝状电极的加工非常困难，最终采用的方法是在电极环加工一圈通孔，并用机械挤压的方式利用较软且放射性低的铜棒对电极丝进行固定，如图2-5所示。临近电极通过聚四氟乙烯块进行隔离，并用同样材质螺栓固定于电极环上。



图 2-5 PandaX-II 丝状电极加工图

在电极加工结束后对漂移室进行组装，漂移室外侧装有 58 个间距为  $1\text{cm}$  的铜电场整形环，如2-6左图所示，起到均匀漂移电场的作用。环间距的电阻沿用 PandaX-I 两条并联电阻链设计<sup>[148]</sup>，防止当其中一个电阻出现故障时仍能保证基本的功能，每电阻为  $500\ \text{M}\Omega$ 。



(a) 漂移室整形环图

(b) 漂移室聚四氟乙烯反光板图

图 2-6 PandaX-II 漂移室外围图片

此外, 漂移室外还需要保证在液氙中产生的闪烁光尽量不会出现漏光现象, 采用反射率优秀的聚四氟乙烯材料 (PTFE) 作为漂移室的反光材料使用。如2-6右图所示。通过顶部与顶部的螺栓孔固定反光板, 而由于 PTFE 在低温下的收缩性比不锈钢约高 10 倍, 则其在常温下的长度高于漂移室的高度, 低温下恰好贴合漂移室。

	阴极 [kV]	栅极 [kV]	漂移电场 [V/cm]	拽出电场 [kV/cm]
Run8	-29	-4.95	393.5	4.4
Run9	-29.3	-4.95	400	4.56
Run10	-24	-4.95	320	4.56

表 2-2 PandaX-II 运行期间电极电压表

### 2.1.2 电子学和数据获取系统

电子学与数据获取系统的作用是为了采集光电倍增管产生的信号, 并将原始信号进行快速处理并保存下来为之后物理数据分析提供基础数据。主要包含的部分为信号的采集, 触发, 实时分析以及数据存储。PandaX-II 电子学与数据获取系统 (DAQ) 主要延续 PandaX-I 的系统<sup>[149]</sup>, 并做了部分的改进。

图2-7展示了电子学与 DAQ 系统的示意图。由于光电倍增管的电压通过外部高压机箱 (SY1527LC) 提供, 为了减少进入探测器内的电缆数量, PMT 的传输信号与供电采用同一根线缆, 在探测器内外部分别为 MDC 公司的 KAP3 电缆与 RG316D 同轴电缆。所以在 PMT 信号引出后首先进入信号解耦器 (Decoupler Box) 将信号与高压解耦, 之后通过 BNC-Lemo 转接线进入基于 NIM 总线的  $\times 10$  倍放大器模块 (Phillips 779)。经过放大后的信号通过 Lemo-MCX 转接线进入模数转换器 FADC 模块 (CEAN V1724) 之中。

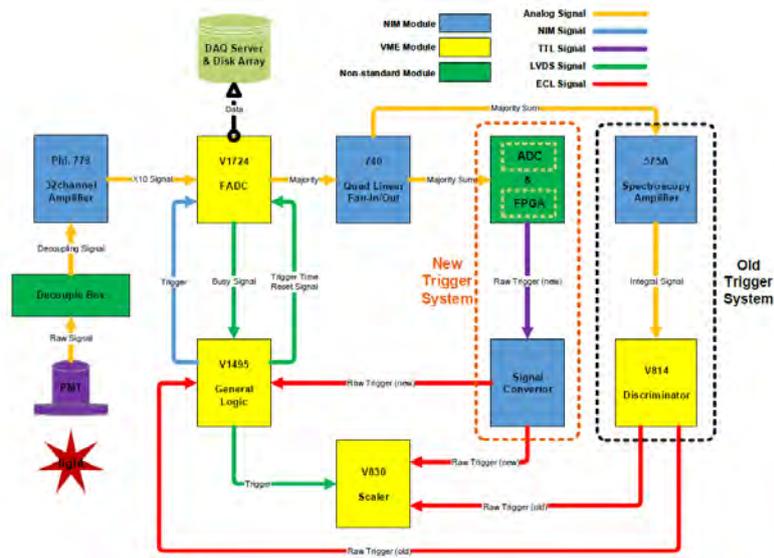


图 2-7 PandaX 电子学与数据获取系统示意图

实验中采用的 23 块 FADC 板通过 daisy chain 的方式相连, 即时钟信号由第一个 FADC 中产生并作为主时钟使用, 之后的每个模块通过程序读取上一模块的时钟信息, 可以做到全部时间同步小于 2 ns。该款 FADC 的电荷采集范围为 2.25  $V_{pp}$ , 即其电荷分辨率在纵向幅度上为 0.137 mV, 而其采样率为 100 MHz, 即其最窄的时间尺度为 10 ns<sup>[150]</sup>。由于 PandaX-II 的最长漂移时间约为 350  $\mu s$ , 则采用 1 ms 的采数时间窗口, 即触发信号前后各记录 500  $\mu s$ 。

FADC 内通过零长度编码 (Zero Length Encoding, ZLE) 模式压缩波形, 基于事例前后的数据样本得出事例的基线, 并通过设置波形的阈值对幅度低于阈值的数据舍弃, 从而压缩了数据大小, 降低了数据的传输率。此外, 为了观察低能事例降低触发阈值, 除暂存于缓存空间的数字化信号数据外, 还生成了另外一种 "Majority" 信号。每块 FADC 板中存在一个数模转换器 (Digital to analog converter, DAC), 在当 FADC 内信号超过某一个阈值时会产生一个幅度为 125mV 的时间过阈 (Time over threshold, TOT) 信号, 通过积分求和后通过 DAC 输出即为 "Majority" 信号。

随后通过将全部 PMT 对应信号进行放大甄别，判断是否需要将数据进行存盘。通过这种方法既可以有效计算取数的死时间，也可以极大的降低探测阈值。

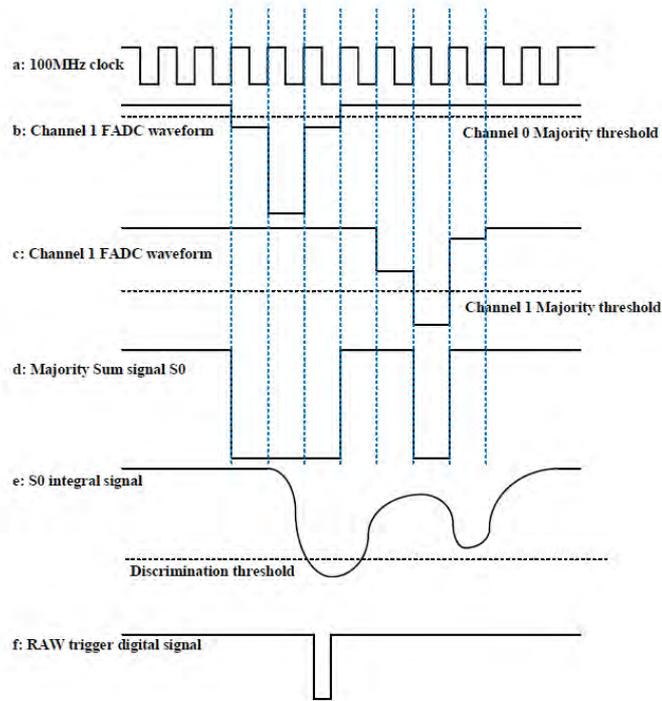


图 2-8 PandaX 原始触发信号机制示意图

图2-8即为原始信号触发机制示意图，其中从上至下分别代表 FADC 的 100 MHz 时钟信号 (a)，两道 FADC 波形 (b, c)，其中虚线代表 TOT 触发阈值，“Majority”信号加和  $S_0$  (d)，以及经过光谱放大器的完整信号 (e) 与原始触发的数字波形信号 (f)。在 Run10 中，通过采用基于实时可编程的噪声抑制算法的触发形式更加降低了触发阈值，将 S2 信号触发阈值由 80 PE 将为 50 PE。

### 2.1.3 刻度系统

刻度系统分为 LED 刻度与放射源刻度，其中放射源刻度又分为外部放射源以及注入放射源刻度。其中 LED 刻度仍沿用 PandaX-I 实验所用方法，通过脉冲信号驱动蓝光 LED 对光电倍增管增益进行刻度<sup>[151]</sup>。图2-9展示了 LED 刻度时顶部与底部光电倍增管探测到的光子密度分布。

而由于 PandaX-II 漂移室高度增加，则增加为两圈刻度管道，分别对应于漂移室高度的 1/4 与 3/4 处，仍沿用聚乙烯材料作为管道，不锈钢索带入放射源。图2-10展示了外部放射源管道所在的位置。

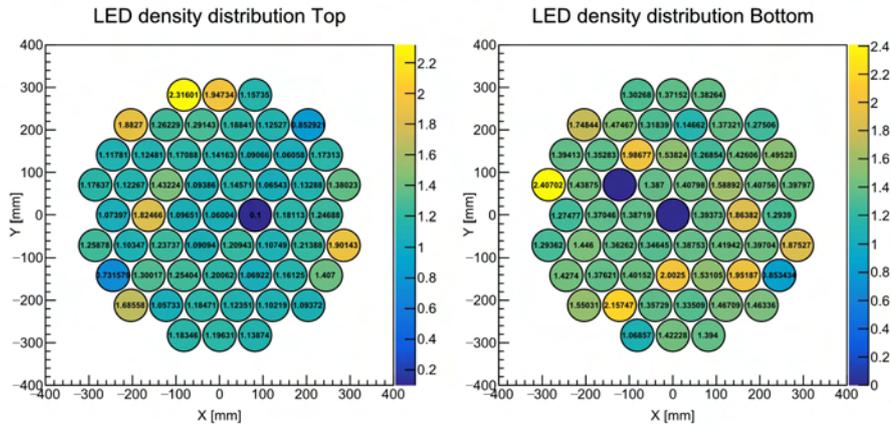
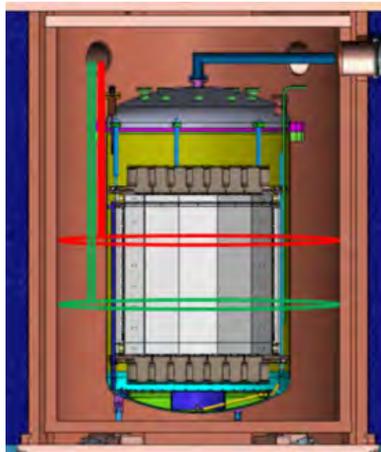


图 2-9 PandaX-II LED 刻度时 PMT 阵列光密度分布

外部放射源采用  $^{137}\text{Cs}$  与  $^{60}\text{Co}$  源作为电子反冲 (ER) 信号的刻度,  $^{252}\text{Cf}$  与 AmBe 源作为核反冲 (NR) 信号的刻度, 下节中将进行介绍。此外, PandaX-II 运行过程中还采用氟化甲烷  $\text{CH}_3\text{T}$ ,  $^{220}\text{Rn}$  以及  $^{83\text{m}}\text{Kr}$  作为内部放射源对探测器性能进行研究, 内部放射源刻度在探测器内会产生更加均匀的刻度信号。其均基于循环系统, 将放射源置于循环系统提纯器之后, 将放射源随循环氙气流回探测器中。而由于  $^{220}\text{Rn}$  以及  $^{83\text{m}}\text{Kr}$  半衰期较短, 且提纯器对氟化甲烷也有一定的去除能力, 所以刻度之后探测器仍可以消除内部放射源的影响。



(a) 外部放射源位置示意图



(b) 外部刻度源管道实物图

图 2-10 PandaX-II 外部刻度源管道

图2-11分别展示了氟化甲烷刻度以及  $^{83\text{m}}\text{Kr}$  刻度中采用的管路系统。

不过在 Run9 氟化甲烷刻度之后发现提纯器对其的去除能力有限, 则回收后对液氙进行重新精馏后才降低了氟化甲烷的浓度, 在后续实验中将会对去除氟化



(a) 氟化甲烷注入管道

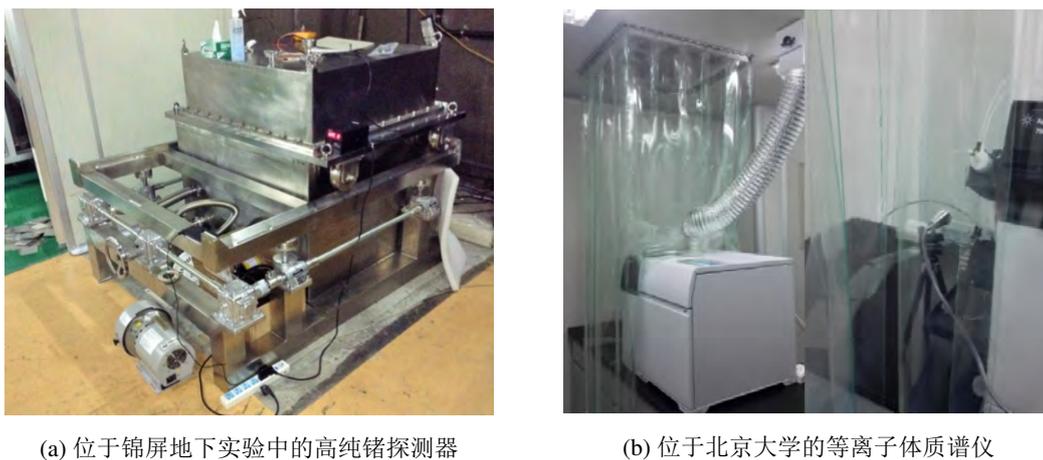
(b)  $^{83m}\text{Kr}$  刻度注入管道

图 2-11 PandaX-II 内部刻度源管道

甲烷的方法进行进一步的研究。

#### 2.1.4 PandaX-II 其他系统

此外，探测器的正常工作还需要许多子系统的协同工作，包括对探测器材料进行测量筛选的低本底材料检测站，对系统数据采集记录并实时报警的慢控制系统，以及利用铅块、铜块以及聚乙烯材料对外界实验室放射性进行屏蔽的被动屏蔽层等。



(a) 位于锦屏地下实验中的高纯锗探测器

(b) 位于北京大学的等离子体质谱仪

图 2-12 PandaX-II 低本底材料检测站

PandaX-II 共存在三处材料检测站对 PandaX-II 中所用材料均进行放射性测量并作出筛选，最常采用的是位于一期锦屏地下实验室中基于 Ortec 公司生产的商

用高纯锗晶体探测器（Ortec GEMMX）为核心部件的探测系统<sup>[152]</sup>，其在探测器周围覆盖无氧铜与铅砖，并通过真空腔体保证空气内的氦气不会影响到探测结果。如2-12左图所示。

位于上海交通大学的材料检测站是以 Canberra BE3830 为核心探测器，与位于地下室的检测站具有各自的优势，其具有更好的  $\gamma$  分辨率，但探测灵敏度更低。此外，在北京大学的电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）也为多种材料提供元素分析，如2-12右图所示。

由于在 PandaX-I 设计之初已经考虑到未来升级为吨级暗物质探测器的可能性，外真空层与被动屏蔽层的空间对于 PandaX-I 使用空间是有富余的。于是 PandaX-II 屏蔽层仍沿用原始屏蔽结构。通过铜与铅高密度材料对入射  $\gamma$  粒子起到屏蔽作用，而通过富含氢元素材料聚乙烯对入射中子进行屏蔽作用。其实物如图2-13所示。

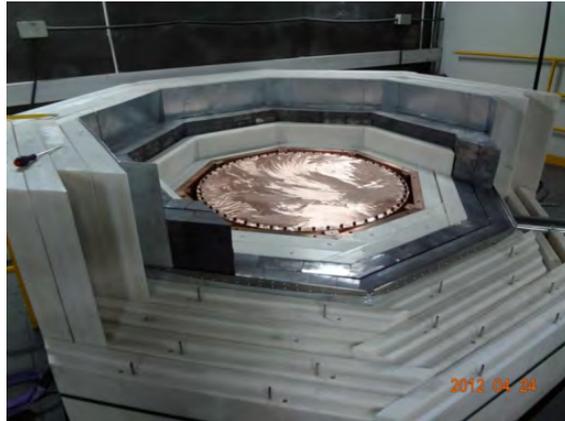


图 2-13 PandaX 被动屏蔽层

基于 Python 语言构建的慢控制系统（Slow Control）对探测器运行的重要参数进行记录，主要包括内部温度、压力和流量等。此外还通过网页展示实时波形、信号初步处理之后的数据等，以监控采数质量。这为较不稳定的液态探测器运行解放了一定的人力需求，并能够快速反馈以帮助解决系统问题。

## 2.2 PandaX-II 实验数据分析

PandaX-II 暗物质实验运行阶段主要分为为期 19.1 天的 Run8，79.6 天的 Run9，77 天的 Run10 以及目前正在取数的阶段。三个阶段的分析结果均已发表<sup>[135-137]</sup> 在重要期刊中，下面将对数据分析过程以及最终暗物质探测结果进行介绍。

### 2.2.1 数据分析框架及处理流程

PandaX 实验开发了基于 ROOT 与 C++ 语言的独立数据分析框架，称之为 Unified Data Model(UDM)，使得可以通过 XML 输入文件改变 DAQ 设置，控制系统的运行。其主要包含结构模型 Bamboo-Shoot，算法链 PandaX-chain 以及工具包 PandaX-tool。下面将对其进行简单介绍，更加详细的说明见<sup>[153]</sup>。

数据处理的目标是构建探测器中发生的真实物理事件，将每一个包含波形重要数据的事例转化为可后续进行细致数据分析的数据树（Tree）。图2-14展示了 UDM 的框架结构。其中红色框架中为从原始数据中进一步得到特殊用途的一些物理数据，即为 Bamboo-Shoot 结构。绿色框架为通过包含特定物理需求算法进行数据生成的 PandaX-chain，其对用户开放，可以根据不同的物理需求进行修改。最终产生 ROOT 形式的 AnaData 数据方便通过后续物理分析得出最终的物理结果。

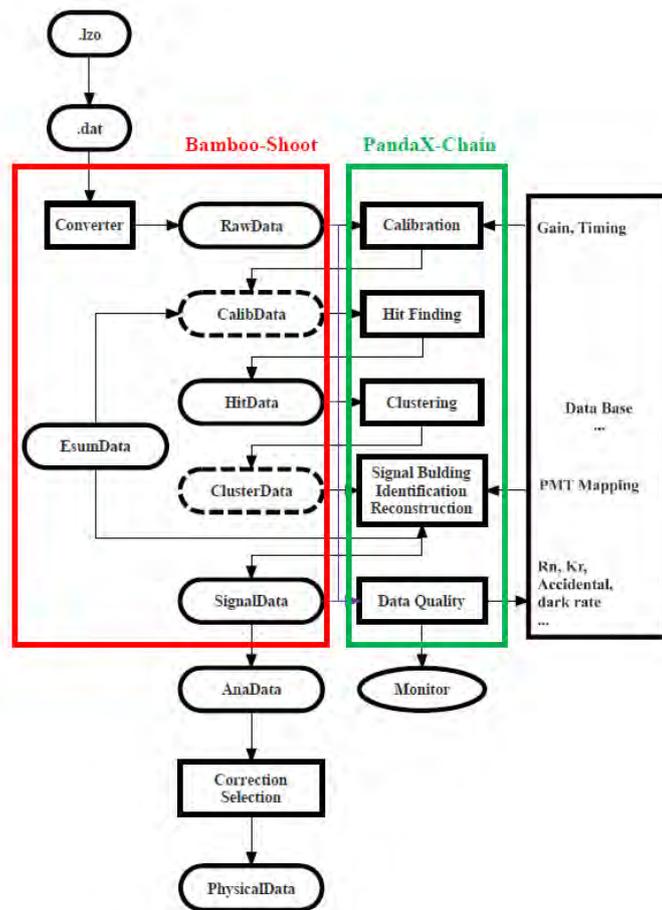


图 2-14 PandaX UDM 框架结构图

Bamboo-Shoot 中主要包含有 RawData, CalibRawData, EsumData, HitData,

ClusterData 以及 SingalData。其中 RawData 代表由二进制转化后的最为原始的数据,其中包括 ZLE 阈值,PMT 位置信息以及最原始的 PMT 波形信息。CalibRawData 是对 RawData 进行基线补偿以及提供 PMT 增益刻度信息。EsumData 是分别将顶部、底部以及 veto 光电倍增管波形进行加和的原始波形数据,其可以用于得到 PMT 波形信号的信息,检查事例波形特征。HitData 通过算法寻找每个 PMT 波形中的光子靶击信号,并记录其相关的重要信息,包括开始时间,宽度,峰值时间,面积,宽度等。ClusterData 短时间存储每个 PMT 寻找到的击中信号。SignalData 则为进一步得出的信号物理信息,包括对信号类别的区分,信号位置,电荷宽度等重要信息。

PandaX-chain 则充当每层数据的产生算法。比如在 RawData 到 HitData 的转换过程中,需要对 PMT 波形进行基线刻度、增益刻度并进行标记整理 (Calibration)。再比如在 SignalData 产生中,需要对 ClusterData 内的击中信号通过与 PMT 位置信息结合并进行位置构建,最终得出位置信息。整个算法链所需要花费的时间约为 15 分钟,其中大部分时间来自于击中信号的查找以及信号的重建。

而 PandaX-tools 为包含对数据进行可视化呈现的工具包,例如事例波形的呈现,PMT 信号分布等。

下面我们将对 PandaX-II 运行中信号的筛选以及物理数据分析进行介绍。

### 2.2.2 波形修正与事例选择

每一道 PMT 的增益是不同的,并且信号波形的基线会随着时间而发生波动,于是我们通过每个事例最初的 40 个样本作为波形的基线。另外,当接收电荷量过大时可能会导致基线的漂移而影响到后续信号的辨别,则通过重新计算超过  $50 \mu\text{s}$  长样本中的基线来修正,如图2-15。

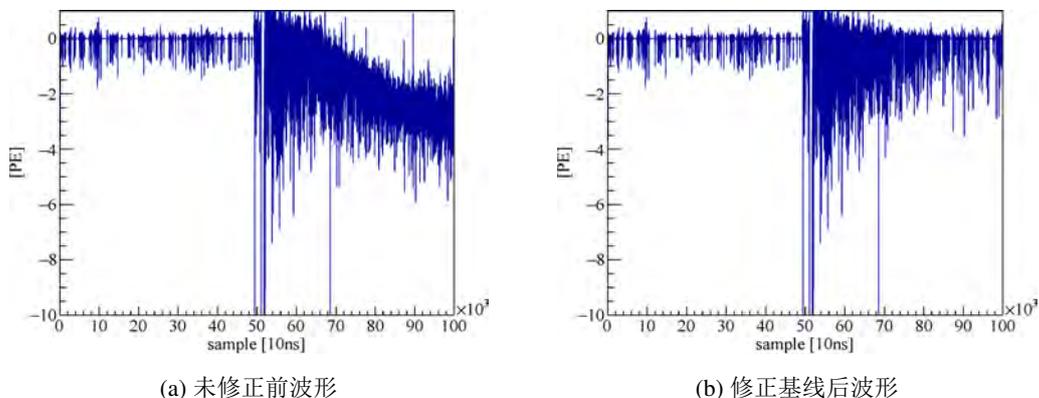


图 2-15 基线修正对波形影响

此外，我们通过每周三次的 LED 光刻度对 PMT 进行光子增益刻度以得到同一事例正确的光差额，图2-16左图中即为其中一个 PMT 的 LED 刻度谱。其中单光子峰通过高斯拟合得出。

而靶击事例 (hits) 的选择是通过在波形中寻找超过设定阈值 0.25 PE 的样本，在发现起点与终点之后，再对波形内筛选超过阈值的连续五个样本，并在下降沿与上升沿之中设置为一个 hits，如图2-16右图。此外通过额外的高阈值筛选对实际事例后端的余脉冲进行去除。

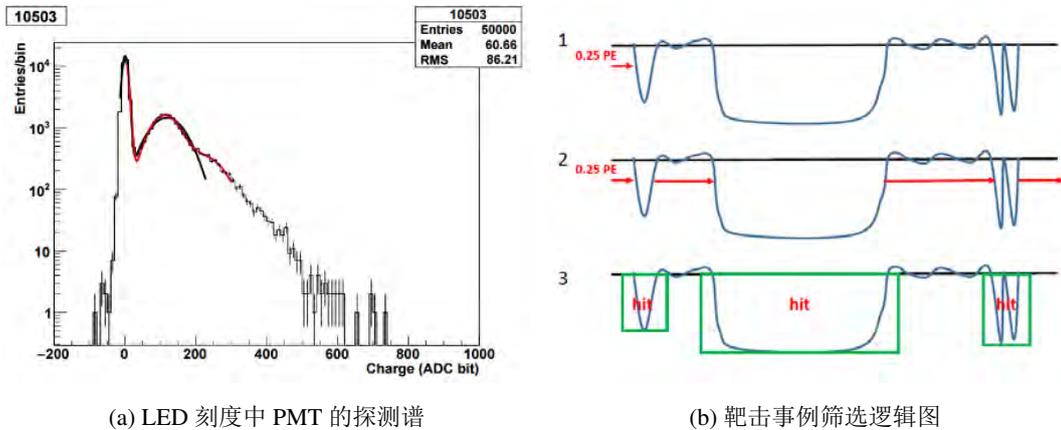
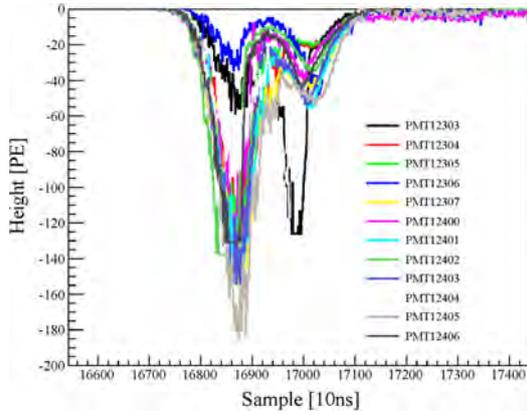


图 2-16 LED 刻度与靶击事例选择

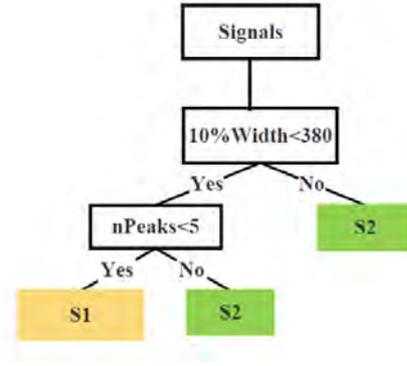
之后，将每个有时间相关发现的 PMT 靶击事例进行组合，形成一个 Cluster，如2-17左图所示。而形成 Cluster 的选择条件是每个 hits 时间间隔小于 100ns 或是每两个 hits 的重叠时间宽度宽于较窄 hit 的 10%。得到组合的 Cluster 后，信号波形的各项特征参数可以得到，比如波形宽度，半峰宽，hits 中的峰个数等，而利用这些参数可以对 S1，S2 信号以及噪音进行甄别。

我们利用二元决策树<sup>[154]</sup> (Binary Decision Tree) 对事例类型进行筛选，筛选条件如2-17右图所示，即通过对波形宽度以及峰个数的判断对 S1 与 S2 信号进行筛选，其无效率小于 0.01%。而由于噪声信号往往具有多次的起伏波动，于是的限制主要通过信号峰值前后的过冲信号与峰值本身比较进行筛选，以及对于单 PMT 偶然触发噪音的去除。

由于暗物质粒子与普通物质的作用截面非常小，所以实验中最为关心的是单次散射事例。而通过寻找波形中出现单 S2 信号作为单次散射事例的条件，其中要求 S2 信号大于 45 PE 并不小于最大 S2 信号的 1%，而通过蒙特卡洛模拟发现筛选之后的单次反射事件概率与模拟相吻合。之后通过条件筛选选择 S2 信号之前的最大 S1 信号作为同一事件的匹配信号。



(a) 同一事件中不同 PMT 信号图



(b) BDT 对信号事件类型进行筛选

图 2-17 Cluster 信号形成与辨别

### 2.2.3 位置重建

在经过上面对信号进行判断选择后，需要对信号发生的位置坐标进行重建。其中信号在 Z 方向的得出由 S1 与 S2 信号间的时间差得出，其中在 PandaX-II 中漂移电场强度约为 400 V/cm，电子漂移速度约为 1.7 mm/ $\mu$ s。而 XY 坐标则由 S2 信号在顶部 PMT 阵列中的分布来得到。PandaX 主要通过三种方法对信号的 XY 位置进行重建，分别为电荷重心算法（Charge Center of Gravity, COG），快速电荷模板比对算法（Fast Charge Pattern Template Matching, TM）以及光响应函数算法（Light Response Function, LRF）<sup>[155]</sup>。

其中 COG 算法即为顶部光电倍增管位置探测光子数的加权平均，如式 2-1。其中  $x_i$ ， $y_i$  与  $q_i$  分别为顶部第  $i$  个 PMT 的 X 坐标，Y 坐标与探测到的光电子数。COG 算法是最为简单的办法并应用于 PandaX-I 顶部 1 英寸 PMT 阵列中，但由于 PandaX-II 采用 3 英寸 PMT，使得尤其是外围事例的重建中造成重建位置中心向探测器中心偏移。且难以消除因失效 PMT 导致的位置空缺。

$$\begin{aligned}
 X_{COG} &= \frac{\sum_{i=1}^n x_i \cdot q_i}{\sum_{i=1}^n q_i} \\
 Y_{COG} &= \frac{\sum_{i=1}^n y_i \cdot q_i}{\sum_{i=1}^n q_i}
 \end{aligned} \tag{2-1}$$

TM 算法是指通过 GEANT4 模拟 PandaX-II 探测器中不同位置光子在顶部 PMT 阵列中产生的光子密度分布，形成不同的 pattern，再通过最大似然法与实际事例产生的 PMT 阵列 pattern 进行对比，得到最接近的 pattern。

当在某位置存在一光子源时，其中每个 PMT 所能探测到的光子数  $N_{p_i}$  满足

泊松分布 $2-2$ ，则其分布的似然函数  $L$  可以写为式 $2-3$ 。以 COG 重建中心点为起点在周围寻找最似然的 pattern，并对于周围  $7 \times 7$  个 pattern 同样进行似然计算，再利用二维抛物线拟合最终的位置点。

$$p(n_i) = \frac{e^{-Np_i}(Np_i)^{n_i}}{n_i!} \quad (2-2)$$

$$\log L = C + \sum_{i=1} n_i \log p_i \quad (2-3)$$

利用 TM 算法可以很好的消除因失效 PMT 所造成的重建影响，但其在边缘事例的重建中仍存在一定的中心偏移问题。

LRF 算法是应用在 Run10 中进行位置重建的算法，其与 TM 算法类似，不同点在于 LRF 方法依赖于数据得到 PMT 的探测概率  $p_i$ 。如式 $2-4$ 所示，其中  $r_i$  为事例至光电倍增管  $i$  的距离，而  $A_i, r_i^0, a_i, b_i, \alpha_i$  均为需拟合的参数。通过将 COG 得出的数据作为起始输入值，拟合得出  $p_i(r)$ ，并将得出的全部参数作为迭代输入量进行二次拟合，最终反复得到最终收敛结果。

$$p_i(r) = A_i \cdot \exp\left(-\frac{a_i \cdot \rho}{1 + \rho^{1-\alpha_i}} - \frac{b_i}{1 + \rho^{-\alpha_i}}\right), \rho = \frac{r}{r_i^0} \quad (2-4)$$

同时在计算边缘事例时，通过假设 PMT 阵列外增加一圈最外围的反射 PMT 阵列，并通过限制其事例位于边缘以内以得出全部 PMT 的 LRF 函数。在之后的位置重建中调用得出的数值即可。LRF 算法脱离于模拟之外，并将边缘事例重建进行优化，其事例重建迭代中位置的分布变化如图 $2-18$ 所示。可以发现随着迭代的进行，被 COG 算法重建于中心的事例被优化至边缘中。

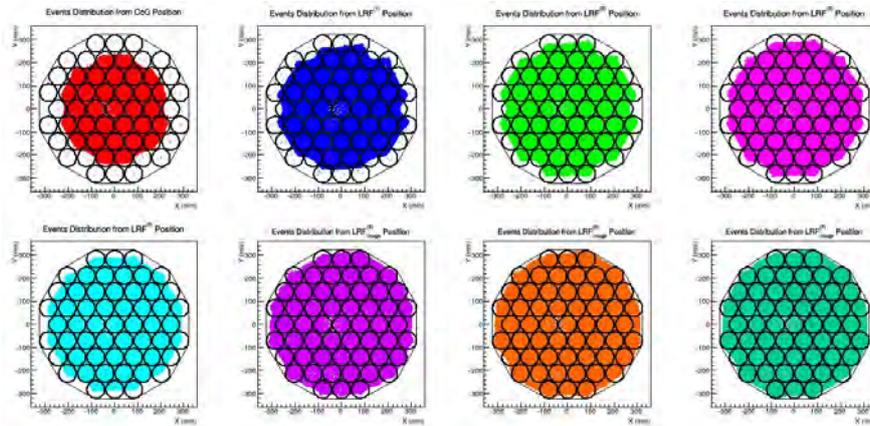


图 2-18 LRF 算法重建迭代中事例位置分布变化

三种不同算法对于边缘墙壁中  $^{210}\text{Po}$  事例在 XY 方向以及中子刻度中在  $R^2$  方向上重建的分布分别如2-19左右图所示。可以看出 LRF 算法要优于 COG 以及 TM 算法，尤其是在边缘事例的重建中更加明显。

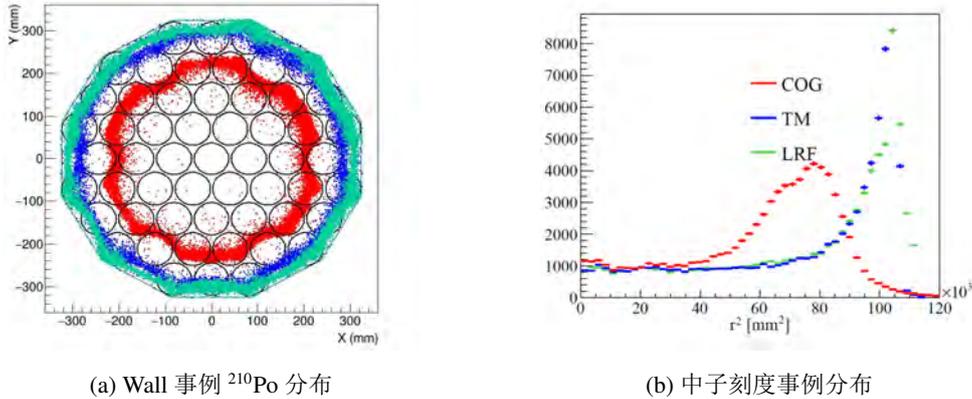


图 2-19 不种不同位置重建算法事例分布

#### 2.2.4 均匀性修正与能量重建

在能量重建之前，需要对探测器不同位置进行 S1 与 S2 的均匀性修正。非均匀性来源于许多方面，比如电场的变形，反射材料表面的吸收以及液氙中存在的电负性气体和水分子对电子与光子的吸收等。探测器均匀性需要依赖于探测器中均匀存在的单能量事例源，PandaX-II 中采用来自  $^{131m}\text{Xe}$  中 164keV 的  $\gamma$  事例。

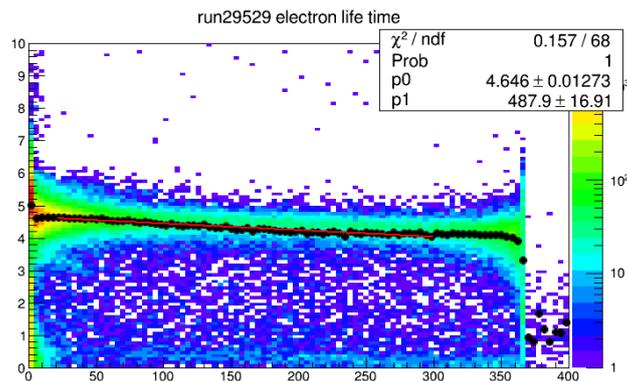


图 2-20 S2 信号大小随 Z 方向的变化

S2 在 Z 方向的不均匀性主要来源于液氙中电负性气体对电子的影响，则可以将 S2 的均匀性修正分为 XY 方向与 Z 方向的修正，其中通过电子寿命表征 Z 方

向的不均匀性。图2-20展示了 S2 在 Z 方向的电子寿命拟合，可以看到随着深度的增加 S2 减小。

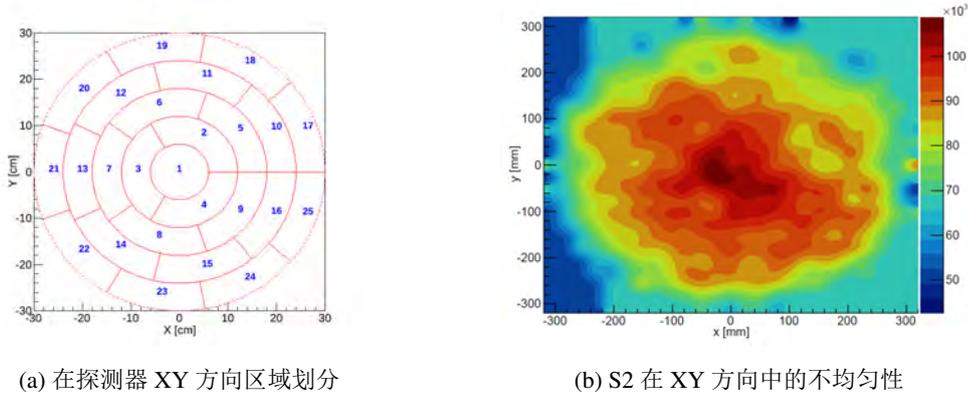


图 2-21 对 S2 在 XY 方向均匀性修正

由于事例率有限，对 S2 在 XY 方向的均匀性修正中将平面由内至外分别划分为 1,3,5,7,9 块扇形区域，如2-21左图。通过对每扇形区域内的 164keV 峰进行拟合得到不同区域内的 S2 值，之后经过 Smooth 得出最终的结果，如2-21右图。得到不同位置对应的 S2 值之后，再将全部数值均匀至探测器中心位置。

对于 S1 的修正则同时考虑 XY 与 Z 方向的修正，其中 XY 方向区域划分与 S2 一致，而 Z 方向则线性分为 6 层。得出不同区域 S1 值后，通过三维插值方法进行整个探测器区域进行平整。三维插值方法即为通过已知临近八个数值点依次对三个不同方位计算权重得出中心点数值的方法<sup>[156]</sup>，如图2-22所示。

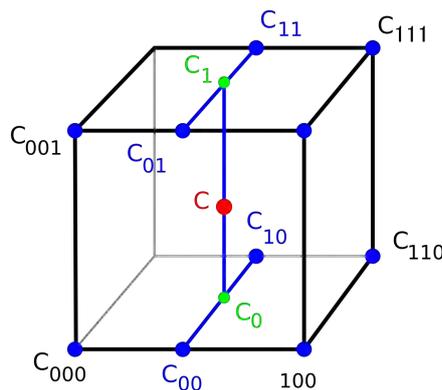


图 2-22 三维插值方法示意图

S1 在 XY 方向与 Z 方向上的不均匀性分布分别如2-23左右图所示。不同于 S2 修正至顶部中心位置，S1 的值全部修正至探测器中心区域中。S1 与 S2 的均匀性修正能够提高能量的分辨率以及得出更加准确的重建能量值。

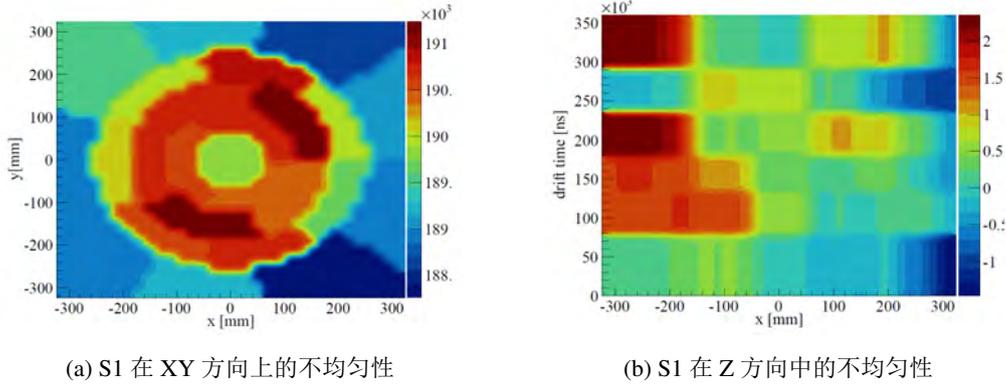


图 2-23 对 S1 进行均匀性修正

不过三维插值方法在边缘区域的修正更加有效,但却会呈现明显的阶梯状,对能量分辨率的提升不够明显。在 Run10 数据分析中改进了算法,首先仍通过划分区域得出相应的 S1 与 S2 值,再通过傅里叶级数对每  $\Phi$  方向进行拟合,如式 2-20,之后仍利用三维插值方法对 R 与 Z 方向进行修正。

$$LY^{R,Z}(\Phi) = \frac{a_0^{R,Z}}{2} + \sum_{n=1}^6 [a_n^{R,Z} \cos(n\varphi) + b_n^{R,Z} \sin(n\varphi)] \quad (2-5)$$

Run10 中利用此方法对 S1 与底部 S2(S2B) 在 XY 方向上的不均匀性结果如图 2-24 所示。新修正方法对于  $\alpha$  事例分辨率提升了约 30%。

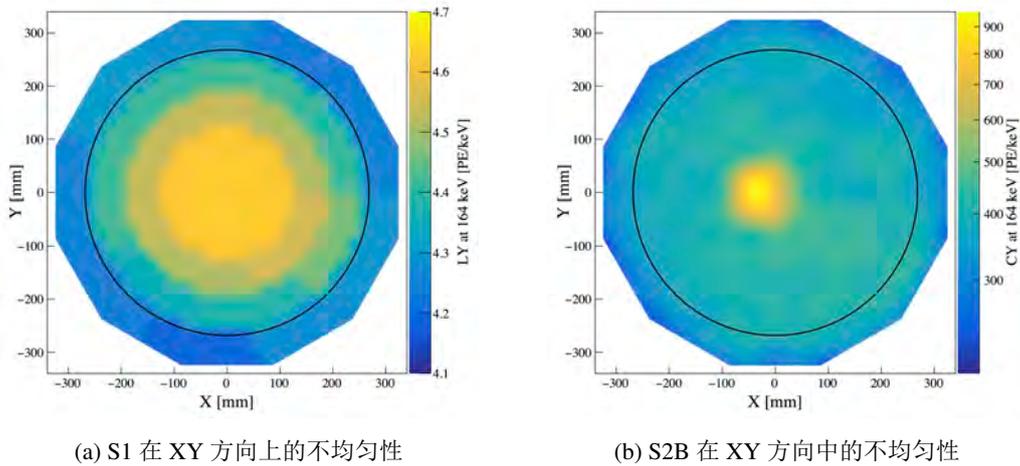


图 2-24 Run10 通过改进的均匀性修正方法得出 S1 与 S2b 在 XY 方向上的不均匀性

通过 S1 与 S2 信号的时间间隔与 PMT 光密度分布对入射粒子的能量沉积位置进行重建,而通过 S1 与 S1 信号的大小可以对入射粒子的能量进行重建。式 2-

6即为基于与探测器构成相关的光探测效率（Photon Detection Efficiency, PDE），电子拽出效率（Electron Extraction Efficiency, EEE）以及单电子增益（Single Electron Gas Gain, SEG）的重建能量表达。

$$E_{ee} = 0.0137keV \times \left( \frac{S1}{PDE} + \frac{S2}{EEE \times SEG} \right) \quad (2-6)$$

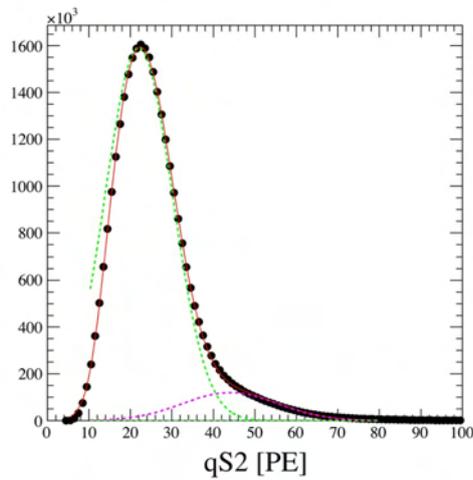


图 2-25 PandaX-II 拟合单电子 S2 信号电荷谱

单电子增益是指从液面被拽出的单电子在气氙中电致发光转化的光电子数目。则通过计算数据中最小的 S2 信号来得到单电子的事例。图2-25展示了 PandaX-II 中对单电子产生的 S2 大小分布的拟合曲线。

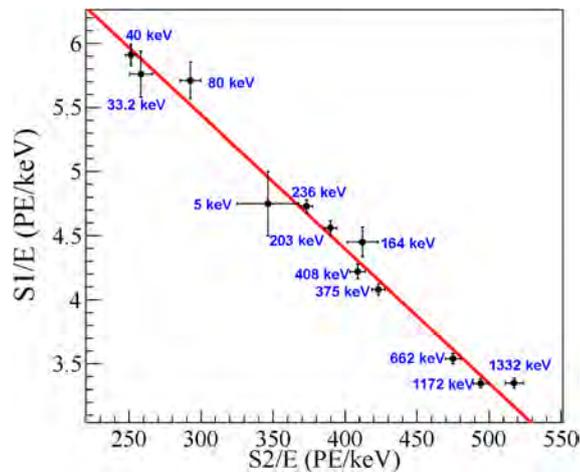


图 2-26 Run9 中通过光电反关联图得出重建能量与 S1, S2 关系

Run9 中主要采用光电反关联图得到 PDE 与 EEE 能量重建参数。通过公式2-5可以知道利用已知能量峰的 S1/E 与 S2/E 画在同一个坐标图中就通过拟合得出能量与 S1,S2 之间的反相关关系。图2-26展示了利用探测器中存在的已知能量  $\gamma$  在 S1 与 S2 的分配关系。

但光电反关联方法受限于对每个  $\gamma$  能量分布的选择，在 Run10 中优化了方法不再将各能量分开考虑，而是将全部事例重建于 PDE 与 EEE 的参数图中。不同  $\gamma$  能量重建参数应当一致，则通过数据拟合得出最终的 PDE 与 EEE 数值，并重新计算了 Run9 的参数，如图2-27所示。

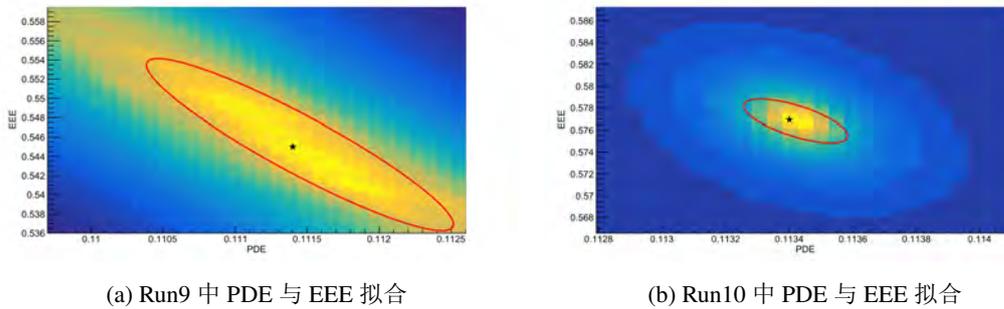


图 2-27 利用能量分布反相关性拟合能量重建参数

利用均匀性修正后的 S1 与 S2 对能量进行重建,其分辨率与能量的关系如图2-28所示,通过公式  $\sigma/E = \sqrt{p_0/E + p_1}$  拟合,在高分区的分辨率可以达到 3.44%。而 PandaX-II 运行期间的能量重建参数如表2-3所示。

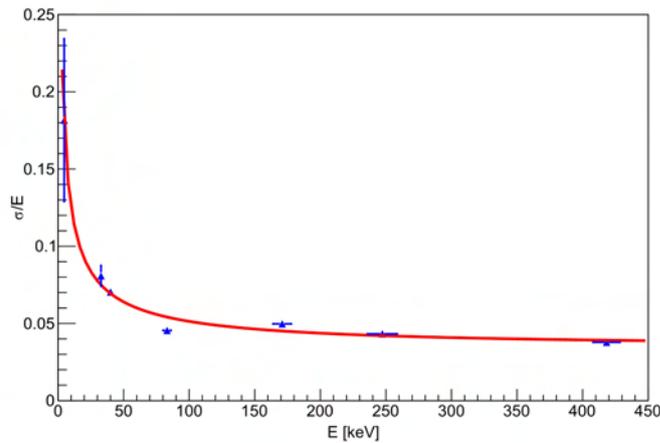


图 2-28 重建能量分辨率图

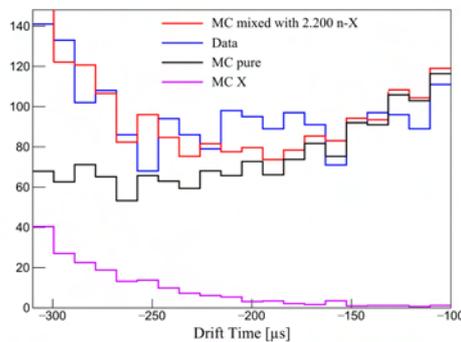
	SEG [PE/e <sup>-</sup> ]	PDE [%]	EEE [%]
Run8	22.1	11.66	48.13
Run9	24.4	11.76	46.04
Run10	23.9	11.34	57.7

表 2-3 PandaX-II 运行期间能量重建参数表

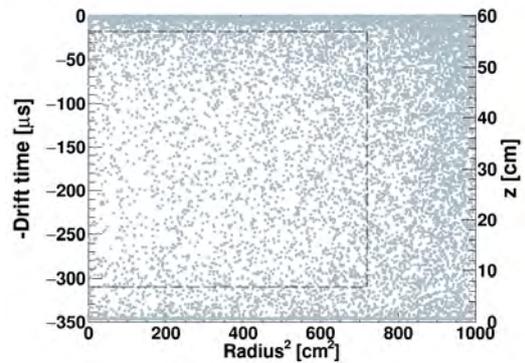
### 2.2.5 ER 与 NR 刻度

探测器需要通过 NR 与 ER 刻度来得到探测器响应的重要信息，尤其是在暗物质探测低能区的光产额与电荷产额以及事例的探测效率等。不同于之前采用  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  或  $^{252}\text{Cf}$  作为探测器 NR 与 ER 的刻度源，PandaX-II run9 中采用 AmBe 与  $\text{CH}_3\text{T}$  作为刻度源使用。

AmBe 通过外部放射源管道放置，产生中子的来源如式2-7所示，首先  $^{241}\text{Am}$  通过  $\alpha$  衰变变为  $^{237}\text{Np}$ ，之后释放的  $\alpha$  粒子会击中  $^9\text{Be}$  产生中子。入射粒子会产生多次散射，在探测区域与低于阴极的反向电场区域分别产生一次能量沉积，而由于低于 Cathode 产生的电子信号无法被探测到，会导致 S2/S1 偏小，这部分事例称之为 neutron-X。通过对此部分事例的考虑，利用蒙特卡洛模拟发现与事例在 Z 方向的分布吻合，如2-29左图所示。



