

Оригинальная статья

DOI: <https://doi.org/10.34220/issn.2222-7962/2023.4/2>

УДК 630 : 620.178.1



Исследование структуры и механических свойств годовых колец древесины дуба черешчатого (*Quercus robur*) методами наноиндентирования и скретч-теста

Александр И. Тюрин ✉, tyurinaalexander@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8020-2507>

Александр А. Самодуров, samsasha@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-9600-8140>

Дмитрий Ю. Головин, tarlin@yandex.ru, <https://orcid.org/0009-0007-5130-2665>

Мария А. Юнак, mascha150383@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0008-5902-7626>

Виктор В. Коренков, ya.vikkor@yandex.ru, <https://orcid.org/0009-0009-4884-6850>

Петр А. Баранчиков, nano@tsutmb.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0565-3724>

Владимир А. Тюрин, nano@tsutmb.ru, <https://orcid.org/0009-0004-3439-6709>

Наталья М. Куркина, nano@tsutmb.ru, <https://orcid.org/0009-0004-0698-2567>

ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, 392000, Российская Федерация

Для изучения строения древесины, ее кольцевой структуры обычно используют оптические методы и оптические свойства. Однако эти свойства напрямую не связаны с ее механическими и другими физическими характеристиками. Для их исследования применяют не сильно распространенные в древесиноведении методы рентгеновской денситометрии, синхротронного излучения, ядерного магнитного резонанса и др. Эти методы достаточно трудоемки и требуют дорогостоящего оборудования. В связи с этим возникает необходимость разработки простых и удобных средств и методик исследования микромеханических свойств древесины. Основной целью работы является разработка такого подхода с применением наноиндентирования (НИ) и цифрового царапания поперечного среза древесины и выявление его потенциала в дальнейшем развитии дендрохронологии и смежных дисциплин. Методом НИ получены радиальные зависимости твердости H и модуля Юнга E для одиннадцати последовательных годовых колец древесины дуба черешчатого (*Quercus robur* L.) для 3-х различных нагрузок $P_{\max} = 2, 100$ и 500 мН. Определены значения H в диапазоне от 70 до 340 МПа и модуля Юнга E в диапазоне от 2 до 10 ГПа для соответствующих нагрузок и зон ранней (EW) и поздней древесины (LW). Методом скретч-теста получены профили нормальной силы F_n и соответствующие твердости H_s (в диапазоне от 53 до 225 МПа) за период 2007-2020 гг. По данным обоих методов определены ширины годовых колец, расхождение значений с оптическим методом составило $< 3\%$.

Ключевые слова: наноиндентирование, скретч-тест, годовые кольца, структура и механические свойства древесины, *Quercus robur* L., твердость, модуль Юнга

Финансирование: исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-16-00231, <https://rscf.ru/project/23-16-00231/>.

Благодарности: авторы благодарят рецензентов (за вклад в экспертную оценку статьи) и центр коллективного пользования научным оборудованием ТГУ имени Г.Р. Державина (за предоставление оборудования, с использованием которого получены экспериментальные результаты).

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.


Для цитирования: Исследование структуры и механических свойств годичных колец древесины дуба черешчатого (*Quercus robur*) методами наноиндентирования и скретч-теста / А. И. Тюрин, А. А. Самодуров, Д. Ю. Головин, М. А. Юнак, В. В. Коренков, П. А. Баранчиков, В. А. Тюрин, Н. М. Куркина // Лесотехнический журнал. – 2023. – Т. 13. – № 4 (52). – Ч. 1. – С. 40–57. – Библиогр.: с. 53–56 (25 назв.). – DOI: <https://doi.org/10.34220/issn.2222-7962/2023.4/2>.


Поступила 24.11.2023. *Пересмотрена* 29.11.2023. *Принята* 30.11.2023. *Опубликована онлайн* 29.12.2023.


Article


Study of the structure and mechanical properties of annual rings of pedunculate oak (*Quercus robur*) using nanoindentation and scratch test methods

Alexander I. Tyurin✉, tyurinalexander@yandex.ru,  <https://orcid.org/0000-0001-8020-2507>

Alexander A. Samodurov, samsasha@yandex.ru  <https://orcid.org/0000-0002-9600-8140>

Dmitrii Yu. Golovin, tarlin@yandex.ru,  <https://orcid.org/0009-0007-5130-2665>

Mariya A. Yunak, mascha150383@mail.ru,  <https://orcid.org/0009-0008-5902-7626>

Viktor V. Korenkov, ya.vikkor@yandex.ru,  <https://orcid.org/0009-0009-4884-6850>

Petr A. Baranchikov, nano@tsutmb.ru,  <https://orcid.org/0000-0003-0565-3724>

Vladimir A. Tyurin, nano@tsutmb.ru,  <https://orcid.org/0009-0004-3439-6709>

Natalia M. Kurkina, nano@tsutmb.ru,  <https://orcid.org/0009-0004-0698-2567>

G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, 392000, Russian Federation

Abstract

Optical methods and optical properties are usually used to research the structure of wood and its ring structure. However, these properties are not directly related to its mechanical and other physical characteristics. To study them, methods of x-ray densitometry, synchrotron radiation, nuclear magnetic resonance, etc., which are not very common in wood science, are used. These methods are quite labor-intensive and require expensive equipment. In this regard, there is a need to develop simple and convenient means and methods for studying the micromechanical properties of wood. The main goal of the work is to develop such an approach using nanoindentation and digital scratching of a cross section of wood and to identify its potential in the further development of dendrochronology and related disciplines. Using the NI method, radial dependences of hardness H and Young's modulus E were obtained for eleven consecutive annual pedunculate oak (*Quercus robur* L.) wood rings for 3 different loads $P_{\max} = 2, 100$ and 500 mN. The values of H in the range from 70 to 340 MPa and Young's modulus E in the range from 2 to 10 GPa were determined for the corresponding loads and early (EW) and late wood (LW). Using the scratch test method, profiles of the normal force F_n and the corresponding hardness H_s (in the range from 53 to 225 MPa) were obtained for the period 2007-2020. According to both methods, the widths of annual rings were determined; the discrepancy between the values and the optical method was $< 3\%$.

Keywords: nanoindentation, scratch test, annual rings, structure and mechanical properties of wood, *Quercus robur* L., hardness, Young's modulus

Funding: this study has been supported by the grant the Russian Science Foundation, RSF № 23-16-00231, <https://rscf.ru/project/23-16-00231/>.

Acknowledgments: The authors thank the reviewers (for their contribution to the peer review of the article) and the center for collective use of scientific equipment of TSU named after G.R. Derzhavin (for providing equipment using which experimental results were obtained).

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest.

For citation: Tyurin A. I., Samodurov A. A., Golovin D. Yu., Yunak M. A., Korenkov V. V., Baranchikov P. A., Tyurin V. A., Kurkina N. M. (2023). Study of the structure and mechanical properties of annual rings of pedunculate oak (*Quercus robur*) using nanoindentation and scratch test methods. *Lesotekhnicheskii zhurnal* [Forestry Engineering journal], Vol. 13, No. 4 (52), part 1, pp. 40-57 (in Russian). DOI: <https://doi.org/10.34220/issn.2222-7962/2023.4/2>.

Received 24.11.2023. *Revised* 29.11.2023. *Accepted* 30.11.2023. *Published online* 29.12.2023

Введение

Натуральная древесина, ее механические свойства, особенности микроструктуры, их взаимосвязь представляют большой интерес, как для инженерных, так и не инженерных областей науки. В частности, на базе знаний о структуре годовых колец роста (GR) развивается дендрохронология (датировка старинных построек, судов, произведений искусства, музыкальных инструментов, предметов быта и т.д.) [1-3], дендроклиматология (параметры годовых колец древесины служат одними из наиболее достоверных источников информации о климате и условиях окружающей среды в прошлом) [4-5], дендрозоология [6], дендрoarхеология [7], дендргеоморфология и другие дисциплины [8,9].

Однако на базе существующих в дендрохронологии и дендроклиматологии математико-статистических подходов информация, содержащаяся в характеристиках годичного кольца деревьев, не может быть извлечена полностью.

Оптические методы (ОМ), обычно дополненные программами анализа оцифрованных изображений поперечного среза древесины [1,2,6,7,9], получили наибольшее распространение в анализе GR. Получение первичной информации в ОМ основано на различии отражательных свойств ранней и поздней древесины (EW и LW соответственно). Чередующиеся GR на поперечных срезах/кернах представляют собой своеобразный архив событий, отражающихся на морфологии и скорости прироста древесины в течение вегетационного периода. Данные о параметрах годичных колец несут достаточно полную информацию о климате и условиях роста, и косвенно – о качестве и свойствах древесины. Вариации ширины годового кольца W служат основным источником данных в задачах дендрохронологии. Однако,

эта древесная летопись написана на слабо исследованном языке, который нуждается в расшифровке и интерпретации. Неполнота и косвенный характер информации, получаемый ОМ, сильно затрудняют эту задачу.

