

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE  
FACULTAD DE CIENCIA  
Departamento de Física



## **Caracterización y análisis de transmisión de esfuerzos dentro de un particle raft**

Oscar Néstor Saavedra Villanueva

Profesores Guías: Francisco Melo

Hervé Elettro

Trabajo de Titulación,  
para optar  
al título de Ingeniero Físico.

Santiago - Chile  
2016

©Oscar Néstor Saavedra Villanueva, 2016.

Licencia Creative Commons Atribución-NoComercial Chile 3.0

“Caracterización y análisis de transmisión de esfuerzos dentro de un particle raft”

Oscar Néstor Saavedra Villanueva

Este trabajo de Graduación fue preparado bajo la supervisión de los profesores guías Dr. Francisco Melo H. y Dr. Hervé Elettro, del Departamento de Física y ha sido aprobado por los miembros de la comisión calificadora del candidato, ...

.....  
Dr. Francisco Vivanco

.....  
Dr. Guillaume Lagubeau

.....  
Dr. Hervé Elettro

.....  
Dr. Enrique Cerda  
Director

.....  
Dr. Francisco Melo  
Profesor Guía

# Resumen

Se estudia la respuesta de una interfase granular, "*particle raft*", bajo compresión uniaxial. Un *particle raft* es una monocapa de partículas hidrofóbicas de decenas de micras, con empaquetamiento compacto, que flotan sobre una interfase plana líquido-gas. Este conjunto de partículas forma un sólido elástico en dos dimensiones que puede soportar esfuerzos y deformaciones mediadas por fuerzas de contacto, fricción y fuerzas capilares. Debido a la naturaleza sólida del material granular, las partículas pueden tener roce en las paredes de su recipiente, lo que puede apantallar los esfuerzos efectivos. Cuando un canal o silo es suficientemente largo (en comparación a su ancho), el esfuerzo no puede ser transmitido al interior de la columna, contrario a lo que ocurre en una columna de líquido. Este efecto se le llama el efecto Janssen y es el objeto de esta tesis. Se pretende estudiar la escala de penetración de un esfuerzo aplicado en un extremo de esta columna, midiendo la respuesta en fuerza en el otro extremo. Al realizar el estudio, se logrará mostrar que existe un apantallamiento en la fuerza que es transmitida al comprimir el *raft*. Junto con ello, al estudiar la dependencia de las condiciones iniciales de esta interfase granular, en particular la dilución  $\alpha$ ; se obtiene que al tener una mayor dilución inicial el roce de está es menor, y viceversa. Es decir, si el *raft* empieza con una baja dilución su roce será muy alto, no permitiendo el movimiento de las partículas y produciendo longitud de pantalla  $\lambda$  alta. Además, se fabrican microsensors de esfuerzos, en forma de anillo, capaces de medir la presión al deformándose junto con la interfase granular. Logrando medir con ellos el esfuerzo local en distintas posiciones simultáneamente, que es producido al comprimir el *particle raft*, y mostrar como son los esfuerzos dentro de éste al ser afectado por el Efecto Janssen.

Palabras clave: *Particle raft*, interfase granular, efecto Janssen, microsensors locales de esfuerzo.

*Dedicado a  
mi familia, y en especial, a mi Tata Q.E.P.D.*

# Agradecimientos

En mi paso por la universidad se lo debo principalmente a mi familia, y en especial, a mi madre por el apoyo, por enseñarme a no rendirme y darme la libertad de dedicarme a mis estudios. A mi abuela por su paciencia, y por despertarme cada mañana, para asistir a mis labores. A mi tata, por enseñarme que las cosas se logran con trabajo y esfuerzo. Por otro lado, debo agradecer al Laboratorio de Física No Lineal, que es el laboratorio donde realicé mi tesis, donde conocí un gran grupo, no sólo académicamente, sino que sobre todo como personas. En especial, al profe Leo por su paciencia y guía desde el inicio de mi estadía en la universidad; al profe Melo por haberme aceptado en el grupo, ser mi tutor y guía durante los años de mi estadía en el laboratorio; a los profesores Francisco Vivanco y Roberto Bernal, por su buena disposición cuando necesitaba ayuda; a Javier por sus consejos, sobre todo en esta etapa final y en la preparación de mi defensa de tesis; a Hervé por su ayuda durante la tesis, el haber trabajado juntos fue y es muy valioso para mí; a don Nelson por su buena disposición frente a los problemas y trabajos complejos que siempre lleve a su taller; y a mis amigos en el laboratorio, Alejandro y Victor. Agradecer también a mis amigos y compañeros de carrera, Milenko y Munra. Y en general, a la gente con la que compartí durante mi formación.

# Tabla de Contenido

<b>1</b>	<b>Introducción</b>	<b>1</b>
1.1	<i>Particle Raft</i> . . . . .	3
1.2	Efecto Janssen . . . . .	4
1.3	Efecto Cheerios . . . . .	7
1.4	Sistema Langmuir . . . . .	9
1.5	Objetivo General . . . . .	10
1.6	Objetivos Específicos . . . . .	11
<b>2</b>	<b>Microsensores locales de esfuerzo</b>	<b>12</b>
2.1	Fabricación de los sensores. . . . .	14
2.1.1	Microfotolitografía. . . . .	14
2.1.2	Fabricación de sensores en <i>Elite Double</i> . . . . .	19
2.2	Calibración sensores. . . . .	21
<b>3</b>	<b>Compresión del particle raft</b>	<b>27</b>
3.1	Método Experimental. . . . .	28
3.2	Compresión del particle raft . . . . .	30
3.2.1	Densidad lineal constante . . . . .	31
3.2.2	Influencia de la dilución ( $\alpha$ ) . . . . .	35
3.2.3	Medición óptica de la longitud de pantalla ( $\lambda$ ) . . . . .	37
3.2.4	Compresión de un <i>particle raft</i> con sensores en su interior . . . . .	42
<b>4</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>47</b>
	<b>Referencias bibliográficas</b>	<b>50</b>
<b>A</b>	<b>Apéndice</b>	<b>51</b>

# Índice de Ilustraciones

1.1	Esquema de emulsiones Pickering . . . . .	2
1.2	Esquema del proceso de flotación . . . . .	3
1.3	Fotografía de un <i>particle raft</i> . . . . .	4
1.4	Esquema experimento Janssen . . . . .	5
1.5	Grafico presión hidrostática y efecto Janssen . . . . .	6
1.6	Diferencia entre fluido y granular . . . . .	7
1.7	Superposición de meniscos . . . . .	8
1.8	Efecto Cheerios . . . . .	8
1.9	Ejemplo del efecto Cheerios . . . . .	9
1.10	Esquema del sistema Langmuir tradicional utilizado para medir tensión superficial . . . . .	10
2.1	Esquema de las dimensiones de los sensores . . . . .	14
2.2	Sección de una mascara utilizada para la fotolitografía . . . . .	15
2.3	Botella de SU-8 . . . . .	15
2.4	Espesor vs. Velocidad de giro . . . . .	16
2.5	Esquema del sustrato con la película que se obtiene al aplicar una velocidad de rotación sobre él . . . . .	16
2.6	Exposición UV . . . . .	17
2.7	Esquema del <i>Post Exposure Bake</i> . . . . .	18
2.8	Esquema del revelado . . . . .	18
2.9	Molde en SU-8 de los sensores . . . . .	19
2.10	Esquema del proceso de fabricación de sensores en <i>Elite Double</i> . . . . .	20
2.11	Sensor fabricado con <i>Elite Double</i> . . . . .	21
2.12	<i>Elite Double 22</i> . . . . .	21
2.13	Imagen de un sensor de esfuerzos a escala 9:1 . . . . .	22
2.14	Esquema del montaje experimental para la compresión de un anillo . . . . .	23

2.15	$F$ vs. $\frac{A_0-A}{A_0}$ para sensor de $R_e = 4,5$ mm . . . . .	24
2.16	$\frac{A_0-A}{A_0}$ vs. $d$ . . . . .	25
2.17	$\frac{A_0-A}{A_0}$ vs. $d$ para sensor de $R_e = 1$ mm . . . . .	26
3.1	Esquema del montaje experimental . . . . .	28
3.2	Esquema de la celda de Langmuir con las partículas en su interior . . . . .	30
3.3	Curva típica Fuerza vs. Posición de la barrera . . . . .	31
3.4	$F_{raft}$ vs. $L_{cal}$ . . . . .	33
3.5	Arruga en el <i>particle raft</i> . . . . .	34
3.6	$L_{raft} - L_{arruga}$ vs. $L_{cal}$ . . . . .	34
3.7	<i>Particle raft</i> con distinta dilución . . . . .	35
3.8	$\frac{L_{raft}-L_{cal}}{L_{cal}}$ vs. $\alpha$ . . . . .	37
3.9	Longitud de pantalla . . . . .	38
3.10	Gráfico típico de $\lambda$ vs. posición para la compresión de un <i>particle raft</i> . . . . .	39
3.11	$\langle \lambda_1 \rangle$ vs. $\alpha$ . . . . .	40
3.12	$\langle \lambda_{arruga} \rangle$ vs. $\alpha$ . . . . .	41
3.13	$\mu_1$ vs. $\alpha$ . . . . .	42
3.14	<i>particle raft</i> con sensores en su interior . . . . .	43
3.15	Binarizado de la imagen del <i>particle raft</i> con sensores en su interior . . . . .	44
3.16	$\frac{A_0-A}{A_0}$ vs. Posición para sensores dentro de un <i>particle raft</i> . . . . .	45
3.17	$F$ vs. Posición para sensores dentro de un <i>particle raft</i> . . . . .	46

# **Capítulo 1**

## **Introducción**

---

Las interfases granulares o compuestos interfaciales son sistemas formados por una monocapa de nano o micropartículas depositadas sobre una interfase entre dos fluidos inmiscibles, ya sea, líquido-líquido o líquido-gas.

Las interfases granulares-líquidos son utilizadas en distintas áreas industriales y de la ingeniería, encontrándose, por ejemplo, en los siguientes casos:

- Emulsión Pickering (Estabilización Pickering): Este es un proceso que consiste en que, al aplicar partículas sólidas como agentes surfactantes (Lyklema, 2008), y estas producen un efecto final de estabilización de las emulsiones. Este efecto se muestra, por ejemplo, que al mezclar agua y aceite las gotas de aceite dispersas suelen coalescer disminuyendo la cantidad de energía total de la mezcla, produciendo que la emulsión sea inestable, lo que causa al final la separación de los dos líquidos. Pero al agregar partículas a la mezcla emulsionada, éstas prevendrán que las gotas coalescan haciendo que la mezcla sea mucho más estable (ver figura 1.1) (Bolzinger, 2013). Esto tiene gran relevancia en la medicina, industria farmacéutica, tratamiento de aguas residuales e industria alimenticia.

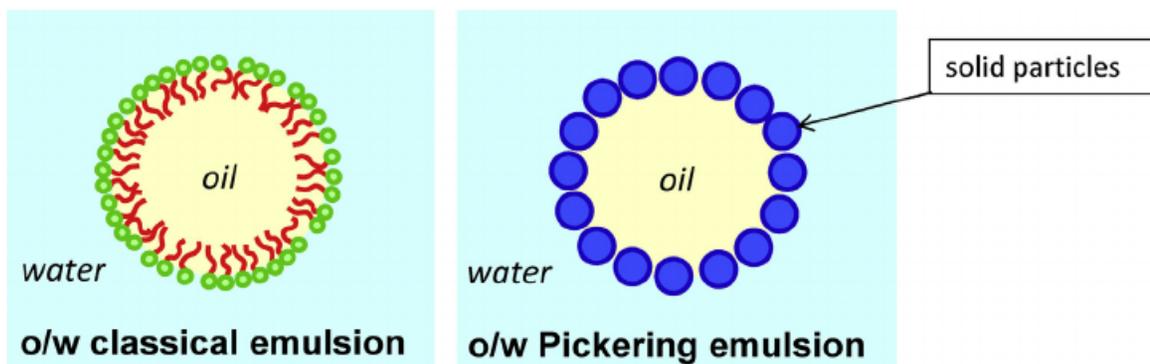


Figura 1.1: Esquema de emulsiones Pickering (Bolzinger, 2013). Aquí se observa el esquema de una emulsión clásica de agua-aceite (izquierda), y una emulsión Pickering agua-aceite con partículas sólidas en su interfase haciendola más estable (derecha).

- Proceso de Flotación: Este es un proceso fisicoquímico en donde está la presencia de las tres fases sólido-líquido-gaseoso, y tiene como objetivo la separación de especies minerales mediante la adhesión selectiva de partículas minerales a burbujas de aire. Este proceso es muy utilizado en la recuperación de los minerales sulfurados de cobre debido a la hidrofobicidad natural que poseen. En la figura 1.2 se observa como las partículas hidrofobicas,

como sulfurados de cobre, se mueven hacia la superficie con la ayuda de la agitación, facilitando su extracción.

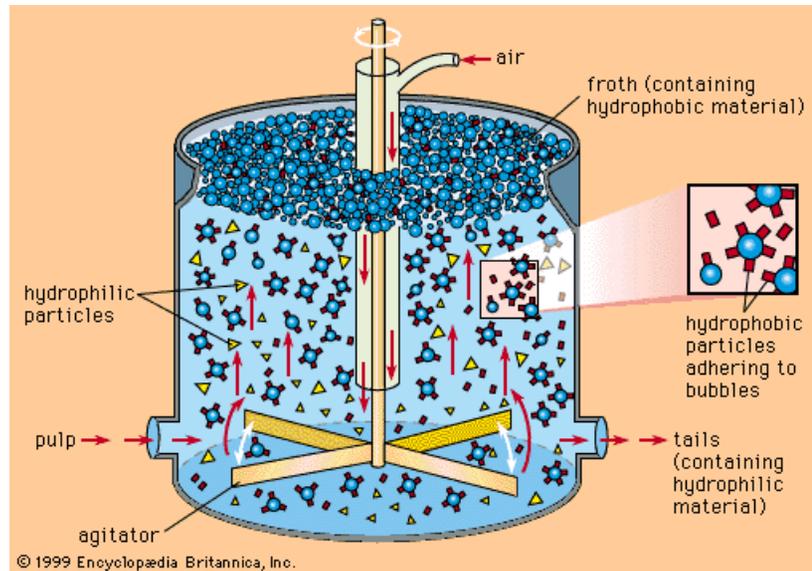


Figura 1.2: Esquema del proceso de flotación. Aquí se observa que, al entrar aire dentro de esta cámara cilíndrica el material hidrofóbico se adhiere a las burbujas, llevándolo a la superficie, y con ello, produciendo la separación de los materiales según su afinidad con el agua.

Estos dos ejemplos muestran el interés en el estudio de superficies compuestas, en particular su estabilidad. Una comprensión de los mecanismos de apantallamiento y distribución de esfuerzos es entonces relevante para un mejor manejo en aplicaciones.

## 1.1 *Particle Raft*

Se trabaja en especial con un tipo de interfase granular llamada *particle raft*, esta corresponde a una monocapa de partículas hidrofóbicas con empaquetamiento compacto que flotan sobre una interfase plana liquido-gas. Este cúmulo de partículas forman un sólido elástico en dos dimensiones, el que puede soportar esfuerzos y deformaciones anisotrópicos, es decir, se tuercen bajo compresión uniaxial y se fracturan bajo tensión (Vella, 2004) (Cicuta y Vella, 2009). También se han observado efectos anisotrópicos de la presión de superficie, debida a distribuciones no homogéneas de las partículas, además, cuando la densidad de las partículas en la superficie es

---

suficientemente alta, se pueden apreciar pandeo (buckling) o arrugas (wrinkling) en la interfase granular.

