

재현성 및 신뢰성 있는 스테키히트 사이즈도 측정을 위한

자동 시스템 개발

Development of Automatic System for Reliable and Reproducible Stöckigt Sizing Test

김철환 · 김재욱 · 박종열

경상대학교 임산공학과

1. 서 론

사이징 처리된 종이의 내수 특성을 평가하기 위하여 사용되는 측정방법으로는 Cobb 시험법, Hercules 시험법, Stöckigt 시험법, Carson curl 시험법, 접촉각 측정법, Drop 시험법 등이 있다. 특히, Stöckigt 사이즈도 측정법은 측정 방법의 모호성과 측정 과정에 측정자의 주관이 상당히 개입되기 때문에 측정결과의 재현성 및 신뢰성이 떨어지는 문제점을 안고 있다. 이러한 문제점을 해결하기 위해서 기존의 Stöckigt 사이즈도 측정법이 가지는 문제점의 분석을 통하여 표준화된 Stöckigt 시험용 자동 발색인지 시스템을 개발하였다. 기존의 측정법의 가장 큰 문제점인 측정자의 주관을 배제하기 위하여 정량토출기, 자동시편이동장치 및 실시간 영상 캡처 장치 등을 설계하여 자동 발색인지 시스템 구축에 이용하였고, 이를 이용하여 자동발색인지 원리가 적용된 Stöckigt 사이즈도 측정 결과의 신뢰성과 재현성을 검증하였다.

2. 재료 및 방법

2.1 공시재료

펄프는 캐나다산 *Radiata pine*, ECF펄프를 이용하였고, 실험실용 Valley beater를 이용하여 고해도 400 mL CSF까지 고해하였다. 고해된 지료를 이용하여 실험실용 사

각수초지기를 통하여 평량 80 g/m²의 종이를 제조하였고, 종이의 사이징 처리에 이용된 AKD는 종이의 전건 중량에 대해 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1, 3, 5% 첨가하여 수초지를 제조하였다. Stöckigt 사이즈도 시험에 사용된 시약은 1% ferric chloride (FeCl₃) (II)와 2% ammonium thiocyanate (NH₄SCN) 용액을 사용하였다.

2.2 스테키히트 사이즈도 시험법의 변수 분석

KS M 7025 및 Tappi Useful Method 429에 명기된 Stöckigt 사이즈도 시험법은 시약 농도 및 측정 방법의 차이를 나타내고 있을 뿐만 아니라 발색 인지 시점의 기준도 명확하지 않다. 따라서 Tappi Useful Method 429에 근거하여 사이즈도 측정 과정에서의 나타날 수 있는 변수들에 의한 사이즈도 변화를 알아보았다. 1% ferric chloride (II) 용액을 0.05 mL, 0.1 mL, 0.15 mL, 0.2 mL를 시편으로부터 1, 3, 5, 10, 15 cm의 높이에서 떨어뜨리고 2% ammonium thiocyanate 용액 상에 띄운 뒤 완전한 적갈색이 나타나는 시점을 측정하였다. 또한 시편을 2% ammonium thiocyanate 용액 상에 놓은 뒤 1% Ferric chloride를 시편에 떨어뜨리는 방법도 병행하였다. 이외에도 micropipet의 스위치를 누르는 속도에 따른 사이즈도 변화와 관찰 각도를 45° 와 90° 로 달리하여 관찰자의 위치에 따른 사이즈도 변화를 알아보았다. 특히, 동일한 발색 시점을 6명의 측정자들에게 인지시킨 후 각각의 사이즈도 변화를 알아보았다.

2.3 Stöckigt 사이즈도 시험용 자동발색인지시스템의 개발

2.2에서 언급된 기존의 Stöckigt 사이즈도 시험법이 안고 있는 문제점을 분석하여 사이즈도의 재현성 및 신뢰성을 높일 수 있는 Stöckigt 시험용 자동발색 인지 시스템을 개발하였다. 이 시스템은 기존의 명확하지 않은 시험법을 측정과정과 발색 인지 시점을 명확히 하고자 하였다. 따라서 사이즈도 측정과정의 표준화를 위해서 정량토출기, 자동시편이동장치 및 실시간 영상 캡처 장치 등을 자동발색인지시스템을 구축하였고, 이를 통하여 Stöckigt 사이즈도 시험법의 표준화를 시도하였다.

