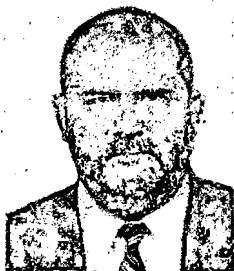


УДК 676.017

**Я.В. КАЗАКОВ, В.И. КОМАРОВ**

Казakov Яков Владимирович родился в 1966 г., окончил в 1990 г. Архангельский лесотехнический институт, аспирант кафедры технологии целлюлозно-бумажного производства Архангельского государственного технического университета. Имеет около 20 научных трудов в области деформативности и прочности целлюлозно-бумажных материалов.



Комаров Валерий Иванович родился в 1946 г., окончил в 1969 г. Ленинградскую лесотехническую академию, кандидат технических наук, профессор, заведующий кафедрой ЦБП Архангельского государственного технического университета. Имеет более 100 печатных работ в области исследования свойств деформативности и прочности целлюлозно-бумажных материалов.

**ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА ВАРКИ НА ДЕФОРМАТИВНОСТЬ И ПРОЧНОСТЬ СУЛЬФАТНОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ**

С использованием метода планирования эксперимента показано влияние различных факторов сульфатной варки на характеристики деформативности и прочности сульфатной небеленой целлюлозы.

Using a method of planning the experiment, the effect of various factors of sulfate pulping on the characteristics of deformability and strength of sulfate unbleached pulp has been revealed.

Производство целлюлозы – многостадийный и многофакторный процесс. Основными факторами, определяющими каче-

ство целлюлозы при сульфатной варке, являются режим варки, породный состав, геометрические размеры и качество щепы [10,12]. Исследования, в том числе проводимые с применением методов планирования эксперимента, посвящены в основном изучению влияния факторов сульфатной варки на такие характеристики, как выход сортированной целлюлозы и непровара, степень делигнификации полуфабриката и, в некоторых случаях, прочность целлюлозы [16-19]. Соломбальским ЦБК совместно с кафедрой технологии ЦБП Архангельского ГТУ в производственных условиях была проведена работа, которая показала избирательность влияния технологических факторов на характеристики деформативности и прочности целлюлозы [5-9, 11, 15].

С точки зрения потребителя, в некоторых случаях механические свойства получаемой целлюлозы лучше оценивать характеристиками деформативности [3, 4].

Цель нашей работы – на основе планирования эксперимента получить уравнения регрессии, связывающие характеристики деформативности с основными факторами варки, а по ним оценить степень влияния этих факторов и выявить режимы, обеспечивающие получение целлюлозы с максимальными характеристиками деформативности и прочности.

Для исследований был выбран ротатабельный композиционный равномерный план второго порядка. В качестве факторов приняты следующие:  $x_1$  – температура варки, °С;  $x_2$  – продолжительность стоянки на конечной температуре, мин;  $x_3$  – расход активной щелочи на варку, % от массы абс. сухой щепы;  $x_4$  – толщина щепы ручного приготовления из древесины сосны, мм. За постоянные условия варки приняты: сульфидность белого щелока 30 %; гидромодуль 1 : 5; продолжительность подъема до максимальной температуры 2 ч, включая стоянку при температуре 130 °С в течение 30 мин через 45 мин после начала варки.

Значения основного уровня и пределы варьирования факторов выбраны по результатам пробных варок с учетом получения целлюлозы со степенью делигнификации около 40 ед. Каппа.

Условия и результаты варок представлены в табл.1.

В данном эксперименте были получены образцы целлюлозы со степенью делигнификации от 27 до 86 ед. Каппа. Большинство из них можно отнести к целлюлозе высокого выхода, которую применяют в производстве тарного картона типа крафт-лайнера. В качестве выходных параметров приняты деформационные и прочностные характеристики, которые определены у отливок целлюлозы с массой 1 м<sup>2</sup> 120 г и степенью помола 18°ШР, т. е. они соответствуют показателям основного слоя картона типа крафт-лайнер с массой 1 м<sup>2</sup> 150 г.

