



DEPARTAMENTO DE ELECTRÓNICA Y ELECTROMAGNETISMO

FACULTAD DE FÍSICA

TESIS DOCTORAL:

**PROPAGACIÓN DEL SONIDO EN MEDIOS
GRANULARES COHESIVOS**

Memoria presentada por

Francisco Ruiz Botello

para optar al grado
de Doctor en Física

Directores:

Dr. Miguel Ángel Sánchez Quintanilla

Dra. Elena F. Grekova



Agradecimientos

Quisiera agradecer a todas aquellas personas que me han acompañado y ayudado durante esta etapa de mi vida y que, de una manera directa o indirecta, han contribuido a la realización de este trabajo, ya que la realización de una tesis no es más que el resultado final de la unión de muchos granitos de arena que provienen de un colectivo de personas de gran amplitud.

Antes de comenzar con los agradecimientos individuales de ámbito profesional y personal, me gustaría agradecer aún en tiempos de recortes en el cual la ciencia y la investigación parece que no importa en el desarrollo de un país, el apoyo económico recibido por parte del Ministerio de Economía y Competitividad del Gobierno de España mediante la beca de Formación de Personal Investigador (FPI) asociada al proyecto nacional FIS2014-54539-P y posteriormente con el contrato de Personal Investigador asociado al proyecto nacional FIS2011-25161 durante mis estudios de doctorado y que ha sido esencial para el desarrollo de este trabajo.

Agradecer a la enseñanza pública y los profesionales que trabajan en ella, toda la formación y educación que he ido adquiriendo a lo largo de mi vida para ser persona en el sentido más humano. Quisiera nombrar a las instituciones públicas por las que he ido pasando para expresarles mi gratitud. Éstas son el C.E.I.P. Miralbaida, el IES López-Neyra, la Universidad de Córdoba (UCO) y la Universidad de Sevilla (US).

En primer lugar, quiero agradecer a mi primer director de tesis Antonio Castellanos Mata la oportunidad de comenzar mi carrera investigadora en el grupo Electrohidronámica y Medios Granulares Cohesivos (EHD-CGM). Todavía me

acuerdo del 26 de Junio de 2012 cuando sonó mi teléfono móvil y al otro lado del teléfono estaba Elena Grekova, mi codirectora actual de tesis, que me pasó con Antonio Castellanos para preguntarme si aceptaba con toda seguridad la tarea de realizar la tesis junto a ellos. Mis contestación textual fue sí al cien por cien y Antonio desde Rusia me contestó, entonces ya está todo hablado. De él se puede decir que era un gran investigador y mejor persona, siempre me trató bien y nunca recibí ningún mal gesto por su parte. Es más, siempre trataba a todas las personas que le rodeaban de manera cordial con su peculiar y continua sonrisa que lo caracterizaban. Me entristece que no haya podido acabar la dirección de mi tesis, aunque me quedo con los buenos momentos vividos con él, sus consejos tanto profesionales como personales, sus discusiones científicas y agradecerle que recorriera toda Francia en coche junto a Elena para preparar mis estancias de manera personal. Quiero añadir que Antonio era un trabajador nato y se desvivía por su trabajo, estuvo hasta su última semana de vida viniendo a la Facultad de Física para impartir clase y trabajando sobre el informe justificativo del penúltimo proyecto nacional que hemos disfrutado. De hecho, la última vez que hable con él fue por teléfono, un día antes de que lo ingresaran en el hospital, para recordarme que debía incluir algunas notas al informe justificativo del que antes he hablado. Por último, decir que si Antonio viviera, estoy seguro de que estaría muy orgulloso del trabajo final llevado a cabo.

Agradecer a Elena Grekova su labor como codirectora de tesis durante más de 4 años. Destacar sus discusiones científicas en las que no siempre hemos estado de acuerdo debido a la diferente visión física que tenemos cada uno, pero que han servido para desarrollar una tesis de mayor rigurosidad con respecto a la matemática. También agradecerle el trato que he recibido por su parte, porque en todo este tiempo me ha tratado de manera cercana como si fuera un familiar suyo, ayudándome y deseándome lo mejor siempre.

Me gustaría mostrar un especial agradecimiento a Miguel Ángel Sánchez Quintanilla por haber ocupado el puesto de director de tesis que dejó Antonio. Hay que reconocerle gratamente su plena disposición en la continuación de este trabajo, a pesar de la dificultad y esfuerzo que conlleva coger una tesis a medio camino. De él solo tengo buenas palabras y es que ha sido todo un privilegio haber sido dirigido por él, ya que es difícil encontrar a un investigador tan bueno, profesional y riguroso en el mundo de la investigación. Miguel Ángel ha sido una de las personas claves para terminar este trabajo y quiero decir que me ha aportado parte de su rigurosidad y profesionalidad en el tiempo que he estado bajo su dirección. Siempre estaré en deuda con mis tres directores por haberme enseñado a caminar en el mundo científico de manera pasional.

Je voudrais remercier vivement Vincent Tournat, directeur de l'équipe de recherche d'Acoustique et Mécanique des Matériaux (AMM) au Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine (LAUM), pour son accompagnement, son aide et la confiance qu'il m'a accordé pendant mes deux séjours au Mans. Il m'a partagé sans retenue sa passion pour la recherche et son expérience. Je lui en suis extrêmement reconnaissant.

Agradecer a Alberto Pérez Izquierdo su trato hacia mí y sus consejos sobre cómo realizar una exposición científica en público. En ningún momento me sentí huérfano en el grupo de Electrohidrodinámica y Medios Granulares Cohesivos (EHD-CGM) que fundó Antonio y ahora pilota Alberto, sino todo lo contrario, provocando mi admiración por ello.

También quiero manifestar mi agradecimiento a Francisco José Durán Olivencia, Juan Arcenegui Troya y Pablo García Sánchez por la calurosa acogida que recibí por parte de ellos en la antigua Sala de Electrohidrodinámica. En este club quiero incluir a Antonio Ramos porque él también ha participado en los buenos ratos que hemos pasado en la universidad y fuera de ella. Además, quiero recalcar que siempre me ayudaron y aguantaron pacientemente mis continuas preguntas, sobre todo al comienzo de la tesis en los que todo estudiante de doctorado anda un poco perdido.

Agradecer a todos los restantes miembros del grupo de Electrohidronámica y Medios Granulares Cohesivos (EHD-CGM) que, de una forma u otra, me han ayudado y aceptado en el grupo: Pedro Ángel Vázquez González, Carlos Soria del Hoyo, Manuel Jesús Espín Milla, Francisco Pontiga Romero, Helio González García, Francisco Javier García García, José Manuel Valverde Millán y los becarios Francisco José Gómez Aguilar, Carlos Ortiz Domínguez, Javier Pérez Vaquero y José Manuel Pérez Ebrí. En especial quiero agradecer a Francisco José Gómez Aguilar las conversaciones de apoyo mutuo que hemos mantenido a lo largo de la tesis cuando los experimentos del laboratorio no funcionaban como queríamos.

Agradecer a José Luis Benjumea Acevedo y Enrique Rodríguez Bravo su trabajo en los montajes experimentales realizados en el taller de la Facultad de Física, sin su ayuda esta tesis no se hubiera podido realizar. Quiero dedicar unas palabras a José Luis de agradecimiento por estar siempre atento a todo lo que le he pedido, por escucharme cuando tenía problemas en las medidas experimentales y por las discusiones sobre cómo arreglar el país que tanto nos gustan a los dos.

Quisiera agradecer a Francisco Medina Mena del grupo de Microondas toda su ayuda e implicación que ha tenido en la comisión académica del programa de doctorado al que pertenezco. No había momento en el que no me pudiera atender ya fuera en persona o por correo electrónico.

Agradecer a Rafael Rodríguez Boix del grupo de Microondas todo el cariño y simpatía mostrada hacia mí. Han sido muchos buenos ratos compartidos en los que hablábamos sobre fútbol o cualquier otra tema. Rafael consiguió que me sintiera desde el primer día que llegué a Sevilla como el verdadero Califa de Córdoba del Departamento de Electrónica y Electromagnetismo.

Por supuesto acordarme de los becarios Microonderos: Carlos Molero Jiménez, Armando Fernández Prieto, Alejandro Javier Martínez Ros, José Miguel Algarín Guisado, Rafael Florencio Díaz y Vicente Jesús Delgado Pozo. También quiero unir a este grupo a Raúl Rodríguez Berral, aunque él pertenece ya a un rango bastante más alto que el de becario dentro de la universidad. Y es que

los ratos tan buenos que hemos pasado todos juntos a la hora del almuerzo y el café, permitían continuar con la tesis más tarde.

También expresar mi más sincero agradecimiento a mi familia, porque gracias a ellos he podido conseguir todos mis logros y sueños a lo largo de mi vida, como en el presente caso de realizar una tesis doctoral. Quiero agradecer a mi padre el pensamiento crítico que me ha inculcado en la visión de la realidad, así como el espíritu del debate y del razonamiento que explica el porqué ocurren unos acontecimientos u otros. A mi madre por su gran amor hacia mí y su trabajo incesante en sacar adelante a sus dos hijos. Ella siempre nos ha transmitido el valor del esfuerzo y el trabajo para que tuviéramos un futuro digno. A mi hermano por su espíritu optimista ante cualquier problema y que me ha servido para tranquilizarme y relajarme en los momentos difíciles vividos. No puedo olvidarme de mi otra familia Ruiz Botello. Gracias a mi tía Encarni, a mi primos, David, Rocío y José Carlos junto con su mujer Ana, que ya son padres de José Carlos baby. Y gracias a mi tío Pepe, que nos dejó en 2015, pero que siempre estará presente en nosotros por el buen corazón y humor que tenía. Tampoco puedo olvidarme de mi familia política, y es que son numerosos los buenos momentos que he compartido con ellos, además de haber recibido siempre su apoyo incondicional ante cualquier decisión.

Gracias, Marta, por haber sido mi compañera de viaje en esta larga aventura nada fácil, y es que han sido más de 4 años en los que hemos compartido todos nuestros momentos, ya fueran buenos o malos. Nada fácil por la distancia y por las adversidades a las que nos hemos enfrentado, a las que hay sumarles mi nerviosismo y estrés constante cuando las cosas no marchaban como yo quería. Sin embargo, ella siempre me ha ayudado, escuchado, aguantado y transmitido la paciencia que posee. También quisiera añadir que fue la persona que me dió el empujón, o como decimos en Física, la fuerza inicial para comenzar una tesis doctoral y que ha mantenido de forma constante durante todo esta etapa. Por todo esto siempre le estaré agradecido, y es que ha sido el pilar fundamental de este trabajo, gracias.

*En memoria de mi tío Pepe y mi primer
director de tesis Antonio Castellanos.*

A Marta y mi familia.

Nunca consideres el estudio como una obligación, sino como la oportunidad para penetrar en el bello y maravilloso mundo del saber.

Albert Einstein.

Hay que vivir, para vivir hay que ser libre, para ser libre hay que tener el pensamiento libre y para tener el pensamiento libre hay que educarse.

José Luis Sampedro.

La rebeldía es un grito de la inteligencia y la voluntad que dice, y lo voy a decir en román paladino: ¡No me da la gana de decirle que sí a esta actual situación! ¿Por qué? ¡Porque no quiero! Y me niego a decirle que sí, porque entiendo que pueda haber otra situación, y por tanto no asumo esta podredumbre, y no participo de ella, y lucho contra ella. Y esta actitud es una actitud intelectual. Y cuando digo intelectual no quiero hablar de universitarios, sino de la mente de cualquier ser humano. Es un posicionamiento que nace de la mente y del corazón, del fuego de querer cambiar.

Julio Anguita.

7 de junio de 2017

Índice general

Agradecimientos	III
Introducción	1
Capítulo 1	7
1. Propiedades y acústica de los medios granulares	7
1.1. Introducción	7
1.2. Modelos de contacto entre esferas elásticas con y sin adhesión . .	9
1.2.1. Modelo de Hertz-Mindlin	9
1.2.2. Contacto adhesivo elástico: Modelos JKR y DMT	13
1.3. Propagación del sonido en una cadena unidimensional	17
1.3.1. Planteamiento del problema	17
1.3.2. Soluciones para una cadena elástica lineal.	19
1.3.2.1. Aproximación de onda larga.	20
1.3.3. Solución para una cadena no lineal.	20
1.3.3.1. Solución para pequeñas amplitudes.	21
1.3.4. Caso particular de una cadena unidimensional de partícu- las idénticas con una interacción elástica tipo Hertz	22
1.3.5. Caso particular de una cadena unidimensional diatómica con una interacción elástica tipo Hertz	27
1.4. Acústica del medio granular tridimensional	31
1.4.1. Estructuras ordenadas del medio granular tridimensional .	32
1.4.2. Desorden y cadenas de fuerza en el medio granular	33

1.4.3.	No linealidades acústicas	35
1.4.3.1.	No linealidad de Hertz/No linealidad cuadrática	36
1.4.3.2.	No linealidad debido a las micro-inhomogeneidades	39
1.4.3.3.	No linealidad debido al efecto de clapping	41
1.5.	Conclusiones	45
Capítulo 2		46
2. Cohesión y acústica de los medios granulares		47
2.1.	Introducción	47
2.2.	Materiales	48
2.2.1.	Fuerzas entre partículas	50
2.2.1.1.	Fuerzas de Van der Waals entre un semi-espacio rígido y una esfera rígida de radio R	52
2.2.1.2.	Fuerzas de Van der Waals entre dos esferas rígidas	53
2.2.1.3.	Fuerzas de compresión entre granos sometidos a la tensión provocada por el peso del medio granular	54
2.2.2.	Parámetros característicos de los medios granulares	59
2.3.	Métodos acústicos de caracterización	65
2.4.	Montajes experimentales	67
2.5.	Relación entre el tamaño de partícula y la velocidad de propagación longitudinal	71
2.5.1.	Resultados experimentales usando el método TOF	71
2.5.2.	Resultados experimentales usando el método FRF	74
2.5.3.	Comparación de los resultados con una Teoría del Medio Efectivo	79
2.6.	Comportamiento de la velocidad longitudinal en esferas de vidrio	84
2.7.	Conclusiones	86
Capítulo 3		87

3. Efecto de la microestructura en la propagación del sonido en polvos magnéticos finos.	87
3.1. Introducción	87
3.2. Materiales	88
3.3. Montaje experimental	90
3.4. Factores de desmagnetización de las muestras	93
3.5. Método experimental de medida para la obtención de la velocidad ultrasónica	94
3.6. Resultados	96
3.7. Modelo teórico para las oscilaciones de un medio granular tridimensional puramente elástico.	104
3.7.1. Ondas elásticas en un medio continuo.	104
3.7.1.1. Onda longitudinal tipo <i>P</i> propagándose en la dirección perpendicular a la preferente.	107
3.7.1.2. Onda longitudinal tipo <i>P</i> propagándose en dirección paralela a la preferente.	108
3.7.1.3. Onda propagándose en una dirección cualquiera.	108
3.7.1.4. Relaciones entre magnitudes microscópicas y macroscópicas en un medio granular.	110
3.7.1.5. Onda <i>P</i> en un medio con distribución de contactos isotrópica de tipo Hertziano.	112
3.8. Discusión de los resultados experimentales	116
3.9. Conclusiones	124
 Capítulo 4	 125
4. Propagación del sonido en medios granulares cohesivos sometidos a una deformación uniaxial.	125
4.1. Introducción	125
4.2. Medidas de la propagación del sonido en polvo fino sometido a una alta consolidación.	126

4.2.1. Resultados experimentales de la propagación del sonido a través de una capa de polvo fino sometido a alta consolidación.	126
4.2.2. Discusión.	130
4.3. Propagación del sonido en polvo fino sometido a una tensión de consolidación media paralela a la propagación del sonido: influencia de la cohesión entre granos.	132
4.3.1. Materiales y método.	132
4.3.1.1. Efecto de las asperezas en la cohesión.	132
4.3.1.2. Propiedades del polvo	134
4.3.1.3. Preparación de la muestra con recubrimiento de sílice.	136
4.3.1.4. Dispositivo experimental.	138
4.3.1.5. Método acústico de caracterización.	139
4.3.2. Resultados y discusión.	140
4.4. Propagación del sonido en polvo fino sometido a una tensión de consolidación media perpendicular a la propagación del sonido: influencia de la cohesión entre granos.	145
4.4.1. Resultados experimentales.	145
4.4.2. Discusión.	151
4.5. Conclusión.	154
Conclusión general	155
Bibliografía	159
Lista de publicaciones	172

Introducción General

Un medio granular es un medio multifásico que está constituido por un conjunto de partículas sólidas en contacto con un gas y/o líquido. Un ejemplo típico es la arena seca (sólido-aire), arena húmeda (sólido-aire-agua) o arena saturada (sólido-agua) [1]. Esta definición para medio granular es muy general, lo que puede llegar a pensar que los medios granulares no son muy usados en la vida real. Sin embargo, lo que ocurre es todo lo contrario, ya que los medios granulares están presentes en nuestra vida diaria (sal, azúcar, café, componentes de una aspirina, etc.) de una manera muy frecuente, lo que ha propiciado una gran optimización en el tratamiento de éstos a nivel industrial (agricultura, ingeniería civil, industria farmacéutica, etc.). Y es que con respecto a cualquier proyecto de ingeniería, el comportamiento de un material granular se debe tener muy en cuenta, ya que el fallo de estabilidad en puentes, presas y pendientes de excavaciones es a menudo causado por la dinámica de granos. A diferencia de los sólidos y líquidos ordinarios, un medio granular presenta comportamientos de líquido, sólido o gas dependiendo de sus propiedades y condiciones externas a las que está sometido [2, 3]. Además, el medio granular presenta unas constantes elásticas totalmente diferentes que las que poseen las partículas y fluido que lo componen. Su elasticidad aparece como resultado de aplicar un campo de tensiones, produciendo una red continua de contactos o cadenas de fuerza entre las partículas muy inhomogénea dentro del medio [4, 5, 6].

Los medios granulares se pueden clasificar de diferentes formas, pero si atendemos a la importancia relativa de las fuerzas de atracción que existen entre las

partículas que lo componen, se pueden distinguir dos grandes grupos: medios granulares cohesivos y no cohesivos. Un medio granular se considera cohesivo cuando la fuerza atractiva causada por las interacciones con las partículas vecinas, tiene un valor mayor que el peso de la partícula. Un indicador de esto, es el número de Bond, que se define como el cociente entre la fuerza atractiva interparticular, F_a , y el peso de la partícula, mg . Las fuerzas que existen entre las partículas de un medio granular pueden ser de Van der Waals para partículas neutras, electrostáticas, capilares, etc [7, 8, 9, 10, 11]. El gran interés de la industria por los medios granulares ha provocado la necesidad de comprender los efectos de la cohesión entre granos, así como el desarrollo de métodos de sondeo para su caracterización. En polvos finos, la adhesión interparticular, la inelasticidad y las irregularidades de la superficie hacen que la descripción matemática de estos medios sea compleja, con un comportamiento macroscópico difícil de entender. Esto ha conducido a los investigadores a estudiar los medios granulares en condiciones muy ideales donde la cohesión es despreciable y las partículas tienen propiedades geométricas simples (esferas lisas) [2, 3, 12]. Sin embargo, el estudio de la ciencia de los medios granulares ya tiene una larga historia, lo que ha contribuido a numerosas aportaciones en las investigaciones actuales sobre esta temática. Desde hace más de dos siglos, diversos científicos de gran relevancia se interesaron por diferentes problemas fundamentales que aparecen en estos medios: Coulomb (1773) propuso ideas sobre la fricción estática que aparece entre granos, Faraday (1831) descubrió la inestabilidad convectiva de la materia granular cuando ésta es sometida a vibraciones granulares y Reynolds (1885) introdujo el concepto de dilatancia, que consiste en que si un apilado de granos denso es sometido a una tensión, estos solo se mueven si aumentan el volumen total que ocupa el medio granular, o lo que es lo mismo, aumenta el número de huecos o poros. Este medio de propiedades tan particulares lo vamos a unir con el campo de la acústica para sondearlo, con el propósito de caracterizarlo a nivel macroscópico o microscópico en su estado sólido según la frecuencia de excitación usada. De hecho, el estudio sónico o ultrasónico es una herramienta muy útil para caracterizar los parámetros elásticos de

sólidos o fluidos [13]. Otro punto a favor de los estudios acústicos sobre un medio es que se puede realizar de manera no invasiva bajo ciertas condiciones, es decir, la estructura del medio que se está analizando no cambia. Recientemente, se han llegado a aplicar diferentes técnicas acústicas en medios granulares para estudiar sus propiedades [12, 14, 15]. Si la amplitud de la onda acústica durante el sondeo es suficientemente grande, se observan diferentes efectos acústicos no lineales que pueden ser usados para caracterizar la muestra granular [16, 12]. Si la amplitud se aumenta de manera considerable, es posible apreciar efectos de dinámica lenta (el medio cambia en tiempos más largos que el periodo de la onda) y reorganizaciones irreversibles de la estructura granular [17, 18]. Pero si la amplitud de la onda se mantiene suficientemente baja, la transmisión del sonido puede ser una técnica no invasiva (o no destructiva del medio) que es capaz de caracterizar la estructura y algunos parámetros elásticos. En el límite de onda larga ($\lambda \gg d_p$), la propagación de la onda elástica en un medio granular no cohesivo compuesto de partículas esféricas se puede describir como un medio continuo efectivo cuyas propiedades elásticas dependen de los detalles del contacto entre dos partículas individuales [19, 20, 21]. La teoría de contacto que se suele usar para describir las deformaciones elásticas normales a la superficie de contacto fue realizada por Hertz y completada posteriormente por Mindlin para deformaciones elásticas transversales [22]. Sin embargo, la teoría del medio efectivo (EMT) no explica las fluctuaciones que aparecen en el medio granular [23] ni la disipación de la energía observada en experimentos, cuando ésta es independiente de la amplitud de la onda (deformación dinámica del contacto) [24]. Como se ha dicho anteriormente, las fuerzas capilares son un tipo de fuerza atractiva que pueden aparecer entre dos partículas cuando la superficie de éstas es humedecida con un líquido. Para estudiar el papel que juegan las fuerzas capilares en la transmisión del sonido en un medio granular no cohesivo, se han llevado a cabo diferentes investigaciones en las que se añade una pequeña cantidad de líquido al medio granular antes de ser sondeado acústicamente [25, 26, 27, 28]. Estas fuerzas capilares tienen la capacidad de producir fuertes cambios en las propiedades mecánicas de los materiales granulares, como por

ejemplo, el ángulo de avalancha que nos da la máxima pendiente que puede tener un apilado de partículas sin que éstas deslicen y el límite de elasticidad que es el valor de la tensión de compresión máxima que puede soportar el material sin sufrir deformaciones permanentes [29, 30, 31]. La cohesión produce un cambio en la velocidad del sonido, que en general depende del número de coordinación medio que es el número medio de partículas vecinas que están en contacto con una partícula, la fracción sólida que es el tanto por 1 de la parte sólida del medio y la rigidez del contacto entre dos partículas que pueden interpenetrar como la variación del solapamiento con respecto a la fuerza aplicada entre ellas [25]. Además, se ha encontrado que el scattering múltiple de la intensidad acústica (cuando la longitud es del orden del tamaño del grano $\lambda \sim d_p$) se ajusta a una ecuación de difusión y disminuye cuando se introduce una pequeña cantidad de líquido en un medio granular saturado por aire [32]. Se ha encontrado que la atenuación de la amplitud de la onda acústica se debe al efecto de la lubricación en la superficie de contacto entre partículas, el cual pone de manifiesto dos mecanismos de disipación distintos, uno en el que se mejora las pérdidas no lineales por fricción (dependen de la amplitud de la onda acústica) y otro asociado a las pérdidas viscoelásticas que contribuyen a la disipación lineal (no dependen de la amplitud de la onda acústica) [24].

La originalidad de la tesis recae en abordar el estudio experimental y teórico de la propagación del sonido en medios granulares cohesivos en su estado sólido. Diferentes medios granulares cohesivos se sometieron a diferentes regímenes de consolidación (baja, media y alta) para así poder analizar el papel que juega en cada caso la cohesión en la transmisión del sonido. La cohesión presente en nuestros medios granulares estudiados acústicamente tiene su origen en las fuerzas atractivas que existen entre los granos. Las fuerzas atractivas que se varían de diferente forma para así tener controlada la cohesión son de tipo Van der Waals y magnéticas, por tanto no se añade ningún líquido para convertir un medio granular no cohesivo en cohesivo.

La tesis está compuesta por un total de 4 capítulos y se organiza de la siguiente manera.

En el capítulo 1 se hace una revisión de la mecánica del contacto en medios granulares cohesivos y no cohesivos, así como la descripción de algunos fenómenos físicos que surgen en estos medios y que resulta útil para la comprensión de los capítulos posteriores.

El capítulo 2 se dedica al estudio de la transmisión del sonido en varios medios granulares cohesivos sometidos a baja consolidación. Dos métodos acústicos son llevados a cabo mediante sendos montajes experimentales. Además, se hace uso de un modelo basado en la Teoría del Medio Efectivo (EMT) para buscar el origen de los cambios encontrados en la velocidad longitudinal de propagación en las muestras usadas de magnetita, acero y vidrio.

En el capítulo 3 se estudia de manera teórica y experimental la velocidad de propagación de ondas longitudinales en varios medios granulares compuestos por partículas de magnetita de tamaño micrométrico que se someten a un campo magnético externo para de esta manera poder controlar las fuerzas atractivas entre partículas y la orientación preferente de los contactos. Se hace un modelo teórico basado en la técnica de la homogeneización de medios discretos para explicar el efecto de los cambios en las fuerzas magnéticas atractivas y la orientación de los contactos en la propagación de ondas acústicas. En el modelo, se supone que el contacto entre partículas es descrito por el modelo de Hertz.

Por último, en el capítulo 4 se presentan los resultados de experimentos sobre la transmisión del sonido en diferentes medios granulares cohesivos que se someten a una deformación uniaxial. A la tensión necesaria para comprimir el medio uniaxialmente la llamamos tensión de consolidación y puede ser paralela o perpendicular a la propagación del sonido según el montaje usado. Experimentalmente, se han encontrado varios fenómenos nuevos que tienen que ver con la cohesión y con la anisotropía inducida que aparece en el campo de

tensiones del medio granular debido a la carga uniaxial. Para justificar los resultados experimentales obtenidos se ha hecho uso de la Teoría del Medio Efectivo (EMT).

Capítulo 1

Características generales y acústica de los medios granulares

1.1. Introducción

Un medio granular es un conjunto de dos o más partículas que interactúan entre sí según el tipo de fuerzas y contacto que exista entre ellas. Estos medios están muy presentes en la vida cotidiana de manera natural o artificial pero que cumplen la misma definición antes citada, independientemente de cuál sea su origen. La mayoría de los procesos industriales en los que intervienen el flujo, la aglomeración y la segregación de los medios granulares finos, siguen leyes empíricas bien conocidas aunque existe un gran vacío y desconocimiento en el aspecto teórico ya que no existe un modelo que prediga el comportamiento macroscópico del polvo en cualquier situación. Realizar un modelo teórico consistente es un problema de gran complejidad debido a la gran cantidad de parámetros que tienen que ser tenidos en cuenta (cohesión, inelasticidad, asperezas de las partículas, inhomogeneidades, etc.) para llevar a cabo un estudio realista del comportamiento mecánico de nuestro medio. Esto ha conducido a la mayoría de los físicos a resolver el comportamiento ideal de un medio granular compuesto de esferas sin asperezas, sin cohesión y en las que el contacto es

elástico, es decir, las deformaciones en las esferas son reversibles sin una pérdida de energía en el proceso de compresión y tracción. En este primer capítulo de carácter introductorio no se presentan resultados experimentales ni teóricos del problema real al que nos enfrentamos sino que se exponen nociones básicas bajo condiciones ideales lo que permitirá una mejor comprensión de los capítulos posteriores. Se comienza haciendo una descripción de los tipos de contactos elásticos más usados en la literatura. Luego se estudia la propagación del sonido en una cadena unidimensional monoatómica y diatómica precomprimida bajo una fuerza externa de la que se obtiene la relación de dispersión, las consecuencias de tener una periodicidad espacial $2R$ (el tamaño de una esfera) así como la velocidad de propagación y de grupo en función de la fuerza externa aplicada. A continuación se presentan las estructuras posibles en un medio granular tridimensional ordenado así como la aparición de cadenas de fuerzas cuando el medio granular forma un empaquetado desordenado. Después de esto se hace una discusión de las diferentes no linealidades que puede presentar un medio granular. Por último se presentan las conclusiones con las características más importantes del medio granular expuestas en el primer capítulo.

1.2. Modelos de contacto entre esferas elásticas con y sin adhesión

Todos los modelos que se describen en este apartado tienen un punto en común y es que son elásticos. En 1881 Hertz fue la persona que realizó el primer experimento sobre el contacto de dos cuerpos en el que se estudió el patrón de interferencias óptico o anillos de Newton entre dos lentes de vidrio [22]. Estas dos lentes se sometieron a una fuerza vertical de compresión, lo que originaba una deformación normal a la superficie de contacto que puede ser cuantificada gracias a los parámetros elásticos de cada cuerpo. Más tarde, Mindlin complementó la teoría de Hertz incluyendo la relación entre fuerza y deformación en las direcciones paralelas al contacto [22, 33, 34]. Por último aparecieron dos modelos de contacto (JKR y DMT) en los que se tiene en cuenta una energía de adhesión, lo que da lugar a que exista una fuerza de contacto entre dos esferas, aunque no haya una fuerza externa aplicada. Estos dos modelos tienden a la solución de Hertz cuando hacemos esta energía igual a 0 o si la fuerza aplicada es muy elevada, por lo que el modelo de Hertz se puede considerar como un caso particular de los modelos JKR y DMT [35, 36].

1.2.1. Modelo de Hertz-Mindlin

Antes de pasar a escribir las soluciones del modelo de Hertz, vamos a exponer las hipótesis que se han supuesto en su desarrollo:

- a) La zona de contacto entre las dos esferas elásticas tiene una forma elíptica de forma general.
- b) La superficie de cada esfera no presenta fricción.
- c) Las deformaciones son pequeñas en comparación con el tamaño de la esfera.
- d) Cada esfera sólida se puede considerar como un plano semi-infinito.

El problema a resolver se describe en la figura 1.1 donde dos esferas del mismo tamaño se someten a una fuerza externa, dando lugar a una deformación

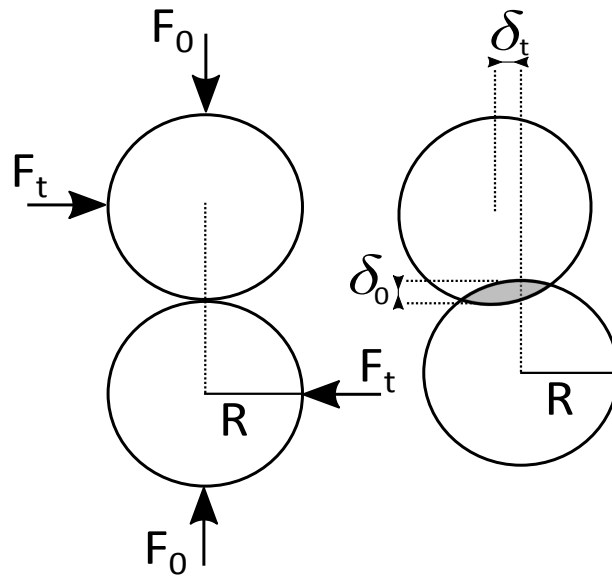


Figura 1.1: Deformación del contacto elástico de dos esferas después de la aplicación de una fuerza normal F_0 y una fuerza transversal F_t .

local en una pequeña región de forma circular alrededor del punto de contacto. Además, debemos añadir que es el caso más simple de dos esferas precomprimidas, ya que no existen fuerzas de adhesión entre ellas y la deformación producida es completamente elástica.

Basándonos en las hipótesis antes citadas se pueden obtener la siguiente expresión [22]:

$$a = \left(\frac{3F_0 R^*}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (1.1)$$

donde a es el radio de la superficie de contacto entre las dos esferas, F_0 es la fuerza aplicada en la dirección de la línea que une el centro de las esferas, $1/E^* = ((1 - \nu_1^2)/E_1 + (1 - \nu_2^2)/E_2)$ con E y ν el módulo de Young y el coeficiente de Poisson de los materiales con los que se han hecho cada esfera y $1/R^* = (\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2})$ el inverso del radio reducido de las dos esferas. La distribución de la presión normal en la superficie de contacto viene dada por esta ecuación:

$$p(r) = p_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2} \quad (1.2)$$

con $p_0 = \left(\frac{6F_0 E^{*2}}{\pi^3 R^{*2}}\right)^{1/3}$ (la presión aplicada en el centro de la superficie contacto) y r es la distancia a la que queremos conocer la presión respecto la posición central del contacto donde la presión es máxima. La deformación relativa δ_0 puede ser calculada con la siguiente expresión:

$$\delta_0 = \left(\frac{9F_0^2}{16R^* E^{*2}}\right)^{1/3} \quad (1.3)$$

Se puede observar que esta relación deformación-fuerza no es lineal, ya que $\delta_0 \propto F_0^{2/3}$. Si tomamos la inversa de la ecuación anterior obtenemos:

$$F_0 = \left(\frac{4R^{*1/2} E^*}{3}\right) \delta_0^{3/2} \quad (1.4)$$

que es la relación fuerza-deformación, una expresión más común en la literatura y que se va a usar en este documento para diversos desarrollos. Mindlin completó la teoría de Hertz añadiendo una fuerza tangencial F_t al problema anterior (ver figura 1.1) que es equilibrada con la fricción que aparece en la superficie de contacto. Esta fuerza tangencial F_t provoca una deformación elástica de la interfase y debe ser más pequeña que el valor $\mu_f F_0$ (Ley de Amonton/Coulomb del rozamiento) con $\mu_f F_0$ el coeficiente de fricción del material con el que se han fabricado las esferas. Esta condición anterior ($F_t < \mu_f F_0$) y la hipótesis de la superficie plana de contacto permiten que el contacto sea estable y que la deformación normal y tangencial se puedan desacoplar. En el caso donde no hay deslizamiento entre las superficies de contacto de dos esferas idénticas en tamaño y material, los desplazamientos tangenciales de los puntos de la zona de contacto son los mismos y cumplen la siguiente expresión [33, 34]:

$$\delta_t = \frac{F_t}{4a} \left(\frac{2 - \nu}{G}\right) \quad (1.5)$$

donde G es el módulo de cizalladura del material de las esferas. Como vemos esta expresión es diferente al tipo de linealidad de la solución de Hertz, ya que el desplazamiento tangencial es linealmente proporcional a la fuerza tangencial aplicada. La distribución de presión tangencial producida por este desplazamiento tangencial uniforme en una región circular presenta una simetría radial

en amplitud y se escribe como [33, 34]:

$$q(r) = q_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2}\right)^{-1/2} \quad (1.6)$$

con $q_0 = F_t/2\pi a^2$ y r la distancia radial respecto al centro de la superficie de contacto. De la anterior expresión observamos que $q(r)$ puede llegar a ser muy elevado cuando r tienda al valor de a . Esto puede provocar que haya deslizamiento en los puntos de contacto más alejados del centro de la superficie. Si se tiene en cuenta este deslizamiento, el desplazamiento tangencial cambia a esta nueva expresión [34]:

$$\delta_t = \frac{3\mu_f F_0}{8a} \left(\frac{2-\nu}{G}\right) \left[1 - \left(1 - \frac{F_t}{\mu_f F_0}\right)^{3/2}\right] \quad (1.7)$$

Esta nueva ecuación para el desplazamiento tangencial no es lineal ni para la fuerza normal ni para la fuerza tangencial, además de predecir un comportamiento histerético en el contacto que se ha observado experimentalmente [22, 34]. Por tanto, los contactos en un medio granular que obedecen la ecuación 1.7 pueden ser a priori el origen de la no linealidad de tipo histerético que presentan los medios granulares a nivel macroscópico.

1.2.2. Contacto adhesivo elástico: Modelos JKR y DMT

Para estudiar el contacto elástico y adhesivo se debe resolver de manera autoconsistente la deformación y la tensión, ya que la interacción entre los dos cuerpos depende de sus perfiles. En primera aproximación, Derjaguin [36] calculó el efecto de las fuerzas moleculares bajo la suposición de que los perfiles de los dos cuerpos deformados eran dados por la teoría de Hertz. En este trabajo se mostró que la energía de adhesión en el área de contacto es igual a la energía de adhesión entre las partes de la superficie que no están en contacto y que el máximo valor de la fuerza atractiva, es decir, la mayor fuerza de adhesión se daba cuando el área de contacto era reducido a un punto. La reducción del área de contacto a un punto conduce a que la deformación de cada esfera puede ser despreciada encontrándose el resultado que Bradley obtuvo para la fuerza de adhesión [37]:

$$F_a = 2\pi R^* w \quad (1.8)$$

donde w es el trabajo de adhesión que hay que realizar para separar los dos cuerpos hasta el infinito en un proceso isotérmico y reversible.

En paralelo, Johnson *et al.* desarrollaron otra aproximación basada en la mecánica del contacto [35]. En este desarrollo las fuerzas moleculares fueron introducidas indirectamente. Se postuló que el contacto era capaz de sostener una distribución de presión en la región de contacto sin llegar a romperse. Para hacer este cálculo se despreciaron las fuerzas moleculares fuera del contacto con forma de elipse o circular y se propuso una presión negativa con la forma:

$$p'(r) = -p'_0 [1 - (r/a)^2]^{-1/2} \quad (1.9)$$

correspondiente a la de una hendidura provocada por un indentador cilíndrico en un semi-espacio elástico [22]. Este término de presión fue añadido a la distribución $p(r)$ dada por la teoría de Hertz obteniendo los siguientes resultados:

$$a^3 = \frac{3R^*}{4E} \left[F_0 + 3\pi R^* w + \sqrt{6\pi R^* w F_0 + (3\pi R^* w)^2} \right] \quad (1.10)$$

$$p'_0 = - \left(\frac{2wE^*}{\pi a} \right), \quad p_0 = \frac{2E^*a}{\pi R^*} \quad (1.11)$$

$$\delta = \frac{\pi}{a}(p_0 + 2p'_0) = \frac{a^2}{R^*} - \left(\frac{2\pi wa}{E^*} \right)^{1/2} \quad (1.12)$$

$$F_0 = \int_0^a 2\pi r p(r) dr + \int_0^a 2\pi r p'(r) dr \quad (1.13)$$

$$\left(\frac{2}{3}p_0^2 + 2p'_0 \right) \pi a^2 = \frac{4E^*a^3}{3R^*} - 2(2\pi wE^*)^{1/2}a^{3/2} \quad (1.14)$$

Las ecuaciones anteriores dan los valores analíticos del radio de la superficie de contacto a , de las presiones que existen en la superficie de contacto p'_0 y p_0 , debidas a la atracción de los cuerpos y la carga a la que son sometidos respectivamente, y la fuerza total F_0 que hay aplicada en el contacto cuando se considera la adhesión. Como a debe ser real en la ecuación 1.10, el término dentro de la raíz cuadrada debe ser positivo. En el caso en el que el discriminante es igual a cero, F_0 tomar un valor de $-3\pi wR^*/2$. Por tanto, la fuerza adhesiva que se necesita para separar los cuerpos siempre que el mecanismo que los sujete tenga una rigidez infinita es [38]:

$$F_a = \frac{3}{2}\pi wR^* \quad (1.15)$$

Para este valor de F_0 el radio del área de contacto es finito y es dado por:

$$a_0 = \left(\frac{9\pi wR^{*2}}{8E^*} \right)^{1/3} \quad (1.16)$$

Hay que añadir que el radio del área de contacto en el modelo JKR es diferente que en el modelo de Hertz, ya que la expresión de a difiere de forma funcional, lo que provoca que para las soluciones del modelo JKR tengamos un área de contacto mayor con un pequeño cuello en el área final del contacto como vemos en la figura 1.2. Sin embargo, cuando hacemos $w = 0$ o la fuerza de contacto F_0 tiende a un valor elevado, la solución de JKR tiende a la de Hertz por lo que podemos afirmar que el modelo de Hertz es un caso particular del modelo JKR.

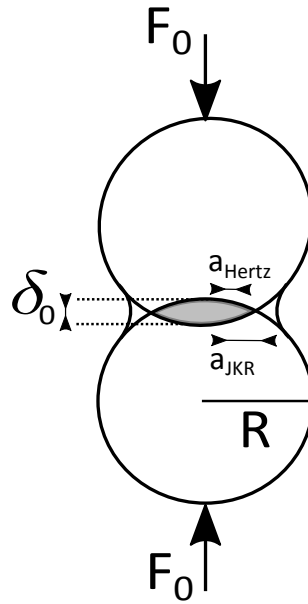


Figura 1.2: Dibujo del contacto elástico de dos esferas con adhesión (JKR) y sin adhesión (Hertz) sometidas a una fuerza normal F_0 .

El modelo DMT se puede resumir en estas dos ecuaciones [39]:

$$F_0 = \frac{4E^*a^3}{3R^*} - F_a = \frac{4E^*a^3}{3R^*} - 2\pi wR^* \quad (1.17)$$

$$\delta = \frac{a^2}{R^*} \quad (1.18)$$

Se ha supuesto que la fuerza de adhesión es constante en el proceso de compresión con un valor $2\pi wR^*$. Este valor de la fuerza adhesiva es el máximo que se puede alcanzar en la compresión y se da en la situación en la que no existe región de contacto ($a = 0$) [39]. Además, la forma del contacto de modelo DMT es semejante a la del modelo de Hertz, por lo que la figura 1.1 (sin fuerza transversal F_t) nos da una imagen visual de éste. Cuando se resuelve la deformación elástica de una esfera donde la adhesión se tiene en cuenta, aparece de forma natural el siguiente parámetro:

$$\mu = \left(\frac{R^*w^2}{E^{*2}z_0^3} \right) \quad (1.19)$$

llamado parámetro de Tabor [40] con $z_0 = (3 - 5) \text{ \AA}$ una distancia característica de equilibrio entre dos semiespacios en los que se considera un potencial tipo Lennard-Jones para modelar las fuerzas moleculares de Van der Waals. Este parámetro relaciona la amplitud de la deformación elástica de la superficie en el momento en el que el contacto se rompe con el alcance de las fuerzas atractivas. Para valores muy pequeños o muy grandes de μ el comportamiento del contacto tiende a los dos modelos adhesivos que hemos visto (JKR o DMT). Suponiendo que la deformación del contacto es elástico, se puede demostrar que la fuerza de adhesión depende exclusivamente del parámetro de Tabor [41] y toma valores comprendidos entre los límites dados por los modelos DMT y JKR:

$$\begin{aligned} \mu \gg 1 &\Rightarrow F_a = -\frac{3}{2}\pi w R^* , \text{ (JKR)} \\ \mu \ll 1 &\Rightarrow F_a = -2\pi w R^* , \text{ (DMT)} \end{aligned} \tag{1.20}$$

Como el parámetro μ definido por la ecuación 1.19 no depende la fuerza de carga, la fuerza de adhesión es independiente de la fuerza de carga. Para concluir cabe destacar que las diferencias entre los modelos JKR y DMT son mínimas a la hora de describir un contacto elástico adhesivo. Sin embargo, la teoría JKR explica relativamente bien el comportamiento adhesivo incluso en el ámbito en el que DMT se puede aplicar. Quizás esta es la razón por la que la teoría JKR prevalece en la descripción de los contactos adhesivos.

1.3. Propagación del sonido en una cadena unidimensional

En este apartado se aborda cómo es la vibración de una cadena unidimensional de partículas precomprimida con un potencial general y de tipo cuadrático (interacción lineal). Después se particulariza para el caso en el que existe un contacto tipo de Hertz entre las partículas, pero siempre suponiendo que estamos en un estado lineal de equilibrio. La velocidad de fase, velocidad de grupo y frecuencias de cortes de este sistema se calculan de manera analítica, suponiendo que la deformación dinámica es mucho menor que la deformación estática e imponiendo las condiciones de periodicidad espacial (tamaño de la esfera).

1.3.1. Planteamiento del problema

Imaginemos una cadena lineal de esferas de radio R (diámetro d), dispuestas sobre el eje X en las posiciones x_i , $i = 0, 1, 2, \dots$, donde suponemos que $x_k > x_j$ si $k > j$ y $x_0 = 0$. La distancia entre una esfera y la siguiente no tiene porque ser igual al diámetro d de las esferas, sino que entre las esferas i e $i + 1$ puede existir un solapamiento $\delta_{i,i+1}$ de valor:

$$\delta_{i,i+1} = d - (x_{i+1} - x_i) = d - x_{i+1} + x_i \quad (1.21)$$

Con esta definición $\delta_{i,i+1}$ es positivo cuando las esferas i e $i + 1$ están comprimidas por una fuerza externa. Esa fuerza externa estará compensada por las fuerzas elásticas de contacto que se oponen a la deformación de las esferas en sus respectivas áreas de contacto. Llamaremos $F_{i,i+1}$ a la fuerza elástica de contacto que ejerce la esfera i sobre la $i + 1$. Con esta definición:

$$F_{i+1,i} = -F_{i,i+1} ; F_{i,i+1} \geq 0 ; F_{i+1,i} \leq 0 \quad (1.22)$$

Se va a suponer que las fuerzas elásticas de contacto tienen asociado un potencial $V(\delta)$, que puede expresarse de forma general como:

$$V(\delta) = a\delta^n ; F = \frac{dV}{d\delta} = an\delta^{n-1} ; K = \frac{dF}{d\delta} = an(n-1)\delta^{n-2} \quad (1.23)$$

(Nota: la relación entre fuerza y potencial tiene el signo cambiado porque consideramos que el solapamiento δ es positivo cuando las esferas se interpenetran). K es la rigidez del contacto. Más adelante veremos que resulta interesante dar la rigidez del contacto en función de la fuerza elástica de contacto F , pues normalmente se controla la fuerza que han de soportar los contactos, pero no el solapamiento. Para ello hacemos:

$$\delta = \left(\frac{F}{an}\right)^{\frac{1}{n-1}} \Rightarrow K = an(n-1) \left(\frac{F}{an}\right)^{\frac{n-2}{n-1}} \quad (1.24)$$

Con la definición que hemos hecho para la fuerza de contacto:

$$F_{i,i+1} = an\delta_{i,i+1}^{n-1} \quad (1.25)$$

Y la ecuación de movimiento de la esfera i -ésima es:

$$m \frac{d^2 x_i}{dt^2} = F_{i-1,i} + F_{i+1,i} = an\delta_{i-1,i}^{n-1} - an\delta_{i,i+1}^{n-1} \quad (1.26)$$

Supongamos que las esferas están equiespaciadas. Entonces, cuando la cadena de esferas está en equilibrio el solapamiento entre esferas vecinas será una constante δ_o . Llamaremos $x_{o,i}$ a las posiciones de equilibrio de las esferas. Por tanto:

$$\delta_o = d - x_{o,i+1} + x_{o,i} ; x_{o,k} = k(d - \delta_o) \quad (1.27)$$

Cuando la cadena oscila, cada esfera se aparta de su posición de equilibrio una distancia u_i (es decir, $x_i = x_{o,i} + u_i$). Entonces, de acuerdo con 1.21:

$$\delta_{i,i+1} = d - (x_{o,i+1} + u_{i+1}) + (x_{o,i} + u_i) = \delta_o - u_{i+1} + u_i \quad (1.28)$$

Y por otro lado:

$$m \frac{d^2 x_i}{dt^2} = m \frac{d^2 u_i}{dt^2} \quad (1.29)$$

con lo que la ecuación de movimiento de la esfera i -ésima queda:

$$m \frac{d^2 u_i}{dt^2} = an [(\delta_o - u_i + u_{i-1})^{n-1} - (\delta_o - u_{i+1} + u_i)^{n-1}] \quad (1.30)$$

1.3.2. Soluciones para una cadena elástica lineal.

Si las fuerzas elásticas de contacto entre esferas dependen linealmente con el solapamiento entre esferas, como si las esferas estuvieran unidas por muelles, entonces $n = 2$ y la ecuación 1.30 se reduce a:

$$m \frac{d^2 u_i}{dt^2} = 2a (u_{i+1} - 2u_i + u_{i-1}) = K (u_{i+1} - 2u_i + u_{i-1}) \quad (1.31)$$

Si proponemos como solución una onda armónica de número de onda k y frecuencia angular ω :

$$u_i = A e^{j(kx_{o,i} - \omega t)} \quad (1.32)$$

Nota importante: La onda armónica que hemos propuesto da el desplazamiento respecto a la posición de equilibrio u_i en función de la posición de equilibrio $x_{o,i}$ y no de la posición actual x_i . Este procedimiento es el correcto siempre que la amplitud A de la onda sea pequeña, de forma que los desplazamientos con respecto a las posiciones de equilibrio sean pequeños comparados con la distancia entre esferas vecinas.

