

# 스टे키히트 시험용 자동 발색 인지 시스템 개발을 위한 기초연구 I

- Automatic Color Recognition System for Stöckigt Sizing Test I -

김철환 · 김재욱 · 박종열 · 하안

경상대학교 산림과학부

## 1. 서론

친수성을 지니는 셀룰로오스로 초지되는 종이의 내수성을 부여하기 위하여 로진계 산성 사이즈제, AKD 및 ASA와 같은 중성사이즈제등의 약제를 이용하여 사이징을 행하고 있다. 이러한 사이징 처리된 종이의 내수 특성을 평가하기 위하여 사용되는 측정 방법으로는 Cobb 시험법, Hercules 시험법, Stöckigt 시험법, Carson curl 시험법, 접촉 각 측정법, Drop 시험법 등이 있다. 특히, Stöckigt 시험법은 정확한 측정 방법이 명시되어 있지 않아 발색 인지시점에 있어서 측정자의 주관이 개입될 수 있는 문제점을 가지고 있다.

본 연구에서는 내수 특성을 평가하기 위한 기존의 Stöckigt 시험법의 측정에 있어서 측정 방법의 모호성과 측정자의 주관적인 측면을 배제한 Stöckigt 시험용 자동 발색 인지 시스템 개발을 통해 측정 결과에 있어서 객관적이고 신뢰성을 부여하기 위한 시스템 개발을 위한 기초 연구에 대하여 먼저 소개하고자 한다.

## 2. 재료 및 방법

### 2.1 공시재료 및 사이즈제

펄프는 캐나다산 Radiata pine, ECF펄프를 이용하였고, 실험실용 Valley beater를 이용하여 고해도 420 mL CSF까지 고해하였다. 고해된 지료를 이용하여 실험실용 사각수 초지기를 통하여 평량  $70\text{g/m}^2$ 의 종이를 초지하였고, 종이의 사이징 처리에 이용된 AKD는 종이의 전건 중량에 대해 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1% 첨가하였다. Stöckigt 사이즈

도 시험에 이용된 시약은 1% ferric chloride (II)와 2% ammonium thiocyanate 용액을 사용하였다.

## 2.2. Stöckigt 시험법의 변수 요인

### 2.2.1 염화 제2철의 무게와 낙하높이 및 절차에 따른 변수

Stöckigt 사이즈도 시험법인 KS M 7025에 명확한 측정법에 대한 언급이 없어 변수 요인들을 선택적으로 마이크로피펫을 이용하여 염화 제2철의 무게를 0.05g, 0.1g, 0.15g, 0.2g을 시편으로부터 1, 3, 5, 10, 15cm의 높이에서 떨어뜨린 후 로단암모늄의 용액 상에 띄우고 액적의 일정한 발색 인지 시점을 초단위의 시간으로 측정하였다. 또한 시편을 로단암모늄 용액 상에 띄운 뒤 염화 제2철을 시편에 떨어뜨리는 방법도 병행하였다.

### 2.2.2 측정자에 따른 변수

측정자들에게 동일한 발색 시점을 인지시킨 후 2.2.1에서 언급한 측정방법과 동일하게 측정하였다.

## 2.3 사이즈도에 따른 Stöckigt 시험법의 기타 변수 요인

사이즈도에 따른 수초지에 일정한 ferric chloride의 투하량과 투하높이에서 낙하속도와 측정자의 시각위치에 따른 발색 인지시점을 비교분석하였고 Stöckigt 시험법의 유의성을 검증하기 위해서 Cobb 시험법과 접촉각 측정법이 이용되었다. Cobb시험법은 Tappi Test Method T441에 의거하여 실시하였고, 접촉각 측정은 경상대 펄프제지연구실에서 개발한 AMS2001 자동 접촉각 측정 시스템을 사용하였다.

# 3. 결과 및 고찰

## 3.1 Stöckigt 시험 동안의 발색 과정

Fig. 1은 Stöckigt 시험 동안 0.6%의 AKD가 첨가된 종이 시편 상에 ferric chloride (II)가 투하된 후 발색되는 과정을 나타낸 것이다. 적갈색은 종이의 미세 공극들을 통하여 국부적으로 ammonium thiocyanate가 종이 상으로 침투하면서 ferric chloride와 만나

서 갈색의 반점들이 형성되기 시작하고, 일정 시간이 지나면서 완전한 적갈색으로 변화하였다. Stöckigt 사이즈도는 완전히 적갈색으로 발색되는 시점을 시험의 종점(ending point)으로 기록하여 사이즈도로 나타낸다. 그러나 이러한 발색 인지 시점이 측정자별로 상당히 달라질 수 있기 때문에 사이즈도 미세한 차이를 측정하고자 하는 정밀한 시험에서는 실험상의 문제점을 야기할 우려가 높다.

