

**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации**  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

**«Санкт-Петербургский государственный университет  
промышленных технологий и дизайна»  
Высшая школа технологии и энергетики  
Кафедра технологии бумаги и картона**

**ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ ОБРАЗЦОВ  
БУМАГИ И КАРТОНА  
ИСПЫТАНИЯ БУМАГИ И КАРТОНА  
Выполнение лабораторных работ**

Методические указания для студентов всех форм обучения  
по направлениям подготовки:

18.03.01 — Химическая технология

15.03.02 — Технологические машины и оборудование

27.03.04 — Управление в технических системах

Составители:  
Е. Г. Смирнова  
Д. И. Малютина

Санкт-Петербург  
2022

Утверждено  
на заседании кафедры ТБиК  
12.01.2022 г., протокол № 2  
Рецензент А. В. Шелоумов

Методические указания соответствуют программам и учебным планам дисциплин «Технология целлюлозы, бумаги, картона и композиционных материалов», «Технологии производства картона», «Химические вспомогательные вещества в ЦБП» для студентов, обучающихся по направлению подготовки 18.03.01 «Химическая технология»; «Технология ЦБП ч. 2» для студентов, обучающихся по направлению 15.03.02 «Технологические машины и оборудование»; «Технологические процессы и оборудование ЦБП как объекты автоматизации» для студентов, обучающихся по направлению 27.03.04 «Управление в технических системах».

В методических указаниях приведены методики получения лабораторных образцов бумаги и картона. Представлены методы определения показателей качества бумаги и картона. Приведены примеры расчета количества волокнистых полуфабрикатов и химических вспомогательных веществ для получения различных видов бумаги и картона в лабораторных условиях.

Методические указания предназначены для подготовки бакалавров очной и заочной форм обучения. Отдельные разделы пособия могут быть полезны магистрам и аспирантам при выполнении выпускной квалификационной работы.

Утверждено Редакционно-издательским советом ВШТЭ СПбГУПТД в качестве  
методических указаний

Редактор и корректор А. А. Чернышева  
Техн. редактор Д. А. Романова

Темплан 2021 г., поз. 5214

---

Подписано к печати 28.06.22.	Формат 60x84/16.	Бумага тип № 1.
Печать офсетная.	Печ. л. 4,0.	Уч.-изд. л. 3,9.
Тираж 50 экз.	Изд. № 5214.	Цена «С».
		Заказ №

---

Ризограф Высшей школы технологии и энергетики СПбГУПТД,  
198095, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 4.

© ВШТЭ СПбГУПТД, 2022

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	5
1. ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ ОБРАЗЦОВ БУМАГИ И КАРТОНА .....	6
1.1. Размол волокнистых полуфабрикатов .....	6
1.1.1. Размол волокнистых полуфабрикатов в лабораторном ролле (ISO 5264/1) .....	6
1.1.2. Размол волокнистых полуфабрикатов в мельнице ЦРА (ГОСТ 14363.4-89, ISO 5264-3) .....	7
1.1.3. Размол в лабораторном размалывающем комплексе ЛКР-1 .....	9
1.2. Контроль за процессом размола .....	10
1.2.1. Определение степени помола бумажной массы (ГОСТ 14363.4-89) ....	10
1.2.2. Определение средней длины волокна .....	11
1.2.3. Определение скорости обезвоживания бумажной массы .....	12
1.3. Приготовление рабочих растворов химических вспомогательных веществ. Анализ крахмала .....	13
1.3.1. Приготовление раствора крахмала .....	13
1.3.2. Приготовление рабочего раствора клея АКД .....	14
1.3.3. Приготовление рабочего раствора клея ASA .....	15
1.3.4. Приготовление рабочего раствора сульфата алюминия .....	15
1.3.5. Приготовление рабочего раствора полиакриламида .....	16
1.3.6. Приготовление суспензии наполнителя .....	16
1.4. Изготовление лабораторных образцов бумаги / картона на листоотливном аппарате (ГОСТ 14363.4-89) .....	17
1.4.1. Изготовление лабораторных образцов на ЛОА-4 .....	17
1.4.2. Изготовление лабораторных образцов на ЛОА «Rapid-Köthen KWT» .....	18
2. ИСПЫТАНИЯ БУМАГИ И КАРТОНА .....	20
2.1. Подготовка образцов к испытанию .....	22
2.2. Определение машинного и поперечного направлений, верхней и сеточной стороны бумаги (ГОСТ 7585.1-94) .....	23
2.3. Определение массы бумаги площадью 1 м <sup>2</sup> (ГОСТ Р ИСО 536-2013) .....	25
2.4. Определение толщины бумаги (ГОСТ Р ИСО 534-2012) .....	26
2.5. Определение плотности и удельного объема бумаги (ГОСТ Р ИСО 534-2012) .....	27
2.6. Определение влажности бумаги (ГОСТ 50316-92) .....	28
2.7. Определение зольности бумаги и картона (ГОСТ 7629-93) .....	29
2.8. Определение содержания минерального наполнителя .....	31

2.9. Определение прочности бумаги при растяжении (ГОСТ ИСО 19241-1-96).....	31
2.9.1. Испытания бумаги и картона на вертикальной разрывной машине HOUNSFIELD .....	34
2.9.2. Испытания бумаги и картона на горизонтальной разрывной машине MESSMER-BÜCHEL.....	36
2.10. Определение прочности на излом при многократных перегибах (сопротивления излому) (ГОСТ 13525.2-80).....	37
2.11. Определение сопротивления раздирающему (ГОСТ 13525.3-97) .....	38
2.12. Определение сопротивления сжатию на коротком расстоянии (ГОСТ Р ИСО 9895-2013).....	41
2.13. Определение разрушающего усилия при сжатии кольца (RCT) .....	42
2.14. Определение впитываемости бумаги .....	44
2.14.1. Определение поверхностной впитываемости воды при одностороннем смачивании бумаги / картона (ГОСТ 12605-97) .....	44
2.14.2. Определение капиллярной впитываемости бумаги / картона (ГОСТ 12602-93).....	46
2.15. Определение влагопрочности бумаги / картона (ГОСТ 13525.7-68) .....	48
2.15.1. Определение влагопрочности бумаги / картона при кратковременном намокании.....	48
2.15.2. Определение влагопрочности бумаги / картона при длительном намокании.....	49
2.16. Определение сопротивления продавливанию бумаги.....	50
2.17. Определение когезионной способности волокон в бумаге / картоне .....	51
2.18. Определение рН водной вытяжки бумаги / картона.....	52
2.19. Микроскопические методы определения состава по волокну и длины волокна (ГОСТ 7500-85).....	54
2.20. Определение оптических показателей бумаги .....	57
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	60
ПРИЛОЖЕНИЕ .....	61

## ВВЕДЕНИЕ

Методические указания направлены на формирование у обучающегося профессиональных компетенций и навыков в области производства бумаги и картона. Одним из важнейших условий достижения высокого качества бумаги и картона является контроль качества исходных волокнистых полуфабрикатов и химических вспомогательных веществ, а также последующая проверка качества как готовой продукции, так и на стадиях технологического процесса. Поэтому в лабораторном практикуме значительное место отведено ознакомлению с методами контроля качества различных видов бумаги и картона.

В методических указаниях также содержится теоретический материал, который в той или иной степени отражает состояние знаний по соответствующим разделам практикума. В ходе выполнения лабораторных работ студент должен овладеть методиками и приобрести практические навыки по приготовлению, анализу и использованию различных химических веществ в производстве бумаги и картона; по подготовке волокнистых полуфабрикатов для производства бумаги и картона, а также определению и анализу свойств готовой продукции.

Выполнение лабораторных работ развивает у студентов навыки научно-исследовательской деятельности, что положительно сказывается на их профессиональной подготовке и способствует повышению конкурентоспособности на рынке труда.

# 1. ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ ОБРАЗЦОВ БУМАГИ И КАРТОНА

## 1.1. Размол волокнистых полуфабрикатов

### 1.1.1. Размол волокнистых полуфабрикатов в лабораторном ролле (ISO 5264/1)

Лабораторный ролл (рис. 1) с прижимной планкой имеет вместимость 4 л и 22 л. Размол волокнистого материала проводят при концентрации массы 1 %, что соответствует загрузке в ролл 40 г абсолютно сухой целлюлозы (объем суспензии 4 л) и 220 г абсолютно сухой целлюлозы (объем суспензии 22 л).

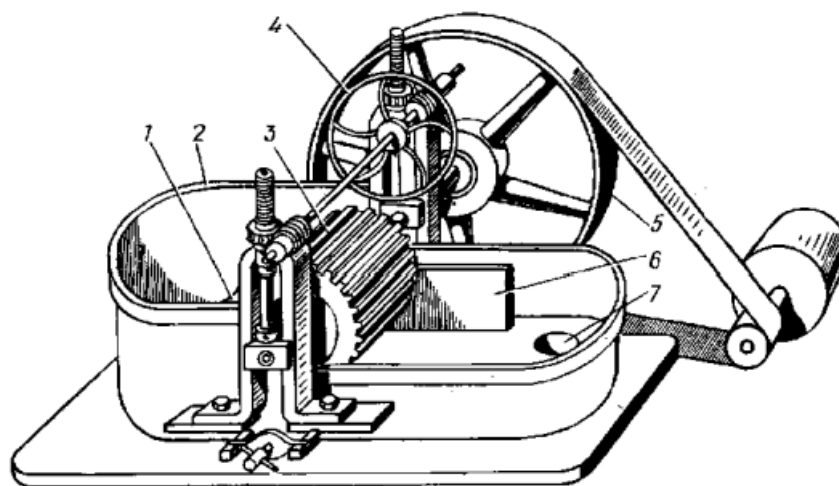


Рис. 1. Устройство ролла: 1 – горка с планкой; 2 – металлическая ванна; 3 – размольный барабан; 4 – вылегчивающее устройство; 5 – приводной шкив на валу; 6 – перегородка; 7 – отверстие для слива

Лабораторный ролл состоит из металлической ванны, разделенной на два канала перегородкой, горки с планкой, вылегчивающего устройства, размольного барабана и приводного шкива на валу. Привод осуществляется ременной передачей от электродвигателя с частотой вращения 1450 об/мин. Ванна ролла имеет отверстие для слива суспензии. Во время работы размольный барабан и горку закрывают металлическим кожухом. Целлюлозу перед загрузкой в ролл замачивают в воде. В ванну ролла заливают воду, включают двигатель. В ванну загружают целлюлозу и производят роспуск при поднятом барабане. Затем присаживают барабан и начинают размол. Контроль процесса размола осуществляют путем периодического определения степени помола и средней длины волокна. При отборе проб для контроля процесса размола вылегчивают

барaban, но работу ролла не останавливают. По достижении заданной степени помола барабан ролла вылегчивают, электродвигатель выключают, а массу через отверстие для слива переносят из ролла в приемный бак.

### 1.1.2. Размол волокнистых полуфабрикатов в мельнице ЦРА (ГОСТ 14363.4-89, ISO 5264-3)

Метод проведения размола с использованием мельницы ЦРА – центробежный размалывающий аппарат, стандартизован в соответствии с ISO 5264-3, EN 25264-3, DIN 45360 и др. для обеспечения воспроизводимого результата размола. Мельница (рис. 2а) представляет собой вращающийся горизонтальный стол с шестью цилиндрическими ячейками для размольных стаканов. Размольный стакан (рис. 2б) представляет собой цилиндрический сосуд с крышкой, внутрь которого помещается размалывающий барабан.

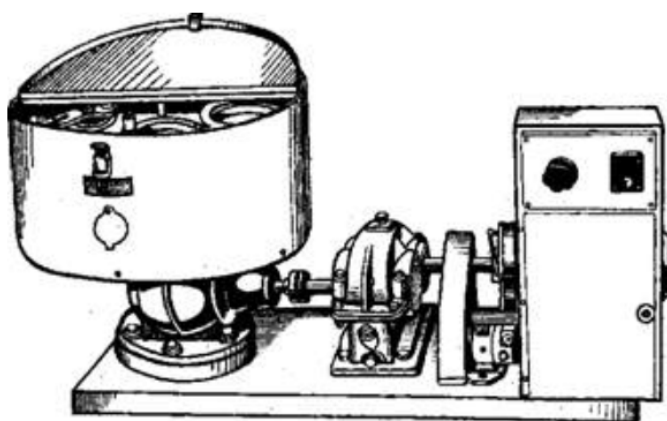


Рис. 2. Мельница ЦРА: *а* – общий вид мельницы; *б* – размольный стакан

Размольная часть аппарата должна нагружаться равномерно, поэтому одновременно могут работать шесть, четыре, три или два размольных стакана. Размольные стаканы должны устанавливаться симметрично: при работе с тремя стаканами – через гнездо в диске, с двумя – в диаметрально противоположных гнездах. При размоле одной или пяти проб вставляют запасной загруженный целлюлозой стакан, который служит противовесом.

При размоле на ЦРА в один стакан загружают 16 г абсолютно сухого волокна. Концентрация суспензии должна составлять 6 %. Тогда объем суспензии, загружаемой в один стакан:

$$\frac{16}{6} \cdot 100 = 267 \text{ мл}$$

Навеску целлюлозы помещают в стеклянный стакан, заливают водой, тщательно перемешивают и выдерживают 30 минут, в течение которых происходит набухание целлюлозного волокна. Эта выдержка необходима при

размоле сухой целлюлозы. В случае размола целлюлозы с повышенной влажностью она может быть исключена.

Размольные цилиндры помещают в размольные стаканы с той же цифровой отметкой, причем размольные цилиндры устанавливают отметкой вверх. Навеску целлюлозы загружают в стакан и равномерно распределяют по всему объему. Размольные стаканы закрывают крышками с теми же цифровыми обозначениями. Размольные стаканы устанавливают в соответствующие гнезда диска так, чтобы ручки стаканов надевались на установочные винты. Затем на установочные винты надевают планки с шайбами. Прижимают шайбы к крышкам стаканов путем завинчивания болта специальным ключом. Затягивание болтов необходимо производить равномерно и осторожно, крышки стаканов должны быть прочно закреплены, так как ослабление крышки может привести к аварии. После закрепления стаканов закрывают крышку кожуха и включают рубильник электродвигателя. Включать и выключать электродвигатель можно только после установки стрелки регулировочного реостата на нулевую отметку. В противном случае может произойти поломка механизма.

Сначала производится разбивка массы в течение 20 минут при частоте вращения главного вала 80 об/мин. По истечении указанного времени частоту вращения увеличивают до 150 об/мин. Продолжительность размола в каждом случае указывается преподавателем.

По истечении времени размола переводят стрелку реостата в нулевое положение, выключают рубильник, дожидаются полной остановки диска и только тогда открывают крышку кожуха.

Освобождают прижимной винт, снимают планку с шайбой и крышку размольного стакана, вынимают размольный стакан. Массу переносят в обычный стеклянный стакан. После выгрузки массы размольные стаканы промывают и заливают дистиллированной водой. Размольные цилиндры и крышки моют и тщательно вытирают полотенцем. Затем определяют степень помола.



### 1.1.3. Размол в лабораторном размалывающем комплексе ЛКР-1

В состав лабораторного размалывающего комплекса ЛКР-1 (рис. 3) входит гидроразбиватель и лабораторная дисковая мельница НДМ-3. Роспуск волокнистых полуфабрикатов проводят в гидроразбивателе. В крышке гидроразбивателя имеется отверстие для загрузки распускаемых полуфабрикатов и наблюдения за процессом роспуска. В центре бака на приводном валу смонтирован ротор, состоящий из конуса и диска с лопастями. Роспуск происходит за счет ударного воздействия лопастей и гидродинамического воздействия при вращательном движении суспензии внутри бака.

Перед началом работы навеску полуфабриката оставляют на набухание не менее чем на 1 ч, затем в бак гидроразбивателя вносят  $2/3$  объема жидкости из посуды для набухания, закрывают крышку и включают привод гидроразбивателя.



Рис. 3. Лабораторный размалывающий комплекс: 1 – гидроразбиватель; 2 – дисковая мельница

Через отверстие в крышке производят загрузку полуфабриката в виде кусочков (лепестков). Продолжительность роспуска 10 минут (для листовенной целлюлозы). После окончания роспуска массу выгружают в приемную тару, не допуская потерь во избежание изменения концентрации.

Размол проводят в лабораторной дисковой мельнице НДМ-3. Мельница состоит из цилиндрического корпуса, который закрывается крышкой, фиксируемой при помощи болтов. В донной части бака установлено статорное кольцо гарнитуры, а на приводном валу смонтированы крыльчатка и роторное кольцо гарнитуры. Межножевой зазор изменяется путем осевого перемещения бака при помощи штурвала. Волокнистая масса размалывается в зазоре между ножами гарнитуры и центробежной силой отбрасывается к стенкам бака, на

которых установлены планки, замедляющие вращение массы и способствующие возникновению пристенного восходящего потока. В центре бака создается нисходящий поток массы, которая с помощью лопаток крыльчатки попадает в межножевое пространство гарнитуры. Волокнистую массу загружают в мельницу, закрывают крышку, включают привод мельницы и производят перемешивание в течение 1,5 – 2 минут без прижима дисков гарнитуры. Затем вращением штурвала начинают уменьшать расстояние между ножами гарнитуры. Заданная степень помола достигается регулированием величины нагрузки и / или временем размола. По окончании размола сначала разводят диски гарнитуры, после чего выключают электродвигатель мельницы и выгружают размолотую массу в приемный бак объемом 5 – 10 л.