Usando la ecuación 1.27 nos queda:

$$m \frac{d^2 u_i}{dt^2} = K A e^{j(kx_{o,i} - \omega t)} [-2 + e^{-jkd} e^{jk\delta_o} + e^{jkd} e^{-jk\delta_o}] \quad (1.33)$$

Y sustituyendo la ecuación 1.32 en el primer miembro de la ecuación anterior nos queda:

$$m\omega^2 = K [1 - e^{-jk(d-\delta_o)}] [1 - e^{jk(d-\delta_o)}] \quad (1.34)$$

$$m\omega^2 = K \{2 - 2 \cos [k(d - \delta_o)]\} \quad (1.35)$$

lo que resulta en la siguiente relación de dispersión:

$$\omega = \left(\frac{4K}{m} \right)^{1/2} \sin \left[\frac{1}{2} k (d - \delta_o) \right] \quad (1.36)$$

En el límite de onda larga, cuando la longitud de onda λ es mucho mayor que la distancia $d - \delta_o$ entre esferas vecinas, $k(d - \delta_o) \ll 1$ tenemos que:

$$2\pi f \simeq \left(\frac{4K}{m} \right)^{1/2} \frac{\pi}{\lambda} (d - \delta_o) \quad (1.37)$$

Y usando que la velocidad de fase $c = \lambda f$, queda para la velocidad de fase:

$$c = \left(\frac{K}{m} \right)^{1/2} (d - \delta_o) \quad (1.38)$$

Y aunque en el caso de elasticidad lineal la rigidez K sea una constante, existe una dependencia de la velocidad de fase con la fuerza de contacto F_o a través de δ_o .

1.3.2.1. Aproximación de onda larga.

A la relación de dispersión para longitudes de onda mucho mayores que la distancia entre esferas puede llegarse también a partir de la ecuación 1.31 si consideramos que el desplazamientos $u(x, t)$ con respecto a la posición de equilibrio es una función continua de x y hacemos la aproximación:

$$u_{i+1} = u_i + \frac{\partial u_i}{\partial x} (d - \delta_o) + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 u_i}{\partial^2 x} (d - \delta_o)^2 + O(3) \quad (1.39)$$

$$u_{i-1} = u_i - \frac{\partial u_i}{\partial x} (d - \delta_o) + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 u_i}{\partial^2 x} (d - \delta_o)^2 + O(3) \quad (1.40)$$

Sustituyendo en la ecuación 1.31 nos queda:

$$m \frac{d^2 u_i}{dt^2} = K \frac{\partial^2 u_i}{\partial^2 x} (d - \delta_o)^2 \quad (1.41)$$

cuya solución son ondas armónicas de velocidad de fase $c = (K/m)^{1/2} (d - \delta_o)$

1.3.3. Solución para una cadena no lineal.

Cuando $n \neq 2$ no existe solución en forma de ondas armónicas para la ecuación 1.30. Ello es debido a que al ser el exponente $n - 1$ distinto de 1, si se sustituye una solución de prueba en forma de onda armónica de número de ondas k y frecuencia ω (ec. 1.32), el primer miembro de la ecuación 1.30 será proporcional a la onda armónica sustituida, pero el segundo miembro será proporcional a ondas de número de ondas $(n - 1)k$ y frecuencia $(n - 1)\omega$, es decir, a ondas armónicas de número de ondas y frecuencia diferente de la solución de prueba introducida. Eso significa que una sola onda armónica no puede ser solución de la

ecuación 1.30. Si intentamos excitar una onda armónica en la cadena, aparecerán ondas armónicas de frecuencias diferentes a la de la excitación. Solamente existen soluciones para una onda armónica en el caso general en el que la amplitud de la onda es mucho menor que el solapamiento δ_o entre esferas vecinas en equilibrio. Llamaremos a esta situación condición de pequeñas amplitudes.

1.3.3.1. Solución para pequeñas amplitudes.

Si partimos de la ec. 1.30 y hacemos:

$$m \frac{d^2 u_i}{dt^2} = an \delta_o^{n-1} \left[\left(1 - \frac{u_i}{\delta_o} + \frac{u_{i-1}}{\delta_o} \right)^{n-1} - \left(1 - \frac{u_{i+1}}{\delta_o} + \frac{u_i}{\delta_o} \right)^{n-1} \right] \quad (1.42)$$

Y para pequeñas amplitudes podemos hacer:

$$\left(1 - \frac{u_i}{\delta_o} + \frac{u_{i-1}}{\delta_o} \right)^{n-1} \simeq 1 + (n-1) \left(\frac{u_{i-1}}{\delta_o} - \frac{u_i}{\delta_o} \right) + O(2) \quad (1.43)$$

$$\left(1 - \frac{u_{i+1}}{\delta_o} + \frac{u_i}{\delta_o} \right)^{n-1} \simeq 1 + (n-1) \left(\frac{u_i}{\delta_o} - \frac{u_{i+1}}{\delta_o} \right) + O(2) \quad (1.44)$$

que sustituyendo resulta en:

$$m \frac{d^2 u_i}{dt^2} = an(n-1) \delta_o^{n-2} [u_{i+1} - 2u_i + u_{i-1}] = K(F_o) [u_{i+1} - 2u_i + u_{i-1}] \quad (1.45)$$

con lo que obtenemos la misma solución que para la cadena lineal, pero con la diferencia de que ahora la rigidez del contacto puede depender de la fuerza de contacto F_o . Por tanto, si sustituimos la ecuación de una onda armónica 1.32 obtenemos las relaciones de dispersión general:

$$\omega = \left(\frac{4K(F_o)}{m} \right)^{1/2} \sin \left[\frac{1}{2} k (d - \delta_o) \right] \quad (1.46)$$

que en el límite de onda larga da una velocidad de fase:

$$c = \left(\frac{K(F_o)}{m} \right)^{1/2} (d - \delta_o) \quad (1.47)$$

O haciendo uso de la ec. 1.24

$$c = \left[\frac{an(n-1)}{m} \right]^{1/2} \left(\frac{F}{an} \right)^{\frac{n-2}{2n-2}} (d - \delta_o) \quad (1.48)$$

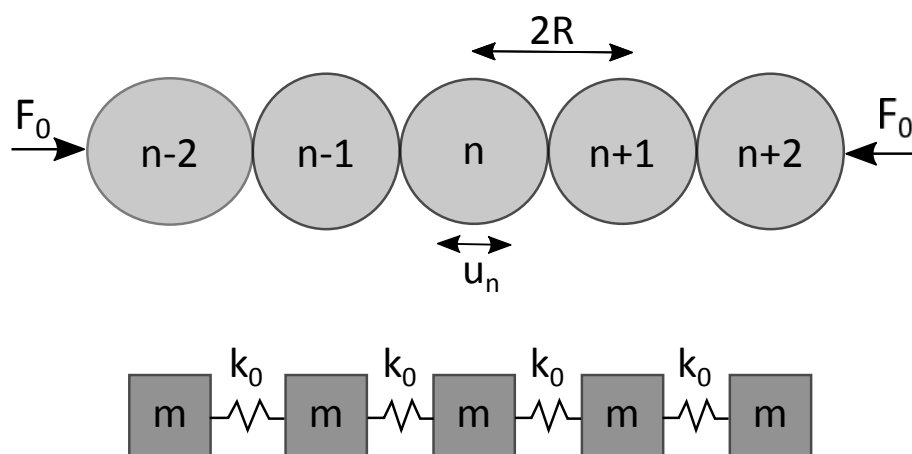


Figura 1.3: Esquema de la cadena unidimensional monoatómica modelizada por un sistema de masas-resortes.

1.3.4. Caso particular de una cadena unidimensional de partículas idénticas con una interacción elástica tipo Hertz

Para entender la propagación de ondas acústicas en un medio granular, vamos a considerar un modelo muy simplificado que consiste en una cadena unidimensional de esferas ordenados sometidas a una fuerza F_0 con una interacción entre ellas de tipo Hertz [22] (ver figura 1.3).

Nos situaremos en un régimen lineal, por lo que ahora vamos a cambiar la notación con respecto a los apartados anteriores, ya que el movimiento de cada esfera será descrito por los índices $-n$ en vez de $-i$, obviando en todo el desarrollo el exponente de valor 2 que tiene el potencial de interacción entre partículas. Suponiendo que no tenemos efectos disipativos, el movimiento de cada esfera en el caso de bajas frecuencias, es decir, para longitudes de ondas mayores que la periodicidad de la red, puede ser descrito por el siguiente sistema de ecuaciones diferenciales acoplados [42, 43, 44]:

$$m \frac{d^2}{dt^2} = A[\delta_0 + u_{n-1} - u_n]^{3/2} - A[\delta_0 + u_n - u_{n+1}]^{3/2} \quad (1.49)$$

donde $m = 4/3\pi\rho R^3$ (con ρ la densidad del material de las esferas), $A = \frac{E\sqrt{2R}}{3(1-\nu^2)}$,

u_n es el desplazamiento del centro de la esfera n -ésima en la cadena inicial estáticamente precomprimida con la fuerza F_0 y $\delta_0 = (\frac{F_0}{A})^{2/3}$ la deformación estática entre dos esferas. Si suponemos que las deformaciones acústicas $|u_n - u_{n-1}|$ son pequeñas en comparación con la deformación estática δ_0 , lo que se traduce en la condición matemática : $|u_n - u_{n-1}| \ll \delta_0$, se puede hacer un desarrollo en serie de Taylor de la ecuación anterior, dando lugar a una ecuación linealizada con la siguiente expresión [44]:

$$m \frac{d^2 u_n}{dt^2} = k_0 [u_{n+1} - 2u_n + u_{n-1}] \quad (1.50)$$

Como observamos la expresión anterior es la ecuación diferencial de una cadena unidimensional compuesta por partículas de masa m conectadas entre sí, mediante osciladores lineales de constante elástica k_0 (ver esquema del problema en la figura 1.3) con valor:

$$k_0 = \left(\frac{\partial \delta_0}{\partial F_0} \right)^{-1} = \frac{3}{2} A \delta_0^{1/2} = \frac{3}{4} (R F_0)^{1/3} \left(\frac{4E}{3(1-\nu^2)} \right)^{2/3} \quad (1.51)$$

Si la deformación dinámica tiene una pequeña amplitud relativa a la provocada por la fuerza estática ($|u_n - u_{n-1}| \ll \delta_0$), el régimen se puede considerar como débilmente no lineal. En este caso la ecuación de movimiento se escribe de la siguiente manera [45]:

$$m \frac{d^2 u_n}{dt^2} = \sum_{i=0}^2 k_i [(u_{n+1} - u_n)^{i+1} - (u_n - u_{n-1})^{i+1}] \quad (1.52)$$

donde $k_0 = \frac{3}{2} A \delta_0^{1/2}$, $k_1 = -\frac{3}{8} A \delta_0^{-1/2}$, $k_2 = -\frac{3}{48} A \delta_0^{-3/2}$.

La ecuación de movimiento anterior es un ejemplo del problema de Fermi-Pastam-Ulam o problema FPU [46]. Este tipo de estructura periódica no lineal se ha estudiado teóricamente y en algunos casos experimentalmente, donde se encontraron oscilaciones no lineales de tipo solitón y breather como posibles soluciones [42, 43, 47, 48, 49]. En el régimen lineal y débilmente no lineal, se ha demostrado que los cristales granulares tienen bandas prohibidas configurables, así como breathers discretos. Un breather discreto consiste en que varias

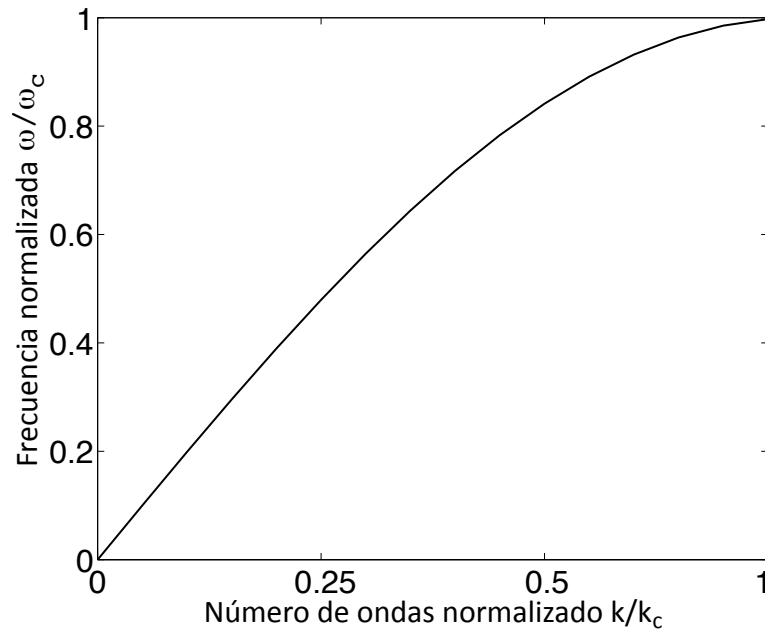


Figura 1.4: Curva de dispersión para el caso de una cadena unidimensional de partículas idénticas en la primera zona de Brillouin.

partículas del cristal granular oscilan con una frecuencia que está prohibida en el espectro lineal y con una amplitud que disminuye exponencialmente respecto a la partícula central, donde la amplitud de esta oscilación es máxima. En el régimen de alta no linealidad, se ha estudiado que existe la propagación de solitones. Un solitón es un tipo de onda en el que su perfil permanece invariante durante su propagación, en un medio que debe ser necesariamente no lineal y dispersivo.

Introduciendo una solución de onda plana con la forma $u_n = u_0 e^{i(\omega t - 2knR)}$ donde u_0 es la amplitud, ω es la frecuencia de la pulsación y k es el número de ondas en la ecuación de movimiento de régimen lineal 1.50, se obtiene una relación de dispersión con esta forma [50]:

$$\omega = 2\sqrt{\frac{k_0}{m}} |\sin(kR)| \quad (1.53)$$

Esta relación de dispersión es representada en la figura 1.4. De la ecuación anterior 1.53, se puede definir la frecuencia de corte ω_c con la relación:

$$\omega_c = 2\sqrt{\frac{k_0}{m}} \quad (1.54)$$

Cuando $\omega > \omega_c$ las ondas armónicas son evanescentes, es decir, la onda se va atenuando hasta que deja de transmitirse por la cadena, mientras que en el caso que se cumple $\omega < \omega_c$, el numero de ondas es real y se escribe como:

$$k = \pm \frac{1}{R} \arcsin\left(\frac{\omega}{\omega_c}\right) \quad (1.55)$$

El signo más corresponde a una onda que se propaga en el sentido que aumenta n , es decir, hacia la derecha. Por el contrario el signo menos corresponde a una onda que se propaga hacia la izquierda. Introduciendo la ecuación 1.51 en la ecuación 1.54, la frecuencia de corte se puede escribir en función de los parámetros experimentales accesibles del sistema con la siguiente expresión:

$$f_c = \frac{1}{\pi} \sqrt{\frac{k_0}{m}} = \frac{3F_0^{1/6}}{4\pi^{3/2}\rho^{1/2}R^{4/3}} \left(\frac{4E}{3(1-\nu^2)} \right) \quad (1.56)$$

que corresponde a la frecuencia asociada al número de ondas de corte $k_c = \frac{\pi}{2R}$ y representa el valor máximo de k en la primera zona de Brillouin [51]. El cociente ω/k nos da la velocidad de fase de la onda que se propaga en la cadena, mientras que la tangente a la curva de la relación de dispersión (figura 1.4) $\partial\omega/\partial k$ da la expresión de la velocidad de grupo. Estas dos velocidades se representan en función de la frecuencia en la figura 1.5. Por lo tanto, la velocidad de fase se puede escribir en función de la frecuencia o del número de ondas gracias a la relación de dispersión 1.53 con el siguiente valor:

$$v_{fase} = \frac{\omega}{k} = \frac{\omega_c}{k} |\sin(kR)| = \frac{R\omega}{\arcsin(\omega/\omega_c)}, \text{ cuando } \omega < \omega_c \quad (1.57)$$

y la velocidad de grupo:

$$v_{grupo} = \frac{\partial\omega}{\partial k} = R\omega_c \sqrt{1 - \left(\frac{\omega}{\omega_c}\right)^2} \quad (1.58)$$

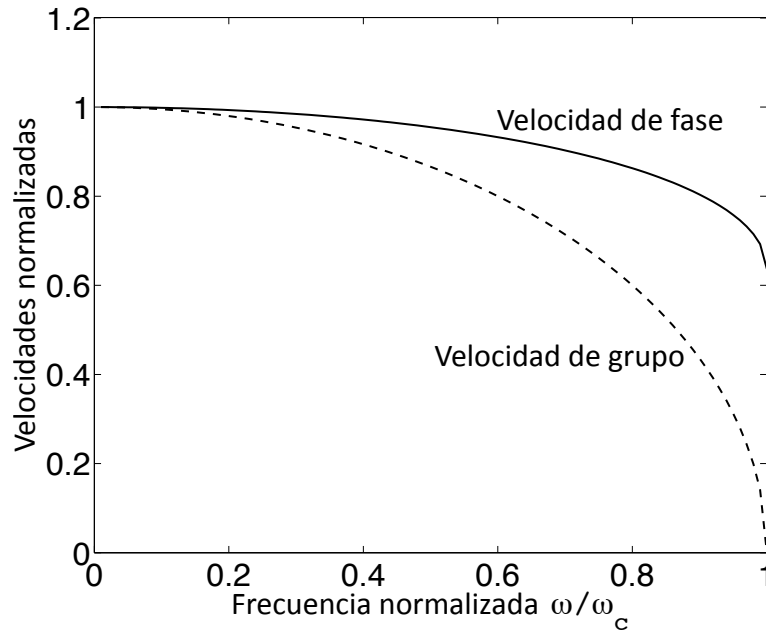


Figura 1.5: Velocidades de fase y de grupo dadas por las ecuaciones 1.57 y 1.58 normalizadas por la velocidad de fase máxima ($v_{fase}(\omega/\omega_c = 0)$) en función de la frecuencia normalizada (ω/ω_c).

En el límite de de bajas frecuencias ($\omega/\omega_c \ll 1$ o $\lambda \gg R$), la velocidad de fase y de grupo coincide

$$\begin{aligned}
 v_{1D} &= \lim_{k \rightarrow 0} \frac{\omega}{k} = v_{fase}(k = 0) = v_{grupo}(k = 0) = R\omega_c \\
 &= \frac{3F_0^{1/6}}{2\sqrt{\pi\rho}R^{1/3}} \left(\frac{4E}{3(1-\nu^2)} \right)
 \end{aligned} \tag{1.59}$$

Como se observa de la ecuación anterior, la velocidad de propagación es proporcional a la fuerza aplicada elevada a un exponente de 1/6. Esta dependencia de la velocidad se ha encontrado experimentalmente en varios estudios [42, 43]. Por este motivo, nosotros usaremos las relaciones obtenidas en este subapartado como punto de partida en el estudio experimental y teórico de la propagación del sonido en medios granulares cohesivos.

1.3.5. Caso particular de una cadena unidimensional diatómica con una interacción elástica tipo Hertz

Una vez estudiada la cadena unidimensional que modela una red de Bravais con una base de un átomo, vamos a pasar a un problema más complejo en la que la red tiene una base de dos átomos, es decir, nuestro sistema es una cadena diatómica. Este sistema es fácil de entender y muy rico en propiedades, ya que el simple hecho de tener 2 átomos en la celda unidad provoca diferentes modos de vibración, que dan lugar a varias bandas de frecuencias prohibidas. Este problema se puede ver en la figura 1.6 y se modeliza como una cadena de masas-resortes con dos masas diferentes M_1 y M_2 en la celda unidad. El sistema de ecuaciones para una cadena compuesta por dos tipos de partículas con diferentes masas, considerando una interacción lineal entre las esferas vecinas más cercanos, se escribe de la siguiente forma [50]:

$$M_1 \frac{d^2 u_n}{dt^2} = K_0 [U_n - 2u_n + U_{n-1}] \quad (1.60)$$

$$M_2 \frac{d^2 U_n}{dt^2} = K_0 [u_{n+1} - 2U_n + u_n] \quad (1.61)$$

donde $K_0 = 2E^* R^{*1/2} \delta_0^{1/2}$ (con $R^* = (1/R_1 + 1/R_2)^{-1}$ el radio reducido y $E^* = ((1 - \nu_1^2)/E_1 + (1 - \nu_2^2)/E_2)^{-1}$ el módulo de Young reducido) es la rigidez de los contactos precomprimidos predicha por la ley de Hertz, u_n es el desplazamiento relativo al centro de la partícula n con masa M_1 y U_n el desplazamiento relativo al centro de la partícula n con masa M_2 . Como las ecuaciones anteriores están linealizadas, es posible proponer como solución una onda armónica de frecuencia ω que avanza en la dirección creciente de n para los desplazamientos existentes:

$$u_n = A_1 e^{i(\omega t - kna)} \quad (1.62)$$

$$U_n = A_2 e^{i(\omega t - kna)} \quad (1.63)$$

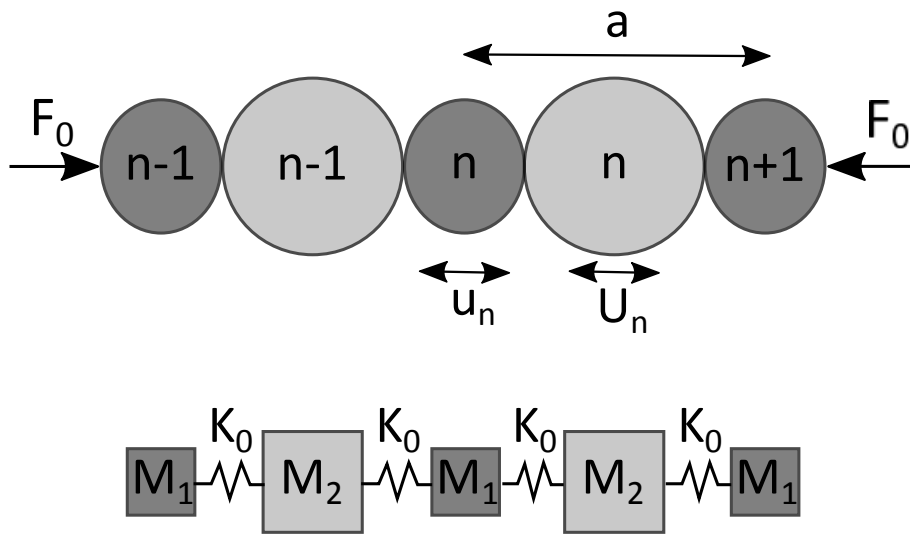


Figura 1.6: Representación de la cadena unidimensional diatómica y su modelización compuesta por un sistema de masas-resortes con 2 masas diferentes.

con k el número de ondas, a ($a = 2R_1 + 2R_2$) la distancia que están separadas dos masas idénticas y A y B dos constantes complejas a determinar. El cociente entre A y B nos da la fase y la amplitud relativa entre dos partículas consecutivas.

Sustituyendo estas soluciones en las ecuaciones de movimiento 1.60,1.61 obtenemos:

$$-M_1\omega^2 A_1 = K_0(A_2(e^{ika} + 1) - 2A_1) \quad (1.64)$$

$$-M_2\omega^2 A_2 = K_0(A_1(e^{-ika} + 1) - 2A_2) \quad (1.65)$$

El sistema de ecuaciones anterior puede ser escrito de forma matricial:

$$\begin{bmatrix} \frac{2K_0}{M_1} - \omega^2 & -\frac{K_0}{M_1}(e^{ika} + 1) \\ \frac{K_0}{M_2}(e^{-ika} + 1) & \frac{2K_0}{M_2} - \omega^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_1 \\ A_2 \end{bmatrix} = 0 \quad (1.66)$$

Si llamamos $[D]$ a la matriz que multiplica el vector amplitudes, el sistema se

puede escribir de manera más compacta

$$[\mathbf{D}] \begin{bmatrix} A_1 \\ A_2 \end{bmatrix} = 0 \quad (1.67)$$

\mathbf{D} se conoce como la matriz dinámica y siempre aparece en cualquier sistema que forma una red ordenada cuando se busca la relación de dispersión. Además, la matriz dinámica \mathbf{D} es Hermítica lo que asegura que todos sus autovalores sean reales. Estos autovalores dan las relaciones de dispersión de los modos normales de la red. En nuestro caso, para que A_1 y A_2 no den como resultado la solución trivial, el determinante de la matriz dinámica debe de ser nulo. Imponiendo la condición de que el determinante sea nulo, obtenemos las dos relaciones de dispersión (2 bandas)

$$\omega_{1,2}^2 = \left(\frac{1}{M_1} + \frac{1}{M_2} \right) K_0 \pm K_0 \sqrt{\left(\frac{1}{M_1} + \frac{1}{M_2} \right)^2 - \frac{4}{M_1 M_2} \sin^2 \left(\frac{ka}{2} \right)} \quad (1.68)$$

El signo $+$ en la ecuación 1.68 identifica la banda superior que es llamada rama óptica y tiene la característica de que existe una frecuencia distinta de cero cuando el número de ondas es nulo. Además, cuando estamos en el caso en el que el número de ondas está cerca del valor nulo, los átomos de la celda elemental oscilan en oposición de fase y su velocidad de fase tiende a cero. La relación de dispersión con el signo $-$ es la banda inferior y es conocida como rama acústica. Su comportamiento es diferente al de la rama óptica, ya que ahora la frecuencia es cercana a cero cuando el número de ondas tiende a cero. Además, en este límite de bajas frecuencias, los átomos de una celda oscilan en fase. Las relaciones de dispersión se representan en la figura 1.7, mientras que las velocidades de fase y de grupo de ambos modos se pueden calcular con las ecuaciones deducidas en este apartado (1.3.4).

De manera general, el número de modos de vibración en una red ordenada está relacionada con los grados de libertad que tienen los átomos de la celda elemental o unitaria. Al igual que en los cristales unidimensionales, basta trabajar solo con los modos de la primera zona de Brillouin, ya que cualquier

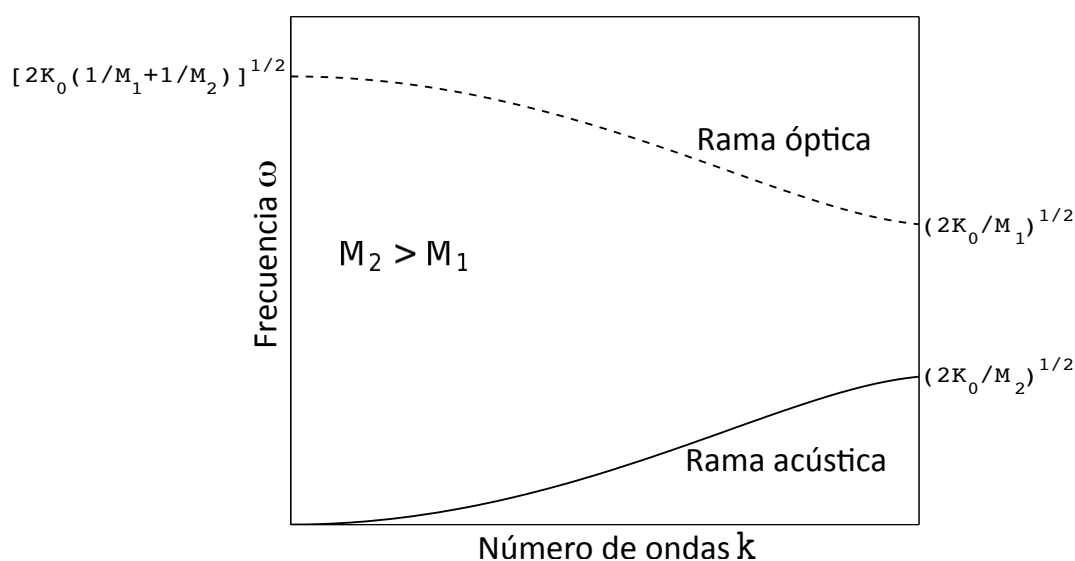


Figura 1.7: Dispersión de las ramas de oscilaciones acústica y óptica.

oscilación puede ser descrito como combinación de estos. En la teoría clásica de elasticidad solo se consideran los modos de traslación, por lo que una red de Bravais monoatómica tridimensional presenta tres modos de vibración diferentes, un modo longitudinal en el que los átomos oscilan en la dirección de propagación y dos modos transversales, donde los átomos vibran en las direcciones perpendiculares a la dirección de propagación. Si la dirección de propagación no coincide con una dirección de simetría del cristal también tendremos tres modos de propagación, pero ahora estos tres modos se dividen en un modo cuasi-longitudinal y dos cuasi-transversales (lento y rápido). El modo cuasi-longitudinal (mezcla de una componente longitudinal y transversal, pero con una amplitud longitudinal más grande) tiene la dirección de polarización más cercana a la dirección de propagación de la onda, mientras que los dos cuasi-transversales tienen las direcciones de polarización más alejadas (ver figura 1.8). Concluyendo, añadimos que si una red tridimensional tiene una celda unidad compuesta por Z átomos, donde cada átomo tiene N grados de libertad (3 de traslación, 3 de rotación, etc.), el número de modos es igual a NZ .

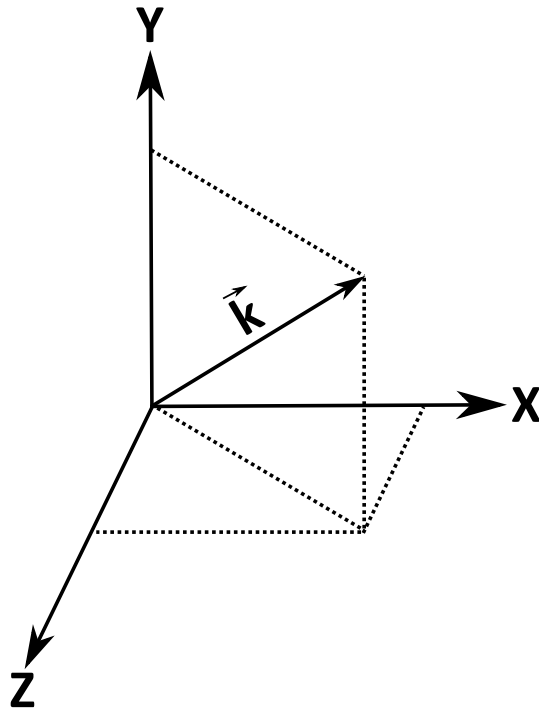


Figura 1.8: Direcciones de polarización de una onda acústica que se propaga en la dirección \vec{k} . X, Y, Z son las direcciones principales de la red, las cuales representan respectivamente las direcciones de los modos cuasi-longitudinal y cuasi-transversales.

1.4. Acústica del medio granular tridimensional

Una vez se ha expuesto la propagación del sonido en medios granulares unidimensionales y de manera ideal (sin dislocaciones, sin cohesión y un contacto conocido tipo Hertz). Vamos a proceder a pasar al dominio tridimensional, donde muchos más parámetros entran en juego y hacen que estos medios tengan un comportamiento muy complejo. Por ejemplo, cuando se prepara un medio granular tridimensional siempre existe un fluido saturante que rodea a las partículas. Este fluido afecta a la propagación del sonido (difusión, absorción, dispersión), ya que la deformación que sufren los contactos entre partículas está acoplada con la deformación que sufre el fluido. De hecho, Biot desarrolló modelos que se han mejorado a lo largo del tiempo para explicar este acople entre

un medio sólido y fluido [52, 53, 54]. En este sub-apartado no se entra en el acople que existe entre el movimiento del fluido y el del medio granular, ya que lo vamos a despreciar. Por lo tanto, la teoría de Hertz es suficiente para explicar diversos fenómenos no lineales que aparecen en un medio granular cuando una onda acústica se propaga por éste. En primer lugar, se presenta cómo es la estructura que puede darse en un medio granular ordenado, así como la definición de dos parámetros de gran importancia en su caracterización. Después de esto, se explican las particularidades que tienen estos medios con la aparición de cadenas de fuerza y desorden en su estructura. Por último, se describen varias no linealidades con simples modelos que permiten entender lo que ocurre de una manera fenomenológica.

1.4.1. Estructuras ordenadas del medio granular tridimensional

Un medio granular compuesto por esferas idénticas que mantiene una estructura ordenada recibe el nombre de cristal fonónico [45]. En el caso tridimensional solo podemos formar 4 estructuras diferentes, llamadas cúbica simple (CS), cúbica centrada (BCC), cúbica centrada en las caras (CCC) y hexagonal compacta (HCP) [50]. Estas estructuras solo se consiguen de manera muy ideal, ya que siempre existen imperfecciones y diferencias entre las esferas que componen el cristal fonónico. Esto conduce a que un medio granular tridimensional se encuentre frecuentemente de una manera desordenada.

En la figura 1.9 mostramos las diferentes bases (antes citadas) de cualquier cristal fonónico tridimensional compuesto por partículas esféricas semejantes. Se definen dos parámetros de gran relevancia en un medio granular ordenado o desordenado: El primero de ellos es el número de coordinación z que se define como el valor medio de partículas vecinas que están en contacto con cada partícula del medio granular. El segundo y último es la fracción sólida ϕ que se define como el cociente del volumen de las partículas entre el volumen de la red. En el siguiente cuadro se muestran los valores numéricos del número de

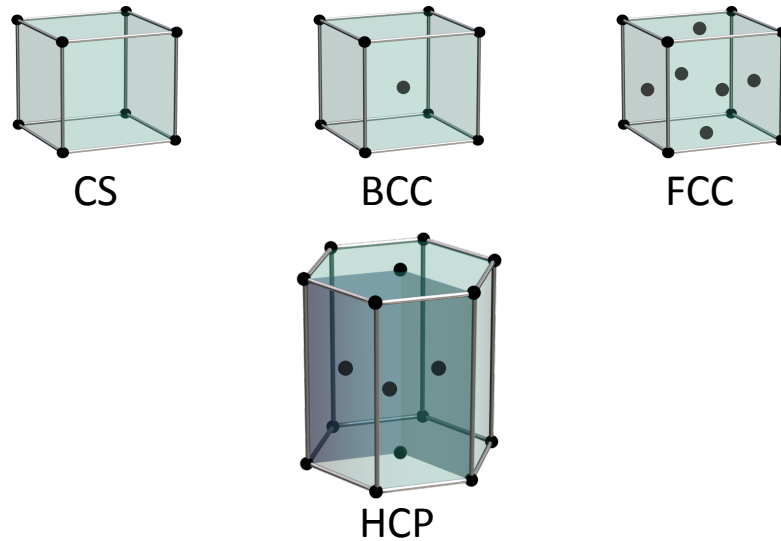


Figura 1.9: Posibles estructuras tridimensionales ordenadas.

Tipo de estructura	Número de coordinación z	Fracción sólida ϕ
Cúbica simple (CS)	6	$\pi/6 \simeq 0,52$
Cúbica centrada (BCC)	8	$\pi\sqrt{3}/8 \simeq 0,68$
Cúbica centrada en las caras (CCC)	12	$\pi\sqrt{2}/6 \simeq 0,74$
Hexagonal compacta (HCP)	12	$\pi\sqrt{2}/6 \simeq 0,74$
Desordenada	4-8	0,56 – 0,64

Cuadro 1.1: Cuadro de las diferentes estructuras con sus parámetros característicos (z y ϕ).

coordinación y fracción sólida de las redes antes mencionadas, además de incluir los límites de estos (z y ϕ) para una estructura desordenada compuesta por esferas lisas del mismo tamaño (sin asperezas) y rigidez.

1.4.2. Desorden y cadenas de fuerza en el medio granular

Verter esferas en un recipiente de manera aleatoria produce una estructura no homogénea creada por la distribución de fuerzas entre los granos. Esto

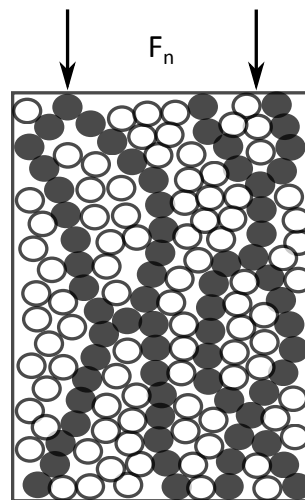


Figura 1.10: Representación de las cadenas de fuerza en un medio granular desordenado sometido a una fuerza normal F_n .

es lo que se conoce como desorden del medio granular. De hecho, en un medio granular desordenado en el que se aplica una tensión se ha comprobado numéricamente y experimentalmente que las fuerzas de contacto entre partículas no son iguales a diferencia de los medios ordenados. Se ha observado que la distribución de las fuerzas de contacto que existen en un medio granular es muy sensible a los parámetros del sistema, además de ser muy influyente en la propagación del sonido [55]. Básicamente existen dos poblaciones de contactos muy destacadas dentro de un medio granular desordenado. En una de ellas se observa una red fuerte de tensiones a lo largo de algunas partículas, llamadas cadenas de fuerza o redes de fuerza y que son las que soportan la mayor parte del esfuerzo de compresión aplicado. La otra población es en la que casi no existen tensiones, es decir, donde la fuerza de contacto entre granos es muy débil. La figura 1.10 da una idea de lo que son estas cadenas o redes de fuerza.

Por ejemplo, bajo el efecto de la fuerza de la gravedad, la red de tensiones internas se puede calcular mediante simulaciones en un medio granular con diferentes parámetros a variar: número de capas de esferas variable, estructuras ordenadas, estructuras desordenadas y formas macroscópicas diferentes

[56, 57, 58, 59, 60]. Se ha demostrado que en las estructuras ordenadas o regulares, ya sean discos en dos dimensiones o esferas en tres dimensiones, las tensiones son distribuidas uniformemente entre todas las partículas. Sin embargo, en estructuras desordenadas las tensiones no son soportadas de manera equitativa [61], apareciendo líneas privilegiadas de fuertes tensiones debido a defectos de localización. Un problema fundamental que aparece en la modelización de redes de tensiones macroscópicas es que el efecto de pequeñas fluctuaciones puede provocar grandes cambios en la red de fuerzas, incluso alejándose de su estado inicial [62, 63, 64]. Esto implica una gran dificultad en predecir el comportamiento del medio granular, además de ser muy sensible a los parámetros experimentales (presión, temperatura, humedad, etc.) [23]. Existen métodos experimentales para corroborar la distribución de las redes de contacto dentro de un medio granular que se somete a una presión estática. Uno de ellos es colocar papel de carbón sobre las paredes del recipiente. Las trazas que aparecen en el papel de carbón se pueden relacionar con las fuerzas de los contactos y por tanto conseguir la distribución fuerzas en los contactos cuantitativamente [65, 66]. El inconveniente de este método es que solo se pueden conocer las redes de fuerzas en las paredes del recipiente donde el medio granular se coloca y no en el interior de éste. La elastosimetría es otro método para medir las redes de fuerza y se basa en iluminar un sistema granular de dos dimensiones entre dos polarizadores cruzados [67]. Una vez realizado esto, se puede obtener de manera sencilla la distribución de contactos, teniendo en consideración que la intensidad luminosa que deja pasar el último polarizador es proporcional al cuadrado de la tensión aplicada.

1.4.3. No linealidades acústicas

La gran complejidad de los medios granulares hace que estos medios posean características no lineales muy particulares. En este sub-apartado se presentan los fenómenos no lineales más importantes junto con algunos modelos simples,

para así poder interpretarlos de una manera cualitativa. La teoría clásica atómica no lineal se usa para explicar el comportamiento no lineal de los cristales o estructuras cristalinas. En esta teoría, la interacción no lineal entre los átomos del cristal se modela introduciendo un potencial anarmónico. Sin embargo, la no linealidad de los medios granulares se da a un tamaño medio (mesoscópico) comprendido entre la escala de una partícula y la escala de la longitud de onda de la onda acústica que se propaga. Además, la linealidad de los medios granulares es mucho mayor que la que se da en los cristales, lo que nos conduce a descartar la teoría clásica para describir de manera fenomenológica el comportamiento no lineal de los medios granulares.

1.4.3.1. No linealidad de Hertz/No linealidad cuadrática

La mayoría de los estudios empiezan desde la relación tensión-deformación de dos cuerpos elásticos en contacto para explicar el comportamiento acústico macroscópico de un medio granular, al menos cualitativamente. Esta relación que es la solución de Hertz (ya presentada en la ecuación 1.4), puede describir el comportamiento elástico de un medio granular regular [68]:

$$\sigma_0 = -C(-\varepsilon)^{3/2} \quad (1.69)$$

donde $C = \frac{z\phi E}{3\pi(1-\nu^2)}$ es una constante positiva con z el número de coordinación medio del medio granular, ϕ la fracción sólida, E el módulo de Young y ν el coeficiente de Poisson del material del que están hechas las esferas en contacto. Los dos signos negativos – aparecen en la ecuación 1.69 porque se ha tomado como convenio que la deformación y la tensión son negativas cuando nos encontramos en un proceso de compresión. Se han desarrollado otros modelos efectivos más complejos donde la anisotropía o las fuerzas tangenciales en el contacto son tomadas en cuenta [21, 69, 70, 71, 72]. Si una perturbación acústica de valor $\tilde{\varepsilon}$ se introduce en la ecuación 1.69, obtenemos esta nueva relación:

$$\sigma_0 = -C(-\tilde{\varepsilon} - \varepsilon_0)^{3/2} \quad (1.70)$$

donde $\tilde{\varepsilon}$ es la deformación acústica y σ es la tensión total (estática y dinámica) en el contacto. En el caso en el que la deformación acústica sea pequeña respecto a la deformación estática $|\tilde{\varepsilon}| \ll |\varepsilon_0|$, se puede proceder a un desarrollo de Taylor en la última expresión llegando a:

$$\sigma_0 = -C \left[(-\varepsilon_0)^{3/2} - \frac{3}{2}(-\varepsilon_0)^{1/2}\tilde{\varepsilon} + \frac{3}{8}(-\varepsilon_0)^{-1/2}\tilde{\varepsilon}^2 + \dots \right] \quad (1.71)$$

y si solamente seleccionamos la parte dinámica de la ecuación anterior obtenemos:

$$\tilde{\sigma} = \frac{3}{2}C(-\varepsilon_0)^{1/2}\tilde{\varepsilon} \left[1 - \frac{1}{4\varepsilon_0}\tilde{\varepsilon} + \dots \right] \quad (1.72)$$

En analogía con la teoría clásica no lineal, la tensión se puede escribir como un desarrollo en potencias de la deformación [73]:

$$\tilde{\sigma} = E\tilde{\varepsilon} [1 + \Gamma_2\tilde{\varepsilon} + \Gamma_3\tilde{\varepsilon}^3 + \dots], \quad (1.73)$$

por lo tanto el parámetro no lineal cuadrático Γ_2 para un contacto de tipo Hertz es igual a $\frac{-1}{4\varepsilon_0}$. Este parámetro predice que la no-linealidad cuadrática de un medio regular, de una cadena de esferas o de un solo contacto varía como la inversa de la deformación estática aplicada, es decir, los contactos débiles son los que originan las interacciones de tipo cuadrático. Por tanto, usando la ecuación 1.69 y haciendo un desarrollo en serie de Taylor, se puede obtener una explicación cualitativa del porqué aparecen armónicos superiores (2ω , 3ω , etc.) debido a la no linealidad que existe en el contacto entre las partículas que componen un medio granular, cuando éste se sondea con una frecuencia monocromática de valor ω [74, 75]. Dos estudios (experimental y teórico) sobre la propagación de ondas acústicas en medios granulares no cohesivos demuestran que un medio granular se puede comportar como una antena paramétrica si solo se tiene en cuenta la interacción cuadrática clásica [76, 77]. En el estudio experimental se aplicó una deformación dinámica máxima del orden $\tilde{\varepsilon} \simeq 10^{-5}$, mientras que las deformaciones estáticas eran del orden $\varepsilon_0 = \frac{\delta_0}{R} \simeq 10^{-4}$, lo que da lugar a un parámetro cuadrático no lineal de valor $\Gamma_2 \simeq 2500$. La relación 1.73 es el punto de partida del modelo teórico que se usa para explicar el fenómeno de la antena paramétrica. Esto corresponde a una no linealidad cuadrática que se puede

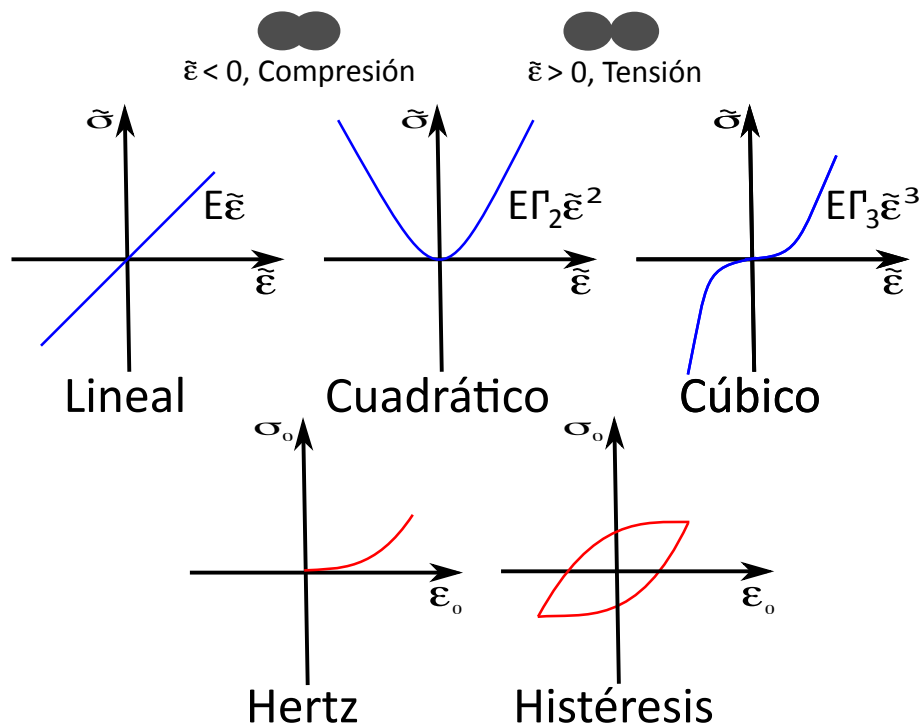


Figura 1.11: Representación esquemática de las no linealidades que se pueden detectar en los medios granulares.

explicar clásicamente y que se ha observada en diferentes medios homogéneos [73]. Sin embargo, hay que destacar que el parámetro no lineal cuadrático asociado a un medio granular ($\Gamma_2 \sim 10^3 - 10^4$) es muy superior a los encontrados en la teoría clásica de medios continuos ($\Gamma_2 \sim 10^0$) [73].

Para terminar la figura 1.11 muestra el tipo de interacciones que podemos encontrar en un medio granular cuando suponemos un contacto de tipo Hertz entre esferas y se hace un desarrollo de la perturbación acústica frente a la deformación estática (ecuación 1.72). Además, se añade el comportamiento de histéresis que predice la ecuación 1.7 para el movimiento transversal.

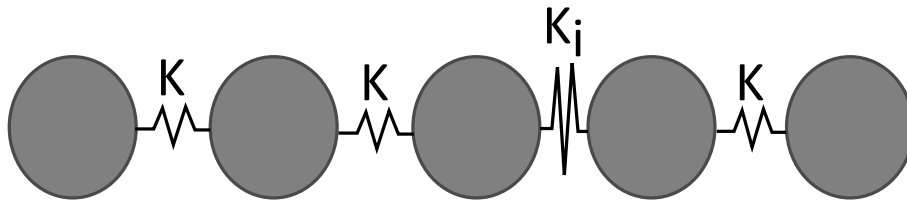


Figura 1.12: Modelo unidimensional para modelizar los medios con inhomogeneidades.

