

그래핀 옥사이드의 에어로졸 분무열분해 공정을 통한 면직물의 전기전도성 및 물성 평가

엄현지 · 조길수[†]
연세대학교 의류환경학과

Application and Functionalization of Graphene Oxide on Cotton Fabric Via Aerosol Spray Pyrolysis

Hyunji Ohm and Gilsoo Cho[†]

Dept. of Clothing & Textiles, Yonsei University, Seoul, Korea

Abstract: Today, graphene loaded textiles are being considered promising smart clothing due to their high conductivity. In this study, we reported reduced graphene oxide(r-GO) deposited pure cotton fabrics fabricated with a colloidal solution of graphene(GO), using a one-step aerosol spray pyrolysis(ASP) process and their potential application on smart textiles. The ASP process is advantageous in that it is easily implementable and can be applied for continuous processing. Moreover, this process has never been applied to deposit r-GO on pure cotton fabric. The field emission-scanning microscopy (FE-SEM) observation, Fourier transform-infrared(FT-IR) analysis, Raman spectroscopy, X-ray diffraction(XRD) analysis, and ultraviolet transmittance(UVT) were used to evaluate material properties of the r-GO colloids. The resistance was also measured to evaluate the electrical conductivity of the specimens. The results revealed that the r-GO was successfully deposited on specimens, and the specimen with the highest electrical conductivity demonstrated an electrical resistance value of 2.27 k Ω /sq. Taken together, the results revealed that the ASP method demonstrated a high potential for effective deposition of r-GO on cotton fabric specimens and is a prospect for the development of conductive cotton-based smart clothing. Therefore, this study is also meaningful in that the ASP process can be newly applied by depositing r-GO on the pure cotton fabric.

Key words: graphene (그래핀), graphene oxide (그래핀 옥사이드), reduction (환원), aerosol spraying pyrolysis (에어로졸 분무 열 분해), conductivity (전도성), smart clothing (스마트의류), smart textile sensor (스마트텍스타일센서)

1. 서 론

최근 COVID-19 상황과 더불어 국내 고령층 인구가 늘고 있는 상황에서 개인이 손쉽게 생체 신호의 측정을 통하여 건강 상태를 확인할 수 있는 헬스케어 디바이스에 대한 기기 사용이 증가하고 있고, 이에 따라 생체신호 측정을 기반으로 하는 웨어러블 디바이스에 대한 수요 또한 증가하고 있다(Jang & Cho, 2019). 웨어러블 디바이스로는 크게 스마트워치(smart watch)나 스마트의류(smart clothing)을 예로 들 수 있으며, 스마트의류에 직접 전자 장치를 부착하는 의류 부착 방식(on-cloth)보다는 의류 내장식(in-cloth)이 선호된다(Zeng et al.,

2014). 따라서 이러한 의류 내장식 스마트의류 제작을 위해서는 뛰어난 착용감 뿐만 아니라 의류 소재에 우수한 전기 전도성을 부여해야 하고, 이를 위해서는 스마트텍스타일센서(smart textile sensor)가 필수적인 요소이다. 따라서 전도성이 있는 재료(electro-conductive materials)를 통해 e-textiles의 형태로 센서를 제조하여 의류 소재 고유의 성질은 유지하되, 전기적 성능을 구현할 수 있다(Jang & Cho, 2019).

그래핀(graphene)은 높은 2차원의 나노 구조로 구성되어 있으면서 높은 비표면적 및 열전도도와 같은 특성으로 인해 가장 주목받고 있는 전기 전도성 입자이다(Samanta & Bordes, 2020). 그래핀은 탄소 원자 하나의 두께를 가지면서 sp² 네트워크로 구성된 이차원의 물질이며, 그 뛰어난 전기적 특성으로 인하여 투명 전극, 이차 전지, 고분자 복합체 등 다양한 분야에서 이용 및 연구되고 있다.

그래핀 옥사이드(graphene oxide, GO)는 그래파이트(graphite, 흑연)로부터 산화된 화합물이며, GO에 대한 선행 연구들은 주로 그래핀을 액상(liquid phase)에서 대량생산하기 위하여 제안되었다. 그러나 그래핀 각각의 층의 반데르발스 인력(van der Waals force)과 파이-파이-파이 스택킹(π - π stacking) 때문에 시

본 논문은 석사학위 청구논문의 일부임.

[†]Corresponding author; Gilsoo Cho

Tel. +82-2-2123-3104, Fax. +82-2-312-8554

E-mail: gscho@yonsei.ac.kr

© 2022 Fashion and Textile Research Journal (FTRJ). This is an open access journal. Articles are distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

트 형태의 그래핀을 얻기는 쉽지 않다. 또, 열역학적으로 불안정한 그래핀은 스스로 몽치려는 성질을 가지고 있다. 이러한 문제점을 해결하기 위하여 흑연을 산화시켜 그래파이트 옥사이드를 합성하고, 이로부터 시트 한 장 형태의 GO를 박리시켜 분산액을 합성하는 방법이 도입되었다. 대표적으로 대표적으로 1958년에 Hummers와 Offerman이 $KMnO_4$ 와 H_2SO_4 를 사용하여 그래파이트 옥사이드를 합성하였고(Hummers & Offerman, 1958), 지금까지도 가장 많이 사용되는 방법이다.

그래핀 옥사이드(GO)는 가장자리와 기저면에 몇 개의 산소기를 가지고 있다는 점에서 그래핀과 차이가 있으며, 이러한 특성으로 인하여 안정적인 수성(aqueous)분산을 가능케 한다(Samanta et al., 2020). 이러한 산소기는 해당 물질의 친수성을 증가시키나, 동시에 sp^2 네트워크의 결합에 손상을 발생시켜 전기전도성이 미미해진다. 이러한 문제점을 해결하기 위한 방법으로는 환원(reduction)이 있으며, 이 방법에는 열적(thermal) 환원 방법과 화학적 환원 방법이 있다. 이 중 특히 열적 환원 방법은 전기전도성이 우수한 환원 그래핀 옥사이드(r-GO)를 형성하는 가장 간단하고 편리한 방법이다.

