

## 최신 현미경을 이용한 섬유 및 종이의 성질 분석(제1보)

- Confocal Laser Scanning Microscope를 이용한 섬유 및 종이의 성질 분석-

김철환, Keith Roy Wadhams<sup>1)</sup>

## Use of modern microscopes in Analyzing Fiber and Paper Properties(I)

-Use of CLSM in Analyzing Fiber and Paper Properties-

Chul-Hwan Kim and Keith Roy Wadhams<sup>2)</sup>

### ABSTRACT

With the advent of CLSM in the end of 1980s, it has been applied to the field of pulp and paper science in various ways. This study showed the potentials of CLSM in analyzing a change of pulp fiber and paper properties before and after mechanical treatment. In particular, a quantification of internal fibrillation has been done using cross-sectional images of fibers and image analysis technique, then evaluated the effects of fiber wall delamination on fiber and paper properties. It showed that the delaminated fibers were closely associated to development of the interfiber bonding in a fiber network. The CLSM made it possible to investigate a density profile along the sheet thickness, which was created by some papermaking processes like pressing, drying and calendering. Through the attempt to observe the forming procedure of a fiber network during handsheet making, the CLSM images showed that the pressing stage was considered greatly to contribute to generation of interfiber bonding with removing a free water and partly a bound water between fibers. In addition, the CLSM could be used to illustrate not only a surface profile of paper showing the extent of smoothness or roughness, but also a density profile in a z-direction of the network.

Finally it became evident that the CLSM could be used as an excellent tool to predict development in fiber and paper properties before and after mechanical treatment during papermaking processes.

---

1) 서울대학교 농업생명과학대학 부속 농업과학공동기기센터 연구원

2) Professor, UMIST in Manchester, UK

## 1. 서론

현재까지 펄프 섬유에 가해진 기계적 처리가 섬유 및 종이의 성질에 미치는 효과를 분석하기 위하여 간접적인 방법과 직접적인 방법을 사용하여 왔다. 간접적인 분석 방법으로는 고해, 압착, 캘린더링 등 외부적 요인에 의해 개개 섬유나 종이에 가해진 물성 변화를 물리적 및 광학적 성질을 측정함으로써 간접적으로 추정하는 방식이고, 반면에 직접적인 분석 방법은 기계적 처리를 받은 개개 섬유나 종이를 현미경 하에서 직접 관찰함으로써 그 효과를 해석하는 방법이다.

특히, 고해 처리를 받은 섬유의 경우 간접적인 방법을 이용하면 여수도나 water retention value (WRV)와 같은 측정 방법을 사용하여 고해 효과를 추정하거나, 혹은 인장강도, 인열강도, 광산란계수 등을 측정함으로써 고해 효과 - 내·외부 피브릴화, 미세섬유 및 단섬유의 발생 정도를 추정할 수 있다. 그러나 이것은 진정한 의미에서의 고해 특성을 분석하는 방법이라 할 수 없다. 예를 들면 여수도나 WRV는 고해 동안에 생성된 미세섬유 및 단섬유의 발생에 크게 영향을 받지만, 내부 피브릴화 및 외부 피브릴화에도 영향을 받기 때문에 결국 고해 효과 전체가 여수도나 WRV에 영향을 미치는 효과를 추정하는 방법에 불과하다. 마찬가지로 물리적·광학적 성질의 측정 또한 각각의 고해 효과들이 섬유 및 종이의 물성에 어떻게 영향을 미치는 지를 분석하는 것이 아니라 네 가지 고해 효과 모두가 종이의 물성에 영향을 미치는 정도를 예측하는 정도에 그칠 뿐이다.

따라서 이러한 간접적 방법들을 보완하는 직접적인 방법으로 광학현미경이나 전자현미경(SEM)과 같은 광학적 도구를 이용하는 것이다. 이것은 고해와 같은 기계적 처리 후 섬유에 일어난 형태학적 변화들을 관찰할 수 있는 직접적인 수단이 되었다. 그러나 이들 현미경들은 주로 섬유나 종이의 외부적 특성만을 관찰할 수 있을 뿐 내부적으로 일어나는 변화들을 관찰할 수가 없고, 섬유 및 종이의 횡단면

화상을 관찰하기 위해서는 embedding과 microtoming과 같은 특별한 전처리 과정을 거쳐야만 하였다. 그러나 이와 같은 전처리 과정 동안에는 섬유의 수축과 같은 변형을 초래하여 재현성 있는 자료로 이용되지 못하였고, 더군다나 SEM이나 광학 현미경 하에서는 시편을 건조시켜야만 관찰이 가능하였기 때문에 이들 건조된 섬유나 종이는 비가역적 변화 이전의 특성들을 관찰할 수가 없다는 한계를 지니고 있었다. 특히 대부분의 펄프·제지 공정이 물과 함께 이루어진다는 점을 고려할 때 건조되기 전의 섬유가 가진 특성을 그대로 보존한 상태에서 형태학적 변화들을 관찰하는 것만이 고해와 같은 기계적 처리를 받은 섬유가 종이 물성에 미치는 효과를 분석할 수 있는 진정한 접근 방법이 될 것이다.

