

Scanning Probe Microscopy를 이용한 고해 효과 연구

김철환^{*1} · Keith Roy Wadhams^{*2} · 안경구^{*1}

Study of Refining Effects on Pulp Fibre by Scanning Probe Microscopy(SPM)

Chul-Hwan Kim,^{*1} Keith R. Wadhams,^{*2} and Kyung-Ku Ahn^{*1}

ABSTRACT

The SPM could image the most detailed microstructure of a sample in a wet and dry state by measuring the interaction between the atoms on the sample surface and the extremely sharp probe tip. The refined fibre exhibited large wrinkles formed by fibrillar bundles, the disintegrated fibres extensively showed "scale-like features". By using the Non-Contact Atomic Force Microscopy (NC-AFM) and Contact Atomic Force Microscopy (C-AFM) including Phase Detection Microscopy (PDM) and Force Modulation Microscopy (FMM), it was possible to investigate surface topography, surface roughness and mechanical property (hardness or visco-elasticity) of fibre surface in detail. The PDM and FMM images showed that the disintegrated only fibre displayed uniform mechanical properties, whereas the refined one did not. The surface roughness of pulp fibres was higher in refined fibres than in disintegrated fibres due to the presence of external fibrils. These SPM images would be used to provide visual evidence of morphological change of a single fibre created during mechanical treatments such as refining, drying, calendering and so on.

1. 서 언

주사탐침현미경(SPM)은 1981년 Gerd Binnig와 Heinrich Rohrer에 의하여 발명된 원자 수준의 해상도에서 표면 구조에 대한 매우 상세한 정보를 얻을 수 있는 최신의 현미경으로서, 현재 재료 공학, 반도체, 고분자, 전자공학, 생물학 등 여러 분야에서 광범위하게 사용되어 오고 있다. 이러한 SPM을 이용하면 SEM에서 관찰하기 어려운 시료 표면의 미세 구조 뿐만 아니라 시료가

가지고 있는 표면 특성, 즉 표면 hardness, 점탄성 등 표면의 기계적 성질들을 화상으로 나타낼 수 있고, 표면의 거칠기를 비접촉식 방법을 통해 측정할 수 있다.^{1,2)} 현재 SPM을 생산하고 있는 곳은 Park Science Instruments (PSI), Digital Instruments (DI), Topo-metrix 등인데, 주로 PSI와 DI에서 생산되는 SPM이 세계적으로 널리 사용되고 있다.

SPM의 기본 원리는 Scanning Tunneling Microscopy의 원리에서부터 이해되어야 하는데, STM의 probe tip이 시료 표면에 약 10Å 정도

*1 서울대학교 농생대 농업과학공동기센터 연구원 (NICEM, College of Agriculture & Life Science, Seoul National Univ., Suwon 441-744, Korea).

*2 Associate professor at UMIST, UK.

로 가까이 접근했을 때 시료 표면의 원자들과 tip 사이에서 tunnel이 형성되고, 이 때 발생하는 tunneling current가 tip과 시편 사이의 간격에 따라 변화하면서 signal을 발생시킨다. 이러한 signal이 표면의 미세 구조를 영상화하는데 이용된다. 그러나 STM은 전도성 시편에만 이용되어 한계가 있기 때문에 절연성 시편에 대한 화상을 얻을 수 없었다. 이를 개선하기 위해 개발되어진 것이 Atomic Force Microscopy(AFM)인데, AFM은 cantilever tip과 시편 사이에 일정한 힘이 가해지면 시편의 표면 특성에 따라 cantilever의 휨 정도가 달라지게 된다. 이 때 tip이 시편 위를 scanning하면서 cantilever의 휨 정도를 AFM의 detector로 감지하여 표면의 topography로 재현해 내는 것이 곧 SPM 화상이 된다. 따라서 STM과는 달리 AFM은 절연체, 반도체 및 전기 전도체를 연구하는데 필수적인 장비가 되었다. 이러한 SPM은 기존의 광학 및 전자 현미경에서 관찰할 수 없었던 분자 및 원자(0.1~0.5 nm) 세계까지 관찰할 수 있으며, 그 배율은 수천만 배까지 확장이 가능하다.

AFM cantilever의 휨 정도를 규정하는 가장 대표적인 힘은 원자 상호간의 힘, 즉 van der Waals force이다. Van der Waals force는 cantilever tip과 시편 사이의 거리에 따라 변하고, 그 거리는 Fig. 1에서 보는 바와 같이 contact regime과 non-contact regime으로 나눌 수 있다. Contact regime에서는 cantilever가 시편의 표면으로부터 수 Å 이하의 거리에서 고정(soft contact)되어 있어 tip과 시편 사이에 반발력이 작용하고, non-contact regime에서는 tip이 시편의 표면으로부터 수십 또는 수백 Å까지 거리를 두고 있어 tip과 시편 사이에 인력이 작용하게 된다. Contact AFM과 non-contact AFM은 PSI에서 생산되는 AFM에서 기본적으로 채택되는 원리이다. 그러나 contact AFM은 대부분의 시편에 사용될 수 있지만 cantilever의 tip에 의한 시료의 손상이 우려되는 시편에는 상당한 주의가 요하는 방법이다. 특히 유체에 둘러싸여 있는 시편의 표면을 관찰하기 위해서는 PSI의 non-contact AFM이나 DI사의 tapping mode를 이용한 SPM을 이용한다면 시편의 특성을 그대로 보존한 채 관찰할 수 있다. Contact mode와 non-contact mode의 장점을 취합하여 DI사에서 개발한 것이 tapping mode SPM이

다. DI사의 tapping mode는 tip에 주어지는 일정한 진동(20-100nm)을 통해 tip이 시료 표면을 가볍게 두드릴 때, 시료 표면의 높이변화에 따라 tip에 주어지는 진동·진폭이 변하게 된다. 이 변화는 photodiode의 검출기가 감지하여 각 지점에서의 수직방향의 위치를 저장하여 3차원 영상으로 재현해 내는 원리를 이용한다. 따라서 tapping mode는 시료를 손상시키지 않으면서 표면의 굴곡이 심한 시료나 tip의 움직임에 의해 손상되기 쉬운 시료 등에서 고해상도의 표면 화상을 얻을 때 이용된다. Tapping mode를 이용하면 non-contact mode와 같이 시료에 대한 손상을 제거하면서 contact mode에서 얻을 수 있는 화상과 같은 수직 해상도가 매우 개선된 SPM 영상을 얻을 수 있다.^{2,3)} 뿐만 아니라 건조된 시료나 액상에 침적되어 있는 시료의 관찰도 가능하다.

