

스테키히트 시험용 자동 발색 인지 시스템 개발을 위한 기초연구(I)

- Stöckigt 사이즈도 시험법에 영향을 주는 요인 분석 -

김재옥 · 김철환[†] · 박종열

(2003년 10월 10일 접수: 2004년 1월 19일 채택)

Automatic Color Recognition System for Stöckigt Sizing Test (I)

- Bias of Stöckigt sizing test based on observer's subjectiveness -

Jae-Ok Kim, Chul-Hwan Kim,[†] and Jong-Yawl Park

(Received on October 10, 2003: Accepted on January 19, 2004)

ABSTRACT

One of the most frequently used method for measurement of the degree of sizing (viz., hydrophobicity) is the Stöckigt test. However, the Stöckigt test was influenced by various factors such as dropping height, dropping amount, dropping speed and viewing angle. The resultant data of the sizing degree on the same specimen also varied according to different testers. Thus, the Stöckigt test should be modified to be regarded as a highly reliable and reproducible standard method. For modifying the Stöckigt test, it was required to quantify red coloration by reaction between 1% ferric chloride and 2% ammonium thiocyanate during Stöckigt testing. The cameras capturing the serial images during the red coloration process were the CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor)-type and CCD (Charge Coupled Device)-type cameras. For measurement based on KS M 7025, the CCD-type camera must be used due to its high resolution, and on the other hand, for measurement based on Tappi Useful Method 429, the CMOS-type camera may be used owing to its low resolution. It was needed to covert the RGB values of a droplet

• 본 논문은 과학재단 지역대학 우수과학자 지원연구(R05-2003-000-10256-0)에 의해 수행되었음.

• 경상대학교 임산공학과/농업생명과학연구원(Dept. of Forest Products/IALS, GNU, JinJu, 660-701, Korea)

† 주저자(Corresponding author): jameskim@gsnu.ac.kr

image into HSV(Hue, Saturation, and Value) values because the human eyes are much closer to HSV than RGB. Among HSV values, the Hue value was accepted as the most reliable index consistent with the red coloration process by excluding the surrounding conditions such as light, tester's movement etc.

Keywords : Stöckigt test, sizing, ferric chloride, ammonium thiocyanate, red coloration, CMOS, CCD, HSV

1. 서론

티슈나 위생지를 제외한 대부분의 종이 및 판지는 액체의 젖음 및 침투에 대한 저항성을 부여하기 위하여 사이징 처리를 행한다. 종이는 친수성기인 수산기(-OH)를 갖는 셀룰로오스가 주성분이기 때문에 내수성을 부여하기 위해서는 초지 공정의 습부 시스템에 로진계 산성 사이즈제나, Alkyl Ketene Dimer (AKD) 및 Alkenyl Succinic Anhydride (ASA)와 같은 중성사이즈제 등을 첨가하여 사이징을 행한다. 사이징된 종이의 사이즈도를 평가하기 위하여 사용되는 측정 방법으로는 Cobb 시험법, Hercules 시험법, Stöckigt 시험법, Carson curl 시험법, 접촉각 측정법, Drop 시험법 등이 있지만, 이 중에서 가장 널리 사용되고 있는 방법은 Stöckigt 시험법, Hercules 시험법 및 Cobb 시험법이다.

액체 흡수에 의한 Cobb 시험법은 100 cm²의 면적에 일정량의 액체를 붓고 30초-10분이 지난 후 종이 흡수한 액체의 양을 g/m²로 나타낸다. 그러나 Cobb 시험법은 일정 수준 이상의 사이징 처리가 된 종이에 대해서는 유의성 있는 차이를 확인하기 어렵다는 단점을 내포하고 있다.^{1,2)} 반면에 액체 침투에 의한 Stöckigt 시험법은 TAPPI Useful Method 429 및 KS M 7025에 규정되어 있는 바와 같이 ammonium thiocyanate 용액 위에 ferric chloride (II)를 떨어뜨리거나 칠한 종이 시편을 올려놓고, 두 액체가 종이의 두께 방향(z direction)으로 침투하여 만나는 시점에 일어나는 발색 현상에 의하여 사이즈도를 측정하는 방법이다.^{3,4)} 이 방법 역시도 발색 인지 시점을 인지하는데 있어서 측정자의 주관에 상당히 개입될 수 있는 개연성을 가지고 있고, 고도로 사이징된 종이에 대해서는 유의성

있는 사이즈도의 차이를 확인하기 어렵다고 알려져 있지만,⁵⁾ 측정 방법의 간편함과 사이징 처리별 유의성 있는 차이가 분명하게 드러나기 때문에 국내에서는 여전히 많이 사용되고 있는 방법이다.

