

Федеральное государственное бюджетное учреждение  
«Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова  
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

На правах рукописи



ИВШИН КУЗЬМА АЛЕКСАНДРОВИЧ

РАЗРАБОТКА И СОЗДАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ  
ДЛЯ ПРЕЦИЗИОННОГО ИЗМЕРЕНИЯ СКОРОСТИ ЗАХВАТА МЮОНА  
ДЕЙТРОНОМ (ЭКСПЕРИМЕНТ MuSun).

Специальность 01.04.01 – приборы и методы экспериментальной физики  
(по физико-математическим наукам)

АВТОРЕФЕРАТ  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Гатчина  
2019

Работа выполнена в Отделении физики высоких энергий Петербургского института ядерной физики им. Б. П. Константинова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт».

Научный руководитель: **Взнуздаев Марат Евгеньевич**, кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории криогенной и сверхпроводящей техники Отделения физики высоких энергий НИЦ «Курчатовский институт» – ПИЯФ.

Научный консультант: **Воропаев Николай Иванович**, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики элементарных частиц Отделения физики высоких энергий НИЦ «Курчатовский институт» – ПИЯФ.

Официальные оппоненты: **Карпешин Федор Федорович**, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева, г. Санкт-Петербург;

**Демин Дмитрий Львович**, кандидат физико-математических наук, начальник сектора лаборатории ядерных проблем им. В. П. Джелепова Объединенного института ядерных исследований.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук.

Защита диссертации состоится 16 мая 2019 года, начало в 15.00, на заседании диссертационного совета Д 520.009.01 на базе НИЦ «Курчатовский институт» по адресу: 123182, г. Москва, пл. Академика Курчатова, д. 1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» и на сайте [www.nrcki.ru](http://www.nrcki.ru)

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2019 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
Д 520.009.01, к.ф.-м.н.

А.В. Мерзляков

## **Общая характеристика работы**

Работа выполнена в НИЦ «Курчатовский институт» – ПИЯФ в рамках Международного ядерно-физического эксперимента MuSun, который проводится на базе высокоинтенсивного мюонного источника в Институте Пауля Шеррера (Paul Sherrer Institut, PSI, Филлиген, Швейцария). Цель проекта – прецизионное измерение скорости захвата мюона ядром дейтерия на уровне, превосходящем мировой.

Созданная для достижения цели проекта экспериментальная установка включает центральный детектор, систему внешних детекторов и комплекс устройств, обеспечивающих работу центрального детектора.

Центральным детектором экспериментальной установки является криогенная времяпроекционная камера CryoTPC (Cryogenic Time Projection Chamber), использующая особо чистый дейтерий как рабочий газ. В CryoTPC реализована концепция «активной мишени» – объединения в одном устройстве вещества, в котором происходит исследуемая ядерная реакция, и средств регистрации ее продуктов. CryoTPC разработана и создана коллективом специалистов НИЦ «Курчатовский институт» – ПИЯФ.

Созданный этим же коллективом комплекс оборудования служит для обеспечения работы CryoTPC. Комплекс предназначен, прежде всего, для реализации методов подавления каналов потери мюонов при измерении скорости  $\mu$ -захвата дейтроном. Требования, предъявляемые к свойствам рабочего газа, безопасности и стабильности работы экспериментальной установки, определили конфигурацию устройств, входящих в комплекс. В настоящей работе изложены физические принципы работы этих устройств и даны описания их конструкции. Рассмотрены основные результаты эксперимента, полученные благодаря применению созданного комплекса криогенного оборудования.

## **Актуальность темы исследования**

В эксперименте изучается реакция захвата мюона ядром дейтерия (дейтроном):



Основной сложностью исследования этой реакции является низкая эффективность регистрации ее продуктов – нейтронов с энергией до 2 МэВ и, в еще большей степени, нейтрино.

Современный уровень развития теории слабых взаимодействий, как это показано в работе Ando [1], позволяет рассчитать скорость этой реакции  $\Lambda_d$  с точностью 1,5 %. Под скоростью реакции понимается величина, отражающая вероятность данной реакции и измеряемая в обратных секундах. Эксперименты до настоящего времени давали результат с неопределенностью 10–25 % при применении методик, построенных на регистрации нейтрона [2, 3], и ~ 6 % с регистрацией распадного электрона [4]. Эксперимент MuSun имеет цель достигнуть точности ~ 1,5 %, соответствующей уровню теоретических предсказаний [5]. Результат такого уровня позволит экспериментально подтвердить современную модель слабого взаимодействия – теорию эффективного поля (Effective Field Theory,

EFT). Ее основы заложены в девяностые годы прошлого века Стивеном Вайнбергом [6]. Аппарат EFT при достоверном знании  $\Lambda_d$  позволит вычислить с высокой точностью параметры некоторых двухнуклонных реакций, связанных со слабым ядерным взаимодействием:

$$p + p \rightarrow d + e^+ + \nu_e, \quad (2)$$

$$\nu_e + d \rightarrow e^- + p + p, \quad (3)$$

$$\nu + d \rightarrow \nu + p + n. \quad (4)$$

Реакция синтеза с участием двух протонов (2) идет на Солнце и является основным источником солнечной энергии и электронных нейтрино (этот факт определил название эксперимента MuSun). Реакции (3) и (4) используются для регистрации нейтрино [7]. Процессы (2–4) связаны с важной для современной физики темой нейтринных осцилляций.

Таким образом, научная актуальность эксперимента MuSun заключается в повышении точности данных, необходимых для исследований в области астрофизики и термоядерного синтеза.

### **Степень разработанности темы исследования**

Эксперимент MuSun является продолжением и развитием серии работ по изучению захвата мюона легкими ядрами. Эти исследования проводились специалистами НИЦ «Курчатовский институт» – ПИЯФ в составе международных коллабораций на высокоинтенсивном мюонном источнике в PSI. Ключевой особенностью всех экспериментов является использование «активной мишени». Одной из первых работ в этой серии было изучение захвата мюона на ядре  ${}^3\text{He}$  [8]:

$${}^3\text{He} + \mu^- \rightarrow t + \nu_\mu. \quad (5)$$

Результатом исследования стало повышение точности измерения скорости реакции более чем на порядок.

Последующий эксперимент MuCap [9] был нацелен на измерение скорости  $\Lambda_p$  полуплептонного слабого процесса захвата мюона на протоне:

$$p + \mu^- \rightarrow n + \nu_\mu \quad (6)$$

Изучение этого фундаментального процесса позволяет определить один из четырех основных формфакторов теории слабого взаимодействия – псевдоскалярный форм-фактор нуклонного аксиального тока  $g_p$ . Экспериментальный этап проекта MuCap успешно завершен в 2007 году. В результате обработки данных впервые получено значение  $g_p$ , согласующееся с величиной, предсказанной из киральной эффективной теории сильных взаимодействий [10].

Эксперимент MuSun, работа над которым была начата в 2008 году, потребовал создания нового экспериментального оборудования. Для него были разработаны центральный детектор и система его охлаждения. Применение CryoTPC с использованием дейтерия как рабочего газа потребовало создания газовой циркуляционной системы для получения химически чистого дейтерия и установки криогенной ректификации для его изотопной очистки. Разработанные соответствующие методы газохроматографического анализа позволили контролировать химическую и изотопную чистоту дейтерия в процессе эксперимента.

## **Цели и задачи работы**

Основная цель эксперимента MuSun – прецизионное измерение скорости захвата мюона дейтроном. Для этого коллаборацией MuSun была создана уникальная экспериментальная установка. При захвате мюона дейтроном существуют различные каналы реакций исчезновения мюона, которые могут вносить существенную систематическую погрешность в результаты. Целью данной работы было создание комплекса оборудования для подавления этих каналов реакций. К ним относятся:

- 1) канал реакции образования  $dd\mu$ -молекулы;
- 2) канал реакции образования  $pd\mu$ -молекулы;
- 3) канал реакции захвата мюона примесью с зарядовым числом  $Z > 1$ .

## **Научная новизна**

Имеется ряд теоретических работ, предсказывающих величину  $\Lambda_d$ . Наиболее актуальная работа Ando [1] дает искомое значение с неопределенностью около 1,5 %. Эта оценка задает уровень точности для эксперимента MuSun. До настоящего времени измерения на таком уровне точности не проводились.

Разработка и создание систем подавления каналов реакций, вносящих дополнительную неопределенность в основной результат эксперимента, позволили впервые получить объем экспериментальных данных, дающих основу для вычисления  $\Lambda_d$  с точностью, соответствующей современной теории. Научная новизна настоящей работы определяется успешным достижением этого результата.

## **Практическая значимость работы**

EFT, в особенности ее раздел, называемый киральной эффективной теорией сильных взаимодействий (ChPT, Chiral Perturbation Theory), в настоящее время широко используется физиками как инструмент для описания слабых взаимодействий. Экспериментальная проверка EFT необходима для ее подтверждения и может составить основу для дальнейшего развития этой теории. Для получения экспериментальных данных создана установка, в которой на высоком уровне подавляются каналы реакций, вносящих неопределенность в результаты исследований. Это стало возможным благодаря вошедшему в состав экспериментальной установки комплексу устройств, выполненных на современном техническом уровне. Практическая значимость работы заключается в ценном опыте разработки и применения этого оборудования, а также в развитии реализованных с его помощью экспериментальных методов. В список достижений включены следующие позиции.

