

معرفی روش نوین فروروی نانو به منظور اندازه‌گیری مدول وارهدیگی یانگ در جامدات بیولوژیکی ویسکوالاستیک (۵۴۲)

حسین اشرفی^۱، مهدی کسرائی^۲، محمدحسین قیصری

چکیده

اکثر مواد بیولوژیکی همانند میوه‌ها و پلیمرها رفتار ویسکوالاستیک از خود نشان می‌دهند. از اینرو، یکی از مسائل اساسی در علم مهندسی بیولوژیکی، تعیین دقیق مدول وارهدیگی در این اجسام می‌باشد. در اکثر نقاط دنیا، مدول وارهدیگی جامدات بیولوژیکی به روش‌های متداول و کلاسیک به دست آورده می‌شود. با این وجود، با توجه به پیشرفت‌های اخیر در آنالیز فروروی جامدات ویسکوالاستیک، تعیین دقیق خصوصیات وارهدیگی و خزش جامدات ویسکوالاستیک با آزمایش فروروی نانو امکان‌پذیر شده است. مدول وارهدیگی اغلب در آنالیزهای تغییرشکل و تنش ویسکوالاستیک مورد نیاز واقع می‌شود. به این دلیل که همواره از تبدیل تابع پذیرش خزشی به تابع وارهدیگی، نتیجه مناسبی حاصل نمی‌شود، از اینرو آنالیز فروروی در وارهدیگی به طور مستقل انجام می‌شود. در این مقاله، به بیان روش‌های اندازه‌گیری مدول وارهدیگی یانگ به طور مستقیم با استفاده از روش نوظهور فروروی نانو می‌پردازیم. در آنالیز وارهدیگی فروروی نانو از یک تاریخچه بارگذاری جابجایی با نرخ ثابت استفاده می‌شود و مدول وارهدیگی یانگ با گسترش تئوری‌های مکانیک تماس ویسکوالاستیک در داده‌های بار-جابجایی فروروی به دست می‌آید. در تئوری‌های تماسی ویسکوالاستیک از مدل تعمیم یافته ماکسول به منظور مدل‌سازی رفتار جامدات ویسکوالاستیک بهره گرفته می‌شود. در این مطالعه، به منظور مشخص کردن ویژگی‌ها و امتیازات این روش پیشرفته نسبت به سایر روش‌های متداول، مدول وارهدیگی سه نوع پلیمر حجمی که کاربردهای گسترده‌ای دارند، مورد تحلیل قرار داده شده‌اند. هدف اصلی این پژوهش، معرفی این روش بسیار دقیق برای اندازه‌گیری مدول وارهدیگی و پذیرش خزشی در جامدات ویسکوالاستیک به خصوص اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی بافت‌های مواد بیولوژیکی می‌باشد.

کلیدواژه: روش فروروی نانو، مکانیک تماس ویسکوالاستیک، مدل تعمیم یافته ماکسول، مدول وارهدیگی

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، بخش مهندسی مکانیک ماشین‌های کشاورزی، دانشگاه شیراز، پست الکترونیک: ashrafi@shirazu.ac.ir

۲- استادیار، بخش مهندسی مکانیک ماشین‌های کشاورزی، دانشگاه شیراز

۳- دانشجوی کارشناسی ارشد، بخش مهندسی مکانیک ماشین‌های کشاورزی، دانشگاه شیراز، شیراز

مقدمه

با افزایش استفاده از ساختارهای بسیار کوچک، مواد هدفمند، نانو کامپوزیت‌ها، نانو مواد بیولوژیکی و سایر مواد نامتجانس در شاخه‌های مختلف علوم مهندسی همانند الکترونیک، مکانیک، مهندسی بیولوژیک و پزشکی، ارزیابی تنش و تغییر شکل جهت پیش‌بینی رفتار شکست قابل اطمینان مورد نیاز می‌باشد. تعیین خصوصیات مکانیکی مواد، وجه مهمی در تحلیل تنش می‌باشد. تست‌های فشاری و کششی متداول معمولاً برای اندازه‌گیری مدول وارهیدگی یانگ مواد بسیار کوچک مثل فیلم‌های نازک، توده‌های بسیار کوچک، مواد گرادیانی جدید، نانو کامپوزیت‌ها مثل نانو لوله‌های کربنی و دیگر مواد نامتجانس مثل بافت‌های بیولوژیکی نمی‌توانند به آسانی بکر روند. گذشته از مواد با ساختار بسیار کوچک، اندازه‌گیری مدول وارهیدگی برخی مواد بیولوژیکی مانند تولیدات باگی به دلیل زیر ساختارهای بافتی و مشخصه‌های وضعیتی خاص آن‌ها با روش‌های متداول ایجاد خطای بالایی می‌کند [۱]. شایان ذکر است که اکثریت این تولیدات باگی بیولوژیک رفتاری همانند جامدات ویسکوالاستیک از خود نشان می‌دهند. یک تکنیک مؤثر برای اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی موضعی مواد ویسکوالاستیک در مقیاس‌های کوچک میکرو و نانو، روش نوظهور فروروی نانو می‌باشد. فروروی نانو، عمق سنجی فروروی نامیده می‌شود که بر اساس تعیین پارامترهای تماس، عمق و بار فروروی در طی بارگذاری و باربرداری به طور مداوم اندازه‌گیری می‌شود.

در سال‌های اخیر روش فروروی نانو برای تعیین مدول یانگ مواد الاستیک، سختی، مقاومت تسلیم مواد پلاستیک، نسبت سخت شوندگی کرنشی و پارامترهای شکست برخی از مواد بکار رفته است [۲-۴]. اگر چه روش‌های فروروی نانو موجود برای اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی مواد وابسته به زمان قابل استفاده نبود ولی برای مواد وابسته به زمان بکار می‌رود. در سال‌های اخیرتر نیز پیشرفت‌هایی برای اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی برخی مواد ویسکوالاستیک با استفاده از فروروی نانو صورت گرفته شده است. چنگ^۱ و همکاران [۵]، یک راه حل تحلیلی را برای تغییر شکل ویسکوالاستیک خطی تحت فروروی با پانچ ساده ارائه نمودند. آن‌ها با مدل‌سازی رفتار ویسکوالاستیک توسط مدل سه المانی یک روش برای اندازه‌گیری خصوصیات ویسکوالاستیک با استفاده از فروروی با پانچ ساده ارائه کردند. لو^۲ و همکاران [۶] روش‌هایی را برای اندازه‌گیری توابع ویسکوالاستیک خزشی پلیمرها در دامنه زمانی توسعه دادند. هوانگ^۳ و همکاران [۷] نیز روشی را برای اندازه‌گیری توابع ویسکوالاستیک در دامنه فرکانسی ارائه کردند. ادگار^۴ و همکاران [۸] رفتار ویسکوالاستیک دینامیکی برخی پلیمرها را در دامنه‌ها و فرکانس‌های مختلف تحت بارگذاری هارمونیک مورد بررسی قرار دادند. وانلاندینگهام^۵ و همکاران [۹] مدول وارهیدگی^۶ را تحت مراحل جابجایی و پذیرش خزشی^۷ را با استفاده از یک بارگذاری مرحله‌ای، به صورت تقریبی اندازه‌گیری کردند و همچنین کاربردهای ویسکوالاستیک خطی در فروروی نانو روی پلیمرها را مورد بررسی قرار دادند. چنگ و چنگ [۱۰]، یک بیان باری سختی باربرداری یک جامد ویسکوالاستیک خطی تحت روش نانو فروری استخراج کردند. آن‌ها همچنین تحلیل‌هایی را از فروری مخروطی و کروی بر روی جامدات ویسکو-الاستیک برای استخراج معادلات مدول مرکب بیان کردند [۱۱]. هوانگ و لو [۱۲]، یک روش کاربردی برای اندازه‌گیری توابع وارهیدگی پلیمرها با استفاده مستقیم از فروروی نانو ارائه کردند. هوانگ و لو [۱۳]، روشی را برای اندازه‌گیری دو تابع ویسکو-الاستیک مستقل با استفاده از فرورونده‌های برکویچ^۸ و کروی متقارن محوری^۹ توسعه دادند. اشرفی و همکاران [۱۴ و ۱۵] با استفاده از تئوری‌های مکانیک تماس ویسکوالاستیک، توجه خاصی به مسائل تماسی بین فرورونده با نیم فضای ویسکوالاستیک (جسم مورد تحلیل) داشتند و با استفاده از بکارگیری اصل مطابقت در تئوری‌های تماسی هرتز و اسندن، رهیافت مناسبی را در تحلیل تماس ویسکوالاستیک ارائه کردند.