면(cotton)소재는 부드러움과 뛰어난 흡습성으로 인해 섬유 산업에서 가장 많이 사용되는 천연 섬유이나, 전기 전도성이 낮기 때문에 면 소재의 스마트의류나 스마트텍스타일센서로의 적용은 제한적이다. 그러나 면 표면의 풍부한 하이드록시기(hydroxy group)는 면 섬유의 기능화를 위한 활성 부위를 제공할 수 있다는 것이 밝혀졌다(Cai et al., 2017). 따라서 면 소재를 기반으로 하여 그래핀의 뛰어난 전기적, 물리적 특성을 이용한 스마트 텍스타일 제작 사례가 늘고 있는 만큼 이에 대한 심도있는 연구와 개발이 필요하다.

에어로졸 분무열분해(aerosol spray pyrolysis; ASP) 방법은 반응물을 포함하는 용액을 기계적 방법을 이용하여 에어로졸화하고 가열을 통해 원하는 결과물을 생산할 수 있는 공정이다(Lee et al., 2017). 에어로졸 상태로 분무된 그래핀 옥사이드(GO)의 액적들은 운반 기체에 의해 높은 온도로 유지된 반응기로 보내지며, 액적 중의 용매 증발 및 GO의 열 환원(thermal reduction)과정을 경유하여 최종 결과물인 환원 그래핀 옥사이드(r-GO)가 생성된다(Kim & Kim, 2007). 이 방법은 분무와 동시에 열 환원이 이루어지며 생산 시 비용이 적게 발생하고 기존의 공정들에 비하여 방법이 간단하면서 연속적인 공정이 가능하다는 장점이 있다(Jang et al., 2013).

따라서, 본 연구에서는 뛰어난 흡습성과 우수한 착용감을 가진 면(cotton) 소재에 환원된 그래핀 옥사이드(r-GO)를 증착하여 전기 전도성을 부여해 보고자 하였다. 이를 위하여 다양한 농도의 GO 용액을 제조하여 ASP 공정을 통해 생성된 r-GO를 면 직물 시료에 증착하였다. 이후, 건조 온도에 따른 면저항값에 대한 분석을 위하여 ASP 공정을 거쳐 r-GO가 증착된 시료를 가지고 실온 21°C에서 건조한 시료들과 24시간동안 80°C의 오븐에서 건조한 시료들을 제조하였다. 이에 대하여 표면, 전기적, 화학적 그리고 자외선 차단 특성 분석을 실시하였고, 시료

의 중량 및 면저항값을 측정하였다. 그리고 가장 우수한 전기 전도성 및 물성을 나타내는 시료를 기반으로 ASP 공정의 스마트텍스타일 센서 및 스마트의류 개발에의 도입 가능성을 확인하고자 하였다.

2. 연구 방법

2.1. 재료

본 연구에서는 면 100% 직물을 사용하였으며, 편의상 C로 표기하였다. 각각의 시료는 ASP 장치의 필터에 부착할 수 있도록 직경 10cm의 원형 형태로 잘라 준비하였다. 또, ASP 공정을 통해 면 직물 시료에 환원 그래핀 옥사이드(r-GO)를 증착하기 위한 용액을 제조하였다. 본 연구에 사용된 그래핀 옥사이드는 흑연 분말(Alfa Aesar, 99.99% Purity)을 개질된 Hummers의 방법으로 산화하여 최종 농도가 1.4wt%인 액상의 GO이다(Ha et al., 2019).

2.2. 그래핀 옥사이드 용액 제조

ASP 공정을 통해 시료에 r-GO를 증착하기 위하여 5가지의 농도에 해당하는 GO 혼합 용액을 제조하였다. 먼저 흑연 분말을 개질된 Hummers의 방법으로 산화하여 최종 농도가 1.4wt%인 액상의 GO를 제조한 후, 이를 증류수와 혼합하여 희석하여 최종적으로 GO 농도가 각각 0.1wt%, 0.3wt%, 0.5wt%, 0.7wt%, 0.9wt%에 해당하는 용액을 제조하였다. 그리고 이를 상온에서 250 rpm의 속도로 30분간 교반하여 용액 제조를 완성하였다.

2.3. 시료 제작 및 처리 조건

본 연구에서는 한국지질자원연구원서 제작한 ASP 장치를 이용하였다(Fig. 1). 면직물 시료들은 직경 10 cm의 원으로 잘라 준비하였다. 준비된 시료들을 ASP 장치의 필터에 부착하고, 각각의 농도에 따라 증류수와 혼합하여 희석시킨 용액을 일회용 주사기에 옮겨 초음파 분무 장치에 연결하면 분무 공정을 위한 준비가 완료된다. 전기로의 온도는 적절한 환원과 생성된 r-GO의 증착을 위해 부착된 면 시료의 손상을 방지하기 위하여 400°C로 설정하였으며, 초음파 액적 분무 장치(ultrasonic nebulizer)로는 1.7 MHz 진동자 1개가 부착된 산업용 가습기가 사용되었다. 분무 과정 동안 진동자로부터 발생하는 열을 방지하고, GO 용액의 온도를 상온으로 유지시키기 위하여 냉각수를 일정한 유량(20 mL/min)으로 흘려주었으며, 열처리 반응기

Table 1. Specification of specimen

Fabric code	C	
Fiber contents(%)	Cotton 100%	
Mass per unit area(g/m ²)	185 ± 10	
Weave	Plain 1/1	
Pick count(pick/cm)	Warp	24 ± 1
	Weft	24 ± 1

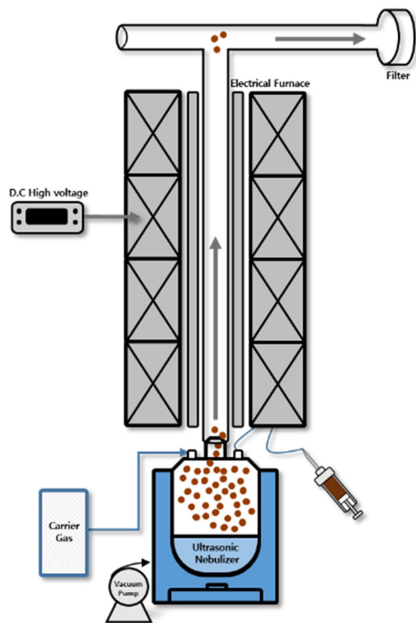


Fig. 1. Schematic diagram of ASP facility.

