



УДК 676.014

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ШИРИНЫ ЦЕЛЛЮЛОЗНЫХ ВОЛОКОН*

© Д.Г. Чухчин, канд. техн. наук, доц.

М.С. Брильков, студент

И.А. Хадыко, магистрант

К.Ю. Терентьев, асп.

Е.В. Новожилов, д-р техн. наук, проф.

Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова,
наб. Северной Двины, 17, г. Архангельск, Россия, 163002

E-mail: dimatsch@mail.ru

В статье представлена автоматизированная методика определения ширины целлюлозных волокон, основанная на микроскопировании отдельных волокон и последующей обработке полученных фото- и видеофайлов с помощью специально разработанного программного обеспечения. Большое теоретическое и практическое значение имеет исследование процессов набухания целлюлозных волокон. Методика позволяет проводить видеосъемку процесса набухания целлюлозных волокон в различных реагентах, включая концентрированные растворы кислот и щелочей.

Проведено сравнение результатов измерения ширины волокон по предложенной методике с данными, полученными на широко применяемом анализаторе L&W Fiber Tester. Показано, что распределения волокон по ширине имеют схожую конфигурацию. Преимуществом предложенной методики является то, что она позволяет изучать набухание волокон в различных растворителях, в то время как прибор L&W Fiber Tester не предназначен для работы с агрессивными химическими реагентами. Методика позволяет отслеживать в динамическом режиме изменение структуры волокна, с ее помощью могут быть определены такие характеристики, как ширина целлюлозных волокон, степень, скорость и формы их набухания в процессе обработки кислотами, щелочами и ферментами.

Ключевые слова: целлюлозное волокно, микроскопия, ширина, набухание, видеозапись, автоматическое измерение.

Изучению структуры и свойств целлюлозных волокон уделяется большое внимание, так как от них зависят показатели готовой продукции. Дж. Кларк [4] выделил 6 основных характеристик, которые он назвал фундаментальными: среднюю длину, собственную прочность, грубость волокон, спо-

* Работа выполнена на оборудовании ЦКП НО «Арктика» Северного (Арктического) федерального университета имени М.В. Ломоносова при финансовой поддержке Минобрнауки России и гранта для молодых ученых компании ОПТЭК.

способность к размолу и уплотнению во влажном состоянии, когезионную способность. В настоящее время для анализа волокон широко используется прибор L&W Fiber Tester, который позволяет проводить исследования водных суспензий целлюлозных волокон в автоматическом режиме [4].

Среди других характеристик волокон выделяется их средняя ширина, которая используется при определении критической длины волокна [6], представляющей собой интегральную характеристику фундаментальных свойств (по Кларку) [5]. При ее расчете в скрытой форме учитывается прочность отдельного волокна, его адгезионная способность, грубость и способность к уплотнению во влажном состоянии [2]. Параметры волокон могут значительно меняться в технологических процессах производства целлюлозных полуфабрикатов. Ширина волокон может как уменьшаться за счет удаления наружных слоев клеточных стенок в результате химических, механических или ферментативных воздействий, так и увеличиваться из-за набухания волокон.

Под набуханием понимают процесс сорбции низкомолекулярного вещества полимером, сопровождающийся увеличением массы, объема и изменением структуры последнего. При набухании волокон происходит увеличение их ширины, которое можно определить микроскопическим методом. Изменение ширины волокон достаточно широко используется для оценки степени набухания при действии различных реагентов [1, 8, 9]. Однако, чтобы количественно охарактеризовать процесс набухания, необходимо провести измерение ширины большого числа волокон, что является очень трудоемким процессом.

Цель наших исследований – разработка автоматизированной методики определения ширины целлюлозных волокон, в том числе в процессе их обработки различными реагентами, вызывающими набухание волокна.

Для проведения измерений использовали следующее оборудование: оптический микроскоп с видеокамерой (микроскоп Carl Zeiss AXIO Imager M2), персональный компьютер. Ускорение определения ширины волокон и повышение точности метода возможно при компьютерной обработке данных, полученных с помощью микроскопа. Для этого необходимо накопление массива фото- или видеоизображений волокон испытуемого образца и его обработка при помощи соответствующего программного обеспечения.

Для получения фотоизображений волокон используют сухие предметные стекла. Волокна располагают по всей площади одного стекла, накрывают вторым стеклом. Оба стекла закрепляют в зажим и переносят непосредственно на предметный столик микроскопа. Настройкой микроскопа обеспечивают четкость изображения волокон. Перемещая образец в горизонтальной плоскости, с помощью программы проводят фотофиксацию изображения волокон. Расположение и количество волокон не существенно, важны лишь четкие границы отдельных волокон. Для каждой пробы количество измерений шири-

ны волокон составляет 150...250, коэффициент вариации – 2...3 %.

