



**UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA**

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE  
CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA CHIMICA E DEI  
PROCESSI INDUSTRIALI

**Tesi di Laurea Magistrale in  
Ingegneria Chimica e dei Processi Industriali**

**STUDIO DELLA COESIONE PER CAPILLARITÀ  
IN MATERIALI GRANULARI DEBOLMENTE  
UMIDI**

*Relatore: Prof. Andrea Claudio Santomaso*

*Laureando: MATTIA CACCARO*

ANNO ACCADEMICO 2016-2017



# Riassunto

Nella presente Tesi viene presentato il lavoro svolto presso l'*Advanced Particle Technology Laboratory* (APTLab) del Dipartimento di Ingegneria Industriale (DII) e legato all'ambito dell'ingegneria chimica e dei processi industriali.

L'attività si inquadra nello studio del comportamento dei materiali granulari durante il processo di granulazione ad umido e nello specifico riguarda l'analisi dell'effetto di piccole quantità di acqua a sistemi granulari in grado di solubilizzarsi parzialmente diventando "*sticky*", ossia "appiccicosi".

Si sono analizzati sistemi costituiti da zuccheri cristallini in condizioni di bassa umidità che corrispondono allo stato di saturazione detto pendolare e si è cercato di caratterizzare le forze di legame che si sviluppano nel caso di deformazione della massa umida. Questa è una condizione alla quale i materiali sono continuamente sottoposti durante il processo di granulazione per effetto dello *shear* imposta dalla girante del granulatore e dalle collisioni inter-granulari.

In questo lavoro di Tesi, a differenza dei metodi tradizionali, come può essere la cella di shear, che lavorano in condizioni quasi-statiche si è cercato di sviluppare anche un sistema dinamico nel quale la massa umida viene deformata dall'impatto con un corpo in caduta libera.

Questo sistema dinamico è stato sviluppato per potersi avvicinare maggiormente al processo di granulazione.

In particolare, l'entità della deformazione della massa (profondità del cratere lasciato del corpo in caduta) è stata utilizzata per dedurre le proprietà meccaniche della massa stessa in termini di coesione e altre grandezze fisico-meccaniche quali l'attrito interno e sforzo di cedimento non confinato.

Sebbene preliminare lo studio ha dimostrato la possibilità di caratterizzare le proprietà meccaniche e modellare il comportamento di sistemi granulari umidi sottoposti a deformazione.



# Indice

<b>INTRODUZIONE</b> .....	1
<b>CAPITOLO 1 – Stato dell’arte</b>	
1.1 LE FORZE INTERPARTICELLARI.....	3
1.1.1 Forze di van der Waals.....	3
1.1.2 I ponti liquidi.....	5
1.1.3 Forze interparticellari e pressione capillare.....	7
1.1.4 Forze elettrostatiche.....	8
1.2 LA MECCANICA DEI MATERIALI GRANULARI.....	9
1.2.1 Modello di Coulomb.....	11
1.2.2 Analisi di cedimento di Mohr-Coulomb.....	12
1.2.3 Stati di Rankine.....	14
1.3 GLI IMPATTI NEI MATERIALI GRANULARI.....	17
1.3.1 Teoria dell’indentazione.....	18
<b>CAPITOLO 2 – Materiali e metodi</b>	
2.1 MATERIALI.....	21
2.2 CELLA DI SHEAR.....	23
2.2.1 Caratteristiche generali della cella di shear.....	23
2.2.2 Procedura sperimentale.....	27
2.3 APPARATO SPERIMENTALE.....	28
2.3.1 Descrizione generale dell’elettrocalamita.....	28
2.3.2 Descrizione della parte sperimentale.....	29
2.4 VIDEOCAMERA.....	31
2.5 ANALISI D’IMMAGINE.....	33
<b>CAPITOLO 3 – Risultati e discussione</b>	
3.1 CELLA DI SHEAR.....	37
3.1.1 Coesione.....	37
3.1.2 Resistenza a trazione.....	40
3.1.3 Sforzo di cedimento non confinato.....	42
3.2 ESPERIMENTI DI CADUTA LIBERA.....	44
3.2.1 Diametro dei crateri.....	44
3.2.2 Densità di bulk e porosità.....	51
3.2.3 Modello per il calcolo del diametro del cratere.....	53

3.2.4	Modello per il calcolo della profondità del cratere.....	56
3.2.5	Forza di legame.....	61
<b>CONCLUSIONI.....</b>		<b>65</b>
<b>APPENDICE.....</b>		<b>67</b>
<b>RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI.....</b>		<b>69</b>

# Introduzione

L'attività svolta ha permesso di esaminare alcune grandezze fisico-meccaniche, come diametro e profondità di un cratere, coesione e forza di legame, di materiali granulari, con particolare riferimento al rapporto ponderale liquido/solido che le influenzano e ai metodi che possono essere utilizzati per valutarle.

Ad esempio, la profondità del cratere lasciato da corpo in caduta libera permette di caratterizzare la massa stessa di materiale granulare attraverso specifiche grandezze, quali coesione e sforzo di cedimento non confinato.

La tesi si articola in 3 Capitoli. Si comincia esaminando lo stato dell'arte, dalle forze che agiscono su una particella al processo di indentazione. In seguito, ci si sofferma sui materiali utilizzati in questo lavoro di Tesi e sui metodi adottati per valutare l'influenza del rapporto ponderale liquido/solido, dalla cella di shear all'elettrocalamita. Infine, si considera l'importanza del rapporto ponderale liquido/solido su alcune grandezze fisico-meccaniche, dal diametro del cratere alla coesione. In conclusione si presentano i risultati ottenuti con i diversi metodi e il relativo confronto con i dati trovati in letteratura.

Il Primo Capitolo tratta gli aspetti generali e introduttivi per questo lavoro di Tesi: le forze che agiscono tra particelle solide, la meccanica dei materiali granulari e la teoria sull'indentazione.

Il Secondo Capitolo descrive le diverse tipologie di materiali granulari utilizzati in questo lavoro di Tesi, fornendo alcune caratteristiche generali. Quindi vengono presentati i metodi che sono stati adottati: si comincia con la descrizione della cella di shear e delle sue caratteristiche e di come è stata impiegata per le prove sperimentali. In seguito si passa alla descrizione del funzionamento di un'elettrocalamita e a come è stata utilizzata nel processo di indentazione. Si descrivono le caratteristiche della videocamera usata per acquisire le immagini dei crateri ottenuti dalla penetrazione di una sfera di acciaio su un letto di materiale granulare. Infine, viene presentato il software ImageJ necessario per poter effettuare analisi d'immagine. Con questo software è stato possibile determinare il valore del diametro dei diversi crateri.

Nel Terzo ed Ultimo Capitolo si esaminano i risultati ottenuti e la loro dipendenza dal rapporto ponderale liquido/solido. In particolare si discutono i risultati ricavati con la cella di shear: dalla coesione alla resistenza a trazione, concludendo con lo sforzo di

cedimento non confinato. Quindi viene mostrato l'effetto dei rapporti ponderali sui diametri ottenuti impiegando l'elettrocalamita e sulla profondità del cratere. Si confrontano i risultati sperimentali ottenuti per queste due grandezze con i relativi modelli trovati in letteratura. Infine si discute l'andamento della forza di legame e della pressione esercitata dal materiale in funzione dell'acqua aggiunta.



# Capitolo 1

## Stato dell'arte

### 1.1 Le forze interparticellari

Flussi composti da particelle solide "massive" sono presenti in numerosi ambienti naturali oltre che in ambito industriale. "Massivo" si riferisce a quelle particelle in cui il numero di Stokes ( $St$ ) è relativamente alto. Il numero di Stokes è definito come il rapporto tra l'inerzia della particella rispetto alla viscosità del fluido. Per grandi numeri di Stokes, le collisioni tra particelle dominano le interazioni, mentre le forze di lubrificazione dominano per piccoli valori di Stokes (Rhodes, M., 2007). Si noti che i sistemi con alto numero di Stokes considerati includono sia sistemi granulari, in cui il ruolo del fluido interstiziale è essenzialmente trascurabile, sia sistemi gas-solido, in cui la forza di trascinamento tra le due fasi gioca un ruolo in aggiunta ai contatti particella-particella. I sistemi con numero di Stokes minore, che non sono considerati in questo caso, includono aerosol, sistemi colloidali e sospensioni liquido-solido. In tali sistemi dominati dall'inerzia, possono essere presenti una vasta gamma di interazioni particelle-particelle e particelle-liquido (Rhodes, M., 2007).

Nella attuale Paragrafo, l'attenzione viene posta sulle interazioni coesive tra particelle solide. In generale, la coesione si riferisce ad una forza di attrazione tra le particelle. Come risultato di questa attrazione, le particelle fluiranno in modo diverso e potranno formare agglomerati. Inoltre, a seconda della grandezza della forza di coesione e dell'assorbimento di energia nel sistema, l'agglomerato potrà essere costituito da poche particelle o molte particelle.

Per questi motivi, le forze di interesse trattate saranno forze di van der Waals, ponti liquidi e forze elettrostatiche.

#### 1.1.1 *Forze di van der Waals*

Nel suo uso tipico, la forza di van der Waals si riferisce all'insieme di forze dipolo-dipolo, dipolo-non polari e alle forze di dispersione sperimentate tra le molecole che compongono due particelle. Per due particelle solide, le forze di van der Waals si riferiscono alla forza interparticellare derivante dall'effetto combinato di tutte le interazioni molecolari tra le due particelle. Mentre altre forze intermolecolari, come i

legami idrogeno, che possono verificarsi sono legate alla specifica natura chimica dei materiali, le forze di van der Waals sono sempre presenti (Seville, J. P. K., 2007).

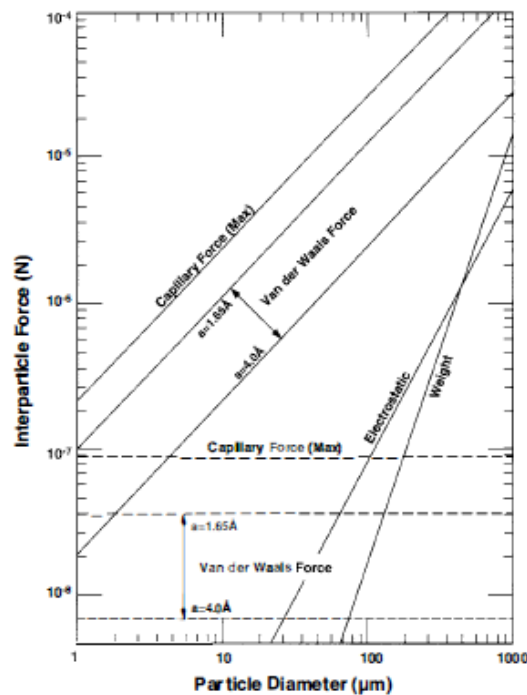
Solitamente le forze intermolecolari decadono con la separazione molecolare,  $a$ , secondo una potenza del tipo  $a^{-7}$ . Tuttavia, quando le coppie potenziali sono integrate tra oggetti macroscopici, come possono essere particelle sferiche, la forza risultante è molto meno sensibile alla separazione. Infatti, anche se sono disponibili diversi approcci per approssimare la forza risultante tra due particelle, un metodo semplice e abbastanza accurato si ottiene attraverso la teoria di Hamaker, in cui il potenziale energetico associato a ciascuna coppia di molecole da diversi corpi solidi si presume essere additivo e non interattivo.

Ad esempio, nel caso di un'interazione tra due sfere solide il decadimento risulta essere del tipo  $a^{-2}$ . In questo caso, se le sfere solide hanno diametro  $d_p$  e hanno una distanza tra loro pari ad  $a$ , la forza di van der Waals può essere calcolata mediante la relazione:

$$F_{vw} = \frac{Ad_p}{12a^2} \quad (1.1)$$

È evidente che le forze intermolecolari dipendono maggiormente dalle proprietà superficiali delle particelle piuttosto che da quelle di *bulk*. Pertanto, è più plausibile misurare una rugosità superficiale e determinarne in questo modo la curvatura. Le forze di van der Waals dipendono dal valore locale della curvatura e sono indipendenti dal valore del raggio della particella.

In Figura 1.1 sono riportati i valori delle diverse forze interparticellari nel caso di un'interazione di tipo sfera-sfera.



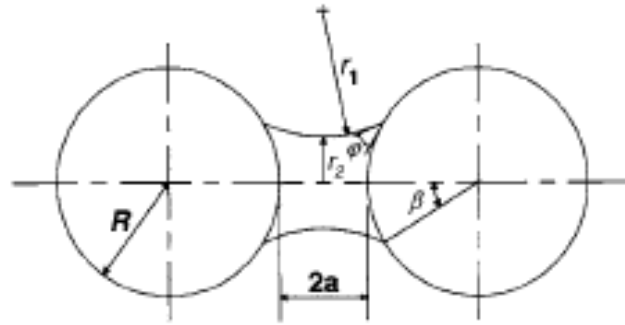
**Figura 1.1:** Confronto dell'ordine di grandezza per forze coesive nel caso di sfera-sfera (Seville, J. P. K., 2007).

I risultati mostrano come particelle sferiche del diametro sull'ordine dei  $100 \mu\text{m}$  possiedano forze interparticellari di van der Waals uguali al peso delle singole particelle. Particelle di  $100 \mu\text{m}$  riescono comunemente ad aderire alle superfici e a resistere alla forza di gravità (Seville, J. P. K., 2007).

### 1.1.2 I ponti liquidi

I ponti liquidi sono più interessanti delle forze di van der Waals da un punto di vista pratico, poiché il loro ordine di grandezza può essere variato modificando la quantità di acqua libera e le relative proprietà, in particolare tensione superficiale e viscosità. Questi ponti liquidi sono di importanza pratica nei processi di agglomerazione, di essiccazione e in alcuni tipi di reattori e bioreattori. Inoltre, sono molto più complessi rispetto alle forze di van der Waals in quanto presentano sia forze statiche che dinamiche e dissipano energia.

I ponti liquidi statici nascono dalla somma delle forze di tensione superficiale e dalle forze dovute al gradiente di pressione nel ponte liquido. In Figura 1.2 si mostra la formazione di un ponte liquido tra due sfere.



**Figura 1.2:** Formazione di un ponte liquido tra due sfere (Seville, J. P. K., 2007).

Questo tipo di forze possono essere calcolate attraverso la relazione:

$$F_{ls} = 2\pi r_2 \gamma + \pi r_2^2 \Delta P \quad (1.2)$$

La grandezza di questa forza è difficile da calcolare esattamente, anche per delle sfere, perché il ponte forma un'interfaccia gas-liquido di curvatura costante al fine di soddisfare l'equazione di Laplace:

$$\Delta P = \gamma \left[ \frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right] \quad (1.3)$$

Questo si traduce in una forma del ponte tale per cui  $r_1$  è una variabile per un dato volume del ponte e in questo modo anche  $r_2$  deve essere una variabile. L'approssimazione toroidale, in cui  $r_1$  viene preso come costante, permette un risultato semplice e ragionevolmente accurato da ottenere. A contatto, la massima forza statica per il ponte liquido è data dalla relazione:

$$F_{ls,max} = 2\pi R \gamma \quad (1.4)$$

Per l'acqua, la forza del ponte liquido statico è maggiore della massima forza di van der Waals (Simons, S., 2007).

È generalmente accettato che la forza del ponte liquido statico sia conservativa, ma Willett et al. (2007) hanno dimostrato, sia sperimentalmente che teoricamente, che questo non è il caso. Se l'angolo di contatto è diverso da zero e la superficie è ruvida, ipotesi che sono spesso entrambe vere, le curve forza/separazione possono seguire percorsi diversi, portando a isteresi e a dissipazione di energia.

Il ponte liquido dissipa anche energia a causa del flusso viscoso, lontano dalla zona di contatto in avvicinamento e viceversa. La forza viscosa oppone sempre un movimento relativo, contrariamente alla forza di tensione superficiale. Durante la separazione, la riduzione della pressione attorno al punto di massimo avvicinamento può facilmente portare alla cavitazione nel liquido (Barnocky, G., 1988).

La forza è data, in prima approssimazione, dall'equazione di lubrificazione di Reynolds:

$$F_{ld} = \frac{6\pi\mu R^2 v}{a} \quad (1.5)$$

Questa equazione implica una singolarità nel punto di contatto. In pratica, la forza interparticellare dovuta al contributo viscoso supererà la forza statica alle più alte velocità relative.