는 지름과 길이가 각각 70 mm, 140 mm인 원통형의 석영관이 사용되었다. 공정 중에 발생한 GO 액적(droplet)은 400°C의 전기로를 통하여 최종적으로 필터에 부착시킨 면직물 시료에 수집된다. 초음파 분무에 의해 발생한 GO를 포함한 액적(droplet)들은 400°C로 유지되는 반응기를 통과하면서 r-GO가 생성되고, 최종적으로 필터에 부착시킨 면직물 시료 (C)에 수집된다. ASP 공정을 통해 생성된 r-GO의 증착이 완료된 각각의 시료들은 이후 건조 온도에 따른 면저항값의 변화 추이를 관찰하기 위하여 실온 21°C에서 건조한 시료들(C-01, C-03, C-05, C-07, C-09)과 24시간동안 80°C의 오븐에서 건조한 시료들(C-H-01, C-H-03, C-H-05, C-H-07, C-H-09)을 제조하였다(Fig. 3).

2.4. 시료의 특성 평가

2.4.1. 시료의 중량 측정

ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 각각의 농도별 면직물 시료들의 중량을 측정하고, 애드온(add-on) 값을 산출한 결과를 통해 전기 전도성과의 상관관계를 분석하였다. 기기는 전자 저울 (Analytical balance, Explorer Analytical balance, Ohaus, United States of America)을 사용하였으며, 3회 반복 측정 후 그 평균값을 산출하였다. 측정된 시료의 중량을 바탕으로 애드온(add-on) 값을 산출하였으며, 그 공식은 아래 (1)과 같다(Kim et al., 2020).

$$Add-on(\%) = \frac{(w_2 - w_1)}{w_1} \times 100 \quad (1)$$

W₁: 미처리(Untreated) 시료의 무게

W₂: 처리(Treated) 시료의 무게

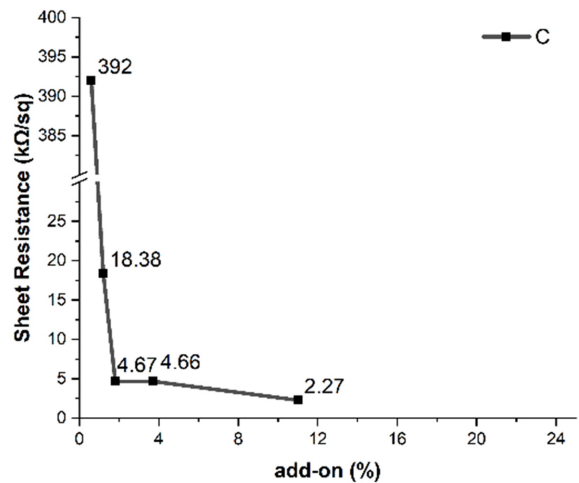


Fig. 2. Sheet resistance of C specimens according to add-on.

2.4.2. 전기적 특성 평가

중류수에 희석시킨 GO의 농도에 따른 면직물 시료들의 전기적 특성을 평가하기 위하여 면저항(sheet resistance, Ω/sq)값을 측정하였다. 본 연구에 사용한 면저항기는 4 Point Probe 면저항 측정기 CMT-SR1000N(AiT Co., Republic of Korea)를 사용하여 측정하였고, 도출한 값의 신뢰도를 위하여 3회 반복 측정 후 그 평균값을 산출하였다.

2.4.3. 표면 특성 평가

ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 각각의 농도별 면직물 시료들의 표면 구조특성을 관찰하기 위하여 주사전자 현미경(Field Emission Scanning Electron Microscope, FE-SEM) 촬영을 실시하였다. 기기는 JSM-7601F Plus(Jeol Ltd, United States of America)을 사용하였고, 분석을 위하여 시료는 1 cm² 크기로 잘라 준비하였다. 모든 시료에 대하여 각각 40배율에서 촬영을 실시하였다.

2.4.4. 자외선 차단 특성 평가

ASP 공정을 통해 r-GO를 증착한 시료들에 대하여 자외선 차단 특성에 대해 분석하기 위하여 투과도(Transmittance, %) 측정을 실시하였다. 기기는 UV 분광 광도계(V-650, JASCO Corporation, Japan)를 사용하였고, 측정을 위해 시료는 1 cm² 크기로 잘라 준비하였다. 측정 범위는 250~400 nm로 설정하였고 3회 반복 측정 후 그 평균값을 산출하였다.

