



УДК 51-7:51:548; 548.0:539.3/.8

Оценка механических характеристик кристаллов соляных пород на основе математической модели процесса наноиндентирования на зондовом силовом микроскопе Dimension Icon


В. Н. Аптуков, В. Ю. Митин

Пермский государственный национальный исследовательский университет,
Россия, 614000, Пермь, Букирева, 15.

Аннотация

Зондовый силовой микроскоп (ЗСМ) Dimension Icon применяется как для оценки рельефа поверхности исследуемого образца, так и для получения силового отклика образца при взаимодействии кантилевера (индентора специальной формы, расположенного на конце упругой консоли) с поверхностью образца. При этом, в отличие от других приборов, например NanoTest-600, где в результате индентирования исследователь получает величину твердости и эффективного модуля упругости с помощью программного обеспечения, «зашитого» в данный прибор, ЗСМ позволяет получить только кривую отклонения индентора в зависимости от перемещения основания кантилевера. Зная коэффициент жесткости на изгиб упругой консоли, исследователь может самостоятельно определить кривую «усилие-перемещение» индентора на этапе нагрузки и разгрузки. Далее возникает задача интерпретации полученной кривой: каким образом можно оценить механические характеристики материала на ее основе? Ответ на этот вопрос зависит, в частности, от характера механического поведения материала. Для диапазона глубин индентирования, превышающих головную сферическую часть зонда кантилевера, при предположении упруго-идеально-пластической модели материала рассмотрена двумерная осесимметричная задача индентирования образца на этапе нагрузки и разгрузки. Численное моделирование осуществлено в пакете ANSYS в рамках контактной задачи в предположении абсолютно жесткого наконечника кантилевера. Путем обработки результатов вычислительного эксперимента предложена методика оценки предела текучести и модуля упругости поверхностных слоев образца. На основе данных ранее проведенных экспериментов получены конкретные значения механических характеристик для кристаллов соляных пород.

Научная статья

 Контент публикуется на условиях лицензии [Creative Commons Attribution 4.0 International](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.ru) (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.ru>)

Образец для цитирования

Аптуков В. Н., Митин В. Ю. Оценка механических характеристик кристаллов соляных пород на основе математической модели процесса наноиндентирования на зондовом силовом микроскопе Dimension Icon // *Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер. Физ.-мат. науки*, 2019. Т. 23, № 2. С. 256–269. doi: [10.14498/vsgtu1658](https://doi.org/10.14498/vsgtu1658).

Сведения об авторах

Валерий Нагимович Аптуков  <https://orcid.org/0000-0001-8048-3804>

доктор технических наук, профессор; заведующий кафедрой; каф. фундаментальной математики; e-mail: aptukov@psu.ru

Виктор Юрьевич Митин  <https://orcid.org/0000-0003-2406-3009>

ассистент; каф. фундаментальной математики; e-mail: victormitin@ya.ru

Ключевые слова: наноиндентирование, моделирование, соляные породы, механические характеристики.

Получение: 28 октября 2018 г. / Исправление: 28 мая 2019 г. /

Принятие: 10 июня 2019 г. / Публикация онлайн: 1 июля 2019 г.

Введение. В настоящее время для построения моделей механического поведения соляных пород используется, как правило, феноменологический подход, например [1, 2]. Такой подход является более простым и позволяет решать различные прикладные задачи оценки устойчивости различных горнотехнических сооружений в соляных рудниках [3, 4]. Рядом авторов отмечается необходимость развития структурных моделей деформирования и разрушения соляных пород как более подходящих для описания этих сложных процессов [5–7].

Соляные породы (каменная соль, сильвинит, карналлит) являются минеральными агрегатами, состоящими из множества хаотично расположенных кристаллов, межкристаллических границ, различных включений (например, глинистого материала, ангидрита, карбонатов). В ходе деформирования минерального агрегата возможно проявление различных форм нарушения сплошности: рост дефектов в кристалле на различных масштабных уровнях, развитие деформаций сдвига и трещин на границах кристаллов. Например, при сжатии цилиндрического образца выделяют три характерные зоны [8]: внешняя — зона разрушения, скола и дробления; далее идет тонкая зона с разрушенными кристаллами; внутри располагается упругопластическая зона, реализующаяся при деформации межкристаллических границ без разрушения кристаллов.

Таким образом, при построении структурных моделей необходимы знания механических характеристик отдельных кристаллов (галит, сильвин, карналлит) на различных масштабах, прежде всего, на микроскопическом и наноуровне.

Современное испытательное оборудование, например [9–11], позволяет путем индентирования получать некоторые оценки механических свойств, прежде всего твердости поверхностных слоев. Программное обеспечение прибора NanoTest-600 дает возможность оценить эффективный модуль упругости приповерхностных слоев материалов на основе модели Оливера–Фарра [12, 13], вошедшей в международные стандарты ISO. Различные методы оценки механических параметров по данным индентирования представлены также в [14, 16–18]. Определение механического отклика материала при наноиндентировании на ЗСМ, а тем более оценка модуля упругости является сложной задачей, для решения которой необходимо привлечение методов математического моделирования и использование дополнительных допущений.

Следует отметить, что задачи моделирования взаимодействия алмазной пирамиды с поверхностью материала рассматривались в различных постановках, обзор подобных работ представлен в [19]. Отметим также работы [20, 21], где рассмотрены упругие модели взаимодействия зонда ЗСМ с полимерными материалами с учетом сил поверхностного натяжения и межмолекулярного взаимодействия Ван-дер-Ваальса.