1980년대말부터 Confocal Laser Scanning Microscope (CLSM), Environmental SEM (ESEM), Cryo-SEM (LTSEM) 등이 일부 과학자들에 의해 펄프·제지 분야에 소개되기 시작하면서 물에 팽윤되어 있는 섬유의 관찰에 대한 관찰뿐만 아니라 이들 최신 현미경을 통한 펄프·제지 분야로의 다양한 접근 방법이 모색되기 시작하였다. 이들 현미경들은 시편에 대한 특별한 전처리 없이 관찰이 가능하고, 특히 물에 팽윤되어 있는 섬유를 그대로 이용할 수 있다는 장점을 지닌다.<sup>3,5</sup>

따라서 앞으로 연속 소개될 3편의 논문에서는 CLSM, ESEM 및 LTSEM이 펄프·제지 분야에 어떻게 활용될 수 있으며, 특히 고해 처리를 받은 섬유의 변화를 관찰한 후 내부 피브릴화를 정량화하는 방법과 이것이 섬유 및 종이의 물성을 예측하는데 어떻게 이용될 수 있는지를 구명하는데 목적을 두었다. 먼저, 본 논문을 통해 국내에서도 널리 보급되어 있는 CLSM이 펄프·제지학 분야에서 어떻게 활용될 수 있는가를 소개함으로써 섬유 및 종

이의 물성 분석에 CLSM이 효율적으로 활용될 수 있는 계기가 되기를 기대한다.

## 2. Confocal Laser Scanning Microscopy의 원리 및 특성

Confocal laser scanning microscopy (CLSM)는 1957년 Minsky에 의해 그 기본 원리가 밝혀진 이후 생물학, 세포 생물학, 미생물학, 의학, 반도체, 펄프·제지학 등 여러 학문 분야에서 광범위하게 응용되고 있다. Figure 1에서 보는 바와 같이 Confocal microscopy의 가장 대표적인 특징은 기존의 현미경인 광학현미경이나 SEM과는 달리 매우 작은 초점 영역을 가지고, 초점 면으로부터 반사 혹은 투과된 빛들만이 photomultiplier tube (PMT detector)에 의해 감지된다는 것이다. 초점 영역의로부터 들어오는 화상 정보들은 detector 앞에 놓여진 pinhole에 의해 모두 차단되고 초점면에 있는 화상의 정보만이 detector에 의해 감지되기 때문에 광학현미경이나 SEM에 비해 1.4배 이상의 고해상도 화상을 얻을 수 있다는 장점을 지니고 있다.<sup>10, 11)</sup>

이러한 원리에 기초한 CLSM은 초점 심도가 0.5 ~ 1.5 $\mu$ m로 매우 좁기 때문에 광학현미경이나 SEM과는 달리 optical sectioning의 원리를 적용시킬 수 있다. 따라서 이러한 optical sectioning의 원리를 이용하면 physical sectioning 동안에 발생하는 시편의 변형(artifact)을 막을 수 있고, 시편의 구조를 3차원의 화상으로 재구성하여 입체적으로 관찰이 가능할 뿐만 아니라 시편의 횡단면 화상도 얻을 수 있다. 기존의 현미경과 차별화시킬 수 있는 또 다른 장점으로서는 시편이 놓여진 환경을 그대로 보존한 채 관찰할 수 있기 때문에 시편의 제조 동안에 발생할 수 있는 원치 않는 변화들을 막을 수 있다는 것이다. 특히 시편의 형태학적 특성을 관찰하고자 할 때에는 별도의 전처리 과정을 생략한 채 CLSM 하에서 간단히 관찰할 수가 있어 매우 편리하다.<sup>4)</sup>

## 3. 재료 및 방법

공시 펄프는 Lapponia 침엽수 표백 크라프트 펄프를 사용하였다. 펄프의 해리에는 British standard disintegrator(1.2% con, 75,000 rev)가 이용되었고, 고해는 10%로 농축한 펄프 현탁액(30 $\pm$ 0.5 g)을 Lampén ball mill에 넣은 후 5 kg bronze ball을 이용하여 각각 30 분, 6시간, 24시간 동안 고해하였다. Lampén ball mill은 일반 고해기와 달리 rotor와 stator가 없어 고해에 의한 내부 피브릴화만의 효과를 연구하는데 사용되는 적절한 고해기로서 Fig. 2에 나타나 있다.

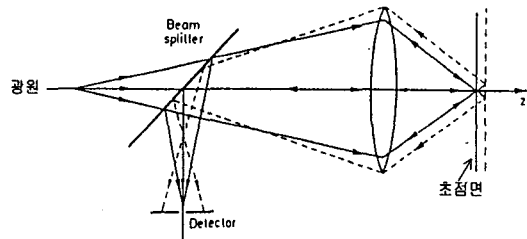


Figure.1. Confocal Microscopy의 기본 원리.<sup>10)</sup>

해리 및 고해 후 펄프 섬유에 대한 여수도 측정은 Shopper-Riegler(<sup>o</sup>SR)를 이용하였고, WRV는 영국 UMIST에서 개량된 원심분리기를 이용하였다. 수초지는 원형 수초지기를 이용하였고, 종이의 광

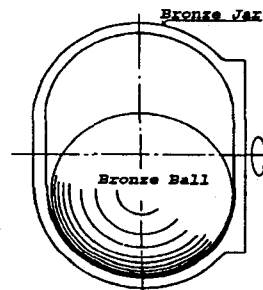


Figure.2. Lampén ball mill.<sup>12)</sup>

학적·물리적 성질은 TAPPI Standard 방법을 근거하여 측정하였다.

## 4. CLSM하에서의 관찰

### 4.1 펄프 섬유염색

물에 팽윤된 섬유를 100 mesh wire에서 농축한 후 1 l의 증류수에 0.01 g Acridine Orange를 용해한 형광 염료 용액에 3~10 분 동안 침지시켰다. 염색된 섬유들을 다시 100 mesh wire에서 거른 후 섬유들에 남아 있는 과량의 염료를 제거하기 위하여 증류수나 수돗물을 이용하여 세척을 하였다.

