

플래시광 열처리를 통한 압전 고분자의 결정성 향상 연구

이동훈^{1,2}, 정성민³, 장학수¹, 하동주⁴, 현동열⁵, 우유미⁶, 백창연², 이민구²,
이경자² , 박정환⁶ , 박귀일^{1,4} 

¹ 경북대학교 첨단소재공학부 금속재료공학전공, ² 한국원자력연구원 원자력안전기반연구소 기기안전진단연구부,

³ 금오공과대학교 기계설계학과, ⁴ 경북대학교 금속재료공학과,

⁵ 한국과학기술원 신소재공학과, ⁶ 금오공과대학교 기계공학과(항공기계전자융합전공)

Enhanced Crystallinity of Piezoelectric Polymer via Flash Lamp Annealing

Donghun Lee^{1,2}, Seongmin Jeong³, Hak Su Jang¹, Dongju Ha⁴, Dong Yeol Hyeon⁵, Yu Mi Woo⁶,
Changyeon Baek², Min-Ku Lee², Gyoung-Ja Lee², Jung Hwan Park⁶, and Kwi-Il Park^{1,4}

¹ School of Materials Science and Engineering, Kyungpook National University, Daegu 41566, Korea

² Nuclear System Integrity Sensing and Diagnosis Research Division, Korea Atomic Energy Research Institute, Daejeon 34057, Korea

³ Department of Mechanical Design Engineering, Kumoh National Institute of Technology, Gumi 39177, Korea

⁴ Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Kyungpook National University, Daegu 41566, Korea

⁵ Department of Materials Science and Engineering, Korea Advanced Institute of Science and Technology, Daejeon 34141, Korea

⁶ Department of Mechanical Engineering (Department of Aeronautics, Mechanical and Electronic Convergence Engineering),
Kumoh National Institute of Technology, Gumi 39177, Korea

(Received May 1, 2024; Revised May 22, 2024; Accepted June 2, 2024)

Abstract: The polymer crystallization process, promoting the formation of ferroelectric β -phase, is essential for developing polyvinylidene fluoride (PVDF)-based high-performance piezoelectric energy harvesters. However, traditional high-temperature annealing is unsuitable for the manufacture of flexible piezoelectric devices due to the thermal damage to plastic components that occurs during the long processing times. In this study, we investigated the feasibility of introducing a flash lamp annealing that can rapidly induce the β -phase in the PVDF layer while avoiding device damage through selective heating. The flash light-irradiated PVDF films achieved a maximum β -phase content of 76.52% under an applied voltage of 300 V and an on-time of 1.5 ms, a higher fraction than that obtained through thermal annealing. The PVDF-based piezoelectric energy harvester with the optimized irradiation condition generates a stable output voltage of 0.23 V and a current of 102 nA under repeated bendings. These results demonstrate that flash lamp annealing can be an effective process for realizing the mass production of PVDF-based flexible electronics.

Keywords: Piezoelectric, PVDF, Flash lamp annealing, Energy harvester

✉ Gyoung-Ja Lee; leegj@kaeri.re.kr

Jung Hwan Park; parkjh1151@kumoh.ac.kr

Kwi-Il Park; kipark@knu.ac.kr

Copyright ©2024 KIEEME. 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.

독립형 무선 센서 및 웨어러블 전자 장치 수요의 증가로 인해, 기존 배터리 기반 전력 공급의 부피 및 작동 수명의 한계와 성능 열화 문제가 부각되고 있다. 주변에 편재하는 버려지는 에너지를 전기로 변환하는 에너지 하베스터 (energy harvester)는 이러한 한계를 극복할 수 있는 잠재력이 있는 기술로 여겨진다 [1-4]. 그중, 기계적 에너지

를 전기로 전환하는 압전 에너지 하베스터(piezoelectric energy harvester)는, 타 기술 대비 높은 에너지 변환 효율과 간단한 구조로 인해 주목받고 있다 [5,6].