(a) NR 事例在 Z 方向的分布与蒙特卡模拟对比



(b) NR 事例分布图

图 2-29 PandaX-II NR 刻度事例分布

AmBe 刻度穿插于正常暗物质取数之中，但由于中子可能会激发氙原子核或产生非稳态的原子态而导致释放出额外的  $\gamma$  射线，需控制刻度总时间。AmBe 刻度运行一共 162.4 小时，产生 3447 个低本底单次散射事例，其分布如 2-29 右图所示。基于已有实验数据得出的 NEST(Noble Element Simulation Technique) 模型应用于研究不同类型不同能量下的粒子电产额 (Charge Yield, CY) 与光产额 (Light Yield, LY)，通过将 NEST 模型中激发电离比  $\alpha = N_{ex}/N_i$  改进为 1.595，并与 NR 刻度结果进行对比，如图 2-30 所示。

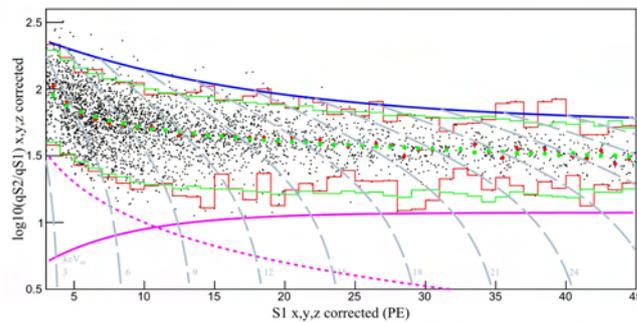


图 2-30 NR 事例  $\log_{10}(S2/S1)$ : S1 分布与调整后 NEST 模型对比

事例的选择条件会对探测效率产生影响，而基于 NR 刻度对于核反冲事例进行的探测效率研究非常重要。图 2-31 展示了不同 NEST 改进模型对于 NR 探测效率的影响。

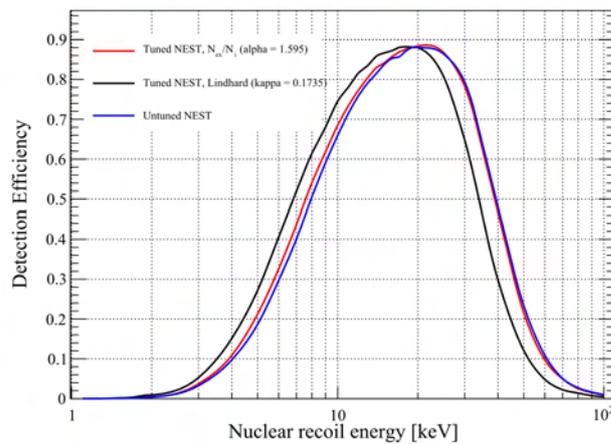
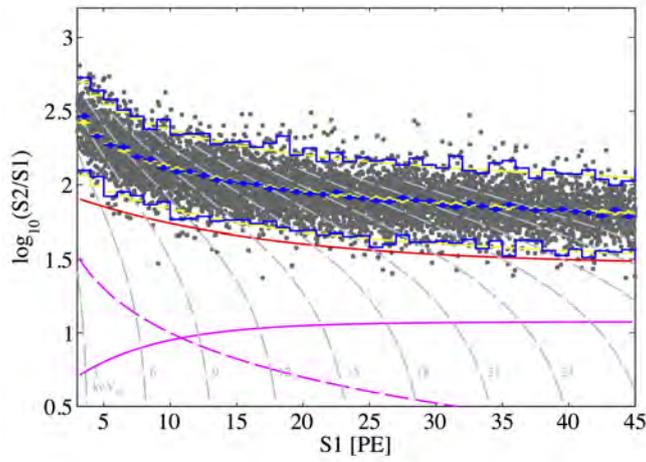
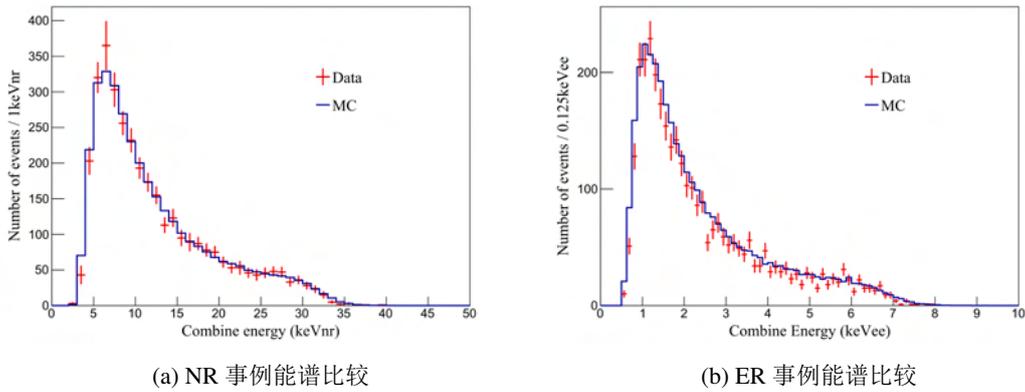


图 2-31 NR 刻度得出核反冲探测效率

对于 ER 刻度， $^{60}\text{Co}$  与  $^{137}\text{Cs}$  放射源触发事例率太高造成产生低能 ER 事例的效率很低，而  $\text{CH}_3\text{T}$  可以通过控制注入量控制触发事例率，且已在 LUX 实验中成

图 2-32 ER 事例  $\log_{10}(S2/S1) : S1$  分布与 MC 对比

功应用<sup>[157]</sup>。通过对电子寿命进行选择最终在靶区域筛选出 7500 个低能 ER 事例，ER band 分布如图2-32所示，并仍采用调整后的 NEST 模型对事例分布进行对比。而图2-33分别展示了在低能区 NR 与 ER 能谱分布与模型的比较。



(a) NR 事例能谱比较

(b) ER 事例能谱比较

图 2-33 NR 与 ER 能谱与模型对比

其中有 40 个事例在 NR 中心线以下，比例为 0.53% 与蒙卡模拟吻合。利用 ER 事例与能量重建对不同能量下的光产额与电产额进行构建，如图2-34所示。其中利用调整电子-离子重新结合系数的 NEST 模型对其进行对比，与实验结果在重要的低能区比较一致。

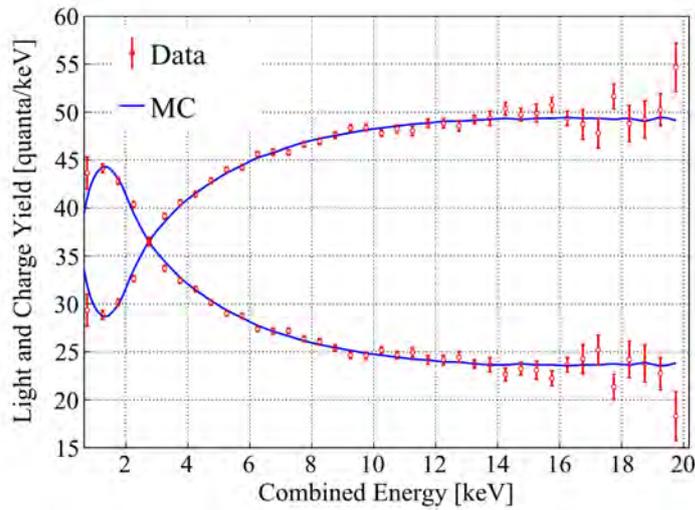
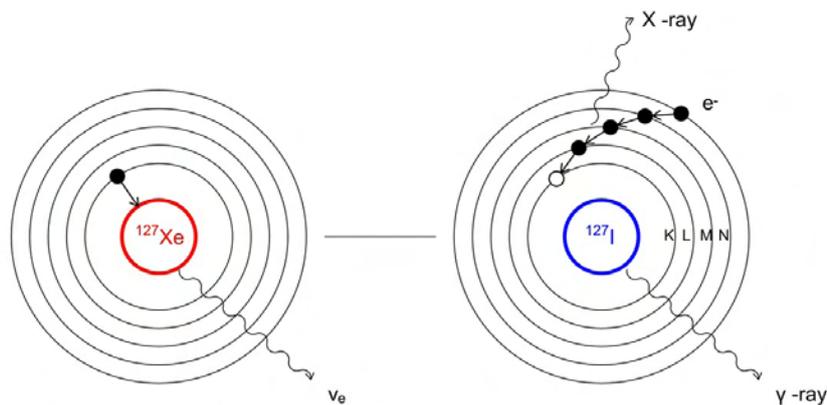


图 2-34 PandaX-II ER 事例不同能量下的电产额与光产额

### 2.2.6 本底估计

对于暗物质与无中微子双贝塔衰变等稀有事例的探测，提升探测媒介质量与控制本底水平尤为重要。PandaX-II 探测器本底主要可以分为电子反冲本底，中子反冲本底以及偶然符合本底。

其中电子反冲本底主要来源于探测媒介液氙中的放射性元素  $^{85}\text{Kr}$ 、 $^{222}\text{Rn}$ 、 $^{220}\text{Rn}$  等，以及来自探测器材料本身的放射性。

图 2-35  $^{127}\text{Xe}$  衰变模式

此外，由于在 Run9 运行前对全部液氙拉回上海交大进行精馏，在运输途中

被宇宙线所激发的热中子被  $^{126}\text{Xe}$  俘获产生了半衰期为 36.4 天的  $^{127}\text{Xe}^{[158]}$ 。 $^{127}\text{Xe}$  会通过外层电子俘获的方式衰变为非稳态的  $^{127}\text{I}$ ，有 53% 与 47% 的概率产生 375 keV 与 202.9 keV 的  $\gamma$ 。而当自由电子或更外层电子补充该空穴后会产生 X 射线，而 X 射线的能量与俘获电子所在的电子能级相关。如图 2-35 所示。

其中来自 K 层的概率最高为 83.37%，X 射线能量为 32.2 keV，我们通过对该能量的拟合来推算  $^{127}\text{Xe}$  的含量。图 2-36 分别展示了其中 32.2 keV 的能量峰分布以及 Run9 期间含量的变化。

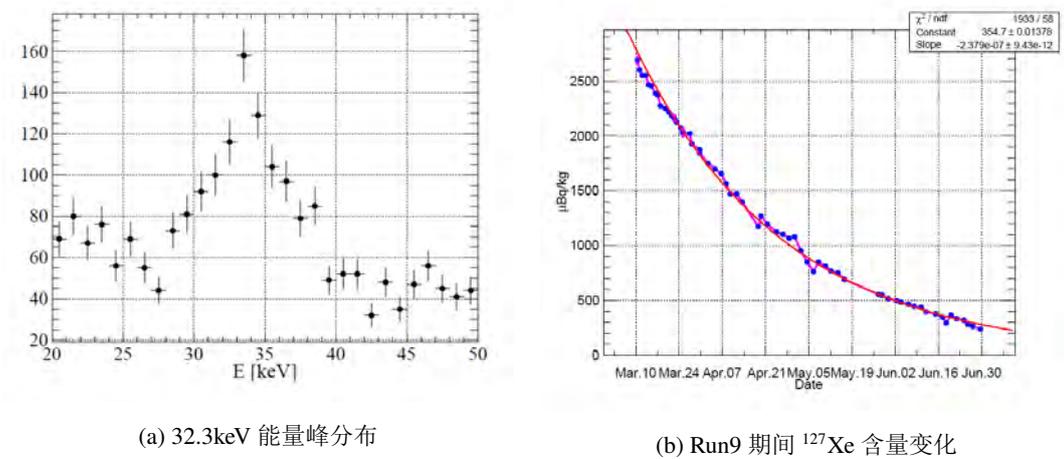


图 2-36  $^{127}\text{Xe}$  对探测器本底的影响

由于  $^{127}\text{Xe}$  半衰期较短，在 Run10 运行中已较 Run9 中下降了约 20 倍。在 Run9 运行后段进行了氟化甲烷的 ER 刻度，但由于循环系统中提纯器对氟化甲烷的提纯效率不高，导致探测器内  $^3\text{H}$  成为本底中另一项主要的影响。 $\text{CH}_3\text{T}$  的半衰期为 12.3 年，并产生平均能量为 5.6 keV 的  $\beta$  粒子，如式 2-8 所示。氟化甲烷与  $^{127}\text{Xe}$  本底会均匀的分布在液氙靶区域，无法被液氙本身屏蔽。



对于氦与氩本底的研究在第三章中进行了详细介绍。探测器材料本身放射性由低本底材料检测站测量得到，并通过蒙特卡洛模拟对其引入探测器的电子反冲本底进行计算。PandaX-II 运行期间电子反冲本底水平汇总见表 2-4 所示。

而中子反冲本底的主要来源是 PTFE 材料中  $^{238}\text{U}$  的  $(\alpha, n)$  反应，将材料放射性测量值带入 SOURCES-4A 可以得到中子本底的数值与能谱。而最终在最终暗物质探测区域的中子预测事例通过基于 NEST 模型的 Geant4 蒙卡模拟得出，三次运行阶段中分别为 0.13，0.85 与 0.83 个事例。

偶然符合本底是在探测时间窗口内出现独立的 S1 信号与独立的 S2 信号，并被判断为真实事例的本底。其中分为三个部分，独立 S1 的筛选，独立 S2 的筛选以及随机匹配的形成。

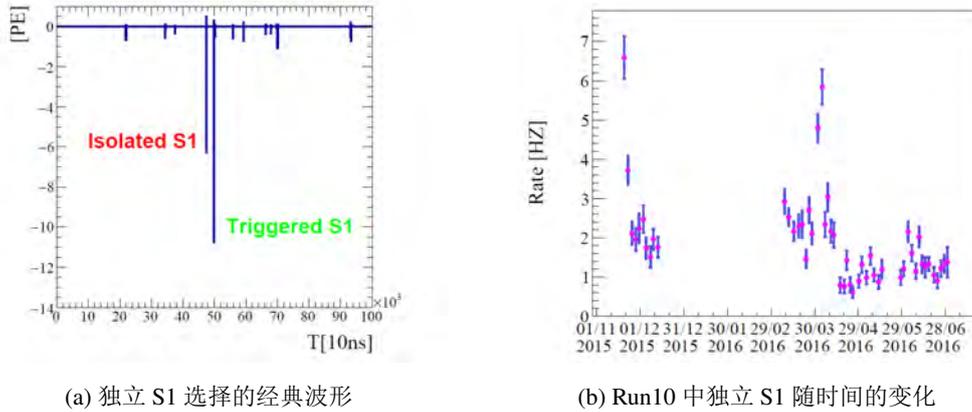


图 2-37 PandaX-II 对独立 S1 的寻找

由于暗物质探测区域事例 S1 所处的范围为 [3 PE, 45 PE]，而 S1 的触发阈值为 60 PE，则代表探测区域内的偶然符合事例均为 S2 触发的。所以此种 S1 并不会触发数据获取，则先寻找波形中被 S1 触发且没有 S2 的事例，然后在触发 S1 信号前 [10  $\mu$ s, 350  $\mu$ s] 的时间窗口内寻找 S1 信号计算其出现概率，如 2-38 左图所示。

但触发 S1 与信号前的 S1 信号并非完全独立，这种事例有可能是由于真实事例中的 S2 信号被误判断为触发 S1 信号导致。于是通过随机触发运行研究这种现象出现的概率，将 Run9 中独立 S1 出现的概率降低 14% 至 1.6 Hz，而 Run10 中为 0.4 Hz，出现的降低原因可能是暗噪声保持不变但 PMT 的增益降低。PandaX-II 中独立 S1 随时间变化如 2-37 右图所示，由于独立 S1 的主要来源可能是与探测器结

Background [mDRU]	Run8	Run9	Run10
$^{85}\text{Kr}$	15.04	1.19	0.20
$^{222}\text{Rn}$	0.075	0.13	0.12
$^{127}\text{Xe}$	0	0.42	0.021
$^3\text{H}$	0	0	0.27
ER(material)	0.20	0.20	0.20
ER Total	15.33	1.96	0.79

表 2-4 PandaX-II 运行期间电子本底参数表

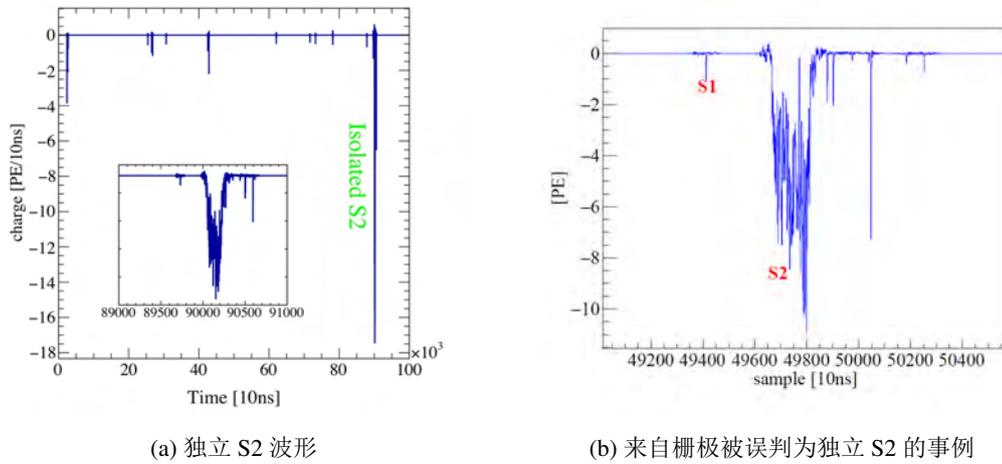


图 2-38 PandaX-II 对独立 S2 的寻找

构相关的 PMT 暗电流，无电场区的能量沉积等，所以其事例率基本保持稳定。

独立 S2 的筛选则通过同样的数据直接挑选由 S2 触发，且 S2 前没有 S1 信号的事例，如 2-38 左图所示。在对波形的研究发现，大约有 1/4 的概率在 S2 前 3.5  $\mu\text{s}$  附近存在一个非常小的信号，但由于信号太小或是 PMT 只被触发了 1-2 支没有被标记为 S1 信号，如 2-38 右图所示。同时这部分 S2 信号宽度较小，说明这部分事例明显来自于栅极，在独立 S2 计算中将这部分事例去除掉。

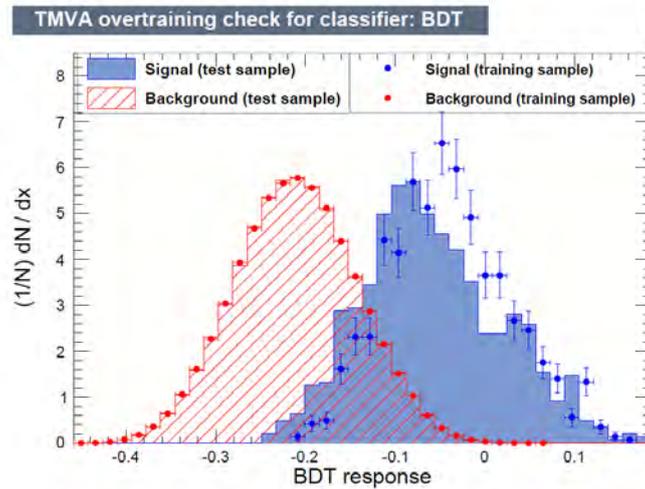


图 2-39 BDT 方法用于训练样本与测试样本的结果

Run9 中通过已应用于粒子鉴别的提升决策树<sup>[159]</sup> (Boosted Decision Tree, BDT) 来降低偶然符合本底<sup>[153]</sup>，将 AmBe 刻度数据与随机偶然符合事例分别作为数据与本底的输入，并将其中一半作为作为事例训练，而将通过 BDT 训练后的分类方

法应用于另一半观察分类结果，如图2-39所示。

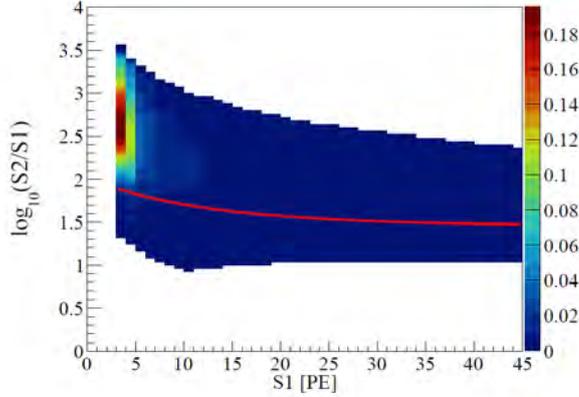


图 2-40 经过筛选后偶然符合事例的  $\log_{10}(S2/S1) : S1$  分布

通过 BDT 的应用将低于核反冲中心线以下的偶然符合事例降低至 27%，而核反冲探测效率仍可以保证在 93%。偶然符合事例的  $\log_{10}(S2/S1) : S1$  分布（ER band）如图2-40所示。在 Run8, Run9 与 Run10 期间在经过条件筛选以及位于核反冲中心线以下的偶然符合事例分别为 0.7, 0.9 与 0.6 个。

### 2.2.7 暗物质探测结果

PandaX-II 运行期间不同的漂移电场或位置重建算法的不同都会影响到最终置信区域（Fiducial Volume, FV）的选择，表2-5展示了不同运行阶段的 FV 选择。图2-41展示了 Run10 中处于  $S1$  为 [50 PE, 500 PE] 范围的事例分布以及 FV 选择条件。

	Dt [ $\mu$ s]	R [ $\text{cm}^2$ ]	LXe Mass [kg]
Run8	(20, 346)	<600	306
Run9	(18, 310)	<720	329
Run10	(20, 350)	<720	361

表 2-5 PandaX-II 置信区域选择表

经过各类条件选择后，不同运行阶段在 FV 内或核反冲中心线以下的本底预测事例数，以及暗物质取数运行事例数如表2-6所示。其中 Run9 数据与 Run10 数据进行分类处理后合并分析，两个运行阶段事例在探测器中的分布如图2-42所示，而  $\log_{10}(S2/S1) : S1$  分布如图2-43所示。

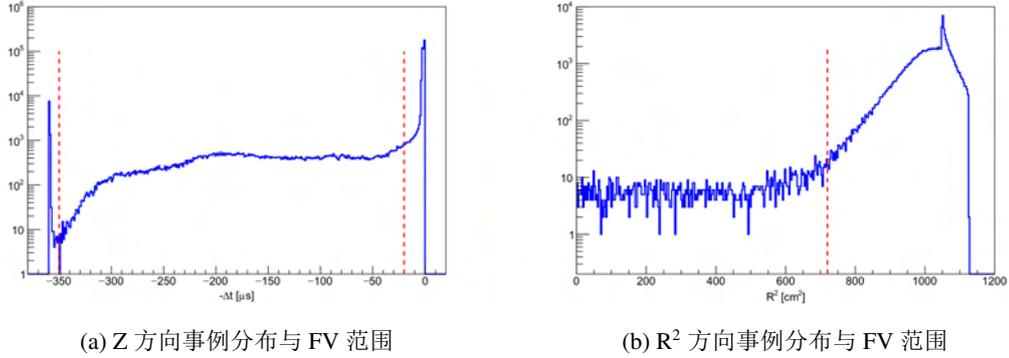


图 2-41 Run10 中 Fiducial Volume 选择范围

	ER 事例	偶然符合事例	NR 事例	本底估计	DM Run	
Run8	FV 内事例	622.8	5.20	0.25	628±106	734
	NR <sub>med.</sub> 以下	2.0	0.33	0.09	2.4±0.8	2
Run9	FV 内事例	376.1	13.5	0.85	390±50	389
	NR <sub>med.</sub> 以下	2.0	0.9	0.35	3.2±0.9	1
Run10	FV 内事例	172.2	3.9	0.83	177±33	177
	NR <sub>med.</sub> 以下	0.9	0.6	0.33	1.8±0.5	0

表 2-6 PandaX-II 运行阶段本底预测与事例表

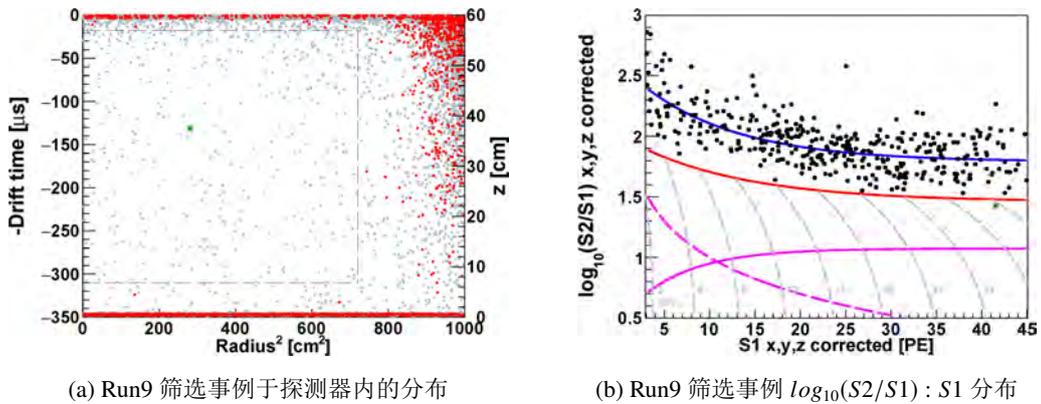


图 2-42 PandaX-II Run9 经过 FV 及条件选择后事例分布

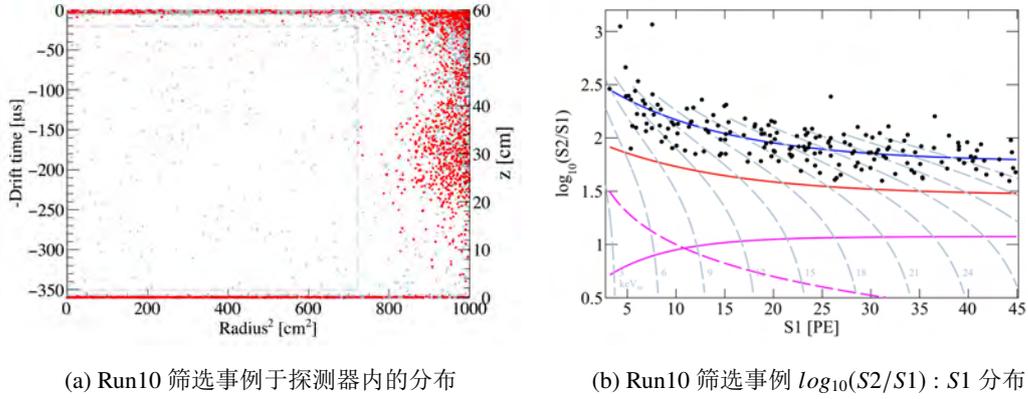


图 2-43 PandaX-II Run10 经过 FV 及条件选择后事例分布

之后利用最大似然拟合函数来拟合 Run9 与 Run10 中的数据，以得出不同质量的 WIMP 粒子与核子自旋不相关散射截面的限制，其中采用的似然函数如式 2-9 所示<sup>[137]</sup>。

$$\mathcal{L}_{pandax} = \left[ \prod_{n=1}^{nset} \mathcal{L}_n \right] \times \left[ G(\delta_{DM}, \sigma_{DM}) \prod_b G(\delta_b, \sigma_b) \right]$$

where  $\mathcal{L}_n = Poiss(N_{meas}^n | N_{fit}^n)$  (2-9)

$$\times \left[ \prod_{i=1}^{N_{meas}^n} \left( \frac{N_{DM}^n (1 + \delta_{DM}) P_{DM}^n(S1^i, S2^i)}{N_{fit}^n} + \sum_b \frac{N_b^n (1 + \delta_b) P_b^n(S1^i, S2^i)}{N_{fit}^n} \right) \right]$$

其中  $n$  代表 Run9 与 Run10 中全部 18 个不同的运行条件， $N_{DM}^n$  与  $N_b^n$  代表 WIMP 与本底事例个数，相应的概率分布函数为  $P_{DM}^n(S1, S2)$  与  $P_b^n(S1, S2)$ 。详细的介绍如参考文献<sup>[151, 153]</sup>。最终 90% 置信水平的暗物质散射截面排除曲线如图 2-44 所示，在 WIMP 质量为 40 GeV/ $c^2$  时存在最强限制为  $8.6 \times 10^{-47} \text{ cm}^2$ ，其中绿色区域代表  $\pm 1\sigma$  灵敏度区间。并将 2017 年 LUX 与 Xenon1T 结果以及 PandaX-II Run8+Run9 的实验结果进行对比，在 WIMP 质量大于 100 GeV 时具有当时世界上最严格的暗物质散射截面限制。

### 2.3 PandaX-4T 暗物质探测实验

提高暗物质探测灵敏度最为有效的方法是提升靶区域液氙质量，增加曝光取数时间以及降低本底水平。虽然 PandaX-II 实验仍在持续取数当中，但为了尽快提高探测灵敏度，置信区域为 4 吨液氙的 PandaX-4T 暗物质探测实验于 2016 年开始

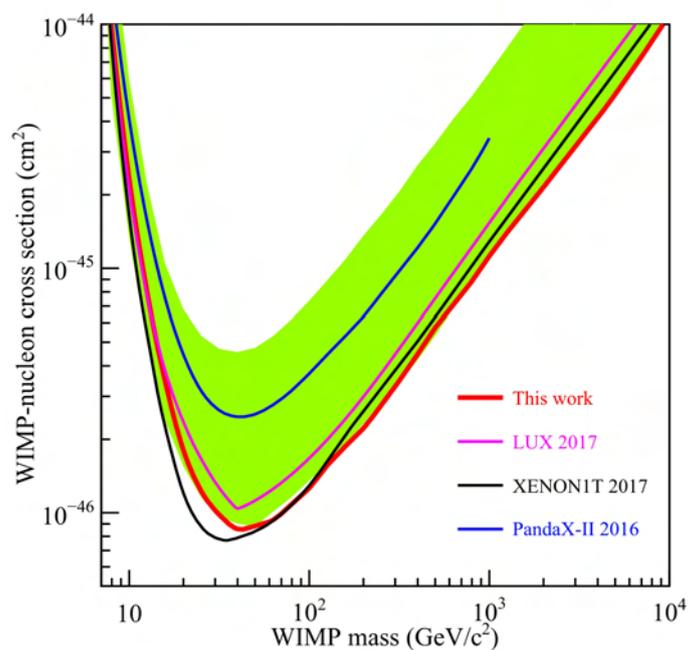


图 2-44 PandaX-II 得出不同质量 WIMP 粒子与核子自旋不相关散射截面排除曲线

设计建造。

PandaX-4T 实验位于二期锦屏地下实验室中，相较于 PandaX-II 实验，其主要优化与改进的方面在于：

- 高纯水屏蔽。探测器放置于总共深 10 米的高纯水屏蔽中，用以降低外界实验室环境引入的中子与  $\gamma$  本底。如图 2-45 所示。

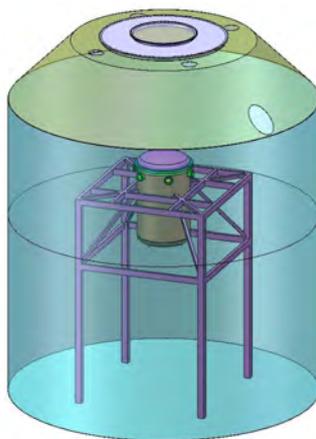


图 2-45 PandaX-4T 探测器高纯水屏蔽系统

- TPC 体积与 PMT 数量相应增加。时间投影室的直径与高度均提升至 1.2 米，顶部与底部的 3 英寸光电倍增管分别为 169 与 199 个，此外还包含共 131 个 1 英寸的 veto 光电倍增管，结构如图 2-46 所示。电极组装方式与 PandaX-II 类似，共四个电极且同样采用栅极供负压的形式提供拽出电场，其中阴极高压为 55 kV，漂移场强度为 400 V/cm，栅极电压为 -5 kV，拽出电场为 5 kV/cm，并通过 60 根整形环保证电场的均匀性。

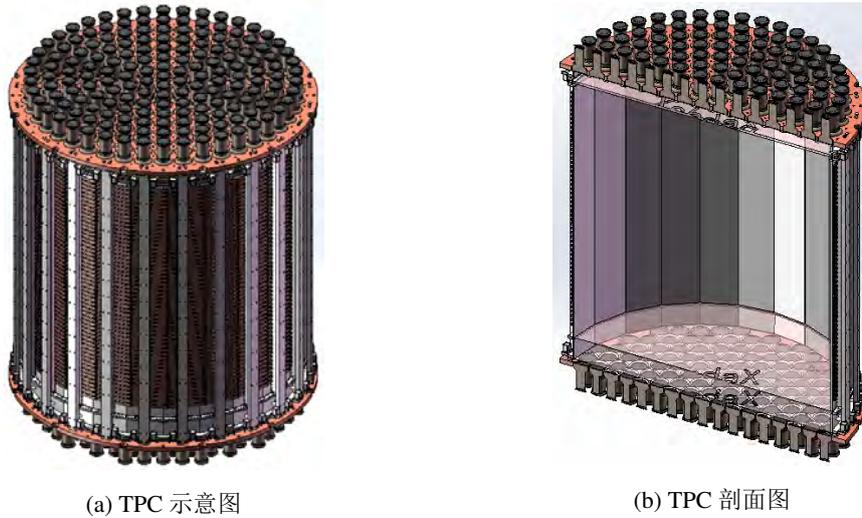


图 2-46 PandaX-4T 时间投影室示意图

- 材料处理。除对探测器内材料通过低本底检测站进行筛选外，还采用不同的酸洗钝化工艺处理不同材料表面，以进一步降低材料放射性对暗物质探测结果的影响。

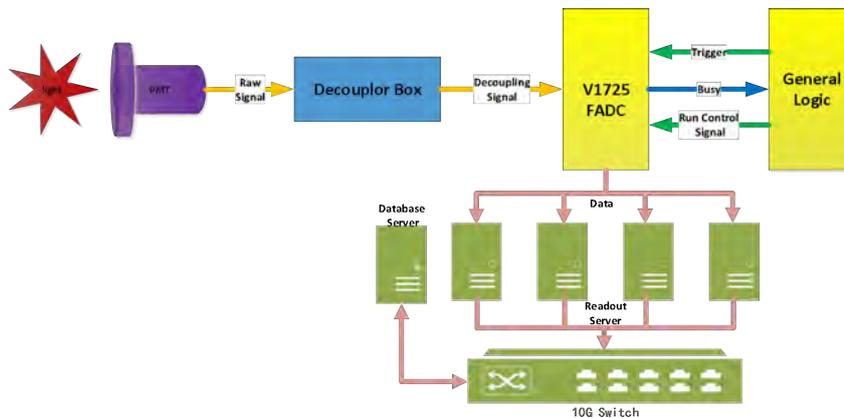


图 2-47 PandaX-4T 升级电子学逻辑图

- 制冷循环系统升级。为了满足更大质量液氙探测器的稳定性与对提纯效率的要求，重新设计升级了制冷与循环系统，详细介绍见章四。
- 电子学升级。相较于之前采用的 100 MS/s 的 FADC，PandaX-4T 中采用带宽为 250 MS/s，16 通道的商用 FADC 插件，并采用多光纤，多服务器，并行读出进一步提升带宽。沿用在 PandaX-II 中成功应用的自主设计触发逻辑系统，降低触发阈值。系统逻辑如图2-47所示。
- 更低的本底要求<sup>[160]</sup>。通过对材料选择要求的提升以及新精馏系统的搭建，探测器本底水平相较于 PandaX-II 将更加降低，图2-48展示了利用探测器材料放射性测量结果以及子系统的设计要求，对 PandaX-4T 不同本底来源影响模拟的结果。

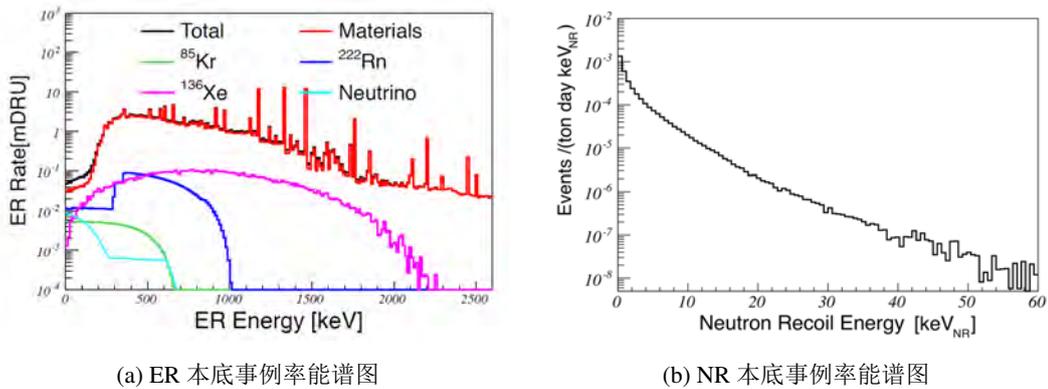


图 2-48 PandaX-4T 本底水平模拟，图片来自<sup>[160]</sup>

PandaX-4T 实验系统格局分布示意图如图2-49所示。

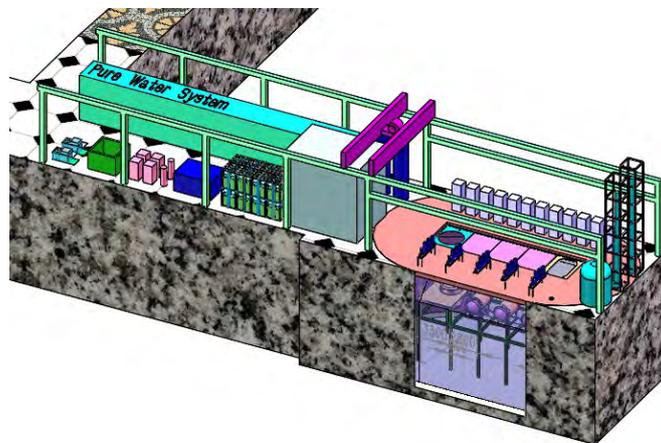


图 2-49 PandaX-4T 实验室示意图

此外在预计曝光量为 6 ton-year 时，PandaX-4T 实验对 WIMP 粒子与核子自旋不相关散射截面的排除曲线如图 2-50 所示，可以达到的最强灵敏度限制约为  $10^{-47} \text{ cm}^2$ 。可以发现排除曲线已经超过了暗物质理论预言所在的中心区域，有着非常大的可能性发现暗物质信号。

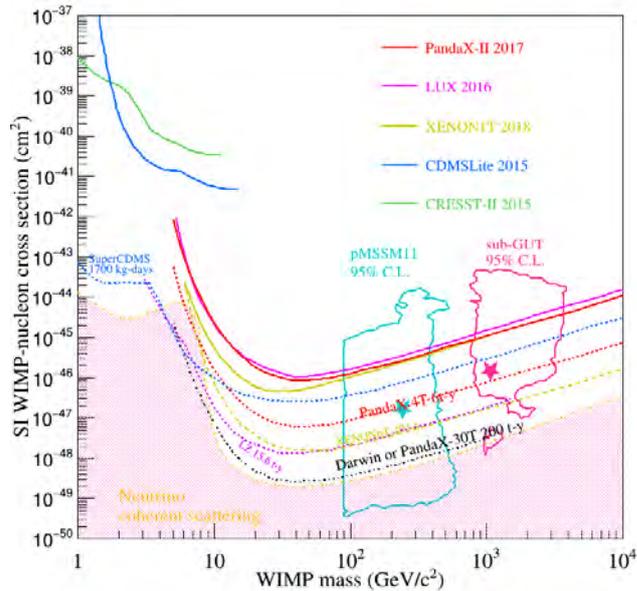


图 2-50 PandaX-4T 实验预期在 6 ton-year 曝光时间下的暗物质排除曲线

本章中对 PandaX-II 暗物质实验进行了阐述，并对未来升级 PandaX-4T 实验做了简要介绍，下面将首先利用 PandaX-II 精馏系统对探测器内的氦本底进行控制，以及对探测器内氦与氦本底进行分析讨论。

## 第三章 PandaX-II 氦与氩本底分析

液氦中放射性惰性气体是探测器本底信号的主要来源。基于高纯锆的提纯器只能降低氦中的非惰性气体含量，无法对惰性气体浓度产生影响。同时，它们会在液氦探测靶区域形成均匀性分布，无法通过外部屏蔽材料进行隔绝。其中主要影响的放射性元素为  $^{85}\text{Kr}$ ， $^{222}\text{Rn}$  以及  $^{220}\text{Rn}$ 。

在氦的同位素中， $^{85}\text{Kr}$  的丰度约为  $2 \times 10^{-11}$  ( $^{85}\text{Kr}/^{\text{Nat}}\text{Kr} = 2 \times 10^{-11}$ )。PandaX-II 实验凭借除氦精馏系统降低商品原料氦中的氦浓度，由于精馏工作原理是利用不同组分沸点不同的特性，精馏系统对不同同位素的提纯效果接近，则对  $^{85}\text{Kr}$  含量的降低等同于对  $^{\text{Nat}}\text{Kr}$  含量的降低。氦气本底主要来源于探测器材料中  $^{238}\text{U}$  与  $^{232}\text{Th}$  杂质的放射性衰变，再通过材料表面放气进入液氦中。对于材料本底的测量与选择对降低氦本底尤为关键。

本章中将首先介绍 PandaX-II 精馏系统以及对 PandaX-II 探测器所用液氦的精馏过程，再分别介绍通过数据中寻找特定符合事例来计算液氦靶区域中的氦与氩本底水平，以及运行中含量的变化。

### 3.1 PandaX-II 氦气精馏

PandaX-II 除氦精馏系统沿用为 PandaX-I 实验精馏液氦的系统，并为 PandaX-I 暗物质探测实验的成功运行提供了低氦浓度的液氦<sup>[95, 96]</sup>，后续均称之为 PandaX-II 精馏系统。PandaX-II 对氦本底含量的要求与 PandaX-I 接近，且采用的商品原料氦中氦含量均为 3 ppb ( $10^{-9}$  mol/mol)，于是仍沿用该系统对 PandaX-II 所用 1.1 吨液氦进行精馏提纯。

本节中将分别介绍 PandaX-II 精馏系统的主要设计与结构，PandaX-II 液氦精馏过程以及运行数据分析。

#### 3.1.1 PandaX-II 精馏系统

考虑到 PandaX-I 暗物质探测器运行对氦浓度的要求，此精馏系统的主要设计指标为以 5 kg/h 的精馏流量将原料氦中 3 ppb 的氦含量降至为 3 ppt ( $10^{-12}$  mol/mol)。其中设计采用 191 的回流比，0.99 的回收率以及纯气相进料。

其系统结构如图3-1左图所示。原料氦经由阀 FM1 与 V1 进入提纯器 (1) 进行提纯，而后经过板式热交换器 (2) 与 GM 制冷机 AL60(3) 对进料进行预冷，最后

进入主塔系统 (6)。不过由于初始购买的原料氙中杂质含量较低, 故而运行中并未使用提纯器。氙中氦含量随塔的升高而增加, 产品氙为底部再沸器 (8) 中液相, 并通过液位计 (7) 进行液位监控, 产品氙经过板式热交换器后通过阀 FM2 与 V2 进入产品氙气瓶中。而顶部冷凝器 (5) 气相为氦含量最高的废品氙, 由阀 FM3, V3 回收进废品氙气瓶中。全塔制冷量由顶部冷凝器处 GM 制冷机 AL125(4) 提供。右图为位于上海交通大学的 PandaX-II 精馏系统实验装置。

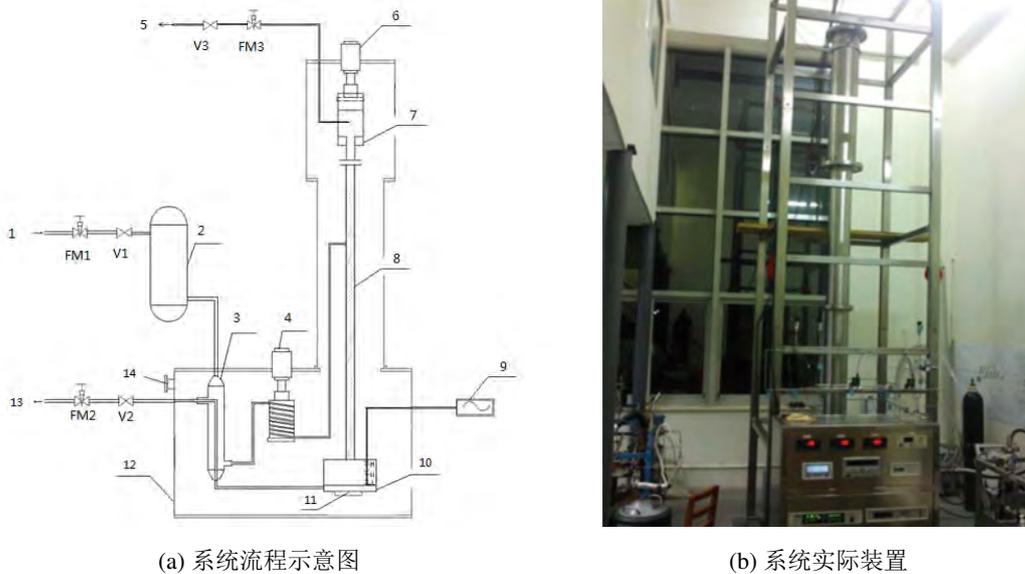


图 3-1 PandaX-II 除氦精馏系统, 图片来自<sup>[96]</sup>

精馏系统运行基本流程包括预冷阶段, 全回流阶段, 精馏提纯阶段以及回收阶段。在第五章中对精馏流程进行了详细的介绍。PandaX-II 所用氙精馏过程中均按照同样的运行流程, 下小节中将介绍主要运行时间点, 运行参数的使用以及精馏结果的预测。

### 3.1.2 PandaX-II 氙精馏流程

2014 年, 首次对 PandaX-II 所需的 1.1 吨液氙进行除氦精馏, 但由于在后续探测器灌氙或回收阶段中被空气污染, 于 2015 年 12 月至 2016 年 1 月拉回上海交通大学对全部氙气重新精馏。由精馏系统提纯后的产品氙在运输回锦屏地下实验室途中被宇宙线激发产生  $^{127}\text{Xe}$ , 增加探测器中电子反冲信号本底。于是 PandaX-II 精馏系统于 2016 年 3 月在上海交通大学进行拆卸, 并经过两次拆装后于同年末在锦屏二期地下实验室中搭建完成。

2016 年进行氟化甲烷刻度后发现探测器内甲烷含量衰减很慢, 为了进一步降

低探测器内氦本底含量以及尝试用精馏系统去除甲烷，2016 年底至 2017 年初对探测器内全部液氦进行回收与再次精馏，运行过程中顶部 100W 加热棒被烧毁，通过氦气压缩机氦气出口的旁通阀调节氦气高低压差，实现对制冷功率的限制，进而利用顶部 50W 加热棒控制制冷机冷头温度。运行结束之后系统顶部加热棒全部烧毁，于是再次进行了拆卸并更换了加热棒，于 2017 年 4 月重新搭建系统，并在 6 月份对系统进行了为期一周的调试运行。

实际运行中采用进料流量为 3.5 kg/h 以及再沸器加热量对应降低为 18 W。系统运行过程中压力与液位保持基本稳定，如 3-2 左图，压力波动小于 2%。液位的波动是由于流量控制器无法控制进料流量，通过调节减压阀末端压力以控制流量，但其稳定性不足而导致了较大的再沸器液位波动。

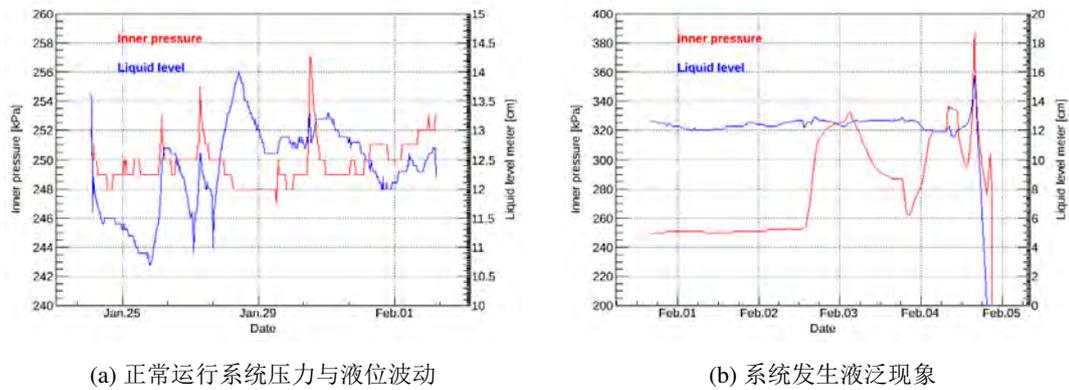
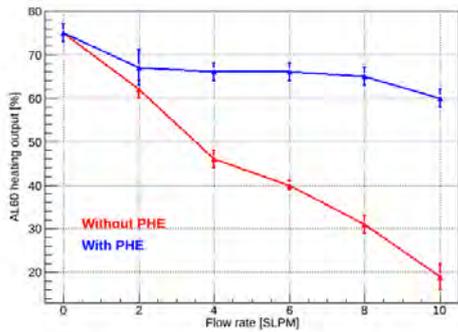


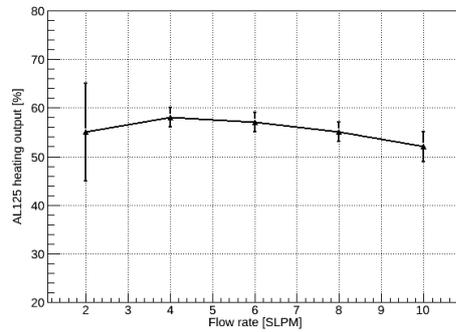
图 3-2 PandaX-II 精馏系统压力液位变化

此外，在 2017 年 2 月份精馏过程中，系统突发了液泛现象。其中塔内压力持续升高无法回落，保持进料同时关闭产品氦出料时再沸器液位不再上升，如 3-2 右图。通过降低进料流量，提高废品氦出料流量以及降低再沸器加热量的方式将系统压力降低，但一旦恢复进料，系统压力仍会增长至异常水平，正常精馏运行无法继续。只能将系统全部氦气回收并重新开始预冷阶段。由于运行期间提纯器并未安装，发生液泛的原因猜测为商品氦中杂质气体含量过高导致顶部制冷机冷头热交换无法实现，上升氦气无法有效液化，导致塔内压力升高液体无法下落，进而导致液泛的发生。在后续精馏中加入了提纯器作为必要运行设备，且再无液泛发生。

此外，实验发现系统在提纯运行阶段中顶部 GM 制冷机热补偿功率在不同的运行流量下基本保持稳定。图 3-3 左图分别展示了没有产品氦通过板式热交换器对进料氦进行预冷时，底部预冷制冷机 AL60 热补偿与流量的关系，以及有产品氦进行热交换时的关系。右图则为顶部制冷机 AL125 热补偿量与流量的关系。



