

VPLIV VLAŽNOSTI NA MIKROTRDOTO SMREKOVINE, DOLOČENO Z VTISKANJEM

THE INFLUENCE OF SPRUCE WOOD MOISTURE CONTENT ON MICROHARDNESS, DETERMINED WITH INDENTATION

Jure Žigon^{1*}, Aleš Straže¹

UDK članka: UDK 630*812.73:812.211
Izvirni znanstveni članek / Original scientific article

Prispelo / Received: 27.1. 2023
Sprejeto / Accepted: 21.2.2023

Izveček / Abstract

Izveček: Trdota predstavlja merilo odpornosti lesa proti prodiranju tršega telesa v njegovo notranjost in pogosto pogojuje uporabnost izbrane vrste lesa za določen namen uporabe. Poleg gostote, trdoto posamezne lesne vrste zelo pogojuje vlažnost lesa. V raziskavi smo ugotavljali trdoto lesa navadne smreke, uravnovešenega pri različnih relativnih zračnih vlažnostih. Meritve trdote smo izvedli z vtiskanjem kroglice v radialno površino lesa na inštrumentu za ugotavljanje mikromehanskih lastnosti materialov. Rezultati so pokazali, da se s poviševanjem vlažnosti lesa trdota lesa znižuje; vtisna trdota (H_{IT}) in vtisni modul elastičnosti (E_{IT}) sta tako pri absolutno suhem lesu znašala $110,8 \pm 11,7$ MPa in $0,62 \pm 0,01$ GPa, pri lesu z vlažnostjo točke nasičenja celičnih sten (29,4 %) pa $36,3 \pm 7,9$ MPa in $0,40 \pm 0,05$ GPa. Zniževanje trdote lesa s poviševanjem njegove vlažnosti se je pokazalo v povečevanju globine povzročenih vtisov in povečani hrapavosti površin vzorcev. Analiza lesnega tkiva z vrstičnim elektronskim mikroskopom je na območjih z vtisi razkrila usločenje celičnih sten lesa, njihovo gnetenje v lumne traheid, ter nastanek razpok znotraj celičnih sten.

Ključne besede: les, trdota, vlažnost lesa, vtiskanje, mikromehanske lastnosti, vrstični elektronski mikroskop

Abstract: Hardness is a measure of the resistance of wood against the penetration of a harder body into its interior and often defines the usefulness of the selected type of wood for a particular purpose. In addition to density, the hardness of individual wood species is highly dependent on the moisture content of the wood. This study determined the hardness of Norway spruce wood conditioned at different relative humidities. Hardness measurements were performed by indenting a ball in radial wood surfaces on an instrument for determining the micromechanical properties of materials. The results showed that the hardness of wood decreases with increasing moisture content; the indentation hardness (H_{IT}) and indentation elastic modulus (E_{IT}) were 110.8 ± 11.7 MPa and 0.62 ± 0.01 GPa for absolutely dry wood, and for wood with a fibre saturation point of 29.4% they were 36.3 ± 7.9 MPa and 0.40 ± 0.05 GPa, respectively. The decrease in hardness of the wood with increasing moisture content was reflected in an increase in the depth of the indentations caused, and an increase in the surface roughness of the samples. Analysis of the wood tissue with a scanning electron microscope showed the flattening of the cell walls of the wood in the areas with indentations, their kneading into tracheid lumina, and the formation of cracks in the cell walls.

Keywords: wood, hardness, wood moisture content, indentation, micromechanical properties, scanning electron microscope

1 UVOD

1 INTRODUCTION

Med mehanskimi lastnostmi ima trdota lesa mnogokrat zelo velik pomen za njegovo uporabo (De Assis et al., 2017). Trdota lesa je tako na primer pomembna na področjih uporabe kot so lesene talne obloge, bolj obremenjene površine pohištva

(pulti, mize ipd.), stavbno pohištvo in ročno mizarско orodje (Meyer et al., 2011).

Zaradi načina merjenja trdoto v splošnem najpogosteje definiramo kot odpornost določene materiala proti vtiskanju oz. prodiranju tršega telesa v njegovo notranjost, fizikalno pa je trdota

¹ Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo, Jamnikarjeva 101, 1000 Ljubljana, Slovenia

* e-mail: jure.zigon@bf.uni-lj.si

definirana kot razmerje med silo konice in površino nastalega vtisa (Panjan & Čekada, 2005a).

Trdota se pogostokrat uporablja kot parameter za karakterizacijo mehanskih lastnosti materialov, saj so meritve z vtisom relativno preproste in nam dajo neposredno mero za odpornost materiala proti plastični deformaciji (Panjan & Čekada, 2005b). Podobno kot za ostale mehanske lastnosti lesa velja, da se les tudi pri vtiskanju telesa v njegovo površino vede deloma elastično (deformacija se po razbremenitvi izniči) in deloma plastično (deformacija po razbremenitvi ostane trajna). Pravimo, da se les deformira elastoplastično (Fu et al., 2022). Vtiskanje tršega telesa v površino lesa povzroči nastanek tlačnih obremenitev, ki privedejo do gnetenja njegove celične strukture in nazadnje porušitve celičnih sten (Milch et al., 2016).

Trdota lesa je močno odvisna od njegovih številnih inherentnih lastnosti (Scharf et al., 2022) kot so orientacija lesnih vlaken, širina branik in prisotnost rastnih posebnosti (Lykidis et al., 2016), v največji meri pa trdoto lesa definira njegova gostota (Sydor et al., 2022). Znano je, da tudi ravnovesna vlažnost lesa zelo vpliva na njegove mehanske lastnosti (Widehammar, 2004; Hansson & Antti, 2006; Fu et al., 2022). V splošnem se z zniževanjem vlažnosti lesa v območju pod točko nasičenja celičnih sten mehanske lastnosti lesa izboljšujejo (Borrega & Kärenlampi, 2008). Vezana voda v celičnih stenah namreč deluje kot plastifikator, saj s svojo prisotnostjo povečuje razdaljo med mikrofibrilami, zaradi česar se vodikove vezi, ki se nahajajo med njimi, ob obremenitvah lažje pretrgajo (Meng et al., 2015).

