

## ĐIỀU CHẾ MỘT SỐ CHẤT LỎNG ION TETRAFLUOROBORAT 1-N-ALKIL-3-METILIMIDAZOLIUM TRONG ĐIỀU KIỆN HÓA HỌC XANH

Đến Tòa soạn

NGUYỄN THỊ MAI HƯƠNG<sup>1</sup>, LÊ NGỌC THẠCH<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Viện Khoa học Vật liệu ứng dụng, Tp. Hồ Chí Minh

<sup>2</sup>Bộ môn Hóa học Hữu cơ, Khoa Hóa học, Đại học Khoa học Tự nhiên

### ABSTRACT

*In this paper we described the preparation of some 1-n-alkyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborates ( $[C_n\text{mim}]BF_4$  with  $C_n$  is ethyl, n-butyl, n-hexyl, n-octyl respectively) in Green Chemistry conditions. All starting materials were used in stoichiometric quantities; the reactions were activated by microwave or ultrasound in solventless media. Firstly, alkylimidazolium bromides were prepared from the N-alkylation of N-methylimidazole with a n-alkyl bromide corresponding. After that, tetrafluoroborate furnished a metathesis with bromide to give the final products. Comparing with conventional heating, the obtained yield was higher and the reaction time was shorter under microwave irradiation.*

**Keywords:** 1-n-alkyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate, 1-n-alkyl-3-methylimidazolium bromide, microwave, ultrasound, Green Chemistry.

### I - GIỚI THIỆU

Chất lỏng ion, với những tính chất lý tưởng của nó, trong những năm gần đây, đã được nghiên cứu ứng dụng trong rất nhiều lĩnh vực của hóa học (môi trường phản ứng, dung môi ly trích, xúc tác). Chất lỏng ion được xem như một môi trường phản ứng đầy hứa hẹn vì: hòa tan chọn lọc, tiết kiệm hóa chất, hiệu suất phản ứng cao, cô lập sản phẩm dễ dàng, sản phẩm sạch, hạn chế chất thải vào môi trường. Các nhà hóa học dự đoán rằng trong tương lai chất lỏng ion sẽ là thế hệ dung môi phản ứng mới thay thế cho thế hệ dung môi hữu cơ dễ bay hơi truyền thống [1 - 3].

Về cơ cấu, chất lỏng ion được chia ra làm nhiều nhóm mà sự phân loại thường dựa trên phân cation hữu cơ như: imidazolium [4], piridinium [5], pirazolium, tiazolium,

pirilidinium. Trong đó nhóm chất lỏng ion 1-alkil-3-metilimidazolium là thông dụng nhất. Trong nhóm chất lỏng ion này thì phân anion là bromur và tetrafluoroborat là những hợp chất có rất nhiều ứng dụng quan trọng [6, 7].

Đến nay, đã có nhiều phương pháp điều chế hai loại chất lỏng ion này được nghiên cứu. Hầu hết các phương pháp này đều phức tạp đòi hỏi nhiều điều kiện phản ứng và đôi khi chưa đáp ứng được những điều kiện về Hóa học Xanh [8 - 10].

Bài báo này giới thiệu một phương pháp điều chế một số chất lỏng ion thường dùng, một cách rất kinh tế, ở mức độ phòng thí nghiệm, nhanh chóng, tinh khiết và có hiệu suất cao phù hợp với các tiêu chí của Hóa học Xanh [11]. Hai nhóm chất lỏng ion bromur và tetrafluoroborat 1-alkil-3-metilimidazolium, ( $[C_n\text{mim}]Br$  và  $[C_n\text{mim}]BF_4$ ), với các nhóm thế alkil dây thẳng

số chẵn carbon,  $C_n$ , lần lượt là etil, *n*-butil, *n*-hexil và *n*-octil đã được điều chế.

Nhóm chất lỏng ion bromur 1-alkil-3-metilimidazolium được điều chế trước và được xem như chất nền để điều chế tetrafluoroborat 1-alkil-3-metilimidazolium [12].

## II - ĐIỀU KIỆN THỰC NGHIỆM

### 1. Hóa chất

*N*-Metilimidazol,  $NaBF_4$  của Aldrich; bromoetan, bromohexan, bromooctan của Fluka; bromobutan của Merck. Tất cả đều được dùng trực tiếp không tinh chế. Các dung môi, chất làm khan do Trung Quốc sản xuất.

