

УДК 620.179.1

ПРОФИЛИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДРЕВЕСИНЫ СКРЕТЧ МЕТОДОМ И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕМ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В ДЕНДРОХРОНОЛОГИИ

© 2022 г. Ю. И. Головин^{1,2,*}, А. А. Самодуров¹, А. И. Тюрин¹, М. А. Юнак¹, И. А. Васюкова¹

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина”, Тамбов, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова”, Москва, Россия

*E-mail: yugolovin@yandex.ru

Поступила в редакцию 01.06.2022 г.

После доработки 15.06.2022 г.

Принята к публикации 22.06.2022 г.

Методами скретчинга и наноиндентирования получен профиль физико-механических характеристик поперечного среза древесины сосны в радиальном направлении, соотнесенный с ее кольцевой структурой. Такой подход позволяет с точностью не хуже стандартного оптического метода определять ширину годовых колец и использовать относительно простой, не трудозатратный метод скретчинга в оценке качества древесины и в дендрохронологии.

DOI: 10.31857/S0367676522100088

ВВЕДЕНИЕ

Стандартные методы определения механических свойств древесины и оценки ее качества предполагают проведение разрушающих испытаний или измерение твердости [1–4]. Применяют также тестирование внутренней структуры неразрушающими акустическими [4–9], рентгеновскими [10–12], инфракрасными термографическими [12, 13], ядерными магниторезонансными методами [14]. В [15, 16] дается сравнение различных неразрушающих методов структурных и макромеханических характеристик древесины.

Механические характеристики структурных элементов древесины в нано- и микрошкале исследуют, как и в других материалах, методами нано-/микромеханического тестинга [17–19], чаще всего с помощью атомно-силовых микроскопов [17, 20] и наноиндентометров [18, 21–25].

Основным инструментом картирования микро- и мезоструктуры, в частности, при изучении и анализе годовых колец, являются простые или усовершенствованные (см., например, [26–28]) оптические методы, в которых первичная информация основана на различии отражательных способностей ранней (РД) и поздней (ПД) древесины. Ширина годичных колец свидетельствует об условиях роста и косвенно – о качестве древесины и служит основным источником информации в задачах денроклиматологии и дендрохронологии.

Она может быть измерена на широко применяемых полуавтоматических приборах линейки LINTAB с программой TsapWin. В настоящее время существуют программы, которые позволяют измерять ширину годичных колец на цифровых изображениях кернов (Windendro, Coorecorder CDendro и др.). Важно отметить, что с помощью этих методов извлекают чисто геометрические и морфологические характеристики объекта изучения, такие как толщина годовых колец роста, доля РД и ПД в них, вариации этих параметров от кольца к кольцу, которые слабо связаны с механическими свойствами.

В работе предложен и описан высокопроизводительный многофункциональный скретч метод, позволяющий количественно характеризовать механические свойства, а также определять ширину годовых колец в тестируемой древесине. Известно, что в большинстве пород деревьев механические свойства (например, эффективные значения микротвердости H и модуля Юнга E) в РД и ПД, измеренные в любом годовом кольце роста, отличаются в несколько раз [29, 30]. Однако их измерение требует тщательной подготовки поверхности и больших затрат времени. Профиль изменения нормальной и латеральной силы в процессе движения зонда при скретчинге перпендикулярно годовым кольцам на поперечном срезе древесины способен отображать ее кольцевую структуру. Это дает возможность использо-

