

시약

모든 시험 문제

| 화학 물질 | 라벨 | GHS 안전 규약1 |
|-------------------------------|-------|------------|
| 증류수(Deionized water) : | | |
| 세척병 (벤치) | Mata: | OLT |
| 플라스틱병 (벤치) | Water | 안전 |
| 플라스틱통 (후드) | | |

문제 P1 (달리 언급이 없으면 흰색 바구니에 있음)

| 화학 물질 | 라벨 | GHS 안전 규약 1 |
|---|--------------------------|--|
| Ethanol , 100 cm³, 세척병 (벤치) | Ethanol | H225, H319 |
| 2-Acetonaphthone:약 0.002 g 유리 바이알, TLC 표준물질0.500 g 유리 바이알 | Standard A Reactant A | H302, H315, H319, H335, H411 |
| 2,4-Dinitrophenylhydrazine , 33% (w/w) 물 포함, 0.300 g 유리 바이알 | DNPH | H228, H302 |
| 4.7% NaCIO 를 포함한 표백제 수용액, 13.5 cm ³ ,호박색 유리병 | Bleach | H290, H314, H400 |
| Ethyl acetate 에틸아세테이트, 15 cm³, 호박색 유리병 | EtOAc | H225, H319, H336 |
| TLC 전개액(Eluent), hexanes/ethyl acetate 4:1 (v/v), 5 cm³, 호박색 유리병 | TLC eluent | H225, H304, H315, H336, H411 ² |
| 5% Na₂CO₃ , 수용액, 20 cm³, 플라스틱병 | 5% Na₂CO₃ | H319 |
| 20% HCI , 수용액, 15 cm³, 플라스틱병 | 20% HCI | H290, H314, H319, H335, 그 외 |

문제 P2 (녹색 바구니)

| 화학 물질 | 라벨 | GHS 안전 규약 1 |
|--|-------------------------------------|------------------|
| 8 mmol dm ⁻³ 루미놀(luminol) 이 녹아 있는 0.4 mol dm ⁻³ | Luminol | H290, H315, H319 |
| NaOH 수용액, 50 cm³, 플라스틱병 | in NaOH | H290, H313, H319 |
| 2.00 mmol dm ⁻³ CuSO₄ 수용액, 25 cm³, 플라스틱병 | Cu | 안전 |
| 2.00 mol dm ⁻³ H₂O₂ 수용액, 12 cm³, 작은 플라스틱병 | H ₂ O ₂ conc. | H302, H315, H318 |
| 0.100 mol dm ⁻³ cysteine hydrochloride 수용액, 12 cm³, | Cva cono | 안전 |
| 작은 플라스틱병 | Cys conc. | |
| Water , 50 cm³, 플라스틱병 | Water | 안전 |

¹ GHS 안전 규약에 대해서 페이지 3를 참조하라.

² Hexanes 에 대한 GHS 안전 규약





문제 P3 (달리 언급이 없으면 회색 바구니에 있음)

| 화학 물질 | 라벨 | GHS 안전규약1 |
|--|--------|------------------------|
| 광천수(mineral water) 시료 , 400 cm³, 플라스틱병 (벤치) | Sample | 안전 |
| 3 mol dm ⁻³ NH₄Cl / 3 mol dm ⁻³ NH₃ 수용액, 15 cm³, 플라스틱병 | Buffer | H302, H319, H314, H400 |
| NaCl , 고체, 10 g, 플라스틱병 | NaCl | H319 |
| Eriochrome black T, 지시약 (indicator mixture), 플라스틱병 | ЕВТ | H319 |
| Bromothymol blue, 지시약(indicator solution), 플라스틱병 | втв | H302, H315, H319 |
| 5.965 × 10 ⁻³ mol dm ⁻³ disodium ethylenediamine tetraacetate 표준 용액, 200 cm³, 플라스틱병 (벤치) | EDTA | H302, H315, H319, H335 |
| 0.2660 mol dm ⁻³ NaOH 표준 용액, 250 cm ³ , 플라스틱병 (벤치) | NaOH | H314 |
| 강 산성 양이온 교환수지(Strong acidic cation exchange resin) , H ⁺ 형태, 증류수로 씻어낸 50 cm ³ 의 팽창된 물질, 플라스틱병 | Catex | H319 |

