

폴리아닐린을 함유한 도전성 복합필름의 제조 및 특성 연구(2)

이 수[†] · 성은숙

창원대학교 화공시스템공학과
(2015년 2월 5일 접수; 2015년 2월 20일 수정; 2015년 3월 25일 채택)

Characterization of Biodegradable Conductive Composite Films with Polyaniline(2)

Soo Lee[†] · Eun-Suk Seong

*Department of Chemical Engineering, Changwon National University, Korea
(Received February 5, 2015; Revised February 20, 2015; Accepted March 25, 2015)*

요약 : 생분해성 고분자인 셀룰로오스 아세테이트(CA)를 매트릭스로 용액 증합된 HCl이 50% 정도 도핑된 PANi를 첨가하여 도전성 PCA 복합 필름을 제조하여 기계적, 전기적 특성 및 표면 morphology를 고찰하였다. PCA 복합 필름의 인장강도는 PANi 함유량 5 wt% 인 경우 순수 CA 필름(377.1 kgf/cm²)에 비해 27% 정도 감소된 275.2 kgf/cm²를 나타내었으며, 신율도 7.65%에서 4.35% 정도로 감소하였다. 표면저항은 PANi의 함량에 따라 감소하였으며, PANi 함유량이 5 wt%인 PCA05의 경우 7.0x10⁹ Ω/sq로 정전기 방지용 필름으로 사용이 가능할 정도였다. 표면 정전기량의 소멸 속도도 PANi 함량에 따라 비례하여 빨라짐을 확인하였다. PCA 복합 필름의 열적 안정성은 PANi 함량이 늘어남에 따라 분해온도가 낮아졌으며, 최종 재(char)의 함량은 PANi의 함량에 비례하였다. 최종 재의 함량을 이용하여 미지의 PCA 복합 필름 중의 PANi의 분율을 계산할 수 있을 것으로 판단된다.

Abstract : The 50 mole% HCl doped polyaniline(PAni) was synthesized by polymerization of aniline in the presence of hydrochloric acid and ammonium persulfate(APS) as dopant and oxidant, respectively. Then, conducting biodegradable cellulose acetate composite films were also prepared with PANi in acetone to find their applicability to antistatic packaging materials.

The tensile strength of PCA05 film with 5 wt% of PANi was decreased by 27% from 377.1 kgf/cm² for CA film itself to 275.2 kgf/cm². Elongation was also decreased from 7.65% to 4.35%. Surface resistance of 7.0x 10⁹ Ω/sq could be achieved for the PCA containing 5 wt% of PANi. Therefore, this PCA05 film can be applied to antistatic package film for electronic board. In addition, decomposition temperature of these PCA films obtained by thermogravimetric analysis(TGA) was decreased with the amount of PANi in PCA films, and the final weight of char was directly proportional to PANi contents. From this thermal result we can calculate the content of PANi in unknown PCA films.

Keywords : polyaniline, HCl dopant, cellulose acetate, antistatic composite film.

[†]Corresponding author
(E-mail: slee@changwon.ac.kr)

1. 서론

전형적인 플라스틱 소재들은 대부분 전기적으로 부도체이며 우수한 기계적 물성과 가공 용이성으로 인하여 다양한 제품에 적용되어 왔다. 그러나 이러한 고분자 소재는 표면의 정전기로 인하여 광, 전기, 전자 산업 제품의 포장 등에는 적용할 수 없는 문제점을 가지고 있다. 이의 해결을 위하여 정전기 방지 및 전자파를 차폐할 수 있는 기능성 고분자 재료의 개발에 많은 노력을 기울이고 있는 실정이다. 그 중에서 전기전도성이 우수한 CNT, 그래핀 등 나노탄소화합물을 이용하여 전자파 차폐효과가 우수한 고분자 복합체의 제조[1-5]나 정전기를 방지할 수 있는 건축용 소재 제조에 관한 의미있는 연구 결과들이 특히 관심을 끌고 있다[6].