در اکثر فرورونده‌های نانوی تجاری از کنترل نیرو استفاده می‌شود که در آن‌ها نیروی اعمالی و جابجایی منتجه به عنوان تابعی از زمان برای تعیین خصوصیات مواد ثبت می‌شوند. با استفاده از کنترل نیرو و بهره‌گیری آنالیز ویسکوالاستیک، خصوصیات خزشی به دست می‌آیند. اغلب در تحلیل تنش و تغییر شکل ویسکوالاستیک، مدول وارهیدگی نیز مورد نیاز می‌باشد. حال آنکه مدول وارهیدگی نمی‌تواند در تمام موارد از پذیرش خزشی تعیین شود. در نتیجه دو تابع قابلیت خزشی و مدول وارهیدگی برای افزایش دقت اندازه‌گیری در دو آزمایش جداگانه استخراج می‌شوند.

1- Cheng
2- Lu
3- Huang

4- Odegard
5- Vanlandingham
6- Relaxation modulus

7- Creep compliance
8- Berkovich indenter
9- Axisymmetric spherical indenter

در این تحقیق، روش‌های اندازه‌گیری مدول وارهیدگی یانگ مستقیماً از فروروی نانو با استفاده از تاریخچه جابجایی نرخ ثابت بیان می‌شوند. معادلات مورد نیاز برای محاسبه مدول وارهیدگی یانگ با استفاده از فرورونده‌های برکویچ و کروی متقارن محوری ارائه

می‌شود. در این مقاله پس از بیان رهیافت‌های تحلیلی برای استخراج مدول وارهیدگی، کاربردهای آن‌ها در تحلیل سه پلیمر بیان می‌شود. هدف اصلی این پژوهش، معرفی این روش بسیار دقیق برای اندازه‌گیری مدول وارهیدگی و پذیرش خزشی جامدات ویسکوالاستیک است. این روش مدرن به خوبی قابلیت استفاده برای اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی بافت‌های مواد بیولوژیکی را دارا می‌باشد.

۱. رهیافت‌های تحلیلی فروروی نانو در مواد ویسکوالاستیک

در این بخش، نحوه استخراج معادلات نیرو-جابجایی به منظور محاسبه مدول وارهیدگی یانگ تحت تاریخچه جابجایی نرخ ثابت توسط هر دو نوع فرورونده برکویچ و کروی مورد نظر قرار داده شده است. فرورونده‌های با نوک ماسی برکویچ، همانند فرورونده‌های صلب مخروطی مدل‌سازی می‌شوند با این تفاوت که زاویه نیم مخروطی آن‌ها برابر مقدار ثابت $70/3$ درجه می‌باشد و سطح مقطع آن‌ها نیز تابعی از عمق فروروی می‌باشد [۱۶].

در طی اندازه‌گیری‌های نانو فروروی، یک فرورونده با شکل مشخص تحت بار فروروی (P) به عمق (h) سطح نمونه نفوذ می‌کند، که در نتیجه آن، عمق به عنوان تابعی از زمان ثبت می‌گردد. به طور عادی هر فروروی شامل فاز بارگذاری، فاز ماندگاری و فاز باربرداری می‌باشد. در تحلیل‌های الاستیک، سختی یک ماده از فاز بارگذاری آزمایش فروروی به صورت زیر به دست می‌آید:

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (1)$$

که در آن، A_c تصویر افقی ناحیه تماس و P_{\max} ماکزیمم بار اعمالی در تست می‌باشند. مدول الاستیسیته مرکب مواد با رفتار الاستیک یا الاستوپلاستیک از رابطه بین شیب اولیه اندازه‌گیری شده منحنی بار برداری در h_{\max} و مدول فروروندگی (M) به دست می‌آید [۱۶]:

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (2)$$

که در آن:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} M \sqrt{A_c} \quad (3)$$

$$M = E_i / (1 - \nu_i^2)$$

در این روابط ν ضریب پواسون می‌باشد و β فاکتور تصحیح شکل فرورونده است که برابر مقدار ثابت $\beta \approx 1.07$ است. مدول یانگ (E) نمونه نیز از مدول کامپوزیتی مطابق زیر محاسبه می‌شود:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (4)$$

که از آن می‌توان دریافت که کل پذیرش الاستیک در تماس شامل پذیرش الاستیک نمونه (بدون زیر نگاشت) و فرورونده (با زیر نگاشت ۱) می‌باشد. این معادله مبنی بر تحلیل اسندن^۱ می‌باشد که از نفوذ فرورونده‌های مختلف در نیم فضای الاستیک به دست آمده است [۱۷].

اسندن [۱۷]، برای یک فرورونده‌ی مخروطی صلب (شکل ۱)، که در یک نیم فضای متجانس ایزوتروپیک و الاستیک خطی فروروی می‌کند، رابطه بار - جابه‌جایی زیر را گسترش داد:

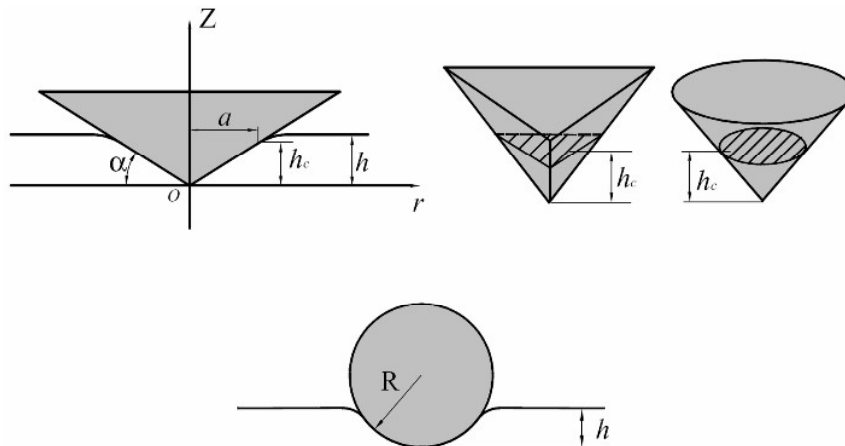
$$P = \frac{2}{\pi(1 - \nu^2) \tan \alpha} E h^2 \quad (5)$$