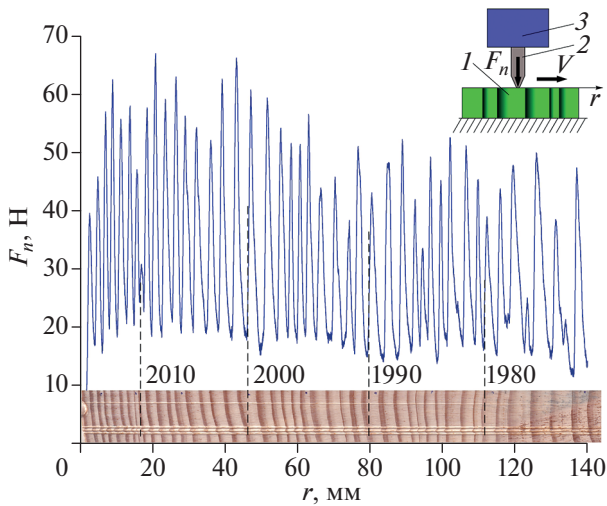


Рис. 1. Зависимость нормальной силы F_n при профилировании скретч методом механических свойств древесины сосны обыкновенной на поперечном срезе ствола вдоль радиальной координаты r при заданной глубине погружения зонда $d = 270$ мкм. Движение зонда с латеральной скоростью $V = 5$ мм/с проводилось через годовые кольца, соответствующие их последовательности от 2016 года к 1974 году. 1 – Образец, 2 – зонд (индентор Роквелла), 3 – датчик силы.

вать методику скретчинга для определения ширины годовых колец и выявления доли РД и ПД в интересах дендрохронологии и дендроклиматологии, а также для оценки как локальных, так и интегральных механических свойств древесины и другого растительного сырья. Ожидается, что разработанные подходы можно будет применять не только к древесине, но и другим композитным материалам, в особенности – к слоистым и волокнистым.

Цель работы состояла в разработке метода скретчинга и оборудования для исследования физико-механических свойств древесины с возможностью применения в задачах оценки механических свойств, дендрохронологии и дендроклиматологии.

МЕТОДИКА

Суть скретч метода заключается в царапании поверхности образца зондом определенной формы при заданной глубине его погружения и непрерывной регистрации нормальной P_n и латеральной P_l сил, действующих на зонд. Такой метод позволяет профилировать физико-механические свойства приповерхностных слоев материала с высоким разрешением (от сотых долей мкм, в зависимости от формы зонда и приложенной силы). Для выяснения принципиальной возможности реализации метода скретчинга применительно к древесине были выполнены предварительные тестовые испытания структуры годовых колец роста сосны

обыкновенной (*Pinus sylvestris* L.) на пробном макете специализированного скретч-тестера.

На жесткой раме с направляющими длиной 750 мм была установлена подвижная каретка, имеющая возможность перемещения с помощью компьютерно управляемого привода на шаговом электродвигателе. На каретке было установлено нагружающее устройство, содержащее трехкоординатный датчик силы (модель LF303M-500kg-500kg-500kg) с разрешением 10 мН. Устройство работало как “жесткая” испытательная машина, задающая с помощью вертикального привода фиксированную, но регулируемую глубину погружения d (от десятков до сотен мкм) и регистрирующая нормальную F_n и латеральную F_l компоненты силы сопротивления движению зонда параллельно поверхности образца.

В качестве образца (рис. 1) был подготовлен механически шлифованный поперечный спил древесины сосны обыкновенной (*Pinus sylvestris* L.), а зондом был выбран индентор Роквелла с углом в вершине 120° и радиусом закругления $R = 0.2$ мм. Поверхность образца была подготовлена на шлифовальном станке таким образом, что под микроскопом была четко видна клеточная структура древесины. Шероховатость поверхности R_a составляла около 300 нм.

Второй способ картирования механических свойств заключался в наноиндентировании (НИ) поверхности с помощью прибора Triboindenter TI-950 (Hysitron, USA). Фактически он является прецизионной нано-/микромеханической испытательной машиной, записывающей диаграмму “нагрузка–деформация” с разрешением ~ 50 нН по силе P и ~ 0.5 нм по перемещению h при вдавливаниях в поверхность образца острого (радиус закругления в вершине 20–50 нм) треугольного алмазного индентора Берковича. Штатное программное обеспечение позволяет запрограммировать рабочий цикл нагружения-разгрузки (профиль силы во времени), а прецизионная компьютеризированная трехкоординатная система – осуществить картирование механических свойств по многим точкам (до $\sim 10^3$) с заранее заданными координатам на поверхности образца без дальнейшего участия оператора. Эти первичные данные обрабатывали по методу Оливера–Фарра [31–33], включенному в ISO 14577 [34], и затем извлекали из них величины H и E . Каждая точка на графиках получена усреднением результатов от 5 до 10 индивидуальных измерений, сделанных на независимых отпечатках в одинаковых условиях и на одном и том же расстоянии от начала нового годового кольца.

