

# 환경 친화적인 전기활성 폴리염화비닐(PVC) 젤 기반 초점 조절 미세 렌즈

윤준모\*, 배진우\*

\*한국기술교육대학교 에너지신소재화학공학과

e-mail: jwbae@koreatech.ac.kr

## Environmentally friendly electroactive poly(vinyl chloride) gel-based focus-tunable microlens

Jun-Mo Yoon\*, Jin Woo Bae\*

\*Future Convergence Engineering, Dept. of Materials and Chemical Engineering, Korea University of Technology and Education

### 요약

이 연구에서는 환경 친화적인 사이클로헥산디카복실레이트(CHDC) 가소제를 합성하고 이를 활용하여 초점 조절이 가능한 마이크로 렌즈를 위한 새로운 폴리염화비닐(PVC) 젤을 개발하였다. 개발된 PVC/CHDC 젤은 우수한 광학 투명도, 높은 유전율 그리고 영률을 보여주었다. PVC/CHDC 젤 기반 렌즈는 기존 PVC/DBA 젤 기반 렌즈와 비교하여 더 빠른 응답 시간과 낮은 누설 전류를 보여주며 뛰어난 성능을 보였다. 또한, 생체 적합성과 가소제 이동 감소를 통해, 이 PVC/CHDC 젤은 인체 내에서 사용되는 다양한 전자 및 광학 기기의 후보 소재로 유망한 가능성을 나타냈다.

## 2. 실험 방법

### 1. 서론

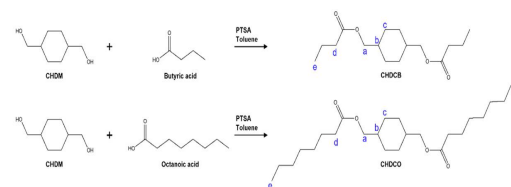
스마트 폴리머 젤은 외부 자극(예: 전기 및 열)에 반응하여 변형되는 물질로서, 특히 전기활성 폴리머(EAP) 젤은 뛰어난 신축성, 빠른 반응속도, 그리고 상당한 변위를 보여주며 전기 액추에이터 및 인공 근육과 같은 응용 분야에서 주목을 받고 있다[1-3]. 그 중 폴리염화비닐(PVC) 젤은 낮은 재료 비용, 우수한 탄성, 그리고 뛰어난 투명성을 갖춘 재료로 알려져 있다. 그러나 PVC 젤에 사용되는 가소제인 프탈레이트 기반 화합물(DBP 등)은 환경 오염을 유발하고, 내분비계 교란 및 발암성 등으로 인해 생체적합성이 부족하다. 이에 따라 연구자들은 대체 가능한 환경 친화적인 가소제 개발에 집중하고 있으며, 이 연구에서는 지속 가능한 바이오 기반 합성 경로를 통해 사이클로헥산디카복실레이트(CHDC) 가소제를 합성하여 기존 프탈레이트 기반 가소제의 단점을 극복하고자 한다.

이 연구는 CHDC 가소제를 사용하여 초점 조절이 가능한 마이크로 렌즈를 개발하고, CHDC 가소제와 PVC 젤이 가진 전기적, 기계적, 광학적 특성을 체계적으로 분석하였다. 또한, 이 젤의 생체적합성을 평가하여 인체 내 사용이 가능한 응용 분야로서의 가능성을 확인하였다.

### 2.1 재료

사이클로헥산디메탄올(CHDM, cis 및 trans 혼합체, >99.0%), 부티르산(>99.0%), 옥탄산(>98.0%), 파라톨루엔술폰산 단수화물(PTSA, >98.0%)은 Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.(일본)에서 구입하였다. 추가로 탄산수소나트륨(>99.5%), 무수황산마그네슘(>99%), 톨루엔(>99.5%), 테트라하이드로푸란(THF, >99.5%)은 Daejung Chemicals and Materials Co., Ltd.(대한민국)에서 조달하였다. 폴리염화비닐(PVC) 수지는 56 중량%의 염소를 포함하며 K-값이 75로, Scientific Polymer Products(미국)에서 구매하였다. 분자량은 약 275,000으로 추정된다.

