

УДК678.046.52:674.048

А. Б. Невзорова, В. В. Макеев, В. И. Врублевская
Белорусский государственный университет транспорта

КОНТРОЛЬ СТЕПЕНИ ЗАПОЛНЕНИЯ ПОЛОСТЕЙ ДРЕВЕСИНЫ МЕТОДОМ КОНФОКАЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ

Целью данной работы является изучение возможности использования конфокальной микроскопии для контроля заполнения полостей капиллярно-сосудистой структуры древесного вкладыша масляным модификатором по глубине.

Испытания проводили с тремя партиями образцов из древесины березы. Образцы пропитывали: из первой партии – методом горячей ванны при температуре $130 \pm 5^\circ\text{C}$; из второй – методом термоконтрастных ванн при температурах $130 \pm 5^\circ\text{C}$ и $20 \pm 5^\circ\text{C}$. Третья партия – контрольные образцы для определения влажности древесины перед пропиткой. Оценку равномерности и глубину заполнения полостей капиллярно-сосудистой структуры древесины изучали с помощью оптической и конфокальной (лазерной) микроскопии на микроскопе Olympus LEXT ols 3000 по поверхности и глубине $1/3$ и $1/2$ толщины образцов по известной методике. По величине среднего отклонения профиля, полученного компьютерным анализом сечений исследуемых поверхностей, установлены параметры неравномерности заполнения модификатором древесного образца по толщине волокна в зависимости от способа пропитки. Для расчета степени заполнения древесины модификатором предложена математическая зависимость, учитывающая кинетику изменения влажности древесины при высокотемпературной пропитке.

Предложенный метод контроля заполнения структуры древесины модификатором на основе применения конфокальной микроскопии может быть использован для определения фактической степени заполнения капиллярно-сосудистой структуры древесных вкладышей и других деталей древесины независимо от способа пропитки.

Ключевые слова: древесина, пропитка, модификатор, степень заполнения, конфокальная микроскопия.

A. B. Nevzorova, V. V. Makeev, V. I. Vrublevskaia
Belarusian State University of Transport

METHOD CONFOCAL MICROSCOPY TO CONTROL THE DEGREE OF FILLING OF THE CAVITIES OF THE WOOD

This paper aims to show how confocal microscopy can be useful for control the filling of the cavities of the capillary-vascular structure of the wood liner with an oil modifier in depth.

The tests were carried out with three batches of birch wood samples. Samples were soaked: from the first batch – by the method of a hot bath at a temperature of $130 \pm 5^\circ\text{C}$ from the second – by the method of thermo contrast baths at operation $130 \pm 5^\circ\text{C}$ and $20 \pm 5^\circ\text{C}$; in the third batch – control samples for determining the moisture content of the wood prior to drilling. The estimation of uniformity and depth of filling of cavities of capillary-vascular structure of wood was studied with the help of optical and confocal (laser) microscopy on Olympus LEXT ols 3000 microscope on the surface and depth of $1/3$ and $1/2$ thickness of samples according to the known technique. According to the value of the average deviation of the profile, the level of computer analysis, the set parameters of non-uniformity of filling wood modifier through the thickness of the sample depending on the method of impregnation. To calculate the degree of filling of wood with a modifier, a mathematic dependence was proposed, which takes into account the kinetics of changes in wood moisture during high-temperature impregnation.

The proposed method of controlling the filling of structures based on the use of confocal microscopy can be used to determine the actual degree of filling of the capillary-vascular structure of wood raw materials and materials.

Key words: wood, impregnation, modifier, degree of filling, confocal microscopy.

Введение. Важнейшими параметрами, определяющими качество пропитки древесины, осуществляемой различными способами [1], являются глубина пропитки и полнота заполнения полостей капиллярно-сосудистой системы

образцов модификатором (пропитывающим веществом) [2–4].

