

Synthesis of ionic liquid based on N-methylimidazole, alkyl chains and pyrrole

Qianci Wang*

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

内容

1 原料及试剂	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 附图	4

1 原料和试剂

吡咯、1-甲基咪唑、氯化钠、无水硫酸钠购自上海阿拉丁生化科技股份有限公司，1，8-二溴辛烷购自上海皓鸿生物医药科技有限公司乐研试剂，六氟合磷酸钠购自上海麦克林生化科技有限公司，无水乙醚购自西格玛奥德里奇（上海）贸易有限公司，N,N-二甲基甲酰胺（DMF）购自上海迈瑞尔化学技术有限公司，乙腈购自北京海灵威科技有限公司， CDCl_3 由北京博雅大北科技开发公司提供。除非另有说明，所有市售的化学制品都是未经进一步纯化而使用的

2 合成方法和表征

2.1 仪器和表征

^1H -NMR and ^{13}C -NMR spectra were recorded on a Bruker AVANCE 400 MHz spectrometer in CDCl_3 .

2.2 合成方法

采用改进的 Li 法合成了 $[\text{Py-C}_8\text{-MIm}]\text{Br}$

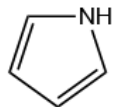
(1) $\text{Py-C}_8\text{-Br}$ 的合成: 在 0°C 下, 将吡咯滴加到 1, 8-二溴辛烷(13.4 g)、 NaH (1.8 g, 60%w/w)和干 DMF(40 mL)的混合溶液中。反应混合物搅拌过夜, 然后用 60 mL 的 H_2O 冷却。用无水乙醚(4×30 mL)萃取。合并后的有机层用无水 Na_2SO_4 干燥, 减压蒸馏, 得到透明的棕色液体。粗品经硅胶柱层析纯化, 以石油醚为洗脱剂, 得无色透明液体, 收率 50~70%。

(2) $[\text{Py-C}_8\text{-MIm}]\text{Br}$ 的合成: 将 $\text{Py-C}_8\text{-Br}$ (3.14 g)和 CH_3CN (5 mL)的混合物滴加到 1-甲基咪唑(1.5 g)的 CH_3CN (25 mL)溶液中。在氮气气氛下, 在 60°C 下搅拌 48 h。粗品用硅胶柱层析纯化, 洗脱液为 $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{CH}_3\text{OH}$ (10: 1), 收率为 70-80%。

(3) $[\text{Py-C}_8\text{-MIm}]\text{PF}_6$ 的合成: 搅拌下, 将 10 mL 溶有 4.41 g NaPF_6 的水溶液缓慢滴加到 3.39 g $[\text{Py-C}_8\text{-MIm}]\text{Br}$ 中, 在氮气保护下搅拌过夜。用 5 mL 二氯甲烷分三次萃取, 然后用蒸馏水反复进行洗涤, 直至用硝酸银溶液检验无沉淀为止, 取二氯甲烷层, 旋转蒸发除去溶剂, 将产品放在真空干燥箱 40°C 真空干燥至恒重, 得到黄色黏性液体, 称量并计算产率, 约 80%左右。

3 附图

^1H NMR、 ^{13}C NMR of reactants and products



^1H NMR

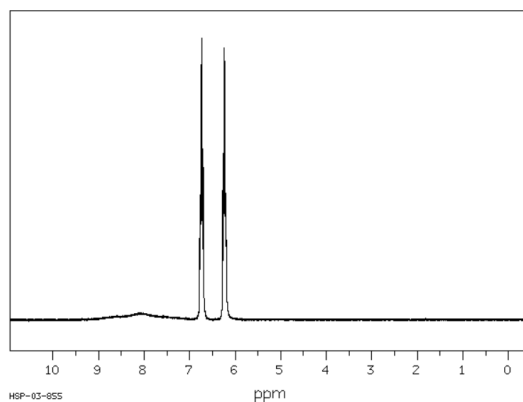


Figure S1. 实验谱图，检索于 SDBS 数据库，氘代试剂：0.04 ml : 0.5 ml CDCl_3

^{13}C NMR

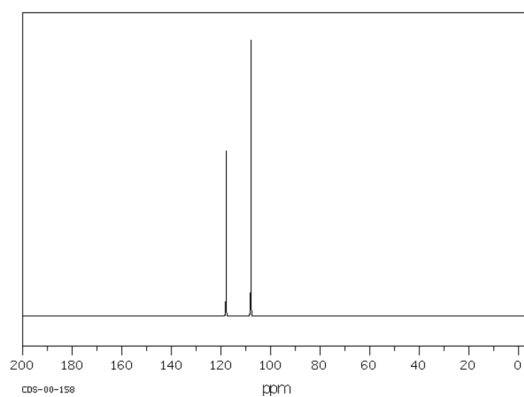
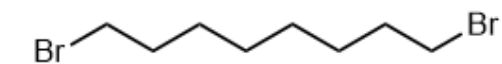