현재 대부분의 제지공정이 물에서 이루어진다는 사실을 고려할 때 건조된 펄프 섬유에 대한 관찰은 매 공정마다 변화되는 섬유의 성질을 이해하는데 충분한 정보를 제공하지 못한다. 이러한 문제를 해결하기 위해 도입된 현미경들이 CLSM, ESEM, LTSEM 등이 있지만, 이들 또한 섬유의 미세 구조를 이해하는데 있어 AFM만큼 높은 배율을 제공하지 못한다.^{5,6)} 그러나 SPM을 이용한다면 fibril의 배향성, 리파이닝에 의한 섬유 구조의 변화, 표면 거칠기의 정량화 및 섬유 표면의 강성 및 점탄성 차이 등을 밝혀낼 수 있을 것이다.

현재까지 펄프·제지 분야에서 SPM을 이용한

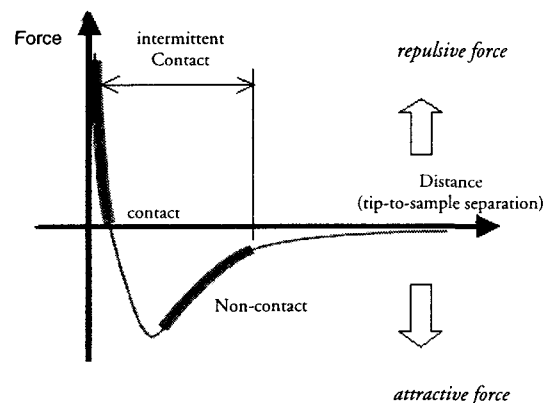


Fig. 1. Interatomic force vs. distance curve (PSI, 1996).

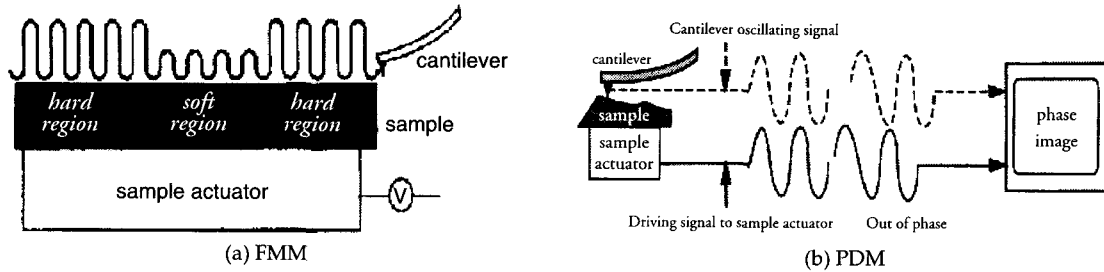


Fig. 2. The principle of (a) FMM and (b) PDM.

사례가 거의 없어 금번의 연구가 SPM에 대한 이해를 돕고, 펄프·제지 분야에서 SPM이 널리 사용할 수 있도록 하는데 매우 중요한 기여를 할 수 있을 것으로 사료된다.

2. 재료 및 방법

2.1 고해

캐나다 Howesound 펄프제지회사에서 제조된 침엽수 표백 크라프트 펄프를 공시 시료로 사용하였고, 이 펄프는 TAPPI standard method (T 248)에 의하여 Valley beater에서 해리된 후 각각 20°SR까지 고해되었다.

2.2 Phase detection microscope (PDM) and force modulation microscope (FMM)

본 실험을 위해 사용된 SPM은 한국 PSIA사 소유의 AutoProbe M5와 DI사의 Nanoscope Multimode SPM를 이용하였다. 이들 SPM중 일부는 올해 중으로 농업과학공동기기센터에 설치될 예정이다. SPM에서는 시편 표면의 기계적 성질, 즉 강성, 탄성, 접착 및 마찰 등과 같은 표면 특성의 변화를 관찰할 수 있다. Fig. 2의 (a)에서 보는 바와 같이 FMM mode는 AFM tip이 시편의 표면과 접촉하여 scanning하는데, 이때 cantilever는 일정한 힘으로 scanning하면서 시편의 탄성 차이에 따라 cantilever에 전해지는 신호의 진폭이 달라지게 되고, 이러한 진폭의 변화를 통해 FMM 화상을 형성한다. Fig. 2의 (b)에서 보는 바와 같이 PDM mode에서는

시편이나 cantilever에 전달되는 일정한 주기의 신호와 cantilever oscillation signal 사이의 phase lag의 변화를 감지하여 PDM 화상을 형성하고, 이러한 phase lag 변화는 시료 표면의 점도차이를 반영한다.