### 2. Thiết bị

Phản ứng dưới sự chiếu xạ vi sóng [13] và siêu âm [14] lần lượt được thực hiện trong lò vi sóng gia dụng Sharp R-218D, 2450 MHz và trong bồn siêu âm Power Sonic 405.

Cơ cấu của các sản phẩm được xác định bằng phổ IR (Vector 22) và phổ  $^1H$ ,  $^{13}C$  NMR (Bruker 500 MHz).

Chỉ số vật lý của các chất lỏng ion sản phẩm được xác định trên khúc xạ kế WAY-S, nhớt kế Brookfield DV-III.

Hàm lượng  $Na^+$  được xác định theo AOAC 2002 (958.01) và  $Br^-$  theo APHA 4500 - Cl<sup>-</sup> D trong mẫu trước và sau khi tinh chế.

### 3. Thực hành tổng quát

#### a) Điều chế $[C_n\text{mim}]Br$

- Phương pháp vi sóng: Cân 10 mmol *N*-metilimidazol và 10 mmol bromur alkil tương ứng vào một ống nghiệm. Đặt vào lò vi sóng tại "hot spot" đã chọn trước. Chiếu xạ vi sóng với công suất 80 W trong những khoảng thời gian nhất định. Nhiệt độ phản ứng được đo ngay khi sự chiếu xạ vừa chấm dứt.

- Phương pháp siêu âm: Khối lượng các tác chất cũng được sử dụng như trên. Đặt hỗn hợp

phản ứng vào bồn siêu âm đúng theo qui định trong những khoảng thời gian nhất định.

- Phương pháp khuấy từ: Về khối lượng cũng tương tự như trên, nhưng bây giờ hỗn hợp phản ứng được đặt trên một máy đun khuấy từ (500 vòng/phút) điều chỉnh và cố định được nhiệt độ, qua một bể dầu silicon, đun ở những nhiệt độ nhất định đã chọn.

Sau phản ứng, rửa hỗn hợp sản phẩm bằng axetat etil cho đến khi trung tính. Thu hồi dung môi, cân và xác định hiệu suất. Ghi phổ IR và NMR để xác định cơ cấu.

#### b) Điều chế $[C_n\text{mim}]BF_4$

Sử dụng 10 mmol  $[C_n\text{mim}]Br$  và 10 mmol  $NaBF_4$  trong 10 mL axeton. Vì có sự hiện diện của axeton nên phản ứng chỉ thực hiện dưới sự chiếu xạ siêu âm và khuấy từ ở nhiệt độ phòng để so sánh.

Hỗn hợp sản phẩm được lọc. Cô quay thu hồi axeton. Hòa tan lại trong  $CH_2Cl_2$ . Tinh chế. Thu hồi  $CH_2Cl_2$ . Cân, tính hiệu suất và ghi phổ.

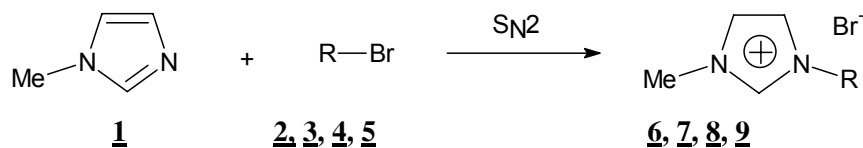
## III - KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

Tetrafluoroborat 1-alkil-3-metilimidazolium được điều chế qua hai giai đoạn, tất cả các phản ứng đều thực hiện trong điều kiện tỉ lượng mol.

### 1. Giai đoạn 1

Điều chế bromur 1-alkil-3-metilimidazolium thông qua phản ứng *N*-alkil hóa *N*-metilimidazolium **1** với các bromur alkil tương ứng: etil **2**, *n*-butil **3**, *n*-hexil **4**, *n*-octil **5**.

Phản ứng được kích hoạt bằng vi sóng và siêu âm có so sánh với phương pháp kích hoạt cổ điển là đun khuấy từ và khuấy từ ở nhiệt độ phòng. Sản phẩm thu được lần lượt là các bromur: 1-etil-3-metilimidazolium **6**, 1-*n*-butil-3-metilimidazolium **7**, 1-*n*-hexil-3-metilimidazolium **8**, 1-*n*-octil-3-metilimidazolium **9**.



