



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 100 338** <sup>(13)</sup> **C1**  
(51) МПК<sup>6</sup> **C 07 C 15/12, 15/14**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 96117807/04, 06.09.1996

(46) Дата публикации: 27.12.1997

(56) Ссылки: 1. Фокин А.В., Колмиец А.Т. Диоксин: давно пора ударить в набат. Вестник АН СССР, N 7, 1991, с. 99. 2. Weitzman L., In Detoxification of Hazardous. Waste: Ann Arbor Science: Ann Arbor, MI, 1982, Chapter 8, p. 131. 3. US, патент, 4379752, кл. В 01 D 21/00, 1983. 4. Furakawa K., In Biodegradation and Detoxification of Environmental Pollutants, Chkrabarty, A.M.Ed, CRC, 1982, p. 33 - 57. 5. SU, авторское свидетельство, 19759826, кл. С 07 С 15/14, 1992. 6. W.H. Dennis, Jr. and W.I.Cooper, Catalytic dechlorination of organochlorine compounds, I. DDT. Bull Environ Contam. Toxicol., v. 14, N 6, 1975, 738. 7. J.A. Roth, S.R.Dakoji, R.S. Hughes, RE, Carmoby Hydrogenolysis of polychlorinated biphenyls by sodium borohydride with homogeneous and heterogeneous nickel catalysts. Environ, Sci. Technol, N 28, 1994, 80. 8. S.Stojkovski, L.M.Markovec, R.J.Magee. Studies on the dechlorination and detoxification compounds. PCBsand PCNs. J. Chem, Tech. Biotechnol., 51, (1990), 407. 9. US, патент, 4978649, кл. С 01 В 31/10, 1990.

(71) Заявитель:  
Институт катализа им.Г.К.Борескова СО РАН

(72) Изобретатель: Яковлев В.А.,  
Симагина В.И., Лихолобов В.А.

(73) Патентообладатель:  
Институт катализа им.Г.К.Борескова СО РАН

(54) СПОСОБ ЖИДКОФАЗНОГО ДЕХЛОРИРОВАНИЯ ХЛОРАРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

(57) Реферат:

Использование: в химической и электрохимической промышленности в связи с необходимостью переработки хлорзамещенных бифенилов, бензолов, нафталинов, очистки трансформаторных, конденсаторных, компрессионных и моторных масел от вводимых в них присадок на основе полихлорароматических соединений. Жидкофазное дехлорирование хлорароматических соединений проводят в

присутствии катализаторов, состоящих из нанесенных в количестве 1-8% Ni или Ni, промотированного Pd, в количестве 2-10% по отношению к Ni на углеродные носители и восстановителя  $\text{NaBH}_4$  в этанольной или этанольно-толуольной (60:40) среде при  $t = 20-40^\circ\text{C}$   $P_{\text{H}_2} = 1$  атм при молярном

соотношении компонентов - хлорароматическое соединение (по C-Cl) : Кт :  $\text{NaBH}_4 = 1:0,03-50:1-350$ . 3 з.п. ф-лы, 1 табл.

RU 2 100 338 C1

RU 2 100 338 C1



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 100 338** <sup>(13)</sup> **C1**  
(51) Int. Cl.<sup>6</sup> **C 07 C 15/12, 15/14**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 96117807/04, 06.09.1996

(46) Date of publication: 27.12.1997

(71) Applicant:  
Institut kataliza im.G.K.Boreskova SO RAN

(72) Inventor: Jakovlev V.A.,  
Simagina V.I., Likholobov V.A.

(73) Proprietor:  
Institut kataliza im.G.K.Boreskova SO RAN

(54) **METHOD FOR LIQUID PHASE DECHLORINATION OF CHLOROAROMATIC COMPOUNDS**

(57) Abstract:

FIELD: chemical and electrochemical industry; processing of chloro-substituted biphenyls, benzenes and naphthalines; purification of transformer, condenser and motor oils against additives on the base of polychloroaromatic compounds being added into these oils. SUBSTANCE: method is carried out in the presence of catalysts and

reduction agent \$\$\$ in ethanol or in ethanol-toluene medium (their ratio being 60:40) at 20-40 C, \$\$\$ is 1 atm, molar ratio of chloroaromatic component, catalyst and \$\$\$ is 1:0.03-50:1-350, respectively. Catalyst comprises 1-8 % of Ni or Ni being promoted by Pd (its quantity being 2-10 % in respect to Ni) and supported on carbon carrier. EFFECT: improved efficiency. 4 cl, 1 tbl

RU 2 100 338 C 1

RU 2 100 338 C 1

Изобретение относится к способу каталитического жидкофазного дехлорирования высокотоксичных полихлорароматических соединений.