장비

모든 시험 문제 (달리 언급이 없으면 선반에 있음)

| 공동 장비 | 수량 |
|---|--------------|
| 페이퍼 와이프 | 2–4 인 당 1 박스 |
| 휴지통 (벤치, 싱크대 근처) | 4 인 당 1 |
| 나이트릴 장갑 (후드) | 실험실당 1 박스 |
| 개인 실험 기구 | |
| 보안경 | 1 |
| 피펫 스탠드(벤치) | 1 |
| 피펫 필러 벌브(Bulb pipette filler) | 1 |
| 유리 비커 100 cm³ (유리 막대, 플라스틱 스푼, 스패츌라, 각각 1 | |
| 핀셋(tweezers), 마커, 연필, 자 포함) | ~~~~ |

문제 P1 (달리 언급이 없으면 흰색 바구니에 있음)

| 공동 장비 | 수량 |
|-------------------------------|---------|
| UV 램프(후드) | 12 명당 1 |
| 진공장치 (진공호스에 연결된 플라스틱 스탑콕, 벤치) | 2 인당 1 |
| 개인 실험 기구 | 수량 |



| 온도탐침이 달린 핫플레이트 스터러 (벤치): 금속클립이 | 71-71-4 |
|--|----------|
| 포함된 결정화 수조 | 각각 1 |
| 실험용 스탠드 (벤치): | 각각 1 |
| 작은 클램프와 큰 클램프가 달린 클램프 홀더들 | ~~~! |
| Organic waste 플라스틱병 (벤치) | 1 |
| 금속링 | 1 |
| 자석바(stir bar)가 있는 둥근 바닥 플라스크, 50 cm³ | 1 |
| 눈금 실린더, 10 cm³ | 1 |
| 환류 컨덴서 (Reflux condenser) | 1 |
| 마개달린 분별 깔대기, 100 cm³ | 1 |
| 갈아맞춘 조인트가 없는 삼각 플라스크, 50 cm³ | 1 |
| 갈아맞춘 조인트가 없는 삼각 플라스크, 25 cm³ | 1 |
| 갈아맞춘 조인트가 있는 삼각 플라스크, 50 cm³ | 1 |
| 유리 깔대기 | 1 |
| 감압 플라스크, 100 cm³ | 1 |
| 여과 깔대기용 고무 어뎁터 | 1 |
| 유리 소결 여과 깔대기, 투과성 S2 (흰색 라벨) | 1 |
| 유리 소결 여과 깔대기, 투과성 \$3 (오렌지 라벨) | 1 |
| 페트리디쉬 뚜껑이 있는 유리 비커, 50 cm³ | 1 |
| 비커, 150 cm ³ | 1 |
| TLC 용 눈금있는 모세관 스팟터, 5 μl | 3 |
| 5 개의 pH 지시종이와 1 개의 pH 색도표가 담긴 지퍼백 | 1 |
| 2 개의 TLC 판이 든 지퍼백 | 1 |
| 파스퇴르 피펫 | 4 |
| 고무 벌브 | 1 |
| Student code B 로 라벨된 유리 바이알 (할로폼 반응 | 1 |
| 생성물용) | I |
| Student code C 로 라벨된 유리 바이알 (브래디 시약 반응 | 1 |
| 생성물용) | I |

문제 P2 (달리 언급이 없으면 녹색 바구니에 있음)

| 개인 실험 기구 | 수량 |
|---|----|
| 스톱워치 | 1 |
| 전자식 온도계와 보정(calibration)상수가 적힌 카드 | 1 |
| 부피 플라스크, 50 cm³ | 1 |
| 벌브 피펫(Bulb pipette), 5 cm³ (벤치, 피펫 스탠드) | 1 |
| 눈금 피펫, 5 cm³ (벤치, 피펫 스탠드) | 3 |
| 눈금 피펫, 1 cm³ (벤치, 피펫 스탠드) | 2 |



| H₂O₂ dil. 로 라벨된 플라스틱병 (희석된 H₂O₂ 용), 50 cm³ | 1 |
|---|---|
| Cys dil.로 라벨된 플라스틱병 (희석된 cysteine·HCl 용), 50 cm ³ | 1 |
| 검정색 플라스틱 시험관, 15 cm³ | 1 |
| 뚜껑 없는 원심 분리용 튜브(Capless centrifuge tube), 1.5 cm ³ | 1 |
| 플라스틱 비커, 25 cm³ | 1 |
| 삼각 플라스크, 100 cm ³ | 1 |