1- Sneddon

می باشد. $\alpha = 19/7^\circ$ زاویه بین نیم فضا و مولد مخروطی می باشد (شکل ۱)، که در اینجا برای فرورونده های مخروطی α که برای فرورونده های کروی که در یک نیم ف ای متجانس ایزوتروپیک و الاستیک خطی مطابق مسئله تماسی هر تزن نفوذ می کنند، رابطه جابجایی - بار فروروی به صورت ذیل بیان می شود:

$$P = \frac{4\sqrt{R}}{3(1-\nu^2)} E h^{1.5} \quad (6)$$

که (R) شعاع فرورونده کروی است که در شکل ۱ هم نشان داده شده است. مطالعات نظری تماس در اجسام ویسکوالاستیک خطی از نیم دهه ۱۹۵۰ به وسیله تحقیقات [۱۸-۲۴] آغاز شد. به طور ذاتی، معادلات متشکله رفتار ویسکوالاستیک نه تنها شامل تنش و کرنش خواهند بود، بلکه در آن ها آهنگ زمانی تغییرات تنش و کرنش



شکل ۱: هندسه کلی فرورونده های برکویج، مخروطی و کروی

نیز وجود خواهد داشت [۲۵-۲۷]. در کل، برای حل مسائل تماسی ویسکوالاستیک می توان با استفاده از اصل مطابقت از مسائل تماسی الاستیک استفاده کرد، به شرط اینکه مرز جابجایی با زمان تغییر نکند. ولی با این وجود، در مورد مسائل تماس ویسکوالاستیک با استفاده از فرورونده های کروی یا مخروطی، ناحیه تماس بین فرورونده و ماده مورد آزمایش با زمان تغییر می کند. دیگر یک چنین مسائل مقادیر مرزی زمان متغیری مستقیماً با استفاده از اصل مطابقت قابل حل نمی باشند. برای حل چنین مسائلی لی و رادوک [۲۰] رهیافت کارامدی را با معرفی یک عامل انتگرالی هردیتاری^۳ مناسب برای موقعیتی که ناحیه تماس فروروی با گذر زمان تغییر نمی کند، عرضه نمودند. تینگ^۴ [۲۳] رهیافت کلی تری را برای حل مسائل تماس ویسکوالاستیک ارائه کرد. رهیافت وی برای هر تاریخچه دلخواهی از ناحیه تماس می تواند بکار رود. رهیافت تینگ وقتی که ناحیه تماس با زمان افزایشی نمی یابد به رهیافت لی و رادوک ساده می شود. با استفاده از رهیافت لی و رادوک، برای یک ماده ویسکوالاستیک خطی متجانس و ایزوتروپیک با ضریب پواسون ثابت می توان رابطه بار - جابه جایی زیر را برای فروروی مخروطی بیان کرد:

$$P(t) = \frac{2}{\pi(1-\nu^2) \tan \alpha} \int_0^t E(t-\xi) \frac{dh^2(\xi)}{d\xi} d\xi \quad (7)$$

مجدداً بایستی تکرار شود که در معادله (۷)، ناحیه تماس بین فرورونده و نیم فضا با زمان نمی بایست کاهش یابد. این شرط را با استفاده از تاریخچه جابجایی نرخ ثابت می توان ارضا کرد. برای فروروی در یک تاریخچه جابه جایی با نرخ ثابت که:

1- Hertzian contact problem
2- Lee and Radok
3- Hereditary integral operator

3- Ting
4- Recorded nanoindentation load-displacement data

$$h(t) = V_0 t \quad (8)$$

که (V_0) سرعت ثابت فروروی می باشد، معادله (۷) را به صورت زیر می توان بازنویسی کرد:

$$P(t) = \frac{4V_0^2}{\pi(1-v^2)\tan\alpha} \int_0^t E(t-\xi) \xi d\xi \quad (9)$$

به دنبال آن معادله (۹) را با اندکی تغییرات می توان به صورت زیر ارائه کرد:

$$\int_0^t E(\xi) (t-\xi) d\xi = \frac{\pi(1-v^2)\tan\alpha}{4V_0^2} P(t) \quad (10)$$

با استفاده از داده های بار - جابجایی ثبت شده^۱ در فروروی، مدول وارهدگی به عنوان تابعی از زمان به وسیله معادله (۱۰) بدست می آید. با این وجود، به دلیل آن که در شروع تماس به عنوان مثال وقتی که عمق k از ۵۰ نانومتر است، داده های بار - جابجایی حاصله متناسب با محدودیت های سیستم و اثر فروروی اولیه، دقیق نیستند، معادله (۷) به آسانی نمی تواند برای جابجایی های کوچک استفاده شود. همچنین به دلیل اینکه حل معادله انتگرالی نیازمند تکرار با تخمین اولیه در عمق های پایین و یا زمان کم های

می باشد، اعمال معادله (۱۰) به داده های فروروی نانو برای تعیین تابع وارهدگی توصیه نمی شود. در ادامه، دو رهیافت دیگر برای غلبه بر مشکل پیچیدگی های مرتبط با عمق های پایین در روش فروروی ارائه می شود. اولین رهیافت مؤثر استفاده از قاعده مشتق گیری^۲ می باشد. پس از مشتق گیری از معادله (۱۰) نسبت به زمان، این معادله به شکل زیر درمی آید:

$$\int_0^t E(\xi) d\xi = \frac{\pi(1-v^2)\tan\alpha}{4V_0^2} \frac{dP(t)}{dt} \quad (11)$$

با تکرار مشتق گیری نسبت به زمان از دو طرف معادله (۱۱)، معادله زیر حاصل می شود:

$$E(t) = \frac{\pi(1-v^2)\tan\alpha}{4V_0^2} \frac{d^2P(t)}{dt^2} \quad (12)$$

به دلیل اینکه $(h = v_0 t)$ است، معادله (۱۲) را به صورت زیر می توان بازنویسی کرد:

$$E(t) = \frac{\pi(1-v^2)\tan\alpha}{4} \frac{d^2P(t)}{dh^2} \quad (13)$$

واضح است که معادله (۱۳) به سادگی قابل استفاده شده است. با این وجود به دلیل اینکه داده های جابجایی - بار بدست آمده از اندازه های فروروی پراکنده هستند، استفاده از داده های خام فروروی نانو برای تعیین مشتق می تواند خطا ایجاد کند. با این ت سپر، خطا می تواند با استفاده از تکنیک برازش منحنی^۳ مناسب به منظور در قالب درآوردن داده های فروروی نانو در توابع چند جمله ای یا نمایی و یا استفاده از برازش شبکه عصبی کاهش یابد.