Анализ изображения колец в синем диапазоне с начала XXI века считается более информативным и надежным, чем в других участках спектра. Эту разновидность ОМ обычно называют методом Blue Intensity (BI) и широко используют в настоящее время в дендрохронологии [10-12]. Следует отметить, что для принятия решений о проведении границ между отдельными GR, слоями EW и LW, а также выявления и отсеивания ложных колец практически все ОМ требуют в той или иной степени участия высококвалифицированного оператора, что вносит в результаты анализа элемент субъективности. В [13] приводится сравнительный анализ подобных методов проведения демаркационных линий между EW и LW в Norway spruce.

Реже используют рентгено-денситометрические методы [14,15], которые дают информацию о локальной плотности древесины, несколько более понятным образом коррелирующей с прочностью, чем данные, полученные с помощью ОМ. Еще более редки случаи применения для исследования структуры древесины экзотических для древоведения методов – синхротронного излучения [16], ядерного магнитного резонанса [17] и др. [18,19].

Констатируем, что ширина годовых колец роста, внутрикольцевые вариации их свойств, клеточная микроструктура несут отпечаток климатических, экологических, геоморфологических изменений в условиях роста, удаленных от нас на сотни, а иногда и на тысячи лет. Эти своеобразные архивы нуждаются в расшифровке и извлечении максимума информации, которая может в них содержаться. Как

уже было сказано выше, обычно в качестве источника первичной информации используют оптические свойства тщательно подготовленной поверхности торцевого среза дерева. Общим недостатком всех ОМ является то, что оптические свойства различных элементов структуры древесины хоть и отличаются друг от друга, но не связаны прямо с механическими и другими ее физическими свойствами.

Из этого вытекает потребность в разработке простых удобных подходов и методов изучения микромеханических свойств древесины, имеющих более высокую информативность, лучшее разрешение и производительность, меньшую трудоемкость и стоимость оборудования.

Основной целью работы была разработка объективного и не зависящего от опыта оператора метода непрерывного определения микромеханических свойств GR путем локального цифрового скретчинга и динамического наноиндентирования торцевого среза древесины и выявления его потенциала в создании основ дендрохронологии нового поколения.

Материалы и методы

Работа является теоретико-эмпирическим исследованием.

Предмет и объект исследования

Эксперимент был проведен на образцах дуба черешчатого (*Quercus robur* L.) возрастом 90-110 лет Учебно-опытного лесхоза Воронежского государственного лесотехнического университета имени Г. Ф. Морозова (Правобережное участковое лесничество). Сбор образцов осуществляли в сентябре 2021 года.

Предмет исследования – поперечный срез древесины дуба черешчатого (*Quercus robur* L.).

Для проведения исследований из поперечного среза древесины вырезали образцы в виде параллелепипедов размером 10×30×250 mm и подвергали сушке при температуре 70°C до влажности 8%. Используемый режим обеспечивает бездефектную сушку древесины и не влияет на ее природные физико-механические свойства. Влажность образцов во время и после сушки контролировали методом взвешивания на аналитических весах. Длинная сто-

рона образцов совпадала с радиальным направлением в стволе дерева. Все исследования структуры и свойств GR проводили на поперечном срезе древесины. Подготовку поверхности для разных видов исследования осуществляли по-разному. Сначала ее обрабатывали абразивами с последовательно уменьшающимся размером зерна на шлифовально-полировальной машине до выявления четкой клеточной структуры. Такая подготовка была достаточна для проведения скретч-теста. Для исследования клеточной структуры и годовых колец древесины методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и наноиндентирования (НИ) с поверхности образца при помощи санного микротомы Slide 4004M PFM (Pfmmedical, Германия) дополнительно срезают слой толщиной в несколько десятков микрометров.

Применение методов СЭМ осуществляли на сканирующем электронном микроскопе Tescan Vega 3, Thermo Fisher Scientific, USA (табл. 1). Типичные СЭМ-изображения древесины дуба (*Q. robur* L.) представлены на рис. 1.

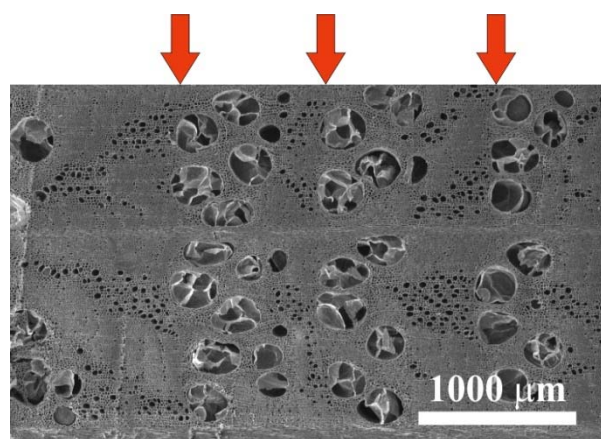
Таблица 1
Основные технические характеристики сканирующего электронного микроскопа Tescan Vega 3 (Thermo Fisher Scientific, США)

Table 1
Specifications SEM Tescan Vega 3 (Thermo Fisher Scientific, USA)

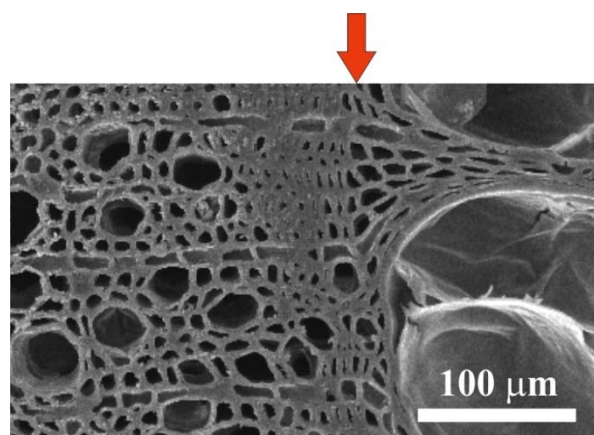
Параметр Option	Значение value
Получение растрового изображения Raster image magnification	увеличение от 3× до 1 000 000× from 3× to 1 000 000×
Электронная пушка Electron gun	Вольфрамовый катод с термоэлектронной эмиссией Tungsten cathode with thermionic emission
Рабочий вакуум, Па Vacuum, Pa	< 9×10 ⁻³
Поле зрения Field of view	7,7 мм при аналитическом рабочем расстоянии 10 мм, 24

Параметр Option	Значение value
	мм при рабочем расстоянии 30 мм 7.7 mm at analytical distance 10 mm, 24 mm at distance 30 mm
Ускоряющее напряжение Voltage	от 200 В до 30 кВ from 200 V to 30 kV
Энергетическое разрешение, эВ Energy resolution, eV	< 129 (Mn Ka)
Площадь детектора мм ² Detector area, mm ²	30
Возможность обнаружения элементов Search for elements	от В (5) до Cf (98) from B (5) to Cf (98)
Максимальная скорость счета на входе Maximum input count rate	> 1000000 имп/с > 1,000,000 pulses/s
Производитель Produced by	Thermo Fisher Scientific, США Thermo Fisher Scientific, USA

Источник: Thermo Fisher Scientific, USA
Source: Thermo Fisher Scientific, USA



(a)



(b)

Рисунок 2. СЭМ-изображение клеточной структуры годовых колец дуба (*Q. robur* L.), при различном увеличении (a) и (b). Стрелочками указаны положения границ годовых колец

Figure 2. SEM image of the cellular structure of oak (*Q. robur* L.) annual rings, at different magnifications (a) and (b). The arrows indicate the positions of the boundaries of the annual rings

Источник: собственное СЭМ-изображение авторов
Source: own SEM image

Теоретические предпосылки

Внутрикольцевые свойства древесины исследовали методами непрерывного НИ и модифицированного для этих целей скретч-теста. Эти методы позволяют исследовать механические свойства в широких пределах прикладываемых нагрузок и областей деформирования, реализуя мультимасштабный подход.

Под методами непрерывного НИ [20] понимают совокупность методов локальных наномеханических испытаний, заключающихся во внедрении в поверхность образца зонда (индентора) специальной формы с одновременной регистрацией величины приложенной силы P и глубины h погружения индентора [20-23]. Из полученных диаграмм нагружения построенных в координатах $P-h$ по методике Оливера-Фарра принятой за основу в стандартах ISO 14577 и ГОСТ Р 8.748–2011 извлекают величины модуля Юнга E и твердости H [20].

