

共溶剂存在下 *N*-烯丙基吡啶氯盐离子液体对 纤维素的溶解性能研究^{*}

赵地顺^{1**} 付林林^{1,2} 张 娟¹ 李 贺¹ 刘猛帅¹ 付江涛¹ 王 薇¹

(¹河北科技大学化学与制药工程学院 石家庄 050018)

(²河北华飞科技咨询有限责任公司 石家庄 050032)

摘 要 采用一步法合成 *N*-烯丙基吡啶氯盐离子液体([APy]Cl),考察其对纤维素的溶解性能.结果发现,在120℃下对棉浆粕(聚合度(DP)=556)的溶解度可高达19.71%,但再生后聚合度为223,热降解严重.通过添加不同种类共溶剂的方法克服此缺点.结果表明,有机溶液(DMSO, DMAc, DMF 或吡啶)作为[APy]Cl的共溶剂时,[APy]Cl/DMAc 复合溶剂对棉浆粕的溶解效果最佳,100℃下溶解度为15.03%,再生后聚合度为403.此外降低了溶剂成本.但70℃下,溶解度仅为1.36%,溶解能力较弱.继续探讨了[AMIM]Cl作为[APy]Cl的共溶剂时对纤维素的溶解性能,结果表明,70℃下,[APy]Cl/[AMIM]Cl复合溶剂对棉浆粕的溶解度为8.78%,再生后聚合度为516.可知添加上述2种共溶剂均使[APy]Cl在低于自身熔点下形成液体并能够溶解一定量纤维素,拓宽了溶解温度区间及应用平台.对FTIR, XRD 和 TGA 谱图分析,结果表明上述为纤维素的直接溶剂,可将其晶型由I型转变成II型,再生后热稳定性稍有降低.通过照片和SEM表明再生膜无色透明,结构致密.

关键词 离子液体, 纤维素, 合成, 共溶剂, 溶解

自然界中储量丰富、价格低廉地可再生资源——纤维素的开发与利用对解决人类面临的环境污染和能源危机问题具有重要意义.但由于存在大量的氢键以及结晶区和非结晶区共存的复杂形态结构,天然纤维素具有不熔融和在多数溶剂中不溶解的特点,直接影响其加工使用性能^[1].因此对纤维素具有高效溶解性能溶剂的研制是纤维素资源利用的重要途径之一.目前报道的纤维素溶剂有LiCl/DMAc^[2]、NMMO^[3]、碱溶剂^[4-6]、磷酸/多聚磷酸复合溶剂^[7]等,但存在不稳定、价格昂贵、不易回收等缺点.开发对环境友好、高效地纤维素溶剂仍是目前亟待解决的问题.

离子液体作为一类非衍生化纤维素溶剂,在研究中呈现出良好的发展态势^[8].报道较多的为咪唑类离子液体,例如1-丁基-3-甲基咪唑氯盐([BMIM]Cl)^[9]、1-乙基-3-甲基咪唑醋酸盐([EMIM]OAc)^[10]、1-乙基-3-甲基咪唑磷酸二乙酯([EMIM]DEP)^[11]离子液体等.而对吡啶类离

子液体溶剂研究较少,除由于对纤维素的溶解能力有限外,自身熔点较高,导致溶解温度偏高,再生纤维素的聚合度、结晶度及力学强度大大降低,以至于影响其后续使用也是重要原因.如*N*-丁基吡啶溴盐离子液体([BPy]Br)^[12],120℃下对麦秸秆溶解度仅有1.37%;1-丁基-3-甲基吡啶氯盐离子液体([3MBPy]Cl)^[13],熔点为95℃,105℃下溶解棉短绒(聚合质(DP)=1198),加水再生后聚合度降低到368.本文研究了[APy]Cl对纤维素的溶解性能,并提出添加共溶剂,由于共溶剂的溶剂化作用,使得[APy]Cl能够在低于自身熔点温度下呈液态,此外还有降低溶剂体系黏度,对纤维素有一定溶胀甚至溶解的作用,以期达到优化溶解条件的目的.

1 实验部分

1.1 试剂

棉浆粕, DP=556, 河北吉藁化纤有限责任公

* 2011-12-27 收稿, 2012-03-06 修稿; 国家自然科学基金(基金号 20976107)和河北科技大学 2011 年度大学生科技创新基金资助项目.

