

푸리에변환적외선 및 라만분광법에 의한 탄소나노재료가 복합된 명주섬유의 2차구조함량분석

리수범, 김성희, 김광필

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《기초과학부문들을 발전시켜야 나라의 과학기술수준을 빨리 높일수 있고 인민경제 여러 분야에서 나서는 과학기술적문제들을 원만히 풀수 있으며 과학기술을 주체성있게 발전 시켜나갈수 있습니다.》(《김정일선집》 증보판 제10권 485페이지)

적외선 및 라만분광법은 단백질의 2차구조연구에서 위력한 수단으로 되고있다.[1, 2]

우리는 명주섬유의 적외선 및 라만스펙트럼의 해석[3]에 기초하여 탄소나노재료가 복합된 명주섬유의 2차구조함량분석방법을 확립하고 2차구조함량과 명주섬유의 절대세기와의 관계에 대한 연구를 하였다.

실 험 방 법

기구로는 푸리에변환적외선분광기(《Nicolet 6700》), 단일전반사장치(《Smart iTR》), 라만모듈(《NXR FT-Raman MODULE》), 재료로는 탄소나노재료를 먹이지 않은 누에와 각이 한 종류의 탄소나노재료를 먹인 누에로부터 얻은 섬유(명주섬유), 누에의 후부사선에서 분취한 시료(후부사선시료)들을 리용하였다. 측정에 리용된 명주섬유들의 절대세기는 표 1과 같다.

표 1. 측정에 리용된 명주섬유들의 절대세기

시료번호	측정에 리용된 명주섬유	절대세기/g
1	대조(탄소나노재료를 먹이지 않은것)	10.05
2	단층탄소나노관을 먹인것	9.31
3	다층탄소나노관을 먹인것	9.20
4	산화그라펜을 먹인것	11.16
5	환원그라펜을 먹인것	12.66
6	카르보닐화한 그라펜을 먹인것	10.68

명주섬유의 적외선스펙트럼은 파수 $4\ 000\sim 550\text{cm}^{-1}$, 분해능 8cm^{-1} , 주사수 32에서 측정하고 전반사보정하였으며 아미드 I 락과 아미드 III 락의 봉우리분해는 분광기에 장비된 프로그램 omnic 9.0을 리용하여 진행하였다. 라만스펙트럼은 시료틀에 시료를 설치하고 레이저출력을 증가시키면서 라만세기가 최대로 되도록 초점을 조절한 후 측정하였으며 얻어진 라만스펙트럼에서 배경스펙트럼을 뺀 후 11개 점으로 평활화하였다.

실험결과 및 해석

후부사선시료와 명주섬유의 적외선 및 라만스펙트럼해석 탄소나노재료를 먹이지 않은 명주 섬유(대조)와 후부사선시료(대조)의 적외선 및 라만스펙트럼은 그림 1, 2와 같으며 매

봉우리들의 해석결과를 표 2와 같다.(명주섬유와 후부사선시료의 번호가 같음)