1. Система охлаждения CryoTPC, предназначенная для подавления канала реакции образования  $dd\mu$ -молекулы и построенная на принципе неоновой тепловой трубы с гелиевым криогенератором Мак-Магона в качестве источника холода.
2. Криогенная циркуляционная система, предназначенная для подавления канала реакции захвата мюона примесью с зарядовым числом  $Z > 1$ , в которой низкотемпературная адсорбция используется как для организации потока газа, так и для его очистки.

3. Криогенная ректификационная колонна – система, предназначенная для подавления канала реакции образования  $pd\mu$ -молекулы, способная производить изотопно-чистый дейтерий с содержанием HD  $\sim 100$  ppb.
4. Метод анализа химической и изотопной чистоты дейтерия на основе газовой хроматографии с применением криогенного обогащения пробы.
5. Система охлаждения зарядочувствительных предусилителей, обеспечившая повышение чувствительности и стабильность их работы.

#### **Положения, выносимые на защиту**

1. Подавление канала реакции, связанного с образованием  $dd\mu$ -молекулы, благодаря созданию системы охлаждения и стабилизации температуры CryoTPC на основе неоновой тепловой трубы и обеспечению с ее помощью долговременной непрерывной работы камеры при температуре 31 К и давлении 5 бар со стабильностью  $\pm 0,1$  К и  $\pm 0,01$  бар соответственно.
2. Создание на базе конденсационного термометра установки для прецизионной калибровки криогенных датчиков температуры в диапазоне 20–212 К.
3. Подавление канала реакции образования  $pd\mu$ -молекулы за счет создания криогенной ректификационной колонны для получения изотопно-чистого дейтерия с содержанием HD  $\sim 100$  ppb. Использование колонны для предварительного обогащения пробы в рамках хроматографической методики измерения изотопной чистоты полученного газа.
4. Подавление канала реакции захвата мюона химической примесью с зарядовым числом  $Z > 1$  за счет создания криогенной циркуляционной системы для непрерывной очистки рабочего газа центрального детектора (дейтерия) от химических примесей на уровне  $\sim 1$  ppb.
5. Создание программно-аппаратного комплекса на базе микроконтроллера для чтения и анализа хроматографических данных.
6. Создание на основе принципа динамического смещения газов системы калибровки хроматографических измерений химической чистоты дейтерия на уровне  $\sim 1$  ppb.
7. Создание системы охлаждения для предусилителей центрального детектора, которая обеспечивает их работу при стабильной температуре 140 К, что существенно повышает чувствительность измерительной системы.

#### **Апробация работы**

Основные результаты диссертационной работы были представлены на следующих конференциях: 64-й международной конференции «ЯДРО-2014» («Фундаментальные проблемы ядерной физики, атомной энергетики и ядерных технологий»), Минск, Республика Беларусь, июль 2014; II конференции молодых ученых и специалистов «КМУС-2015», Гатчина, НИЦ «Курчатовский институт» – ПИЯФ, ноябрь 2015; 1st IIR International Conference of Cryogenics and Refrigeration Technology ICCRT 2016, Bucharest, Romania, June 2016.

## Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 8 глав, заключения, 49 рисунков, списка литературы. Объем диссертации составляет 111 страниц.

## Краткое содержание диссертации

**Введение** включает в себя формулировку основных целей и задач ядерно-физического эксперимента MuSun. На основе анализа результатов предшествующих экспериментальных и теоретических работ обосновывается необходимость эксперимента, и дается сжатое изложение постановки физической задачи. Декларируется требуемый уровень точности измерений величины  $\Lambda_d$ . Приводятся основные технические требования к экспериментальной установке, определяющие возможность проведения измерений с заданной точностью.

**Первая глава** содержит основные аспекты ядерной физики мюонного захвата. Дается исторический обзор экспериментов по изучению взаимодействия отрицательного мюона с веществом, предшествующих эксперименту MuSun, и подтверждаются научная актуальность эксперимента и необходимость разработки и создания нового экспериментального оборудования для его осуществления.

**Вторая глава** раскрывает физические основы экспериментального метода. Перечислены основные источники неопределенностей в результатах измерений. На основе этой информации сформулированы основные требования к рабочему газу центрального детектора.

Для определения скорости захвата отрицательного мюона  $\Lambda_d$  в эксперименте MuSun применяется метод измерения времени жизни (lifetime method). В соответствии с его принципами измеряются и сравниваются времена жизни отрицательного ( $\mu^-$ ) и положительного ( $\mu^+$ ) мюонов в газообразном дейтерии. Для этого экспериментальная установка регистрирует время появления электрона, распавшего в реакции



либо время появления позитрона в реакции распада положительного мюона. Положительный мюон не взаимодействует с ядрами вещества, в то время как для отрицательного мюона существует несколько путей протекания реакции.

Кинематическая схема взаимодействия отрицательного мюона с дейтерием представлена на Рис. 1. Среди приведенного разнообразия на схеме выделен исследуемый процесс, а именно захват мюона дейтроном из спинового состояния  $d\mu$ -молекулы, соответствующего  $\bar{s}=1/2$ . Его скорость  $\Lambda_d$  измеряется в эксперименте. Каналы реакций, при которых происходит потеря мюона, должны быть подавлены тем или иным образом, либо их влияние следует учесть при обработке данных.

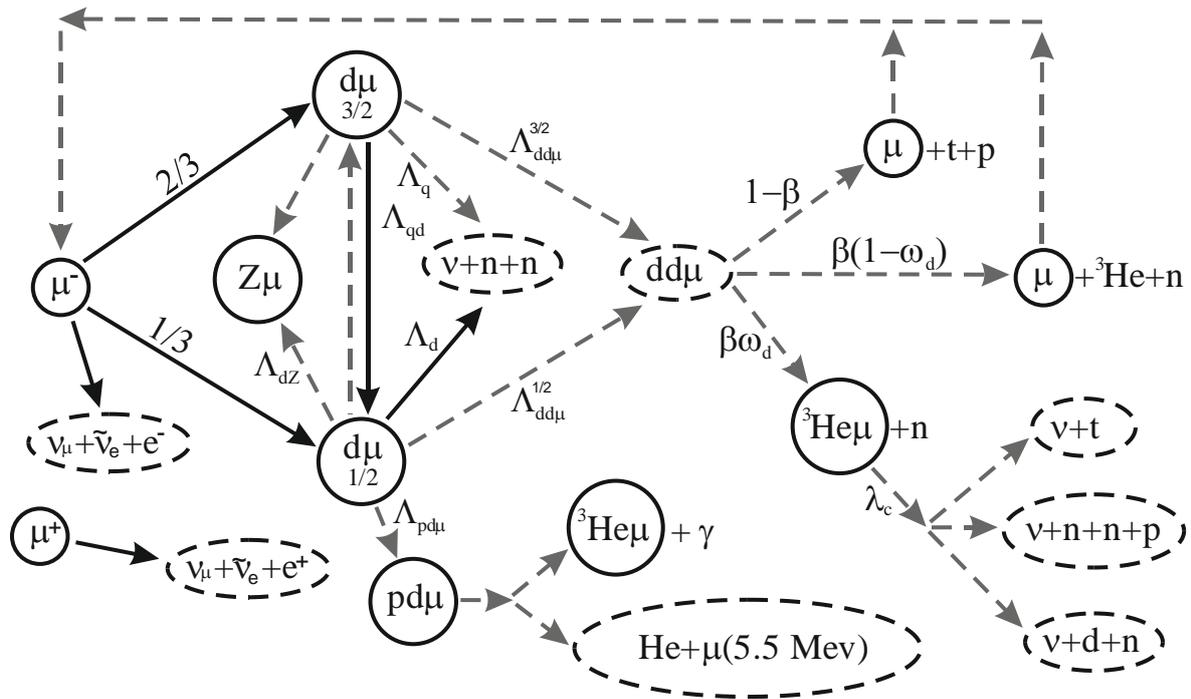


Рис. 1. Кинематическая схема взаимодействия мюона с дейтерием. Черной линией обозначен исследуемый канал реакции, серой – параллельные процессы

Исходя из методики проведения эксперимента MuSun необходимо минимизировать влияние следующих каналов реакции:

- $\Lambda_q$  – захват мюона из состояния  $\bar{s}=3/2$ ;
- $\Lambda_{dz}$  – перехват мюона на примеси с зарядовым числом  $Z > 1$ ;
- $\Lambda_{dd\mu}$  – образование молекул  $dd\mu$ ;
- $\Lambda_{pd\mu}$  – образование молекул  $pd\mu$ .

**Третья глава** описывает стратегию эксперимента, которая опирается на концепцию «активной мишени». В данном случае это означает, что в одном устройстве объединен сосуд, заполненный дейтерием, то есть собственно мишень, и система регистрации треков мюонов. Это устройство (CryoTPC) – центральный детектор эксперимента MuSun. Структура экспериментальной установки показана на Рис. 2.