Bảng 1: Hiệu suất tối ưu của [C<sub>n</sub>mim]Br theo bốn phương pháp kích hoạt

Phương pháp	Nhiệt độ	Thời gian	Hiệu suất, %			
			<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>	<u>9</u>
Vi sóng		60 giây	86,49	97,61	89,63	83,65
Đun khuấy từ		60 giây	79,61	82,58	78,16	71,48
Siêu âm	ndp	4 giờ	98,45	96,38	90,75	77,85 (6 giờ)
Khuấy từ	ndp	4 giờ	83,38	59,14	49,90	46,29 (6 giờ)

Các kết quả trên cho thấy hiệu suất phản ứng giữa metilimidazol và bromur alkil phụ thuộc vào độ dài của nhóm thế alkil. Dây alkil càng dài, hiệu suất phản ứng càng thấp trong cùng điều kiện phản ứng (công suất 80 W, thời gian 60 giây).

Bromur etil có nhiệt độ sôi tương đối thấp (37 - 39°C), cho nên trong quá trình chiếu xạ vi sóng, thất thoát khá nhiều do bay hơi. Kết quả là hiệu suất phản ứng không cao mặc dù đã sử dụng công suất thấp nhất (80 W) và dùng phương pháp chiếu xạ gián đoạn (tức là cứ 30 giây thì dừng lại 10 giây, lắ, rồi chiếu xạ tiếp).

Cùng điều kiện nhiệt độ và thời gian phản ứng, hiệu suất phản ứng dưới sự chiếu xạ vi sóng cao hơn phương pháp đun khuấy từ vì vi sóng kích hoạt phản ứng tốt hơn đun nóng cổ điển.

So với chiếu xạ vi sóng thì chiếu xạ siêu âm cho phản ứng xảy ra “êm dịu” hơn, được minh chứng là hiệu suất phản ứng trong trường hợp bromur etil tăng lên rất rõ. Tuy nhiên, phương pháp siêu âm có hạn chế là cần nhiều thời gian hơn so với phương pháp vi sóng.

Dựa trên cơ chế, phản ứng S<sub>N</sub><sup>2</sup> chịu ảnh hưởng hiệu ứng lập thể và hiệu ứng điện tử. Do đó, dây alkil càng dài phản ứng xảy ra càng khó khăn.

## 2. Giai đoạn 2

Các tetrafluoroborat 1-*n*-alkil-3-metilimidazolium được điều chế thông qua sự hoán vị giữa anion bromur và anion tetrafluoroborat do muối tetrafluoroborat natrium 10 cung cấp.



Sự hoán vị này tạo ra bốn sản phẩm tetrafluoroborat lần lượt như sau: 1-etil-3-metilimidazolium 11, 1-*n*-butil-3-metilimidazolium 12, 1-*n*-hexil-3-metilimidazolium 13, 1-*n*-octil-3-metilimidazolium 14.

Vì sử dụng dung môi axeton dễ bay hơi trong giai đoạn này, nên không chiếu xạ vi sóng phản ứng. Đầu tiên, khảo sát hiệu suất phản ứng điều chế [C<sub>n</sub>mim]BF<sub>4</sub> theo thời gian dưới sự hỗ trợ của siêu âm. Sau đó áp thời gian tối ưu là 2 giờ qua phương pháp khuấy từ nhiệt độ phòng. Kết quả tối ưu thu được ghi trong Đồ thị 1.

Bây giờ phản ứng chỉ là sự hoán vị giữa hai anion với nhau, cho nên hợp chất nào càng hòa tan tốt trong axeton sẽ có độ phản ứng càng cao,

