

УДК 542.973.6:546.723-31:547.551.1

ИЗУЧЕНИЕ ДЕЗАКТИВАЦИИ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА – КАТАЛИЗАТОРА, АКТИВНОГО В N-БЕНЗИЛИРОВАНИИ АНИЛИНА ХЛОРИСТЫМ БЕНЗИЛОМ В ОТСУТСТВИЕ РАСТВОРИТЕЛЯ¹

© 2020 г. С. Ding^a, Н. Wang^a, В. Lu^{a, *}, J. Zhao^a, Q. Cai^{a, **}

^a School of Chemistry and Chemical Engineering, Harbin Normal University,
No. 1 Shida Road Limin Development Zone, Harbin, 150025 P.R. China

*e-mail: lupin630411@163.com

**e-mail: caiqinghai@yahoo.com

Поступила в редакцию 08.02.2020 г.

После доработки 27.02.2020 г.

Принята к публикации 27.02.2020 г.

Из отработанного раствора, используемого в кислотном травлении, получен наноразмерный α -Fe₂O₃ – прекурсор эффективного катализатора бензилирования анилина хлористым бензилом. В процессе бензилирования без растворителя наблюдалось образование раствора зеленого цвета. Из реакционной смеси зеленого цвета был выращен желто-зеленый монокристалл, и этот побочный кристаллический продукт был охарактеризован методами монокристаллической рентгеновской дифракции, ¹H ЯМР-спектроскопии, Фурье–ИК-спектроскопии и элементным анализом. Согласно полученным результатам, монокристалл представляет собой сложный структурный комплекс, образованный эквимолярной смесью двух компонентов: [(C₆H₆–CH₂)₂NH–C₆H₆]FeCl₄ и [(C₆H₆–CH₂)₂NH–C₆H₆]Cl. Присутствие этого комплекса приводит к дезактивации катализатора α -Fe₂O₃, активного в каталитическом N-бензилировании анилина хлористым бензилом без растворителя, и делает невозможным его повторное использование. Обсуждается механизм образования кристаллического вещества.

Ключевые слова: наноразмерный оксид железа, N-бензилирование, дезактивация катализатора, анилин

DOI: 10.31857/S0453881120050032

Studies on Deactivation of Iron Oxide Catalyst in Solvent-Free N-Benzylolation of Aniline with Benzyl Chloride

C. Ding¹, H. Wang¹, B. Lu^{1, *}, J. Zhao¹, and Q. Cai^{1, **}

¹ School of Chemistry and Chemical Engineering, Harbin Normal University,
No. 1 Shida Road Limin Development Zone, Harbin 150025, P.R. China

*e-mail: lupin630411@163.com

**e-mail: caiqinghai@yahoo.com

Nano- α -Fe₂O₃ prepared using acid pickling waste as precursor was found to be an effective catalyst for benzylolation aniline with benzyl chloride. However, the formation of a green solution was observed during the solvent-free benzylolation. A yellow-green single crystal as a byproduct was recovered from the green reaction mixture and characterized by X-ray single crystal diffraction, ¹H NMR, FT–IR and elemental analysis. The results showed that this single crystal was a composite structural complex constructed by [(C₆H₆–CH₂)₂NH–C₆H₆]FeCl₄ and [(C₆H₆–CH₂)₂NH–C₆H₆]Cl in equimolar ratio. The formation of the complex led to the deactivation and non-reusability of α -Fe₂O₃ catalyst for catalyzing solvent-free N-benzylolation of aniline with benzyl chloride. The forming mechanism of the crystal was also discussed.

Keywords: nano iron oxide, N-benzylolation, deactivation of catalyst, aniline

¹ Полная версия статьи опубликована в журнале “Kinetics and Catalysis”, № 5, 2020.