

MALDI-TOF를 이용한 섬유고분자 연구

조영달, 최은경

한국생산기술연구원 섬유소재본부

1. 서 론

질량스펙트럼을 이용한 분석법은 물질의 구조를 파악하는 가장 중요한 분석법 중의 하나이다. 이러한 질량스펙트럼을 이용한 연구분야는 대부분 생물분자들을 확인하는 방법으로 이용되어져 왔다. 일반적으로 질량스펙트럼을 이용하여 biomolecule의 분자량, 생화학 반응, post-translational modification, oligonucleotide sequencing 등에 많이 활용 되었으나, 최근에는 합성폴리머의 연구분야에서 폭넓게 사용되고 있으며, NMR, IR과 더불어 가장 주목받는 연구분야로 활용되어지고 있다. 이런 과정에서 발전한 분석법이 MALDI-TOF(Matrix-assisted laser desorption/ionization-time-of-flight)를 이용한 분석법이다. 이러한 새로운 기법의 이온화방법을 통하여 분석질량의 한계를 무한히 증가시켰으며, 이는 합성폴리머의 다양한 질량들을 분석하기에 아주 이상적인 조건을 제공하게 되었다. 이는 합성폴리머의 특성상 생물분자보다는 좀 더 복잡한 구조를 가지는 특징을 가지며, 단분자가 아닌 분자의 분포범위를 분석할 필요성이 있고, 각각의 폴리머 체인마다 다른 end-group을 가질 경우와 하나의 분자가 아닌 두 개이상의 분자로 합성이 이루어진 copolymer의 경우에 그 화학적 구조를 규명하여야 할 경우 등과 같이 여러 가지 용도로 그 활용성이 넓은 특징을 가진다. 또한 MALDI-TOF는 휘발성이 주어지지 않는 고체상태에서 직접적으로 기체상태로 이온화시키는 방법을 사용하게 되므로 분석하고자 하는 시료를 이온화 보조물질(Matrixes)과 함께 용매와 혼용하여 용해하고, 샘플 probe에 함께 Loading하여 결정화하는 방법을 사용함으로써, 시료의 전처리 방법이 단순하기 때문에 쉽게 측정이 가능하다는 장점을 가진다. 본 연구에서는 섬유제품에 사용되는 여러 섬유 고분자물질들의 MALDI-TOF에서의 측정경향을 파악하고자 하였다.

2. 실 험

2.1 Matrices

시료를 분석하기 위하여 이온화 보조물질(Matrixes)를 사용하였고, 적당한 유기용제를 사용하여 각 이온화 보조물질(Matrixes)을 10mg/ml의 농도로 용해 한 후 시험에 사용하였다. Table 1.에 사용된 matrices를 나타내었다.

2.2 시료의 전처리

용제로 사용된 THF용제 하에서 측정에 사용된 시료를 10mg/mL의 농도가 되게 준비하였다. lithium, sodium, potassium, silver trifluoroacetate salt를 1mg/mL로 농도로 준비하였다.

Table 1. Common solvents suitable for dissolving synthetic polymer and matrices

Matrix	Solvents
CHCA	Acetone, MeOH, THF
Sinapinic acid	Acetone, methanol, THF
DHB	Acetonitrile, methanol, H ₂ O
β-indole acrylic acid	Acetone
HABA	THF
All trans-retinoic acid	THF
Dithranol	THF, CHCl ₃ , HFIP

준비된 시료와 matrices를 각각 10uL 취하여 혼합한 후, 1uL의 salt를 첨가하였다. 일반적으로 target plate로 사용되는 stainless steel plate에 1uL를 loading하고 사용된 유기용제를 완전히 휘발시킨 후, 실험에 사용하였다.

3. 결 과

3.1 Nylon 66 분석

Nylon 66 섬유제품의 MALDI-TOF 스펙트럼을 Fig. 1에 나타내었다.

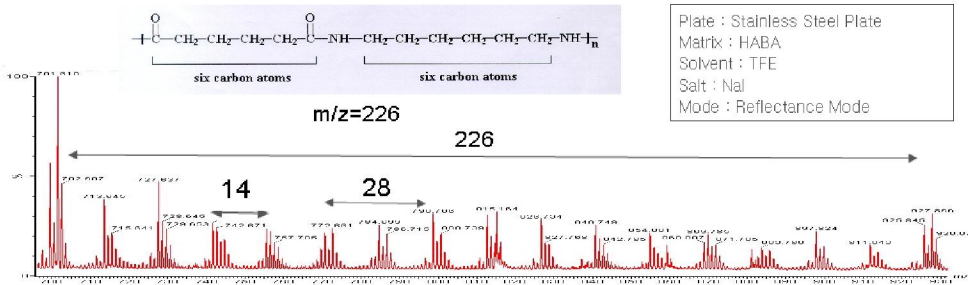


Fig. 1. MALDI-TOF Spectrum of NY66.