Одним из документов, определяющих методы контроля качества пропитки, является ГОСТ 20022.6-93 [5]. Согласно стандарту, глу-

бина пропитки оценивается на основе линейных измерений глубины модифицированного слоя по окраске модификатором цилиндрических древесных образцов, полученных полым буром. Недостатком такого метода является невозможность оценки действительного наполнения капиллярно-сосудистой системы древесины модификатором, так как он может лишь смочить (окрасить) древесные волокна, не заполнив внутренний объем полостей образца.

Для вычисления общего поглощения модификатора на 1 м^3 древесины вне зависимости от типа пропитки, стандарт определяет применение следующей формулы:

$$q = \frac{m_1 - m}{V}, \quad (1)$$

где m – масса изделий до пропитки, кг;

m_1 – масса изделий после пропитки, кг;

V – объем пропитываемого образца.

В работах [4, 6, 7] предлагается определение степени пропитки как отношение массы модификатора m_m , введенного в древесину, к массе заготовки до пропитки:

$$i = \frac{m_m}{m}. \quad (2)$$

Альтернативное определение степени наполнения предложено в [8]. Оно заключается в оценке отношения объема модификатора V_m , введенного в древесину, к объему ее сосудов и капилляров V_k (внутреннему объему):

$$i = \frac{V_m}{V_k}. \quad (3)$$

В этом случае степень наполнения выражает долю занятого модификатором внутреннего объема древесины и не зависит от его плотности. Предложенные для расчета степени наполнения формулы, обладая очевидными достоинствами, не учитывают уменьшение объема и массы древесных вкладышей за счет снижения содержания в них гигроскопической влаги при высокотемпературной пропитке, а в случае применения водорастворимых модификаторов не учитывается изменение объема V древесной заготовки за счет изменения ее влажности.

В настоящее время стали применяться более точные методы при изучении модифицирования древесины [9, 10].

Цель данной работы – изучить возможность использования конфокальной микроскопии для контроля степени заполнения по глубине полостей капиллярно-сосудистой структуры древесного вкладыша масляным модификатором после высокотемпературной пропитки. Для этого необходимо разработать методику кон-

троля заполнения объема капиллярно-сосудистой системы древесины масляным модификатором (М) на основании применения конфокальной микроскопии; предложить аналитическое решение задачи по расчету степени наполнения древесины модификатором, учитывающее изменение влажности заготовки при высокотемпературной пропитке.

Объекты и методы исследования. Для проведения испытаний подготовлены три партии образцов нормализованной влажностью 12%. В первой партии находились образцы, пропитанные по способу горячей ванны при температуре $t = 130 \pm 5^\circ\text{C}$. Во второй партии – образцы, пропитанные в условиях термоконтрастного воздействия при температуре $t = 130 \pm 5^\circ\text{C}$ в горячей ванне и $t = 20 \pm 5^\circ\text{C}$ в ванне охлаждения. В третьей партии находились контрольные образцы древесины, по которым определялась их влажность перед пропиткой.

На образцах из первой и второй партий после проведения пропитки были выполнены срезы на разной глубине вдоль волокон (рис. 1). Срезы для микроскопических исследований выполнялись по методике, описанной в [9].

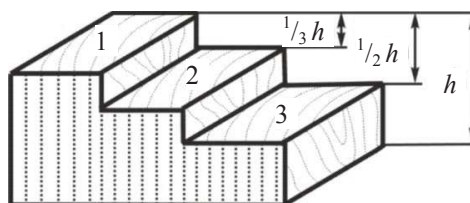


Рис. 1. Схема расположения поверхностей по глубине образца для оценки степени пропитки методом конфокальной микроскопии

Исследование заполнения и изменения степени наполнения i капиллярно-сосудистой системы древесины М проводилось весовым методом на лабораторных электронных весах ВСТ-600/10. Относительная влажность древесины, согласно ГОСТ 16483.7-71, измерялась весовым методом с точностью до 0,1% при сушке контрольных образцов из третьей партии в термошкафу при температуре $t = 130 \pm 5^\circ\text{C}$. Температура М в пропиточных ваннах контролировалась ртутным термометром ТЛ-2 (ТУ 25-2021.003-88). Глубину пропитки определяли не позднее чем через 2 ч после пропитки образца.

