



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21)(22) Заявка: **2010126882/13**, 30.06.2010(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**30.06.2010**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **30.06.2010**(45) Опубликовано: **10.01.2012** Бюл. № 1(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: **RU 2315774 C1**, 27.01.2008. **RU 2158221**  
**C2**, 27.10.2000. **US 4125708 A**, 14.11.1978.

Адрес для переписки:

**690022, г. Владивосток, пр-кт 100-летия  
Владивостоку, 159, Институт химии ДВО  
РАН, зав. отделом интеллектуальной  
собственности, О.Н. Ивлюшкиной**

(72) Автор(ы):

**Салдин Виталий Иванович (RU),  
Сухой Василий Викторович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Учреждение Российской академии наук  
Институт химии Дальневосточного  
отделения РАН (ИХ ДВО РАН) (RU)**

**(54) ХРОМАТ ХИТОЗАНИЯ, СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ И ЭНЕРГОЕМКИЙ СОСТАВ, ЕГО СОДЕРЖАЩИЙ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к химии углерода. Способ получения хромата хитозания предусматривает взаимодействие растворимых солей хитозания с хроматами металлов в соотношении 2 моля катиона хитозания на 1 моль хромат-аниона или с бихроматами металлов в соотношении 4 моля катиона хитозания на 1 моль бихромат-аниона. После чего образовавшийся твердый осадок хромата хитозания отделяют и сушат при температуре не выше 150°C. Предложен энергоемкий состав на основе додекагидро-клозо-додекабората

хитозания, содержащий хромат хитозания в эффективном количестве. Количественное соотношение в энергоемком составе определяется требуемым режимом горения: чем больше содержание хромата хитозания, тем выше активность состава. Изобретение позволяет получить химическое соединение, обладающее достаточно высокими окислительными свойствами и пригодное для использования в энергоемких составах, сгорающих без выделения вредных газообразных продуктов. 3 н.п. ф-лы.

RU 2 4 3 9 0 8 1 C 1

RU 2 4 3 9 0 8 1 C 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2010126882/13, 30.06.2010**(24) Effective date for property rights:  
**30.06.2010**

Priority:

(22) Date of filing: **30.06.2010**(45) Date of publication: **10.01.2012 Bull. 1**

Mail address:

**690022, g. Vladivostok, pr-kt 100-letija  
Vladivostoku, 159, Institut khimii DVO RAN, zav.  
otdelom intellektual'noj sobstvennosti, O.N.  
Ivljushkinov**

(72) Inventor(s):

**Saldin Vitalij Ivanovich (RU),  
Sukhovej Vasilij Viktorovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Uchrezhdenie Rossijskoj akademii nauk Institut  
khimii Dal'nevostochnogo otdelenija RAN (IKh  
DVO RAN) (RU)**

(54) **CHITOSAN CHROMATE, SYNTHESIS METHOD THEREOF AND ENERGY-INTENSIVE COMPOSITION CONTAINING SAID CHITOSAN CHROMATE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of producing chitosan chromate involves reaction of soluble chitosan salts with metal chromates in ratio of 2 moles of the chitosan cation to 1 mole of chromate anion or with metal bichromates in ratio of 4 moles of the chitosan cation to 1 mole of the bichromate anion. The solid chitosan chromate residue formed is then separated and dried at temperature not higher than 150°C. The invention discloses an energy-intensive composition based on chitosan dodecahydro-closo-dodecaborate

containing an effective amount of chitosan chromate. The quantitative ratio in the energy-intensive composition is by the required combustion mode: the higher the content of chitosan chromate, the higher the activity of the composition.

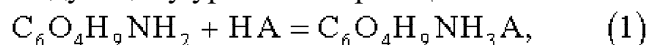
EFFECT: invention enables to obtain a chemical compound having sufficiently high oxidative properties and suitable for use in energy-intensive compositions which burn without emitting harmful gaseous products.

