DU-도전학기 참가신청서

성 명		학 번	
단과대학		학과(전공)	
휴대전화		E-mail	
보호자 성명		보호자 연락처	
도전학기 지도교수			
도전학기 과제명	카르바졸 그룹을 포함한 유기화합물 합성, 분리/정제 및 구조 확인 Synthesis, purification, and structural identification of carbazole-containing organic compounds		
도전 기간	2019-겨울계절수업(계절학기)	도전 영역	□일반선택영역 ✓전공선택영역
도전학기 과제 내용 요약	대체 에너지 개발로 화석 연료 사용량을 줄이려는 노력이 세계적으로 큰 호응을 얻고 있다. 대체 에너지 중 태양 에너지는 무궁무진하며, 이를 사용하는 방법의 하나가 바로 태양전지이다. 다양한 종류의 태양전지 중 염료 감응형 태양전지(Dye-Sensitized Solar Cell; DSSC)는 염료 층이 빛을 흡수하여 전기 에너지로 변환하는 방식으로 작동되며 정공수송물질(Hole Transfer Material; HTM)이 사용된다. 그러나 주로 액체로 된 물질을 사용해 안정성에 문제가 있다. 따라서 이번 도전학기에서는 액체가 아닌 고체로 된 물질을 합성해 HTM으로서 태양전지에 적용될 수 있을지 유기화학 반응 메커니즘을 학습하고 분리 및 정제공정을 거쳐 순수한 유기화합물을 얻어 구조를 확인해보려 한다.		

주요 교내외 활동	기관명	활동기간	활동내용
	공과대학 행정실	2017.03.20. ~ 2017.06.16. 2017.09.11. ~ 2017.12.15.	멘토링 프로그램
	혁신지원팀	2019.03.27. ~ 2019.06.19.	2019-1학기 Learning SIG+ 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope; SEM)에 대한 체계적 학습 및 이를 적용한 나노입자 및 고분자 나노복합재의 형상 특성 연구
	학생생활상담센터	2019.04.02. ~ 2019.06.03.	학습멘토링 활동
	혁신지원팀	현재 활동 중	2019-2학기 Learning SIG+ 전기 방사법에 대한 체계적 학습 및 이를 적용한 나노섬유 합성과 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope)을 이용한 형상연구

상기와 같이 DU-도전학기에 지원합니다.

2019년 11월 27일

신청인 :

DU-도전학기 계획서

성 명		학 번	
단과대학		학과(전공)	
도전학기 과제명	카르바졸 그룹을 포함한 유기화합물 합성, 분리/정제 및 구조 확인 Synthesis, purification, and structural identification of carbazole-containing organic compounds		
신청학점 및 교과구분	전공선택: 3 학점	예상 소요 예산	2,000,000 원
지도교수 의견	DU-도전학기 과제의 주제가 정공수송물질의 합성, 분리/정제 및 구조 확인과 관련된 내용으로, 화학공학과의 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 화학공학과의 전공 교과과정의 교과목들과 연관성이 높으며, 이들 교과목의 이론적 학습내용을 실험·실증적으로 응용하는 주제이므로, 화학공학과의 전공학점으로 충분히 인정할 수 있다고 사료됩니다. (소속) (성명)		

1. 도전 배경

유기화학에서 이론적으로 배운 유기화학 반응 메커니즘, 화합물 구조 확인 등이 실질적으로 어떻게 적용되는지를 실험을 통해 경험해보고자 도전하게 되었다.

대체 에너지 개발로 화석 연료 사용량을 줄이려는 노력이 세계적으로 큰 호응을 얻고 있다. 대체 에너지 중 태양 에너지는 무궁무진하며, 이를 사용하는 방법의 하나가 바로 태양전지이다. 다양한 종류의 태양전지 중 염료 감응형 태양전지(Dye-Sensitized Solar Cell; DSSC)는 염료층이 빛을 흡수하여 전기 에너지로 변환하는 방식으로 작동되며 다공성 구조의 물질(Hole Transfer Material; HTM)이 사용된다. 그러나 주로 액체로 된 물질을 사용해 안정성에 문제가 있다.

따라서 이번 도전학기에서는 액체가 아닌 고체로 된 물질을 합성해 HTM으로서 태양전지에 적용될 수 있을지 유기화학 반응 메커니즘을 학습하고 분리 및 정제공정을 거쳐 순수한 유기화합물을 얻어 구조를 확인해보려 한다.

