

DU-도전학기 참가신청서

성 명			
단과대학	학 과 (전공)		
휴대전화	E-mail		
보호자 성명	보호자 연락처		
도전학기 지도교수			
도전학기 과제명	상온 에스터화 반응에 의한 bis(propargyl succinate) (BPS) 합성 및 구조 분석에 관한 연구 Study on synthesis of bis(propargyl succinate) (BPS) by an esterification at room temperature and its structural analysis		
도전 기간	2019-겨울계절수업(계절학기)	도전 영역	☐ 일반선택영역 ☒ 전공선택영역
도전학기 과제 내용 요약	학부과정에서 습득한 이론적인 유기합성에 대한 기초지식을 바탕으로 1) 최종 물질의 디자인, 2) 참고문헌 조사를 통하여 출발물질 및 중간체 물질을 선정하는 합성 전략 수립, 3) 실험을 통한 합성 및 분리/정제 공정의 최적화, 4) 기기분석을 통한 구조확인의 체계적인 유기합성법 습득하고, 향후 취업과 연관된 화학공학 분야에 대한 실무 능력을 배양코자 한다. 최종합성물질로 bis(propargyl succinate) (BPS) 합성을 선택하였으며, BPS 화합물은 thermoplastic 고분자에 azide-alkyne Click 반응을 통하여 thermoset 고분자화 시켜 열적 및 기계적 물성을 향상시킬 수 있는 새로운 가교제로 관심이 집중되고 있기 때문이다. Esterification 반응은 고온에서 일어나는 반응이다. 본 과제에서는 특수 촉매를 사용(DMAP, DCC)하여 succinic anhydride (SA)와 propargyl alcohol (PPA)를 상온에서 24시간 반응하여 BPS를 합성하고자 한다. 합성 변수들을 조절하여 합성 조건을 최적화하고, extraction 분리공정 및 column 정제공정을 통하여 고순도 BPS를 확보하고 gas chromatography (GC) 분석으로 순도를 측정하고자 한다. 최종적으로 합성된 BPS의 구조는 nuclear magnetic resonance (NMR) 분석을 통해 확인하고자 한다.		
주요 교내외 활동	기관명	활동기간	활동내용
	학생생활상담센터	2019.04.09. ~ 2019.06.07	2019-1(16기) 학습멘토링 프로그램
	공과대학 행정실	2017.03.20. ~ 2017.12.15	신입생 중도탈락예방 멘토링 프로그램
상기와 같이 DU-도전학기에 지원합니다. 2019년 11 월 27 일 신청인 :			

DU-도전학기 계획서

성명		학번	
단과대학		학과(전공)	
도전학기 과제명	상온 에스테르화 반응에 의한 bis(propargyl succinate) (BPS) 합성 및 구조 분석에 관한 연구 Study on synthesis of bis(propargyl succinate) (BPS) by an esterification at room temperature and its structural analysis		
신청학점 및 교과구분	전공선택: 3 학점	예상 소요 예산	2,000,000 원
지도교수 의견	DU-도전학기 과제의 주제가 유기합성 및 기기분석과 관련된 내용으로, 화학공학과와의 전공 교과과정의 유기화학, 고분자공학, 단위조작, 반응공학 과목과의 연관성이 높으며, 이들 교과목의 이론적 학습 내용을 실험적으로 응용하는 주제이므로, 향후 취업시 연구소 및 기업체에서 요구하는 실무능력 배양에 매우 적절한 주제라 판단됩니다.		
	(소속) (성명)		
학과장 의견	DU-도전학기 과제의 주제가 화학공학과와의 전공 교과과정의 교과목들과 연관성이 높으며, 이들 교과목의 이론적 학습내용을 실험·실증적으로 응용하는 주제이므로, 화학공학과와의 전공학점으로 충분히 인정할 수 있다고 사료됩니다.		
	(소속) (성명)		

1. 도전 배경

유기합성은 간단한 출발물질을 이용하여 단계적 합성을 거쳐 원하는 유기화합물을 얻는 것이다. 유기합성의 단계는 1) 최종 물질의 디자인, 2) 참고문헌 조사를 통하여 출발물질 및 중간체 물질을 선정하는 합성전략 수립, 3) 실험을 통한 합성 및 분리/정제 공정의 최적화, 4) 기기분석을 통한 구조확인으로 구성되어 있다. 이와 같은 유기합성은 제약, 천연물, 염료, 농화학, 화장품, 고분자 및 전자 재료 등의 기초연구와 산업현장에 널리 이용된다.