2.3 Image acquisition

물에 분산된 펄프 시편을 수초지기 와이어 위에서 과량의 물을 제거한 후 SPM의 sample actuator 상에 올려놓는다(Fig. 3). SPM의 운용 프로그램을 이용해 contact 혹은 non-contact SPM을 지정해 준 후 cantilever tip을 시편의 표면 가까이 움직인 후 CCD 카메라를 통해 모니터로 전송된 화상을 이용해 원하는 지점을 찾는다. 프로그램을 이용해 scan rate, scan size, number of data points per image 및 scanning 방향 등을 입력한 후 scanning을 시작한다. 컴퓨터 상에 원하는 화상이 얻어지면 결과 화상을 컴퓨터 하드디스크에 저장한 후 3-D

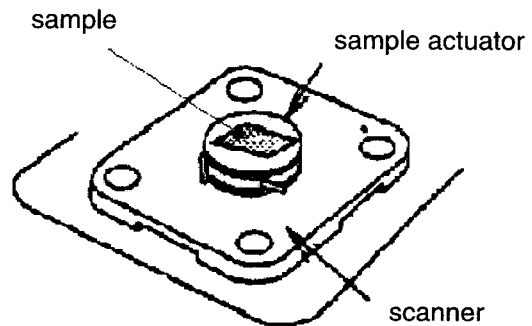


Fig. 3. Sample actuator and scanner of AutoProbe M5.

화상이나 표면 roughness의 값 등을 얻기 위한 메뉴를 실행시켜 원하는 결과를 얻는다.

3. 결과 및 고찰

3.1 Non-contact 3-D image

물에 팽윤 되어 있는 섬유의 표면 구조를 관찰하기 위해서 시편의 표면 손상을 적게 하는 non-contact mode를 이용하였다. Fig. 4는 섬유의 표면 구조를 3차원 화상으로 나타낸 그림이다.

Fig. 4의 (a)와 (b)는 $5 \times 5 \mu\text{m}$ 의 scanning size에서 얻어진 물에 팽윤된 섬유와 건조된 섬유를 보여주고 있다. 섬유가 물에 팽윤 되어 있을 때는 섬유벽에 많은 주름(wrinkle)들이 형성되어 있지만, 건조와 함께 섬유벽으로부터 물이 제거되면서 대부분의 주름들이 사라지고, 주름과 주름 사이의 폭도 커지면서 각 주름 사이의 깊이가 매우 커진 것을 볼 수 있다. Fig. 4의 (c)와 (d) 같이 이러한 그림들을 확대($25 \times 25 \mu\text{m}$)하여 보면 팽윤된 섬유는 섬유벽 전체에 걸쳐 잔주름 형태로 굴곡이 형성되어 있지만 그 요철의 정도는 심하지 않았다. 그러나 건조되면서 요철의 정도가 심해지

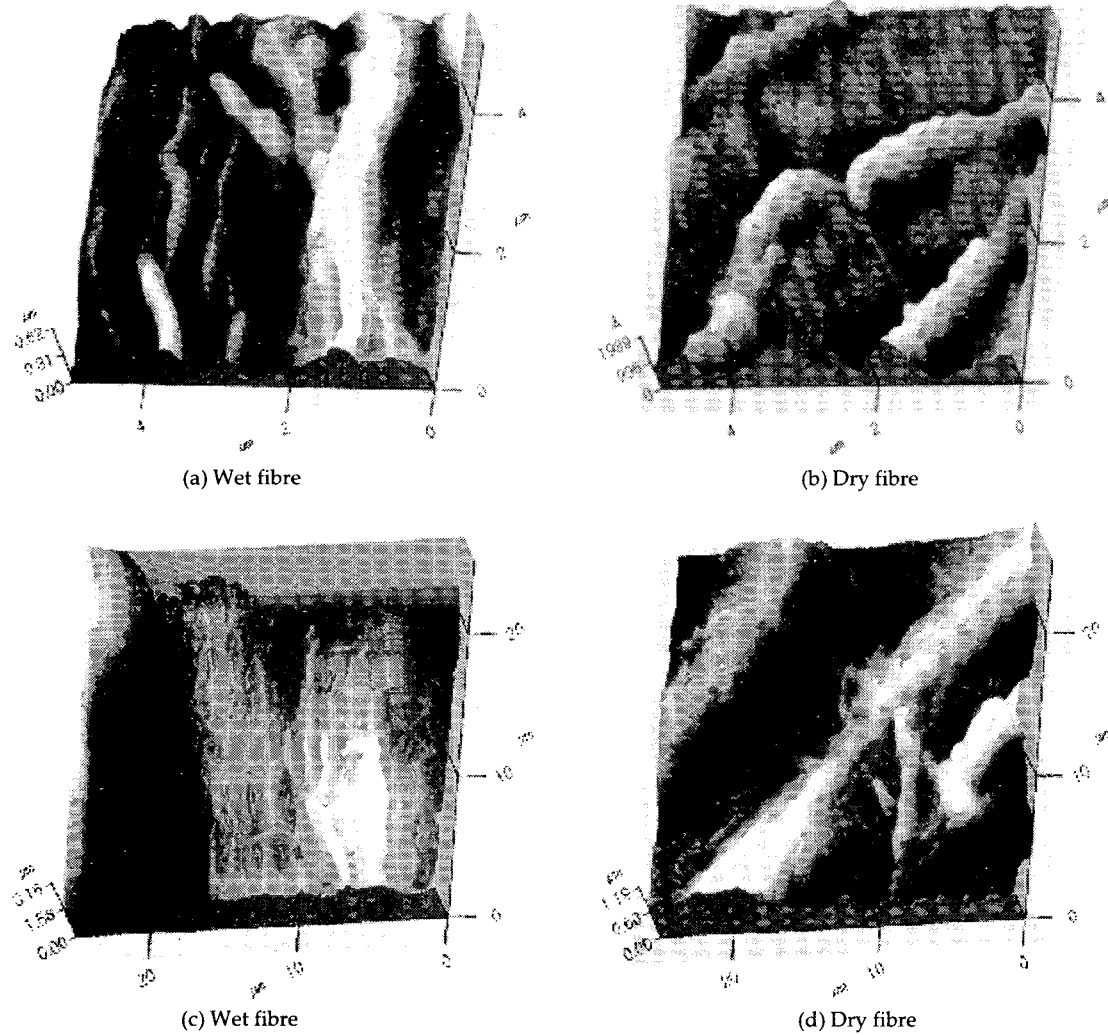


Fig. 4. SPM images of a disintegrated fibre in a hydrated state.