Trdota pa ni zgolj osnovna lastnost materialov, ampak je odvisna tudi od načina, hitrosti in pogojev merjenja (Gorišek, 2009). Ta se lahko izvaja na več načinov obremenjevanja (z razenjem, rezanjem, obrabo ter dinamičnim in statičnim vtiskanjem) in s telesi različnih oblik (okrogla, piramidna, stožčasta, cilindrična, iglična) (Broitman, 2017). Trdota lesa se največkrat ugotavlja bodisi z metodami po Brinellu (CEN, 2020), po Janki ali po Monninu (De Assis et al., 2017; Scharf et al., 2022). Pri navajanju vrednosti trdote različnih materialov je zato vedno potrebno navesti tudi metodo, po kateri je bila trdota izmerjena. Pri tovrstnih preizkusih se uporabljajo vtisna telesa okroglih oz. cilindričnih oblik (Koczan et al., 2021), dosežene vrednosti trdote lesa dose-

gajo tudi do $10 \text{ N} \times \text{mm}^{-2}$, globina povzročenih vtisov pa sega tudi več milimetrov globoko (Sydor et al., 2022).

Večina dosedanjih študij ugotavljanja trdote lesa po uveljavljenih in standardiziranih metodah se torej primarno izvaja na makroskopskem nivoju opazovanja. Za razliko od preteklih raziskav smo v tej raziskavi želeli preiti na nižji (mikroskopski) nivo. V ta namen smo za preučevanje odziva površine lesa na vtiskanje uporabili instrument, ki smo ga na Oddelku za lesarstvo Biotehniške fakultete Univerze v Ljubljani pridobili v letu 2022 (Petrič, 2022), in omogoča natančnejše ugotavljanje mikromehanskih lastnosti površin lesa. Z uravnoteženjem vzorcev lesa pri različnih relativnih zračnih vlažnostih (RZV) smo v prvi vrsti želeli ugotoviti vpliv ravnovesne vlažnosti na trdoto površinskih slojev lesa. V raziskavi smo zaradi enakomerne porazdelitve celičnih elementov znotraj iste branike uporabili les iglavca, in sicer les navadne smreke (*Picea abies* (L.) Karst.). Strukturne spremembe v lesu, ki jih je povzročilo vtiskanje jeklene kroglice v njegovo površino, smo proučevali z dvema različnima mikroskopskima tehnikama.

2 MATERIAL IN METODE

2 MATERIAL AND METHODS

2.1 PRIPRAVA VZORCEV

2.1 SAMPLE PREPARATION

Iz deske lesa navadne smreke, klimatizirane pri $23 \text{ }^\circ\text{C}$ in pri RZV 40 %, smo pripravili 3 podolgovate palice dolžine 600 mm in preseka (6×6) mm. Palice so bile strogo orientirane, njihova oblika je sledila poteku letnic v vzdolžni smeri. Vsaka od palic je na sredini zajemala eno prirastno braniko širine približno 2,5 mm. Vsako palico smo nato po dolžini razžagali na 11 zaporednih vzorcev dolžine 50 mm. Po en vzorec iz vsake palice (skupno 3 vzorce) smo nato uravnovešali 48 ur v naslednjih klimatskih pogojih:

- temperatura $103 \text{ }^\circ\text{C}$, RZV 0 % –v laboratorijskem sušilniku UFE-600 (Memmert GmbH + Co.KG, Schwabach, Nemčija),
- temperatura $20 \text{ }^\circ\text{C}$, RZV (10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90) % –v klimatski komori HPP260 (Memmert GmbH + Co.KG) in
- temperatura $20 \text{ }^\circ\text{C}$, RZV blizu rosišča (t.j. 100 %) –v kondenzirajoči komori WB-340

KV (Kambič laboratorijska oprema d.o.o., Semič, Slovenija).

Po zaključenem uravnovešanju vzorcev in tik pred začetkom merjenja njihove trdote smo vzorce stehali na tisočinko grama natančno.

2.2 VTISKANJE IN MERJENJE TRDOTE

2.2 INDENTATION AND HARDNESS MEASUREMENTS

Vpliv klimatskih pogojev uravnovešanja vzorcev lesa na trdoto njihovih površin smo ugotavljali z enocikličnim testom, ki smo ga izvedli na inštrumentu Micro Combi Tester (MCT³) proizvajalca Anton Paar (Gradec, Avstrija) (slika 1). Certificirano jekleno kroglico premera 6 mm smo vtiskali v radialno površino posameznega vzorca lesa. Potek izvajanja meritve na vzorcih je prikazan na sliki 1. S pomočjo svetlobnega mikroskopa smo najprej locirali želeno pozicijo vtiskanja in merjenja trdote. Meritve smo izvedli v liniji na sredini iste branike, s čimer smo karakterizirali trdoto deloma ranega in deloma kasnega lesa. Kroglico smo vtisnili na 5 mestih, pri čemer sta bili dve merilni mesti oddaljeni 10 mm. Obremenitev z vtisom je linearno naraščala od 2 mN do 24.000 mN, s hitrostjo 24.000 mN×min⁻¹ (slika 2). Največja obremenitev je bila zadržana 5 s, nato pa se je linearno zniževala s hitrostjo 24.000 mN×min⁻¹. Globina penetracije telesa P_d [μm] v vzorec v odvisnosti od aplicirane normalne sile F_n [mN] se je beležila s hitrostjo zajemanja 50 Hz. Odziv preskušanih površin vzorcev na vtiskovanje je bil ovrednoten s prilagajanjem krivulje razbremenitve med 10 % in 98 %. Trdota H_{IT} [MPa] in modul elastičnosti E_{IT} [GPa] sta bila ovrednotena s pripadajočo programsko opremo Indentation (verzija 10.0.9, Anton Paar), na podlagi preračuna, ki temelji na metodi, objavljeni v študiji avtorjev Warren Oliver in George Pharr iz leta 1992 (Oliver & Pharr, 1992):

$$S = \left(\frac{dF}{dh} \right)_{maks} = m \times F_{maks} (h_{maks} - h_p)^{-1} \quad (1)$$

pri čemer je S togost stika, F_{maks} največja obremenitev, h_{maks} največja globina vtisa, m potenčna konstanta (odvisna od geometrije vtisnega telesa) in h_p permanentna globina vtisa po popolni razbremenitvi. Tangentno globino h_r oz. globino, pri kateri tan-

genta na krivuljo F_{maks} seka os globine penetracije, izračunamo po enačbi (2):

$$h_r = h_{maks} - \frac{F_{maks}}{S} \quad (2)$$

Globino stika h_c oz. globino vtisnega telesa pri F_{maks} izrazimo, kot je navedeno v enačbi (3):

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \times (h_{maks} - h_r) \quad (3)$$

kjer je ε konstanta, odvisna od geometrije vtisnega telesa m .

