

УДК 676.054.6

DOI: 10.18698/2542-1468-2018-1-88-93

ИЗУЧЕНИЕ ТОПОГРАФИИ МАТЕРИАЛОВ НА ЦЕЛЛЮЛОЗНОЙ ОСНОВЕ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

А.А. Кирсанкин, М.Г. Михалева, Г.Г. Политенкова, С.Н. Никольский, С.В. Стывбун

Институт химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии наук, 119991, г. Москва, ул. Косыгина, д. 4

nikolskij56@mail.ru

Выполнен анализ поверхности мелованных видов бумаги и картона с применением атомно-силовой микроскопии (АСМ). Анализ поверхности целлюлозно-бумажных материалов с использованием АСМ является достаточно универсальным и обеспечивает объективную характеристику шероховатости различных видов целлюлозно-бумажной продукции. В отличие от традиционных «воздушных» методов контроля качества целлюлозно-бумажной продукции, которые стандартизированы как в системе ISO, так и в рамках национальных и отраслевых систем стандартизации (ГОСТ, DIN, SCAN, TAPPI), этот метод дает прямое изображение рельефа поверхности. Обработка полученных изображений поверхности материала с применением программного обеспечения позволяет рассчитать шероховатость по предпочтительному параметру — среднеарифметическому отклонению профиля (R_a) в полном соответствии с требованиями ГОСТ 2789–73 и международной рекомендации по стандартизации ИСО Р 468. Результаты не противоречат данным, полученным стандартными (косвенными) методами. Установлено, что в ряде случаев при одном и том же косвенном показателе шероховатости, указанном производителем, расчет параметра R_a по данным АСМ дает более объективные и точные результаты. Метод прямого анализа поверхности бумаги и картона для полиграфии (материалы с мелованным слоем, суперкаландрированные материалы и пр.), использованный в работе, может в перспективе рассматриваться как метод объективного контроля процессов производства основы для мелования, подготовки пигментов для меловальных составов и изготовления конечной продукции.

Ключевые слова: шероховатость, гладкость, атомно-силовая микроскопия, мелованная бумага, поверхность

Ссылка для цитирования: Кирсанкин А.А., Михалева М.Г., Политенкова Г.Г., Никольский С.Н., Стывбун С.В. Изучение топографии материалов на целлюлозной основе методом атомно-силовой микроскопии // Лесной вестник / Forestry Bulletin, 2018. Т. 22. № 1. С. 88–93. DOI: 10.18698/2542-1468-2018-1-88-93

В одной из предыдущих работ [1] авторами было показано, что использование атомно-силовой микроскопии (АСМ) позволяет получить объективную характеристику качества поверхности носителей информации на основе бумаги и картона [1]. Современные технологии производства и переработки целлюлозно-бумажной продукции неразрывно связаны с разработкой и внедрением инновационных методов контроля качества материалов по стадиям процесса и, главное, характеристик конечной продукции. Это в полной мере относится и к носителям информации на бумажной основе. Интенсивное развитие современных методов печати ведет к постоянно-му повышению требований к качеству мелованного слоя бумаги и картона.

Одним из наиболее важных показателей качества бумаги является шероховатость. Она обуславливает способность бумаги передавать печатную информацию без искажений и разрывов. Согласно ГОСТ 30115–95, «шероховатость — это неровность поверхности, которая определяется по расходу воздуха...» [2]. По нашему мнению, данное определение не имеет ничего общего с одним из базовых понятий материаловедения, которое распространяется на шероховатость поверхности изделий независимо от их материала

и способа изготовления (получения поверхности) [3]. Еще раз подчеркнем, что неровность поверхности не может определяться по расходу воздуха.

В соответствии с ГОСТ 2789–73 шероховатость поверхности — это совокупность неровностей с относительно малыми шагами, образующих рельеф поверхности. Шероховатость поверхности определяется по ее профилю, который представляет собой ломаную линию пересечения поверхности плоскостью, перпендикулярной направлению неровностей. Профиль рассматривается на длине базовой линии, в пределах которой выполняются расчеты параметров шероховатости поверхности. Выбранный из номенклатуры ГОСТ 2789–73 параметр шероховатости R_a представляет собой среднеарифметическое отклонение профиля [3, 4].

Цель работы

В настоящей работе проводится изучение топографии поверхности бумаги и картона для полиграфии с применением метода атомно-силовой микроскопии. Техника анализа поверхности целлюлозно-бумажных материалов с использованием АСМ является достаточно универсальной и дает объективную характеристику шероховатости всего спектра целлюлозно-бумажной продукции —

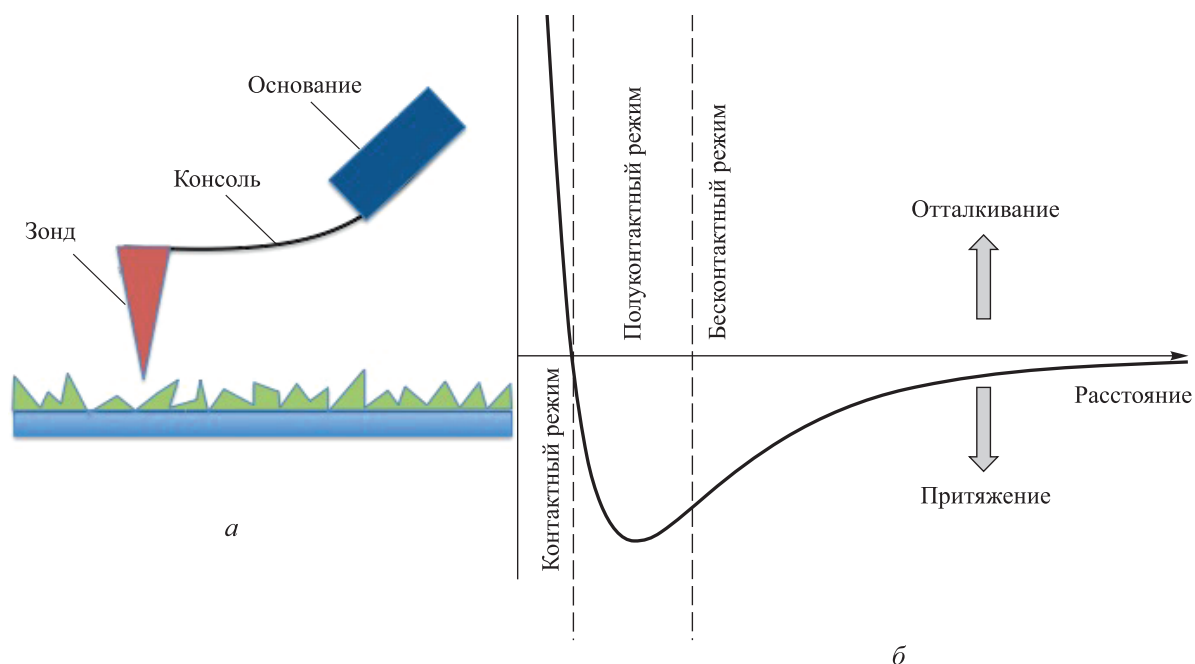


Рис. 1. Схема работы АСМ (а) и график зависимости силы Ван-дер-Ваальса от расстояния между кантилевером и поверхностью образца (б)

Fig. 1. Scheme of АСМ (а) and the graph of the dependence of the Van der Waals force on the distance between the cantilever and the sample surface (б)

от товарной целлюлозы до бумаги и картона с гляцевым мелованным слоем.