고, 큰 언덕들이 형성되어 있다. 고해 전 해리된 섬유 표면의 일차적 표면은 어느 정도 규칙적인 주름들로 구성되어 나무 껍질처럼 보이지만, 건조와 함께 주름들 사이의 폭과 깊이가 커지면서 다소 불규칙적인 형상으로 전환됨을 관찰할 수 있었다.

그러나 고해된 섬유의 경우 외부 피브릴화에 의해 S2 층이 드러나면서 그 표면 구조가 완전히 달라진 모습을 보이기 시작하였다. 즉, 고해 동안에 미세 피브릴들이 S2층으로부터 벗겨지기 시작하면서 섬유 표면의 구조를 불규칙적으로 변화시켰다. Fig. 5의 (a)에서 보는 바와 같이 팽윤된 섬유의 S2층에서 고해 동안의 외부 피브릴화에 의해 형성된 듯한 미세 피브릴들로 구성된 많은 주름들이 관찰되기 시작하였고, 건조(b)와 함께 미세 피브릴들이 함유한 물들이 제거되면서 S2층의 표면에 미세 피브릴들이 섬유내 수소 결합을 형성하여 불규칙적인 주름들이 사라진 것을 볼 수 있다. 이러한 화상들을 낮은 배율($25 \times 25 \mu\text{m}$)에서 관찰할 때 팽윤된 섬유(c)에서는 해리된 섬유를 통해 관찰할 수 있었던 나무 껍질과 같은 구조가 사라지고, 고해 동안에 드러난 S2층의 미세 피브릴들에 의해 파도 모양의 불규칙적인 주름들이 만들어 졌음을 알 수 있다. 그러나 건조된 섬유(d)의 경우는 물을 함유하고 있는 섬유 표면의 피브릴 구조가 물이 제거되면서 표면의 요철이 상당히 사라지기는 하였지만, 대신에 해리된 섬유에서는 발견되지 않는 마크로 피브릴들에 의해 형성된 표면 굴곡들을 관찰할 수 있었다.

물에 팽윤된 섬유(Fig. 5의 (c))에서 본 바와 같이 고해에 의해 형성된 미세 피브릴들은 위로 솟아 있는 듯한 형상을 하고 있어, 이들 피브릴들이 물이 제거되는 동안 형성되는 섬유들 사이의 표면 장력에 의해 이웃한 섬유들을 강하게 당겨 섬유간 수소 결합을 형성하는데 크게 기여할 것으로 쉽게 짐작할 수 있다. 그러나 단순히 해리된 섬유의 경우 고해된 섬유에서 관찰된 fuzz 구조가 발견되지 않아 건조 동안에 섬유간 수소결합이 고해된 섬유에서만 쉽게 일어나지 못할 것으로 추정된다.

Table 1은 $5 \times 5 \mu\text{m}$ 의 화상을 이용하여 non-contact mode에서 측정된 섬유 표면의 거칠기 값을 나타낸 것이다. 건조된 섬유의 표면 거칠기 값이 건조되기 전보다 훨씬 작아진 것을 알 수 있다. 이는 건조 동안에 섬유 표면의 미세 피브릴들에 의해 흡수된 물들이 제거되면서 피브릴간 굴

Table 1. Roughness (\AA) of a fibre surface

	Roughness (\AA)	
	Disintegrated fibre	Refined fibre(20°SR)
Wet fibre	584	626
Dry fibre	199	494

곡이 사라진 것에 그 원인을 찾을 수 있을 것이다. 그러나 건조된 섬유들간 거칠기의 차이는 화상으로부터 예측된 것과는 반대의 결과가 나타났다. 해리된 섬유와 건조된 섬유의 화상들을 비교해 볼 때면 해리된 섬유의 표면이 고해된 섬유의 표면보다 요철이 더욱 심할 것으로 예상되었지만, 측정된 거칠기 값은 오히려 반대의 결과를 보여주었다. 이것은 팽윤된 상태에서 관찰된 표면의 거친 정도가 건조된 후에도 그대로 유지된다는 것을 의미하며, 고해 동안에 형성된 미세 피브릴들이 섬유의 표면에 고착되어 섬유 표면의 굴곡 형성에 기여한데서 그 원인을 찾을 수 있을 것이다. 고해에 의해 표면이 더 거칠어진다는 것은 강한 친수성을 지닌 셀룰로오스 섬유의 미세 주름들이 많이 형성되어 이웃한 섬유와 접촉을 통해 수소결합을 할 수 있는 가능성을 크게 증가시킨다는 것을 의미하기 때문에 결과적으로 종이 강도에 향상에 크게 기여할 것이다.⁷⁾

3.2 PDM과 FMM 화상

PDM 및 FMM 화상은 섬유 표면의 기계적 성질들의 차이를 보여준다. Fig. 6은 해리된 섬유의 표면을 영상화한 2차원의 화상과 PDM 및 FMM mode로 얻어진 화상들을 나타낸다. 이들 화상들은 섬유를 건조시킨 후 SPM의 contact mode에서 얻어진 화상들이기 때문에 non-contact mode에서 얻어진 화상들(Figs. 4-5)보다 훨씬 더 상세한 표면 구조에 대한 정보를 보여 주었다. Fig. 6의 (a)는 섬유의 표면을 xy 평면 화상($5 \times 5 \mu\text{m}$)으로 나타낸 것으로 미세 피브릴의 배향성을 관찰할 수 있고, (b)는 일반 topographic image에서 보여지는 높고 낮음의 정도를 표시해주는 신호들을 일정 수준까지 감소시켜 재구성한 화상으로 광학 현미경이나 SEM에서 얻어진 것과 비슷한 화상을 관찰할 수 있었다. 이러한 error