В процессе размола контролирую степень помола и среднюю длину волокна.

## 1.2. Контроль за процессом размола

### 1.2.1. Определение степени помола бумажной массы (ГОСТ 14363.4-89)

Для определения степени помола суспензию (2 г абсолютно сухой волокнистой массы) помещают в измерительный цилиндр и доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>. Температура суспензии должна быть  $(20,0 \pm 0,5)$  °С. Несколько раз перемешивают и выливают в стакан аппарата (рис. 4) при закрытом клапане. Клапан открывают и замеряют количество воды, вытекающее через боковой патрубок.

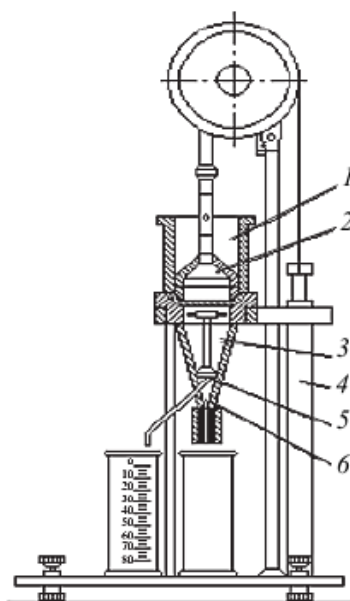


Рис. 4. Прибор СР-2 для определения степени помола: 1 – цилиндр с сеткой; 2 – клапан; 3 – конус; 4 – штатив; 5 – центральное отверстие; 6 – боковое отверстие

Степень помола определяют по формуле:

$$\text{СП} = \frac{1000-V}{10}, \text{ } ^\circ\text{ШР},$$

где V – объем воды вытекший из бокового отверстия, см<sup>3</sup>.

Находят среднее арифметическое двух определений, результат округляют до целых единиц <sup>о</sup>ШР. Параллельные определения, отличающиеся более чем на 4 %, повторяют.

## 1.2.2. Определение средней длины волокна

### 1.2.2.1. Определение средневзвешенной длины волокна на приборе Иванова

Для анализа берут 6 г а. с. волокна и разбавляют 2 л воды. Перемешивают и выливают в сосуд при закрытом клапане. Затем в сосуд устанавливают рамку (размеры 100 x 100 мм, расстояние между лезвиями 10 мм). Эта рамка может применяться для любой массы в пределах помола 15 – 18 до 90 <sup>о</sup>ШР. После этого открывают клапан, волокнистую суспензию сливают в кружку, а рамку вместе с волокном взвешивают в (дг). По соответствующим таблицам этот весовой показатель можно перевести в среднюю длину волокна (мм) (табл. 1).

Таблица 1 – Перевод весового показателя в средневзвешенную длину волокна для сульфитной целлюлозы

Весовой показатель, дг	Длина волокна, мм	Весовой показатель, дг	Длина волокна, мм
8	0,5	73	1,6
14	0,6	79	1,7
21	0,7	84	1,8
26	0,8	90	1,9
32	0,9	97	2,0
38	1,0	104	2,1
44	1,1	112	2,2
52	1,2	124	2,3
56	1,3	140	2,4
62	1,4	167	2,5
67	1,5		

Для расчета средневзвешенной длины волокна сульфатной целлюлозы в диапазоне величин Показателя Иванова (И) от 25 до 200 можно использовать следующее эмпирическое уравнение:

$$I_{\text{ср}} = 0,965 \cdot \ln I - 2,455.$$

### 1.2.2.2. Определение средней длины волокна на анализаторах волокна

Анализатор волокна: может измерять длину и ширину волокна, фактор формы, изгибаемость и локальные деформации (количество перегибов под разными углами), мелочь и грубость волокна, определять клетки сосудов.

Сущность работы прибора заключается в том, что высокоразбавленная волокнистая суспензия проходит между 2 стеклянными пластинами (зазор 0,3 – 0,5 мм), что позволяет волокнам свободно двигаться в двух направлениях. Это дает возможность волокнам пройти 1 раз между пластинами и позволяет оптике измерить все волокна в образце. За несколько минут можно измерить 20000 – 40000 волокон.

### 1.2.3. Определение скорости обезвоживания бумажной массы

Скорость обезвоживания определяют на аппарате Шоппер-Риглера (рис. 5) при закрытом центральном отверстии. Концентрация массы составляет 3 г а.с.в. Объем массы 1000 мл, температура должна быть одинаковой во всех испытаниях, например,  $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ . Время испытания определяют в каждом конкретном случае индивидуально в зависимости от характеристик и состава массы, например, объем массы, собранный через боковое отверстие, с интервалом времени 10 с (табл. 2). В результате предварительных испытаний выявляют оптимальное время для определения скорости обезвоживания, которое принимают по максимальному приросту скорости обезвоживания между двумя точками.

Определить скорость и построить кривую обезвоживания можно при помощи автоматических установок динамического фильтрования типа «джар-тестеров» или «стаканов Бритта» (рис. 5).

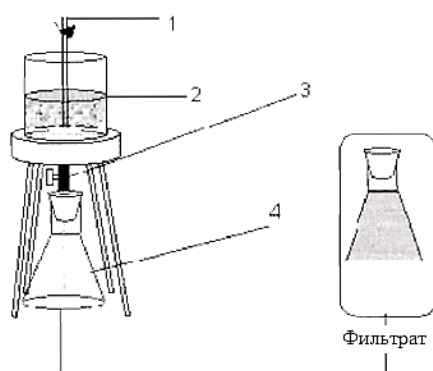


Рис. 5. Установка динамического фильтрования: 1 – пропеллерная мешалка; 2 – стакан с образцом; 3 – клапан; 4 – фильтр

Таблица 2 – Пример зависимости скорости обезвоживания от времени

Время, с	Объем, мл за 20 с.
10	440
20 [оптимальное время испытания]	560 (+120)
30	670 (+110)
40	730 (+60)

Принимаем за оптимальное время испытания 20 с.

Для оценки влияния веществ, повышающих обезвоживание, определяют скорость обезвоживания. Например: при добавлении 100 г/т, 200 г/т и 300 г/т катионного полиакриламида строят следующую зависимость (рис. 6).

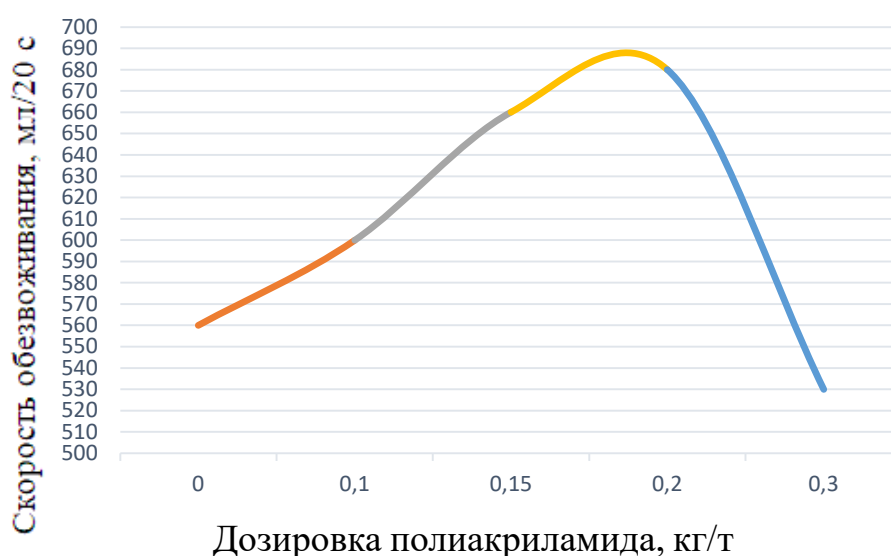


Рис. 6. Зависимость скорости обезвоживания от дозировки полиакриламида

### 1.3. Приготовление рабочих растворов химических вспомогательных веществ. Анализ крахмала

#### 1.3.1. Приготовление раствора крахмала

Для приготовления рабочего раствора переносят 0,05 г крахмальных гранул в пробирку и вносят в нее 5 – 7 мл дистиллированной воды таким образом, чтобы уровень жидкости в пробирке был несколько ниже уровня жидкости в водяной бане. Клейстер варится на водяной бане в пробирке в течение 40 минут при 92...95 °С (по термометру). Готовность определяют по внешнему виду раствора, который должен быть слегка матовым. Сваренный клейстер количественно, путем многократного переливания, переносят в градуированную колбу на 100 мл. Концентрация крахмала составит 10 г/л (1%). Полученный

раствор в колбе остужают под струей водопроводной воды, после чего объем в колбе доводят до метки водой.

Раствор желательно использовать свежеприготовленным (время жизни клейстера 8 – 10 ч). Записать наблюдения в тетрадь: наличие пены, цвет, однородность структуры. Перечисленные свойства зависят от химического состава (табл. 3), наличие пены связано с присутствием поверхностно-активных веществ, а изменение вязкости – от физико-химических свойств (табл. 4).

Таблица 3 – Средний химический состав некоторых крахмальных гранул

Вид крахмала	Содержание амилозы, %	Влажность, %	Липиды, %	Протеины, %	Фосфор, %
Картофельный	23	19	0,1	0,1	0,08
Кукурузный	22-28	13	0,8	0,35	0,02
Тапиоковый	17-22	13	0,2	0,2	0,02
Пшеничный	17-27	13	0,9	0,4	0,06
Из восковой кукурузы	< 1	13	0,2	0,25	0,01

Идентификация крахмальных гранул, полученных из различных видов сырья, выполняют при помощи микроскопа «Биолам» при искусственном освещении и увеличении 120 × крат (окуляр-микрометр 15 × и объектив кратности минимум 8 ×). Для измерения размеров выбирают наибольшую гранулу из числа видимых в поле зрения и производят подсчет при помощи окуляра-микрометра, перемещением измерительного барабана от одной границы гранулы до другой. При этом одно деление окуляра-микрометра соответствует 100 мкм. Затем сравнивают полученные значения с данными из табл. 4.

Таблица 4 – Некоторые физико-химические свойства крахмальных гранул

Вид крахмала	Происхождение	Диаметр, мкм	Температура клейстеризации, °С	Форма гранул
Картофельный	клубень	5-100	59-68	овальная, сферическая
Кукурузный	зерно	2-30	62-72	круглая, полигональная
Тапиоковый	клубень	5-25	62-73	овальная, усеченная
Пшеничный	зерно	1-45	58-64	круглая, двояковыпуклая
Рисовый	зерно	3-8	68-78	-

### 1.3.2. Приготовление рабочего раствора клея АКД

Рабочую пробу нейтрального клея АКД (дисперсия на основе алкилкетендимеров) для проклейки готовят разбавлением товарного продукта дистиллированной водой. Товарный продукт представляет собой клеевую

дисперсию с концентрацией 22 – 25 г/л. 20 мл товарного продукта с помощью мерного стакана количественно переносят в мерную колбу объемом 500 мл, доводят объем дистиллированной водой до 500 мл. Например: клеевая дисперсия имеет концентрацию 25 г/л. В 20 мл клеевой дисперсии содержится:  $25 \times 20 : 1000 = 0,5$  г а. с. вещества. Следовательно, концентрация рабочего раствора составит:  $0,5 \times 1000 : 500 = 1$  г/л. Разбавленную клеевую дисперсию необходимо использовать в течение 2 – 3 часов.

Например: для проклейки бумаги в массе расход клея задан в количестве 5 кг/т бумаги. Тогда на 40 г а. с. волокна необходимо взять:  $40 \times 5000 : 1000000 = 0,2$  г клея по а. с. веществу. С учетом концентрации рабочей пробы на проклейку массы – 1 г/л необходимо взять:  $0,2 \times 1000/1 = 200$  мл.

### **1.3.3. Приготовление рабочего раствора клея ASA**

Для получения эмульсии клея ASA (эмульсия на основе алкенилянтранного ангидрида) 2 %-ный раствор катионного крахмала смешивают с товарным продуктом в пропорции от 2:1 до 4:1 в высокоскоростной мешалке. Например: для приготовления клеевой эмульсии возьмем 5 г клея ASA (товарный продукт) и 1000 мл 2 %-ного раствора катионного крахмала. Концентрация клеевой эмульсии по действующему веществу – 5 г/л. Готовая эмульсия должна иметь относительно равномерные капельки диаметром около 1 – 2 мкм и должна быть использована в течение 10 минут. Для повышения стабилизации частиц клея ASA в бумажную массу добавляют раствор сульфата алюминия в количестве 0,5 % к массе а. с. волокна.

Например: для проклейки бумаги в массе расход клея задан в количестве 3 кг/т бумаги. Тогда на 40 г а. с. волокна необходимо взять:  $40 \times 3000 : 1000000 = 0,12$  г клея по а. с. веществу. С учетом концентрации рабочей пробы клеевой эмульсии – 5 г/л на проклейку массы необходимо взять:  $0,12 \times 1000/5 = 24$  мл.

### **1.3.4. Приготовление рабочего раствора сульфата алюминия**

Взвешивают 10 г 18-водного сульфата алюминия (глинозема) и растворяют в теплой воде, затем переносят в колбу на 1 л. Концентрация раствора 10 г/л. При необходимости содержание  $Al_2O_3$  определяется любым из известных способов, с предпочтением трилометрического способа.

Например: для повышения стабилизации частиц клея ASA в бумажную массу необходимо добавить раствор сульфата алюминия в количестве 0,5 % к массе а. с. волокна. Тогда на 40 г а. с. волокна необходимо взять:  $40 \times 0,5 : 100 = 0,2$  г сульфата алюминия по а. с. веществу. С учетом концентрации рабочей пробы – 10 г/л в массу необходимо ввести:  $0,2 \times 1000/10 = 20$  мл раствора сульфата алюминия.

### 1.3.5. Приготовление рабочего раствора полиакриламида

Взвешивают на аналитических весах 0,1 г полиакриламида в стаканчике на 100 мл. Количественно переносят содержимое стаканчика в стакан на 500 мл, промывая дистиллированной водой, и устанавливают стакан на магнитную мешалку. Степень растворения проверяют визуально. Затем все содержимое стакана переносят в колбу на 1 л путем многократного переливания. Концентрация рабочей пробы составит 0,1 г/л. Количество раствора полиакриламида, которое необходимо ввести в бумажную массу, рассчитывают аналогично примерам, приведенным выше в зависимости от количества бумажной массы и удельного расхода полиакриламида на 1 тонну бумаги / картона.

### 1.3.6. Приготовление суспензии наполнителя

Расход наполнителя определяется по требуемой зольности бумаги и предполагаемой степени удержания (при лабораторном отливе ее можно принять за 50 %).

Допустим: зольность бумаги должна быть равна 10 %, тогда необходимое количество мела на 40 г а. с. волокна, с учетом 20 %-ной его потери при прокаливании, составит:

$$40 \times 0,10 \times 100/50 \times 0,8 = 6,4 \text{ г.}$$

Для приготовления суспензии наполнителя берут навеску в 3...4 раза большую, чем потребное его количество, имея в виду влажность наполнителя и содержание в нем песка, а также возможные потери при приготовлении суспензии. Навеску растирают в фарфоровой ступке с небольшим количеством воды до жидкой кашицы, затем переносят в мерный цилиндр и разводят водой для получения суспензии концентрацией 150...200 г/л. Хорошо взмутив суспензию продуванием воздуха через пипетку, фильтруют ее для освобождения от песка через сетку № 60...65. В полученной суспензии определяют концентрацию наполнителя по методу Сутермейстера.

Для определения берут небольшую мерную сухую колбочку 25 – 50 мл, взвешивают ее на аналитических весах, пустую и наполненную до метки испытуемой суспензией. Масса а. с. наполнителя в колбочке (P) определяется по формуле:

$$P = \frac{\gamma \times (g - g_0 - W)}{\gamma - 1},$$

где: g – масса колбочки с суспензией, г; g<sub>0</sub> – масса пустой колбочки, г; W – объем колбочки, мл; γ – плотность сухого наполнителя, г/см<sup>3</sup> (плотность сухого наполнителя можно принять 2,6 г/см<sup>3</sup>).

Концентрация суспензии наполнителя (X) определяется по формуле:

$$X = \frac{P \times 1000}{W}, \text{ г/л.}$$

Если, например, g = 38 г, g<sub>0</sub> = 10 г, W = 25 мл, тогда



$$P = \frac{2,6 \times (38 - 10 - 25)}{(2,6 - 1)} = 4,87 \text{ г}. \quad X = \frac{4,87 \times 1000}{25} = 195 \text{ г/л}.$$

Следовательно, для получения бумаги с зольностью 10 % в бумажную массу, состоящую из 40 г волокнистого полуфабриката нужно ввести:  $6,4 \times 1000 : 195 = 32,8$  мл суспензии наполнителя.