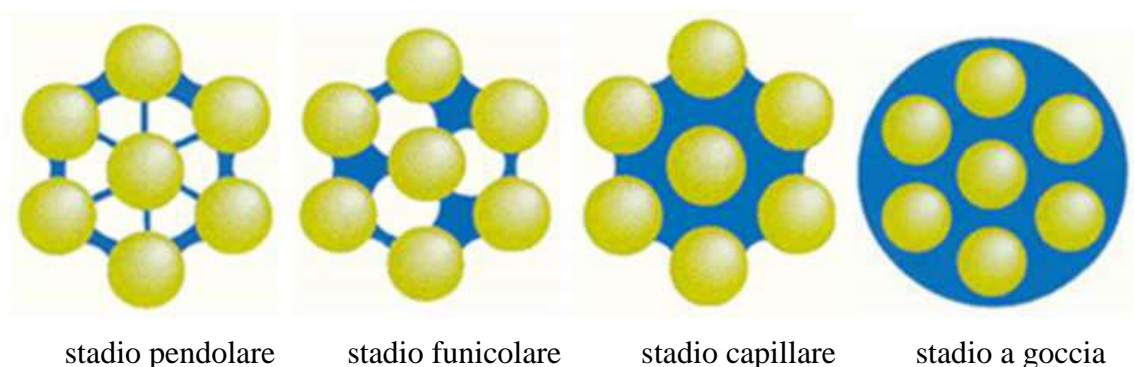
### 1.1.3 Forze interfacciali e pressione capillare

Le forze capillari e la pressione interfacciale costituiscono il meccanismo di legame principale in quei processi di aggregazione che prevedono l'aggiunta di un liquido bagnante, in presenza cioè di superfici mobili liquide.

Durante la fase di bagnatura il liquido aggiunto va progressivamente a riempire gli spazi vuoti presenti tra le particelle creando dei ponti di contatto il cui numero sarà funzione della distribuzione e della geometria superficiale delle particelle adiacenti.

Il liquido legante può anche lubrificare i contatti interparticellari riducendo in tal modo le forze di attrito. Per i sistemi di particelle grossolane le forze di attrito interparticellari sono relativamente meno importanti e così l'effetto lubrificante è trascurabile. Tuttavia, per i sistemi con granulometria più fine le forze di attrito dominano e quindi l'aggiunta del liquido ne diminuisce l'entità (Colombo, P., 2015).

Gli stadi attraverso i quali procede la formazione dei legami fra particelle primarie per aggiunta di liquido legante sono quattro: stadio pendolare, stadio funicolare, stadio capillare e per ultimo lo stadio a goccia (Figura 1.3).



**Figura 1.3:** rappresentazione schematica degli stadi di aggregazione delle particelle in relazione all'aggiunta di quantità crescenti di liquido (stadi di saturazione liquida dei granuli (Colombo, P., 2015).

- **Stadio pendolare:** è lo stadio iniziale che si manifesta per aggiunta di piccole quantità di soluzione legante. Si formano sottili ponti liquidi che legano le particelle tramite la forza di tensione superficiale.
- **Stadio funicolare:** si ha l'estensione dei ponti liquidi per coalescenza del liquido stesso. Il liquido risulta filmogeno nei confronti delle particelle ma rimangono spazi vuoti intra-granuli. Tali spazi, all'aumentare della percentuale di liquido aggiunto, diminuiscono grazie agli sforzi meccanici a cui sono sottoposti gli agglomerati e alla pressione negativa presente a livello dei ponti liquidi, generata dalla tensione superficiale, che tende a far diminuire il volume dell'agglomerato.
- **Stadio capillare:** in questo caso si verifica il riempimento degli spazi intra-granulari grazie all'azione capillare del liquido. Quest'ultimo diventa la fase continua ma non è ancora ricoperta interamente la superficie dell'agglomerato. In questo stadio, quindi, sono presenti entrambe le forze, interfacciali e pressione capillare, che conferiscono all'agglomerato la massima resistenza meccanica ottenibile.
- **Stadio di goccia:** in questo stadio il liquido bagnante ricopre completamente l'agglomerato. Le particelle primarie sono tenute insieme solo dalla tensione superficiale del liquido. Esse risultano sospese all'interno del liquido e nell'insieme costituiscono una massa difficile da lavorare (*slurry*). In questo caso si parla di *sovra-bagnatura*.

La tensione superficiale del liquido, le forze elettrostatiche, la porosità e rugosità delle particelle, oltre che la temperatura, il tipo di agitazione ed il rapporto massa liquida/massa solida in movimento, sono i fattori che influenzano i vari stadi del processo. Il *range* di liquido legante utile ai fini dell'ottenimento del prodotto finale risulta essere ristretto, in quanto: quantità troppo basse non riescono ad agglomerare le polveri che risulteranno dunque poco bagnate, mentre quantità eccessive di legante sono responsabili della cosiddetta crescita "a palla", ovvero crescita incontrollata con formazione di grumi.

Ad esempio, le condizioni ideali per condurre il processo di granulazione corrispondono al raggiungimento della fase capillare (Colombo, P., 2015).

#### 1.1.4 Forze elettrostatiche

L'attrazione e la repulsione elettrostatica derivano dalle cariche superficiali risultanti dal trasferimento preferenziale di elettroni da un corpo all'altro. Questo squilibrio di cariche tipicamente si ha a causa del contatto o dello sfregamento di due superfici. La grandezza della forza elettrostatica tra due corpi è proporzionale al prodotto delle loro due cariche

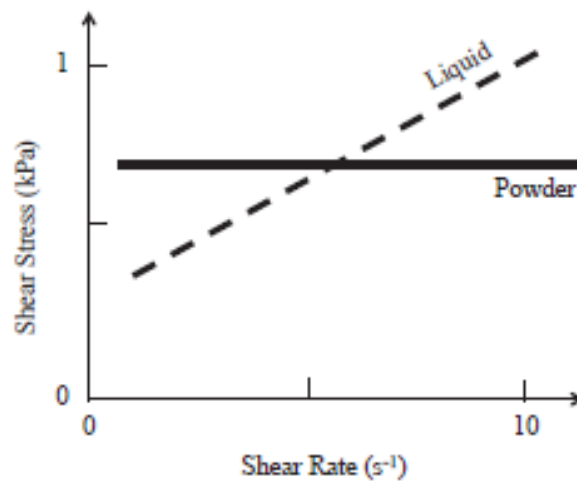
ed è inversamente proporzionale al quadrato della loro distanza. Tuttavia, prevedere il grado di carica per una data popolazione di particelle è estremamente difficile, e in molti casi impossibile, anche in ambienti ben controllati. Diversamente dalla maggior parte delle forze di adesione, le interazioni elettrostatiche possono agire su distanze relativamente lunghe e non richiedono il contatto diretto tra corpi.

Le interazioni elettrostatiche possono diventare particolarmente problematiche quando si maneggiano materiali isolanti come il vetro. Invece, i materiali conduttori, quali i metalli, sono in grado di dissipare la carica in modo efficiente, così l'elettrificazione è in genere un problema minore durante la manipolazione di questi materiali. Infine, i materiali isolanti impediscono il flusso di elettroni attraverso le loro superfici, quindi le cariche trasferite tendono a rimanere nel punto di contatto.

Le particelle individuali con proprietà diverse, quali dimensioni differenti o tipi di materiali diversi, sono particolarmente inclini alla coesione guidata elettrostaticamente. Tuttavia, il motivo più comune per cui le particelle si caricano durante la loro manipolazione è il contatto tra le particelle e un'altra superficie solida, come ad esempio le pareti di una tubazione di trasporto o la superficie di un silo o di una tramoggia, in particolare se uno dei due è il materiale isolante. Un modo per ridurre l'effetto della carica elettrostatica nei solidi in movimentazione è di aumentare l'umidità del sistema. Poiché l'acqua è un conduttore, l'umidità riesce ad eliminare gradualmente la carica elettrica in eccesso dalla superficie delle particelle. Tuttavia, un grande eccesso di umidità può favorire l'esistenza di ponti liquidi, dando così origine ad un'altra fonte di coesione (Rhodes, M., 2008).

## **1.2 La meccanica dei materiali granulari**

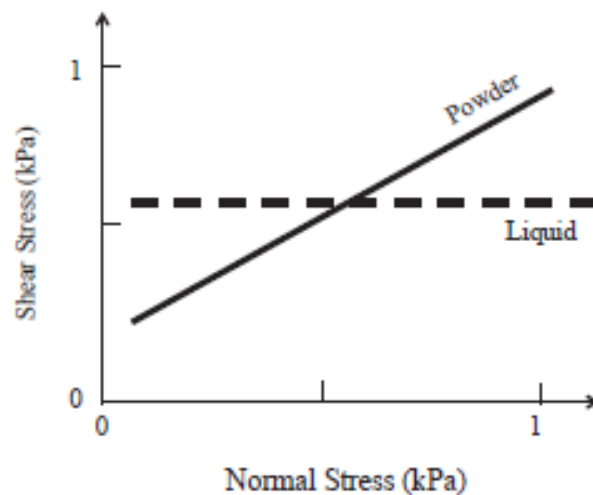
Il comportamento meccanico delle polveri è complicato e differisce dal comportamento di gas, solidi e liquidi. L'aspetto più distintivo delle polveri è che esse possono manifestare attrito e il loro comportamento meccanico è dipendente dal loro stato e determinato dalle interazioni particella-particella. Due differenze fondamentali tra polveri e liquidi sono illustrate nelle Figure 1.4 e 1.5.



**Figura 1.4:** *Variazione dello shear stress in funzione dello shear rate per una polvere e un liquido*  
(Seville, J. P. K., 2016).

Nel caso di un materiale granulare lo sforzo di taglio (*shear stress*) varia poco con il gradiente di deformazione (*shear rate*) mentre per un liquido lo sforzo di taglio aumenta con l'aumentare del gradiente di deformazione. In particolare, se il liquido è newtoniano esiste una relazione lineare in cui la costante di proporzionalità è rappresentata dalla viscosità del liquido.

Dall'altra parte, il flusso di una polvere viene determinato non solo dalla sollecitazione di taglio, ma anche dalla sollecitazione normale mentre la viscosità di un liquido è quasi indipendente dalla pressione applicata (Seville, J. P. K., 2016).



**Figura 1.5:** *Variazione dello shear stress in funzione del normal stress per una polvere e un liquido*  
(Seville, J. P. K., 2016).



### 1.2.1 Modello di Coulomb

Affinché una polvere possa scorrere, devono avvenire spostamenti relativi tra particella e particella e tra le particelle e le pareti, o più comunemente entrambi. Da un punto di vista meccanico, quando una polvere fluisce c'è un cedimento del materiale, come, ad esempio, la rottura di connessioni temporanee tra particelle. Quando una polvere fluisce, essa deve superare la resistenza derivante dall'attrito, sia internamente (tra particelle lungo la superficie di cedimento) o all'interfaccia con la parete del contenitore. È quindi importante conoscere le condizioni di cedimento per attrito sia internamente che alla parete.

Queste condizioni sono regolate dai bilanci di forza sulla superficie di cedimento interno (attrito interno) e alla parete (attrito alla parete). Generalmente, la forza necessaria per avviare il cedimento è maggiore di quella richiesta per mantenere costante il flusso, sotto la stessa forza normale. Quindi ci sono due tipi di attrito: attrito statico e attrito dinamico. L'attrito statico si verifica tra due oggetti (ad esempio, particelle, pareti) che non sono in

movimento relativo mentre l'attrito dinamico avviene tra due oggetti in movimento relativo

tra di loro (come possono essere interazioni particelle-particelle e particelle-pareti interazioni durante il cedimento continuo). L'attrito statico deve essere superato affinché possa iniziare il movimento relativo. Entrambe le forme di attrito sono caratterizzate da un coefficiente di attrito,  $\mu$ , che è definito come il rapporto tra la forza di taglio e la forza normale.

Affinché una polvere possa iniziare a cedere, Coulomb e altri hanno proposto una relazione lineare tra la sforzo di taglio  $\tau$  e la tensione normale  $\sigma$ :

$$\tau = \mu\sigma + C \quad (1.6)$$

$\mu$  è il coefficiente di attrito interno e  $C$  è lo *shear stress* coesivo o "coesione", cioè lo *shear stress* del materiale quando il carico applicato è nullo.

La coesione può avere molte cause (ad esempio, interblocco meccanico, forze interparticellari coesive indotte da interazioni di van der Waals e ponti liquidi), e può portare al fenomeno del *caking* e a gravi problemi di scorrevolezza.

Analogamente, per iniziare il cedimento alla parete, deve essere soddisfatta la seguente relazione:

$$\tau = \mu_w\sigma + C_w \quad (1.7)$$

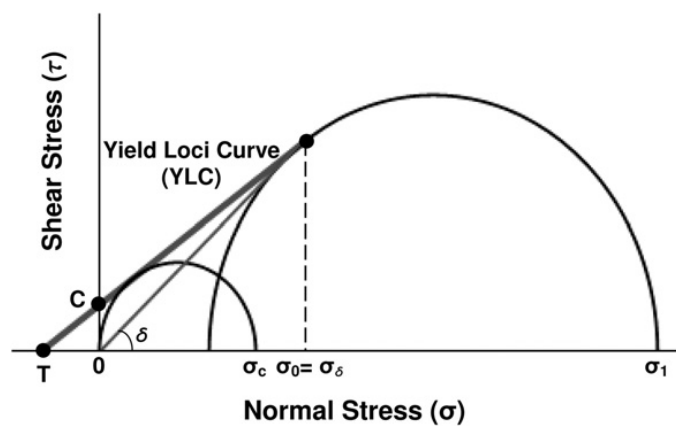
$\mu_w$  è il coefficiente di attrito alla parete e  $C_w$  è lo *shear stress* adesivo alla parete.

Tuttavia, è importante sottolineare come l'equazione di Coulomb sia un caso particolare della relazione più generica di Warren-Spring secondo cui:

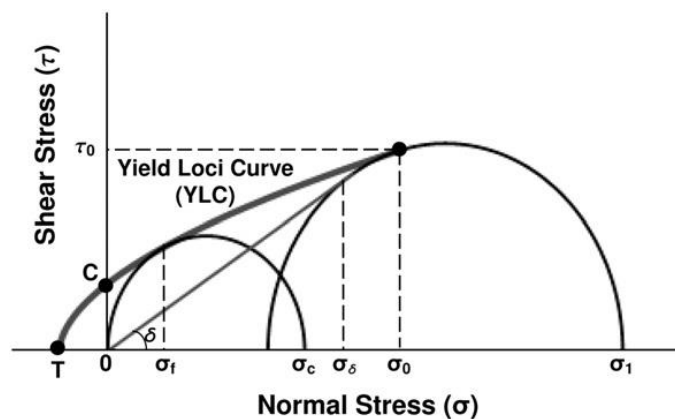
$$\left(\frac{\tau}{C}\right)^n = \frac{\sigma + T}{T} \quad (1.8)$$

$\tau$  è lo sforzo di taglio osservato,  $C$  la coesione,  $\sigma$  lo sforzo normale di consolidamento e  $T$  la resistenza a trazione mentre  $n$  è un parametro adimensionale di curvatura ( $1 \leq n \leq 2$ ) (Peleg, M., 2010).

Le Figure 1.6 e 1.7 riportano un esempio di luogo dei punti di cedimento ottenuto con l'equazione di Coulomb e con quella di Warren-Spring, rispettivamente.



**Figura 1.6:** Rappresentazione del luogo dei punti di cedimento generato con l'equazione di Coulomb (Peleg, M., 2010).



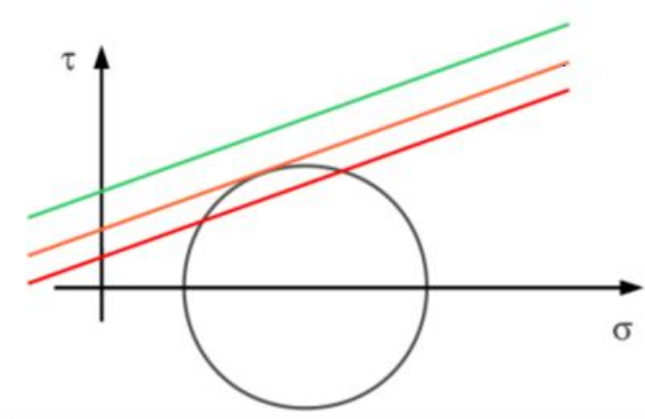
**Figura 1.7:** Rappresentazione del luogo dei punti di cedimento generato con l'equazione di Warren-Spring (Peleg, M., 2010).

