

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIA
DEPARTAMENTO DE FISICA



**COMPORTAMIENTO MECÁNICO
DE UNA CAPA DE MATERIAL GRANULAR
SOMETIDA A DEFORMACIONES EN EL PLANO**

HÉCTOR ANTONIO ALARCÓN HERNÁNDEZ

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIA
DEPARTAMENTO DE FISICA



**COMPORTAMIENTO MECÁNICO
DE UNA CAPA DE MATERIAL GRANULAR
SOMETIDA A DEFORMACIONES EN EL PLANO**

HÉCTOR ANTONIO ALARCÓN HERNÁNDEZ

Profesor Guía : Dr. Francisco Melo

Profesores Comisión : Dr. Jean-C. Geminard

: Dr. Germán Varas

: Dra. Yolanda Vargas

: Dr. Julio Romero

TESIS PARA OPTAR AL GRADO DE
DOCTOR EN CIENCIAS CON MENCIÓN EN FÍSICA

SANTIAGO DE CHILE

MAYO 2012

“COMPORTAMIENTO MECÁNICO
DE UNA CAPA DE MATERIAL GRANULAR
SOMETIDA A DEFORMACIONES EN EL PLANO”

Trabajo de Graduación presentado a la Facultad de Ciencia, en cumplimiento parcial de los requerimientos exigidos para optar al grado de Doctor en Ciencias con mención en Física.

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE

SANTIAGO DE CHILE

MAYO 2012

“COMPORTAMIENTO MECÁNICO
DE UNA CAPA DE MATERIAL GRANULAR
SOMETIDA A DEFORMACIONES EN EL PLANO”

HÉCTOR ANTONIO ALARCÓN HERNÁNDEZ

Este trabajo de Graduación fue preparado bajo la supervisión del profesor guía Dr. Francisco Melo H., del Departamento de Física y ha sido aprobado por los miembros de la comisión calificadora del candidato, Dr. Jean-Christophe Geminard, Dr. Germán Varas, Dra. Yolanda Vargas, Dr. Julio Romero y Dr. Francisco Melo.

.....
Dr. Jean-Christophe Geminard

.....
Dr. Germán Varas

.....
Dra. Yolanda Vargas

.....
Dr. Julio Romero

.....
Dr. Francisco Melo
Profesor Guía

.....
Bernardo Carrasco Puentes
Director

***A mis padres,
a Carolina
y en especial a Josefina.***

Agradecimientos

En este momento cúlmine de mi tesis doctoral, donde se resume el trabajo y por lo tanto se revive de alguna manera el esfuerzo realizado por mí, pero en especial por las personas que me rodean, me resulta natural expresar unas palabras de agradecimiento en estas páginas iniciales. Debo comenzar agradeciendo a mis padres, Hector Alarcón C. y Mirta Hernández L., quienes tuvieron la paciencia y la comprensión para apoyarme incondicionalmente en este proyecto. Ciertamente han sido, de manera directa o indirecta, los principales impulsores de mi elección por este camino, un poco desconocido al principio, pero muy gratificante.

En el transcurso de este trabajo ha habido una persona muy especial para mí, que realmente hizo sacrificios para que yo pudiera llevar a cabo mis asuntos, que me ha acompañado, que me ha aconsejado, que me ha apoyado de diversas maneras, entre ellas una de las más difíciles, hacerse cargo de nuestra pequeña Josefina. Por esta razón y otras que simplemente sobrepasan la extensión de estas páginas, quiero expresar mi mas profundo agradecimiento a Carolina Silva. Es imposible no mencionar también a mi hija hermosa, Josefina, y su linda sonrisa que me dio el ánimo y la fuerza en momentos que me sentí sobrepasado.

Quiero agradecer a Francisco Melo, primero por haber confiado en mí y haberme permitido explorar este mundo maravilloso de entender lo que nos rodea, por su motivación permanente, por el tiempo invertido en este trabajo, y por todo el conocimiento que me ha traspasado durante el tiempo que nos hemos conocido. A Jean-Christophe Geminard por permitirme trabajar en su laboratorio,

por su amistad, por los consejos y su enorme aporte en el trabajo realizado y en mi crecimiento como investigador.

Por supuesto es necesario mencionar a los amigos que se hicieron en el laboratorio, Franco Tapia, Javier Contreras, David Espindola, Antonella Rescaglio, Francisco Vivanco, Francisco Santibañez, Roberto Bernal y Leonardo Caballero, por los buenos momentos que hemos pasado y la buena onda que los caracteriza, además porque de alguna manera son partícipes también de este trabajo, aportando ideas o sugerencias que ciertamente me han ayudado. Un especial agradecimiento a Erika Inostroza por toda la ayuda que me ha brindado y por su preocupación y apoyo en la finalización de esta tesis. Quiero dar las gracias también a Manuel Meza y Nelson Flores, que gracias a su pericia, me han ayudado en la construcción e implementación de mis experimentos.

Finalmente debo agradecer al programa MECESUP, proyecto USA-108, por el financiamiento que me otorgaron para poder realizar mis estudios de Doctorado, al proyecto FONDAP 11980002 y ECOS-CONICYT C07E04 por financiar las estadías de investigación realizadas y a la Dirección de Graduados de nuestra universidad.

Resumen

Es bien sabido que la humedad induce una fuerza cohesiva en los medios granulares, relacionada a la formación de puentes capilares entre partículas. Es justamente por esta razón que un cúmulo de arena seca puede transformarse en un espectacular castillo de arena, con una mínima cantidad de agua. Este efecto es aún mayor a medida que las partículas se hacen mas pequeñas, debido a que el peso se hace menos importante. Contrariamente, uno puede observar que a alto contenido de líquido, un medio granular tiende a perder la propiedad cohesiva, comportándose más bien como un fluido con cierta viscosidad. Ésto es materia de estudio de Geólogos, quienes se interesan en problemas como los aludes o la fluidización de los suelos durante un terremoto. Es natural entonces preguntarse como fluyen o se deforman este tipo de materiales cuando se someten a una sollicitación mecánica particular, y como se modifica este comportamiento con la humedad o el contenido de líquido de la muestra.

Este trabajo tiene como objetivo estudiar la respuesta mecánica de una capa de material granular fino, que es sometida a una deformación por la base, y observar el efecto de la humedad. Se ha encontrado que cuando se impone una deformación uniaxial pura, la capa de granos desarrolla una inestabilidad presente cualquiera sea el strain, y se manifiesta con la formación de franjas perpendiculares a la dirección de deformación. Estas franjas, se comportan ya sea como una modulación de la superficie libre o bien como fracturas, dependiendo del grado de cohesión. La fuerza entre dos partículas unidas por un puente líquido se puede resolver mediante la ecuación de Laplace. Uno

puede encontrar a partir de ésto que la fuerza es atractiva, y que posee una característica muy particular que corresponde a que la fuerza tiende a decrecer con el estiramiento. Esto nos lleva a la siguiente hipótesis: El efecto cohesivo particular que muestra un puente capilar, debe extrapolarse a un conjunto de granos, provocando un ablandamiento del material bajo estiramiento uniaxial, debido al debilitamiento local de los contactos. Ésto por lo tanto, debe jugar un rol fundamental en la mecánica de formación del patrón observado. Para evaluar ésto, se ha realizado un montaje que permite medir la cohesión de las muestras de granos, en función de la humedad. Se ha evaluado también el módulo de cizalle de los granos, parámetro que al igual que la cohesión, resulta fundamental para realizar un análisis teórico del problema. Además, se han implementado técnicas de análisis de imágenes que revelan el movimiento local de los granos ya sea en el plano o fuera del plano, y que nos permitirán observar el desarrollo de la inestabilidad. Estos resultados serán fundamentales para evaluar un modelo basado en la cohesión capilar, el que reproducirá los resultados principales del fenómeno observado. En la última parte se mostrarán resultados relacionados a la respuesta de la capa de granos cuando es sometida a una deformación de cizalle, donde se realizará un análisis similar que en el caso uniaxial.

La investigación realizada durante esta tesis, ha generado las siguientes publicaciones:

- **H. Alarcón**, O. Ramos, L. Vanel, F. Vittoz, F.Melo y J.-C. Géminard, “*Softening Softening induced instability of a stretched cohesive granular layer*”. Phys. Rev. Lett. 105, 208001 (2010).
- **H. Alarcón**, J.-C. Géminard and F.Melo, “*The effect of cohesion and shear modulus on the instability of a stretched granular layer*”. 2012, en progreso.

Índice general

1. Introducción	9
1.1. Fracturas en un Medio Granular Húmedo	10
1.2. Un Medio Granular en Presencia de la Humedad	13
1.3. Inestabilidad en Configuración Lineal de Esferas Unidas por un Puente Líquido	18
1.4. Ley de Escala de una Capa de Material que se Fractura con una Longitud de Onda λ	20
2. Inestabilidades en Deformación Uniaxial	23
2.1. Introducción	24
2.1.1. Motivación	24
2.1.2. Planteamiento del Problema	24
2.1.3. Elección y Control de Parámetros	25
2.1.4. Etapas de Resolución del Problema	29
2.2. Deformación Uniaxial	30
2.2.1. Dispositivo experimental	30
2.2.2. Resultados	31
2.3. Deformación Uniaxial Pura	33
2.3.1. Descripción General del Experimento	34
2.3.2. Formación de un Patrón de Franjas	36
2.3.3. Longitud de Onda en Función del Espesor	38

2.3.4.	Velocidad de Deformación	39
2.4.	Desplazamientos Locales en la Superficie Libre	40
2.4.1.	Desplazamientos Fuera del Plano	41
2.4.2.	Desplazamientos en el Plano, Utilizando DIC	43
2.4.3.	Análisis	49
2.5.	Un Modelo Basado en Strain-Softening	50
2.5.1.	Strain-Softening en un volumen de Granos	50
2.5.2.	Energía del Sistema	52
2.5.3.	Sistema en Equilibrio	53
2.5.4.	Límite de Puentes Pequeños	56
2.5.5.	Discusión Experimentos v/s Modelo	56
2.6.	Acción de la Humedad	57
2.6.1.	Longitud de Onda en Función de la Humedad	58
2.6.2.	Longitud de Onda en Función de la Cohesión	59
2.6.3.	Análisis	60
2.7.	Un Modelo Para Evaluar el Efecto de la Humedad	61
2.7.1.	Modelo del Módulo de Cizalle	61
2.7.2.	Medida de la Rugosidad	62
2.7.3.	Modelo de Cluster de Granos	64
2.7.4.	Ajuste de Datos Experimentales	65
2.7.5.	Análisis	66
2.8.	Conclusiones Preliminares	67
3.	Caracterización de Granulares Húmedos	69
3.1.	Motivación	70
3.2.	Modelo del Módulo de Cizalle con Interacción Elástica de Hertz	72
3.3.	Evaluación del Módulo de Cizalle	75
3.3.1.	Adaptación de un Reómetro	75

3.3.2. Output del Reómetro: Torque, Desplazamiento, Fuerza Normal	78
3.3.3. Campos de Desplazamiento Mediante DIC	81
3.3.4. Shear Strain, Shear Stress y Módulo de Cizalle	84
3.4. Evaluación del Tensile Strength	87
3.4.1. Configuración para Medir Cohesión	87
3.4.2. La Cohesión como Función del Tamaño de Granos y la Humedad	89
3.4.3. Distancia de Ruptura Característica	91
3.5. Evaluación del Contenido de Líquido	92
3.5.1. Configuración Experimental	92
3.5.2. Contenido de Líquido como Función del Tamaño de Granos y la Humedad	93
3.5.3. Análisis	95
3.6. Conclusiones Preliminares	95
4. Formación de Patrones en Cizalle Puro	97
4.1. Motivación	98
4.2. Fractura por cizalle	99
4.3. Estructuras en cizalle a cohesión intermedia	103
4.4. Estructuras en cizalle a baja cohesión	104
4.5. Caso no cohesivo	107
5. Conclusiones y Proyecciones	110
5.1. Caracterización de Granulares Húmedos	111
5.2. Modulación inducida por debilitamiento de la fuerza capilar	112
5.3. Formación de patrones en una capa de granos sometida a cizalle puro	115

<i>ÍNDICE GENERAL</i>	4
A. Método de Correlación de Imágenes	117
B. Softening Induced Instability of a Stretched Cohesive Granular Layer	123
C. The effect of cohesion and shear modulus on the instability of a stretched granular layer	124

Índice de figuras

1.1. Fracturas en una Capa de Material Granular.	12
1.2. Regímenes de Contenido de Líquido.	14
1.3. Geometría de un Puente Líquido.	15
1.4. Diagrama de Cadena de Esferas Unidas por un Puente Líquido. . .	18
1.5. Diagrama de Fracturas en una Capa de Altura h	21
2.1. Material Granular, Rugosidad de Granos.	26
2.2. Histograma de Diámetros de Partículas de Vidrio.	28
2.3. Set-Up Preliminar Utilizado para Realizar una Deformación Uniaxial.	31
2.4. Fracturas Cruzadas en Estiramiento Uniaxial.	32
2.5. Set-Up Utilizado para Deformar una Muestra de Granos.	35
2.6. Patrón de Franjas en Muestra de Granos.	37
2.7. Longitud de Onda en Función del Espesor.	38
2.8. Longitud de Onda en Función de la Velocidad de Deformación. . . .	40
2.9. Desplazamientos Fuera del Plano.	42
2.10. Análisis Desplazamiento en el Plano, para Granos Húmedos.	45
2.11. Análisis Desplazamiento en el Plano, para Granos Secos.	47
2.12. Amplitud de la Modulación del Desplazamiento.	48
2.13. Modelo de Stress-Strain para un Volumen de Granos.	51
2.14. Serie de Patrones Obtenidos a Diferentes Humedades y Tamaño de Granos.	58

2.15. Datos Experimentales de Longitud de Onda vs. Humedad y Cohesión.	59
2.16. Superficies Medidas con AFM.	63
2.17. Ajuste λ con Modelo Cohesivo.	66
3.1. Esquema de un Contacto Líquido.	74
3.2. Set-Up Utilizado para Medir G	76
3.3. Señales de Salida del Reómetro.	80
3.4. DIC Aplicado a una Muestra de Granos.	82
3.5. Torque y Desplazamiento de los Granos.	83
3.6. Diagrama Shear Stress-Shear Strain de una Muestra de Granos. . .	84
3.7. G en Función de $P_n + \sigma_s$	86
3.8. Set-Up Experimental Utilizado para Medir σ_s	87
3.9. Curva de Tensile Strength.	88
3.10. σ_s en Función de d y R_H	90
3.11. δ en Función de d y Modelo.	92
3.12. Protocolo Experimental para Medir el Contenido de Líquido.	93
3.13. Medida del Contenido de Líquido en una Muestra de Granos.	94
4.1. Patrón de Franjas en Cizalle Puro, para Tamaño de Partículas de $0 - 45 \mu m$	99
4.2. Componente de Cizalle y Vorticidad en Shear Puro $d0-45\mu m R_H 39\%$	100
4.3. Componente de Cizalle y Vorticidad en Shear Puro $d0-45\mu m R_H 89\%$	101
4.4. Esquema de Cizalle en la Muestra.	102
4.5. Patrón de Franjas en Cizalle Puro, para Tamaño de Partículas de $106 - 125 \mu m$	104
4.6. Patrón de Franjas en Cizalle Puro, para Tamaño de Partículas de $150 - 200 \mu m$	105

4.7. Componente de Cizalle y Vorticidad en Shear Puro $d_{150} - 200\mu m$
 $R_H 39\%$ 106

4.8. Componente de Cizalle y Vorticidad en Shear Puro $d_{150} - 200\mu m$
 $R_H 89\%$ 106

4.9. Estructuras en Cizalle Puro en Partículas de Bronce. 107

4.10. λ vs. h para Partículas de Bronce 108

A.1. Método de Correlación de Imágenes. 120

Índice de cuadros

2.1. Tabla de Longitud de Onda y Velocidad de Deformación.	40
2.2. Tabla de Rugosidades.	64

Capítulo 1

Introducción

1.1. Fracturas en un Medio Granular Húmedo

Las propiedades de los medios granulares y los fenómenos que éstas originan, han sido por bastante tiempo motivo de interés de Físicos, Ingenieros y Geólogos entre otros. Se estima que el 10 % de toda la energía que se consume en la Tierra, se gasta en el manejo de medios granulares [1]. A pesar del gran interés de los científicos, existen aún muchas incógnitas relacionadas con sistemas granulares, que permanecen sin ser resueltas.

Un medio granular se puede comportar de manera muy diferente dependiendo de la sollicitación mecánica. En el caso de granos secos, éste puede mostrarse como un gas, que es el caso del material particulado que se encuentra suspendido en el aire, o bien como un fluido, comportamiento que podemos encontrar en la naturaleza, por ejemplo cuando el suelo es sometido a vibración debido a un terremoto, éste se fluidifica provocando que las edificaciones colapsen, o bien como un sólido, en tal caso el coeficiente de fricción interna juega un rol relevante, lo que se traduce en una resistencia del material a deformarse. Por otro lado, si el material granular posee una cierta cantidad de líquido, por mínimo que ésta sea, el comportamiento mecánico cambia radicalmente. En la naturaleza se encuentran una variedad de fenómenos relacionados, algunas veces catastróficos, y en donde el campo de la Geología tiene un gran interés. Un ejemplo significativo son los aludes, donde el excesivo contenido de líquido permite que el suelo se fluidifique ante una mínima sollicitación. En el otro extremo, a muy bajo contenido de líquido, podemos observar que el material tiende a cohesionarse, provocando que éste sea mecánicamente mas estable, lo que permite por ejemplo construir castillos de arena. Es por ésto que resulta de gran interés resolver y generalizar el mecanismo de fluencia o deformación de los medios granulares, lo que en un cuadro general se torna extremadamente difícil, dado que el problema presenta innumerables parámetros y situaciones particulares que se deben con-

siderar. Lo anterior, es la motivación de este trabajo de tesis y en relación a esto se ha ideado un experimento controlado para abordar el problema. Este trabajo condujo a un artículo publicado el año 2010, el que se adjunta como apéndice B. Se dará una breve descripción del experimento a continuación y en el capítulo 2 se mostrarán los resultados más importantes.

El problema es en principio simple, consiste en imponer una deformación en una capa de material granular cohesivo, por ejemplo, maizena o partículas de vidrio pequeñas y observar su respuesta mecánica. Para esto, se depositan los granos sobre una membrana de latex que puede deformarse, y mediante unos espaciadores se crea una capa de espesor h , removiendo el exceso de granos con una barra cilíndrica. Con un sistema motorizado se impone una deformación, que en este primer test consistió en tomar una membrana de forma rectangular por sus extremos opuestos, y realizar un estiramiento en ese eje, de tal manera que los extremos en el eje perpendicular quedan libres, lo que induce una compresión en esa dirección debido al coeficiente de Poisson de la membrana. Al poco estiramiento de la capa, se observó un patrón de fracturas muy particular, el cual se muestra en la figura 1.1

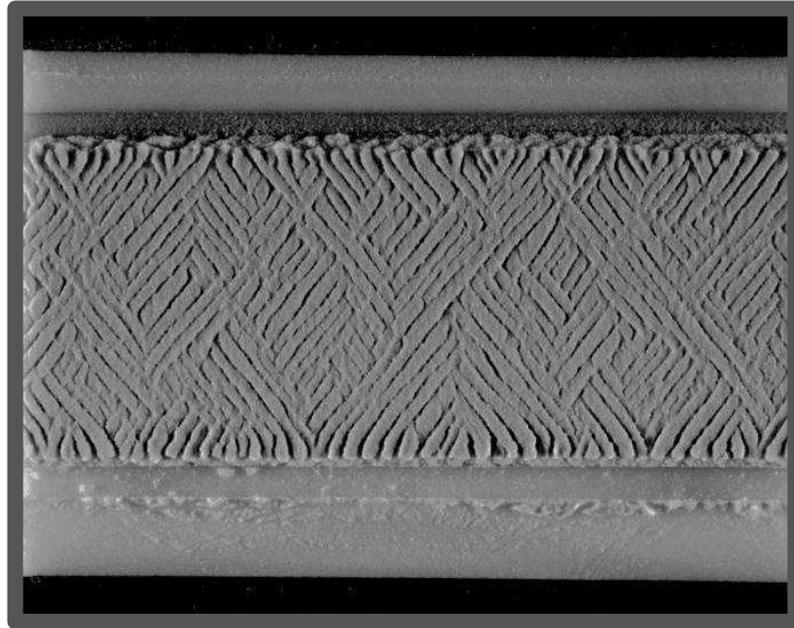


Figura 1.1: Patrón de fracturas en una capa de material granular, cuando se impone una deformación uniaxial en la dirección horizontal, dejando los extremos libres en la dirección perpendicular al eje de deformación. Parámetros: $h=3mm$, $d=0-45$, $R_H=39\%$.

La capa desarrolló una serie de patrones con una longitud de onda bastante regular, donde se pueden observar dominios correspondientes a franjas con un ángulo α y un ángulo $-\alpha$ con respecto a la vertical. Se observa que en los bordes de la muestra existen fracturas de igual longitud que en el centro de ésta, además se puede notar que varias de las fracturas en el borde se encuentran desconectadas de las del centro. Finalmente dado que en el borde la muestra no sufre compresiones, debido a que no hay más material, podemos inferir que el mecanismo de fractura debe estar relacionado únicamente al estiramiento uniaxial impuesto y por lo tanto, también la selección de la longitud característica. Lo anterior de alguna manera sugiere que la cohesión debe jugar un rol importante, ya que su efecto se puede observar justamente cuando existe

un separación relativa de los granos. Por lo tanto, es crucial evaluar como cambia el patrón con la humedad ambiente, la que está relacionada al líquido que condensa en las partículas. Igualmente importante es evaluar las dos escalas que participan, que son el tamaño de granos d y el espesor de la capa h .

1.2. Un Medio Granular en Presencia de la Humedad

Se ha establecido que la ley de contacto entre dos granos es un elemento principal en el estudio de materiales granulares y que la presencia de puentes líquidos entre granos modifica radicalmente sus interacciones y por ende su reología. En estática, eso se traduce en la presencia de fuerzas capilares y, en dinámica, eso corresponde a una posible lubricación de los contactos.

Cuando un medio granular se encuentra en un ambiente húmedo, el vapor de agua que se encuentra en la atmósfera puede condensar sobre la superficie del grano, formando pequeños capilares entre las rugosidades, los que son estables de acuerdo a la ecuación de Kelvin [2] $p_v = p_{v0} \exp [(-\Delta p v_l)/(R_g T)]$, donde v_l es el volumen molar del líquido, p_{v0} es la presión de vapor de saturación, T es la temperatura absoluta y R_g es la constante de los gases. La diferencia de presión Δp de la interface líquido-aire, se modifica con el radio de curvatura del capilar r según la ecuación de Young-Laplace $\Delta p = 2\gamma/r$, donde γ es la tensión superficial del líquido. Por lo tanto, la condensación capilar ocurre a una presión parcial de vapor (o humedad equivalente), siempre que el radio del capilar sea menor que el radio de Kelvin $r_k^{-1} = \ln(p_{v0}/p_v)(R_g T/(2\gamma v_l))$, definido por las relaciones mencionadas¹. Esto explica porque a humedades muy bajas, el líquido se concentra en la superficie del grano, y solo existen pequeños puentes capilares del orden de las rugosidades. Cuando la humedad es suficientemente grande, un capilar nuclea en el contacto de grano dando lugar a un puente líquido del orden

¹Normalmente es del orden de algunos nanómetros

del tamaño de grano [3],[4],[5],[6],[7].

Considerando como el fluido ocupa la superficie rugosa entre dos granos esféricos, es posible predecir la fuerza cohesiva entre granos f_A , como una función del volumen de fluido agregado por contacto V . Tres regímenes distintos han sido propuestos [8]. El *régimen de asperidades* (fig. 1.2a), ocurre para muy bajo $V < V_1 \approx l_R d^2$, donde l_R es la altura de las asperidades y d es la distancia promedio entre asperidades. Aquí f_A es controlado por la rugosidad de la superficie en la vecindad inmediata del contacto entre granos. Luego, el *régimen de rugosidades* (fig. 1.2b), se encuentra para $V_1 < V < V_2 \approx l_R^2 R$, donde R es el radio del grano. Aquí, la presión de Laplace debida al puente líquido entre granos es establecida por la altura de la asperidad (la curvatura del grano no juega ningún rol) y $f_A \propto V$. Finalmente, a volúmenes grandes $V > V_2$, existe el *régimen esférico* (fig. 1.2c), donde la curvatura del grano es importante y $f_A = 2\pi\gamma R$, que no depende de V .

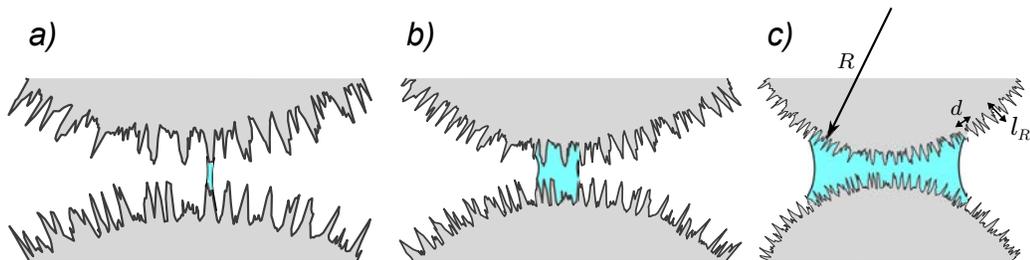


Figura 1.2: Partícula rugosa y sus regímenes de contenido de líquido. a) Régimen de asperidades. b) Régimen de rugosidades. c) Régimen esférico.

Cualquiera sea el régimen dominante, la fuerza capilar que aparece tiene una característica similar, y es que ésta tiende a decrecer con la distancia de separación de las partículas. Existen numerosos trabajos en donde se realizan mediciones de la fuerza entre dos esferas, como función de la elongación del puente que las une, entre ellos cabe destacar el trabajo desarrollado por Willet

[9], en el régimen esférico de cohesión. Sin embargo, la experiencia dice que a la escala de las rugosidades, donde el volumen capilar es muy reducido, el comportamiento es algo diferente, y con respecto a esto existe un trabajo desarrollado por Crassous [10], en donde se utiliza un SFA (Surface Force Apparatus), para medir la fuerza capilar a escala nanométrica. En cualquier caso, es posible observar este “Strain Softening” (ablandamiento por estiramiento), el que se puede ilustrar mediante un cálculo simple que mostraremos a continuación. En efecto, la fuerza capilar se puede escribir como [11]

$$F_{cap} = \pi r_1^2 \Delta p + 2\pi r_1 \gamma \quad (1.1)$$

usando la relación de Laplace para la presión capilar $\Delta p = \gamma(1/r_2 - 1/r_1)$ se obtiene

$$F_{cap} = \pi \gamma \frac{r_1^2}{r_2} + \pi \gamma r_1 \quad (1.2)$$

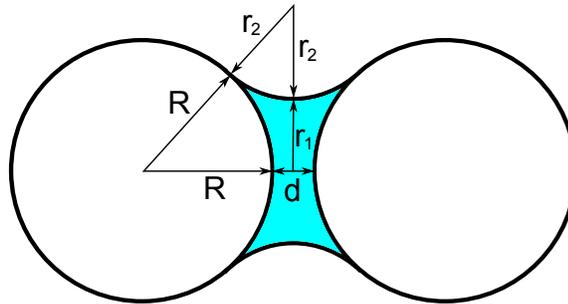


Figura 1.3: Geometría de un puente líquido.

A partir de la figura 1.3 podemos encontrar una relación entre la distancia de separación d y los radios de curvatura del puente líquido r_1 y r_2

$$(R + r_2)^2 = (r_1 + r_2)^2 + (l + R)^2 \quad (1.3)$$

donde $l = d/2$. Si tomamos el límite de $r_2 \gg r_1$, es decir cuando el puente es aproximadamente un cilindro² de radio r_1 , de la relación 1.3 se puede encontrar r_2

$$r_2 = \frac{d^2 + 4dr}{8R} \quad (1.4)$$

y luego con el volumen del puente como $V_{LB} = \pi r_1^2 d$ y la relación 1.4, podemos escribir la fuerza capilar como

$$F_{cap} \approx \frac{8\gamma R V_{LB}}{d^2(d + 4R)} + \gamma \frac{\sqrt{\pi V_{LB}}}{d^{1/2}} \quad (1.5)$$

En la relación 1.5, la distancia d aparece siempre en el denominador, y dado que los factores que lo acompañan son constantes y positivos, es evidente que la pendiente de la fuerza capilar en función de la distancia de separación es siempre negativa, esto nos dice que el puente líquido disminuye su fuerza atractiva cuando aumenta d ; este es el efecto de ablandamiento por estiramiento.

Existen tres experimentos en la literatura que son relevantes para el propósito de esta tesis. Es bien sabido que en fricción sólida existe una evolución de la fricción dependiente del tiempo conocido como “ageing”. Es natural preguntarse entonces si existe este efecto en un medio granular húmedo. En el trabajo de Bocquet [12] se describe la medición del ángulo de reposo de un medio granular, y el efecto de la humedad en el tiempo. Se establece que existe un efecto de envejecimiento del ángulo de avalancha siempre que exista humedad, el cual es una función logarítmica del tiempo. Además, si la humedad crece, el efecto es más fuerte. Por lo tanto el tiempo es una variable que se debe considerar cuando trabajemos con granulares húmedos, puesto que su cohesión aumentará con el

²Ésto puede corresponder al caso hipotético en que el ángulo de contacto es tal que r_2 es muy grande, o bien para un ángulo de contacto pequeño, a un tiempo pequeño justo después de estirar, ya que en este caso cuando se alcanza el equilibrio mecánico, el capilar tiende a tener una curvatura finita.

tiempo debido a la nucleación y crecimiento de puentes capilares.

Scheel [13] observó que varias de las propiedades mecánicas de los medios granulares eran más bien independientes, en un rango bastante amplio del contenido de líquido de las muestras. Tal es el caso del tensile strength, la aceleración crítica de fluidización y el yield stress entre otras. Sin embargo, existe un rango muy pequeño a muy bajo contenido de líquido, en donde estas propiedades sufren un crecimiento muy fuerte. Se ha encontrado que en este rango pequeño, la formación de puentes macroscópicos³ está aún en desarrollo. Por lo tanto, este resultado nos dice que se debe tomar en consideración el contenido de líquido de las muestras, si se quiere evaluar las propiedades de granulares húmedos. En efecto encontraremos que no importa la humedad que se obtenga, el contenido de líquido en este caso siempre cae en el régimen donde las propiedades varían fuertemente, lo que indica que el patrón observado debe ser sensible también al cambio de contenido de líquido.

Finalmente, cabe mencionar un experimento realizado por Fraysse [14] en el que se realiza una medición del ángulo de reposo de un medio granular, en función de una longitud equivalente del film de líquido en las partículas y en función de la presión parcial de vapor de agua y heptano. Es notable que esta medición del ángulo de avalancha se correlaciona con las mediciones realizadas en esta tesis, de tensile strength en función de la humedad relativa, las que muestran que ya sea el ángulo de avalancha o bien el tensile strength, se mantienen independientes de la humedad, hasta aproximadamente 70 %, donde la variable comienza a crecer fuertemente.

³Macroscópico se refiere al mismo orden del tamaño de granos, ya que se quiere hacer la diferencia entre los puentes que son del orden de las rugosidades.

1.3. Inestabilidad en Configuración Lineal de Esferas Unidas por un Puente Líquido

La discusión de la fuerza capilar puede ser utilizada en un ejemplo que muestra una inestabilidad en una cadena de partículas de radio R que están unidas por un puente líquido. Para modelar el stress de elongación, vamos a decir que éste tiene un valor finito σ_0 a cero estiramiento, y luego cae linealmente con pendiente $\partial\sigma/\partial\theta$, donde θ es el strain a la escala del grano. La cadena de partículas se ilustra en la figura 1.4, en donde u_n es el desplazamiento de la partícula n relativo a su posición de equilibrio.

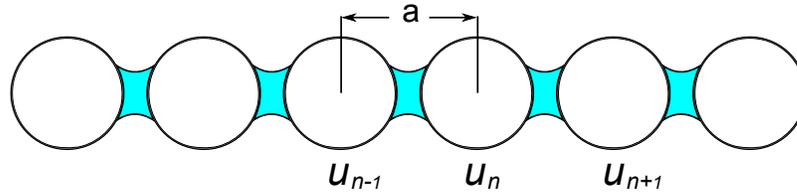


Figura 1.4: Diagrama de cadena de esferas unidas por un puente líquido.

El trabajo realizado en estirar un puente situado entre u_{n+1} y u_n es por lo tanto,

$$E = \frac{\sigma_0}{R}(u_{n+1} - u_n) - \frac{1}{2R^2} \frac{\partial\sigma}{\partial\theta} (u_{n+1} - u_n)^2. \quad (1.6)$$

Y sumando sobre todos los pares de partículas obtenemos el trabajo total del sistema,

$$E = \sum_n \left[\frac{\sigma_0}{R}(u_{n+1} - u_n) - \frac{1}{2R^2} \frac{\partial\sigma}{\partial\theta} (u_{n+1} - u_n)^2 \right]. \quad (1.7)$$

Entonces el equilibrio para la n -ésima partícula se encuentra minimizando la energía con respecto a u_n , es decir, $\partial E/\partial u_n = 0$. Con ésto obtenemos,

$$\frac{\sigma_0}{R} - \frac{1}{R^2} \frac{\partial\sigma}{\partial u} (u_n - u_{n-1}) - \frac{1}{R^2} \frac{\sigma_0}{R} + \frac{\partial\sigma}{\partial u} (u_{n+1} - u_n) = 0. \quad (1.8)$$

Reordenando términos obtenemos,

$$\frac{\partial \sigma}{\partial \theta} (u_{n+1} + u_{n-1} - 2u_n) = 0 \quad (1.9)$$

y pasando al continuo se obtiene la condición de equilibrio,

$$\frac{\partial \sigma}{\partial \theta} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = 0. \quad (1.10)$$

Esta condición de equilibrio es equivalente a decir que la sumatoria de fuerzas es cero. Por lo tanto fuera del equilibrio la ecuación de movimiento se puede escribir como,

$$\ddot{u} = \kappa \frac{\partial^2 u}{\partial x^2}. \quad (1.11)$$

donde κ contiene la derivada $\partial \sigma / \partial \theta$, el radio de partícula R y la masa de las partículas. La solución de la ecuación 1.11 es del tipo $e^{i(kx - \omega t)}$, reemplazando se obtiene,

$$\omega^2 = -\kappa k^2 \quad \Rightarrow \quad \omega = i\bar{k}, \quad (1.12)$$

donde \bar{k} es una constante positiva. Por lo tanto la solución de 1.11 es,

$$u = Ae^{ikx} e^{\bar{k}t} \quad (1.13)$$

Esto se puede interpretar de la siguiente manera. Se observa que $u = cte$ también satisface la relación 1.11, es decir, si los puentes se mantienen con una elongación fija, el sistema podría estar en equilibrio. Sin embargo, si luego ponemos una perturbación sinusoidal, la ecuación 1.13 nos dice que la amplitud de esta perturbación es exponencialmente creciente, con tasas de crecimiento menores para longitudes de onda larga y, por lo tanto, el sistema nunca está en equilibrio. En la practica, el sistema se destruiría cuando los puentes líquidos sobrepasen la deformación crítica de rompimiento. Este simple ejemplo muestra

que si la interacción entre partículas es del tipo strain-softening, entonces el sistema nunca es estable, ni siquiera cuando se tiene la solución trivial $u = cte$. Como veremos a lo largo de esta tesis, en una capa granular húmeda existen mecanismos que pueden competir con el strain softening, dando origen a una selección de una longitud de onda de la estructura.

1.4. Ley de Escala de una Capa de Material que se Fractura con una Longitud de Onda λ

Finalmente resulta ilustrativo escribir a grandes rasgos como podría escalar la longitud de onda de una capa de material de espesor h que se fractura con una longitud de onda λ , cuando se le somete a un estiramiento uniaxial. Para esto veremos dos casos extremos, primero el caso cuando $\lambda \gg h$ y luego cuando $\lambda \ll h$, esquematizado en la figura 1.5.

Como primera aproximación, la energía elástica de fractura debe ser proporcional al área que se liberó de carga. Podemos ver de la figura 1.5 que para el caso $\lambda \gg h$ aquella corresponde a $(\lambda - h)h$, y para $\lambda \ll h$ aquella equivale a λ^2 .

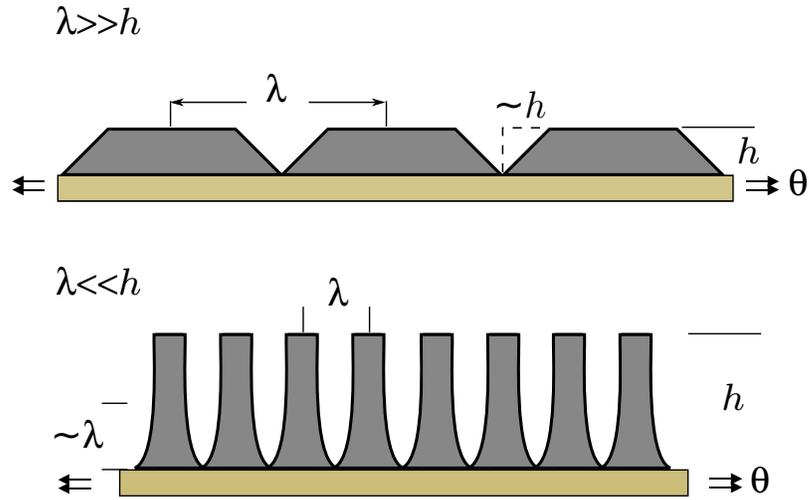


Figura 1.5: Diagrama de fracturas en una capa de altura h .

