

基于压痕加载曲线的谷物籽粒硬度性能测定技术*

张锋伟^{1,2} 赵春花¹ 郭维俊³ 赵武云¹ 冯永忠⁴ 韩正晟²

(1. 甘肃农业大学工学院, 兰州 730070; 2. 甘肃农业大学农学院, 兰州 730070;
3. 兰州工业高等专科学校机械工程系, 兰州 730050; 4. 西北农林科技大学农学院, 陕西杨凌 712100)

【摘要】 使用500 N微机控制材料试验机,利用压痕加载曲线,进行了用针尖压入法测定谷物籽粒硬度的试验研究,测得豌豆、蚕豆、大米、绿豆、小麦、扁豆以及玉米在不同组成部位、不同含水率时的硬度值在2~75 MPa范围内。研究表明,试验加载速度在0.25~2.00 mm/s范围内、针尖压入深度在0.25~1.50 mm范围内时对试验结果无明显影响,而针尖锥度与籽粒硬度存在定量关系。

关键词: 谷物 籽粒 硬度 压入法 试验

中图分类号: S12; Q947.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-1298(2010)04-0128-06

Testing of Grain Hardness Based on Indentation Loading Curve

Zhang Fengwei^{1,2} Zhao Chunhua¹ Guo Weijun³ Zhao Wuyun¹ Feng Yongzhong⁴ Han Zhengsheng²

(1. Engineering College, Gansu Agricultural University, Lanzhou 730070, China

2. College of Agronomy, Gansu Agricultural University, Lanzhou 730070, China

3. Department of Mechanical Engineering, Lanzhou Polytechnical College, Lanzhou 730050, China

4. College of Agronomy, Northwest A&F University, Yangling, Shaanxi 712100, China)

Abstract

By using the 500 N microcomputer control material testing machine, based on the load-depth curve, the hardness of the grains was experimentally studied adopting needlepoint pressing-in method. The peas, horsebeans, rice, mung beans, wheat, lentils as well as corn at different moisture and component parts were tested and analyzed, with the measured hardness range of 2~75 MPa. The research showed that at the loading speed in 0.25~2.00 mm/s and depth of indentation in 0.25~1.50 mm, no obvious effect appears in the test results. The taper of needlepoint and the value of grain hardness have a quantitative relation in the measurement.

Key words Cereal grains, Kernel, Hardness, Pressing-in method, Test

引言

谷物籽粒硬度是种子分类的重要指标之一,与谷物制粉、食品加工、面粉品质^[1]、种子储运及加工处理、抵御虫害^[2]等都有十分密切的关系。目前,针对小麦籽粒硬度的研究和测定方法比较多^[3],而

针对其他谷物籽粒的硬度测定方法却很少,甚至还未涉及。已有的测定小麦硬度的方法主要有角质率法、压力法、研磨法、硬度指数法、近红外法等^[4],不同方法所测得的硬度数值可比性差,并且这些方法和相应的测试设备不能完全适用于其他谷物籽粒的硬度测定。

收稿日期: 2009-08-23 修回日期: 2009-10-18

* “十一五”国家科技支撑计划资助项目(2006BAD17B01-01)、国家自然科学基金资助项目(50965001)、甘肃省科技厅资助项目(0910XCNA090)、甘肃省科技支撑计划资助项目(0804GKCA051)、甘肃省科学技术攻关计划资助项目(2GS064-A52-032-03)和甘肃省教育厅资助项目(0902B-05)

作者简介: 张锋伟,副教授,博士生,主要从事植物力学和农业机械装备研究, E-mail: zhangfw@gsau.edu.cn

通讯作者: 韩正晟,教授,主要从事农业机械研究, E-mail: hanzhengsheng@gsau.edu.cn

材料硬度测定方法总体分为静载荷压入法(如布氏、维氏、洛氏硬度)、动载荷压入法(如肖氏、锤击式布氏硬度)和刻划法3大类,对于谷物籽粒,由于其体积小,形状大小各异,这些方法并不能直接用于测定谷物的硬度。一般认为,硬度是指材料表面较小体积内抵抗变形和破坏的能力^[5],所以采用针尖压入法测定谷物籽粒的硬度是一个很好的尝试。