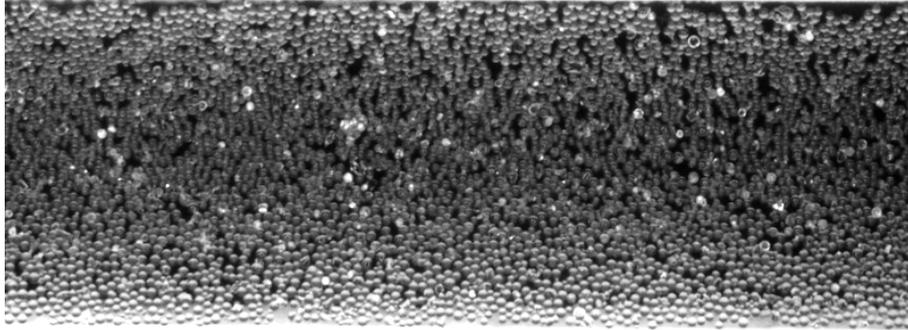


Figura 1.3: Fotografía de un *particle raft*. Aquí se observan las partículas del *particle raft* flotando sobre una interfase agua-aire. Las partículas corresponden a esferas polidispersas de vidrio hidrofobizadas. Mientras que, el fondo del recipiente es negro, por lo que, el lugar del *raft* donde hay agujeros, es negro.

## 1.2 Efecto Janssen

La presión hidrostática que ejerce un fluido dentro de un recipiente es:

$$P = \rho gh + P_0 \quad (1.1)$$

En donde,  $P$  es la presión que ejerce una columna de fluido de densidad  $\rho$  y altura  $h$  sobre el fondo de un contenedor bajo la influencia de la aceleración de gravedad ( $g$ ), mientras que  $P_0$  corresponde a la presión atmosférica.

Pero para el caso de materiales granulares, la presión que éste ejerce sobre la base de un contenedor cilíndrico es distinta a la observada para un fluido (ecuación (1.1)). Al tener un silo lleno de granos, después de cierta profundidad la presión ejercida por los granos no responde a la ecuación (1.1).

Uno de los primeros en observar y estudiar este fenómeno fue H. Janssen (Janssen, 1895), mostrando a través de un simple experimento con granos de maíz que la presión dentro de un silo alcanza un valor de saturación a cierta profundidad.

Para obtener su modelo, Janssen considera al medio granular como un continuo y supone que la fracción del esfuerzo que se produce en el material se propaga a las paredes laterales:

$$\sigma_{rr} = \kappa \sigma_{zz} \quad (1.2)$$

Donde  $\kappa$  relación entre el esfuerzo vertical y radial.

La relación que propone Janssen (Bertho, 2003) para solucionar la ecuación (1.2), es reescrito por Bertho para el esfuerzo vertical (equivalente a la presión) como (Bertho, 2003):

$$\sigma_{zz} = \rho c g \lambda (1 - e^{-\frac{z}{\lambda}}) \quad (1.3)$$

Donde  $\rho$  es la densidad del *bulk* o del medio granular,  $c$  es la fracción local de los granos,  $g$  la aceleración de gravedad y  $\lambda$  es un parámetro al que se llamará largo característico, que está dado por:

$$\lambda = \frac{D}{4\mu\kappa} \quad (1.4)$$

Con  $D$  el diámetro del cilindro donde se encuentran contenidas las partículas,  $\mu$  el coeficiente de fricción entre las partículas y la pared.

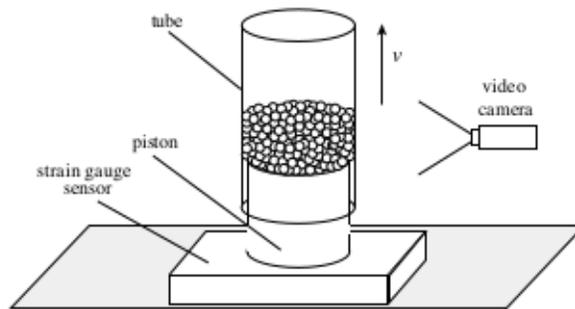


Figura 1.4: Esquema experimental utilizado por Bertho para estudiar el efecto Janssen (Bertho, 2003). Se utiliza un cilindro que en su parte inferior posee un sensor de fuerzas, con él que se mide cuanto es la fuerza transmitida por el silo de granos hacia el fondo de éste, a medida que se cambia el alto de los granos.

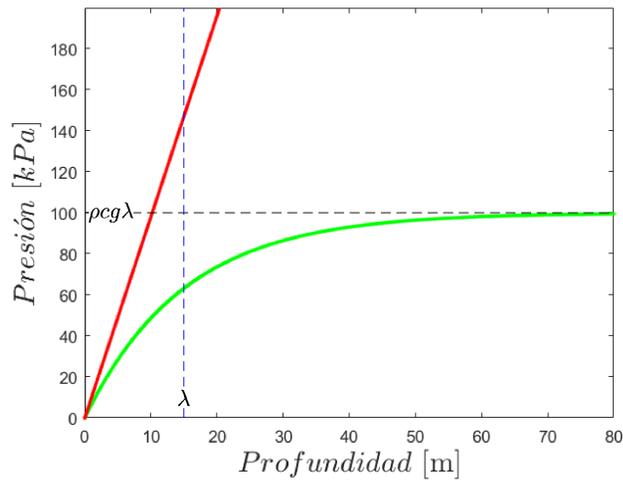


Figura 1.5: Diferencias entre presión hidrostática (rojo) y efecto Janssen (verde) a diferentes profundidades. Se observa, que a medida que la presión hidrostática aumenta de forma lineal con la profundidad, lo que no es así para una torre de granos, aquí la presión es apantallada a medida que se va aumentando la profundidad, llegando finalmente a una presión máxima, lo que no ocurre en un fluido hidrostático.

Esta propiedad de los materiales granulares ha sido utilizada por la humanidad hace más de un milenio, siendo de gran utilidad para solucionar un problema importante de la humanidad, medir con una mejor precisión el tiempo al utilizarlo en relojes de arena. A pesar de que esto es posible de realizar con fluidos, se necesita de un recipiente de una forma compleja, puesto que el flujo no es constante a medida que cambia la altura de la torre del fluido. Por lo cual, es mucho más sencillo realizarlo con granulares.

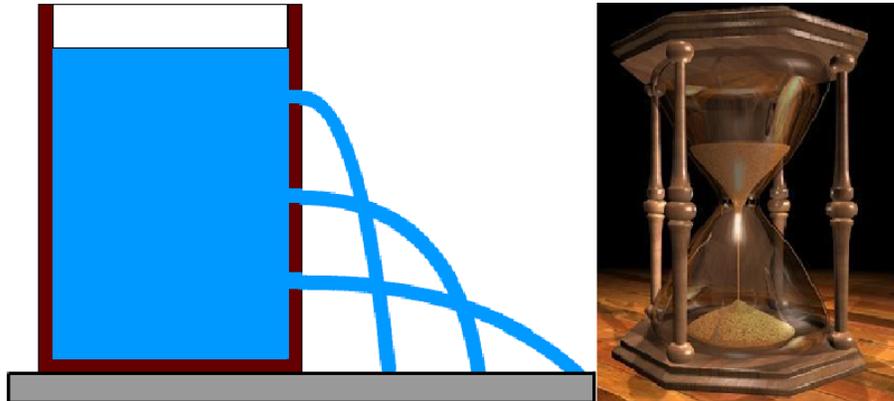


Figura 1.6: Diferencia de presión entre un fluido y un material granular sometido a efecto Janssen. A la izquierda, ilustración de la presión de un fluido a distintas profundidades; a la derecha, el flujo de un granular en un reloj de arena. La diferencia entre estos dos tipos de flujos, radica en que un granular sometido a efecto Janssen es capaz de entregar un flujo constante de partículas (como en un reloj de arena). Mientras que, si se busca realizar lo mismo con un fluido se tendría que implementar un recipiente con una geometría de mayor complejidad que con un granular. Esta propiedad de los flujos granulares, permitió a la humanidad la solución de un problema importante, la medición del tiempo.

En el caso de los *particle raft* al estar flotando sobre un fluido, los efectos capilares también son importantes, y se presentan junto al efecto Janssen. En la siguiente sección se habla acerca de estos efectos capilares.

### 1.3 Efecto Cheerios

Cuando se tienen dos objetos sobre una interfase líquido-gas, estos se atraen o repelen dependiendo de su ángulo de contacto  $\Theta$  con la superficie líquida. Las deformaciones de los meniscos se acumulan de manera lineal al orden 0, entonces geoméricamente se deduce que los objetos de afinidad parecida para el líquido se atraen (figura 1.7), y los con afinidad diferente para el líquido se repelen (Vella y Mahadevan, 2005) (figura 1.8). Esto explica porque los cereales flotan en la leche y se unen atraen entre ellos (como se observa en la figura 1.9), puesto que estos cereales tienen la misma afinidad entre ellos.

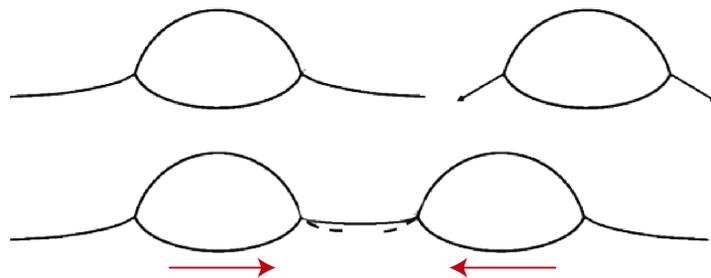


Figura 1.7: Superposición de meniscos. Se observa, que cuando los meniscos de dos objetos interaccionan se produce una atracción o repulsión de los objetos, atracción en este caso. En la figura de abajo, la línea punteada representa el menisco sin superposición, mientras que la línea continua muestra el menisco real (con superposición).

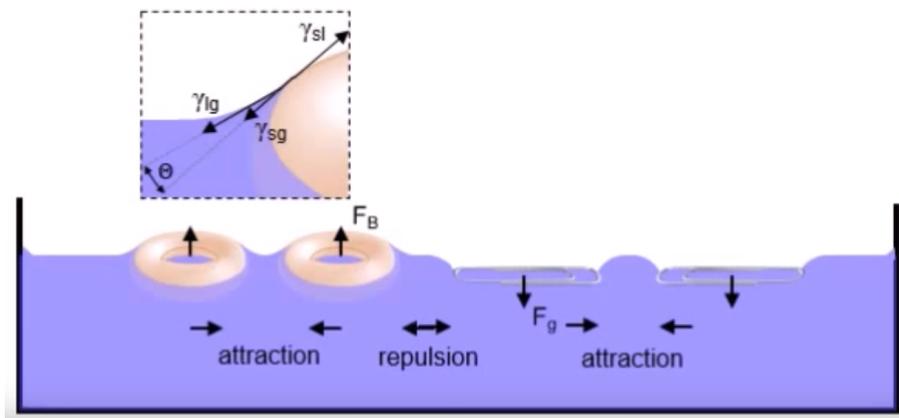


Figura 1.8: Efecto Cheerios. Aquí se observa como dos objetos de igual afinidad son atraídos entre sí (cereal-cereal y clip-clip), mientras que si tienen distinta afinidad se repelen (cereal-clip), producto de la interacción de sus meniscos. Además se muestra como está definido el ángulo de contacto  $\theta$  (Vella y Mahadevan, 2005).



Figura 1.9: Ejemplo del efecto Cheerios. Aquí se muestra el cereal Cheerios flotando sobre leche, se observa como son atraídos entre ellos.

Al estar presente este efecto en las partículas del *particle raft* (hidrofóbicas), se tiene que éste tiene una autoadhesión, y con ello, contacto y fricción entre las partículas. Junto con ello, las barreras de la celda en donde se deposita el *particle raft* (ver capítulo 3 para más detalles) también son hidrofóbicas, por lo cual, las partículas poseen atracción con las barreras, y con ello, se produce roce entre ellas.

## 1.4 Sistema Langmuir

Un factor importante para el estudio experimental de una interfase granular, es la dificultad experimental que ofrecen los instrumentos de medición tradicionales para mensurar la presión superficial de estas interfases.

El sistema de Langmuir, es un aparato de laboratorio utilizado para comprimir y medir tensiones superficiales de interfases que contienen surfactantes o polímeros en la superficie de un fluido, que habitualmente corresponde a agua (figura 1.10 (Cicuta y Vella, 2009)). Las mediciones con este sistema, se basan en comprimir una interfase entre dos barreras de compresión, mientras que la tensión es monitoreada usando una placa Wilhelmy, la cual, es capaz de medir el módulo de compresión y de cizalle (Vella, 2011).

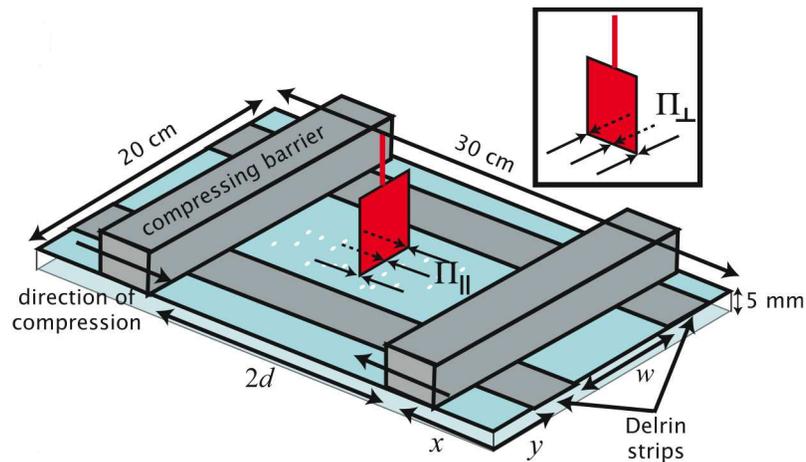


Figura 1.10: Esquema del sistema Langmuir tradicional utilizado para medir tensión superficial (Cicuta y Vella, 2009). El sistema consiste en una barrera de compresión y una placa Wilhelmy capaz de medir la presión superficial del sistema a medida que se comprime la interfase.

El sistema de Langmuir es considerado el sistema más seguro para medir tensiones superficiales de interfases que contienen surfactantes o polímeros, pero esto cambia al tener en la superficie material granular. Estudios recientes han demostrado que para el caso de interfases granulares las mediciones no son confiables debido a que el resultado depende fuertemente del tamaño del sensor (Vella, 2011). Además, el contacto de la placa con una interfase granular, genera un contacto adicional placa-granos y cualquier variación del conjunto granular producirá un cambio en la medición. Junto con todo lo anterior, el diseño de una placa Wilhelmy asume que la presión superficial es constante en el menisco, lo que para el caso de las interfases granulares en general no es cierto, debido a que la curvatura global difiere de la curvatura local del menisco producto del *pinning* (anclamiento) de la línea de contacto.

## 1.5 Objetivo General

Entender los materiales granulares en una situación más compleja, como lo es, la mecánica de las interfases granulares.

---

## **1.6 Objetivos Específicos**

- Diseñar un método para medir esfuerzos internos en un particle raft.
- Estudiar la escala de penetración de esfuerzos en una columna de partículas hidrofóbicas.