2.4.5. 화학적 특성 평가

ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 각각의 농도별 면직물 시료들의 화학 구조 변화를 분석하기 위하여 푸리에 변환 적외선 분광기(Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)를 사용하여 분석을 실시하였다. 기기는 Vertex 70(Bruker, United States of America)을 사용하였고, 분석을 위하여 시료는 1cm²

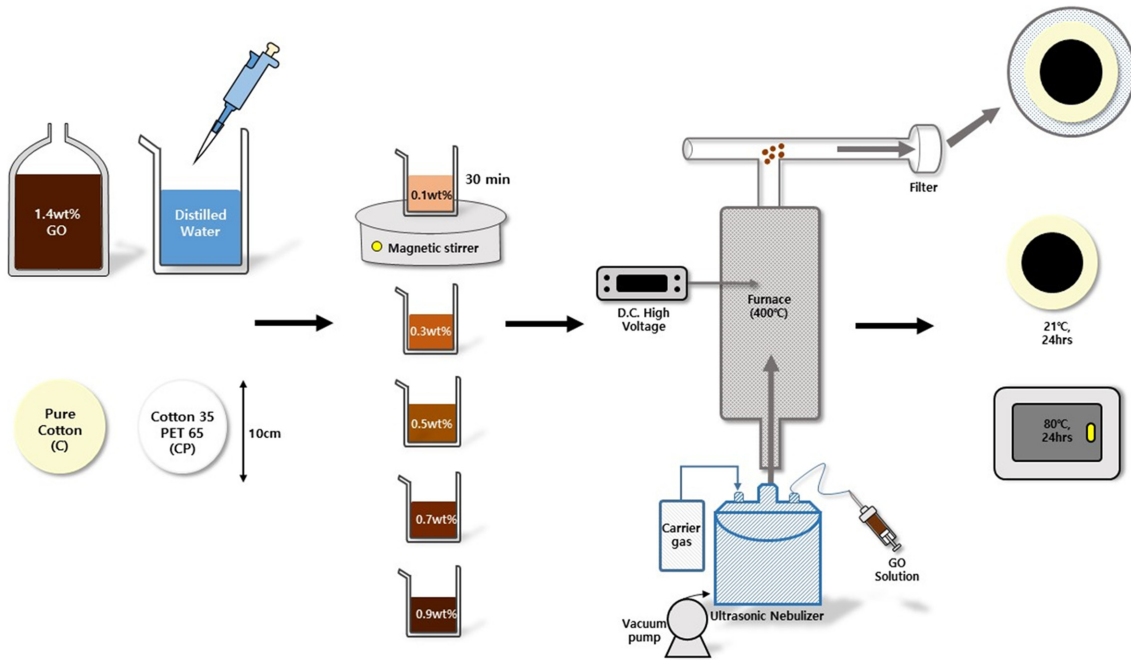


Fig. 3. Schematic diagram of experimental process.

크기로 잘라 준비하였다. 분석 범위는 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 650\text{ cm}^{-1}$ 로 설정하였으며, ATR(Attenuated Total Reflection) 방법을 사용하였다.

또, 각각의 용액 내 GO 농도에 따른 면직물 시료들의 화학구조적 특징을 분석하기 위하여 Raman 분광 분석을 실시하였다. Raman 분광 분석은 주파수에 따른 특정 밴드(band)나 반복적으로 발생하는 피크(peak)로 표시되는 스펙트럼을 통하여 물질의 정량 분석에 사용되는 분석법을 말한다. 기기는 LabRam Aramis (Horiba Jovin Wvon, Japan)을 사용하였고, 분석을 위하여 시료는 1 cm^2 크기로 잘라 준비하였다.

마지막으로, r-GO가 증착된 각각의 농도별 면직물 시료들의 화학적 결합 상태에 대해 분석하기 위하여 XPS 분석을 실시하였다. 기기는 X선 광전자 분광기(X-ray Photoelectron spectroscopy, K-alpha, Thermo Fisher Scientific, USA)를 사용하였고, 분석을 위하여 시료는 1 cm^2 크기로 잘라 준비하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 시료의 중량

Table 2는 ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 각각의 농도별 C 시료들의 중량과 애드온(add-on)을 나타내고 있으며 Fig. 2는 애드온값에 대한 시료들의 면저항값의 변화를 나타내고 있다. 그 결과, ASP 공정을 통해 GO 혼합 용액의 분무가 완료된 C 시료들에 대하여 용액의 GO 농도가 높아질수록 시료의 중량이 증가하고, 이에 따라 애드온 값도 증가하는 경향을 보였다. 이는 용액의 GO 농도가 높을수록 면직물 시료의 표면에 증착

Table 2. Weight and add-on value of specimen

Specimen	Weight(g/cm^2)	Add -on(%)
C-00	0.0164	-
C-01	0.0165	0.6
C-03	0.0166	1.2
C-05	0.0167	1.8
C-07	0.017	3.7
C-09	0.0182	11

된 r-GO의 양이 많아지기 때문이라 사료된다. 이러한 결과를 전기 전도성과 결부하여 보았을 때, 시료의 중량이 증가할수록 전기 전도성이 향상된다고 해석할 수 있다. 이는 Table 3에서 드러난 바와 같이 GO 농도가 0.1wt%에서 0.9wt%로 증가할수록 C 시료의 면저항값은 $392\text{ k}\Omega/\text{sq}$ 에서 $2.27\text{ k}\Omega/\text{sq}$ 로 감소하는 경향을 통하여 설명할 수 있다. 그리고 ASP 공정을 통해 r-GO를 증착하여 상온에서 24시간동안 건조한 C, CP 시료에 대하여 각각의 GO 농도에 대한 애드온 값과 면저항값과의 관계를

Table 3. Sheet resistance of C specimen

Specimen	Sheet resistance($\text{k}\Omega/\text{sq}$)	
	Mean	Standard deviation
C-01	392	36.17
C-03	18.38	1.31
C-05	4.67	0.58
C-07	4.66	0.63
C-09	2.27	0.42

보았을 때, 애드온 값이 증가할수록 면저항값은 감소하는 경향을 보였으므로, 애드온값과 면저항값 간에는 부적 상관관계 (negative correlation)가 존재함을 확인하였다.

