

سنتر اتیل‌متیل کربنات به عنوان حلال در الکترولیت باتری

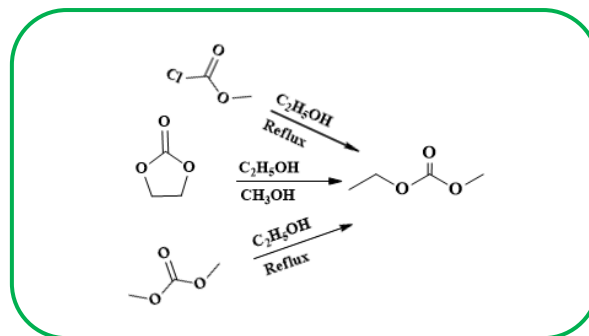
مهدی شیرازی، احسان رجبی روزبهانی*، محمد جواد تقی زاده، مصطفی نجفی

ایران، تهران، دانشگاه جامع امام حسین (ع)، دانشکده علوم پایه، گروه شیمی

تاریخ دریافت: ۱۱ آذر ۱۴۰۳ تاریخ پذیرش: ۶ فروردین ۱۴۰۴

چکیده: اتیل-متیل کربنات (EMC) یک کربنات آلیفاتیک نامتقارن است. این ترکیب یک حلال آلی خوب و واسطه‌ای شیمیایی است که کاربردهای گسترده‌ای در پوشش‌های رنگ، سنتر آلی، دارو و افزودنی‌های سوخت دارد. این ترکیب به‌طور گسترده به‌عنوان حلال برای تسهیل تراکم در یون‌های الکتروشیمیایی گرافیت و همچنین برای اطمینان از عملکرد الکترولیت‌های مایع، در دمای بالا مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این پژوهش، برای سنتر اتیل‌متیل کربنات روش‌های مختلفی استفاده شده است. در روش اول، با استفاده از واکنش دی‌متیل کربنات و اتانول در حضور کاتالیست سدیم اتوکسید در شرایط مختلف، محصول مورد نظر حاصل نشد. در روش دوم نیز، با استفاده از واکنش اوره/اتانول/متانول در حضور مخلوط کاتالیستی آلومینیوم/روی اکسید، محصول مورد نظر تشکیل نشد. در روش سوم، با استفاده از واکنش اتیلن کربنات، اتانول، متانول و کاتالیست زئولیتی، اتیل‌متیل کربنات با خلوص ۵۱ درصد سنتر شد. در نهایت، در مسیر آخر با استفاده از متیل کلروفرمات، اتانول و ۱-متیل ایمیدازول به‌عنوان کاتالیست، اتیل‌متیل کربنات با خلوص نسبی ۸۸ درصد و بازده ۵۲ درصد سنتر شد. ساختار همه ترکیب‌های سنتر شده، توسط طیف‌بینی زیرقرمز، کروماتوگرافی گازی-طیف جرمی و طیف‌سنجی رزونانس مغناطیس هسته هیدروژن شناسایی شدند.

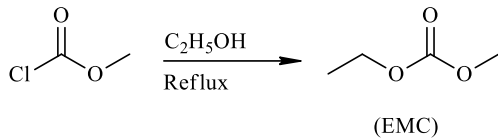
کلید واژه: کربنات آلیفاتیک، الکترولیت باتری، اتیلن کربنات، اتیل‌متیل کربنات، متیل کلروفرمات



۱- مقدمه

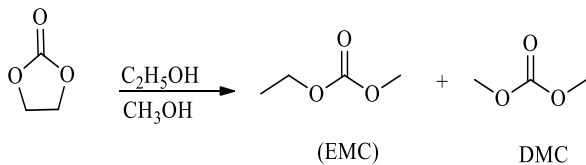
اتیل‌متیل کربنات یک کربنات آلیفاتیک نامتقارن است و کربنات‌های نامتقارن برتری‌های ویژه‌ای را به همراه دارند. اتیل-متیل کربنات یک حلال آلی خوب و واسطه‌ای شیمیایی است. از کاربردهای اتیل-متیل کربنات می‌توان به استفاده در پوشش‌های رنگ، سنتر آلی، دارو و افزودنی‌های سوخت اشاره کرد. این ترکیب از خانواده استرهای کربناته است و در دسته‌ی حلال‌های سبز قرار می‌گیرند. اتیل-متیل کربنات به‌طور گسترده به‌عنوان حلال کمکی برای تسهیل تراکم در یون‌های الکتروشیمیایی گرافیت و همچنین برای اطمینان از عملکرد الکترولیت‌های مایع در دمای بالا استفاده می‌شود. امروزه از این ترکیب به‌عنوان حلال

کمکی دوگانه برای اتیلن کربنات و پروپیلن کربنات به دلیل نقطه انجماد پایین آن (۵۵- درجه سانتی-گراد) مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱]. بیشتر بررسی‌ها در چند دهه‌ی گذشته معطوف به احتراق استرهای کربنات (به ویژه دی‌متیل کربنات و دی‌اتیل کربنات) با هدف کاهش انتشار ذرات، دود حاصل از موتورها و بهبود شرایط با افزودن آن‌ها به گازوئیل/بنزین انجام شده است. این موضوع به ویژگی‌های آن‌ها مانند نسبت بالای اکسیژن به کربن و قابلیت امتزاج-پذیری آن‌ها با سوخت موتور، بدون تغییر فاز آن‌ها بستگی دارد. در همین حال، به دلیل توانایی اتیل-متیل کربنات در بهبود چگالی انرژی و ظرفیت تخلیه‌ی باتری‌های لیتیوم-یون، از آن به‌عنوان یک حلال جدید در الکترولیت باتری‌های لیتیوم-یون تجاری یاد می‌شود [۲].