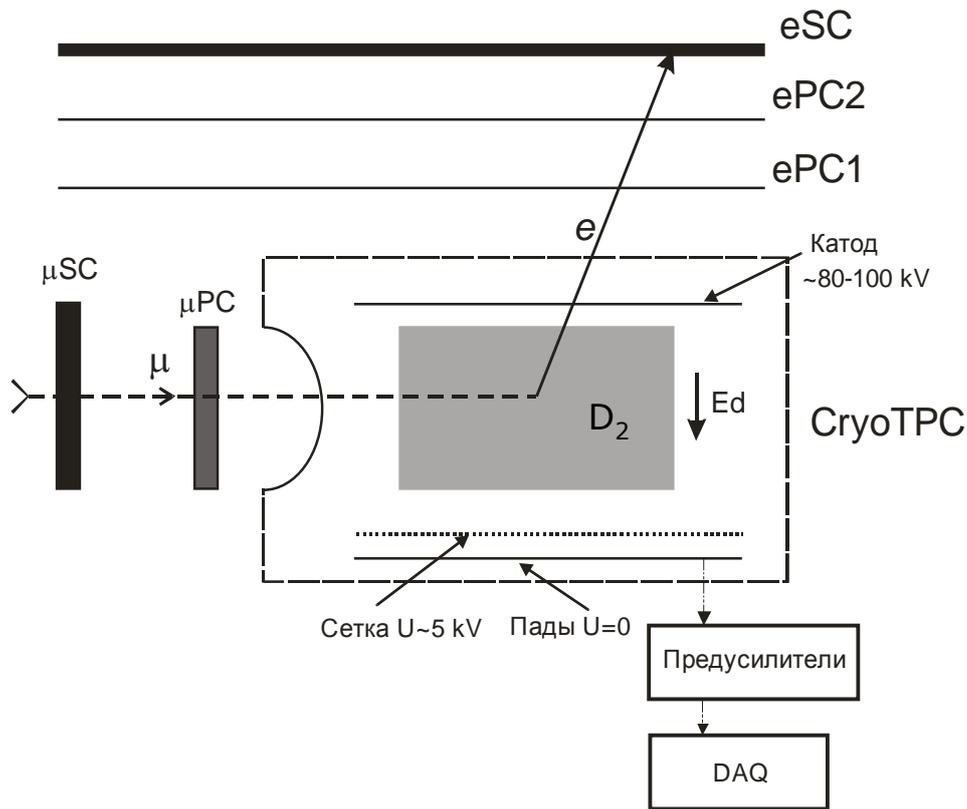


Рис. 2. Структура экспериментальной установки MuSun

Мюон из пучка проходит входные детекторы: сцинтилляционный счетчик  $\mu$ SC (Muon Scintillation Counter) и пропорциональную камеру  $\mu$ PC (Muon Proportional Chamber), установленную перед входным окном CryoTPC. Время появления мюона  $t_\mu$  определяется по срабатыванию  $\mu$ SC. В пропорциональной камере  $\mu$ PC восстанавливается профиль пучка, что важно для его точной настройки. Далее мюон входит в заполненную дейтерием CryoTPC, где происходит его торможение вплоть до полной остановки, после чего происходит его взаимодействие с ядром дейтерия по одному из возможных каналов.

Система регистрации треков CryoTPC позволяет восстановить путь мюона и подтвердить его остановку в дейтерии. Трек распадного электрона регистрируется цилиндрическими пропорциональными камерами ePC1, ePC2 (Electron Proportional Chambers), а время сигнала появления электрона  $t_s$  – системой сцинтилляторов eSC. В статистику входят только совпадения соответствующих сигналов CryoTPC, ePC1, ePC2 и eSC, что позволяет исключить случайные события, связанные с космическими частицами и другими источниками.

Измеряемой величиной в эксперименте является время между срабатыванием  $\mu$ SC при прохождении мюона и eSC при прохождении распадного электрона или позитрона. Распределение этой величины позволяет определить время жизни  $\mu^-$  и  $\mu^+$  в условиях детектора. Разность между временами жизни определяется каналами реакции, при которых происходит потеря мюона. Данную методику иллюстрирует рис. 3.

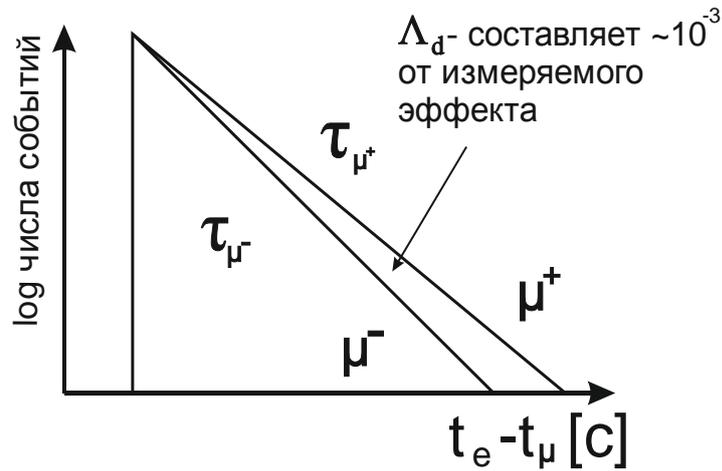


Рис. 3. Временное распределение «мюон – электрон»

Распадные экспоненты для положительных и отрицательных мюонов имеют параметры  $\tau_{\mu+}$  и  $\tau_{\mu-}$  соответственно. Искомая величина  $\Lambda_d$  связана с этими параметрами следующим соотношением:

$$\Lambda_d = \frac{1}{\tau_{\mu-}} - \frac{1}{\tau_{\mu+}}. \quad (8)$$

Измерение  $\Lambda_d$  с точностью 1,5 % требует набора не менее  $10^{10}$  событий распадов как для положительных, так и для отрицательных мюонов.

Мюон, попадая в CryoTPC, испытывает столкновения с молекулами дейтерия, рождая на своем пути пары «электрон – ион», формирующие трек. В однородном электрическом поле электроны и положительные ионы дрейфуют в противоположные стороны с постоянной скоростью. В результате на фрагментированном аноде возникает наведенный сигнал, который регистрируется зарядочувствительными предусилителями. Относительные координаты фрагментов анода (падов), на которых был зарегистрирован сигнал, позволяют восстановить проекцию трека на горизонтальную плоскость. Вертикальные координаты трека определяются по времени дрейфа от точки остановки до анода. Сетка экранирует анод от положительно заряженных ионов.

Конструкция детектора представлена на Рис. 4. Цилиндрическая обечайка CryoTPC диаметром 202 мм и длиной 360 мм изготовлена из алюминиевого сплава АМГ-6. Толщина боковых стенок обечаек составляет 2,5 мм, что обеспечивает незначительное рассеивание распадных электронов. Торцы камеры закрыты фланцами из немагнитной нержавеющей стали; один из них снабжен полусферическим бериллиевым входным окном диаметром 60 мм, другой служит поддержкой высоковольтной структуры детектора. Камера оборудована высоковольтными вводами, сигнальными разъемами, а также газовым штуцером.

Высоковольтная система CryoTPC состоит из плоского катода, набора выравнивающих проволок с резистивным делителем напряжения, экранирующей сетки и анода. Выравнивающие проволоки, напряжение на которых ступенчато меняется в направлении от катода к находящемуся под нулевым потенциалом аноду, необходимы для получения однородного электростатического поля.

Механическую поддержку выравнивающих проволок и катода, а также электрическую изоляцию их друг от друга обеспечивают керамические стойки. Катод, анод и выравнивающие проволоки ограничивают пространство чувствительного объема  $\text{SrO} \text{TPC}$ .

Экранирующая сетка представляет собой ряд тонких вольфрамовых проволок, напаянных на массивную биметаллическую (изготовленную из вольфрама и нержавеющей стали) рамку. Биметаллическая конструкция рамки необходима для обеспечения надежной припайки проволок и сохранения их натяжения при охлаждении.