3.2. 전기적 특성

Fig. 4는 ASP 공정을 통해 면 100% 소재(C)에 환원 그래핀 옥사이드(r-GO)를 증착한 시료들을 24시간동안 실온 21°C에서 건조한 시료들(C-01, C-03, C-05, C-07, C-09)과 24시간 동안 80°C의 오븐에서 건조한 시료들(C-H-01, C-H-03, C-H-05, C-H-07, C-H-09)에 대하여 각각의 GO 농도별 면저항값을 나타내고 있다. 면저항값의 경향을 보았을 때, GO 농도의 증가에 따라 면저항값이 감소함을 보인다. GO 농도의 증가에 따라 시료 표면에 증착된 r-GO의 양 또한 증가하게 되고, 이로 인하여 전기 전도성이 향상되었다고 사료된다.

Table 3는 r-GO를 증착한 시료들을 24시간동안 실온 21°C에서 건조한 시료들의 면저항값을 나타내고 있으며 Table 4는 24시간동안 80°C의 오븐에서 건조한 시료들의 면저항값을 나타내고 있다. 본 연구에 사용한 ASP 장치의 전기로의 온도는 400°C이며, 이 때 가해지는 열에 의해 공정 중에 환원이 이루어진다고 볼 수 있다. ASP 공정을 통해 r-GO의 증착을 완료한 시료들에 대해 80°C의 오븐에서 건조를 실행하였던 C-H-01과 C-H-03 시료의 면저항값은 각각 2181 kΩ/sq, 116.38 kΩ/sq로 건조를 실온21°C에서 실행하였던 C-01(392 kΩ/sq)과 C-03(18.38kΩ/sq)에 비해 급격하게 높아진 면저항값을 보인다. 이

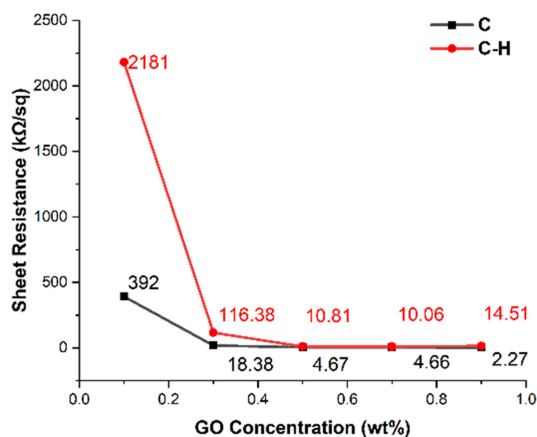


Fig. 4. Sheet resistance of C and C-H specimen.

Table 4. Sheet resistance of C-H specimen

Specimen	Sheet resistance(kΩ/sq)	
	Mean	Standard deviation
C-H-01	2181	495.67
C-H-03	116.38	26.33
C-H-05	10.81	0.54
C-H-07	10.06	2.26
C-H-09	14.51	1.23

는 80°C의 오븐에서 시료를 건조하였을 때 시료에 증착된 r-GO층에 미세한 크랙(crack)이 발생하면서 실온에서 시료를 건조하였을 때보다 면저항값이 높아진 것으로 판단되었다.

3.3. 표면 특성

Fig. 5는 ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 각각의 농도별 면직물 시료들을 실온 21°C에서 40배율로 촬영한 FE-SEM 이미지이며 이를 통해 시료의 표면에 성공적으로 r-GO가 증착되었음을 확인할 수 있다. 또, 용액 내 GO의 농도가 증가할수록 더 많은 양의 r-GO가 시료의 표면에 증착된 모습을 보인다. 그리고 C-05와 C-07 시료의 FE-SEM 이미지에서는 상대적으로 낮은 농도의 시료(C-01, C-03)에 비해서 균일하지 못한 표면의 형태가 관찰되었다. 이는 분무된 용액 내의 GO의 농도가 높아질수록 ASP 공정 중에 열 환원이 동시에 일어나면서 집적(accumulate)된 형태의 r-GO가 빈번하게 발생하였고, 이에 따라 표면이 균일하지 못한 형태를 보이는 것으로 사료된다.

Fig. 6는 ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 각각의 농도별 면직물 시료들을 80°C의 오븐에서 24시간동안 건조한 시료들을 40배율로 촬영한 FE-SEM이미지이다. 실온 21°C에서 24시간동안 건조한 시료들과 비교하여 보았을 때, 시료의 표면에 집적된 r-GO에서 크랙(crack)이 발생하였다. 이는 80°C의 오븐에서 24시간동안 건조하였던 시료들에 대하여 면저항값이 증가하였던 이유로 분석 가능하며(Table 4), 빈번한 크랙의 발생으로 인하여 전기 전도성이 저하된 것으로 사료된다.

3.4. 자외선 차단 특성

ASP 공정을 통해 r-GO를 증착한 면직물 시료들의 자외선 차단 특성에 대해 분석하기 위하여 UV 분광 광도계를 사용하여 투과도 측정을 실시한 결과를 Fig. 6에 나타내었다. Karimi et al.(2016)의 선행 연구에서는 면직물에 산화 그래핀/TiO2 나노 복합체를 처리하여 자외선 차단 특성을 평가한 바 있다. 연구 결과에 따르면 산화 그래핀 처리된 면직물은 산화 그래핀의 상승적인 자외선 흡수로 인하여 우수한 자외선 차단 특성을 가진다.

Fig. 7은 ASP 공정을 통해 r-GO를 증착하고 실온 21°C에서 건조한 C 시료들을 UV 분광 광도계를 사용하여 투과도를 측정된 결과이다. 미처리 시료인 C-00에 비교하여 보았을 때, r-GO가 증착된 C-01부터 C-09까지의 시료들에 대하여 투과도 값이 현저하게 감소하는 경향을 보였다. 이는 용액 속 GO의 농도가 높아짐에 따라 C 시료의 표면에 더 많은 양의 r-GO가 형성되었기 때문이라 해석할 수 있다. 또, 전기로의 온도가 ASP 공정을 통해 r-GO가 시료에 증착되는 내내 400°C의 온도가 유지되면서 GO의 r-GO로의 환원이 이루어졌고, 이에 따라 우수한 자외선 차단 특성을 가지게 되었다고 사료된다.