(a) 预冷制冷机热补偿与流量关系



(b) 冷凝器制冷机热补偿与流量关系

图 3-3 PandaX-II 精馏系统热负荷与流量关系

得出在 10 SLPM 运行流量下，进料应为纯液相状态。同时 18 W 的加热量对应于 3.5 kg/h 的废品氙流量回流比仅为 20。利用 Aspen Hysys 模拟进料氙含量为 1 ppb 时，PandaX-II 精馏运行工况每层塔板中氙含量的变化，如图3-4所示。可以发现产品氙中氙含量约为  $10^{-11}$  mol/mol，相较于原料氙衰减系数为  $Re = 82$ ，低于设计预期。

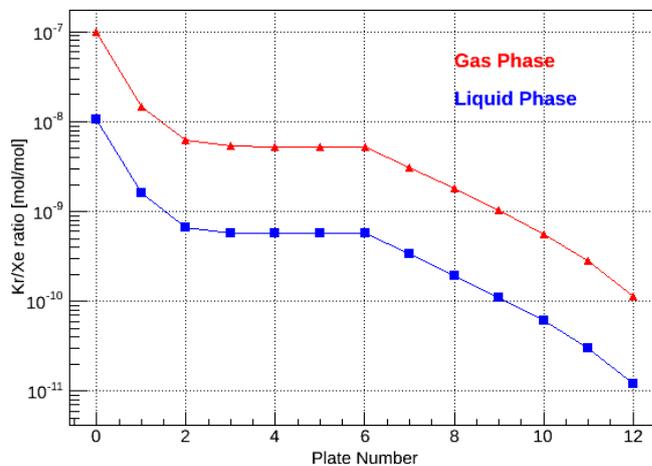


图 3-4 通过 Hysys 模拟 PandaX-II 精馏系统氙浓度分布

在 PandaX-II 精馏系统运行过程中发现的经验与问题都将为 PandaX-4T 精馏系统设计提供重要的依据。目前 PandaX-II 精馏系统仍放置于锦屏二期地下实验室中，为未来可能进行的研究提供测试平台。

下节将通过对比 PandaX-II 实验数据的分析，对 PandaX-II 氙本底水平进行计算，并与精馏系统预期结果进行比较。

### 3.2 PandaX-II 氩本底分析

氩气来源于对空气的蒸馏，受制于蒸馏能力商品氩中无法避免的会含有一定浓度的氩。空气中氩含量约为 1 ppm，其稳定态同位素主要包括  $^{80}\text{Kr}$ ， $^{82}\text{Kr}$ ， $^{83}\text{Kr}$ ， $^{84}\text{Kr}$  以及  $^{86}\text{Kr}$ ，其中丰度最高的是  $^{84}\text{Kr}$ ，为 57%。此外还存在一些放射性同位素，其中半衰期为 10.76 年的  $^{85}\text{Kr}$  是探测器本底的重要来源。

天然的  $^{85}\text{Kr}$  丰度非常低，但其会在核反应堆中通过铀与钚的裂变产生，并在后期处理过程中被释放出来。导致几十年来空气中  $^{85}\text{Kr}$  的含量急剧增长，在 2009 年末，其含量约为 5500 PBq<sup>[161]</sup>。

$^{85}\text{Kr}$  通过两种衰变模式到  $^{85}\text{Rb}$  基态，其中有 99.563% 的概率直接通过  $\beta$  衰变到基态，最高能量为 687 keV。有 0.434% 的概率通过  $\beta$  衰变到  $^{85m}\text{Rb}$ ，最高能量为 173 keV，并继续通过  $\gamma$  衰变至基态，其中半衰期为 1.015  $\mu\text{s}$  (衰变常数为 1.47  $\mu\text{s}$ )， $\gamma$  能量为 514 keV<sup>[162]</sup>。衰变过程如图 3-5。

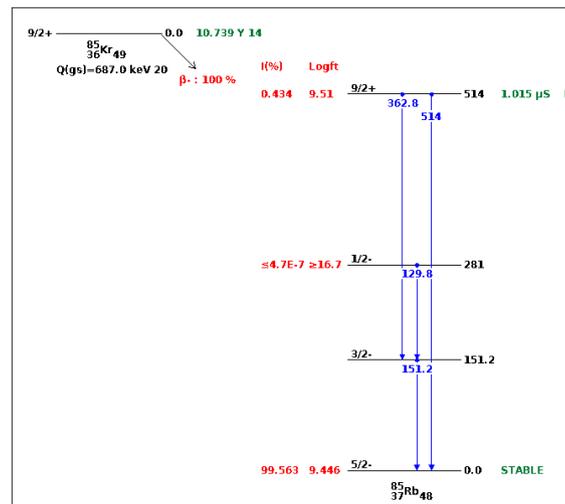


图 3-5  $^{85}\text{Kr}$  的衰变能级图，图片来自<sup>[162]</sup>

下面以 Run9 为例，在数据中通过寻找这种特定衰变模式下的  $\beta - \gamma$  延迟符合事例来计算  $^{85}\text{Kr}$  的事例<sup>[163, 164]</sup>，并推断出其在低能区的本底贡献。

#### 3.2.1 $^{85}\text{Kr}$ 事例筛选

上一章中提到在 PandaX-II 暗物质探测器中入射粒子会产生 S1 以及 S2 信号，当限定  $\beta$  与  $\gamma$  信号在探测器中均为单次散射时， $^{85}\text{Kr}$  的第二种衰变模式会产生两组 S1 与 S2 信号。其中两组信号之间的时间应为  $^{85m}\text{Rb}$  的衰变时间。然而由于衰变时间很短，如果两次事件之间的时间短于 S2 信号的宽度，则  $\gamma$  的 S2 信号会与

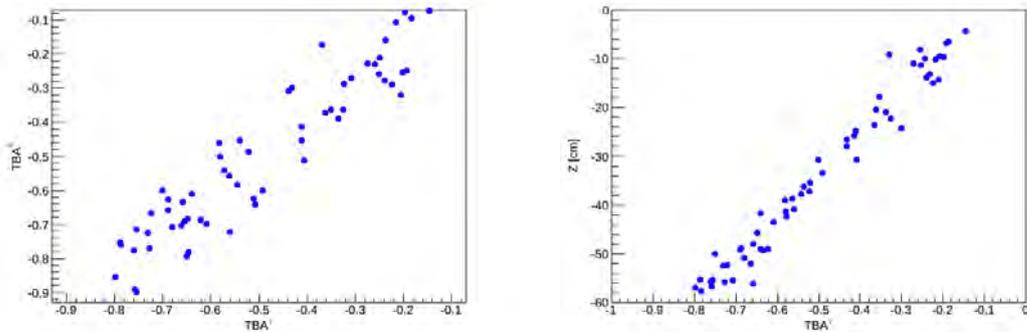
$\beta$  的 S2 信号部分重叠，只会出现 1 个 S2 信号对应 2 个 S1 信号。此外也可能会由于偶然符合，出现 2 个 S2 信号以上的情况。

基于  $\beta$  与  $\gamma$  信号的能量与时间间隔特性，对事例进行初步选择，包括：

- $\beta$  的能量在 20 keV 到 200 keV 之间。
- $\gamma$  的能量在 314 keV 到 714 keV 之间。
- $\beta$  与  $\gamma$  的 S1 信号时间间隔在  $0.3 \mu\text{s}$  到  $10 \mu\text{s}$  之间。
- S1, S2 信号质量选择，包括对 S1, S2 数量，电荷量以及波形的限制。

其中  $\beta$  与  $\gamma$  能量的得出基于 NEST 在 400 V/cm 的漂移场中光产额大小，分别为 32.688 以及 32.57 光子每千电子伏特。以及 PandaX-II 探测器光采集效率，采用 11.6%。对于不同运行状态的光采集效率并不相同，需要通过上章中提到的对探测器响应的研究得到 PDE 的准确数值。

受探测器几何结构的影响，事例被顶部与底部光电管所探测到的 S1 信号相关系数  $TBA=(S1T-S1B)/(S1T+S1B)$  应与 Z 方向相关，偏离相关性的事例为 S1 与 S2 偶然符合事例，并非真实事例。通过比较  $\beta$  与  $\gamma$  的 S1 信号 TBA 与位置的关系，对事例进行进一步的筛选。图3-6展示了 run9 数据筛选之后， $\beta$  与  $\gamma$  信号 S1 的 TBA 的分布。



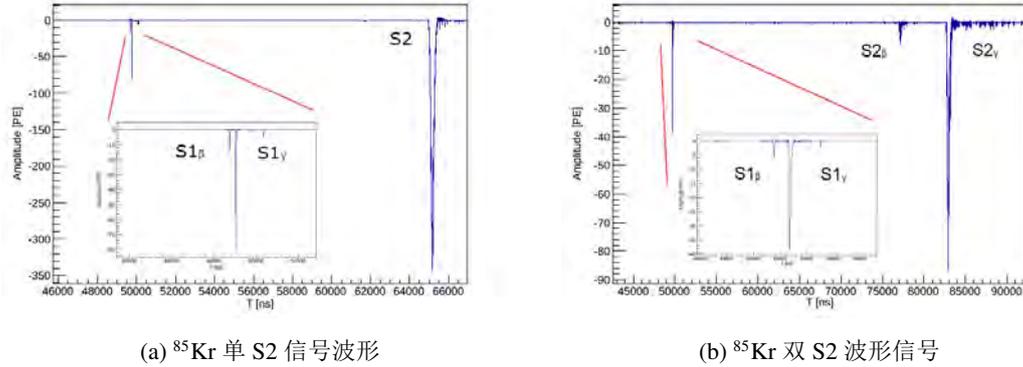
(a)  $\beta$  与  $\gamma$  信号 S1 的 TBA 分布

(b)  $\gamma$  信号 S1 的 TBA 于探测器 Z 方向分布

图 3-6 PandaX-II run9 中  $^{85}\text{Kr}$  筛选事例 S1 的 TBA 的分布

当对事例进行筛选后，需要对每一个事例的波形信号进行检查确认。对于单 S2 与双 S2 的  $^{85}\text{Kr}$  符合事例波形信号分别如图3-7中所示。

总结 PandaX-II 探测器运行中 run8 至 run10 的  $^{85}\text{Kr}$  事例，其位置分布如3-8左图中所示，可以看到其在液氩探测靶区域位置为均匀性分布，符合预期结果。此外，全部事例  $\gamma$  与  $\beta$  间的延迟时间  $\Delta T$  分布如3-8右图所示，通过对分布做指数拟合，得出衰变时间常数为  $\tau = 1.73 \pm 0.22 \mu\text{s}$ 。

图 3-7 <sup>85</sup>Kr 信号波形

得到 <sup>85</sup>Kr 事例率后, 通过 PandaX-II 探测器的蒙特卡洛模拟对事例筛选条件进行效率计算。表3-1中分别显示了不同选择条件对事例的选择效率。由于对筛选条件范围的放大, 相比于 PandaX-I 事例筛选效率 36.4%, 总筛选效率提升至 52.31%。

筛选参数	筛选范围	事例保留率
时间间隔	$0.3\mu\text{s} < dT < 10\mu\text{s}$	75.82%
$\beta$ 能量	$20\text{keV} < E_\beta < 200\text{keV}$	60.16%
$\gamma$ 能量	$314\text{keV} < E_\gamma < 714\text{keV}$	77.37%
总计	-	52.31%

表 3-1 <sup>85</sup>Kr 符合事例筛选条件效率表

则探测器内的氦含量可以通过式3-1得到:

$$N_{Kr} = \frac{N_{data}}{\varepsilon_{cut} \cdot BR \cdot (T/\tau)} \cdot \frac{1}{f} \quad (3-1)$$

其中  $N_{data}$  为在数据中寻找到的  $\beta - \gamma$  符合事例总数,  $\varepsilon_{cut}$  为总筛选条件效率,  $BR$  为 <sup>85</sup>Kr 通过  $\beta - \gamma$  衰变的分支比,  $T$  与  $f$  分别为取数时间与 <sup>85</sup>Kr 的丰度。通过得到的氦分子的个数  $N_{Kr}$  与 PandaX-II 中液氩靶区域的总质量, 即可得出液氩中氦的摩尔比。

### 3.2.2 PandaX-II 氦本底变化

PandaX-II 运行阶段由于出现空气泄露问题, 并通过共计三次 PandaX-II 精馏系统运行对液氩中氦的含量进行提纯。其时间分布为图3-9所示。由于首次精馏后

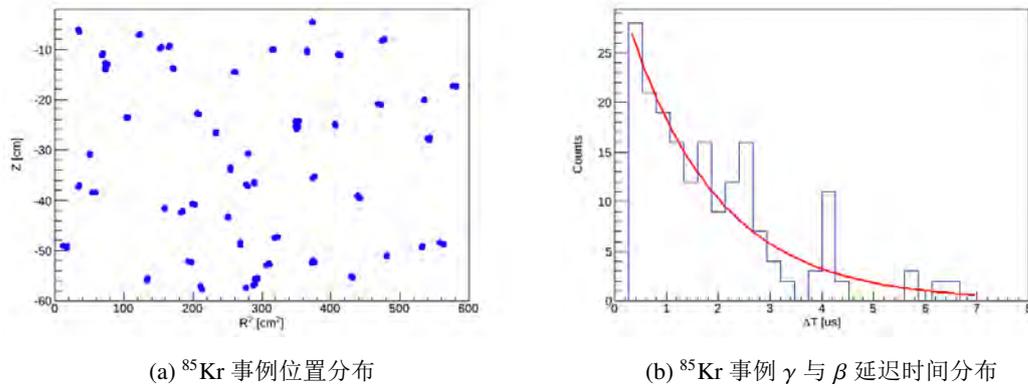


图 3-8  $^{85}\text{Kr}$  信号分布

发生一次空气泄露事故，但空气泄露体积未知，导致初次精馏结果无法得到。图中四组数值分别为商品氦，run8，run9 以及 run10 中的氦氩摩尔比，分别为 3 ppb，507 ppt，44.6 ppt 与 6.6 ppt。

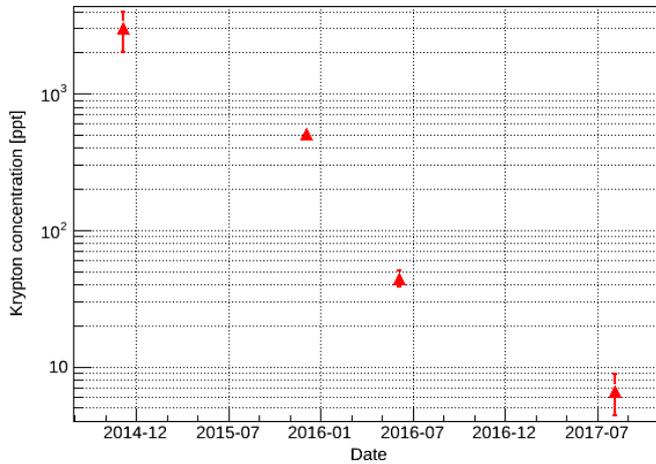


图 3-9 PandaX-II 液氦中氦含量变化

之后两次氦含量的降低均由于精馏系统的提纯过程，可以发现精馏系统对氦含量的降低有明显的作用。第二次精馏运行 PandaX-II 探测器内 1.1 吨的氦以上节中运行流程运行，但发现氦含量只降低了 1 个数量级。第三次精馏运行后发现一组氦气瓶阀门接头发生泄漏，所以对国内生产的 200 公斤商品氦进行了两次精馏，与精馏一次的原探测器内液氦混合灌入探测器中，其氦含量仍只降低了一个数量级。但由于无法确知国产商品氦中氦的浓度，因而衰减系数无法得到。两次精馏结果的分析表明 PandaX-II 精馏系统对氦含量精馏的效果可能低于实际运行

工况的理论预测。

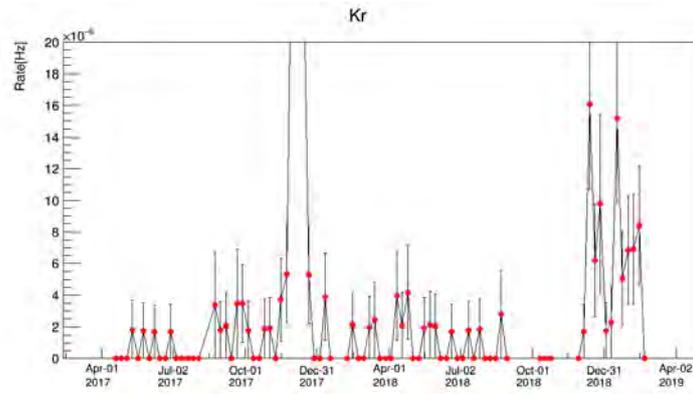


图 3-10 PandaX-II run10 期间记录液氩中氦含量变化

通过  $\beta-\gamma$  符合事例的筛选，在 PandaX-II 运行过程中将氦含量实时自动记录，图3-10为在 run10 至目前运行中氦含量的变化，可以发现液氩中氦含量保持稳定，并没有持续的空气泄漏点。

### 3.3 PandaX-II 氦本底分析

$^{222}\text{Rn}$  与  $^{220}\text{Rn}$  的半衰期分别为 3.82 天与 55 秒，所以在探测器长期运行中，由氙气生产或运输之中引入的氦气不会影响到实验的氦气本底。液氩中的氦气主要来源于探测器材料内铀、钍放射性杂质，由于两者半衰期非常长，会在实验运行过程中持续不断的释放氦气进入液氩靶区域，而在元素衰变过程中发生的  $\beta$  衰变将会影响到探测暗物质的低能量区域。

下面以 PandaX-II run9 数据为例，将首先介绍通过寻找偶然符合事件计算  $^{222}\text{Rn}$  以及  $^{220}\text{Rn}$  的含量，并通过  $\alpha$  事例分析得出各位置氦本底的含量与分布，最后介绍 PandaX-II 探测器内氦水平随时间的变化。

#### 3.3.1 $^{222}\text{Rn}$ 本底分析

$^{222}\text{Rn}$  由  $^{238}\text{U}$  衰变链产生，其衰变链示意图如图3-11所示。其中衰变子核  $^{214}\text{Bi}$  会通过  $\beta$  衰变为  $^{214}\text{Po}$ ，随后通过  $\alpha$  衰变至  $^{210}\text{Pb}$ ， $^{214}\text{Po}$  的半衰期为  $164 \mu\text{s}$ 。与对  $^{85}\text{Kr}$  事例的选择类似，利用  $^{214}\text{Bi}$ - $^{214}\text{Po}$  的  $\beta-\alpha$  延迟符合事例来估算  $^{222}\text{Rn}$  的水平，其中  $\beta$  的截止能量为 3.27 MeV， $\alpha$  的能量为 7.83 MeV。

对能量与延迟时间的筛选条件与效率见表3-2。

其中  $\beta$  上下限能量为考虑了  $\beta$  与  $\gamma$  在此能量下光产额差别之后的  $\gamma$  事例的光产额。由于  $\alpha$  能量较高，S2 信号会导致光电管信号饱和，无法利用 S2 信号对能量

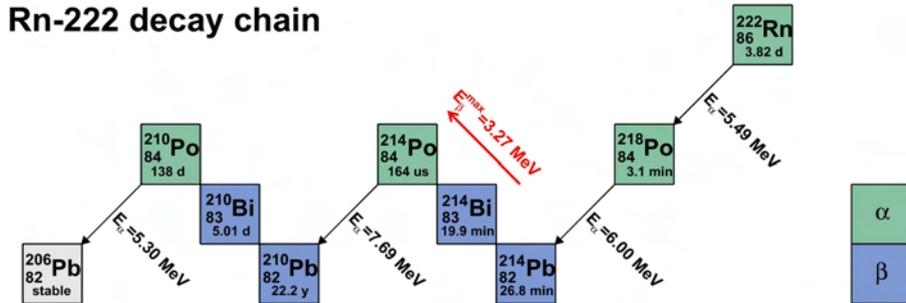


图 3-11  $^{222}\text{Rn}$  衰变链示意图

进行计算，同时通过 NEST 模型可知，在 高能区不同能量下的光产额接近，于是通过单  $\alpha$  事例筛选中  $^{222}\text{Rn}$  衰变能量的光产额对  $\alpha$  能量进行线性转化。通过节 3.3.3 中单  $\alpha$  事例选择中可以得出能量为 5.5 MeV 的  $\alpha$  产生的光产额约为  $4.54 \times 10^4$  PE。

筛选参数	筛选范围	事例保留率
时间间隔	$0.3\mu\text{s} < dT < 500\mu\text{s}$	86.60%
$\beta$ 能量	$50\text{keV} < E_\beta < 4000\text{keV}$	97.92%
$\alpha$ 能量	$3\text{MeV} < E_\alpha$	98.43%
总计	-	86.14%

表 3-2  $^{214}\text{Bi}$ - $^{214}\text{Po}$  符合事例筛选条件效率表

类似于第 3.2 节，通过对  $\alpha$  与  $\beta$  的 S1 信号 TBA 关系的筛选，将偶然符合事例剔除，如图 3-12 所示。利用筛选条件对事例进行选择，符合条件事例中  $\beta$  与  $\gamma$  的 S1 分布如图 3-13。其中  $\beta$  能量分布为连续能谱，并有明显截断能量。而  $\alpha$  能谱中存在两个明显分离的峰。

通过分析发现，第一个峰来源于阴极 (Cathode) 附近，由于电极附近电场强度更高导致电子的重新结合效率降低，导致相对于体事例而言，电信号更大，光信号更小。同时，由于正离子会在电场作用下向阴极漂移，导致电极附近的  $\alpha$  事例更加集中，靠近底部的  $\alpha$  事例偏少。图 3-14 展示了两种不同事例的位置分布，其中红色点表示  $\alpha$  体事例，即第二个峰，蓝色点表示阴极的  $\alpha$  事例，即第一个峰。绿色虚线代表靶区域范围。可以发现在阴极区域，事例率明显增加，且靠近阴极

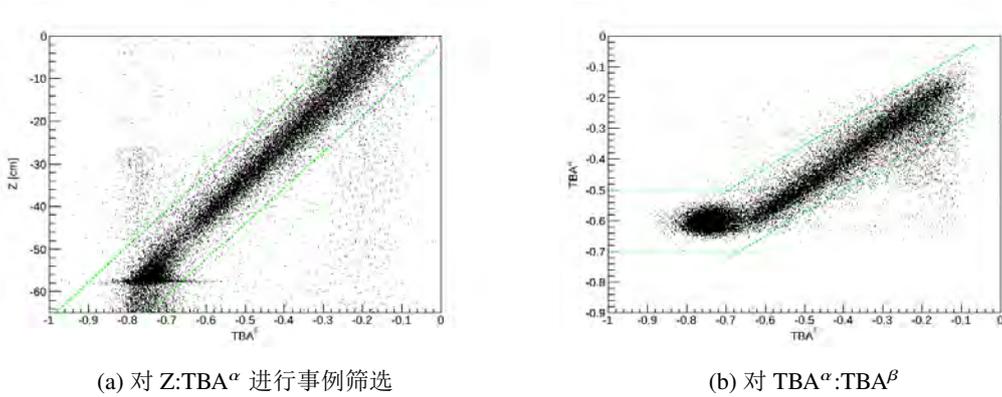


图 3-12  $^{214}\text{Bi}$ - $^{214}\text{Po}$  事例选择中通过  $\alpha$  与  $\beta$  的 S1 信号 TBA 进行筛选

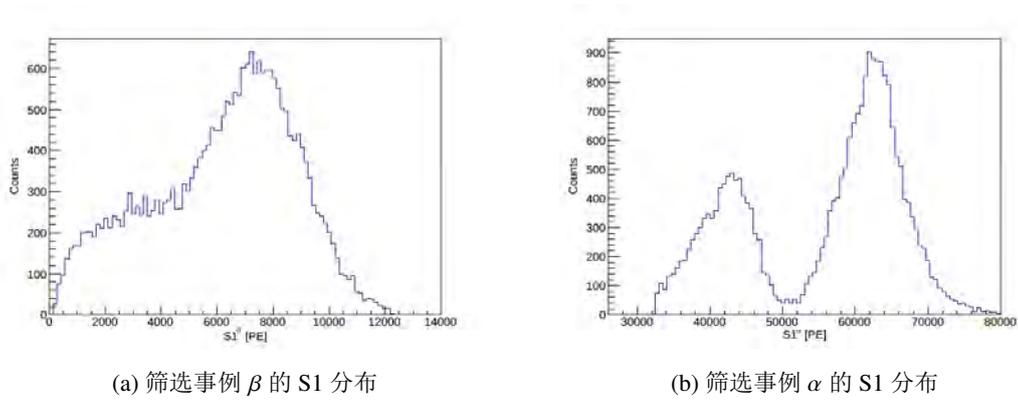


图 3-13 筛选事例  $\beta$  与  $\alpha$  的 S1 分布

的区域事例率减少。

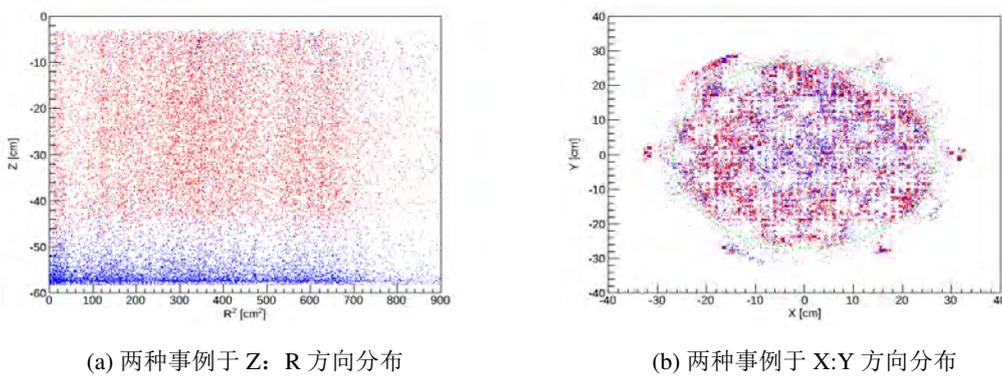


图 3-14  $\alpha$  体事例与阴极事例位置分布

两种事例的存在均需要考虑对液氦探测区域的影响，两种事例的衰变时间拟合分别为  $255.9 \pm 4.0 \mu\text{s}$  与  $309.9 \pm 7.5 \mu\text{s}$ ，见图3-15。之后利用上述中各筛选条件

选择效率对最终  $^{222}\text{Rn}$  事例率进行计算。

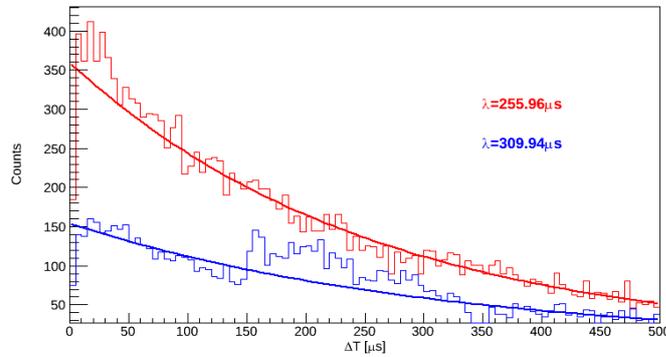


图 3-15 两种事例衰减时间与拟合结果

### 3.3.2 $^{220}\text{Rn}$ 本底分析

$^{220}\text{Rn}$  是  $^{232}\text{Th}$  的衰变产物，其衰变链如图3-16所示。 $^{220}\text{Rn}$  的半衰期为 55 s，伴随能量为 6.29 MeV 的  $\alpha$  衰变至  $^{216}\text{Po}$ ，同时  $^{216}\text{Po}$  的半衰期为 0.14 s 并发出能量为 6.78 MeV 的  $\alpha$ 。利用  $^{220}\text{Rn}$  与  $^{216}\text{Po}$  的延迟符合事例对  $^{220}\text{Rn}$  事例进行分析。此外，还可以通过  $^{212}\text{Bi}$  与  $^{212}\text{Po}$  的  $\beta - \alpha$  延迟符合事例来进行分析，其中  $^{212}\text{Bi}$  有 64.06% 的概率放出截止能量为 2.25 MeV 的  $\beta$ ，而  $^{210}\text{Po}$  的半衰期为 0.3  $\mu\text{s}$ ，并产生 8.78 MeV 的  $\alpha$  衰变至  $^{208}\text{Pb}$ 。

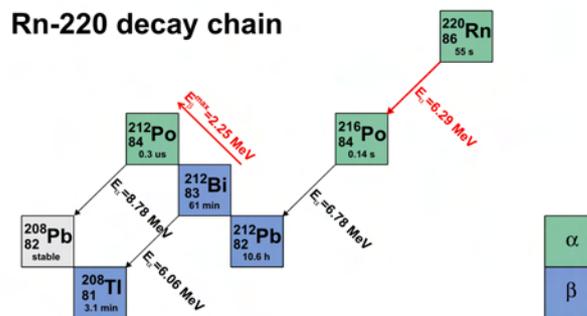


图 3-16  $^{220}\text{Rn}$  衰变链示意图

对于  $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$  延迟符合事例的选择与对  $^{222}\text{Rn}$  事例的选择类似，其事例筛选的条件与效率如表3-3。利用 TBA 对偶然符合事例的筛选以及体事例与阴极事例的分布如图3-17。

筛选条件	筛选范围	事例保留率
时间间隔	$0.3\mu\text{s} < dT < 3\mu\text{s}$	49.82%
$\beta$ 能量	$50\text{keV} < E_\beta < 3000\text{keV}$	98.08%
$\alpha$ 能量	$3\text{MeV} < E_\alpha$	99.99%
总计	-	48.85%

表 3-3  $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$  符合事例筛选条件效率表

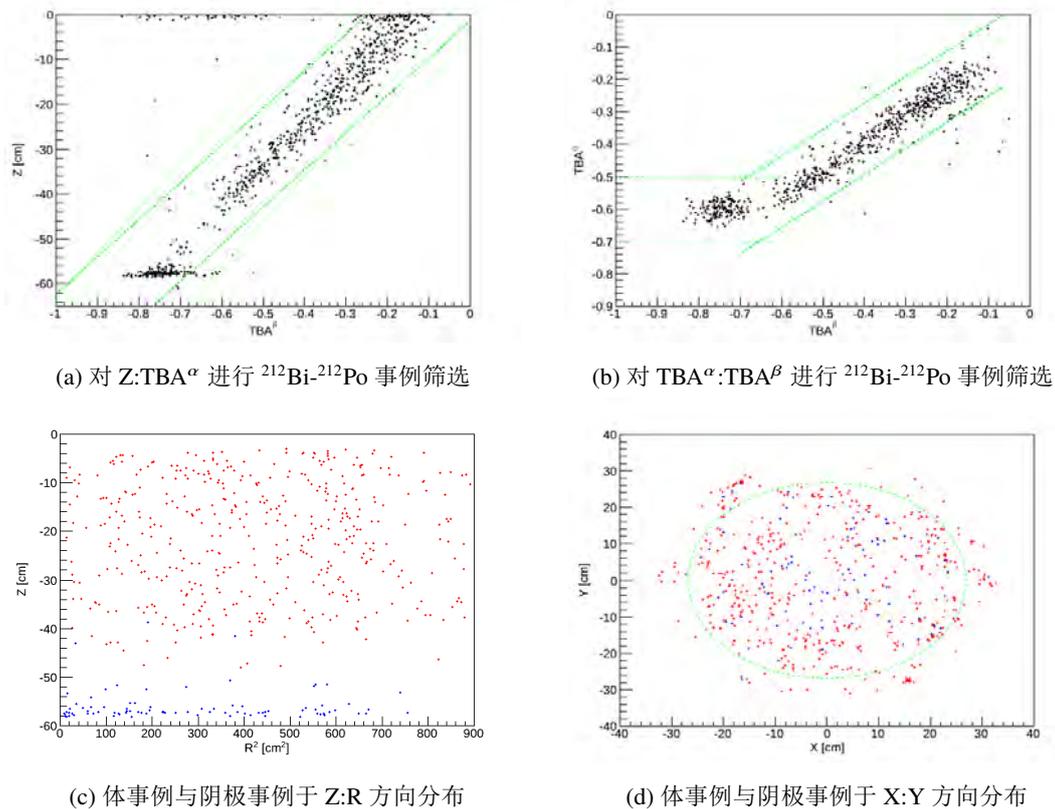


图 3-17  $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$  事例筛选与位置分布

利用筛选条件完成对  $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$  事例选择后，其  $\alpha$  的 S1 分布与衰变时间拟合如图3-18。由于阴极事例率太少，没有对其分布做拟合，体事例的拟合结果衰变时间为  $0.65 \pm 0.14 \mu\text{s}$ ，略高于  $^{212}\text{Po}$  的理论衰变时间为  $0.43 \mu\text{s}$ 。

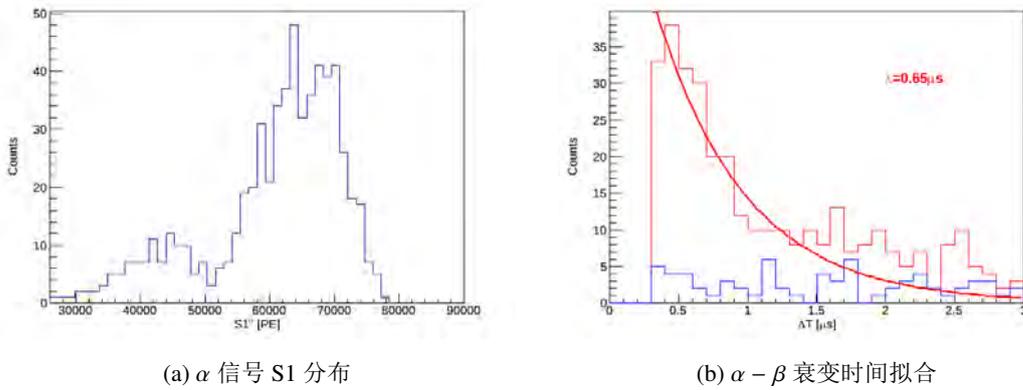


图 3-18  $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$  延迟符合事例中  $\alpha$  的 S1 分布与衰变时间

由于  $^{216}\text{Po}$  的半衰期为 0.14 秒，则两个  $\alpha$  信号不会存在与同一个事件 (event  $\sim 1$  ms) 中，于是事例筛选中要求两个信号存在于同一采样文件 (file  $\sim 400$  s) 中，并至少有一个 S2 信号存在于每个波形里面。对  $^{220}\text{Rn}$ - $^{216}\text{Po}$  事例筛选的条件与效率如表3-4所示。

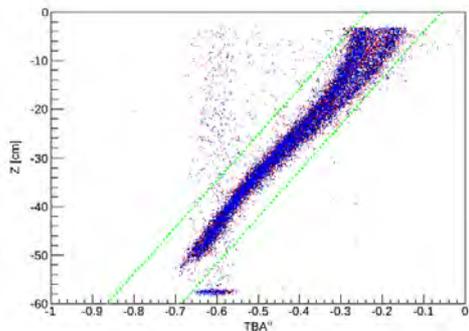
条件类别	筛选范围	效率
时间间隔	$0.1\text{ms} < dT$	99.52%
$^{220}\text{Rn}$ $\alpha$ 能量	$3.2\text{MeV} < E_\alpha < 10\text{MeV}$	99.91%
$^{216}\text{Po}$ $\alpha$ 能量	$3.6\text{MeV} < E_\alpha < 12\text{MeV}$	99.99%
总计	-	99.42%

表 3-4  $^{220}\text{Rn}$ - $^{216}\text{Po}$  符合事例筛选条件效率表

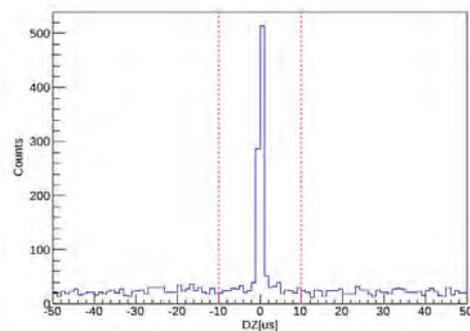
通过  $\alpha$  S1 信号的 TBA 关系对偶然符合事例进行排除，而由于正离子漂移距离远小于电子的漂移距离，则通过正离子的漂移时间对事例进行进一步筛选，如图3-19所示。其中红色为  $^{220}\text{Rn}$  的  $\alpha$  事例，蓝色为  $^{216}\text{Po}$  的  $\alpha$  事例。

通过筛选条件后，两个  $\alpha$  事例在探测器内的分布如图3-20所示，同时 S1 比值与时间间隔分布也于图3-20中所示。其中拟合得到 S1 比值为 1.083，接近于真实能量比值为  $6.78/6.29 = 1.078$ 。两个  $\alpha$  事例的时间间隔分布拟合结果为  $208.4 \pm 8.7$  ms，接近于理论衰变时间应为 202 ms。均符合理论预期。

利用  $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$  以及  $^{220}\text{Rn}$ - $^{216}\text{Po}$  符合事例筛选得出的事例率以及筛选条件效率可以得出探测器靶区域内的  $^{220}\text{Rn}$  的含量，发现  $^{220}\text{Rn}$ - $^{216}\text{Po}$  符合事例率大于  $^{212}\text{Bi}$ - $^{212}\text{Po}$ ，原因在于  $\alpha - \alpha$  衰变中，产生的正离子会向阴极漂移，导致阴极的  $\alpha$

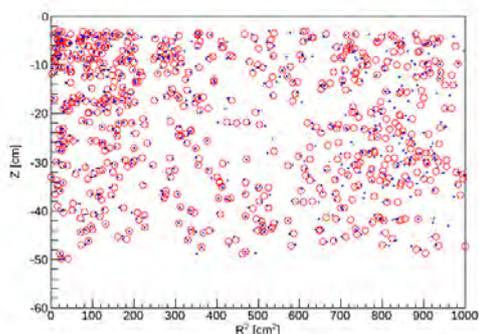


(a) 两种  $\alpha$  信号在 Z:S1 TBA<sup>α</sup> 分布

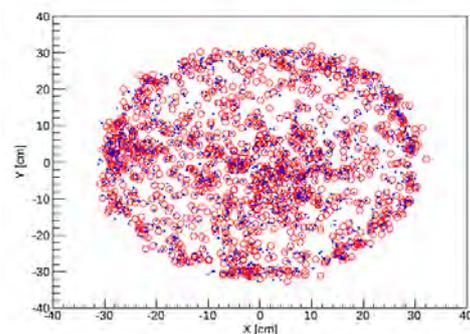


(b) 两种  $\alpha$  信号在 Z 方向的分布

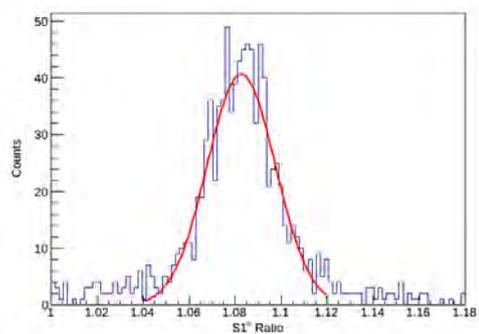
图 3-19 <sup>220</sup>Rn-<sup>216</sup>Po 延迟符合事例筛选



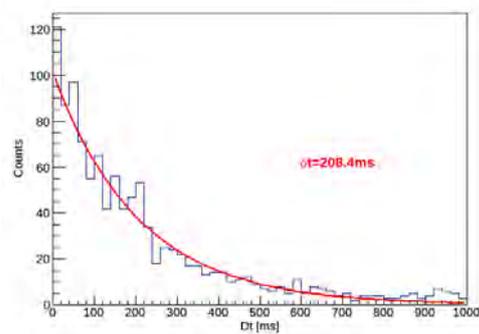
(a) 两种  $\alpha$  信号 Z:R<sup>2</sup> 方向分布



(b) 两种  $\alpha$  信号 X:Y 方向分布



(c) 两种  $\alpha$  信号 S1 比值分布



(d) 两种  $\alpha$  信号时间间隔分布

图 3-20 <sup>220</sup>Rn-<sup>216</sup>Po 延迟符合事例事例分布

事例增多，底部事例率减少，对比两种情况  $Z:R^2$  分布可以看出。于是将 Z 方向筛选区域缩小为  $dZ < 250 \mu s$ ，并通过靶区域范围做比例放大。

### 3.3.3 $\alpha$ 事例分析

由于  $\alpha$  事例的能量相对较高，且在液氩中光产额低于电子反冲信号，在 S2:S1 能量分布中可以大致分辨出  $\alpha$  事例。类似于上章中提到利用 164 keV 的事例对探测器做均匀性修正，对  $\alpha$  事例的均匀性修正采用事例率最高的  $^{222}\text{Rn}$  事例。

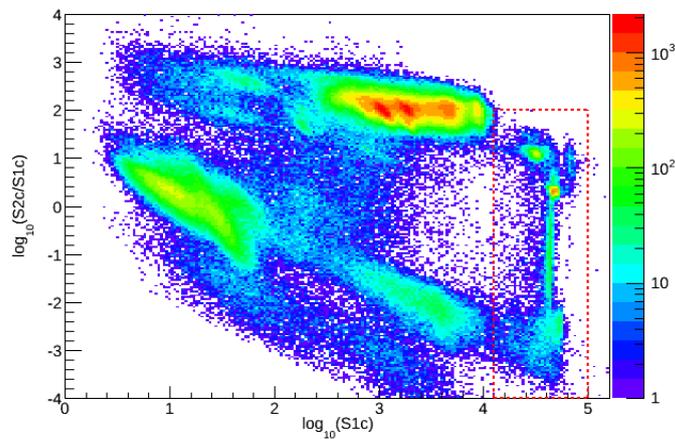
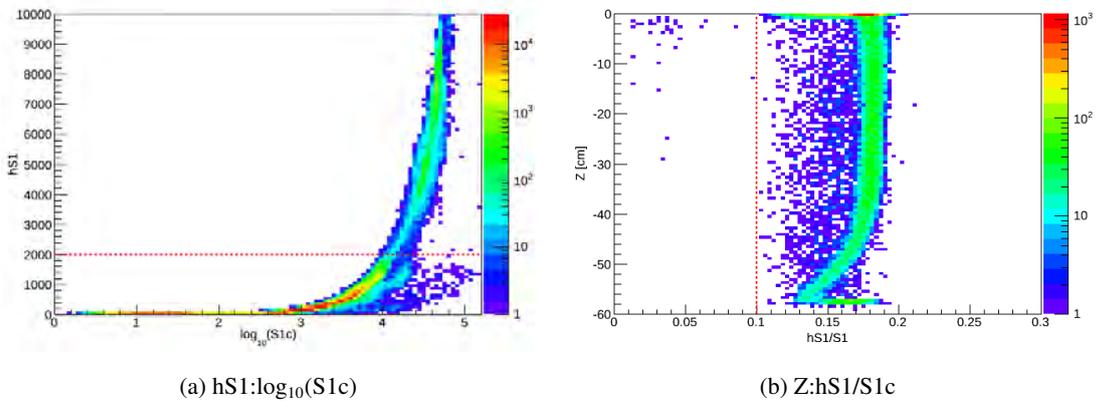


图 3-21 探测器事例  $\log_{10}(S2/S1):\log_{10}S1$  分布

图3-21中显示了探测器事例在  $\log_{10}(S2/S1):\log_{10}S1$  中的分布，红色虚框代表  $\alpha$  事例，其中 S1c 代表均匀性修正后的 S1 大小，S2c 代表均匀性修正后的 S2 大小。



(a)  $hS1:\log_{10}(S1c)$

(b)  $Z:hS1/S1c$

图 3-22 单  $\alpha$  事例波形筛选

利用波形研究对  $\alpha$  事例进行选择，图3-22展示了事例选择中对波形主要特性的筛选，分别代表波峰高度 (hS1) 与 S1 电荷量大小的关系，以及两者比值在 Z 方向的分布。 $\alpha$  事例波峰高度应为 S1 波形中最高，而 hS1/S1 在靠近阴极位置变小的原因在于事例靠近探测器底部使得底部光电管对 S1 信号饱和，导致波形顶端缺失进而 hS1/S1 值变小。

由于靠近电极或是探测器内壁位置的电场与靶区域电场不同，导致不同区域中  $\alpha$  事例的能量与分布均产生差异，下面将分别对不同区域的事例进行分析。

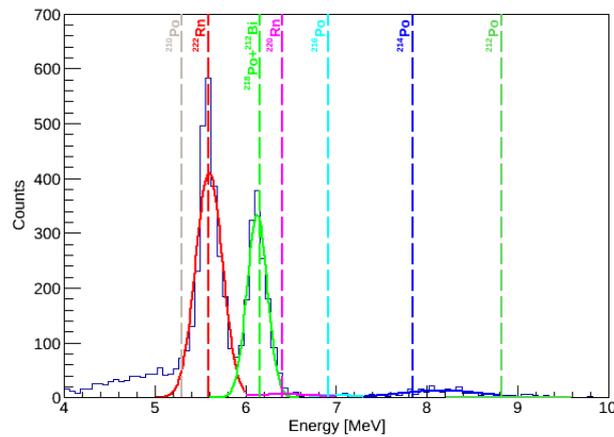


图 3-23 靶区域中氦  $\alpha$  粒子能量分布

对于体事例而言，通过对波形的筛选以及靶区域的划分，可以得出  $\alpha$  事例的统计分布，进而得出不同衰变元素的含量。图3-23中展示了 PandaX-II run9 中利用单  $\alpha$  事例选择得出的能谱，其中能量通过  $^{222}\text{Rn}$  产生的  $\alpha$  光产额进行线性转换，不同颜色的虚线代表理论  $\alpha$  粒子能量。通过高斯函数对分布进行拟合，得到不同  $\alpha$  能量拟合值。表3-5展示了  $^{222}\text{Rn}$  以及  $^{220}\text{Rn}$  中  $\alpha$  粒子能量拟合值与预期值。

对于电极  $\alpha$  事例，由于电场强度的不同  $\alpha$  事例 S1 能量与体事例并不相同。图3-24与图3-25分别展示了对于阴极与栅极事例的位置筛选与能谱分布。图3-25左图中 S2/S1 偏小的事例来源于栅极附近光子发生光电效应，产生的电子能量较低导致 S2 信号偏小，所以在栅极事例选择中将这部分事例去除。此外，可以发现两者之间衰变元素分布并不相同，这是由于漂移电场的存在使得体事例的氦衰变子核向阴极方向移动，导致阴极事例中存在  $^{222}\text{Rn}$  衰变链中全部的  $\alpha$  能量。

此外，还对探测器墙壁事例 (Wall events) 中的  $^{210}\text{Po}$  进行了研究。由于墙壁事例可能被重建进液氙置信区域之中引入额外的本底信号，需要对其进行更加细致的研究，但本文中仅对墙壁  $\alpha$  事例进行简单介绍。

氦	衰变同位素	理论值 [MeV]	实验值 [MeV]
$^{222}\text{Rn}$	$^{222}\text{Rn}$	5.59	5.59
	$^{218}\text{Po}$	6.16	6.13
	$^{214}\text{Po}$	7.84	8.11
$^{220}\text{Rn}$	$^{220}\text{Rn}$	6.41	6.43
	$^{216}\text{Po}$	6.91	6.99
	$^{212}\text{Po}$	8.82	9.2

表 3-5 单  $\alpha$  事例筛选能量拟合结果

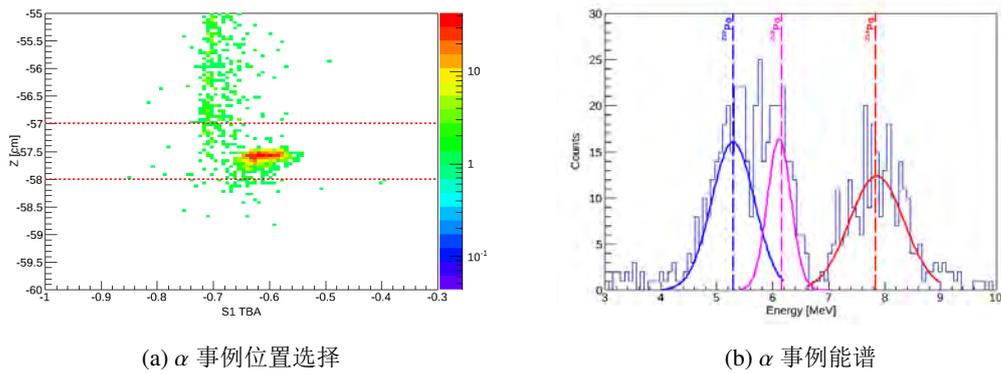


图 3-24 阴极  $\alpha$  事例分布

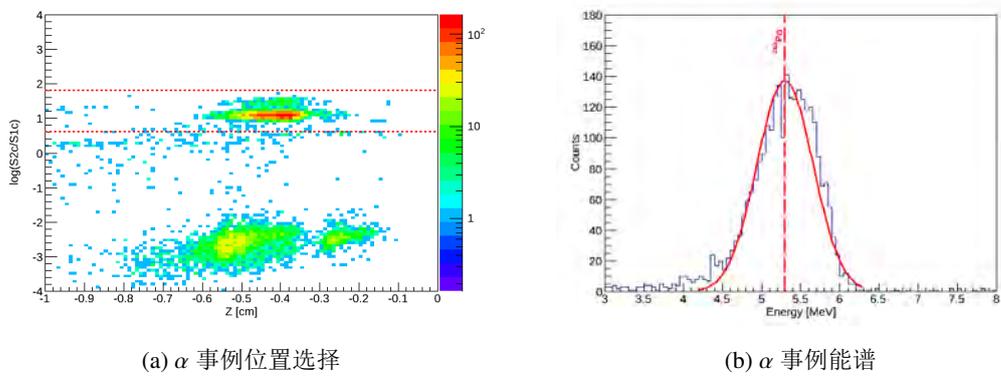


图 3-25 栅极  $\alpha$  事例分布

通过研究不同 S1 与 S2 分布的  $\alpha$  事例在位置分布上的不同，以及墙壁事例应为半衰期较长的  $^{210}\text{Po}$  事例，则通过  $\alpha$  事例能量分布与 TBA 关系对其余  $\alpha$  事例进行排除。图3-26分别展示了墙壁事例的筛选条件，其中红色点代表通过左图筛选条件后的事例，黑色点代表其他  $\alpha$  事例。