3 cl, 5 ex

Изобретение относится к химии углерода, конкретно к получению хромата хитозаниа, который может найти применение в качестве активного окисляющего компонента в различных энергетических конденсированных системах (ЭКС), например порохах, пиротехнических и взрывчатых составах и смесевых твердых ракетных топливах.

Известно, что хитозан  $C_6O_4H_9NH_2$  как основание, за счет наличия в его составе аминогруппы способен протонироваться при взаимодействии с кислотами с образованием однозарядного катиона хитозаниа  $C_6O_4H_9NH_3^+$ , образующего растворимые и нерастворимые в воде соли (Хитин и хитозан: получение, свойства и применение / Под ред. К.Г.Скрябина, Г.А.Вихоревой, В.П.Варламова. - М.: Наука, 2002. 366 С.).

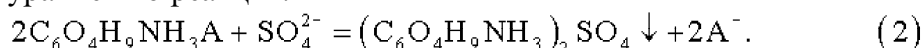
Растворимые соли хитозана получают взаимодействием хитозана с соответствующими кислотами, взятыми в стехиометрическом соотношении согласно следующему уравнению реакции:



где А -  $CH_3COO^-$ ,  $Cl^-$ ,  $NO_3^-$  и другие.

Образовавшийся в результате взаимодействия исходных веществ раствор выпаривают досуха и получают в твердом остатке соль хитозана.

Нерастворимые соли, например сульфат хитозана, получают взаимодействием раствора, содержащего растворимую соль хитозана, с раствором, содержащим сульфат-анион, взятыми в стехиометрическом соотношении согласно следующему уравнению реакции:



Выпавший осадок сульфата хитозана отфильтровывают, промывают водой и сушат.

Недостатком большинства солей хитозана является относительно невысокое содержание кислорода и отсутствие даже слабовыраженных окислительных свойств, что и является препятствием для применения солей хитозана в качестве активных окисляющих компонентов энергоемких составов.

Известно использование хроматов и бихроматов в качестве окислителей в различных ЭКС, в частности пиротехнических и спичечных составах, в твердых топливах для газогенераторов и ракетных двигателей. Образование в продуктах сгорания оксида хрома (III) увеличивает скорость и полноту сгорания основного топлива (Энергетические конденсированные системы. Краткий энциклопедический словарь. Под ред. Б.П.Жукова. М.: Янус-К. 2000. С.579).

Хроматы получают взаимодействием растворов хромовой кислоты  $H_2CrO_4$  или оксида хрома  $CrO_3$  с оксидами, гидроксидами, карбонатами соответствующих металлов или аммония, а также осаждением из растворов солей хроматом натрия  $Na_2CrO_4$  или окислением соединений хрома низших валентностей. Бихроматы, соли дихромовой кислоты  $H_2Cr_2O_7$  получают подкислением хроматов (Химическая энциклопедия. Т.5. Гл. редактор Зефирова Н.С. М.: Большая Российская энциклопедия, 1998. С.319).

Достаточно высокие окислительные свойства хроматов и бихроматов металлов или аммония обусловлены не только содержанием кислорода в соответствующих анионах, но и способностью хрома в степени окисления (VII), в которой он находится в хроматах и бихроматах, переходить при определенных условиях (кислотность среды, присутствие восстановителей и их восстановительная способность) в соединения хрома со степенью окисления (III) или (0).

Из уровня техники известны перхлорат хитозания состава  $C_6O_4H_9NH_3ClO_4$ , способ его получения и энергоемкий состав, содержащий перхлорат хитозания (пат. РФ №2315774, опубл. 27.01.2008), являющиеся наиболее близкими к заявляемому изобретению.

Согласно данному изобретению, перхлорат хитозания получают взаимодействием хитозана с раствором хлорной кислоты  $HClO_4$  при мольном соотношении исходных реагентов 1 к 1. Из прореагировавшей смеси целевой продукт выделяют упариванием с последующей сушкой.

