

for the issue: G. I. Tsuglenok, Zh. N. Shmeleva. - Krasnoyarsk: Krasnoyarsk State Agrarian University, Vol. 10. 2015. - P. 169-174.

12. Bukeyeva A.B. Review of modern methods of isolation of bioactive substances from plants / A.B. Bukeyeva, S.Zh. Kudaibergenova // Bulletin of ENU. - 2012. - № 2. - С. 192-197..

13. Osetrova I.S., Osipov N.A. Microsoft Visual Basic for Application - SPb: NRU ITMO, 2013. - 120 с.

14. Gubernatorov, V.V. Optimization of the process of water-vacuum extraction of birch chaga mushroom by selecting mode parameters / V.V. Gubernatorov, AV Safina, Sh. R. Mukhametzyanov // Actual problems of forestry complex. Bryansk. - 2021. – Vol. 60. - P. 221-225

15. Safina, A.V. Intensification of the process of water extraction of chaga by periodic lowering of the medium pressure / A.V. Safina, V.V. Gubernatorov, V.V. Garaev, E.Yu. Razumov // Woodworking industry. - 2017. - № 2. - С. 50-53

16. Gubernatorov V.V.. Determination of the duration of the individual stages of water-vacuum extraction *Inonotus obliquus* / V.V. Gubernatorov, AV Safina, R.R. Safin // Woodworking Industry. - 2021. - № 3. - С. 41-48.

©Safina A.V. – PhD in Engineering sciences, Associate Professor of the Department of Architecture and Design of Wood Products, Kazan National Research Technological University (KNRTU), e-mail: alb_saf@mail.ru; Akhmethhanova E.N. - master's student, educational master, processing of wood materials, KNRTU, e-mail: sfornvi@gmail.com; Safin R.R. – Grand PhD in Engineering sciences, Professor, Head of the Department of Architecture and Design of Wood Products, KNRTU, e-mail: cfaby@mail.ru; Ismailov L.Yu. – postgraduate student of the Department of Architecture and Design of Wood Products, KNRTU, e-mail: lenar-2015@mail.ru; Baigildeeva E.I. - PhD in Engineering sciences, Associate Professor of the Department of Processing of wood materials, KNRTU, e-mail: bai48@rambler.ru.

УДК 674.02

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНОГО КОМПОЗИТА, ПОЛУЧЕННОГО ДВУХСТУПЕНЧАТОЙ ОБРАБОТКОЙ ДРЕВЕСНОГО НАПОЛНИТЕЛЯ

К.В. Саерова, Ш.Р. Мухаметзянов, Р.Р. Хасаншин

На сегодняшний день особое внимание уделяется разработке композиционных материалов на основе дешевых отходов растительного и древесного происхождения, а также экологических связующих веществ, так как в связи с ужесточением экологических требований применение древесно-композитных материалов, содержащих в своем составе вредные связующие, ограничено. Эту нишу успешно занимают древесно-полимерные композиты. Однако, долговечность и конструкционные характеристики древесно-полимерного композита зависят от технических свойств связующего и древесного наполнителя, а эксплуатация композитов во влажной среде может приводить к потере прочности и биоповреждениям. В статье исследована технология высокочастотной (ВЧ) плазменной обработки предварительно термомодифицированной древесной муки с последующим изготовлением древесно-полимерного композита повышенной прочности и гигроскопичности. Проведенные ранее исследования по термомодифицированию древесины, позволили получить необходимые свойства материала, а именно снижение гигроскопичности и давления набухания. Второй ступенью исследования было проведение ВЧ-плазменной поверхностной обработки материала, позволившей улучшить механические свойства древесного наполнителя к полимерному связующему в ДПК на 20-23%.

Ключевые слова: древесная мука, полиэтилен, композит, твёрдость, прочность.

Введение

В настоящее время древесина является ценным строительным материалом. Ни одна область строительства не обходится без древесных материалов, при этом, к сожалению, материалы из древесины

используются не в полном объёме, это связано с гидрофильностью материала, вследствие чего он подвергается разбуханию и скоротечному гниению.