이러한 금속재 또는 탄소재의 분말, 섬유 등을 부도체인 범용 고분자 구조체에 혼합 또는 분산시켜 복합화한 것이 가장 손쉬운 방법이나 이러한 도전성 재료외에도 폴리아닐린(PAni), 폴리피롤 및 폴리아이오펜 등의 π -공명구조를 가진 유기고분자의 경우도 화학구조 및 도판트의 종류와 도핑 정도에 따라 반도체의 전자 구조를 갖고 있어 높은 전기전도도를 나타내므로 이를 직접 응용하거나, 범용고분자에 *in-situ*로 중합시켜 전도성을 부여하는 방법도 여전히 흥미로워 최근까지도 많은 논문이 발표되고 있다[7-8]. 또한, 이러한 전도성 유기고분자 중에서도 폴리아닐린(PAni)은 단량체의 가격이 저렴하고 중합이 쉬우며 공기 중에서의 안정성이 매우 뛰어나 전도성 유기고분자의 응용분야에 많이 적용되고 있는 물질이다[9-10].

일반적으로 정전기는 어떤 물체의 표면에 일시적으로 머무르고 있는 다량의 전하로서 물체의 표면에 전자의 과잉 또는 부족으로 인해 생기며 비전도성 물체의 표면에서 정전하는 국부적으로 또는 광범위하게 존재하여 정전기장을 생성하여 물체 주위에 영향을 미치게 된다. 이러한 정전기의 발생은 전자 소재 산업에서는 정전기 방전 현상의 직접적인 영향으로 인한 제품 또는 장비의 손상, 정전기에 의한 입자 유인 현상으로 물체 표면 오염 및 정전기 방전에 의한 전자기 간섭 현상 등 큰 피해를 주고 있어 이의 방지가 매우 중요하다[11-12].

일반적으로 재료를 표면저항으로 분류하면 아래의 Table 1에 나타난 바와 같이 $10^{11} \Omega/\text{sq}$ 이

하인 재료는 정전기 분산성이 우수하여 대전 현상이 거의 없게 되며 $10^{12} \Omega/\text{sq}$ 이상의 재료는 전기절연체(insulator)로서 발생된 정전기가 물질 내에 축적되므로 대전현상이 나타나게 된다. IEC/TC101은 antistatic이란 용어를 “저대전성(low-charging)”이란 용어로 바꾸었으며, 1988년에 제정된 EIA-541(1988)에 의한 전기적 특성에 따른 재료의 분류는 아래의 Table 1과 같다 [13-15].

Table 1. Classification of materials with electric characteristics

Characteristics	Surface resistance (Ω/sq)
conductive	$\leq 10^4$
static dissipative	$10^5 \leq \text{to} \leq 10^{11}$
insulative	$\geq 10^{12}$

일반적인 플라스틱 필름은 분자구조에 극성기를 많이 가지고 있는 경우는 비교적 대전현상이 적으나 극성기가 거의 없는 하이드로카본 플라스틱은 대전현상이 발생하기 쉽다. 이와 같은 대전현상을 방지하기 위해 전하의 분산 속도를 증가시키거나 정전기 발생 원인을 제거함으로써 제어할 수 있는데 최종 고유저항치는 $10^{11} \Omega/\text{sq}$ 이하가 되어야 한다.

본 연구에서는 PAni가 분산된 천연고분자 유도체인 셀룰로오스 아세테이트(CA)와의 복합 필름을 제조하여 전기적 성질, 기계적 물성 및 morphology를 비교, 분석하여 전자재료 포장용 정전기 방지용 필름 소재로의 활용 가능성을 연구하였다.

2. 실험

2.1. 시약

전도성 물질로 사용된 아닐린은 Yakuri Pure Chemical사 시약을 각각 정제 없이 사용하였다. 산화제로 사용된 과황산암모늄(APS)과 도판트로 사용된 HCl은 국내 덕산화학의 시약을 각각 정제없이 사용하였다. 세척에 사용된 아세톤은 국산 공업용을 각각 그대로 사용하였으며, 반응에 사용된 증류수는 초순수를 사용하였다.

복합 필름 제조를 위하여 사용한 셀룰로오스 아세테이트(CA)는 Aldrich Chemical사의 cellulose diacetate로 치환도 2.4, 평균분자량 30,000의 분말 형태를 사용 전 60°C 진공오븐에서 48시간 건조하여 사용하였다. 또한, 아세톤으로 제조된 180 μm 두께의 순수 CA 필름의 인장강도는 377.1 kg/cm^2 , 이었으며, elongation은 7.7%였다.

