



## Bromobenzene의 Nitration

### I. 시약 및 기구

#### 1. 시약

:  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Bromobenzene, 95% Ethyl alcohol,  $\text{CHCl}_3$ , Hexane, 증류수, 실리카겔, sea sand  
:  $\text{CHCl}_3$ , Hexane, 실리카겔, sea sand

#### 2. 기구

: 150ml 둥근 바닥 플라스크 1개, 100ml 둥근 바닥 플라스크 2개, Claisen Head, 온도계 2개, Rubber tubing, Dropping funnel, Condenser, 거름종이, Glass filter, TLC 판, 삼각플라스크, 마그네틱 바, Hot plate & stirrer, 100ml 비커 2개, 250ml 비커 1개, 500ml 비커 1개, 핀셋, Chamber, 모세관, Rotavapor  
: Column, 스포이드, 스포이드고무, 250ml 비커 1개, 시험관, 삼각플라스크 100ml 2개, 약수저, 솜, TLC판, Chamber, 모세관, Rotavapor

### II. 실험방법

- 150ml의 둥근 바닥 플라스크에 28.5g(20ml, 452mmol)의 Conc.  $\text{HNO}_3$ 와 37.5g(20ml, 360mmol)의  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 를 넣고 ice-bath로 식은까지 식힌다.
- 충분히 식힌 후 물중탕 장치로 55-60°C까지 온도를 높인 후 온도를 유지.
- Claisen head를 설치하고 직선방향으로는 rubber tubing을 설치, 온도계를 플라스크 안까지 넣는다.
- 대각선 방향으로 Dropping funnel을 설치하고 10.5ml(100mmol)의 Bromobenzene을 15분에 걸쳐 Dropping한다. (발열 반응이므로 ice-bath를 미리 준비하여 온도를 60°C이하로 유지한다)
- 발열 반응이 어느 정도 끝났다 생각이 되면 물중탕으로 60°C이하로 유지하면서 30분간 반응시킨다.
- TLC로 반응의 종결 유무 확인(전개용매  $\text{CHCl}_3$  : Hexane = 1 : 9)  
→ Starting material = Bromobenzene 시약용을  $\text{CHCl}_3$ 에 조금 녹인 후 사용  
종결이 확인 되지 않으면 조금 더 반응 진행
- 반응이 완결된 것이 확인 되면 식은까지 flask를 식힌다.
- 감압여과로 결정을 분리하고 둥근 바닥 플라스크에 남아있는 결정들은 증류수를 사용하여 모은다.
- 99% Ethyl alcohol 80ml에 8)에서 모은 결정을 넣고 끓을 정도로 가열 후 식은까지 식힌다.  
→ Ethyl alcohol의 끓는점이 78.3°C이므로 조심해서 끓인다.  
자칫하면 Ethyl alcohol이 모두 증발하여 버림.
- 감압여과하여 거른 후 결정과 용액을 따로 보관한다.
- 1주일 후 보관해 놓은 용액에 결정이 생겼다면 이것은 걸러 10)의 결정과 함께 보관하고 용액만 rotavapor로 불순물 및 용매를 제거한다.
- Column을 충전한다.
  - 1) Column을 수직되게 스탠드에 클램프로 고정한다.
  - 2) 맨 아래 솜을 끼운다. (아주 얇게)
  - 3) sea sand(해사)를 그 위에 평행하게 넣는다. (동글게 올라가는 끝 부분까지)
  - 4) 실리카겔을 전개용매( $\text{CHCl}_3$  : Hexane = 1 : 9)혼합하여 관에 한뼘정도 되게 넣는다.  
→ 평행을 유지하려면 미리 전개용매를 조금 부어 실리카겔이 들어갈때 충격을 완화시킨다.
  - 5) 더 이상 실리카겔이 내려가지 않으면 sea sand를 1cm 되게 넣는다.
- 용매가 맨 위 sea sand 아래까지 내려가면 column의 코크를 잠그고 합성물을 sea sand위에 올린다.
- 화합물이 완전히 sea sand 밑으로 내려갔는지를 확인한 후 전개용매( $\text{CHCl}_3$  : Hexane = 1 : 7)을 조금씩 넣어 sea sand를 씻어주고 그런 다음 전개용매를 column에 채운다.
- 분리되어 나오는 용액을 시험관에 받고 번호를 적어 TLC로 위치를 확인한다.
- 나오는 화합물 2개 (혹은 1개)를 nmr로 구조를 확인한다.
- 수율 계산