

مدل‌سازی خواص ویسکوالاستیک فیلم‌ها و لایه‌های پلیمری جامد با استفاده از یک رهیافت فروروی نانو تماسی

حسین اشرفی و محمد شریات

دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه صنعتی خواجه نصیر طوسی، تهران

(دریافت : ۹۰/۰۲/۲۰ - پذیرش : ۹۰/۰۶/۲۱)

چکیده

با گسترش تکنولوژی در استفاده از مواد با ساختار بسیار کوچک دیگر آزمایش‌های فشاری و کششی متداول را نمی‌توان به آسانی برای اندازه‌گیری و تعیین خواص ویسکوالاستیک پذیرش خزشی (creep compliance) و یا مدول وارهیدگی (relaxation modulus) این گونه مواد مانند فیلم‌های نازک، توده‌های بسیار کوچک، مواد هدفمند جدید، نانو کامپوزیت‌ها و رویه‌ها و پوشش‌های نامتجانس بکار برد. با توجه به پیشرفت‌های اخیر در تحلیل فروروی تماسی پیکره‌های ویسکوالاستیک، تعیین دقیق مشخصه‌های خزشی و وارهیدگی جامدات ویسکوالاستیک با تکنیک فروروی نانو (nanoindentation) امکان پذیر گردیده است. در این مقاله، پس از بیان روش‌های تعیین خواص الاستیک فیلم‌ها و لایه‌های پلیمری به ارایه یک رهیافت توانمند ریاضی بر اساس مکانیک تماس به منظور تعیین مستقیم خواص ویسکوالاستیک با استفاده از روش نوظهور فروروی نانو پرداخته می‌شود. در تحلیل‌های وارهیدگی از یک تاریخچه جابجایی نرخ ثابت و در تحلیل‌های خزش از یک تاریخچه بارگذاری نرخ ثابت استفاده گردیده است که خواص پلیمری با انطباق تیوری‌های مکانیک تماس ویسکوالاستیک در داده‌های بار - جابجایی به دست آمده اند. در تیوری‌های تماس ویسکوالاستیک از مدل جامع ماکسول (Maxwell) تعمیم یافته به منظور مدل‌سازی رفتار وارهیدگی و از مدل کلونین (Kelvin) تعمیم یافته برای مدل‌سازی رفتار خزشی فیلم‌های ویسکوالاستیک بهره گرفته شده است.

واژه های کلیدی: مکانیک تماس ویسکوالاستیک، مدول وارهیدگی، پذیرش خزشی، نانو فروروی تماسی، رهیافت ریاضی.

Modeling of viscoelastic properties for polymeric thin solid layers using a contact nanoindentation approach

H. Ashrafi and M. Shariyat

Department of Mechanical Engineering, K. N. Toosi University of Technology, Tehran

(Received 10 May 2011, accepted 12 September 2011)

Abstract

By increasing use of very small structures, thin films, functionally graded materials, nanocomposites, and heterogeneous surfaces in various engineering areas the conventional tensile and compression tests cannot be readily used for measurement of the viscoelastic relaxation modulus and creep compliance of such materials. Recent developments in the indentation contact analysis for viscoelastic bodies, an exact evaluation of relaxation and creep characteristics of viscoelastic solids has been prepared to use the nanoindentation. In this paper, after representing the measurement methods of elastic properties for the polymeric films and layers, a powerful mathematical approach, based on contact mechanics, was developed to describe viscoelastic characteristics directly by using the novel nanoindentation technique. Independently, a constant-rate displacement and a constant-rate loading histories were used to measure the creep compliance and relaxation modulus from nanoindentation tests, respectively. The viscoelastic moduli, using the viscoelastic contact theories, have been extracted to the nanoindentation load-displacement data. A generalized Maxwell model and a generalized Kelvin model were used to describe the creep and the relaxation constitutive behaviors of viscoelastic layers, respectively.

Keywords: Viscoelastic Contact Mechanics, Creep Compliance, Relaxation Modulus, Nanoindentation Contact Problems, a Mathematical Approach.

E-mail of corresponding author: hashrafi.ir@gmail.com

www.SID.ir

مقدمه

با توسعه اکثر تکنولوژی‌ها به سمت مقیاس‌های بسیار کوچک، توصیف مشخصه‌ها و خواص مکانیکی مواد مورد استفاده در این مقیاس بسیار پیچیده شده است. از این رو با افزایش استفاده از مواد با ساختارهای کوچک، فیلم‌های نازک، مواد هدفمند، نانو کامپوزیت‌ها، نانو مواد بیولوژیکی و سایر مواد نامتجانس در شاخه‌های مختلف علوم مهندسی همانند الکترونیک، مکانیک و پزشکی، ارزیابی تنش و تغییرشکل چنین موادی به منظور پیش‌بینی رفتار قابل اطمینان احساس می‌شود. تعیین خصوصیات مکانیکی مواد از اهمیت خاصی در تحلیل تنش برخوردار است. آزمایش‌های فشاری و کششی متداول را دیگر نمی‌توان به آسانی برای اندازه‌گیری خواص وارهیدگی و خزشی مواد ویسکوالاستیک بسیار کوچک مانند فیلم‌ها و رویه‌های نازک، توده‌های بسیار کوچک، مواد هدفمند و هوشمند جدید، نانو کامپوزیت‌ها و دیگر مواد نامتجانس بیولوژیکی بکار برد. یک ابزار مناسب که در سال‌های اخیر با استفاده از علم مکانیک تماس برای اندازه‌گیری خواص مکانیکی موضعی جامدات ویسکوالاستیک در مقیاس‌های کوچک میکرو و نانو مورد توجه قرار گرفته است، استفاده از عمق سنجی فروروی در بارهای بسیار کم است که به عنوان روش فروروی نانو شناخته می‌شود. نانو فروروی عمق سنجی فروروی نامیده می‌شود که بر اساس تعیین پارامترهای تماس، عمق و بار فروروی در طی بارگذاری و باربرداری‌های کم بطور پیوسته اندازه‌گیری می‌شود. از این رو اندازه‌گیری خواص مکانیکی فیلم‌ها و لایه‌های زیرین آن‌ها بطور مستقل به دلیل برهمکنش با یکدیگر با توجه به کاهش گسترده ضخامت پوشش‌ها در تولیدات مهندسی در حال پیچیده شدن می‌باشد. در اکثر موارد نیز محدودیت‌های آزمایشی برای تعیین خواص آن‌ها وجود دارد که فراهم نمودن دستگاه‌های آزمایش فروروی در مقیاس نانو نیازمند صرف هزینه‌های بالایی است. بنابراین مدل‌سازی این فرآیندها در سال‌های اخیر از اهمیت ویژه‌ای در مسایل مدرن برخوردار شده است.