Vtisna trdota H_{IT} je definirana kot razmerje med F_{maks} in projekcijo ploščine kontakta med vtisnim telesom in vzorcem A_p pri h_c (enačba 4), ter predstavlja merilo za odpornost materiala proti plastični deformaciji:

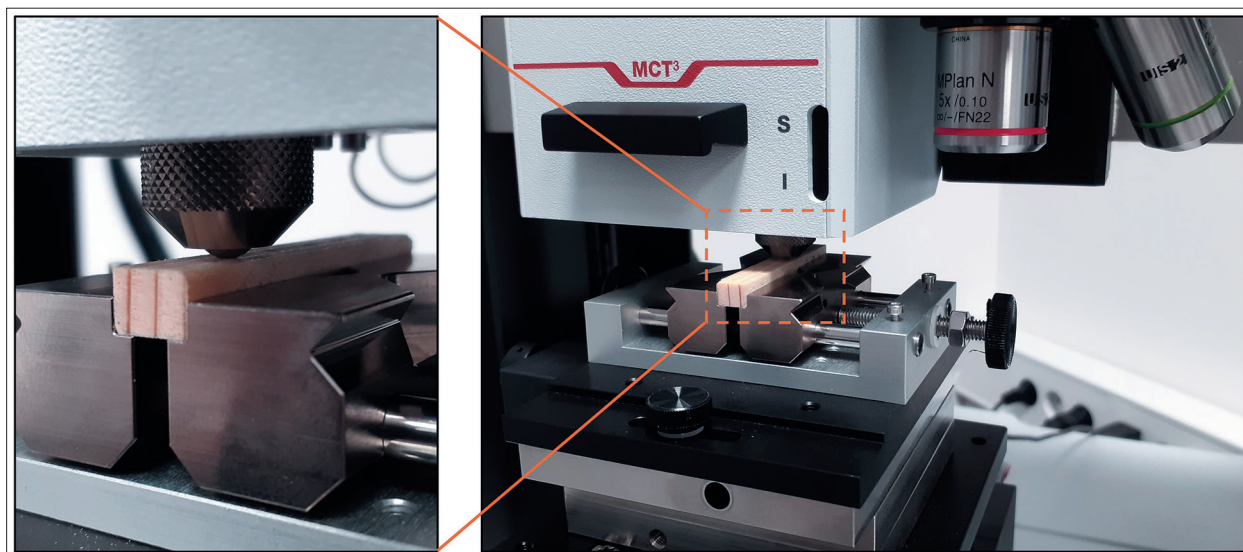
$$H_{IT} = \frac{F_{maks}}{A_p} \quad (4)$$

Reduciran modul elastičnosti E_r izračunamo po naslednji enačbi (5):

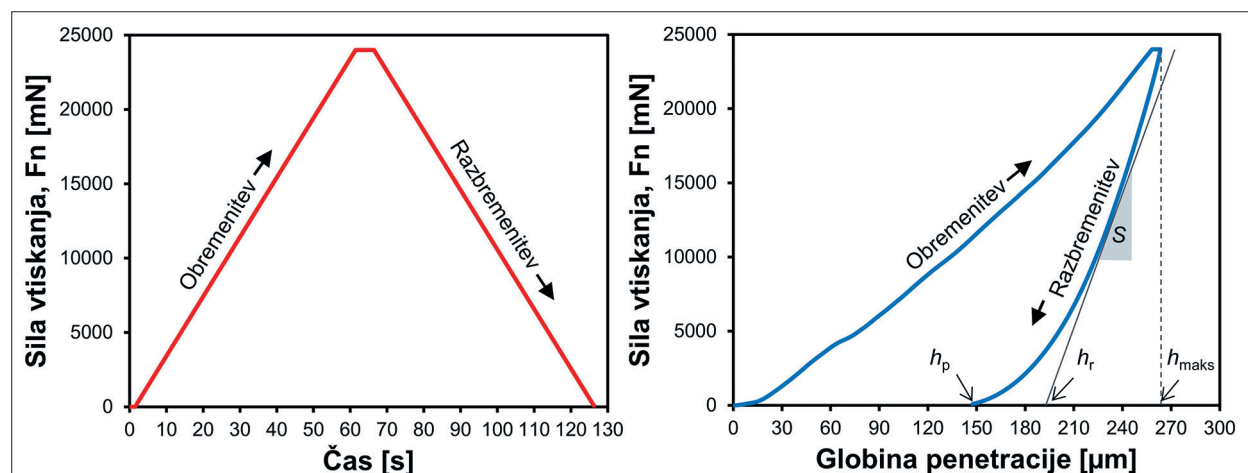
$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} \times S}{2 \times \beta \times \sqrt{A_p}} \quad (5)$$

pri čemer je β geometrijski faktor vtisnega telesa ($\beta=1$ za kroglo). Ob znanem Poissonovem številu vtisnega telesa ν_i (0,07), znanem modulu elastičnosti vtisnega telesa E_i (1141 GPa) in znanem Poissonovem številu vzorca ν_s ($\nu_{TR}=0,3$ za les smreke (Kretschmann, 2010)), lahko modul elastičnosti vzorca E_{IT} izrazimo iz enačbe (6):

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_s}{E_{IT}} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (6)$$



Slika 1. Vtiskanje kroglice v vzorec smrekovega lesa in ugotavljanje njegove trdote z inštrumentom MCT³.
Figure 1. Indentation of the ball into the spruce wood sample and determining its hardness with the MCT³ instrument.



Slika 2. Profil obremenjevanja z vtiskanjem (levo) in primer dobljene krivulje elastoplastične deformacije z bistvenimi parametri (desno).

Figure 2. Indentation profile (left) and an example of the obtained elastoplastic deformation curve with the most important parameters (right).

2.3 MORFOLOŠKA ANALIZA VTISOV

2.3 MORPHOLOGICAL ANALYSIS OF THE INDENTATIONS

Po zaključnih meritvah trdote smo vtise, narejene na površinah vzorcev med merjenjem njihove trdote, vizualizirali in analizirali s konfokalnim laserskim mikroskopom LEXT OLS5000 (Olympus, Tokio, Japonska) in pripadajočo programsko opremo OLS50-S-AA (Olympus). Mesto posame-

zne meritve trdote je bilo posneto z laserjem pri 5× povečavi, s čimer smo zajeli področje velikosti (2,56×2,56) mm, dobili pa smo podatek o aritmetični povprečni hrapavosti površine (S_a). Na posameznem vzorcu smo vizualizirali in analizirali tudi eno področje brez vtisa, s čimer smo dobili podatek o hrapavosti referenčnih površin. Kot rezultat morfološke analize površin smo torej izrazili vrednosti S_a referenčnih področij in vrednosti S_a področij z vtisi.