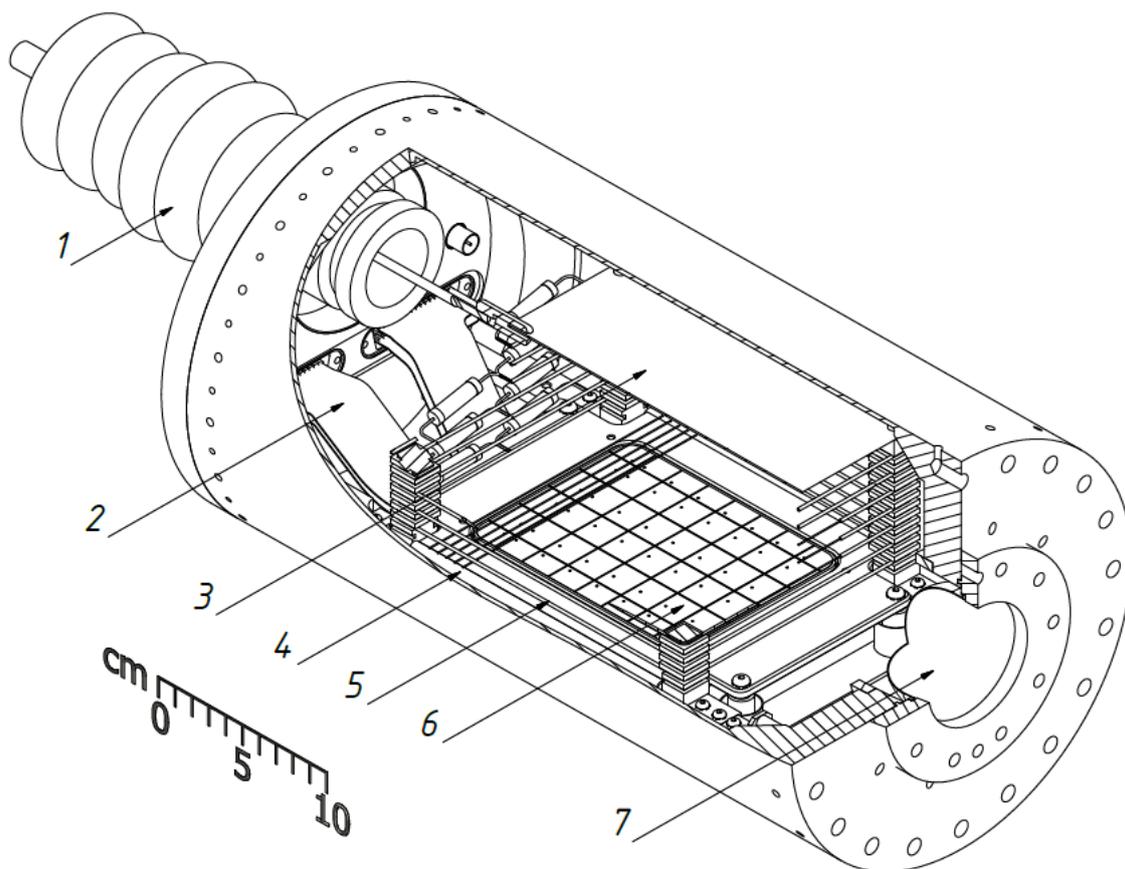


Рис. 4. Основные элементы  $\text{SrO} \text{TPC}$ :

1 – высоковольтный ввод; 2 – планарные сигнальные кабели; 3 – катод; 4 – сетка;  
5 – выравнивающая проволока; 6 – анод (падовая плоскость); 7 – бериллиевое окно

Плоскость анода разбита на 48 изолированных друг от друга прямоугольных падов, которые изготовлены методом химического нанесения серебра на поверхность керамической пластины.

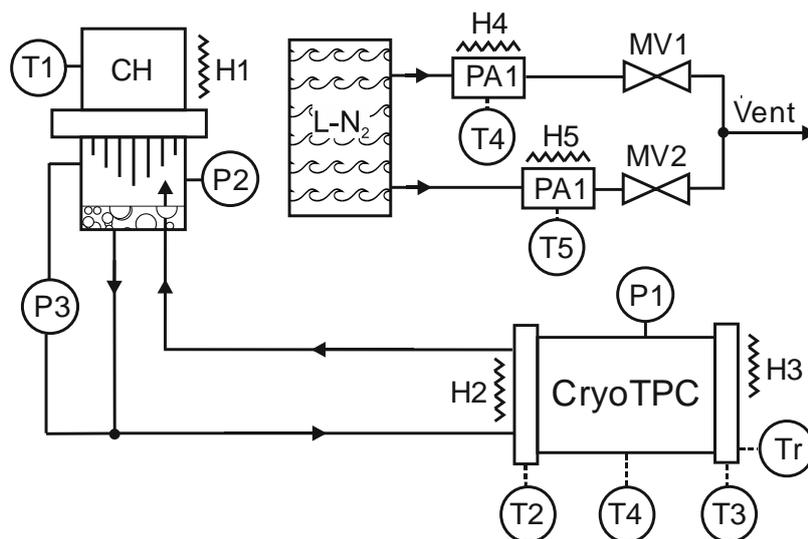


Рис. 5. Упрощенная блок-схема систем охлаждения. Левая нижняя часть рисунка соответствует системе охлаждения CryoTPC, правая верхняя – системе охлаждения предусилителей. CH – головка криогенератора; L-N<sub>2</sub> – резервуар с жидким азотом; P1–3 – датчики давления; T1–5 – датчики температуры; Tr – образцовый конденсационный термометр; H1–5 – нагреватели; MV1–2 – ручные вентили

**Четвертая глава** содержит описание систем охлаждения CryoTPC криогенных предусилителей, а также установки для калибровки температурных датчиков.

Так как детектор работает при криогенных температурах (31 К), в установке присутствуют источник холода и система его транспортировки, образующие систему охлаждения CryoTPC. Система, упрощенная схема которой представлена на рис. 5, построена на принципе тепловой трубы. Она представляет собой замкнутый контур с естественной циркуляцией теплоносителя, в роли которого выступает неон. Источником холода в системе выступает гелиевый криогенератор Мак-Магона, к охлаждающей головке которого присоединен биметаллический конденсатор.

В рабочем режиме криогенератор охлаждает крышку конденсатора, неон оживает на ламелях его радиатора и по подающим трубкам поступает в теплообменники, где охлаждает CryoTPC. Образовавшийся газ вновь попадает в конденсатор через возвратные трубки.

Как конденсатор, так и теплообменники снабжены электрическими нагревателями, что позволяет независимо стабилизировать температуру в них, а также производить отогрев системы.

Время полного охлаждения камеры от комнатной температуры до рабочей точки (~ 31 К) составляет около 12 часов. После выхода в рабочий режим температура в системе стабилизируется с точностью ~ 0,1 К.

Для контроля температурного режима CryoTPC применен набор температурных датчиков: 8 резистивных сенсоров РТ-100 и конденсационный термометр.

Через камеру проходит постоянный циркуляционный поток, связанный с очисткой газа камеры. Для минимизации тепла, вносимого этим потоком, уста-

новлен противоточный теплообменник. За счет охлаждения входящего газа выходящим достигается эффективность рекуперации  $\sim 97\%$ .

Система охлаждения криогенных предусилителей, расположенных в вакуумном объеме CryoTPC, использует пары жидкого азота как источник холода. Она позволяет стабилизировать температуру этих электронных модулей на уровне  $\sim 150\text{ K}$  за счет баланса потоков тепла, отбираемого парами азота и вносимого электрическими нагревателями. Применение системы позволило не только существенно снизить уровень электронных шумов предусилителей, но и уменьшить нагрузку на систему охлаждения CryoTPC за счет частичного перехвата теплопритока по элементам поддержки камеры и сигнальным проводам.

Для калибровки температурных датчиков была создана специальная установка, ее упрощенная блок-схема приведена на Рис. 6.

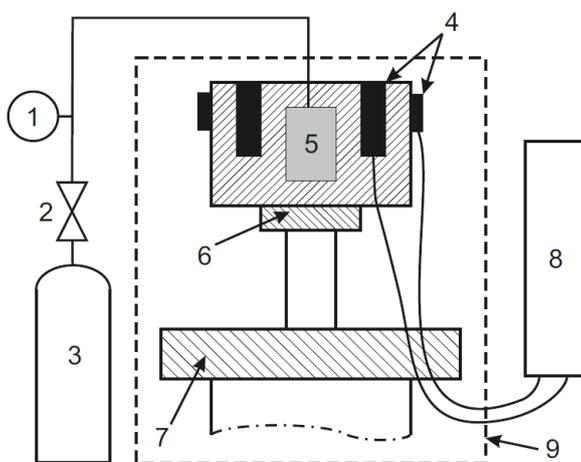


Рис. 6. Установка для калибровки датчиков температуры:

1 – датчик давления; 2 – вентиль; 3 – баллон с калибровочным газом; 4 – калибруемые датчики; 5 – конденсационная камера; 6 – вторая ступень криогенератора; 7 – первая ступень криогенератора; 8 – контрольно-измерительная электроника; 9 – вакуумный объем

Устройство построено на основе двухступенчатого гелиевого криогенератора Мак-Магона и позволяет производить одновременную калибровку до 16 датчиков PT-100 или сенсоров другого типа в широком диапазоне криогенных температур. В качестве образцового прибора в системе установлен конденсационный термометр, использующий различные рабочие газы: водород (диапазон температур 20–30 K), неон (25–36 K), аргон (81–104 K) и ксенон (164–212 K).

Перед началом экспериментального сеанса производилась калибровка всех датчиков, установленных в криогенных системах эксперимента в диапазоне 20–212 K с погрешностью  $\pm 0,1\text{ K}$ .

**В пятой главе** подробно изложена конструкция криогенной циркуляционной системы сверхвысокой очистки водорода CHUPS (Cryogenic Hydrogen Ultra Purification System), направленной на подавление канала реакции, связанного с перехватом мюона на примесь с зарядовым числом  $Z > 1$ .

В процессе работы CryoTPC проникновение загрязняющих примесей в рабочий газ происходит непрерывно из-за микротечей, диффузии через уплотнения, десорбции из различных материалов. Соответственно, необходима непрерывная очистка рабочего газа в циркуляционном режиме. Эту задачу выполняет CHUPS. Принципиальная схема устройства приведена на Рис. 7. Система состоит из криосорбционного компрессора, криогенного блока адсорбционной очистки, контроллеров массового расхода, резервных объемов (ресиверов) и микропроцессорного блока управления.