## **Capítulo 2**

# **Microsensores locales de esfuerzo**

---

Uno de los aportes más significativos que presenta este trabajo, es el desarrollo y fabricación de micro-sensores de esfuerzos. Estos consisten en un anillo de un polímero elástico (*Elite Double*) capaz de deformarse al sentir un cambio en la tensión superficial ( $\Delta\gamma$ ) en la interfase, es decir, este sensor se deforma cuando la tensión de superficie en su interior ( $\gamma_i$ ) es distinta de la que hay en el exterior ( $\gamma_e$ ). Mientras que la diferencia de tensión superficial queda expresada como:

$$\Delta\gamma = \gamma_i - \gamma_e \quad (2.1)$$

Se puede escribir la que la energía de superficie ( $E_s$ ) de la interfase viene dada por:

$$E_s = \Delta\gamma \cdot R^2 \quad (2.2)$$

Por otro lado, un objeto flexible tiene vinculada una energía de *bending* que puede ser expresada como:

$$\varepsilon \sim \frac{EI_0L}{R^2} \quad (2.3)$$

Donde  $R$  es el radio de curvatura asociado al *bending*,  $E$  es el módulo de Young del material,  $I_0$  es el segundo momento de inercia, mientras que  $L$  es la longitud típica que se produce a lo largo de la curvatura. El radio típico de curvatura durante el pandeo fuerte puede ser estimado como el radio del anillo  $R_0$ , como también la longitud típica de curvatura. Entonces, se puede escribir la energía de *bending* de compresión de un anillo como:

$$E_b = \frac{EI_0}{R_0} \quad (2.4)$$

Al igualar la energía de *bending* con la energía de superficie:

$$\Delta\gamma \cdot R_0^2 \sim \frac{EI_0}{R_0} \quad (2.5)$$

La ecuación (2.5), puede quedar expresada como:

$$\Delta\gamma \sim \frac{EI_0}{R_0^3} \quad (2.6)$$

En la ecuación (2.6) se observa que la sensibilidad de estos sensores depende de parámetros mecánicos y geométricos. Y es con estos parámetros que se trabaja para obtener un sensor capaz de medir el cambio de presión superficial en la interfase granular.

---

## 2.1 Fabricación de los sensores.

Para fabricar estos sensores, primero se debe establecer el diámetro de estos. Se establece que los anillos deben ser más grande que el diámetro de las partículas utilizadas pero inferior tamaño que el ancho de la celda utilizada; por lo cual, se define que el radio exterior a utilizar es de  $R_e = 500[\mu m]$ . Mientras que para determinar el espesor ( $e = R_e - R_i$ ) del anillo, se estima la rigidez del anillo estableciendo que debe ser  $\sim 65[\mu m]$ . En la figura 2.1 se muestra el esquema de las dimensiones de estos sensores.

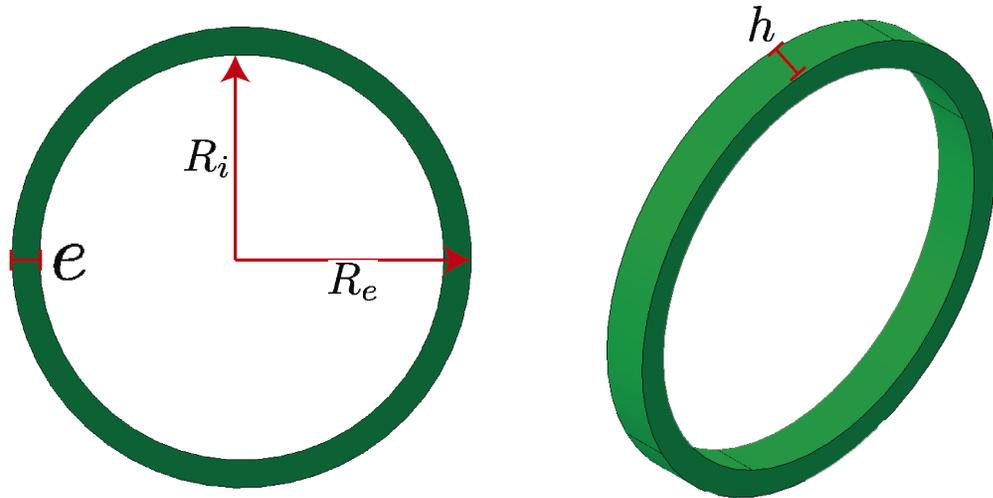


Figura 2.1: Esquema de las dimensiones de los sensores. A la izquierda vista frontal, a la derecha vista isométrica. Aquí las distancias relevantes corresponden a los radios interior  $R_i$  y exterior  $R_e$  del anillo, su altura  $h$  y su espesor  $e$ , este último viene dado por  $e = R_e - R_i$ .

### 2.1.1 Microfotolitografía.

Por las dimensiones de estos sensores, son elaborados utilizando técnicas de microfluidos para la fabricación de microcanales. La técnica utilizada para realizar estos micro-canales corresponde a la micro-fotolitografía. Esta técnica cuenta de varios pasos, los cuales son:

1. Para empezar con este proceso, es necesario fabricar una mascara con el patrón geométrico que se desea realizar el molde, con las dimensiones correspondientes. En la figura 2.2, se muestra la mascara que contiene el patrón geométrico y las dimensiones de los canales

---

en forma de anillos; el patrón a transferir corresponde a lo que queda transparente en la máscara, mientras que la superficie negra no es quemada en el proceso.

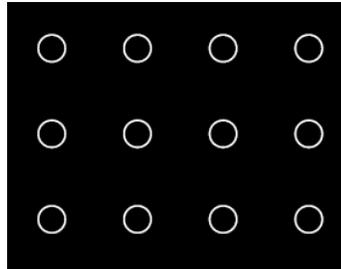


Figura 2.2: Sección de una máscara utilizada para la fotolitografía. Esta máscara contiene el patrón geométrico que se quiere imprimir en el proceso de microfotolitografía.

2. Se prepara el sustrato limpiándolo en solución piraña ( $H_2O_2 + H_2SO_4$ ). Para ello, se deja el sustrato (en este caso vidrio) sumergido por 24[hrs] en la solución.
3. Se aplica un recubrimiento de SU-8 2050 al sustrato. El SU-8 es un Epoxy Permanente Fotoresistor Negativo (*Permanent Epoxy Negativo Photoresist*), elaborado por *Micro Chem* como el polímero base para realizar micro-fotolitografía.



Figura 2.3: Botella de SU-8. Éste corresponde al polímero base para el proceso de microfotolitografía.

4. Para obtener una capa de SU-8 de cierto espesor controlado, se pone el sustrato recubierto en un *Spin Coater* y se hace rotar a 1700[rpm] por 30[s] para obtener una capa de alrededor de 100[ $\mu m$ ] (según el gráfico entregado por el fabricante figura 2.4). En la figura 2.5 se muestra un esquema de la película de un espesor definido, que se obtiene al aplicar una velocidad de rotación sobre el sustrato recubierto.

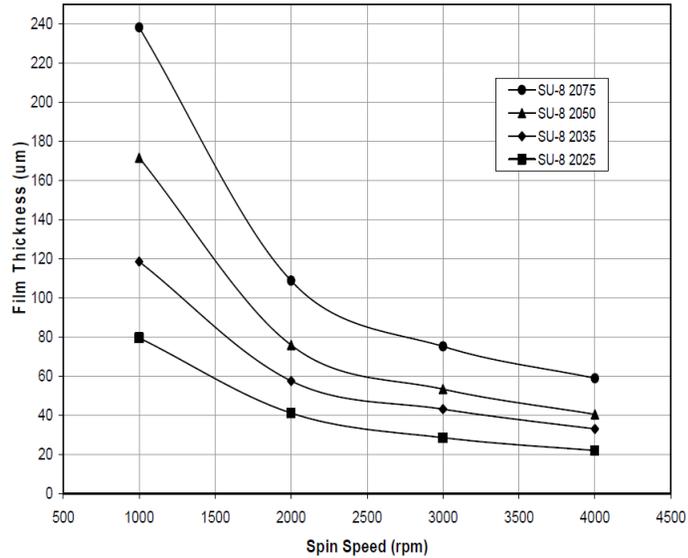


Figura 2.4: Espesor vs. Velocidad de rotación. Gráfico que contiene la relación de velocidad de giro del sustrato con SU-8 para obtener cierto espesor controlado. Información entregada por MicroChem



Figura 2.5: Esquema del sustrato con la película que se obtiene al aplicar una velocidad de rotación sobre él, obteniendo una capa plana de SU-8 de cierto espesor controlado.

5. Se realiza el primer horneado del sustrato recubierto (*Soft Bake*). Este es realizado en un horno a  $65[^\circ C]$  por  $5[min]$ , y luego se eleva la temperatura del horno a  $95[^\circ C]$  por  $15[min]$ . Dejando enfriar la muestra dentro del horno cerrado hasta que llegue a los  $40[^\circ C]$ , para evitar que el recubrimiento sufra esfuerzos mecánicos por golpes térmicos. La finalidad de este paso es otorgarle rigidez a la película que cubre el sustrato.
6. Se realiza una exposición a luz UV del sustrato recubierto, pero antes de ello, se debe fijar la máscara que contiene el patrón geométrico a quemar sobre el sustrato recubierto, como se muestra a la derecha figura 2.6; mientras que a la izquierda de la figura 2.6, se ilustra

la función de la mascara, aquí se observa que en las zonas transparentes de la mascara el UV penetra, y en las zonas negras la luz no puede penetrar, y por lo cual, esos sectores no catalizan, pudiendo ser removidos en los pasos siguientes. Esto se realiza por 10[*min*] con una lampara UV 'OSRAM Ultra-Vitalux' de 300[W] que se encuentra a una altura de 50[*cm*] sobre el sustrato.

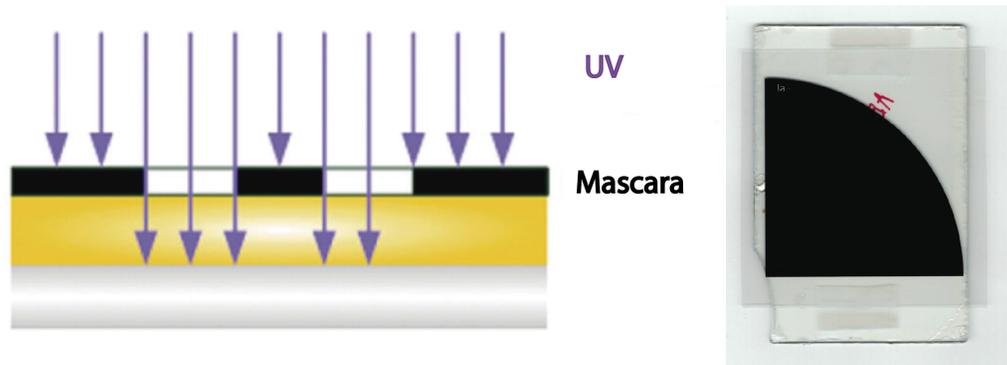


Figura 2.6: A la izquierda, esquema que ilustra el efecto de la mascara y la exposición UV. A la derecha, fotografía de la mascara fijada sobre el sustrato recubierto. Esta mascara tiene la finalidad de no dejar pasar la radiación UV en los sectores negros, produciendo catalización sólo en los sectores transparentes.

7. Se realiza un segundo horneado (*Post Exposure Bake*), el que es realizado en un horno a 65[°C] por 5[*min*], y luego se eleva la temperatura del horno a 95[°C] por 15[*min*]. Una vez terminado este proceso, se deja enfriar la muestra dentro del horno cerrado hasta que llegue a los 40[°C]. Este paso tiene como función entregar energía al epoxy para que pueda realizar *cross-linked* en las zonas donde penetra el UV.

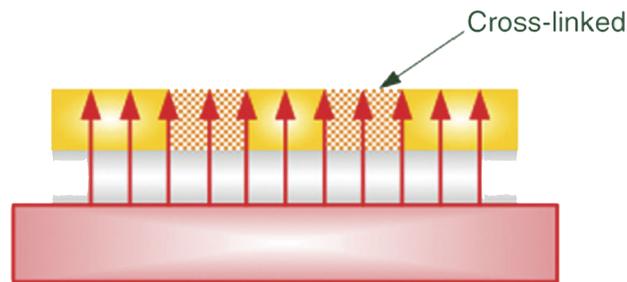


Figura 2.7: Esquema del *Post Exposure Bake*, se muestra que el *cross-linked* se realiza solo en las zonas donde penetra el UV.

8. Para revelar la muestra, se sumerge la muestra en *MicroChem's SU-8 developer* agitando por 30[s], y luego se aplica Isopropanol sobre la muestra para neutralizar el efecto del revelador y limpiarla.

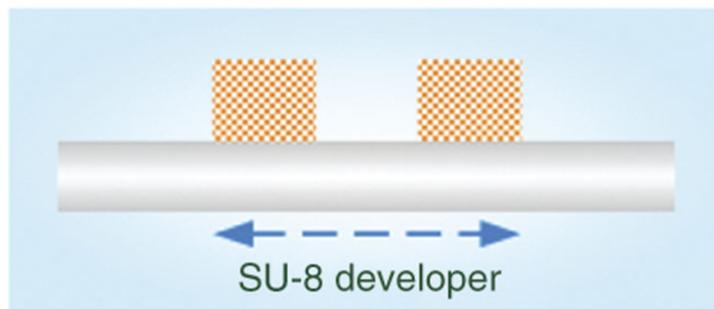


Figura 2.8: Esquema del revelado. Se muestra que, durante el proceso de revelado sólo quedan adheridos los sectores catalizados al exponer el polímero a la radiación UV.

Al realizar este proceso, se obtiene como resultado el molde con los canales en forma de anillos que se muestran en la figura 2.9, cada uno de estos anillos tiene un radio  $R_e = 500[\mu m]$  y un espesor  $e = 70[\mu m]$ . En la imagen de la derecha de la figura 2.9, se observa un anillo con rugosidades, esto es debido a la resolución de la impresora utilizada, la cual, posee una resolución de  $10 [\mu m]$ .

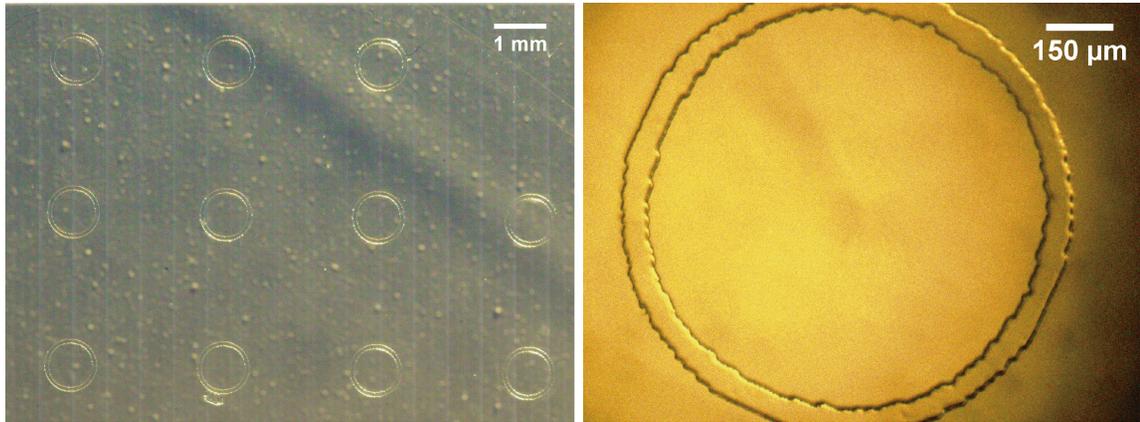


Figura 2.9: Molde en SU-8 de los sensores. Cada anillo tiene un radio  $R_e = 500[\mu m]$  y un espesor  $e = 65[\mu m]$ . En la imagen de la derecha, se observa un anillo con rugosidades, esto es debido a la resolución de la máscara utilizada, que posee una resolución de  $10 [\mu m]$ .

### 2.1.2 Fabricación de sensores en *Elite Double*.

Una vez que se tiene el molde fabricado con SU-8, el cual es un molde positivo (los anillos sobresalen del sustrato), se debe hacer con molde negativo para poder depositar el polímero (del que están fabricados los sensores finalmente) en los canales. Este molde negativo es fabricado depositando agarosa líquida sobre el molde negativo (figura 2.10 imagen izquierda). La agarosa es un polisacárido, y es escogido principalmente porque no posee una alta adhesión con el polímero que se fabrican los sensores (*Elite Double*), además de ser soluble en agua, por lo cual, se puede diluir el molde con facilidad. En la figura 2.10 se muestra un esquema del molde negativo fabricado con agarosa a partir del molde en SU-8 ya fabricado (imagen central figura 2.10), ahí se muestran las canales como una cavidad en donde se deposita el polímero del cual está formado el sensor final.

