

На основании проведенных исследований установлено следующее:

- 1) минимальная доза γ -облучения, не вызывающая существенных изменений в сцинтилляционных характеристиках образцов ПС, составляет $0,5 \cdot 10^5 - 10^5$ рад;
- 2) с увеличением дозы облучения световыход ПС снижается;
- 3) при хранении образцов после облучения на воздухе сцинтилляционные характеристики восстанавливаются;
- 4) структурные особенности люминофоров играют существенную роль в процессах старения ПС; наиболее устойчивы ПС, содержащие в качестве люминофора производные арилэтиленов и полифенилы;
- 5) увеличение эффективности переноса энергии от полимера к люминесцирующей примеси при использовании двух люминофоров дает большой защитный эффект;
- 6) природа полимерной основы играет существенную роль в процессах старения ПС: при одинаковой поглощенной дозе и одних и тех же люминофорах наимень-

шему повреждению подвергаются ПС на основе поливинилсилола.

Поступило в Редакцию 2/IX 1963 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. A. Charlesby. J. Polymer Sci., 11, 513, 521 (1953).
2. A. Charlesby. Nucleonics, 12, 18 (1954).
3. И. М. Розман, К. Г. Циммер. «Атомная энергия», 2, 54 (1957).
4. И. М. Розман, К. Г. Циммер. Там же, стр. 70.
5. А. П. Климов, Л. Л. Нагорная, Б. А. Задорожный. «Приборы и техника эксперимента», № 2, 34 (1957).
6. Л. Л. Нагорная, В. Д. Безуглый, Н. П. Демченко. «Оптика и спектроскопия», XIII, 518 (1962).
7. D. Garden, L. Erstein. J. Chem. Phys., 34, 1653 (1961).

УДК 543.544:621.039.85

Выделение меченых соединений методом газовой хроматографии

С. А. Волков, К. И. Сакодынский

Препаративная газовая хроматография представляет собой один из наиболее эффективных методов разделения небольших количеств трудноразделяемых смесей. Этот метод применяется главным образом для идентификации вновь синтезированных веществ, приготовления небольшого количества очень чистых соединений, при работе с малыми количествами смесей и разделении ценных веществ, когда необходимо обеспечить минимум потерь. Представляет большой интерес применить препаративную хроматографию для разделения меченых соединений. Эта возможность до сих пор почти не использовалась. Одной из немногих является работа*, в которой описано выделение ацетона и бензола, меченных радиоактивным углеродом.

Нами было проведено разделение дейтерированных метилэтоксисиланов, полученных по реакции Гриньяра из тетраэтоксисилана и бромистого дейтерия. Анализ реакционной смеси, проведенный на аналитическом хроматографе «Гриффин» с использованием в качестве неподвижной фазы силиконового масла, показал наличие в ней триметилэтоксисилана, диметилдиэтоксисилана, метилэтоксисилана, неотреагировавшего тетраэтоксисилана и большого количества эфира (рис. 1). Была поставлена задача выделить триметилэтоксисилан и диметилдиэтоксисилан, необходимые для получения дейтерированного силоксанового каучука.

Работа проводилась на препаративном полуавтоматическом хроматографе с ручным вводом пробы и автоматическим отбором разделенных фракций. Основной частью хроматографа служила колонна из двухметровых стальных труб диаметром 33 мм, соединенных между собой U-образными переходами, так что суммарная длина колонны составляла 7 м. Колонну заполняли измельченным огнеупорным кирпичом с нанесенным на его поверхность диноилфталатом в количестве 20% от веса кирпича.

* L. Pichat et al. Radioisotopes Phys., Sci. and Ind. V. 3. Vienna, 1962, p. 145.

Колонны размещались в воздушном термостате с циркуляцией воздуха. Температура во время разделения была равна $95 \pm 0,3^\circ \text{C}$. Жидкую пробу вводили в испаритель медицинским шприцем через резиновый колпачок. Испаритель находился вне термостата и предназначался для быстрого испарения жидкости. Он представлял собой латунный цилиндр, заполненный спиральной насадкой для увеличения поверхности испарения и обогреваемый нихромовой проволокой, намотанной на его поверхность. Температура испарителя составляла 150°C . Испарившаяся проба потоком газ-носителя (азота) подавалась в колонну, где разделялась на составляющие компоненты. Во время разделения скорость газа составляла 1,8 л/мин. Разделенные компоненты обнаруживались в газе-носителе на выходе из колонны детектором по теплопроводности. После прохождения через детектор разделенные фракции с помощью пробоотборного устройства направлялись в соответствующие ловушки, где их вымораживали жид-



Рис. 1. Хроматограмма исходной смеси метилэтоксисиланов на аналитическом хроматографе:
1 — эфир; 2 — триметилэтоксисилан; 3 — диметилдиэтоксисилан; 4 — метилтриэтоксисилан; 5 — тетраэтоксисилан.