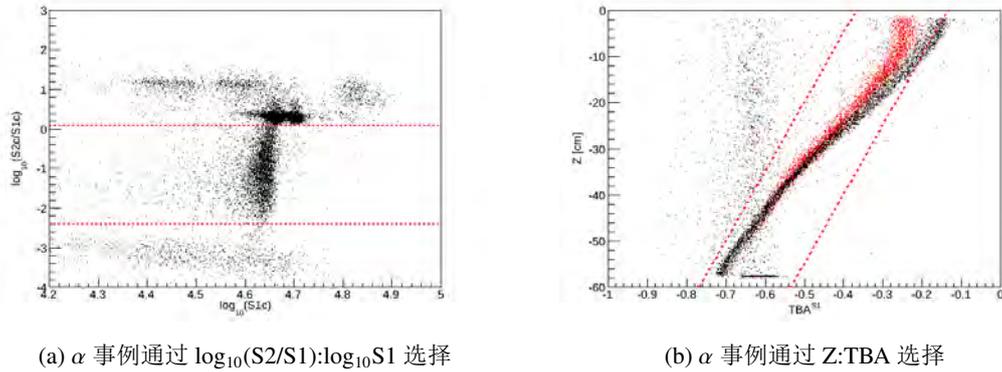


图 3-26 墙壁  $\alpha$  事例选择

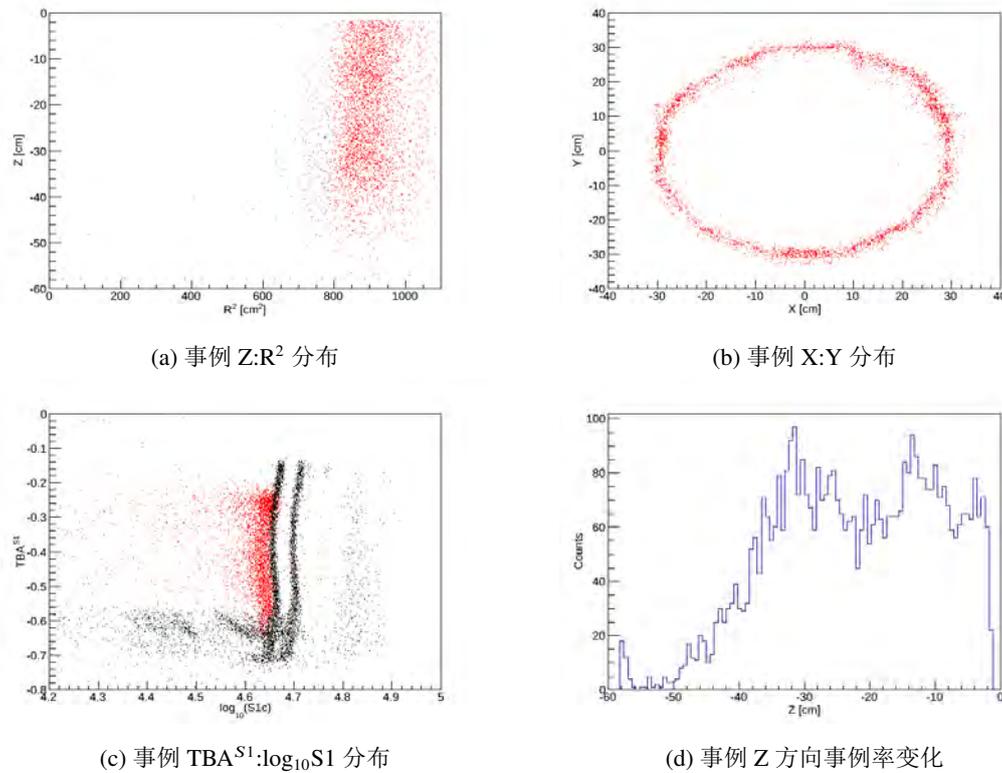


图 3-27 墙壁  $\alpha$  事例分布

墙壁事例 S1 信号的 TBA 较体事例中偏小是由于靠近内壁 PTFE 反射材料导致光信号接收效率发生变化。图3-27上图中展示了墙壁事例在探测器内的位置分布,可以发现在探测器圆周方向分布均匀。

此外,图3-27下图中分别展示了墙壁事例在  $TBA^{S1}:\log_{10}S1$  以及 Z 方向的事例分布,其中红色点表示  $\alpha$  墙壁事例,黑色点表示  $\alpha$  体事例。发现在靠近探测器底部的事例率减少,且考虑到墙壁事例在能量分布中集中在  $S2 < S1$  的区域,而造成 S2 能量较少以及事例缺失的可能原因是电场的变形或是在于墙壁事例产生的电子在向上偏移的过程中受到内壁的影响造成电子的缺失,越靠近探测器底部的事例电子缺失概率更高,当 S2 信号无法被识别时,造成了底部事例率的减少。

综上所述,对于不同区域的  $\alpha$  事例在  $\log_{10}(S2c/S1c) : \log_{10}(S1c)$  能量分布的位置如图3-28所示。其中黑色点表示体事例,红色点表示墙壁事例,绿色点表示栅极事例,蓝色点表示阴极事例。

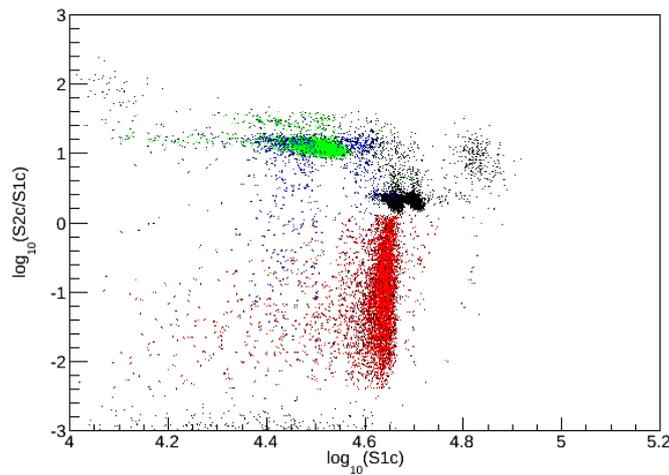


图 3-28 探测器中不同位置  $\alpha$  事例  $\log_{10}(S2/S1):\log_{10}S1$  分布

### 3.3.4 PandaX-II 氦本底变化

氦本底的得出基于对延迟符合事例的筛选,并通过单  $\alpha$  事例分析进行校核。图3-29展示了 PandaX-II 运行过程中氦本底的变化,可以发现在整个运行过程中氦本底水平基本保持稳定,且没有持续的空气泄漏。

在 PandaX-II 运行期间,得益于对探测器材料的严格筛选,液氩中的氦含量并不是最主要的本底来源。但随着探测器体积的增大,所用材料也在相应的增加,同样的材料放射性本底将会导致液氩中氦本底的增加。此外,外部子系统,比如

循环系统，制冷系统等也引入了更多的设备，都成为了增加氡本底的风险。利用其它方法对液氦中氡本底的降低非常关键。

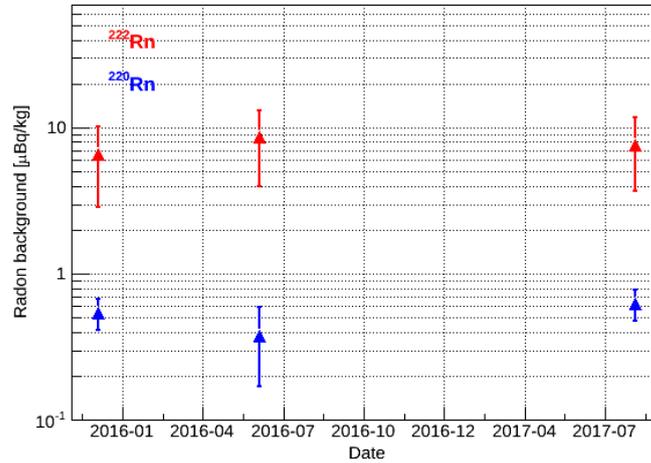


图 3-29 PandaX-II 运行中氡本底变化

本章中对 PandaX-II 精馏系统以及对 PandaX-II 所用液氦进行除氡精馏进行了介绍。通过数据分析得出液氦中的氦与氡本底水平，并给出运行期间的本底变化趋势。下面将对 PandaX-4T 制冷循环与精馏系统的设计计算与测试运行进行详细的介绍。



## 第四章 PandaX-4T 制冷与循环系统

PandaX 暗物质探测实验基于两相型液氙探测器，运行过程中需要保证探测器内温度、压力以及液位的稳定。其中氙气在常压下的液化温度为 161K，且探测器内气相压力和液位位置与萃取电场中电子放大效率相关。则稳定可靠的制冷设备对探测器内温度、压力以及液位的维持不可或缺。此外，制冷设备除需要保证探测器稳定运行外，还需满足包括预冷灌氙、回收氙气、真空保持等多项任务。

而循环系统是基于提纯器的氙气在线提纯系统，用于去除液氙中包含的非惰性气体。非惰性气体的存在会影响到液氙的光采集效率以及电子的漂移过程，尤其是水、氧气等电负性气体会与电子结合，造成 S2 信号的减小，甚至造成探测器底部信号的缺失。由于循环系统运行需要将氙气由探测器内中提出并最终流回探测器，则包含的液氙气化以及氙气液化过程与制冷系统密切相关，所以将循环系统与制冷系统合并讨论。

下面将首先讨论 PandaX-II 制冷与循环系统以及在实验中的工作情况，然后基于 PandaX-4T 的制冷循环要求，分别对新的制冷与循环系统进行计算设计并测试运行。

### 4.1 PandaX-II 制冷与循环系统

由于 PandaX-I 制冷系统于设计之初考虑到后续的探测器升级情况，设备的选型与结构均较 PandaX-I 实验需求存在富余。于是 PandaX-II 实验中仍沿用 PandaX-I 制冷系统<sup>[75]</sup>。

但由于 PandaX-II 液氙总质量增加，原有循环系统对于非惰性气体的去除速率无法满足要求，通过在原有的循环管路中增加一条并行管路，同时运行以满足探测器对于提纯流量的要求。以下均统称为 PandaX-II 循环系统。下面将分别对 PandaX-II 制冷循环系统的结构、工艺流程以及运行状况进行简单介绍。

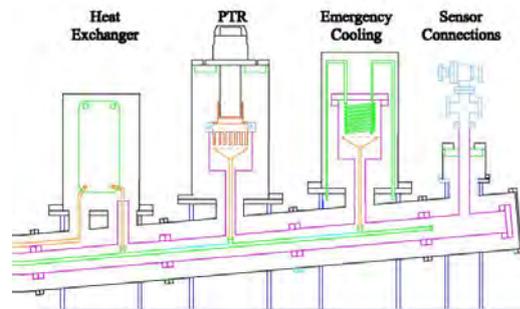
PandaX-II 制冷系统主要分为其底部管道结构，上部功能结构以及外部配件等。其中系统管道结构与探测器结构直接相连，并为了液体流向均保持与水平 5° 的夹角，其从外到内分别是真空层，气体管道以及液体管道。上部功能结构通过功能划分为制冷机模块，紧急制冷模块，热交换器模块，传感器模块以及真空泵组。

PandaX-II 制冷系统的照片与示意图如图4-1所示。右图中黑色管路为外真空层，洋红色为气体管道部分，而中部绿色细管为液体管道。可以发现中部两个模

块中均通过黄色漏斗将液氙收集进入液体管道中。



(a) 制冷系统实物图



(b) 制冷系统设计图

图 4-1 PandaX-II 制冷系统

各模块功能在文章<sup>[75]</sup>中已有详细的介绍，此处不再赘述。制冷系统主要运行工艺包含抽真空及密封性检测，预冷灌氙，维持运行以及回收过程，而循环系统包含三个主要的工作设备，循环泵、提纯器与热交换器。制冷系统的基本运行工况如下：

- 密封性检测。探测器安装进入内罐后首要进行的步骤，主要包括常温下的负压与正压检漏以及低温下的正压检漏，其中在将内罐吊装进入外真空罩之前与之后均需要对内罐进行常温下的重复检测。
- 预冷灌氙。向探测器内灌入 2 个大气压的氙气，开启制冷机开始预冷。为防止光电倍增管受到急速降温，在当探测器顶法兰温度降至约 $-40^{\circ}\text{C}$ 时，通过高压氙气瓶向探测器内连续灌氙。冷量由制冷机与液氮制冷协同提供。
- 维持运行。灌氙完成系统稳定后，开启循环系统对液氙中非惰性杂质气体进行去除。
- 液氙回收。通过液氮冷阱对高压氙气瓶进行降压，利用压差将探测器内液氙回收至气瓶中。此过程中关闭制冷机，并向外真空层中灌入常温氮气以增加漏热量。

PandaX-II 运行过程中因各种原因经历了数次灌氙回收的过程，制冷与循环系统均成功的完成了实验要求，为 PandaX-II 的稳定运行与取数提供了重要的保障，并为 PandaX-4T 实验设计提供了重要的运行数据与经验。但由于随着探测器体积的提高，材料的变化以及氙气总量的提升，PandaX-II 制冷循环系统已无法满足 PandaX-4T 的实验需求。下面将基于 PandaX-4T 的制冷与循环要求对新的制冷循环系统进行计算设计，以及介绍必要的测试结果。

## 4.2 PandaX-4T 制冷循环系统设计要求

PandaX-4T 制冷循环系统需要满足系统对制冷量，提纯效率以及真空度的要求，并实现系统各种运行工况。基于 PandaX-II 制冷循环系统的运行条件，通过对漏热量，电子寿命变化的研究推算 PandaX-4T 系统对各参量的要求。

制冷系统最为关键的是制冷量，但制冷量的需求对于不同运行工况有所不同，其中系统灌氦过程中对制冷量的需求远大于稳定运行过程，下面将对两个过程进行分别讨论。

稳定运行中漏热量的主要来源包括热辐射、PMT 信号线、颈管及支撑结构漏热以及循环系统引入的热量，其中循环系统引入热量与循环流量以及板式换热器效率相关。脉管制冷机热补偿在稳定运行时的加热量约为 80 W，考虑氦气压缩机旁通打开的情况下 PC150 的制冷量为 180 W，则系统总体漏热  $Q_{total}$  约为 100 W。式4-1显示了各不同热负载来源的分配以及计算公式，其中 PMT 电缆以及颈管支撑结构均为热传导形式。

$$\begin{aligned}
 Q_{total} &= Q_{conduction} + Q_{radiation} + Q_{circulation} \\
 Q_{conduction} &= Q_{PMT} + Q_{support} + Q_{feedthrough} = \frac{\lambda}{L} A (T_H - T_L) \\
 Q_{radiation} &= \frac{C_0}{1/\epsilon_1 + 1/\epsilon_2 - 1} \varphi S \cdot \left[ \left( \frac{T_H}{100} \right)^4 - \left( \frac{T_L}{100} \right)^4 \right] \\
 Q_{circulation} &= (1 - eff) \cdot [H_{Xe} + C_{Xe} \cdot (T_H - T_L)] \cdot F_{Xe}
 \end{aligned} \tag{4-1}$$

其中  $\lambda$  为材料的导热系数， $L$  为高温至低温端的材料长度， $A$  为材料的横截面积， $T_H$  与  $T_L$  分别代表室温与液氦的温度。 $S$  为 PandaX-II 系统的内表面积约 5 m<sup>2</sup>， $C_0$  为黑体辐射常数 5.67 W/(m<sup>2</sup>·K<sup>4</sup>)， $\varphi$  是与相对结构有关的角系数，对于本系统为 1。 $\epsilon$  为内罐与外真空壁材料不锈钢与铜的黑度，金属材料黑度会随温度降低而变小，此处均取 0.5。 $eff$  代表热交换器效率， $H_{Xe}$  与  $C_{Xe}$  分别代表氦的汽化热 92.6 kJ/kg 以及比热容 160 J/(kg·K)， $F_{Xe}$  表示循环流量。

光电倍增管通过 400 根 RG316 同轴线连接至外真空法兰，其内部材料采用铜与银材料，直径为 0.17 mm，得到漏热量  $Q_{PMT}$  约为 0.15 W。PandaX-II 内罐的支撑结构采用三根直径约为 2.54 厘米，长约 5 厘米的 Torlon 棒，其热导率约为 0.25 W/(m·K)，漏热量  $Q_{support}$  约为 0.25 W。而由于制冷系统气相管道支撑结构环氧树脂环与外真空壁为点接触，则此处忽略不计。颈管部分位于系统最上部的传感器模块中，与低温液氦距离较远且颈管引出位置的温度测量发现为室温，以制冷机模块下部不锈钢位置为液氦温度，则计算可得颈管漏热  $Q_{feedthrough} = 5$  W。说

明系统的最要漏热来源于系统热辐射。

通过计算得出不考虑反射材料下的系统热辐射约为 650 W，虽然系统部分位置无法包裹反射材料，但仍非常有效的减小了总热辐射量。考虑到总系统漏热为 100 W，则认为反射材料对热辐射量的衰减系数平均为 0.15。PandaX-4T 的探测器表面积较 PandaX-II 增加了约 2 倍，则系统总漏热约为 200 W。

循环系统引入漏热与循环流量以及板式换热器换热效率相关，同时循环流量直接影响到探测器内电子寿命的变化。PandaX-II 中通过一个月 50 SLPM 循环流量可以将探测器内电子寿命提高至理想数值，则考虑到 PandaX-4T 总氙量的变化以及提纯器的流量限制，则将要求循环流量需要达到 200 SLPM (70 kg/h)。此外，K70 在 50 SLPM 以下的热交换效率约为 95.2%，考虑此值不变的情况下，200 SLPM 的循环流量将为探测器引入约  $Q_{circulation} = 102$  W 的热量。

综合考虑，则要求探测器正常运行时所需的制冷量为 350W。持续向探测器内灌氙时，所需冷量即为常温氙气变为低温液氙所需的全部冷量，即  $[H_{Xe} + C_{Xe} \cdot \Delta T] \cdot F_{Xe}$ 。由于灌氙时需要耗费人力对系统不间断监控，则要求 6 吨氙气在一周内全部灌入探测器中，即 1 吨每天 (42 kg/h)。考虑加入系统漏热，所需冷量约为  $Q_{fill} = 1.4$  kW。

此外回收阶段也应满足同样的流量要求，以防止突发情况导致系统漏热增加而造成的氙气泄露或人员危险。

总结 PandaX-4T 制冷循环系统的主要设计目标如表4-1。

	运行冷量 [W]	灌氙冷量 [W]	灌氙/回收流量 [kg/h]	循环流量 [kg/h]
参数	350	1400	42	70

表 4-1 PandaX-4T 制冷循环系统设计目标

### 4.3 制冷循环系统设备选型

通过对 PandaX-4T 制冷量与循环流量的分析可知，原有制冷循环系统无法满足实验要求。通过对 PandaX-II 系统运行的成功经验，本节将利用参数要求对制冷以及循环方式与设备进行选型。

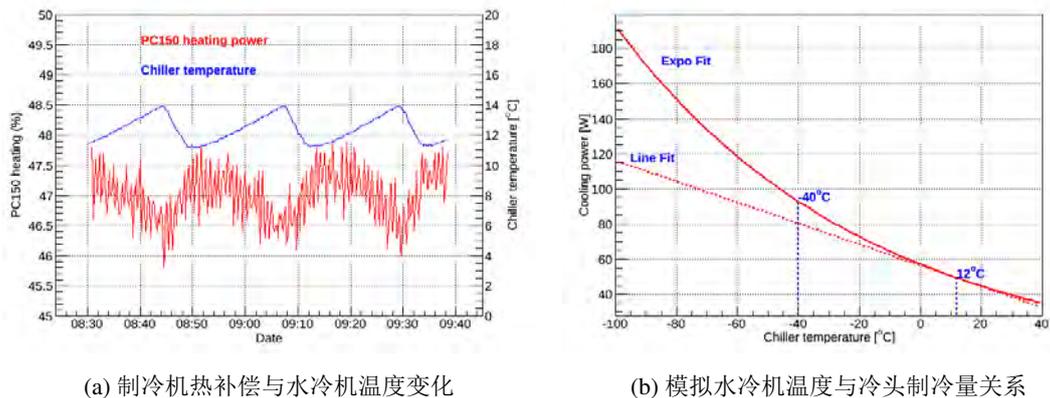
#### 4.3.1 制冷方式与设备选型

在实验的长期运行过程中，相对于维持探测器内气液与压力稳定的正常工作状态，灌氙过程为短时间的运行工况，则在系统设计中将稳定运行期间作为重点

考虑对象。

考虑到 350W 的制冷量需求以及长时间运行需要的设备维护，则采用两台脉管制冷机与一台 GM 制冷机作为稳定运行工况下的制冷量输出。其中脉管制冷机选用的是 PandaX-II 制冷系统中使用过的 PC150 以及 Cryomech 公司生产的 PT90。GM 制冷机在考察振动噪音情况后选用的是住友公司生产的 RDK500B 制冷机，其最大的优势还在于可以不用拆卸冷头主体结构的情况下，将内部活塞通过顶部法兰打开进行替换，保证了在实验长期运行过程中不会出现泄露氦气的情况。两台制冷机的制冷功率曲线在第4.5节中进行详细介绍。

此外，制冷机制冷量与室温有一定的相关性，即制冷机顶部温度降低可以提高冷头的制冷量，实验中通过冷水机对制冷机顶部进行降温。图4-2分别展示了 PandaX-II 制冷系统中 PC150 热补偿量与水冷机温度的关系，以及通过线性与指数拟合两者关系模拟降低水冷机温度后制冷量的变化。



(a) 制冷机热补偿与水冷机温度变化

(b) 模拟水冷机温度与冷头制冷量关系

图 4-2 水冷机温度对制冷量的影响

图中可以发现如果将水冷机介质变为液态酒精，并将温度调低至 $-40^{\circ}\text{C}$ 时，制冷机制冷量最多可以增加约 50W。通过单独降低制冷机顶部温度并无法完全满足对制冷量的需求，则仅将此方案作为提高制冷量的补充手段。

在灌氦过程中需要的制冷量远大于稳定运行时所需的制冷量，且属于短时间的运行工况，于是选用液氮与冷冻机制冷满足灌氦的需求。液氮制冷不可或缺，仍需要满足当出现断电情况时紧急维持探测器的压力稳定。PandaX-II 紧急制冷模块大约可以提供约 350 W 的制冷量，则系统设计中通过增加盘管换热面积以及提高液氮流量可以提供约 600 W 的制冷量。

通过 J-T 制冷，以酒精为载冷剂的冷冻机作为灌氦备选方案，最终采用无锡冠亚公司生产的 CDLJ-3W 型冷冻机，可以当出口温度为 $-110^{\circ}\text{C}$ 时提供约 3kW 的

制冷量。其制冷机已经在对 PMT 低温测试系统中使用，运行稳定且无太大噪音。

#### 4.3.2 循环系统设备选型计算

循环系统总流量要求为 200 SLPM，考虑到对应的提纯器与循环泵等设备的选型问题，系统仍采用双通道并行方式，即每支路 100 SLPM。支路中提纯器采用 SAES 公司生产的 PS5-MGT50-R-909 以及先普公司生产的 9NG300-R 产品。板式热交换器则由 K70 升级为 K205-50W-NB93 型，表4-2展示了两种换热器主要参数的对比。

	总传热面积 [m <sup>2</sup> ]	总流道容积 [L]	最高传热量 [kW]
K70-50M	1.44	3.19	17.58
K205-50M	5.28	11.34	175.8

表 4-2 板式换热器参数对照表

可以发现 K205 总热交换面积与总流通容积均提升了 3.5 倍以上，可以满足 100 SLPM 的流量要求，并将在后续实验中会对其换热效率进行具体测试。

PandaX-II 循环系统所用 KNF 循环泵在空气当中的最高流量约为 50 SLPM，但该款循环泵在空气中的最高流量可以达到 250 SLPM，主要的流量衰减来自于循环管道系统。PandaX-II 中循环管道均采用 3/8 或 1/2 英寸不锈钢管，流阻过大导致无法达到更高的流量要求。为了满足每支路对 100 SLPM 的流量要求，则首先对 KNF 在氙气下的特性曲线进行研究。

KNF 泵在空气中的特性曲线如图4-3所示。图中以一个大气绝压（0BarG）为界，左侧曲线为当泵出口端没有负载并保持为 1 个大气压时，通过调节泵前端阀门控制下流量与泵入口端的压力关系。右侧曲线与左侧曲线类似，为控制泵出口端阀门开度的情况下流量与压力的关系，即为不同泵后端流阻情况下的流量与压强关系。

正常工作时无法保证入口端进气压力稳定为 1 个大气绝压，于是泵出口端特性曲线会随泵入口端进气压力变化而整体成线性变化。比如当进气端压力为 800 mbar 时，泵最高流速即为左侧曲线中与 800 mbar 相交的点，约 190 SLPM，而随泵后端流阻的变化流量衰减斜率仍与进气为一个大气压时相同。但图中曲线为泵在空气中的特性曲线，泵在氙气与空气中变化不同，还需要单独研究 KNF 泵于氙气中的特性曲线。

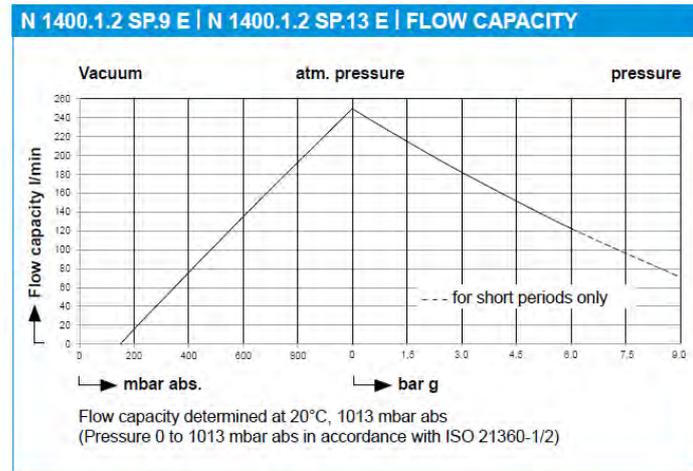


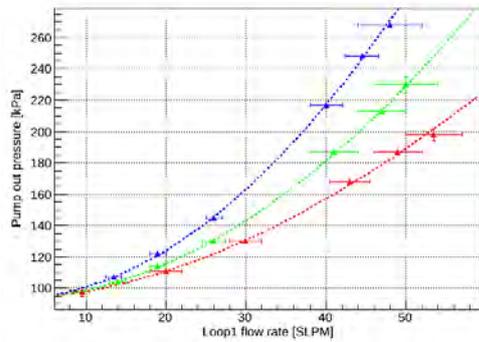
图 4-3 KNF 泵空气下特性曲线

PandaX-II 循环系统流量调节通过泵前端阀门的开度控制，即保持后端流阻不变的情况下，调节入口端进气压力以调节流量，此种做法的优势是不会因后端流阻变化而导致泵出口端压力超过极限压力 0.6 MPa 而造成泵的损坏。在支路 1 中，通过改变后端阀门开度的方式对后端流阻进行改变，再通过调整泵前端阀门开度对流量进行调节，并尽量保证每次前端阀门开度保持一致，以观察流量与出口端压力的变化。

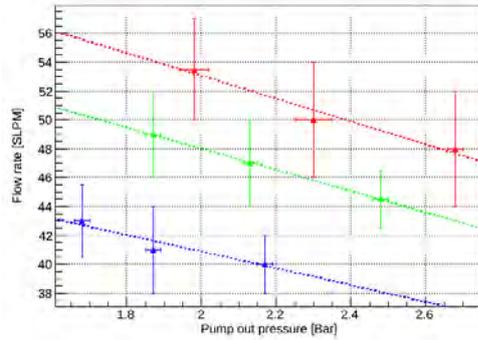
下面 4-4 左图分别展示了三种不同泵后端流阻情况下，流量与泵出口端压力的变化。三种颜色分别代表三种泵后端流阻不同的运行工况，可以发现红色工况中泵后端流阻最小，蓝色工况流阻最大。每种工况对应六个不同流量点为调节前端阀门开度时的流量变化，但由于当阀门开度越小时，其流阻变化更加明显而导致通过调节阀门来控制泵入口端压力误差较大，所以只通过流量较高的三组数据对流量与出口端压力的斜率关系进行拟合，见 4-4 右图。

得出斜率的值为  $6.95 \pm 3.7$ 。在第六章中提到在精馏塔测试运行中利用 KNF 泵为在线除氦运行提供动力，其测试最高流速为 160 SLPM，此时对应出口端压力为 6 Bar，入口端压力约为 2 Bar，但由于压力传感器距离泵较远，且之间均有阀门管道等流阻存在，其相应压力应有所不同，但利用这两个数值可以得到泵的工作下限，实际情况应优于此解。

图 4-5 展示了 KNF 对于氦气时的运行特性曲线，其中蓝色为泵入口端压力与流量关系，红色为泵出口端压力与流量关系，红色三角点为 PandaX-4T 精馏塔测试运行中达到的运行数据点，与公司提供数据不同在于坐标横轴为绝压 (Bar)，而非表压 (BarG)。此处假设泵入口端极限真空仍为 0.2 Bar，且后端流量随前端压力



(a) 流量与泵出口端压力的关系



(b) 拟合相同前端阀门开度下，出口端压力与流量关系

图 4-4 PandaX-II 循环系统支路 1 流量测试

变化成线性变化。

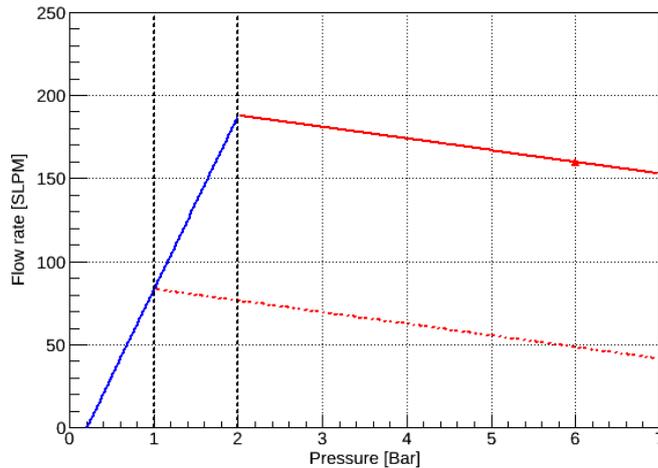


图 4-5 KNF 泵氩气下特性曲线

可以发现当泵入口端压力为 1 个大气压时，泵最高流量仅为 85 SLPM，无法达到 100 SLPM。则尽可能提高泵入口端压力以及减少后端流阻是提高泵工作流量的主要途径。100 SLPM 流量的液氩或氩气在管道中流动时，雷诺数与管径的关系如图4-6所示。

可以发现当管径小于 200 mm 时，氩气在管道中均为湍流形式，而由于液相密度增加，液氩为层流形式。考虑到泵头入口尺寸为 1 英寸，采用内径为  $d_V = 32$  mm 的不锈钢管道作为循环系统中气体管道，而采用内径为  $d_L = 15$  mm 的不锈钢管道作为液体管道，并分别采用 CF35 与 CF16 接头形式。利用伯努利方程对泵前

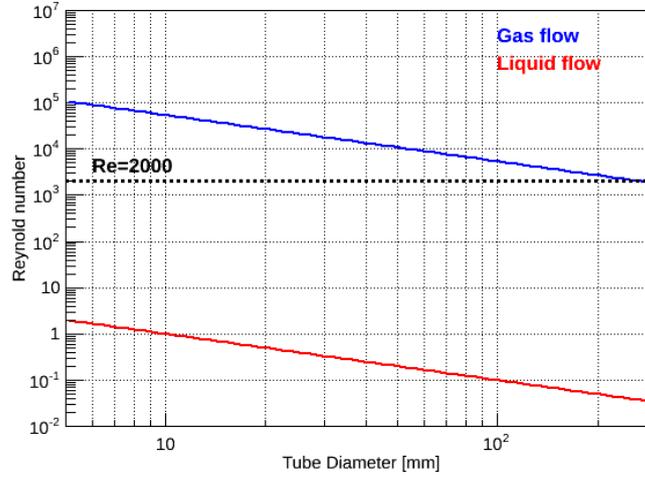


图 4-6 100SLPM 时不同管道直径下雷诺数

端压降进行计算，则如式4-2所示。

$$\begin{aligned}
 P_{IV} - P_{pf} &= \rho_L g h_L + \rho_V g h_V + \Delta P_L + \Delta P_V \\
 \Delta P_L &= \frac{32 \mu_L l_L u_L}{d_L^2} \\
 \Delta P_V &= \lambda_V \frac{l_V}{d_V} \cdot \frac{u_V^2}{2}
 \end{aligned} \tag{4-2}$$

其中  $P_{IV}$  表示内罐压力， $P_{pf}$  代表泵入口端压力。 $h_L$  与  $h_V$  分别为液氩与气氩的抬升高度， $l_L$  与  $l_V$  分别为液氩与氩气的等效直管长度，此处均按照抬升高度的两倍计算。 $u_L$  与  $\mu_L$  分别为液氩的流速与黏度，气氩参数为  $u_V$  与  $\mu_V$ 。

总体压降包含液体与气体的抬升高度，以及在管道中的流阻损失，其中气体摩擦系数  $\lambda_V = 0.025$  通过莫迪图中得出。通过计算发现，其中压力损失最大的为液相抬升高度，则热交换器模块不能位于水面上方的钢平台中。其摆放位置只能位于探测器支撑平台上，将液体抬升高度降低至 2.5 米。则计算可以发现，泵前端总共压力损失约为 0.8 Bar，考虑到探测器正常工作时压力约为 1.8 Bar，则 KNF 泵入口压力约为 1 Bar。由于对于泵特性曲线计算时存在余量，则初步设计中仍沿用该款 KNF 泵，并将在后续测试运行中测量其能达到的真实流量。

#### 4.3.3 真空泵组选型

PandaX-4T 需要两套真空泵组分别对探测器所在的内腔体以及外真空层进行抽真空。不同点在于内腔体泵组只需要满足在灌氩之前内腔体满足真空度要求，而

外真空泵组需要持续运行以保证外真空度降低漏热。

PandaX-4T 内腔体容积约为 3 立方，若在灌氘之前内部真空度为 10 Pa 时，则计算可得其内部参与氘分子对 6 吨氘气的影响约为  $3 \times 10^{-13}$  mol/mol。考虑到对氘含量的要求，则要求内罐于灌氘前真空度应小于  $10^{-4}$  Pa。考虑到内腔体真空泵组的工况，则在灌氘前将真空泵组直接通过 CF100 法兰连接至内腔体，并在灌氘后将真空泵移走密封于外真空腔体中，整个过程为高纯水灌注之前完成。确保了不会因抽真空管道流阻问题而导致极限真空达不到要求。

外真空腔体的真空泵组不可避免的需要放置于钢平台上，利用内径为 250 mm 的不锈钢直管连接至外真空腔中，并为了减少管道流阻其内部不放置任何其余管道或电缆。由于外真空腔体的主要作用为降低系统漏热，则其真空度小于  $10^{-2}$  Pa 时即可。

利用真空管道流导公式 4-3 对泵组进行选型，其中  $S$  与  $S_p$  分别代表泵的有效抽速与泵本身抽速， $U$  与  $d$  分别代表与腔体连接管道的流导与内径， $Q$  与  $P_g$  分别代表真空腔体总气量以及要求工作压强。 $\alpha$  代表流导几率，对于直管道其流导几率与管道长度及半径相关，值位于 0.2 值 1.0 之间。

$$\begin{aligned} \frac{1}{S} &= \frac{1}{U} + \frac{1}{S_p} \\ S &= \frac{Q}{P_g} \\ U &= 11.6 \cdot \alpha \cdot \frac{\pi}{4} d^2 \end{aligned} \quad (4-3)$$

真空腔体总气量主要包括系统材料面板放气以及漏气量，如果利用不锈钢 1 小时后的出气率  $2.26 \times 10^{-1}$  Pa·/(s·m<sup>2</sup>) 计算可以分别得到内外泵组中主泵的抽速要求均小于 300 L/s。考虑实际运行中与计算的偏差，内腔体与外真空腔分子泵分别采用安捷伦 300 L/s 的 TV304 以及中科科仪 1200 L/s 的 FF200/1200，前级泵均采用安捷伦 15 m<sup>3</sup>/h 的 IDP-15。

#### 4.4 PandaX-4T 制冷循环系统结构

上节中已对系统所需设备进行了选型研究，本节中将对制冷循环系统进行结构介绍，以及简要介绍与之配合的子系统。

#### 4.4.1 制冷系统结构

PandaX-4T 制冷系统仍采用类似于 PandaX-II 制冷系统的分模块耦合结构，不同点在于由于热交换器模块需要位于探测器附近，则钢平台上制冷系统中将不包含此模块。

图4-7展示了 PandaX-4T 制冷系统主要部分的结构剖面图。其中从左至右分别为内腔体真空泵组，脉管制冷机 PC150 与 PT90 模块，GM 制冷机 RDK500B 模块以及传感器模块。管道系统仍采用  $5^\circ$  的倾角，从外之内分为真空层，气体管道以及液体管道。每个制冷机通过冷指部分对氩气进行液化，液化后的液氩仍由不锈钢漏斗进入液体管道。除 PC150 存在自带的加热设备外，其余冷头均将 LakeShore 100 W 加热棒作为加热设备，加热棒通过位于冷头以及冷指之间单独的无氧铜片中，而冷指与气体管道密封方式采用钢丝密封。温度采用 LakeShore350 温控仪对冷指温度进行控制。

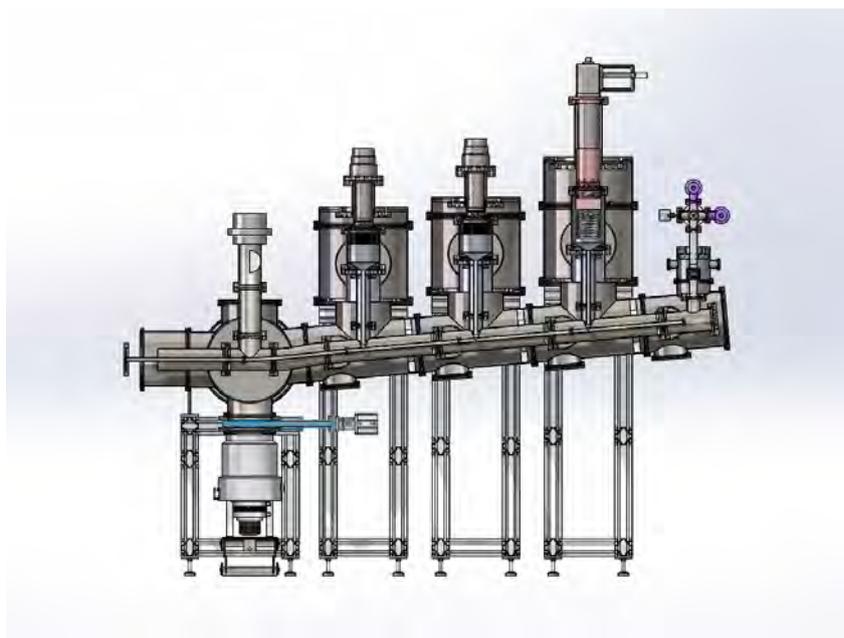


图 4-7 PandaX-4T 制冷系统剖面图

制冷系统主要结构与 PandaX-II 制冷系统构造相接近，主要的改进在于：

- 制冷机无氧铜扩展面积做了放大，其总换热面积相较于 PandaX-II 中提升了约 3 倍。详细的参数信息见表4-3。
- 将液氮制冷盘管放置于 RDK500B 无氧铜扩展面积下部，两模块耦合在一起，为有限的钢平台节省横向空间。
- 每个模块真空罩与主管道真空层之间用不锈钢隔板隔离，并通过添加 KF40

角阀可以对每模块单独抽真空，如图4-8，使得在更换制冷机活塞或修护过程中不会破坏整个系统真空造成漏热的大幅增加。通过漏热计算，每真空隔板的漏热量小于 5 W。

- 每个制冷机模块冷指下方增加一根 1/4 英寸不锈钢管道引出至外部气体系统中，见图4-8。一方面为了当不凝性气体，如氩气、氦气等，凝聚在顶部的冷指时，会造成冷指换热效率降低，则通过此管道可以将不凝性气体抽出以提高热交换效率。另一方面是用于实验运行之后可能需要的气相提纯或是气相在线精馏。
- 每模块下部真空层添加两侧及底部三个方向的操作手孔，用于安装内部气体管道 CF100 法兰以及维护与检漏等。
- 制冷系统支撑铝合金支架下部配有可移动式横梁，满足系统在狭窄空间内的移动与调节。

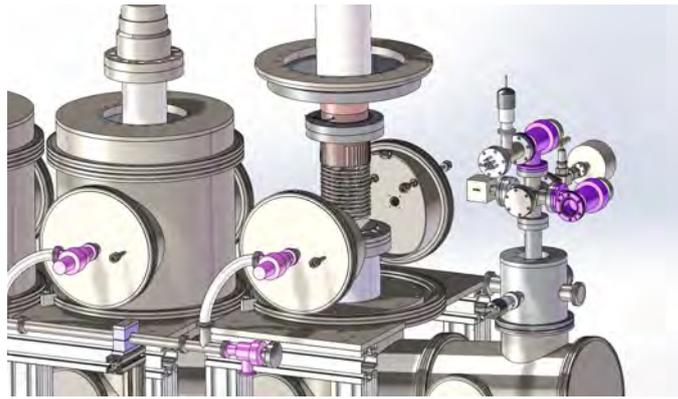


图 4-8 RDK500B 制冷模块内部结构

冷冻机模块放置于制冷系统与探测器相连的六通上部，冷冻机载冷剂酒精的不锈钢管道通过 CF16 法兰连接进入外真空层中，通过管壳式换热器液化氩气。

PandaX-4T 制冷系统的设计结构主要依托于 PandaX-II 制冷系统的成功经验，增加了不同的制冷模块，并对其结构进行了优化。在本章节4.5中将制冷系统的测试运行进行介绍。

	表面积 [m <sup>2</sup> ]	翅片长度 [mm]	翅片间距 [mm]	质量 [kg]
PandaX-II 冷指	0.13	46	8	4.5
PandaX-4T 冷指	0.40	118	4	9.5

表 4-3 无氧铜换热面积参数对照表

#### 4.4.2 循环系统结构

为了降低液氙抬升高度，将热交换器模块放置于探测器旁的支撑结构上，如图4-9。通过热交换器冷却后的氙仍通过漏斗进入由顶部制冷系统引下来的液氙管道，未完成液化的部分会沿气体管道进入制冷系统完成液化。

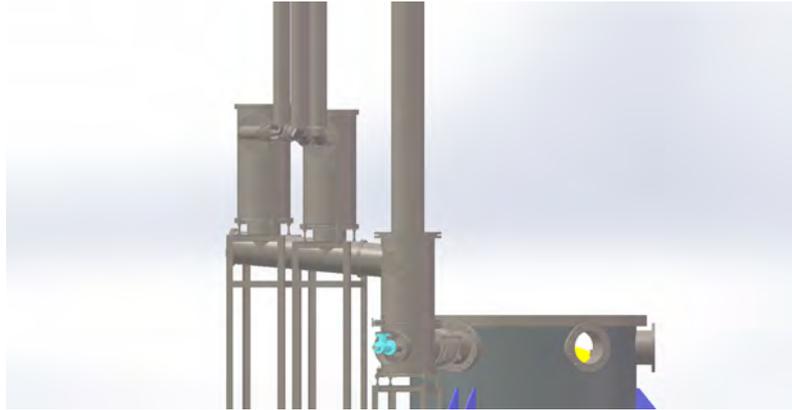


图 4-9 PandaX-4T 水下热交换器模块

左下角与探测器相连通部分的延伸即为对内腔体抽真空所用的角阀，为了防止在低温下的角阀泄露，采用全金属角阀密封。

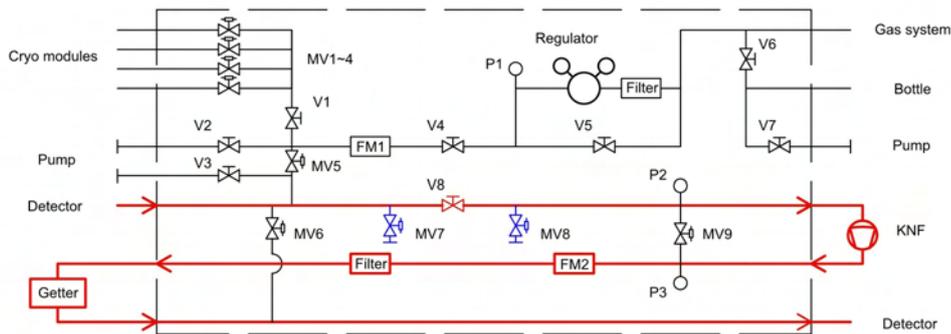


图 4-10 PandaX-4T 循环面板逻辑图

气氙管道出高纯水后进入循环面板中，如图4-10，由于管道逻辑完成相同，两支路循环均采用同样的面板设计。图中红色管路为循环系统运行管道，为了减少流阻，除必要位置使用手动阀外均采用内径为 32 mm 的不锈钢管道，接头形式采用 CF35 法兰。其中气动阀 MV9 作为 KNF 循环泵的旁通开启阀，利用泵后端压力

P3 作反馈报警对循环泵进行保护。蓝色管道作为探测器未来所用标定放射源注入管道，如  $^{83}\text{Kr}$ 、 $^{220}\text{Rn}$  或氙化甲烷等。

面板上部 MV1~4 即为连接至制冷系统管道，分别对应三个制冷机模块以及传感器模块。模块内不凝性气体可以通过面板回收至右侧气瓶当中。其余部分为与气体系统相连灌氙或回收管道。

为了耦合精馏系统满足液氙以及低流量气氙在线精馏要求，利用现有循环管道系统，通过增加部分管道配件满足主要需求。在线精馏与循环耦合的主要两个担忧在于 KNF 循环泵引入的放氙以及精馏塔引入的电负性气体。前者需要 KNF 泵位于精馏系统前端，其释放的氙气可以通过精馏系统进行衰减。后者则需要提纯器位于精馏系统后端，用以去除精馏系统可能引入的电负性气体。但考虑到精馏系统与探测器压力接近，则精馏系统出口端仍需要通过循环泵提供动力送回氙气至探测器中。

循环系统配件与管道系统已全部搭建完成，试装配以及检漏通过。图4-11展示了循环系统中水下的热交换器模块实物图，等待下一步的氙气循环测试。



图 4-11 循环系统热交换模块实物图

#### 4.4.3 气体回收存储系统结构

PandaX-4T 氙存储系统仍采用气相存储方式，采用 16 瓶 40 L 铝瓶作为一组阵列，共八组阵列。每一组阵列通过各自操作面板整体监控以及控制气瓶的压力与开闭，并通过地秤时刻监控整体的质量变化。

随着探测器内液氙质量的提升，回收阶段仅通过液氮冷阱方式回收速率远达不到要求，同时为了节约人力需求采用回收泵是最佳选择。为防止在回收过程中产生的氙气污染，回收泵采用金属隔膜压缩泵。金属隔膜压缩泵的优势在于与氙气接触部分为全金属，减少了对氙气引入的放气影响。系统最终采用美国 PPI 公司生产的 4LX 型隔膜压缩机，工作流量为  $18 \text{ m}^3/\text{h}$  ( $100 \text{ kg/h}$ )，出口压力可达到  $6 \text{ MPa}$ 。图4-12为压缩机图片。目前正处于测试运行中。



图 4-12 PandaX-4T 回收系统所用高压回收泵

$100 \text{ kg/h}$  的回收流量需要探测器满足  $2 \text{ kW}$  的热量负荷，基于 PandaX-II 制冷系统回收速率，即使向外真空内灌入常温氮气破坏真空，仅可提供约  $300 \text{ W}$  的热量。在不锈钢内罐外层焊接酒精盘管，利用常温液体酒精对探测器进行加热。盘管采用宽度为  $18 \text{ mm}$  的不锈钢槽钢，总长度约为  $3 \text{ m}$ ，即换热面积  $S$  约为  $0.06 \text{ m}^2$ 。通过式4-4大致估计酒精所用流量。

$$T_{alcohol} = T_{Xe} + \frac{Q \cdot h_{SS}}{\lambda_{SS} \cdot S} \quad (4-4)$$

$$F_{alcohol} = \frac{Q}{C_{alcohol} \cdot \rho_{alcohol} \cdot \Delta T}$$

其中  $T_{alcohol}$  与  $T_{Xe}$  分别为酒精侧与液氙侧的平均温度，其中液氙测温度约为  $178 \text{ K}$ 。  $h_{SS}$  与  $\lambda_{SS}$  分别为不锈钢内罐的厚度  $7 \text{ mm}$  与导热系数  $16 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ ，  $C_{alcohol}$  与  $\rho_{alcohol}$  分别为酒精的比热容  $2.4 \text{ kJ}/(\text{kg} \cdot \text{K})$  与密度  $800 \text{ kg}/\text{m}^3$ 。  $\Delta T$  为酒精出入端的温差。可以得出当进料酒精为  $10^\circ\text{C}$  时，酒精出口温度与流量分别为  $193 \text{ K}$  与  $1.1 \times 10^{-2} \text{ L/s}$ 。实际运行时仍需要对酒精流量进行测试。

当出现紧急停电情况时，需要对探测器内液氩进行回收，则类似于 PandaX-II 的低温回收模块仍配备于气体系统之中。

## 4.5 制冷机测试运行

上述已对制冷与循环系统的设计与结构进行了介绍，下面将对制冷机单独的测试运行进行介绍。而下节中再对制冷系统整体测试运行进行介绍。

### 4.5.1 制冷机制冷量测试

对制冷机制冷量测试主要为了得出其在液氩温度的制冷量变化，以及通过调整 PID 模式参量观察温度的稳定情况。



(a) 制冷机测试系统外部图



(b) 制冷机测试系统内部图

图 4-13 制冷机测试系统

制冷机制冷量测试需要的部件与制冷系统实际运行中类似，主要部件为制冷机，冷头无氧铜扩展面积，加热棒，温度计以及外部真空罩，其中加热棒放置于扩展面积中，外真空罩中放置 5 层降低辐射漏热的低温真空绝热纸。由于不需要对气体进行液化，则不需要装配内部腔体。图4-13分别为测试系统构造与内部构造。

通过采用不同型号加热棒对制冷机测试过程中发现 LakeShore 加热棒的故障率最低，所以之后测试中均采用 LakeShore 加热棒为加热设备。外真空罩采用真空泵组保持测试过程中真空度低于  $10^{-3}$  Pa。测试过程中距离冷头 0.1 m 处的噪音约为 70 dB，认为可以满足实验室噪音要求。

测试过程分为两种，第一种将制冷机开启后，使得制冷机冷头运行在最低温度，然后通过 LakeShore350 对冷头温度进行逐步提升，观察加热量与温度的变化。

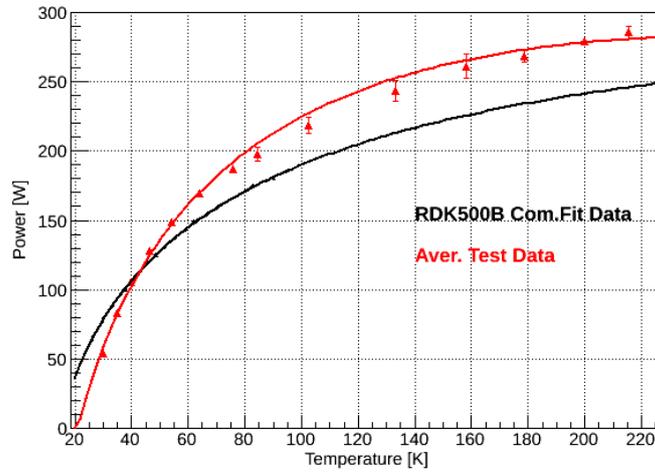


图 4-14 RDK500B 制冷机制冷功率测试曲线

第二种即为首先将冷头温度控制在较高温度时测试制冷量，在通过温度控制缓慢降低温度，观察加热量与温度的变化。对两台制冷机分别进行了三次温度曲线测试，如图4-14以及图4-15所示。

