Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen an Zugbruchflächen von Fichtenholz

T. Zimmermann, J. Sell, D. Eckstein

223

Der Einfluß von Temperatur, Holzfeuchte und Belastungsdauer auf das Feingefüge der Zugbruchflächen von biegebeanspruchten Fichtenstäben wurde mit einem auflösungsstarken Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop (FE-REM) untersucht. Die wichtigsten Ergebnisse sind:

Der Einfluß der Belastungsbedingungen auf die Zugfestigkeit und Verformung des Holzes ist am mikroskopischen Bruchbild von Zellgewebe und Zellwänden erkennbar. So können Sprödbüche im Zellwand- und im Fibrillengefüge von duktilen Brüchen unterschieden werden. Am größten ist der Einfluß einer langen Belastungsdauer. Wärme und Feuchtigkeit verstärken den duktilen Charakter der Bruchflächen.

Delaminationen in der Zellwand zwischen der zusammengesetzten Mittellamelle und der Sekundärwand S₁ bzw. der S₁ und S₂ werden sehr häufig beobachtet. Sie folgen aus den Querzugspannungen, die sich bei Längszug in der Zellwand ausbilden. Weitere Schwachstellen im Holzgewebe sind die Holzstrahlen und die Hoftüpfelränder.

Das Fibrillen-/Matrixgefüge der Zellwand ist mit dem FE-REM so gut auflösbar, daß neue Erkenntnisse über seinen Aufbau gewonnen wurden.

SEM studies on tension-fracture surfaces of spruce samples

The influence of temperature, wood moisture content, and duration of load on the ultrastructure of tension-fracture surfaces of bending-loaded spruce samples has been investigated by means of a high-resolution SEM with a field-emission cathode (FE-SEM). The main results are:

The influence of the loading conditions – especially the load duration – on the tension strength and deformation of the microscopic fracture-surface of the cell tissue and the cell wall is clearly visible. Thus, brittle fractures of the cell wall are significantly distinguishable from ductile fractures. Heat and moisture increase the ductile character of the fracture surface.

Within the cell wall, delaminations between the compound middle lamella and the secondary wall layer S₁ or between S₁ and S₂, respectively, have frequently been observed. They result from transverse extension due to the longitudinal tension. Other weak elements of the tension-loaded wood structure are the ray cells and the fringe of the bordered pits. The FE-SEM micrographs of the fracture surfaces provide new information on the fibril/matrix structure of the spruce cell wall.

1

Einleitung

Frühere rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen (Sell und Folprecht 1973) von Zugzonen biegegebrochener Fichtenstäbe ergaben Unterschiede in den Strukturen der Zugbrüche in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit und plastifizierenden Vorbehandlungen. Dabei lieferte die Rasterelektronenmikroskopie (REM) eine Fülle neuer Informationen, die durch andere Methoden (z.B. lichtmikroskopische) nicht ohne weiteres erreichbar sind (vgl. dazu auch Borgin 1971). Ein Problem bestand jedoch in den seinerzeit noch begrenzten technischen Möglichkeiten der konventionellen REM. So waren bei Vergrößerungen über etwa 5000fach die Bildqualitäten meist unbefriedigend und dadurch Details im Bereich von 10 bis 100 Nanometern nicht erkennbar.

Aufgrund des inzwischen erzielten Fortschrittes auf dem Gebiet der REM-Technik war es von Interesse, ähnliche Untersuchungen wie vor 20 Jahren mit einem hochauflösenden Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop (FE-REM) durchzuführen. Es wurde die Möglichkeit gesehen, dadurch neue Erkenntnisse über das Feingefüge von zuggebrochenen Fichtentracheiden zu gewinnen. Die dafür notwendige Zugbruchbeanspruchung wird somit in der vorliegenden Arbeit gewissermaßen als Präparationsmethode eingesetzt, um die Strukturen der Zellwände zu lockern und fibrilläre Elemente freizulegen. Die Arbeit hatte folgende Ziele:

Aufzeigen der Auswirkungen von verschiedenen Belastungsbedingungen (Holzfeuchte, Temperatur und Belastungsdauer) auf die Zugbruchflächen von biegegebrochenen Fichtenstäben, vor allem aber auf das Feingefüge der Zellwand im Mikro- bis Nanometerbereich

Feststellen von Schwachstellen im Holzgewebe

Eignung der Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie für die Untersuchung der Gefügestruktur von Zugbruchflächen sowie Vergleich der technischen Möglichkeiten und Grenzen gegenüber herkömmlichen Geräten

Schaffen von Grundlagen für einen bei Gutachten und in der Forschung nutzbaren Bruchatlas für die wichtigsten Bau- und Werkhölzer

Besseres Verstehen von bruchmechanischen Vorgängen im Holz.

2

Material und Methoden

2.1

Biegeversuche

Es wurden Zugbruchflächen von Fichtenholzstäben untersucht, die im Biegeversuch bei unterschiedlichen Belastungs- und Klimabedingungen gebrochen worden waren. Als Ausgangsmaterial diente fehlerfreies, gespaltenes Fichtensplintholz mit regelmäßigem Faserverlauf und einer durchschnittlichen Jahrringbreite von 3 mm. Um eine möglichst große Homogenität zu gewährleisten, wurden die mittleren Abschnitte eines einzigen Stammes verwendet.