Благодаря высоким окислительным свойствам перхлорат хитозания может использоваться в энергоемких составах.

При этом существенным недостатком перхлората хитозания как окислителя в энергоемком составе является выделение в процессе сгорания газообразных хлора и хлористого водорода, представляющих экологическую опасность.

Задачей изобретения является получение содержащего хромат-анион нового химического соединения, обладающего достаточно высокими окислительными свойствами и пригодного для использования в энергоемких составах, сгорающих без выделения представляющих экологическую опасность газообразных продуктов.

Поставленная задача решается предлагаемым хроматом хитозания состава  $(C_6O_4H_9NH_3)_2CrO_4$  и способом его получения, включающим взаимодействие растворимых солей хитозания с хроматами металлов, взятыми в отношении 2 моля катиона хитозания на 1 моль хромат-аниона, или с бихроматами металлов в отношении 4 моля катиона хитозания на 1 моль бихромат-аниона, последующее отделение образовавшегося целевого продукта - хромата хитозания в твердом виде и его сушку при температуре не выше  $150^\circ C$ .

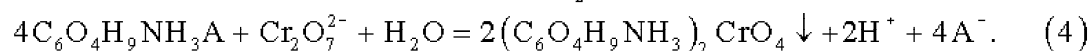
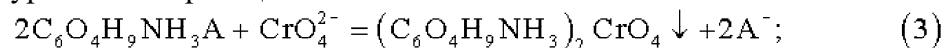
Заявляемое соединение, его свойства и способ его получения в доступных заявителю источниках информации ранее описаны не были.

Хромат хитозания является нетоксичным, взрывобезопасным, устойчивым к влаге, нагреванию и механическому воздействию соединением. Термогравиметрией показано, что его разложение при температуре выше  $150^\circ C$  протекает гладко (без взрыва или вспышки). Испытание на копре (Горст А.Г. Пороха и взрывчатые вещества. М.: Оборонгиз, 1975. 187 С.) показало, что соединение устойчиво при падении груза 10 кг с высоты 400 мм (максимальная высота, которая достигается на имеющемся копре). Выдерживание хромата хитозания во влажной атмосфере приводит к небольшому увеличению его веса (в пределах 5%), без его разложения или гидролиза, а поглощенная влага легко удаляется при сушке. При этом хромат хитозания обладает достаточно высокими окислительными свойствами, позволяющими использовать его в качестве компонента энергоемких составов, которые сгорают без выделения вредных газообразных продуктов его разложения.

Разработке способа получения нового химического соединения - хромата хитозания состава  $(C_6O_4H_9NH_3)_2CrO_4$  предшествовали экспериментальные исследования по взаимодействию хитозана с хромат- и бихромат-анионами, разъяснившие ряд вопросов, ответ на которые нельзя было вывести только из логических умозаключений. Во-первых, поскольку  $CrO_4^{2-}$  и  $Cr_2O_7^{2-}$ -анионы проявляют в большинстве случаев окислительные свойства, следовало проверить устойчивость хитозана по отношению к данным окислителям, так как известно, что при действии на хитозан некоторых окислителей, например периодата или пероксида натрия, происходит разрушение полимерной цепочки этого полиглюкозамина с образованием окисленного хитозана (Чурсин В.И. Свойства и применение окисленного хитозана. //

Тез. докл. Девятой международной конференции «Современные перспективы в исследовании хитина и хитозана. Ставрополь, 2008. М.: ВНИРО. 2008. С.113-115.). Во-вторых, в случае отсутствия окислительно-восстановительного взаимодействия и образования солей трудно было однозначно заключить, будут ли они растворяться в воде, что является необходимым условием для разработки метода синтеза этих соединений.

В результате проведенных исследований взаимодействия хитозана с анионами  $\text{CrO}_4^{2-}$  и  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  установлено, что в обоих случаях с высоким выходом идет образование нерастворимого в воде хромата хитозания согласно следующим уравнениям реакций:



Исходя из теоретических представлений можно было ожидать образования хромата и бихромата хитозания соответственно, однако, проведенные экспериментальные исследования не подтвердили теоретических предположений о возможности образования бихромата хитозания.

