

METODOLOGICZNE ASPEKTY POMIARU TWARDOŚCI ZIARNIAKA KUKURYDZY

Gabriel Czachor, Jerzy Bohdziewicz

Instytut Inżynierii Rolniczej, Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu

Streszczenie. W pracy opisano modyfikowaną metodę pomiaru twardości wybranych fragmentów ziarniaka kukurydzy oznaczoną jako HV_R . Istotą tej metody jest test realizowany na maszynie typu Instron z wykorzystaniem wglębniaka Vickersa. Test składa się z czterech następujących po sobie faz z uwzględnieniem opróżnionej sprężystej reakcji tkanki. Badano twardość skrajnych ze względu na cechy mechaniczne elementów budowy ziarniaka kukurydzy odmiany Labor, tj. okrywę owocowo-nasienną i zarodek. Na podstawie przeprowadzonych badań optymalizowano parametry testu z uwzględnieniem zróżnicowania anatomicznego i morfologicznego badanego obiektu. Ustalono następujące optymalne parametry testu: obciążenie zasadnicze 10 N, czas trwania fazy pełzania 300 s a czas fazy relaksacji 30 s.

Słowa kluczowe: twardość, okrywa, zarodek, ziarniak, kukurydza

Wprowadzenie

Pomiar twardości jest prostym, rozpowszechnionym testem wytrzymałościowym, umożliwiającym określenie stanu badanego materiału. W przypadku metali poprzez pomiar twardości w sposób pośredni można analizować ich strukturę, skład fazowy, także skutki przeprowadzonych obróbek technologicznych. Dla stali istnieją empirycznie potwierdzone tezy pozwalające określić zależności pomiędzy ich wytrzymałością a twardością (Blicharski, 2004).

W odniesieniu do materiału roślinnego pojęcie twardości kojarzone jest z różnymi cechami użytkowymi, umożliwiającymi między innymi ocenę stopnia dojrzałości owoców i warzyw, jakości uzyskiwanego produktu, podatności ziaren na uszkodzenia występujące podczas transportu i przechowywania (Frączek i in., 2003). Twardość ziarna najczęściej określa się w sposób pośredni metodami wskaźnikowymi, np. WHI – jako stosunek maksymalnego momentu skręcającego podczas rozdrabniania określonej masy ziarna do ilości uzyskanej mąki (Laskowski i in., 1999). Stosowane są też metody umożliwiające analizę pojedynczych ziarniaków. W urządzeniu typu SKCS w sposób zautomatyzowany określa się między innymi siłę kruszenia pojedynczego ziarniaka i jako wynik podaje się jego indeks twardości (Grundas, 2004). Dzięki takiej analizie możliwe jest przeprowadzenie

szybkiej oceny jednorodności partii ziarna. Jednakże stosowane metody nie pozwalają na określenie twardości wybranych fragmentów pojedynczego ziarniaka.

Istotą pomiaru twardości materiałów o budowie ciągłej i jednorodnej typu stal jest precyzyjny pomiar odkształcenia powstałego w warstwie wierzchniej testowanego materiału. Warunkiem poprawnego określenia wartości twardości, w szczególności wyznaczonej sposobami, Brinella i Vickersa jest wierne odwzorowanie kształtu penetratora w wytworzonym odcisku.

W przypadku pomiaru twardości ziarniaków zbóż ich złożony kształt, tekstura powierzchni a także opóźniona reakcja sprężysta tkanki ograniczają precyzję pomiaru wielkości odkształcenia. Mało przydatne są metody oparte na pomiarze odkształcenia rejestrowanego na powierzchni ziarniaka. Pewne perspektywy stwarza metoda opisana w pracy (Frączek i in., 2003). Istotą tej metody, oznaczonej jako RV jest pomiar głębokości odkształcenia plastycznego powstałego w wyniku działania wglębniaka zakończonego stożkiem o kącie wierzchołkowym 120° (metoda Rockwella). Twardość określono jako stosunek siły do powierzchni odcisku (metoda Vickersa) i przedstawiano w MPa.