Таблица 1

Номер варки	Факторы планирования				Общий выход, %	Число Каппа
	$x_1$ , °C	$x_2$ , мин	$x_3$ , %	$x_4$ , мм		
1	165	30	16	3,5	64,7	85,8
2	175	30	16	3,5	62,7	80,8
3	165	50	16	3,5	63,0	70,3
4	175	50	16	3,5	53,7	51,7
5	165	30	20	3,5	59,4	71,1
6	175	30	20	3,5	55,1	54,4
7	165	50	20	3,5	45,0	34,3
8	175	50	20	3,5	49,8	28,5
9	165	30	16	6,5	63,7	62,4
10	175	30	16	6,5	55,3	47,0
11	165	50	16	6,5	47,0	47,2
12	175	50	16	6,5	55,4	53,7
13	165	30	20	6,5	52,8	50,9
14	175	30	20	6,5	54,4	34,8
15	165	50	20	6,5	53,7	42,4
16	175	50	20	6,5	46,6	26,9
17	160	40	18	5,0	51,3	58,1
18	180	40	18	5,0	49,7	27,9
19	170	20	18	5,0	62,3	67,2
20	170	60	18	5,0	43,4	27,2
21	170	40	14	5,0	57,6	72,9
22	170	40	22	5,0	53,1	44,8
23	170	40	18	2,0	48,6	51,1
24	170	40	18	8,0	45,2	56,5
25	170	40	18	5,0	52,4	38,4
26	170	40	18	5,0	53,5	39,6
27	170	40	18	5,0	54,8	37,0
28	170	40	18	5,0	48,4	40,8
29	170	40	18	5,0	51,3	43,9
30	170	40	18	5,0	47,1	42,5
31	170	40	18	5,0	49,4	44,0

В процессе эксперимента у образцов определяли характеристики деформативности (начальный модуль упругости  $E_1$ ; жесткость при изгибе  $EI$ ; модуль сдвига  $G_0$ ) и прочности (разрывная длина  $L$ , работа разрушения  $A_p$ , сопротивление сжатию кольца  $K$ ).

Испытания проводили по методикам, изложенным в работах [2,13]. Результаты определения деформационных и прочностных характеристик целлюлозы представлены в табл. 2.

Математическая модель, рассчитанная на основе результатов, полученных при реализации ротатабельного композиционного униформ-плана второго порядка для четырех факторов, имеет вид

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_4x_4 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{14}x_1x_4 + b_{23}x_2x_3 + b_{24}x_2x_4 + b_{34}x_3x_4 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 + b_{44}x_4^2.$$

Расчет коэффициентов уравнений регрессии (табл.3) и оценку значимости коэффициентов по критерию Стьюдента производили с помощью специально разработанной программы на ЭВМ. Адекватность полученной модели проверяли по критерию Фишера для 5 %-го уровня значимости. В полученную модель последовательно включали незначимые, но близкие к пределу значимости коэффициенты с максимальной абсолютной величиной, оставляя их, если расчетное значение критерия Фишера уменьшалось.