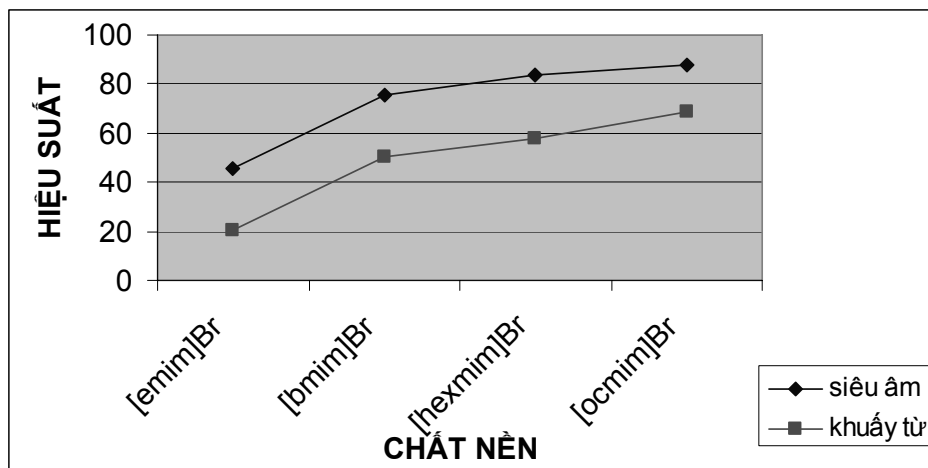
mà dây alkil càng dài thì hợp chất tương ứng càng hòa tan tốt trong axeton.

Phương pháp siêu âm cho hiệu suất cao hơn khuấy từ. Siêu âm kích hoạt phản ứng qua hiện tượng “vỡ bọt”, cung cấp năng lượng rất lớn làm xáo trộn tác chất và chất nền tốt hơn so với khuấy từ thông thường.

## 3. Xác định hàm lượng Na<sup>+</sup> và Br<sup>-</sup>

Qua kết quả kiểm tra lượng ion Na<sup>+</sup> và Br<sup>-</sup> trong mẫu [C<sub>8</sub>mim]BF<sub>4</sub> sau khi tinh chế bằng hai phương pháp: phương pháp lọc qua silica gel (phương pháp A) và phương pháp ly trích bằng nước lạnh (phương pháp B), chúng tôi nhận thấy tinh chế sản phẩm bằng cách rửa với nước được

làm lạnh (phương pháp B) cho sản phẩm sạch hơn [15].



Đồ thị 1: So sánh hiệu suất phản ứng tối ưu giữa chiếu xạ siêu âm và khuấy từ

Bảng 2: Kết quả xác định hàm lượng  $\text{Na}^+$  và  $\text{Br}^-$

Tên chỉ tiêu	Kết quả thử nghiệm, %		
	Trước khi tinh chế	Phương pháp A	Phương pháp B
Hàm lượng $\text{Na}^+$	0,18	0,14	0,10
Hàm lượng $\text{Br}^-$	0,31	0,23	0,18

Như vậy phương pháp B có hiệu quả kinh tế hơn rất nhiều so với phương pháp A; tuy nhiên phương pháp B có hạn chế đối với những chất lỏng ion có dây alkyl ở cation ngắn, vì những chất lỏng ion này sẽ tan một phần trong nước, do đó sẽ ảnh hưởng đến hiệu suất.

#### 4. Xác định cơ cấu

Sau giai đoạn tinh chế, cơ cấu sản phẩm được xác định bằng phổ IR kết hợp với phổ NMR ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ).

a) Phổ IR: Các mũi hấp thụ trong phổ IR chỉ đặc trưng cho phần *N-n*-alkil-*N*-metilimidazolium. Do đó, phổ hồng ngoại của  $[\text{C}_n\text{mim}]\text{Br}$  và  $[\text{C}_n\text{mim}]\text{BF}_4$  tương tự nhau.

Bảng 3: Một số mũi hấp thụ chính trong phổ hồng ngoại của  $[\text{C}_n\text{mim}]\text{Br}$

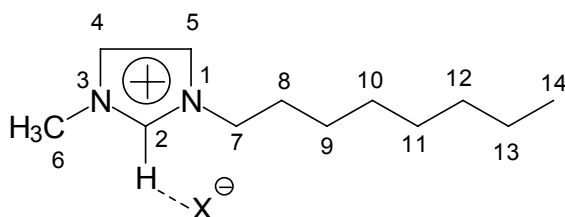
Độ dài sóng ( $\text{cm}^{-1}$ )			
$[\text{C}_2\text{mim}]\text{Br}$	$[\text{C}_4\text{mim}]\text{Br}$	$[\text{C}_6\text{mim}]\text{Br}$	$[\text{C}_8\text{mim}]\text{Br}$
3149	3148	3147	-
3094	3089	3087	-
-	2962	2960	2972
-	2873	2860	2853
1569	1569	1568	1568
1463	1464	1464	1464
1169	1168	1167	1168

