

## ГЕОМЕХАНИКА

УДК 551 + 622

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГЕОМАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ДАННЫХ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ И МОДЕЛЕЙ ДРОБНОГО ПОРЯДКА

**М. А. Журавков, Н. С. Романова**

*Белорусский государственный университет, E-mail: Zhuravkov@bsu.by,  
просп. Независимости, 4, 220030, г. Минск, Беларусь*

Рассмотрена проблема разработки эффективных аналитико-экспериментальных методов для оценки физико-механических свойств пород и кристаллов на нано- и микроуровнях. Предложена модификация классических упругих решений задач контактной механики с помощью математического аппарата интегродифференцирования дробного порядка. Построены новые модели и алгоритмы для дальнейшего развития технологии изучения свойств и состояния геоматериалов на основе метода атомно-силовой микроскопии, описаны результаты выполненных экспериментов с использованием разработанных новых подходов применительно к расчетам модуля упругости углеводородов с нанодобавками.

*Физико-механические свойства пород и кристаллов, модели дробного порядка, расчет модуля упругости углеводородов с нанодобавками*

### О ТЕХНОЛОГИЯХ К ОЦЕНКЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НА НАНО- И МИКРОУРОВНЯХ

Физико-механические свойства геоматериалов являются их базовыми характеристиками. Изучение механических свойств пород, кристаллов необходимо при разработке различных технологий добычи, переработки, обогащения и специального использования минерального сырья. Поэтому проблема разработки эффективных аналитико-экспериментальных методов для оценки механических свойств пород и кристаллов на нано- и микроуровнях актуальна [1–3].

В настоящее время широкое распространение получили методики определения механических свойств материалов на основе технологий и подходов наноиндентирования [4–11]. Один из главных положительных факторов, стимулирующий появление этого направления исследований, — прогресс в развитии нанотехнологических инструментов, позволяющих механически “ощупывать” материалы с силой от нескольких пико- до наноньютонов и разрешением порядка нанометра. Проведение таких измерений ранее было невозможно.

Среди недавно созданных приборов и экспериментальных методов измерения, относящихся к данному классу инструментальных технологий, особое место занимает атомно-силовая микроскопия (АСМ) [9, 12]. Среди проблем, сопровождающих разработку технологий АСМ, можно выделить задачу выбора/построения механико-математических моделей, описывающих процесс поведения системы “внедряемый индентор – исследуемая структура” и позволяющих

выполнять интерпретацию результатов исследований и получать необходимую косвенную информацию на основании экспериментальных исследований. Не менее важна задача, связанная с определением момента непосредственного контакта “внедряемого индентора в объект”. Так, анализ зависимостей приложенных к индентору сил от перемещения для большого количества исследуемых структур показал наличие адгезионного взаимодействия острия зонда с поверхностью материала при выходе острия из контакта. Причем действие внеконтактных сил адгезии в данном случае оказывается существенным. Поэтому актуальная проблема — учет в методиках оценки физико-механических свойств структур сил, проявляющихся на наномасштабном уровне (сил адгезии и др.) [13 – 15].

Очевидно, что рассмотрение многих наноматериалов в приближении однородного изотропного деформируемого упругого тела в общем случае некорректно. Таким образом, использование “классических” решений уже изначально вносит существенные погрешности в процедуру получения конечного результата. Вследствие этого актуален выбор базовой теоретической модели поведения материала, как можно более адекватно описывающей его реальное состояние.

Для представления механического состояния и поведения материалов и структур необходима в первую очередь система разрешающих уравнений, описывающих их состояние как объекта механики. В данной системе одним из определяющих факторов является уравнение механического поведения материалов, которое может быть выбрано из значительного количества моделей поведения среды. Так, в качестве моделей механического поведения геоматериалов достаточно эффективно использовать модели вязкоупругой деформируемой среды. Как отмечается в [16], классические вязкоупругие модели имеют пределы применимости с точки зрения адекватности и точности описания большого спектра явлений при различных временных масштабах и/или в случае широкого спектрального интервала. Одним из направлений “обхода” упомянутых ограничений и погрешностей, касающихся “стандартных” механико-математических моделей, является использование в качестве базовых моделей поведения среды моделей дробного порядка [16]. В общем случае процессы ползучести и релаксации для реальных неоднородных сред нелинейны как в пространстве, так и во времени. Поэтому использование производных дробного порядка в уравнениях состояния вязкоупругих сред позволяет отобразить и учесть неоднородную структуру вязкого и упругого элементов и неоднородность механических процессов по времени.

Как указывалось, для измерения локальной упругости на микронных и субмикронных масштабах наибольшее распространение получили две технологии: атомно-силовая микроскопия с использованием процедуры “силовой спектроскопии” и наноиндентирование с помощью специализированных приборов-наноинденторов. Хотя технологическая реализация этих подходов значительно различается, но механические процессы и теоретический базис построения механико-математических моделей для описания процессов, являющих основой данных технологий, одни и те же. С точки зрения механической интерпретации таких процессов — это задачи о контактном взаимодействии двух объектов и решение обратных задач механики по определению механических характеристик одного из взаимодействующих объектов. При моделировании процесса индентирования для описания механического поведения исследуемых штампов существуют различные модели контактной механики, но наиболее часто применяются модели теории упругости при малых и конечных деформациях. Однако следует отметить, что несмотря на достижения в области приборостроения и развитие методов анализа, применение их для исследования мягких материалов по-прежнему затруднено в связи с весьма ограниченным количеством адаптированных для широкого практического использования нелинейных моделей контактной механики. Основная проблема, которую приходится решать при использовании как силовой спектроскопии, так и наноиндентирования, — выбор адекватной теоретической модели.

