

3주차

재결정 (Recrystallization)

Purpose

- 산-염기 성질을 이용하여 용해도가 비슷한 두 물질 acetanilide와 Benzoic acid를 재결정을 통해 분리한다.

■ Separation

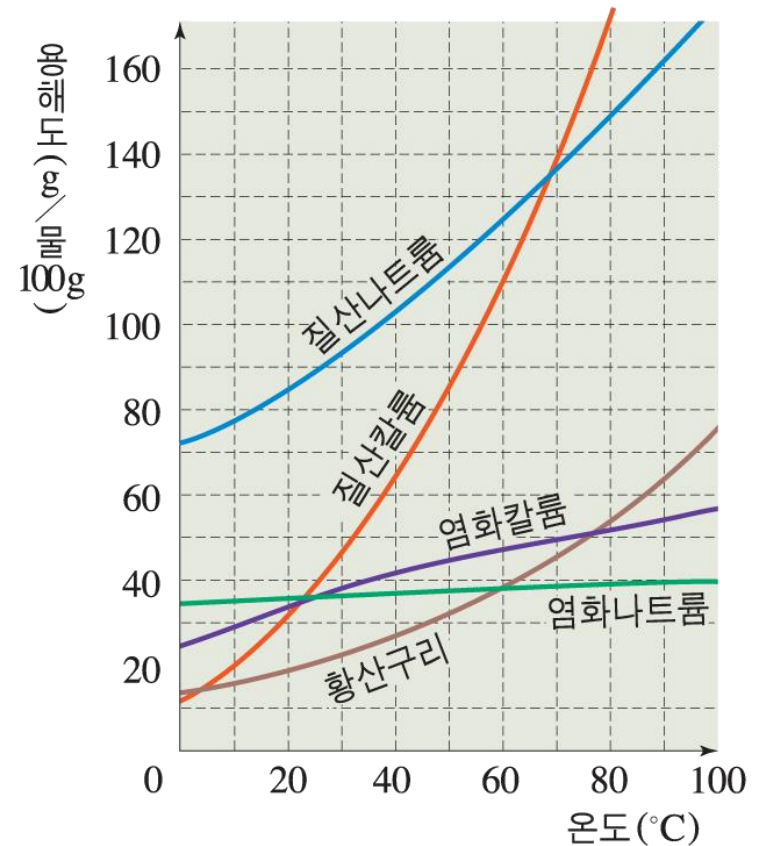
- 밀도 차에 의한 분리
- 용해도 차이에 의한 분리
(거름, 분별 결정, **재결정**, 추출)
- 끓는점 차이에 의한 분리 (분별증류)
- Chromatography를 이용한 분리

Theory

■ Recrystallization

- 온도에 따른 용해도 차이를
- 이용하여 원하는 용질을 다시 결정화 시키는 방법이다.
- 대부분의 **고체 용해도 \propto 온도**

*고온의 용매에 많은 양의 용질이 용해된 상태에서 온도를 서서히 내리면 용해도가 낮아지면서 용질이 다시 석출되는 현상을 이용한다.



■ Dissolution

-용매와 용질이 고르게 섞이는 현상이다.

-용해의 여부는 물질의 극성에 따라 다르게 나타난다.
(Like dissolves like.)

■ Solubility

: 용매 100 g에 녹을 수 있는 용질의 양을 그램 수 (g)로 나타낸 것.

-포화: 일정한 온도에서 용매에 용질을 최대량 녹일 때의 용액 상태.

-불포화: 일정한 온도에서 녹을 수 있는 최대 용질의 양보다 적은 양의 용질이 녹은 상태.

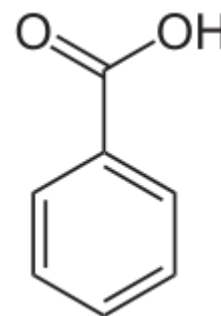
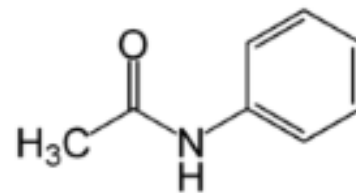
-과포화: 용해도 보다 많은 양의 용질이 용매에 잠정적으로 녹아있는 상태.

Apparatus

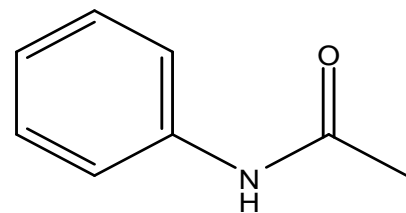
- Weighing machine
- Oven
- Hot plate
- 100ml Beaker x 2
- 10ml Measuring cylinder
- Pipette
- Glass rod
- Watch glass
- Filter flask
- Aspirator
- pH paper
- Filter paper
- Pincette
- Cotton work gloves

Chemicals

- Acetanilide ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}$)
 - MW: 135.17 g/mol
 - Density: 1.219 g/cm³
 - m.p / b.p: 114.3 °C/304 °C
- Benzoic acid ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$)
 - MW: 122.12 g/mol
 - Density: 1.27 g/cm³
 - m.p / b.p: 122.41 °C /249.2 °C
- 3M NaOH soln.
- 5M HCl soln.