### 4.2 CLSM 관찰

#### 4.2.1 CLSM slide 제작

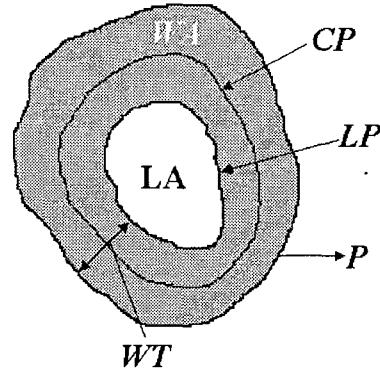
CLSM 하에서 관찰하기 전에 물에 얇게 희석되어 있는 팽윤된 섬유를 현미경 slide 상에 올려놓고 과량의 물을 여과지나 화장지를 이용하여 제거한 후 NO.1 cover slide( $n_0=0.524$ , 0.168 mm)를 덮었다. 이 때 cover slide와 slide 사이에 기포가 들어가지 않도록 조심하고, CLSM에서의 관찰 동안 시편이 건조되는 것을 막기 위해 여성용 손톱 광택제로 cover slide의 가장자리를 발라줌으로써 slide에 고정시켰다.

CLSM은 영국 Manchester Medical School에 설치된 Bio-Rad MRC-600과 서울대학교 농업생명과학대학 부속 농업과학공동기기센터에 설치된 Bio-Rad MRC-1024를 이용하였다. 이 때 사용된 레이저는 488 nm(청색) 및 568 nm(녹색) 파장대의 25 mW Argon 레이저였다.

#### 4.2.2 섬유 횡단면의 치수 변화 측정

CLSM으로 얻어진 섬유의 횡단면 화상을 통해 고해 시간에 따른 섬유 세포벽의 변화를 정량화하였다. 정량화에 이용된 섬유의 치수에 대한 기본 구성은 Fig.3에 나타난 바와 같다. 여기서 내부 피브

릴화의 정량화에 이용된 치수는 섬유벽의 두께(WT)이다.



WA : Fiber wall area, WT : Fiber wall thickness, LA : Lumen area  
CP : Center line perimeter of fiber wall, LP : Lumen Perimeter,  
P : Fiber Perimeter

Figure.3. Cross-sectional view of pulp fiber.

섬유의 횡단면 치수들을 측정하기 위하여 이용된 화상 분석용 프로그램은 Kontron Elektronik에 제공하는 KS 400(ver 3.0)였다. 섬유 세포벽의 면적(WA)과 세포벽의 중심부를 통과하는 원주(CP)는 적절한 image processing 후 KS 400의 치수 측정 프로그램에 의해 자동으로 측정되었고, 평균 섬유벽의 두께(WT)는 섬유벽의 중심을 통과하는 원주로 섬유벽의 면적을 나누어 계산하였다( $WT = \frac{A}{P}$ ). 동일 요인 내에서 한 치수를 측정하는데 사용된 횡단면 섬유의 수는 100~150개 정도였다.

#### 4.2.3 CLSM를 이용한 내부 피브릴화의 정량화

CLSM을 이용하여 섬유의 내부 피브릴화를 정량화하기 위해서는 먼저 CLSM의 horizontal line scanning 방향에 대해 수직으로 놓여진 섬유를 찾고, Fig.4에 나타난 바와 같이 optical sectioning 방법에 의해 섬유의 횡단면 화상을 얻어야 한다.

횡단면 화상을 얻기 위해 사용된 대물렌즈는 Zeiss 63× Plan-Apochromat(NA 1.4) 및

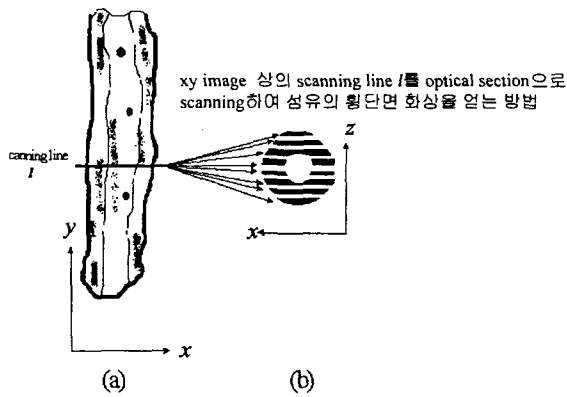


Figure.4. Optical sectioning on a xy image for cross-sectional image.

Nikon 100× Plan Fluor(NA 1.3) oil immersion 렌즈이고, 횡단면 화상을 얻기 위해

주어진 stepping distance는 0.15  $\mu\text{m}$ 였다. 화상의 collection filter는 slow scan mode에서 Kalman average filter( $n=6$ )를 사용하였다. 섬유의 두께가 40  $\mu\text{m}$  정도라 가정할 때 이 섬유의 횡단면 화상을 얻기 위해 필요한 scanning 수는 267이 된다.

## 5. 결과 및 고찰

### 5.1 내부 피브릴화가 섬유 및 종이 물성에 미치는 영향

고해 전후의 침엽수 kraft pulp 섬유의 횡단면 화상을 Fig.5에 나타내었다. 고해 전(a)에 비해 24시간 동안 Lampén ball mill에 의해 고해된 후 내부 피브릴화에 의해 유도된 섬유벽의 팽윤(b)을 쉽