#### **1.4. Изготовление лабораторных образцов бумаги / картона на листоотливном аппарате (гост 14363.4-89)**

Изготовление стандартных лабораторных образцов (отливок) из предварительно подготовленной волокнистой массы проводят на листоотливном аппарате типа «Rapid-Köthen» или ЛОА-4 (рис.7). При необходимости пользуются «выравнивателем концентрации массы», который представляет собой бак с перемешивающим устройством, работающим со скоростью 150 об/мин. Вся конструкция прикрепляется на штативе под углом 10°. Объем бака около 10 – 12 л. Такое устройство служит для постоянного поддержания массы во взвешенном состоянии, препятствуя флокуляции волокон.

##### **1.4.1. Изготовление лабораторных образцов на ЛОА-4**

При подготовке аппарата ЛОА-4 (рис.7) к работе необходимо:

1. Подключить аппарат к водопроводной сети, открыв общий вентиль. Проверить наличие фильтра грубой очистки. Обязательно проверить, поступает ли вода на вакуум-насос!

2. Проверить наличие воды в парообразователе. При необходимости в парообразователь добавляется дистиллированная вода. Для вытеснения воздуха при добавлении воды следует открыть вентиль, расположенный на парообразователе. Убедившись, что из вентиля идет вода, вентиль выключают и продолжают наполнять камеру водой, пока не загорится соответствующий датчик на панели управления. Для улучшения проводимости воды, что влияет на срабатывание датчика уровня, в дистиллированную воду можно добавить несколько щепоток поваренной соли.

3. Включить аппарат с помощью пускового устройства.

4. Включить электронагреватель парообразователя. Время разогрева сушильных камер составляет до 30 – 40 минут.

5. При изготовлении отливок включить вакуум-насос и проверить показания вакуумметров отсасывающей камеры и сушильных камер.

При отливе можно пользоваться различными сетками: металлическими, пластиковыми, с разным живым сечением. Стандартной сеткой считается металлическая сетка № 40. После подготовки и проверки аппарата приступают к изготовлению лабораторных образцов.

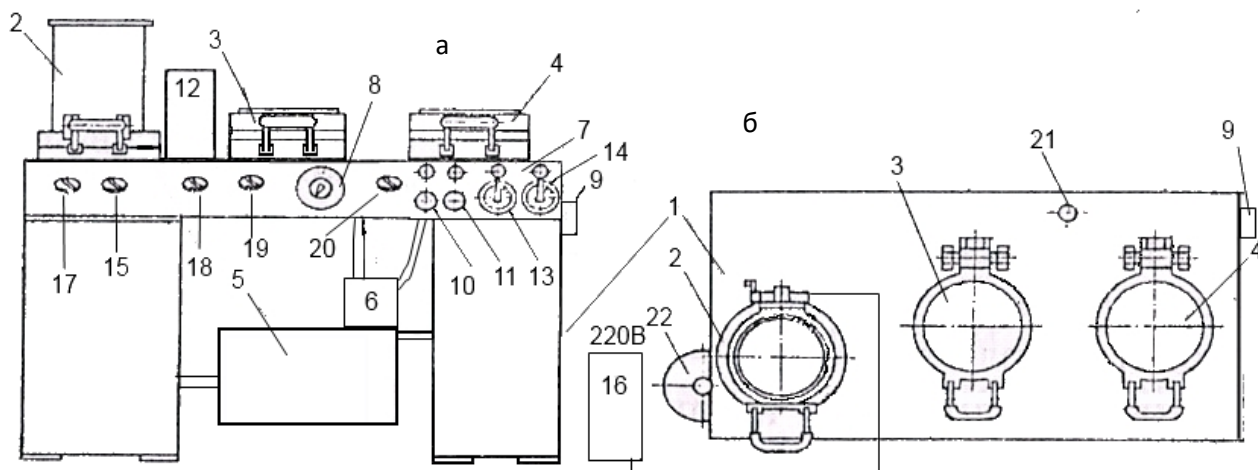


Рис. 7. Схема аппарата ЛОА-4 для изготовления лабораторных образцов бумаги: *а* – вид спереди; *б* – вид сверху. 1 – станина; 2 – формующая камера; 3, 4 – сушильные камеры; 5 – вакуумный насос; 6 – парообразователь; 7 – панель управления; 8 – вакуумметр; 9 – автоматический выключатель; 10 – тумблер включения двигателя вакуум-насоса; 11 – тумблер включения; электронагревателя парообразователя; 12 – отжимной валик; 13, 14 – реле времени; 15 – шарнирный клапан для опорожнения отсасывающей камеры; 16 – компрессор для подачи сжатого воздуха; 17 – кран для подачи воды в формующую камеру аппарата; 18 – кран для подключения вакуума к отсасывающей камере; 19, 20 – краны для подключения вакуума к сушилкам; 21 – отверстие для подачи в парообразователь дистиллированной воды; 22 – фильтр грубой очистки воды

#### 1.4.2. Изготовление лабораторных образцов на ЛОА «Rapid-Köthen KWT»

Площадь поверхности сетки листоотливного аппарата составляет  $0,0314 \text{ м}^2$  (рис. 8). Если требуется получить отливки массой  $100 \text{ г/м}^2$ , то на одну отливку потребуется:  $100 \times 0,0314 \times 0,93 = 2,9 \text{ г}$  абсолютно сухого волокна (при влажности готовой бумаги 7 %). При концентрации массы 1 % объем суспензии составит:  $2,9 \times 100/1 = 290 \text{ мл}$ . Затем изготавливают первую отливку. Если масса отливки не соответствует заданной, вводится поправка на объем отбираемой массы. Приготовленную бумажную массу размешивают, затем отбирают рассчитанный объем, необходимый для получения отливки с заданной массой  $1 \text{ м}^2$ .

## **Порядок работы на ЛЮА «Rapid-Köthen KWT»:**

1) Листоотливную сетку смачивают водой и накладывают в предназначенное для нее место. Формующую камеру закрывают и прижимают к фланцу отсасывающей вакуумной камеры ручкой-зажимом.

2) Тумблер (рис. 8б) переводят в положение «2», после чего набирается вода в формующую камеру, когда вода достигает отметки 2 литра, вносим массу в камеру.

3) По достижению 7 литров переводим тумблер в положение «3», суспензию перемешивают при помощи сжатого воздуха 4 – 6 атм., подаваемого компрессором в течение 10 секунд.

4) Затем, переводят в положение «4» время необходимое для стабилизации массы 5 секунд.

5) По истечению времени поворачивают в положение «5», спускают воду из формующей камеры в отсасывающую камеру. При этом на сетке начинает формироваться волокнистый слой. Когда под действием разрежения вся жидкость из формующей камеры будет удалена, образовавшаяся на сетке отливка дополнительно обезвоживается в течение 5 с.

6) Переводят в положение «6» а затем в «1». После этого освобождают ручку-замок и откидывают корпус формующей камеры «от себя» до упора, при этом открывается клапан, обеспечивающий опорожнение вакуумной камеры.

7) На мокрую отливку накладывают картонный лист массой 200 г/м<sup>2</sup> или полотно сукна. По картону (сукну) прокатывают под собственной массой валик, обтянутый фетром.

8) Отливку снимают с сетки отстукиванием по обручу формующей сетки, устанавливают в сушильную камеру и накрывают покровным листом бумаги или картона, можно использовать бумагу с силиконовым слоем.

9) Сушку отливок проводят в сушильной камере, нажимают на зеленую кнопку, перед этим выставив время сушки на таймере.

10) По окончании сушки необходимо нажать на красную кнопку и сбросить вакуум. Открывают крышку сушилki, вынимают высушенную отливку, отделяют от картона (сукна) и покровной бумаги и взвешивают на весах с точностью до 0,01 г.

По окончании работы парообразователь и вакуум-насос выключают. Аппарат отключают от электросети и перекрывают подачу воды.



а



б

Рис. 8: *а* – листоотливной аппарат для изготовления лабораторных образцов;  
*б* – панель управления ЛОО

## 2. ИСПЫТАНИЯ БУМАГИ И КАРТОНА

Лабораторные испытания являются неотъемлемой частью производственного цикла и включают в себя контроль качества поступающего сырья, а также соблюдение технической спецификации изготавливаемой продукции. Методы лабораторных испытаний могут соответствовать международным, национальным или отраслевым стандартам, таким как ГОСТ, ISO, DIN, TAPPI, ASTM, SCAN, FEFCO, а могут являться внутренней методикой предприятия или лаборатории. Существуют внутривозводские методы испытаний, разработанные на основе методик, рекомендованных поставщиками технологий или химических вспомогательных веществ. Такие методы используются для внутреннего контроля качества под конкретного заказчика или же для унификации продукции по международным нормам и правилам.

Известно, что воспроизводимость результатов испытаний в большей степени зависит от подготовки образцов (рис. 9), нежели от погрешности самого оборудования или операторской ошибки (систематические погрешности связаны с индивидуальными особенностями оператора. Такая погрешность может возникать из-за ошибок в отсчете показаний или неопытности оператора).

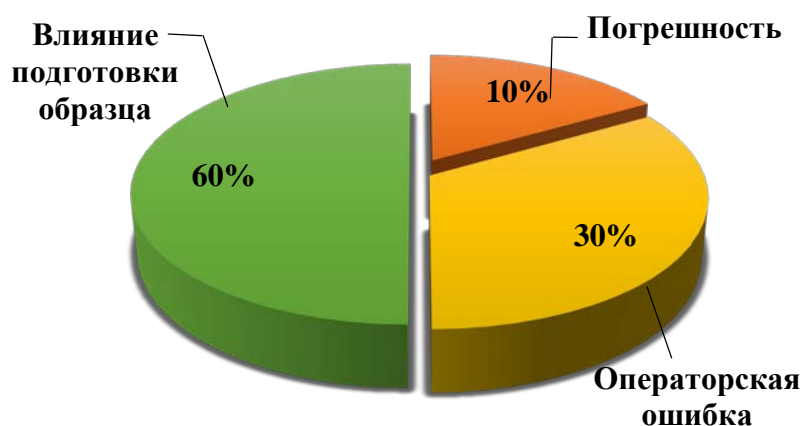


Рис. 9. Доля влияния разных факторов на погрешность одного измерения

Многообразие областей применения бумаги определяет все многообразие требований, к ней предъявляемых. Все многочисленные свойства бумажной продукции подразделяют по ряду качественных признаков на следующие основные группы:

1. Структурно-размерные: масса 1 м<sup>2</sup>, толщина, плотность, пухлость, воздухопроницаемость, формат, индекс формования.

2. Композиция: состав по волокну, зольность, влажность, наличие специальных добавок.

3. Физико-механические: прочность при растяжении, сопротивление излому, сопротивление продавливанию, сопротивление раздиранию, сопротивление смятию, сопротивление истиранию, жесткость при изгибе, прочность при растяжении, относительное удлинение и др.

4. Оптические: белизна, светопроницаемость, прозрачность и непрозрачность, лоск, цветовые координаты, оттенок.

5. Гидрофобные и гидрофильные: степень проклейки, впитывающая способность, водонепроницаемость, капиллярная впитываемость.

6. Химическая чистота бумаги: щелочность, кислотность, наличие минеральных включений, присутствие катионов – свинца, железа, меди, натрия и др. и анионов – хлоридов, сульфатов, сульфитов, сульфидов и др.

7. Печатные и поверхностные свойства: гладкость, пылимость, прочность поверхности к выщипыванию, влагопрочность, способность к отмарыванию, растискиванию, красковосприятие и т. д.

8. Специальные свойства (паро-, газо- жиро-, водонепроницаемость, биостойкость, огнестойкость, долговечность и т. д.).

## 2.1. Подготовка образцов к испытанию

Очень многие показатели качества бумаги зависят от ее равновесной влажности. Поэтому для получения воспроизводимых результатов образцы бумаги перед испытанием должны выдерживаться в помещении, оборудованном установкой для кондиционирования воздуха, позволяющей автоматически регулировать и стабильно поддерживать заданные параметры воздуха.

Продолжительность выдержки образцов в кондиционных условиях определяется необходимостью достижения равновесной влажности бумаги и указывается в нормативно-технической документации на продукцию. Равновесная влажность считается достигнутой, если при двух последовательных взвешиваниях образца, проведенных через 1 ч, результаты отличаются не более чем на 0,25 %.

Согласно ГОСТ ИСО 187-2012 «Целлюлоза, бумага, картон. Стандартная атмосфера для кондиционирования и испытания. Метод контроля за атмосферой и условиями кондиционирования» кондиционирование и последующее испытание образцов должно производиться в одном из трех указанных ниже режимов:

1. Относительная влажность воздуха ( $50 \pm 2$ ) %, температура ( $23 \pm 2$ ) °С.
2. Относительная влажность воздуха ( $65 \pm 2$ ) %, температура ( $20 \pm 2$ ) °С.
3. Относительная влажность воздуха ( $65 \pm 2$ ) %, температура ( $27 \pm 2$ ) °С.

Режим кондиционирования указывает в стандартах на продукцию, но чаще всего, в том числе и в настоящем руководстве, предусматривается 2-й режим.

При проведении большинства испытаний из листов бумаги с помощью специальных шаблонов вырезают образцы заданных размеров. Допустимые отклонения от номинального размера в каждом случае указывается и должны быть строго соблюдены.

При проведении некоторых испытаний: определении прочности на разрыв, сопротивления излому, впитываемости по Клемму и др. испытываемые образцы нарезаются на полоски шириной ( $15 \pm 0,1$ ) мм. Для этого используют специальный нож типа НБ. Он состоит из металлической станины, к правому краю которой прикреплен неподвижный нож с направленным вверх лезвием. Подвижный нож с одного конца снабжен ручкой, а другим шарнирно соединен со станиной. На станине параллельно лезвиям ножей укреплен пружинный держатель, фиксирующий положение листа бумаги при резке. На расстоянии 15 мм от лезвия неподвижного ножа и строго параллельно ему прикреплен упор. Лист бумаги, приподняв неподвижный нож, кладут на станину так, чтобы он своей кромкой по всей длине касался упора, левой рукой прижимают пружинной держатель, а правой опускают подвижный нож и отрезают полоску бумаги.

При нарезании образцов необходимо следить, чтобы кромки их точно совпадали с машинными и поперечными направлениями, были равными и параллельными. Для проверки параллельности кромок образец складывают пополам и надвигают конец одной половины образца на другой. Совпадение кромок по всей длине указывает на их параллельность.

## 2.2. Определение машинного и поперечного направлений, верхней и сеточной стороны бумаги (ГОСТ 7585.1-94)

В бумажном листе, изготовленном на бумагоделательной машине, различают 2 направления: машинное (продольное), совпадающее с направлением движения бумажного полотна на машине, и поперечное, перпендикулярное машинному. Бумага машинной выработки характеризуется заметной анизотропией, т. е. неодинаковостью свойств по направлениям, причина которой заключается в преимущественной ориентации волокон при отливе в машинном направлении. В стандартах на многие виды бумаги показатели качества регламентируются по двум направлениям или по одному из них. Поэтому, прежде чем приступить к испытаниям, необходимо определить в листе бумаги машинное и поперечное направления. Сделать это можно одним из следующих способов:

1. По внешним признакам: визуально определяют направление, по которому ориентирована большая часть волокон на поверхности листа бумаги. Продольному направлению волокон соответствует машинное направление бумаги.

2. По двум полоскам бумаги: вырезают две полоски 15 x 200 мм по взаимно перпендикулярным направлениям, кладут друг на друга и зажимают с одного конца пальцами. Свободные концы при перекидывании полосок направо и налево либо лежат один на другом, либо расходятся. Более жесткая (менее изгибающаяся) полоска соответствует машинному направлению.

3. По кругу бумаги (метод неприменим для санитарно-гигиенических и не клееных видов бумаги): на листе бумаги вычерчивают круг диаметром 50 мм и параллельно одной из сторон бумаги проводят диаметр, продолжая его за пределы круга. Круг вырезают, опускают на поверхность воды и наблюдают за свертыванием его в цилиндр. Ось цилиндра соответствует машинному направлению. Совместив начерченный диаметр круга с его продолжением листа, определяют машинное направление листа бумаги.

4. По деформации краев бумаги при смачивании (метод не распространяется на санитарно-гигиенические виды бумаги): образцы бумаги 150 x 150 мм опускают последовательно взаимно перпендикулярными сторонами в воду на глубину 10 мм на 1 минуту, вынимают и наблюдают характер деформации сторон при смачивании. Сторона, имеющая более глубокую и волнистую деформацию, соответствует поперечному направлению.

5. По разрушающему усилию (метод не распространяется на бумагу из синтетических волокон): полоски бумаги шириной  $(15 \pm 0,1)$  мм и длиной не менее 250 мм, вырезанные по двум взаимно перпендикулярным направлениям, испытывают по ГОСТ ИСО 1924-1-96 «Определение прочности при растяжении». Полоски, имеющие большую прочность на разрыв, соответствуют машинному направлению бумаги.

Та сторона бумажного полотна, которая прилегает к сетке бумагоделательной машины, называется сеточной, а другая – верхней или

лицевой. (Вполне понятно, что эти определения теряют смысл для бумаги, полученной с помощью двухсеточных формующих устройств). В результате неодинаковых условий формования элементарные слои, непосредственно образующие сеточную и верхнюю стороны листа бумаги, отличаются по композиции и структуре, что является причиной так называемой разносторонности, т. е. неодинаковостью свойств: степенью проклейки, скручиваемостью при одностороннем смачивании и др. Поэтому перед проведением некоторых испытаний у бумаги необходимо определить сеточную и верхнюю стороны.