T. Zimmermann, J. Sell
Abteilung Holz der EMPA, CH-8600 Dübendorf, Schweiz

D. Eckstein
Universität Hamburg, Ordinariat für Holzbiologie, Leuschnerstraße 91,
D-21031 Hamburg, Deutschland

Herrn Prof. Dr. D. Fengel anlässlich seines Ausscheidens aus dem Dienst
gewidmet

Die Biegeversuche wurden mit Proben drei verschiedener Holzfeuchten bei drei verschiedenen Holztemperaturen durchgeführt. Für das Auskonditionieren der gespaltenen Rohlinge auf definierte Feuchten standen folgende Klimakammern zur Verfügung:

Naßklima +20°C/95% rel. Luftfeuchte, entspricht einer Ausgleichsholzfeuchte von ca. 25%

Normalklima +20°C/65% rel. Luftfeuchte, entspricht einer Ausgleichsfeuchte von ca. 12%

Trockenklima +20°C/35% rel. Luftfeuchte, entspricht einer Ausgleichsfeuchte von ca. 7%

Nachdem die Ausgleichsfeuchten weitgehend erreicht waren, wurden die Probenkörper für die Biegeversuche ausgeformt. Die Abmessungen betrugen:

– Schlagbiegeproben: $300 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$ (6 Proben je Versuchsvariante)

– Kurzzeit- und Langzeitbiegeproben: $360 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$ (3 Proben je Versuchsvariante)

Danach wurden die Probenkörper bis zur Gewichtskonstanz weiterkonditioniert.

Die *Schlagbiegeversuche* erfolgten bei 20°C nach DIN 52189 mit einem Pendelschlagwerk, die *Kurzzeitbiegeversuche* nach DIN 52186 an einer Universal-Festigkeitsprüfmaschine. Die Belastung erfolgte normgemäß auf die Radialflächen bzw. parallel zu den Jahrringen, so daß sowohl Frühholz als auch Spätholz in der Zugzone der Stäbe lag.

Bei den *statischen Kurzzeitversuchen* wurden die Probenkörper in einer Temperaturkammer der Prüfmaschine belastet und während des Versuches dort gelagert. Erwärmt wurde mit Heizstäben, gekühlt mit Kohlensäure. Ein in der Kammer befindlicher Referenzstab mit eingekittetem Thermoelement erlaubte, die Temperaturschwankungen im Holz festzustellen und somit die Prüftemperatur genau einzuhalten. Insbesondere bei den zu erwärmenden Proben waren Feuchtigkeitsverluste zu verhindern, da die Temperaturkammer keine Einrichtung für eine Konditionierung der relativen Luftfeuchte besaß. Hierzu wurden die Prüfstäbe zweifach mit Aluminiumfolie umwickelt.

Die *statischen Langzeitversuche* bei Normaltemperatur wurden in den drei Klimakammern mit einfachen Belastungseinrichtungen (Bleimasseln) durchgeführt. Die Durchbiegung wurde alle 24 Stunden mit einer elektronischen Meßuhr auf 1/100 mm genau erfaßt und in Abhängigkeit von der Belastungszeit graphisch dargestellt. Die Anfangslast betrug 70% von der in den Kurzzeitbiegeversuchen ermittelten Maximallast. Nach jeweils 600 Stunden fand eine Lasterhöhung um 5% statt. Die Langzeitbiegeversuche bei –20°C bzw. +60°C wurden in einer Kammer durchgeführt, die sowohl eine Temperatur- als auch eine Luftfeuchteregelung zuließ.

2.2

Gefügeuntersuchungen

Rasterelektronenmikroskope bieten bei zerklüfteten Probenoberflächen schärfentiefe Abbildungen und eignen sich deshalb für die Untersuchung von Bruchflächen. Bei den konventionellen REM (mit beheizter Wolfram- oder LaB₆-Kathode) ist jedoch die Auflösung der Feinstruktur der Zellwände nur bei hohen Beschleunigungsspannungen ausreichend. Dabei können sich nicht leitende Proben wie Holz, selbst wenn sie mit einer leitenden Beschichtung versehen sind, elektrostatisch so stark aufladen, daß die Bildqualität leidet bzw. die Holzstruktur sogar zerstört wird. In besonders hohem Maße gilt dies für stark zerklüftete Oberflächen. Zudem führt die hohe Beschleunigungsspannung des Primärelektronenstrahls zu starken Emissionen von Sekundärelektronen von Kanten und

Spitzen des Präparates und damit zu einer Überstrahlung, welche die Feinstrukturen bisher häufig überdeckt hat. Schließlich dringt der Strahl auch in den tieferen Oberflächenbereich der Probe ein und erzeugt dort Sekundärelektronen, die das reine Oberflächenbild „verschmieren“ können.

Ein FE-REM erbringt bei der Untersuchung von nicht leitfähigen Materialien eine merklich bessere Auflösung und Bildqualität als herkömmliche REM. Die Primärelektronendichte des anregenden Strahls ist schon bei relativ niedriger Beschleunigungsspannung so hoch, daß Auflösungen im Bereich einiger Nanometer erzielt werden können, ohne daß störende Aufladungen und Überstrahlungen auftreten.

