

# МАКРО- И МИКРОСКОПИЧЕСКИЙ ПОДХОД К ИЗМЕРЕНИЮ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ БУМАЖНЫХ МАТЕРИАЛОВ

*Михалева М.Г., Втюрина Д.Н., Политенкова Г.Г., Сарвадий С.Ю.,  
Никольский С.Н., Стовбун С.В.,  
Жолнерович Н.В., Герман Н.А., Николайчик И.В.*

## Цель

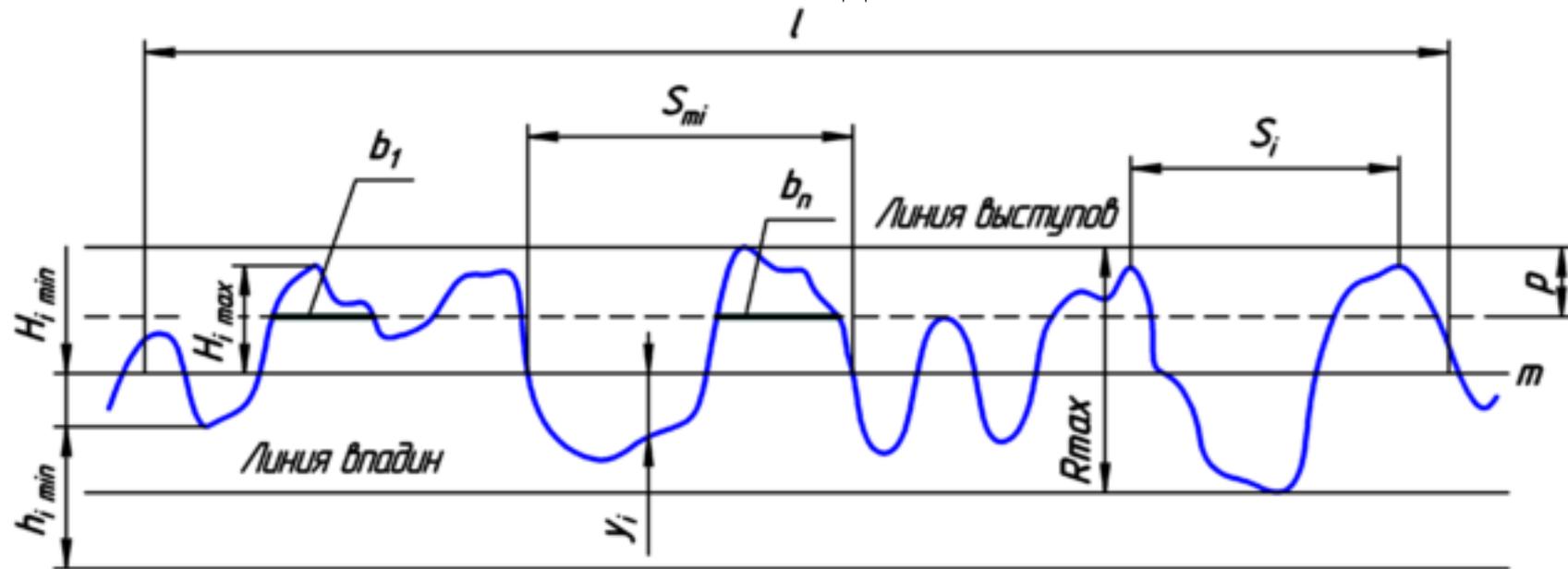
*Сравнительный анализ шероховатости поверхности целлюлозно-бумажных материалов с помощью атомно-силовой микроскопии и стандартных методов испытаний*

## Задачи

- 1. Количественный анализ шероховатости поверхности различных видов целлюлозно-бумажной продукции.**
- 2. Анализ топографии поверхности следующих видов продукции:**
  - товарная целлюлоза;
  - бумага для полиграфии;
  - картон для потребительской тары (мелованный, немелованный);
  - бумага и картон из первичных волокон и вторичного сырья;
  - целлюлозные материалы ультратонкого измельчения в виде пленки.
- 3. Выявление параметров поверхности целлюлозно-бумажных материалов.**

# Шероховатость – фундаментальное свойство поверхности

Шероховатость поверхности — совокупность неровностей поверхности с относительно малыми шагами на базовой длине.



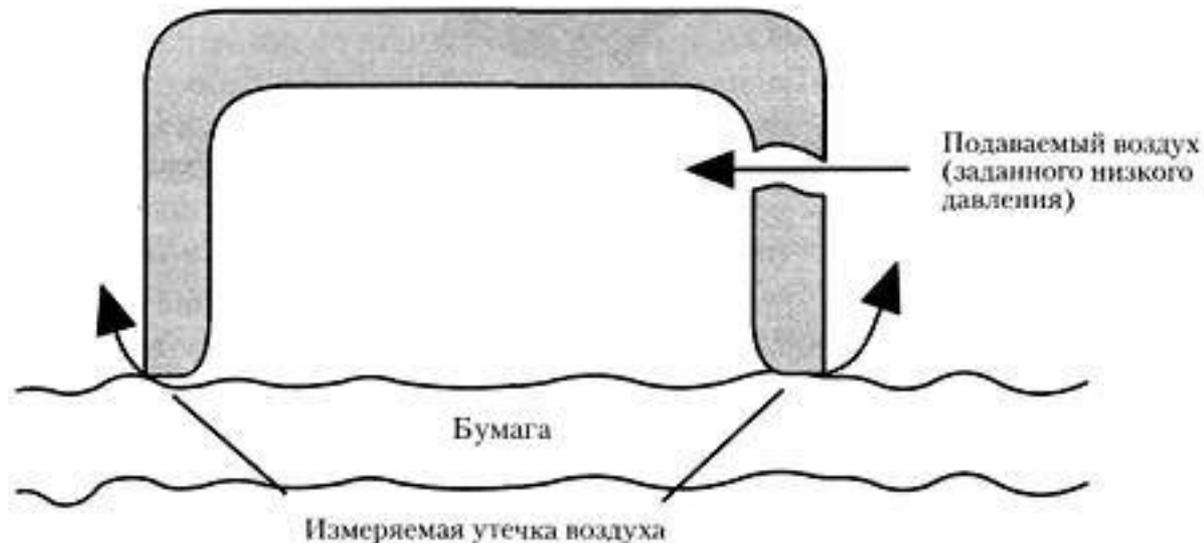
$R_a$  – среднее арифметическое отклонение профиля (основной показатель).

**$R_a$**  – среднее расстояние между пятью высшими точками выступов и впадин от средней линии профиля  $m$  в пределах базовой длины  $L$

ГОСТ 2789-73. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики. (Рекомендации ISO P 486).