Атомно-силовая микроскопия — один из видов сканирующей зондовой микроскопии, используемой для изучения рельефа поверхности с высоким разрешением. Атомно-силовой микроскоп был создан в 1982 г., как модификация сканирующего туннельного микроскопа.

Принцип работы атомно-силового микроскопа заключается в регистрации силового взаимодействия между кантилевером (зондом) и поверхностью образца. При взаимодействии кантилевера с поверхностью на него действует сила, которая приводит к изгибу его консоли (рис. 1, а). Различия в высоте на поверхности исследуемого образца при этом отражаются в изменении силы, действующей на кантилевер и, следовательно, приводят к изменению изгиба его основания. Величина изгиба регистрируется с помощью лазера, направленного на основание кантилевера, и по ней можно судить о рельефе поверхности.

Под силами, действующими между кантилевером и поверхностью, в первую очередь понимают дальнедействующие силы Ван-дер-Ваальса, которые на больших расстояниях являются силами притяжения, а при приближении переходят в силы отталкивания (рис. 1, б).

В зависимости от характера действия силы между зондом и образцом выделяют три режима работы АСМ [5]:

1) контактный;

2) «полуконтактный»;

3) бесконтактный.

Материалы и методы

Применялся полуконтактный режим работы АСМ как наиболее универсальный и позволяющий для большинства исследуемых образцов получать разрешение до 1 нм. В этом режиме в кантилевере возбуждаются колебания и в нижней точке колебаний кантилевер только касается поверхности образца. При таком режиме сканирования образец не повреждается. Данный режим является промежуточным между контактным и бесконтактным.

Все измерения методом атомно-силовой микроскопии выполнены на микроскопе Solver HV (ЗАО NT-MDT, Зеленоград, Россия), работающем в полуконтактном режиме, при комнатной температуре и атмосферном давлении.

Измерения рельефа поверхности образца при АСМ проводили в диапазоне размеров поля зрения от 10 000 до 4 мкм². Использовали стандартные кантилеверы производства ЗАО NT-MDT (Зеленоград, Россия). Собственные частоты кантилеверов 110...180 кГц, радиус закругления зонда 10 нм. На топографических изображениях, полученных в режиме постоянной амплитуды, высота профиля передается цветом: чем выше деталь рельефа, тем она светлее.

Образец бумаги помещали на поверхность стандартной кремниевой пластины, используемой в микроэлектронной промышленности. Да-

Т а б л и ц а 1

Продукция целлюлозно-бумажных предприятий [6]
Products of pulp and paper enterprises [6]

Изготовитель, страна	Местонахождение производства	Мощность	Виды продукции
Группа «Илим», Россия	г. Коряжма г. Братск г. Усть-Илимск	свыше 2500 тыс. т/год	Сульфатная белая хвойная и лиственная целлюлоза; товарная целлюлоза; картон и гофроупаковка; бумага для гофрирования; офсетная бумага для печати; офисная бумага; мелованная бумага «Омела»; продукты лесохимической и биохимической переработок
	Ленинградская обл.	140 млн. м ²	
UPM, Финляндия	Финляндия	свыше 2000 тыс. т/год	Мелованная журнальная бумага; немелованная журнальная бумага; этикеточные и упаковочные материалы; бумага для полиграфии
	Франция	380 тыс. т/год	
	Великобритания	490 тыс. т/год	
SUN PAPER, Китай	г. Яньчжоу	300 тыс. т/год	Торговые марки: High Class Copy Paper; Art Paper; Offset Paper; Film Base Paper; Peel Base Paper; PS Lining Paper
Storaenso, Финляндия – Швеция	Финляндия	2500 тыс. т/год	Книжная белая бумага для печати; офисная бумага; конверты и схоластические бумаги; журнальная бумага; мультимелованная бумага; мелованная бумага; суперкаландрированная бумага; газетная бумага; улучшенная газетная бумага; немелованная журнальная бумага; белая целлюлоза; немелованная тонкая бумага

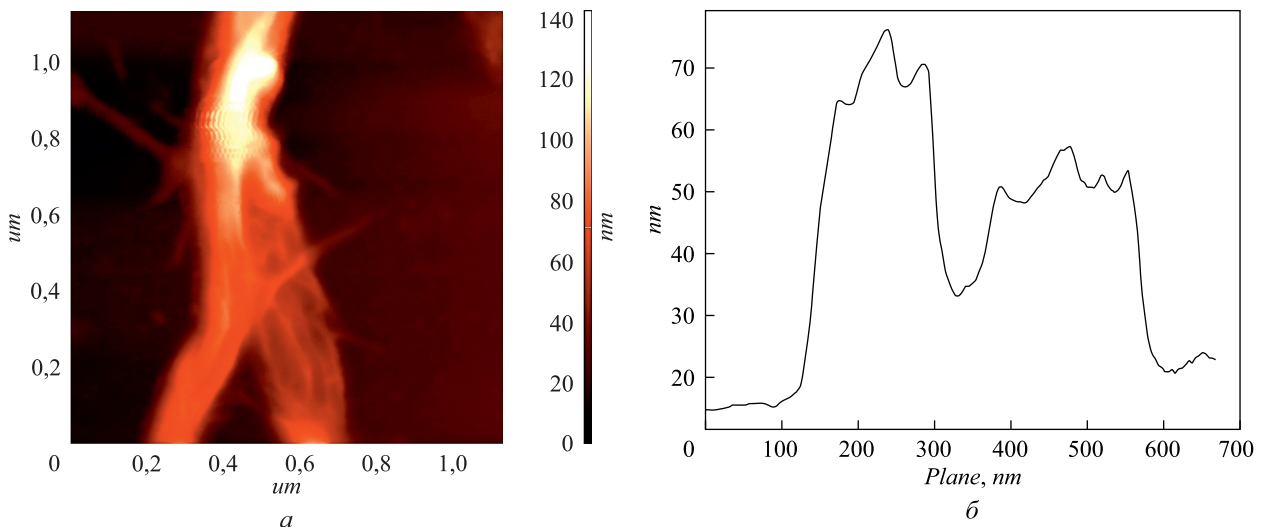


Рис. 2. Поверхность целлюлозного волокна: *a* — топографическое изображение с выделенной линией; *б* — профиль выделенной линии поверхности

Fig. 2. Surface of cellulose fiber: *a* — topographic image with a selected line; *б* — profile of the selected surface line

лее подготовленный образец устанавливали в микроскоп. Кондиционирование образцов бумаги не проводили.