Таблица 2

Номер варки	L, м	A <sub>p</sub> , мДж	K, Н	E <sub>1</sub> , МПа	E <sub>I</sub> , мН × × см <sup>2</sup>	G <sub>0</sub> , МПа
1	9 300	351	169	6 940	297	476
2	9 100	329	180	8 178	334	480
3	8 750	307	155	7 796	326	481
4	9 350	363	247	7 443	389	482
5	9 150	336	146	7 707	292	464
6	7 850	302	172	7 503	362	498
7	8 950	310	129	7 706	374	464
8	8 600	292	181	8 341	401	479
9	7 400	196	187	6 367	366	430
10	8 300	258	174	7 287	293	455
11	8 700	315	132	7 238	371	461
12	10 150	427	164	8 426	402	505
13	8 650	278	224	7 830	371	461
14	8 500	258	160	7 989	407	495
15	9 200	309	189	9 026	403	488
16	8 650	311	209	8 184	403	507
17	8 850	310	154	7 152	321	434
18	8 400	284	167	8 248	452	494
19	9 200	290	157	7 361	338	465
20	6 950	278	197	7 890	438	483
21	9 100	321	180	8 178	454	456
22	9 000	346	235	8 183	322	495
23	8 850	317	205	7 997	366	495
24	8 400	351	181	7 417	383	485
25	9 050	288	179	7 785	409	504
26	9 400	341		186	367	496
27	9 050	308	161	8 098	301	506
28	8 850	301	173	8 428	326	479
29	8 550	298	188	8 400	398	482
30	8 750	291	179	8 166	427	488
31	9 250	341	195	8 390	430	499

Характер влияния факторов варки на деформативность и прочность целлюлозы исследовали, используя в качестве модели полученные уравнения регрессии в кодированной форме. По абсолютной величине и знаку при коэффициентах можно судить о степени влияния факторов и об искривлении ими исследуемой поверхности отклика. Чем выше значения коэффициентов при линейных членах уравнения, тем сильнее выражено влияние фактора.

Таблица 3

Коэффициенты уравнения регрессии	Значение коэффициентов для характеристики						
	$E_1$	$EI$	$G_0$	$L$	$A_p$	$K$	
$b_0$	8216,0	380,6	494,70	9007	310,5	180,60	
$b_1$	205,7	18,9	12,40	*	—	7,59	
$b_2$	225,9	22,9	5,96	—	12,6	—	
$b_3$	192,7	—	6,76	—	—	4,67	
$b_4$	—	11,5	—	—	-7,13	—	
$b_{12}$	—	—	—	—	10,4	14,90	
$b_{13}$	-204,4	—	—	-323,6	-17,4	-5,54	
$b_{14}$	—	-12,7	4,23	179,4	10,9	-13,00	
$b_{23}$	—	—	4,16	—	14,4	—	
$b_{24}$	153,9	—	8,24	229,4	26,3	-6,05	
$b_{34}$	177,1	—	7,13	149,8	—	15,6	
$b_{11}$	-144,6	—	-7,95	—	—	-6,58	
$b_{22}$	-163,2	—	-5,53	-207,1	—	—	
$b_{33}$	—	—	-5,02	—	—	-5,18	
$b_{44}$	-142,9	-5,6	—	—	—	—	
	3,94	Критерий Фишера (табличный)				3,90	3,94
	2,94	Критерий Фишера (расчетный)				1,95	2,77
	0,83	Коэффициент корреляции				0,79	0,87

\*Незначимый коэффициент.

Влияние двойных взаимодействий выражается сложнее и зависит от численных значений факторов. Например, положительный знак при коэффициенте парного взаимодействия  $b_{ij}$  приводит к усилению влияния фактора  $x_i$  на значение отклика при увеличении фактора  $x_j$ .

Значимые коэффициенты при квадратичных эффектах  $x_i^2$  в уравнении регрессии свидетельствуют о наличии экстремальных значений в исследуемой области, причем отрицательный знак при коэффициенте говорит о наличии максимума, а

положительный – минимума на кривых, характеризующих изменение функции отклика от  $x_i$ .

Используя полученные уравнения регрессии, рассчитывали поверхности, отражающие совместное влияние двух факторов при фиксации остальных факторов на уровне, обеспечивающем получение максимальных значений характеристики.

