

## Synthesis of Imidazolium-Based Functionalized Ionic Liquid

Yuhang Yang\*

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

### Contents

1 Materials .....	2
2 Synthesis and Characterization .....	3
2.1 Instruments and Characterization .....	3
2.2 Synthesis .....	3
3 Appendix .....	4

## 1 Materials

1,8-二溴辛烷, 吡咯, 1-甲基咪唑购自上海阿拉丁生化科技; 二氯甲烷, N,N-二甲基酰胺 (DMF), 氢化钠 (NaH), 硫酸镁 (MgSO<sub>4</sub>), 甲苯, 六氟磷酸铵 (NH<sub>4</sub>PF<sub>6</sub>) 购自 ACROS Organic; 甲醇, 石油醚, 无水二乙醚购自 Fisher Scientific, 所有化学品均未经进一步纯化使用。

## 2 Synthesis and Characterization

### 2.1 Instruments and Characterization

$^1\text{H}$  NMR 和  $^{13}\text{C}$ -NMR 是通过 Chemdraw 预测获得。

### 2.2 Synthesis

#### Synthesis of $\text{PyC}_8\text{Br}$ (1)

在  $0^\circ\text{C}$  将吡咯 (15 mmol) 逐滴加入到含 1,8-二溴辛烷 (43 mmol) 和 NaH (43 mmol) 的无水 DMF (150 mL) 溶液中, 将所得溶液搅拌过夜; 后加入 150 mL 水, 得到混合物, 用无水二乙醚萃取 (每次 75 mL, 共 4 次), 将萃取液合并待用; 将合并后的萃取液用无水  $\text{MgSO}_4$  干燥并进行常温蒸馏除去乙醚, 得到澄清的褐色液体 (粗产品); 将粗产品通过硅胶色谱法纯化, 用石油醚作为洗脱剂, 得到纯的  $\text{PyC}_8\text{Br}$  (产率约为 55%)。

#### Synthesis of $\text{PyC}_8\text{MIM}^+\text{Br}^-$ (2)

对第一步反应中所得的  $\text{PyC}_8\text{Br}$  进行处理, 在剧烈搅拌下将  $\text{PyC}_8\text{Br}$  (16 mmol) 逐滴添加至 50 mL 的 1-甲基咪唑 (18 mmol) 甲苯溶液中, 并将所得混合物回流 10 h, 然后冷却至室温, 对粗产品通过硅胶色谱法纯化, 用  $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{CH}_3\text{OH}$  (10:1) 作为洗脱剂, 得到预期产物, 为褐色油状物质 (产率约为 75%)。

#### Synthesis of $\text{PyC}_8\text{MIM}^+\text{PF}_6^-$ (3)

在剧烈搅拌下, 在  $60^\circ\text{C}$  将第二步反应中得到的  $\text{PyC}_8\text{MIM}^+\text{Br}^-$  (5 mmol) 滴加到溶有六氟磷酸铵 (12 mmol) 的 25 mL 去离子水溶液, 反应 30 分钟, 冷却至室温后, 用去离子水洗涤混合物, 将棕色固体过滤, 并将黄色液体与水分离 (产率约为 83%)。

### 3 Appendix

#### PyC<sub>8</sub>Br:

##### <sup>1</sup>H-NMR PyC<sub>8</sub>Br

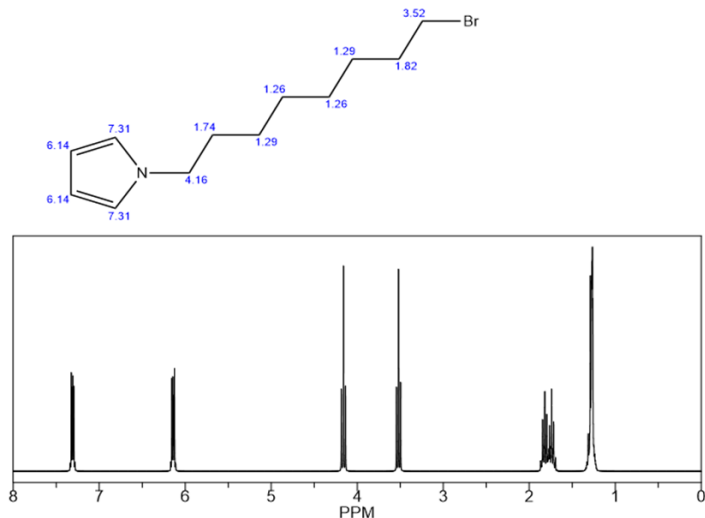


Figure S1

<sup>1</sup>H NMR:  $\delta$  1.23-1.36 (6H, 1.27 (quint,  $J = 6.6$  Hz), 1.32 (quint,  $J = 6.6$  Hz), 1.27 (tt,  $J = 7.0, 6.6$  Hz)), 1.30 (2H, tt,  $J = 7.5, 7.0$  Hz), 1.80 (2H, tt,  $J = 7.5, 6.9$  Hz), 1.96 (2H, tt,  $J = 7.4, 6.6$  Hz), 3.26 (2H, t,  $J = 6.9$  Hz), 3.60 (2H, t,  $J = 7.4$  Hz), 6.17 (2H, ddd,  $J = 3.2, 2.9, 1.5$  Hz), 7.21 (2H, ddd,  $J = 2.9, 1.5, 1.3$  Hz).