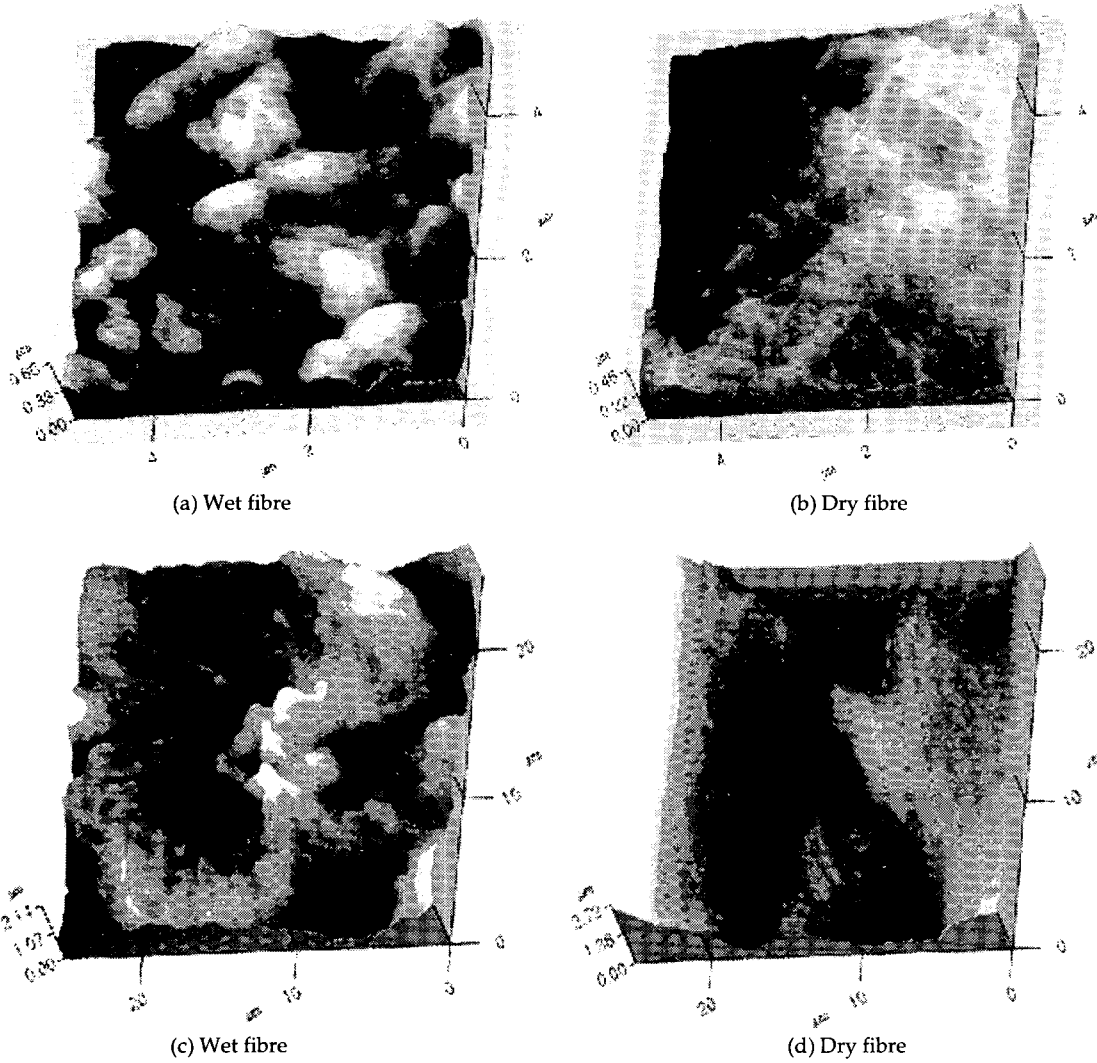


Fig. 5. SPM images of a refined fibre (20° SR).

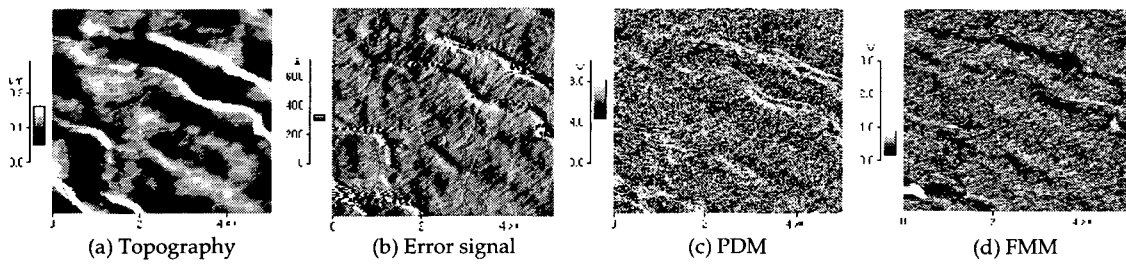


Fig. 6. SPM images of a disintegrated fibre.

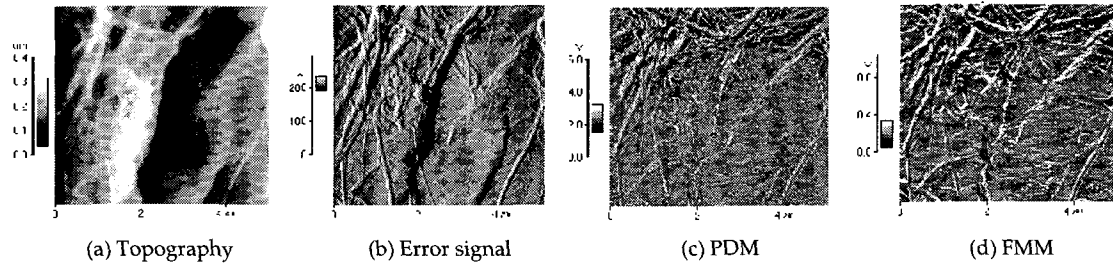


Fig. 7. SPM images of a refined fibre (20° SR).