شکل ۲. مسیر تهیه اتیل-متیل کربنات با استفاده از متیل کلروفرمات.

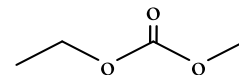
واکنش استری شدن متیل کلروفرمات با اتانول در حضور کاتالیست یک راه موثر است؛ با این حال این مسیر از نظر زیست‌محیطی مناسب نیست، زیرا سمیت معرف در این روش وجود داشته و از طرفی باید بازی قوی، برای خنثی کردن محصول جانبی اسید، مورد استفاده قرار گیرد. در این روش در شروع کار، ابتدا مقداری اتانول در ۱-متیل ایمیدازول حل و قطره‌قطره به متیل کلروفرمات در دمای صفر درجه سانتی‌گراد اضافه و یک ساعت به هم زده می‌شود. سپس، دمای مخلوط واکنش تا دمای اتاق افزایش می‌دهند. درصد تبدیل اتانول در این روش ۹۸ درصد است. لایه بالایی در فشار کاهش یافته، تقطیر و اتیل-متیل کربنات شفاف بی‌رنگ با بازده ۹۷ درصد حاصل می‌گردد. نمک ایمیدازولیمو مایع یونی، بلافاصله به عنوان یک محصول میانی به شکل جامد سفید رنگ تولید می‌شود. این روش به دلیل ناسازگار بودن متیل کلروفرمات با محیط زیست و سمیت معرف، چندان توصیه نمی‌گردد و استفاده از این مسیر در سال‌های اخیر متوقف شده است [۴].



شکل ۳. تهیه اتیل-متیل کربنات با استفاده از اتیلن کربنات.

در این روش، اتیلن کربنات طی دو مرحله با اتانول و متانول وارد واکنش می‌شود. ابتدا کاتالیست زئولیتی (ZSM-5) سبب فعال شدن گروه کربونیل اتیلن کربنات می‌شود. در ادامه اتانول به گروه کربونیل حمله می‌کند و حدواسط اتیل-۲-هیدروکسی اتیل کربنات را تشکیل می‌دهد. سپس متانول به این حدواسط حمله کرده و محصول نهایی اتیل-متیل کربنات را سنتز می‌کند. از سایر محصولات جانبی تشکیل شده در این واکنش می‌توان به دی‌متیل کربنات، دی اتیل کربنات و اتان دیول نیز اشاره کرد. در این روش در یک راکتور، از مواد اولیه واکنش که شامل اتیلن کربنات، متانول و اتانول است به ترتیب نسبت مولی ۲:۳:۱ آن‌ها ریخته و هم زده شده است. دمای مورد نیاز واکنش ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد است. پس از گذشت مدت

به طور کلی، اتیل-متیل کربنات با ترانس استری شدن دی‌متیل کربنات و اتانول تهیه می‌شود. از آن جایی که اتیل-متیل کربنات و اتانول می‌توانند یک مخلوط آزنوتروپ تشکیل دهند، جداسازی آنها با روش تقطیر سنتی دشوار است. همان‌طور که در شکل ۱ مشاهده می‌شود، این ماده با توجه به دارا بودن گروه‌های متیل و اتیل در ساختار خود، ویژگی هر دوی آن‌ها را دارا است [۳]. اتیل-متیل کربنات یک ترکیب شیمیایی است که به صورت مایعی بی‌رنگ و بدون بو می‌باشد. این ترکیب کاربردهای گسترده‌ای در صنعت الکترونیک به عنوان الکترولیت در باتری‌های لیتیومی قابل شارژ نشان داده است. آلکیل کربنات‌ها به دلیل پایداری آندی قابل قبول برای کاتدهای مورد استفاده در باتری‌های لیتیومی و ویژگی‌های دیگر مانند قطبیت بالا (رسانایی بالا)، محدوده دمایی مناسب بین نقطه انجماد و جوش، سمیت کم و ویژگی‌های ایمنی قابل قبول در باتری به کار می‌روند [۴].



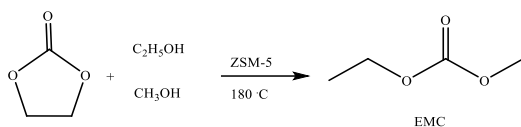
شکل ۱. ساختار اتیل-متیل کربنات.