Использовали образцы продукции ряда мировых лидеров целлюлозно-бумажной промышленности (табл. 1). Методом АСМ проанализирована (рис. 2, б) топография поверхности следующих видов волокнистых полуфабрикатов и бумаги для полиграфии:

- товарной целлюлозы (папка) из хвойных и лиственных пород древесины, а также однолетних растений (хлопок);
- бумаги газетной, пухлой, типографской;

- бумаги для офисной техники;
- бумаги мелованной (матовой, глянцевой).

В настоящее время для контроля поверхности твердых материалов используют два основных класса прямых методов. К ним относятся бесконтактные (оптические) и контактные методы [7–10].

Бесконтактные методы направлены на элементарную оценку параметров шероховатости. Контактные методы, основанные на сравнении исследуемой поверхности с эталонами [11] позволяют дать комплексную оценку. В табл. 2. приведены характеристики прямых методов анализа поверхности твердых материалов.

Т а б л и ц а 2

Прямые методы анализа поверхности твердых материалов
Direct methods for analyzing the surface of solid materials

Метод	Описание
Растровый (оптический) [7]	На исследуемую поверхность кладется стеклянная пластинка с нанесенной на нее растровой сеткой, на которую подаются световые лучи под наклоном. В местах микроскопических неровностей штрихи отраженной растровой сетки накладываются на штрихи реальной сетки, в результате чего возникают муаровые полосы
Методы светового и теневого свечения (оптические) [7]	Узкий световой пучок с помощью объектива направляется на исследуемую поверхность под определенным углом. Отражаясь, луч проходит через объектив и формирует изображение щели в окуляре. Абсолютно ровная поверхность будет при отражении давать идеально прямой световой пучок (линию), а шероховатая поверхность — искривленный.
Микроинтерференционный (оптический) [7]	Используя интерферометр, получают интерференционную картину поверхности исследуемого объекта с искривлениями полос в местах неровностей. Затем параметры шероховатости измеряют, с помощью микроскопа
Визуальный (сравнение по образцам) [8]	Визуальное сопоставление обработанной поверхности с эталоном невооруженным глазом или под микроскопом, а также по ощущениям при тактильном ощупывании
Щуповой [9, 10]	Алмазная игла прижимается и перемещается параллельно исследуемой поверхности. В местах возникновения микронеровностей возникают механические колебания измерительной головки иглы. Эти колебания передаются в датчик, преобразующий механическую энергию колебания в электрический сигнал

В целлюлозно-бумажном производстве наиболее распространенными и повсеместно применяемыми методами количественной оценки качества поверхности бумаги и картона для полиграфии являются косвенные методы, такие как (табл. 3):

- гладкость по Бекку [12];
- шероховатость по Бендтсену [13];
- шероховатость по Шеффилду [14];
- шероховатость по Паркеру (PPS) [15].

Суть данных методов состоит в измерении скорости потока воздуха между поверхностью бумаги и анализатором. Форма и характеристики анализатора зависят от способа определения. Независимо от принципа измерения все методы обладают од-

ним общим свойством — они косвенные и дают усредненную (брутто) характеристику состояния поверхности запечатываемого материала. Следовательно, очень высока вероятность получения идентичных результатов контрольных анализов конечной продукции при различных реальных состояниях поверхности тестируемого материала.

В работе рассматривается использование прямого метода количественного анализа качества покрытия мелованных видов бумаги. Авторы обратились не к традиционным методам микроскопического анализа целлюлозных материалов (оптическая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия), а к атомно-силовой

Т а б л и ц а 3

Косвенные методы анализа поверхности твердых материалов
Indirect methods for analyzing the surface of solid materials

Определяемый параметр (Автор)	Суть метода	Ограничения	Единицы измерения
Гладкость (Бекк) [12]	Измеряется время, необходимое для прохождения определенного объема воздуха в вакуумную камеру между поверхностями испытуемого образца и стеклянной полированной пластины	Распространяется на бумагу и картон толщиной до 0,6 мм. Не рекомендуется для газетной бумаги, не подходит для грубой бумаги и картона	с
Шероховатость (Бендтсен) [13]	Воздух выдувается под постоянным давлением в металлическую трубку, помещенную на бумагу. Измеряется объем воздуха, который утекает под дно металлической трубки, из-за неровностей поверхности бумаги	Неприменим для мягкой бумаги, бумаги с высокой воздухопроницаемостью	мл/мин
Шероховатость (Шеффилд) [14]	Измеряется поток воздуха при заданном давлении, который прокачивается через гладкую стеклянную колонку и просачивается между пазом в измерительной головке прибора и поверхностью образца бумаги	То же	Единицы Шеффилда; мл/мин
Шероховатость (Паркер) [15]	Воздух под известным давлением проходит сначала через жидкостной импеданс, а затем через измерительную головку в атмосферу. Разность значений давления воздуха при прохождении через импеданс и измерительную головку преобразуется на выходе в значение шероховатости	Подходит для печатных видов бумаги и картона, где поверхность может формировать плотное прилегание к измерительной головке	мкм

микроскопии. Этот раздел современной микроскопии стал применяться для исследования материалов на целлюлозной основе начиная лишь с 2010 г. [16–19]. Следует отметить, что обработка экспериментальных данных с применением различных аналитических зависимостей имеет лишь косвенную значимость [20].

Результаты и обсуждение

Результаты сканирования поверхности мелованных образцов бумаги наглядно демонстрируют преимущества и достоинства метода АСМ для контроля качества целлюлозно-бумажной продукции для полиграфии (рис. 3).