Сделать это можно одним из следующих методов, который не распространен на бумагу санитарно-гигиенического назначения:

1. По внешним признакам. Внимательно рассматривают обе стороны листа бумаги. Та сторона, которая имеет четко выраженную маркировку от сетки, является сеточной стороной. Если маркировка малозаметна, то лист смачивают водой или слабым раствором щелочи, удаляют избыток влаги фильтрованной бумагой и рассматривают повторно.

2. По свертыванию бумаги при сушке. Из листов бумаги вырезают 5 квадратов со стороной от 60 до 80 мм, стороны квадратов должны быть параллельно сторонам листов. Помечают одинаковые стороны всех квадратов, свободно подвешивают их на крючках из проволоки, прикрепленных к стержню, примерно за середину какой-либо стороны квадрата, помещают стержень в сушильный шкаф так, чтобы образцы бумаги не касались друг друга и стенок шкафа и выдерживают в течении 10 – 20 мин при 100 °С. В результате усадки образцы бумаги свертываются в желобки того или иного радиуса; вогнутая сторона образцов бумаги соответствует сеточной.

3. По изгибу полосок бумаги в воде. Из листа бумаги вырезают две полоски, совпадающие с поперечным направлением, длиной 50 – 100 и шириной 20 – 30 мм и помечают одинаковые поверхности полосок. Затем полоски закрепляют в специальном держателе так, чтобы помеченные поверхности располагались одинаково по отношению к держателю, и вносят вертикально в сосуд с водой (рис. 10). В результате неодинакового набухания сеточной и верхней сторон полоски изгибаются, при этом выпуклая сторона набухших полосок соответствует сеточной стороне бумаги.



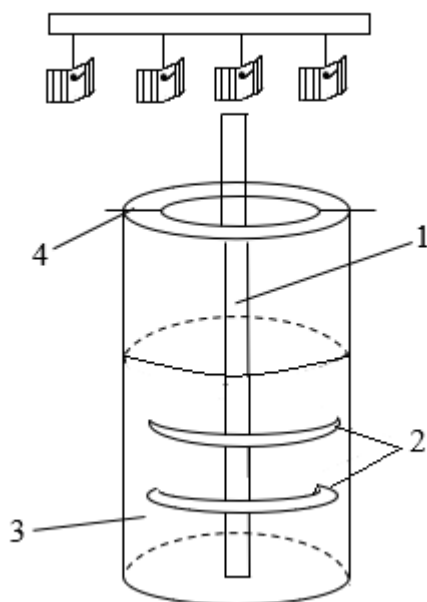


Рис. 10. Прибор для определения сеточной стороны бумаги: 1 – стержень с зажимом; 2 – полоски бумаги; 3 – сосуд с водой; 4 – держатель стержня

### 2.3. Определение массы бумаги площадью 1 м<sup>2</sup> (ГОСТ Р ИСО 536-2013)

Для определения массы 1 м<sup>2</sup> бумаги и картона нужны образцы площадью не менее 10000 мм (100 см<sup>2</sup>). Размеры образцов измеряют с точностью до 0,5 мм и вычисляют площадь каждого образца. Всего используют не менее 10 образцов.

Каждый испытуемый образец взвешивают на весах с точностью до трех значащих цифр. Рекомендуется избегать непосредственного контакта образцов с руками, особенно при работе с мелкими кусочками бумаги и картона.

*Массу 1 м<sup>2</sup> продукции рассчитывают по формуле:*

$$g = \frac{m}{A} \cdot 10^6, \text{ г/м}^2,$$

где  $g$  – масса взвешенного образца продукции, г;  $A$  – площадь взвешенного образца продукции, мм<sup>2</sup>.

Результат испытания округляют до трех значащих цифр.

Более удобным и быстрым является определение массы 1 м<sup>2</sup> бумаги с помощью квадрантных весов, у которых при взвешивании одного образца определенной площади прямо указывается масса 1 м<sup>2</sup>. Квадрантные весы состоят из штатива, измерительного сектора и стрелки, шарнирно закрепленной в геометрическом центре сектора. Один конец стрелки указывает результат измерения, а на другом имеется крючок или специальное приспособление из проволоки для листов бумаги. На измерительный сектор обычно нанесены две шкалы, одна из которых показывает массу образца в граммах, а другая – массу 1 м<sup>2</sup> испытуемой бумаги.

Квадрантные весы должны иметь погрешность измерения не более:

- 0,1 г на 1 м<sup>2</sup> при массе 1 м<sup>2</sup> бумаги от 10 до 50 г;
- 0,5 г на 1 м<sup>2</sup> при массе 1 м<sup>2</sup> бумаги от 50 до 100 г;
- 1,0 г на 1 м<sup>2</sup> при массе 1 м<sup>2</sup> бумаги более 100 г.

Квадрантные весы рассчитаны на определенную площадь образца бумаги и при пользовании ими необходимо обращать на это внимание. Перед взвешиванием при помощи регулировочных винтов, ввинченных в лапки штатива, стрелку весов необходимо установить на ноль.

При взвешивании на квадрантных весах за массу 1 м<sup>2</sup> бумаги принимают среднее арифметическое из 10 определений.

## 2.4. Определение толщины бумаги (ГОСТ Р ИСО 534-2012)

### *Термины*

– Толщина отдельного листа – расстояние между двумя плоскими поверхностями листа бумаги или картона, измеренное при заданной статической нагрузке на поверхность листа в условиях, установленных в настоящем стандарте.

– Средняя толщина листов, сложенных в стопу – толщина стопы листов бумаги, измеренная при заданной статической нагрузке на стопу в условиях, установленных в настоящем стандарте, деленная на количество листов в стопе (далее – средняя толщина листов).

Толщину бумаги определяют в микрометрах или миллиметрах. Для проведения испытаний используют толщиномеры (рис. 11) различных систем с площадью контакта измерительных поверхностей (200±10) мм<sup>2</sup>, давление, оказываемое на испытуемый образец при измерении толщины, должно быть (100±10) кПа. Толщиномеры должны использоваться в диапазоне от 10 до 90 % верхнего предела шкалы, отсчет показаний должен производиться с точностью до одного деления шкалы. При этом цена деления шкалы толщиномера для бумаги толщиной до 0,3 мм включительно должна быть не более 0,001 мм, а для бумаги толщиной свыше 0,3 мм – не более 0,01 мм.



Рис. 11. Прибор для определения толщины

Для проведения испытания из листов бумаги вырезают образцы размером  $(200 \pm 0,5) \times (250 \pm 0,5)$  мм. Образцы должны быть без складок, вмятин, морщин и других повреждений. Число образцов, подготовленных к испытанию, определяется номинальной толщиной бумаги и должно составлять:

- при номинальной толщине бумаги до 0,015 мм – 40;
- при номинальной толщине бумаги свыше 0,015 мм до 0,05 мм – 20;
- при номинальной толщине бумаги свыше 0,05 мм – 10.

Измерения проводятся на отдельных образцах или на стопе образцов, при этом число образцов, объединяемых в стопу, должно составлять:

- при номинальной толщине бумаги до 0,015 мм – 10;
- при номинальной толщине свыше 0,015 до 0,05 мм – 5;
- при толщине бумаги свыше 0,05 мм измерения проводятся на отдельных образцах.

Образцы в стопе укладывают таким образом, чтобы сеточная сторона последующего соприкасалась с верхней стороной предыдущего. Измерения производят в пяти точках, более или менее рассредоточенных по периметру образца (стопы) на расстоянии 40 – 80 мм от края.

*Толщину бумаги вычисляют как среднее арифметическое всех измерений по формуле:*

$$D_{\text{cp}} = \frac{\sum D_i}{n_1 n_2 n_3}, \text{ мм или мкм,}$$

где  $D_i$  – толщина стопы или образца в точке измерения (мм или мкм);  $n_1$  – количество образцов в стопе;  $n_2$  – количество измерений на стопе или на отдельном образце;  $n_3$  – количество отдельных измерений образцов или стопы.

Результаты расчетов округляют:

- для бумаги толщиной до 0,03 мм – до 0,0001 мм;
- для бумаги толщиной свыше 0,03 до 0,1 мм – до 0,001 мм;
- для бумаги толщиной свыше 0,1 мм – до 0,01 мм.

Относительная погрешность определения среднего значения толщины не превышает  $\pm 7,5\%$  с доверительной вероятностью 0,95.

## **2.5. Определение плотности и удельного объема бумаги (ГОСТ Р ИСО 534-2012)**

### *Термины*

– Плотность, вычисленная по значению толщины отдельного листа – отношение массы бумаги или картона площадью  $1 \text{ м}^2$  к толщине отдельного листа, выражаемое в  $\text{г/см}^3$ .

– Плотность, вычисленная по значению средней толщины листов – отношение массы бумаги площадью  $1 \text{ м}^2$  к средней толщине листов, выражаемое в  $\text{г/см}^3$ .

– Удельный объем, вычисленный по значению толщины отдельного листа – отношение толщины отдельного листа бумаги или картона к массе  $1 \text{ м}^2$ , выражаемое в  $\text{см}^3/\text{г}$ .

– Удельный объем, вычисленный по значению средней толщины листов – отношение средней толщины бумаги к массе  $1 \text{ м}^2$ , выражаемое в  $\text{см}^3/\text{г}$ .

Плотность, т. е. массу  $1 \text{ см}^3$  бумаги в граммах, рассчитывают, исходя из толщины и массы  $1 \text{ м}^2$  бумаги, определенных на одних и тех же образцах, по следующей формуле:

$$\rho = \frac{m}{D_{\text{ср}} \cdot 1000}, \text{ г/см}^3,$$

где  $m$  – масса бумаги площадью  $1 \text{ м}^2$ ,  $\text{г/м}^2$ ;  $D_{\text{ср}}$  – среднеарифметическое значение толщины отдельных образцов,  $\text{мкм}$ .

Результаты округляют до второго десятичного знака. Относительная погрешность результата определения плотности не превышает  $\pm 8,5 \%$  с доверительной вероятностью 0,95.

*Удельный объем бумаги рассчитывают по формуле:*

$$V = \frac{D_{\text{ср}} \cdot 1000}{m}, \text{ см}^3/\text{г},$$

где  $D_{\text{ср}}$  – среднеарифметическое значение толщины отдельных образцов,  $\text{мкм}$ ;  $m$  – масса бумаги площадью  $1 \text{ м}^2$ ,  $\text{г/м}^2$ .

Результаты округляют до второго десятичного знака.

*Примечание:* удельный объем бумаги, вычисленный по значениям средней толщины бумаги, не обязательно будет таким же, как удельный объем той же бумаги, вычисленный по значениям толщины отдельных образцов, при использовании одного и того же измерительного прибора.

## 2.6. Определение влажности бумаги (ГОСТ 50316-92)

Образец бумаги с массой около 2 г помещают в стеклянный бюкс с притертой крышкой, предварительно высушенный до постоянной массы, и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Открытый бюкс и крышку помещают в сушильный шкаф и высушивают до постоянной массы при  $(105 \pm 2 \text{ } ^\circ\text{C})$ . Первую сушку образца проводят не менее 0,5 ч. По окончании сушки бюкс закрывают крышкой и помещают в эксикатор, оснащенный термометром, где выдерживают до тех пор, пока температура бюкса не понизится до температуры окружающего воздуха. После охлаждения бюкс взвешивают. Постоянство массы считается достигнутым, если после повторного высушивания в течение 0,5 ч разность масс при взвешивании не будет превышать 0,1 % первоначальной навески.

*Влажность бумаги или целлюлозы рассчитывают по формуле:*

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \cdot 100, \%$$

где  $m$  – масса бюкса, г;  $m_1$  – масса бюкса с навеской до высушивания, г;  $m_2$  – масса бюкса с навеской после высушивания, г.

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100, \%$$

где  $W$  – влажность бумаги или целлюлозы, %;  $m_1$  – масса бумаги или целлюлозы соответственно до высушивания, г;  $m_2$  – масса бумаги или целлюлозы соответственно после высушивания, г.

Для сокращения времени анализа влажность бумаги можно определять одним из ниже описанных экспресс-методов.

1. *Высушивание лампой инфракрасного излучения.*

Открытый бюкс с навеской бумаги и крышку помещают на подставку под лампу инфракрасного излучения на расстоянии 8 – 10 см от лампы. Высушивание при температуре 150 – 170 °С продолжается не менее 10 минут, в течение которых пробу 1 – 2 раза перемешивают пинцетом. По окончании сушки бюкс закрывают крышкой, вынося из-под лампы, помещают в эксикатор охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Повторные высушивания до постоянной массы проводят в течение 3 мин.

2. *Высушивание электронагревательным прибором с прижимным устройством (на «горке»).*

Образцы бумаги помещают на выпуклую металлическую поверхность «горки», предварительно нагретую до 130 – 150 °С, и высушивают до постоянной массы. По окончании высушивания образцы помещают в эксикатор с хлористым кальцием, охлаждают и взвешивают. Продолжительность первого высушивания 15 минут, повторных высушиваний до постоянной массы – 3 – 5 минут.

## **2.7. Определение зольности бумаги и картона (ГОСТ 7629-93)**

Метод определения зольности основан на сжигании и прокаливании бумаги или картона с последующим количественным определением минерального остатка.

Испытуемый воздушно-сухой образец бумаги / картона разрывают или разрезают на кусочки размером 1 – 2 см<sup>2</sup>. Из подготовленной пробы отбирают и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г навеску массой около 2 г. Параллельно проводят определение влажности бумаги. Навеску помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы сжигают в муфельной печи (рис. 12) и прокаливают при температуре 800±50 °С до постоянной массы.



Рис. 12. Муфельная печь

Массовую долю золы в процентах к абсолютно сухой бумаге вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 100 \text{ или}$$
$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m(100 - W)} \cdot 100, \% ,$$

где  $m$  – масса навески воздушно-сухой бумаги или картона, г;  $m_1$  – масса тигля, г;  $m_2$  – масса тигля с золой, г;  $m_0$  – масса абсолютно сухого испытуемого образца, г;  $W$  – влажность бумаги или картона, %.

За результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений с точностью: до 0,01 % – при зольности до 1 %; до 0,1 % – при зольности от 1 до 10 %; до 1 % – при зольности свыше 10 %.

*Примечания:*

1) При испытании беззольных бумаги и картона рекомендуется сжигать образец последовательно небольшими порциями при низкой температуре в одном и том же закрытом тигле, благодаря чему достигается уменьшение объема, с последующим прокаливанием содержимого тигля до постоянной массы. Следует использовать небольшие платиновые тигли, чтобы уменьшить влияние погрешности при взвешивании тигля на окончательный результат.

2) При необходимости испытания проводят при более низкой температуре прокаливания. Например, для испытания бумаги и картона, содержащих карбонат кальция, рекомендуется использовать температуру прокаливания  $575 \pm 25$  °C (ГОСТ Р ИСО 1762-2013), чтобы избежать значительных потерь наполнителя при прокаливании. Температура прокаливания должна быть указана в стандартах на конкретный вид продукции.

3) Если по предварительным данным известно время для достижения постоянной массы испытуемого образца бумаги / картона допускается не проводить операцию повторного прокаливания. Обычно процесс прокаливания продолжается не менее 3 ч.

## 2.8. Определение содержания минерального наполнителя

Величина зольности связана с содержанием наполнителя, но не равна ему. Это объясняется тремя причинами:

1. Волокнистый материал и без наполнителя может иметь так называемую естественную зольность, что связано с содержанием в целлюлозе минеральных веществ, поэтому небольшая зольность (0,1 – 1,0 %) не считается показателем содержания в бумаге наполнителя.
2. Показатель зольности изменяется в зависимости от колебаний влажности бумаги при постоянном содержании наполнителя.
3. Минеральные наполнители частично разлагаются при прокаливании.

*Содержание наполнителя в бумаге определяют эмпирическим путем по формуле:*

$$H = \frac{Z_1 - Z_0}{100 - k} \cdot 100 \%,$$

где  $Z_1$  – зольность бумаги, %;  $Z_0$  – зольность целлюлозы, %;  $k$  – потери наполнителя при прокаливании, %.

## 2.9. Определение прочности бумаги при растяжении (ГОСТ ИСО 19241-1-96)

Сущность метода заключается в определении силы, вызывающей разрушение образца и его удлинение до момента разрыва при постоянной скорости нагружения. Результат испытания может быть представлен одним из следующих показателей:

– Разрушающее усилие ( $F$ ) – максимальная сила, выдерживаемая образцом до разрушения в условиях, установленных в настоящем стандарте, Н.

– Прочность при растяжении ( $S$ ) – максимальная сила, выдерживаемая образцом до разрушения в условиях, установленных этим стандартом, разделенная на ширину испытываемого образца, кН/м.

– Предел прочности при растяжении ( $\sigma$ ) – отношение силы, вызывающей разрыв испытываемого образца в условиях, установленных в настоящем стандарте, к площади поперечного сечения этого образца, МПа.

– Разрывная длина ( $L_B$ ) – расчетная длина полоски бумаги или картона определенной равномерной ширины, которая, будучи подвешенной за один конец, разрывается под действием собственной массы, км.

– Индекс прочности при растяжении ( $l$ ) – отношение прочности при растяжении к массе  $1 \text{ м}^2$ , Н·м/г.

