

# 층상 실리케이트계 나노복합 소재 적용 습도센서 제조에 관한 연구

박병기

호서대학교 기술경영전문대학원 융합기술경영학과

## A study on the manufacture of humidity sensors using layered silicate nanocomposite materials

Park, Byoung-Ki

Graduate School of Management of Technology, Hoseo University

**요약** 본 연구에서는 층상 실리케이트계 나노복합소재 감습막제조를 통하여 그 특성을 평가하였다. 나노복합소재 제조를 위하여 나노물질로 4급 암모늄염으로 유기화 처리된 층상 실리케이트 물질인 Cloisite®, Bentone®으로 선정하였다. 유기화 처리된 montmorillonite/hectorite 점토 첨가 습도센서는 RH(%)증가에 따라 임피던스는 감소하였다. Cloisite® 습도센서의 경우 Bentone® 38 습도센서에 비해 임피던스 직진성 및 히스테리시스는 다소 우수하였다. 임피던스는 Bentone® 38을 첨가한 센서가 Cloisite® 첨가형 센서와 비교해 가장 낮게 나타났다. Cloisite® 첨가형 센서를 각각 비교하면 유기화 처리된 물질의 친수성 영향에 따라 감습 특성이 다르게 나타나는 것을 확인하였다. 응답 속도는 친수성 특징에 따라 Cloisite® 93A가 느려지는 경향을 나타냈으며, 이 결과 역시 친수성 유기물에 의한 수분 증발 속도 차이에 의한 것으로 사료된다. 이상의 결과를 바탕으로 유기화된 층상 실리케이트계 물질을 이용한 감습막은 기존의 고분자계 감습막과 비교해 감습특성은 다소 낮게 나타났으나 공중합, 가교구조화, 등 복잡한 공정 없이 안정성이 우수하고 간단한 공정으로 감습막 제조가 가능하여 경제성이 우수한 습도센서 응용이 가능할 것으로 사료된다.

**주제어** 습도센서, 감습막, 층상 실리케이트, 4급 암모늄염, 나노복합소재

**Abstract** In this study, evaluated the properties of layered silicate-based nanocomposite sensitive film. For the fabrication of nanocomposite materials, we selected organically modified layered silicate materials, specifically Cloisite® and Bentone®, which were treated with quaternary ammonium salts. The impedance of the humidity sensors containing organically modified montmorillonite/hectorite clay decreased with increasing relative humidity(RH%). In the case of the Cloisite® humidity sensor exhibited slightly better impedance linearity and hysteresis compared to the Bentone® 38 humidity sensor. Additionally the impedance of the sensor with Bentone® 38 addition was the lowest when compared to the Cloisite®-modified sensor. Comparing the Cloisite®-modified sensors individually, we observed different moisture absorption characteristics based on the hydrophilic properties of the organic-treated materials. The response speed of Cloisite® 93A tended to be slower due to differences in moisture evaporation rates influenced by the hydrophilic organic components. Based on these results, moisture barriers utilizing organically modified layered silicate materials may exhibit slightly lower moisture absorption properties compared to conventional polymer-based moisture barriers. However, their excellent stability, simple processing, and cost-effectiveness make them suitable for humidity sensor applications.

**Key Words** Humidity sensor, Sensitive film, Layered silicate, Quaternary ammonium salt, Nanocomposite material

본 논문은 호서대학교 박병기 박사논문을 재구성한 것임. 산업통상자원부의 융합기술사업화 확산형 전문인력양성사업(2023년)에서 지원한 논문임

Received 15 Jan 2024, Revised 24 Jan 2024

Accepted 26 Jan 2024

Corresponding Author: Byoung-Ki Park  
(Hoseo University)

Email: chief@hoseo.edu

ISSN: 2466-1139(Print)

ISSN: 2714-013X(Online)

© Industrial Promotion Institute. All rights reserved. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>), which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

## 1. 서론

고도 정밀산업이 지배하는 현대에 습도 측정과 조절은 전기·전자, 기계, 화학 산업 등의 공정 및 품질관리, 습도에 따른 안전 문제, 특히 설비기기의 경우 수증기로 인해 습도가 올라가게 되면 오작동으로 인해 고장의 원인이 될 수 있으며 금속성 물질은 습기로 인해 화학반응으로 화재 및 폭발의 위험성이 높아진다. 정밀 전자기기 또한 높은 습도로 인해 전기화해를 발생시키는 큰 요인이 될 수 있다[1,2]. 일상 및 가정에서는 쾌적한 활동을 유지하기 위해 제습기를 활용하는 등 습도의 중요성이 지속적으로 증가하고 있는 추세이다[3,4]. 이러한 습도 측정 및 조절의 중요성이 차츰 높아짐에 따라 고성능·저가·수명·재현성을 갖는 습도센서의 개발이 요구되고 있다[5-7].