روش دیگر با مورد نظر قرار دادن همبستگی بین داده های تست فروروی نانو و رابطه بار - جابجایی توصیف شده به وسیله معادله (۹) با استفاده از یک مدل ویسکوالاستیک مناسب برای ماده مورد بحث می باشد. بر اساس ترکیب های مناسبی از دو المان ساسی بدون جرم، فنر خطی هوکین^۴ و مستهلک کننده نیوتنی^۵ می توان به سادگی مدل های ویسکوالاستیک متفاوتی را طرح ریزی کرد. یک مدل ساده که از ترکیب فنر و مستهلک کننده به طور سری حاصل می شود، مدل ماکسول^۶ نامیده می شود. ولی یک ماده واقعی تنها با یک زمان وارهدگی که با این مدل پیش بینی می شود، وارهدیده نمی شود. از اینرو برای بیان دقیق رفتار طبیعی یک

1 Newtonian damper
2 Differentiation

3- Curve fitting
4- Hookean linear spring

5- Maxwell model
6- Generalized Maxwell model

ماده ویسکوالاستیک، باید تابع وارهدگی را به صورت حاصل جمع یک سری عبارات نمایی کاهش‌ی بیان کرد، که این خواسته منجر به شکل‌گیری مدل مکانیکی جامعی متشکل از المان‌های ماکسول به موازات هم می‌شود. چنین مدل جهان شمولی که به طور شماتیک در شکل ۲ نشان داده شده است، به نام مدل تعمیم یافته ماکسول یاد می‌شود. بنابراین، برای مدول وارهدگی یانگ مواد ویسکوالاستیک خطی، با استفاده از مدل تعمیم یافته ماکسول به صورت زیر بیان می‌شود:

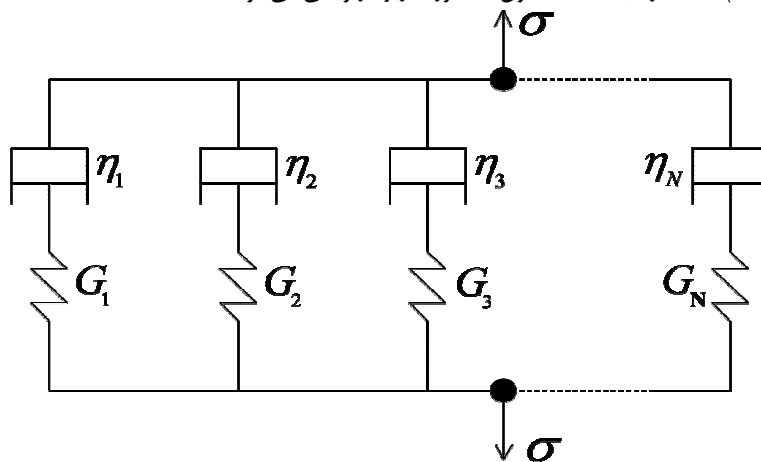
$$E(t) = E_{\infty} + \sum_{i=1}^N E_i e^{-\lambda_i t} \quad (14)$$

که E_1 و E_{∞} ضرایب وارهدگی و λ_i معکوس زمان‌های وارهدگی می‌باشند.

با جایگذاری معادله (۱۴) در (۱۹)، رابطه زیر منتج می‌شود:

$$P(t) = \frac{4V_0^2}{\pi(1-\nu^2)\tan\alpha} \left\langle 0.5E_{\infty}t^2 + \sum_{i=1}^N \left[\frac{E_i}{\lambda_i} \left(t - \frac{1}{\lambda_i} \right) + \frac{E_i}{\lambda_i} e^{-\lambda_i t} \right] \right\rangle \quad (15)$$

می‌دانیم که $(h = \nu_0 t)$ است، در نتیجه معادله فوق به صورت زیر بازنویسی می‌شود:



شکل ۲: طرح کلی مدل تعمیم یافته ماکسول

$$P(t) = \frac{4}{\pi(1-\nu^2)\tan\alpha} \left\langle 0.5E_{\infty}h^2 + \sum_{i=1}^N \left[\frac{E_i}{\lambda_i} \left(V_0 h - \frac{V_0^2}{\lambda_i} \right) + \frac{E_i}{\lambda_i} e^{-\frac{\lambda_i h}{V_0}} \right] \right\rangle \quad (16)$$

پس از برازش معادله (۱۶) در منحنی بار - جابجایی آزمایش‌های فروری نانو، پارامترهای ضرایب وارهدگی و معکوس زمان‌های وارهدگی قابل تعیین می‌باشند. پس از تعیین این پارامترها، با قرار دادن آن‌ها در معادله (۱۴) می‌توان مدول وارهدگی یانگ را تشکیل داد.

برای یک فرورونده کروی که در نیم فضای ویسکوالاستیک متجانس و ایزوتروپیک نفوذ می‌کند، رابطه بار - جابجایی فروری نانو زیر را با استفاده از نتایج رهیافت لی و رادوک خواهیم داشت:

$$P(t) = \frac{4\sqrt{R}}{3(1-\nu^2)} \int_0^t E(t-\xi) \frac{dh^{1.5}(\xi)}{d\xi} d\xi \quad (17)$$

با استفاده از رابطه تاریخچه جابجایی از معادله (۸) در معادله بالا خواهیم داشت:

$$\int_0^t E(\xi) \sqrt{(t-\xi)} d\xi = \frac{(1-\nu^2)}{2V_0^{1.5}\sqrt{R}} P(t) \quad (18)$$

با استفاده مجدد از مدول وارهدگی معادله (۱۴) با توجه به مدل تعمیم یافته ماکسول در معادله (۱۸) داریم:

$$P(t) = \frac{4V_0^{1.5}\sqrt{R}}{3(1-\nu^2)} \left\langle E_\infty t^{1.5} + \sum_{i=1}^N \left[\int_0^t E_i (e^{-\lambda_i t}) \sqrt{t-\xi} d\xi \right] \right\rangle \quad (19)$$

معادله (۱۹) با توجه به تاریخچه جابجایی ($h = v_0 t$) به صورت زیر بازنویسی می شود:

$$P(t) = \frac{4\sqrt{R}}{3(1-\nu^2)} \left\langle E_\infty h^{1.5} + \sum_{i=1}^N \left[V_0^{1.5} \int_0^{h/V_0} E_i (e^{-\lambda_i h/V_0}) \sqrt{\frac{h}{V_0} - \xi} d\xi \right] \right\rangle \quad (20)$$

از آنجائیکه ترم دوم سمت راست معادله (۲۰) را نمی توان به روش تحلیلی انتگرال گیری کرد، لذا رابطه صریحی بین بار و جابجایی نمی تواند حاصل شود. به هر صورت، تابع وارهدگی با رجوع به حل عددی معادله (۲۰) قابل بدست آمدن است. در این روش با استفاده از یک الگوریتم کاربردی که مکرراً پارامترهای مدل تممیم یافته ماکسول در معادله ۱۴ را بررسی نموده تا داده های بار - جابجایی حاصل از معادله ۲۰ با داده های حاصل از اندازه گیری های فروروی نانو، همبستگی خوبی ایجاد نمایند. سپس پارامترهایی که دارای بهترین همبستگی هستند در معادله (۱۴) برای تعیین مدول وارهدگی یا ننگ استفاده می شوند.

