

УДК 676.054.6

М. Г. Михалева¹, Д. Н. Втюрина¹, С. Ю. Сарвадий¹, С. Н. Никольский¹, С. В. Стовбун¹,
Н. В. Жолнерович², Н. А. Герман², И. В. Николайчик²

¹Институт химической физики им. Н. Н. Семенова Российской академии наук

²Белорусский государственный технологический университет

АНАЛИЗ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРЯМЫМ И КОСВЕННЫМ МЕТОДАМИ

В настоящей работе выполнен анализ результатов испытаний по показателю «шероховатость» волокнистых полуфабрикатов и бумаги, предназначенной для выпуска массовых видов продукции (упаковочные материалы, полиграфические издания). Данный показатель измеряли прямым (атомно-силовая микроскопия) и косвенным методами (метод Бендсена).

Показано, что применение атомно-силовой микроскопии обеспечивает объективную оценку топографии поверхности целлюлозно-бумажной продукции различного назначения и не имеет ограничений по сравнению со стандартизованными косвенными методами определения шероховатости.

Ключевые слова: шероховатость, атомно-силовая микроскопия, волокнистые полуфабрикаты, бумага для полиграфии, упаковочные виды бумаги.

M. G. Mikhaleva¹, D. N. Vtyurina¹, S. Yu. Sarvadiy¹, S. N. Nikol'skiy¹, S. V. Stovbun¹,
N. V. Zholnerovich², N. A. German², I. V. Nikolaychik²

¹N. N. Semenov Institute of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences

²Belarusian State Technological University

ANALYSIS OF SURFACE ROUGHNESS OF PULP AND PAPER MATERIALS BY DIRECT AND INDIRECT METHODS

In this paper, the results of tests on the roughness index of fibrous semi-finished products and paper intended for the production of mass types of products (packaging materials, printing publications) performed by direct (atomic force microscopy). This indicator was measured by direct (atomic force microscopy) and indirect methods (Bendsen method).

It is shown that the use of atomic force microscopy provides an objective assessment of the surface topography of pulp and paper products for various purposes and has no limitations compared to standardized indirect methods for determining the roughness index.

Key words: roughness, atomic force microscopy, fibrous semi-finished products, printing paper, packaging paper.

Введение. Параметр «шероховатость» является одним из фундаментальных свойств поверхности твердых материалов. Он определяет прочность, износостойкость, химическую стойкость, цветопередачу, внешний вид и другие характеристики поверхности материалов [1].

В настоящее время для оценки качества поверхности бумаги и картона во всем мире используются косвенные методы, основанные на измерении расхода воздуха между измерительным элементом прибора и поверхностью анализируемого материала. Согласно ГОСТ 30115–95 (ИСО 8791-1-86), шероховатость – это неровность поверхности, которая определяется по расходу воздуха [2]. Представленное определение явно не соответствует понятию «шероховатость», которое определяется как совокупность неровностей с относительно малыми шагами, образующих микрорельеф поверхности. Шероховатость поверхности характеризуется ее профилем, который представляет собой ломаную линию пересечения поверхности плоско-

стью, перпендикулярной направлению неровностей [3].

Ранее было показано, что косвенные методы испытаний шероховатости дают усредненную (брутто) характеристику состояния поверхности анализируемого материала. Следовательно, очень высока вероятность получения идентичных результатов при различных реальных состояниях поверхности тестируемого материала [4, 5].

В представленном исследовании проведен сравнительный анализ шероховатости прямым и косвенным методами широкого спектра целлюлозно-бумажной продукции – от волокнистых полуфабрикатов до мелованных видов бумаги высокого качества. Показаны преимущества атомно-силовой микроскопии (АСМ) при оценке качества целлюлозно-бумажной продукции.