Во всем мире ведутся интенсивные исследования по поиску каталитических систем по дехлорированию высокотоксичных полихлорароматических соединений (полихлорбифенилы, полихлорбензолы и т.п.), обладающих высокой токсичностью и представляющих серьезную экологическую опасность [1]. В последние десятилетия полихлорбифенилы и полихлорбензолы, благодаря своей высокой стабильности, широко применялись в диэлектрических жидкостях (типа Arochlor (США) и СОВТОЛ, СОВОЛ (Россия)), трансформаторных маслах, множительно-копировальной бумаге и других химических областях. Устойчивость к разложению и тенденция к накоплению в тканях животных и человека привело к необходимости запрещения и контроля за производством, использованием и технологией уничтожения данных соединений.

К настоящему времени известны различные методы детоксикации этих вредных веществ: сжигание [2] обработка сильными восстановителями, например натрием [3] окисление аэробными бактериями [4] высокотемпературное каталитическое дехлорирование [5]. Каждый из этих методов имеет свои недостатки и ограничения. При сжигании полихлорароматических соединений образуются диоксины яды генетического и онкологического действия [1]. Восстановительное расщепление связи С-С1 (например, металлическим натрием) требует инертной атмосферы и специальных растворителей (жидкий аммиак, нафталин). Для биологических методов детоксикации необходимо длительное время проведения процесса детоксикации и использование специальных препаратов. Более универсальным методом детоксикации полихлорароматических соединений является жидкофазное каталитическое восстановительное дехлорирование, проводимое в мягких условиях. В качестве катализаторов обычно используют соединения Ni, Pd.

Так, в работе [6] предложена система  $\text{NiCl}_2/\text{NaBH}_4$  в метаноле для детоксикации ДДТ (2,2-бис-(п-хлорфенил)-1,1,1-трихлорэтан). При соотношении компонентов  $\text{NiCl}_2/\text{NaBH}_4/\text{ДДТ}$  0,5/10/1 достигается только 62%-ная степень дехлорирования ДДТ, причем дехлорированию подвергались, в основном, только атомы хлора в алкильном положении.

В [7] предложен способ восстановительного дехлорирования 3,4-дихлорбифенила (3,4-PCB) в ДМФА при комнатной температуре каталитической системой  $\text{NiCl}_2/\text{NaBH}_4$  в этаноле в инертной атмосфере. При соотношении реагентов  $\text{NiCl}_2/\text{NaBH}_4/3,4\text{-PCB}$  2/10/1 за 5,5 ч достигнутая степень дехлорирования составила 76%.

Наиболее близким (выдвигаемым в качестве прототипа) к предлагаемому изобретению по технической сущности и достигаемому результату может служить способ [8] дехлорирования смеси полихлорбифенилов (Arochlor 1254),

имеющей состав -54% Cl и 46% C+H, системой  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}-\text{NaBH}_4$ .

Согласно примеру 2 (табл. 2) из [8] по стандартной описанной процедуре процесс ведут следующим образом: при температуре 20°C в 45 мл изопропилового спирта смешивают 0,01 ммоль (по С-С1) хлорсодержащего соединения (PCBs), растворенного в 5 мл ТГФ, и 40 ммоль катализатора  $-\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , растворенного в 20 мл метилового спирта. В течение 3 ч к смеси прикапывают при перемешивании в атмосфере выделяющегося водорода водный раствор  $\text{NaBH}_4$  (0,3 моль). Результатом реакции является дехлорирование смеси Arochlor 1254 и образование бифенила (выход 85%).

Недостатками прототипа являются:

данный способ осуществляется при использовании сложной смеси растворителей (изопропиловый спирт тетрагидрофуран метиловый спирт - вода); с целью организации рецикла разделение данной смеси растворителей представляет определенные технологические трудности;

процесс дехлорирования возможен при соотношении реагентов не менее следующего:

$\text{PCBs}/\text{NiCl}_2/\text{NaBH}_4$  1/4000/30000. Применение  $\text{NiCl}_2$  и  $\text{NaBH}_4$  в таких количествах делает неприемлемым данный метод для детоксикации высокостабильных полихлорароматических соединений, содержащихся в концентрированном состоянии.