1.4.3.2. No linealidad debido a las micro-inhomogeneidades

Los medios granulares tridimensionales también presentan una linealidad debido a la no homogeneidad o desorden. Haciendo uso de un simple modelo teórico realizado por V. Zaitsev [78] y I. Belyaeva [79] se puede explicar el porqué existe una alta no linealidad elástica anómala en los sólidos que contienen micro-inhomogeneidades (sólidos policristalinos, medios granulares, sólidos con fracturas, etc.) dentro de su estructura. El modelo usado es un medio unidimensional que es constituido por una cadena de masas iguales y conectadas por resortes de longitud L cuando el sistema se encuentra en reposo. La perturbación elástica posee una longitud de onda típica λ mucho mayor que la longitud L para poder estar en el límite de onda larga ($\lambda \gg L$).

La idea principal del modelo es que hay un cierto número de resortes con una rigidez más baja que otros, para así introducir algunos defectos en el medio. La constante de rigidez de los resortes con menor rigidez es K_i , mientras que para el resto es igual a K (ver la figura 1.12). Se debe de cumplir que $K_i = \mu K$ con μ un parámetro pequeño para asegurar que K_i tiene un valor inferior a K . La densidad lineal de los elementos de la cadena se caracteriza por el valor N y N_i para los elementos con una rigidez de valor K_i . En este sistema la fuerza elástica cuasiestática F para cada elemento se puede escribir de la siguiente forma:

$$F = KX = K_i X_i \quad (1.74)$$

donde X es la elongación del resorte de mayor rigidez y X_i es la elongación del resorte más débil. La ecuación 1.74 implica que la elongación de los resortes K es diferente de la de los resortes K_i y que están relacionadas por esta ecuación:

$$X_i = \frac{K}{K_i} X = \frac{X}{\mu} \quad (1.75)$$

La elongación total X_T de una cadena compuesta por N_T elementos es igual a:

$$X_T = \sum_1^{N=N_T-N_i} X + \sum_1^{N_i} X_i = XN \left[1 + \frac{N_i}{N} \frac{1}{\mu} \right] \quad (1.76)$$

Si se divide la ecuación 1.76 entre la longitud NL (longitud inicial de la cadena sin defectos) de la cadena cuando ésta se encuentra en reposo se obtiene la deformación que es igual a:

$$\varepsilon = \frac{X}{L} \left[1 + \frac{\nu_r}{\mu} \right] \quad (1.77)$$

donde $\nu_r = N_i/N$ es la densidad relativa de los tipos de resortes que tiene la cadena. Por lo tanto, según la ecuación 1.77, la presencia de una pequeña densidad relativa no provoca cambios en la deformación. Para considerar las correcciones no lineales que aparecen en la relación tensión-deformación debidas a los defectos que contiene el medio, es necesario especificar las propiedades elásticas no lineales de cada elemento. Supondremos que el material de cada muelle se puede caracterizar mediante una pequeña desviación de la Ley de Hooke: $\sigma = E\varepsilon(1 + f(\varepsilon))$, donde $f(\varepsilon) \ll 1$ y E el módulo de elasticidad lineal. De manera general, se puede usar una ley no lineal tipo potencias para $f(\varepsilon) = \sum_{n=2} \Gamma_n \varepsilon^{n-1}$, donde Γ_n es el coeficiente no lineal de orden $-n$. Por lo tanto, la tensión en los resortes de menor rigidez se puede expresar con el siguiente desarrollo:

$$\sigma = E_i \varepsilon \left(1 + \sum_{n=2} \Gamma_n \varepsilon^{n-1} \right) \quad (1.78)$$

Los coeficientes no lineales del material para los dos tipos de resortes toman los valores típicos de medios continuos [73]. Por sencillez en el desarrollo se van a tomar que son igual a la unidad, es decir, $\Gamma_n \sim 10^0$.

Se demuestra que Γ_n^{medio} , que representa el coeficiente no lineal efectivo de orden n del material es igual a $\alpha\Gamma_n$, con

$$\alpha = \frac{1 + \nu_r/\mu^n}{[1 + \nu_r/\mu]^n} \quad (1.79)$$

y que el módulo de elasticidad medio E^{medio} es igual a βE con

$$\beta = [1 + \nu_r/\mu]^{-1} \quad (1.80)$$

El coeficiente α representa la desviación entre la no linealidad del material en función de la densidad de defectos introducidos respecto a la no linealidad que se introduce en la teoría clásica de medios continuos. El coeficiente β representa otra desviación que es la que aparece entre el módulo de elasticidad lineal de un medio homogéneo y la de un medio con inhomogeneidades. De las ecuaciones 1.79 y 1.80 se observa que cuando la densidad de defectos es muy pequeña $\nu_r \ll 1$, la teoría clásica es aplicable, ya que los parámetros α y β tienden a la unidad. En la figura 1.13 representamos los valores de β y α (coeficiente cuadrático, $n = 2$) en función de la densidad de defectos ν_r para el caso en el que μ es igual a 10^{-3} .

En la figura 1.13 se observa que el parámetro α para $n = 2$ crece de manera considerable a partir de un valor de la densidad n_r igual a 10^{-6} , dando una no linealidad en el medio dos o tres ordenes superiores que la que la que predice la teoría clásica. Sin embargo, el parámetro β permanece constante hasta valores de ν_r entre $10^{-3} - 10^{-4}$ para después empezar a decrecer, lo que daría un valor del modulo de elasticidad lineal inferior al de la teoría clásica. Concluyendo, vemos que este modelo es capaz de predecir de una manera fenomenológica una gran variación en la no linealidad cuando existen defectos o inhomogeneidades dentro de un material.

1.4.3.3. No linealidad debido al efecto de clapping

El fenómeno de clapping o aplauso en castellano, aparece cuando la onda acústica produce una deformación dinámica mayor que la deformación estática del contacto. Esto provoca que el contacto se rompa y haya un instante en

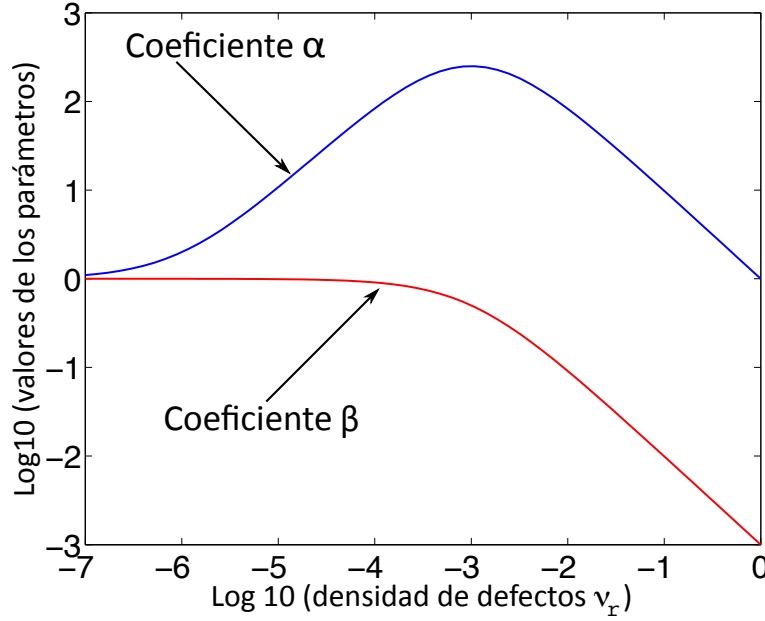


Figura 1.13: Valores de los parámetros α (coeficiente no lineal cuadrático) y β en función de la densidad de inhomogeneidades ν_r , fijando μ con un valor igual a 10^{-3} .

que las partículas no se toquen. En la figura 1.14 podemos observar de manera visual el fenómeno de clapping cuando la onda acústica se propaga a través de dos esferas en contacto. A escala de contacto esto se puede modelizar de una manera sencilla introduciendo una función de Heaviside para emular la desaparición del contacto e imponiendo que sea de tipo Hertz cuando las partículas están en contacto. Matemáticamente esto se escribe de la siguiente manera:

$$\sigma = \sigma_0 + \tilde{\sigma} = C(\varepsilon_0 + \tilde{\varepsilon})^{3/2} H(\varepsilon_0 + \tilde{\varepsilon}) \quad (1.81)$$

donde H es la función Heaviside antes citada. En este desarrollo utilizamos por convenio que para una compresión la tensión estática y la deformación estática serán positivas, es decir, $\sigma_0 > 0$ y $\varepsilon_0 > 0$. Si durante el transcurso en el que la onda se propaga se cumple que $|\tilde{\varepsilon}| \gg |\varepsilon_0|$, entonces,

$$\sigma \simeq C(\tilde{\varepsilon})^{3/2} H(\tilde{\varepsilon})^{3/2} \quad (1.82)$$

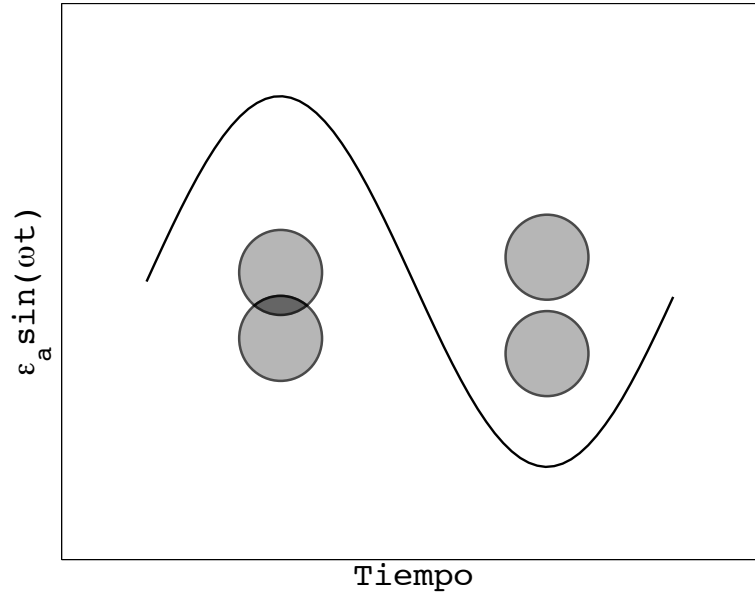


Figura 1.14: Dibujo del fenómeno de clapping en un periodo de la onda acústica.

De la expresión 1.82 vamos a obtener la no linealidad cuadrática debido al clapping calculando los coeficientes asociados al segundo armónico de la serie de Fourier. Para ello consideraremos que la excitación acústica $\tilde{\epsilon}$ tiene una forma senoidal $\tilde{\epsilon} = \epsilon_a \sin(\theta)$ con $\theta = \omega t$. Los dos términos de la serie de Fourier que contienen el segundo armónico (2ω) son los siguientes:

$$\sigma_{par}(2\omega) \simeq \left[\frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} C(\epsilon_a \sin \theta)^{3/2} H(\tilde{\epsilon}_a \sin \theta) \cos(2\theta) d\theta \right] \cos(2\omega t), \quad (1.83)$$

$$\sigma_{impar}(2\omega) \simeq \left[\frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} C(\epsilon_a \sin \theta)^{3/2} H(\epsilon_a \sin \theta) \sin(2\theta) d\theta \right] \sin(2\omega t), \quad (1.84)$$

Las integrales de las ecuaciones 1.82 y 1.83 solo serán evaluadas entre 0 y π ya que la función de Heaviside da un valor nulo entre π y 2π . Teniendo en cuenta esta consideración llegamos a:

$$\sigma_{par}(2\omega) \simeq \left[\frac{C\varepsilon_a^{3/2}}{\pi} \int_0^\pi (\sin \theta)^{3/2} \cos(2\theta) d\theta \right] \cos(2\omega t) \quad (1.85)$$

$$\sigma_{impar}(2\omega) \simeq \left[\frac{C\varepsilon_a^{3/2}}{\pi} \int_0^\pi (\sin \theta)^{3/2} \sin(2\theta) d\theta \right] \sin(2\omega t) = 0 \quad (1.86)$$

De la ecuación 1.85 se observa que la amplitud del segundo armónico depende la amplitud fundamental de la onda acústica elevada a $3/2$. Esto ocurre porque el resultado de la integral (integral elíptica) es una constante y por tanto $\sigma_{par}(2\omega) \propto \varepsilon_a^{3/2}$. Sin embargo, el valor de $\sigma_{impar}(2\omega)$ de la expresión 1.86 es 0, ya que las funciones $\sin(\theta)$ y $\sin(2\theta)$ son ortogonales en el dominio de integración. Del mismo modo se puede aplicar este método para la generación de la frecuencia diferencia ($\omega - \omega = 0$) y por tanto obtener una señal de salida no variable en el tiempo (constante) a partir de una señal de entrada periódica, lo que se conoce como fenómeno de rectificación. Si escribimos la ecuación 1.82 como una serie de Fourier y seleccionamos la componente estática se obtiene que:

$$\sigma(0) \simeq \left[\frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} C(\varepsilon_a \sin \theta)^{3/2} H(\varepsilon_a \sin \theta) d\theta \right] \sin(2\omega t), \quad (1.87)$$

Realizando las mismas consideraciones en la ecuación 1.87 para la función de Heaviside que en las ecuaciones anteriores 1.83 y 1.84, se obtiene que el comportamiento del fenómeno de rectificación es proporcional a la amplitud de excitación elevada a $3/2$ ($\sigma(0) \propto \varepsilon_a^{3/2}$) al igual que en el caso de generación de segundos armónicos. El hecho de que exista clapping en los contactos implica que la amplitud del segundo armónico generado a partir de una señal de excitación con frecuencia monocromática ω sea proporcional a la amplitud de la onda de excitación con un exponente de valor $3/2$, mientras que si el contacto no se rompe el exponente es 2 (ver 1.4.3.1). Diferentes estudios experimentales han puesto de manifiesto estos comportamientos (transición del exponente 2 hasta uno de valor $3/2$) en la generación del segundo armónico y de la señal demodulada ($\omega \simeq 0$) cuando se aumenta de manera progresiva la amplitud de excitación [80, 81].

1.5. Conclusiones

En este capítulo se han presentado los diferentes modelos de contacto con y sin adhesión más conocidos en la literatura (Hertz, JKR y DMT). Además, se ha estudiado la propagación del sonido en cadenas unidimensionales formadas por partículas con un contacto tipo Hertz obteniéndose resultados relevantes (dispersión en la velocidad y bandas prohibidas) por el mero hecho de introducir una periodicidad en la estructura. Después se han expuesto algunos comportamientos inusuales que surgen en los medios granulares que se preparan de una forma aleatoria como son el desorden y las cadenas de fuerzas. Por último, se ha estudiado mediante modelos simples la no linealidad acústica que aparece en estos medios llegando a la conclusión de que la transmisión del sonido depende principalmente de tres características que son: el desorden, la no linealidad y la dispersión debida a la periodicidad de la geometría.

Capítulo 2

Propagación del sonido en medios granulares cohesivos a baja consolidación

2.1. Introducción

Durante este segundo capítulo se estudia la propagación del sonido en diferentes medios granulares compuestos por partículas de acero, magnetita y vidrio que son consolidados bajo su propio peso. Esto se lleva a cabo mediante dos métodos acústicos no invasivos que dan un buen acuerdo en la estimación de la velocidad de la onda longitudinal V_p . En el primer método, la velocidad se determina a través de los picos de resonancia que se detectan en nuestra capa de polvo, mientras que en el segundo la velocidad se obtiene con el tiempo de vuelo de un pulso corto que viaja por la muestra. Ambos métodos se exponen con todo detalle durante el capítulo, además de describir los dos montajes experimentales donde se implementan. Las muestras de un mismo material (magnetita o acero) que se sondean acústicamente tienen diferentes tamaños de partícula, lo que permite observar como varía la velocidad en función de éste. A su vez el tamaño de partícula está ligado con las fuerzas atractivas que aparecen entre partículas, por lo que va a determinar el comportamiento macroscópico

del medio granular. Por ejemplo, cuando aumentan las fuerzas atractivas entre partículas se producen dos efectos que compiten en la evolución de la velocidad en el medio granular; por una parte la fracción sólida disminuye y por otra los contactos se hacen más rígidos. Para interpretar los resultados experimentales usamos la Teoría del Medio Efectivo desarrollada por Makse *et al* [19], con la que se llega a la conclusión de que las fuerzas cohesivas que aparecen en polvo fino empaquetado de manera aleatoria juegan un papel importante en la propagación del sonido. Por último, destacar la gran precisión que presentan los métodos ultrasónicos en la caracterización de medios granulares cohesivos.

2.2. Materiales

Los resultados experimentales que se exponen en este capítulo 2 se han obtenido con diferentes medios granulares que están compuestos por una agregación permanente de partículas micrométricas fabricadas con dos tipos de materiales. Los materiales con los que se hicieron las esferas son acero (densidad de las partículas $\rho_p = 7,92 \text{ g/cm}^3$, tamaños $d_p = 110, 50, 35 \text{ }\mu\text{m}$) y magnetita (densidad de las partículas $\rho_p = 5,06 \text{ g/cm}^3$, tamaños $d_p = 60, 50, 35 \text{ }\mu\text{m}$). En la figura 2.1 se puede ver una partícula de cada material de tamaño nominal $35 \text{ }\mu\text{m}$. La forma de las partículas de estos materiales es similar a la de las partículas representadas.

Como se observa en la figura 2.1, el polvo de magnetita de tamaño nominal $35 \text{ }\mu\text{m}$ tiene una forma casi esférica, mientras que el polvo de acero de tamaño nominal $35 \text{ }\mu\text{m}$ es muy irregular. En la figura 2.2 presentamos la distribución de tamaño para las muestras de acero y magnetita con un tamaño de $35 \text{ }\mu\text{m}$. Lo que ocurre con las muestras más pequeñas de magnetita y acero en la distribución de tamaño se puede trasladar al resto de muestras, es decir, el ancho de la distribución de tamaño de las muestras de acero es mayor que el de las muestras de magnetita. En los siguientes sub-apartados se exponen las fuerzas que existen entre este tipo de partículas, así como los parámetros característicos de un medio granular cohesivo. Para más información sobre las muestras usadas,

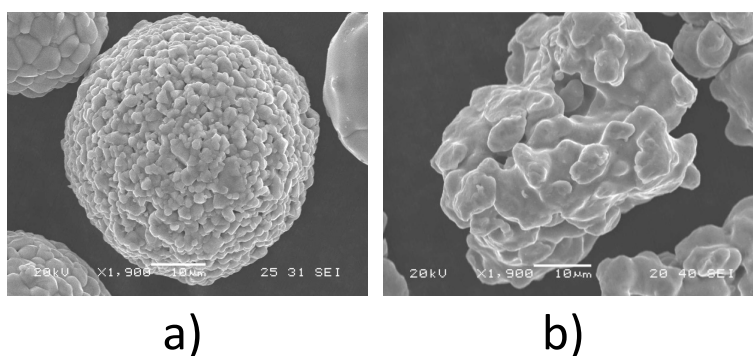


Figura 2.1: Imágenes obtenidas con un microscopio electrónico de barrido (SEM): partículas de magnetita (a) y de acero (b) de una muestra de material con tamaño nominal de 35 micrómetros.

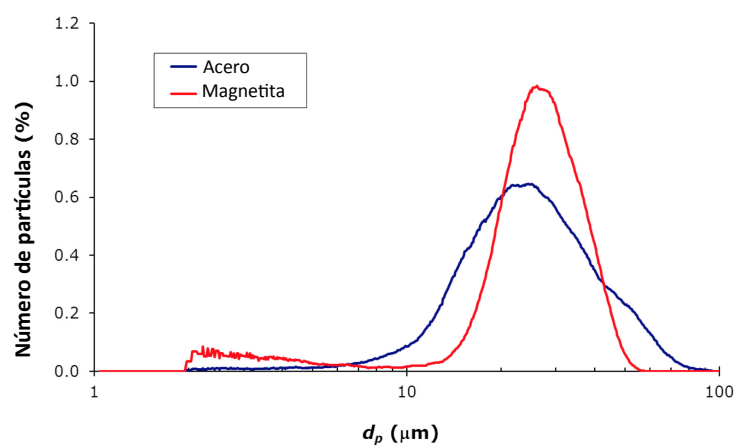


Figura 2.2: Distribución de tamaño para las muestras de acero y magnetita con un tamaño nominal medio de partícula de 35 μm .

se puede recurrir a un trabajo previo a este estudio [82], donde las muestras granulares de magnetita y acero se caracterizaron con gran profundidad.

2.2.1. Fuerzas entre partículas

Los materiales granulares manifiestan un comportamiento muy sofisticado. Tanto en el caso de problemas estáticos como dinámicos no existe un único modelo teórico que permita calcular los campos de tensiones y deformaciones (en problemas estáticos) o los campos de tensiones o velocidades (en problemas dinámicos) en todas las posibles situaciones. El estudio de los medios granulares difiere, por tanto, de la de los medios continuos, donde por ejemplo la Teoría de la Elasticidad Lineal y la Mecánica de Fluidos son capaces de describir una enorme variedad de fenómenos. En ambos campos una ecuación diferencial general (la ecuación de equilibrio de tensiones y la ecuación de Navier-Stokes) se complementa con una ecuación constitutiva que describe el comportamiento del medio. En el caso de los medios granulares la inexistencia de un modelo teórico único se debe a la falta de una ecuación constitutiva general para los medios granulares. En el caso de problemas estáticos, las tensiones en el interior de un medio granular se suelen calcular cerrando la ecuación de equilibrio de tensiones con la condición de que las tensiones en el medio cumplen una condición algebraica que recibe el nombre superficie de fluencia del medio [83]. Dicho nombre proviene del hecho de que la condición algebraica describe una superficie en el espacio de las tensiones principales. A esta hipótesis se la conoce como aproximación de flujo incipiente, pues es equivalente a admitir que el tensor de tensiones en el medio granular es tal que cualquier perturbación que incremente ligeramente los valores de las tensiones, por pequeña que sea, causa un flujo en el medio granular. Desde el punto de vista matemático, dar por válida la aproximación de flujo incipiente significa aceptar que el medio granular se comporta como un medio rígido plástico, en el que una tensión aplicada no causa ninguna deformación hasta que se sobrepasa cierto valor límite que da lugar a un flujo plástico del material. Admitir la aproximación de equilibrio incipiente presenta un problema conceptual, pues el paso de una onda sonora en un medio material causa una perturbación en el estado de tensiones del medio sin que exista un flujo del material. Más aún, al estudiar la propagación

de una onda sonora en un medio granular supondremos que las deformaciones y las perturbaciones al estado de tensiones causadas por el paso de la onda están relacionadas entre sí por coeficientes elásticos, como si el medio granular fuera un medio continuo cuya ecuación constitutiva fuera la Ley de Hooke. Ambos puntos de vista pueden reconciliarse si tenemos en cuenta que la aproximación de flujo incipiente da lugar a soluciones de la ecuación de equilibrio de tensiones, llamadas (no muy acertadamente por inducir a confusión) estados de Rankine, entre las que puede encontrarse el estado de tensiones real del material. Por tanto, en lo que respecta a los trabajos presentados en esta tesis, consideraremos como hipótesis que el estado de tensiones del medio granular en la situación objeto de estudio está lo suficientemente cerca de la solución proporcionada por la aproximación de flujo incipiente como para que esta última sea una buena aproximación al estado de tensiones real del material y al mismo tiempo, lo bastante lejos como para que la perturbación a las tensiones causada por el paso de una onda sonora no sea capaz de llevar al estado de tensiones perturbado del material (es decir, el existente en ausencia de onda más el asociado a la onda) por encima del límite de fluencia del material. Teniendo en cuenta lo dicho anteriormente, se va a proceder a describir las fuerzas entre partículas que aparecen en nuestros medios granulares de una manera rigurosa con sus correspondientes ecuaciones. Las dos fuerzas predominantes en nuestros medios granulares son: las fuerzas de Van der Waals y las fuerzas de compresión entre granos debidas al peso de de la muestra. Las expresiones de las fuerzas sirven para estimar los valores de éstas y saber cuáles de las dos fuerzas es la más importante. Otros tipos de fuerzas cohesivas que pueden aparecer en un medio granular son las capilares y las triboeléctricas. Sin embargo, estos dos tipos de fuerza no están presentes en nuestros experimentos, ya que el polvo es neutro, es decir, no tiene una carga eléctrica, por lo que no puede haber ninguna fuerza eléctrica entre partículas, ni tampoco ninguna fuerza capilar, ya que no se añade ningún tipo de líquido en el proceso de preparación de la muestra.

2.2.1.1. Fuerzas de Van der Waals entre un semi-espacio rígido y una esfera rígida de radio R

Consideramos la interacción entre un semi-espacio rígido y una esfera rígida que distan de una distancia de separación z . La integración del potencial de Lennard-Jones nos proporciona el potencial de interacción por unidad de área entre las dos cuerpos [84]:

$$U(z) = -\frac{A_{ab}}{6} \left[\frac{2R(R+z)}{(2R+z)z} + \ln \frac{z}{2R+z} \right] + \frac{B_{ab}}{6} \left[\frac{6R-z}{z^7} + \frac{8R+z}{(2R+z)^7} \right] \quad (2.1)$$

cuya fuerza de interacción es igual a:

$$F(z) = -\frac{dU}{dz} = -\frac{2R^3 A_{ab}}{3z^2(2R+z)^2} + B_{ab} \left[\frac{7R-z}{z^8} + \frac{9R+z}{(2R+z)^8} \right] \quad (2.2)$$

con $A_{ab} = \pi^2 C_{ab} \rho_a \rho_b$ la constante de Hamaker y $B_{ab} = \pi^2 D_{ab} \rho_a \rho_b / 1260$, donde ρ_a y ρ_b son el valor de las densidades numéricas moleculares de los cuerpos a y b , C_{ab} la constante de London y D_{ab} el término repulsivo de Born. Para esferas con un radio grande en comparación con la distancia de separación, el potencial puede ser escrito de la siguiente forma:

$$U(z) = -\frac{A_{ab} R}{6} \frac{1}{z} + B_{ab} \frac{R}{z^7} \quad (2.3)$$

Con la expresión anterior del potencial la fuerza puede ser aproximada con bastante precisión por

$$F(z) = -\frac{A_{ab} R}{6z^2} + B_{ab} \frac{7R}{z^8} \quad (2.4)$$

Reescribiendo la constante B_{ab} en función de la distancia de equilibrio z_0 ($B_{ab} = A_{ab} z_0^6 / 42$) de ambos cuerpos sometidos a esta fuerza por unidad de área se tiene:

$$F(z) = -\frac{A_{ab} R}{6z_0^2} \left[\left(\frac{z_0}{z} \right)^2 - \left(\frac{z_0}{z} \right)^8 \right] \quad (2.5)$$

Esta distancia z_0 tiene unos valores típicos comprendidos entre los 1 y 5 Å [84, 85, 86, 87]. La fuerza adhesiva, también llamada “pull-of force”, es la fuerza máxima

por unidad de área necesaria para separar los cuerpos y es dada por el valor máximo de $F(z)$, el cual se da a una distancia de $z_m = 2^{1/3} z_0$,

$$F_a = -\frac{A_{ab}R}{2^{10/3}z_0^2} \simeq \frac{A_{ab}R}{10z_0^2} \quad (2.6)$$

La energía de adhesión es el trabajo realizado por unidad de área para mover los cuerpos desde z_0 hasta el infinito

$$w_{ab} = -\int_{z_0}^{\infty} F(z)dz = -U(z_0) = \frac{9A_{ab}R}{710^{10/3}z_0} \quad (2.7)$$

Por lo tanto se tiene que la fuerza de adhesión puede ser escrita en función de la energía de adhesión de la siguiente forma:

$$F_a = \frac{7}{9} \frac{w_{ab}}{z_0} \simeq \frac{w_{ab}}{z_0} \quad (2.8)$$

Se puede comprobar que la fuerza dada por la ecuación 2.2 decrece más rápidamente que la expresión dada por la ecuación 2.5 por lo que el valor de $U(z_0)$ está sobrestimado y que el cociente entre F_a y el trabajo de adhesión w_{ab} es más pequeño.

2.2.1.2. Fuerzas de Van der Waals entre dos esferas rígidas

De una manera ideal, se puede considerar que nuestros medios granulares están compuestos por esferas que son prácticamente rígidas cuando ya han sido consolidados o cuando una onda acústica viaja a través de éstos. El potencial de interacción para calcular la fuerza de Van der Waals entre dos esferas rígidas viene dado por [1]:

$$\begin{aligned}
U(z) = & -\frac{A_{ab}}{6} \left[\frac{2R_1R_2}{z^2 + 2(R_1 + R_2)z} + \frac{2R_1R_2}{z^2 + 2(R_1 + R_2)z + 4R_1R_2} \right. \\
& + \ln \frac{z^2 + 2(R_1 + R_2)z}{z^2 + 2(R_1 + R_2)z + 4R_1R_2} \left. \right] \\
& + \frac{B_{ab}}{30(R_1 + R_2 + z)} \left[\frac{30R_1R_2 - 5(R_1 + R_2) + z^2}{z^7} \right. \\
& + \frac{R_1(40R_1 - 14R_2) + (5R_1 - 9R_2) - z^2}{(2R_1 + z)^7} \\
& + \frac{R_2(40R_2 - 14R_1) + (5R_2 - 9R_1) - z^2}{(2R_2 + z)^7} \\
& \left. + \frac{14(R_1^2 + R_2^2) + 58R_1R_2 + 9(R_1 + R_2)z + z^2}{(2R_1 + 2R_2 + z)^7} \right] \tag{2.9}
\end{aligned}$$

donde R_1, R_2 son los radios de cada esfera y z su separación. La solución para la parte atractiva se puede encontrar en [88]. Se puede verificar que esta expresión se reduce a la expresión 2.1 si hacemos tender a infinito uno de los dos radios (R_1 o R_2). Para radios mucho mayores que la separación z , la expresión se reduce a 2.3 con $1/R = 1/R_1 + 1/R_2$ y la fuerza adhesiva es la mitad de la encontrada entre una esfera y un plano. Sin embargo, en todos nuestros experimentos se cumple que $1/R = 1/R_1 + 1/R_2 \gg z$, por lo que es válido aproximar la ecuación 2.9 por la expresión $U(z) = -\frac{A_{ab}R}{6z}$ en la que se desprecia la parte repulsiva del potencial de interacción por ser de muy corto alcance. Por tanto, la expresión $F(z) = -\frac{A_{ab}R}{6z^2}$ que se obtiene partir del nuevo potencial de interacción aproximado, es la que se usará en los próximos capítulos para estimar la fuerza de atracción entre dos partículas.

2.2.1.3. Fuerzas de compresión entre granos sometidos a la tensión provocada por el peso del medio granular

Para estimar las fuerzas de compresión recurriremos a un experimento clásico que sirve para caracterizar el efecto de los arcos que aparecen en el interior de un medio granular [89]. Las cadenas de fuerza que se explicaron en el capítulo anterior tienden a formar una estructura con arcos, cuando se ejerce una

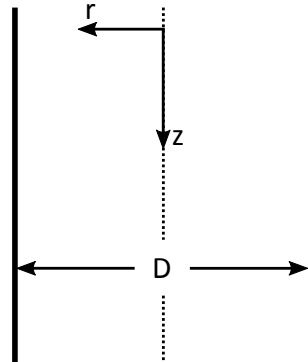


Figura 2.3: Definición de símbolos.

cierta tensión de consolidación sobre el medio granular. Este experimento consiste en verter una masa M_v de granos en un recipiente, en el cual, el fondo es independiente de las paredes. De esta manera, el peso medido en el fondo del recipiente tiene que ser igual al valor del peso aparente de la muestra que hemos vertido. Realizando esto mismo en un fluido se demuestra que estos dos valores son idénticos (peso aparente y peso medido), es decir, la tensión provocada por la tensión hidrostática es linealmente dependiente de la profundidad h . Sin embargo, si vertimos granos en el recipiente se observa que el peso medido es solamente una parte del peso aparente. Para explicar este fenómeno conocido como el efecto “Jansen” usaremos el método de capas delgadas diferenciales “Method of Differential Slices” [83]. El efecto de Jansen se puede obtener de manera analítica cuando se calcula la distribución de tensiones que existen en un recipiente cilíndrico de diámetro D cuando éste contiene un medio granular sin cohesión (véase figura 2.3).

Se han tomado los ejes asociados a las coordenadas cilíndricas (r, z) con un origen situado en el centro de la superficie superior del medio granular, es decir, la altura máxima del medio granular en el recipiente cilíndrico. Para llevar a cabo este cálculo supondremos que estas dos suposiciones son ciertas:

i) Todas las tensiones que existen en el medio granular σ_{zz} , σ_{rr} , τ_w (tensión debida a la fricción entre la pared del recipiente y el medio granular) son uniformes

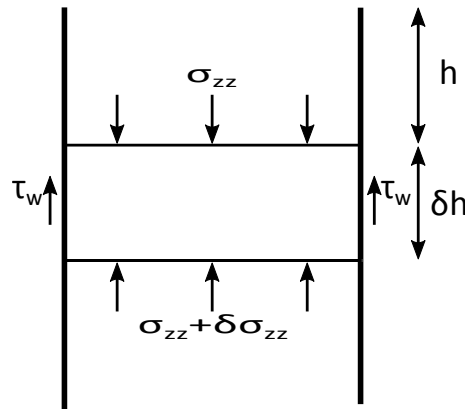


Figura 2.4: Tensiones en un elemento cilíndrico.

a través de cualquier sección horizontal del material

ii) σ_{zz} y σ_{rr} , las tensiones verticales y horizontales son tensiones principales.

Estas dos suposiciones no son ciertas, pero se tomarán como correctas para calcular las expresiones de las tensiones, ya que permiten obtener el efecto Jansen de una manera relativamente sencilla. Existen mejores análisis (como el de Walker), en los cuales se obtienen el efecto Jansen y donde las suposiciones que se toman son menos restrictivas, pero por contra tienen un desarrollo más complejo [83]. De la figura 2.4 se hace un balance de fuerza en la capa diferencial que está ubicada a una profundidad h respecto la superficie superior del recipiente que contiene al medio granular.

Si la suposición i) se cumple, no es necesario realizar la integrales de superficie para calcular las fuerzas que actúan en el elemento diferencial de material. Resolviendo verticalmente se llega a:

$$\frac{\pi D^2}{4}\sigma_{zz} + \frac{\pi D^2}{4}\gamma\delta h = \frac{\pi D^2}{4}(\sigma_{zz} + \delta\sigma_{zz}) + \pi D\delta h\tau_w \quad (2.10)$$

o de manera diferencial:

$$\frac{d\sigma_{zz}}{dh} + \frac{4\tau_w}{D} = \gamma \quad (2.11)$$

con $\gamma = \rho_p\phi g$. Dado que el medio granular ha sido supuesto sin cohesión, se

cumple que [83]:

$$\tau_w = \mu_w \sigma_{rr} \quad (2.12)$$

con μ_w el coeficiente de fricción entre la pared del recipiente y el medio granular. Este coeficiente de fricción μ_w se puede medir y depende del material y de la forma que tienen los materiales que componen el recipiente y el medio granular. Además, se sabe que para materiales sin cohesión, el cociente entre las tensiones principales es una constante. Por tanto se puede escribir que:

$$\sigma_{rr} = K \sigma_{zz} \quad (2.13)$$

donde K es conocida como la constante de Jansen.

Sustituyendo las ecuaciones 2.12 y 2.13 en 2.11 da la siguiente expresión:

$$\frac{d\sigma_{zz}}{dh} + \frac{4\mu_w K}{D} \sigma_{zz} = \gamma \quad (2.14)$$

que es una ecuación diferencial de primer orden con la siguiente solución:

$$\sigma_{zz} = \frac{\gamma D}{4\mu_w K} + C e^{-\frac{4\mu_w K h}{D}} \quad (2.15)$$

donde C es una constante arbitraria determinada por las condiciones de frontera. Imponiendo un valor de carga $\sigma_{zz} = 0$ para $h = 0$, se obtienen las siguientes relaciones para todas las tensiones que aparecen en nuestro problema.

$$\sigma_{zz} = \frac{\gamma D}{4\mu_w K} \left[1 - e^{-\frac{4\mu_w K h}{D}} \right] \quad (2.16)$$

$$\sigma_{rr} = \frac{\gamma D}{4\mu_w} \left[1 - e^{-\frac{4\mu_w K h}{D}} \right] \quad (2.17)$$

$$\tau_w = \frac{\gamma D}{4} \left[1 - e^{-\frac{4\mu_w K h}{D}} \right] \quad (2.18)$$

El peso medido por una balanza colocada en la base del recipiente cilíndrico es igual a la tensión σ_{zz} multiplicada por el área del recipiente ($A = \pi D^2/4$). Haciendo la operación descrita anteriormente llegamos a:

$$p_{medido} = \sigma_{zz} \pi D^2 / 4 = \frac{\gamma \pi D^3}{16 K \mu_w} \left[1 - e^{-\frac{4 \mu_w K h}{D}} \right] \quad (2.19)$$

La expresión 2.19 no coincide con el peso aparente que puede ser calculado con la siguiente expresión:

$$p_{aparente} = \rho_p \phi g \frac{\pi D^2}{4} h = \gamma \frac{\pi D^2}{4} h \quad (2.20)$$

La no coincidencia del peso vertido con el peso medido es lo que llamamos efecto Jansen. Sin embargo, cuando el exponente de la exponencial negativa en la ecuación 2.19 es pequeño ($\frac{4 \mu_w K h}{D} \ll 1$), el peso medido y el peso aparente si que es idéntico tal y como ocurre en los fluidos.

Todas las expresiones obtenidas son una aproximación de las tensiones reales σ_{zz} , σ_{rr} y τ_w que existen en un recipiente con una base circular de diámetro D . Sin embargo, los valores de las tensiones calculados pueden ser extendidos a cualquier recipiente que tenga una base diferente de la circular. Para ello, solo hay que intercambiar D por el parámetro D_H . Este nuevo parámetro D_H es conocido en mecánica de fluidos como el diámetro hidráulico medio y se define con la siguiente fórmula:

$$D_H = \frac{4A}{P} \quad (2.21)$$

donde A es el área de la base del recipiente y P su perímetro. En el caso de que el recipiente tenga una base rectangular, el diámetro medio hidráulico toma la siguiente forma:

$$D_H = \frac{4l_1 l_2}{2(l_1 + l_2)} \quad (2.22)$$

y si uno de los lados es mucho mayor que el otro ($l_1 \gg l_2$) se llega a que D_H es aproximadamente el valor $2l_2$.

Una vez conocidas las tensiones debidas al peso de la muestra, es posible estimar el valor de la fuerza de compresión f_c entre granos gracias a la fórmula de Rumpf [90, 91]:

$$f_c \simeq \sigma \frac{\pi d_p^2}{z\phi} \quad (2.23)$$

donde z es el número de coordinación y $\sigma = \frac{\sigma_{zz} + \sigma_{rr}}{2}$ el valor de la tensión media. El error en la estimación de la fuerza de compresión f_c será menor en el caso en el que nuestro medio granular tenga una distribución angular de contactos isotrópica y una tensión hidrostática ($\sigma = \sigma_{zz} = \sigma_{rr}$), ya que la fórmula Rumpf es válida para la situación en la que el medio granular se encuentra sometido a una tensión hidrostática y su distribución angular de contactos es isotrópica. La expresión 2.23 se va a usar en la tesis, siempre y cuando se necesite estimar el valor de la fuerza de compresión entre granos.

2.2.2. Parámetros característicos de los medios granulares

Antes de pasar a explicar los métodos acústicos de caracterización y exponer los resultados experimentales, es conveniente presentar los parámetros más relevantes en la caracterización de un medio granular cohesivo.

1) parámetros de partícula:

-Tamaño de partícula: El tamaño de los granos que constituyen un medio granular abarca desde algunas micras hasta el orden de metros o mayores. Así algunos ejemplos son los granos de arroz, arena, rocas e incluso el material que forma los anillos de Saturno. Para partículas esféricas el tamaño de la partícula queda determinado por el valor de su diámetro d_p . Sin embargo, cuando las partículas no son esféricas se definen varios conceptos que dan información sobre el tamaño de éstas. El diámetro esférico equivalente d_{esf} es el diámetro de la esfera que tiene el mismo volumen que la partícula. Otra medida de tamaño de partícula que se suele usar es el diámetro efectivo d_{ef} que es definido como el valor del diámetro de aquella esfera que tiene la misma relación superficie/volumen que la partícula considerada. Los medios con partículas de

un tamaño menor a 0,3 mm se les llama polvos y tienen unas propiedades diferentes que los sistemas de partículas con un tamaño mayor. Las propiedades más relevantes provienen del hecho de que las fuerzas de contacto debidas a la atracción (tipo de Van der Waals, capilar, eléctrica o magnética, etc.) entre partículas empiezan a ser de magnitud comparable al peso de los granos.

-Forma de las partículas: Siempre se supone que las partículas son esféricas, ya que ésta es la forma más sencilla de estudiar un medio granular en su conjunto. Sin embargo, esto no ocurre así siempre, debido a que existen muchas situaciones en las que las partículas pueden tener una forma diferente de la de una esfera. En la naturaleza nos encontramos por ejemplo, que los granos de lenteja tienen forma de esferoide oblatos (esfera aplastada) o que los granos de arroz tienen una forma de esferoides prolatos (esfera alargada). Cuando se analiza el comportamiento de un medio granular hay que tener en cuenta la forma de las partículas. Existen diversos experimentos en los que se demuestra que la fracción sólida de un medio granular o las distribuciones de las redes de fuerza se pueden modificar al variar la forma de las partículas [92, 93].

2) parámetros de microestructura del medio granular:

-Número de coordinación: Este parámetro ya ha sido definido en el capítulo anterior, aunque aquí se explica de forma más detallada y se va a dar una expresión analítica que sirve para estimarlo en partículas finas. El número de coordinación z de una partícula es definido como el número de partículas vecinas con las que está en contacto. Dada una configuración, el número de coordinación tiene una distribución estadística y su valor medio está relacionado con el valor medio de contactos que tiene una partícula. Hay que aclarar que en un medio granular no todos los contactos son iguales. De manera que pueden distinguirse tres tipos de contactos entre los granos:

- “contactos activos”: Son los contactos que soportan y transmiten la tensión

en un medio granular.

- “contactos geométricos”: Son los contactos en los cuales las partículas están en contacto pero no soportan ni transmiten tensiones.

- “contactos a presión”: No son contactos a una determinada tensión pero si se aumenta pueden llegar a serlo.

Para estimar el número de coordinación z en función de la fracción sólida en nuestras de polvo fino usaremos la expresión mencionada por Suzuki [94]:

$$z = 1,61(1 - \phi)^{-1,48} \quad (2.24)$$

y discutida en detalle por Jaraiz [95]. La expresión de Suzuki 2.24 se obtiene mediante simulaciones numéricas. Estas simulaciones se realizan en un medio granular compuesto por partículas del mismo tamaño con una distribución aleatoria de contactos. Por último, hay que añadir que existen muchas más funciones que son capaces de estimar número de coordinación medio z de un medio granular en función de la fracción sólida ϕ . Sin embargo, resulta que apenas hay diferencias entre los valores del número de coordinación que predicen.

Polidispersidad: Un medio granular es polidisperso cuando el tamaño de las partículas que lo componen no son iguales. Para poder calcular la polidispersidad es necesario contar previamente todas las partículas que tienen un diámetro determinado, lo que dará lugar a una distribución de diámetros. La polidispersión se define entonces como la varianza de la distribución de diámetros:

$$PDI = \sigma_d^2 = \frac{\sum_{i=1} (d_i - \bar{d}_p)^2}{N} \quad (2.25)$$

con d_i el diámetro de la partícula $-i$, \bar{d}_p el diámetro medio de las partículas, N el número total de partículas y σ_d^2 la varianza de la distribución. La polidispersión juega un papel importante en un medio granular compuesto por diferentes

mezclas granulares granulares debido a que si éste es sometido a un movimiento vertical oscilante, aparecen fenómenos de segregación de partículas según el tamaño de los granos [96, 97].

3) parámetros de macroscópicos del medio granular:

-Fracción sólida: Cuando se considera un medio granular, es necesario tener en cuenta las partículas que lo componen, así como los huecos que existen entre ellas. Las partículas siempre se agrupan dejando huecos entre sí, aunque el medio granular esté muy consolidado. La fracción sólida ϕ se define con la relación:

$$\phi = \frac{V_r}{V_t} = \frac{N \frac{4}{3} \pi R^3}{V_t} \quad (2.26)$$

con V_r el volumen correspondiente a la masa de las de partículas (volumen real de los granos), V_t el volumen total (huecos más partículas), N el número total de partículas y R el radio de éstas. En el capítulo anterior se mostró una tabla con los valores de la fracción sólida para diferentes medios granulares no cohesivos ordenados y sin ordenar. Una formulación alternativa a la fracción sólida es la densidad efectiva ρ_{ef} , que se obtiene al dividir la masa total del medio granular M_t por el volumen total que ocupa.

$$\rho_{ef} = \frac{M_t}{V_t} \quad (2.27)$$

Esta densidad efectiva puede ser escrita en función de la densidad ρ_p del material del que están hechas las partículas y de la fracción sólida ϕ :

$$\rho_{ef} = \rho_p \phi \quad (2.28)$$

Si lo que se quiere conocer es la porosidad, es decir, la cantidad de huecos en tanto por uno basta con aplicar la siguiente fórmula:

$$e = \frac{M_h}{V_t} = 1 - \phi \quad (2.29)$$

-Cohesión y resistencia a la tracción: Para explicar estos dos parámetros usaremos un modelo sencillo que fue introducido por Coulomb [98]. En él se asume que el medio granular es un medio continuo con densidad uniforme ρ . En el equilibrio el tensor de tensiones σ cuyas componentes son σ_{ij} satisface la siguiente ecuación:

$$\nabla \cdot \sigma + \mathbf{f} = 0 \quad (2.30)$$

con sus correspondientes condiciones de frontera. Aquí \mathbf{f} es la fuerza por unidad de volumen que en la mayoría de los casos es $\rho \mathbf{g}$ con \mathbf{g} la aceleración provocada por la gravedad. El medio granular siempre permanece en equilibrio, a menos que exista un punto en el que haya un plano en el que se cumpla $|\tau| = \mu_{nc} \sigma$ con $|\tau|$ el valor absoluto de la tensión tangencial y σ la tensión normal que actúa sobre ese plano. El parámetro μ_{nc} es el coeficiente de fricción interna de un medio granular no cohesivo. Del coeficiente de fricción, es posible definir el ángulo de fricción interna como $\alpha_{nc} = \arctan \mu_{nc}$. Para materiales cohesivos la relación entre τ y σ es generalizada a $|\tau| = \mu_c (\sigma + \sigma_t)$ con $\mu_c = \tan \alpha_c$ y σ_t la resistencia a la tracción. Si un mismo material es comprimido hasta llegar a una densidad uniforme más elevada, el ángulo de fricción interna y la resistencia a la tracción también aumentan. En el modelo de Coulomb la relación entre τ y σ es una línea recta para cualquier material granular, ya sea cohesivo o no cohesivo y es llamado en inglés “Coulomb yield locus of the material” (ver figura 2.5). El valor de la tensión tangencial τ necesaria para romper el material cuando éste no está sometido a un esfuerzo normal $C = \tau_{\sigma=0} = \mu_c \sigma_t$ es por definición la cohesión. De manera que se puede decir que la resistencia a la tracción σ_t de un medio granular cohesivo es una forma de cuantificar la capacidad de soportar una tensión normal cuando no existe una tensión tangencial τ aplicada, mientras que con la cohesión C se consigue medir la capacidad del medio para soportar una tensión tangencial cuando no hay una tensión normal σ actuando sobre éste.

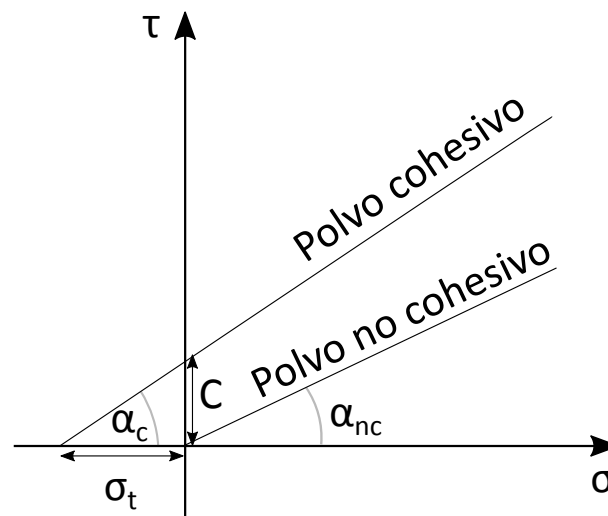


Figura 2.5: Coulomb yield locus en medios granulares cohesivos y no cohesivos.