Nawiązaniem do opisanej wyżej metody jest propozycja przedstawiona w opisie wynalazczym (330439, 1998), w której do określenia twardości cienkich powłok zaproponowano wykorzystanie wglębniaka Vickersa oraz pomiar przekątnych i głębokości odcisku. Zastosowanie wglębniaków w kształcie stożka lub ostrosłupa pozwala na zachowanie prawa podobieństwa, tzn., że w określonym przedziale obciążenia jego wielkość nie ma wpływu na wartość wyznaczonej twardości (Katarzyński i in., 1967).

Analiza publikacji, w których opisano wykorzystanie metody RV (Romański, 2002; Frączek, 2003; 2005) wskazuje, że pomiaru twardości dokonywano bez uwzględnienia fazy sprężystej reakcji tkanki ziarniaka rejestrowanej po zakończeniu fazy odciążania. Dlatego zaproponowano modyfikację metody RV oznaczoną jako HV_R , gdzie w trakcie jednego testu realizowane są wszystkie fazy pomiarowe, zgodnie z warunkami opisanymi w PN-EN ISO 6508-1:2002 oraz PN-EN ISO 6507-1:1999.

Celem publikacji było sprecyzowanie warunków realizacji testu pomiarowego w szczególności:

- wyznaczenie wpływu sprężystej reakcji tkanki ziarniaka na głębokość odcisku;
- wyznaczenie wpływu czasów trwania fazy pełzania na wielkość odkształcenia plastycznego;
- określenia wielkości obciążenia zapewniającego z jednej strony selektywny wybór strefy pomiaru, z drugiej – uzyskanie mierzalnego odkształcenia.

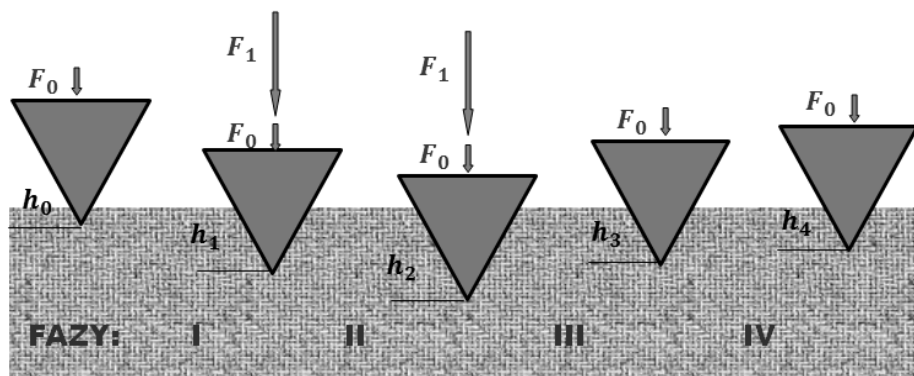
Metodyka

Badania realizowano w Laboratorium Agrofizyki Instytutu Inżynierii Rolniczej Uniwersytetu Przyrodniczego we Wrocławiu.

Obiektem badań były sezonowane przez rok ziarniaki kukurydzy odmiany Labor o zawartości wody $0,12 \text{ kg} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ sm}$. Partię ziarniaków osadzono przy pomocy kleju na twardym, równym podłożu stolika a część materiału badawczego została przecięta na pół i zalana w żywicy Duracryl, (producent SpofaDental, Czechy). Po utwardzeniu powierzch-

nie zgładów zostały wygładzone. Tak przygotowane próbki, zawierające po kilka ziarniaków, zostały poddane serii testów na maszynie wytrzymałościowej Instron 5566 z wykorzystaniem głowicy pomiarowej o zakresie do 100 N oraz zamocowanego w uchwycie wgłębnika Vickersa. Przesłanką do wykorzystania wgłębnika Vickersa była uniwersalność jego stosowania zarówno w pomiarach mikro- i makrotwardości, w zakresach obciążeń od 2 do 1000 N.