В данной статье приведены постановка и анализ результатов решения

в пакете ANSYS контактной задачи об индентировании наконечника кантилевера в упругий идеально-пластический материал. На основе обработки данных вычислительного эксперимента предложена методика оценки предела текучести и модуля упругости поверхностных слоев образца, получены конкретные значения механических характеристик для кристаллов соляных пород.

1. Постановка задачи. При индентировании кристаллов соляных пород использовался зонд в виде скругленной треугольной пирамиды с углами при вершине 70, 102 и 110 градусов и средним радиусом закругления 40 нанометров (нм).

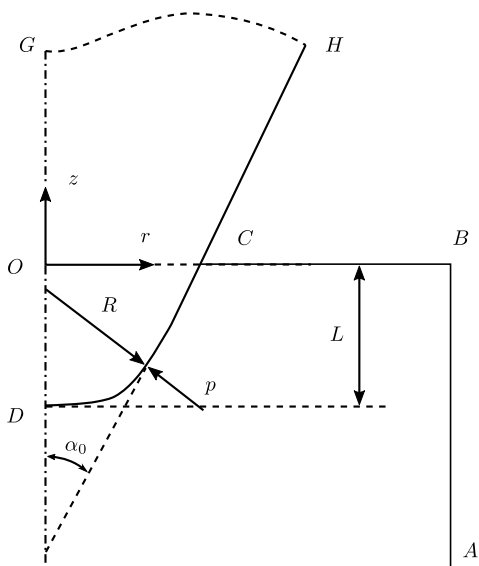


Рис. 1. Расчетная схема проникания кантилевера в образец [Figure 1. The calculation scheme of cantilever indentation into the sample]

Кантилевер полагается абсолютно жестким телом, образец считается упруго-идеально-пластическим телом с модулем упругости E , коэффициентом Пуассона ν и пределом текучести σ_s . Решение задачи внедрения жесткого кантилевера в неупругий образец соляных пород в осесимметричной постановке получено в пакете ANSYS с применением контактных элементов в цилиндрической системе координат. Проникание (вертикальное перемещение кантилевера) осуществляется по шагам DU_z , на каждом шаге определяются напряжения $\sigma_r, \sigma_z, \sigma_{rz}$. Далее в каждом узле на контактной поверхности с помощью формул преобразования компонент тензора напряжений при повороте элемента на текущий угол α определяется нормальное к поверхности кантилевера напряжение p .

Для определения усилия кантилевера P , которое необходимо для достижения глубины проникания L , проекции элементарных нормальных усилий на ось Oz интегрируются по поверхности кантилевера CD , погруженной в образец на данном шаге проникания. Аналогичным образом решается задача о разгрузке кантилевера: при достижении требуемой глубины проникания L_{\max} осуществляется постепенное (с шагом, на порядок меньшим DU_z) уменьшение перемещения до величины L_k , пока текущее усилие не достигнет нуля. В результате решения задачи строится кривая $P(L)$ при нагрузке и разгрузке кантилевера.

Подробные характеристики зонда приведены в [3]. Геометрия индентора аппроксимируется осесимметричным телом (закругленным конусом с углом полураствора 51 градус и радиусом закругления 40 нм).

В 2D-осесимметричной постановке рассматривается внедрение жесткого кантилевера в неупругий образец соляных пород. На рис. 1 представлена расчетная схема проникания.

Кантилевер полагается абсолютно жестким телом, образец считается упруго-идеально-пластическим телом с модулем упругости E , коэффициентом Пуассона ν и пределом текучести σ_s . Решение задачи внедрения жесткого кантилевера в неупругий образец соляных пород в осесимметричной постановке получено в пакете ANSYS с применением контактных элементов в цилиндрической системе координат. Проникание (вертикальное перемещение кантилевера) осуществляется по шагам DU_z , на каждом шаге определяются напряжения $\sigma_r, \sigma_z, \sigma_{rz}$. Далее в каждом узле на контактной поверхности с помощью формул преобразования компонент тензора напряжений при повороте элемента на текущий угол α определяется нормальное к поверхности кантилевера напряжение p .

На рис. 2 в качестве иллюстрации расчета показано поле горизонтальных перемещений в образце с модулем упругости $E = 25$ ГПа при глубине индентирования 180 нм при $\sigma_s = 2.5$ ГПа (слева) и при $\sigma_s = 0.1$ ГПа (справа).

Для малого отношения предела текучести к модулю упругости (0.004 — справа) возникает значительное радиальное смещение частиц материала (максимальное значение достигает 60.8 нм), образуется «буртик» — кольцевой наплыв материала на лицевой поверхности образца вблизи границы контакта.

Для большого отношения предела текучести к модулю упругости (0.1 — справа) деформации материала образца стеснены, возникает кольцевой «провал» лицевой поверхности образца вблизи границы контакта (максимальное радиальное перемещение не превышает 36.6 нм). Такое поведение характерно для индентирования нелинейно-упругих материалов.

На рис. 3 показаны поля интенсивности остаточных напряжений (интенсивность напряжений после полной разгрузки образца — обратного хода кантилевера) при $\sigma_s = 2.5$ ГПа (слева) и при $\sigma_s = 0.1$ ГПа (справа). Максимальная и конечная глубина отпечатка соответственно равны $L_{\max} = 209.7$ нм и $L_k = 166.9$ нм (слева); $L_{\max} = 236.1$ нм и $L_k = 201.8$ нм (справа).

