

TWARDOŚĆ ZIARNIAKA KUKURYDZY Z UWZGLĘDNIENIEM JEGO ZRÓŻNICOWANIA ANATOMICZNEGO

Gabriel Czachor, Jerzy Bohdziewicz, Zbigniew Zdrojewski
Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu

Streszczenie. Modyfikowana metoda Vickersa umożliwia selektywny pomiar twardości badanej tkanki oraz jej zdolność do kumulacji energii sprężystej. Te cechy mechaniczne sparametryzowano poprzez zdefiniowanie wskaźnika elastyczności W_{el} oraz twardości HV_R . Wykazano statystycznie istotne zróżnicowanie wartości średnich wyznaczonych wartości W_{el} oraz HV_R przede wszystkim w zależności od miejsca lokalizacji punktów pomiarowych. Wpływ rodzaju badanego materiału jest mniej istotny. Różnice odmianowe określone wartościami wyznaczonych wskaźników występują w odniesieniu do bielma woskowatego i okrywy owocowo-nasiennej ziarniaka typu Koński ząb. Dla ziarniaków typu Koński ząb oraz odmiany Labor wyznaczono trendy, jakim podlegają zmiany wartości W_{el} oraz HV_R przy uwzględnieniu lokalizacji punktów pomiarowych.

Słowa kluczowe: twardość, wskaźnik elastyczności, ziarniak, kukurydza

WSTĘP

Ziarniak kukurydzy w aspekcie pomiaru twardości pod względem anatomicznym jest złożoną strukturą składającą się z okrywy, zarodka i tkanki zapasowej. Implikuje to istotne trudności w określeniu twardości składowych tego rodzaju obiektu. Dlatego niektórzy autorzy proponują, ze względów praktycznych, ograniczyć miejsce pomiaru jedynie do powierzchni okrywy ziarniaka [Romański 2002]. Stosowane metody klasyfikowane jako wytrzymałościowe [Obuchowski i in. 1980] polegają na optycznym pomiarze odkształcenia trwałego powstałego na powierzchni badanego obiektu [Frontczak 1987, Gąsiorowski i in. 1990, 1999], na bezpośrednim pomiarze głębokości odcisku [Frączek i in. 1999, 2003] lub na pomiarze głębokości odcisku uwzględniającym opóźnioną sprężystą reakcję tkanki [Czachor i in. 2013]. W tym przypadku pomiar odkształcenia trwałego odcisku Vickersa możliwy jest w efekcie realizacji cyklu składającego się z kolejno następujących po sobie faz: obciążania, pełzania, odciążania i relaksacji.

Adres do korespondencji – Corresponding author: Gabriel Czachor, Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu, Instytut Inżynierii Rolniczej, ul. Chelmońskiego 37/41, 51-630 Wrocław, e-mail: gabriel.czachor@up.wroc.pl

Różnice metodologiczne w sposobie pomiaru powodują, że w odniesieniu do wybranych fragmentów ziarniaków zbóż badacze podają wyniki pomiarów twardości znacznie różniące się co do ich wartości. W większości stosowanych metod występują ograniczenia wynikające z niemożności precyzyjnego pomiaru przekątnych odcisku lub z nieuwzględniania wpływu opóźnionej sprężystej reakcji tkanki w miejscu pomiaru.

Zaproponowano metodę pomiaru twardości będącą modyfikacją standardowych metod Vickersa i Rockwella [PN-EN ISO 6507-1:1999, PN-EN ISO 6508-1:2002]. Głębokość odkształcenia jest miarą twardości wyliczoną na podstawie założenia, że kształt wgłębienia to odwzorowanie kształtu penetratora. Jednocześnie określano zdolność kumulacji energii sprężystej w badanej tkance jako ważnego wyróżnika charakteryzującego jej właściwości mechaniczne w miejscu pomiaru.