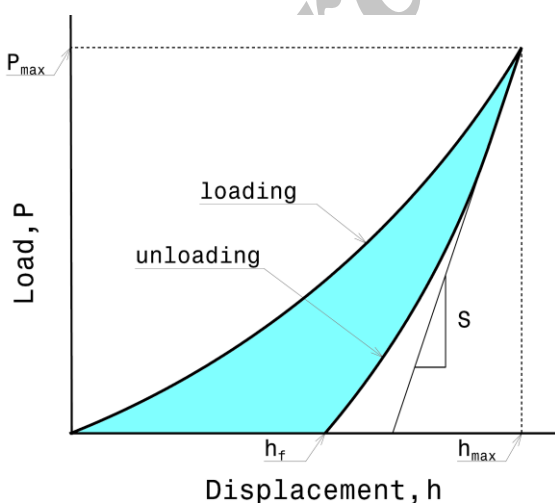
روش فروروی نانو در کارهای اخیر برای تعیین مدول الاستیک یانگ، سختی، مقاومت تسلیم پلاستیک، نسبت سخت‌شوندگی کرنشی و پارامترهای شکست برخی از رویه‌های نازک بکار رفته است [۱-۴]. اگر چه این نوع روش‌ها برای اندازه‌گیری خواص مکانیکی مواد وابسته به زمان در عمل قابل استفاده نیستند ولی با تغییراتی برای مواد وابسته به زمان نیز بکار می‌روند. پیشرفت‌هایی در سال‌های اخیرتر برای تعیین خواص ویسکوالاستیک برخی مواد پلیمری با استفاده از روش فروروی نانو صورت گرفته اند. چنگ و همکارانش [۵] راه حل تحلیلی را برای تغییرشکل‌های ویسکوالاستیک خطی تحت فروروی با یک پانچ ساده ارائه نمودند، که با مدل‌سازی رفتار ویسکوالاستیک به کمک یک مدل سه المانی استاندارد، روشی را برای اندازه‌گیری خواص ویسکوالاستیک با استفاده از فروروی نانو ارائه کردند. لو و همکارانش [۶] روش‌هایی را برای اندازه‌گیری توابع ویسکوالاستیک خزشی پلیمرها در دامنه زمانی توسعه دادند. هوانگ و همکارانش [۷] نیز روشی را برای اندازه‌گیری توابع ویسکوالاستیک در دامنه فرکانسی ارائه کردند. رفتار ویسکوالاستیک دینامیکی برخی فیلم‌های پلیمری در دامنه‌ها و فرکانس‌های مختلف تحت بارگذاری هارمونیک توسط ادگار و همکارانش [۸] مورد بررسی قرار گرفت. ون لندینگهام و همکارانش [۹] نیز مدول وارهیدگی جامدات پلیمری را تحت مراحل جابجایی و شرایط خزشی متفاوت با استفاده از یک بارگذاری مرحله ای وابسته به زمان به صورت تقریبی اندازه‌گیری کردند، همچنین کاربردهای ویسکوالاستیسیته خطی را بر روی پلیمرها مورد بررسی قرار دادند. چنگ و چنگ [۱۰-۱۲] تحت فروروی نانو با فرورونده‌های مخروطی و کروی، میزان سختی باربرداری در جامدات ویسکوالاستیک خطی را استخراج کردند و معادلات مدول مرکب را به وسیله تحلیل‌های فروروی ویسکوالاستیک تعیین نمودند. همچنین آن‌ها اثر فروروی نانو را در کار دیگری روی سختی جامدات الاستیک و ویسکوالاستیک تحت بارگذاری‌های نوسانی بررسی نمودند [۱۳].

تعیین سختی و مدول الاستیسیته یانگ

در این بخش، نحوه استخراج معادلات نیرو - جابجایی به منظور محاسبه مدول یانگ توسط فرورونده‌های مخروطی برکویچ مورد نظر قرار می‌گیرد. فرورونده‌های با نوک الماسی برکویچ، همانند فرورونده‌های صلب مخروطی مدل‌سازی می‌شوند با این تفاوت که زاویه نیم مخروط آن‌ها برابر مقدار ثابت $70/3$ درجه و سطح مقطع آن‌ها هم تابعی از عمق فروروی است [۲۱-۲۲]. در طی فروروی نانو، 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 (شکل ۱). بطور معمول هر فروروی نانو شامل فاز بارگذاری، فاز ماندگاری و فاز باربرداری است. سختی سطحی یک لایه یا فیلم را از فاز بارگذاری فروروی در تحلیل‌های الاستیک بدست می‌آورند که عبارت است از:

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

که A_c سطح مقطع افقی ناحیه تماس و P_{\max} ماکزیمم بار اعمالی در فروروی می‌باشند. مدول الاستیسیته مرکب مواد با رفتار الاستیک یا الاستوپلاستیک از رابطه بین شیب اولیه اندازه‌گیری شده منحنی باربرداری در P_{\max} و مدول فروروندگی (M) به دست می‌آید:

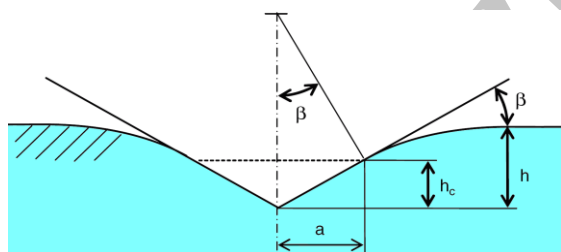


شکل ۱. منحنی بار - جابجایی هر آزمایش فروروی نانو

مدل‌سازی و تحلیل کاملی توسط واندامی و الم [۱۴] برای بکارگیری از نانو فرورونده‌های مخروطی در مدل‌های متفاوت ویسکوالاستیک خطی با استفاده از روش‌های توسعه یافته توابع کنشمنند ارایه شدند. هوانگ و لو [۱۵] روش تحلیلی - آزمایشگاهی کلی را برای اندازه‌گیری توابع وارهدگی جامدات پلیمری با استفاده مستقیم از فروروی نانو ارایه نمودند. لو و همکارانش [۱۶] نیز مشخصه‌های رفتار ویسکوالاستیک خطی فیلم‌های نانو لوله‌های تک جداره و نانوکامپوزیت‌های چند لایه پلیمری را با بهره‌گیری از تکنیک فروروی نانو مورد تحلیل قرار دادند. نانو فروروی در ترموپلاستیک‌ها با بکارگیری روش المان‌های محدود توسط ژانگ و همکارانش [۱۷] توسعه یافت. هوانگ و لو [۱۸] رهیافت دیگری را برای تعیین توابع ویسکوالاستیک اتساعی و برشی در وارهدگی بطور مستقل با استفاده از نانو فرورونده‌های برکویچ و کروی مقارن توسعه دادند. اشرفی و همکارانش [۱۹-۲۰] با استفاده از تیوری‌های مکانیک تماس ویسکوالاستیک، مسایل تماسی بین فرورونده‌های نانو با لایه‌های نازک پلیمری را مورد تحلیل محاسباتی قرار دادند. رهیافت مکانیک تماس نوینی به منظور مدل‌سازی خواص ویسکوالاستیک رویه‌های پلیمری استفاده از فروروی نانو با تاریخچه‌های جابجایی و بار با نرخ ثابت در این مقاله بیان می‌گردد. رهیافت تماسی با بکارگیری قضیه تناظر در تیوری‌های هرتز و اسندن در جامدات ویسکوالاستیک توسعه می‌یابد. برای دربرگیری رفتارهای متشکله ویسکوالاستیک پیکره‌های پلیمری از مدل‌های تعمیم یافته ریولوژیکی کاملی استفاده شده است. پس از بیان رهیافت‌های تحلیلی به منظور استخراج توابع مشخصه ویسکوالاستیک، کاربردهای آن‌ها در تعیین خواص رویه پلیمری پلی کرنات بیان می‌گردد. معرفی این روش بسیار دقیق برای مدل‌سازی و تعیین خواص وارهدگی و پذیرش خزشی فیلم‌ها و رویه‌های پلیمری یکی از اهداف اصلی این پژوهش بوده است.

معادلات متشکله پیکره‌های ویسکوالاستیک به طور ذاتی می‌باشد [۲۸-۲۹].

بطور کلی برای حل مسایل تماسی ویسکوالاستیک می‌توان با استفاده از قضیه تناظر از مسایل تماسی الاستیک استفاده کرد، با شرط اینکه مرز جابجایی با زمان تغییر نکند [۳۰]. ولی در مسایل تماس با فرورونده‌های کروی یا مخروطی، ناحیه تماس بین فرورونده و لایه مورد آزمایش با زمان تغییر می‌کند و دیگر چنین مسایل مقادیر مرزی زمان متغیری بطور مستقیم با استفاده از قضیه تناظر قابل حل نمی‌باشند. از این رو لی و رادوک [۲۴] رهیافت مفیدی را با معرفی یک عامل انتگرال هردیتاری مناسب برای موقعیتی که ناحیه فروری تماسی با گذر زمان تغییر نمی‌کند، عرضه نمودند. تینگ [۲۷] رهیافت کامل تری را برای حل مسایل تماسی در هر تاریخچه دلخواه از ناحیه تماس ارائه کرد. رهیافت تینگ وقتی که ناحیه تماس با زمان افزایشی نمی‌یابد مانند رهیافت لی و رادوک می‌شد که این نقص در رهیافت کزنیکف و همکارانش [۳۰] اصلاح شد.



شکل ۲. هندسه کلی یک فرورونده با نوک برکویچ

با استفاده از رهیافت‌های [۲۴] و [۳۰] در استفاده از [۲۳] برای یک لایه ویسکوالاستیک خطی متجانس با ضریب پواسون مشخص می‌توان رابطه بار - جابجایی زیر را برای فرورونده مخروطی بیان نمود:

$$P(t) = \frac{2}{\pi(1-\nu^2)\tan\beta} \times \int_0^t E(t-\xi) \frac{dh^2(\xi)}{d\xi} d\xi \quad (6)$$

در معادله (۶) ناحیه تماس بین فرورونده و لایه با زمان کاهش نمی‌یابد که ارضای این قید به دلیل استفاده از تاریخچه

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

که در آن

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} M \sqrt{A_c} \quad M = E_i / (1-\nu_i^2) \quad (3)$$

در این روابط، ν ضریب پواسون فیلم می‌باشد و ρ هم فاکتور تصحیح شکل فرورونده است که برای این نوع فرورونده‌ها برابر مقدار ۱/۰۷ است. مدول الاستیسیته یانگ (E) نمونه از مدول کامپوزیتی محاسبه می‌گردد:

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

به طوری که معادله مدول الاستیک مرکب شامل مدول الاستیسیته نمونه فیلم (بدون زیرنگاشت) و فرورونده (با زیرنگاشت i) می‌باشد. این معادله بر اساس تحلیل اسندن [۲۳] است که از نفوذ فرورونده‌های با هندسه‌های مختلف در نیم فضای الاستیک استخراج شده است.