При обработке данных АСМ рассматривали выделенный профиль, проводимый через наивысшую и наинизшую точки исследуемой поверхности. Длина отрезка прямой, на котором оценивается профиль поверхности, превышает длину базовой линии, предусмотренной в соответствующих нормативных документах [3]. Программное обеспечение прибора АСМ позволяет рассчитать параметры шероховатости поверхности в точном соответствии с ГОСТ 2789–73 [3]. Примеры топографического изображения поверхности и результаты анализа профиля представлены на рис. 4 и 5.

Важно отметить, что полученные нами данные удовлетворительно согласуются с показателями шероховатости по методу Паркера. Однако в некоторых случаях при одном и том же косвенном показателе шероховатости, указанном производителем, прямые расчеты параметра Ra по данным АСМ дают разные результаты, что говорит о большей точности метода АСМ. При этом значения Ra , полученные для образцов с

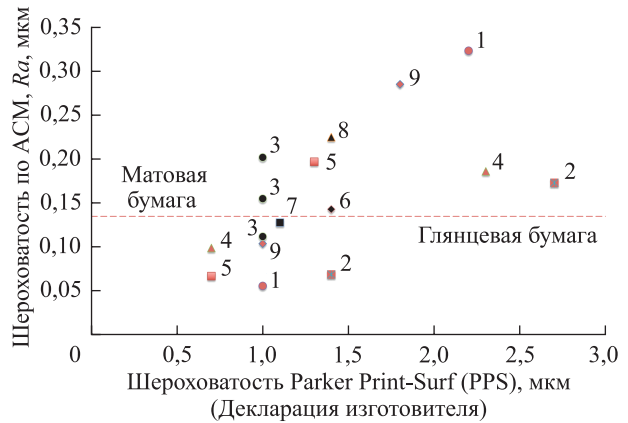


Рис. 3. Сравнение значений шероховатости PPS с данными по шероховатости, полученными методом АСМ: 1 — SunPaper; 2 — ARTPaper; 3 — Storaenso Performa Brilliance; 4 — UPM Finesse; 5 — Media Print (Storaenso); 6 — Master Karton (GC-2); 7 — Lux Star C2S; 8 — Kycocote (GC-2); 9 — Omela

Fig. 3. Comparison of the roughness values of PPS with the roughness data obtained by the AFM method: 1 — SunPaper; 2 — ARTPaper; 3 — Storaenso Performa Brilliance; 4 — UPM Finesse; 5 — Media Print (Storaenso); 6 — Master Karton (GC-2); 7 — Lux Star C2S; 8 — Kycocote (GC-2); 9 — Omela

равными показателями шероховатости по Паркеру, различаются в 3–4 раза.

Верно и обратное положение. В процессе экспериментальной работы установлено, что разным значениям шероховатости поверхности, измеренной по методу Бендтсена, могут соответствовать одинаковые значения параметра Ra , полученным методом АСМ. Данное обстоятельство дополнительно подтверждает отсутствие взаимно-однозначного соответствия между реальной шерохо-

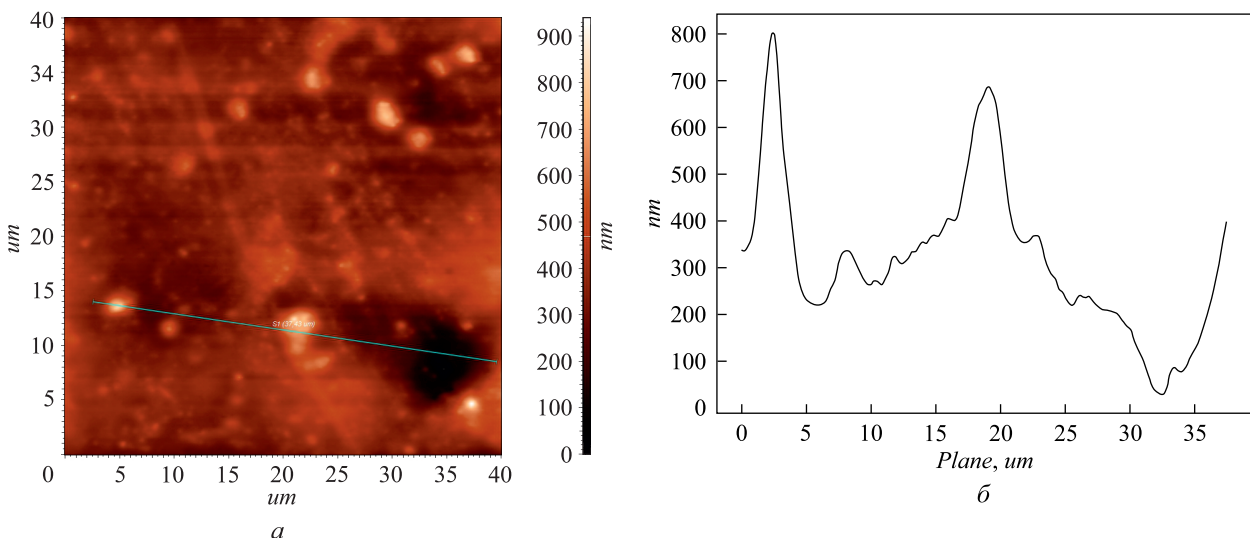


Рис. 4. Поверхность мелованной бумаги «Омела»: a — топографическое АСМ-изображение; b — профиль выделенной линии поверхности, проведенной через наивысшую и наинизшую точки рассматриваемой области

Fig. 4. The surface of coated paper «Omela»: a — topographic AFM image; b — the profile of the selected line of the surface drawn through the highest and lowest points of the region under consideration