문제 P3 (달리 언급이 없으면 회색 바구니에 있음)

| 개인 실험 기구 | 수량 |
|-----------------------------------|-----------|
| 실험용 스탠드 (벤치): | |
| 흰색 종이 받침 | 각각 1 |
| 뷰렛 클램프 | ~~~ |
| 뷰렛, 25 cm³ | |
| 벌브 피펫, 50 cm³ (벤치, 피펫 스탠드) | 1 |
| 벌브 피펫, 10 cm³ (벤치, 피펫 스탠드) | 1 |
| 유리 깔대기 | 1 |
| 눈금 실린더, 5 cm³ | 1 |
| 적정 플라스크 (평면 바닥), 250 cm³ | 2 |
| 삼각 플라스크, 250 cm ³ | 1 |
| 유리 소결 여과 깔대기, 투과성 S1 (파란 라벨) | 1 |
| 비커, 100 cm³ | 2 |
| 비커, 250 cm³ | 1 |
| 눈금 없는 얇은 플라스틱 파스퇴르 피펫 | 2 |
| 눈금 있는 두꺼운 플라스틱 파스퇴르 피펫 | 1 |
| 5 개의 pH 지시종이와 1 개의 pH 색도표가 담긴 지퍼백 | 1 |
| 예비용 5 개의 거름종이 스트립이 담긴 지퍼백 | 1 |
| Waste catex 플라스틱병 (벤치) | 1 |



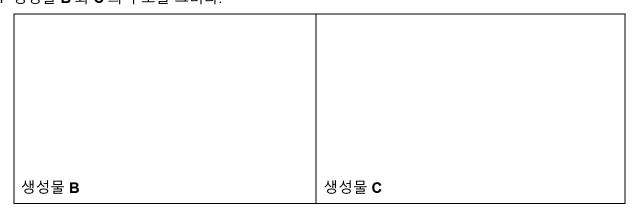
| 실험 문제 P1 | 문제 | 1.1 | 1.2 | 수율 | m.p. | 총합 |
|----------|----|-----|-----|----|------|----|
| | 배점 | 4 | 16 | 20 | 10 | 50 |
| 전체의 14% | 점수 | | | | | |

문제 P1. 표백제를 이용한 할로폼(Haloform) 반응

모르는 화합물에 있는 작용기들을 구별해내는 화학시험반응들이 개발되었다. 이 실험에서는 2-나프틸 에탄온 (A, 2-acetonaphtone)을 출발물질로 사용하여 두 종류의 화학시험반응을 수행할 것이다:

- 할로폼 반응은 메틸 케톤을 염기성 하이포할라이트(hypohalite) 수용액과 반응시킬 경우 카르복실산 (생성물 **B**)과 할로폼 (trihalomethane)을 생성하는 반응이다.
- 알데하이드 또는 케톤과 브래디(Brady) 시약(2,4-dinitrophenylhydrazine 의 산성 용액)을 반응시키면 오렌지색의 하이드라존(hydrazone) 침전물 (생성물 C)이 생성된다.

P1.1 생성물 B 와 C 의 구조를 그려라.



중요사항들:

- 총점은 제출된 TLC 판 1 로부터 계산된 화합물 A 와 B 의 R_f 값들과 제출된 생성물 B 와 C 의수율과 순도에 의해 결정된다.
- 생성물의 순도는 TLC 와 녹는점에 의해 평가될 것이다.
- 제공된 하이포클로라이트(hypochlolite) 용액은 모든 반응물 A를 생성물 B로 전환시키기에 충분하지 않다. 남아있는 반응물 A를 산-염기 추출법으로 회수한 후, 브래디 시약과 반응시켜 하이드라존 C를 얻은 후 분리할 것이다. 생성물 B와 C의 수율을 더하여 채점할 것이다.



실험과정

I. 할로폼 반응

- 1. 스터러를 켜고 속도를 540 rpm 에 맞춘다. 위쪽 클램프에 놓여있는 온도탐침을 거의 수조의 바닥까지 닿게 하고 80 °C 로 맞춘다.
- 2. 0.500 g 의 2-acetonaphtone (라벨 **Reactant A**)를 자석바가 있는 50 cm³ 둥근바닥 플라스크로 옮긴다. 눈금 실린더를 이용하여 에탄올 (세척병에 있는) 3 cm³ 를 재고 이 에탄올로 남아 있는 반응물 **A** 를 녹인 후 파스퇴르 피펫으로 둥근바닥 플라스크로 옮긴다.
- 3. 그림 1 처럼 반응을 셋업한다. 반응 플라스크를 준비된 뜨거운 물 수조에 담근다. 공기환류 컨덴서(물연결은 필요 없음)를 헐겁게 연결된 큰 클램프의 윗부분에 안전하게 고정시킨다. 화합물 A를 저어서 녹인다.