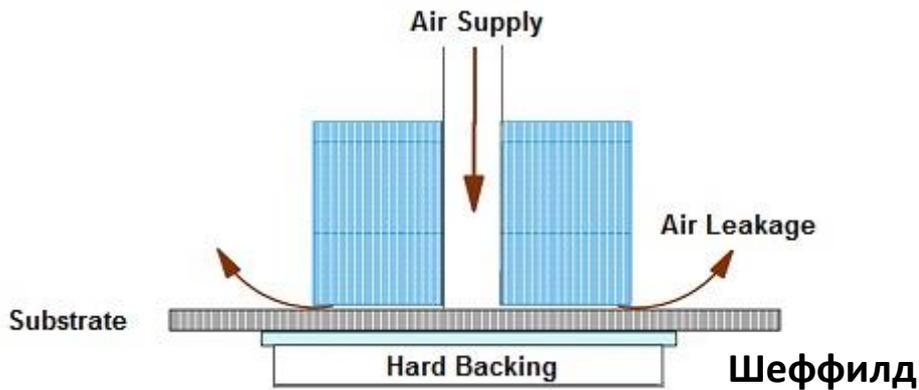
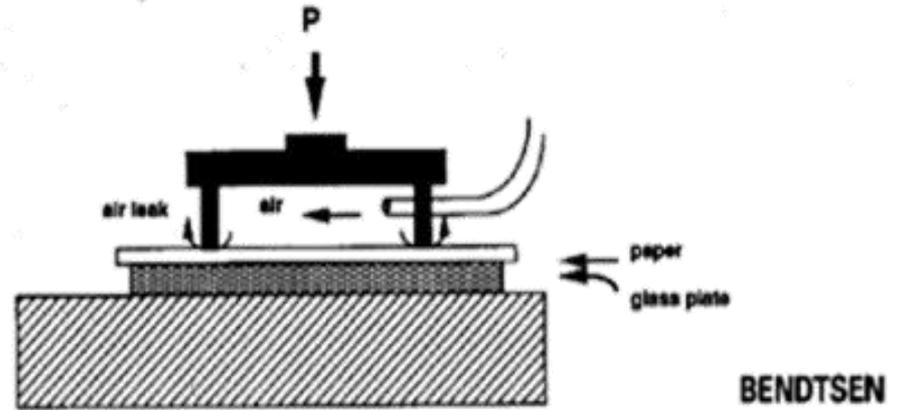
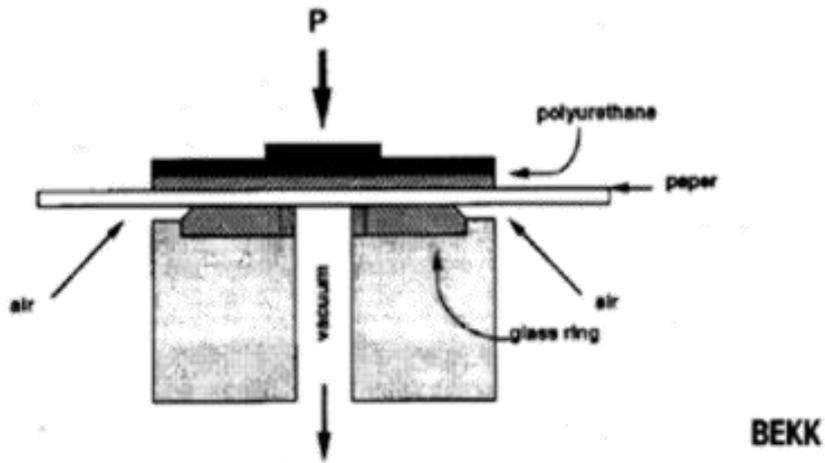
# Шероховатость в целлюлозно-бумажном производстве

Шероховатость — это неровность поверхности, которая определяется по расходу воздуха, проходящего между кромкой металлического кольца и поверхностью испытуемого образца при определенном давлении в заданных условиях.

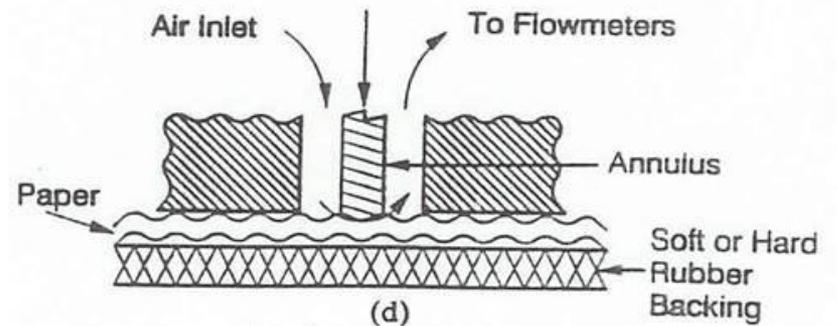


ГОСТ 30115-95 Бумага и картон. Определение шероховатости/гладкости (методы с применением пропускания воздуха). Общие требования

# Косвенные методы

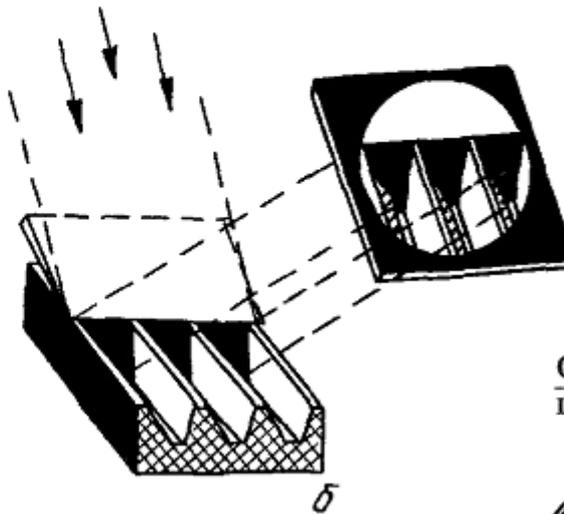
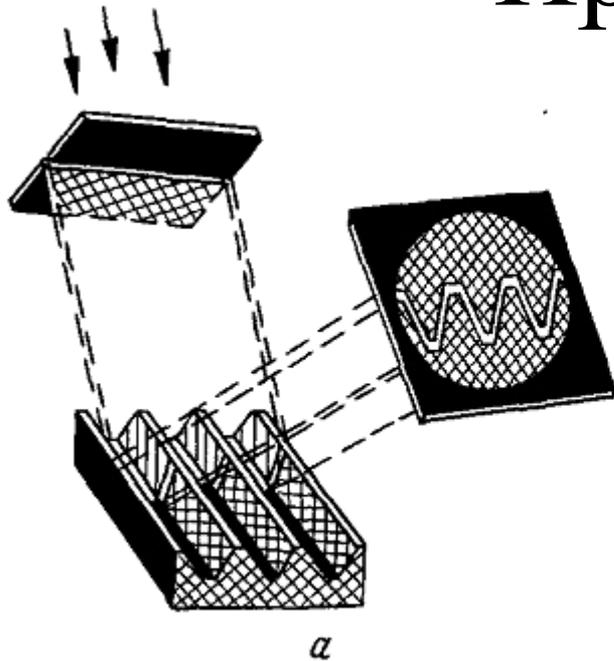


