

1985р. Перепелиця О.П., Ищенко В.М., Страшненко А.В., Сулима І.М.

1985 г. Перепелица О.П., Ищенко В.Н., Страшненко А.В., Сулима И.М.

1985 y. Perepelitsya A.P., Ischenko V.M., Strashnenko A.V., Sulima I.M.

Авт. св. СРСР №1157019 на «Спосіб одержання тримолибдату диметиламонію», опубл. 22.01.1985 р., 23.05.85 Бюл.№19

Авт. св. СССР №1157019 на «Способ получения тримолибдата диметиламонію», опубл. 22.01.1985 р., 23.05.85 Бюл.№19

Aut. sert. USSR №1157019 on «Method of preparation threemolybdate of dimethylammonium», publ. 22.01.1985 y., 23.05.85 Bul.№19

Ключові слова: одержання, тримолибдат диметиламонію, фотохромний матеріал.

Ключевые слова: получение, тримолибдат диметиламмония, фотохромный материал.

Keywords: preparation, theemolybdate of dimethylammonium, photochromic material.

Запропонований спосіб отримання фотохромного тримолибдату диметиламонію взаємодією розчину диметиламіну з молибденовою кислотою при рН=2-4 у присутності 0,5-2,0 об'єму етилового спирту на 1 об'єм реакційного розчину.

Предложен способ получения фотохромного тримолибдата диметиламин взаимодействием раствора диметиламина с молибденовой кислотой при рН=2-4 у присутствии 0,5-2,0 объема етилового спирта на 1 объем реакционного раствора.

Method of preparation photochromic threemolybdate of dimethylammonium by interaction of solution dimethyamine with molibdic acid on рН=2-4 in present of 0,5-2,0 vol. ethanol on 1 vol. of reactive solution is proposed.

## Описание изобретения к авторскому свидетельству

Изобретение относится к способам получения тримолибдата диметиламмония, обладающих фотохромным свойством под действием ультрафиолетового света, которые могут найти применение в бессеребряных светочувствительных составах.

Известен способ получения полимолибдатов диалкиламмония, обладающих фотохромными свойствами, путем взаимодействия молибденовой кислоты с растворами органических оснований [1].

Наиболее близким к предлагаемому является способ получения тримолибдата диметиламмония путем встряхивания суспензии триоксида молибдена в жидком диметилаmine при стехиометрическом соотношении компонентов с последующей промывкой и высушиванием целевого продукта [2].

Однако полученный тримолибдатдиметиламмоний представляет собой комкообразный продукт, использование которого в процессе получения фотозрomorphic покрытия без дополнительного измельчения связано с большими трудностями. Кроющая способность полученного продукта составляет 25,1 г/м<sup>2</sup>.

Цель изобретения состоит в повышении кроющей способности целевого продукта и получение его в некомкующемся виде.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения тримолибдата диметиламмония, включающему взаимодействие кислородосодержащего соединения молибдена с раствором диметиламина, отделение, промывку и высушивание образовавшегося осадка, в качестве кислородсодержащего соединения молибдена молибденовую кислоту, а взаимодействие осуществляют в слабокислом растворе с добавлением неводного растворителя.

Взаимодействие молибденовой кислоты с диметиламином ведут при рН 2-6.

В качестве неводного растворителя используют этиловый спирт в количестве 0,5-2 об. на 1 об. реакционного раствора.

Процесс ведут следующим образом.

В 30%-ном растворе диметиламина растворяют при нагревании и размешивании молибденовую кислоту. Реакционный раствор охлаждают и

подкисляют азотной кислотой до  $\text{pH}=4,5\pm 0,1$ , затем добавляют к нему неводный растворитель, например этиловый спирт или ацетон в количестве 0,5-2 объема реакционного раствора на 1 объем реакционного раствора, который после этого выдерживают 1-3 ч в закрытом сосуде. Затем осадок отфильтровывают, промывают ацетоном или этиловым спиртом и сушат 10-20 мин при  $50-70^\circ\text{C}$ . Повышение температуры выше  $100^\circ\text{C}$  вызывает разложение продукта и снижает его фотохромные свойства.

В результате получают белый с перламутровым блеском порошок (выход 90-93%), приобретающий интенсивную розовую окраску при облучении ультрафиолетовым светом. При хранении в бюксе в отсутствие источника ультрафиолетового света розовая окраска исчезает и вновь появляется при повторном освещении и так многократно. Так, опытный образец сохраняет свое фотохромное свойство в течение двух лет. После этого времени замечают лишь незначительное уменьшение интенсивности окраски после освещения.