Аналитический обзор существующих методов обработки древесины показал, что придание гидрофобных свойств вызывает большой интерес у зарубежных и отечественных учёных [1]. Для этого за последние годы было предложено множество методов химической и термической обработки поверхности древесины.

Так, Birinci E. и др. исследовали влияние термической обработки на свойства древесины. Было установлено, что увеличение температуры и продолжительности термообработки древесины способствует снижению водопоглощения и набухания материала. Но при этом наблюдалось снижение показателей прочности на растяжение, сжатие и изгиб [4].

Aygilmis N. и др. исследовали влияние предварительной термообработки обработки древесного сырья на свойства МДФ. Результаты исследований свидетельствуют о снижении толщины разбухания композита и некотором снижении механических свойств в пределах, отвечающих требованиям стандарта для МДФ [5].

В работе Yang H. и др. приведено исследование эффективности использования в качестве наполнителя термомодифицированных древесных частиц с целью улучшения физико-механических свойств и характеристик композитов на основе полиэтилена высокой плотности. Результаты показали, что у композитов с термообработанными древесными частицами значительно снизилось содержание влаги, водопоглощение и набухание, в то время как улучшения прочностных свойств при изгибе и растяжении не наблюдалось [6, 8].

Исследования Сафина Р.Р. и др. [3] показали, что технология термической обработки древесины обеспечивает получение материала с прогнозируемыми потребительскими свойствами, важнейшие из которых – продление срока эксплуатации, стабильность геометрических размеров, богатая цветовая гамма, высокая биостойкость, что ведет к расширению областей применения изделий из древесины. Однако исследователи указывают на значительное снижение адгезии клееных составов к термодревесине, что осложняет создание клееных конструкций высокой прочности.

В работе Хасаншина Р.Р. и др. было изучено воздействие плазмы на поверхность древесных материалов с целью повышения адгезии связующих к древесине. Представлена технология проведения процесса низкотемпературной плазменной обработки. Выявлено, что при увеличении мощности и продолжительности плазменной обработки адгезия между наполнителями увеличилась [1].

Собственный опыт исследований и детальное изучение существующих работ позволили сделать вывод о том, что термомодифицирование древесного наполнителя в композитах позволяет добиться таких важных параметров как снижение гигроскопичности и давления набухания в материале, тем самым предотвращая образование микротрещин и увеличивая эксплуатационные характеристики изделия [1]. Однако, процесс термической модификации имеет и негативную сторону, он снижает адгезионные свойства древесного материала [2].

С целью решения данной проблемы предлагается двухступенчатый способ обработки древесного наполнителя, а именно объёмная (термическая) обработка, которая снижает уровень гигроскопичности и давления набухания и последующая поверхностная ВЧ-плазменная обработка, которая вызывает повышение смачиваемости и адгезии между наполнителем и матрицей, а также механических свойств.

Методы и материалы

Для производства образцов древеснополимерного композита использовались следующие составляющие: полиэтилен низкого давления, древесная мука смешанных пород марки 400, специальные добавки – антиоксидант IRGANOX 1010 (для защиты от термоокислительной деструкции).

При этом древесная мука была трёх видов: 1) в натуральном виде; 2) термически обработанная при температурах 220 и 240 °С; 3) прошедшая термическую и ВЧ-плазменную обработку.

Первым этапом исследования влияния двухступенчатой обработки на качество древесно-полимерного композита была термическая обработка измельченной древесины, с целью снижения её гигроскопичности и давления набухания. Для проведения процесса высокотемпературной обработки древесной муки была разработана экспериментальная установка, схема и общий вид которой представлен на рисунке 1.