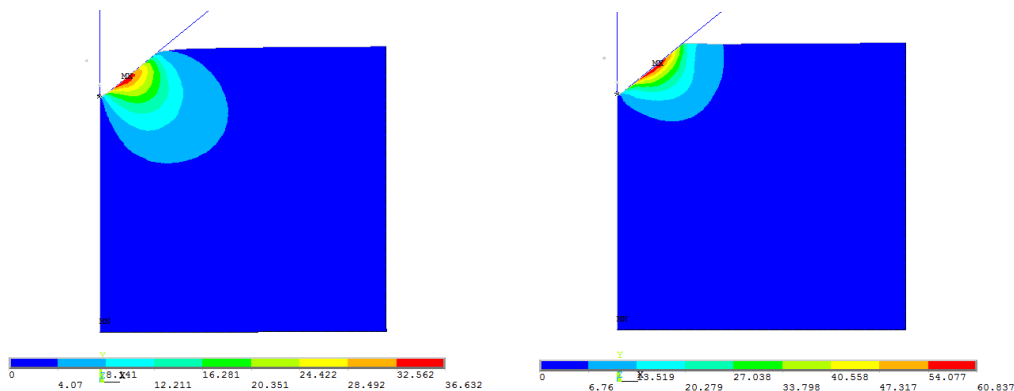


Рис. 2. Поле радиальных перемещений в образце при глубине индентирования 180 нм [Figure 2. The field of radial displacements in the sample for the indentation depth of 180 nm]

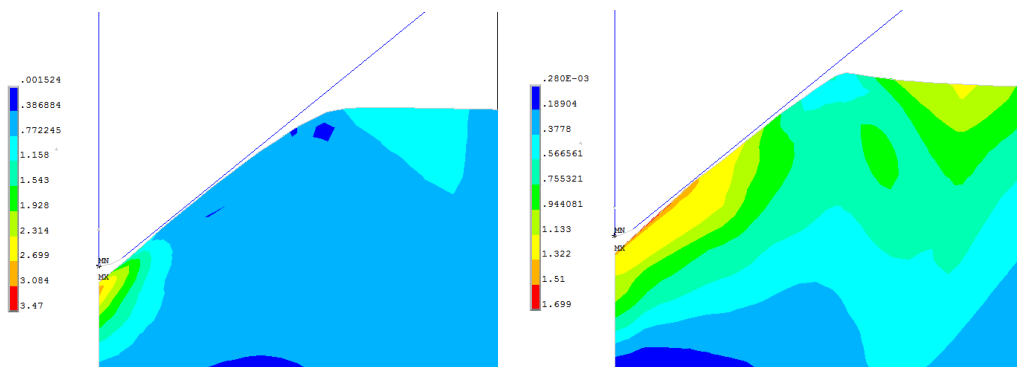


Рис. 3. Поле интенсивности остаточных напряжений в образце (при разгрузке) после обратного хода кантилевера

[Figure 3. The field of residual stress intensity in the sample (during unloading) after cantilever return movement]

При большом отношении предела текучести к модулю упругости (0.1 — слева) область максимальных остаточных напряжений локализована под кончиком кантилевера. При малом отношении предела текучести к модулю упругости (0.004 — справа) область максимальных остаточных напряжений вытянута вдоль границы контакта с кантилевером. Максимальные значения остаточных напряжений достигают 1.7 ГПа при $\sigma_s = 0.1$ ГПа и 3.47 ГПа при $\sigma_s = 2.5$ ГПа.

Таким образом, разработанная вычислительная модель позволяет оценивать полную картину напряженно-деформированного состояния образца как на этапе нагружения, так и на этапе разгрузки (обратного хода кантилевера).

2. Анализ результатов. Проведена серия вычислительных экспериментов для различных механических характеристик соляной породы, расположенных в диапазоне 0.1–2.5 ГПа (предел текучести), 10–50 ГПа (модуль упругости), 50–250 нм (глубина индентирования), 50–650 нН (максимальное усилие). Эти диапазоны являются характерными для исследуемых кристаллов галита и сильвина.

На рис. 4 в качестве примера показаны расчетные кривые зависимости усилия P (в наноньютонах, нН) от глубины индентирования L (в нанометрах, нм) для предела текучести 1.0 ГПа, квадратами показана кривая для $E = 50$ ГПа, ромбами — для $E = 25$ ГПа.

Каждый график на рис. 4 имеет две ветви — при нагрузке и разгрузке. Сначала идет ветвь нагружки (нижняя — слева направо), а затем разгрузки (верхняя — справа налево). В точке перехода от нагружки к разгрузке возникает излом (правые точки). Окончание разгрузки соответствует левым точкам верхних кривых. Значение $L = 180–190$ нм равняется остаточной глубине кратера (из-за проявления пластических свойств).

С помощью представленных расчетных кривых можно оценить (как это и делается для экспериментальных кривых) значения твердости как отношения усилия к площади миделя (площадь сечения кантилевера лицевой плоскостью испытываемого кристалла, т.е. площади круга с радиусом OC на рис. 1): $H = P/S$.

В табл. 1 представлены результаты усредненных значений твердости по

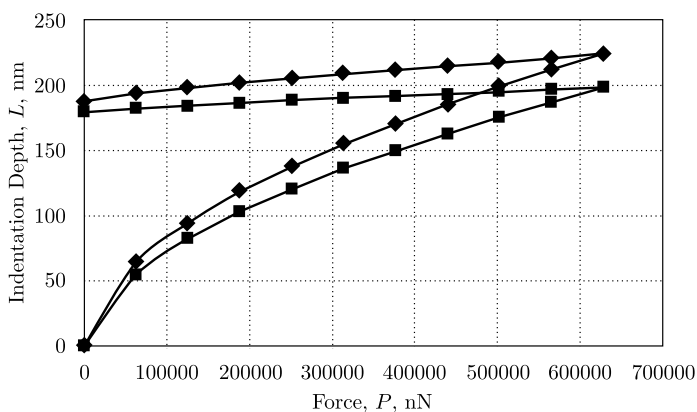


Рис. 4. Расчетные зависимости «усилие-перемещение», предел текучести 1 ГПа [Figure 4. Calculated force-displacement dependences, the yield stress is 1 GPa]

различным точкам кривой нагрузки с максимальной глубиной индентирования от 50 нм до 250 нм для различных значений предела текучести и модуля упругости в исследуемом диапазоне при коэффициенте Пуассона, равном 0.25. Также выполнена численная оценка влияния коэффициента Пуассона на кривые $P(L)$ при нагрузке и разгрузке. Влияние коэффициента Пуассона в диапазоне значений 0.2–0.4 на оценку значений твердости по полученным данным не превышает 5–7%.