PARKER PRINT-SURF

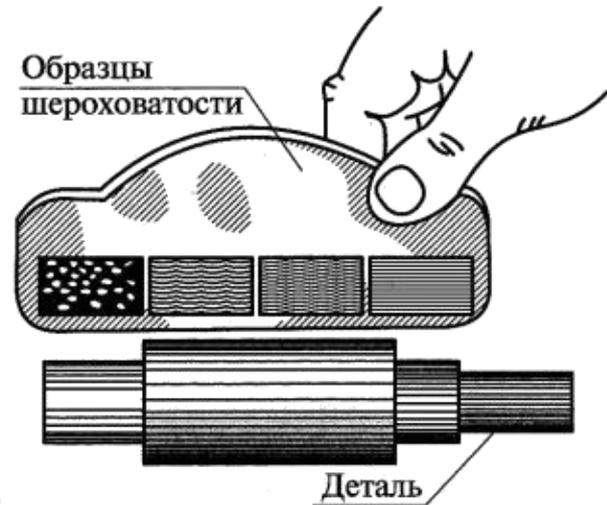


# Прямые методы

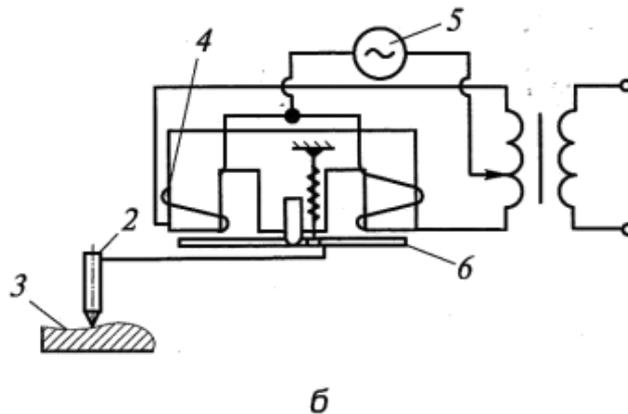
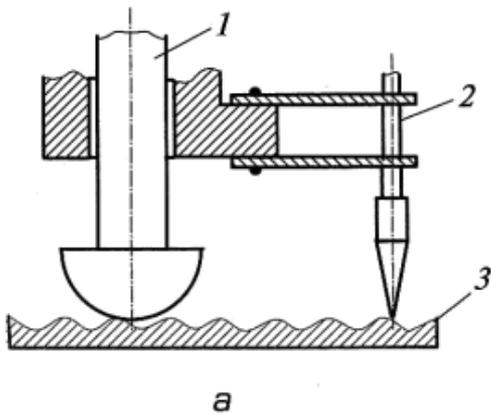
Оптический



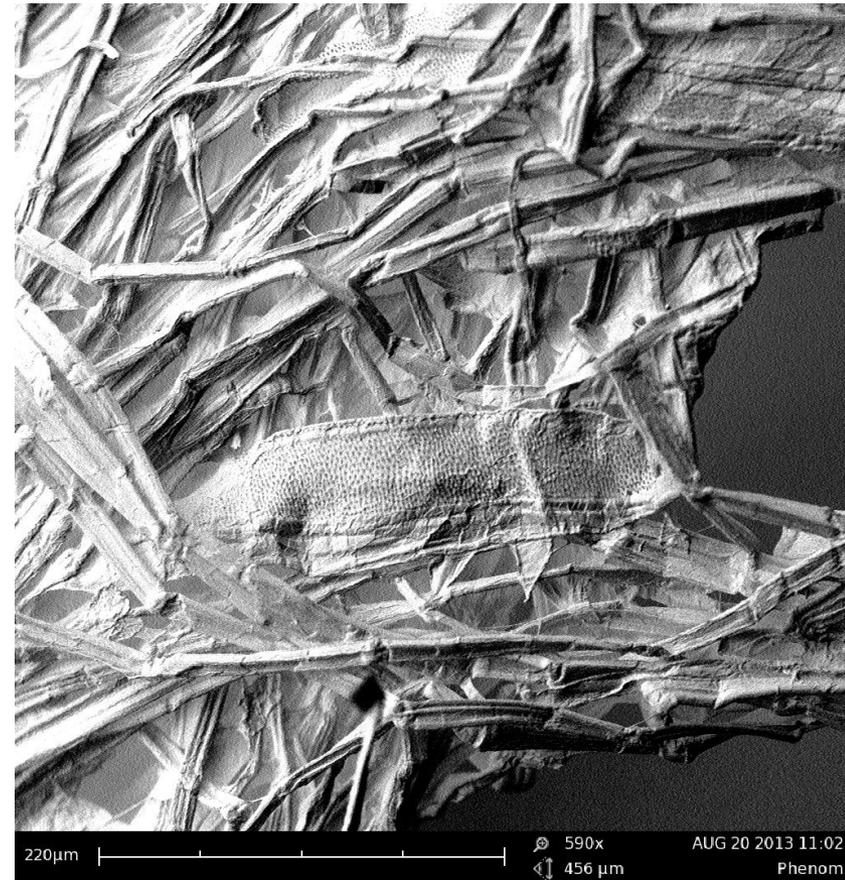
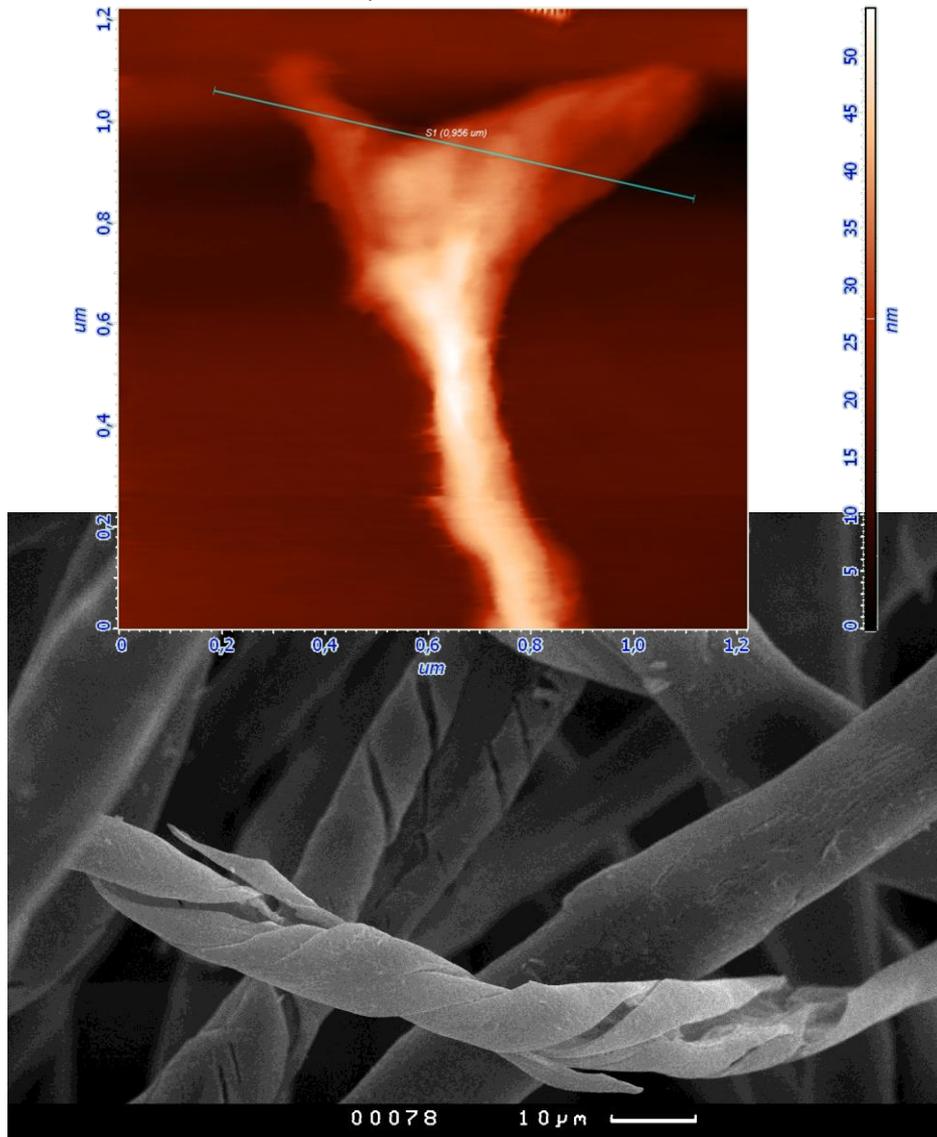
Сравнения