** 通讯联系人, E-mail: dishunzhao@yahoo.com.cn

司;脱脂棉,徐州市旭康卫生材料有限责任公司;氯丙烯,98%,上海晶纯试剂有限公司;其余试剂为分析纯(天津市大茂化学试剂厂)。

1.2 分析测试仪器

偏光显微镜,XP-203 型;冷冻干燥机,LGJ-10 型;锥板黏度计,NRH-CAP-2;傅立叶变换红外光谱仪(FTIR),FTS-135 型,KBr 压片;X-射线衍射仪(XRD),E-1020 型,条件为 Cu (40 kV, 150 mA);同步热分析仪(DSC-TGA),TG209 型,升温速率 10 K/min, N₂ 氛围;液相色谱-质谱联用仪(LC-MS),LC-MS2010EV 型,甲醇作溶剂;核磁共振氢谱仪(¹H-NMR),AVANCE500MHz,溶剂为 CDCl₃。

1.3 离子液体的合成及表征

1-烯丙基-3-甲基咪唑氯盐离子液体([AMIM]Cl)的合成参照文献^[14]。考虑到离子液体中含微量水会降低其对纤维素的溶解性^[15]及[APy]Cl 的吸湿性,将文献^[16]中水溶剂改为无水乙醚,具体流程是将吡啶、氯丙烯按摩尔比 1:1.1 混合置于三口烧瓶中,加入无水乙醚作溶剂并充 N₂ 保护,在 60℃ 下回流反应 12 h,减压抽滤除去溶剂得到粗产品。用乙酸乙酯洗涤粗产品 3 次后冷冻干燥 24 h 得到浅黄褐色粉末状的目标化合物,产率为 68%。熔点为 113.7℃;互溶性:与强极性的溶剂互溶,如水、二甲基亚砷、*N,N*-二甲基甲酰胺、*N,N*-二甲基乙酰胺、乙醇等;与弱极性溶剂不互溶,如丙酮、二氯甲烷、环己烷等。FTIR (KBr) $\nu(\text{cm}^{-1})$: 3047 ($\nu(\text{C-H})$ 吡啶环上), 1631 ($\nu(\text{C=N})$ 吡啶环上和 $\nu(\text{C=C})$ 烯丙基上), 1487 ($\nu(\text{C=C})$ 吡啶环上)。¹H-NMR (CDCl₃, 500 MHz, δ): 9.72 (d, 2H, HC—N=CH), 8.59 (t, 1H, C—H 吡啶环上), 8.19 (t, 2H, C—H 吡啶环上), 6.16 ~ 6.24 (m, 1H, CH=CH₂), 5.78 (d, 2H, N—CH₂), 5.51 ~ 5.70 (q, 2H, CH=CH₂)。MS (+eV) m/z (%): 120 (13) 代表阳离子, 275 (100) 和 277 (33) 代表两分子阳离子与一分子阴离子形成的二聚体。

1.4 纤维素的溶解

准确称取一定质量的溶剂于单口烧瓶中加热至某一温度,在磁力搅拌下形成均一液体后分多次加入纤维素,若加入的纤维素在 2 h 内不能完全溶解,则认为溶解结束。溶解过程使用偏光显微镜观察。测定溶解时间、溶解度和再生纤维素的聚合度。其中溶解时间(T_s)规定为溶解度达到 1%

时所需的时间,min;溶解度(S_a)=溶解纤维素的质量/离子液体的质量×100%;DP 参照国标 GB5888-86,铜乙二胺溶液为纤维素溶剂,采用乌氏黏度计测定溶液黏度,其中再生纤维素聚合度的测定均为溶解 1 h 后得到的。

1.5 纤维素的再生及离子液体的回收

将溶解时间为 1 h 的纤维素/离子液体溶液均匀的涂在玻璃板上,用另一块玻璃板水平覆在上面,放入乙醇溶液中浸泡 5 h,抽出模板,继续浸泡至离子液体完全进入到乙醇溶液中,室温下晾干数日即可得到再生纤维素膜。利用 FTIR, XRD 和 DSC-TGA 进行表征分析。