Микроструктура древесины исследовалась с применением оптической и конфокальной (лазерной) микроскопии на микроскопе Olympus LEXTols 3000.

Основная часть. 1. Методика контроля заполнения объема полостей капиллярно-сосудистой системы древесины модификато-

ром с применением конфокальной микроскопии. В результате сканирования образца лазерным лучом создается объемная поверхность, анализ которой позволяет увидеть пустоты в капиллярно-сосудистой системе, не заполненные модификатором. На рис. 2 и 3 представлены результаты анализа поперечных сечений по глубине полученных поверхностей.

Равномерность заполнения полостей капиллярно-сосудистой системы древесного образца модификатором предложено оценивать по величине среднего отклонения профиля, полученного при компьютерном анализе виртуальных поперечных «сечений» полученной поверхности.

Сканирование поверхности вдоль волокон позволило установить (обнаружить) эффект уменьшения (неравномерность отклонения) усредненного профиля вдоль волокон по толщине образца.

Наблюдаемый градиент уменьшения шероховатости профиля по длине сканирования объясняется более полным насыщением (пропиткой) образцов, пропитанных в условиях термokonтрастного воздействия по сравнению с образцами, пропитанными по способу горячей ванны.

Анализ микроструктур поверхностей (рис. 2 и 3) показал, что капиллярно-сосудистая система неравномерно заполнена модификатором по толщине образца вдоль волокон: внешний слой (наружный) менее насыщен M по сравнению со слоями, расположенными на глубине $1/3h$ и $1/2h$ толщины. Для древесины, пропитанной по способу горячей ванны, отклонение профиля микроструктуры на поверхности, на глубине $1/3h$ и $1/2h$ толщины составляет соответственно 140 ± 5 мкм, 90 ± 5 мкм, 40 ± 5 мкм, а пропитанной в условиях термokonтрастного воздействия – 60 ± 5 мкм, 30 ± 5 мкм, 30 ± 5 мкм. Окраска образцов на срезе вдоль волокон была однородной независимо от способа пропитки.

Таким образом, выполняя необходимое количество срезов по глубине образца вдоль волокон и анализируя их профиль методом конфокальной микроскопии, появляется возможность изучить степень заполнения древесного образца в масштабе нескольких микрометров и определить действительное заполнение капиллярно-сосудистой системы модификатором.

2. *Формула для расчета степени наполнения древесины модификатором, учитывающая изменение влажности заготовки при высокотемпературной пропитке.* Оптимальной влажностью для пропитки древесных материалов является влажность в пределах 12–20%. Колебания влажности окружающей среды влияют на содержание влаги в древесине, при этом может

незначительно изменяться ее объем в зависимости от процессов десорбции (усушки) или абсорбции (разбухания). Процесс пропитки, описанный выше, проходил при атмосферном давлении, и одновременно с процессом модифицирования имело место удаление из древесных образцов гигроскопической влаги. Поэтому процесс пропитки проводился до тех пор, пока масса образцов после пропитки модификатором не становилась постоянной. Это свидетельствовало о полном удалении влаги из древесины и завершении процесса пропитки.

При расчете степени наполнения древесины модификатором известными являются следующие величины: m_{ow} – масса образца влажностью W до пропитки; m_{ow} – масса пропитанного образца; ρ_m – плотность модификатора; плотность древесинного вещества $\rho_{д.в} = 1,54$ г/см³; W – влажность древесного образца; его геометрические размеры.

Степень наполнения рассчитывается по формуле

$$i = \frac{V_m}{V_{ксс}} \cdot 100\%, \quad (4)$$

где V_m – объем введенного в древесину модификатора; $V_{ксс}$ – объем полостей капиллярно-сосудистой системы образца.