2.4 UGOTAVLJANJE RAVNOVESNE VLAŽNOSTI LESA

2.4 DETERMINATION OF THE WOOD EQUILIBRIUM MOISTURE CONTENT

Po zaključenih morfoloških analizah vtisov smo vzorce v 24 urah posušili pri temperaturi 102,5 °C v laboratorijskem sušilniku UFE-600 (Memmert GmbH + Co.KG) in po enačbi (7) izračunali njihovo ravnovesno vlažnost (u_r).

$$u_r = \frac{m_u - m_0}{m_0} \times 100 \% \quad (7)$$

pri čemer je m_u [g] masa vzorca, uravnovešenega pri določeni RZV in temperaturi 20 °C, m_0 [g] pa masa vzorca, posušenega na absolutno suho vlažnost.

2.5 MIKROSKOPSKA ANALIZA LESNEGA TKIVA

2.5 MICROSCOPIC ANALYSIS OF THE WOOD TISSUE

Za preučevanje sprememb, ki jih vtiskanje povzroči v lesnem tkivu, smo pripravili 3 orientirane vzorce dimenzij (6×6×6) mm in jih uravnovešili pri temperaturi 20 °C in RZV 50 %. Prvi vzorec smo uporabili za preučevanje sprememb lesnega tkiva na radialni ploskvi, povzročenih s celotnim

vtisnim telesom (slika 3a). Drugi in tretji vzorec smo ustrezno razpolovili, tako da smo dobili vzorec za preučevanje lesnega tkiva na tangencialni ploskvi (slika 3b) in vzorec za preučevanje lesnega tkiva v prečnem prerezu (slika 3c). Pri teh meritvah je bilo vtisno telo v stiku z vzorcem lesa le polovično. Ploskve, ki smo jih preučevali na posameznem vzorcu, smo pred vtiskanjem poravnali na drsnem mikrotomu SM2010R (Leica, Wetzlar, Nemčija) in nanje nanесли tanko plast zlata z napraševalnikom Q150R S Plus (Quorum technologies, Lewes, Združeno kraljestvo). Slike lesnega tkiva pred vtiskanjem in po njem smo zajeli z vrstičnim elektronskim mikroskopom Quanta 250 (Thermo Fisher Scientific, Hillsboro, ZDA). Analize so potekale pri različnih povečavah, visokem vakuumu (0,0156 Pa) in ob pospeševalni napetosti curka elektronov 10 kV.

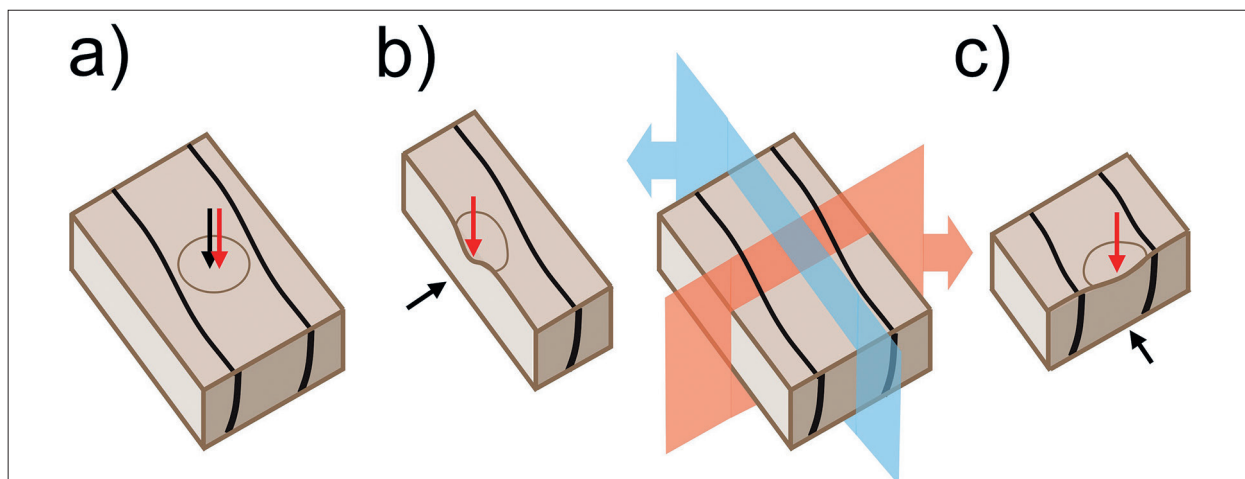
3 REZULTATI IN RAZPRAVA

3 RESULTS AND DISCUSSION

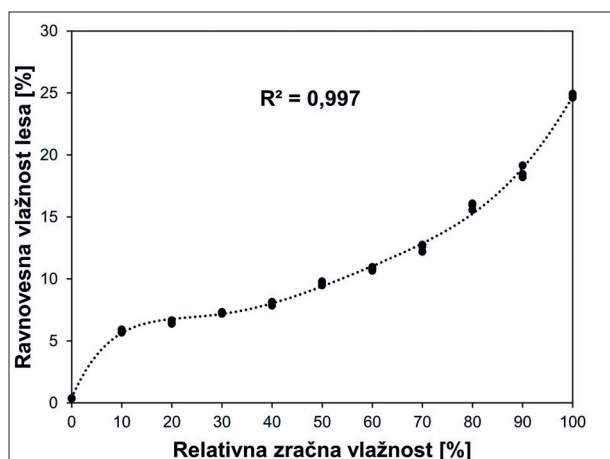
3.1 RAVNOVESNA VLAŽNOST LESA

3.1 EQUILIBRIUM MOISTURE CONTENT OF WOOD

Ravnovesna vlažnost vzorcev iz smrekovega lesa v odvisnosti od RZV, pri kateri so bili vzorci uravnovešeni, je prikazana na sliki 4. Trendna črta, izrisana med posameznimi vrednostmi ravnovesne



Slika 3. Shematski prikaz vzorcev z vtisi za analizo lesnega tkiva z elektronskim vrstičnim mikroskopom: a) vzorec za opazovanje radialne ploskve, b) vzorec za opazovanje tangencialne ploskve in c) vzorec za opazovanje prečnega prereza. Rdeče puščice nakazujejo smer vtiskanja, črne puščice pa smer opazovanja.
Figure 3. Schematic presentation of samples with the indentations for analysis with an scanning electron microscope: a) sample for observation of the radial surface, b) sample for observation of tangential surface, and c) sample for observation of cross-section. The red arrows indicate the direction of indentation and the black arrows indicate the direction of observation.