Образование хромата хитозания в обоих случаях подтверждается химическим анализом образовавшегося осадка и его выходом, а также закислением раствора за счет образования кислоты (протона) в случае использования бихроматов согласно уравнению реакции (4).

Способ получения хромата хитозания осуществляют следующим образом. Готовят растворимую соль хитозана, например ацетат хитозания. Для этого растворяют навеску хитозана в уксусной кислоте. К образовавшемуся раствору добавляют раствор хромата или бихромата натрия, содержащий данные реагенты в необходимых количествах для образования хромата хитозания согласно уравнениям реакций (3) или (4). Объединенные растворы тщательно перемешивают, выпавший осадок хромата хитозания отфильтровывают, промывают от побочных продуктов реакции и сушат до постоянного веса при нагревании до температуры, не превышающей температуру разложения хромата хитозания. По данным дифференциального температурного анализа разложение целевого продукта - хромата хитозания с потерей массы начинается при температуре свыше  $150^\circ\text{C}$ .

По внешнему виду и свойствам хромат хитозания резко отличается от исходных хитозана и хроматов или бихроматов, используемых для его синтеза. Хромат хитозания представляет собой твердый хрупкий продукт, раскалывающийся при дроблении на кусочки неправильной формы, блестящие на изломах. Цвет пластинчатых кусочков темно-коричневый, объемных - почти черный. При измельчении кусочки хромата хитозания с хрустом и разбросом перетираются в тонкодисперсный порошок коричневого цвета.

По данным дифрактометрии (ДРОН - 3,0,  $\lambda\text{CuK}\alpha$ ) новое соединение рентгеноаморфно, что характерно для солей хитозана, а отражения, которые дает исходный хитозан, отсутствуют. ИК-спектр (IFS EQUINOX-55S) хромата хитозания  $(\text{C}_6\text{O}_4\text{H}_9\text{NH}_3)_2\text{CrO}_4$  содержит полосы в области  $1518$ ,  $1616$ ,  $3187$  и  $3519\text{ см}^{-1}$ , характеризующие катион хитозания (В.И.Салдин, Л.Н.Игнатьева, Ю.М.Николенко. Реакции додекагидро-клозо-додекаборной кислоты с хитозаном. // Журнал структурной химии. 2006. Т.47. №1. С.41-46.). По данным ИК спектроскопии наличие полосы поглощения в области  $892\text{ см}^{-1}$ , относящейся к валентным колебаниям  $\text{CrO}_4^{2-}$ -аниона, подтверждает его вхождение в структуру заявляемого соединения, а не

$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -аниона, поскольку полосы поглощения в области 949 и 762  $\text{см}^{-1}$ , характеризующие бихромат-анион, на ИК спектре отсутствуют.

Соль хромата хитозания не содержит кристаллогидратной воды, инертна по отношению к атмосферной влаге, не взрывается при ударе, трении и другом механическом воздействии, нетоксична. При нагревании чистого индивидуального хромата хитозания, начиная со 150°C, идет его спокойное разложение без вспышек и взрывных выбросов. При отжиге на воздухе при 800-900°C образуется остаток темно-зеленого цвета, который по данным дифрактометрии представляет собой оксид хрома (III)  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Атомно-абсорбционным методом анализа (спектрофотометр АА-780) раствора  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  в серной кислоте установлено, что хромат-анион количественно переходит в оксид хрома.

Предлагаемый хромат хитозания проявляет достаточно высокие окислительные свойства. В смесях хромата хитозания с такими хорошо известными горючими компонентами пиротехнических и зажигательных составов, как красный фосфор, сера, сульфид сурьмы  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  и другими, получают активно окисляющиеся материалы. При этом в зависимости от соотношения хромата хитозания и горючего компонента разложение может проходить как в виде быстрого горения, так и вспышки (взрыва).