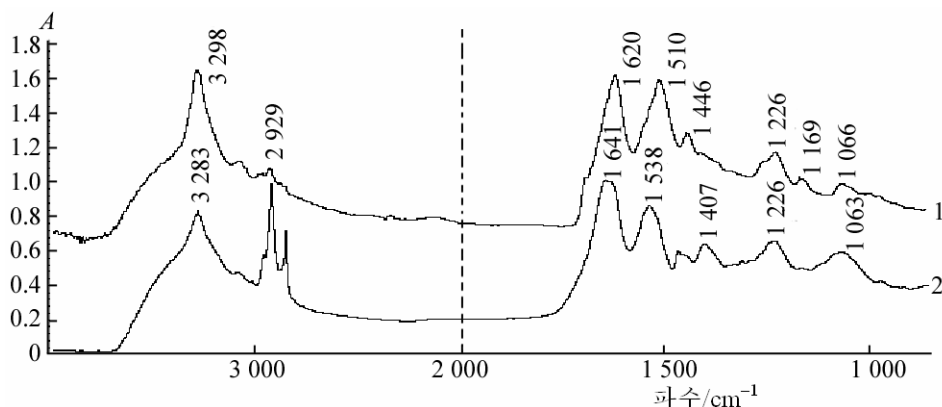


그림 1. 명주섬유(1)와 후부사선시료(2)의 적외선스펙트르

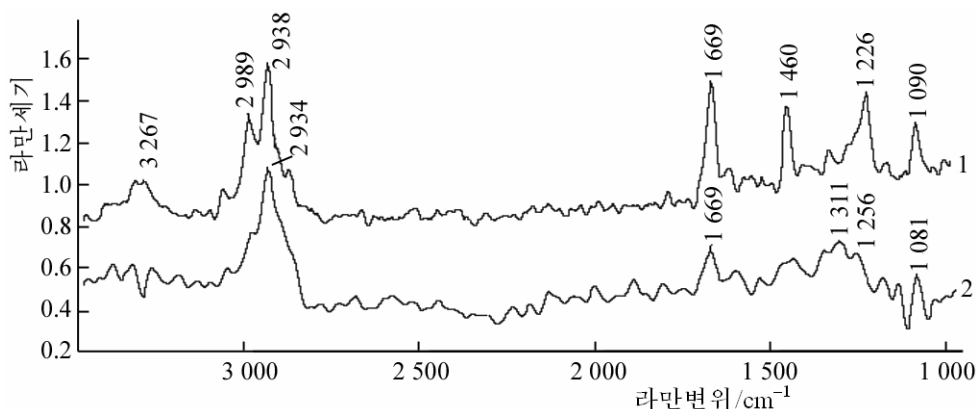


그림 2. 명주섬유(1)와 후부사선시료(2)의 라만스펙트르(레이자출력 1.6W)

표 2. 명주섬유의 적외선 및 라만스펙트르해석

적외선 흡수파수/cm ⁻¹	세기	라만변위/cm ⁻¹	세기	진동형태
3 298	강	3 267	약	단백질에서 펩티드결합의 N-H신축진동
2 929	약	2 938	강	메틸렌기의 C-H신축진동
1 620	강	1 669	강	아미드 I
1 510	강			아미드 II
1 446	약			메틸렌기의 변각진동
1 226	약	1 226	강	아미드 III
1 169	약			C-C, C-N신축진동
1 066	약	1 090	약	단백질에서 C-N신축진동

그림 1에서 보는바와 같이 명주섬유와 후부사선시료의 적외선스펙트르에서 아미드 I 락과 아미드 II 락의 흡수봉우리 위치가 차이난다는 것을 알 수 있다. 후부사선시료에서 아미드 I 락의 $1\ 641\text{cm}^{-1}$ 봉우리와 아미드 II 락의 $1\ 538\text{cm}^{-1}$ 봉우리는 명주섬유인 경우에 $1\ 620$, $1\ 510\text{cm}^{-1}$ 봉우리로 이동하였다. 이것은 실샘조직에서 피브로인이 섬유화되면서 강한 수소결합의 형성으로 아미드 I, II 락이 낮은 파수쪽으로 이동하는 것으로 해석할 수 있다.

또한 후부사선시료와 명주섬유의 라만스펙트르에서 아미드 I 락은 나타나지만 아미드

Ⅱ띠는 거의 나타나지 않으며 명주섬유인 경우에 아미드Ⅲ띠는 적외선스펙트럼과 대비할 때 세기가 매우 크다는것을 알수 있다.