تعیین مدول ویسکوالاستیسیته وارهیدگی

در این بخش، نحوه استخراج معادلات بار - جابجایی به منظور محاسبه مدول وارهیدگی تحت تاریخچه جابجایی نرخ ثابت توسط فرورونده نانو با نوک برکویچ مورد نظر قرار می‌گیرد. رابطه بار - جابجایی زیر برای فروری یک فرورونده صلب مخروطی در یک نیم فضای متجانس الاستیک ایزوتروپیک و خطی ارائه شده است [۲۳]:

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

که زاویه بین رویه لایه مورد نظر با مولد مخروط فرورونده می‌باشد که در شکل ۲ قابل مشاهده است. این زاویه برای نانو فرورونده‌های مخروطی با نوک برکویچ برابر ثابت ۱۹/۷ درجه است.

مطالعات تحلیلی تماس در جامدات ویسکوالاستیک خطی از حدود ۱۹۶۰ میلادی با تحقیقات [۲۴-۲۷] آغاز شد. پیچیدگی این نوع مسایل به دلیل شامل شدن آهنگ زمانی تغییرات تنش و کرنش علاوه بر در برگرفتن حالت تنش و کرنش در

واضح است که این معادله به سادگی قابل استفاده است، ولی به دلیل اینکه داده‌های بار - جابجایی بدست آمده از تست فروروی پراکنده هستند، استفاده از داده‌های خام فروروی نانو برای تعیین مشتق می‌تواند ایجاد خطا کند. البته خطا را می‌توان برای در قالب آوری داده‌های فروروی در توابع چند جمله‌ای یا نمایی با استفاده از یک روش برازش منحنی مناسب کاهش داد.

روش دیگری که در این کار نیز از آن بهره گرفته شده است، ایجاد همبستگی بین داده‌های حاصل از آزمایش فروروی و معادله بار - جابجایی (۶) با استفاده از تعریف یک مدل متشکله مناسب برای لایه مورد نظر می‌باشد. بر اساس ترکیبات مناسبی از دو المان اساسی فنر خطی و مستهلک کننده نیوتنی می‌توان مدل‌های ویسکوالاستیک متفاوتی را طرح ریزی نمود. دو مدل ساده که از ترکیب فنر و مستهلک کننده به طور سری و موازی حاصل می‌گردند، به ترتیب مدل ماکسول و کلونین نامیده می‌شوند. مدل ماکسول، وارهدگی تنش‌ی یک جامد ویسکوالاستیک را به صورت تخمینی توصیف می‌کند و مدل کلونین هم رفتار خزشی آن را نشان می‌دهد. در طبیعت یک پاسخ نمایی ساده در خزش و یا وارهدگی تنش‌ی به تنهایی نشان دهنده توصیف کاملی از وابستگی به زمان در این مواد نمی‌باشد. یک بازنمایی مناسب برای رفتار ویسکوالاستیک را می‌توان برای شبیه‌سازی پدیده خزش به وسیله آرایش سری مدل‌های کلونین در کنار هم و برای شبیه‌سازی پدیده وارهدگی تنش‌ی به واسطه آرایش موازی مدل‌های ماکسول در کنار هم بدست آورد. آرایش اول به مدل کلونین تعمیم‌یافته و آرایش دوم به مدل ماکسول تعمیم‌یافته مشهور می‌باشند (شکل ۳).

از این رو برای بیان رفتار طبیعی یک ماده ویسکوالاستیک، باید تابع وارهدگی را به صورت حاصل جمع یک سری عبارات نمایی کاهشی در زمان بیان کرد، که مدول وارهدگی ویسکوالاستیک این مدل تعمیم‌یافته را به صورت زیر می‌توان نشان داد:

جابجایی نرخ ثابت می‌باشد. در فرآیند فروروی نانو با یک تاریخچه جابجایی نرخ ثابت $h(t) = v_0 t$ می‌توان معادله (۶) را به صورت زیر بازنویسی نمود:

$$P(t) = \frac{4V_0^2}{\pi(1-\nu^2)\tan\beta} \int_0^t E(t-\xi) \xi d\xi \quad (7)$$

معادله فوق را با اندکی تغییرات می‌توان به صورت زیر بیان نمود:

$$\int_0^t E(\xi) (t-\xi) d\xi = \frac{\pi(1-\nu^2)\tan\beta}{4V_0^2} P(t) \quad (8)$$

با استفاده از داده‌های بار - جابجایی ثبت شده در فرآیند فروروی، مدول وارهدگی به عنوان تابعی از زمان به وسیله معادله (۸) به دست می‌آید. با این وجود به دلیل آن که در شروع تماس برای نمونه در عمق کمتر از ۵۰ نانومتر، داده‌های بار - جابجایی حاصله متناسب با محدودیت‌های سیستم و اثر فروروی اولیه، دقیق نیستند، معادله (۶) را به آسانی نمی‌توان برای جابجایی‌های بسیار کم فیلم‌ها و لایه‌ها استفاده نمود. همچنین به دلیل اینکه حل این معادله انتگرالی نیازمند یک عملیات بهنگام سازی با تکرار با تخمین اولیه در عمق‌های پایین و یا زمان‌های کم است، اعمال معادله (۸) به داده‌های فروروی نانو استفاده نمی‌شود. از این رو دو رهیافت زیر برای غلبه بر این مشکل در عمق‌های فروروی پایین ارایه می‌شوند. اولین رهیافت مؤثر استفاده از قاعده دیفرانسیل‌گیری دوم می‌باشد. پس از مشتق‌گیری از معادله (۸) نسبت به زمان، این معادله به شکل زیر در می‌آید:

$$\int_0^t E(\xi) d\xi = \frac{\pi(1-\nu^2)\tan\beta}{4V_0^2} \frac{dP(t)}{dt} \quad (9)$$

با تکرار مشتق‌گیری نسبت به زمان از دو طرف این معادله، رابطه زیر حاصل می‌شود:

$$E(t) = \frac{\pi(1-\nu^2)\tan\beta}{4V_0^2} \frac{d^2P(t)}{dt^2} \quad (10)$$

به توجه به اینکه $h(t) = v_0 t$ است، معادله (۱۰) را به صورت زیر می‌توان بازنویسی کرد:

$$E(t) = \frac{\pi(1-\nu^2)\tan\beta}{4} \frac{d^2P(t)}{dh^2} \quad (11)$$

می‌باشند. پس از تعیین این پارامترها و با قرار دادن آن‌ها در معادله (۱۲) می‌توان مدول ویسکو الاستیک وارهیدگی فیلم‌های پلیمری را تعیین کرد.