Próbki były osadzone w przyrządzie umożliwiającym precyzyjne ustalanie położenia w osi „x” i „y” z dokładnością 0,01 mm. Prędkość przemieszczania belki roboczej maszyny Instron ustalono na $0,01 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Dokładność położenia końcówki wgłębnika względem próbki wynosiła 0,001 mm. Oprogramowanie maszyny Instron 5566 umożliwiało realizację testu składającego się następujących po sobie faz, przedstawionych na rysunku 1.



Rysunek 1. Schematyczne przedstawienie przebiegu testu pomiarowego, gdzie: F_0 – obciążenie wstępne; F_1 – obciążenie zasadnicze; I – faza obciążania $F \rightarrow F_0 + F_1$; II – faza pełzania $F = F_0 + F_1 = \text{const}$; III – faza odciążania $F \rightarrow F_0$; IV – faza relaksacji $F = F_0 \rightarrow \text{min}$.

Figure 1. Schematic representation of the measurement test course, where: F_0 - initial load; F_1 - base load; I - load stage $F \rightarrow F_0 + F_1$; II - creeping stage $F = F_0 + F_1 = \text{const}$; III - unload stage $F \rightarrow F_0$; IV - relaxation stage $F = F_0 \rightarrow \text{min}$.

Przedziały czasowe, w których realizowano następujące fazy testu oznaczono:

- obciążanie, $\Theta_1 = t_1 - t_0$;
- pełzanie, $\Theta_2 = t_2 - t_1$;
- odciążanie, $\Theta_3 = t_3 - t_2$;
- relaksacja, $\Theta_4 = t_4 - t_3$.

Graniczne wartości wyznaczające czas trwania poszczególnych faz oznaczono jako: t_0 , t_1 , t_2 , t_3 , t_4 , natomiast głębokość odcisku: h_0 , h_1 , h_2 , h_3 , h_4 .

Twardość sposobem Vickersa określono zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1:1999 według następującego wzoru:

$$HV = 0,102 \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^{\circ}}{2}}{d^2} = 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

gdzie:

d – średnia arytmetyczna z wartości długości dwóch przekątnych odcisku, (mm);
 F – siła obciążająca, (N);

Po odpowiednich przeliczeniach twardość wg modyfikowanej metody Vickersa HV_R określono następująco:

$$HV_R = 0,003858 \frac{F}{\Delta h^2} \quad (2)$$

gdzie:

$\Delta h = h_4 - h_0$ (mm).

Jednostką twardości wg modyfikowanej metody Vickersa jest jednostka HV, określona zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1:1999.

Obciążenie wstępne F_0 ustalono na poziomie max 5% wartości obciążenia zasadniczego F_1 . Testowano próbki całych ziarniaków przy obciążeniach: 2N, 10N, 20N, 50N, czas fazy pelzania Θ_2 ustawiono na 300 s oraz 4000 s a czas fazy relaksacji Θ_4 – 30 s, 300 s. Po zakończeniu testów analizowano przebiegi zmian siły i odkształcenia w funkcji czasu i na tej podstawie wyznaczono wartości: h_0, h_1, h_2, h_3, h_4 . Następnie wyliczono wg wzoru (2) wartości twardości. Do porównania możliwego zakresu zmian wartości badanych cech wytypowano najbardziej skrajne elementy budowy ziarniaka, tj. najmocniejszy – okrywa owocowo-nasienne i najsłabszy – zarodek. Założono, że zastosowane w badaniach optymalne obciążenie $F_1=10$ N zapewniało selektywną reakcję wybranego fragmentu ziarniaka. Na podstawie wstępnych badań ustalono, że głębokości odcisków na powierzchni okrywy owocowo-nasiennej stanowią do 25% jej grubości. Pozwala to przypuszczać, że oddziaływanie wgnębienia Vickersa koncentruje się w okrywie i reakcja „podłoża”, czyli bielma nie jest istotna. W przypadku zarodka istotnym utrudnieniem jest jego wielkość, znacząco ograniczająca zakres stosowanego obciążenia. Mając na uwadze wyraźne różnice w budowie ziarniaka i otaczającej jej tkanki można przypuszczać, że reakcja tkanki ziarniaka na obciążenia skupi się w tej strefie. Pomiar twardości bielma stanowi temat odrębnego artykułu.