현재 사이즈도를 자동으로 측정하는 시스템으로 Hercules 측정법이 가장 널리 사용되고 있지만 기기 구입비용이나 유지에 있어서 문제점을 안고 있다. 국내에서는 김 등의 연구를 통하여 접촉각 측정법을 응용하여 사이즈도를 자동으로 쉽게 측정할 수 있는 시스템을 개발하였고,^{6,7)} 또한 KS M 7057에 나타나 있는 발수도 측정법을 자동으로 측정할 수 있는 시스템을 개발하여 사이즈도 측정에 응용하고 있다.⁸⁾

본 연구에서는 종이의 내수 특성을 평가하기 위한 Stöckigt 사이즈도의 측정에 있어서 측정 방법의 모호성과 측정자의 주관에 의한 측정 결과의 오류를 극복하기 위하여 표준화된 사이즈도 자동 측정 시스템을 개발하고자 하였다. 이를 통해 Stöckigt 사이즈도 측정 결과의 신뢰성과 재현성을 높이고 이를 기반으로 경제적 가격의 사이즈도 측정 시스템을 보급하는데 그 목적을 두었다. 이를 위해 먼저 Stöckigt 사이즈도 측정법이 안고 있는 문제점을 분석하고, 이를 근거로 Stöckigt 사이즈도를 자동으로 측정할 수 있는 시스템을 개발하기 위한 기초 연구를 수행하였다.

2. 재료 및 방법

2.1 공시재료

펄프는 캐나다산 Radiata pine ECF 펄프를 이용하였고, 실험실용 Valley beater를 이용하여 고해도 420 mL CSF까지 고해하였다. 고해된 지료는

Tappi T 205에 의거하여 실험실용 사각수초지기로 평량 70 g/m^2 의 종이를 초지하였고, 종이의 사이징 처리에 이용된 AKD는 종이 섬유에 대한 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1% 첨가하였다. Stöckigt 사이즈도 시험에 이용된 시약은 KS M 7025에 규정되어 있는 방법에 따라 1% ferric chloride (FeCl_3) (II)와 2% ammonium thiocyanate (NH_4SCN) 용액을 사용하였다.

2.2 공시재료

종이 시편 위에 투하된 1% ferric chloride가 발색되는 과정을 촬영하기 위해서 JVC Digital Video Camcorder (DVL-317)와 UMAX Astra Pix 560 Digital Camera를 사용하였고, 컴퓨터는 Pentium IV (2.8 GHz)를 사용하였다. 컴퓨터에 연결된 디지털 카메라는 카메라 고정 장치를 이용하여 측정 시편 위 15-20 cm의 위치에 설치하여 시편 위에 투하된 액적의 색 변화 과정을 촬영하였다.

2.3 Stöckigt 사이즈도 측정의 변수 분석

Stöckigt 사이즈도 시험법을 규정하고 있는 Tappi Useful Method 429 및 KS M 7025에서는 사용 시약의 농도 및 측정 방법에서 차이를 나타내고 있을 뿐만 아니라 발색 인지 시점에 있어서도 분명한 차이를 나타내고 있다.^{3,4)} 따라서 측정 방법에 명기되어 있지 않은 측정 변수들을 알아보기 위하여 아래와 몇 가지 요인들을 선별하여 실험을 실시하였다.

2.3.1 Ferric chloride (II)의 투하량 및 투하 높이, 순서에 따른 사이즈도 발현 차이

Ferric chloride (II)의 투하량에 의한 영향을 알아보기 위하여 마이크로피펫을 이용하여 1% ferric chloride (II)의 투하량을 0.05 mL, 0.1 mL, 0.15 mL, 0.2 mL를 시편으로부터 1, 3, 5, 10, 15 cm의 높이에서 떨어뜨린 후 2% ammonium thiocyanate 용액 상에 놓고 KS M 7025에 근거하여 세 점 이상 적갈색이 나타나는 시점을 초단위의 시간으로 측정하였다. 각 시편당 5회씩 실시하여 그 평균값을 사이즈도로 표기하였다. 또한 시편을 ammonium thiocyanate 용액 상에 놓은 뒤 1% ferric chloride

를 시편에 떨어뜨리는 방법도 병행하였고, 또한 발색 과정을 관찰하는 위치(즉, 관찰 각도)도 45° 와 90° 로 달리하여 발색 인지에 어떠한 영향을 미치는지도 관찰하였다.