Die Probenpräparation umfaßte folgende Schritte:

- Heraustrennen von max. $5 \times 5 \text{ mm}^2$ großen und ca. 10 mm hohen Probenkörpern aus der äußeren Zugzone der Bruchflächen mit Hilfe einer scharfen Rasierklinge;
- während einiger Stunden vortrocknen;
- Aufkleben der Proben mit Leit-Kohlenstoff (nach Göcke) auf Probenträger;
- mindestens 15stündiges Darren;
- Aufstäuben einer leitenden Platinschicht von rund 15 nm Dicke.

3

Ergebnisse

Die Ergebnisse der FE-REM-Untersuchungen sind beispielhaft mit den Bildern 1 bis 12 dokumentiert; es handelt sich hierbei um eine Auswahl aus insgesamt rund 500 rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen. Die Bilder 1 bis 3 zeigen die Querbruchflächen von spröden Längszugbrüchen der schlaggebrochenen Proben. Mit den Bildern 4 bis 6 sind charakteristische duktile Querbruchflächen bzw. Brüche aus Langzeitversuchen mit hohem Verformungsanteil veranschaulicht. Die Bilder 7 bis 12 zeigen Bruchflächen schlaggebrochener, kurzzeitgebrochener und im statischen Langzeitversuch gebrochener Proben und verdeutlichen weitere charakteristische Details von Zugbruchflächen quer zur Faser, die Hinweise auf das Bruchgeschehen geben.

Grundsätzlich treten in der Zugzone von Biegebrüchen neben Querbrüchen auch Längsbrüche der Zellwand auf. Diese Längsbrüche sind zumeist interlaminar, d.h. sie entstehen zwischen einzelnen Zellwandschichten, und zwar vor allem zwischen der zusammengesetzten Mittellamelle (compound middle lamella, CML) und der S₁ sowie zwischen S₁ und S₂, aber selten zwischen S₂ und S₃ (Bild 8).

Bruchflächen in der S₂, die aufgrund ihrer Dicke und ihrer sehr steilen bzw. nahezu axialen Fibrillenorientierung für die Zugfestigkeit des Holzes maßgebend ist, verlaufen bei sehr spröden Brüchen glatt und überwiegend senkrecht zur Zellängsachse (Bilder 1, 2 und vor allem 3). In diesem Fall sind auch die anderen Zellwandschichten glatt und quer gebrochen, wobei fast immer auch eine Delamination von CML und Sekundärwand festzustellen ist. Sprödgebrochenes Holzgewebe zeigt aber auf Querbruchflächen lokal stets auch mehr oder weniger zerklüftete Zellwandquerflächen, die durch eine Desintegration von Cellulosefibrillen und Lignin-/Hemicellulose-Matrix verursacht sind. In diesem Falle können die Cellulosefibrillen und ihre Agglomerationen durch das FE-REM sehr gut aufgelöst werden, bei völlig glatten Querbrüchen (Bild 3) dagegen nicht.

Mit zunehmender Duktilität des Bruches nimmt die Zerklüftung des Feingefüges der Querbruchfläche zu, und zwar deutlich mehr als im makroskopischen Gefüge. Bei Brüchen mit großem Verformungsanteil treten glatte Zellwandquerbrüche (wie in Bild 3 gezeigt) überhaupt nicht auf, dagegen ausgeprägte interlaminare und interfibrilläre Längsbrüche (Bilder 4 bis 6). Manchmal scheint die

Bild 1. Frühholztracheiden, Schlagbiegung von Holz mit Konditionierung bei 20°C/35% r.F. Verformungsarmer Sprödbbruch; Ablöseerscheinungen zwischen S1 und S2 bzw. CML und S1

Fig. 1. Earlywood tracheids, impact bending, wood conditioned at 20°C/35% RH. Fracture with little deformation, delaminations between S1 and S2 and CML and S1, respectively

Bild 4. Frühholztracheiden, Langzeitbiegebruch, 60°C/95% r.F. Sehr duktiler Bruch mit starker Deformation von Zellgewebe und Zellwänden

Fig. 4. Earlywood tracheids, longterm bending-loaded, 60°C/95% RH. Extremely ductile fracture with intense deformation of the entire cell tissue and the cell walls

Bild 2. Detailaufnahme zu Bild 1
Fig. 2. Detail of Fig. 1

Bild 5. Detailaufnahme zu Bild 4
Fig. 5. Detail of Fig. 4

Bild 3. Spätholztracheiden, Schlagbiegung 20°C/35% r.F. Extremer Sprödbbruch, sehr dichte, glatte Bruchfläche der S2, die das Fibrillen-/Matrixgefüge nicht erkennen läßt; Ablösungen innerhalb der Zellwand zwischen S1 und S2

Fig. 3. Latewood tracheids, impact bending at 20°C/35% RH. Extremely brittle fracture with a clean surface of the S2, the fibril/matrix structure is not visible. Delaminations between S1 and S2