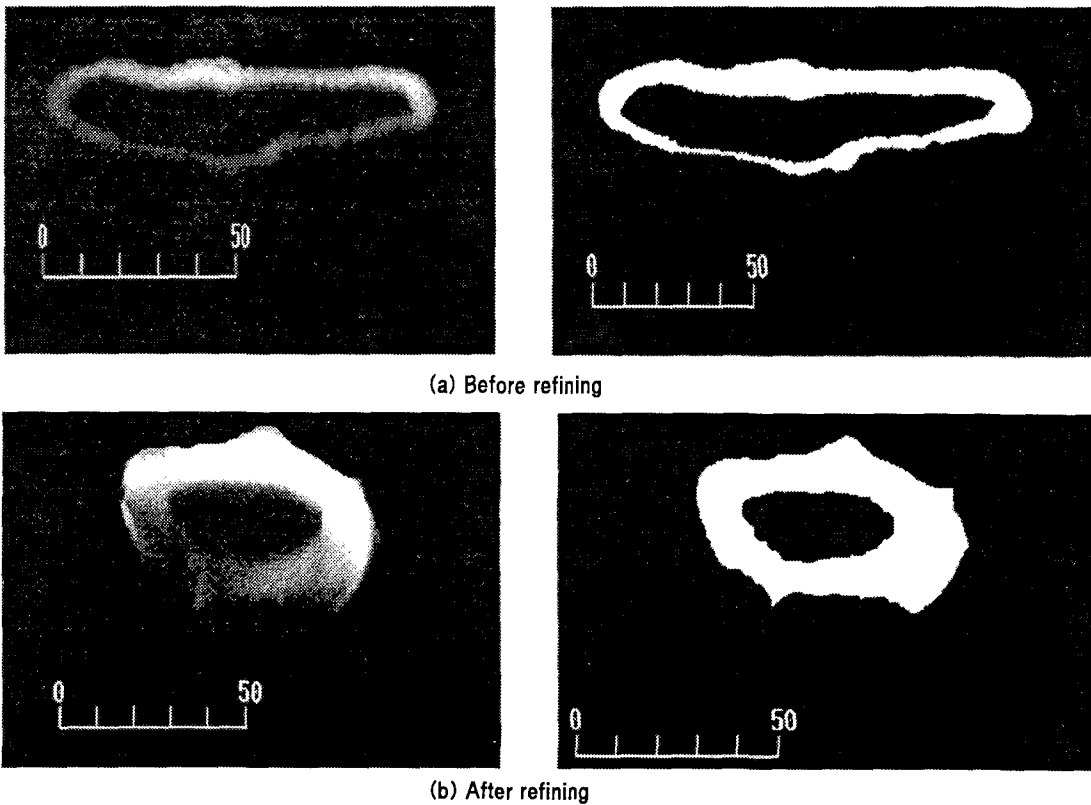


Figure.5. Cross-sectional images of kraft pulp fibers (a) before and (b) after refining.

게 관찰할 수 있다. Fig. 5의 (a)와 (b)의 우측에 나타나 있는 그림들은 CLSM에 의해 실제로 얻어진 좌측의 화상들에 대해 화상 분석법을 적용하여 섬유와 주변 배경 사이의 경계를 확실히 구분할 수 있도록 일차적 처리한 것으로 이러한 처리 과정을 거친 후 얻어진 최종 화상을 통해 섬유의 횡단면 치수를 측정하였다.

Fig.5를 통해 알 수 있는 바와 같이 고해 전에 비해 고해된 섬유의 세포벽이 크게 팽윤되어 있음을 확인할 수 있는데, 이는 고해 동안에 섬유벽이 전단 응력을 받으면서 섬유의 유연화가 촉진되어 polysaccharide-polysaccharide의 결합이 polysaccharide-water의 결합으로 대체되는 내부 피브릴화가 발생하여 섬유벽의 팽윤과 유연화를 촉진한 것으로 사료된다.<sup>11</sup> 고해 시간에 따른 섬유 물성의 변화를 Table 1에 나타내었고, 내부 피브릴화와 섬유 및 종이의 물성과의 관계를 Fig.6의 (a)와 (b)에 나타내었다. 고해 시간에 따른 섬유 성질의 변화를 보면 Lampén ball mill의 고해 특성을 알 수 있는데, 고해 동안에 섬유장의 감소를 최소화 하면서 내부 피브릴화를 주로 유도하는 beater의 한 종류임을 알 수 있다.

Table 1. Effect of Lampen ball mill on fiber properties

섬유 종류	고해 시간 (hr)	여수도 (°SR)	WRV (g/g)	섬유장 (mm)	미세섬유(%) ((0.2mm))
BKP	0	13	2.15	1.90	3.08
	0.5	14	2.25	2.05	2.63
	6	15	2.51	1.89	3.15
	24	17	2.76	1.62	4.47

Lampén ball mill에 의해 고해된 침엽수 크라프트 펄프는 세포벽 두께의 증가에도 불구하고 섬유장에는 큰 변화가 없지만, 여수도와 WRV는 섬유장에 비해 크게 증가함을 알 수 있다. 즉 내부 피브릴화의 증가가 섬유의 유연화를 촉진시켜 섬유장의 감소를 막아주고 있음을 추정할 수 있다. 보통 내부 피브릴화에 의한 섬유 유연성의 증가는 섬유의

network 형성시 섬유간 결합 면적의 증가에 큰 기여를 하는데, Fig.6의 (b)에서 보는 바와 같이 B, bonding index( $\frac{1}{B} = \frac{1}{T} + \frac{1}{Z}$ )가 세포벽 두께의 증가와 함께 크게 증가하였다.<sup>7,8)</sup> Hartman<sup>2)</sup>에 의해서도 밝혀진 바와 같이 내부 피브릴화가 섬유의 결합 강도의 향상과 밀접한 관계가 있기 때문에, 섬유장의 변화가 적을 때 내부 피브릴화가 종이의 강도 향상에 가장 큰 기여를 하고 있음이 증명되었다. 그러나 인열강도의 경우 내부 피브릴화에 의한 섬유벽의 팽윤이 인열강도에는 큰 변화를 미치지 않는 데, 이는 Lampén ball mill이 섬유장의 감소를 거의 유도하지 않은 것에 기인할 것이다. 그러나 광산 관계수는 섬유벽 두께가 증가하면서 감소하는데 섬유간 결합의 증가에 기인할 것이다.