Figure S2. 实验谱图，检索于 SDBS 数据库，氘代试剂：0.25 ml : 0.75 ml CDCl_3



^1H NMR

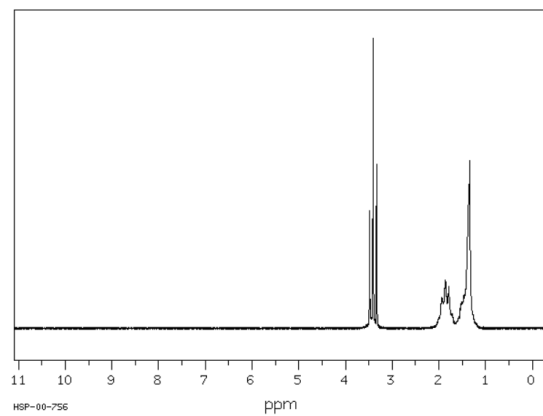


Figure S3. 实验谱图，检索于 SDBS 数据库，氘代试剂：0.04 ml : 0.5 ml CDCl_3

^{13}C NMR

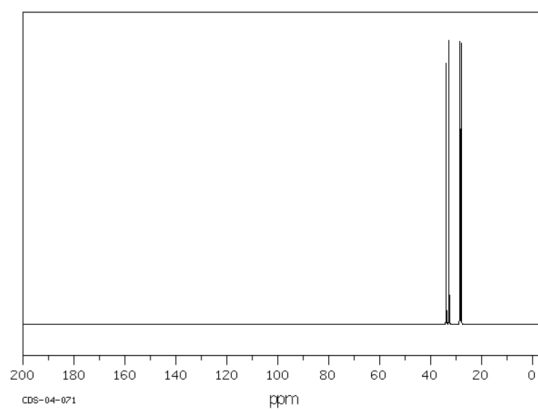
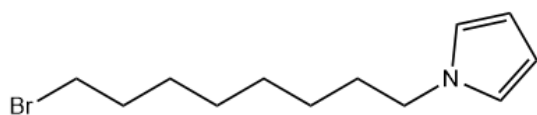


Figure S4. 实验谱图，检索于 SDBS 数据库，氘代试剂：0.5 ml : 1.5 ml CDCl_3



^1H NMR

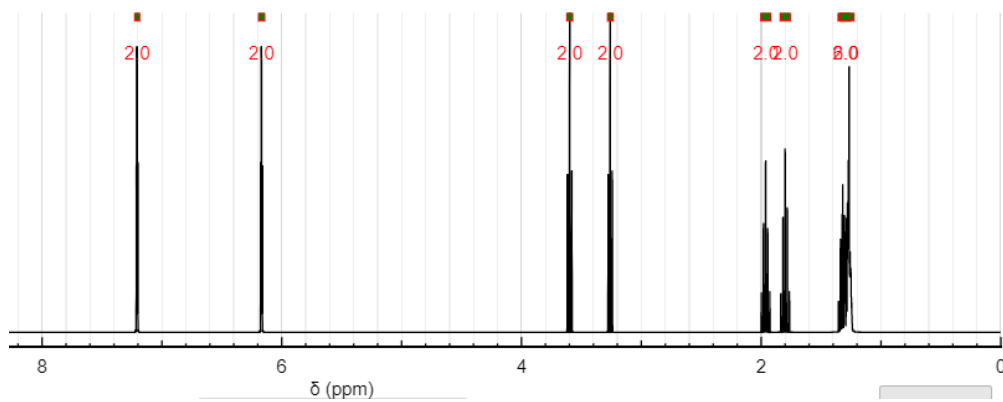


Figure S5.预测谱图，检索于 nmrdB 核磁预测平台

^{13}C NMR

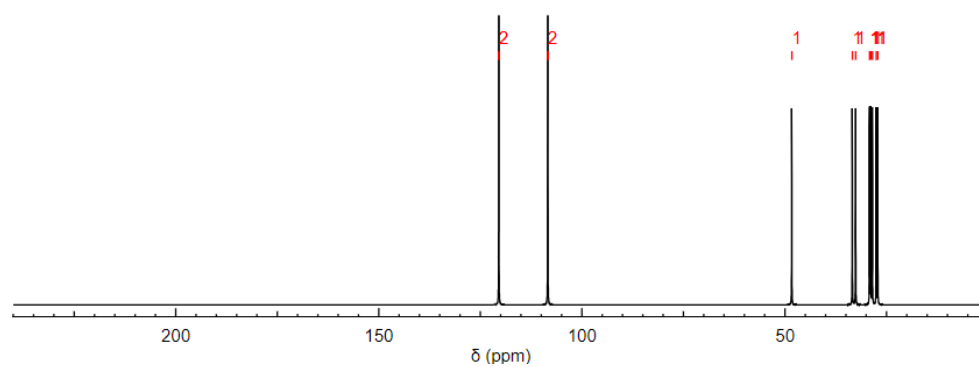
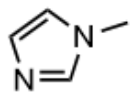