Bảng 4: Một số mũi hấp thụ chính trong phổ hồng ngoại của  $[C_n\text{mim}]BF_4$

Độ dài sóng, $\text{cm}^{-1}$			
$[C_2\text{mim}]BF_4$	$[C_4\text{mim}]BF_4$	$[C_6\text{mim}]BF_4$	$[C_8\text{mim}]BF_4$
3164	3162	3161	3161
3122	3121	3121	3121
2989	-	-	-
-	2965	2932	2928
-	2876	2865	2858
1573	1572	1572	1572
1462	1465	1464	1464
1171	1170	1170	1171
1060	1060	1060	1061

Các kết quả thu được đều phù hợp với cơ cấu sản phẩm cần điều chế và phù hợp với số liệu phổ của các tác giả đi trước [16, 17].

b) Phổ NMR



Bảng 5: Độ dịch chuyển hóa học của các proton trong  $[C_n\text{mim}]Br$

$^1\text{H NMR}$ , $\delta$ (ppm, 500 MHz)				
$[C_2\text{mim}]Br$	$[C_4\text{mim}]Br$	$[C_6\text{mim}]Br$	$[C_8\text{mim}]Br$	Loại H
9,46	8,93	10,29	10,27	(s), 1H, C(2)H
7,55	7,66	7,68	7,73	(s), 1H, C(4)H
7,52	7,60	7,52	7,55	(s), 1H, C(5)H
4,32-436	4,31-4,33	4,32-4,35	4,32-435	(t), 2H, N(1)- $\text{CH}_2$
4,02	4,03	4,14	4,14	(s), 3H, N(3)- $\text{CH}_3$
-	1,37-1,97	-	-	(m), 4H, N(1)- $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_2\text{CH}_3$
-	-	1,29-1,94	-	(m), 8H, N(1)- $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$
-	-	-	1,26-1,93	(m), 12H, N(1)- $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$
1,57-1,60	0,97-1,00	0,86-0,88	0,85-0,88	(t), 3H, N(1)- $(\text{CH}_2)_n\text{CH}_3$

Nhìn chung phổ NMR  $^1\text{H}$  và  $^{13}\text{C}$  của  $[C_n\text{mim}]Br$  và  $[C_n\text{mim}]BF_4$  cho số lượng và vị trí mũi như nhau, điều này dễ hiểu, vì chúng có cùng cation và ảnh hưởng của anion trên phổ hầu như không có [15, 18, 19].

5. Chỉ số vật lý

Một số chỉ số vật lý của các sản phẩm đã được xác định [7, 16, 20].

IV - KẾT LUẬN

- Những kết quả nghiên cứu trên cho thấy việc điều chế chất lỏng ion bromur và tetrafluoroborat 1-alkil-3-metilimidazolium bằng các phương pháp khác nhau có hiệu suất khá cao. Mỗi phương pháp đều có ưu điểm và hạn chế riêng.

Bảng 6: Độ dịch chuyển hóa học của các proton trong [C<sub>n</sub>mim] BF<sub>4</sub>

<sup>1</sup> H NMR, δ (ppm, 500 MHz)				
[C <sub>2</sub> mim] BF <sub>4</sub>	[C <sub>4</sub> mim] BF <sub>4</sub>	[C <sub>6</sub> mim] BF <sub>4</sub>	[C <sub>8</sub> mim] BF <sub>4</sub>	Loại H
8,52	9,02	8,72	8,76	(s), 1H, C(2)H
7,39	7,72	7,44	7,39	(s), 1H, C(4)H
7,33	7,65	7,42	7,32	(s), 1H, C(5)H
4,11-412	4,16-4,19	4,16-4,19	4,15-4,18	(t), 2H, N(1)-CH <sub>2</sub>
3,79	3,86	3,94	3,94	(s), 3H, N(3)-CH <sub>3</sub>
-	1,24-1,81	-	-	(m), 4H, N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
-	-	1,28-1,88	-	(m), 8H, N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>3</sub>
-	-	-	1,22-1,88	(m), 12H, N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> CH <sub>3</sub>
1,38	0,89-0,92	0,84-0,87	0,85-0,88	(t), 3H, N(1)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> CH <sub>3</sub>