기존 Stöckigt 사이즈도 시험법의 결과에서 낮은 오차를 보였던 1% ferric chloride 용액 0.2 mL를 1, 3 cm의 높이에서 투하한 후 사이즈도 변화를 재래식 방법과 새로이 개발된 자동측정시스템으로 측정하였다. 이를 통해서 두 방법 사이의 재현성의 차

이를 비교하여 자동발색인지시스템의 우수성과 측정결과의 신뢰성을 검증하고자 하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 Stöckigt 시험 동안의 발색 과정

Fig. 1은 Stöckigt 시험 동안 0.6%의 AKD가 첨가된 종이 시편 상에 1% ferric chloride (II)가 투하된 후 발색되는 과정을 나타낸 것이다. 적갈색은 종이의 미세 공극들을 통하여 국부적으로 ammonium thiocyanate가 종이 상으로 침투하면서 ferric chloride (II)와 만나서 적갈색의 반점들이 형성되기 시작하고, 일정 시간이 지나면서 액적 이 완전한 적갈색으로 발색되면 시험의 종점(ending point)으로 기록하여 사이즈도로 나타낸다.

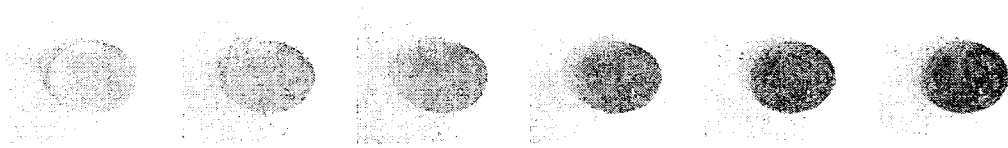


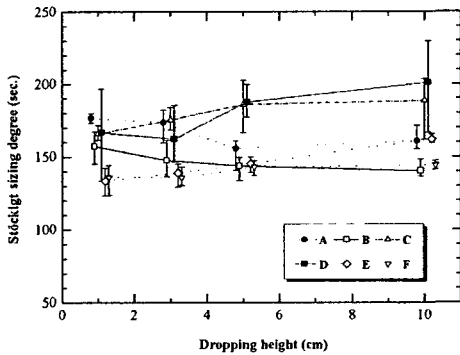
Fig. 1. Red coloration during Stöckigt sizing test.

3.2 스테키히트 사이즈도 변수 분석 및 측정자별 유의성 검증

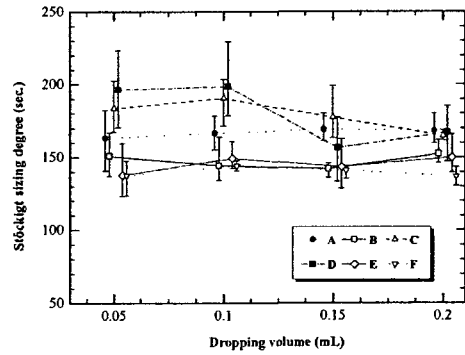
Fig. 2의 (a)와 (b)는 6명의 측정자가 1% ferric chloride의 투하량과 투하 높이를 달리하여 측정한 Stöckigt 사이즈도의 결과를 보여주고 있다. 측정자에 따라 각각의 ferric chloride (II)의 투하량과 투하 높이에서 뿐만 아니라 특정 조건 하에서도 측정자별로 매우 다른 사이즈도가 얻어졌다. 이는 측정자가 느끼는 완전한 적갈색을 인지하는 시점이 다르기 때문인 것으로 사료되고, 각 측정자별로 투하량과 투하 높이를 달리했을 때에도 발색 인지 시점에 차이를 보여 대체로 상이한 사이즈도를 나타내었다.

Stöckigt 시험법에 있어서 ferric chloride (II)용액의 투하량과 투하 높이에 따른 발색 인지 시점의 변화를 Fig. 3에 나타내었다. ferric chloride (II)의 투하량이 증가하고 투하 높이가 낮아질 경우에 액적이 더욱 빠르게 발색되는 것을 보여주고 있다. Ferric chloride (II)용액의 양을 증가시키면 용액의 무게가 시편을 가중시켜

ammonium thiocyanate의 침투를 빠르게 한 것으로 보인다. 그리고 ferric chloride (II)용액의 투하 높이가 높아지면 종이 상에 투하되는 액적이 낮은 곳에서 투하되는 것보다 넓게 퍼지게 되고, 결국 일정 지점에서 시편을 누르는 힘이 다소 가벼워지면서 ammonium thiocyanate의 침투가 지연되는 결과를 초래하는 것으로 사료되었다.