اتیل-متیل کربنات دارای نقطه انجماد ۵۵- درجه سانتی‌گراد و نقطه جوش ۱۰۷/۵ درجه سانتی‌گراد است، همچنین، این ماده می‌تواند با حلال‌های آلی مانند الکل، کتون و استر به هر نسبتی مخلوط شود، اما به مقدار کمی نیز در آب حل می‌شود. این ترکیب ظاهری بی‌رنگ دارد و ضریب شکست آن ۱/۳۷۸ است. اتیل-متیل کربنات را می‌توان به عنوان یک حلال در یک الکترولیت غیرآبی استفاده کرد که می‌تواند ویژگی‌های تخلیه سلول‌ها از جمله چگالی انرژی و ظرفیت تخلیه را بهبود بخشد. قیمت اتیل-متیل کربنات نسبتاً بالاست و چندین روش برای سنتز آن توسعه داده شده است. به دلیل گرانی بالای حلال‌های رایج مانند پروپیلن کربنات، اتیلن کربنات و دی‌متیل سولفوکسید با قابلیت انحلال کامل نمک‌های لیتیومی، انتقال یونی در این سامانه‌های الکترولیتی کند و رسانایی الکتریکی بازدهی کافی را ندارد. سیال الکترولیتی اتیل-متیل کربنات به واسطه‌ی گرانی پایین‌تر، رسانایی الکترولیتی بهتر، چگالی جریان بالاتر و مقاومت مناسب در برابر اکسایش، افزایش طول عمر باتری را به همراه دارد [۵]. اتیل-متیل کربنات به همراه سه حلال کربناته دیگر، حلال مناسبی برای ادغام در الکترولیت‌ها برای افزایش عملکرد سلول‌های الکتروشیمیایی لیتیوم-یون قابل شارژ در دمای پایین است. اتیل-متیل کربنات، در دهه‌های گذشته به دلیل کاربرد گسترده در صنایع دارویی، شیمیایی و الکترونیک (الکترولیت باتری‌های لیتیومی) به طور قابل ملاحظه‌ای مورد توجه قرار گرفته است، به گونه‌ای که روش‌های صنعتی متعددی برای سنتز این ترکیب ارائه شده است.

رزونانس مغناطیس هسته بروکر ۴۰۰ مگاهرتز در حلال کلروفرم دوتره استفاده شد. جابجایی شیمیایی بر مبنای (ppm) گزارش گردید. طیف‌سنجی زیرقرمز با استفاده از دستگاه پراکین المر اسپکتروم ۱۰۰ انجام شد.

۲-۲- سنتز اتیل-متیل کربنات از اتیلن کربنات

در این روش همان‌طور که در شکل ۵ آورده شده است، برای سنتز اتیل-متیل کربنات از ماده اولیه اتیلن کربنات، اتانول، متانول در حضور کاتالیست زنولیتی ZSM-5 استفاده شد. در این آزمایش با توجه به منابع، از نسبت ۱:۲:۳ مواد اولیه (اتیلن کربنات/اتانول/متانول) و نسبت ۱:۱۰ مواد اولیه و کاتالیست انجام شد. مقدار ۴/۴ گرم اتیلن کربنات (۵۰ میلی‌مول)، ۶ میلی‌لیتر اتانول (۱۰۰ میلی‌مول)، ۷ میلی‌لیتر متانول (۱۵۰ میلی‌مول) و ۲/۲ گرم از کاتالیست زنولیتی درون اتوکلاو شیشه‌ای ۱۰۰ میلی‌لیتری ریخته شد و ۴۸ ساعت در حمام روغن با دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. پس از پایان واکنش و تشکیل اتیل‌متیل کربنات، به مخلوط واکنش اتانول افزوده و صاف شد و محصول نهایی با خلوص نسبی ۵۱ درصد به‌دست آمد.

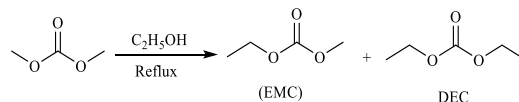


شکل ۵. سنتز اتیل-متیل کربنات از اتیلن کربنات.

۲-۳- سنتز اتیل-متیل کربنات از متیل کلروفرمات

همان‌طور که در شکل ۶ نشان داده شده است، واکنش از نسبت ۱:۱ مواد اولیه و نسبت ۱:۱ مواد اولیه و کاتالیست انجام شد. در این آزمایش مخلوطی از ۱-متیل ایمیدازول (۴ میلی‌لیتر، ۵۰ میلی‌مول) و اتانول (۳ میلی‌لیتر، ۵۰ میلی‌مول) در یک بالن تهیه شد. سپس، متیل کلروفرمات (۴ میلی‌لیتر، ۵۰ میلی‌مول) در دمای صفر درجه سانتی‌گراد به صورت قطره قطره به آن اضافه و واکنش در دمای محیط و به مدت ۲ ساعت بارزوانی حلال شد. برای خالص‌سازی محصول، ابتدا مخلوط واکنش به قیف جداکننده منتقل و لایه بالایی در قیف جدا کننده محصول نهایی اتیل-متیل کربنات بود که جداسازی شد. در این روش خلوص محصول ۸۸ درصد و بازده ۵۱ درصدی از محصول مورد نظر به‌دست آمد. هم‌چنین این روش با دو کاتالیست پیریدین و تری‌اتیل آمین نیز انجام شد که به ترتیب خلوص ۴۹ و ۱۵ درصدی از محصول را به همراه داشت.

زمان ۱۰ ساعت از واکنش، آنالیز کروماتوگرافی گرفته می‌شود که خلوص ۷۰/۶ درصدی از محصول را نشان می‌دهد. در این روش علاوه بر محصول نهایی، محصولات جانبی نیز تولید می‌شود که جداسازی آنها پس از پایان واکنش ضروری است [۷].



شکل ۴. تهیه اتیل-متیل کربنات با استفاده از دی‌متیل کربنات.