图中黑色曲线为通过公司提供的 80 K 以下数据点拟合后的制冷功率曲线<sup>[69]</sup>，红色点即为三次测试运行中平均功率以及从中得出的实验误差。

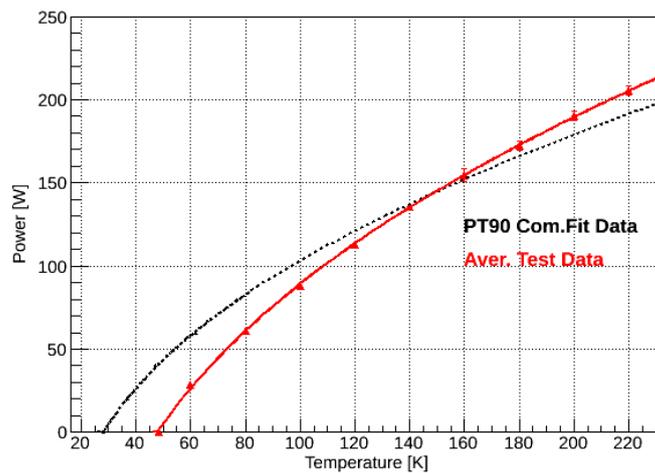


图 4-15 PT90 制冷机制冷功率测试曲线

可以发现测试制冷量在低温下制冷量低于公司测试值，但在高温区测试曲线高于公司测试值。这是由于两者测试过程中采用不同的测试方式以及加热设备导致的误差，在更加重要的液氦温区中，RDK500B 与 PT90 制冷机在 178K 时制冷

量分别为 273 W 与 171 W。

此外，实验记录了 RDK500B 制冷机无加热棒加热情况下的降温与升高过程，分别如图4-16所示。左图中两种红色与蓝色曲线分别对应冷头温度与无氧铜扩展面积上的温度，可以发现随着温度的降低，两者之间的温差逐步增大。制冷机降低至最低温度大约需要 32 分钟。右图代表当氦气压缩机停止工作后，冷头温度的上升情况。发现需要经过大约 15 小时后温度上升 170 K，测试整体无氧铜质量约为 5 公斤，则系统升温过程中的平均漏热约为 6 W。

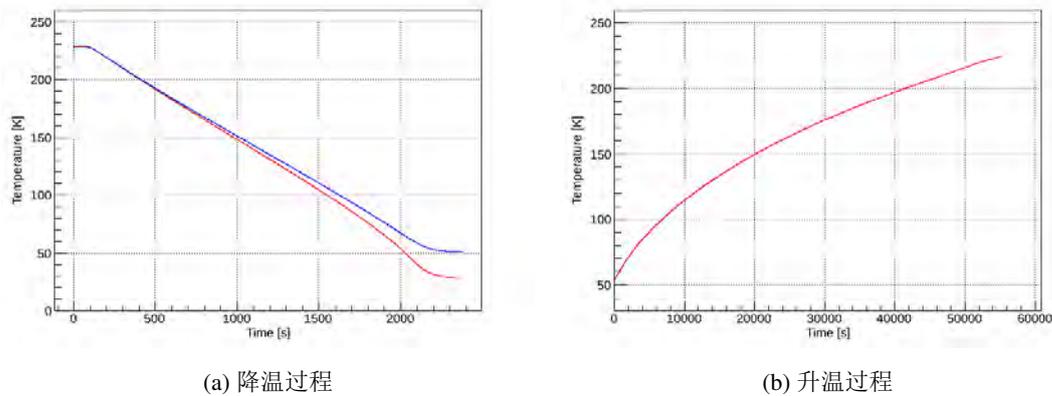


图 4-16 RDK500B 制冷机降温与升温过程温度变化

#### 4.5.2 PID 控制

此外在实验中发现，调节不同 PID 参数对温度与加热量的变化趋势起着重要的作用。式4-5显示了 LakeShore 仪表的 PID 控制函数<sup>[165]</sup>，其中变量  $e$  代表设定温度与读出温度之差，函数中包含比例项系数  $P$ ，积分项系数  $I$  以及微分项系数  $D$ 。

$$\text{Heat output} = P \left[ e + I \int (e) dt + D \frac{de}{dt} \right] \quad (4-5)$$

了解 PID 参数的作用对调节温度变化尤为重要，而且对了解双冷头制冷的影响也有着重要的作用。图4-17分别显示了制冷机测试过程中调节温度时，温度与加热量的变化趋势。说明在此 PID 参数选择时比较符合实际运行条件，温度与加热量可以很快达到稳定状态，采用 PID 值分别为 100，20 与 1。

由 PID 温控原理可知，当比例系数或积分项系数过大时，温度波动加剧反而难以达到稳定状态。图4-18展示了当系数不符时，温度与加热量的波动变化。

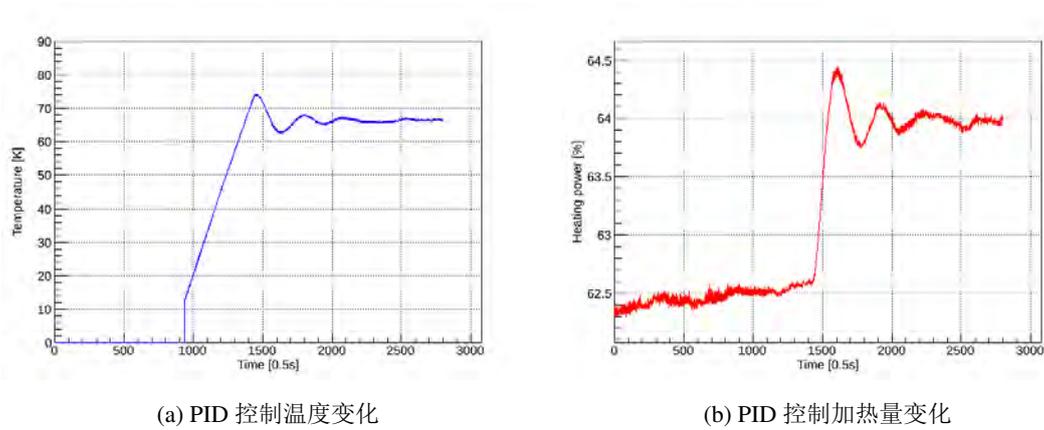


图 4-17 PID 控制 RDK500B 温度调节

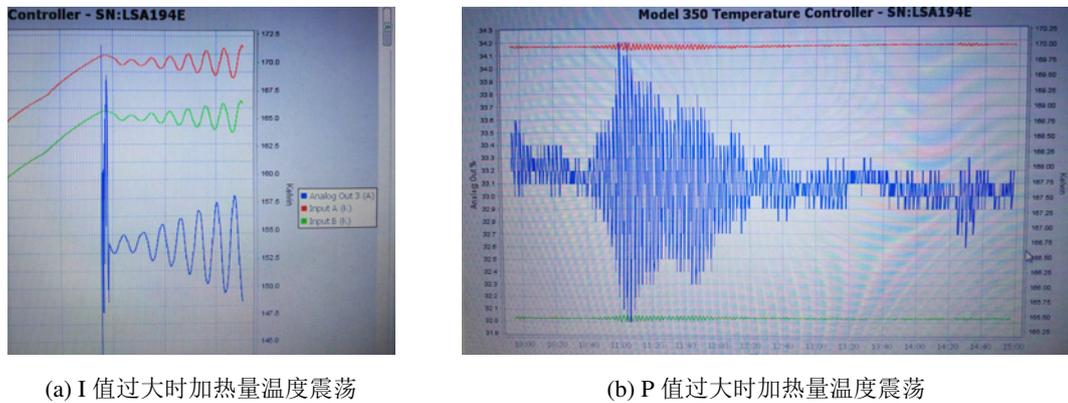


图 4-18 PID 参数变化对加热量温度影响

#### 4.5.3 接触面处理工艺

冷头与无氧铜扩展面积之间为金属金属接触，如果接触热导过大会导致两侧温差过大造成制冷机制冷量的降低。主要研究了三种不同条件下的温差效应，分别为无氧铜的表面粗糙度，低温导热脂以及两者压紧力，其中表面粗糙度并未采用专业设备测量，通过砂纸打磨作为定性判断标准，而压紧力则通过螺栓扭矩代表。

表4-4展示了不同情况下接触面两侧的温差关系。

从表中可以发现，表面粗糙度以及低温导热脂对热传导有着重要的影响，热传导两侧表面光滑且均匀涂抹低温导热脂可以有效降低两侧温差。而随着两个接触面之间压紧力的提升，温差反而增大。

在测试运行后拆卸无氧铜扩展面积发现，由于压紧螺栓位于圆形的外侧边缘，压紧力的提升会导致低温导热脂被过度挤压而变得不均匀，导致部分区域低温导

序号	表面处理	导热脂	扭矩 [N·m]	稳态温差 [K]
1	未打磨	无	4	12.08
2	打磨	无	4	3.93
3	打磨	有	4	0.69
4	打磨	有	5	1.16
5	打磨	有	6	1.45

表 4-4 温差与铜表面处理工艺关系表

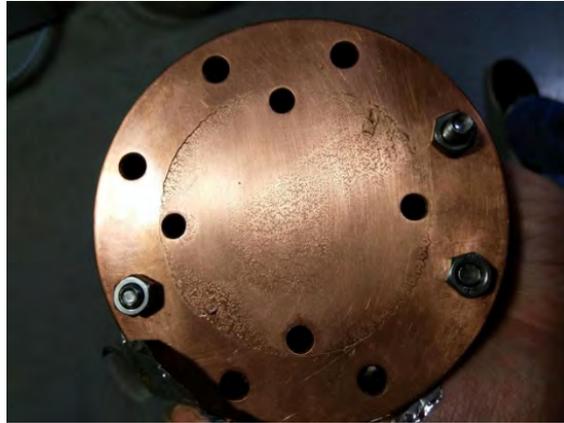


图 4-19 无氧铜扩展面积中低温导热脂分布

热脂无法有效接触两个表面，或部分位置低温导热脂的厚度增加，从而导致了热阻的增加。则在后续实验中并不需要对传导面过度压紧，其重点在于令低温导热脂尽可能多的接触到两个表面。

图4-19展示了当无氧铜扩展面积拆卸后低温导热脂的分布，可以明显看出其分布在整个表面并不均匀，且边缘位置存在被挤出现象。

#### 4.6 制冷系统整体测试运行

制冷系统配件加工完成后，于上海实路公司进行了搭建并进行了灌氦测试。制冷设备采用未在制冷机测试中运行过的脉管制冷机 PC150，以及 RDK500B 制冷机，并通过两者运行观察双冷头工作下的压力及加热量变化。本节中将详细介绍制冷系统测试过程，以及通过测试得出的重要信息。

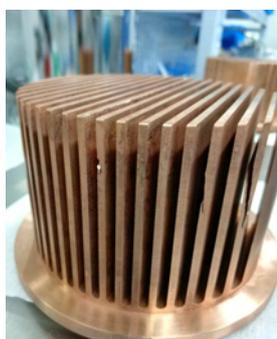
#### 4.6.1 制冷系统搭建与测试流程

制冷系统的搭建步骤是以底部三层管道为基础开始搭建，由内向外先将液体管道装配至气体管道中，并依次装配相应的外真空层部分。



图 4-20 主要管道部分搭建完成

当全部管道部分装配结束后，再对每一模块进行装配，如图4-20。无氧铜扩展面积以及加热棒所在的无氧铜部分会首先装配，如图4-21所示，之后通过外部 O 型不锈钢环对内部气体腔体进行压紧密封。



(a) 无氧铜扩展面积



(b) 加热棒无氧铜部分



(c) 制冷机冷头装配

图 4-21 制冷模块部件装配

之后将冷头部分安装于模块单独的真空罩中，涂抹低温导热胶后将真空层部分密封。最后将加热棒，内部温度传感器等连线通过航空插头接出，并组装真空泵组与氦气压缩机等配件。搭建完成的制冷系统如图4-22所示。

测试主要目的为了检验制冷系统的密封性，制冷机运行状态以及研究双冷头制冷的耦合问题。下面将对测试结果进行分类介绍。

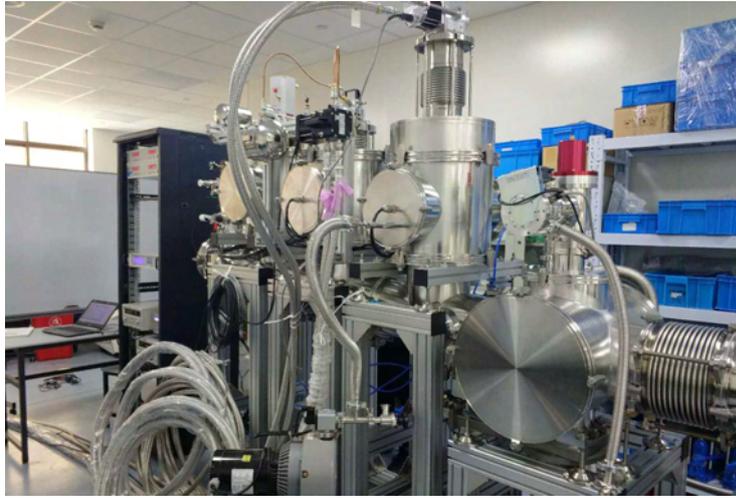


图 4-22 制冷系统搭建图

#### 4.6.2 制冷系统中制冷机功率变化

系统预冷灌氦前，内腔体与外真空层的真空度分别为  $2.5 \times 10^{-5}$  Pa 与  $1.2 \times 10^{-3}$  Pa。并进行了氦质谱真空检漏，没有发现大于  $10^{-11}$  Pa·L/s 的漏点。

对制冷机制冷量的测试方法与上节中相同，但由于冷头已经安装在制冷系统中，存在的漏热与冷头接触面情况均有所不同，仍需要研究制冷机制冷量的变化。此外不同于在上海交通大学实验室中采用流通水作为氦气压缩机的冷却水，在此次系统整体测试中采用水冷机作为氦气压缩机的水冷供应，但由于水冷机功率有限导致只能维持单台压缩机的工作，且水温维持在 27 度左右。

在制冷机单独测试中并未对脉管制冷机 PC150 进行制冷量的测试，对 PT90 进行测试并与 PandaX-II 制冷系统中 PC150 测试结果进行对比，如 4-23 左图。以及 RDK500B 测试结果，如 4-23 右图。

从左图中可以发现 PC150 制冷功率曲线更加趋近于直线变化，且在液氦温区制冷量大于 PT90。原因在于 PC150 脉管制冷机增加了氦气库以提高了制冷量，且冷头顶部采用水冷方式降温，而 PT90 冷头部分没有采用任何冷却方式。由于测试条件存在差异，制冷量高于在 PandaX-II 制冷系统中测试。右图中可以发现制冷系统中制冷功率低于单独的制冷机测试，原因可能是漏热量以及冷却水温度的增加导致。

此外，当冷头附近没有包裹多层绝热材料时，PC150 冷头降温过程中出现明显拐点，温度大约在 190 K 左右，如图 4-24 所示。其中红色曲线代表没有冷头水冷的情况，蓝色曲线代表有冷头水冷的情况，黑色曲线代表包裹多层绝热材料后的情况。包裹多层绝热材料后制冷机的最低温度有明显降低，且在 190 K 时不再

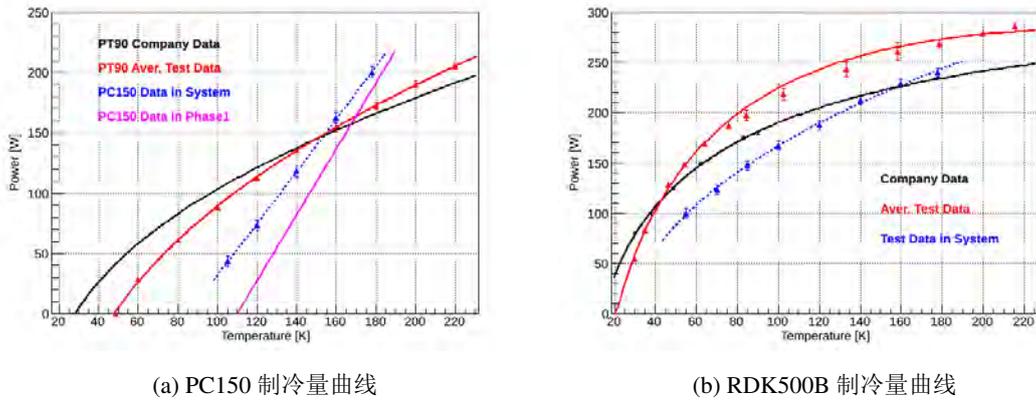


图 4-23 制冷系统中制冷机制冷量测试曲线

出现拐点。

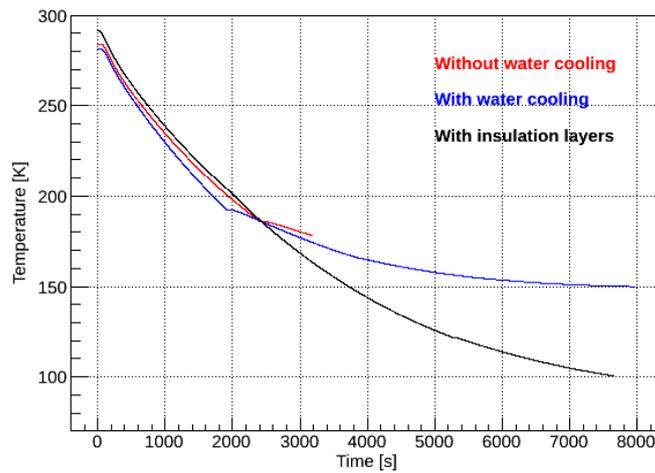


图 4-24 PC150 降温曲线

#### 4.6.3 单冷头制冷

当发现制冷机无法对氙气进行有效液化后，向系统内部充入 2.8 Bar 的氙气并通过单一冷头进行降温。测试过程中为了防止两台制冷机发生干扰，当其中一台制冷机完全停止工作后再开启另外一台制冷机。

值得注意的是，由于系统漏热较少，导致在第二台制冷机达到工作温度时，另外一台制冷机的冷头温度仍处于低温状态，可能对系统漏热与稳态造成影响。为了研究另外冷头温度对系统的影响，还测试了不同冷头温度下的另外一台制冷机

运行工况，发现冷头温度并不会明显降低漏热量或是降低系统压力。则后续中将不会再对此进行说明。

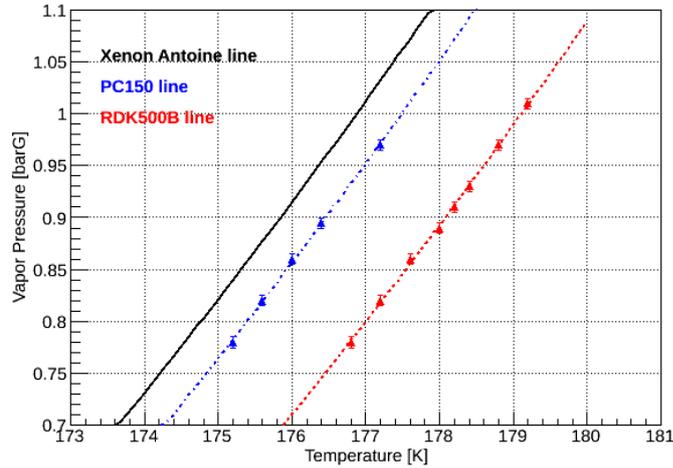


图 4-25 单冷头工作时温度与压力关系

图4-25显示了单冷头工作时冷头温度与系统压力的关系，其中黑色曲线为通过氙气的安托因方程计算得出的饱和蒸气压曲线，红色与蓝色曲线分别对应PC150与RDK500B制冷机。两台制冷机曲线的差别主要来源于温度传感器的读出误差，而普遍低于安托因方程曲线则应受到漏热量与热交换效率的影响。在后续双冷头测试中通过两冷头温度差值 1.13 K 来修正温度读出，以研究在同样温度下的制冷量分配关系。

此外测试了当系统内有氙气存在时制冷机制冷量在液氙温区的变化，如图4-26所示。其中红色实线代表上小节中得出的真空状态下RDK500B制冷量曲线，红色点与虚线为存在氙气时的测试实验结果，蓝色代表PC150数据。通过两者关系可以分别得出当RDK500B以及PC150工作时系统漏热量，分别为 $29.0 \pm 0.2$  W与 $32.6 \pm 0.2$  W。两者漏热量比较接近，之间的差值可能来源于模块间漏热的不同以及温度计读出误差造成的漏热量变化。

#### 4.6.4 双冷头制冷

PandaX-4T 制冷系统稳定运行过程中由于制冷量需求可能高于 200 W，但冷头无法维持系统运行，则需要同时开启双制冷机以满足系统的需求。但我们担忧双冷头工作有可能会造成制冷量的分配不均，甚至造成一方制冷而另一方加热量非常高的情况。于是本节中将对双冷头制冷维持压力稳定进行研究。此外，灌氙

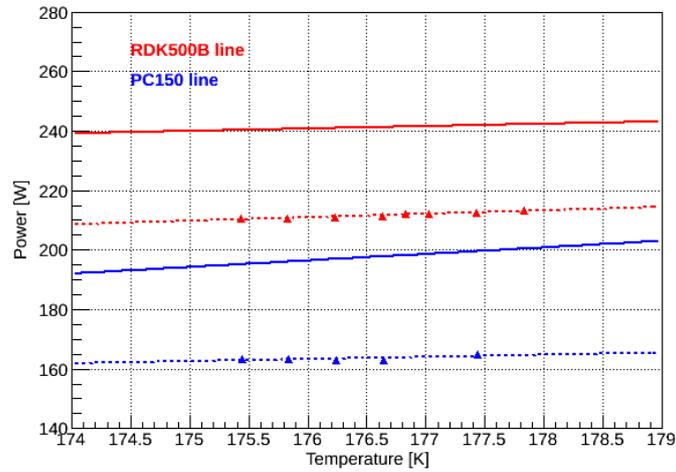


图 4-26 单冷头工作时制冷功率与温度关系

过程中虽然制冷量需求高于稳定运行状态，同时运行制冷设备更多，但由于对系统内部压力与温度的稳定性要求更低，此处不予考虑。

首先当单冷头 PC150 稳定工作在温度为 176.7 K 时，将另一台 RDK500B 打开并将设定温度调为 178 K，观察最终稳态时制冷量是否会平均分配。之后，当温度与系统压力稳定后将 PC150 的设定温度调为 176.3 K，等待加热量稳定后，将 PC150 温度再调为 176.5 K 并再次等待系统稳定，观察两个冷头加热量、温度以及系统压力的变化。图 4-27 展示了操作流程中两个冷头温度与加热量的变化趋势。

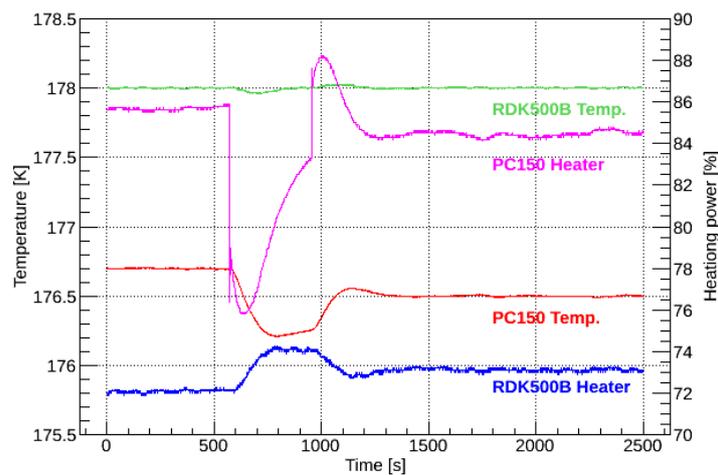


图 4-27 双冷头工作状态参数变化

图中可以发现现在时间为 600 s 时，将 PC150 的温度调为 176.3 K，由于设定温

度与读出温度存在差值, PC150 的加热量随之降低。同时 RDK500B 的加热量随之升高。当在 1000 s 时, PC150 的温度调为 176.5 K, 其自身加热量升高而 RDK500B 加热量降低, 并最终稳定在新的值。说明当双冷头温度发生改变时, 两者的加热量(制冷量)会随着温度的改变而发生重新分配。

表4-5展示了三种稳态下各系统参数的对比。可以得出双冷头稳态时总制冷量大于单冷头运行, 原因在于双模块运行于低温状态增加了系统漏热。而且可以通过降低其中一台冷头的温度而使得该冷头的制冷量得到提升。此外, 系统压力由于漏热量的增加而产生增长, 且液氦温度与系统压力成比例关系。

工作状态	PC150 单独工作	双冷头稳态 1	双冷头稳态 2
PC150 温度 [K]	176.77	176.7	176.5
PC150 制冷功率 [W]	34.85	16.17	19.13
RDK500B 温度 [K]	186.5	178	178
RDK500B 制冷功率 [W]	/	25.58	17.26
系统压力 [BarG]	0.91	0.89	0.88
液体温度 [K]	187	189.4	186.5

表 4-5 双冷头工作稳态参数表

说明双冷头工作模式不会出现双方产生制冷量与加热量对抗的情况, 且可以通过调节冷头温度以分配制冷量, 控制系统压力。之后利用上述基础对参数进行了多次调整运行。为了更方便的认识制冷量的分配关系, 两冷头温度设定时消除 1.13 K 的读出误差。

图4-28为多次调节制冷系统双冷头温度情况下, 制冷量以及系统参数的变化, 每个参数点均为系统稳定 20 分钟后的数据。实验过程中, 首先将双冷头温度设定为 177.5 K, 然后以 0.5 K 为单位依次降低 PC150 与 RDK500B 的设定温度, 直到双冷头温度均达到 175K。然而当两冷头温度均达到 175 K 后, 即第 12 步时 PC150 氦气压缩机压缩机因水冷流量降低而造成压缩机过热报警, 恢复供水后以同样温度梯度依次改变 PC150 与 RDK500B 的设定温度。图中可以发现虽然各项参数总体变化趋势大致相同, 但在水冷流量变化前后仍有所不同。

双冷头制冷量的分配随着设定温度的改变而改变, 且改变温度变化过程不会影响最终制冷量的分配比例。降低其中一台制冷机设定温度时, 其加热量会减少相应的制冷量上升, 总漏热不变的情况下使得另外一台制冷机的制冷量下降, 其重复性可以实现。相同温度下制冷量分配比例并非 1:1 的原因可能在于模块之间

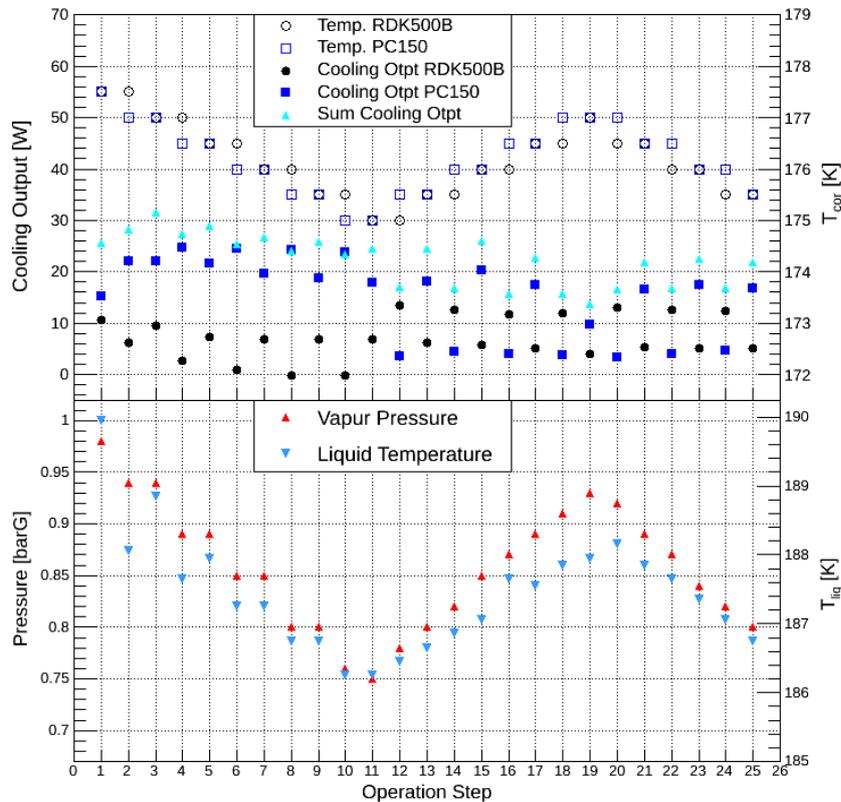


图 4-28 双冷头工作时设定温度调节参数影响

的漏热不同或温度计读出仍存在 0.5 K 以下的误差。

此外在第 8 步时发现，当 RDK500B 的制冷量输出为零时，系统总体漏热仍保持比较稳定且等于此时 PC150 制冷量输出，说明在这种温度差别情况下不会出现双冷头制冷量与加热量相互干扰的情况。温度的设定不均造成的最差结果是一台制冷机不提供制冷量，而另外一台提供系统所需的全部制冷量。但当一台制冷机制冷量无法满足系统需求时，则另外一台制冷机将会降低加热量以弥补制冷量需求。

下面对双冷头制冷模式进行分析。当气氙与液氙两相态同时存在时，系统内压力为冷头无氧铜扩展面积的气氙液化过程以及漏热量引起的液氙气化过程共同决定。但由于扩展面积存在一定的热交换效率，冷头表面会形成一层液膜并造成两侧温差的存在，则系统内压力将高于理论氙气在此温度下的饱和蒸气压。而随着系统漏热量的增加，冷头制冷功率的提升会造成液膜厚度增加以及外侧温度升高，导致系统压力相应升高。通过改变循环流量对 PandaX-II 制冷系统总体漏热量进行改变，观察当冷头温度设定不变时系统压力与冷头加热量的关系，如图 4-29 所

示。

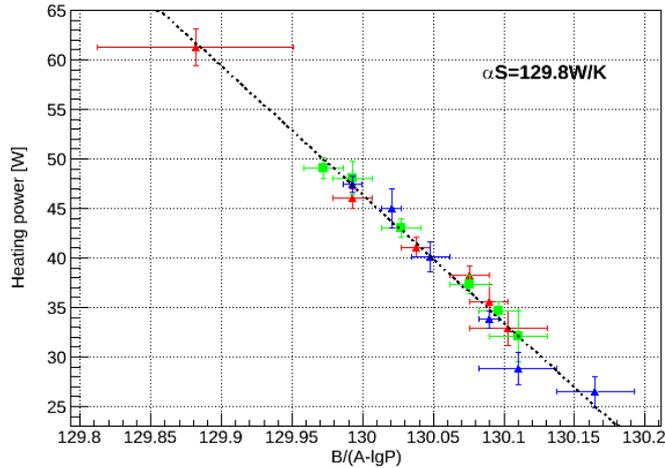


图 4-29 PandaX-II 制冷系统冷头加热量与系统压力关系

其中横轴为利用氙气安托因方程得出的与压力相关的系数，纵轴为冷头加热量，可以得出 PandaX-II 所用无氧铜扩展面积的平均给热系数为 129.8 W/K。考虑 PandaX-4T 制冷系统冷头无氧铜扩展面积相同均为 PandaX-II 所用的 3 倍，则其平均给热系数约为 400 W/K。

系统内压力是漏热量与制冷量的表现。所以当双冷头同时工作的情况下，如果双冷头设定温度相同，而由于外接压力相同，则形成液膜厚度相同，总输出制冷功率应该相同。而当其中一个冷头的设定温度低于另外一个冷头时，其表面液膜厚度增加并且制冷量相应增加，另外一个冷头表面的液膜厚度将减少制冷量降低。如果出现系统气氙温度低于其中一台冷头的设定温度时，则其将不再提供制冷量，而由于气氙导热系数较差，则不会将冷头的热量过度的引入系统当中，这在单冷头工作而另外一台冷头保持室温时可以发现。同时 PID 温控模式保障了温度调节过程中温度的相对稳定，最终加热量的变化即为温度变化时间内的积分项。

综上所述，PandaX-4T 制冷系统的双冷头运行模式应在未来正式探测器运行时可以为系统的压力稳定提供足够的制冷量，同时可以通过调节双冷头设定温度调整系统压力满足探测器需求。

本章中详细介绍了 PandaX-4T 制冷循环系统的计算设计以及制冷系统的测试运行，等待最终的现场安装运行。

## 第五章 PandaX-4T 精馏系统设计

相比于 PandaX-II 暗物质探测实验, PandaX-4T 的总液氙质量提升为 6 吨, 以 PandaX-II 精馏系统的运行流量 5 kg/h 将需要漫长的时间完成全部氙气的精馏。而由于商业氙气中氦含量升高为 0.5 ppm 以及探测器对氦本底要求的提高, 原先 3 个数量级的氦衰减系数也无法满足要求。此外, 探测器内氦含量也是影响本底的主要来源之一, 一旦探测器构建完成, 缺乏有效手段对液氙内氦气的去除会成为巨大的隐患。基于对于氦氙分离的成功经验, 利用精馏手段对氙气中氦气本底的去除也将作为必要考量。本章将首先介绍 PandaX-4T 精馏系统的设计理念, 然后分别对氦氙精馏与氦氙精馏进行设计计算与模拟, 利用 10 kg/h 的运行流量将氦含量降低至 0.01 ppt, 最后将介绍精馏系统结构以及不同运行工况下的工艺流程。

### 5.1 PandaX-4T 本底要求

WIMP 与液氙原子核发生碰撞的概率非常低, 提升探测介质的容量与降低探测器本底对于暗物质探测灵敏度的提升起到关键性的作用, 也是世界上暗物质探测团队对探测器升级与改进的重点部分。由于锦屏地下实验室的岩石屏蔽效果很好, 宇宙线对于中子本底的影响可以忽略不计, 探测器中子本底的信号主要来源是材料中的铀、钍等元素通过  $(\alpha, n)$  与自发裂变所产生的中子。而电子本底信号的来源主要是探测器材料的放射性污染, 偶然泄露事例以及液氙中内在的放射性同位素, 比如  $^{85}\text{Kr}$ ,  $^{222}\text{Rn}$  以及  $^{136}\text{Xe}$  等。其中在 PandaX-II 暗物质探测实验中起主要影响的本底来源是探测器材料的放射性以及  $^{85}\text{Kr}$ 。PandaX-4T 暗物质实验的本底目标是在两年的取数中, 经过数据筛选后的总本底事例数应小于 5 个, 其中电子反冲事例应小于 2.5 个。

低本底材料的严格选择是搭建探测器前的重要任务, 随着液氙容量的提高, 探测器所用材料的质量与表面积无法避免的有相应的增加, 对于材料的放射性则必须有着更高的要求。高纯锗探测器对 PandaX-4T 探测器构建所有材料进行了严苛的放射性本底测量与选择, 并且基于 Geant4 框架的蒙特卡洛模拟通过计算机重构探测器内部的物理事例, 进而推算相应本底对探测区域的影响。此外, 基于 RAD7 探测仪的氦气探测器也对小体积的样品进行放氦率的测量与材料的筛选。通过测量与模拟, 其中影响最为关键的是有着巨大质量的探测器低本底不锈钢筒体以及距离探测区域较近的光电倍增管阵列, PandaX-4T 总的构建材料对探测区域中电

子反冲本底的影响为  $0.02 \text{ mDRU}(10^{-3} \text{ events/day/kg/keV})$ 。

液氙内在放射性同位素弥漫于整个探测容积中，其本底信号在探测区域中会呈现均匀性分布，相较于液氙本身对于材料放射性的阻挡作用，内在放射性同位素的控制更为重要。在 PandaX-II 实验中，利用 PandaX-II 精馏系统可以将氙本底含量降低至  $0.2 \text{ mDRU}$ ，但是这个数值无法满足 PandaX-4T 的本底要求。PandaX-4T 中对于氙本底的要求为  $0.005 \text{ mDRU}$ ，考虑到  $^{85}\text{Kr}$  在  $^{nat}\text{Kr}$  的丰度为  $2 \cdot 10^{-11}$ ，即要求氙在液氙中的摩尔比为  $0.1 \text{ ppt}$ 。液氙中氙本底的来源是探测器表面材料中  $^{238}\text{U}$  与  $^{232}\text{Th}$  的衰变进而释放至液氙中，氙本底控制的主要关键是限制探测器材料中的铀，钍含量。PandaX-4T 对氙的本底目标为  $0.011 \text{ mDRU}$ ，对应于液氙中含量  $1 \mu\text{Bq/kg}$ 。表5-1显示了 PandaX-4T 对于电子反冲以及中子反冲本底的模拟与要求。

本底来源	电子反冲 [mDRU]	中子反冲 [mDRU]
探测器材料	$0.0210 \pm 0.0042$	$2.0 \pm 0.3 \cdot 10^{-4}$
$^{222}\text{Rn}$	$0.0114 \pm 0.0012$	-
$^{85}\text{Kr}$	$0.0053 \pm 0.0011$	-
$^{136}\text{Xe}$	$0.0023 \pm 0.0003$	-
中微子	$0.0090 \pm 0.0002$	$0.8 \pm 0.4 \cdot 10^{-4}$
总计	$0.049 \pm 0.005$	$2.8 \pm 0.5 \cdot 10^{-4}$

表 5-1 PandaX-4T 本底模拟与要求，表格来自<sup>[160]</sup>

## 5.2 设计目标

本节将分别介绍对氙中氙氫提纯的精馏原理，运用方法以及 PandaX-4T 精馏系统设计目标。

在同一温度下，氙、氫与氙的饱和蒸气压是不同的。对于单一组分的两相态，其饱和蒸气压会随着温度的升高而变高，对于混合组分的两相态，同样温度下饱和蒸气压较高的组分更易变为气相，称之为易挥发组分，而饱和蒸气压较低的组分更易变为液相，称之为难挥发组分。图5-1是利用三种组分的安托因方程，饱和蒸气压与温度的关系。可以发现在一个确定温度下的气液平衡态中，相对于氙而言，氙更易在两组分分离中富集于气相，而氫更易富集于液相，而分离的比率取决于易挥发组分与难挥发组分在此温度下饱和蒸气压之比，称之为相对挥发度  $\alpha$ 。

M-T 方法<sup>[166]</sup>是为了分析两相混合物在精馏塔中的分离，进而用图形的方法直观的展现分离过程中各组分比率变化的方法。精馏塔结构主要包含三个部分，顶

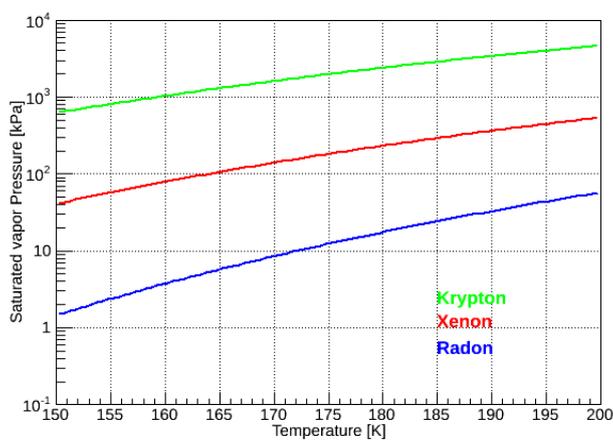


图 5-1 氪、氙与氡的饱和蒸气压曲线

部冷凝器 (Condenser)，底部再沸器 (Reboiler) 以及中部进行气液交换的塔体。对于单一进料位置，精馏塔以进料点位置分为上部的精馏段 (Rectifying section) 以及下部的提馏段 (Stripping section)，且认为进料点的组分浓度与进料一致。

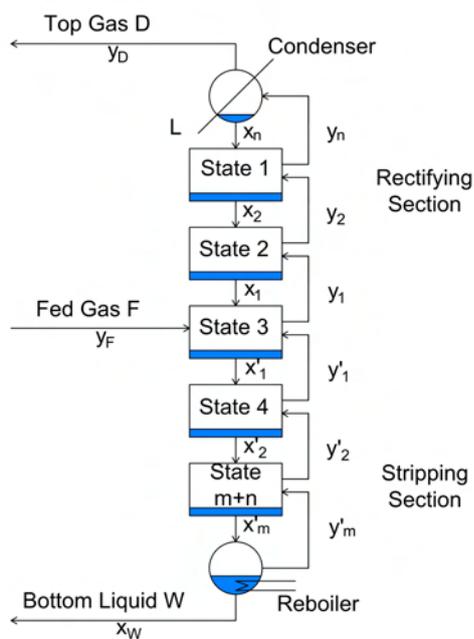


图 5-2 精馏塔基本流程图

基本的精馏塔运行流程如图5-2所示，中间每一块代表一个气液平衡态。在持续平衡精馏中，原料以流量  $F$  进于塔体位置，其中的易挥发组分浓度为  $y_F$ ，进料的液相分率为  $q$ ，在精馏流程中，可以是全气相进料或是全液相进料，也可以控制液相分率的值。易挥发组分聚集于冷凝器顶部，以流量  $D$  馏出，其中易挥发组分含量为  $y_D$ 。上升蒸汽被冷凝器制冷设备液化后流至塔体的流量为  $L$ ，液化量与顶部出料量之比称为回流比  $R = L/D$ ，是精馏中影响提纯效果非常重要的参数。底部再沸器液体以流量  $W$  流出，其中易挥发组分含量为  $x_W$ 。运行中需要满足物料守恒方程5-1，即进出料总量不变，易挥发组分总量不变。

$$\begin{aligned} F &= D + W \\ F \cdot y_F &= D \cdot y_D + W \cdot x_W \end{aligned} \quad (5-1)$$

对于填料塔，会人为的将一段高度的填料层认为是一个气液平衡态，这个高度称之为理论塔板高度  $HETP$ ，每一层称为一块塔板。理论塔板高度会受到填料结构、提纯物质以及工作状况的影响，确定理论塔板高度的确切数值对提纯效果的计算有着非常重要的作用。利用每层塔板的物料守恒与气液平衡分配关系，可以得到精馏段运行方程与提馏段运行方程。分别将气液平衡曲线，精馏段与提馏段运行曲线画于  $M-T$  图中，从中可以直观的判断精馏塔运行中每一层塔板上组分的分配关系。

$$\begin{aligned} y_i &= \frac{\alpha \cdot x_i}{1 + (\alpha - 1)x_i} \\ y_{n+1} &= \frac{R}{R+1}x_n + \frac{1}{R+1}y_D \\ y_{m+1} &= \frac{L+qF}{L+qF-W}x_m - \frac{W}{L+qF-W}x_W \end{aligned} \quad (5-2)$$

对于已知回流比，进料液相分率与流量关系的精馏塔，公式5-2分别代表了气液平衡方程，精馏段运行方程与提馏段运行方程。其中  $x_n$  代表了冷凝器之下精馏段第  $n$  块塔板下降液相中易挥发组分的摩尔分数， $y_{n+1}$  代表第  $n+1$  块塔板上升气相中易挥发组分的摩尔分数。 $m$  代表从进料塔板下面第  $m$  块塔板， $x$  与  $y$  代表含义与精馏段相同。

PandaX-4T 精馏系统的主要设计目标与基本理念如下：

- 系统首要满足 PandaX-4T 液氙对于氦本底的提纯要求，将商用原料氙中的氦含量由 0.5 ppm( $10^{-6}$  mol/mol) 的降低至 0.01 ppt( $10^{-12}$  mol/mol)，并且提纯流速需满足 10 公斤每小时，回收率为 0.99。

- 系统以氦精馏主要参数构建主要部件，并利用其部件系统计算对氦气的提纯效率，利用同一台精馏系统，满足对氦与氡的精馏提纯；
- 与 PandaX-4T 探测器耦合，满足稳定实验过程中对氦以及氡的在线精馏。
- 实现在线精馏自动化稳定控制，解放人力需求。

在 PandaX-II 精馏系统设计中可以利用 5 公斤每小时的流量将原料氦中氦含量由 3 ppb( $10^{-9}$  mol/mol) 降低至 3 ppt，但是在 PandaX-II 实验运行期间液氦中氦含量最低为 6.6 ppt。有多种可能性会导致实验结果与设计不符，一是气液平衡方程等关系适用于理想流体，对于杂质含量超低的两相精馏，M-T 方法可能存在一定的偏差。二是使用的不锈钢规整填料是为  $^{13}\text{C}$  分离设计的，其理论塔板高度为估算值，可能并不适用于氦氡分离。三是在氦气灌入探测器的期间存在残存的空气或是泄漏点。所以，精馏系统比 PandaX-4T 中氦含量的要求提高了一个数量级，以尽量弥补设计计算与实际实验运行结果之间的差别。回收率仍沿用 PandaX-II 精馏系统的 0.99，在第 5.3.5 小节中将讨论不同回收率对精馏结果的影响。预期的离线精馏时间为一个半月，考虑到更换原料氦气瓶以及管道抽真空等所需的额外时间，则要求精馏系统必须满足每小时 10 公斤的流速。

氡的精馏将作为对精馏系统的升级考虑，与氦精馏相比，其最大的不同在于探测器材料中的铀、钍会持续不断的释放出氡气，所以对氡气进行氡的离线精馏没有任何意义，与探测器相连进行在线氡精馏是必然的选择。系统将首先基于氦精馏进行设计计算以构建系统的主要部件，再对氡的提纯效率进行计算进而改进系统构造。由于氦与氡精馏的流程工艺并不相同，即使两者产品氦提取的位置相反，运行条件存在不同，单独搭建对氡的精馏系统并没有过多的必要性，且会大大提高实验成本，所以利用同一系统满足对两种组分的精馏提纯。

与探测器耦合满足在线精馏是对氡本底降低的必要途径，于是在线除氦精馏也考虑在内，使整个系统满足三种不同的运行模式，离线氦的精馏，在线氡精馏以及在线氦精馏，但三种运行模式并不能同时进行。对于长时间的精馏过程，基于 PLC 对精馏系统进行实时监控记录，利用系统各项参数的设定对意外情况进行报警，并通过反馈控制流量与加热量等来稳定系统运行，解放人力。

下面将详细介绍 PandaX-4T 精馏系统的设计计算，配件选型与工艺流程。

### 5.3 氦精馏设计计算

本节将依据氦精馏的纯度流量要求对精馏系统主要构件进行设计计算，包括塔高，塔径，冷凝器制冷量与再沸器加热量需求等，并利用参数要求对主要硬件及设备进行选型。第 5.3.5 小节还介绍了通过 Aspen Hysys 模拟软件对氦精馏计算

进行校核，得到每层塔板间浓度的变化趋势以及优化进料点位置等。

### 5.3.1 规整填料

填料塔中最为关键的部分为塔体中用于增加气液交换面积的填料，高效的填料可以提高传质效率，降低气相流阻，均匀液相分布等优点。此次系统所选用填料为上海化工研究院开发的 CY 型不锈钢规整填料 PACK-13C<sup>[167]</sup>，如图5-3。



图 5-3 精馏系统所选填料

此种填料是双层不锈钢金属丝网波纹填料，表面更易浸润。利用规则导流结构优化液体流道，提高了气相与液相的自分布能力。其主要参数如表5-2，不仅与理论塔板高度相关，还影响到空塔速度以及持液量等因素。

	丝径 [mm]	比表面积 [ $m^2/m^3$ ]	空隙率 [%]	目数 [n]
主要参数	0.085	1135	77	100

表 5-2 PACK-13C 填料主要参量

### 5.3.2 最小回流比

精馏系统运行过程中，选择合适的工作温度非常重要。图5-4显示了氮氙的相对挥发度随温度的变化，可以看出随着温度的升高，相对挥发度逐渐减低，即氮氙分离比也逐渐减小。降低系统工作温度会提升氮氙的分离效率，然而由于氙气的三相点温度为 161 K，为了防止工作过程中由于温度波动导致的氙结冰现象，将精馏塔的运行工作温度定为 178 K，相对挥发度为  $\alpha = 10.5$ 。

适宜的回流比选择需要考量精馏效果与设备的投资费用，其有两个极限值，全回流与最小回流比 ( $R_{min}$ )。最小回流比会受到进料液相分率的影响，利用解析法，

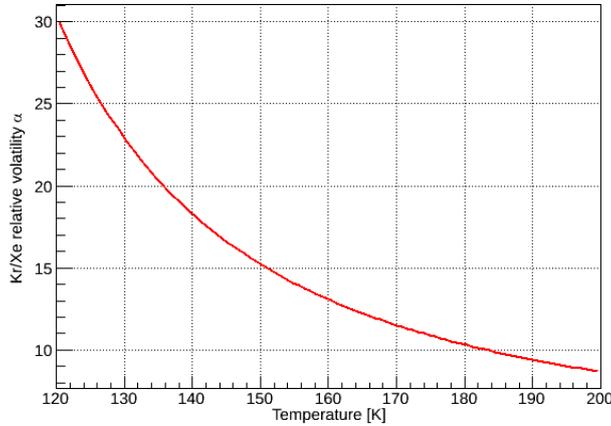


图 5-4 氪氙相对挥发度与温度关系

可以得到最小回流比与进料、顶部出料中易挥发组分浓度的关系。公式5-3分别为饱和液体进料与饱和气体进料时的关系式，由于精馏的衰减系数非常高  $y_D \sim F \cdot y_F/D$ ，且杂质含量很低  $y_D, y_F \ll 1$ ，公式可以转换为后面形式。

$$\begin{aligned}
 R_{min}^{q=1} &= \frac{1}{\alpha - 1} \left( \frac{y_D}{y_F} - \frac{\alpha(1 - y_D)}{1 - y_F} \right) \\
 &= \frac{1}{\alpha - 1} \cdot \frac{y_D}{y_F} \\
 R_{min}^{q=0} &= \frac{1}{\alpha - 1} \left( \frac{\alpha y_D}{y_F} - \frac{1 - y_D}{1 - y_F} \right) - 1 \\
 &= \frac{\alpha}{\alpha - 1} \cdot \frac{y_D}{y_F} - 1
 \end{aligned} \tag{5-3}$$

利用已有参数可以得出，对于全液相进料的氪氙分离最小回流比为 10，全气相进料的氪氙分离最小回流比为 109。对于全气相进料的最小回流比要大于全液相进料，因为对于同样回流比下的提馏段气液交换量增大而使分离比变高。由于液相分率的控制非常困难，所以在计算中分别讨论全气相进料  $q = 0$  与全液相进料  $q = 1$ ，得出两种情况下的运行参数。下面计算中均先以全气相进料进行讨论。

### 5.3.3 塔高及理论塔板数

精馏塔所需塔体高度为理论塔板高度与所需理论塔板数的乘积，即  $H = HETP \cdot N$ 。理论塔板高度的得出非常困难，且 Murch 经验公式并不适用于氪氙分离，考虑 PandaX-II 精馏系统对氪精馏的最终提纯效果接近于设计数值，并且日

本 0.6 公斤每小时流量的精馏系统<sup>[94]</sup>与 Xenon 实验团队新设计的氦氙精馏系统<sup>[97]</sup>中，采用的理论塔板高度均为 35 厘米。于是系统设计中仍将采用  $HETP = 35\text{cm}$  作为后续计算的标准，并改进系统结构以尽可能通过实验得出其确切数值。

以上三台精馏系统的运行回流比均为 191，且均假设进料为饱和蒸汽，然后利用回流比与氦的衰减系数进行理论塔板数的计算。但在此系统设计中，不同点在于塔高受到锦屏二期地下实验室的高度限制，考虑到塔外部支撑部件与真空罩设备等占用高度，要求塔体的高度限制于  $H = 6\text{m}$ ，即理论塔板数  $N$  不能超过 17 块。虽然再沸器与冷凝器可以分别作为一块理论塔板，但将其作为计算余量，不考虑在内。