습도의 측정원리에 따라 물 분자 또는 수증기의 고유한 성질을 활용하는 노점 습도센서, 건습구 습도센서, 적외선 습도센서 등이 있으며, 흡습성 물질의 물리적 성질변화를 측정하는 모발 습도계, 막막 또는 후막 습도센서, 색 습도계 등이 있다. 그러나 정확도 및 실용성으로 인해 건습구 습도계와 모발 습도계는 다른 종류의 센서로 대체되고 있는 실정이다.

습도센서는 감습재료의 종류에 따라 염화리튬을 대표로 하는 금속염 전해질계, 금속의 산화물 또는 그의 복합산화물을 이용하는 세라믹계, 셀룰로오스 유도체나 폴리이미드 또는 고분자 전해질 재료로써 친수성, 팽윤성, 전도성을 이용하는 유기 재료계, 물의 흡·탈착 반응을 이용한 Se, Ge, Si의 반도체의 증착막으로 발전되고 있다.

본 연구에서는 감습물질의 안정성 및 내구성 향상과 공정성 및 경제성 향상을 위해 나노복합소재에 널리 사용되고 있는 상용화 나노 점토를 이용한 나노복합 소재 감습막 제조를 통하여 그 특성을 평가하고자 한다. 나노복합 소재 제조를 위하여 나노물질로는 4급 암모늄염으로 유기화 처리된 층상 실리케이트 물질인 Cloisite®, Bentone®을 선정하였다. 유기화 처리된 montmorillonite 인 Cloisite® (Southern Clay Products, USA, 15A: 2M2HT: dimethyl, dehydrogenated tallow, quaternary ammonium, 25A: 2MHTL8: dimethyl, dehydrogenated tallow, 2-ethylhexyl quaternary ammonium, 93A: M2HT: methyl, dehydrogenated tallow ammonium)와

organically modified hectorite인 bentone® 38 (Elementis, USA, (Quaternium-18 hectorite): Bis(hydrogenated tallow alkyl)dimethyl, chlorides)을 적용하여 감습 소재의 적용 가능성 및 그 특징을 분석하였다.

최종적으로 인슐레이션 물질로 에폭시 수지에 층상 실리케이트 적용 고분자 감습막 제조에 대해서 연구하여 습도센서의 특성인 임피던스, 히스테리시스를 측정하였으며, FTIR/ATR, XRD 측정 및 분석을 통하여 나노복합 고분자 습도센서의 원료 물질로의 응용성에 관하여 연구하였다.

## 2. 이론적 배경

습도센서(humidity sensor)는 각종 문헌에서 습도계(hygrometers)로 명명되며, 공기 중 수증기량을 전기적 혹은 물리적 변수(저항, 정전용량, 공진 주파수 등)로 전환하는 변환기를 나타낸다[8]. 초기에는 대기 중 습도를 측정하는 용도에 국한되었으나 현재는 에어컨, 가습기, 제습기 및 습도 조절장치 등에 광범위하게 응용되고 있다[9].

습도센서의 일반적인 형태는 다공성 알루미늄 기판 위에 도전성 Au 페이스트를 사용한 스크린 인쇄를 통해 빗살 형태의 전극 형성, Ag-Pd 페이스트로 전극 패드를 성형한 후 와이어 솔더링에 의한 리드 단자를 연결한 성형체를 사용한다[10]. 여기에 다양한 제막 기법을 사용하여 제조한 감습막을 코팅 혹은 부착하여 습도센서의 특성 시험을 진행한다.