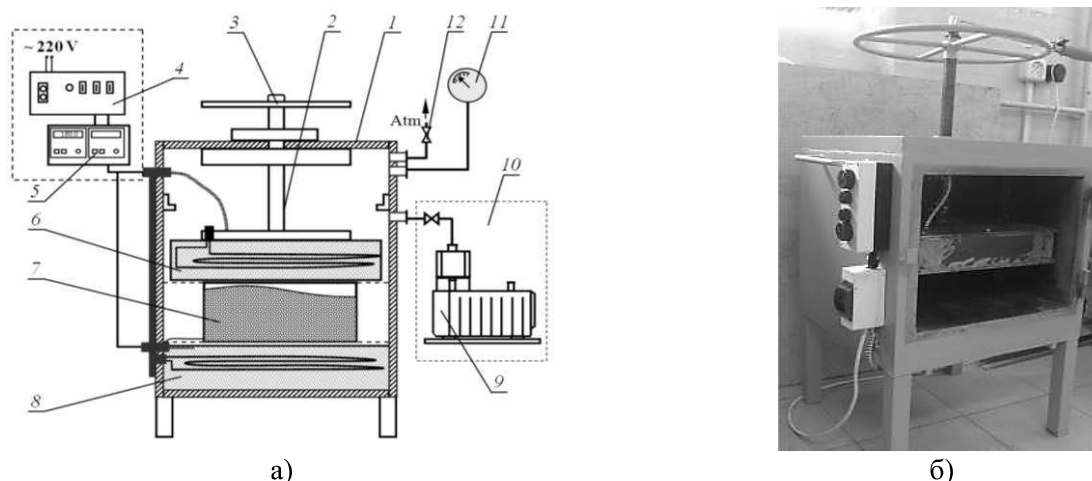


Рис 1. Схема (а) и общий (б) вид экспериментальной установки по термической обработке древесного наполнителя

Термомодифицирование древесного сырья проводилось на экспериментальной установке вакуумно-контактным способом. Для этого древесную муку загружали в металлический контейнер, который помещался в камеру высокотемпературной обработки. Выбор данного способа модифицирования материала связан с тем, что при контактном теплоподводе можно добиться высокого качества термообработки и точного достижения требуемой степени термомодифицирования [10].

Установка состоит из камеры термической обработки 1, сообщенной с линией вакуумирования 10 с вакуумным насосом 9. Подвод тепловой энергии к обрабатываемому сырью, находящемуся в металлическом контейнере 7, осуществляется с помощью двух нагревательных плит: подвижной сверху 6 и неподвижной снизу 8, заключенных в металлический корпус с двойными стенками.

Металлический контейнер 7 с измельченным сырьем помещается между плитами 6 и 8. Для нагрева плит используются встроенные в нее теплоэлектронагреватели. Температура нагрева регулируется контрольно-измерительным прибором 5. Экспериментальная установка снабжена устройством защитного отключения 4.

Термическая обработка древесной муки осуществлялась при температурах 220 и 240 С в течение 2 часов, остаточное давление в камере составляло 20 кПа.

Высокочастотная плазменная обработка наполнителя проводилась в специальной климатической камере, снабженной высокочастотным генератором. Установка плазменной обработки (рис. 2) включает вакуумную камеру 2, высокочастотный генератор 3, баллон со сжатым плазмообразующим газом 4, вакуумный насос 5, плазмотрон 6, в котором установлены электроды 7, соединенные электрическим кабелем 8 с высокочастотным генератором 3. Баллон с рабочим газом 4 сообщен с вакуумной камерой 2 через регулирующий вентиль 9, ротаметр 10, вентили 11, 12 и плазмотрон 6.

Вакуумная камера 2 снабжена контрольно-измерительным прибором 13 (вакуумметром).

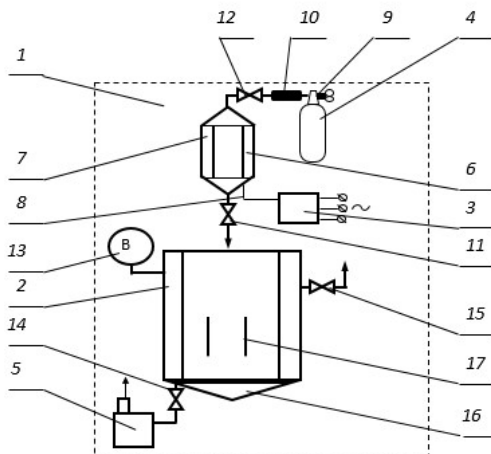


Рис. 2. Принципиальная схема высокочастотной плазменной установки

Древесное сырье обрабатывалось в плазме высокочастотного индукционного разряда с выходными параметрами: частота генерации 14 МГц, продолжительность обработки образцов до 15 минут, расход плазмообразующего газа $G=0,04$ г/с, рабочее напряжение на аноде $U_a = 1,5-7,5$ кВ, сила тока на аноде $I_a = 0,3-0,8$ А. В качестве плазмообразующего газа использовался аргон.

