

06.1;06.5

## Ползучесть древесины, исследованная методами непрерывного наноиндентирования от нано- до макромасштаба

© Ю.И. Головин<sup>1,2</sup>, А.А. Гусев<sup>1,3,4</sup>, А.И. Тюрин<sup>1</sup>, Д.Ю. Головин<sup>1</sup>, И.А. Васюкова<sup>1</sup>, М.А. Юнак<sup>1</sup><sup>1</sup> Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, Тамбов, Россия<sup>2</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия<sup>3</sup> Воронежский государственный лесотехнический университет им. Морозова, Воронеж, Россия<sup>4</sup> Национальный исследовательский технологический университет „МИСиС“, Москва, Россия

E-mail: yugolovin@yandex.ru

Поступило в Редакцию 7 ноября 2022 г.

В окончательной редакции 2 декабря 2022 г.

Принято к публикации 2 декабря 2022 г.

Представлены результаты исследования ползучести древесины сосны на разных масштабных уровнях (от нано- до макромасштаба) методом непрерывного индентирования. Показано, что разные структурно-масштабные уровни вносят различный вклад в скорость установившейся ползучести.

**Ключевые слова:** мультимасштабное наноиндентирование, ползучесть, древесина.

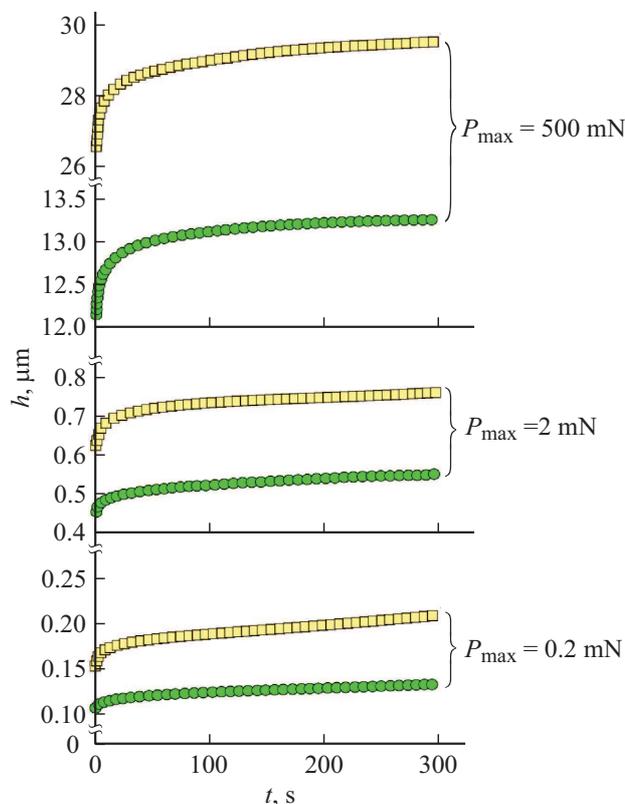
DOI: 10.21883/PJTF.2023.03.54464.19417

В связи с растущим стремлением к строительству экологически чистых жилых и общественных построек, а также к использованию возобновляемого сырья и зеленых технологий интерес к древесине и другим продуктам на основе целлюлозы как к широко распространенным природным строительным и конструкционным материалам получил новый импульс [1–3]. Многие механические свойства различных видов древесины при испытаниях на сжатие, растяжение, изгиб, кручение, твердость, скалывание и др. изучены достаточно хорошо [1,4]. Выявлены их зависимости от пористости и плотности, установлено влияние химического состава, температуры и влажности [5,6]. Также имеется значительное число работ, посвященных влиянию ползучести на жесткость, прочность и надежность деревянных конструкций [7,8], а также влиянию приложенных напряжений, влажности и температуры на параметры ползучести [9–11]. Однако природа ползучести на нано- и микроуровнях, вклад различных компонентов структуры в формирование долговременных макромеханических свойств древесины изучены недостаточно полно.