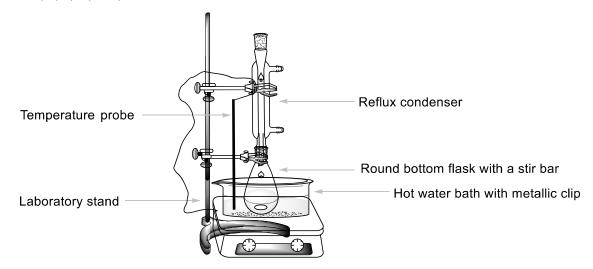


그림 1. 물 수조를 이용한 가열 반응 장치 셋업.

- 4. 수조의 온도가 75 °C 로 되었을 때, 조심스럽게 작은 유리 깔대기를 사용하여 컨덴서의 열린 윗부분으로 NaClO 용액 (**Bleach**)을 모두 반응혼합물에 첨가한다. 75 °C 와 80 °C 사이에서 60 분 동안 저어주면서 반응혼합물을 가열하여라.
- 5. 그 후 핫플레이트 스터러의 가열을 멈추고 물수조로부터 반응 플라스크를 꺼낸다. (주의! 플라스크는 뜨거우니 클램프만 손댈 것.) 반응혼합물을 15 분 동안 식도록 놓아둔다.

II. 반응혼합물의 워크업

1. 분별 깔대기를 금속링에 두고 갈아맞춘(ground) 조인트가 없는 50 cm³ 삼각 플라스크를 깔대기 밑에 두어라. 유리 깔대기를 사용하여 식은 반응 혼합물을 분별 깔대기에 부어라. 핀셋으로 자석바를 유리 깔대기에서 제거하여라. 에틸아세테이트 (EtOAc) 5 cm³ 를 재고 이것을 반응 플라스크를 씻는데 사용하여라. 파스퇴르 피펫을 사용하여 씻은 것들을 분별 깔대기로 옮긴다.



- 2. 추출을 실행하여라. 층들이 분리되게 놓아둔다. 아래의 수용액층을 갈아맞춘 조인트가 없는 50 cm³ 삼각 플라스크에 모은다. 유리 깔대기를 사용하여 유기층을 25 cm³ 삼각 플라스크에 모은다. 두 층 모두를 잘 보관하여라!
- 3. 50 cm³ 삼각 플라스크에 모았던 물층을 다시 유리 깔대기를 이용하여 분별 깔대기로 옮긴다. 에틸아세테이트 5 cm³ 를 재고 추출을 반복하여라(윗 단계 II.2). 유기층들을 25 cm³ 삼각 플라스크에 같이 모은다. 두 층 모두를 잘 보관하여라!
- 4. TLC 판을 준비하라. 사용하기 전에 잘 체크해라. 사용하기 전에 부서진 판들은 벌점없이 교환이 가능하다. 연필로 출발선을 그리고 샘플들을 찍기 위한 자리들을 표시해라. 그림 2 처럼 TLC 판의 꼭대기 원 안에 숫자 1 을 쓰고 학생코드를 기입해라. 주어진 바이알에 있는 2-acetonaphtone 샘플 (Standard A)을 에탄올 약 2 cm³ (대략 유리 파스퇴르 피펫의 한번 가득의 양) 로 녹여라. 세 점 위치들에 표시를 하고 각각 A, O1 그리고 O2 로 이름을 쓰라. Standard A 의 1 μl (5 μl 모세관 스팟터의 한 눈금)를 점으로 찍어라. 단계 II.3 에서 모은 유기층을 O1 에 찍어라. 점 O2 는 나중에 찍을 것이다.

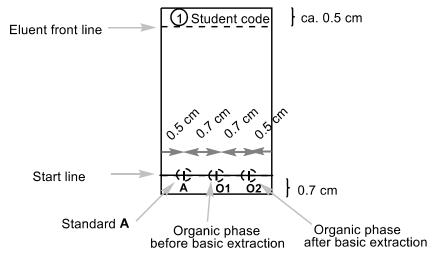
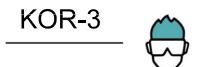


그림 2. TLC 판 준비를 위한 설명.