При построении математической модели важным представляется введение начальных допущений о взаимодействии индентора с исследуемым объектом (основанием). При этом индентор рассматривается как внешнее силовое воздействие на основание. В этом случае математическое решение эффективно строить, используя фундаментальные решения [15]. Существенными обстоятельствами, которые влияют на выбор/построение механико-математической модели, являются введение допущений о деформировании собственно индентора и принятие определенного закона поведения изучаемого материала.

Рассматриваемый класс задач можно разделить на несколько типов в соответствии с соотношением жесткости индентора и исследуемой структуры. Например, в одну группу объединяются задачи, в которых учитывается упругость (податливость) собственно индентора. Вследствие этого при построении математической модели для описания напряженно-деформированного состояния системы “индентор – исследуемая структура” необходимо требовать геометрическую совместимость деформаций индентора и материала.

В другую группу входят задачи, в которых считается корректным пренебрегать упругостью индентора по сравнению с полной реакцией структуры. К данным задачам относятся случаи, когда инденторы очень гибкие или очень твердые (жесткие) по сравнению с упругостью исследуемой структуры. В таких задачах НДС индентора обычно не исследуется. В этом случае деформации структуры обусловлены контактным давлением, вызванным индентором. Очевидно, что задачи данного типа представляются “более легкими” для решения, так как распределение поверхностной нагрузки определено заранее.

Решение задач при рассмотрении индентора как твердого недеформируемого тела сопряжено с трудностями, которые вызваны тем обстоятельством, что контактные напряжения в некоторых точках границ контакта становятся сингулярными. Поэтому перемещения при передвижении от одной точки поверхности полупространства к другой не будут изменяться гладко и могут иметь точки разрыва.

Наиболее простые модельные задачи, относящиеся ко второму классу, связаны с исследованием воздействия на поверхность однородного, изотропного, упругого полупространства (изучаемой структуры) постоянной распределенной вертикальной нагрузки (индентора). Если нагрузка действует на область полупространства, представляющую собой геометрическую фигуру правильной формы (круг или квадрат), то задача еще более упрощается. Для таких задач в большинстве случаев можно полностью определить некоторые (если не все) напряжения и перемещения среды посредством только интегрирования фундаментального уравнения Буссинеска по области действия нагрузки. Принцип суперпозиции позволяет выполнить это интегрирование, что делает линейную упругость мощным инструментом в решении подобного типа задач. Развитием “простого случая” является рассмотрение более сложных ситуаций и вариантов: исследование воздействия неоднородных нагрузок, действие нагрузок по области произвольной топологии, случай неоднородной структуры, зависимость свойств структуры от времени и глубины и т. д. [15].

#### **НЕКОТОРЫЕ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧИ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИНДЕНТОРА ПРОИЗВОЛЬНОЙ ФОРМЫ ПОПЕРЕЧНОГО СЕЧЕНИЯ С УПРУГИМ ПОЛУПРОСТРАНСТВОМ**

При интерпретации данных силовой спектроскопии на основе классических решений контактных задач (например, задачи Герца о контакте сферических тел) существенным ограничением для достижения точности и устойчивости измерений, особенно высокоэластичных материалов, является требование по обеспечению внедрения острия зонда в исследуемый материал на глубину, соизмеримую с радиусом острия индентора. Однако при исследовании объектов нанометровой толщины выполнение этого условия оказывается невозможным [17].

Несмотря на существование различных подходов, до сих пор нет теоретической модели, которая позволяла бы наиболее точно проводить расчет локального модуля упругости на основании данных силовой спектроскопии/наноиндентирования. Кроме того, использование различных расчетных моделей приводит к существенной вариабельности абсолютных значений модулей упругости исследуемых структур. И все же, вследствие того, что при малых деформациях большинство материалов можно считать подчиняющимися закону линейной упругости, модель контактного деформирования Герца по-прежнему чаще всего используется при анализе данных статической силовой спектроскопии и наноиндентирования, поскольку при этом не требуется подбора эмпирических параметров и для определения модуля упругости получаются простые выражения в явном виде.

Для рассматриваемого класса задач о наноиндентировании важным является исследование воздействия площади индентирования на область изучаемого материала. Поэтому необходимым представляется получение решения, учитывающего точную конфигурацию нагрузки.

Очевидно, что при использовании инденторов, имеющих формы оснований, отличных от круговой, решать контактные задачи сложнее [17–19]. Так, задачи, в которых присутствуют твердые прямоугольные штампы, решаются главным образом с помощью разнообразных аппроксимирующих методов и подходов. Анализ литературных источников показывает, что контактные напряжения в краевых зонах под основанием прямоугольного штампа становятся сингулярными. Вместе с тем график изменения напряжений с удалением от штампа достаточно быстро приближается к профилю, который отмечается в случае воздействия нагрузки, действующей по круговому сечению.

Приведем информацию о некоторых решениях задачи контактного взаимодействия штампа с полупространством, которые необходимы в дальнейшем.

Решение задачи Герца о вдавлении абсолютно твердого шара радиусом  $R$  в упругое полупространство под воздействием сосредоточенной нагрузки  $P$ , линия действия которой проходит через центр шара перпендикулярно поверхности полупространства, можно записать следующим образом [15, 20–22]:

$$\begin{cases} w_0 = P^{2/3} \sqrt[3]{\frac{9}{16} \left( \frac{1-\mu^2}{E} \right)^2 \frac{1}{R}}, \\ P = \frac{4E\sqrt{R}h^{3/2}}{3(1-\mu)}, \\ a = P^{1/3} \sqrt[3]{\frac{3}{4} \left( \frac{1-\mu^2}{E} \right)^2 R}, \end{cases} \quad (1)$$

где  $w_0 = h$  — глубина проникновения индентора в полупространство;  $a$  — радиус области контакта;  $\mu$  — коэффициент Пуассона;  $E$  — модуль упругости материала полупространства.