При исследовании методом НИ мягких биологических материалов, характеризующихся неоднородностью на разных масштабных уровнях, анизотропией свойств и их время-зависимостью, очень важным является выбор протокола испыта-

ния, в частности, скорости нагружения, максимальной силы P_{max} , времени выдержки при этой нагрузке и др. [35]. Обычно в исследованиях нано-/микромеханических свойств клеточных стенок древесины принимают P_{max} в диапазоне от 0.1 до 1 мН [36–40], который позволяет делать отпечатки с латеральными размерами значительно меньше толщины клеточной стенки (2–5 мкм). Такие измерения дают интересную информацию о вкладе различных слоев в жесткость и твердость стенки. Но они далеки от макромеханических свойств, большой вклад в которые вносит пористость и доля РД и ПД.

Оптический метод исследования кольцевой структуры древесины заключался в измерении ширины колец по изображению, полученному сканированием образца с разрешением выше 900 dpi. Относительная ошибка метода, вычисленная по 4 измерениям, не превышала 1.1%. Такая методика близка к традиционной и наиболее часто применяемой в дендрохронологии для определения ширины годовых колец. Она основана на использовании классической связки – измерительный стол (например, LINTAB VI немецкой компании RINNTECH) и стереомикроскоп для получения изображения и последующего его анализа.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Скретчинг вдоль оси, совпадающей с радиальной координатой r в кольцевой структуре древесины, выполняли при установленной глубине погружения зонда d от 30 до 300 мкм с латеральной скоростью 5 мм/с. Одновременно регистрировали обе компоненты F_n и F_t силы на зонде в функции пройденного расстояния r вдоль поверхности образца. Эти компоненты силы определяются механическими свойствами древесины, геометрическими характеристиками кончика инструмента и глубиной царапины. На рис. 1 представлен профиль нормальной силы F_n при движении зонда через несколько десятков годовых колец при $d = 270$ мкм. Аналогичный осциллирующий характер имеют и зависимости $F_t(r)$.

Так как механические свойства древесины в слоях РД и ПД существенно отличаются, то возможно определение ширины годовых колец w_s по расстоянию между соседними максимумами, минимумами или средними точками между ними на графиках $F_n(r)$ или $F_t(r)$. Принципиально результаты не отличались друг от друга. В последующем для определенности величину w_s измеряли по последнему критерию. Путем варьирования задаваемой глубины скретчинга установлено, что для использованного наконечника Роквелла оптимальной с точки зрения отношения сигнал/шум и пространственного разрешения метода определе-

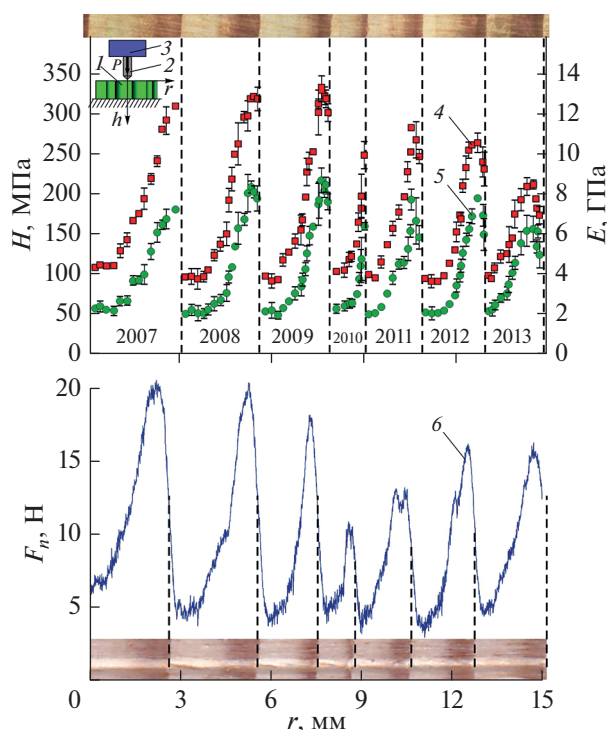


Рис. 2. Сопоставление результатов измерения механических свойств древесины сосны обыкновенной, полученные методом сканирующего НИ и скретч-методом. 1 – Образец; 2 – зонд (индентор Берковича); 3 – измерительно-силовая головка; 4 и 5 – зависимости модуля Юнга E и микротвердости H от расстояния r поперек годовых колец (для семи последовательных годовых колец от 2007 до 2013), измеренные НИ; 6 – профиль нормальной силы F_n , соответствующий годам от 2007 до 2013 при заданной глубине погружения зонда $d = 110$ мкм. Границы годовых колец показаны пунктирными линиями.