Таблица 1

Средние значения твердости при различных величинах модуля упругости и пределах текучести [Mean values of hardness for different values of elastic modulus and yield stress]

	$\sigma_s = 0.1$ GPa	$\sigma_s = 0.5$ GPa	$\sigma_s = 1$ GPa	$\sigma_s = 2.5$ GPa
$E = 10$ GPa	1.38	1.43	1.44	1.55
$E = 25$ GPa	2.14	2.22	2.30	2.55
$E = 50$ GPa	2.73	2.86	3.01	3.38

3. Методика оценки предела текучести и модуля упругости по данным наноиндентирования. Расчетные зависимости твердости от предела текучести, полученные при нагрузках 250 000–600 000 нН, для трех значений модуля упругости представлены на рис. 5 («квадрат» — $E = 50$ ГПа, «ромб» — $E = 25$ ГПа, «треугольник» — $E = 10$ ГПа). Пунктиром показаны зависимости, полученные для максимальных глубин индентирования около 50 нм при малых нагрузках до 50 000 нН.

Таким образом, отличие значений твердости, полученных по расчетным кривым при малых нагрузках (до 50 000 нН), от соответствующих значений в диапазоне (250 000–600 000 нН) составляет 3–10%.

Очевидно наличие четкой линейной связи (с коэффициентами, зависящими от модуля упругости) между твердостью и пределом текучести материала образца. Примем следующий вид аппроксимации зависимости:

$$H = A(E)\sigma_s + B(E). \tag{1}$$

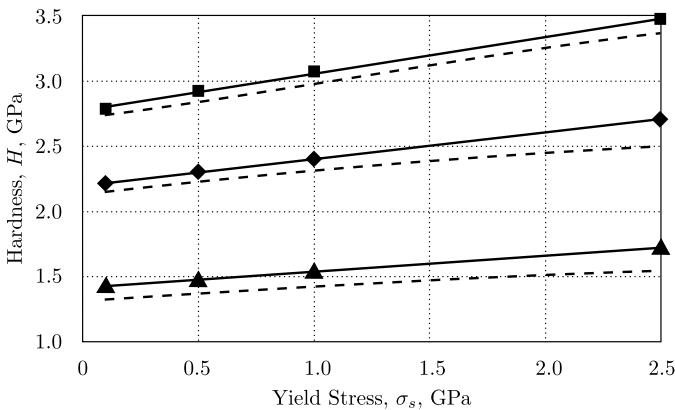


Рис. 5. Линии регрессии для зависимости твердости от предела текучести [Figure 5. Regression lines for the dependence of hardness on yield stress]

На основании выполненных расчетов установлено, что

$$\begin{aligned} A(E) &= -5 \cdot 10^{-5} E^2 + 0.0069E + 0.0608, \\ B(E) &= -0.007E^2 + 0.0771E + 0.7181. \end{aligned} \quad (2)$$

Соотношения (1) и (2) позволяют получить зависимость предела текучести от твердости в исследованном диапазоне механических параметров при условии предварительного определения модуля упругости:

$$\sigma_s = \frac{H - B(E)}{A(E)}. \quad (3)$$

Определение модуля упругости из кривых $P(L)$ будем производить на основании анализа размерностей [22]. Основными параметрами, определяющими кривые $P(L)$ при разгрузке, являются: E — модуль упругости; ΔP — величина падения усилия; ΔL — приращение перемещения при разгрузке; L — глубина индентирования; σ_s — предел текучести. Также могут иметь значение коэффициент Пуассона ν и коэффициент трения k_f . Форма кантилевера (индентора) считается заданной, поэтому угол полураствора конуса в число определяющих параметров не включается. Однако радиус закругления вершины кантилевера R должен войти в безразмерный параметр L/R .

Проведенные расчеты с различными коэффициентами Пуассона в диапазоне 0.2–0.4 показали, что влияние коэффициента Пуассона на оценку твердости не превышает 5–7%. Влияние трения при заданной форме кантилевера делает вклад в общее усилие сопротивления (при значениях $k_f = 0.1$ –0.15) незначительным, менее 10%.

Согласно методам теории подобия и размерностей [22] и вышеприведенному анализу, из представленных параметров можно сформировать безразмерные комплексы в виде

$$\frac{\Delta P}{EL^2} = f\left(\frac{\Delta L}{L}, \frac{\sigma_s}{E}, \frac{L}{R}\right). \quad (4)$$

Связь между приращением усилия и приращением перемещения при разгрузке должна быть линейной, поэтому соотношение (4) принимает вид

$$\frac{\Delta P}{EL^2} = f_1\left(\frac{\sigma_s}{E}, \frac{L}{R}\right) \cdot \frac{\Delta L}{L}$$

или

$$E = f_2\left(\frac{\sigma_s}{E}, \frac{L}{R}\right) \cdot \frac{\Delta P}{L\Delta L}, \quad (5)$$

где

$$f_2 = f_1^{-1}.$$

Расчетные (рис. 4) и экспериментальные (рис. 6) кривые разгрузки не являются идеально прямыми. Это связано с неоднородным напряженно-деформированным состоянием в окрестности контактной границы и возможными реологическими эффектами. Ранее [23] было предложено использовать для определения модуля упругости нижнюю часть кривой разгрузки (точки 1 и 2, рис. 6).