Dla wszystkich badanych cech dokonano po pięć powtórzeń pomiarów. Efekt sprężystej reakcji tkanki ziarniaka rejestrowano po zakończeniu fazy odciażania jako przyrost siły ΔF w funkcji czasu Θ_4 . Na tej podstawie sporządzono zależności $\Delta F = f(\Theta_4)$ i przedstawiono na rysunku 2. Wpływ czasu trwania fazy pelzania Θ_2 na wartości h_2 oraz HV_R przedstawiono na rysunku 3.

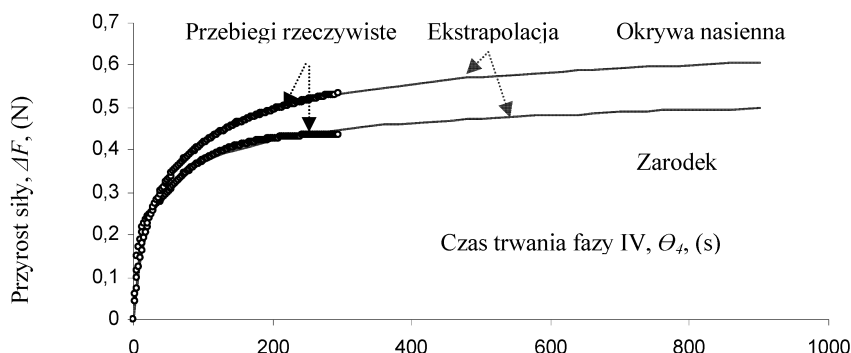
Uzyskane przebiegi ekstrapolowano, zgodnie z metodyką przedstawioną w pracach (Czachor, 2009, 2010) wykorzystując następujące równanie:

$$Y_i(t) = a \cdot \left[1 - \left(1 + b \cdot \Theta_i^c \right)^{-1} \right] \quad (3)$$

gdzie: zmienne zależne $Y_i = \Delta F, \Delta h_2, \Delta HV_R$; zmienne niezależne $\Theta_i = \Theta_2, \Theta_4$; parametry równania wyznaczone eksperymentalnie a, b, c . Uzyskane wyniki zostały poddane obróbce statystycznej z wykorzystaniem pakietu Statistica 10.

Wyniki

Na rysunku 2 przedstawiono efekt sprężystej reakcji tkanki ziarniaka, rejestrowanej jako przyrost siły ΔF w funkcji czasu Θ_4 .