Объем введенного в древесину модификатора определяется из отношения

$$V_m = \frac{m_m}{\rho_m} = \frac{m_{o.m} - (m_{ow} - m_{H_2O})}{\rho_m}, \quad (5)$$

где m_m – масса введенного в древесину модификатора; m_{H_2O} – масса гигроскопической влаги, удаленной из древесины.

Массу гигроскопической влаги можно определить высушиванием контрольного образца в термoшкафу до стабилизации его массы. Разность массы образца до и после сушки определяет массу удаленной влаги. Химически связанная влага не удаляется из древесины конвекционной сушкой.

Объем полостей капиллярно-сосудистой системы древесного образца определяется разностью объема образца V_o и объема древесинного вещества $V_{д.в}$ при влажности W :

$$V_{ксс} = V_o - V_{д.в} = V_o - \frac{m_{ow}}{\rho_{д.в}} = \frac{V_o \rho_{д.в} - m_{ow}}{\rho_{д.в}}. \quad (6)$$

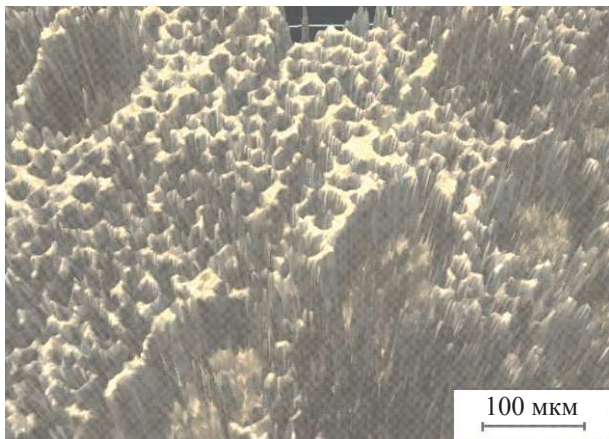
Подставляя выражения (2) и (3) в (1), получаем формулу для расчета степени наполнения, которая учитывает изменение влажности древесного образца при высокотемпературной пропитке:

$$i = \frac{(m_{o.m} - (m_{ow} - m_{H_2O}))\rho_{д.в.}}{\rho_M(V_o\rho_{д.в.} - m_{ow})} \cdot 100\%. \quad (7)$$

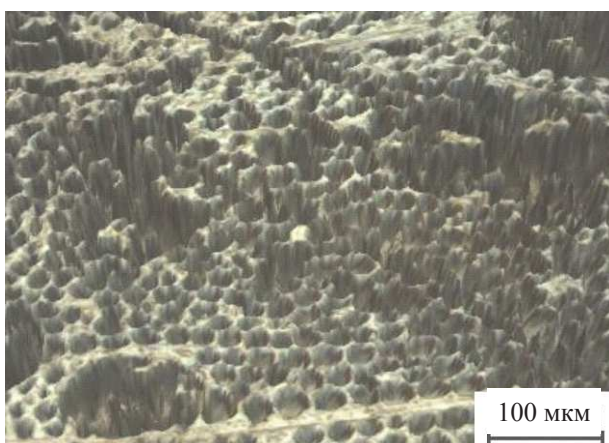
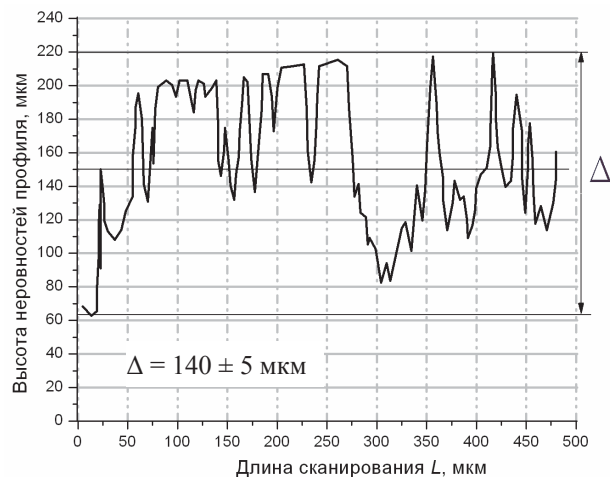
При пропитке без нагрева масса древесного образца не будет уменьшаться за счет удаления