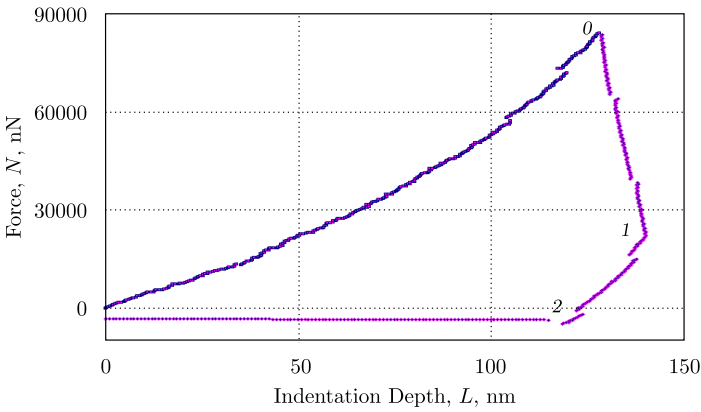


Рис. 6. Экспериментальная зависимость усилия и глубины индентирования в кристалле сальвина
 [Figure 6. Experimental dependence between force and indentation depth for sylvite crystal]

На рис. 6 величина L растет при падающей нагрузке из-за вязких эффектов. Отрицательные значения сил при разгрузке могут объясняться различными факторами: погрешностью эксперимента, «залипанием» индентора и др.

Для определения функции $f_2(\sigma_s/E, L/R)$ в выражении (5) будем использовать полную кривую разгрузки при максимальном усилии $\Delta P = 50\,000$ нН (f_{21}) и $628\,000$ нН (f_{22}).

Обработка расчетных данных по разгрузке представлена в виде оценок функций f_{21} , f_{22} в табл. 2. Как видно из данных, приведенных в табл. 2, значения функции $f_{21} = 0.37 \pm 0.05$ имеют больший разброс по сравнению со значениями $f_{22} = 0.42 \pm 0.03$ в зависимости от отношения σ_s/E . При изменении величины максимальной нагрузки при индентировании на порядок (от $50\,000$ нН до $628\,000$ нН) величина функции f_2 меняется от 4% до 21%. Таким образом, в указанном диапазоне величин максимального усилия кантилевера ($50\,000$ – $628\,000$ нН) при индентировании кристаллов для определения модуля упругости соляных пород можно использовать формулу типа (5):

$$E = f_2 \cdot \frac{\Delta P}{L \Delta L}. \quad (6)$$

Для общей функции f_2 получена следующая линейная аппроксимация, где учитывается также влияние величины ΔP (нН), в указанном диапазоне

Таблица 2

Оценки функций f_{21} , f_{22} [The estimates of the functions f_{21} , f_{22}]				
σ_s , GPa	E , GPa	σ_s/E	f_{21}	f_{22}
0.5	10	0.05	0.417	0.435
0.1	10	0.01	0.413	0.464
0.1	25	0.004	0.322	0.405
0.5	25	0.02	0.324	0.393

параметров:

$$f_2 = 0.39 - 2.23 \cdot 10^{-7} \Delta P + 0.38 \frac{\sigma_s}{E} + 0.012 \frac{L}{R}.$$

Поскольку отношение σ_s/E не может быть установлено достаточно точно из эксперимента, можно применять более простое (усредненное по этой величине) выражение для функции f_2 :

$$f_2 = 0.40 - 2.23 \cdot 10^{-7} \Delta P + 0.012 \frac{L}{R}. \quad (7)$$

4. Примеры. Рассмотрим применение полученных выражений (3) и (7) для оценки механических характеристик кристаллов соляных пород в нанодиапазоне. Ранее авторами были опубликованы работы [15, 24, 25], в которых представлены результаты экспериментальных оценок твердости и модуля упругости, причем модуль упругости определялся по упрощенной методике [23], полученной на основе приближенного решения упругой задачи о разгрузке образца при обратном ходе пирамиды Берковича.

Применяемое ранее авторами соотношение для определения модуля упругости имеет вид, аналогичный выражению (6), но с постоянным коэффициентом, приблизительно равным 2.0. Соотношение применялось для нижней части кривой разгрузки.

С применением уточненной методики для экспериментальной кривой кристалла сильвина (см. рис. 6) формула (7) дает значение модуля упругости $E = 3.5$ ГПа (оценка по точкам 1, 2) и $E = 18.1$ ГПа (оценка по точкам 0, 2).

По экспериментальным данным, которые частично приведены в [15, 25], получены уточненные значения твердости, модуля упругости и предела текучести, представленные в табл. 3. Значения механических характеристик по каждому кристаллу получены на основе обработки и усреднения данных нескольких опытов по наноиндентированию (от 7 до 24 опытов).

Таким образом, для изученных кристаллов соляных пород (см. табл. 3) в нанодиапазоне твердость находится в пределах 1.11–2.38 ГПа, модуль упругости 14.2–23.2 ГПа, предел текучести 0.58–1.07 ГПа. Отношение предела текучести к модулю упругости располагается в диапазоне 0.038–0.046.