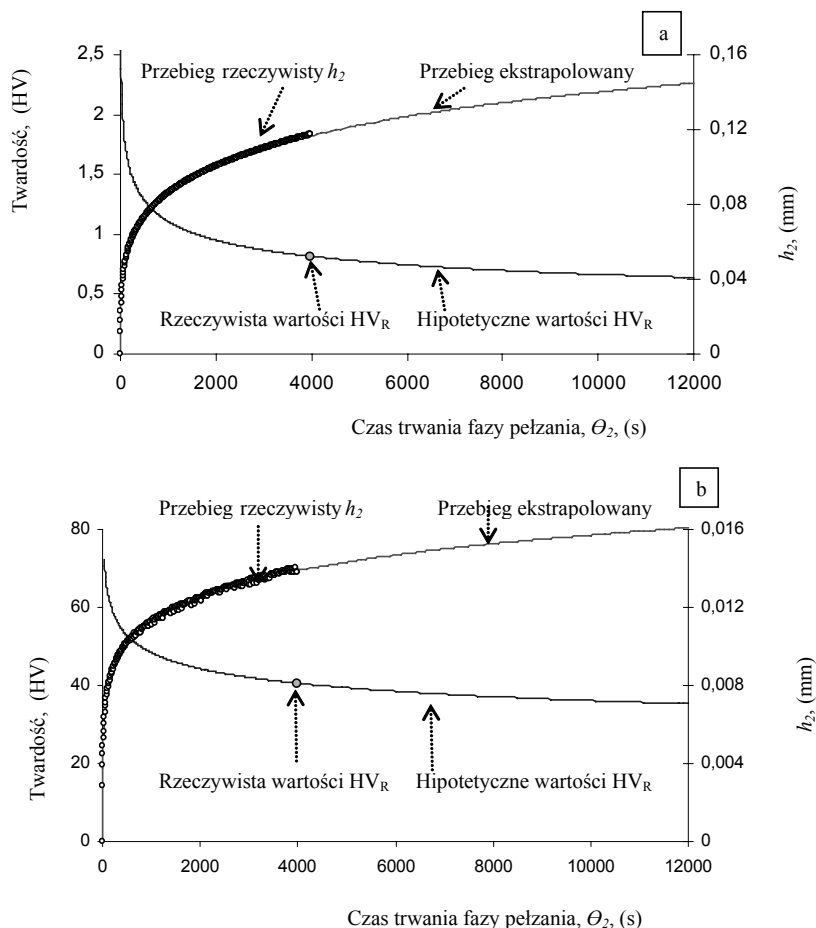


Rysunek 2. Przykładowe przebiegi zmian siły ΔF w czasie fazy relaksacji naprężeń, wyznaczone przy: $F_1 = 10 \text{ N}$, $\Theta_2 = 300 \text{ s}$,

Figure 2. Exemplary courses of force changes ΔF in the stress relaxation stage, determined at: $F_1 = 10 \text{ N}$, $\Theta_2 = 300 \text{ s}$,

Ekstrapolując przebiegi eksperymentalne ustalono graniczne wartości przyrostu siły ΔF możliwe do uzyskania po $\Theta_4 = 900 \text{ s}$. Przyjmując te wartości jako 100% określono względne przyrosty siły ΔF rejestrowane po czasie relaksacji $\Theta_4 = 30 \text{ s}$. Wynoszą one odpowiednio: dla zarodka $53,5 \pm 6,4\%$ oraz dla okrywy owocowo-nasiennej $43 \pm 4\%$. Można zakładać, że po czasie relaksacji $\Theta_4 = 30 \text{ s}$ energia potencjalna zdeformowanych fragmentów tkanek osłabnie o połowę wartości początkowej. Efektem rozprężania się tkanki jest zmniejszanie się wymiarów odcisku, skutkiem czego obliczone wartości twardości HV_R rosną. Stwierdzono, że różnice twardości określone dla głębokości h_3 oraz h_4 są istotne. Średnia wartość tych różnic wynosi $27,1 \pm 4,9\%$. Dlatego w dalszych rozważaniach twardość HV_R wyznaczano w oparciu o głębokość h_4 .