Далее древесный наполнитель, прошедший двухступенчатую обработку, был использован для получения древесно-полимерного композита в одношнековом лабораторном экструдере. Соотношение древесной муки и полимера составило (%): 40/60. Концентрация специальных добавок в композиции задавалась согласно рекомендациям в литературных источниках и составляла 2-3% [9].

Следующий этап исследований – определение физико-механических характеристик древесно-полимерных композитов.

Твердость поверхности для древесно-полимерных композитов, особенно террасной доски является важной характеристикой, поскольку она определяет способность материала оказывать сопротивление проникновению в него другого более твердого тела. Твердость образцов определялась по Бринелю ISO 2039-1. Стальной шарик вдавливался в поверхность испытуемого материала толщиной 20 мм (рис. 3). Диаметр шарика составлял 10 мм. Через 30 с после приложения нагрузки измерялась глубина вдавливания. Твердость при вдавливании шарика рассчитывается как отношение приложенной нагрузки к площади поверхности отпечатка (H/mm^2).

Для большей точности измерения проводились 5 раз в разных местах поверхности каждого материала, после чего определялось среднее значение.

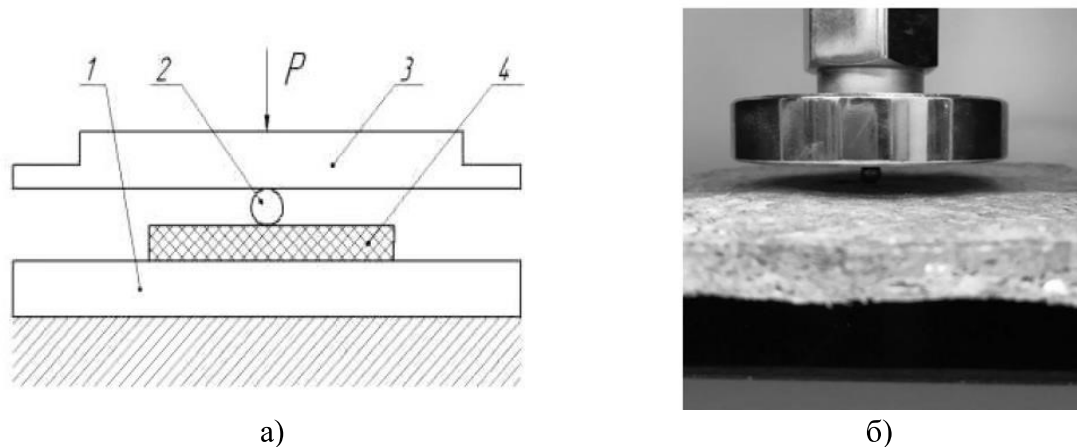


Рис. 3. Схема (а) и фото (б) устройства для определения твердости материалов: 1 – плита; 2 – металлический шар; 3 – вдавливающая (подвижная) плита; 4 - образец



Рис. 4. Механические испытания образцов композита при определении предела прочности на разрыв

Исследование композитов по определению прочности на разрыв проводилось на многофункциональной разрывной машине РЭМ 10. Испытуемые образцы композита стандартизированных размеров (ГОСТ 11262–80) растягивались с постоянной скоростью деформирования, равной 30-40 мм/мин до момента их разрыва. В течение всего процесса испытания измерялась нагрузка, прикладываемая к материалу.

Результаты

Влияние термомодифицирования с последующей ВЧ-плазменной обработкой наполнителя на физико-механические свойства древесно-полимерного композита представлены на рис. 5-6.