Por lo tanto, podemos escribir la energía elástica de fractura en cada caso como,

$$U_{\lambda \gg h} \propto E\theta^2(\lambda - h)h \quad (1.14)$$

$$U_{\lambda \ll h} \propto E\theta^2\lambda^2. \quad (1.15)$$

Entonces tomando $(\lambda - h)h \approx \lambda h$, para $\lambda \gg h$, podemos escribir un término de energía que reúne los dos casos mencionados, de la siguiente manera,

$$U_{elast} \propto E\theta^2 \frac{\lambda^2 h}{\lambda + h}. \quad (1.16)$$

La variación de energía después de la fractura debe ser, por lo tanto, el término correspondiente a la energía elástica residual sumado a la energía de superficie que se debió invertir en generar dos fracturas, menos la energía elástica inicial,

$$\Delta E_\lambda \propto E\theta^2 \frac{\lambda^2 h}{\lambda + h} + 2\gamma h - E\theta^2 h\lambda. \quad (1.17)$$

donde γ es la energía de superficie del material. La estructura de fracturas con longitud de onda λ debe minimizar la densidad de energía, por lo tanto, en equilibrio se debe cumplir $d(\Delta E_\lambda/\lambda)/d\lambda = 0$, lo que nos lleva a la siguiente relación

$$\lambda = h \left[\frac{1}{\sqrt{E\theta_c^2 h/2\gamma} - 1} \right] \quad (1.18)$$

En el umbral de fractura, se debe tener que el cambio de energía es cero $\Delta E_\lambda = 0$, lo que nos lleva a la siguiente relación

$$E\theta_c^2 h/2\gamma = \frac{\lambda + h}{\lambda} \quad (1.19)$$

Reemplazando 1.19 en 1.18, en el umbral de fractura, obtenemos una ecuación algebraica para $A = h/\lambda$, $A(A + 1) = 0$, que tiene la solución trivial $A = 0$ y una solución física $A = 1$, que implica

$$\lambda = h \quad (1.20)$$

Esta última relación muestra que la capa debe fracturarse con una longitud de onda proporcional a h , que en este caso de un sólido elástico, aparece después de un umbral de deformación θ_c . Veremos que para una capa de material granular con cohesión debida a la humedad del medio, existe un mecanismo de fractura, pero no necesita umbral para desarrollarse, y veremos también que la longitud de onda es lineal con el espesor, lo que es consecuencia de la propiedad de “strain softening”.

Capítulo 2

Inestabilidad en una capa de granos sometida a una deformación uniaxial

2.1. Introducción

2.1.1. Motivación

Los experimentos que se presentarán en éste capítulo tienen por objetivo mostrar el efecto de la humedad en la respuesta mecánica de una muestra granular, que es sometida a una deformación uniaxial. Los resultados dejan en evidencia un fenómeno macroscópico (modulación del desplazamiento) relacionado a un evento microscópico que se refiere al debilitamiento del puente líquido entre contacto de granos, cuando éste es estirado. Se observa en este sistema que cuando se impone una deformación uniaxial homogénea por la base de la muestra, se generan una serie de fracturas perpendiculares a la dirección del movimiento, lo que se encuentra que es consecuencia de una inestabilidad presente en el sistema granular que induce una modulación del desplazamiento de los granos. Debemos entender por lo tanto, y es el tema de motivación de éste capítulo, que existe una propiedad particular de los materiales granulares que puede ocasionar la fractura de la muestra.

2.1.2. Planteamiento del Problema

Como se ha anticipado en la sección anterior, una capa de material granular de espesor h , que se encuentra en un ambiente húmedo, experimenta un patrón de fractura muy regular, cuando se impone una deformación homogénea en tracción, por la base de la muestra. Este patrón aparece con una longitud de onda característica que depende de los parámetros del sistema. Este fenómeno está relacionado a la cohesión de los granos, que proviene del agua que condensa formando puentes líquidos entre los contactos. Por lo tanto, debemos observar el efecto de esta variable en nuestro experimento, así como debemos evaluar otros parámetros eventualmente relevantes como son el tamaño de

granos, el espesor de la capa, etc. Detrás de este patrón de fracturas, existe una física muy interesante, que es propia de los medios granulares, y el trabajo de esta tesis es ordenar el conjunto de incógnitas, y entonces dar una interpretación intuitiva al problema. Para lograr ésto, será necesario utilizar herramientas que nos permitan observar el mecanismo como tal, por ejemplo, si se quiere observar como se mueven los granos localmente, existen técnicas de procesamiento de imágenes que utilizaremos (Correlación de Imágenes, Proyección de Franjas, etc), ésto nos permitirá desarrollar una idea de la dinámica de formación del patrón. Por último, mencionar que la descripción de las muestras realizada en el capítulo anterior será fundamental para enlazar los resultados obtenidos aquí.

2.1.3. Elección y Control de Parámetros

Existen básicamente siete parámetros controlables en el problema propuesto, éstos son: *tamaño de granos*, *espesor de la capa*, *humedad*, *deformación*, *velocidad de deformación*, *dispersión del tamaño de granos* y la *compactación*.

Nos referiremos primero a la compactación, que bajo ciertas condiciones puede ser un parámetro muy importante, sin embargo, en este experimento resulta no tener mucha relevancia. Primero que nada, dado que el sistema está sometido al propio peso de los granos sumado el efecto cohesivo debido a la formación de puentes líquidos entre contactos de partículas, nos encontramos en un régimen de presión de confinamiento muy bajo y junto con el hecho que esta presión no debe aumentar, ya que el sistema no es sometido a esfuerzos de compresión, entonces la compactación no debe variar sustancialmente en la muestra.

En el caso de que la compactación se considere como parámetro, ésta debería jugar un rol a través del módulo de cizalle del conjunto de granos. De la teoría de campo medio para contacto de Hertz [15],[16], uno obtiene un mó-

dulo efectivo que aumenta con la compactación y escala con la presión de confinamiento P_0 como $G_{eff} \propto E_0(\phi Z)^{2/3}(\frac{P_0}{E_0})^{1/3}$, donde E_0 es el módulo de Young y Z es el número de contactos promedio. Dado que la presión de confinamiento es básicamente gravitacional, es decir, $P_0 = \phi \rho g h$, uno debería obtener una dependencia lineal de G_{eff} con la compactación, relación que está en acuerdo con las mediciones hechas por Nguyen [16], las que confirman ésta dependencia y además muestran que en el rango de Random loose Packing ($\phi \approx 0,56$) hasta Random Close Packing ($\phi \approx 0,64$), éste módulo elástico varía alrededor de un 10%, lo que para las mediciones realizadas significa un cambio poco relevante. No obstante lo anterior, las muestras fueron hechas siguiendo un protocolo, de tal manera que la compactación tenga un valor similar cada vez y así independizarnos de éste parámetro.

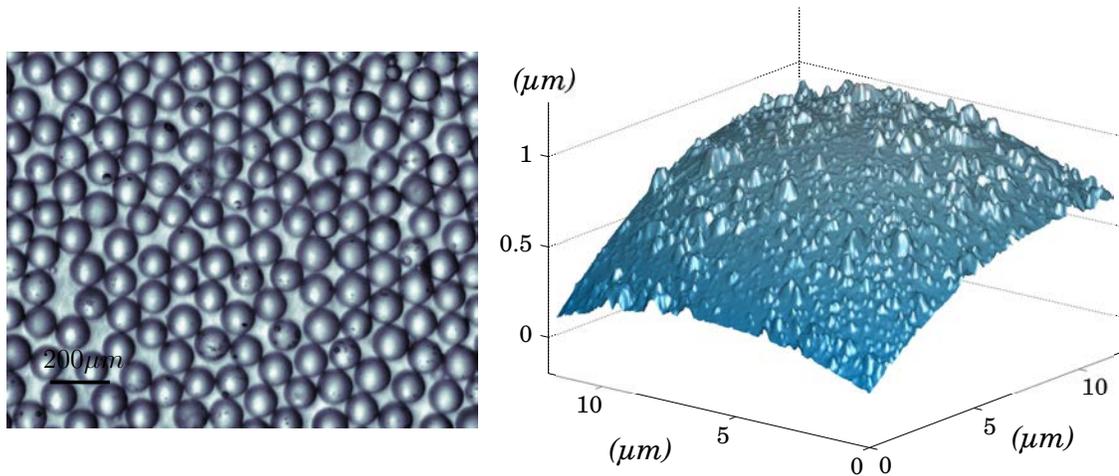


Figura 2.1: A la izquierda una fotografía de microscopio óptico de una muestra de esferas de vidrio de diámetro promedio $116 \mu m$. A la derecha, la superficie de una partícula obtenida con un microscopio de fuerza atómica.

El material granular utilizado en los experimentos que se mostrarán en

el transcurso de esta tesis corresponde a esferas de vidrio polidispersas en tamaño y de rugosidad muy pequeña (fig 2.1), es decir, pueden ser consideradas partículas lisas. Estas partículas abarcan un rango de tamaños muy amplio, por lo que pasaron por un proceso de tamizado mecánico. Este proceso consiste en la selección de un rango de tamaños de partículas por medio de dos tamices de tamaño de malla calibrada. Antes de realizar el tamizado, se pasaron los granos por un proceso de limpieza necesario, ya que de otro modo las interacciones que se interesan estudiar se verían afectadas, generando resultados erróneos en relación a los parámetros de control utilizados.

La limpieza se realizó con una solución llamada Piraña, la que es una proporción de 1 : 3 de agua oxigenada y ácido sulfúrico, respectivamente. Ésta solución remueve cualquier sustancia orgánica o metálica que se encuentre adherida a las partículas de vidrio. Se debe dejar a lo menos un día, de tal manera que la reacción se lleve a cabo en su totalidad. Luego de esto se debe diluir la solución en abundante agua. Los granos deben ser enjuagados con agua destilada, hasta que el ph del enjuague sea neutro. En seguida se deben enjuagar los granos con Etanol para desplazar el agua y remover alguna sustancia remanente. Finalmente se vacía el exceso de Etanol y se ponen los granos al horno, moviendolos cada cierto período, hasta que se haya evaporado todo el líquido. Una vez que la muestra este limpia, se puede realizar el proceso de tamizado, y luego deben permanecer guardados, para que no se contaminen.

Para tamizar, se utilizaron cinco rangos de tamaños de malla, 0-45 μm , 53-75 μm , 45-90 μm , 106-125 μm y 150-200 μm . El tamaño de granos representativo de las muestras se evaluó mediante una estadística de diámetros de partícula, realizada a través del análisis de una serie de imágenes de los granos capturadas con un microscopio óptico. Mediante un programa de detección de bordes, basado en la transformada de Hough se determinó el perímetro de las partículas, y luego es directo obtener el diámetro y realizar el conteo, y posteriormente

graficar el histograma correspondiente. Este análisis nos entrega la información del diámetro promedio y su dispersión mediante el ajuste de una distribución gaussiana. Cada uno de los rangos de tamaños de partículas muestreados se presentan en la fig 2.2.

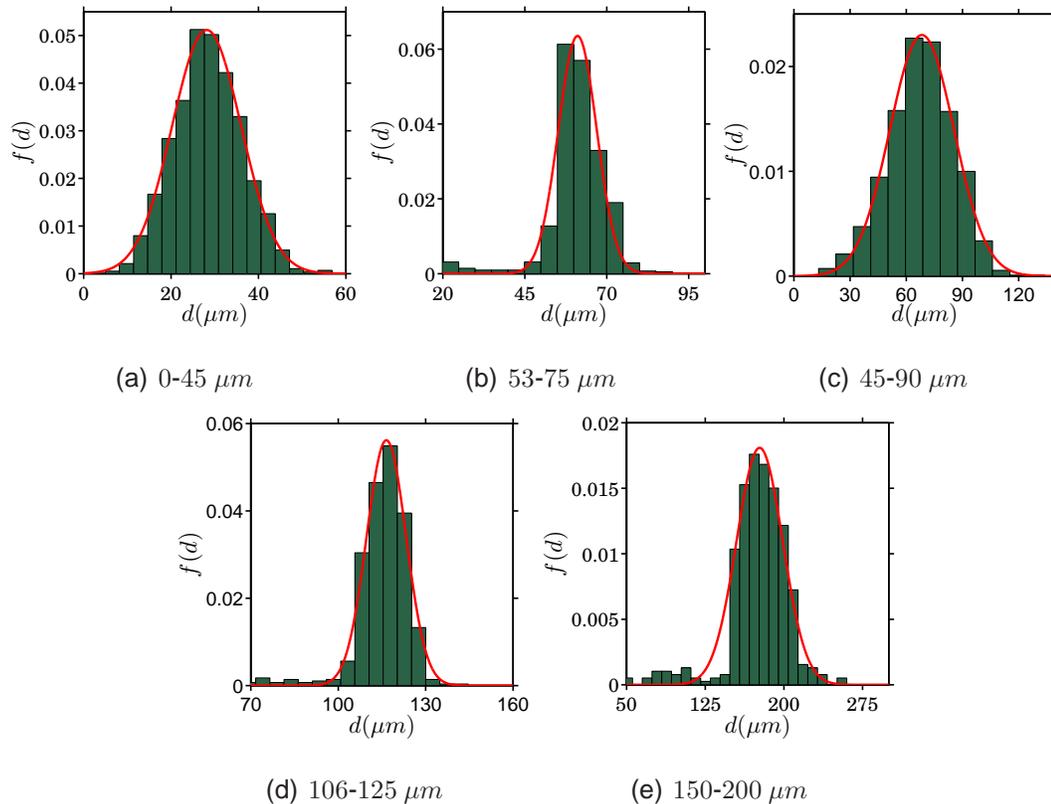


Figura 2.2: Histograma de diámetros de partícula y ajuste Gaussiano para muestras de partículas de vidrio tamizadas: a) $\bar{D} = 28 \mu m$. b) $\bar{D} = 61 \mu m$. c) $\bar{D} = 68 \mu m$. d) $\bar{D} = 116 \mu m$. e) $\bar{D} = 175 \mu m$. La dispersión varía entre un 20% a un 40%.

La dispersión de tamaños de partículas es un parámetro poco controlable en nuestro caso, ya que depende de los tamaños de tamices disponibles, de la distribución de granos que proviene de fábrica y el tiempo de tamizado, factores que no nos permitieron obtener un valor fijo para las muestras de granos. La combinación de estos factores reduce la chance de obtener una dispersión

establecida. A menor dispersión requerida, menor es la cantidad de material que se obtiene del tamizado y mayor es el tiempo utilizado en este proceso, por lo tanto, lo que conviene es tener granos más bien polidispersos. Luego de realizar la selección de tamaños de granos y obtener la estadística de éstos (Fig. 2.2), resultaron dispersiones que varían entre 20 % a 40 %, para los tamaños de partícula establecidos.

Los parámetros restantes serán evaluados en los experimentos que se mostrarán a continuación.

2.1.4. Etapas de Resolución del Problema

Este capítulo se divide en cuatro partes básicamente, las que comprenden primero una descripción del experimento, comenzando por la configuración experimental. A continuación se expondrán cualitativamente los resultados correspondientes, y al final de la primera sección se mostrará un resultado preliminar que corresponde a la dependencia de la longitud de onda de las fracturas como función del espesor de la capa de granos y el diámetro de partícula.

En la segunda parte se mostrará el trabajo realizado para detectar el movimiento local de las partículas fuera del plano y en el plano. Para el primer caso se utilizó una técnica que se basa en la proyección de una franja de luz sobre la superficie libre de la muestra. Este análisis dejará en evidencia la modulación del desplazamiento vertical y mostrará la evolución del patrón con el strain aplicado. Para obtener los desplazamientos en el plano se utilizó una técnica que se basa en la correlación local de una imagen deformada con respecto a una de referencia. Con este análisis veremos que el desplazamiento en el plano también experimenta una modulación, además con la derivada del desplazamiento encontramos una localización de la dilatación, la que conduce a

las fracturas.

En la tercera parte se propone un modelo basado en el debilitamiento de los contactos líquidos entre partículas, cuando éstas se separan. El modelo nos entrega algunos resultados preliminares que concuerdan con los experimentos realizados. Además nos da información importante acerca de la influencia de la humedad en el sistema.

Utilizando los resultados anteriores se evaluó, en la cuarta parte de este capítulo, el efecto de la humedad en el mecanismo de formación de los patrones, resultado que nos permite proponer un modelo que toma en cuenta las dependencias de los parámetros de nuestro sistema con la cohesión, obtenidos en el capítulo 3. Además, el modelo sugiere que el sistema debe formar cluster, los que tienen una longitud efectiva que participa en la interacción.

2.2. Deformación Uniaxial

2.2.1. Dispositivo experimental

Este experimento que ya se ha dado una descripción a grandes rasgos en la introducción de esta tesis, se realizó con un dispositivo experimental preliminar, el cual se muestra en la figura 2.3. Consiste en un brazo en forma de U, que puede moverse verticalmente mediante un motor de paso controlado por computador. Este brazo sujeta una membrana de latex (5 cm de ancho, 20 cm de largo y espesor $0,5\text{ mm}$) por dos extremos opuestos. La membrana se apoya sobre una base plana hecha de Teflón (para disminuir el roce), entonces cuando el brazo desciende, la membrana está obligada a estirarse en el plano, dado que la base restringe el movimiento. Cuando la membrana se estira existe una compresión en el eje perpendicular al estiramiento, dada por la razón de Poisson del latex.

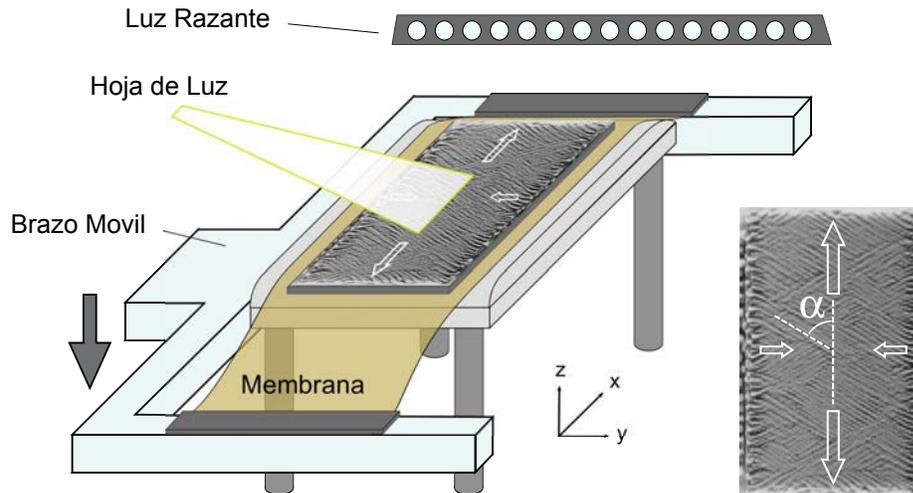


Figura 2.3: Set-Up preliminar utilizado para realizar una deformación uniaxial.

El dispositivo se encuentra en una caja cerrada, y mediante una solución saturada de sal, se mantiene la humedad fija [17]. Para realizar la muestra, los granos se depositan en la membrana y mediante una barra cilíndrica se elimina el excedente guiado por unas barras espaciadoras, para obtener una capa de espesor definido. Se utiliza un arreglo de leds para la iluminación, los que están dispuestos rasante a la muestra, para observar cualquier perturbación de la superficie libre. Con una cámara digital (Konica-Minolta, A200) se registra la superficie libre de la muestra con respecto a la deformación impuesta. Un método utilizado para obtener los desplazamientos fuera del plano, fue implementado, el cual requiere que se proyecte una franja de luz sobre la muestra como se muestra en la figura 2.3. Más detalles de este método se darán mas adelante.

2.2.2. Resultados

El patrón de fracturas, presenta dos características principales, la longitud de onda de las fracturas y el ángulo característico, el cual aparece simétrico con respecto a la vertical. En la introducción ya se hizo un análisis breve de

las fracturas, el que nos hace suponer que el mecanismo de selección de la longitud de onda es independiente del mecanismo que selecciona el ángulo, para dilucidar ésto, se realizaron series de espesor h y tamaño de granos d , los que se muestran en la figura 2.4a. Se observa básicamente que la longitud de onda λ crece con el espesor de la capa, mientras λ parece ser independiente del tamaño de granos. Para poder comparar estos resultados con el experimento de deformación uniaxial pura, se presentarán los resultados cuantitativos en la sección siguiente.

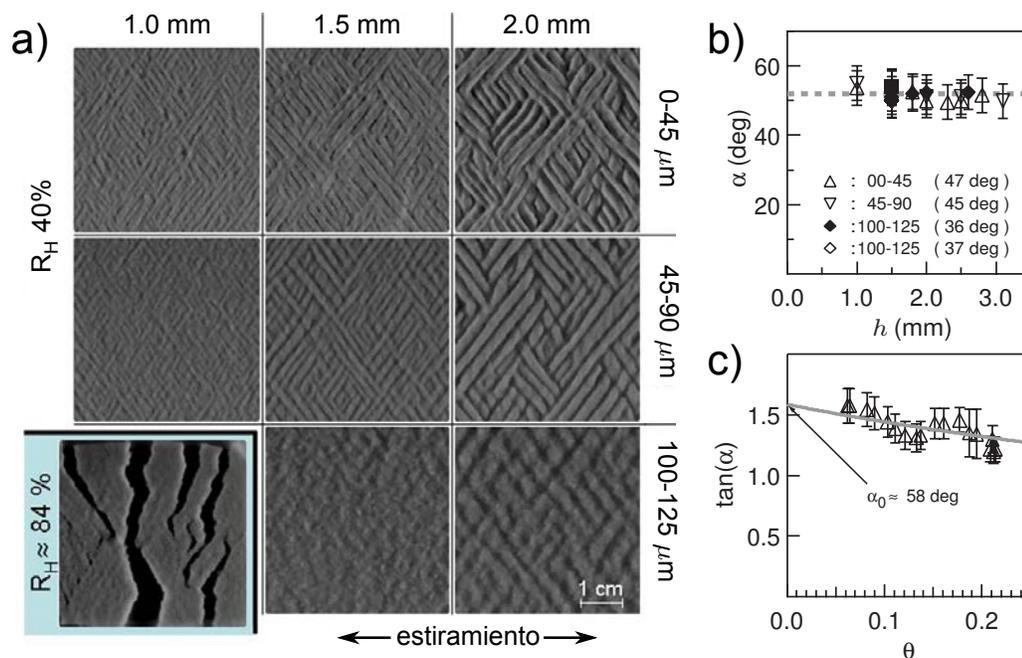


Figura 2.4: a) Fracturas cruzadas obtenidas de la configuración 2.3, en función del espesor y el tamaño de granos. b) Ángulo de fractura en función del espesor. c) Ángulo de fractura en función del strain.

Se ha realizado un análisis del ángulo de fractura, para poder determinar la relevancia de éste en la formación de la estructura. En la figura 2.4b se observa que el ángulo α es independiente del espesor de la capa, del tamaño de granos y

la cohesión, tomada en cuenta con la medida del ángulo de avalancha (valores en paréntesis de la figura), entonces obtenemos $\alpha = 51,5^\circ \pm 0,5^\circ$, para un strain de $\theta \simeq 0,2$. Se ha evaluado también la dependencia de α con el strain, el que rota, de acuerdo a la deformación impuesta. Suponiendo que el latex es incompresible, es decir, tiene una razón de Poisson $\nu = 0,5$, se puede encontrar una relación entre el ángulo y el strain θ

$$\tan(\alpha) = \tan(\alpha_0) \frac{2 - \theta}{2(1 + \theta)} \quad (2.1)$$

La relación entre la $\tan(\alpha)$ y θ , se muestra en la figura 2.4c, donde se ha hecho el ajuste de la ecuación 2.1, entonces se encuentra $\alpha_0 = 58^\circ$, el valor de α , en el límite de $\theta \rightarrow 0$. Para explicar el ángulo α_0 consideraremos el criterio de Mohr-Coulomb [18]. Dado que el eje que esta estirando no puede tener compresiones mas grande que la cohesión de los granos σ_s , la compresión en el eje perpendicular debe ser mucho mas grande, es decir, $|\sigma_{yy}| \gg |\sigma_{xx}|$, por lo tanto, podemos considerar que el material es sometido a una compresión pura en el eje y , y entonces se cumple la relación

$$\alpha_0 = \frac{\pi}{4} + \frac{\Phi}{2} \quad (2.2)$$

donde $\tan(\Phi) = \mu$, es el coeficiente de fricción interna del material granular. Tenemos entonces de los datos experimentales, $\Phi \simeq 26^\circ$, lo que resulta en $\mu \simeq 0,5$, un valor razonable para granos de vidrio [19].

2.3. Deformación Uniaxial Pura

En virtud de la sección precedente, se ha diseñado un montaje experimental que permite imponer una deformación de cualquier tipo, muy bien controlada por unos servo motores. En particular, se quiere obtener un desplazamiento uni-

axial puro, y corroborar que el mecanismo de formación del patrón de franjas se debe a la deformación uniaxial pura, como se ha supuesto. A continuación la descripción del dispositivo.

2.3.1. Descripción General del Experimento

Este experimento tiene por objetivo observar el mecanismo con que fluye o se deforma una capa delgada de material granular cohesivo, sobre la que se ha impuesto una deformación homogénea en un único eje, por la base de ésta. Para ello, se ha diseñado un dispositivo experimental que se compone básicamente de una membrana de latex muy delgada ($0,5 \text{ mm}$), con forma de cruz, la que es sujeta por cada uno de sus cuatro lados por un carro acoplado a un motor, mediante el que se puede imponer una deformación sobre la membrana (fig. 2.5a). Cada uno de los motores es controlado independientemente por medio de un computador, que está programado para realizar la deformación requerida. Para evitar que la membrana se pandee y por lo tanto la muestra se salga del plano de deformación, se ha puesto una base cuadrada de sección 10 cm , sobre la que se sostiene la capa de granos y la deformación se restringe sólo al plano.

Para hacer la muestra se depositan los granos en un molde en forma de anillo, de diámetro 7 cm , que tiene el espesor que se desea para la capa. Luego se pasa una barra lisa por encima del molde, para barrer los granos que sobran y dejar una superficie plana. Se retira el molde y queda entonces una capa de granos de espesor h .

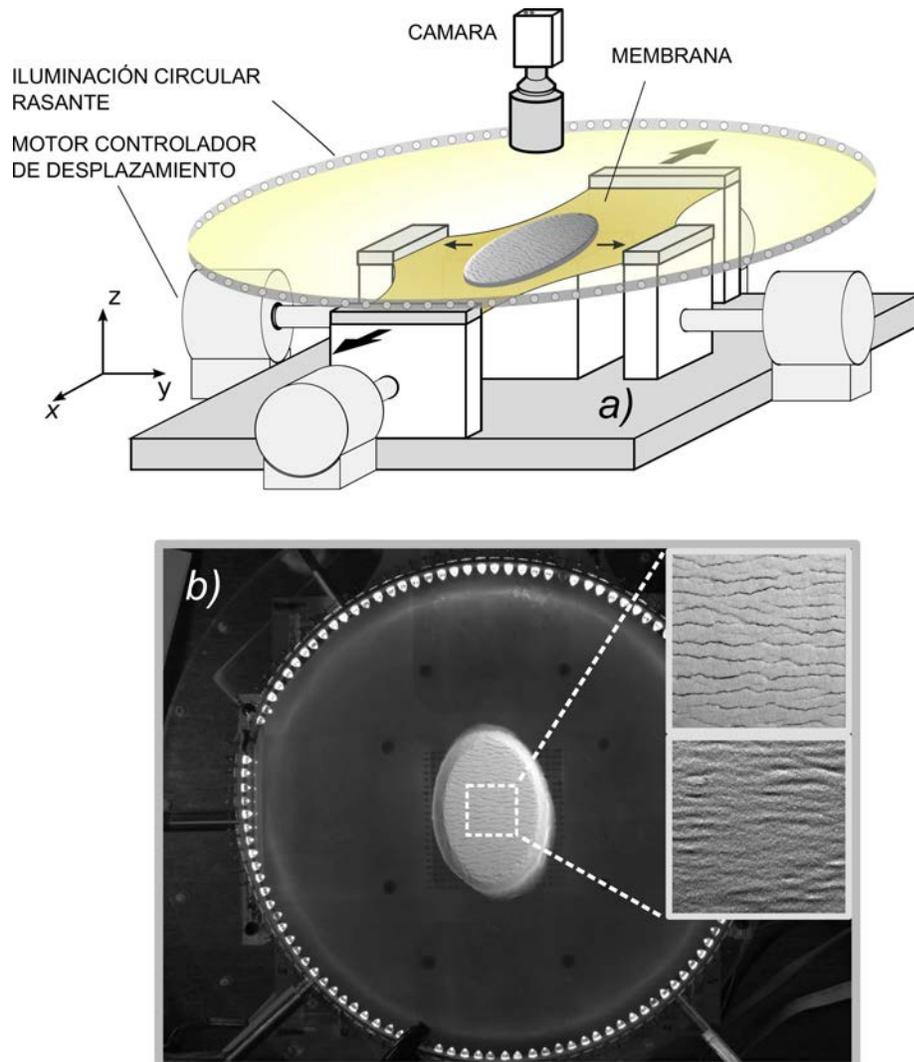


Figura 2.5: a) Dispositivo experimental utilizado para imponer una deformación en una capa de granos. b) Muestra de granos y detalle del patrón de franjas, R_H 70 % (arriba) y R_H 40 % (abajo). $h = 4 \text{ mm}$.

Para obtener un ambiente húmedo, se utiliza un método que consiste en poner una solución salina dentro de la caja cerrada que contiene el montaje, y por equilibrio de presiones del líquido y su vapor, se obtiene una humedad fija y controlada [17].

El análisis del experimento será hecho en base al procesamiento de las imágenes adquiridas en el desarrollo de cada ensayo, para esto se ha puesto una cámara que obtiene imágenes en intervalos de tiempo controlados. Para observar cualquier alteración o cualquier evento que exhiba la superficie de la muestra, tal que pueda ser observada a simple vista, se ha dispuesto un arreglo de leds en forma de anillo, de tal manera que la iluminación sea rasante a la superficie de la muestra.

Una vez que se tiene la muestra lista, ésta debe permanecer por una hora en el ambiente con humedad fija, ya que los granos experimentan un envejecimiento a causa del líquido que comienza a condensar en la superficie de éstos. Ésto está relacionado a la formación de nuevos puentes líquidos a nivel de las rugosidades [12], lo que incrementa la cohesión. Por lo tanto se debe definir un protocolo, que básicamente pone una referencia para todas las mediciones, que en nuestro caso es una hora. Después se corre un programa hecho en LabView, el cual controla el movimiento de los motores, que como se dijo al principio del capítulo, será un movimiento en un solo eje, de tal manera que éstos impongan una deformación uniaxial pura sobre la membrana de latex. Asimismo el programa controla una cámara que va capturando imágenes a deformaciones fijas de $\theta = 0,0014$, hasta un valor aproximado de $\theta = 0,15$.

2.3.2. Formación de un Patrón de Franjas

Cuando la membrana es estirada por los motores (hasta un strain máximo de $\sim \theta = 0,15$), se puede ver, en la superficie libre, un patrón de franjas que nuclea y crecen perpendiculares al eje de movimiento, que dependiendo de los parámetros del sistema, puede exhibir fracturas, o una modulación de la altura de la capa, similar a una onda que permanece estática (fig. 2.5b). El patrón de *fracturas* es observado bajo ciertas condiciones. En primer lugar el tamaño de

partículas debe ser suficientemente pequeño (fig. 2.6), además, la humedad debe ser suficientemente grande, como se observa en el inset de la figura 2.5b, que muestra dos ensayos hechos a condiciones iguales ($h = 5 \text{ mm}$, $d = 53\text{-}75 \text{ }\mu\text{m}$), pero a distintas humedades (figura superior $R_H 70\%$, figura inferior $R_H 40\%$). Por otro lado, el patrón *modulado* también requiere ciertas condiciones, las que por supuesto son el rango que no abarca el patrón de fracturas. Intuitivamente uno se puede dar cuenta que éste patrón debe estar relacionado a la importancia de la cohesión en el sistema, ya que aparece a humedades bajas y tamaños de partículas grandes. Una característica que se observa ya sea en el patrón de fracturas o bien en la superficie modulada, es que la deformación aplicada hace más evidente la estructura, al igual que a espesores grandes.

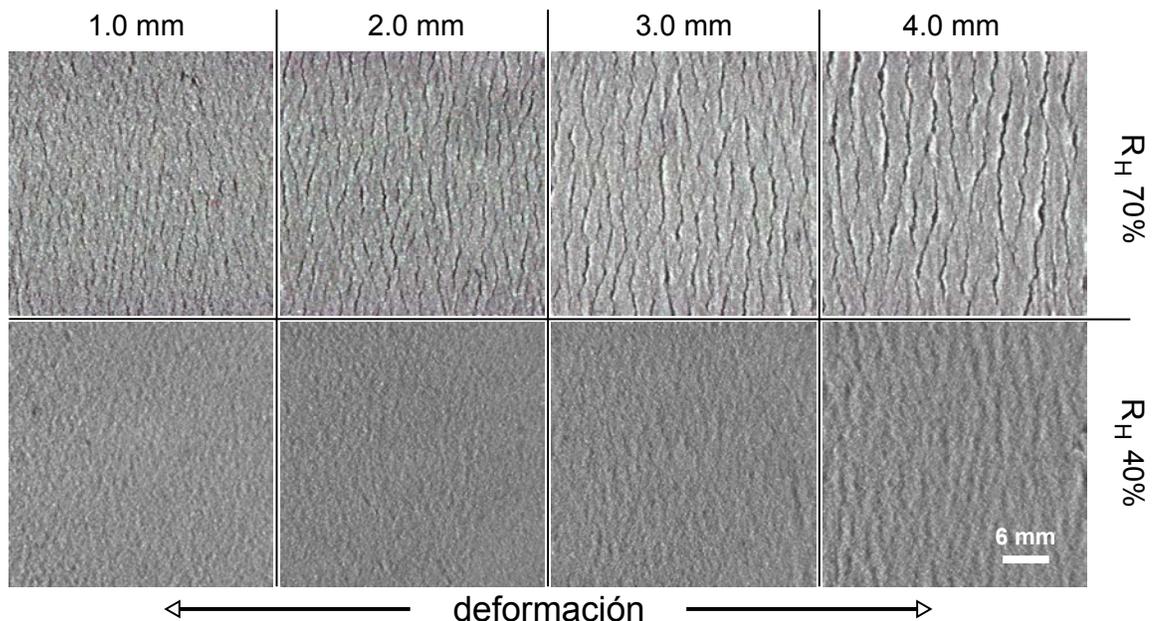


Figura 2.6: Patrón de franjas en una muestra de granos sometida a una deformación uniaxial, para distintos espesores de la capa y humedades relativas. ($d = 53 - 75 \text{ }\mu\text{m}$).

La característica principal de estas estructuras, es la periodicidad presente,

la que se observa claramente en la figura 2.6. Además podemos ver en la serie de fotos, que la longitud característica incrementa con el espesor de la capa de granos, curva que veremos en detalle en la siguiente sección. Con respecto al efecto de la humedad, hablaremos más en detalle en las secciones 2.6 y 2.7.

2.3.3. Longitud de Onda en Función del Espesor

En esta sección se ha evaluado la dependencia de la longitud de onda λ del patrón observado, con el espesor de la capa de granos. Podemos notar primero que el sistema no selecciona una única longitud de onda, y que existe una gran dispersión en el ancho de estas franjas. Considerando lo anterior, la longitud de onda ha sido medida directamente de la imagen del patrón de franjas, donde se ha realizado una estadística de ésta variable¹.

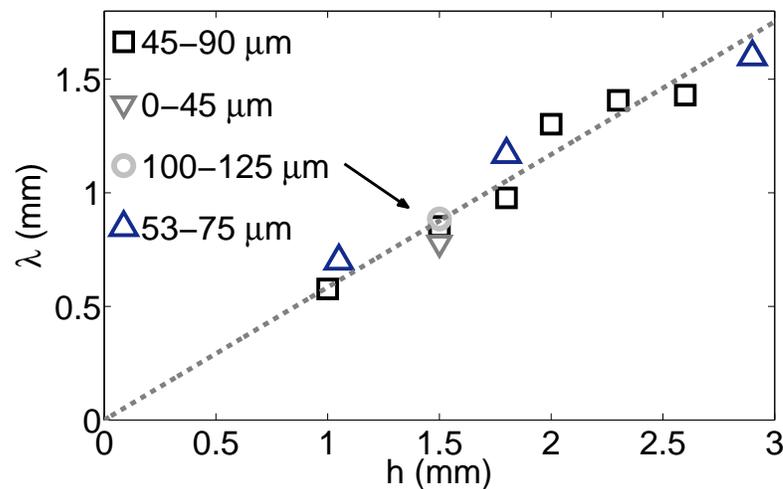


Figura 2.7: Longitud de onda del patrón de fracturas en función del espesor de la capa y el tamaño de partículas. (R_H 40 %).

Los datos obtenidos del análisis son graficados en la figura 2.7. Primero

¹Se han verificado los valores mediante el método de la Transformada Fourier

podemos observar que los datos en escala de grises corresponden a las fracturas cruzadas observadas en la sección 2.2, y los datos en azul corresponden a las fracturas con deformación uniaxial pura. Esta evidencia, y el hecho que el ángulo de fractura, en el patrón cruzado, es independiente de h y d , corrobora nuestra suposición, que la selección de λ se debe únicamente a la deformación uniaxial impuesta. Segundo, los datos muestran que a una humedad fija de 40 %, λ aumenta linealmente con el espesor de la capa, donde la pendiente obtenida de un ajuste lineal es aproximadamente $m \approx 0,6$. Luego de un cierto valor crítico de h (para un tamaño de granos y una humedad fijos), las franjas tienen una cierta probabilidad de dividirse en dos, conduciendo a longitudes de onda más pequeñas². De igual modo, podemos ver que a un espesor fijo, el tamaño de granos d no afecta en gran cantidad las mediciones de λ , lo que no significa necesariamente que se cumpla en todo el rango de R_H , y que efectivamente verificaremos en la sección 2.6.

2.3.4. Velocidad de Deformación

Para evaluar éste parámetro se realizó el experimento a tres velocidades diferentes, en una capa de espesor $5,2 \text{ mm}$, con granos de $0-45 \mu\text{m}$. Observamos en la figura 2.8, que la longitud de onda no sufre mayor cambio, a pesar que la velocidad cambia el doble cada vez. De hecho en la tabla 2.1 se muestra la medición de λ , la que resulta en promedio $\bar{\lambda} = 2,3 \pm 0,3 \text{ mm}$. Podemos decir entonces que el fenómeno relacionado a las fracturas es independiente de la velocidad de deformación.