습기 또는 수증기의 흡착은 가스 분자들 또는 간혹 액체 분자들이 산화물 표면에 축적되는 과정으로 해석이 가능하며, 이 때 전도성 변화를 일으키게 된다. 따라서 감습제가 다공성일 경우 흡착면이 증가되어 감도가 증가하게 된다. 일반적으로 사용되고 있는 습도센서의 대표적인 특성 변수는 Table 1과 같이 감도(sensitivity), 정밀도(accuracy), 응답시간(response time), 드리프트(drift), 반복성(repeatability), 재현성(reproducibility), 히스테리시스(hysteresis), 온도 의존성(temperature dependence) 등이 있다[11]. 이들 변수를 기초로 습도센서에 요구되는 특성은 불순물에 대한 오염 저항성, 습도 변화에 따른 출력신호의 빠른 응답성, 소형 및 낮은 제조단가, 습도 증·감소 과정에서 작은 히스테리시스, 자동제어용 센서 사용 가능성, 습도 및 출력 신호간 변환

용이성, 온도 보상시 처리 용이성, 그리고 수증기 이외의 가스에 대한 비감응 특성 등으로 매우 다양하다.

습도센서는 술폰산염(sulfonic acid salt) 또는 4급 암모늄염(quaternary ammonium salt) 등이 친수성 vinylpolymer와 같이 감습재로 많이 사용되는데, 이 때 고습에서의 감도, 저가, 그리고 간단한 조립공정의 장점이 있다[12]. 그러나 전해질 고분자를 감습막으로 사용하는 습도센서는 물에 쉽게 용해되는 내수성의 결여로 이에 따른 고온, 고습 환경에서 장기적인 안정성을 얻기 어렵다. 이를 개선하기 위한 방법으로 소수성 단량체와 공중합 방법[13], 가교화(cross-linking) 방법[14], IPN(Interpenetrating Polymer Network) 형성 방법[15], 유·무기 하이브리드 결합 방법[16], 금속 또는 세라믹 나노입자 분산 방법[17], 전극 감습막 공유결합에 의한 앵커링 방법 등이 광범위하게 이용되고 있다[18].

<Table 1> Relevant properties of humidity sensors

Parameter	Description
Sensitivity	The ratio of the change in output signal to the change in input signal
Accuracy	Conformity to a standardized reference signal
Response time	The time required to reach 63% (or 93%) of the final (stable) sensor output after stepwise ramping the humidity
Drift	Change of the sensor output signal with time at constant input signal
Repeatability	The distribution of sensor outputs after when performing consecutive readings under similar conditions
Reproducibility	The distribution of sensor outputs when measuring the same under different conditions
Hysteresis	The difference in output signal when measured for a up-trace and down-trace of the input signal
Temperature dependence	The variation of the sensor output with temperature at constant humidity

### 3. 실험

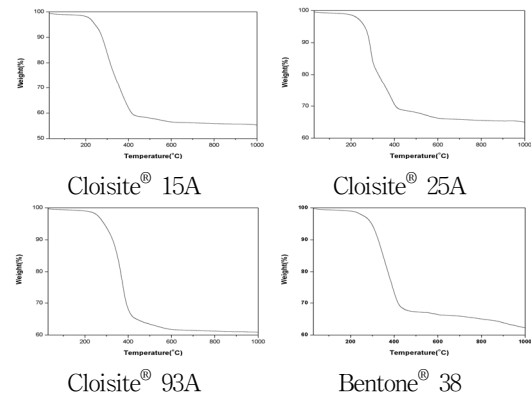
#### 3.1 실험 물질

유기화 처리된 montmorillonite인 Cloisite® (Southern Clay Products, USA) 15A, 25A, 93A 세 종류의 점토물질을 사용하였다. 15A의 경우 dimethyl, dehydrogenated tallow, quaternary ammonium (2M2HT), 25A는 dimethyl, dehydrogenated tallow, 2-ethylhexyl quaternary

ammonium (2MHTL8), 93A는 methyl, dehydrogenated tallow ammonium (M2HT)의 4급 암모늄염이 각각 층간 유기 개질제로 사용되었다. TGA분석으로 유기물의 무게 감량비를 확인하여 유기 개질제인 4급 암모늄염의 함량이 Cloisite® 15A 44.1%, Cloisite® 25A 34.5%, Cloisite® 93A 38.7%, Bentone® 38 32.4%인 것을 확인하였다.

