

SEM 과 화상분석시스템을 이용한 내부 소섬유화의 정량적 평가.

이재훈* · 한창석 · 원종명

강원대학교 산림과학대학 제지공학과

1. 서 론

이미 본 연구팀에 의하여 기 보고된 연구^{1,2)}를 통하여 중·고농도에서의 기계적 처리를 통하여 섬유의 손상을 최소화하면서 내부 소섬유화의 형성 및 종이 물성 개선의 가능성이 확인된 바 있다. 그러나 기계적 처리를 통하여 얻은 내부 소섬유화의 적절한 평가방법이 없어서 내부소섬유화의 종이 물성에 대한 기여도 평가가 어려웠다. 따라서 본 연구는 SEM을 이용하여 기계적 처리된 섬유의 횡단면 이미지를 얻고, 그 이미지를 화상분석 시스템을 이용하여 정량적으로 평가하기 위하여 수행되었다.

2. 실험방법

2.1 공시재료

공시 펄프로는 침엽수 표백 크라프트 펄프를 사용하였다.

2.2 실험방법

2.2.1 섬유의 내부소섬유화

SwBKP를 3% 농도로 해리 미세분을 제거한 후 펄프 농도 5, 15, 30, 45%의 조건에서 Hobart mixer를 이용하여 30분간 처리하였다.

2.2.2. 섬유의 형상변화 관찰

섬유의 내부 횡단면을 관찰하기 위하여 에탄올-아세톤 씨리즈로 탈수시킨 후 Williams 등이 제안한 방식^{3,4)}으로 Spurr Kit(Sigma)를 사용하여 포매하고, 횡단면을 절단한 후 다시 용출시킨 후 코팅하여 주사전자현미경(모델 : JSM-5410, 제작사: JEOL limited, 가속전압 20 kV))으로 관찰하였다.

2.2.3. SEM 이미지의 화상분석 및 결과 값 계산

기계적 처리에 의한 섬유의 변형정도를 알아보기 위하여 즉 섬유의 형태학적 변화는 원형비율(Circular ratio)과 이형율(Circle filling) 및 Jang, Howard와 Seth⁵⁾가 제안한 collapse Index등을 계산하였다. 섬유 세포벽의 두께 값을 얻기 위하여 Havar-Fjerdingsan 과 Per Johan Houen⁶⁾이 사용한 식으로 두께를 계산하였으며 이를 비교하기 위하여 개개 섬유의

세포벽 두께를 수동으로 측정하였다. 계산에 사용된 식들은 다음과 같다.

- 원형비율(Circular ratio, CR) : $CR = \frac{MaxR}{MinR}$ ----- (1)

MaxR : Maximum radius, MinR : Minimum radius

- Circle filling(CFil) : $CFil = \frac{Objectarea}{\pi \times R_{max}^2}$ ----- (2)

R : Minimum radius

- Collapse Index : $CI = 1 - \frac{LA}{LA_o}$ ----- (3)

LA : lumen area obtained from the cross-sectional image of fiber after treatments

LA_o : lumen cross-sectional image of same fiber as if it had not been subjected to any treatment

- Fiber Wall Thickness : $FWT = \frac{P_o - \sqrt{(P_o^2 - 4\pi A_{FW})}}{2\pi}$ ----- (4)


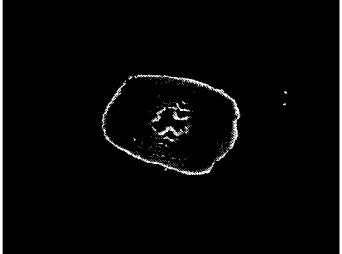
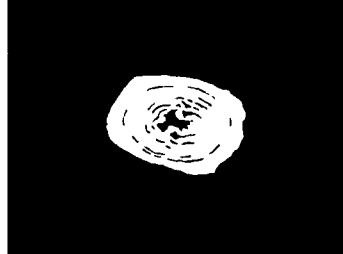