Основная часть. В работе использовали следующие виды целлюлозно-бумажной продукции:

– товарная целлюлоза (сульфитная еловая полубеленая целлюлоза ПБ-1, ОАО «Сясьский ЦБК»); сульфатная беленая целлюлоза из хвойной

древесины ХБ-2 и из смеси лиственных пород древесины ЛС-0, ОАО «Архангельский ЦБК»);

– бумага для гофрирования из нейтральной сульфитной полуцеллюлозы Б-0-112 (группа предприятий «ПЦБК», ГОСТ 53206–2008);

– бумага для гофрирования из 100%-ной макулатуры Б-125 (АО «Ярославская бумага»);

– бумага мешочная М-70А (ОАО «Марийский ЦБК», ГОСТ 2228–81);

– бумага-основа и бумага мелованная литого мелования (СССР, НПО «СОЮЗ»);

– бумага мелованная литого мелования SUNIKOTE 180 G (INDUSPAR, Франция);

– неглазированная односторонняя бумага «ЛЮКСОАРТ» с тиснением «лен», «мешок», «яичная скорлупа» (Санталаhti, Финляндия).

Определение шероховатости по методу Бендсена. Прибор типа SE 164 Bendtsen (L&W, Швеция) применяется для измерения значений шероховатости образцов в диапазоне от 50 до 5000 мл/мин. Измерение шероховатости по Бендсену выполняли на кафедре химической переработки древесины БГТУ.

Перед проведением испытаний все образцы целлюлозно-бумажной продукции кондиционировали в течение 2 ч при относительной влажности воздуха (50 ± 2)% и температуре (23 ± 1)°C [6].

Для проведения измерения испытуемый образец помещали между плоской стеклянной пластиной и измерительной головкой (под действием веса головки образец подвергается воздействию стандартного контактного давления (98 кПа)). Устанавливали значение давления воздуха, используемого для проведения измерений (1,47 кПа), и регистрировали давление в измерительной головке и расход воздуха. Расход воздуха, используемого при проведении измерений, регистрируется в приборе с помощью прецизионного измерительного прибора.

Шероховатость исследуемых образцов измеряли в компенсированном режиме.

Определение шероховатости методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Все измерения выполняли на микроскопе Solver HV (ООО «НТ-МДТ», Россия), работающем в полуконтактном режиме, при комнатной температуре и атмосферном давлении [7]. Кондиционирование образцов бумаги и целлюлозы не проводили. Образец бумаги помещали на поверхность стандартной кремниевой пластины, используемой в микроэлектронной промышленности. Далее подготовленный образец устанавливали в атомно-силовой микроскоп.

Измерения рельефа поверхности образца выполняли в области значений размеров поля зрения от 10 000 до 4 мкм². В работе использовали стандартные кантилеверы производства ООО «НТ-МДТ» (Россия). Собственные часто-

ты кантилеверов находились в диапазоне 110–180 кГц, радиус закругления зонда равен 10 нм. Атомно-силовой микроскоп обеспечивает прямое изображение рельефа поверхности в масштабе 3D. Обработка полученных результатов с применением специального встроенного программного обеспечения позволяет рассчитать параметр Ra в полном соответствии с требованиями ГОСТ 2789–73 (ИСО Р 468) [3].

На топографических изображениях, полученных в режиме постоянной амплитуды, высота профиля передается цветом: чем выше находится деталь рельефа, тем она светлее (рис. 1).