– Удлинение в момент разрушения ( $\Delta\delta$ ) – увеличение длины образца при растяжении, измеренное в момент разрушения в условиях, установленных в настоящем стандарте, мм.

– Относительное удлинение ( $\delta$ ) – отношение удлинения в момент разрушения к первоначальной длине образца между кромками зажимов, %.

#### **Подготовка образцов к испытаниям:**

1. Листы проб кондиционируют по ГОСТ 13523-78 (см. раздел 2.1).

2. Испытуемый образец не должен иметь морщин, видимых трещин и водяных знаков.

3. Из листов пробы, готовят образцы для испытания. Образцы вырезают на расстоянии не менее 15 мм от края листа. Вырезают не менее 10 образцов в машинном и не менее 10 в поперечном направлениях. Образцы должны быть с параллельными сторонами с допустимым отклонением от параллельности, не превышающим  $\pm 0,1$  мм, ровными и неповрежденными. Ширина испытуемых образцов должна быть:  $(15,0 \pm 0,1)$  мм. Длина образца должна быть не менее 250 мм, чтобы его можно было закрепить в зажимах, не касаясь руками испытуемой части.

При работе на разрывной машине придерживаются следующих общих правил:

1. Кромки зажимов, сжимающие испытуемый образец, должны быть в процессе всего испытания перпендикулярны к направлению прикладываемой силы и испытуемой части образца с предельным отклонением  $\pm 1^\circ$ .

2. Образец устанавливают по длине верхнего зажима и закрепляют, не касаясь руками испытуемой его части. Образец выравнивают так, чтобы не было провисания и деформации, и закрепляют в нижнем зажиме, чтобы не было выскальзывания. При правильном закреплении образца края его расположены параллельно направлению прилагаемой силы.

3. Предварительным испытанием подбирают скорость нагружения образца, чтобы разрыв образца произошел через  $(20 \pm 5)$  с.

4. Фиксируют силу, приложение которой вызвало разрыв образца, и удлинение в момент разрушения.

5. При определении разрывной длины необходимо разорвавшийся образец срезать у кромки зажимов. Срезанные остатки всех образцов взвешивают вместе с погрешностью не более 0,001 г.

6. Испытывают десять образцов в машинном и десять в поперечном направлениях. Результаты испытания образцов, разрыв которых произошел на расстоянии менее 10 мм от кромки зажима, не учитывают.

7. Если более 20 % испытуемых образцов разрывается на расстоянии менее 10 мм от кромки зажима, то все результаты следует считать недостоверными.

Разрушающее усилие при растяжении,  $N$ , определяется средним арифметическим значением результатов десяти измерений в машинном или десяти в поперечном направлении либо средним арифметическим для обоих направлений, либо другим значением в зависимости от того, как показатель нормируется в нормативной документации на продукцию.

Разрушающее усилие выражают с точностью до: 0,1 Н при разрушающем усилии до 50,0 Н; 1 Н при разрушающем усилии свыше 50 до 500 Н; 5 Н при разрушающем усилии свыше 500 до 1000 Н; 10 Н при разрушающем усилии свыше 1000 Н.



Относительная погрешность определения разрушающего усилия при растяжении не превышает  $\pm 4$  % при доверительной вероятности 0,95.

*Прочность при растяжении вычисляют по формуле:*

$$S = \frac{F}{w}, \text{ кН/м,}$$

где  $F$  – разрушающее усилие, Н;  $w$  – ширина испытуемого образца, мм.

Результат округляют до трех значащих цифр.

*Предел прочности при растяжении вычисляют по формуле:*

$$\sigma = \frac{F}{w \cdot h}, \text{ МПа,}$$

где  $F$  – разрушающее усилие, Н;  $w$  – ширина испытуемого образца, мм;  $h$  – толщина испытуемого образца, мм.

Результат округляют до 1 МПа.

Относительная погрешность определения предела прочности при растяжении не превышает  $\pm 10$  % при доверительной вероятности 0,95.

*Разрывную длину вычисляют по формуле:*

$$\sigma = \frac{1}{9,8} \cdot \frac{S}{g} \cdot 10^3, \text{ км,}$$

где  $S$  – прочность при растяжении, кН/м;  $g$  – масса 1 м, г/м<sup>2</sup>

Результат округляют до:

- 50 м при разрывной длине до 5000 м;
- 100 м при разрывной длине свыше 5000 м.

Относительная погрешность определения разрывной длины не превышает  $\pm 5$  % при доверительной вероятности 0,95.

*Индекс прочности при растяжении вычисляют по формуле:*

$$I = \frac{F}{w \cdot g} \cdot 10^3, \text{ Н} \cdot \text{м/г,}$$

где  $F$  – разрушающее усилие, Н;  $w$  – ширина испытуемого образца, мм;  $g$  – масса 1 м<sup>2</sup>, г/м<sup>2</sup>.

Результат округляют до трех значащих цифр.

*Относительное удлинение в момент разрушения вычисляют по формуле:*

$$\sigma = \frac{\Delta \delta}{l_i} \cdot 100, \text{ \% ,}$$

где  $\Delta \delta$  – удлинение в момент разрушения, мм;  $l_i$  – длина испытуемого образца между зажимами, мм;

Результат округляют до 0,1 %. Относительная погрешность определения удлинения в момент разрушения не превышает  $\pm 20$  % при доверительной вероятности 0,95.

### 2.9.1. Испытания бумаги и картона на вертикальной разрывной машине HOUNSFIELD

Вертикальная разрывная машина (рис. 13) является универсальным испытывающим лабораторным оборудованием, которое в зависимости от своей комплектации служит для определения физико-механических свойств различных материалов, в том числе бумаги, картона, изделий из них, комбинированных материалов и т. д. Машина состоит из силоизмерительного датчика 250 Н (~25 кг), траверсы, зажимов, датчика, фиксирующего перемещение (экстензометр), дисплея и пульта управления. Прибор соответствует требованиям стандарта ГОСТ ИСО 1924-1-96 «Бумага и картон. Определение прочности при растяжении» для определения прочности и удлинения при растяжении при постоянной скорости нагружения.

Испытываемый образец нагружают таким образом, чтобы разрушение происходило за  $(20 \pm 5)$  с. Предварительным испытанием выбирают скорость нагружения. Обычно при испытании макулатуры скорость нагружения составляет 7 – 10 – 12 – 15 мм/мин, при испытании бумаги и картона из первичного волокна 25 – 50 мм/мин.

#### **Порядок выполнения работы:**

1. Испытание выполняют при фиксации образца на расстоянии 10 см между зажимами. Правильность выставленного расстояния сверяют, прикладывая линейку. Для перемещения нижнего зажима плавно нажимают верхнюю или нижнюю стрелку.

2. Образец устанавливают в зажимы следующим образом: открывают подвижную часть зажима нажатием на клипсу, устанавливают образец и закрывают подвижную часть зажима нажатием клипсы до щелчка. Окончательно фиксируют образец, поворачивая диск шпильки до упора.

*Примечание:* фиксировать следует строго вертикально, избегая перекосов образца во время его испытания. При фиксации образца не следует касаться испытываемой поверхности голыми руками.

3. Обнуляют показания прибора (на дисплее строчки Force (Разрушающее усилие) и Extension (относительное удлинение)) нажатием кнопок F1 и F2.

4. Находясь в режиме ожидания, для начала испытания нажимают кнопку «Test», а затем нижнюю стрелку. Зажим с образцом начинает перемещаться вниз с заданной скоростью.

*Примечание:* если образец выскочил из зажима, а зажим продолжает перемещаться, следует нажать на центральную кнопку, расположенную между двумя стрелками, и вернуть зажим в исходное положение нажатием верхней стрелки.

5. Параметры проведения испытания приведены на дисплее справа. Test speed – скорость испытания 12 мм/мин; Jog speed – скорость предварительного натяжения 1 мм/мин; Ret. speed – скорость возврата зажима 500 мм/мин; Auto return – Return – включен автоматический обратный ход траверсы; Peak hold – off (Сохранение данных на дисплее – выключено); Status – Stop – включено перемещение зажима. При желании параметры можно изменить в главном меню нажатием кнопки.

6. Для изменения текущей скорости следует перейти в главное меню (Main menu) нажатием кнопки «speed», затем на клавиатуре нажать клавишу #1 и выбрать требуемую скорость, подтверждая соответствующей клавишей и т.д.

7. Для отображения полученных результатов следует перейти в главное меню нажатия кнопки «menu», затем клавишей #7 («Results») и, находясь в подменю «Results», нажать на клавиатуре клавишу #1 раздел «View». ENTER – MAIN MENU – RESULTS – VIEW.

Перемещаться по таблице данных можно при помощи кнопки F1 (Scroll). Переписывать в лабораторный журнал следующие показатели: Max; Mean; Std. Dev. (Среднеквадратическое отклонение – погрешность). Полученные данные записывают в лабораторный журнал (табл. 5).



Рис. 13. Вертикальная разрывная машина

Таблица 5 – Пример записи в лабораторном журнале

Марка / обозначение	Разрушающее усилие (Max F), Н	Среднее (Mean F), Н	СКО (Std. Dev.), Н	Результат с учетом погрешности, Н	Индекс прочности при растяжении, Н*м/г
Бумага для гофрирования	42,4; 44,1; 45,3; 46,5; 49,7	45,5	0,7	45,5±0,7	30,0±1,5

## 2.9.2. Испытания бумаги и картона на горизонтальной разрывной машине MESSMER-BÜCHEL

Вставляют образец между зажимами разрывной машины (рис. 14), далее переходят в меню установок нажатием кнопки «Enter» (табл. 6), для удаления результата после испытания нажимают кнопку «Clear». После выполнения испытания на экране появляются результаты, которые отображаются в течение 15 с.

Таблица 6 – Структура меню на горизонтальной разрывной машине MESSMER-BÜCHEL

Пункт меню	Опция	Описание опции
0 – Выбор единицы измерений	1 – кН/м	Выбрать пункт №1
	2 – Н	
	3 – Фунты	
1 – Определение скорости испытания	1 – с клавиатуры	
	2 – установка по образцу	Далее вставляют образец в зажимы для вычисления скорости
2 – Длина образца	1 – 50 мм	
	2 – 100 мм	Выбрать расстояние между зажимами
	3 – 180 мм	
3 – Номер образца		
4 – Ширина образца	15 мм	Выбрать пункт №1
	25 мм	
5 – Масса 1 м <sup>2</sup>	Вводят нужную массу 1 м <sup>2</sup> (нужна для вычисления разрывной длины), например, 70 – Enter	
6 – Направление	1 – машинное (MD)	Enter
	2 – поперечное (CD)	
7 – Режим работы дисплея	Enter	Длительное отображение
	Clear	Быстрое отображение
8 -Чувствительность к обнаружению разрыва	1 – 10 %	
	2 – 20 %	
	3 – 30 %	
Пункт меню	Опция	Описание опции
8 – Чувствительность к обнаружению разрыва	4 – 40 %	В большинстве случаев выбирают пункт №4, пользуясь правилом: чем меньше предполагаемая нагрузка, тем выше должна быть чувствительность
	5 – 50 %	
9 – Возвращение в исходное положение		

Изображение на экране:

- Разрушающее усилие при растяжении (Н).
- Индекс поглощенной энергии ТЕА (Дж/м<sup>2</sup>).
- Относительное удлинение ( $\delta$ , %).

После испытания убрать анализируемый образец. Если этого не выполнить, то появится надпись REMOVE PAPER FROM CLIPS – убрать образец из зажимов. Для продолжения испытаний нажимают ENTER и устанавливают образец в зажимы.



Рис. 14. Горизонтальная разрывная машина

## 2.10. Определение прочности на излом при многократных перегибах (сопротивления излому) (ГОСТ 13525.2-80)

Для испытания бумаги и картона из полуфабрикатов толщиной до 0,25 мм используют прибор (рис. 15), отвечающий требованиям, указанным ниже: прибор должен иметь два зажима, расположенных горизонтально; расстояние между ними должно быть  $(90+2)$  мм; зажимы должны обеспечивать прочное закрепление образца по всей ширине и удерживать его без выскользывания в течение всего испытания; прибор должен иметь две изгибающие пластины, которые совершают возвратно-поступательное движение между двумя парами роликов, установленных вертикально с возможностью вращения; перемещение пластин от исходного положения должно составлять  $(10,0\pm 0,1)$  мм с числом двойных ходов в минуту  $120\pm 5$ ; отклонение от параллельности рабочих кромок изгибающих пластин и образующих роликов не должно превышать 0,01 мм; прибор должен обеспечивать плавное увеличение натяжения образца, Н (гс): от  $4,02\pm 0,10$  ( $410\pm 10$ ) в исходном положении до  $4,90\pm 0,10$  ( $500\pm 10$ ) при максимальном натяжении образца или от  $7,55\pm 0,29$  ( $770\pm 30$ ) в исходном положении до  $9,81\pm 0,20$  ( $1000\pm 20$ ) при максимальном натяжении образца.

Прибор должен иметь счетчик двойных перегибов, автоматически отключающийся при разрушении образца.

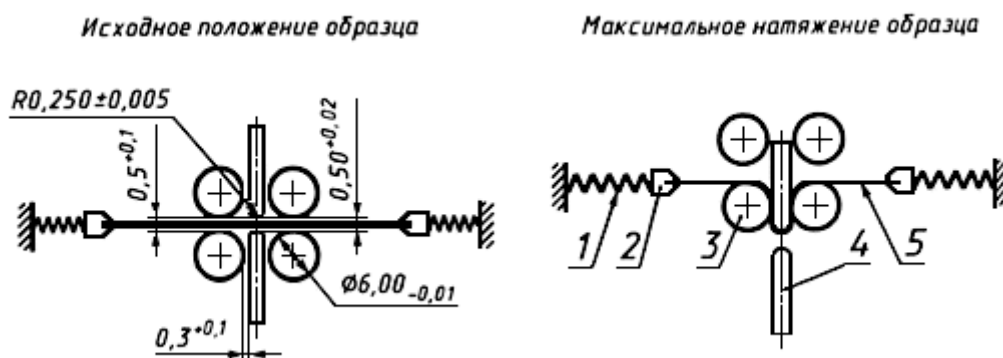


Рис. 15. Схема прибора для определения сопротивления излому:  
1 – пружина; 2 – зажим; 3 – ролик; 4 – изгибающая пластина; 5 – образец

### Подготовка образцов к испытаниям:

1. Листы проб кондиционируют по ГОСТ 13523-78 (см. раздел 2.1).
2. Испытуемый образец не должен иметь морщин, видимых трещин и водяных знаков.

3. Из листов пробы, готовят образцы для испытания. Образцы вырезают на расстоянии не менее 15 мм от края листа. Вырезают не менее 10 образцов в машинном и не менее 10 в поперечном направлениях. Образцы должны быть с параллельными сторонами с допустимым отклонением от параллельности, не превышающим  $\pm 0,1$  мм, ровными и неповрежденными. Ширина испытуемых образцов должна быть:  $(15,0 \pm 0,1)$  мм. Длина образца должна быть не менее 100 мм.

Число двойных перегибов отсчитывают по счетчику с точностью до 1. Результаты испытания образцов, выскользнувших из зажима или разорвавшихся не по линии изгиба, не засчитывают. Испытанию подвергают 10 образцов в машинном направлении и 10 в поперечном. Число двойных перегибов подсчитывают отдельно для каждого направления и результат выражают средним арифметическим результатов испытаний всех образцов каждого направления. Среднее арифметическое значение округляют до: 1 при числе двойных перегибов до 100; 10 при числе двойных перегибов свыше 1000; и числе двойных перегибов свыше 1000.

## 2.11. Определение сопротивления раздиранию (ГОСТ 13525.3-97)

Сущность метода Эльмендорфа заключается в определении усилия, необходимого для раздирания определенной длины предварительно надрезанного испытуемого образца, состоящего из наложенных друг на друга четырех образцов, с помощью маятника, который создает это усилие при перемещении перпендикулярно к плоскости испытуемого образца (рис. 16). Работа, совершаемая при раздирании испытуемого образца, измеряется потерей

потенциальной энергии маятника. Результат испытания может быть представлен одним из следующих показателей.

– Абсолютное сопротивление раздиранию: среднее значение усилия, необходимого для раздирания предварительно надрезанного образца бумаги / картона, выраженное в миллиньютонах (мН). Если предварительный надрез на образце сделан в машинном направлении, то в результате получают сопротивление раздиранию в машинном направлении. Если предварительный надрез на образце сделан в поперечном направлении, то в результате получают сопротивление раздиранию в поперечном направлении. Результат округляют до 10 мН.

– Относительное сопротивление раздиранию: абсолютное сопротивление раздиранию, приведенное к массе продукции площадью  $1 \text{ м}^2$  100 г, выраженное в миллиньютонах (мН). Результат округляют до 10 мН.

– Индекс сопротивления раздиранию: отношение сопротивления раздиранию к массе образца площадью 1 м, выраженное в миллиньютонах, умноженное на квадратный метр и деленное на грамм ( $\text{мН} \cdot \text{м}^2 / \text{г}$ ). Результат округляют до 0,01.

Относительная погрешность результатов испытаний  $\pm 7 \%$  при доверительной вероятности 0,95.



