

Synthetic Strategy and Structure Characterization of a New Ionic Liquid

Nan Zhang*

Department of Chemistry, Renmin University of China, Beijing 100872, China

内容

1 原料	2
2 合成方法和表征	3
2.1 仪器和表征	3
2.2 合成方法	3
3 表征图像	4

1 原料

吡咯、1-甲基咪唑、1,8-二溴辛烷、硫酸镁购自上海阿拉丁生化科技股份有限公司，六氟磷酸铵购自上海麦克林生化科技有限公司，氢化钠购自上海易恩化学技术有限公司，乙醚购自北京化工厂，甲苯购自 Sigma-Aldrich。所有化学品均未经进一步纯化使用。

2 合成方法和表征

2.1 仪器和表征

$^1\text{H-NMR}$ 和 $^{13}\text{C-NMR}$ 无特殊说明均为通过 SDBS 预测获得, *标记为由 Chemdraw 预测

2.2 合成方法

(1) Py-C8-Br 的合成:

0°C 条件下将 15 mmol 吡咯逐滴加入到 150 mL 包含有 43 mmol 1,8-二溴辛烷和 43 mmol NaH 的干燥 DMF 溶液中, 搅拌过夜; 之后加入 150 ml 去离子水, 混合液用 75 mL 无水乙醚萃取 (重复操作四次), 萃取液用 MgSO_4 干燥, 蒸馏得褐色液体。以石油醚作洗脱剂进行柱色谱纯化, 产率约为 45%。

(2) [Py-C8-MIm]Br 的合成:

取第一步产物 16 mmol 在剧烈搅拌下逐滴滴入 50 mL 含 18 mmol 1-甲基咪唑的甲苯溶液中, 所得混合物加热回流 10 h, 然后冷却至室温。粗产物通过硅胶色谱柱纯化, $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{CH}_3\text{OH}(10:1)$ 作洗脱剂, 产物为褐色油状液体, 产率约为 70%。

(3) [Py-C8-MIm]PF₆ 的合成:

取第二步产物 20 mmol, 向其中加入 NH_4PF_6 20 mmol, 搅拌, 加热回流约 30 min, 冷却至室温过滤出去固体杂质, 得要求产物, 产率约为 95 %。