2.2. PAni의 합성

순수 PAni의 합성을 위하여 0.1 mol 아닐린을 1 M 염산수용액 100 mL가 들어 있는 3구플라스크에 주입하고 항온순환조를 이용하여 온도를 0°C로 낮춘 후 마그네틱바로 교반하며, 51.5 mL의 2.4 M 과황산암모늄 용액을 1 시간에 걸쳐 서서히 적가하여 반응열을 제거하며 진행하였으며 최종 적가 후 8시간 반응시킨 후 여과하여 침전된 PAni를 1 M 염산수용액으로 세척하며 protonation시켰다. Protonation된 PAni를 색이 나타나지 않을 때까지 증류수와 아세톤으로 수차례 세척한 후 50°C 진공오븐에서 2일간 건조하였다.

2.3. PAni와 셀룰로오스 아세테이트(CA)의 복합 필름(PCA)의 제조

앞에서 제조된 순수 PAni를 Table 2에 나타낸 바와 같은 조성으로 아세톤 용액에서 혼합하여 복합 필름 PCA를 제조하였다.

Table 2. Compositions of PCA films

Sample	PAni/CA (%)	composition (g)	
		CA	PAni
CA	0	10	0
PCA01	1	10	0.1
PCA05	5	10	0.5
PCA10	10	10	1.0
PCA15	15	10	1.5
PCA20	20	10	2.0

2.4. 분석기기 및 분석방법

1) 필름의 화학적 구조 및 표면 특성

PCA 복합 필름의 화학적 구조는 적외선 분광기 FR/IR-6300 (Jasco Japan)를 사용하여 조사하였으며, PAni의 HCl 도핑 정도는 원소분석기

Vario EL(Elemental Analysen Systeme Germany)에 의해 측정된 질소와 염소의 함량을 이용하여 계산하였다. 또한 PCA 복합필름의 표면 morphology는 전계방사형 주사전자현미경(FE-SEM) MIRA I LMH(Tescan Japan)을 사용하였다.

2) 필름의 기계적 물성

PCA 및 PCCA 복합 필름의 인장물성은 국내의 Daesung사의 인장강도기(AR-6000)을 사용하여 실온에서 측정하였다. 절단기를 이용하여 폭 3.5 mm로 잘라서 두께 측정기로 필름의 두께를 측정하여 단면적을 구하였다. 시료의 길이를 25 mm로 하고 초기하중은 5 kg, 인장속도는 20 mm/min로 측정하여 강도와 신도를 구하였다.

3) 전기전도도

PAni의 전기전도도는 IR-palletizer를 사용하여 2 ton/cm²의 압력으로 직경 10 mm, 두께 0.35 mm의 디스크 형태의 시료를 만들어서 4-point probe 방식으로 표면저항(surface resistance, R_v)을 측정하여 다음 식을 이용하여 체적비저항(volume resistivity, ρ_v)을 계산하였다.

$$R_v(\Omega/\text{sq}) \times \text{Thickness}(\text{cm}) = \rho_v(\Omega \cdot \text{cm})$$

또한, PCA 복합 필름의 R_v 는 필름을 20x20 mm로 잘라서 Super Megohmmeter(SM-8210, TOA, $0.5 \cdot 10^6 \sim 2 \cdot 10^{16} \Omega$ Japan)를 사용하여 전극 간격 1 cm에서 측정하였다. 저항값이 $10^7 \Omega/\text{sq}$ 이상 되는 경우에는 4-point probe 방식으로는 측정이 힘들기 때문에 2-probe 방식을 이용하였다.

4) 표면 정전기

ASTM D4470 방법에 준하여 Electrostatic Fieldmeter FMX-003(SIMCO Japan)을 이용하여 도전성 복합 필름에 일정 시간 동안 마찰을 주어 정전기를 발생시킨 후의 표면 정전기량을 측정하고, 정전기량의 시간에 따른 감소 속도도 측정하였다[16].