Для задачи наноиндентирования геоматериалов важны следующие характерные особенности модельного решения:

- в модельной задаче Герца рассматривается контакт тел из однородных изотропных материалов;
- индентор имеет сферическую форму;
- радиус области контакта намного меньше радиуса закругления индентора (т. е. глубина вдавливания малая);
- внешнее давление на индентор представляет собой нормальное усилие к поверхности индентирования;
- глубина проникновения индентора намного меньше толщины образца.

В [23] приведено решение задачи о вдавливании в полупространство осесимметричного индентора с произвольной формой сечения, построенное с использованием преобразования Ханкеля (решение Снедана). Так, для глубины проникновения  $h$  индентора в полупространство получено выражение

$$h = \int_0^1 \frac{f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx,$$

где  $f(x)$  — функция, описывающая контур углубления, образующегося при внедрении индентора, при этом за начало координат берется острие индентора.

Прогиб поверхности полупространства определяется выражением  $w(r) = f(r/a)$ . Формула нахождения нагрузки, прикладываемой к индентору, имеет вид

$$P = \frac{2Ea}{1-\mu^2} \int_0^1 \frac{x^2 f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx.$$

На практике распространена ситуация, когда индентор имеет конусоидальную форму со сферическим основанием (рис. 1).

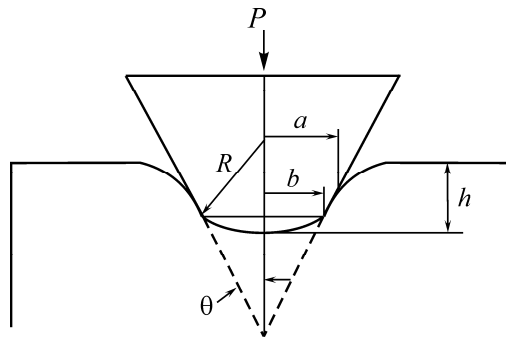


Рис. 1. Конусоидальный индентор со сферическим основанием

Зависимость нагрузки от глубины проникновения индентора конусоидальной формы со сферическим основанием при  $a \geq b$  имеет вид [24, 25]:

$$P = \frac{2E}{1-\mu^2} \left( \int_0^b \frac{h-r^2/2R}{\sqrt{a^2-r^2}} r dr + \int_b^a \frac{h-(r-b)\text{ctg}\theta - b^2/2R}{\sqrt{a^2-r^2}} r dr \right) =$$

$$= \frac{2E}{1-\mu^2} \left( ah - \frac{a^2}{2\text{tg}\theta} \arccos\left(\frac{a}{b}\right) - \frac{a^3}{3R} + \left( \frac{b}{2\text{tg}\theta} + \frac{a^2-b^2}{3R} \right) \right). \quad (2)$$

Радиус контактной зоны определяется как  $\partial P / \partial a = 0$ :

$$h + \frac{a}{R} (\sqrt{a^2-b^2} - a) - \frac{a}{\text{tg}\theta} \arccos\left(\frac{b}{a}\right) = 0. \quad (3)$$

Таким образом, воспользовавшись формулами (2) и (3), можно найти соотношения между нагрузкой и величиной углубления индентора в полупространство для случая индентора конусоидальной формы со сферическим основанием.

Использование для измерения механических и жесткостных параметров материалов методик индентирования с индентором, имеющим сферически выпуклое основание, более предпочтительно по сравнению с индентором с плоским основанием.

Во-первых, в случае индентора со сферическим основанием ошибка, полученная в ситуации, когда удар/соприкосновение с поверхностью образца не является точно перпендикулярным, намного меньше, чем при использовании индентора с плоским основанием, так как во втором случае исследуемая поверхность соприкасается вначале лишь с одним концом индентора. Например, когда индентор со сферическим основанием соприкасается с поверхностью под углом  $80^\circ$  вместо  $90^\circ$ , жесткостные параметры вычисляются с погрешностью меньше чем 2%. Во-вторых, погрешность расчетов при “сферическом инденторе” представляет собой функцию от глубины внедрения [26], поэтому для практического применения правомерны методики, ориентированные на использование инденторов как с плоским, так и сферическим основаниями.

#### МОДИФИКАЦИЯ КЛАССИЧЕСКИХ УПРУГИХ РЕШЕНИЙ КОНТАКТНОЙ МЕХАНИКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АППАРАТА ДРОБНОГО ДИФФЕРЕНЦИРОВАНИЯ

Использование классических моделей линейной теории упругости для описания механического поведения большинства геоматериалов представляется достаточно грубым приближением. Поведение геоматериалов в большей степени соответствует нелинейным соотношениям между компонентами НДС и, кроме того, обладает ярко выраженными свойствами ползучести и релаксации. Во многих случаях вязкоупругое поведение биоматериалов хорошо описывается моделями с производными порядка  $\alpha$ , значение которого находится в интервале между 0 и 1 [16].