#### 2.1.1 CHDC 가소제의 합성

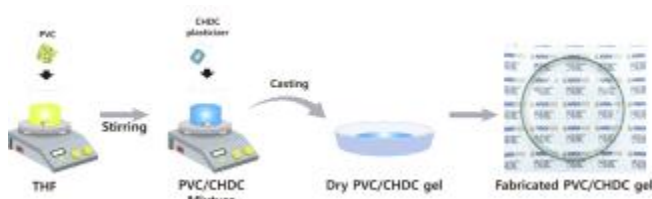


[그림 1] CHDM과 두 가지 지방산(부티르산 및 옥탄산)의 에스테르화 과정 및 CHDC 가소제 합성 경로

화학 반응식(그림 1)에 따라, CHDM과 두 가지 지방산(부티르산

및 옥탄산)을 에스테르화하여 CHDC 가소제를 합성하였다. 500mL 삼구 플라스크에 CHDM 76.06g(0.527mol), 1.5중량% PTSA(촉매), 지방산(2.2배 물비), 그리고 톨루엔 150mL를 첨가하였다. 혼합물을 110°C로 천천히 가열한 후 7시간 동안 유지하여 에스테르화를 진행하였다. 반응 후 과잉 지방산과 PTSA는 10 중량% 탄산수소나트륨 수용액으로 제거하였으며, 탈이온수로 추가 세척하였다. 생성물은 로터리 증발기를 통해 톨루엔으로부터 분리하고, 진공 증류를 통해 정제하여 점성이 높은 CHDC 가소제를 얻었다. 부티르산과 옥탄산으로 각각 합성된 가소제를 CHDCB 및 CHDCO로 명명하였으며, 수율은 각각 83.4%, 86.1%였다.

### 2.1.2 PVC/CHDC 젤의 제조



[그림 2] PVC/CHDC 젤의 제조 과정

약 50mL의 THF에 PVC 분말 0.7g을 용해한 후, CHDC 가소제를 첨가하여 40°C, 500rpm 조건에서 4시간 동안 교반하였다 (Fig. 2a). 이후 혼합물을 유리 페트리 접시에 캐스팅하고, 실온의 흡 후드에서 3일간 THF를 제거하였다. PVC 분말과 CHDC 가소제의 중량비(1:0, 1:3, 1:6, 1:9, 1:11)에 따라 다양한 투명 PVC/CHDC 젤을 제조하였으며, 각각 PVC 필름, PVC/(CHDCB, CHDCO) 3, PVC/(CHDCB, CHDCO) 6, PVC/(CHDCB, CHDCO) 9, PVC/(CHDCB, CHDCO) 11로 명명하였다. 모든 PVC/CHDC 젤의 두께는 1mm로 통일하였다. 비교를 위해 PVC/DBA 젤도 동일한 방법으로 제조하였다.

## 2.2 특성 분석

### 2.2.1 구조분석

합성된 CHDC 가소제의 화학 구조는  $^1\text{H}$  핵자기공명(NMR) 분광법과 푸리에 변환 적외선 분광법(FTIR)으로 분석되었다. NMR 분석은 탈염소화 클로로포름( $\text{CDCl}_3$ )을 이용하여 수행되었으며, 미국 Agilent Technologies의 400-MRDD2 장비를 사용하였다. 또한, 푸리에 변환 적외선 분광법(FTIR) 분석은 독일 Bruker Optics GmbH의 VERTEX80V 장비를 사용하여 감쇠 전반사 방식으로 수행되었고, CHDC 가소제 및 PVC/CHDC 젤에 대해  $4000\text{cm}^{-1} \sim 650\text{cm}^{-1}$  범위를 스캔하였다. 또한, PVC와 CHDC 가소제 간의 분자 상호작용을 추가적으로 탐구하기 위해 가소제 농도가 더 낮은 젤 샘플을 제조하여 분석하였다.

### 2.2.2 광학 특성

PVC/CHDC 젤의 광학 투과율은 대한민국 Scinco사의 Mega-800 UV-Vis 분광기를 사용하여 측정되었다.