Bild 6. Spätholztracheiden, Langzeitbiegebruch, 20°C/65% r.F. Auch im Spätholz führt eine lange Belastungszeit zu duktilen Bruchbildern. Eingeschnürte Fibrillenbündel sind aus der Sekundärwand herausgezogen worden

Fig. 6. Latewood tracheids. Longterm bending-loaded, 20°C/65% RH. Due to the very ductile fracture contracted bundles of fibrils are pulled out of the secondary wall

Bild 7. Frühholztracheiden, Kurzzeitbiegung, $-20^{\circ}\text{C}/65\%$ r.F. Glatter Abriß an Holzstrahl und Tüpfelrändern

Fig. 7. Earlywood tracheids, bending-loaded, $-20^{\circ}\text{C}/65\%$ RH. Failures along ray cells and at the fringe of bordered pits

Bild 10. Frühholztracheiden, Kurzzeitbiegung, $20^{\circ}\text{C}/65\%$ r.F. Abriß und Delaminationen an einem Tüpfel

Fig. 10. Earlywood tracheids, bending-loaded, $20^{\circ}\text{C}/65\%$ RH. Failure at a bordered pit which partially has been disrupted

Bild 8. Frühholztracheiden, Schlagbiegung, $20^{\circ}\text{C}/35\%$ r.F. Delamination zwischen CML und Sekundärwand

Fig. 8. Earlywood tracheids, impact-bending, $20^{\circ}\text{C}/35\%$ RH. Delamination of CML and secondary wall

Bild 11. Spätholztracheide, Schlagbiegung, $20^{\circ}\text{C}/35\%$ r.F. Ein Teil der Zellwand ist während des sehr raschen Bruchgeschehens sehr spröde und daher glatt gebrochen; der Restbruch ist dagegen verformungsreicher verlaufen, wie an der rauheren Bruchfläche und der teilweisen Separierung von Fibrillen und Matrix erkennbar ist

Fig. 11. Latewood tracheid, impact-bending, $20^{\circ}\text{C}/35\%$ RH. A fast and very brittle fracture led to a partially smooth fracture surface whereas the remaining part of the fracture was more ductile and exhibits a rough surface with a certain separation of fibrils and matrix

Bild 9. Frühholz-Tracheidenwand, Langzeitbiegebruch, $20^{\circ}\text{C}/65\%$ r.F. Bei hoher Auflösung werden Fibrillen mit Durchmessern zwischen 20 und 100 nm deutlich, die radial agglomeriert sind

Fig. 9. Earlywood tracheid, longterm-bending, $20^{\circ}\text{C}/65\%$ RH. At high magnifications cellulose fibrils with diameters between about 20 and 100 nm become visible. They are radially agglomerated

Bild 12. Frühholz-Tracheidenwand, Langzeitbiegung, $20^{\circ}\text{C}/95\%$ r.F.; ähnliche Strukturen wie in Bild 9

Fig. 12. Wall of an earlywood tracheid, longterm-bending, $20^{\circ}\text{C}/95\%$ RH. Radial fibril agglomeration like with Fig. 9

Kriechverformung geradezu ein „Fädenziehen“ der Zellwandsubstanz zu bewirken, d.h. die Fibrillenagglomerationen, vor allem der S₂, schnüren ein. Dabei handelt es sich nicht um eine Einschnürung der einzelnen Fibrillen, sondern um eine Verminderung der Fibrillenzahl infolge interfibrillärer Ablösungen (Bilder 5, 6, 9 und 12).

Besonders interessante und neue Informationen liefert das FE-REM über das Gefüge und das Bruchverhalten der S₂-Schicht. Brüche in der S₂ entstehen bei Längszug primär als Querbrüche der Cellulosefibrillen sowie durch einschnürungs- bzw. querzugsbedingte Risse zwischen Fibrillen oder Fibrillenagglomerationen. Diese interfibrillären Risse verlaufen über den gesamten Zellwandumfang vorzugsweise radial, bezogen auf die Zelllängsachse (Bilder 4 bis 12), und dies ausdrücklich auch in den Zellecken. Dies läßt sich nur damit erklären, daß der interfibrilläre Verbund radial merklich fester ist als tangential (bezogen auf die Längsachse der Zelle).

Das Ausmaß der Zugbruchverformung und damit auch der Zerklüftung der Querbruchflächen des Holzgewebes, wie auch der einzelnen Zellwände, wurde am stärksten von der Belastungsdauer beeinflusst, viel weniger dagegen von der Holzfeuchte und am wenigsten durch die Holztemperatur. Feuchte und Temperatur verstärkten aber die kriechbedingte Bruchverformung des Feingefüges, was vom makroskopischen Bruchgeschehen her bereits bekannt ist. So waren die Querbruchflächen bei langzeitbiegegebrochenen Proben selbst dann stärker zerklüftet als bei schlag- und kurzzeitbiegegebrochenen Proben, wenn die Holzfeuchte bei rund 7% und die Temperatur bei 20°C lag. Freilich verstärkten höhere Holzfeuchten und Temperaturen gerade bei den langzeitbiegegebrochenen Proben die Bruchflächenzerklüftung zusätzlich. Andererseits zeigten schlagbiegegebrochene Proben auch dann ein sprödes Bruchbild, wenn die Holzfeuchte bei 25% gelegen hatte. Somit weisen solche Bruchfeingefüge, wie in den Bildern 5 oder 6 gezeigt, immer auf einen sehr verformungsreichen Langzeitbruch hin.

