



综合化学实验

# 绿色溶剂离子液体的制备

指导教师: 雷鸣



# 背景知识

- 离子液体的概念：

在室温或室温附近温度下呈液态的由离子构成的物质，称为室温离子液体、室温熔融盐、有机离子液体等，简称离子液体。



- 在离子化合物中，阴阳离子之间的作用力为库仑力，其大小与阴阳离子的电荷数量及半径有关，离子半径越大，它们之间的作用力越小，这种离子化合物的熔点就越低。某些离子化合物的阴阳离子体积很大，结构松散，导致它们之间的作用力较低，以至于熔点接近室温。



# 离子液体的特点

- 离子液体可作为绿色反应溶剂，离子液体与传统的有机溶剂相比：
  - (1) 不易燃易爆、不易挥发性、热稳定性好；
  - (2) 对许多有机和无机化合物具有良好的溶解性；
  - (3) 作为有机合成反应介质可以减少使用传统的挥发性有机溶剂对环境的污染，还可提供一种新的反应环境，有可能改变传统的反应机制，提高反应的速率和选择性。



# 实验目的

- 掌握常规离子液体的制备方法，了解离子液体的基本特性和用途。

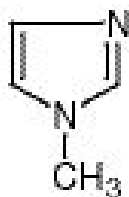


# 实验试剂

- N-甲基咪唑 (> 99%)
- 正溴丁烷 (AR)
- 乙腈(AR)
- 四氟硼酸钠 (AR)
- 六氟磷酸钾 (AR)
- 二氯甲烷 (AR)
- 乙酸乙酯 (AR)
- 乙腈 (AR)



## N-甲基咪唑



- 结构式:
- 性状: 液体
- 熔点:  $-60^{\circ}\text{C}$
- 沸点:  $198^{\circ}\text{C}$
- 密度: ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) 1.036(水=1)



# 正溴丁烷

- 外观与性状： 无色液体
- 沸点： 100~104℃
- 溶解性： 不溶于水，溶于乙醇、乙醚
- 密度： 相对密度(水=1)1.27





## 1-丁基-3-甲基咪唑鎓六氟磷酸盐

- 熔点  $6.5^{\circ}\text{C}$
- 沸点  $>340^{\circ}\text{C}$
- 密度  $1.38\text{ g/mL}$  ( $20^{\circ}\text{C}$ )

## 1-正-丁基-3-甲基咪唑鎓四氟硼酸盐

- 熔点  $-71^{\circ}\text{C}$
- 密度  $1.21\text{ g/mL}$  ( $20^{\circ}\text{C}$ )



# 实验仪器

- 三口圆底烧瓶，恒压滴加漏斗，球形冷凝管，旋转蒸发仪等



## 实验内容与要求

- 制备两种最常用的离子液体  $[\text{bmim}]\text{BF}_4$  和  $[\text{bmim}]\text{PF}_6$
- 了解两种最常用的离子液体的基本性质