تعیین مدول ویسکوالاستیسیتیه پذیرش خزشی

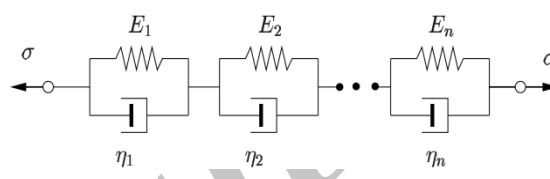
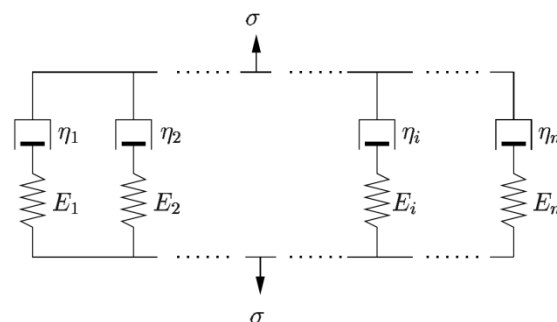
در این بخش، نحوه استخراج معادلات نیرو - جابجایی به منظور محاسبه ضریب پذیرش خزشی تحت تاریخچه بار با نرخ ثابت توسط فرورونده مخروطی برکویچ با فرآیند مشابهی مورد نظر قرار می‌گیرد. مطابق قضیه تناظر الاستیک - ویسکوالاستیک و رهیافت‌های [۲۴] و [۳۰] می‌توان رابطه بار - جابجایی زیر را برای یک لایه ویسکوالاستیک خطی متجانس با ضریب پواسون ثابت در فروروی مخروطی بیان کرد:

$$h^2(t) = \frac{\pi(1-\nu)\tan\beta}{4} \times \int_0^t J(t-\xi) \left[\frac{dP(\xi)}{d\xi} \right] d\xi \quad (15)$$

اکنون مانند معادله پایه (۶) می‌توان رابطه زیر را برای نانو فروروی فرورونده‌های مخروطی تحت آهنگ بارگذاری ثابت $p(t) = v_0 t H(t)$ پیشنهاد نمود:

$$h^2(t) = \frac{\pi(1-\nu)v_0\tan\beta}{4} \int_0^t J(t-\xi) d\xi \quad (16)$$

به منظور مدل‌سازی رفتار خزشی جامدات ویسکوالاستیک همان‌طور که اشاره شد از مدل کلین تعمیم یافته استفاده می‌گردد. در رفتار خزشی بی‌نهایت واحد کلین به صورت سری با هم منجر به تشکیل بی‌نهایت زمان تأخیر می‌شوند که طیف زمان‌های تأخیر گفته می‌شود. در بازنمایی رفتار وارهیدگی تنش به مدول وارهیدگی به صورت مجموع عبارات نمایی در زمان‌های وارهیدگی تحت کرنش ثابت و برای رفتار خزشی به ضریب پذیرش خزشی به صورت مجموع عبارات نمایی در زمان‌های تأخیر تحت تنش ثابت می‌رسیم (شکل ۳). بنابراین همانند مدول وارهیدگی، مشخصه پذیرش خزشی توصیف شده با این مدل عبارت است از:



شکل ۳. نماهای کلی از به ترتیب مدل ماکسول تعمیم یافته و مدل کلین تعمیم یافته

$$E(t) = E_\infty + \sum_{i=1}^N E_i e^{-\lambda_i t} \quad (12)$$

که E_i و E_∞ ضرایب وارهیدگی و λ_i معکوس زمان‌های وارهیدگی ویسکو الاستیک می‌باشند. اکنون با جایگزینی این رابطه در معادله پایه (۶) می‌توان رابطه زیر را استخراج نمود:

$$P(t) = \frac{4V_0^2}{\pi(1-\nu^2)\tan\beta} \left(\frac{1}{2} E_\infty t^2 + \sum_{i=1}^N \left[\frac{E_i}{\lambda_i} \left(t - \frac{1}{\lambda_i} \right) + \frac{E_i}{\lambda_i} e^{-\lambda_i t} \right] \right) \quad (13)$$

اکنون با قرار دادن $h(t) = v_0 t$ در معادله فوق، می‌توان فرم نهایی زیر را برای معادله بار - جابجایی فروروی وارهیدگی نتیجه گرفت:

$$P(t) = \frac{4}{\pi(1-\nu^2)\tan\beta} \left(\frac{1}{2} E_\infty h^2 + \sum_{i=1}^N \left[\frac{E_i}{\lambda_i} \left(V_0 h - \frac{V_0^2}{\lambda_i} \right) + \frac{E_i}{\lambda_i} e^{-\frac{\lambda_i h}{V_0}} \right] \right) \quad (14)$$

پس از برآزش معادله (۱۴) به منحنی بار - جابجایی آزمایش‌های فروروی نانو، پارامترهای مجهول ضرایب و معکوس زمان‌های وارهیدگی ماکسول تعمیم یافته قابل تعیین

نگهداری شوند. در نانو فرورونده‌های تجاری، جابجایی به وسیله القاگر یا مقاومت خازنی ثبت می‌شود و نیروی تحریک به وسیله تولید نیروی الکترواستاتیک، سیم پیچ‌های مغناطیسی و یا با انبساط یک المان پیزوالکتریک تولید می‌گردد [۲۱-۲۲]. نوک دستگاه فرورونده به طور مستقیم بر روی صفحه میانی خازن نصب شده است و برای حرکت نوک بر روی نمونه باری روی آن اعمال می‌شود. بار و جابجایی در طی فرآیند فروروی به طور پیوسته ثبت می‌شوند که در پایان کار منجر به یک منحنی بار-جابجایی می‌شود. در اینجا از فرورونده‌های با نوک الماسی برکویچ استفاده شد. فرورونده برکویچ همانند فرورونده مخروطی است که با زاویه نیم مخروط ۷۰/۳ درجه ساخته می‌شود [۲۱]. معرفی قابلیت‌های این روش دقیق برای اندازه‌گیری خواص مکانیکی پوشش‌ها و لایه‌های پلیمری هدف اصلی این مقاله است.