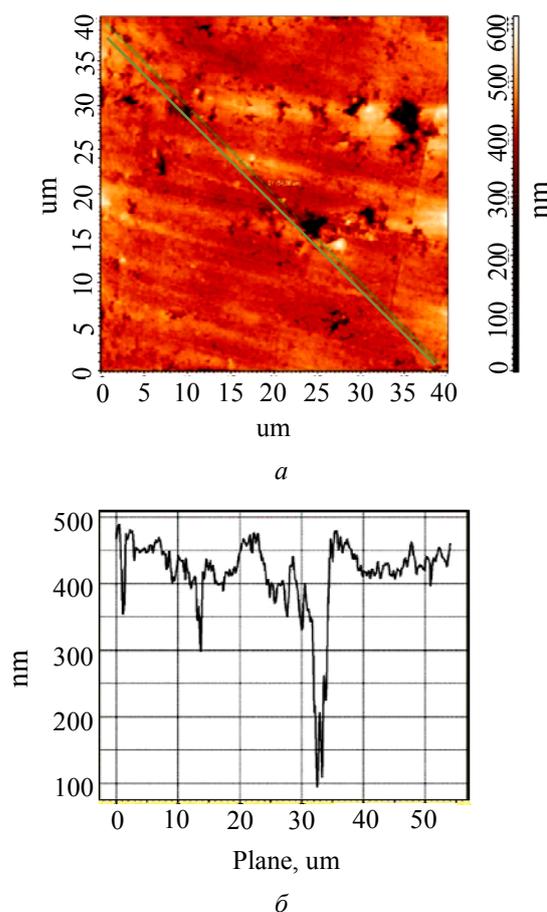


Рис. 1. Пример топографического изображения поверхности мелованной бумаги литого мелования (СССР, НПО «СОЮЗ»): а – топографическое изображение с выделенной линией; б – профиль выделенной линии поверхности

За результат принимали среднее значение шероховатости (Ra [3]) по трем измерениям в произвольно выбранных точках образца.

Результаты испытаний, полученные в настоящей работе, показывают, что имеется определенный интервал шероховатости, в котором существует взаимно однозначное соответствие между значениями искомого параметра, определенным как косвенным, так и прямым методами (рис. 2).

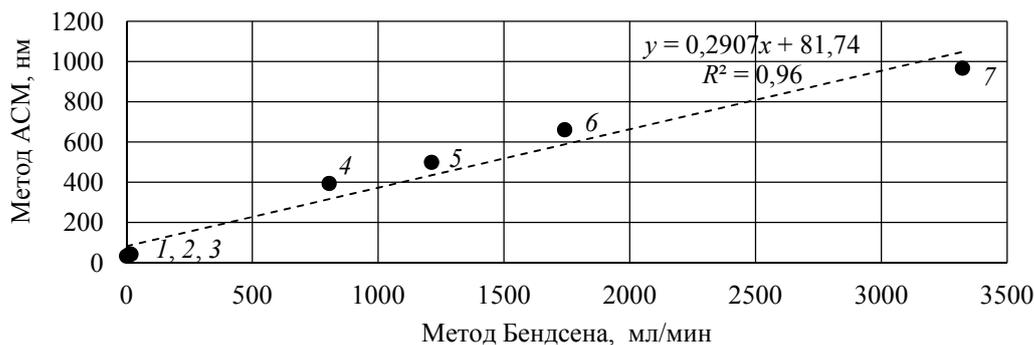


Рис. 2. Результаты испытаний целлюлозно-бумажной продукции по показателю «шероховатость» стандартным методом Бендсена и методом атомно-силовой микроскопии:

- 1 – бумага мелованная литого мелования SUNIKOTE 180 G;
- 2, 3 – бумага мелованная литого мелования (НПО «СОЮЗ»; 155 и 225 г/м²);
- 4 – бумага-основа для производства мелованной бумаги (НПО «СОЮЗ», 200 г/м²);
- 5 – бумага мешочная (ОАО «Марийский ЦБК»); 6 – бумага для гофрирования Б-0-112 (группа предприятий «ПЦБК»); 7 – бумага для гофрирования Б-125 (АО «Ярославская бумага»)

Установленное соответствие удовлетворительно аппроксимируется линейной функцией с коэффициентом корреляции 0,96.

Свободный член уравнения не равен нулю и имеет положительное значение. Это свидетельствует о том, что при шероховатости по методу Бендсена, равной нулю, реальное значение параметра будет низким, но никогда не равным нулю. Так, при испытаниях косвенным методом мелованных видов бумаги, полученных технологией литого мелования, были получены величины шероховатости в интервале 0–17 мл/мин. Они значительно ниже допустимой величины в методе Бендсена (см. выше). Реальные величины шероховатости поверхности мелованной бумаги, измеренные прямым методом, составили 33–43 нм.