На рис. 5 приведены результаты испытаний на твердость древесно-полимерных композитов, изготовленных на основе модифицированной древесной муки.

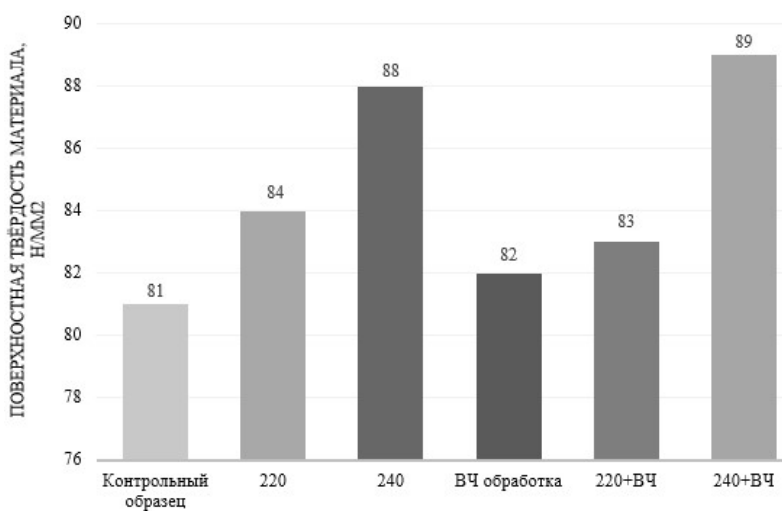


Рис. 5. Твердость поверхностных слоев древесно-полимерного композита в зависимости от обработки наполнителя

Из рисунка 5 можно сделать вывод, что на показатель твердости древесно-полимерного композита значительное влияние оказывает только термомодифицирование. ВЧ-плазменная обработка не показала каких-либо изменений, это можно объяснить тем, что одним из преимуществ термической модификации является придание твердости древесине на определенной степени термообработки.

На рисунке 6 представлены технические характеристики ДПК на основе термически модифицированной древесины с последующей плазменной обработкой: прочность образцов к разрыву.

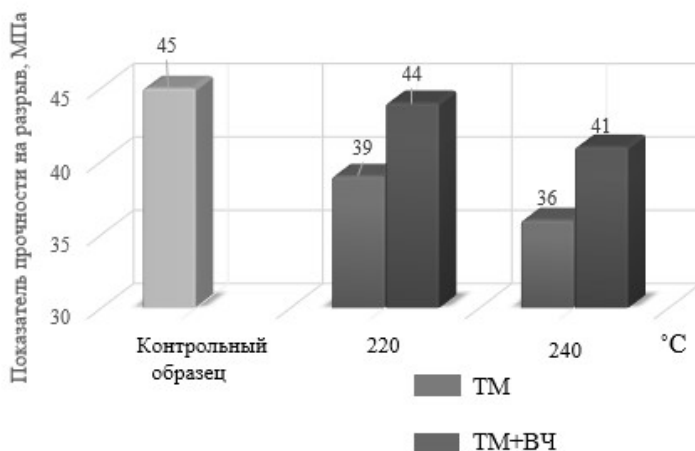


Рис. 6. Прочность на разрыв

Из графика, приведённого на рисунке 6 видно, что термически модифицированные образцы значительно уступают по прочности образцам, подверженным двухступенчатой обработке. При

увеличении температуры обработки наполнителя происходит снижение предела прочности на разрыв, в этом можно убедиться, сравнивая образцы, обработанные при 220 и 240 °С с контрольным образцом. При этом предел прочности обработанной двухступенчатым способом древесины достигает 44 МПа для измельченной древесины, предварительно обработанной при 220 °С, и при повышении температуры обработки до 240 °С – 41 МПа. Подобное изменение свойств материала связано с изменениями микроструктуры поверхностных слоев под действием ВЧ-плазменной обработки. Происходит изменение плотности укладки коллагеновых фибрилл, первичных и вторичных волокон, как следствие, изменяется пористость поверхностных слоев материала.