본 DU 도전학기 프로그램의 도전 배경은 학부과정에서 습득한 이론적인 유기합성에 대한 기초지식을 바탕으로 참고문헌 조사에 의한 합성 전략 수립, 유기합성 실험, 분리 및 정제, 기기분석 등의 구체적인 유기합성법을 배우고자 한다. 또한, 졸업 후 취업과 연관된 화학공학 분야에 대한 실무 능력을 배양코자 한다.

2. 도전 과제의 목표

- ◆ 학부과정에서 습득한 이론적인 유기합성에 대한 기초지식을 바탕으로 1) 최종 물질의 디자인

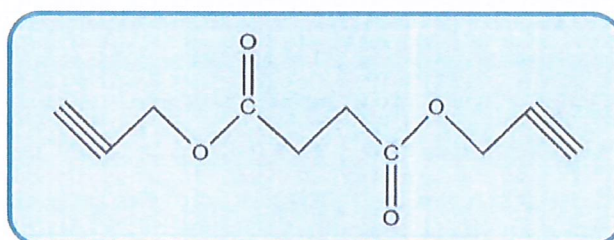
인, 2) 참고문헌 조사를 통하여 출발물질 및 중간체 물질을 선정하는 합성전략 수립, 3) 실험을 통한 합성 및 분리/정제 공정의 최적화, 4) 기기분석을 통한 구조확인 및 체계적인 유기합성법 습득

- ◆ 최종합성물질로 bis(propargyl succinate) (BPS) 합성을 선택하였으며, BPS 화합물은 thermoplastic 고분자에 azide-alkyne Click 반응을 통하여 thermoset 고분자화 시켜 열적 및 기계적 물성을 향상시킬 수 있는 새로운 가교제로 관심이 집중되고 있음
- ◆ 향후 졸업 후 화학공학 분야와 연관된 연구소 및 기업체 취업에 필요한 유기합성, 분리/정제 공정 및 gas chromatography (GC), nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy와 같은 기기분석에 관한 실무 능력 배양

3. 도전 과제 내용

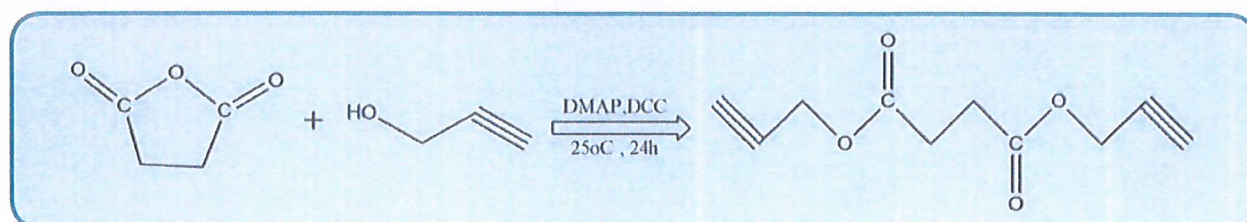
1) 최종물질 디자인

- 고분자 경화반응에 적용되기 위한 가교제는 화합물 구조의 양쪽 말단에 관능기를 필수적으로 가져야 한다.
- 경화반응으로 적용하고자 하는 azide-alkyne Click 반응을 하기 위해서 가교제 화합물의 관능기는 azide ($-N_3$) 또는 alkyne ($-C\equiv C-H$) group을 가져야 한다.
- 부반응의 발생을 억제하기 위하여 높은 순도의 가교제 화합물이 필요하다.
- 이와 같은 요구 특성을 충족하는 가교제 최종물질 구조로 아래와 같이 양쪽 말단에 alkyne ($-C\equiv C-H$) group을 보유한 bis(propargyl succinate) (BPS)를 선정하고자 한다.



2) 합성 전략 수립

- Alcohol과 유기산의 축합에 의한 에스테르화 반응은 고온에서 발생하는 반응이지만, DMAP 및 DCC와 같은 촉매를 사용하여 상온 에스테르화 반응을 수행하고자 한다.
- Succinic anhydride (SA)와 propargyl alcohol (PPA)를 상온에서 24시간동안 반응시켜서 bis(propargyl succinate) (BPS)를 합성하고자 한다.



- 합성을 위한 시약 선정 및 구매 : Succinic anhydride, propargyl alcohol, dimethyl amino pyridine, dicyclo hexylcarbodiimide, methyl chloride, silica, etc.