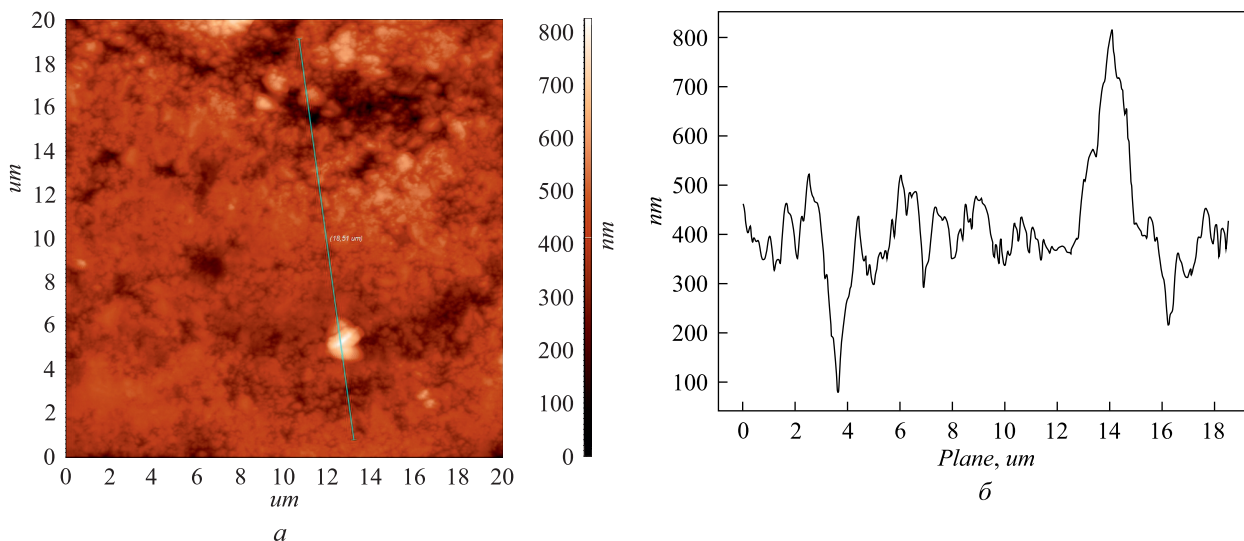


Рис. 5. Поверхность мелованной бумаги Storaenso: *a* — топографическое АСМ-изображение; *б* — профиль выделенной линии поверхности, проведенной через наивысшую и наинизшую точки рассматриваемой области

Fig. 5. The surface of coated paper Storaenso: *a* — topographic AFM image; *b* — the profile of the selected line of the surface drawn through the highest and lowest points of the region under consideration

ватостью поверхности и результатами измерений с использованием косвенных методов анализа.

Полученные данные полностью согласуются с данными по линиатуре растра и оптимальному разрешению для видов бумаги и картона, применяемых в полиграфии [21]. Таким образом, результаты, полученные при применении АСМ, объективно отражают качество бумаги для печати каждого производителя (табл. 4). Отметим, что отнесение конкретных видов бумаги к тому или иному типу материала сделано авторами исключительно на основании данных, соответствующих

параметрам ГОСТ или нормативных документов изготовителя (ТУ, СТП). Так, например, газетная бумага машинной гладкости (пухляя), выпускаемая «Монди Сыктывкарский ЛПК», ни в коей мере не является низкокачественной газетной бумагой.

Главной особенностью метода АСМ для определения качества поверхности материала является его универсальность. Тип поверхности, толщина образца и иные параметры не влияют на объективность получаемых результатов. Метод АСМ дает возможность исследования топографии

Т а б л и ц а 4

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

The correlation between the parameters of printing and the test results of various types of paper by the AFM method

Данные литературы [19]			Результаты испытаний	
Тип материала, на котором производится печать	Линеатура, lpi	Оптимальное разрешение, dpi	Вид бумаги	Диапазон значений <i>Ra</i> , нм
Низкокачественная газетная бумага	80	До 1200	Пухляя	490–890
Газетная бумага	100	1600–2400	—	390–600
Газетная и офсетная бумага	133	2200–2540	Типографская	480–650
Качественная офсетная, мелованная бумага	150	2540–2800	«Омела» DNS Premium MediaPrint UPM Finesse SunPaper Svetocopy ARTPaper	170–760
Мелованная бумага	175	2800–3200	«Омела» UPM Finesse	100–105
Высококачественные сорта мелованной бумаги	200	3200–3600 и более	MediaPrint SunPaper ARTPaper	55–70

поверхности практически всех видов целлюлозно-бумажной продукции. При этом снимаются все ограничения косвенных методов анализа, принятых в целлюлозно-бумажном производстве. С единых позиций рассматриваются характеристики как волокнистых полуфабрикатов, так и мелованных бумаги и картона.

Выводы

Метод прямого анализа поверхности мелованных видов бумаги может в перспективе рассматриваться как метод дополнительного технологического контроля процессов поверхностной обработки различных материалов, качества поверхности основы для мелования (бумага, картон) и меловального состава.

Преимущества рассмотренного:

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

Измеренное значение шероховатости поверхности, полученное с помощью метода АСМ, численно совпадает со значением переводного коэффициента целлюлозного волокна (табл. 5). Следовательно, данный метод фактически опре-

деляет такую характеристику волокна, как грубость [22], а значит, является именно прямым методом контроля качества поверхности твердых материалов.

Наблюдаемые отклонения измеренных значений Ra от переводных коэффициентов волокнистых полуфабрикатов, представленных в ГОСТ 7500–85, ни в коей мере не свидетельствуют о некорректном подходе к анализу грубости различных видов целлюлозы.

Ранее было показано [23–27], что грубость волокон технической целлюлозы определяется следующими факторами:

- 1) природно-климатическими (условия произрастания, порода и возраст древесины);
- 2) технологическими (способ и условия процессов делигнификации растительного сырья, степень провара, схема отбеливания целлюлозы).

Грубость волокон технической целлюлозы (иначе, масса единицы длины) может быть выражена следующим образом:

- в собственных единицах (мкг/м);
- в относительных единицах (ГОСТ 7500–85 [28]);
- количеством волокон в единице массы (именно таким способом в настоящее время и измеряется грубость волокон). Количество волокон технической целлюлозы в единице массы по различным оценкам составляет: хвойные породы (сосна, ель) — до 2–2,5 млн шт./г; береза — 7,5–8,5 млн. шт./г; осина — 10–11 млн шт./г. Однолетние растения — свыше 15 млн шт./г.

Следовательно, при прочих равных условиях именно грубость волокон будет определять шероховатость листа товарной целлюлозы. Таким образом, полученная корреляция между шероховатостью листа товарной целлюлозы и грубостью волокон растительной ткани имеет реальную физическую основу и не является случайным совпадением.

Список литературы

- [1] Кирсанкин А.А., Михалева М.Г., Никольский С.Н., Мусохранова А.В., Стовбун С.В. Прямой метод контроля качества поверхности мелованных видов бумаги // Химия растительного сырья, 2016. № 4. С. 157–161.
- [2] ГОСТ 30115–95 (ИСО 8791-1). Бумага и картон. Определение шероховатости/гладкости (методы с применением пропускания воздуха). Общие требования. М.: Изд. стандартов, 1999. 7 с.
- [3] ГОСТ 2789–73 (Рекомендация ИСО Р 486). Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики. М.: Стандартиформ, 2006. 7 с.
- [4] МИ 41–75. Методика выполнения измерений параметров шероховатости поверхности по ГОСТ 2789–7 при помощи приборов профильного метода. М.: Изд-во стандартов, 1975. 18 с.
- [5] Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: Техносфера, 2005. 144 с.