Щуповой



# Микроскопия при анализе целлюлозных материалов



# Оптическая микроскопия

Наилучшее разрешение – 200 нм

- Наблюдение и изучение микроорганизмов, большинства растительных и животных клеток, мелких кристаллов, деталей микроструктуры металлов и сплавов и т. п., определение их формы, размеров, строения и многих других характеристик микрообъектов.

**Основной недостаток – крайне низкая разрешающая способность.**

**Микроскопы оснащаются разнообразными инструментами, облегчающими выделение объекта на фоне среды.**

Чаще всего – методы освещения объекта:

1. В проходящем свете.
2. В отраженном или рассеянном объектом свете.
3. Видимая люминесценция объекта в ультрафиолетовом свете.
4. В поляризованном свете.
5. В цветном («хроматическом») свете.
6. Фазово-контрастная микроскопия (метод интерференционного контрастирования объекта). Визуализируются фазовые искажения света на объекте наблюдения.

# Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ)

- Основана на принципе взаимодействия электронного пучка с исследуемым объектом. Электронный пучок направляется на анализируемый образец. В результате взаимодействия генерируются низкоэнергетичные вторичные электроны, которые собираются детектором вторичных электронов.

**Наилучшее разрешение – 0,4-10 нм**

Получение изображения поверхности объекта с высоким пространственным разрешением (до 0,4 нанометра), информации о составе, строении и некоторых других свойствах приповерхностных слоёв.

## **Недостатки СЭМ:**

1. Электронные микроскопы дороги в производстве и обслуживании.
2. Микроскопы, направленные на достижение высоких разрешений, должны быть размещены в устойчивых зданиях (иногда под землей) и без внешних электромагнитных полей.
3. Образцы в основном должны рассматриваться в вакууме, так как молекулы, составляющие воздух, будут рассеивать электроны. Как правило, работают с проводящими образцами.
4. Непроводящие материалы требуют нанесения проводящего покрытия (золото / палладий, сплав углерода, осмий, и т.д.).
5. Метод неприменим для изучения биологических объектов.

# Атомно-силовая микроскопия (АСМ)

- Принцип работы атомно-силового микроскопа основан на регистрации силового взаимодействия между поверхностью исследуемого образца и зондом.

**Наилучшее разрешение – 0,1-10 нм**

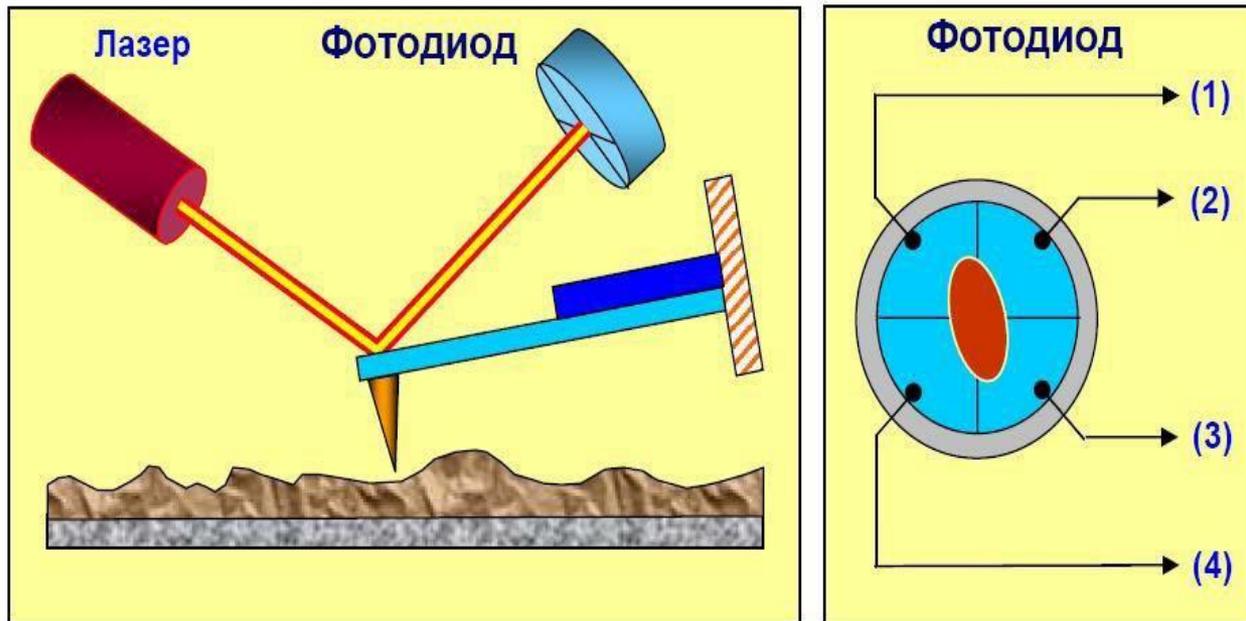
- Развитие атомно-силовой микроскопии привело к возникновению таких методов, как:
  - 1) магнитно-силовая микроскопия,
  - 2) силовая микроскопия пьезоотклика,
  - 3) электро-силовая микроскопия,
  - 4) метод зонда Кельвина.