-Número de Bond: Este número es definido como la relación entre la fuerza de atracción entre partículas, F_a , y el peso de la partícula, mg . Por tanto su expresión se puede escribir de la siguiente forma:

$$Bo_g = \frac{F_a}{mg} \quad (2.31)$$

Las fuerzas atractivas entre partículas pueden ser fuerzas de tipo Van Waals para polvos secos y neutros, fuerzas electrostáticas, fuerzas capilares [7, 8, 9, 10, 11]. Los medios granulares se pueden caracterizar según el valor del número de Bond. Por ejemplo un medio granular cohesivo tiene un número de Bond mucho mayor que la unidad ($Bo_g \gg 1$), mientras que en uno no cohesivo es menor o igual que la unidad ($Bo_g \leq 1$). Además, algunos trabajos han demostrado que el número de Bond Bo_g es capaz de predecir si el medio granular fluye bien o mal y pronosticar cómo será su estado de fluidización, es decir, el estado en el que peso de la muestra es soportado por la caída de presión de un gas que atraviesa la muestra granular y en el que la interacción entre las partículas es prácticamente nula [99, 100, 101, 102, 103, 104].

2.3. Métodos acústicos de caracterización

Los dos métodos empleados en este capítulo sirven para medir la velocidad longitudinal de una acústica V_p en cualquier muestra, que en nuestro caso es un medio granular. El primer método implementado es conocido como tiempo de vuelo y lo denotaremos con el acrónimo TOF (time of flight) cuando nos refiramos a éste. El método consiste en generar un pulso-seno de tipo eléctrico que se inyecta a un transductor emisor. Este pulso-seno tiene un valor de la frecuencia central que va desde los 2 kHz hasta los 20 kHz y se repite cada 5 ms para realizar medias temporales con el fin de reducir el ruido de la medida. Después de enviar la señal acústica por el transductor emisor, ésta es recibida en forma eléctrica por un micrófono de presión, una vez que se ha propagado a través la capa de polvo. Nosotros definimos el tiempo de vuelo como la diferencia de tiempo entre el primer valor máximo de la señal eléctrica con la que se excita el transductor emisor y el primer valor máximo de la señal eléctrica que se recibe por el micrófono receptor. Finalmente, se puede obtener la velocidad longitudinal si la distancia entre el transductor y el micrófono es conocida.

El segundo método para medir V_p se basa en la detección de las múltiples frecuencias de resonancia cuando se forma una onda estacionaria en la capa de polvo. Este método es muy común en la literatura y se basa en obtener la respuesta en frecuencia de la capa de polvo. A partir de ahora, se nombrará en el texto como método FRF (frequency transfer function). El medio se excita con un barrido senoidal $s(t)$ cuya frecuencia cambia muy lentamente de una manera lineal con respecto al tiempo. El proceso en el que la frecuencia va cambiando tiene una duración de unas pocas docenas de segundos (~ 100 s). Como las impedancias mecánicas del emisor, receptor y paredes de la celda son mucho mayores que la impedancia del medio granular, se puede considerar como buena aproximación que la capa de polvo tiene fronteras rígidas [105]. El emisor se caracterizó con un vibrómetro láser que es capaz de medir el desplazamiento del centro de la superficie emisora (transductor emisor). Éste se representa en

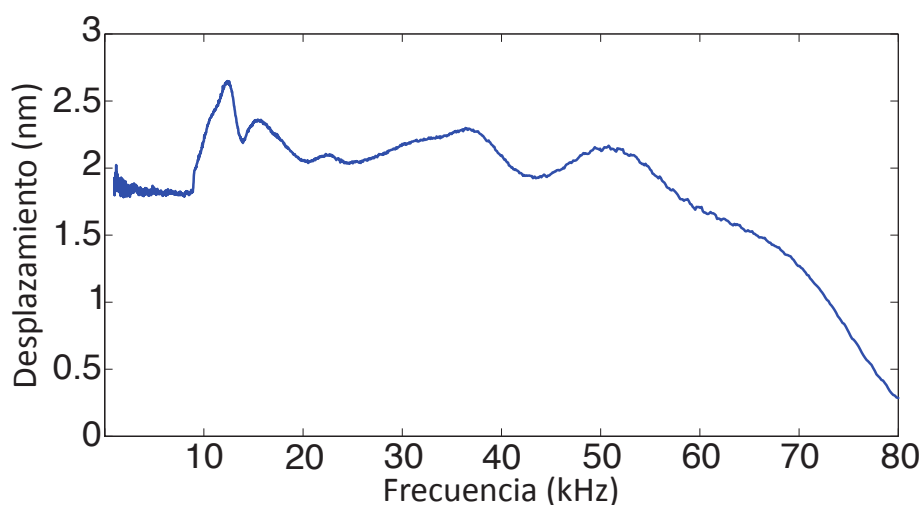


Figura 2.6: Amplitud del desplazamiento del punto central del transductor emisor en función de la frecuencia.

función de la frecuencia en la figura 2.6 y es prácticamente constante en el rango de frecuencia (0 – 60) kHz. Notamos que para este rango de frecuencias, el desplazamiento de la superficie del emisor es independiente de la frecuencia y muy cercano al de un pistón circular.

Para las frecuencias superiores a 60 kHz nos acercamos al primer anti-nodo (anti-resonancia ~ 80 kHz) de vibración del punto central de la superficie, ya que se observa una disminución considerable en la amplitud del desplazamiento. La amplitud de los desplazamientos del punto central del transductor tiene un valor de unos ~ 2 nm en el método FRF. Estos desplazamientos del punto central del transductor se han obtenido excitando al transductor emisor con una amplitud eléctrica de 0,5 V. Por último, añadir que la amplitud de desplazamiento del transductor es varios órdenes de magnitud más pequeños que el tamaño de las partículas de magnetita y acero. Como se ha supuesto anteriormente que la muestra granular está rodeada por paredes rígidas debido a la gran diferencia que existen entre las impedancias que componen todo el sistema (celda, transductores y medio granular), la velocidad longitudinal del sonido V_p se puede relacionar con las frecuencias de resonancia que se obtienen

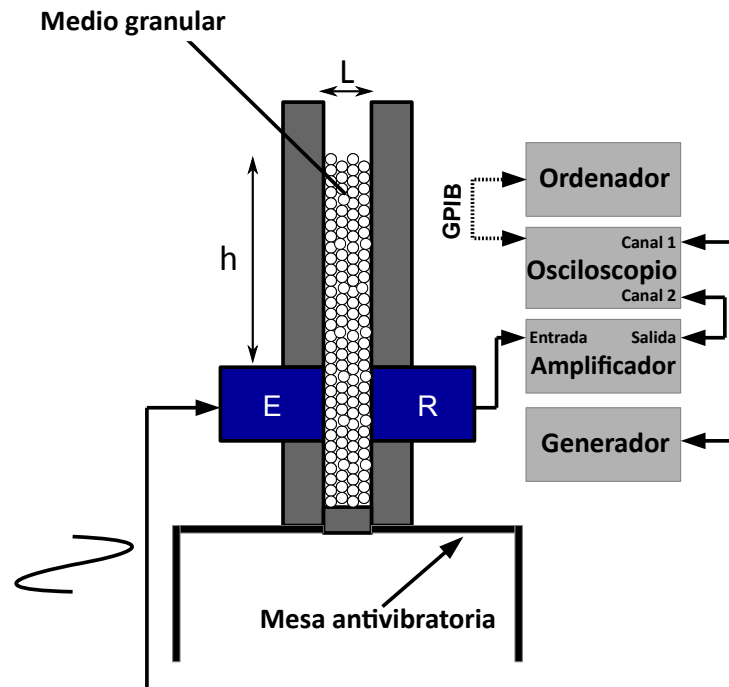


Figura 2.7: Representación esquemática del experimento para la medida del tiempo de vuelo (TOF). "E" es el transductor emisor y "R" el micrófono receptor.

en la función de transferencia en frecuencias del sistema mediante la expresión $f_n = nV_p/2L$, donde f_n es la frecuencia de resonancia de orden n en una cavidad de espesor L .

2.4. Montajes experimentales

Los experimentos se realizaron en una celda con una base rectangular de dimensiones $(80 \times 20 \times 156) \text{ mm}^3$ y con una superficie superior libre por la que se puede introducir el polvo. Las configuraciones experimentales se pueden observar en las figuras 2.7 y 2.8.

El emisor y el receptor acústico están a una altura de 6,7 cm respecto la

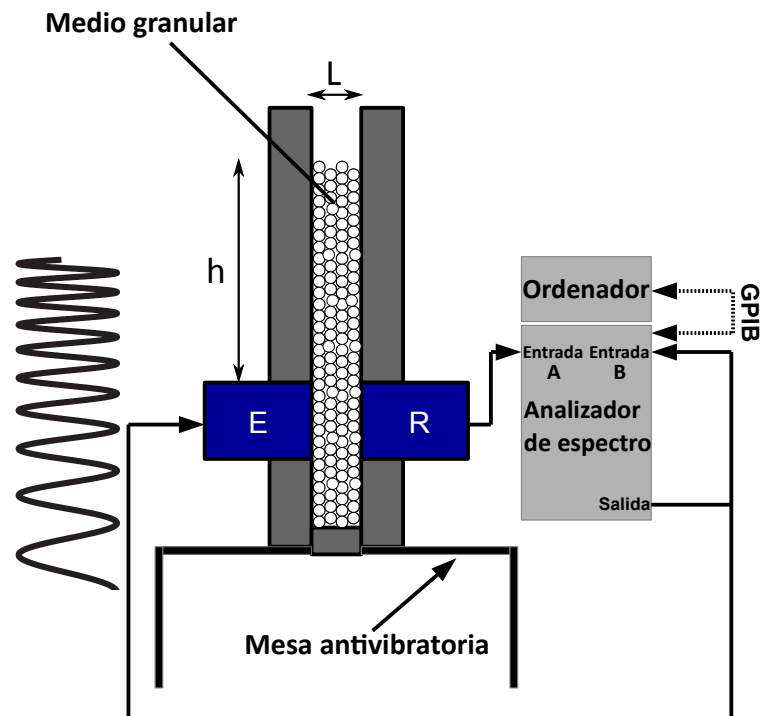


Figura 2.8: Representación esquemática del experimento para la medida de la función de transferencia en frecuencias (FRF). "E" es el transductor emisor y "R" el micrófono receptor.

base. El valor de la tensión horizontal se ha calculado con las soluciones de Jansen [83] para polvo no cohesivo. Despreciando la cohesión, se llega a una tensión efectiva sobre los detectores del orden de $\sigma_c \simeq \rho_p g \phi h_w \simeq 500 \text{ Pa}$, con $h_w = L = 2 \text{ cm}$ la dimensión más pequeña de la sección transversal de nuestra celda. Esta tensión se debe solamente a la gravedad con ϕh_w constante en cada muestra y para todos los experimentos dentro de nuestra precisión experimental. La altura h representada en las figuras de los montajes (ver 2.7 y 2.8) que alcanzan todas nuestras muestras siempre estuvo comprendida entre los 2 y 7 cm.

El emisor es un transductor piezoeléctrico de banda ancha centrado a 100 kHz y de diámetro 4 cm. La señal acústica transmitida se recibe por un micrófono

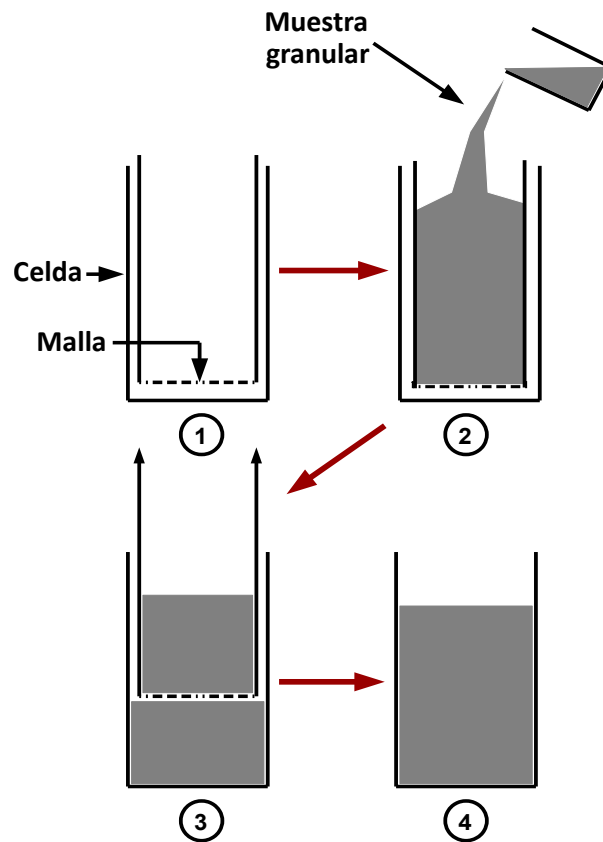


Figura 2.9: Procedimiento a seguir para la preparación del estado inicial.

de presión de diámetro 1,57 cm con una respuesta plana en frecuencia para el rango de frecuencias usadas en los experimentos. El estado en el que se encuentra un medio granular depende de los estados anteriores en los que ha estado. Por esta razón, se suele decir que un medio granular presenta memoria de los estados anteriores por los que ha transcurrido [106]. Para borrar esta memoria y conseguir un estado inicial reproducible de nuestra muestra granular, se coloca una malla con agujeros cuadrados de tamaño $(5 \times 5) \text{ mm}^2$ formados por varillas metálicas de diámetro 0,5 mm en el fondo de la celda. El empaquetado del polvo inicial se obtiene subiendo lentamente la malla hacia arriba. Este procedimiento (figura 2.9) proporciona una buena reproducibilidad en nuestros resultados

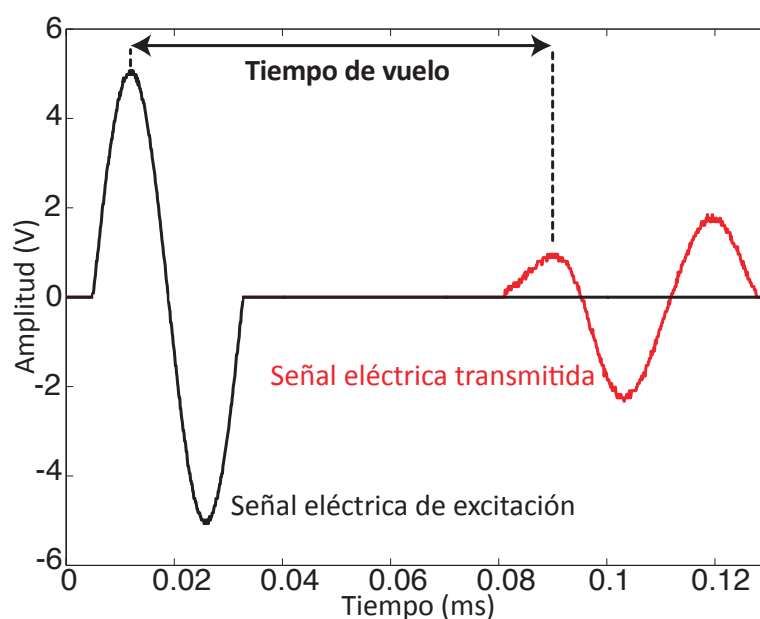


Figura 2.10: Señal eléctrica de excitación (negro) y señal eléctrica recibida (roja) después de la propagación a través de la capa de polvo.

experimentales.

Para estudiar la propagación del sonido en un medio granular, se han usado dos configuraciones diferentes que están representadas en las figuras 2.7 y 2.8. Para el método TOF (2.7), la frecuencia central del pulso-seno se varía entre 2 y 20 kHz con incrementos de 1 kHz. Esto nos permite obtener la velocidad de la onda longitudinal en función de la frecuencia central de todas nuestras muestras. Para conseguir una señal de salida visible en el osciloscopio, se usa un amplificador con una ganancia en voltaje de 60 dB. La señal de entrada y salida se visualizan en la pantalla del osciloscopio (ver figura 2.10), lo que nos permite conseguir el tiempo de vuelo en función de la frecuencia. En la segunda y última configuración experimental (2.8), el medio se excita con un barrido senoidal de frecuencia variable en el tiempo que va desde 1 kHz hasta los 80 kHz. Las medidas experimentales se guardan en un analizador de espectros (modelo SR785) que es capaz de obtener la función de transferencia en frecuencias mediante detección síncrona.

2.5. Relación entre el tamaño de partícula y la velocidad de propagación longitudinal

En este apartado se exponen los resultados experimentales obtenidos para nuestros diferentes medios granulares cohesivos (acero y magnetita de diferentes tamaños). Los valores de la velocidad longitudinal encontrados se basan en los dos métodos anteriormente descritos (frecuencial y temporal). Además, se presenta un modelo teórico para explicar el origen del comportamiento de la velocidad en nuestras muestras. Por último, estudiamos la velocidad en función del tamaño de partículas cuando el material granular está fabricado con vidrio, encontrando el mismo comportamiento que en las partículas de magnetita y acero.

2.5.1. Resultados experimentales usando el método TOF

Con el método TOF (ver 2.10), la velocidad longitudinal en el medio granular se puede obtener considerando que la distancia entre los transductores (emisor y receptor) tiene un valor de 2 cm. Este método acústico ya se ha implementado a escala de laboratorio, dando buenos resultados en medios granulares [107, 108]. La velocidad del sonido se representa en las figuras 2.11 y 2.12 para todas nuestras muestras (magnetita y acero) cuando se varía la frecuencia del pulso central emitido.

Se puede ver en las figuras 2.11 y 2.12 que la velocidad longitudinal de la onda acústica encontrada en nuestros resultados experimentales decrece cuando aumenta la frecuencia. Esta tendencia es similar a la de una cadena granular unidimensional cuando nos encontramos en la aproximación lineal [50, 109, 77], para la cual la velocidad de fase y de grupo decrecen con la frecuencia hasta alcanzar la frecuencia de corte, como ya se expuso en el capítulo 1 (ver figura 1.5). Sin embargo, en la cadena granular unidimensional, la propagación no es dispersiva para la parte de bajas frecuencias en la banda propagativa y llega a

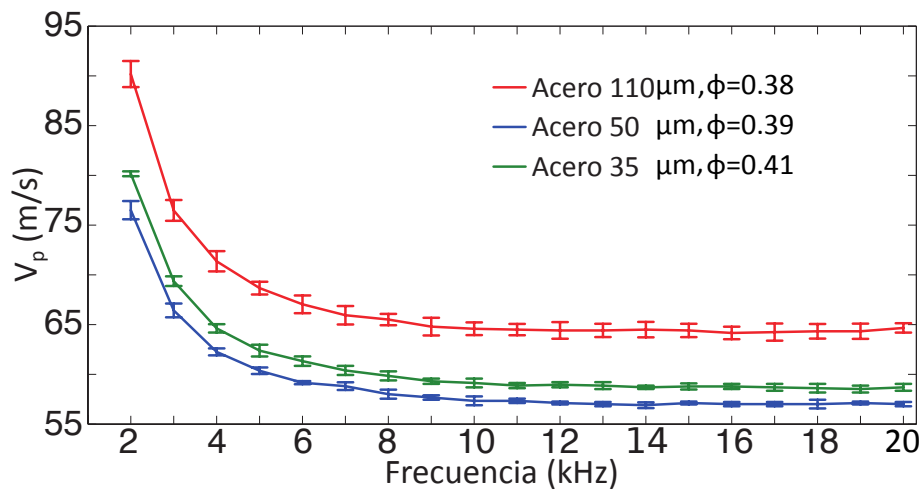


Figura 2.11: Velocidad longitudinal de la onda acústica en los polvos de acero en función de la frecuencia central del pulso eléctrico emitido.

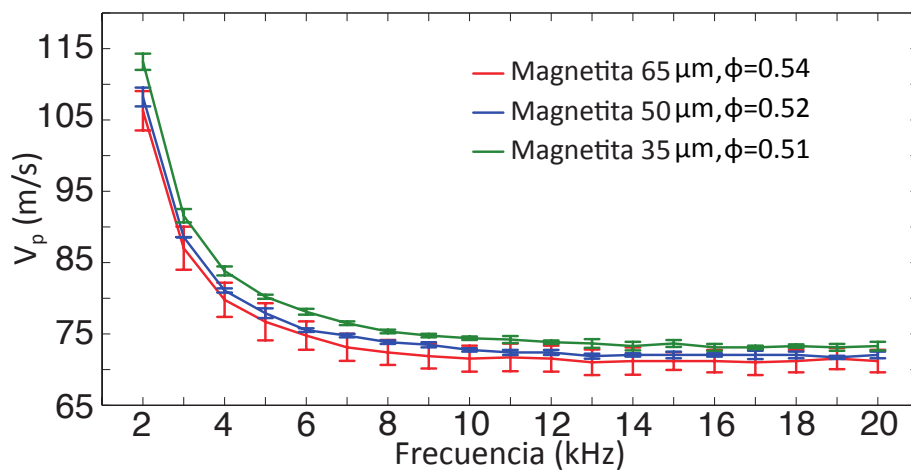


Figura 2.12: Velocidad longitudinal de la onda acústica en los polvos de magnetita en función de la frecuencia central del pulso eléctrico emitido.

ser dispersiva para las frecuencias medias de la banda propagativa (es decir, referido a la frecuencia de corte del sistema). Aquí la dispersión es evidente a bajas frecuencias mientras que para frecuencias superiores a los 10 kHz la propagación es no dispersiva en un rango de frecuencias finito. La estructura de nuestra

configuración es mucho más compleja que la de una cadena unidimensional granular, ya que existen fuerzas de adhesión, inhomogeneidades en la distribución de fuerzas tridimensional y una distribución de tamaño y forma para nuestros medios granulares. Además, a bajas consolidaciones el tipo de contacto puede diferir del contacto de Hertz [1], pudiendo presentar una dependencia con la frecuencia. Notamos que aunque la no linealidad no se puede excluir a priori para explicar la dispersión observada, la amplitud de la onda de desplazamiento usada para la excitación del medio es casi constante sobre el rango de frecuencias (1–60) kHz, lo cual excluye cualquier efecto no lineal producido por el aumento de la amplitud del desplazamiento del transductor. En principio, un fenómeno clásico llamado softening (disminución de la velocidad cuando se aumenta la amplitud de excitación acústica) y observado en medios granulares, puede ser el causante de tal observación [16], a pesar de que en nuestro caso la amplitud de desplazamiento del transductor emisor es casi constante en el rango de frecuencias usado. Sin embargo, en nuestros experimentos, la amplitud de excitación se ha elegido suficientemente baja para evitar cualquier efecto no lineal de softening en las medidas de TOF. Cualquier influencia de la difracción del haz en el cambio de velocidad es mínima, ya que la longitud característica de difracción L_d ($L_d = D_{trans}^2 f / 4V_p$ con D_{trans} el diámetro del transductor emisor) es mayor que la distancia de propagación 2 cm. Estas observaciones en la velocidad con el método TOF son consistentes con las medidas realizadas usando el método FRE, tal y como veremos en el siguiente sub-apartado. La Teoría Clásica de Elasticidad Lineal (isotrópica o anisótropa) no es capaz de explicar la dispersión, por tanto una de las hipótesis que puede causar esto es la distribución no uniforme de las tensiones a lo largo de la dirección de propagación del sonido, ya que si se considera esto, se obtiene una relación de dispersión. Otra hipótesis posible es considerar la existencia de otros grados de libertad en los granos, como por ejemplo los rotacionales, lo que conduciría a que el medio granular se comporta de manera semejante a un medio de Cosserat (completo o reducido) que presenta dispersión [110, 111]. Por último añadir, que es posible encontrar dispersión en la velocidad si se tiene en cuenta la presencia de un

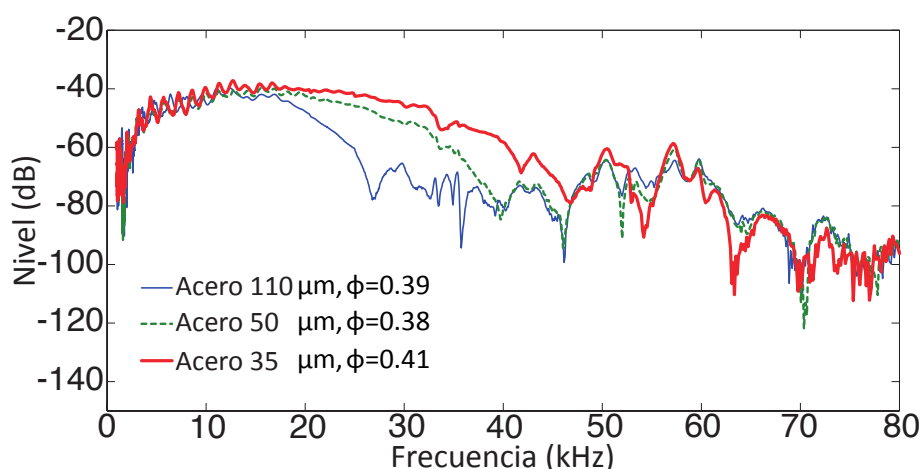


Figura 2.13: Función de la respuesta en frecuencia de las diferentes capas de polvo de acero de 2 cm espesor. 0 dB corresponden a 0,5 V de señal eléctrica.

fluido (aire en este caso), como ocurre en las teorías basadas en el modelo de Biot donde los parámetros efectivos para el cálculo de la velocidad del medio dependen de la frecuencia.

2.5.2. Resultados experimentales usando el método FRF

En este apartado se exponen los resultados obtenidos de la velocidad longitudinal del sonido en el medio granular (acero y magnetita) mediante el método frecuencial antes descrito. La función de transferencia proporciona la amplitud de la señal transmitida y los factores de calidad de los picos de resonancia, además de las frecuencias de resonancia de la capa de polvo en la que se realizan las medidas acústicas. En las figuras 2.13 y 2.14, se presentan respectivamente las funciones de respuesta en frecuencia de nuestros polvos de acero y magnetita.

Estas muestras presentan porosidad por el simple hecho de ser un medio granular (fracción sólida de $\phi \sim 0,4 - 0,5$), por tanto el acople entre la deformación de la parte sólida y del aire puede ser importante para frecuencias típicas entre los 25 y 50 kHz. El modelo de Biot y sus variantes [52, 53, 54] se han aplicado en acústica, teniendo en cuenta el acople de la parte sólida de un medio

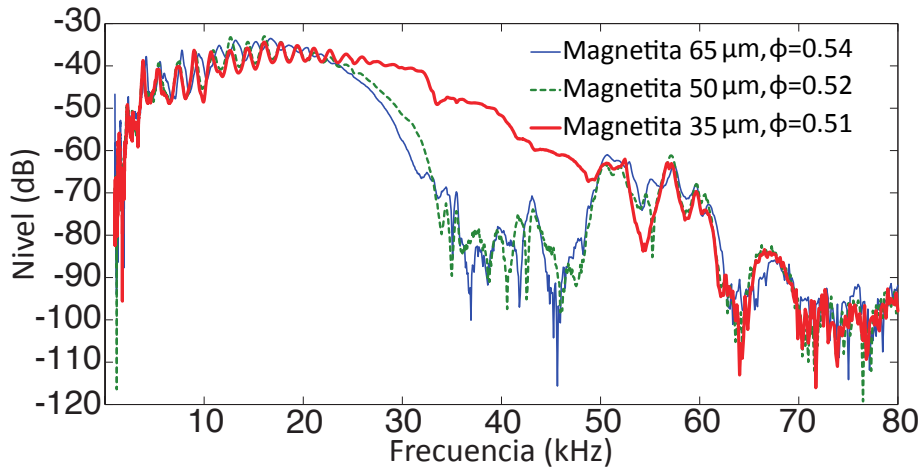


Figura 2.14: Función de la respuesta en frecuencia de las diferentes capas de polvo de magnetita de 2 cm espesor. 0 dB corresponden a 0,5 V de señal eléctrica.

poroso y el fluido saturante. De hecho, un trabajo teórico basado en el modelo de Biot se comparó con diferentes resultados experimentales obtenidos en medios granulares no cohesivos (esferas de vidrio de tamaño 0,7 mm) con un gran acuerdo entre modelo teórico y resultados [105]. A pesar de que nuestras muestras (magnetita y acero) son bastantes más pequeñas que las bolas de vidrio y por tanto cohesivas, también se observa la existencia de dos regiones bien diferenciadas en las funciones de respuesta en frecuencia. La región que aparece debajo de la frecuencia de corte (~ 25 kHz para las partículas de acero con un tamaño medio $d_p = 110 \mu\text{m}$) es conocida como “sólido controlado”, ya que la propagación acústica tiene lugar en la parte sólida del medio granular y es independiente del fluido saturante (aire en nuestro experimento) [54, 105]. Se pueden observar claramente las resonancias de la capa de polvo entre los 10 y 20 kHz, ya que el medio granular se comporta como un resonador con disipación. Los picos de resonancia están relacionados con la velocidad del sonido, aunque existen algunas limitaciones experimentales a la hora de extraer la velocidad. La primera es que el medio presenta un comportamiento dispersivo por debajo de los 10 kHz, como se observó en los resultados obtenidos mediante

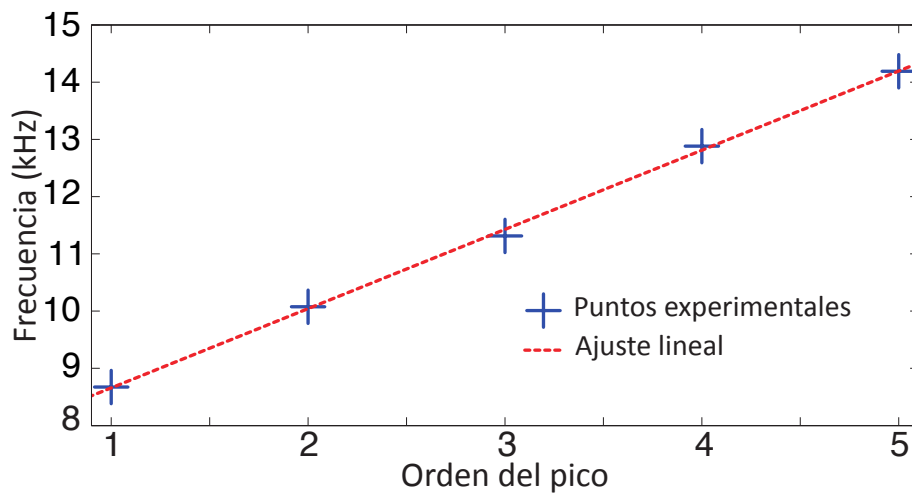


Figura 2.15: Primeros 5 picos de resonancia a partir de la frecuencia de valor 10 kHz. El mejor ajuste de los datos experimentales cumple la ecuación $f_n = 1384,3n + 7274$.

el método TOF en el sub-apartado anterior. Como consecuencia de esto, el espaciado en frecuencias de los picos de resonancia no es constante a frecuencias inferiores de los 10 kHz. La segunda limitación es que el transductor emisor presenta una baja eficiencia entre 1 y 10 kHz. Para evitar estos dos problemas, solo se seleccionan los picos de resonancia que aparecen por encima de los 10 kHz, ya que se observan de manera más clara y se encuentran fuera de la región de dispersión. Teniendo en cuenta estas dos consideraciones, se procede a realizar el mejor ajuste lineal de los picos de resonancia con valores superiores a los 10 kHz (ver figura 2.15). La pendiente de esta recta ($V_p/2L$) es el valor de la velocidad longitudinal de la onda acústica en el medio granular.

Las velocidades de la onda acústica longitudinal de nuestras seis muestras granulares se presentan en las figuras 2.16 y 2.17 para las partículas de magnetita y acero.

Los dos muestra de tamaños más pequeños compuestas por partículas de acero presentan una velocidad inferior a la encontrada en las muestras de acero de mayor tamaño ($d_p = 110 \mu\text{m}$). Además, la frecuencia de corte, la cual puede

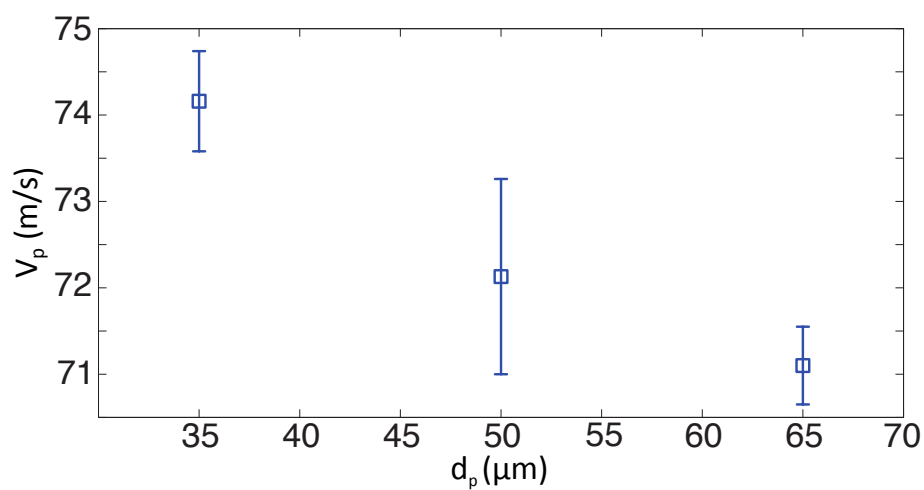


Figura 2.16: Velocidad longitudinal de la onda acústica en función del tamaño medio d_p en las partículas de magnetita.

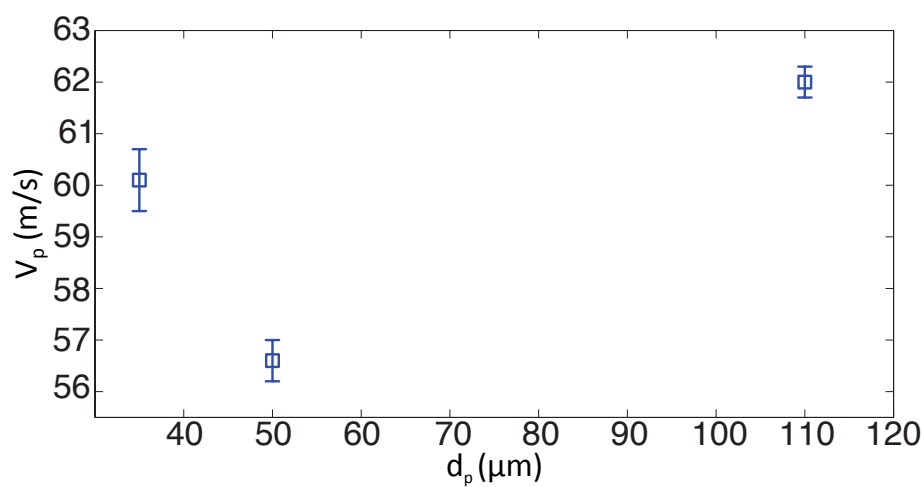


Figura 2.17: Velocidad longitudinal de la onda acústica en función del tamaño medio d_p en las partículas de acero.

ser definida como el mínimo de la función de transferencia en la región de resonancias, aumenta cuando el tamaño de la partícula disminuye. Partículas de

vidrio no cohesivas con diámetros comprendidos entre 0,7 y 1,2 mm se comportan de manera semejante, aunque ellas presentan una frecuencia de corte menor ($f_c \leq 15$ kHz) [105]. La región de sólido controlado se extiende en nuestras polvos cohesivos hasta altas frecuencias ($f_c \sim 30 - 50$ kHz). Se da como hipótesis que esta frecuencia de corte es altamente influenciada por la atenuación que se origina del scattering de las ondas elásticas debido al gran desorden que presenta un medio granular tridimensional [105]. Por tanto, esta razonamiento para la frecuencia de corte difiere de la dada en una cadena unidimensional granular de partículas idénticas [42, 43, 77]. En la literatura estudiada, no hemos encontrado un modelo que sea capaz de predecir el decrecimiento de la amplitud acústica recibida en función de la frecuencia al que se le puedan introducir los parámetros físicos del medios granular. Además del scattering debido al desorden que presenta un medio granular como se ha indicado antes, puede ser necesario considerar los grados de libertad rotacionales [110, 111] y una disipación que dependa de la frecuencia como en las teorías derivadas del modelo de Biot. Por encima de los 50 kHz, las respuestas de las funciones en frecuencia exhiben características similares, lo cual podría estar asociado a la propagación de la onda acústica a través de las paredes de la celda, ya que si la onda acústica pasará por el medio granular, se debería de ver alguna diferencia cuando se comparan las funciones de transferencia obtenidas para cada muestra. Esta región donde la onda acústica es muy atenuada, como se puede observar en todas nuestras muestras granulares (ver figuras 2.13 y 2.14). Sin embargo, se ha demostrado en medios granulares no cohesivos (esferas de vidrio) que la región de alta frecuencia encontrada en las funciones de transferencia está asociada a la propagación de las ondas acústicas en el fluido saturante (aire) [16, 54, 112, 113]. En la siguiente sección, nosotros consideraremos una Teoría Media Efectiva (EMT) basada en el contacto de Hertz entre partículas [22]. Se analizará la dependencia de la velocidad para entender la razón que hay detrás de la variación de la velocidad en nuestras muestras de polvo de magnetita y acero en función del tamaño medio de partícula.

2.5.3. Comparación de los resultados con una Teoría del Medio Efectivo

La Teoría del Medio Efectivo (EMT) que se presentará más abajo se ha usado en muchos estudios de investigación para relacionar los resultados experimentales con los parámetros del medio [108, 114, 115] y como ayuda a la interpretación física de estos. Esta teoría asume un contacto de Hertz entre partículas esféricas del mismo tamaño y una distribución angular de contactos isotropa [19]. Además, se usa una aproximación afín para describir el movimiento de las partículas [19]. Se ha comprobado que el EMT da buenas predicciones para polvo fino cohesivo (toners) a alta consolidación (tensión de consolidación en el rango de 30 – 200 kPa), como veremos en el capítulo 4, donde la velocidad ultrasónica de propagación escala con la tensión de consolidación σ_c con una ley de potencias $V_p \propto \sigma_c^{0,1786}$ [116]. Esto indica que el comportamiento del contacto entre partículas puede estar cercano al de Hertz. En el presente caso, de baja consolidación (tensión de consolidación alrededor de 500 Pa), las fuerzas atractivas entre partículas (cohesión) pueden influir en el tipo de contacto y en el proceso de packing o empaquetado cuando la muestra de polvo se prepara. Cabe recordar, como ya se expuso en el capítulo 1, que existen diferentes modelos de contacto que tienen en cuenta la adhesión entre partículas, DMT [36] y JKR [35] donde se introduce el trabajo de adhesión w . Los modelos DMT y JKR tienden a la solución de Hertz cuando la tensión aplicada es muy elevada o si se supone que la energía por unidad de área de contacto es cero. Aún no existe una Teoría Efectiva del Medio (EMT) que tenga en cuenta las fuerzas atractivas entre partículas. Por ello, se va a usar una teoría que se basa en la solución del contacto de Hertz para buscar el origen del comportamiento de la velocidad que se ha obtenido en nuestras granulares de magnetita y acero.

La velocidad longitudinal y de cizalla están relacionadas con las propiedades del material en el limite de onda larga [117]:

$$V_p = \sqrt{\frac{K + (4/3)\mu}{\rho}}, \quad (2.32)$$

$$V_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}}, \quad (2.33)$$

donde K es el módulo de compresibilidad, μ es el módulo de cizalla y ρ es la densidad del material. Las expresiones de las velocidades 2.32 y 2.33 asociadas a la onda acústica longitudinal y transversal que se propagan en un medio, se obtienen de hacer el balance de fuerzas dinámicas que debe cumplir un elemento diferencial de volumen del material cuando se perturba ligeramente respecto su posición de equilibrio. La EMT es capaz de predecir el módulo de compresibilidad y el módulo de cizalla para un medio granular con una distribución angular de contactos isótropa que está sometido a una tensión hidrostática σ . En el primer caso y más simple, no se considera la fricción entre los granos que componen el medio. Esto corresponde a la ausencia de fuerza tangencial $F_t = 0$ en los contactos entre partículas, ya que solo se tienen en cuenta las fuerzas normales entre partículas. Igualando la densidad de energía elástica por unidad de volumen de un sólido isótropo a la densidad de energía que posee un medio granular cuando se perturba levemente (variación de la posición de equilibrio que ocupan los centros de las partículas), se llega a [19]:

$$K_e(\sigma) = \frac{k_n}{12\pi} (\phi z)^{2/3} \left(\frac{6\pi\sigma}{k_n} \right)^{1/3}, \quad (2.34)$$

$$\mu_e(\sigma) = \frac{k_n}{20\pi} (\phi z)^{2/3} \left(\frac{6\pi\sigma}{k_n} \right)^{1/3}, \quad (2.35)$$

Donde $k_n = 4\mu_g/(1 - \nu_g)$ es la rigidez normal efectiva del medio. Este se define en términos del módulo de cizalla μ_g y el coeficiente de Poisson ν_g del material del que están hechos los granos. Usando (2.34) y (2.35) en (2.32), y $\rho = \rho_p\phi$ se obtiene la siguiente ecuación:

$$V_p = \frac{1}{\rho_p^{1/2}} \left[\frac{3k_n}{20\pi} \right]^{1/2} \left(\frac{6\pi}{k_n} \right)^{1/6} \phi^{-1/6} z^{1/3} \sigma^{1/6}. \quad (2.36)$$

En el caso en el que en el coeficiente de fricción entre granos es infinita, es decir, el medio granular está compuesto por esferas infinitamente rugosas, se obtienen las siguientes expresiones para el módulo de compresibilidad y de cizalla [19]:

$$K_e(\sigma) = \frac{k_n}{12\pi} (\phi z)^{2/3} \left(\frac{6\pi\sigma}{k_n} \right)^{1/3}, \quad (2.37)$$

$$\mu_e(\sigma) = \frac{k_n + 3k_t/2}{20\pi} (\phi z)^{2/3} \left(\frac{6\pi\sigma}{k_n} \right)^{1/3}, \quad (2.38)$$

donde $k_t = 8\mu_g/(2 - \nu_g)$ es la rigidez tangencial efectiva del medio. Aunque no haya deslizamiento entre las esferas y la fricción de Coulomb no se considere, Mindlin demostró la existencia de una fuerza elástica tangencial recuperadora [33], como ya se vio en el capítulo 1. Introduciendo las ecuaciones 2.37 y 2.38 en la ecuación 2.32 se llega al siguiente valor de la velocidad:

$$V_p = \frac{1}{\rho_p^{1/2}} \left[\frac{k_n}{12\pi} + \frac{k_n + 2/3k_t}{15\pi} \right]^{1/2} \left(\frac{6\pi}{k_n} \right)^{1/6} \phi^{-1/6} z^{1/3} \sigma^{1/6}. \quad (2.39)$$

Esta ecuación 2.39 para la velocidad longitudinal es más compleja que la predicha por la ecuación 2.36 debido al hecho de considerar la fricción entre granos, pero coinciden cuando se hace $k_t = 0$ en la ecuación 2.39. En todos nuestros experimentos $\sigma = \sigma_c$ es aproximadamente constante. El siguiente paso será analizar la anterior ecuación 2.36 (caso más sencillo sin fricción entre granos) para saber cuáles son los parámetros que influyen en los valores de la velocidad.

Muestras de Magnetita. Para todas las muestras de magnetita la rigidez normal efectiva k_n es constante, ya que todas ellas están hechas del mismo material (magnetita). Además, el valor de la tensión en la dirección de la propagación del sonido es constante en nuestros experimentos con un valor del orden de 500 Pa.

Teniendo en cuenta estas dos consideraciones anteriores, la velocidad longitudinal se puede escribir como:

$$V_p = A\phi^{-1/6}z^{1/3}, \quad (2.40)$$

donde A es una constante, independiente de las muestras. Para el número de coordinación nosotros usamos $z = 1,61(1 - \phi)^{-1,48}$ [94]. La función $\phi^{-1/6}z^{1/3}$ es una función creciente en el dominio de $\phi \in [0,35 - 0,55]$ que observamos experimentalmente. Consecuentemente EMT predice un aumento de la velocidad cuando aumenta el tamaño de la partícula ($\phi = 0,51, 0,52, 0,54$ para $d_p = 35, 50, 65 \mu\text{m}$ respectivamente) contrario a la dependencia medida: la velocidad disminuye cuando el tamaño de la partícula aumenta, como se observa en la figura 2.16. Este comportamiento puede ser entendido cualitativamente de la siguiente manera. Las fuerzas atractivas en un medio granular cohesivo provocan un decrecimiento en la fracción sólida y un endurecimiento de los contactos, haciéndolos más rígidos en comparación con un material granular no cohesivo de igual tamaño. El aumento de las fuerzas atractivas o cohesión en un medio granular hace que éste se empaquete peor (hay más huecos libres) originando un aumento de la fracción sólida. Además, si se añaden las fuerzas de atracción a la fuerza de compresión que soporta un contacto, tenemos que la fuerza total que actúa en todo el contacto es mayor, lo que da lugar a un aumento de la rigidez de éste. El primer efecto (disminución de la fracción sólida ϕ) podría disminuir la velocidad del sonido, mientras que el segundo (aumento de la rigidez del contacto) lo aumentaría. En la ausencia de una teoría EMT con fuerzas atractivas interparticulares, solamente un resultado experimental puede dar una idea de cuál de los dos efectos es el dominante. En el caso de nuestros polvos de magnetita, la dureza de los contactos domina sobre el efecto de la fracción sólida. Por ejemplo, cuando existen fuerzas capilares en un medio granular compuesto por esferas de vidrio, se observa de forma general que la fracción sólida disminuye al igual que velocidad de la onda acústica, ya que sigue la misma tendencia que la fracción sólida [25]. Sin embargo, hay un experimento en el que se añade trioleína para el cual la fracción sólida disminuye,

pero que la velocidad es mayor que la medida en esferas de vidrio cuando no existen fuerzas capilares entre ellas. En nuestros experimentos, nosotros también constatamos que el endurecimiento de los contactos es el efecto dominante [25], porque en caso contrario (el efecto dominante es la fracción sólida), se debería haber encontrado que la velocidad en las muestras de magnetita disminuye cuando el tamaño de las partículas se va reduciendo.

Muestras de Acero: Las partículas de acero son muy irregulares con una polidispersidad más alta que la encontrada en las partículas de magnetita, por tanto esto hace que la aplicación de EMT sea menos fiable, ya que en el desarrollo de esta teoría se supuso que el medio granular estaba compuesto por partículas esféricas del mismo tamaño (muestra monodispersa esférica). Para las partículas más pequeñas el comportamiento encontrado es similar al de las partículas de magnetita. Sin embargo, para las partículas de 110 micrómetros la tendencia se invierte, si uno observa la tendencia con solo 3 muestras de acero de diferentes tamaños ($\phi = 0,38, 0,39, 0,41$ para $d_p = 35, 50, 110 \mu\text{m}$ respectivamente). Esto podría ser entendido como que estas partículas apenas tienen cohesión y es la fracción sólida la que determina la velocidad del sonido. Sin embargo, la fracción sólida que se encuentra para las muestras de acero de 110 μm es la más pequeña con un valor de 0,38, lo que nos llega a concluir que ninguno de estos dos efectos son los que provocan este aumento de velocidad para la muestra más grande de acero. Quizás la forma de las partículas de acero y su polidispersidad sean las causantes de estos cambios en la velocidad, ya que un estudio comprobó que estas dos características del medio granular (forma y polidispersidad) influyen en el valor de la velocidad longitudinal medida en polvos finos metálicos, presentando un comportamiento no monótono [118].