收集乙醇/离子液体溶液,经减压蒸馏除去乙醇后即可回收离子液体,回收率达到 97%。

2 结果与讨论

2.1 [APy]Cl 对棉浆粕的溶解性能

由表 1 可知,[APy]Cl 能够溶解棉浆粕纤维素,在 120℃ 下,溶解时间为 15 min,溶解度可达 19.71%。温度对[APy]Cl 溶解纤维素的影响较大。随温度升高,溶解时间缩短,溶解度增加,再生纤维素的聚合度降低。主要是由于温度越高,体系的自由能越低,纤维素分子链段的活动能力越强,利于溶解,但在溶剂分子打开纤维素分子间及分子内氢键过程中,也打开了分子间的糖苷键,使得分子链断裂。此外,温度较高时纤维素可发生各种“热”分解反应生成小分子量或其他挥发性物质^[17],表现为聚合度的降低。[APy]Cl 作为纤维素的溶剂,溶解度较高,溶解速度较快,但在一些应用上,如制备纺丝液,聚合度的过度降低是不期望发生的。因此,需要对[APy]Cl 溶解纤维素条件进行优化,提出了采用添加不同种类共溶剂的方法。

Table 1 The solubility of cotton linter pulp in [APy]Cl at various temperatures

Temperature (°C)	T_s (min)	S_a (%)	DP_r^a
115	36	14.72	256
120	15	19.71	223
125	12	21.12	167
130	7	22.72	134
135	5	24.43	116

^a DP_r of the regenerated cellulose

2.2 添加有机溶液作为共溶剂对纤维素溶解性能的影响

由表 2 可知,在 120℃ 时,一定量有机溶剂

DMAc 的添加基本没有影响 [APy]Cl 对棉浆粕的溶解性能. 这可能是由于在溶解过程中纤维素分子主要起到质子给予体的作用, 呈现酸性, 相反溶剂分子应为质子接受体, 呈现碱性, 添加有机溶剂后, 由于有机溶剂与离子液体的协同作用, 使得复合溶剂的氢键酸性参数值降低, 而氢键碱性参数值与未添加前基本一样, 故没有影响对纤维素的溶解能力^[18]. 由于 DMAc 溶剂的介电常数比较大 (25℃ 下, $\epsilon = 37.78$), 能减弱 [APy]Cl 中带相反电荷的离子间的吸引力, 使其发生溶剂化而分散进入 DMAc 中, 即 [APy]Cl/DMAc 能够在低于 [APy]Cl 熔点温度下变为液态, 为其实现相对较低温度下溶解纤维素提供了可能, 并通过实验得到证实, 100℃ 下对棉浆粕的溶解度为 15.03%. 对比添加的 4 种共溶剂, [APy]Cl/吡啶复合溶剂对棉浆粕的溶解效果最不好, 主要是由于吡啶是

其中唯一与 [APy]Cl 发生部分互溶的溶液, 体系黏度过大, 如 3% 棉浆粕/[APy]Cl/DMAc 溶液黏度为 612 mPa·s, 而 3% 棉浆粕/[APy]Cl/吡啶溶液黏度为 2258 mPa·s, 且已溶解的纤维素大分子高浓度的分散在未溶解纤维素的周围, 对此形成包埋作用, 增大溶剂离子扩散和纤维素分子链运动的阻力, 不利于溶解. 因此应该选择与离子液体具有良好互溶性, 不含有活泼氢质子 (防止与纤维素上羟基竞争与离子液体形成氢键作用), 且对纤维素有一定溶胀作用的溶液作为共溶剂效果最佳. 此外, 有机溶液的添加降低了离子液体纤维素溶剂的成本. 但也存在溶解温度低时对纤维素的溶解能力较弱的缺陷, 如 70℃ 下, 溶解度仅为 1.36%. 故探讨了添加另一种类离子液体的作为 [APy]Cl 的共溶剂, 以期实现在温度较低时对纤维素也有较好的溶解性能.