۲. اندازه گیری های مکانیکی به وسیله تکنیک نوین فروروی نانو

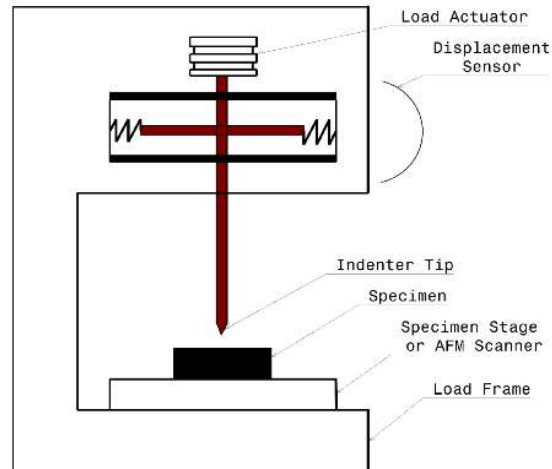
وسيله ای که برای هر اندازه گیری مکانیکی استفاده می شود بستگی به تکنیک مورد استفاده در آن دارد. نمونه هایی که برای اندازه گیری مکانیکی مورد استفاده قرار می گیرند می بایست به دقت آماده شوند و با نگهداری مناسب از آسیب به نمونه و تخریب خصوصیات مکانیکی آن اجتناب شود. نمونه ها در مخزن بی منفذ باید نگهداری می شوند. در فرورونده های نانو تجاری جابجایی به وسیله القاء گر یا مقاومت خازنی^۱ ثبت می شود و تحرک نیرو به وسیله تولید نیروی الکترواستاتیک، سیم پیچ های مغناطیسی و یا با انبساط یک المان پیزوالکتریک^۲ تولید می گردد [۱۶]. طرح شماتیک یک سیستم فرورونده که در آن از یک خازن سه صفحه ای برای دریافت جابجایی استفاده شده، در شکل ۳ نشان داده شده است. نوک^۳ دستگاه فرورونده به طور مستقیم بر روی صفحه میانی خازن نصب شده است و برای حرکت نوک بر روی نمونه باری روی آن اعمال می شود. بار و جابجایی در طی فرآیند فروروی به طور پیوسته ثبت می شوند، که در پایان کار منجر به یک منحنی بار - جابجایی می شود.

در این تحقیق فرورونده با نوک کروی و برکویچ از جنس الماس استفاده شده است. فرورونده برکویچ، مانند فرورونده مخروطی با زاویه نیم مخروطی ۷۰/۳ درجه مدل شده و فرورونده کروی دارای شعاع ۱۰ میکرو متر می باشد.

هدف اصلی این پژوهش، معرفی این روش بسیار دقیق برای اندازه گیری مدول وارهدگی و پذیرش خزشی در جامدات ویسکوالاستیک به خصوص برای اندازه گیری خصوصیات مکانیکی بافت های مواد بیولوژیکی می باشد. در این مطالعه، به منظور مشخص کردن ویژگی ها و امتیازات این روش پیشرفته نسبت به سایر روش های متداول، مدول وارهدگی سه نوع پلیمر حجمی که کاربردهای گسترده ای دارند، مورد تحلیل قرار داده شده اند. مواد مورد استفاده در این آزمایش ها سه پلیمر (PU, PC, PMMA) می باشند. داده های وارهدگی نمونه های (PMMA) از کار به لو و همکاران [۲۸] و سین وناس^۴ [۲۹] بکار برده شده اند. نتایج داده های وارهدگی نمونه های (PC) در این کار از ناس و زو^۵ [۳۰] و نمونه های (PU) از هوانگ و لو [۱۲] استخراج شده اند. دمای تبدیل شیشه ای برای (PMMA)، (PU) و (PC) به ترتیب ۱۴۵ درجه، ۱۵۰ درجه و ۴۲ درجه سانتی گراد می باشند. ابعاد نمونه های (PMMA)، (PU) و (PC) به ترتیب 12.7·10·32mm, 20·20·6mm, 20·10·5mm است. نمونه ها در یک نگهدارنده آلومینیومی قرار گرفتند و همه نمونه ها دارای یک زمان سخت کنندگی حدود ۷۵ ساعت داشتند. رطوبت نسبی با استفاده از هم مرطوب ساز و هم خشک کن مقدار ثابت ۵٪ نگهداری شد. آزمایش در هوای اتاقی با دمای ۲۳ درجه سانتی گراد انجام گرفته شده است. هر تست تا اینکه سرعت رانش نوک فرورونده به کمتر از میزان تعیین شده (0.05 nms^{-1}) برسد شروع نگرددید تا این اطمینان حاصل شود که شرایط تعادل حرارتی بای نمونه و سیستم نانو فرورونده بدست آید.

1- Capacitance or Inductance
2- Expansion of a piezoelectric element
3- Tip

4- Sane and Knauss
5- Knauss and Zhu



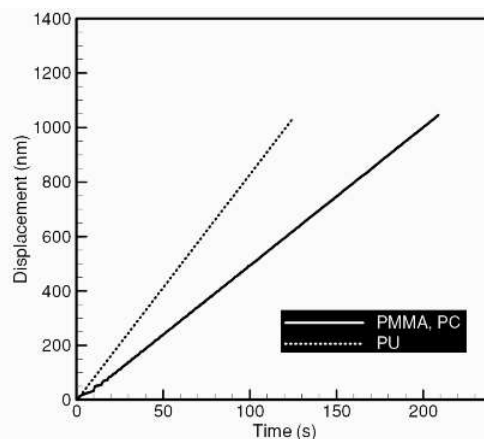
شکل ۳: طرح شماتیک یک سیستم فرورونده نانو

این پروسه برای دقت بالاتر فروروی نانو بسته به گرایان دمای ابزار نیز دارد. بعد از اینکه نوک فرورونده با سطح نمونه تماس پیدا کرد، یک بارگذاری جابجایی با نرخ ثابت اعمال می شود و سپس هم بار و هم جابجایی به طور همزمان ثبت می شوند.

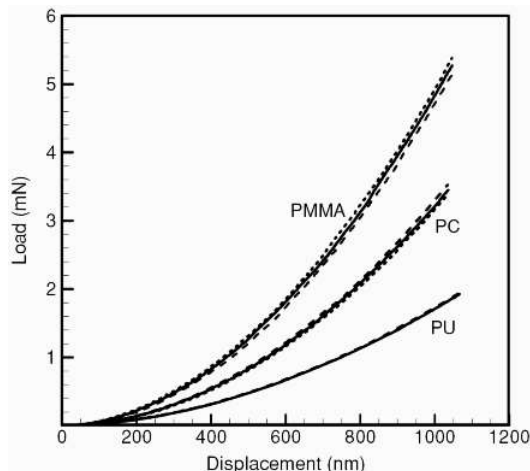
۳. نتایج کاربردی فروروی نانو

تاریخچه جابجایی با نرخ ثابت در همه آزمایش های فروروی نانو با کنترل بار برای رسیدن به مقدار جابجایی مورد نظر بکار می رود. برای رسیدن به جابجایی به عنوان تابع خطی از زمان، باید از مدول سختی پیوسته در طی فروروی استفاده شود. شکل ۴ نشان می دهد که تاریخچه جابجایی در آزمایش فروروی نانو را نشان می دهد.