ния границ годовых колец является $d \approx 100$ мкм. Для достижения большего разрешения необходимо использовать зонд с меньшим радиусом кривизны в вершине и меньшую величину d .

На втором этапе работы методом НИ при $P_{max} = 500$ мН были измерены распределения эффективных значений микротвердости H и модуля Юнга E в семи годовых кольцах древесины (рис. 2). Наблюдалась ярко выраженная периодичность локальных механических свойств. Скачкообразные изменения H и E согласовывались с положением границ годовых колец, выявляемых оптически по изменению цвета древесины. Внутри годовых колец сосны H и E менялись плавно при переходе от РД к ПД.

Значения H и E внутри каждого слоя РД варьируются в разных годовых кольцах и внутри этих колец не очень сильно ($\sim 10\%$) несмотря на то, что погодные условия роста в разные годы были существенно различными. Так, например, 2010 год был очень засушливым, что отразилось на шири-

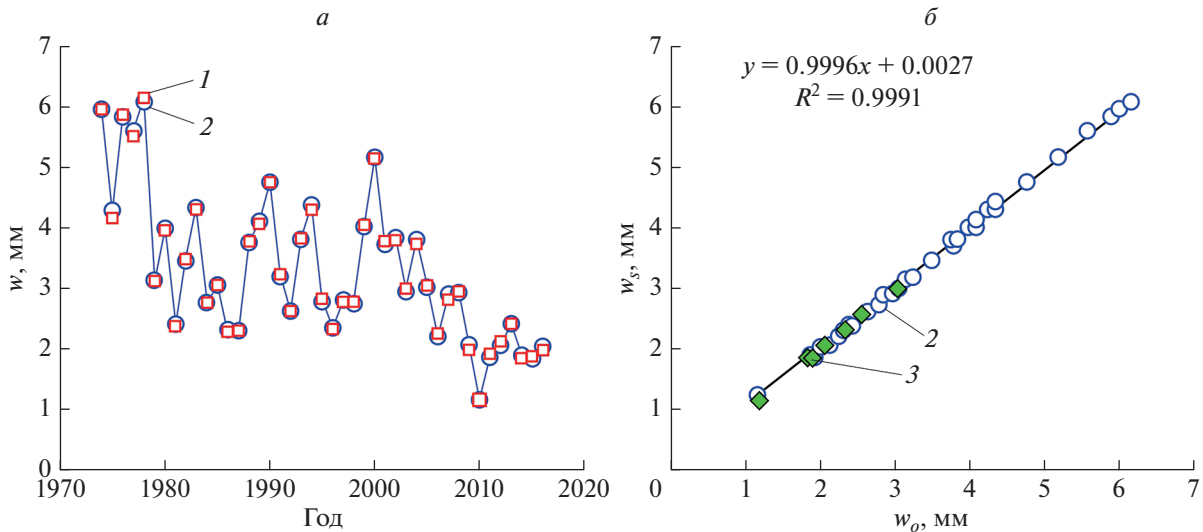


Рис. 3. Корреляция данных о ширине годовых колец w , полученных тремя методами – оптическим – 1, скретчем – 2 и сканирующим НИ – 3.

не годового кольца w_s (в частности, в сосне величина w_s уменьшилась более чем вдвое по сравнению с предыдущими годами), но это практически не повлияло на величину H и E в РД. Вариации H и E от года к году в ПД были несколько больше, но не превышали нескольких десятков процентов. Поперечный размер клеток в разных годовых кольцах также не отличался радикально. Таким образом, вариации толщины годовых колец происходят, главным образом, за счет разного количества клеток в слое, мало отличающихся по размерам и механическим свойствам клеточных стенок.