Table 2 The solubility of cotton linter pulp in [APy]Cl and organic cosolvents

Solvent	Mass fraction of cosolvent (%)	Temperature (℃)	<i>T</i> _g (min)	<i>S</i> _a (%)	DP _r
[APy]Cl	—	120	4	19.71	223
[APy]Cl/DMAc	30	70	106	1.36	521
[APy]Cl/DMAc	30	80	47	3.14	507
[APy]Cl/DMAc	30	90	20	6.84	458
[APy]Cl/DMAc	30	100	12	15.03	403
[APy]Cl/DMAc	30	110	5	17.52	337
[APy]Cl/DMAc	30	120	3	19.53	271
[APy]Cl/DMSO	30	100	18	11.87	398
[APy]Cl/DMF	30	100	10	10.92	387
[APy]Cl/Pyridine	30	100	8	7.90	413

2.3 添加离子液体作为共溶剂对纤维素溶解性能的影响

添加一定质量的 [AMIM]Cl, 由于 2 种物质均为离子化合物, 混合后阳离子 [AMIM]⁺ 和 [APy]⁺ 对阴离子 Cl⁻ 的静电作用力不同, 致使 [APy]⁺ 与 Cl⁻ 间的离子键键能降低, [APy]Cl/[AMIM]Cl 复合溶剂的熔点降低. 由表 3 可知, 与单一溶剂 [APy]Cl 相比, 拓宽了可溶解纤维素的温度区间, 在 70℃ 下对棉浆粕的溶解度达 8.78%, 再生后基本没发生降解, 表明此复合溶剂对纤维素具有良好的溶解性能. 与单一溶剂 [AMIM]Cl 相比, 溶解时间缩短, 溶解度略有提高. 主要是由于在 80℃ 下, 测得 [AMIM]Cl 的黏度为 175 mPa·s, [APy]Cl/[AMIM]Cl 复合溶剂的黏度为 87 mPa·s, 溶剂黏度降低, 流动性好, 利于阴阳离子扩散到纤维素分子的表面, 促进溶解.

由此可见选择与能够降低 [APy]Cl 熔点的另一种离子液体 (如 [AMIM]Cl) 配成复合溶剂后可实现在相对较宽的温度范围内溶解一定量的纤维素. 可以根据产品性质的要求和加工工艺的特点, 权衡考虑溶解度、再生后聚合度、溶液黏度等因素选择合适的溶解温度, 拓宽了离子液体在纤维素领域的应用范围.

2.4 纤维素溶解过程的形貌观察

图 1 为 80℃ 下, [APy]Cl/[AMIM]Cl 溶解棉浆粕的偏光显微镜照片. 从图中可以清楚观察到刚放进去时, 纤维素丝较长, 相互缠绕, 由于纤维素细胞壁内外离子类型和浓度不同, 产生了渗透压, 使溶剂离子向纤维素内部渗透, 3 min 时的偏光照片就已显现纤丝发生明显溶胀, 随时间延长, 纤维素逐渐变细、变短, 直至完全溶解.

Table 3 The solubility of cotton linter pulp in different kinds of solvents

Solvent	Mass fraction of cosolvent (%)	Temperature (°C)	T_s (min)	S_a (%)	DP_r
[APy] Cl	—	120	4	19. 71	223
[AMIM] Cl	—	80	23	9. 48	489
[AMIM] Cl	—	100	14	11. 75	421
[APy] Cl/[AMIM] Cl	50	70	35	8. 78	516
[APy] Cl/[AMIM] Cl	50	80	18	11. 73	497
[APy] Cl/[AMIM] Cl	50	90	10	12. 83	471
[APy] Cl/[AMIM] Cl	50	100	7	13. 92	437
[APy] Cl/[AMIM] Cl	50	110	5	16. 34	359
[APy] Cl/[AMIM] Cl	50	120	4	18. 90	276

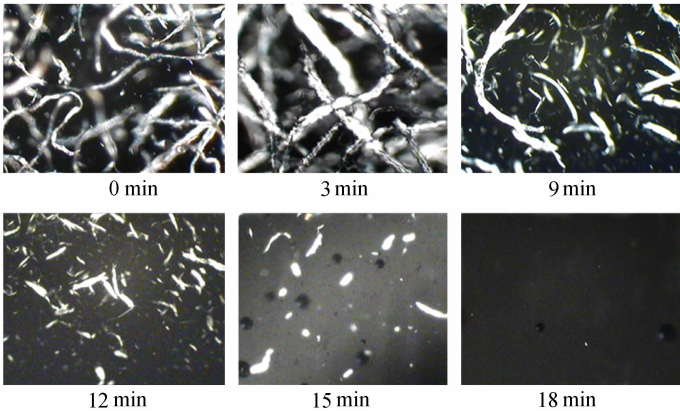


Fig. 1 Polarizing microscope photographs ($\times 100$) cotton linter pulp dissolution in[APy] Cl/[AMIM] Cl at different time

2.5 再生纤维素的结构表征

图2为溶解再生前后纤维素的红外光谱图. 由图可知, 与原纤维素相比, 再生后纤维素各主要特征峰出现波数十分相近, 说明溶解过程中, 纤维素没有发生衍生化反应, 即这些溶剂对纤维素是直接溶解.