- 5. 모은 유기층을 5% Na_2CO_3 수용액 약 5 cm 3 로 두 번 추출을 하여라. 이 때 물층은 처음 추출을 할 때 얻은 물층이 들어 있는 갈아맞춘 조인트가 없는 50 cm 3 삼각 플라스크에 함께 모은다.
- 6. 분별 깔대기에 있는 유기층을 5 cm³ 증류수로 씻어준다. 물층을 모은 수용액 추출액과 합친다. 유기층은 갈아맞춘 조인트가 있는 50 cm³삼각 플라스크에 모은다. 단계 II.4 에서 준비한 TLC 판(판 1)에 **O2** 용액의 1 μl 를 점으로 찍어라.
- 7. TLC 분석을 수행하여라. 50 cm³ 비커에 약 2 cm³ 의 TLC 전개액을 부어라. TLC 판을 세우고 비커를 페트리접시로 덮고 전개액이 판 꼭대기 아래 0.5 cm 까지 도달하게 두어라. 핀셋을 이용해서 TLC 판을 밖으로 꺼내고 전개액의 전개선을 그리고 판을 공기중에서 건조시켜라. TLC 판을 후드 안의 UV 램프 아래에 두고 연필로 눈에 보이는 모든 점들에 원을 그려라. 반응물 A 와 생성물 B 의 R_f 값들을 계산하여라. TLC 판을 지퍼백 안에 두어라.



 $\overline{\gamma}$ 주의사항 1: 생성물 B 는 TLC 판에서 꼬리를 끌며 올라갈 수 있다. 그러므로, 샘플의 점을 과량 찍는 것을 피한다.

주의사항 2: 어떤 경우에는 두 개의 부산물들이 유기층 O1 과 O2 에서 매우 낮은 감도로 관찰될 수 있다. 이 경우에 가장 진한 점(들)의 R_i 값을 계산하여라.

주의사항 3: 만약에 유기층 O2 에서 여전히 출발물질 A 와 생성물 B 모두가 관찰된다면, Na_2CO_3 수용액과 물을 가지고 하는 추출을 반복하여라 (II.5 와 II.6 단계들). 이 경우에 반복된 추출 후에 표준물질 A 와 유기층 O2 만을 찍은 또 다른 TLC 판(판 2)를 제출한다. TLC 판 꼭대기의 원 안에 숫자 2 를 쓰고 학생코드를 기입하여라. TLC 판 2 를 전개하기위해 새로운 전개액을 사용하라.

P1.2 TLC 판 결과들에 대한 다음 질문들에 답하시오. 판 1 로부터 표준물질 \mathbf{A} 와 생성물 \mathbf{B} 의 R_f 값을 계산해라. 소수점 아래 두 자리까지 결과를 나타내시오.

| 1 2 11 11 1 2 1 | | |
|-------------------------------|---------------|-------------------------|
| TLC 분석결과에 의 | 하면, 유기 YES | 은 다음을 포함한다: |
| 출발물질 A | | |
| 생성물 B | | |
| TLC 분석결과에 의 | 하면, 최 YES | 층 O2 는 다음을 포함한다: |
| 출발물질 A | | |
| 생성물 B | | |
| <i>R₁</i> (A) 의 계산과정 | | |
| $R_f(\mathbf{A}) =$ | | |
| <i>R</i> ₁(B) 의 계산과정 | | |
| R _f (B) = | | |

Ⅲ. 브래디 시약을 이용한 반응

주의: 장갑을 사용할 것! 브래디 시약은 피부와 모든 표면을 염색시킨다. 노출된 부위들은 즉시 에탄올로 씻어라! 필요하면 사용한 장갑을 교체해라.

물수조를 80 °C 로 먼저 맞춰라. 단계 II.6 에서 유기층 **O2** 가 들어있고 갈아맞춘 조인트가 있는 50 cm³ 삼각 플라스크에 자석바를 넣는다. 그리고 0.300 g 의 2,4-dinitrophenylhydrazine (**DNPH**)를 첨가한다. 눈금 실린더를 이용하여 에탄올 10 cm^3 를 재어라. 파스퇴르 피펫으로 $5 \times 2 \text{ cm}^3$ 에탄올로



DNPH 가 담겨있는 바이알을 씻어서 모든 DNPH 를 삼각 플라스크로 옮긴다. 삼각 플라스크를 뜨거운 물수조에 담그고, 에탄올로 씻은 환류컨덴서를 위에 꽂는다 (그림 1 과 유사한 셋업). 컨덴서의 열린 윗부분으로 깔대기를 이용해서 3 cm³의 20% HCI을 첨가하고 80 °C 에서 2 분동안 저어라. 생성물 C 의 미세한 오렌지색 결정들이 생기기 시작한다. 이 때 핫플레이트 스터러의 가열을 멈춘다. 물수조로부터 반응플라스크를 꺼낸다. (주의! 플라스크는 뜨거우니 클램프만 손댈 것.) 반응혼합물을 15 분동안 식도록 놓아두고 차가운 물수조 (차가운 수도물을 150 cm³의 비커에 부어서 준비할 것)에 담가 두어라.