5) 열적 성질

열안정성을 확인하기 위해 thermogravimetric analyzer(TGA, Q50(TA Instrument USA)를 이용하였다. 질소기류(60 mL/min)하 80°C에서 30

분 동안 등은시켜 시편의 수분을 제거한 후, 80°C~700°C 범위를 10 °C/min의 가열 속도로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. PANi의 합성 및 특성

아닐린을 HCl 수용액 중에서 APS를 산화제로 사용하여 순수 PANi를 얻었다. 순수 PANi의 전환율은 61%였으며, 순수한 Emeraldine salt형의 폴리아닐린으로 구성되어 있었으며, 원소분석 결과 Table 3에 있는 바와 같이 C, N, H이 각각 58.4, 11.2, 6.1 wt%이었다. 그리고 그 외 원소는 24.3 wt%로 PANi에 도핑되어 있는 HCl 중의 Cl이라고 판단할 수 있다. 이 값을 이용하여 PANi의 도핑 정도를 계산한 결과 반복 단위 1.14개 당 HCl 분자 1개가 도핑되어 있음을 알 수 있었다.

Table 3. Elemental analysis results of PANi powders

Sample	Element (wt%)			
	C	H	N	Cl
PANi	58.4	6.1	11.2	24.3

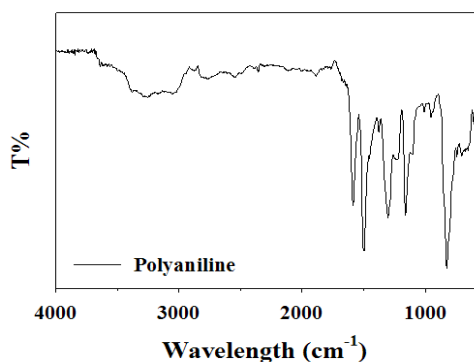


Fig. 1. FT-IR ATR spectrum of neutralized PANi.

또한, Fig. 1에 PANi의 FT-IR 스펙트럼을 나타내었다. Protonation된 PANi의 경우 스펙트럼을 해석하기가 매우 어려웠으나, 암모니아수로 중화시킨 후의 PANi는 3425cm⁻¹와 3230 cm⁻¹의 N-H 신축진동, 1570, 1550 cm⁻¹의 벤젠 고리의

변형(deformation)진동, 1300 cm⁻¹의 C-N 신축진동 피크가 확실히 구별되어 중합이 잘 진행되었음을 쉽게 알 수 있었다.

이렇게 얻은 PANi의 먼저항은 4-point probe 방식의 표면저항 측정기를 이용하여 측정한 결과 체표면비저항은 1.08 Ω·cm 정도로 매우 낮게 나타났다으며, 전도도는 0.927 S/cm 이었다. 이런 전기적 특성을 가진 PANi를 CA에 첨가하여 복합 필름인 PCA를 제조하였다.

Table 4. Conductivity of PANi

	Surface resistance (Ω/sq)	Resistivity ρ (Ω·cm)	Conductivity (S/cm)
PANi	30.83	1.08	0.93

3.2. PANi와 CA의 복합필름(PCA)의 기계적 물성

Table 2에 나타난 조성대로 제조된 PANi와 CA의 복합 필름인 PCA의 FT-IR ATR 스펙트럼(Fig. 2)으로는 큰 화학적 구조 변화를 확인할 수 없었으며, 암모니아용액으로 중화를 시키더라도 스펙트럼에서는 변화를 보이지 않았다. 이는 HCl로 도핑되어 있는 PANi의 표면을 CA가 대부분 덮고 있기 때문으로 판단된다.

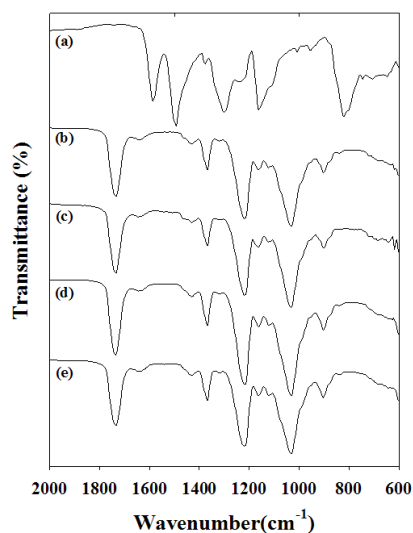


Fig. 2. FT-IR spectra of PCA composite film: (a) neutralized PANi, (b) CAP15, (c) CAP10, (d) CAP05, (e) CA.