2. 도전 과제의 목표

- 태양전지에 적용될 수 있는 HTM은 어떤 구조가 되어야 하는지 알아보고, 이를 만들기 위

해서는 어떤 유기화학 반응 메커니즘이 필요한지 유기화학에서 이론적으로 배운 내용을 심도 있게 학습하고 실제로 적용시켜본다.

- 합성반응이 끝난 후 어떤 물질이 섞여있을지 생각해보고, 물질들을 분리해 순수한 생성물을 얻기 위한 알맞은 분리 및 정제공정을 찾는다.
- 분리 및 정제공정이 끝난 후 기기분석을 통해 순도를 확인과 생성물의 구조를 결정한다.

3. 도전 과제 내용

1) 유기합성에 필요한 기구 및 시약

- 퍼스널 유기합성장비
- 3,6-dibromocarbazole
- 3-(bromomethyl)heptane
- 4-iodophenol
- Catalyst & Solvent: K_2CO_3, Dimethylformamide(DMF), Acetonitrile, CuI, K_3PO_4, 1,4-Dioxane

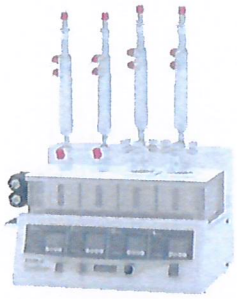

Fig 1. 퍼스널 유기합성장비

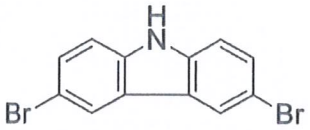

Fig 2. 3,6-dibromocarbazole

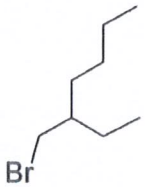

Fig 3. 3-(bromomethyl)heptane

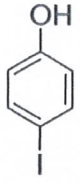

Fig 4. 4-iodophenol

2) 유기화학 반응 메커니즘

- N-(2-ethylhexyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer A) 합성 메커니즘: 1단계

<1단계> 3,6-dibromocarbazole와 3-(bromomethyl)heptane를 K_2CO_3, DMF을 사용해 80℃, 21시간 반응하여 N-(2-ethylhexyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer A)를 합성한다.

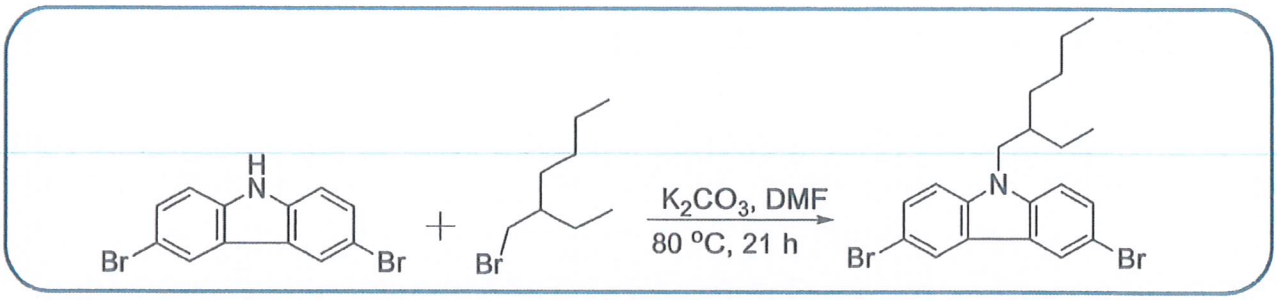

Fig 5. N-(2-ethylhexyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer A) 합성 메커니즘

- N-(2-ethylhexyloxylphenyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer B) 합성 메커니즘: 2단계

<1단계> 4-iodophenol와 3-(bromomethyl)heptane를 K_2CO_3, Acetonitrile를 사용해 60℃, 48시간 반응하여 4-iodo-(2-ethylhexyloxyl)-benzene(monomer B-1)를 합성한다.

<2단계> monomer B-1와 3,6-dibromocarbazole를 CuI, K_3PO_4, 1,4-Dioxane를 사용해 102℃, 48시간 반응하여 N-(2-ethylhexyloxylphenyl)-3,6-dibromocarbazole (monomer B)를 합성한다.