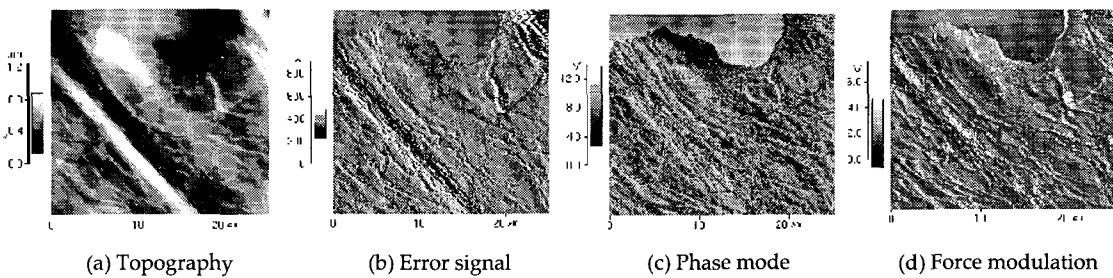


Fig. 8. Magnified SPM image of a disintegrated fibre.

signal image는 (a)에서 관찰되는 미세 피브릴의 배향성이 상당히 사라지지만, 표면의 구조를 쉽게 관찰할 수 있도록 해준다. PDM (c) 및 FMM (d) image는 해리된 섬유 표면이 모두 비슷한 계통의 색을 띠고 있기 때문에 섬유 표면의 강성이나 점탄성 혹은 점도 등이 크게 다르지 않음을 보여주고 있다. 이는 고해 전의 섬유벽이 기계적 처리를 전혀 받지 않아 그물 모양의 일차벽이 그대로 잔존해 있기 때문에 표면의 강성이나 점탄성 등에서 큰 차이를 보이지 않는 것에서 연유한 것으로 사료된다.

그러나 고해된 섬유의 경우 일차벽과 이차벽 중의 S1층의 일부 또는 전부가 제거되면서 드러나기 시작하는 S2층과 피브릴들로 인해 해리된 섬유와는 다른 구조를 보이기 시작한다. Topography image (a)에서는 외부 피브릴화에 의해 피브릴들이 불규칙하게 배열되어 있고, 부분적으로 드러난 이차벽의 S2층에서 피브릴들이 일정한 방향으로 배향되어 있었다. 이러한 topography image의 외형적 구조는 error signal image (b)를 통해 좀더 자세하게 관찰할 수 있는데, 섬유 표면이 S1층과 S2층으로부터 벗겨진 피브릴들에 의해 S2층 위에 놓여져 있다. PDM image (c)나 FMM image(d)에서도 표면의 기계적 성질들이 크게 다

르지 않음을 보여 준다. 그러나 부분적으로 FMM image에서는 미세 피브릴들이 밝은 노란 색 계통을 띠고 있어 S2층에 비해 강성이 작음을 짐작할 수 있게 한다. Figs. 6-7은 $5 \times 5 \mu\text{m}$ 의 scanning size에서 얻어진 화상이기 때문에 미세 구조를 파악하는데 도움을 줄 수는 있으나 전체적인 섬유 표면의 성질을 추정하기는 어려울 것이다. 따라서 대 영역($25 \times 25 \mu\text{m}$)에서 얻어진 화상을 통해 고해 전후의 섬유 표면에서 나타나는 기계적 성질의 변화를 살펴보는 것이 보다 바람직한 접근 방법이 될 수 있을 것이다.

Fig. 8은 해리된 섬유의 표면을 보여 주고 있는데, 섬유 표면이 나무 껍질과 같은 모양을 하고 있고, 규칙적으로 배열된 주름들이 topography image (a)에서 관찰되었다. Error signal image (b)는 섬유 표면의 윤곽을 더욱 명확히 보여 주고 있다. 그러나 Fig. 6에서 관찰되었던 바와 같이 해리된 섬유 표면에서는 고해와 같은 기계적 처리를 전혀 받지 않은 상태이므로 일차벽 표면의 기계적 성질에는 큰 차이를 보이지 않았다.

그러나 고해를 통해 내·외부 피브릴화에 의해 섬유의 형태적 및 구조적 특성이 변화되면서 섬유 2차벽과 외부 피브릴화에 의해 벗겨진 피브릴들 사이의 점탄성 혹은 강성에 있어서 차이를 보이기

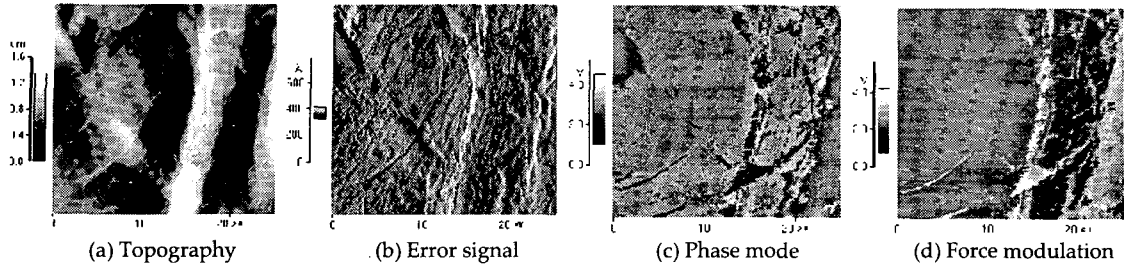


Fig. 9. Magnified SPM images of a refined fibre (20° SR).

시작하였다. (Fig. 9) 전반적으로 일반 topography image에서는 감지하기 어려운 섬유 표면의 기계적 성질의 변화가 PDM과 FMM에서 명확하게 드러나는데, 피브릴들과 이차벽 사이의 점성에는 큰 차이를 보이지 않았지만, 강성(hardness)의 경우에는 이차벽으로부터 벗겨진 web 상태의 피브릴들이 이차벽 자체에 비해 더 약한 구조를 가지고 있음을 보여 주었다.