### 1.2.2 Analisi di cedimento di Mohr-Coulomb

Il criterio di cedimento di Coulomb impone un limite sulla grandezza dello sforzo di taglio che si può verificare in un materiale granulare. Questo criterio può essere usato

assieme al cerchio di Mohr per offrire un diagramma che è la base della cosiddetta analisi di cedimento di Mohr-Coulomb.

Il limite superiore dello sforzo di taglio su un qualsiasi piano interno al materiale è rappresentato dalla legge di Coulomb. Inoltre, le combinazioni di  $\sigma$  e  $\tau$  che esistono su un generico piano attraverso un punto particolare sono date dal cerchio di Mohr. Di conseguenza, se si traccia la legge di Coulomb in un diagramma contenente un cerchio di Mohr si possono osservare tre situazioni (Figura 1.8).



**Figura 1.8:** Rappresentazione delle possibili situazioni nell'analisi di cedimento Mohr-Coulomb (Santomaso, A. C., 2015).

- La linea della legge di Coulomb può trovarsi internamente al di sopra del cerchio di Mohr. In questo caso nessun piano di scorrimento si può formare e il materiale si trova in uno stato di equilibrio statico stabile.
- La linea di Coulomb può toccare il cerchio di Mohr e in questo caso esiste un piano sul quale si può verificare il cedimento. Il materiale viene definito in uno stato di cedimento incipiente o di rottura incipiente. L'entità del cedimento è controllata dal movimento dei confini del materiale.
- La linea di Coulomb può intersecare il cerchio di Mohr ma questo è proibito in un materiale granulare e non è possibile da un punto di vista fisico perché il materiale ha già iniziato a muoversi.

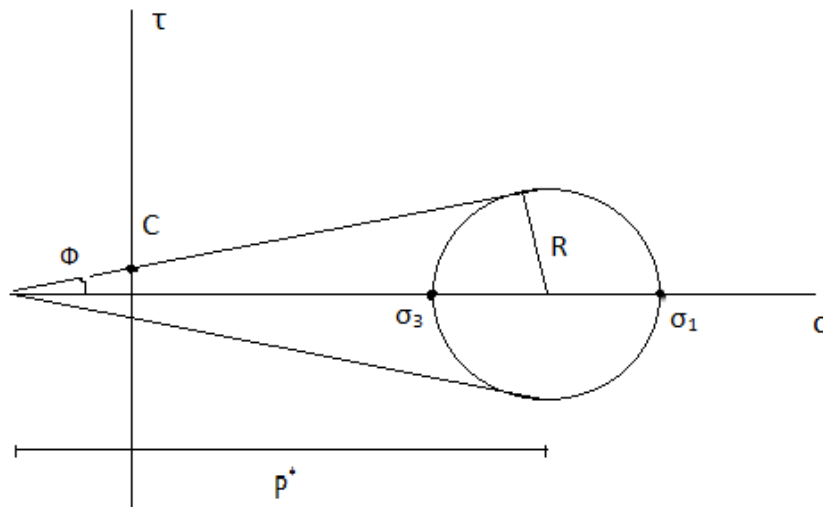
Pertanto, l'analisi di cedimento di Mohr-Coulomb è basata sul concetto che il cedimento possa verificarsi solo se la linea di Coulomb tocca il cerchio di Mohr e in nessun'altra circostanza.

È possibile descrivere gli stress principali attraverso le relazioni:

$$\sigma_1 = p^* - C \cot \phi + R \quad (1.9)$$

$$\sigma_3 = p^* - C \cot \phi - R \quad (1.10)$$

Queste grandezze sono rappresentate in Figura 1.9.



**Figura 1.9:** Rappresentazione delle diverse grandezze utilizzate per descrivere gli stress principali  
(Santomaso, A., C., 2015).

Sostituendo:

$$R = p^* \sin \phi \quad (1.11)$$

È possibile ottenere:

$$\sigma_1 = p^*(1 + \sin \phi) - C \cot \phi \quad (1.12)$$

$$\sigma_3 = p^*(1 - \sin \phi) - C \cot \phi \quad (1.13)$$

Se il materiale è *free-flowing*, la coesione è nulla per cui:

$$\sigma_1 = p^*(1 + \sin \phi) \quad (1.14)$$

$$\sigma_3 = p^*(1 - \sin \phi) \quad (1.15)$$

Quindi, per questo tipo di materiali si può ricavare la relazione:

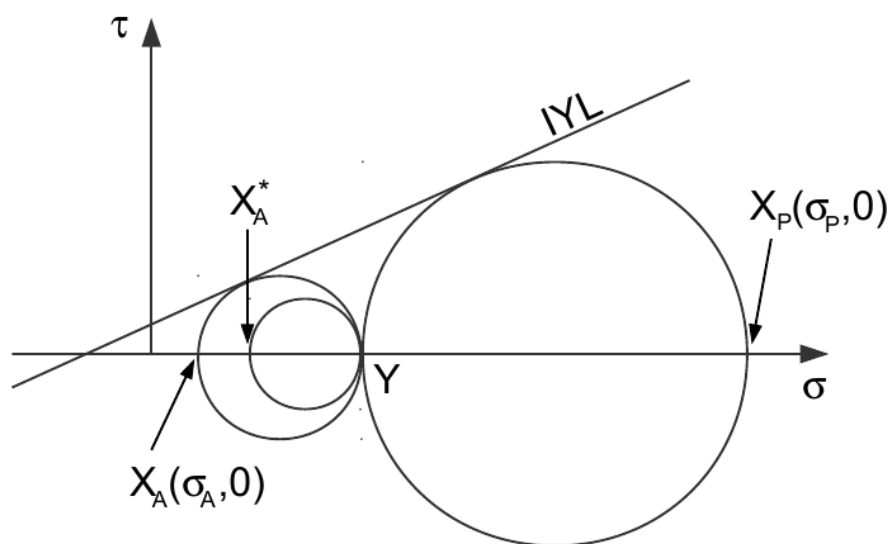
$$\frac{\sigma_1}{\sigma_3} = \frac{1 + \sin \phi}{1 - \sin \phi} \quad (1.16)$$

### 1.2.3 Stati di Rankine

La teoria degli stati di Rankine è stata sviluppata per il caso di un terreno con una superficie orizzontale ipoteticamente infinita. Questa teoria può anche essere applicata

ai materiali granulari e si basa sull'analisi di Mohr-Coulomb secondo cui il cedimento avviene solo se la linea di Coulomb è tangente al cerchio di Mohr.

Per il valore di  $X_A^*$  il cerchio di Mohr si trova interamente al di sotto del luogo dei punti di cedimento interni e quindi il materiale si trova in uno stato di equilibrio statico. Riducendo il valore di  $\sigma_{xx}$ , il punto  $X_A$  si muove verso sinistra fino a quando il cerchio di Mohr è tangente alla linea di Coulomb. In queste condizioni il materiale si trova in uno stato di cedimento incipiente e qualsiasi altra diminuzione del valore di  $\sigma_{xx}$  provocherebbe un cedimento all'interno del materiale, in quanto il cerchio di Mohr sarebbe tagliato dalla linea di Coulomb. In questo modo, lo sforzo  $\sigma_A$  rappresenta il limite inferiore dei valori ammissibili di  $\sigma_{xx}$  ed è ad esempio lo sforzo di cedimento che si ha in corrispondenza di una parete di un contenitore che viene spinto verso l'esterno dal cedimento del materiale. Questa condizione viene detta di cedimento attivo o stress attivo, in quanto gli sforzi sono così bassi che il materiale si muove verso l'esterno.



**Figura 1.10:** Analisi della condizione di cedimento attivo (Santomaso, A. C., 2015).

Per calcolare il valore dello sforzo  $\sigma_A$  è possibile considerare un bilancio sulle forze:

$$\rho g y = \sigma_{yy} = p^* - C \cot \phi + R \quad (1.17)$$

$$\sigma_A = \sigma_{xx} = p^* - C \cot \phi - R \quad (1.18)$$

Sostituendo:

$$R = p^* \sin \phi \quad (1.19)$$

È possibile riscrivere le relazioni come:

$$\rho g y = \sigma_{yy} = p^*(1 + \sin \phi) - C \cot \phi \quad (1.20)$$

$$\sigma_A = \sigma_{xx} = p^*(1 - \sin \phi) - C \cot \phi \quad (1.21)$$

Quindi, risolvendo tali equazioni è possibile ricavare il seguente valore per  $\sigma_A$ :

$$\sigma_A = \frac{1 - \sin \phi}{1 + \sin \phi} \rho g y - 2C \frac{\cos \phi}{1 + \sin \phi} \quad (1.22)$$

Da questa relazione si può identificare anche il cosiddetto coefficiente di spinta attiva:

$$k_A = \frac{1 - \sin \phi}{1 + \sin \phi} \quad (1.23)$$

È possibile avere valori negativi di  $\sigma_A$  ma questo vale solo per i materiali coesivi perché i materiali *free-flowing*, avendo coesione nulla, non possono mostrare valori negativi di  $\sigma_A$ .

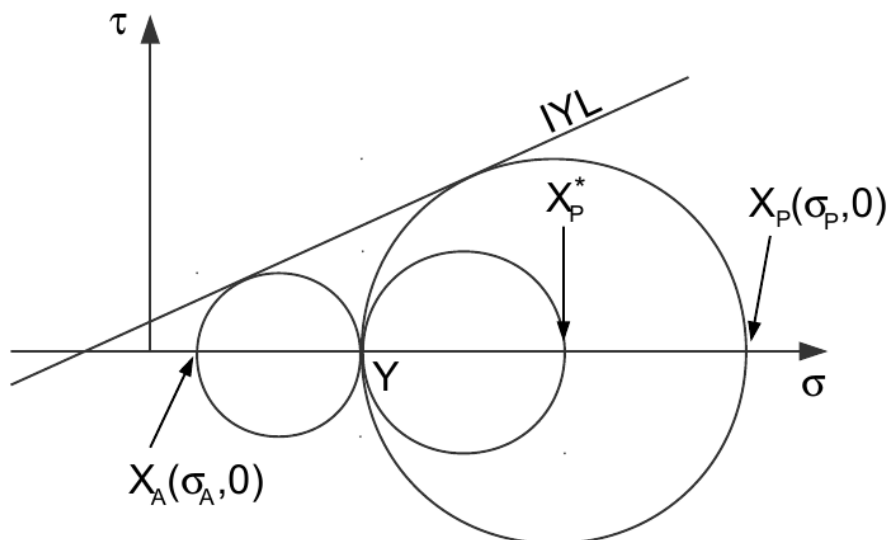
Siccome i materiali granulari non possono resistere a stati tensionali alti, in presenza di uno stato tensionale attivo si possono osservare delle crepe sulla superficie del materiale.

Infatti, in condizioni di  $y = 0$ , cioè alla superficie, si può trovare il valore dello sforzo critico di cedimento a trazione al di sopra del quale la superficie si spacca:

$$\sigma_t = -\frac{2C \cos \phi}{1 + \sin \phi} \quad (1.24)$$

Tale sforzo è individuato in Figura 1.6 o 1.7 dal punto T.

In Figura 1.10 è rappresentato il caso di cedimento passivo.



**Figura 1.11:** Analisi della condizione di cedimento passivo (Santomaso A. C., 2015).

In questo caso, è possibile aumentare il valore di  $\sigma_{xx}$  fino al valore di  $\sigma_P$  rappresentato dal punto  $X_P$  che è il limite superiore di  $\sigma_{xx}$  per la stabilità. Questa condizione viene detta di cedimento passivo o stress passivo, in quanto gli sforzi sono così grandi che, nel caso precedente del contenitore, il materiale tende a muoversi verso l'interno quando le pareti dell'esempio precedente dovessero scontrarsi (ad esempio per uno shock termico).

In modo simile al caso precedente, da un bilancio sulle forze è possibile ricavare il valore di  $\sigma_P$ :

$$\sigma_P = \frac{1 + \sin \phi}{1 - \sin \phi} \rho g y + 2C \frac{\cos \phi}{1 - \sin \phi} \quad (1.25)$$

Anche in questo caso è possibile individuare un coefficiente detto coefficiente di spinta passiva:

$$k_P = \frac{1 + \sin \phi}{1 - \sin \phi} \quad (1.26)$$

In condizioni di  $y = 0$ , cioè alla superficie, si può ricavare il valore dello sforzo di cedimento non confinato:

$$f_c = \frac{2C \cos \phi}{1 - \sin \phi} \quad (1.27)$$

Lo sforzo di cedimento non confinato rappresenta il massimo valore dello sforzo di compressione che si può applicare su una superficie libera.

Infine, lo stato attivo e quello passivo possono essere legati assieme dalla relazione:

$$k_P = \frac{1}{k_A} \quad (1.28)$$

### 1.3 Gli impatti nei materiali granulari

I crateri da impatto sono presenti sui corpi rocciosi in tutto il sistema solare e il loro processo di formazione è complesso. La formazione dei crateri è difficile da osservare direttamente e gran parte della comprensione di questo processo deriva dall'osservazione del prodotto finale, cioè, i crateri stessi. La formazione dei crateri è stata anche studiata sparando proiettili ad altissima velocità verso bersagli solidi, e sono stati sviluppati anche sofisticati modelli computerizzati, che incorporano gran parte di processi fisici dettagliati (de Vet, S., 2007).

Gli impatti nei materiali granulari sono stati studiati per un sostanziale interesse derivante in gran parte per i flussi granulari in generale, e, in particolare, da un desiderio di capire la forza di resistenza su un oggetto che si muove attraverso i materiali granulari e l'effettiva reologia dei materiali granulari sotto una varietà di condizioni. I

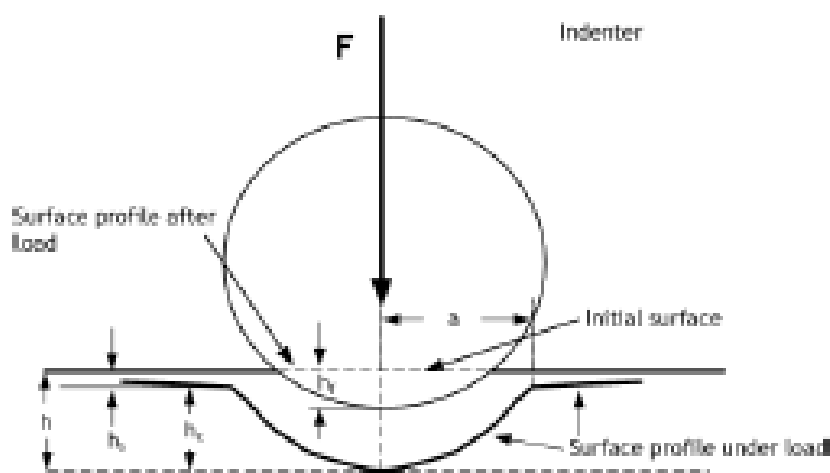
principali parametri studiati sono legati alle dimensioni del cratere, all'entità della penetrazione del proiettile nel mezzo granulare e all'intensità dell'energia di impatto.

### 1.3.1 Teoria dell'indentazione

Le proprietà meccaniche di bulk di polveri coesive per alti livelli di compressione e su larga scala sono stati ampiamente studiati da vari ricercatori a causa della loro influenza in molti processi di movimentazione e stoccaggio. Tuttavia, poche indagini sono state intraprese per bassi livelli di compressione e su piccola scala. In alcuni casi, ad esempio nel trasporto pneumatico di fasi dense, nel riempimento e nel dosaggio di piccole quantità di polvere in capsule e nella dispersione in inalatori a polvere secca, lo studio del comportamento meccanico di bulk ad alti livelli di compressione e su scale di grandi dimensioni non è spesso valido per dedurre il comportamento di polveri debolmente compatte.

