

**СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

P6-86-18

**Ю.П.Гангрский, Ч.Градечны, К.П.Маринова,
Б.Н.Марков, Е.Г.Наджаков, Хан Ген И,
Чан Конг Там**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ЕВРОПИЯ
В МЕТАЛЛАХ МЕТОДОМ ОПТИЧЕСКОЙ
РЕЗОНАНСНОЙ ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ**

1986

Европий относится к числу рассеянных в природе элементов и поэтому часто встречается в виде примесей в природных образцах и искусственно созданных материалах. В одних случаях эти примеси могут служить источником для получения европия, в других случаях они являются нежелательными, так как ухудшают свойства материалов. Поэтому важное значение имеет разработка чувствительных методов анализа микропримесей европия. Обычно используется нейтроноактивационный анализ, так как в этом случае образуется изотоп ^{152}Eu в изомерном состоянии с удобными для измерений периодом полураспада /9,3 ч/ и спектром γ -излучения^{/1/}. Большое сечение реакции радиационного захвата нейтронов /3300 б для изотопа ^{151}Eu или 1600 б для натуральной смеси изотопов/ позволяет достигнуть высокой чувствительности анализа - лучше 10^{-6}г/г .

Однако в ряде случаев этот метод не может обеспечить нужной чувствительности. Это имеет место тогда, когда основной материал характеризуется высоким сечением захвата нейтронов и большая активность образующихся изотопов не позволяет обнаружить слабые γ -линии, связанные с распадом ^{152}Eu . Как правило, это наблюдается в чистых металлах.

В этих случаях более эффективным оказывается использование других методов, например метода оптической резонансной флуоресценции. Этот метод основан на резонансном возбуждении атомных уровней и регистрации испускаемого при их разрядке спонтанного светового излучения. В последние годы возможности этого метода были значительно улучшены благодаря использованию лазеров с перестраиваемой длиной волны. Высокие монохроматичность и интенсивность лазерного излучения позволяют существенно улучшить чувствительность анализа для широкого круга элементов.

Целью данной работы является разработка экспериментальной методики для высокочувствительного анализа европия с использованием лазерного излучения и исследование возможностей такой методики. Основой для этой методики послужила установка для измерения сверхтонкой структуры оптических спектров в атомных пучках /описание установки и ее параметры приведены в работе^{/2/}.

Блок-схема экспериментальной установки представлена на рис.1. Исследуемый образец помещается в танталовый тигель, нагреваемый электрическим током. Выходящий из тигля атомный пучок /в нем содержатся атомы основного металла и исследуемых примесей/ формируется с помощью системы диафрагм и пересекает под прямым углом лазерный луч. Источником этого луча является лазер непрерывного действия с перестраиваемой длиной волны фирмы Spectra Physics. Этот лазер генерирует световое излучение в диапазоне длин волн

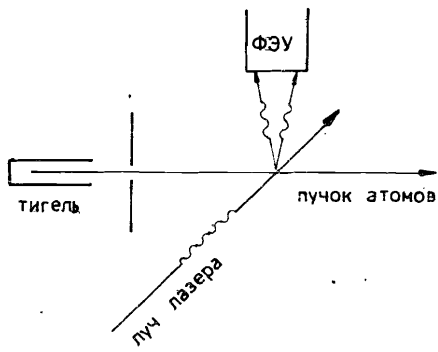


Рис.1. Блок-схема экспериментальной установки для определения содержания европия в металлах с использованием методики резонансной оптической флуоресценции.

4290-7610 Å со средней мощностью до 800 мВт при ширине лазерной линии ~ 20 МГц. Высокая интенсивность лазерного излучения /до 10^{18} фотон/с/ и большое сечение

поглощения световых квантов в резонансе /до 10^{-10} см²/ приводят к тому, что практически все атомы европия, пересекающие лазерный луч, испытывают резонансное поглощение. Испускаемые при разрядке возбужденных атомов европия световые кванты спонтанного излучения фокусируются системой линз на катод фотоумножителя с низким уровнем шумов /ФЭУ-79/. В проводимых на этой установке экспериментах измеряется зависимость скорости счета рассеянных атомами фотонов от длины волны лазерного излучения /при ее сканировании в выбранном диапазоне длин волн/. По интенсивности резонансных линий, принадлежащих изотопам Eu, можно судить о числе атомов Eu, пролетевших через лазерный луч. Параметры установки /эффективность регистрации световых фотонов и доля атомов Eu, пересекающих луч лазера/ таковы, что один отсчет в резонансной линии соответствует 10^7 атомам Eu, вылетающим из тигля.