гигроскопической влаги, а выражение (7) примет вид

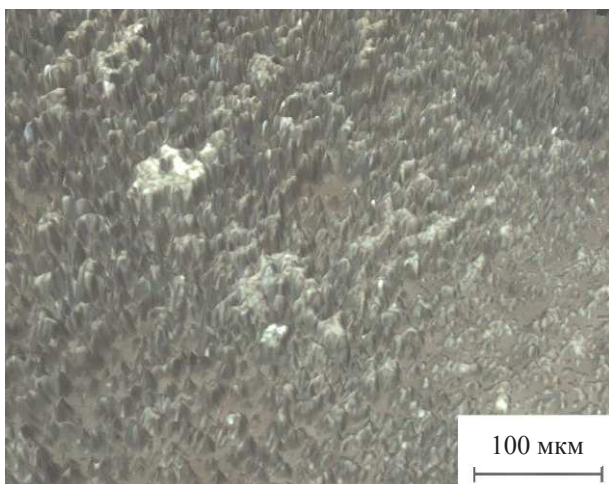
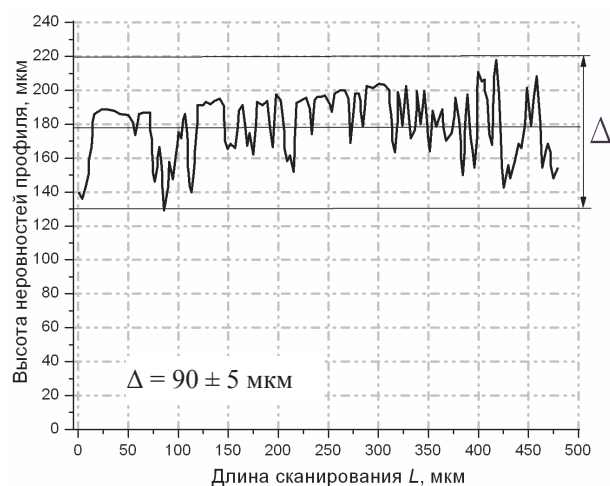
$$i = \frac{(m_{o.m} - m_w)\rho_{д.в.}}{\rho_M(V_o\rho_{д.в.} - m_{ow})} \cdot 100\%. \quad (8)$$