Im weiteren lassen sich aus den Bruchbildern folgende Detailerkenntnisse gewinnen:

- Das Holzstrahlgewebe wird infolge seiner radialen Orientierung im Stamm oft querzugbelastet, wobei seine Festigkeiten relativ gering sind. Charakteristisch ist ein glatter Abriß des Gewebes am Holzstrahl (Bild 7). Das Holzstrahlgewebe kann somit bei einer Längszugbeanspruchung als lokale Schwachstelle gelten.

- Die auf den radialen Tracheidenwänden in großer Zahl vorhandenen Hoftüpfel sind offenbar keine ausgesprochenen Versagensstellen im Holzgewebe, da die Querbrüche der Zellwände zumeist an den Tüpfelrändern (Bild 7) und nur sehr selten durch die Tüpfel hindurch auftreten. Häufig scheren die Tüpfel aber infolge von Querzugbeanspruchung auseinander (Bild 10).

- Oftmals zeigt sich bei schlaggebrochenen Proben, vor allem im Spätholz, daß ein Teil der Zellwand während des sehr raschen Bruchgeschehens zunächst spröde und daher glatt gebrochen ist. Der Restbruch der gesamten Zelle verläuft sodann verformungsreicher, weshalb nunmehr eine stärker zerklüftete Bruchstruktur mit einer Desintegrierung der Fibrillen-/Matrixsubstanz vor allem in der S₂ entsteht (Bild 11).

- Bei höherer Auflösung werden Fibrillen mit Durchmessern zwischen 20 und 100 nm deutlich, die größere radiale Agglomerationen bilden. Die einzelnen Fibrillen brechen auch bei verformungsreichen Brüchen (Bilder 9 und 12) offenbar eher spröde, da sie im Bereich ihrer Brüche keine merklichen Einschnürungen zeigen.

4 Diskussion

4.1 Das Bruchgeschehen

Bruchuntersuchungen an Holz, vor allem mit dem REM, sind recht zahlreich. Die meisten Arbeiten setzen sich mit Druckstauchungen und Scherbrüchen, relativ wenige Arbeiten mit Längszugbrüchen auseinander. Im folgenden werden ausschließlich Zugbruchsaspekte diskutiert.

Auf Querbruchflächen des Holzgewebes treten Delaminationen zwischen der CML und der angrenzenden dünnen S₁ oder zwischen der S₁ und der folgenden dicken S₂ auf. Diese Brüche sind durch den Aufbau von Querzugspannungen unter der Längszugbeanspruchung verursacht und haben in ihrem weiteren Verlauf ein Abscheren von Wandschichten über eine mehr oder minder große Zelllänge zur Folge.

Für die Zugfestigkeit von Holz ist aber sicher der Querbruch der S₂-Schicht maßgebender, da sie bis zum Versagen der gesamten Zellwand bzw. des gesamten Zellgefüges – wegen ihrer Dicke und nahezu axialen Fibrillenorientierung – die größte Spannung aufnehmen muß, und dadurch die anderen schwächeren Zellwandschichten entlastet. Der Bruch der S₂ erfolgt überwiegend quer zur Zellachse, und zwar als Querbruch einzelner Cellulosefibrillen und ihrer Agglomerationen sowie als interfibrillärer Bruch durch Abscheren der Fibrillen voneinander infolge des Versagens der verklebenden Matrix. Es sind also letztlich die 20 bis 100 nm dicken Cellulosefibrillen bzw. ihre Agglomerationen in der Zellwandschicht S₂, die das Bruchgeschehen im Bereich des Feingefüges bestimmen und damit für die Längszugfestigkeit und zu einem erheblichen Teil für die Biegefestigkeit des Holzes entscheidend sind (vgl. Sell und Folprecht 1973).

Diese Interpretation des Zugbruchgeschehens im Feingefüge von Fichtenholz stimmt weitgehend mit den Befunden aus anderen Untersuchungen überein, ergänzt diese aber in einigen Teilbereichen. Frey-Wyssling (1938) hat experimentell nachgewiesen, daß die Festigkeit der Mittellamelle (ML) zwar gering, aber dennoch groß genug ist, um Spannungen standzuhalten, die zum Bruch innerhalb der anderen Wandschichten führt. Er ging davon aus, daß die ML bei intakter Sekundärwand zu keinem Zeitpunkt des Bruchgeschehens besonders hohen Spannungen ausgesetzt ist (vgl. dazu z.B. auch Winandy und Rowell 1984). Diese Aussage hat nur dann Gültigkeit, wenn man die ML als sehr duktil annimmt. Aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung erscheint dies durchaus plausibel.