IV. 생성물들의 분리

- 1. 단계 II.6 에서 모은 물층의 pH 를 조사하여라. 20% HCI 용액으로 유리막대를 저어가며 조심스럽게 산성화를 시켜 (약 2 cm³ 의 HCI 수용액이 필요하다) 최종 pH 가 2 정도 되게 한다 (pH 지시종이로 체크할 것). 하얀색의 생성물 **B** 가 침전물로 생성된다.
- 2. 투과성 S2(흰색 라벨)의 유리소결(glass fritted) 필터 깔대기를 사용하여 감압 여과장치(그림 3)를 셋업하여라. 그리고 작은 클램프를 사용하여 실험실 스탠드에 고정시켜라. 감압 플라스크를 진공호스에 연결하여라. 생성물 B (단계 IV.1)가 있는 현탁액을 유리소결 필터 깔대기에 붓고 고체들을 가라앉게 두어라. 그 후에 진공 밸브를 열어라. 주의: 밸브 사용 전 후에 조교에게 알리고 사용하여라! 여과액의 pH 가 약 6 이 될 때까지 걸러진 고체를 6 cm³ 의 증류수로 두 번 씻어라. 생성물을 건조하기 위해 감압상태를 약 5 분간 유지하라. 진공 호스를 빼내고 스패츌라를 사용하여 하얀색 생성물 B 를 Student code B 라벨이 붙은 바이알로 옮기고 벤치 위에서 건조되도록 뚜껑 없이 놓아둔다. 여과액은 싱크에 버리고 여과 플라스크를 씻는다. 주의사항: 소결유리를 긁어서 생성물에 들어가지 않도록 주의할 것!

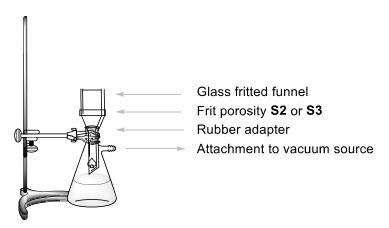
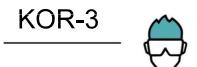


그림 3. 감압 여과장치의 셋업.

3. 투과성 **S3**(오렌지라벨)의 유리소결(glass fritted) 필터 깔대기를 사용하여 감압 여과장치를 실험과정 IV.2 와 유사하게 셋업하여라. 생성물 **C**(단계 III)가 있는 현탁액을 유리소결 필터 깔대기에 붓고 일분간 기다린 후에 진공 밸브를 열어라. 여과하거나 씻는 과정에서 스패츌라로 고체들을 **젓거나 긁거나 하면 절대로 안된다**. 왜냐하면 이 경우 고체들이 필터를 통과할 수 있다.



여과액의 pH 가 중성이 될 때까지 침전물을 5 cm³ 에탄올 (전체 15 cm³) 로 세 번 씻어라. 생성물을 건조하기 위해 감압상태를 약 5 분간 유지하라. 진공 호스를 빼내고 스패츌라를 사용하여 <u>오렌지색</u> 생성물 **C** 를 **Student code C** 라벨이 붙은 바이알로 옮기고 벤치 위에서 건조되도록 뚜껑 없이 놓아둔다. 여과액은 **Organic waste** 병에 모아둔다.

주의사항: 만약 생성물이 유리 소결 필터 깔대기를 통과한 경우 통과한 현탁액을 한번 더 여과하여라. 만약 계속 생성물이 통과하면 조교에게 연락해라.

조교는 다음의 제출물들을 가져갈 것이며 답지에 서명을 할 것이다.

- 생성물들이 들어 있고 Student code B 와 C 가 라벨된 유리 바이알들
- Student code 가 라벨 된 지퍼백에 든 TLC 판들

제출된 품목들:

| 생성물 B | | | | |
|--------------|--|----|------|--|
| 생성물 C | | | | |
| TLC 판 1 | | | | |
| TLC 판 2 (옵션) | | | | |
| 서명: | | | | |
| | | 한생 | 조교 | |