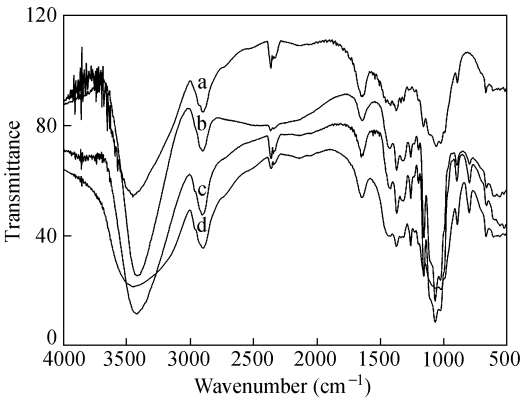


Fig. 2 FTIR spectra of original cellulose (a) and regenerated celluloses from different solvents (b ~ d): [APy] Cl (b), [APy] Cl/DMAc (c) and [APy] Cl/[AMIM] Cl (d)

图3为溶解再生前后纤维素的XRD谱图. 由

图可知, 原纤维素具有纤维素Ⅰ晶型的特征峰 ($2\theta = 14.7^\circ, 16.4^\circ, 22.5^\circ$), 溶解再生后在 $2\theta = 20^\circ \sim 35^\circ$ 范围内出现衍射峰, 为纤维素Ⅱ晶型, 表明溶解再生处理后纤维素晶型发生转变, 且结晶度有所降低. 在固化成型过程中, 纤维素表面的羟基与凝固浴分子存在快速氢质子交换过程, 由于时间太短而没有来得及形成致密的氢键网络结构所致. 此外, 尽管经过长时间的浸泡再生纤维素膜中仍可能残存微量的离子液体, 都会导致结晶度降低.

图4为溶解再生前后纤维素的热重图. 由图可知, 再生纤维素的热分解温度有所降低, 说明热稳定性稍有降低. 这可能是纤维素经溶解再生处理后, 结晶度降低, 分子间氢键数目相对减少, 使分子间作用力减弱, 分子链活动更加自如, 导致热分解温度降低, 温度区间减少.

由图5可以看出, 溶解再生得到的纤维素膜无色透明, 不同于赛璐玢因采用黏胶工艺制成, 不可避免的含有微量硫元素而发黄. 由偏光显微镜和SEM照片可知再生膜的结构致密. 纤维素作为一种膜材料, 可依据要求, 使用不同的制作方法得

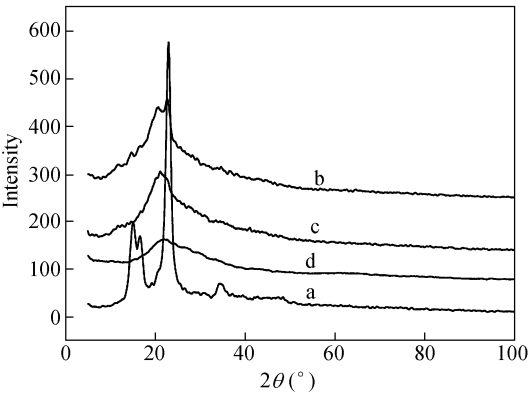


Fig. 3 XRD spectra of original cellulose (a) and regenerated celluloses from different solvents (b ~ d): [APy] Cl (b), [APy] Cl/DMAc (c), [APy] Cl/[AMIM] Cl (d)

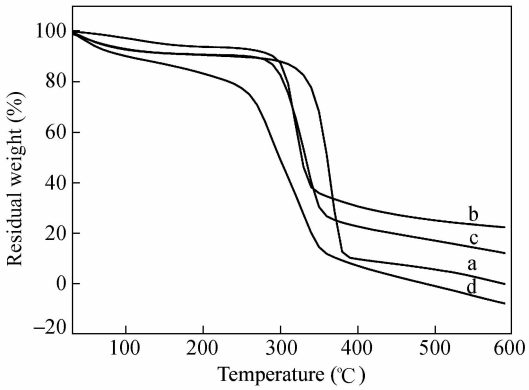


Fig. 4 TGA spectra of original cellulose (a) and regenerated celluloses from different solvents (b ~ d): [APy] Cl (b), [APy] Cl/DMAc (c), [APy] Cl/[AMIM] Cl (d)