2.3.2 측정자에 따른 변수

6명의 측정자들에게 KS M 7025에 근거한 동일한 발색 시점을 인지시킨 후 2.3.1에서 언급한 측정 방법에 따라 Stöckigt 사이즈도를 측정하게 하여 측정자별로 발색 시점의 인지에서 있어서 어느 정도의 차이를 보이는지 알아보았다.

2.3.3 사이즈도에 따른 Stöckigt 시험법의 기타 변수 요인

사이즈도에 따른 수초지에 일정한 ferric chloride의 투하량과 투하 높이에서 ferric chloride의 투하 속도에 따른 발색 인지 시점의 차이를 비교분석하였다. 즉, 투하속도를 조절하기 위해서 1% ferric chloride를 취한 micropipet의 스위치를 느리게 혹은 빠르게 눌러 시편 위에 시약이 투하되는 시간에 변화를 부여하였다.

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. 종이의 미세 공극들을 통하여 국부적으로 ammonium thiocyanate가 종이 상으로 침투하면서 ferric chloride와 만나는 시점에서 갈색의 반점들이 형성되기 시작하였고, 일정 시간이 지나면서 완전한 적갈색으로 변하기 시작하였다.

Stöckigt 사이즈도는 완전히 적갈색으로 발색되는 시점을 시험의 종점(ending point)으로 기록하게 되면 발색 인지 시점이 측정자별로 상당히 달라질 수 있기 때문에 사이즈도의 미세한 차이를 측정하고자 하는 정밀한 시험에서는 실험상의 문제점을 야기할 우려가 높다. 또한 종이 시편 상에서 적갈색이 세 점이 발현되는 시점을 사이즈도로 나타내는

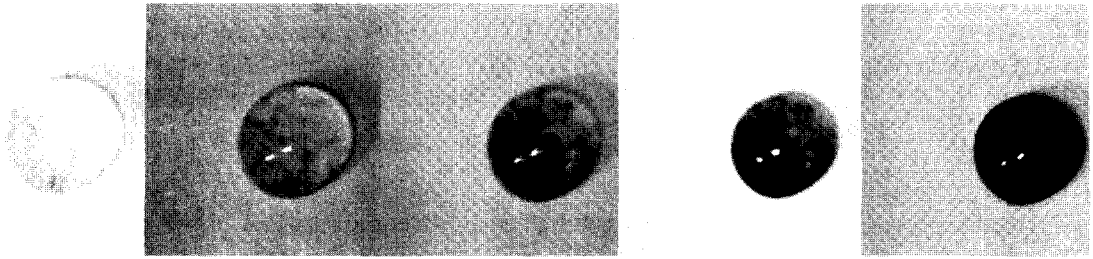


Fig. 1. Red coloration during Stöckigt sizing test.

방법은 약사이징 처리된 종이나 저평량의 종이의 경우 Fig. 1에서는 보는 바와 같이 적갈색이 종이 시편의 여러 곳에서 동시에 나타나기 때문에 세 점의 발색 시점을 인지하기가 매우 어렵다.

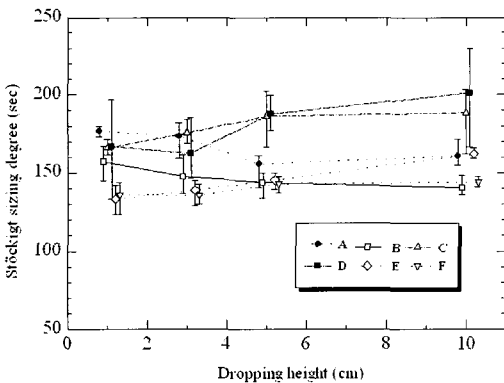
따라서 객관성 및 재현성 있는 Stöckigt 사이즈도로 표기하기 위해서는 종이 상에 적갈색이 나타나는 특정 시점을 정하여 그 컬러 영상(color image)을 디지털 값(digital value)으로 전환하여 컴퓨터가 인지하도록 하는 것이 바람직할 것으로 사료되었다.