3 附图

SDBS-¹H NMRSDBS No. 481HSP-03-855
C₄H₅N
pyrrole

89.56 MHz
0.04 ml : 0.5 ml CDCl₃

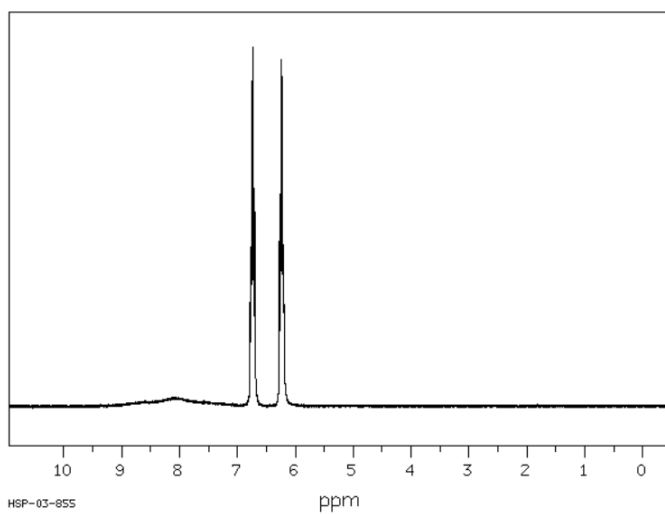


Figure S1.吡咯氢谱图

SDBS-¹H NMRSDBS No. 10369HSP-00-756
C₈H₁₆Br₂
1,8-dibromooctane

89.56 MHz
0.04 ml : 0.5 ml CDCl₃

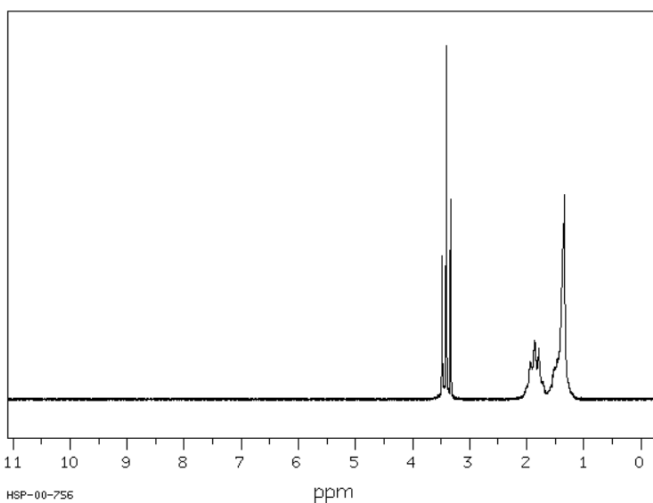


Figure S2.1, 8-二溴辛烷氢谱图

SDBS-¹H NMR SDBS No. 3569HSP-49-573