Т а б л и ц а 5

Соотношение между шероховатостью целлюлозы и переводным коэффициентом
The ratio between the roughness of the cellulose and the conversion factor

Образец	Масса целлюлозы площадью 1 м ² , г	Белизна по ISO, %	Переводной коэффициент [28]	Шероховатость по методу АСМ Ra , нм
Лиственная целлюлоза ЛС-1 (Архангельский ЦБК), Россия	700	87	0,6	0,588
Хвойная целлюлоза ХБ-2	650	86	0,9	0,975
Хлопковая целлюлоза (ООО «Целлюлозный мир», г. Александров), Россия	130...140	85	1	1,231
Эвкалиптовая целлюлоза (Франция)	850	88	0,6	0,767
Полубеленая целлюлоза ПБ-1 (Сясьский ЦБК), Россия	500	70	0,9	0,708

- [6] Сайт Birkner. URL: <https://www.paper-world.com/>
- [7] ISO 8503. Ч. 3: Метод калибровки компараторов профиля поверхности ИСО и определение профиля поверхности с применением микроскопа. М.: Изд-во стандартов, 2012. 18 с. URL: <http://www.standards.ru/document/4684662.aspx>
- [8] ISO 8503. Ч. 2: Метод классификации профиля стальной поверхности, очищенной обдувкой абразивом, с применением компараторов. Минск: Госстандарт, 2006. 11 с.
- [9] ГОСТ 19300–86. Средства измерений шероховатости поверхности профильным методом. Профилографы-профилометры контактные. Типы и основные параметры. М.: Изд-во стандартов, 1986. 11 с.
- [10] ГОСТ Р 8.651–2009 ГСИ. Приборы контактные (шуповые) для измерений шероховатости поверхности. Методика калибровки. М.: Стандартинформ, 2009. 12 с.
- [11] Пашкевич М.Ф., Жолобов А.А., Мрочек Ж.А., Кожуро Л.М., Пашкевич В.М. Исследования и изобретательство в машиностроении / под общ. ред. М.Ф. Пашкевича. Минск: Адукацыя і выхаванне, 2005. 287 с.
- [12] ГОСТ 12795–89 (ИСО 5627). Бумага и картон. Метод определения гладкости по Бекку. М.: Изд-во стандартов, 1989. 7 с.
- [13] ГОСТ 30022.2–93 (ISO 8791-2:2013). Бумага и картон. Метод определения шероховатости (метод с применением пропускания воздуха). Метод Бендтсена. Минск: Изд-во стандартов, 1999. 7 с.
- [14] ISO 8791–3:2005. Бумага и картон. Определение шероховатости/гладкости (методы определения воздухопроницаемости). Ч. 3: Метод Шеффилда. URL: <http://www.standards.ru/document/3634775.aspx>
- [15] DIN ISO 8791–4:2008-05. Paper and board – Determination of roughness/smoothness (air leak methods). Part 4. Print-surf method (ISO 8791–4:2007). Бумага и картон. Определение шероховатости/гладкости (методы определения воздухопроницаемости). Ч. 4: Метод испытания печатной поверхности. 26 с. URL: <http://www.standards.ru/document/4185956.aspx>
- [16] Вячеславова О.Ф., Бавыкин О.Б. Современные методы оценки качества поверхности деталей машин: учеб. пособие. М.: МАМИ, 2010. 74 с.
- [17] Жуков М.В. Контроль структуры различных видов бумаги методом атомно-силовой микроскопии // Науч.-техн. вестник информационных технологий, механики и оптики, 2014. № 1. С. 44–49.
- [18] Jandira Maria de O.B. Brandão, Natwrie S. M. Almeida, Pedro V.M. Dixini, Clertes H.A. Baier, Heloísa P. Dias, João F.P. Bassane, Hildegardo S. França, Samantha R.C. Silva, Gloria M.F.V. Aquije, Wanderson Romão. Documentoscopy by atomic force microscopy (AFM) coupled with Raman microspectroscopy: applications in banknote and driver license analyses // Analytical Methods, 2016, v. 8, no. 4, pp. 771–784.
- [19] Антоненко С.В. Создание композиционной графитовой бумаги с нанотрубками и изучение ее свойств с помощью СЗМ и ПЭМ // Научная сессия МИФИ, 2010. Т. 3. С. 34.
- [20] Кобенко В.Ю., Ихлазов С.З., Голунов А.В. Определение качества поверхности бумаги методом фрактального анализа // Омский науч. вестник, 2011. № 3 (103). С. 330–334.
- [21] Стефанов С., Тихонов В. Цвет ready-made, или Теория и практика цвета. М.: РепроЦЕНТР, 2005. 320 с.
- [22] Кларк Дж. Технология целлюлозы / пер. с англ. А.В. Оболенской, Г.А. Пазухиной. М.: Лесная пром-сть, 1983. 456 с.
- [23] Никольский С.Н., Гугнин М.Ю., Майлова А.А., Шалимова Т.В. Определение выхода сульфатной целлюлозы при варке в котлах непрерывного и периодического действия // Бумажная пром-сть, 1990. № 8. С. 10–11.
- [24] Никольский С.Н. Определение переводных коэффициентов полуфабрикатов щелочных и кислородно-щелочных способов варки // Бумажная пром-сть, 1989. № 6. С. 9–10.
- [25] Никольский С.Н., Гугнин М.Ю., Майлова А.А. Влияние выхода щелочных целлюлоз на переводной коэффициент // Химия древесины, 1987. № 5. С. 115–116.
- [26] Никольский С.Н., Гугнин М.Ю. Оценка линейной плотности волокон технической целлюлозы // Химия древесины, 1988. № 3. С. 38–40.
- [27] Никольский С.Н., Жалина В.А., Кокконен И.В., Ольшевская Н.Е. Определение переводных коэффициентов целлюлоз окислительных способов варки // Сб. тр. ЛТА «Технология бумаги и картона». Л.: ЛТА, 1989. С. 10–13.
- [28] ГОСТ 7500–85. Бумага и картон. Методы определения состава по волокну. М.: Изд-во стандартов, 1987. 50 с.