Эффект плазменного и термического воздействия на древесину проверяли сравнением термомодифицированных образцов с образцами, прошедшими двухступенчатую обработку, электронно-микроскопическим способом.

Проведенное электронно-микроскопическое исследование образцов древесины свидетельствуют об изменении их волокнистой микроструктуры (рис. 7). Плазменная обработка влияет на капиллярно-пористую структуру древесины.

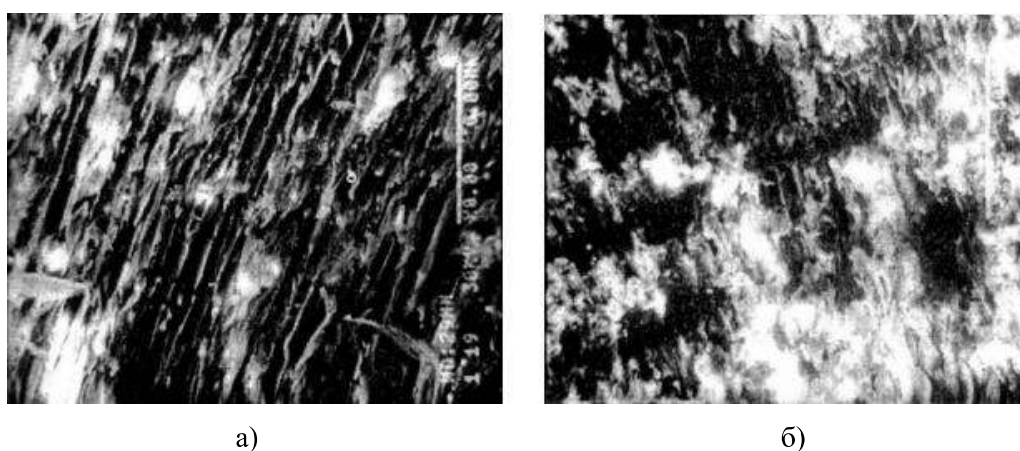


Рис. 7. Микрофотографии образцов древесины: а) образцы, прошедшие только термическую обработку; образцы, прошедшие двухступенчатую обработку б)

Заключение

В ходе проведения исследований удалось достичь поставленной цели, а именно повысить прочностные свойства композита, рассчитать предел прочности обработанной и необработанной древесины, а также определить твердость поверхности ДПК в зависимости от вида обработки.

Представленные данные свидетельствуют о наличии общих принципов при физической ВЧ-плазменной модификации натуральных волокнисто-пористых материалов, таких как древесина, что позволит целенаправленно изменять технические и эксплуатационные свойства материалов. В основе двухступенчатой модификации лежит преобразование микроструктуры за счет реализации поверхностной и объемной обработки.

Исследование выполнено с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Наноматериалы и нанотехнологии» Казанского национального исследовательского технологического университета при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации по договору № 075-15- 2021-699.

Литература

1. Применение низкотемпературной плазменной обработки для повышения механических показателей клееных конструкций Хасаншин Р.Р., Саерова К.В., Галяветдинов Н.Р., Салимгараева Р.В., Мухаметзянов Ш.Р., Сафин Р.Р. *Деревообрабатывающая промышленность*. 2021. № 4. С. 67-74.
2. Сафин Р.Р., Галяветдинов Н.Р., Гараева А.Ф. Влияние высокотемпературной обработки на химический состав древесного наполнителя // *Деревообрабатывающая промышленность*. 2016. № 1. С. 50-55.
3. Safin R.R., Shaikhutdinova A.R., Khasanshin R., Mukhametzyanov S., Safina A. [Increasing the strength of the glue line in the production of thermally modified wood paneling] *Coatings*. 2021. Т. 11. № 2. P. 1-13.