압전 효과는 외부 힘에 의해 비대칭 결정구조를 갖는 물질 내의 전하 분포가 변하여 쌍극자 모멘트가 형성되어 발생하며, 분극 방향을 자유롭게 제어 가능한 강유전체가 압전 에너지 하베스터의 구현을 위해 주로 사용된다. 다양한 강유전체 가운데, 환경과 인체에 무해한 비납계(lead-free) 압전 물질인 polyvinylidene fluoride (PVDF) 고분자가 주목받고 있다 [7,8]. PVDF는 내화학성, 기계적 안정성 및 생체 적합성이 우수하며, 유연하고 신축성 있는 소자로의 응용이 용이하여 다양한 웨어러블 장치, 생체 삽입형 소자 등 다양한 응용 분야로의 적용이 가능하다 [9,10]. 그러나 기존 세라믹 소재 대비 낮은 압전 성능으로 인해 에너지 수확 효율이 낮다는 한계가 존재한다 [11-13].

PVDF는 분자 구조에 따라 다양한 상(α , β , γ 및 δ)을 지닌다. 외부 에너지가 가해지지 않는다면 PVDF는 중심 대칭 결정구조의 상유전체 특성을 가지는 α 상으로 존재한다. 반면, β 상은 전기/기계적 분극 혹은 열처리를 통해 유도될 수 있다 [14]. 이렇게 유도된 β 상은 폴리머 체인이 비대칭적인 구조를 형성하여 전기적인 분극을 형성한다. 하지만 β 상의 분극은 무작위적인 배열을 가지므로, 폴링 공정을 통해 한 방향으로 정렬시켜 압전 성능을 극대화시킬 수 있다 [15]. 결정화 공정의 목적은 고분자 재료의 구조적 질서를 형성하여 물리적 특성을 향상시키는 것이며, 폴링 공정의 목적은 고분자 재료의 분자 배열을 한 방향으로 정렬시켜 전기적 성능을 극대화하는 것이다. 따라서 베타상의 함량이 증가한다면, 폴링 공정에서의 효율이 증가하여 더 높은 압전 성능을 얻을 수 있다. 이는 베타상의 양이 많아질수록 폴링 과정에서 강한 분극을 형성하기 때문이다 [16].

기존에는 PVDF 내의 베타상 분율을 극대화하기 위해 오랜 시간 동안 높은 열을 소자에 직접 인가하여 분자 구조를 재배열하는 고온 열처리 공정이 주로 수행되었다 [17-19]. 이러한 공정은 간단하고 설비 비용이 저렴하다는 장점이 있지만, 기판의 열·화학적 손상에 의한 내구성과 성능 저하를 야기한다 [20]. 수 마이크로(ms) 이내의 짧은 시간 동안 강한 빛을 조사하는 플래시광 열처리는 선택적 영역에 높은 열 에너지의 공급이 가능하여 빠르게 고온 조건을 형성하고, 기존 고온 열처리의 공정 시간 및 소자 손상 한계를 극복할 수 있는 기술로 여겨진다. 이 방식은 공정 시간이 단축되어 전체적인 생산성을 증가시킬 수 있다. 또한, 플래시광 열처리는 넓은 면적에 걸쳐 균일하게 열처리를 수행할 수 있어, 샘플 전체에 걸쳐 일정한 품질을 유지할 수 있다. 필요에 따라 특정 영역에만 선택적으로 열처리를 수

행하여 원하는 부분만 결정화를 유도할 수 있는 유연성도 제공한다. 플래시광 열처리의 빠른 가열과 냉각 속도는 분자 구조의 재배열 시간을 제한하고, β 상의 안정화를 촉진하여 보다 높은 β 상 분율을 달성할 수 있다 [21-24].

본 연구에서는 플래시광 열처리 공정을 도입하여 PVDF의 강유전 β 상 형성을 촉진하고, 이를 통해 압전 고분자 기반 에너지 하베스터의 발전 성능을 향상시킬 수 있음을 확인하였다. 스핀코팅 공정을 이용하여 8 μm 두께의 PVDF 필름을 제조하고, 플래시광 열처리를 수행하였다. 이후, 형성된 β 상을 fourier transform infrared (FTIR) 분광법으로 정량화하여 300 V의 인가 전압에서 PVDF의 결정성이 극대화됨을 확인하였다. 최적화된 조건에서 제작된 유연 압전 소자는 반복적인 굽힘 변형 동안 안정적인 전기적 출력을 유지하였으며, 최대 0.23 V의 전압과 102 nA의 전류를 생성함을 확인하였다.