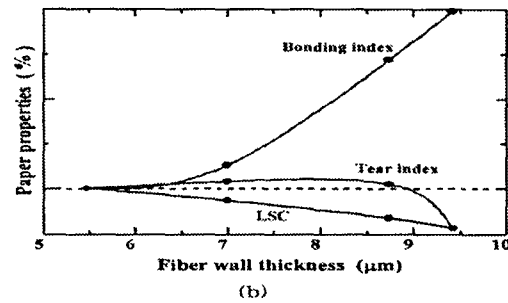
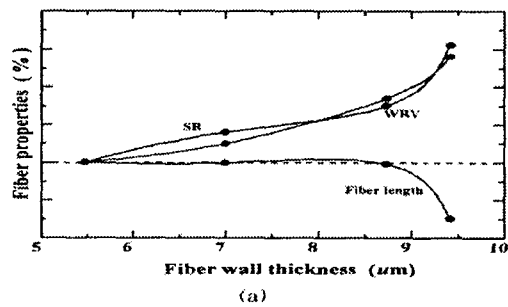


Figure.6. Effect of fiber wall delamination on fiber and paper properties.

### 5.2 CLSM을 이용한 종이의 z-direction 관찰

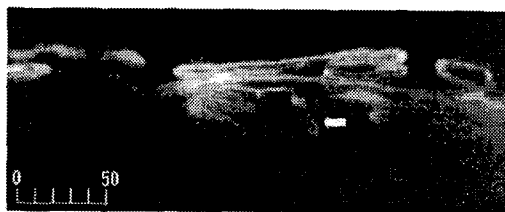
종이는 수많은 섬유들로 구성된 network이므로

압착이나 건조 동안에 지필의 두께 방향으로 섬유 밀도의 변이와 crushing이 발생할 것이다. 이러한 현상들을 관찰하기 위해서는 embedding과 microtoming 과정과 같은 전처리 과정을 통해 관찰해야 하고, 이러한 과정은 상당히 많은 시간과 노력을 필요로 할 뿐 아니라 원하는 화상을 얻기도 어렵다. 그러나 CLSM의 optical sectioning 원리를 이용하면 일정 정도의 두께(최대 200  $\mu\text{m}$ )까지 레이어가 침투할 수 있으므로 밀도 변이의 관찰이 어느 정도 가능하였다.

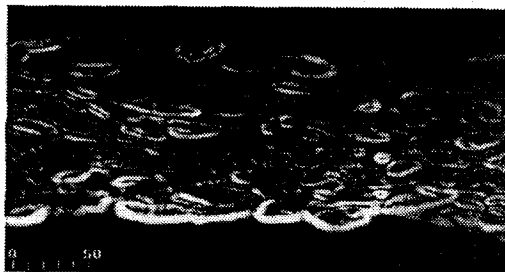
Fig.7의 (a)는 습윤되어 있는 섬유 네트워크의 횡단면 화상을 CLSM의 optical section 원리를 적용하여 얻어진 화상으로서 엄지 손가락으로 cover slide를 가볍게 눌러 지필 상에 남아 있는 과량의 물을 제거한 직후에 얻어진 화상이다. 표면에서 눌러진 압력에 의하여 상하의 섬유벽이 서로 붙어 있지만,  $\Leftarrow$ 가 지시하는 섬유의 세포벽은 여전히 많은 물을 함유하고 있음을 보여 준다. 이는 대부분의 압력이 지필 표면의 섬유들이 지니고 있는 물을 제거하는데 이용되었고, 압력의 전이 동안에 물도 함께 지필의 z 방향으로 이동된 것에 기인한 것으로 사료된다. 그러나 optical section에 의해 지필의 횡단면 화상을 얻을 때에는 상단에 위치한 섬유에 의해 형성되는 shade<sup>11)</sup>에 의해 하단에 위치한 섬유들로부터 방출되는 신호들이 방해받기 때문에 전체 지필의 횡단면 화상을 얻기가 불가능하였다. Optical section에 의해 얻을 수 있는 최상의 시편 두께는 약 100~150  $\mu\text{m}$  정도였다.

Fig.7의 (b)는 CLSM으로 얻어진 평량 80 g/m<sup>2</sup>로 초지된 백상지의 횡단면 화상을 보여 주는데, 지필의 두께 방향으로 섬유 두께의 변이 정도를 쉽게 관찰할 수 있도록 KS Lite를 이용하여 화상 처리를 하였다. Fig.7의 (a)에서와 같이 종이의 wire 면과 felt 면 가까이 분포되어 있는 섬유는 심하게 압착되어 있고, 중간 부분에 분포되어 있는 섬유들( )로 표시된 영역)의 두께가 조금 더 두꺼운 것을 볼 수 있다. 이는 MacGregor<sup>13)</sup>에 의해서 보여진 SEM 화상에 비해 최초 시편에 대한 형상을 더욱 선명하게 보여주고 있기 때문에 개개 섬

유의 횡단면 화상을 이용한 종이의 z 방향으로의 섬유 두께, 각종 첨가제 및 fines의 이동 등을 관찰할 수 있을 것이다. 이러한 현상은 섬유의 밀도 profile과 큰 상관 관계가 있기 때문에 외부 압력에 의해 변형되는 지필내부의 구조를 연구하기 위한 가시적 증거로 이용될 수 있을 것으로 사료된다. 이러한 physical sectioning 방법에 의해 얻어진 종이의 횡단면 화상은 부분적으로 칼날에 의한 시편의 변형을 유발할 수 있어 상당한 주의가 요하는 방법이다. 현재 최초 시편에 대한 변형을 최소화 하면서 빠른 시간 내에 종이의 횡단면을 얻을 수 있는 장치가 개발 중에 있으며 이를 통해 z 방향에서의 섬유 밀도 profile이나 섬유가 외부 압력에 저항하는 정도 등을 정량화할 수 있을 것으로 사료된다.