ким азотом. Пробоотборное устройство представляло собой систему из семи электромагнитных клапанов. Пропускной канал каждого клапана закрывался металлическим корпусом, прижимаемым к своему гнезду пружиной. При прохождении тока по обмотке электромагнитного конуса отжимался, открывая путь газу в соответствующую ловушку. Клапаны срабатывали автоматически в соответствии с показаниями детектора, записанными на потенциометре. Число работающих клапанов задавалось заранее в зависимости от числа отбираемых фракций.

Хроматограф состоял из двух блоков: термостата с колоннами и клапаным устройством и пульта управления, на котором находились питание нагревателей, система измерения и регулировки газовых потоков, электрическая часть детектора и блок автоматикки. Смесь дейтерированных метилэтоксисиланов вводилась в колонну в количестве 10 мл за одну загрузку. Общее количество смеси составляло 80 мл, поэтому для разделения всего количества смеси потребовалось восемь циклов. Хроматограмма смеси, полученная на препаративном хроматографе, приведена на рис. 2.

В результате проведенных опытов на препаративном хроматографе из реакционной смеси были выделены диметилдиэтоксисилан и триметилдиэтоксисилан, меченые дейтерием, в количестве нескольких граммов.

Опыты на модельных системах показали, что при рабочей температуре колонны около 100° С можно выделить из смеси соединения с температурами кипения

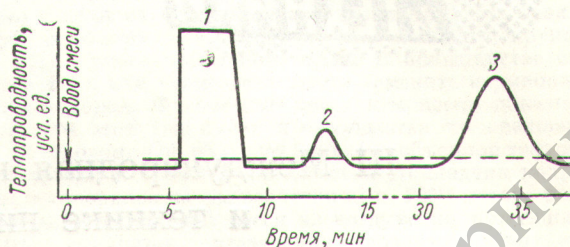


Рис. 2. Хроматограмма разделения смеси метилэтоксисиланов на препаративном хроматографе: 1 — эфир; 2 — триметилдиэтоксисилан; 3 — диметилдиэтоксисилан; ———— уровень отбора фракций.

до 160—170° С, что представляет существенный интерес для выделения более высококипящих меченых соединений по сравнению с использованными в нашем случае.

Поступило в Редакцию 27/IV 1963 г.

УДК 343.944.33:621.039.85

Простая радиографическая методика для дактилоскопических исследований

А. Я. Гельфман, Г. Л. Грановский, Л. Я. Хейфец

Авторами разработан простой и доступный метод проявления невидимых и маловидимых потожировых следов на поверхности, имеющей мозаичную окраску или покрытой черным типографским, а также машинным текстом. Исследуемый объект (бумага, стекло и т. д.) помещают в специальную кассету или сосуд,

на дне которого находится 3—4 мл 5—15%-ного водного раствора формальдегида, меченного C^{14} с удельной активностью $> 0,05$ мк/мл. Сосуд закрывается. В результате движения воздуха уже при комнатной температуре устанавливается равновесие между концентрацией формальдегида в кассете и его водным раствором. Исследуемый объект подвергается обработке парами формальдегида в течение 10—15 мин.

Вследствие взаимодействия с аминокислотами потожирового вещества следы формальдегид фиксируются на участках поверхности исследуемого объекта, имеющих следы папиллярных узоров.

После обработки формальдегидом, меченым C^{14} , следы папиллярных узоров приобретают радиоактивность, позволяющую получить методом контактной

радиографии хорошие снимки папиллярных узоров (рис. 1). Метод оказывается особенно эффективным, когда из-за специфической окраски объекта не удается получить удовлетворительные фотоснимки следов, проявленных нингидрином, аллоксаном или другим проя-



Рис. 1. Радиографический снимок отпечатка пальца.



Рис. 2. След пальца на бумаге, проявленный нингидрином (слева), и радиографический снимок этого следа (справа).

вителем. Предлагаемый метод позволяет проявлять следы, уже обработанные каким-то реактивом (рис. 2), что исключается при всех других известных в дактилоскопии методах.

Поступило в Редакцию 6/VI 1962 г.

В окончательной редакции 31/I 1964 г.