3.2 측정자별 유의성 검증

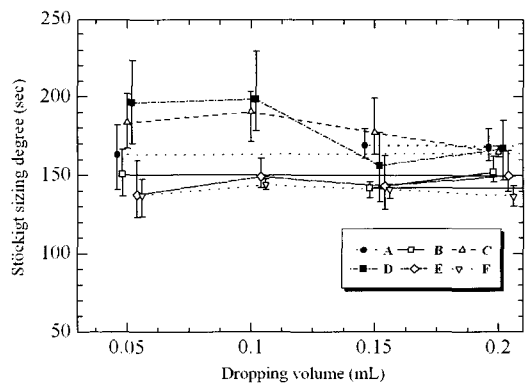
Fig. 2의 (a)와 (b)는 6명(A-F)의 측정자가 1% ferric chloride의 투하량과 투하 높이를 달리하여 측정된 Stöckigt 사이즈도의 결과를 보여주고 있다. Fig. 2에서 보듯이 측정자에 따라 각각의 ferric chloride의 투하량과 투하 높이에서 뿐만 아니라 특정 조건 하에서도 측정자별로도 매우 다른 사이즈

도가 나타났다. Ferric chloride의 투하 높이 및 투하량을 달리하였을 때 측정자별로 상당히 큰 차이를 보이고 있는데, 이는 측정자가 느끼는 세 점 이상의 발색(red coloration)을 인지하는 시점이 다르게 때문인 것으로 사료되었다. 또한 각 측정자별로 투하량과 투하 높이를 달리했을 때에도 발색 인지 시점이 한 두 명의 측정자를 제외하고는 대체로 다른 사이즈도를 나타내었다.

Stöckigt 사이즈도 시험법에 있어서 측정자 한 사람이 ferric chloride 용액의 투하량과 투하 높이를 달리했을 때 이에 따른 사이즈도 측정값의 차이를 Fig. 3에 나타내었다. 여기에서 볼 수 있듯이 ferric chloride의 투하량과 발색 시점에 있어서 투하 높이가 낮고 투하량을 감소시킬수록 발색이 느리게 진행되는 것을 관찰할 수 있었다. 즉, 투하량과 투하 높이가 일정하지 않으면 동일한 측정자라 할 지라도 발색 시점의 인지가 달라질 수 있음을 의미하는 것이다. 일정한 높이에서 ferric chloride의 양



(a) Effect of a dropping height



(b) Effect of a droplet amount

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

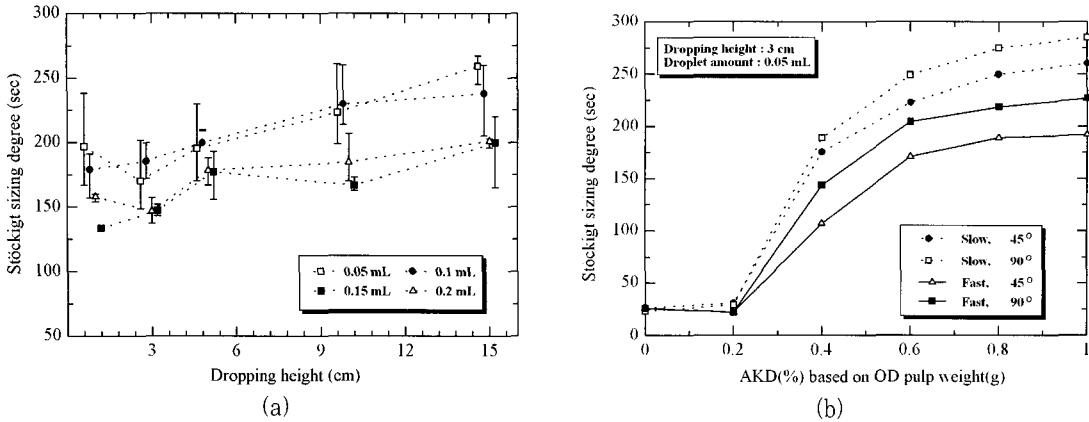


Fig. 3. Effects of a dropping volume and a height on Stöckigt sizing degree measured by one tester.