- В отличие от СЭМ, который даёт псевдотрёхмерное изображение поверхности образца, АСМ позволяет получить истинно трёхмерный рельеф поверхности.
- Непроводящая поверхность, рассматриваемая с помощью АСМ, не требует нанесения проводящего металлического покрытия, которое часто приводит к заметной деформации поверхности.
- Для нормальной работы СЭМ требуется вакуум, в то время как большинство режимов АСМ могут быть реализованы на воздухе или даже в жидкости, что позволяет изучать биомакромолекулы и живые клетки.
- АСМ способен дать более высокое разрешение, чем СЭМ. Показано, что АСМ в состоянии обеспечить реальное атомное разрешение в условиях сверхвысокого вакуума.

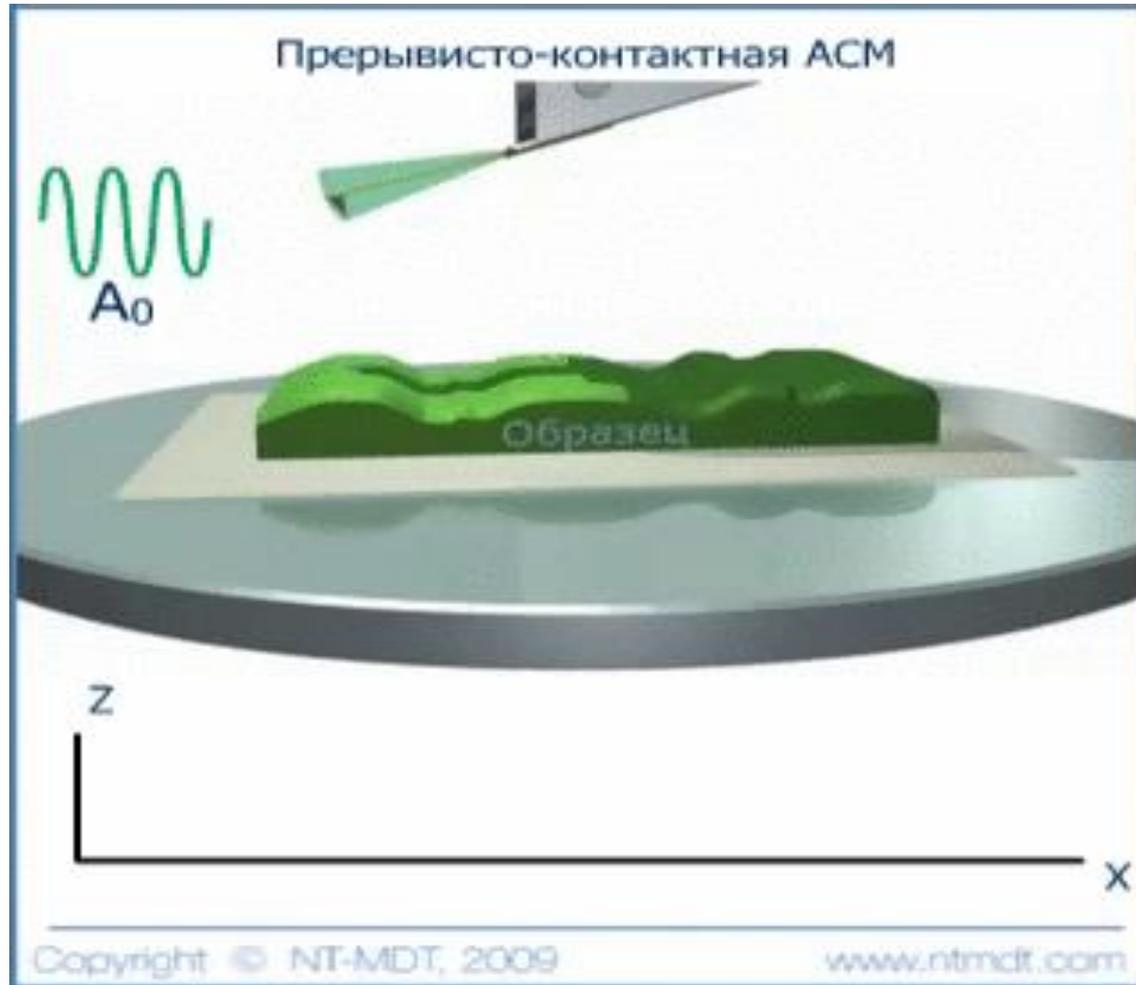
# Атомно-силовой микроскоп (АСМ)

## Схема работы АСМ

Лазерный луч отражается от консоли кантилевера и попадает на 4-секционный фотодатчик. Изгиб консоли фиксируется этим датчиком и по разности сигналов между секциями определяется, в каком направлении и насколько отклонилась консоль.