راه دیگر ترانس استریفیکاسیون دی‌متیل کربنات و اتانول است اما در این روش سه آزوتروپ دوتایی (متانول-دی‌متیل کربنات، اتانول-دی‌متیل کربنات و اتانول-اتیل‌متیل کربنات) در سیستم واکنش تشکیل می‌شوند، در نتیجه جداسازی در چنین فرآیندی بسیار دشوار است و علاوه بر این بازده محصول هدف در این روش نسبتاً پایین است. هر دو کاتالیست پایه ی همگن و ناهمگن اغلب برای این فرآیند ترانس استریفیکاسیون مورد استفاده قرار می‌گیرند. کاتالیست‌های متعددی برای افزایش سرعت واکنش‌های ترانس استریفیکاسیون شناخته شده‌اند. هر دو کاتالیست اسیدی و بازی، همگن یا ناهمگن، می‌توانند برای این منظور استفاده شوند. از آنجا که به نظر می‌رسد کاتالیست‌های ناهمگن موجود در حال حاضر برای کاربرد در این روش مناسب نبوده یا به اندازه کافی فعال نیستند، از یک کاتالیست همگن در این مورد استفاده شده است. کاتالیست‌های ناهمگن معمولاً سینتیک آهسته با دمای واکنش بالا را نشان می‌دهند که برای فرآیند تقطیر واکنش‌پذیر ناکارآمد است. بنابراین، توسعه یک کاتالیست ناهمگن کارآمد برای سنتز انتخابی اتیل-متیل کربنات با استفاده از فرآیند تقطیر ضروری است. نتایج کار حاضر به این صورت است که اتیل-متیل کربنات به طور انتخابی از دی‌متیل کربنات و اتانول از طریق تقطیر واکنش‌پذیر کاتالیستی ناهمگن سنتز می‌شود. در این روش، دی‌متیل کربنات در حضور سدیم اتوکسید و اتانول در دمای ۱۲۰-۷۰ درجه سانتی‌گراد و شرایط رفلکس در طی مدت زمان ۶ ساعت همزده شد و بازده اتیل-متیل کربنات ۷۳ درصد بوده است. البته در این روش مقداری دی‌اتیل کربنات به عنوان محصول جانبی تولید می‌شود که جداسازی آن پس از پایان واکنش ضروری است [۸].

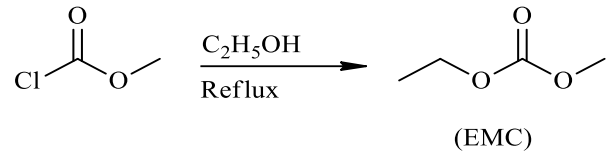
۲- روش‌های تجربی و نظری

۲-۱- مواد اولیه و دستگاه‌ها

همه مواد مورد استفاده از شرکت‌های مرک و سیگما آلد ریچ تهیه شدند. برای مشخصه‌یابی از دستگاه طیف‌سنج

۲-۳- بررسی کروماتوگرام گازی و طیف جرمی اتیل-متیل کربنات سنتز شده از اتیلن کربنات

همان‌طور که در شکل ۷ مشخص است، پیک مربوط به ترکیب اتیل-متیل کربنات در زمان بازداری ۲/۲ دقیقه و با خلوص ۵۱ درصد ظاهر شده است. همچنین در زمان بازداری ۴/۱ دقیقه، پیک مربوط به اتیلن کربنات واکنش نداده با خلوص ۴/۱ درصد ظاهر شده است. در زمان بازداری ۱/۸ دقیقه، پیک مربوط به ترکیب دی-متیل کربنات با خلوص ۱۰/۹ درصد ظاهر شد. در زمان بازداری ۳/۸ دقیقه، پیک مربوط به هیدرازین کربوکسیلیک اسید-متیل استر با خلوص ۱۹/۸ درصد ظاهر شده است که احتمالاً ناشی از ناخالصی‌ها (d) موجود در ستون بوده است. در نهایت طی این آزمایش ترکیب اتیل-متیل کربنات با خلوص ۵۰/۸ درصد به دست آمد. جدول ۲ شکست‌های محصول‌های اصلی، فرعی و ماده اولیه را در کروماتوگرام گازی نشان می‌دهد.



شکل ۶. سنتز اتیل-متیل کربنات از متیل کلروفرمات.

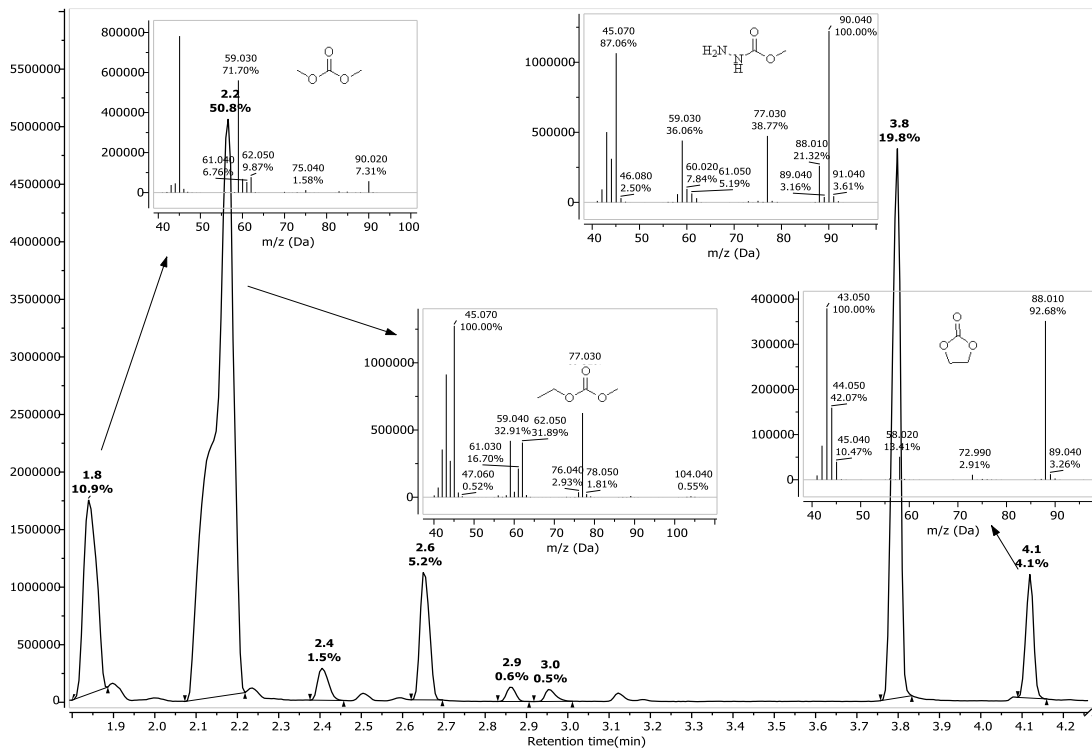
۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی سنتز اتیل-متیل کربنات از اتیلن کربنات