또한, PCA 복합 필름의 인장강도와 연신율을 모두 Fig. 3에서 보는 바와 같이 PAni의 함량이 늘어남에 따라 감소하고 있음을 보여 준다. 5%의 PAni가 함유된 PCA05의 경우 순수 CA 필름 (377.1 kg/cm^2)에 비해 27% 정도 감소된 275.2 kg/cm^2 를 나타내었으며, 연신율도 7.65%에서 4.35%로 저하되었다. 또한, 15% 이상의 PAni가 함유될 경우 기계적 물성이 극도로 저하되어 산업용 필름으로서의 효용성이 없다고 판단된다.

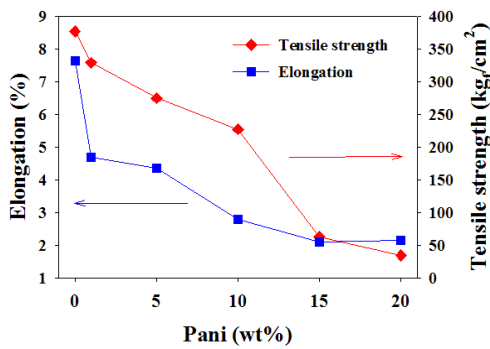


Fig. 3. Tensile strength and elongation of PCA films.

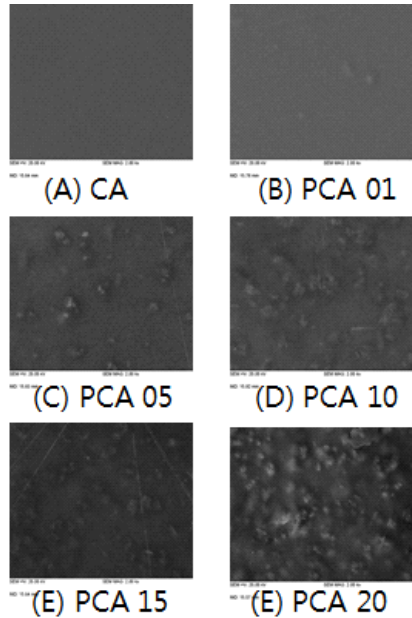


Fig. 4. SEM photos of CA and PCA films.

Fig. 4에 나타난 PCA 필름의 표면 SEM 사진을 보면 순수한 CA 필름은 표면이 매끈하고, PAni 함량을 높일수록 표면에서 관찰되는 입자의 개수가 많다. 시료의 표면으로부터 반사되어 다시 시료의 표면 밖으로 방출되는 1차 전자들을 후방 산란전자라 부르며 이를 검출하여 영상화한 것이 후방 산란 전자상이다. 시료의 구성 원자가 무거울수록 후방 산란 정도는 더욱 커지기 때문에 평평한 시료의 표면에서 원자번호의 차이에 의한 대비가 후방 산란 전자상에 나타난다. 후방 산란 전자상에서 원자번호가 높을수록 밝게 나오는데 바탕 고분자인 CA의 경우 C, O, H 원자로 이루어져 있는 반면 PAni의 경우 N 및 Cl 원자가 포함되어 있기 때문에 각각의 image를 비교해 보면 PAni 함량이 높을수록 밝은 부분이 많아지는 것을 알 수 있다.

3.3. 열적 안정성(TGA)

Fig. 5에 나타난 바와 같이 질소 기류하에서의 TGA를 통한 PCA 복합 필름의 열적 안정성 실험 결과로부터 PAni의 함량이 증가할수록 분해 온도가 낮아졌으며, 최종 700°C 에서의 재(char)의 함량은 Table 5와 Fig. 6에 나타난 바와 같이 PAni의 양에 근사적으로 비례함을 확인할 수 있었다. 이러한 최종 재의 함량을 이용하여 미지의 PCA 복합 필름 중의 PAni의 분율을 계산할 수 있을 것으로 판단된다.

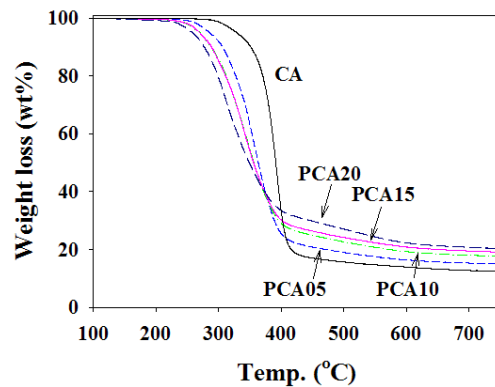


Fig. 5. TGA thermograms of PCA films containing various PAni contents.

