**실험제목** : Acetanilide의 재결정 (결과)

**소속** : 화학과/20194463/이동규

**날짜** :

**조원** :

**실험목적 :** 본 실험에서는 아세트아닐라이드와 설탕의 혼합물에서부터 용해도 차이를 활용한 재결정을 통하여 순물질을 분리하고자 한다.

**실험이론**

(화학반응식,실험원리,배경이론 등)

정제의 종류

-추출 : 혼합물에서 주로 액체 상태의 용매를 사용하여 특정 성분의 용해도를 이용해 분리한다.

-크로마토그래피 : 시료들의 이동속도 차이를 이용한 방법, 시료들이 섞인 혼합물을 이동상과 함께 정지상에 흘려보내면 시료들의 특징에 따라 통과 속도가 다르다는 점을 이용

-증류 : 액체 혼합물의 끓는점 차이를 이용한 분리 방법

-재결정 : 정제하려고 하는 고체를 적당한 용매에 용해하여 포화용액으로 만든 후 냉각하면 용질의 용해도가 감소되어 결정으로 석출된다. 이 침전을 여과하여 원하는 물질을 다시 결정으로 정제하는 것, 즉 고체물질의 특정 용매에 대한 용해도의 차이를 이용해 결정성 물질을 정제하는 일

용해도 : 일정 온도에서 포화 용액의 형성에 필요한 용매의 단위 부피당 물질의 양, 용해도와 온도 사이에 규칙적인 상관관계는 없지만 온도에 의존하는 특징으로 측정 온도와 함께 보고해야 하며 물질마다 크게 다르다.

아세트아닐라이드 : 아세트산과 아닐린의 아미드 (사진 첨부), 강한 산을 작용시키면 불안정한 염을 생성하고, 금속나트륨을 작용시키면 나트륨 유도체를 생성, 아닐린과 아세트산무수물을 반응시켜 제조, 유기화합물의 합성원료로서 중요, 해열 진통 작용을 가져 의약품으로 사용, 부작용이 많아 과량의 복용은 위험

-분자량 : 135

-녹는점 : 113

-25도 물에 대한 용해도 : 5.4 g/L

용매로 물을 선택한 이유 : 재결정을 이용하여 불순물을 제거할 경우 불순물의 용해도는 크고 acetanilide의 용해도는 비교적 작게 하는 용매를 선택해야 한다. 또한 온도에 따른 용해도 차이가 크며 acetanilide와 화학적으로 반응하지 않아야 한다. Acetanilide는 메탄올, 에탄올, 클로포폼 등 유기용매에 잘 녹지만 물에는 잘 녹지 않는다. 하지만 설탕은 물에 잘 녹는 성질을 가지고 있다. 또한 용질의 녹는점보다 용매의 끓는점이 낮아야 한다. acetanilide의 녹는점은 약 113도, 물의 끓는점은 100도로 조건에 충족하는 완벽한 용매를 사용했다고 생각한다.

**실험기구 및 시약**

(실험 초자 및 기구, 사용시약의 밀도 등 세기성질과 특이사항)

실험 기구 및 시약 : 아세트아닐리드 혼합물, 삼각 플라스크, 증류수, 숯, 거름종이, 거름장치, ,눈금 실린더, 온도계, 핫플레이트, 전자 저울, 감압여과장치

-감압여과장치 사용법(사진) : 꽂고 키고 빼고 끄기

**실험과정**

용액준비

1. 50mL 삼각 플라스크에 아세트아닐라이드 1g, 설탕 0.2g을 섞은 혼합물 1g과 물 10mL를 넣고 잘 섞는다.
2. 플라스크를 물중탕 수조에 넣고 핫플레이트 위에 놓고 가열시키면서 아세트아닐리드가 모두 녹도록 물을 조금씩 첨가한다.
3. 모두 녹으면 물을 1mL 더 넣어준다.

-물을 넣는 이유 : 열로 인해 증발, 불포화 상태로 만들기 위해(포화 상태이면 불안정하기 때문에 작은 충격에도 결정이 쉽게 생기기 때문에 결정이 숯과 함께 걸러진다.)

4. 가열하면서 숯 0.1g~0.2g을 조금씩 넣고 2~3분 더 가열

재결정

1. 거름 종이에 혼합물을 부어 거른다.(용액은 한 번에 붓고 용액이 식지 않도록 한다.)
2. 거른 액을 상온에서 식힌다. (결정 생성)
3. 감압여과장치에 사용할 거름종이의 무게를 잰다.
4. 고체 결정이 충분히 생기면 감압여과 장치에 거른다.
5. 걸러진 결정을 찬물에 씻고 완전히 말린 뒤 무게를 측정한다.

물질규명

1.녹는점을 측정하고 수득율을 계산한다. (녹는점 범위가 1~2도를 벗어나면 다시 재결정)

**결과값**

(실험결과 및 결과값)

(사진 첨부)

**토의 및 고찰**

결과값

유리판+여과지+결정=50.9 g

유리판=50.26 g

**주의사항**

(초자 다루는 방법, 시약 위험성)

안전

핫플레이트 화상 주의

접촉 시 피부염을 유발하여 눈의 자극과 결막염을 유발할 수 있다.

섭취시 구토, 발열 등의 위험이 있어 섭취 금지

**실험실패 사례 및 극복방법**

(예상 할 수 있는 실험 실패 사례 및 극복방법)

1.너무 큰 결정은 결정 속에 용매가 끼어들 수 있어 충격으로 크기를 조절해야 한다.

2.과냉각현상 : 충분히 냉각되었음에도 결정이 생기지 않을 때 – 얻으려는 고체 결정을 넣어 결정 생성 유도, 벽을 유리 막대로 긁기

3. 상온에서 식힐 때 급하게 식히면 결정이 작아 여과액과 같이 흘러내릴 수 있음

4. 소량의 찬물로 결정 씻기, 많은 양의 물로 씻을 경우 수득률이 낮아질 수 있음

5. 용해할 때 용매의 증기를 흡입하지 않기 위해 후드에서 용해해야 함

6. 흡착제가 원하는 물질까지 흡착할 수 있으므로 소량만 사용

**참고문헌**

(문헌제목/저자/출판사/페이지)

표분화학실험 제 7판,대한화학회 p37-39

일반화학실험 화학교재연구회 p237-240

재결정 (작용)(recrystallization) | 과학문화포털 사이언스올 (scienceall.com)

<유기화학실험/문석식 외/자유아카데미/p.11~13>

<유기화학실험/정광보,서병수,장승현,임계규/신광문화사/p.124~134>

<유기화학실험/윤용진/자유아카데미/p.41~44>