

ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗАТОР МИКРОПРИМЕСЕЙ КИСЛОРОДА В АРГОНЕ

Колесников В.А., Юров В.М.

ОАО «Казчерметавтоматика,
Караганда
exciton@list.ru

Разработан люминесцентный анализатор микропримесей кислорода в аргоне, обладающий высокой чувствительностью в диапазоне концентраций кислорода от $3 \cdot 10^{-5}\%$ до $3 \cdot 10^{-3}\%$. Для изготовления датчиков используется предварительно осушенный силикагель марки КСМГ, который помещался в водный раствор эозина и находился в нем в течение получаса. Выбирались три значения концентрации эозина в воде: $2 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $3 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $4 \cdot 10^{-4}$ моль/л. Окрашенный в водном растворе силикагель высушивался в шкафу при температуре (150-180)°С в течение 4 часов без откачки. Полученные окрашенные гранулы силикагеля засыпались в кювету, которая помещалась в вакуумную камеру. После выдержки силикагеля

в течение суток в вакууме 10 Па на нем проводились измерения. При проведении измерений можно использовать аттестованные по кислороду аргоновые ПГС или обеспечить контролируемые изменения содержания кислорода в объеме вакуумной камеры. В диапазоне давления остаточных газов от 0,13 Па до 0,013 Па чувствительность датчика снижается; при снижении давления от 13 Па до 1,3 Па амплитуда сигнала меняется на 240 мВ, при изменении давления от 1,3 Па до 0,13 Па — на 720 мВ, а при изменении от 0,13 Па до 0,013 Па — всего лишь на 180 мВ. Однако, область давлений остаточных газов от 0,13 Па до 0,013 Па (соответствующая область концентраций от $3 \cdot 10^{-5}\%$ до $3 \cdot 10^{-6}\%$) уже выходит за границы необходимого диапазона. Кроме того, в этой области возможно уже нарушение процентного соотношения составляющих остаточного газа (воздуха), т.е. полученные для этой области результаты нельзя считать в полной мере надежными. Разработка новых схем питания импульсных источников возбуждающего света, а также схем питания и управления ФЭУ позволили добиться погрешности измерений менее 5%.

Химические науки

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ 1,3-ДЕГИДРОАДАМАНТАНА С АЛИФАТИЧЕСКИМИ АЛЬДЕГИДАМИ

Бутов Г.М.*, Паршин Г.Ю.*,
Мохов В.М.**

*Волжский политехнический
институт (филиал) ВолгГТУ,
г. Волжский, butov@volpi.ru,

**Волгоградский государственный
технический университет,
г. Волгоград, tons@vstu.ru

1,3-Дегидроадамantan (1,3-ДГА) вступает в реакцию адиамантилирования с кетонами [1]. В продолжение исследований мы осуществили реакцию 1,3-дегидроадаманта с алифатическими альдегидами (этаналем, пентаналем и гексаналем).

Взаимодействие с 1,3-ДГА в среде исходного альдегида, с молярным соотношением 1,3-ДГА: альдегид равном 1:4-6, при температуре 35-40 °С, в течение 3-5 часов приводило к получению α -адиамантилсодержащих альдегидов с выходом 60-78 %.

Синтезированные α -адиамантилсодержащие альдегиды представляли собой бесцветные высококипящие жидкости, с характерным запахом. Характерной особенностью синтезированных альдегидов является их самопроизвольная олигомеризация при стоянии в течение 1-9 суток. Появление олигомеров подтверждено масс-и ИК-спектрометрией. Для надёжного подтверждения структуры полученных соединений, сразу после выделения из реакции, проведено взаимодействие α -адиамантилсодержащих альдегидов с 2,4-динитрофенилгидразином. Взаимодействие в мягких условиях приводило к адиамантилсодержащим гидразонам с выходом 84-98%.

Состав и структура синтезированных соединений подтверждена методами ЯМР1Н- и масс-спектрометрией. Спектры ЯМР1Н доказывают присоединение 1,3-ДГА по С-Н связи α -углеродного атома, а не по С-Н связи альдегидной группы.

Список литературы:

1. Но Б.И., Бутов Г.М., Мохов В.М., Паршин Г.Ю. Получение α -адиамантилсодержащих алифатических кетонов //ЖОрХ т. 38. — № 2. — С. 316–317.