همان‌طور که در جدول ۱ آورده شده است، واکنش اتیلن کربنات با اتانول و متانول و در حضور کاتالیست ZSM-5 ابتدا در نسبت‌های مختلف کاتالیستی (از ۱ تا ۵) مول درصد در زمان ۷۲ ساعت انجام شد و بهترین نسبت کاتالیستی (۳ مول درصد) به دست آمد (ردیف ۲) سپس برای بهینه‌سازی زمان، واکنش‌های مختلفی انجام شد که بهترین زمان برای انجام واکنش ۴۸ ساعت بود (ردیف ۵).

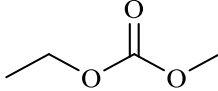
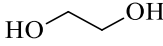
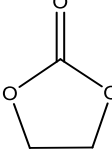
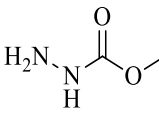

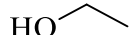
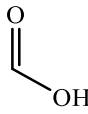
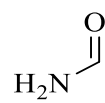
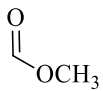
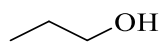
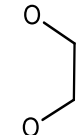
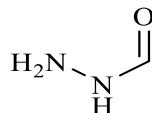
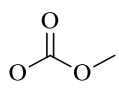
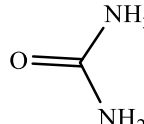
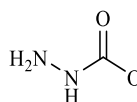
جدول ۱. داده‌های به دست آمده از سنتز اتیل-متیل کربنات با استفاده از واکنش اتیلن کربنات، اتانول و متانول در حضور کاتالیست ZSM-5 و دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد

آزمایش	نسبت مولی مواد اولیه: کاتالیست	زمان	محصول اتیل-متیل کربنات (اصلی)	محصول دی متیل کربنات	محصول دی اتیل کربنات	محصول هیدرازین کربوکسیلیک اسید متیل استر	محصول جانبی
۱	۰/۰۱	۷۲	۸/۲	-	۱/۱۵	۳۴/۳۵	۱۵/۰۲
۲	۰/۰۳	۷۲	۲۰/۸	۳/۲۹	۱/۳۳	۱۲/۴	۱۴/۶۵
۳	۰/۰۴	۷۲	-	۲/۰۵	-	۱۳/۱۲	۱۱
۴	۰/۰۵	۷۲	۲/۷۳	۲/۹۴	-	-	۲۴
۵	۰/۰۳	۴۸	۵۰/۸	۱۰/۹	۵/۲۷	۱۹/۸	۱/۵
۶	۰/۰۳	۷۲	۲۰/۸	۳/۲۹	۱/۳۳	۱۲/۴	۱۴/۶۵



شکل ۷. کروماتوگرام گازی و طیف جرمی اتیل-متیل کربنات حاصل از واکنش اتیلن کربنات، اتانول و متانول.

جدول ۲. شکست‌های اتیل متیل‌کربنات در کروماتوگرام گازی

پیک با زمان بازداری ۲/۲ دقیقه		پیک با زمان بازداری ۲/۱ دقیقه		پیک با زمان بازداری ۴/۱ دقیقه		پیک با زمان بازداری ۳/۸ دقیقه	
							
m/z	fragment	m/z	fragment	m/z	fragment	m/z	fragment
۴۵		۳۱		۴۳		۴۵	
۵۹		۴۵		۵۸		۵۹	
۷۷		-	-	۷۵		۷۵	

۳-۴- بررسی کروماتوگرام گازی و طیف جرمی اتیل-متیل کربنات سنتز شده از متیل کلروفرمات (با استفاده از فرآیند تقطیر و بهینه‌سازی طول میرد تقطیر)

همان‌طور که در شکل ۹ مشخص است، پیک مربوط به این ترکیب در زمان بازداری ۳/۵ دقیقه ظاهر شده است و نشان‌دهنده خلوص ۹۱ درصدی می‌باشد. همچنین در زمان بازداری ۲/۳ دقیقه، پیک مربوط به ترکیب دی‌متیل کربنات با خلوص ۹ درصد ظاهر شد که تنها ناخالصی ترکیب را نشان می‌دهد.