3.5. 화학적 특성

ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 각각의 농도별 면직물 시

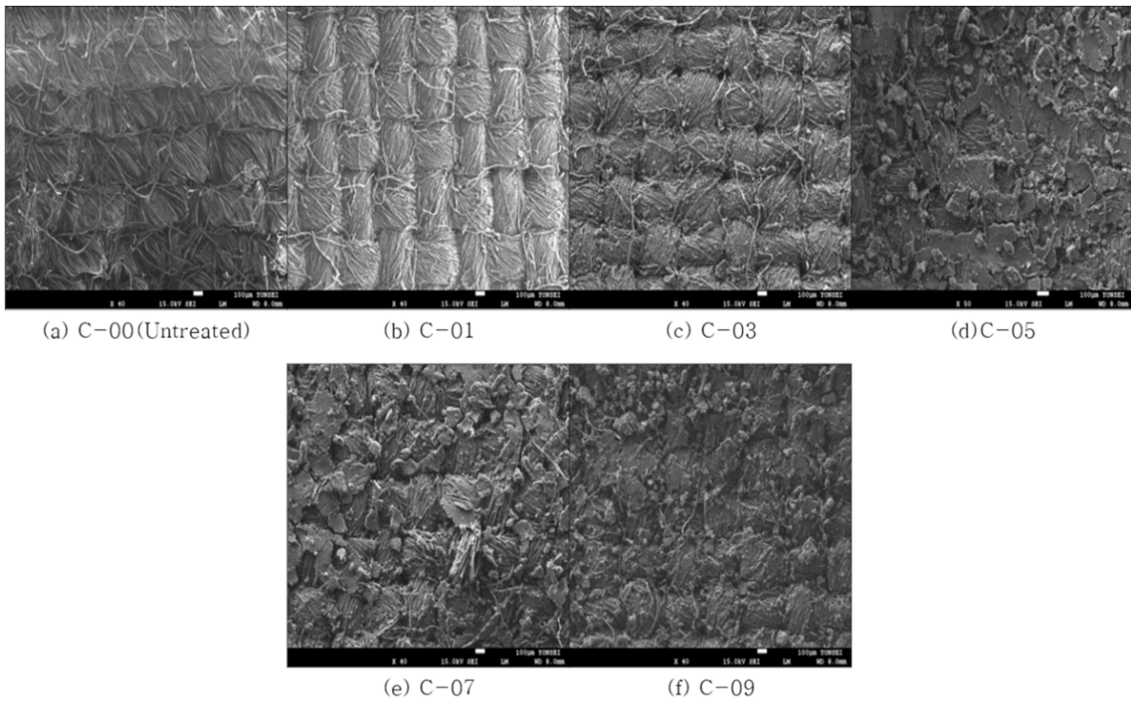


Fig. 5. FE-SEM image of the C specimens.

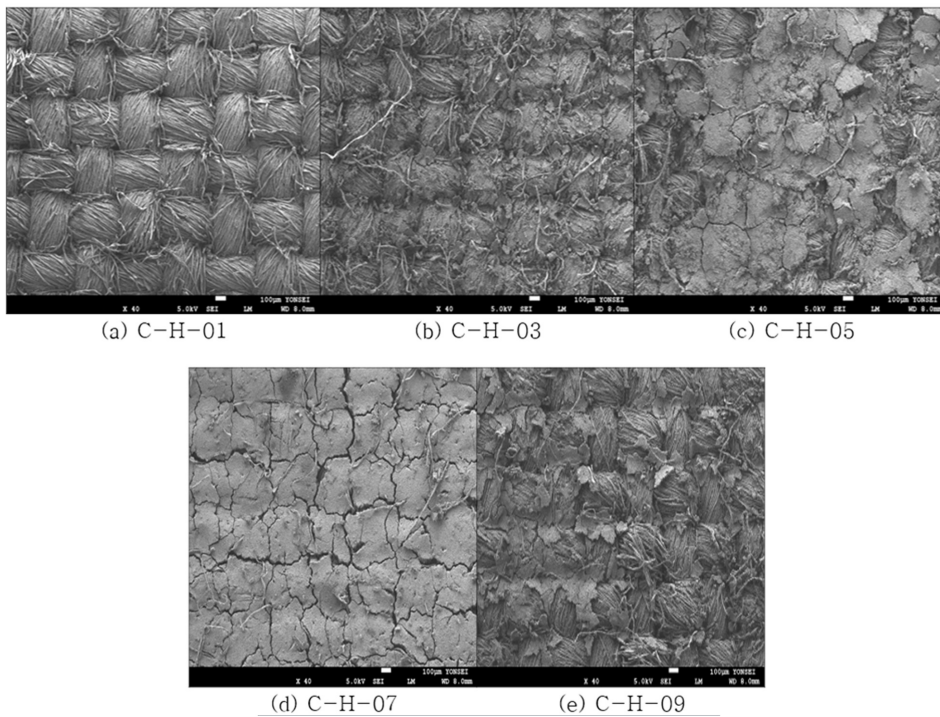


Fig. 6. FE-SEM image of the C-H specimens.