Hassanpour e Ghadiri (2007) hanno sviluppato una metodologia adeguata per valutare il comportamento relativo alla scorrevolezza di polveri su piccola scala e per bassi livelli di compattazione. Il loro lavoro esplora la caratterizzazione di piccole quantità di polveri attraverso il metodo dell'indentazione.

Il test di indentazione è una procedura ben nota per la determinazione delle proprietà meccaniche di un materiale, in particolare durezza e modulo elastico. La configurazione schematica per un test di indentazione mediante una sfera è rappresentato in Figura 1.12 ed è costituito da due componenti principali: un penetratore sferico e un provino.



**Figura 1.12:** Rappresentazione schematica di un indenter sferico (Hassanpour, A., 2007).

I diversi campioni di materiale vengono pre-consolidati prima di essere sottoposti al test di indentazione. Il campione viene poi sottoposto a cicli di carico-scarico durante i quali la forza applicata e lo spostamento del penetratore vengono continuamente registrati durante tutto il processo.



La durezza di bulk del materiale consolidato può essere determinata attraverso la relazione:

$$H = \frac{F_{max}}{A} \quad (1.29)$$

$F_{max}$  è il massimo carico di indentazione.

Invece,  $A$  è l'area proiettata dell'impronta e può essere ottenuta dalla seguente equazione:

$$A = \pi(d_b h_{c,max} - h_{c,max}^2) \quad (1.30)$$

$d_b$  è il diametro del penetratore sferico mentre  $h_{c,max}$  è la massima profondità critica ottenibile quando si viene applicato il carico massimo.

Se  $d_b \gg h_{c,max}$  allora l'equazione precedente può essere ridotta alla forma:

$$A = \pi d_b h_{c,max} \quad (1.31)$$

Il valore di durezza ottenuto mediante il metodo dell'indentazione è un modo semplice per determinare la resistenza allo scorrimento plastico di materiali solidi. Sono stati fatti diversi tentativi per stabilire un rapporto tra il valore di durezza ricavato con l'indentazione e lo sforzo di cedimento. Tabor (1951) ha proposto che la durezza di indentazione è direttamente proporzionale allo sforzo di cedimento come segue:

$$H = CY \quad (1.32)$$

$H$  è la durezza di indentazione del materiale,  $Y$  lo sforzo di cedimento e  $C$  è denominato fattore di vincolo a cui si è soliti assegnare il valore 3, come trovato da Tabor (1951) nel confronto tra prove di trazione e di indentazione su metalli duttili. L'approccio proposto per la stima di  $C$  è per materiali solidi e polveri debolmente compatte. Questo valore dipenderà dalle proprietà singole delle particelle come possono essere forma, rugosità e coefficiente di attrito.



# Capitolo 2

## Materiali e metodi

In questo Capitolo verranno descritti nel dettaglio i materiali e la strumentazione utilizzata, andando in particolar modo a descrivere il funzionamento di ogni apparecchiatura impiegata e a caratterizzare le proprietà dei singoli materiali.

### 2.1 Materiali

Per gli esperimenti svolti all'interno di questo lavoro di Tesi sono stati utilizzati cinque tipologie di materiali diversi. Di questi materiali quattro sono zuccheri mentre uno è un inerte impiegato per avere un metro di paragone. In particolare:

- Saccarosio: è un composto chimico organico della famiglia dei glucidi disaccardi, comunemente chiamato zucchero, sebbene quest'ultimo termine indichi un qualsiasi generico glucide al quale appartiene anche il saccarosio stesso.

In relazione alla sua struttura chimica, il saccarosio è classificabile come un disaccaride, in quanto la sua molecola è costituita da due monosaccaridi: il glucosio e il fruttosio.

Si presenta sotto forma di cristalli incolori, solubilissimi in acqua. Esso si estrae principalmente dalla barbabietola da zucchero, dalla canna da zucchero e da altre fonti (Rowe, R., C., 2006).

In questo lavoro di Tesi sono state impiegate due tipologie di saccarosio in due granulometrie diverse:

- Saccarosio semolato,
- Saccarosio Zefiro.
- Sorbitolo: è un esoso, che si presenta come solido cristallino incolore, inodore e solubile in acqua. Il suo potere dolcificante è circa il 60% del saccarosio. È una sostanza molto igroscopica e per questo deve essere conservato in contenitori al freddo ed in luoghi asciutti. È presente nelle alghe rosse e in molte bacche e frutti.

Sono stati identificati quattro polimorfi cristallini e un amorfo caratterizzati da diverse proprietà fisiche e diverso punto di fusione (Rowe, R., C., 2006).

In particolare si è utilizzato:

- Sorbitolo polvere UK-ESP-PRT (Neosorb Sorbitol), (A.C.E.F. S.p.a., Fiorenzuola d'Arda, Italia).
- Xilitolo: è un pentoso, che si presenta come solido cristallino granulare con particelle equidimensionali di diametro medio compreso tra 400 e 600  $\mu\text{m}$ . È inodore e solubile in acqua (1:0.6). Questo zucchero ha un potere dolcificante paragonabile a quello del saccarosio. Si estrae soprattutto dalle betulle, ma anche da alcuni tipi di frutta, come fragole e lamponi, e dal grano (Rowe, R., C., 2006). È stato impiegato:
  - Xilitolo polvere Ph.Eur:-USP (A.C.E.F. S.p.a., Fiorenzuola d'Arda, Italia).
- Mannitolo: è un esoso, che a temperatura ambiente si presenta come un solido cristallino bianco, inodore e poco solubile in acqua. È un isomero del sorbitolo da cui differisce solo per l'orientazione del gruppo ossidrilico sul secondo atomo di carbonio. Il suo potere dolcificante è circa la metà di quello del saccarosio. Il mannitolo è ottenuto per estrazione del lattice essiccato della manna e da altre fonti naturali (Rowe, R., C., 2006).  
Per questa tesi si è adottato:
  - Mannitolo polvere per compressione diretta FU-Ph.Eur., (A.C.E.F. S.p.a., Fiorenzuola d'Arda, Italia).
- Ballottini di vetro  
In Tabella 2.1 sono riportate le principali proprietà degli zuccheri.

**Tabella 2.1:** Principali proprietà degli zuccheri utilizzati

	<b>Saccarosio</b>	<b>Sorbitolo</b>	<b>Mannitolo</b>	<b>Xilitolo</b>
<b>Stato solido</b>	Cristallino	Cristallino	Cristallino	Cristallino
<b>Angolo di contatto [°]</b>	24 $\pm$ 2	25 $\pm$ 4	34 $\pm$ 4	16 $\pm$ 2
<b>Solubilità [g sugar/100g solution]</b>	66	75	18	63
<b>Solubilità in acqua [g/mL]</b>	2,11	2,35	0,235	2,02
<b>Velocità di solubilizzazione [mg/s]</b>	0,017	0,034	0,006	0,023
<b>Viscosità (a saturazione) [mPa s]</b>	205 $\pm$ 6,1	219 $\pm$ 14	3,5 $\pm$ 1,3	95,5 $\pm$ 5,6
<b>Tensione superficiale (a saturazione) [mN/m]</b>	73,4 $\pm$ 1,6	67,2 $\pm$ 1,6	75,9 $\pm$ 1,6	61,9 $\pm$ 1,6
<b>Area superficiale (BET) [m<sup>2</sup>/g]</b>	0,0107	1,7178	0,2425	0,068

I materiali utilizzati sono stati inizialmente essiccati in una stufa a una temperatura relativamente bassa sui 40°C per circa 24 ore. Successivamente i diversi campioni sono stati setacciati con un vibrovaglio, il *Retsch AS 200 control* (Germania) (Figura 2.1). L'analisi granulometrica è una procedura utilizzata per classificare le particelle appartenenti a un campione di una data massa, secondo la loro dimensione. Una tipica setacciatura consiste in una colonna di setacci che possiedono differenti aperture dei

fori. Ogni setaccio trattiene la frazione di solido i cui granuli hanno dimensioni maggiori dei fori del setaccio.



**Figura 2.1:** A sinistra vibrovaglio Retsch As 200 control; a destra setacci per vibrovaglio.

L'analisi granulometrica è stata eseguita utilizzando una batteria composta da due setacci con maglie di 300 e 63  $\mu\text{m}$  e il fondo. Questa vagliatura è stata condotta per zefiro, sorbitolo, mannitolo e xilitolo per avere i risultati in linea con altri studi sperimentali effettuati in precedenza. Le dimensioni dei diversi materiali granulari sono riportate in Tabella 2.2.

**Tabella 2.2:** Dimensioni dei materiali granulari impiegati

<b>Materiale granulare</b>	<b>Dimensioni [<math>\mu\text{m}</math>]</b>
Zefiro	63-300
Semolato	0-450
Sorbitolo	63-300
Mannitolo	63-300
Xilitolo	63-300
Ballottini	100-250

Una volta essiccati e vagliati i materiali sono pronti per essere utilizzati.

## 2.2 Cella di shear

### 2.2.1 Caratteristiche generali della cella di shear

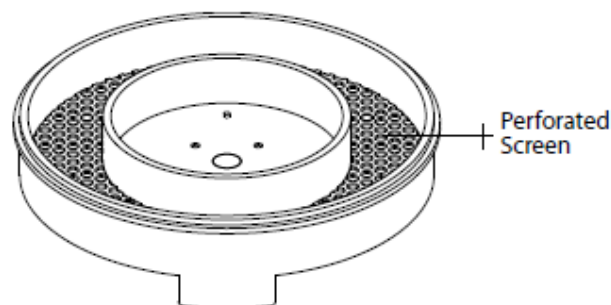
Le celle di shear sono usate per prova dirette di shear, in cui la polvere viene consolidata nella direzione verticale e sottoposta a shear in un piano orizzontale. Ci sono fondamentalmente due tipi di celle di shear in uso: la cella di shear di Jenike e quella anulare. Nelle celle di shear anulari che rappresentano un'alternativa commerciale

alla cella di shear di Jenike, la sollecitazione di taglio viene applicata ruotando la parte superiore della cella.

Per valutare la coesione delle polveri si può quindi effettuare un test diretto di scorrimento osservando la diversa scorrevolezza del materiale in flusso a diversi stati di consolidamento.

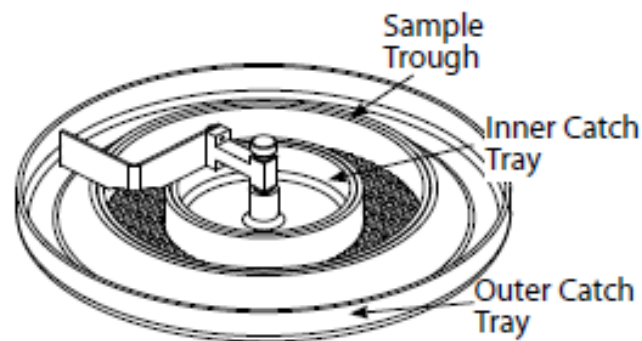
A questo scopo si è utilizzato un *Brookfield Powder Flow Tester*, ovvero una cella di shear anulare. È uno strumento di precisione che può essere utilizzato per misurare, visualizzare e stampare i risultati di flusso per specifici carichi di consolidamento. L'operazione principale consiste nel guidare un coperchio, che applica una compressione, verticalmente verso il basso nel campione di polvere contenuta nella cella di shear. In questa tipologia di strumento lo sforzo di taglio è applicato facendo ruotare la porzione inferiore del contenitore anulare. Infatti, lo strumento permette di applicare uno sforzo di compressione sulla superficie superiore del campione contenuto nella cella, al quale viene a sua volta applicato, tramite rotazione a velocità prestabilita della base, uno sforzo di taglio, misurato tramite un sensore di coppia a reazione calibrato.

La cella in cui è contenuto il campione è costruita in alluminio ed il fondo è costituito, come si può vedere in figura 2.2, da un vaglio forato che evita lo scorrimento delle particelle presenti in tale regione sulla superficie metallica, quando la cella ruota.



**Figura 2.2:** Parte contenente il campione (*Brookfield Powder Flow Tester: Operating Instruction*).

La cella viene riempita con il campione sino al bordo superiore mentre l'eventuale eccesso di materiale deve essere rimosso tramite una lama che, ruotando, lo fa cadere all'esterno, nell'anello concentrico di raggio superiore e lo omogenizza, come mostrato in figura 2.3.



**Figura 2.3:** Strumentazione per il caricamento della cella (Brookfield Powder Flow Tester: Operating Instruction).

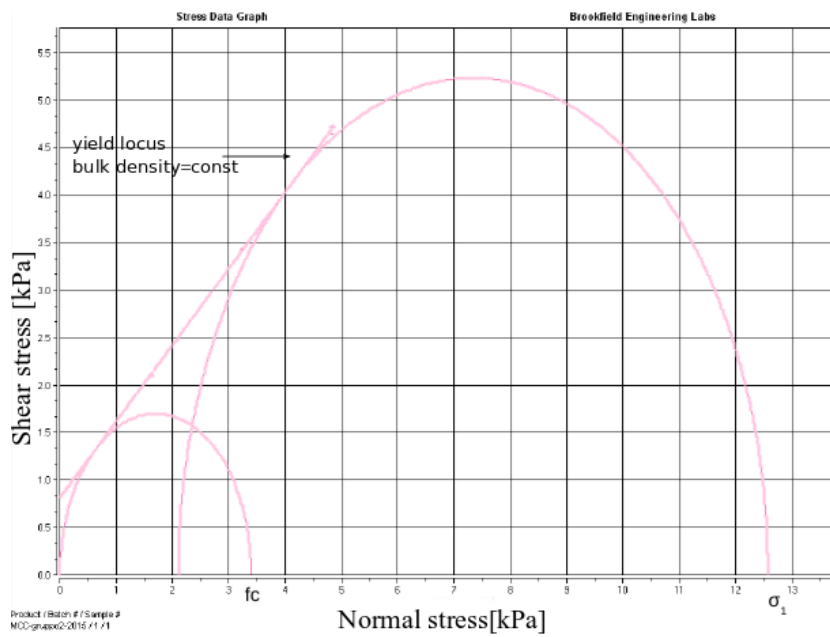
Successivamente il test può essere avviato dopo aver scelto da terminale, tramite il software Powder Flow Pro, le impostazioni della prova e inserito la massa del campione.

Tutti i test sono stati effettuati utilizzando delle impostazioni create appositamente per questo lavoro di Tesi.

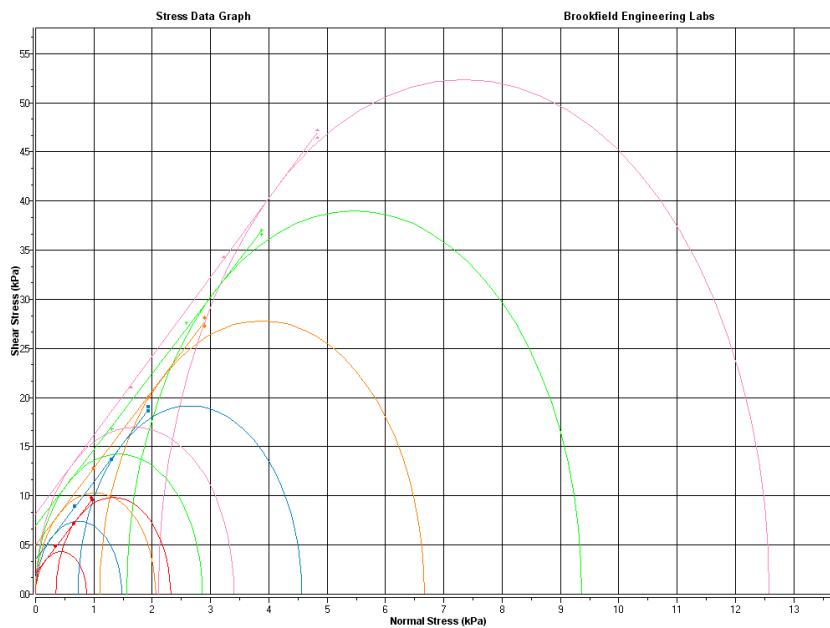
Lo strumento inizia la prova applicando un carico normale di consolidamento predefinito,  $\sigma_{pre}$ . A questo punto viene applicato uno sforzo di taglio fino a che viene raggiunto uno scorrimento stazionario del materiale,  $\tau_{pre}$ . Tali punti sono chiamati *pre-shear* (Figura 2.4).