3.3 Tapping mode 화상

Fig. 10은 물에 팽윤되어 있는 섬유 표면의 구조를 보여주는 SPM image이다. 사용된 시료는 침엽수 표백 크라프트 펄프 섬유로서, 섬유 표면의 개개 미세 피브릴들과 그것들의 배향성이 지금까지의 현미경에서 볼 수 없었던 미세구조를 보여 주었다. 이러한 화상과 화상 분석 프로그램을 이용하면 고해나 건조 동안에 일어나는 섬유 피브릴의 배향성 변화와 종이 성질과의 상관 관계를 밝힐 수 있을 것이다. Fig. 11은 고해 전후의 섬유 표면의 변화를 보여주는 SPM 화상으로서, 고해 전에는 앞서 관찰한 바와 같이 나무 껍질과 같은 형상의 일차벽 구조가 관찰되고, 고해 후에는 일차벽과 이차벽 중의 S1층이 제거되면서 나타나는 S2층과 S2층으로부터 벗겨져 나온 미세 피브릴들이 관찰되었다.

만약 광학 현미경은 물론이고 전자현미경을 이용 할지라도 위에서 관찰된 것과 같은 물에 팽윤된 섬유로부터 미세 피브릴의 영상을 얻기가 매우 어려울 것이다. 물론 Moss⁶⁾에 의해 이용된 LTSEM이 개량된 SEM 중에서 물에 팽윤된 미세 피브릴들을 가장 잘 보여준다고 할 수 있겠지만, 시편 처리 동안에 일어날 수 있는 변형이 우려될 뿐만 아니라 화상을 얻기 전까지의 전처리 과정이 매우

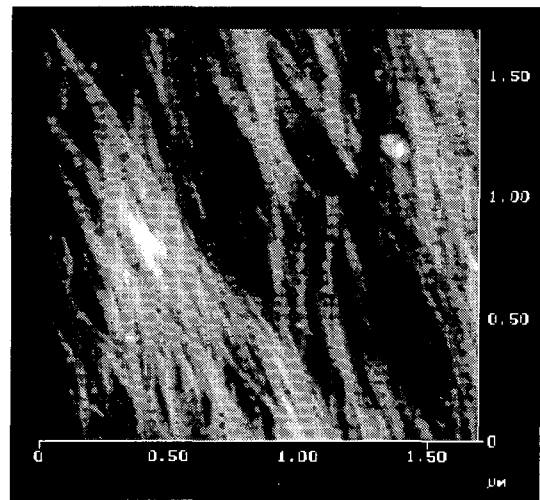


Fig. 10. SPM image showing alignment of microfibrils on the fibre surface in a hydrated state.

길다는 단점을 내포하고 있다. 이에 비해서 SPM은 시편에 대한 전처리 없이 물에 팽윤된 상태에서 미세 피브릴의 배열을 관찰할 수 있을 뿐만 아니라 관찰 동안에 일어날 수 있는 시편에 대한 변형이 극히 드물기 때문에 전자현미경 보다 훨씬 높은 배율에서 시편의 초미세 구조를 천연 상태 그대로 관찰할 수 있는 최적의 현미경이라 할 수 있다. 현재까지 위에서 관찰된 것과 같은 물에 팽윤되어 있는 펄프 섬유의 표면에서 미세 피브릴의 구조 및 배열을 SPM만큼 명확하게 보여준 현미경은 없었다. 따라서 SPM을 이용하면 건조 동안에 일어날 수 있는 미세 피브릴들의 거동을 고배율에서 관찰할 수 있을 뿐만 아니라 이웃한 섬유 사이에서 일어날 수 있는 섬유간 결합의 기작을 밝히는 데에도 효과적으로 이용될 수 있을 것으로 사료된다.

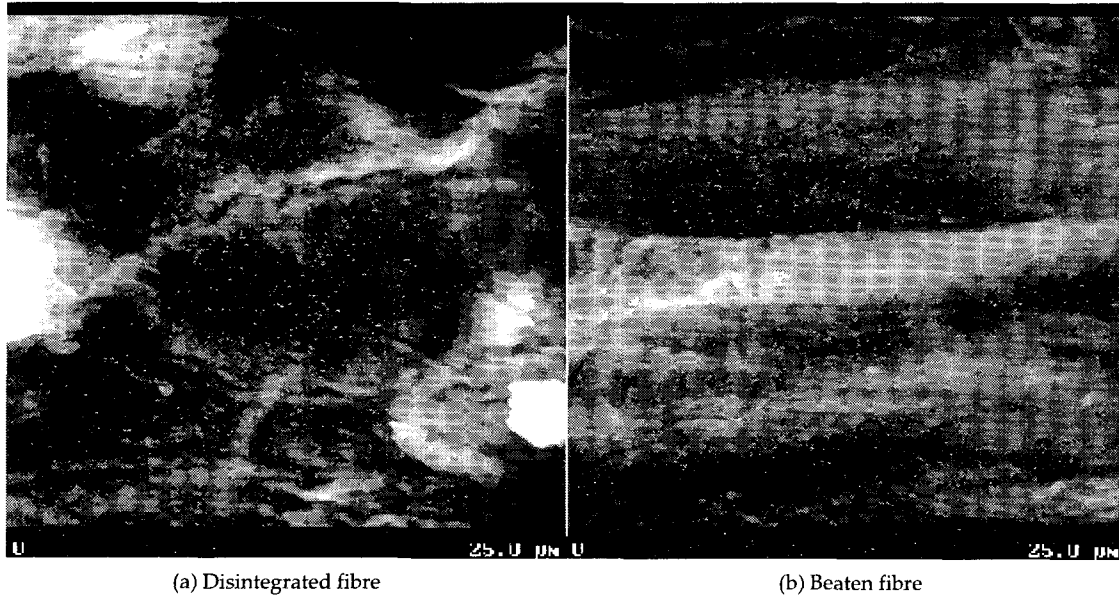


Fig. 11. SPM images of disintegrated and beaten fibre in a dehydrated state.