Bảng 7: Độ dịch chuyển hóa học của các loại cacbon trong [C<sub>n</sub>mim]Br

<sup>13</sup> C NMR, δ (ppm, 125 MHz)				
[C <sub>2</sub> mim]Br	[C <sub>4</sub> mim]Br	[C <sub>6</sub> mim]Br	[C <sub>8</sub> mim]Br	Loại C
136,17	136,47	136,83	137,03	C(2)
123,73	124,20	123,97	124,00	C(4)
122,23	122,96	122,40	122,30	C(5)
44,96	49,97	49,96	50,07	N(1)-CH <sub>2</sub>
36,57	36,69	36,69	36,73	N(3)-CH <sub>3</sub>
-	32,00	31,00	31,63	N(1)-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>
-	19,49	30,21	30,33	N(1)-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	25,77	28,98	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	22,29	28,92	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	-	26,21	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	-	22,53	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>2</sub>
15,68	13,56	13,91	14,04	N(1)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> CH <sub>3</sub>

Bảng 8: Độ dịch chuyển hóa học của các loại carbon trong [C<sub>n</sub>mim]BF<sub>4</sub>

<sup>13</sup> C NMR, δ (ppm, 125 MHz)				
[C <sub>2</sub> mim] BF <sub>4</sub>	[C <sub>4</sub> mim] BF <sub>4</sub>	[C <sub>6</sub> mim] BF <sub>4</sub>	[C <sub>8</sub> mim] BF <sub>4</sub>	Loại C
135,74	136,01	136,06	136,14	C(2)
123,60	123,79	123,85	123,86	C(4)
121,98	122,49	122,40	122,50	C(5)
44,84	49,60	49,97	50,04	N(1)-CH <sub>2</sub>
35,73	36,02	36,10	36,16	N(3)-CH <sub>3</sub>
-	31,84	31,00	31,68	N(1)-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>
-	19,24	29,96	30,5	N(1)-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	25,74	29,00	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	22,32	2889	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	-	26,17	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>2</sub>
-	-	-	22,57	N(1)-CH <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> CH <sub>2</sub>
14,80	13,24	13,87	14,04	N(1)-(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> CH <sub>3</sub>

Bảng 9: Chỉ số vật lí của [C<sub>n</sub>mim]Br và [C<sub>n</sub>mim]BF<sub>4</sub>

Chất lỏng ion	Tỷ trọng d, g/cm <sup>3</sup>	Chỉ số khúc xạ n <sub>D</sub> <sup>t</sup>	Độ nhớt (33°C), cP
[emim]Br	1,2770	1,4880 (29,2°C)	62,4
[bmim]Br	1,2550	1,5008 (29,0°C)	87,2
[hexmim]Br	1,2192	1,5105 (29,6°C)	219,1
[ocmim]Br	1,1636	1,5261 (29,8°C)	316,0
[emim]BF <sub>4</sub>	1,2532	1,4110 (29,7°C)	11,8
[bmim]BF <sub>4</sub>	1,2060	1,4200 (29,1°C)	52,4
[hexmim]BF <sub>4</sub>	1,1435	1,4262 (29,4°C)	82,3
[ocmim]BF <sub>4</sub>	1,1082	1,4300 (29,6°C)	104,4

Bảng 10: Độ hòa tan của các sản phẩm [C<sub>n</sub>mim]Br

Dung môi	[emim]Br	[bmim]Br	[hexmim]Br	[ocmim]Br
Axetat etil	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Dietil ete	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Ete dầu	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Toluen	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Benzen	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Diclorometan	tan ít	tan ít	tan ít	tan ít
Axeton	tan ít	tan	tan	tan
Cloroform	tan	tan	tan	tan
Acetonitril	tan	tan	tan	tan
Metanol	tan	tan	tan	tan
Etanol	tan	tan	tan	tan
<i>n</i> -Butanol	tan	tan	tan	tan

Bảng 11: Độ hòa tan của các sản phẩm [C<sub>n</sub>mim]BF<sub>4</sub>

Dung môi	[emim]BF <sub>4</sub>	[bmim]BF <sub>4</sub>	[hexmim]BF <sub>4</sub>	[ocmim]BF <sub>4</sub>
Axetat etil	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Dietil ete	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Ete dầu	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Toluen	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Benzen	Không tan	Không tan	Không tan	Không tan
Diclorometan	tan ít	tan ít	tan ít	tan ít
Axeton	tan ít	tan	tan	tan
Cloroform	tan	tan	tan	tan
Axetonitril	tan	tan	tan	tan
Metanol	tan	tan	tan	tan
Etanol	tan	tan	tan	tan
<i>n</i> -Butanol	tan	tan	tan	tan