²En esta tesis no se ha profundizado sobre este fenómeno, por tanto, solo se han tomado datos hasta el espesor crítico

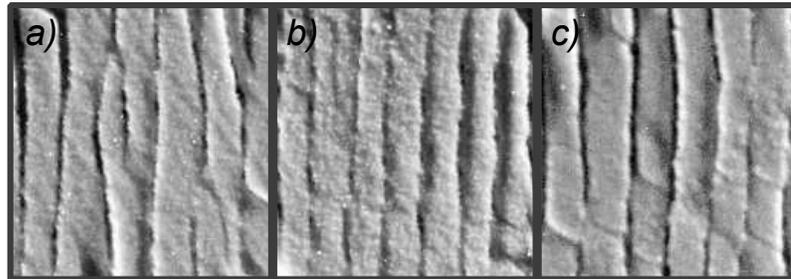


Figura 2.8: Longitud de onda en función de la velocidad de deformación. a) $v = 0,075 \text{ mm/seg}$. b) $v = 0,15 \text{ mm/seg}$. c) $v = 0,3 \text{ mm/seg}$

$v \text{ (mm/seg)}$	0,075	0,150	0,300
$\lambda \text{ (mm)}$	2,3	2,2	2,3

Tabla 2.1: Tabla de longitud de onda promedio en una muestra y su respectiva velocidad de deformación. La desviación estándar de λ en cada medición es $\approx 0,3 \text{ mm}$

2.4. Desplazamientos Locales en la Superficie Libre

En esta sección utilizaremos dos técnicas experimentales para determinar los campos de desplazamiento de la muestra de granos. En el caso de los desplazamientos fuera del plano, se utilizará una técnica similar a la proyección de franjas y para obtener el campo de desplazamientos en el plano, se utilizará un método conocido como Digital Image Correlation (DIC). Con estos resultados, estaremos en condiciones de proponer un modelo que describa el fenómeno.

2.4.1. Desplazamientos Fuera del Plano

Esta técnica se ha implementado en el montaje de la figura 2.3, donde se quiere obtener los desplazamientos fuera del plano pero en el caso de estiramiento uniaxial puro. Para ésto, sólo se han pegado dos barras rígidas sobre la membrana de latex, muy juntas una de la otra, y perpendiculares al eje de deformación, de tal manera que cuando se realiza el test, entre las barras la deformación debe ser casi puramente uniaxial y por lo tanto, la muestra se realiza en esa zona.

Esta técnica experimental tiene el mismo principio que el método conocido como *Proyección de Franjas*, sólo que en este caso se proyecta una sola franja (fig. 2.3), dado que la simetría de deformación y la geometría del patrón de franjas no originan cambios en la dirección perpendicular al movimiento.

La idea del método es proyectar una franja perpendicular a las fracturas, entonces cuando existe una alteración de la altura en la superficie de la muestra, la franja se deforma localmente, dado que el camino óptico es distinto. De esta manera podemos encontrar los cambios de altura, calibrando la deformación de la franja o utilizando la relación geométrica correspondiente.

En la figura 2.9a podemos ver como se deforma la franja una vez que se ha desarrollado el patrón de fracturas. Es claro que cuando aparece una depresión, la franja cae súbitamente, lo que es un resultado evidente, sin embargo, fuera de la fractura, la franja tiende a subir, lo que implica un engrosamiento de la muestra. Luego esto se repite en el ancho de la muestra.

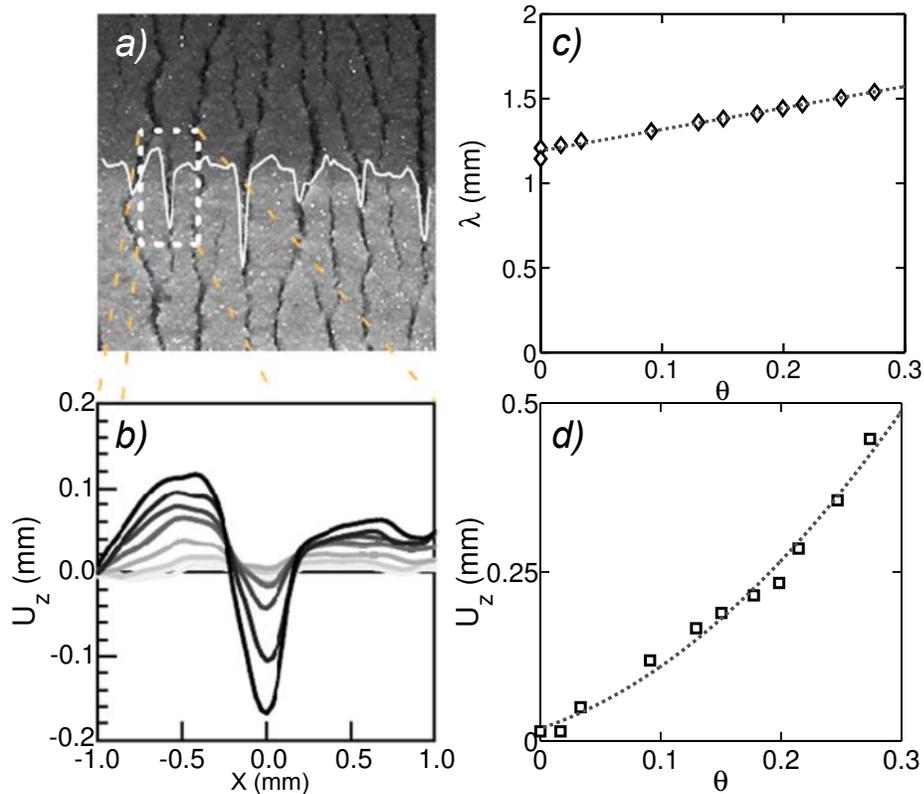


Figura 2.9: Resultados obtenidos de la configuración que mide desplazamientos fuera del plano. a) Perfil de desplazamiento en la fractura. b) Perfil de desplazamiento para distintas deformaciones (de claro a oscuro, el strain aumenta). c) Longitud de onda en función de la deformación. d) Amplitud del desplazamiento vertical en función de la deformación. Parámetros: $d = 100-125 \mu m$, $h = 2mm$.

Para observar la evolución del desplazamiento vertical, se ha seleccionado uno de estos ciclos, y se ha graficado el perfil para distintos strain, como se muestra en la figura 2.9b, donde el color más claro es bajo strain, y el más oscuro es alto strain. Se observa que la zona de la fractura se hace cada vez más profunda con el strain, mientras que la superficie libre aumenta su altura. Es decir la amplitud de la ondulación del desplazamiento vertical aumenta con el

strain.

Inexistencia de Umbral

La figura 2.9d muestra un gráfico de la amplitud del desplazamiento vertical como función del strain aplicado. Es interesante notar que U_z es una función continua monótonamente creciente, la que comienza desde un valor nulo cuando no existe deformación, en otras palabras, la fractura no requiere un umbral, de hecho, ésta se desarrolla desde el principio. Podemos observar finalmente, que este resultado se reproduce en el caso del patrón de franjas donde es evidente la modulación en altura.

Advección de λ

Otro resultado que podemos obtener de nuestros datos, es la evolución de la longitud de onda con el strain, que se muestra en la figura 2.9c. Este gráfico muestra que la longitud de onda aumenta linealmente con el strain, la cual tiene un valor λ_0 a $\theta = 0$, esto muestra otra vez que no existe umbral de fractura. Este resultado además muestra que λ se comporta como $\lambda_0(1 + \theta)$, lo que está relacionado a una simple advección del patrón.

2.4.2. Desplazamientos en el Plano, Utilizando DIC

El método de correlación de imágenes, como se mencionó en el capítulo 3, y se explica en detalle en el apéndice A, está basado en la correlación espacial de dos señales bidimensionales, una de referencia y la otra con una leve deformación, de tal manera que se puede obtener un desplazamiento promedio de la señal, integrado en la ventana de correlación.

Como hemos visto, el experimento revela dos patrones con características similares, como es la ondulación en altura de la superficie libre. No obstante lo

anterior, existe una diferencia evidente, y es que un patrón sufre fracturas y el otro sólo una modulación del desplazamiento vertical, por lo tanto, es necesario observar los desplazamientos en el plano, y realizar una comparación entre las dos estructuras. En esta sección se presentarán los resultados obtenidos con DIC, de los dos patrones y se hará un análisis sobre un perfil del desplazamiento y su derivada espacial, para una muestra con baja humedad y otra con humedad relativamente alta, donde también se observará la evolución del perfil con el strain en cada caso.

Régimen de Fracturas

Los campos de desplazamientos obtenidos, tienen básicamente dos componentes: La deformación externa, ejercida por los motores, y la respuesta de los granos a esta deformación. A nosotros nos interesa sólo la respuesta del medio, por lo tanto, se ha sustraído el desplazamiento impuesto, mediante un ajuste de éste, que es básicamente un plano inclinado en un cierto ángulo con respecto al eje X . En los resultados de la figura 2.10 y 2.11, se grafican los desplazamientos obtenidos.

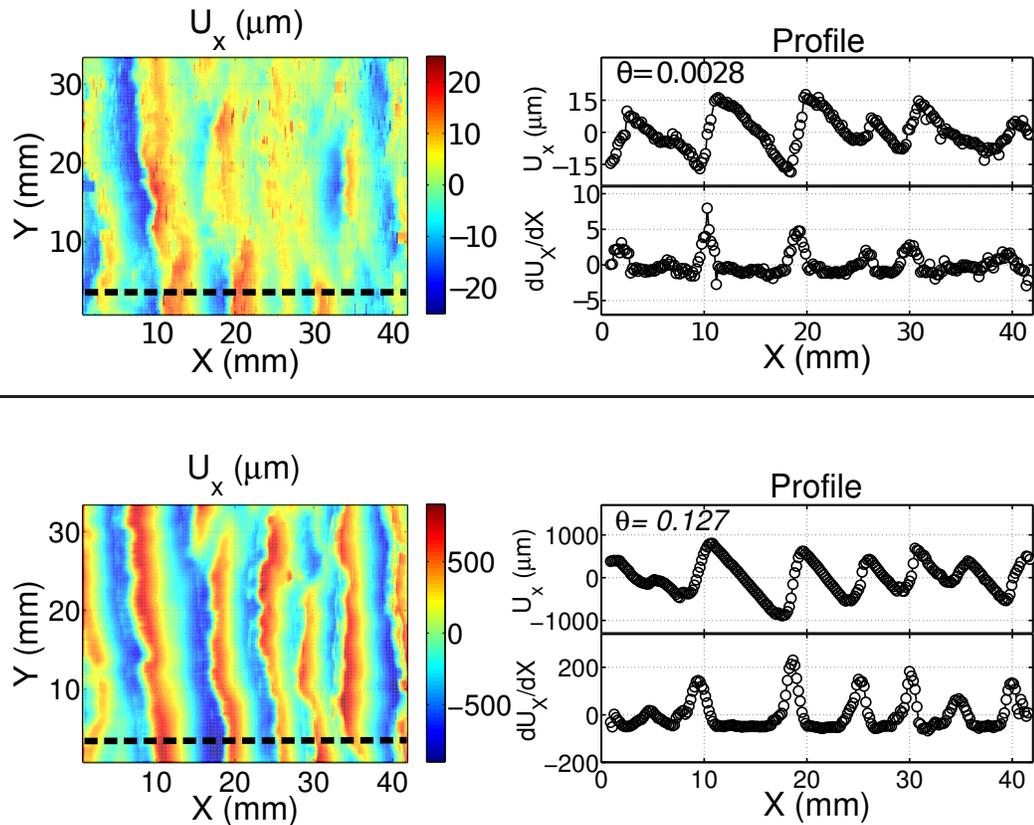


Figura 2.10: Análisis del desplazamiento en el plano de una capa de granos, mediante correlación de imagen, para una muestra con 80% de humedad relativa, a $\theta = 0,0028$ (figura sobre la línea) y a $\theta = 0,127$ (figura bajo la línea). Para cada θ se tiene: A la izquierda, campo de desplazamiento. A la derecha. Arriba, perfil del campo de desplazamiento (línea punteada en U_x). Abajo, derivada del perfil con respecto a X .

En la figura 2.10 se muestra el análisis realizado en un experimento a alta humedad (70%), el que revela una estructura muy bien definida incluso a strain muy pequeño ($\theta = 0.0028$), como se observa en el campo U_x (a la izquierda). Por otro lado, un perfil de desplazamiento y la respectiva derivada dU_x/dX revelan una localización del strain. La estructura exhibe regiones que concentran una alta dilatación (peaks positivos en la derivada), mientras una compresión

leve, permanece homogéneamente distribuida. Así, cuando el estiramiento se incrementa, la estructura se desarrolla con un crecimiento continuo de la ondulación del desplazamiento en el plano, conduciendo rápidamente a la fractura de la capa de granos en la región de dilatación.

Modulación del Desplazamiento

En el caso de baja humedad vemos que a bajo strain, la estructura difícilmente puede distinguirse en las imágenes, incluso a relativamente alto strain, pero espesores pequeños (fig. 2.6). Sin embargo, la sensibilidad del método nos revela pequeñas fluctuaciones de desplazamiento (fig. 2.11), cuya amplitud incrementa con θ . Podemos notar también que cuando la deformación aumenta, el patrón evoluciona a una estructura con una longitud de onda relativamente bien definida. Al contrario del caso con fracturas, aquí dU_x/dX es una función suave y aunque las regiones de compresión y dilatación son observadas al igual que en el caso anterior, en promedio, la capa no cambia su fracción de empaquetamiento. Esta modulación del desplazamiento, aunque más leve que en el caso a humedad alta, lógicamente si la deformación es suficientemente grande, eventualmente puede conducir a fracturas de la muestra en las zonas donde se concentra la dilatación.

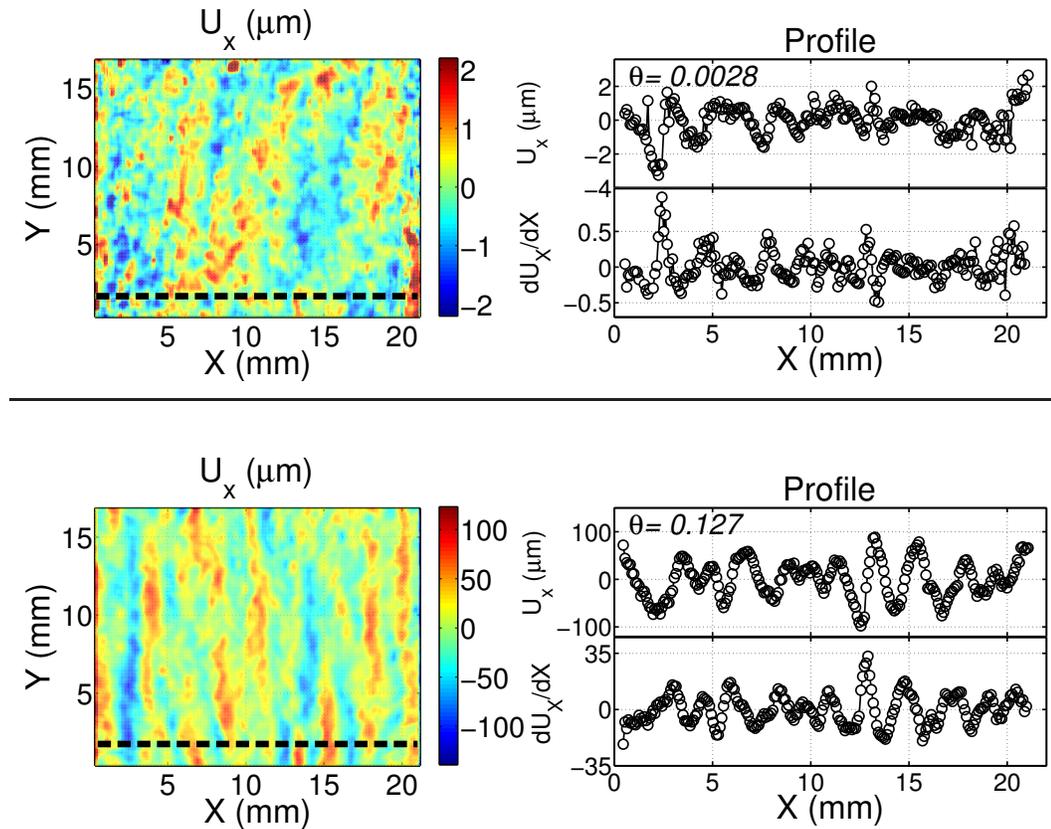


Figura 2.11: Análisis del desplazamiento en el plano de una capa de granos, mediante correlación de imagen, para una muestra con 40 % de humedad relativa, a $\theta = 0,0028$ (figura sobre la línea) y a $\theta = 0,127$ (figura bajo la línea). Para cada θ se tiene: A la izquierda, campo de desplazamiento. A la derecha. Arriba, perfil del campo de desplazamiento (línea punteada en U_x). Abajo, derivada del perfil con respecto a X .

Amplitud de la Respuesta en Función de la Deformación

Por último, este método nos permite realizar un seguimiento de la amplitud promedio de la modulación -obtenida por medio de un RMS de U_x -, con respecto al strain impuesto, el que se muestra en la figura 2.12, donde se observa que ésta es una función monótona creciente del strain, además vemos claramente

una diferencia de las pendientes entre los experimentos a distintas humedades. En efecto, para granos a $R_H 80\%$, en el que existen fracturas, la pendiente es $m \approx 1$, y para la muestra a $R_H 40\%$ donde el patrón se modula, $m \approx 0,55$, es decir, hay un factor 2 en la velocidad de crecimiento de la amplitud.

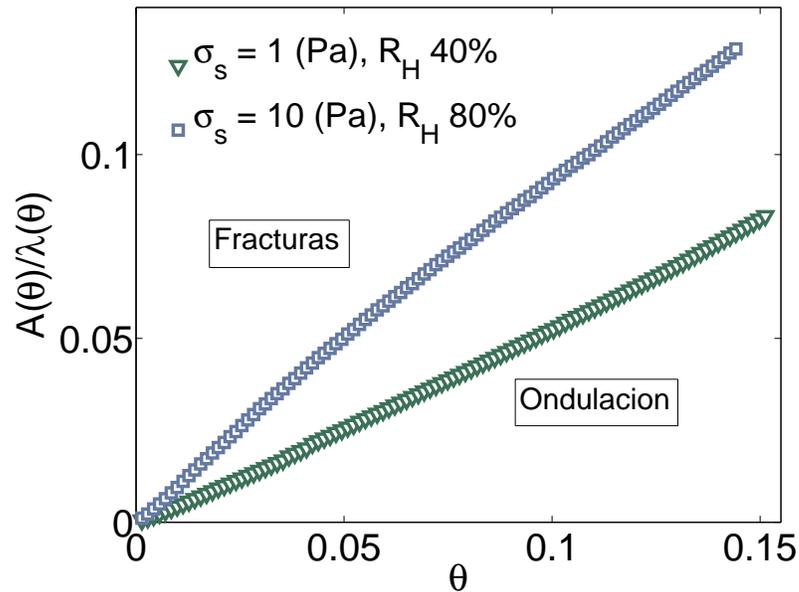


Figura 2.12: Amplitud de la modulación del desplazamiento en función del strain aplicado, para los ensayos de las figuras 2.10 y 2.11.

Lo anterior puede tener más sentido, si en vez de humedad, se utiliza la cohesión respectiva de los granos, como parámetro, ya que veremos en la sección 2.6 que la longitud de onda de las fracturas es altamente no lineal con la humedad relativa, de hecho en $R_H 70\%$ la cohesión crece fuertemente, al igual que λ . Utilizando los datos obtenidos en el capítulo 3, nos podemos dar cuenta que la cohesión del patrón con fracturas es por lo menos 10 veces mayor que el patrón con la superficie modulada.

Finalmente, cabe notar que tan pronto como la membrana es estirada,

la amplitud del desplazamiento comienza a crecer desde cero, lo que muestra nuevamente que la estructura se desarrolla desde el comienzo sin que exista necesariamente un umbral para ésto.

2.4.3. Análisis

Los resultados que se han mostrado hasta ahora revelan la formación de dos estructuras en apariencia diferentes, sin embargo, hemos observado con métodos de análisis de imágenes, que el desplazamiento local de los granos en la muestra, en ambas estructuras, sufren una modulación, es decir, la respuesta de los granos, que obtenemos quitando el desplazamiento impuesto, tiene zonas de dilatación y zonas de compresión. Ésto no quiere decir que el desplazamiento total tenga compresiones, ya que como realizamos un estiramiento de la capa, ésta no puede tener compresiones. De los desplazamientos en el plano deducimos que las fracturas surgen como consecuencia de la concentración local de la dilatación, lo que es mucho más violento cuando la humedad (y por lo tanto la cohesión) es mayor.

Del resultado anterior se puede entender que los desplazamientos fuera del plano sufran una modulación. El sistema se modula naturalmente debido a que cuando imponemos un estiramiento, para bajar la energía, algunas partículas se juntan y otras se separan debido a la propiedad de strain-softening, luego, esta modulación induce un cizalle en el espesor de la capa, el cual resulta ser modulado en x , con una longitud de onda λ , dado que el sistema minimiza el gasto energético. Es precisamente esta modulación del cizalle que genera las diferencias de altura, visto de otro modo, en cizalle simple en el espesor, todo el material tendería a bajar, pero como éste está localizado, hay diferencias de altura.

El análisis de las amplitudes de los desplazamientos muestra que el

sistema no necesita un umbral para comenzar a desarrollar las estructuras, de hecho éstas se pueden observar desde que comienza la deformación. Asimismo, se encuentra que la amplitud es una función monótona creciente del strain. Esto significa que la *inestabilidad* presente en este tipo de sistemas, y que da como resultado el crecimiento continuo de una modulación del desplazamiento, permanece en todo instante.

2.5. Un Modelo Basado en Strain-Softening

Para intentar explicar los resultados obtenidos hasta ahora, se ha desarrollado un modelo que captura en parte la evolución de la inestabilidad y algunas consecuencias de la misma.

2.5.1. Strain-Softening en un volumen de Granos

Nuestro modelo se basa en la interacción entre granos, debida a los puentes líquidos que los conectan. Cuando dos partículas, que tienen un puente en común, son separadas, la fuerza de adhesión que está relacionada a la fuerza capilar, disminuye continuamente hasta que finalmente el puente se corta [9],[10],[11]. Nosotros proponemos que la inestabilidad que observamos, se origina debido a este debilitamiento de la fuerza, lo que llamamos *strain softening*. De hecho, extrapolamos los resultados de un puente líquido, al conjunto completo de granos, apoyándonos en los resultados obtenidos para la cohesión en el capítulo anterior. La disminución en la fuerza de los granos, se debe a la disminución global de la fuerza debido al strain-softening que sufren granos aislados, además del hecho que los contactos se van reduciendo progresivamente con el estiramiento, debido a la ruptura de puentes en la muestra (fig. 2.13a).

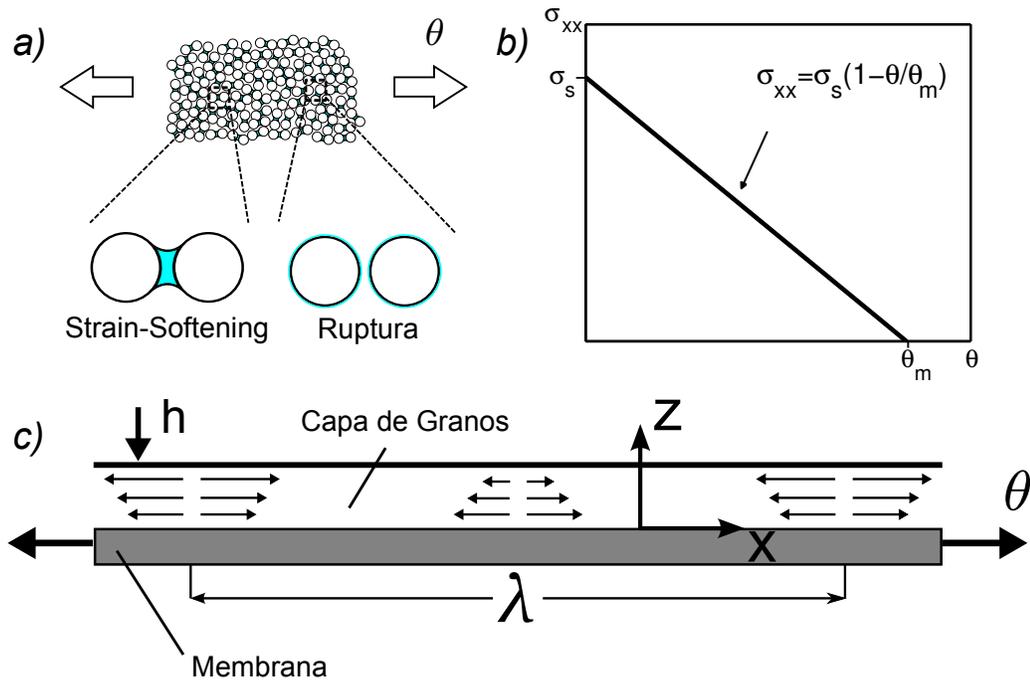


Figura 2.13: Modelo de stress-strain para un volumen de granos. a) Esquema de un conjunto de granos húmedos, que al imponer un estiramiento, se observa que éstos sufren un strain-softening similar a lo que ocurre cuando se estiran dos partículas conectadas por un puente líquido. Este debilitamiento debe ser originado por rupturas locales de puentes, sumado al efecto de strain-softening local de cada contacto. b) Modelo lineal de strain-softening de un conjunto de granos. c) Esquema del shear inducido, cuando se impone una deformación por la base de la muestra.

Por simplicidad entonces, para tomar en cuenta la contribución del stress normal, decimos que éste debe disminuir linealmente, desde un valor σ_s hasta cero, a un cierto strain maximal θ_m , como se muestra en la figura 2.13b, es decir, σ_{xx} en el conjunto de granos debe ir como $\sigma_s(1 - \theta/\theta_m)$, cuando el material experimenta una tracción ($u_{xx} > 0$). La relación no sigue siendo válida para $u_{xx} > \theta_m$, cuando la elongación es suficientemente grande para que los puentes

colapsen y los granos se separen.

Un análisis intuitivo nos dice que cuando existe un estiramiento, el sistema espontáneamente tiende a modular la deformación: Las regiones con deformaciones grandes son asociadas a módulos más pequeños y regiones con módulos grandes son asociadas con pequeñas deformaciones, lo que resulta en una disminución global de la energía del sistema. A su vez la modulación induce una deformación en cizalle, ya que existe un movimiento relativo desde el sustrato que impone una deformación, a la superficie libre donde los granos modulan el desplazamiento (esquema fig. 2.13c) y que es consistente con las mediciones (fig. 2.9b). Este término de cizalle está asociado a un costo energético, que por simplicidad será tomado en cuenta como si se tratara de un medio isótropo lineal, es decir, $\sigma_{xz} = Gu_{xz}$, donde G , es el módulo de cizalle del conjunto de granos.

2.5.2. Energía del Sistema

Podemos integrar cada término para encontrar la energía del sistema. La longitud de onda entonces, será gobernada por el balance de la ganancia asociada a la modulación del strain horizontal y la pérdida asociada con el cizalle inducido. Luego la energía por unidad de volumen del sistema se puede escribir como:

$$E = \sigma_s \left(u_{xx} - \frac{u_{xx}^2}{2\theta_m} \right) + \frac{1}{2} G u_{xz}^2 \quad (2.3)$$

Se ha asumido también que las dilataciones en la dirección vertical no contribuyen en un costo energético adicional: se ha asumido que los granos permanecen en contacto a lo largo de la vertical y no ocurren estiramientos significativos de los puentes capilares en esa dirección.

2.5.3. Sistema en Equilibrio

El equilibrio en el plano horizontal se obtiene de las ecuaciones de Euler-Lagrange [20]

$$\frac{\partial}{\partial x} \left[\frac{\delta E}{\delta u_{xx}} \right] + \frac{\partial}{\partial z} \left[\frac{\delta E}{\delta u_{xz}} \right] = 0 \quad (2.4)$$

o equivalentemente [21]

$$\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} = 0 \quad (2.5)$$

por simplicidad vamos a asumir que el sistema no dilata, es decir,

$$u_{xx} + u_{zz} = 0 \quad (2.6)$$

vamos a considerar ahora una perturbación sinusoidal del desplazamiento tal que

$$u_x = \theta x + f(z) \sin(kx) \quad (2.7)$$

donde θx es el desplazamiento impuesto y $k = 2\pi/\lambda$. Utilizando las ecuaciones 2.7 y 2.6 e integrando en dz podemos encontrar

$$u_z = -\theta z - k \cos(kx) \int f(z) dz + g(x) \quad (2.8)$$

donde $g(x)$ es una función que debemos determinar. Luego podemos encontrar σ_{xz} con

$$\begin{aligned} \sigma_{xz} &= Gu_{xz} \\ &= G \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \\ &= \frac{1}{2} \left(f'(z) \sin(kx) + k^2 \sin(kx) \int f(z) dz + \frac{\partial g(x)}{\partial x} \right) \end{aligned} \quad (2.9)$$

Igualmente podemos encontrar σ_{xx}

$$\begin{aligned}\sigma_{xx} &= \sigma_s \left(1 - \frac{u_{xx}}{\theta_m} \right) \\ &= \sigma_s - \sigma_s \frac{\theta}{\theta_m} - \frac{k\sigma_s f(z) \cos(kx)}{\theta_m}\end{aligned}\quad (2.10)$$

Reemplazando 2.10 y 2.9 en la relación de equilibrio 2.5, se obtiene una ecuación diferencial de segundo orden para $f(z)$

$$f'' + \omega^2 f = 0, \quad \text{donde} \quad \omega^2 = k^2 (1 + \xi) \quad (2.11)$$

donde se han reunido todos los parámetros del sistema en la variable $\xi = \frac{2\sigma_s}{G\theta_m}$. Ésta es la ecuación de un oscilador armónico simple, y la solución general es $f = A \sin(\omega z + \phi)$, sin embargo, como el desplazamiento u_z debe ser nulo en el sustrato ($z = 0$) y por otro lado la perturbación en u_x también debe anularse, debido a que sólo tenemos la deformación de la membrana, obtenemos

$$f = a\omega \sin(\omega z) \quad (2.12)$$

donde a es una amplitud. También obtenemos los desplazamientos

$$u_x = \theta x + a\omega \sin(\omega z) \sin(kx) \quad (2.13)$$

$$u_z = -\theta z - ak \cos(kx) (1 - \cos(\omega z)) \quad (2.14)$$

En la superficie libre el cizalle σ_{xz} debe desvanecerse, y utilizando la relación para u_{xz} se obtiene

$$\begin{aligned}
\sigma_{xz} &= Gu_{xz} = 0|_{z=h} \\
\Leftrightarrow a \sin(kx) (\omega^2 \cos(\omega z) + k^2 (1 - \cos(\omega z))) &= 0|_{z=h} \\
\Leftrightarrow k^2(1 + \xi) \cos(\omega h) + k^2(1 - \cos(\omega h)) &= 0 \\
\Leftrightarrow 1 + \xi \cos(\omega h) &= 0
\end{aligned} \tag{2.15}$$

Con la relación 2.15 encontramos que λ debe ser proporcional al espesor de la capa de granos e independiente del strain θ

$$\lambda = 2\pi \frac{\sqrt{1+\xi}}{\arccos(-1/\xi)} h \tag{2.16}$$

Esta relación es válida siempre que $\xi \geq 1$. Se puede verificar que en el rango accesible de ξ , la energía E es una función decreciente de la amplitud a , para todo θ . En otras palabras el sistema no alcanza un mínimo de energía y por lo tanto, la capa es siempre inestable, siempre que el decrecimiento del tensile stress, sea suficientemente grande comparado con el costo de cizallar, es decir,

$$\xi \geq 1 \quad , \text{o bien} \quad \frac{\sigma_s}{\theta_m} \geq \frac{G}{2} \tag{2.17}$$

Por último, el crecimiento de la inestabilidad es limitado por la condición $u_{xx}(x, h) \geq 0$, para todo x en la superficie libre. Esto viene del hecho que el estiramiento que se aplica en la base no puede conducir a compresiones en el plano $z = h$, por lo tanto, tenemos

$$\begin{aligned}
\theta + kaw \sin(\omega z) \cos(kx) &\geq 0 \\
\Leftrightarrow \theta - ak\omega \sin(\omega h) &= 0 \\
\Leftrightarrow ak = \theta h f(\xi) &
\end{aligned} \tag{2.18}$$

donde se ha utilizado la relación 2.16. Esta relación muestra que la amplitud de la modulación ak es proporcional a θh .

2.5.4. Límite de Puentes Pequeños

Un punto importante es que el efecto del contenido de humedad es tomado en cuenta con la dependencia de λ y el factor que multiplica a h en la relación 2.16, el que depende de la variable $\xi = 2\sigma_s/(G\theta_m)$. Este parámetro corresponde a la pendiente en la relación de tensile stress-strain del conjunto de granos, dividido por G , y puede ser generalizado como $-(d\sigma/du_{xx})/G$. Un límite interesante, que nos ayudará a entender como afecta la humedad en el sistema, es cuando ξ es grande, lo que transforma la relación 2.16 en

$$\lambda \simeq 4\sqrt{\frac{2\sigma_s}{G\theta}}h \quad (2.19)$$

2.5.5. Discusión Experimentos v/s Modelo

Es interesante que el análisis teórico, el que involucra un decrecimiento del tensile stress, asociado a un estiramiento del material y un costo energético asociado a un cizalle inducido, predice que la capa de granos es siempre inestable. En acuerdo con las observaciones experimentales, la inestabilidad no exhibe un umbral, la amplitud de la modulación aumenta linealmente con θ , para bajo strain (fig. 2.9d y 2.12), y la longitud de onda λ aumenta linealmente con el espesor h (fig. 2.7). Además el modelo predice que la amplitud debe ser proporcional a θh , lo que explica porque es más fácil observar el patrón en capas gruesas (fig. 2.6) o strain grandes. Para θ grande, la inestabilidad se desarrolla considerablemente, de tal manera que la deformación se concentra en pequeñas regiones en las que se puede estimar que el desplazamiento relativo de dos granos es del orden de $\theta\lambda$. Cuando $\theta\lambda \simeq \delta$, el tamaño típico del puente, el material se separa localmente. Entonces, en vez de una ondulación de la superficie libre, uno más bien observa fracturas. Así, tomando en cuenta que $\lambda \propto h$ y que $\delta \propto d^2$ (En la sección 3.4.3, del capítulo 3, se mostrarán las mediciones de este

resultado), uno puede predecir que a espesores grandes o granos pequeños, los que están asociados a un strain crítico $\sim d^2/\lambda$, siempre conduce a que el material se fracture, en acuerdo a las observaciones experimentales.

2.6. Acción de la Humedad

En ésta sección se mostrarán los resultados que tienen relación con el efecto de la humedad en el experimento de deformación uniaxial, que corresponde al punto que se dejó pendiente en las secciones anteriores. Hay que hacer una aclaración de las secciones que vienen a continuación, antes de continuar. Los parámetros que deben tomar en cuenta el efecto de la humedad son la derivada $\partial\sigma/\partial\theta$ y G . Luego, resulta fundamental para poder continuar con el análisis, evaluar estos parámetros. El capítulo 3 se dedica a mostrar estos resultados, entonces por un asunto de continuidad del capítulo, en lo viene, se hará referencia a las secciones correspondientes de este capítulo.

Para evaluar la acción de la humedad, se han realizado tres ensayos básicamente, que corresponden a tres tamaños de granos (53-75 μm , 106-125 μm y 150-200 μm), donde se ha medido la dependencia de λ con respecto a la humedad relativa del ambiente. Ya se ha mencionado anteriormente que para obtener la longitud de onda se ha realizado una estadística sobre la superficie de la muestra, debido a la dispersión que presenta λ .

2.6.1. Longitud de Onda en Función de la Humedad

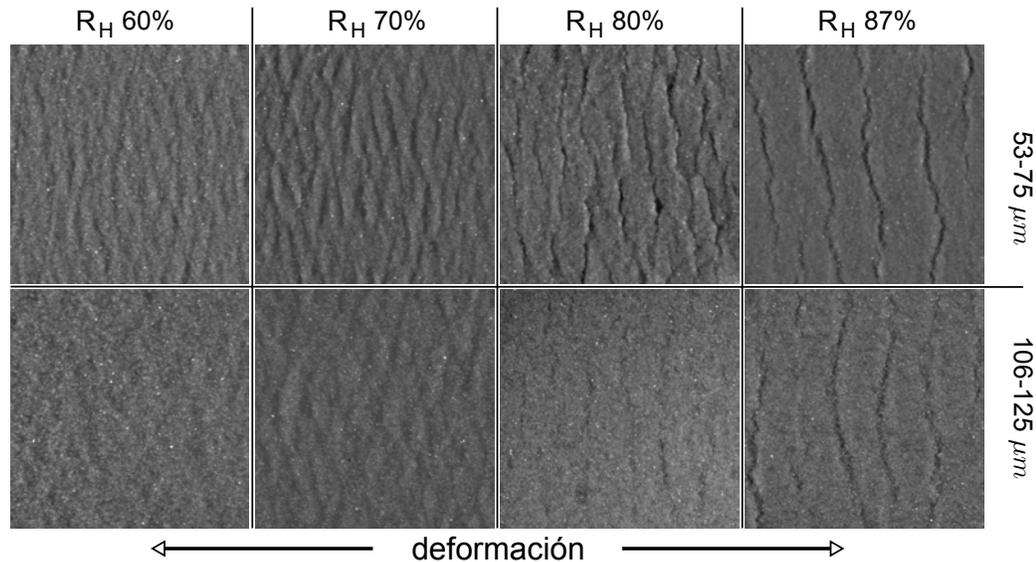


Figura 2.14: Serie de patrones obtenidos a diferentes humedades y tamaño de granos, $\theta = 0,15$, $h = 3 \text{ mm}$.

Una serie de patrones a espesor fijo ($h = 3 \text{ mm}$) para distintas humedades se muestran en la figura 2.14, para dos muestras de tamaños de granos ($53\text{-}75 \mu\text{m}$ y $106\text{-}125 \mu\text{m}$). Observamos que el patrón a baja humedad es una modulación suave, en cambio a alta humedad la muestra se fractura, además observamos como a baja humedad es más difícil observar el fenómeno. A alta humedad se aprecia como la longitud de onda crece fuertemente.