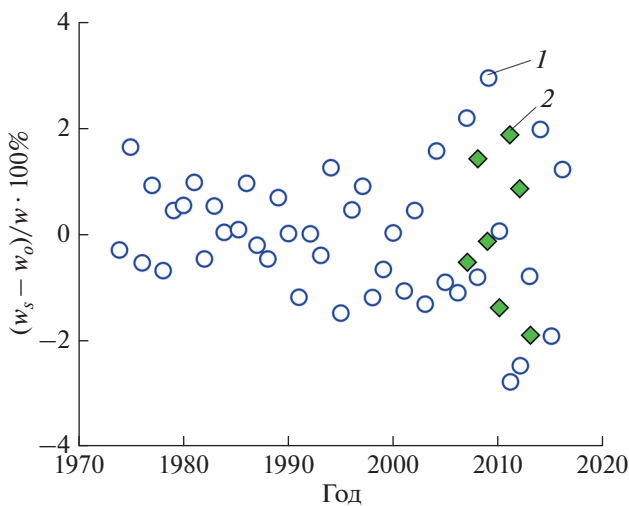


Рис. 4. Относительная разница между значениями ширины годовых колец w , измеренных оптическим и механическими методами скретчинга 1 и НИ 2.

На рис. 2 представлено сравнение профилей H и E , полученных с помощью НИ при $P_{max} = 500$ мН, и профиля силы F_n при скретчинге при $d = 110$ мкм. Все они отражают вариации физико-механических свойств древесины на участке из семи годовых колец, соответствующих 2007–2013 годам. Из рисунка видна корреляция между H , E и F_n . Отношение максимальной и минимальной величины F_n составляло в разных годовых кольцах от 3 до 5, что приблизительно соответствует отношению H и E в РД и ПД.

На рис. 3 представлена корреляция данных по ширине годовых колец, определенных методами НИ, скретчинга и оптическим методом. Относительное отклонение значений w_s , полученных скретчингом, от w_o , полученных оптическим способом, не превышало 2% (рис. 4). Абсолютное среднеквадратическое отклонение w_s составляло около 35 мкм, что сопоставимо с размером клетки в древесине сосны.

ОБСУЖДЕНИЕ

Оценим соотношение механических характеристик на разных масштабных уровнях и определенных четырьмя способами: непрерывным индентированием в нано- и микро-шкале, скретчингом и измерением твердости по Бринеллю. В силу схожести микроструктуры клеточных стенок их нанотвердость H_n не сильно отличается даже в разных породах деревьев. Так, в сосне различных подвидов, том числе, сосне обыкновенной (*Pinus sylvestris* L.) H_n составляла в разных клетках РД и ПД от 340 до 540 МПа [36–40].

Таблица 1. Твердость древесины сосны на разных масштабных уровнях

Нанотвердость стенок клетки H_n , МПа	Микротвердость методом НИ H , МПа		Мезотвердость скретч методом H_s , МПа		Макротвердость по Бринеллю HBW , МПа
	РД	ПД	РД	ПД	
340–540 [36–40]	50–55	157–218	43–65	108–216	42 ± 3

Для целей настоящего исследования в методе НИ максимальная нагрузка P_{\max} , приложенная к индентору, была выбрана равной 500 мН, что обеспечивало образование отпечатков глубиной на 1.5–2 порядка величины, превышающей параметр шероховатости $R_a \approx 300$ нм. Вместе с тем латеральные размеры отпечатков в 3–5 раз превышал поперечный размер клеток, что приводило к усреднению механических характеристик по 10–25 рядом расположенным клеткам с учетом и клеточных стенок, и капилляров. Измеренные таким образом значения E и H можно рассматривать как эффективные для данного слоя древесины.

В зависимости от заданной величины d ширины царапины в серии экспериментов скретч методом составляла от 0.2 до 1 мм. При таких размерах получаемые данные усредняются по десяткам – сотням соседних клеток и характеризовали свойства, более близкие к макромеханическим, чем при НИ, но разрешения было достаточно для надежного выявления границ годовых колец (рис. 3).