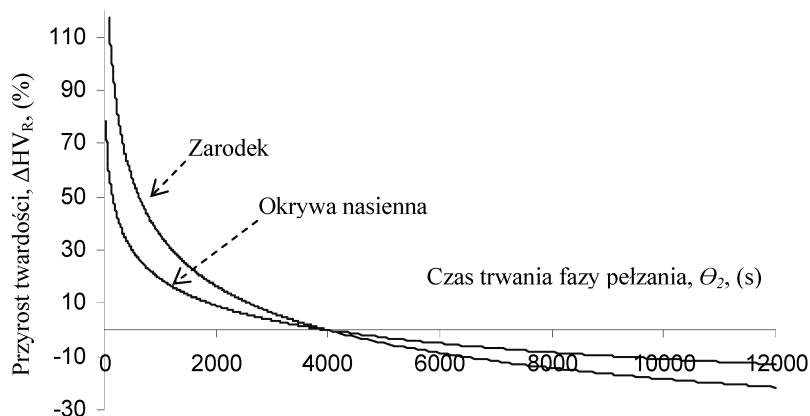
Celem określenia wpływu czasu trwania fazy pełzania na wartości h_2 oraz pośrednio na wartości twardości HV_R przeprowadzono testy, dla których ustalono $\Theta_2 = 4000 \text{ s}$. Czas ten znacznie wykracza poza wartości proponowane w innych pracach (Frączek i in., 2003; 2005). Wydłużenie okresu Θ_2 umożliwia precyzyjne prognozowanie zmian w znacznie dłuższym przedziale czasowym (Czachor, 2009; 2010). Na rysunku 3 zestawiono wyniki takiej analizy w odniesieniu do zarodka i okrywy owocowo-nasiennej. Prognozowano zmiany Δh_2 oraz wyliczono wartości ΔHR_V w przedziale od 4000 s do 12000 s. Przyjęto założenie, że w tym przedziale przebiegi faz odciążania oraz relaksacji są tożsame z przebiegami rejestrowanymi przy 4000 s. Na podstawie takiego założenia określono hipotetyczne przebiegi ΔHR_V .



Rysunek 3. Zestawienie wyników pomiarów h_2 oraz twardości HV_R w funkcji czasu Θ_2 :
 a – zarodek, b – okrywa nasienna; ziarniak Labor, $F_1 = 10\text{ N}$, $\Theta_2 = 4000\text{ s}$, $\Theta_4 = 30\text{ s}$
 Figure 3. The list of measurements h_2 and hardness HV_R as the function of time Θ_2 :
 a – seed, b – seed coat; Labor caryopsis, $F_1 = 10\text{ N}$, $\Theta_2 = 4000\text{ s}$, $\Theta_4 = 30\text{ s}$

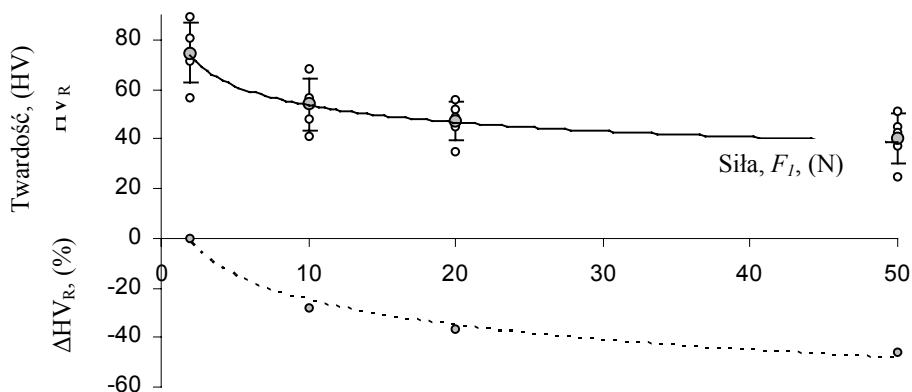
Wyliczone średnie wartości twardości według modyfikowanej metody Vickersa HV_R przy $\Theta_2 = 4000\text{ s}$ są następujące: zarodek – $0,8 \pm 0,23\text{ HV}$, okrywa owocowo-nasienna, $40,6 \pm 10,3\text{ HV}$. Przyjmując te wartości jako bazowe wyznaczono względne przyrosty ΔHV_R a wyniki przedstawiono na rysunku 4. Dla czasu pelzania $\Theta_2 = 300\text{ s}$ wartości ΔHV_R wzrosną odpowiednio: o 74% - zarodek oraz o 39% okrywa a dla $\Theta_2 = 900\text{ s}$ odpowiednio: 39% - zarodek oraz 21% - okrywa. Znaczące wydłużenie czasu do 12000 s skutkuje nieznacznym obniżeniem wartości ΔHV_R odpowiednio o 21% oraz 13%. Na podstawie przeprowadzonej analizy można rekomendować następujący czas trwania fazy pelzania: twarde fragmenty tkanki roślinnej, np. okrywa nasienna - $\Theta_2 = 300\text{ s}$, tkanki bardzo miękkie, np.