در این مطالعه، مدول وارهیدگی و تابع پذیرش خزشی لایه پلیمری پلی‌کربنات (PC) که کاربردهای صنعتی گسترده‌ای دارد، توصیف شده است. دمای انتقال شیشه‌ای نمونه‌ها ۴۲ درجه سانتی‌گراد می‌باشد و ابعاد لایه‌های نمونه ۱×۱۰×۲۰ میلی‌متر انتخاب شده‌اند. دمای محیط برابر مقدار ثابت ۲۳ درجه سانتی‌گراد بوده است. رطوبت نسبی نیز با استفاده از هم مرطوب ساز و هم خشک کن مقدار ثابت ۵ درصد نگهداری شده است.



شکل ۴. سامانه نانو فرورونده تجاری (MTS)

$$J(t) = J_0 + \sum_{i=1}^N J_i (1 - e^{-t/\tau_i}) \quad (17)$$

که در این رابطه J_0 و J_i ضرایب پذیرش خزشی و τ_i بیانگر زمان‌های تاخیر می‌باشند. مطابق فرآیند مشابهی با جایگزینی رابطه تعمیم یافته (۱۷) در معادله پایه (۱۶) می‌توان رابطه کلی زیر را برای به دست آوردن ضرایب مجهول مدل کلوین استخراج نمود:

$$h^2(t) = \frac{\pi(1-\nu)}{4} \tan \beta \left(J_0 + \sum_{i=1}^N J_i P(t) - \sum_{i=1}^N J_i (v_0 \tau_i) \left[1 - e^{-\frac{P(t)}{v_0 \tau_i}} \right] \right) \quad (18)$$

پس از برآزش معادله (۱۸) به منحنی بار-جابجایی آزمایش‌های فروروی نانو، پارامترهای ضرایب پذیرش و زمان‌های تاخیر قابل تعیین می‌باشند. پس از تعیین این پارامترها و با قرار دادن آن‌ها در معادله تعمیم یافته (۱۷) می‌توان تابع ویسکوالاستیک پذیرش خزشی فیلم‌های جامد پلیمری را تعیین نمود.

فرآیند اندازه‌گیری مکانیکی

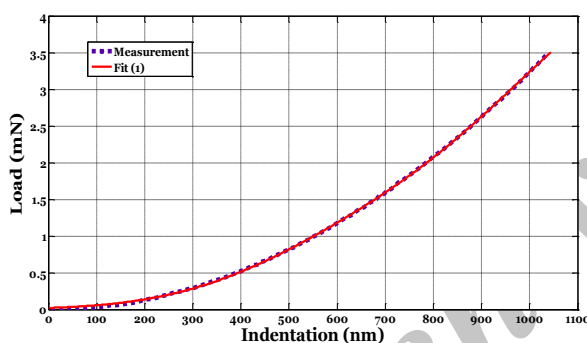
در اکثر فرورونده‌های نانو تجاری از کنترل نیرو استفاده می‌شود که در آن‌ها نیروی اعمالی و جابجایی منتجه به عنوان تابعی از زمان برای تعیین خواص مواد ثبت می‌شوند (شکل ۴). با استفاده از کنترل نیرو و بهره‌گیری از تحلیل ویسکوالاستیک، خصوصیات خزشی لایه‌های نازک بدست می‌آیند. اغلب در تحلیل تنش و تغییر شکل ویسکوالاستیک، مدول وارهیدگی نیز مورد نیاز می‌باشد و برای تعیین مدول وارهیدگی از کنترل جابجایی بهره گرفته می‌شود. بایستی دو تابع پذیرش خزشی و مدول وارهیدگی را برای افزایش دقت اندازه‌گیری در دو آزمایش جداگانه استخراج نمود [۳۱-۳۲]. وسیله‌ای که برای هر اندازه‌گیری مکانیکی استفاده می‌شود بستگی به تکنیک مورد استفاده در آن دارد. نمونه‌هایی که برای اندازه‌گیری مکانیکی مورد استفاده قرار می‌گیرند بایستی به دقت آماده شوند و با نگهداری مناسب از آسیب به نمونه و تخریب خصوصیات مکانیکی آن اجتناب شود. نمونه‌ها در مخزن بی‌منفذ باید

پس از آن، این پارامترها در معادله‌های مشخصه (۱۲) و (۱۷) مورد استفاده قرار گرفتند تا بدین وسیله، مدول وارهیدگی و پذیرش خزشی لایه‌های ویسکوالاستیک پلی‌کربناتی به ترتیب زیر مورد محاسبه قرار گیرند:

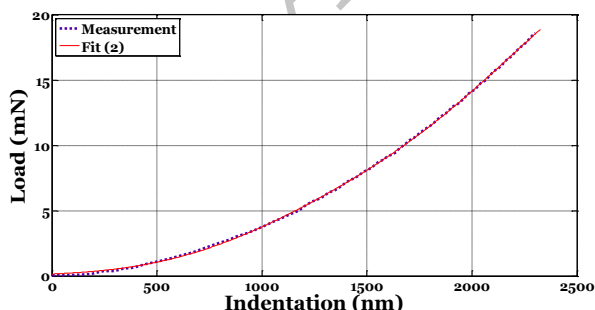
$$E(t) = 1.45 + 0.068e^{-0.011t} + 0.136e^{-0.0011t} \text{ GPa} \quad (۱۹)$$

$$J(t) = 1.5 - 0.074e^{-0.0013t} - 0.064e^{-0.0128t} - 0.061e^{-0.0145t} \text{ GPa} \quad (۲۰)$$

توابع وارهیدگی و پذیرش خزشی به دست آمده از فروروی نانو برای این فیلم پلیمری به ترتیب توسط معادلات (۲۰) و (۲۱) در شکل‌های ۷ و ۸ بیان شده‌اند.