### 2.2.3 전기적 특성

유전율은 Solartron Analytical사의 1260 임피던스/게인 분석기와 1296 유전 인터페이스를 사용하여 측정되었으며, 실온에서 1Hz~1MHz 주파수 범위에서 극성 효과를 분석하였다. 신호 진폭은 2V로 설정하였다. 유전 강도는 CPE-1901 테스트 시스템과 Trek 10/40A-HS 고전압 증폭기를 사용하여 측정되었다. 누설 전류는 200V/mm의 전기장을 적용하여 측정하였으며, 실험은 Biologic Science Instruments사의 SP240 전위법 측정 장치를 사용하여 수행되었다. 전기장은 5초 동안 적용한 후 5초 동안 제거하여 총 1000회 사이클 동안 반복되었다. PVC/CHDC 젤의 최종 3개 사이클을 기반으로 안정적인 누설 전류를 산출하였다.

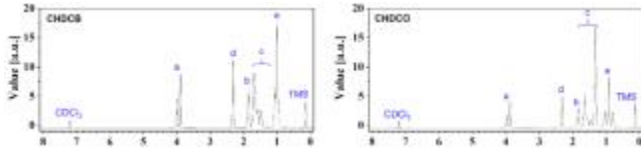
### 2.2.4 기계적 특성

PVC/CHDC 젤의 인장 강도는 ASTM D638 Type V 표준에 따라 미국 Tinius Olsen사의 H5KT 범용 시험기(UTM)를 사용하여 측정되었다. 크로스헤드 속도는 50mm/분으로 설정되었으며, 샘플 절단 기계를 통해 덤벨 형태의 샘플을 제작하여 시험하였다. PVC/CHDC 젤의 점탄성을 분석하기 위해 미국 PerkinElmer사의 DMA8000 동적 기계 분석 장비를 사용하여 1Hz~20Hz 주파수 범위를 측정하였다.

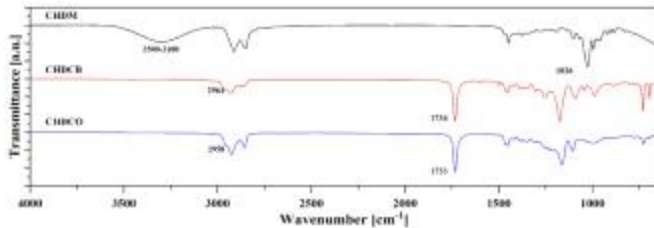
### 2.2.5 생체 적합성 분석

PVC/CHDC 젤의 생체 적합성은 ISO 10993-5 표준에 따라 MTT(3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide) 분석을 통해 평가되었다. MRC5 세포는 대한민국 KCLB(Korean Cell Line Bank)에서 제공받아 사용되었다. 제작된 PVC/CHDC 젤은 디메틸설폭사이드(DMSO) 용액에서 10mg/mL 농도로 용해되었다. 세포는 96-웰 플레이트에 배양되어 24시간 동안 배양한 후 배양 매체를 교체하여 희석된 용액을 포함한 새로운 매체를 적용하였다. 희석된 용액과 함께 배양된 세포의 생존율은 대조군과 비교하여 계산되었으며, 대조군은 100% 생존율로 설정되었다. 각 시험은 3회 반복하여 수행되었다.

## 3. 결과 및 고찰

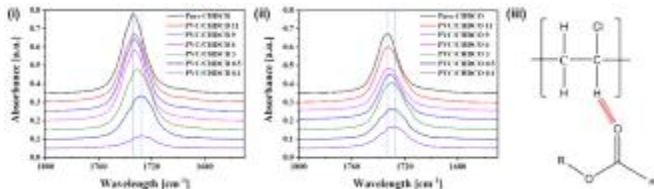
3.1.1  $^1\text{H}$  NMR 과 FTIR 분석 결과[그림 3] CHDCB와 CHDCO 가소제의  $^1\text{H}$  NMR 스펙트럼

NMR 분석에서는 CHDC 가소제의 알리파틱 카복실산 말단의 특징적인 화학 신호(약 0.9 ppm의 삼중 신호)가 확인되었다. 알리파틱 및 순환 구조 내  $-\text{CH}_2-$ 와 탄소-산소 결합 근처의 특징적인 신호(1.1~2.3 ppm)가 나타났다.



[그림 4] CHDCB와 CHDCO, CHDM 가소제의 FTIR 스펙트럼

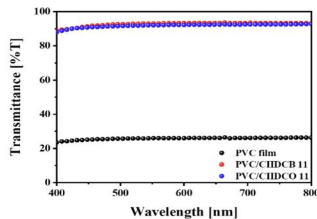
FTIR 분석에서는 CHDC 가소제에서 생성된 에스터 결합의 탄소-이중결합( $1733\sim 1734\text{ cm}^{-1}$ )과 탄소-산소 결합( $1026\text{ cm}^{-1}$ )의 흡수 피크가 확인되었다.