Celem pracy była weryfikacja przydatności proponowanej metody pomiaru twardości do wykazania istotności zróżnicowania anatomicznego ziarniaka kukurydzy oraz do określenia relacji zachodzących między wartościami parametrów charakteryzujących jego właściwości plastyczne i sprężyste.

MATERIAŁ I METODY

Do badań wyselekcjonowano partie ziarniaków kukurydzy odmiany Labor oraz typu Koński ząb. Ziarniaki klimatyzowano przez okres sześciu miesięcy, stabilizując ich wilgotność na poziomie 11,6%. Partię ziarniaków zalano w żywicy epoksydowej i wykonano przekroje podłużne, a pozostałą grupę całych ziarniaków osadzono za pomocą kleju na płaskim, sztywnym podłożu. Pomiar twardości okrywy owocowo-nasiennej prowadzono dla 30 sztuk ziarniaków odmiany Labor oraz typu Koński ząb, wykonując po kilka powtórzeń dla każdego egzemplarza. Analogiczne pomiary prowadzono dla przekroju w osi podłużnej ziarniaka w jego strefie bielastej oraz w strefie zarodka. Do precyzyjnego przesuwu próbki zastosowano stół pomiarowy z możliwością precyzyjnej regulacji w kierunkach osi x i y . Twardość okrywy owocowo-nasiennej wyznaczono dla powierzchni charakteryzujących się minimalną krzywizną w miejscu pomiaru.

We wszystkich przypadkach testy realizowano na maszynie typu Instron 5566 z zastosowaniem głowicy pomiarowej o zakresie do 100 N oraz wgłębniaka Vickersa. Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów wyznaczono wartości odkształcenia trwałego Δh jako różnicę głębokości uzyskanej w fazie relaksacji oraz obciążenia wstępnego.

Zaproponowano obliczenie wartości twardości HV_R modyfikowanej metody Vickersa po odpowiednim przekształceniu równania opisanego w PN-EN ISO 6507-1:1999 do następującej postaci:

$$HV_R = 0,03784 \frac{F}{\Delta h^2}, [\text{MPa}] \quad (1)$$

gdzie: F – obciążenie [N],

Δh – głębokość odkształcenia trwałego [mm].

Przyjęto obciążenie $F = 10$ N, czas fazy pełzania 300 s, czas trwania fazy relaksacji 30 s.

Do obliczenia zdolności do kumulacji energii sprężystej w testowanej tkance obliczono wartości wskaźnika elastyczności W_{el} na podstawie równania [Bohdziewicz 2007]:

$$W_{el} = \frac{U_{RS}}{U_R} \quad (2)$$

gdzie: U_{RS} – energia odzyskana podczas powrotu sprężystego,
 U_R – energia całkowita odkształcenia przy obciążaniu.

Metodą różniczki zupełnej analizowano wartości błędu względnego kwadratowego w odniesieniu do wartości HV_R oraz W_{el} . Zgodnie z danymi paszportu maszyny Instron 5566 oraz głowicy pomiarowej, przy obciążeniu $F = 10$ N błąd pomiaru wynosił $\pm 0,01$ N, a błąd pomiaru przemieszczenia głowicy $\pm 0,004$ mm. Rozpatrując skrajne zmierzone wartości głębokości Δh w zakresie od 0,02 do 0,14 mm stwierdzono, że wartości błędu względnego obliczeń HV_R wynosiły odpowiednio 40 oraz 5,7%. Błąd rzędu 40% wynikał z doboru zbyt małej wartości siły F w odniesieniu do twardości badanego materiału. W obu skrajnych przypadkach wartości błędu dla wskaźnika W_{el} to odpowiednio 16,2 oraz 13,4%.

Do oceny zróżnicowania wielkości stereometrycznych uzyskanych odcisków Vickersa przeprowadzono analizę mikroskopową powierzchni wybranych próbek z wykorzystaniem mikroskopu optycznego stereoskopowego Nikon SMZ 1500. Zastosowanie przyrządu optycznego o dużej rozdzielczości wynikało z konieczności analizowania poprawności kształtu odcisków o rozmiarach rzędu setnych milimetra.