# Атомно-силовой микроскоп (АСМ)



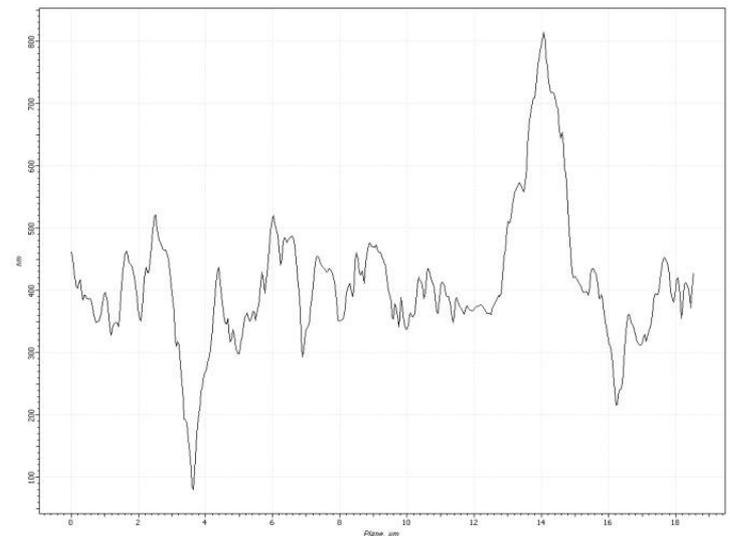
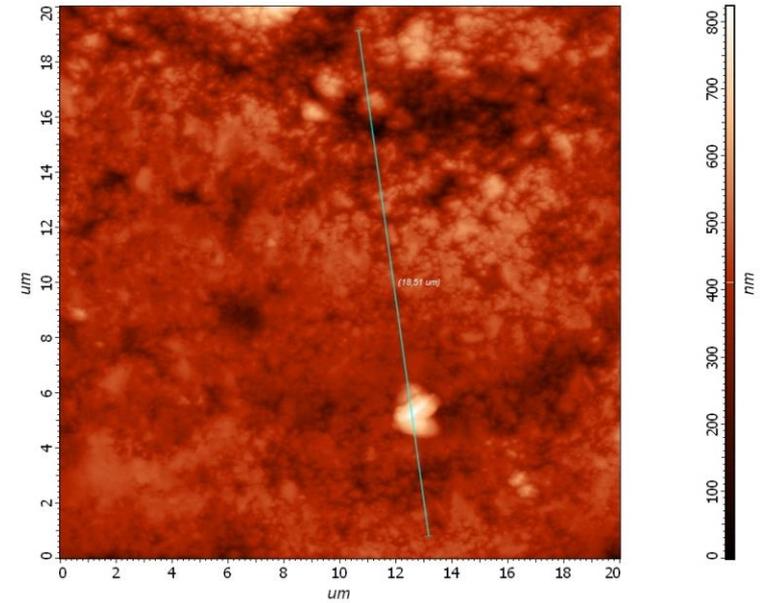
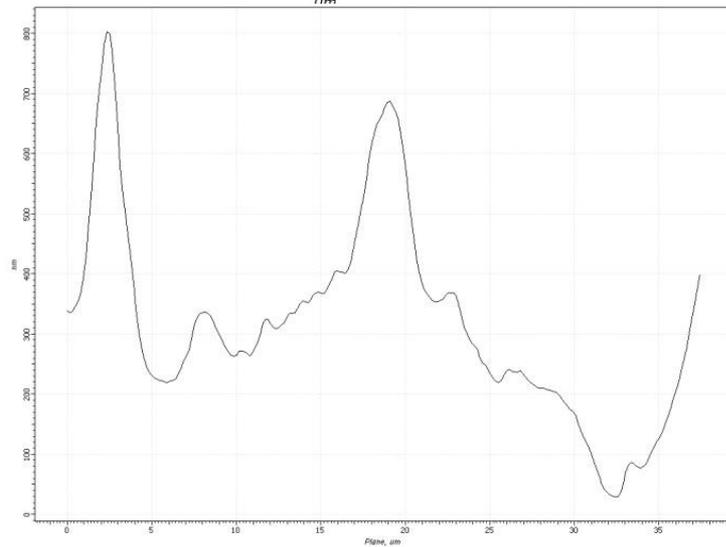
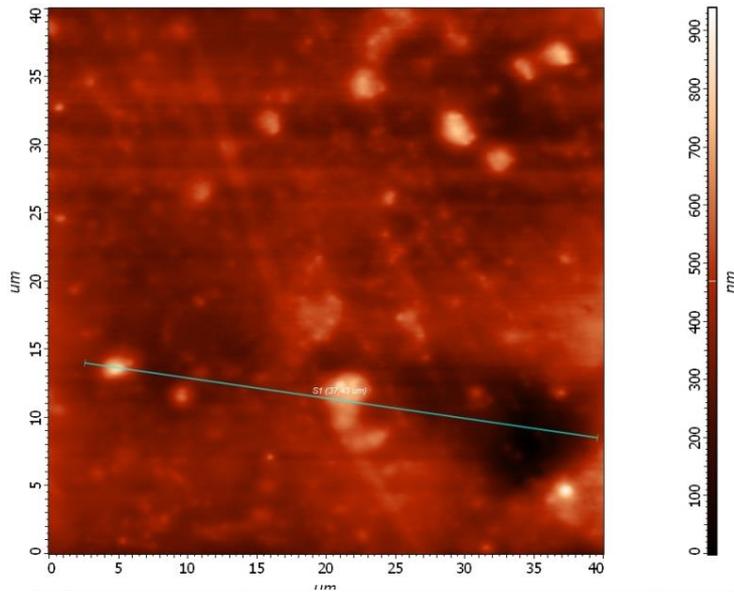
# Работы с использованием АСМ

- Контроль структуры различных видов бумаги методом атомно-силовой микроскопии (2014)
- Documentoscopy by atomic force microscopy (AFM) coupled with Raman microspectroscopy: applications in banknote and driver license analyses (2016)
- Создание композиционной графитовой бумаги с нанотрубками и изучение ее свойств с помощью СЗМ и ПЭМ (2010)
- Определение качества поверхности бумаги методом фрактального анализа (2011)

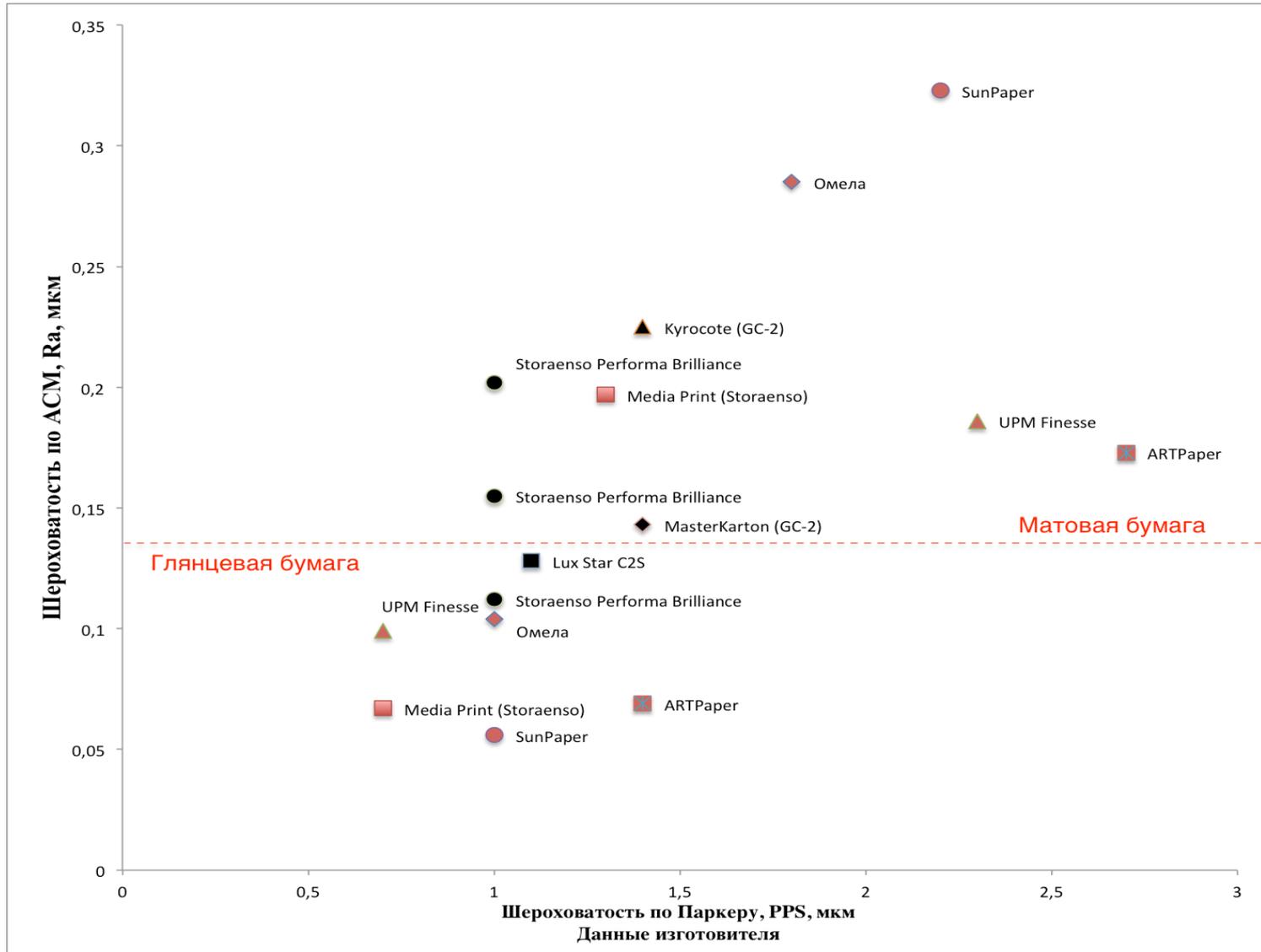
# Соотношение между параметрами печати и результатами испытаний различных видов бумаги методом АСМ