نتایج به دست آمده بار - جابجایی با استفاده از فرورونده برکویچ در شکل ۵ ب ای هر سه پلیمر (PMMA)، (PC) و (PU) نشان داده شده است. از آنجائیکه معادلات (۷) و (۱۷) مانع از کاهش سطح تماس بین فرورونده و ماده آزمایشی می شود فقط بخش بارگذاری آزمایش برای تعیین تابع وارهیذگی با استفاده از رهیافت تحلیلی آنالیز می گردد. شکل ۵ نشان می دهد که منحنی بار - جابجایی از سه آزمایش برای هر نمونه در محل های متفاوتی می باشد. سازگاری داده ها در هر منحنی برای سه نوع ماده نشان می دهد که قابلیت تکرار در آزمایشات رضایت بخش بوده است. یک منحنی تئوری به منحنی آزمایش بار - جابجایی با استفاده از پارامترهای مدل تعمیم یافته ماکسول در معادله (۱۴) در استفاده از فرورونده ی با نوک برکویچ برازش داده شده است. نرخ جابجایی فروروی نانو برای (PMMA) برابر $5 (nms^{-1})$ بود. با استفاده از ضریب پواسون ثابت $1/3$ ، معادله ۱۶ به طور مستقیم به منحنی بار - جابجایی (PMMA) برازش داده شده است (شکل ۵). منحنی برازش داده شده و داده های اندازه گیری شده با هم در شکل ۶



شکل ۴: تاریخچه جابجایی آزمایشات فروروی نانو با استفاده از برکویچ



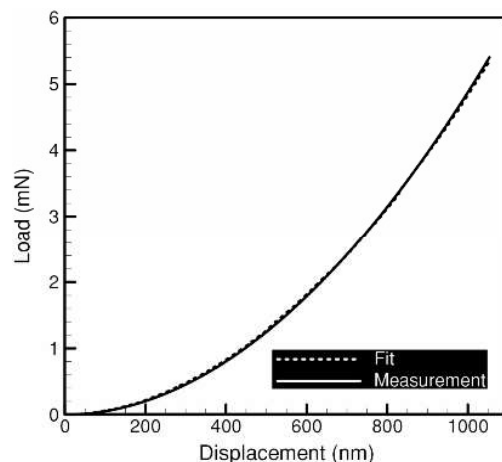
شکل ۵: منحنی های بار-جابجایی فروروی نانو با استفاده از برکویچ

رسم شده اند که ضریب اختلاف همبستگی بین دو منحنی ۰/۹۹۹۹۸۷ می باشد که نشان از همبستگی خوبی بین دو منحنی دارد. بهترین برازش پارامترها در معادله (۱۶) از فرآیند برازش منحنی حاصل می شود. سپس این پارامترها در معادله (۱۴) مورد استفاده قرار گرفته اند تا تابع وارهدگی یانگ برای (PMMA) به صورت ذیل محاسبه باشد:

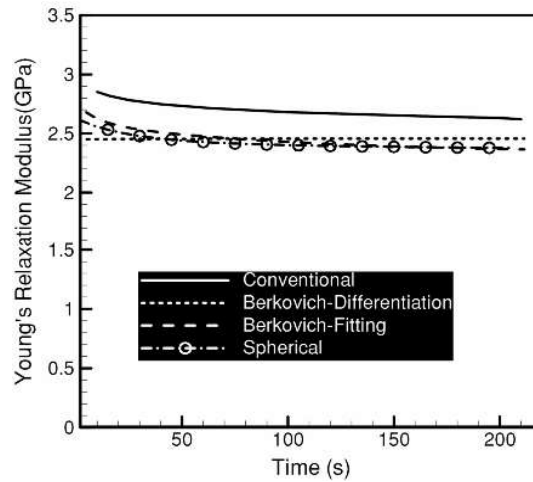
$$E(t) = 2.3343 + 0.1607e^{-0.1t} + 0.2574e^{-0.01t} \text{ (GPa)} \quad (21)$$

تابع وارهدگی به دست آمده از فروروی نانو برای این پلیمر که توسط معادله (۲۱) بیان شده، در شکل ۷ نشان داده شده است که این نمودار از منبع [۱۲] استخراج شده است. مقایسه بین نتایج فروروی نانو و داده های مرسوم سازگاری منطقی را داراست و ماکزیمم اختلاف بین دو داده حدود ۸/۱٪ در زمان ۱۲ ثانیه و در عمق معادل ۶۰ نانو متر می باشد. معادله (۱۶) برای برازش منحنی بار - جابجایی (PC) نیز در شکل ۵ نشان داده شده است. نرخ جابجایی فروروی نانو نیز در آن ۵ نانو متر بر ثانیه می باشد. منحنی برازش داده شده که توسط معادله (۱۶) بیان شده، در شکل ۵ نمایش داده شده است که همبستگی کاملی بین منحنی برازش داده شده و منحنی ناشی از آزمایش فروروی نانو وجود دارد. ضریب اختلاف همبستگی نیز در آن ۰/۹۹۹۹۹۲ می باشد. پارامترهای استفاده شده در معادله (۱۶) برای به دست آوردن منحنی برازش شده (شکل ۸)، سپس در معادله (۱۴) مورد استفاده قرار گرفته اند تا تابع وارهدگی یانگ برای (PC) به صورت ذیل محاسبه باشد:

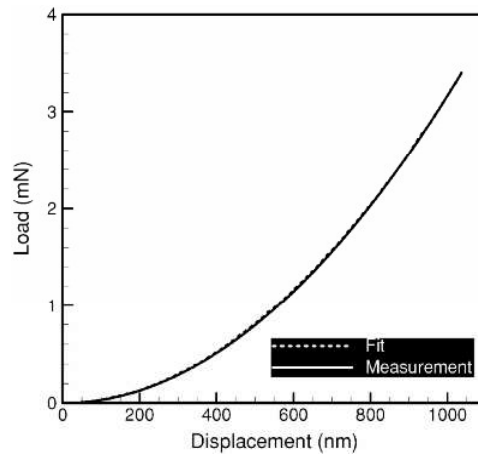
$$E(t) = 1.4531 + 0.0681e^{-0.01t} + 0.1359e^{-0.001t} \text{ (GPa)} \quad (22)$$



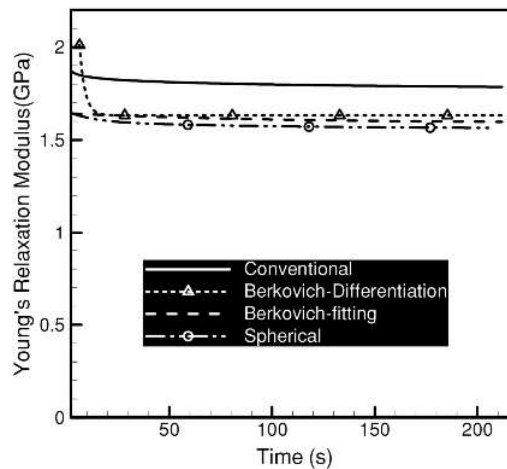
شکل ۶: منحنی های بار-جابجایی اندازه گیری شده و برازش شده با استفاده از معادله ۱۶ برای PMMA



شکل ۷: نتایج مدول وارهدگی برای PMMA



شکل ۸: منحنی های آر-جابجایی اندازه گیری شده و برازش شده با معادله ۱۶ برای PC



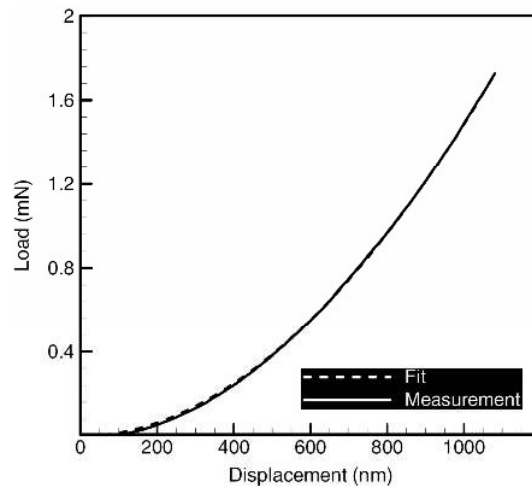
شکل ۹: نتایج مدول وارهدگی برای PC

در تحلیل داده های فروروی نانو برای این پلیمر، ضریب پواسون $\nu = 0.3$ انتخاب شده است. در نتیجه مدول وارهدگی یانگ (PC) با استفاده از تکنیک فروروی نانو در شکل ۹ نشان داده شده است. برای مقایسه داده های وارهدگی مرسوم [۳۰] در شکل ۹ رسم