Отметим, что в настоящее время вязкоупругие модели дробного порядка уже применяются в механике, в особенности при описании механических процессов на наноуровне. Так, в работах [27, 28] изложены результаты исследований процессов распространения сдвиговых (поперечных) волн, создаваемых в материалах, возбуждаемых каноническими источниками вибрации. В [27] построено новое аналитическое решение для задачи генерации поверхностных волн в линейном вязкоупругом полупространстве вследствие вибрации конечного твердого круглого диска, расположенного на поверхности полупространства нормально к нему, и приведены примеры использования этого решения. Применительно к задаче построения моделей распространения различных типов механических волн в вязкоупругих материалах в [29] рассмотрены задачи о движении волн на поверхности вязкоупругого полупространства из различных материалов, вызываемых поверхностными и подповерхностными источниками вибрации ограниченных размеров, осциллирующими нормально к поверхности среды. Выполнено сравнение предложенных аналитических зависимостей для описания дробных вязкоупругих свойств материалов с экспериментальными данными. Кроме того, эффективность моделей дробного порядка сравнивалась с результатами, полученными на основе традиционной модели Фойгта целого порядка и стандартной модели линейного твердого тела (известной как модель Кельвина или Зенера).

Далее предлагается модель, описывающая вязкоупругое поведение материалов, построенная с использованием аппарата дробного дифференцирования, что позволяет учесть нелинейность поведения [16, 30].

Построение модели вязкоупругого поведения материала с дробными производными выполнено на основе принципа Вольтера (метода фиктивных перемещений) [24, 25, 31 – 33].

В качестве ядра ползучести выбрано ядро Абеля [16, 32]:

$$R_\gamma(t) = \frac{t^\gamma}{\Gamma(1+\gamma)}, \quad -1 < \gamma < 0.$$

В [25] описана процедура построения формулы для вычисления величины внедрения индентора в образец с течением времени  $h(t)$  как выражение с дробным оператором:

$$h^\gamma(t) = {}_0D_t^\alpha h(t), \quad (4)$$

где значение фиктивного перемещения  $h^y(t)$  находится с помощью дробной производной Римана – Лиувилля порядка  $0 \leq \alpha < 1$ . Для вычисления производной дробного порядка существует несколько подходов [31], при проведении данного исследования использовались левосторонние и правосторонние производные Римана – Лиувилля порядка  $0 \leq \alpha < 1$  следующего вида:

$$D_{a+}^{\alpha} f(t) = \frac{1}{\Gamma(n-\alpha)} \frac{d^n}{dx^n} \int_a^x \frac{f(t) dt}{(x-t)^{\alpha-n+1}}, \quad D_{b-}^{\alpha} f(t) = \frac{(-1)^n}{\Gamma(n-\alpha)} \frac{d^n}{dx^n} \int_x^b \frac{f(t) dt}{(t-x)^{\alpha-n+1}}, \quad (5)$$

где  $n = 1, 2, \dots$  и  $0 \leq n-1 < \alpha \leq n$ . Дробные производные Римана – Лиувилля определены в классе функций, непрерывно дифференцируемых на отрезке  $[a, b]$  до порядка  $[\alpha - 1]$ , и существуют почти всюду [31]. При целочисленных значениях порядка  $\alpha$  односторонние производные формулы (5) сводятся к классическим производным целого порядка

В соответствии с формулой (4), например для решения задачи Герца (1), запишем следующую зависимость углубления индентора от усилия, действующего на него:

$${}_0D_t^{\alpha} h(t) = P^{2/3} \sqrt[3]{\frac{9}{16R} \left( \frac{1-\mu^2}{E} \right)^2}. \quad (6)$$

Поскольку нас интересует определение модулей упругости геоматериалов, то из (6) получаем выражение для модуля упругости

$$E = \frac{3P(1-\mu^2)}{4\sqrt{R}({}_0D_t^{\alpha} h(t))^{1.5}}.$$

Аналогично для индентора с конусоидальной формой поверхности, переходящей в сферическое основание, согласно формулам (2) и (3), имеем

$$P = \frac{2E}{1-\mu^2} \left( a_0 D_t^{\alpha} h(t) - \frac{a^2}{2\operatorname{tg}\theta} \arccos\left(\frac{b}{a}\right) - \frac{a^3}{3R} + \left( \frac{b}{2\operatorname{tg}\theta} + \frac{a^2 - b^2}{3R} \right) \right).$$

Здесь радиус  $a$  контактной зоны находится следующим образом:

$${}_0D_t^{\alpha} h(t) + \frac{a}{R} (\sqrt{a^2 - b^2} - a) - \frac{a}{\operatorname{tg}\theta} \arccos\left(\frac{b}{a}\right) = 0.$$

Модуль упругости в этом случае вычисляется в соответствии с формулой

$$E = \frac{P(1-\mu^2)}{2 \left( a_0 D_t^{\alpha} h(t) - \frac{a^2}{2\operatorname{tg}\theta} \arccos\left(\frac{b}{a}\right) - \frac{a^3}{3R} + \left( \frac{b}{2\operatorname{tg}\theta} + \frac{a^2 - b^2}{3R} \right) \right)}.$$

Итак, построены формулы для определения модуля упругости реологических материалов как функции времени и с использованием производных дробного порядка. Эти решения применены при изучении свойств геоматериалов.

#### О МЕТОДИКАХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОЧКИ КОНТАКТА В МЕТОДЕ СИЛОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Актуальная и весьма сложная проблема при исследовании состояния и свойств материалов на основе метода АСМ — точное определение точки контакта зонда с исследуемой средой [20]. В результате изучения образцов в качестве выходных данных получают силовые кривые — зависимости изгиба кантилевера от высоты зонда. В наноразмерных образцах на зонд со стороны изучаемого материала действуют многочисленные силы различной природы, такие как силы Ван-дер-Ваальса, капиллярные, электростатические, магнитные, силы адгезии и др. [4, 34–37].