본 연구에서는 Stöckigt 사이즈도 측정 동안에 측정 환경에 의해 달라질 수 있는 현재의 측정법을 정밀하고 재현성 있게 측정할 수 있도록 간편한 자동 측정 시스템을 개발하고 있다.

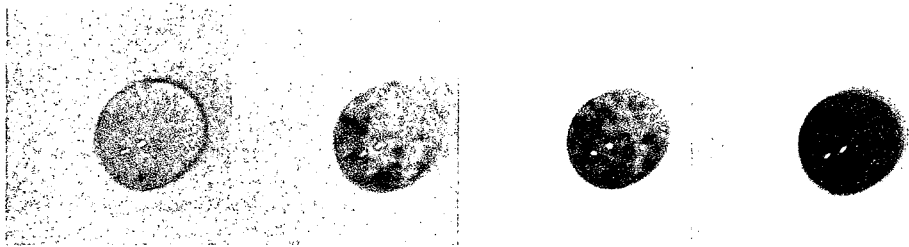
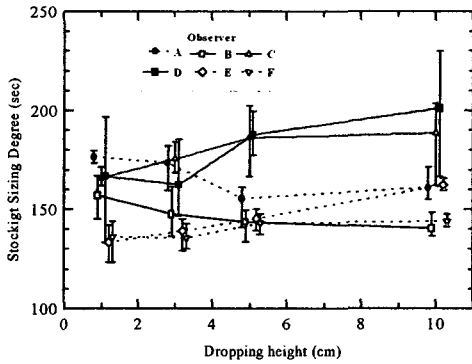


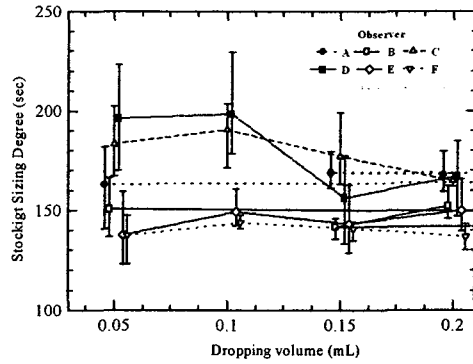
Fig. 1. Color expression during Stöckigt sizing test.

### 3.2 측정자별 유의성 검증

Fig. 2의 (a), (b)는 6명의 측정자가 ferric chloride의 투하량과 투하 높이를 달리하여 측정한 Stöckigt 사이즈도의 결과를 보여주고 있다. Fig. 2에서 보듯이 측정자에 따라 각각의 염화 제2철의 투하량과 투하 높이에서 뿐만 아니라 특정 조건 하에서도 측정자별로 매우 다른 사이즈도가 나타난 것을 알 수 있다. 따라서 이러한 문제점을 해결하기 위한 수단으로는 인간의 눈으로 발색 인지 시점을 인지하는 수동식 측정법을 지양하고, 컴퓨터에 의해 자동으로 인지되는 시스템을 개발하는 것이다. 이러한 자동측정 시스템에서는 표준 용액의 투하량과 투하 높이도 일정하게 고정시켜 측정자들에 의해 발생할 수 있는 실험상의 오차를 줄여야 한다.



(a) Effect of a dropping height



(b) Effect of a droplet amount

Fig. 2. Change of Stöckigt sizing degree by different testers.

### 3.3 Ferric chloride의 투하량과 투하 높이

Stöckigt 시험법에 있어서 ferric chloride 용액의 투하량과 투하 높이에 따른 발색 인 지 시점의 변화를 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3에서 볼 수 있듯이 ferric chloride의 투하량과 발색 시점에 있어서 투하 높이가 낮을수록 더욱 빠르게 발색이 되고, 투하량을 증가시킬수록 발색이 늦게 이루어지는 것을 관찰할 수 있었다. Ferric chloride의 투하 높이가 높아지면 종이 상에 투하되는 액적이 낮은 곳에서 투하된 것에 비하여 넓게 퍼지게 되고, 결국 일정 지점에서 시편을 누르는 힘이 다소 가벼워지면서 ammonium thiocyanate의 침투가 지연되는 결과를 초래하는 것으로 사료되었다. 마찬가지로 ferric chloride의 양을 증가시키면 용액의 무게가 시편을 가중시켜 ammonium thiocyanate의 침투를 빠르게 한 것으로 보인다.

따라서 자동측정시스템의 개발에서는 일정 위치에서 일정한 양이 투하될 수 있도록 투하 높이 및 투하량을 고정시킬 필요가 있다.