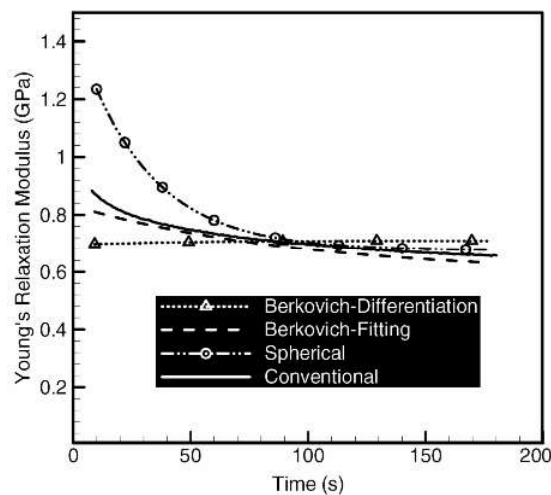
شده است. اختلاف بین داده های فروروی نانو و داده های مرسوم در زمان های کوتاه، زیاد است. پس از یک روند سازگاری، اختلاف بین دو نوع آزمایش در زمان ۱۴ ثانیه و متناظر با با عمق فروروی ۷۰ نانو متر به حدود ۱۰/۵٪ می رسد. همچنین روش برازش منحنی برای تحلیل داده های بار - جابجایی حاصل از فروروی برکویچ برای تعیین مدول وارهیدگی (PU) بکار برده شده است. نرخ جابجایی آزمایشات فروروی نانو برای (PU) ۸/۵۵ نانو متر بر ثانیه می باشد. شکل ۱۰ منحنی برازش شده برای میانگین داده های بار - جابجایی در سه آزمایش فروروی نانو را با استفاده از فرورونده برکویچ نشان می دهد. ضریب اختلاف همبستگی بین داده های آزمایش و برازش داده ها حاصل از معادله (۱۶)، ۰/۹۹۹۹۹۷ می باشد. بهترین برازش پارامترها در معادله (۱۶)، در معادله (۱۴) جاگذاری می شوند تا مدول وارهیدگی یانگ به صورت زیر محاسبه شود:

$$E(t) = 0.5909 + 0.0008e^{-0.1t} + 0.2405e^{-0.01t} \text{ (GPa)} \quad (23)$$

منحنی های مدول وارهیدگی یانگ اندازه گیری شده به وسیله فروروی نانو (با استفاده از برازش منحنی) و آزمایشات مرسوم در شکل ۱۰ نشان داده شده است. شکل ۱۰ بیان می کند که سازگاری مطلوبی بین داده های فروروی نانو و مرسوم حاصل شده است. خطا در زمان ۷ ثانیه به میزان ۹/۵٪ در عمق ۶۰ نانو متر می باشد.



شکل ۱۰: منحنی های بار-جابجایی اندازه گیری شده و برازش شده با استفاده از معادله ۱۶ برای PU



شکل ۱۱: نتایج مدول وارهیدگی برای PU

روش دیگری در تعیین تابع وارهدگی یانگ همان طوری که به عنوان روش مشتق‌گیری در معادله ۱۳ برای فروروی برکویچ بیان شد، نیز برای محاسبه مدول وارهدگی هر سه پلیمر با داده‌های آزمایش بار - جابجایی استفاده شد. به دلیل اینکه داده‌های خام آزمایش فروروی نانو پراکنده بوده‌اند، لازم است که منحنی‌های بار - جابجایی با یک تابعی هموار برازش داده شود. نتایج محاسبه شده تا حد زیادی بستگی به مدول وارهدگی مشتق شده از تابع بکار برده شده جهت برازش داده خام بار - جابجایی دارد. بر اساس مشاهدات آزمایش و خطا شکلی از تابع چند جمله‌ای با سری نمایی برای تابع برازش در داده‌های بار - جابجایی استفاده شده است.

مدول یانگ برای سه پلی مر حاصل از پرازش منحنی با استفاده از فرورونده کروی نیز به دست آورده شده است. ضریب اختلاف همبستگی قابل قبول بین نتایج عددی داده بار - جابجایی و داده آزمایشگاهی ۰/۹۹۹۶۵۵ و ۰/۹۹۹۶۰۶ و ۰/۹۹۹۰۱۹ برای (PMMA)، (PC) و (PU) می‌باشد. ضریب پواسون نیز در حرارت اتاق ۰/۳ فرض شده است. داده‌های وارهدگی برای سه پلیمر اندازه‌گیری شده توسط فرورونده‌ی نانو کروی در شکل‌های ۷ و ۹ و ۱۱ نشان داده شده‌اند. اختلاف بین مدول اندازه‌گیری شده در روش‌های مرسوم و فرورونده‌ی نانو کروی در مراحل ابتدایی زیاد است. اگرچه، با گذشت زمان زیادی، داده‌های وارهدگی تمایل به نزدیک شدن به مقادیر مرسوم را دارند. خطا در $t=50s$ ، ۱۰٪ می‌باشد.

پی‌آمد دیگر این است که خطی بودن موادی که می‌بایست تحلیل شوند تقریبی می‌باشد. استفاده کامل از معادله (۶) نیازمند تغییر شکل مواد ویسکوالاستیک در حدود خطی است. بعلاوه همبستگی صحیح برای (PMMA) و (PC) بین منحنی بار- جابجایی با استفاده از معادله (۱۶) و منحنی‌های فروروی نانو نیاز به ارضاء شرط خطی بودن است.

۴. نتیجه‌گیری

روش نوین نانو فروروی ثابت نموده که یک روش قدرتمند برای اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی مواد ویسکوالاستیک می‌باشد. با انتخاب صحیح هندسه نوک و پروتکل آزمایشی، خصوصیات مکانیکی متعددی را می‌توان اندازه‌گیری کرد. روش‌های اندازه‌گیری مدول وارهدگی یانگ به طور مستقیم با استفاده از روش نوظهور فروروی نانو ارائه شد و در تحلیل وارهدگی از یک تاریخچه بارگذاری جابجایی با نرخ ثابت استفاده شد. هم روش مشتق‌گیری و هم روش منحنی برازش براساس معادله تعمیم یافته ماکسول برای اندازه‌گیری مدول وارهدگی از طریق فرورونده‌ی نانو برکویچ توسعه داده شدند و برای فروروی نانو با فرورونده‌ی کروی، یک روش منحنی برازش برای اندازه‌گیری تابع وارهدگی بیان شد. در این مطالعه، به منظور مشخص کردن ویژگی‌ها و امتیازات این روش نوین نسبت به سایر روش‌های متداول، مدول وارهدگی سه نوع پلیمر حجمی مورد تحلیل قرار داده شدند. تجربیات نشان دادند که سازگاری منطقی مطلوبی بین فروروی نانو و داده‌های مرسوم برای هر سه پلی مر وجود دارد. هدف اصلی این پژوهش، معرفی این روش برای اندازه‌گیری مدول وارهدگی و سایر خواص مکانیکی جامدات ویسکوالاستیک به خصوص اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی بافت‌های مواد بیولوژیکی می‌باشد. این روش در مواردی که روش‌های تحلیل کاربردی نیستند، به همراه شبیه سازی اجزای محدود بسیار توانمند خواهند بود [۳۱]. در تولیدات باغی بیولوژیک نظیر میوه‌ها می‌توانند جایگزین روش‌های مرسوم که خطای بالایی در اندازه‌گیری خواص ویسکوالاستیک ایجاد می‌کنند، شوند [۳۲ و ۳۳]. همچنین توانایی کاربردی آن برای مواد ویسکوالاستیک بسیار کوچک مثل فیلم‌های نازک جامد حائز اهمیت است. از دیگر کاربردهای آن توانایی جهت اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی نمونه‌های متجانس، همچنین موادی با ساختار میکرو در مواد بیولوژیکی پیچیده می‌باشند. این روش همچنین می‌تواند برای خصوصیات رفتار ویسکوالاستیک موضعی مواد نامتجانس و نانو کامپوزیت‌ها نیز بکار می‌رود.