شکل ۵. منحنی‌های بار - جابجایی اندازه‌گیری شده و برازش یافته برای مدول وارهیدگی



شکل ۶. منحنی‌های بار - جابجایی اندازه‌گیری شده و برازش یافته برای پذیرش خزشی

پس از اینکه نوک فرورونده با سطح نمونه تماس پیدا کرد، یک بارگذاری جابجایی و سپس نیرویی با نرخ ثابت اعمال می‌شود و سپس هم بار و هم جابجایی به طور همزمان ثبت می‌شوند. از نتایج داده‌های ناس و زو [۳۳] نیز در این کار استفاده شده است.

نتایج و بحث

تاریخچه جابجایی با نرخ ثابت در همه آزمایش‌های فروروی نانو در وارهیدگی با کنترل برای رسیدن به مقدار جابجایی مورد نظر و سپس بار با نرخ ثابت در خزش بکار می‌رود. آهنگ فروروی نانو به داخل بافت پلی‌کربنات ۵ نانومتر بر ثانیه بوده است. از آن جایی که معادلات پایه مکانیک تماس مانع از کاهش سطح تماس بین فرورونده و ماده مورد آزمایش می‌شود، فقط بخش بارگذاری فروروی نانو برای تعیین توابع ویسکوالاستیک وارهیدگی و پذیرش خزشی با استفاده از رهیافت تماسی مورد بررسی قرار می‌گردد.

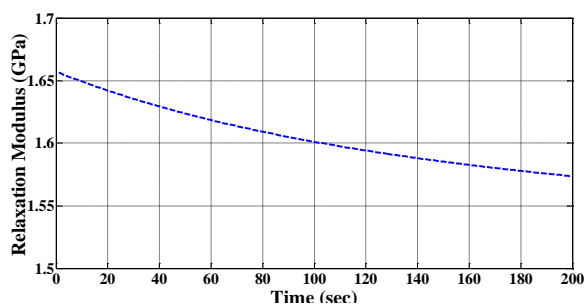
سازگاری داده‌ها در هر منحنی بار - جابجایی بدست آمده از فرورونده برکویچ نشان می‌دهد که تکرار در آزمایش‌ها رضایت بخش بوده است. پس از پایان آزمایش‌های فروروی، با استفاده از پارامترهای مدل تعمیم یافته ماکسول، معادله (۱۲)، و مدل تعمیم یافته کلونین، معادله (۱۷)، منحنی‌های تحلیلی بار - جابجایی به منحنی‌های آزمایش برازش داده شدند. به عبارت بهتر، معادلات (۱۴) و (۱۸) با در نظر گرفتن پارامتر پواسون با ثابت $\nu = 0.3$ به طور مستقیم به منحنی‌های بار - جابجایی لایه‌های پلی‌کربنات برازش داده شدند.

منحنی برازش داده شده و داده‌های اندازه‌گیری شده با هم برای مدول وارهیدگی، ضریب اختلاف همبستگی برابر 0.9999 و برای پذیرش خزشی، اختلاف همبستگی برابر 0.9994 را دارا می‌باشند که نشان از همبستگی خوب منحنی‌ها با یکدیگر دارد. این میزان همبستگی را به خوبی در شکل‌های ۵ و ۶ می‌توان مشاهده نمود. سپس به کمک بهترین برازش معادلات بار - جابجایی از فرآیند برازش منحنی‌ها، پارامترهای ماکسول و کلونین مورد نیاز استخراج شدند.

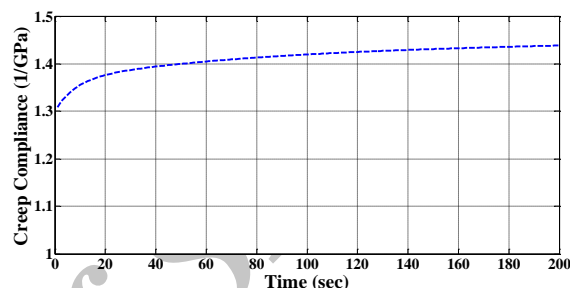
اجزای محدود بسیار توانمند خواهند بود. از دیگر کاربردهای آن، توانایی اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی نمونه‌های نامتجانس، مواد با ساختار هدفمند، مواد هوشمند و به خصوص مواد بیولوژیکی می‌باشد. این تکنیک همچنین می‌تواند برای خصوصیات رفتار ویسکوالاستیک موضعی نانو مواد و نانو کامپوزیت‌ها نیز بکار رود.

منابع

1. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, Journal of Materials Research, 7(1992)1564–1583.
2. J. Menčík, D. Munz, E. Quad, E. R. Weppelmann and M. V. Swain, *Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation*, Journal of Materials Research, 12(1997)2475–84.
3. W. D. Nix, *Elastic and plastic properties of thin films on substrates: Nanoindentation techniques*, Materials Science and Engineering, 234(1997)37–44.
4. E. G. Herbert, G. M. Pharr, W. C. Oliver, B. N. Lucas and J. L. Hay, *On the measurement of stress-strain curves by spherical indentation*, Thin Solid Films, 398(2001)331-335.
5. L. Cheng, X. Xia, W. Yu, L. E. Scriven and W. W. Gerberich, *Flat punch indentation of viscoelastic material*, Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, 38(2000)10-2.
6. H. Lu, B. Wang, J. Ma, G. Huang and H. Viswanathan, *Measurement of creep compliance of solid polymers by nano-indentation*, Mechanics of Time-Dependent Materials, 7(2003)189-207.
7. G. Huang, B. Wang and H. Lu, *Measurements of viscoelastic functions in frequency-domain by nanoindentation*, Mechanics of Time-Dependent Materials, 8(2004)345-364.
8. G. M. Odegard, T. S. Gates and H. M. Herring, *Characterization of viscoelastic properties of polymeric materials through nanoindentation*, Experimental Mechanics, 45(2005)130-136.
9. M. R. Van Landingham, N.-K. Chang, P. L. Drzal, C. C. White and S. - H. Chang, *Viscoelastic characterization of polymers using instrumented indentation-1: Quasistatic testing*,



شکل ۷. منحنی مشخصه مدول وارهدگی



شکل ۸. منحنی مشخصه پذیرش خزشی

مقایسه بین نتایج فروروی نانو و داده‌های مرسوم سازگاری منطقی را داراست که در زمان‌های کوتاه، اختلاف بین داده‌های فروروی نانو و داده‌های مرسوم قابل توجه است. ولی سپس روند سازگاری مناسبی بین داده‌ها مشاهده می‌گردد.