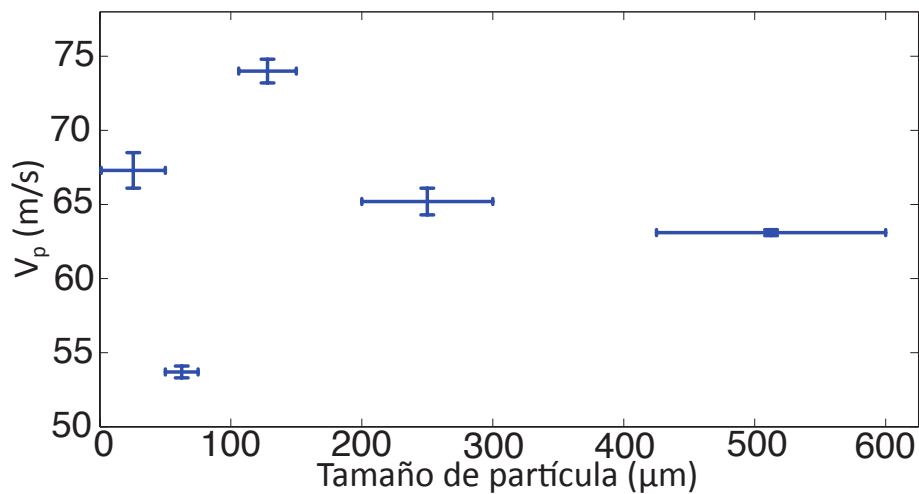


Figura 2.18: Velocidad del sonido en esferas de vidrio para 5 muestras diferentes usando el método FRF.

2.6. Comportamiento de la velocidad longitudinal en esferas de vidrio

Para comprobar si lo observado anteriormente en el comportamiento no-monótono de la velocidad ultrasónica en partículas de acero en función del tamaño de la partícula es reproducible en otras muestras, se han llevado a cabo los mismos experimentos para 5 muestras de esferas de vidrios polidispersas cuyos tamaños de partículas están comprendidos entre 1 – 50, 50 – 75, 106 – 150, 200 – 300, 425 – 600 micrómetros respectivamente. Se puede observar en la figura 2.18 que para las dos muestras más pequeñas (1 – 50 y 50 – 75 μm), la velocidad aumenta con el tamaño de la partícula, como se observó en las partículas de magnetita y acero por debajo de los 100 micrómetros.

Para la muestra de 106 – 150 micrómetros, la velocidad medida es de repente mayor y la tendencia se invierte. Para las dos siguientes muestras más grandes, se observa un suave decrecimiento de la velocidad, en contradicción con la predicción de la EMT (estas partículas no son cohesivas). Un comportamiento no

monótono en la velocidad también se ha encontrado en polvos finos metálicos de una manera muy clara, como hemos indicado anteriormente [118]. Esto conduce a la conclusión de que los modelos existentes que toman al medio granular como un continuo (EMT) son claramente insuficientes, ya que no consideran parámetros del medio granular que pueden afectar a la propagación del sonido como la polidispersidad, la irregularidad en la forma de las partículas, o la adhesión. Se ha fallado en encontrar una clara explicación de porqué el valor de la velocidad es máximo para las partículas de tamaño de unos $100 \mu\text{m}$, aún considerando de manera cualitativa que las partículas más pequeñas poseen una mayor adhesión. Otra posibilidad es que los grados de libertad de rotación de las partículas pueden gobernar la dinámica del medio en ciertos rangos de frecuencia provocando la dispersión, de manera que esto podría explicar los cambios de velocidad en materiales compuesto de partículas que poseen diferentes tensores de inercia [111]. Para el caso en el que la onda se propaga en la dirección perpendicular a la gravedad (la gravedad causa una anisotropía en la dirección vertical dando un eje de simetría en el medio), el modelo del medio reducido de Cosserat toma en cuenta las oscilaciones rotacionales. Considerando las oscilaciones rotacionales, se encuentra que la velocidad longitudinal de la onda acústica tiene regiones donde crece o decrece en función de la frecuencia. Por lo que si se cambian parámetros de las partículas como el tamaño y hacemos medidas de la velocidad para un mismo intervalo de frecuencias, la función $V_p(\omega)$ puede tener distintas regiones de monotonía, lo que daría lugar a diferentes comportamientos de $V_p(d_p)$ según la frecuencia de excitación. Sin embargo, se necesitan más trabajos experimentales y teóricos para verificar cuantitativamente la explicación anterior.

2.7. Conclusiones

Se han aplicado los métodos de resonancia y tiempo de vuelo para medir la velocidad longitudinal ultrasónica en nuestras muestras granulares compuestas por partículas de magnetita, acero y vidrio a baja consolidación, encontrándose una gran reproducibilidad en los resultados experimentales y un buen acuerdo entre ellos para ambos métodos de medida. El método tiempo de vuelo revela que estos materiales son dispersivos por debajo de frecuencias del orden de 10 kHz y no dispersivos para un rango de frecuencias mayores.

La EMT predice un aumento de la velocidad ultrasónica cuando aumenta la fracción sólida. Sin embargo, se ha observado un comportamiento opuesto para las muestras de polvo fino de magnetita. Nosotros suponemos que el endurecimiento de los contactos debido a la cohesión es el responsable de este comportamiento. Se ha observado un comportamiento idéntico para partículas de acero y de vidrio por debajo del tamaño de 100 micrómetros, mientras que para partículas de acero y de vidrio de tamaño mayor, la tendencia observada es contraria. Estas partículas no son cohesivas y, por tanto, el comportamiento de las muestras debería estar de acuerdo con la EMT. No obstante, en su lugar hay un máximo de velocidad para las esferas de vidrio con un diámetro comprendido entre 106 y 150 micrómetros y un decrecimiento suave cuando el tamaño de las partículas aumenta.

Estas observaciones experimentales ponen en evidencia las limitaciones de los modelos existentes para predecir la elasticidad de los medios granulares y polvos finos. Entre los candidatos para explicar lo observado en el comportamiento de la velocidad en función del tamaño de la partícula (o la dispersión encontrada a baja frecuencia) son la influencia de la distribución de tamaño de las partículas, la forma de las partículas, el papel de los grados de libertad de rotación, el tipo de contacto cuando existe cohesión y la distribución no uniforme del campo de tensiones en la celda.

Capítulo 3

Efecto de la microestructura en la propagación del sonido en polvos magnéticos finos.

3.1. Introducción

En este capítulo se estudia la velocidad de propagación del sonido de la onda-P en diferentes medios granulares compuestos por partículas micrométricas de magnetita de diferentes tamaños cuando se aplica un campo magnético. La velocidad del sonido se obtiene gracias a la medida del tiempo de vuelo del pulso enviado por el transductor emisor, al que se alimenta con un pulso senoidal eléctrico de un solo periodo centrado en una frecuencia de 20 kHz. Además, se expone una nueva forma de inicializar el medio granular para borrar su estado de memoria mediante el proceso de fluidización, el cual consiste en romper la gran mayoría de los contactos de la muestra introduciendo un fluido a través de éste. Esto nos permite alcanzar una reproducibilidad en los resultados experimentales, los cuales suelen ser difíciles de obtener cuando se trabaja con medios granulares finos. El campo magnético se aplica durante el proceso de fluidización o cuando éste ha terminado, de manera que las partículas ya están sedimentadas en la celda donde se realizan las medidas acústicas. Las

diferencias en el proceso de inicialización, la intensidad del campo magnético y su orientación producen cambios en la velocidad de propagación del sonido dentro del material. Estos resultados experimentales se exponen a lo largo del capítulo acompañados de un modelo teórico para intentar justificar los resultados experimentales encontrados, donde el medio granular se considera como un medio continuo efectivo.

3.2. Materiales

Los materiales usados en nuestros experimentos acústicos son polvos finos desmagnetizados de magnetita fabricados por Xerox Co. con unos tamaños medios de 35, 50 y 65 μm . Como se muestra en la figura 3.1, estos materiales consisten en un agregado de partículas submicrométricas con una forma prácticamente esférica y bastante monodispersa. La densidad de las partículas es $\rho_p = 5060 \text{ kg/m}^3$ (medida con un picnómetro AccucPyc 1330).

Para el rango de intensidades magnéticas que se han aplicado a las partículas durante los experimentos ($H < 5 \text{ kA/m}$), la respuesta magnética de la muestra es lineal y reversible [119] y sus partículas se comportan como partículas superparamagnéticas [120]. De aquí en adelante, queremos aclarar para evitar confusiones que se usará el término campo magnético para referirnos a la intensidad magnética H . Una partícula individual como las utilizadas en nuestros experimentos, presenta una magnetización M_p cuando está inmersa en un campo externo H . Dicha magnetización M_p es linealmente proporcional al campo magnético H_p que existe dentro de la partícula: $M_p = \chi_p H_p$ donde χ_p es la susceptibilidad de la partícula. La susceptibilidad de la partícula χ_p no es igual a la susceptibilidad del polvo en su conjunto χ cuando el polvo se considera como un medio continuo, debido al efecto de las partículas vecinas en la magnetización de cada partícula individual. Una expresión que relaciona las dos susceptibilidades es dada por [121]:

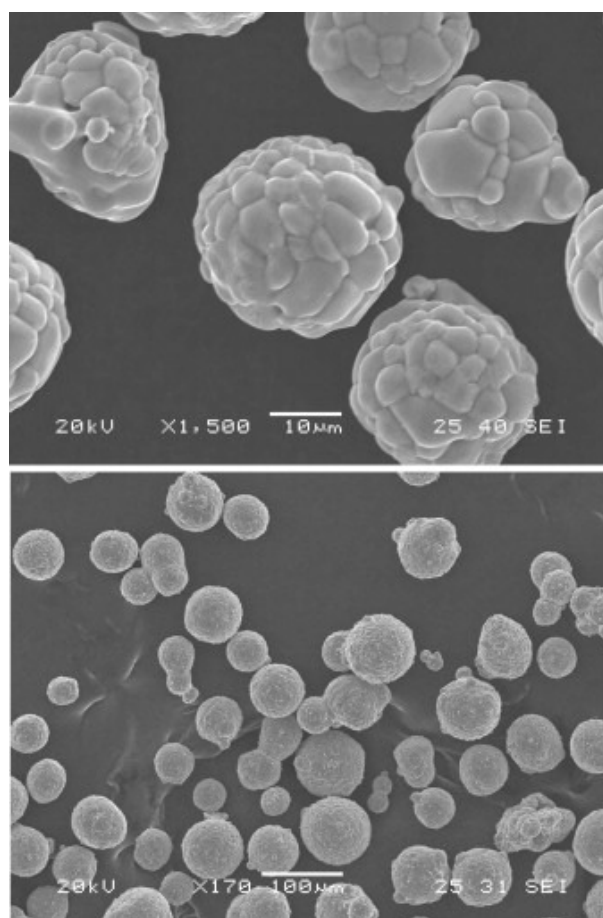


Figura 3.1: Imágenes obtenidas con un microscopio electrónico de barrido (SEM): partículas de una muestra de magnetita de $35 \mu\text{m}$ de tamaño nominal (arriba) y de $65 \mu\text{m}$ (abajo).

$$\chi = \chi_p \phi \frac{3 + 4\chi}{3 + \chi_p + 3\chi} \quad (3.1)$$

Donde ϕ es la fracción sólida calculada a partir del volumen de la muestra y que siempre está comprendida entre los valores 0,4 y 0,5 en nuestros experimentos. Midiendo la susceptibilidad de todo el polvo de magnetita en su conjunto a diferentes valores de la fracción sólida ϕ y ajustando los resultados a la ecuación 3.1, se obtiene que $\chi_p = 11,4$ (para más detalles, ver [122]).

3.3. Montaje experimental

En los experimentos, la muestra de polvo magnética testada se confinó en una celda rectangular de dimensiones internas $(80 \times 20 \times 300)$ mm³ de ancho, profundidad y altura a la que se le colocó en la base un filtro de acero inoxidable no ferromagnético 316 L ($5 \mu\text{m}$ tamaño del poro) que actúa como un distribuidor de gas (ver figura 3.2). La celda se rellenó en todos los experimentos con 550 gramos de polvo y se usó como una celda de fluidización para inicializar el material. Después de la inicialización, la altura de las muestras respecto el distribuidor siempre estuvo comprendida entre los 10 y 20 cm. En cada uno de los lados de la celda se hizo un orificio circular cuyo centro está localizado a 6,5 cm desde el filtro. Uno de los agujeros se usa para colocar un transductor piezoeléctrico de banda ancha con un diámetro de 4 cm. El otro agujero está en una posición opuesta al agujero anteriormente descrito donde se fija un micrófono de presión con un diámetro de 1,57 cm. Todos los elementos que se acoplan a la celda tienen una junta tórica para asegurar que la celda es completamente hermética. El transductor piezoeléctrico que se usa como fuente sonora, tiene una frecuencia de resonancia de 100 kHz, mientras que el micrófono tiene una respuesta plana hasta los 40 kHz, lo que hace que cubra la frecuencia central de los pulsos enviados en nuestros experimentos. Debido a la posición del transductor y el micrófono, la dirección de propagación del sonido es perpendicular a la dirección del flujo de gas cuando la muestra se inicializa mediante fluidización. El resto del equipo acústico está compuesto por un generador de funciones para excitar el transductor, un amplificador con una ganancia en voltaje de 40 dB que sirve para amplificar la señal recibida por el micrófono y un osciloscopio que permite visualizar la señal enviada por el transductor emisor y la señal de salida que recibe el micrófono amplificada.

La celda está colocada en un espacio interior limitado por una pareja de bobinas de Helmholtz ($50 \text{ cm} \times 50 \text{ cm}$). La inducción magnética B_c creada solamente por las bobinas se midió en función de la corriente eléctrica I que fluye

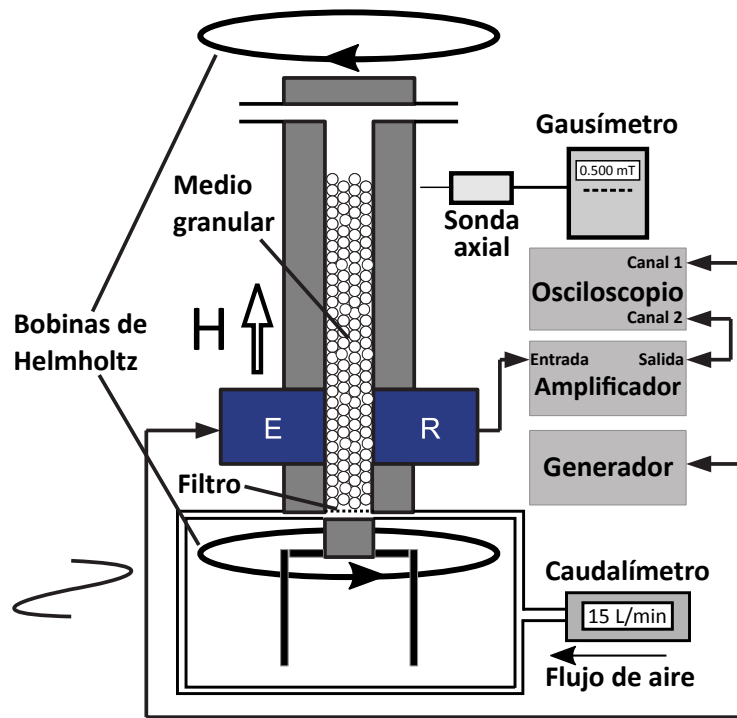


Figura 3.2: Esquema de la configuración experimental.

a través de ellas por medio de un gausímetro con una sonda axial cuya precisión de 0,1 mT, que se colocó en un punto fijo en el espacio que limitan las dos bobinas, donde el campo magnético es uniforme. De los resultados (ver figura 3.3), se encuentra que el campo magnético $H_c = B_c/\mu_0$ ($\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ es la permeabilidad del vacío) depende de la corriente I como

$$H_c = 1,417(\pm 0,012) \times I - 0,007(\pm 0,003), \quad (3.2)$$

donde H_c es dado en kA/m e I en A. La ecuación 3.2 se usa para determinar el campo magnético H_c creado por las bobinas de Helmholtz cuando la celda se coloca en su interior a partir de la intensidad que fluye por estas.

Las bobinas de Helmholtz pueden ser rotadas para cambiar la orientación

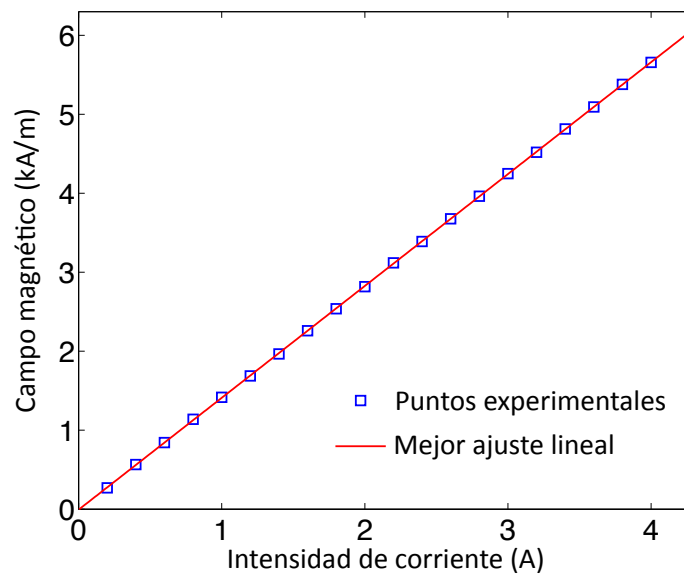


Figura 3.3: Campo magnético H_c entre las bobinas de Helmholtz que se usa en la configuración experimental en función de la corriente eléctrica I a través de las bobinas. La línea sólida es un ajuste lineal a los datos (Eq. 3.2)

del campo magnético creado. Nos centraremos en las dos configuraciones empleadas. En la primera configuración, el vector inducción magnética es paralelo a la dirección de propagación del sonido y perpendicular a la dirección del flujo de gas cuando el material se inicializa por fluidización. Para mantener la nomenclatura usada en las referencias [122, 123, 124], esta configuración la llamaremos cross-flow configuration. La otra configuración estudiada se obtiene rotando las bobinas 90 grados respecto la configuración anterior para así poder crear una inducción magnética paralela a la dirección del flujo de gas y perpendicular a la dirección en la que se propaga el sonido. Esta configuración se nombrará como co-flow configuration. Se pueden estudiar otras posibles configuraciones variando el ángulo que forman el vector inducción magnética y el flujo de gas, aunque nosotros solo nos limitaremos a describir los dos casos límites descritos anteriormente en los que este ángulo toma el valor 0 y 90 grados.

3.4. Factores de desmagnetización de las muestras

El campo magnético H dentro de la muestra es la suma del campo magnético creado por las bobinas de Helmholtz H_c más H_m , el creado por el material. Incluso si el campo magnético H_c es aproximadamente constante, H no es uniforme dentro de la muestra, lo cual significa que el campo magnético total en la muestra varía de un punto a otro. En lugar de hacer una descripción completa del campo magnético, se trabajará con su valor medio en el volumen de la muestra. Éste se calcula a partir de los factores de desmagnetización magnetométricos [125] $\langle H_z \rangle / H_c$ para la configuración co-flow y $\langle H_x \rangle / H_c$ para la configuración cross-flow, donde $\langle \dots \rangle$ representa el valor medio en el volumen. El eje- X se elige en la dirección de la propagación del sonido y el eje- Z a lo largo de la dirección del flujo de gas. Ambos factores de desmagnetización son función de las dimensiones de la muestra y de su susceptibilidad magnética. Como el ancho y el espesor de la muestra son iguales a las dimensiones de la celda, el único parámetro que puede cambiar es su altura que es función de la fracción sólida ϕ de la muestra, ya que la masa de la muestra es fija. La susceptibilidad magnética de la muestra también depende de la fracción sólida debido a que existe una relación entre estos dos parámetros mediante la ecuación 3.1. Ambas dependencias se pueden combinar para calcular los factores de desmagnetización en función de la fracción sólida usando un método de elementos finitos (FEM) implementado en un programa comercial (COMSOL). Una imagen del entorno de Comsol se muestra en la figura 3.4. Los resultados obtenidos para los valores de la fracción sólida medidos en nuestros experimentos se muestran en la figura 3.5. Además, añadimos aquí abajo los mejores ajustes lineales de los factores de desmagnetización en función de la fracción sólida:

$$\frac{\langle H_z \rangle}{H_c} = -0,997(\pm 0,007) \times \phi + 1,22(\pm 0,03), \quad (3.3)$$

$$\frac{\langle H_x \rangle}{H_c} = -0,638(\pm 0,007) \times \phi + 0,582(\pm 0,003). \quad (3.4)$$

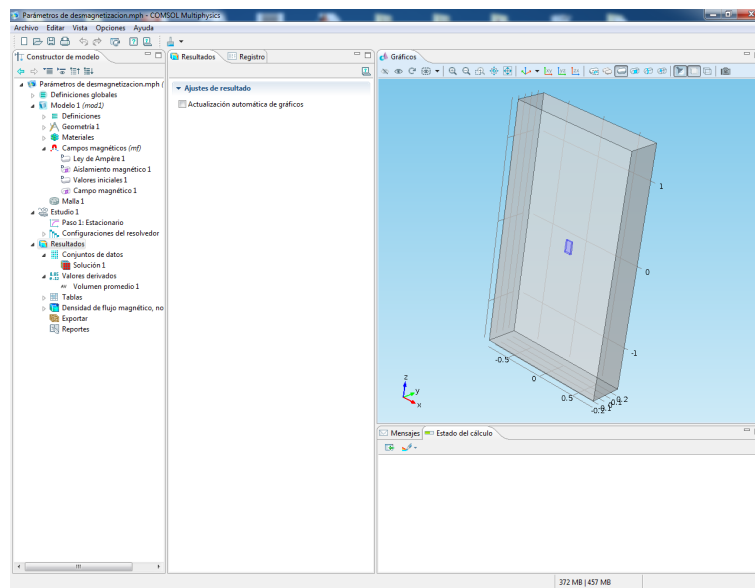


Figura 3.4: Imagen del entorno del programa Comsol donde se han desarrollado los cálculos numéricos para la obtención de los factores de desmagnetización de las muestras.

3.5. Método experimental de medida para la obtención de la velocidad ultrasónica

El método empleado para medir la velocidad del sonido longitudinal se basa en la medida del tiempo de vuelo (TOF) y ya ha sido descrito en el capítulo anterior, aunque es conveniente exponer las diferencias y detalles en este nuevo experimento.

El transductor se ha excitado con un pulso senoidal que contiene un solo ciclo centrado a una frecuencia $f = 20$ kHz. Para esta excitación eléctrica, la amplitud de vibración del transductor se ha medido con un vibrómetro láser, dando lugar a perturbaciones alrededor de los 20 nm, 3 órdenes de magnitud más pequeño que el tamaño de las partículas utilizadas. Con la finalidad de aumentar la razón señal/ ruido, repetimos la excitación cada 10 ms y promediamos 1000 veces la señal recibida por el micrófono. Como se muestra en la figura 3.6,

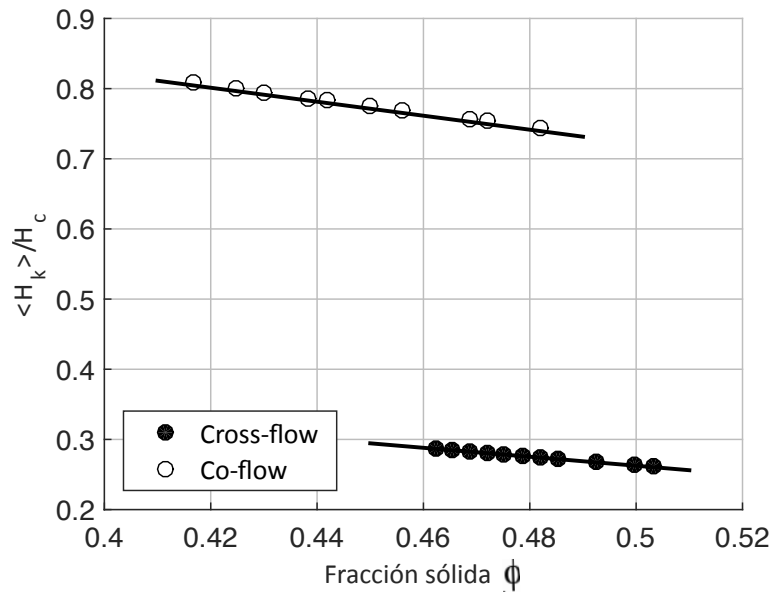


Figura 3.5: Factores de desmagnetización magnetométricos para una masa de 550,0 g de polvo de magnetita en la celda en función de la fracción sólida ϕ . Los puntos marcados representan los puntos obtenidos en la simulación. Las fracciones sólidas se han elegido para cubrir los valores encontrados en nuestros experimentos en cada configuración. Las líneas representan las ecuaciones 3.3 y 3.4 del texto. Para la configuración co-flow $H_k = H_z$, mientras que para la configuración cross-flow $H_k = H_x$.

el tiempo de vuelo se define como el intervalo de tiempo que hay entre el pico de la excitación eléctrica y el primer pico de la señal recibida. La velocidad del sonido longitudinal se calcula usando que la distancia entre el transductor y el micrófono es $d = 2$ cm. Para esta distancia el micrófono se encuentra en la región de campo cercano del transductor, ya que el límite de esta región es dado por $L_d = D_{trans}^2 f / (4V_p) = 8$ cm, donde $D_{trans} = 4$ cm es el diámetro del transductor, $f = 20$ kHz la frecuencia central del pulso emitido y $V_p = 100$ m/s la velocidad máxima encontrada en los resultados experimentales. Esta configuración evita los efectos de difracción en la amplitud de la señal que llega al micrófono una vez ha pasado por la capa de polvo. Además, nosotros elegimos la frecuencia central de 20 kHz porque la velocidad de las ondas-P expuestas en

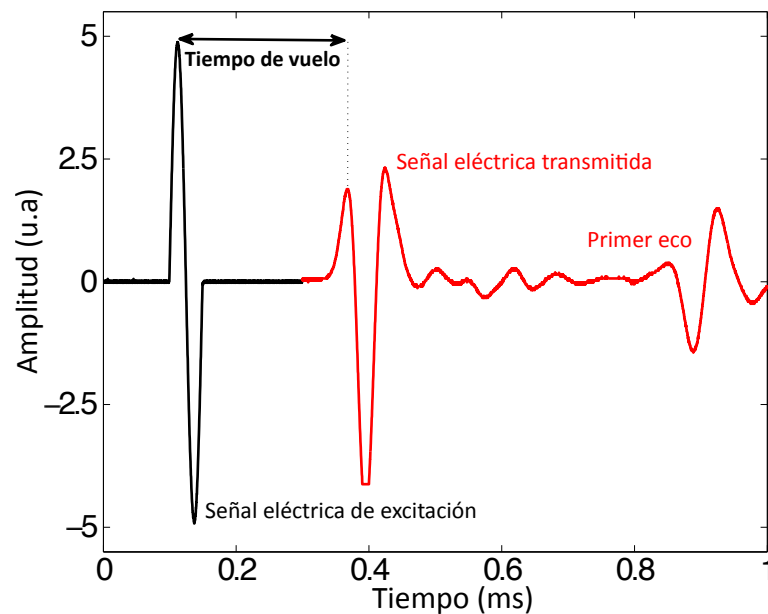


Figura 3.6: Señal eléctrica introducida en el transductor emisor y señal eléctrica recibida por el osciloscopio después de haber sido amplificada.

el capítulo anterior para las muestras de magnetita en este rango de consolidaciones es prácticamente independiente de la frecuencia cuando se sobrepasan los 10 kHz. Por tanto, haciendo uso de una frecuencia de valor $f = 20$ kHz se consigue minimizar la distorsión del pulso transmitido por el transductor emisor.

3.6. Resultados

Antes de medir la velocidad del sonido, el polvo de la muestra se inicializa para eliminar cualquier efecto de memoria provocado por medidas anteriores. La inicialización se consigue mediante el proceso de fluidización donde se usa aire seco como gas.

El flujo de gas durante la fluidización se selecciona con un rotámetro de valor $Q = 15$ l/min para el polvo de magnetita en el que sus partículas tienen

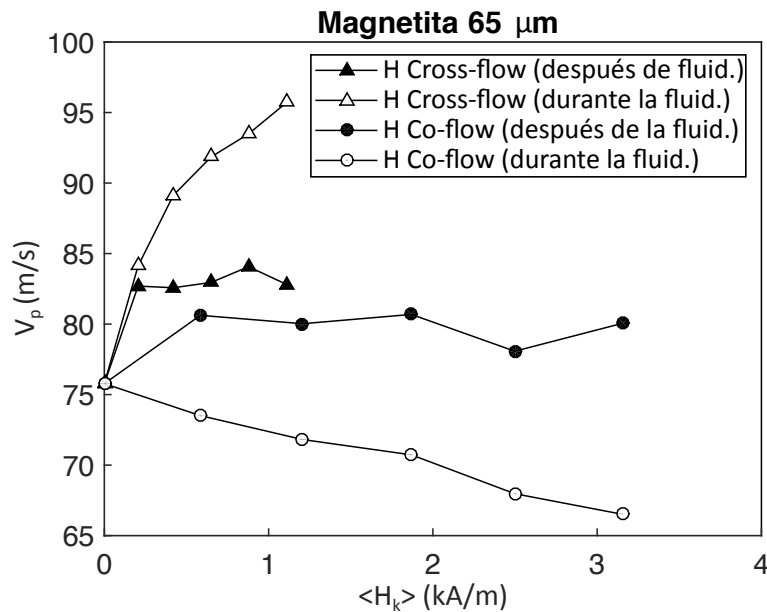


Figura 3.7: Velocidades de la onda V_p medidas para la misma muestra de $65 \mu\text{m}$ de magnetita después de haber realizado diferentes procedimientos de inicialización en función del campo magnético medio $\langle H_k \rangle$ en el interior del polvo. Para la configuración co-flow $H_k = H_z$, mientras que para la configuración cross-flow $H_k = H_x$. Los cambios en la velocidad del sonido son mayores cuando se aplica el campo magnético mientras el polvo está fluidizado.

un menor tamaño ($d_p = 35 \mu\text{m}$) y de $Q = 20 \text{ l/min}$ para el resto de muestras. Estos valores de caudal corresponden a velocidades superficiales de gas de $U = 15,63 \text{ cm/s}$ y $U = 20,83 \text{ cm/s}$, respectivamente. La razón para usar un valor menor del flujo para la muestra que contiene partículas de menor tamaño fue reducir la elutriación de la muestra. Fijándonos en el instante en el que se puede aplicar el campo magnético, existen dos posibilidades: aplicar el campo magnético mientras el polvo es fluidizado o aplicarlo una vez que se ha cortado el flujo de gas y el polvo se encuentra sedimentado. Si el campo es aplicado durante la fluidización, las bobinas de Helmholtz son activadas una vez que el flujo de aire seco ha pasado por la muestra durante un minuto. Una vez que el campo se ha aplicado, el flujo de gas se corta para que las partículas se asienten en la celda. El

campo magnético creado por las bobinas hace que las partículas formen cadenas a lo largo de una dirección favorable que puede ser estimada a partir de los valores de la fuerza magnética y la fuerza de arrastre que actúa sobre una partícula [122]. Si el campo se aplica después de que la muestra se haya fluidizado, las bobinas de Helmholtz no son conectadas hasta que el polvo está totalmente asentado en la celda. La aplicación del campo magnético después de haber fluidizado la muestra no provoca ningún cambio en la posición de las partículas respecto a la que ocupaban una vez que el proceso de sedimentación finalizó. En la figura 3.7 se puede observar que las diferencias en el proceso de inicialización tienen un efecto en la velocidad del sonido medida cuando el polvo (partículas de magnetita con un tamaño de $65 \mu\text{m}$) está sedimentado. Cuando el campo magnético se aplica después de la fluidización, la velocidad del sonido aumenta para ambas configuraciones (co-flow y cross-flow), aunque se observa que este aumento es ligeramente superior para la configuración cross-flow. Sin embargo, la aplicación del campo magnético durante la fluidización causa mayores cambios en la velocidad del sonido y a diferencia de aplicarlo después de la fluidización, la velocidad del sonido aumenta en la configuración cross-flow, mientras que decrece para la configuración co-flow. Dado que aplicar el campo magnético después de la fluidización no provoca ninguna reorganización en las partículas, podemos afirmar que no hay cambios en el número de coordinación z , la fracción sólida ϕ y la orientación de los contactos. Por tanto, se puede demostrar como veremos en la siguiente sección que si el medio granular se considera como un continuo y la distribución de contactos hertzianos siguen una distribución angular isótropa, el aumento en la velocidad de propagación de las ondas-P V_p se debe a un aumento en la rigidez del contacto k_n cuando existen fuerzas magnéticas entre las partículas que componen al medio. La fuerza magnética f_m entre dos esferas aisladas y magnetizadas con un diámetro d , cuyos centros están separados una distancia r formando un ángulo θ con un campo magnético uniforme \mathbf{H} , es dada por [126]:

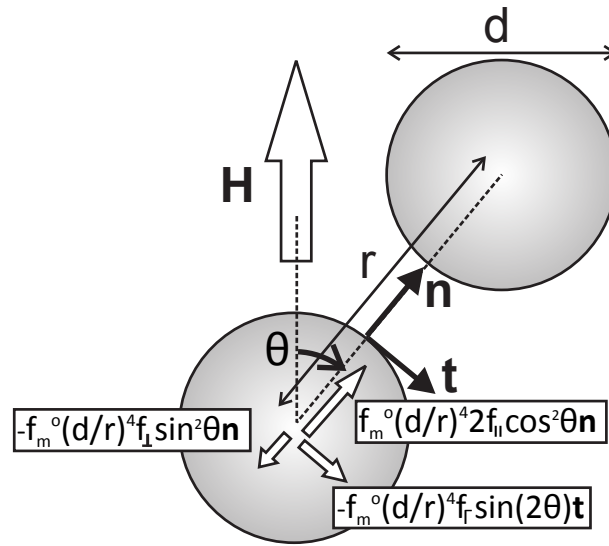


Figura 3.8: Componentes de la fuerza magnética actuando en una esfera magnetizable con diámetro d ejercida por otra esfera de idénticas propiedades en presencia de un campo magnético externo H .

$$\mathbf{f}_m = f_m^o \left(\frac{d}{r}\right)^4 [(2f_{\parallel} \cos^2 \theta - f_{\perp} \sin^2 \theta)\mathbf{n} + f_{\Gamma} \sin(2\theta)\mathbf{t}] \quad (3.5)$$

$$f_m^o = \frac{3}{16} \pi \mu_o d^2 \left(\frac{\chi_p}{3 + \chi_p}\right)^2 H^2.$$

donde \mathbf{n} y \mathbf{t} son vectores unitarios en la misma dirección y perpendicular, respectivamente, a la línea que une el centro de las partículas (ver figura 3.8). Los coeficientes f_{\parallel} , f_{\perp} , y f_{Γ} dependen de la susceptibilidad magnética de la partícula χ_p [126]; para $\chi_p = 11,4$, $f_{\parallel} = 9,854$, $f_{\perp} = 0,582$, y $f_{\Gamma} = 1,833$. Esta línea forma un ángulo θ con la dirección del campo magnético.

La importancia de la fuerza atractiva magnética y de compresión debida al peso de las partículas se puede medir, comparando f_m^o con la fuerza de contacto f_c resultante de la tensión de consolidación σ_c que actúa sobre el polvo, que de acuerdo con la fórmula de Rumpf [90] se puede calcular como:

$$f_c = \frac{\pi d^2}{\phi z} \sigma_c \quad (3.6)$$

En celdas donde el cociente entre la anchura y la altura es pequeño como ocurre en nuestro caso, la tensión de consolidación σ_c del material dentro de la celda es del orden de $\rho_p \phi g h_w$ [83], donde g es la aceleración de la gravedad y h_w es la dimensión más pequeña de la sección transversal de la celda. En nuestro caso, $h_w = 2$ cm, con lo cual asumiendo que $\phi \simeq 0,45$ se llega a que $\sigma_c \sim 446$ Pa y usando la ecuación 3.6 con $z = 6$ (el número de contactos en un empaquetamiento aleatorio compacto [94]) y $d = 65 \mu\text{m}$, obtenemos que $f_c \sim 2000$ nN. Por otra parte, para conocer el orden de magnitud de las fuerzas magnéticas, usamos el valor máximo del campo dentro del material en nuestros experimentos $H = 3,5$ kA/m, lo que conduce a un valor $f_m^o \sim 6$ nN. Si se hace el cociente entre las dos fuerzas estimadas $f_m/f_c \sim 0,003$, podemos observar que este resultado es independiente del tamaño de las partículas, dado que f_m^o y f_c escalan con una dependencia d^2 . Por tanto, esto significa que la fuerza magnética contribuye muy poco a las fuerzas de contacto entre partículas en la región donde se propaga el sonido. Aunque la ecuación 3.5 predice que para algunas orientaciones θ la fuerza magnética es atractiva y para otras repulsiva, los contactos atractivos son los que predominan, dando lugar a un aumento de la cohesión del material, incluso hasta en el caso en que las partículas no son capaces de orientar sus contactos a lo largo de las direcciones más favorables en la región donde existe un campo magnético total H [127]. Asumiendo que la deformación del contacto entre partículas es elástica, la fuerza resultante de la deformación elástica en los contactos deben de ser igual a la suma total de fuerzas (externas mas atractivas) que actúan sobre las partículas [41].

Si las fuerzas atractivas entre partículas aumentan como resultado de la aparición de fuerzas magnéticas, entonces la deformación del contacto debe aumentar y la rigidez elástica k_n de los contactos también, ya que todos los modelos que describen el contacto entre partículas predicen que la rigidez aumenta con la deformación del contacto [22]. Como se ha dicho anteriormente, cuando el campo magnético se aplica durante la fluidización y éste se deja aplicado en el

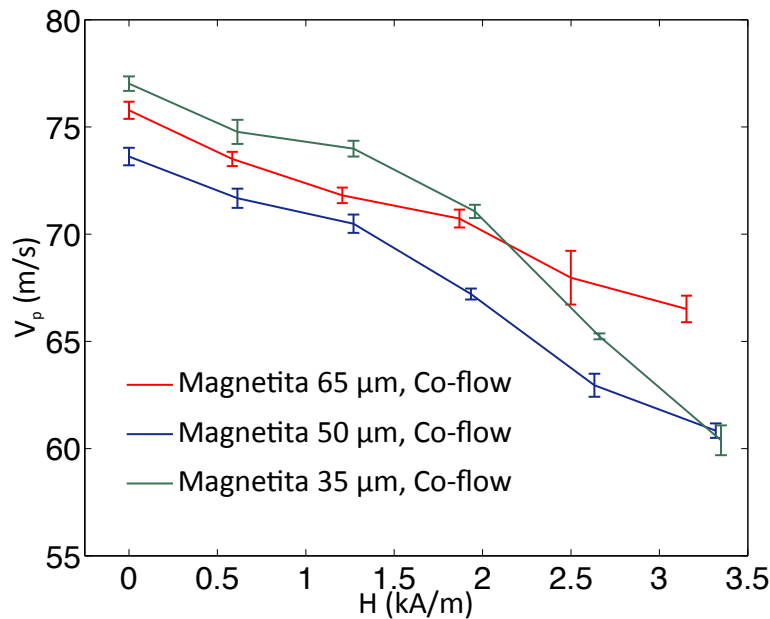


Figura 3.9: Velocidad longitudinal V_p en función del campo magnético promediado en volumen $\langle H_z \rangle$ dentro de la muestra en la configuración co-flow para tres tamaños nominales de partículas. La dirección de propagación del sonido es perpendicular a la dirección del campo magnético creado por las bobinas.

proceso de sedimentación, las partículas tienen la oportunidad de orientar sus contactos en las direcciones en las cuales las fuerzas magnéticas son atractivas. Además, se ha observado que la cohesión de la muestra sedimentada en este caso es mayor que si aplicamos el campo después de la fluidización, a pesar de que la reorientación de los contactos entre partículas provoque una disminución de la fracción sólida [127]. Entonces cuando el campo magnético se aplica durante el proceso de fluidización existen varios efectos que se deben analizar por separado. Por un lado, el aumento de las fuerzas magnéticas atractivas en promedio tiende a aumentar la velocidad de propagación del sonido V_p , mientras que por otra parte, la disminución de la fracción sólida ϕ tiende a disminuir la velocidad de propagación del sonido. Además, se espera que unas fracciones sólidas mas bajas en el polvo provoquen una disminución en el número de coordinación z , lo que contribuiría a una disminución de V_p . La dependencia de la velocidad de

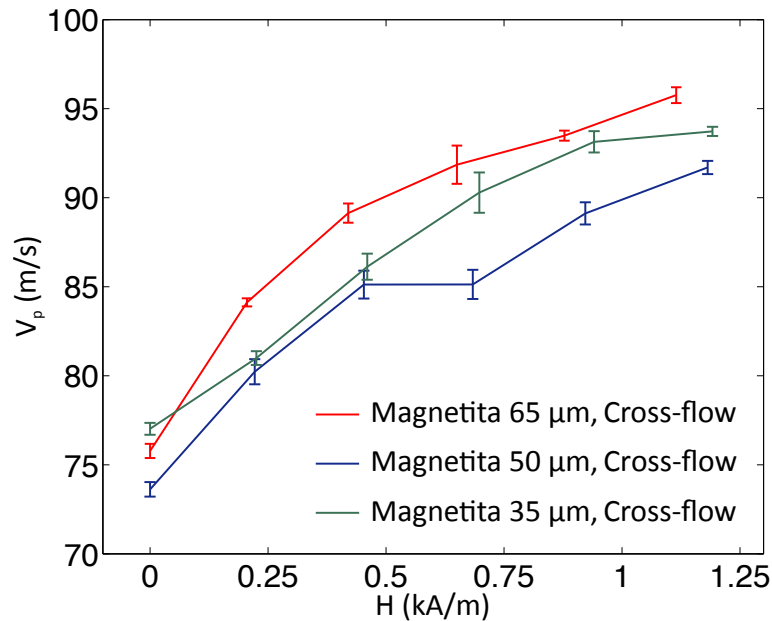


Figura 3.10: Velocidad longitudinal V_p en función del campo magnético promediado en volumen $\langle H_x \rangle$ dentro de la muestra en la configuración cross-flow para tres tamaños nominales de partículas. La dirección de propagación del sonido es paralela a la dirección del campo magnético creado por las bobinas.

la propagación del sonido V_p y la fracción sólida ϕ se ha medido en función del campo magnético en el caso en el que campo magnético es aplicado durante la fluidización para los 3 tamaños de partícula de magnetita de los que disponemos. Los resultados se muestran en función del campo magnético promedio en el volumen de la muestra $\langle H_z \rangle$ en la figura 3.9 para la configuración co-flow y en función de $\langle H_x \rangle$ en la figura 3.10 para la configuración cross-flow. Cada punto experimental de las gráficas es la media de 6 medidas y la barra de error representa la desviación estándar. Para todos los tamaños de partícula, V_p decrece cuando el campo magnético dentro del material aumenta en la configuración co-flow, mientras que para la configuración cross-flow aumenta. Aunque el campo magnético creado por las bobinas cubre el mismo rango de valores en ambas gráficas, el valor máximo del campo magnético dentro de la muestra es más pequeño en la configuración cross-flow debido a que el factor

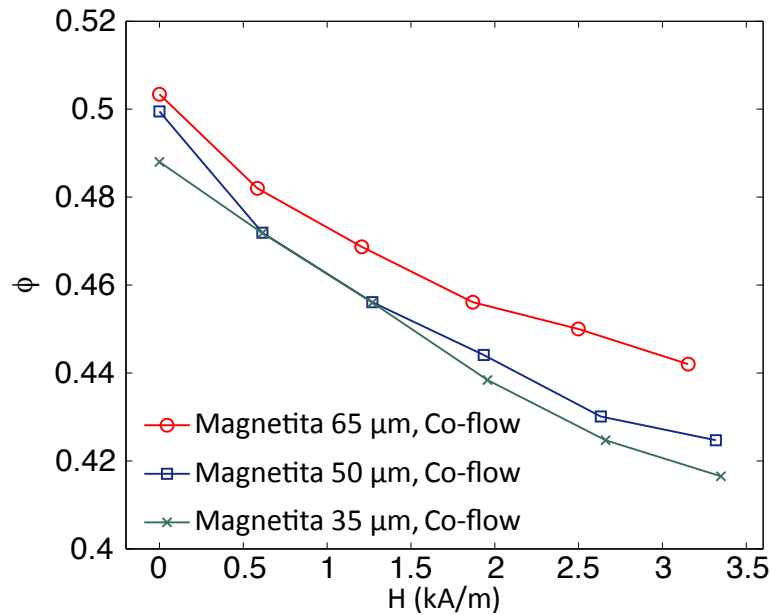


Figura 3.11: Fracción sólida ϕ en función del campo magnético promediado en volumen $\langle H_z \rangle$ dentro de la muestra en la configuración co-flow para tres tamaños nominales de partículas.

de desmagnetización $\langle H_x \rangle / H_c$ es más pequeño que el factor $\langle H_z \rangle / H_c$. La fracción sólida del polvo también cambia al aplicar un campo magnético, ya que se produce la formación de cadenas de partículas. Las fracciones sólidas se muestran en las figuras 3.11 y 3.12 para la configuración co-flow y cross-flow respectivamente. Sin embargo, al contrario de lo que ocurre en la velocidad del sonido, las fracciones sólidas disminuyen en ambas configuraciones cuando el campo magnético aumenta dentro de la muestra. La tendencia es más pronunciada en la configuración co-flow tal y como se encontró en trabajos anteriores [128]. Por tanto, cuando el campo magnético se aplica durante la fluidización, hay tres efectos que pueden modificar la velocidad del sonido V_p en nuestras muestras: 1) el cambio en la fracción sólida de la muestra que de acuerdo con la Teoría del Medio Efectivo que veremos en la siguiente sección debe disminuir la velocidad del sonido; 2) el cambio en las fuerzas de contacto entre partículas cuando el campo magnético se aplica, lo que debería aumentar la velocidad

del sonido y 3) el cambio en la microestructura cuando el campo magnético se aplica. En el siguiente apartado del capítulo se expondrá un modelo teórico para así evaluar la importancia de cada una de estas causas en la modificación de la velocidad.

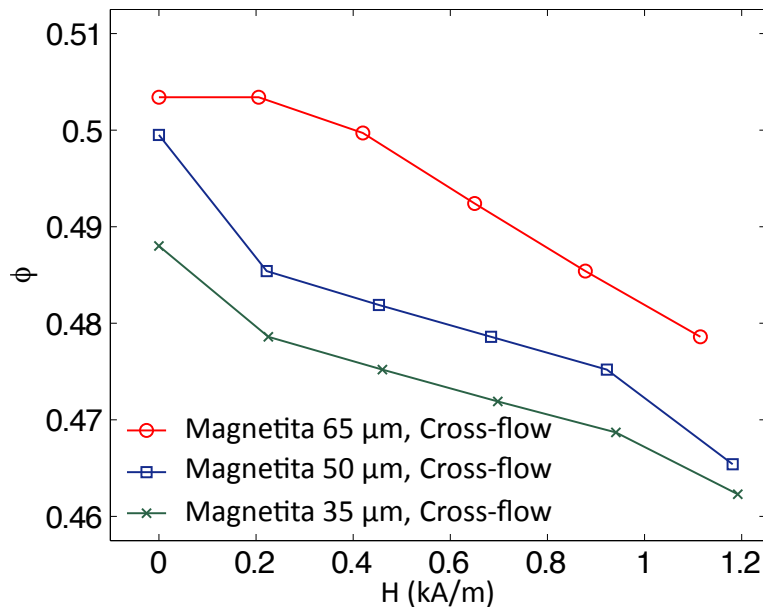


Figura 3.12: Fracción sólida ϕ en función del campo magnético promediado en volumen $\langle H_x \rangle$ dentro de la muestra en la configuración cross-flow para tres tamaños nominales de partículas.