При работе программы сканирование осуществляется по прямой, поперек волокна (рис. 1), начало и направление которого задают курсором.

При обработке отснятых фото- или видеофайлов программа самостоятельно определяет границы волокна и рассчитывает расстояние между ними. Во время сканирования происходит считывание значений яркости цветовой составляющей каждого пикселя изображения и сохранение их в массиве данных.

На рис. 2 представлено распределение яркости пикселей на линии сканирования волокна. Области 1 и 5 отражают фон, границам волокна соответствуют области 2 и 4 с минимальной яркостью пикселей, область 3 характеризует внутреннюю полость волокна. Пиксель в массиве, имеющий самое наименьшее значение яркости, указывает границы волокна, которые намного темнее основного фона изображения. Программа записывает координаты каждого пикселя, чтобы потом найти координаты точек на границах волокна и рассчитать расстояние между ними, которое будет соответствовать его ширине.

Процесс обработки видеофайлов осуществляется автоматически по кадру. Для случаев, в которых границы волокон на видеоизображении видны нечетко или волокно подвижно, предусмотрен ручной режим работы. При этом курсором ставятся точки непосредственно на границах интересующего волокна, и программа рассчитывает расстояние между ними.

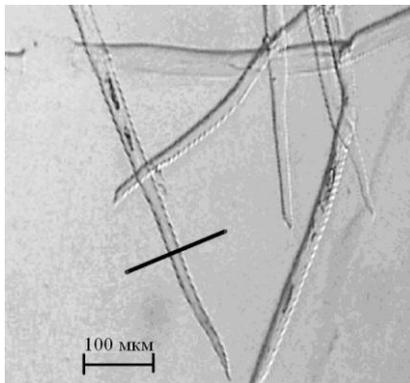


Рис. 1 Линия сканирования ширины волокна

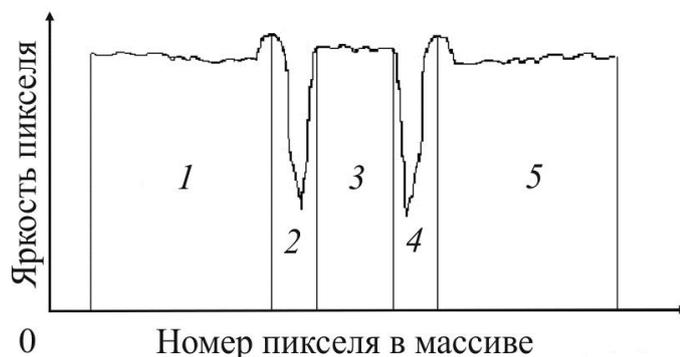


Рис. 2. Определение границы волокна по яркости пикселей на линии сканирования

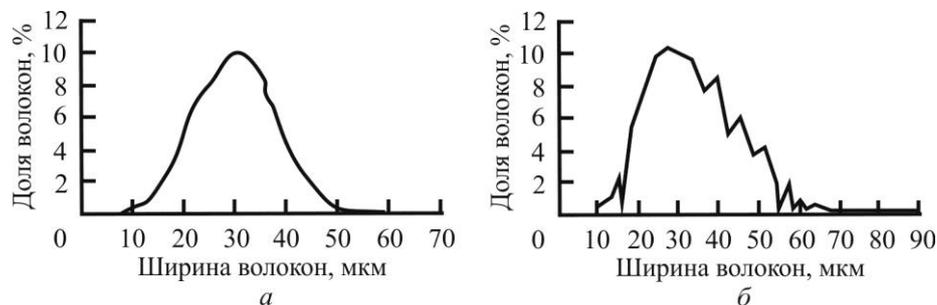


Рис. 3. Распределение ширины волокон, определенное на приборе L&W Fiber Tester (*а*) и по разработанной методике (*б*)

Представляло интерес сравнить результаты измерения ширины волокон по предложенной методике и с анализатора L&W Fiber Tester. На рис. 3, *а* приведен график с данными, полученными на приборе L&W Fiber Tester для технической целлюлозы из сосны [7], для сравнения на рис. 3, *б* представлено распределение значений ширины волокон хвойной целлюлозы, полученное по разработанной методике (более 200 волокон).

Очевидно, что распределения волокон по ширине имеют схожую конфигурацию. Однако количество волокон, измеренное с помощью прибора L&W Fiber Tester, достигает несколько десятков тысяч, благодаря чему распределение получается более равномерным.

Исследования набухания волокон целлюлозы в воде, органических растворителях, растворах щелочей и концентрированных кислотах имеют большую теоретическую и практическую значимость. Существует тесная взаимосвязь между способностью целлюлозы к набуханию и ее способностью к размолу, а следовательно, и со свойствами получаемой бумаги [7]. При производстве искусственного целлюлозного волокна способность целлюлозных волокон к набуханию определяет их поведение при мерсеризации, ксантогенировании щелочной целлюлозы, а также в ходе химических реакций [7].