首先考虑全饱和蒸汽进料时所需的回流比，图 5-5 为回流比  $R = 145$  时的 M-T 图，其中红线为气液平衡曲线，红线上每一个数字代表一个气液平衡态，黑色虚线分别为精馏段与提馏段的运行曲线，d 点为精馏段与提馏段运行曲线的交汇点，同时最佳的进料位置也应为跨过 d 点的塔板中。可以看出最佳进料点应为第三块塔板，在此回流比下运行精馏可以满足在 17 块塔板内将氦的含量由 0.5 ppm 降至 0.01 ppt。但考虑到塔结构等原因，将进料点定为距冷凝器底部 1.5 m 的位置，即第 4 块塔板处。

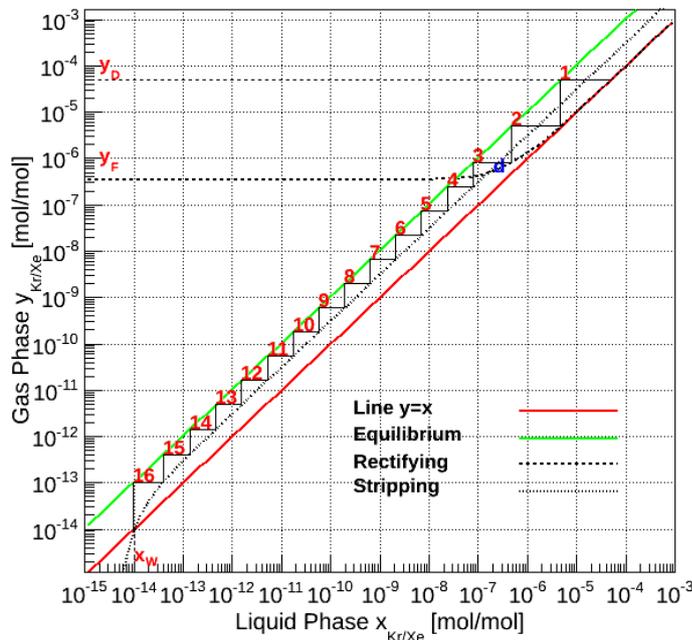


图 5-5 全气相进料且回流比为 145 时，氦氙精馏 M-T 图

全液相进料时，全部进料流至底部再沸器中，无法提供额外的回流量，冷凝

器中全部的冷凝量由底部再沸器提供，说明底部同样的蒸发率情况下，回流比将减少  $F/D = 100$ 。则在液相进料中，按照底部同样蒸发量的回流比  $R = 45$  来绘制 M-T 图，见 5-6。可以发现所需理论塔板数为 17，与全气相进料结果接近。

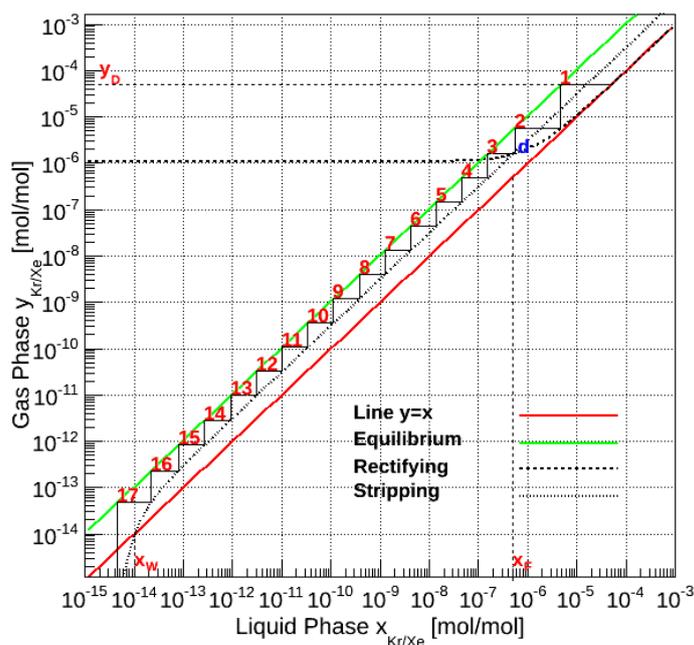


图 5-6 全液相进料且回流比为 45 时，氪氙精馏 M-T 图

两种不同的进料方式均满足理论塔板数的要求，且对底部再沸器的蒸发量要求相同，而由于纯气相进料时对顶部冷凝器的制冷量需求更大，以及气相负荷更高，则后续塔径计算与设备选型中，均按照要求更为严苛的全气相进料进行计算。

在 M-T 图中可以发现气液平衡曲线在杂质含量极低的区域为线性变化，且精馏与提馏段运行曲线趋势只与运行回流比相关，说明在低浓度下的精馏只要保证回流比与回收率不变化，产品中氪的衰减系数也将固定不变。这种性质使得可以利用系统同样的运行条件来反复精馏以进一步降低产品氪浓度。同样，进料流量的变化也不会影响到理论塔板数的变化，不过却会影响到对塔径的要求。

### 5.3.4 泛点气速与塔径

从 M-T 方法中可以看出，进料流量不会对精馏的结果产生变化，但流量过大的进料会造成向上的蒸汽量过多，导致向下的液体无法靠重力流至再沸器，积聚于填料层中进而造成塔内压力持续上升，底部再沸器液位持续下降，塔顶与塔底压差不断增大，这种情况称之为液泛。液泛是精馏运行中发生的重大事故，一

且液泛发生系统将难以恢复至正常工作状态，需要对塔内氩气进行回收再重新运行。开始造成液泛时的气相流速称之为泛点气速  $u_F$ ，对于相同上升气流量，精馏塔径越小越可能出现液泛。

通过贝恩霍根关联式<sup>[168]</sup>5-4对泛点气速进行计算，其中  $g$  为重力加速度， $a_l$  为填料的总比表面积， $\varepsilon$  为填料的空隙率， $\mu_L$  为液体粘度， $\rho_V$  与  $\rho_L$  分别代表气相与液相的密度， $\omega_V$  与  $\omega_L$  分别代表气相与液相的质量流量， $A$  与  $K$  为与填料的形状和材质有关的关联常数。

$$\lg \left[ \frac{u_F^2}{g} \left( \frac{a_l}{\varepsilon^3} \right) \left( \frac{\rho_V}{\rho_L} \right) \mu_L^{0.2} \right] = A - K \left( \frac{\omega_L}{\omega_V} \right)^{1/4} \left( \frac{\rho_V}{\rho_L} \right)^{1/8} \quad (5-4)$$

利用已知回流比与进料流量可以计算出精馏段与提馏段的气相质量流量分别为  $M_V^{rec} = (R + 1)D = 14.6 \text{ kg/h}$  以及  $M_V^{str} = (R + 1)D - F = 4.6 \text{ kg/h}$ ，而由于进料为全气相进料，则全塔液相质量流量恒定为  $M_L = 14.5 \text{ kg/h}$ 。对于此种规整填料，关联系数分别为  $A = 0.7307$  与  $K = 2.2803$ 。带入其中可以得到精馏段与提馏段的泛点气速，见5-5。

$$\begin{aligned} u_F^{rec} &= 0.50 \text{ m/s} \\ u_F^{str} &= 0.31 \text{ m/s} \end{aligned} \quad (5-5)$$

考虑泛点率为 0.5，即空塔气速  $u$  与泛点气速  $u_F$  之比，利用公式5-6可以得出精馏段与提馏段的直径要求。

$$\begin{aligned} D_{rec} &= \sqrt{\frac{4}{\pi u} \cdot \frac{L + D}{3600 \rho_{gas}}} = 34 \text{ mm} \\ D_{str} &= \sqrt{\frac{4}{\pi u} \cdot \frac{L - W}{3600 \rho_{gas}}} = 24 \text{ mm} \end{aligned} \quad (5-6)$$

即当塔径大于 34 mm 时，液泛不会发生，但填料塔除了防止发生液泛问题，还需要考虑填料表面的润湿功能。气液两相的传质主要是在填料表面流动的液膜上进行的，而液体能否形成液膜则取决于填料表面的润湿功能。对于规整填料一般最小喷淋密度取  $U_{min} = 0.12 \text{ m}^3 / (\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ，其中喷淋密度是指单位时间内塔横截面上喷淋的液体体积。利用公式5-7可以计算塔径的上限值，其中  $L_h$  为液体的体积流量。

$$U = \frac{L_h}{0.785D^2} \quad (5-7)$$

可以得出精馏塔径不得大于 164 mm, 综合考虑液泛与喷淋密度的影响以及国标的要求, 最终确定精馏塔内径为 125 mm。

此外, 精馏系统辅助设备的计算与选型均见附录A中。

### 5.3.5 基于 Aspen Hysys 模拟优化

Aspen Plus 模拟软件<sup>[169]</sup> 通常用于大型化工系统流程模拟, 比如气体加工、石油化工、医药、动力等多个工业领域, 其中包含了近万种纯组分的物理数据, 以及多种专业的单元操作模块。利用其中 Aspen Plus Hysys 对精馏系统氮氙分离进行模拟, 主要目的是通过模拟分析验证计算结果, 模拟不同工况进而优化运行参数。下面将分别介绍精馏系统的模拟流程图, 以及对各重要参数的模拟优化。

选择流体力学中 SRK 方程以及 Distillation Column 模块对精馏系统进行建模, 图5-7展示了氮氙分离精馏系统模块流程。其中包含精馏塔模块, 原料、产品以及废料三条物质流, 以及冷凝器与再沸器处两条能量流。其中稳态模拟中主要初始边界条件均按前面计算得出的结果。

- 进料氮浓度  $y_F = 0.5$  ppm, 进料流量  $F = 10$  kg/h。
- 纯气相进料回流比为  $R = 145$ , 或纯液相进料回流比  $R = 45$ , 回收率均为  $W/F = 0.99$ 。
- 塔板数为  $N = 17$ , 进料点位置为第四块塔板。
- 运行温度为 178 K, 塔内压力 215 K。

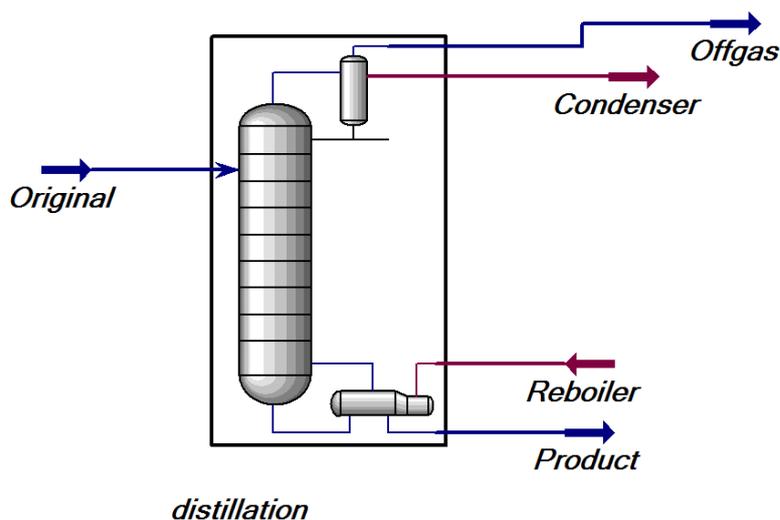


图 5-7 Aspen Hysys 建模氮氙精馏模块流程

根据模拟运行结果, 可以得到气相与液相中氮浓度在每一块塔板上的变化, 见

图5-8，其中0与18分别为冷凝器与再沸器中的氦含量。可以看到模拟结果与计算结果比较吻合，纯气相进料时产品氦中氦含量为  $1.06 \times 10^{-14}$  mol/mol，纯液相进料时产品氦中氦含量为  $2.21 \times 10^{-14}$  mol/mol。

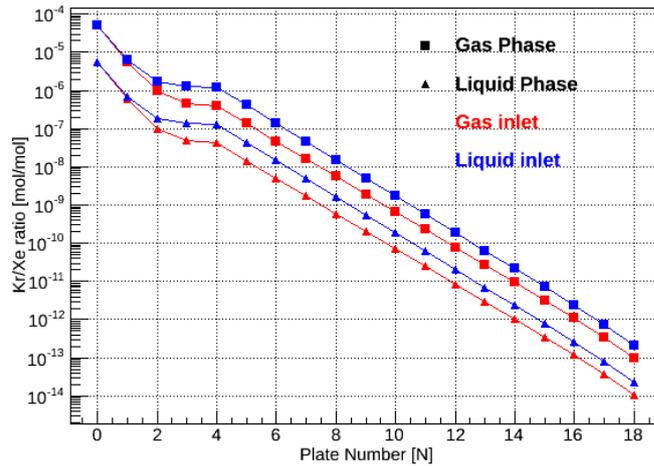
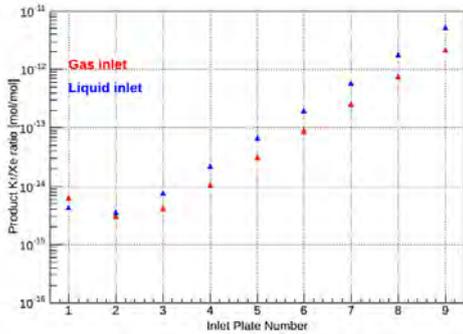


图 5-8 氦浓度于每层塔板上的分布

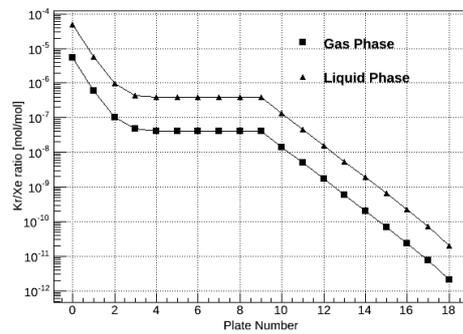
影响精馏系统运行结果的主要参数有三个，为进料点位置，回流比  $R$ ，以及回收率  $W/D$ 。进料点将决定提馏段与精馏段的划分，而两个阶段的运行方程与提纯效率不同，则改变进料点位置会影响全塔效率进而影响精馏结果。回流比与进料流量与底部再沸器加热量相关，如果保持加热量与进料流量维持同一回流比，则不会对精馏结果产生影响，故将回流比看为主要变量。回收率直接影响到废品氦的氦浓度，在产品氦氦浓度远小于进料氦浓度时，废品氦氦浓度与回收率成线性关系，也间接影响到产品氦中氦的含量。接下来分别讨论三个主要参数对精馏结果的影响。

进料点塔板数对于精馏结果的影响如图5-9左图所示，其中蓝色点为全液相进料，红色点为全气相进料。可以发现最佳进料点为第二块塔板，且产品氦中氦浓度达到  $3 \times 10^{-15}$  mol/mol。进料点向下移动会导致上部精馏段塔板数的富余浪费，由于进料点浓度与进料塔板中氦浓度相同，且废品氦浓度基本不发生变化，每层平衡态对氦的分离效果足够好以至于在 3 ~ 4 个平衡态下将氦浓度提升至废品氦浓度，其余塔板中的氦浓度将被固定不变。5-9右图显示当全气相进料且进料点为第 9 块塔板时，氦浓度与塔板数之间的关系，可以发现在 4 至 9 块塔板中间氦浓度没有发生变化。

回流比对精馏结果的影响如图5-10左图所示，对于两种液相分率的进料工况中，即随着回流比的增大，精馏效果越好且趋势一致。不过由于在固定进料流量



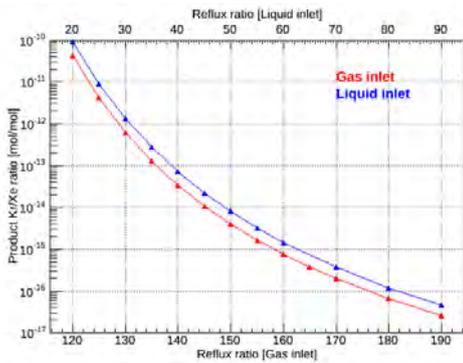
(a) 进料点塔板数对产品氙浓度影响



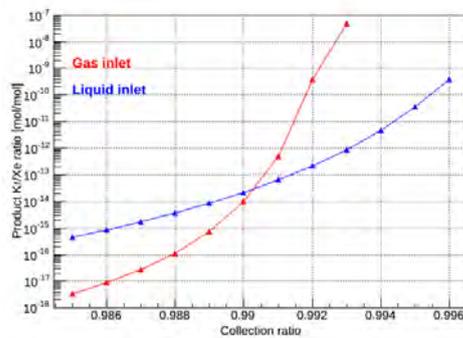
(b) 当进料点为第 9 块塔板时，氙浓度变化

图 5-9 模拟优化最优进料位置

时，回流比的增加会造成上升气流量的增加，可能会造成液泛的发生，再沸器加热设备与冷凝器制冷设备也需要提供更大的加热量或制冷量。回流比的选择需要考虑到多个因素，在确保系统运行条件满足的情况下再调高回流比，全气相与全液相进料的运行回流比仍定为原始值  $R = 145$  与  $R = 45$ 。



(a) 回流比对产品氙浓度的影响



(b) 回收率对产品氙浓度的影响

图 5-10 模拟回流比与回收率对精馏效果的影响

回收率的变化影响到了氙气的损耗情况，直接影响到废品氙中的氙含量，同时也会显著影响到精馏的效果。图5-10右图中显示了回收率对于产品氙中氙浓度变化的影响。从图中发现减小回收率会提高精馏效果，但对于全气相进料与液相进料的变化趋势不同，气相进料随着回收率的增加增加更加明显，原因是回收率的变化对全液相提馏段运行方程影响更小。减小回收率会造成氙气的更多损耗，最终仍选择运行回收率为 0.99。

在实验运行期间常常会出现其中一个变量需要修改，但不希望对实验结果产生影响。其中可以通过回流比与回收率之间的关联进行运行参数的调整。由于顶

部废品氙的氮含量只与回收率相关，精馏段运行方程与全气相进料、全液相进料的提馏段运行方程可以分别变式为5-8。

$$\begin{aligned}
 y_{n+1} &= x_n + \frac{1}{\frac{D}{W} \cdot R} y_F \\
 y_{m+1}^{q=0} &= \frac{1}{1 - \frac{W}{D} \cdot \frac{1}{R}} x_m - \frac{1}{R \cdot \frac{D}{W} - 1} x_W \\
 y_{m+1}^{q=1} &= \frac{R}{R+1} x_m + \frac{D+W}{D} \cdot \frac{1}{R+1} x_m - \frac{W}{D} \cdot \frac{1}{R+1} x_W
 \end{aligned} \tag{5-8}$$

转换过程考虑回流比远大于 1，则其中  $R \sim R+1$ 。且回收率接近于 1，则  $W \sim D+W$ 。可以发现运行方程只与回流比与回收率的比例相关，并且气液平衡方程只与运行温度相关，则当式5-9成立时，产品氙中氮含量基本保持不变。

$$R_1 \cdot \frac{D_1}{W_1} = R_2 \cdot \frac{D_2}{W_2} \tag{5-9}$$

利用 Hysys 建模验证运行结果，可以在图5-11中发现，当全气相进料且回流比在 75~290 之间变化时，产品氙中氮含量变化在 3% 以内。而由于液相进料精馏回流比偏低，对结果的影响较大，当回流比在 35~130 之间变化时，产品氙中氮含量由  $2.07 \times 10^{-14}$  mol/mol 变为  $2.56 \times 10^{-14}$  mol/mol。说明假设基本成立。如果在实际运行中底部加热量有额外富余，则可以通过增加回流比的方式来提高回收率，保证产品氙纯度的前提下同时节约氙气的损耗。

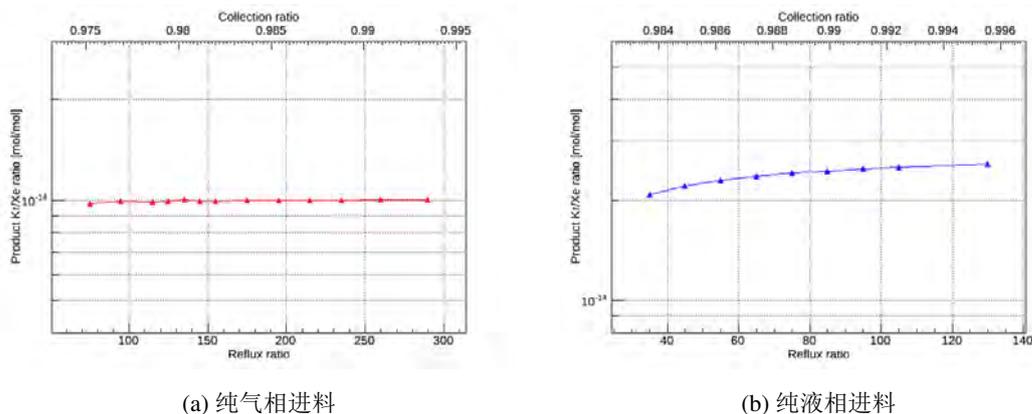


图 5-11 保证5-9成立时，产品中氮含量与回流比、回收率间的关系

总结氮氙分离精馏系统运行的主要参数为表5-3。

	运行流量 [kg/h]	回流比 [气/液]	回收率	进料塔板	再沸器加热量 [W]
参数	10	145/45	0.99	4	118

表 5-3 PandaX-4T 精馏系统除氦运行参数表

## 5.4 填料处理

在进行精馏系统除氦设计计算之前需要提前对精馏塔内部填料的放氦率进行测量。与氦氙分离不同，填料并不会产生氦气影响到精馏结果，但填料内的铀、钍杂质会持续释放氦气进入精馏系统中，将影响到精馏结果进而影响探测器内氦本底的水平，所以提前测量填料的放氦率非常关键。

填料作为与氦气直接接触，影响到气液交换效率的主要部分，对其处理工艺主要有三个方面的要求。首先需要清洗掉填料加工过程中粘附的油污等液体杂质，杂质与氦气的直接接触将会污染探测器内液氦的纯度，进而影响电子寿命以及增加本底信号。其次，规整填料巨大的比表面积会使灰尘等颗粒物杂质堵塞填料流道，增加气相负荷，造成液泛的发生，所以减少固体颗粒杂质非常必要。此外，填料还需要保证足够低的放氦率要求，否则精馏塔本身不仅无法降低探测器内氦含量，还将成为新的放氦源。

下面将分别介绍填料的处理工艺，表面粗糙度与放射性本底测量以及填料的最终筛选。

### 5.4.1 不锈钢填料处理工艺

此次填料处理工艺基于有机溶剂与酸性溶液进行清洗流程<sup>[170]</sup>，所需主要试剂为丙酮、硝酸、氢氟酸与双氧水等。对于不锈钢表面油污的处理，常采用有机溶剂除油的方式，比如丙酮、四氯化碳等，PandaX-II 精馏系统采用的清洗工艺基于这种方法。但有机溶剂除油会在溶剂挥发后在表面仍会留下一层极薄的油膜，所以在此次填料清洗流程中只将丙酮作为预除油工艺。

减少不锈钢放氦率主要有两种途径，一是减少不锈钢内铀、钍含量以直接降低材料放氦率，放射性元素的主要来源是填料表面粘附的灰尘、金属等颗粒物以及填料本身；二是通过减小不锈钢表面粗糙度降低表面积，从而降低材料内部氦气的释放率。对于填料放射性的要求与探测器对低本底材料的要求<sup>[171]</sup>有一定的不同，精馏系统只关心  $^{222}\text{Rn}$ 、 $^{220}\text{Rn}$  的释放，降低其氦衰变链后端子核的含量对精馏结果没有任何帮助。这两种途径通过有机溶剂均无法实现，利用常用来对不锈钢表面氧化皮去除中的酸洗工艺进行填料的处理。

此次系统对不锈钢丝网规整填料的清洗流程为：

- 填料浸没于丙酮中，利用超声波清洗机清洗半个小时。主要对颗粒物、油脂等进行预处理。
- 将填料从丙酮中取出后，晾干，然后浸没于配比好的酸洗溶液中持续 2 个小时，同时将酸洗溶液烧杯放置于水浴之中，确保蚀刻速率不会因温度的上升而急速加剧。此步骤是降低放氦率的关键，利用酸溶液对不锈钢填料表面进行蚀刻。
- 填料取出晾干后，放置于浓度为 15% 的硝酸溶液中，持续半个小时。对填料表面进行钝化，以免不锈钢氧化。
- 填料取出晾干后，浸没于去离子水中，利用超声波清洗机清洗半个小时。用于去除填料表面残余的酸性溶液。
- 填料取出后，迅速用高压干氮气吹扫干燥。以免残留水渍，氧化填料。
- 将全部填料放于高温真空烘箱，加热至  $80^{\circ}\text{C}$ ，持续抽真空，直到填料的装配。

其中酸洗溶剂采用的方案为硝酸与氢氟酸的混合溶剂，其配比溶度选择非常关键。通过实验发现氢氟酸浓度的变化对蚀刻强度起到关键作用，后续对不同浓度溶剂的酸洗效果进行了测量。

#### 5.4.2 填料酸洗结果测量

除利用标准的酸洗工艺流程外，还利用原先丙酮与四氯化碳的清洗工艺以及购买的标准油污清洗剂对填料进行了清洗处理。通过高纯锗探测器与氦气探测器对不同处理工艺的填料进行测量，不同在于高纯锗探测器所测结果为填料  $^{238}\text{U}$  与  $^{232}\text{Th}$  整体体事率，氦气探测器直接测量氦气的放气率。图5-12左图显示了酸洗后的填料在锗探测器中的放射性能谱，右图显示了氦探测器中的事例计数时间图，其中红色区域为测量时间段，前面为探测器本身本底变化。

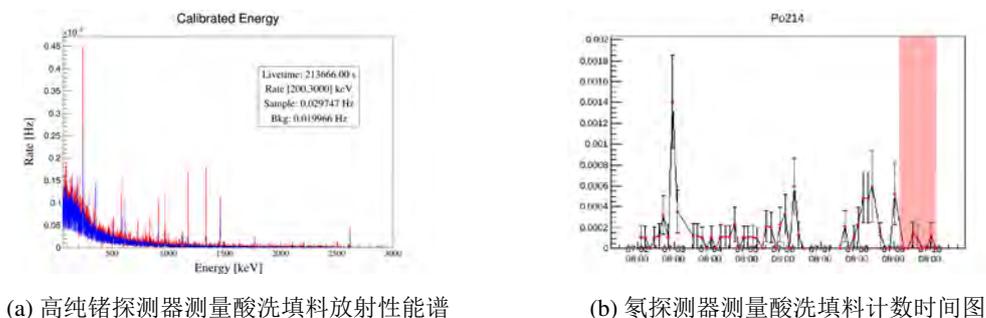


图 5-12 酸洗处理填料放射性测量

对于不同处理工艺的测量结果如表5-4,可以发现各种处理方式均可以有效去除表面杂质,降低放氦率,说明填料放氦的主要贡献应为表面粘附的颗粒或油污杂质。然而除未处理填料有确切测量结果外,其余处理方式对 $^{222}\text{Rn}$ 的测量结果均为探测器测量极限之下,只能提供上限值。其主要的原因是受测量所用的探测器尺寸限制,用于测量的填料总质量很小。之后,新的氦气探测器将会连接至整个精馏系统中,用来测量全塔的放氦率水平,所以在下节对氦氫精馏的计算中,将分别讨论填料放气率的影响。此外还选择用表面粗糙度来进一步判断酸洗结果。

测量结果 [mBq/kg]	高纯锗探测器测量结果		氦探测器测量结果	
	$^{238}\text{U}$ _ $^{222}\text{Rn}$	$^{232}\text{Th}$ _ $^{228}\text{Ac}$	$^{222}\text{Rn}$	$^{220}\text{Rn}$
未处理		-	170±30	-
有机溶剂	2.97±5.4	55.28±10.4	低于测量下限	-
油污清洗剂	1.45 ± 3.5	23.38±8.9	-	-
0.2%HF + 13%HNO <sub>3</sub>	1.49±4.6	47.57±10.1	低于测量下限	-

表 5-4 填料放氦率测量结果

测量方式分别为使用表面粗糙度测量仪测量大范围中的粗糙度,以及利用光学显微镜对局部进行观察。由于填料丝径只有 100  $\mu\text{m}$ ,无法在大范围内测量表面粗糙度水平,选择使用同样的酸洗工艺对手工抛光后的不锈钢块进行处理,然后使用触针式表面粗糙度测量仪对不锈钢块表面进行测量。不同方法对于不锈钢块质量的减少可以忽略不计,表面粗糙度的测量结果见表5-5。

工艺	丙酮	2% HNO <sub>3</sub>	0.2%HF+13%HNO <sub>3</sub>	0.4%HF+13%HNO <sub>3</sub>
粗糙度 [ $\mu\text{m}$ ]	0.65±0.01	0.61±0.04	0.74±0.01	0.65±0.02

表 5-5 清洗工艺对不锈钢板粗糙度的影响

可以发现利用触针式表面粗糙度测量仪,无法分辨不同的处理工艺对于不锈钢表面粗糙度的影响,并且与手工抛光后的不锈钢块表面粗糙度几乎一致。

利用光学显微镜分别观察不同清洗工艺处理的填料与不锈钢块表面,图5-13显示了放大 200 倍下的表面情况。发现酸洗对填料不锈钢丝表面有一定的处理作用,而不锈钢表面变化无法判断。光学显微镜方法的局限性在于观察点过于局部,无法对整体的变化做出有效的判断。综合考虑,最终采用基于 0.2%HF + 13%HNO<sub>3</sub> 的蚀刻溶液作为全部填料的处理工艺。

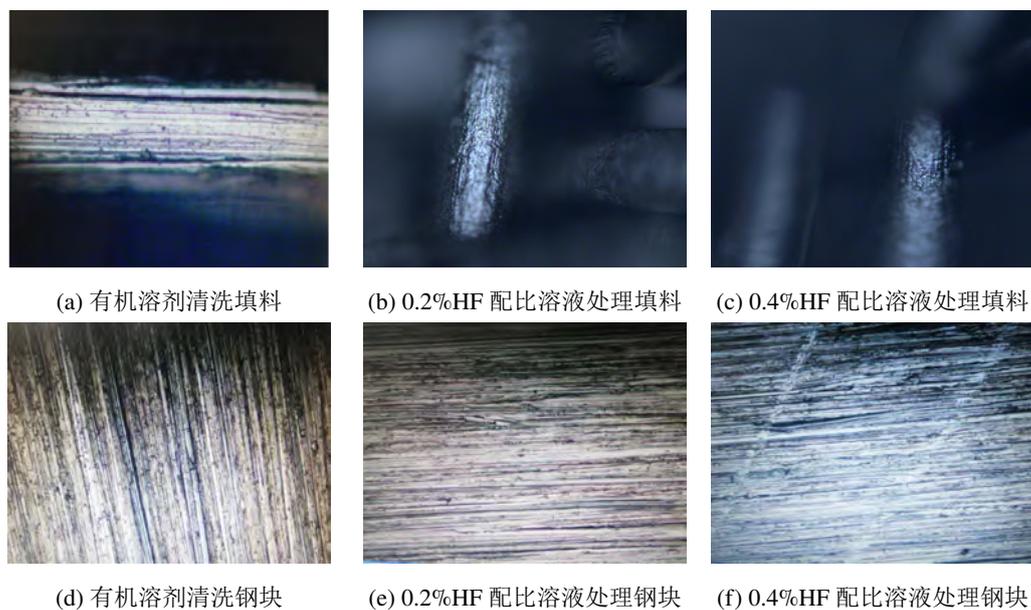


图 5-13 精馏系统填料酸洗处理工艺流程图

### 5.4.3 填料筛选与装配

在进行精馏系统的搭建之前，按照清洗工艺流程对全部 149 块填料进行了清洗，见图5-14。

图 5-14 光学显微镜  $\times 200$  倍观察处理材料表面

但在蚀刻过程中发现，每一块填料在溶液中的反应速率并不相同，即使烧杯外部添加流动水浴控温，部分烧杯温度仍可以达到  $40^{\circ}\text{C}$ 。其原因在于进行丙酮预

处理时，采用的堆叠方式导致最底部的填料中仍残存有杂质颗粒，导致与酸溶液的反应速率增加，进而导致蚀刻溶液的温度上升。温度的上升会进而影响到不锈钢填料本身的蚀刻速率，完全按照标准时间将会产生过度腐蚀而导致填料质量减少。最后利用填料表面黄褐色的锈斑作为判断蚀刻时间的标准。

酸洗结束后对全部填料进行称重，其质量分布如图5-15。在安装中全部选择了质量大于 260 g 的填料，以免因为质量过度减少而影响到气液交换效率。

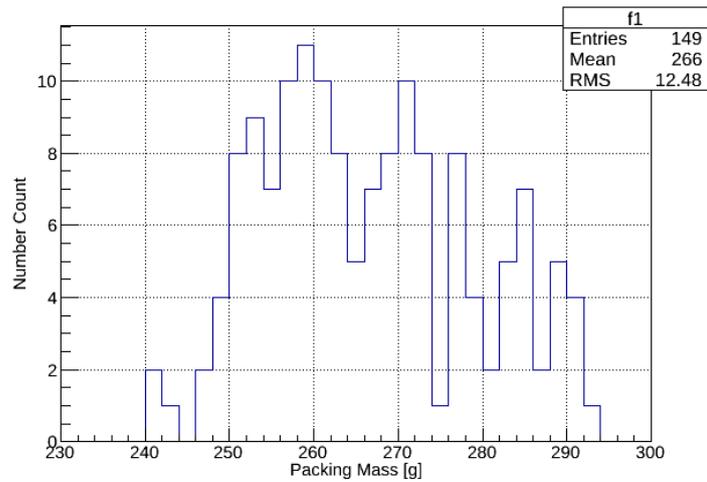


图 5-15 填料清洗后质量分布

## 5.5 氦精馏计算

由于精馏系统的主要结构与配件已经由氦氙精馏确定，氦氙精馏的计算需要依据系统现有结构。并且需要分别考虑填料放氦率对于精馏结果的影响，以及精馏系统对探测器内氦本底含量的影响。下面将从回流比与运行流速的选择，未考虑填料影响下的精馏效果与考虑填料影响下的精馏效果，以及探测器内氦本底的变化进行讨论。

### 5.5.1 运行参数选择

相比于氙，氦的饱和蒸气压更低，更易变为液相，两者的相对挥发度如图5-16。氦氙分离中的工作温度为 178 K 且设备均按照此温度选型，所以氦氙分离的工作温度仍选择为 178K，此时相对挥发度为  $\alpha = 13.8$ 。说明对于此温度下单平衡态，氦氙分离比与氦氙分离比非常接近。此外，由于产品氙为顶部冷凝器内气相，通过热交换器传递给进料氙的冷量有限，且预冷脉管制冷机的制冷功率无法提供进

料足够的液化冷量，则只考虑进料氙的液相分率为  $q = 0$  的情况，下章中会验证此观点。回收率仍选择 0.99。

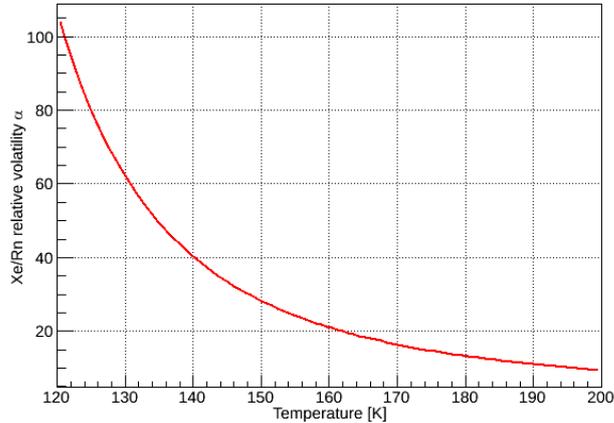


图 5-16 氙氩相对挥发度曲线

氙气相比于氩气为易挥发组分，则顶部为氙气产品  $D$ ，底部为废料氙  $W$ ，则其运行公式与最小回流比公式中均变为氙气的摩尔比。由于氙气中氩含量的含量远小于 1，即  $y_D, y_F \sim 1$ ，且精馏效果应远大于 1，即  $1 - y_D \ll 1 - y_F$ ，则最小回流比公式可以简化为式 5-10，得出氙氩精馏的最小回流比为  $R_{min} = 0.078$ 。相比于氩精馏回流比，氙氩最小回流比非常小，则将运行回流比选为最小回流比的 2 倍  $R = 0.15$ 。

$$R_{min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left( \frac{\alpha \cdot y_D}{y_F} - \frac{1 - y_D}{1 - y_F} \right) - 1 \sim \frac{1}{\alpha - 1} \quad (5-10)$$

利用运行回流比，下面将首先讨论氙氩精馏流速的要求。在氙氩精馏时已经讨论过，在保持同样回流比的情况下，运行流速并不会对产品氙中精馏结果产生影响。但不同的运行流速却会影响到探测器内氩含量的变化，以及改变填料放氩率对精馏的影响，所以首先利用塔径与已有条件确定运行流速，再对精馏结果进行讨论。

由于氙氩的运行回流比很小，且进料液相分率为 0，则液体流量首先需要满足对液体喷淋密度的要求。利用液体喷淋密度公式的变化形式 5-11 计算得出氙氩精馏的最小流速要求为 56.5 kg/h。

$$F = \frac{0.785 \cdot 1.2U_{min} \cdot D^2 \cdot \rho_L}{0.99 \cdot R} \quad (5-11)$$

此流速为对液体喷淋密度考虑的最小流速，仍需要通过贝恩霍根方程计算液泛气速的要求以及对设备选型的限制。利用公式5-4对塔径进行校核，可以得出精馏段与提馏段的泛点气速分别为 0.60 m/s 与 0.41 m/s。则对应塔径要求分别为 64.7 mm 与 27.6 mm，说明在 125mm 的塔径下，运行流量仍有富余。制冷量与加热量的计算见附录A。

### 5.5.2 未考虑系统自身放氦率的精馏结果

由于通过高纯锗探测器或氦气探测器对填料放氦率无法准确测量，且全塔的放氦率还需要考虑不锈钢筒体与管道的影响，首先讨论不考虑系统自身放氦率影响下的精馏结果，下小节中再讨论系统放氦率对最后结果的影响。由于 PandaX-4T 探测器尚未搭建完成，液氙内的氦含量难以预知，则下面的计算中认为进料氙中的氦含量与 PandaX-II 中氦含量相同。

由于对于精馏系统而言， $^{222}\text{Rn}$  与  $^{220}\text{Rn}$  对于氙的分离比应当非常接近，所以在后续计算中将不会分开讨论。PandaX-II 运行过程中氦本底含量基本保持稳定， $^{222}\text{Rn}$  与  $^{220}\text{Rn}$  的含量分别为 7.73  $\mu\text{Bq/kg}$  与 0.63  $\mu\text{Bq/kg}$ 。考虑到两者半衰期分别为 3.82 天与 55 秒，则液氙中氦的摩尔比可以由公式5-12得出，其中  $^{220}\text{Rn}$  含量可以忽略不计。

$$\begin{aligned} y_F &= \frac{N_{decay}}{1 - (1/2)^{1/T_{Rn}}} \cdot \frac{N_A}{1\text{kg}/M_{xenon}} \\ &= 8.03 \times 10^{-25} \text{mol/mol} \end{aligned} \quad (5-12)$$

对氦氙精馏计算仍选择使用 M-T 方法，不过对于超低杂质浓度下的分离效果是否与 M-T 方法一致仍需要实验进行验证。由于氦氙精馏中氙气为易挥发组分，运行方程采用氙组分含量对于计算与分析并不方便，将运行方程修改为难挥发组分氦的运行方程，并统一用字母上标区分氦氙组分，见公式5-13。

$$\begin{aligned}
 y^{Rn} &= 1 - \frac{\alpha \cdot (1 - x^{Rn})}{1 + (\alpha - 1) \cdot (1 - x^{Rn})} \\
 &= \frac{x^{Rn}}{\alpha} \\
 y_{n+1}^{Rn} &= 1 - \left[ \frac{R}{R+1}(1 - x_n^{Rn}) + \frac{1}{R+1}(1 - y_D^{Rn}) \right] \\
 &= \frac{R}{R+1}x_n^{Rn} + \frac{1}{R+1}y_D^{Rn} \\
 y_{m+1}^{Rn} &= 1 - \left[ \frac{L}{L-W}(1 - x_m^{Rn}) - \frac{W}{L-W}(1 - x_W^{Rn}) \right] \\
 &= \frac{L}{L-W}x_m^{Rn} - \frac{W}{L-W}x_W^{Rn}
 \end{aligned} \tag{5-13}$$

利用上面运行方程，可以画出氦氙精馏的 M-T 图，见图5-17。其中提馏段运行曲线较精馏段曲线在上方，且所需的精馏段塔板数多于提馏段。可以得出顶部产品氙中氦含量为  $y_D = 5.6 \times 10^{-29}$  mol/mol，即衰减系数为  $Re_{dist} \sim 10^4$ 。最佳进料位置在第 15 块塔板处，考虑塔体结构原因，将氦氙精馏进料点定为距冷凝器顶部 4.5 m 处。

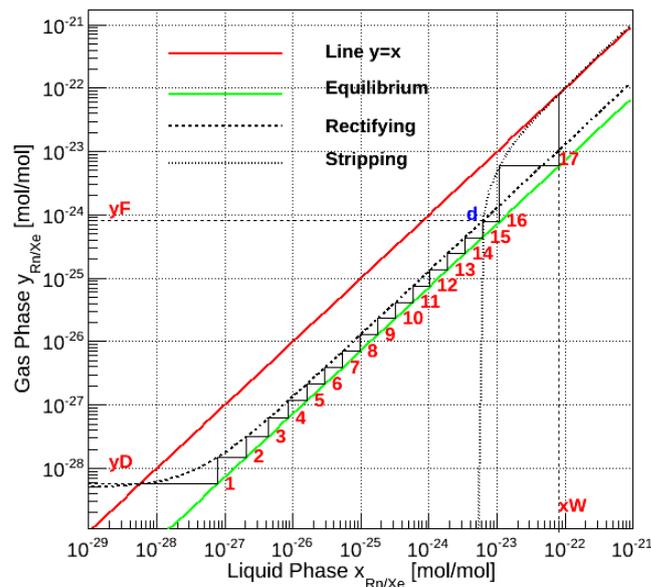


图 5-17 未考虑系统放氦率下的氦氙 M-T 图

### 5.5.3 考虑系统自身放氦率的精馏结果

精馏系统放氦率会直接影响精馏的结果，如果放氦率远小于进料氦含量，则放氦率可以忽略不计，而一旦放氦率大于进料氦含量，则精馏系统会成为探测器氦本底的另一个来源。但由于系统放氦率的测量非常困难，并且不锈钢内氦气扩散率与温度的指数项相关<sup>[106, 172]</sup>，所以在计算中需要假设系统不同的放氦率以得出系统放氦率与精馏效果的关系。

假设每一层理论塔板的放出氦气的摩尔量为  $y_C^{Rn}$ ，且将其作为纯氦组分对每一块塔板的补充进料。精馏系统的运行流程图将变为5-18，其中左侧为精馏段的运行图，右侧为提馏段的运行图。仍假设每一层塔板气液平衡态中气液分配比率不变。

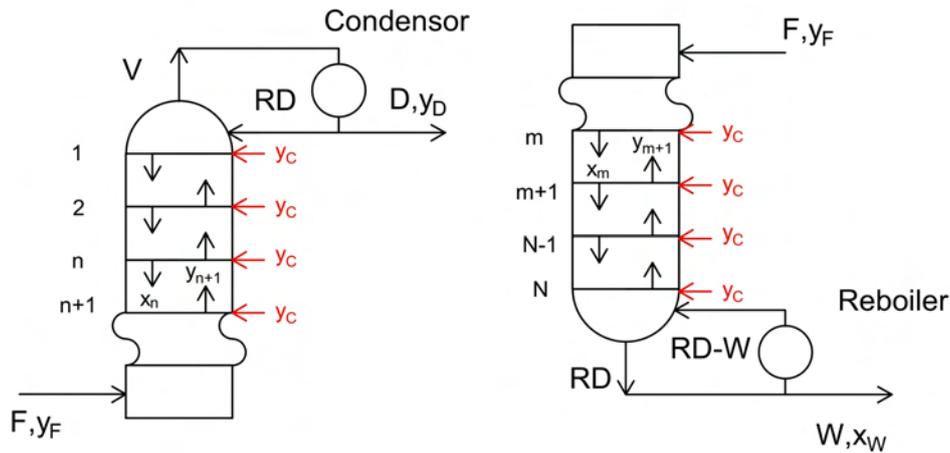


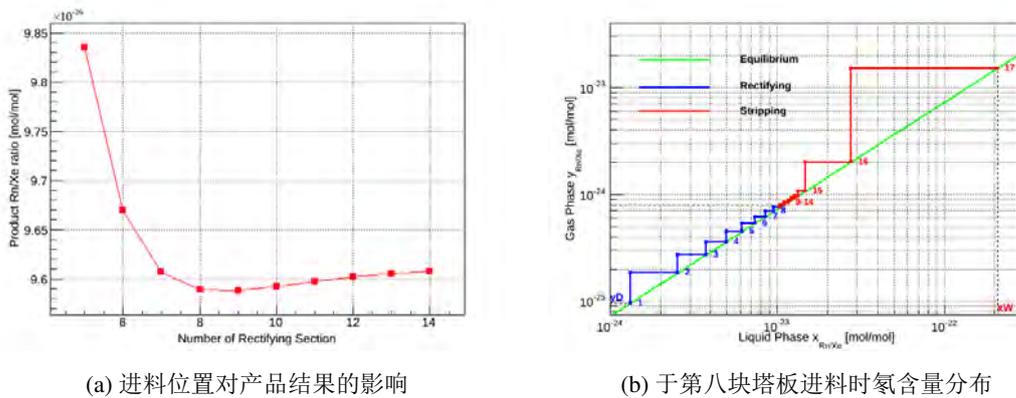
图 5-18 考虑系统放氦率下的精馏系统运行图

氦分子数的变化对总摩尔数的影响忽略不计，则总组分守恒不变  $F = D + W$ 。此外利用氦物料守恒  $F \cdot y_F^{Rn} = W \cdot x_W^{Rn} + D \cdot x_D^{Rn} + N \cdot y_C^{Rn}$ ，可以得出精馏段与提馏段的运行方程如5-14。其中  $N$  为总塔板数 17， $X$  为自上而下统计的进料塔板数。可以发现由于氦气补充进料的影响，顶部产品氦与底部废品氦中的氦含量无法直接得出，且与进料位置相关，无法采用标准的 M-T 方法进行计算。

$$\begin{aligned}
 y_{n+1}^{Rn} &= \frac{RD \cdot x_n^{Rn} + D \cdot y_D^{Rn} - n \cdot y_C^{Rn}}{RD + D} \\
 y_{m+1}^{Rn} &= \frac{RD \cdot x_m^{Rn} - W \cdot x_W^{Rn} - (N - X - m) \cdot y_C^{Rn}}{RD - W}
 \end{aligned} \tag{5-14}$$

借鉴于打靶法通过不断调整产品氦中氦组分的含量，利用运行方程迭代至进

料塔板处，使得精馏段与提馏段对进料中氦组分结果一致。计算中仍采用  $8.03 \times 10^{-25}$  mol/mol 作为进料中氦组分含量，并假设放氦率为进料氦中摩尔数的 0.1 倍  $y_C^{Rn} = 8 \times 10^{-26}$  mol/s，对应于填料放氦率为 3 mBq/kg。则可以得出迭代结果与进料塔板的关系，如5-19左图，其中横轴为精馏段塔板数，可以发现进料点对最终结果的影响并不明显，且当进料塔板数为 8 时，产品氦中氦含量最低为  $9.588 \times 10^{-26}$  mol/mol，即衰减系数为  $Re_{dist} \sim 8$ 。



(a) 进料位置对产品结果的影响

(b) 于第八块塔板进料时氦含量分布

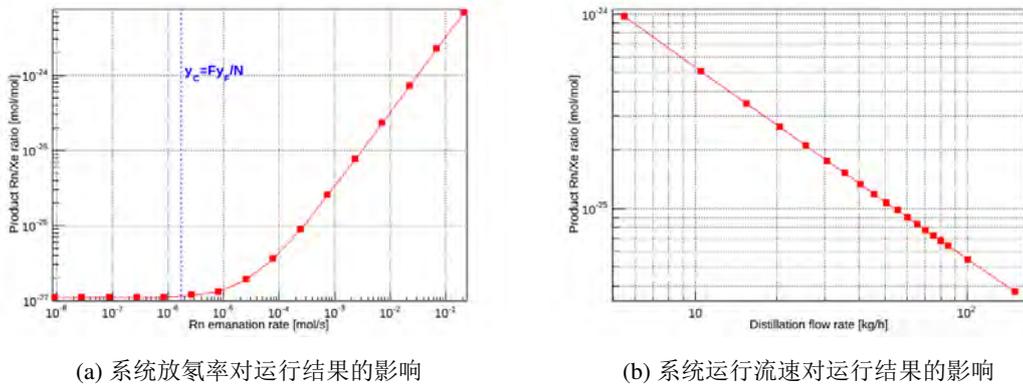
图 5-19 打靶法计算考虑系统放氦率时，产品氦含量的变化

图5-19右图显示了当进料塔板数为 8 时，每层塔板中氦组分含量的变化。此外还发现当精馏段塔板数大于 12 块时，靠近进料塔板处的氦含量会发生随高度下降浓度反而降低的现象，原因在于其塔内放氦率累积影响已经高于进料浓度，导致进料氦的补充反而降低了氦的含量。

基于此种方法，可以得出在进料为第八块塔板时，系统放氦率与运行流速对精馏结果的影响，见图5-20左图。可以发现当系统放氦率满足式5-15时，系统放氦率对精馏效果的影响可以忽略不计，但当放氦率增加不满足时，则精馏结果将主要由放氦率影响。

$$y_C^{Rn} < F \cdot y_F^{Rn} / N \quad (5-15)$$

由5-20右图可以发现，如果增加进料流速，则由于系统放氦率对浓度影响的降低会进一步降低产品中的氦含量。考虑系统放氦率的情况下，降低系统放氦率与增加精馏流速是提高产品氦衰减系数最为有效的途径。



(a) 系统放氡率对运行结果的影响

(b) 系统运行流速对运行结果的影响

图 5-20 产品氡中氡含量与系统参数的关系

#### 5.5.4 PandaX-4T 探测器内氡的衰减

上面已经讨论精馏系统对氡的精馏效果，探测器内氡含量的衰减是我们更加关心的问题。当精馏系统在线除氡运行时，探测器内氡本底由多个方面决定，包括探测器自身放氡率  $k_1$ ，流向精馏系统部分的放氡率  $k_2$ ，精馏系统的衰减系数  $Re_{dist}$ ，精馏系统流回探测器的管道部分放氡率  $k_3$ ，以及氡自身衰变的衰减常数  $\lambda_{Rn}$ 。最终探测器内氡本底水平将稳定在一个新的固定数值，所以将只讨论系统平衡后氡含量的比较。

管道系统采用的均为内抛光过的不锈钢管，放氡率远小于探测器本身以及循环系统部件，如 KNF 泵，Getter 等，即  $k_3 \ll k_1$ 。为了利用精馏系统减小循环系统中的放氡率  $k_2$  进而降低探测器内的氡本底，将循环系统放置于精馏系统的前端。整体的流程图如 5-21。