3.7. Modelo teórico para las oscilaciones de un medio granular tridimensional puramente elástico.

3.7.1. Ondas elásticas en un medio continuo.

La propagación de las ondas elásticas en un medio continuo depende de los coeficientes elásticos del medio [129]. El número de coeficientes elásticos que

hacen falta para describir un medio continuo depende de su grado de isotropía. En el caso más sencillo donde todas las direcciones son equivalentes, es decir, el medio es isótropo, solo son necesarios dos coeficientes, el módulo de compresibilidad K y el módulo de cizalladura μ , de modo que para un medio isótropo la Ley de Hooke puede ser escrita de la siguiente manera:

$$\sigma_{ij} = K\varepsilon_{ll}\delta_{ij} + 2\mu\left(\varepsilon_{ij} - \frac{1}{3}\delta_{ij}\varepsilon_{ll}\right) \quad (3.7)$$

con σ_{ij} el tensor de tensiones que representa la i -ésima componente de la tensión que actúa sobre la cara- j de la superficie de un elemento diferencial de volumen en función del tensor de deformaciones, el cual se define con la siguiente expresión:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i}\right) \quad (3.8)$$

donde $\mathbf{u} = (u_1, u_2, u_3)$ representa el desplazamiento de un elemento de diferencial de volumen del cuerpo que ocupa una posición inicial $\mathbf{x} = (x_1, x_2, x_3)$ en cierto sistemas de coordenadas antes de ser deformado.

Sin embargo, la Ley de Hooke para un medio en el que existe una dirección preferente es diferente a la del caso isótropo. Se escogerá como dirección privilegiada la que determina el eje Z , ya que es donde el campo magnético se aplica provocando una anisotropía en el medio. Teniendo estas dos consideraciones anteriores la Ley de Hooke se escribe:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & \dots & 0 & \dots \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & & & \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & & & \\ \dots & & & C_{44} & & \\ 0 & & & & C_{55} & \\ \dots & & & & & C_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (3.9)$$

Con $C_{22} = C_{11}$ y $C_{23} = C_{13}$. Hay que aclarar que estamos usando una notación simplificada, ya que en gran parte de la bibliografía la relación entre la tensión

y la deformación se escribe como sigue aquí abajo:

$$\sigma_{ij} = c_{ijkl}\varepsilon_{kl}. \quad (3.10)$$

Los cambios y reducciones en la notación simplificada son los siguientes:

$$C_{IJ} = c_{ijkl}; I \rightarrow ij \quad (3.11)$$

$$1 \rightarrow 11; 2 \rightarrow 22; 3 \rightarrow 33$$

$$4 \rightarrow 23, 32; 5 \rightarrow 13, 31; 6 \rightarrow 12, 21$$

con lo que los coeficientes c_{ijkl} que aparecen en la ecuación 3.10 se relacionan con los coeficientes C_{ij} en la forma:

$$\begin{aligned} C_{11} &= c_{11111}; C_{22} = c_{22222}; C_{33} = c_{33333} \\ C_{44} &= c_{2323} = c_{3223} = c_{3232} = c_{2332} \\ C_{55} &= c_{3131} = c_{1331} = c_{1313} = c_{3113} \\ C_{66} &= c_{1212} = c_{2112} = c_{2121} = c_{1221} \\ C_{12} &= c_{1122} = c_{2211}; C_{13} = c_{1133} = c_{3311} \\ C_{23} &= c_{2233} = c_{3322} \end{aligned} \quad (3.12)$$

El punto de partida para hallar la ecuación de ondas en un medio continuo es la ecuación de movimiento de un elemento diferencial de volumen del sólido:

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{\partial^2 \delta u_i}{\partial t^2} \quad (3.13)$$

donde ρ es la densidad del sólido. Se usa el símbolo δ para indicar que δu_i es un desplazamiento pequeño para así poder estar en el régimen de deformaciones descrito por la Elasticidad Lineal [130]. Introduciendo la ecuación 3.10 en la ecuación 3.13 llegamos a:

$$\rho \frac{\partial^2 \delta u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial \varepsilon_{kl}}{\partial x_j} \quad (3.14)$$

y haciendo uso de la expresión 3.8 en la ecuación anterior obtenemos:

$$\rho \frac{\partial^2 \delta u_i}{\partial t^2} = \frac{1}{2} c_{ijkl} \left(\frac{\partial \delta u_k}{\partial x_j \partial x_l} + \frac{\partial \delta u_l}{\partial x_j \partial x_k} \right) \quad (3.15)$$

Aunque no se perciba a simple vista, la ecuación 3.15 es una ecuación de ondas donde $\delta \vec{u} = (\delta u_1, \delta u_2, \delta u_3)$ son los desplazamientos que aparecen en un medio continuo debido a la propagación de ésta. La ecuación 3.15 también la cumple cualquier medio granular siempre y cuando estemos en el límite de onda larga ($\lambda \gg R$) y los desplazamientos provocados por la onda acústica sean muchos más pequeños que el tamaño de la partícula $|\delta \vec{u}| \ll R$, como ocurre en nuestro experimentos.

3.7.1.1. Onda longitudinal tipo P propagándose en la dirección perpendicular a la preferente.

Suponemos que la onda se propaga a lo largo de la dirección del eje X y que es una onda P , con lo cual:

$$\delta u_1 = s_o \cos \left(2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) ; \delta u_2 = \delta u_3 = 0 \quad (3.16)$$

con lo que llegamos a:

$$\rho \frac{\partial^2 \delta u_1}{\partial t^2} = \frac{1}{2} c_{1j1l} \frac{\partial^2 \delta u_1}{\partial x_j \partial x_l} + \frac{1}{2} c_{1jk1} \frac{\partial^2 \delta u_1}{\partial x_j \partial x_k} \quad (3.17)$$

Ahora bien:

$$\frac{\partial \delta u_1}{\partial x_2} = \frac{\partial \delta u_1}{\partial x_3} = 0 \quad (3.18)$$

lo que nos deja:

$$\rho \frac{\partial^2 \delta u_1}{\partial t^2} = c_{1111} \frac{\partial^2 \delta u_1}{\partial x_1^2} \quad (3.19)$$

Así que la velocidad de propagación de la onda es

$$V_p = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}} \quad (3.20)$$

3.7.1.2. Onda longitudinal tipo P propagándose en dirección paralela a la preferente.

Supongamos que una onda P se propaga a lo largo de la dirección del eje Z . La función de onda de esa onda es:

$$\delta u_i = s_o \delta_{i3} \cos \Phi ; \Phi = 2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} x_3 \quad (3.21)$$

Sustituyendo en la ecuación 3.15 nos queda:

$$\rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_3 = \frac{1}{2} C_{3jkl} \frac{\partial}{\partial x_j} \left(\frac{\partial \delta u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial \delta u_l}{\partial x_k} \right) \quad (3.22)$$

Y puesto que debido a la forma de la fase Φ , todas las derivadas con respecto a las coordenadas espaciales excepto la x_3 son iguales a cero:

$$\rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_3 = c_{3333} \frac{\partial^2}{\partial x^2} \delta u_3 = C_{33} \frac{\partial^2}{\partial x^2} \delta u_3 \quad (3.23)$$

la velocidad de propagación de la onda es:

$$V_p = \sqrt{\frac{C_{33}}{\rho}} \quad (3.24)$$

3.7.1.3. Onda propagándose en una dirección cualquiera.

Suponemos que la dirección de propagación forma un ángulo α con el eje X y está contenida en el plano XZ , de modo que:

$$\delta u_1 = s_o \cos \beta \cos \Phi \quad (3.25)$$

$$\delta u_3 = -s_o \sin \beta \cos \Phi \quad (3.26)$$

$$\Phi = 2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} (x_1 \cos \alpha - x_3 \sin \alpha) \quad (3.27)$$

Donde el ángulo β no tiene porque ser igual al ángulo α , es decir, la onda no tiene porque ser una onda longitudinal y en general, será una mezcla de una onda P y una onda S . Ahora tenemos que sustituir los valores de las deformaciones

en la ecuación 3.15. De momento, lo hacemos solo para δu_1 :

$$\begin{aligned}
 \rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_1 &= \frac{1}{2} c_{1jkl} \left(\frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_l} \delta u_k + \frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_k} \delta u_l \right) \\
 \rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_1 &= \frac{1}{2} c_{1j1l} \left(\frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_l} \delta u_1 + \frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_1} \delta u_l \right) + \\
 &\quad \frac{1}{2} c_{1j3l} \left(\frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_l} \delta u_3 + \frac{\partial^2}{\partial u_j \partial x_3} \delta u_l \right) \\
 \rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_1 &= \frac{1}{2} c_{1j11} \left(\frac{\partial^2}{\partial u_j \partial x_1} \delta u_1 + \frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_1} \delta u_1 \right) + \\
 &\quad \frac{1}{2} c_{1j13} \left(\frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_3} \delta u_1 + \frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_1} \delta u_3 \right) + \\
 &\quad \frac{1}{2} c_{1j31} \left(\frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_1} \delta u_3 + \frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_3} \delta x_1 \right) + \\
 &\quad \frac{1}{2} c_{1j33} \left(\frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_3} \delta u_3 + \frac{\partial^2}{\partial x_j \partial x_3} \delta u_3 \right)
 \end{aligned} \tag{3.28}$$

Ahora usamos que:

$$\begin{aligned}
 c_{1j11} \neq 0 &\Leftrightarrow j = 1 ; c_{1j13} \neq 0 \Leftrightarrow j = 3 \\
 c_{1j31} \neq 0 &\Leftrightarrow j = 3 ; c_{1j33} \neq 0 \Leftrightarrow j = 1
 \end{aligned} \tag{3.29}$$

Con lo que nos queda:

$$\begin{aligned}
 \rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_1 &= c_{1111} \frac{\partial^2}{\partial x_1^2} \delta u_1 + \frac{1}{2} c_{1313} \left(\frac{\partial^2}{\partial x_3^2} \delta u_1 + \frac{\partial^2}{\partial x_3 \partial x_1} \delta u_3 \right) + \\
 &\quad \frac{1}{2} c_{1331} \left(\frac{\partial^2}{\partial u_3 \partial x_1} \delta u_3 + \frac{\partial^2}{\partial x_3^2} \delta u_1 \right) + c_{1133} \frac{\partial^2}{\partial x_1 \partial x_3} \delta u_3
 \end{aligned} \tag{3.30}$$

Y usando el convenio de dos índices para los coeficientes elásticos:

$$\rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_1 = C_{11} \frac{\partial^2}{\partial x_1^2} \delta u_1 + (C_{13} + C_{55}) \frac{\partial^2}{\partial x_1 \partial x_3} \delta u_3 + C_{55} \frac{\partial^2}{\partial x_3^2} \delta x_1 \tag{3.31}$$

Repitiendo el mismo procedimiento para δu_3 se llega a:

$$\rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \delta u_3 = C_{33} \frac{\partial^2}{\partial x_3^2} \delta u_3 + (C_{13} + C_{55}) \frac{\partial^2}{\partial x_1 \partial x_3} \delta u_1 + C_{55} \frac{\partial^2}{\partial x_1^2} \delta u_3 \tag{3.32}$$

Ahora se usa que:

$$\frac{\partial}{\partial t} = 2\pi ft ; \frac{\partial}{\partial x_1} = -\frac{2\pi}{\lambda} \cos \alpha ; \frac{\partial}{\partial x_3} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin \alpha ; V_p = \lambda f \tag{3.33}$$

Lo que nos conduce al siguiente sistema de ecuaciones algebraicas:

$$\begin{aligned}\rho V_p^2 \delta u_1 &= (C_{11} \cos^2 \alpha + C_{55} \sin^2 \alpha) \delta u_1 - (C_{13} + C_{55}) \sin \alpha \cos \alpha \delta u_3 \\ \rho V_p^2 \delta u_3 &= -(C_{13} + C_{55}) \sin \alpha \cos \alpha \delta u_1 + (C_{33} \sin^2 \alpha + C_{55} \cos^2 \alpha) \delta u_3\end{aligned}\quad (3.34)$$

Para que el sistema sea compatible indeterminado:

$$\begin{aligned}(C_{13} + C_{55})^2 \sin^2 \alpha \cos^2 \alpha = \\ (C_{11} \cos^2 \alpha + C_{55} \sin^2 \alpha - \rho V_p^2) (C_{33} \sin^2 \alpha + C_{55} \cos^2 \alpha - \rho V_p^2)\end{aligned}\quad (3.35)$$

Y de esta ecuación se encuentra la velocidad de propagación V_p de la onda. Es más sencillo ver el problema en forma matricial:

$$\rho V_p^2 \begin{pmatrix} \delta x \\ \delta y \end{pmatrix} = \quad (3.36)$$

$$\begin{pmatrix} C_{11} \cos^2 \alpha + C_{55} \sin^2 \alpha & -(C_{13} + C_{55}) \sin \alpha \cos \alpha \\ -(C_{13} + C_{55}) \sin \alpha \cos \alpha & C_{33} \sin^2 \alpha + C_{55} \cos^2 \alpha \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \delta x \\ \delta y \end{pmatrix} \quad (3.37)$$

de la que obtenemos una velocidad V_p para cada uno de los vectores de polarización con la forma $(\delta u_1, 0, \delta u_3)$, ya que el anterior sistema es un problema de autovalores.

3.7.1.4. Relaciones entre magnitudes microscópicas y macroscópicas en un medio granular.

Si se quiere homogeneizar un medio granular hay que partir del tensor de estructura, éste mide cómo están orientados los contactos y se define con la siguiente expresión [131]:

$$F_{ij} = \frac{3\phi z}{4\pi R^2} \int d\Omega P(\Omega) n_i n_j \quad (3.38)$$

$P(\Omega)$ es la distribución angular de los contactos normalizada a la unidad, mientras que n_i es la componente- i del vector normal a los puntos de contacto. Usando coordenadas esféricas y centrandó nuestro sistema de coordenadas en el

centro de una de las partículas, se obtienen los siguientes valores para cada componente:

$$n_1 = \sin \theta \cos \varphi = \sqrt{\frac{2\pi}{3}} (Y_1^1 + Y_1^{-1}) \quad (3.39)$$

$$n_2 = \sin \theta \sin \varphi = -j \sqrt{\frac{2\pi}{3}} (Y_1^1 - Y_1^{-1}) \quad (3.40)$$

$$n_3 = \cos \theta = 2 \sqrt{\frac{\pi}{3}} Y_1^0 \quad (3.41)$$

donde Y_l^m es el armónico esférico de grado l y orden m . En un medio granular se puede calcular el tensor de deformación ε_{ij} y el tensor de tensiones σ_{ij} con las siguientes relaciones [131]:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{3\phi z}{8\pi R^3} \int u_i^r n_k A_{kj} P(\Omega) d\Omega \quad (3.42)$$

$$\sigma_{ij} = \frac{3\phi z}{4\pi R^2} \int d\Omega n_i F_j P(\Omega) \quad (3.43)$$

donde A_{kj} es el inverso del tensor de estructura y u_i^r es el desplazamiento relativo entre partículas vecinas. Esta definición provoca que ambos tensores pueden llegar a ser no simétricos. Por ejemplo, si se diera el caso de que $u_1^r \neq 0$, $u_2^r = 0$, $u_3^r = 0$, tendríamos que $\varepsilon_{21} = \varepsilon_{31} = 0$ pero pudiera ocurrir que $\varepsilon_{12} \neq 0$ y $\varepsilon_{13} \neq 0$. En medios elásticos continuos, tanto el tensor de tensiones como el tensor de deformación son simétricos, así que debemos simetrizar ambos tensores, de modo que los definiremos como:

- Tensor de deformación

$$\varepsilon_{ij} = \frac{3\phi z}{16\pi R^3} \int (u_i^r n_k A_{kj} + u_j^r n_k A_{ki}) P(\Omega) d\Omega \quad (3.44)$$

- Tensor de tensiones

$$\sigma_{ij} = \frac{3\phi z}{8\pi R^2} \int d\Omega (n_i F_j + n_j F_i) P(\Omega) \quad (3.45)$$

Supondremos que en el medio existe un estado de tensiones pre-existente σ_{ij}^o y que el paso de la onda causa una perturbación $\delta\sigma_{ij}$ a ese estado de tensiones tal que $\sigma_{ij} = \sigma_{ij}^o + \delta\sigma_{ij}$. Por lo tanto, las fuerzas de contacto experimentan también una perturbación de modo que $F_i = F_i^o + \delta F_i$, con lo cual:

$$\delta\sigma_{ij} = \frac{3\phi z}{8\pi R^2} \int d\Omega (n_i \delta F_j + n_j \delta F_i) P(\Omega) \quad (3.46)$$

suponiendo que no hay fuerzas tangenciales de contacto:

$$\delta F_i = k_n (u_j^r n_j) n_i \quad (3.47)$$

donde k_n es la rigidez normal del contacto. Si suponemos que todas las fuerzas de contacto eran iguales antes del paso de la perturbación, k_n no depende de la dirección del contacto, tenemos que:

$$\begin{aligned} \delta\sigma_{ij} &= \frac{3\phi z}{8\pi R^2} k_n \int d\Omega [n_i (u_l^r n_l) n_j + n_j (u_l^r n_l) n_i] P(\Omega) = \\ \delta\sigma_{ij} &= \frac{3\phi z}{4\pi R^2} k_n \int d\Omega P(\Omega) n_i n_j u_l^r n_l \end{aligned} \quad (3.48)$$

Bajo estas hipótesis la perturbación $\delta\sigma_{ij}$ al estado de tensiones preexistente solo depende de la distribución angular de los contactos y de la perturbación a la posición de las partículas u_l^r . Con las mismas hipótesis, es decir, todas las fuerzas son paralelas a la normal en los puntos de contacto y todas las fuerzas de contacto tienen la misma magnitud, el tensor de tensiones puede escribirse como:

$$\sigma_{ij}^o = \frac{3\phi z}{4\pi R^2} F_o \int d\Omega P(\Omega) n_i n_j \quad (3.49)$$

Con lo que, usando desde 3.39 hasta 3.41, nos queda que el cálculo de las deformaciones y las tensiones en un medio granular son integrales que dependen de la forma de la distribución angular de contactos $P(\Omega)$.

3.7.1.5. Onda P en un medio con distribución de contactos isótropa de tipo Hertziano.

En el caso en que todas las direcciones son equiprobables para todos los contactos, la distribución angular de los contactos es:

$$P(\Omega) = \frac{1}{4\pi} \quad (3.50)$$

Lo que da como resultado el siguiente tensor de estructura acompañado de su inverso:

$$F_{ij} = \frac{1}{4\pi} \frac{\phi z}{R^2} \delta_{ij} ; A_{ij} = \frac{4\pi R^2}{\phi z} \delta_{ij} \quad (3.51)$$

Suponemos que la onda P se propaga a lo largo de la dirección del eje X . Dado que la distribución angular de contactos es isótropa, la propagación de una onda elástica en el interior del medio no debe depender de la dirección. Por lo tanto, lo que se va a deducir para la dirección X es equivalente para cualquier dirección de propagación. Si la posición de cada partícula experimenta una perturbación:

$$\delta u_i = s_o \delta_{i1} \cos \left(2\pi f t - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) \quad (3.52)$$

con una fase inicial que se considera cero para facilitar todos los cálculos. Además, hay que destacar que haciendo esta consideración no se pierde información, ya que la fase depende del origen de posición y de tiempo.

El desplazamiento relativo u_i^r de dos partículas vecinas viene dado por

$$u_i^r = \delta u_i' - \delta u_i ; x_i' = x_i + 2R n_i \quad (3.53)$$

luego:

$$u_i^r = s_o \delta_{i1} \left[\cos \left(2\pi f t - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 - \frac{2\pi}{\lambda} 2R n_1 \right) - \cos \left(2\pi f t - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) \right] \quad (3.54)$$

Si nos encontramos en el límite de onda larga $2R \ll \lambda$ como es nuestro caso, podemos realizar un desarrollo en serie de Taylor llegando a:

$$u_i^r = 4\pi R \delta_{i1} \frac{s_o}{\lambda} \sin \left(2\pi f t - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) n_1 \quad (3.55)$$

Sustituyendo esta expresión 3.55 en la expresión del tensor de deformación 3.44, encontramos que la deformación causada por el paso de la onda es:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{3}{2} \frac{s_o}{\lambda} \delta_{i1} \sin \left(2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) \int d\Omega n_1 n_j \quad (3.56)$$

lo que da como resultado:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{11} &= 2\pi \frac{s_o}{\lambda} \sin \left(2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) \\ \varepsilon_{ij} &= 0 \text{ si } i, j \neq 1, 1 \end{aligned} \quad (3.57)$$

Si ahora se sustituye la expresión 3.55 del desplazamiento relativo de dos partículas consecutivas en la expresión 3.48 de la perturbación del tensor de tensiones, obtenemos:

$$\delta\sigma_{ij} = \frac{3\phi z}{4\pi R} k_n \frac{s_o}{\lambda} \sin \left(2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) \int d\Omega n_i n_j n_1 n_1 \quad (3.58)$$

Dando lugar a las siguientes perturbaciones de la tensión respecto al estado inicial σ_{ij}^0 :

$$\delta\sigma_{11} = \frac{3\phi z}{5R} k_n \frac{s_o}{\lambda} \sin \left(2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) \quad (3.59)$$

$$\delta\sigma_{22} = \delta\sigma_{33} = \frac{\phi z}{5R} k_n \frac{s_o}{\lambda} \sin \left(2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} x_1 \right) \quad (3.60)$$

$$\delta\sigma_{12} = \delta\sigma_{13} = \delta\sigma_{23} = 0 \quad (3.61)$$

El módulo de compresibilidad K y el módulo de cizalladura μ del medio puede ser encontrado usando la Ley de Hooke para un medio isótropo (Ecuación 3.7). Relacionando los resultados que hemos encontrado $\varepsilon_{11} = \varepsilon_{11}$ mediante la Ley de Hooke, se tiene que:

$$\delta\sigma_{11} = \left(K + \frac{4}{3}\mu \right) \varepsilon_{11} \Rightarrow \frac{3\phi z}{5R} k_n = 2\pi \left(K + \frac{4}{3}\mu \right) \quad (3.62)$$

$$\delta\sigma_{22} = \delta\sigma_{33} = \left(K - \frac{2}{3}\mu \right) \varepsilon_{11} \Rightarrow \frac{\phi z}{5R} k_n = 2\pi \left(K - \frac{2}{3}\mu \right) \quad (3.63)$$

Una vez conocidos los valores del módulo de compresibilidad K y el módulo de cizalladura μ en función de diferentes parámetros microscópicos del medio granular, se puede calcular la velocidad de propagación de las ondas P con la siguiente expresión:

$$V_p = \sqrt{\frac{K + \frac{4}{3}\mu}{\rho}} = \sqrt{\frac{3\phi z k_n}{10\pi\rho R}} \quad (3.64)$$

Todo este cálculo se ha llevado a cabo suponiendo que si no hay un desplazamiento relativo de las partículas, el tensor de deformación $\varepsilon_{ij} = 0$, es decir, estamos seleccionando como estado de referencia para medir las deformaciones el estado en el que el medio está sometido a un estado de tensiones σ_{ij}^0 . Como se ha supuesto que la distribución de contactos es isótropa y que el valor de k_n es el mismo para todos los contactos, lo más razonable es suponer que el estado de tensiones σ_{ij}^0 es un estado de tensiones en el que las tensiones principales son iguales.

Para calcular el valor de k_n , la rigidez normal del contacto, vamos a usar el modelo de Hertz:

$$F_o = \frac{4}{3}E^*\sqrt{R^*}\delta_o^{3/2}; \quad \delta_o = \left(\frac{3}{4E^*}\right)^{2/3} \left(\frac{1}{R^*}\right)^{1/3} F_o^{2/3} \quad (3.65)$$

donde se ha escrito F_o y δ_o para indicar que se trata de la fuerza de contacto y la deformación existentes en los contactos bajo el estado de tensiones σ_{ij}^0 . Luego:

$$k_n = \frac{dF}{d\delta} = 2E^*\sqrt{R^*}\delta_o^{1/2} = (6R^*E^{*2}F_o)^{1/3} \quad (3.66)$$

Introduciendo el valor de k_n de la expresión anterior en la ecuación 3.64 tenemos que la velocidad longitudinal es igual a:

$$V_p = \sqrt{\frac{3\phi z}{10\pi\rho R} (3RE^{*2}F_o)^{1/6}} \quad (3.67)$$

Y como todas las partículas del medio son esferas del mismo tamaño, podemos sustituir valor del radio reducido R^* por $R/2$ en la ecuación anterior de la velocidad longitudinal, llegando a:

$$V_p = \sqrt{\frac{3\phi z}{10\pi\rho R}} (3RE^*F_o)^{1/6} \quad (3.68)$$

Suponemos que la fuerza de contacto F_0 no depende de la dirección en la que apuntan los contactos. Para encontrar la relación entre F_0 y el tensor de tensiones existentes en el medio granular σ_{ij}^0 utilizamos que:

$$\sigma_{ij}^o = \frac{3\phi z}{32\pi^2 R^2} \int d\Omega (n_i F_{oj} + n_j F_{oi}) \quad (3.69)$$

donde ya se ha usado que la distribución angular de los contactos es isótropa. Además, como hemos supuesto que las fuerzas de contacto son paralelas a la normal al contacto obtenemos:

$$F_{oi} = F_o n_i \Rightarrow \sigma_{ij}^o = \frac{3\phi z}{16\pi^2 R^2} F_o \int d\Omega n_i n_j = \frac{\phi z}{4\pi R^2} F_o \delta_{ij} \quad (3.70)$$

que es básicamente la fórmula de Rumpf [90, 91]. Llamando:

$$\sigma_o = \frac{\phi z}{4\pi R^2} F_o \Rightarrow k_n = \left(\frac{12\pi R^3}{\phi z} E^* \sigma_o \right)^{1/3} \quad (3.71)$$

podemos escribir la velocidad de la onda P de la siguiente forma:

$$V_p = \left(\frac{81}{250} \frac{z^2 \phi^2}{\pi^2 \rho^3} \right)^{1/6} \sigma_o^{1/6} \quad (3.72)$$

donde $\rho = \rho_p \phi$ es la densidad efectiva del medio granular

3.8. Discusión de los resultados experimentales

En esta sección se discute la dependencia de la velocidad de propagación del sonido V_p respecto a la fracción sólida, las fuerzas magnéticas entre partículas y la microestructura, usando la teoría del medio efectivo (EMT). Esta teoría se ha utilizado con bastante frecuencia para describir la propagación del sonido en

medios granulares [69, 70, 132, 19]. En esta teoría, se asume que cualquier onda acústica se propaga en un medio granular como si éste fuera un medio continuo cumpliendo la ecuación de onda 3.15 deducida anteriormente. La idea de esta teoría se basa en que las propiedades del material, incluyendo cualquier efecto de microestructura, son descritas por los coeficientes elásticos c_{ijkl} que son los que relacionan la perturbación en el estado de tensiones $\delta\sigma_{ij}$ con las deformaciones ε_{kl} causadas por el paso de la onda mediante la ecuación 3.10 descrita anteriormente. Se supondrá que el medio granular es un medio isótropo transversal, por lo que la matriz de coeficientes elásticos es la que aparece en la ecuación 3.9, donde se relacionan las componentes que pueden ser diferentes del tensor de tensión con las del tensor de deformación. Se va a elegir un conjunto de ejes XYZ (con índices $i = 1, 2, 3$) donde la dirección Z es la dirección del campo magnético total dentro del material. Notamos que, aunque el campo magnético total dentro del material no es uniforme (el campo creado por las bobinas de Helmholtz se puede suponer uniforme como buena aproximación, pero eso no se puede extrapolar al campo creado por la muestra de polvo), se va a considerar que el campo magnético es uniforme para hacer el desarrollo matemático lo más simple posible. Además, debemos destacar que la dirección- Z no coincide con la dirección vertical (dirección- z), ya que para la configuración cross-flow el campo total forma un cierto ángulo con la dirección vertical. Las relaciones geométricas entre ambos conjuntos de ejes se pueden observar en la figura 3.13. Para obtener los coeficientes elásticos debemos encontrar las expresiones de $\delta\sigma_{ij}$ y ε_{ij} en función de la microestructura, es decir, en términos de las fuerzas y direcciones de contacto. Para ello, nosotros asumimos que a cualquier profundidad dentro del medio granular, el estado de tensiones no perturbado es descrito por un tensor no nulo debido a la tensión de consolidación causada por el peso de las partículas que se encuentra en las capas superiores y un tensor de deformación nulo en el que las deformaciones del medio granular se miden respecto a las posiciones de las partículas sedimentadas. La contribución de las fuerzas magnéticas en el tensor de tensiones se ha despreciado, ya que como se ha visto antes, la fuerza magnética f_m^o es mucho más pequeña que la fuerza de

contacto f_c debida a la tensión de consolidación. Para la distribución angular de contactos, se supondrá que tiene esta forma:

$$P(\Omega) = \frac{1}{4\pi} [(1 - \zeta) + 3\zeta n_3 n_3] . \quad (3.73)$$

donde n_3 es la tercera componente del vector normal a los contactos cuya dirección coincide con la del campo magnético en el interior de la muestra. El parámetro ζ mide el grado de anisotropía en la distribución angular de contactos. Cuando las partículas están inmersas en una región donde existe un campo magnético, los contactos suelen ser más probables en la dirección del campo magnético (despreciando los efectos de gravedad) y $\zeta > 0$. La distribución angular de contactos podría tener un máximo en la dirección- Z y sería simétrica alrededor de la dirección- Z , por tanto se puede expandir en armónicos esféricos del tipo Y_l^0 . Asumiendo que la distribución angular de los contactos no se desvía mucho del caso en el que el medio es isótropo, se puede cortar el desarrollo de armónicos esféricos en $l = 1$. Particularizando para esta distribución angular de contactos, el tensor de estructura dado por la ecuación 3.38 y su inverso tienen los siguientes valores:

$$F_{11} = F_{22} = \frac{\phi z}{4\pi R^2} \left(1 - \frac{2}{5}\zeta \right) \quad (3.74)$$

$$F_{33} = \frac{\phi z}{4\pi R^2} \left(1 + \frac{4}{5}\zeta \right) \quad (3.75)$$

$$A_{33} = \frac{4\pi R^2}{\phi z} \left(\frac{5}{5 + 4\zeta} \right) \quad (3.76)$$

$$A_{11} = A_{22} = \frac{4\pi R^2}{\phi z} \left(\frac{5}{5 - 2\zeta} \right) \quad (3.77)$$

Observando la descripción de la onda en la figura 3.13, se considerará el caso en el que la amplitud de la onda s_0 está contenida en el plano XZ y su vector número de onda \vec{k} forma un ángulo α con la dirección- X . Si se hace coincidir el centro de este plano con el centro del plano que contiene la dirección de propagación de la onda en nuestro experimento y la dirección del campo magnético

dentro de la muestra, la configuración co-flow es el caso en el que $\alpha = 0$, mientras que la configuración cross-flow es el caso en el que el ángulo α puede estar comprendido entre 0 y $\pi/2$ [128]. En esta situación, las perturbaciones de las posiciones de las partículas debido al paso de la onda son dadas por:

$$\delta u_1 = s_o \cos \beta \cos \Phi , \quad (3.78)$$

$$\delta u_2 = 0 , \quad (3.79)$$

$$\delta u_3 = -s_o \sin \beta \cos \Phi , \quad (3.80)$$

$$\Phi = 2\pi ft - \frac{2\pi}{\lambda} (x_1 \cos \alpha - x_3 \sin \alpha) . \quad (3.81)$$

El ángulo β representado en la figura 3.13 determina la polarización de la onda. En general, $\alpha \neq \beta$, se traduce en que la onda no será una onda-P pura, ya que su polarización no tiene una componente cero en la dirección perpendicular a la propagación. Introduciendo la perturbación provocada por la onda acústica (ecuaciones 3.78-3.81) en la ecuación 3.53 y realizando el límite de onda larga, se llega a que:

$$u_1^r = 4\pi \frac{s_o}{\lambda} R \cos \beta (n_1 \cos \alpha - n_3 \sin \alpha) \sin \Phi , \quad (3.82)$$

$$u_3^r = -4\pi \frac{s_o}{\lambda} R \sin \beta (n_1 \cos \alpha - n_3 \sin \alpha) \sin \Phi . \quad (3.83)$$

Si ahora se sustituyen los valores de u_1^r y u_3^r en la ecuación 3.48 y 3.44, es posible obtener las perturbaciones de la tensión $\delta\sigma_{ij}$ y deformación ε_{ij} provocadas por el paso de la onda con los siguientes valores:

$$\delta\sigma_{11} = \frac{\phi z k_n}{10\pi R} \left[3 \left(1 - \frac{4}{7}\zeta \right) \varepsilon_{11} + \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \varepsilon_{33} \right] \quad (3.84)$$

$$\delta\sigma_{22} = \frac{\phi z k_n}{10\pi R} \left[\left(1 - \frac{4}{7}\zeta \right) \varepsilon_{11} + \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \varepsilon_{33} \right] \quad (3.85)$$

$$\delta\sigma_{33} = \frac{\phi z k_n}{10\pi R} \left[\left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \varepsilon_{11} + 3 \left(1 + \frac{8}{7}\zeta \right) \varepsilon_{33} \right] \quad (3.86)$$

$$\delta\sigma_{13} = \frac{\phi z k_n}{10\pi R} \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \varepsilon_{13} \quad (3.87)$$

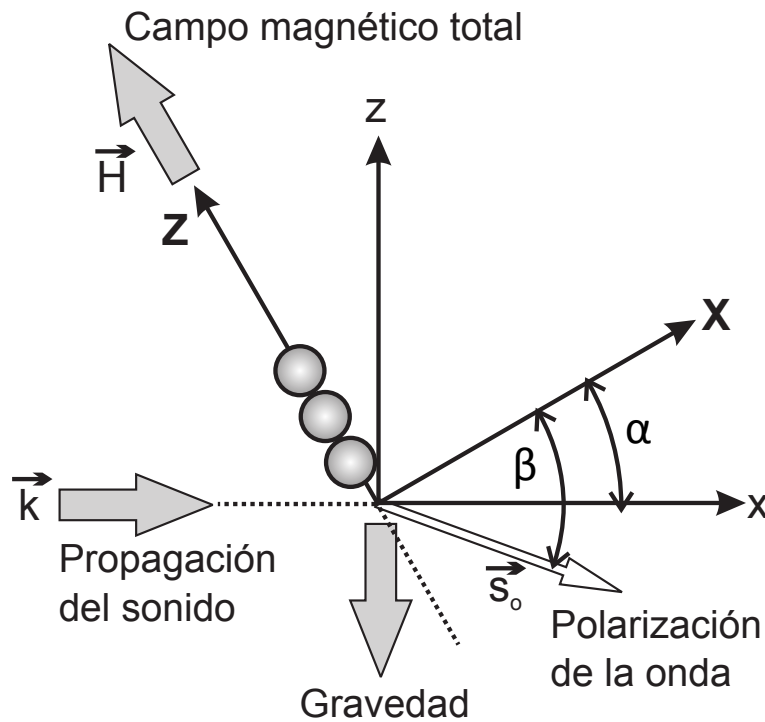


Figura 3.13: Relación geométrica entre el vector número de onda \vec{k} situada en la dirección de propagación de onda, el vector de polarización de onda acústica \vec{s}_o , la dirección del campo magnético total dentro del material H y los dos sistemas de ejes usados en la descripción de nuestro sistema. La dirección del campo magnético total se considera la dirección preferente en la que se forman los contactos entre partículas.

$$\varepsilon_{11} = 2\pi \frac{s_o}{\lambda} \cos \beta \cos \alpha \sin \Phi \quad (3.88)$$

$$\varepsilon_{33} = 2\pi \frac{s_o}{\lambda} \sin \beta \sin \alpha \sin \Phi \quad (3.89)$$

$$\varepsilon_{13} = -\pi \frac{s_o}{\lambda} \sin(\alpha + \beta) \sin \Phi \quad (3.90)$$

$$\varepsilon_{12} = \varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} = 0; \quad (3.91)$$

Una vez que son conocidas las perturbaciones de las tensiones con sus respectivas deformaciones asociadas podemos calcular las expresiones de las constantes elásticas. Si relacionamos ambas perturbaciones (tensión y deformación) con la Ley de Hooke para un sólido con una dirección transversal de anisotropía dada por la ecuación 3.9, obtenemos que:

$$\begin{aligned}
 C_{11} &= \frac{3}{10\pi R} \phi z k_n \left(1 - \frac{4}{7}\zeta \right) \\
 C_{12} &= \frac{1}{10\pi R} \phi z k_n \left(1 - \frac{4}{7}\zeta \right) \\
 C_{13} = C_{23} &= \frac{1}{10\pi R} \phi z k_n \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \\
 C_{33} &= \frac{3}{10\pi R} \phi z k_n \left(1 + \frac{8}{7}\zeta \right) \\
 C_{55} &= \frac{1}{10\pi R} \phi z k_n \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right)
 \end{aligned} \tag{3.92}$$

Cuando $\zeta = 0$ la distribución angular de contactos es isotrópica, la propagación de la velocidad de la onda-P es dada por la ecuación 3.72. A partir de ahora se etiquetará de la siguiente forma:

$$V_{p,iso} = \left(\frac{81}{250} \frac{z^2 \phi^2}{\pi^2 \rho^3} \right)^{1/6} \sigma_o^{1/6} \tag{3.93}$$

Para el caso en el que $\zeta > 0$, el cual corresponde al problema físico en el que el campo magnético se aplica durante la fluidización, se obtiene un sistema de ecuaciones algebraico cuando se sustituye la función de onda (ecuaciones 3.78-3.80) y los coeficientes elásticos (ecuación 3.92) en la ecuación de onda 3.15. Éste es compatible cuando:

$$\begin{aligned}
 &\begin{pmatrix} M_{11} - \lambda & M_{12} \\ M_{21} & M_{33} - \lambda \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \delta u_1 \\ \delta u_3 \end{pmatrix} = 0 \\
 M_{11} &= \left(1 - \frac{4}{7}\zeta \right) \cos^2 \alpha + \frac{1}{3} \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \sin^2 \alpha \\
 M_{12} = M_{21} &= -\frac{2}{3} \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \sin \alpha \cos \alpha \\
 M_{22} &= \left(1 + \frac{8}{7}\zeta \right) \sin^2 \alpha + \left(1 + \frac{2}{7}\zeta \right) \cos^2 \alpha
 \end{aligned} \tag{3.94}$$

donde se ha definido $\lambda = V^2/V_{P,iso}^2$. Para cada valor del parámetro de anisotropía ζ y cada dirección de propagación en el plano XZ dada por el ángulo α , la ecuación 3.94 da dos autovalores λ_1 y λ_2 con sus correspondientes autovectores $\vec{A}_1 = (\delta u_1, 0, \delta u_3)_1$ y $\vec{A}_2 = (\delta u_1, 0, \delta u_3)_2$ que están asociados con las dos posibles polarizaciones. La primera polarización, a la que llamamos onda pseudo- P , se representa por el vector de polarización \vec{A}_1 que es el vector que forma el ángulo más pequeño con el vector $\vec{k} = (\cos \alpha, 0, -\sin \alpha)$. De manera semejante, el otro vector de polarización \vec{A}_2 describe una onda pseudo- S . Por lo tanto, bajo las diferentes suposiciones que se han hecho, la velocidad de la propagación del sonido tiene una dependencia de la fracción sólida ϕ , el número de coordinación z y la rigidez del contacto k_n dada por la ecuación 3.93, mientras que la dependencia con la microestructura es dada por el autovalor λ_1 que se obtiene al resolver la ecuación 3.94. Cabe destacar que la ecuación 3.93 predice que la velocidad de propagación de la onda P no depende del radio de la partícula R , como ocurre aproximadamente en nuestros resultados experimentales (ver las figuras 3.9 y 3.10). De los experimentos en los que el campo magnético se aplica después de haber fluidizado la muestra, se sabe que el efecto del campo magnético externo hace aumentar la rigidez del contacto k_n . Sin embargo, en el caso en el que el campo magnético se aplica durante la fluidización, este efecto es aún más pronunciado, ya que la formación de cadenas de partículas hace que aparezcan contactos preferentemente en la dirección donde las fuerzas magnéticas entre partículas son atractivas. La aplicación de un campo magnético durante la fluidización provoca una disminución de la fracción sólida en la muestra como muestran las gráficas 3.11 y 3.12 que acordando con la ecuación 3.64 produciría una disminución en la velocidad de propagación del sonido en el material porque, aunque la densidad del material ρ es proporcional a la fracción sólida ϕ y cancela la dependencia explícita de ϕ en la ecuación 3.64, el número de coordinación z disminuye cuando la fracción sólida decrece. El efecto de los cambios en la microestructura que provocan la formación de cadenas de partículas, depende del ángulo α entre la dirección perpendicular a las cadenas y la dirección de propagación de la onda como muestra la figura

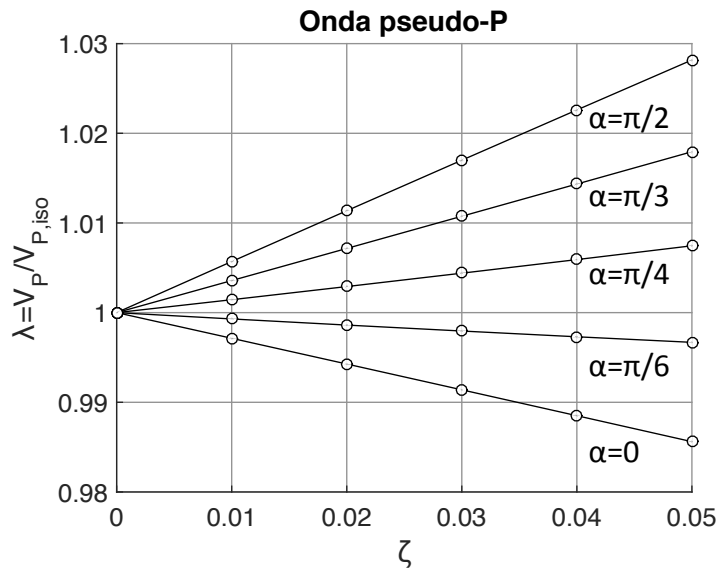


Figura 3.14: Cociente entre la velocidad de la onda V_p en el medio con una dirección preferente en los de contactos y la velocidad de propagación $V_{p,iso}$ en el que los contactos están distribuidos de manera isotrópica como función del parámetro de anisotropía ζ de la distribución angular de contactos y el ángulo α entre la dirección de propagación de la onda y la dirección preferente de contactos.

3.14, donde se representa el autovalor asociado a la onda pseudo- P en función del ángulo α y el valor del parámetro de anisotropía ζ . Cuando las cadenas de partículas están orientadas cerca de la dirección perpendicular a la dirección de propagación de la onda (α cercano a 0), como cabe esperar cuando el campo magnético se aplica en la configuración co-flow, la formación de cadenas de partículas disminuye la velocidad de propagación del sonido. Por el contrario, cuando las cadenas de partículas están orientadas en una dirección cercana a la dirección paralela de propagación, la velocidad del sonido aumenta. Esto es lo que se espera que ocurra en la configuración cross-flow, aunque en esta configuración las cadenas forman un cierto ángulo con la dirección de propagación del sonido debido al efecto de arrastre del fluido durante la fluidización [128].

De acuerdo a lo citado anteriormente, el hecho de que la velocidad de propagación del sonido medida experimentalmente cuando se aplica un campo

magnético durante el proceso de fluidización disminuya para el caso co-flow, mientras que aumente para la configuración cross-flow, se explica indicando que para la configuración co-flow hay una disminución de la fracción sólida mucho más notable que para la configuración cross-flow y teniendo en cuenta que la orientación de las cadenas de partículas es más cercana a la dirección perpendicular a la dirección de propagación para el caso co-flow que para la configuración cross-flow. Sin embargo, la cantidad de estos efectos no puede ser cuantificada de manera numérica para poder compararla con los resultados experimentales, ya que no se tiene una correlación entre el parámetro de anisotropía ζ en la distribución angular de contactos y el campo magnético total H .

3.9. Conclusiones

Se ha encontrado que la velocidad de propagación de la onda es afectada por cambios en la orientación de los contactos entre partículas en experimentos en donde el límite de onda larga es válido, es decir, la longitud de onda es mucho mayor que el tamaño de la partícula y donde la amplitud de la onda es mucho menor que el tamaño de la partícula (el contacto entre partículas no se rompe por el paso de la onda acústica). Las variaciones observadas en la velocidad de la propagación del sonido surgen del hecho de que los cambios de la orientación de los contactos modifican los coeficientes elásticos del medio efectivo. Creemos que los resultados experimentales presentados son generalizables a cualquier medio granular donde sus partículas no tienen porque ser magnéticas. La naturaleza magnética de las partículas es necesaria para cambiar la orientación de los contactos entre partículas, que es la principal causa de los cambios encontrados en la velocidad del sonido. Se espera encontrar cambios similares en la velocidad de la propagación del sonido en el caso en el que se pudiera controlar la orientación de los contactos en un medio granular, lo cual abre la posibilidad de crear materiales que posean una velocidad del sonido variable y controlada por medio de la microestructura del medio.

Capítulo 4

Propagación del sonido en medios granulares cohesivos sometidos a una deformación uniaxial.

4.1. Introducción

Durante este último capítulo de la tesis se estudia de manera experimental la propagación del sonido en diferentes medios granulares cohesivos sometidos a una deformación uniaxial. A la tensión necesaria para comprimir el medio uniaxialmente la llamamos tensión de consolidación y puede ser paralela o perpendicular a la propagación del sonido según el montaje usado. La modelización de la propagación acústica en los medios granulares no cohesivos desordenados, conjunto de granos empaquetados de una manera aleatoria con una interacción elástica, se ha tratado tradicionalmente con la ley de Hertz. Esta ley permite explicar ciertas observaciones como la dependencia de la velocidad de propagación en función de la tensión de consolidación. Los modelos que existen proporcionan la velocidad de propagación de la onda longitudinal y de cizalla en función de los parámetros del medio granular. Sin embargo, estos modelos están bastante limitados, ya que suponen condiciones muy ideales como partículas totalmente esféricas sin rugosidad, muestras monodispersas,

ley de contacto de Hertz y es que incluso la forma de preparar la muestra antes de medir, la cohesión, la humedad ambiente, la temperatura y el tamaño de los granos puede influir en la medida de la velocidad [118, 133]. En este contexto, se va a realizar un trabajo experimental en el cual dos tipos de medios granulares (fécula de maíz pura que es un material muy cohesivo y fécula de maíz recubierta con sílice que es menos cohesiva) sometidos a diferentes tensiones de consolidación se van a caracterizar acústicamente. La caracterización física de estos medios nos permitirá modelar las fuerzas de contacto en juego para así poder interpretar las grandes diferencias que existen en los valores de la velocidad encontrados. El objetivo de este capítulo es ayudar a los desarrollos teóricos actuales en los cuales se tengan en cuenta las fuerzas de adhesión en la propagación del sonido.

4.2. Medidas de la propagación del sonido en polvo fino sometido a una alta consolidación.

En este apartado se expondrá un resumen del trabajo realizado por Castellanos *et al* donde se sondeó acústicamente una muestra de polvo fino que fue cargado por una fuerza externa [116]. Primero se expondrán los resultados experimentales y terminaremos con una discusión de estos.

4.2.1. Resultados experimentales de la propagación del sonido a través de una capa de polvo fino sometido a alta consolidación.

La Teoría del Medio Efectivo (EMT) que se ha usado habitualmente para describir la propagación del sonido en medios granulares, predice que la velocidad ultrasónica V_p debe depender la de tensión de consolidación σ_c acordando a la ecuación $V_p(\sigma_c) \propto z^{1/3}[G_0(\sigma_c)]^{1/2}$, donde $G_0(\sigma_c)$ es una función que depende de la tensión de consolidación y de más parámetros característicos del medio

granular, pero que para el caso de contactos elásticos Hertzianos entre las partículas tiene la siguiente forma funcional respecto la tensión de consolidación $G_0(\sigma_c) \simeq \sigma_c^{1/3}$ [108, 114, 115]. Para esferas de vidrio ($d_p \simeq 500 \mu\text{m}$) en los que no existe cohesión se ha demostrado experimentalmente que la velocidad cumple una ley de potencias $V_p \propto \sigma_c^m$ con $m = 1/6$ para tensiones de consolidación alrededor de 1 MPa [14]. Esta ley es entonces compatible con la interacción de Hertz entre sólidos elásticos (a estas tensiones de consolidación, las partículas han alcanzado una configuración llamada empaquetamiento aleatorio compacto y un número de coordinación z que no cambian cuando σ_c aumenta). En este trabajo experimental, se ha testeado la velocidad de propagación de la señal ultrasónica a través de una muestra de polvo cohesivo en un rango de consolidaciones entre 30 y 200 kPa. Como muestra granular se eligió tóner xerográfico, ya que ésta se puede obtener fácilmente de manera comercial (Canon CLC700). Esta muestra está formada por partículas finas de poliéster ($d_p \sim 8,5 \mu\text{m}$, $\rho_p \sim 1,2 \text{ g/cm}^3$). El diseño del montaje experimental se muestra en la figura 4.1. Para emitir y recibir la señal ultrasónica a través del polvo, se han usado dos transductores piezoeléctricos de banda ancha con un diámetro de 30 mm que son sensibles a las vibraciones de compresión a lo largo de sus ejes (modelo V101-RM Panametrics).