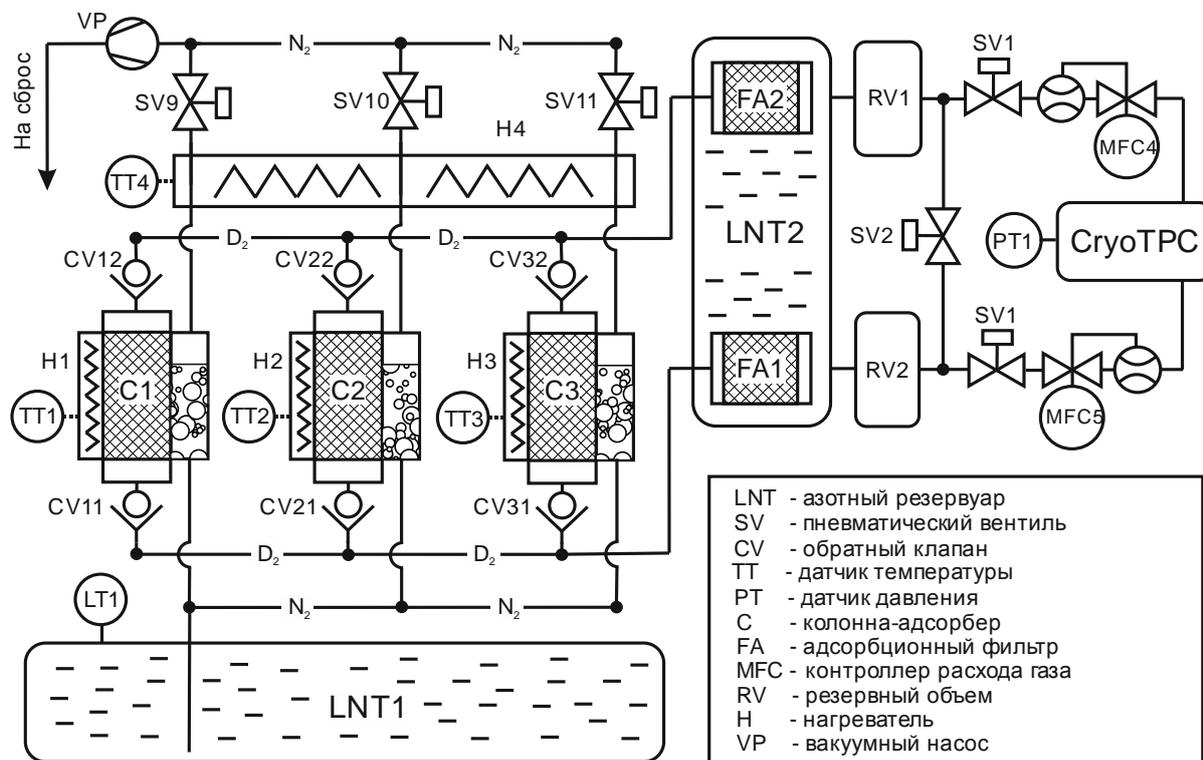


Рис. 7. Упрощенная блок-схема криогенной циркуляционной системы

Выбор криосорбционного компрессора в качестве побудителя расхода дейтерия определяется простотой, высокой надежностью и большим ресурсом устройств этого типа. Работа компрессора основана на свойстве активированного угля обратимо адсорбировать дейтерий при охлаждении. Компрессор имеет три патрона

(адсорбера), заполненных активированным углем, снабженных теплообменником для жидкого азота и электрическим нагревателем. Охлаждение адсорберов жидким азотом до температуры  $\sim 78$  К и последующий отогрев до температуры  $\sim 180$  К вызывают адсорбцию – десорбцию дейтерия и побуждают его поток, направление которого определяется системой обратных клапанов. Адсорберы совершают циклы адсорбции – десорбции попеременно. Для подавления пульсаций потока и хранения необходимого запаса газа служат резервные объемы (ресиверы).

Микропроцессорный блок, набор датчиков, дистанционно управляемых клапанов и контроллеров расхода служат для управления циркуляционной системой. Настройка параметров управления (продолжительности температурных цик-

лов, соотношения фаз нагрева и охлаждения, точки стабилизации давления и других) осуществляется с помощью ПК с применением специально разработанного программного обеспечения. После передачи настроек с ПК в микропроцессорный блок последний управляет циркуляционной системой автономно.

Стабилизация давления в CryoTPC осуществляется согласованной работой двух контроллеров массового расхода. Контроллер, расположенный на выходе CryoTPC (MFC2), установлен на постоянный расход. Контроллер, расположенный на входе в CryoTPC (MFC1), меняет свой расход в соответствии с ПИД-законом регулирования с обратной связью по прецизионному датчику давления, установленному на CryoTPC.

Система способна поддерживать расход дейтерия через CryoTPC до 5 л/мин в пересчете на нормальные условия и стабильность рабочего давления в камере не хуже 0,1 % на уровне 5 бар.

Работа блока очистки основана на физической адсорбции примесей, прежде всего азота и кислорода. Блок имеет два адсорбера, заполненных синтетическим цеолитом. Для повышения эффективности работы цеолита адсорберы постоянно погружены в сосуд с жидким азотом.

Питание циркуляционной системы жидким азотом осуществляется от общей магистрали ускорительного зала с помощью специально созданной системы автоматического подлива.

**В шестой главе** описана установка для изотопной очистки дейтерия, используемая для подавления канала реакции, связанного с образованием  $pd\mu$ -молекулы. Принципиальная схема системы приведена на Рис. 8. Ее основа – криогенная ректификационная колонна насадочного типа с внутренним диаметром 2,2 см и высотой 155 см. Спирально-призматическая насадка с развитой удельной поверхностью определяет высокую эффективность разделения изотопов.

Охлаждение дефлегматора колонны производится гелиевым криогенератором Мак-Магона, нагрев куба – электрическим нагревателем. Для защиты колонны от внешнего теплопритока она помещена в высоковакуумную изолирующую рубашку с охлаждаемым жидким азотом экраном. Контролируются параметры работы колонны при помощи микроконтроллерного блока управления.

При выходной концентрации примеси протия в дейтерии  $\sim 100$  ppb производительность колонны составляет 1–2 л/мин очищенного дейтерия (в пересчете на нормальные условия).

Контроль качества изотопной очистки производится хроматографическим методом. При его реализации сама колонна выступает в роли устройства для предварительного обогащения пробы измеряемой примесью, что позволяет увеличить чувствительность метода в  $10^2$  раз. Хроматографические измерения подтверждают способность системы производить дейтерий с остаточным содержанием HD менее 1 ppm, что превосходит физические требования эксперимента.