a



b



v

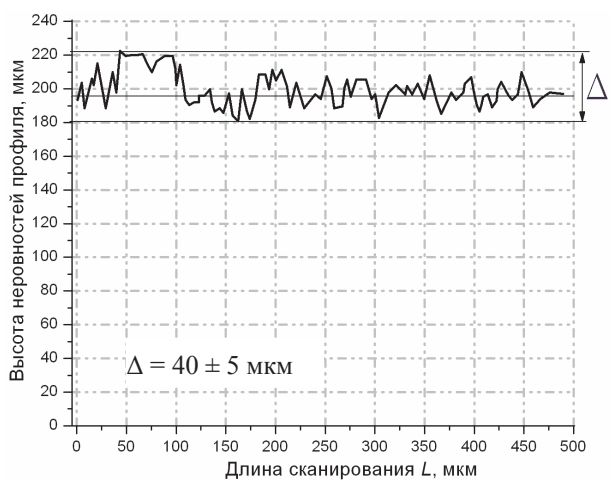
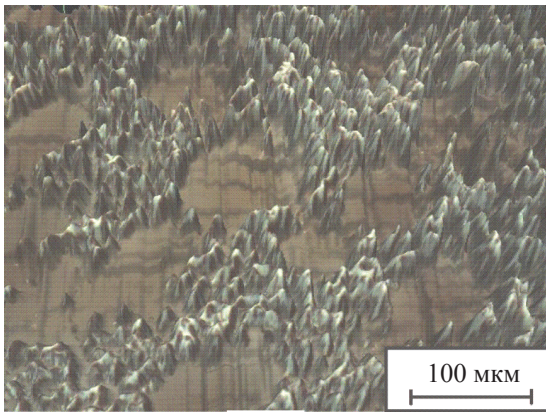
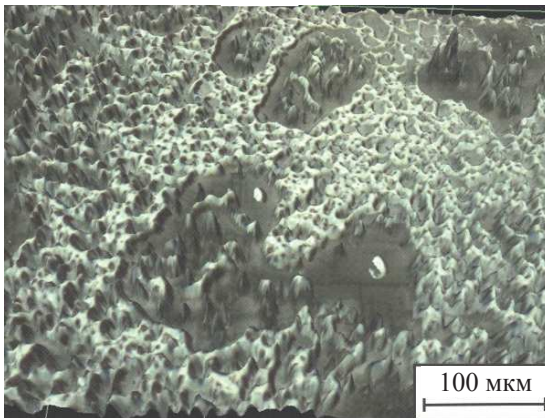
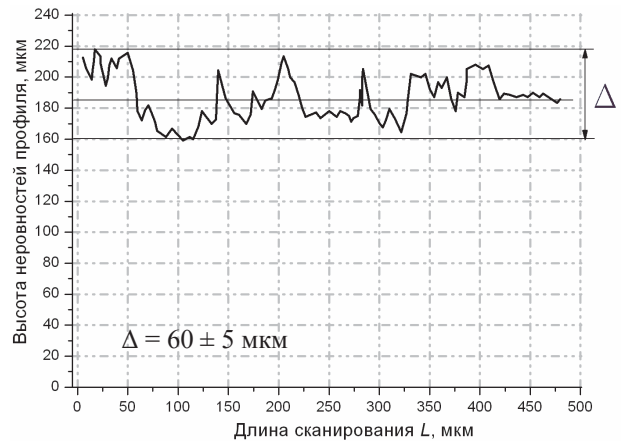


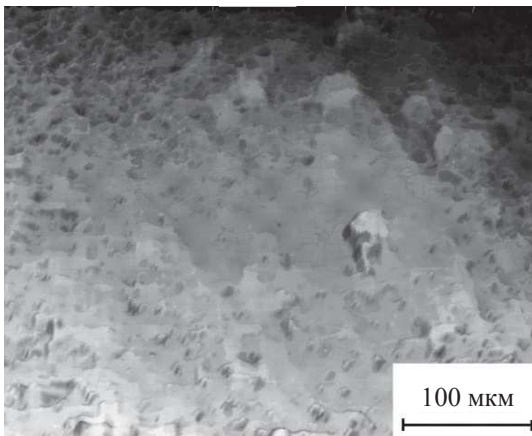
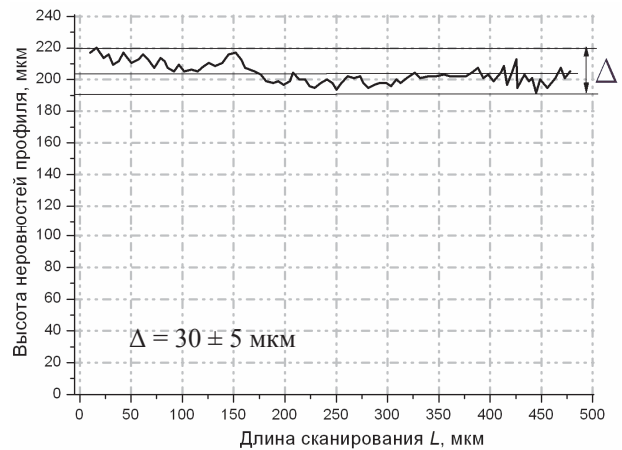
Рис. 2. Микроструктура и усредненный профиль древесины на поверхности образца h (*a*), на глубине $1/3h$ (*b*) и на $1/2h$ образца (*v*), пропитанного по способу горячей ванны