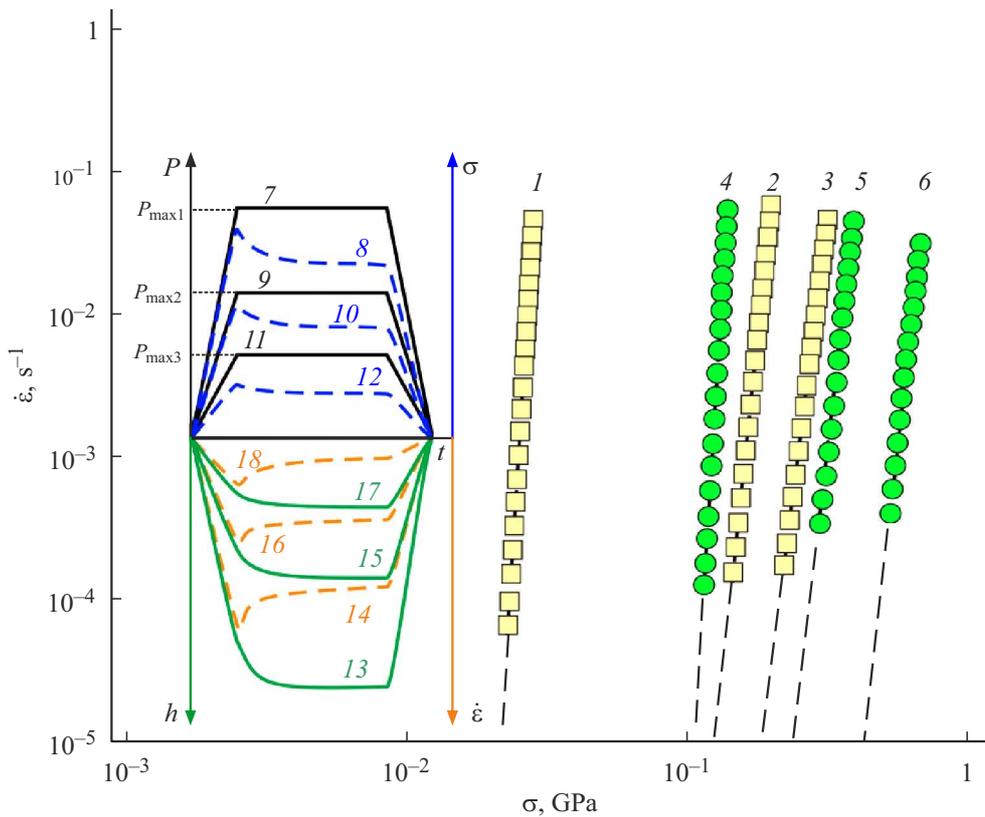
Цель настоящей работы состоит в исследовании закономерностей ползучести одного из самых распространенных видов древесины, а именно сосны обыкновенной (*Pinus sylvestris* L.), на масштабно-иерархических уровнях от нано- до макромасштаба. Методами непрерывного наноиндентирования (НИ) [12–14] выявлена роль отдельных компонентов структуры в формировании макромеханических времязависимых свойств древесины. Одна из полезных особенностей техники НИ — возможность увеличения на порядки величины размеров и объема зоны пластической деформации под пирамидальным индентором по мере его погружения в испытываемый материал. Это дает возможность в рамках одной измерительной технологии и на одном образце вовлекать в

процесс деформирования элементы структуры разного масштаба и изучать связанные с этим размерные эффекты путем изменения максимальной нагрузки  $P_{\max}$  на индентор [15–20].

В работе методом НИ поперечного среза ствола исследована ползучесть ранней (EW) и поздней (LW)



**Рис. 1.** Кинетика ползучести при наноиндентировании клеток сосны ранней (квадраты) и поздней (кружки) древесины для различных значений  $P_{\max}$ .



**Рис. 2.** Зависимость скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon}$  от величины контактных напряжений  $\sigma$  при наноиндентировании клеток ранней (квадраты) и поздней (кружки) древесины сосны. 1 — EW ( $P_{\max} = 500$  mN), 2 — EW ( $P_{\max} = 2$  mN), 3 — EW ( $P_{\max} = 0.2$  mN), 4 — LW ( $P_{\max} = 500$  mN), 5 — LW ( $P_{\max} = 2$  mN), 6 — LW ( $P_{\max} = 0.2$  mN). На вставке схематично показаны кинетические зависимости  $P(t)$  (7, 9, 11),  $\sigma(t)$  (8, 10, 12),  $h(t)$  (13, 15, 17) и  $\dot{\epsilon}(t)$  (14, 16, 18) при различных значениях  $P_{\max}$  ( $P_{\max 1}$ ,  $P_{\max 2}$  и  $P_{\max 3}$ ).