计算中氡含量应包含  $^{222}\text{Rn}$  以及  $^{220}\text{Rn}$  的变化，不过精馏系统对两者的提纯效果非常接近，所以将分别考虑两者的衰减关系。当耦合精馏系统进行除氡运行时，探测器内部氡含量的变化可以由公式 5-16 表示。其中  $f$  为精馏流速  $F$  与探测器内总量之比，对于初步设计流速 56.5 kg/h 以及 PandaX-4T 内 6 吨总氡量而言，为  $f = 2.62 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ 。

$$\begin{aligned} \frac{dN(t)}{dt} &= k_1 - f \cdot N(t) - \lambda_{Rn} \cdot N(t) + \frac{k_2 + f \cdot N(t)}{Re_{dist}} \\ &= \left( k_1 + \frac{k_2}{Re_{dist}} \right) - \left[ f \cdot \left( 1 - \frac{1}{Re_{dist}} \right) + \lambda_{Rn} \right] \cdot N(t) \end{aligned} \quad (5-16)$$

则对于未耦合精馏系统与在线除氡两种运行工况，经过长时间  $t \rightarrow \infty$  稳定后探测器内的氡含量水平可以得出，为公式 5-17<sup>[99]</sup>。

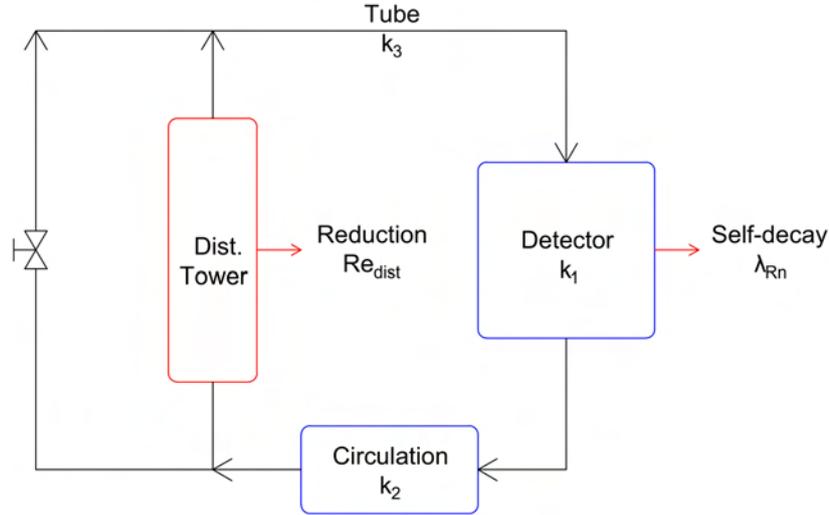


图 5-21 探测器内氩本底影响流程图

$$N_{without}^{Rn} = \frac{k_1 + k_2}{\lambda_{Rn}}$$

$$N_{with}^{Rn} = \frac{k_1 + \frac{k_2}{Re_{dist}}}{\lambda_{Rn} + f \cdot \left(1 - \frac{1}{Re_{dist}}\right)} \quad (5-17)$$

同时当精馏系统氩衰减系数  $Re_{dist} \gg 1$  时，探测器内氩的衰减系数可以写为式5-18。可以得出  $^{222}\text{Rn}$  与  $^{220}\text{Rn}$  的衰减系数  $Re_{detector}$  分别为 2.25 与 1，由于  $^{220}\text{Rn}$  的衰变常数远大于流速与总氩量的比值，则在线氩精馏无法减少探测器内  $^{220}\text{Rn}$  的含量。

$$Re_{detector} = \frac{\lambda_{Rn} + f \cdot (1 - 1/R)}{\lambda_{Rn}} \quad (5-18)$$

图5-22分别展示了精馏流速(当  $Re_{dist} = 10$ )与精馏氩衰减系数(当  $F = 56.5 \text{ kg/h}$ )对探测器内  $^{222}\text{Rn}$  衰减系数的影响。可以发现当精馏系统氩衰减系数远大于 1 时，精馏的流速将决定探测器内的氩衰减水平。同时提高精馏流速也会减小系统放氩率的影响，所以在在线除氩运行中尽可能提高精馏流速最为关键。

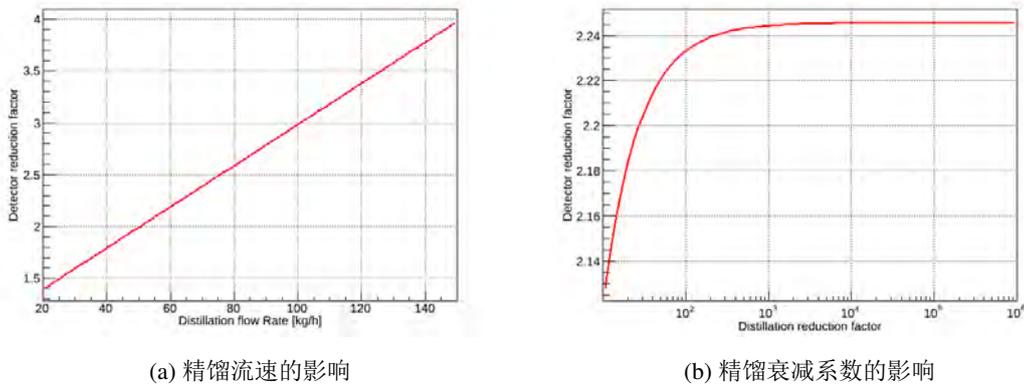


图 5-22 探测器内氮衰减系数与精馏流速、衰减系数的关系

本节讨论了利用精馏系统对探测器内除氮的作用，表5-6总结了除氮运行的基本参数。

	运行流量 [kg/h]	回流比	回收率	进料塔板	再沸器加热量 [W]
参数	56.5	0.15	0.99	13/8	209

表 5-6 PandaX-4T 精馏系统除氮运行参数表

## 5.6 PandaX-4T 精馏系统结构与工艺流程

基于三种不同运行工况下的要求进行设计计算，搭建了 PandaX-4T 精馏系统并完成了持续三周的试运行。之中包含了机械加工、真空检漏、低温绝热、精馏分离等多个重要领域的实际运用，本节中将详细阐述精馏系统的加工搭建、结构构成、监控系统以及不同运行工况下的工艺流程。

### 5.6.1 精馏系统结构

由于 PandaX-4T 精馏系统对氮组分纯度要求相较于 PandaX-II 精馏系统更高，则在设备的加工制造中要求更为严苛。系统搭建按照由上至下，由内至外的安装方式。过程中，每安装一个内塔部分，用盲板封闭后使用氮质谱检漏仪进行检漏，通过后进行下一步外塔的装配。图5-23展示了系统搭建的相关过程。全部组件装配结束，对整个系统进行常温氮质谱检漏。

精馏系统主要包含精馏塔主体部分，外部管道面板系统，外部支撑结构与外部配件等。精馏系统主体部分示意图见5-24。其中外部黑色粗框表示外真空罩，底

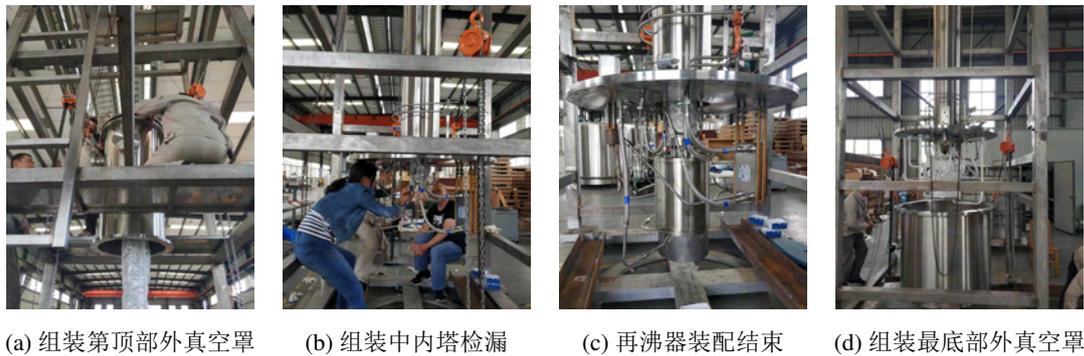


图 5-23 精馏系统塔体装配过程图

部连接抽真空口与 PT60 脉管制冷机，顶部连接 AL300 GM 制冷机。中部黑色部分表示塔体填料区域，顶部连接冷凝器，底部连接再沸器。中部有三个进料口，从上至下分别距冷凝器底部 1.5 m，2.8 m 与 4.5 m，分别对应除氦运行进料口，考虑系统放氦率时的除氦进料口与忽略系统放氦率时的除氦运行进料口。

基于精馏系统主体结构，塔内制冷设备、加热设备与热交换器等均可适用于除氦或除氦精馏运行，没有添加额外设备，节约了建造成本。同时要求外部管路系统可以满足对不同运行工况中流体走向与控制的要求。管路系统独立对于精馏系统主体结构之外，通过 5 根 1/2 英寸不锈钢管道连接，方便拆卸运输，以及单独维护或修改。全部仪表控制器等与管道系统耦合于由铝合金支架搭建的框架中。主体与管路面板如图 5-25 所示。

### 5.6.2 基于 PLC 的监控控制系统

精馏系统运行需要保证系统的稳定性，压力、温度、流量、液位、加热量以及压差等多个参数需要实时监控反馈，一旦出现异常波动需要马上进行参数调整或其他处理。PLC 控制系统是专为工业生产设计的一种运算控制器，其基于可编程的存储器，完成对数据的采集，逻辑运算，反馈输出等功能，基于其构建精馏系统的监控控制系统，包含了上位计算机、CPU、存储器、输入输出单元以及 I/O 扩展口等。

系统中用于监控参数与输出控制参数的仪表见附录 A 所示。通过两台模块机柜用于 CPU 与输入输出模块的组装，用以连接精馏系统的各类型信号。见 5-27 左图。系统信号首先通过仪表或传感器本身传入 PLC 系统输入模块，通过 CPU 存入存储器中。通过梯形图编程语言，在上位计算机中构建系统参量与流程图，并通过 GSM 模块进行短信与网络报警。5-27 右图描绘了精馏系统基于 PLC 的结构框图，其中输入输出模块 (I/O) 包含有模拟信号输入输出 (AI/AO)，数字信号输入

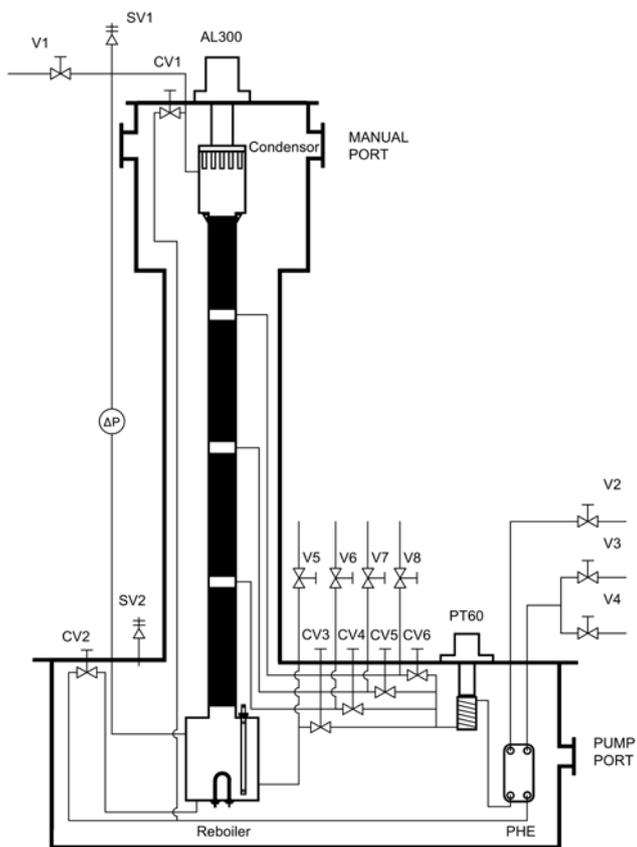
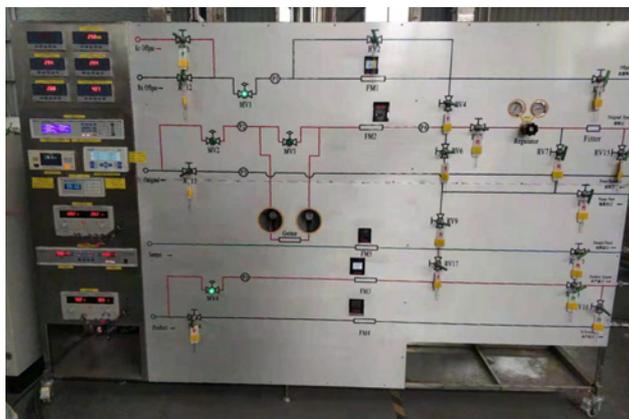


图 5-24 PandaX-4T 精馏系统主体示意图



(a) 精馏系统主体照片



(b) 管路面板系统照片

图 5-25 精馏系统主体与面板系统图片

输出 (DI/DO), RS232/485 以及电阻温度探测器模块 (RTD) 等。

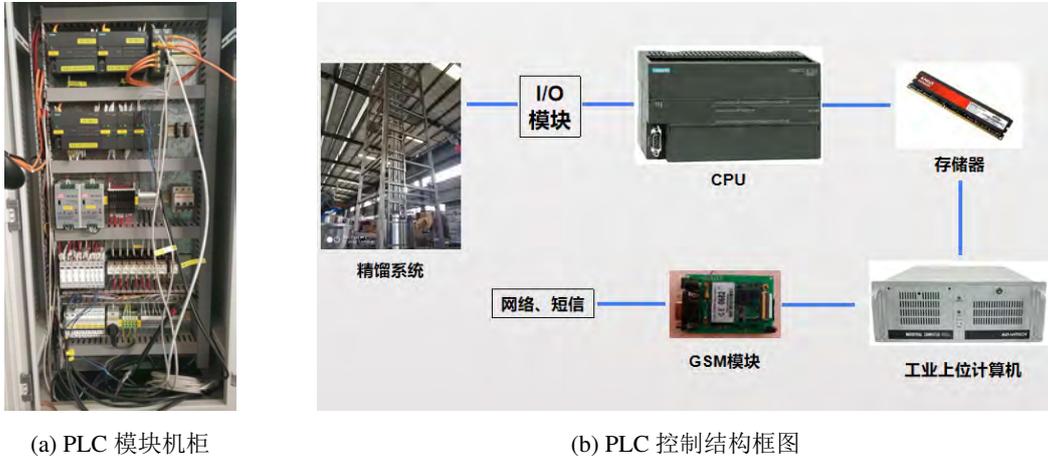


图 5-26 基于 PLC 的精馏监控控制系统

此外，在线除氫精馏必须不间断运行才能保证探测器内氫本底的降低，凭借 PLC 实现对系统运行的反馈控制，以保证正常运行时系统的稳定性。在试运行期间，仅使用 PLC 系统对精馏系统的运行参数进行读取存储，并通过控制功能调节各个参数的设定值。图5-27显示了精馏系统在 PLC 中的系统流程图。

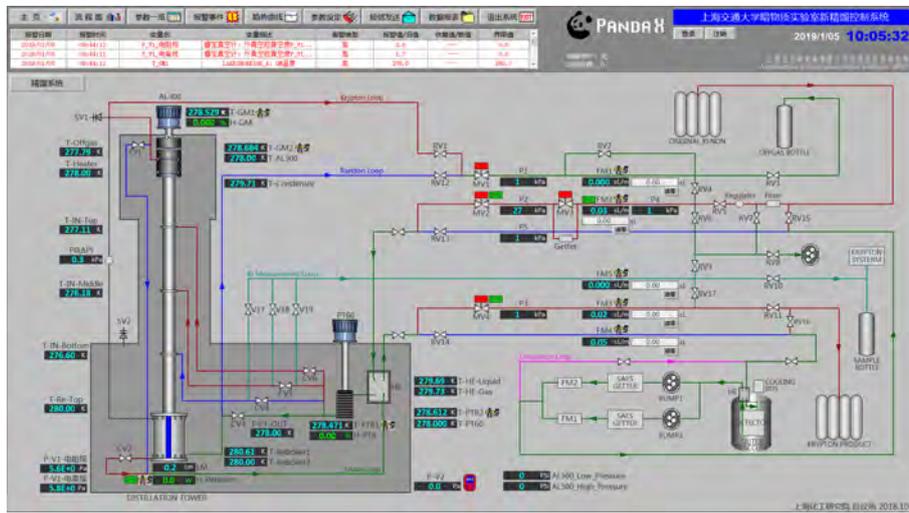


图 5-27 精馏系统控制流程示意图

本章介绍了 PandaX-4T 精馏系统的设计计算以及结构构成，下章中将对系统的测试运行进行详细阐述，并对实验数据进行分析，得出准确的系统工况参量优化运行参数。

## 第六章 PandaX-4T 精馏系统试运行与数据分析

PandaX-4T 精馏系统搭建完成后,进行了包括全部阶段的系统试运行。测试运行的主要目的是了解各阶段运行状态,检验系统对氦组分的提纯结果,大流量下除氦运行中压力与液位波动,以及通过系统工况参量对结构或运行参数进行优化。本章将首先介绍测试运行流程,然后分别对进料气液分率,运行参数优化,压力液位稳定性等进行分析。由于运行中出现原料氦气瓶阀门泄露等问题导致取样污染,且产品氦中氦含量需借助实验组其他系统进行分析,故本章中将不对氦的衰减系数进行讨论。

### 6.1 测试运行流程

2018年9月开始对精馏系统进行搭建,于同月底完成了主体部分搭建,包括内塔与外真空罩组装,装配填料、传感器布置以及包裹绝热材料等。之后连接管道面板系统与 PLC 监控控制系统,并测试各仪表工作状态,保证全部设备工作正常后,进入试运行阶段。

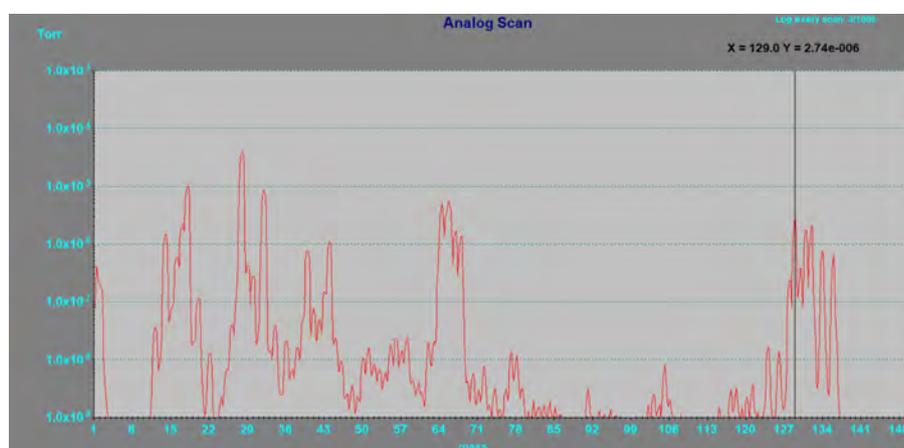


图 6-1 低温检漏外真空 RGA 组分谱

试运行的主要时间点与操作如下:

**Day01 10:00** 通过 FM2 流量控制器向系统内灌入 250 kPa 原料氦气,打开 AL300 进行预冷。

**Day01 13:00** AL300 冷头温度降至 178 K。

**Day03 04:00** 液位显示 0.1 cm, 此时进氦总流量为 3036 SL。

**Day04 04:00** 液位到达预期高度, 此时总流量为 14100 SL。调节再沸器加热量至 119 W。

**Day06 10:00** 全回流稳定运行 36 小时。由于原料氙气瓶阀门出现泄漏, 利用 KNF 循环泵模拟在线除氙流程, 即再沸器底部产品氙作为进料流回系统。通过流量控制器 FM3, 控制产品流量 30 SLPM, 进料管道借助于除氙进料管道, 废品氙流量 1 SLPM。

**Day06 12:00** 关闭 KNF 循环泵, 结束在线除氙测试运行, 废品氙统计流量 124 SL。

**Day06 14:00** 降低再沸器加热量至 38 W, 开启 KNF 循环泵, 调节流量控制器 FM4 控制流量为 30 SLPM。每调节 25 SLPM 调整再沸器加热量至回流比为 0.14, 期间每 20 分钟提高 5 SLPM 流量。直到流量达到设计参数 160 SLPM, 以及再沸器加热量到达 251 W。此时 KNF 循环泵后端压力为 557 kPa。

**Day07 08:00** 关闭 KNF 循环泵, 结束除氙测试运行, 此时总循环流量为 116682 SL, 即总计 687 公斤的氙气通过不同流量实现了除氙精馏流程。同时利用 FM3, FM4 对系统内氙回收至产品氙气瓶中。

**Day07 18:30** 液位到达 0 cm, 停止 AL300 制冷机运行, 继续氙气回收。

**Day10 12:00** 系统压力降至 1 kPa, 温度回升至室温, 结束氙气回收。对氙气瓶进行称重。

测试运行中没有发生断电断水或是液泛等问题, 系统运行状况整体平稳符合预期。对精馏系统实验数据的分析可以得到实际运行工况的重要信息。基于分析的目的性将分析流程由以下五个方面进行介绍:

- 进料液相分率。
- 运行参数优化。
- 系统参数波动。
- 系统配件参数。
- 产品氙浓度测量。

## 6.2 进料状态分析

进料的液相分率直接影响到系统内气相负荷的分布以及压力与液位的变化, 进而影响到精馏的提纯结果。由于除氙运行与除氙运行流程中存在不同, 其进料液相分率可能也存在差异, 下面将基于板式热交换器效率讨论不同运行工况以及运行参数下进料液相分率的变化。

### 6.2.1 板式热交换器效率

考虑到除氮运行中设计流量与 PandaX-II 循环系统运行流量接近，于是采用了同一型号板式热交换器 K70。图6-2为 K70 于真空罩中的安装图，其通过热传导系数更低的环氧树脂材料固定于外真空罩法兰底部，并通过 4 根低温软管与系统相连。



图 6-2 精馏系统真空罩中板式热交换器安装图

计算板式热交换器效率有两种途径，其中常采用的是利用流体引入内部系统热量负荷的变化得出，此外也可以通过进出口流体温度与液相分率得出。全回流开始阶段，AL300 的热补偿加热量为 350 W，原因是安装过程中氦气压缩机氦气量部分泄露以及系统漏热导致有效制冷功率小于公司测量值，即认为内塔系统有效制冷量为 350 W。在除氮循环流量测试时，PT60 的热补偿量始终为 0，AL300 热补偿随流量的增加而降低。则利用式6-1作为流量引入的热负荷用以计算除氮运行时的热交换效率。

$$Q_{flow} = 450W - Q_{reboiler} - Q_{AL300} - Q_{PT60} \quad (6-1)$$

$$Eff = 1 - Q_{flow}/Q_{total}$$

对于气-气交换， $Q_{total}$  为产品出口处 188 K 低温氩气升温至室温所需的总加热量，对于气-液交换还需要增加汽化热部分。利用流量测试中稳态数值得出运行流量与热负载的关系图6-3，其中没有考虑 100SLPM 流量运行时的稳定点，原因在第6.4.2小节中会详加解释。可以得出对于除氮运行中气-气交换，板换热交换效率为  $87.2 \pm 0.4\%$ 。

除氮运行中只测试了单一流量 30 SLPM，则对于除氮运行中气-液交换，发现 AL300 热补偿没有发生变化，同时 PT60 加热量下降，说明进料全为液相，没有对内塔系统引入热负荷。同样用式6-1可以得到热交换器效率为  $95.3 \pm 0.3\%$ ，与通过

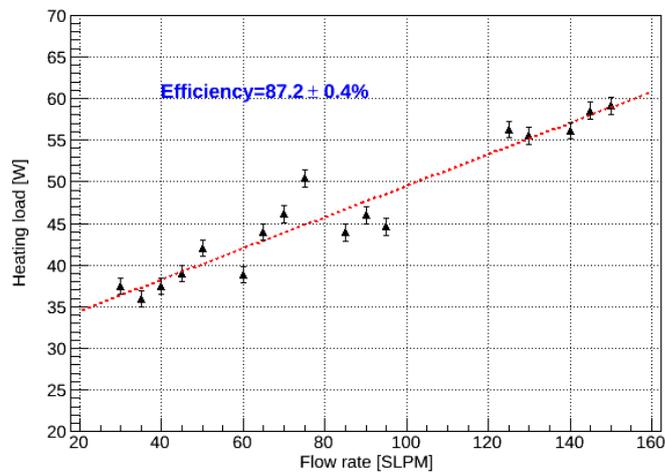


图 6-3 通过热负荷计算板换气-气热交换效率

PandaX-II 循环测试的数据 95.2% 接近。说明对于气-气交换与气-液交换的板换热交换效率存在一定的差异。

此外在板换低温流体与常温流体出口的接头位置布置了温度测点，除氦运行进出料均为纯气相流体，则可以利用温度差计算热交换效率。图6-4显示了板换出口温度随除氦运行时间的变化，最开始的温度上升是由于运行之初板换出口仍保持除氦运行时更低的温度状态，气-气交换中引入的热量造成了温度的上升。随着时间的推移，出口端温度会相对稳定。常温流体进料温度与外界室温相同，为 281.5 K，但低温流体进口温度收到长管道漏热的影响，并且出口温度的测点需要经过长时间的恒定流量运行才能保证为出口温度。根据长时间运行后相对稳定的温度曲线，可以利用已知的板换气-气热交换效率可以得到真实低温流体进口的温度，约为 195 K。

### 6.2.2 进料液相分率

通过已知的板换热交换率可以得出进料的液相分率。图6-5分别展示了除氦运行时流速与引入热负荷的关系，以及考虑热负荷全部转换为汽化热时，气相分率随流量的变化。由于 PT60 制冷功率约为 106 W，则不考虑板换效率在高流速下的降低时，进料在流量小于 200 SLPM 时均为纯液相进料  $q = 1$ ，且随流量变化并不明显。

对于除氦运行中，当大于 30 SLPM 时，进料液相分率均为 0。上章中提到同样再沸器蒸发量时，液相进料会造成提馏效率的降低，下面将讨论如果利用测试

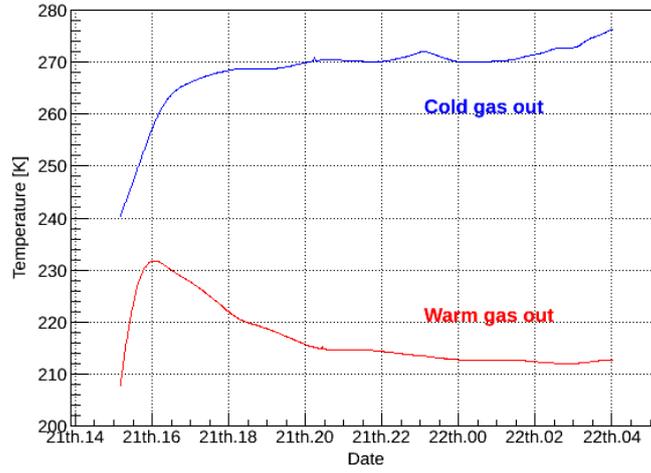
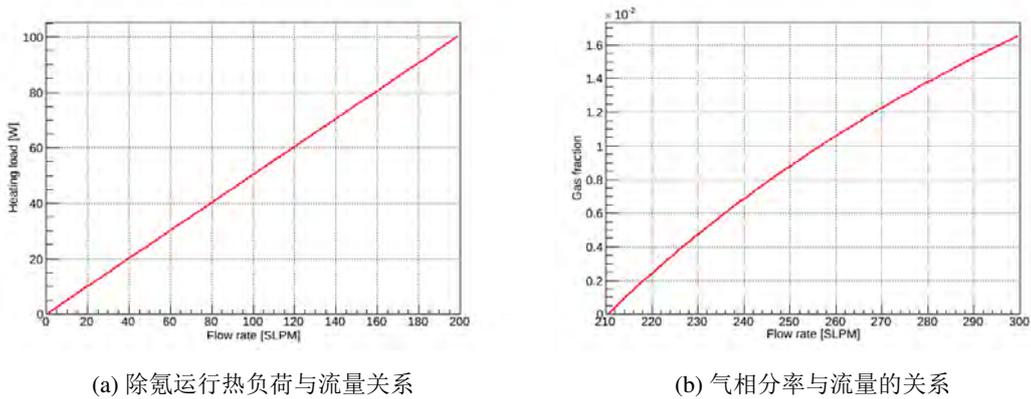


图 6-4 板换低温、常温流体出口温度变化



(a) 除氮运行热负荷与流量关系

(b) 气相分率与流量的关系

图 6-5 除氮运行时进料状态与流量的关系

运行数据对运行参数进行优化。

### 6.3 运行参数优化

精馏阶段中预防液泛的发生非常关键，随着流量的提高会造成气相负荷的增加，进而压差增大并增加液泛发生的可能性。在测试运行中没有发生液泛现象，本节将根据最大气相负荷对最高运行流量与回流比进行计算，并对精馏参数进行优化分析。

#### 6.3.1 气相负荷与压差

除氙运行为全液相进料且流量远小于除氙测试运行，所以下面只对除氙运行中气相负荷进行讨论。受制于 KNF 循环泵后端最高压力为 0.6 MPa，测试运行中最大的运行流量与再沸器加热量分别为 160 SLPM 与 251 W，则对应此时精馏段与提馏段的气相负荷如式6-2。表明当精馏系统气相负荷低于  $0.35 \sqrt{Pa}$  时，不会发生液泛。此时，精馏段的气相速度为  $8.03 \times 10^{-2} \text{m/s}$ 。

$$\begin{aligned} F_{rec} &= \frac{F + Q_{reboiler}/H_{xenon}}{\rho \cdot \pi D^2/4} \cdot \sqrt{\rho} \\ &= 0.35 \sqrt{Pa} \\ F_{str} &= \frac{RD - W}{(R + 1) \cdot D} \cdot F_{rec} \\ &= 0.052 \sqrt{Pa} \end{aligned} \quad (6-2)$$

再沸器与冷凝器间的压差为关联液泛与气相负荷的重要表现参数，观察压差是否与预期相符是预警液泛发生的重要依据。除氙运行中最高压差为 6.7 kPa。不同精馏段气相负荷与压差的关系如图6-7所示，其中黑点为除氙运行中测量数据，红色实线为用 Leva 关联式6-3进行的拟合结果，蓝色点为考虑全液相进料时除氙运行数据，符合预期结果。

$$\Delta P = \alpha \cdot 10^{\beta L_h} \cdot (H_{rec} \cdot F_{rec}^\gamma + H_{str} \cdot F_{str}^\gamma) \quad (6-3)$$

Leva 关联式是将液体喷淋密度  $L_h$ ，气相负荷  $F$  与压差  $\Delta P$  进行关联的常用公式，其中  $H_{rec}$  与  $H_{str}$  分为精馏段以及提馏段的高度。通过拟合可以得到其中关联常数分别为  $\alpha = 1244.6$ ， $\beta = 3375.3$  以及  $\gamma = 0.731$ 。但对于不同结构系统，关联常数并不相同。

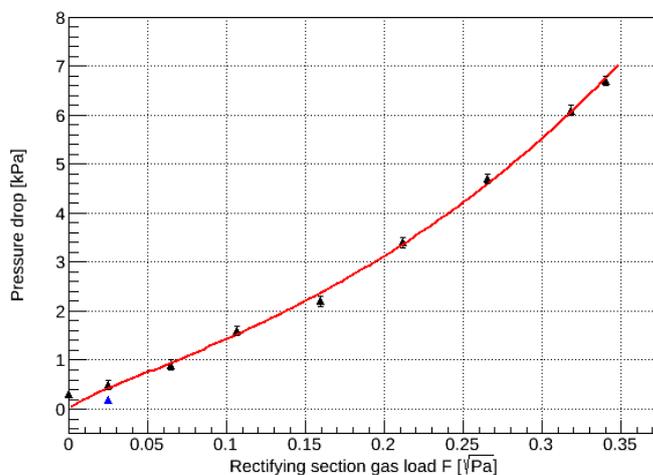


图 6-6 压差与精馏段气相负荷的关系

### 6.3.2 运行流量与加热量

气相负荷与进料流量、再沸器加热量相关，利用最大气相负荷，可以得到气相进料运行时流量与再沸器加热量调节的最大范围。图6-7为运行流量与再沸器加热量对气相负荷的贡献。其中黑点为最大气相负荷的测试运行工况，黑色虚线为同样气相负荷下流量与再沸器加热量之间的关系，即在虚线左侧任意运行参数下，精馏系统都不会发生液泛。考虑到贝恩霍根关联式得出的空塔气速为 0.25 m/s，大于测试运行中气相流速，最大气相负荷在后续运行中应当仍有提升空间。

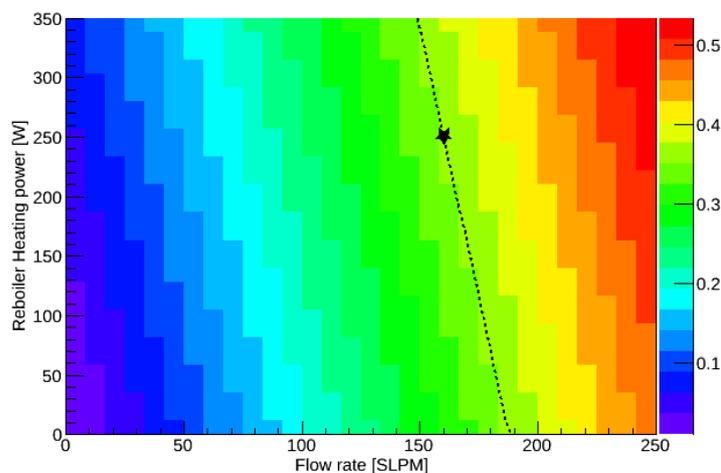


图 6-7 再沸器加热量与流量对气相负荷的贡献

上章中提到除氦运行中精馏流量对探测器氦本底关联性更明显，且当精馏系统氦衰减系数大于 100 时对探测器氦本底的降低基本保持稳定。则在不考虑系统本身放氦的情况下固定精馏系统氦衰减系数为 100，对流量进行调整。可以用 M-T 方法得出此时回流比  $R = 0.1$ ，相同回收率下的再沸器加热量与流量的关系为  $Q_{reboiler} = (RD - W) \cdot H/\rho$ ，则可以得出此回流比下的再沸器加热量与流量分别为 139 W 与 172.2 SLPM (60.8 kg/h)。

图中还可以发现，流量对气相负荷的贡献率大于再沸器加热量，则对于液相进料的除氦运行，调整运行参数的主要限制在于再沸器加热量而非流量。将除氦运行的最大流量放大至流量控制器最大流程 50 SLPM，调节再沸器加热量以提高精馏效果。

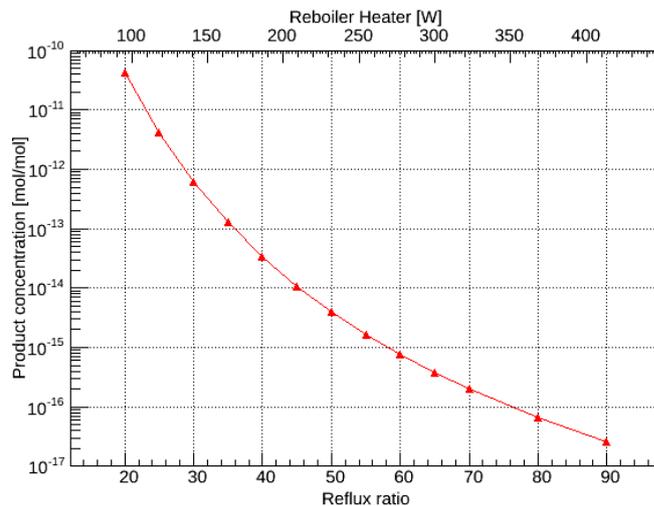


图 6-8 除氦运行产品氦中氦含量随回流比的变化

图6-8为利用 Aspen Hysys 模拟全液相进料时不同回流比下产品氦中氦含量的变化，上部坐标轴为进料流量为 50 SLPM(17.7 kg/h) 时相对应的再沸器加热量。可以看到当再沸器加热量到达 250 W (回流比为 55) 时，产品氦中氦含量可以降至  $2 \times 10^{-15}$  mol/mol。

在将杂质衰减系数作为主要考量时，总结除氦精馏与除氦精馏的优化运行参数见表6-1，其中对于除氦运行杂质衰减系数为探测器内氦含量的衰减系数。而当考虑回收率影响时，则需要参考除氦运行中式5-9。而对于除氦运行由于流量较大，则必然需要借助气体系统随时对探测器内氦气进行补充，则运行中将主要以提升流量作为主要考量。

## 6.4 系统运行状态与分析

精馏系统在线运行时需考虑到系统流阻造成的流量损失，在离线除氮运行中采用低温冷井的方式对产品氙进行收集，同样需要对系统流阻进行计算。此外通过对系统压力的研究得出顶部冷指的换热系数以及冷凝器液位的变化，并讨论在线运行中温控模式对系统压力与液位的影响。

### 6.4.1 系统流阻

上节中提到优化参数中运行流量需要进一步提升，则需要验证系统是否满足高流量运行。下面将首先讨论在线运行中进料管道的流阻，之后对离线除氮运行中产品氙管道的流阻进行研究。

将 P5, P3 分别作为精馏系统进料处与产品出口处的压力指示，并利用流量控制器 FM4 通过调节泵进口端压力控制精馏流量。6-9左图为简化的在线除氮流程，其中 P1 为精馏系统冷凝器处压力，R 代表不同压力传感器间的流阻， $P_f$  与  $P_b$  分别为泵前端与后端的压力，实验中无法直接测量。

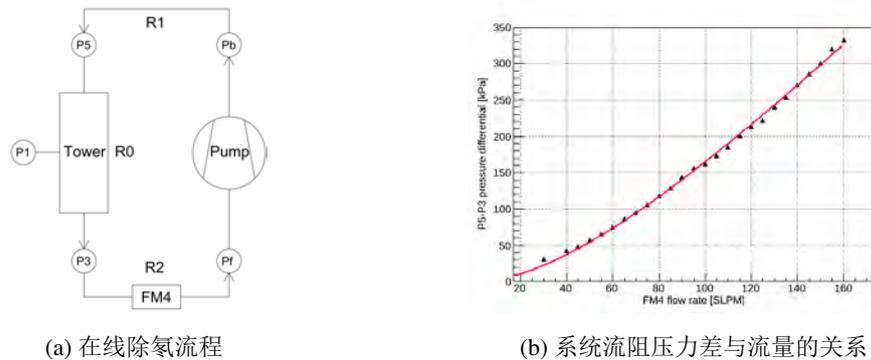


图 6-9 精馏系统除氮循环流阻

参数	除氮运行	除氮运行
运行流量 [kg/h]	17.7	60.8
回流比	55	0.1
回收率	0.99	
再沸器加热量 [W]	250	139
杂质衰减系数	$10^8$	2.33

表 6-1 精馏系统优化运行参数表

6-9右图则显示了 P5, P3 的压差与流量之间的关系。对于系统管道而言,运行中雷诺数  $Re = du\rho/\mu$  均大于 2000, 即运行流体为湍流状态, 从图中可以看出精馏系统流阻 R0 与流量并非线性关系。所以曲线拟合函数采用湍流直管流阻损失公式变形形式6-4对曲线进行拟合, 其中  $L$  为等效直管长度,  $\rho$  为流体密度, 函数  $\phi(Re)$  采用  $a/(Re - b)$  的形式, 其中  $a, b$  为常数项。公式可推广应用于不同的流体。

$$\Delta P = \frac{L}{\rho} \cdot Re^2 \cdot \phi(Re) \quad (6-4)$$

对于 30 SLPM 流量的在线除氮运行中, P5 与 P3 的压差为 137 kPa, 远大于上述关系式。原因在于除氮运行为液相进料, 液体由换热器至进料位置的提升高度需要更大的压差提供, 同时液相流动造成的流阻损失与气相并不相同。

由于两种流程中产品流道并不相同, 以 P1 作为系统压力优先考虑进料管道的流阻情况。进料管道中影响流阻的重点在于 PT60 换热盘管, 板式热交换器以及阀门等, 两种流程中认为等效直管长度接近。图6-10为区分进料管道压降、产品管道压降与流量的关系图, 其中三角点为进料管道压降, 正方形点为产品管道压降, 红色与蓝色分别表示除氮运行与除氮运行, 可以发现塔内部产品出口流阻远小于进料管道。利用同样形式对进料压降拟合曲线并利用液相流参数对除氮运行进行计算, 可以得到除氮运行时流阻随流速的变化, 同时提升高度对压差的贡献为  $\rho gh \sim 120$  kPa, 则图中蓝色虚线为不同流量下所需的压差关系。

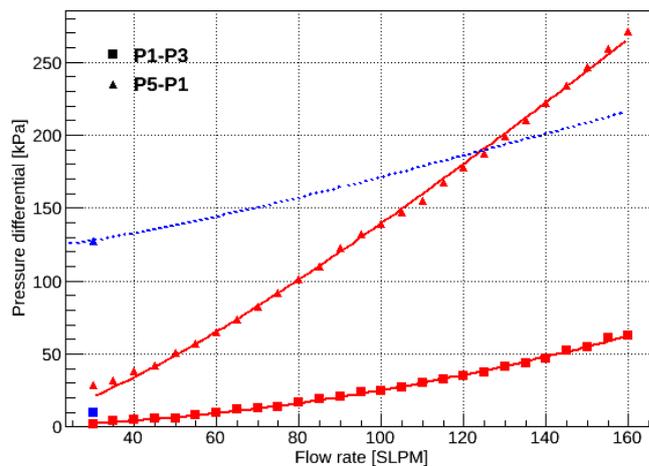
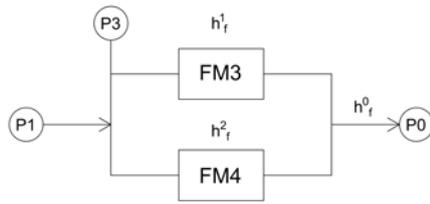


图 6-10 不同运行管道流阻变化

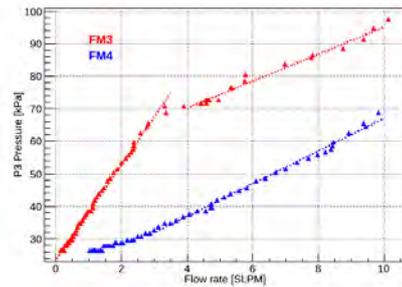
可以发现蓝色虚线与实际数据点蓝色三角点比较吻合, 则说明在 50 SLPM 运

行流速下，进料压力应比塔内压力高约 140 kPa。KNF 循环泵末端承受最大压力为 600 kPa，可以满足运行需求。

离线除氮运行中产品氙管道需要通过冷井的方式满足 50 SLPM 的回收速率，通过对回收阶段压差与流量的研究得出产品氙管道压降与流量的关系。



(a) 简化回收阶段流程图



(b) 回收阶段 P3 压力与流量变化

图 6-11 回收阶段流量关系

由于流量控制器 FM3 与 FM4 为并行管道，在回收阶段为了增加回收流速将两者同时打开并调节流量设定值为 10 SLPM。图6-11左图为简易的回收阶段流程，其中 P0 代表产品氙气瓶中氙在液氮温度的饱和蒸气压，此处以 0 计算。右图则展示了在回收阶段尾期 P3 压力与流量的关系。其中红色点为 FM3 流量，蓝色点为 FM4 流量，可以发现由于两条支路流阻并不相同，在 P3 小于 70 kPa 时流量分配为线性关系。在 P3 压力高于 70 kPa 时，FM4 流量被固定为 10 SLPM，此时会影响到 FM3 的流量，说明后端合并管道流阻不可忽略。

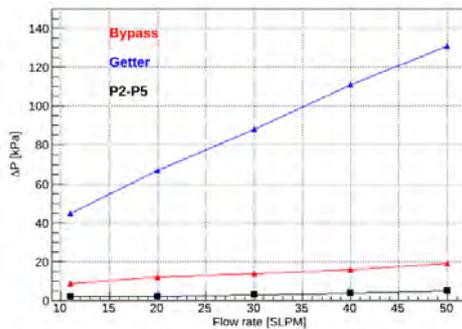
考虑到流量的分配与流阻相关，则利用公式6-5对流量控制器 FM3 流道中 P3 至 P0 处进行伯努利方程的计算，分别为 P3 小于 70 kPa 时两个流量控制器电磁阀全开状态，大于 70 kPa 时，FM4 固定于 10 SLPM 时，以及只考虑 FM3 打开的情况，均按照线性关系进行计算。其中  $a$  代表 FM3 支路压降与流量的关联系数， $b$  代表总管道关联系数， $c$  代表 FM4 与 FM3 流量的比例系数。

$$\begin{aligned}\Delta P_1 &= (a + b + b \cdot c) \cdot F_3 \\ \Delta P_2 &= (a + b) \cdot F_3 + 10 \cdot b \\ \Delta P_3 &= (a + b) \cdot F_3\end{aligned}\quad (6-5)$$

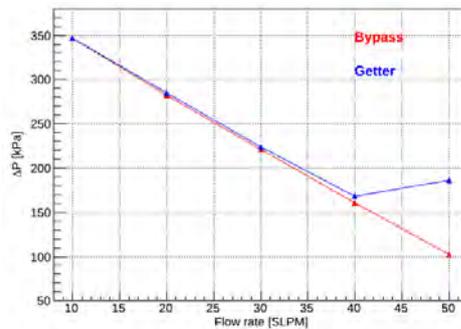
则利用图6-11右图关系可以得出  $a = 1.17$ ， $b = 2.99$  以及  $c = 3.5$ 。说明当产品氙管道流速为 50 SLPM 时，需要 P3 压力至少为 208 kPa。考虑到塔内部产品氙流阻较小，则直接利用测试运行 30 SLPM 时 P1 与 P3 压差线性计算。

离线除氙回收阶段会通过 25 米 CF35 长管道连接面板与产品氙气瓶，则利用莫迪图找到对应流阻系数，得出长管道压降可以忽略不计。综合考虑可以得到回收阶段系统压力 P1 与流量的关系，50SLPM 时所需压差为 220 kPa。考虑到系统稳定运行压力约为 290 kPa，则通过系统与产品氙气瓶压差可以满足 50 SLPM 的回收流量。

原料氙进料流量控制器 FM2 与除氙产品氙流量控制器 FM3 型号一致，最大量程均为 50 SLPM。分别测量了流量控制器全开情况下，压差与流量的关系，如 6-12 左图。以及保持减压阀开度不变的情况下，通过调节流量控制器控制流量，观察压差与流量的关系，如 6-12 右图。



(a) FM2 全开时，压差与流量关系



(b) 减压阀开度不变时，压差与流量关系

图 6-12 FM2 流量控制器流阻关系

其中红色点代表不经过提纯器 (Bypass) 时 P4 与 P2 压差，蓝色点代表经过提纯器 (Getter) 时 P4 与 P2 压差，黑色点代表 P2 与 P5 压差，约为氙气经过两个直角转弯与一个全开波纹管阀后的压差关系。从左图可以发现，不经过提纯器的情况下的流阻远小于经过提纯器的情况，且流量控制器最大量程下压降为 19 kPa，说明在产品氙气回收中流阻主要存在于后端管道中。

此外，厂家产品说明中该流量控制器于空气下最大量程的压降为 2 Psi (~14 kPa)，考虑 P2 与 P4 之间还存在一全开的气动阀，认为两个数值比较一致。说明虽然同样流量下氙气与空气的雷诺数相差约  $\rho_1 \cdot \mu_2 / \rho_2 \cdot \mu_1 = 6$  倍，但两者运行时管道流阻却比较接近。除氙产品管道中 FM4 (250 SLPM 量程) 空气中最大量程压降为 2.4 Psi，则认为 FM4 在氙气工况下的最大量程 250 SLPM 下压降约为 23 kPa。

右图中两条曲线一致的原因在于流量控制器控制管道流阻使得流量保持稳定，则系统两端的压差应该一致。其中经过提纯器 50 SLPM 测试点偏离的原因是此减压阀开度下流量无法达到 50 SLPM，于是调节了减压阀的开度。

### 6.4.2 系统压力

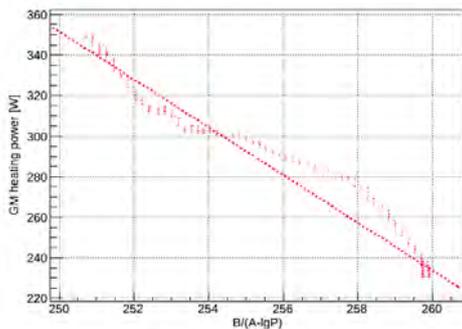
本小节中将对系统压力的相关性进行探讨，得出无氧铜冷指的平均给热系数。此外，在除氦运行中发现系统压力出现非线性变化，则通过分析得到冷凝器内液位变化以及对产品氙出料的影响。

在全回流阶段发现冷凝器压力  $P_1$  与 AL300 制冷机热补偿功率成负相关，原因在于冷指存在有限的热交换面积  $S$ ，对不同的制冷功率会在冷指表面形成厚度不同的氙液膜，当认为冷指温度固定不变为冷头的设定温度时，则液膜外表面温度随功率的变化而改变，进而引起系统压力的变化。若系统压力约等于液膜外侧温度的饱和蒸气压，通过液膜换热方程与氙的安托因方程如式6-6对压力与热补偿功率进行关联。

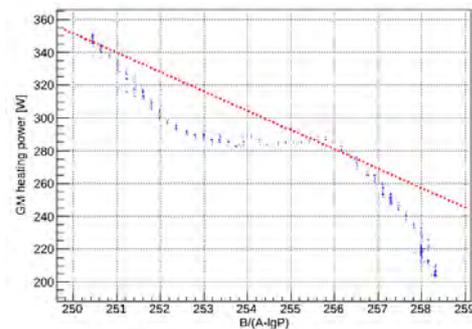
$$Q_{cooling} = \alpha \cdot S \cdot \Delta T$$

$$\lg P = A - \frac{B}{(T - 273.1) + C} \quad (6-6)$$

其中  $A = 6.6788$ ， $B = 573.48$ ， $C = 260$  代表氙气的安托因关联常数， $\alpha$  与  $\Delta T$  分别代表平均给热系数与氙液膜的温差。6-13 (a) 代表全回流阶段压力与 AL300 热补偿之间的关系，其中横轴用关联式  $B/(A - \lg P)$  代替压力值。可以通过拟合曲线得到平均给热系数与面积的乘积  $\alpha \cdot S = 11.8 \text{ W/K}$ 。



(a) 全回流阶段压力与加热量变化



(b) 除氦运行阶段压力与加热量变化

图 6-13 系统压力与 AL300 热补偿间关系

液膜之间的温差不可忽略，运行中冷凝器温度与顶部出料口的温度均约为 188 K，与预料的数值相同。然而温度的升高将降低相对挥发度，此温度下对应的氙氙与氦氙数值分别为 9.6 与 11.4，将会影响到精馏结果，后续运行时应当适当调低 AL300 冷头设定温度。

图6-13 (b) 为除氦运行时, 系统压力与 AL300 热补偿间的关系, 其中红色虚线为全回流状态拟合曲线。运行低流量时, 系统压力会随加热量的较小而增加, 与全回流阶段相同, 但压力小于同等加热量下的全回流阶段压力值。此外, 令人困惑的是在一个时间段加热量没有发生改变的情况下, 系统压力持续升高, 而之后又恢复至负相关的趋势。加热量恒定而压力上升的时刻为精馏流速达到 100 SLPM 时, 此时还发现顶部产品氦管道温度发生突变。且当考虑板式热交换器效率时, 发现在 100 SLPM 至 120 SLPM 中因流量引入系统的热负荷发生了突然的减小。图6-14中分别为产品氦温度与热负荷随流量的变化关系。