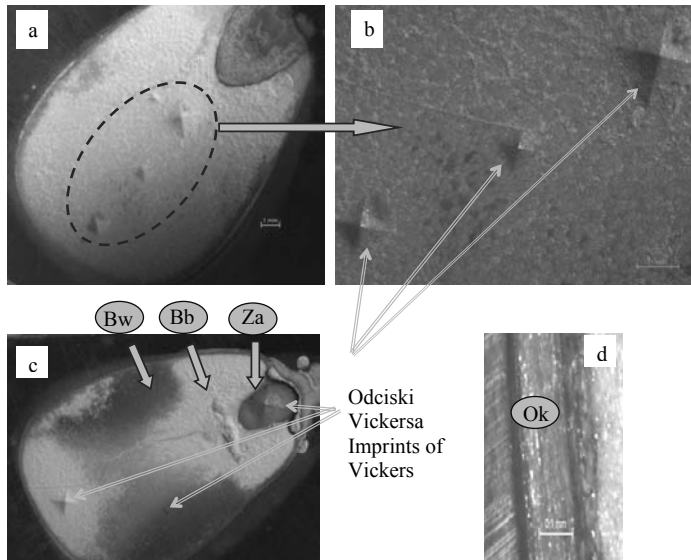
Metody statystyczne

Analizę statystyczną wykonano przy użyciu pakietu statystycznego programu Microsoftu Excel oraz programu Statistica 10. Przeprowadzono jedno- i dwuczynnikową analizę wariancji na poziomie istotności $\alpha = 0,05$ z wykorzystaniem testu Fishera. Analizowano wpływ rodzaju badanego materiału biologicznego oraz lokalizacji punktów pomiarowych na wartości wskaźnika W_{el} oraz twardości HV_R .

WYNIKI I DISKUSJA

Na rysunku 1 przedstawiono mikroskopowe obrazy odcisków Vickersa na powierzchni przekrojów podłużnych ziarniaków.

Widoczne jest istotne zróżnicowanie wielkości odcisków Vickersa uzyskanych w tych samych warunkach realizacji testu (rys. 1). Dotyczy to w szczególności odcisków zlokalizowanych na powierzchni w przekroju podłużnym ziarniaka, co jest odzwierciedleniem jego zróżnicowania anatomicznego. W konsekwencji obliczone wartości twardości HV_R są dla poszczególnych elementów anatomicznych ziarniaka statystycznie istotnie zróżnicowane (tab. 1). Również z analizy przedstawionych obrazów (rys. 1) można wnosić, że lokalizacja miejsc poszczególnych punktów pomiarowych, ich rozmieszczenie oraz wielkości odcisków zapewniają uzyskanie wiarygodnych wyników. Przykładowo głębokość odcisku Vickersa w okrywie owocowo-nasiennej rzędu 0,03 mm stanowi tylko 20% jej grubości (rys. 1d).



Rys. 1. Przykłady mikroskopowych obrazów: a, b, c – odciski Vickersa na powierzchniach przekrojów podłużnych ziarniaków kukurydzy, d – przekrój poprzeczny okrywy owocowo-nasiennej (Za – zarodek, Bb – bielmo białe, Bw – bielmo woskowane, Ok – okrywa owocowo-nasienne)

Fig. 1. Examples of microscopic images: a, b, c – Vickers's imprints on the surfaces of longitudinal sections of corn kernel, d – cross-section of seed coat (Za – embryo, Bb – white endosperm, Bw – waxy endosperm, Ok – seed coat)