Table 5. Relationship between PANi content in PCA films and final char contents at various temperatures

Temp.	char (wt%)					Eq.	r ²
	CA	P05	P10	P15	P20		
500°C	15.45	18.97	22.66	24.16	27.03	y=15.99x+0.57	0.98
600°C	13.79	16.41	19.29	20.87	22.28	y=14.24x+0.43	0.98
700°C	12.60	15.31	18.01	19.50	20.77	y=13.13x+0.41	0.97

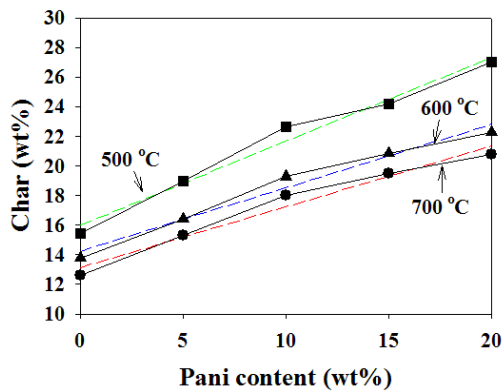


Fig. 6. Char contents of PCA films after thermal treatment at various temperatures.

3.4. 표면 정전기 측정

PCA 복합 필름의 표면 정전기량을 측정한 결과 PANi 함량에 따라 정전기량이 줄어드는 속도에서 차이가 있었지만 PCA10 복합필름은 40초, PCA20은 10초 이내에 0.10 kV 이하의 값으로 줄어드는 것을 확인할 수 있었다. 또한, PANi 함량이 가장 낮은 PCA01의 경우는 1분 이상이 소요되었다. 정전기 소멸에 장시간이 필요하다는 것은 전도도가 낮다는 것과 동일한 의미로 해석될 수 있다.

3.5. PCA의 전기적 특성

PCA 복합 필름의 표면 저항은 저항값이 $10^7 \Omega/\text{sq}$ 이상 되는 경우에는 높은 전압을 이용하기 때문에 4-point probe 방식으로는 측정이 힘들어 2-point probe 방식을 이용하여 10 mm 거리에서 측정한 결과, Table 6에 나타낸 바와 같이 PCA01인 경우도 $3.5 \times 10^{10} \Omega/\text{sq}$ 로 CA 자체 필름에 비해 300배 이상 낮아졌으며, 5 wt% PANi

를 함유하면 표면저항이 $7.0 \times 10^9 \Omega/\text{sq}$ 로 정전기 방지용 필름으로는 사용이 가능하리라 판단된다.

Table 6. Electrical properties of composite film

Sample	Surface resistance (Ω/sq)
CA	1.0E+13
PCA01	3.5E+10
PCA05	7.0E+09
PCA10	2.0E+09
PCA15	9.0E+08
PCA20	6.0E+07
PAni	30,83

4. 결론

정전기 방지용 필름 제조를 위하여 전도성고분자인 PANi를 함유한 생분해성 셀룰로오스 아세테이트와의 복합 필름을 제조하여 기계적 물성, morphology 및 전기적 특성을 고찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 중합 수율은 65% 정도로 비교해서 쉽게 PANi를 제조하였으며, 원소분석 결과 PANi는 50 mole% 정도 HCl로 도핑되어 있었다. 전도성 PANi의 체표면비저항은 $1.08 \Omega \cdot \text{cm}$ 정도로 매우 낮게 나타났으며, 전도도는 0.927 S/cm 이었다.
2. PCA 복합 필름의 표면구조에서 PANi 함량이 증가할수록 PANi 입자들간에 강한 인력이 작용하여 입자들이 서로 뭉쳐진 형태로 상분리가 현저하였다.