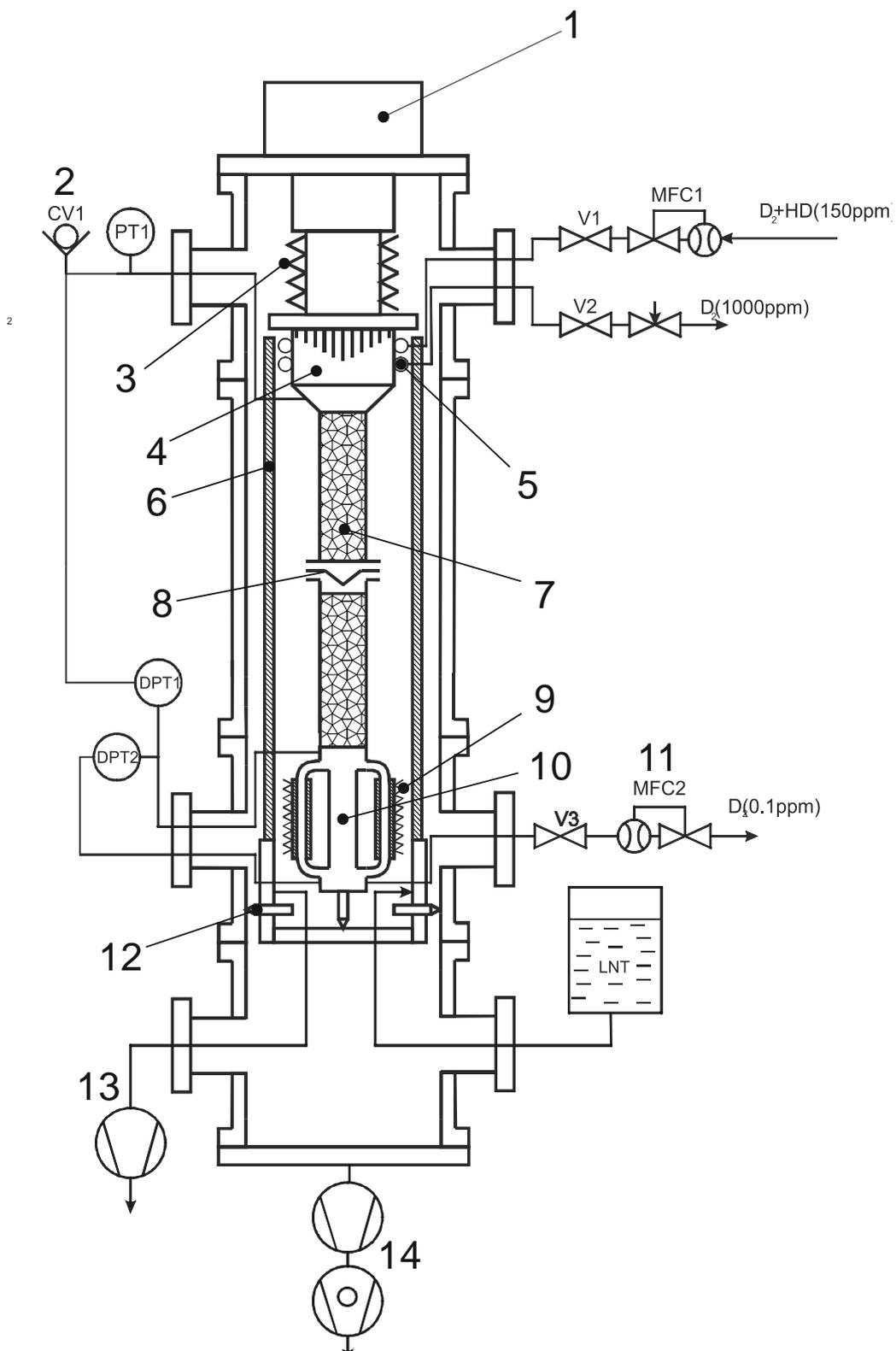


Рис. 8. Система изотопной очистки: 1 – криогенератор; 2 – предохранительный клапан; 3, 9 – нагреватели; 4 – дефлегматор; 5 – противоточный теплообменник; 6 – тепловой экран; 7 – насадка; 8 – распределитель орошения; 10 – куб; 11 – игольчатый вентиль; 12 – выравнивающие винты; 13 – откачной насос теплового экрана; 14 – высоковакуумная система

**В седьмой главе** рассматривается модернизация газохроматографической установки, применяемой в эксперименте MuSun для химического и изотопного анализов дейтерия.

Дифференциальные детекторы теплопроводности (ДТП), широко применяемые в газовых хроматографах, позволяют производить анализ содержания широкого спектра примесей в исследуемом веществе. В эксперименте MuSun применение хроматографа, оснащенного ДТП, оказалось наиболее подходящим решением задачи анализа чистоты дейтерия на наличие следов азота и кислорода на уровне 1 ppb и ниже. Для обеспечения необходимой чувствительности была проведена работа по двум направлениям: разработана методика предварительного накопления примеси из большого объема пробы и усовершенствована электроника хроматографической установки.

Блок-схема созданного устройства для чтения сигнала хроматографа представлена на Рис. 9. Базовое устройство газоаналитической установки – серийный хроматограф ЛХМ-8М. Выходной сигнал его ДТП имеет диапазон  $\pm 100$  мВ. Концентрация примеси в исследуемой пробе величиной 1 ppm соответствует сигналу детектора амплитудой 1 мкВ. Для использования типового аналого-цифрового преобразователя (АЦП) с диапазоном  $\pm 5$  В требуется усилитель сигнала с коэффициентом усиления  $10^4$  и низким уровнем шумов. Подавление синфазной составляющей входного сигнала обеспечивается посредством двухзвенного LC + RC-фильтра и параметрами измерительного усилителя AD524С. Коэффициент подавления шумов при используемом усилении 1 000 составляет 120 дБ [11]. Питание усилителя осуществлялось от стабилизаторов типов LM317, LM337 через RC-цепочки, что также позволяет сократить влияние шумов источника питания на измерения.

Для расширения динамического диапазона в системе присутствует несколько параллельных каналов измерения с различными коэффициентами усиления. При такой схеме аналоговый сигнал ДТП буферизуется предусилителем и распределяется на четыре канала усилителя с различными коэффициентами: 1, 4, 8, 16. Далее все сигналы измеряются 4-канальным блоком АЦП. Оптимальный измерительный канал выбирается в процессе анализа исходя из амплитуды измеряемого сигнала и соотношения сигнала к шуму.

Изменение сигнала ДТП – относительно медленный процесс. Учитывая это, мы используем входной фильтр, подавляющий частоты более 10 Гц. Поскольку собственная схема ДТП построена по принципу уравновешенного моста, вход усилителя должен быть дифференциальным. Параметры усилителя выбираются таким образом, чтобы дрейф опорного напряжения не превышал 1 мкВ/К, а эквивалентный входной шум в диапазоне 0–10 Гц был менее 1 мкВ.

Оцифровка сигнала производится блоком DAQ32 [12]. Этот микроконтроллерный блок обладает большой гибкостью с точки зрения способов использования и режимов работы.

Специально разработанная программа для микроконтроллера обеспечивает периодические измерения с интервалом, варьируемым в пределах от 0,02 до 30 с с точностью 0,5 мс. Блок аналого-цифрового преобразования обрабатывает все

четыре канала параллельно, используя 16-битный АЦП в режиме  $\pm 5$  В с точностью 0,5 мВ.

Специально разработанное программное обеспечение для ПК позволяет считывать хроматографические данные из микроконтроллерного блока, представлять их в виде графика и производить первичную математическую обработку хроматограмм. Далее хроматограммы могут быть сохранены в базе данных для последующего анализа.

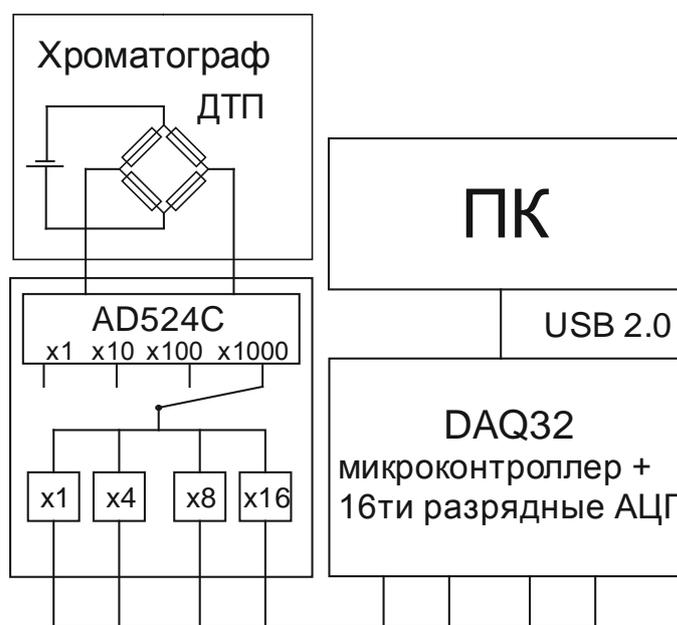


Рис. 9. Блок-схема устройства для чтения сигнала хроматографа

**В восьмой главе** описаны установка для калибровки хроматографического метода с концентрацией примесей на уровне  $\sim 1$  ppb и реализованная с ее помощью процедура калибровки. Калибровка метода газовой хроматографии с предварительным накоплением – наиболее сложная часть анализа, особенно для такой малой концентрации регистрируемой примеси. Главная проблема, возникающая при калибровке, – создание образцовой смеси с концентрацией примесей на уровне нескольких ppb.

Статические волюмометрический и весовой методы приготовления смеси хорошо отработаны и применимы для концентраций примесей на уровне нескольких ppm. Такие методы при концентрации измеряемой примеси порядка 1 ppb могут быть использованы для приготовления предварительных смесей. Далее на их основе возможно изготовить смеси с концентрацией примесей на уровне до 5 ppb методом динамического газосмешения. Основная его идея состоит в использовании прецизионных контроллеров массового расхода газа для приготовления смеси «по месту», практически непосредственно в аналитическом приборе. В таком случае один из потоков рассматривается как «абсолютно чистый», удаление примесей из него проводится с помощью циркуляционной системы очистки непосредственно перед смешением. Второй поток, «грязный» – предварительно приготовленная смесь с концентрацией примесей на уровне нескольких ppm.

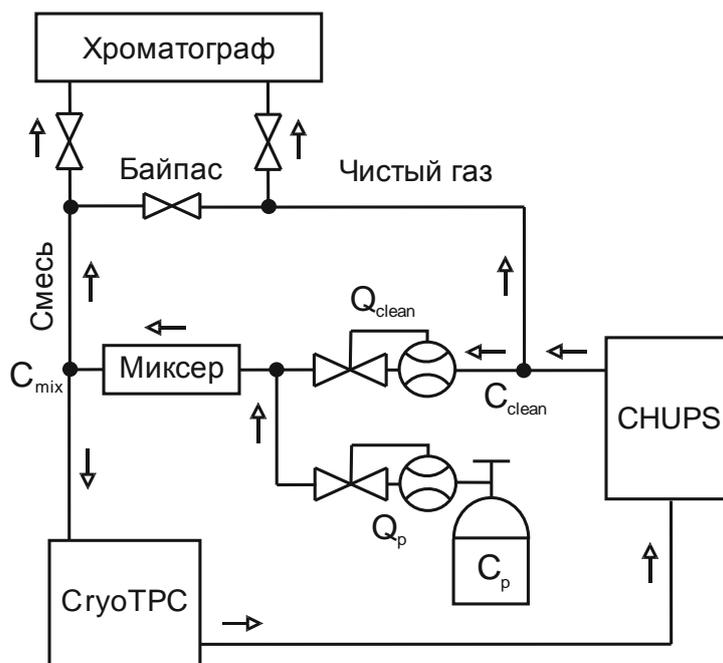


Рис. 10. Блок-схема установки для приготовления калибровочных смесей методом динамического газосмешения

Упрощенная схема установки газосмешения для калибровки приведена на Рис. 10. Предварительно приготовленная «загрязняющая» смесь образуется прямым смешением небольшого количества воздуха с чистым дейтерием в подготовленном мерном объеме из нержавеющей стали.