Эффекты от этих сил до сих пор, применительно к рассматриваемым технологиям, недостаточно полно изучены [38–42]. Учитывая пространственные масштабы, на которых действуют упомянутые силы, точно оценить их воздействие на зонд не представляется возможным. Так, например, капиллярные силы возникают при непосредственной близости зонда к поверхности при наличии на ней слоя жидкости, толщину которого на данных масштабах технически определить нельзя [36, 39–42].

В связи с этим до настоящего времени нет методик точного расчета точки контакта, несмотря на имеющиеся в распоряжении экспериментально построенные зависимости силы от расстояния [43–45]. С достаточной степенью надежности можно оценить лишь область, в которой нахождение этой точки представляется наиболее вероятным. Выделение данной области осуществляется путем анализа характера воздействия этих сил на зонд при его приближении к поверхности исследуемого объекта [46, 47].

Широкое распространение для определения точки контакта в методе АСМ получил алгоритм Крика [48]. При его разработке использовалось решение контактной задачи для зонда конусоидальной формы со сферическим концом. Как известно, абсолютно “идеальных” методик и технологий не бывает, поэтому и алгоритму Крика присущи некоторые недостатки. Для повышения эффективности алгоритма Крика нами предложена его модификация для более точного определения области возможного контакта [24, 25].

Модифицированный алгоритм проверен на практике при исследовании наборов специальных нанодобавок к углеводородному сырью методом силовой спектроскопии. Выполненные серии экспериментов показали, что разработанная методика обеспечивает определение точки контакта с достаточной степенью надежности.

При дальнейшем исследовании модификаций алгоритма Крика оказалось, что даже усовершенствованный алгоритм поиска области возможного контакта и определения точки контакта в некоторых случаях приводит к неверным результатам [24, 25]. Пример такой ситуации показан на рис. 2.

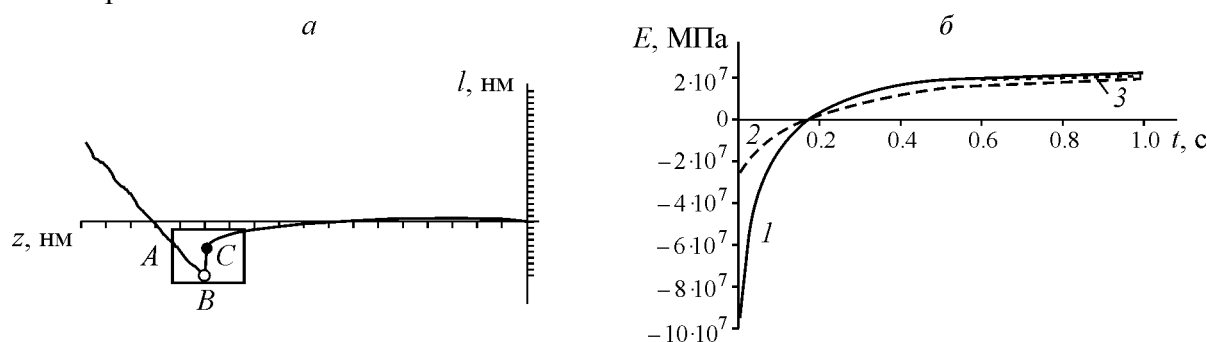


Рис. 2. Кривая подвода–отвода (а): область А (прямоугольник) — область возможного контакта; точка В — первая возможная точка контакта; б — зависимости модуля упругости эритроцита от нормализованного времени: 1 — построенные по решению Герца; 2 — для конусоидального индентора со сферическим основанием; 3 — по решению Снедана для сферы, где за точку контакта берется точка, рассчитанная по алгоритму Крика

В предложенном модифицированном алгоритме определения точки контакта прямая подвода–отвода оценивается линейной зависимостью и параметры определения точности этого приближения иногда не дают возможности адекватно обрабатывать случаи, когда в области возможного контакта присутствует “пик”, что бывает достаточно часто для кривых подвода–отвода, полученных методом силовой спектроскопии (рис. 2а). Для этих кривых точка, до кото-



рой не может быть контакта, находится на основании аналитической оценки характера воздействия сил на зонд на наномасштабном уровне. То есть, поскольку при контакте с поверхностью начинают преобладать силы упругого отталкивания, кривая подвода после точки контакта должна быть нарастающей. Поэтому вершина этого “пика” (точка В, которая является минимумом в области “пика”) — первая возможная точка контакта и до этой точки контакта быть не может. В качестве примера на рис. 2а показана кривая подвода – отвода, построенная по одному из полученных наборов данных, для которой при расчете точки контакта по алгоритму Крика в адекватной области поиска контакта получаем в качестве точки контакта точку, которая в действительности не может быть таковой. Данное заключение подтверждается полученными результатами для упругости изучаемого геоматериала (рис. 2б). Видно, что в начале модуль упругости имеет отрицательное значение, что невозможно [7, 33, 49–51]. Отсюда можно сделать вывод о неточности выбора точки контакта.

С целью получения достоверных результатов для максимально широкого набора экспериментальных данных при использовании метода силовой спектроскопии разработан алгоритм автоматического определения точки контакта, принципиально отличающийся от описанных в [47, 48].