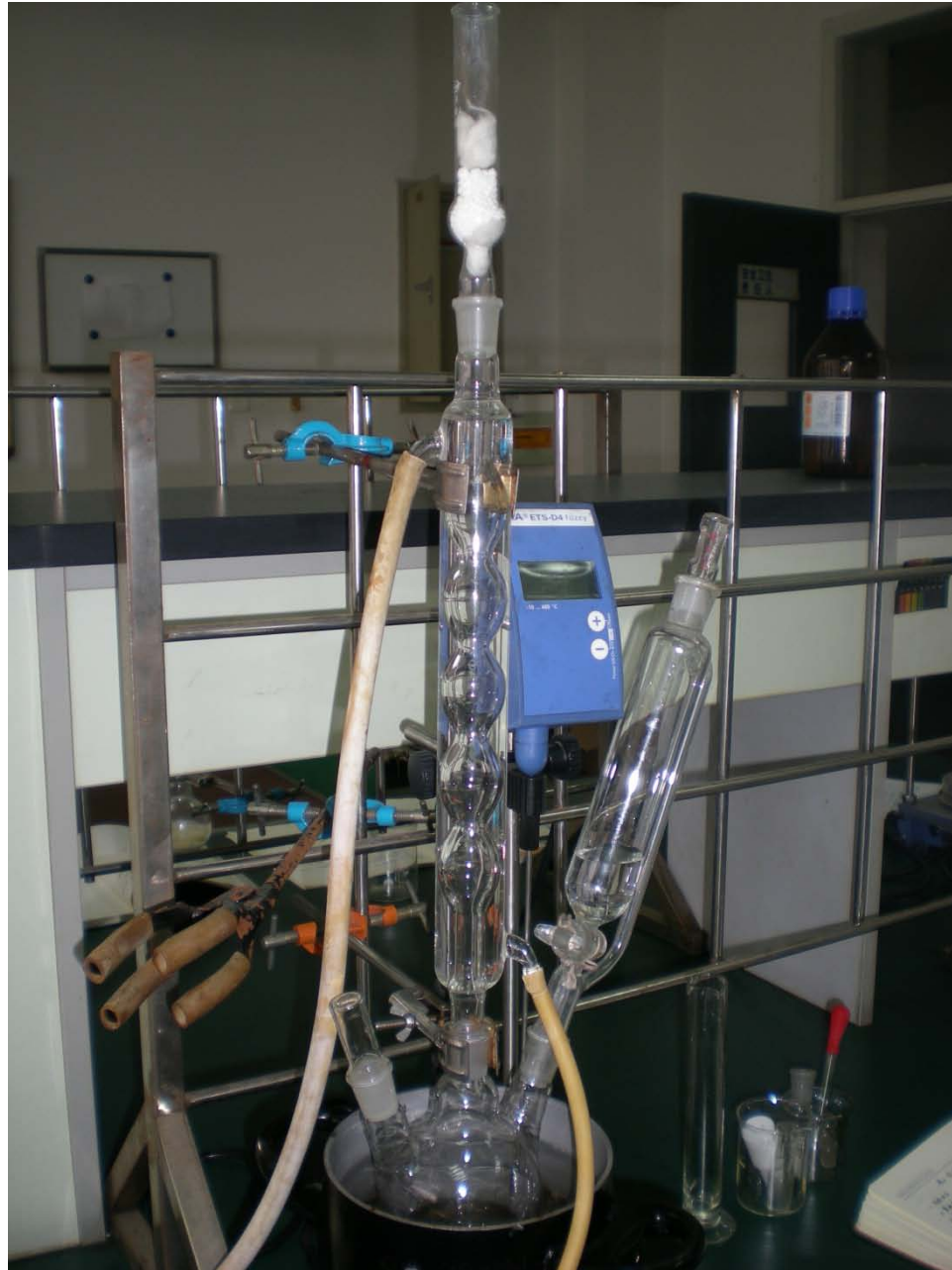


# 合成反应方程式



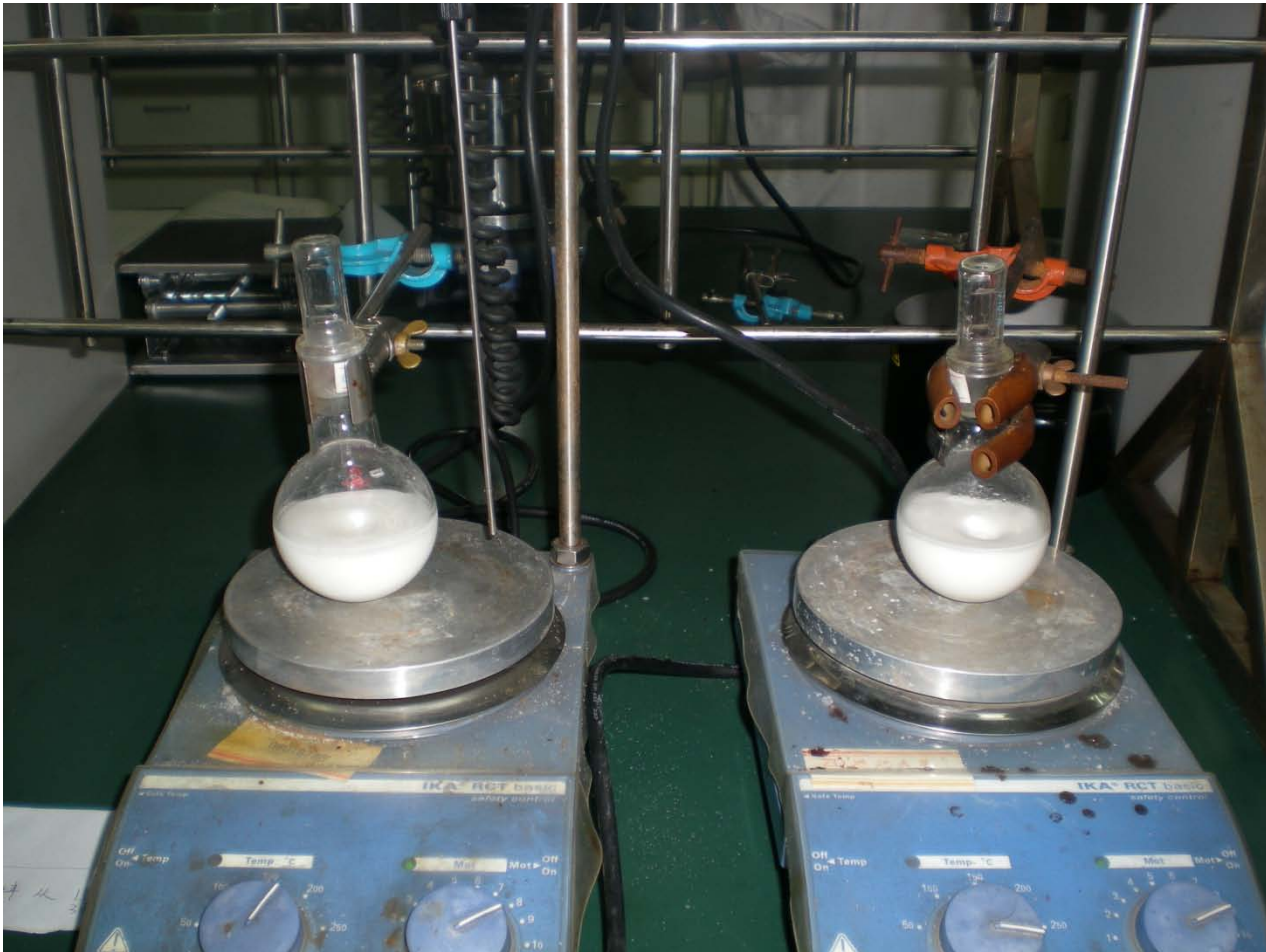
## 合成方法及操作步骤

- 在装有冷凝管（装干燥管）和滴加漏斗的250ml三颈瓶（称重）中加入N-甲基咪唑（0.3mol）和25ml乙腈，搅拌均匀，并在90-100 °C 油浴中加热，同时滴加正溴丁烷（0.33mol）的乙腈(25ml)溶液，加完后继续加热回流2-3小时，冷却至室温，在旋转蒸发器上浓缩出去乙腈，加入等体积的乙酸乙酯搅拌洗涤，静置后分出上层，重复两至三次，尽量移去乙酸乙酯并旋转蒸发至干，得到1-丁基-3-甲基咪唑溴盐。





- 用50ml乙腈溶解1-丁基-3-甲基咪唑溴盐并等分为两份，分别与1.05当量的四氟硼酸钠和六氟磷酸钾进行离子交换反应，混合液在室温下搅拌48小时后过滤出白色固体，滤液浓缩除去乙腈后加入等体积的二氯甲烷，混合均匀后析出白色固体，过滤出固体，滤液浓缩除去二氯甲烷，继续在油泵上抽干至恒重，得浅黄色油状液体，称重。







## 拓展实验:

# 离子液体在有机合成中的应用

- Knoevenagel 缩合反应是形成碳-碳双键的重要方法。反应可以在碱性或酸性条件下进行。也可采用Lewis 酸等作催化剂，在均相或非均相中反应。近年来文献报道了 $\text{TiCl}_4$ 、 $\text{AlPO}_4$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnCl}_2$ 、 $\text{KF}$ 、 $\text{LiCl}$ 、 $\text{K}_3\text{PO}_4$ 等催化的以及无需溶剂和催化剂的Knoevenagel反应。基于离子液体的特殊结构和性质，其可用于催化有机反应或作为溶剂使用。



# 思考题

- 为什么不直接滴加N-甲基咪唑？
- 用乙酸乙酯和二氯甲烷洗涤的目的是什么？