

Изобретение относится к химической промышленности, а именно к получению производных альфа-нафтохинона, и может быть использовано для получения промежуточных продуктов в синтезе красителей, противовирусных и инсектицидных средств, консервантов пищевых продуктов, а также сырья для приготовления фармакологических средств.

Известны способы получения отдельных производных альфа-нафтохинона экстракцией растворителями растительного сырья, либо синтетически - окислением хромовой смесью диоксинафталинов [1].

Известен способ получения производного альфа-нафтохинона, включающий экстракцию целевого продукта - 5-окси-1,4-нафтохинона - с помощью бензина [2].

Поскольку бензин содержит ароматические соединения, то наряду с целевым продуктом экстрагируются загрязняющие его примеси. Степень чистоты перекристаллизованного из бензина продукта составляет всего 87%. Выход продукта низок и составляет 8,7% в пересчете на исходный, неочищенный 1,5-диоксинафталин.

Наиболее близким к предлагаемому способу является способ получения производного альфа-нафтохинона, в частности 5-окси-1,4-нафтохинона, путем окисления 1,5-диоксинафталина хромовой смесью [3]. Согласно этому способу, 1,5-диоксинафталин подвергают очистке с помощью перекристаллизации из смеси серного и петролейного эфиров, после чего очищенный, тонко измельченный 1,5-диоксинафталин замешивают с водой в пастообразную массу и подвергают окислению хромовой смесью. Образующийся осадок отфильтровывают, промывают водой, высушивают.

Оксипроизводное альфа-нафтохинона-5-окси-1,4-нафтохинон выделяют из продуктов реакции экстракцией петролейным эфиром с последующей очисткой перекристаллизацией из этилового спирта.

Существенным недостатком этого способа является необходимость использования предварительно очищенного 1,5-диоксинафталина, а также дополнительная очистка целевого продукта перекристаллизацией из спирта. Кроме того, получение очищенного 1,5-диоксинафталина связано с большими его потерями при очистке (40%). При этом выход целевого продукта низок и составляет 8,7% в пересчете на исходный 1,5-диоксинафталин.

Задачей настоящего изобретения является усовершенствование способа получения производного альфа-нафтохинона путем его упрощения, что приводит к повышению выхода целевого продукта и увеличению степени его чистоты.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения производного альфа-нафтохинона, включающем окисление 1,5-диоксинафталина солями металлов, выделение продуктов реакции фильтрованием, экстракцию и перекристаллизацию целевого продукта, используется технический, неочищенный 1,5-диоксинафталин, окисление которого осуществляют хромовой смесью в присутствии катализатора - сульфата металла с последующим одновременным экстрагированием и перекристаллизацией целевого продукта

углеродными растворителями, не содержащими ароматические соединения. Выход целевого продукта до 15% в пересчете на исходный продукт. Степень чистоты продукта 98 - 99%.

Способ поясняется примером.

В фарфоровом стакане готовят хромовую смесь растворением в воде двуххромовокислого натрия с добавлением концентрированной серной кислоты. Технический, неочищенный 1,5-диоксинафталин смешивают с сульфатами металлов, например, с сульфатом натрия или сульфатом магния в соотношении 1 : 1 до 1 : 10. Приготовленную смесь добавляют к хромовой смеси, разбавляют водой, перемешивают и фильтруют через плотный фильтр. Продукт реакции промывают на фильтре водой, высушивают при температуре 50 - 60°C. Полученный порошок экстрагируют изооктаном, из которого выкристаллизовывается целевой продукт в виде желтовато-оранжевых кристаллов. Выход целевого продукта составляет 10 - 15% в пересчете на исходный 1,5-диоксинафталин. Температура плавления 154 - 155°C. Найдено, %: С 68,9; Н 3,45; О 27,7. Вычислено, %: С 68,97; Н 3,45; О 27,58. Химическое строение молекул целевого продукта - 5-окси-1,4-нафтохинона - подтверждено масс-спектральным анализом [4]. Масс-спектры, полученные при ионизации образца электронами с энергией 70эВ, представлены пиками молекулярного с массой 174 и характеристических осколочных ионов с массами 146 и 118 соответственно.

Степень чистоты полученного продукта, определенная калориметрическим титрованием азотнокислым никелем в присутствии бикарбоната натрия, составляет 98 - 99%.