- Phản ứng giữa *N*-metilimidazolium và bromur alkil là phản ứng cần cung cấp nhiệt, xảy ra tốt trong điều kiện không dung môi. Phương pháp vi sóng cho hiệu suất khá cao trong thời gian vài phút. Độ phản ứng giảm dần theo chiều dài của dây alkil.

- Sự hoán vị hai anion được tiến hành trong dung môi và cần có sự khuấy trộn. Phương pháp siêu âm cho hiệu suất phản ứng cao hơn nhiều so với phương pháp khuấy từ ở nhiệt độ phòng. Độ phản ứng tăng dần theo chiều dài của dây alkil.

- Khảo sát sự điều chế một số chất lỏng ion bromur và tetrafluoroborat tạo điều kiện nghiên cứu về chất lỏng ion tốt hơn, đa diện hơn ở Việt Nam.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Peter Wasserscheid, Tom Welton (Eds). *Ionic liquids in Synthesis*. Wiley-VCH. Weinheim (2003).
- Koichi Mikami (Eds). *Green Reaction Media in Organic Synthesis*. Blackwell. Kundli (2005).
- Special issue of *Green Chemistry*. *Chemical Reviews*, 107(6), 2167 - 2820 (2007).
- Võ Thị Mỹ Lộc, Lê Ngọc Thạch. Tuyển tập các Công trình. Hội nghị Khoa học và Công nghệ Hóa học Hữu cơ Toàn quốc lần thứ 3, Hà Nội, 31/11/2005, 87 - 90 (2005).
- Dương Thị Ánh Tuyết, Lê Ngọc Thạch. Tuyển tập các Công trình. Hội nghị Khoa học và Công nghệ Hóa học Hữu cơ Toàn quốc lần thứ 4, Hà Nội 20/10/2007, 721 - 725 (2007).
- Koen Binnemans. *Chemical Reviews*, 105(11), 4148 - 4204 (2005).
- Nidhi Jain, Anil Kumar, Sushma Chauhan, S. M. S. Chauhan. *Tetrahedron*, 61, 1015 - 1060 (2005).
- J. S. Wilkes, J. A. Lervinsky, R. A. Wilson. C. L. Hussey. *Inorg. Chem.*, 21, 1263 - 1264 (1982).
- Vasudevan V. Namboodiri, Rajender S. Varma. *Organic Letters*, 4, 3161 - 3463 (2002).
- Maggel Deetlefs, Kenneth R. Seddon. *Green Chem.*, 5, 181 - 186 (2003).
- Mukesh Boble, Anil Kumar Kruthiventi. *Green Chemistry & Engineering*. Academic Press. Burlington (2007).
- Vasudevan V. Namboodiri, Rajender S. Varma. *Tetrahedron Letters*, 43, 5381 - 5383 (2002).
- André Loupy (Eds). *Microwaves in Organic Synthesis*, Wiley-VCH, Weinheim (2006).
- Timothy J. Mason, John P. Lorimer. *Applied Sonochemistry*, Wiley-VCH, Weinheim (2002).
- Seongsoon Park, Romas J. Kazlauskas. *J. Org. Chem.*, 66, 8395-8401 (2001).
- John D. Holbrey, Kenneth R. Seddon. *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 2133 - 2139 (1999).
- Paulo A. Z. Suarez, Jean E. L. Dulus, Sandra Einloft, Roberto F. De Souza, Jairton Dupont. *Polyhedron*, 15, 1217 - 1219 (1996).
- Ki-Sub Kim, Bea-Kun Shin, Huen Lee. *Korean J. Chem. Eng.*, 21, 1010 - 1014 (2004).
- Rajender S. Varma, Vasudevan V. Namboodiri. *Pure Appl. Chem.*, 73, 1309 - 1313 (2001).
- Rika Hagiwara, Yasuhiko Ito. *Journal of Fluorine Chemistry*, 105, 211 - 227 (2000).