(a) Optical section



(b) Physical section

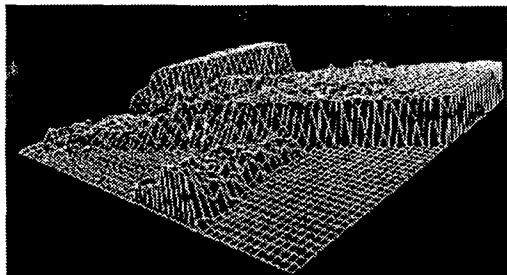
Figure.7. a cross-section of wood-free paper at 80 g/m<sup>2</sup>.

### 5.3 CLSM을 이용한 종이 표면의 섬유 관찰

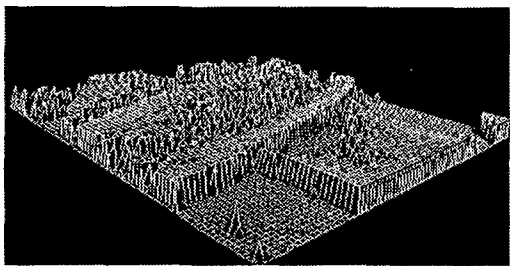
초지기로부터 최종 제품인 종이를 만들어지기까지 여러 가지 표면 처리 공정을 거치게 된다. 압착,

건조, 캘린더링, 수퍼 캘린더링, 도공 등의 기계적 처리 과정을 통해 종이 표면의 요철 부분을 크게 감소시킴으로써 섬유간 결합을 촉진시키고, 표면 평활도, 광택 등의 효과를 유도한다.

특히 표면 평활도의 측정은 투기도의 측정 등을 이용해 간접적으로 평가를 하지만, CLSM은 3차원 화상의 재구성을 통해 만들어진 topographic map을 통해 표면의 평활도를 직접 눈으로 관찰할 수 있을 뿐만 아니라 특정 부분의 섬유들이 외부적 압력에 의해 어느 정도의 수축이 일어나는가를 관찰할 수 있다. Fig.10은 압착되기 전과 압착된 후에 나타난 지필 상의 섬유를 통해 종이 표면의 평활도를 비교하는 그림이다. 압착된 후의 종이에 나타난 섬유들은 압착되기 전의 섬유에 비해 매우 균일하게 분포되어 있고, 섬유의 두께가 매우 작은 것을 볼 수 있다. 이러한 topographic map을 통해 압착 공정이 지필 내의 물을 제거할 뿐만 아니라 이웃한 섬유들 사이의 결합을 촉진하는데 기여함을 추정할 수 있다.



(a) Before pressing



(b) After pressing

Figure.10. Effect of pressing on fibers of a sheets.

#### 5.4 수초지 과정에 따른 섬유 네트워크의 변화

수초지를 만드는 동안 종이는 탈수, couching, 1차 및 2차 압착, 건조 등의 과정을 거치게 된다. 이러한 consolidation 과정을 거치는 동안에 종이 내에 함유된 물들이 제거되면서 섬유들은 더욱 밀접하게 결합되어 섬유내 및 이웃한 섬유 사이에 수소결합이 일어나게 된다. 이러한 과정을 관찰하기 위해서는 초지 과정의 각 단계에 해당하는 시료를 취해 그 시료가 놓인 조건을 보존한 채 관찰이 가능하여야 하지만, 건조된 시편만을 관찰할 수 있는 광학현미경이나 SEM에서는 관찰이 불가능하였다. 그러나 ESEM과 CLSM이 등장하면서 수초지의 각 과정에서 일어나는 섬유 네트워크의 변화를 가시화시켜 직접 눈으로 관찰할 수 있게 되었다. Fig.11은 수초지의 각 단계에 해당하는 섬유 네트워크의 변화를 CLSM에 의해서 얻어진 화상을 보여주고 있다.

Fig.11의 (a)는 지필이 형성되기 직전에 물에 분산되어 있는 섬유들을 보여주고 있다. 섬유들 사이의 공간이 매우 넓어 섬유간 수소결합이 전혀 일어나지 않은 상태에서 단위 면적당 섬유의 수가 매우 적은 것을 볼 수 있다. 탈수된 직후 형성된 지필을 보여주는 Fig. 11의 (b)는 섬유간 간격이 매우 줄어들면서 일정한 층을 형성한 것을 볼 수 있지만, 탈수 단계에서도 섬유간 수소결합은 형성되지 않았음을 확인할 수 있다. Couching 후(Fig.11의 c)에는 섬유들 사이에 남아 있던 자유수들이 제거되면서 더욱 밀접한 접촉을 형성하고 있지만, 10×로 확대된 화상을 통하여 관찰하여 볼 때 여전히 섬유들 사이에 큰 공간이 남아 있어 섬유간 수소결합의 형성이 시작되었다고 보기는 어려울 것 같다. 그러나 pressing 단계(Fig.11의 d)를 거치면서 couching 단계에서까지 관찰되었던 섬유들 사이의 공간들이 크게 감소하였고, 섬유들 사이의 수소결합이 형성되기 시작하였음을 알 수 있다. 지필 내에 존재하는 섬유들의 분포가 가장 많이 변화하는 단계가 바로 pressing 단계임을 짐작할 수 있다. 최종적으로 건조 단계(Fig.11의 e)를 거친 지필은