Преимуществом хромата хитозания по сравнению с перхлоратом хитозания является отсутствие токсичных выбросов газообразных хлорсодержащих соединений.

Известно, что в некоторых случаях присутствие сажи в продуктах сгорания ЭКС улучшает условия окисления основного топлива.

Преимуществом хромата хитозания ( $\text{C}_6\text{O}_4\text{H}_9\text{NH}_3$ ) $_2\text{CrO}_4$  по сравнению с другими известными окислителями, в том числе хроматами и бихроматами металлов или аммония, применяемыми в составе ЭКС, является выделение сажистого остатка, улучшающего полноту сгорания горючего.

Химический состав заявляемого хромата хитозания ( $\text{C}_6\text{O}_4\text{H}_9\text{NH}_3$ ) $_2\text{CrO}_4$  определяют с использованием следующих методов.

Анализ на углерод, водород и азот проводят известными методами микроанализа органических веществ (Мазор Л. Методы органического анализа. М.: Мир, 1986. С.147). Содержание хромат-иона рассчитывают по массе образующегося при этом остатка, который представляет собой оксид хрома  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Содержание кислорода хитозаниевого катиона находят по разнице.

Задача изобретения решается также предлагаемым энергоемким составом, содержащим хромат хитозания.

Известно применение соединения додекагидро-клозо-додекабората хитозания состава ( $\text{C}_6\text{O}_4\text{H}_9\text{NH}_3$ ) $_2\text{B}_{12}\text{H}_{12}$  в качестве энергоемкого компонента энергонасыщенных материалов (пат. РФ №2158221, опубл. 27.10.2000). Благодаря особенностям структуры этого соединения - тонкое на молекулярном уровне распределение горючего ( $\text{B}_{12}\text{H}_{12}^{2-}$ -анионы) и окислителя (кислородсодержащие группировки хитозана), свободный доступ кислорода и воздуха к центрам горения, вспучивание при нагревании с резким увеличением объема горящего материала, - создаются благоприятные условия для быстрого и полного протекания твердогазофазной реакции горения. При поджигании ( $\text{C}_6\text{O}_4\text{H}_9\text{NH}_3$ ) $_2\text{B}_{12}\text{H}_{12}$  воспламеняется и энергично сгорает с образованием черного остатка, представляющего собой смесь сажи и борного ангидрида и/или борной кислоты. Однако поскольку соединение имеет относительно высокую температуру вспышки (около 300°C), это ограничивает возможности его использования в качестве энергоемкого компонента

энергонасыщенных материалов.

Наиболее близким к заявляемому энергоемкому составу является состав на основе додекагидро-клозо-додекабората хитозания  $(C_6O_4H_9NH_3)_2B_{12}H_{12}$ , содержащий перхлорат хитозания  $C_6O_4H_9NH_3ClO_4$  в эффективном количестве (пат. РФ №2315774, опубл. 27.01.2008).

Недостатком известного состава являются вредные хлорсодержащие газообразные выбросы в процессе сгорания энергоемкого состава.

Для устранения указанного недостатка предложен энергоемкий состав на основе додекагидро-клозо-додекабората хитозания  $(C_6O_4H_9NH_3)_2B_{12}H_{12}$ , содержащий хромат хитозания  $(C_6O_4H_9NH_3)_2CrO_4$  в эффективном количестве, определяемом требуемым характером горения.

В отличие от индивидуальных компонентов состава -  $(C_6O_4H_9NH_3)_2CrO_4$  и  $(C_6O_4H_9NH_3)_2B_{12}H_{12}$ , заявляемый состав в целом характеризуется гораздо более высокой энергоактивностью и полнотой сгорания. Как показали проведенные исследования, состав имеет более низкую температуру вспышки (около  $240^{\circ}C$ ) по сравнению с индивидуальными компонентами. Это объясняется строением образующегося состава, который представляет собой равномерно распределенную смесь олигомеров хитозановых солей  $B_{12}H_{12}^{2-}$  и  $CrO_4^{2-}$ -анионов.