قدردانی

بر خود فرض می‌دانم که از راهنمایی‌ها و مطالب ارزشمند جناب آقای دکتر محزون (دانشگاه شیراز)، پروفوسور نپ (لابراتوار ملی سان‌دیا)، پروفوسور لو (دانشگاه ایالتی میشیگان) و دوست و همکار ارجمند جناب آقای مهندس معراجی کمال سپاسگزاری و قدردانی را داشته باشم.

مراجع

- [1] Sitkei, G. 1986. *Mechanics of Agricultural Materials*. New York: Elsevier.
- [2] Oliver, W.C. and Pharr, G.M. 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, v(7): 1564-1583.
- [3] Doerner, M.F. and Nix, W.D. 1992. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J. Mater. Res.*, v(1): 601-609.
- [4] Nix, W.D. 1997. Elastic and plastic properties of thin films on substrates: Nanoindentation techniques. *Mater. Sci. Eng. A*, v(234): 37-44.
- [5] Cheng, L. Xia, X. Yu, W. Scriven, L.E. and Gerberich, W.W. 2000. Flat punch indentation of viscoelastic material. *J. Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.*, v(38): 10-22.
- [6] Lu, H. Wang, B. Ma, J. Huang, G. and Viswanathan, H. 2003. Measurement of creep compliance of solid polymers by nanoindentation. *Mech. Time-Depend. Mater.*, v(7): 189-207.
- [7] Huang, G. Wang, B. and Lu, H. 2004. Measurements of viscoelastic functions in frequency-domain by nanoindentation. *Mech. Time-Depend. Mater.*, v(8): 345-364.
- [8] Odegard, G.M. Gates, T.S. and Herring, H.M. 2005. Characterization of viscoelastic properties of polymeric materials through nanoindentation. *Exp. Mech.*, v(45): 130-136.
- [9] VanLandingham, M.R. Chang, N.-K. Drzal, P.L. White, C.C. and Chang, S.-H. 2005. Viscoelastic characterization of polymers using instrumented indentation-1: Quasi-static testing. *J. Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.*, v(43): 1794-1811.
- [10] Cheng, Y.T. and Cheng, C.M. 2005. General relationship between contact stiffness, contact depth, and mechanical properties for indentation in linear viscoelastic solids using axisymmetric indenters of arbitrary profiles. *Appl. Phys. Lett.*, v(87): 111914.
- [11] Cheng, Y.T. Ni, W.Y. and Cheng, C.M. 2006. Nonlinear analysis of oscillatory indentation in elastic and viscoelastic solids. *Phys. Rev. Lett.*, v(97): 075506.
- [12] Huang, G. and Lu, H. 2006. Measurements of Young's relaxation modulus using nanoindentation. *Mech. Time-Depend. Mater.*, v(10): 229-243.
- [13] Huang, G. and Lu, H. 2007. Measurements of two independent viscoelastic functions by nanoindentation. *Exp. Mech.*, (v)47: 87-98.
- [14] Ashrafi, H. Kasraei, M. and Farid, M., 2008. Identification of viscoelastic properties of solid polymers by means of nanoindentation technique. *Proceedings of 2008 International Conference on Nanoscience and Nanotechnology, Melbourne Convention Center, Victoria, Australia.*
- [15] Ashrafi, H. Kasraei, M. and Farid, M. 2008. Measurement of Young's relaxation modulus of viscoelastic solids. *Proceedings of the 3th Conference on Nanotechnology, Nanotechnology Research Institute, Shiraz University, Iran.*
- [16] Fischer-Cripps, A.C. 2002. *Nanoindentation*. Berlin: Springer-Verlag.
- [17] Sneddon, I.N. 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci.*, v(3): 47-57.
- [18] Lee, E.H. 1955. Stress analysis in visco-elastic bodies. *Quart. Appl. Math.*, v(13): 183-190.
- [19] Radok, J.R.M. 1957. Visco-elastic stress analysis. *Quart. Appl. Math.*, v(15): 198-202.
- [20] Lee, E.H. and Radok, J.R.M. 1960. The contact problem for viscoelastic bodies. *J. Appl. Mech.*, v(27): 438-444.
- [21] Hunter, S.C. 1960. The hertz problem for a rigid spherical indenter and a viscoelastic half-space. *J. Mech. Phys. Solids*, v(8): 219-234.
- [22] Yang, W.H. 1966. Contact problem for viscoelastic bodies. *J. Appl. Mech.*, v(33): 395-401.
- [23] Ting, T.C.T. 1966. The contact stresses between a rigid indenter and a viscoelastic half-space. *J. Appl. Mech.*, v(33): 845-854.
- [24] Graham, G.A.C. 1967. The contact problem in the linear theory of viscoelasticity when the time dependent contact area has any number of maxima and minima. *Int. J. Eng. Sci.*, v(5): 495-514.



- [25] Simo, J.C. and Hughes, T.J.R. 1998. *Computational Inelasticity*. New York: Springer.
- [26] Mase, G.T. and Mase, G.E. 1999. *Continuum Mechanics for Engineers*. New York: CRC Press, USA.
- [27] Christensen, R.M. 1982. *Theory of Viscoelasticity*. New York: Academic Press, USA.
- [28] Lu, H. Zhang, X. and Knauss, W.G. 1997. Uniaxial, shear, and Poisson relaxation and their conversion to bulk relaxation: studies on poly(methyl methacrylate). *Polym. Eng. Sci.*, v(37): 1053-1064.
- [29] Sane, S.B. and Knauss, W.G. 2001. The time-dependent bulk response of poly(methyl methacrylate). *Mech. Time-Depend. Mater.*, v(5): 293-324.
- [30] Knauss, W.G. and Zhu, W. 2002. Nonlinearly viscoelastic behavior of polycarbonate. I: Response under pure shear. *Mech. Time-Depend. Mater.*, v(6): 231-169.
- [31] Knapp, J.A. Follstaedt, D.M. Myers, S.M. Barbour, J.C. and Friedmann, T.A. 1999. Finite element modeling of nanoindentation. *J. Appl. Phys.*, v(85): 1460-1474.
- [32] Segerlind, L.J. and De Baerdemaeker, J.G. 1976. Determination of the viscoelastic properties of apple flesh. *Transactions of the ASAE*, v(24): 346-353.
- [33] Lu, R. and Puri, V.M. 1992. Characterization of nonlinear behavior of apple flesh under stress relaxation. *Journal of Rheology*, v(36/2): 303-318.