Разработанная методика позволяет получить видеоизображения динамики набухания волокон. После помещения образца на предметный столик рекомендуется найти такое положение, при котором в центр попадало бы несколько (1 – 3) отдельно лежащих волокон, без их скоплений и посторонних включений. После настройки микроскопа, обеспечивающей четкое изображение волокон, запускают функцию видеозаписи. После этого в пространство между стеклами вносят каплю реагента, которая под действием капиллярной силы проникает между ними и вызывает набухание целлюлозных волокон. Видеосъемку проводят до прекращения набухания волокон или их растворения.

В качестве примера на рис. 4 приведены фотографии волокон сульфатной лиственной облагороженной целлюлозы для химической переработки с содержанием α -целлюлозы 94,2 % до набухания (рис. 4, *а*) и набухших в 10 %-м растворе щелочи (рис. 4, *б*).

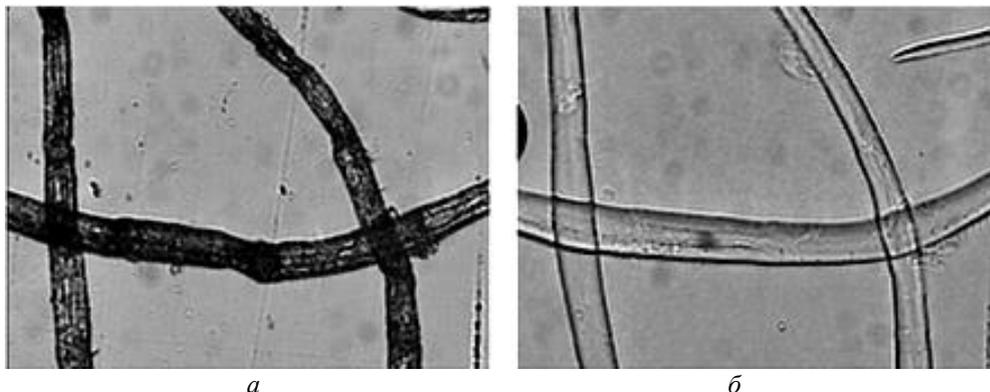


Рис. 4. Фотография целлюлозных волокон до (а) и после (б) набухания в растворе щелочи

Таким образом, предложенная методика позволяет изучать набухание волокон в различных растворителях, включая концентрированные растворы щелочей и кислот. Методика позволяет выполнять видеозапись процесса набухания и отслеживать изменение структуры волокна в динамическом режиме. С ее помощью могут быть определены такие характеристики, как ширина целлюлозных волокон, степень, скорость и морфологические особенности их набухания в процессе обработки кислотами, щелочами и ферментами [3].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Аввакумова А.В. Отбелка и облагораживание предгидролизной натронной целлюлозы из лиственных пород древесины: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Л., 1984. 18 с.
2. Дулькин Д.А., Спиридонов В.А., Комаров В.И. Современное состояние и перспективы использования вторичного волокна из макулатуры в мировой и отечественной индустрии бумаги. Архангельск: Изд-во АГТУ, 2007. 1118 с.
3. Изменение структуры клеточной стенки и свойств волокон беленой сульфатной лиственной целлюлозы при ферментативном воздействии / Новожилов Е.В., Чухчин Д.Г., Терентьев К.Ю., Хадько И.А. // Химия растительного сырья. 2012. №2. С. 15–20.
4. Карлссон Х. Гид по волокну. Анализ волокна и его применение в ЦБП. Справочное руководство. Kista snabbtryck, Sweden, 2008. 118 с.
5. Кларк Дж. Технология целлюлозы. М.: Лесн. пром-сть, 1983. 456 с.
6. Комаров В.И. «Критическая» длина волокна – фактор, определяющий деформативность и прочность целлюлозно-бумажных материалов // Лесн. журн. 1993. № 4. С. 79–83. (Изв. высш. учеб. заведений).
7. Оболенская А.В. Практические работы по химии древесины и целлюлозы / Оболенская А.В., Щеголев В.П., Аким Г.Л., Коссович Н.Л., Емельянова И.З. М.: Изд-во, 1965. 412 с.
8. Целлюлоза и ее производные / Под ред. Н. Байклза, Л. Сегала. М.: Химия, 1974. 500 с.

9. Шлык Е.Г., Горский Г.М. Химический метод оценки качества волокнистого полуфабриката. // Создание конкурентоспособного оборудования и технологий для изготовления бумажно-картонной продукции из вторичного волокнистого сырья: материалы 3-й Междунар. науч.-техн. конф. Караваево, 2002. С. 103–107.