Рис. 16. Прибор для определения сопротивления раздиранию

#### **Подготовка образцов к испытаниям:**

1. Листы проб кондиционируют по ГОСТ 13523-78 (см. раздел 2.1);
2. Образцы вырезают длиной от  $(50,0 \pm 2,0)$  мм до  $(76,0 \pm 2,0)$  мм в зависимости от конструкции зажимов прибора при условии соблюдения надрезанной части образцов  $(43,0 \pm 0,5)$  мм.

*Примечание:* испытуемые образцы в зависимости от конструкции зажимов прибора могут иметь размеры:

- длина  $(65,0 \pm 1,0)$  мм, ширина  $(50,0 \pm 0,5)$  мм;
- длина  $(63,0 \pm 1,0)$  мм, ширина  $(50,0 \pm 0,5)$  мм;
- длина  $(76,0 \text{ мм} \pm 1,0)$  мм, ширина  $(63,0 \text{ мм} \pm 1,0)$  мм.

Для нарезания образцов вместе с прибором поставляется специальный нож.

3. Количество образцов должно быть достаточным для проведения не менее 5 испытаний в машинном и не менее 5 в поперечном направлениях. Испытанию одновременно подвергают четыре образца (т. е. для каждого направления вырезают не менее 40 образцов).

4. Образцы бумаги (картона) вырезают на расстоянии не менее 15 мм от края листа. Образцы не должны иметь складок, морщин или других видимых дефектов. Отмечают в отобранных листах пробы верхнюю и сеточную стороны и складывают верхней стороной вверх. Испытания должны проводиться в тех же условиях, что и кондиционирование проб.

#### **Порядок выполнения работы:**

1. Перед испытанием прибор необходимо настроить и проверить. При необходимости следует провести калибровку прибора.

2. Подбирают маятник или маятник с поверочными гирями так, чтобы средние показания находились в пределах от 20 % до 80 % шкалы прибора.

3. Регулируют упор прибора так, чтобы при отпускании маятника без образцов стрелка устанавливалась в нулевое положение.

4. Устанавливают маятник и стрелку прибора в исходное положение, при котором зажимы находятся в одной плоскости, маятник упирается в край тормозной пружины, стрелка касается упора.

5. Образцы вставляют в зажимы до упора верхней стороной влево, закрепляют их и надрезают с помощью ножа. При предварительно сделанном надрезе на образцах их располагают по центру между зажимом на стойке и зажимом на маятнике прибора.

6. Резким нажатием на тормоз освобождают маятник, с помощью которого происходит раздирание образцов. При обратном ходе маятника в момент приближения его к исходному положению отпускают тормоз. Проводят отсчет по шкале показаний, зафиксированных стрелкой.

*Примечание:* в приборах с цифровым отсчетом показаний освобождение и остановка маятника должны проводиться в соответствии с инструкцией к прибору.

7. Возвращают маятник и стрелку в исходное положение. Вынимают испытанные образцы. Испытанию подвергают остальные образцы, располагая их так, чтобы верхняя сторона была попеременно направлена то к маятнику, то от него.

8. Если направление линии раздирания на одном или двух образцах отклоняется от направления линии надреза более чем на 10 мм, то полученный результат не учитывают и испытания повторяют.

9. Если при повторных испытаниях на двух или более испытуемых образцах направление линии раздирания отклоняется от направления линии надреза более чем на 10 мм, то результат учитывают и указывают в протоколе испытаний.

10. Если результаты испытаний бумаги или картона на испытуемых образцах, состоящих из четырех образцов бумаги или картона, неудовлетворительные, то испытание можно проводить с большим или меньшим количеством образцов.



*Примечания:*

1. Определяемое значение сопротивления раздиранию зависит от количества образцов бумаги или картона, разрываемых одновременно. Для некоторых видов бумаги расхождения в значениях определяемого сопротивления раздиранию одного образца и четырех образцов превышают 20 %. При сравнении результатов испытаний на четырех образцах и на двух или более (до 16) образцах расхождения в значениях значительны, но не превышают 20 %.

2. При скручивании образцов необходимо их отогнуть около зажимов в сторону маятника. Недопустимо изменение влагосодержания на испытуемом участке образца.

## 2.12. Определение сопротивления сжатию на коротком расстоянии (ГОСТ Р ИСО 9895-2013)

Для определения сопротивления сжатию на коротком расстоянии (SCT) используют прибор модели F18510.

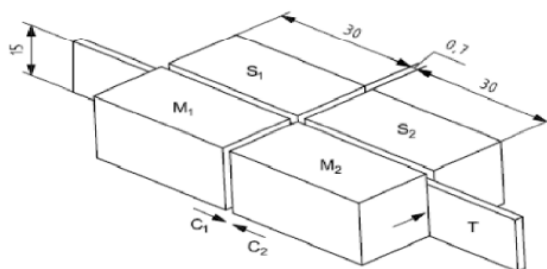


Рис 17. Зажимы прибора: *C1* и *C2* – зажимы; *M1* и *M2* – подвижные губки; *S1* и *S2* – неподвижные губки; *T* – образец

Сопротивление сжатию по методу SCT представляет собой максимальное усилие, которое выдерживает образец бумаги или картона до разрыва под действием сжимающего усилия, приложенного параллельно плоскости образца, помещенного на коротком расстоянии между сжимающими поверхностями, деленное на ширину образца.

### **Подготовка образцов к испытаниям:**

1. Листы проб кондиционируют по ГОСТ 13523-78 (см. раздел 2.1);
2. От неповрежденных участков листов пробы отрезают испытуемые образцы в виде полосок длиной не менее 70 мм и шириной  $(15,0 \pm 0,1)$  мм. При определении сопротивления сжатию в машинном направлении длинная сторона образца должна быть параллельной машинному направлению, а при определении сопротивления сжатию в поперечном направлении – поперечному направлению образца.

3. От каждого листа пробы вырезают образцы в количестве, достаточном для проведения не менее 20 испытаний образцов в каждом направлении.

*Примечание:* данное испытание очень чувствительно к изменению содержания влаги в образцах. В связи с этим при подготовке образцов следует соблюдать особые условия. Необходимо избегать непосредственного контакта образцов с руками испытателя. Образцы следует держать вдали от источников влаги, тепла, прямого освещения, потоков воздуха и других объектов, которые могут влиять на влажность образцов. Необходимо контролировать, чтобы зажимы прибора не подвергались тепловому воздействию ламп, моторов и т. д.

#### **Порядок выполнения работы:**

1. Испытуемый образец помещают между губками зажимов, как показано на рис. 4, и включают прибор. Продолжают сближение зажимов и записывают максимальное значение сжимающей силы  $F_c$ , при которой произошел разрыв образца, фиксируемый прибором. Если испытания проводят на одном образце, то каждый раз его проводят на разных зажимаемых участках образца.

2. Определяют массу 1 м<sup>2</sup> продукции в соответствии с ИСО 536

Записывают и вычисляют результаты испытания отдельно для каждого требуемого направления образца (машинного и / или поперечного).

*Сопротивление сжатию вычисляют по формуле:*

$$\sigma_c^b = \frac{\bar{F}_c}{b}, \text{ кН/м},$$

где  $\bar{F}_c$  – среднееарифметическое значение полученных определений максимальной сжимающей силы для каждого направления образцов, Н;  $b$  – ширина испытуемого образца, мм (например, 15 мм)

Результат выражают с точностью до трех значащих цифр. При необходимости вычисляют стандартное отклонение полученных результатов испытания.

*Индекс сопротивления сжатию вычисляют по формуле:*

$$\sigma_c^g = \frac{1000 \cdot \sigma_c^b}{g}, \text{ кН} \cdot \text{м/кг},$$

где  $\sigma_c^b$  – сопротивление сжатию, кН/м;  $g$  – масса 1 м<sup>2</sup> продукции, г/м<sup>2</sup>.

Результат выражают с точностью до трех значащих цифр.

### **2.13. Определение разрушающего усилия при сжатии кольца (RCT)**

Испытания производят в соответствии с ГОСТ 10711-97. Сущность метода заключается в определении разрушающего усилия при осевом сжатии установленной на ребро и свернутой в кольцо полоски бумаги или картона. Прибор для испытания образцов состоит из двух сжимающих плит, силоизмерительного устройства (динамометра) и электропривода. Для испытания образцов используют кольцевой держатель (рис. 18). За результат принимают среднее арифметическое десяти определений.

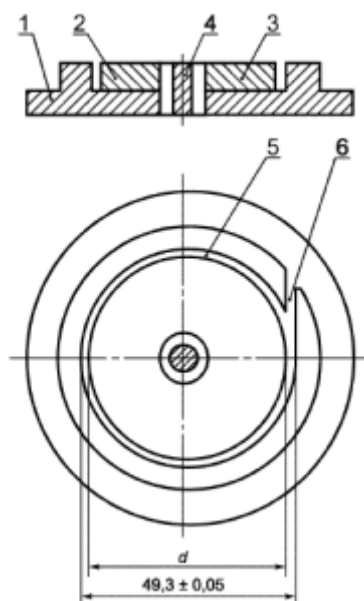


Рис. 18. Держатель для образцов: 1 – корпус; 2 – цилиндрическая выточка; 3 – диск; 4 – штифт; 5 – кольцевая канавка; 6 – вспомогательная канавка

**Подготовка образцов к испытаниям:**

1. Листы проб кондиционируют по ГОСТ 13523-78 (см. раздел 2.1).
2. Подготовку образцов к испытанию и испытания проводят в тех же условиях, что и кондиционирование.
3. Из отобранной пробы произвольно отбирают не менее 10 листов, из которых вырезают по одному образцу в виде полоски длиной от (150,0±0,5) мм до (152,0±0,5) мм, шириной (12,7±0,1) мм в машинном или поперечном направлении или в обоих в зависимости от требований, указанных в НД на продукцию. При отсутствии таких требований испытания проводят в обоих направлениях. Допускается вырезать образцы шириной (15,0±0,1) мм.

**Порядок выполнения работы:**

1. Измеряют длину испытуемого образца с точностью до 0,1 мм и при необходимости толщину по ГОСТ 27015-86.
2. На штифт держателя образца насаживают диск, диаметр которого выбирают по толщине испытуемого образца в соответствии с табл. 7.

Таблица 7 – Выбор диаметра диска в соответствии с толщиной

Толщина образца, мм	Диаметр диска $d \pm 0,05$ мм
От 0,140 до 0,170 включ.	48,80
От 0,171 до 0,200 включ.	48,70
От 0,201 до 0,230 включ.	48,60
От 0,231 до 0,280 включ.	48,50
От 0,281 до 0,320 включ.	48,30
От 0,321 до 0,370 включ.	48,20
От 0,371 до 0,420 включ.	48,00
От 0,421 до 0,500 включ.	47,80

3. Испытуемый образец осторожно полностью вводят через вспомогательную канавку держателя в кольцевую канавку. Недопустимо, чтобы нижняя кромка испытуемого образца попадала под диск.

4. Держатель с образцом устанавливают в центре нижней плиты прибора так, чтобы концы образца находились слева или справа. Для отметки центра нижней плиты используют ограничительные метки.

5. При испытании половину образцов вводят в держатель верхней стороной к диску и половину – сеточной стороной к диску.

6. При испытании картона по 7.5 образцы вводят в держатель нижним слоем к диску или верхним – к корпусу держателя.

7. При испытании картона по 7.6 десять образцов вводят в держатель одной из сторон к диску и десять – той же стороной к корпусу держателя.

8. Приводят в движение одну из плит и равномерно увеличивают нагрузку на образец до его разрушения. Затем снимают показания шкалы прибора с точностью до 1 Н.

Разрушающее усилие при сжатии кольца в ньютонах (килограмм-силах) вычисляют как среднеарифметическое результатов десяти определений.

Результат вычислений округляют до 1 Н (0,1 кгс) при значении разрушающего усилия до 100 Н (10,0 кгс) и до 5 Н (0,5 кгс) – при разрушающем усилии свыше 100 Н (10,0 кгс). Разрушающее усилие в машинном направлении обозначается  $r_m$ , а в поперечном направлении –  $r_n$ .

*Относительное разрушающее усилие при сжатии кольца  $C_{отн}$ , вычисляют по формуле:*

$$C_{отн} = \frac{r}{l}, \text{ Н} \cdot \text{м (кгс} \cdot \text{м)},$$

где  $r$  – разрушающее усилие при сжатии кольца, Н (кгс);  $l$  – длина образца, м.

Результат округляют до трех значащих цифр.

## **2.14. Определение впитываемости бумаги**

### **2.14.1. Определение поверхностной впитываемости воды при одностороннем смачивании бумаги / картона (ГОСТ 12605-97)**

Сущность метода Кобба заключается в определении массы воды, поглощенной поверхностью бумаги или картона при смачивании испытуемой стороной в течение установленного времени, по разности взвешивания до и после смачивания. Данный метод не распространяется на бумагу массой менее 50 г/м<sup>2</sup>, газетную и прочие неклееные виды бумаги.

#### **Подготовка образцов к испытаниям:**

1. Листы проб кондиционируют по ГОСТ 13523-78 (см. раздел 2.1);

2. Вырезают испытуемый образец при помощи шаблона по одному образцу с размерами 125 × 125 мм. (*Примечание:* если размеры образца не позволяют нарезать образцы заданного размера, допускается проводить испытания

образцов меньшего размера, но закрывающих поверхность заполненного водой цилиндра).

3. Испытывают не менее 2 (желательно 3 – 5) образцов для каждой стороны.

4. При испытании лабораторных образцов испытывают, в первую очередь, гладкую сторону.



Рис. 19. Устройство для определения впитываемости при одностороннем смачивании по методу Кобба

#### **Порядок выполнения работы:**

1. Наполнить цилиндр 100 мл дистиллированной водой комнатной температуры (для каждого эксперимента используют воду одинаковой температуры). Во время проведения испытания контролируют уровень воды по отметке внутри сосуда, но не меняют для одной партии (до 10 листов). Избегать просачивания воды между цилиндром и испытываемой поверхностью образца.

2. Помещают на выдвижной столик 9 листов фильтровальной бумаги Filtrak 76,5 г/м<sup>2</sup> с капиллярной впитываемостью 50 – 100 мм.

3. Испытуемый образец взвешивают на весах ( $m_1$ ). К испытываемой поверхности образца не следует прикасаться руками.

4. Образцом закрывают сосуд испытываемой поверхностью вниз (для отливок – гладкой стороной).

5. Цилиндр закрывают герметически крышкой, переворачивают на 180° и включают секундомер.

6. По истечении заданного времени возвращают цилиндр в исходное положение, открывают крышку, снимают образец, осторожно кладут его испытываемой стороной вниз на 9 листов фильтровальной бумаги и накрывают 3 листами фильтровальной бумаги.

7. Удаляют избыточную воду с поверхности прокатыванием подвижного валика под отжимным валиком дважды (вперед и назад). Большие капли можно стряхивать с поверхности образца.

8. Сразу после промокания испытываемый образец складывают мокрой стороной внутрь и немедленно взвешивают ( $m_2$ ), чтобы предотвратить потерю

влаги за счет испарения.

9. Перед следующим испытанием заменить намокшие листы фильтровальной бумаги сухими. (*Примечание:* мокрые листы отложить в сторону для высыхания).

10. Для смены воды в цилиндре воспользоваться пипеткой.

Продолжительность испытания выбирается индивидуально в зависимости от вида бумаги и картона и зависит от впитывающей способности (табл. 8).

Таблица 8 – Условия проведения испытаний по методу Кобба в зависимости от продолжительности испытания

Продолжительность испытания	Обозначение	Продолжительность контакта образца с водой	Время до начала промокания
10	Кобб <sub>10</sub>	5±1	10±1
30	Кобб <sub>30</sub>	20±1	30±1
60	Кобб <sub>60</sub>	45±1	60±2

Отбраковка образцов применяется в следующих случаях:

- образец насквозь пропитан водой;
- образец имеет признаки просачивания воды вне испытываемой поверхности;
- образец имеет избыточную воду после промокания (блеск поверхности).

Поверхностную впитываемость воды при одностороннем смачивании Кобб<sub>х</sub>, для каждого испытываемого образца бумаги или картона вычисляют по формуле:

$$\text{Кобб}_x = \frac{10^4 \cdot (m_2 - m_1)}{A}, \text{ г/м}^2,$$

где  $m_2$  – масса образца после испытания, г;  $m_1$  – масса образца до испытания, г;  $A$  – площадь испытываемой поверхности образца, см<sup>2</sup>.

*Примечание:* если площадь испытываемой поверхности образца равна 100 см<sup>2</sup>, формула приобретает следующий вид:  $\text{Кобб}_x = 100 (m_2 - m_1)$ .

Результат округляют до 0,5 г/м<sup>2</sup>, записывая погрешность. Продолжительность испытания определяют, как время между моментом контакта воды с испытываемым образцом и началом удаления избытка воды бумагой промоканием.

#### 2.14.2. Определение капиллярной впитываемости бумаги / картона (ГОСТ 12602-93)

Капиллярная впитываемость – это свойство бумаги поднимать по своим капиллярам воду или водные растворы. Метод Клемма не пригоден для материалов с капиллярной впитываемостью менее 5 мм, для испытания которых необходимо воспользоваться впитываемостью при односторонней смачиваемости (метод Кобба).