۳-۵- بررسی طیف رزونانس مغناطیس هسته هیدروژن و طیف زیرقرمز ترکیب اتیل-متیل کربنات

در شکل ۱۰، طیف زیر قرمز محصول خالص‌سازی شده مشاهده می‌گردد. برای انجام ثبت طیف زیرقرمز، از قرص KBr خالص استفاده شد و اتیل-متیل کربنات سنتز شده روی قرص ریخته و سپس طیف آن گرفته شد. داده‌های طیف این محصول به شرح زیر است: نوار ظاهر شده در ناحیه 1284 cm^{-1} مربوط به پیوند C-O کششی، نوار در ناحیه 2965 cm^{-1} مربوط به پیوند C-H کششی و نوار موجود در ناحیه 1765 cm^{-1} مربوط به گروه C=O استری ترکیب است.

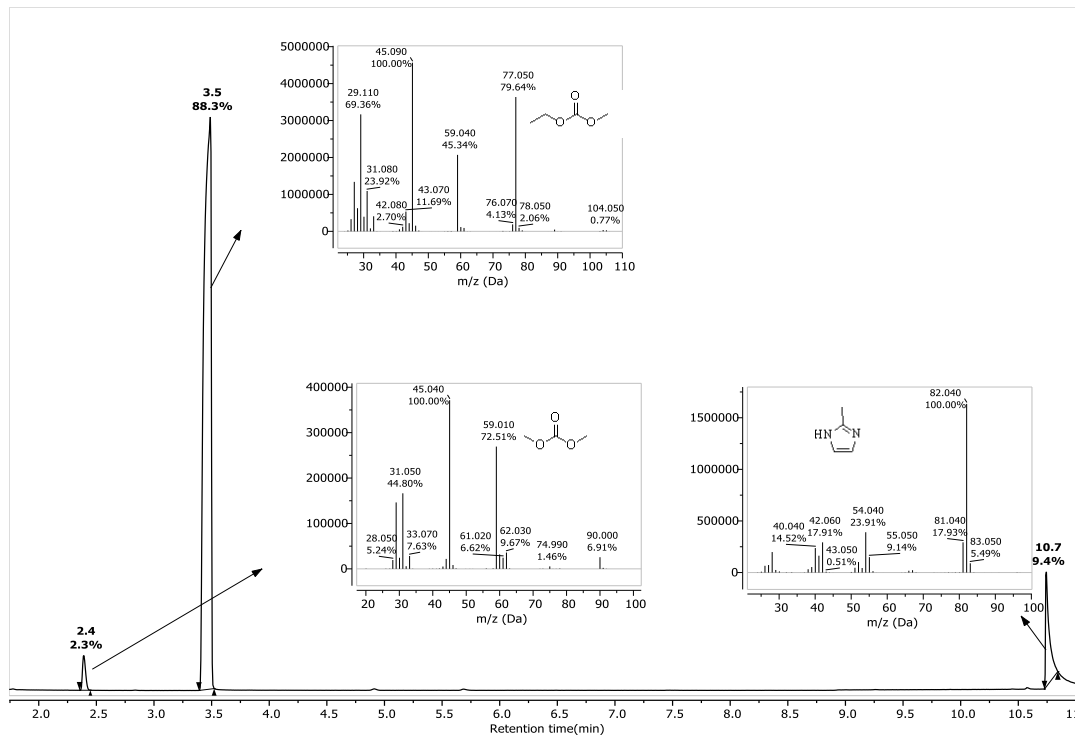
داده‌های کروماتوگرام گازی و طیف جرمی این محصول به شرح ذیل است:

GC-MS: retention time: 2.178 min; (m/z) (%), 43.05 (71.6), 45.05 (100), 59.05 (32.9), 62.05(31.9), 77.05(69.3)

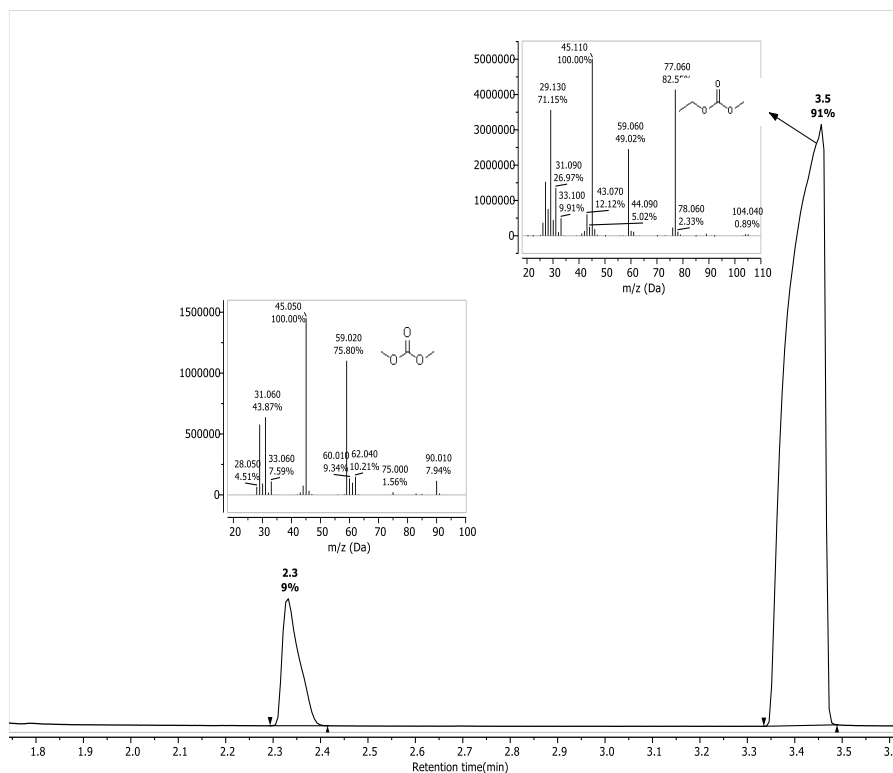
۳-۳- بررسی کروماتوگرام گازی و طیف جرمی اتیل-متیل کربنات سنتز شده از متیل کلروفرمات