<Table 2> Elemental chemical analysis the Cloisite®

Sample code	Carbon(%)	Hydrogen(%)	Nitrogen(%)
Cloisite® 15A	31.0	5.6	4.2
Cloisite® 25A	23.8	4.3	3.6
Cloisite® 93A	25.6	4.7	3.5



[Fig. 1] Weight loss of organically modified layered silicate

#### 3.2 습도센서 제작 프로세스

층상 실리케이트계 습도센서 감습막을 예비 실험을 바탕으로 점토 20~50% 함량으로 제조하였다. 점토 함량이 20% 이하의 경우 습도센서로의 적용에는 부적합한 특성을 나타내었으며, 점토 함량 50% 이상의 경우 고점도 및 겔화 현상으로 인하여 역시 습도센서로의 적용에는 부적합한 특성을 나타내었다. 전체적인 함량은 Table 3에 나타내었다. 점토의 basal space를 증가시키기 위하여 톨루엔을 용매로 상온에서 균질기를 이용 1hr, 고속(4,000rpm) 1차 교반하였다. 1차 교반 후 초음파 프로세스를 이용 30°C/1hr 2차 교반하였다.

습도센서 감습막 제조를 위하여 점토/톨루엔 용액을

에폭시 주제 증량비에 따라 1차 교반 후 초음파 프로세서를 이용 2차 30°C/1hr 교반하였다. 주제 혼합 후 경화제를 투입하고 교반하였으며, 컨디셔닝 혼합기를 이용 탈포 및 3차 교반 후 습도센서 감습막 용액을 최종적으로 제조하였다. 분석을 위한 샘플의 경우 제조된 습도센서 감습막 용액을 진공 오븐에서 70°C/24hr 완전 경화 후 분석하였다.

(Table 3) The formulation ratio of raw materials [unit: wt(%)]

Sample No.	Components	
	Epoxy	Polymer/ Organically modified layered silicate
QME-15-20	80	20
QME-15-30	70	30
QME-15-40	60	40
QME-25-20	80	20
QME-25-30	70	30
QME-25-40	60	40
QME-93-20	80	20
QME-93-30	70	30
QME-93-40	60	40
QHE-38-20	80	20
QHE-38-30	70	30
QHE-38-40	60	40

### 3.3 분석

#### 3.3.1 FTIR/ATR

원료물질인 층상 실리케이트 물질과 에폭시, 감습막 용액 제조 후 층상실리케이트 물질과 에폭시 수지와와의 반응여부 및 스펙트럼특성을 측정하기 위하여 400~4000 cm<sup>-1</sup>의 범위에서 FTIR/ATR(Perkin-Elmer, Spectrum GX<sup>1</sup>) 분석을 하였다.

#### 3.3.2 X-Ray Diffraction

XRD는 물질의 내부 구조를 확인하기 위하여 사용하는 분석 방법이다. 층상 실리케이트 물질을 이용한 습도센서 감습막의 제조에 있어 나노 복합화를 구조적으로 관찰하기 위해 XRD 분석을 실시하였다. XRD(BRUKER AXS, D8 Focus, Germany)는 상온에서 scanning angle 1.2°~10°영역으로 하였으며 40kV의 가속전압과 X-ray source는 CuKα(λ=1.54Å), scanning rate는 1°/min 측정하였다.

#### 3.3.3 습도센서 감지 특성

감습소재의 습도에 따른 전기적 저항 특성을 분석하기 위하여 층상 실리케이트 물질을 적용한 습도센서를 항온항습기 내에서 25°C기준 30~90RH(%) 범위로 전기저항 변화특성을 LCR meter(Agilent 4284A)를 사용하여 AC 1V, 주파수 1kHz 조건에서 임피던스 변화를 측정하였다.

히스테리시스를 측정하기 위하여 30RH(%) → 40RH(%) → 50RH(%) → 60RH(%) → 70RH(%) → 80RH(%) → 90RH(%)의 가습과정과 90RH(%) → 80RH(%) → 70RH(%) → 60RH(%) → 50RH(%) → 40RH(%) → 30RH(%)의 제습과정으로 측정하였다.

## 4. 결과 및 고찰

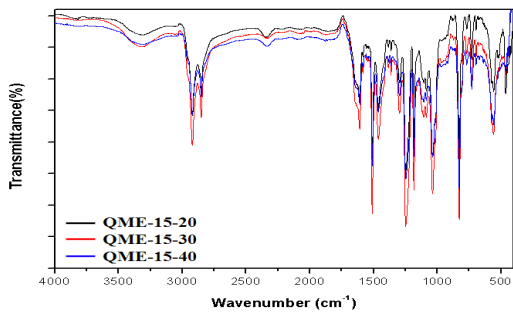
### 4.1 FTIR/ATR Analysis

원료 물질로 사용한 층상 실리케이트 물질의 FTIR/ATR 스펙트럼을 나타내었다. 실리케이트와 수분에 의한 (3627, 3627, 3633, 3684)cm<sup>-1</sup> O-H stretching, methyl group C-H vibration (2920, 2926, 2923, 2922)cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> asymmetric stretching band, (2850, 2853, 2851, 2850)cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> symmetric stretching band, (1467, 1467, 1467, 1466)cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> symmetric bending, (721, 726, 723, 702)cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> asymmetric bending. (1008, 1003, 1009, 981)cm<sup>-1</sup> Si-O-Si 실리케이트에 의한 stretching vibration, (915, 918, 919)cm<sup>-1</sup> Al-OH-Al 알루미늄산염에 의한 변형을 나타내고 있다[19].