通过压痕加载曲线测定材料硬度的方法已广泛应用于纳米硬度测定方法中^[6-8],而针对谷物籽粒,文献[9]~[14]用静压加载法、基因微阵列法、粒度指数法等研究了其硬度性能,目前尚无用压入法和利用压痕加载曲线测定谷物籽粒硬度的报道。

1 试验材料与方法

1.1 原理

针尖压入法是利用普通微机控制万能材料试验机,在针尖压入谷物籽粒的过程中,得到载荷-压痕(压入深度)曲线,通过计算加载曲线的斜率,衡量谷物籽粒的硬度。载荷-压痕曲线及其斜率综合反映了试验过程中压痕深度和施加载荷的变化情况。

加载曲线斜率可由计算机自动算出。方法是在试验中,给试验机系统输入一个假设的试样标距 l_0 和试样直径 d_0 ,这样就将压入载荷和压痕深度的关系等效成长度为 l_0 、直径为 d_0 的棒材试件的受压载荷与变形关系,在试验结束时就可以得到一个与该曲线斜率成正比的虚拟弹性模量数值,该虚拟弹性模量数值 H_E 确定为谷物籽粒的硬度数值,单位为MPa。因为硬度值没有明确的物理意义,它的物理意义随试验方法的不同而不同^[15]。这里,借助于虚拟弹性模量得到的 H_E 的物理意义就是按统一缩放比例得到的谷物籽粒压痕加载曲线的斜率,反映了谷物籽粒的硬度情况。

在计算机自动计算加载曲线斜率的过程中,曲线线性段的起点和终点可以由计算机自动确定,也可以人为拾取这2个特征点。在试验曲线线性度不太好的情况下,就需要在多次重复试验中根据多条曲线的整体形状和线性特征统筹考虑,选择适当特征点位置,确保测量的准确性(特征点选取情况如图1~3和表1~3所示)。

1.2 材料

试验玉米品种为甘肃白银金穗种业培育的金穗4号,籽粒千粒质量384g,黄色,偏马齿型,颗粒平均长度13.75mm,宽度8.25mm,高度4.15mm。

其他试验材料为西早2号小麦、定豌1号豌豆(甘肃省农科院种子研究所),东北松花江大米、东北绿豆、普通白扁豆和蚕豆均为市售。

1.3 试样制作

将玉米籽粒用2号砂纸或细纹锉刀磨平,露出相应的待测部位,形成待测面。将玉米粒的另一侧也磨平,形成底座面。在打磨时,尽量使待测面和底座面保持平行,并将底座面适当磨大一些,以保证试样受压时的稳定性,待测面磨小一些,以保证待测部位有足够的厚度。在打磨出的待测面上,金穗4号玉米胚的颜色略为发青,角质胚乳为金黄色,粉质胚乳为白色,如图1所示。试验将对玉米籽粒的胚、角质胚乳和粉质胚乳的硬度进行测定。

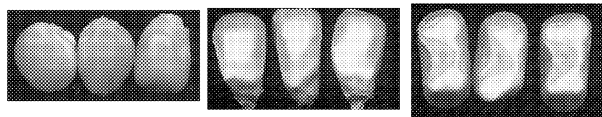


图1 玉米各组成部分

Fig.1 Composition part of corn

将小麦有凹槽(指小麦腹沟)的一侧打磨后作为底座面,另一侧(麦粒背侧)轻轻打磨后作为待测面;对定豌1号豌豆和东北绿豆,逐个磨出两个相互平行的面作为底座面和待测面,打磨时,待测面不要与豌豆两瓣子叶之间的结合面垂直,以避免针尖扎到结合缝上,造成测量误差;对普通蚕豆,先将其两瓣子叶分开,再对其中一瓣子叶的内侧和背侧打磨,分别形成底座面和待测面;普通扁豆可将两个扁圆面打磨成底座面和待测面。

1.4 设备及方法

试验在甘肃农业大学力学实验室进行,采用深圳SANS公司制造的CMT2502型电子万能试验机,试验过程中可实时动态显示力、位移、变形、加载速度和试验曲线,具有曲线高级分析功能,能自动判断试验曲线各特征点(如线性段起始点和终止点),能自动计算弹性模量等参数,最大试验力为500N,力分辨率为0.01N,位移分辨率为0.001mm。