Slika 4. Ravnovesna vlažnost smrekovega lesa v odvisnosti od RZV uravnovešanja. Točke predstavljajo meritve, prekinjena črta med njimi pa trendno črto. Figure 4. Equilibrium moisture content of spruce wood and its dependence on relative humidity. The points represent measured values and the dashed line the trend line.

vlažnosti lesa kot krivulja z enačbo polinoma šeste stopnje, izkazuje značilno sigmoidno obliko (Altgen & Rautkari, 2021). Pri 100 % RZV je les dosegel vlažnost ($24,8 \pm 0,1$ %), kar predstavlja tudi točko nasičenja celičnih sten uporabljenega lesa.

3.2 TRDOTA POVRŠIN

3.2 SURFACE HARDNESS

Iz povprečnih napetostno-deformacijskih krivulj, prikazanih na sliki 5, je razvidno, da je bil odziv lesa na vtiskanje v njihovo površino med vzorci različen in je bil odvisen od RZV, pri kateri so bili posamezni vzorci uravnovešeni. Površina obremenitvene histereze posamezne krivulje nakazuje odpornost lesa proti prodiranju telesa ter izraža plastične deformacije, do katerih je prišlo v preskušanjem lesu. Površina pod razbremenitvenim delom krivulje pa predstavlja povratno elastično deformacijo lesa zaradi vtisa. Opaziti je, da je s povečevanjem RZV uravnovešanja lesa oz. poviševanjem njegove ravnovesne vlažnosti, vtisno telo prodrlo

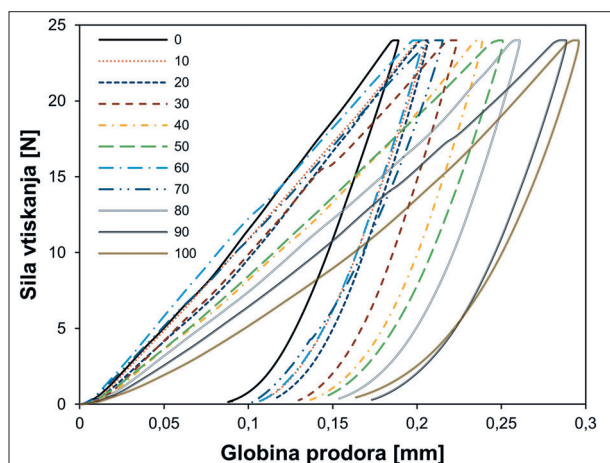
globlje v les. Tako je na primer pri absolutno suhem lesu (vlažnost 0,4 %) vtisno telo v povprečju prodrlo do 190 μm globoko, pri lesu z vlažnostjo 24,9 % pa do 297 μm globoko.

Podatke iz napetostno-deformacijskih krivulj smo uporabili za izračun vtisne trdote lesa H_{IT} in modula elastičnosti E_{IT} . Iz vrednosti obeh parametrov, prikazanih na Sliki 6, je opazen trend zmanjšanja H_{IT} in E_{IT} s povečevanjem ravnovesne vlažnosti lesa. Medtem ko sta H_{IT} in E_{IT} pri absolutno suhem lesu znašala ($110,8 \pm 11,7$) MPa in ($0,62 \pm 0,01$) GPa, je H_{IT} pri lesu z vlažnostjo točke nasičenja celičnih sten znašala ($36,3 \pm 7,9$) MPa (–67 %), E_{IT} pa ($0,40 \pm 0,05$) GPa (–36 %). Z zviševanjem ravnovesne vlažnosti je torej les postajal mehkejši.

3.3 MORFOLOGIJA POVRŠIN LESA

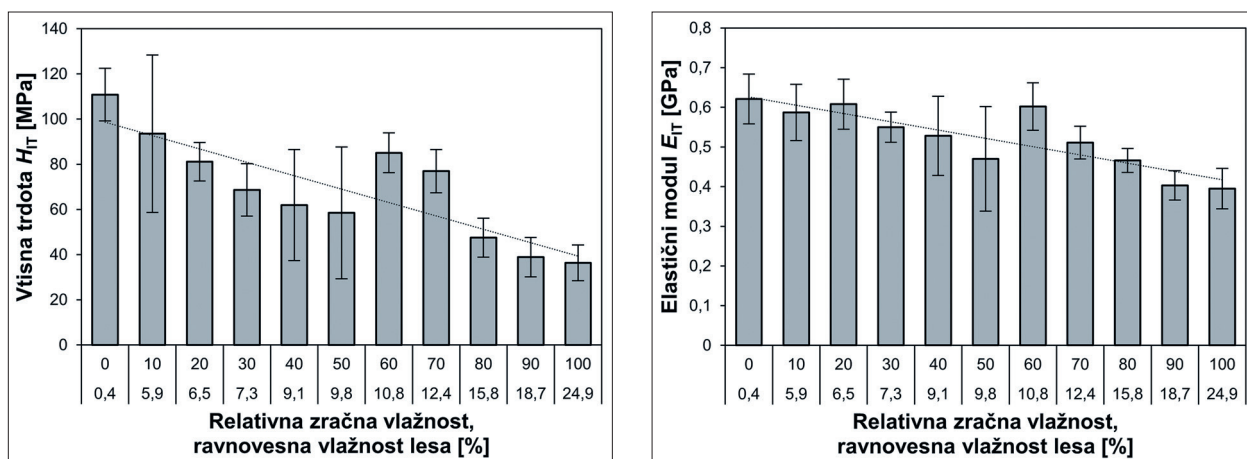
3.3 MORPHOLOGY OF THE WOOD SURFACES

V preglednici 1 so prikazani reprezentativni tridimenzionalni posnetki referenčnega področja in področij z vtisi na vzorcih z različnimi vlažnostmi lesa oz. uravnovešenimi pri različnih RZV, zajeti



Slika 5. Povprečne napetostno-deformacijske krivulje, dobljene z vtiskanjem v vzorce lesa, uravnovešene pri različnih RZV.

Figure 5. The average load-deflection curves gained by indentation in wood samples equilibrated at different relative humidities.



Slika 6. Vtisna trdota H_{IT} (levo) in modul elastičnosti E_{IT} (desno) v odvisnosti od ravnovesne vlažnosti lesa oz. RZV, pri kateri so bili vzorci lesa uravnovešeni. Stolpci prikazujejo povprečne vrednosti s standardnim odklonom.

Figure 6. Indentation hardness H_{IT} (left) and elastic modulus E_{IT} (right) and their dependence on the wood equilibrium moisture content or relative humidity by which the samples were conditioned, respectively. Columns represent the mean values with standard deviation.

s konfokalnim laserskim mikroskopom. Slike so bile obdelane s funkcijama uravnavanja in brisanja konic v programski opremi konfokalnega laserskega mikroskopa OLS50-S-AA (Olympus).