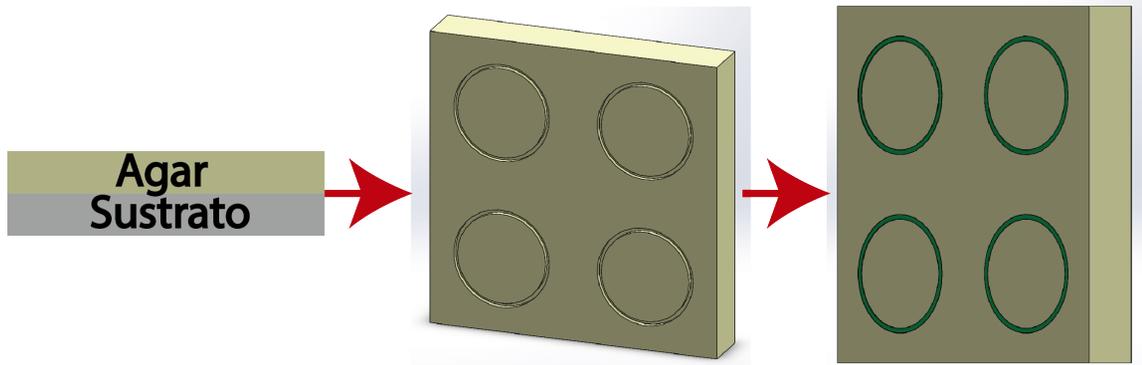


Figura 2.10: Esquema del proceso de fabricación de sensores en *Elite Double* Izquierda, fabricación del molde negativo en agarosa a partir del molde positivo en SU-8. Centro, molde negativo en agarosa. Derecha, molde de agarosa con *Elite Double* en las cavidades para obtener los sensores finales.

Al tener el molde de agarosa, se mezcla el polímero *Elite Double* realizando una composición 1:1 en relación de masa de su catalizador y base, revolviendo lentamente hasta obtener una mezcla homogénea de ella. El polímero, es depositado en las cavidades del molde de agarosa, y con la ayuda de una espátula se retira la mezcla sobrante al pasarla rasante por el molde, dejando el polímero sólo en las cavidades del molde. En la figura 2.10 (derecha), se muestra un esquema del resultado de este paso.

Se deja catalizar el polímero en el molde de agarosa por 3[hrs], para luego retirar cada uno de los anillos con la ayuda de una pinza, y depositarlos en una capsula Petri con agua bidestilada hasta ser utilizados.

Como resultado de este proceso, se obtiene un sensor en forma de anillo fabricado con *Elite Double 22*, este se puede ver en la figura 2.11.

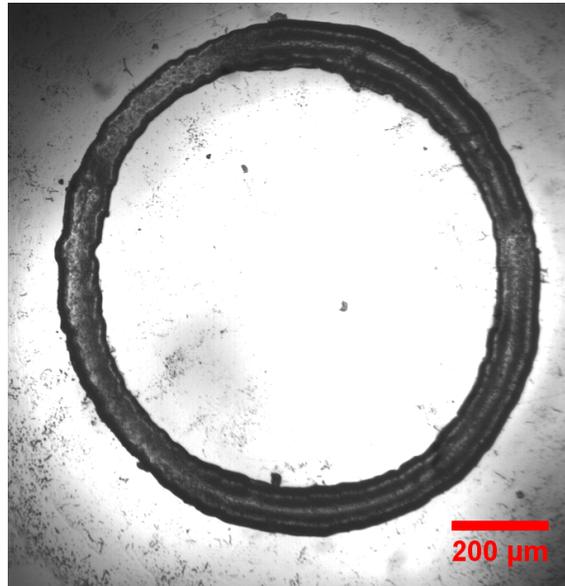


Figura 2.11: Sensor fabricado con *Elite Double*.  $R_e = 500[\mu m]$  y  $e = 65[\mu m]$ .

El polímero *Elite Double 22*, tiene una densidad  $\rho = 1109[kg/m^3]$ , y un módulo de Young  $E = 790 \pm 10[kPa]$ . Además, el fabricante asegura una resolución en los detalles de  $2[\mu m]$ .



Figura 2.12: *Elite Double 22*. Polímero utilizado para fabricar los sensores de esfuerzos, tiene una densidad  $\rho = 1109[kg/m^3]$ , y un módulo de Young  $E = 790 \pm 10[kPa]$ .

## 2.2 Calibración sensores.

Para poder determinar la sensibilidad de los sensores, es necesario calibrarlos. Para esto se mide la deformación del anillo y la fuerza en un anillo de un mayor tamaño, pero a escala,

---

porque los anillos más pequeños no logran ser medidos por el sensor de fuerzas que se dispone. Para realizar esta calibración se fabrica un anillo de mayor tamaño, pero a escala 9:1, cuyas dimensiones son  $R_e = 4,5 [mm]$ ,  $e = 0,45 [mm]$ ,  $h = 0,45 [mm]$  (ver figura 2.13).

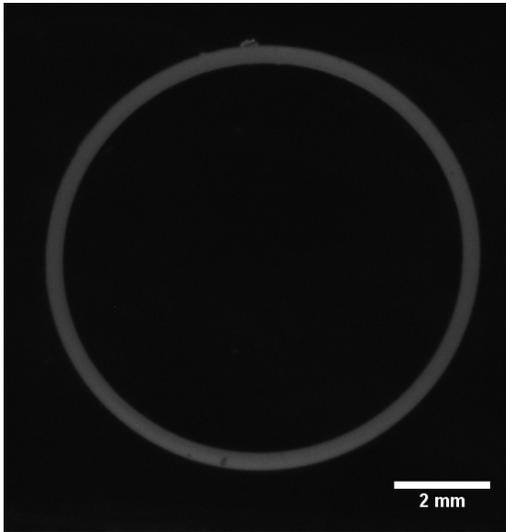


Figura 2.13: Imagen de un sensor de esfuerzos a escala 9:1, utilizado para prueba de compresion.  $R_e = 4,5 [mm]$ ,  $e = 0,45 [mm]$ ,  $h = 0,45 [mm]$ .

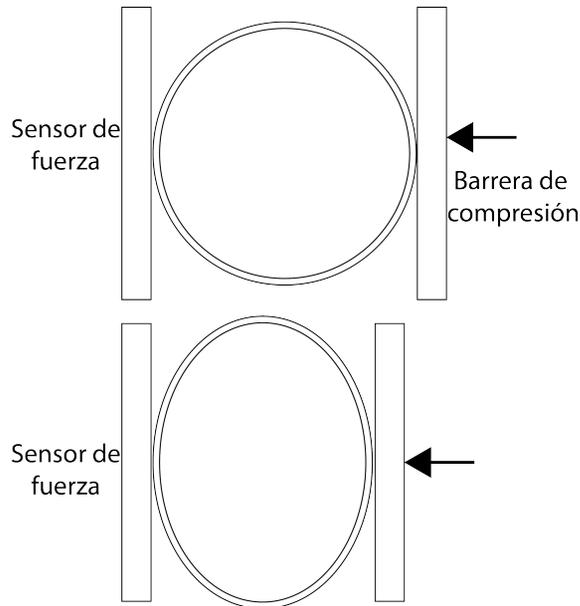


Figura 2.14: Esquema del montaje experimental para la compresión de un anillo. Arriba, esquema del anillo sin comprimir. Abajo, esquema del anillo comprimido y deformado. El anillo al deformarse pasa de ser una circunferencia a una elipse, al tener esfuerzos de compresión uniaxial.

Se realiza la prueba de compresión midiendo la fuerza en un montaje experimental como el mostrado en el esquema de la figura 2.14. Por un lado se tiene una barrera fija conectada a un sensor de fuerza, y frente a ella, otra barrera móvil de las mismas dimensiones conectada a un motor controlado por un computador. Entre estas barreras se posiciona el anillo para ser comprimido, y sobre todo esto, se tiene una cámara que captura el estado del anillo. El motor se mueve a una distancia de  $50 \text{ } [\mu\text{m/s}]$ , mientras que la fuerza y las imágenes son capturadas a una frecuencia de muestreo de  $10 \text{ } [\text{Hz}]$ . En la figura 2.14 se muestra un esquema del anillo sin compresión (arriba), y un esquema del anillo deformado (abajo).

A través del análisis de las imágenes de deformación del anillo, se obtiene el área interior del anillo, y con esto, se obtiene un gráfico con la relación entre la fuerza ( $F$ ) y el cambio área normalizada ( $\frac{A_0 - A}{A_0}$ ) del anillo (ver figura 2.15, con  $A_0$  el área inicial del interior del anillo. El análisis del área contenida por el anillo, se realiza de dos formas distintas: obteniendo directamente el área contenida por el anillo (curva roja), y obteniendo el área para ajustar una elipse sobre ella y obtener una nueva área resultante del ajuste. Al analizar estos resultados, que ambas curvas son idénticas para valores de  $\frac{A_0 - A}{A_0}$  menores de 0,5; mientras que para deformaciones mayores, las curvas difieren, y se considera con mayor validez la curva sin ajuste, puesto que para altas deformaciones no es correcto el ajuste elipsoidal, por no ser está la forma del anillo deformada.

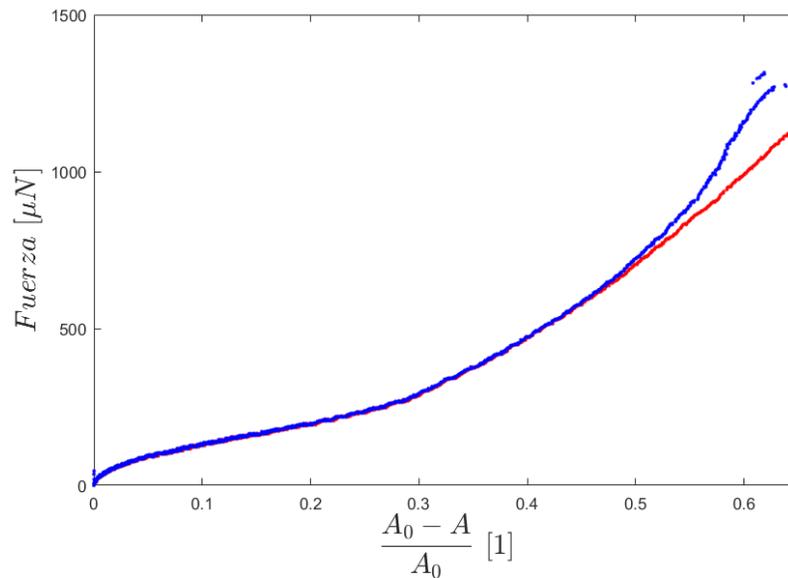


Figura 2.15:  $F$  vs.  $\frac{A_0 - A}{A_0}$  para sensor de  $R = 4,5$  [mm]. En azul, curva obtenida ajustando una elipse al contorno del anillo. En rojo, curva obtenida sin el ajuste elipsoidal. Se observa, que el ajuste elipsoidal es válido hasta  $\frac{A_0 - A}{A_0} = 0,45$ , puesto que luego el sensor deja de tener forma elíptica transformándose en una geometría más compleja.

Mientras que al graficar la deformación ( $d$ ) vs.  $\frac{A_0 - A}{A_0}$  (figura 2.16), realizando un ajuste polinomial de orden dos, se obtiene que existe una relación  $\frac{A_0 - A}{A_0} = 0,01199 \cdot d^2 + 0,006452 \cdot d + 0,004174$ , lo que es coherente, puesto que cambió de área en una elipse viene dado por:

$$A = \pi (R_0 + d) \cdot (R_0 - d) = \pi R_0^2 - \pi d^2 \quad (2.7)$$

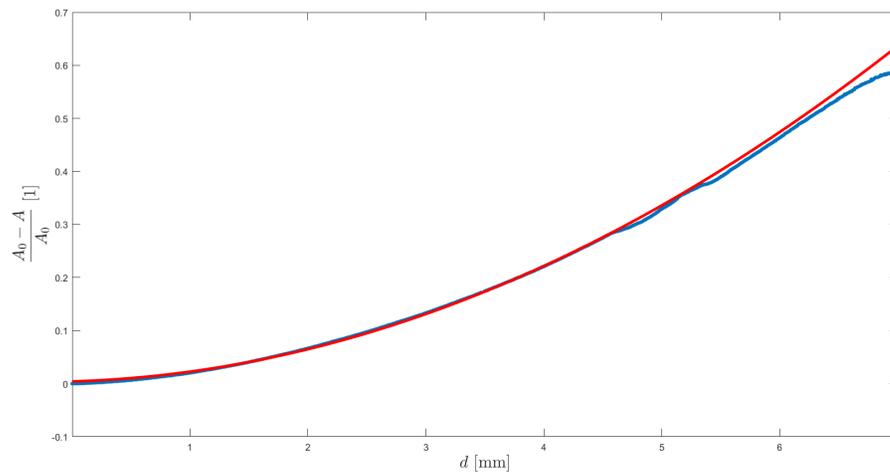


Figura 2.16:  $\frac{A_0-A}{A_0}$  vs.  $d$ . En azul, curva obtenida mediante el análisis de imágenes. En rojo, ajuste de curva realizado, obteniendo  $\frac{A_0-A}{A_0} = 0,01199 \cdot d^2 + 0,006452 \cdot d + 0,004174$ .

Realizando el mismo procedimiento que se utilizó para obtener la relación entre la fuerza ( $F$ ) y el cambio de área normalizada ( $\frac{A_0-A}{A_0}$ ) para el sensor de  $R_e = 4,5 [mm]$ , pero esta vez para un sensor de  $R_e = 1 [mm]$ ,  $e = 100 [\mu m]$  y  $h = 100 [\mu m]$ . Dicha curva (ver figura 2.17) muestra que al tener un anillo a escala pero de menores dimensiones, la fuerza también cae.

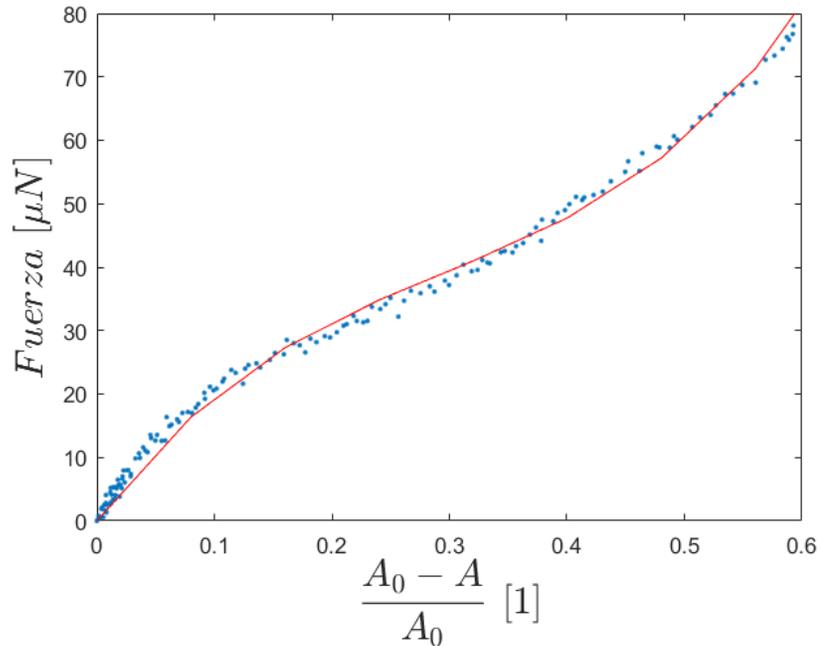


Figura 2.17:  $\frac{A_0 - A}{A_0}$  vs.  $d$  para sensor de  $R_e = 1$  [mm]. En azul, curva de calibración medida. En rojo, ajuste a la curva de calibración obteniendo  $F = 656 \cdot x^3 - 581 \cdot x^2 + 247 \cdot x$ , donde  $x = \frac{A_0 - A}{A_0}$

En la siguiente sección se utilizan estos sensores de  $R_e = 1$  [mm], por eso fue necesario ajustar una curva sobre ellos. Al ajustar un polinomio de grado 3, se obtiene que la ecuación que describe la respuesta en fuerza de estos anillos es:

$$F = 656 \cdot \left(\frac{A_0 - A}{A_0}\right)^3 - 581 \cdot \left(\frac{A_0 - A}{A_0}\right)^2 + 247 \cdot \left(\frac{A_0 - A}{A_0}\right) \quad (2.8)$$

En donde  $F$  corresponde a la fuerza en  $\mu N$ . Si bien no hay un argumento físico del porque ajustar un polinomio de grado 3, este ajusta correctamente, con un coeficiente de correlación de  $R = 0,998$ . Y con ello, permite obtener una relación para determinar la fuerza que actúa sobre el sensor al conocer su área interior.