Пример 1. В 20 мл 28%-ного водного раствора диметиламина растворяют 13,6 г молибденовой кислоты, затем добавляют 14,7 мл 30%-ной азотной кислоты до  $\text{pH}=2$ , а потом 20 мл этилового спирта. Через 1,5 сут выпадает белый осадок, который после фильтрования, промывки и высушивания представляет некомкующийся белый порошок. Выход 8,2 г (51%) от теоретического.

Результаты химического анализа.

Найдено, %: молибдена 51,3; диметиламина 14,9.

При испытании 1,5 г вещества покрывают  $658\text{ см}^2$  поверхности бумаги, т.е. кроющая способность составляет  $22,8\text{ г/м}^2$ .

Пример 2. Процесс ведут аналогично примеру 1, но с тем отличием, что добавляют 11,5 мл 30%-ной азотной кислоты до  $\text{pH}=3$ . Осадок выпадает через 1 сут. Выход 9,7 г (60,3%). Внешний вид – некомкующийся белый порошок.

Результаты химического анализа.

Найдено, %: молибдена 50,2; диметиламина 15,0.

При испытании 1,5 г вещества покрывают  $678\text{ см}^2$  поверхности бумаги, т.е. кроющая способность составляет  $22,1\text{ г/м}^2$ .

Пример 3. Процесс проводят аналогично примеру 1 и 2, но добавляют 10,5 мл 30%-ной азотной кислоты до рН=4. Осадок выпадает через 1 ч. Выход 13,9 г (86,6%). Внешний вид – некомкующийся белый порошок.

Результаты химического анализа.

Найдено, %: молибдена 50,4; диметиламина 15,2.

При испытании 1,5 г вещества покрывают  $687 \text{ см}^2$  поверхности бумаги, т.е. кроющая способность составляет  $21,8 \text{ г/м}^2$ .

Пример 4. Процесс ведут, как в примерах 1-3, но с тем отличием, что добавляют 7,6 мл 30%-ной азотной кислоты до рН=5. Осадок выпадает через 2 ч. Выход 14,7 г (91,5%). Внешний вид – некомкующийся белый порошок.

Результаты химического анализа.

Найдено, %: молибдена 50,3; диметиламина 15,6.

При испытании 1,5 г вещества покрывают  $690 \text{ см}^2$  поверхности бумаги, т.е. кроющая способность составляет  $21,74 \text{ г/м}^2$ .

Пример 5. Процесс ведут как в примерах 1-4, но добавляют 4,8 мл 30%-ной азотной кислоты до рН=6 (во всех случаях точность установки рН =  $\pm 0,1$ ). Выход 12,1 г (75,4%). Время выпадения осадка продукта 1 ч.

Результаты химического анализа.

Найдено, %: молибдена 48,2; диметиламина 15,2.

При испытании полученный продукт, представляющий некомкующийся порошок, покрывает  $682 \text{ см}^2$  поверхности бумаги, т.е. кроющая способность составляет  $22,0 \text{ г/м}^2$ .

Таким образом, применение предлагаемого способа позволяет получить целевой продукт в некомкующемся виде и повысить кроющую способность продукта с  $25,1$  до  $21,8-22,8 \text{ г/м}^2$ , что обеспечивает снижение расхода светочувствительных составов.

## Формула изобретения

Способ получения тримолибдата диметиламмония о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью повышения кроющей способности целевого продукта, в качестве кислородсодержащего соединения молибдена используют молибденовую кислоту, а взаимодействие осуществляют в слабокислом растворе с добавлением неводного растворителя.

Составитель В.Нечипоренко

Редактор Е.Лушникова

Техред Ж.Кастелевич

Корректор Л.Пилипенко

Заказ 3271/21

Тираж 462

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР по делам изобретений и открытий

113035, москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП «Патент», г. Ужгород, ул. Проектная,4.

Надійшло: \_\_\_ вересня 2013 р.

Ищенко В.Н., Перепелица А.П., Страшненко А.В., Сулима И.М. Авт.св. СССР № 1157019 на «Способ получения тримолибдата диметиламмония», опубл. 22.05.1985г. 23.05.1985, Бюл. № 19.