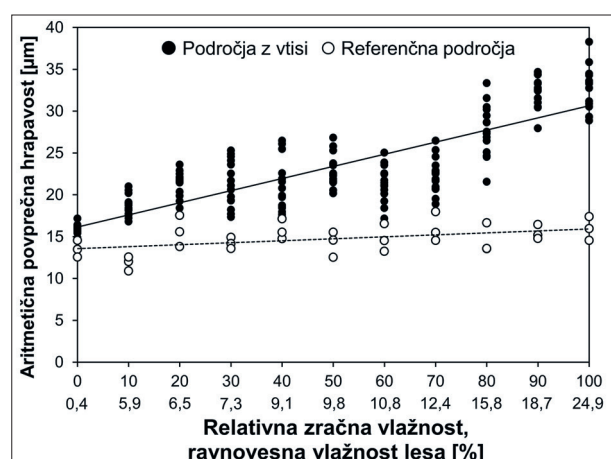
Izmerjene vrednosti S_a na referenčnih področjih nakazujejo zanemarljiv trend povečevanja hrapavosti površine lesa s poviševanjem vlažnosti lesa (slika 7). Vrednosti S_a , izmerjene na vseh področjih

z vtisi, nakazujejo trend povečevanja hrapavosti s povečevanjem vlažnosti lesa. S_a površin je pri lesu z ravnovesno vlažnostjo 0,4 % znašala 15,9 μm , pri lesu z vlažnostjo 24,9 % pa 32,6 μm , kar je pomenilo za 106 % večjo S_a v primerjavi z vtisnjnim absolutno suhim lesom in 241 % večjo S_a v primerjavi s S_a referenčne površine. Tudi s to analizo smo to-

Preglednica 1. Reprezentativni tridimenzionalni posnetki referenčnega področja in področij z vtisi na vzorcih z različnimi vlažnostmi lesa oz. uravnovešenimi pri različnih RZV, zajeti s konfokalnim laserskim mikroskopom. Prikazana področja so velikosti (2,56×2,56) mm.

Table 1. Representative three-dimensional snapshots of the reference area and areas with the indentations on samples with different levels of equilibrium moisture contents or equilibrated at different relative humidities, captured by a confocal laser scanning microscope. The size of the areas shown is (2.56×2.56) mm.

Ravnovesna vlažnost lesa; relativna zračna vlažnost [%] Equilibrium moisture content of wood; relative humidity [%]					
Referenca	0,4; 0	5,9; 10	6,5; 20	7,3; 30	9,1; 40
9,8; 50	10,8; 60	12,4; 70	15,8; 80	18,7; 90	24,9; 100



Slika 7. Aritmetična povprečna hrapavost površin referenčnih področij in področij z narejenimi vtisi, izmerjena na vzorcih, uravnovešenih pri različnih RZV.

Figure 7. Arithmetic mean roughness of surfaces on reference areas and areas with indentations, measured on samples conditioned at different relative humidities.

rej potrdili, da je vtiskanje telesa v bolj vlažen les povzročilo večjo deformacijo lesnega tkiva.

3.4 MIKROSKOPSKE SPREMEMBE LESNEGA TKIVA 3.4 MICROSCOPIC CHANGES OF THE WOOD TISSUE

Mikroskopska analiza lesnega tkiva je razkrila spremembe, ki jih je povzročilo vtiskanje telesa v strukturo lesa v vseh treh anatomskih smereh. Les se kot porozen material pri tlačnih obremenitvah zaradi porušitev v celicah deformira plastično (Scharf et al., 2022).

Ob primerjavi slik prečnega prereza lesa pred vtiskanjem in po njem (slika 8a in 8d) je razvidno, da je vtiskanje s silo 24.000 mN s polovico vtisnega telesa povzročilo trajni vtis globine približno 100 µm, spremembe v celični strukturi lesa pa je bilo moč opaziti tudi globlje. Tik pod površino ($\approx 0-100$ µm) je prišlo do porušitev celic in vrivanja celičnih sten v lumne celic. Globlje ($\approx 100-300$ µm pod površino) so se celične stene usločile in oblika aksialnih traheid smrekovega lesa v prečnem prerezu je prešla iz pravokotne v rombasto.

Iz posnetkov, prikazanih na sliki 8b in 8e je razvidno, da je vtiskanje v tangencialni smeri povzročilo usločenje celic lesa po njihovi dolžini. Pri celicah tik pod površino je zopet opaziti porušitve z vrivanjem celičnih sten aksialnih traheid v njihove lumne, medtem ko so traheide enorednega radialnega parenhimskega tkiva ostale večinoma nepoškodovane in so le sledile premikom v celotni celični strukturi.