На тех же образцах и поверхностях с помощью сферы диаметром 12.7 мм измеряли макротвердость по Бринеллю HBW . Глубина отпечатка составляла около 1 мм, а его латеральные размеры $\sim 3w$, что позволяло отнести измеренные значения HBW к макроскопическим характеристикам. Сопоставление твердости древесины на разных масштабных уровнях приведено в табл. 1. Из нее видно, что вследствие действия размерных эффектов макротвердость по Бринеллю оказывается несколько меньше, чем самая низкая величина H в слое ранней древесины, и сопоставима с наименьшими значениями H_s при скретчинге.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Полученный с помощью скретч метода профиль нормальной силы F_n на поперечном срезе древесины сосны хорошо коррелирует с профилями H и E и характеризует ее локальные физико-механические свойства на клеточном уровне. Скретч метод с оптимизированной силой и формой зонда дает возможность определить ширину годовых колец с точностью, сопоставимой с точностью стандартного оптического метода. Это позволяет использовать относительно простой, не трудозатратный метод скретчинга в дендро-

хронологии, получая при этом и дополнительную информацию о механических свойствах древесины. Для выяснения всех функциональных и метрологических возможностей метода необходимы дополнительные исследования на разных породах древесины.

Работа выполнена при поддержке гранта для молодых ученых “Тамбовского государственного университета имени Г.Р. Державина” (договор № ДГ2021-МУ-5) с привлечением ресурсов МГУ им. М.В. Ломоносова и оборудования ЦКП Тамбовского государственного университета имени Г.Р. Державина (грант Министерства науки и высшего образования РФ, соглашение № 075-15-2021-709, идентификатор проекта RF-2296.61321X0037).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wood handbook – wood as an engineering material. General Technical Report FPL-GTR-282. Madison: U.S. Department of Agriculture. Forest Service. Forest Products Laboratory, 2021. 509 p.
2. Chen C., Kuang Y., Zhu S. et al. // Nature Rev. Mater. 2020. V. 5. No. 9. P. 1.
3. Hsueh C.-H., Schmauder S., Chen C.-S., Chawla K.K. Handbook of mechanics of materials. Springer Nature. Singapore Pte. Ltd., 2019. 2431 p.
4. Vázquez C., Gonçalves R., Bertoldo C. et al. // Wood Sci. Technol. 2015. V. 49. P. 607.
5. Opazo-Vega A., Rosales-Garcés V., Oyarzo-Vera C. // Materials. 2021. V. 14. Art. No. 269.
6. Brancheriau L., Ghodrati A., Gallet P. et al. // J. Phys. Conf. Ser. 2012. V. 353. No. 1. P. 1.
7. Arciniegas A., Prieto F., Brancheriau L., Lasaygues P. // Trees. 2014. V. 28. No. 6. P. 1559.
8. Palma S.S.A., Gonçalves R., Trinca A.J. // Bioresources. 2018. V. 13. No. 2. P. 2834.
9. Krajnc L., Kadunc A., Straže A. // Holzforschung. 2019. V. 73. No. 9. P. 807.
10. Moghaddam M.S., den Bulcke J.V., Wälinder M.E.P. et al. // Holzforschung. 2017. V. 71. No. 2. P. 119.
11. Alves E.E.N., Rodriguez D.R.O., Rocha P.A. et al. // Results Chem. 2021. V. 3. Art. No. 100121.
12. Ruano A., Zitek A., Hinterstoisser B., Hermoso E. // Holzforschung. 2019. V. 73. No. 7. P. 621.
13. Xin Z., Guan C., Zhang H. et al. // Constr. Build. Mater. 2021. V. 304. Art. No. 124614.
14. Kang X., Kirui A., Widanage M.C.D. et al. // Nature Commun. 2019. V. 10. Art. No. 347.