Анализируя величины коэффициентов уравнения регрессии для модуля упругости  $E_1$ , можно отметить, что в условиях проведенного эксперимента на этот показатель оказывает существенное влияние температура варки  $x_1$ , продолжительность стоянки на максимальной температуре  $x_2$  и расход активной щелочи на варку  $x_3$ . С увеличением этих показателей  $E_1$  возрастает. Влияние толщины щепы  $x_4$  проявляется только в парных взаимодействиях, усиливая влияние  $x_2$  и  $x_3$  при возрастании толщины щепы. Отрицательная величина коэффициентов при квадратичных эффектах  $x_1^2$ ,  $x_2^2$ ,  $x_4^2$  свидетельствует о наличии максимума у поверхности отклика. На рис.1 приведены поверхности отклика для характеристики  $E_1$  в области экстремальных значений при фиксированных значениях двух факторов.

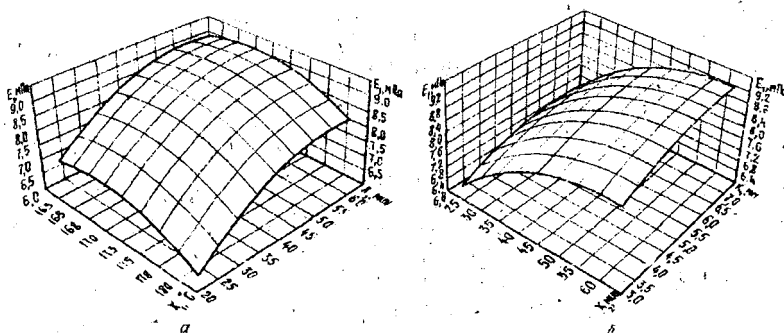


Рис.1. Поверхность зависимости величины модуля упругости  $E_1$  от различных факторов: а – максимальная температура  $x_1$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_3 = 22\%$ , толщина щепы  $x_4 = 6,5$  мм; б – толщина щепы  $x_4$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_3 = 22\%$ ,  $x_1 = 165^\circ\text{C}$ )

Влияние факторов варки на жесткость при изгибе  $EI$  проявляется иначе. Значимыми оказались преимущественно коэффициенты при линейных членах уравнения регрессии, отражающих влияние  $x_1$ ,  $x_2$  и  $x_4$ . Все коэффициенты для  $x_3$  оказались незначимыми, т.е. расход активной щелочи на варку не оказывает влияния на жесткость образцов целлюлозы при изгибе. Влияние парных взаимодействий и квадратичных эффектов почти не вы-

ражено, что предопределяет линейный характер зависимости  $EI$  от  $x_1$ ,  $x_2$  и  $x_4$  (рис. 2). С ростом величины этих факторов жесткость при изгибе увеличивается, причем влияние толщины щепы сказывается в меньшей степени.

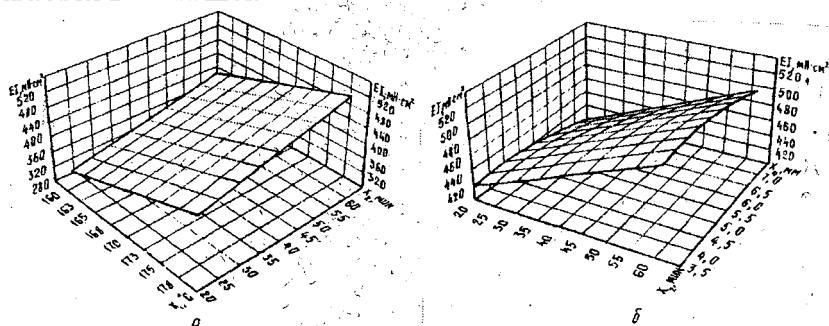


Рис.2. Поверхность зависимости величины жесткости при изгибе  $EI$  от различных факторов: а – максимальная температура  $x_1$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_3 = 15\%$ ,  $x_4 = 3,5$  мм); б – толщина щепы  $x_4$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_3 = 15\%$ ,  $x_1 = 180$   $^\circ\text{C}$ )