Изобретение решает задачу по разработке более простого и удобного способа детоксикации полихлорбифенилов и полихлорбензолов, позволяющего уменьшить количество используемых катализатора и  $\text{NaBH}_4$  и применять его в природоохранных технологиях утилизации полихлорароматических соединений.

Задача решается применением катализаторов, состоящих из нанесенного на углеродистый носитель, имеющий удельную поверхность 350-400 м<sup>2</sup>/г, объем пор 0,2-1,7 см<sup>3</sup>/г, средний размер пор 20-100 А и плотность 1,80-2,10 г/см<sup>3</sup>, Ni (в количестве 1-8%) или Ni (1-8%), промотированного Pd (в количестве 2-10% по отношению к Ni) и растворенного в этаноле  $\text{NaBH}_4$  и газообразного водорода. Такая композиция позволяет проводить процесс дехлорирования полихлорароматических соединений (ПХА), растворенных в этанольно-толуольной смеси, в мягких условиях  $t = 20-40$  °C и  $P_{\text{H}_2}$  1 атм) при

соотношении компонентов ПХА (по С-С1)/Кт/ $\text{NaBH}_4$  1/0,03-50/1-350, и при этом высокие степени конверсии (70-100%) достигаются за 3-6 ч.

В работе в качестве носителя использовали углеродный носитель, получаемый из углеродного сырья [9]. Углеродный материал представляет собой трехмерную матрицу с удельной поверхностью 350-400 м<sup>2</sup>/г, плотность 1,8-2,1 г/см<sup>3</sup> с объемом пор 0,2-1,7 см<sup>3</sup>/г, образованных слоями углерода толщиной 100-10000 А и радиусом кривизны 100-10000 А, и имеет развитую поверхность пор

размерами 20-100 А, на которой протекают процессы адсорбции и катализа. Данные поры непосредственно соединены с более крупными порами размером 200-500 А, обеспечивающими транспорт адсорбируемых молекул и продуктов реакции. Углеродный носитель обладает высокой механической прочностью благодаря наличию прочного каркаса стенок транспортных пор и термостабильностью до 1000-1500°С [9]

Таким образом, отличительными признаками изобретения являются:

применение катализатора, состоящего из нанесенных (в количестве 1-8%) Ni или Ni (1-8%), промотированного Pd (в количестве 2-10% по отношению к Ni), на углеродный носитель, представляющий собой трехмерную матрицу с плотностью 1,8-2,1 г/см<sup>3</sup> и объемом пор 0,2-1,7 см<sup>3</sup>/г, образованных слоями углерода толщиной 100-10000 А и радиусом кривизны 100-10000 А;

проведение реакции дехлорирования ПХА при соотношении компонентов ПХА (по С-С1)/Кт/NaBH<sub>4</sub> 1/0,03-50/1-350 в этанольной или этанольно-толуольной среде.

Во всех ниже приведенных примерах анализ продуктов реакции осуществляли газохроматографическим методом на хроматографе ЛХМ-80 с использованием колонки НФЖ 5% 8Е 30/Хроматон.

В работе использовали этанольные и этанольно-толуольные растворы, содержащие 10% NaOH (для связывания выделившегося HCl) и хлорбензол, гексахлорбензол, диэлектрическую жидкость СОВТОЛ, содержащую 74% смеси полихлорбифенилов, имеющую состав 56% Cl и 44% С+Н, и 26% 1,2,4-трихлорбензола. Продуктом реакции при использовании полихлорбифенилов является бифенил, а при использовании хлорбензола, гексахлорбензола, трихлорбензола бензол.

Результаты приведены в таблице.