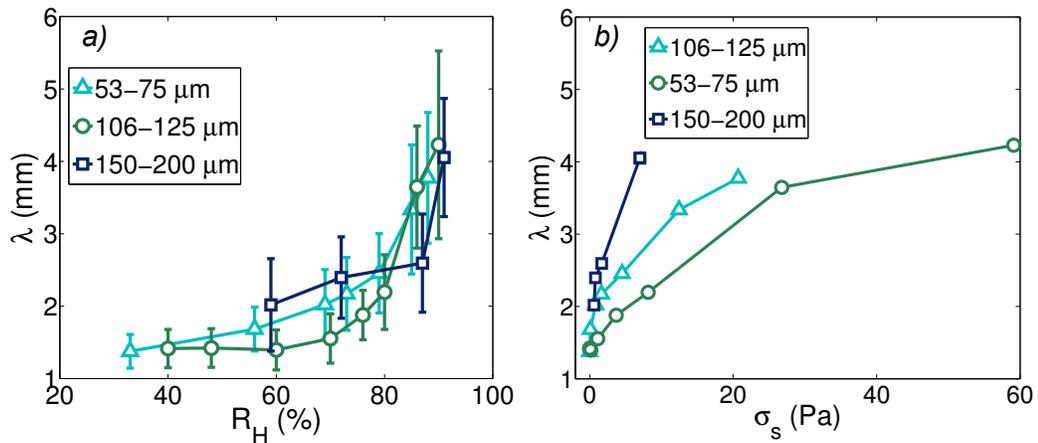


Figura 2.15: Datos experimentales de longitud de onda del Patrón desarrollado en una capa de granos, como función de: a) La humedad. b) La cohesión. Para distintos tamaños de granos, $\theta = 0,15$, $h = 3 \text{ mm}$.

En la figura 2.15a se muestra la dependencia de λ con la humedad, y podemos notar que a baja humedad, la longitud de onda se mantiene constante hasta aproximadamente $R_H 70\%$, donde ésta comienza a crecer fuertemente en los tres casos igualmente. Podemos darnos cuenta también que las curvas parecen colapsar, y no se observa una dependencia muy fuerte del tamaño de granos.

2.6.2. Longitud de Onda en Función de la Cohesión

Se ha utilizado la dependencia de R_H con σ_s , obtenida en la sección 3.4, para realizar un gráfico de λ en función de la cohesión. A baja cohesión se observa un crecimiento relativamente rápido hasta unos pocos pascales, y luego el crecimiento se ralentiza, lo que se puede observar mejor a tamaños de granos mayores. Es interesante notar que bajo este cambio de variable las curvas tienden a separarse para los distintos tamaños de granos, a medida que la cohesión se hace más grande (fig. 2.15b). Lo que llama aún más la atención es que si vamos

en el otro sentido cuando la cohesión es cercana a cero, las curvas tienden a converger, en un punto en particular de valor $\approx h/2$, cerca de 35 % de humedad relativa, que corresponde a una cohesión muy baja de $\approx 1 Pa$.

2.6.3. Análisis

El sistema aumenta fuertemente la longitud de onda después de 70 % de humedad, lo que se correlaciona con las mediciones realizadas del tensile strength (fig. 3.10), es por esto que cuando cambiamos de variable, la cohesión ayuda a entender mejor el comportamiento de λ con respecto al tamaño de granos, ya que R_H no es representativo de la interacción que experimentan los granos al estar en un ambiente húmedo.

En la curva de la figura 2.7, que corresponde a una humedad relativa de 40 %, no observamos alguna dependencia de λ con el tamaño de granos. Luego, la curva de $\lambda v/s R_H$, no revela tampoco ésta dependencia, sin embargo, ya nos resulta natural pensar que la variable correcta, que debe mostrar la buena dependencia con el tamaño de granos es σ_s . Es por ésto que cuando graficamos λ en función de σ_s (fig. 2.15b), a alta cohesión ($R_H > 70 \%$), las curvas de distinto tamaño de granos tienden a separarse. Además, a cohesiones muy bajas ($R_H < 70 \%$), las curvas tienden a converger a un valor de λ independiente del tamaño de grano, lo cual concuerda con las mediciones de la figura 2.7. Finalmente, hay que agregar que en 70 % de humedad, observamos también que el patrón pasa de una modulación suave, al patrón de fracturas. Uno puede notar que en los tres casos que se presentan, la cohesión en este punto de transición es menor o aproximadamente igual a 2 Pa (fig. 3.10), lo que tiene correlación con la fuerza necesaria para soportar el peso de los granos, que en el caso de los granos más grandes obtenemos $\rho g d \approx 2 Pa$.

2.7. Un Modelo Para Evaluar el Efecto de la Humedad

Ya hemos visto que la humedad, o más bien la cohesión por efecto de la humedad, es un factor determinante en el problema propuesto. En la sección 2.5 se encontró que si la interacción de los granos en la muestra es tal que la fuerza decrece cuando las partículas son separadas, o dicho de otra manera la pendiente de la curva de (tensile stress)-strain es negativa ($d\sigma/du_{xx} < 0$), entonces el sistema desarrolla una inestabilidad cuando se aplica una deformación homogénea en la base de una capa de granos. Además, vimos en la sección 2.6 que el incremento de la humedad en el ambiente, puede cambiar fuertemente el comportamiento mecánico del sistema. En efecto, a baja humedad, la longitud de onda de la inestabilidad es más bien constante y luego de $R_H 70\%$, ésta aumenta súbitamente. El efecto de la humedad, claramente debe estar contenido en el factor que multiplica a h en la relación 2.16, el que es una función de $\xi = 2\sigma_s/(G\theta_m)$. En esta sección tomaremos los resultados de G y σ_s del capítulo 3, para desarrollar un modelo que de cuenta de la acción de la humedad.

2.7.1. Modelo del Módulo de Cizalle

En vista de los resultados obtenidos para σ_s en el capítulo 3, en particular la dependencia de G con $\sigma_s + P_n$, (fig. 3.7). Se observa que G es una función lineal de σ_s , lo que difiere del modelo que supone elasticidad de Hertz (ecuación 3.12), donde se obtiene que $G \sim E^{2/3}(\sigma_s + P_n)^{1/3}$. Sin embargo, hay que notar que el contenido de líquido de nuestros experimentos es muy bajo, lo que significa directamente una baja cohesión de los granos, y por lo tanto sugiere que nos encontramos en un régimen de interacción elástica diferente. Consideremos que el contacto entre esferas es dominado por rugosidades de una escala típica l_R . Luego escribimos la suma de fuerzas

$$F_s + N_n = JA_r \quad (2.20)$$

donde F_s y N_n son la fuerza capilar y la fuerza normal aplicada respectivamente, J es el stress de falla (yield stress) del material y A_r es el área real de contacto entre las esferas. Consistentemente con nuestros resultados y la escala l_R dominante en los contactos, escribimos

$$F_{elast} \approx EA_r \frac{\Delta\delta}{l_R} \quad (2.21)$$

donde $\Delta\delta/l_R$ es un strain local. Podemos definir ahora un módulo efectivo del volumen de granos

$$E_{ef} = \frac{F_{elast}/A_{bead}}{\epsilon_{bead}} \approx \frac{F_{elast}/R^2}{\Delta\delta/R} \quad (2.22)$$

y dado que el módulo de shear difiere de E_{ef} en una constante de orden 1 (ecuación 3.7), obtenemos

$$G \approx \frac{ER}{Jl_R}(\sigma_s + P_n) \quad (2.23)$$

De los datos experimentales obtenemos la pendiente $E/(Jl_R) \approx 10^8 \text{ m}^{-1}$, donde se ha utilizado el diámetro de partícula $d = 30 \text{ }\mu\text{m}$. Como vemos en esta última relación, resulta sumamente necesario obtener un valor de la rugosidad l_R de las partículas, lo que se presenta en la sección siguiente.

2.7.2. Medida de la Rugosidad

Por medio de un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), se realizó una medida de la topología de la superficie de los granos que se han utilizado en los experimentos presentados. Las imágenes obtenidas se muestran en la figura 2.16, a las que se les ha sustraído la superficie esférica de las partículas,

para visualizar de mejor manera las rugosidades presentes en cada una de las muestras. Se observan varias escalas sobre la superficie, de las que se ha filtrado la escala más pequeña, ya que nos interesa determinar la escala que creemos es relevante porque debe participar en el contacto, es decir, la escala más grande.

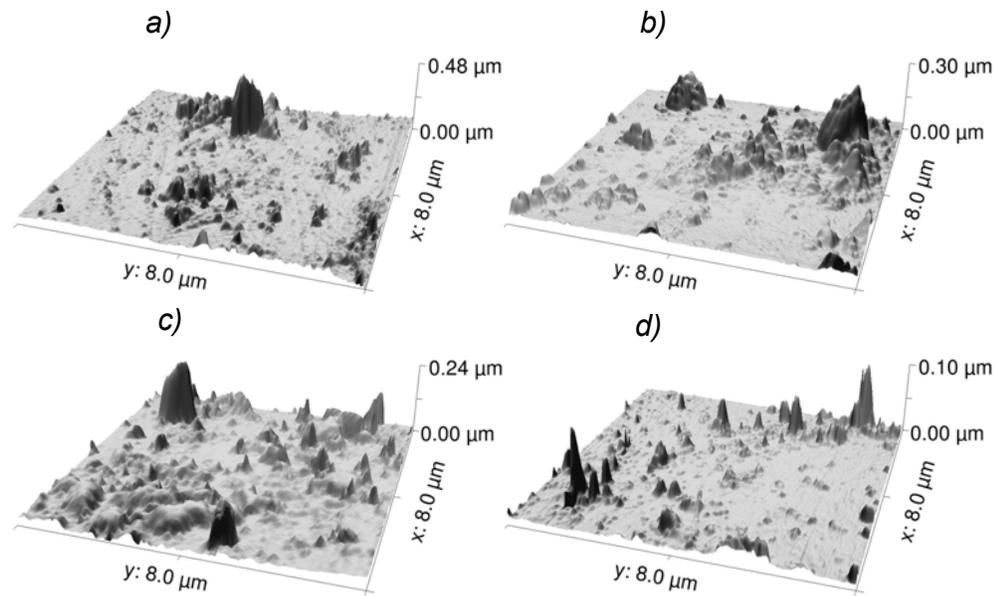


Figura 2.16: Superficies de granos, medidas con un microscopio AFM. a) $d = 28 \mu m$. b) $d = 61 \mu m$. c) $d = 117 \mu m$. d) $d = 175 \mu m$.

En la tabla 2.2 se resume las medidas de la amplitud de las rugosidades l_R y la escala horizontal l_w . Vemos que en la mayoría de los casos l_w es alrededor de 7 veces mas grande que l_R , además notamos que las distintas medidas de rugosidad obtenidas para los distintos tamaños de granos, son del mismo orden.

Luego tomando $l_R \approx 100 \text{ nm}$, encontramos la fracción $E/J \approx 10^2$, ésto significa que para que el sistema comience a fluir se debe comprimir un 1% el material.

d (μm)	28	61	116	175
l_R (nm)	70	50	100	70
l_W (nm)	274	365	683	464

Tabla 2.2: Tabla de rugosidades para cada tamaño de partícula, obtenidas de superficies medidas en un microscopio AFM.

2.7.3. Modelo de Cluster de Granos

Para evaluar el efecto de la humedad, tomaremos la aproximación de puentes pequeños, es decir, la relación 2.19. Luego tomamos el resultado 2.23 y lo reemplazamos en la ecuación 2.19, es decir,

$$\lambda \simeq 4 \sqrt{\frac{2\sigma_s J l_R}{ER\theta_m(\sigma_s + P_n)}} h \quad (2.24)$$

Se debe notar que la capa de granos tiene una superficie libre, por lo tanto, aquí $P_n \approx \rho g h$, el que es en varios casos mucho más pequeño que σ_s , lo que nos permite despreciar P_n para espesores suficientemente pequeños y σ_s grandes. Así, la dependencia de λ con σ_s no es probablemente a través de las variables introducidas hasta ahora. Podemos notar que la única variable restante que depende de σ_s es θ_m . Es natural tomar θ_m como el strain típico, necesario para la ruptura, es decir, la razón entre la elongación típica de ruptura δ_s y el tamaño característico del objeto que es estirado L_c . Dada una pequeña cantidad de volumen de contenido de agua, es razonable tomar δ_s como el tamaño típico de las rugosidades l_R y $L_c \approx \alpha_s R$. Donde α_s representa una medida del tamaño promedio de un aglomerado (cluster) de partículas en el sistema. Por lo tanto, se encuentra

$$\lambda \simeq 4 \sqrt{\frac{2J\alpha_s}{E}} h \quad (2.25)$$

Ahora, para tomar en cuenta la completa dependencia de λ con σ_s , haremos algunas suposiciones. Hay que notar que α_s debe tender a uno, para σ_s suficientemente pequeño, entonces escribimos

$$\alpha_s \approx 1 + \frac{\sigma_s d^2}{\beta l_R} \quad (2.26)$$

donde β es una constante con dimensiones de energía de superficie. Se debe notar que esta elección es motivada por la dependencia de la distancia de elongación antes de la ruptura δ , que se observa en la sección 3.4.3, la que describe correctamente la relación funcional de λ con σ_s , así como también d . De la relación 2.25 y 2.26, podemos escribir

$$\lambda \simeq 4\sqrt{\frac{2J}{E}\left(1 + \frac{\sigma_s d^2}{\beta l_R}\right)}h \quad (2.27)$$

Un hecho interesante es que, en el límite de σ_s pequeño, independientemente de la escala de formación del cluster, obtenemos

$$\lambda \approx 4\sqrt{\frac{2J}{E}}h \quad (2.28)$$

Dado que la medición del módulo de cizalle indicó que $J/E \approx 10^2$ (Sección 2.7.2), obtenemos $\lambda \approx 0,6h$, lo que es verificado experimentalmente, como se observa en la convergencia de las curvas en la figura 2.15b.

2.7.4. Ajuste de Datos Experimentales

El análisis que se ha realizado hasta ahora nos habilita para evaluar nuestros datos experimentales anteriormente presentados, lo que se ve reflejado en la figura 2.17, donde se muestran los datos de longitud de onda en función de la cohesión, en el que se presenta con una línea segmentada un ajuste de los datos utilizando el modelo cohesivo obtenido en la ecuación 2.27. Para este

ajuste, se han utilizado los valores de l_R de la tabla 2.2, y se ha dejado β como único parámetro ajustable. El gráfico muestra que los datos ajustan bastante bien con nuestro modelo, en efecto, hemos obtenido el valor $\beta = 0,44 \pm 0,03 \text{ mJ/m}^2$, el que ha sido promediado de las tres curvas correspondientes a los tres tamaños de granos utilizados, y vemos también que no tiene una dispersión considerable.

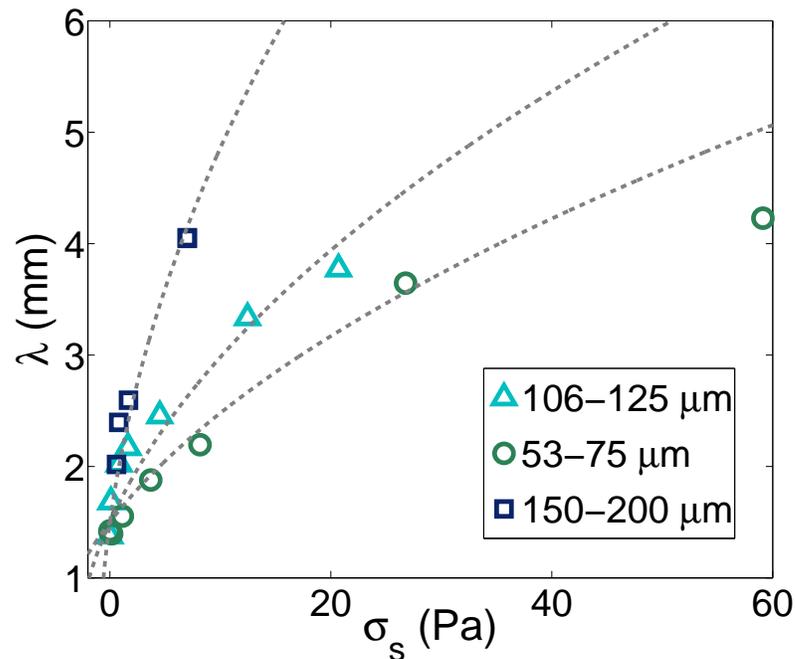


Figura 2.17: Ajuste de λ , con modelo cohesivo obtenido de la caracterización de las muestras de granos y modelo de cluster para granos húmedos.

2.7.5. Análisis

Este último resultado muestra que un simple modelo que considera la interacción de contactos líquidos, no como partículas aisladas sino más bien como cluster, los que dependen de la cohesión de los granos, la que es modelada de manera simple como una función lineal decreciente del estiramiento, y sumando el hecho que la respuesta elástica del material, en este régimen de

cohesión, es lineal, haciendo suponer que la escala que domina la interacción, son las rugosidades, es suficiente para ajustar los datos experimentales de una manera aceptable, incluso dejando sólo un parámetro libre β , el que resultó muy similar en cada serie correspondiente a distintos tamaños de partículas utilizado. Este parámetro, todavía es materia de discusión, ya que tiene unidades de fuerza dividido en longitud, lo que es una tensión superficial, pero que difiere mucho del valor correspondiente a la interfaz agua-aire.

2.8. Conclusiones Preliminares

Para finalizar, algunas conclusiones preliminares del capítulo:

Cuando se impone una deformación uniaxial por la base de una capa delgada de granos cohesivos, aparece un patrón de franjas perpendiculares a la dirección de deformación, fenómeno que da cuenta de una inestabilidad presente en el sistema debida principalmente al debilitamiento de los contactos líquidos. Se ha observado mediante diferentes técnicas de imágenes, el movimiento local de los granos en el plano y fuera del plano, encontrándose que la inestabilidad da origen a una modulación del desplazamiento (en el plano y fuera del plano), localizando la dilatación, lo que eventualmente conduce a fracturas del material. El análisis también nos revela que la amplitud de la modulación es una función monótonamente creciente del strain γ , ya sea el caso de modulación o el de fracturas, ninguno poseen umbral, es decir, éstas se observan desde el inicio de la deformación.

El patrón de fracturas se observa mejor a espesores grandes y alto strain, así como también a tamaños de partículas pequeños. La longitud de onda del patrón es una función lineal del espesor de la capa, el que para cohesiones muy bajas, cercanas a cero, nos entrega una pendiente de $\approx 0,5$, independiente del tamaño de granos.

El análisis del efecto de la humedad en la inestabilidad, revela que a mayor humedad, mayor es la longitud de onda y que ésta condiciona el sistema para que el sistema se fracture, lo que creemos está relacionado a la competencia de la cohesión con el peso de los granos. Se observa que la longitud de onda se mantiene aproximadamente constante hasta un valor de $\approx 70\%$, donde λ crece fuertemente. En términos de la cohesión se observa que a valores bajos, a un espesor dado, la longitud de onda converge a un valor de $\approx h/2$ y luego las curvas comienzan a separarse dependiendo del tamaño de granos, las que tienen una tendencia creciente.

A pesar de la complejidad del sistema y la cantidad de parámetros disponibles, se ha podido realizar un modelo basado en el “strain-softening” de la interacción entre granos, el que predice la dependencia de λ con h , y además el modelo considera los parámetros principales del sistema, G, σ_s y θ_m , en esta relación.

Un modelo basado en la interacción interna de cúmulos de granos, y que a baja cohesión converge a la interacción grano-grano, predice de buena manera la dependencia de λ con la cohesión (o humedad), complementando el modelo de $\lambda(h)$.

Capítulo 3

Caracterización de Granulares

Húmedos: G , σ_s y Contenido de

Líquido

3.1. Motivación

En este capítulo se mostrarán los resultados relacionados a la medición de las propiedades relevantes correspondientes al problema que se plantea en el capítulo 2, éste es la medición del *Módulo de Cizalle* y el *Tensile Strength* de una muestra de granos, como función de la humedad relativa y el tamaño de granos.

En los resultados del capítulo 2, constatamos que la variable principal del problema corresponde a la longitud de onda λ del patrón de fracturas que se observan en una capa de material granular de espesor h , cuando se impone una deformación uniaxial. Un modelo simple basado en el debilitamiento de la interacción grano-grano, predice que λ depende linealmente con h , resultado que concuerda con las mediciones realizadas. Esta relación entrega un factor de proporcionalidad, que es una función de ξ , el cual reúne los parámetros característicos del sistema, que son básicamente el módulo de cizalle G y la derivada del tensile strength con respecto al strain $\partial\sigma/\partial\theta$, asociada a la fuerza capilar que poseen los granulares húmedos. Por lo tanto, resulta fundamental caracterizar las muestras granulares y así evaluar este parámetro ξ .

Existen una variedad trabajos en los que se ha medido la cohesión entre partículas que se conectan por un puente líquido. En particular se encuentra el trabajo de Willett [9], en el que se muestra este resultado, mediante análisis teórico y mediciones de la fuerza. La evidencia muestra un efecto particular de este tipo de cohesión, y es que la fuerza disminuye continuamente con el estiramiento, hasta llegar a un valor muy cercano a cero, en donde finalmente el puente se rompe. Este “debilitamiento”, conocido como *Strain-Softening*, jugará un rol fundamental en el entendimiento del problema propuesto. Para el propósito de esta tesis, es muy importante observar si este efecto es extrapolable a un conjunto de granos, y determinar su comportamiento con el strain. Para esto, se ha diseñado un dispositivo experimental que nos permitirá determinar el stress en

tracción de una muestra de granos como función del estiramiento y así obtener el tensile strength que corresponda.

Una de las cosas que se debe considerar para caracterizar las muestras granulares, es el hecho que éstos poseen distintas escalas, y por ello distintos regímenes de cohesión [8], relacionados por el volumen de líquido que forman los capilares. Para bajo contenido de líquido, las escalas que predominan son las asperezas o rugosidades, el líquido se distribuye en toda la superficie del granular [4],[5],[6],[7], y los puentes líquidos que se forman son del orden de las rugosidades. A medida que el contenido de líquido aumenta, la escala que comienza a dominar es el diámetro de partícula. En este caso el líquido se localiza en los contactos, formando puentes líquidos de la escala del tamaño del grano [5],[6],[8].

En nuestros experimentos hemos observado que el contenido de líquido es muy bajo, incluso para humedades relativamente altas y la cohesión es pequeña comparada con un régimen de puentes líquidos bien desarrollados ($\sigma_s \ll \pi\gamma/d$), lo cual sugiere que la rugosidad juega un rol importante en la cohesión observada.

Ya hemos visto que para poder considerar el efecto de la humedad en el modelo basado en strain softening, hace falta evaluar, además del tensile strength, el módulo de cizalle de los granos como función de la humedad del medio. Esta medición trae consigo algunos problemas experimentales particulares del material que se está utilizando. Se ha ideado una configuración basada en un reómetro convencional, y se ha adaptado para controlar la humedad que rodea la muestra y además medir directamente la deformación local de la muestra. Si bien, no es la mejor configuración, dado que no nos permite explorar un rango muy grande de tamaños de partículas, éste nos entrega una buena medida del módulo elástico como función de la presión de confinamiento de una muestra de granos, a distintas humedades.

3.2. Modelo del Módulo de Cizalle con Interacción Elástica de Hertz

Antes de mostrar los resultados correspondientes a las mediciones del módulo de cizalle, es interesante revisar un cálculo desarrollado por Moller [3], donde exponen la dependencia del módulo de cizalle de un conjunto de granos, con respecto a distintos parámetros característicos del medio. En particular, veremos como depende G con respecto a la cohesión del medio, para una muestra de granos que tiene una cantidad relativamente pequeña de contenido de líquido. Para empezar, necesitamos mirar en detalle que pasa cuando se agrega una pequeña cantidad de líquido en un cúmulo de granos esféricos. La tensión superficial genera una atracción de esferas individuales a través de pequeños puentes que las conectan. De la ecuación 1.2 para la fuerza capilar atractiva entre dos esferas y la relación geométrica 1.3, en el caso $d = 0$ y $r_1 \ll R$, uno puede encontrar que la fuerza capilar se escribe como

$$F_{cap} \approx 2\pi R\gamma \quad (3.1)$$

En la práctica, es bien sabido que la rugosidad de la superficie y la separación finita de las esferas, debe reducir la fuerza, por lo tanto, F_{cap} debe estar ponderada por un factor que debe ser una función de la fracción de volumen de líquido en la muestra V_f ¹ [8], por lo tanto, la fuerza capilar puede ser escrita como

$$F_{cap} \approx 2\pi R\gamma f(V_f) \quad (3.2)$$

La fuerza capilar atrae las partículas, las que se deforman elásticamente, hasta que el balance elástico es alcanzado. La relación entre la fuerza F , δ y el módulo de Young de los granos está dado por la elasticidad de Hertz [22], a través de

¹En la sección 3.5 se define como W

$$F_H = -\frac{4\sqrt{2}}{9}R^{1/2}E\delta^{3/2} \quad (3.3)$$

Linearizando la fuerza total F_{tot} en una vecindad de la posición del nuevo equilibrio, donde

$$F_{tot} = F_H + F_{cap} = 0 \quad (3.4)$$

obtenemos

$$\begin{aligned} F_{tot} &= -\frac{4\sqrt{2}}{9}R^{1/2}E((\delta_{eq} + \Delta\delta)^{3/2} - \delta_{eq}^{3/2}) \\ &\approx -\frac{2\sqrt{2}}{3}R^{1/2}E\delta_{eq}^{1/2}\Delta\delta \end{aligned} \quad (3.5)$$

Utilizando la relación 3.4 y 3.3, podemos encontrar δ_{eq} , y reemplazarlo en 3.5, donde se obtiene una nueva constante elástica para el desplazamiento en esta nueva posición.

$$F_{tot} \approx -\left(\frac{\pi}{24}\right)R^{2/3}E^{2/3}\gamma^{1/3}f(V_f)^{1/3}\Delta\delta = k\Delta\delta \quad (3.6)$$

Para calcular como k resulta en G , uno necesita promediar sobre todas las orientaciones de los contactos esfera-esfera con respecto al plano de cizalle y en la dirección de cizalle. Para calcular el modulo de Young macroscópico E_{mac} , sin embargo, uno necesita sólo promediar sobre las orientaciones de los contactos con respecto al plano de stress, lo cual es mucho más simple. G puede por consiguiente ser encontrado a través de la relación

$$E_{mac} = 2(1 + \nu)G \approx 3G \quad (3.7)$$

relación que uno obtiene de elasticidad isotrópica [21], y donde se ha asumido que el coeficiente de Poisson $\nu = 0,5$. Sea Δl la extensión del material normal al plano de stress y F_e la fuerza correspondiente. Entonces se tiene

$$E_{mac} = \frac{F_e/A}{\Delta l/l} \quad (3.8)$$

donde A es el área en donde se aplica la fuerza y $\Delta l/l$ es la elongación relativa.

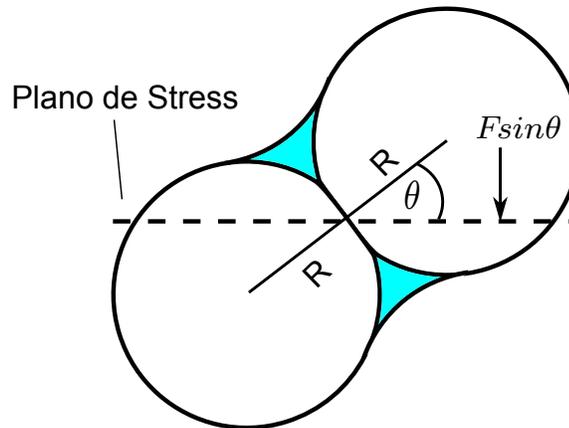


Figura 3.1: Esquema de un contacto líquido. a) Geometría del contacto líquido. b) Proyección de la fuerza elástica en el plano de stress.

Si consideramos un contacto esfera-esfera de longitud $2R$ orientado con un ángulo polar θ al plano de stress (fig. 3.1) y ángulo azimutal ϕ . Entonces

$$\begin{aligned} \Delta \delta &= \Delta l \sin \theta \\ l &= 2R \sin \theta \\ F_e &= F \sin \theta \end{aligned} \quad (3.9)$$

Si uno ahora toma el área donde la fuerza es aplicada como $(2R)^2$, uno obtiene de 3.8 y 3.9

$$E_{mac} = \frac{F \sin^3 \theta}{2R \Delta \delta} = \frac{k}{2R} \sin^3 \theta \quad (3.10)$$

Promediando sobre todos los ángulos, θ y ϕ

$$\langle E_{mac} \rangle = \frac{k}{2R} \int_0^{\pi/2} \sin^3 \theta \cos \theta d\theta = \frac{k}{4\pi R} \quad (3.11)$$

Utilizando 3.7 tenemos

$$\langle G \rangle = \frac{k}{12\pi R} \approx 0,054R^{-1/3}E^{2/3}\gamma^{1/3}f(V_f)^{1/3} \quad (3.12)$$

Esta última relación muestra que el módulo de cizalle debe ser una potencia a la un tercio del tensile strenght, ya que σ_s es proporcional a $\gamma f(V_f)$. Este es un resultado que toma en cuenta la curvatura de las esferas, ya que se asume que las esferas interactúan mediante Hertz. Sin embargo, es necesario remarcar que en el caso en que la escala de las rugosidades dominan la deformación, la interacción necesariamente debe ser distinta.

3.3. Evaluación del Módulo de Cizalle de una Muestra de Granos

3.3.1. Adaptación de un Reómetro

El dispositivo experimental utilizado para medir el módulo de cizalle consta de un reómetro Anton Paar MCR-301 el que fue adaptado para poder obtener un ambiente con humedad controlada en la zona donde se encuentra la muestra granular. Como se observa en la figura 3.2, se diseñó una cámara que encierra la zona del reómetro donde se coloca el plato que realiza la deformación, la muestra de granos y la base. Esta cámara sellada, posee un orificio por el que se puso un higrómetro que está conectado a un puerto del computador, para registrar la humedad relativa y la temperatura en todo momento, con una frecuencia de muestreo de 1 Hz.

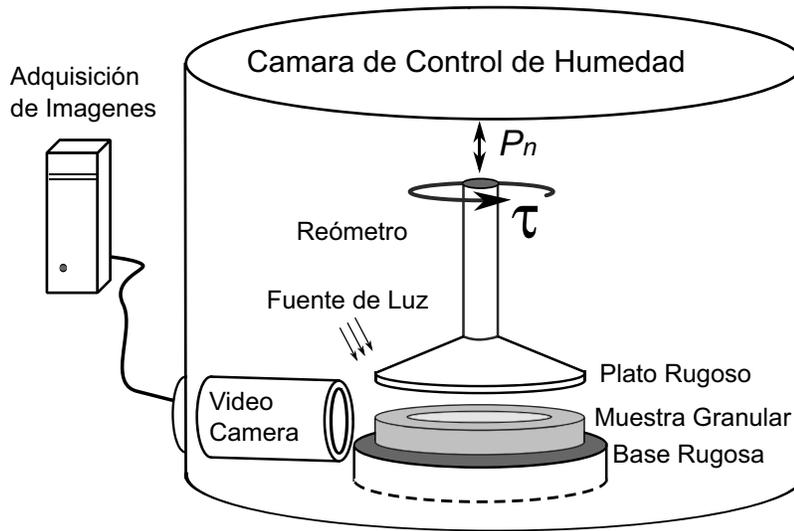


Figura 3.2: Montaje experimental utilizado para determinar el módulo de cizalle de una muestra de granos.

Para obtener una humedad determinada, se ha utilizado un método estándar, que consiste en poner una solución saturada de sal dentro de la cámara [17]. Mediante convección mecánica proporcionada por unos ventiladores, se alcanza el equilibrio rápidamente, dejando una humedad estable, que depende de la temperatura exclusivamente. Para evitar este último problema, se han utilizado sales que varían muy poco la humedad en el rango de temperaturas que se ha trabajado. Se puede encontrar en la literatura una variedad de sales, que proporcionan humedades entre 0 % y 100 %. En todas las mediciones que se mostrarán en este capítulo, en donde la humedad está presente, se utilizaron tres sales, Cloruro de Magnesio, Cloruro de Sodio y Benzoato de Sodio, las que producen 39 %, 74 % y 89 % de humedad relativa, respectivamente.

El reómetro controla con mucha precisión la rotación de su eje principal, éste además posee dos sensores, un sensor de fuerza normal y un sensor de torque en el eje de rotación (fig. 3.2). Existen dos modos de medición: Se puede controlar el torque aplicado sobre la muestra y medir la deformación o bien

controlar la deformación y medir el torque. En nuestros experimentos utilizamos el segundo modo, en donde se ha configurado el reómetro para realizar una deformación sinusoidal con amplitud $0,5 \text{ mrad}$, equivalente a $5,5 \mu\text{m}$ en el radio más largo de la muestra, asegurando que se está deformando a lo más un 6 % del tamaño de partícula, y con una frecuencia de $0,1 \text{ Hz}$, valor en el que el módulo de cizalle se mantiene aproximadamente constante [3]. Para realizar la deformación utilizamos un plato de acero, plano, de diámetro 25 mm , y para asegurar que la muestra de granos no deslice, se pegó un papel granulado de igual tamaño de granos que la muestra que se utilizó. Del mismo modo, se utilizó este papel para asegurar que la muestra no deslice por la base.

Para el experimento se hizo una muestra de granos de $30 \mu\text{m}$ de diámetro, con forma de anillo, de sección cuadrada como se observa en la figura 3.2, diámetro interior $18,04 \text{ mm}$, diámetro exterior $22,02 \text{ mm}$, radio medio $10,015 \text{ mm}$ y espesor medio $1,9 \text{ mm}$. Es importante mencionar, que se quiere determinar el módulo de cizalle a baja presión de confinamiento, por lo tanto, con nuestros parámetros tenemos $\phi\rho gh = 0,6 \times 2,4 \times 10^3 (\text{Kg}/\text{m}^3) \times 9,8 (\text{N}/\text{Kg}) \times 1,9 \times 10^{-3} (\text{m}) \sim 27 (\text{Pa})$, donde hemos asumido un empaquetamiento aproximado de $\phi = 0,6$, esto nos da una presión de confinamiento de 27 Pa , es decir, del mismo orden que la cohesión a causa la humedad. Debido a limitaciones del método sólo partículas pequeñas serán testeadas, ya que éstas poseen mayor cohesión que partículas de mayor tamaño que hacen la muestra más inestable.

Las señales de fuerza normal, desplazamiento del plato y torque del reómetro se han obtenido mediante una tarjeta de adquisición Ni-USB-6216, la que obtiene las señales en bruto del instrumento, a través de las salidas análogas de éste. Un computador entonces registra estas señales con una frecuencia de 500 Hz , asegurando así que observaremos cualquier evento rápido en las mediciones. Para obtener el desplazamiento real de la muestra de granos, o bien, la respuesta de éstos, se ha puesto una video-camara (Pike F-421), por

el costado de la muestra, de tal manera de registrar el movimiento de las partículas, con una velocidad de 7,5 frames por segundo y una resolución de 800x600 píxeles. Mediante Correlación de Imágenes, se puede obtener el campo de desplazamiento en la muestra, y observar si la deformación impuesta es seguida por los granos, si éstos fluyen o se fracturan.

El protocolo de medición consta primero de construir la muestra en un molde donde se depositan los granos, para luego retirarlo y dejar las partículas cohesionadas con forma de anillo. Después se cierra la cámara para generar el ambiente húmedo, el que se alcanza en unos pocos minutos. Los granos se dejan envejeciendo por aproximadamente una hora, período en el que el líquido condensa en la superficie de los granos y se forman los puentes². Entonces el plato del reómetro se apoya cuidadosamente sobre la muestra, hasta que fuerza normal sea distinta de cero, y finalmente se realiza el test oscilatorio por alrededor de 60 *seg*. Como se dijo anteriormente, se hicieron experimentos a humedades relativas de 39 %, 74 % y 89 %, variando la presión de confinamiento (controlada por la fuerza normal). Los datos obtenidos, son analizados, de manera que la deformación de cizalle impuesta en la muestra por el plato superior, y el torque medido, nos entreguen un diagrama de stress-strain, y con esta información obtener el módulo de elástico como función de nuestros parámetros de control.

3.3.2. Output del Reómetro: Torque, Desplazamiento, Fuerza Normal

Las señales de torque, fuerza normal y desplazamiento del plato, han sido medidas en función del tiempo, como se puede observar en la figura 3.3. El torque y el desplazamiento del plato tienen ciclos de período 10 *seg*, lo que es

²Este protocolo se realiza en cada ensayo, ya que la cohesión de los granos aumenta fuertemente con la humedad y con el tiempo de envejecimiento de éstos [12]

normal ya que la frecuencia del plato es $0,1 \text{ Hz}$. Se puede observar también que el torque sigue el movimiento del plato, es decir, están en fase, lo que implica que el término elástico es dominante con respecto al viscoso, de otro modo existiría un pequeño desfase entre estas señales. Notamos que la fuerza normal tiene la mitad del período de las otras señales, lo que es consecuencia de la deformación impuesta. El aumento en la fuerza normal se debe a que cuando los granos son cizallados, éstos tienden a dilatarse, provocando una presión sobre el plato del reómetro. Luego, esta dilatación es indiferente del signo del cizalle y por esto la fuerza normal tiene dos peaks por cada período de la señal de deformación.

La señal del torque no sigue necesariamente la forma de una senoide, en efecto, si miramos un semiperiodo, partiendo desde un punto con velocidad cero del plato (cuadro rojo en fig. 3.3), existen dos regímenes de velocidades, uno al principio donde el módulo del torque disminuye muy rápido hasta que llega a cero, y otro a continuación, donde la velocidad se reduce rápidamente, y el torque sigue creciendo hasta llegar a un peak, que corresponde al máximo de deformación. Ésto se repite en el otro semiperiodo.

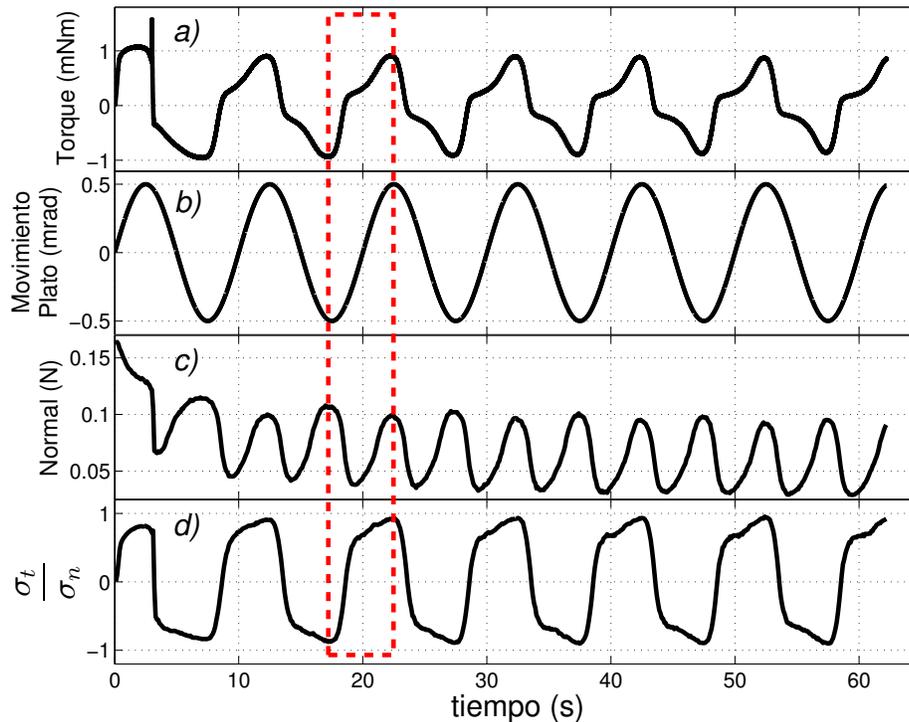


Figura 3.3: Señales de salida del reómetro: a) Torque. b) Desplazamiento del plato. c) Fuerza normal. d) Razón entre el stress tangencial y el stress normal. $R_H 89\%$.