Bisphenol A-type 에폭시의 1712cm<sup>-1</sup> ester기의 이중결합(C=O) 부분과 1000~1250cm<sup>-1</sup> 부근에서 나타나는 지방성 에테르(C-O)기는 산무수물에 의한 에스테르화경화과정으로 지방족 화합물 구조의 망목이 형성되어 있음을 알려주는 가장 강력한 흡수를 보이고 있다. 2960cm<sup>-1</sup> 부근의 aliphatic CH기, 1509 및 827cm<sup>-1</sup> 부근에서 페놀 분자의 방향족 C=C와 C-H, 1360cm<sup>-1</sup> 부근의 메틸렌(CH<sub>2</sub>)기의 흡수가 나타나고 있다.

용액법으로 감습막을 제조 후 3600cm<sup>-1</sup>의 점토 O-H stretching 피크가 감소하였으며 (557, 556, 559)cm<sup>-1</sup> Al-O vibration(AlO<sub>6</sub>), (695, 694, 694)cm<sup>-1</sup> -NH<sub>2</sub> CH<sub>2</sub> bending, (827, 827, 827)cm<sup>-1</sup> aromatic C-H, (769, 767, 768)cm<sup>-1</sup> C=O stretching component, (1295, 1294, 1294)cm<sup>-1</sup> stret-

ching vibrations of C-N and C-C, (1361, 1361, 1361), (1461, 1461, 1461) $\text{cm}^{-1}$   $\text{CH}_3$  bending of gem dimethyl, (1509, 1509, 1509) $\text{cm}^{-1}$  방향족 고리에 의한  $-\text{NH}_2$ ,  $\text{CH}_2$  bending, (2340, 2342, 2341) $\text{cm}^{-1}$ ,  $\text{CO}_2$  stretching, Benton<sup>®</sup> 38 1011 $\text{cm}^{-1}$  Si-O-Si stretching vibration, 1382  $\text{cm}^{-1}$   $\text{CH}_3$  symmetric bending, 1544 $\text{cm}^{-1}$  stretching vibration of C-C and C-N, bisphenol A 형 에폭시 분자구조 중 페놀분자의 방향족 고리와 결합된 메틸렌기에 의한 (728, 728, 728) $\text{cm}^{-1}$   $\text{CH}_2$  asymmetric bending, (2921, 2921, 2920) $\text{cm}^{-1}$   $\text{CH}_2$  asymmetric stretching band로 보아 가교반응이 형성된 것으로 사료된다.



[Fig. 2] FTIR/ATR spectra of Cloisite<sup>®</sup> 15A humidity sensor according to total content

#### 4.2 X-Ray Diffraction Measurement

층상 실리케이트 물질의 XRD pattern을 나타내었다. 기본 원료 물질인 층상 실리케이트 물질의 d001면 basal space를 Bragg's law를 사용 계산한 결과 Cloisite<sup>®</sup> 15A d001=31.3Å, Cloisite<sup>®</sup> 25A d001=21.1Å, Cloisite<sup>®</sup> 93A d001=24.7Å, Benton<sup>®</sup> 38 d001=26.2Å으로 원료 물질의 일반적인 물질 특성 데이터 및 선행연구 자료에서 나타난 XRD d001면 basal space 결과와 유사한 것으로 확인할 수 있었다.

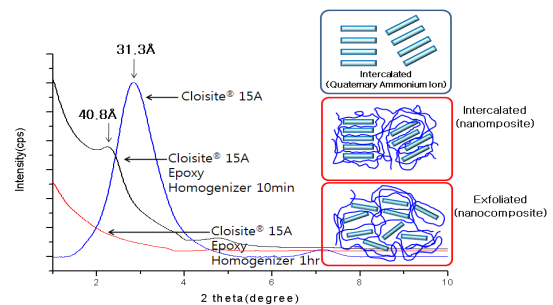
에폭시 수지 충전 용액법 성형체의 XRD 패턴을 분석한 결과 균질기를 이용한 1차 혼합 시간에 따라 층상 실리케이트의 구조가 변화하는 것을 확인할 수 있었다.

