문제 6. N-benzyl-3-nitroaniline 합성

시약

* 메타-니트로아닐린(3-nitroaniline), 1.1g
* 벤질알데하이드(Benzaldehyde), 1.5mL
* 수소화붕소나트륨(), 0.5g
* 에탄올(Ethanol), 100mL
* 헥세인(Hexane)/에틸 아세테이트(Ethyl acetate) 4:1 혼합물 (TLC 이동상), 5mL

기구 및 초자

* 삼각플라스크(Erlenmeyer flask), 50mL &100mL
* 얼음 수조(ice bath)
* 감압 장치(vacuum source for suction filtration)
* TLC 판과 TLC챔버(TLC plates and TLC chamber)
* 모세관(Capillary)
* 깔때기(funnel)
* 여과지(Paper filter)
* 약수저(Spatula)

실험 과정

Ⅰ Imine 합성

1. 50mL 삼각플라스크에 1.1g 메타-니트로아닐린을 10mL에탄올에 녹인다.

2. 1.5mL 벤질알데하이드를 삼각플라스크에 가한다.

3. 플라스크를 가끔 흔들어주면서 20분간 둔다.

4. 플라스크를 ice bath에 두어 식힌다.

5. 침전된 고체를 알코올로 씻지 말고 진공으로 거른 후 TLC 용으로 적은 양의 시료를 보관한다.

Ⅱ Imine의 환원

1. Ⅰ에서 얻은 고체를 100mL 삼각플라스크에 넣고 20mL 에탄올로 녹인다.

2. 삼각플라스크에 수소화붕소나트륨를 조금씩 가하면서 지속적으로 흔들어 준다.

3. 15분간 더 이 플라스크를 지속하여 흔들고 이 반응물을 50mL 얼음물에 붓는다.

4. 침전물을 유리 깔대기에 모은 후 찬물로 씻어준다.

5. 생성물을 공기 중에 말리고 무게를 잰다.

Ⅲ TLC

출발물질, 중간체, 생성물을 헥세인(Hexane)/에틸 아세테이트(Ethyl acetate) 4:1 혼합물로 전개한다.

데이터 분석 및 질문

P6.1 중간체와 생성물의 구조를 그리시오..

P6.2 TLC 판을 비교하고 출발물질, 중간체, 생성물의 를 구하라.

P6.3 화합물의 수득률을 계산과정을 포함하여 구하라.