그림 1은 PVDF 필름의 제작과 플래시광 조사를 통한 β 상의 형성을 나타낸 공정 모식도이다. PVDF 분말을 아세톤과 디메틸포름아미드가 70:30 비율로 혼합된 용매를 이용하여 용해한 후, 상온에서 24시간 교반하여 용액화하였다. 이때, PVDF 분말과 용매의 질량비는 균일한 코팅을 위해 15 wt%로 고정하였다 [25]. 제조된 PVDF 용액을 indium tin oxide (ITO) 전극이 증착된 3×4 cm² 크기의 polyethylene terephthalate (PET) 기판에 1,500 rpm으로 30초간 스핀 코팅한 후, 80°C에서 10분간 건조하였다. 동일한 공정을 3회 반복하여 8 μm 두께의 압전 필름을 형성하였다. 결정화 공정 조건에 따른 PVDF 필름의 강유전 β 상 비율을 비교하기 위해 고온 열처리를 수행하여 비교하였다. 고온 열처리는 β 상 형성에 최적의 온도인 145°C에서 2시간 가열 후 급랭하였다 [26].

플래시광 열처리를 통한 PVDF의 결정화 가능성을 확인하기 위해 FTIR 분광법을 기반으로 한 β 상 분율의 정량 분석을 실시하였다. 플래시광 결정화 조건을 최적화하기 위

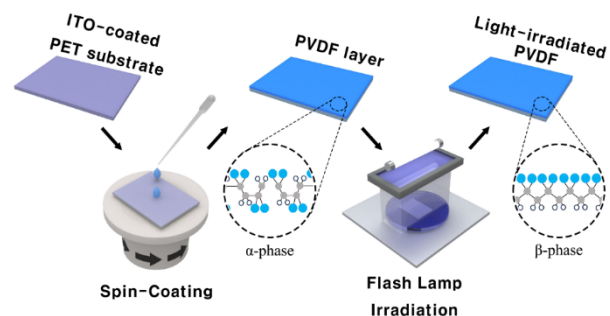


Fig. 1. Schematic diagrams illustrating the enhancement process of the β -phase contents in PVDF films via flash light irradiation.

해, 1.5 ms의 고정된 조사 시간(on-time) 조건에서 인가 전압을 200~400 V 범위에서 50 V씩 증가시키며 β 상 분율을 확인하였다. 표 1에 고정된 조사 시간에서 인가 전압에 따라 PVDF 필름이 받는 에너지를 나타내었다. 그림 2(a)는 FTIR을 통해 측정된 각 샘플의 적외선 파장대별 흡수율을 나타낸다. PVDF의 β 상을 나타내는 840과 1,400 cm^{-1} 피크는 인가 전압이 200 V에서 300 V로 증가함에 따라 미세하게 높아지는 경향을 보였으나, 350 V 이상에서는 크게 감소함이 확인되었다. 반면, 상유전성 α 상은 350 V 이

상의 전압에서 급격하게 증가하였다. 다음 식 (1)을 이용하여 조사 조건에 따른 PVDF의 β 상 분율을 정량적으로 계산하였다 [17].

$$F(\beta) = \frac{A_{\beta}}{\left(\frac{K_{\beta}}{K_{\alpha}}\right)^{A_{\alpha}+A_{\beta}}} \quad (1)$$

이때, $F(\beta)$ 는 β 상의 분율, A_{β} 와 A_{α} 는 각각 840 및 762 cm^{-1} 에서의 흡수율이며, K_{β} 와 K_{α} 는 해당 파장에서의 흡수 계수로, 각각 7.7×10^4 및 $6.1 \times 10^4 \text{ cm}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$ 이다. 이를 바탕으로 계산된 결과를 그림 2(b)에 요약하였다. β 상 분율은 300 V 인가 전압에서 76.52%로 최대치에 도달하였고, 400 V로 과도하게 커짐에 따라 64.71%로 감소하였다. 이는 과도한 에너지를 인가하는 경우, β 상에서 α 상으로의 전이를 유발하기 때문이다. 이러한 전이는 β 상이 고온 상태에서 메타 안정 상태로 존재하다가 α 상으로 전이되며 발생하며, 구조적 안정성을 증가시킨다 [27-29]. 그림 2(c)는 단순 건조, 고온 열처리 및 플래시광 조사를 통해 준비된 샘플의 FTIR 스펙트럼을 나타내며, 그림 2(d)에 정량 분석 결과를 요약하였다. 두 종류의 열처리 방법 모두에서, 단순 건조

Table 1. The energy introduced to the PVDF film as a function of the applied voltage.