In seguito si applica un carico normale  $\sigma_{sh} < \sigma_{pre}$  e si registra lo sforzo di taglio  $\tau_{sh}$  a cui il materiale cede. A questo punto si effettua nuovamente un test di pre-shear e si procede poi ad un'ulteriore prova analoga alla precedente, ma con carico normale  $\sigma_{sh,1} < \sigma_{sh} < \sigma_{pre}$ . Si ripete tale procedura un numero predefinito di volte, che in questo lavoro di Tesi è 5. Come si può notare in figura 2.5, ogni coppia di punti ( $\sigma$ ;  $\tau$ ) viene graficata andando a formare l'*internal yield locus* del materiale allo stato di consolidamento  $\sigma_{pre}$ , che per un materiale ideale risulta essere una retta.

È possibile rappresentare due cerchi di Mohr tangenti alla curva appena trovata, in cui il più piccolo passa per (0; 0), mentre il più grande per ( $\sigma_{pre}$ ;  $\tau_{pre}$ ). Prendendo l'intersezione ad ordinata maggiore di tali cerchi con l'asse delle ascisse si trovano rispettivamente due valori di sforzo normale: l'unconfined yield stress  $f_c$  e lo sforzo maggiore principale di consolidamento  $\sigma_1$ , vedasi Figura 2.4.



**Figura 2.4:** Luogo dei punti di cedimento a uno stato di consolidamento (Brookfield Powder Flow Tester: Operating Instruction).



**Figura 2.5:** Luogo dei punti di cedimento a più stati di consolidamento (Brookfield Powder Flow Tester: Operating Instruction).

Tali prove vanno ripetute per un numero prescelto di volte, che per questo lavoro di Tesi è pari a 4, a carico di consolidamento crescente, così da trovare un'*internal yield locus* e una coppia di punti ( $f_c$ ;  $\sigma_1$ ) per ogni stato. Rappresentando tali valori si ottiene la flow function del materiale ed è possibile avere un'indicazione della scorrevolezza a seconda dello stato di consolidamento (Santomaso, A., C., 2015).



### 2.2.2 Procedura Sperimentale

Le prove sperimentali con la cella di shear sono state effettuate per ottenere informazioni relative alla coesione di cinque materiali granulari. Quattro di questi materiali sono zuccheri (due tipologie di saccarosio, sorbitolo, mannitolo e xilitolo) mentre i pallottini di vetro sono un materiale inerte utilizzati come metro di paragone.

La coesione dei diversi materiali è stata valutata sia a secco sia aggiungendo piccole quantità di acqua al materiale prima che questo fosse sottoposto al test con la cella di shear.

Per ottimizzare la quantità di materiale granulare che si aveva a disposizione, i test sono stati condotti utilizzando un volume ridotto della cella di shear. Per ridurre il volume si sono utilizzate delle sfere di plastica dal diametro di 4.5 mm. In particolare, il volume totale occupato dalle sfere risulta essere di  $100 \text{ cm}^3$  e, in questo modo, il volume della cella di shear che deve essere riempito è di solamente  $150 \text{ cm}^3$ . Alcuni esperimenti preliminari hanno mostrato che il valore di coesione che si ottiene con la cella di shear a volume normale e a volume ridotto risultano essere sostanzialmente simili. Per questo motivo, non avendo variazioni significative nei valori di coesione che si sono trovati, si è deciso di condurre le prove sperimentali utilizzando la cella di shear con il volume ridotto. Inoltre, questo modo di operare può risultare utile quando si devono analizzare materiali che hanno un costo notevole o di cui si dispongono quantità ridotte.

L'obiettivo consiste nell'osservare come piccole quantità di acqua possano modificare il valore della coesione, cercando di individuare le possibili cause di questo cambiamento. Prima di procedere con i diversi test, i materiali sono stati vagliati tra 60 e 300  $\mu\text{m}$  e anidrificati in stufa a una temperatura di circa  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  per rimuovere l'eventuale contenuto iniziale di umidità. Quindi si è proceduto ad effettuare i test a secco e con l'aggiunta di acqua. In particolare, la quantità di acqua è stata aggiunta in proporzione al rapporto ponderale liquido/solido, ovvero 0%, 0.25%, 0.50%, 0.75% e 1%. Conoscendo il valore della massa di materiale granulare che si è utilizzata a secco, pari a 200 g, attraverso questi rapporti ponderali è semplice ricavare la quantità di acqua che deve essere aggiunta.

Si sono effettuate tre prove per ogni valore di rapporto ponderale. Questo è stato ripetuto per tutti i materiali granulari per un totale complessivo di 75 prove.

## 2.3 Apparato sperimentale

### 2.3.1 Descrizione generale dell'elettrocalamita

All'interno del lavoro di Tesi si è usata una semplice elettrocalamita impiegata per far cadere da un'altezza prestabilita una sferetta di acciaio. Lo scopo è stato quello di poter valutare la dimensione del cratere formato dall'impatto della sferetta sul letto di materiale granulare.

Un'elettrocalamita, o più comunemente nota come elettromagnete, non è altro che un elemento elettrotecnico costituito da un nucleo in materiale ferromagnetico, di solito ferro dolce o ferro al cobalto, su cui è avvolto un solenoide, cioè una bobina formata da molte spire di filo di rame isolato. Lo scopo dell'elettromagnete è di generare un campo magnetico da una corrente elettrica.

L'intensità del campo magnetico generato può essere calcolata con le regole dell'induzione magnetica. In particolare, è proporzionale al numero di spire che costituiscono l'avvolgimento. Tuttavia, a parità di tensione, l'aumento del numero di spire e quindi della lunghezza del filo riduce la corrente circolante. In conseguenza della legge di Ohm, per ovviare al problema si deve aumentare la sezione del filo. L'intensità è anche proporzionale alla corrente circolante nell'avvolgimento. L'attraversamento di corrente genera calore per effetto Joule e quindi bisogna porvi rimedio con lo smaltimento.

Per quanto riguarda la forza sviluppata dal campo magnetico, la sua intensità diminuisce con il quadrato della distanza tra le parti. Per questo motivo, l'elettromagnete è efficace solamente a breve distanza.

Utilizzando queste conoscenze si è potuto costruire in maniera indipendente una semplice elettrocalamita da impiegare negli esperimenti svolti.

L'elettrocalamita costruita è rappresentata in Figura 2.6.

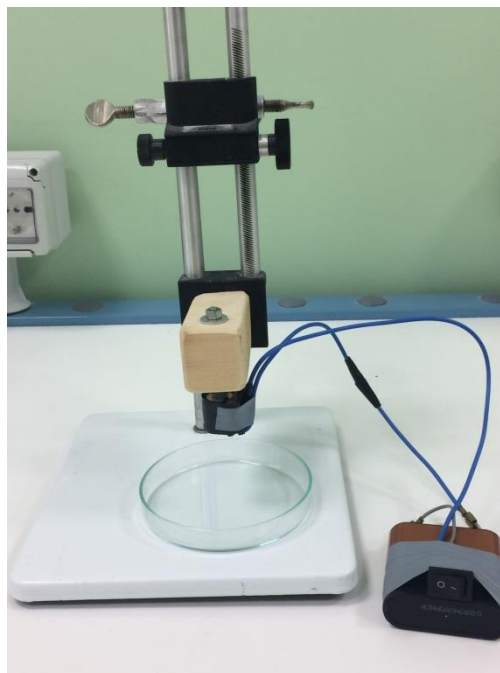


**Figura 2.6:** Elettrocalamita costruita per le prove sperimentali.

### 2.3.2 Descrizione della parte sperimentale

L'elettrocalamita costruita in modo semplice è stata utilizzata per lasciare cadere una sfera di acciaio avente diametro di 6 mm da un'altezza di caduta prestabilita. L'impatto della sfera sul letto di materiale granulare forma un cratere caratterizzato da un proprio diametro.

Lo schema dell'elettrocalamita impiegata è riportato in Figura 2.7.



**Figura 2.7:** Apparecchiatura impiegata per le prove con l'elettrocalamita.

La sfera è stata fatta cadere da un'altezza di 1, 2 e 3 mm mentre altezze superiori a 3 mm non sono state prese in considerazione perché la sfera sprofondava nel letto di materiale. Le velocità di caduta terminale per queste altezze sono riportate in Tabella 2.3.

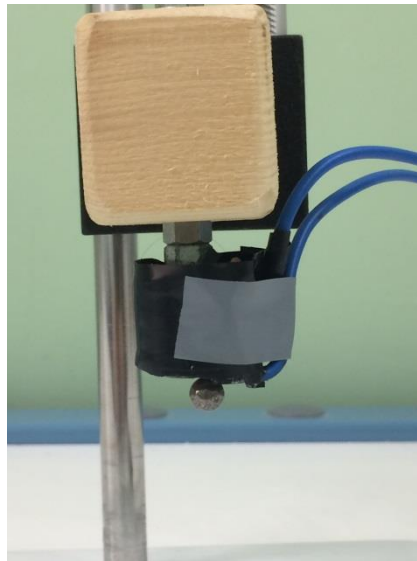
**Tabella 2.3:** Valori della velocità terminale di caduta in funzione dell'altezza

Altezza di caduta [mm]	Velocità terminale [m/s]
1	0,1401
2	0,1981
3	0,2426

La parte sperimentale prevede di utilizzare l'elettrocalamita per fissare la sfera di acciaio e tenerla salda. Quindi si imposta lo strumento all'altezza desiderata e si lascia cadere la sfera rimuovendo l'effetto del campo magnetico creato dall'elettrocalamita. Nell'impatto con il materiale granulare la sfera forma un cratere avente un certo diametro. Per poter analizzare il valore di questo diametro è necessario rimuovere la sfera senza alterare il cratere che si è formato. Per fare questo si ripristina l'effetto del campo magnetico in modo da poter utilizzare l'elettrocalamita per rimuovere la sfera di acciaio senza alterare la prova sperimentale.

Le prove sono state condotte utilizzando come materiali le quattro diverse tipologie di zucchero e la polvere di vetro. Così come per la cella di shear, anche in questo caso si sono effettuati test a secco e in condizioni umide. I rapporti ponderali liquido/solido adottati sono uguali a quelli della cella di shear, ovvero 0%, 0.25%, 0.50%, 0.75% e 1%. La massa di materiale secco usata è pari a 200 g e quindi, nota questa massa, è semplice risalire alla quantità di acqua da aggiungere attraverso i rapporti ponderali.

I campioni sono stati preparati versando in becher la massa di materiale granulare e la relativa quantità d'acqua. Dopo aver omogeneizzato la massa, il materiale è stato versato in un vetrino, caratterizzato da un diametro di 10 cm e da un'altezza di 1.5 cm, e successivamente è stato livellato per avere una superficie liscia e piana. Sui campioni così preparati è stata lasciata cadere la sfera di acciaio. La Figura 2.8 mostra come la sfera di acciaio venga tenuta salda dall'elettrocalamita.



**Figura 2.8:** Esempio di come l'effetto del campo magnetico permetta alla sfera di rimanere a contatto con l'elettrocalamita.

Per ottenere il diametro del cratere nel caso dei pallottini di vetro in condizioni asciutte si è dovuto sfruttare un altro approccio. In questo caso, il problema che si è riscontrato è dovuto al fatto che nel momento in cui si rimuove la sfera di acciaio dal letto granulare il materiale tende a scorrere all'interno del cratere, alterando così l'analisi del diametro. Per ovviare a questo problema la videocamera è stata posizionata in modo che l'obiettivo sia in linea con la superficie del vetrino. Una volta fatta cadere, la sfera non viene rimossa ma è lasciata nel letto di materiale granulare. Attraverso la videocamera si riesce ad acquisire l'immagine della sfera che è penetrata nel materiale e mediante il software ImageJ si può risalire al valore della profondità del cratere e quindi al relativo diametro.

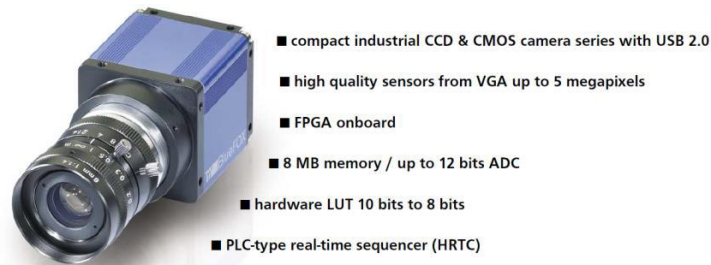
In tutti gli altri casi, la videocamera ha acquisito l'immagine dei crateri i cui diametri sono stati analizzati sempre con il software ImageJ, il cui funzionamento è descritto in questo Capitolo.

In totale sono state effettuate 75 prove di caduta con l'elettrocalamita e tale numero di prove è stato poi analizzato per determinare il diametro di tutti i crateri.

## 2.4 Videocamera

Per l'acquisizione video si è utilizzata la telecamera mvBluefox fornita dalla MatrixVision (figura 2.9). Si tratta di una telecamera industriale compatta CCD e CMOS con interfaccia USB 2.0. Questo tipo di videocamera è caratterizzata dal possedere sensori di alta qualità da VGA fino a 5 Mpixel, 8 Mpixel di memoria interna,

Sequencer real-time (HRTC); FPGA integrata, hardware LUT da 8 a 10 bits. ADC fino a 12bit e sensore CMOS -200w con 110 dB di range dinamico (HDR).



**Figura 2.9:** Immagine della videocamera utilizzata per gli esperimenti.

Per ottimizzare l'utilizzo della videocamera è opportuno avere dei rudimenti di fotografia in particolar modo per la scelta dell'obiettivo e dei distanziali.

In fotografia, la lunghezza focale in un dispositivo ottico è la distanza, espressa in millimetri, tra il centro ottico dell'obiettivo ed il piano della pellicola (o il sensore in caso di fotocamera digitale) al quale viene messa a fuoco l'immagine di un punto posto all'infinito (quindi i raggi ottici sono paralleli all'asse del sistema). Da notare che si parla di centro ottico, che non sempre coincide con il centro dell'obiettivo. Un obiettivo composto da più lenti, infatti, si comporta come una sola lente la cui lunghezza focale può essere considerevolmente diversa dalla lunghezza fisica dell'obiettivo. Questo vale negli obiettivi a focale variabile, cioè provvisti di zoom.

In generale, vale che maggiore è la distanza focale indicata sull'obiettivo utilizzato e più ingrandita sarà l'immagine che si ottiene nella foto.

Utilizzando quindi obiettivi a focale fissa per ingrandire il soggetto (nello specifico il letto di materiale granulare) ed aumentare così la risoluzione, è necessario interporre tra lente e sensore uno o più distanziali. Inoltre, cercando di mantenere la stessa grandezza dell'immagine finale (ossia cercando di inquadrare la stessa porzione di superficie del letto di polvere), si può notare che con distanze focali maggiori occorre allontanarsi maggiormente dal soggetto.

Per quanto riguarda l'angolo inquadrato, maggiore è la distanza focale, maggiore sarà l'ingrandimento e di conseguenza minore sarà l'angolo di ripresa.

Per le prove sperimentali effettuate è stato scelto un obiettivo da 8 mm con un distanziale da 5 mm. L'acquisizione delle immagini è stata effettuata sfruttando una retroilluminazione a led, sopra la quale viene posto il campione che deve essere analizzato. È necessario notare che senza questo tipo di illuminazione non si sarebbero potute acquisire le diverse immagini dei crateri. Senza questa tipologia di luce le immagini risultano oscure e non è possibile individuare i diversi crateri.

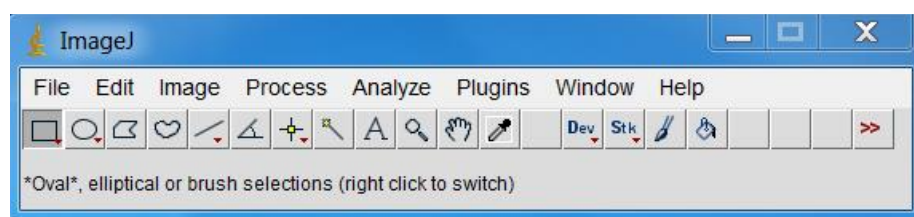
## 2.5 Analisi d'immagine

Per determinare il diametro del cratere formatosi a seguito dell'impatto della sfera d'acciaio sul letto di materiale granulare, si è impiegato il software ImageJ che permette di effettuare analisi d'immagine.

