

Pre-report

Example 1)

실험 4. 아스피린의 합성과 순도 측정

아스피린(aspirin) 혹은 아세틸살리실산은 살리실산염 의약품이다. 녹는점 135°C 의 백색 결정성 분말로 물에 녹지 않고 약간 신맛이 난다. 살리실산은 의학적 효과는 있었지만 위벽을 자극하여 설사를 일으키고 많이 먹으면 죽는 경우도 있었다. 1987년 독일 프리드리히 바이엘사의 연구원 호프만은 살리실산의 히드록시기를 아세틸기와 에스테르화시켜 아스피린을 합성하여 살리실산의 부작용을 크게 줄일 수 있었다. 아스피린은 지금까지도 진통제·해열제로 쓰이며 심장마비 예방약으로도 쓰인다. 이 실험에서는 에스테르 반응을 통해 아스피린을 직접 합성해보고, 염기성 표준용액과의 산-염기 적정법에 의해 농도를 구하여 순도를 결정하는 것에 목적이 있다.

아스피린 합성은 물에 녹지 않고 고체로 존재하는 에스테르인 아스피린을 혼합물로부터 분리하는 실험이다. 이 때 반응속도와 수득율을 높이기 위해 아세트산무수물을 이용하는데, 이 경우 물이 생기지 않아 생성된 아스피린을 가수분해시키지 않고 정반응을 촉진시킨다. 또한 에스테르 반응은 산 촉매 하에서 빠른 속도로 일어나는데, 촉매로 쓰는 황산 혹은 인산은 탈수역할을 하여 반응속도를 높인다. 먼저, 살리실산과 아세트산 무수물 그리고 인산을 후드 내 설치된 $70\text{--}80^{\circ}\text{C}$ 의 물중탕으로 가열한 뒤 증류수로 재결정시킨다. 이를 감압여과하여 오븐에서 건조시키고 수율을 계산한다. 이 때 사용된 살리실산:사용된 아세트산 무수물:합성된 아스피린=1:1:1이며, 아세트산 무수물이 과량인 반면 살리실산이 한정 반응물로 작용한다는 점을 이해한다.

다음은 0.1 M NaOH 용액을 제조하고 이를 0.1 M HCl 표준용액으로 표준화하여 정확한 농도를 구한다. 산-염기 적정법은 곧 부피분석으로 분석하고자 하는 시료와 반응하는데 드는 표준용액의 부피를 측정한다. 시료가 산일 경우 표준용액은 염기가 되고 이를 적정액이라고 한다. 표준용액이란 순도 99.99% 이상의 물질로, 이것이 아닌 경우 표준화 작업을 거친다. 적정 시에는 뷰렛에 표준용액을 넣고 시료용액이 든 플라스크에 넣어 반응이 완결되었을 때의 소비량을 측정한다. 반응 완결의 여부는 지시약을 사용하는데 지시약은 일종의 약산(또는 약염기)로서 산형과 염기형의 색깔이 달라 당량점 부근에서 색이 변한다는 사실을 이용한다. 정확한 종말점을 찾기 위해서는 당량점 부근에서 화학적/물리적 변화를 알고 정밀한 부피측정을 해야 적정 오차를 줄일 수 있다. 이번 실험에서는 페놀프탈레인을 지시약으로 사용한다. 당량점은 $MV=M'V'$ 를 통해 계산하며, 표준화한 NaOH 용액의 소비량을 아스피린 중의 활성 성분으로 환산할 수 있다.

위의 과정을 통해 아스피린을 직접 합성하여 순도를 결정할 수 있다. 보다 의미있는 실험을 위해서는 높은 순도를 가지는 아스피린을 합성하도록 노력하되 시약의 부식성에 주의하고 피펫과 뷰렛의 사용법을 제대로 숙지해야 할 것이다. 또한 순도를 결정하는 다른 방법으로 아스피린의 녹는점을 측정하여 문헌값과 비교해 볼 수 있을 것이다.