Пример 1 (по прототипу). В реактор помещают 45 мл изопропилового спирта, 0,0023 мл (5,4•10<sup>-5</sup> моль по С-С1) диэлектрической жидкости СОВТОЛ, растворенной в 5 мл тетрагидрофурана, и 40 ммоль катализатора - NiCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O, растворенного в 20 мл метилового спирта. При сильном перемешивании в течение 3 ч к смеси прикапывают водный раствор NaBH<sub>4</sub> (0,3 моль). Затем к реакционной смеси добавляют 200 мл дистиллированной воды. Смесь экстрагируют n-гексаном (20 мл х 3). Экстрагент выпаривают до 10 мл и анализируют методом ГЖХ. Основными продуктами реакции являются бифенил и бензол. Степень дехлорирования ПХА составила 90%

Пример 2. В реактор помещают 5 мл толуола, содержащего 0,01 мл (2,5•10<sup>-4</sup> моль по С-С1) диэлектрической жидкости СОВТОЛ и 10 мл 95% этилового спирта, содержащего 10% NaOH. Далее добавляют 9,2 г 8% NiCl<sub>2</sub>/C<sub>1</sub>, (1,25•10<sup>-2</sup> моль Ni, C<sub>1</sub>-углеродный материал, имеющий следующие параметры: S<sub>уд.пов.</sub> 350 м<sup>2</sup>/г (по БЭТ), объем пор 0,4 см<sup>3</sup>/г, объем микропор 0,15 см<sup>3</sup>/г, плотность 2,9 г/см<sup>3</sup>, средний размер пор 100 А), восстановленного этанольным раствором NaBH<sub>4</sub>, и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям

этанольного раствора NaBH<sub>4</sub> (8,75•10<sup>-2</sup> моль) в течение 3 ч при 20°С в атмосфере H<sub>2</sub>. После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования ПХА составляет 90%

Пример 3. В реактор помещают 5 мл толуола, содержащего 0,01 мл (2,5•10<sup>-3</sup> моль по С-С1) диэлектрической жидкости СОВТОЛ и 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 10% NaOH. Далее добавляют 2 г 1% (NiCl<sub>2</sub> + 2% Pd)/C<sub>1</sub>, (3,5•10<sup>-4</sup> моль Ni+Pd, C<sub>1</sub> углеродный материал, имеющий следующие параметры, указанные в примере 2), восстановленного этанольным раствором NaBH<sub>4</sub>, и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора NaBH<sub>4</sub> (7•10<sup>-3</sup> моль) в течение 3 ч при 20°С в атмосфере H<sub>2</sub>. После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования ПХА составляет 90%

Пример 4. В реактор помещают 5 мл толуола, содержащего 0,01 мл (2,5•10<sup>-3</sup> моль по С-С1) диэлектрической жидкости СОВТОЛ и 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 10% NaOH. Далее добавляют 2 г 1% (NiCl<sub>2</sub> + 2% Pd)/C<sub>2</sub>, (3,5•10<sup>-4</sup> моль Ni + Pd, C<sub>2</sub> углеродный материал, имеющий следующие параметры: S<sub>уд.пов.</sub> 400 м<sup>2</sup>/г (по БЭТ), объем пор 1,0 см<sup>3</sup>/г, объем микропор 0,2 см<sup>3</sup>/г, плотность 1,8 г/см<sup>3</sup>, средний размер пор 60 А), восстановленного этанольным раствором NaBH<sub>4</sub>, и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора NaBH<sub>4</sub> (7•10<sup>-3</sup> моль) в течение 3 ч при 20°С в атмосфере H<sub>2</sub>. После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования ПХА составляет 95%

Пример 5. В реактор помещают 5 мл толуола, содержащего 0,01 мл (2,5•10<sup>-3</sup> моль по С-С1) диэлектрической жидкости СОВТОЛ и 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 10% NaOH. Далее добавляют 0,6 г 1% (NiCl<sub>2</sub> + 10% Pd)/C<sub>1</sub>, (1,12•10<sup>-4</sup> моль Ni+Pd, C<sub>1</sub> углеродный носитель, имеющий параметры, указанные в примере 2), восстановленного этанольным раствором NaBH<sub>4</sub>, и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора NaBH<sub>4</sub> (2,63•10<sup>-3</sup> моль) в течение 3 ч при 40°С в атмосфере H<sub>2</sub>. После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования ПХА составляет 95%

Пример 6. В реактор помещают 5 мл толуола, содержащего 0,142 г гексахлорбензола (3•10<sup>-3</sup> моль по С-С1) и 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 10% NaOH. Далее добавляют 0,6 г 1% NiCl<sub>2</sub>/C<sub>1</sub> (1•10<sup>-4</sup> моль Ni+Pd, C<sub>1</sub> углеродный носитель, имеющий параметры, указанные в примере 2), восстановленного этанольным раствором NaBH<sub>4</sub>, и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора NaBH<sub>4</sub> (6•10<sup>-3</sup> моль) в течение 6 ч при 20°С в атмосфере H<sub>2</sub>. Степень дехлорирования ПХА составляет