Физические свойства европия удобны для такого метода анализа. Его сравнительно низкая температура плавления /826°C/ и достаточно высокая летучесть позволяют легко получать интенсивные атомные пучки. На рис.2. представлена зависимость давления насыщенных паров европия от температуры /3/ /для сравнения приведена аналогичная зависимость для меди/. Видно, что уже при $T=800^\circ\text{C}$ $p = 10^{-3}$ Тор, в то время как для большинства металлов характерны значительно более низкие значения давления насыщенных паров. Поэтому при повышении температуры образца из него испаряется сначала европий, а затем уже и основной металл.

В оптическом спектре европия содержится много резонансных линий, лежащих в диапазоне видимого света и имеющих большие сечения возбуждения. Обычно для возбуждения используют переход $4f^7 6s^2 \rightarrow 4f^7 6s 6p$. В табл.1. приведены параметры этого перехода /4/: терм возбужденного уровня /терм основного состояния $4f^7 6s^2$ /, его энергия, а также длина волны резонансной линии и сила осциллятора для перехода, определяющая сечение резонансного возбуждения.

На описанной установке был проведен ряд измерений по определению содержания микропримесей европия в чистых металлах /Sm,

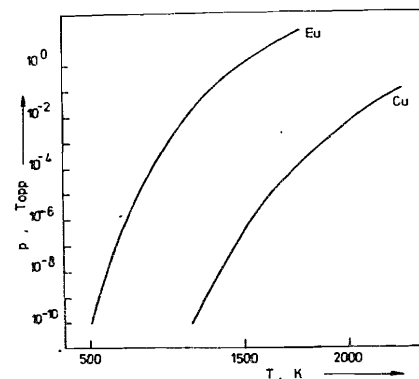


Рис.2. Зависимость давления насыщенных паров европия и меди от температуры.

Nd, Ta, Mo/, позволяющих судить о возможностях данного метода. В табл.2 представлены результаты измерений - вес образца, температура тигля, при которой производилось испарение Eu, время, за которое интенсивность измеряемой резонансной линии уменьшается вдвое /оно характеризует время испарения Eu из образца/, и измеренная концентрация Eu в образце. Видно, что содержание европия в указанных образцах металлов лежит в диапазоне 10^{-6} - 10^{-4} г/г.

Таблица 1
Параметры оптических переходов атомов Eu

Терм	E_f см ⁻¹	λ Å	f_λ
$Z^{10}P_{9/2}$	14564	6864,54	0,035
$Z^{10}P_{7/2}$	14068	7106,48	0,50
$Z^8P_{9/2}$	16611,79	6018,15	0,040
$Z^8P_{7/2}$	15952,31	6266,95	0,0043
$Z^8P_{5/2}$	15890,53	6291,34	0,0048
$Z^6P_{7/2}$	17340,65	5765,20	0,036
$Z^6P_{5/2}$	17707,02	5645,80	0,024
$Y^8P_{9/2}$	21761,29	4594,03	2,1
$Y^8P_{7/2}$	21605,17	4627,22	1,8
$Y^8P_{5/2}$	21444,58	4661,88	1,5

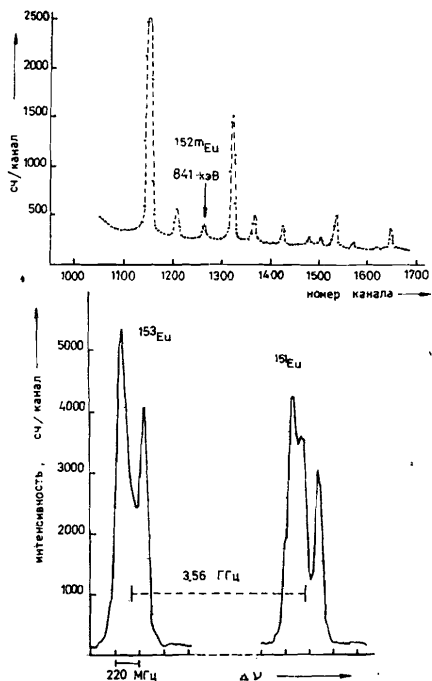


Рис.3. а - спектр γ -излучения Та, облученного тепловыми нейтронами /время измерения 3 часа/; б - оптический спектр атомного пучка, полученный при нагревании образца Та /время измерения 100 с/.