3) 합성 및 분리/정제 최적화

- 합성 변수 조절 연구에 의한 수율 향상 및 유기합성 최적화
 - : SA 및 PPA 반응물 몰비에 의한 합성 변수 조절 연구
 - : DMAP 및 DCC 촉매 함량에 따른 상온 에스터화 반응 연구
 - : 상온 반응시간 및 용매 사용량에 따른 합성 변수 조절 연구
 - : 합성 변수 조절 연구에 의한 최고 수율 획득
- 분리/정제 공정에 의한 BPS의 고순도화
 - : 유기화학 및 단위조작 수업시간에 습득한 분리/정제 공정을 이용한 고순도화 연구
 - : 반응물, 촉매 및 합성물들의 상호 용해도차를 이용한 추출법(extraction)에 의한 분리 조건 확립
 - : Thin layer column chromatography (TLC) 학습 및 적용하여 분리/정제 조건 확립
 - : 액체 컬럼 크로마토그래피(liquid column chromatography)법 학습 및 수행하여 고순도의 최종 화합물 BPS 정제 조건 확립

4) 기기분석을 통한 구조 분석

- 정제된 고순도의 BPS 구조를 분석하기 위한 분석 장비인 gas chromatography (GC) 및 nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy에 대한 이론학습 및 기기사용법 학습



<Gas chromatography (GC)>



<Nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy>

- Gas chromatography (GC)를 이용하여 최종 합성물인 BPS의 순도 측정
- ^1H 및 ^{13}C NMR spectroscopy 측정에 의한 최종 합성물인 BPS의 구조 확인

5) 실험 결과 정리 및 최종 보고서 작성

- 실험 결과들을 통계 프로그램을 이용하여 처리하고, 도표 및 그래프 작성 프로그램을 사용하여 실험 결과를 정리
- 최종 보고서 작성

4. 도전 과제 추진일정

주차	활동 목표	활동 내용	예상 투입 시간
1주차	합성 디자인 및 전략	- 문헌조사를 통한 최종 합성물 디자인 - 합성 전략 확립 및 시약 구매	20h
2주차	유기합성	- 합성 변수에 의한 합성 가능성 연구 - 합성 변수 조절에 의한 수율 변화 연구	30h
3주차	유기합성 최적화	- 합성 변수 조절에 의한 유기합성 최적화	30h
4주차	분리/정제과정 최적화	- TLC, extraction 및 liquid chromatography 분석법 학습 - 분석법에 의한 분리/정제과정 최적화	20h
5주차	기기분석	- 분석기기 이론적 학습 및 사용법 실습 - GC 측정에 의한 최종 합성물 순도 측정 - NMR 측정에 의한 최종 합성물 구조 확인	20h
6주차	결과정리 및 보고서 작성	- 실험 데이터 정리 및 결과해석 - 최종 보고서 작성	20h

5. 활동 지원비 상세 내역

활동 지원비 신청내역		
항 목	산출근거	금액(원)
재료비	Succinic anhydride(Sigma aldrich), 50g * 3	229,800
	Propargyl alcohol(Tokyo Chemical Idustry), 500mL * 1	99,000
	Dimethyl amino pyridine(Alfa Aesar), 100g * 1	158,000
	Dicyclo hexylcarbodiimide(Sigma aldrich), 500g * 1	356,700
	Dichloromethane(Sigma aldrich), 1L * 3	360,000
	Dimethyl sulfoxide-d6(Sigma aldrich), 25g * 1	523,100
	TLC Plates(20*20cm)(Sigma aldrich), 25units * 1	273,400
합계(원)		2,000,000 원

6. 과제 수행 후 제출할 수 있는 결과물

- 도전 과제를 수행하였음을 증빙할 수 있는 실험 결과, 기기분석 결과, 사진 등이 포함된 최종 보고서 작성 및 제출

DU-도전학기 서약서

소 속 :

학 번 :

성 명 :

위 본인은 DU-도전학기 과제 수행과 관련하여 아래의 내용에 대하여 서약합니다.

1. DU-도전학기 활동을 도전학기 기간동안 성실히 수행할 것을 약속하며, 과제 수행 중 휴학 또는 자퇴할 경우 지원금 전액을 반환하겠습니다.
2. 교내 프로그램 및 타 국고사업과 동일 또는 유사한 과제로 중복지원하지 않을 것을 약속하며, 이를 위반할 경우 DU-도전학기 이수학점 취소 및 지원금 전액을 반환하겠습니다.

2019년 11 월 14 일

서약자

개인정보 수집 및 활용 동의서

소 속 :

학 번 :

성 명 :

위 본인은 대구대학교 DU-도전학기 참여와 관련한 개인정보를 국
고사업 및 각종 평가 실적, 학교 홍보 등의 자료로 활용하는데 동의
합니다.

개인정보 수집 및 이용 항목	
성명, 소속, 학번, 연락처, e-mail, 도전과제 수행내용, 결과물, 수기 등	☒ 동의함 ☐ 동의하지 않음

*위 목적 이외 다른 용도로 활용하지 않습니다.

2019년 11 월 14 일

성명 .