4. Birinci, E. [Effect of heat-treatment on some properties of wood plastic composites] / E. Birinci, A. Kaymakci, T. Dundar, N. Ayrimis // Conference: International Forestry Symposium. - 2016. - № 1. - P. 832-838.
5. Ayrimis, N. [Properties of Biocomposite Films From PLA and Thermally Treated Wood Modified with Silver Nanoparticles Using Leaf Extracts of Oriental Sweetgum] N. Ayrimis, E. Yuttas, A. Durmus, F. Ozdemir // Journal of Polymers and the Environment. – 2021. – № 29. – P. 1-12.
6. Yang H., Hazen R.M., Finger L.W., Prewitt C.T. [Compressibility and crystal structure of sillimanite, Al₂SiO₅, at high pressure] // Phys. Chem. Minerals. 1997. V. 25. P. 39-47.
7. B.S. Aliya, A. Mubarak, A. Khan, A.I. Mustafa, [Modification of plywood surface with epoxy acrylate by photo-curing] Polymer-Plastics Technology and Engineering. 42(1) (2003) 123-138.
8. Y. Zhang, L. Ding, J. Gu, [Preparation and properties of a starch-based wood adhesive with high bonding strength and water resistance] J. Carbohydr. Polym. 115 (2015) 32-57.
9. N.R. Galyavetdinov, R.R. Khasanshin, R.R. Safin, R.G. Safin, E.Y. Razumov, [The usage of wood wastes in the manufacture of composite materials], International Multidisciplinary Scientific GeoConference Surveying Geology and Mining Ecology Management SGEM, Bulgaria, 2015, pp. 779-786.
10. R.R. Safin, R.R. Khasanshin, S.R. Mukhametzyanov, [Influence of technical parameters of disk-shaped reactor on productivity of heat treatment of crushed wood] IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Tomsk, 327(4), 2018, pp. 042095.

©Саерова К.В. – аспирант кафедры архитектуры и дизайна изделий из древесины, ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технологический университет» (ФГБОУ ВО «КНИТУ»), e-mail: senya97@inbox.ru; Мухаметзянов Ш.Р. – канд.техн.наук, доцент кафедры архитектуры и дизайна изделий из древесины, ФГБОУ ВО «КНИТУ», e-mail: joker444@yandex.ru; Хасаншин Р.Р. – д-р техн.наук, профессор кафедры архитектуры и дизайна изделий из древесины, ФГБОУ ВО «КНИТУ», e-mail: rusl2881@mail.ru.

UDC 674.02

INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF A POLYMER COMPOSITE OBTAINED BY TWO-STAGE PROCESSING OF WOOD FILLER

K.V. Saerova, Sh.R. Mukhametzyanov, R.R. Khasanshin

To date, special attention is paid to the development of composite materials based on cheap waste of plant and wood origin, as well as environmentally friendly binders, since due to stricter environmental requirements, the use of wood-composite materials containing harmful binders is limited. This niche is successfully occupied by wood-polymer composites. However, the durability and structural characteristics of a wood-polymer composite depend on the technical properties of the binder and wood filler, and the operation of composites in a humid environment can lead to loss of strength and bio-damage. The article investigates the technology of high-frequency (HF) plasma treatment of pre-thermomodified wood flour with subsequent production of a wood-polymer composite of increased strength and hygroscopicity. Previously conducted studies on the thermomodification of wood, allowed us to obtain the necessary properties of the material, namely, a decrease in hygroscopicity and swelling pressure. The second stage of the study was the RF plasma surface treatment of the material, which allowed to improve the mechanical properties of the wood filler to the polymer binder in the WPC by 20-23%.

Keywords: wood flour, polyethylene, composite, hardness, strength.

References

1. Application of low-temperature plasma treatment to improve the mechanical performance of glued structures Khasanshin R.R., Saerova K.V., Galyavetdinov N.R., Salimgaraeva R.V., Mukhametzyanov S.R., Safin R.R. Woodworking industry. 2021. No. 4. pp. 67-74.
2. Safin R.R. Galyavetdinov N.R., Garaeva A.F. The effect of high-temperature treatment on the chemical composition of wood filler // Woodworking industry. 2016. No. 1. pp. 50-55.