Tabela 1. Wartości twardości HV_R

Table 1. HV_R hardness values

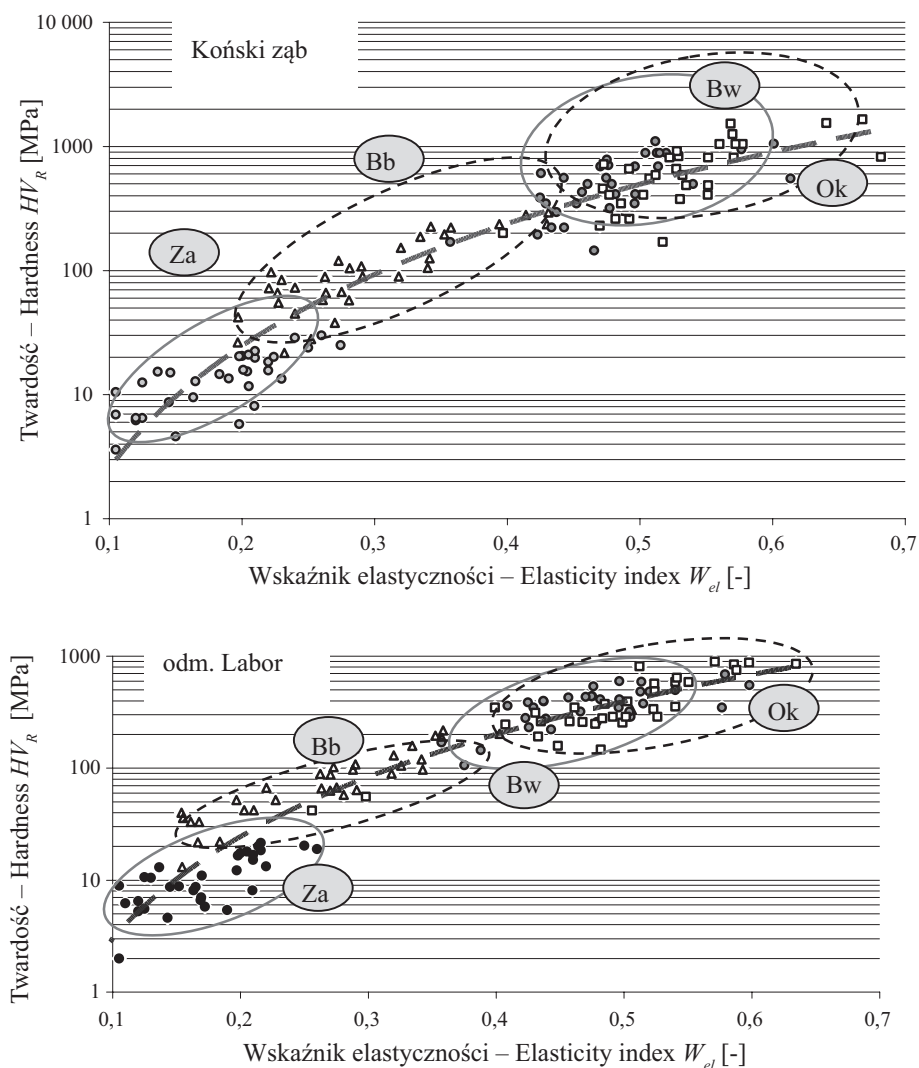
Material	Miejsce pomiaru Place of measurement	Twardość – Hardness HV_R [MPa]
Odmiana Labor Labor variety	Okrywa – Seed coat	413 ±82,6
	Bielmo woskowane – Waxy endosperm	380 ±44,8
	Bielmo białe – White endosperm	93,5 ±23,2
	Zarodek – Embryo	11,0 ±1,9
Typ Koński ząb Type Koński Ząb	Okrywa – Seed coat	695 ±132
	Bielmo woskowane – Waxy endosperm	552 ±89,8
	Bielmo białe – White endosperm	114 ±25,9
	Zarodek – Embryo	14,6 ±2,4

Wartości średnie ± przedział ufności/Mean values ±CI, $\alpha = 0,05$.