В процессе проведения испытаний были зафиксированы два важных обстоятельства.

Во-первых, испытания образцов бумаги с тиснением методом Бендсена выявили исклю-

чительно широкий интервал значений шероховатости – от 630 до 5400 мл/мин. Очевидно, что операция тиснения одной и той же основы не может привести к столь значительным изменениям искомого параметра. Так, величины шероховатости, полученные прямым методом, практически не отличались и находились в диапазоне (250 ± 50) нм. Установленное несоответствие объясняется тем, что при наличии тиснения фиксируется расход воздуха, обусловленный не микрорельефом поверхности (шероховатость), а параметром «волнистость» [1].

Во-вторых, испытания товарных волокнистых полуфабрикатов показали, что независимо от породы древесины, способа делигнификации и применения отбелики шероховатость образцов, измеренная методом Бендсена, оказалась одинаковой и составила 6000 мл/мин. Абсолютное отклонение в параллельных экспериментах было равно нулю.

Результаты измерений плотности листов товарной целлюлозы

Изготовитель	Марка целлюлозы, порода древесины. Способ варки	Характеристика товарной целлюлозы (папка)		Нормативная документация на продукцию
		показатель	значение показателя	
ОАО «Архангельский ЦБК»	ЛС-0, смесь лиственных пород древесины. Сульфатный	1. Масса целлюлозы площадью 1 м ² , г	650	ГОСТ 28172–89
		2. Толщина, мм	1,10	
		3. Плотность, г/см ³	0,59	
	ХБ-2, из хвойной древесины. Сульфатный	1. Масса целлюлозы площадью 1 м ² , г	640	ГОСТ 9571–89
		2. Толщина, мм	1,10	
		3. Плотность, г/см ³	0,58	
ОАО «Сясьский ЦБК»	ПБ, ель ≈ 100% (по данным СЦБК). Сульфитный	1. Масса целлюлозы площадью 1 м ² , г	509	ТУ 5411-016-43508418-2004
		2. Толщина, мм	1,00	
		3. Плотность, г/см ³	0,51	

Имеющиеся результаты не соответствуют ранее полученным данным по шероховатости поверхности листов товарной целлюлозы [4]. Было установлено, что имеется близкая к линейной положительная корреляция между шероховатостью поверхности листов товарной целлюлозы и весовым коэффициентом, характеризующим грубость волокон растительной ткани [4]. Полное совпадение значений шероховатости для различных марок товарной целлюлозы, измеренной методом Бендсена, обусловлено объемной плотностью листов.

Результаты, представленные в таблице, показывают, что объемная плотность листов находится в достаточно узком диапазоне от 0,51 до 0,59 г/см³. При условии, что плотность целлюлозы как природного полимера составляет 1,56 г/см³, несложно рассчитать, что степень заполнения исследуемых образцов веществом будет 0,32–0,38, т. е. практически от 60 до 70% материала занимает воздушное пространство.

Таким образом, в процессе измерения шероховатости поток воздуха в аппарате Бендсена проходит не между измерительной головкой и поверхностью образца, а направляется сквозь материал по пути наименьшего сопротивления.

Заключение. Проведенные исследования показали универсальность атомно-силовой микроскопии как прямого метода анализа шероховатости широкого спектра целлюлозно-бумажной продукции. Экспериментально установлено, что по сравнению с косвенным методом испытаний по расходу воздуха (метод Бендсена) атомно-силовая микроскопия отражает реальное состояние микрорельефа волокнистых полуфабрикатов и бумаги. Метод прямого анализа не имеет ограничений, которые свойственны косвенным методам испытаний. Анализ шероховатости поверхности прямым методом применим к любым видам бумажно-картонной продукции независимо от плотности образца, наличия тиснения, мягкости и воздухопроницаемости материала.