균질기 1차 혼합 시간을 10min으로 하였을 경우 shoulder 피크가 왼쪽으로 이동하였으며, shoulder 피크를 읽어 d001면 basal space를 계산한 결과 Cloisite<sup>®</sup>

15A d001=31.3Å에서 d001=40.8Å, Cloisite<sup>®</sup> 25A d001=21.1Å에서 d001=35.3, Cloisite<sup>®</sup> 93A d001=24.7Å에서 d001=41.5Å, Benton<sup>®</sup> 38 26.2Å에서 38.5Å으로 증가하였다. 증가된 층간 사이에 에폭시 수지가 삽입된 것으로 사료된다. 반면 균질기 1차 혼합 시간을 1hr으로 하였을 경우 d001면의 shoulder 피크가 나타나지 않는 전형적인 박리된 상태를 나타내었다.

일반적으로 XRD 패턴에서 d001면에 기인하는 피크가 나타나면 삽입형 구조(intercalation structure), 피크가 나타나지 않으면 박리된 구조로 이해된다[20]. XRD 패턴에서 나타난 피크의 위치는 d001면의 규칙성으로 인해 나타난다. 그러나 층간 간격이 변화가 없는 경우 XRD 패턴의 위치는 변화하지 않는다. 그러나 층간 간격이 고분자가 삽입되어 증가하는 경우 XRD 패턴은 저각(low angle) 위치로 이동한다. 이때 나타난 피크는 점토 입자(grain size)가 균일하고 층간 간격 증가가 일정한 경우 날카로운 패턴이 나타나는 것이 일반적이다.

피크 폭이 넓게 나타나는 것은 층간 간격이 넓이가 다양하고 결정면이 굴곡져 있는 것으로 해석할 수 있다. 이와 달리 d001면에 기인하는 피크가 나타나지 않는 것은 점토층이 규칙성을 잃고 박리된 것으로 설명할 수 있으며 본 실험에서 점도가 높은 용액을 균질기를 사용하여 장시간 분산시킨 경우 고점도 용액의 전단력에 의해 아래와 같이 에폭시 수지에 점토가 박리 분산된 것으로 해석된다.



[Fig. 3] Comparison of X-ray diffraction patterns between Cloisite<sup>®</sup> 15A and Cloisite<sup>®</sup> 15A/epoxy composite according to process condition

#### 4.3 습도센서 감지 특성

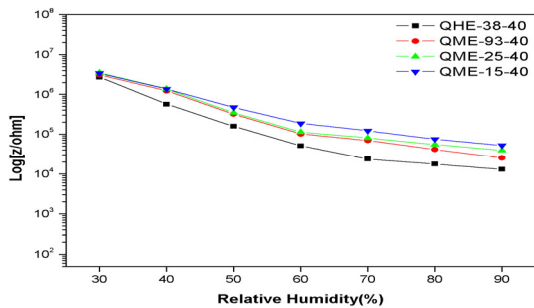
상대습도에 따른 임피던스 변화는 항온 항습조에서

습한 공기와 건조공기의 양을 조절하면서 30~90RH (%) 범위에서 10RH(%)씩 변화시켜 LCR 미터를 이용하여 측정하였다. 습도센서의 기본적인 감습 특성은 25°C AC 1V, 1kHz의 주파수로 측정하였다.

층상 실리케이트 물질 첨가 습도센서는 RH(%)증가에 따라 임피던스가 감소하였다. 그러나 일반적인 센서에 비해 다소 임피던스가 높게 나타났다. 이는 점토에 의한 이온 이동의 방해 요소 영향으로 사료된다.

Cloisite® 습도센서의 경우 Bentone® 38 습도센서에 비해 임피던스 직진성은 다소 우수하지만 Bentone® 38을 첨가한 센서가 가장 낮게 나타났다.

Bentone® 38 임피던스가 낮은 것은 hectorite의 층간 관능기인 bis(hydrogenated tallow alkyl)dimethyl, chlorides의 물의 용해성에 의한 것으로 사료된다.