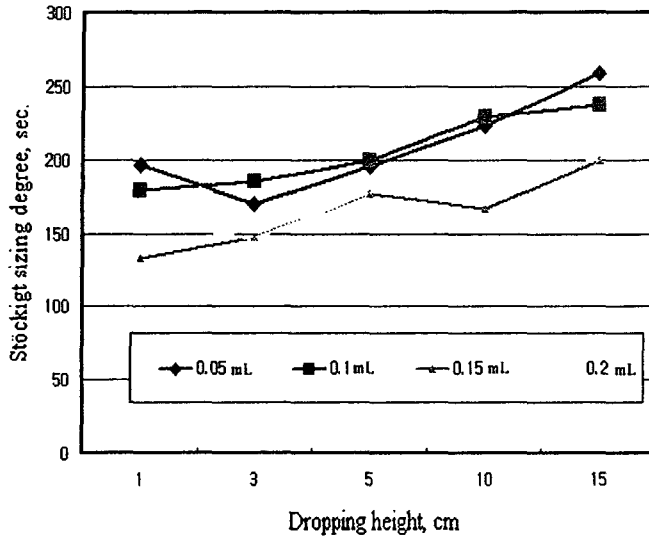


Fig. 3. Effects of a dropping volume and a height on Stöckigt sizing degree.

### 3.4 Ferric chloride의 낙하속도 및 측정자의 관찰 위치의 영향

종이의 사이즈도별 일정한 무게와 낙하높이에서 측정자의 시각위치와 낙하속도에 따른 발색 인지시점을 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4에서 볼 수 있듯이 측정자의 관찰 위치가 시편을 기준으로 45°에서보다 90°에서의 측정값이 상대적으로 낮게 측정되었고 낙하 속도를 빠르게 했을 때 측정값이 더 높게 나타났다. 이것은 측정자의 관찰 위치가 시편으로부터 많이 벗어날수록 색이 더 길게 보이는 현상이 발생하고, 낙하 속도가 빠를수록 종이에 액적이 흡수되는 속도를 가속화시킴으로써 적갈색으로 발색되는데 걸리는 시간이 짧아지게 하였기 때문인 것으로 사료되었다.

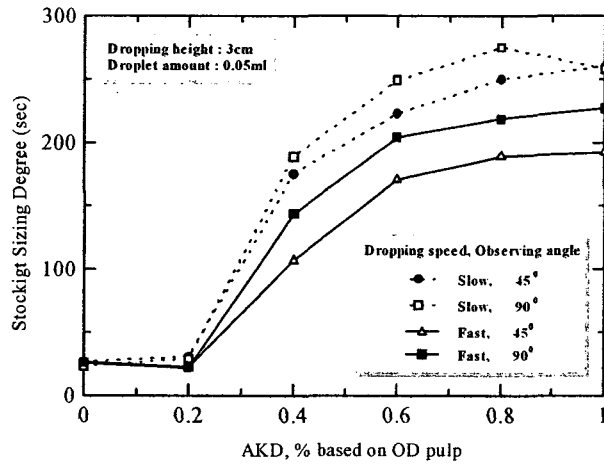


Fig. 3. Effects of a dropping speed and an observing angle on Stöckigt sizing degree.

#### 4. 결 론

현재 종이의 내수 특성을 평가하기 위한 사이즈도 측정법 중에서 Stöckigt 시험법이 가장 널리 사용되고 있다. 그러나 Stöckigt 시험법에 내재된 여러 가지 변수들로 인하여 정밀한 측정이 어렵다는 단점을 가진다. 따라서 Stöckigt 사이즈도 시험법을 완전히 자동으로 측정하기 위한 시스템 개발을 위한 기초 연구의 일환으로 Stöckigt 시험 동안 측정 환경에 따라 달라질 수 있는 인자들을 밝혀내고자 하였다. 대표적인 인자들로는 측정자별, 측정자의 관찰 위치, 시약의 투하 높이 및 투하 양 등이 포함되었다. 앞으로 발색 시점, 염화 제2철의 투하량, 투하 높이 및 투하 속도 등과 같은 변수 요인들을 고려하여 새로운 개념의 자동 Stöckigt 사이즈도 측정 시스템을 개발할 것이다.

#### 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. Jeffrey, J. K. and Kevin, T. H., Tappi J., 78(2):155-156(1995).
4. KS M 7025, Testing method for sizing degree of paper(Stöckigt method).
5. Kyle, J. B., Tappi J., 77(4):105 (1994).
6. Leo Neimo, papermaking Chemistry, in a series of Papermaking Science and Technology, the Finish Paper Engineers Association and TAPPI:pp.151~204 (1999).
7. Swanson, J. W., in internal sizing of paper and paperboard. Mornograph No. 33. TAPPI Press, Atlanta, GA (1971).
8. TAPPI T 441 om-90, water absorptiveness of Sized (Non-bibulous) paper, Paperboard, and fiberboard(Cobb Test).
9. TAPPI T 558 pm-95, Surface wettability and absorbency of sheeted materials using an automated contact angle tester.
10. Reynold, W. F., Sizing of Paper, TAPPI PRESS(1989).
11. Roberts, J. W. and Garner D. N., Tappi 68(4):118 (1985).