Lichtmikroskopische Untersuchungen von Wardrop (1951) zeigten, daß eine Zugbruchbeanspruchung sowohl zu Ablösungen von Primärwand (PW) und S₁ als auch von S₁ und S₂ führt. Er machte dafür die unterschiedliche Fibrillenorientierung in den Zellwandschichten sowie das Verhältnis von Matrix- und Gerüstsubstanz verantwortlich. Nach seinen Folgerungen hängt die Bruchlast bei einer Zugbeanspruchung sowohl von der Organisation der Tracheidenwand als auch von der Dichte des Holzes ab. Spätere elektronenmikroskopische Untersuchungen von Wardrop und Addo-Ashong (1963) lieferten weiterführende Erkenntnisse. Demnach ereignen sich Zugbrüche innerhalb der Zellwand öfter zwischen S₁ und S₂ als zwischen den Zellen, d.h. an der ML. Begründet wird dies damit, daß der Unterschied in der Mikrofibrillenorientierung zwischen PW und S₁ weniger extrem als zwischen S₁ und S₂ ist (vgl. auch Winandy und Rowell 1984). Zudem spiele auch der Ligninanteil eine wichtige Rolle, da ein Komplex (ML, PW, S₁) existiere, wo die Cellulose in der Minderheit sei, und ein Komplex (S₂), wo die Cellulose die Hauptkomponente darstelle. Fengel (1966) beobachtete mit dem

TEM an Ultradünnschnitten von Fichtenholz, das zuvor durch intensive Wärmebehandlung getrocknet oder mit Ultraschall behandelt worden war, entsprechende Schwind- bzw. Schwingungsrisse, die ebenfalls überwiegend im Grenzbereich zwischen CML, S₁ und S₂ auftreten.

Ebenso stellt Borgin (1971) fest, daß es zunächst zu einer Delaminierung zwischen den Zellwandschichten kommt, bevor diese selber brechen, da die Adhäsionskräfte zwischen den Schichten kleiner seien als ihre Kohäsionskräfte. Côté und Hanna (1983) unterscheiden bei ihren REM-Untersuchungen an verschiedenen Laubhölzern sowie Southern Yellow Pine drei Arten von Brüchen:

- Interzelluläre Brüche an der ML, die zu einer Separierung einzelner Zellen führen;
- Interlaminare Brüche innerhalb der Sekundärwand, in den meisten Fällen zwischen S₁ und S₂ oder in deren Nähe;
- Brüche, die quer (bezogen auf die Zellachse) zur Zellwand laufen.

Dies entspricht genau den vorliegenden Befunden. Côté und Hanna beobachteten außerdem ein unterschiedliches Bruchverhalten von dick- und dünnwandigen Zellen. Demnach brechen dickwandige Zellen zunächst bevorzugt zwischen S₁ und S₂ und dünnwandige Zellen eher quer zur Wand. Variationen im Bruchtyp werden nach Meinung dieser Autoren vor allem durch die Zellwanddicke hervorgerufen. Dies stimmt nur zu einem Teil mit unseren Beobachtungen überein, wonach der Bruch auch bei dünnwandigen Tracheiden fast immer zu einer Delaminierung von Zellwandschichten und nicht nur zu reinen Querbrüchen führt (vgl. Bild 8). Außerdem haben wir solche Delaminationen mindestens gleich oft zwischen CML und S₁ wie zwischen S₁ und S₂ beobachtet.

Mark (1965, 1967) beschäftigte sich mit der Beziehung zwischen dem mechanischen Versagen von Nadelholztracheiden und ihrer Morphologie. Er schloß aufgrund seiner Berechnungen und Beobachtungen, daß der Bruch aufgrund eines Überschreitens der Schubfestigkeit zuerst in der S₁ oder aber am Übergang zwischen S₁ und S₂ als Folge eines Abschervorganges erfolgen muß; dies bestätigt auch Hemmer (1985). Begründet wird dies damit, daß die Scherkräfte an der S₁/S₂-Schnittstelle aufgrund der Fibrillenanzordnung in gegenläufigen Richtungen orientiert sind. Nach der Brucheinleitung findet dann ein Spannungstransfer zur S₂ und S₃ statt, der den Bruch dieser Schichten zur Folge hat. Die S₁ versagt demnach schon, bevor die Maximallast aufgebracht ist. Nach Mark (1967) ist die molekulare Organisation der Wandschichten von größerer Wichtigkeit für die Festigkeit als der Fibrillenwinkel in der S₂ oder die Dichte eines Holzes. Auch Winandy und Rowell (1984) messen der molekularen Ordnung eine große Bedeutung für das Bruchgeschehen bei, halten allerdings das Feingefüge der Zellwand und auch das Makrogefüge des Holzgewebes für ebenfalls festigkeitsbestimmend.

Jeronimidis (1976) formulierte eine Kohäsions-Adhäsionstheorie zur Isolierung von Fasern unter Zugbelastung. Danach erzeugt die Zugspannung in Faserrichtung zugleich eine Zugkomponente quer zur Faserachse in Richtung des Faserlumens. Unter der Voraussetzung, daß die Adhäsion zwischen den Fasern kleiner als 20% der Zugfestigkeit der Einzelfaser ist, kommt es zur Isolierung der Fasern durch Trennung zwischen S₁ und S₂ oder zwischen S₁ und CML. Die eigenen Ergebnisse stützen dies. Es kommt bei einer Zugbelastung in Faserrichtung zu Einschnürungen der Zellen und auch der Zellwände, woraus Querkzugkräfte hervorgehen. Diese führen dann dazu, daß einzelne Zellwandschichten voneinander getrennt werden. Daraufhin erfolgt die von verschiedenen Autoren beschriebene Spannungsumlagerung zur S₂.