Al comienzo de la deformación no podemos decir muchas cosas, ya que el sistema debe romper el equilibrio en que se encuentra, pero luego de un semiperiodo las señales se vuelven regulares, lo que quiere decir que la deformación se vuelve estacionaria. Cuando la velocidad del plato es cero, el módulo del torque es máximo al igual que la fuerza normal, lo que se debe a que el sistema se comprime internamente y crea una reacción sobre el plato. Por lo tanto, cuando comienza de nuevo el movimiento significa que existe una descompresión, el torque comienza a disminuir con una pendiente aproximadamente constante hasta llegar a cero, donde la fuerza normal es mínima. Luego el sistema comienza a comprimirse nuevamente.

La cuarta curva (fig. 3.3d) es la razón entre el stress tangencial y el normal, los cuales se obtienen respectivamente, multiplicando el torque por el radio medio del anillo ($\sim 10 \text{ mm}$), dividido por el área de la muestra ($\sim 125 \text{ mm}^2$), y dividiendo la fuerza normal por la misma área. Esta razón nos dice como fluye el medio granular, ya que como es sabido éste valor está relacionado al coeficiente de fricción interna del material. La curva se comporta muy similar al modelo de coulomb, donde el plateau corresponde al coeficiente de fricción. Efectivamente, la región en donde la curva cambia de signo corresponde a la descompresión que hablamos. El plateau por lo tanto, es la compresión, región en donde la fuerza normal aumenta, y el sistema puede fallar. El valor de μ_k se encuentra entre 0,7 y 0,9, en la muestra que se encuentra a 89% de humedad.

3.3.3. Campos de Desplazamiento Mediante DIC

El apéndice A muestra en detalle como implementar la técnica conocida como Correlación Digital de Imagen (DIC), la que es utilizada para obtener campos de desplazamiento en el plano de una superficie que se está deformando. Para aplicar esta técnica sobre dos imágenes, se debe poner especial atención al elegir la ventana de correlación en el procedimiento, ya que como se explica en el apéndice, una ventana muy pequeña produce valores con mucho ruido, dada la baja correlación. Por el contrario si la ventana es muy grande, el movimiento se promedia sobre muchas partículas, y por lo tanto, se pierde localidad.

Las imágenes fueron entonces divididas en sub-imágenes de 64x64 pixeles (aprox. 5x5 partículas), con un paso de 8 pixeles. La figura 3.4a es una imagen de la muestra de granos que se utilizó. La figura 3.4b muestra el resultado obtenido luego de realizar el procedimiento. Éste corresponde al campo U_x de desplazamiento, el campo U_y no es relevante porque básicamente sólo entrega información del ruido del método. Podemos observar que U_x tiene un movimiento

relativo con respecto a la altura, o sea existe una deformación de cizalle, y además podemos agregar que esta deformación es homogénea, ya que como se ve en la figura 3.4c, es un perfil de los desplazamientos con respecto a la altura, la pendiente γ es constante. Por supuesto esta deformación cambia con el tiempo, pero permanece homogénea en todo momento.

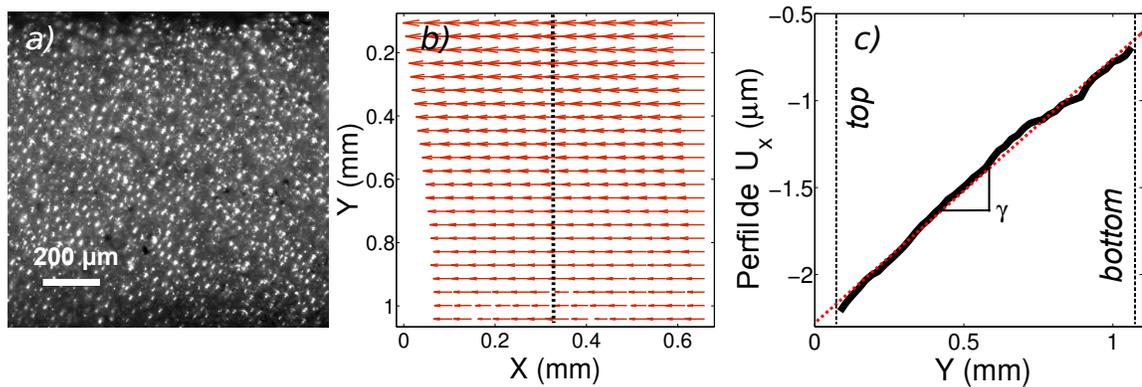


Figura 3.4: Técnica de correlación de imágenes aplicada a una muestra de granos, para obtener el campo de desplazamientos cuando ésta es cizallada con el reómetro. a) Perfil de la muestra. b) Campo U_x . c) Perfil en altura del campo U_x . La muestra son granos de $30 \mu\text{m}$ de diámetro, humedad 89 %.

Para obtener el desplazamiento de los granos, como función del tiempo, haremos un promedio en X por cada fila de Y , dado que éste no varía mucho con X (fig. 3.4b), y lo que obtenemos es un valor representativo del desplazamiento como función de la altura. Luego esto se realizó para cada par de imágenes consecutivas en el tiempo, de la muestra deformándose. Dado que el método de correlación de imagen entrega un desplazamiento relativo a la imagen de referencia, significa básicamente que obtenemos la velocidad de deformación en función del tiempo. Entonces para obtener el desplazamiento absoluto, debemos integrar este resultado en el tiempo³.

³Podríamos obtener directamente el desplazamiento absoluto de los granos si realizáramos el

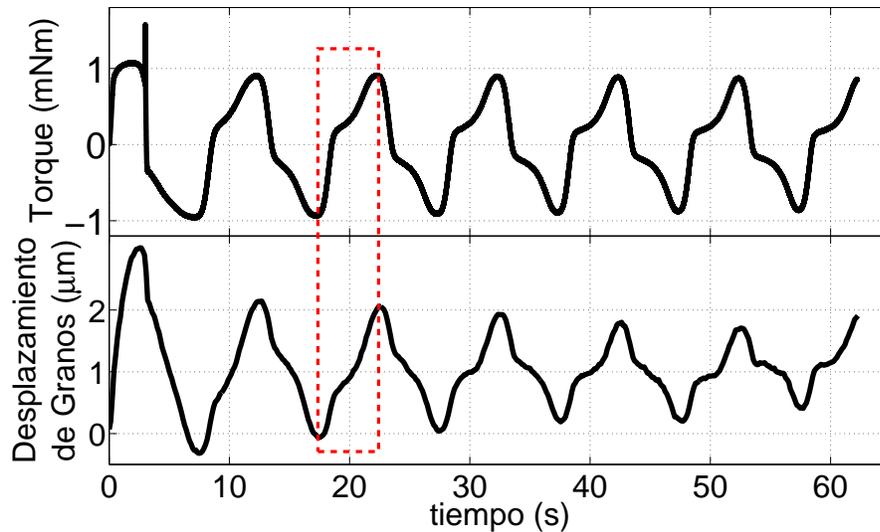


Figura 3.5: Torque y desplazamiento de los granos a la altura máxima de la muestra.

En la figura 3.5 se muestra el desplazamiento de la muestra en la altura máxima (justo antes del plato), como función del tiempo. Las curvas correspondientes a alturas más pequeñas de la muestra, son similares en forma, pero de amplitud cada vez menores, dado que la deformación es un cizalle homogéneo, como ya vimos. Podemos notar que el desplazamiento de los granos tiene la misma fase que el desplazamiento impuesto por el plato, sin embargo, la medición obtenida con nuestro método reveló que la amplitud es más pequeña que la impuesta, de hecho, esta amplitud disminuye con el tiempo, probablemente por un leve reacomodamiento de los granos.

La respuesta de los granos, no es una senoide como el desplazamiento impuesto, de hecho ésta se correlaciona mejor a la curva de torque. En efecto, las dos zonas que se mencionaban anteriormente, una donde el torque procedimiento con la primera imagen, como referencia, sin embargo, la ventana de correlación limita el desplazamiento máximo que podemos encontrar.

crece rápidamente y luego va mucho más lento, coinciden en la curva de desplazamiento de los granos (cuadro rojo fig. 3.5). Finalmente, podemos observar un leve offset de $1 \mu m$, que al igual que la amplitud, puede ser causado por un acomodamiento de los granos al ser deformados.

3.3.4. Shear Strain, Shear Stress y Módulo de Cizalle

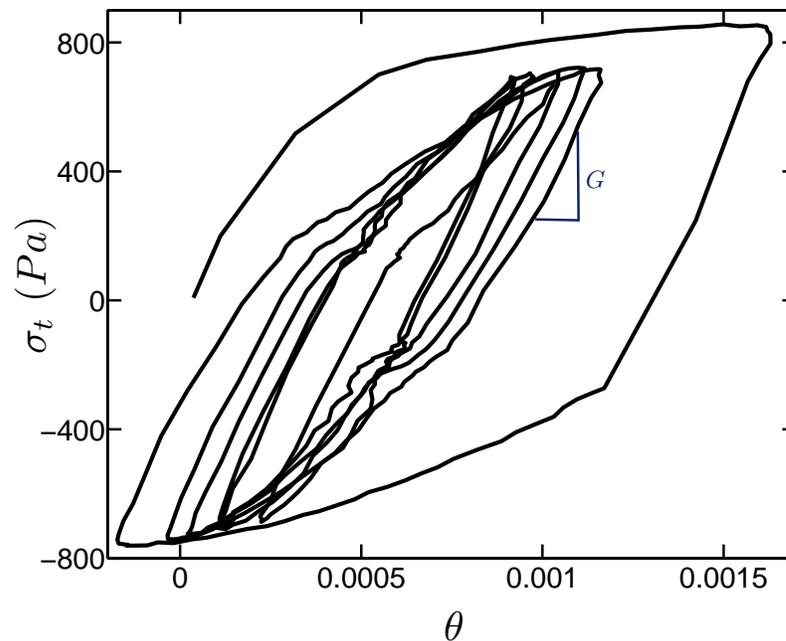


Figura 3.6: Diagrama Shear Stress-Shear Strain de una muestra de granos de $30 \mu m$ de diámetro, inmersa en un ambiente a 89% de humedad relativa.

En esta parte, utilizaremos la curva de torque y la curva de desplazamiento de los granos, para transformarla en un shear stress y un shear strain, respectivamente, de tal manera de utilizar la zona elástica de la curva stress-strain, si es que existe, para determinar de ahí el módulo de cizalle. Para obtener los respectivos stress y strain, en el caso del torque, debemos repetir un proceso que ya habíamos realizado cuando obtuvimos el stress tangencial en

la sección 3.3.2, es decir, multiplicar por el radio medio de la muestra y dividir por el área de contacto con el plato. Para obtener el strain sólo debemos dividir el desplazamiento por la altura de la muestra ($\sim 1,9 \text{ mm}$). Con estas nuevas variables el diagrama de stress-strain es representado en la figura 3.6, donde el movimiento se desarrolla en el sentido horario. Se puede distinguir una zona lineal en la parte positiva de la curva y una zona similar en la parte negativa. Éstas corresponden al momento en que el sistema se está descomprimiendo, como se analizó en la sección 3.3.2. Lo que sigue del diagrama es más bien ruidoso y tiende a curvarse para poder regresar al otro extremo de deformación.

La figura 3.6 también muestra algo que es muy interesante, y es que el sistema presenta histeresis, que ha sido reportado anteriormente [6],[5],[23]. El ancho vertical entre la ida y la vuelta muestra el hecho que el sistema tiene una resistencia a cizallarse y ha sido verificado que éste aumenta con el contenido de líquido, convergiendo rápidamente a un valor constante [23]. Por lo tanto, de los resultados anteriores y de esta curva en particular, podemos determinar un módulo de cizalle característico de nuestra muestra, para los parámetros respectivos. Este módulo entonces debe encontrarse en la zona que llamamos de descompresión, que es cuando el sistema comienza el movimiento nuevamente en cada ciclo, como muestra la figura 3.6, y dado que ésta es lineal, nos basta con tomar la pendiente de la curva. Como G cambia un poco en cada ciclo, se ha tomado el promedio de todos los ciclos, para cada una de las curvas adquiridas y se ha graficado el módulo obtenido en función de $(P_n + \sigma_s)$ (ver fig. 3.7), donde P_n es la presión que registra el plato del reómetro⁴ y σ_s es la cohesión de la muestra de granos, correspondiente a la humedad que se encuentran éstos⁵.

⁴Anteriormente se le había llamado σ_n , pero por razones de comprensión del texto, se ha cambiado a P_n

⁵La relación de humedad y cohesión se mostrará en la sección siguiente

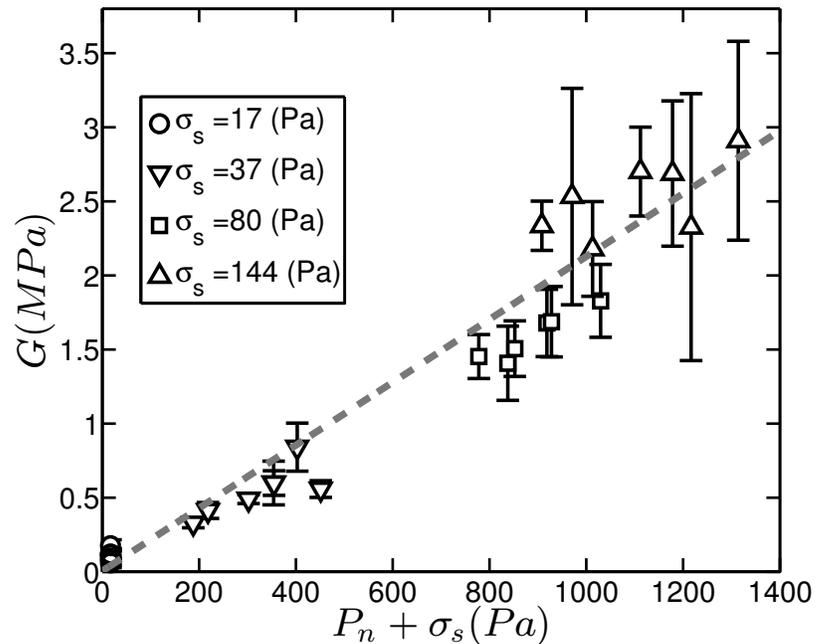


Figura 3.7: Módulo de cizalle en función de la presión de confinamiento, para las distintas humedades equivalente en cohesión. $\sigma_s = 17$ (Pa) $\rightarrow R_H = 39\%$, $\sigma_s = 37$ (Pa) $\rightarrow R_H = 74\%$, $\sigma_s = 80$ (Pa) $\rightarrow R_H = 82\%$ y $\sigma_s = 144$ (Pa) $\rightarrow R_H = 89\%$.

Finalmente, en la figura 3.7 se muestra una dependencia lineal de G con $(P_n + \sigma_s)$, resultado que difiere del obtenido por la teoría de campo medio [16] y verificada experimentalmente por Moller [3]. De lo anterior podemos pensar que, dado que el sistema está en un régimen de presión de confinamiento y cohesión muy baja, de tal modo que el punto de contacto, no ve el radio de curvatura de las partículas, sino más bien una escala pequeña correspondiente a las rugosidades [8], el sistema presenta otra interacción, donde Hertz deja de ser válido.

3.4. Evaluación del Tensile Strength

3.4.1. Configuración para Medir Cohesión

Para medir el tensile strength existen varios métodos utilizados, entre ellos cabe destacar el método de centrifugado [24], los métodos de tracción (adhesive method, split-plate method), el método basado en un test de compresión uniaxial y otros [5]. Sin embargo, éstos no permiten obtener la curva de stress-strain, sólo entrega un valor que representa el máximo stress que la muestra soporta antes de romperse. Para evaluar esta curva, se ha diseñado un dispositivo experimental (fig. 3.8) que consta de sensor de fuerza (en estiramiento), en nuestro caso ocupamos una balanza muy sensible ($\sim 0,1 \text{ mg}$), que por supuesto se encuentra dentro de una cámara para controlar la humedad. Sobre el plato de la balanza, se pone una muestra de granos, cuya superficie libre está plana.

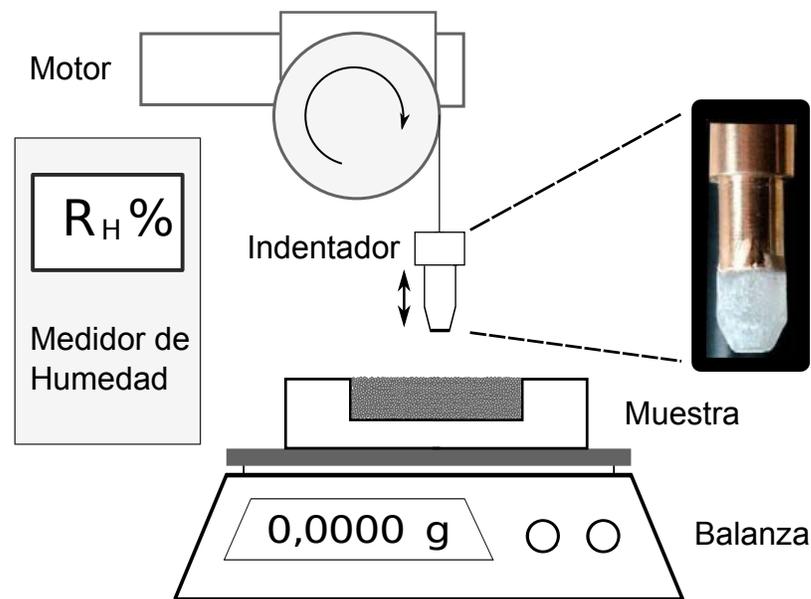


Figura 3.8: Dispositivo experimental utilizado para medir el tensile strength de una muestra de granos inmersos en un ambiente húmedo.

Por encima de la muestra hay una pieza hecha de bronce con una cabeza plana hecha de acrílico, en la que se han pegado granos del mismo tamaño que la muestra. Esta pieza, es sostenida con un hilo muy fino que se enrolla en una especie de carrete que está acoplado a un motor de rotación (Thorlabs CR1/MZ6). Esto permite mover la punta o indentador, verticalmente (ver fig. 3.8). Luego la idea del método es muy simple, se debe apoyar este indentador sobre la muestra de granos, y luego que los puentes líquidos entre las dos superficies que se tocan, estén consolidados, se debe subir el indentador a una cierta velocidad que asegure un régimen capilar. Cabe mencionar que el motor tiene un movimiento muy preciso y muy controlado. En este proceso, la balanza registra las medidas de peso a una frecuencia de 5 Hz .

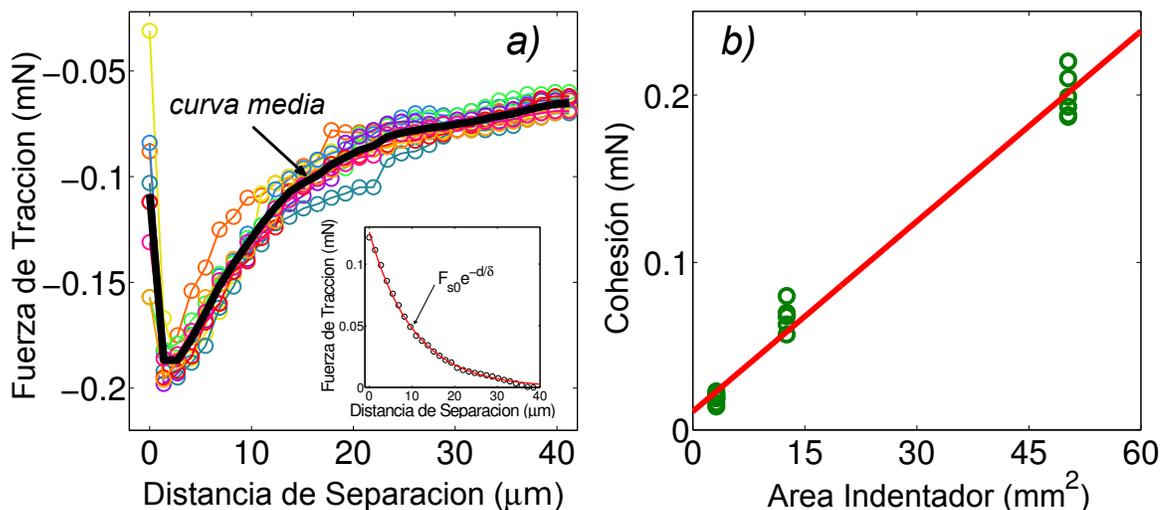


Figura 3.9: a) Tensile Strength como función del desplazamiento vertical del indentador. b) Tensile Strength como función del área del indentador.

Una parte del protocolo de medición consiste en esperar un lapso de tiempo determinado (una hora), que será el mismo siempre. Esto tiene relación con la formación de puentes líquidos en la muestra, lo que tiene una fuerte dependencia con el tiempo. Este fenómeno conocido como *ageing*, o

envejecimiento [12] se ha medido anteriormente, y el resultado es que la cohesión entre partículas aumenta logarítmicamente con el tiempo. Además este efecto se intensifica con la humedad.

Cuando realizamos el experimento, es evidente que cuando el indentador se apoya en la muestra, la balanza marca un valor positivo. Lo que nos interesa a nosotros es medir valores de peso negativo, que están relacionados al estiramiento de los granos. En la figura 3.9a podemos observar una curva típica de cohesión, la que pasa del lado positivo, al negativo, llegando a un mínimo y luego aumentado, hasta converger a un valor. Se realizaron varios ensayos, mostrando que la medida es repetible con un grado de dispersión. Si tomamos la curva y quitamos el leve offset (debido a que el indentador se llevo algunos granos consigo), tomamos el valor absoluto, encontramos una curva que es muy similar a la cohesión entre dos partículas (inset en fig. 3.9a). Un ajuste exponencial nos puede entregar algunos valores de utilidad, como son $\sigma_s = \frac{F_{s0}}{A}$ donde A es el área del indentador y F_{s0} es la fuerza a cero deformación, además podemos obtener una distancia característica de ruptura δ . En la figura 3.9b, podemos ver que la fuerza de cohesión F_{s0} es lineal con el área, así la medida del strength es única⁶.

3.4.2. La Cohesión como Función del Tamaño de Granos y la Humedad

Se han realizado mediciones del tensile strength, variando la humedad y el tamaño de granos. En figura 3.10a, en la que se muestra el valor de σ_s en función del tamaño de partícula para distintas humedades. De esta medición, vemos que el valor de σ_s disminuye fuertemente con el tamaño de granos, además la humedad es un factor importante para obtener una cohesión mayor, como se

⁶El área del indentador es elegida de tal modo que asegure que una medida de cohesión se encontrará dentro de la sensibilidad del sensor de fuerza

puede observar en la figura 3.10b. Podemos notar también, que a una humedad crítica cercana al 70% la cohesión comienza a subir fuertemente para todos los tamaños de granos.

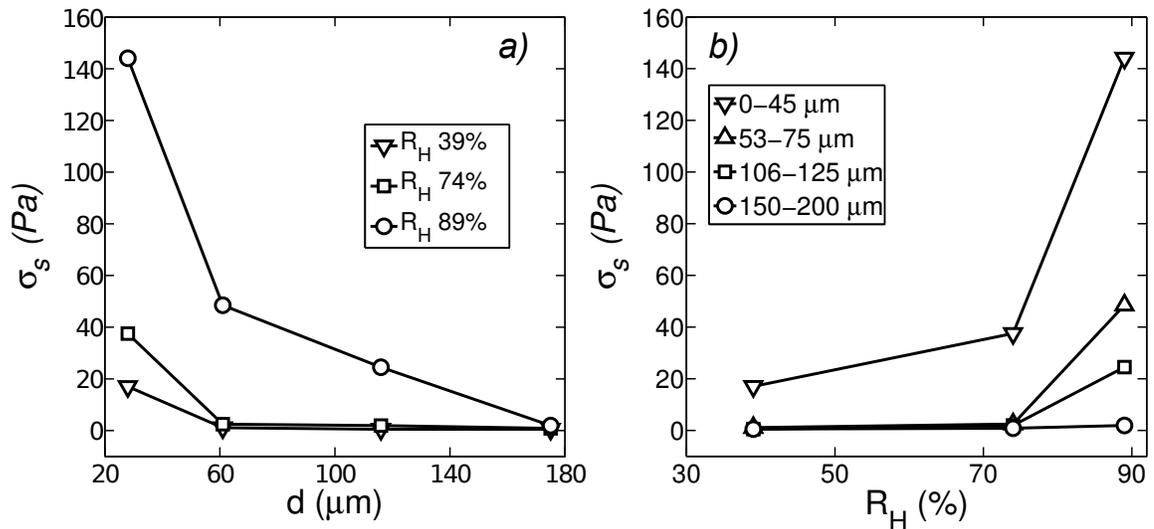


Figura 3.10: σ_s en función de a) Diámetro de partículas. y b) Humedad relativa.

Las curvas anteriores, nos dan un bosquejo del comportamiento general del tensile strength en función de los parámetros característicos de una muestra de material granular. Es interesante notar que la curva 3.10b, aunque tiene pocos puntos, muestra un comportamiento relativamente similar a la medición del ángulo de reposo en función de la humedad observada por Bocquet [25].

Estas mediciones serán fundamentales para entender la mecánica de fractura de una muestra, que se discutirá en el capítulo siguiente. También será de gran ayuda para observar la dependencia de otros parámetros como el tamaño de granos, que no se evidencia en el caso de tomar la humedad como variable. Por lo tanto, la cohesión debe ser una variable más representativa del problema.

3.4.3. Distancia de Ruptura Característica

Para finalizar esta sección, se mostrará una medida de la distancia característica de ruptura de los puentes capilares, obtenida de la curva de tensile strength. Ya se mencionó anteriormente que se realiza un ajuste exponencial para obtener δ (inset fig. 3.9), el que es graficado como función del tamaño de granos para distintas humedades en la figura 3.11a. Podemos ver que esta longitud es independiente del tamaño de granos, salvo la dispersión, pero dependiente de la humedad. Para evaluar la real dependencia de δ con d , debemos darnos cuenta que las variables utilizadas son d y R_H , sin embargo ya conocemos la dependencia de ésta última con el tamaño de granos y σ_s (fig. 3.10), por lo tanto, cuando graficamos δ en función de σ_s , la dependencia del tamaño de granos se hace evidente. Hemos encontrado que δ debe ir a grandes rasgos como el cuadrado del diámetro de partícula, lo cual se ve graficado en la figura 3.11b, en la que los puntos colapsan en una sola recta. De esta curva, podemos darnos cuenta también que δ depende linealmente con σ_s , la pendiente, tiene unidades $(N/m)^{-1}$, lo cual puede perfectamente estar relacionado a una tensión superficial, en efecto, ésta nos da $\approx 1/10(mN/m)^{-1}$, que es del mismo orden que la tensión superficial del agua-aire.

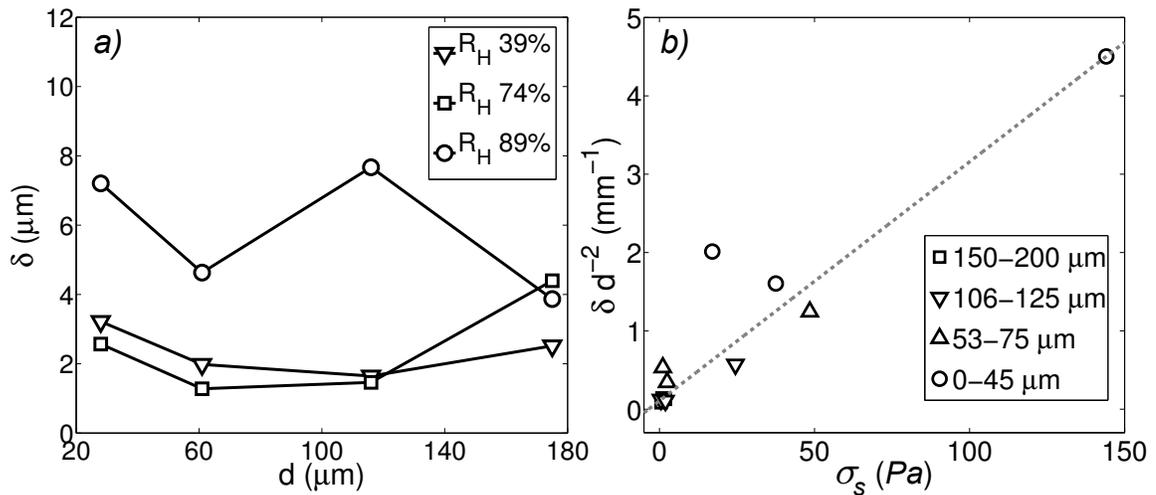


Figura 3.11: a) Distancia de ruptura en función del diámetro de partícula. b) Ajuste de δ .

3.5. Evaluación del Contenido de Líquido

3.5.1. Configuración Experimental

Para medir el contenido de líquido de nuestras muestras, en función de los tamaños de granos y las humedades utilizadas anteriormente, se dispuso de una configuración que consta de una balanza de precisión, una cámara de ambiente húmedo controlado y un horno, tal como se muestra en la figura 3.12. Se tiene una muestra de granos de aproximadamente 20gr , para cada tamaño de granos. Entonces se procede con el siguiente protocolo: Primero, se seca la muestra en un horno a 160°C por alrededor de una hora, luego rápidamente se mide la masa, evitando que el porta-muestra toque directamente la balanza, dado que la calibración de ésta depende de la temperatura. Una vez que registramos la masa, ponemos la muestra en un ambiente húmedo, por una hora, tiempo de envejecimiento que se fijó anteriormente. Rápidamente medimos la masa, y

volvemos a poner la muestra en el horno, de tal manera de tomar un valor medio del contenido de líquido medido.

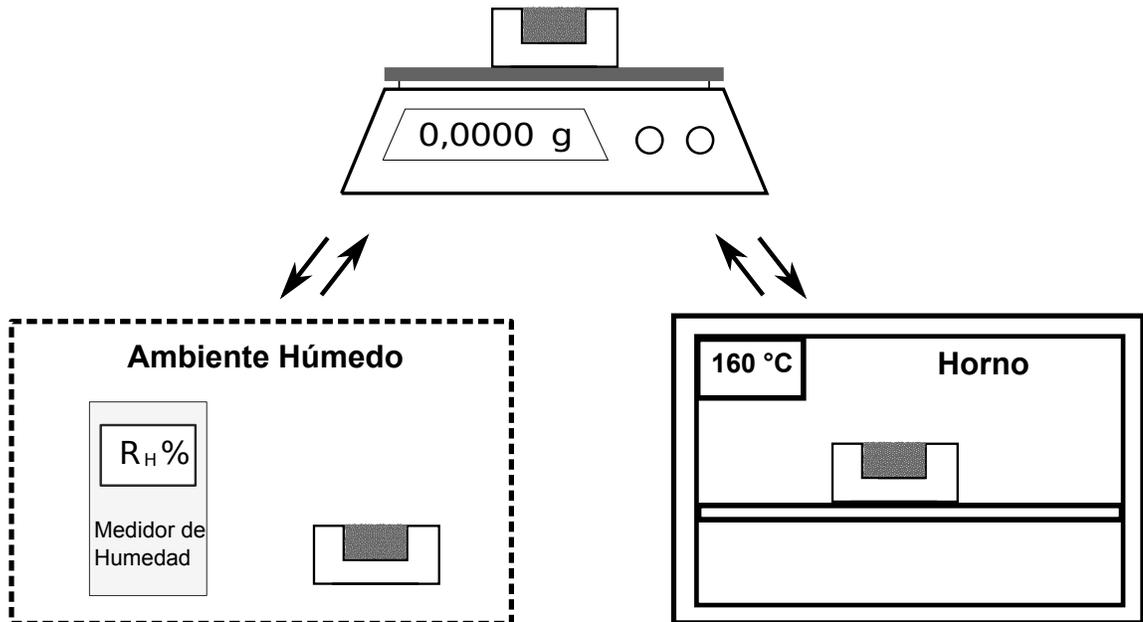


Figura 3.12: Protocolo experimental para medir el contenido de líquido de una muestra de granos que se encuentra en un ambiente húmedo.

Realizando el protocolo anterior, evitando que la muestra se contamine y tomando las precauciones necesarias, se puede lograr una medida muy repetible.

3.5.2. Contenido de Líquido como Función del Tamaño de Granos y la Humedad

En la figura 3.13a, se muestra una medida relativa del contenido de líquido, definida como $W = V_l/V_v$, donde V_l es el volumen de líquido de la muestra y V_v es el volumen vacío, dado por $(1 - \phi) \times V_g$, donde ϕ es la compactación y V_g es el volumen de granos de vidrio. En la figura 3.13b se muestra también una medida del espesor característico de líquido que cubre la superficie de cada partícula.

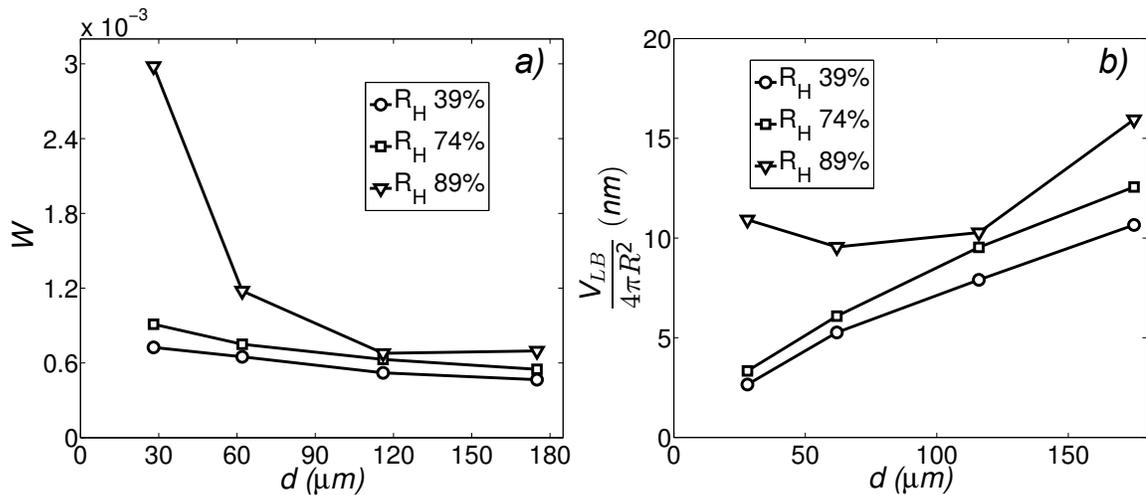


Figura 3.13: a) Medida del contenido de líquido de una muestra en función del tamaño de granos, para distintas humedades. b) Medida del espesor característico de líquido en la superficie de una partícula.

Se observa en ambas curvas que las humedades de 39% y 74% tienen un comportamiento bastante similar, muy diferente al caso de 89% de humedad donde se observa que la fracción de volumen de líquido es mucho mayor cuando el tamaño de partícula se hace pequeño, y relativamente igual para tamaños de partícula grandes. La medida del film de líquido se mantiene aproximadamente constante para 89% de humedad y partículas mas pequeñas, mientras que a humedades mas bajas el film tiende a crecer con el tamaño de partícula.

La medida del contenido de líquido así como el espesor característico del film, son dos medidas que nos ayudarán a entender en que régimen cohesivo nos encontramos, esto es fundamental, para poder modelar un sistema compuesto por un medio granular, el cual la mayoría de las veces es muy complicado de abordar.

3.5.3. Análisis

La medida del contenido de líquido es muy importante para darnos cuenta en que régimen cohesivo se encuentran las muestras bajo los parámetros impuestos. Podemos observar que el contenido de líquido es muy bajo, incluso para el valor de humedad más grande que se ha trabajado, que corresponde a aproximadamente 10^{-3} . Ésto muestra que nos encontramos en la zona donde se ha observado que varios de los parámetros relacionados a una muestra de granos varía fuertemente [13] y probablemente lo que domine este régimen son las longitudes correspondientes a las rugosidades de las partículas. Es interesante notar que entre 39 % y 74 % de humedad, el contenido de líquido tiene una leve dependencia con el tamaño de partícula, sin embargo, para 89 % el contenido de líquido aumenta fuertemente en el caso de partículas pequeñas, lo que puede ser un indicador del comportamiento de la cohesión, en donde se observa que para partículas pequeñas siempre es mucho mayor este efecto.

3.6. Conclusiones Preliminares

Para concluir este capítulo, resumiremos los principales resultados, que ciertamente tienen relevancia en el análisis de los fenómenos que se presentan en el capítulo siguiente.

Se ha implementado un método que permite medir el tensile strength de un conjunto de partículas húmedas, y asimismo medir la cohesión como función del estiramiento. Los resultados muestran el efecto de “strain-softening” que estamos interesados, corroborando la hipótesis de que el material como conjunto también sufre este debilitamiento, al igual que lo hace un solo capilar cuando es estirado. Se observa que la cohesión cae como una exponencial.

La medición de tensile strength nos muestra que los granos tienen

cohesiones muy bajas en el caso de tamaños de granos relativamente grandes y humedades bajas, correspondientes a valores cercanos a $1 Pa$. En el caso de humedades altas o granos pequeños, las cohesiones pueden llegar hasta los $200 Pa$, lo que es comparativamente mayor que en los casos anteriores. En todos los casos se observa que la cohesión cae fuertemente con el tamaño de granos. Sin embargo, estos valores de cohesión son suficientemente pequeños como para suponer que la interacción elástica provocada por la aparición de estos puentes líquidos es lineal con la deformación.

Un resultado que puede ser interesante es la dependencia del tensile strength con la humedad. Uno puede observar que a baja humedad la cohesión es cercana a cero hasta aproximadamente 70% , valor en el que la cohesión comienza a aumentar fuertemente. Se puede observar un resultado similar en el trabajo de Fraysse [14], en el que se mide el ángulo de reposo como función de la humedad.

