

Ю.И. ГОЛОВИН, А.И. ТЮРИН, Д.Ю. ГОЛОВИН, А.А. САМОДУРОВ, И.А. ВАСЮКОВА

# НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ КАК СРЕДСТВО ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ ДЕНДРОХРОНОЛОГИИ \*

**Ключевые слова:** наноиндентирование, твердость, модуль Юнга, годовые кольца роста древесины.

Традиционно дендрохронология и дендроклиматология для датировки событий и климатических условий в прошлом использует в основном методы оптической микроскопии, проводя анализ размеров колец годичного прироста, особенностей клеточной структуры [1–3], внутрикольцевых слоев [4–6], а также вариаций толщины клеточных стенок [7], иногда дополняя их рентгеновской микроденситометрией [8]. Эти методы имеют низкое пространственное разрешение и ряд других ограничений, поскольку опираются, в основном, на оптические характеристики клеточной структуры древесины и ее плотность. Высокоразрешающая характеристика других физических свойств исследуемых образцов может существенно повысить информативность исследования.

В работе предложено расширить возможности дендрохронологии и дендроклиматологии путем применения неразрушающего метода непрерывной наноиндентометрии [9–11], способного регистрировать изменения механических свойств материалов с пространственным разрешением до единиц нм. На приборе Triboindenter TI-950 (Hysitron) определяли нано/микротвердость  $H$  и модуль Юнга  $E$  посредством внедрения в торцевой срез трехгранного алмазного индентора Берковича с эквивалентным радиусом в вершине около 50 нм. При этом регистрировали диаграмму нагружения в координатах  $P-h$ , где  $P$  – мгновенное значение приложенной к индентору нагрузки,  $h$  – текущая глубина его погружения в материал. Дальнейшая обработка «сырых» данных по Оливеру – Фарру [12] позволяла извлечь из  $P-h$ -диаграммы локальные значения  $H$  и  $E$ . Обычно полученные данные усредняли по 5–10 отпечаткам. Максимальную нагрузку  $P_{\max}$  варьировали в пределах от 100 мкН до 2 мН. Максимальная глубина отпечатков при этом менялась от 100 нм до 2.2 мкм. При наименьшей нагрузке пространственный шаг измерений составлял 1–2 мкм, а при наибольшей – 10–20 мкм. Это позволяло проводить измерения  $H$  и  $E$  с пространственным разрешением 2–20 мкм, соответствующим примерно одним суткам активного роста в летний период. При необходимости разрешение может быть увеличено еще примерно на порядок величины, что дает возможность измерять распределение  $H$  и  $E$  внутри единичных клеток древесины и их стенок.

На рис. 1 показаны радиальные зависимости  $H$  и  $E$  от расстояния  $r$  вдоль радиуса ствола дерева и друг от друга. Заметим, что, несмотря на различия в условиях роста и толщине годичных колец, генеральная зависимость повторяется в каждом кольце: к концу сезона роста твердость и модуль Юнга увеличиваются при-

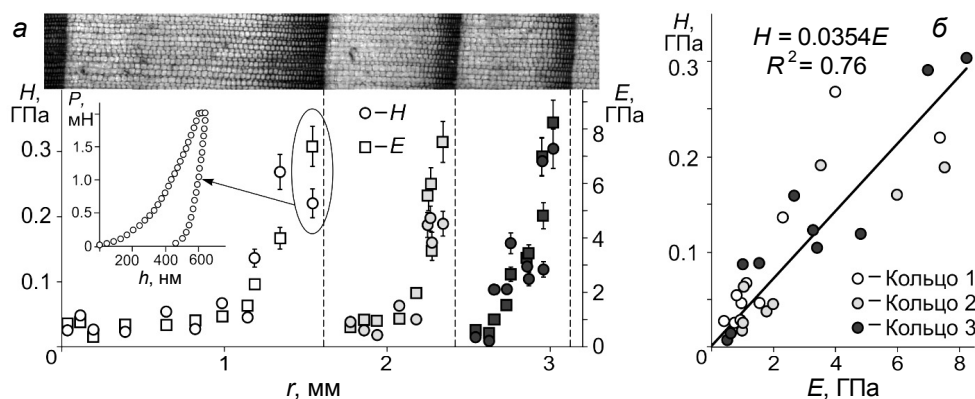


Рис. 1. Зависимость твердости  $H$  и модуля Юнга  $E$  от расстояния  $r$  поперек годовых колец (а) и зависимость  $H$  от  $E$  для трех последовательных годовых колец (1, 2 и 3) (б), полученные при наноиндентировании древесины (сухая сосна). Направление внедрения индентора: вдоль волокон. На (а) сверху показана структура годовых колец роста, а на вставке –  $P-h$ -диаграмма для точки при  $r = 1.54$  мм и  $P_{\max} = 2$  мН

\* Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, грант № 20-19-00602 (разработка аналитических и компьютерных моделей, проведение эксперимента и обработка данных по определению теплофизических характеристик), и гранта ТГУ им. Г.Р. Державина (изготовление и отладка оригинального пилотного прибора и определение физико-механических свойств) с привлечением оборудования НИИ «НТ и НМ» и ЦКП ТГУ им. Г.Р. Державина.