Z analizy danych zamieszczonych w tabeli 1 wynika, że twardość HV_R wyznaczona dla poszczególnych elementów struktury ziarniaka kukurydzy odmiany Labor oraz typu Koński ząb jest istotnie zależna od miejsca lokalizacji punktów pomiarowych. Jednakże uwzględniając zmiany wartości HV_R w obrębie poszczególnych lokalizacji tych punktów można zauważyć, że występują niewielkie różnice jej wartości w odniesieniu do zarodka

i bielma, niezależnie od rodzaju badanego materiału. Znaczące różnice pojawiają się w odniesieniu do bielma woskowego i okrywy owocowo-nasiennej.

Na rysunku 2 przedstawiono relacje zachodzące pomiędzy wartościami HV_R oraz W_{el} wyznaczonymi dla poszczególnych obszarów pomiarowych w obrębie ziarniaków kukurydzy typu Koński ząb i odmiany Labor. Wyniki testów, pogrupowane w kategorii wartości rosnących, zestawiono w kolejności: Za – zarodek, Bb – bielmo białe, Bw – bielmo woskawe, Ok – okrywa owocowo-nasienna.



Rys. 2. Relacje pomiędzy wartościami HV_R oraz W_{el} w zależności od lokalizacji punktów pomiarowych w obrębie ziarniaków kukurydzy typu Koński ząb i odmiany Labor

Fig. 2. The relationship between HV_R and W_{el} values depending on the location of measurement points within the corn kernels Horse Dent type and Labor variety

Wyróżnione na rysunku 2 pogrupowane wartości HV_R oraz W_{el} dotyczące poszczególnych punktów pomiarowych charakteryzują się znacznym rozrzutem. Widoczne jest wzajemne przenikanie wyróżnionych zakresów. Rozrzut wyników pomiarów oceniono przy wykorzystaniu współczynnika zmienności V [Krysicki i in. 2000]. Średnia wartość współczynnika zmienności V dla parametru W_{el} wynosi odpowiednio dla ziarniaka typu Koński ząb – 17,4% oraz odmiany Labor – 21%. Znacznie większą niejednorodnością próby cechuje się pomiar twardości HV_R . W tym przypadku średnia wartość współczynnika V dla badanych materiałów jest zbliżona do 50%. Różnice wartości współczynników zmienności dla obu cech mechanicznych wynikają z błędów pomiarowych. W konsekwencji prawidłowe wnioskowanie o właściwościach mechanicznych w odniesieniu do wybranego elementu budowy anatomicznej ziarniaka kukurydzy wymaga przeprowadzenia licznych powtórzeń pomiarowych, szczególnie w odniesieniu do pomiaru twardości HV_R .

Dla zestawionych wszystkich punktów pomiarowych niezależnie od lokalizacji miejsca pomiaru wyznaczono zależność, jakiej podlegają zmiany wzajemnych wartości HV_R oraz W_{el} . Można ją opisać równaniem:

$$HV_R = a \cdot (W_{el})^b \quad (3)$$

Wartości współczynników tego równania zestawiono w tabeli 2.

Tabela 2. Wartości współczynników równania
Table 2. The values of the equation coefficients

Materiał – Material	Wartości współczynników Values of coefficients		
	a	b	r ²
Koński ząb	4035	2,84	0,759
Labor	3373	3,00	0,853

Relacje wartości współczynników równania (3) są charakterystyczne dla badanego materiału i mogą stanowić kryterium jego klasyfikacji na podstawie cech mechanicznych.