Se ha medido la distancia característica de ruptura del material, mediante un ajuste exponencial de la curva de fuerza versus elongación. Esta distancia se observa que es una función lineal de la cohesión y una función inversa al cuadrado del tamaño de granos.

La medición del modulo de cizalle nos entrega valores muy similares a los medidos en distintos trabajos previos. Lo notable es que se ha medido en función de la humedad, o bien como función de la cohesión, dado que el experimento anterior nos permite hacer la conversión. Se ha encontrado que G debe ser una función lineal de la presión de confinamiento total $(\sigma_s + P_n)$, lo que está en desacuerdo con la teoría de campo medio para elasticidad de Hertz y las mediciones hechas por Moller [3]. Lo anterior se puede entender si se toma en cuenta que la baja cohesión y el bajo contenido de líquido que se obtienen de un ambiente húmedo son indicios de que el régimen dominante en estos casos son las rugosidades, lo que daría una elasticidad lineal.

Capítulo 4

Formación de patrones en una capa de granos sometida a cizalle puro

4.1. Motivación

En capítulos anteriores nos hemos focalizado en el estudio de las inestabilidades de capas granulares por el efecto de un ablandamiento por deformación en tensión uniaxial. La pregunta que surge naturalmente y que abordamos en el presente capítulo es la posibilidad de observar inestabilidades en cizalle puro donde toda elongación en el plano de la muestra esta totalmente suprimida. Naturalmente un efecto de ablandamiento debido a un estiramiento no podría ser invocado como responsable de alguna inestabilidad en estas condiciones y otros efectos deberían operar. Entre ellos están el efecto de dilatación debida al cizalle, lo que induciría un debilitamiento de G por disminución de los contactos entre los granos. De este modo, en sectores de dilatación, deben aparecer bandas de cizalle, además se espera que el material dilate perpendicularmente al plano y que su módulo de cizalle disminuya progresivamente hasta llevar a la eventual ruptura del material. Notemos que en el caso húmedo, se espera que este debilitamiento sea todavía mas notorio debido al debilitamiento por elongación de algunos puentes capilares¹.

Desde el punto de vista experimental un cizalle puro puede lograrse por una compresión y una dilatación de la misma amplitud en los ejes perpendiculares contenidos en el plano de capa granular, puesto que el tensor de deformación en este caso tiene traza nula. La celda experimental descrita en capítulos precedentes está especialmente adaptada a estos propósitos y nos permite explorar cizalles del orden de la unidad, lo que nos da un rango amplio en el que un efecto de dilatación debería ser observable.

A continuación presentamos una serie de resultados de estructuras obtenidas variando el espesor de las muestras, la cohesión del material y el

¹En cizalle existe también un desplazamiento relativo de los granos, por lo que puede existir un efecto de *strain-softening* por estiramiento de los capilares [26].

tamaño del grano. Comenzaremos por el caso que exhibe mayor cohesión, lo que corresponde a pequeñas partículas a humedades relativamente altas, y concluiremos con el caso de muy baja cohesión.

4.2. Fractura por cizalle

Cuando la cohesión es elevada el cizalle induce estructuras como las que se presentan en la figura 4.1. Notorios dominios, de tamaño relativamente bien seleccionados y que hacen un ángulo constante con la dirección de estiramiento (eje horizontal), se desarrollan a medida que se aumenta el cizalle. La longitud de onda, λ , es decir el tamaño típico de las estructuras, aumenta linealmente con el espesor, h , de la capa granular. El panel de la derecha en la figura 4.1 ilustra este comportamiento. Asimismo, la pendiente de λ versus h aumenta en la medida que se aumenta la humedad relativa y con ésta la cohesión.

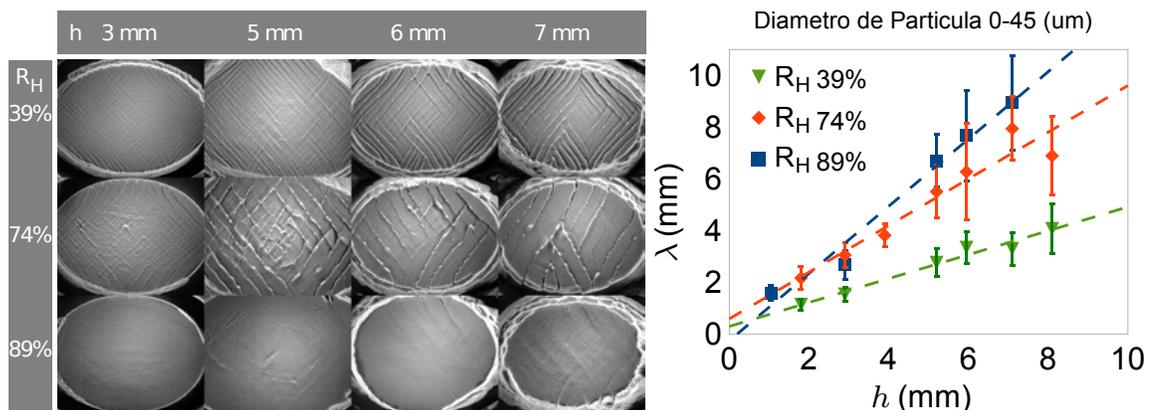


Figura 4.1: Patrón de franjas en cizalle puro, para tamaño de partículas de $0 - 45 \mu m$. A la izquierda, imágenes del patrón de franjas a distintos espesores y humedades. A la derecha, dependencia de longitud de onda en función del espesor, a distintas humedades. Las cohesiones equivalentes a estos granos son: $R_H 39\% \rightarrow \sigma_s = 17(Pa)$, $R_H 74\% \rightarrow \sigma_s = 37(Pa)$, $R_H 89\% \rightarrow \sigma_s = 144(Pa)$.

Con el objeto de proporcionar una visión mas detallada de la características de las estructuras, se ha realizado un análisis de los desplazamientos por medio del método de correlación de imágenes y, a partir de esta información, se han obtenido los campos de cizalle y de vorticidad que se presentan en las figuras 4.2 y 4.3 para dos humedades relativas.

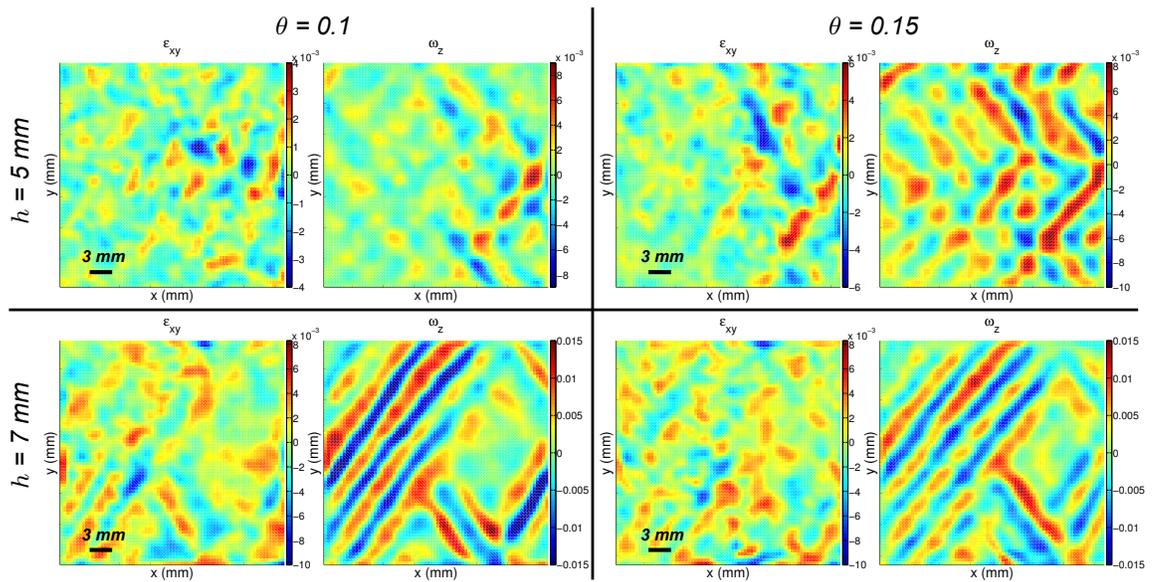


Figura 4.2: Componente de cizalle y vorticidad en shear puro, a distintas espesores y strain. $d_0 = 45 \mu\text{m}$, $R_H 39\%$, $\sigma_s = 17(\text{Pa})$.

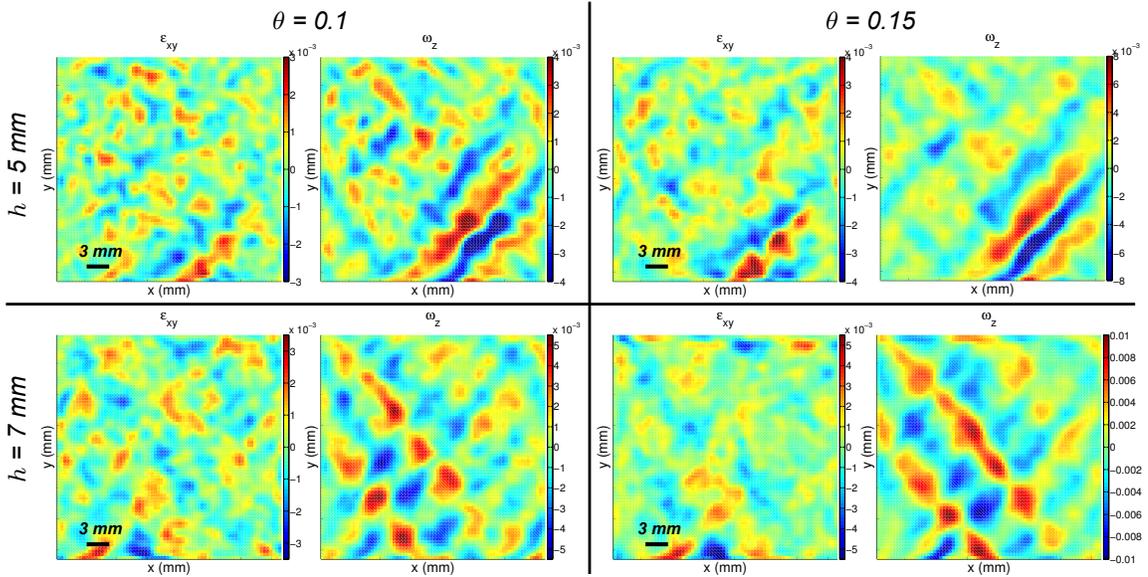


Figura 4.3: Componente de cizalle y vorticidad en shear puro, a distintas espesores y strain. $d_0 = 45 \mu\text{m}$, $R_H 89 \%$, $\sigma_s = 144 \text{ (Pa)}$.

En este caso, observamos que el cizalle conduce a una fractura notoria de la capa granular. Con la finalidad de obtener una mayor comprensión de los mecanismos de selección del tamaño de la estructura, a continuación presentamos un análisis energético donde la capa granular se describe como un medio elástico de módulo de cizalle G . En esta aproximación, existe una ganancia energética que corresponde a la liberación de la energía de cizalle al producirse la ruptura y costos energéticos que corresponden a un cizalle adicional que varía en el espesor, además de la energía por unidad de superficie necesaria para producir la fractura γ_f . La figura 4.4 esquematiza lo anterior. Con esto la variación de la energía por unidad de longitud paralela a la fractura, ΔU , se escribe,

$$\Delta U = \frac{1}{2} G \gamma^2 \lambda h - \frac{1}{2} G \left(\frac{\gamma \lambda}{h} \right)^2 \lambda h - 2 \gamma_f h, \quad (4.1)$$

donde el primer término de la derecha es la liberación de energía de cizalle al nuclear las fracturas, el segundo es la energía de la distorsión elástica inducida

por un cizalle ($\frac{\gamma\lambda}{h}$) en el espesor de la capa, mientras que el tercero es el costo de introducir una fractura que libera dos superficies. Para obtener una longitud de onda óptima es necesario minimizar la densidad de energía, $\Delta U/\lambda$ con respecto de λ . De donde se obtiene,

$$\lambda^3 = \frac{2\gamma_f h^2}{G\gamma^2}. \quad (4.2)$$

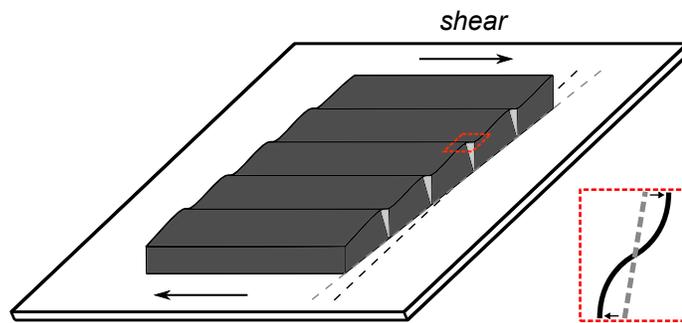


Figura 4.4: Esquema de cizalle en la muestra.

Para continuar es necesario introducir un criterio para la aparición de la fractura. Dada la dependencia de la longitud de onda con la cohesión, elegimos aquí como criterio que el desplazamiento relativo de la superficie libre en la fractura sea superior a una distancia mínima, en este caso, esto es, $h\gamma_c \geq d$, donde d el diámetro de los granos. Con esto encontramos,

$$\lambda = \frac{h^{4/3}}{d^{1/3}} \left(\frac{\sigma_s \delta}{Gd} \right)^{1/3}, \quad (4.3)$$

donde hemos aproximado, $\gamma_f \approx \sigma_s \delta$ y δ es la distancia de ruptura de un puente capilar promedio. Dado que se mostró en capítulos anteriores que G es proporcional a σ_s , debe comprenderse que λ es función de la cohesión sólo a través de δ . Como se ve, esta estimación nos dice que λ es función de $h^{4/3}$ lo que es ligeramente más rápido que lo observado experimentalmente. Sin embargo,

dado el rango pequeño de variación de h , experimentalmente es difícil discriminar ambos escalamientos. Cabe mencionar que otro criterio de fractura, basado en energía disponible para fractura, da como resultado una dependencia lineal de λ con h pero no captura ninguna dependencia en la cohesión, en contraste con el experimento, por lo que es insatisfactorio. En conclusión, la relación obtenida en la ecuación 4.3 es una aproximación que no describe los detalles de los campos de deformación pero da una indicación de la dependencia con h y en particular con la cohesión. Así, cualitativamente, la longitud de onda aumenta lentamente con δ que es una función creciente de la cohesión, tal como se describió en capítulos anteriores.

4.3. Estructuras en cizalle a cohesión intermedia

Los patrones a tamaño de partículas intermedia no siempre exhiben una fractura notoria salvo a muy alta cohesión, mas bien se trata de una variación suave del perfil de la capa granular, esto significa que la distorsión inducida escapa ligeramente al plano vertical, según lo ilustra la figura 4.5. Notemos también que los patrones se hacen tan suaves que difícilmente pueden observarse al ojo desnudo.

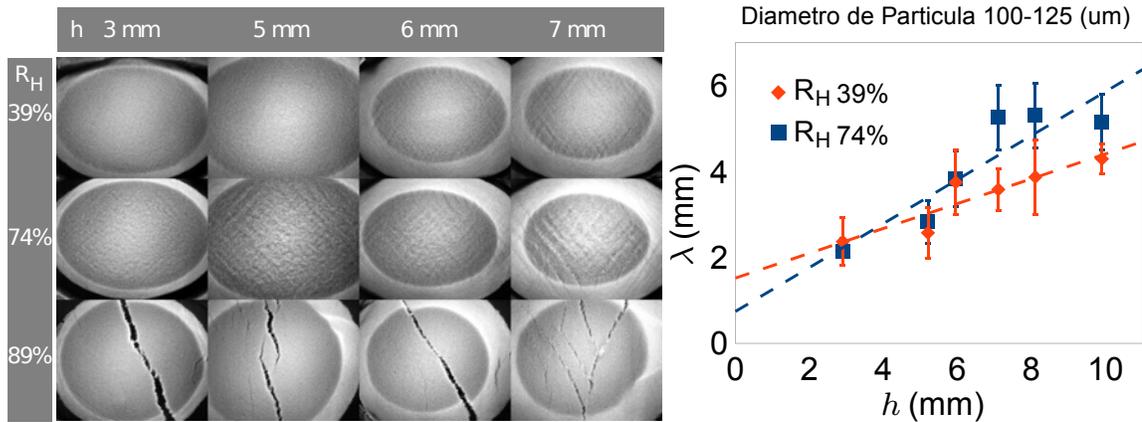


Figura 4.5: Patrón de franjas en cizalle puro, para tamaño de partículas de $106 - 125 \mu m$. A la izquierda, imágenes del patrón de franjas a distintos espesores y humedades. A la derecha, dependencia de longitud de onda en función del espesor, a distintas humedades. Las cohesiones equivalentes a estos granos son: $R_H 39\% \rightarrow \sigma_s = 0,5(Pa)$, $R_H 74\% \rightarrow \sigma_s = 1,9(Pa)$, $R_H 89\% \rightarrow \sigma_s = 24(Pa)$.

4.4. Estructuras en cizalle a baja cohesión

Con tamaños de partículas mas grandes la cohesión comienza a disminuir drásticamente incluso para grandes humedades. En este caso las estructuras son siempre muy suaves, difíciles de observar al ojo desnudo y presentan una modulación del espesor de la capa granular. Bajo estas circunstancias, las estructuras son claramente distinguibles de una estructura en bandas de fractura puesto que el cizalle se distribuye mas homogéneamente en la estructura modulada. La figura 4.6 ilustra este comportamiento. Notemos también que la longitud de onda de la estructura aunque todavía lineal con el espesor h , exhibe un offset. Asimismo, la pendiente de la relación lineal varía lentamente con la cohesión.

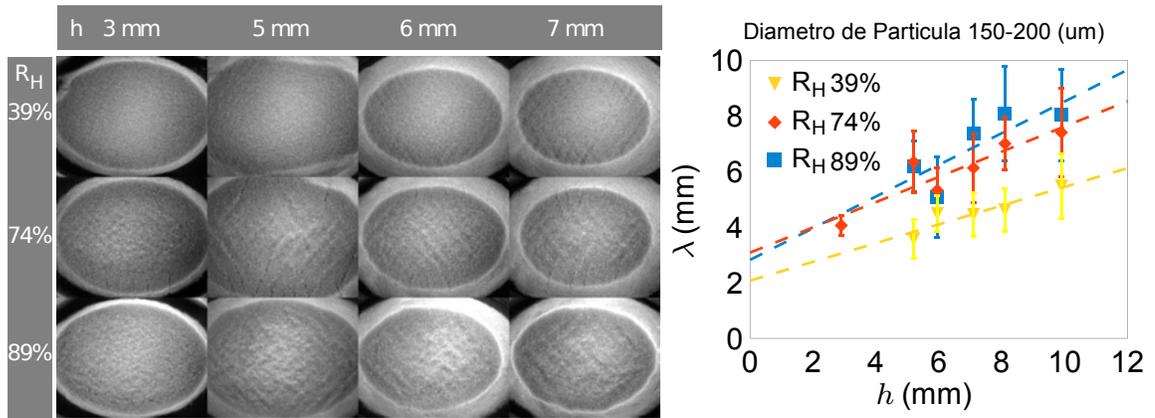


Figura 4.6: Patrón de franjas en cizalle puro, para tamaño de partículas de $150 - 200 \mu m$. A la izquierda, imágenes del patrón de franjas a distintos espesores y humedades. A la derecha, dependencia de longitud de onda en función del espesor, a distintas humedades. Las cohesiones equivalentes a estos granos son: $R_H 39\% \rightarrow \sigma_s = 0,5(Pa)$, $R_H 74\% \rightarrow \sigma_s = 0,8(Pa)$, $R_H 89\% \rightarrow \sigma_s = 1,9(Pa)$.

Los análisis de desplazamientos que nos permiten estimar los campos de cizalle y vorticidad inducidos por la inestabilidad se presentan en las figuras 4.7 y 4.8 para dos valores de humedad relativa bien distintos. En ambos casos el cizalle y la vorticidad inducida se distribuye en una red aproximadamente cuadrada, cuya amplitud aumenta con el cizalle externo.

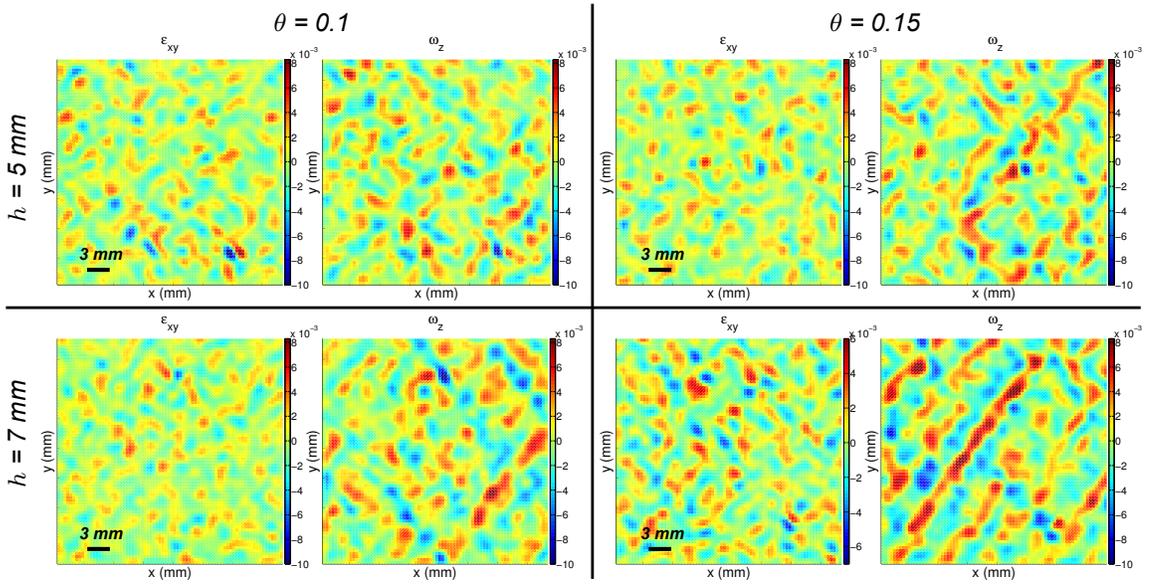


Figura 4.7: Componente de cizalle y vorticidad en shear puro, a distintas espesores y strain. $d_{150} - 200 \mu\text{m}$, $R_H 39\%$, $\sigma_s = 0,5(\text{Pa})$.

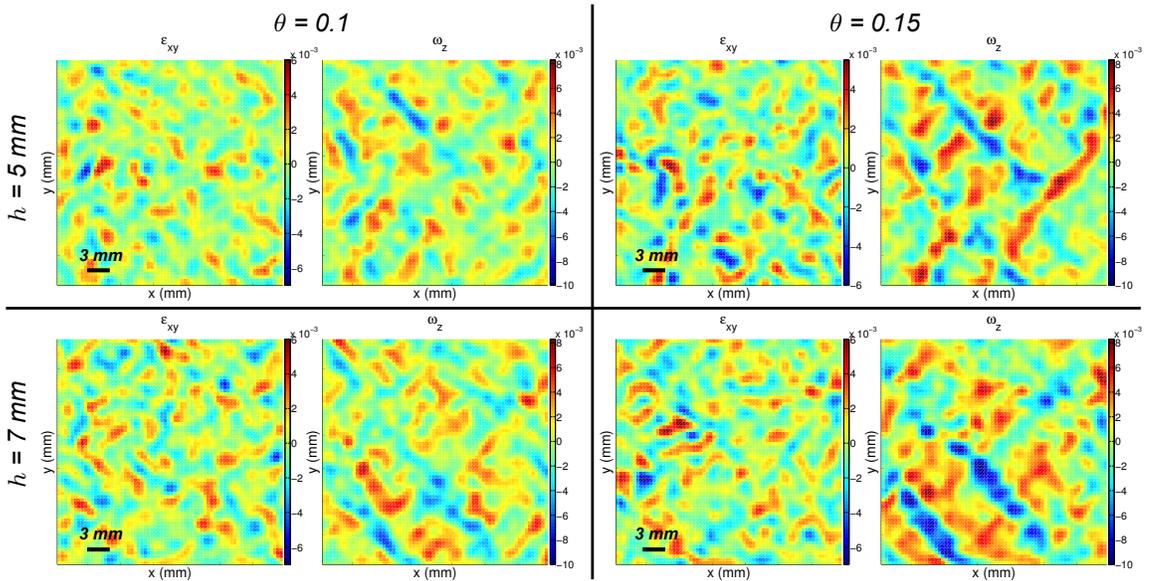


Figura 4.8: Componente de cizalle y vorticidad en shear Puro, a distintas espesores y strain. $d_{150} - 200 \mu\text{m}$, $R_H 89\%$, $\sigma_s = 1,9(\text{Pa})$.

4.5. Caso no cohesivo

Como hemos visto, para el caso débilmente cohesivo la longitud de onda es todavía una función lineal del espesor de la capa, sin embargo un offset para espesor nulo aparece sistemáticamente. Para asegurarnos que no existe cohesión alguna y que en efecto nos enfrentamos a un fenómeno nuevo de selección de tamaño, hemos desarrollado una serie de experimentos en los que las partículas de vidrio son reemplazadas por partículas de bronce de $256\mu m$ y $90\mu m$. Dado que la densidad del bronce es casi tres veces aquella del vidrio, esta elección, junto con un ambiente bajo en humedad relativa nos asegura que las fuerzas cohesivas son despreciables frente al peso de las partículas.

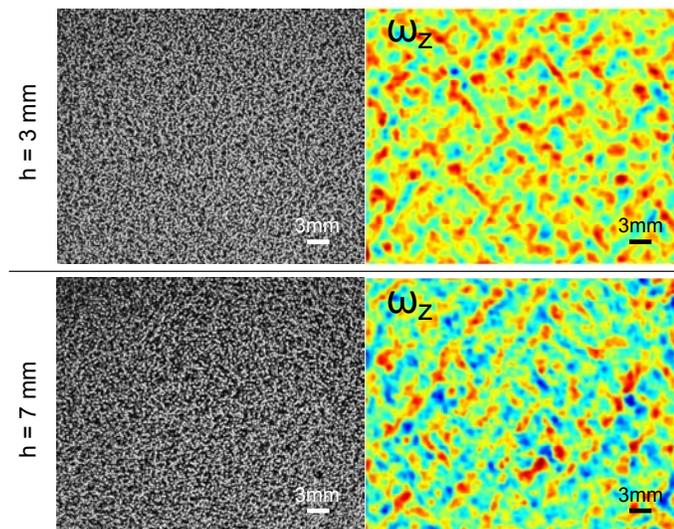


Figura 4.9: Estructuras obtenidas en cizalle puro para dos espesores para partículas de bronce, $h = 3mm$ y $h = 7mm$. $d = 200\mu m$, $\theta = 0,15$. Izquierda: imágenes directas de la superficie de la capa. Derecha: campos de vorticidad en la superficie libre obtenidos por correlación de imágenes.

La figura 4.9 muestra a la izquierda una imagen de la superficie de la

muestra de granos de bronce mas grandes, en donde a simple viste no es posible observar ningún patrón, sin embargo cuando realizamos el análisis de imágenes se puede observar claramente en el campo de vorticidad (a la derecha en fig. 4.9) una estructura similar a la que observamos en los casos anteriores, con cohesión. Este análisis es útil para obtener λ en función de d y h

Por su parte la dependencia de la longitud de onda con el espesor continua exhibiendo un offset claro, Fig. 4.10. Cabe notar sin embargo, que las mediciones en este régimen son mucho mas delicadas debido a que las amplitudes de desplazamientos asociados a la estructura celular son mucho mas pequeñas.

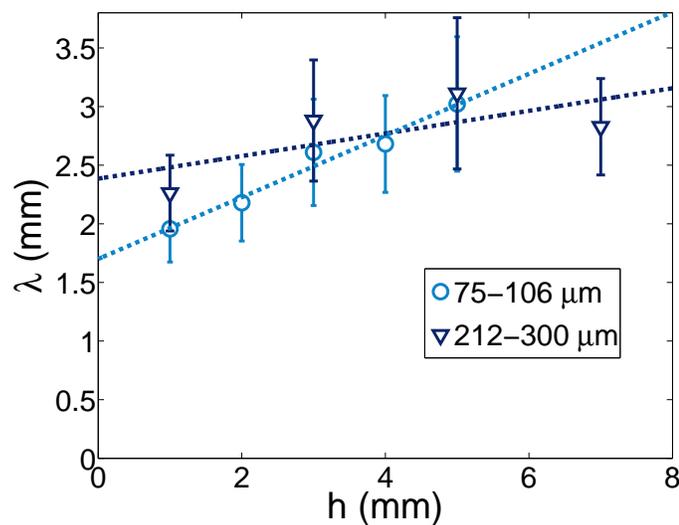


Figura 4.10: λ vs. h para partículas de bronce a muy baja cohesión.

Es posible observar finalmente de la figura 4.10 que frente a una diferencia de aproximadamente tres veces un tamaño de granos, la longitud de onda no sufre un cambio sustancial, lo que nos hace concluir que debemos encontrar otra longitud característica del sistema, que no es ni h ni d , y por lo tanto se necesita explorar mas aún. En este caso una primera hipótesis puede ser que el ancho de la banda que se genera, juegue un rol fundamental, por lo que un análisis de tracking debe ser implementado.

En resumen, estos resultados nos llevan a concluir que otro mecanismo de softening no asociado a la cohesión está tomando lugar. Este mecanismo está bajo análisis. La evidencia actual, nos hace pensar que se debería a una disminución del coeficiente de fricción debido a la dilatación en la banda de cizalle. Así el coeficiente de fricción decrece con la dilatación en una distancia característica de unos pocos granos. El offset observado entonces corresponde a unos pocos granos asociados a la distancia de debilitamiento del coeficiente de fricción.

Capítulo 5

Conclusiones y Proyecciones

Se ha realizado este capítulo adicional, para de alguna manera resumir los resultados obtenidos en el transcurso de esta tesis, lo que debe servir de apoyo para quien desee leer este trabajo.

5.1. Caracterización de Granulares Húmedos

Se ha implementado un método que permite medir el tensile strength de un conjunto de partículas húmedas, y asimismo medir la cohesión como función del estiramiento. Los resultados muestran el efecto de “strain-softening” que estamos interesados, corroborando la hipótesis de que el material como conjunto también sufre este debilitamiento, al igual que lo hace un solo capilar cuando es estirado. Se observa que la cohesión cae como una exponencial.

La medición de tensile strength nos muestra que los granos tienen cohesiones muy bajas en el caso de tamaños de granos relativamente grandes y humedades bajas, correspondientes a valores cercanos a $1 Pa$. En el caso de humedades altas o granos pequeños, las cohesiones pueden llegar hasta los $200 Pa$, lo que es comparativamente mayor que en los casos anteriores. En todos los casos se observa que la cohesión cae fuertemente con el tamaño de granos. Sin embargo, estos valores de cohesión son suficientemente pequeños como para suponer que la interacción elástica provocada por la aparición de estos puentes líquidos es lineal con la deformación.

Un resultado que puede ser interesante es la dependencia del tensile strength con la humedad. Uno puede observar que a baja humedad la cohesión es cercana a cero hasta aproximadamente 70% , valor en el que la cohesión comienza a aumentar fuertemente. Se puede observar un resultado similar en el trabajo de Fraysse [14], en el que se mide el ángulo de reposo como función de la humedad.

Se ha medido la distancia característica de ruptura del material, mediante

un ajuste exponencial de la curva de fuerza versus elongación. Esta distancia se observa que es una función lineal de la cohesión y una función inversa al cuadrado del tamaño de granos.

La medición del modulo de cizalle nos entrega valores muy similares a los medidos en distintos trabajos previos. Lo notable es que se ha medido en función de la humedad, o bien como función de la cohesión, dado que el experimento anterior nos permite hacer la conversión. Se ha encontrado que G debe ser una función lineal de la presión de confinamiento total ($\sigma_s + P_n$), lo que está en desacuerdo con la teoría de campo medio para elasticidad de Hertz y las mediciones hechas por Moller [3]. Lo anterior se puede entender si se toma en cuenta que la baja cohesión y el bajo contenido de líquido que se obtienen de un ambiente húmedo son indicios de que el régimen dominante en estos casos son las rugosidades, lo que daría una elasticidad lineal.

5.2. Modulación inducida por debilitamiento de la fuerza capilar

Cuando se impone una deformación uniaxial por la base de una capa delgada de granos cohesivos, aparece un patrón de franjas perpendiculares a la dirección de deformación, fenómeno que da cuenta de una inestabilidad presente en el sistema debida principalmente al debilitamiento de los contactos líquidos. Se ha observado mediante diferentes técnicas de imágenes, el movimiento local de los granos en el plano y fuera del plano, encontrándose que la inestabilidad da origen a una modulación del desplazamiento (en el plano y fuera del plano), localizando la dilatancia, lo que eventualmente conduce a fracturas del material. El análisis también nos revela que la amplitud de la modulación es una función monótonamente creciente del strain y , ya sea el caso de modulación o el de

fracturas, ninguno posee umbral, es decir, éstas se observan desde el inicio de la deformación.

El patrón de fracturas se observa mejor a espesores grandes y alto strain, así como también a tamaños de partículas pequeños. La longitud de onda del patrón es una función lineal del espesor de la capa, el que para cohesiones muy bajas, cercanas a cero, nos entrega una pendiente de $\approx 0,5$, independiente del tamaño de granos.

El análisis del efecto de la humedad en la inestabilidad, revela que a mayor humedad, mayor es la longitud de onda, y que ésta condiciona el sistema para que se fracture, lo que está relacionado a la competencia de la cohesión con el peso de los granos. Se observa que la longitud de onda se mantiene aproximadamente constante hasta un valor de $\approx 70\%$, donde λ crece fuertemente. En términos de la cohesión se observa que a valores bajos, a un espesor dado, la longitud de onda converge a un valor de $\approx h/2$ y luego las curvas comienzan a separarse dependiendo del tamaño de granos, las que tienen una tendencia creciente.

A pesar de la complejidad del sistema y la cantidad de parámetros disponibles, se ha podido realizar un modelo basado en el “strain-softening” de la interacción entre granos, el que predice la dependencia de λ con h , y además el modelo considera los parámetros principales del sistema, G, σ_s y θ_m , en esta relación.

Un modelo basado en la interacción interna de cúmulos de granos, y que a baja cohesión converge a la interacción grano-grano, predice de buena manera la dependencia de λ con la cohesión (o humedad), complementando el modelo de $\lambda(h)$.

Como conclusión general podemos decir que, los resultados obtenidos en el capítulo 3, ciertamente han sido fundamentales para completar el análisis realizado en el capítulo 2, se han generado modelos que relacionan de buena

manera los parámetros principales del sistema con la humedad del medio, lo que se ha introducido en el modelo de $\lambda(h)$, generando resultados favorables para la dependencia de λ con la cohesión. Cada uno de los resultados, ha generado un artículo correspondiente, contribuyendo de esta manera en el área de interés.

Hay que agregar como última conclusión que existe una discordancia en las mediciones de la distancia de ruptura 3.11, la que es siempre del orden de micrómetros, en comparación con la medición de un film característico que cubre una partícula (fig. 3.13b), la cual es del orden de 10 nm . A este nivel donde una de nuestras hipótesis es la formación de clusters, podemos argumentar de igual manera, y decir que la distancia de ruptura está relacionada de alguna manera al cluster, y que ésta es la contribución de cada partícula que lo constituye.

Para proseguir este trabajo hay varias cosas que se pueden realizar, primero que nada, existe un tema que está inconcluso, y es que se debe pensar en un montaje que permita visualizar la formación de clusters debido a que el medio granular se encuentra en un ambiente húmedo, donde $\sigma_s \gg \rho g d$. Ésta es una hipótesis esencial para proponer el modelo que reproduce la dependencia de la cohesión. En este sentido, la microscopia de fluorescencia puede ser de gran ayuda para observar los contactos líquidos, y sin pérdida de generalidad puede ser implementada en un sistema de 2 dimensiones, para simplificar la observación.

En la relación 2.26, se ha puesto un parámetro libre β , que tiene unidades de tensión superficial, pero claramente no corresponde a la tensión superficial del agua, que es el líquido entre partículas. Por lo tanto, cabe preguntarse cual es la relación de este factor, con la tensión superficial del líquido del medio. Para esto, se puede crear un montaje donde se controle la tensión superficial y obtener el factor multiplicativo adimensional correspondiente y poder determinar a que corresponde éste último.

Finalmente, dada la complejidad del sistema propuesto, es decir, la

dependencia logarítmica de la cohesión con respecto al tiempo, relacionado a la cantidad de puentes que se forman, a nivel de las rugosidades. Además, el líquido puede condensar o evaporarse dependiendo de la temperatura. Se puede proponer un sistema modelo, mas simple, con un líquido no volátil, puesto a mano para controlar el contenido de líquido y éste sea suficiente para formar un puente macroscópico, de tal manera que el escalamiento sea mas simple, independiente de las rugosidades.

5.3. Formación de patrones en una capa de granos sometida a cizalle puro

Se puede observar la formación de una estructura en la superficie libre de la capa de granos, similar en forma a la que uno puede observar en el experimento de estiramiento uniaxial. Esta estructura es sensible a la cohesión debida a los puentes líquidos entre partículas, de tal manera que a muy alta cohesión, la superficie de la muestra se fractura, además la longitud de onda es lineal con con el espesor y la pendiente depende de la cohesión.

Cuando la cohesión es pequeña se puede observar que la fractura desaparece, incluso a espesores grandes se puede observar que el patrón sobresale del plano, como una modulación de la superficie. A muy baja cohesión el patrón no se puede observar a ojo desnudo, sin embargo, el análisis de imágenes revela que el patrón permanece. En este caso la medida de la longitud se comporta bastante diferente al caso uniaxial, excepto por la dispersión de la medida, la tendencia parece ser plana con respecto al espesor, la pendiente de la relación $\lambda(h)$ se hace muy pequeña a muy baja cohesión, además la longitud de onda parece no anularse a espesores chicos, es decir, aparece un offset no despreciable y que en las condiciones experimentales utilizadas no

depende del tamaño de granos. Esto último nos dice que debe existir otra longitud característica diferente de h y d , que debe relacionarse con la longitud de onda de la estructura.

Los resultados, muestran, sin duda, que existe una inestabilidad que es particular de este sistema, y que debe estar relacionada a la dilatación intrínseca que sufren los granulares cuando son sometidos a cizallamiento.