15. Villasante A., Íñiguez-González G., Puigdomenech L. // *Holzforschung*. 2019. V. 73. No. 4. P. 331.
16. Llana D.F., Íñiguez-González G., Díez M.R., Arriaga F. // *Maderas. Cienc. Tecnol.* 2020. V. 22. No. 2. P. 133.
17. Kargarzadeh H., Ahmad I., Thomas S., Dufresne A. Handbook of nanocellulose and cellulose nanocomposites. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017. 849 p.
18. Hsueh C.-H., Schmauder S., Chen C.-S., Chawla K.K. Handbook of mechanics of materials. Springer Nature, Singapore Pte. Ltd., 2019. 2431 p.
19. Головин Ю.И. // ФТТ. 2021. Т. 63. № 1. С. 3; Golovin Y.I. // *Phys. Solid State*. 2021. V. 63. No. 1. P. 1.
20. Cascione M., De Matteis V., Rinaldi R., Leporatti S. // *Microsc. Res. Technol.* 2017. V. 80. P. 109.
21. Головин Ю.И. // ФТТ. 2008. Т. 50. № 12. С. 2113; Golovin Y.I. // *Phys. Solid State*. 2008. V. 50. No. 12. P. 2205.
22. Головин Ю.И. // Завод. лаб. 2009. Т. 75. № 1. С. 45.
23. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. 312 с.
24. Fischer-Cripps A.C. Nanoindentation. N.Y.: Springer, 2011. 282 p.
25. Oyen M.L. Handbook of nanoindentation with biological applications. Pan Stanford Publishing Pte. Ltd., 2011. 359 p.
26. Gärtner H., Cherubini P., Fonti P. et al. // *J. Visual. Exp.* 2015. V. 97. Art. No. e52337.
27. Zhang X., Li J., Liu X., Chen Z.J. // *Forest. Res.* 2019. V. 31. No. 2. Art. No. 1002.
28. Kaczka R. J., Wilson R. // *Dendrochronologia*. 2021. V. 68. Art. No. 125859.
29. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Головин Д.Ю. и др. // Изв. вузов. Физ. 2020. Т. 63. № 11(755). С. 187; Golovin Y.I., Tyurin A.I., Golovin D.Y. et al. // *Russ. Phys. J.* 2021. V. 63. No. 11. P. 2041.
30. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Гусев А.А. и др. // Письма в ЖТФ. 2022. Т. 48. № 4. С. 36.
31. Oliver W.C., Pharr G.M. // *J. Mater. Res.* 1992. V. 7. No. 6. P. 1564.
32. Oliver W.C., Pharr G.M. // *J. Mater. Res.* 2004. V. 19. No. 1. P. 3.
33. Oliver W.C., Pharr G.M. // *MRS Bull.* 2010. V. 35. No. 11. P. 897.
34. ISO group TC 164/SC 3/WG1 and ASTM E28.06.11. ISO/DIS 14577-1, 2, 3.
35. Qian L., Zhao H. // *Micromachines*. 2018. V. 9. Art. No. 654.
36. Mania P., Nowicki M. // *Bull. Polish Acad. Sci. Tech. Sci.* 2020. V. 68. No. 50. P. 1237.
37. Wu Y., Wu X., Yang F. et al. // *Forests*. 2020. V. 11. Art. No. 1247.
38. Huang Y.H., Fei B.H., Yu Y. et al. // *Bioresources*. 2012. V. 7. No. 3. Art. No. 3028.
39. Tze W.T.Y., Wang S., Rials T.G. et al. // *Composites A*. 2007. V. 38. P. 945.
40. Toumpanaki E., Shah D.U., Eichhorn S.J. // *Adv. Mater.* 2021. V. 33. No. 28. Art. No. 2001613.

Profiling wood mechanical properties using scratch test and nanoindentation for dendrochronology application

Yu. I. Golovin^{a, b, *}, A. A. Samodurov^a, A. I. Tyurin^a, M. A. Yunak^a, I. A. Vasyukova^a

^a Tambov State University, Tambov, 392000 Russia

^b Moscow State University, Moscow, 119991 Russia

*e-mail: yugolovin@yandex.ru

Radial profile of mechanical properties of wood crosscut is obtained using scratch test and nanoindentation and corresponded to its annual growth rings structure. This approach allows one to determine the annual growth rings width with the accuracy at least not worse than that of standard optical method and to use relatively simple and not labor-intensive technique for wood quality evaluation and dendrochronological applications.