##### <sup>13</sup>C-NMR PyC<sub>8</sub>Br

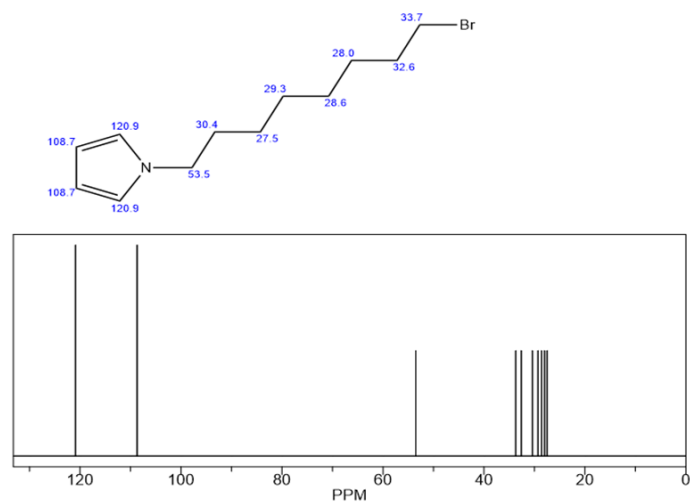


Figure S2

<sup>13</sup>C NMR:  $\delta$  120.48, 107.81, 49.61, 34.00, 32.75, 31.55, 29.04, 28.64, 28.08, 26.68.

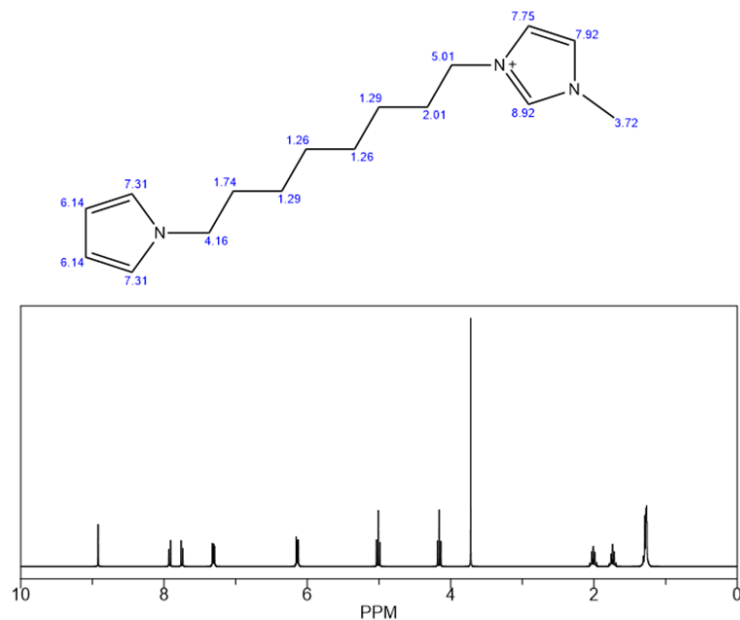
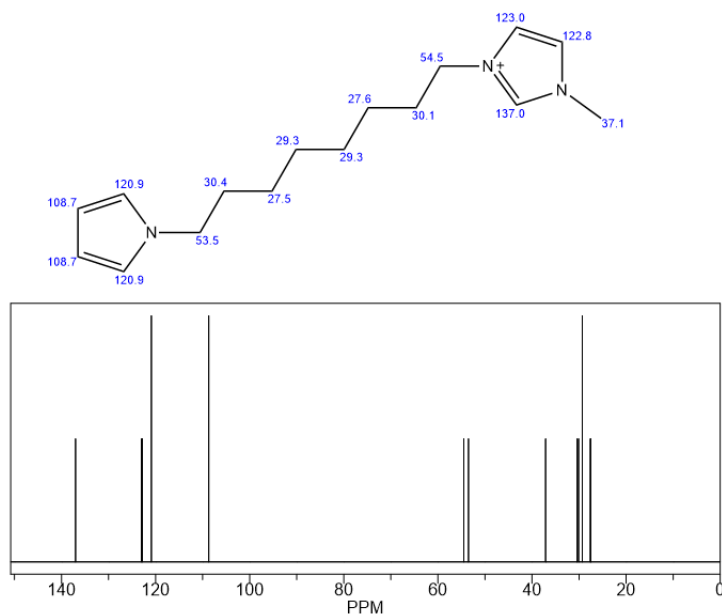
PyC<sub>8</sub>MIM<sup>+</sup>Br<sup>-</sup> or PyC<sub>8</sub>MIM<sup>+</sup>PF<sub>6</sub><sup>-</sup><sup>1</sup>H-NMR PyC<sub>8</sub>MIM<sup>+</sup>

Figure S3

<sup>1</sup>H NMR:  $\delta$  1.22-1.35 (6H, 1.26 (quint,  $J = 6.6$  Hz), 1.31 (quint,  $J = 6.6$  Hz), 1.26 (tt,  $J = 7.1, 6.6$  Hz)), 1.35 (2H, tt,  $J = 7.1, 6.8$  Hz), 1.82 (2H, tt,  $J = 6.9, 6.8$  Hz), 1.96 (2H, tt,  $J = 7.4, 6.6$  Hz), 3.60 (2H, t,  $J = 7.4$  Hz), 3.93 (3H, s), 4.22 (2H, t,  $J = 6.9$  Hz), 6.17 (2H, ddd,  $J = 3.2, 2.9, 1.5$  Hz), 7.19-7.23 (3H, 7.21 (dd,  $J = 1.8, 0.9$  Hz), 7.21 (ddd,  $J = 2.9, 1.5, 1.3$  Hz)), 7.84 (1H, dd,  $J = 1.8, 0.8$  Hz), 7.92 (1H, dd,  $J = 0.9, 0.8$  Hz).

<sup>13</sup>C-NMR PyC<sub>8</sub>MIM<sup>+</sup>

<sup>13</sup>C NMR:  $\delta$  120.48, 107.81, 49.61, 34.00, 32.75, 31.55, 29.04, 28.64, 28.08, 26.68.