Влияние факторов варки на модуль сдвига  $G_0$  аналогично влиянию на  $E_1$ , но коэффициент при  $x_1$  примерно в 2 раза больше по величине, т.е. температура оказывает более существенное влияние на  $G_0$ . Влияние толщины щепы значительно проявляется только в парных взаимодействиях с  $x_1$ ,  $x_2$  и  $x_3$ . Отрицательная величина коэффициентов при квадратичных эффектах  $x_1^2$ ,  $x_2^2$  и  $x_3^2$  свидетельствует о наличии максимума у поверхности отклика. На рис.3 приведены поверхности отклика для характеристики  $G_0$  в области экстремальных значений при фиксированных значениях двух факторов.

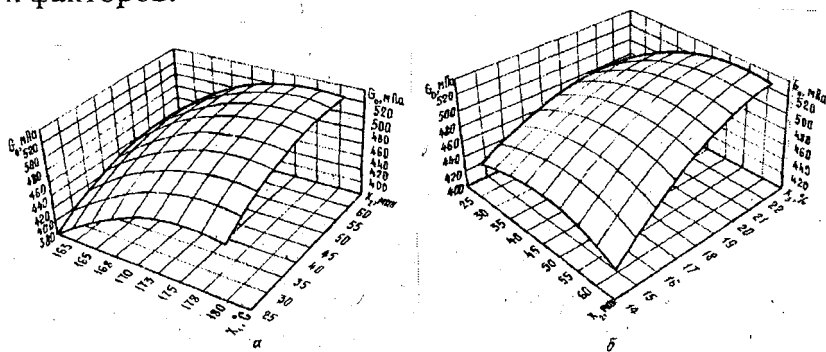


Рис.3. Поверхность зависимости величины модуля сдвига  $G_0$  от различных факторов: а – максимальная температура  $x_1$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_3 = 22\%$ ,  $x_4 = 8$  мм); б – продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$ , расход активной щелочи  $x_3$  ( $x_1 = 175$   $^\circ\text{C}$ ,  $x_4 = 6,5$  мм)

На характеристики прочности факторы варки влияют иначе. Для разрывной длины  $L$  характерно отсутствие значимых коэффициентов при линейных членах уравнения регрессии и наличие максимума у функции отклика, отражающей влияние  $x_2$ . Характерные поверхности отклика приведены на рис. 4.

Работа разрушения  $A_p$  характеризует динамическую прочность целлюлозы. Значимое влияние на нее оказывают  $x_2$  (положительное) и  $x_4$  (отрицательное). Большое число коэффициентов парных взаимодействий и отсутствие квадратичных эффектов определяют линейный характер поверхностей отклика, при этом степень влияния одного фактора меняется в зависимости от величины другого (рис. 5).

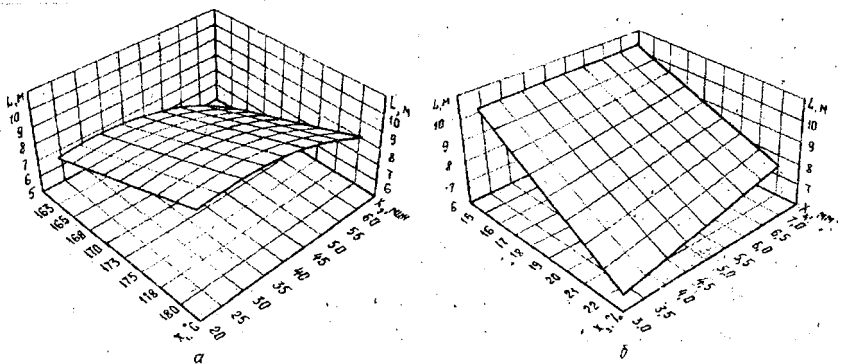


Рис. 4. Поверхность зависимости величины разрывной длины  $L$  от различных факторов:  $a$  – максимальная температура  $x_1$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_1 = 14$  %,  $x_4 = 6,5$  мм);  $b$  – расход активной щелочи  $x_3$  и толщина щепы  $x_4$  ( $x_1 = 180^\circ \text{C}$ ,  $x_2 = 30$  мин)