Applied voltage (V)	Energy introduced to the PVDF film (J/cm ²)
200	0.53
250	1.07
300	1.85
350	2.85
400	4.07

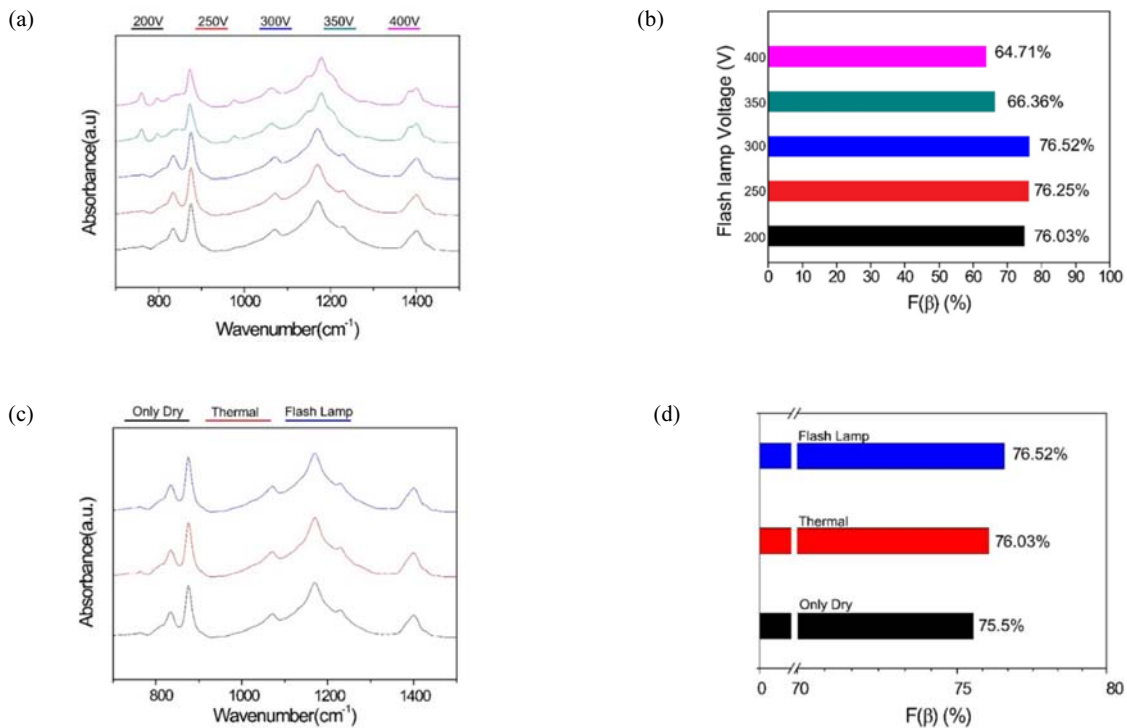


Fig. 2. (a,b) FT-IR spectra: (a) and the calculated β -phase fraction (b) of PVDF films irradiated with a flash lamp at 200, 250, 300, 350, and 400 V. (c) FT-IR spectra of only dried, thermal annealed, and flash lamp annealed PVDF films.

에 비해 결정화도가 증가하였으며 특히, 플래시광 조사 샘플은 고온 열처리를 샘플과 비교하여 0.5% 높은 분율의 β 상이 형성되었다. 이러한 결과는 플래시광 열처리가 기존 대비 공정 시간을 현저히 단축시키는 동시에 (2시간에서 1.5 ms로) 압전 고분자의 성능을 더욱 개선할 수 있음을 보여준다.