到多孔的、致密的、对称的、非对称等多种特性分离膜。

3 结论

通过一步法合成的 *N*-烯丙基吡啶氯盐离子液体,在 120℃ 下可以溶解 19.71% 的棉浆粕纤维素,溶解度相对较高,但溶解过程发生严重的热降解。添加一定量有机溶剂 DMAc 作为 [APy] Cl 的

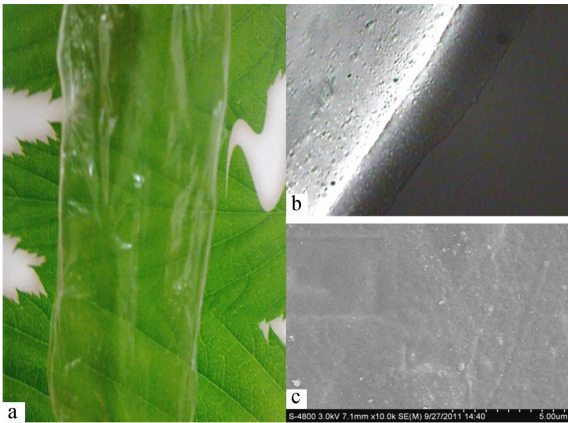


Fig. 5 Photograph (a), polarized optical image × 100 (b) and SEM micrograph × 10.0 k (c) of the regenerated cellulose membrane from [APy] Cl/[AMIM] Cl at 80℃

共溶剂,120℃ 下基本没有影响对纤维素的溶解能力,且实现了溶解温度的降低,热降解程度的减轻。对比添加的四种有机溶液 (DMSO , DMAc , DMF 和吡啶), [APy] Cl/DMAc 复合溶剂对棉浆粕的溶解性能最佳,100℃ 下,溶解度为 15.03% ,再生后聚合度为 403。而改为 [AMIM] Cl 作共溶剂时, [APy] Cl/[AMIM] Cl 复合溶剂对棉浆粕具有更优的溶解性,70℃ 下溶解度为 8.78% ,再生后聚合度为 516,降解程度大大减弱。两类共溶剂的添加均可使 [APy] Cl 在低于自身熔点温度下形成均一液体并溶解一定质量的纤维素,拓宽了可溶解温度区间以及利用平台。例如将溶解作为纤维素水解或酶解前的预处理过程,需破坏其结晶区、降低聚合度,可选择较高溶解温度;而作为纺丝溶剂,为保证成型后保持较高的力学强度则应选择相对低的溶解温度。对再生纤维素膜的 FT-IR、XRD 和 TGA 谱图分析表明上述溶剂均为纤维素的直接溶剂,溶解过程纤维素由 I 晶型转变为 II 晶型,结晶度降低,导致热稳定性有所降低。溶解再生后可以得到无色透明、结构致密的纤维素膜,可以作为一种膜材料。

REFERENCES

1 Mohanty A K, Misra M, Drzal L T. Polym Environ, 2002, 10 (1) : 19 ~ 26
2 Wang Yan (王岩), He Jing (何静), Liu Ting (路婷), Pu Junwen (蒲俊文). Journal of Beijing Forestry University (北京林业大学学报), 2006, 28 (1) : 114 ~ 116
3 Olga B, Patrick N. Polymer, 2003, 44 (4) : 1035 ~ 1039
4 Zhao Dishun (赵地顺), Li He (李贺), Liu Mengshuai (刘猛帅), Fu Linlin (付林林), Zhang Juan (张娟). Chemical Journal of Chinese University (高等学校化学学报), 2011, 32 (7) : 1629 ~ 1633
5 Zhang S, Li F X, Yu J Y, Hsieh Y L. Carbohydr Polym, 2010, 81 (3) : 668 ~ 674