Example 2)

실험 5. 나일론 610과 헤어 젤 만들기

고분자란 분자량이 극히 큰 (보통 1만 이상) 화합물로 고중합체라고 한다. 단백질을 비롯한 녹말, 셀룰로오스 등 천연으로 존재하는 것이 있으며, 나일론, 테트론 등의 합성섬유와 폴리염화비닐, 폴리에틸렌, 스티로폴 등은 합성고분자화합물이다. 이번 실험에서는 이렇듯 일상 생활에서 친숙한 고분자 물질 중 하나인 나일론과 헤어 젤을 직접 합성해보고자 한다.

고분자는 단량체(monomer)가 반복적으로 합쳐져서 형성되며, 이 과정을 중합반응(polymerization)이라 한다. 첨가중합, 축합중합 등이 있으며 나일론은 전형적인 축합중합이다. 우리는 실험실에서 쉽게 합성할 수 있는 나일론 610을 합성하는데 반응성이 큰 산염화물을 이용해 실온에서도 아민과 쉽게 반응하여 폴리아마이드를 만들 수 있다. 헥사메틸렌디아민은 물에, 염화세바코일은 물과 섞이지 않는 용매 (사염화탄소)에 녹여 접촉시킴으로써 두 용액의 계면에서 중합반응이 일어나게 된다. 이러한 중합반응을 계면중합이라고 한다. 이 계면에서 생긴 중합체 (나일론)의 필름을 집게로 집어 올리면 필름이 제거됨과 동시에 그 자리에 새로운 중합체가 계속 생성되게 되는 연속 반응으로 인하여 끈이나 실 모양의 고분자 중합체를 만들 수 있다. 이것을 나일론 끈 마술이라 부르며, 두 용액 속의 반응물은 전체적인 화학량적인 관계가 필요하지 않다. 따라서 실험 시 계면이 많이 흔들리지 않도록 주의한다. 반면에, 섞이지 않는 두 용액을 혼합기를 사용하여 세게 흔들어주면 두 접촉면이 넓게 되어 짧은 시간에 많은 중합체를 얻을 수 있다. 나일론 끈 마술법으로 합성한 나일론은 충분히 씻어준 뒤 오븐에서 건조시킨다. 화상에 주의하여 녹는점을 측정하고, 문헌값과 비교해본다. 나일론 합성 반응 중에서 헥사메틸렌디아민 수용액에 첨가되는 수산화 나트륨은 축합반응의 부산물인 HCl과 헥사메틸렌디아민이 산-염기 반응을 통해 salt를 형성하여 수율을 떨어뜨리는 것을 막아준다. 또한 생성물을 바로 제거해 주므로 르 샤틀리에 원리에 의해 반응을 촉진시키는 역할도 한다.

고분자의 특성인 젤(gel) 교차는 고분자 사슬들이 화학적으로 교차 결합하거나 물리적으로 교차하여 네트워크를 이룬 것이다. 젤은 점도가 높아 흐르지 않는 고체적 특징을 갖지만 모양을 쉽게 바꿀 수 있다. 생활 속에서 많이 사용되고 있는 헤어 젤은 수용성 고분자에 의한 점도증가제에 정발 성분을 첨가시킨 젤리상의 투명정발료이다. 먼저 gelling agent인 Na^+ 을 제공함과 동시에 pH를 일정하게 하면서 base의 역할을 하는 EDTA-Na와 수용성 고분자인 카르복시비닐폴리머를 1시간 동안 충분히 반응시킨 후 트리에탄올아민을 사용하여 젤화반응을 시켜서 헤어 젤을 만드는 것이다. 여기에 세팅제 역할을 하는 폴리비닐피롤리돈과 보습제 역할을 하는 글리세린이 첨가되며, 개인 취향에 따라 식용색소나 향료를 넣어준다.

우리는 이 실험에서 계면중합을 이용한 나일론 끈 마술 실험을 통해 비교적 간단하고 짧은 시간에 고분자 합성이 가능함을 알아본다. 또한 헤어 젤 합성을 통해 젤의 특성과 젤화 반응을 잘 이해하며, 직접 만든 헤어 젤과 시판되는 헤어 젤을 비교해 볼 수 있을 것이다.