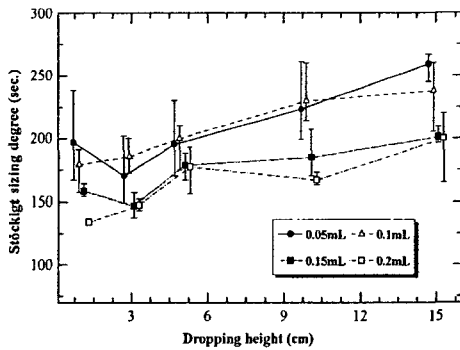


(a) Effect of a dropping height

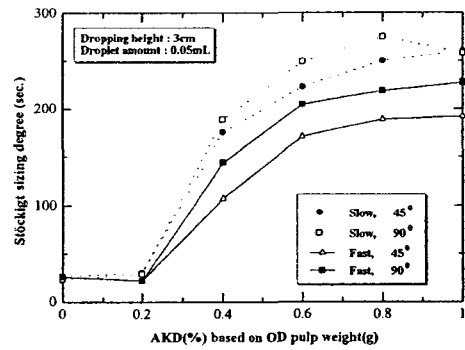


(b) Effect of a droplet amount

Fig. 2. Change of Stöckigt sizing degree by different testers(A-F).



(a)



(b)

Fig. 3. Effect of a dropping volume and height on Stöckigt sizing degree measured by one tester.

종이의 사이즈도별 일정한 무게와 낙하높이에서 측정자의 시각위치와 낙하속도에 따른 발색 인지시점을 Fig. 3 (b)에 나타내었다. Fig. 4에서 볼 수 있듯이 측정자의 관찰 위치가 시편을 기준으로 45° 에서보다 90° 에서의 측정값이 상대적으로 낮게 측정

되었고 낙하 속도를 빠르게 했을 때 측정값이 더 높게 나타났다. 이것은 측정자의 관찰 위치가 시편으로부터 많이 벗어날수록 색이 더 짙게 보이는 현상이 발생하고, 낙하 속도가 빠를수록 종이에 액적이 흡수되는 속도를 가속화시킴으로써 적갈색으로 발색되는데 걸리는 시간이 짧아지게 하였기 때문인 것으로 사료되었다.

따라서 자동측정시스템을 이용하여 ferric chloride (II)를 일정 위치에서 투하량과 투하 높이 등의 변수들은 일정한 조건으로 설정함으로써 실험상의 오차를 줄일 필요가 있음을 확인하였다.

3.3 자동 시스템의 발색 인지 시점의 기준

Stöckigt 시험 중에 일어나는 발색 현상을 컴퓨터가 인지하여 특정 시간으로 나타내 고자 할 때에는 R(Red), G(Green) 및 B(Blue) 값들의 조합으로 이루어진 컬러 영상을 선형적인 관점에서 색상(Hue, H), 채도(Saturation, S) 및 명도(Value, V)로 분리하여 관찰할 필요가 있다. 이는 RGB값들은 인간이 보는 관점과 상당한 차이를 나타내기 때문에 HSV 모델을 통하여 발색 과정을 정량화하여야 하기 때문이다. Fig. 4는 종이 시편 상에 놓여진 ferric chloride (II)가 ammonium thiocyanate와 만나면서 발색되는 과정을 HSV 값으로 나타낸 그래프이다. 이 그래프에서 보듯이 ferric chloride (II) 액적의 전체가 적갈색으로 발색되면서 S, V값은 약간의 감소를 보이는 반면에 H 값은 일정한 경향을 보이며 지속적으로 감소하는 것을 볼 수 있다. 따라서 발색 과정에 따라 민감하게 반응하는 기준, 즉 Stöckigt 사이즈도로 나타낼 수 있는 기준을 H (색상, Hue)값으로 정하는 것이 바람직할 것으로 판단되었다.

3.4 자동 발색 인지 시스템의 적용

Fig. 5 (a)는 기존의 Stöckigt 시험법과 자동발색인지시스템을 이용해서 사이즈도에 따른 측정 결과를 나타내었다. 두 시험법 모두 사이즈도의 증가에 따라 동일한 경향을 보이고 있지만 자동발색인지시스템이 각각의 사이즈도에서 낮은 오차를 보이고 있다. 이것은 Stöckigt 사이즈도 측정과정의 변수 요인들을 정량토출기, 자동시편이동장치 및 실시간 영상 캡처 장치 등이 이용된 측정 과정의 표준화를 시켰고 발색 시점의 인지에 있어서도 측정자의 주관적 판단을 배제시키기 위해서 자동발색 인지 시스템을 구축함으로써 신뢰성 있는 측정결과를 나타낸 것으로 보인다.

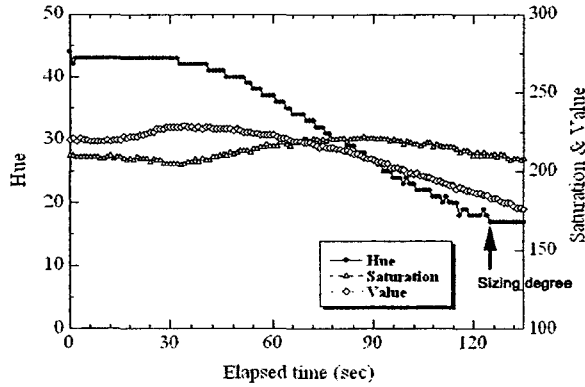


Fig. 4. Variation of HSV values by red coloration during Stöckigt sizing test.