적외선스펙트럼에서 아미드Ⅰ 띠의 봉우리분해스펙트럼해석 2차구조함량분석을 위하여 후부사선시료와 명주섬유의 적외선스펙트럼에서 아미드Ⅰ 띠를 봉우리분해하였다.(그림 3)

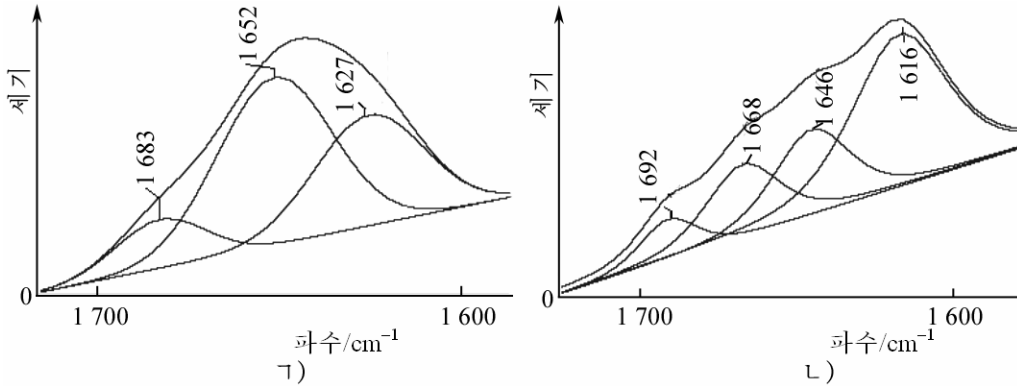


그림 3. 후부사선시료(ㄱ))와 명주섬유(ㄴ))의 적외선스펙트럼에서 아미드Ⅰ 띠의 봉우리분해스펙트럼

그림 3에서 보는바와 같이 후부사선시료에서는 봉우리가 크게 3개로 분리되며 명주섬유에서는 4개로 분리되었다.

단백질의 적외선스펙트럼에서 아미드Ⅰ 띠를 봉우리분해한 후 매개 봉우리들을 2차구조에 귀속시킨 연구자료[4]에 기초하여 후부사선시료의 적외선스펙트럼에서 분리된 1627cm^{-1} 봉우리는 β 판구조, 1652cm^{-1} 봉우리는 α 나선구조, 1683cm^{-1} 봉우리는 β 꺾임구조에 해당하는 진동으로, 명주섬유에서 분리된 1616cm^{-1} 봉우리는 β 판구조, 1646cm^{-1} 봉우리는 불규칙사슬결합, 1668cm^{-1} 봉우리는 α 나선구조, 1692cm^{-1} 는 β 꺾임구조에 해당하는 진동으로 해석할수 있다.

라만스펙트럼에서 아미드Ⅲ 띠의 봉우리분해스펙트럼해석 라만스펙트럼에서 아미드Ⅲ 띠의 봉우리는 매우 크게 나타난다. 후부사선시료와 명주섬유의 라만스펙트럼에서 아미드Ⅲ 띠의 봉우리분해스펙트럼은 그림 4와 같다.

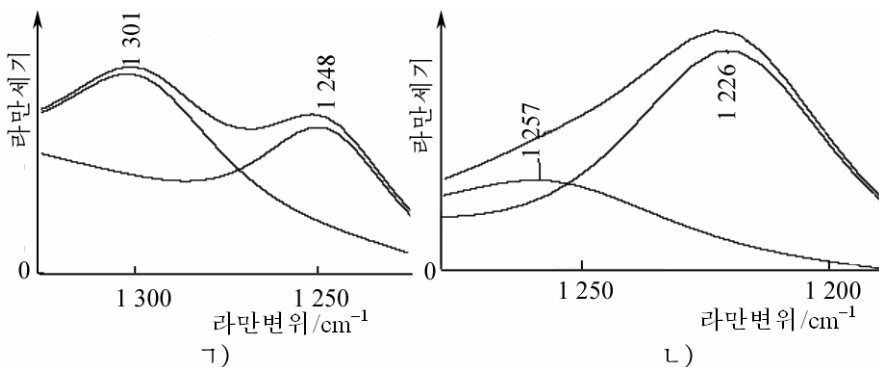


그림 4. 후부사선시료(ㄱ))와 명주섬유(ㄴ))의 라만스펙트럼에서 아미드Ⅲ 띠의 봉우리분해스펙트럼

그림 4에서 보는바와 같이 후부사선시료에서 1248cm^{-1} 봉우리는 β 꺾임구조, 1301cm^{-1} 봉우리는 나선구조에 해당하는 봉우리로 해석할수 있으며 명주섬유에서 1226cm^{-1} 봉우리는 β 판구조, 1257cm^{-1} 봉우리는 불규칙사슬결합구조로 해석할수 있다.