ImageJ è un software *open source*, programmato in Java, che nasce con l'obiettivo di emulare le funzionalità dei più comuni software commerciali per l'immagine processing. Questo software è in grado di acquisire, visualizzare, modificare, analizzare, elaborare e salvare immagini a 8-bit, 16-bit e 32-bit. È basato sul multithreading, ovvero è possibile effettuare delle operazioni in parallelo con altre perché a ciascun processo è associato un thread. Inoltre, supporta le cosiddette "stacks", cioè serie di immagini che condividono la stessa finestra.

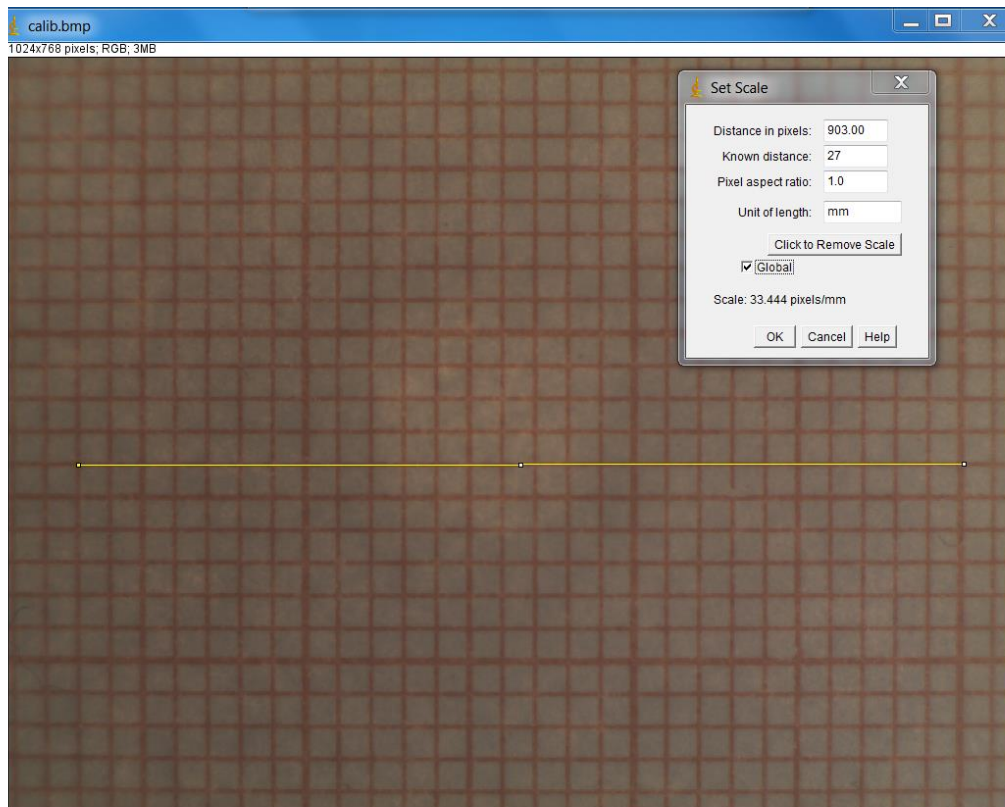
ImageJ offre anche la possibilità di calcolare l'area e le statistiche sui valori dei pixel relativamente a delle regioni selezionate dall'utente. È inoltre possibile misurare distanze e angoli, rappresentare grafici e istogrammi, effettuare le più semplici operazioni di Image Enhancement.

ImageJ supporta inoltre le più comuni trasformazioni geometriche come *scaling* e rotazione e operazioni di ingrandimento.



**Figura 2.10:** Schermata principale del software Image J.

La prima immagine che il programma deve acquisire attraverso il comando *File* → *Open Image* è quella della carta millimetrata necessaria per la calibrazione. Una volta acquisita questa immagine, si disegna una linea di lunghezza nota e mediante il comando *Set Scale* si inserisce il valore della sua lunghezza in millimetri (Figura 2.11).

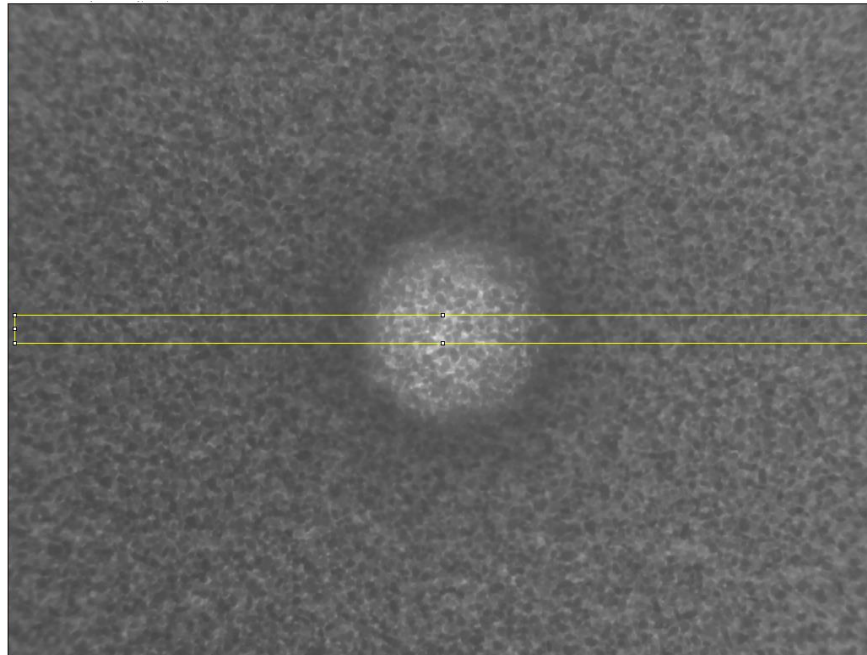


**Figura 2.11:** Inserimento della calibrazione.

Inserita la calibrazione è possibile procedere con l'analisi delle immagini. Di seguito è riportato il procedimento svolto:

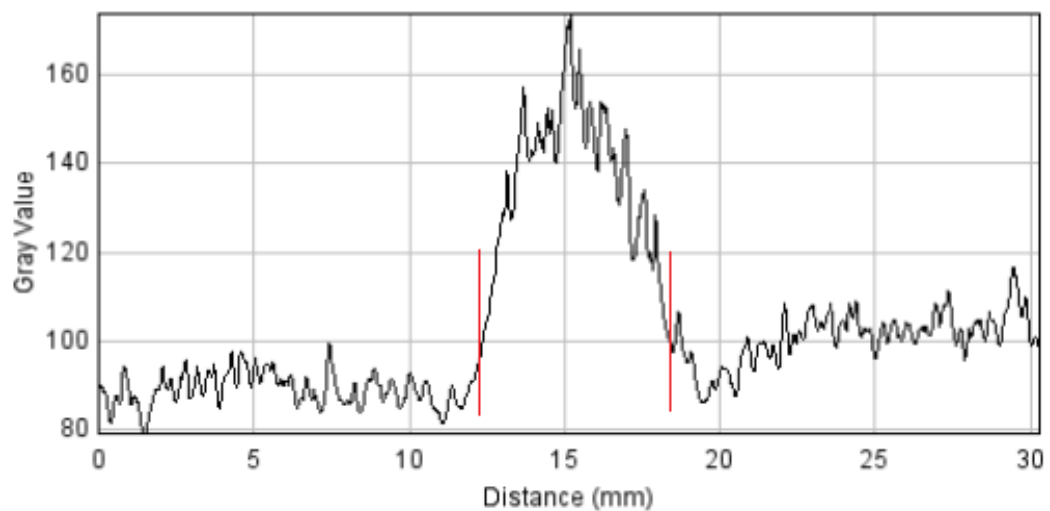
- *File* → *Open Image*: si può procedere acquisendo l'immagine che si deve analizzare.
- *Image* → *Type* → *8 bit*: converte l'immagine attiva, che deve essere a toni di grigio a 16-bit, 32-bit o a colori con 8-bit o RGB, in una a toni di grigio a 8-bit.
- *Analyze* → *Measure*: restituisce il valore medio della scala dei grigi che viene utilizzato per individuare il valore del diametro del cratere. Si costruisce quindi un rettangolo che passi per il centro dell'immagine necessario per poter ricavare il valore del diametro del cratere (Figura 2.12).





**Figura 2.12:** Costruzione del rettangolo necessario per individuare il valore del diametro.

- *Analyze* → *Plot profile*: si ottiene un grafico in cui si riporta il valore dei grigi in funzione della distanza. Noto il valore medio della scala dei grigi è possibile individuare il diametro del cratere attraverso la larghezza del picco. Le barre rosse verticali rappresentano la larghezza considerata e quindi il diametro del cratere.



**Figura 2.13:** Andamento del valore dei grigi in funzione della distanza.

Questa operazione per individuare il diametro del cratere è stata condotta per tutte le prove sperimentali svolte.



# Capitolo 3

## Risultati e discussione

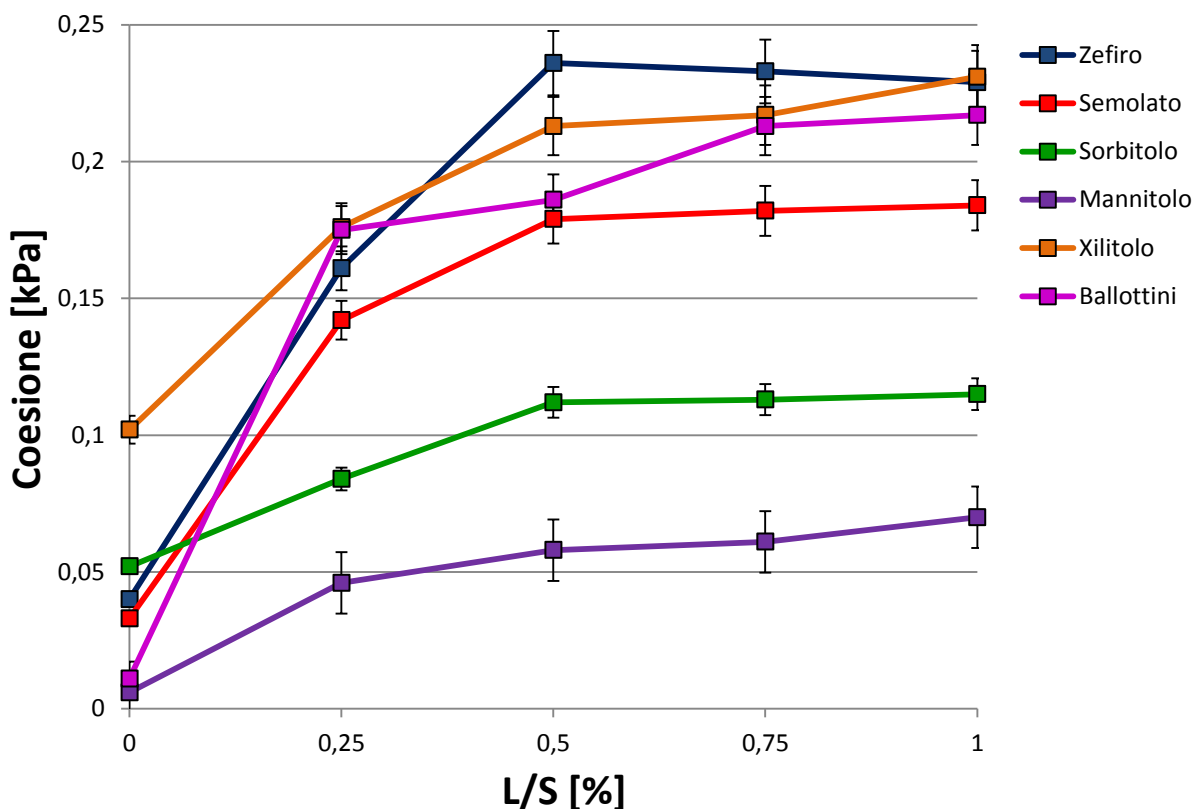
In questo Capitolo vengono esposti e discussi i risultati ottenuti dalle prove sperimentali, anche mediante il supporto di modelli che permettono di interpolare i dati ottenuti.

### **3.1 Cella di shear**

In questo Paragrafo vengono esposti i valori di coesione ottenuti dalle prove sperimentali mediante l'impiego della cella di shear. A tale proposito la cella di shear risulta essere uno strumento molto semplice da maneggiare per effettuare dei test sulla scorrevolezza delle polveri. Questo metodo viene comunemente utilizzato per quantificare la coesione e l'adesione di materiali granulari, incluse polveri alimentari. I risultati che si ricavano da queste prove sono stati ottenuti in modo relativamente semplice e veloce.

#### *3.1.1 Coesione*

I risultati ottenuti sono stati riportati in un grafico in cui si descrive l'andamento della coesione in funzione del rapporto ponderale liquido/solido. Il grafico in questione è rappresentato nella Figura sottostante.



**Figura 3.1.:** Andamento della coesione in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

Da un punto di vista generale, l'andamento delle curve relative ai diversi zuccheri risulta essere sostanzialmente simile ed è caratterizzato da un iniziale aumento del valore di coesione e dal successivo raggiungimento di un plateau. Anche i ballottini di vetro mostrano lo stesso comportamento che caratterizzano gli zuccheri.

Questo andamento potrebbe spiegarsi con il fatto che all'inizio si devono formare i ponti liquidi tra le particelle e ciò è responsabile dell'iniziale aumento della coesione. In seguito, dopo la formazione del ponte liquido, un'ulteriore aggiunta di acqua non modifica più il ponte stesso e si assiste così al raggiungimento di un plateau per la coesione senza nessuna variazione significativa nei valori.

In particolare, il mannitolo presenta valori di coesione molto bassi a causa della sua natura poco igroscopica. Piccole quantità di acqua non riescono quindi a modificare il suo comportamento con la conseguenza che i valori di coesione per questo zucchero saranno meno marcati.

Al contrario, lo xilitolo risulta essere più igroscopico e questa sua caratteristica è visibile nel valore di coesione che si ha a secco, nonostante l'essiccazione in forno. Inoltre, questo comportamento igroscopico dello xilitolo permette di ottenere valori più alti di coesione nei casi a umido rispetto a zuccheri come mannitolo e sorbitolo.

Anche se viene applicata una pressione, i materiali granulari possiedono una certa rigidità e una capacità di shear quando tra i diversi granuli sono presenti acqua o

eventuali materiali *sticky*, ovvero appiccicosi. Questa iniziale resistenza allo shear è chiamata coesione del materiale granulare e determina, assieme all'angolo di attrito interno, la resistenza allo shear dei materiali granulari. La coesione dei materiali granulari dipende dalla quantità di granuli appiccicosi, dal contenuto di umidità e dal grado di compattazione. Inoltre, è dovuta alle forze di capillarità dovute all'acqua (Wu, A., 2008).

Quando aumentano il contenuto di umidità e la quantità di granuli appiccicosi, il materiale granulare tenderà a compattarsi e come risultato il valore della coesione aumenterà. Quindi, la coesione aumenta con l'incremento della percentuale di granuli appiccicosi e aumenta significativamente con il contenuto di umidità fino al raggiungimento di un plateau. Tuttavia, quando il contenuto di umidità supera un determinato valore, la coesione tende a diminuire. A seconda della percentuale di granuli appiccicosi, il limite di umidità varia tra 5%-11% (Wu, A., 2008).

I risultati sperimentali sono in linea con quanto trovato in letteratura. Ad un'iniziale aumento della coesione segue il raggiungimento di un plateau. Essendo la quantità di acqua aggiunta estremamente bassa non è possibile osservare la successiva diminuzione del valore della coesione.

Pertanto, è importante sottolineare anche come, attraverso informazioni basate sui raggi X, si è trovato che i quattro zuccheri utilizzati in condizioni asciutte sono nel loro stato cristallino. Oltre ad aumentare il valore della coesione, l'aggiunta di acqua è responsabile anche della cosiddetta *stickiness* degli zuccheri secondo il meccanismo basato sull'umidità.

La *stickiness* è stata definita come quella fase in cui si formano i ponti liquidi tra le particelle. Questi ponti liquidi possono essere costituiti da grassi fusi, materiali amorfi plastificati o soluzioni viscosse concentrate. Due meccanismi principali per la *stickiness* sono stati identificati e possono svolgere un ruolo anche nell'agglomerazione delle polveri di zucchero: il *caking* amorfo (*amorphous caking*) e il *caking* basato sull'umidità (*moisture driven caking*).