[그림 5] PVC/CHDC 젤의 FTIR 스펙트럼 및 dipole-dipole 상호작용

PVC/CHDC 젤의 FTIR 스펙트럼은 낮은 주파수에서 탄소-이중결합 흡수 피크가 이동하는 것을 보여주며, 이는 PVC 사슬과 CHDC 가소제 간의 Dipole-dipole 상호작용에 의해 발생하는 것으로 분석되었다. 이를 통해 CHDC 가소제가 PVC 사슬의 비정질 영역 내에 물리적으로 분포되어 있다는 것을 확인하였다[4].

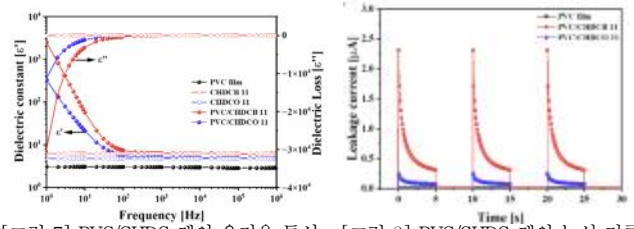
## 3.1.2 광학적 특성



[그림 6] PVC/CHDC 젤의 UV-vis 스펙트럼

PVC/CHDC 젤은 550nm에서 최대 92.6%의 높은 투명도를 나타냈으며, 기존 PVC의 낮은 투명성과 비교하여 뛰어난 광학적 특성을 보여주었다. CHDC 가소제가 PVC사슬의 결정화를 억제하여 더 투명한 젤을 형성한 것으로 확인되었다.

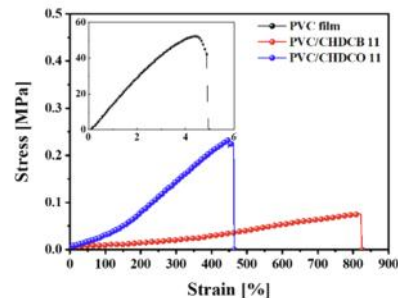
## 3.1.3 전기적 특성



[그림 7] PVC/CHDC 젤의 유전율 특성 [그림 8] PVC/CHDC 젤의 누설 전류

PVC/CHDC 젤은 낮은 주파수에서 높은 유전율을 나타냈으며, 이는 가소제가 PVC 사슬 내에서 자유롭게 이동하며 극성을 형성하기 때문이다. PVC/CHDCB 11은 1 Hz에서 유전율 2485를 기록하였고, PVC/CHDCO 11은 비교적 낮은 유전율을 기록하였다. 이는 CHDCO의 더 큰 분자 크기로 인해 외부 전기장에 적응하는 능력이 제한되기 때문이다[4,5]. 누설 전류는 2μA 미만으로 유지되어 기존 PVC/DBA 젤의 약점인 높은 전력 소비와 관련된 문제를 해결하였다.

## 3.1.4 기계적 특성

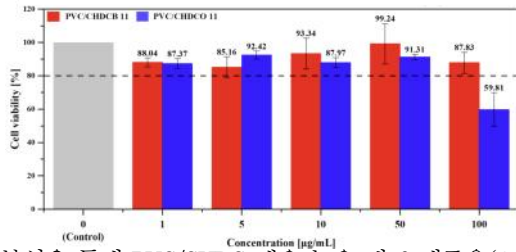


[그림 9] PVC/CHDC 젤의 응력-변형률 곡선

PVC/CHDC 젤은 낮은 영률과 높은 연신율을 기록하였다. 특히, PVC/CHDCB 젤은 더 높은 연신율을 보여줬으며, 이는 짧은 알리파틱 사슬 구조로 인해 가소제 효과가 더 많이 나타났기 때문이다. 기계적 특성 테스트 결과 PVC/CHDC 젤은 반복적인 작동 조건에서도 구조적 안정성을 유지할 수 있는 점탄성을 나타냈다.