Данные литературы			Результаты испытаний
Тип материала, на котором производится печать	Линиатура	Оптимальное разрешение	Диапазон значений Ra, нм
	<i>lpi</i>	<i>dpi</i>	
Низкокачественная газетная бумага	80	до 1200	490 - 890
Газетная бумага	100	1600-2400	390 - 600
Газетная и офсетная бумага	133	2200-2540	480 - 650
Качественная офсетная, мелованная бумага	150	2540-2800	170 - 760
Мелованная бумага	175	2800-3200	100 - 105
Высококачественные сорта мелованной бумаги	200	3200-3600 и более	55 - 70

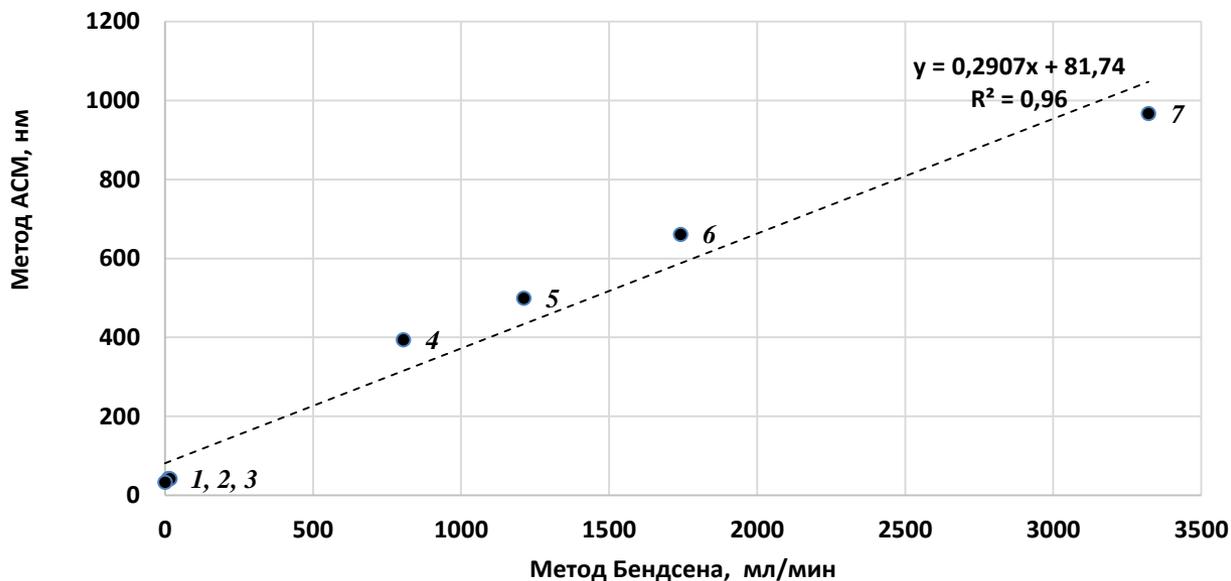
# Результаты работы АСМ



# Результаты сравнения PPS и АСМ

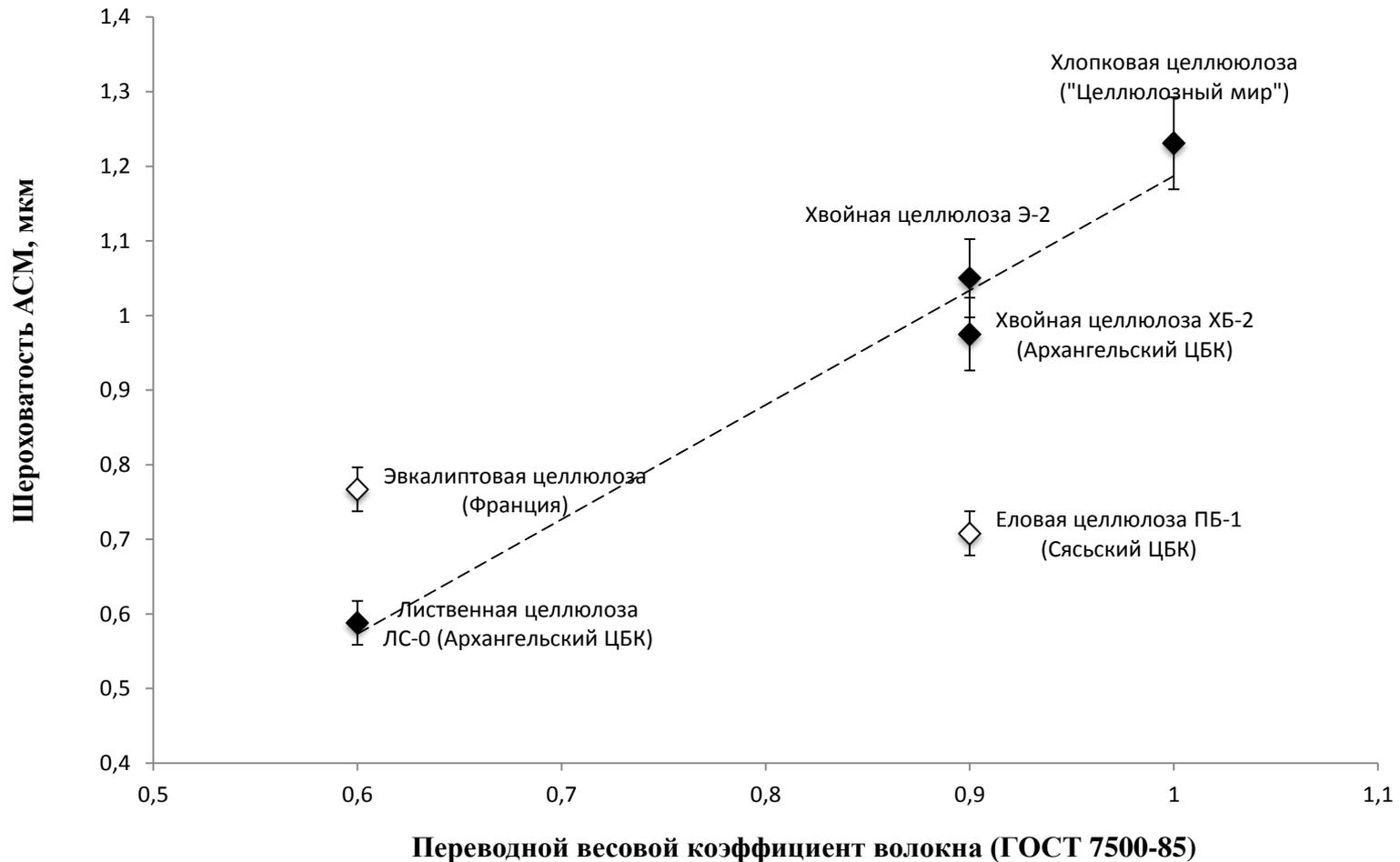


# Результаты испытаний целлюлозно-бумажной продукции по показателю «шероховатость» методом Бендсена и методом АСМ

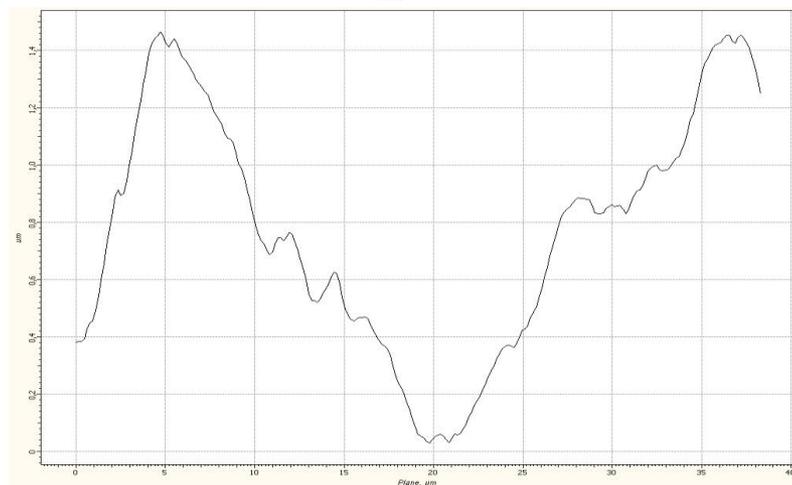