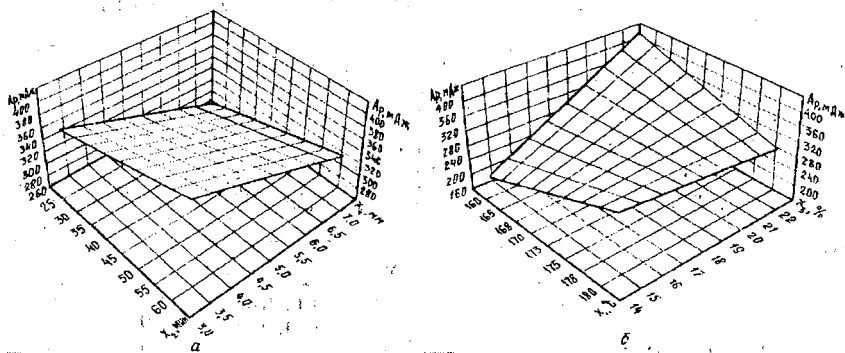


Рис. 5. Поверхность зависимости величины работы разрушения  $A_p$  от различных факторов:  $a$  – толщина щепы  $x_4$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_3 = 2,2$  %,  $x_1 = 160^\circ \text{C}$ );  $b$  – максимальная температура  $x_1$  и расход активной щелочи  $x_3$  ( $x_3 = 60$  мин,  $x_4 = 2,5$  мм)



Сопротивление сжатию кольца  $K$  характеризует устойчивость материала к сжатию. Значимыми и положительными оказались коэффициенты при  $x_1$  и  $x_3$ , т. е. влияние факторов варки сказывается иначе, чем на динамическую прочность. Наличие в этом случае большого числа коэффициентов парных взаимодействий отражается на характере поверхностей отклика (рис. 6).

По специальной программе на ЭВМ были рассчитаны значения факторов, при которых обеспечивается максимальное значение аппроксимирующего полинома в области их варьирования (табл. 4), т. е. определены параметры варки, соответствующие максимальным величинам характеристик деформативности и прочности и по уравнениям регрессии рассчитаны остальные показатели (табл. 5).

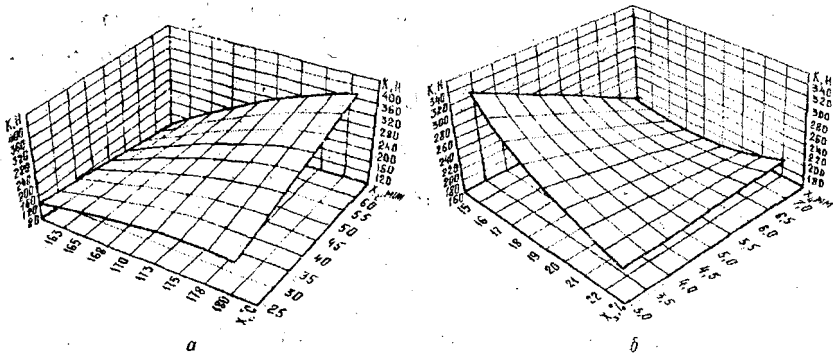


Рис. 6. Поверхность зависимости величины сопротивления сжатию кольца  $K$  от различных факторов:  $a$  – максимальная температура  $x_1$  и продолжительность стоянки на конечной температуре  $x_2$  ( $x_3 = 14\%$ ,  $x_4 = 2$  мм);  $b$  – расход активной щелочи  $x_3$  и толщина щепы  $x_4$  ( $x_1 = 180^\circ\text{C}$ ,  $x_2 = 55$  мин)