В алгоритме Крика за основу принято исследование формы кривой, определяющей зависимость изгиба кантилевера от его положения по вертикали, построенной по выбранной модели (например, конусоидальный индентор со сферическим основанием). При этом принимается, что модуль упругости — величина постоянная. При разработке нового алгоритма решения задачи определения точки контакта в качестве базовой рассмотрена следующая задача: исследовать точку контакта индентора с образцом, опираясь на полученную экспериментальную зависимость модуля упругости от нормализованного времени индентирования. В качестве решения контактной задачи для получения модуля упругости использовано решение Снедана [23, 52]. Такой выбор обусловлен тем, что решение Снедана не содержит в структуре решения геометрическое приближение. Последнее обстоятельство в рассматриваемой ситуации, учитывая глубину индентирования, может приводить к возникновению большой погрешности.

Проверка эффективности разработанного нового алгоритма, выполненная по данным образцов, полученных для нанодобавок к геоматериалам методом силовой спектроскопии, показала, что ни одна из точек, найденных на основе нового алгоритма, не выходит за пределы аналитически заданной области контакта. По сравнению с алгоритмом Крика, при использовании модифицированного алгоритма точка контакта определяется более корректно, в частности для “особых случаев”, когда другие алгоритмы не позволяют получить однозначного решения (см. рис. 2).

Следует отметить, что для тех ситуаций, когда возможная точка контакта при использовании модифицированного алгоритма Крика определялась с большой степенью надежности, эти точки совпадали или находились в непосредственной близости от точек контакта, полученных по разработанному новому алгоритму.

#### **О НЕКОТОРЫХ РЕЗУЛЬТАТАХ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ УПРУГИХ ХАРАКТЕРИСТИК ГЕОМАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ МЕТОДА СИЛОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**

Рассмотрим результаты исследований с использованием разработанных алгоритмов определения точки контакта индентора и штампов и предложенных механико-математических моделей расчета механических характеристик образцов как решение соответствующих контактных задач механики [48, 51].

Экспериментальные исследования выполнялись с образцами углеводородного сырья со специальными различными нанодобавками. Применялся атомно-силовой микроскоп NT-206 (ОАО «Микротестмашины», Беларусь) с возможностью микропозиционирования зонда над образцом в пределах площадки  $10 \times 10$  нм. Сканирование осуществлялось кремниевыми зондами жесткостью 3 Н/м и углом раствора  $40^\circ$ . Для исследования зонд был предварительно затуплен таким образом, чтобы радиус закругления острия зонда составил 40–60 нм.

При расчете зависимости модуля упругости для каждого из наборов данных, полученных по образцам геоматериалов до и после введения нанодобавок, использовались следующие решения задачи индентирования:

- классическое решение задачи Герца для сферического индентора (модель 1);
- решение для конусоидального индентора со сферическим основанием (модель 2);
- решение Снедана для сферы (модель 3);
- решение Герца для вязкоупругих материалов с помощью дробных производных (модель 4);
- решение задачи для конусоидального индентора со сферическим основанием для вязкоупругих материалов с использованием производных дробного порядка (модель 5).

Кроме того, для каждого из набора данных использовалось два алгоритма определения точки контакта: модифицированный алгоритм Крика и разработанный новый алгоритм [51].

Обратим внимание на имеющиеся различия итоговых зависимостей, полученных для решений с учетом процессов вязкоупругости с применением дробных производных порядка  $\alpha = 0.2$  от обычных решений. Из рис. 3 видно, что учет вязкоупругости с помощью дробных производных с порядком  $\alpha = 0.2$  позволяет получить зависимости модуля упругости от нормализованного времени индентирования очень близкими к константе. Более того, в отличие от полученных результатов для аналогичных моделей с дробными производными, но без учета процессов вязкоупругости, они значительно лучше коррелируют с решением Снедана.

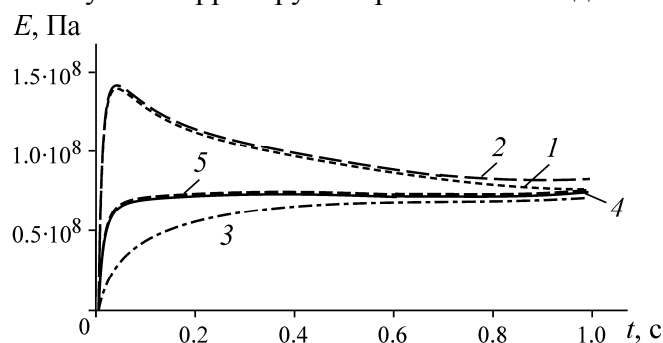


Рис. 3. Зависимость модуля упругости геоматериалов с нанодобавками от нормализованного времени: 1, 2 ... 5 — соответственно модели 1, 2, ... 5

Результаты исследований позволяют сделать вывод об эффективности использования модельных решений для вязкоупругих материалов с использованием дробных производных при выполнении оценки упругих свойств геоматериалов.

## ВЫВОДЫ

Рассмотрена комплексная задача восстановления механических свойств геоматериалов на наноуровне как решение задачи обработки результатов экспериментальных данных при использовании технологий, базирующихся на контакте и внедрении индентора в образцы материалов. Показано, что повышение адекватности моделей реальным физическим процессам может быть обеспечено путем модификации моделей с помощью математического аппарата

дробного исчисления. Описание поведения среды моделями дробного порядка имеют большое практическое применение. Повышение точности модели может быть достигнуто путем уточнения моделей дробного порядка, например введением добавочных дробных элементов.

Предложены новые модели и алгоритмы для дальнейшего развития технологии изучения свойств и состояния геоматериалов на основе метода АСМ, описаны результаты выполненных экспериментов с использованием разработанных новых подходов применительно к расчетам модуля упругости углеводов с нанодобавками.

Построены новые решения задачи индентирования с учетом вязкоупругости исследуемого материала и метода фиктивных перемещений (принцип Вольтера) с помощью дробных производных.