- 6 Zhang Shuai(张帅), Li Faxue(李发学), Yu Jianyong(俞建勇). *Melliand China*(国际纺织导报), 2010, (2): 6 ~ 8, 40
- 7 Li Zhengguo(李振国), Yu Junrong(于俊荣), Hu Panpan(胡盼盼), Hu Zuming(胡祖明), Liu Zhaofeng(刘兆峰). *Journal of Donghua University: Natural Science*(东华大学学报(自然科学版)), 2009, 35(1): 13 ~ 16, 22
- 8 Lu Aang(吕昂), Zhang Lina(张俐娜). *Acta Polymerica Sinica*(高分子学报), 2007, (10): 937 ~ 944
- 9 Swatloski, R P, Spear, S K, Holbrey, J D, Rogers, R D. *J Am Chem Soc*, 2002, 124: 4974 ~ 4975
- 10 Vitz J, Erdmenger T, Haensch C, Ulrich S. *Green Chem*, 2009, 11: 417 ~ 424
- 11 Zhao D S, Li H, Zhang J, Fu L L, Liua M S, Fu J T, Ren P B. *Carbohydr Polym*, 2012, 87: 1490 ~ 1494
- 12 Liu Yanhong(刘雁红), Deng Yu(邓宇). *Transactions of the CSAE*(农业工程学报), 2009, 25(9): 259 ~ 263
- 13 Heinze T, Schwikal K, Barthel S. *Macromol Biosci*, 2005, 5: 520 ~ 525
- 14 Ren Qiang(任强), Wu Jin(武进), Zhang Jun(张军), He Jiasong(何嘉松), Guo Meili(过梅丽). *Acta Polymerica Sinica*(高分子学报), 2003, (3): 448 ~ 451
- 15 Heinze T, Dorn S, Schöbitz M, Liebert T, Köhler S, Meister F. *Macromol Symp*, 2008, 262(2): 8 ~ 22
- 16 Mutterstandt B B, Bad Durkheim A O, Leimen R W, Frankenthal U S. *Ger Pat*, US patent, C08g, 5 606 067. 1997-02-25
- 17 Gao Jie(高洁), Tang Liegui(汤烈贵). *Science of Cellulose*(纤维素科学). Beijing(北京): Science Press(科学出版社), 1996. 199 ~ 202

STUDY ON THE DISSOLUTION OF CELLULOSE IN N-ALLYLPYRIDINIUM CHLORIDE IONIC LIQUID AND CO-SOLVENT COMPOSITES

Di-shun Zhao¹, Lin-lin Fu^{1,2}, Juan Zhang¹, He Li¹, Meng-shuai Liu¹, Jiang-tao Fu¹, Wei Wang¹

(¹*School of Chemistry & Pharmaceutical Engineering, Hebei University of Science & Technology, Shijiazhuang 050018*)

(²*Hebei Huafei Science & Technology Consultation Co. Ltd., Shijiazhuang 050032*)

Abstract *N*-allylpyridinium chloride ionic liquid ([APy]Cl) was synthesized by one-step process and its property of dissolving cellulose was investigated. The results showed that the solubility of cotton linter pulp cellulose (degree of polymerization (DP) = 556) was 19.71% at 120°C, and the thermostability of regenerated cellulose (DP = 223) seriously decreased. The performance of regenerated cellulose could be enhanced by adding cosolvents into [APy]Cl. Compared with other cosolvent (DMSO, DMF or pyridine), the [APy]Cl/DMAc composite solvent exhibited a better dissolution to cotton linter pulp cellulose. The solubility was 15.03% and the DP of regenerated cellulose was 403 at 100°C with lower cost. But the solubility of [APy]Cl/DMAc was only 1.36% at 70°C. So, the [APy]Cl/1-*N*-allyl-3-methylimidazolium chloride ionic liquid ([AMIM]Cl) solvent was discussed afterwards. The results showed that the solubility of cotton linter pulp was 8.78% and the DP of regenerated cellulose was 516 in [APy]Cl/[AMIM]Cl composite solvent at 70°C. Besides, [APy]Cl/DMAc and [APy]Cl/[AMIM]Cl were liquid respectively below the melting point of [APy]Cl and they were the potential cellulose solvent. The FTIR, XRD and TGA spectrograms showed that these solvents were non-derivatizing solvents for cellulose, the cellulose was changed from cellulose I to cellulose II during dissolution and regeneration and the thermal stability of the regenerated cellulose slightly decreased. The photographs and SEM image indicated that the regenerated cellulose membrane was homogeneous and dense.

Keywords Ionic liquid, Cellulose, Synthesize, Cosolvent, Dissolution