древесины сосны обыкновенной в годовом кольце роста, соответствующем 2007 г. Ранняя древесина образуется в начале роста кольца и характеризуется низкой плотностью и прочностью, а поздняя формируется на конечной стадии и отличается большей плотностью и более высокими механическими характеристиками. Образцы были получены из спила дерева в возрасте 110 лет, которое произрастало в Вернадском лесничестве Тамбовской области.

Исследование ползучести отобранных образцов древесины проводилось на наноиндентометре Hysitron TI-950 (USA), оснащенный острым пирамидальным трехгранным алмазным индентором Берковича с радиусом закругления в вершине около 30 nm. Наноиндентометр — это прецизионная нано-/микромеханическая испытательная машина, которая записывает диаграмму нагрузки-разгрузки при погружении индентора в образец. Разрешение по силе  $P$  составляет  $\sim 50$  nN, а по глубине  $h$  вдавливания индентора  $\sim 0.5$  nm. Программное обеспечение прибора позволяет запрограммировать желаемый профиль силы во времени  $P(t)$  и регистрировать зависимость  $h(t)$ . Компьютеризированный трехкоординатный столик дает возможность картирования механических свойств по большому числу точек (до  $10^3$ ). Координаты

точек на поверхности образца вносятся в протокол испытаний, и дальнейшее функционирование прибора происходит без участия оператора. В работе использовался трапецидальный профиль силы  $P(t)$ . После роста в течение 30 s нагрузка на индентор поддерживалась на постоянном уровне в интервале  $P_{\max}$  от 0.2 до 500 mN цепями обратной связи прибора. Во всех экспериментах в начале нагружения центр отпечатка совпадал со стенкой клетки.

Кинетика ползучести для различных значений  $P_{\max}$  представлена на рис. 1. Схематическое изображение этапов нагружения и поведения измеряемых величин показано на вставке к рис. 2. Приведенные данные получены путем усреднения результатов от пяти до десяти независимых экспериментов. Из рис. 1 видно, что абсолютная деформация  $h(t)$  при ползучести увеличивается с ростом величины  $P_{\max}$ , а скорость деформации падает со временем. При равных нагрузках большую ползучесть демонстрирует ранняя древесина. Это соответствует различию и других механических свойств в EW и LW, в частности меньшей твердости первой, чем второй [18,19].

Знание реальной кинетики ползучести на этапе  $P_{\max} = \text{const}$ , а также геометрии внедряющегося инден-

Значения показателя степени  $n$  в выражении для стационарной ползучести и величины достоверности аппроксимации  $R^2$  для различных значений величины максимальной силы  $P_{\max}$ , приложенной к индентору

Величина максимальной силы $P_{\max}$ , приложенной к индентору, mN	Вид древесины					
	Ранняя древесина (EW)			Поздняя древесина (LW)		
	Сторона отпечатка $a$ , $\mu\text{m}$	$n$	$R^2$	Сторона отпечатка $a$ , $\mu\text{m}$	$n$	$R^2$
0.2	$1.6 \pm 0.1$	15.6	0.617	$1.0 \pm 0.1$	16.9	0.789
0.5	$2.4 \pm 0.1$	18.1	0.610	$1.7 \pm 0.1$	17.1	0.898
2	$5.7 \pm 0.5$	18.2	0.874	$4.1 \pm 0.6$	17.4	0.865
30	$42 \pm 3$	21.2	0.857	$21 \pm 3$	22.3	0.857
100	$94 \pm 4$	27.4	0.918	$39 \pm 4$	30.3	0.936
500	$220 \pm 3$	31.7	0.922	$99 \pm 7$	34.6	0.968