选用直径为1.20mm,长度为70mm,针尖锥度为22.6°的大号钢针,垂直夹持到试验机活动横梁端,并将钢针上端顶死,以确保钢针受压时,不产生纵向位移。

将制好的试样稳放在试验机压缩平台上,将针尖对准待测面,进行压入试验。测定玉米时,钢针插入深度定为1mm,测定其他谷物籽粒时,深度控制在0.4mm左右,加载速度定为0.5mm/min,将试样标距 l_0 设为100mm,试样直径 d_0 设为10mm。

2 结果与分析

2.1 玉米不同组成部位的硬度

对含水率为13.2%的玉米,取60粒,按每组20粒,分别对角质胚乳、粉质胚乳和胚进行压入试验,

测得载荷-压痕曲线的 H_E 值,并取平均值,得到玉米角质胚乳、粉质胚乳和胚的硬度值 H_E 分别为:64.02、20.26、6.24 MPa。其中9粒玉米的载荷-压痕曲线和 H_E 值如图2和表1所示。图中,1~3号曲线为角质胚乳,4~6号为粉质胚乳,7~9号为胚。可以看出,曲线斜率很好地反映了籽粒的硬度特征,角质胚乳的致密性好,硬度明显高于粉质胚乳和胚,且不同籽粒间差别很小,粉质胚乳硬度居中,胚的硬度最小,不同籽粒间粉质胚乳和胚的硬度有所差别。该试验结论与文献[16]直接对玉米各组成部分单

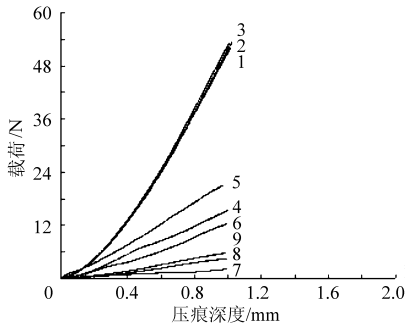


图2 玉米各组成部位硬度测试曲线

Fig. 2 Hardness curves of each composition part of corn

独压缩试验得到的结论基本相同。由于针尖压入时,可以准确作用到各组成部分的确切部位,所以对不同组成部分的硬度测定更为方便可靠。

2.2 玉米不同含水率时角质胚乳的硬度

对4组不同含水率的玉米(每组选取20粒)角质胚乳进行针尖压入试验,得到含水率为13.2%、15.7%、18.3%、22.6%的玉米角质胚乳的硬度分别为:63.94、40.22、21.66、5.64 MPa。图3和表2为其中4粒不同含水率玉米的载荷-压痕曲线,结果表明,含水率增大时,玉米籽粒硬度明显降低。

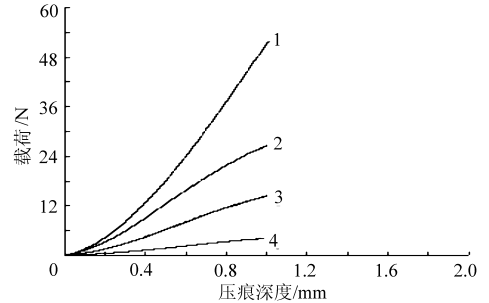


图3 在不同含水率时玉米角质胚乳硬度测试曲线

Fig. 3 Hardness curves of corn's horny endosperm with different moisture contents

表1 玉米籽粒各组成部位硬度测试结果

Tab. 1 Hardness of each composition part of corn kernels

参数	角质胚乳			粉质胚乳			胚		
	1号	2号	3号	4号	5号	6号	7号	8号	9号
线性段起点载荷/N	22.2	22.2	22.2	6.1	6.2	6.1	0.6	1.2	1.1
线性段终点载荷/N	48.5	48.5	48.5	15.4	18.3	12.2	1.8	5.3	4.6
硬度 H_E /MPa	64.12	63.14	64.66	23.86	28.06	12.66	2.40	7.68	6.20

表2 玉米籽粒角质胚乳在不同含水率时的硬度测试结果

Tab. 2 Hardness of corn's horny endosperm with different moisture contents

参数	试样			
	1号	2号	3号	4号
含水率/%	13.2	15.7	18.3	22.6
线性段起点载荷/N	22.4	8.1	3.2	1.5
线性段终点载荷/N	48.1	24.3	12.5	3.5
硬度 H_E /MPa	62.82	42.02	21.66	5.82