Для измерения наномеханических свойств древесины методами НИ в работе применяли прецизионный комплекс Nanotester Triboindenter TI-950, Hysitron, USA (табл. 2). В качестве применяемого

зонда был использован трехгранный алмазный индентор Берковича с радиусом кривизны в вершине около 30 нм.

Таблица 2
Основные технические характеристики комплекса
Nanotester Triboindenter TI-950 (Hysitron, США)
Table 2
Specifications Nanotester Triboindenter TI-950
(Hysitron, USA)

Параметр Option	Значение value
Разрешение нормальной нагрузки, нН Normal Load Resolution, nN	3
Максимальная нормальная нагрузка, мН Maximum normal load, mN	10
Минимальная контактная нагрузка, нН Minimum contact load, nN	70
Максимальная скорость нагружения, мН/с Maximum loading speed, mN/s	50
Разрешение нормального смещения, нм Normal offset resolution, nm	0.02
Точность позиционирования индентора, нм Indenter positioning accuracy, nm	± 10
Производитель Produced by	Hysitron, USA Hysitron, США

Источник: Hysitron, США
Source: Hysitron, USA

Суть метода «скретч-теста» заключалась в царапании образца древесины зондом вдоль радиальной оси с одновременной регистрацией нормальной и латеральной компонент силы, действующей на зонд. Величина приложенной силы определяется физико-механическими свойствами древесины и геометрией кончика применяемого зонда (индентора). Дальнейшая обработка получаемых первичных данных позволяла количественно и непрерывно с микрометровым разрешением получать локальные данные о физико-механических свойствах исследуемого материала.

Дизайн эксперимента

Для реализации скретч-теста использовали оригинальный прибор собственной разработки, содержащий 2-х координатную систему с неподвижной базовой платформой и подвижной кареткой, установленной на горизонтальных направляющих. Эта каретка со сменным датчиком силы и закрепленным на нем зондом перемещалась параллельно поверхности образца с постоянной заданной скоростью V от 30 мкм/с до 8 мм/с. Управление перемещением осуществляли шаговым двигателем через контроллер, подключенный к компьютеру. Глубина d погружения зонда в материал задавалась вертикальным приводом, расположенным на каретке. В качестве зонда в данной работе использовали стандартный индентор Роквелла из закаленной стали, имевший коническую форму с углом 120 градусов и радиусом закругления в вершине $R = 200$ мкм. Для измерения нормальной и латеральной компонент силы взаимодействия зонда с образцом использовали двухкоординатный датчик силы LF-202M (Ligent Sensor Tech Co., Ltd., Китай). Датчик имел предел измерения 150 Н, а разрешение системы составляло 10 мН по каждой оси. Оцифровывали поток данных 24 разрядным АЦП с частотой 30 Гц и загружали в память компьютера.

Варьирование величин V и d позволяло менять скорость относительной деформации $\dot{\epsilon} \sim V/d$ при механических испытаниях в очень широких пределах – от 0.3 до 1000 с⁻¹. Большие скорости деформации (>10 с⁻¹) полностью исключают влияние ползучести и вязкоупругости на результаты тестирования.

Механическое тестирование в данной схеме проводили в режиме «жесткой» испытательной машины. Это означает, что испытание происходит при заданной фиксированной глубине погружения зонда d в испытуемый материал. Величина d соответствует абсолютной деформации поверхности материала независимо от его упругости, вязкоупругости, ползучести, пластичности и т.д., а датчик силы фиксирует сопротивление этой деформации.

В качестве реперного метода для измерения ширины годовых колец в работе использовали оптический метод, заключающийся в обработке изобра-

жений поверхности образцов с разрешением не менее 900 точек на дюйм, то есть не хуже 30 мкм. Относительная погрешность определения ширины колец после усреднения результатов 4-х измерений не превышала 1%. Такая методика измерения близка к стандартной и широко применяемой в древесиноведении и дендрохронологии оптической методике, описанной выше.

На первом этапе работы методами NI были измерены радиальные распределения значений нано- и микротвердости H и модуля Юнга E в годовых кольцах древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.) при трех значениях максимальной нагрузки P_{\max} , приложенной к индентору ($P_{\max} = 2$ мН, $P_{\max} = 100$ мН и $P_{\max} = 500$ мН).

На втором этапе для исследования кольцевой структуры древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.) методом скретч-теста были получены профили нормальной силы F_n . В этой серии экспериментов варьировали глубину царапины d в диапазоне от 10 до 300 мкм. Далее был проведен анализ геометрического профиля царапины, полученной при скретч-тесте древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.).

Анализ данных

При построении радиальных зависимостей твердости и модуля Юнга, полученных методом NI, каждая точка на графиках усреднялась по 5–10 независимым тестам, проведенным при одних и тех же параметрах эксперимента.

Управление скретч-тестером, получение, хранение и обработку полученных данных осуществляли с помощью ПО собственной разработки.

Результаты

Полученные на первом этапе методом NI результаты показаны на рис. 2.

Типичные значения поперечного размера (стороны) отпечатка a при $P_{\max} = 2$ мН составляли 3–10 мН, что в сопоставимо с поперечным размером стенки клетки. При увеличении P_{\max} до значений

$P_{\max} = 100$ мН и $P_{\max} = 500$ мН поперечный размер (сторона) отпечатка a возрастает до значений 20–60 и 70–130 мкм - соответственно, что в несколько раз превышает размер клетки древесины. Вследствие этого значения твердости H и модуля Юнга E , получаемые при этих P_{\max} , являются эффективными (H_{eff} и E_{eff}), т.к. относятся к свойствам высокопористой ячеистой клеточной структуры древесины, а не отдельных клеточных стенок, имеющих в несколько раз более высокие механические свойства и плотность.

Как видно из рис. 2, эффективные значения H_{eff} и E_{eff} обладают четко выраженной периодичностью, которая хорошо согласована с положением годовых колец и их границ, выявляемых оптически по изменению отражательной способности древесины или по СЭМ изображениям. На границе соседних годовых колец древесины (при переходе от LW одного годового кольца к EW следующего годового кольца) H_{eff} и E_{eff} претерпевали скачкообразное изменение в сторону уменьшения значений H_{eff} и E_{eff} , а внутри годовых колец (при переходе от EW к LW) H_{eff} и E_{eff} – в сторону увеличения.

При этом внутри каждого слоя EW числовые значения H_{eff} и E_{eff} для исследованных последовательно расположенных годовых колец 2004–2014 годов оставались практически неизменными с отклонением не более 10–20 %, несмотря на резкие отличия в условиях роста, вызванные резкими отличиями погодных условий. Так, например, период 2004–2009 годов был достаточно благоприятным по погодным условиям роста, а 2010 год - очень засушливым, что отразилось на существенном уменьшении ширины годового кольца W – например, более, чем в два раза по сравнению с 2007 и 2008 годами. Однако это не оказало существенного влияния на определяемые механические свойства в EW (величины H_{eff} и E_{eff} остались практически постоянными).