Литература

1. Справочник технолога-машиностроителя. В 2 т. Т. 1 / под ред. А. Г. Косиловой, Р. К. Мещерякова. М.: Машиностроение, 1986. 656 с.
2. Бумага и картон. Определение шероховатости/гладкости (методы с применением пропускания воздуха). Общие требования: ГОСТ 30115–95 (ИСО 8791-1-86). Введ. 01.01.2000. М.: ИПК Изд-во стандартов, 1999. 7 с.
3. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики: ГОСТ 2789–73 (рекомендация ИСО Р 486). Введ. 01.01.1975. М.: Стандартиформ, 2006. 7 с.
4. Изучение топографии материалов на целлюлозной основе методом атомно-силовой микроскопии / А. А. Кирсанкин [и др.] // Лесной вестник/Forestry Bulletin. 2018. Т. 22, № 1. С. 88–93. DOI: 10.18698/2542-1468-2018-1-88-93.
5. Атомно-силовая микроскопия – современный метод определения шероховатости целлюлозно-бумажной продукции / М. Г. Михалева [и др.] // Материалы Международной научно-технической конференции, посвященной 100-летию со Дня рождения профессора В. М. Резникова «Химия и химическая технология переработки растительного сырья», Минск, 10–12 окт. 2018 г., Минск, 2018. С. 126–130.
6. Полуфабрикаты волокнистые. Бумага и картон. Метод кондиционирования образцов: ГОСТ 13523–78. Введ. 30.09.1978. М.: ИПК Изд-во стандартов, 1978. 3 с.
7. Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Н. Новгород: ИФМ РАН, 2004. 110 с.

References

1. Kosilova A. G., Meshcheryakova R. K. *Spravochnik tekhnologa-mashinostroitel'ya. V 2 tomakh. Tom 1* [Reference technologist-mechanical engineer. In 2 vol. Vol. 1]. Moscow, Mashinostroeniye Publ., 1986. 656 p.
2. GOST 30115–95 (ISO 8791-1-86). Paper and cardboard. Determination of roughness/smoothness (methods using air transmission). General requirements. Moscow, IPK Izdatel'stvo standartov Publ., 1999. 7 p. (In Russian).
3. GOST 2789–73 (recommendation ISO R 486). Surface roughness. Parameters and characteristics. Moscow, Standartinform Publ., 2006. 7 p. (In Russian).
4. Kirsankin A. A., Mikhaleva M. G., Politenkova G. G., Nikol'skiy S. N., Stovbun S. V. Study of the topography of materials on cellulose basis by atomic force microscopy. *Forestry Bulletin*, 2018, vol. 22, no. 1, pp. 88–93. DOI: 10.18698/2542-1468-2018-1-88-93.
5. Mikhaleva M. G., Vtyurina D. N., Nikol'skiy S. N., Stovbun S. V., Zholnerovich N. V., German N. A., Nikolaychik I. V. [Atomic force microscopy – a modern method for determining the roughness of pulp and paper products]. *Materialy Mezhdunarodnoy nauchno-tekhnicheskoy konferentsii, posvyashchennoy 100-letiyu so Dnya rozhdeniya professora V. M. Reznikova (Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya pererabotki rastitel'nogo syr'ya)* [Materials of the International Scientific and Technical Conference dedicated to the 100th anniversary of Professor V. M. Reznikov (Chemistry and Chemical Technology of Processing Plant Raw Materials)]. Minsk, 2018, pp. 126–130 (In Russian).

6. GOST 13523–78. Fibrous semi-finished products, paper and cardboard. Method of conditioning samples. Moscow, IPK Izdatel'stvo standartov Publ., 1978. 3 p. (In Russian).

7. Mironov V. L. *Osnovy skaniruyushchey zondovoy mikroskopii* [Fundamentals of scanning probe microscopy]. Nizhny Novgorod, IFM RAN Publ., 2004. 110 p.