мерно на порядок величины. Это означает, что твердость и прочность древесины в макрошкале определяются в гораздо большей степени условиями в конце сезона роста, нежели в начале. Из приведенных результатов следует, что высокоразрешающие измерения  $H$  и  $E$  очень перспективны для описания климатических и экологических условий, существовавших в прошлом, в дополнение к традиционному анализу размеров, морфологии и клеточной структуры годовых колец роста и внутрикольцевых слоев, а также вариаций толщины клеточных стенок.

Регистрация и анализ радиальных распределений  $H$  и  $E$  могут существенно дополнить данные традиционных методов, сделав дендрохронологию более информативной и полностью объективной. При этом достижимое латеральное разрешение  $\sim 100$  нм, а в нормальном направлении – на порядок выше, дает возможность уточнять хронологию и оценивать климатические условия не с точностью до года, как в традиционных методах, а с точностью до недель или даже суток. Кроме того, высокое разрешение метода позволяет исследовать механические свойства отдельных клеток, клеточных стенок и других элементов их структуры, формируя фундаментальный базис понимания природы макропрочности древесных материалов и композитов, армированных волокнами природного и синтетического происхождения.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Schweingruber F.H., Eckstein D., Serre-Bachet F., and Bräker O.U. // *Dendrochronologia*. – 1990. – V. 8. – P. 9–38.
2. Тишин Д.В., Чижикова Н.А. Дендрохронология. – Казань: Казанский госуниверситет, 2018. – 34 с.
3. Gebregeorgis G., Robertson I., Koprowski M., et al. // *E. Int. J. Biometeorology*. – 2020. – V. 64. – P. 739–753.
4. De Micco V., Campelo F., De Luis M., et al. // *IAWA J.* – 2016. – V. 37(2). – P. 232–259.
5. George J.-P., Grabner M., Campelo F., et al. // *Sci. Total Environment*. – 2019. – V. 660. – P. 631–643.
6. Pumijumnong N. and Palakit K. // *Environment and Natural Resources J.* – 2020. – V. 18(3). – P. 234–248.
7. Vaganov E.A., Babushkina E.A., Belokopytova L.V., and Zhirnova D.F. // *PLoS ONE*. – 2020. – V. 15(5). – Art. No. 0233106.
8. Jacquin P., Fleur Longuetaud F., Leban J.-M., and Mothe F. // *Dendrochronologia*. – 2017. – V. 42. – P. 42–50.
9. Головин Ю.И. // *ФТТ*. – 2021. – Т. 62. – Вып. 1. – С. 5–38.
10. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. – М.: Машиностроение, 2009. – 312 с.
11. *Handbook of Nanoindentation with Biological Applications* / ed. M.L. Oyen. – Pan Stanford Publish. Pte. Ltd., 2011. – 359 p.
12. Oliver W.C. and Pharr G.M. // *J. Mater. Res.* – 2004. – V. 19. – No. 1. – P. 3–20.

Поступило в редакцию 18.09.2020.

НИИ «Нанотехнологии и наноматериалы» ТГУ им. Г.Р. Державина, г. Тамбов, Россия

**Головин** Юрий Иванович, заслуженный деятель науки РФ, д.ф.-м.н., профессор, директор НИИ «НТиНМ» ТГУ им. Г.Р. Державина, e-mail: yugolovin@yandex.ru;

**Тюрин** Александр Иванович, к.ф.-м.н., доцент, зам. директора по НИР НИИ «НТиНМ» ТГУ им. Г.Р. Державина, e-mail: tyurin@tsu.tmb.ru;

**Головин** Дмитрий Юрьевич, к.т.н., науч. сотр. «НТиНМ» ТГУ им. Г.Р. Державина, e-mail: tarlin@yandex.ru;

**Самодуров** Александр Алексеевич, к.ф.-м.н., науч. сотр. НИИ «НТиНМ» ТГУ им. Г.Р. Державина, e-mail: samsasha@yandex.ru;

**Васюкова** Инна Анатольевна, к.б.н., науч. сотр. НИИ «НТиНМ» ТГУ им. Г.Р. Державина, e-mail: vasyukovaia@gmail.com.