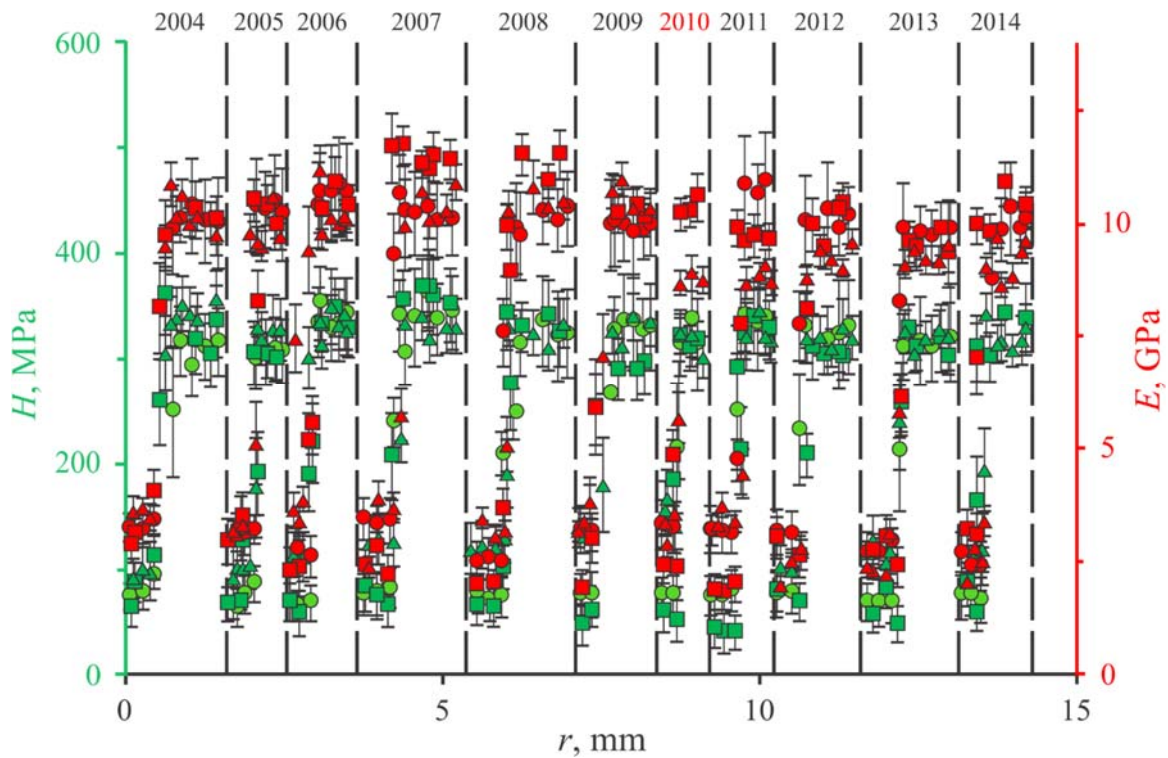


Рисунок 2. Радиальные зависимости твердости - H и модуля Юнга - E для одиннадцати последовательных годовых колец дуба (*Q. robur* L.) для 3-х различных нагрузок P_{\max} ($P_{\max} = 2$ мН – треугольники, $P_{\max} = 100$ мН – квадраты, $P_{\max} = 500$ мН – кружки). r - расстояние поперек годовых колец. Числами сверху показан год роста древесины (экстремально засушливый 2010 год выделен красным цветом). Границы годовых колец показаны штриховыми линиями.

Figure 2. Radial dependences of hardness - H and Young's modulus - E for eleven consecutive annual oak (*Q. robur* L.) rings for 3 different loads P_{\max} ($P_{\max} = 2$ mN - triangles, $P_{\max} = 100$ mN - squares, $P_{\max} = 500$ mN - circles). r is the distance across the annual rings. The numbers above show the year of wood growth (the extremely dry year of 2010 is highlighted in red). The boundaries of the annual rings are shown with dashed lines.

Источник: собственные экспериментальные данные авторов
Source: authors' own experimental data

В отличие от EW в LW вариации максимальных значений H_{eff} и E_{eff} в исследованном интервале лет были больше, но при этом не превышали нескольких десятков процентов.

Корреляция резких скачков H_{eff} и E_{eff} при переходе от LW предыдущего к EW следующего кольца с границами этих годовых колец (см. рис. 2) позволила применить метод сканирующего NI для определения ширины годовых колец W_{NI} . Сравнение W_{NI} и W_{O} , определенных двумя независимыми методами (NI и оптическим), показаны на рис. 3. Из полученных данных следует, что расхождение между W_{NI} и W_{O} не превышает 2–3%. Среднее отклонение

по 11 годовым кольцам было вдвое меньше. На основании этого можно сделать вывод, что метод сканирующего NI может быть применим не только для определения локальных механических свойств, но и для определения границ и ширины годовых колец, при чем как самостоятельно (альтернативно), так и дополнительно по отношению к оптическому.

Результаты второго этапа исследования, полученные методом скретч-теста, представлены профилями нормальной силы F_n (рис. 4) и 3D изображением царапины (рис. 5) на поверхности древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.).

Профиль нормальной силы $F_n(x)$ на рис. 4 имеет осциллирующий характер, аналогичный профилю твердости $H(r)$, полученному при NI.

На рис. 5а показано 3D изображение царапины на поверхности древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.). По данным профилометрии следует, что изменение глубины в пределах шума не наблюдается при переходе из поздней в раннюю древесину следующего годового кольца. Это подтверждает, что жесткость силовой рамы разработанного прибора превышает жесткость контакта в древесине, а сама реализация скретч-теста происходит в режиме «жесткой машины» с сохранением постоянной глубины d и регистрацией профиля силы.

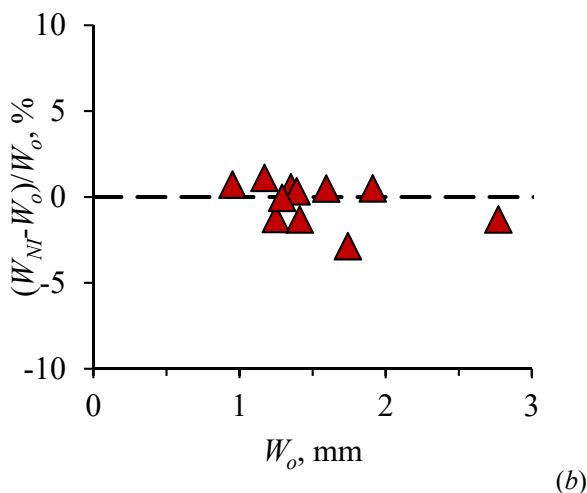
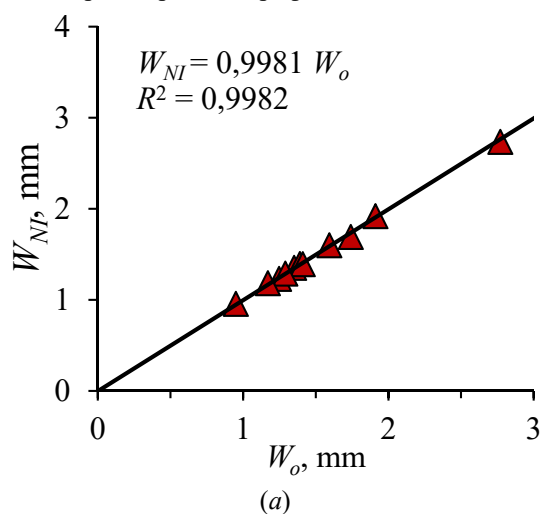


Рисунок 3. Результаты измерений ширины годовых колец древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.) методом наноиндентирования W_{NI} и оптическим методом W_o (a) и расхождения между этими методами (b).

Figure 3. Results of measurements of the width of oak (*Q. robur* L.) annual rings using the WNI nanoindentation method and the W_o optical method (a) and the discrepancies between these methods (b).

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

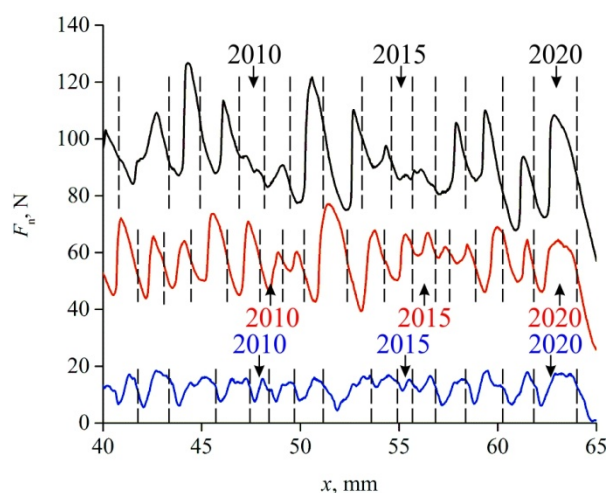


Рисунок 4. Профиль нормальной силы F_n при скретчинге древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.) на 3 разных глубинах царапины d : 300 мкм (черная), 100 мкм (красная), 50 мкм (синяя). Пунктиром показаны границы колец, числами – соответствующий год их роста.

Figure 4. Profile of normal force F_n when scratching oak wood at 3 different scratch depths d : 300 μm (black), 100 μm (red), 50 μm (blue). The dotted line shows the boundaries of the rings, the numbers indicate the corresponding year of their growth.

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

Поперечный профиль царапин (рис. 5б) показывает, что после выполнения скретч-теста происходит частичное восстановление деформации, т.к. измеренная глубина царапины d^* меньше задаваемой. Степень восстановления деформации после скретч-теста можно оценить по рис. 6.

Из анализа кривых скретч-теста, сделанных на древесине дуба черешчатого (*Q. robur* L.), видно, что отношение F_{n_max}/F_{n_min} уменьшается по мере

увеличения глубины царапания (см. табл. 3). Это происходит вследствие увеличения площади контакта зонда с поверхностью и, соответственно, усреднения механических свойств по большей площади. Само же отношение F_{n_max}/F_{n_min} – есть отношение механических свойств в LW и EW при соответствующей зоне деформации.