Il *caking* amorfo è dovuto al fatto che la polvere viene esposta a condizioni tali per cui il materiale amorfo, inizialmente in uno stato vetroso immobile, subisce una transizione ad uno stato gommoso. Nello stato gommoso le molecole sono in grado di compiere movimenti relativi e come risultato si formano ponti gommosi tra particelle adiacenti.

Il passaggio dallo stato vetroso a quello gommoso avviene ad una particolare temperatura chiamata temperatura di transizione vetrosa ( $T_g$ ), che è peculiare per ciascun materiale amorfo ma può diminuire in funzione dell'acqua assorbita dal materiale. Inoltre, quando esposto a condizioni di ridotta umidità relativa o di temperatura, il materiale amorfo può risolidificare e i ponti liquidi appiccicosi vengono convertiti in solidi ponti.

Il *caking* basato sull'umidità si verifica invece quando la polvere viene esposta a condizioni che producono adsorbimento di umidità sulla superficie delle particelle. Se il materiale è solubile, come nel caso degli zuccheri cristallini, questo meccanismo può innescare deliquescenza e la formazione di ponti liquidi viscosi che danno un comportamento appiccicoso alla massa umida. Anche in questo caso se le condizioni ambientali si modificano, ad esempio con una riduzione di umidità relativa o un aumento della temperatura, i ponti liquidi possono cristallizzare formando solidi ponti.

La *stickiness* di una polvere può essere descritta in termini di coesione (*stickiness* tra particella–particella) e adesione (*stickiness* tra particella–parete). La coesione è una proprietà interna di una polvere e misura la forza che tiene unite le particelle. Invece, l'adesione è una proprietà interfacciale ed è una misura delle forze che servono a mantenere attaccate le particelle alla superficie di un altro materiale.

Pertanto, il comportamento della *stickiness* può anche essere valutato aggiungendo piccolissime quantità di acqua nella massa di zucchero che in seguito viene sottoposta ad un test con la cella di shear.

### 3.1.2 Resistenza a trazione

Dai risultati ottenuti attraverso le prove sperimentali effettuate con la cella di shear, si è estrapolato anche il valore della resistenza a trazione (*tensile strenght*)  $T$ . Le curve sperimentali dei luoghi dei punti di molte polveri coesive possono essere descritte dall'equazione di Warren-Spring:

$$\left(\frac{\tau}{C}\right)^n = \frac{\sigma + T}{T} \quad (3.1)$$

Dove  $C$  è la coesione,  $T$  la resistenza a trazione e  $n$  un indice di curvatura adimensionale compreso tra 1 e 2.

In alcuni casi, la curva sperimentale del luogo dei punti può essere descritta da una linea retta, nota come equazione di Coulomb:

$$\tau = \mu\sigma + C \quad (3.2)$$

È possibile notare anche come il caso lineare possa rientrare all'interno dell'equazione di Warren-Spring quando il valore di  $n$  è pari a uno.

Quindi, sono stati calcolati anche i valori della resistenza a trazione sia mediante estrapolazione lineare sia attraverso l'equazione di Warren-Spring per poterli confrontare. Nel caso dell'equazione di Warren-Spring i valori di  $T$  sono stati ottenuti sfruttando un semplice programma *MATLAB* (vedasi Appendice) con cui è stato possibile costruire un programma per minimizzare l'equazione di Warren-Spring.

Il confronto tra le due equazioni (2.1) e (2.2) si può effettuare analizzando Tabelle 3.1 e 3.2.

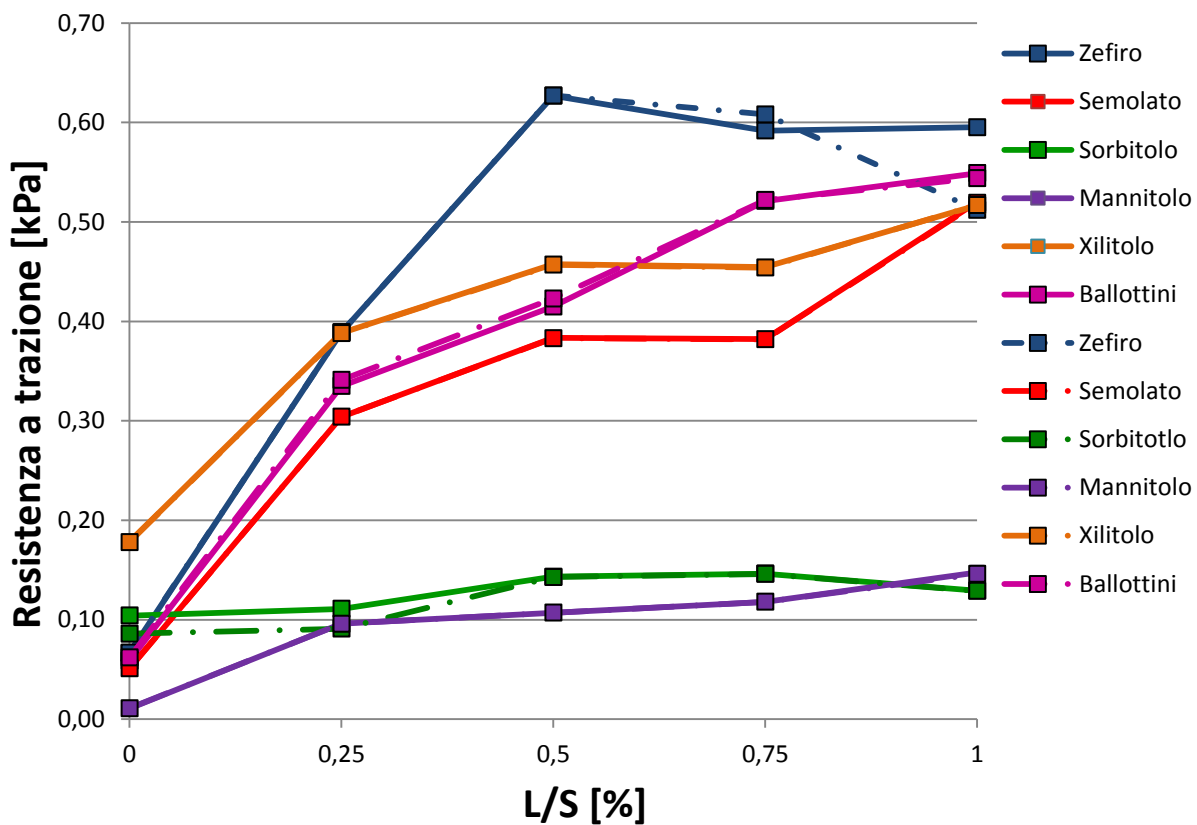
**Tabella 3.1:** Valori della resistenza a trazione ottenuti mediante estrapolazione lineare per diversi rapporti ponderali liquido/solido

L/S (%)	Zefiro	Semolato	Sorbitolo	Mannitolo	Xilitolo	Ballottini
0	0,066	0,051	0,104	0,011	0,178	0,059
0,25	0,389	0,304	0,111	0,096	0,388	0,335
0,50	0,627	0,384	0,143	0,107	0,457	0,415
0,75	0,592	0,382	0,146	0,118	0,455	0,521
1	0,595	0,520	0,129	0,147	0,517	0,549

**Tabella 3.2:** Valori della resistenza a trazione ottenuti mediante equazione Warren-Spring per diversi rapporti ponderali liquido/solido

L/S (%)	Zefiro	Semolato	Sorbitolo	Mannitolo	Xilitolo	Ballottini
0	0,067	0,051	0,086	0,011	0,178	0,062
0,25	0,389	0,304	0,091	0,096	0,388	0,341
0,50	0,627	0,383	0,143	0,107	0,457	0,423
0,75	0,608	0,382	0,146	0,118	0,454	0,522
1	0,512	0,519	0,129	0,146	0,517	0,544

Si può osservare come i valori ottenuti siano sostanzialmente simili. Quindi, in questo caso, una semplice estrapolazione lineare è sufficiente per poter ricavare il valore della resistenza a trazione. In Figura 3.2 sono riportati i valori della resistenza a trazione ottenuti con l'extrapolazione lineare e l'equazione di Warren-Spring.



**Figura 3.2.:** Andamento della resistenza a trazione ottenuta con estrapolazione lineare (linea continua) e con Warren-Spring (linea tratteggiata) in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

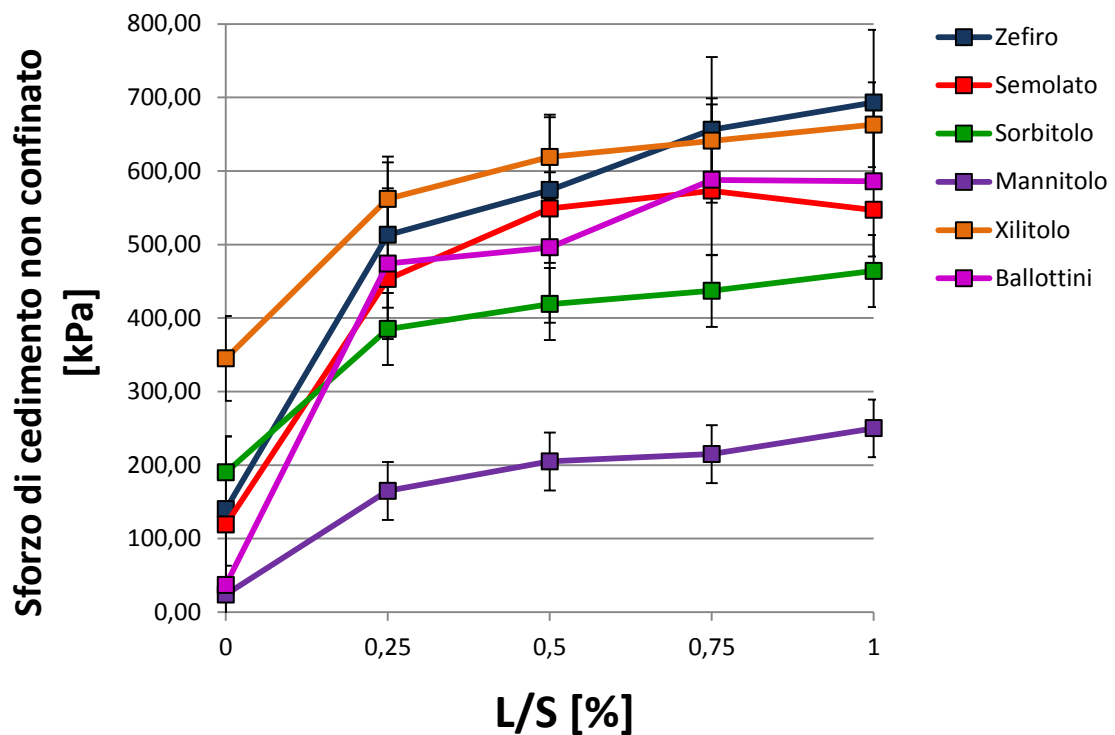
Come si può notare dal grafico, gli scostamenti che si possono osservare per i valori di resistenza a trazione ottenuti con i due metodi elencati in precedenza risultano essere minimi e trascurabili. Per questa tipologia di materiali granulari, l'equazione di Warren-Spring e l'extrapolazione lineare risultano essere equivalenti.

### 3.1.3 Sforzo di cedimento non confinato

Un'altra grandezza importante le cui informazioni si possono ricavare da test con la cella di shear è lo sforzo di cedimento non confinato  $f_c$ .

In Figura 3.3 si riporta l'andamento dello sforzo di cedimento non confinato in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.





**Figura 3.3.:** Andamento dello sforzo di cedimento non confinato in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

Anche per lo sforzo di cedimento non confinato l'aggiunta di piccole quantità di acqua risulta essere responsabile di un iniziale aumento del valore dello sforzo, seguito successivamente dal raggiungimento di un plateau.

In particolare, se vengono aggiunte piccole quantità di acqua a un materiale solido, l'acqua è in grado di formare ponti liquidi tra le particelle e, quindi, aumentare le forze di adesione interparticellari. Inoltre l'umidità può comportare meccanismi specifici a seconda del bulk, come ad esempio, reazioni chimiche solide oppure formando una soluzione sulla superficie delle particelle con successiva cristallizzazione, che può risultare in un severo consolidamento (Schulze, D., 2008).

L'aumento dello sforzo di cedimento non confinato con il tenore di acqua aggiunta risulta essere dovuto ai ponti liquidi. Maggiore risulta essere la quantità di acqua aggiunta, maggiore sarà il numero di ponti liquidi che si possono formare tra le particelle. Questa situazione è responsabile dell'iniziale aumento del valore dello sforzo di cedimento non confinato. Tuttavia, raggiunto un determinato valore del rapporto ponderale liquido/solido, sembrerebbe che la formazione dei ponti liquidi si stabilizzi con il conseguente raggiungimento di un plateau finale.

## 3.2 Esperimenti di caduta libera

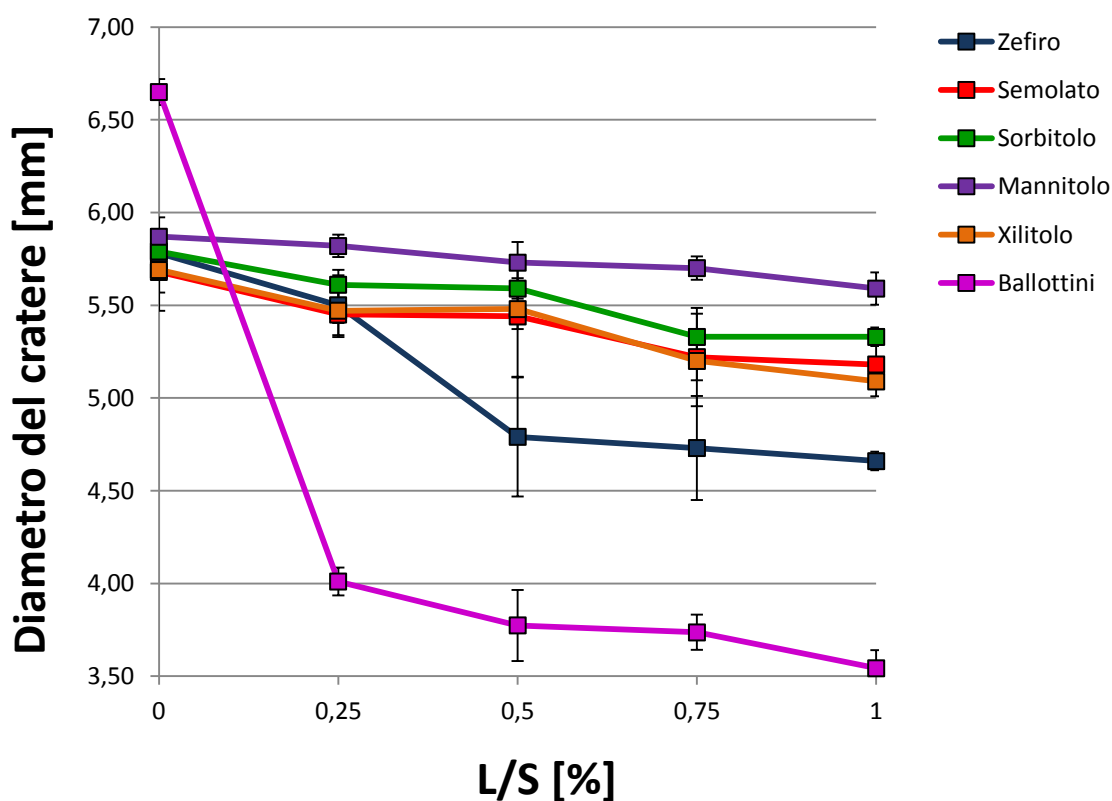
Il funzionamento dell'elettrocalamita è stato spiegato nel Capitolo precedente. In questo Paragrafo vengono semplicemente discussi i risultati che si sono ottenuti dalle prove sperimentali.

### 3.2.1 Diametro dei crateri

Con la procedura descritta precedentemente si sono ricavati i valori dei diametri dei diversi crateri. In particolare i risultati ottenuti sono mostrati nelle Tabelle e nelle Figure sottostanti.