2.3 其他谷物籽粒硬度

对小麦、豌豆、扁豆、东北绿豆、蚕豆、大米等谷物籽粒在实验室(空气相对湿度在46%左右)经过3d以上自然摊晾后,含水率在13%左右,硬度测定结果如表3所示。

在所测的谷物籽粒中,玉米角质胚乳硬度最大,

表3 谷物籽粒硬度测定结果

Tab. 3 Hardness of grains

参数	谷物					
	小麦	豌豆	大米	绿豆	扁豆	蚕豆
线性段起点载荷/N	3.6	5.3	2.5	3.6	3.6	4.1
线性段终点载荷/N	7.2	9.1	5.2	7.2	7.2	8.0
硬度 H_E /MPa	40.50	34.25	51.65	29.10	35.91	35.51

豆类作物籽粒硬度接近,在35 MPa左右。大米胚乳呈玻璃状透明体,脆性很强,硬度也较大,当压痕深度在0.3 mm左右时,部分籽粒会发生破裂,如图4所示。

由试验曲线可以看出,当压痕深度较小时,籽粒的硬度变化较大;随着压痕深度的增加,硬度趋近一定值^[10],因此在选择线性段起止点时,应避开压痕深度较小的部分。

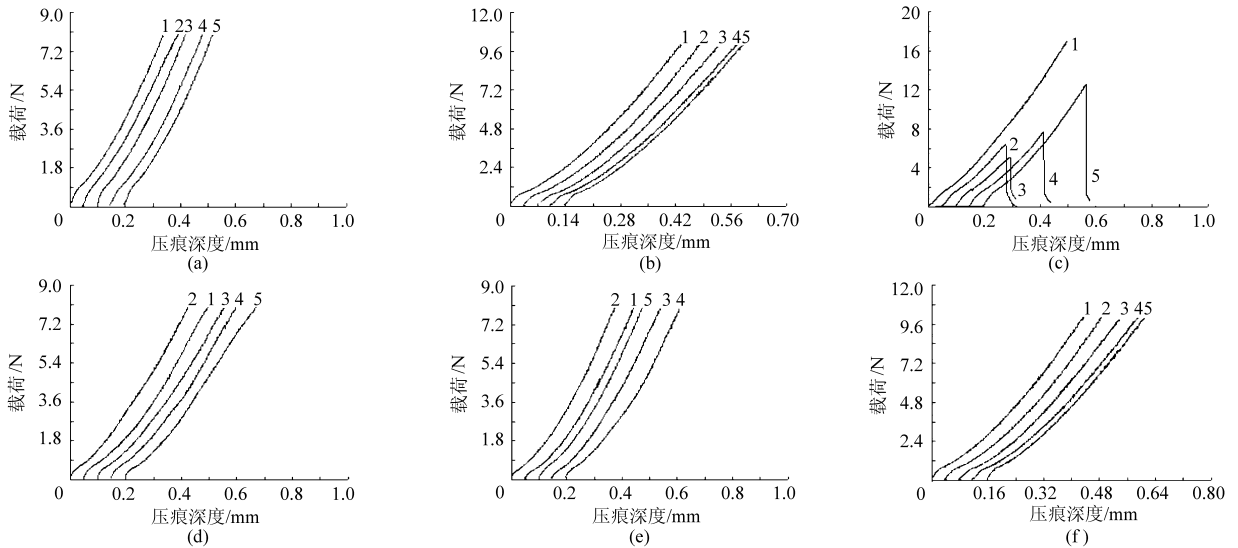


图 4 谷物籽粒硬度测定曲线

Fig. 4 Hardness curves of grains

(a) 西早 2 号小麦 (b) 定豌 1 号豌豆 (c) 东北松花江大米 (d) 绿豆 (e) 扁豆 (f) 蚕豆

2.4 加载-卸载特性

使用锥度为 22.6° 的钢针分别对玉米、大米、小麦、豌豆、扁豆进行加载、卸载试验,得到的加载-卸载曲线分别为 1~2、3~4、5~6、7~8、9~10,如图 5 所示。测得残余变形分别为 93%、94%、95%、96%、94%,说明在钢针压入过程中,压痕以塑性变形为主,在试验过程中,以针尖位移作为压痕深度时,引起的误差应在 10% 以内。