3. PCA 복합 필름의 인장강도와 연신을 모두 PAni의 함량이 늘어남에 따라 감소하였으며 5%의 PAni가 함유된 PCA05의 경우 순수 CA 필름에 비해 27% 정도 감소된 275.2 kg/cm²를 나타내었으며, 신율은 7.65%에서 4.35%로 저하되었다.
4. PCA 복합 필름은 PAni의 함량이 증가할수록 분해 온도가 낮아졌으며, 최종 700°C에서의 재(char)의 함량은 PAni의 양에 비례하였다. 최종 재의 함량을 이용하여 미지의 PCA 복합 필름 중의 PAni의 분율을 계산할 수 있을 것으로 판단된다.
5. PCA 복합 필름의 표면 정전기량이 줄어드는 속도는 PAni 함량이 늘어남에 따라 빨라졌다. PCA10 복합필름은 40초, PCA20은 10초 이내에 0.10 kV 이하의 값으로 줄어들었다.
6. 1 wt%의 PAni를 함유한 PCA01인 경우도 표면 저항이 $3.5 \times 10^{10} \Omega/\text{sq}$ 로 CA 자체 필름에 비해 300배 이상 낮아졌으며, 5 wt%의 PAni를 함유한 PCA05인 경우 표면저항이 $7.0 \times 10^9 \Omega/\text{sq}$ 로 정전기 방지용 포장 필름으로 충분히 사용이 가능하리라 판단된다.
4. L. Nayak, R. R. Pradhan, D. Khastgir, and T. K. Chaki, Thermally stable electromagnetic interference shielding material from polysulfone nanocomposites: Comparison on carbon nanotube and nanofiber reinforcement, *Polymer Composite*, Article first published online: 27 March, 2014 (2014).
5. T. K. Gupta, B. P. Singh, R. B. Mathur, and S. R. Dhakate, Multi-walled carbon nanotube-graphene-polyaniline multiphase nanocomposite with superior electro-magnetic shielding effectiveness, *Nanoscale*, **6**, 842–851 (2014).
6. M. S. Ruslan, S. P. Chew, M. Sharif, A. A. Azid, and A. Yusof, EMI Shielding Effectiveness of Polyvinyl Chloride and Carbon Fiber Composites in Building Construction, *Advanced Materials Research*, **895**, 452–459 (2014).
7. J. A. Marins, B. G. Soares, M. Fraga, D. Müller, and G. M. O. Barra, Self-supported bacterial cellulose polyaniline conducting membrane as electromagnetic interference shielding material: effect of the oxidizing agent, *Cellulose*, **21**(3), 1409–1418 (2014).
8. J. Jang and H. Yoon, Recent Progress in the Development of State-of-the Art Sensors Based on Conducting Polymer Nanomaterials, *Polymer Science and Technology*, **18**(4), 306–310 (2007).
9. W. Lu, X. S. Meng, and Y. Wang, Electrochemical behavior of a new electroactive polyimide derived from aniline trimer, *J. Polym. Sci.: Part A: Polym. Chem.*, **37**, 4295 (1999).
10. H.-Q. Xie, Y.-M. Ma, and J.-S. Guo, Conductive polyaniline-SBS composites from in situ emulsion polymerization, *Polymer*, **40**, 261 (1998).
11. M. S. Ha, J. M. Jung, Charged Cable Model ESD Damage to ECU, *Transactions of KSAE*, **21**(2), 159–165 (2013).
12. J. E. Vinson and J. J. Liou, Electrostatic Discharge in Semiconductor Devices: An

감사의 글

이 논문은 2013~2015년도 창원대학교 연구비에 의하여 연구되었음.

References

1. General Electric, WO2004040590 A2, Conductive thermoplastic composites and methods of making (2004).
2. Korea Univ., WO2012115344 A1, Electrically conductive polymer/filler composite, and method for preparing same (2012).
3. Dongjin Semichem Co., Ltd, WO2013137654 A1, Metal-plate graphene powder, and electromagnetic interference shielding coating composition containing same (2013).

- Overview, *Proc. of The IEEE*, **86**(2), 399-420 (1998).
13. EIA 541, Packaging Material Standards For ESD Sensitive Items, Joint Electronics Device Engineering Council (JEDEC), (1988).
 14. J. K. Lee, *Webzine of Electromagnetic Wave Technology Institute*, **17**, 5-16 (2011).
 15. N. Jonassen, "Electrostatics", 2nd ed., Springer-Verlag, New York, NY, pp. 1-186 (2012).
 16. ASTM D4470-97 Standard Test Method for Static Electrification (2010).