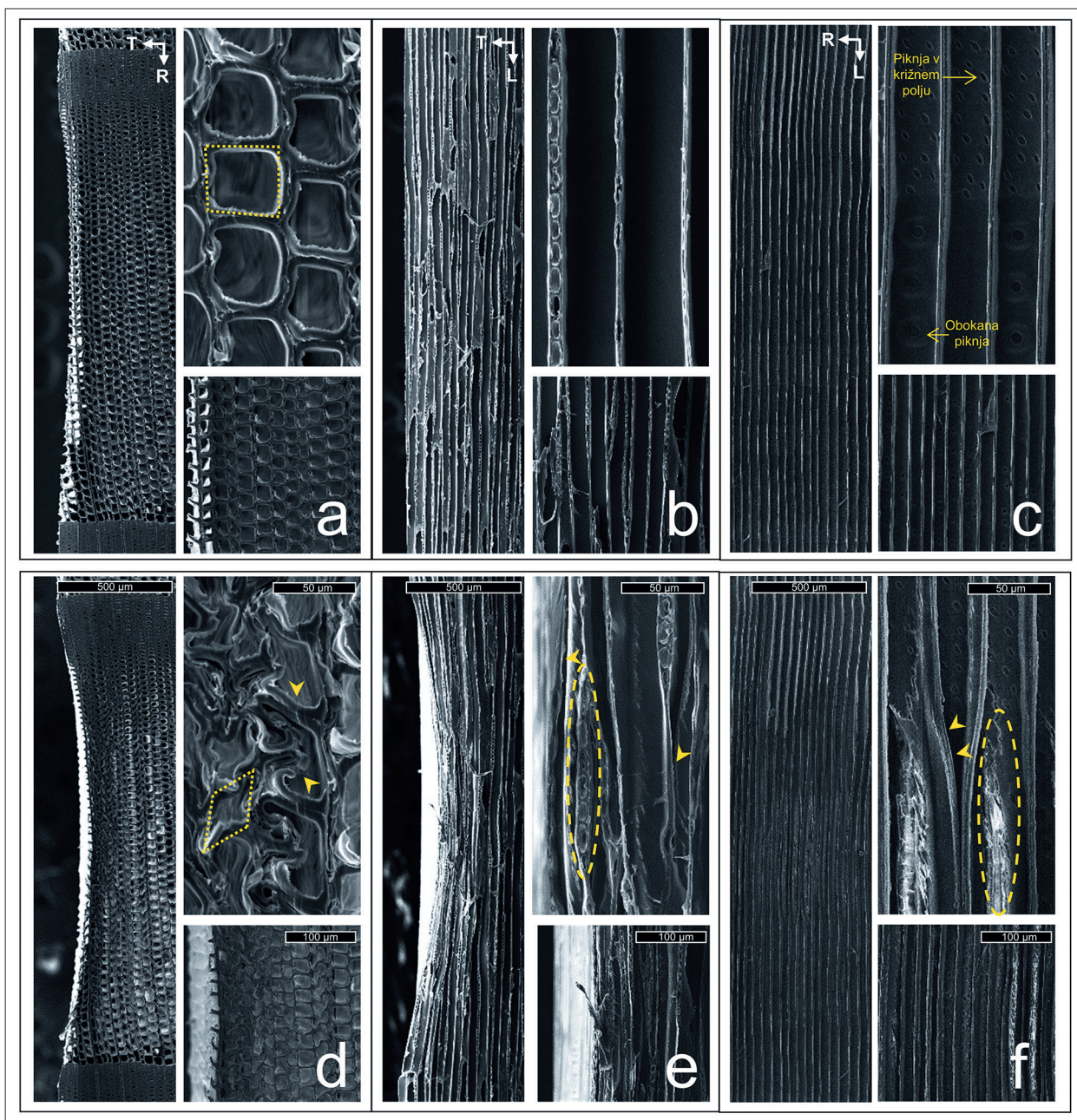
Mikroskopska analiza radialne površine lesa (slika 8c in 8f) je razkrila spremembe, ki jih je vtiskanje povzročilo v celicah na površini lesa. Opaziti je bilo usločenje in porušitev celičnih sten aksialnih

traheid in nastanek razpok v njihovih radialnih celičnih stenah na območjih, kjer so bile prisotne obokane piknje in piknje v križnih poljih.

Za podrobnejšo analizo deformacij, do katerih pride znotraj lesnega tkiva zaradi vtiskanja trših teles v površino lesa, nameravamo v prihodnje uporabiti še kakšno drugo tehniko mikroskopiranja. Eno od tovrstnih tehnik predstavlja računalniška mikro-tomografija, ki so jo drugi avtorji že uspešno uporabili kot nedestruktivno tehniko za analizo in prostorsko vizualizacijo anatomskih lastnosti lesa (Steppe et al., 2004) in porušitev v lesu zaradi tlačnih obremenitev (Zauner et al., 2016).

4 ZAKLJUČKI 4 CONCLUSIONS

Trdota lesa, kot merilo njegove odpornosti proti prodiranju tršega telesa v njegovo notranjost, pogostokrat pogojuje uporabnost izbrane vrste lesa za določen namen uporabe. Med drugim je odvisna tudi od ravnovesne vlažnosti lesa. Meritve trdote, ki smo jih izvedli z vtiskanjem na mikroskopskem nivoju na lesu navadne smreke, uravnovešenim pri različnih RZV, so pokazale, da se s poviševanjem vlažnosti lesa trdota lesa znižuje. Kot navaja tudi literatura (Peng et al., 2016), prisotnost večjih količin vezane vode v celični steni povečuje razdaljo med mikrofibrilami in oslabi njihovo medsebojno povezanost z intermolekularnimi vodikovimi vezmi. S tem je možnost zdrsa med mikrofibrilami ob obremenitvah povečana. Vtisna trdota H_{IT} in modul elastičnosti E_{IT} sta tako pri absolutno suhem lesu znašala $(110,8 \pm 11,7)$ MPa in $(0,62 \pm 0,01)$ GPa, pri lesu z vlažnostjo točke nasičenja celičnih sten pa



Slika 8. Posnetki mikroskopske strukture lesnega tkiva pred vtiskanjem (a, b, c) in po njem (d, e, f), zajeti na istih mestih pri različnih povečavah: Prečni prerez (a, d), tangencialni prerez (b, e) in radialni prerez (c, f).
 Figure 8. Images of the microscopic structure of the wood tissue before indentation (a, b, c) and after it (d, e, f), taken at the same locations at different magnifications: cross section (a, d), tangential section (b, e), and radial section (c, f).

($36,3 \pm 7,9$) MPa in ($0,40 \pm 0,05$) GPa, kar je v povprečju predstavljalo znižanje teh dveh parametrov za 67 % oz. 36 %. Skladno z zniževanjem trdote lesa so se povečevale globine vtisov in posledično se je poviševala hrapavost površin, izmerjena s konfokal-

nim laserskim mikroskopom. Mikroskopska analiza lesnega tkiva na območjih z vtisi je razkrila usločene celične stene, njihovo gnetenje v lumnih traheid ter nastanek razpok znotraj celičnih sten.

Raziskava obenem predstavlja demonstracijo uporabnosti inštrumenta za natančno karakterizacijo površin materialov na primeru lesa. Pridobljene podatke meritev trdote lahko dodatno podkrepimo z mikroskopiranjem povzročenih deformacij v obravnavanem materialu.

5 POVZETEK 5 SUMMARY

The hardness of wood, as a measure of its resistance against the penetration of a harder body into its interior, often conditions the usefulness of the selected type of wood for a specific purpose. Among other properties of wood, such as density, grain orientation and the presence of the anomalies, the hardness of wood is highly dependent on the wood equilibrium moisture content. The hardness measurements, which were carried out by microindentation on Norway spruce wood, conditioned at different relative humidities, showed that the hardness of the wood decreases as the moisture content increases. As also stated in the literature (Peng et al.), the presence of larger amounts of bound water in the cell wall increases the distance between microfibrils and weakens their connectivity with intermolecular hydrogen bonds. This increases the possibility of slipping between the microfibrils under load. The impact hardness H_{IT} and elastic modulus E_{IT} were 110.8 ± 11.7 MPa and 0.62 ± 0.01 GPa for absolutely dry wood, and 36.3 ± 7.9 MPa and 0.40 ± 0.05 GPa for wood conditioned to fibre saturation point, which on average represented a reduction of these two parameters by 67 % and 36 %, respectively. In accordance with the decrease in the hardness of the wood, the depth of the indentations increased and consequently the roughness of the surfaces, measured with a confocal laser scanning microscope, increased. Microscopic analysis of the wood tissue in the areas with indentations showed the flattening of the cell walls, their kneading in the lumina of the tracheids, and the formation of cracks within the cell walls.