Порция воздуха из небольшого калиброванного объема ( $\sim 0,5 \text{ см}^3$ ) инжектируется в подготовленный мерный цилиндр. Далее этот сосуд заполняется до давления 10 атм и нагревается в течение 2–3 часов для полного перемешивания компонентов. Эта процедура обеспечивает создание смеси с концентрацией азота  $C_p$  и кислорода на уровне нескольких ppm. Такая концентрация может быть измерена «прямым методом», стандартной хроматографической методикой без предварительного накопления примеси. «Прямой метод», в свою очередь, требует собственной калибровки. Она производится предварительно с использованием объемного метода или метода последовательных разбавлений. В качестве исходной стандартной калибровочной смеси во всех случаях может быть использован воздух, чей состав хорошо известен и не зависит от места отбора пробы.

Процесс калибровки на уровне нескольких ppb сводится к следующей последовательности действий. Газ из CryoTPC, играющей в данном случае роль резервуара неограниченного объема, перекачивается циркуляционной системой CHUPS с расходом  $Q_{\text{clean}}$ . Концентрация примесей в потоке  $Q_{\text{clean}}$  определяется эффективностью работы циркуляционной системы и имеет величину  $C_{\text{clean}}$ . Из мерного объема через другой контроллер массового расхода подается поток «грязного» газа  $Q_p$  с концентрацией  $C_p$ . Калибровочная точка задается поддерживаемым в течение достаточного времени соотношением потоков  $Q_p$  и  $Q_{\text{clean}}$ . Для обеспечения полного перемешивания потоков в схему введен миксер.

Необходимым условием корректного расчета концентрации в каждой калибровочной точке является стабильность потоков  $Q_p$  и  $Q_{\text{clean}}$ . Концентрация в

каждой точке рассчитывается по соотношению потоков в соответствии с формулой

$$C_{\text{mix}} = \frac{C_p Q_p + C_{\text{clean}} Q_{\text{clean}}}{Q_{\text{clean}} + Q_p} \equiv C_{\text{clean}} + C_{\text{add}}. \quad (9)$$

Правая часть формулы выражает итоговую концентрацию как сумму остаточной концентрации в «чистом» газе  $C_{\text{clean}}$  и добавки «грязной» концентрации  $C_{\text{add}}$ .

Типичная хроматограмма дейтерия с примесью азота 2,5 ppb, полученная измерением приготовленной калибровочной смеси, приведена на Рис. 11.

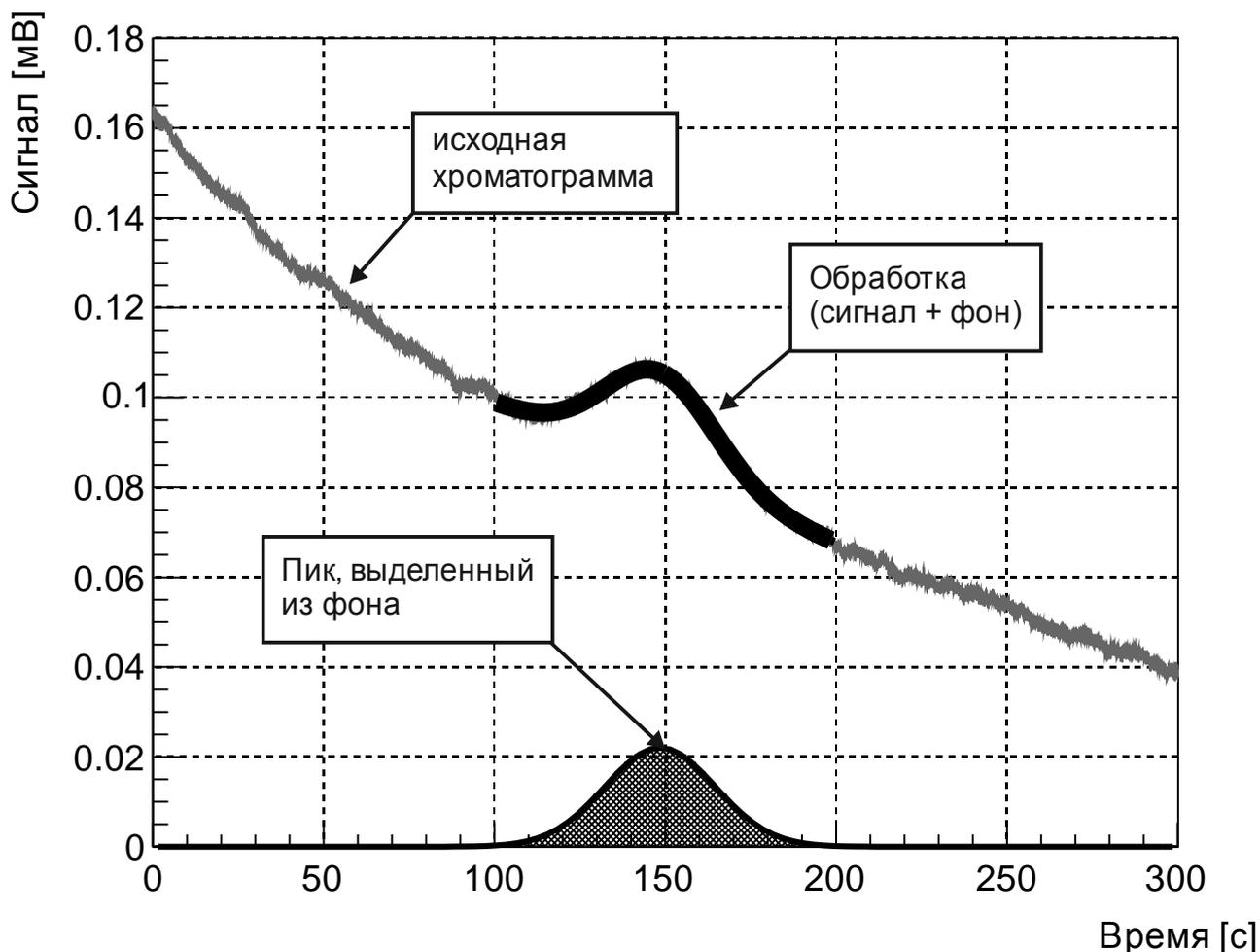


Рис. 11. Хроматограмма калибровочной смеси.  
Концентрация азота в дейтерии равна 2,5 ppb

Результатом калибровки явилось построение зависимости между концентрацией, рассчитанной по соотношению «чистого» и «грязного» потоков, и величиной, полученной из хроматографических данных. Эта зависимость для интервала измерений 0–5 ppb представлена на Рис. 12.

