

## [补充信息]

# DBU/DMSO/CO<sub>2</sub> 溶剂体系中纤维素聚离子液体的合成及性质

王倩, 谢海波✉

贵州大学材料与冶金学院, 贵阳 550025

## [Supplementary Information]

# Cellulose Polyionic Liquids in DBU/DMSO/CO<sub>2</sub> Solvent System: Synthesis and Properties

WANG Qian, XIE Haibo✉

College of Materials and Metallurgy, Guizhou University, Guiyang 550025

## 实验试剂与仪器

微晶纤维素, 聚合度 240, 阿拉丁; 1,8-二氮杂二环十一碳-7-烯(DBU), 纯度 99%, 阿拉丁; 二甲基亚砜(DMSO), 无水级, 阿拉丁; CO<sub>2</sub>, 纯度大于 99.999%, 贵阳申建气体有限公司; 2,3-吡啶二羧酸酐, 纯度 98%, 安耐吉; 甲醇, 分析纯, 贵阳云岩永大实验仪器经营部; 异丙醇, 分析纯, 贵阳云岩永大实验仪器经营部; 叔丁醇, 分析纯, 贵阳云岩永大实验仪器经营部。

## 微晶纤维素的溶解

分别取 DMSO (10 g)、DBU (1.83 g) 一起加入到 150 mL 的高压反应釜中, 然后再称取微晶纤维素 0.6 g 加入到高压反应釜中, 盖上反应釜。缓慢通入 CO<sub>2</sub> 至 1-2 MPa, 再缓慢释放, 充放气过程重复 3 次。充入 CO<sub>2</sub> 并稳定至 0.5 MPa。然后将反应釜移至 50 °C 油浴锅中, 磁力搅拌 3 h 进行纤维素的溶解。溶解结束后, 待反应釜冷却至室温时, 释放 CO<sub>2</sub> 后打开反应釜, 可得到澄清透明的纤维素溶液。

## 纤维素聚离子液体的制备

将溶解后的均相纤维素溶液进行下一步反应制备相应的纤维素聚离子液体, 实验步骤如下: 取 10 g 上述纤维素溶液于 100 mL 三口瓶, 移至 80 °C 油浴锅中, 机械搅拌下加入一定量 2,3-吡啶二羧酸酐, 反应一定时间。反应结束后, 冷却至室温, 用异丙醇将产物沉淀, 研碎沉淀物, 搅拌一段时间, 抽滤, 再用异丙醇洗涤三次。洗净后, 加入少量 DMSO 溶解产物, 得到溶液后, 加入氢溴酸酸化, 生成沉淀。搅拌一段时间, 抽滤后用水洗涤三次。抽滤后固体物质加入少量水, 冷冻干燥 48 h。