3. Safin R.R., Shaykhutdinova A.R., Khasanshin R., Mukhametzyanov S., Safina A. [Increasing the strength of the adhesive line in the production of thermally modified wooden panels] *Coatings*. 2021. Vol. 11. No. 2. pp. 1-13.
4. Birinchi, E. [The effect of heat treatment on some properties of wood-plastic composites] / E. Birinchi, A. Kaymakchi, T. Dundar, N. Ayrimis // *Conference: International Symposium on Forestry*. - 2016. - No. 1. - pp. 832-838.
5. Ayrimis, N. [Properties of biocomposite films from PLA and heat-treated wood modified with silver nanoparticles using extracts of Oriental oregano leaves] N. Ayrimis, E. Yuttas, A. Durmus, F. Ozdemir // *Journal of Polymers and the Environment*. – 2021. – No. 29. – pp. 1-12.
6. Yang H., Hazen R.M., Finger L.U., Pruitt K.T. [Compressibility and crystal structure of sillimanite, Al₂SiO₅, at high pressure] // *Physics. Chem.. Minerals*. 1997. Vol. 25. pp. 39-47.
7. B.S. Aliya, A. Mubarak, A. Khan, A.I. Mustafa, [Modification of plywood surface with epoxy acrylate by photo-curing] *Technology and design of polymer plastics*. 42(1) (2003) 123-138.
8. Yu. Zhang, L. Ding, J. Gu, [Preparation and properties of starch-based wood glue with high bonding strength and water resistance] *J. Hydrocarbon. Polym.* 115 (2015) 32-57.
9. N.R. Galyavetdinov, R.R. Khasanshin, R.R. Safin, R.G. Safin, E.Y. Razumov, [The use of wood waste in the production of composite materials], *International Interdisciplinary Scientific Geoconference on Geodetic Geology and Management of Mountain ecology SGEM, Bulgaria, 2015*, pp. 779-786.
10. R.R. Safin, R.R. Khasanshin, S.R. Mukhametzyanov, [Influence of technical parameters of a disk-shaped reactor on the performance of heat treatment of crushed wood] *IOP Conference Series: Materials Science and Technology, Tomsk, 327(4), 2018*, p. 042095.

©**Saerova K.V.** – postgraduate student of the Department of Architecture and Design of Wood Products, Kazan National Research Technological University (KNRTU), e-mail: senya97@inbox.ru; **Mukhametzyanov Sh.R.** – PhD of Engineering Sciences, Associate Professor of the Department of Architecture and design of wood products, KNRTU, e-mail: joker775.87@mail.ru; **Khasanshin R.R.** – Grand PhD in Engineering sciences, Professor of Department of Architecture and design of wood products, KNRTU, e-mail: rusl2881@mail.ru.

УДК 674 (620.1)

РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПРЕССОВАННОЙ ДРЕВЕСИНЫ

О.Н. Бурмистрова, В.В. Побединский, И.Н. Кручинин, М.А. Михеевская, Е.А. Кунгурова

Рассмотрена проблема оценки физико-механических свойств прессованной древесины крупногабаритных изделий. Показано, что существующие нормативно-технические документы распространяются только на древесину, полученную термохимическим путем и при этом для малогабаритных деталей, т.е. с ненарушенной структурой, поэтому методы оценки свойств для такой древесины будет некорректно использовать для древесины прессованной. Такое положение делает актуальным направлением создание новых методов оценки параметров прессованной древесины. Целью исследований была разработка методов определения физико-механических параметров крупногабаритных изделий на примере шпала из прессованной древесины березы. В работе рассматривались следующие задачи: 1) разработка требований к системе контроля качества крупногабаритных изделий из прессованной древесины; 2) разработка методики испытаний прессованной древесины; 3) выполнение экспериментов; 4) интерпретация результатов экспериментов. В качестве результатов получены методика определения неравномерности степени прессования образцов, уложенных по высоте в пресс-форме; методика для определения послойных показателей механических свойств (статическая твердость, сжатие вдоль волокон, местное смятия поперек волокон) прессованной древесины; выявлено, что статическая твердость прессованной древесины в крупногабаритных изделиях отличается до 3,8% в зависимости от расположения по длине ствола, а расхождение таких значений для не прессованной древесина значительно выше и достигает 16,2%; предложенные методы более глубоко учитывают специфику процесса прессования