그림 3(a)는 300 V 인가 전압으로 플래시광 조사된 PVDF 필름을 사용하여 $3 \times 4 \text{ cm}^2$ 크기의 유연한 압전 에너지 하베스터를 제작하는 공정을 나타낸다. ITO-PET 기판 위에 증착된 PVDF 상부면에 스퍼터(RF, DC sputtering system, JAESUNG)를 통해 금 전극을 증착하고, poly (methyl methacrylate)를 코팅하여 보호하였다. 마지막으로, 제작된 소자의 하부 및 상부 전극(각각 ITO 및 Au)에 전도성 에폭시를 사용하여 구리선을 연결하고, 소자의 성능을 압전 성능을 향상시키기 위해 200 kV/cm부터 400 kV/cm의 고전압과 100°C의 열을 24시간 동안 인가하여 쌍극자를 단일 방향으로 정렬하는 폴링 공정을 수행하였다 [11]. 그림 3(b)는 압전 소자의 단면 SEM 이미지로, PVDF층이 약 8 μm 의 균일한 두께로 잘 형성되었음을 보여준다. 손으로 약 180°의 굽힘각(internal bending angle)을 소자에 인가한 사진에서 확인 가능하듯 [그림 3(c)], 제작된 소자는 우수한 유연성과 기계적 안정성을 갖

는다. 이는, 개발 소자가 큰 굽힘 변형이 인가되는 환경에서도 안정적으로 작동 가능함을 나타낸다.

제작된 유연 압전 에너지 하베스터의 발전 성능을 평가하기 위해 자체 제작된 굽힘 인가 장치를 사용하여 소자에 반복적이고 일정한 굽힘 변형을 인가하였다 [그림 4(a)]. 이때, 소자에서 생성되는 개방 전압(open-circuit voltage)과 단락 전류(short-circuit current)는 전위계(Electrometer, Keithley 6514)를 통해 실시간으로 측정되었다. 그림 4(b)는 폴링 전압에 따른 소자의 출력 성능 변화를 나타낸다. 소자에서 생성되는 전압 및 전류는 폴링 전압에 비례하여 증가하였으며, 400 kV/cm에서 0.24와 121 nA로 극대화되었다. 그림 4(c)와 (d)는 성능을 출력한 200 kV/cm로 폴링된 소자의 실시간 전압 및 전류 측정 결과로, 반복적인 굽힘이 인가됨에 따라 0.21 V의 전압과 102 nA의 전류를 주기적으로 생성함을 보여준다. 측정된 전기적 신호가 개발 소자의 압전 효과에 의한 결과임을 확인하기 위해, 소자와 전위계의 극성 연결을 반대로 연결하여 측정하는 극성 스위칭 테스트(polarity switching test)를 수행하였다. 테스트를 통해 측정되는 출력 전압 및 전류 신호의 극성이 반전되는 것을 확인함으로써, 외부 환경에 의한 노이즈가 아닌 압전 효과에 의해 에너지 하베스터에서 출력된 값을 검증하였다 [30].