을 증가시켜 투하하게 되면 용액의 무게가 시편을 가중시켜 종이의 두께 방향으로 ammonium thiocyanate의 침투를 빠르게 한 것으로 추정된다. 또한 ferric chloride의 투하 높이가 높아지면 높은 곳에서 투하되는 용액의 액적이 낮은 곳에서 투하된 것에 비하여 넓게 퍼지게 되고, 결국 일정 지점에서 시편을 누르는 힘이 다소 가벼워지면서 ammonium thiocyanate의 침투가 지연되는 결과를 초래하기 때문에 발색이 느리게 진행된 것으로 사료되었다.

결론적으로 측정자에 따라서 측정 시약의 투하량 및 투하 높이에 따라 사이즈도가 큰 차이를 나타내었고, 또한 측정자 한 사람에 의해서도 동일한 요인들(투하량 및 투하 높이)에 의하여 영향을 받게 된다는 사실이 확인되었다.

3.3 Ferric chloride의 낙하 속도 및 측정자의 관찰 위치

사이즈계 첨가량을 달리하여 초지한 종이를 ammonium thiocyanate 상에 올려놓고 일정한 양의 ferric chloride를 일정 높이에서 투하하였을 때 ferric chloride의 투하 속도 및 발색 과정을 관찰하는 위치(혹은 관찰 각도)에 따라 사이즈도(발색 인지 시점)가 어떻게 달라지는지를 알아보았다. Fig. 4에서 볼 수 있는 바와 같이 0.2% 미만의 AKD가 첨가된 종이에서는 큰 차이를 나타내지 않았지만,

그 이상 첨가 수준에서부터는 측정자의 관찰 각도가 시편을 기준으로 45°에서 90°로 증가하면서 발색 인지 시점이 더 느리게 이루어졌고, 반면에 낙하 속도를 빠르게 하였을 때는 발색이 더욱 빨리 이루어지는 것으로 나타났다. 이것은 측정자의 관찰 위치가 시편으로부터 많이 벗어날수록 색이 더 짙게 보이는 현상이 발생하여 발색 시점 인지가 상대적으로 빨리 이루어진 것으로 보이고, 또한 낙하 속도가 빠를수록 종이에 투하되는 액적에 의해 가해지는 힘이 다소 커지게 때문에 ammonium thiocyanate가 종이의 두께 방향으로 침투하는 속도를 가속화시켜 적갈색으로 발색되는 시간을 짧게 한 것으로 사료되었다.

3.4 자동 Stöckigt 사이즈도 측정 시스템의 개발 방향

앞서 살펴본 바와 같이 Stöckigt 사이즈도 시험법은 동일한 시편에 대한 실험이라 할지라도 측정자에 따라서 상이한 결과를 낳게 된다. 뿐만 아니라 한 사람이 측정할 때조차도 ferric chloride의 투하량, 투하 높이 및 투하 속도, 관찰 위치 등에 따라 매우 다른 사이즈도가 나타났다.

따라서 Stöckigt 시험법이 갖는 장점인 간편성을 살리면서 이것의 재현성 및 신뢰성을 부가하기 위해서는 측정 과정의 표준화와 발색 시점의 인지 시 측정자의 주관적 판단을 배제시킬 수 있는 자동

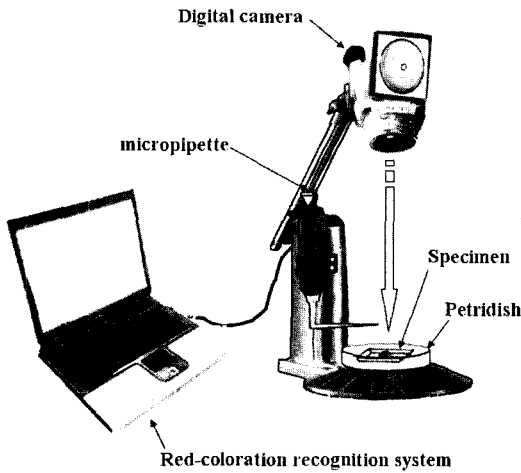


Fig. 4. Components for automatic Stöckigt sizing test.

발색 인지 시스템의 개발이 필요하다.