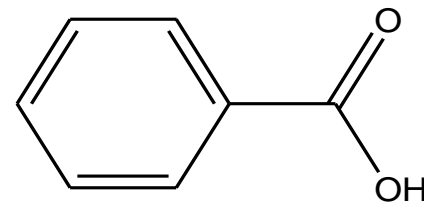


Procedure



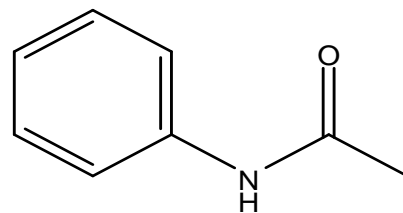
acetanilide
(Slightly melts)

+

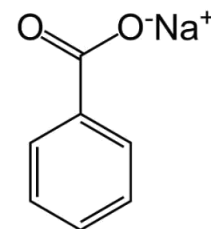


benzoic acid
(Slightly melts)

NaOH



acetanilide
(Slightly melts)

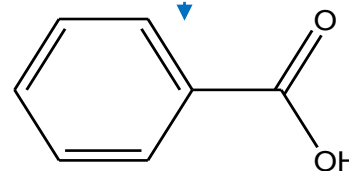


Recrystallization

Acetanilide precipitation

Sodium benzoate solution

Recrystallization **HCl**



Benzoic acid precipitation

실험 A. Acetanilide의 분리와 재결정

- 1) 미리 준비된 벤조산, 아세트 아닐라이드의 혼합 시료(1:1)를 약 1 g의 무게를 측정하여 100 ml 비커에 넣고 15ml의 물을 가한다.
- 2) 시료의 50%가 벤조산(0.5 g)이라고 생각하고 이를 중화시키는데 필요한 3M NaOH수용액을 부피를 계산하여 그 값의 1.5배를 100 ml 비커에 가한다.
(약 2.0 ml정도)
- 3) 충분히 저어준 뒤 pH paper로 용액의 pH가 염기성인지를 확인한다.(충분히 염기성이 아니면 NaOH 용액을 더 넣어 염기성을 만든다.)
- 4) 용액이 끓을 때까지 가열한다.(고체가 완전히 녹지 않았다면 NaOH를 더 가해 완전히 녹여준다.)

Procedure

- 5) 100 ml 비커에 시계 접시를 덮어 완전히 식힌다.
(*급하게 냉각시킬 경우 결정이 재배열 되는 시간이 모자라 작은 결정 밖에 생성되지 않고 완전히 결정화가 일어나지 않는다.)
- 6) 용액이 식으면서 서서히 아세트아닐라이드 결정이 석출된다.
(잘 식지 않으면 얼음을 사용할 것)
- 7) 거름 종이의 무게를 미리 잰 후, 뷰흐너 깔때기를 이용하여 침전물을 여과하고 차가운 물 2 ml씩 2~3회 정도 씻어준다.
(*여과 액 전체는 실험 B에서 다시 사용 해야 하므로 버리지 않도록 주의 할 것!)
- 8) 오븐에서 침전물을 완전히 말려 무게를 재고 녹는점을 측정한다.

Procedure

실험 B. Benzoic acid의 분리와 재결정

- 1) 실험 A에서 얻은 여과 액에 5M HCl용액을 가하면 용액이 산성이 되면서 벤조산이 뿌옇게 결정화 되는 것을 볼 수 있다.
(*가하는 HCl 용액의 양은 앞서 첨가한 NaOH용액의 양과 비슷하게 첨가하고, 확실히 산성을 만들어 pH paper로 확인 할 것!)
- 2) 용액이 끓을 때까지 가열한다.(고체가 완전히 녹지 않았다면 물을 2~3 ml 더 가해 완전히 녹여준다.)
- 3) 100 ml 비커에 시계 접시를 덮어 완전히 식힌다.
- 4) 용액이 식으면서 서서히 벤조산이 결정이 석출된다.
- 5) 뷰흐너 깔때기에 거름종이를 깔고, 침전물을 여과한 후 차가운 물 2 ml씩 2~3회 정도 씻어준다.
- 6) 거름종이를 오븐에 완전히 말려 무게를 재고, 녹는점을 측정한다

Procedure

■ 녹는점 측정기 사용법

- 1) 시료 A를 녹는점 측정용 모세관으로 4-5회 찍는다.
- 2) 모세관 끝을 실험대 위에서 가볍게 쳐서 가루가 조밀하게 채워지도록 한다.
- 3) 녹는점 측정기에 넣은 후 녹는점을 측정한다.
- 4) 시료 B도 같은 방법으로 조사한다.

Procedure

■ 녹는점 측정기 사용법

1. 화면에 나타난 act. Temperature는 현재 내부의 온도를 나타냄
2. starting temperature를 ③,④번을 통해 지정하고 ②start 버튼을 누름
(starting temperature까지는 빠르게 온도가 상승)
3. starting temperature에 도달하면 신호(소리)가 나고 이 때 sample 을 넣은 모세관을 꽂아줌
4. ②start 버튼을 다시 누르면 1 °C/min의 속도로 온도가 올라감
5. 샘플을 관찰하다가 녹는 순간 ① print 버튼을 누르면 그 때의 온도가 화면에 나타남
6. 내부의 온도를 식히고 (②의 버튼을 꼭 누름) 다시 샘플을 측정!



Caution

- 재결정 석출 시 과한 충격을 가하거나 온도를 급격히 내리면 결정이 작아져 걸러지지 않을 수 있으니 주의.
- 남은 산 용액은 폐산 통에, 염기 용액은 폐염기 통에!
- 실험이 끝난 후 석출된 시료들은 잘 씻서 고체 폐기물에!
- Aspirator 쓸 때 역류주의
- 산/염기 주의
- 녹는점 측정기 사용시 capillary 부러지지 않게 주의