Bild 13. Fibrillenorientierung der verschiedenen Zellwandschichten im Bereich der Höftüpfel (nach Mark 1967)

Fig. 13. Fibril orientation of the different cell wall layers around bordered pits (after Mark 1967)

Bei einer weiteren Laststeigerung schnüren dort die Fibrillenagglomerationen ein, und schließlich tritt der endgültige Bruch ein.

Weitere bevorzugte Versagensstellen waren die Tüpfelränder, während die Tüpfel selbst keine Schwachstellen im Holzgewebe darzustellen scheinen. Dies läßt sich durch die von Harada (1965) und von Mark (1967) beschriebene besondere Orientierung der Mikrofibrillen um die Tüpfel herum erklären. Um den Tüpfelhof verlaufen innerhalb der S₁ verstärkend wirkende, konzentrisch angeordnete Mikrofibrillen, die den Widerstand gegenüber Scherkräften erhöhen (Bild 13). Der Übergang zum normalen Gewebe scheint allerdings eine Schwachstelle zu sein. Auch Côté und Hanna (1983) fanden, daß die Bruchlinien oft den Rändern der Höftüpfel folgen.

Außer an den Tüpfelrändern kam es auch häufig zu glatten Abrissen an den Holzstrahlen. Diese sind allein schon dadurch, daß sie auf Querkzug belastet werden, weitere Schwachstellen im Holzgewebe. Auch Akande und Kyanka (1990), Côté und Hanna (1983), Keith und Côté (1968) sowie Keith (1971, 1974) berichteten, daß die Verbindungen zwischen den Holzstrahlen und den axial orientierten Zellen Versagensstellen sind. Akande und Kyanka beobachteten bei Pappel, daß Brüche nach einer Zugbelastung quer zur Faser auftreten, mit einem stufenweisen Fortschreiten der Bruchebene von Holzstrahl zu Holzstrahl. Risse, die durch Zugbeanspruchung hervorgerufen werden, folgen oft einem steilen Winkel quer zu den Fasern, bis die Reißspitze auf eine schwache Verbindung zwischen Holzstrahl- und Faserzellen trifft, wo es dann zu einem raschen Fortschreiten des Bruches kommt.

Unsere Feststellung, daß der interfibrilläre Verbund in der S₂ in radialer Richtung fester ist als in tangentialer (bezogen auf die Zellachse), deuten wir dahingehend, daß die Fibrillen der S₂ in radialen Agglomerationen und nicht, wie bisher angenommen, in helikalen, konzentrischen Lamellen angeordnet sind. Hierüber sowie über ein modifiziertes Zellwandmodell und seine Bedeutung ist bereits an anderer Stelle berichtet worden (Sell und Zimmermann 1993a u.b.).

4.2

Einfluß von Belastungsdauer, Temperatur und Feuchte

Die eigenen Ergebnisse stimmen mit den Befunden anderer Autoren überein. Der zeitlichen Dauer der mechanischen Belastung wird von allen Versuchsvariablen die deutlich größte Bedeutung für die Ausbildung der Bruchoberflächen beigemessen. Mit zunehmender Belastungsdauer bis zum Bruch werden die Bruchstrukturen als Folge einer zunehmenden Kriechverformung zerklüfteter. Wärme und Feuchtigkeit verstärken den duktilen Charakter der Bruchflächen.

Kisser und Steininger (1952) sowie Debaise et al. (1966) sahen den Biegebruch als Endglied einer Summe von viel früher eingeleiteten Deformierungsvorgängen bzw. einer steten Ausbreitung von inneren Rissen. Diese beginnen schon bei relativ niedrigen Spannungen und häufen sich mit zunehmender Belastungsgröße und -dauer. Mikrobrüche treten nach Morgner et al. (1980) bei Kiefern-Vollholz ab einer Langzeitbelastung von 40 bis 50% der im statischen Kurzzeitversuch ermittelten Biegebruchspannung auf. Dies entspricht dem von Kisser und Steininger für das Auftreten von Mikrostauchlinien ermittelten

Beanspruchungsbereich. Mikrobruchvorgänge sind demnach an der Kriechverformung in gewissem Umfang beteiligt, und zwar zunehmen mit zunehmender Last.

