



Benzophenone의 환원

I. 시약 및 기구

1. 시약

: Benzophenone, NaBH₄, 10% HCl, 95% Ethanol, Hexane, CH₂Cl₂, MgSO₄, Ethylacetate, Acetone, 무수 ZnCl₂, HCl, NaOH

2. 기구

: 둥근바닥플라스크, 스탠드, 비커, 피펫, 약수저, 거름종이, UV lamp, TLC, 교반 기, 마그네틱바, 깔대기, 리트머스지, 모세관, 분별깔대기, 클램프, 감압여과장치, 핀셋, 50ml 삼각플라스크.

II. 실험방법

- ① Benzophenone 1.8g(0.01mol)을 둥근 바닥 플라스크에 담고 ethanol 20ml를 넣고 용해시킨다.
→ ethanol을 사용하는 이유 ; NaBH₄도 잘 녹이며 가장 좋은 수율을 유지할 수 있기 때문
- ② 다 용해 시킨 후 TLC판에 표시해 둔 자리에 용액을 찍어둔다.
→ 나중에 반응이 일어나고 있는지 알아보기 위해
- ③ NaBH₄ 0.76g(0.02mol)을 10분동안 천천히 첨가하면서 교반기를 계속 작동시킨다.
→ 이론적으로 NaBH₄ 1분자가 4분자의 벤조페논을 환원시킬 수 있다. 여기서 더 많은 양의 NaBH₄를 넣어준 이유는 반응을 더 잘 일어나게 하기 위함이다. 10분 동안 천천히 첨가하는 이유는 한번에 넣을 경우 반응이 격렬하게 일어날 수 있고, 우리가 원하지 않는 생성물이 생길 수 있기 때문이다.
- ④ NaBH₄를 넣어주는 도중 발생하는 고체를 녹여주기 위해 20ml의 ethanol을 더 첨가한다.
- ⑤ ④의 용액을 TLC판 다른 한쪽 끝에 찍고 전개용매(Ethyl acetate : Hexane = 1 : 10)로 전개 후 UV lamp로 확인
- ⑥ 사용한 ethanol의 양만큼 H₂O를 넣는다.
- ⑦ 10% HCl 2 ~ 3ml를 천천히 가한다.
→ 환원제인 NaBH₄가 benzophenone을 환원시키고 남은 B⁻이온을 완전히 분리해내기 위해
$$\text{excess NaBH}_4 : \text{NaBH}_4 + \text{HCl} \rightarrow \text{Na}^+\text{Cl}^- + \text{BH}_3 + \text{H}_2 \uparrow$$
- ⑧ 고체가 없어지고 수소기체 발생이 멈추면 용액이 산성인지를 리트머스 종이로 확인
→ 수소기체 발생이 멈추면 NaBH₄와 HCl의 반응이 모두 끝남을 의미
→ 산성인지 확인하는 이유 : 염기인 alkoxide ion이 산과 반응하여 모두 alcohol로 되면 더 넣어주게 되는 산이 남게 된다. 즉, 이것은 benzophenone이 모두 환원되었다는 것을 말한다.
- ⑨ 위 용액에 CH₂Cl₂ 15ml씩 넣고 2번 추출한다. 유기층을 따로 보관하고 분리해낸 수층을 CH₂Cl₂로 추출하여 다시 유기층 분리, 앞의 것과 합하여 실험
→ 추출 : 액체 또는 고체 중에서 존재하는 목적물질을 적당한 용매를 사용하여 용출, 분리시키는 조작이다.
- ⑩ 분리한 유기층을 MgSO₄로 건조한다.
- ⑪ 중력여과로 MgSO₄를 걸러낸다.
- ⑫ 거른 용액을 Rotavapor를 이용하여 용매를 날려보낸다.
→ 용매가 완전히 날아가기전에 멈춘다. (혹시 있을지 모를 불순물을 추출 용매였던 CH₂Cl₂에 녹여 놓기 위해서)
- ⑬ Hexane 20ml로 재결정한다.
- ⑭ 감압여과후 걸러낸 결정 건조 → 수율계산
- ⑮ Lucas test 및 NaOH test로 확인

** Lucas test

1. 10ml Conc. HCl을 비이커에 넣고 무수 ZnCl₂(1.6g)을 넣어 Lucas 시약을 만든다.
2. 삼각플라스크에 시료를 2ml씩 담고 Lucas 시약을 8ml 넣어 반응시간을 기록한다.
(침전, 혹은 두 번째 층, Emulsion)

3. 침전이 잘 생기지 않을 때는 물중탕으로 가열하여 본다.

**** NaOH test**

1. 10% NaOH 수용액에 시료를 넣어 색변화 또는 침전이 형성되는지 관찰해 보아라.