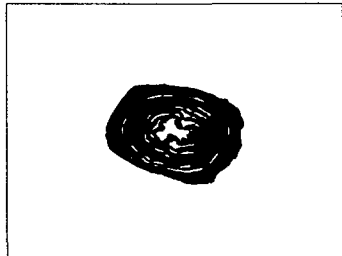
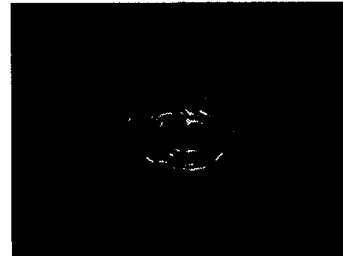
P_o : the outer perimeter(μm)

A_{FW} : the fiber wall area(μm²)

화상분석을 위한 이미지 변환과정은 다음과 같이 행하여졌다.

- ① 주사전자현미경으로 관찰된 섬유 횡단면의 이미지는 디지털영상으로 저장한다.
- ② 디지털 영상을 확대하여(1024×736) 각각의 섬유를 분리하여 화상분석을 위한 새로운 영상을 만든다.
- ③ 자동 계측을 위하여 다양한 화상처리(감마보정, 화상합성 및 보정)를 하여 이치화한다.
- ④ 섬유 횡단면의 최소, 최대크기, 두께, 원형비율 등을 측정하기 위하여 횡단면내의 루멘 및 섬유의 층간분리 부분을 제거한다.
- ⑤ 섬유벽의 두께, 면적, 루멘 면적 등을 측정하기 위하여 섬유의 층간분리 부분을 제거한다.
- ⑥ 섬유횡단면의 중간둘레를 이용한 세포벽의 두께를 구하기 위하여 centerline 이미지 화한다.
- ⑦ Centerline 이미지와 ⑤번 이미지를 합성하여 centerline 이미지를 보정한다.
- ⑧ 이미지 작업을 위하여 섬유의 층간 분리 부분의 이미지를 변환한다.
- ⑨ 자동계측과정을 통하여 얻은 이미지.

Processing of image converting and analysis

①. Original SEM image.	②. Separated image.	③. Binarization.
		
④. Filling lumen & delaminated area.	⑤. Filling delaminated area.	⑥. Wall centerline.
		
⑦. Add image ⑤ and image ⑥.	⑧. Image for measuring delaminated areas.	⑨. Auto-measurement of delaminated areas.
		

3. 결과 및 고찰

3.1 섬유 횡단면의 치수 변화

현재 시판되는 대부분의 펄프섬유(market pulp)는 기후에 의한 세포의 성장 차이로 인하여 형성되는데 춘재(springwood, early wood)와 추재(summerwood, late wood)섬유 모두를 포함하고 있다. 이들 섬유들은 다음과 같은 기능·형태학적 차이를 나타낸다. 즉 춘재 가도관은 세포벽이 얇으며 내강이 넓고 벽공이 현저하게 발달되어 있으므로 주로 통도 기능을

하며 추재 가도관은 세포벽이 두껍고 내강이 좁으면서 유연벽공이 그리 발달되어 있지 않으므로 주로 수채 지지기능을 한다고 알려져 있다. 따라서 이들 섬유들 자체의 함유량에 따라 전혀 다른 펄프섬유의 물성이 나타날 것이다. 따라서 본 연구에서는 전체 섬유횡단면의 평균치수 변화 뿐 아니라 춘재부와 추재부 섬유를 분리하여 그 변화 특성을 관찰하였다. 화상 분석시스템을 통하여 얻어진 화상으로부터 기계적 처리에 의한 섬유 횡단면의 치수변화를 알아본 결과 기계적 처리 농도가 증가할수록 평균 섬유벽의 면적 및 세포벽의 두께는 증가하였고 섬유의 루멘 면적은 감소하였다. 또한 Fig. 1~4에서 볼 수 있듯이 춘재부 섬유와 추재부 섬유의 치수적 거동이 동일하지 않으며 전체 펄프섬유의 특성은 상대적으로 부피 및 수량이 많은 추재부의 특성을 따르는 것을 관찰할 수 있었다.