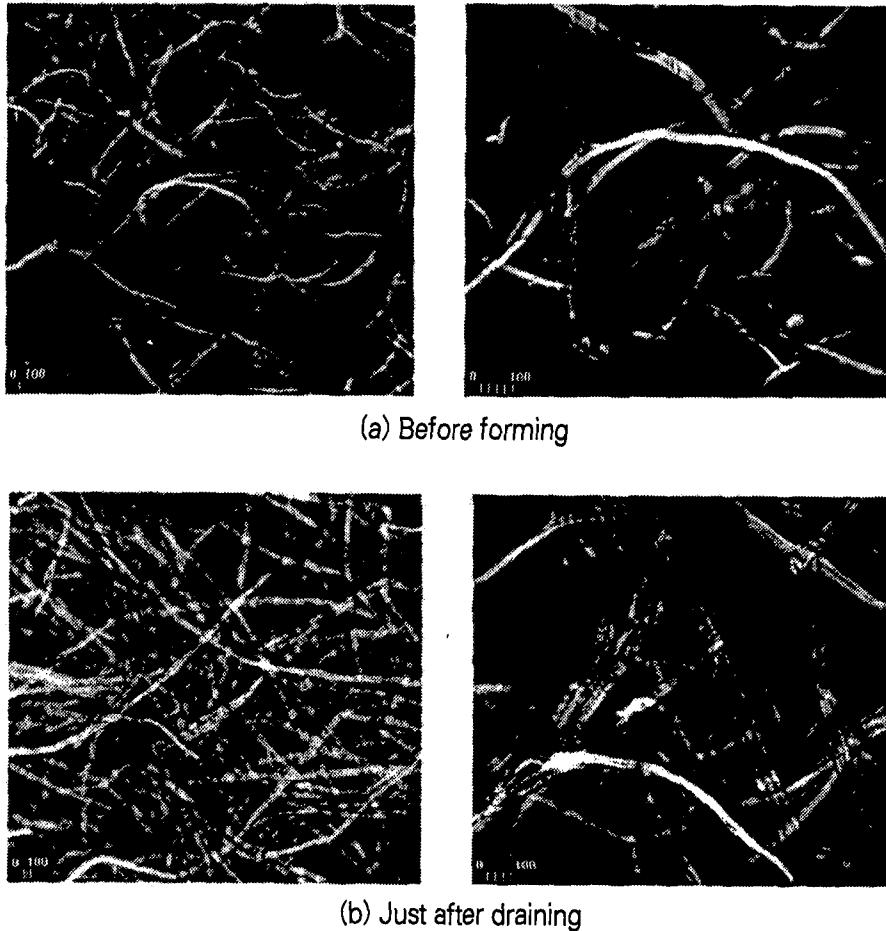


Figure.11. Continuing on the next page.

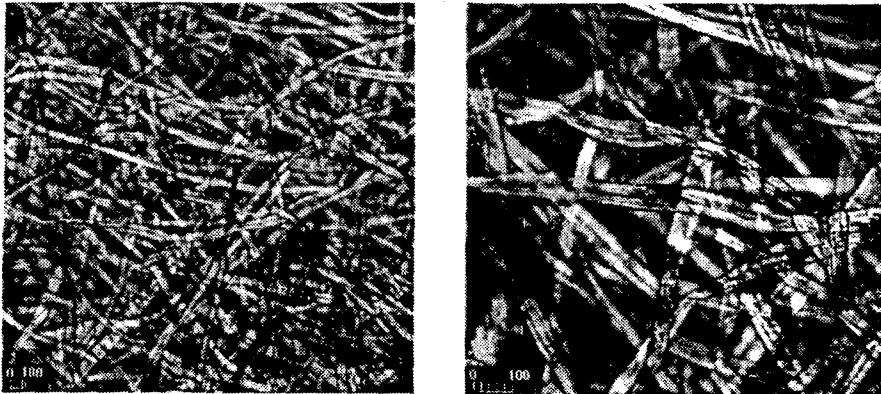
pressing 단계에서 보다 섬유들의 조밀화가 더욱 커지면서 실질적인 종이의 강도를 결정하는 섬유간 결합이 형성되었음을 알 수 있다.

이와 같이 CLSM은 시편이 놓인 환경 그대로를 보존한 채 지필의 형성 과정과 미세 섬유나 충전제들이 섬유에 정착되어 가는 과정, 섬유간 결합이 일어나는 기작 등을 관찰할 수 있는 가장 이상적인 도구로 사용될 수 있을 것으로 사료된다.