Сведения об авторах

Кирсанкин Андрей Александрович — канд. физ.-мат. наук, научный сотрудник Института химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, aakirsankin@chph.ras.ru

Михалева Мария Геннадьевна — канд. физ.-мат. наук, инженер-исследователь Института химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, wawe@bk.ru

Политенкова Галина Григорьевна — научный сотрудник Института химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, g_politenkova@mail.ru

Никольский Сергей Николаевич — канд. хим. наук, старший научный сотрудник Института химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, nikolskij56@mail.ru

Стовбун Сергей Витальевич — д-р физ.-мат. наук, заведующий лабораторией Института химической физики им. Н.Н. Семенова РАН, s.stovbun@chph.ras.ru

Статья поступила в редакцию 25.10.2017.

STUDYING THE TOPOGRAPHY OF MATERIALS ON CELLULOSE BASIS USING ATOMIC FORCE MICROSCOPY

A.A. Kirsankin, M.G. Mikhaleva, G.G. Politenkova, S.N. Nikolskiy, S.V. Stovbun

Semenov Institute of Chemical Physics, Russian Academy of Sciences, Kosygina st., 4, Moscow, 119991

nikolskij56@mail.ru

The paper analyzes the surface of coated papers and cardboard types using atomic force microscopy (AFM). It is shown that the analysis of the surface of pulp and paper materials using AFM is quite versatile and provides an objective description of the roughness of various types of pulp and paper products. Unlike traditional «air» methods of quality control of pulp and paper products, which are standardized both in the ISO system and in the framework of national and industry standardization systems (GOST, DIN, SCAN, TAPPI), this method gives a direct image of the surface relief. The processing of the obtained images of the surface of the material with the use of software makes it possible to calculate the roughness according to the preferred parameter—the medium-non-arithmetic deviation of the profile (Ra) in full compliance with the requirements of GOST 2789-73 and the international recommendation on the standardization of ISO R 468. The results of this study do not contradict the data received standard (indirect) methods. It was found that in a number of cases with an equal indirect roughness index specified by the manufacturer, the calculation of the Ra parameter from the AFM data gives, in our opinion, more objective and accurate results. The method of direct analysis of the surface of paper and paperboard for polygraphy (materials with coated layer, supercalendered materials, etc.) used in the work can in the future be viewed as a method of objective control of the production processes of the basis for coating, preparation of pigments for coating compositions and the production of final products.

Keywords: roughness, smoothness, atomic force microscopy, coated paper, surface

Suggested citation: Kirsankin A.A., Mikhaleva M.G., Politenkova G.G., Nikolskiy S.N., Stovbun S.V. *Izuchenie topografii materialov na tsellyuloznoy osnove metodom atomno-silovoy mikroskopii* [Studying the topography of materials on cellulose basis using atomic force microscopy]. *Lesnoy vestnik / Forestry Bulletin*, 2018, vol. 22, no. 1, pp. 88–93. DOI: 10.18698/2542-1468-2018-1-88-93

References

- [1] Kirsankin A.A., Mikhaleva M.G., Nikol'skiy S.N., Musokhranova A.V., Stovbun S.V. *Pryamoy metod kontrolya kachestva poverkhnosti melovannykh vidov bumagi* [Direct methods of quality control of the surface of coated paper types]. *Khimiya rastitel'nogo syr'ya* [Chemistry of plant raw materials], 2016, no. 4, pp. 157–161.
- [2] *GOST 30115–95 (ISO 8791–1). Bumaga i karton. Opredelenie sherokhovatosti/gladkosti (metody s primeneniem propuskaniya vozdukh)* [GOST 30115–95 (ISO 8791–1) Paper and paperboard. Determination of roughness / smoothness (methods with the use of air transmission). General requirements]. Moscow: Publishing House of Standards, 1999, 7 p.
- [3] *GOST 2789–73 (Rekomendatsiya ISO R 486). Sherokhovatost' poverkhnosti. Parametry i kharakteristiki* [GOST 2789–73 (Recommendation ISO R 486) Surface roughness. Parameters and characteristics]. Moscow: Standartinform, 2006, 7 p.
- [4] *MI 41–75. Metodika vypolneniya izmereniy parametrov sherokhovatosti poverkhnosti po GOST 2789–7 pri pomoshchi priborov profil'nogo metoda* [MI 41–75 Method for measuring the parameters of surface roughness in accordance with GOST 2789–7 using devices of the profile method]. Moscow: Publishing House of Standards, 1975, 18 p.
- [5] Mironov V.L. *Osnovy skaniruyushchey zondovoy mikroskopii* [Scanning probes of microscopy]. Moscow: Tekhnosfera [Technosphere], 2005, 144 p.
- [6] Birkner. Available at: <https://www.pper-world.com/>
- [7] *ISO 8503. Ch. 3: Metod kalibrovki komparatorov profilya poverkhnosti ISO i opredelenie profilya poverkhnosti s primeneniem mikroskopa* [ISO 8503. Part 3: Method for calibrating the ISO surface profile comparators and determining the surface profile using a microscope], 2012. Available at: <http://www.standards.ru/document/4684662.asp>
- [8] *ISO 8503. Ch. 2: Metod klassifikatsii profilya stal'noy poverkhnosti, ochishchennoy obduvkoy abrazivom, s primeneniem komparatorov* [ISO 8503. Part 2: Method for classifying the steel surface profile, cleaned by abrasive blasting, using comparators]. Minsk: Gosstandart, 2006, 11 p.
- [9] *GOST 19300–86. Sredstva izmereniy sherokhovatosti poverkhnosti profil'nyim metodom. Profilografy-profilometry kontaktnye. Tipy i osnovnye parametry* [GOST 19300–86 Means for measuring the surface roughness by the profile method. Profile profilographs are not contactable. Types and basic parameters]. Moscow: Publishing House of Standards, 1986, 11 p.
- [10] *GOST R 8.651–2009 GSI. Pribory kontaktnye (shchupovye) dlya izmereniy sherokhovatosti poverkhnosti. Metodika kalibrovki* [GOST R 8.651–2009 of the ICG. Devices contact (feeler) for measuring surface roughness. Method of calibration]. Moscow: Standartinform, 2009.
- [11] Pashkevich M.F., Zholobov A.A., Mrochek Zh.A., Kozhuro L.M., Pashkevich V.M. *Issledovaniya i izobretatel'stvo v mashinostroeni. Pod obshch. red. M.F. Pashkevicha* [Research and invention in engineering]. Minsk: Adukatsiya i Vykhanava, 2005, 287 p.
- [12] *GOST 12795–89 (ISO 5627). Bumaga i karton. Metod opredeleniya gladkosti po Bekku* [GOST 12795–89 (ISO 5627). Paper and paperboard. Method for determining the smoothness of Beck]. Moscow: Publishing House of Standards, 1989, 7 p.
- [13] *GOST 30022.2–93 (ISO 8791–2:2013). Bumaga i karton. Metod opredeleniya sherokhovatosti (metod s primeneniem propuskaniya vozdukh)*. Metod Bendtsena [GOST 30022.2–93 (ISO 8791–2: 2013) Paper and paperboard. Method for determining the roughness (method with the use of air transmission). Bendzen's method]. Minsk: Publishing House of Standards, 1999, 7 p.
- [14] *ISO 8791–3:2005. Bumaga i karton. Opredelenie sherokhovatosti/gladkosti (metody opredeleniya vozdukhopronitsaemosti). Chast' 3: Metod Sheffilda* [ISO 8791–3: 2005. Paper and paperboard. Determination of roughness / smoothness (methods for