66%

Пример 7. В реактор помещают 5 мл толуола, содержащего 0,145 г гексахлорбензола ( $3 \cdot 10^{-3}$  моль по C-Cl) и 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 10% NaOH. Далее добавляют 0,6 г 1% ( $\text{NiCl}_2 + 2\%$  Pd)/C<sub>1</sub> ( $1,12 \cdot 10^{-4}$  моль Ni+Pd, C<sub>1</sub> углеродный носитель, имеющий параметры, указанные в примере 2), восстановленного этанольным раствором  $\text{NaBH}_4$ , и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора  $\text{NaBH}_4$  ( $6 \cdot 10^{-3}$  моль) в течение 3 ч при 20°C в атмосфере  $\text{H}_2$ . После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования ПХА составляет 85%

Пример 8. В реактор помещают 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 0,06 мл хлорбензола и 10% NaOH. Далее добавляют 0,6 г 1%  $\text{NiCl}_2$ /C<sub>1</sub> ( $1 \cdot 10^{-4}$  моль Ni+Pd, C<sub>1</sub> углеродный носитель, имеющий параметры, указанные в примере 2), восстановленного этанольным раствором  $\text{NaBH}_4$ , и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора  $\text{NaBH}_4$  ( $1 \cdot 10^{-3}$  моль) в течение 3 ч при 20°C в атмосфере  $\text{H}_2$ . После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования хлорбензола составляет 99%

Пример 9. В реактор помещают 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 0,06 мл хлорбензола и 10% NaOH. Далее добавляют 0,59 г 1% ( $\text{NiCl}_2 + 2\%$  Pd)/C<sub>1</sub> ( $1 \cdot 10^{-4}$  моль Ni+Pd, C<sub>1</sub> углеродный носитель, имеющий параметры, указанные в примере 2), восстановленного этанольным раствором  $\text{NaBH}_4$ , и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора  $\text{NaBH}_4$  ( $1 \cdot 10^{-3}$  моль) в течение 45 мин при 20°C в атмосфере  $\text{H}_2$ . После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования хлорбензола составляет 100%

Пример 10. В реактор помещают 7 мл 95% этилового спирта, содержащего 0,06 мл хлорбензола и 10% NaOH. Далее добавляют 0,56 г 1% ( $\text{NiCl}_2 + 7\%$  Pd)/C<sub>1</sub> ( $1 \cdot 10^{-4}$  моль Ni+Pd, C<sub>1</sub> углеродный носитель, имеющий параметры, указанные в примере 2), восстановленного этанольным раствором  $\text{NaBH}_4$ , и суспензию интенсивно перемешивают с добавлением по каплям этанольного раствора  $\text{NaBH}_4$  ( $1 \cdot 10^{-3}$  моль) в течение 30 мин при 20°C в атмосфере  $\text{H}_2$ . После реакции осадок отфильтровывают и раствор анализируют. Степень дехлорирования хлорбензола составляет 100%

На основании изложенных результатов можно заключить, что предлагаемый способ проведения реакции детоксикации полихлорароматических соединений, показатели которого сведены в таблицу,

обладает следующими преимуществами (перед прототипом):

проведение реакции дехлорирования полихлорароматических соединений при использовании меньших количеств катализатора и восстанавливающего агента -  $\text{NaBH}_4$  при сохранении высоких степеней превращения ПХА;

использование менее сложной для технологического разделения системы растворителей.

Источники информации, принятые во внимание.

1. Фокин А. В. Коломиец А. Т. Диоксин: давно пора ударить в набат. / Вестник Акад. Наук СССР/ 7 (1991), 99.

2. Weitzman L. In Detoxification of Hazardous Waste; Ann Arbor Science: Ann Arbor, MI, 1982; Chapter 8, p. 131.

3. Norman L.O. US Patent 4379752, 1983.

4. Furakawa K. In Biodegradation and Detoxification of Environmental Pollutants; Chkrabarty, A.M. Ed. CRC, Press: Boca Raton, FL, 1982, p. 33-57.