## Capítulo 3

# Compresión del *particle raft*

Este capítulo está centrado en las pruebas de compresión de un *particle raft* bajo distintas condiciones. Analizando la respuesta mecánica del *raft*.

### 3.1 Método Experimental.

El set-up experimental utilizado en el presente estudio, corresponde a una celda de Langmuir con algunas modificaciones.

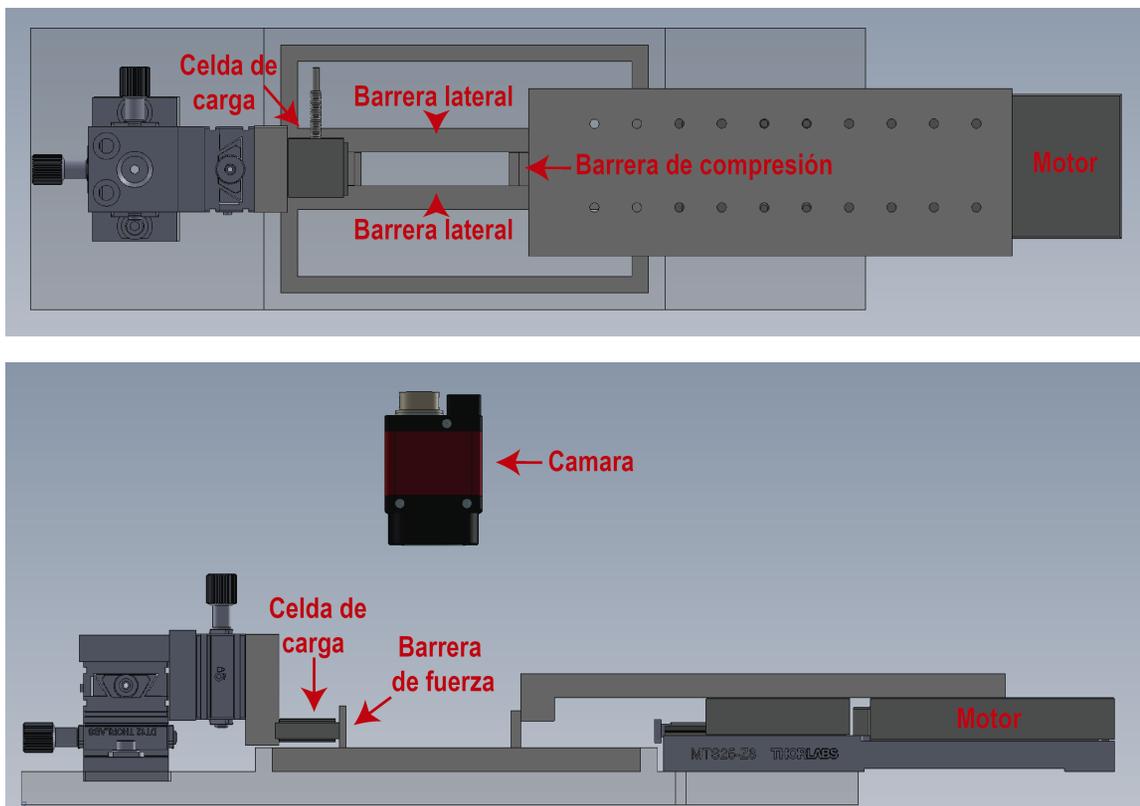


Figura 3.1: Esquema del montaje experimental. Imagen superior, vista superior. Imagen inferior, vista lateral. Este sistema consiste básicamente en una celda que se llena de agua, y sobre ella se depositan partículas de vidrio hidrofóbicas para formar un *particle raft*. Éste es comprimido con la barrera de compresión ubicada sobre un motor controlado mediante un ordenador, registrando la fuerza transmitida hasta el fondo del *raft* en la celda de carga.

Este montaje en particular, está compuesto por barreras de teflón (tanto las barreras la-

---

terales como la de compresión y celda de carga); para mensurar la fuerza dentro de la celda, se utiliza una celda de carga "FUTEK LSB200 FSH02534" capaz de medir hasta 10 [gF] conectado a un amplificador diferencial "FUTEK CSG110", seguido por una tarjeta "NI USB-6216]" para llevar la señal de fuerza hasta computador; mientras que para comprimir el contenido depositado al interior de la celda de Langmuir, se utiliza un motor "THORLABS MTS25-Z8"; mientras que para capturar las imágenes del sistema, se utiliza una cámara "POINT GREY FL3-GE-50S5M-C". Todo el sistema es controlado mediante un algoritmo en Labview.

El esquema de la celda utilizada es ilustrada en la figura 3.1. Las consideraciones experimentales utilizadas son:

- Las barreras laterales de teflón se encuentran lo suficientemente alineadas al movimiento del motor, talque estas queden a una distancia de 100 [ $\mu m$ ] de la barrera de compresión durante toda la trayectoria, evitando el roce entre ellas.
- La celda es llenada con agua desionizada hasta que el fluido quede al mismo nivel que la superficie superior de las barreras laterales.
- Tanto la barrera de compresión como de la celda de carga, se encuentran al mismo nivel que las barreras laterales. Esto con el fin de evitar en lo posible influenciar el experimento por un menisco en ellas.
- Las partículas utilizadas durante las experimentaciones son de vidrio, hidrofóbizadas mediante un pretratamiento químico (ver Apéndice A). Siendo partículas polidispersas de diámetros entre 200 – 300 [ $\mu m$ ].
- La separación de 100 [ $\mu m$ ] entre las barreras laterales y la barrera de compresión, es necesaria para que no se escapen partículas de la celda, además de que no exista roce entre las barreras.
- Se utilizan partículas y barreras hidrofóbicas para producir roce entre ellas, puesto que si ambas no fueran hidrofóbicas, no se atraen y no se produce roce; posiblemente produciendo que no se observe el Efecto Janssen que se desea estudiar.
- Las partículas son depositadas mediante lluvia de éstas en la celda de Langmuir, con el fin de evitar la formación de *cluster*. Se mejora la homogeneidad del *particle raft* esparciendo las partículas luego de depositarlas mediante esta lluvia. En la figura 3.2 se muestra un esquema de las partículas depositadas en el interior de la celda.

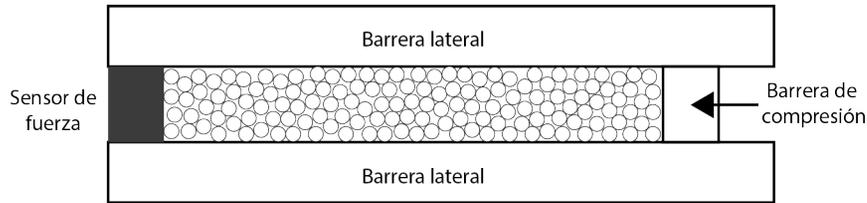


Figura 3.2: Esquema de la celda de Langmuir con las partículas en su interior.

### 3.2 Compresión del *particle raft*

La densidad del *particle raft* se calibra a través de una densidad lineal, puesto que el ancho del canal es siempre el mismo sin importar el largo. La calibración se realiza depositando la mayor cantidad de partículas (en relación de masa) en un *raft* de  $4 [mm]$  de largo, ya que, se sabe que la longitud de pantalla está alrededor del ancho del canal  $D = 10 [mm]$ , y un *raft* más corto va a llegar al empaquetamiento máximo; haciendo esto, se logra medir de forma segura este parámetro considerado fundamental del material granular usado. Se considera que la mayor densidad del *particle raft* se tendrá antes de formar arrugas sobre el mismo. Se utiliza una distancia corta para evitar que en la calibración afecte el Efecto Janssen, puesto que si la interfase granular fuera más larga, éste efecto podría evitar que las partículas puedan comprimirse. Al realizar esto se obtiene que la densidad lineal calibrada para el *particle raft* es  $\rho_l = 4,3 \pm 0,3 [mg/mm]$ .

A través del análisis de las imágenes tomadas durante la compresión del *raft* se determina el empaquetamiento máximo de éste antes de formar una arruga, esto con el fin de tener un criterio para determinar cuál es la fuerza transmitida desde un extremo de la interfase granular hasta su otro extremo.

Utilizando el montaje ya descrito se realizan las pruebas de compresión del *particle raft*. Estas consisten en apretar la interfase granular moviendo la barrera de compresión posicionada en el motor a una velocidad constante de  $100 [\mu m/s]$ , esta velocidad es determinada realizando experimentos a distintas velocidades, encontrando que la velocidad utilizada es la mayor que permite tener un experimento cuasi-estático, es decir, no sujeto a efectos dinámicos; midiendo al otro extremo del *particle raft* la fuerza transmitida a una frecuencia de muestreo de  $10 [Hz]$ , mientras se registra el estado de las partículas mediante fotografías a la misma tasa de muestreo.

Es importante recalcar que el experimento sólo ha sido realizado en compresión.

Al comprimir un *particle raft* típico se obtiene un gráfico como el que se muestra en la figura 3.3. Aquí la posición hace referencia a la ubicación sobre la que se encuentra la barrera de compresión.

sión, a posición cero se tiene que el *particle raft* se encuentra con su mayor empaquetamiento (ópticamente) antes de formar una arruga. Mientras que  $F_{raft}$  corresponde a la fuerza de la interfase granular logra transmitir al fondo de ésta, cuando se encuentra con su empaquetamiento máximo. En esta misma figura, se observa que cuando el *raft* está lo suficientemente diluido a pesar de que se comprima, no logra perturbar la medición de fuerza al otro extremo de éste.

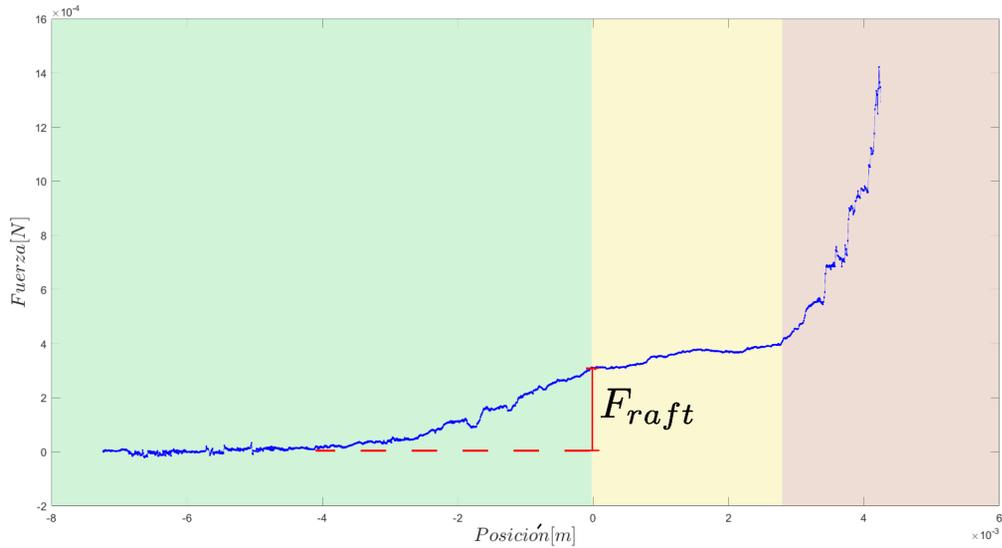


Figura 3.3: Curva típica Fuerza vs. Posición de la barrera. Acá se tienen tres regímenes: en verde se tiene la reorganización de las partículas, en amarillo la compresión del *particle raft*, mientras que en rosado se tiene el régimen de *Jamming*.

### 3.2.1 Densidad lineal constante

Utilizando la densidad lineal calibrada ( $\rho_l$ ), se obtiene una masa calibrada ( $M_{cal}$ ) para cada largo ( $L_{cal}$ ) que se desea estudiar. La relación para calcular la masa de cada *particle raft* es:

$$M_{cal} = \rho_l \cdot L_{cal} \quad (3.1)$$

Al calcular la cantidad de masa ( $M_{cal}$ ) para un *raft* de largo ( $L_{cal}$ ), se obtiene esta cantidad de masa en una balanza analítica con una sensibilidad de  $\pm 0,0001$  [g], y se procede a depositar las partículas en la celda de Langmuir. Se busca obtener una monocapa de partículas con distribución homogénea a lo largo del canal.

Se realiza pruebas de compresión a distintos largos, utilizando la ecuación (3.1) para calibrar la

---

cantidad de masa para cada largo. Se comprime cada uno de los *particle raft*, obteniendo la curva Fuerza vs. Desplazamiento. Mientras que el largo del *raft* ( $L_{raft}$ ) se obtiene con el criterio óptico del mayor empaquetamiento antes de formar una arruga, en ese punto se define la posición cero del desplazamiento.

Al realizar pruebas a distintos largos, se obtiene el gráfico  $R_{raft}$  vs.  $L_{cal}$  (figura 3.4), aquí se observa que para los *raft* cortos (entre  $0 - 10 [mm]$ ) el valor de la fuerza  $F_{raft}$  es unas 4 veces el valor de la fuerza para los *raft* de  $30 - 50 [mm]$ , esto quiere decir que al tener un *particle raft* de mayor longitud la fuerza es apantallada y no logra transmitirse hacia el otro extremo de la interfase granular, lo que es coherente con el Efecto Janssen. También se observa, que alrededor de  $L_{cal} = 15 [mm]$  hay un cambio de tendencia en la fuerza del *raft* ( $F_{raft}$ ), es decir,  $F_{raft}$  cerca de  $L_{cal} = 15 [mm]$  tiene un cambio crítico produciendo que esta fuerza disminuya bruscamente para largos mayores. Sin embargo, la fuerza transmitida para *raft* largos no es nula, esto es debido a hay adhesión en las partículas y una reorganización inicial hacia el fondo del *raft*.

La ecuación (1.2) muestra que bajo la presencia del efecto Janssen los esfuerzos son atenuados a un largo característico  $\lambda$ , esta distancia corresponde a una longitud de pantalla. Como se menciona, el gráfico de la figura 3.4 muestra que cerca de  $L_{cal} = 15 [mm]$  se produce un cambio de tendencia, este cambio de tendencia está relacionado con la longitud de pantalla  $\lambda$ , es decir, cuando el *raft* tiene una longitud mayor de  $15 [mm]$  se hace presente el efecto Janssen apantallando la fuerza que logra transmitirse hacia el fondo de la interfase granular.

La escala de fuerzas del gráfico de la figura 3.4, está dada por la fuerza de *buckling* ( $F_{buckling}$ ), que tiene una intensidad del orden de los  $400 [\mu m]$ . Se sabe que  $F_{buckling}$  tiene este valor, puesto que al comprimir un *particle raft* corto con respecto al ancho del canal (como los dos primeros puntos del gráfico) la fuerza transmitida al fondo del *raft* es la misma que en el sector donde se está comprimiendo, puesto que aquí la presencia del efecto Janssen es despreciable.