zarodek $\Theta_2 = 900$ s. Zróżnicowanie czasu trwania fazy pełzania od twardości badanego metalu znajduje swoje potwierdzenie w normach (PN-EN ISO 6506-1:2002; PN-EN ISO 6507-1:1999).



Rysunek 4. Względny hipotetyczny przyrost twardości ΔHV_R w funkcji czasu Θ_2
 Figure 4. Relative hypothetical increase of hardness ΔHV_R as the function of time Θ_2

Wpływ obciążenia F_1 na wartość wyznaczonej twardości HV_R okrywy ziarniaka przedstawiono na rysunku 5.



Rysunek 5. Zestawienie zmian twardości HV_R oraz względnego przyrostu twardości ΔHV_R w funkcji siły F_1 . Pomiar twardości okrywy ziarniaka przy $\Theta_2 = 300$ s oraz $\Theta_4 = 30$ s.
 Figure 5. The list of hardness HV_R and relative increase of hardness ΔHV_R as the function of force F_1 . Measurement of hardness of caryopsis coat at $\Theta_2 = 300$ s and $\Theta_4 = 30$ s.

Wpływ wielkości obciążenia F_I na wartość twardości HV_R można opisać równaniem:

$$HV_R = 84,4 \cdot F_I^{-0,2} \quad (4)$$

Największy spadek twardości HV_R notuje się przy zmianie obciążenia F_I z 2 N do 10 N, o około 28%. Dalsze zwiększanie obciążenia wywołuje mniejsze spadki HV_R , odpowiednio: zmiana F_I z 10 N do 20 N - o 9% oraz z 20 N do 50 N o -11%. Zwiększanie obciążenia powyżej 50 N prowadzi do kruszenia okrywy owocowo-nasiennej. Można zauważyć, że stabilizacja zmian twardości następuje przy 10 N. W przypadku pomiaru tak delikatnych tkanek jak zarodek obciążenie $F_I = 10$ N jest maksymalnym.

Podsumowanie

Istotą proponowanej metody pomiaru twardości ziarniaków kukurydzy HV_R jest pomiar głębokości odkształcenia wywołanego naciskiem penetratora Vickersa z uwzględnieniem opóźnionej sprężystej reakcji tkanki. Określenie wielkości tego odkształcenia wymaga realizacji testu składającego się z czterech kolejno następujących faz. Wyznaczenie wartości granicznych charakteryzujących poszczególne fazy z zadaną precyzją, możliwe jest między innymi na maszynie typu Instron.

Stwierdzono, że czas trwania fazy relaksacji $\Theta_1 = 30$ s zapewnia istotne obniżenie energii potencjalnej nagromadzonej w zdeformowanych fragmentach tkanek, skutkiem czego następuje stabilizacja geometryczna kształtu odcisku i tym samym stabilizuje się wartość twardości. Określono minimalny czas trwania fazy pełzania zapewniający uzyskanie odkształcenia wynoszącego co najmniej 60% wartości rejestrowanej przy czasie 4000 s. Dla tkanki miękkiej (zarodek) czas ten wynosi $\Theta_2 = 900$ s a dla twardej (okrywa nasiennej) $\Theta_2 = 300$ s. Zauważono, że obciążenie zasadnicze $F_I = 10$ N jest optymalnym ponieważ umożliwia selektywny pomiar twardości zadanych fragmentów ziarniaka kukurydzy z zapewnieniem dostatecznie wyraźnego odcisku. Większe wartości F_I prowadzą do naruszenia ciągłości badanych tkanek.