En relación a las proyecciones de este experimento, es crucial encontrar un método que nos permita obtener el módulo de cizalle en función de la compactación. Ésto nos daría de alguna manera la comprobación de la hipótesis de que el medio se ablanda porque éste dilata en cizalle, además debe ser útil para proponer y comprobar un modelo relacionado. Para obtener la compactación debe ser fundamental implementar una técnica experimental como lo es el tracking de partículas, además que como se vio en el capítulo 4, es necesario encontrar una longitud del sistema que esté relacionada a la longitud de onda obtenida, y la primera opción es medir el ancho de la banda, que aún no es claro como selecciona su tamaño.

Adicionalmente resulta interesante desde el punto de vista geológico, realizar un experimento relacionado a fenómenos observados en la naturaleza de auto-organización (Self-organization), donde se observa la formación de patrones por ciclos de congelamiento y descongelamiento de los suelos [27], por lo tanto, el montaje utilizado en esta tesis, resulta ideal para realizar un experimento controlado, que reproduzca los ciclos de deformación sobre un suelo determinado, ésto nos puede proporcionar una mejor visión del mecanismo presente.

Apéndice A

Método de Correlación de Imágenes con Precisión de Subpixel

El método de correlación de imagen para determinar campos de desplazamientos en medios continuos ha sido ampliamente usado y perfeccionado en las últimas dos décadas. Éste puede ser implementado ya sea por medio de la imagen de speckle que se genera cuando se ilumina la muestra con un láser, o bien, con la imagen directa. Cada uno tiene sus ventajas y desventajas.

La base del método es más bien simple, sin embargo, existen dos retos principales a la hora de implementarlo. Uno es la eficiencia de cálculo computacional y el otro nace como un problema experimental, por ejemplo, supongamos que tenemos una cámara y un lente que nos dan una configuración óptima tal que cada pixel en la foto corresponde a $100 \mu m$. Si quisiéramos observar deformaciones menores que $100 \mu m$, con DIC (Digital Image Correlation) no podríamos detectarlas, ya que este método solo detecta desplazamientos de un pixel como mínimo. Para resolver este problema existen varias soluciones: (1) Aumentar la resolución del CCD. Este es un método directo para mejorar la precisión del desplazamiento que queremos determinar, sin embargo, resulta a veces muy caro. (2) Emplear una magnificación mayor, de tal manera que

hayan más píxeles por unidad de longitud en la muestra. En este caso ganamos precisión pero perdemos campo visual. (3) Por último se puede implementar algún algoritmo para obtener una precisión de subpíxel de desplazamiento. Existen varios algoritmos, entre ellos se pueden mencionar el método de interpolación de intensidades (coarse fine search method), método de ajuste de curva (Correlation coefficient curve-fitting method), Iteración de Newton-Raphson, Transformada Doble de Fourier, métodos basados en el gradiente, y método de redes neuronales artificiales entre otros.[28]

Aquí se va a implementar el método de correlación de imagen con precisión de subpíxel mediante ajuste de curva. Consideremos dos fotos que han sido tomadas sobre una superficie antes y después de efectuar una deformación sobre un objeto. Idealmente la imagen del objeto desplazado sufre una traslación, una rotación y una deformación. Asumiendo que el gradiente de desplazamientos es suficientemente pequeño, consideraremos los desplazamientos aproximadamente constantes dentro de una sub-imagen pequeña en la foto. Esto reduce el problema a encontrar cuanto se trasladó una sub-región en la imagen deformada con respecto a la correspondiente sub-región de la imagen de referencia. Llamaremos h_1 y h_2 las matrices que contienen la foto de referencia y la foto después de la deformación, respectivamente, ambas con dimensiones $N \times M$, y llamaremos k_x y k_y a los desplazamientos promedios que resultan de aplicar la operación numérica a las sub-imágenes. El método entonces consiste en tomar una sub-imagen cuadrada de dimensión m^1 de h_1 , a la que llamaremos h_{s1} y la correspondiente en h_2 que llamaremos h_{s2} y luego las compararemos numéricamente, es decir, aplicaremos una correlación cruzada en dos dimensiones de h_{s1} y h_{s2} , esto se define como

¹aunque se puede realizar con sub-imágenes de $m \times n$, tomaremos sub-imágenes cuadradas para simplificar el cálculo

$$c(k, l) = \sum_{i=0}^{m-1} \sum_{j=0}^{m-1} [h_{s2}^*(i, j) h_{s1}(k + i, l + j)], \quad k, l = 0, 1, \dots, m - 1 \quad (\text{A.1})$$

La ecuación anterior es más bien lenta en tiempo de cálculo, sin embargo, la correlación resulta mucho más rápida si se desarrolla en el espacio de frecuencias. La transformada discreta de Fourier en dos dimensiones de h_{s1} y h_{s2} es definida como

$$H_{s1}(r, s) = \frac{1}{m^2} \sum_{k=0}^{m-1} \sum_{l=0}^{m-1} [h_{s1}(k, l) \exp[-2\pi i(rk + sl)/m]], \quad (\text{A.2})$$

$$H_{s2}(r, s) = \frac{1}{m^2} \sum_{k=0}^{m-1} \sum_{l=0}^{m-1} [h_{s2}(k, l) \exp[-2\pi i(rk + sl)/m]], \quad (\text{A.3})$$

$$r, s = 0, 1, \dots, m - 1$$

El tiempo de cálculo resulta aún menor si aplicamos la transformada rápida de Fourier. Uno puede demostrar fácilmente con la transformada discreta de Fourier que la ecuación A.1 se puede escribir como

$$c(k, l) = \mathcal{F}^{-1}(H_{s2}^* H_{s1}) \quad (\text{A.4})$$

k y l son los índices de las submatrices y \mathcal{F}^{-1} representa la transformada inversa de Fourier, además la multiplicación es realizada elemento por elemento. Por supuesto, cada elemento de $c(k, l)$ representa la similitud entre las imágenes en la posición (k, l) , por lo tanto, el máximo de correlación nos entrega la posición promedio, expresada por los valores enteros (k_x, k_y) , del lugar al que se desplazó la zona analizada². Por lo tanto si dividimos h_1 y h_2 en sub-imágenes como en

²Esto se mide con respecto al centro de la sub-imagen. Se observa bien cuando no aplicamos ninguna deformación, en este caso el peak se encuentra justo al centro.

la figura A.1a y para cada una de ellas calculamos lo que se desplazó la sub-región, tendremos un campo completo de desplazamientos que experimenta el objeto después de la deformación. Se puede obtener un campo mejor definido si en vez de tomar sub-imágenes una al lado de la otra, éstas se toman moviéndose una cantidad de pixeles $n (< m)$ en cada dirección, de manera de incrementar la densidad de puntos (figura A.1a).

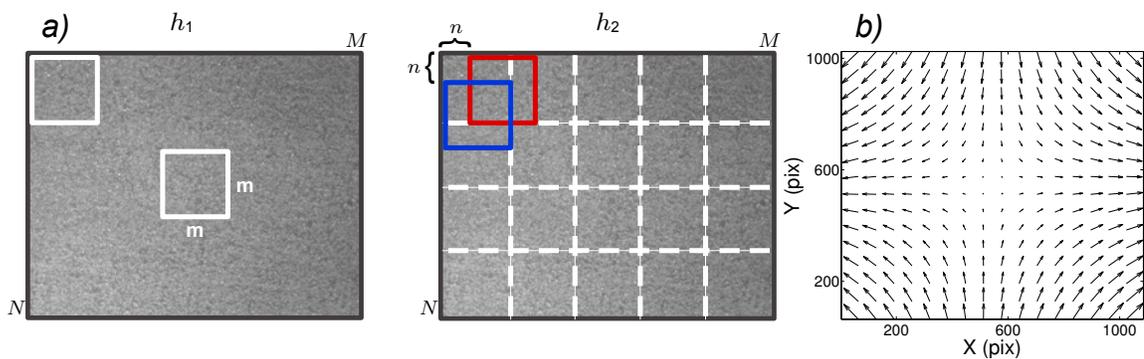


Figura A.1: Método de correlación de imágenes. a) Diagrama del algoritmo. La imagen de la izquierda es la referencia, de la cual se toma una subventana y se correlaciona con la correspondiente en la imagen de la derecha que corresponde al objeto deformado. En la figura también se muestra la grilla de subventanas para obtener el campo, y para aumentar la densidad de puntos, se va desplazando en cada dirección la subventana de correlación (roja y azul) una cantidad entera de veces n , hasta llegar a la otra división (blanca). b) Ejemplo un de campo de desplazamientos obtenido de una membrana de latex que se comprime en una dirección y se estira a la misma velocidad en la dirección perpendicular.

En general el desplazamiento corresponderá a valores no enteros de k_x y k_y , lo que significa que el peak real se encuentra entre pixeles. Para determinar los valores de k_x y k_y , uno debe estimar la función de correlación continua. Uno de los métodos usados es el ajuste de un paraboloides en una pequeña región

centrada en el máximo del peak de correlación³

$$c(x, y) = a_0 + a_1x + a_2y + a_3x^2 + a_4xy + a_5y^2 \quad (\text{A.5})$$

entonces la posición del máximo es corregida encontrando el extremo de la función ajustada, lo que queda en términos de los parámetros de ajuste resolviendo

$$\frac{\partial c(x, y)}{\partial x} = 0, \frac{\partial c(x, y)}{\partial y} = 0 \quad (\text{A.6})$$

de esto resulta

$$\Delta x = \frac{2a_1a_5 - a_2a_4}{a_4^2 - 4a_3a_5}, \Delta y = \frac{2a_2a_3 - a_1a_4}{a_4^2 - 4a_3a_5} \quad (\text{A.7})$$

donde Δx y Δy son las correcciones de k_x y k_y . Se observa en la figura A.1b, un campo de desplazamientos obtenido con el algoritmo utilizado, que corresponde a una deformación de cizalle puro en una membrana de latex, sobre la cual se depositó una monocapa de granitos de vidrio muy pequeños. Hay que recordar que para obtener cizalle puro, se debe estirar en una dirección a la vez que se comprime en la dirección perpendicular a la misma razón.

Existen varias cosas que hay que considerar cuando se está implementando este método. Primero, una condición básica para desarrollar este método es que la imagen de la superficie del objeto que queremos estudiar debe tener un patrón de puntos o formas con una longitud característica mucho más pequeña que el tamaño de la ventana que utilizaremos para correlacionar, esto nos asegura un peak de correlación más agudo si la densidad de puntos es grande en la ventana. En el caso de speckle siempre cumplimos esa condición ya que

³Existen otros ajustes que quizás pueden gastar más tiempo de cálculo pero que toman la curva completa, lo que es importante cuando se tiene baja resolución ya que la densidad de puntos en el peak de correlación depende de que tan bien podemos resolver los detalles en la imagen, es decir, si tenemos un muestreo bajo, los saltos de intensidad en la imagen tendrán pocos puntos, esto implica que la correlación tendrá un peak muy abrupto y con pocos puntos.

este es el patrón de interferencia de la superficie, es decir, existen siempre puntos brillantes y oscuros en la imagen. Por otro lado, cuando ocupamos la imagen directa, debemos asegurar que la superficie se vea granulada. Existe un juego entre el tamaño del grano y la cantidad de píxeles por grano. Si los granos son muy chicos puede aparecer otro problema de submuestreo mencionado en la tercera nota de pie de página. Segundo, la elección de la ventana de correlación no es trivial, por un lado debe ser suficientemente grande para promediar el ruido y obtener un peak de correlación suave y además no debe ser tan grande para no perder resolución espacial. Tercero, si la deformación es muy grande el peak de correlación se ensancha debido a la decorrelación entre las imágenes. También se puede decorrelacionar por otras cosas, como desenfoques debido a deformaciones fuera del plano o problemas en los bordes debido a la curvatura del lente. Por último se debe agregar que la precisión del método fue evaluada en varios trabajos, de los que se puede mencionar el trabajo de Sjødhal [29] en el que determinan que la precisión varía en proporción a $\sigma/m(1-\delta)^2$ donde σ es el tamaño de los puntos en la imagen, m es el tamaño de las sub-imágenes (m en píxeles) y δ es un parámetro que da cuenta de la decorrelación.

Apéndice B

Softening Induced Instability of a Stretched Cohesive Granular Layer

Softening Induced Instability of a Stretched Cohesive Granular Layer

Hector Alarcón,² Osvanny Ramos,¹ Loïc Vanel,³ Franck Vittoz,¹ Francisco Melo,² and Jean-Christophe Géminard¹

¹Université de Lyon, Laboratoire de Physique, Ecole Normale Supérieure de Lyon,
CNRS, UMR 5672, 46 Allée d'Italie, 69007 Lyon, France

²Departamento de Física, Universidad de Santiago de Chile, Avenida Ecuador 3493, Casilla 307, Correo 2, Santiago, Chile

³Université de Lyon, Université Lyon 1, Laboratoire de Physique Matière Condensée and Nanostructures,
CNRS, UMR 5586, 69622 Villeurbanne, France

(Received 7 April 2010; published 10 November 2010)

We report on a cellular pattern which spontaneously forms at the surface of a thin layer of a cohesive granular material submitted to in-plane stretching. We present a simple model in which the mechanism responsible of the instability is the “strain softening” exhibited by humid granular materials above a typical strain. Our analysis indicates that such a type of instability should be observed in any system presenting a negative stress sensitivity to strain perturbations.

DOI: 10.1103/PhysRevLett.105.208001

PACS numbers: 45.70.Qj, 83.60.Uv

Introduction.—Adding even minute amounts of liquid can change dramatically the mechanical properties of sand. During the building of sand castles, one observes a transformation from a fluidlike to a sticky and deformable material with increasing water content. Indeed, at very low water content, the formation of partially developed capillary bridges leads to a fast increase of tensile strength whereas, for large enough fluid content, tensile strength is nearly constant [1]. Cluster formation was identified as the main mechanism responsible of such a behavior [2].

One unexplored but important feature of the mechanical response of cohesive sand, arising in a wide range of fluid content, is that the tensile strength decreases when the imposed strain is increased. Such a “strain softening” is due both to a decrease of the associated adhesion force when a single bridge is elongated [3] and to a decrease in the overall number of bridges which collapse when excessively stretched [4]. We mention that the softening behavior is only observed above a critical strain which vanishes for sufficient stiff grains [5]. Indeed, the critical strain is associated with the initial compression of the grains induced by the suction force due to the capillary bridges.

In the present Letter, we report that, in a stretched layer of cohesive grains, strain softening induces a mechanical instability in which the strain field is modulated in space. Our analysis indicates that such type of instability should be observed in any system presenting a negative stress sensitivity to strain perturbations.

Experimental setup and protocol.—The experiment consists of imposing an in-plane deformation at the base of a thin layer of a cohesive granular material. To do so, the grains are initially spread onto an elastic membrane to which the deformation is imposed [Fig. 1]. The membrane, a thin Latex band (thickness 0.5 mm, width 5 cm, and total length 20 cm) is maintained at its two ends by a moveable *U*-shaped frame and leans, in its central part, on a steady rectangular table (length 10 cm, width 6 cm). By displacing

the frame downwards, the band, which remains in the same horizontal plane above the table, extends along its length and narrows in the perpendicular direction (Note that, due to the contact with the table, the membrane does not wrinkle). The top plate of the table is made of polytetrafluoroethylene (PTFE), which limits the friction and insures a reproducible deformation for a given frame displacement.

The sample is prepared first by pouring grains onto the membrane. The surface of the material is then leveled by means of a cylindrical rod guided by lateral spacers, which achieves a well-defined thickness h (from 1 to 5 mm, to within 0.1 mm). The granular material consists of spherical glass-beads (USF Matrasur, sodosilicate glass). We shall report results obtained for various samples in a large range of bead diameters d (0–45, 45–90, 100–125 μm). In order to tune the cohesion, the experimental device is placed in a chamber in which the atmosphere is equilibrated with a saturated salt solution. The cohesion is, in addition, accounted for by measuring the angle of avalanche θ_a [6,7] in the same experimental conditions (a granular layer of same material and thickness, is prepared onto a rough surface which can be tilted).

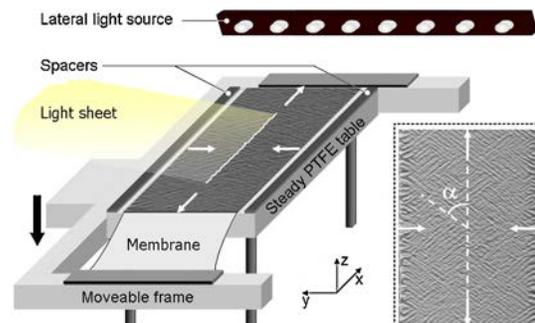


FIG. 1 (color online). Sketch of the experimental setup. Inset: Top view of the whole pattern and definition of the angle α .

The free surface of the sample is imaged from above by means of a digital camera (Konica-Minolta, A200). Two linear light sources [homemade arrays of LEDs, Fig. 1] placed at the two ends of the elastic band, about 20 cm away from the sample, a few centimeters above the table plane, provide a good contrast when the upper surface of the material is deformed. In addition, in order to assess quantitatively the vertical displacement of the free surface, we cast with an angle of 30 deg a light sheet onto the sample. In this configuration, the horizontal displacement of the bright line is proportional to the local vertical displacement of the free surface.

Results.—When the membrane is stretched by moving the frame downwards, one observes, provided that the grains are small enough and the relative humidity, R_H , large enough, the growth of a complex pattern at the free surface of the granular layer [Fig. 2].

Domains, made of stripes having a rather well-defined width and making an angle $\pm\alpha$ with the stretching direction [x axis, Fig. 1] nucleate and grow. We note that the phenomenon consists of the continuous growth of a free-surface undulation, which, depending on the experimental conditions, can eventually lead to the fracture of the granular layer when the stretching is further increased. Note that the undulation first appears at the edges of the latex band where it makes a 90 deg angle with the stretching direction [Fig. 1, inset], which indicates, first, that the uniaxial stretching can be responsible alone for the instability, and, second, that the compression along the y axis plays a role in the angle α measured in the central part of the sample. We can also deduce from the observation of domains, disconnected from the edges, exhibiting a given orientation ($\pm\alpha$) that the overall pattern does not result

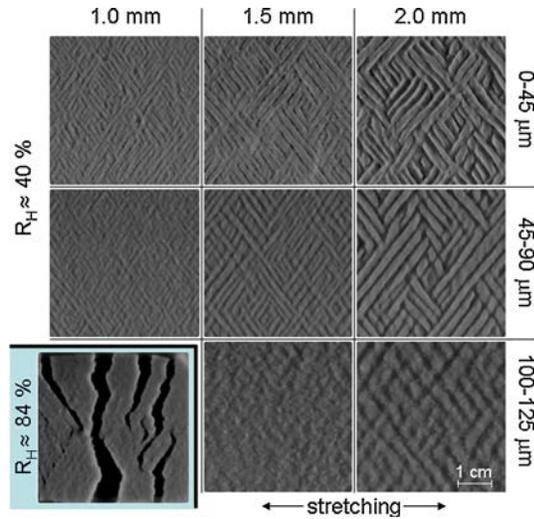


FIG. 2 (color online). Surface structure for distinct layer thickness and particles size at constant stretching. Lower left panel: a highly cohesive layer slides on the membrane (Labels: Top, h ; Right, d ; $\theta \approx 0.2$).

from the growth of the instability occurring at the lateral boundaries.

Let us first discuss the angle α . We denote $\theta \equiv u_{xx}$, the strain in the x direction (\vec{u} denotes the displacement field) and report α measured for a given θ [Fig. 3(a)]. We observe that, to within the experimental accuracy (± 3 deg on one sample), α neither depends on h , d or cohesion (accounted for by θ_a) and we get $\alpha = (51.5 \pm 0.5)$ deg for $\theta \approx 0.21$. In contrast, α depends on θ . Indeed, the latex being almost incompressible, $u_{yy} \approx -\theta/2$ and the stripes are expected to rotate according to $\tan(\alpha) = \frac{2-\theta}{2(1+\theta)} \tan(\alpha_0)$. Reporting $\tan(\alpha)$ as a function of θ [Fig. 3(b)], we get $\alpha_0 \approx 58$ deg, the value of α in the limit $\theta \rightarrow 0$. One can account for the experimental angle α_0 by considering the Mohr criterium [8]. On the one hand, the stretching tends to pull the grains apart, so that the normal stress along the x axis, $\sigma_{xx} \lesssim \sigma_s$, where σ_s denotes the tensile stress. On the other hand, the compression pushes the grains one against another and one can guess that the associated stress involves the solid contacts between the grains and, consequently, that $|\sigma_{yy}| \gg |\sigma_{xx}|$. Thus, one can consider that the granular material is subjected to a pure compressive stress along the y axis. With this assumption, the Mohr criterium leads to $\alpha_0 = \frac{\pi}{4} + \frac{\Phi}{2}$ where $\tan(\Phi) = \mu$, the static friction coefficient [8]. The experimental value of α_0 corresponds to $\Phi \approx 26$ deg associated with $\mu \approx 0.5$, a reasonable value of the static friction coefficient for a packing of glass spheres [9].

We measured the typical width of the stripes and amplitude of the vertical deformation of the layer. We observed that similar results are obtained when a pure uniaxial deformation of the membrane is imposed. Thus, seeking for simplicity, we shall report measurements associated with the deformation of the layer in the simplest geometry: we limit the experiment to a 1 cm-wide membrane stripe (length 5 cm), limited by two thin metal plates glued onto the membrane [Fig. 4(a)].

When the membrane is stretched, the central region, away from the edges, is subjected to a pure uniaxial strain and one then observes the formation of stripes

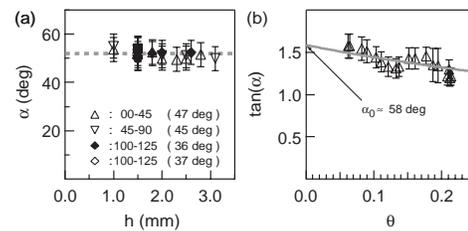


FIG. 3. (a) Angle α vs thickness h for $\theta \approx 0.21$. The angle α neither depends on the thickness h of the granular layer nor on the grain size d and cohesion [Symbol: $d(\theta_a)$]. (b) Angle α vs elongation θ . The stretching induces a rotation of the stripes such that $\tan(\alpha) = (2 - \theta)/[2(1 + \theta)] \tan(\alpha_0)$. From the extrapolation of the data (grey line), one assesses the angle $\alpha_0 \approx 58$ deg ($d = 0-45 \mu\text{m}$, $h = 2$ mm, and $\theta_a = 47$ deg).

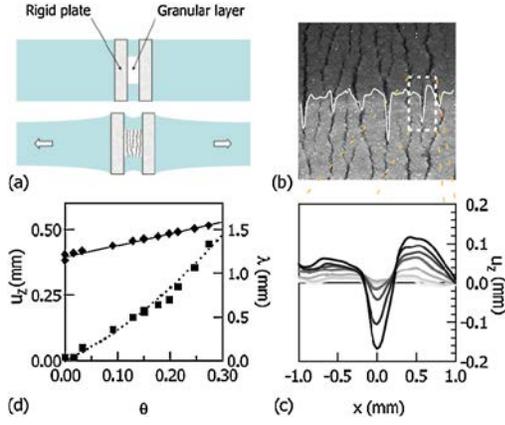


FIG. 4 (color online). (a) Sketch of the experimental configuration for uniaxial strain. (b) Photograph of the fracture pattern. Fractures are perpendicular to the strain axis. The white line is the vertical displacement $u_z(x, h)$ of the surface. (c) Vertical displacement of the free surface $u_z(x, h)$. The depth at the fracture increases whereas the free surface is observed to rise, and thus the granular layer to dilate, between the fractures when θ is increased (a darker line indicates a larger θ). (d) Wavelength λ (diamonds) and amplitude (squares) of the vertical undulation $u_z(x, h)$ vs strain θ . The amplitude increases continuously with θ whereas, due to the simple advection of the pattern, λ obeys $\lambda_0(1 + \theta)$ ($d = 100\text{--}125 \mu\text{m}$, $h = 2 \text{ mm}$, and $\theta_a = 37 \text{ deg}$).

perpendicular to the elongation axis [Fig. 4(b)]. The deformation of the bright line cast onto the surface [Fig. 1] makes it possible to obtain the vertical profile of the free surface along a line and thus to quantify the growth of the pattern [Fig. 4(c)]. We observe that, obviously, the fracture is marked by a sharp decrease of the surface altitude but, interestingly, that the height of the free surface in the domains between the fractures increases and, thus, that the in-plane stretching leads to a thickening of the layer.

At this point, it is interesting to consider the dependency of the typical wavelength, λ , of the fracture pattern on the experimental parameters that are h , d , and R_H . Note first that λ is not strictly selected and that we observe a large scatter of the stripes width. In spite of the scatter, we observe that $\lambda \propto h$ [Fig. 5] as long as h does not exceeds about 3 mm (If h is too large, the bands between the fracture are likely to split in two, leading to a smaller average λ). For a given R_H and h , λ is almost independent of d [Fig. 5] whereas one observes a significant increase of λ when cohesion is increased by increasing R_H [Inset: Fig. 5].

Theoretical analysis.—The instability requires cohesion. Because of the nature of the interaction between the grains, the adhesion force decreases when the material is stretched and, thus, grains are pulled apart [4,5].

Qualitatively, when the membrane is elongated, an homogeneous stretching of the material is imposed in the base plane. However, due to the strain softening, in response to the overall stretch, the system tends to spontaneously modulate the deformation: Regions of large

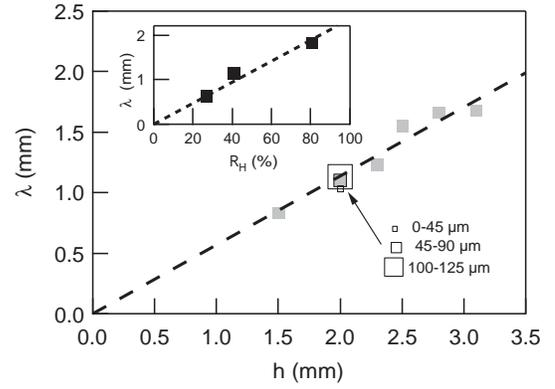


FIG. 5. Wavelength λ vs thickness h . Full squares: λ is proportional to h . For $d = 45\text{--}90 \mu\text{m}$, $\lambda \approx 0.6h$; Open squares: λ does not significantly depend on d ($\theta \approx 0.3$ and $R_H = 35\%$). For clarity, error bars (20% in λ , 0.1 mm in h) are not shown. Inset: λ increases with R_H ($\theta \approx 0.3$, $d = 100\text{--}125 \mu\text{m}$, and $h = 2 \text{ mm}$).

deformation are associated with a smaller modulus and regions of large modulus are associated with a smaller deformation, which results in an overall decrease of the energetic cost. In turn, the modulation induces a shear deformation which is associated to an energetic cost. Thus, the wavelength is governed by the balance of the gain associated with the modulation of the horizontal strain and of the loss associated with the induced shear. We point out here, that the shear (the relative motion of the top and bottom surfaces) is consistent with the dilation of the layer in the vertical direction [Fig. 4(c)].

In order to account, at least qualitatively, for the experimental observations let us first note that the normal stress along the x axis, σ_{xx} , decreases linearly with the uniaxial strain u_{xx} , according to $\sigma_{xx} = \sigma_s(1 - u_{xx}/\theta_m)$ when the material is stretched ($u_{xx} > 0$) [5]. The relation is no longer valid for $u_{xx} > \theta_m$, when the elongation is large enough for the bridges to collapse and, thus, the material to break apart. Thus, θ_m is of the order of the typical size of the bridge δ divided by the grains diameter d whereas σ_s denotes the tensile stress previous to deformation. For the sake of simplicity, the contribution of the shear shall be accounted for by a simple shear modulus G which value shall be discussed later. In this framework, the shear stress $\sigma_{xz} = Gu_{xz}$ and, accordingly, the energy per unit volume

$$E = \sigma_s \left(u_{xx} - \frac{u_{xx}^2}{2\theta_m} \right) + \frac{1}{2} G u_{xz}^2. \quad (1)$$

We thus assume that the dilation in the vertical direction u_{zz} does not contribute to any additional energetic cost: The grains are assumed to remain in contact along the vertical and no significant stretching of the capillary bridges occurs in this direction.

We consider now a sinusoidal perturbation of the displacement such that $u_x = \theta x + f(z) \sin(kx)$ in the horizontal plane. In order to obtain the associated displacement in the vertical direction u_z , seeking for simplicity, we will

further assume that the deformation of the material does not induce any dilation so that $u_{xx} + u_{zz} = 0$. Writing the relation imposed by the mechanical equilibrium in the horizontal plane $\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} = 0$ [10] and the conditions that u_x and u_z do not depend on x at the substrate plane ($z = 0$), we get $u_x = \theta x + a\omega \sin(\omega z) \sin(kx)$ and $u_z = -\theta z - ak[1 - \cos(\omega z)] \cos(kx)$ where a is an amplitude and $\omega^2 = k^2(1 + \xi)$ with $\xi \equiv 2\sigma_s/(G\theta_m)$. Writing that the shear stress σ_{xz} vanishes at the free surface and, thus, that $u_{xz} = 0$ for $z = h$, we get $1 + \xi \cos(\omega h) = 0$. The wavelength $\lambda \equiv 2\pi/k$ is thus found to be proportional to h , independent of θ , according to

$$\lambda = 2\pi \frac{\sqrt{1 + \xi}}{\arccos(-1/\xi)} h \quad (2)$$

provided that $\xi \geq 1$. One can check that in the accessible range of ξ , the energy E is a decreasing function of the amplitude a , whatever the strain θ . Thus, the layer is always unstable provided that the decrease in the tensile stress is large enough compared to the shear cost, i.e., $\frac{\sigma_s}{\theta_m} \geq \frac{G}{2}$. The growth of the instability is limited by the condition that $u_{xx}(x, h) \geq 0$ for all x at the free surface (the strain in the plane $z = 0$ does not lead to any compression in the plane $z = h$), so that $\theta - a\omega k \sin(\omega h) = 0$. Thus, the amplitude of the vertical displacement, ka , is predicted to be proportional to θh .

Discussion.—Interestingly, the theoretical analysis, which only involves a decrease of the tensile stress associated with the stretching of the material and an energetic cost associated with the induced shear, predicts that a stretched layer is always unstable. In agreement with the experimental observations, the instability does not exhibit any finite threshold, the amplitude of the modulation increases linearly with θ for small strain [Fig. 4(d)] and the wavelength λ is proportional to the layer thickness h [Fig. 5]. In addition, the amplitude is predicted to be proportional to θh , which explains why the pattern is more easily observed when the layer is thick and the stretching is large.

For larger θ , the instability develops further and the deformation is no more sinusoidal. The stretching concentrates in small regions in which we estimate that the relative displacement of two grains is of the order of $\theta\lambda$. When $\theta\lambda \simeq \delta$, the typical size of a bridge, the material is locally torn off. Then, instead of an undulation of the free surface, one rather observes fractures. Thus, taking into account that $\lambda \propto h$ and that $\delta \propto d$, one predicts that thick layers or small grains, which are associated with very small critical strain $\sim d/\lambda$, always lead to fractures, in agreement with the experimental observations.

Finally, we note that the effect of the humidity content on the wavelength is accounted for by the dependence of λ on the ratio $\xi \equiv -(d\sigma/du_{xx})/G$. For instance, in the limit

of large u (small bridges), $\lambda \simeq 4\sqrt{2\sigma_s/G\theta_m}h$. The increase of λ with R_H would impose, in the framework of the crude model, that G increases slower than the ratio $\sigma_s/\theta_m = -(d\sigma/du_{xx})$ (Note that σ_s and θ_m both increase with R_H). However, the peculiar choice of a linear elastic response of the material to shear is certainly a matter of debate and we do not discuss this point further. We nevertheless point out that the most important features are not model dependent: The instability has in practice no threshold, the wavelength scales like the thickness and the amplitude of the undulation increases linearly with both the stretching and the layer thickness.

Conclusions.—We reported for the first time the destabilization process of a material deposited onto an elastic membrane which exhibits a negative stress-strain sensitivity, $d\sigma/du_{xx} < 0$, or equivalently strain softening, which generally leads to the fracturing of the material. However, as we demonstrated, the process differs significantly from the usual fracturing processes [11,12] as the instability develops gradually with increasing external strain. Interestingly, the instability mechanism reported here applies to any system having a negative sensitivity to stretching and, thus, is not expected to be specific to the granular matter.

The authors acknowledge financial support from Contracts No. FONDAP 11980002, No. MECESUP USA-108, No. ANR-05-JCJC-0121-01 and No. ECOS-CONICYT C07E04.

-
- [1] Z. Fournier *et al.*, *J. Phys. Condens. Matter* **17**, S477 (2005).
 - [2] M. Scheel *et al.*, *Nature Mater.* **7**, 189 (2008).
 - [3] J. Crassous, E. Charlaix, and J.L. Loubet, *Phys. Rev. Lett.* **78**, 2425 (1997).
 - [4] C.D. Willett, M.J. Adams, S.A. Johnson, and J.P.K. Seville, *Langmuir* **16**, 9396 (2000).
 - [5] T. Gröger, U. Tüzün, and D.M. Heyes, *Powder Technol.* **133**, 203 (2003).
 - [6] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, and J. Crassous, *Nature (London)* **396**, 735 (1998).
 - [7] S. Nowak, A. Samadani, and A. Kudrolli, *Nature Phys.* **1**, 50 (2005).
 - [8] R.M. Nedderman, *Static and Kinematics of Granular Materials* (Cambridge University Press, Cambridge, England, 1992).
 - [9] S. Nasuno, A. Kudrolli, and J.P. Gollub, *Phys. Rev. Lett.* **79**, 949 (1997).
 - [10] L.D. Landau and E.M. Lifchitz, *Theory of Elasticity* (Pergamon, New York, 1959).
 - [11] K. Ikeda and Y. Yamakawa, J. Desrues, and K. Murota, *Phys. Rev. Lett.* **100**, 198001 (2008).
 - [12] F. Corson, H. Henry, M. Adda-Bedia, *Philos. Mag.* **90**, 357 (2010).

Apéndice C

The effect of cohesion and shear modulus on the instability of a stretched granular layer

The effect of cohesion and shear modulus on the stability of a stretched granular layer.

Hector Alarcón, Jean-Christophe Géminard [†] and Francisco Melo.

Departamento de Física, Universidad de Santiago de Chile,

Av. Ecuador 3493, Casilla 307, Correo 2, Santiago, Chile. and

*[†]Université de Lyon, Laboratoire de Physique, Ecole Normale Supérieure de Lyon,
CNRS, UMR 5672, Laboratoire, ENS, Université, 46 Allée d'Italie, 69007 Lyon, France.*

The main mechanism of cellular pattern which forms at the surface of a thin layer of a cohesive granular material submitted to in-plane stretching has been identified as the “strain softening” arising from the features of grain-grain interactions. We perform novel measurements of the strain field associated with such structures by using a correlation image technique and simultaneously characterize the cohesion and shear modulus of the samples. We show that for high cohesion the surface deformation is highly non linear whereas at low cohesion a smooth and linearly growing structure is observed as a function of external stretching. Analysis of the wavelength as a function of cohesion along with independent measurement of shear modulus indicate that a simple model of strain-softening is acceptable if a mechanism of cluster formation due to cohesion is taking place.

PACS: 89.75.Kd: Pattern formation in complex systems; 83.60.Uv: Rheology: fracture; 45.70.Qj: Pattern formation in granular matter

I. INTRODUCTION

Wet granular materials are characterized by a network of liquid bonds inducing attractive capillary forces between particles [1, 2]. Depending on the liquid content several regimes are identified leading to different scalings for the cohesion force [2, 3]. A relevant feature, nearly independent on liquid content is “strain softening” due both to a decrease of the associated adhesion force when a single bridge elongates [4] and to a decrease in the overall number of bridges which collapse when excessively stretched [5]. This effect can be seen as responsible for the relatively low plasticity of cohesive granular materials under tension and provides some clues why structures made of humid sand, such as sand castles, break generally in a catastrophic manner. In practice the softening behavior is observed above a critical strain which is associated with the initial compression of the grains induced by the suction force due to the capillary bridges [6].

In a recent article [7] we explored the response of a horizontal thin layer of cohesive material to the simplest mode of deformation. An extensible membrane provided a suitable system to introduce homogeneous tension across the layer. It was shown that “strain softening” was responsible of the nearly periodic structure that develops, modulating the strain field in the layer along the pulling axis, as soon as the external deformation was turned on. The measured wavelength of the structure resulted linearly dependent on the layer thickness, almost independent on particle size and a linear function of relative humidity. The fracturing of a cohesive granular layer subjected to flexural deformation, investigated recently [8], has shown similar features.

In the present manuscript, we explore further the “strain softening” as a mechanism of mechanical instability in a cohesive layer. We present novel measurements, obtained from a image-correlation techniques, of the strain field associated with the cellular instability characterize the cohesion and the shear modulus of the

samples.

Image correlation analysis makes possible to show that two distinct regimes of layer response appear as a function of the cohesion. For high cohesion the surface deformation is highly non linear whereas at low cohesion a smooth and linearly growing structure is observed as a function of the external stretching. Aiming at establishing a more fundamental connection between the layer structure and the properties of the granular material, we develop experimental methods for the assessment of the cohesion and shear modulus as function of the particles diameter and of the relative humidity.

The analysis reported in Ref. [7] indicated that the wavelength, λ , increases with the relative humidity, and thus with the cohesion, for a given grains size but, surprisingly, that λ is nearly independent of the particle diameter at a given relative humidity, even if smaller grains are more cohesive in the sense that they exhibit larger angle of avalanche.

In Ref. [7] the results were reported in terms of the relative humidity or angle of avalanche as the mechanical properties of the material, especially the cohesion, were not measured. In the present manuscript, the cohesion and the shear modulus are directly measured and the instability is analyzed in terms of the latter mechanical characteristics of the granular material. Our measurements indicate that the simple model of strain-softening proposed in Ref. [7] is acceptable if a mechanism of cluster formation due to cohesion is at play.

II. EXPERIMENTAL SETUP AND PROTOCOLS

The experiment consists in imposing an in-plane deformation at the base of a thin layer of a cohesive granular material. To do so, the grains are initially spread onto an elastic membrane to which the deformation is imposed (Fig. 1). The experimental set up used here has some improvement with respect to that described in Ref. [7]. A

cross is cut from a thin latex membrane (thickness 0.5 mm, width 40 cm) and is maintained at its four ends by four horizontally movable jaws. In the central part of the set up, the membrane leans on a steady, horizontal, square table (width 10 cm). By displacing the jaws, whose movement can be prescribed independently by four computer controlled motors (Thorlabs Z825BV), a wide variety of planar deformations can be achieved. For the experiments described here, the jaws are controlled such that the membrane, which remains in the same horizontal plane above the table, extends along one axis but does not narrow in the perpendicular direction. We checked, using a correlation image technique described below, that the resulting strain field is homogeneous in the test region.