$CrO_4^{2-}$ -анионы являются более богатыми по кислороду и более активными окислителями, чем кислородсодержащие группировки хитозана. Поэтому при нагревании таких составов воспламенение  $(C_6O_4H_9NH_3)_2B_{12}H_{12}$  происходит при более низкой температуре, а его сгорание проходит намного интенсивнее, чем в индивидуальном виде. При этом активность составов определяется соотношением  $B_{12}H_{12}^{2-}$ -анионов, которые выступают в роли горючего и  $CrO_4^{2-}$ -анионов хромата хитозания, проявляющих окислительные свойства. Поскольку додекагидро-клозо-додекаборат хитозания очень сильно дефицитен по кислороду, при увеличении количества хромата хитозания активность заявляемых составов растет. Конкретный состав композиции определяется в зависимости от требуемого режима горения (медленное, быстрое или взрыв): при необходимости взрывного характера повышают концентрацию в смеси хромата хитозания, а для обеспечения более спокойного характера горения - концентрацию додекагидро-клозо-додекабората хитозания.

Согласно изобретению заявляемый состав получают совместным осаждением хромата хитозания с додекагидро-клозо-додекаборатом хитозания, взятых в заданном соотношении. Равномерное распределение солей достигается благодаря тому, что  $B_{12}H_{12}^{2-}$ -анионы являются электронно-дефицитными системами, в отличие от  $CrO_4^{2-}$ -анионов, содержащих в своей структуре большое число донорных атомов кислорода, имеющих неподеленные пары электронов. Поэтому при испарении воды идет сближение олигомеров солей за счет донорно-акцепторного взаимодействия  $B_{12}H_{12}^{2-}$  и  $CrO_4^{2-}$ -анионов.

В сравнении с энергоемким составом, содержащим перхлорат хитозания (пат. РФ №2315774, опубл. 27.01.2008), предлагаемый энергоемкий состав при горении не выделяет в атмосферу вредных примесей, обусловленных наличием в его составе хромата хитозания.

При этом свойства предлагаемого состава: температура вспышки (около  $240^{\circ}C$ ), активность и полнота сгорания, сопоставимы с аналогичными свойствами известного состава.

Таким образом, техническим результатом заявляемого изобретения является

получение нового химического соединения - хромата хитозания, обладающего достаточно высокими окислительными свойствами и пригодного для использования в энергоемких составах, сгорающих без выделения вредных газообразных продуктов, обусловленных наличием в энергоемком составе хромата хитозания.

5 Возможность осуществления изобретения иллюстрируется примерами, в которых описано получение хромата хитозания (примеры 1-3) и приготовление энергоемкого состава (примеры 4, 5).

10 В качестве исходного хитозана для получения растворимых солей хитозана, которые далее используются в синтезе хромата хитозания, взят продукт производства ООО «Биополимеры» (г.Партизанск Приморского края) по ТУ 9283-174-200472012-03 со степенью дезацетилирования 75,0%, имеющий следующий элементный состав, мас. %:

С - 45,5; Н - 6,8; N - 8,1; О - 39,6. Это соответствует брутто-формуле  $C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_2$ .

15 Пример 1. К 200 мл раствора, содержащего 1,03365 г (6,02 мг-моль) гидрохлорида хитозания  $C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3Cl$ , приливают при интенсивном перемешивании 200 мл раствора, содержащего 0,70450 г (3,01 мг-моль) 4-водного хромата натрия  $Na_2CrO_4 \cdot 4H_2O$ . Это соответствует их мольному соотношению 2 к 1, т.е. стехиометрии реакции (3). Образовавшийся тонкодисперсный осадок буро-желтого цвета фильтруют, промывают водой до отсутствия в промывных водах  $Na^+$  и сушат при температуре около 105°C до постоянного веса. Получают 1,26390 г (2,74 мг-моль) хромата хитозания  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , что соответствует 91,0%-ному выходу целевого соединения.