Метод Клемма заключается в испытании полоски материала, один конец которой закреплен в вертикальном положении, а другой погружен в воду (водные растворы и др.), и измерении капиллярной впитываемости в интервалах через 10 мин. При испытании одной серии образцов использовать дистиллированную воду или водные растворы одинаковой температуры. Испытания проводят на устройстве В-2 (рис. 20). Устройство для определения капиллярной впитываемости бумаги состоит из ванны, расположенной на горизонтальной подставке, имеющей установочный винт и штатив. На штативе находится подвижная поперечная планка, перемещающаяся вверх и вниз и закрепляемая винтом в любом положении. К планке прикреплены вертикальные линейки с делениями в миллиметрах. Рядом с ними имеются зажимы для закрепления полосок бумаги. Деления на линейках нанесены снизу-вверх, ноль совпадает с нижним концом линейки, который обычно имеет заостренную форму.



Рис. 20. Аппарат для определения капиллярной впитываемости бумаги

#### **Порядок выполнения работы:**

В ванну наливают дистиллированную воду комнатной температуры до уровня, при котором при опускании поперечной планки до самого низкого положения вертикальные линейки своими концами коснутся поверхности воды. Если не все линейки одновременно соприкасаются с поверхностью воды, необходимо добиться этого при помощи установочного винта. Ослабляют винт, поднимают планку в верхнее положение и закрепляют винтом. Из анализируемых образцов нарезают по 5 полосок в машинном и поперечном направлении (если такие имеются) длиной 200 мм и шириной 15 мм и закрепляют одним концом в зажимах планки вертикально так, чтобы свободные концы полосок были на 15 мм ниже нулевых делений линейек. Далее ослабляют винт и опускают поперечную планку до нижнего положения. С этого момента фиксируют время по секундомеру и по истечении 10 минут отсчитывают по линейкам высоту поднятия воды.

В протокол заносятся среднее арифметическое из 5 результатов с точностью 1 мм, условия кондиционирования и температура воды, средние для

машинного и поперечного направления. Для каждой серии испытаний используют чистую воду. Испытание материалов с высокой впитываемостью можно проводить за более короткое время, о чем следует указать в протоколе.

## 2.15. Определение влагопрочности бумаги / картона (ГОСТ 13525.7-68)

Приспособление для намокания полосок бумаги (рис. 21), состоящее из ванночки 1, которая может вертикально перемещаться по направляющим 2 и фиксироваться в верхнем положении, горизонтального стержня 3 диаметром  $(5,0 \pm 0,1)$  мм и длиной  $(25 \pm 1)$  мм и хвостовика 4 для закрепления приспособления в нижнем зажиме разрывной машины. При верхнем положении ванночки стержень должен опускаться в ванночку не менее чем на 25 мм, при установке на разрывной машине отклонение образующей стержня от параллельности относительно плоскости нижней кромки верхнего зажима не должно превышать 0,1 мм.

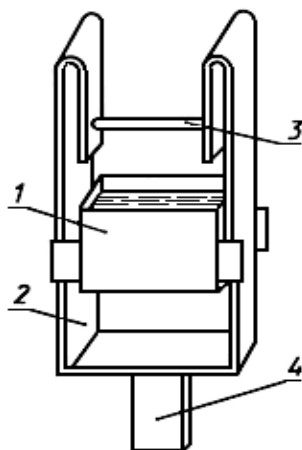


Рис. 21. Приспособление для намокания образцов: 1 – ванночка; 2 – направляющие; 3 – стержень; 4 – хвостовик

### 2.15.1. Определение влагопрочности бумаги / картона при кратковременном намокании

Половину общего числа образцов испытывают по ГОСТ 13525.1-79 и определяют разрушающее усилие, другую половину образцов испытывают следующим образом:

1. Приспособление для намокания закрепляют в нижнем зажиме разрывной машины так, чтобы расстояние от горизонтального стержня до верхнего зажима составляло  $(90 \pm 10)$  мм. Ванночка должна быть наполнена водой до отметки и находиться в нижнем положении.



2. Испытуемый образец подводят под стержень так, чтобы образовалась петля, оба конца которой закрепляют в верхнем зажиме машины. Образец погружают в воду на глубину 20 мм путем поднятия ванночки в верхнее положение. С этого момента начинают отсчет времени. По истечении  $(30 \pm 2)$  с ванночку опускают и нагружают образец до его разрыва. Взятый по шкале машины результат отсчета должен быть разделен на два.

3. Температура воды в ванночке во время испытания должна соответствовать температуре, установленной для кондиционирования образцов. Для каждого направления бумаги производят десять определений.

В зависимости от указаний в соответствующих стандартах на бумагу или картон влагопрочность при кратковременном намокании ( $V$ ) выражают средним арифметическим результатов определений разрушающего усилия влажных образцов в  $H$  (кгс) или вычисляют в процентах по формуле:

$$V = \frac{P_B}{P_C} \cdot 100, \%$$

где  $P_B$  – среднее арифметическое 10 измерений разрушающего усилия влажных образцов,  $H$  (кгс);  $P_C$  – среднее арифметическое 10 измерений разрушающего усилия воздушно-сухих образцов,  $H$  (кгс).

Результат округляют до первого десятичного знака. Относительная погрешность результата определения разрушающего усилия влажных образцов не должна превышать  $\pm 7\%$  при доверительной вероятности 0,95; относительная погрешность результата определения влагопрочности не должна превышать  $\pm 9\%$  при доверительной вероятности 0,95.

### **2.15.2. Определение влагопрочности бумаги / картона при длительном намокании**

При времени выдерживания образцов в воде 60 минут и более образцы перед погружением их в воду не кондиционируют.

Образцы по одному погружают в воду. Температура воды в ванночке во время испытания должна соответствовать температуре, установленной для кондиционирования образцов. По истечении времени, предусмотренного стандартами на продукцию, образцы извлекают из воды по одному, соблюдая такую же очередность, как и при погружении образцов в воду. Каждый образец в отдельности кладут на два листа промокательной бумаги, лежащей на жесткой гладкой поверхности, покрывают сверху двумя листами промокательной бумаги и отжимают избыточную воду, прокатывая валиком по одному разу в ту и другую сторону. Затем определяют требуемый показатель механической прочности влажных образцов по соответствующим стандартам на методы испытаний.

Время выдерживания образцов в воде должно составлять  $120 \pm 5$  минут, если в стандартах на отдельные виды бумаги или картона нет соответствующих указаний.

В зависимости от указаний в соответствующих стандартах на бумагу или картон влагопрочность ( $V_0$ ) выражают средним арифметическим результатом

определений требуемого показателя механической прочности влажных образцов в единицах, принятых для определяемого показателя, или определяют по формуле:

$$V_o = \frac{P_B}{P_c} \cdot 100\%,$$

где  $V_o$  – относительная влагопрочность, %;  $P_B$  – среднее арифметическое определений требуемого показателя механической прочности влажных образцов;  $P_c$  – среднее арифметическое определений требуемого показателя механической прочности воздушно-сухих образцов.

Результат округляют до порядка, принятого для определяемого показателя в соответствующих стандартах на методы испытаний, или до первого десятичного знака.

## **2.16. Определение сопротивления продавливанию бумаги**

Определение сопротивления продавливанию, характеризуемого величиной избыточного давления, воздействующего через эластичную диафрагму на зажатый по кольцу образец. Прибор содержит измеритель избыточного давления, которое воздействует на образец через диафрагму. Измеренное значение давления, при котором разрушился образец, определяет его сопротивление продавливанию или прочность образца по отношению к распределенной по площади нагрузке.

### **Подготовка образцов к испытанию:**

1. Листы проб кондиционируют по ГОСТ 13523-78 (см. раздел 2.1).
2. От листов пробы бумаги и картона произвольно отбирают 10 листов для испытания и из каждого вырезают по два образца, делая пометку на одной и той же стороне всех образцов. Размеры образца должны быть такими, чтобы он перекрывал всю поверхность прижимного кольца.
3. Образцы должны быть без морщин и повреждений, по возможности без водяных знаков.

### **Порядок выполнения работы:**

Испытания проводят в тех же атмосферных условиях, при которых проводили кондиционирование образцов.

Образец помещают на нижнее прижимное кольцо прибора так, чтобы перекрывалась вся поверхность кольца. Закрепляют образец в прижимном устройстве испытываемой стороной вниз и постепенно повышают гидравлическое давление до разрушения образца.

Отсчет показаний манометра проводят с точностью до 1 деления шкалы. Измеряемая величина должна находиться в пределах от 25 до 75 % максимального значения шкалы, но не выходя за пределы от 15 до 85 % полной градуировки.

Проводят по 5 определений на каждой стороне для волокнистых полуфабрикатов и по 10 определений на каждой стороне для бумаги и картона.

*Абсолютное сопротивление продавливанию, вычисляют по формуле:*

$$P_o = \frac{S_p}{n}, \text{ кПа,}$$

где  $S_p$  – сумма показаний манометра для всех испытаний, кПа;  $n$  – количество выполненных испытаний.

*Относительное сопротивление продавливанию, т.е. приведенное к бумаге массой 100 г/м<sup>2</sup> вычисляют по формуле:*

$$P_w = \frac{P_o \cdot 100}{m}, \text{ кПа,}$$

где  $m$  – масса 1 м<sup>2</sup> бумаги, г.

*Индекс продавливания, кПа/г, вычисляют по формуле:*

$$X = \frac{P_o}{m}, \text{ кПа/г,}$$

где  $P_o$  – абсолютное сопротивление продавливанию, кПа;  $m$  – масса продукции площадью 1 м<sup>2</sup>, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов всех испытаний для обеих сторон либо отдельно для каждой стороны. Результат округляют до трех значащих цифр. Относительная погрешность определения сопротивления продавливания не превышает  $\pm 9\%$  при доверительной вероятности 0,95.

## **2.17. Определение когезионной способности волокон в бумаге / картоне**

Одним из наиболее важных для прочности бумаги результатов процесса размола целлюлозного полуфабриката, является подготовка поверхности волокон к формированию межволоконных сил связи в бумажном листе. Уровень значений межволоконных сил связи влияет на большинство потребительских свойств бумаги: прочность, деформативность, воздухопроницаемость, впитывающая способность и др. Для количественной оценки межволоконных сил связи в практике научных исследований нашли применение методы определения суммарных сил связи независимо от их природы. Эти методы основаны на измерении усилия разрыва двухслойного образца при сдвиге в плоскости слоев или их отрыве перпендикулярно плоскости. При этом необходимо отметить, что усилие, требуемое для разрушения связей, относят не к истинной площади контакта между волокнами, а к общей геометрической площади образца, которая включает в себя и пустоты, образованные порами и капиллярами между волокнами. Для определения сил связи по методу С. Н. Иванова необходимо изготовить двухслойные образцы бумаги / картона.

Двухслойные образцы изготавливаются следующим образом. Вначале производится отлив двух стандартных образцов массой 1 м<sup>2</sup> 100 г (без стадии сушки). Мокрые образцы выкладываются на ровную поверхность. На одной из них на определенном расстоянии располагаются увлажненные хлопчатобумажные нити. После этого второй образец накладывается на первый, и полученный двухслойный образец помещается в сушильную камеру листоотливного аппарата (рис. 22а). Из двухслойных образцов вырезают

полоски размером 50 × 15 мм (рис. 22б). Для проведения испытаний из образцов с помощью препарировальной иглы удаляют нити. После этого образцы кондиционируют. Перед испытанием каждый образец нумеруют, измеряют его толщину и массу, а затем расслаивают, фиксируя середину образца при помощи пинцета с заданной шириной (см, мм). Необходимую ширину пинцета (рис. 22в), а, следовательно, ширину участка образца, соединяющего два слоя, подбирают экспериментально с учетом диапазона усилия разрыва для исследуемого вида бумаги / картона.

Образец испытывается на растяжение на разрывной машине, регистрируя усилие, требующееся для разделения слоев в плоскости сдвига.

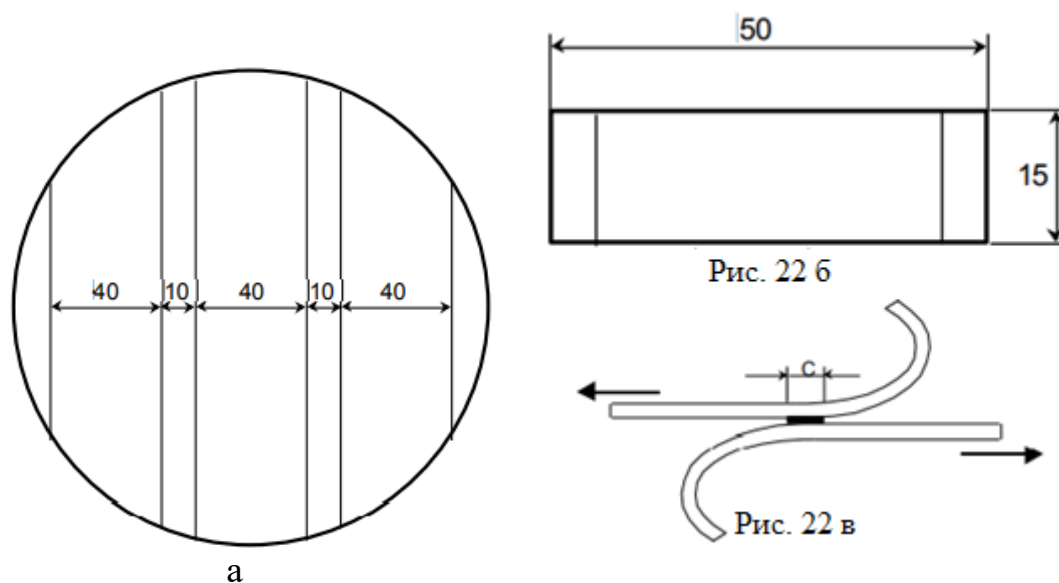


Рис. 22: а – расположение нитей на отливке для определения межволоконных сил связи; б – вид образца с нитями; в – принцип проведения испытания

Величина сил связи по Иванову ( $F_{cb}$ ), МПа, определяется по формуле:

$$F_{cb} = \frac{P_p}{b \cdot c}, \text{ МПа,}$$

где  $P_p$  – разрушающее усилие, Н;  $b$  – ширина образца, мм;  $c$  – ширина площадки контакта, мм.

Величина сил связи по С. Н. Иванову определяется как среднее арифметическое результатов 10 измерений. Результат округляют до 0,1 МПа.

## 2.18. Определение рН водной вытяжки бумаги / картона

Бумага для упаковки пищевых продуктов, для санитарно-бытовых изделий и др. строго нормируются по показателю рН. Для определения величины рН бумаги получают водные вытяжки холодным и горячим экстрагированием.

Измеренная при холодном экстрагировании величина рН водной вытяжки, как правило, несколько меньше, чем при горячей экстракции, что объясняется повышением скорости гидролиза солей при повышенной температуре. Тем не менее горячая экстракция более распространена, чем холодная, хотя последняя более точно характеризует значение рН бумаги.

а) Холодную экстракцию проводят следующим способом: 1 г мелко нарезанной бумаги или картона при интенсивном перемешивании заливают 20 мл дважды перегнанной дистиллированной воды при температуре 20 – 30 °С. После этого прибавляют еще 50 мл воды и оставляют пробу в покое на 1 ч и определяют рН при помощи потенциометра.

б) Горячую экстракцию выполняют в следующей последовательности: навеску около 2 г воздушно-сухой бумаги или картона нарезают кусочками размером 5 x 5 мм, взвешивают с точностью до 0,01 г и помещают в колбу Эрленмейера, снабженную воздушным холодильником (рис. 23).

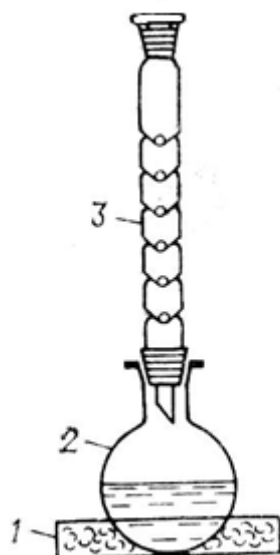


Рис. 23. Установка для горячего экстрагирования: 1 – водяная баня; 2 – колба; 3 – воздушный холодильник

Во избежание загрязнений резиновую трубку колбы заворачивают чистой фольгой. В колбу к пробке добавляют 100 мл дважды перегнанной и прокипяченной в течение 1 ч воды, имеющей величину рН 6,0 – 7,0 (согласно нормам DIN, допустимые колебания воды 6,7 – 7,1). Колбу с установленным холодильником нагревают на водяной бане при периодическом помешивании в течение 1 ч, не допуская сильного кипения. После часового нагрева содержимое колбы охлаждается до комнатной температуры. Во избежание поглощения из воздуха углекислоты во время охлаждения к концу холодильника присоединяют хлоркальциевую трубку с натронной известью. Охлажденный экстракт

осторожно сливают, не допуская взмучивания, и подвергают анализу на потенциометре (рис. 24).

За результат принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений. Результат округляют до 0,1.