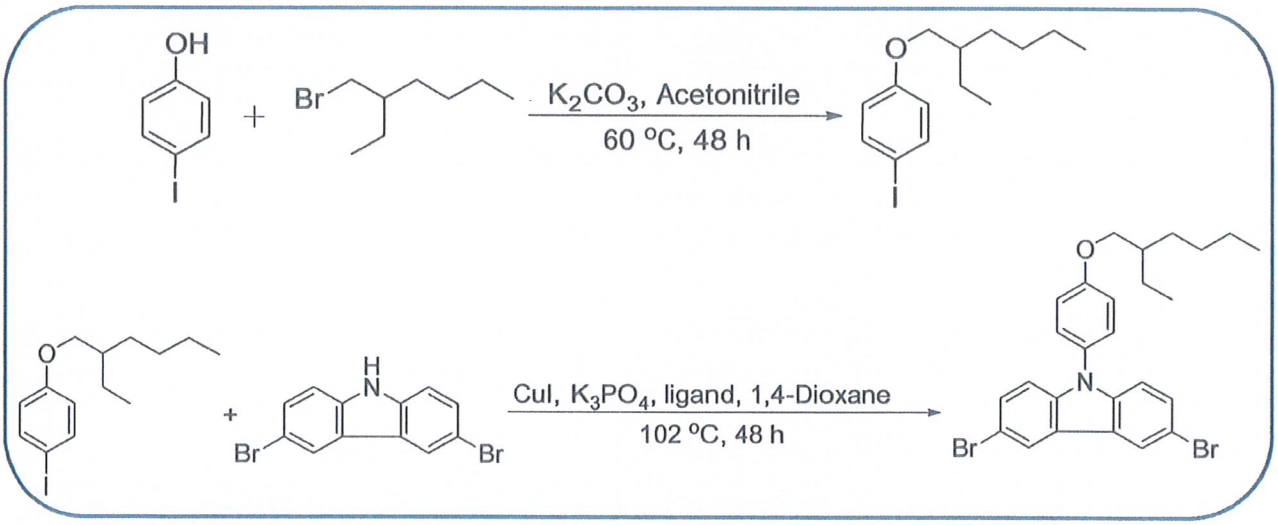

Fig 6. N-(2-ethylhexyloxylphenyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer B) 합성 메커니즘

3) 분리 및 정제공정

- Extraction: 고체나 액체 혼합물에서 필요한 한 성분만을 분리해 내는 방법이다. Separatory Funnel에 solution(solvent/water)과 합성이 끝난 혼합액을 넣어 화학성분의 밀도 차에 의해 분리가 일어나 불순물을 분리해낸다.
- Adsorption & Filtration: H_2O 분자를 표면에 달라붙게 하는 성질을 가진 Magnesium sulfate anhydrous($MgSO_4$)를 이용하여 Extraction 후 남아있는 H_2O를 제거해준 후, filter paper를 이용하여 $MgSO_4$를 제거해준다.
- Thin-layer chromatography(TLC): 실리카겔 흡착제를 판 위에 얇게 입혀서 이 판을 통해 물질이 이동하는 속도의 차를 이용해 용해된 화학 성분을 분리해내는 분석방법이다. 용해된 화학 성분 중 원하는 생성물이 존재하는지 TLC를 이용해 확인하며, 용해된 화학 성분의 분리가 잘 일어날 수 있는 Solvent를 찾는다.

- Evaporation: Rotary evaporate를 이용하여 합성 후 남아있는 Solvent를 제거해준다.
- 액체 크로마토그래피(Liquid chromatography; LC): 고정상이 채워져 있는 가늘고 긴 관에 미지의 추출 물질을 이동상과 함께 높은 압력을 가해 통과시킴으로써 물질의 성분과 양을 분석하는 방법으로 고정상 또는 이동상과 물질의 상호 작용의 차이를 이용하여 혼합 물질을 각 성분으로 분리한다. 고정상으로는 Silica gel, 이동상으로는 TLC에서 찾은 Solvent를 사용한다.