a



б



в

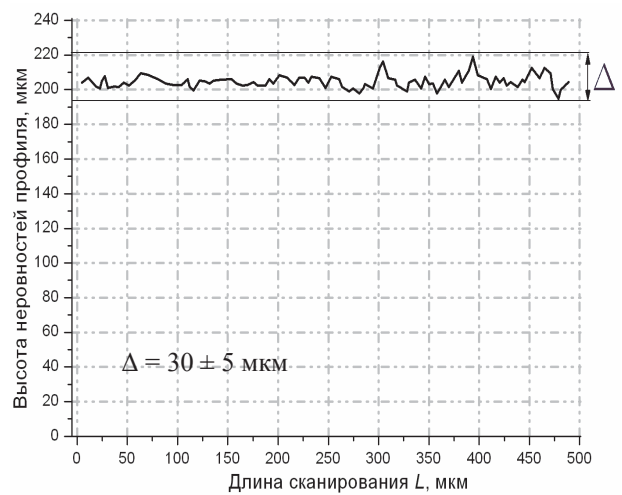


Рис. 3. Микроструктура и усредненный профиль древесины на поверхности образца *h* (*a*), на глубине $1/3h$ (*б*) и на $1/2h$ образца (*в*), пропитанного в условиях термоконтрастного воздействия

Вывод. На основе разработанной методики контроля заполнения древесины модификатором по сканированию поверхности вдоль волокон с применением конфокальной микроскопии предложен метод расчета степени наполнения древесного образца, основанный на количественном анализе объемов заполненных полостей капиллярно-сосудистой системы древесины с учетом кинетики изменения ее влажности во

время пропитки. Исследования показали, что наиболее полное и равномерное насыщение древесины модификатором реализуется при использовании метода термоконтрастного воздействия. Полученные результаты могут использоваться на практике при контроле равномерности и качества пропитки древесных изделий, где предъявляются повышенные требования к качеству.

Литература

1. Пятякон В. И., Соколова В. А. Эффективность способов пропитки древесины // Вестник КрасГАУ. 2011. № 5. С. 159–163.
2. Кошелева Н. А., Шейкман Д. В. Исследование процесса пропитки полимерами при модификации малоценных пород древесины // Вестник технологического университета. 2015. Т. 18. № 14. С. 126–130.
3. Hill C. A. S. Wood Modification: Chemical, Thermal and Other Processes (Chichester: John Wiley & Sons), 2006.
4. Анненков В. Ф. Древесно-полимерные материалы и технология их получения. М.: Лесная пром-сть, 1974. 87 с.
5. Защита древесины. Способы пропитки: ГОСТ 20022.6-93. Введ. 1995-01-01. М.: Стандартинформ, 1995.
6. Врублевская В. И. Триботехнические характеристики древесины и научные основы создания и применения антифрикционных самосмазывающихся древесно-полимерных материалов: дис. ... докт. техн. наук. Л., 1987. 385 с.
7. Федоров Н. И., Ярмлович В. А. Лесная фитопатология. Лабораторный практикум. Минск: БГТУ, 2005. 448 с.
8. Родненков В. Г., Купчинов Б. И. К вопросу об определении степени наполнения модифицированной древесины // Весті академії наук БССР. Сер. фізика-технічних наук. 1984. № 2. С. 33–37.
9. Study of the transverse liquid flow paths in pine and spruce using scanning electron microscopy / T. Olsson [et al.] // Journal of Wood Science, 2001. Vol. 47. P. 282–288.
10. Lande S. Development of chemometric models based on near infrared spectroscopy and thermogravimetric analysis for predicting the treatment level of furfurylated Scots pine. Wood Science Technology. 2008. Vol. 21. P. 210–216.