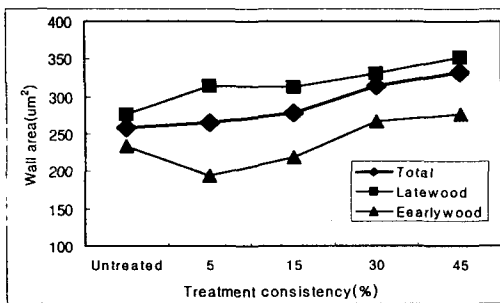


Fig 1. Effect of mechanical treatment consistency on fiber wall area.(with delaminated area)

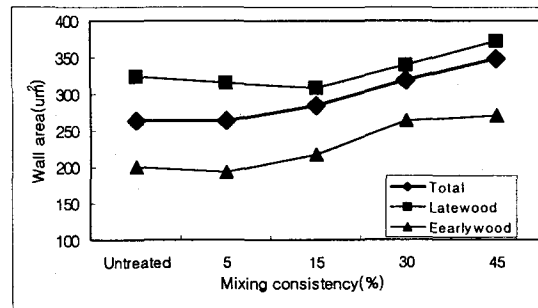


Fig 2. Effect of mechanical treatment consistency on fiber wall area.(with delaminated area)

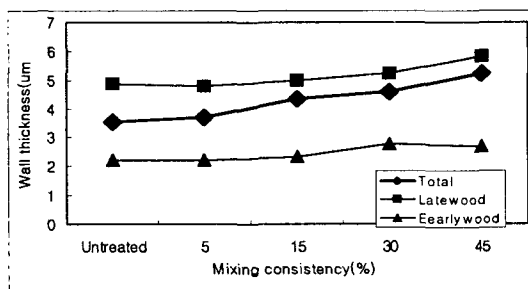


Fig 3.. Effect of mechanical treatment consistency on fiber wall thickness.

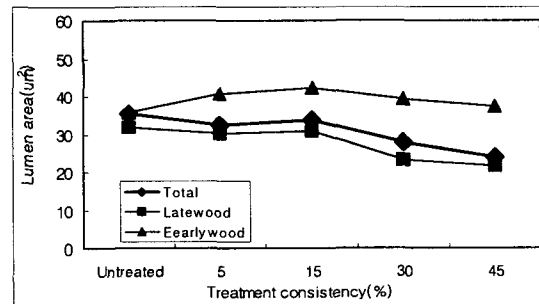
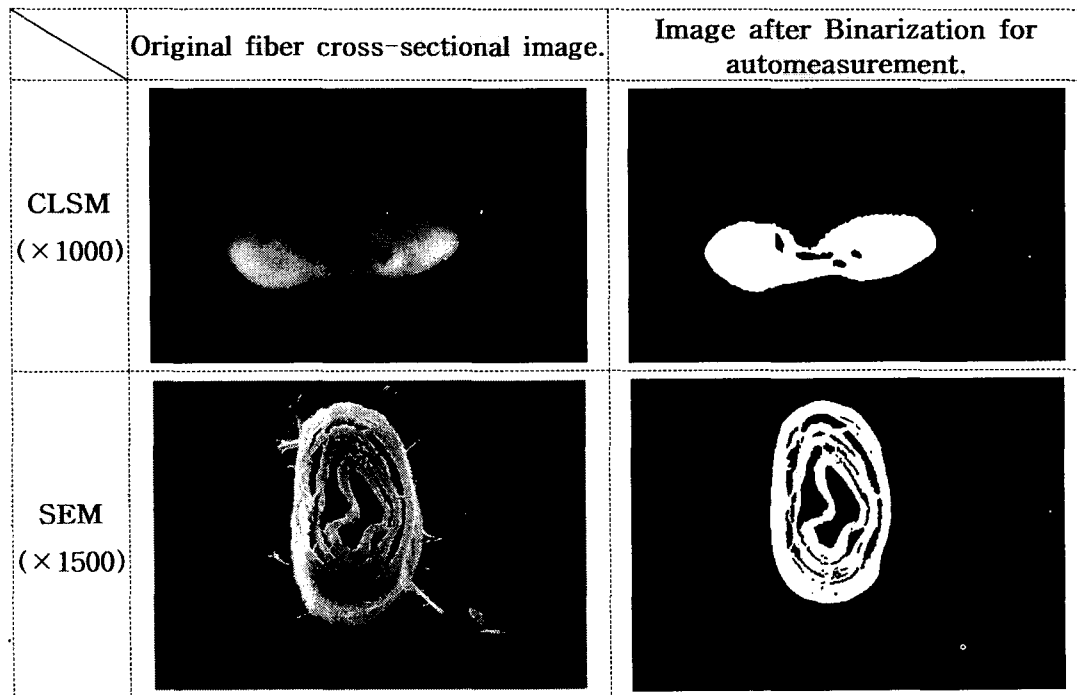