Следует отметить, что экспериментальные зависимости $P(L)$ могут качественно отличаться от расчетных за счет ряда факторов, не учитываемых в данной численной модели. К ним относятся: деформационное упрочнение кристалла соли за пределами упругости, реологические эффекты, наличие

Таблица 3

Механические характеристики кристаллов соляных пород
[Mechanical characteristics of salt rock crystals]

Type of crystal	H , GPa	E , GPa	σ_s , GPa
Milk-white Sylvite	1.11	14.2	0.58
Spathic Halite	1.16	15.1	0.58
Red Sylvite	1.24	15.1	0.63
Pink Sylvite	2.38	23.2	1.07
Feathery Halite	2.15	23.0	0.93

дефектов в приповерхностной области кристалла, неоднородность физико-механических свойств кристалла по глубине (влияние гидрофильности), развитие поврежденности в окрестности контактной границы при наноиндентировании. Эти факторы могут вносить в предложенную методику различную, трудно оцениваемую, погрешность.

Заключение. В рамках двумерной осесимметричной постановки решена задача наноиндентирования образца соляных пород на зондовом силовом микроскопе Dimension Icon на этапе нагрузки и разгрузки. Численное моделирование эксперимента осуществлено в пакете ANSYS в рамках контактной задачи в предположении абсолютно жесткого наконечника кантилевера.

Выявлены особенности деформирования материала соляного образца в окрестности контактной поверхности при различных соотношениях предела текучести и модуля упругости. Дана оценка уровня остаточных напряжений в образце.

На основе результатов вычислительного эксперимента предложена инженерная методика оценки предела текучести и модуля упругости поверхностных слоев образца. Приведены примеры расчета модуля упругости поверхностных слоев с использованием ранее полученных авторами экспериментальных данных для различных кристаллов соляных пород в нанодиапазоне.

Конкурирующие интересы. Конкурирующие интересы отсутствуют.

Авторский вклад и ответственность. Все авторы принимали участие в разработке концепции статьи и в написании рукописи. Авторы несут полную ответственность за предоставление окончательной рукописи в печать. Окончательная версия рукописи была одобрена всеми авторами.

Финансирование. Исследование выполнялось без финансирования.

Благодарность. Авторы выражают искреннюю благодарность сотруднику кафедры МСС и ВТ ПГНИУ И. А. Морозову за помощь в проведении экспериментов.

Библиографический список

1. Барях А. А., Константинова С. А., Асанов В. А. *Деформирование соляных пород*. Екатеринбург: УрО РАН, 1966. 203 с.
2. Константинова С. А., Чернопазов С. А. Развитие наследственной модели деформирования и разрушения соляных пород // *ФТПРПИ*, 2004. № 1. С. 50–61.
3. Константинова С. А., Аптуков В. Н. *Некоторые задачи механики деформирования и разрушения соляных пород*. Новосибирск: Наука, 2013. 192 с.
4. Соловьев В. А., Аптуков В. Н., Ваулина И. Б. *Поддержание горных выработок в породах соленосной толщи: теория и практика*. Новосибирск: Наука, 2017. 264 с.
5. Ставрогин А. Н., Протосеня А. Г. *Механика деформирования и разрушения горных пород*. М.: Недра, 1992. 264 с.
6. Карташов Ю. М., Матвеев Б. В., Михеев Г. В., Фадеев А. Б. *Прочность и деформируемость горных пород*. М.: Недра, 1979. 269 с.
7. Зильбершмидт В. Г., Зильбершмидт В. В., Наймарк О. Б. *Разрушение соляных пород*. М.: Наука, 1992. 144 с.
8. Проскуряков Н. М., Пермяков Р. С., Черников А. К. *Физико-механические свойства соляных пород*. Л.: Недра, 1973. 272 с.
9. Суслов А. А., Чижик С. А. Сканирующие зондовые микроскопы (обзор) // *Материалы. Технологии. Инструменты*, 1997. Т. 2, № 3. С. 78–89.
10. Mironov V. L. *Fundamentals of scanning probe microscopy*. Nizhniy Novgorod, 2004. 97 pp., http://ipmras.ru/~Mironov/SPM_textbook.html.

11. Sarid D. *Scanning force microscopy with applications to electric, magnetic and atomic forces*. New York: Oxford University Press, 1994.
12. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *J. Mater. Res.*, 1992. vol. 7, no. 6. pp. 1564–1583. doi: [10.1557/jmr.1992.1564](https://doi.org/10.1557/jmr.1992.1564).
13. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // *J. Mater. Res.*, 2004. vol. 19, no. 1. pp. 3–20. doi: [10.1557/jmr.2004.0002](https://doi.org/10.1557/jmr.2004.0002).
14. Fischer-Cripps A. C. *Nanoindentation* / Mechanical Engineering Series. New York: Springer-Verlag, 2004. xxii+264 pp. doi: [10.1007/978-1-4757-5943-3](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-5943-3).
15. Аптуков В.Н., Митин В. Ю. Фрактальные и механические свойства кристаллов сильвина и галита в микро- и нанодиапазоне // *Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер. Физ.-мат. науки*, 2017. Т. 21, № 3. С. 481–495. doi: [10.14498/vsgtu1553](https://doi.org/10.14498/vsgtu1553).
16. Menčík J. A., Munz D., Quandt E., Weppelman R. Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation // *Meccanica*, 2007. vol. 42, no. 1. pp. 19–29. doi: [10.1007/s11012-006-9018-6](https://doi.org/10.1007/s11012-006-9018-6).
17. Sun Y., Zheng S., Bell T. Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation load curves // *Philosophical Magazine Letter*, 2007. vol. 79, no. 9. pp. 649–658. doi: [10.1080/095008399176698](https://doi.org/10.1080/095008399176698).
18. Panich N., Yong S. Improved method to determine the hardness and elastic moduli using nano-indentation // *KMITL Science Journal*, 2005. vol. 5, no. 2. pp. 483–492.
19. Головин Ю. И. Наноиндентирование как средство комплексной оценки физико-механических свойств материалов в субмикрообъемах (обзор) // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*, 2009. № 1. С. 45–59.
20. Гаришин О. К. Моделирование взаимодействия зонда атомно-силового микроскопа с полимерной поверхностью с учетом сил Ван-дер-Ваальса и поверхностного натяжения // *Наносистемы: физика, химия, математика*, 2012. Т. 2, № 3. С. 47–54.
21. Морозов И. А., Ужегова Н. И. Определение механических свойств материалов на основе моделей взаимодействия зонда атомно-силового микроскопа с поверхностью образцов // *Вычислительная механика сплошных сред*, 2014. Т. 7, № 4. С. 385–397. doi: [10.7242/1999-6691/2014.7.4.37](https://doi.org/10.7242/1999-6691/2014.7.4.37).
22. Седов Л. И. *Методы подобия и размерности в механике*. М.: Наука, 1977. 203 с.
23. 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. 49–56.
24. Аптуков В. Н., Константинова С. А., Скачков А. П. Механические свойства карналлита, сильвинита и каменной соли Верхнекамского месторождения // *ФТПРПИ*, 2010. № 4. С. 13–20.
25. Аптуков В. Н., Митин В. Ю. Механические и фрактальные свойства поверхности кристаллов соляных пород в нанодиапазоне и их влияние на трещиностойкость и смачиваемость // *ФТПРПИ*, 2016. № 4. С. 29–38.