[Fig. 4] Impedance of layered silicate sensors according to total clay on various relative humidity

Cloisite® 첨가형 센서를 각각 비교해보면 유기화 처리된 물질의 친수성 영향에 따라 감습 특성이 다르게 나타나는 것을 확인하였다. 친수성 특징이 본 연구에 사용한 타 clay보다 큰 Cloisite® 93A가 미소하나 15A, 25A보다 임피던스가 우수하게 나타났다. Cloisite® 93A 함량에 따라 최대7.1kΩ~최소2.5kΩ을 나타냈으며, Cloisite® 15A는 최대8.1MΩ~최소5.2kΩ, Cloisite® 25A는 최대7.5MΩ~최소3.9kΩ의 임피던스를 나타냈다. 응답 속도는 친수성 특징에 따라 Cloisite® 93A가 감소하는 경향을 나타냈으며 60sec에서 120sec의 차이를 나타내었다.

이는 친수성 유기물에 따른 수분 증발의 속도 차이에 의한 것으로 사료된다. 고분자계 습도센서와 비교하여 고습상황에서 유사한 감습 특성을 나타내었으며 임피던스 곡선에서 저항 변화 폭이 일정하게 나타났다. 복잡한 공

정없이 간단하게 습도센서 제작이 가능하다고 사료된다.

## 5. 결론

이상과 같이 4급 암모늄염으로 유기화 처리된 층상 실리케이트 물질인 Cloisite®, Bentone®을 적용하여 층상 실리케이트 물질이 첨가된 습도센서를 제조하여 FTIR/ATR, XRD, 습도센서 특성 분석 및 고찰을 통하여 다음과 같은 결론을 도출하였다.

층상 실리케이트 물질의 피크인 3600cm<sup>-1</sup>의 O-H stretching peak의 감소가 나타났으며, bisphenol A형 에폭시 분자 구조 중 페놀 분자의 방향족 고리와 결합된 메틸렌기에 의한 (728, 728, 728)cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> asymmetric bending, (2921, 2921, 2920)cm<sup>-1</sup> CH<sub>2</sub> asymmetric stretching band로 보아 가교반응이 형성된 것으로 FTIR/ATR 분석 결과로 알 수 있었다. XRD 분석으로 층상 실리케이트 물질의 삽입형 및 박리형 구조는 용액상에 층상 실리케이트 물질을 분산시키는 제조 공정 중에서 발생하는 물리적인 힘이 중요한 인자로 작용하는 것을 확인할 수 있었다. 균질기 교반시간 조절에 따라 나노 복합화 구조는 삽입형 또는 박리형 구조 나뉘지는 결과를 얻을 수 있었다. 교반을 10min으로 하였을 경우 shoulder 피크가 왼쪽으로 이동하였으며 basal space를 계산한 결과 각 층상 실리케이트 물질별로 최대16.8Å~최소 9.5Å으로 d001면이 증가하여 삽입된 것으로 사료가 되며 교반 시간을 1hr 하였을 경우 XRD 패턴에서 d001면에 기인하는 피크가 나타나지 않는 박리형을 나타내었다.

층상 실리케이트 물질 첨가 습도센서는 일반적인 센서에 비해 다소 임피던스가 높게 나타났다. 60~90RH (%)에서 고분자계 습도센서는 약 1/20~1/40 임피던스가 감소한 반면 층상 실리케이트 물질 첨가 습도센서는 약 1/3 임피던스가 감소하였다. 이러한 결과는 층상 실리케이트에 의한 이온의 이동이 방해요소로 작용한 것으로 사료된다. 각 층상 실리케이트 물질 첨가 습도센서별로 비교를 한 결과 층간 개질 물질인 4급 암모늄염 물질에 의해 감습특성이 다르게 나타나는 것을 확인하였으며, 친수성 차이에 의해 건조 속도가 달라져 응답속도의 변화가 발생하였다. 그러나 모든 층상 실리케이트 물질 첨가 습도센서는 직선형의 임피던스 곡선을 나타내었다.

이상의 결과를 바탕으로 유기화 처리된 층상 실리케

이트 물질을 이용한 감습막은 기존의 고분자계 감습막과 비교해 감습 특성은 다소 낮게 나타났으나 공중합, 가교 구조화, 등 복잡한 공정 없이 고습환경에서 저습환경으로 변화 시 안정성이 우수하고 간단한 공정으로 감습막 제조가 가능하여 경제성이 우수한 습도센서 응용이 가능할 것으로 사료된다.