El transductor emisor se excitó por un pico de alto voltaje de valor negativo con una duración temporal de $2 \mu\text{s}$ que lo proporciona un generador de alto voltaje que, además, es capaz de recibir y amplificar señales (modelo 5058PR Panametrics). La señal introducida al transductor emisor y la señal recibida por el transductor receptor se sincronizan y se visualizan en un osciloscopio. Como se muestra en la figura 4.1, los transductores se colocaron en posiciones enfrentadas operando en el modo through-transmission, mientras que en el interior de la celda se introdujo la capa de polvo. La carga normal se aplicó usando un gato que presiona el transductor emisor (carga oedométrica) con una fuerza de carga F que se mide mediante una célula de carga. El transductor receptor se mantuvo en una posición fija, mientras que el desplazamiento vertical del transductor

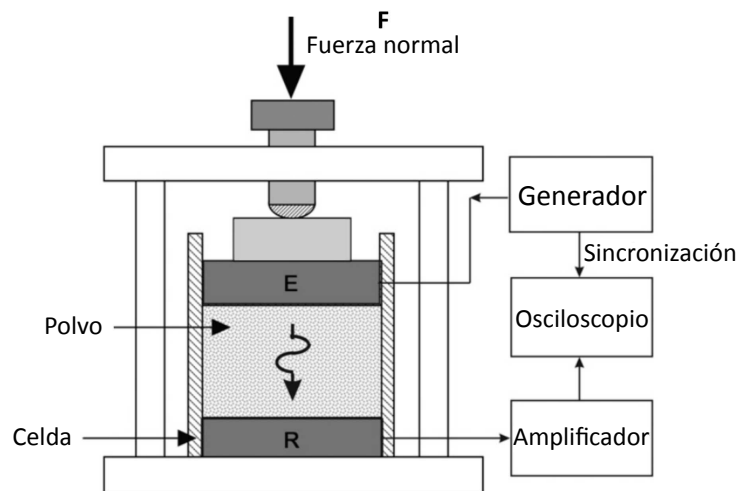


Figura 4.1: Esquema del montaje experimental para las medidas de la velocidad ultrasónica a través de una capa de polvo fino cargada con una cierta consolidación. "E" es el transductor emisor y "R" es el transductor receptor.

emisor producido por el aumento de la consolidación se leyó con un micrómetro. Con el método tiempo de vuelo de la señal ultrasónica, ya descrito en los dos capítulos anteriores, se mide la velocidad ultrasónica una vez que se sabe la distancia entre los transductores. De la distancia entre los transductores también se puede obtener otro dato característico y de gran importancia del medio granular que es la fracción sólida media ϕ de nuestro polvo consolidado.

Se han representado los datos de la fracción sólida ϕ y el número de coordinación z , derivado de la fórmula mencionada en el trabajo de Suzuki [94], en función de la tensión de consolidación σ_c en la figura 4.2.

La figura 4.2(a) muestra que la fracción sólida aumenta cuando la tensión de consolidación aumenta. Sin embargo, cuando se termina el proceso de descarga, la muestra no vuelve a su estado inicial. En el rango de consolidaciones aplicadas, la compactación es por tanto irreversible y de acuerdo a los resultados experimentales arriba, es gobernada por la reestructuración de los contactos entre partículas. Por otra parte, la figura 4.2(b) muestra que el número de coordinación frente a la consolidación se puede ajustar correctamente por

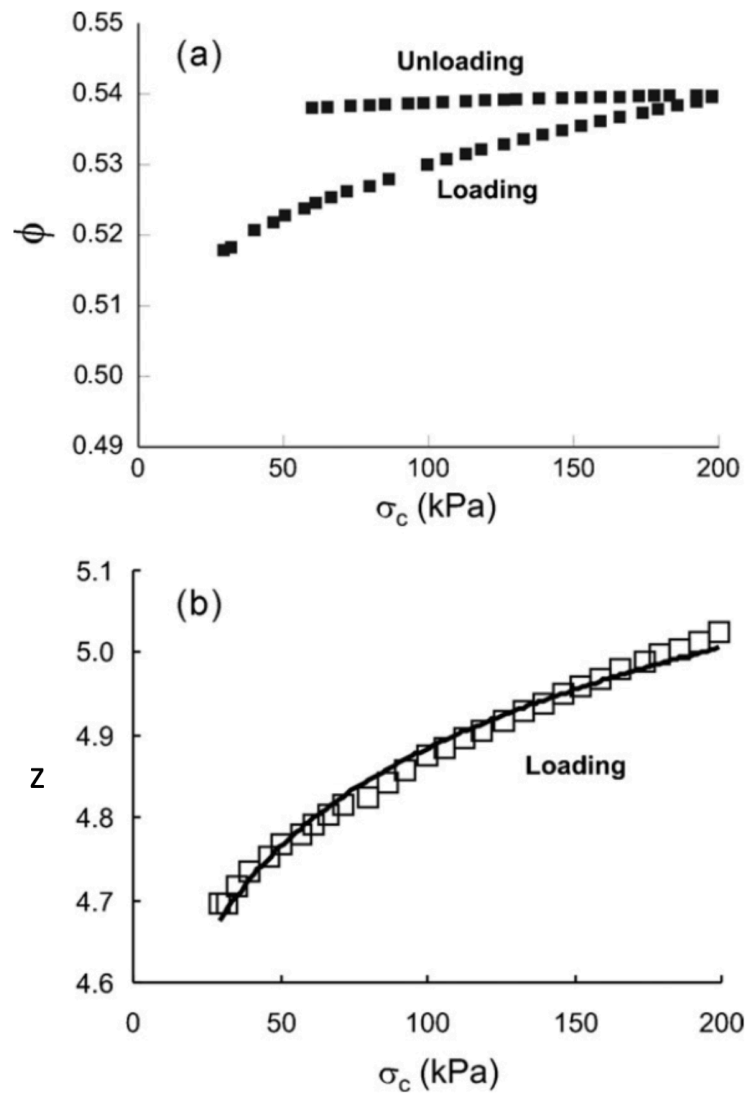


Figura 4.2: (a) Fracción sólida ϕ en función de la tensión de consolidación σ_c durante el proceso de carga y descarga y (b) número de coordinación z ($z(\sigma_c) = 1,61(1 - \phi(\sigma_c))^{-1,48}$) en función de la tensión de consolidación σ_c durante la fase de carga. La línea sólida es el mejor ajuste a una función potencia a los datos experimentales ($z \propto \sigma_c^{0,0036}$). Los datos se han tomado del trabajo realizado por Castellanos *et al* [116]

una ley de potencias $z \propto \sigma_c^{0,0036}$. Los datos de la velocidad de propagación ultrasónica V_p en función de la tensión de consolidación σ_c se representan en la

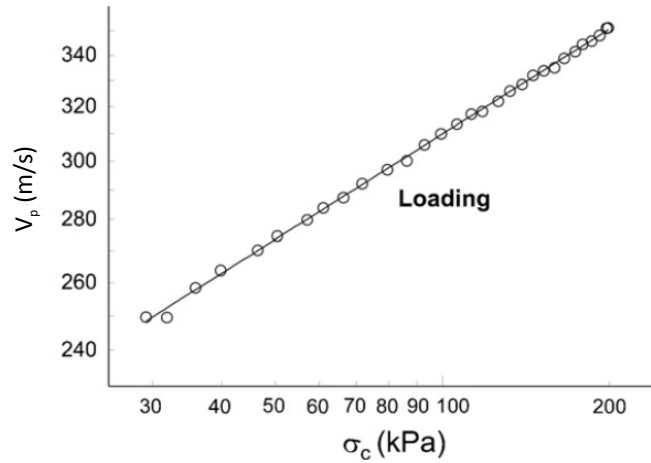


Figura 4.3: Velocidad ultrasónica V_p medida a través del polvo durante el proceso de carga en función de la tensión de consolidación σ_c . La línea sólida es el mejor ajuste de los datos experimentales a una función potencia ($V_p \propto \sigma_c^{0,1786}$). Los datos se han tomado del trabajo realizado por Castellanos *et al* [116].

figura 4.3. La velocidad ultrasónica escala con la tensión de consolidación con la siguiente ley en potencias $V_p \propto \sigma_c^{0,1786}$. Si ahora se tiene en cuenta el ajuste del número de coordinación z con σ_c ($z \propto \sigma_c^{0,036}$), la Teoría del Medio Efectivo ($V_p(\sigma_c) \propto z^{1/3} \sigma_c^{1/6}$) predice que la velocidad tiene la tendencia $V_p \propto \sigma_c^{0,1787}$ para el caso de contactos elásticos Hertzianos entre partículas, lo que da un gran acuerdo con los resultados encontrados experimentalmente.

4.2.2. Discusión.

Los datos experimentales de la velocidad ultrasónica indican que el comportamiento del contacto entre partículas dentro de nuestra celda de medida es elástico en el rango de altas consolidaciones aplicadas ($30 \text{ kPa} < \sigma_c < 200 \text{ kPa}$). Por contra, las medidas y estimaciones teóricas de trabajos anteriores indicaron un comportamiento plástico en un régimen de tensiones más bajas, $1 \text{ Pa} < 10 \text{ kPa}$ [134]. Sin embargo, ambos tipos de comportamiento son compatibles en

los diferentes rangos de las consolidaciones aplicadas, como se mostrará más abajo. El material con el que se fabricaron las partículas de tóner usadas en los experimentos fue poliéster. Los valores típicos de las propiedades mecánicas de este poliéster son las siguientes: módulo de Young $E = 3,5$ GPa, límite de elasticidad de compresión $Y = 50$ MPa que es el valor de la tensión de compresión máxima que puede soportar el material sin sufrir deformaciones permanentes y trabajo de adhesión $w = 0,07$ J/m². Usando estos valores, se encuentra que el comienzo de la deformación plástica debido solamente a las fuerzas de atracción (sin una consolidación externa aplicada) ocurre para las asperezas de la superficie con un tamaño $d_{as} < \sim 1$ μm , lo cual está claramente por encima del tamaño típico de las asperezas de nuestras partículas ($d_{as} \sim 0,2$ μm). Por tanto, en el régimen de bajas consolidaciones, las asperezas de la superficie ceden de forma plástica. En el régimen completamente plástico, las asperezas deben de soportar una carga de compresión que se puede estimar por la expresión $F_{cp} \approx 2,8Y\pi a^2 \approx 4 \times 10^{-6}$ N, donde se asume que el área de contacto a es igual al radio local de las asperezas. De la ecuación de Rumpf [90, 91], se puede estimar la fuerza de compresión entre partículas a una tensión de consolidación $\sigma_c \sim 100$ kPa, obteniéndose un valor de $F_c \simeq 7 \times 10^{-6}$ N, el cual es mayor que F_{cp} . A partir de estas estimaciones podemos concluir que las asperezas de la superficie son aplastadas o alisadas en el rango de consolidaciones aplicadas por el pistón de nuestro montaje experimental. En ese caso, el radio total de la partícula $d_p/2$ se debe considerar como el radio local entre los contactos. Se estima, entonces, que la nueva fuerza necesaria para que se inicie el régimen plástico es dado por la expresión $P_Y \simeq \pi^3 d_p^2 Y^3 / 6E^2 \approx 4 \times 10^{-6}$ N, mientras que la fuerza que soporta el contacto para el régimen completamente plástico sería $F_{cp} \approx 8 \times 10^{-3}$ N [1]. La fuerza atractiva molecular se puede estimar con $F_{am} \simeq \pi w d_p / 2 \approx 8 \times 10^{-7}$ N [1]. Por tanto, para las fuerzas típicas existentes entre partículas en contacto debidas a la tensión de consolidación externa en el montaje experimental donde se mide la propagación de ultrasonidos, es probable que el área o región de contacto permanezca en el régimen elástico, como se deduce del análisis de los resultados experimentales de la velocidad ultrasónica

obtenidos.

4.3. Propagación del sonido en polvo fino sometido a una tensión de consolidación media paralela a la propagación del sonido: influencia de la cohesión entre granos.

4.3.1. Materiales y método.

4.3.1.1. Efecto de las asperezas en la cohesión.

Se ha comprobado que para valores de la tensión de consolidación σ_c alrededor de los 100 kPa las asperezas de las partículas son destruidas. Sin embargo, para valores inferiores de la tensión de consolidación σ_c , éstas pueden llegar a no ser destruidas completamente, aunque de lo que sí estamos seguros es que antes de destruirse, ellas influyen en el empaquetamiento del medio granular. Es cierto que las fuerzas cohesivas son pequeñas en comparación con el peso de la muestra o con la carga externa impuesta que se va a considerar, pero como antes se ha citado, las asperezas hacen que cambien las fuerzas cohesivas del medio granular. Este cambio en las fuerzas cohesivas influyen a su vez en el empaquetamiento inicial y comportamiento del material durante la carga. A lo largo de la tesis, todas las expresiones que se han expuesto toman como radio R , el radio de la partícula que se considera. Sin embargo, cuando la superficie de las partículas es rugosa, hay que tomar como R el radio de curvatura local de las asperezas y no el radio de la partícula, ya que si la fuerza de carga a la que están sometidas dos partículas no es muy grande las tensiones en el interior de cada partícula están dentro de la aspereza y como las fuerzas de Van der Waals son de corto alcance, las fuerzas atractivas que actúan entre dos partículas en contacto deben de estar determinadas por las asperezas del material. Vamos a exponer el caso más sencillo en el que se determinó la fuerza atractiva de Van

der Waals F_a entre una partícula de R con una aspereza hemisférica de radio r y un plano indeformable a una distancia d con una disposición como la de la figura 4.4. Los valores de la fuerza atractiva son los siguientes [135]:

$$F_a = F_{p-p} + F_{p-a} \quad (4.1)$$

$$F_{p-p} = \frac{2A_1R^3}{3(d+r)^2(d+r+2R)^2} \quad (4.2)$$

$$F_{p-a} = \frac{2A_2r^3}{3d^2(d+2r)^2} \quad (4.3)$$

$$(4.4)$$

y cuando la aspereza y el plano están en contacto la fuerza atractiva se puede escribir como [135]:

$$F_a = \frac{A_2r}{6z_0} \left[1 + 2\frac{h}{z_0} + \frac{h^2}{z_0} \frac{2h+3z_0}{(h+z_0)^2} \right] \quad (4.5)$$

donde F_{p-p} y F_{a-p} son las fuerzas atractivas entre la partícula y el plano y entre la aspereza y el plano, respectivamente, $h = z_0 - d$ es la deformación de la aspereza cuando la aspereza y el plano están en contacto, z_0 es una distancia de equilibrio típica con valores entre $(1 - 5) \text{ \AA}$, A_1 la constante de Hamaker del material con el que está hecha la partícula y A_2 es la constante de Hamaker del material del que está hecha la aspereza.

Supongamos que una aspereza que pertenece a la partícula, es decir, del mismo material que la partícula, está tocando el plano indeformable. Entonces para $z_0 \ll r \ll R$ se tiene que:

$$\frac{F_{p-p}}{F_{p-a}} \simeq \frac{Rz_0^2}{r^3} \quad (4.6)$$

Por lo tanto, la fuerza F_{p-p} contribuirá de manera significativa para valores en los que los valores de la aspereza sean $r \sim (Rz_0^2)^{1/3}$ o menores. Para concretar, sea $z_0 = 4 \text{ \AA}$ y $R = 10 \text{ \mu m}$; entonces solo las asperezas del orden de 10 nm o mayores se deben de tener en cuenta en el radio de la partícula. Obviamente, si el radio de la aspereza es mucho más pequeño, nosotros podemos despreciar su

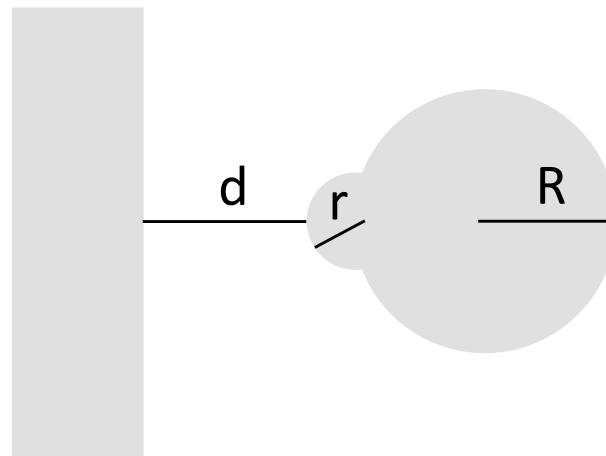


Figura 4.4: Interacción de Van der Waals entre un plano y una partícula esférica de radio R con una aspereza hemisférica de radio r .

contribución siempre y cuando la fuerza de carga a la que se somete el contacto no sea lo suficientemente alta como para que la deformación plástica termine por aplastar las asperezas.

4.3.1.2. Propiedades del polvo

Nuestras medidas acústicas se han desarrollado para fécula de maíz (marca comercial Maizena) con un tamaño de partícula $d_p \simeq 15 \mu\text{m}$ y densidad $\rho_p = 1,55 \text{ g/cm}^3$. Este tipo de polvo es irregular y posee una superficie suave como se puede observar en la imagen 4.5.

La cohesión entre nuestras partículas se debe a las fuerzas atractivas que son del tipo de Van der Waals y como se ha explicado en el apartado anterior, la magnitud de este tipo de fuerzas depende de la rugosidad de las partículas que interactúan, obviándose el tamaño de éstas. Para estimar la fuerza de adhesión entre dos partículas cuyas rugosidades (r_1, r_2) en el contacto son superiores a la distancia de separación entre ellas y mayores que 10 nm, cuando el tamaño de la partícula es del orden de 10 μm , se puede usar la siguiente ecuación:

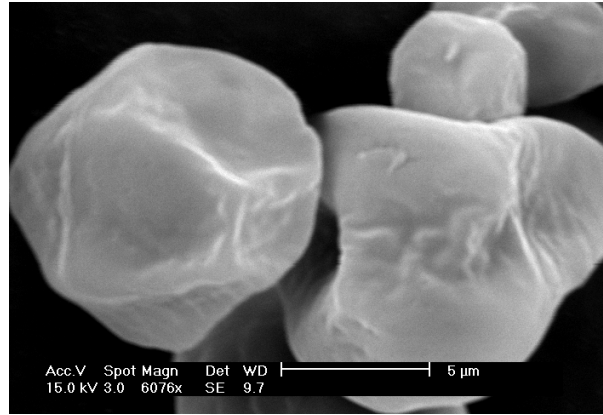


Figura 4.5: Imagen de una muestra de fécula de maíz pura tomada por un microscopio electrónico de barrido (SEM). Imagen cedida por Dr. Pérez Ebrí.

$$F_a(z) = -\frac{A}{6z^2} \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right)^{-1}, \quad (4.7)$$

con A la constante de Hamaker que está relacionada con la constante de London λ por:

$$A = \pi^2 \rho_1 \rho_2 \lambda, \quad (4.8)$$

donde ρ es la densidad numérica de moléculas en cada cuerpo. El valor de z no puede ser inferior a 0,4 nm, ya que en la ecuación 4.7 no se ha considerado la fuerza de Van der Waals de repulsión. Para calcular el orden de la fuerza de atracción entre dos partículas de fécula de maíz y su número de Bond B_{og} , usaremos que la rugosidad de estas partículas r está alrededor de los 100 nm, una distancia de equilibrio $z = 5 \text{ \AA}$ y una constante de Hamaker con un valor típico alrededor de los 10^{-19} J. Con estos datos obtenemos los siguientes valores:

$$F_a(z) = \frac{A}{12z^2} r \simeq 0,33 \times 10^{-8} \text{ N}, \quad (4.9)$$

$$B_{og} = \frac{F(z)}{mg} \simeq \frac{0,33 \times 10^{-8}}{2,68 \times 10^{-11}} > 100 \quad (4.10)$$

$$(4.11)$$

Como el número de Bond estimado es bastante superior a la unidad ($B_{og} \gg 1$), podemos afirmar que el material granular usado es muy cohesivo.

4.3.1.3. Preparación de la muestra con recubrimiento de sílice.

La cohesión de un medio granular fino (polvo) se debe a la existencia de fuerzas atractivas entre partículas. Gracias al uso de aditivos es posible controlar la cohesión, ya que estos reducirán el tamaño de las asperezas en la superficie y como consecuencia también disminuirán las fuerzas de atracción existentes en el medio granular. La forma de reducir el tamaño de las asperezas consiste en recubrir la superficie de las partículas con otras partículas de aditivo, generalmente partículas con tamaño del orden de la decena de nanómetros o inferior. La necesidad de un tamaño de orden 10 nm se debe a que, como hemos dicho anteriormente, las asperezas naturales de la superficie de las partículas de fécula de maíz ya tienen un tamaño del orden de la centena de nanómetros y nuestro objetivo es conseguir asperezas más pequeñas. Se ha utilizado como aditivo sílice ($d_a \simeq 16$ nm, $\rho_a = 2,5$ g/cm³), ya que según la ecuación 4.7, se puede reducir la fuerza de adhesión un factor 10 y por consecuencia el número de Bond B_{og} . En la imagen 4.6 se puede observar como han quedado varias partículas de fécula de maíz después de que hayan sido recubiertas completamente.

Otro parámetro de control importante es la cantidad de partículas de aditivo que es necesaria añadir al material para disminuir la cohesión. Si se añade muy poca cantidad de aditivo, las partículas que serán las asperezas (aditivo) estarán demasiado alejadas entre sí para tener algún efecto. Sin embargo, si añadimos mucha cantidad, se puede tener más de una capa de aditivo en la superficie, con lo cual, como mínimo se estará desperdiciando aditivo. Asumiendo que las partículas de aditivo se encuentran aisladas sobre la superficie de la partícula huésped, el porcentaje de su recubrimiento (SAC, de sus siglas en inglés Surface Area Coverage) puede encontrarse a partir de la expresión:

$$\frac{SAC}{100} = \frac{N\pi R_a^2}{4\pi R_p^2} = \frac{N}{4} \left(\frac{R_a}{R_p} \right)^2 \quad (4.12)$$

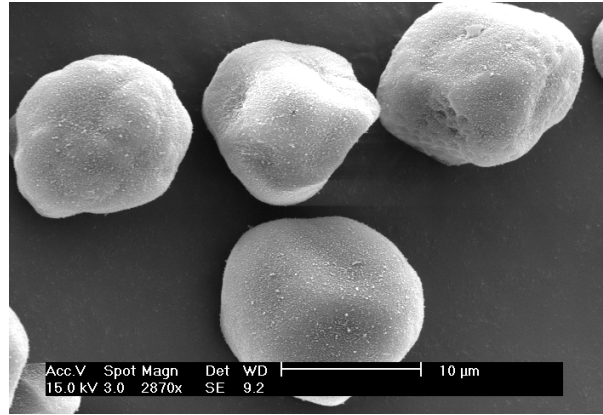


Figura 4.6: Imagen de una muestra de fécula de maíz recubierta con sílice tomada por un microscopio electrónico de barrido (SEM). Imagen cedida por Dr. Pérez Ebrí.

La relación entre recubrimiento superficial y porcentaje en peso de aditivo $\%wt$ viene dada por:

$$\frac{\%wt}{100} = \frac{N \frac{4}{3} \pi \rho_a R_a^3}{N \frac{4}{3} \pi \rho_p R_p^3} = N \frac{\rho_a}{\rho_p} \left(\frac{R_a}{R_p} \right)^3 \quad (4.13)$$

donde ρ_a es la densidad de las partículas de aditivo y ρ_h es la densidad de la partícula que se quiere recubrir. Con esto la relación entre $\%wt$ y SAC es dada por:

$$\frac{\%wt}{100} = 4 \frac{\rho_a}{\rho_p} \frac{R_a}{R_h} \frac{SAC}{100} \quad (4.14)$$

Otro problema que se presenta es distribuir de forma eficiente las partículas de aditivo sobre la superficie de las partículas a recubrir. En un principio, se podría pensar que simplemente basta con mezclar las partículas de aditivo con nuestras partículas a recubrir, para lo cual se puede usar simplemente un tambor rotante. Sin embargo, las partículas de un material granular cohesivo forman aglomerados. En el caso de las partículas nanométricas que se usan como aditivo, estos aglomerados contienen miles de partículas, puesto que al ser tan pequeñas, la relación entre las fuerzas de Van der Waals y su peso es muy

grande. Si no se rompen los aglomerados en el proceso de mezcla, simplemente distribuiremos los aglomerados de aditivo sobre la superficie de las partículas, con lo cual no se consigue un uso eficiente del aditivo y no se reduce el tamaño de las asperezas en la superficie de las partículas a recubrir, pues los aglomerados de partículas de aditivo alcanzan fácilmente tamaños mayores que la centena de nanómetros. Por tanto, también es necesario romper los aglomerados de las partículas de aditivo. Para ello usaremos el tambor rotante como molino de bolas. En un molino de bolas, además de las partículas a recubrir y de las partículas de aditivo, se añaden al tambor rotante partículas mucho más grandes que las partículas a recubrir que hacen de las bolas del molino. Las bolas deben de ser lo suficientemente grandes como para que al girar rápidamente el tambor no se fluidizen, sino que entren en régimen inercial y haya colisiones entre ellas. Si las bolas del molino son lo bastante grandes, en las colisiones entre ellas quedan atrapadas partículas a recubrir y de aditivo. Las colisiones resultantes rompen los agregados de partículas de aditivo en fragmentos menores, idealmente en partículas de aditivos individuales.

Las partículas de aditivo aisladas así formadas se adhieren preferentemente a la superficie de las partículas a recubrir, pues el radio de curvatura local de las partículas a recubrir es mayor que el radio de las partículas de aditivo, así que la fuerza Van der Waals entre la partícula a recubrir y aditivo es mayor que entre dos partículas de aditivo como predice la ecuación 4.7. La calidad del recubrimiento dependen de cómo de pequeños son los fragmentos en los que se rompen los agregados de partículas de aditivo: cuanto menores sean estos, mejor distribuidas acaban las partículas de aditivo en la superficie la partícula que se quiere recubrir.

4.3.1.4. Dispositivo experimental.

El experimento consiste en enviar un impulso ultrasonoro muy corto de duración $\Delta t = 2 \mu s$ que se emite por un transductor emisor (E). Este pulso viaja

por un medio granular sometido a una tensión de consolidación σ_c una distancia $L < 2R_{celda}$ para evitar la difracción del haz acústico. Después de que el impulso ultrasonoro atraviese el medio granular, la señal transmitida a través de la muestra es detectada por otro transductor colocado en el fondo de la celda. El esquema del dispositivo experimental se representa en la figura 4.1. El transductor emisor se excita con un impulso eléctrico de alta tensión (negativa) cada 50 ms que se genera por un generador (modelo V101-RM Panametrics). Este generador es también capaz de amplificar la señal recibida por el transductor receptor para a posteriori visualizarla con un osciloscopio. La señal eléctrica para excitar el transductor posee un gran espectro en frecuencias. Sin embargo, la frecuencia principal de las señales enviadas y recibidas es de 50 kHz, ya que los transductores emisor y receptor tienen un factor de calidad muy alto. Por último, añadir que los transductores emisor y receptor (Panametrics NDT X1021) tienen un diámetro de 30 mm. Además, también usamos un vibrador donde la celda con la muestra granular es colocada. Una vez que la celda es ajustada al vibrador, hacemos vibrar el conjunto celda-muestra con una frecuencia de oscilación de 50 Hz y una aceleración de $\sim 5g$ que se midió con un acelerómetro de gran sensibilidad y precisión. Este procedimiento descrito permite inicializar el polvo, ya que se consiguen medidas experimentales de la velocidad V_p y la fracción sólida ϕ con bastante reproducibilidad cuando se comienzan las medidas desde este estado inicial.

4.3.1.5. Método acústico de caracterización.

El método acústico utilizado es bastante común en la literatura y ya se ha descrito anteriormente, aunque se va a recordar su descripción de nuevo junto con un resultado experimental para facilitar la comprensión al lector y así evitar que tenga que recurrir a capítulos anteriores. El método consiste en la medida del “tiempo de vuelo”, “time of flight” (TOF) en inglés. La velocidad de propagación de una onda de compresión o longitudinal se obtiene fácilmente con la siguiente expresión:

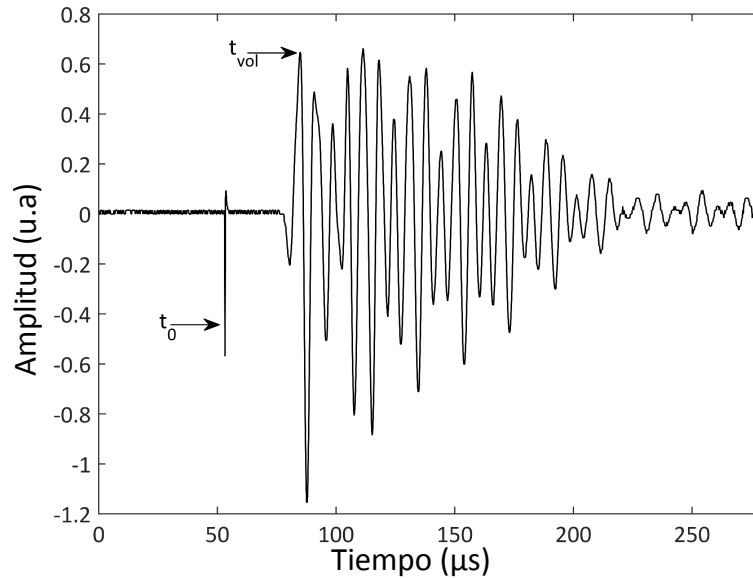


Figura 4.7: Grabación característica de las señales ultrasonoras de compresión en fécula de maíz recubierta con sílice a una tensión de consolidación $\sigma_c = 30$ KPa.

$$V = \frac{L}{t_{vol} - t_0}, \quad (4.15)$$

donde t_0 es el instante inicial de emisión de la señal o el tiempo de referencia dado por nuestros aparatos electrónicos sincronizados, ver la figura 4.7. Por ejemplo, para una muestra constituida por fécula de maíz recubierta con nanopartículas de sílice de espesor $L \simeq 10$ mm que se somete a una tensión de consolidación $\sigma_c = 30$ kPa, la onda longitudinal se propaga a una velocidad $V_L = 232,55 \pm 1,51$ m/s.

4.3.2. Resultados y discusión.

Con el método TOF, la velocidad longitudinal en el medio granular se obtiene considerando que la distancia de propagación del sonido es el espesor de la muestra. Si se conoce el espesor de la muestra para cada tensión de consolidación aplicada σ_c , es posible calcular la fracción sólida mediante la expresión

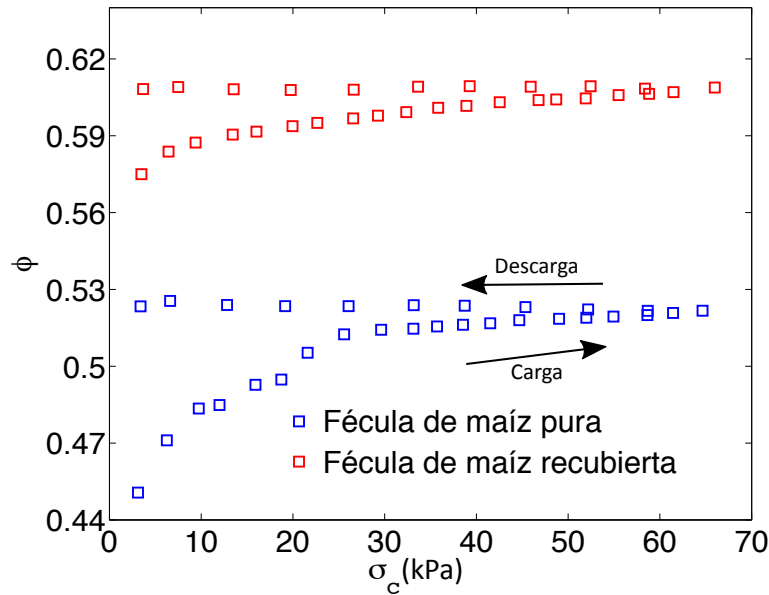


Figura 4.8: Fracción sólida ϕ en función de la tensión de consolidación σ_c durante el proceso de carga y descarga en las muestras de fécula de maíz pura y con recubrimiento de sílice.

$\phi = \frac{\rho_{efectiva}}{\rho_{material}}$. Se ha comprobado que el proceso de compactación en un medio granular sigue una ley logarítmica con la forma $1/\phi = 1/\phi_0 - \lambda \log(\sigma_c/\sigma_{c0})$, donde λ es una función de la porosidad interna de los aglomerados iniciales sin distorsión, es decir, de la forma inicial que toman los aglomerados en el medio granular cuando no existe una tensión de consolidación aplicada [1, 136]. La figura 4.8 muestra que la fracción sólida para la muestra de fécula de maíz sin recubrimiento de sílice no es una función logarítmica de la tensión de consolidación porque existen varios saltos abruptos, mientras que para la muestra de fécula de maíz con recubrimiento sí que parece que nos encontramos ante ese caso. Nosotros vamos a suponer que esto es debido a la reestructuración del medio granular que surge cuando el nivel de fuerza sobrepasa un cierto valor crítico.

Este valor crítico varía con la muestra y con la forma en la que se prepara. Nosotros suponemos que la tensión de consolidación destruye los contactos

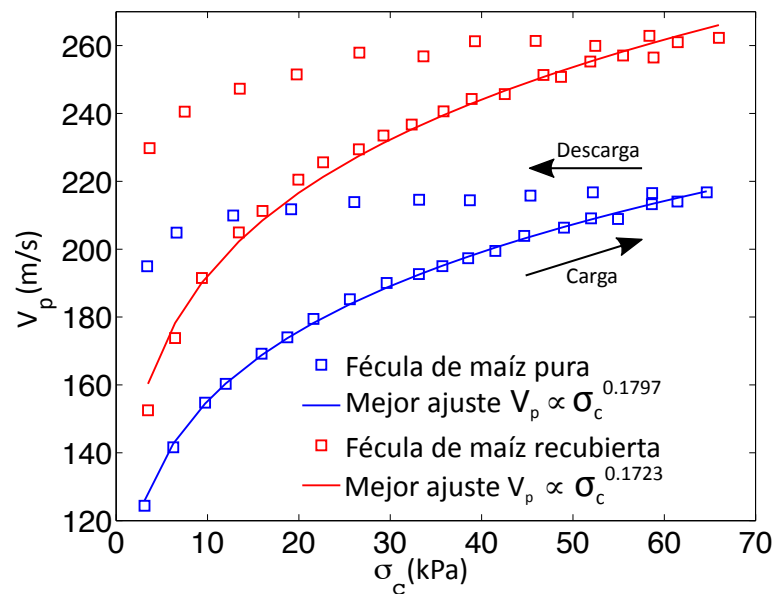


Figura 4.9: Velocidad ultrasónica V_p medida a través de las muestras de fécula de maíz pura y fécula de maíz recubierta con sílice durante el proceso de carga y descarga en función de la tensión de consolidación σ_c . Las líneas sólidas son los mejores ajustes de los datos experimentales a una función potencia ($V_p \propto \sigma_c^{0.1797}$ para la fécula de maíz pura y $V_p \propto \sigma_c^{0.1723}$ para la fécula de maíz recubierta con sílice).

existentes en los aglomerados de fécula de maíz pura, lo que provoca un cambio en la estructura del medio, además de expulsar el aire del medio granular. Debemos tener en cuenta el hecho de que el valor de σ_c puede estar sobreestimado a causa de la fricción entre el polvo, las paredes y el transductor emisor, ya que parte de la tensión aplicada puede estar contrarrestada por las fuerzas de fricción o rozamiento. La velocidad de propagación de nuestras muestras se representa en la figura 4.9 para diferentes tensiones de consolidación aplicadas. Se observa que la velocidad se comporta como una función potencial en los dos casos analizados.

El mejor ajuste en el proceso de carga nos da un exponente muy cercano a $1/6$ para las dos muestras. El exponente medio con su error correspondiente para una serie de tres experimentos en el proceso de carga es $0,1802 \pm 0,0055$ para la

fécúla de maíz pura y $0,1845 \pm 0,0081$ para la fécúla de maíz recubierta con sílice. Se ve que para el proceso en el que se va aumentando progresivamente la tensión de consolidación, la velocidad de propagación es superior para la muestra menos cohesiva, algo contrario al estudio realizado en el capítulo 2, donde la tensión de consolidación se debe a la gravedad en las diferentes muestras de acero y magnetita. Si nos fijamos en los valores de la velocidad en el proceso de descarga, se observa que este es prácticamente constante al principio y al final empieza a decrecer en las dos muestras de polvo. Este decrecimiento en la velocidad es más notable en la muestra de fécúla de maíz recubierta con sílice que en la muestra de fécúla de maíz pura.

Para explicar los resultados obtenidos en el proceso de carga de una manera teórica, se usará la Teoría del Medio Efectivo (EMT), ya expuesta en dos versiones diferentes (considerando y no considerando la distribución angular de los contactos en el medio granular) en los dos capítulos anteriores. En el caso en el que la distribución angular de contactos era isótropa, se obtuvo que la velocidad de propagación longitudinal tenía una dependencia $V_p \propto z^{1/2} k_n(\sigma_c)^{1/2}$ con $k_n(\sigma_c)$ la rigidez del contacto entre las partículas y no de la asperezas (partículas de sílice), ya que suponemos que éstas últimas están prácticamente aplastadas en el proceso de compactación. En los resultados experimentales presentados (ver figura 4.9), se encuentra que la velocidad longitudinal para una misma tensión de consolidación σ_c es mayor en el medio granular compuesto por fécúla de maíz recubierta con sílice (menos cohesivo) que en el compuesto nada más que por partículas de fécúla de maíz pura (más cohesivo). Este comportamiento es contradictorio al encontrado en el capítulo 2 donde los medios granulares cohesivos se sometían a bajas consolidaciones. Para intentar explicar este comportamiento, supondremos el contacto entre partículas es de tipo Hertz y que la distribución angular de contactos es isótropa, lo que da como resultado la ecuación 3.93. Por tanto, para una muestra dada y considerando una tensión de consolidación constante, la velocidad se puede escribir de la siguiente manera:

$$V_p = A\phi^{-1/6}z^{1/3}, \quad (4.16)$$

donde A es una constante para todas nuestras muestras (fécula de maíz pura y fécula de maíz recubierta). Para calcular el número de coordinación de una partícula en el interior de nuestro medio granular, usamos $z = 1,61(1 - \phi)^{-1,48}$ [94]. La función $\phi^{-1/6}z^{1/3}$ es monótona creciente para los valores experimentales obtenidos de la fracción sólida. Si se observa la fracción sólida de la fécula de maíz con y sin recubrimiento, es posible ver que la fécula de maíz con recubrimiento tiene una fracción sólida mayor que la fécula de maíz sin recubrimiento para un mismo valor de la tensión de consolidación. Aunque la ecuación 4.16 obtenida con la EMT predice justamente este comportamiento, se trata de una explicación cualitativa que permite justificar porqué los valores experimentales la velocidad son superiores en un medio granular compuesto por partículas menos cohesivas.

4.4. Propagación del sonido en polvo fino sometido a una tensión de consolidación media perpendicular a la propagación del sonido: influencia de la cohesión entre granos.

En este tercer apartado se presentan los resultados experimentales que encontramos en el sondeo acústico de dos tipos de muestras granulares que se cargan con una fuerza externa perpendicular a la propagación del sonido. En primer lugar, se va a comenzar con la exposición de los comportamientos y las tendencias de los resultados experimentales para terminar con la discusión de ellos.

4.4.1. Resultados experimentales.

En este sub-apartado de la tesis, se estudia de forma experimental la velocidad de una señal sonora a diferentes frecuencias que viaja por una muestra de polvo cohesivo que se carga con una tensión que es perpendicular a la transmisión del sonido en un rango entre 0 y 30 kPa. Para estudiar el efecto de la cohesión en esta nueva configuración, se ha elegido el mismo material que anteriormente 4.3, es decir, fécula de maíz pura que es posible adquirir en cualquier supermercado y fécula de maíz recubierta con sílice. La fécula de maíz recubierta con sílice al 100 % se ha obtenido tratando la fécula de maíz pura del mismo modo que se describió anteriormente. Con esto se consigue reducir la cohesión del material como ya se explicó, lo que nos permite observar el impacto que tiene el parámetro de la cohesión en la transmisión del sonido. El montaje experimental se puede ver en la figura 4.10 y es muy parecido a uno de los usados en el capítulo 2, aunque con algunas ligeras modificaciones. Ahora se tiene una tapa móvil en la que es posible aplicar una fuerza de carga mediante un tornillo móvil. La altura h se mide con un pie de rey digital que tiene una precisión de $\pm 0,01$ mm. Con la altura h medida, se puede calcular la fracción

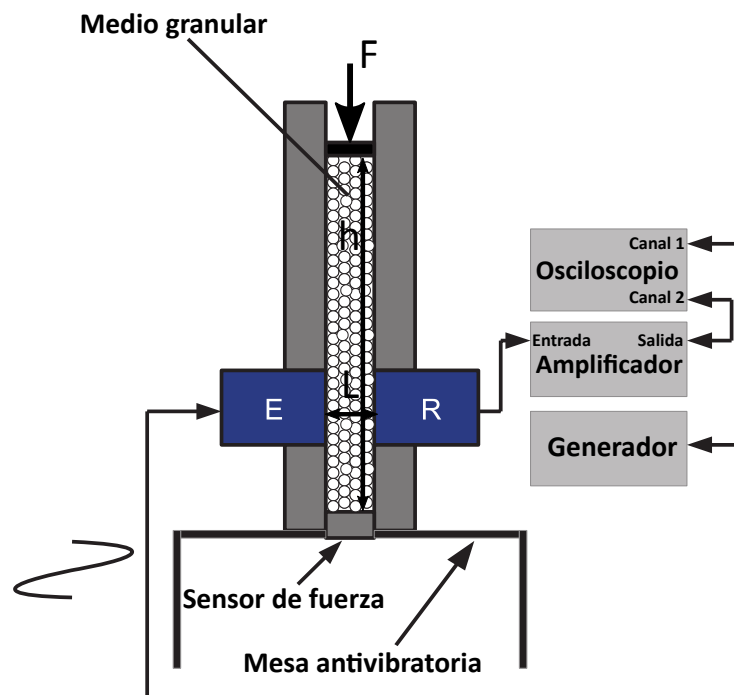


Figura 4.10: Esquema del montaje experimental para las medidas de la velocidad sonora a través de una capa de polvo fino cargada con una cierta consolidación perpendicular a la transmisión del sonido.

sólida del material ϕ , ya que la base de nuestra celda tiene unas dimensiones conocidas de $8 \times 2 \text{ cm}^2$. La tensión de consolidación σ_c se mide con un sensor de fuerza que se encuentra debajo de nuestra celda. El cálculo de la velocidad se realiza mediante el método TOF, ya descrito en partes anteriores de la tesis. La señal eléctrica que se inyecta al transductor emisor es un pulso tipo seno de un solo ciclo al que se le ha ido variando la frecuencia desde los 3 kHz hasta los 15 kHz con pasos de 3 kHz. Durante todas las medidas realizadas, el transductor emisor tiene un desplazamiento de unos 20 nm que fue medido por un vibrómetro láser. Este desplazamiento tan pequeño en comparación con el tamaño de nuestros polvos finos impide que se de la rotura de los contactos entre partículas. La distancia de propagación del sonido L tiene un valor de 2 cm para así evitar cualquier tipo de difracción en el rango de frecuencias y velocidades que

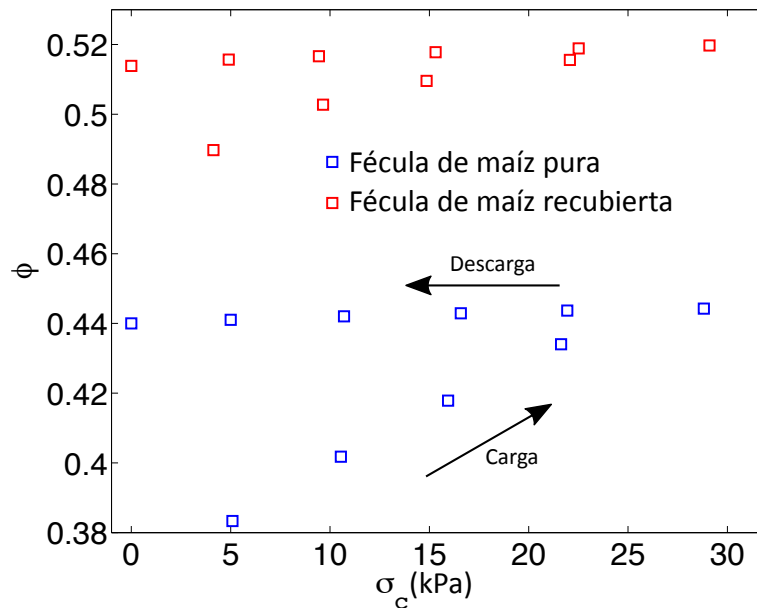


Figura 4.11: Fracción sólida ϕ en función de la tensión de consolidación σ_c perpendicular a la propagación del sonido durante el proceso de carga y descarga en las muestras de fécula de maíz pura y fécula de maíz recubierta con sílice.

nos movemos. La señal transmitida por el polvo presenta una gran atenuación por lo que es necesario amplificar la señal eléctrica que se recibe por el micrófono receptor de presión para poder detectar la señal recibida y medir consecutivamente el tiempo de vuelo. El proceso de inicialización del polvo consiste en poner una malla con agujeros cuadrados (5×5) mm² formados por varillas metálicas de diámetro 0,5 mm en la parte superior de la celda para a posteriori ir vertiendo el polvo con una pequeña cuchara. Este método de inicialización permite obtener resultados muy reproducibles con este nuevo montaje experimental.

En la figura 4.11 se muestra la fracción sólida ϕ en función de la tensión de consolidación σ_c en el proceso de carga y descarga para nuestros dos materiales granulares, fécula de maíz pura y fécula de maíz recubierta con sílice. Como vemos la fracción sólida de nuestras muestras aumenta cuando la tensión de

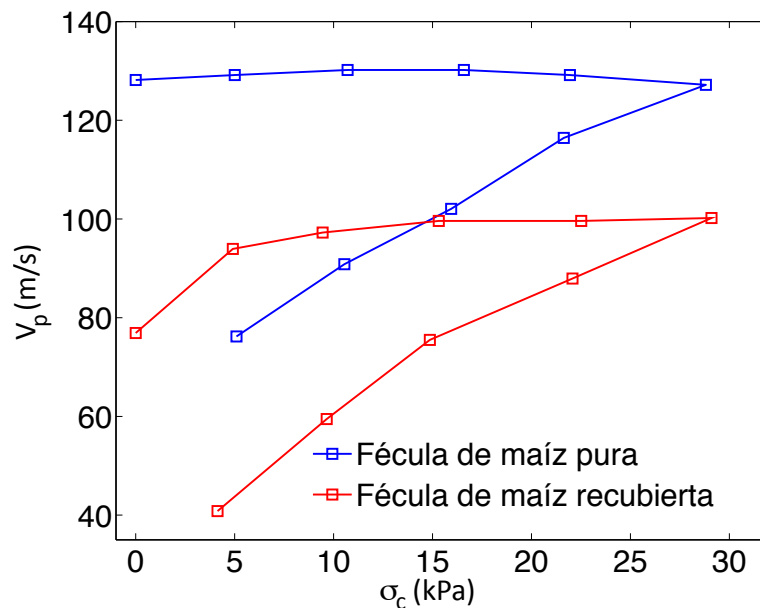


Figura 4.12: Velocidad ultrasónica V_p medida a través de las muestras de fécula de maíz pura y fécula de maíz recubierta con sílice durante el proceso de carga y descarga en función de la tensión de consolidación σ_c con una dirección perpendicular a la propagación del sonido.

consolidación aumenta y permanece constante en el proceso de descarga. Sin embargo, para una misma tensión de consolidación se encuentra que la fracción sólida es mayor para la fécula de maíz recubierta con sílice.

