



Menthol의 산화

I. 시약 및 기구

1. 시약

: Menthol, $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, H_2SO_4 , Diethyl ether, 전개용매(ethyl acetate : hexane = 1:3, 1:4, 1:6), ether, sat. NaHCO_3 , MgSO_4 , sat. NaCl , anisaldehyde, TLC, Cr_2O_3 , 시약용 Acetone.

2. 기구

: two-neck flask, funnel, 모세관, UV-lamp, 핀셋, 뷰렛, round bottom flask, magnetic bar, stirrer, dropping funnel, 스탠드, 클램프, Rotavapor, 비이커

II. 실험방법

1. $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 5g을 비이커에 넣고 10ml H_2O 와 3.25ml H_2SO_4 에 용해, 증류수를 넣어 25ml가 되게 한다.

2. two-neck flask에 menthol 2g을 넣고 diethyl ether 30ml에 용해

3. ①에서 만든 산화제 20ml를 2용액에 천천히 가한다.

→ 반응 중간중간에 TLC로 반응정도를 확인한다.

(전개용매로 전개시킨 후 그것을 anisaldehyde 용액에 넣은 후 말려서 반응 정도 확인)

→ 중간에 product의 spot이 나타나지 않으면 전개용매를 바꾸어가면서 TLC 체크

4. ③에서 TLC로 반응이 완결된 걸 확인한 후 ③의 용액을 funnel에 넣고 두층을 분리한다.

(위층이 유기층, 아래층이 수층)

5. ④에서 나온 수층을 ether 20ml로 다시 2회 추출하여 미리 받아놓은 유기층과 합한다.

→ 수층에 있는 유기층을 씻어내기 위해

6. ⑤에서 유기층을 합한 용액에 30ml sat. NaHCO_3 용액으로 2번 추출한다.

7. ⑥에서 나온 유기층에 sat. NaCl 용액 30ml로 2~3회 추출한다.

8. ⑦의 유기층에 MgSO_4 를 넣고 중력여과 한 다음 감압증류하여 합성물 생성

9. Chromic acid test로 확인

① 1g의 chromic oxide(발암성)을 1ml의 진한 황산에 녹인 후 천천히 3ml의 물을 가해 완전히 녹여라.

② 1방울의 액체 시료를 1ml의 시약용 아세톤에 녹여 이 시료 용액에 위에서 만든 시약을 한방울 떨어뜨린 후 변화를 관찰한다.

** 1차 및 2차 알콜이면 청록색으로 변한다.

** 3차 및 케톤기는 색의 변화 없이 분홍색

③ 아세톤 용매가 순수한지 확인하기 위해 아세톤 1ml에 1방울을 떨어뜨려 변화 확인