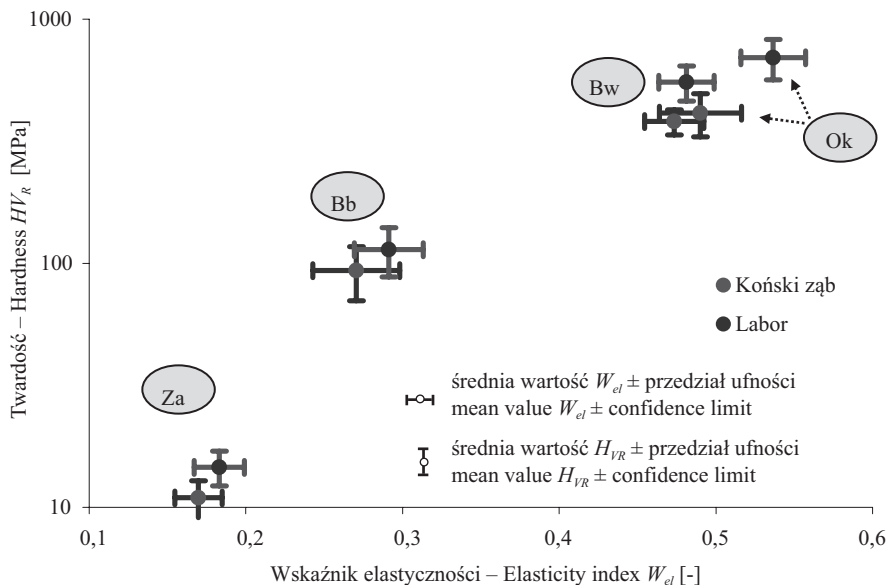
Uwzględniając zakres zmian badanych wartości W_{el} oraz HV_R , przeprowadzono weryfikację wpływu rodzaju badanego materiału biologicznego i lokalizacji punktów pomiarowych metodą dwuczynnikowej analizy wariancji statystycznej. Wyniki tej analizy przedstawiono w tabeli 3.

Tabela 3. Wyniki dwuczynnikowej analizy wariancji ANOVA
Table 3. Results of two-way ANOVA analysis of variation

Czynnik – Factor	W_{el}		HV_R	
	F	p	F	p
Lokalizacja – Location	389,7	< 0,00001	111,33	< 0,00001
Materiał – Material	5,256	0,0226	21,996	< 0,00001

Poziom istotności $\alpha = 0,05$ /Significance level $\alpha = 0.05$.

W dalszych rozważaniach określono wpływ rodzaju badanego materiału biologicznego w poszczególnych obszarach pomiarowych, a wyniki analizy przedstawiono na rysunku 3.



Rys. 3. Statystyka wyników pomiarów twardości

Fig. 3. Statistics for hardness measurements

Z zestawienia wyników analizy statystycznej z uwzględnieniem poszczególnych obszarów pomiarowych można wnioskować, że istnieje istotne zróżnicowanie wartości średnich wyznaczonych wskaźnika W_{el} oraz twardości HV_R zależne przede wszystkim od miejsca lokalizacji punktów pomiarowych. Wpływ rodzaju badanego materiału jest mniej istotny.

WNIOSKI

1. Proponowana metoda badawcza umożliwia kompleksowe wyznaczenie cech mechanicznych materiału biologicznego na podstawie pomiaru jego twardości HV_R oraz wskaźnika zdolności kumulacji energii sprężystej W_{el} . W przypadku ziarniaka kukurydzy relacje wartości współczynników równania korelacji obu parametrów umożliwiają klasyfikację odmianową na podstawie cech mechanicznych.

2. Statystyczna analiza w odniesieniu do wskaźnika W_{el} oraz twardości HV_R wskazuje, że istnieje istotne zróżnicowanie ich wartości średnich zależne przede wszystkim od miejsca lokalizacji punktów pomiarowych, w mniejszym zaś stopniu od rodzaju badanego materiału. Różnice odmianowe występują w odniesieniu do bielma woskowego i okrywy owocowo-nasiennej ziarniaka typu Koński ząb.