이를 위해서는 Fig. 4에서 보는 바와 같이 ferric chloride의 투하 위치를 고정시키고 항상 일정한 양을 떨어뜨릴 수 있도록 고정대 및 정량투하장치가 필요하고, 또한 발색 과정을 캡처(capture)하여 발색 시점을 시간 단위(sec)로 정량화할 수 있는 자동 발색 인지를 위한 기본 원리를 개발할 필요가 있을 것으로 판단되었다.

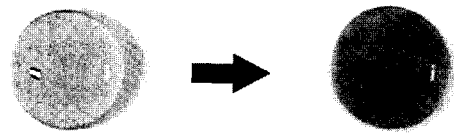
3.5 발색 시점 인지의 기준

Stöckigt 사이즈도 시험 시 ferric chloride의 액적과 종이의 두께 방향으로 침투하는 ammonium thiocyanate가 만나는 순간 적갈색의 반점들이 형성되기 시작하면서 잠시 후 액적 전체가 적색으로 변하게 된다. 이 때 Stöckigt 사이즈도로 나타내기 위한 발색 시점을 KS M7025에 근거하여 적갈색의 반점이 세 곳에서 나타날 때를 기준으로 잡아야 하는지, 아니면 Tappi Useful Method 429에 근거하여 완전한 적갈색(혹은 적색)이 나타나는 시점을 기준으로 잡아야 하는지를 결정하여야 한다.

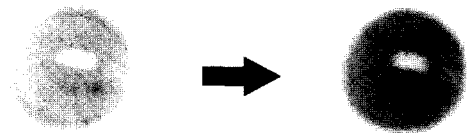
이것은 디지털카메라의 성능에 따라 달라질 수 있는데, 저가형 CMOS(Complementary Metal Oxide Semiconductor)형 카메라의 경우에는 해상도가 떨어지기 때문에 종이 시편 위에서 미세하게

나타나는 적갈색의 반점을 잡아내기가 다소 어려운 측면이 있을 뿐만 아니라 작은 크기의 ferric chloride 액적 내부에서 일어나는 색 변화를 15 cm 내외까지 매우 근접하여 촬영할 수 있는 기능을 가지고 있지 못하기 때문에 KS M 7025에 근거한 Stöckigt 시험에는 다소 어려움이 따른다. 반면에 고가의 CCD (Charge Coupled Device)형 비디오 카메라의 경우에는 근접 촬영 및 영상 확대가 가능하고 고해상도의 영상을 얻을 수 있다. 따라서 KS M 7025에 근거한 Stöckigt 시험에는 CMOS형 카메라에 비해서 다소 고가이기는 하지만 CCD형의 비디오 카메라가 사용되어야 한다. Fig. 5에서 보는 바와 같이 종이 시편 상에 투하된 1% ferric chloride의 액적을 약 10 cm 정도에서 근접 촬영하였을 때, CMOS형 카메라에 의해 촬영된 영상(b)에 비해서 CCD형 카메라로 촬영된 영상(a)이 훨씬 더 선명하게 나타났다.

또한 Stöckigt 시험 중에 일어나는 발색 현상을 컴퓨터가 인지하여 특정 시간으로 나타내고자 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,



(a) Images by a CCD-type camera



(b) Images by a CMOS-type camera

Fig. 5. Comparison of the images captured by a CMOS-type and CCD-type camera at the same height.

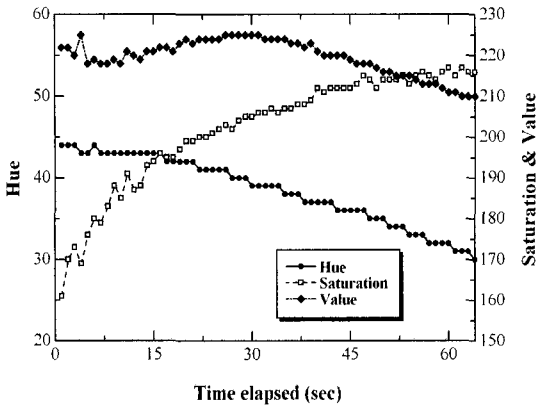


Fig. 6. Variation of HSV values by red coloration during Stöckigt sizing test.