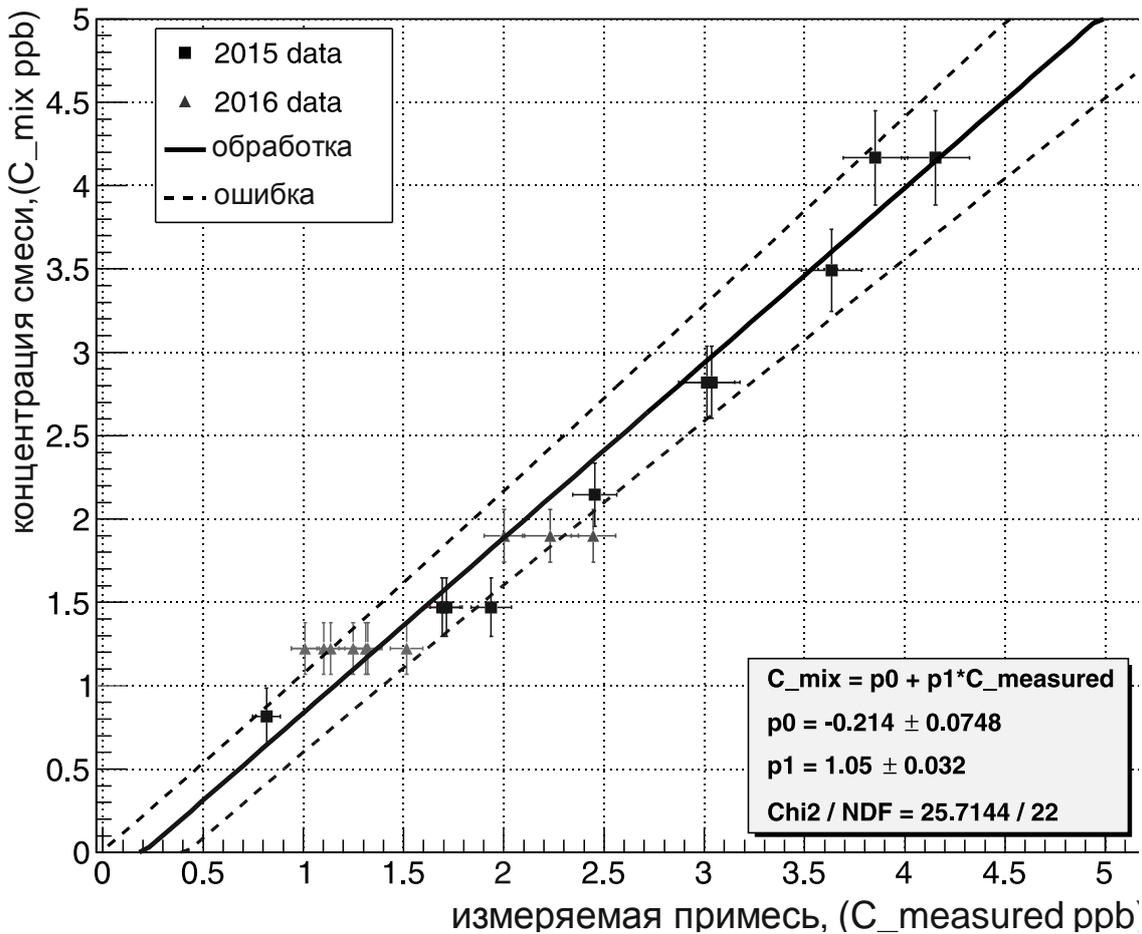


Рис. 12. Калибровочная зависимость для диапазона измерений 0–5 ppb

### **Основные результаты работы**

1. Разработанная система охлаждения CryoTPC обеспечила долговременную ( $10^{10}$  остановок мюонов в дейтерии, или около шести месяцев ускорительного времени) непрерывную работу детектора в стабильных рабочих условиях (при температуре  $31 \pm 0,1$  К и давлении  $5 \pm 0,01$  бар). Эти условия позволили, впервые для подобных экспериментов, уменьшить вклад канала реакции  $\Lambda_d$  в 50 раз и полностью подавить канал реакции  $\Lambda_{dq}$ .
2. Для метрологического обеспечения температурных характеристик детектора создана установка калибровки криогенных датчиков температуры с конденсационным термометром как образцовым прибором. Использование различных газов в качестве рабочего тела конденсационного термометра и конструкция установки позволили калибровать одновременно до 16 температурных датчиков в диапазоне температур 20–212 К с погрешностью калибровки  $\pm 0,1$  К.
3. Создана криогенная ректификационная колонна для получения изотопно-чистого дейтерия. Система позволила произвести дейтерий с концентрацией HD не более 100 ppb и подтвердить этот уровень хроматографическими измерениями. Столь высокая изотопная чистота дейтерия позволила, впервые для подобных экспериментов, полностью исключить влияние  $pd\mu$ -синтеза на результаты измерений.

4. Создана криогенная циркуляционная система непрерывной очистки рабочего газа. Впервые в экспериментах подобного рода удалось достигнуть уровня чистоты дейтерия 0,6 ppb при постоянном потоке 5 л/мин (в пересчете на нормальные условия). Такой уровень чистоты делает величину неопределенности, вызванной каналом реакции захвата мюона на примеси с зарядовым числом  $Z > 1$ , существенно меньше, чем статистическая погрешность эксперимента.
5. Создан программно-аппаратный комплекс на базе микроконтроллера для чтения и анализа данных с хроматографа. Применение комплекса совместно с методикой предварительного криогенного накопления примесей обеспечило измерение химической чистоты дейтерия на уровне менее 1 ppb.
6. Для метрологического обеспечения измерений чистоты дейтерия была создана уникальная система калибровки, использующая принцип динамического газосмешения. Система позволила приготовить смеси и проверить калибровку измерительной системы в диапазоне концентраций азота в дейтерии 1–30 ppb с неопределенностью  $\pm 0,2$  ppb.
7. Созданная система охлаждения для предусилителей сигналов CryoTPC обеспечила их работу при стабильной температуре 140 К. Это позволило повысить энергетическое разрешение сигнала до 10 кэВ и понизить теплоприток к CryoTPC.
8. Комплекс мер по поддержанию термодинамических параметров детектора, химической и изотопной чистоты газа позволил впервые в мире набрать объем экспериментальных данных по захвату мюона дейтроном при минимальном влиянии параллельных каналов реакции на процесс измерения.  
В общей сложности было зарегистрировано  $10^{10}$  событий остановки мюона в дейтерии. Благодаря этому впервые стало возможным экспериментальное измерение скорости захвата мюона ядром дейтерия с точностью, сопоставимой с теоретическими расчетами.

### **По теме диссертации опубликованы следующие работы:**

1. *Alekseev I.A., Arkhipov E.A., Bondarenko S.D., Fedorchenko O.A, Ganzha V.A, Ivshin K.A, Kammel P., Kravtsov P.A, Petitjean C., Trofimov V.A., Vasilyev A.A., Vasyanina T.V., Vorobyov A.A., Vznuzdaev M.E.* Cryogenic Distillation Facility for Isotopic Purification of Protium and Deuterium // *Rev. Sci. Instrum.* 2015. V. 86. P. 125102.
2. *Ivshin K.A. et al. (MuSun Coll.)* Cryogenic Time-Projection Chamber for Measurement of Muon Capture Rate on the Deuteron // *Book of Abstracts of the LXIV Int. Conf. NUCLEUS 2014 (Fundamental Problems of Nuclear Physics, Atomic Power Engineering and Nuclear Technologies), Minsk, Belarus, July 2014.* P. 218.
3. *Соловьев А. Н., Соловьев И. Н., Ившин К. А., Безымянных О. Б., Васильев А. А., Взнуздаев М. Е., Киселев С. С., Коченда Л. М., Кравченко П. В., Коченда О. Л., Кравцов П. А., Трофимов В. А., Фотьев В. Д.* Криогенная установка для прецизионной калибровки датчиков температуры // *Научн.-техн. вестн. инф. техн., мех. и опт.* 2016. Т. 16. № 5. С. 856–863.
4. *Ivshin K.A.* Cryogenic Systems in MuSun Experiment, Refrigeration Science and Technology // *Proc. of the 1st IIR Int. Conf. Cryogenics and Refrigeration Technology ICCRT 2016, Bucharest, Romania, June 2016.* P. 199–204.
5. *Ganzha V.A., Ivshin K.A., Kammel P., Kravchenko P.V., Kravtsov P.A., Petitjean C., Trofimov V.A., Vasilyev A.A., Vorobyov A.A., Vznuzdaev M.E., Wauters F.* Measurement of Trace Impurities in Ultra Pure Hydrogen and Deuterium at the Parts-Per-Billion Level Using Gas Chromatography // *NIM A.* 2018. V. 880. P. 181–187.
6. *Ившин К. А., Кравцов П. А., Трофимов В. А., Киселев С. С.* Программно-аппаратный комплекс хроматографического детектора теплопроводности для эксперимента MuSun // *Изв. вузов. Приборостроение.* 2017. Т. 60, № 11. С. 1088–1091.

### **Литература**

- [1] *Ando S., Park T.-S., Kubodera K., Myhrer F.* The  $\mu^-d$  Capture Rate in Effective Field Theory // *Phys. Lett. B.* 2002. V. 533. P. 25–36.
- [2] *Cargnelli M. et al.* Measurement of the Muon Capture Rate in Gaseous Deuterium // *Proc. of the XXIII Yamada Conf. on Nucl. Weak Processes and Nucl. Structure, Osaka, Japan, 1989.*
- [3] *Wang I.-T. et al.* Muon Capture by Deuterons // *Phys. Rev.* 1965. V. 139. P. 0B1539.
- [4] *Bardin G. et al.* A Measurement of the Rate of Muon Capture in Liquid Deuterium by the Lifetime Technique // *Nucl. Phys. A.* 1986. V. 453. Iss. 4. P. 591–604.
- [5] Proposal for PSI Experiment R-08-01, submitted February 8, 2008. arXiv:1004.1754 [nucl-ex].

- [6] *Weinberg S.* Nuclear Forces from Chiral Lagrangians // *Phys. Lett. B.* 1990. V. 251. P. 288.
- [7] *Aharmim B. et al.* Independent Measurement of the Total Active  $^8\text{B}$  Solar Neutrino Flux Using an Array of  $^3\text{He}$  Proportional Counters at the Sudbury Neutrino Observatory // *Phys. Rev. Lett.* 2008. V. 101. P. 111301.
- [8] *Vorobyov A.A. et al.* Precision Measurement of Nuclear Muon Capture by  $^3\text{He}$  // *Hyperfine Interact.* 1996. V. 101–102. P. 413–421.
- [9] *Andreev V.A. et al. (MuCap Coll.)* Measurement of Muon Capture on the Proton to 1 % Precision and Determination of the Pseudoscalar Coupling  $g_p$  // *Phys. Rev. Lett.* 2013. V. 110. P. 022504.
- [10] *Иоффе Б. Л.* Киральная эффективная теория сильных взаимодействий // *Усп. физ. наук.* Т. 171, № 12. С. 1274–1289.
- [11] Analog Devices. Precision Instrumentation Amplifier. Data Sheet AD524. 2007. 28 p. <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/ad524.pdf>
- [12] *Kravtsov P.A., Trofimov V.A.* Multi-Channel Measuring Instrument for Slow Control Systems. Preprint PNPI 2723. Gatchina, 2007. 20 p.