- determining air permeability). Part 3: Sheffield's method]. Available at: <https://www.standards.ru/document/3634775.asp>
- [15] DIN ISO 8791-4: 2008-05. Paper and board — Determination of roughness / smoothes (air leach methodes). Part 4: Print-surf methode (ISO 8791-4: 2007). Available at: <http://www.standards.ru/document/4185956.asp>
- [16] Vyacheslavova O.F., Bavykin O.B. *Sovremennye metody otsenki kachestva poverkhnosti detaley mashin* [Modern methods of assessing the surface quality of machine parts]. Moscow: MAMI, 2010, 74 p.
- [17] Zhukov M.V. *Kontrol' struktury razlichnykh vidov bumagi metodom atomno-silovoy mikroskopii* [Control of the structure of various types of paper by the atomic-strength microscopy method]. Scientific and Technical J. Information Technologies, Mechanics and Optics, 2014, no. 1, pp. 44–49.
- [18] Jandira Maria de O.B. Brando, Natriee S.M. Almeida, Pedro V.M. Dichini, Sleres H.A. Bayer, Neolis P.Diaz, Jogo F.P. Bassane, Nildeguardo S. França, Samantha R.S. Silva, Gloria M.F.W. Awuije, Wenderson R. Documentoscopy by atomic force microscopy (AFM) coupled with Raman microspectroscopy: applications in banknote and driver license analyses. *Analytical Methods*, 2016, v. 8, no. 4, pp. 771–784.
- [19] Antonenko S.V. *Sozdanie kompozitsionnoy grafitovoy bumagi s nanotrubkami i izuchenie ee svoystv s pomoshch'yu SZM i PEM* [Creation of composition graphite paper with nanotubes and study of its properties with the help of SPM and TEM]. Nauchnaya srssiya MIFI [Scientific session of MEPhI], 2010, v. 3, p. 34.
- [20] Kobenko V.Yu., Ikhilazov S.Z., Golunov A.V. *Opreделение kachestva poverkhnosti bumagi metodom fraktal'nogo analiza* [Determination of the paper surface quality by the method of fractal analysis]. Omsk Scientific Bulletin, 2011, no. 3 (103), pp. 330–334.
- [21] Stefanov S., Tikhonov V. *Tsvet ready-made, ili Teoriya i praktika tsveta* [The color of the Rada-Mada or Theory and practice of color]. Moscow: Reprintsentr, 2005, 320 p.
- [22] Clark J. *Tekhnologiya tsellyulozy* [Cellulose technology]. Translated from English by A.V. Obolenskoe, G.A. Pazukhinoi. Moscow: Lesnaya prom-st', 1983, 456 p.
- [23] Nikol'skiy S.N., Gugnin M.Yu., Maylova A.A., Shalimova T.V. *Opreделение vykhoda sul'fatnoy tsellyulozy pri varke v kotlakh nepreryvnogo i periodicheskogo deystviya* [Determination of the yield of sulfate pulp during cooking in continuous and periodic boilers]. *Bumazhnaya prom-st'* [Paper Industry], 1990, no. 8, pp. 10–11.
- [24] Nikol'skiy S.N. *Opreделение perevodnykh koefitsientov polufabrikatov shchelochnykh i kislorodno-shchelochnykh sposobov varki* [Determination of the transfer coefficients of semi-finished products of alkaline and oxygen-alkaline methods of cooking]. *Bumazhnaya prom-st'* [Paper Industry], 1989, no. 6, pp. 9–10.
- [25] Nikol'skiy S.N., Gugnin M.Yu., Maylova A.A. *Vliyaniye vykhoda shchelochnykh tsellyuloz na perevodnoy koefitsient* [Influence of the yield of alkaline celluloses on the translated coefficient] *Khimiya drevesiny* [Chemistry of Wood], 1987, no. 5, pp. 115–116.
- [26] Nikol'skiy S.N., Gugnin M.Yu. *Otsenka lineynoy plotnosti volokon tekhnicheskoy tsellyulozy* [Estimating the Linear density of technical cellulose fibers]. *Khimiya drevesiny* [Timber Chemistry], 1988, no. 3, pp. 38–40.
- [27] Nikol'skiy S.N., Zhalina V.A., Kokkonen I.V., Ol'shevskaya N.E. *Opreделение perevodnykh koefitsientov tsellyuloz oksislitel'nykh sposobov varki* [Determination of conversion factors of celluloses of oxidative cooking methods]. Collected works of LTA «Paper and cardboard technology». Leningrad: LTA, 1989, pp. 10–13.
- [28] *GOST 7500-85. Bumaga i karton. Metody opredeleniya sostava po voloknu* [GOST 7500-85. Paper and paperboard. Methods for determining the composition of the fiber]. Moscow: Publishing House of Standards, 1987, 50 p.

Author's information

Kirsankin Andrey Aleksandrovich — Cand. Sci. (Phys. and Math.), Researcher of the Semenov Institute of Chemical Physics RAS, aakirsankin@chph.ras.ru

Mikhaleva Mariya Gennad'evna — Cand. Sci. (Phys. and Math.), Research Engineer of the Semenov Institute of Chemical Physics RAS, wawe@bk.ru

Politenkova Galina Grigor'evna — Researcher of the Semenov Institute of Chemical Physics RAS, g_politenkova@mail.ru

Nicol'skiy Sergey Nikolaevich — Cand. Sci. (Chemica), Senior Researcher of the Semenov Institute of Chemical Physics RAS, nikolskij56@mail.ru

Stovbun Sergey Vital'evich — Dr. Sci. (Phys. and Math.), Head of Laboratory of Semenov Institute of Chemical Physics RAS, s.stovbun@chph.ras.ru

Received 25.10.2017.