References

1. Patyacon V. I., Sokolov V. A. The Effectiveness of methods of wood treatment. *Vestnik KrasGAU* [Bulletin of KrasGAU], 2011, no. 5, pp. 159–163 (In Russian).
2. Kosheleva N. A., Sheykman D. V. Study of the process of impregnation with polymers in the modification of low-value wood species. *Vestnik tekhnologicheskogo universiteta* [Bulletin of technological university], 2015, vol. 18, no. 14, pp. 126–130 (In Russian).
3. Hill C. A. S. Wood Modification. *Chemical, Thermal and Other Processes* (Chichester: John Wiley & Sons), 2006.
4. Annenkov V. F. *Drevesno-polimernyye materialy i tekhnologiya ikh polucheniya* [Wood-polymer materials and technology of their production]. Moscow, Lesnaya prom-st' Publ., 1974. 87 p.
5. GOST 20022.6-93. Wood protection. Methods of impregnation. Wood protection. The ways of impregnation. Moscow, Standartintorm Publ., 1995 (In Russian).
6. Vrublevskaya V. I. *Tribotekhnicheskiye kharakteristiki drevesiny i nauchnyye osnovy sozdaniya i primeneniya antifriktsionnykh samosmazyvayushchikhsya drevesno-polimernykh materialov. Dis. dokt. tekhn. nauk* [Tribotechnical characteristics of wood and scientific bases of creation and application of anti-friction self-lubricating wood-polymeric materials. Doct. Diss.]. Leningrad, 1987. 385 p.
7. Fedorov N. I., Yarmolovich V. A. *Lesnaya fitopatologiya* [Forest Phytopatology]. Minsk, BSTU, Publ., 2005.
8. Rodnenkov V. G., Kupchinov B. I. On the question of determining the degree of filling of modified wood. *Vesti Akademii nauk BSSR* [Bulletin Academy of Sciences of the BSSR], 1984, no. 2, Physical and Technical Science, pp. 33–37 (In Russian).
9. Olsson T., Megnis M., Varna J., Lindberg H. Study of the transverse liquid flow paths in pine and spruce using scanning electron microscopy. *Journal of Wood Science*. 2001, vol. 47, pp. 282–288.
10. Lande S. Development of chemometric models based on near infrared spectroscopy and thermogravimetric analysis for predicting the treatment level of furfur. *Wood Science Technology*. 2008, vol. 21, pp. 210–216.

Информация об авторах

Невзорова Алла Брониславовна – доктор технических наук, профессор кафедры «Экология и энергоэффективность в техносфере». Белорусский государственный университет транспорта. (34, ул. Кирова, 246653, г. Гомель, Республика Беларусь). E-mail: anevzorova@bsut.by

Макеев Вячеслав Валерьевич – кандидат технических наук, заведующий отделом экологической безопасности и энергосбережения на транспорте ИЦ ЖД «СЕКО». Белорусский государственный университет транспорта (34, ул. Кирова, 246653, г. Гомель, Республика Беларусь). E-mail: 250882@inbox.ru

Врублевская Валентина Ивановна – доктор технических наук, профессор кафедры «Детали машин, подъемные и строительные машины». Белорусский государственный университет транспорта (34, ул. Кирова, 246653, г. Гомель, Республика Беларусь). E-mail: anevzorova@mail.ru

Information about the authors

Nevzorova Alla Bronislavovna – DSc (Engineering), Professor, the Department of Ecology and Energy Efficiency of Technosphere. Belarusian State University of Transport (34, Kirova str., 246653, Gomel', Republic of Belarus). E-mail: anevzorova@bsut.by

Makeev Vyacheslav Valerievich – PhD (Engineering), Head of the Department of Environmental Safety and Energy Saving in Transport Research Center of the Railway "SECO". Belarusian State University of Transport (34, Kirova str., 246653, Gomel', Republic of Belarus). E-mail: 250882@inbox.ru

Vrublevskaya Valentina Ivanovna – DSc (Engineering), Professor, the Department of Machine Parts, Lifting and Construction Machines. Belarusian State University of Transport (34, Kirova str., 246653, Gomel', Republic of Belarus). E-mail: anevzorova@mail.ru

Поступила 28.02.2018