Выполненные расчеты модуля упругости на основе новых решений с использованием результатов экспериментов, полученных методом силовой спектроскопии, показали высокую эффективность и достоверность предложенных методик, включающих технологию расчета точки контакта индентора с образцом, и уточненных математических моделей для вычисления упругих характеристик образцов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Viti C., Collettini C., and Tesei T.** Pressure solution seams in carbonatic fault rocks: mineralogy, micro/nanostructures and deformation mechanism, *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 2014, Vol. 167, No. 2. — P. 1–15.
2. **Briand D., Yeatman E., Roundy S., Brand O., Fedder G. K., et al. (ed.)**. Micro energy harvesting, John Wiley & Sons, 2015, Vol. 12. — 490 p.
3. **Bandini A., Berry P., Bemporad E., Sebastiani M., Chicot D. et al.** Role of grain boundaries and micro-defects on the mechanical response of a crystalline rock at multiscale, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 2014, Vol. 71. — P. 429–441.
4. **Суслов А. А., Чижик С. А.** Сканирующие зондовые микроскопы (обзор) // *Материалы. Технологии. Инструменты*. — 1997. — Т. 2. — № 3. — С. 78–86.
5. **Plodinec M., Loparic M., Monnier C. A., Obermann E. C., Zanetti-Dallenbach R., et al.** The nanomechanical signature of breast cancer, *Nat. Nano*, 2012, Vol. 7. — P. 757–765.
6. **Luque T., Melo E., Garreta E., Cortiella J., Nichols J., et al.** Local micromechanical properties of decellularized lung scaffolds measured with atomic force microscopy, *Acta Biomaterialia*, 2013, Vol. 9. — P. 6852–6859.
7. **Dimitriadis E., Horkay F., Maresca J., Kachar B., and Chadwick R.** Determination of elastic moduli of thin layers of soft material using the atomic force microscope, *Biophys. J.*, 2002, Vol. 82, No. 5. — P. 2798–2810.
8. **Kataoka N., Iwaki K., Hashimoto K., et al.** Measurements of endothelial cell-to-cell and cell-to-substrate gaps and micromechanical properties of endothelial cells during monocyte adhesion, *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2002, Vol. 99, No. 24. — P. 15638–15643.
9. **Аптуков В. Н., Митин В. Ю., Молоштанова Н. Е., Морозов И. А.** Механические характеристики карналлита, шпатовой соли и сильвинита в нанодиапазоне // *ФТПРПИ*. — 2013. — № 3. — С. 49–57.
10. **Викторов С. Д., Головин Ю. И., Кочанов А. Н., Тюрин А. И., Шуклинов А. В., Шуварин И. А., Пирожкова Т. С.** Оценка прочностных и деформационных характеристик минеральных компонентов горных пород методом микро- и наноиндентирования // *ФТПРПИ*. — 2014. — № 4. — С. 46–55.

11. **Бородич Ф. М., Булл С. Дж., Эпштейн С. А.** Особенности применения наноиндентирования для изучения механических характеристик неоднородных материалов // ФТПРПИ. — 2015. — № 3. — С. 57–63.
12. **Morita S., Wiesendanger R., Meyer E., and Giessibl F. J.** Noncontact atomic force microscopy, Springer, Berlin, 2002. — 440 p.
13. **Haugstad G.** Atomic force microscopy, Understanding Basic Modes and Advanced Applications, Wiley, 2012. — 520 p.
14. **Benoit M.** Cell adhesion measured by force spectroscopy on living cells, *Methods Cell Biol.*, 2002, Vol. 68. — P. 91–114.
15. **Benoit M., Gaub H. E.** Measuring cell adhesion forces with the atomic force microscope at the molecular level, *Cells Tissues Organs*, 2002, Vol. 172(3). — P. 174–189.
16. **Журавков М. А.** Фундаментальные решения теории упругости и некоторые их применения в геомеханике, механике грунтов и оснований. Курс лекций. — Минск: БГУ, 2008. — 247 с.
17. **Zhuravkov M., Romanova N.** Review of methods and approaches for mechanical problem solutions based on fractional calculus, *Mathematics and Mechanics of Solids*, 2014. — P. 1–26.
18. **Argatov I. I., Sabina F. J.** Asymptotic analysis of the substrate effect for an arbitrary indenter, *The Quarterly Journal of Mechanics and Applied Mathematics*, 2010, Vol. 66(1). — P. 75–95.
19. **Gefen A.** Cellular and biomolecular mechanics and mechanobiology, Series: Studies in Mechanobiology, Tissue Engineering and Biomaterials, Springer-Verlag Berlin Heidelberg; ed., 2011, Vol. 4. — 141 p.
20. **Argatov I. I.** Depth-sensing indentation of a transversely elastic layer: second-order asymptotic models for canonical indenters, *Int. Journal of Solids and Structures*, 2011, Vol. 48. — P. 3444–3452.
21. **Попов Г. Я.** Концентрация упругих напряжений возле штампов, разрезов, тонких включений и подкреплений. — М., 1982. — 344 с.
22. **Галин Л. А.** Контактные задачи теории упругости и вязкоупругости. — М., 1980. — 304 с.
23. **Sneddon I. N.** Fourier Transforms, McGraw-Hill, New York, 1951. — P. 47–57.
24. **Журавков М. А., Романова Н. С., Прохоров Н. А.** Об определении свойств биоматериалов на основе технологий наноиндентирования. Ч. 1. Модификация моделей контактной механики при моделировании процессов наноиндентирования // *Механика машин, механизмов и материалов.* — 2015. — № 1. — С. 47–58.
25. **Журавков М. А., Романова Н. С., Прохоров Н. А.** Об определении свойств биоматериалов на основе технологий наноиндентирования. Ч. 2. Методики определения точки контакта в методе силовой спектроскопии // *Механика машин, механизмов и материалов.* — 2015. — № 2. — С. 58–66.
26. **Амензаде Ю. А.** Теория упругости. — М.: Высш. шк., 1976. — 272 с.
27. **Schinagl R. M., et al.** Depth-dependent confined compression modulus of full-thickness bovine articular cartilage, *J. Orthop. Res.*, 1997, Vol. 15. — P. 499–506.
28. **Royston T. J., Mansy H. A., Sandler R. H.** Excitation and propagation of surface waves on a viscoelastic half-space with application to medical diagnosis, *J. Acoust. Soc. Am.*, 1999, Vol. 106. — P. 3678–3686.
29. **Royston T. J., Yazicioglu Y., Loth F.** Surface response of a viscoelastic medium to subsurface acoustic sources with application to medical diagnosis, *J. Acoust. Soc. Am.*, 2003, Vol. 113. — P. 1109–1121.
30. **Craiem D., Rojo F., Atienza J., Armentano R., and Guienea G.** Fractional-order viscoelasticity applied to describe uniaxial stress relaxation of human arteries, *Physics in Medicine and Biology*, 2008, Vol. 53. — P. 4543–4554.
31. **Самко С. Г., Килбас А. А., Маричев О. И.** Интегралы и производные дробного порядка и некоторые их приложения. — Минск: Наука и техника, 1987. — 688 с.