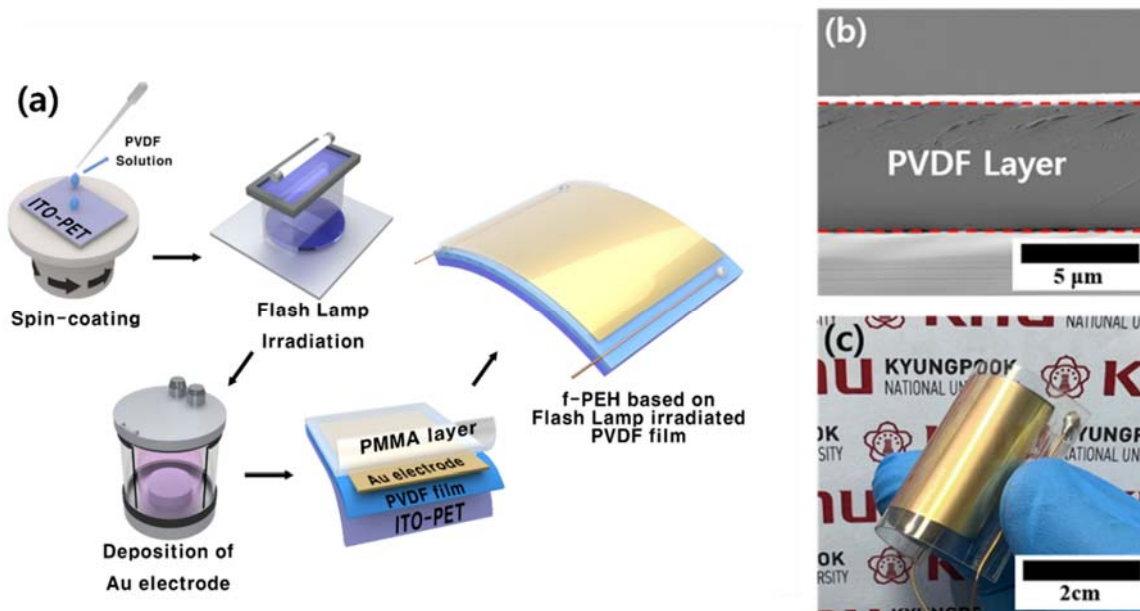


Fig. 3. (a) Schematic illustrations showing the fabrication process of the flexible piezoelectric energy harvester based on flash lamp irradiated PVDF films, (b) cross-sectional SEM image of the piezoelectric PVDF layer, and (c) photograph of the fabricated flexible piezoelectric energy harvester with a size of $3 \times 4 \text{ cm}^2$.

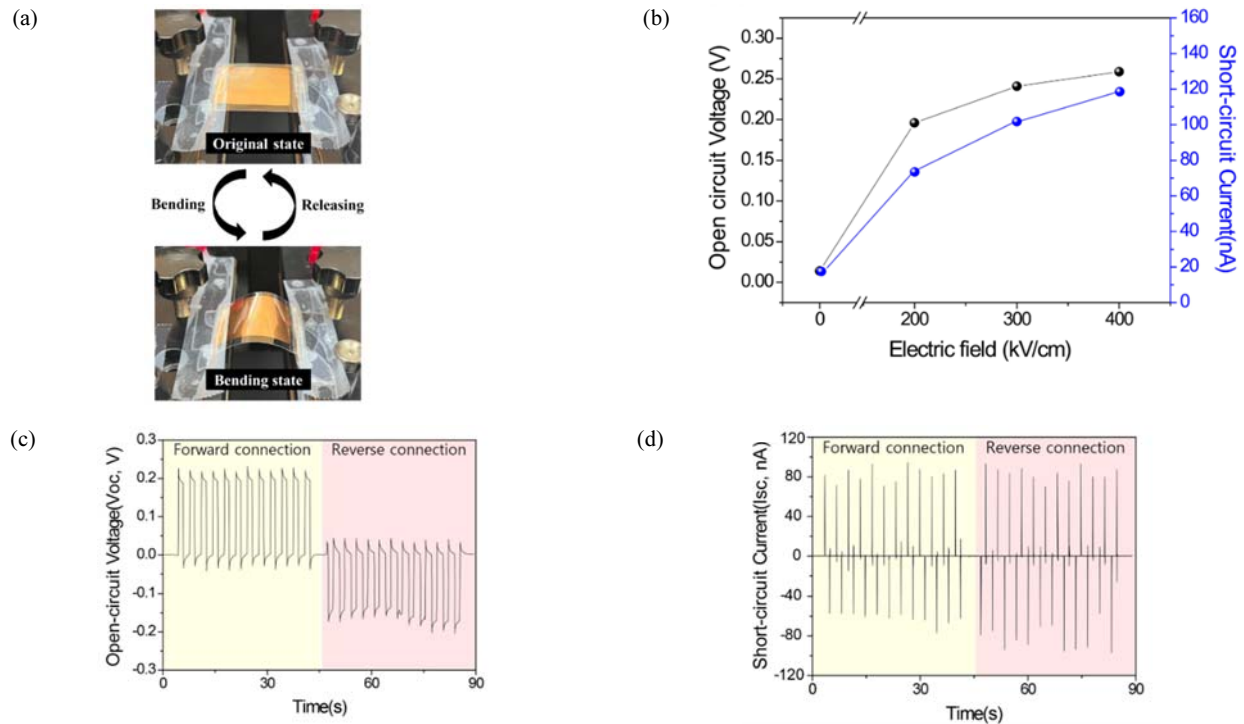


Fig. 4. (a) Photographs of the flexible piezoelectric energy harvester in bending and original states, (b) open-circuit voltage and short-circuit current measured from the energy devices after poling process at 200, 300, and 400 kV/cm, and (c,d) open-circuit voltage: (c) and short-circuit current (d) measured under forward and reverse connections, respectively.