MSC: 74E15

Estimation of mechanical characteristics of salt rock crystals based on the mathematical model of nanoindentation using scanning probe microscope Dimension Icon


*V. N. Aptukov, V. Yu. Mitin*Perm State National Research University,
15, Bukireva st., Perm, 614000, Russian Federation.

Abstract

The scanning probe microscope Dimension Icon is used both to assess the relief of the sample surface and to obtain the force response of the sample during the interaction of the cantilever (indenter of special shape, located at the end of the elastic console) with the sample surface. At the same time, unlike other devices, such as NanoTest-600, where as a result of indentation the researcher receives the value of hardness and effective modulus of elasticity with the help of software connected with this device. Dimension Icon gives only the dependence of indenter deviation on the displacement of the cantilever base. For the known flexural stiffness of the elastic console, one can determine the force-displacement curve during loading and unloading. Then here comes the problem of interpretation of this curve: how can we evaluate the mechanical characteristics of the material on its basis? The answer to this question particularly depends on the character of the mechanical behavior of the material. We consider the two-dimensional axisymmetric problem of sample indentation at the stages of loading and unloading for the range of indentation depths significantly exceeding the head spherical part of the cantilever probe, under the assumption of elastic-perfectly-plastic material model. Numerical simulation is carried out in the ANSYS package within the framework of the contact problem, under the assumption of an absolutely rigid cantilever tip. We propose the method for estimating the yield stress and the modulus of elasticity of the sample surface layers and determine the values of mechanical characteristics for several salt rock crystals by processing the results of the computational experiment and the data of previous experiments.

Keywords: nanoindentation, modeling, salt rocks, mechanical characteristics.

Research Article

 The content is published under the terms of the [Creative Commons Attribution 4.0 International License](http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/) (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)


Please cite this article in press as:

Aptukov V. N., Mitin V. Yu. Estimation of mechanical characteristics of salt rock crystals based on the mathematical model of nanoindentation using scanning probe microscope Dimension Icon, *Vestn. Samar. Gos. Tekhn. Univ., Ser. Fiz.-Mat. Nauki* [J. Samara State Tech. Univ., Ser. Phys. Math. Sci.], 2019, vol. 23, no. 2, pp. 256–269. doi: [10.14498/vsgtu1658](https://doi.org/10.14498/vsgtu1658) (In Russian).

Authors' Details:

Valery N. Aptukov  <https://orcid.org/0000-0001-8048-3804>

Dr. Tech. Sci., Professor; Head of Department; Dept. of Fundamental Mathematics;
e-mail: aptukov@psu.ru

Victor Yu. Mitin  <https://orcid.org/0000-0003-2406-3009>

Assistant; Dept. of Fundamental Mathematics; e-mail: victormitin@ya.ru

Received: 28th October, 2018 / Revised: 28th May, 2019 /

Accepted: 10th June, 2019 / First online: 1st July, 2019

Competing interests. We have no competing interests.

Author's Responsibilities. Each author has participated in the article concept development and in manuscript writing. The authors are absolutely responsible for submitting final manuscript in print. Each author has approved the final version of manuscript.

Funding. The research has not had any sponsorship.

Acknowledgments. The authors are sincerely grateful to the staffer of the department of continuum mechanics and computational technologies of Perm state national research university, I. A. Morozov for assistance in conducting experiments.