Fig. 5 (b)는 H사에서 제조된 백상지를 이용하여 1% ferric chloride용액 0.2 mL를 투하 높이 1, 3 cm의 조건으로 두 시험법이 이용된 사이즈도를 나타내었다. Fig. 5 (a)의 측정 결과와 마찬가지로 기존의 시험법은 동일한 측정조건에서 약 20초 이상의 사이즈도 오차를 보이는 반면에 자동발색인지시스템을 이용할 경우 약 5초 이내의 오차를 가지는 정확한 사이즈도를 얻을 수 있었다.

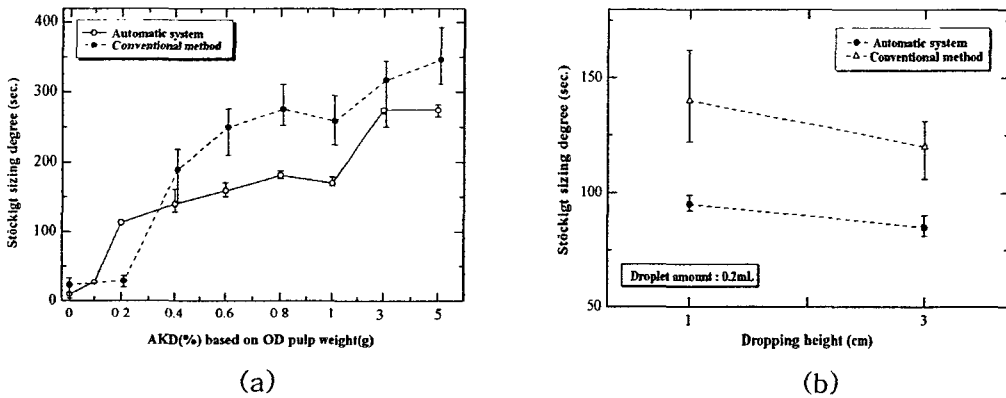


Fig. 5. Reliability of sizing degree measured by automatic Stöckigt sizing test.

4. 결 론

현재 종이의 내수 특성을 평가하기 위한 사이즈도 측정법 중에서 Stöckigt 시험법이 비교적 널리 사용되고 있다. 그러나 Stöckigt 시험법은 ferric chloride (II)의 투하량, 투하 높이 및 투하 속도와 관찰 위치 등에 따라 상당한 차이를 나타내었다. 또한 동일 시편에 대해서도 측정자마다 상이한 결과를 나타내었다. 이러한 변수들로 인한 영향을 최소화하기 위해서 정량토출기, 자동시편이동장치 및 실시간 영상 캡처 장치 등을 이용하여 신뢰성 및 재현성이 있는 Stöckigt 시험용 자동발색인지시스템을 개발하였다. KS M 7025와 Tappi Useful Method 429에 근거하여 개발된 자동 시스템은 ferric chloride (II) 액적의 발색 과정을 Hue(색상), Saturation(명도) 및 Value(채도) 값으로 전환하였고, 이 중에서도 발색 정도에 따라 민감하게 반응하는 Hue(색상)값을 Stöckigt 사이즈도를 측정하기 위한 기준 값으로 정하는 것이 바람직할 것으로 판단되어졌다. 이러한 원리로 개발된 자동발색인지시스템은 사이즈도 측정에 있어서 기존의 Stöckigt 사이즈도 시험법과 비교해서 더욱 신뢰성 있는 사이즈도 측정 결과를 기대할 수 있을 것이다.

5. 참고문헌

1. Evan, b., Alkyl Ketene Dimer Sizes, in The Sizing of Paper, 2nd Edition, TAPPI Press, Atlanta GA, 33 (1989).
2. Jeffrey, J. K. and Kevin, T. H., Tappi J., 77(7):83(1995).
3. KS M 7025, Testing method for sizing degree of paper(Stöckigt method).
4. Kyle, J. B., Tappi J., 77(4):105 (1994).
5. Neimo, L., "Measurement of the hydrophobicity of paper," Paper Science Center Communication No. 61, KCL, Finland, p.45 (1994).
6. Swanson, J. W., in internal sizing of paper and paperboard. Monograph No. 33. TAPPI Press, Atlanta, GA (1971).
7. Tappi Useful Method 429, "Sizing of Paper(Thiocyanate Flotation)," TAPPI PRESS (1991).