료들의 화학 구조 변화를 분석하기 위하여 푸리에 변환 적외선 분광기를 사용하여 분석을 실시한 결과를 Fig. 8에 나타내었다. 미처리 시료에 대하여 3340, 2900, 1650, 1430 그리고 1057 cm^{-1} 부근에서 피크가 나타났으며, 이는 각각 OH

stretching, 비대칭 C-H stretching, C=O stretching, CH₂ 대칭 bending 그리고 C-O stretching에 의한 것이다(Cai et al., 2017). 반면에, ASP 공정을 거친 각각의 GO의 농도에 따른 시료들에 대해서는 1650 cm^{-1} 부근의 피크는 사라졌고, 2900과

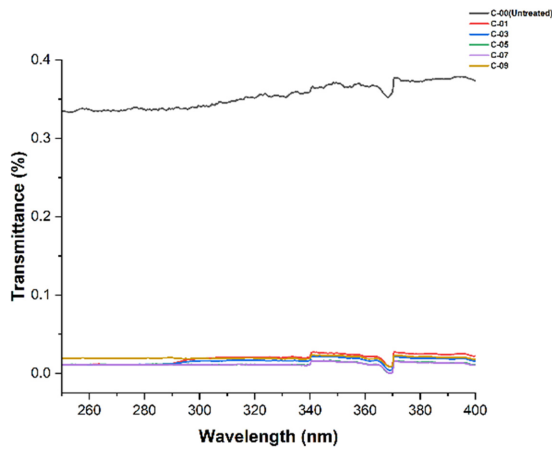


Fig. 7. UV transmittance spectra of C specimens.

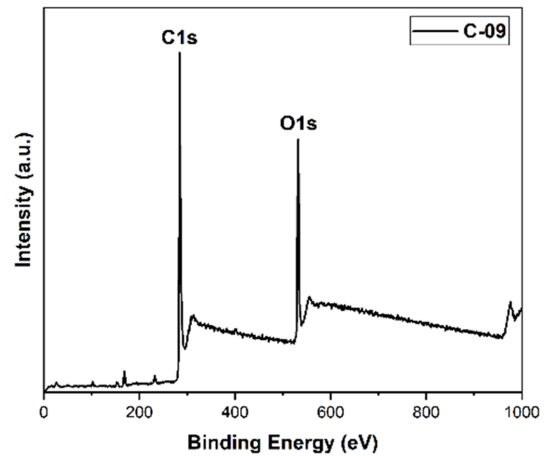


Fig. 10. XPS spectra of the specimen.

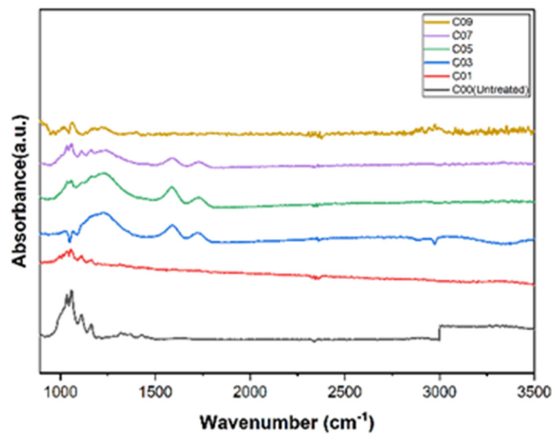


Fig. 8. FT-IR spectra of the specimens.

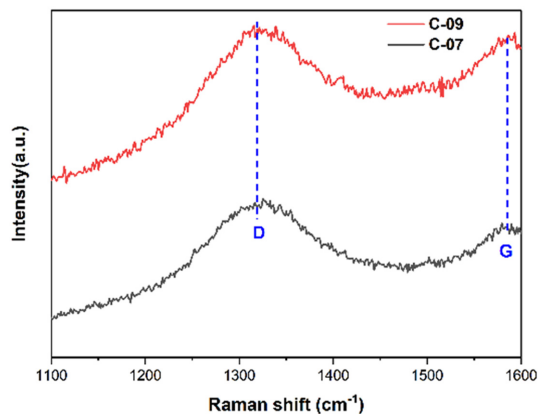


Fig. 9. Raman spectra of the specimens.

3340 cm^{-1} 부근의 피크는 약해졌다. 이를 통해 ASP 공정을 거쳐 분무를 완료한 시료들에 대해서 대부분의 GO가 성공적으로 r-GO로 환원되었음을 알 수 있다.

ASP 공정을 통해 r-GO를 증착한 각각의 GO 농도별 시료들의 화학 구조적 특징을 분석하기 위하여 Raman 분광 분석을

실시한 결과를 Fig. 9에 나타내었다. 면직물에 r-GO를 증착한 경우 1320과 1595 cm^{-1} 에서 피크를 보이며, 이는 각각 D밴드와 G 밴드이다(Pandiyarasan et al., 2017). Ambrosi et al.(2012)의 연구에서 D밴드 대 G밴드의 강도 비율(ID/IG)는 상대적 결합 구조의 지표로 간주할 수 있다는 것이 드러났다. C-07의 ID/IG 값은 1.09이며, C-09의 ID/IG 값은 1.04로 나타났다. 이러한 결과를 통하여 면 직물에 증착된 r-GO의 결합된 탄소의 sp^2 네트워크 결정도가 증가하였음을 알 수 있고(Cai et al., 2017), 결과적으로 ASP 공정을 통해 C 시료에 r-GO가 성공적으로 증착되었음을 확인하였다.

r-GO가 증착된 면 직물 시료를 중 가장 뛰어난 전기적 특성을 보인 C-09 시료에 대하여 화학적 결합 상태를 분석하기 위해 XPS 분석을 실시한 결과를 Fig. 10에 나타내었다. Tian et al.(2016)의 연구에 따르면, 그래핀 표면의 탄소 함유 그룹은 C-C(284 eV), C-O(285.6 eV), C=O(287.8 eV) 그리고 O-C=O(288.6 eV)로 나타났다.), C-O(285.6 eV), C=O(287.8 eV) 그리고 O-C=O(288.6 eV)로 나타났으며 C1s 및 O1s 피크는 각각 284 eV, 532 eV에서 관찰된다. Fig. 8에서와 같이 C-09와 CP-09 시료에 대하여 280eV, 532eV 부근에서 날카로운 피크 (peak)를 보이고 있으므로, ASP 공정 중에 GO의 r-GO로의 환원이 이루어졌으며, r-GO가 시료 표면에 성공적으로 증착되었음을 확인하였다. 또, 결과를 통해 r-GO가 증착된 시료의 주된 구성 요소가 탄소, 산소임을 알 수 있고, C-09 시료의 탄소와 산소 비율은 각각 78.39%, 21.61%로 나타났다.