Debaise et al. (1966) zeigen, daß hohe Feuchte und Temperatur zur Plastifizierung von Zellwänden führen, während bei geringer Feuchte und Temperatur ein spröder Bruch entsteht. Borgin (1971) variierte bei Zug- und Scherversuchen mit verschiedenen Kiefernarten sowohl die Belastungsgeschwindigkeit als auch die Temperatur in weiten Grenzen. Er demonstrierte anhand von REM-Bildern, daß Holzbruchflächen je nach Belastungsgeschwindigkeit und Probertemperatur unterschiedliche Mikrostrukturen aufweisen. Es wurden deutliche plastische Verformungen beim Langzeit-Zugversuch in der Wärme (Herausziehen von Cellulose-Mikrofibrillen aus der Matrixsubstanz) einerseits und verformungsarme Brüche bei dynamischer Kurzzeitbelastung andererseits beobachtet. Das gleiche wurde auch in den früheren eigenen, größtenteils nicht veröffentlichten Untersuchungen an Fichte festgestellt (Sell und Folprecht 1973).

5

Literatur

- Akande, J. A.; Kyanka, G. H. 1990: Evaluation of tensile fracture in aspen using fractographic and theoretical methods. *Wood Fiber Sci.* 22(3): 283–297
- Borgin, K. 1971: The cohesive failure of wood studied with the scanning electron microscope. *J. Microscopy* 94(1): 1–11
- Côté, W. A.; Hanna, R. B. 1983: Ultrastructural characteristics of wood fracture surfaces. *Wood & Fiber Sci.* 15(2): 135–163
- Debaise, G. R.; Porter, A. W.; Pentoney, R. E. 1966: Morphology and mechanics of wood fracture. *Materials Res. & Standards* 6(10): 493–499
- DIN Deutsches Institut für Normung e.V. (Hrsg.) (1991): Normen über Holz. Beuth Verlag GmbH, Berlin, Köln, 6. Aufl.
- Fengel, D. 1966: Thermisch und mechanisch bedingte Strukturänderungen bei Fichtenholz. *Holz Roh- Werkstoff* 24(11): 529–536
- Frey-Wyssling, A. 1938: Die mikroskopischen Holzstrukturen bei technischer Überlastung. Bericht der Eidg. Materialprüfungs- und Versuchsanstalt Zürich 119: 23–29
- Harada, H. 1965: Ultrastructure and organization of gymnosperm cell walls. In: Côté, W. A. (ed.) (1965): *Cellular ultrastructure of woody plants*. Syracuse University Press: 215–233
- Hemmer, K. 1985: Versagensarten des Holzes der Weisstanne (*Abies alba*) unter mehrachsiger Beanspruchung. Bericht der Versuchsanstalt für Stahl, Holz und Steine der Universität Fridericiana in Karlsruhe, 4. Folge, Heft 11: 122–127
- Jeronimidis, G. 1976: The fracture of wood in relation to its structure. *Bot. Series Nr. 3*: 253–265
- Keith, C. T. 1971: The anatomy of compression failure in relation to creep-inducing stresses. *Wood Sci.* 4(2): 71–82
- Keith, C. T. 1974: Longitudinal compressive creep and failure development in white spruce compression wood. *Wood Sci.* 7(1): 1–12
- Keith, C. T.; Côté, W. A. 1968: Microscopic characterization of slip lines and compression failures in wood cell walls. *Forest Prod. J.* 18(3): 67–74
- Kisser, J.; Steininger, A. 1952: Makroskopische und mikroskopische Strukturänderungen bei der Biegebeanspruchung von Holz. *Holz Roh- Werkstoff* 10(11): 415–421
- Mark, R. E. 1965: Tensile stress analysis of the cell walls of coniferous tracheids. In: Cote, W. A. (ed.) (1965): *Cellular ultrastructure of woody plants*. Syracuse University Press: 493–533
- Mark, R. E. 1967: *Cell wall mechanics of tracheids*. New Haven and London, Yale University Press.
- Morgner, W.; Niemz, P.; Theis, K. 1980: Anwendung der Schallemissionsanalyse zur Untersuchung von Bruch- und Kriechvorgängen in Werkstoffen aus Holz. *Holztechnologie* 21(2): 77–82
- Sell, J.; Folprecht, J. 1973: Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Bruchflächen organischer Werkstoffe. *Material & Technik* 1(4): 180–185
- Sell, J.; Zimmermann, T. 1993a: Das Gefüge der Zellwandschicht S₂ – Untersuchungen mit dem Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop an Querbruchflächen von Fichten- und Tannenholz. *Forschungs- und Arbeitsberichte Abt. Holz* 115/28. 27 S.
- Sell, J.; Zimmermann, T. 1993b: Radial fibril agglomerations of the S₂ on transverse-fracture surfaces of tracheids of tension-loaded spruce and white fir. *Holz Roh- Werkstoff* 51: 384
- Wardrop, A. B. 1951: Cell wall organization and the properties of the xylem - I. Cell wall organization and the variation of breaking load in tension of the xylem in conifer stems. *Australian J. Scientific Res., Series B – Biol. Sci.* 4(4): 391–414
- Wardrop, A. B.; Addo-Ashong, F. W. 1963: The anatomy and fine structure of wood in relation to its mechanical failure. D. F. P. Reprint, reprinted from "Tewksbury" Symposium on Fracture No. 560: 169–200
- Winandy, J. E.; Rowell, R. M. 1984: The chemistry of wood strength. In: Rowell, R. M. (ed.): *The chemistry of solid wood. Advances in chemistry series 207*, American Chemical Society, Washington, D.C.; 1. Auflage: 211–255