References

1. Baryakh A. A., Konstantinova S. A., Asanov V. A. *Deformirovanie solianyykh porod* [Deformation of Salt Rocks]. Ekaterinburg, UrO RAN, 1966, 203 pp. (In Russian)
2. Konstantinova S. A., Chernopazov S. A. Development of hereditary model for deformation and failure of salt rocks, *J. Min. Sci.*, 2004, vol. 40, no. 1, pp. 45–56. doi: [10.1023/B:JOMI.0000041527.19377.cf](https://doi.org/10.1023/B:JOMI.0000041527.19377.cf).
3. Konstantinova S. A., Aptukov V. N. *Nekotorye zadachi mekhaniki deformirovaniia i razrusheniia solianyykh porod* [Some problems of mechanics of deformation and failure of salt rocks]. Novosibirsk, Nauka, 2013, 192 pp. (In Russian)
4. Soloviev V. A., Aptukov V. N., Vaulina I. B. *Podderzhanie gornyykh vyrabotok v porodakh solenosnoi tolshchi: teoriia i praktika*. Novosibirsk, Nauka, 2017, 264 pp. (In Russian)
5. Stavrogin A. N., Protosenya A. G. *Mekhanika deformirovaniia i razrusheniia gornyykh porod* [Mechanics of Rock Deformation and Failure]. Moscow, Nedra, 1992, 264 pp. (In Russian)
6. Kartashov Yu. M., Matveev B. V., Mikheev G. V., Fadeev A. B. *Prochnost' i deformiruemost' gornyykh porod* [Strength and Deformability of Mountain Rocks]. Moscow, Nedra, 1979, 269 pp. (In Russian)
7. Zil'bershmidt V. G., Zil'bershmidt V. V., Naimark O. B. *Razrushenie solianyykh porod rm* [Salt Rock Failure]. Moscow, Nauka, 1992, 144 pp. (In Russian)
8. Proskuriakov N. M., Permiakov R. S., Chernikov A. K. *Fiziko-mekhanicheskie svoystva solianyykh porod rm* [Physical and mechanical properties of salt rocks]. Leningrad, Nedra, 1973, 272 pp. (In Russian)
9. Suslov A. A., Chizhik S. A. Scanning probe microscopes (a review), *Materialy. Technologii. Instrumenty*, 1997, no. 3, pp. 78–89 (In Russian).
10. Mironov V. L. *Fundamentals of scanning probe microscopy*. Nizhniy Novgorod, 2004, 97 pp., http://ipmras.ru/~Mironov/SPM_textbook.html.
11. Sarid D. *Scanning force microscopy with applications to electric, magnetic and atomic forces*. New York, Oxford University Press, 1994.
12. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.*, 1992, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583. doi: [10.1557/jmr.1992.1564](https://doi.org/10.1557/jmr.1992.1564).
13. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, *J. Mater. Res.*, 2004, vol. 19, no. 1, pp. 3–20. doi: [10.1557/jmr.2004.0002](https://doi.org/10.1557/jmr.2004.0002).
14. Fischer-Cripps A. C. *Nanoindentation*, Mechanical Engineering Series. New York, Springer-Verlag, 2004, xxii+264 pp. doi: [10.1007/978-1-4757-5943-3](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-5943-3).
15. Aptukov V. N., Mitin V. Yu. Fractal and mechanical micro- and nanorange properties of sylvite and halite crystals, *Vestn. Samar. Gos. Tekhn. Univ., Ser. Fiz.-Mat. Nauki* [J. Samara State Tech. Univ., Ser. Phys. Math. Sci.], 2017, vol. 21, no. 3, pp. 481–495 (In Russian). doi: [10.14498/vsgtu1553](https://doi.org/10.14498/vsgtu1553).

16. Menčik J. A., Munz D., Quandt E., Weppelman R. Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation, *Meccanica*, 2007, vol. 42, no. 1, pp. 19–29. doi: [10.1007/s11012-006-9018-6](https://doi.org/10.1007/s11012-006-9018-6).
17. Sun Y., Zheng S., Bell T. Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation load curves, *Philosophical Magazine Letter*, 2007, vol. 79, no. 9, pp. 649–658. doi: [10.1080/095008399176698](https://doi.org/10.1080/095008399176698).
18. Panich N., Yong S. Improved method to determine the hardness and elastic moduli using nano-indentation, *KMITL Science Journal*, 2005, vol. 5, no. 2, pp. 483–492.
19. Golovin Yu. I. Nanoindentation as a tool for the integrated estimation of the physico-mechanical properties of materials in submicrovolumes: A review, *Zavod. Lab., Diagn. Mater.* [Industrial laboratory. Diagnostics of materials], 2009, no. 1, pp. 45–59 (In Russian).
20. Garishin O. K. Modeling of interaction between the atomic-force microscope probe and a polymer surface with van der Waals forces and surface tension taken into account, *Nanosist. Fiz., Khim., Mat.*, 2012, vol. 2, no. 3, pp. 47–54 (In Russian).
21. Morozov I. A., Uzhegova N. I. Determination of mechanical properties of materials in terms of models of interaction between AFM probe and sample surface, *Computational Continuum Mechanics*, 2014, vol. 7, no. 4, pp. 385–397 (In Russian). doi: [10.7242/1999-6691/2014.7.4.37](https://doi.org/10.7242/1999-6691/2014.7.4.37).
22. Sedov L. I. *Similarity and dimensionality methods in mechanics*. New York, London, Academic Press, 1959. doi: [10.1016/C2013-0-08173-X](https://doi.org/10.1016/C2013-0-08173-X).
23. Aptukov V. N., Konstantinova S. A., Mitin V. Y., Skachkov A. P. Nano- and micro-range mechanical characteristics of sylvite grain, *J. Min. Sci.*, 2013, vol. 48, no. 3, pp. 429–435. doi: [10.1134/S1062739148030045](https://doi.org/10.1134/S1062739148030045).
24. Aptukov V. N., Konstantinova S. A., Skachkov A. P. Micromechanical Characteristics of Karnallite, Sylvinit and Rock Salt at Upper Kama Deposit, *J. Min. Sci.*, 2010, vol. 46, no. 4, pp. 352–358. doi: [10.1007/s10913-010-0044-3](https://doi.org/10.1007/s10913-010-0044-3).
25. Aptukov V. N., Mitin V. Y. Nanorange mechanical and fractal properties of rock salt crystal surface and their effect on fracture toughness and wettability, *J. Min. Sci.*, 2016, vol. 52, no. 4, pp. 638–646. doi: [10.1134/S1062739116041034](https://doi.org/10.1134/S1062739116041034).