Информация об авторах

Михалева Мария Геннадьевна – кандидат физико-математических наук, научный сотрудник лаборатории химической физики биосистем. Институт химической физики им. Н. Н. Семенова Российской академии наук (119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Российская Федерация). E-mail: wawe@bk.ru

Втюрина Дарья Николаевна – кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории химической физики биосистем. Институт химической физики им. Н. Н. Семенова Российской академии наук (119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Российская Федерация). E-mail: vtyurinad@gmail.com

Сарвадий Сергей Юрьевич – научный сотрудник лаборатории химической физики биосистем. Институт химической физики им. Н. Н. Семенова Российской академии наук (119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Российская Федерация). E-mail: sarvadiy15@mail.ru

Никольский Сергей Николаевич – кандидат химических наук, старший научный сотрудник лаборатории химической физики биосистем. Институт химической физики им. Н. Н. Семенова Российской академии наук (119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Российская Федерация). E-mail: nikolskij56@mail.ru

Стывбун Сергей Витальевич – доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией химической физики биосистем. Институт химической физики им. Н. Н. Семенова Российской академии наук (119991, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Российская Федерация). E-mail: s.stovbun@yandex.ru

Жолнерович Наталья Викторовна – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры химической переработки древесины. Белорусский государственный технологический университет (220006, г. Минск, ул. Свердлова, 13а, Республика Беларусь). E-mail: zholnerovich@mail.ru

Герман Наталия Александровна – кандидат технических наук, ассистент кафедры химической переработки древесины. Белорусский государственный технологический университет (220006, г. Минск, ул. Свердлова, 13а, Республика Беларусь). E-mail: natalka_wow@mail.ru

Николайчик Ирина Владимировна – кандидат технических наук, ассистент кафедры химической переработки древесины. Белорусский государственный технологический университет (220006, г. Минск, ул. Свердлова, 13а, Республика Беларусь). E-mail: irihanna@mail.ru

Information about the authors

Mikhaleva Mariya Gennad'yevna – PhD (Physics and Mathematics), researcher, the Laboratory of Chemical Physics of Biosystems. N. N. Semenov Institute of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences (4, Kosygina str., 119991, Moscow, Russian Federation). E-mail: wawe@bk.ru

Vtyurina Dar'ya Nikolaevna – PhD (Chemistry), Senior Researcher, the Laboratory of Chemical Physics of Biosystems. N. N. Semenov Institute of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences (4, Kosygina str., 119991, Moscow, Russian Federation). E-mail: vtyurinad@gmail.com

Sarvadiy Sergey Yur'yevich – researcher, the Laboratory of Chemical Physics of Biosystems. N. N. Semenov Institute of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences (4, Kosygina str., 119991, Moscow, Russian Federation). E-mail: sarvadiy15@mail.ru

Nikol'skiy Sergey Nikolaevich – PhD (Chemistry), Senior Researcher, the Laboratory of Chemical Physics of Biosystems. N. N. Semenov Institute of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences (4, Kosygina str., 119991, Moscow, Russian Federation). E-mail: nikolskij56@mail.ru

Stovbun Sergey Vital'yevich – DSc (Physics and Mathematics), Head of the Laboratory of Chemical Physics of Biosystems. N. N. Semenov Institute of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences (4, Kosygina str., 119991, Moscow, Russian Federation). E-mail: s.stovbun@yandex.ru

Zholnerovich Natal'ya Viktorovna – PhD (Engineering), Associate Professor, Assistant Professor, the Department of Chemical Processing of Wood. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: zholnerovich@mail.ru

German Nataliya Aleksandrovna – PhD (Engineering), assistant lecturer, the Department of Chemical Processing of Wood. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: natalka_wow@mail.ru

Nikolaychik Irina Vladimirovna – PhD (Engineering), assistant lecturer, the Department of Chemical Processing of Wood. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: irihanna@mail.ru

Поступила 18.09.2018