همان‌طور که در شکل ۸ مشخص است، پیک مربوط به ترکیب اتیل-متیل کربنات در زمان بازداری ۳/۵ دقیقه و با خلوص ۸۸/۳ درصد ظاهر شده است. در زمان بازداری ۲/۴ دقیقه، پیک مربوط به ترکیب دی‌متیل کربنات با خلوص ۲/۳ درصد ظاهر شد. همچنین در زمان بازداری ۱۰/۷ دقیقه، پیک مربوط به ۱-متیل ایمیدازول با خلوص ۹/۴ درصد ظاهر شده است که بخشی از کاتالیست است. در نهایت در این آزمایش، ترکیب اتیل-متیل کربنات با خلوص ۸۸/۳ درصد به‌دست آمد. داده‌های کروماتوگرام گازی و طیف جرمی این محصول به‌شرح ذیل است:

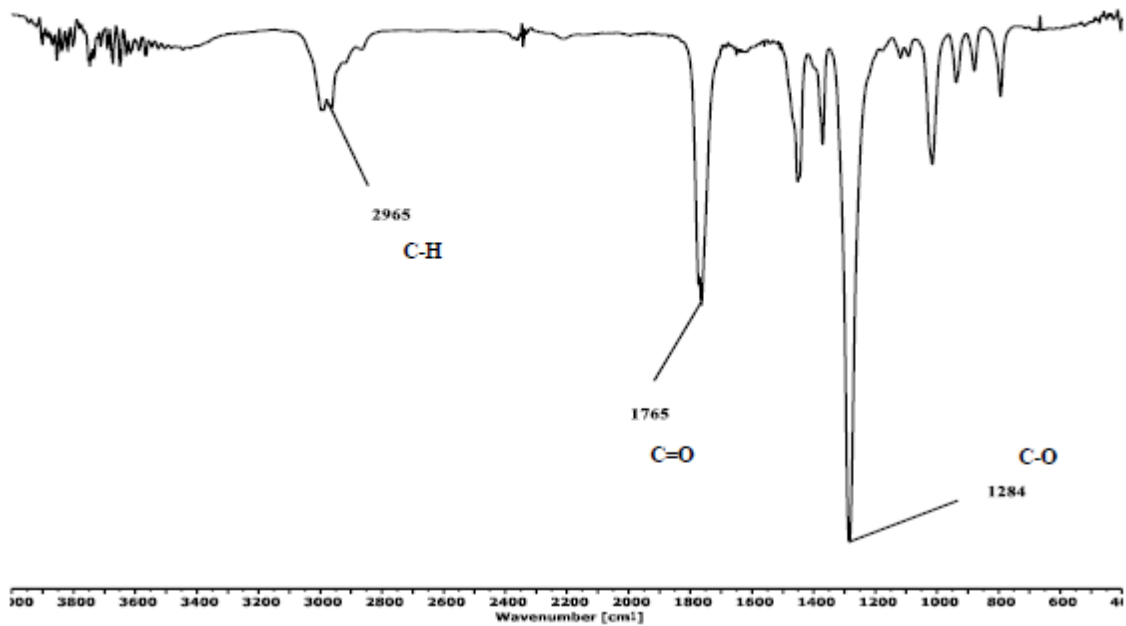
GC-MS: retention time: 3.489 min; (m/z) (%), 27.1 (29.33), 29.1 (69.36), 45.1 (100), 59.05 (45.3), 77.05(79.64).