Fig 4. Effect of mechanical treatment consistency on fiber lumen area.

최근 들어 시료제작과정이 상대적으로 용이한 공초점 레이저 주사현미경을 이용하여 고해 및 리사이클링에 따른 섬유 횡단면 변화에 대한 관찰이 활발하게 진행되고 있으나 SEM에 비하여 상대적으로 불명확한 이미지 때문에 화상분석에 많은 어려움이 있다. 또한 이미 행하여진 섬유 횡단면의 치수 변화에 대한 연구들의 대부분은 섬유횡단면에서 관찰할 수 있는 “세포막 라멜라 구조의 분리”라는 내부 소섬유화의 중요한 기작을 간과하여 행하여 졌다

고 생각되어 본 실험에서는 이러한 정보를 얻을 수 있는 SEM이미지를 이용하여 섬유 층간 분리에 따른 섬유 횡단면 면적을 비교하여 보았다. Fig. 1과 2에서 볼 수 있듯이 전체 섬유의 평균 세포벽의 면적은 기계적 처리 시 지료의 농도가 증가할수록 증가하는 반면 춘재부의 평균값들은 상이한 변화를 나타낸다. 이는 앞서 언급한 내부 소섬유화에 따른 섬유벽내의 층간분리 부분을 고려하지 않을 시에 자칫 잘못된 결론을 도출할 수 있음을 시사한다



Comparison between CLSM and SEM image.

3.2 섬유횡단면의 형태변화.

고해에 따른 섬유 횡단면의 형태는 천연섬유와 재생섬유 모두 고해가 진행됨에 따라 원형을 이룬다는 사실은 이미 알려진 사실이다. 따라서 본 연구는 이러한 특성이 고해와 달리 섬유를 크게 손상시키지 않고 세포막 라멜라 구조의 분리를 일으키는 기계적 처리 시 섬유 횡단면의 형태변화를 조사하기 위하여 물체의 면적을 그 물체의 외접원 면적으로 나눔으로써 물체의 이형율을 계산하였으며 또한 물체의 최소반지름에 대한 최대반지름의 비율인 섬유횡단면의 원형비율을 측정하였다. Fig. 5에서 볼 수 있듯이 세포벽이 두꺼운 춘재부의 경우 원형비율에 커다란 변화가 없으나 춘재부의 경우는 그 변화 폭이 다양하다. 이는 원형비율을 측정하는 방식이 단순히 섬유의 최소·최대값만을 고려대상으로 하기 때문에 세포벽이 얇은 춘재부에서 자주 관찰되는 리본형태 및 일부 루멘이 사라져 부분적으로 납작해진 섬유에 대하여서는 측정자체에 한계가 있다고 생각되어 이형율은 계산하여 Fig 6과 같은 경향이 나왔다.