Figure S6.预测谱图，检索于 nmrdB 核磁预测平台



^1H NMR

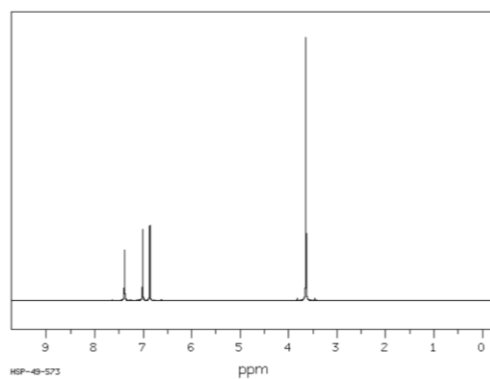


Figure S7.实验谱图，检索于 SDBS 数据库，氘代试剂：0.05 ml : 0.5 ml CDCl_3

^{13}C NMR

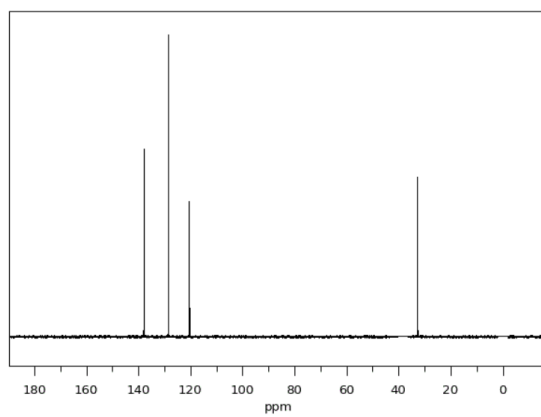
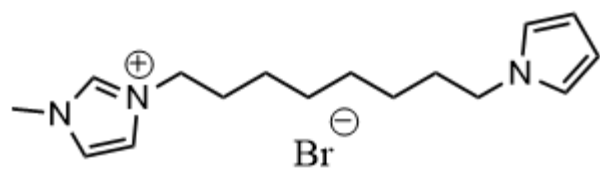


Figure S8.实验谱图，检索于 SDBS 数据库，氘代试剂：0.023 g : 0.5 ml DMSO-d_6



^1H NMR

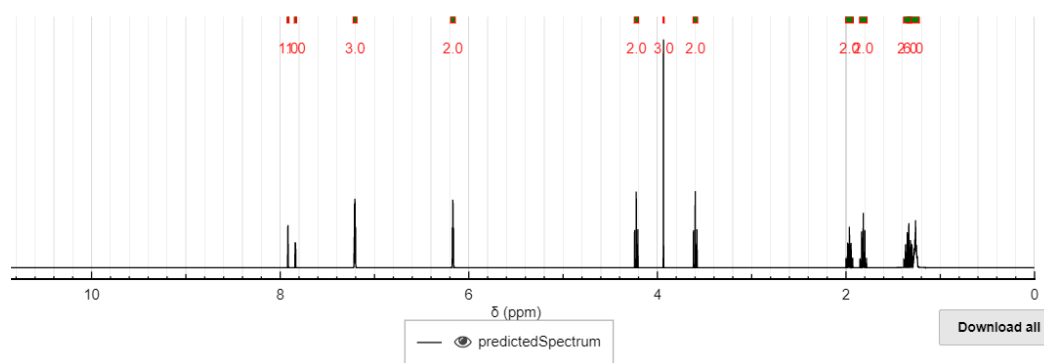


Figure S9.预测谱图，检索于 nmrdB 核磁预测平台

^{13}C NMR

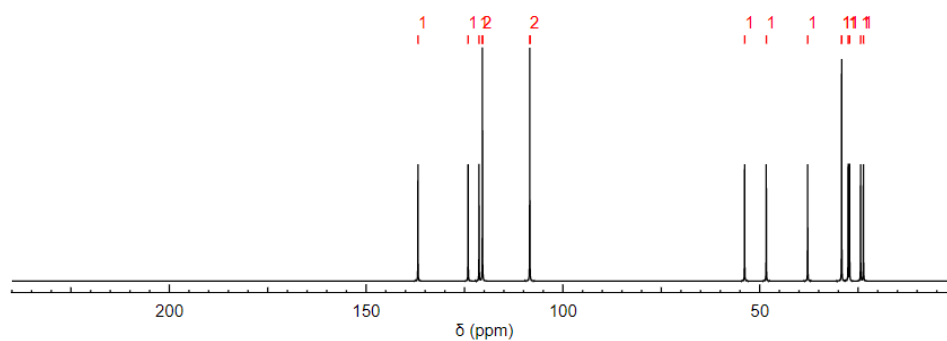


Figure S10.预测谱图，检索于 nmrdB 核磁预测平台