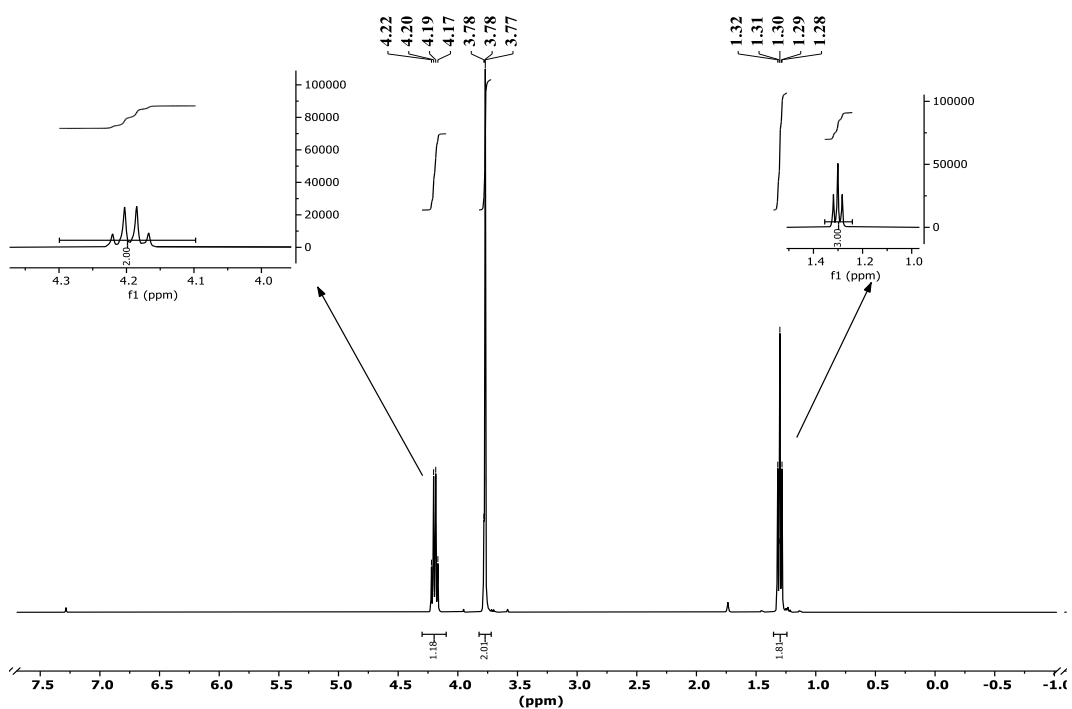
شکل ۸. کروماتوگرام گازی و طیف جرمی اتیل-متیل کربنات حاصل از واکنش متیل کلروفرمات و اتانول.



شکل ۹. کروماتوگرام گازی و طیف جرمی ترکیب اتیل-متیل کربنات.



شکل ۱۰. طیف زیر قرمز ترکیب اتیل-متیل کربنات.



شکل ۱۱. طیف رزونانس مغناطیس هسته هیدروژن ترکیب اتیل-متیل کربنات سنتز شده (حلال کلروفرم دوتره).

کمتر در ناحیه ۱/۳ ppm، با انتگرال ۳ به صورت سه تایی و با ثابت جفت شدگی ۸ هرتز ظاهر شده اند.

۴- نتیجه گیری

در این پژوهش، سنتز ماده‌ی اتیل-متیل کربنات از مسیرهای مختلفی مورد ارزیابی قرار گرفت. برای سنتز

همان‌طور که در شکل ۱۱ مشاهده می‌شود، هیدروژن‌های گروه متیل متصل به اکسیژن (OCH₃) به صورت یک تایی در ناحیه ۳/۷ ppm و با انتگرال ۳، هیدروژن‌های میانی متصل به اکسیژن و گروه متیل (O-CH₂-CH₃) به صورت چهار تایی در ناحیه ۴/۲ ppm، با انتگرال ۲ و با ثابت جفت شدگی ۸ هرتز، هیدروژن‌های گروه متیل متصل به گروه متیلان (CH₂-CH₃) با جابه‌جایی

اتیل-متیل کربنات چهار روش متفاوت آزمایش شد که تنها در دو مورد از این روش‌ها، محصول مورد نظر سنتز شد. در روش اول سنتز اتیل-متیل کربنات، از اتیلن کربنات سنتزی (واکنش اوره و اتیلن گلیکول) با اتانول و متانول در حضور کاتالیست زئولیتی ZSM-5 به مدت ۴۸ ساعت و در دمای ۱۲۰ درجه سانتی-گراد در اتوکلاو شیشه‌ای (تحت فشار)، اتیل-متیل کربنات با خلوص ۵۱ درصد سنتز شد. در روش دوم سنتز اتیل-متیل کربنات، از متیل کلروفرمات و اتانول، با کاتالیست ۱-متیل ایمیدازول به مدت ۲ ساعت و در دمای ۲۵ درجه سانتی-گراد (دمای محیط) در شرایط بازروانی، اتیل-متیل کربنات با خلوص ۸۸ درصد و بازده ۵۲ درصد سنتز شد. از برتری‌های این دو روش می‌توان به مواد اولیه ارزان، خلوص بالای محصول و خالص‌سازی آسان به دلیل اختلاف نقطه جوش و نقطه انجماد اتیل-متیل کربنات با محصول فرعی دی‌متیل کربنات و مواد اولیه اشاره کرد.

مراجع

- [1] H. Gores, M. G. Barthel, *Pure Appl. Chem.* **67**, 919 (1995).
- [2] E. Plichta, W. Behl, *J. Power Sources* **88**, 192 (2000).
- [3] Y. Zhou, J. Song, S. Liang, S. Hu, H. Liu, T. Jiang, B. Han, *J. Mol. Catal. A: Chem.* **308**, 68 (2009).
- [4] G. Zhao, J. Shi, G. Liu, Y. Liu, Z. Wang, W. Zhang, M. Jia, *Mol. Catal. A: Chem.* **327**, 32 (2010).
- [5] H. Okuno, H. Koshina, A. Morita, *Google Patents*. US5521027A (1996).
- [6] A. K. Das, K. Sunanda, B. Rajasekhar, *J. Quant. Spect. Radiat. Transfer*, **272**, 107789 (2021).
- [7] L. Zhang, D. Zhu, H. Wang, *J. Electrochem. Soc.* **166**, A2654 (2019).
- [8] I. Zielinska-Nadolska, K. Warmuzinski, J. Richter, *Catal. Today*, **114**, 226 (2006).