Рис. 24. Микропроцессорный лабораторный рН-метр

## **2.19. Микроскопические методы определения состава по волокну и длины волокна (ГОСТ 7500-85)**

Микроскопическое исследование целлюлозных волокон давно вошло в практику не только научно-исследовательских институтов, но и заводских лабораторий. Эти исследования позволяют достаточно глубоко изучить вид волокнистых полуфабрикатов, особенности их структуры, изменения размеров волокон и т. д. При микроскопическом анализе волокнистых полуфабрикатов используют гистохимический метод, основанный на получении специфических окрасок древесных и целлюлозных волокон. Для окраски применяют некоторые органические и неорганические красители – малахитовый зеленый, конго красный, сафранин, фуксин и др., а также специальные реактивы – хлор-цинк-йод, смесь нитрата кальция и йода и т. д. Различные реактивы представлены в табл. 9.

Одним из наиболее распространенных реактивов для качественной идентификации целлюлозных волокон является хлор-цинк-йод (реактив Херцберга). По его окраске можно различить волокна хлопковой и древесной целлюлозы разного выхода, а также волокна древесной массы. К недостаткам хлор-цинк-йода можно отнести изменение окраски в зависимости от рецепта его приготовления и неустойчивость раствора вследствие быстрого испарения йода из раствора.

Таблица 9 – Выбор реактива в зависимости от целей микроскопического исследования (по ГОСТ 7500-85)

Наименование реактивов	Цель анализа	Виды определяемых волокон
Херцберг, Графф С	Определение групп волокон	Целлюлоза, древесная масса, текстильные (хлопковые) волокна
Брайт, Лофтон-Меррит	Определение волокон беленой, полубеленой и небеленой целлюлозы	Небеленая, беленая и полубеленая целлюлоза из хвойных и лиственных пород древесины
Графф С, Стокер-Дюрант	Определение волокон беленой СФИ и СФА целлюлозы	Целлюлоза СФИ и СФА беленая из хвойных пород древесины
Лофтон-Меррит	Определение волокон небеленой СФИ и СФА целлюлозы	Целлюлоза СФИ и СФА небеленая из хвойных пород древесины
Графф С	>>	Целлюлоза СФИ и СФА небеленая из лиственных пород древесины
Зеллегер, Графф С	Определение волокон лиственной и хвойной целлюлозы	Целлюлоза из хвойных и лиственных пород древесины
Наименование реактивов	Цель анализа	Виды определяемых волокон
Графф С	Определение волокон древесной массы	Древесная масса из хвойных и лиственных пород древесины

По окраске хлор-цинк-йодом волокна принимают следующие цвета: хлопковые – винно-красный; волокна технической древесной целлюлозы – сине-фиолетовый; волокна древесной массы – золотисто-зеленый.

Перед проведением микроскопических исследований готовят гидросуспензию волокон следующим образом: переносят небольшой кусочек целлюлозы в прозрачную пластиковую бутылку на 100 мл с крышкой и вносят около 5 мл дистиллированной воды, затем многократно встряхивают до полного распуска волокон. Затем с помощью пипетки с диаметром не менее 5 мм переносят 0,5 мл разбавленной суспензии на предметное стекло, избыток подсушивают фильтровальной бумагой, избегая скопления волокон и образования пузырьков. При анализе состава бумаги или макулатуры образец кипятят 5 минут либо в дистиллированной воде, либо в 1 %-м растворе NaOH/HCl, при необходимости окрашенные образцы обесцвечивают в подходящем растворе.

После нанесения реактива препарат оставляют на 1 минуту, затем излишек удаляют фильтровальной бумагой. Перед обработкой препарата реактивом

волокна на стекле равномерно распределяют препарировальными иглами, затем препарат накрывают покровным стеклом.

Предметное стекло с окрашенными волокнами помещают на подвижный столик микроскопа и рассматривают при увеличении 30 – 60× (объективы 2×, 4×) для определения групп и видов волокон и способа варки (объективы 8×, 10×), а при увеличении от 200× (объективы 20×, 40× и выше) – для определения вида волокон по морфологическим признакам и характера фибрилляции.

Микроскоп марки Микромед-3 оснащен цифровой камерой высокого разрешения 3,2 Мрiх UCMOS (система визуализации) и программным обеспечением TourView (рис. 19), которое позволяет просматривать, получать, сохранять и обрабатывать изображения волокон. Для определения длины волокна и состава необходимо подсчитать не менее 100 – 300 шт. волокон. Фотографии сохраняются на компьютере (рис. 25).

В результате анализа замечают различные особенности препарата, а именно: наличие отдельных волокнистых фрагментов, трахеиды, волокна либриформы, сосудистые волокна, контур и поверхность волокна и т. д. По мере увеличения продолжительности размола волокна оказываются разорванными, обнаруживаются пучки микрофибрилл на поверхности. Для облечения статистических подсчетов пользуются табличным редактором MS Excel или аналогичным инструментом.

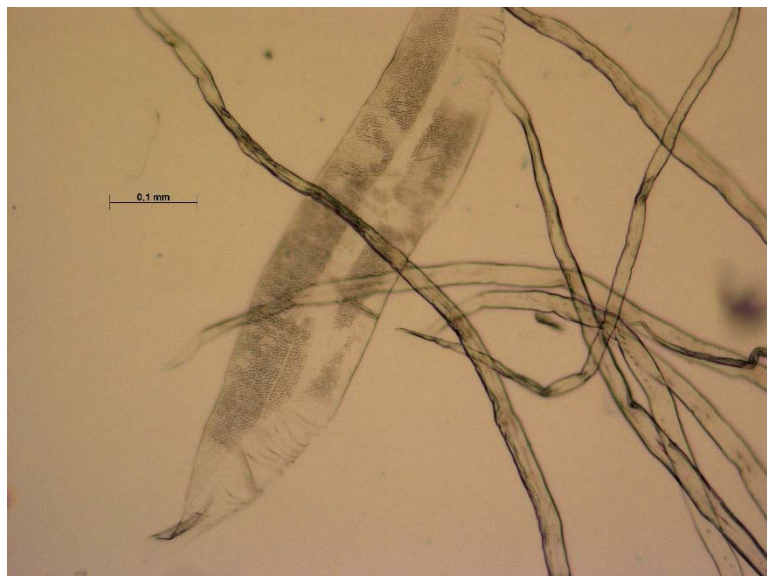


Рис. 25. Волокна лиственной целлюлозы при увеличении 300× крат



## 2.20. Определение оптических показателей бумаги

Оптические свойства бумаги определяются несколькими характеристиками: светонепроницаемостью, прозрачностью, белизной, лоском и цветом.

Для бумаги, используемой для регистрации информации, к которой относится и бумага для печати, оптические свойства имеют первостепенное значение. Показатели белизна, цвет, непрозрачность бумаги называются потребителем среди первых.

Оптические параметры бумаги определяются ее взаимодействием со светом: а именно тем, как бумага отражает, поглощает и пропускает свет.

Предмет воспринимается как светящийся в случае совпадения (или перекрывания) его спектра излучения со спектром видимого излучения.

Бумага как излучатель может рассматриваться при горении, когда она в зависимости от состава излучает в красно-желтой или даже зелено-голубой области, а также в случае введения в нее красителей, увеличивающих излучение бумагой видимых лучей.

Это становится возможным при обработке бумаги так называемыми оптически отбеливающими веществами. Эти вещества, поглощая энергию невидимого ультрафиолетового сектора спектра, излучают дополнительную энергию в видимой голубой области, придавая бумаге видимость белизны и яркости.

При падении света на поверхность происходит в той или иной степени его отражение. Отражение поверхностью бумаги высокой степени отделки отчасти зеркальное, то есть падающий параллельный пучок света, остается параллельным после отражения.

Идеально белая поверхность отражает все падающие лучи, ничего не поглощая. Серая поверхность равномерно поглощает световые волны разной длины. Отраженный от нее свет не меняет свой спектральный состав, изменяется только интенсивность излучения. Идеально черная поверхность не отражает свет вообще. Поверхности в равной степени отражающие и поглощающие цветные лучи, называются бесцветными (ахроматическими).

Все остальные поверхности по-разному отражают свет с разной длиной волны. Так, красные поверхности поглощают волны зеленой и синей областей спектра, отражая красные. На принципе избирательного поглощения построены все технологии получения цвета в производстве.

Строго говоря, нужно различать такие понятия, как окраска и цвет предмета. Окраска – это способность предмета отражать излучения с теми или иными длинами волн, а цвет – это результат реализации этой способности в определенных условиях освещения. Действительно, белая окраска бумаги в зависимости от освещения может иметь различный цвет. Кроме того, нужно различать яркость и цветность. Яркость (светлота) – это количественная характеристика цвета, оценивающая количество отраженного поверхностью

светового излучения. Цветность же – характеристика качественная, позволяющая игнорировать яркость и оценивать собственно цвет.

**Белизна** – стандартная белизна (Brightness) бумаги – это коэффициент диффузного отражения поверхности бумаги при освещении ее определенным источником света, измеренный при длине волны 457 нм. Белизна измеряется фотометрами, спектрофотометрами. Так белизна измеряется по стандартам различных стран и по международному стандарту. При измерениях по ГОСТ 30113-94, совпадающему со стандартом ИСО 2470-77, белизна может превышать 100 %.

При измерениях белизны (как и при других цветовых измерениях) важно оговаривать источник освещения, при котором проводятся измерения. Таких источников используется, как правило, четыре: “А”, “В”, “С”, “Д<sub>65</sub>”. Источник “А” воспроизводит условия среднего искусственного освещения электрическими лампами накаливания, “В” – норма прямого солнечного цвета, “С” – флуоресцентной ртутной лампы, “Д<sub>65</sub>” – дневного света. Разница, полученная при измерениях с источником “Д<sub>65</sub>” и “А” дает величину прироста белизны, полученную за счет оптически отбеливающих веществ.

Так как измерения по этому методу проводятся в узком диапазоне спектра (около 457 нм), а глаз человека видит весь спектр от 400 до 700 нм, корреляция с визуальной оценкой не всегда хорошая.

*Белизна CIE (Whitiness)* рассчитывается по координатам цветности и координатам цвета (для этого определяется значение CIE – оттенок (CIE – Tint). Величина дает впечатление о степени белизны образца, содержащего ООВ и элементы оттеночного красителя. Это дает довольно точную корреляцию с глазом человека и является одним из лучших методов измерения белизны.

Недостатки этой системы измерения:

- В качестве официального он может использоваться только для сравнения образцов, испытанных одним спектрофотометром и в одно время. Это связано с отличиями приборов и источников света.

- Измеряемый образец должен быть достаточно белым. Газетная бумага, например, дает ошибочные результаты. Темно-голубой оттенок завышает значения белизны CIE.

*Светлота CIE* определяется в совокупности с координатами цветности  $a^*$  и  $b^*$ . И представляет собой разницу между черным и белым. Для идеально белого  $L = 100$ . Для идеально черного – 0.

**Цветовые параметры.** Параметр белизны не дает полного представления об оптических свойствах бумаги. Часто образцы бумаги, имеющие один уровень белизны, зрительно воспринимаются по-разному, т. е. могут иметь различные оттенки серого, желтого, голубого цвета или иметь различную степень их насыщенности.

Полное представление о цветовых показателях бумаги можно получить, располагая не менее чем тремя параметрами.

Существует свыше десяти систем оценки цветовых параметров. Международная Комиссия по освещению (МКО) рекомендует для оценки оптических свойств объектов систему CIE  $L^* a^* b^*$ .

В этой системе  $L$  – светлота (условно содержание белого),  $a^*$  и  $b^*$  координаты цветности ( $a^*$  – содержание красного – зеленого;  $b^*$  – желтого – синего).

Белизну бумаги и ее цветовые параметры в настоящее время определяют спектрофотометром фирмы “Эльрефо”(рис. 26).

**Непрозрачность.** Для определения непрозрачности используются те же приборы, что и для измерения белизны (фотометры, спектрофотометры). В соответствии с ГОСТ 8874-80 (ИСО МС 2471-77) в основе метода сравнение в синей области спектра коэффициентов отражения света от образца, помещенного на черную подложку и на светопроницаемую стопу (из пяти образцов).

Непрозрачность измеряется величиной отношения коэффициента отражения на черной подложке к коэффициенту отражения светонепроницаемой стопы образцов бумаги, взятой в процентах.

**Лоск** – является свойством бумаги, выражающим степень лощености, глянца или способности поверхности отражать свет. Он может рассматриваться как как свойство поверхности бумаги отражать свет под данным углом отражения в большей степени, чем рассеянное отражение света под тем же углом. Лоск поверхности характеризуется отношением зеркально отраженного света к полностью отраженному. Определяется лоск по ГОСТ 12921-80.

Для определения лоска используют ряд приборов, определяющих условные величины, характеризующие лоск – глариметры, глоссметры и рефлектометры. Наиболее часто используется показатель лоска по Хантеру при падении светового пучка на измеряемую поверхность под углом  $45^\circ$ .

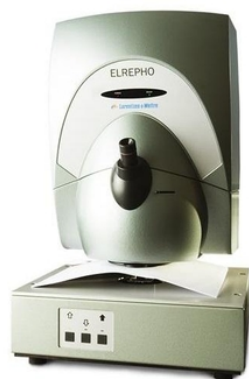


Рис. 26. Спектрофотометр ELREPHO

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Шабиев, Р. О. Изготовление и испытание лабораторных образцов бумаги и картона из вторичного сырья [Текст]: учебно-методическое пособие / Р. О. Шабиев, А. С. Смолин, Л. Л. Парамонова; М-во образования и науки РФ, СПбГТУРП. – СПб.: СПбГТУРП, 2013. – 66 с.
2. ГОСТ 53636-2009. Целлюлоза. Бумага Картон. Термины и определения [Текст]. – Введ. 2011–01–01. – М. : Стандартиформ, 2011. – 64 с.
3. Кларк, Д. Технология целлюлозы [Текст] / Д. Кларк. – М.: Лесная промышленность, 1983. – 456 с.
4. Иванов, С. Н. Технология бумаги [Текст] / С. Н. Иванов. – 3-е изд. – М.: Школа бумаги, 2006. – 696 с.
5. Каталог компании Сигма Микрон. – СПб., 2012.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 10 – Лабораторные работы по дисциплинам

№	Название дисциплины (специальность)	Лабораторная работа	Номер методики в разделе
1	Технологические процессы и оборудование ЦБП как объекты автоматизации (27.03.04 «Управление в технических системах»)	Исследования влияния различного композиционного состава волокнистых полуфабрикатов на основные свойства бумаги и картона. Моделирование различных видов бумаги и картона.	3 1 2
		Роспуск и размол волокнистых полуфабрикатов, использующих в производстве бумаги и картона. Определение степени помола, скорости обезвоживания.	1
		Определение основных параметров добавок канифольного и синтетического клея на степень проклейки бумаги при различных рН.	1 2.18 2.14
		Изготовление отливок бумаги и картона на листоотливном аппарате.	1.4
		Оценка прочностных и деформационных характеристик бумаги и картона.	2.9–2.14 2.16
		Исследования влияния добавок различных удерживающих ХВВ на удержание компонентов бумажной массы.	1 2.1–2.8
		Исследования влияния добавок различных упрочняющих веществ в зависимости от расхода на прочностные свойства бумаги и картона.	1 2.9-2.14 2.16

№	Название дисциплины (специальность)	Лабораторная работа	Номер методики в разделе
2	Технология производства картона (18.03.01 «Химическая технология»)	Испытания промышленных образцов картона (определение массы 1 м <sup>2</sup> , толщины и плотности)	2.1–2.5
		Испытание промышленных образцов картона на механическую прочность в сухом и влажном состоянии (сопротивление разрыву, сопротивление раздиранию, сопротивление сжатия по кольцу)	2.9–2.13
		Испытания промышленных образцов картона (определение впитывающей способности при одностороннем смачивании)	2.14.1 2.14.2
		Испытания промышленных образцов картона (определение рН водной вытяжки пищевого картона)	2.18
		Испытания промышленных образцов картона (определение рН водной вытяжки мелованного слоя картона)	2.18
3	Химические вспомогательные вещества в ЦБП (18.03.01 «Химическая технология»)	Исследование влияния добавок различных ХВВ в бумажную массу на основные свойства бумаги и картона	1–2
		Изучение влияния рН массы и расхода неорганических связующих на прочностные свойства бумажных композитов из минеральных волокон	1-2
		Определение основных параметров добавок канифольного и синтетического клея на степень проклейки бумаги при различных рН массы	1 2.18 2.14
		Исследование видов проклеивающего химиката на получение бумаги и картона временной и постоянной влагопрочности	1 2.15

№	Название дисциплины (специальность)	Лабораторная работа	Номер методики в разделе
4	Технология целлюлозы, бумаги, картона и композиционных материалов (18.03.01 «Химическая технология»)	Размол волокон, п/ф, определение степени помола. Построение графика размола	1.1 1.2
		Анализ красителей, проведение процесса выкраски	1.3
		Анализ каолина и мела	1.3 2.7 2.8
		Изготовление образцов бумаги и картона	1.4
		Анализ структурно- размерных, механических и специальных свойств бумаги и картона	2
5	Технология ЦБП ч.2 (15.03.02 «Технологические машины и оборудование»)	Размол волокнистых полуфабрикатов и определение степени помола	1.1
		Составление заданной композиции бумаги и картона и изготовление образцов	3
		Анализ химикатов для производства бумаги и картона	1.3
		Определение основных показателей бумаги и картона по ГОСТу	2