5. Romanova V.S. et al. USSR SU 1759826 (кл. С 07 С 15/14) 07 Sep. 1992. Appl. 4886630, 30 Nov. 1990.

6. W.H. Dennis, Jr. and W.J. Cooper, Catalytic dechlorination of organochlorine compounds. I. DDT /Bull. Environ, Contam, Toxicol. v. 14, N 6 (1975), 738.

7. J.A. Roth, S.R. Dakoiji, R.S. Hughes, R.E. Carmoby/ Hydrogenolysis of polychlorinated biphenyls by sodium borohydride with homogeneous and heterogeneous nickel catalysts. /Environ. Sci. Technol. N 28, (1994), 80.

8. S. Stojkovski, L.M. Markovec, R.J. Magee / Studies on the dechlorination and detoxification of organochlorine compounds. PCBs and PCNs. /J/Chem. Tech. Biotechnol. (1990), 407.

9. Surovikin V. F. et. al. US Patent 978.649, 1990.

#### Формула изобретения:

1. Способ жидкофазного дехлорирования хлорароматических соединений в атмосфере водорода в присутствии катализатора, содержащего никель, и восстановителя  $\text{NaBH}_4$  при температуре 20-40°C, отличающийся тем, что процесс проводят в присутствии гетерогенного катализатора, представляющего собой соединение никеля, нанесенное на углеродный носитель, или соединение никеля, промотированное палладием, нанесенное на углеродный носитель.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что содержание никеля в катализаторе составляет 1-8% по массе и палладия 2-10% по отношению к никелю.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что хлорароматические соединения и  $\text{NaBH}_4$  используют в виде раствора в этанолсодержащем растворителе.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что молярное соотношение хлорароматическое соединение (по C Cl) катализатор  $\text{NaBH}_4$  составляет 1 (0,03-50) (1-350).

Таблица

№	Субстрат S(C-Cl)	Катализатор Kt	Соотнош. S:Kt:NaBH <sub>4</sub>	T °C	Раств***	Время час	Степень дехлор. %
1	СОВТОЛ	NiCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	1:4000:300 00	20	и.с., м.с.т гф, в.	3	90
2	СОВТОЛ	8%NiCl <sub>2</sub> /C <sub>1</sub> *	1:50:350	20	эт.тол.	3	90
3	СОВТОЛ	1%(NiCl <sub>2</sub> +2%Pd)/C <sub>1</sub>	1:0,14:2,8	20	эт.тол.	3	90
4	СОВТОЛ	1%(NiCl <sub>2</sub> +2%Pd)/C <sub>2</sub> **	1:0,14:2,8	20	эт.тол.	3	95
5	СОВТОЛ	1%(NiCl <sub>2</sub> +10%Pd)/C <sub>1</sub>	1:0,045:1	40	эт.тол.	3	95
6	C <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>	1%NiCl <sub>2</sub> /C <sub>1</sub>	1:0,033:2	20	эт.тол.	6	66
7	C <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub>	1%(NiCl <sub>2</sub> +2%Pd)/C <sub>1</sub>	1:0,033:2	20	эт.тол.	3	85
8	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	1%NiCl <sub>2</sub> /C <sub>1</sub>	1:0,167:2	20	этанол	3	99
9	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	1%(NiCl <sub>2</sub> +2%Pd)/C <sub>1</sub>	1:0,167:2	20	этанол	0,75	100
10	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	1%(NiCl <sub>2</sub> +7%Pd)/C <sub>1</sub>	1:0,167:2	20	этанол	0,5	100

\* - C<sub>1</sub> - углеродный материал, имеющий следующие параметры: S<sub>уд.пов.</sub>=350 м<sup>2</sup>/г (по БЭТ), объем пор - 0,4 см<sup>3</sup>/г, объем микропор - 0,15 см<sup>3</sup>/г, плотность - 1,9 г/см<sup>3</sup>, средний размер пор - 100 А;

\*\* - C<sub>2</sub> - углеродный материал, имеющий следующие параметры: S<sub>уд.пов.</sub>=400 м<sup>2</sup>/г (по БЭТ), объем пор - 1,0 см<sup>3</sup>/г, объем микропор - 0,2 см<sup>3</sup>/г, плотность - 1,8 г/см<sup>3</sup>, средний размер пор - 60 А;

\*\*\* - и.с. - изопропиловый спирт; м.с. - метиловый спирт; тгф - тетрагидрофуран; в. - вода; эт. - этанол; тол. - толуол.

RU 2100338 C1

RU 2100338 C1