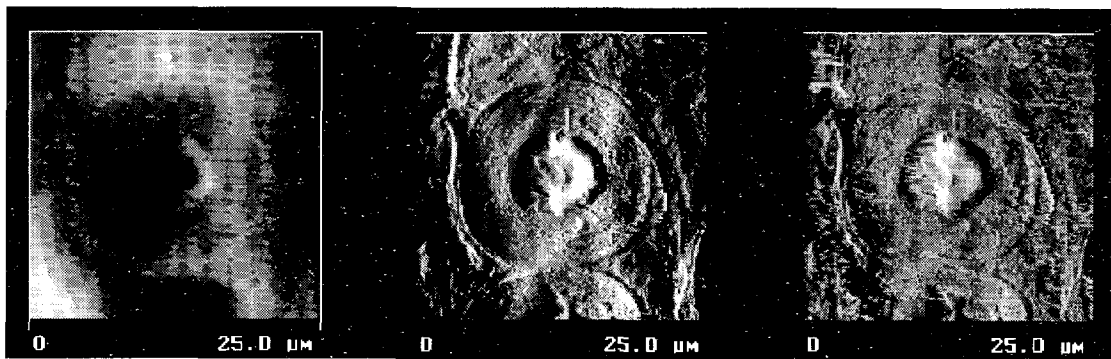


Fig. 12. SPM image showing a pit in a tracheid.

Fig. 12은 가도관 상에 존재하는 膜孔의 구조를 tapping mode에서 topography, PDM (centre) 및 FMM (right) 화상으로 나타낸 것이다. PDM과 FMM image는 膜孔緣 및 가도 관벽과 膜孔口 사이에 나타나는 기계적 성질의 차이를 명확하게 보여 주고 있다. 이는 막공 내부에 피브릴 외의 이물질들이 채워진 것에 기인한 것으로 사료된다.

위와 같이 Tapping mode에서도 contact나 non-contact mode에서와 마찬가지로 PDM 및 FMM 화상을 얻을 수 있었고, PDM이나 FMM 화상이 주는 정보는 큰 차이를 보이지 않았다. 그

러나 세포벽상의 미세 피브릴과 같은 초미세 구조를 연구하는데는 contact이나 non-contact mode에 비해 더 적절한 방식인 것으로 사료된다.

4. 결론

원자 및 분자 수준의 미세 구조를 관찰하는데 사용되는 SPM이 펄프·제지 분야에 응용되어 리파이닝과 같은 기계적 처리 전후에 변화되는 섬유 구조를 연구하는데 응용되었다. SPM은 섬유 표면의 구조를 3차원의 화상으로 관찰할 수 있을

뿐만 아니라 표면의 강성이나 점탄성, 점성과 같은 기계적 성질의 차이를 cantilever tip의 oscillation 차이를 이용하여 관찰할 수 있었다. 특히 cantilever tip의 scanning 동안에 기록되는 높낮이의 값을 이용하여 섬유 표면의 거칠기 값을 정량화 할 수 있었다. 해리된 섬유의 표면은 나무 겹질과 같은 구조를 나타내었고, 고해와 함께 내·외부 피브릴화에 의해 이차벽의 S2층이 밖으로 드러나면서 섬유 표면의 구조가 현저히 달라졌다. 이러한 형태학적 변화는 거칠기 값에도 반영되어 고해된 섬유가 해리된 섬유보다 더 거친 표면을 갖게 하였다. 기계적 성질에 대한 차이는 고해 전의 섬유의 경우 표면 성질에 있어 큰 차이를 보이지 않았지만, 고해 후에는 미세 피브릴과 이차벽 사이의 강성 및 점탄성 등에 차이를 보였다. SPM은 또한 물에 팽윤된 상태에 있는 펄프 섬유벽 상의 개개 미세 피브릴들의 배향을 매우 자세하게 보여 주어 섬유벽의 각 층에 배열하는 피브릴의 각을 측정할 수 있는 가능성을 보였을 뿐만 아니라, 건조전 후에 변화되는 피브릴의 배향성 연구에도 이용될 수 있을 것으로 추정되었다.

결론적으로 SPM은 기존의 광학현미경이나 전자현미경이 제공하지 못한 펄프 섬유의 초미세 구조를 연구하거나 섬유의 해부학적 특성, 재생 섬유의 각질화 기작, 섬유 및 종이 상에 분포하는 각종 첨가제의 분포 상태를 연구하는데 매우 효율적으로 사용될 수 있을 것으로 사료된다.

사 사

SPM 실험과 관련하여 기술적 자문과 협조를

아끼지 않으신 한국 PSIA사의 정창영 과장님께 감사를 표합니다.

인용문헌

1. Howland, R. and Benatar, Lisa, A practical guide to scanning probe microscope, Park Scientific Instruments (1997).
2. Parter, C. P., Maivald, P. G., Kjoller, K. K. and Heaton M. J., Tapping Mode Imaging, Applications and Technology (1997).
3. Babcock, K. L., Phase Imaging: Beyond Topography, Application Note, Digital Instruments (1998).
4. Heaton, M. G., Rodgers, M. R., Prater, C. B. and Maivald, P., Force Modulation Imaging, Application Note, Digital Instruments (1995).
5. Kim, C-H, Park, J-M, Wadhams, K. R and Kim, S-H, Proceedings of the 4th Pacific Regional Wood Anatomy Conference (1998).
6. Moss, P. A., Kropholler, H. W. and Sheffield, E., Paper Technology 30(9): IX12-IX14 (1989).
7. Nanko, H. and Oshawa, J., Fundamentals of Papermaking, Transactions of the 9th Fundamental Research Symposium, p.783 (1989).