본 연구에서는 플래시광 열처리 공정을 도입하여 PVDF의 강유전 β 상 형성을 촉진하고, 압전 고분자 기반 에너지 하베스터의 발전 성능 향상을 향상시킬 수 있음을 확인하였다. 다양한 인가 전압의 플래시광 조건에 따른 PVDF 필름의 β 상 분율을 정량화하여, 300 V 조건에서 결정화도가 극대화됨을 확인하였다. 최적화된 플래시광 조건으로 제작된 유연 압전 소자는 반복적인 굽힘이 인가되는 동안 0.21 V의 전압과 102 nA의 전류를 안정적으로 생성하였다. 이는, 플래시광 어닐링의 도입이 유연한 압전 에너지 하베스터 구현을 위한 고온 열처리 공정을 효과적으로 대체할 수 있음을 보여준다. 비록, 기존 고온 열처리 대비 β 상 분율이 크게 증가하지 않았지만, 후속 연구를 통해 대표적 플래시광 열처리 공정 변수인 조사 시간, 시간 간격(off-time) 및 펄스 횟수의 추가적인 최적화를 수행하여 이를 개선할 수 있을 것으로 기대된다.

ORCID

Gyoung-Ja Lee
Jung Hwan Park
Kwi-Il Park

<https://orcid.org/0000-0002-2145-0700>
<https://orcid.org/0000-0002-9653-2161>
<https://orcid.org/0000-0002-9140-6641>

감사의 글

본 연구는 2024년도 정부(과학기술정보통신부)의 재원으로 한국연구재단의 지원(No.2022R1A2C1003853, No. RS-2022-00144147)과 한국원자력연구원 기본사업의 지원을 받아 수행되었습니다.

REFERENCES

- [1] L. M. Swallow, J. K. Luo, E. Siores, I. Patel, and D. Dodds, *Smart Mater. Struct.*, **17**, 025017 (2008).
doi: <https://doi.org/10.1088/0964-1726/17/2/025017>
- [2] C. Erdmier, J. Hatcher, and M. Lee, *J. Med. Eng. Technol.*, **40**, 141 (2016).
doi: <https://doi.org/10.3109/03091902.2016.1153738>
- [3] Y. Gu, T. Zhang, H. Chen, F. Wang, Y. Pu, C. Gao, and S. Li, *Nanoscale Res. Lett.*, **14**, 263 (2019).
doi: <https://doi.org/10.1186/s11671-019-3084-x>
- [4] M. Mardonova and Y. Choi, *Energies*, **11**, 547 (2018).
doi: <https://doi.org/10.3390/en11030547>
- [5] Z. L. Wang and W. Wu, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **51**, 11700