3. Na podstawie tylko wyników pomiaru twardości nie można jednoznacznie wyróżnić miejsc lokalizacji punktów pomiarowych w przekroju podłużnym ziarniaka. Dopełnieniem informacji powinno być dodatkowo wyznaczenie wartości wskaźnik elastyczności.

LITERATURA

- Bohdziewicz J., 2007. Modelowanie przebiegu odkształcenia tkanek parenchymy warzyw w warunkach quasi-statycznych zmian obciążenia. Rozprawa habilitacyjna, Zeszyty Naukowe Uniwersytetu Przyrodniczego we Wrocławiu 557, 101.
- Czachor G., Bohdziewicz J., 2013. Metodologiczne aspekty pomiaru twardości ziarniaka kukurydzy. Inż. Rol., 4(147), 1, 281–290.
- Frączek J., Hebda T., 2001. Próba zastosowania metody Rockwella do badania twardości roślinnych materiałów ziarnistych. Inż. Rol. 9, 179–186.
- Frączek J., Kaczorowski J., Ślipek Z., Horabik J., Molenda M., 2003. Standaryzacja metod pomiaru właściwości fizyko-mechanicznych roślinnych materiałów ziarnistych. Acta Agrophysica 92, Monografia, 160.
- Frontczak J., Metzger T., 1987. Próba określenia zależności współczynnika tarcia od twardości i wilgotności ziarna kukurydzy. ZPPNR 316, 35–48.
- Gąsiorowski H., Kołodziejczyk P., Obuchowski W., 1999. Twardość ziarna pszenicy. Przegląd Zbożowo-Młynarski XLIII, 7, 6–8.
- Gąsiorowski H., Kołodziejczyk P., 1990. Mikrotwardość ziarna żyta. Przegląd Zbożowo-Młynarski 5–6, 9–12, 19.
- Krysicki W., 2000. Rachunek prawdopodobieństwa i statystyka matematyczna w zadaniach. Cz. II – Statystyka matematyczna. Wyd. Naukowe PWN, Warszawa.
- Obuchowski W., Bushuk W., 1980. Wheat hardness: Comparison of methods of its evaluation. Cereal Chem. 57, 6, 421–425.
- 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.
- Romański L., Niemiec A., 2002. Metoda określania twardości ziarna. Inż. Rol. 5, 259–265.

THE HARDNESS OF THE CORN KERNEL WITH REGARD TO ITS ANATOMICAL VARIATION

Summary. The paper presents the results verification of suitability modified Vickers method to show the anatomical diversity within the granuloma of maize Dent type as well as Labor variety. In addition the relationships between values of the parameters characterizing the elastic and plastic properties of test material were determined. The essence of the method was test enabling measurement of the imprint depth in Vickers's test taking into account the delayed springy reaction of tissue at the point of measurement. The depth of deformation is a measure of the hardness calculated on assumption that the shape of the cavity is mapping of penetrator shape. The ability of accumulation of elastic energy in tested tissue was determined as an important ratio, characterizing the mechanical properties at point of measurement based on energy expenditure recorded in the test cycle. The result of the tests was to determine value of index W_{el} that characterizing the ability to accumulation

of elastic energy in tested tissue as well as its hardness HV_R . It was showed statistically significant differences in average values W_{el} and HV_R , primarily in dependence on location of measurement points. The influence of the tested material type is less important. It was found that in relation to embryo averages values of HV_R are near 10 MPa and in relation to white endosperm 100 MPa. In relation to waxy endosperm and seed coat dispersion has stepped out from 400 to 700 MPa resulting from varietal differences. The averages values of index W_{el} amounted to 0.15 for the embryo and 0.3 for white endosperm as well as from 0.45 to 0.55 with respect to the waxy endosperm and seed coat suitably. For kernels of the Dent corn type and Labor variety were set trends of value changes W_{el} and HV_R parameters taking into account all the locations of measurement points. The values of coefficients correlation equation of both parameters can be the basis of variety classification.

Key words: hardness, index of elasticity, kernel, corn