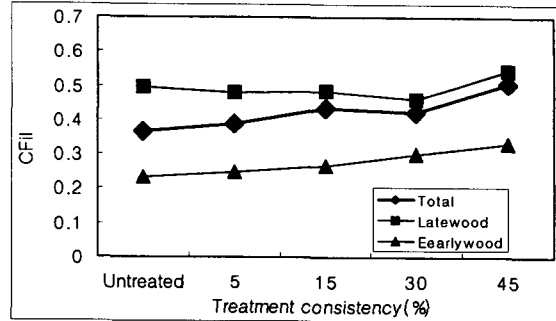
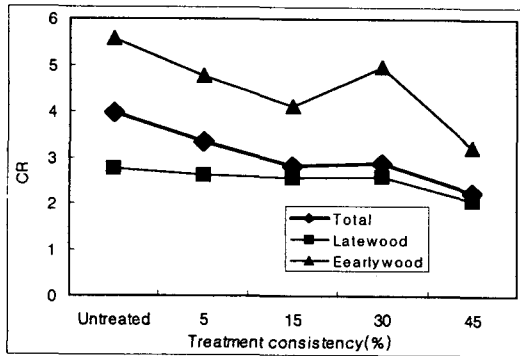


Fig 5. Effect of mechanical treatment consistency on circular consistency **Fig 6. Effect of mechanical treatment consistency on fiber cross-sectional shape**

섬유의 형태학적 변화를 평가 시 사용되는 지수로써 “collapse index”를 사용하였는데 이 지수는 섬유자체의 모양이나 붕괴 형태에 따라 다르다. Fig. 4와 7에서 볼 수 있듯이 추재부에 비하여 상대적으로 세포벽두께가 얇은 춘재부의 collapse index 값이 높게 나왔다. 하지만 이러한 변화들은 펄프 섬유의 수종에 따라 차이가 있음을 고려하여 평가되어야 한다⁷⁾.

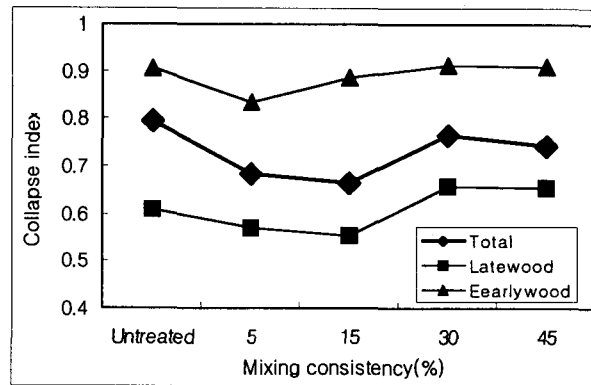


Fig 7. Effect of mechanical treatment consistency on fiber collapse index.

4. 결 론

중·고농도에서의 기계적 처리를 통하여 발생된 내부 소섬유화의 정량적 평가를 위하여 SEM을 이용하여 기계적 처리된 섬유의 횡단면 이미지를 얻고, 그 이미지를 화상분석 시스템을 이용하여 분석한 결과는 다음과 같다.

1. 기계적 처리 시 처리 농도가 증가할수록 섬유횡단면의 면적 및 세포벽의 두께는 증가하였고 섬유의 루멘 면적은 감소하는 치수 변화가 일어났다.
2. 처리농도가 증가할수록 섬유횡단면의 원형비율은 증가하였으며 이형율은 감소하였다.
3. 펄프섬유내의 춘재부 섬유와 추재부 섬유는 기계적 처리에 대하여 동일한 반응을 나타내지 않았으며 춘재부 섬유의 형태변화는 불균일하였다.

Reference

1. Won, J.M., Lee, J.H. and Han, C.S., J. Korea TAPPI, 33(1):45 (2001).
2. 원종명, 이재훈, 한창석, 침엽수 화학펄프섬유의 썬화, 춘계학술발표논문집, pp23~29 (2000).
3. Williams, G.J., and J.G. Drummond, JPPS., 26(5):188(2000).
4. Williams, G.J., and J.G. Drummond, and H.A. Cisneros, JPPS 20(4):110(1994).
5. H.F.Jang, R.C. Howard, and R.S Seth, Tappi J., 78(12) : 131 (1995).
6. Havar-Fjerdings and Per Johan Houen, Recycling symposium, pp347~360 (1997)
7. H.F.Jang and R.S Seth, Tappi J., 81(5) : 174 (1998)