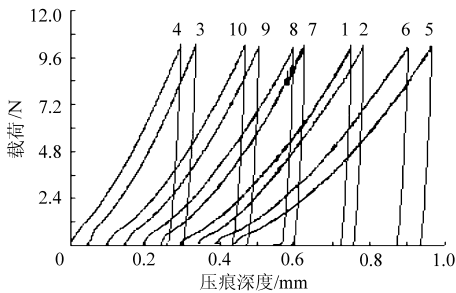


图 5 试验加载-卸载曲线

Fig. 5 Test curves of loading and unloading

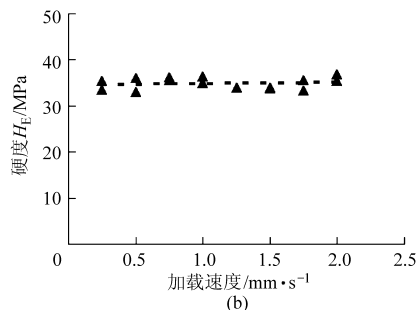
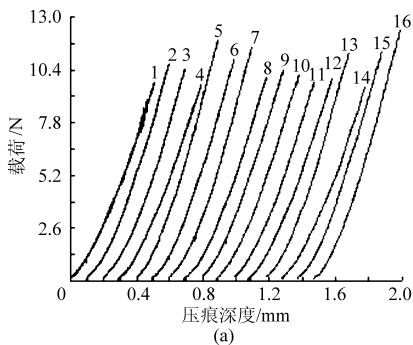


图 6 不同加载速度对豌豆硬度测定的影响

Fig. 6 Relationship between hardness and loading speed

(a) 载荷-压痕曲线 (b) 硬度值变化规律

3 试验参数选择分析

3.1 加载速度

使用锥度为 22.6° 的钢针,分别以 0.25、0.50、0.75、1.00、1.25、1.50、1.75、2.00 mm/s 加载速度,对豌豆进行硬度测定,每个速度重复做 2 次试验,8 个速度共得到的 16 条加载曲线和硬度值变化规律如图 6 所示,结果显示,当加载速度在 0.25 ~ 2.00 mm/s 内变化时,对豌豆的硬度测定无明显影响。

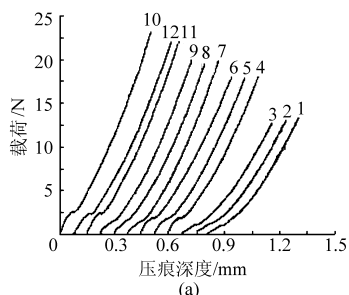
3.2 针尖锥度

对玉米角质胚乳用不同锥度的钢针进行硬度测定,每个锥度重复 3 次试验,得到的 12 条加载曲线和硬度与锥度的关系如图 7 所示。图中 1~3、4~6、7~9、10~12 号曲线对应的钢针的锥度分别为 18.0°、22.6°、23.5°、25.6°。通过对玉米和豌豆的试验测定,锥度与硬度的关系分别为 $y = 2.5172x + 7.3269$ 、 $y = 2.4945x + 19.312$,式中, y 、 x 分别为硬

度和锥度。结果显示,两条拟合曲线的斜率接近,说明锥度对不同种子硬度的影响程度基本相同。

3.3 压痕深度

使用锥度为 22.6° 的钢针,分别以 0.25、0.50、0.75、1.00、1.25、1.50 mm 压入深度,对玉米角质胚乳进行硬度测定,每个深度重复做 2 次试验,6 个压



痕深度共得到的 12 条加载曲线和硬度值变化规律如图 8 所示。结果显示,当压痕深度在 0.25 ~ 1.50 mm 内变化时,对玉米角质胚乳的硬度测定无明显影响。但当压痕深度太浅时,通过压痕曲线选择线性段时,会出现较大误差;当压痕深度接近或超过 1 mm 时,部分玉米籽粒将会破裂。

