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-Дегидроадамантан (1,3-ДГА) вступает в реакцию адамантилирования с кетонами [1]. В продолжение исследований мы осуществили реакцию 1,3-дегидроадамантана 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-адамантилсодержащих альдегидов с выходом 60-78 %.

Синтезированные α-адамантилсодержащие 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-адамантилсодержащих альдегидов с 2,4-динитрофенилгидразином. Взаимодействие в мягких условиях приводило к адамантилсодержащим 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-адамантилсодержащих алифатических кетонов //ЖОрХ т. 38. — № 2. — С. 316–317.

АДАМАНТИЛИРОВАНИЕ 1,2,4-ТРИАЗОЛОВ

Бутов Г.М.[1], Панюшкина О.А.[1], Паршин Г.Ю.[1], Мохов В. М.[2]

[1]Волжский политехнический институт (филиал) ВолгГТУ
[2]Волгоградский государственный технический университет

Адамантилсодержащие азолы активно исследуются на предмет их терапевтической активности. Среди данных гетероциклических соединений особый интерес, как физиологически активных веществ, представляют адамантилсодержащие триазолы. Однако известные методы синтеза адамантилсодержащих производных триазолов многостадийны и трудоёмки [1].

Ранее нами разработан высокоэффективный метод синтеза 1-адамантилсодержащих азолов, основанный на прямом адамантилировании гетероциклов 1,3-дегидроадамантаном и позволяющий получать широкий спектр 1-адамантилсодержащих производных в одну стадию, с высокой селективностью и хорошим выходом [2].

В продолжении исследований нами проведены реакции 1,3-дегидроадамантана с 1,2,4-триазолами: 1,2,4-триазолом, 3-метил-1,2,4-триазолом и 3-нитро-1,2,4-триазолом.

Данные 1,2,4-триазолы являются слабыми NH-кислотами (например, для 1,2,4-триазола $pK_a = 10$), и, следовательно, должны вступать в реакцию с 1,3-дегидроадамантаном, имеющим большое сродство к протону.

Реакции при температуре 100-110 °С, при эквимолярных соотношениях реагентов и продолжительности 4-5 часов приводили к соответствующим 1-(1-адамантил)-1,2,4-триазолам с выходом 72-90 %.

Строение синтезированных 1-(1-адамантил)-1,2,4-триазолов подтверждено методами ЯМР^{1}Н-, масс-спектрометрией, а состав продуктов — методом хромато-масс-спектрометрии.

Анализ хромато-масс-спектров реакционных масс в синтезах показал, что, основным направлением реакции является 1-адамантилирование по подвижному протону связи NH триазольного кольца, при этом в качестве побочных образуется незначительное количество продуктов С-адамантилирования триазольного кольца.

В случае адамантилирования 3-метил-1,2,4-триазола, наличие в молекуле в третьем положении электронодонорной метильной группы практически не повлияло на выход целевого продукта.

Таким образом, были выявлены некоторые закономерности адамантилирования 1,3-дегидроадамантаном 1,2,4-триазолов, а на основании проведенных реакций были получены 1-(1-адамантил)-1,2,4-триазолы, с хорошим выходом и селективностью.

Список литературы

1. Швейхгеймер М.-Г.А. Производные адамантана, содержащие в узловых положениях гетероциклические заместители. Синтез и свойства. // Журнал успехи химии. — 1996. — Т. 65, № 7 — С. 603-627.

2. Бутов Г.М., Мохов В.М., Паршин Г.Ю., Панюшкина О.А. Способ получения адамант-1-илсодержащих азолов // Патент России. № 2280032. 2006. Бюл. № 20.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГЛИН НЕКОТОРЫХ МЕСТОРОЖДЕНИЙ ТЫВЫ

Куликова М.П.

Тывинский государственный университет,
Тувинский институт комплексного освоения природных ресурсов СО РАН

На территории Республики Тыва насчитывается более ста месторождений глин, различающихся по химическому и минералогическому составу, структуре и физико-химическим свойствам. В таблице 1 представлен химический состав исследуемых глин и суглинков Тувы.

В отличие от многих известных глинистых пород Сибири и Байкальского региона тувинское керамическое сырье отличается значительным содержанием щелочноземельных оксидов, оксидов железа [1].

Для повышения механической прочности и увеличения сорбционной емкости глин проводили кислотную активацию 20 % раствором соляной кислоты, взятой в количестве 50 % от веса воздушно-сухой глины. В глинистых минералах после активации определяли химический состав, сорбционную емкость относительно красителя МГ (метиленовый голубой). Взаимодействие красителя с глинистыми минералами приводит к изменениям в молекуле органического соединения, которые изменяют смещение π — электронов в системе сопряженных двойных связей красителя. Это в свою очередь сопрово-