- (2012).
doi: <https://doi.org/10.1002/anie.201201656>
- [6] C. Dagdeviren, Z. Li, and Z. L. Wang, *Annu. Rev. Biomed. Eng.*, **19**, 85 (2017).
doi: <https://doi.org/10.1146/annurev-bioeng-071516-044517>
- [7] H. Wei, H. Wang, Y. Xia, D. Cui, Y. Shi, M. Dong, C. Liu, T. Ding, J. Zhang, Y. Ma, N. Wang, Z. Wang, Y. Sun, R. Wei, and Z. Guo, *J. Mater. Chem. C*, **6**, 12446 (2018).
doi: <https://doi.org/10.1039/C8TC04515A>
- [8] M. D. Maeder, D. Damjanovic, and N. Setter, *J. Electroceram.*, **13**, 385 (2004).
doi: <https://doi.org/10.1007/s10832-004-5130-y>
- [9] L. Gao, B. L. Hu, L. Wang, J. Cao, R. He, F. Zhang, Z. Wang, W. Xue, H. Yang, and R. W. Li, *Science*, **381**, 540 (2023).
doi: <https://doi.org/10.1126/science.adh2509>
- [10] C. M. Baek, G. Lee, and J. Ryu, *J. Korean Inst. Electr. Electron. Mater. Eng.*, **36**, 620 (2023).
doi: <https://doi.org/10.4313/JKEM.2023.36.6.14>
- [11] P. Ueberschlag, *Sens. Rev.*, **21**, 118 (2001).
doi: <https://doi.org/10.1108/02602280110388315>
- [12] G. Kalimuldina, N. Turdakyn, I. Abay, A. Medeubayev, A. Nurpeissova, D. Adair, and Z. Bakenov, *Sensors*, **20**, 5214 (2020).
doi: <https://doi.org/10.3390/s20185214>
- [13] V. Cauda, S. Stassi, K. Bejtka, and G. Canavese, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **5**, 6430 (2013).
doi: <https://doi.org/10.1021/am4016878>
- [14] R. R. Kolda and J. B. Lando, *J. Macromol. Sci., Part B: Phys.*, **11**, 21 (1975).
doi: <https://doi.org/10.1080/00222347508217853>
- [15] S. Im, S. D. Bu, and C. K. Jeong, *J. Korean Inst. Electr. Electron. Mater. Eng.*, **35**, 523 (2022).
doi: <https://doi.org/10.4313/JKEM.2022.35.6.1>
- [16] G. T. Davis, J. E. McKinney, M. G. Broadhurst, and S. C. Roth, *J. Appl. Phys.*, **49**, 4998 (1978).
doi: <https://doi.org/10.1063/1.324446>
- [17] A. Salimi and A. A. Yousefi, *Polym. Test.*, **22**, 699 (2003).
doi: [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(03\)00003-5](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(03)00003-5)
- [18] R. Gregorio Jr and N.C.P. de Souza Nociti, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **28**, 432 (1995).
doi: <https://doi.org/10.1088/0022-3727/28/2/028>
- [19] M. P. Silva, V. Sencadas, G. Botelho, A. V. Machado, A. G. Rolo, J. G. Rocha, and S. Lanceros-Mendez, *Mater. Chem. Phys.*, **122**, 87 (2010).
doi: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2010.02.067>
- [20] V. Tiwari and G. Srivastava, *J. Polym. Res.*, **21**, 587 (2014).
doi: <https://doi.org/10.1007/s10965-014-0587-0>
- [21] L. Song, J. Cardoletti, A. B. Martínez, A. Benčan, B. Kmet, S. Girod, E. Defay, and S. Glinšek, *Nat. Commun.*, **15**, 1890 (2024).
doi: <https://doi.org/10.1038/s41467-024-46257-0>
- [22] D. J. Joe, S. Kim, J. H. Park, D. Y. Park, H. E. Lee, T. H. Im, I. Choi, R. S. Ruoff, and K. J. Lee, *Adv. Mater.*, **29**, 1606586 (2017).
doi: <https://doi.org/10.1002/adma.201606586>
- [23] S. Fink, J. Lübben, T. Schneller, C. Vedder, and U. Böttger, *J. Appl. Phys.*, **131**, 125302 (2022).
doi: <https://doi.org/10.1063/5.0084953>
- [24] A. Jain, J. S. Kumar, S. Srikanth, V. T. Rathod, and D. R. Mahapatra, *Polym. Eng. Sci.*, **53**, 707 (2013).
doi: <https://doi.org/10.1002/pen.23318>
- [25] Y. Qi, L. Pan, L. Ma, P. Liao, J. Ge, D. Zhang, Q. Zheng, B. Yu, Y. Tang, and D. Sun, *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.*, **24**, 1446 (2013).
doi: <https://doi.org/10.1007/s10854-012-0948-6>
- [26] B. E. El Mohajir and N. Heymans, *Polymer*, **42**, 5661 (2001).
doi: [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(01\)00064-7](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(01)00064-7)
- [27] X. Cai, T. Lei, D. Sun, and L. Lin, *RSC Adv.*, **7**, 15382 (2017).
doi: <https://doi.org/10.1039/C7RA01267E>
- [28] L. Ruan, X. Yao, Y. Chang, L. Zhou, G. Qin, and X. Zhang, *Polymers*, **10**, 228 (2018).
doi: <https://doi.org/10.3390/polym10030228>
- [29] T. Hattori, M. Hikosaka, and H. Ohgashi, *Polymer*, **37**, 85 (1996).
doi: [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(96\)81602-8](https://doi.org/10.1016/0032-3861(96)81602-8)
- [30] S. C. Park, C. Nam, C. Baek, M. K. Lee, G. J. Lee, and K. I. Park, *ACS Sustainable Chem. Eng.*, **10**, 14370 (2022).
doi: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.2c05026>