Поступила 06.02.13

Development of the Method for Determining the Width of Cellulose Fibers

D.G. Chukhchin, Candidate of Engineering, Associate Professor

M.S. Bril'kov, Student

I.A. Khadyko, Master's Candidate

K.Yu. Terentyev, Postgraduate Student

E.V. Novozhilov, Doctor of Engineering, Professor

Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, naberezhnaya Severnoy Dviny, 17, Arkhangelsk, 163002, Russia

E-mail: dimatsch@mail.ru

The paper describes an automated method of determining the width of cellulosic fibers, including in the course of their treatment by various reagents. This method is based on microscopy of individual fibers and subsequent treatment of obtained photos and video files with the help of specially designed software. The study of cellulose fibers swelling is of great theoretical and practical importance. The method allows us to film cellulose fibers swelling in various reagents, including strong solutions of mineral acids and alkalis.

We compared the fiber width measurements taken by the proposed method with those obtained by the widely used L&W Fiber Tester. Fiber distributions by the width turned out to have similar configuration. The advantage of the proposed method is that it allows us to study fiber swelling in various solvents, both organic and inorganic, while L&W Fiber Tester cannot be used with aggressive chemicals. The method allows us to monitor dynamic changes in the fiber structure and can help determine such parameters as the width of cellulose fibers and the degree, rate and shape of their swelling when treated with acids, alkalis and enzymes.

Keywords: cellulose fiber, microscopy, width, swelling, video recording, automatic measurement.

REFERENCES

1. Avvakumova A.V. *Otbelka i oblagorazhivanie predgidroliznoy natronnoy tsellyulozy iz listvennykh porod drevesiny*: avtoref. dis. ... kand. tekhn. nauk [Bleaching and Refinement of Prehydrolysis Soda Pulp from Hardwood: Cand. Tech. Sci. Diss. Abs.]. Leningrad, 1984. 18 p.

2. Dul'kin D.A., Spiridonov V.A., Komarov V.I. *Sovremennoe sostoyanie i perspektivy ispol'zovaniya vtorichnogo volokna iz makulatury v mirovoy i otechestvennoy industrii bumagi* [Current State and Prospects of the Use of Recycled Fiber from Waste Paper in the Global and Domestic Paper Industry]. Arkhangelsk, 2007. 1118 p.

3. Novozhilov E.V., Chukhchin D.G., Terent'ev K.Yu., Khadyko I.A. Izmenenie struktury kletchnoy stenki i svoystv volokon belenoy sul'fatnoy listvennoy tsellyulozy pri fermentativnom vozdeystvii [Changes of Cell Wall Structure and Fiber Properties of Bleached Kraft Hardwood Pulp by Enzymatic Action]. *Khimiya rastitel'nogo syr'ya*, 2012, no. 2, pp. 15–20.

4. Karlsson H. *Fibre Guide. Fibre Analysis and Process Applications in the Pulp and Paper Industry* (Russ. ed.: Karlsson Kh. *Gid po voloknu. Analiz volokna i ego primenenie v TsBP. Spravochnoe rukovodstvo*. Kista Snabbtryck, Sweden. 2008. 118 p.).

5. Clark D. *Pulp Technology and Treatment for Paper*. 1978 (Russ. ed.: Klark Dzh. *Tekhnologiya tsellyulozy*. Moscow, 1983. 456 p.).

6. Komarov V.I. "Kriticheskaya" dlina volokna – faktor, opredelyayushchiy deformativnost' i prochnost' tsellyulozno-bumazhnykh materialov ["Critical" Fiber Length – the Factor Determining the Strength and Deformability of Pulp and Paper Materials]. *Lesnoy zhurnal*, 1993, no. 4, pp. 79–83.

7. Obolenskaya A.V., Shehegolev V.P., Akim G.L., Kossovich N.L., Emelyanova I.Z. *Prakticheskie raboty po khimii drevesiny i tsellyulozy* [Practical Work on the Chemistry of Wood and Pulp]. Moscow, 1965. 412 p.

8. *Cellulose and Cellulose Derivatives*. Ed. by Bikales N.M., Segal L. Wiley-Interscience, 1971. (Russ. ed.: *Tsellyuloza i ee proizvodnye*. Ed. by Bayklz N., Segal L. Moscow, 1974. 500 p.).

9. Shlyk E.G., Gorskii G.M. Khimicheskiy metod otsenki kachestva voloknistogo polufabrikata [Chemical Method of Assessing the Quality of Pulp]. *Sozdanie konkurentosposobnogo oborudovaniya i tekhnologiy dlya izgotovleniya bumazhno-kartonnoy produktsii iz vtorichnogo voloknistogo syr'ya: materialy 3 Mezhdunar. nauchn.-tekhn. konf.* [Creating Competitive Equipment and Technologies for Paper and Cardboard Production from Recycled Fiber: Proc. 3rd Int. Sci.-Tech. Conf.]. Karavaevo, 2002, pp. 103–107.