## References

- [1] W. J. Roesch, "Compound semiconductor activation energy in humidity", *Microelectronics Reliability*, Vol. 46, No. 8, pp. 1238-1246, 2006.
- [2] J. Jormanainen, E. Mengotti, T. B. Soeiro, E. Bianda, D. Baumann, T. Friedli, A. Heinemann, A. Vulli, and J. Ingman, "High Humidity, High Temperature and High Voltage Reverse Bias - A Relevant Test for Industrial Applications", *PCIM Europe 2018*, pp.563-569, 2018.
- [3] H. H. Funke, B. L. Grissom, C. E. McGrew, and M. W. Raynor, "Techniques for the measurement of trace moisture in high-purity electronic specialty gases", *Review of scientific instruments*, Vol. 74, No. 9, pp. 3909-33, 2003.
- [4] J. S. Park, H. Chae, H. K. Chung, and S. I. Lee, "Thin film encapsulation for flexible AM-OLED: a review", *Semiconductor Science and Technology*, Vol. 26, No. 3, pp. 034001, 2011.
- [5] 김영훈, "4차 산업혁명을 이끄는 센서 - 시장구조는 어떻게 바뀌나?-", *POSRI 이슈리포트*, 2017.
- [6] Imam, S. A., Choudhary, A., Sachan, V. K., "Design issues for wireless sensor networks and smart humidity sensors for precision agriculture: A Review", 2015 *ICSCIT*, pp. 181-187, 2015.
- [7] Chandana, L. S., Sekhar, A. . R., "Weather Monitoring Using Wireless Sensor Networks based on IOT", *Int. J. Sci. Res. Sci. Technol.* Vol. 4, pp 525-531, 2018.
- [8] Choi, Jin Moon, and Tae Wan Kim. "Humidity sensor using an air capacitor". *Transactions on Electrical and Electronic Materials*, Vol. 14, No. 4, 182-186, 2013.
- [9] Yawut, C., Kilaso, S., "Wireless Sensor Network for Weather and Disaster Alarm Systems", *Int. Conf. Inf. Electron. Eng.* Vol. 6, pp. 155-159, 2011.
- [10] Y. Sakai, Y. Sadaoka, M. Matsuguchi, "Humidity sensors based on polymer thin films", *Sensors and Actuators B*, Vol. 35, pp. 85-91, 1996.
- [11] S. Sikarwar, B.C. Yadav. "Opto-electronic humidity sensor: A review", *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol 233. pp. 54-70, 2015.
- [12] M. Ueda, etc., "Water-resistant humidity sensors based on sulfonated polyimides", *Sensors and Actuators B*, Vol. 127, pp. 463-470, 2007.
- [13] Y. Sakai, etc, "A humidity sensor using polytetrafluoroethylene-graft-quaternized-polyvinylpyridine", *J. Electrochem. Soc.*, Vol. 138, pp. 2474-2478, 1991.
- [14] Y. Sakai, Y. Sadaoka, M. Matsuguchi, Y. Kanakura and M. Tamura, *J. Electrochem. Soc.*, 138, 2472, 1991.
- [15] Y. Sakai, Y. Sodaoka, M. Matsuguchi. H. Sakai, *Sensors and Actuators B*, 25, 689, 1995.
- [16] J. E. Moneyron, A. de Roy, C. Forano, J. P. Besse, Realization of humidity sensors based on a screen-printed anionic clay, *Appl. Clay Sci.* 10, pp. 163-175, 1995.
- [17] B.M. Kulwicki, Humidity sensors, *J. Am. Ceram. Soc.*, pp. 697 - 708, 1991.
- [18] 전영민, 공명선, "이온네 단위를 가지는 광경화성 반응성 올리고머를 이용한 내수성 습도센서의 제조 및 감습 특성", *Polymer*, Vol. 33, No.1, 19-25, 2009.
- [19] M. Bora, J. N. Ganguli, D. K. Dutta, *Thermochim. Acta* 346, pp. 169-175, 2000.
- [20] R. A. Vaia, E. P. Giannelis, "Polymer melt intercalation in organically-modified layered silicates: Model predictions and experiment", *Macromolecules*, 30(25), pp. 8000-8009, 1997.

박 병 기 (Park, Byoung-Ki)



- 2024년 01월~현재 : 호서대학교  
기술경영전문대학원 융합기술경영  
학과 교수
- 2009년 08월 : 호서대학교 대학원  
안전공학과 공학박사
- 관심분야 : 안전공학, 기술경영, 산  
업심리, 작업환경
- E-Mail : chief@hoseo.edu