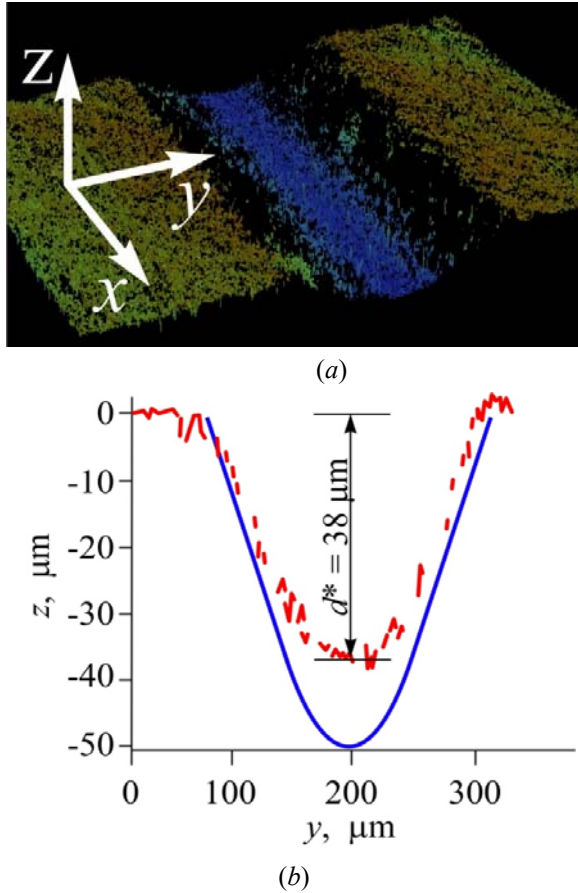


Рисунок 5. Изображение царапины (a) и соответствующие ей профили (b) на древесине дуба черешчатого (*Q. robur* L.) при $d = 50$ мкм, полученные с помощью профилометра Veeco NT 9080 (красная кривая). Синей линией отмечен профиль зонда на заданной глубине d скретч-теста.

Figure 5. Image of scratches (a) and their corresponding profiles (b) on oak with $d = 50$ μm , obtained using a Veeco NT 9080 profilometer (red curve). The blue line marks the profile of the probe at a given depth d of the scratch test.

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

Из этого следует, что в зависимости от поставленной задачи следует выбирать форму индентора и зону деформирования, соотносить с прикладываемой P_{max} в методе NI или задаваемой глубиной d в скретч-тесте. Например, если необходимо получить макросвойства (например, макротвердость), то площадь контакта должна превышать размеры годового кольца в несколько раз.

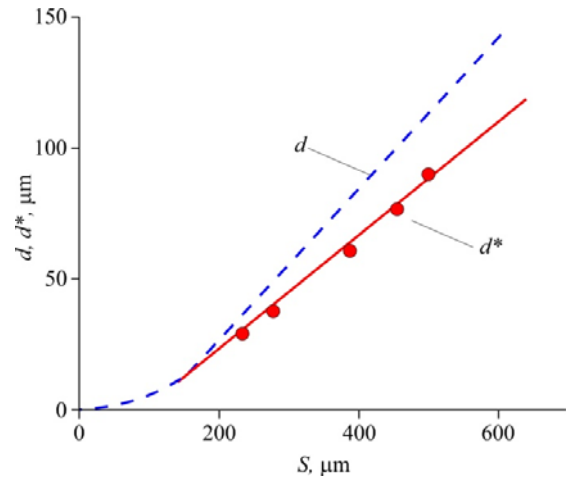


Рисунок 6. Зависимость глубины царапины d^* , полученные из данных профилометрии, (красные кружки) и глубины d , соответствующей геометрии используемого зонда (синяя пунктирная линия), от ширины S получаемой царапины.

Figure 6. Dependence of scratch depth d^* , obtained from profilometry data, (red circles) and depth d , corresponding to the geometry of the probe used (blue dotted line), on the width S of the resulting scratch.

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

Таблица 3

Зависимости силовых параметров скретч-теста от глубины царапания

Table 3

Dependence of scratch test force parameters on scratch depth

d , мкм μm	50	100	300
d^* , мкм μm	38	77	230
F_n min, Н N	7.6 ± 1.7	48.7 ± 4.0	84.9 ± 4.5
F_n max, Н N	16.6 ± 1.0	67.3 ± 3.7	110.6 ± 8.7
F_n max/ F_n min	2.4 ± 0.6	1.40 ± 0.16	1.31 ± 0.12

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

При решении задач исследования внутренней структуры годового кольца необходимо, чтобы область контакта была значительно меньше размеров (ширины) годового кольца, но при этом существенно больше размеров (толщины) клеточных стенок, т.е. должна быть сопоставима с размером несколько клеток. Для изменения (например, увеличения или уменьшения) пространственного разрешения можно использовать сменные зонды с другими (меньшими или большими) радиусами кривизны в вершине, например, для увеличения разрешения необходимо применять зонды с меньшими радиусами закругления и задавать меньшую величину значений d .

При этом важную роль играет и подготовка поверхности. Так, в первом случае достаточно выравнивания поверхности, например, стандартным столярным инструментом (пилой или фрезой). Во втором случае, необходима более тщательная подготовка – выровненную поверхность уже нужно шлифовать или полировать, а если важна и клеточная структура, то и подготавливать поверхность срезом.

В наших экспериментах по скретч-тесту глубине царапания $d = 100$ и 300 мкм соответствовала ширина царапины $S = 450$ и $S = 1050$ мкм соответственно. Для расчета твердости при царапании H_s конусом на такой глубине использовали формулу (1) [20] для конуса

$$H_s = \frac{F_n}{\frac{\pi S^2}{8} \sin \theta / 2}, \quad (1)$$

где θ – угол конуса индентора.

Глубине царапины $d = 30$ мкм соответствует ширина 210 мкм. Учитывая форму используемого в работе индентора, на такой глубине царапание происходит фактически сферой, а не конусом. Тогда для расчета твердости H_s из скретч-теста на такой глубине можно использовать формулу (2) для сферы [20].

$$H_s = \frac{F_n}{\frac{\pi D}{4} (D - \sqrt{D^2 - S^2})}, \quad (2)$$

где D – диаметр сферического индентора.

Границы применения формул (1) и (2) для расчета твердости при использовании нами индентора с радиусом закругления $R = 200$ мкм проходит примерно при $d = 40$ мкм

Используя данные скретч-теста и формулы для вычисления твердости, были построены ее профили на поверхности древесины дуба черешчатого (*Q. robur* L.) вдоль радиального направления. Пример профиля H_s при $d = 30$ мкм показан на рис. 7.

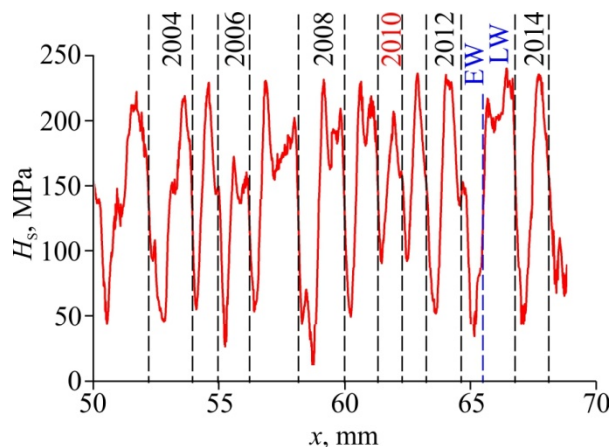


Рисунок 7. Твердость H_s дуба черешчатого (*Q. robur* L.) в радиальном направлении, полученная из данных скретч-теста 12 последовательных годовых колец на глубине царапания $d = 30$ мкм. Числами сверху показан год роста древесины.

Figure 7. Radial hardness H_s of oak (*Q. robur* L.) obtained from scratch test data of 12 consecutive growth rings at a scratch depth $d = 30$ μm . The numbers above show the year of wood growth.

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

Из полученных профилей H_s были выделены значения твердости для зон EW и LW (приведены в табл. 4). Из табл. 2 видно, что твердость EW, полученная методами NI и скретч-теста для разных зон деформирования, начиная с 20 мкм, в пределах погрешности совпадает. Твердость LW снижается по мере увеличения зоны деформирования и стремится к значениям макротвердости.

Полученные из скретч-теста и NI профили твердостей (рис. 2 и рис. 7) имеют типичную форму и те же характерные особенности, что и профили плотности колец, получаемые с помощью рентгеновской микроденситометрии (см., например, [24]). В профилях годовичных колец можно выделить зоны EW и LW, высокие значения плотности и твердости

в LW, минимальные величины в EW с сохранением их отношения.