3.2 Polydimethylsiloxane(PDMS) 분석

섬유제품에 사용된 PDMS의 MALDI-TOF 스펙트럼을 Fig. 2에 나타내었다.

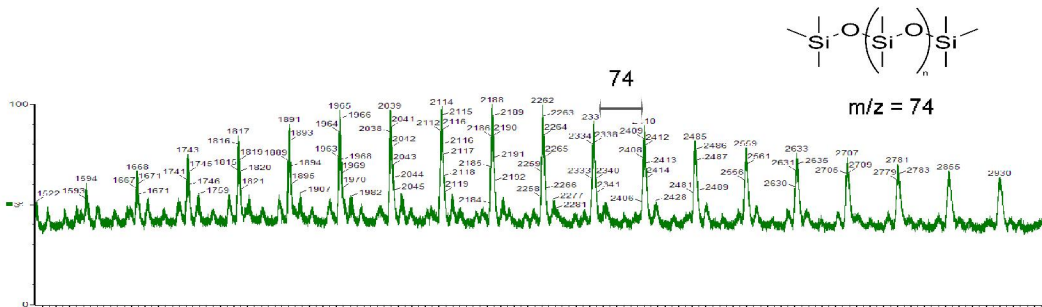


Fig. 2. MALDI-TOF Spectrum of PDMS.

3.3 Polyethylene glycol(PEG) 분석

섬유제품에 사용된 Polyethylene glycol(PEG)의 MALDI-TOF 스펙트럼을 Fig. 3에 나타내었다.

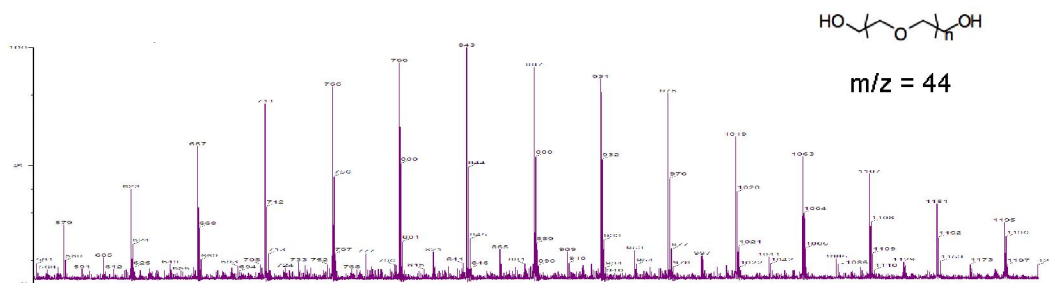


Fig. 3. MALDI-TOF Spectrum of PEG.

3.4 Polycaprolactone 분석

섬유제품에 사용된 Polycaprolactone의 MALDI-TOF 스펙트럼을 Fig. 4에 나타내었다.

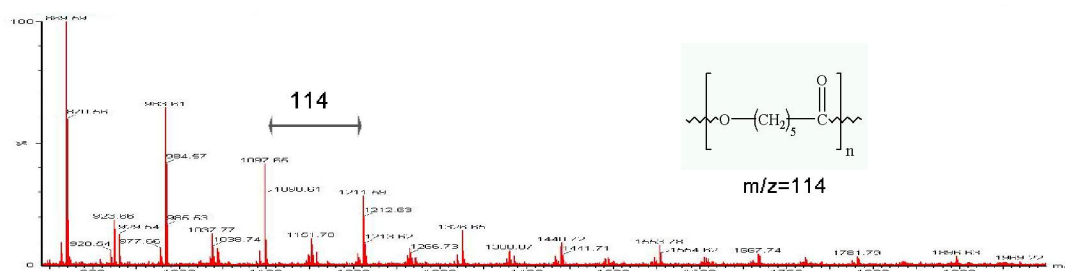


Fig. 4. MALDI-TOF Spectrum of Polycaprolactone.

4. 결 론

MALDI-TOF를 이용하여 나일론66 섬유제품 및 섬유제품에 사용되는 여러 고분자 물질의 구조적인 특성을 조사하였다. 나일론 66의 경우, 반드시 NaI salt를 첨가하여야만 분석이 가능하였으나, 다른 폴리머 성분들은 Salt를 가하지 않아도 측정이 가능하였다. 기존에는 고분자의 구조적인 특성을 조사하기 위하여 NMR과 IR을 사용하였고, GPC를 사용하여 평균분자량을 확인하는 것으로 이해되었으나, MALDI-TOF를 이용함으로써 보다 간편하게 그 구조적인 특성을 조사할 수 있음을 확인하였다. 또한 종전에는 고분자 합성 시 고분자내에 미반응물로 잔존하는 올리고머들의 함유량을 확인하는 것과, 말단기에 대한 구조적 정보를 확인하기 어려웠으나 MALDI-TOF를 이용함으로써 미 반응 올리고머의 함유량 조사가 가능할 뿐만 아니라 말단기의 변화에 따른 스펙트럼의 비교를 통하여 고분자의 말단기 분석이 가능할 것으로 판단된다.