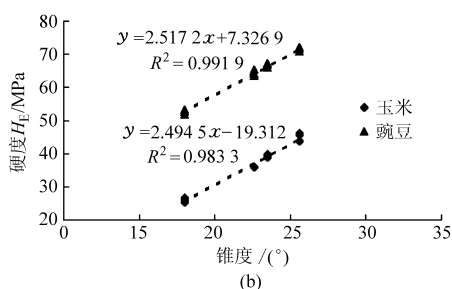


图 7 针尖锥度与硬度的关系

Fig. 7 Relationship between hardness and the taper of needlepoint

(a) 载荷-压痕曲线 (b) 硬度值变化规律

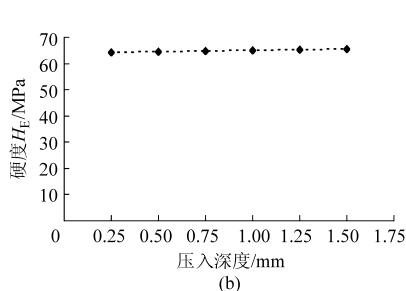
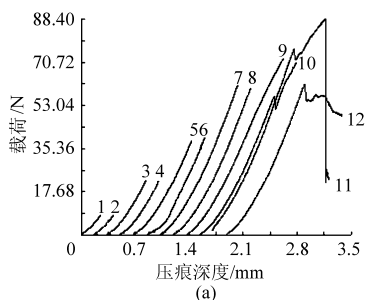


图 8 压痕深度对硬度测定的影响

Fig. 8 Relationship between hardness and indentation-depth

(a) 载荷-压痕曲线 (b) 硬度值变化规律

4 结论

(1) 利用压痕加载曲线斜率,通过虚拟弹性模量的方法,可以测定各种谷物籽粒外表及内部不同组成部位的硬度。当钢针锥度在 $18.0^\circ \sim 25.6^\circ$ 以内时,所测得的谷物籽粒硬度在 2 ~ 75 MPa 以内。

(2) 选用锥度为 22.6° 的钢针时,含水率在 13% ~ 13.4% 的被测谷物中,金穗 4 号玉米角质胚乳的硬度最大,为 64 MPa 左右,粉质胚乳次之,胚的硬度最小;豌豆、蚕豆、扁豆、绿豆等豆类作物的硬度相近,在 35 MPa 左右;大米的硬度(51.65 MPa)高于西早 2 号小麦硬度(40.50 MPa);当含水率增加时,

玉米的硬度明显降低。

(3) 当试验的加载速度在 0.25 ~ 2.00 mm/s 以内、压痕深度 0.25 ~ 1.50 mm 以内变化时,对谷物籽粒硬度测定无明显影响,但压痕深度过小,会产生较大误差,过大会导致谷物籽粒破裂;钢针锥度增大时,硬度测量值增大,呈线性关系。通过试验,得到的金穗 4 号玉米角质胚乳与定豌 1 号子叶硬度与针尖锥度的关系分别为: $y = 2.5172x + 7.3269$ 、 $y = 2.4945x + 19.312$ 。

(4) 通过加载-卸载试验,说明钢针压入过程中,谷物籽粒压痕以塑性变形为主。

参 考 文 献

- 阮少兰. 粮食加工基础[M]. 北京: 中国商业出版社, 1995: 128.
- 白旭光. 储藏物虫害与防治[M]. 北京: 科学出版社, 2008: 372.
- 郭世华, 何中虎, 马庆, 等. 小麦籽粒硬度研究进展[J]. 麦类作物学报, 2005, 25(2): 107 ~ 111.
Guo Shihua, He Zhonghu, Ma Qing. Wheat grain hardness review[J]. Journal of Triticeae Crops, 2005, 25(2): 107 ~ 111. (in Chinese)
- 吴连连, 宋黎, 邱雷明. 谷物硬度测量技术的现状和发展趋势[J]. 安徽农业科学, 2007, 35(9): 2535 ~ 2536, 2539.