C₄H₆N₂

1-methylimidazole

399.65 MHz

0.05 ml : 0.5 ml CDCl₃

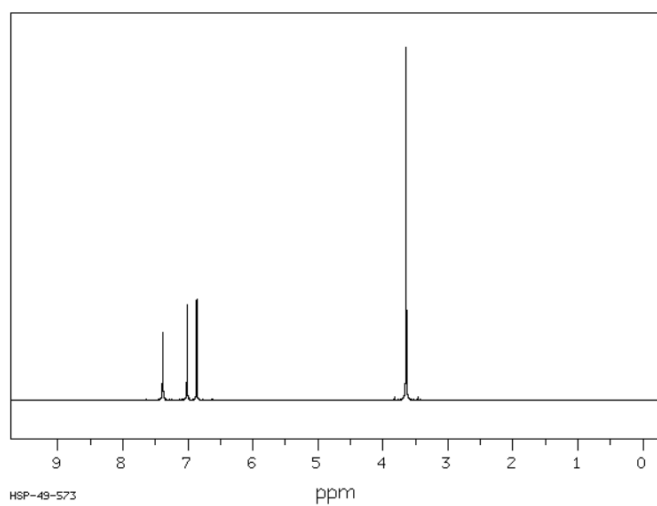


Figure S3.1-甲基咪唑氢谱图

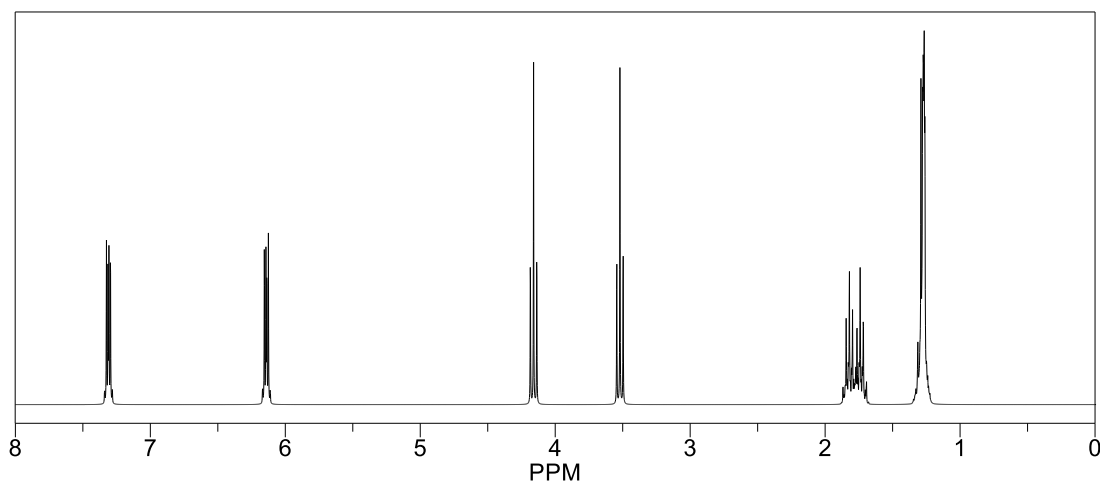


Figure S4.Py-C8-Br 氢谱图*

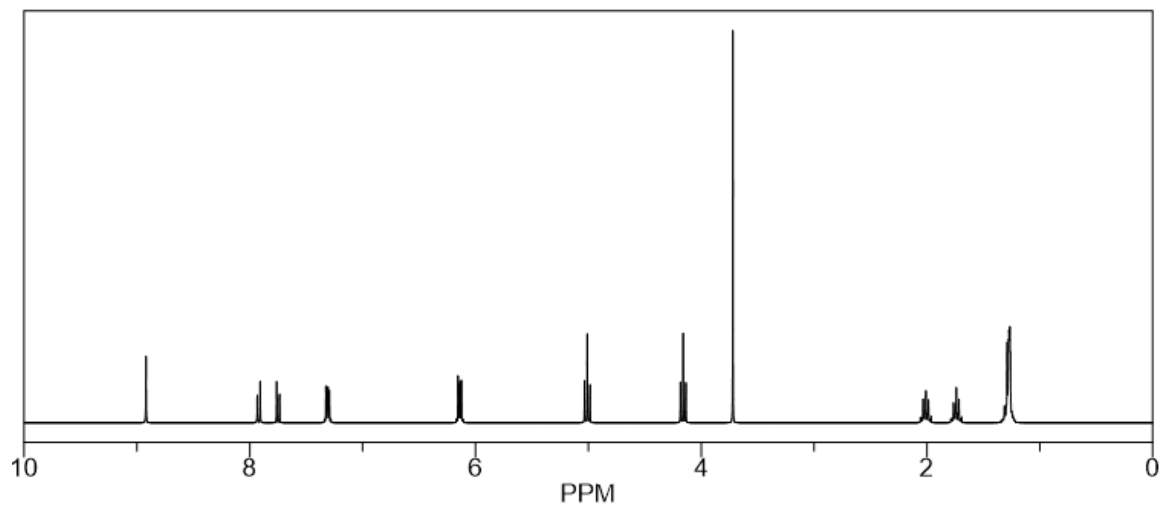


Figure S5. [Py-C8-MIm]Br 氢谱图*

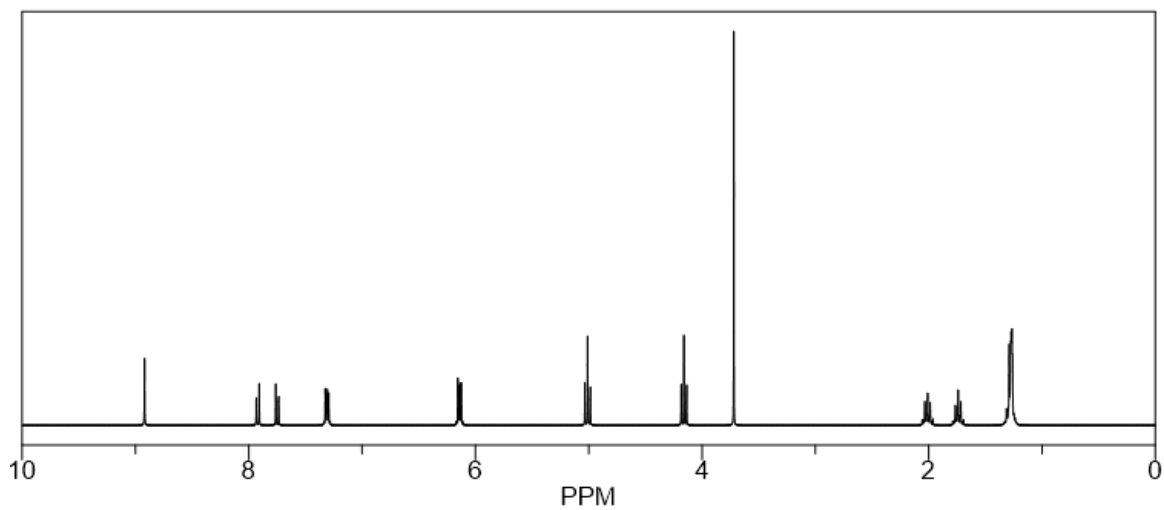


Figure S6. [Py-C8-MIm]PF₆ 氢谱图*