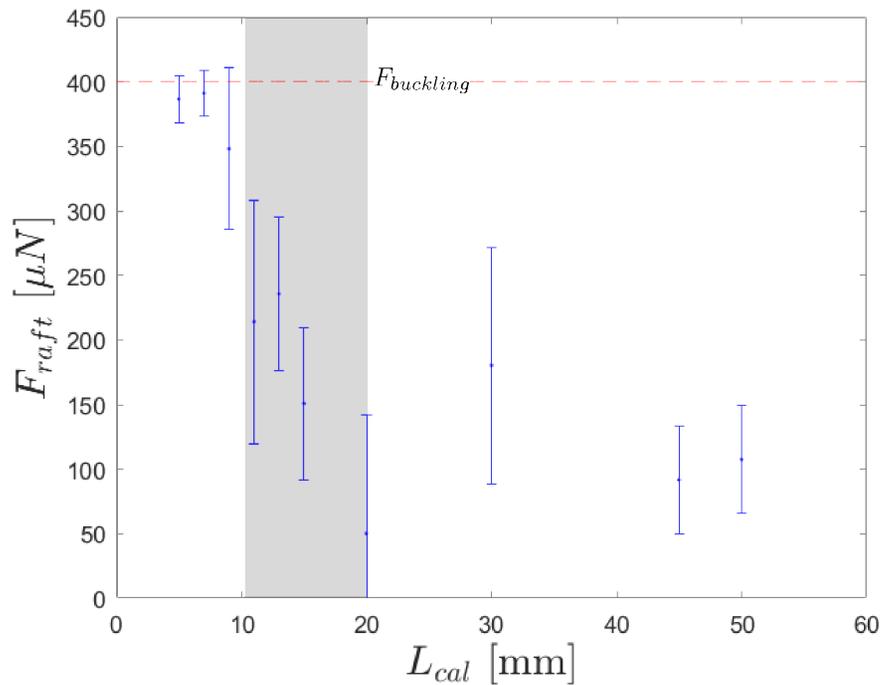


Figura 3.4:  $F_{raft}$  vs.  $L_{cal}$ .  $F_{raft}$  corresponde a la fuerza transmitida a través del *particle raft* vs. longitud calibrada  $L_{cal}$ . Se observa un máximo de fuerza ( $F_{buckling}$ ) marcado con línea discontinua roja. A medida que  $L_{cal}$  aumenta, disminuye la fuerza transmitida por el *particle raft*. ;ientras que en el área marcada en gris, se tiene un cambio de tendencia, obteniendo que el largo de apantallamiento  $\lambda$  se encuentra cerca de los 15 [mm].

Quando el *particle raft* se comprime más allá de su empaquetamiento máximo, al menos localmente, éste relaja la energía de compresión formando arrugas. Durante las pruebas se observa que las arrugas se forman en el extremo donde se está comprimiendo la interfase granular, puesto que ahí es en donde encuentra el mayor empaquetamiento, ya que el Efecto Janssen no permite que el esfuerzo de compresión se transmita homogéneamente en todo el *raft*, por lo cual, la mayor compactación de las partículas se encuentra en este sector, siendo ahí donde deben formarse arrugas como respuesta a la compresión. Graficando  $L_{raft} - L_{arruga}$  vs.  $L_{cal}$ , donde  $L_{arruga}$  es el largo del *particle raft* cuando se forma una arruga, por lo cual,  $L_{raft} - L_{arruga}$  es la longitud que se debe comprimir un *raft* desde su empaquetamiento máximo para formar una arruga (ver figura 3.5); en el gráfico de la figura 3.6, se infiere que la distancia para formar una arruga, es de  $0,98 \pm 0,13$  [mm] y no depende del largo del *particle raft*, sino que es un valor fijo para cualquier longitud de ésta. Esto difiere del caso de una membrana sólida, en donde, la longitud de compresión para formar una arruga es proporcional a la longitud total de la muestra.

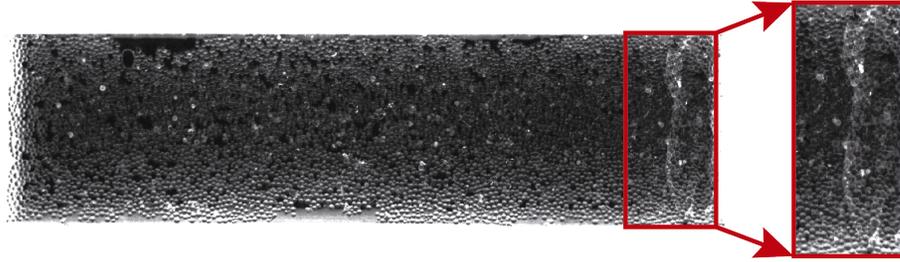


Figura 3.5: Arruga en el *particle raft*. Aquí se puede observar una arruga formada al comprimir la interfase granular. Es interesante notar, que a diferencia de una membrana sólida (que se forman en toda la membrana), en el *raft* la arruga se produce cerca del sector donde se esta aplicando la compresión.

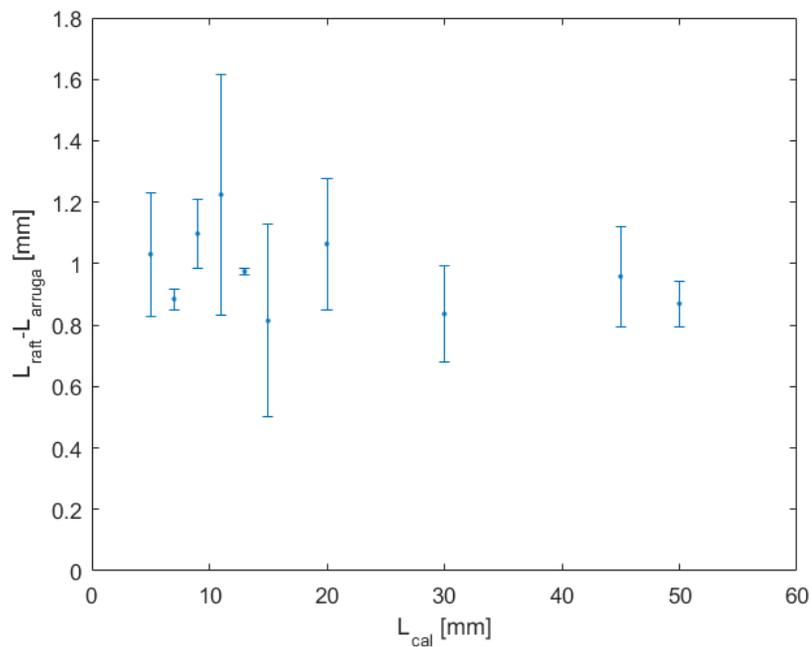


Figura 3.6:  $L_{raft} - L_{arruga}$  vs.  $L_{cal}$ .  $L_{raft} - L_{arruga}$  representa la distancia que se debe comprimir el *particle raft* para formar una arruga desde su empaquetamiento máximo. Obteniendo que la distancia para formar una arruga es de  $0,98 \pm 0,13$  [mm] y no depende del largo del *particle raft*, sino que es un valor fijo para cualquier longitud de ésta.

---

### 3.2.2 Influencia de la dilución ( $\alpha$ )

Hasta ahora no se ha hablado de la influencia las condiciones iniciales del *particle raft* en su evolución, así que los parámetros importantes para caracterizar el *raft* no es sólo el número de partículas que contiene, sino también la manera que está preparado (Luding, 2013). Por lo cual, se considera que la condición inicial relevante para la interfase granular, se puede resumir en la dilución, ésta consiste en que tan concentrada o separadas se encuentran las partículas sobre la superficie de la celda de Langmuir. Como el ancho de la celda de Langmuir es constante a lo largo de ésta, se define la dilución ( $\alpha$ ) como:

$$\alpha = \frac{L_0 - L_{cal}}{L_0} \quad (3.2)$$

o en porcentajes:

$$\alpha = \frac{L_0 - L_{cal}}{L_0} \cdot 100 \% \quad (3.3)$$

Donde  $L_0$  es el largo inicial del *particle raft*. En la figura 3.7, se muestran dos *raft* del mismo largo a con distintas diluciones. Ahí se puede observar que la interfase granular más diluida ( $\alpha = 40\%$ ) tiene una mayor cantidad de agujeros o espacios sin partículas, que él con una dilución de  $\alpha = 10\%$ .

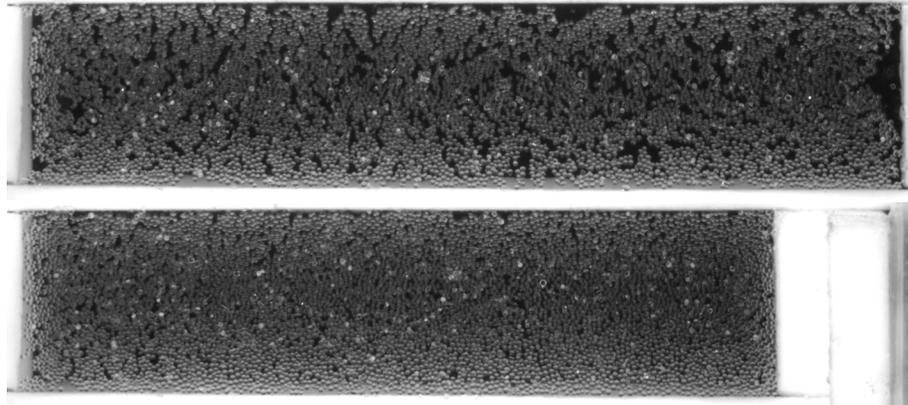


Figura 3.7: *Particle raft* con distinta dilución. Arriba  $\alpha = 40\%$ , abajo  $\alpha = 20\%$ .

Para estudiar la influencia de la dilución ( $\alpha$ ) en la compresión del *raft*, se realiza una serie de experimentos a distinta dilución, pero utilizando la misma cantidad de partículas. Para asegurar la misma cantidad de partículas en la interfase granular, se depositan los granos en la celda de Langmuir y son comprimidos, para posteriormente ser descomprimido, reorganizado homogéneamente con otra dilución distintas, y vuelto a comprimir; repitiendo este proceso se asegura que

---

sean las mismas partículas, puesto que éstas son tan hidrofóbicas que no se hunden a pesar de haber sido comprimidas.

Se define un largo  $L_{cal}$  de  $35[mm]$ , puesto que es lo suficientemente largo para notar la presencia del Efecto Janssen, y de una longitud adecuada que permita tomar una dilución ( $\alpha$ ) de 40 %, porque al ser más largo las dimensiones de la celda no permitirían estudiar esas diluciones. Al definir el largo mencionado, se obtiene la masa calibrada de  $M_{cal} = (0,1487 \pm 0,0001)[g]$  en una balanza analítica, la que es depositada en su totalidad dentro de la celda de Langmuir para ser estudiada. Se utilizan diluciones de 10 a 40 %.

Analizando los resultados a diferentes diluciones, se obtiene el gráfico de la figura 3.8. Ahí se observa que hay dos regímenes bien marcados, uno para  $\alpha$  entre 10 y 25 %, y otro para  $\alpha$  entre 30 y 45 %; esto es resultado del empaquetamiento inicial del *raft*, puesto que, al tener un menor empaquetamiento inicial, también se tiene una mayor fricción y una menor capacidad de poder reagrupar las partículas. Por ello, para  $\alpha = 25 \%$  se tiene un *particle raft* más largo que para  $\alpha = 30 \%$ , puesto que este último puede reorganizar sus partículas con mayor facilidad que el primero al tener una dilución mayor, y con ello, menor fricción lo que se traduce en una reagrupación con mayor penetración.

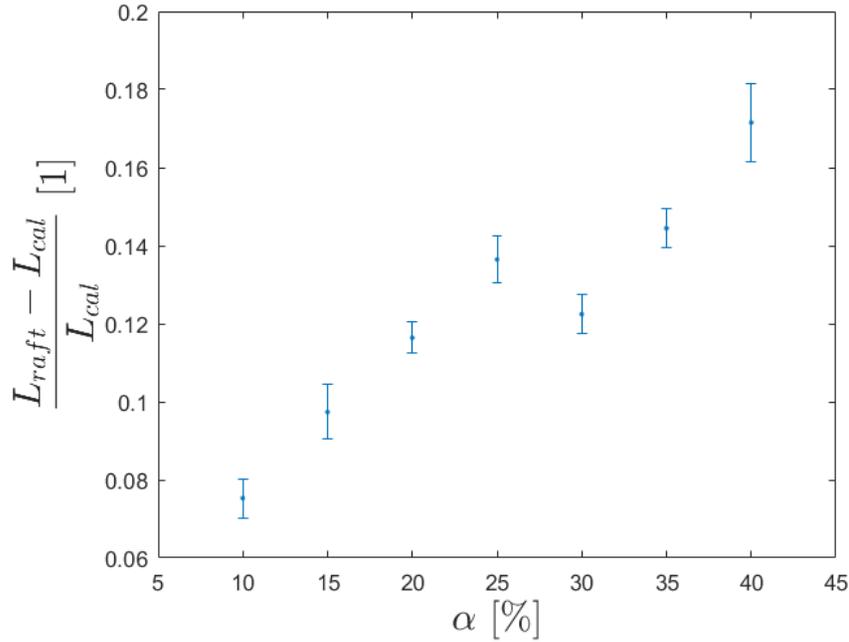


Figura 3.8:  $\frac{L_{raft} - L_{cal}}{L_{cal}}$  vs.  $\alpha$ . Para  $L_{cal} = 35$  [mm]. Se puede observar, que para la misma cantidad de partículas a medida que la dilución del *particle raft* aumenta, también aumenta su longitud final. Sin embargo, para  $\alpha$  entre 25 y 30 % hay un cambio en la tendencia, separando en dos tendencias, pero que poseen una pendiente similar.

### 3.2.3 Medición óptica de la longitud de pantalla ( $\lambda$ )

Para obtener la longitud de pantalla  $\lambda$  del *particle raft*, se determina el desplazamiento de cada partícula utilizando análisis de imágenes. Para determinar el desplazamiento de las partículas, se realiza la sustracción de dos imágenes con un desplazamiento en la barrera de comprensión de 200 [ $\mu m$ ], que equivale a un diámetro de las partículas utilizadas; obteniendo así una imagen que muestra el desplazamiento de los granos dentro de la celda de Langmuir que las contiene (ver imagen superior de la figura 3.9). Al promediar lo obtenido en la imagen anterior, a lo ancho del canal, se obtiene un gráfico de intensidad promedio ( $\langle I \rangle$ ) vs. distancia en el canal (ver imagen inferior de la figura 3.9), que representa cuanto se mueven las partículas a lo largo del canal; entre mayor sea  $\langle I \rangle$ , significa que hay un mayor desplazamiento de los granos en ese sector, y viceversa. Una vez obtenido este gráfico, se realiza un ajuste:

$$y = a \cdot e^{\frac{-x}{b}} + c \quad (3.4)$$

---

Este ajuste es equivalente a la ecuación (1.2), por lo cual,  $b = \lambda$  y corresponde a la longitud de pantalla.