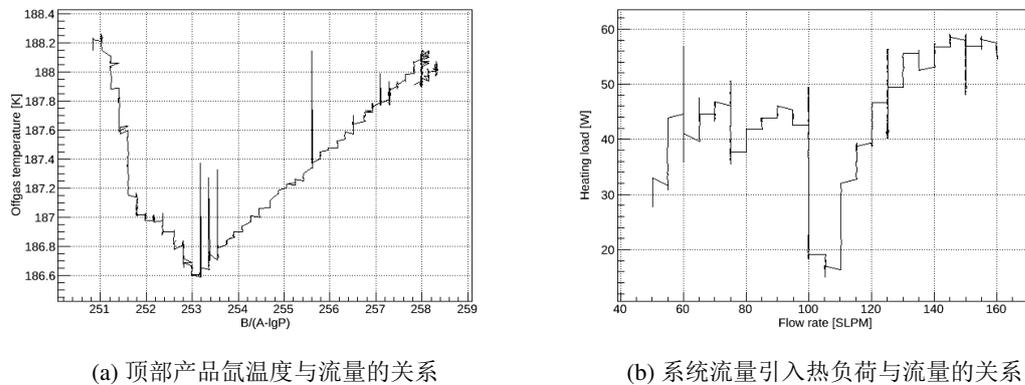


图 6-14 除氦运行 100SLPM 压力突变时废品氦与热负荷的变化

从图中可以看出当精馏流量在 100 SLPM 时, 冷凝器处产品氦状态发生了突变。而 120 SLPM 之后, 产品氦温度没有改变, 但冷凝器中冷指的换热效率发生了变化。冷凝器内部结构如图6-15所示。其中产品氦出口距冷凝器底部约为 30 cm, 冷指下端距产品氦出口仅 1 cm 左右。于是推断在改变流量除氦运行过程中冷凝器中前后发生了三种不同状态。

第一种状态是当低流速下运行时, 冷凝器中液位低于产品氦出口, 出料为气相, 板换内发生气-气热交换, 其热交换效率前一节中已经得出。此时由于顶部连续出气, 对系统内压力造成了降低而导致运行数据点位于全回流运行时的下方。同时产品氦管道温度随流量以及时间的增加而降低, 若系统不改变状态则会稳定于冷凝器内气相温度。

第二种状态是运行流量达到 100 SLPM 时, 冷凝器中液位到达产品氦出料口。此时产品氦出料短时间内变为气液混合相, 导致整塔液相总量降低, 同时在板换中对进料氦传递了更多的冷量, 导致热负荷突然减少, 如6-14 (b)。同时, 冷凝器内液位增加导致冷凝器顶部形成没有气相流出的封闭空间, 则此时由于冷指换热效率与全回流阶段相同, AL300 热补偿量与压力关系开始向全回流运行曲线靠近。

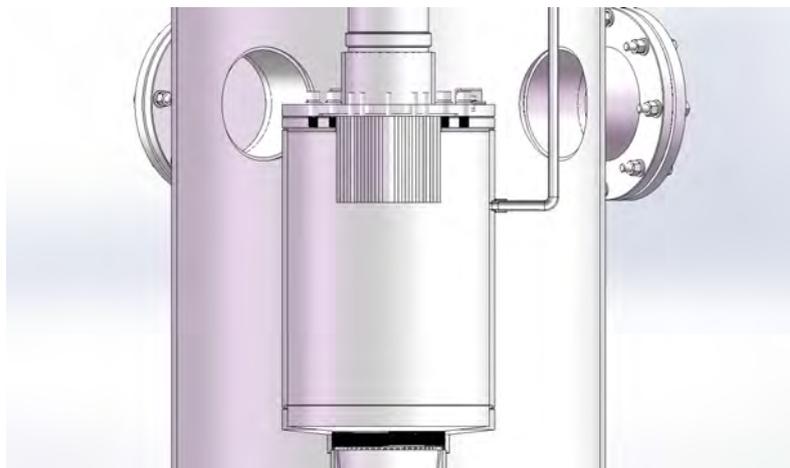


图 6-15 冷凝器内部图

导致在运行流量与 AL300 热补偿不变的情况下，系统压力持续升高，接近全回流同一热补偿量下的压力。若系统不继续改变状态，则曲线应与全回流曲线吻合。

但由于冷指距离产品氩出口距离过近，则当流量增加至 120 SLPM 时，冷凝器内液位升高至冷指底部，同时完全淹没过出料口。第三种情况下由于 P1 压力监控位置处于产品氩管道出口处，则由于流量的影响，P1 压力小于冷凝器顶部压力，同样热补偿与压力关系曲线变为全回流阶段的下方。这种情况下还存在冷凝器中液体已接触到冷指部分，导致换热效率提高，液相温度将保持稳定，如图 6-14 (a)。热交换效率的提升也可能是 P1 压力低于全回流阶段的另一个原因。

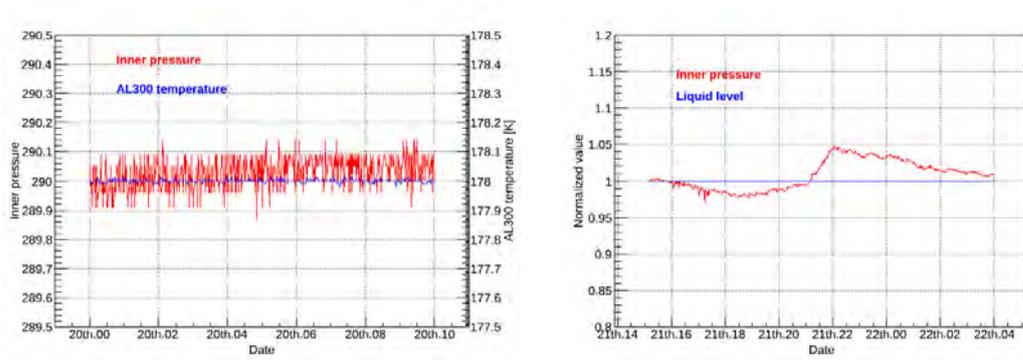
不过在第三种运行情况下，PT60 热补偿功率始终保持为 0。还可以发现进料与产品出料管道压差并没有发生突变，如图 6-10，同时全塔压差关系仍与低流量下运行关系一致，如图 6-6。说明顶部产品出料与进料仍保持为全气相状态。

#### 6.4.3 压力与液位波动

精馏系统通过温控仪 LakeShore336 对冷头的温度进行控制，而 PID 模式保证运行过程中温度的稳定。与探测器相连进行在线运行中，需要尽量减小精馏系统的压力与液位波动。

图 6-16 (a) 为全回流状态中冷头温度与压力的波动，右图为除氦运行中归一化后压力与液位的波动。可以发现在全回流过程中压力与温度的波动均小于 0.05%。上节中提到除氦运行中由于冷凝器液位状态发生变化，导致系统压力产生波动，但系统压力波动仍小于 5%。而由于液位计读数在整个运行中没有发生变化，则液位波动小于 0.1%。

通过对系统大流量运行中温度与压力波动的研究发现，利用温度控制可以满



(a) 全回流压力与温度波动

(b) 除氢运行压力与液位波动

图 6-16 系统运行参数波动

足系统对稳定性的要求。

#### 6.4.4 系统外真空度

当氙气回收结束后向内塔系统中充入微正压的氮气作为保护。在停止外真空泵运行后，外真空真空度在 40 天后上升至 18 Pa，则利用公式 6-7 可以得到漏气率的最大上限。

$$\begin{aligned} \text{Leak rate} &= \frac{\Delta P}{\Delta t} \times V_{outer} \\ &= 6 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \end{aligned} \quad (6-7)$$

同时在预冷阶段，外真空罩真空度随系统温度降低而下降，图 6-17 显示了预冷阶段外真空罩真空度的变化。参考系统温度的变化趋势，将主要放气材料分为无氧铜冷指、不锈钢塔体与绝热材料，其中由于不锈钢与绝热材料问题变化一致，作为同一来源考虑。

可以发现，降温前、无氧铜降温后以及全塔冷却后的真空度分别为  $4.8 \times 10^{-1}$  Pa、 $5.4 \times 10^{-3}$  Pa 以及  $6 \times 10^{-4}$  Pa。则利用温度与放气率关联公式 6-8 可以得到两种来源的放气率关系。其中  $q$  为不同温度下的放气率， $q_0$  为与材料相关的常数项， $E$  与  $R$  分别代表出气活化能与摩尔气体常数。 $P$  为系统真空度， $A$  为同种材料放气表面积， $S$  为系统有效抽速。

$$\begin{aligned} q &= q_0 \cdot e^{-E/RT} \\ P &= \sum q_i A_i / S \end{aligned} \quad (6-8)$$



图 6-17 预冷阶段外真空变化图

通过公式可以得出精馏系统内部无氧铜与不锈钢绝热材料的放气率之比约为  $q_{Cu}A_{Cu} : q_{SS}A_{SS} = 100 : 1$ 。则可以利用这个关系对不同区域温度变化后的真空度变化进行估算。

本章通过对 PandaX-4T 精馏系统试运行进行详细的数据分析，通过参数变化得出系统运行的实际工况，并基于运行条件对未来的运行参数进行了优化。最终氮与氦含量的衰减系数仍需要在 PandaX-4T 探测器搭建完成后，或通过实验组其他系统进行下一步的测量分析。



## 全文总结

PandaX-II 实验于 2014 年开始组装试运行后碰到了电极打火、本底过高等各种未曾预料到的问题，但幸运的是解决了全部问题并最终稳定取数。相较于 PandaX-I，除了在探测媒介液氙质量上提升约 10 倍外，PandaX-II 在探测器结构与子系统中还做出了许多重要的升级，比如改进时间投影室结构，优化电场与光电倍增管分布，利用氟化甲烷作为电子反冲内部刻度源，双 KNF 循环泵提升循环提纯流量等。同时在数据处理各方面也做了更加细致的分析，最终未发现暗物质信号，但得到了世界上 WIMP 粒子与核子的自旋不相关性散射截面的最强限制之一，在 WIMP 质量为  $40 \text{ GeV}/c^2$  时，为  $8.6 \times 10^{-47} \text{ cm}^2$ 。

PandaX-4T 实验为了进一步提升暗物质探测灵敏度，将置信区域液氙质量提升至 4 吨，并通过材料筛选处理进一步降低本底水平，为寻找暗物质信号提供了可靠的实验基础。同时预计在 6 吨  $\times$  年的曝光量下，PandaX-4T 可以达到  $10^{-47} \text{ cm}^2$  的 WIMP 与核子自旋不相关散射截面的灵敏度限制，这也非常接近于暗物质理论预言区域的中心位置，可能会在激烈的国际竞争中率先发现暗物质信号。

本文作者在 PandaX-II 暗物质实验中进行了重要的工作，并独立设计了 PandaX-4T 的制冷循环与精馏系统。其中主要的工作亮点与创新为：

首先利用 PandaX-II 精馏系统对实验所用液氙进行了三次精馏，将氙本底水平由 550 ppt 降低至 6.6 ppt。通过测试运行，得出进料状态为液相，且对液泛现象进行了研究。此外，通过三维插值算法对探测器进行均匀性修正，并改进延迟符合事例的筛选对 PandaX-II 实验中氙与氡本底进行了详细分析。

第二，独立设计 PandaX-4T 制冷循环系统，其中制冷系统可以为探测器的稳定运行提供 700 W 的制冷功率，并满足 1 吨每天的氙气灌注与回收流量。通过搭建单冷头测试平台，对所用制冷机进行制冷量的研究，并测试不同 PID 参数下的温度变化与不同压紧力下的无氧铜接触热阻。此外，搭建了 PandaX-4T 制冷系统总线，对多冷头协同控温与控压进行研究，得出多冷头工作不会发生干扰的结论。利用 PandaX-II 现有循环系统对所用 KNF 循环泵进行了特性曲线的研究，并通过两路并行设计构建了循环流量为 200 SLPM 的循环系统。

第三，独立设计 PandaX-4T 精馏系统，利用 M-T 方法对氙氙分离进行计算，可以满足 17.7 公斤每小时的精馏流量下，将氙浓度衰减 8 个数量级。并首次对氙氡精馏进行计算，利用基于氢氟酸与硝酸的酸洗工艺处理填料，分别探讨了不同放氡率对最终探测器内氡含量衰减的影响。搭建精馏系统，通过测试运行发现系

统可以满足 60.8 公斤每小时的在线除氦流量，基于此流量可以将探测器内氦含量衰减 2.33 倍。

目前 PandaX-4T 实验正在搭建当中，设计的制冷与精馏系统已测试运行成功，等待与探测器耦合后的正式运行。最后，我们相信 PandaX-4T 实验会顺利运行，并会尽快揭开暗物质的谜团。

## 附录 A PandaX-4T 精馏系统设备计算

PandaX-4T 精馏系统包含两台制冷设备与一台加热设备，分别为冷凝器与预冷的制冷设备以及再沸器加热设备。除氦运行中通过热量衡算得出所需功率，如式A-1所示。

$$\begin{aligned} Q_{precooling} &= CF \cdot \Delta T = 57 \text{ W} \\ Q_{condensor} &= (R + 1) D \cdot H = 373 \text{ W} \\ Q_{reboiler} &= [(R + 1) D - F] \cdot H = 118 \text{ W} \end{aligned} \quad (\text{A-1})$$

除氦运行所需的功率分别为 306 W，224 W 与 204 W。但由于板式换热器对进料提供了大部分预冷量，所以预冷机的制冷量需求低于此处计算值。

此外，系统漏热量通过式A-2得出，主要包括辐射漏热以及不锈钢丝绳的热传导漏热。其中  $S$  为内表面积约为  $3.5 \text{ m}^2$ ， $\lambda_{SS}$  为不锈钢的导热系数  $16 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ ， $L$  与  $D_{SS}$  分别为不锈钢丝绳的长度与直径。可以得出总漏热大约为  $Q = 21 \text{ W}$ 。

$$Q = 0.15 \cdot \frac{C_0}{1/\epsilon_1 + 1/\epsilon_2 - 1} \varphi S \cdot \left[ \left( \frac{T_{high}}{100} \right)^4 - \left( \frac{T_{low}}{100} \right)^4 \right] + \lambda_{SS} \frac{\Delta T}{4L} \pi D_{SS}^2 \quad (\text{A-2})$$

综合考虑，系统主要设备与仪表如表A-1所示。

设备	厂家/型号	监控/输出用途	主要参数
冷凝器制冷机	CRYOMECH AL300	液化氦气	300 W @ 80K
预冷制冷机	CRYOMECH PT60	预冷进气	60 W @ 80K
再沸器加热	庄昊	气化液氦	$3 \times 180 \text{ W}$
温度控制器	LakeShore 336	冷头温控	双通道控制
压差计	MKS 226A	全塔压降	$\pm 20 \text{ kPa}$
真空泵组	SC15D	外真空保持	$15 \text{ m}^3/\text{h}$
	MAG 300iP		$300 \text{ L/s}$

表 A-1 PandaX-4T 精馏系统主要设备一览表



## 参考文献

- [1] OERTER R. The theory of almost everything: The standard model, the unsung triumph of modern physics[M]. [S.l.]: Penguin, 2006.
- [2] ALTARELLI G. The Higgs and the excessive success of the standard model[J]. ArXiv preprint arXiv:1407.2122, 2014.
- [3] CAO X, CHEN X, CHEN Y, et al. PandaX: a liquid xenon dark matter experiment at CJPL[J]. Science China Physics, Mechanics & Astronomy, 2014, 57(8): 1476-1494.
- [4] ZWICKY F. Die rotverschiebung von extragalaktischen nebeln[J]. Helvetica Physica Acta, 1933, 6: 110-127.
- [5] ANDERNACH H, ZWICKY F. English and Spanish Translation of Zwicky's (1933) The Redshift of Extragalactic Nebulae[J]. ArXiv preprint arXiv:1711.01693, 2017.
- [6] SMITH S. The mass of the Virgo cluster[J]. The Astrophysical Journal, 1936, 83: 23.
- [7] HOLMBERG E. A Study of Double and Multiple Galaxies Together with Inquiries into some General Metagalactic Problems[J]. Annals of the Observatory of Lund, 1937, 6: 3-173.
- [8] WOOLF N J. On the stabilization of clusters of galaxies by ionized gas[J]. The Astrophysical Journal, 1967, 148: 287.
- [9] FINZI A, PIRANI F. On the validity of Newton's law at a long distance[J]. Monthly Notices of the Royal Astronomical Society, 1963, 127(1): 21-30.
- [10] GOTT III J R, WRIXON G T, WANNIER P. A study of three groups of galaxies: plausible explanation of the virial mass discrepancy[J]. The Astrophysical Journal, 1973, 186: 777-786.
- [11] FABER S M, GALLAGHER J. Masses and mass-to-light ratios of galaxies[J]. Annual review of astronomy and astrophysics, 1979, 17(1): 135-187.

- [12] DE SWART J, BERTONE G, van DONGEN J. How dark matter came to matter[J]. *Nature Astronomy*, 2017, 1(3): 0059.
- [13] ADE P A, AGHANIM N, ALVES M, et al. Planck 2013 results. I. Overview of products and scientific results[J]. *Astronomy & Astrophysics*, 2014, 571: A1.
- [14] ADE P A, AGHANIM N, ARNAUD M, et al. Planck 2015 results-xiii. cosmological parameters[J]. *Astronomy & Astrophysics*, 2016, 594: A13.
- [15] FRANCIS M. First Planck results: the Universe is still weird and interesting[Z]. <https://arstechnica.com/science/2013/03/first-planck-results-the-universe-is-still-weird-and-interesting/>. 22. March, 2013.
- [16] RUBIN V C, FORD JR W K. Rotation of the Andromeda nebula from a spectroscopic survey of emission regions[J]. *The Astrophysical Journal*, 1970, 159: 379.
- [17] RUBIN V C, FORD JR W K, THONNARD N. Rotational properties of 21 SC galaxies with a large range of luminosities and radii, from NGC 4605/R= 4kpc to UGC 2885/R= 122 kpc[J]. *The Astrophysical Journal*, 1980, 238: 471-487.
- [18] SOFUE Y, RUBIN V. Rotation curves of spiral galaxies[J]. *Annual Review of Astronomy and Astrophysics*, 2001, 39(1): 137-174.
- [19] CORBELLIE, SALUCCI P. The extended rotation curve and the dark matter halo of M33[J]. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 2000, 311(2): 441-447.
- [20] COMMONS W. File:Rotation curve of spiral galaxy Messier 33 (Triangulum).png — Wikimedia Commons, the free media repository[EB/OL]. 2018. [https://commons.wikimedia.org/w/index.php?title=File:Rotation\\_curve\\_of\\_spiral\\_galaxy\\_Messier\\_33\\_\(Triangulum\).png&oldid=327759719](https://commons.wikimedia.org/w/index.php?title=File:Rotation_curve_of_spiral_galaxy_Messier_33_(Triangulum).png&oldid=327759719).
- [21] AKIYAMA K, BOUMAN K L, WOODY D. First M87 Event Horizon Telescope Results. I. The Shadow of the Supermassive Black Hole[J]. *Astrophysical Journal Letters*, 2019, 875(1).
- [22] CLOWE D, BRADA M, GONZALEZ A H, et al. A Direct Empirical Proof of the Existence of Dark Matter[J]. *The Astrophysical Journal*, 2006, 648(2): L109-L113.

- [23] COMMONS W. File:Gravitational lens-full.jpg — Wikimedia Commons, the free media repository[EB/OL]. 2014. [https://commons.wikimedia.org/w/index.php?title=File:Gravitational\\_lens-full.jpg&oldid=141673743](https://commons.wikimedia.org/w/index.php?title=File:Gravitational_lens-full.jpg&oldid=141673743).
- [24] PENZIAS A A, WILSON R W. A Measurement of Excess Antenna Temperature at 4080 Mc/s.[J]. The Astrophysical Journal, 1965, 142: 419-421.
- [25] FIXSEN D J. THE TEMPERATURE OF THE COSMIC MICROWAVE BACKGROUND[J]. The Astrophysical Journal, 2009, 707(2): 916-920.
- [26] AGHANIM N, et al. Planck 2018 results. VI. Cosmological parameters[J]., 2018arXiv: 1807.06209 [astro-ph.CO].
- [27] BROUWER M, VISSER M, DVORNIK A, et al. First test of Verlinde's theory of Emergent Gravity using Weak Gravitational Lensing measurements[J]. Monthly Notices of the Royal Astronomical Society, 2016, 466.
- [28] CROSWELL K. The universe at midnight: Observations illuminating the cosmos[M]. [S.l.]: Simon, 2002.
- [29] WEINBERG S. A new light boson?[J]. Physical Review Letters, 1978, 40(4): 223.
- [30] GRAESSER M L, SHOEMAKER I M, VECCHI L. Asymmetric WIMP dark matter[J]. Journal of High Energy Physics, 2011, 2011(10): 110.
- [31] AGUILAR-AREVALO A, BROWN B, BUGEL L, et al. Significant excess of electronlike events in the MiniBooNE short-baseline neutrino experiment[J]. Physical review letters, 2018, 121(22): 221801.
- [32] BOEHM C, HOOPER D, SILK J, et al. MeV dark matter: Has it been detected?[J]. Physical Review Letters, 2004, 92(10): 101301.
- [33] BERTONE G, HOOPER D, SILK J. Particle dark matter: Evidence, candidates and constraints[J]. Physics reports, 2005, 405(5-6): 279-390.
- [34] BALTZ E A. Dark matter candidates[J]. ArXiv preprint astro-ph/0412170, 2004.
- [35] JUNGMAN G, KAMIONKOWSKI M, GRIEST K. Supersymmetric dark matter[J]. Physics Reports, 1996, 267(5-6): 195-373.
- [36] SZALAY A, MARX G. Neutrino rest mass from cosmology[J]. Astronomy and Astrophysics, 1976, 49: 437-441.

- [37] SERVANT G, TAIT T M. Is the lightest Kaluza–Klein particle a viable dark matter candidate?[J]. Nuclear Physics B, 2003, 650(1-2): 391-419.
- [38] BIRKEDAL A, NOBLE A, PERELSTEIN M, et al. Little Higgs dark matter[J]. Physical Review D, 2006, 74(3): 035002.
- [39] SHAW S. Have we detected Dark Matter Axions?[EB/OL]. 2014. <https://www.quantumdiaries.org/2014/10/22/have-we-detected-dark-matter-axions/>.
- [40] FOX P J, HARNIK R, KOPP J, et al. Missing energy signatures of dark matter at the LHC[J]. Physical Review D, 2012, 85(5): 056011.
- [41] AKULA S, FELDMAN D, LIU Z, et al. New constraints on dark matter from CMS and ATLAS data[J]. Modern Physics Letters A, 2011, 26(21): 1521-1535.
- [42] AABOUD M, AAD G, ABBOTT B, et al. Search for new phenomena in final states with an energetic jet and large missing transverse momentum in p p collisions at  $s = 13$  TeV using the ATLAS detector[J]. Physical Review D, 2016, 94(3): 032005.
- [43] TING S. The First Five Years of the Alpha Magnetic Spectrometer on the International Space Station. The First Five Years of the Alpha Magnetic Spectrometer on the International Space Station[J]., 2016.
- [44] YUAN Q, FENG L, YIN P F, et al. Interpretations of the DAMPE electron data[J]. ArXiv preprint arXiv:1711.10989, 2017.
- [45] LIU X, LIU Z. TeV dark matter and the DAMPE electron excess[J]. Physical Review D, 2018, 98(3): 035025.
- [46] CUSHMAN P, GALBIATI C, MCKINSEY D, et al. Snowmass CF1 summary: WIMP dark matter direct detection[J]. ArXiv preprint arXiv:1310.8327, 2013.
- [47] AMOLE C, ARDID M, ARNQUIST I, et al. Improved dark matter search results from PICO-2L Run 2[J]. Physical Review D, 2016, 93(6): 061101.
- [48] BAUM S, FREESE K, KELSO C. Dark Matter implications of DAMA/LIBRA-phase2 results[J]. Physics Letters B, 2019, 789: 262-269.
- [49] AGNESE R, ANDERSON A, ARAMAKI T, et al. New results from the search for low-mass weakly interacting massive particles with the CDMS low ionization threshold experiment[J]. Physical review letters, 2016, 116(7): 071301.

- [50] AKERIB D, ALSUM S, ARAÚJO H, et al. Results from a search for dark matter in the complete LUX exposure[J]. *Physical review letters*, 2017, 118(2): 021303.
- [51] CUI X, ABDUKERIM A, CHEN W, et al. Dark matter results from 54-ton-day exposure of PandaX-II experiment[J]. *Physical review letters*, 2017, 119(18): 181302.
- [52] COLLABORATION X, APRILE E, AALBERS J, et al. Dark matter search results from a one ton-year exposure of XENON1T[J]. *Physical review letters*, 2018, 121(11): 111302.
- [53] COOK G A, MEGGERS W F. *Argon, Helium and the Rare Gases*[M]. [S.l. : s.n.], 1961.
- [54] HITACHI A. Properties of liquid xenon scintillation for dark matter searches[J]. *Astroparticle Physics*, 2005, 24(3): 247-256.
- [55] PLANTE G. *The XENON100 Dark Matter Experiment: Design, Construction, Calibration and 2010 Search Results with Improved Measurement of the Scintillation Response of Liquid Xenon to Low-Energy Nuclear Recoils*[D]. Columbia University, 2012.
- [56] NI K. *Development of a Liquid Xenon Time Projection Chamber for the XENON Dark Matter Search*[D/OL]. Columbia U. (main). 2006. [http://jinst.sissa.it/jinst/theses/2006\\_JINST\\_TH\\_007.jsp](http://jinst.sissa.it/jinst/theses/2006_JINST_TH_007.jsp).
- [57] APRILE E, DOKE T. Liquid Xenon Detectors for Particle Physics and Astrophysics[J]. *Review of Modern Physics*, 2009, 82.
- [58] RADEBAUGH R. Cryocoolers: the state of the art and recent developments[J]. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2009, 21(16): 164219.
- [59] DE WAELE A. Basic operation of cryocoolers and related thermal machines[J]. *Journal of Low Temperature Physics*, 2011, 164(5-6): 179.
- [60] De WAELE A. Basics of Joule–Thomson Liquefaction and JT Cooling[J]. *Journal of Low Temperature Physics*, 2017, 186(5-6): 385-403.
- [61] Wikipedia contributors. Air conditioning — Wikipedia, The Free Encyclopedia[EB/OL]. 2019. [https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Air\\_conditioning&oldid=892795795](https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Air_conditioning&oldid=892795795).
- [62] WALKER G. *Stirling engines*[M]. [S.l.]: Clarendon Press, 1980.

- [63] MCMAHON H, GIFFORD W. A new low-temperature gas expansion cycle[G]// Advances in Cryogenic Engineering. [S.l.]: Springer, 1960: 354-367.
- [64] MIKULIN E, TARASOV A, SHKREBYONOCK M. Low-temperature expansion pulse tubes[G]// Advances in cryogenic engineering. [S.l.]: Springer, 1984: 629-637.
- [65] RADEBAUGH R. Development of the pulse tube refrigerator as an efficient and reliable cryocooler[C]// Proceedings of Institute of Refrigeration: vol. 96. [S.l. : s.n.], 2000: 1999-2000.
- [66] GAN Z, DONG W, QIU L, et al. A single-stage GM-type pulse tube cryocooler operating at 10.6 K[J]. Cryogenics, 2009, 49(5): 198-201.
- [67] YAN P, CHEN G, DONG J, et al. 15 K two-stage Stirling-type pulse-tube cryocooler[J]. Cryogenics, 2009, 49(2): 103-106.
- [68] JU Y, WANG C, ZHOU Y. Dynamic experimental study of a multi-bypass pulse tube refrigerator with two-bypass tubes[J]. Journal of Thermal Science, 1998, 7(1): 61-66.
- [69] CRYOMECH. <https://www.cryomech.com/products/>.
- [70] CHEN M, JU Y. Design and experimental investigations on a small scale traveling wave thermoacoustic engine[J]. Cryogenics, 2013, 54: 10-15.
- [71] UHLIG K.  $^3\text{He}/^4\text{He}$  dilution refrigerator with pulse-tube refrigerator precooling[J]. Cryogenics, 2002, 42(2): 73-77.
- [72] WOLLAN J J, SWIFT G W, BACKHAUS S N, et al. Development of a thermoacoustic natural gas liquefier.[R]. [S.l.]: Los Alamos National Laboratory, 2002.
- [73] OUELLET J. The coldest cubic meter in the known universe[J]. ArXiv preprint arXiv:1410.1560, 2014.
- [74] ABE K, HIEDA K, HIRAIDE K, et al. XMASS detector[J]. Nuclear Inst & Methods in Physics Research A, 2013, 716(1): 78-85.
- [75] GONG H, GIBONI K L, JI X, et al. The cryogenic system for the Panda-X dark matter search experiment[J]. Journal of Instrumentation, 2013, 8(01): P01002.
- [76] APRILE E, GIBONI K, MAJEWSKI P, et al. The XENON dark matter search experiment[J]. New Astronomy Reviews, 2005, 49(2): 289-295.

- [77] APRILE E, BUDNIK R, CHOI B, et al. Performance of a cryogenic system prototype for the XENON1T Detector[J]. *Journal of Instrumentation*, 2012, 7(10): P10001.
- [78] OOTANI W. Performance of the Liquid Xenon Scintillation Detector for the MEG Experiment[C]// . [S.l. : s.n.], 2006: 940-942.
- [79] MASBOU J, CUSSONNEAU J., DONNARD J, et al. XEMIS: A new Compton camera with liquid xenon[C]//2014 IEEE 18th International Conference on Dielectric Liquids (ICDL). [S.l. : s.n.], 2014: 1-4.
- [80] HARUYAMA T, KASAMI K, MATSUBARA Y, et al. High-Power Pulse Tube Cryocooler for Liquid Xenon Particle Detectors[M]// . [S.l. : s.n.], 2005: 689-694.
- [81] Engineering ToolBox. Fluids - Latent Heat of Evaporation[EB/OL]. 2003. [https://www.engineeringtoolbox.com/fluids-evaporation-latent-heat-d\\_147.html](https://www.engineeringtoolbox.com/fluids-evaporation-latent-heat-d_147.html).
- [82] GIAMPA P. In-situ Surface Contamination Removal and Cool-down Process of the DEAP-3600 Experiment[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2016, 718: 042025.
- [83] SCHEIBELHUT M. Design and Commissioning of ReStox for XENON1T[R]. [S.l.]: Johannes Gutenberg-University Mainz, 2015.
- [84] BOLOZDYNIA A, BRADLEY A, BRYAN S, et al. Cryogenics for the LUX Detector[J]. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 2009, 56(4): 2309-2312.
- [85] MALLING D C, AKERIB D S, ARAUJO H M, et al. After LUX: The LZ Program[J]. *Eprint Arxiv*, 2011, 18(7): 179-180.
- [86] Wikipedia contributors. Zirconium — Wikipedia, The Free Encyclopedia[EB/OL]. 2019. <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Zirconium&oldid=890640684>.
- [87] DOBI A, LEONARD D, HALL C, et al. Study of a zirconium getter for purification of xenon gas[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2010, 620(2-3): 594-598.

- [88] CHEN M, MULLINS M, PELLY D, et al. Homogeneous scintillating LKr/Xe calorimeters[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 1993, 327(1): 187-192.
- [89] SÉGUINOT J, YPSILANTIS T, BOSTEELS M, et al. A cryogenic apparatus with on-line purification system for scintillation and ionization studies in noble liquids[G]//Advances in Cryogenic Engineering. [S.l.]: Springer, 1992: 1137-1145.
- [90] MIHARA S, HARUYAMA T, IWAMOTO T, et al. Development of a method for liquid xenon purification using a cryogenic centrifugal pump[J]. Cryogenics, 2006, 46(9): 688-693.
- [91] BOLOTNIKOV A, RAMSEY B. Purification techniques and purity and density measurements of high-pressure Xe[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 1996, 383(2-3): 619-623.
- [92] BOLOZDYNIA A. CHAPTER 18 - Noble Gas Detectors[G]//WERNICK MN, AARSVOLD J N. Emission Tomography. San Diego: Academic Press, 2004: 359-381.
- [93] AKIMOV D Y, BELOV V, BERDNIKOVA A, et al. Purification of liquid xenon with the spark discharge technique for use in two-phase emission detectors[J]. Instruments and Experimental Techniques, 2017, 60(6): 782-788.
- [94] ABE K, HOSAKA J, IIDA T, et al. Distillation of liquid xenon to remove krypton[J]. Astroparticle Physics, 2009, 31(4): 290-296.
- [95] WANG Z, BAO L, HAO X, et al. Design and construction of a cryogenic distillation device for removal of krypton for liquid xenon dark matter detectors[J]. The Review of scientific instruments, 2014, 85: 015116.
- [96] WANG Z, BAO L, HAO X, et al. Large scale xenon purification using cryogenic distillation for dark matter detectors[J]. Journal of Instrumentation, 2014, 9: 11024.
- [97] COLLABORATION X, APRILE E, AALBERS J, et al. Removing krypton from xenon by cryogenic distillation to the ppq level[J]., 2016.

- [98] BRUENNER S, CICHON D, LINDEMANN S, et al. Radon depletion in xenon boil-off gas[J]. *The European Physical Journal C*, 2016, 77.
- [99] COLLABORATION X, APRILE E, AALBERS J, et al. Online  $^{222}\text{Rn}$  removal by cryogenic distillation in the XENON100 experiment[J]. *European Physical Journal C*, 2017, 77.
- [100] KITANI S, TAKADA J. Adsorption of Krypton and Xenon on Various Adsorbents[J]. *Journal of Nuclear Science and Technology (Tokyo) (Japan)*, 1965, Vol: 2.
- [101] KenzoMUNAKATA, TerukiFUKUMATSU, SatoshiYAMATSUKI, et al. Adsorption Equilibria of Krypton, Xenon, Nitrogen and Their Mixtures on Molecular Sieve 5A and Activated Charcoal[J]. *Journal of Nuclear Science & Technology*, 1999, 36(9): 818-829.
- [102] BOLOZDYNIA A, P. BRUSOV P, SHUTT T, et al. A chromatographic system for removal of radioactive  $^{85}\text{Kr}$  from xenon[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2007, 579: 50-53.
- [103] AKERIB D, ARAÚJO H, BAI X, et al. Radiogenic and Muon-Induced Backgrounds in the LUX Dark Matter Detector[J]. *Astroparticle Physics*, 2014, 62.
- [104] AKERIB D, ARAÚJO H, BAI X, et al. Chromatographic separation of radioactive noble gases from xenon[J]. *Astroparticle Physics*, 2018, 97: 80-87.
- [105] ABE K, HIEDA K, HIRAIDE K, et al. Radon removal from gaseous xenon with activated charcoal[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2012, 661: 50-57.
- [106] MILLER E, BUSENITZ J, EDBERG T, et al. Constraining Radon Backgrounds in LZ[C]//:vol. 1921. [S.l. : s.n.], 2018: 050003.
- [107] B. ALBERT J, AUTY D, BARBEAU P, et al. Investigation of radioactivity-induced backgrounds in EXO-200[J]. *Physical Review C*, 2015, 92.
- [108] CHEN C, LI Y, BAILEY K, et al. Ultrasensitive isotope trace analyses with a magneto-optical trap[J]. *Science*, 1999, 286(5442): 1139-1141.

- [109] JIANG W, YANG G M, GU J Q, et al. Radiokrypton dating with atom trap trace analysis[J]. *Procedia Earth and Planetary Science*, 2017, 17: 41-44.
- [110] HEBELA S, PURTSCHERT B R, GÖRINGA F, et al. Automated sampling and extraction of krypton from small air samples for Kr-85 measurement using Atom Trap Trace Analysis[R]. [S.l. : s.n.], 2015.
- [111] APRILE E, YOON T, LOOSE A, et al. An atom trap trace analysis system for measuring krypton contamination in xenon dark matter detectors[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2013, 84(9): 093105.
- [112] GOETZKE L W. Low-Energy Electronic Recoils in Liquid Xenon: Search for Annual Modulation with XENON100, Measurement of Charge and Light Yield with neriX, and Measurement of Krypton in Xenon with ATTA[D]. Columbia University, 2015.
- [113] DOBI A, DAVIS C, HALL C, et al. Detection of krypton in xenon for dark matter applications[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2011, 665: 1-6.
- [114] BROWN E, ROSENDAHL S, HUHMANN C, et al. In situ measurements of krypton in xenon gas with a quadrupole mass spectrometer following a cold-trap at a temporarily reduced pumping speed[J]. *Journal of Instrumentation*, 2013, 8(02): P02011.
- [115] LEONARD D, DOBI A, HALL C, et al. A simple high-sensitivity technique for purity analysis of xenon gas[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2010, 621(1-3): 678-684.
- [116] DOBI A, HALL C, SLUTSKY S, et al. Xenon purity analysis for EXO-200 via mass spectrometry[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2012, 675: 40-46.
- [117] LINDEMANN S, SIMGEN H. Krypton assay in xenon at the ppq level using a gas chromatographic system and mass spectrometer[J]. *The European Physical Journal C*, 2014, 74(2): 2746.

- [118] APRILE E, ARISAKA K, ARNEODO F, et al. Material screening and selection for XENON100[J]. *Astroparticle Physics*, 2011, 35(2): 43-49.
- [119] APRILE E, ARISAKA K, ARNEODO F, et al. Study of the electromagnetic background in the XENON100 experiment[J]. *Physical Review D*, 2011, 83(8): 082001.
- [120] WANG X, CHEN X, FU C, et al. Material screening with HPGe counting station for PandaX experiment[J]. *ArXiv preprint arXiv:1608.08345*, 2016.
- [121] RAD7 RADON DETECTOR[EB/OL]. <https://durrIDGE.com/products/rad7-radon-detector/>.
- [122] APRILE E, ALFONSI M, ARISAKA K, et al. The distributed Slow Control System of the XENON100 experiment[J]. *Journal of Instrumentation*, 2012, 7(12): T12001.
- [123] P. ZHANG Y, C. LIU J, GUO C, et al. The development of  $^{222}\text{Rn}$  detectors for JUNO prototype[J]. *Radiation Detection Technology and Methods*, 2017, 2.
- [124] AUGUSTIN BRÜNNER S. Mitigation of  $^{222}\text{Rn}$  induced background in the XENON1T dark matter experiment[D]. 2017.
- [125] MITSUDA C, KAJITA T, MIYANO K, et al. Development of super-high sensitivity radon detector for the Super-Kamiokande detector[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2003, 497: 414-428.
- [126] TAKEUCHI Y, OKUMURA K, KAJITA T, et al. Development of high sensitivity radon detectors[J]. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section A-accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment - NUCL INSTRUM METH PHYS RES A*, 1999, 421: 334-341.
- [127] KIKO J. Detector for  $^{222}\text{Rn}$  measurements in air at the 1 mBq/m<sup>3</sup> level[J]. *Nuclear Inst & Methods in Physics Research A*, 2001, 460(2): 272-277.
- [128] CHEN X, FU C, GALAN J, et al. PandaX-III: Searching for neutrinoless double beta decay with high pressure  $^{136}\text{Xe}$  gas time projection chambers[J]. *Science China Physics, Mechanics & Astronomy*, 2017, 60(6): 061011.

- [129] YU-CHENG W, XI-QING H, QIAN Y, et al. Measurement of cosmic ray flux in the China JinPing underground laboratory[J]. Chinese physics C, 2013, 37(8): 45-49.
- [130] CHENG J P, KANG K J, LI J M, et al. The China Jinping underground laboratory and its early science[J]. Annual Review of Nuclear and Particle Science, 2017, 67: 231-251.
- [131] LI J, JI X, HAXTON W, et al. The Second-phase Development of the China JinPing Underground Laboratory[J]. Physics Procedia, 2015, 61: 576-585.
- [132] CAO X, CHEN X, CHEN Y, et al. PandaX: a liquid xenon dark matter experiment at CJPL[J]. Science China Physics, Mechanics & Astronomy, 2014, 57(8): 1476-1494.
- [133] XIAO M, XIAO X, ZHAO L, et al. First dark matter search results from the PandaX-I experiment[J]. Science China Physics, Mechanics & Astronomy, 2014, 57(11): 2024-2030.
- [134] XIAO X, CHEN X, TAN A, et al. Low-mass dark matter search results from full exposure of the PandaX-I experiment[J]. Physical Review D, 2015, 92(5): 052004.
- [135] TAN A, XIAO X, CUI X, et al. Dark matter search results from the commissioning run of PandaX-II[J]. Physical Review D, 2016, 93(12): 122009.
- [136] TAN A, XIAO M, CUI X, et al. Dark matter results from first 98.7 days of data from the PandaX-II experiment[J]. Physical Review Letters, 2016, 117(12): 121303.
- [137] CUI X, ABDUKERIM A, CHEN W, et al. Dark matter results from 54-ton-day exposure of PandaX-II experiment[J]. Physical review letters, 2017, 119(18): 181302.
- [138] FU C, CUI X, ZHOU X, et al. Spin-dependent weakly-interacting-massive-particle–Nucleon cross section limits from first data of PandaX-II experiment[J]. Physical review letters, 2017, 118(7): 071301.
- [139] FU C, ZHOU X, CHEN X, et al. Limits on Axion Couplings from the First 80 Days of Data of the PandaX-II Experiment[J]. Physical Review Letters, 2017, 119(18), 181806: 181806arXiv: 1707.07921.

- [140] REN X, ZHAO L, ABDUKERIM A, et al. Constraining dark matter models with a light mediator at the PandaX-II experiment[J]. Physical review letters, 2018, 121(2): 021304.
- [141] WATERS D, et al. Latest Results from NEMO-3 & Status of the SuperNEMO experiment[C]//Journal of Physics: Conference Series:vol. 8881. [S.l. : s.n.], 2017: 012033.
- [142] GOMEZ-CADENAS J J, COLLABORATION N, et al. The NEXT experiment[J]. Nuclear and particle physics proceedings, 2016, 273: 1732-1739.
- [143] CAMINATA A, ADAMS D, ALDUINO C, et al. Results from the Cuore Experiment[J]. Universe, 2019, 5(1): 10.
- [144] LIN H, CALVET D, CHEN L, et al. Design and commissioning of a 600 L Time Projection Chamber with Microbulk Micromegas[J]. Journal of Instrumentation, 2018, 13(06): P06012.
- [145] LUNG K, ARISAKA K, BARGETZI A, et al. Characterization of the Hamamatsu R11410-10 3-in. photomultiplier tube for liquid xenon dark matter direct detection experiments[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2012, 696: 32-39.
- [146] BAUDIS L, BEHRENS A, FERELLA A, et al. Performance of the Hamamatsu R11410 photomultiplier tube in cryogenic xenon environments[J]. Journal of instrumentation, 2013, 8(04): P04026.
- [147] XENON COLLABORATION T, APRILE E, AALBERS J, et al. Physics reach of the XENON1T dark matter experiment[J]. Journal of Cosmology and Astroparticle Physics, 2015, 2016.
- [148] 肖翔. PandaX 暗物质探测器时间投影室的设计与性能[D]. 上海交通大学, 2015.
- [149] REN X, CHEN X, JI X, et al. The Electronics and Data Acquisition System for the PandaX-I Dark Matter Experiment[J]. Journal of Instrumentation, 2016, 11: T04002-T04002.
- [150] 任祥祥. PandaX 地下暗物质实验电子学与数据获取系统的研制[D]. 山东大学, 2015.

- [151] 肖梦娇. 利用 PandaX 一期的探测器寻找低质量的暗物质[D]. 上海交通大学, 2016.
- [152] WANG X, CHEN X, FU C, et al. Material screening with HPGe counting station for PandaX experiment[J]. *Journal of Instrumentation*, 2016, 11: T12002arXiv: 1608.08345 [physics.ins-det].
- [153] PENGWEI X. A Search of Spin-Independent WIMP-Nucleon Interactions using the PandaX-I and PandaX-II Detectors[D]. Shanghai Jiaotong University, 2016.
- [154] AKERS S. Binary Decision Diagrams[J]. *IEEE Transactions on Computers*, 1978, 27(06): 509-516.
- [155] SOLOVOV V, BELOV V, AKIMOV D, et al. Position Reconstruction in a Dual Phase Xenon Scintillation Detector[J]. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 2011, 59.
- [156] Wikipedia.org. Trilinear Interpolation[EB/OL]. [https://en.wikipedia.org/wiki/Trilinear\\_interpolation](https://en.wikipedia.org/wiki/Trilinear_interpolation).
- [157] COLLABORATION L, AKERIB D, M. ARAÚJO H, et al. Tritium calibration of the LUX dark matter experiment[J]. *Physical Review D*, 2015, 93.
- [158] AKERIB D, ARAÚJO H, BAI X, et al. Radiogenic and Muon-Induced Backgrounds in the LUX Dark Matter Detector[J]. *Astroparticle Physics*, 2014, 62.
- [159] ROE B P, YANG H J, ZHU J, et al. Boosted decision trees as an alternative to artificial neural networks for particle identification[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2005, 543(2): 577-584.
- [160] ZHANG H, ABDUKERIM A, CHEN W, et al. Dark matter direct search sensitivity of the PandaX-4T experiment[J]. *Science China Physics, Mechanics & Astronomy*, 2018, 62(3): 31011.
- [161] AHLWEDE J, HEBEL S, ROSS J O, et al. Update and improvement of the global krypton-85 emission inventory[J]. *Journal of environmental radioactivity*, 2013, 115: 34-42.
- [162] NNDC. <https://www.nndc.bnl.gov/nudat2/replotdec.jsp>.

- [163] LI S, CHEN X, CUI X, et al. Krypton and radon background in the PandaX-I dark matter experiment[J]. *Journal of Instrumentation*, 2017, 12: T02002arXiv:1701.07307 [astro-ph.IM].
- [164] 李绍丽. PandaX-I 暗物质实验的光电探测系统及放射性气体本底研究[D]. 上海交通大学, 2018.
- [165] LakeShore. <https://www.lakeshore.com/>.
- [166] MCCABE W, SMITH J, HARRIOTT P. *Unit Operations of Chemical Engineering* 7. edition[M]. [S.l.]: McGraw-Hill, 2005.
- [167] LI H L, JU Y L, LI L J, et al. Separation of isotope  $^{13}\text{C}$  using high-performance structured packing[J]. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 2010, 49(3): 255-261.
- [168] SHERWOOD T K, SHIPLEY G H, HOLLOWAY F A L. Flooding Velocities in Packed Columns[J]. *Industrial & Engineering Chemistry*, 1938, 30(7): 765-769.
- [169] 王舟. 超高纯氦氙低温精馏系统研制与实验研究及优化[D]. 上海交通大学, 2015.
- [170] ZUZEL G, WÓJCIK M. Removal of the long-lived  $^{222}\text{Rn}$  daughters from copper and stainless steel surfaces[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2012, 676: 140-148.
- [171] ZHANG T, FU C, JI X, et al. Low background stainless steel for the pressure vessel in the PandaX-II dark matter experiment[J]. *Journal of Instrumentation*, 2016, 11(09): T09004-T09004.
- [172] PAULY S. Permeability and Diffusion Data[J]. J. I. Brandup, E. H. Grulke (Eds.), *Polymer Handbook*, 2003.



## 致 谢

来到上海交通大学已经六年的时间了，出于对宇宙构成的好奇心使我加入 PandaX 暗物质探测团队，寻找还藏在迷雾中的暗物质粒子。从懵懂的学徒开始学习实验物理的各个方面，尤其是在四川锦屏地下实验室的生活不仅让我认识到科研的艰辛，但也体会到了寻找新世界的乐趣。能够参与 PandaX 实验也是我目前科研道路上最为幸运的选择。

首先要感谢我的导师季向东教授。出于对科研领域的前瞻眼光以及国际暗物质探测领域的判断，回国后组建中国首个以液氙为探测媒介的暗物质实验 PandaX，并成功取得了令整个领域为之震动的重要成果。他不仅给予我许多物理上问题的新思路，也引导我在科研路上的前进方向，让我有更大的信心与动力继续科研的工作。此外，还在生活中为了提供了许多的帮助，在我最为艰难的时候让我可以抛开杂物专注科研。

还要感谢刘江来教授，是他以身作则鞭策我每天进步。在实验出现各种问题时，他几乎承担起各项工作的责任，为最终 PandaX-II 的正常运行耗费了巨大的精力。而在碰到实验的各项问题时，我也最常与他进行联系，询问解决问题的方法。让我认识到，维持实验的正常运行需要了解实验各个系统的原理以及最常碰到问题的地方。

我也要感谢项目组的 Karl-Ludwig Giboni 教授，巨永林教授，周宁老师，韩柯老师，杨勇老师，孟月老师，谌勋老师，赵力老师，张涛老师与刘华萱师傅，以及已去往其他实验组的倪凯旋教授与刘湘老师。他们都有着各自领域不可替代的专业知识或技能，让我学习到不同领域特有的宝贵经验，认识到科研不仅需要全面，还要专一与精通。我博士工作的进行离不开你们的帮助。

我还要感谢带领我深入了解实验各子系统的师兄师姐们：肖梦娇，肖翔，林箐，任祥祥，谢鹏伟，王旭明，李绍丽，王舟，是你们让 PandaX 实验出现在世界的面前，也让我体会到实验的魅力与你们的拼搏。以及感谢长时间在锦屏山与我一起为 PandaX-II 努力的谈安迪，周小朋，燕斌斌，王秋红，我们一同熬夜值班，一同分析数据，一同打篮球，不但在紧张的实验中为我带来了许多的帮助，也带来了更多的快乐，感谢你们。

感谢 PandaX 实验团队的其他老师与同学，为实验组增加了更多的活力与可能，你们是 PandaX 更加走向世界的重要保证。

感谢我的家人，他们一直支持我的自我选择，认可我帮助我，从来都是无私

给予，在我学习颓然的时候也从不指责，让我能够从事自己热爱的工作。

最后感谢我的太太葛佳丽，我们在一起后共同经历了长达近4年的异地恋，长期分隔也毫无怨言，全心支持我的选择，最后走到一起感谢你的陪伴，也愿往后余生全都是你。也感谢你给予我们可爱的女儿，崔艾葛，愿她健康成长。

## 攻读学位期间发表的学术论文

- [1] CUI X, ABDUKERIM A, CHEN W, et al. Dark matter results from 54-ton-day exposure of PandaX-II experiment[J]. Physical Review Letters, 2017, 119(18): 181302.
- [2] FU C, CUI X, ZHOU X, et al. Spin-dependent weakly-interacting-massive-particle-Nucleon cross section limits from first data of PandaX-II experiment[J]. Physical review letters, 2017, 118(7): 071301.
- [3] TAN A, XIAO M, CUI X, et al. Dark matter results from first 98.7 days of data from the PandaX-II experiment[J]. Physical Review Letters, 2016, 117(12): 121303.
- [4] TAN A, XIAO X, CUI X, et al. Dark matter search results from the commissioning run of PandaX-II[J]. Physical Review D, 2016, 93(12): 122009.