25 Рассчитано для  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , масс. %: С - 33,9; Н - 5,5; N - 6,0; Cr - 11,3; О - 43,3.

Найдено для  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , масс. %: С - 33,8; Н - 5,5; N - 5,9; Cr - 11,3; О - 43,5.

30 Пример 2. Проводят взаимодействие между 1,18340 г (6,17 мг-моль) гидрофторида хитозания  $C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3F$  и 0,72090 г (3,08 мг-моль) 4-водного хромата натрия  $Na_2CrO_4 \cdot 4H_2O$ , что соответствует небольшому избытку хитозановой соли, и выделяют образовавшийся осадок, как подробно описано в примере 1. Получают 1,28615 г (2,79 мг-моль) хромата хитозания  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , что соответствует его 90,5%-ному выходу.

35 Рассчитано для  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , масс. %: С - 33,9; Н - 5,5; N - 6,0; Cr - 11,3; О - 43,3.

40 Найдено для  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , масс. %: С - 33,9; Н - 5,4; N - 6,1; Cr - 11,4; О - 43,2.

45 Пример 3. Проводят взаимодействие между 1,15000 г (5,52 мг-моль) гидрохлорида хитозания  $C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3Cl$  и 0,40600 г (1,38 мг-моль) бихромата калия  $K_2Cr_2O_7$ , что соответствует стехиометрии реакции (4), затем выделяют образовавшийся осадок, как подробно описано в примере 1. Получают 1,23510 г (1,24 мг-моль) хромата хитозания  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , что соответствует его 89,9%-ному выходу.

Рассчитано для  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , масс. %: С - 33,9; Н - 5,5; N - 6,0; Cr - 11,3; О - 43,3.

50 Найдено для  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$ , масс. %: С - 33,8; Н - 5,4; N - 6,1; Cr - 11,4; О - 43,3.

Пример 4. К 10 мл сметанообразного раствора, содержащего 0,73090 г (1,50 мг-моль) свежеполученного тонкодисперсного  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2B_{12}H_{12}$  добавляют 10



мл сметанообразного раствора, содержащего 0,23070 г (0,50 мг-моль) свежеполученного тонкодисперсного  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$  (молярное соотношение 3:1) и тщательно перемешивают. Полученную смесь фильтруют и сушат при температуре 100-110°C. Получают 0,96160 г коричневого продукта в виде выгнутой к краям компактной округлой таблетки коричневого цвета. Температура вспышки 240°C. Разложение проходит в виде быстрого горения.

Пример 5. Готовят смесь 0,50365 г (1,03 мг-моль)  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2V_{12}H_{12}$  и 0,47525 г (1,03 мг-моль)  $(C_{6,5}O_{4,25}H_{9,5}NH_3)_2CrO_4$  (молярное соотношение 1:1), как подробно описано в примере 4. Температура вспышки 240°C. Разложение проходит в виде яркой вспышки с треском и разбрасыванием продуктов разложения.

#### Формула изобретения

1. Хромат хитозания состава  $(C_6O_4H_9NH_3)_2CrO_4$ .

2. Способ получения хромата хитозания состава  $(C_6O_4H_9NH_3)_2CrO_4$ , включающий взаимодействие растворимых солей хитозания с хроматами металлов в соотношении 2 моль катиона хитозания на 1 моль хромат-аниона или с бихроматами металлов в соотношении 4 моль катиона хитозания на 1 моль бихромат-аниона, последующее отделение образовавшегося твердого осадка хромата хитозания и его сушку при температуре не выше 150°C.

3. Энергоемкий состав на основе додекагидро-клозо-додекабората хитозания  $(C_6O_4H_9NH_3)_2V_{12}H_{12}$ , содержащий хромат хитозания  $(C_6O_4H_9NH_3)_2CrO_4$  в эффективном количестве.