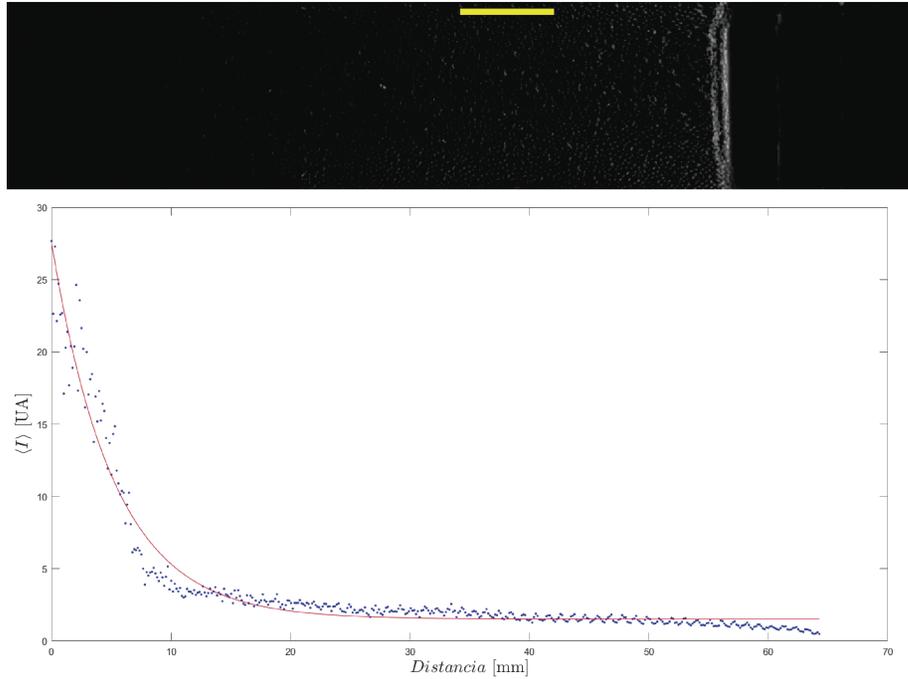


Figura 3.9: Longitud de pantalla. Imagen superior, imagen típica obtenida al realizar la diferencia entre imágenes con la barrera desplazada  $200 \text{ } [\mu\text{m}]$ , la barra amarilla tiene una longitud de  $5 \text{ } [\text{mm}]$ . Imagen inferior, gráfico típico de intensidad promedio ( $\langle I \rangle$ ) vs. distancia en el canal.

Cabe mencionar que las imágenes utilizadas corresponden a las obtenidas en el experimento de dilución de la subsección anterior.

Si se utiliza este método para obtener  $\lambda$  a medida que se comprime el *particle raft*, se obtiene el gráfico de la figura 3.10. En este gráfico se puede observar que hay que a medida que se comprime el *raft* hay fluctuaciones en la longitud de pantalla  $\lambda_1$  que van entre  $30$  y  $55 \text{ } [\text{mm}]$ , esto es debido a que en este sector la interfase granular se está organizando y empaquetando; pero una vez que se acerca al empaquetamiento máximo en  $L_{raft}$  (posición cero). De esta forma, se ha encontrado una nueva manera de determinar  $L_{raft}$ , siendo esta posición el mínimo local para  $\lambda$  en las vecindades de los definidos localmente. Utilizando esta técnica óptica, se obtiene la longitud de pantalla  $\lambda_{arruga}$  después de que el sistema haya formado al menos una arruga. En la figura 3.10, también se muestra en que sector se encuentra cada uno de estos regímenes, mostrando en rojo el promedio de la longitud de pantalla durante la reorganización de las partículas ( $\langle \lambda_1 \rangle$ ), y

en verde el promedio de la longitud de pantalla cuando ya se ha formado una arruga ( $\langle \lambda_{arruga} \rangle$ ).

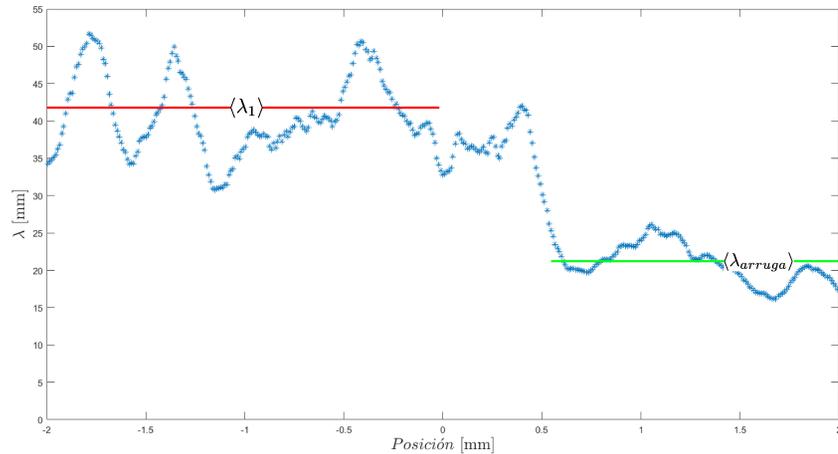


Figura 3.10: Gráfico típico de  $\lambda$  vs. posición para la compresión de un *particle raft*. La posición corresponde a la compresión con respecto a  $L_{raft}$ . Acá hay dos regímenes, reorganización del *raft*, en rojo, donde la longitud media de pantalla es  $\langle \lambda_1 \rangle$ ; y longitud de pantalla cuando ya se ha formado una arruga, en verde, donde la longitud media de pantalla es  $\langle \lambda_{arruga} \rangle$ .

En la figura 3.11, se muestra como cambia la longitud de pantalla media en el sector de reorganización ( $\langle \lambda_1 \rangle$ ) en función de la dilución, aquí se observa como la longitud de pantalla va aumentando a medida que aumenta la dilución  $\alpha$ , y aumentando críticamente para  $\alpha = 40\%$ . El aumento de la longitud de pantalla en el sector de reorganización de las partículas a medida que la dilución aumenta, es debido a que a medida que hay una mayor dilución hay un mayor espacio para poder reagrupar las partículas, y con ello, permitir que la longitud de pantalla sea mayor. Mientras que si la dilución es baja, los espacios son reducidos para poder reagrupar las partículas, produciendo una longitud de pantalla baja.

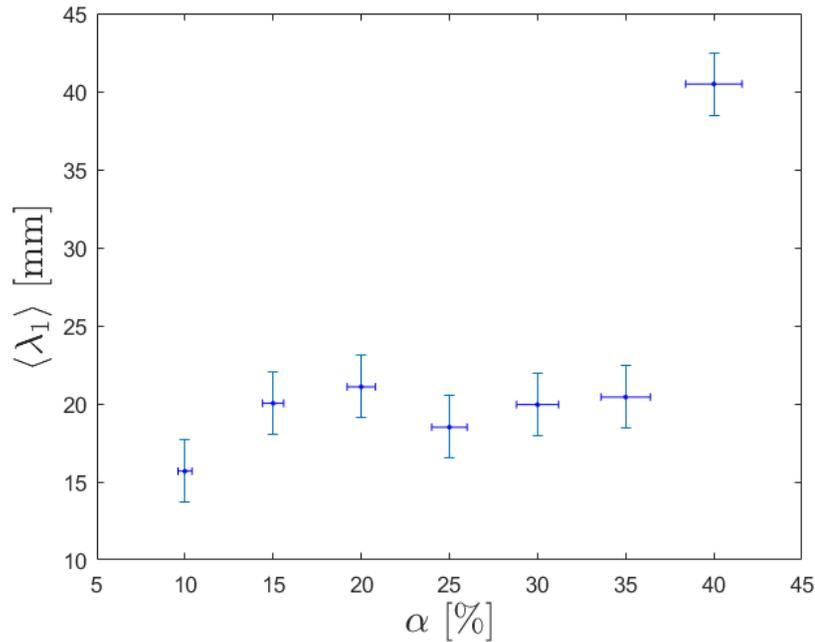


Figura 3.11:  $\langle \lambda_1 \rangle$  vs.  $\alpha$  para la misma cantidad de partículas. Se observa que, en general, a medida que aumenta la dilución  $\alpha$  también aumenta  $\langle \lambda_1 \rangle$ , aumentando críticamente para  $\alpha = 40$  %. Esto es debido a que si  $\alpha$  es mayor, hay un mayor espacio entre las partículas para reorganizarse.

En la figura 3.12, se muestra como cambia la longitud de pantalla media después de formar una arruga ( $\langle \lambda_{arruga} \rangle$ ) en función de la dilución, al igual que para la figura 3.11, la tendencia general, es que la longitud media de pantalla  $\langle \lambda_{arruga} \rangle$  crece a medida que aumenta  $\alpha$ . Pero esta vez, la longitud media de pantalla, tiene una menor magnitud, yendo desde los 3 a 20 [mm]. La razón de porque  $\langle \lambda_{arruga} \rangle$  es menor que  $\langle \lambda_1 \rangle$ , radica en el espacio disponible para seguir reagrupando partículas, puesto que al existir efecto Janssen sobre este *raft* hay un empaquetamiento máximo cerca del sector donde se esta aplicando la compresión, pero la perturbación no penetra hasta el fondo de la interfase granular. Por lo cual, para un *particle raft* que tiene una mayor dilución inicial ( $\alpha$ ),  $\langle \lambda_{arruga} \rangle$  será mayor, puesto que el *raft* tiene mayor espacio para reagruparse.

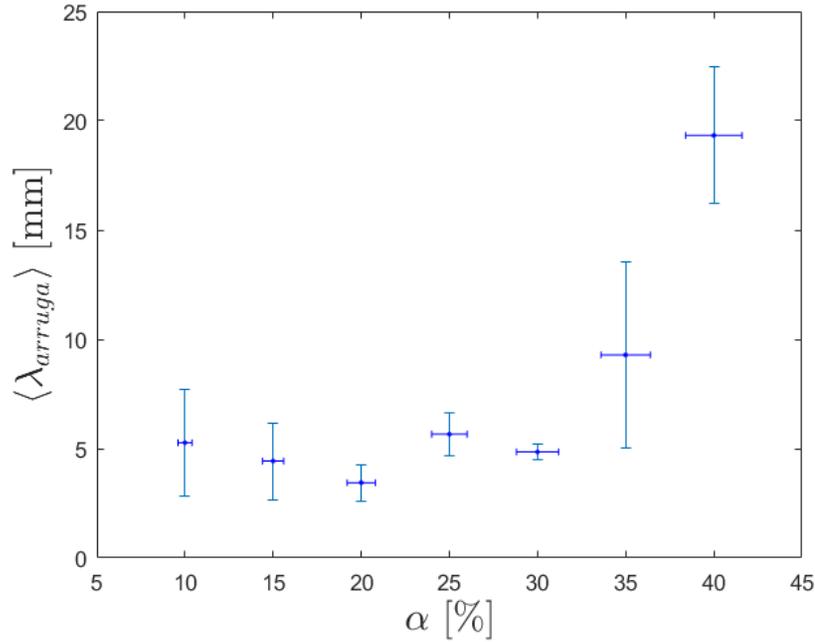


Figura 3.12:  $\langle \lambda_{arruga} \rangle$  vs.  $\alpha$  para la misma cantidad de partículas. Se observa que, en general, a medida que aumenta la dilución  $\alpha$  también aumenta  $\langle \lambda_{arruga} \rangle$ , puesto que, hay un mayor espacio en el *particle raft* para que las partículas puedan reorganizarse.

En la ecuación (1.3), se establece una relación entre la longitud de pantalla  $\lambda$  y la fricción  $\mu$ , de ahí se puede obtener:

$$\mu = \frac{D}{4\lambda\kappa} \quad (3.5)$$

$D$  es el ancho de la celda de Langmuir, cuyo valor es de 10 [mm]. Mientras que  $\kappa$  es la anisotropía del sistema, que su valor se encuentra dentro del intervalo  $\frac{1-\mu}{1+\mu}$  y  $\frac{1+\mu}{1-\mu}$  por lo cual, se considera un valor típico para  $\kappa$  que corresponde a 1. Pero hay que recordar, que la ecuación (1.3) es válida sólo en el régimen de Janssen, es decir, antes que se forme una arruga (sólo hasta la posición cero).

Al estudiar que ocurre con la fricción  $\mu_1$  a distintas diluciones  $\alpha$ , se obtiene el gráfico de la figura 3.13. Aquí se observa que a medida que crece la dilución  $\alpha$  el roce disminuye. Esto quiere decir, que a pesar que dentro de la celda de Langmuir se tiene el mismo *raft* pero con distinta preparación, se obtienen resultados notablemente distintos, implicando que lo más importante para las propiedades mecánicas de esta interfase granular no están determinadas solamente por la cantidad de partículas, sino que es aún más importante las condiciones iniciales que estas tenga.

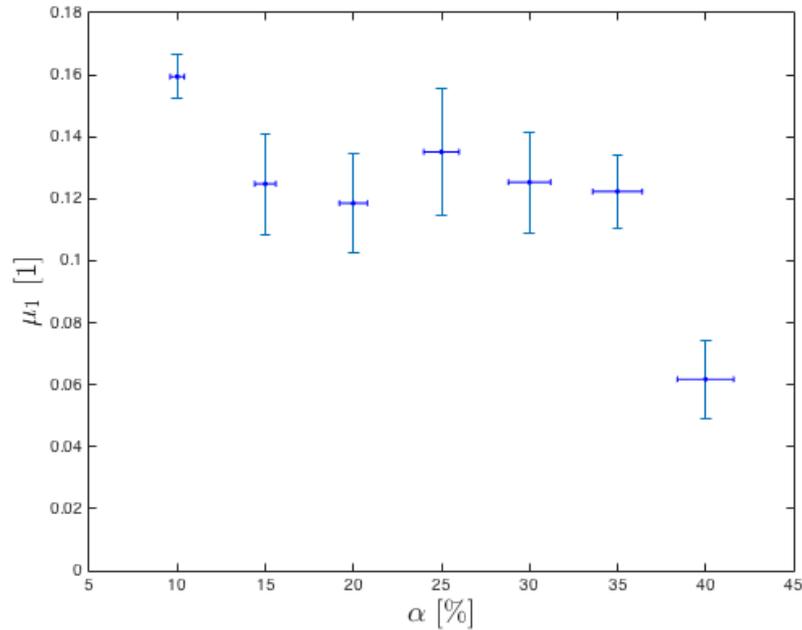


Figura 3.13:  $\mu_1$  vs.  $\alpha$  durante el régimen de reorganización del *particle raft*. Se observa, que a medida aumenta la dilución *alpha* el roce  $\mu_1$  también disminuye. Esto es debido a que al haber menos dilución, se tiene menos espacio entre las partículas para moverse, produciendo con ello mas roce.

Esto y los resultados obtenidos en las pruebas anteriores, muestran que en un *particle raft* las condiciones iniciales y la historia del sistema a estudiar son de gran relevancia, puesto que, esto queda en evidencia al estudiar que ocurre con el mismo *raft* al tener distintas preparaciones ( $\alpha$ ), obteniendo que se alteran notablemente sus propiedades.

### 3.2.4 Compresión de un *particle raft* con sensores en su interior

Se realiza un experimento que muestre directamente el funcionamiento de los sensores midiendo esfuerzos en el *particle raft*, para ello se realiza un *raft* de un largo  $L_{cat}$  de 35 [mm] con una dilución inicial de  $\alpha = 40$  %. Estos los sensores son posicionados en una línea a lo largo del *raft*, y así mostrarán la compresión local a distintos largos de la interfase granular en cuestión. En la figura 3.14 se muestra el *particle raft* con los microsensores locales de esfuerzo en su inte-

---

rior, en la imagen superior se observa el sistema en su estado inicial, mientras que en la imagen superior se observar el mismo ya deformado por la compresión aplicada. Allí se puede observa la deformación de estos sensores, producto de la compresión realizada al sistema granular.

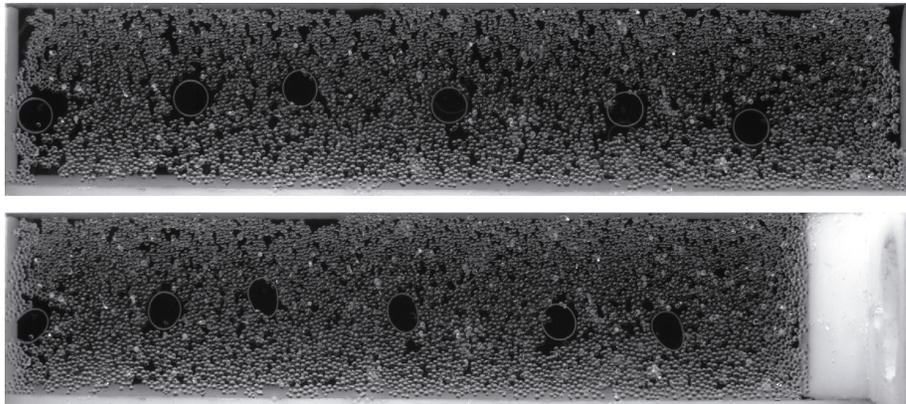


Figura 3.14: *particle raft* con sensores en su interior. En la imagen superior, se observa el sistema compuesto por *raft* con sensores en su interior en su estado inicial. En la imagen inferior, el mismo sistema de la imagen superior, pero deformado por la compresión aplicada.