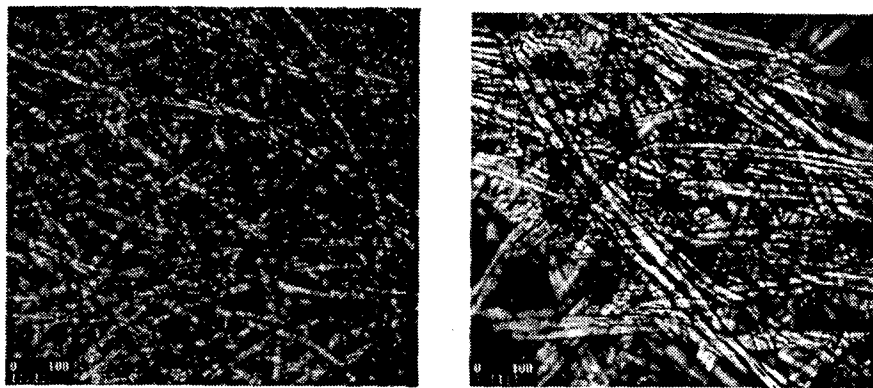
## 6. 결론

80년대말부터 새로이 등장한 CLSM이 각 분야

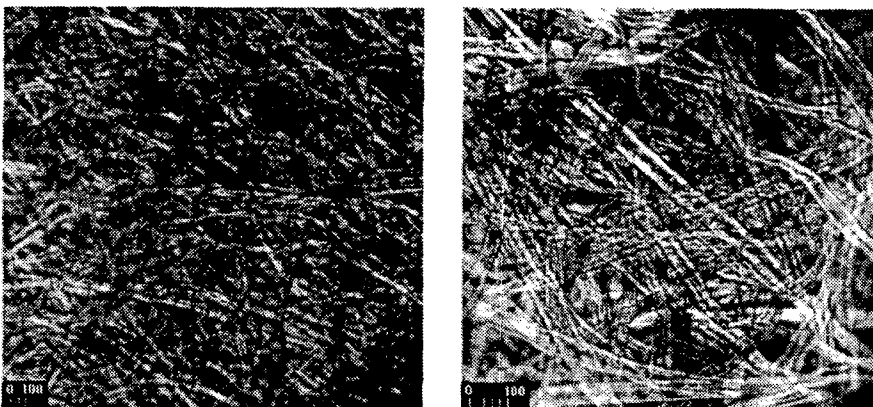
에 적용되면서 펄프·제지 분야로의 응용도 꾸준히 진행되어 오고 있다. 본 연구에서는 CLSM만이 가진 optical section의 원리를 적용하여 physical section 없이도 고해 또는 리파이닝 동안 섬유에 일어나는 내부 피브릴화에 의한 섬유벽의 팽윤을 직접 관찰할 수 있었다. 특히 화상 분석법을 이용하여 내부 피브릴화의 정도를 정량화하였고, 이를 통해 내부 피브릴화가 섬유 및 종이의 물성 변화에 밀접한 관련이 있음이 밝혀졌다. 특히 내부 피브릴화만으로 섬유간 수소 결합을 크게 향상되었기 때문에 미세섬유나 단섬유의 발생을 줄이는 대신 내부 피브릴화를 주로 유도하는 리파이너 개발이 필요하



(c) Just after couching



(d) Just after pressing



(e) Just after drying

Figure.11. Images of handsheet processes(the left image : 4X, the right image : 10X).

다. Optical section의 원리를 적용하여 지필의 횡단면 구조를 관찰할 수 있었는데, 지필의 표면에 분포된 섬유는 압착 및 탈수된다 할지라도 내부에 분포되어 있는 섬유는 여전히 팽윤된 상태에 놓여 있었고, 이는 physical section에 의해 얻어진 지필의 횡단면 화상에서도 비슷한 현상이 관찰되었다. 또한 외부적 압력에 의해 변화되는 종이 표면의 섬유 두께의 변화를 3차원 topographic map에 의해 관찰되어 non-contact 종이 평활도 측정의 가능성을 보여 주었다. 또한 수초지 과정 동안에 일어나는 섬유 네트워크 변화를 CLSM을 이용하여 관찰하여 지필의 형성 단계에 따라서 변화하는 섬유의 수축, 조밀화의 과정, 섬유간 결합 등을 가시화시킬 수 있었다.

위에서 보여준 결과 외에도 CLSM을 이용하면 섬유 내 미세 섬유, 충전제 및 각종 첨가제의 분포 등을 관찰할 수 있어 펄프·제지 분야에서 다양하게 이용될 수 있기 때문에 초지 공정 동안에 받는 외부적 처리에 의하여 섬유 및 종이의 성질들이 어떻게 변화되는지를 분석할 수 있는 효율적인 연구 장비로서의 역할을 할 수 있을 것으로 사료된다.

## 참고 문헌

1. Campbell, W. B., The cellulose-water relationship in papermaking, Paper Trade J. 125(19) : 84(1947).
2. Hartman, Richard R., Mechanical Treatment of Pulp Fibers for Paper Property Development, Papermaking Raw Materials held at Oxford, Sept. 1985, Vol. 1 : 413~442.
3. Jang, H. F., Robertson, A. G. and Seth, R. S., Optical sectioning of pulp fibers with Confocal Scanning Laser Microscopy, Tappi 1991 International Paper Physics Conference: 277~279(1991).
4. Kim, Chul-Hwan and Lee, J-H, The principal theory and application of confocal microscopy, 1998 NICEM Workshop held at NICEM in Feb. 25(1998).
5. Moran, A., The investigation of wet fiber structures using an ESEM, M. Sc. thesis, Dept. of Paper Science, UMIST (1992).
6. Moss, P. A., Kropholler, H. W. and Sheffield, E., LTSEM - great potential for pulp evaluation, Paper Technology 30(9) : IX12~IX14(1989).
7. Page, D. H. and De Grace, J. H., The delamination of fiber walls by beating and refining, Tappi 50(10) : 489~495(1967).
8. Page, D. H., A Theory for the Tensile Strength of Paper, Tappi Vol.52(4) : 674~681(1969).
9. Scallan, A. M., The structure of the cell wall of wood - A consequence of anisotropic inter-microfibrillar bonding?, Wood Science 6(3) : 266~271(1974).
10. T. Wilson, Confocal Microscopy, Academy Press(1990).
11. Brian Matsumoto, Cell biological applications of confocal microscopy, Academic Press(1993).
12. Tasman, J. E., Pulp and Paper Testing, Pulp and Paper Manufacture Vol.9, Mill Control and Control Systems, TAPPI Press: 1-47(1992).
13. MacGregor, M. A., Wet Pressing Research in 1989, An Historical Perspective, Analysis and Commentary, Fundamentals of Papermaking, Transactions of the ninth fundamental research symposium held at Cambridge, Sept. 1989 :511~586(1989).