V)로 분리하여 관찰할 필요가 있다.⁹⁾ 이는 RGB 값들은 인간이 보는 관점과 상당한 차이를 나타내기 때문에 HSV 모델을 통하여 발색 과정을 정량화하여야 하기 때문이다. Fig. 6은 종이 시편 상에 놓여진 ferric chloride가 ammonium thiocyanate와 만나면서 발색되는 과정을 HSV 값으로 나타낸 그래프이다. 종이 상에 투하된 ferric chloride가 갖는 HSV 값들은 발색되기 전에는 일정하게 나타나야 하지만 색상 값을 제외하고는 증가하거나 불규칙적인 경향을 보였다. 시간 경과에 따라 HSV 값들 중에서 가끔씩 값의 변화가 크게 나타나는 것은 밝기, 측정자의 움직임 등과 같은 측정 환경에 의해 영향을 받기 때문인 것으로 사료된다. 결과적으로 측정 환경에 영향을 거의 받지 않으면서 발색 과정에 따라 민감하게 반응하는 기준, 즉 Stöckigt 사이즈도로 나타낼 수 있는 기준을 색상(Hue)으로 정하는 것이 바람직할 것으로 판단되었다. 즉, Stöckigt 시험 동안 ammonium thiocyanate의 침투로 적갈색의 반점이 나타나는 시점이나 완전한 적갈색으로 변한 시점을 결정하기 위해서는 색상 값의 변화를 통해 결정할 수 있을 것이다.

4. 결 론

현재 종이의 내수 특성을 평가하기 위한 사이즈도 측정법 중에서 Stöckigt 시험법이 비교적 널리 사용되고 있다. 그러나 Stöckigt 시험법은 ferric

chloride의 투하량, 투하 높이, 투하 속도, 관찰 위치 등에 따라 상당한 차이를 나타내었다. 또한 동일 시편에 대해서도 측정자마다 상이한 결과를 나타내었기 때문에 Stöckigt 시험법의 신뢰성 및 재현성 향상을 위한 측정 방법의 개선이 필요하였다. 이를 위해서는 Stöckigt 시험 동안 발색 과정을 정량적으로 나타낼 수 있는 자동 발색 인지 시스템의 개발이 요구되었는데, KS M 7025에 근거한 시스템 개발을 위해서는 CCD형 비디오 카메라가 사용되어야 하고, Tappi Useful Method 429에 근거한 시스템 개발을 위해서는 저가의 CMOS형 카메라가 사용될 수 있음이 확인되었다. 또한 발색 과정을 정량화하여 Stöckigt 사이즈도로 나타내기 위해서는 입력된 디지털 영상의 색상 변화를 Hue(색상), Saturation(채도) 및 Value(명도) 값으로 전환하여야 하였고, 이 중에서도 Hue(색상) 값이 측정 환경에 따라 민감하게 반응하지 않으면서도 발색 과정에 따라 쉽게 변하는 것으로 확인되어 Hue 값을 Stöckigt 사이즈도를 측정하기 위한 기준 값으로 사용할 수 있음이 확인되었다.

참 고 문 헌

1. Neimo, L., "Measurement of the hydrophobicity of paper," Paper Science Centre Communication No. 61, KCL, Finland, p.45 (1994).
2. Kumler, R. W., "Testing paper and board for sizing," in *The Sizing of Paper* (W.F. Reynolds, Ed.), TAPPI PRESS, Atlanta, p.103 (1989).
3. TAPPI Useful Method 429, "Sizing of Paper (Thiocyanate Flotation)," TAPPI PRESS (1991).
4. KS M 7025, Testing method for sizing degree of paper(Stöckigt method).
5. Kurrle, F. L., "Sizing test methods," TAPPI 1987 Sizing Short Course Notes, TAPPI PRESS, Atlanta, p. 9.
6. Kim, C-H, Lee, C-Y, Choi, K-M and Park, C-Y, Development of a Novel System for Measuring Sizing Degree Based on Contact Angle (I), Jr. of KTAPPI 35(3): 43-52 (2003).
7. Kim, C-H, Lee, C-Y, Choi, K-M and Park, C-Y, Development of a Novel System for Measuring Sizing Degree Based on Contact Angle (II), Jr. of KTAPPI, 35(3): 53-58 (2003).

8. Kim, C-H, Kang, J-G, Choi, K-M and Park, C-Y., Development of Automatic Analysis System for Water Repellency of Packaging Paper, Jr. of KTAPPI, 35(1): 7-12 (2003).
9. Gonzalez, R. C. and Woods, R. E., "Digital Image Processing", Addison-wesley publishing company (1992).