아미드 I 락과 아미드Ⅲ 락에 의한 2차구조함량분석 2차구조의 상대함량은 다음식에 기초하여 평가하였다.

$$R_i = \frac{S_i}{\sum S_i} \cdot 100$$

식에서 R_i 는 i 번째 봉우리의 상대함량, S_i 는 i 번째 봉우리의 면적이다.

아미드 I 락에 기초하여 얻은 후부사선시료에서 2차구조함량변화는 그림 5와 같다.

그림 5에서 보는바와 같이 탄소나노재료가 복합된 후부사선시료들의 2차구조함량은 탄소나노재료의 종류에 따라 차이가난다. 특히 4번 시료인 경우에 α 라선구조함량은 다른 시료들에 비하여 훨씬 많으며 β 판구조함량은 적다는것을 알수 있다. 이것은 후부사선시료들의 2차구조함량이 탄소나노재료의 종류에 의존한다는것을 보여준다.

아미드 I 락에 기초하여 얻은 명주섬유에서 2차구조함량변화는 그림 6과 같다.

그림 6에서 보는바와 같이 5번 시료에서 α 라선구조와 β 꺾임구조함량은 크고 β 판구조함량은 작다는것을 알수 있다.

그림 5, 6은 탄소나노재료의 종류에 따라서 후부사선시료와 명주섬유의 2차구조함량이 차이되며 탄소나노재료의 종류가 같은 경우에도 서로 차이난다는것을 보여주고있다.

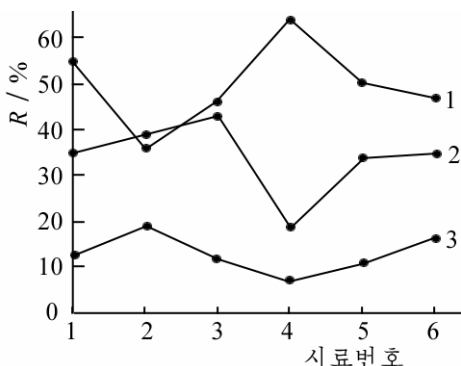


그림 5. 아미드 I 락에 기초하여 얻은 후부사선시료에서 2차구조함량변화
1- α 라선구조($1\ 652\text{cm}^{-1}$), 2- β 판구조($1\ 620\text{cm}^{-1}$), 3- β 꺾임구조($1\ 683\text{cm}^{-1}$)

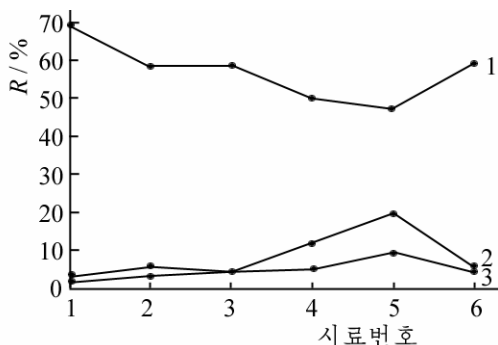


그림 6. 아미드 I 락에 기초하여 얻은 명주섬유에서 2차구조함량변화
1- β 판구조($1\ 616\text{cm}^{-1}$), 2- α 라선구조($1\ 666\text{cm}^{-1}$), 3- β 꺾임구조($1\ 696\text{cm}^{-1}$)