Таблица 4

Твердость H древесины на разных масштабных уровнях, полученная методом NI и в скретч-тесте

Table 4

Hardness H of wood at different scale levels, obtained by the NI method and in the scratch test

Используемый метод Method used	a (NI), S (scratch), мкм μm	H , МПа МПа	
		EW	LW
Метод NI Method NI	3-10	110±15	340±20
	20-60	65±30	330±35
	70-130	70±15	315±30
Скретч-тест Scratch test	210	53±20	225±10
	283	62±25	203±10
	450	75±15	160±10
	1050	64±10	94±10

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

Обсуждение

В работе [25] авторы отмечают денситометрию как один из важнейших подходов и инструментов для дендроэкологии и дендроклиматологии, который позволяет существенно расширить возможности по реконструкции различных природных процессов. При этом для такого подхода в классическом варианте отмечается и ряд существенных недостатков - громоздкость применяемого оборудования, его высокая стоимость, использование рентгеновских плёнок и т.д. [25]. Это вынуждает искать альтернативные пути развития метода денситометрии применительно к исследованию годичных колец, например, в [25] представлен альтернативный подход к измерению профиля плотности годичных колец деревьев, основанный на анализе изображения клеточной структуры колец и подсчете площадей стенок этих клеток.

Несмотря на различные подходы при анализе изображения и механическом воздействии при NI и скретч-тесте мы также действуем на стенки клеток, а откликом служит сила, действующая на зонд. Таким образом, скретч-тест может использоваться как

альтернативный способ получения профиля плотности годичных колец с последующим применением для хронологических построений.

Так как физико-механические свойства древесины в слоях LW и EW имеют существенные отличия, то по аналогии с результатами полученные методами NI из данных скретч-тестирования возможно определение ширины годичных колец W_s .

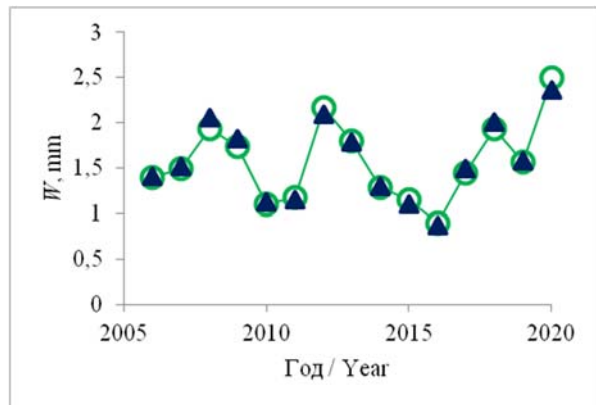
Применение метода NI требует тщательной подготовки поверхности, больших затрат времени, при этом в силу специфики метода профиль получаемых значений твердости имеет дискретный характер. В противоположность этому, профиль изменения нормальной силы F_n в процессе движения зонда при скретч-тесте перпендикулярно годовым кольцам на поперечном срезе древесины или на керне отображает ее кольцевую структуру и изменения механических свойств вдоль направления сканирования непрерывно и не требует тщательной подготовки поверхности. Такие данные позволяют использовать методику скретч-теста для определения числовых значений W и выявления доли EW и LW применительно к задачам дендрохронологии и смежных дисциплин, а также для оценки как локальных, так и интегральных механических свойств древесины и другого растительного сырья.

Определение ширины годовых колец из скретч-кривой на графиках $F_n(x)$ по разнице между соседними минимума или максимумами имеют большую неопределенность по сравнению с точкой на $1/2$ спада пика. Этот спад соответствует границе между двумя соседними кольцами. Помимо этого, независимо от глубины царапания или начальной прижимной силы (в разумных пределах), несмотря на большее усреднение свойств по площади при большей силе, точка разделения границ на оси x совпадает. Также этот критерий удобен для программирования и автоматического определения ширины колец.

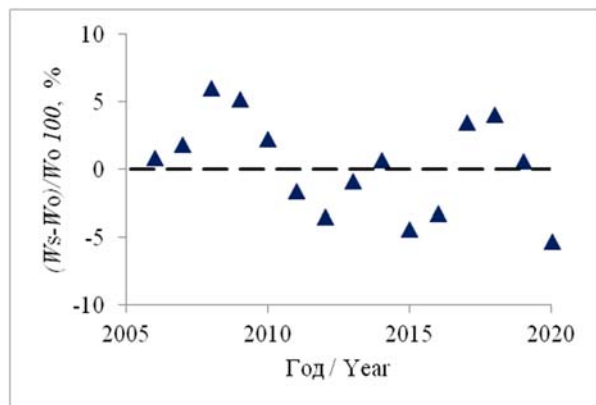
Путем проведения предварительных исследований с варьированием формы применяемого зонда и задаваемой глубины скретч-тестирования было установлено, что для решаемых в работе задач наиболее оптимальным зондом является наконечник Роквелла, для которого оптимальной с точки зрения

отношения сигнал/шум и необходимого пространственного разрешения метода для определения границ годовых колец является величина $d \approx 50$ мкм.

На рис. 8 показана ширина годовых колец W дуба черешчатого (*Q. robur* L.), определенная двумя методами - оптическим и скретч-тестом.



(a)



(b)

Рисунок 8. Корреляция ширины годовых колец W дуба черешчатого (*Q. robur* L.), полученной оптическим (кружки) и скретч методом (сплошные значки): (a) хронологические изменения W ; (b) относительное отклонение W_s от W_o .

Figure 8. Correlation of the width of annual rings W of oak (*Q. robur* L.), obtained by the optical (circles) and scratch method (solid symbols): (a) chronological changes in W ; (b) relative deviation of W_s from W_o .

Источник: собственные экспериментальные данные авторов

Source: authors' own experimental data

Сравним точность определения ширины колец в абсолютных значениях тремя методами: оптическим, скретч и индентированием. В оптическом

методе она зависит от разрешения микроскопа (оптики), оптической линейки, по которой смещается образец, и точности установление метки человеком. Так работает ЛИНТАБ. В скретч-методе и индентировании – от дискреты смещения Δx по x . В нашем экспериментальном комплексе $\Delta x = 3.1$ мкм. В индентировании она не может быть меньше стороны отпечатка. В индентировании можно уменьшить эту дискрету, проходя границу колец по диагонали.

Среднее отклонение измеренных значений ширины годовых колец, полученных оптически и при скретче, для дуба черешчатого (*Q. robur* L.) составляет 2.9 % (рис. 8b). Абсолютное среднеквадратическое отклонение такого расхождения составляло во всех случаях несколько десятков мкм, что сопоставимо с размером клетки в древесине.

Заключение

Предложен новый нано-/микромеханический подход исследования внутрикольцевой структуры древесины. Он основан на регистрации и анализе профилей изменения механических свойств древесины годовых колец в радиальном направлении. Проведена экспериментальная апробация разработанных в рамках этого подхода методов NI и скретч-теста, имеющих широкий спектр применения. Не без оснований можно полагать, что разработанные подходы будут применяться не только для древесины, но и для более широкого круга материалов, например, композитов, в особенности – имеющих сложную структуру: слоистым и волокнистым.

Разработанные методы NI и скретч-теста помимо геометрических и анатомических характеристик кольцевой структуры древесины позволяют извлекать информацию о распределениях физико-механических свойств в шкале от нано- до макро-, а затем делать построения хронологических зависимостей в задачах дендрохронологии.

Этот подход и способы получения первичного массива данных более информативны, чем используемые в традиционных оптических методиках. В то же время, относительное расхождение между значениями ширины годовых колец, полученных оптически и при скретче, для дуба черешчатого (*Q. robur* L.) составляет менее 3%.

Скретч-тест в конфигурации с используемыми в работе зондом и датчиком силы не имеет

столь высокого пространственного разрешения как NI. Но он намного более производительен, менее трудозатратен, позволяет работать в очень широком диапазоне скоростей относительной деформации материалов на больших пространственных масштабах, не требуют тщательной подготовки поверхности и дорогостоящего оборудования. Таким образом, методика скретч-теста обладает большой функциональностью и может применяться для широкого

круга задач, в том числе, дендрохронологических, дендрэкологических и других исследований. Это дает возможность его использования как альтернативы или существенного дополнения стандартным оптическим, денситометрическим и другим методам.

