



УКРАЇНА

(19) UA (11) 21654 (13) A

(51) 6 C 07 C 50/12

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ  
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті  
на підставі Постанови Верховної Ради України  
№ 3769 XII від 23 XII 1993 рПублікується  
в редакції заявника

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПОХІДНОГО АЛЬФА-НАФТОХІНОНУ

1

(21) 96114228

(22) 15 11 96

(24) 20 01.98

(46) 30.04.98. Бюл. № 2

(47) 20.01.98

(56) 1. Краткая химическая энциклопедия. - М. - 1964. - Т. 3. - С. 403.

2. Авторское свидетельство СССР № 130506, Бюл. № 15, 1960.

3. Louis F. Fleser, I.T. Dunn. J. Am. Chem. Soc. - 1937, v. 59, p. 1016-1021.

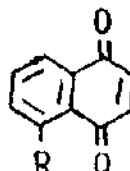
4. Вульфсон Н.С., Заикин В.Г., Михая А.И. Масс-спектрометрия органических соединений - 1986. - М. - Химия. - 312 с.

(72) Мисак Анатолій Євтихійович, Айзенберг Вікторія Леонідівна, Новак Ян (CZ), Мисак Оксана Анатоліївна, Юнаков Михайло Леонідович

(73) Мисак Анатолій Євтихійович, Айзенберг Вікторія Леонідівна, Новак Ян (CZ), Мисак Оксана Анатоліївна, Юнаков Михайло Леонідович

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

2

(57) Способ получения производного альфа-нафтохинона общей формулы  $C_{10}H_5O_2R$ 

где R = OH,

включающий окисление 1,5-диоксинафталина хромовой смесью, фильтрование, промывание и высушивание образующегося осадка, а также последующее экстрагирование и кристаллизацию целевого продукта, отличающийся тем, что окислению хромовой смесью подвергают неочищенный 1,5-диоксинафталин в присутствии катализатора - сульфата металла - с последующим одновременным экстрагированием и перекристаллизацией целевого продукта углеводородными растворителями, не содержащими ароматические соединения.

Известны способы получения отдельных производных альфанафтохинона 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].

(19) UA (11) 21654 (13) A

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 70 эВ, 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%.

Упорядник

Техред М.Келемеш

Коректор Л.Лукач

Замовлення 4447

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,  
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101