Określono twardość według modyfikowanej metody Vickersa HV_R dla zasadniczo odmiennych elementów budowy ziarniaka odmiany Labor, tj. okrywy owocowo-nasiennej - $40,6 \pm 10,3$ HV i zarodka - $0,8 \pm 0,23$ HV.

Literatura

- Blicharski, (2004). *Inżynieria materiałowa, stal*. Warszawa, WNT, ISDN 83-204-2995-1.
- Czachor, G. (2009). Modelowanie przebiegu pełzanie drewna buka. Weryfikacja przydatności modeli reologicznych. *Acta Agrophysica*, vol. 13(3), 615-626.
- Czachor, G. (2010). Modele relaksacji naprężeń w płytach pilśniowych zawierających komponent słomy. *Inżynieria Rolnicza*, 1(119), 105-114.
- Frączek, J. i inni. (2003). Standaryzacja metod pomiaru właściwości fizyko-mechanicznych roślinnych materiałów ziarnistych. *Acta Agrophysica, monografia*, 92
- Frączek, J.; Hebda, T.; Ślipek, Z.; Kurpaska, S. (2005). Effect of seed coat thickness on seed hardness. *Canadian Biosystems Engineering*, 47, 4.1-4.5.

- Grundas, S. (2004). Charakterystyka właściwości fizycznych ziarniaków w kłosach pszenicy zwyczajnej. *Acta Agrophysica*, 102(2). Monografia.
- Katarzyński, S.; Kocańda, S.; Zakrzewski, M. (1967). *Badanie własności mechanicznychmetali*. WNT, Warszawa.
- Laskowski J., Janiak G., Dziki D. (1999). Badania twardości pszenicy różnymi metodami pomiarowymi. *Inżynieria Rolnicza*, 4; 83- 88
- Romański, L.; Niemiec, A. (2002). Metoda określania twardości ziarna. *Inżynieria Rolnicza*, 5: 259-265.
- Żukowski, P.; Karwat, C.; Liśkiewicz, J. *Sposób pomiaru twardości metali*. Zgłosz. P. 330439 z 18.12.1998. Opubl. BUP 13/2000.
- PN-EN ISO 6508-1:2002. *Metale. Pomiar twardości sposobem Rockwella. Metodyka badań*.
- PN-EN ISO 6507-1:1999. *Metale. Pomiar twardości sposobem Vickersa. Metodyka badań*.
- PN-EN ISO 6506-1:2002. *Metale. Pomiar twardości sposobem Brinella. Metodyka badań*.

METHODOLOGICAL ASPECTS OF MEASURING HARDNESS OF MAIZE CARYOPSIS

Abstract. The paper presents a modified method of measuring hardness of maize caryopsis marked as HV_R . The essence of this method is a test carried out on the machine of Instron type with the use of Vickers microindenter. The test consists of four subsequent stages including an emptied elastic reaction of tissue. Hardness of border elements of caryopsis structure of Labor maize, on account of mechanical properties that is fruit-seed coat and a seed was tested. Based on the research, which was carried out, parameters of the test were optimized including anatomical and morphological diversity of the tested object. The following optimal parameters of the test were determined: basic load of 10 N, duration of creeping stage 300 s and relaxation stage time 30 s.

Key words: hardness, coat, seed, caryopsis, maize

Adres do korespondencji:

Gabriel Czachor; e-mail: gabriel.czachor@up.wroc.pl
Instytut Inżynierii Rolniczej
Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu
ul.Chełmońskiego 37/41
51-630 Wrocław