



СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

СЗУУ. 12с
МС - 726

11/11-79

12 - 12238

Л.Я.Жильцова, Е.Н.Матвеева, С.В.Рихвицкий

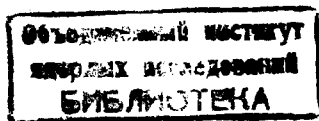
СИНТЕЗ 2-ФЕНИЛ-5 (4-БИФЕНИЛИЛ) -
1,3,4 - ОКСАДИАЗОЛА И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЕГО
ПРИ ПРИГОТОВЛЕНИИ СЦИНТИЛЛЯТОРОВ
НЕКОТОРЫХ ТИПОВ

1979

12 - 12238

Л.Я.Жильцова, Е.Н.Матвеева, С.В.Рихвицкий

СИНТЕЗ 2-ФЕНИЛ-5 (4-БИФЕНИЛИЛ) -
1,3,4 - ОКСАДИАЗОЛА И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЕГО
ПРИ ПРИГОТОВЛЕНИИ СЦИНТИЛЛЯТОРОВ
НЕКОТОРЫХ ТИПОВ



Жильцова Л.Я., Матвеева Е.Н., Рихвицкий С.В.

12 - 12238

Синтез 2-фенил-5 (4-бифенилил) - 1,3,4-оксадиазола и использование его при приготовлении сцинтилляторов некоторых типов

В работе описан метод синтеза 2-фенил-5 (4-бифенилил) - 1,3,4-оксадиазола (PBD) с высоким выходом продукта.

Был применен метод кипячения аминов с хлорокисью фосфора. PBD используется в качестве люминесцирующей добавки для приготовления жидких и пластмассовых сцинтилляторов (ПС). PBD обладает хорошей растворимостью в органических растворителях. Жидкие сцинтилляторы с PBD могут быть использованы при низких температурах. Высокая растворимость PBD в полистироле дает возможность получать быстрые ПС с временем высвечивания $1,4 \pm 0,1$ нс.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1979

Zhiltsova L., Matveeva E.N., Rikhvitsky S.V.

12 - 12238

The Synthesis of 2-Phenyl-5 (4-Biphenyl)-1,3,4-Oxadiazoles and Its Applications at Preparing Some Types of Scintillators

A method of synthesis of 2-phenyl-5 (4-biphenyl)-1,3,4-oxadiazoles (PBD) with a high yield of product is described. The application of this compound for preparing liquid and film scintillators (PBD) is shown. Plastic scintillators (PBD) have scintillation decay time of 1.4 ± 0.1 ns.

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1979

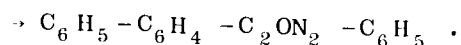
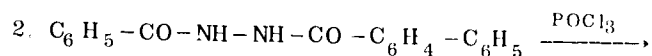
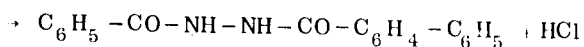
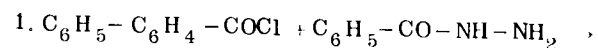
ВВЕДЕНИЕ

Пластмассовые сцинтилляторы /ПС/ представляют из себя твердые растворы люминесцентных добавок /ЛД/ в полимере. В случае ПС с паратерфенилом и РОРОР этот раствор является почти насыщенным. Поэтому понижение температуры при сушке пленочных ПС и неполное снятие напряжений при обработке пластин ПС приводит к высаживанию терфенила в виде мелких кристалликов, что снижает сцинтилляционные характеристики. Жидкие сцинтилляторы /ЖС/ с этими ЛД нельзя использовать для работ при температурах ниже 15° по той же причине.

Лабораторные синтезы многих соединений, используемых в качестве ЛД, зачастую очень громоздки и обладают малым выходом продукта реакции. Растворимость ряда ЛД в органических растворителях ограничена.

В настоящей работе приводится лабораторный синтез не выпускаемого промышленностью 2 фенил - 5 /4-бифенилил/ - 1,3,4-оксадиазола (PBD) Был применен метод кипячения аминов с хлорокисью фосфора, что привело к увеличению выхода конечного продукта. PBD обладает хорошей растворимостью в большинстве органических растворителей, что существенно при приготовлении быстрых ПС, т.к. увеличение концентрации ЛД в полимерной основе приводит к уменьшению времени высвечивания

Синтез PBD осуществлялся по схеме:



ПРОВЕДЕНИЕ СИНТЕЗА

1. Получение симметричного 4-фенилбензоингидазина

В 3-литровой колбе с обратным холодильником и мешалкой при нагревании в водяной бане растворяют 60 г /0,28 мол./ хлорангида 4-дифенилкарбонной кислоты в 400 мл сухого пиридина. К теплomu раствору добавляют 38 г /0,28 мол./ бензгидраза. Полученный прозрачный ярко-желтый раствор кипятят 25 минут. После охлаждения в него добавляют 1800 мл дистиллированной воды. Образуется обильный мелкокристаллический осадок; его отфильтровывают, промывают водой и высушивают.