Список литературы

1. Frank D., Fang K., Fonti P. Dendrochronology: Fundamentals and Innovations. In Stable Isotopes in Tree Rings, Siegwolf R. T. W., Brooks J. R., Roden J., Saurer M. (eds.). Springer: Cham. 2022. 8: 21-59. DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-030-92698-4_2.
2. Rubino D. L., Baas C. Dating Buildings and Landscapes with Tree-Ring Analysis, 1st eds.. Routledge: London. 2019. 302 p. DOI: <https://doi.org/10.4324/9781315145679>.
3. Bernabei M., Martinelli N., Cherubini P. Tree-Ring Analysis on Wooden Artifacts: What Can It Tell Us? In Nanotechnologies and Nanomaterials for Diagnostic, Conservation, and Restoration of Cultural Heritage, Lazzara G., Fakhrollin R. (eds.). Elsevier. 2019. 111-125. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813910-3.00006-9>.
4. Ljungqvist F. C., Thejll P., Björklund J., Gunnarson B. E., Piermattei A., Rydval M., Seftigen K., Støve B., Büntgen U. Assessing non-linearity in European temperature-sensitive tree-ring data. *Dendrochronologia*. 2020. 59: 125652. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2019.125652>.
5. Büntgen U., Arseneault D., Boucher E. Recognising bias in Common Era temperature reconstructions. *Dendrochronologia*. 2022. 74: 125982. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2022.125982>.
6. Dendroecology. Tree-Ring Analyses Applied to Ecological Studies. Amoroso M. M., Daniels L. D., Baker P. J., Camarero J. J. (eds.). Springer International Publishing AG. 2017. 231: 363 p. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-61669-8>.
7. Domínguez-Delmás M. Seeing the forest for the trees: New approaches and challenges for dendroarchaeology in the 21st century. *Dendrochronologia*. 2020. 62: 125731. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2020.125731>.
8. Pearl J. K., Keck J. R., Tintor W., Siekacz L., Herrick H. M., Meko M. D., Pearson C. L. New frontiers in tree-ring research. *The Holocene*. 2020. 1-10. DOI: <https://doi.org/10.1177/0959683620902230>.
9. Асадулаев З. М., Омарова О. К., Рамазанова З. К. Возрастные и климатические основы изменчивости годовичных колец *Taxus baccata* в предгорном Дагестане. *Лесотехнический журнал*. 2018. 8(2): 22–36. DOI: https://doi.org/10.12737/article_5b24060a7008c9.83626510. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/xrubrz>.
10. Вьюхина А. А., Гурская М. А. Интенсивность отражения синего (blue intensity): дендроклиматический потенциал сосны, произрастающей на севере Фенноскандии // *Журн. Сиб. федер. ун-та. Биология*. 2022. 15(2): 244–263. DOI: <https://doi.org/10.17516/1997-1389-0385>. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/xzzgdc>.
11. Buckley B. M., Hansen K. G., Griffin K. L., Schmiege S., Oelkers R., D'Arrigo R. D., Stahle D. K., Davi N., Nguyen T. Q. T., Le C. N., Wilson R. J. S. Blue intensity from a tropical conifer's annual rings for climate reconstruction: An ecophysiological perspective. *Dendrochronologia*. 2018. 50: 10-22. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2018.04.003>.
12. Matulewski P., Buchwal A., Gärtner H., Jagodziński A. M., Cufar K. Altered growth with blue rings: comparison of radial growth and wood anatomy between trampled and non-trampled scots pine roots. *Dendrochronologia*. 2022. 72(1-2): 125922. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2022.125922>.
13. Samusevich A., Lexa M., Vejpustková M., Altman J., Zeidler A. Comparison of methods for the demarcation between earlywood and latewood in tree rings of Norway spruce. *Dendrochronologia*. 2020. 60: 125686. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2020.125686>.

14. Moghaddam M. S., den Bulcke J. V., Wälinder M. E. P., Claesson P. M., Acker J. V., Swerin A. Microstructure of chemically modified wood using X-ray computed tomography in relation to wetting properties. *Holzforschung*. 2017. 71(2): 119–128. DOI: <https://doi.org/10.1515/hf-2015-0227>.
15. Jacquin P., Longuetaud F., Leban J.-M., Mothe F. X-ray microdensitometry of wood: A review of existing principles and devices. *Dendrochronologia*. 2017. 42: 42–50. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2017.01.004>.
16. Alves E. E. N., Rodriguez D. R. O., Rocha P. A., Vergütz L., Junior L. S., Hesterberg D., Pessenda L. C. R., Tomazello-Filho M., Costa L. M. Synchrotron-based X-ray microscopy for assessing elements distribution and speciation in mangrove tree-rings. *Results in Chemistry*. 2021. 3: 100121. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2021.100121>.
17. Kang X., Kirui A., Widanage M. C. D., Mentink-Vigier F., Cosgrove D. J., Wang T. Lignin-polysaccharide interactions in plant secondary cell walls revealed by solid-state NMR. *Nat. Commun.* 2019. 10: 347. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41467-018-08252-0>.
18. Chen C., Kuang Y., Zhu S., Burgert I., Keplinger T., Gong A., Li T., Berglund L., Eichhorn S. J., Hu L. Structure–property–function relationships of natural and engineered wood. *Nat. Rev. Mater.* 2020. 5: 642–666. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41578-020-0195-z>.
19. Рунова Е. М., Гарус И. А., Мухачева А. Н. Применение инструментальных методов при оценке состояния стволов *Pinus sylvestris* L. Лесотехнический журнал. 2020. 10(3): 72–85. DOI: <https://doi.org/10.34220/issn.2222-7962/2020.3/8>. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/mkwogv>.
20. Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности. Москва: Машиностроение, 2009. – 312 с. ISBN 978-5-94275-476-1. – Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/raydmx>.
21. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Васюков В.М. Физико-механические свойства и микромеханизмы локального деформирования материалов с различной зависимостью твердости от глубины отпечатка. *Физика твердого тела*. 2017. 59(9): 1778-1786. DOI: <https://doi.org/10.21883/0000000000>. Режим доступа: <https://elibrary.ru/item.asp?id=29973088>.
22. Golovin Yu. I., Gusev A. A., Golovin D. Yu., Matveev S. M., Tyurin A. I., Samodurov A. A., Korenkov V. V., Vasyukova I. A., Yunack M. A. Multiscale wood micromechanics and size effects study via nanoindentation. *Journal of Bioresources and Bioproducts*. 2023. 8(3): 246-264. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2023.04.002>.
23. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Гусев А.А., Матвеев С.М., Головин Д.Ю., Самодуров А.А., Васюкова И.А., Юнак М.А., Колесников Е.А., Захарова О.В. Локальные механические свойства и кольцевая структура древесины, исследованные методом сканирующего наноиндентирования // *Журнал технической физики*. 2022. 92(4): 575-587. DOI: <https://doi.org/10.21883/JTF.2022.04.52245.297-21>. Режим доступа: <https://elibrary.ru/item.asp?id=48022954>.
24. Vaganov E. A., Hughes M. K., Silkin P. P., Nesvetailo V. D. The Tunguska Event in 1908: Evidence from Tree-Ring Anatomy. *Astrobiology*. 2004. 4(3): 391-399. DOI: <https://doi.org/10.1089/ast.2004.4.391>.
25. Silkin P. P., Kirryanov A. V., Krusic P. J., Ekimov M. V., Barinov V. V., Büntgen U. A new approach to measuring tree-ring density parameters. *J. Sib. Fed. Univ. Biol.* 2022. 15(4): 441-455. DOI: <https://doi.org/10.17516/1997-1389-0397>.

References

1. Frank D., Fang K., Fonti P. *Dendrochronology: Fundamentals and Innovations*. In *Stable Isotopes in Tree Rings*, Siegwolf R. T. W., Brooks J. R., Roden J., Saurer M. (eds.). Springer: Cham. 2022. 8: 21-59. DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-030-92698-4_2.
2. Rubino D. L., Baas C. *Dating Buildings and Landscapes with Tree-Ring Analysis*, 1st eds.. Routledge: London. 2019. 302 p. DOI: <https://doi.org/10.4324/9781315145679>.
3. Bernabei M., Martinelli N., Cherubini P. *Tree-Ring Analysis on Wooden Artifacts: What Can It Tell Us?* In *Nanotechnologies and Nanomaterials for Diagnostic, Conservation, and Restoration of Cultural Heritage*, Lazzara G., Fakhruddin R. (eds.). Elsevier. 2019. 111-125. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813910-3.00006-9>.