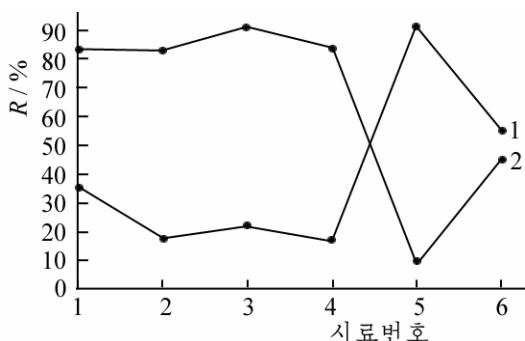


그림 7. 아미드Ⅲ 락에 기초하여 얻은 명주섬유에서 2차구조함량변화
1-불규칙사슬결합($1\ 250\text{cm}^{-1}$), 2- β 판구조($1\ 230\text{cm}^{-1}$)

다음으로 각이한 탄소나노재료가 복합된 명주섬유들의 라만스펙트럼에서 측정된 아미드Ⅲ 락에 기초하여 2차구조함량을 평가하였다.(그림 7)

그림 7에서 보는바와 같이 5번 시료에서 β 판구조에 해당하는 $1\ 230\text{cm}^{-1}$ 봉우리의 상대함량이 가장 적으며 불규칙사슬결합구조에 해당하는 $1\ 250\text{cm}^{-1}$ 봉우리의 상대함량이 가장 많다는것을 알 수 있다.

명주섬유의 절대세기와 2차구조함량과의 관계 아미드Ⅲ 락에서 절대세기가 각이한 시료들의 불규칙사슬결합구조와 β 판구조함량의 변화는 그림 8과 같다.

그림 8에서 보는바와 같이 5번 시료의 불규칙사슬결합구조함량은 다른 시료들에 비하여 많으며 β 판구조함량은 적다.

맺는 말

푸리에변환적외선 및 라만분광법으로 각 이한 탄소나노재료가 복합된 명주섬유의 2차 구조함량을 아미드 I 락과 아미드 III 락의 봉우리 분해스펙트럼에 기초하여 분석하는 방법을 확립하고 명주섬유의 2차구조함량에서 β 판구조의 함량이 적을수록, 나선구조와 불규칙사슬 결합함량이 많을수록 명주섬유의 세기가 증가한다는것을 실험적으로 확증하였다.

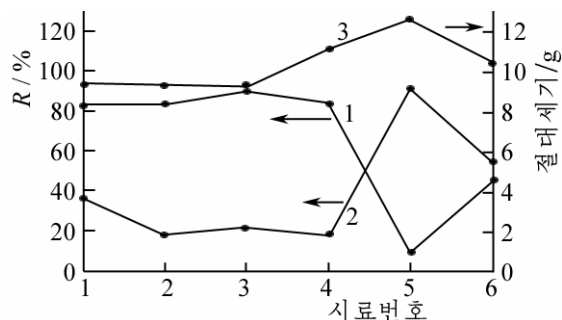


그림 8. 절대세기(3)가 각이한 시료들의 불규칙사슬결합구조(2)와 β 판구조(1)함량변화

참고 문헌

- [1] A. Rygula et al.; J. Raman Spectrosc., 44, 1061, 2013.
- [2] Q. Wang et al.; Nano Lett., 16, 6695, 2016.
- [3] Z. Movasaghi et al.; Applied Spectroscopy Reviews, 42, 493, 2007.
- [4] H. G. M. Edwards et al.; Spectrochimica Acta, A 53, 2403, 1997.

주제108(2019)년 7월 5일 원고접수

Secondary Structure Analysis of Silk Fiber Incorporated with Carbon Nanomaterials by FT-IR and FT-Raman Spectroscopy

Ri Su Bom, Kim Song Hui and Kim Kwang Phil

We established the method to determine the content of the secondary structure of silk fiber incorporated with various carbon nanomaterials on the basis of peak resolved spectra of amide I, amide III band by FT-IR and FT-Raman spectroscopy.

The relative content ratio of β -sheet and α -helix, random coil structure of the silk fiber correlates with its mechanical strength.

Key words: FT-IR, FT-Raman, silk fiber