The granular material consists of spherical glass-beads (USF Matrasur, sodosilicate glass). We shall report results obtained for various samples in a large range of bead diameters d (0-45, 53-75, 106-125, 150-200 μm).

Prior to each mechanical test, grains were cleaned to remove organic material and moisture. The mechanical properties of the granular matter put in contact with a humid atmosphere are likely to change with time (ageing) [9, 10]. In order to insure that they reached a nearly stationary state, the samples were kept in contact with the desired humidity environment for 2 hours previous to the experiments.

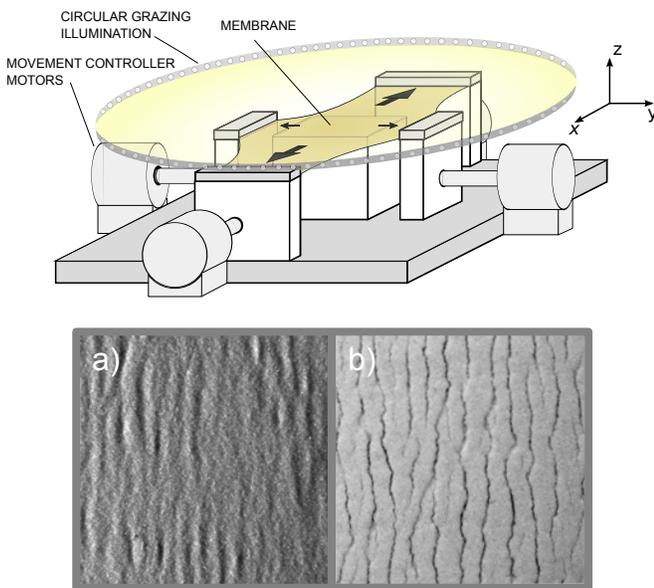


FIG. 1. **Sketch of the experimental setup** – Each of the four arms of the cross-shaped membrane is driven by a computer-controlled motor in order to obtain a wide variety of deformation modes. For the reported experiments, uniaxial strain is achieved to better than 1% over a surface area of 50 cm^2 . Lower panels: Typical cellular structure for two different values of the cohesion, (a) : $\sigma_s = 1$ Pa ; (b) : $\sigma_s = 4.1$ Pa [$h = 3$ mm, $d = 53 - 75$ μm and external stretching $\theta = 0.15$].

The mechanical properties of the cohesive granular material are assessed independently in two additional experiments. The cohesion is characterized by the tensile stress, σ_s , the force per unit surface one must apply to separate the material in two parts. In Ref. [7], the cohesion was indirectly accounted for by measurements of the avalanche angle, θ_a . However, a functional relation between σ_s and θ_a is not straightforward and requires a previous calibration [9]. Aiming at measuring cohesion, we design an experimental configuration to assess the pulling force arising when a suitable indenter is pulled from the surface of the granular sample. The cohesion is obtained as the ratio of the maximum pulling force to the indenter section (See Appendix A for details). The shear modulus of the layer, G as a function of cohesion is an important piece of information for the understanding of the mechanical response of the granular layer. We report in Appendix B direct measurements of G in a range of normal stress which compares with the experimental conditions encountered in the tensile experiment.

In the tensile experiments, the sample is prepared first by pouring dry cleaned grains onto the membrane. The surface of the material is then leveled by means of a cylindrical rod guided by lateral spacers, which achieves a well-defined thickness h (from 1 to 10 mm, to within 0.1 mm). In order to tune the cohesion, the whole experimental device is placed in a chamber at constant humidity. The atmosphere is equilibrated with saturated salt solutions and relative humidity is monitored by means of Lutron HT-3015 instruments. Unless specified, samples are aged during two hours at constant humidity prior to imposing the deformation.

The free surface of the sample is imaged from above by means of a digital camera (Nikon DMX1200). A ring light-source (home-made arrays of LEDs, Fig. 1) located around the elastic band, a few centimeters above the table plane, provides a good contrast. Quantitative information is obtained by extracting the flow fields using an image cross-correlation technique. In order to assess non uniform flow fields (we shall see that a cellular instability indeed develops), we define a sliding window that scans the whole image and measure the local flow. The method gives a direct measure of the displacement field if interpreted as the average displacement of the cluster of beads enclosed by one subimage corresponding to the actual position of the sliding window. The size of the sliding window was approximately 1 mm^2 and moved at regular horizontal and vertical increments of 0.25 mm. The spacial resolution of the method is better than 1 mm and the strain sensitivity is less than 1 $m\text{strain}$.

III. RESULTS

When the membrane is stretched and the homogeneous strain field of amplitude $\theta \equiv U_{xx}$ imposed at the base of the granular layer, one observes, provided that the grains are small enough and/or the relative humidity, R_H , large

enough, the growth of a complex pattern at the free surface (Fig. 1). Domains, made of stripes having a rather well-defined width and making an straight angle with the stretching direction (x -axis, Fig. 1), nucleate and grow.

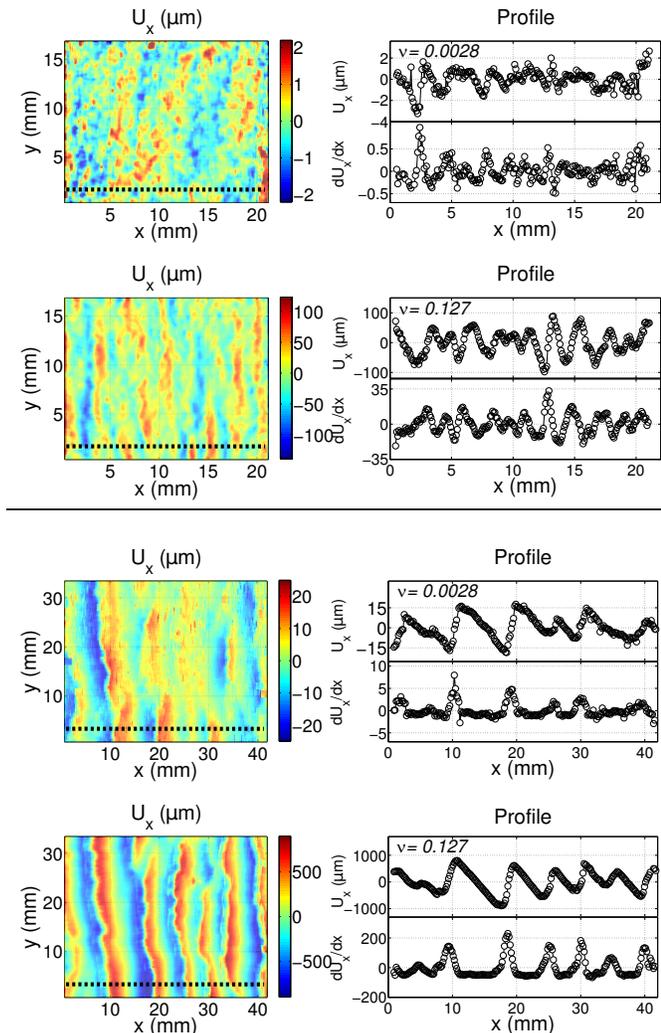


FIG. 2. **Displacement fields for two distinct values of cohesion at a given thickness**– Left: Modulation of the displacement fields $U_x(x, y) - \theta x$. Right: Profiles of the modulation $U_x(x) - \theta x$ and associated modulation of the strain $dU_x/dx - \theta$ (in m strain) measured along the dashed lines. Results are reported for low cohesion, $\sigma_s = 1$ Pa (uppermost panel) and relatively high cohesion, $\sigma_s = 10$ Pa (lowermost panel) and for two values of the imposed stretching, $\theta = 0.0028$ and $\theta = 0.127$, as indicated on panels [$h = 5$ mm, $d = 53 - 75 \mu\text{m}$].

Fig. 2 (the uppermost panels) presents the displacement fields along the pulling direction (the constant external field has been subtracted) for the case of low cohesion; small and relatively large external strains θ are considered. Even if the structure is barely visible from pictures, image correlation analysis reveals small displacement fluctuations whose amplitude increase with θ . We

notice that as θ is increased, the pattern evolves to a structure of a relatively well selected wavelength. Right panels on Fig. 2 include the displacement $U_x - \theta x$ and its respective strain $dU_x/dx - \theta$ along a selected line (dashed lines) parallel to the pulling direction. The strain varies smoothly.

In turn, for relatively high cohesion, Fig. 2 (lowermost panels), a rather well-defined wavelength is observed, even at small stretching θ . Displacement and strain profiles indicate a nonlinear behavior since the early stages of the structure development. Large positive strains are localized whereas extended region poorly stretched are observed. As a consequence, when the stretching is further increased, the structure develops with a continuous increase of the strain in localized regions, which leads to the fracture of the granular layer in these regions of focused dilations.

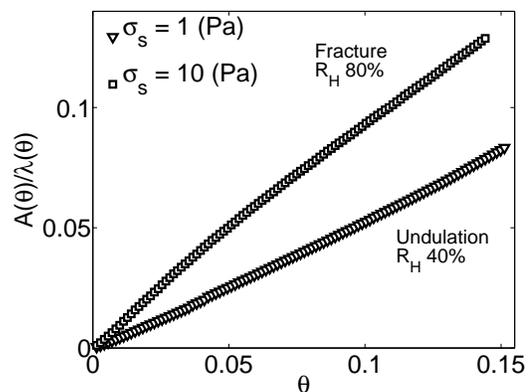


FIG. 3. **RMS amplitude of the strain variation along the stretching direction.** [Equal conditions as in Fig. 2].

From now on, it is particularly interesting to consider the dependence of the amplitude A of the displacement-field modulation at the free surface as a function of the average strain imposed at the base plane, θ . The sensitivity of the image correlation method makes it possible to accurately determine the RMS amplitude A/λ , (normalized to the average wavelength) as a function of θ (Fig. 3). One observes that the amplitude of the modulation starts growing linearly with external strain, as soon as the layer is stretched. Confirming with a much better accuracy a result obtained in Ref. [7], these experiments prove that the instability does not exhibit any significant threshold in terms of deformation.

At this point, we consider the dependency of the typical wavelength, λ , of the fracture pattern on cohesion. We first mention that λ is not strictly selected and that a large scatter on the stripes width is observed. In spite of the scatter, we observe that $\lambda \propto h$ in average. In Ref. [7], λ was observed to be almost independent of d for given relative humidity, R_H , and thickness, h . Here, our image analysis method allows the assessment of wave-

length at very low cohesion for much lower imposed external displacement, which in turn minimizes scatter on the measurements. Fig. 4 presents the wavelength of the structure as function of relative humidity, R_H , as well as cohesion, accounted for by the tensile stress σ_s . For small R_H , λ is nearly independent on R_H but it strongly increases when R_H reaches a value about 70% (Note that such a relative humidity is typical of the transition between the roughness- and the sphere-regimes for the capillary bridges [3]). However, when λ is plotted against σ_s only a slow increase is observed. Interestingly, when σ_s is used as independent variable instead of R_H , a small but significant dependence of λ on particle size, d , is revealed. In addition, at vanishing cohesion $\lambda \approx h/2$ independently of d .

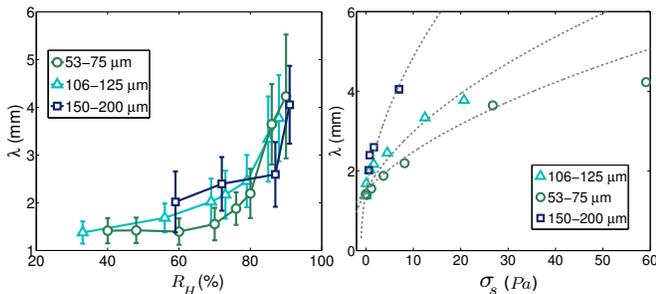


FIG. 4. **Left - Wavelength λ vs. relative humidity R_H . Right - Same vs. tensile stress σ_s** - Dashed lines are the best fit to λ obtained by using Eq. 5 with $\beta = (0.44 \pm 0.03)$ mJ/m². For $h = 3$ mm and $d = 53 - 75$ μ m, $d = 106 - 125$ μ m and $d = 150 - 200$ μ m

IV. THEORETICAL ANALYSIS

In the following, we remind the main ideas presented in Ref. [7] on the mechanism of pattern formation on the cohesive layer. As observed in the appendix A, due to the interaction between the grains, the cohesion force decreases when the material is stretched and, thus, grains are pulled apart [5, 6]. When the membrane is elongated, an homogeneous stretching of the material is imposed in the base plane. However, due to the “strain softening”, in response to the overall stretch, the layer tends spontaneously to modulate the deformation. Indeed, regions of large deformation are associated with a smaller tensile modulus (cohesion) and regions of large modulus are associated with a smaller deformation, which results in an overall decrease of the energetic cost. Simultaneously, the modulation induces a shear deformation which is associated to an energetic cost. Thus, it is expected that the wavelength is governed by the balance of the gain associated with the modulation of the horizontal strain and of the loss associated with the resulting shear. In order to account, for the experimental observations, let

us first assume that the normal stress along the x -axis, σ_{xx} , decreases linearly with the uniaxial strain u_{xx} , according to $\sigma_{xx} = \sigma_s(1 - u_{xx}/\theta_m)$ when the material is stretched ($u_{xx} > 0$) [6]. The relation is no longer valid for $u_{xx} > \theta_m$, when the elongation is large enough for the bridges to collapse and, thus, the material to break apart. Thus, θ_m is of the order of the typical size of the bridge δ divided by the grains diameter d whereas σ_s denotes the tensile stress previous to deformation. For the sake of simplicity, the contribution of the shear shall be accounted for by a simple shear modulus G which value shall be discussed later. In this framework, the shear stress $\sigma_{xz} = Gu_{xz}$ and, accordingly, the energy per unit volume

$$E = \sigma_s \left(u_{xx} - \frac{u_{xx}^2}{2\theta_m} \right) + \frac{1}{2} G u_{xz}^2. \quad (1)$$

A sinusoidal perturbation of the displacement such that $u_x = \theta x + f(z) \sin(kx)$ in the horizontal plane is considered and, to obtain the associated displacement in the vertical direction u_z , dilation is neglected, $u_{xx} + u_{zz} = 0$. The wavelength $\lambda \equiv 2\pi/k$ is thus found to be proportional to h , independent of θ , according to $\lambda = 2\pi \frac{\sqrt{1+\xi}}{\arccos(-1/\xi)} h$, provided that $\xi \geq 1$, where $\xi \equiv 2\sigma_s/(G\theta_m)$. Thus, the layer is always unstable provided that the decrease in the tensile stress is large enough compared to the shear cost, i.e. $\frac{\sigma_s}{\theta_m} \geq \frac{G}{2}$.

The growth of the instability is limited by the condition that $u_{xx}(x, h) \geq 0$ for all x at the free surface and the amplitude of the vertical displacement, ka , is predicted to be proportional to θh .

V. DISCUSSION

Interestingly, the theoretical analysis, which only involves a decrease of the tensile stress associated with the stretching of the material and an energetic cost associated with the induced shear, predicts that a stretched layer is always unstable. In agreement with the experimental observations, the instability does not exhibit any finite threshold, the amplitude of the modulation increases linearly with θ (Fig. 3).

One important point is that the effect of the humidity content on the wavelength is accounted for by the dependence of λ on the ratio $\xi \equiv 2\sigma_s/(G\theta_m)$. For instance, in the limit of large ξ (small bridges), one expects

$$\lambda \simeq 4\sqrt{2\sigma_s/G\theta_m} h. \quad (2)$$

As discussed in Ref. [7], the experimental increase of λ with R_H would impose, in the framework of the simplified model, that G increases slower than the ratio σ_s/θ_m . Note that σ_s and θ_m both should increase with R_H .

At the light of the measurements presented in Appendix B, the shear modulus G is indeed a linear function of σ_s . We obtained, $G \approx (\sigma_s + P_n)Ed/6Jl_R$, where E and J are the bulk modulus and yield stress of the material

the grains are made of, respectively, and l_R is a typical length associated with the roughness of the particles surface. Replacing in Eq. 2, we get

$$\lambda \simeq 4\sqrt{12\sigma_s J l_R / E d \theta_m (\sigma_s + P_n) h}. \quad (3)$$

Notice that, at the thicknesses explored in our experimental conditions, the pressure due to the grain weight at the base of the layer, $P_n \approx \rho g h$, is in most cases much smaller than σ_s , which allows us to neglect P_n for small h and sufficiently high σ_s . Thus, the dependence of λ on σ_s vanishes, indicating that the origin of the dependence of the wavelength on the humidity is not likely through the variables discussed up to now. We notice that, the only remaining quantity which depends on R_H is θ_m . It is then natural to take θ_m as the typical strain necessary for rupture i.e., the ratio of the typical elongation for rupture δ_s to the typical size of the object that is stretched L_c . Given the small water content in the system, it is reasonable to take δ_s as the typical size of the asperities, l_R . In addition, the water is likely to be heterogeneously distributed in the system and, thus, the grains to form wet clusters [2, 11]. To account for the clustering, we guess that $L_c \approx \alpha_s d/2$, where α_s is the typical size expressed in number of grains of a typical cluster in the system. With these assumptions, we get

$$\lambda \simeq 4\sqrt{6J\alpha_s/Eh}, \quad (4)$$

Finally, in order to account for the whole dependence of λ on the humidity, a guess for the dependence of the size of the clusters on the cohesion is necessary. Noticing that α_s must tend to one for vanishing σ_s and should be an increasing function of σ_s , we then write, $\alpha_s \approx 1 + \sigma_s d^2 / \beta l_R$, where β is a constant with the dimension of surface energy. The latter choice, which is motivated by the dependence of the elongation distance before rupture, δ , observed in the indenter experiment reported in appendix A, correctly describes the functional dependence of λ on both σ_s and d . Indeed, the final expression

$$\lambda \simeq 4\sqrt{6J(1 + \sigma_s d^2 / \beta l_R) / Eh}, \quad (5)$$

predicts that, in the limit of small σ_s , independently of the choice for the scaling for clustering formation, $\lambda \approx 4\sqrt{6J/Eh}$. Experimentally, we obtain $\lambda \approx 0.6h$, which predicts that $J/E \approx 0.5 \times 10^{-2}$ which is of the same order to that obtained from shear modulus measurements (see appendix B). Solid lines in Fig. 4 correspond to the best fit to λ using the values of l_R given in Table I (Appendix A) and the constant β as unique free parameter. We get $\beta = (0.44 \pm 0.03) \text{ mJ/m}^2$. This value indicates that cluster size ranges from d to $10d$.

VI. CONCLUSIONS

In conclusion, we have presented novel measurements of the strain field associated to the instability of a cohesive stretched granular layer by image correlation analysis. The wavelength of the structure is an increasing

function of both the cohesion and the particle diameter. The ‘‘strain softening mechanism’’ proposed in Ref. [7] along with novel measurements of tensile strength, shear modulus, lead us to hypothesize that a clustering effect is at play.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors acknowledge the financial support from the contracts ANR-Fondecyrt 011 (ANR-09-BLAN-0389-01) and anillo ACT95.

Appendix A: Cohesion Assessment

Aiming at characterizing the cohesion, we designed an experimental setup to measure the force arising when a flat indenter is pulled from the free surface of the granular sample, as depicted Fig. 5. The lowermost surface of the indenter exhibits a layer of grains identical to the ones of the granular sample to be analyzed.

The indenter is first gently located in contact with the sample surface and the contact force (pushing force) is monitored by a sensitive enough analytical balance, Scaltec *SBA33*, $100\mu\text{g}$ resolution. The initial pushing force is fixed at the same constant value for all samples. A computer controlled rotation stage (Thorlabs CR1/MZ6) ensures smooth approach and retraction of the indenter from the sample. As a check of repeatability, we report in Fig. 5b several behavior of the retraction forces as a function of the upward displacement of the indenter performed under nearly equal conditions. All curves present common features when the indenter is pulled back; first the weight on the balance quickly decreases, reaches a minimum and increases to reach a plateau. The force plateau is reached when capillary bridges are broken and the indenter no longer in contact with the sample. Thus, we identify the force difference between the minimum force and the plateau as the maximum pulling force, F_s , and the typical displacement, δ for the contact loss as a measure of a critical deformation for the rupture of the material (Notice that, given the small values of cohesive forces and the stiffness of the scale, the displacement of the sensitive part of the balance can be neglected with respect to that of the indenter). We consider that F_s relates with the tensile stress σ_s according to $F_s = \sigma_s S$ where S is the surface area of the contact between the indenter and the granular layer. Different surface area were tested. The results reported in Fig. 5c corroborate the linear dependence and, thus, validate the measurements of σ_s .

We report in Fig. 6 the tensile stress σ_s as a function of the particle size d , for different relative humidity R_H . Each point in the graph corresponds to the average of seven retraction trials. The dispersion in σ_s is of about 5%, largest for the smallest R_H . The tensile stress σ_s

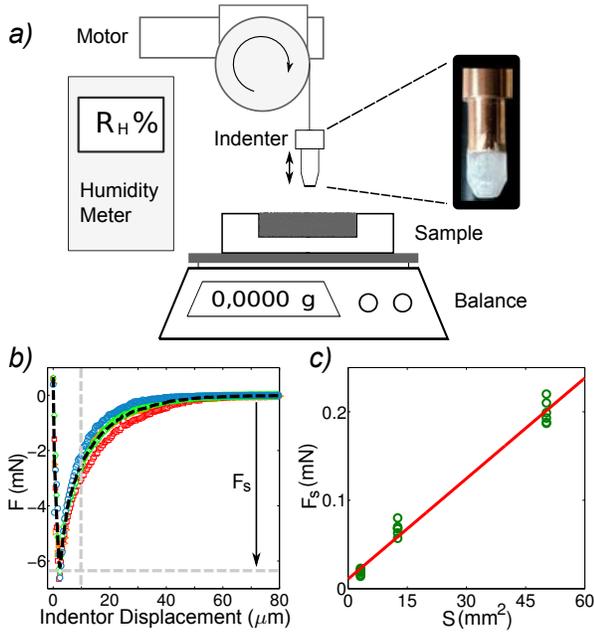


FIG. 5. **Cohesion assessment** – a) The force of cohesion is measured by means of the analytical balance when the indenter is retracted at constant speed from the surface. The whole is inside a chamber at constant humidity. b) Several retraction curves: each curve showing a minimum (F_s) and a plateau after complete indenter retraction. Dashed line indicates the averaged force for indenter diameter 7.4mm . c) F_s vs. S .

decreases quickly when the particle size is increased, the decrease being faster for the larger humidity.

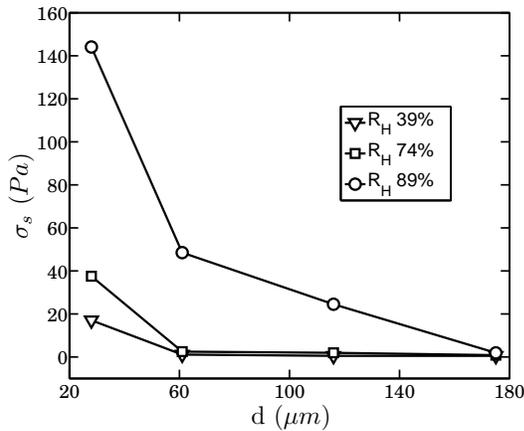


FIG. 6. **Tensile stress σ_s vs. grain size d for distinct relative humidity R_H** – [after 1 Hr of ageing].

The rupture distance δ (Fig. 7) is also extracted from the retraction force curves by assuming an exponential dependence of the pulling force on the indenter displacement. Within the experimental errors, δ is almost independent on particle size but is an increasing function of

relative humidity. By plotting δ vs σ_s (since cohesion is a more natural variable in our experiment) for a given particle size, we observe that δ scales roughly as $\delta \approx d^2 \sigma_s / \gamma_f$ where the experimental constant $\gamma_f \approx 10 \text{ mJ/m}^2$ (Fig. 7, inset).

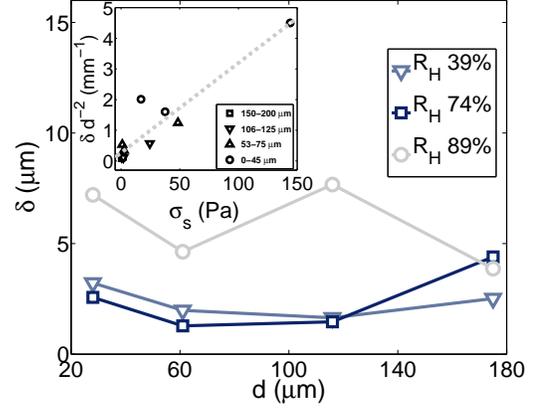


FIG. 7. **Rupture distance δ vs. particle size d for distinct values of R_H** – Inset: δ as function of σ_s for several values of d .

We notice that in our experiments the water content is small even at relatively large humidity and that the measured tensile stress is small compared to that expected for a fully developed bridges regime ($\sigma_s \ll \pi\gamma/d$)[3] which suggests that particle roughness is playing an important role in the cohesion observed here.

In order to provide some additional clues for the understanding of the mechanical behavior of our samples, we assessed the typical roughness of particles through the analysis of atomic force images of the particles surfaces (Fig. 8). Scales of typical high l_R and typical width l_W of roughness are extracted from images by filtering the asperities which were less than a few nanometers. Table I summarizes our findings which indicate that l_R and l_W do not significantly depend on the particle size, d .

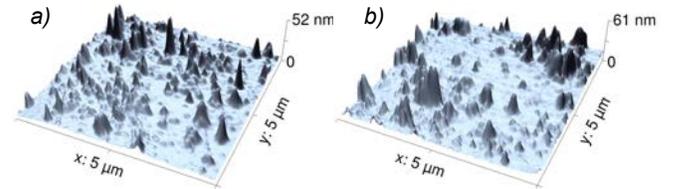


FIG. 8. **AFM images of the particle surface** – a) Particle size, $d = 53\text{-}75 \mu\text{m}$ b) $d = 106\text{-}125 \mu\text{m}$.

For the purposes of the present study, we limit ourselves to the results presented above. A detailed analysis of the

d (μm)	0 – 45	53 – 75	105 – 125	150 – 200
l_R (nm)	70	50	100	70
l_W (nm)	270	365	680	460

TABLE I. Typical lengths l_R and l_W .

dependence of the cohesion on the experimental parameters such as the particles roughness, the particle size and the water content will be given elsewhere.

Appendix B: Shear modulus assessment

To characterize the shear modulus G , a Rheometer Anton Paar MCR-301 is used. It applies controlled shear stress and normal force on the layer (Fig. 9).

It is important to discuss the range of normal stress we will use for this study. We are interested on the shear modulus at low confinement pressure. Indeed, given that the height of the layers is less than $h = 0.5$ cm, and that the layer density of about 10^3Kg/m^3 , the resulting typical pressure is less than 50Pa , which is of the same order as the tensile stress due to moisture.

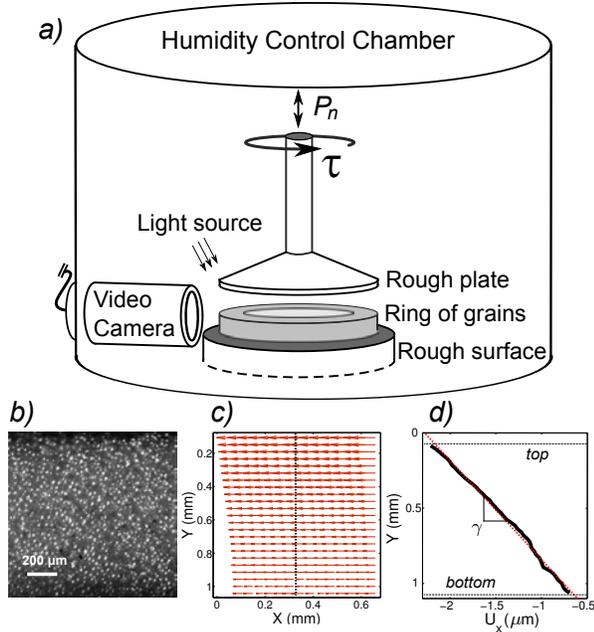


FIG. 9. **Shear modulus measurements** – a) Sketch of the setup. The sample is a ring of internal diameter 18 mm, rectangular section 4mm in width by 1.0mm in height. b) Image from the side of the granular sample. c) Displacement field, arrows indicating the grains displacement obtained by means of correlation analysis of the side view. d) Displacement profile. Vertical dashed lines indicate the top and bottom boundaries of experimental cell.

For the test, we build samples having the shape of a circular annulus with a rectangular section as illustrated on Fig. 9. In order to avoid slippage, sand paper is glued to

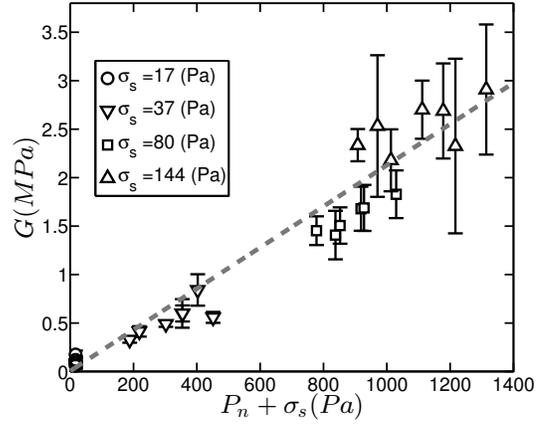


FIG. 10. **Shear modulus G vs. $\sigma_s + P_n$ for different cohesion** – [$d = 0 - 45 \mu\text{m}$].

the upper and lower surfaces. In order to insure reliable measurements, the applied shear stress and the resulting shear deformation in the whole sample thickness are measured independently. To do so, we analyze images of the layer taken from the side (Fig. 9). Image correlation analysis was used to obtain the shear field on a squared window of the sample. By plotting the shear stress against the shear strain, for a given normal force P_n , we obtained G for distinct humidity conditions.

Due to the necessity to build annular self-standing samples, only small particles are tested, $d = 30 \mu\text{m}$; small particles having highest cohesion allow us to scan a relatively wide range of R_H . In turn, larger particles, at low humidity, exhibit low cohesion which makes samples less stable when the normal force is increased. Measurements of the tensile stress are carried out in the same samples as soon as shear test concludes to avoid ageing errors.

We report the shear modulus G as a function of the applied normal stress P_n for distinct values of cohesion in Fig. 10. We notice that when G is plotted against $\sigma_s + P_n$ all results collapse in a single straight line, which indicates that the confinement pressure must include the additional contribution of the cohesion.

This result is particularly interesting and deserves to be thoroughly discussed. For spheres interacting through a Hertz potential, G scales has $P_n^{1/3}$. In turn, for a highly cohesive ensemble of Hertzian spheres it has been recently shown [12] that $G \sim E^{2/3}(\sigma_s + P_n)^{1/3}$, where E is the bulk modulus of the material. In our case, the linear dependence of G on P_n and the relative low values of cohesion suggest that a different kind of elastic interaction is taking place. Let us consider that the contact between spheres is dominated by rugosities or even asperities of typical size scale l_R . In this case, $F_s + N_n = JA_r$, where F_s and N_n are the capillary force and the applied normal force respectively, J is the yield stress of the material and A_r is the real area of contact between the spheres. Consistently, for rugosity dominated contacts,

the elastic force exhibits a linear dependence on the local strain, δ/l_R , $F_{el.} \approx EA_r \Delta \delta / l_R$. Considering that the shear modulus differs from the effective bulk modulus $E_{eff.} \propto (F_{el.}/d^2)/(\Delta \delta/d)$ only by a factor of the order of the unity [13] and including the geometric factor [12],

we find,

$$G \approx \frac{Ed}{6Jl_R}(\sigma_s + P_n). \quad (\text{B1})$$

From experimental data, we obtain $E/(Jl_R) \approx 6 \times 10^8$ m. For $l_R \approx 100$ nm, a value that is obtained by measuring the spheres roughness from AFM images, the ratio E/J is estimated to be of the order of 10^2 , which is an acceptable value given that a material deformed in a few percents yields.

-
- [1] Z. Fournier, *et. al.*, J. Phys.: Condens. Matter **17**, S477-S502 (2005).
- [2] M. Scheel, R. Seemann, M. Brinkmann, M. Di Michiel, A. Sheppard, B. Breidenbach and S. Herminghaus, Nature **7**, 189-193 (2008).
- [3] T. C. Halsey and A. J. Levine, Phys. Rev. Lett. **80**, 3141-3144 (1998).
- [4] J. Crassous, E. Charlaix, and J.L. Loubet, Phys. Rev. Lett. **78**, 2425-2428 (1997).
- [5] C. D. Willett, M. J. Adams, S. A. Johnson and J. P. K. Seville, Langmuir **16**, 9396-9405 (2000).
- [6] T. Gröger, U. Tüzün and D. M. Heyes, Powder Tech. **133**, 203-215 (2003).
- [7] H. Alarcon, O. Ramos, L. Vanel, F. Vittoz, F. Melo and J.-C. Géminard Phys. Rev. Lett. **105**, 208001 (2010).
- [8] J.-C. Géminard, L. Champougny, P. Lidon and F. Melo, Phys. Rev. E. **85**, 012301 (2012).
- [9] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto and J. Crassous, Nature **396** 735-737 (1998).
- [10] S. Nowak, A. Samadani and A. Kudrolli, Nature Physics, **1**, 50-52 (2005).
- [11] M. Scheel, R. Seemann, M. Brinkmann, M. Di Michiel, A. Sheppard and S. Herminghaus, J. Phys.: Condens. Matter **20**, (2008) 494236.
- [12] P.C.F Moller and D. Bonn EPL, **80**, 38002, (2007).
- [13] L.D. Landau, E. M Lifchitz, *Theory of Elasticity* (Pergamon, New York, 1959).

Bibliografía

- [1] J. Duran. *Sands, Powders, and Grains*. Springer, New York, 1997.
- [2] A. W. Adamson and A. P. Gast. *Physical chemistry of surfaces (6ed, Wiley, 1997)(T)(ISBN 0471148733)(804s)*. WILEY, 6th edition, 1997.
- [3] P. C. F. Møller and D. Bonn. The shear modulus of wet granular matter. *EPL*, 80(3):38002 (5pp), 2007.
- [4] I. Albert A.-L. Barabási P. Schiffer D. J. Hornbaker, R. Albert. What keeps sandcastles standing? *NATURE*, 387:765, 1997.
- [5] Mitarai N. and Nori F. Wet granular materials. *Advances in Physics*, 55(1–2):1–45, 2006.
- [6] S. Herminghaus. Dynamics of wet granular matter. *Advances in Physics*, 54(221):1–24, 2005.
- [7] D. Ertas T. G. Mason, A. J. Levine and T. C. Halsey. Critical angle of wet sandpiles. *Phys. Rev. E*, 60(5):R5044–R5047, 1999.
- [8] T. C. Halsey and A. J. Levine. How sandcastles fall. *Phys. Rev. Lett.*, 80(14):3141–3144, 1998.
- [9] Simon A. Johnson Christopher D. Willett, Michael J. Adams and Jonathan P. K. Seville. Capillary bridges between two spherical bodies. *Langmuir*, 16:9396–9405, 2000.

- [10] E. Charlaix J. Crassous and J. L. Loubet. Nanoscale investigation of wetting dynamics with a surface force apparatus. *Phys. Rev. Lett.*, 78(12):2425–2428, 1997.
- [11] U. Tüzün T. Gröger and D. M. Heyes. Modelling and measuring of cohesion in wet granular materials. *Powder Technol.*, 133(203):201–215, 2003.
- [12] S. Ciliberto L. Bocquet, E. Charlaix and J. Crassous. Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature*, 396:735–737, 1998.
- [13] M. Scheel et al. Morphological clues to wet granular pile stability. *Nature Materials*, 7:189–193, 2008.
- [14] H. Thomé N. Frayssea and L. Petit. Humidity effects on the stability of a sandpile. *Eur. Phys. J. B*, 11(4):615–619, 1999.
- [15] D. L. Johnson H. A. Makse, N. Gland and L. Schwartz. Granular packings: Nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics. *Phys. Rev. E*, 70(6):061302 (19pp), 2004.
- [16] A. Bruand V-B. Nguyen, T Darnige and E. Clement. Creep and fluidity of a real granular packing near jamming. *Phys. Rev. Lett.*, 107(13):138303 (5pp), 2011.
- [17] L. B. Rockland. Saturated salt solutions for static control of relative humidity between 5° and 40° c. *Anal. Chem.*, 32(10):1375–1376, 1960.
- [18] Nedderman. *Statics and kinematics of granular materials*. Cambridge, New York, 1992.
- [19] A. Kudrolli S. Nasuno and J. P. Gollub. Friction in granular layers hysteresis and precursors. *Phys. Rev. Lett.*, 79(5):949–952, 1997.

- [20] R. Weinstock. *Calculus of Variations*. Dover, New York, 1952.
- [21] Lifshitz Landau. *Theory of Elasticity*, volume 7. Pergamon, New York, 2nd edition, 1959.
- [22] K.L. Johnson. *Contact mechanics*. CUP, 1985.
- [23] Z Fournier et al. Mechanical properties of wet granular materials. *J. Phys.: Condens. Matter*, 17(9):477–502, 2005.
- [24] M Scheel et al. Liquid distribution and cohesion in wet granular assemblies beyond the capillary bridge regime. *J. Phys.: Condens. Matter*, 20(49):494236 (7pp), 2008.
- [25] L. Bocquet et al. Physics of humid granular media. *C. R. Physique*, 3:207–215, 2002.
- [26] G. Michlmayr et al. Sources and characteristics of acoustic emissions from mechanically stressed geologic granular media. *Earth-Science Reviews*, 112(3–4):97–114, 2012.
- [27] M A Kessler and B T Werner. Self-organization of sorted patterned ground. *Science*, 299(5605):380–383, 2003.
- [28] Xu Bo-qin Pan Bing, Xie Hui-min and Dai Fu-long. Performance of sub-pixel registration algorithms in digital image correlation. *Meas. Sci. Technol.*, 17(6):1615–1621, 2006.
- [29] M. Sjö Dahl and L. R. Benckert. Electronic speckle photography: analysis of an algorithm giving the displacement with subpixel accuracy. *Applied Optics*, 32(13):2278–2284, 1993.