- Wu Lianlian, Song Li, Qiu Leiming. Present condition and development of grain hardness measure technology[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2007, 35(9): 2535 ~ 2536, 2539. (in Chinese)
- 5 王吉会, 郑俊萍, 刘家臣, 等. 材料力学性能[M]. 天津:天津大学出版社, 2006: 71.
- 6 谭孟曦. 利用纳米压痕加载曲线计算硬度-压入深度关系及弹性模量[J]. 金属学报, 2005, 41(10): 1020 ~ 1024.
Tan Mengxi. Extracting hardness-displacement relations and elastic modulus using nanoindentation loading curves[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2005, 41(10): 1020 ~ 1024. (in Chinese)
- 7 王春亮. 纳米压痕试验方法研究[D]. 上海:机械科学研究院上海材料研究所, 2007.
Wang Chunliang. Study on the methods of nanoindentation testing[D]. Shanghai: Shanghai Research Institute of Materials Academy of Mechanical Sciences, 2007. (in Chinese)
- 8 孙霁宇, 佟金, 闫久林, 等. 臭蜣螂股节表皮纳米力学性能测试[J]. 农业机械学报, 2004, 35(5): 157 ~ 160.
Sun Jiayu, Tong Jin, Yan Jiulin, et al. Property tests of nano-indentation on femur cuticle of dung beetle[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2004, 35(5): 157 ~ 160. (in Chinese)
- 9 吕勇, 蔡正科, 周慧星. 单颗粒小麦硬度测量的研究[J]. 农业机械, 2007(9B): 80 ~ 81.
Lü Yong, Cai Zhengke, Zhou Huixing. Hardness measuring research of wheat kernels[J]. Farm Machinery, 2007(9B): 80 ~ 81. (in Chinese)
- 10 Sayyah A H A, Minaei S. Behavior of wheat kernels under quasi-static loading and its relation to grain hardness[J]. Agricultural Science and Technology, 2004, 6(1 ~ 2): 11 ~ 19.
- 11 Lang L, Juhasz A, Rakszegi M, et al. Reproducibility of grain hardness measurements in wheat[J]. Novenytermeles, 2002, 50(5): 497 ~ 503.
- 12 Grundas S, Mis A. Mechanical damage of wheat grain and its hardness[J]. International Agrophysics, 1994, 8(2): 239 ~ 243.
- 13 Clarke B, Rahman S. Microarray analysis of wheat grain hardness[J]. Theoretical and Applied Genetics, 2005, 110(7): 1259 ~ 1267.
- 14 Anderssen R S, Haraszi R. Characterizing and exploiting the rheology of wheat hardness[J]. European Food Research and Technology, 2009, 229(1): 159 ~ 174.
- 15 贾世奎, 李成贵, 刘春红. 超光滑表面纳米压痕硬度测试研究[J]. 工业计量, 2008, 18(2): 3 ~ 5.
Jia Shikui, Li Chenggui, Liu Chunhong. Research on nano-hardness testing of super smooth surface [J]. Industrial Measurement, 2008, 18(2): 3 ~ 5. (in Chinese)
- 16 袁月明, 栾玉振. 玉米籽粒力学性质的试验研究[J]. 吉林农业大学学报, 1996, 18(4): 75 ~ 78.
Yuan Yueming, Luan Yuzhen. Experimental investigation of mechanical properties for corn kernels[J]. Journal of Jilin Agricultural University, 1996, 18(4): 75 ~ 78. (in Chinese)
- 17 王昕, 李建桥, 任露泉, 等. 番茄果实采收后的硬度测定及其变化规律[J]. 农业机械学报, 2005, 36(6): 65 ~ 67.
Wang Xin, Li Jianqiao, Ren Luquan, et al. Mensuration and changes on firmness of tomato fruits during the post-harvest storage [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2005, 36(6): 65 ~ 67. (in Chinese)
- 18 袁月明, 李云飞, 栾玉振, 等. 玉米籽粒的几何特征和抗破裂性的试验研究[J]. 试验技术与试验机, 1994, 34(5, 6): 30 ~ 34.
Yuan Yueming, Li Yunfei, Luan Yuzhen, et al. Experimental studies of the geometrical characteristics and resistance to rupture of corn kernels[J]. Test Technology and Testing Machine, 1994, 34(5 ~ 6): 30 ~ 34. (in Chinese)
- 19 王新忠, 王敏. 银杏种核力学特性试验[J]. 农业机械学报, 2008, 39(8): 84 ~ 88.
Wang Xinzhong, Wang Min. Experiment on mechanical properties of the seed nucleus of *Ginkgo biloba* [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2008, 39(8): 84 ~ 88. (in Chinese)