نتیجه‌گیری

روش نوین فروروی نانو به عنوان یک روش کاربردی برای اندازه‌گیری خصوصیات مکانیکی ویسکوالاستیک فیلم‌ها و رویه‌های پلیمری می‌باشد. با انتخاب صحیح هندسه نوک و شیوه آزمایش، خصوصیات مکانیکی متعددی را می‌توان با این تکنیک اندازه‌گیری نمود. یک رهیافت تحلیل تماسی نوین برای تعیین خواص ویسکوالاستیک با استفاده از روش نوظهور فروروی نانو ارائه شد که در تحلیل وارهدگی از یک تاریخچه جابجایی با نرخ ثابت و در تحلیل خزش از یک تاریخچه بارگذاری با نرخ ثابت استفاده گردید. روش منحنی برازش بر اساس معادله مشخصه ماکسول و کلونین تعمیم یافته برای اندازه‌گیری مدول وارهدگی و تابع پذیرش خزشی توسعه داده شدند. همچنین این تکنیک در مواردی که روش‌های تحلیلی، کاربردی نیستند، به همراه شبیه‌سازی‌های

- Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, 43(2005)1794-1811.
10. Y. T. Cheng and C. M. Cheng, *General relationship between contact stiffness, contact depth, and mechanical properties for indentation in linear viscoelastic solids using axisymmetric indenters of arbitrary profiles*, Applied Physics Letters, 87(2005)111914.
 11. Y. T. Cheng and C. M. Cheng, *Relationships between initial unloading slope, contact depth, and mechanical properties for conical indentation in linear viscoelastic solids*, Journal of Materials Research, 20(2005)1046-1053.
 12. Y. T. Cheng and C. M. Cheng, *Relationships between initial unloading slope, contact depth, and mechanical properties for spherical indentation in linear viscoelastic solids*, Materials Science and Engineering, 409(2005)93-99.
 13. Y. T. Cheng, W. Y. Ni and C. M. Cheng, *Nonlinear analysis of oscillatory indentation in elastic and viscoelastic solids*, Physical Review Letters, 97(2006)075506.
 14. M. Vandamme and F.-J. Ulm, *Viscoelastic solutions for conical indentation*, International Journal of Solids and Structures, 43(2006) 3142-3165.
 15. G. Huang and H. Lu, *Measurements of Young relaxation modulus using nanoindentation*, Mechanics of Time-Dependent Materials, 10(2006)229-243.
 16. H. Lu, G. Huang, B. Wang, A. Mamedov and S. Gupta, *Characterization of the linear viscoelastic behavior of single-wall carbon nanotube/polyelectrolyte multilayer nano-composite film using nanoindentation*, Thin Solid Films, 500(2006)197-202.
 17. C. Y. Zhang, Y. W. Zhang, K. Y. Zeng and L. Shen, *Characterization of mechanical properties of polymers by nanoindentation tests*, Philosophical Magazine, 86(2006)4487-4506.
 18. G. Huang and H. Lu, *Measurements of two independent viscoelastic functions by nanoindentation*, Experimental Mechanics, 47(2007)87-98.
 19. H. Ashrafi, M. Kasraei and M. Farid, *Identification of viscoelastic properties of solid polymers by means of nanoindentation technique*, International Conference on Nanoscience and Nanotechnology, Melbourne Convention Center, Victoria, Australia, 2(2008) P91.
 20. H. Ashrafi, and M. Farid, *A new numerical approach for contact analysis between a spherical nanoindenter on surface of viscoelastic half-space*, Iranian Journal of Surface Science and Technology, 10(2010)1-10.
 21. A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer-Verlag, New York, (2002).
 22. F. F. Ling, W. M. Lai and D. A. Lucca, *Fundamental of Surface Mechanics*, Springer-Verlag, New York, (2002).
 23. I. N. Sneddon, *The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*, International Journal of Engineering Sciences, 3(1965)47-57.
 24. E. H. Lee and J. R. M. Radok, *The contact problem for viscoelastic bodies*, ASME Journal of Applied Mechanics, 27(1960)438-444.
 25. S. C. Hunter, *The hertz problem for a rigid spherical indenter and a viscoelastic half-space*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 8(1960)219-234.
 26. W. H. Yang, *Contact problem for viscoelastic bodies*, ASME Journal of Applied Mechanics, 33(1966)395-401.
 27. T. C. T. Ting, *The contact stresses between a rigid indenter and a viscoelastic half-space*, ASME Journal of Applied Mechanics, 33(1966)845-854.
 28. R. M. Christensen, *Theory of Viscoelasticity*, New York, Academic Press, (1982).
 29. W. N. Findley, J. S. Lai and K. Onaran, *Creep and Relaxation of Nonlinear Viscoelastic Materials*, Dover Publications, New York, (1989).
 30. I. F. Kozhevnikov, J. Cesbron, D. Duhamel, H. P. Yin and F. Anfosso-Ledee, *A new algorithm for computing the indentation of a rigid body of arbitrary shape on a viscoelastic half-space*, International Journal of Mechanical Sciences, 50(2008)1194-202.
 31. J. D. Ferry, *Viscoelastic Properties of Polymers*, Wiley, New York, (1980).
 32. J. Kim, G. A. Sholar and S. Kim, *Determination of accurate creep compliance and relaxation modulus at a single temperature for viscoelastic solids*, ASCE Journal of Materials in Civil Engineering, 20(2008)147-156.
 33. W. G. Knauss and W. Zhu, *Nonlinearly viscoelastic behavior of polycarbonate. I: Response under pure shear*, Mechanics of Time-Dependent Materials, 6(2002)131-169.