тора позволяет определять значения скорости установившейся ползучести  $\dot{\epsilon} = dh/(hdt)$  и величины средних контактных напряжений  $\sigma = P_{\max}A^{-1}$  под индентором (здесь  $A$  — текущая площадь отпечатка). Данные, представленные в двойных логарифмических координатах  $\lg \dot{\epsilon} = f(\lg \sigma)$  (рис. 2), свидетельствуют о том, что силовая зависимость на стационарной стадии ползучести подчиняется степенному закону  $\dot{\epsilon} = C + b\sigma^n$ . Значения показателя степени  $n$  в зависимости от нагрузки и размера отпечатка приведены в таблице. Выбранный диапазон  $P_{\max}$  позволил протестировать структурные компоненты древесины различного масштабного уровня: от десятков нанометров до сотен микрометров. При  $P_{\max} = 0.2 \text{ mN}$  область локальной пластической деформации ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) под индентором существенно меньше толщины клеточной стенки ( $3\text{--}5 \mu\text{m}$  для EW и около  $10 \mu\text{m}$  для LW). Следовательно, при этом измеряются собственные механические свойства ее материала в отсутствие влияния свободных границ. При  $P_{\max} = 500 \text{ mN}$  отпечаток, напротив, захватывал  $5\text{--}10$  клеток, имеющих поперечник размером  $30\text{--}40 \mu\text{m}$ . В этом случае большую роль в механическом поведении играют потеря устойчивости и изгибные деформации клеточных стенок, которые сильно понижают механические характеристики и увеличивают величину  $n$ . При  $P_{\max} = 2 \text{ mN}$  отпечаток захватывает единичную клетку. Погружение индентора приводит к его взаимодействию с различными компонентами клеточной структуры и капиллярной архитектуры, что дает промежуточные значения механических характеристик и величины  $n$ . Что касается механизмов ползучести в древесине, можно предположить следующее. Поскольку нановолокна целлюлозы, составляющие силовой каркас клеточных стенок в любой древесине, обладают очень высокими механическими характеристиками (модуль Юнга  $150\text{--}180 \text{ GPa}$ , прочность на разрыв  $5\text{--}10 \text{ GPa}$ ), основным механизмом ползучести может быть вязкоупругое проскальзывание нано- и микроволокон целлюлозы, связанных друг с другом относительно

слабыми молекулярными силами, друг относительно друга.

Таким образом, в работе показано, что автоматизированное сканирующее НИ может успешно дополнять и расширять возможности традиционных макроскопических методов исследования ползучести древесины. Проведенное исследование закономерностей ползучести древесины сосны обыкновенной на масштабной иерархических уровнях от нано- до макромасштаба позволяет оценить роль отдельных компонентов структуры в формировании макромеханических времязависимых свойств древесины. Установлено, что скорость ползучести EW существенно превышает таковую в LW. Увеличение размеров области локального пластического деформирования от субмикронных величин, соответствующих материалу клеточных стенок, до субмиллиметровых, соответствующих деформированию всей архитектуры многоклеточной структуры вместе с капиллярами и приближающих НИ к макроиспытаниям, приводит к увеличению скорости ползучести. Это означает, что, создавая при выращивании на культурных плантациях условия для увеличения толщины клеточных стенок и их доли в поперечном сечении, можно эффективно понижать скорость ползучести древесины.

### Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант 21-14-00233). Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования Центра коллективного пользования научной аппаратурой Тамбовского государственного университета им. Г.Р. Державина, частично поддерживаемого Министерством науки и высшего образования РФ в рамках договора № 075-15-2021-709 (уникальный идентификатор проекта RF-2296.61321X0037).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] K.K. Pandey, V. Ramakantha, S.S. Chauhan, A.N.A. Kumar, *Wood is good: current trends and future prospects in wood utilization* (Springer, Singapore, 2017), p. 197.
- [2] J. Wang, L. Wang, D.J. Gardner, S.M. Shaler, Z. Cai, *Cellulose*, **28**, 4511 (2021). DOI: 10.1007/s10570-021-03771-4
- [3] J.Y. Zhu, U.P. Agarwal, P.N. Ciesielski, M.E. Himmel, R. Gao, Y. Deng, M. Morits, M. Österberg, *Biotechnol Biofuels*, **14**, 114 (2021). DOI: 10.1186/s13068-021-01963-5
- [4] *Wood handbook: wood as an engineering material*, general technical report FPL-GTR-282 (U.S. Department of Agriculture Forest Service, Forest Products Laboratory, Madison, WI, USA, 2021). <https://www.fs.usda.gov/treearch/pubs/62200>
- [5] F. Jong, P. Clancy, *Fire Mater.*, **28**, 209 (2004). DOI: 10.1002/fam.859
- [6] A. Rindler, C. Hansmann, J. Konnerth, *Wood Sci. Technol.*, **53**, 729 (2019). DOI: 10.1007/s00226-019-01100-4
- [7] D. Tong, S.A. Brown, D. Corr, G. Cusatis, *Holzforschung*, **74**, 1011 (2020). DOI: 10.1515/hf-2019-0268
- [8] H. Peng, L. Salmén, J. Jiang, J. Lu, *Wood Sci. Technol.*, **54**, 1497 (2020). DOI: 10.1007/S00226-020-01221-1
- [9] T.Y. Hsieh, F.C. Chang, *Holzforschung*, **72**, 1071 (2018). DOI: 10.1515/hf-2018-0056
- [10] D.G. Hunt, *Wood Sci. Technol.*, **38**, 479 (2004). DOI: 10.1007/s00226-004-0244-6
- [11] T. Yu, A. Khaloian, J.-W. van de Kuilen, *Eng. Struct.*, **259**, 114116 (2022). DOI: 10.1016/j.engstruct.2022.114116
- [12] Ю.И. Головин, *Завод. лаб. Диагностика материалов*, **75** (1), 45 (2009). <http://old-zldm.ru/upload/iblock/019/2009-1-45-59>
- [13] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation* (Springer, N.Y., 2011). DOI: 10.1007/978-1-4419-9872-9
- [14] *Handbook of nanoindentation with biological applications*, ed. by M.L. Oyen (Pan Stanford Publ., 2011). DOI: 10.1201/9780429111556
- [15] Ю.И. Головин, *Наноиндентирование и его возможности* (Машиностроение, М., 2009).
- [16] Ю.И. Головин, *ФТТ*, **63** (1), 3 (2021). DOI: 10.21883/FTT.2021.01.50395.171 [Yu.I. Golovin, *Phys. Solid State*, **63** (1), 1 (2021). DOI: 10.1134/S1063783421010108].
- [17] Ю.И. Головин, *ФТТ*, **50** (12), 2113 (2008). DOI: 10.1134/S1063783408120019 [Yu.I. Golovin, *Phys. Solid State*, **50** (12), 2205 (2008). DOI: 10.1134/S1063783408120019].
- [18] Yu.I. Golovin, A.I. Tyurin, D.Yu. Golovin, A.A. Samodurov, S.M. Matveev, M.A. Yunack, I.A. Vasyukova, O.V. Zakharova, V.V. Rodaev, A.A. Gusev, *Materials*, **15**, 632 (2022). DOI: 10.3390/ma15020632
- [19] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин, А.А. Гусев, С.М. Матвеев, Д.Ю. Головин, И.А. Васюкова, *Письма в ЖТФ*, **48** (4), 36 (2022). DOI: 10.21883/PJTF.2022.04.52083.19040 [Yu.I. Golovin, A.I. Tyurin, A.A. Gusev, S.M. Matveev, D.Yu. Golovin, I.A. Vasyukova, *Tech. Phys. Lett.*, **48** (2), 73 (2022). DOI: 10.21883/TPL.2022.02.52855.19040].
- [20] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин, А.А. Гусев, С.М. Матвеев, Д.Ю. Головин, А.А. Самодуров, И.А. Васюкова, М.А. Юнак, Е.А. Колесников, О.В. Захарова, *ЖТФ*, **92** (4), 575 (2022). DOI: 10.21883/JTF.2022.04.52245.297-21 [Yu.I. Golovin, A.I. Tyurin, A.A. Gusev, S.M. Matveev, D.Yu. Golovin, A.A. Samodurov, I.A. Vasyukova, M.A. Yunack, E.A. Kolesnikov, O.V. Zakharova, *Tech. Phys.*, **92** (4), 484 (2022). DOI: 10.21883/TP.2022.04.53605.297-21].