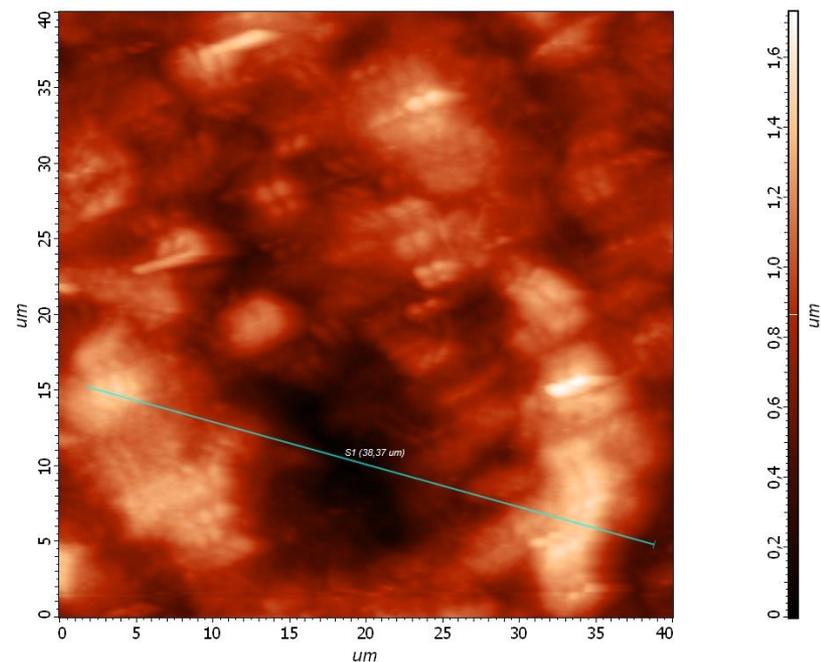
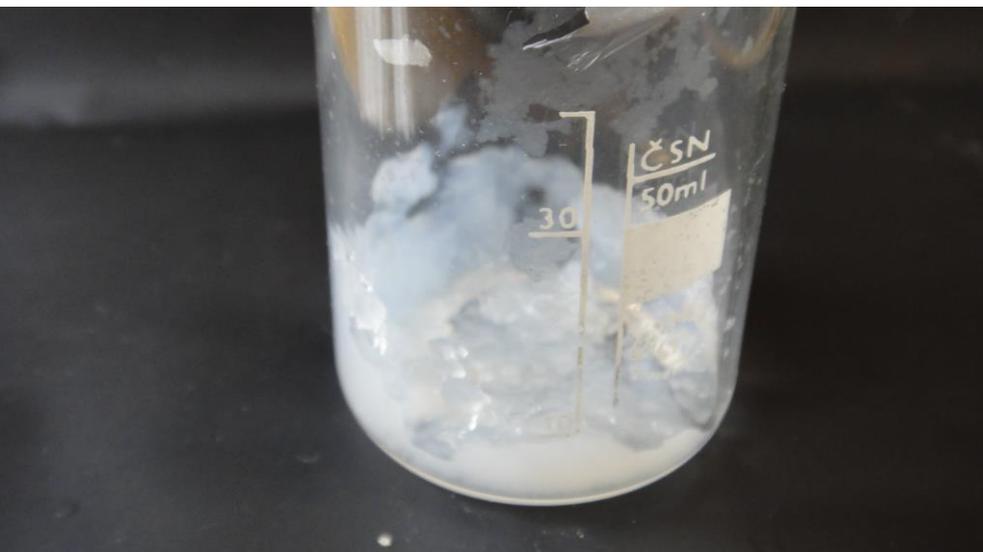


- 1, 2, 3 – бумага мелованная литого мелования
- 4 – бумага-основа для литого мелования
- 5 – бумага мешочная
- 6, 7 – бумага для гофрирования

# Волокнистые полуфабрикаты



# Гель наноцеллюлозы



# АСМ как дополнительный независимый контроль состояния поверхности

К преимуществам рассмотренного метода относятся:

- сравнительно небольшая продолжительность анализа. Экспресс-контроль выполняется в течение 20 – 30 минут. Полный анализ с измерениями и обработкой массива данных в течение 50 – 60 минут;
- кондиционирование образцов не требуется;
- приемлемая цена оборудования, выпускаемого российскими предприятиями

Спасибо за внимание!  
До новых встреч!