4. 결 론

본 연구에서는 에어로졸 분무열분해 공정을 통해 면직물에 환원 그래핀 옥사이드(reduced graphene oxide, r-GO)를 증착하고, 스마트 의류 및 스마트텍스타일센서로의 적용 가능성을 살펴보았다. 이를 위하여 각각의 농도에 따른 GO 용액을 ASP 공정을 통해 증착한 면직물 시료에 대하여 전기적, 표면적, 화

학적 특성을 분석하였다. 가장 뛰어난 전기적 특성을 지닌 시료에 대하여 2.27 kΩ/sq의 면저항값을 나타냈고, 표면적 특성 분석과 화학적 특성 분석을 통해 r-GO의 증착이 성공적으로 이루어졌음을 확인하였다. 또, 광 투과도의 측정을 통해 r-GO를 증착한 면시료에 대하여 우수한 자외선 차단 특성을 가진다는 것이 확인되었다. 더불어 ASP 공정을 통해 r-GO가 증착된 면시료의 경우 증착과 동시에 환원이 이루어지므로 선행 연구의 사례와는 달리 별도의 환원 공정이 불필요함이 확인되었다. 따라서, 본 연구의 결과를 통해 r-GO를 통한 직물의 기능화에 대한 선행 연구 사례와는 달리 ASP 공정은 별도의 환원 과정이 필요하지 않은 동시에 손쉽게 연속적인 공정이 가능하다는 차별성이 있음이 드러났다. 즉, ASP 공정을 새롭게 도입하여 전기 전도성을 가진 면직물 시료를 제작하는 데 성공하였으며, 이를 스마트의류 및 스마트텍스타일 분야에 적용 및 응용이 가능하다 사료된다.

감사의 글

본 연구는 2019학년도 정부 (과학기술정보통신부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행되었음(No. NRF-2019R1F1A1060955).

References

- Ambrosi, A., Chua, C. K., Bonanni, A., & Pumera, M. (2012). Lithium aluminum hydride as reducing agent for chemically reduced graphene oxides. *Chemistry of Materials*, 24(12), 2292-2298. doi:10.1021/cm300382b
- Cai, G., Xu, Z., Yang, M., Tang, B., & Wang, X. (2017). Functionalization of cotton fabrics through thermal reduction of graphene oxide. *Applied Surface Science*, 393, 441-448. doi:10.1016/j.apsusc.2016.10.046
- Ha, T., Kim, S. K., Choi, J. W., Chang, H., & Jang, H. D. (2019). pH controlled synthesis of porous graphene sphere and application to supercapacitors. *Advanced Powder Technology*, 30(1), 18-22. doi:10.1016/j.apt.2018.10.002
- Hummers Jr, W. S., & Offeman, R. E. (1958). Preparation of graphitic oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 80(6), 1339-1339. doi:10.1021/ja01539a017
- Jang, E., & Cho, G. (2019). The classification and investigation of smart textile sensors for wearable vital signs monitoring. *Fashion & Textile Research Journal*, 21(6), 697-707. doi:10.5805/sfti.2019.21.6.697
- Jang, H. D., Kim, S. K., Chang, H., Choi, J. W., Luo, J., & Huang, J. (2013). One-step synthesis of Pt-nanoparticles-laden graphene crumples by aerosol spray pyrolysis and evaluation of their electrocatalytic activity. *Aerosol Science and Technology*, 47(1), 93-98. doi:10.1080/02786826.2012.728302
- Karimi, L., Yazdanshenas, M. E., Khajavi, R., Rashidi, A., & Mirjalili, M. (2016). Functional finishing of cotton fabrics using graphene oxide nanosheets decorated with titanium dioxide nanoparticles. *The Journal of The Textile Institute*, 107(9), 1122-1134. doi:10.1080/00405000.2015.1093311
- Kim, D., & Kim, K. (2007). Preparation of nanoparticles by gas phase processes. *Korean Chemical Engineering Research*, 45(6), 536-546.
- Kim, W., Lee, E., Choi, J., & Cho, G. (2020). Improved electrical conductivity of polyurethane nanoweb coated with graphene ink through heat treatment. *Fibers and Polymers*, 21(6), 1195-1199. doi:10.1007/s12221-020-9912-x
- Lee, C., Chang, H., & Jang, H. D. (2017). Preparation of CoFe2O4-graphene composites using aerosol spray pyrolysis for supercapacitors application. *Particle and aerosol research*, 13(1), 33-40. doi: 10.4209/aaqr.2018.10.0372
- Pandiyarasan, V., Archana, J., Pavithra, A., Ashwin, V., Navaneethan, M., Hayakawa, Y., & Ikeda, H. (2017). Hydrothermal growth of reduced graphene oxide on cotton fabric for enhanced ultraviolet protection applications. *Materials Letters*, 188, 123-126. doi:10.1016/j.matlet.2016.11.047
- Samanta, A., & Bordes, R. (2020). Conductive textiles prepared by spray coating of water-based graphene dispersions. *RSC Advances*, 10(4), 2396-2403.
- Tian, M., Hu, X., Qu, L., Zhu, S., Sun, Y., & Han, G. (2016). Versatile and ductile cotton fabric achieved via layer-by-layer self-assembly by consecutive adsorption of graphene doped PEDOT: PSS and chitosan. *Carbon*, 96, 1166-1174. doi:10.1016/j.carbon.2015.10.080
- Zeng, W., Shu, L., Li, Q., Chen, S., Wang, F., & Tao, X. M. (2014). Fiber-based wearable electronics - A review of materials, fabrication, devices, and applications. *Advanced materials*, 26(31), 5310-5336

(Received November 10, 2021; 1st Revised November 26, 2021; 2nd Revised December 14, 2021; Accepted December 17, 2021)