Продукт - белое с кремовым оттенком вещество. Выход - 90 г /98-100%/. Окончательная его очистка производится путем перекристаллизации из смеси толуол - пиридин /5:1/.

2. Циклизация симметричного 4-фенилбензоингидазина /получение 2-фенил-5 /4-бифенил/-1,3,4 -оксадиазола (PBD)

40 г /0,125 мол./ симметричного 4-фенилбензоингидазина кипятят в колбе с обратным холодильником с 250 мл хлорокси фосфора 8 часов. После кипячения раствор выливают на дробленый лед. Образуется вязкая зеленовато-желтая масса, которую промывают теплой водой и высушивают. Выход - 40 г /98-100%/. Окончательная очистка производится путем многократной перекристаллизации из толуола до $T_{пл} 164-165^\circ\text{C}$

Готовый продукт - белое мелкокристаллическое вещество. Обладает хорошей растворимостью в органических растворителях /до 20 г/л при 0°C /. На рис. 1 приведены спектры люминесценции и поглощения PBD в толуоле.

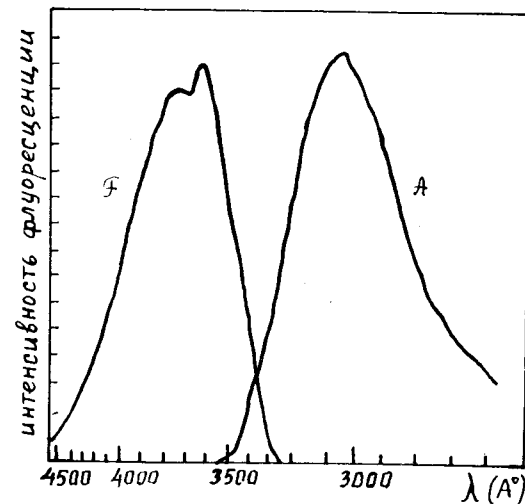


Рис.1. Спектр поглощения (А) и спектр флуоресценции (F) PBD в толуоле.

Высокая растворимость PBD в полистироле /до 10 вес. %/ дает возможность получать быстрые ПС с временем высвечивания $1,4 \pm 0,1$ нс. Измерения проводились на временном спектрометре, работающем в однофотонном режиме. Временные спектры стандартного ПС /р-терфенил, РОРОР/ и ПС с PBD приведены на рис. 2.

Световой выход ПС с PBD на 15% меньше, чем ПС с терфенилом и РОРОР, время высвечивания которого составляет $2,2 \pm 0,1$ нс. Применение PBD позволяет упростить процесс изготовления пленочных ПС и улучшить качество и долговечность получаемых пленок и их сцинтилляционные характеристики.

Жидкие сцинтилляторы с PBD /3-10 г/л¹²/ обладающая высокой эффективностью /80-100% от эффективности монокристалла стибена в зависимости от растворителя/ и прозрачностью, могут быть использованы в экспериментах, выполняемых при низких температурах.

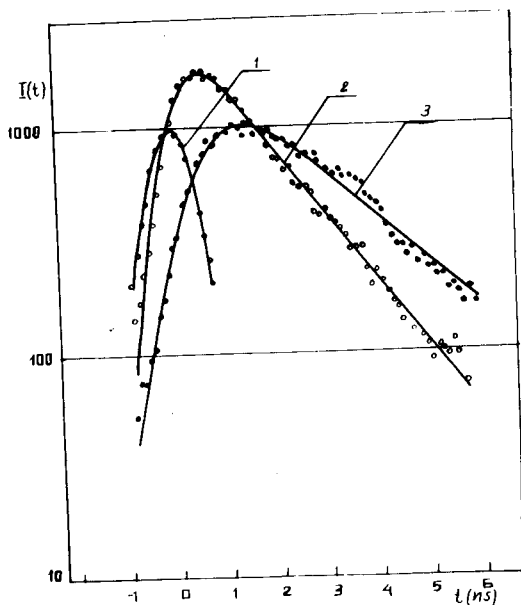


Рис.2. Временные спектры: 1 - аппаратная функция, 2 - PBD в полистироле, 3 - -терфенил, PPOP в полистироле.

Применение PBD в качестве люминесцирующей добавки расширяет ассортимент сцинтилляторов, изготавливаемых в ОИЯИ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Birks J.V. *The Theory and Practice of Scintillation Counting*, London, 1964.
2. Злобин Л.И., Подужайло В.Ф. В кн.: *Сцинтилляторы и органические люминофоры*. Харьков, 1973, вып., 2, с. 142.

Рукопись поступила в издательский отдел
9 февраля 1979 года.