4. Ljungqvist F. C., Thejll P., Björklund J., Gunnarson B. E., Piermattei A., Rydval M., Seftigen K., Støve B., Büntgen U. Assessing non-linearity in European temperature-sensitive tree-ring data. *Dendrochronologia*. 2020. 59: 125652. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2019.125652>.
5. Büntgen U., Arseneault D., Boucher E. Recognising bias in Common Era temperature reconstructions. *Dendrochronologia*. 2022. 74: 125982. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2022.125982>.
6. *Dendroecology. Tree-Ring Analyses Applied to Ecological Studies*. Amoroso M. M., Daniels L. D., Baker P. J., Camarero J. J. (eds.). Springer International Publishing AG. 2017. 231: 363 p. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-61669-8>.
7. Domínguez-Delmás M. Seeing the forest for the trees: New approaches and challenges for dendroarchaeology in the 21st century. *Dendrochronologia*. 2020. 62: 125731. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2020.125731>.
8. Pearl J. K., Keck J. R., Tintor W., Siekacz L., Herrick H. M., Meko M. D., Pearson C. L. New frontiers in tree-ring research. *The Holocene*. 2020. 1-10. DOI: <https://doi.org/10.1177/0959683620902230>.
9. Asadulaev Z. M., Omarova O. K., Ramazanova Z. R. Age and climatic bases of variability of annual growth rings of *Taxus baccata* in foothill Dagestan. *Lesotekhnicheskij zhurnal* [Forestry Engineering Journal], 2018. 8(2): 22-36. (in Russian) DOI: https://doi.org/10.12737/article_5b24060a7008c9.83626510.
10. Vyukhina A. A., Gurskaya M. A. Dendroclimatic potential of blue intensity-based chronologies of northern Fennoscandia Scots pine. *J. Sib. Fed. Univ. Biol.* 2022 15(2): 244–263. DOI: <https://doi.org/10.17516/1997-1389-0385>.
11. Buckley B. M., Hansen K. G., Griffin K. L., Schmiede S., Oelkers R., D’Arrigo R. D., Stahle D. K., Davi N., Nguyen T. Q. T., Le C. N., Wilson R. J. S. Blue intensity from a tropical conifer’s annual rings for climate reconstruction: An ecophysiological perspective. *Dendrochronologia*. 2018. 50: 10-22. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2018.04.003>.
12. Matulewski P., Buchwal A., Gärtner H., Jagodziński A. M., Cufar K. Altered growth with blue rings: comparison of radial growth and wood anatomy between trampled and non-trampled scots pine roots. *Dendrochronologia*. 2022. 72(1-2): 125922. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2022.125922>.
13. Samusevich A., Lexa M., Vejpusková M., Altman J., Zeidler A. Comparison of methods for the demarcation between earlywood and latewood in tree rings of Norway spruce. *Dendrochronologia*. 2020. 60: 125686. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2020.125686>.
14. Moghaddam M. S., den Bulcke J. V., Wälinder M. E. P., Claesson P. M., Acker J. V., Swerin A. Microstructure of chemically modified wood using X-ray computed tomography in relation to wetting properties. *Holzforschung*. 2017. 71(2): 119–128. DOI: <https://doi.org/10.1515/hf-2015-0227>.
15. Jacquin P., Longuetaud F., Leban J.-M., Mothe F. X-ray microdensitometry of wood: A review of existing principles and devices. *Dendrochronologia*. 2017. 42: 42–50. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dendro.2017.01.004>.
16. Alves E. E. N., Rodriguez D. R. O., Rocha P. A., Vergütz L., Junior L. S., Hesterberg D., Pessenda L. C. R., Tomazello-Filho M., Costa L. M. Synchrotron-based X-ray microscopy for assessing elements distribution and speciation in mangrove tree-rings. *Results in Chemistry*. 2021. 3: 100121. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2021.100121>.
17. Kang X., Kirui A., Widanage M. C. D., Mentink-Vigier F., Cosgrove D. J., Wang T. Lignin-polysaccharide interactions in plant secondary cell walls revealed by solid-state NMR. *Nat. Commun.* 2019. 10: 347. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41467-018-08252-0>.
18. Chen C., Kuang Y., Zhu S., Burgert I., Keplinger T., Gong A., Li T., Berglund L., Eichhorn S. J., Hu L. Structure–property–function relationships of natural and engineered wood. *Nat. Rev. Mater.* 2020. 5: 642–666. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41578-020-0195-z>.
19. Runova E. M., Garus I. A., Mukhacheva A. N. Application of instrumental methods in trunks assessment of *Pinus sylvestris* L. *Lesotekhnicheskij zhurnal* [Forestry Engineering Journal]. 2020. 10(3): 72-85. (in Russian). DOI: <https://doi.org/10.34220/issn.2222-7962/2020.3/8>.
20. Golovin Y. I. Nanoindentation and its capabilities. *Maschinostroenie*: Moscow, Russia. 2009. - 312 p. ISBN 978-5-94275-476-1. (In Russ.)

21. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Aslanyan E.G., Pirozhkova T.S., Vasyukov V.M. The physical and mechanical properties and local deformation micromechanisms in materials with different dependence of hardness on the depth of print. *Physics of the Solid State*. 2017. 59(9): 1803-1811. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1063783417090104>.

22. Golovin Yu. I., Gusev A. A., Golovin D. Yu., Matveev S. M., Tyurin A. I., Samodurov A. A., Korenkov V. V., Vasyukova I. A., Yunack M. A. Multiscale wood micromechanics and size effects study via nanoindentation. *Journal of Bioresources and Bioproducts*. 2023. 8(3): 246-264. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2023.04.002>.

23. Golovin Yu. I., Tyurin A. I., Gusev A. A., Matveev S. M., Golovin D. Yu., Samodurov A. A., Vasyukova I. A., Yunak M.A., Kolesnikov E. A., Zakharova O. V. Scanning naation as an instrument of studying local mechanical properties distribution in wood and a new technique for dendrochronology. *Technical Physics*. 2022. 67(4): 484-495. DOI: <https://doi.org/10.21883/TP.2022.04.53605.297-21>.

24. Vaganov E. A., Hughes M. K., Silkin P. P., Nesvetailo V. D. The Tunguska Event in 1908: Evidence from Tree-Ring Anatomy. *Astrobiology*. 2004. 4(3): 391-399. DOI: <https://doi.org/10.1089/ast.2004.4.391>.

25. Silkin P. P., Kirryanov A. V., Krusic P. J., Ekimov M. V., Barinov V. V., Büntgen U. A new approach to measuring tree-ring density parameters. *J. Sib. Fed. Univ. Biol.* 2022. 15(4): 441-455. DOI: <https://doi.org/10.17516/1997-1389-0397>.

Сведения об авторах

✉ *Тюрин Александр Иванович* – кандидат ф.-м. наук, зам. директора научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-8020-2507>, e-mail: tyurinalexander@yandex.ru

Самодуров Александр Алексеевич – кандидат ф.-м. наук, старший научный сотрудник научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-9600-8140>, e-mail: samsasha@yandex.ru

Головин Дмитрий Юрьевич – кандидат т. наук, старший научный сотрудник научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, e-mail: tarlin@yandex.ru

Юнак Мария Александровна – научный сотрудник научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, e-mail: mascha150383@mail.ru

Коренков Виктор Васильевич – кандидат ф.-м. наук, научный сотрудник научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, e-mail: ya.vikkor@yandex.ru

Баранчиков Петр Александрович – инженер научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, e-mail: nano@tsutmb.ru

Тюрин Владимир Александрович – ведущий специалист научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, e-mail: nano@tsutmb.ru

Куркина Наталья Михайловна – ведущий специалист научно-исследовательского института «Нанотехнологии и наноматериалы» ФГБОУ ВО «Тамбовский Государственный Университет имени Г.Р. Державина», ул. Интернациональная, 33, г. Тамбов, Российская Федерация, 392000, e-mail: nano@tsutmb.ru

Information about the authors

✉ *Alexander I. Tyurin* – Cand. Sci. (of Phys. and Mat.), Deputy Head of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-8020-2507>, e-mail: tyurinalexander@yandex.ru

Alexander A. Samodurov – Cand. Sci. (of Phys. and Mat.), Senior Researcher of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-9600-8140>, e-mail: samsasha@yandex.ru

Dmitrii Yu. Golovin – Cand. Sci. (of techn.), Senior Researcher of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, e-mail: tarlin@yandex.ru

Mariya A. Yunak – Researcher of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, e-mail: mascha150383@mail.ru

Viktor V. Korenkov – Cand. Sci. (of Phys. and Mat.), Researcher of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, e-mail: ya.vikkor@yandex.ru

Petr A. Baranchikov – engineer of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, e-mail: nano@tsutmb.ru

Vladimir A. Tyurin – Leading Specialist of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, e-mail: nano@tsutmb.ru

Natalia M. Kurkina – Leading Specialist of Institute for Nanotechnology and Nanomaterials G.R. Derzhavin Tambov State University, Internationalnaya srt., 33, Tambov, Russian Federation, 392000, e-mail: nano@tsutmb.ru

✉ – Для контактов/Corresponding author