32. **Журавков М. А., Старовойтов Э. И.** Механика сплошных сред. Теория упругости и пластичности. — Минск: БГУ, 2011. — 543 с.
33. **Szozkiewicz R., Riedo E.** New AFM developments to study elasticity and adhesion at the nanoscale, Applied Scanning Probe Methods V, Springer Berlin Heidelberg, 2007. — P. 269–286.
34. **Журавков М. А.** Математическое моделирование деформационных процессов в твердых деформируемых средах (на примере задач механики горных пород и массивов) — Минск: БГУ, 2002. — 456 с.
35. **Alonso J. L., Goldmann J. L.** Feeling the forces: atomic force microscopy in cell biology, Life Science, 2003, Vol. 72 (23). — P. P. 2553–2560.
36. **Stifter T., Marti O., Bhushan B.** Theoretical investigation of the distance dependence of capillary and van der Waals forces in scanning force microscopy, Phys. Rev. B 2000, Vol. 62. — P. 13667–13673.
37. **Jang J., Schatz G. C., and Ratner M. A.** Capillary force in atomic force microscopy, The Journal of chemical physics, 2004, Vol. 120, No. 3. — P. 1157–1160.
38. **De Lazzer, Dreyer M., Rath H. J. A.** Particle-surface capillary forces, Langmuir, 1999, Vol. 15, No. 13. — P. 4551–4559.
39. **Sedin D. L., Rowlen K. L.** Adhesion forces measured by atomic force microscopy in humid air, Analytical chemistry, 2000, Vol. 72, No. 10. — P. 2183–2189.
40. **Rabinovich Y. I. et al.** Capillary forces between surfaces with nanoscale roughness, Advances in colloid and interface science, 2002, Vol. 96, No. 1. — P. 213–230.
41. **Heim L. O., Kappl M., Butt H. J.** Tilt of atomic force microscope cantilevers: effect on spring constant and adhesion measurements, Langmuir, 2004, Vol. 20, No. 7. — P. 2760–2764.
42. **Takeyasu K.** Atomic force microscopy in nanobiology, Pan Stanford Publishing, 2014. — 458 p.
43. **Butt H., Cappella B., and Kappl M.** Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications, Surface Science Reports, 2005, Vol. 59 (1-6). — P. 1–152.
44. **Zhuravkov M., Drozd L., Romanova N., and Krupoderov A.** Mechanical-mathematical modelling of biological tissue behaviour, Analytic Methods in Interdisciplinary Applications. Springer Proceedings in Mathematics & Statistics, 2015, Vol. 116. — P. 153–181.
45. **Buzio R., Valbusa U.** Probing the role of nanoroughness in contact mechanics by atomic force microscopy, Advances in Science and Technology, 2006, Vol. 51. — P. 90–98.
46. **Tranchida D., Piccarolo S.** Local mechanical properties by atomic force microscopy nanoindentations, Applied Scanning, Probe Methods XI, Springer Berlin Heidelberg, 2009. — P. 165–198.
47. **Бараш Ю. С.** Силы Ван-дер-Ваальса. — М.: Наука, 1988. — 344 с.
48. **Crick S. L., Yin F. C. P.** Assessing micromechanical properties of cells with atomic force microscopy: importance of the contact point, Biomechan Model Mechanobiol., 2007, Vol. 6. — P. 199–210.
49. **Pharr G. M., Oliver W. C., Brotzen F. R.** On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation, Journal of Materials Research, 1992, Vol. 7, No. 3. — P. 613–617.
50. **Merchan L., Szozkiewicz R., and Riedo E.** NanoMechanics: elasticity in nano-objects, Fundamentals of Friction and Wear, Springer Berlin Heidelberg, 2007. — P. 219–254.
51. **Fung Y. C.** Biomechanics: material properties of living tissues, Springer, 1993. — 219 p.
52. **Sneddon I. N.** The relation between load and penetration in the axis symmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, Int. J. Engng Sci., 1965, Vol. 3. — P. 47–57.

*Поступила в редакцию 11/VII 2015*