Para seguir los anillos en cuestión, se utiliza el análisis de imágenes obtenidas, se utiliza un filtro binarizando la imagen a través de un umbral superior e inferior de intensidad. La imagen binarizada se muestra en la figura 3.15, quedando en blanco el área interior del sensor, con un contorno negro que corresponde al anillo.

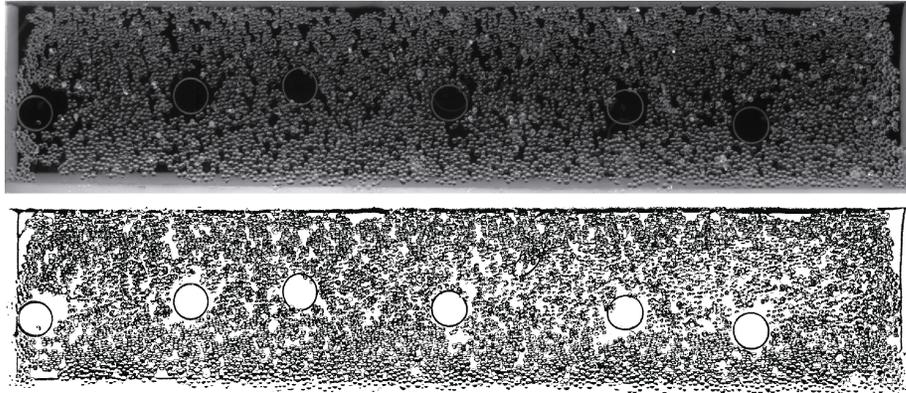


Figura 3.15: Binarizado de la imagen del *particle raft* con sensores en su interior. En la imagen superior, imagen real del *raft* en su estado inicial con sensores en su interior. En la imagen inferior, binarización aplicada a la imagen superior.

Al seguir cada uno de estos sensores durante el test de compresión, se obtiene el cambio de área de éste en función de la deformación con respecto a la posición de  $L_{raft}$  (ver figura 3.16). Aplicando la relación (2.8) para obtener la diferencia de fuerza local (entre los ejes principales de la elipse que forman estos sensores) a la que está sometido cada uno de los sensores, se obtiene el gráfico de la figura 3.17, aquí se está midiendo la anisotropía de fuerzas dentro del *raft* mediante los anillos, obteniendo que la anisotropía local para el sector en donde se encuentra cada sensor es muy similar; a excepción del sensor naranja, esto es debido a que inicialmente el sensor comienza en un agujero y al estar alejado del sector en donde se está comprimiendo, es difícil cerrar ese agujero debido a la presencia del efecto Janssen, obteniendo como resultado que en ese sector se tenga una menor anisotropía local que en el resto del *particle raft*.

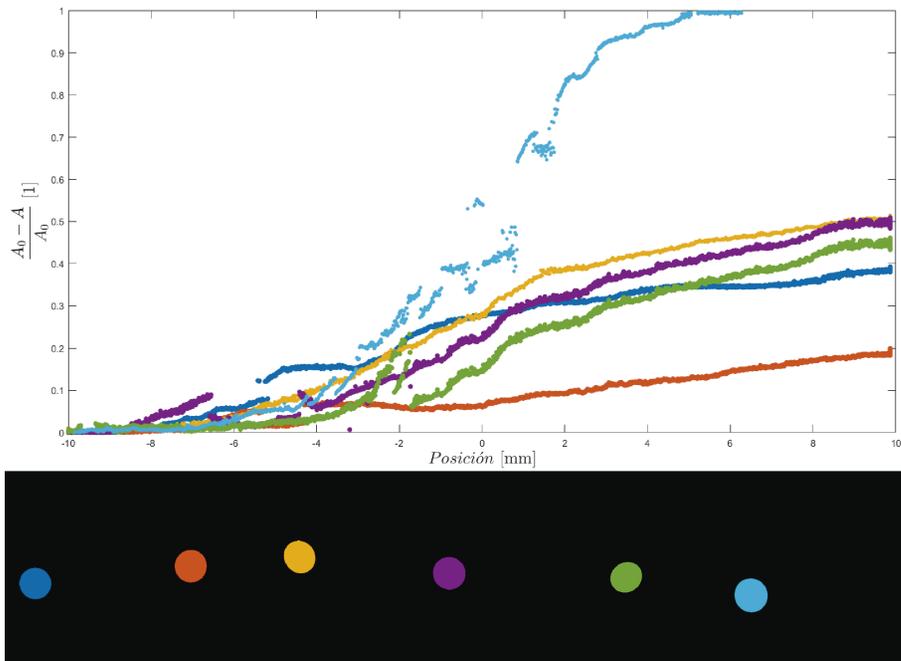


Figura 3.16:  $\frac{A_0 - A}{A_0}$  vs. *Posición* para sensores dentro de un *particle raft*. Imagen superior, gráfico  $\frac{A_0 - A}{A_0}$  vs. *Posición*. Imagen inferior, ubicación de los sensores. El color de cada curva corresponde al color del anillo de la imagen inferior.

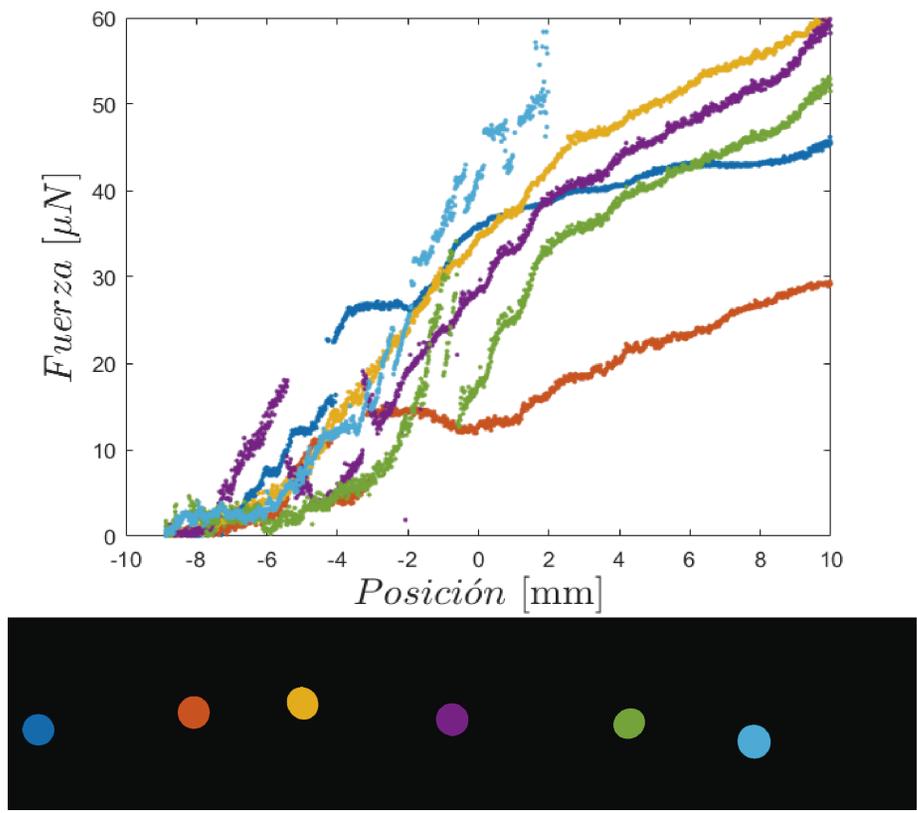


Figura 3.17:  $F$  vs.  $Posición$  para sensores dentro de un *particle raft*. Imagen superior, gráfico  $F$  vs.  $Posición$ . Imagen inferior, ubicación de los sensores. El color de cada curva corresponde al color del anillo de la imagen inferior.

Con esta prueba, se muestra es posible utilizar los sensores fabricados para medir la anisotropía local del *particle raft*, aunque la medición es ruidosa, se puede establecer la anisotropía local del *raft* a partir de una serie de repeticiones de este experimento, obteniendo estadísticamente el comportamiento local de la interfase granular. El haber fabricado y mostrado la funcionalidad de estos sensores para medir la anisotropía, es de gran relevancia, puesto que da una nueva herramienta para medir la diferencia de esfuerzos en una interfase granular.

## **Capítulo 4**

# **Conclusiones**

---

De las pruebas realizadas durante el presente escrito, se puede concluir que:

- Se logran fabricar sensores locales de capaces de medir los esfuerzo dentro de un *particle raft*. Además se obtiene la calibración de fuerza en función del cambio de área normalizada para dos tamaños distintos de anillos a escala, uno de  $R_e = 4,5 [mm]$  y otro de  $R_e = 1 [mm]$ . Para el segundo, se obtiene un ajuste que permite obtener la diferencia de fuerza  $F$  a la que esta sometido, conociendo su área.
- Con respecto a la compresión de un *particle raft*, se determina la fuerza ( $F_{raft}$ ) que es transmitida por este a distintos largos calibrados ( $L_{cal}$ ), cuando se encuentra en su máxima compresión, obteniendo que para  $L_{cal}$  cercano a  $15 [mm]$  existe un cambio de tendencia, disminuyendo drásticamente la fuerza transmitida por el *raft*. Por lo cual, se infiere que la longitud de pantalla  $\lambda$  es de alrededor de  $15 [mm]$  para este sistema.

Al estudiar cuanto es la deformación que debe aplicarse para formar una arruga desde que el *raft* se encuentra en su máximo empaquetamiento, se obtiene que la longitud que se debe deformar para formar una arruga es de  $0,98 \pm 0,13 [mm]$ . Al ser esto constante, es distinto a lo que se tiene para un sólido, puesto que ahí esa distancia depende de la longitud total del cuerpo.

Mientras que al estudiar la dependencia de las condiciones iniciales del *particle raft*, en particular de la dilución  $\alpha$ , se puede notar que estas son de gran relevancia para la interfase granular en cuestión. Puesto que, al tener la misma cantidad de partículas dentro de la celda de Langmuir y sólo cambiar su dilución inicial, se obtiene el varía considerablemente su largo  $L_{raft}$ , por ejemplo, éste puede ser un 10 % más largo si en vez de tener una dilución inicial del 10 % se encuentra a 40 % inicialmente. Por lo cual, las condiciones iniciales del *particle raft* toman una considerable importancia en su evolución al ser comprimido.

También se mide la longitud de pantalla  $\lambda$  de manera óptica, a través de análisis de imágenes, estudiando como varia está a medida que se comprime el *particle raft*. Determinando una nueva forma para obtener el punto del largo del *raft* ( $L_{raft}$ ) al aplicar una fuerza de *buckling*  $F_{buckling}$ , el cual, corresponde a la longitud de un mínimo local de  $\lambda$ . Junto con ello, se obtiene la longitud media de pantalla para distintas diluciones  $\alpha$  para dos regímenes: el de reorganización de las partículas  $\langle \lambda_1 \rangle$  y para el régimen de arrugas  $\langle \lambda_{arrugas} \rangle$ ; obteniendo que  $\langle \lambda_1 \rangle$  y  $\langle \lambda_{arruga} \rangle$ , en general, aumenta a medida que aumenta la dilución, puesto que al tener una mayor dilución se tiene un mayor espacio para que se muevan las partículas produciendo una mayor penetración de la perturbación. Mientras que al comparar  $\langle \lambda_1 \rangle$  y

---

$\langle \lambda_{arruga} \rangle$ , se obtiene que el primero tiene un mayor valor, lo que es debido, a que cuando se tiene una arruga formada, las partículas poseen menor espacio para moverse que inicialmente.

AL estudiar que ocurre con el roce, se obtiene que a una mayor dilución inicial el roce del *raft* es menor, y viceversa. Es decir, si el *raft* empieza con una baja dilución su roce será muy alto, no permitiendo el movimiento de las partículas y produciendo longitud de pantalla  $\lambda$  alta. Con esto se muestra que el *particle raft* no sólo depende de cuantas partículas posee, sino también de sus condiciones iniciales.

En cuanto al uso de los sensores locales de esfuerzo para medir la anisotropía dentro del *particle raft*, se muestra que éstos pueden ser utilizados para medir la anisotropía local dentro del *particle raft*. Y con ello, obtener mediciones de como varía la anisotropía local en diversos sectores de la interfase granular a medida que ésta es comprimida. Esto es de gran relevancia, pues ofrece un nuevo método para medir anisotropías en una interfase granular con una sensibilidad del orden de los 5 [ $\mu N$ ]. Y como si esto fuera poco, es posible realizar sensores con una mayor resolución puesto que para ello, sólo es necesario cambiar algún parámetro de rigidez de ellos, como lo es: disminuir el módulo de Young ( $E$ ) del polímero utilizado, disminuir el espesor ( $e$ ), la altura ( $h$ ) manteniendo  $R_e$  constante. Aún también es posible realizar sensores más pequeños a los utilizados.

## Referencias bibliográficas

- Aumaitre, E., Vella, D. & Cicuta, P. (2011). On the measurement of the surface pressure in Langmuir films with finite shear elasticity. *Soft Matter*. 7, 2530-2537.
- Bertho, Y., Giorgiutti-Dauphiné, F. & Hulin, J.P. (2003). Dynamical Janssen Effect on Granular Packing with Moving Walls. *Phys. Rev. Lett.* 90, 144301.
- Chevalier, Y. & Bolzinger, M.A. (2013). Emulsions stabilized with solid nanoparticles: Pickering emulsions. *Colloids and Surfaces A Physicochemical and Engineering Aspects*. 439, 23-34.
- Cicuta, P. & Vella, V. (2009). The Granular Character of Particle Rafts. *Physical Review Letter*. 102, 138302.
- Herrmann, H.J., Hovi, J.P. & Luding, S. (2013). *Physics of Dry Granular Media*. Netherlands: Springer.
- Janssen, H.A. (1895). Experiments on Corn Pressure in Silo Cells. *ereines deutscher Ingenieure*.
- Lyklema, J. (2008). *Fundamentals of interface and colloid science*. (Vol. 5). Amsterdam: ELSEVIER.
- Vella, D., Aussillous, P. & Mahadevan, L. (2004). Elasticity of an interface particle raft. *Europhys. Lett.*, 68 (2), 212-218.
- Vella, D. & Mahadevan, L. (2005). The Cheerios effect. *Am. J. Phys.* 73, 817.

## Apéndice A

# Protocolo de hidrofobización

El vidrio en su estado natural no es hidrofóbico, y como para fabricar un *particle raft* es necesario partículas que floten sobre el agua, es necesario tratarlas químicamente para ello. El proceso utilizado para ello consistió en:

1. Previa limpieza del vidrio en solución Piraña ( $H_2O_2 + H_2SO_4$ ).
2. Lavado con agua desionizada, y posterior secado en horno a  $120[^\circ C]$  durante  $30[min]$ .
3. Preparación de una solución compuesta de Cloroformo ( $CHCl_3$ ) con 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltriethoxysilane ( $C_{14}H_{19}F_{13}O_3Si$ ) al 0,2% V/V (de silano en el solvente). En ella, son sumergidas las partículas de vidrio a tratar, para posteriormente agitar enérgicamente la solución por  $3[min]$ .
4. Se elimina la solución dejando decantar las partículas para desecharla.
5. Finalmente, se evapora el sobrante a  $100[^\circ C]$  por  $30[min]$ .