La velocidad de propagación a una frecuencia de 15 kHz se representa en función de la tensión de consolidación en la figura 4.12 para los procesos de carga y descarga. No se ha hecho ningún ajuste porque se tienen pocos puntos experimentales debido a las limitaciones de nuestro montaje experimental (la tapa móvil de nuestra celda alcanza el desplazamiento máximo que se puede realizar en este montaje cuando la tensión de consolidación supera los 30 kPa). Ambos materiales presentan un aumento de la velocidad cuando la tensión de consolidación aumenta. Sin embargo, se encuentra un resultado llamativo y es que la velocidad de propagación para una misma tensión de consolidación es

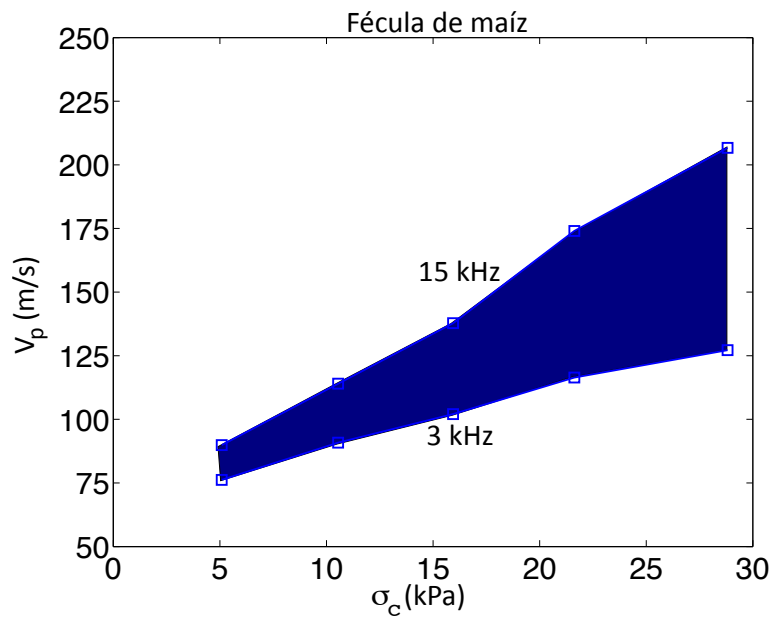


Figura 4.13: Banda de dispersión en la fécula de maíz pura marcada por los límites de las velocidades encontradas a una frecuencia de 3 kHz y 15 kHz en función de la tensión de consolidación σ_c en el proceso de carga.

mayor para la fécula de maíz, es decir, para el material más cohesivo y que posee una fracción sólida menor. Este comportamiento es totalmente contrario al encontrado en los experimentos donde la velocidad de propagación del sonido es paralela a la tensión de consolidación aplicada, donde se observó que para una misma tensión de consolidación, la velocidad del sonido era mayor para la fécula de maíz recubierta con sílice, es decir, el material con menor cohesión. Además, esto conduce al mismo comportamiento de la velocidad a baja consolidación (debido al peso de la muestra) que se presentó en el capítulo 2, y es que en ese estudio la velocidad aumentaba cuando el tamaño de la partícula disminuía o lo que es lo mismo, cuando la cohesión del material aumentaba. También se puede ver que la velocidad permanece constante en las dos muestras cuando disminuye la tensión de consolidación en el proceso de descarga. Sin embargo, la velocidad en la muestra de fécula de maíz recubierta con sílice disminuye de manera considerable cuando se alcanza una tensión de consolidación igual a

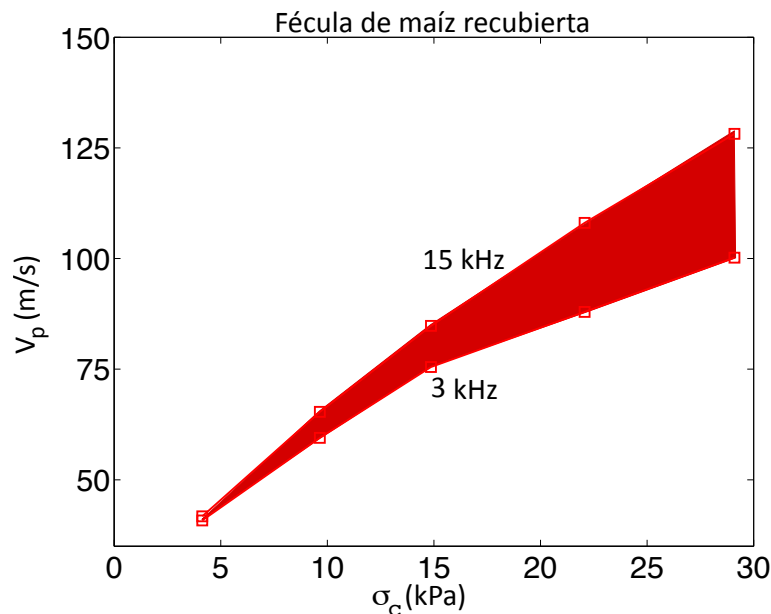


Figura 4.14: Banda de dispersión en la fécula de maíz recubierta con sílice marcada por los límites de las velocidades encontradas a una frecuencia de 3 kHz y 15 kHz en función de la tensión de consolidación σ_c en el proceso de carga.

su peso por unidad de área ($\sigma_c = \rho\phi gh \simeq 550$ Pa).

En las figuras 4.13 y 4.14 observamos las bandas de dispersión en la velocidad de la fécula de maíz pura y la fécula de maíz recubierta con sílice. Estas bandas de dispersión se han construido con los valores de la velocidad encontrados a una misma consolidación para la frecuencia máxima y mínima (15 y 3 kHz) usada en nuestras medidas experimentales. Dos comportamientos interesantes pueden ser extraídos de estas. El primero es que el ancho de la banda de la dispersión crece en ambos materiales cuando la tensión de consolidación aumenta y el segundo es que la banda es bastante más estrecha para la fécula de maíz recubierta con sílice, lo que nos puede llevar a pensar que un material es más dispersivo cuando su cohesión aumenta, aunque esto habría que ratificarlo con más experimentos.

Por último, en la figura 4.15 se muestra la dispersión de la fécula de maíz

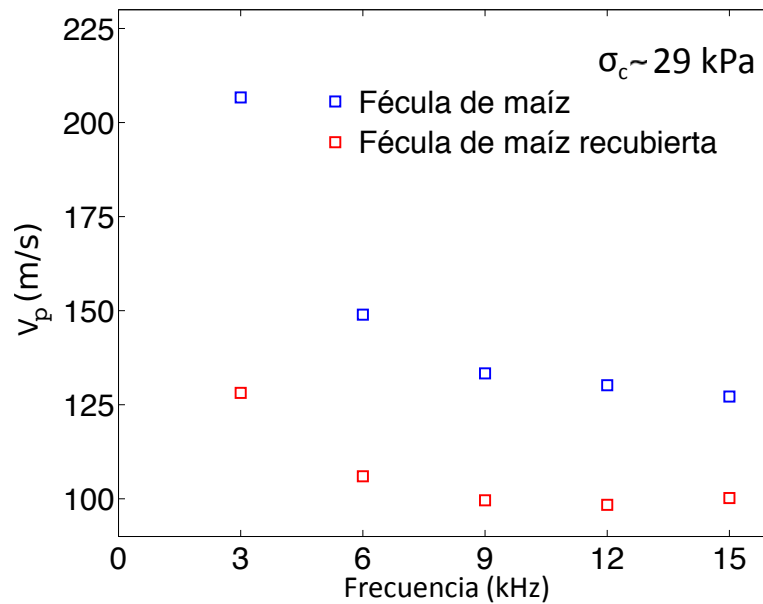


Figura 4.15: Velocidad del sonido V_p de la fécula de maíz pura y la fécula de maíz recubierta con sílice en función de la frecuencia para la máxima tensión de consolidación ($\sigma_c \simeq 29$ kPa) aplicada en el proceso de carga.

pura y la fécula de maíz recubierta con sílice en el rango de frecuencias usadas y para la tensión de consolidación más elevada $\sigma_c \simeq 29$ kPa. Se ve el mismo comportamiento que el encontrado para las partículas de magnetita y acero en el capítulo 2, ya que la velocidad disminuye cuando la frecuencia aumenta y permanece casi constante para valores superiores a los 10 kHz.

4.4.2. Discusión.

Como se observa en la figuras 4.11 y 4.12, las medidas de la velocidad de la onda sonora muestran un valor inferior para la fécula de maíz recubierta con sílice, contrariamente a lo que ocurre con el valor de la fracción sólida. El cambio en la velocidad a medida que va aumentando la tensión de consolidación resulta prácticamente constante en las dos muestras. El fenómeno en la fracción sólida se puede explicar de la siguiente manera: el aumento de la cohesión entre granos esféricos disminuye el número medio de contactos en un medio

granular [94]. Esto se debe a la disminución de la fracción sólida en el medio granular más cohesivo, tal y como ocurre en la fécula de maíz pura, ya que una mayor cohesión influye en el empaquetado de un medio granular, originando más huecos o poros en éste [137]. No obstante, la velocidad de propagación de una onda coherente ($\lambda/d > \sim 10$) en un medio isótropo tanto en tensiones como en la distribución de contactos depende directamente del número medio de contactos si hacemos uso de la Teoría del Medio Efectivo (EMT). Esta velocidad se puede escribir como:

$$V_p \propto \phi^{-1/6} z^{1/2} k_n(\sigma_c)^{1/2} \quad (4.17)$$

Usando que el número de coordinación $z = 1,61(1 - \phi)^{-1,48}$ es función de ϕ para una distribución angular de contactos isótropa [94], se puede obtener cómo es la contribución de $\phi^{-1/6} z^{1/2}$ en la velocidad. La contribución de $z = 1,61(1 - \phi)^{-1,48}$ en la velocidad en función de la fracción sólida crece muy lentamente en el rango de fracciones sólidas que se han medido (0,38 – 0,52). Esta parte analizada de la velocidad predice que la velocidad debe ser mayor entonces para la fécula de maíz recubierta con sílice. Sin embargo, se ha encontrado un comportamiento opuesto en la velocidad por lo que el origen debe de estar en la rigidez del contacto $k_n(\sigma_c)$. Por ejemplo, si calculamos las tensión σ_{rr} con las soluciones de Jansen en el centro del micrófono para el valor máximo de la tensión de consolidación aplicada $\sigma_c \simeq 29$ kPa, se obtiene que ésta tiene un valor entre los 3 – 4 kPa para la fécula de maíz y la fécula de maíz recubierta con sílice. Esto nos conduce a que la transmisión del sonido se produce en un régimen de baja consolidación en el cual la cohesión puede jugar un papel importante en el aumento de la rigidez, como pensamos que ocurrió en el caso de polvo de magnetita y acero a baja consolidación. Por tanto, se puede justificar que la velocidad en la fécula de maíz pura es mayor debido a que se produce un endurecimiento de los contactos cuando nos encontramos en regímenes de baja consolidaciones. Por otra parte, se ha encontrado que las velocidades para ambas muestras en este experimento (propagación del sonido perpendicular a la tensión aplicada) son inferiores a las medidas en el experimento donde la

propagación del sonido es paralela a la tensión aplicada cuando nos situamos en el mismo rango de tensiones de consolidación. Esto se puede explicar de una manera sencilla fijándonos en una de las muestras ya sea fécula de maíz o fécula de maíz recubierta con sílice y haciendo uso de las soluciones de Jansen [83] junto con los valores experimentales de la fracción sólida. Con las soluciones de Jansen es posible calcular las tensiones σ_c y σ_{rr} dando valores diferentes ($\sigma_c > \sigma_{rr}$). Esto conduce a que la rigidez del contacto para la dirección vertical $k_n(\sigma_c)$ es superior que la de la dirección horizontal $k_n(\sigma_{rr})$, produciéndose un aumento de la velocidad. Además, los valores de la fracción sólida también son mayores en el experimento donde la propagación del sonido es paralela a la tensión, lo que provoca de nuevo otro aumento de la velocidad. Estos dos argumentos permiten justificar la disminución del valor de la velocidad para este caso (tensión de consolidación perpendicular a la dirección de propagación del sonido). Con respecto a la dispersión no tenemos una explicación clara y concluyente sobre el decrecimiento de la velocidad cuando la frecuencia aumenta, sino varias hipótesis. La primera es considerar que en el interior del medio granular, el sonido se propaga como en una cadena unidimensional de partículas que interactúan con un potencial tipo Hertz. Si el medio se comportara como tal, cabe esperar que la velocidad disminuyera con el aumento de la frecuencia. Otra posible hipótesis en la que estamos trabajando es que este fenómeno puede que ocurra debido a que la distribución de tensiones en un medio granular no es uniforme a lo largo de la dirección donde se propaga el sonido. Teniendo en cuenta esta consideración, es posible hacer un buen ajuste con dos parámetros libres de la velocidad de propagación en función de la frecuencia. Sin embargo, no se va a incluir este modelo teórico en la tesis por falta de pruebas teóricas y experimentales que demuestren de manera cuantitativa cuánto es la diferencia que existe entre el valor del campo de tensiones en el centro de una muestra granular y el que existe cerca de las paredes del recipiente que contiene a la muestra.

4.5. Conclusión.

Los resultados experimentales de la propagación de la velocidad de ultrasonidos a través de polvo fino a altas consolidaciones están de acuerdo con los resultados predichos, asumiendo un contacto elástico tipo Hertz entre las partículas. Esto contrasta con el comportamiento plástico observado a bajas consolidaciones en trabajos anteriores. De acuerdo con las estimaciones teóricas, la transición entre el comportamiento plástico a elástico se puede explicar por la destrucción de las asperezas de la partícula a altas consolidaciones. Como la adhesión de las partículas depende del régimen de deformación de los contactos, ya sea plástico o elástico, sugerimos que la cohesividad del polvo se debe determinar esencialmente por el nivel de la tensión de consolidación externa en el polvo. A media consolidación los resultados experimentales obtenidos del experimento en el que la velocidad es paralela a la dirección de la tensión de consolidación han demostrado que la cohesión no juega un papel significativo en el contacto entre partículas. Sin embargo, la estructura geométrica de la muestra es diferente según el medio sea cohesivo o no. Del mismo modo, también se ha demostrado experimentalmente que la velocidad ultrasonora depende de la naturaleza del medio. Esta velocidad es mayor en el caso en el que el medio es menos cohesivo. Si suponemos que los contactos son de tipo Hertz, la teoría EMT predice la tendencia observada experimentalmente. Sin embargo, se ha encontrado una tendencia contraria en la velocidad cuando la propagación del sonido es perpendicular a la tensión de consolidación aplicada. Hemos dado una explicación cualitativa para justificar los resultados experimentales, diciendo que a baja consolidación es posible que la cohesión deba de tenerse en cuenta en la rigidez del contacto. Además, se ha encontrado que la dispersión de la velocidad depende de la tensión de consolidación aplicada y es más pronunciada en la muestra de mayor cohesión.

Conclusión general

En este trabajo de tesis doctoral se llevaron a cabo distintos experimentos y estudios teóricos sobre la propagación del sonido en medios granulares cohesivos y no cohesivos, en concreto las muestras granulares usadas fueron polvo de magnetita, polvo de acero, esferas de vidrio, fécula de maíz pura y fécula de maíz recubierta con una capa de partículas nanométricas de sílice. Las conclusiones más relevantes de este trabajo son:

1. Se han presentando los modelos más comunes en la literatura que describen el contacto elástico entre dos cuerpos con y sin adhesión (Hertz, JKR y DMT). Se ha escogido el modelo de contacto más sencillo (Hertz) como base de cualquier desarrollo teórico sobre acústica en medios granulares. No se utilizaron los modelos JKR y DMT en el desarrollo teórico de modelos sobre la propagación acústica en medios granulares cohesivos porque la corrección que estos introducen a altas consolidaciones en la constante de rigidez de dos esferas en contacto es mínima respecto a la predicha por el modelo de Hertz. Puede ser que cuando el medio granular es sometido a bajas consolidaciones, sea necesario tener en cuenta la adhesión entre partículas y el tipo de contacto en los desarrollos teóricos que describen la transmisión del sonido en el medio granular.
2. Se han expuesto diferentes modelos que son capaces de describir la no linealidad que presentan los medios granulares debido al contacto entre partículas, desorden y rotura del contacto al paso de una onda acústica.

La descripción de los modelos es cualitativa, ya que el problema real de un medio granular tridimensional desordenado se redujo a un problema unidimensional, por lo que no sirven para cuantificar los efectos no lineales en un problema real.

3. Se han diseñado dos montajes experimentales que sirven para caracterizar acústicamente los medios granulares mediante dos métodos frecuencial (FRF) y temporal (TOF). En estos montajes experimentales se midió la velocidad ultrasónica en diversas muestras granulares compuestas por partículas de magnetita, acero y vidrio a baja consolidación. Existe un gran acuerdo entre los resultados experimentales de la velocidad ultrasónica en ambos métodos acústicos.
4. Se ha encontrado un comportamiento no monótono en la velocidad longitudinal de las muestras granulares de magnetita, acero y vidrio cuando el tamaño del polvo de cada muestra fue variado. Además, se ha observado un notable decrecimiento de la velocidad longitudinal cuando se aumentó la frecuencia (dispersión) hasta que se alcanza un valor de 10 kHz, en el cual la velocidad longitudinal permaneció constante a medida que se aumentó la frecuencia. También se ha detectado en la función de la respuesta en frecuencias $20 \log \left(\frac{V_{recibida}(\omega)}{V_{entrada}} \right)$ que la frecuencia de corte aumentó cuando se disminuyó el tamaño de partícula que compone al medio granular.
5. Se han buscado las causas que producen el comportamiento no monótono en la velocidad longitudinal de las muestras granulares de magnetita, acero y vidrio mediante una Teoría del Medio Efectivo (EMT) desarrollada por Makse, en la cual se supone que el medio granular es un medio continuo donde las partículas interactúan con un contacto tipo Hertz y la distribución angular de los contactos es isótropa. La EMT predice un aumento de la velocidad ultrasónica cuando aumenta la fracción sólida, un comportamiento contrario al encontrado en las muestras de magnetita, por lo que suponemos que el endurecimiento de los contactos debido a la

cohesión fue el responsable del comportamiento de la velocidad encontrado, ya que estamos en una situación en la que la fuerza de compresión es comparable con el valor máximo que puede tomar la fuerza de adhesión entre partículas.

6. Se ha encontrado que la velocidad de propagación de la onda acústica longitudinal es afectada por los cambios en la orientación de los contactos en la situación en la que no existe rotura de los contactos al paso de la onda acústica y el límite de onda larga es válido.
7. Se ha diseñado y montado un experimento en el que a partir de la fluidización se puede inicializar un medio granular compuesto por partículas magnéticas (magnetita) y que mediante la aplicación un campo magnético externo se puede modificar la orientación preferente de los contactos que existen en el medio granular.
8. Se ha desarrollado una Teoría del Medio Efectivo (EMT) que es capaz de tener en cuenta la orientación de los contactos y predecir cualitativamente los cambios producidos en la velocidad de la propagación del sonido cuando la orientación de los contactos se modifica. Además, la Teoría del Medio Efectivo desarrollada tiene la misma tendencia funcional que la realizada por Makse en el caso en el que la distribución angular de contactos es isótropa.
9. Mediante la medida de la velocidad de ultrasonidos en polvo fino (toners) a altas consolidaciones, se ha encontrado que existe un buen acuerdo entre los resultados experimentales y los resultados teóricos semiempíricos, en los que se supuso un contacto elástico de Hertz entre partículas, ya que el valor máximo de la fuerza de adhesión entre partículas puede ser despreciado frente al valor de la fuerza de compresión en partículas de toners sometidas a una alta consolidación. Este comportamiento elástico entre las partículas es diferente al comportamiento plástico observado a bajas

consolidaciones. Sin embargo, la transición de comportamiento plástico a elástico se ha podido explicar por la destrucción de las asperezas. Por tanto, la cohesividad del medio granular influye en el empaquetamiento de las partículas cuando una carga es aplicada, pero no al carácter del contacto, llegando a ser elástico por la destrucción de las asperezas.

10. Para regímenes de media consolidación, cuando la velocidad de propagación acústica es paralela a la dirección de la tensión de consolidación se ha demostrado experimentalmente que la cohesión no influye en la tendencia encontrada de la velocidad de propagación en función de la tensión de consolidación, aunque ésta sí afecta a la estructura geométrica de la muestra (fracción sólida). La muestra granular de mayor cohesión (fécula de maíz) presentó una velocidad menor que la muestra de menor cohesión (fécula de maíz recubierta), como predijo la Teoría del Medio Efectivo en el caso de una distribución angular de contactos isótropa.
11. En regímenes de media consolidación, en los que la velocidad de propagación acústica es perpendicular a la dirección de la tensión de consolidación se ha encontrado una tendencia contraria a la encontrada en el caso en el que la velocidad de propagación acústica es paralela a la dirección de la tensión de consolidación, es decir, la velocidad medida para una misma tensión de consolidación es mayor para la muestra más cohesiva (fécula de maíz). Además, se ha encontrado experimentalmente que en este régimen de media consolidación también existe dispersión de la velocidad y que es más pronunciada en la muestra granular con mayor cohesión (fécula de maíz). Los resultados obtenidos hacen pensar que es necesario tener en cuenta la cohesión cuando la fuerza de compresión entre partículas es del mismo orden que la fuerza de adhesión, como ocurrió en el experimento en el que la velocidad de propagación del sonido es perpendicular a la tensión de consolidación en un régimen de baja consolidación.

Bibliografía

- [1] A. Castellanos. The relationship between attractive interparticle forces and bulk behaviour in dry and uncharged fine powders. *Adv. Phys.*, 54(4):263–376, 2005.
- [2] H.M. Jaeger and Nagel S.R. Physics of the granular state. *Science*, 255(5051):1523–1531, 1992.
- [3] H.M. Jaeger, S.R. Nagel, and R.P. Behringer. Granular solids, liquids, and gases. *Rev. Mod. Phys.*, 68:1259–1273, Oct 1996.
- [4] P. Dantu. Contribution à l' étude mécanique géométrique des milieux pulvérulents. 1957.
- [5] H.A. Makse, D.L. Johnson, and L.M. Schwartz. Packing of compressible granular materials. *Phys. Rev. Lett.*, 84(18):4160, 2000.
- [6] H. Hinrichsen and D.E. Wolf. *The physics of granular media*. John Wiley & Sons, 2006.
- [7] J.Y. Hristov. Magnetic field assisted fluidization - a unified approach part 5. a hydrodynamic treatise on liquid-solid fluidized beds. *Rev. Chem. Eng.*, 22(4-5):195–375, 2006.
- [8] H.C. Hamaker. The london-van der Waals attraction between spherical particles. *Physica*, 4(10):1058–1072, 1937.

- [9] M.A.S. Quintanilla, M.J. Espin, and J.M. Valverde. Effect of magnetic field orientation on fluidized beds of magnetic particles: Theory and experiment. *Particuology*, 12:54–63, 2014.
- [10] H.J.H. Clercx and G. Bossis. Many-body electrostatic interactions in electrorheological fluids. *Phys. Rev. E*, 48:2721–2738, Oct 1993.
- [11] V. Popov. *Contact mechanics and friction: physical principles and applications*. Springer Science & Business Media, 2010.
- [12] V. Tournat and V.E. Gusev. Acoustics of unconsolidated “model” granular media: an overview of recent results and several open problems. *Acta Acust. United Acust.*, 96(2):208–224, 2010.
- [13] L.E. Kinsler, A.R. Frey, A.B. Coppens, and J.V. Sanders. *Fundamentals of acoustics*, volume 1. 1999.
- [14] X. Jia, C. Caroli, and B. Velicky. Ultrasound propagation in externally stressed granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 82(9):1863, 1999.
- [15] V. Tournat and V.E. Gusev. Nonlinear effects for coda-type elastic waves in stressed granular media. *Phys. Rev. E*, 80(1):011306, 2009.
- [16] C. Inserra, V. Tournat, and V.E. Gusev. Characterization of granular compaction by nonlinear acoustic resonance method. *Appl. Phys. Lett.*, 92(19):191916, 2008.
- [17] C. Liu. Spatial patterns of sound propagation in sand. *Phys. Rev. B*, 50:782–794, Jul 1994.
- [18] J. Laurent, T. Brunet, and X. Jia. Irreversible interaction of sound waves with dense granular matter. *J. Acoust. Soc. Am.*, 123(5):3270–3270, 2008.
- [19] H.A. Makse, N. Gland, D.L. Johnson, and L. Schwartz. Granular packings: Nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics. *Phys. Rev. E*, 70(6):061302, 2004.

- [20] K.W. Winkler. Contact stiffness in granular porous materials: Comparison between theory and experiment. *Geophys. Res. Lett.*, 10(11):1073–1076, 1983.
- [21] K. Walton. The effective elastic moduli of a random packing of spheres. *J. Mech. Phys. Solids*, 35(2):213–226, 1987.
- [22] K.L. Johnson. *Contact mechanics*. Cambridge university press, 1987.
- [23] C. Liu and S.R. Nagel. Sound in sand. *Phys. Rev. Lett.*, 68(15):2301, 1992.
- [24] T. Brunet, X. Jia, and P. Mills. Mechanisms for acoustic absorption in dry and weakly wet granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 101(13):138001, 2008.
- [25] T. Brunet. *Etude des milieux granulaires secs et mouillés à l'aide des ondes ultrasonores*. PhD thesis, Université de Marne la Vallée, 2006.
- [26] T. Brunet, X. Jia, and P. Mills. Probing wet cohesive granular materials with multiply scattered elastic waves. In *Powders and Grains 2005*, pages 617–620. Balkema, 2005.
- [27] T. Brunet, X. Jia, and P. Mills. Mechanisms for acoustic absorption in dry and weakly wet granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 101:138001, Sep 2008.
- [28] V. Langlois and X. Jia. Acoustic probing of elastic behavior and damage in weakly cemented granular media. *Phys. Rev. E*, 89(2):023206, 2014.
- [29] D.J. Hornbaker, R. Albert, I. Albert, A.L. Barabási, and P. Schiffer. What keeps sandcastles standing? *Nature*, 387(6635):765, 1997.
- [30] L. Bocquet, E. Charlaix, S. Ciliberto, and J. Crassous. Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature*, 396(6713):735–737, 1998.
- [31] P. Tegzes, R. Albert, M. Paskvan, A.L. Barabási, T. Vicsek, and P. Schiffer. Liquid-induced transitions in granular media. *Phys. Rev. E*, 60(5):5823, 1999.

- [32] X. Jia. Codalike multiple scattering of elastic waves in dense granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 93(15):154303, 2004.
- [33] R.D. Mindlin. Compliance of elastic bodies in contact. *J. of Appl. Mech.*, 16, 1949.
- [34] K.L. Johnson. Surface interaction between elastically loaded bodies under tangential forces. In *Proc. R. Soc. of London.*, volume Ser. A 230, pages 531–548. The Royal Society, 1954.
- [35] K.L. Johnson, K. Kendall, and A.D. Roberts. Surface energy and the contact of elastic solids. In *Proc. R. Soc. of London.*, volume A 324, pages 301–313. The Royal Society, 1971.
- [36] B.V. Derjaguin, V.M. Muller, and Y.P. Toporov. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *J. Colloid Interface Sci.*, 53(2):314–326, 1975.
- [37] R.S. Bradley. Lxxix. the cohesive force between solid surfaces and the surface energy of solids. *Phil. Mag.*, 13(86):853–862, 1932.
- [38] K.L. Johnson and J.A. Greenwood. An adhesion map for the contact of elastic spheres. *J. Colloid Interface Sci.*, 192(2):326–333, 1997.
- [39] D. Maugis. *Contact, adhesion and rupture of elastic solids*, volume 130. Springer Science & Business Media, 2013.
- [40] D. Tabor. Surface forces and surface interactions. *J. Colloid Interface Sci.*, 58(1):2–13, 1977.
- [41] E. Barthel. On the description of the adhesive contact of spheres with arbitrary interaction potentials. *J. Colloid Interface Sci.*, 200(1):7–18, 1998.
- [42] C. Coste, E. Falcon, and S. Fauve. Solitary waves in a chain of beads under hertz contact. *Phys. Rev. E*, 56(5):6104, 1997.

- [43] C. Coste and B. Gilles. On the validity of hertz contact law for granular material acoustics. *Eur. Phys. J. B*, 7(1):155–168, 1999.
- [44] V. Nesterenko. *Dynamics of heterogeneous materials*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [45] P.A. Deymier. *Acoustic metamaterials and phononic crystals*, volume 173. Springer Science & Business Media, 2013.
- [46] G.P. Berman and F.M. Izrailev. The fermi–pasta–ulam problem: fifty years of progress. *Chaos*, 15(1):015104, 2005.
- [47] V.F. Nesterenko. Propagation of nonlinear compression pulses in granular media. *J. Appl. Mech. Tech. Phys.*, 24(5):733–743, 1983.
- [48] D.K. Campbell, S. Flach, Y.S. Kivshar, et al. Localizing energy through non-linearity and discreteness. *Phys. Today*, 57(1):43–49, 2004.
- [49] N. Boechler, G. Theocharis, S. Job, P. G. Kevrekidis, Mason A. Porter, and C. Daraio. Discrete breathers in one-dimensional diatomic granular crystals. *Phys. Rev. Lett.*, 104:244302, Jun 2010.
- [50] C. Kittel. *Introduction to solid state physics*. Wiley, 2005.
- [51] L. Brillouin. *Wave propagation in periodic structures*, 1953.
- [52] M.A. Biot. General theory of three-dimensional consolidation. *J. Appl. Phys.*, 12(2):155–164, 1941.
- [53] M.A. Biot. Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. i. low-frequency range. *J. Acoust. Soc. Am.*, 28(2):168–178, 1956.
- [54] O. Dazel and V. Tournat. Nonlinear biot waves in porous media with application to unconsolidated granular media. *J. Acoust. Soc. Am.*, 127(2):692–702, 2010.

-
- [55] H.J. Herrmann, J.P. Hovi, and S. Luding. *Physics of dry granular media*, volume 350. Springer Science & Business Media, 2013.
- [56] S.G. Bardenhagen, J.U. Brackbill, and D. Sulsky. Numerical study of stress distribution in sheared granular material in two dimensions. *Phys. Rev. E*, 62(3):3882, 2000.
- [57] M.E. Cates, J.P. Wittmer, J.P. Bouchaud, and P. Claudin. Jamming, force chains, and fragile matter. *Phys. Rev. Lett.*, 81(9):1841, 1998.
- [58] S.F. Edwards and D.V. Grinev. Statistical mechanics of stress transmission in disordered granular arrays. *Phys. Rev. Lett.*, 82(26):5397, 1999.
- [59] H.A. Makse, D.L. Johnson, and L.M. Schwartz. Packing of compressible granular materials. *Phys. Rev. Lett.*, 84(18):4160, 2000.
- [60] L.E. Silbert, G.S. Grest, and J.W. Landry. Statistics of the contact network in frictional and frictionless granular packings. *Phys. Rev. E*, 66(6):061303, 2002.
- [61] F. Radjai, M. Jean, J.J. Moreau, and S. Roux. Force distributions in dense two-dimensional granular systems. *Phys. Rev. Lett.*, 77(2):274, 1996.
- [62] J.E.S. Socolar. Average stresses and force fluctuations in noncohesive granular materials. *Phys. Rev. E*, 57(3):3204, 1998.
- [63] P. Claudin and J.P. Bouchaud. Static avalanches and giant stress fluctuations in silos. *Phys. Rev. Lett.*, 78(2):231, 1997.
- [64] P. Claudin, J.P. Bouchaud, M.E. Cates, and J.P. Wittmer. Models of stress fluctuations in granular media. *Phys. Rev. E*, 57(4):4441, 1998.
- [65] G. Løvoll, K.J. Måløy, and E.G. Flekkøy. Force measurements on static granular materials. *Phys. Rev. E*, 60(5):5872, 1999.

- [66] N.W. Mueggenburg, H.M. Jaeger, and S.R. Nagel. Stress transmission through three-dimensional ordered granular arrays. *Phys. Rev. E*, 66(3):031304, 2002.
- [67] T. Travers, M. Ammi, D. Bideau, A. Gervois, J.C. Messenger, and J.P. Troadec. Uniaxial compression of 2d packings of cylinders. effects of weak disorder. *Europhys. Lett.*, 4(3):329, 1987.
- [68] I.Y. Belyaeva, V.Y. Zaitsev, and E.M. Timanin. Experimental study of non-linear elastic properties of granular media with nonideal packing. *Acoust. Phys.*, 40:789–793, 1994.
- [69] P.J. Digby. The effective elastic moduli of porous granular rocks. *J. Appl. Phys.*, 48(4):803–808, 1981.
- [70] J. Duffy and R.D. Mindlin. Stress-strain relations and vibrations of a granular medium. Technical report, DTIC Document, 1957.
- [71] D.L. Johnson, L.M. Schwartz, D. Elata, J.G. Berryman, B. Hornby, and A.N. Norris. Linear and nonlinear elasticity of granular media: Stress-induced anisotropy of a random sphere pack. *J. Appl. Phys.*, 65(2):380–388, 1998.
- [72] M. Leibig. Model for the propagation of sound in granular materials. *Phys. Rev. E*, 49(2):1647, 1994.
- [73] R.A. Guyer and P.A. Johnson. Nonlinear mesoscopic elasticity: Evidence for a new class of materials. *Phys. Today*, 52:30–36, 1999.
- [74] V. Tournat, V.E. Gusev, and B. Castagnède. Subharmonics and noise excitation in transmission of acoustic wave through unconsolidated granular medium. *Phys. Lett. A*, 326(5):340–348, 2004.
- [75] V. Tournat, C. Inserra, and V. Gusev. Non-cascade frequency-mixing processes for elastic waves in unconsolidated granular materials. *Ultrasonics*, 48(6):492–497, 2008.

- [76] V. Tournat, B. Castagnède, V. Gusev, and P. Béquin. Self-demodulation acoustic signatures for nonlinear propagation in glass beads. *C. R. Mec.*, 331(2):119–125, 2003.
- [77] V. Tournat, V.E. Gusev, and B. Castagnede. Self-demodulation of elastic waves in a one-dimensional granular chain. *Phys. Rev. E*, 70(5):056603, 2004.
- [78] V.Y. Zaitsev. A model of anomalous elastic nonlinearity of microinhomogeneous media. *Acoust. Lett.*, 19:171–174, 1996.
- [79] I.Y. Belyaeva and V.Y. Zaitsev. Nonlinear elastic properties of microinhomogeneous hierarchically structured media. *Acoust. Phys.*, 43(5):510–515, 1997.
- [80] V. Tournat, V.E. Gusev, V.Y. Zaitsev, and B. Castagnède. Acoustic second-harmonic generation with shear to longitudinal mode conversion in granular media. *Europhys. Lett.*, 66(6):798, 2004.
- [81] V. Tournat, V. Zaitsev, V. Gusev, V. Nazarov, P. Béquin, and B. Castagnède. Probing weak forces in granular media through nonlinear dynamic dilatancy: clapping contacts and polarization anisotropy. *Phys. Rev. Lett.*, 92(8):085502, 2004.
- [82] A. Castellanos, M.A.S. Quintanilla, J.M Valverde, and C. Soria-Hoyo. Novel instrument to characterize dry granular materials at low consolidations. *Rev. Sci. Instrum.*, 78(7):073901, 2007.
- [83] R.M. Nedderman. *Statics and kinematics of granular materials*. Cambridge University Press, 2005.
- [84] J.N. Israelachvili. *Intermolecular and surface forces*. Academic press, 2011.
- [85] H. Krupp. *Particle adhesion, theory and experiment*. J. Colloid Interface Sci., 1967.

- [86] K. Rietema. *The dynamics of fine powders*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [87] N. Yu and A.A. Polycarpou. Adhesive contact based on the lennard-jones potential: a correction to the value of the equilibrium distance as used in the potential. *J. Colloid Interface Sci.*, 278(2):428–435, 2004.
- [88] S. Ross and E.D. Morrison. *Colloidal systems and interfaces*. John Wiley and Sons, New York, NY (US), 1988.
- [89] P. Claudin. *La Physique des tas de sable: Annales de Physique*. EDP sciences, 2012.
- [90] O. Molerus. Theory of yield of cohesive powders. *Powder Technol.*, 12(3):259–275, 1975.
- [91] H. Rumpf. Grundlagen und methoden des granulierens. *Chem. Ing. Tech.*, 30(3):144–158, 1958.
- [92] I. Zuriguel, T. Mullin, and J.M. Rotter. Effect of particle shape on the stress dip under a sandpile. *Phys. Rev. Lett.*, 98(2):028001, 2007.
- [93] P.W. Cleary. The effect of particle shape on simple shear flows. *Powder Technol.*, 179(3):144–163, 2008.
- [94] M. Suzuki, K. Makino, M. Yamada, and K. Iinoya. A study on the coordination number in a system of randomly packed, uniform-sized spherical particles. *Int. Chem. Eng.*, 21(3):482–488, 1981.
- [95] E. Jaraiz, S. Kimura, and O. Levenspiel. Vibrating beds of fine particles: estimation of interparticle forces from expansion and pressure drop experiments. *Powder Technol.*, 72(1):23–30, 1992.
- [96] R. Jullien and P. Meakin. A mechanism for particle size segregation in three dimensions. *Nature*, 344(6265):425, 1990.

- [97] J. Duran. *Sands, powders, and grains: an introduction to the physics of granular materials*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [98] C.A. Coulomb. An attempt to apply the rules of maxima and minima to several problems of stability related to architecture. *Académie Royale des Sciences*, 7:343–382, 1776.
- [99] S.T. Nase, W.L. Vargas, A.A. Abatan, and J.J. McCarthy. Discrete characterization tools for cohesive granular material. *Powder Technol.*, 116(2):214–223, 2001.
- [100] J.M. Valverde, A. Castellanos, P. Mills, and M.A.S. Quintanilla. Effect of particle size and interparticle force on the fluidization behavior of gas-fluidized beds. *Phys. Rev. E*, 67(5):051305, 2003.
- [101] J.M. Valverde and A. Castellanos. Types of gas fluidization of cohesive granular materials. *Phys. Rev. E*, 75(3):031306, 2007.
- [102] J.M. Valverde and A. Castellanos. Random loose packing of cohesive granular materials. *Europhys. Lett.*, 75(6):985, 2006.
- [103] M.A.S. Quintanilla, J.M. Valverde, and A. Castellanos. Adhesion force between fine particles with controlled surface properties. *AIChE journal*, 52(5):1715–1728, 2006.
- [104] K.J. Dong, R.Y. Yang, R.P. Zou, and A.B. Yu. Role of interparticle forces in the formation of random loose packing. *Phys. Rev. Lett.*, 96(14):145505, 2006.
- [105] J.B. Legland, V. Tournat, O. Dazel, A. Novak, and V.E. Gusev. Linear and nonlinear biot waves in a noncohesive granular medium slab: transfer function, self-action, second harmonic generation. *J. Acoust. Soc. Am.*, 131(6):4292–4303, 2012.
- [106] A. Barrat and V. Loreto. Memory in aged granular media. *Europhys. Lett.*, 53(3):297, 2001.

- [107] C. Liu and S.R. Nagel. Sound in a granular material: disorder and nonlinearity. *Phys. Rev. B*, 48(21):15646, 1993.
- [108] Y. Khidas and X. Jia. Anisotropic nonlinear elasticity in a spherical-bead pack: Influence of the fabric anisotropy. *Phys. Rev. E*, 81(2):021303, 2010.
- [109] N.W. Ashcroft and N.D. Mermin. *Solid state phys.* 1976.
- [110] E. Cosserat and F. Cosserat. *Théorie des corps déformables.* Paris, 1909.
- [111] E.F. Grekova. Plane waves in the linear elastic reduced Cosserat medium with a finite axially symmetric coupling between volumetric and rotational strains. *Math. Mech. Solids*, page 1081286515577042, 2015.
- [112] C. Inserra. *Caractérisation de la compaction granulaire par des méthodes acoustiques linéaires et non linéaires.* PhD thesis, Le Mans, 2007.
- [113] J.F. Allard, M. Henry, J. Tizianel, L. Kelders, and W. Lauriks. Sound propagation in air-saturated random packings of beads. *J. Acoust. Soc. Am.*, 104(4):2004–2007, 1998.
- [114] S. van den Wildenberg, M. van Hecke, and X. Jia. Evolution of granular packings by nonlinear acoustic waves. *Europhys. Lett.*, 101(1):14004, 2013.
- [115] V. Langlois and X. Jia. Acoustic probing of elastic behavior and damage in weakly cemented granular media. *Phys. Rev. E*, 89:023206, Feb 2014.
- [116] A. Castellanos, X. Jia, C. Soria-Hoyo, and J.M. Valverde. Probing the nature of the contact between fine particles by using ultrasound propagation. *Particuology*, 9(6):659–662, 2011.
- [117] J. David N. Cheeke. *Fundamentals and applications of ultrasonic waves.* CRC press, 2012.
- [118] L. Barguet, C. Pezerat, M. Bentahar, R. El Guerjouma, and V. Tournat. Ultrasonic evaluation of the morphological characteristics of metallic powders in the context of mechanical alloying. *Ultrasonics*, 60:11–18, 2015.

- [119] J.M. Valverde, M.J. Espin, M.A.S. Quintanilla, and A. Castellanos. Fluid to solid transition in magnetofluidized beds of fine powders. *J. Appl. Phys.*, 108(5):054903, 2010.
- [120] A.A. Mills. The lodestone: History, physics, and formation. *Ann. Sci.*, 61(3):273–319, 2004.
- [121] K. Karkkainen, A. Sihvola, and K. Nikosnen. Analysis of a three-dimensional dielectric mixture with finite difference method. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sensing*, 39(5):1013–1018, 2001.
- [122] M.J. Espin, Valverde, J.M., and M.A.S. Quintanilla. Stabilization of fluidized beds of particles magnetized by an external field: effects of particle size and field orientation. *J. Fluid Mech.*, 732:282–303, 2013.
- [123] M.J. Espin, J.M. Valverde, M.A.S. Quintanilla, and A. Castellanos. Rheology of magnetofluidized fine powders: The role of interparticle contact forces. *J. Rheol.*, 54(4):719–740, 2010.
- [124] M.J. Espin, J.M. Valverde, M.A.S. Quintanilla, and A. Castellanos. Stabilization of gas-fluidized beds of magnetic powders by a cross-flow magnetic field. *J. Fluid Mech.*, 680:80–113, 2011.
- [125] D.-X. Chen, E. Pardo, and A. Sanchez. Fluxmetric and magnetometric demagnetizing factors for cylinders. *J. Magn. Magn. Mater.*, 306(1):135–146, 2006.
- [126] H.J.H. Clercx and G. Bossis. Many body electrostatic interactions in electrorheological fluids. *Phys. Rev. E*, 48(4):2721, 1993.
- [127] J.M. Valverde, M.J. Espin, M.A.S. Quintanilla, and A. Castellanos. Magnetofluidization of fine magnetite powder. *Phys. Rev. E*, 79(3):031306, 2009.
- [128] M.J. Espin, M.A.S. Quintanilla, and J.M. Valverde. Effect of particle size polydispersity on the yield stress of magnetofluidized beds as depending on the magnetic field orientation. *Chem. Eng. J.*, 277:269–285, 2015.

-
- [129] D. Royer and E. Dieulesaint. *Ondes élastiques dans les solides: propagation libre et guidée*. Masson, 1996.
- [130] L.D. Landau, E.M. Lifsic, L.P. Pitaevskii, and A.M. Kosevich. *Course of Theoretical Physics: Volume 7, Theory of Elasticity*. Pergamon Press, 1986.
- [131] B. Cambou, P. Dubujet, F. Emeriault, and F. Sidoroff. Homogenization for granular materials. *Eur. J. Mech. A-Solids*, 14(2):255–276, 1995.
- [132] K.W. Winkler. Frequency dependent ultrasonic properties of high-porosity sandstones. *J. Geoph. Res.*, 88(B11):9493–9499, 1983.
- [133] F.R. Botello, A. Castellanos, and V. Tournat. Ultrasonic probing of cohesive granular media at very low consolidation. *Ultrasonics*, 69:193–200, 2016.
- [134] J.M. Valverde and A. Castellanos. Compaction of fine powders: from fluidized agglomerates to primary particles. *Granul. Matter*, 9(1-2):19–24, 2007.
- [135] A.J. Forsyth and M.J. Rhodes. A simple model incorporating the effects of deformation and asperities into the van der waals force for macroscopic spherical solid particles. *J. Colloid Interface Sci.*, 223(1):133–138, 2000.
- [136] J.M. Valverde, M.A.S Quintanilla, and A. Castellanos. Jamming threshold of dry fine powders. *Physical review letters*, 92(25):258303, 2004.
- [137] C.L. Feng and A.D. Yu. Effect of liquid addition on the packing of mono-sized coarse spheres. *Powder Technol.*, 99(1):22–28, 1998.

Lista de publicaciones

Revistas Internacionales

- E.R. Botello, A. Castellanos, and V. Tournat, “Ultrasonic probing of cohesive granular media at very low consolidation ”, *Ultrasonics*, vol. 69, pp. 193-200, Jul. 2016.
- E.R. Botello, M.A.S. Quintanilla, A. Castellanos, E.F. Grekova, and V. Tournat, “Effect of the microstructure on the propagation velocity of ultrasound magnetic powders ”, *Ultrasonics*, Submitted, May. 2017.

Congresos Internacionales

- E.R. Botello, A. Castellanos, V. Tournat, and E.F. Grekova, “Sound wave propagation in cohesive powders at low consolidation ”, XLII Advanced Problems in Mechanics (APM), Repino (St. Petersburg, Russia), June 2014.
- E.F. Grekova, E.R. Botello, A. Castellanos, and V. Tournat, “Reduced Cosserat medium with a local anisotropy: a model for powders at low consolidation? ”, XLII Advanced Problems in Mechanics (APM), Repino (St. Petersburg, Russia), June 2014.

- F.R. Botello, A. Castellanos, and E.F. Grekova, “Propagation in granular cohesive medium: Supratransmission and Demodulation in 1D particle chains ”, Complex Systems: from the nanoscale to the continuum, Münster (Germany), February 2015.
- F.R. Botello, A. Castellanos, M.A.S. Quintanilla, E.F. Grekova, and V. Tournat, “Effect of magnetic field on sound propagation in cohesive powders at low consolidation ”, International Congress on Ultrasonics (ICU), Metz (France), May 2015.
- F.R. Botello, A. Castellanos, M.A.S. Quintanilla, E.F. Grekova, and V. Tournat, “Sound propagation in fine magnetic powders: effect of the magnetic field in the assembling procedure ”, XLIII Advanced Problems in Mechanics (APM), Repino (St. Petersburg, Russia), June 2015.
- F.R. Botello, A. Castellanos, E.F. Grekova, and V. Tournat, “Propagation acoustique dans les milieux granulaires non consolidés: influence de la cohésion entre grains ”, Congrès Français d’Acoustique (CFA), Le Mans (France), April 2016.
- F.R. Botello, A. Castellanos, M.A.S. Quintanilla, and V. Tournat, “Effect of cohesion on sound propagation in disordered powders packings ”, NoLinear 2016, Seville (Spain), June 2016.
- A. Castellanos, F.R. Botello, E.F. Grekova, M.A.S. Quintanilla, and V. Tournat, “Acoustic waves in solid-like powders at low and medium consolidation ”, XLIV Advanced Problems in Mechanics (APM), Repino (St. Petersburg, Russia), June 2016.
- F.R. Botello, A. Castellanos, E.F. Grekova, M.A.S. Quintanilla, and V. Tournat, “Effect of contact orientation on ultrasound velocity in magnetic powders ”, XLV Advanced Problems in Mechanics (APM), St. Petersburg (Russia), Accepted, June 2017.

-
- F.R. Botello, E.F. Grekova, M.A.S. Quintanilla, and V. Tournat, “Wave dispersion in granular media: heterogeneous ”, XLV Advanced Problems in Mechanics (APM), St. Petersburg (Russia), Accepted, June 2017.