Fig 7. Separatory Funnel

Fig 8. Rotary evaporate

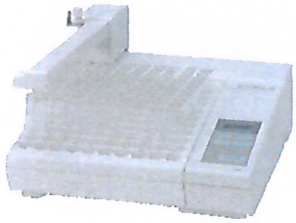

Fig 9. LC (Liquid chromatography)

4) 기기분석

- 기체 크로마토그래피(Gas Chromatography; GC): 혼합기체의 미량 성분들을 분리해서 개개 성분으로 분해하는 분석적 분리기법으로 운반기체를 이용함으로써 크로마토그래프의 칼럼을 통하여 기체시료를 수송한다. 분리하려고 하는 기체는 친화력을 갖고 있고 이 친화력의 강도는 개개의 성분이 칼럼에 머무르는 시간을 결정하는데, 이 칼럼은 이와 같은 성질의 물질로 채워져 있거나 그 물질로 코팅되어 있다. 이를 이용해 생성물의 순도를 확인할 수 있다.
- 핵자기공명(Nuclear Magnetic Resonance; NMR): 자기장 안에서 원자핵의 자기 모멘트에 특정한 외부의 에너지가 작용하여 그 에너지를 흡수하고 다른 에너지 준위로 옮겨 가는 현상 또는 이를 쓴 분광법으로 원자별로 다른 주파수 전자기파에 반응하기 때문에 이 현상을 쓰면 분자 구조를 알아낼 수 있다.

Fig 10. GC(Gas Chromatography)

Fig 11. NMR(Nuclear Magnetic Resonance)

4. 도전 과제 추진일정

주차	활동 목표	활동 내용	예상 투입 시간
1주차	monomer A 분리/정제	• **N-(2-ethylhexyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer A)** - 유기합성(21hr) - 분리 및 정제; Extraction(diethyl ether/water solution) LC(Hexane,Sillica gel)	30hr
2주차	monomer B-1 분리/정제	• **4-iodo-(2-ethylhexyloxyl)-benzene(monomer B-1)** - 유기합성(48hr) - 분리 및 정제; Extraction(methylene chloride/water solution) LC(Hexane, Sillica gel)	60hr
3주차	분자구조 결정	• **N-(2-ethylhexyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer A)** - 기기분석; GC(순도확인), NMR(분자구조결정) • **4-iodo-(2-ethylhexyloxyl)-benzene(monomer B-1)** - 기기분석; GC(순도확인), NMR(분자구조결정)	15hr
4주차	monomer B 분리/정제	• **N-(2-ethylhexyloxylphenyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer B)** - 유기합성(48hr) - 분리 및 정제; Extraction(methylene chloride/water solution) LC(hexane/methylene chloride=5/1(v/v))	60hr
5주차	분자구조 결정	• **N-(2-ethylhexyloxylphenyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer B)** - 기기분석; NMR(분자구조결정)	13hr
6주차	적용가능성 판단	• **N-(2-ethylhexyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer A),** **N-(2-ethylhexyloxylphenyl)-3,6-dibromocarbazole(monomer B)** - 최종 생산물이 HTM으로서 염료감응형태양전지에 적용이 가능한지 판단	10hr

5. 활동 지원비 상세 내역

활동 지원비 신청내역		
항 목	산출근거	금액(원)
재료비	3-(bromomethyl)heptane(Tokyo Chemical Idustry), 500mL * 1	279.000
	3,6-Dibromocarbazole(Sigma Aldrich), 5g * 1	165.500
	4-iodophenol(Tokyo Chemical Idustry), 25g * 1	141,100
	Dimethylformamide(DMF)(Sigma Aldrich), 250mL * 1	150.600
	Potassium carbaonate(Sigma Aldrich), 1kg * 1	217.200
	Copper(I) Iodide(Sigma Aldrich), 100g * 1	211.100
	Acetonitrile(Sigma Aldrich), 1L * 1	159.300
	1,4-Dioxane(Sigma Aldrich), 250mL * 1	153.100
	Dimethyl sulfoxide-d6(Sigma Aldrich), 25g * 1	523.100
합계(원)		2,000,000

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 11월 14일

서약자

개인정보 수집 및 활용 동의서

소 속 :

학 번 :

성 명 :

위 본인은 대구대학교 DU-도전학기 참여와 관련한 개인정보를 국고사업 및 각종 평가 실적, 학교 홍보 등의 자료로 활용하는데 동의합니다.

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 11월 14일

성명