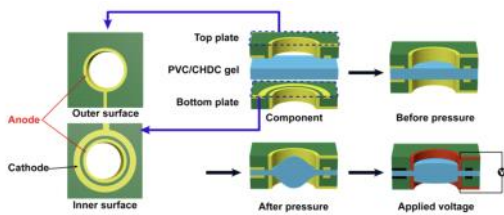
## 3.1.5 생체 적합성

[그림 10] PVC/CHDC 젤의 세포 생존율



MTT 분석을 통해 PVC/CHDC 젤은 높은 세포 생존율(80% 이상)을 기록하며 생체 적합성을 입증하였다[6]. 이는 PVC/CHDC 젤이 인체 내 의료 장치, 특히 내안 렌즈와 내시경 카메라 시스템과 같은 응용 분야에 적합하다는 가능성을 보여준다.

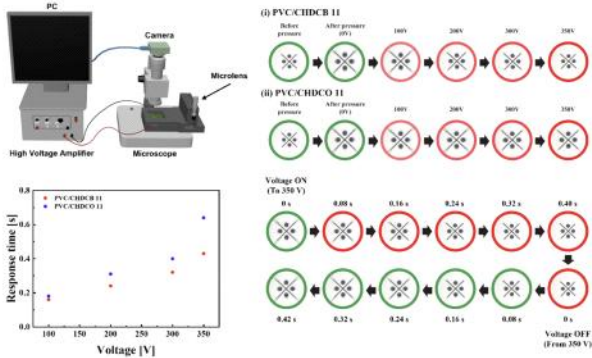
### 3.1.6 초점 조절 마이크로렌즈 성능



[그림 11] PCB 판과 전극 설계 및 마이크로렌즈 작동 메커니즘



[그림 12,13] 초점 거리 측정 실험 장치, PVC/CHDC 젤의 전압별 초점 거리 측정 그래프



[그림 14] PVC/CHDC 젤의 확대 효과 측정 실험 장치 개념도 및 전압별 확대 효과 현미경 이미지

PVC/CHDC 젤 기반 초점 조절 마이크로렌즈는 50~350V의 전압 범위에서 5.3~29.7mm의 초점 거리 조절이 가능하였다[7]. PVC/CHDCB 젤 기반 렌즈는 더 빠른 응답 속도(0.4초)와 낮은 전력 소비를 보여 기존의 PVC/DBA 젤과 비교해 우수한 성능을 나타냈다. 이는 초점 조절이 필요한 광학 장치 응용에 적합한 특성이라고 볼 수 있다.

## 4. 결론

PVC/CHDC 젤은 구조적 안정성과 우수한 성능을 통해 기존의 PVC/DBA 젤을 능가하는 특성을 보여주었다. 광학적, 전기적, 기계적 특성이 개선되었으며, 생체 적합성과 낮은 가스체 이동으로 인해 의료 및 전자 기기에서 신뢰성 높은 응용 가능성을 입증하였다. 특히, 초점 조절 마이크로렌즈에서 빠른 응답 속도와 높은 에너지 효율성을 제공함으로써 기술적 진보를 이루었다.

### 참고문헌

- [1] Y. Bar-Cohen, S. of P.-O.I. Engineers, Spie, I.M.F.K. Gijutsu, A.S. of M. Engineers, J.P. Laboratory, N.S. Foundation, Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2010: 8–11 March 2010, San Diego, California, United States, 2010.
- [2] Y. Li, Y. Li, M. Hashimoto, Sens. Actuators B 282 (2018) 482–489.
- [3] A. Ullah, M. Jang, H. Khan, H.J. Choi, S. An, D. Kim, Y.-R. Kim, U.-K. Kim, G. M. Kim, Sens. Actuators B 345 (2021) 130441.
- [4] Y. Yang, J. Huang, R. Zhang, J. Zhu, Mater. Des. 126 (2017) 29–36.
- [5] H.C. Erythropel, S. Shipley, A. Bormann, J.A. Nicell, M. Maric, R.L. Leask, Polymer 89 (2016) 18–27.
- [6] I.O.F. Standardization, C. International, S.C.O. Canada, Biological evaluation of medical devices. Part 5, Tests for in vitro cytotoxicity, 2001.
- [7] D.-S. Choi, J. Jeong, E.-J. Shin, S.-Y. Kim, Opt. Express 25 (17) (2017) 20133.