At the same time, the research presents a demonstration of the usefulness of the instrument for the precise characterization of material surfaces, and specifically of wood in the present case. The obtained hardness data can be further supported

by microscopy of the deformations caused in the treated material.

ZAHVALA ACKNOWLEDGEMENT

Za financiranje raziskave se zahvaljujemo Javni agenciji za raziskovalno dejavnost (ARRS) in programski skupini P4-0430 (»Gozdno-lesna veriga in podnebne spremembe: prehod v krožno biogospodarstvo«).

LITERATURA REFERENCES

- Altgen, M., & Rautkari, L. (2021). Humidity-dependence of the hydroxyl accessibility in Norway spruce wood. *Cellulose*, 28, 45–58. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03535-6>
- Borrega, M., & Kärenlampi, P. (2008). Mechanical behavior of heat-treated spruce (*Picea abies*) wood at constant moisture content and ambient humidity. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 66, 63–69. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00107-007-0207-3>
- Broitman, E. (2017). Indentation hardness measurements at macro-, micro-, and nanoscale: A critical overview. *Tribology Letters*, 65, 23. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11249-016-0805-5>
- CEN, E. (2020). Lesene talne obloge in parket–Ugotavljanje odpornosti proti vtiskovanju–Preskusna metoda. Bruselj, Belgija.
- De Assis, A., Pinto Alexandre, R., & Wagner Ballarin, A. (2017). Dynamic hardness of wood – measurements with an automated portable hardness tester. *Holzforschung*, 71(5), 383–389. DOI: <https://doi.org/10.1515/hf-2016-0137>
- Fu, W.-L., Guan, H.-Y., Li, W., Sawata, K., & Zhao, Y. (2023). Elastoplastic performance of wood under compression load considering cross grain orientation and moisture content. *European Journal of Wood and Wood Products*, 81, 111–124. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00107-022-01880-w>
- Gorišek, Ž. (2009). Les: zgradba in lastnosti: njegova variabilnost in heterogenost. Ljubljana: Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo.
- Hansson, L., & Antti, A. (2006). The effect of drying method and temperature level on the hardness of wood. *Journal of Materials Processing Technology*, 171, 467–470. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.08.007>
- Koczan, G., Karwat, Z., & Kozakiewicz, P. (2021). An attempt to unify the Brinell, Janka and Monnin hardness of wood on the basis of Meyer law. *Journal of Wood Science*, 67(7), 16 p. DOI: <https://doi.org/10.1186/s10086-020-01938-4>
- Kretschmann, D. (2010). Mechanical properties of wood. In: R. Ross, *Wood handbook—wood as an engineering material* (str. 1-46). Madison, ZDA: Forest Products Laboratory.
- Lykidis, C., Nikolakakos, M., Sakellariou, E., & Birbilis, D. (2016). Assessment of a modification to the Brinell method for determi-

- ning solid wood hardness. *Materials and Structures*, 49, 961–967. DOI: <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0551-4>
- Meng, Y., Xia, Y., Young, T., Cai, Z., & Wang, S. (2015). Viscoelasticity of wood cell walls with different moisture content as measured by nanoindentation. *RSC Advances*, 5, 47538. DOI: <https://doi.org/10.1039/c5ra05822h>
- Meyer, L., Brischke, C., & Welzbacher, C. (2011). Dynamic and static hardness of wood: method development and comparative studies. *International Wood Products Journal*, 2, 5–11. DOI: <https://doi.org/10.1179/2042645311Y0000000005>
- Milch, J., Tippner, J., Sebera, V., & Brabec, M. (2016). Determination of the elasto-plastic material characteristics of Norway spruce and European beech wood by experimental and numerical analyses. *Holzforschung*, 70(11), 1081–1092. DOI: <https://doi.org/10.1515/hf-2015-0267>
- Oliver, W., & Pharr, G. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6), 1564–1583. DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
- Panjan, M., & Čekada, M. (2005a). Merjenje mikrotrdote trdnih PVD-prevlak z nanoindenterjem (1. del)–Fizikalna opredelitev trdote. *Vakuumist*, 25(3), 9–15.
- Panjan, M., & Čekada, M. (2005b). Merjenje mikrotrdote trdnih PVD-prevlak z nanoindenterjem (2. del). *Vakuumist*, 25(4), 8–17.
- Peng, H., Jiang, J., Zhan, T., & Lu, J. (2016). Influence of density and equilibrium moisture content on the hardness anisotropy of wood. *Forest Products Journal*, 66(7/8), 443–452. DOI: <https://doi.org/10.13073/FPJ-D-15-00072>
- Petrič, M. (2022). Nova raziskovalna oprema na Oddelku za lesarstvo Biotehniške fakultete Univerze v Ljubljani–Instrument za določanje mikromehanskih lastnosti površin lesa, kompozitov in lesnoobdelovalnih orodij MCT3. *Les/Wood*, 71(2), 86–87.
- Scharf, A., Neyses, B., & Sandberg, D. (2022). Hardness of surface-densified wood. Part 1: material or product property? *Holz-forschung*, 76(6), 503–514. DOI: <https://doi.org/10.1515/hf-2021-0151>
- Steppe, K., Cnudde, V., Girard, C., Lemeur, R., Cnudde, J.-P., & Jacobs, P. (2004). Use of X-ray computed microtomography for non-invasive determination of wood anatomical characteristics. *Journal of Structural Biology*, 148, 11–21. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jsb.2004.05.001>
- Sydor, M., Pinkowski, G., Kučerka, M., Kminiak, R., Antov, P., & Rogoziński, T. (2022). Indentation hardness and elastic recovery of some hardwood species. *Applied Sciences*, 12, 5049. DOI: <https://doi.org/10.3390/app12105049>
- Widehammar, S. (2004). Stress-strain relationships for spruce wood: Influence of strain rate, moisture content and loading direction. *Experimental Mechanics*, 44(1), 44–48. DOI: <https://doi.org/10.1177/0014485104039748>
- Zauner, M., Stampanoni, M., & Niemez, P. (2016). Failure and failure mechanisms of wood during longitudinal compression monitored by synchrotron micro-computed tomography. *Holz-forschung*, 70(2), 179–185. DOI: <https://doi.org/10.1515/hf-2014-0225>