Таблица 4

Номер режима варки	Характеристика	Максимальное значение характеристики	Параметры варки, соответствующие получению целлюлозы с максимальными характеристиками			
			Максимальная температура, $^\circ\text{C}$	Продолжительность стоянки на максимальной температуре, мин	Расход активной щелочи, %	Толщина щепы, мм
1	$E_1, \text{МПа}$	9 300	165	55	22	6,5
2	$EI, \text{мН}\cdot\text{см}^2$	525	180	60	15	3,5
3	$G_0, \text{МПа}$	535	175	50	22	8,0
4	$L, \text{м}$	10 600	180	30	14	6,5
5	$A_p, \text{мДж}$	430	160	60	22	2,5
6	$K, \text{Н}$	380	180	55	14	2,0

Таблица 5

Характеристика	Значение характеристики для режима варки					
	1	2	3	4	5	6
СД, ед. Каппа	37,4	20,5	32,4	57,4	56,5	59,1
$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	0,750	0,733	0,802	0,678	0,673	0,763
$E_l$ , МПа	9 300	7 830	8 760	7 900	7 860	8 127
$EI$ , МН·см <sup>2</sup>	480	525	465	440	360	504
$G_0$ , МПа	486	445	535	445	430	450
$L$ , м	10 000	8 300	9 550	10 600	10 450	9 023
$A_p$ , МДж	325	345	290	345	430	337
$K, H$	210	320	240	105	120	380

Примечание. СД – степень делигнификации;  $\rho$  – плотность.

Таким образом, влияние факторов сульфатной варки на характеристики деформативности и прочности проявляется по-разному, причем для характеристик деформативности это влияние выражено в большей степени. Различная природа этих характеристик, различное влияние на них факторов варки и фундаментальных свойств волокна обуславливают необходимость применения различных режимов варки для получения максимальной прочности или максимальной деформативности целлюлозы.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1]. Богданович Н.И. Расчеты в планировании эксперимента // Учеб. пособие. - Л.: Изд-во ЛТА, 1978. - 80 с. [2]. Казаков Я.В., Комаров В.И. Математическая обработка кривых зависимости напряжение-деформация, полученных при испытании целлюлозно-бумажных материалов на растяжение // Лесн. журн. - 1995. - № 1. - С.109. - 114. - (Изв. высш. учеб. заведений). [3]. Комаров В.И. Анализ зависимости напряжение - деформация при испытании на растяжение целлюлозно-бумажных материалов // Лесн. журн. - 1993. - № 2-3. - С. 123-131. - (Изв. высш. учеб. заведений). [4]. Комаров В.И. Жесткость при изгибе целлюлозно-бумажных материалов. Анализ методов измерения и влияния технологических факторов // Лесн. журн. - 1994. - № 3. - С.112 - 142. - (Изв. высш. учеб. заведений). [5]. Комаров В.И., Личутина Т.Ф. Влияние производственных процессов на деформационные свойства сульфатной небеленой целлюлозы // Состояние и перспективы развития технологии и оборудования ЦБП: Материалы Всесоюз. науч.-техн. конф., 29 сент.-1 окт. 1981 г. - Л.: РИО ЛТА, 1982. - С. 87. [6]. Комаров В.И., Личутина Т.Ф. Влияние размеров щепы на деформативность и прочность сульфатной небеленой целлюлозы // Бум. пром-сть. - 1988. - № 12. - С.8-9. [7]. Комаров В.И., Личутина Т.Ф., Легкодух Н.Г. Изменение физико-механических свойств целлюлозы в производственных процессах ее получения // Химическая переработка древесины: Межвуз. сб. науч. тр. - Л.: РИО ЛТА, 1982. - С.64-68. [8]. Комаров В.И., Личутина Т.Ф., Пахтусова В.П. Влияние температуры целлюлозы, выгружаемой из аппарата "Камюр", на ее физико-механические свойства // Химическая переработка древесины: Межвуз. сб. науч. тр. - Л.: РИО ЛТА, 1982. -