Ошибка измерений составляет около 50% и связана главным образом с неточностью в определении скорости испарения Eu из образца. О чувствительности описанного метода можно судить из представленных на рис.3 спектров. Один из них представляет спектр γ -излучения, измеренный после облучения тепловыми нейтронами образца из Та с содержащимися в нем примесями /относительная концентрация Eu составляет $4 \cdot 10^{-5}$ г/г/. Видно, что интенсивность γ -линии с энергией 841 кэВ, принадлежащей

изотопу ^{152}Eu , близка к пределу обнаружения. Так же слабо проявляются и остальные γ -линии ^{152}Eu . В то же время в спектре оптического излучения, измеренного на описанной установке за более короткое время, даже при значительно меньшей концентрации в тантале $/3 \cdot 10^{-6}$ г/г/. интенсивность его линий почти на два порядка превышает уровень фона. Такая же картина имеет место и для других металлов, представленных в табл.2.

Таблица 2
Результаты измерения концентрации в металлах

Образец	P мг	T, K	t, ч	C, г/г
Sm	234,8	1173	1	$2 \cdot 10^{-4}$
Nd	200,3	1274	1	$2 \cdot 10^{-4}$
Ta	78,7	1838	3	$3 \cdot 10^{-6}$
Ta	85,0	1460	5	$3 \cdot 10^{-6}$
Mo	17,2	1723	5	$4 \cdot 10^{-6}$

Таким образом, описанная установка, основанная на методе резонансной оптической флуоресценции с использованием лазерного излучения, позволяет определять содержание европия в широком круге металлов с относительной концентрацией до 10^{-8} г/г. Возможно и дальнейшее повышение чувствительности методики путем улучшения параметров установки /увеличение эффективности сбора света, снижение уровня шумов ФЭУ и т.д./. В этом случае указанных значений чувствительности анализа можно достигнуть и при использовании лазеров с худшим энергетическим разрешением, меньшей мощностью или работающих в импульсном режиме.

В заключение авторы выражают благодарность Г.Н.Флерову и Ю.Ц.Оганесяну за поддержку работы, Л.П.Кулькиной за помощь в измерениях.

ЛИТЕРАТУРА

1. Lederer C.M., Shirley V.S. Table of Isotopes. 7th Edition, John Wiley, 1978.
2. Гангрский Ю.П. и др. Изв.АН СССР, сер.физ., 1985, т.49, с.2261.
3. Термодинамические свойства индивидуальных веществ. Справочник под ред.В.П.Глушко, Изд. АН СССР, М., 1962, т.1.
4. Müller W., Steudel A, Walter H. Z.Phys., 1965, v.183, p.303.

Рукопись поступила в издательский отдел
10 января 1986 года.

Гангрский Ю.П. и др.

P6-86-18

Определение микроколичеств европия в металлах
методом оптической резонансной флуоресценции

Описывается методика определения микроколичеств европия в чистых металлах, основанная на оптической резонансной флуоресценции с помощью лазерного излучения. Приводятся результаты измерений содержания европия в ряде металлов (Sm, Nd, Ta, Mo), имеющих большое сечение активации тепловыми нейтронами. Достигнута чувствительность анализа $Eu\ 10^{-8}г/г$. Проведено сравнение с методом нейтроноактивационного анализа.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1986

Перевод О.С.Виноградовой

Gangrsky Yu.P. et al.

P6-86-18

Determination of Europium Microamounts in Metals
by Optical Resonance Fluorescence Method

A method for determination of europium microamounts in pure metals, based on optical resonance fluorescence by laser excitation, is described. Results are presented on europium content in some metals (Sm, Nd, Ta, Mo) with a large thermal neutron activation cross section. The Eu analysis sensitivity of $10^{-8}г/г$ has been reached. A comparison with the neutron activation analysis is given.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1986