**Tabella 3.3:** *Media e deviazione standard del diametro di crateri di diverse tipologie di zuccheri e di ballottini di vetro ottenuti da un'altezza di caduta di 1mm*

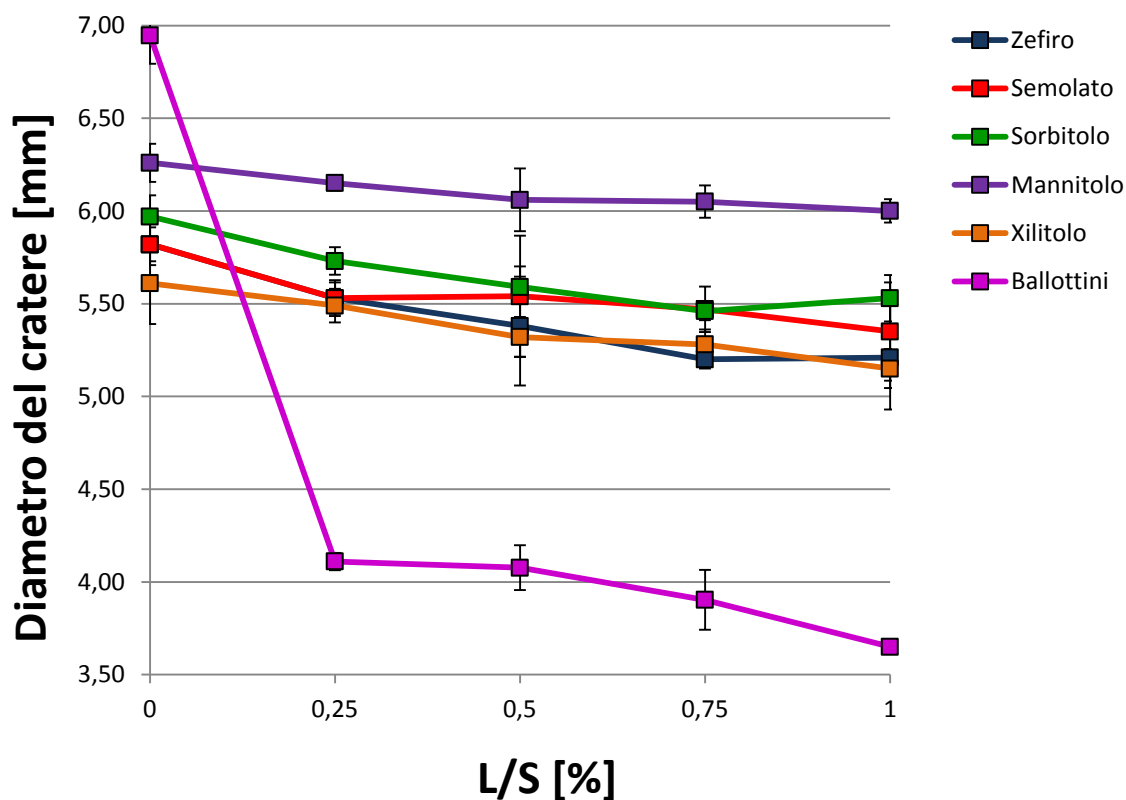
w/w (%)	Zefiro		Semolato		Sorbitolo		Mannitolo		Xilitolo		Ballottini	
	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.
0	5,78	0,092	5,68	0,111	5,79	0,114	5,87	0,103	5,69	0,220	6,65	0,070
0,25	5,50	0,161	5,45	0,122	5,61	0,080	5,82	0,061	5,47	0,066	4,01	0,075
0,50	4,79	0,321	5,44	0,326	5,59	0,055	5,73	0,111	5,48	0,108	3,77	0,191
0,75	4,73	0,280	5,22	0,265	5,33	0,125	5,70	0,063	5,20	0,105	3,74	0,095
1	4,66	0,050	5,18	0,122	5,33	0,049	5,59	0,087	5,09	0,081	3,54	0,096



**Figura 3.4:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro ottenuti da un'altezza di caduta di 1mm in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

**Tabella 3.4:** Media e deviazione standard del diametro di crateri di diverse tipologie di zuccheri e di ballottini di vetro ottenuti da un'altezza di caduta di 2mm

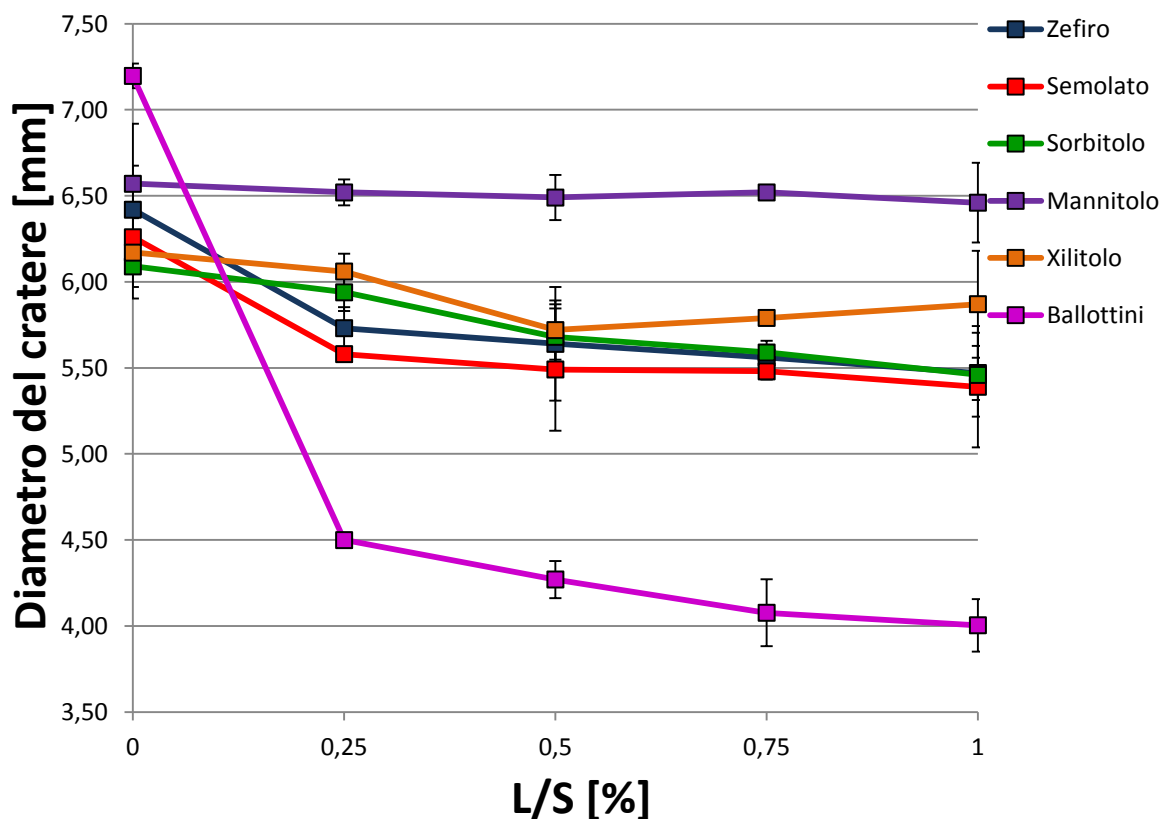
w/w (%)	Zefiro		Semolato		Sorbitolo		Mannitolo		Xilitolo		Ballottini	
	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.
0	5,82	0,092	5,82	0,111	5,97	0,114	6,26	0,103	5,61	0,220	6,95	0,153
0,25	5,53	0,085	5,53	0,097	5,73	0,074	6,15	0,040	5,49	0,091	4,11	0,047
0,50	5,38	0,321	5,54	0,326	5,59	0,055	6,06	0,169	5,32	0,108	4,08	0,121
0,75	5,20	0,05	5,47	0,122	5,46	0,049	6,05	0,087	5,28	0,081	3,90	0,162
1	5,21	0,280	5,35	0,265	5,53	0,125	6,00	0,063	5,15	0,105	3,65	0,026



**Figura 3.5:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro ottenuti da un'altezza di caduta di 2mm in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

**Tabella 3.5:** Media e deviazione standard del diametro di crateri di diverse tipologie di zuccheri e di ballottini di vetro ottenuti da un'altezza di caduta di 3mm

	Zefiro		Semolato		Sorbitolo		Mannitolo		Xilitolo		Ballottini	
w/w (%)	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.	Media [mm]	Dev. St.
0	6,42	0,255	6,26	0,188	6,09	0,186	6,57	0,348	6,17	0,200	7,20	0,072
0,25	5,73	0,122	5,58	0,032	5,94	0,11	6,52	0,075	6,06	0,104	4,5	0,02
0,50	5,64	0,331	5,49	0,355	5,68	0,189	6,49	0,131	5,72	0,172	4,27	0,108
0,75	5,56	0,051	5,48	0,047	5,59	0,067	6,52	0,031	5,79	0,038	4,08	0,194
1	5,47	0,157	5,39	0,353	5,46	0,244	6,46	0,232	5,87	0,311	4,00	0,153

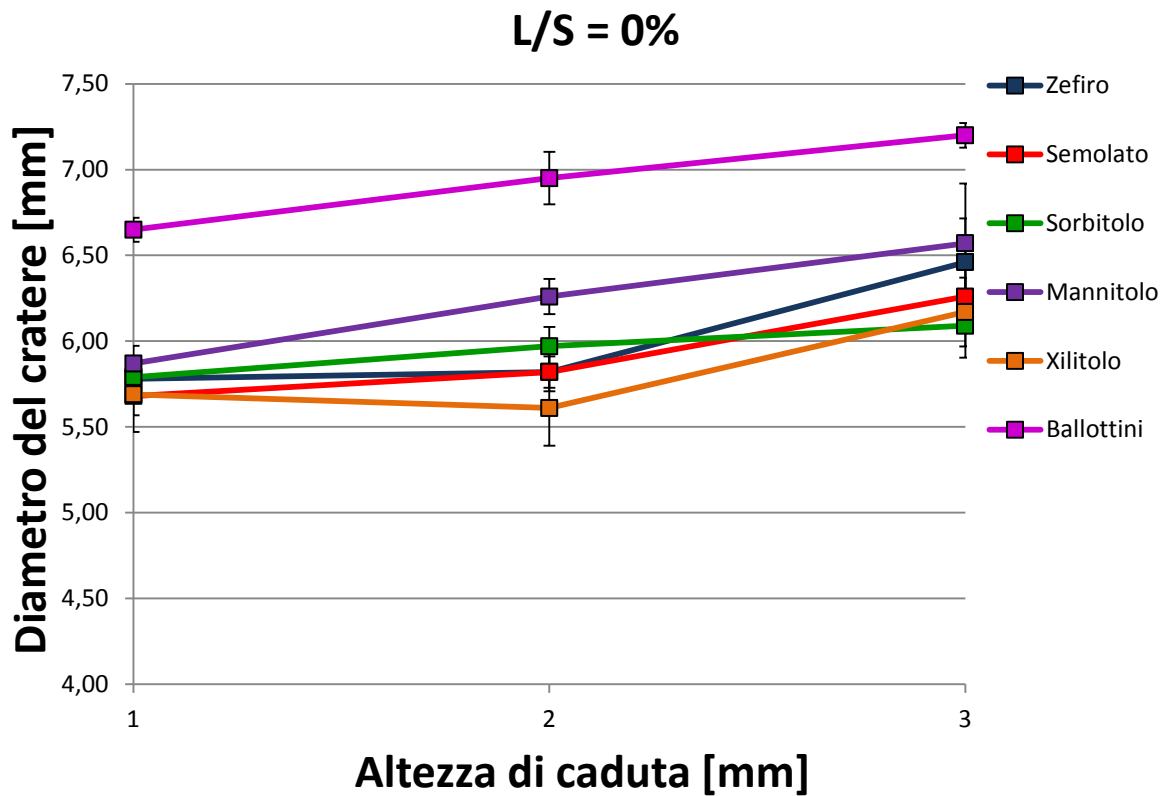


**Figura 3.6:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro ottenuti da un'altezza di caduta di 3mm in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

Come si può notare in tutte le Figure, i valori che si ottengono nel caso asciutto sono pressoché simili al diametro della sfera. Aggiungendo progressivamente piccole quantità di acqua, il valore del diametro di ciascuna prova diminuisce fino al raggiungimento di un plateau più o meno marcato. Come per la cella di shear, sembrerebbe che ad un certo punto un'ulteriore aggiunta di acqua non abbia più nessuna influenza marcata sulla formazione del cratere il cui diametro resta sostanzialmente invariato.

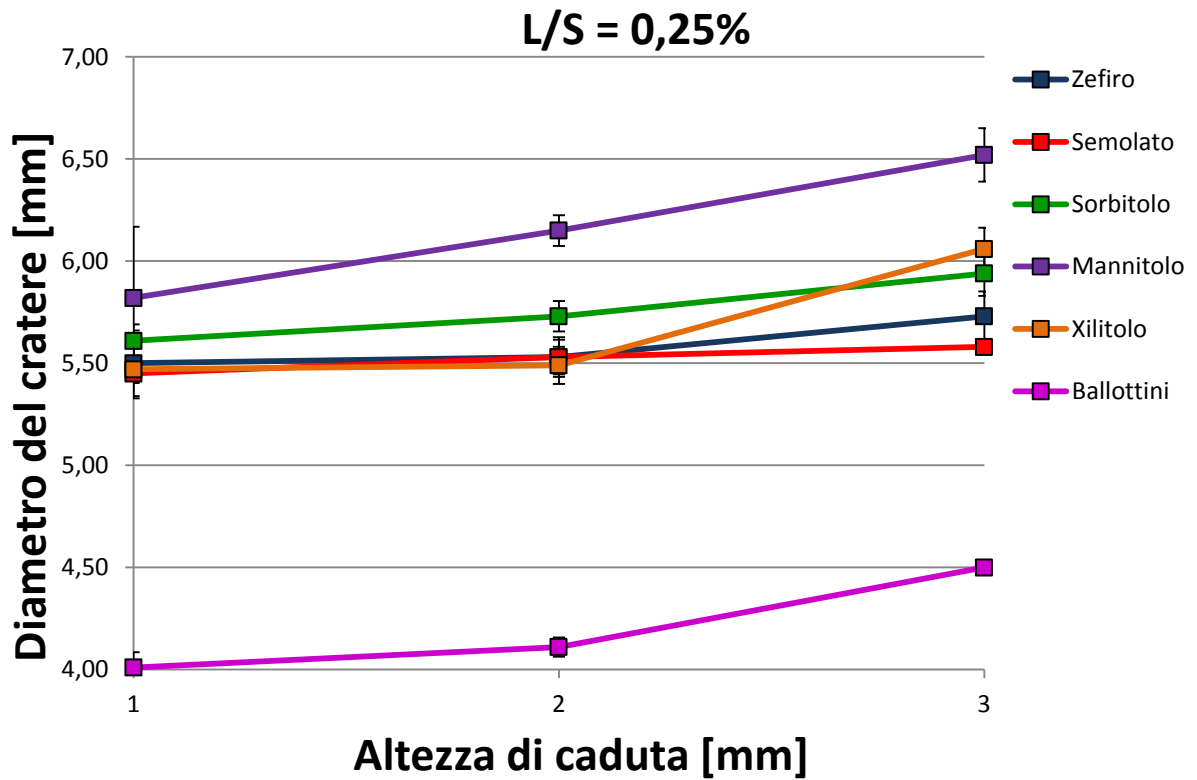
È interessante osservare il caso della polvere di vetro che presenta valori molto bassi rispetto ai diametri che si ricavano nel caso degli zuccheri. Questa situazione si verifica per tutte le altezze di caduta che sono state prese in considerazione. Una spiegazione può essere identificata nel fatto che la porosità dei ballottini di vetro risulta essere inferiore a quella dei diversi zuccheri. Essendo la porosità minore, questo comporta che si abbia una maggiore resistenza da parte della polvere di vetro quando viene lasciata cadere la sfera di acciaio. Pertanto, il risultato che si ottiene è identificabile in un diametro del cratere per i ballottini di vetro più basso rispetto agli zuccheri.

Nelle Figure seguenti si riporta l'andamento dei valori dei diametri in funzione dell'altezza di caduta per i diversi rapporti ponderali considerati.

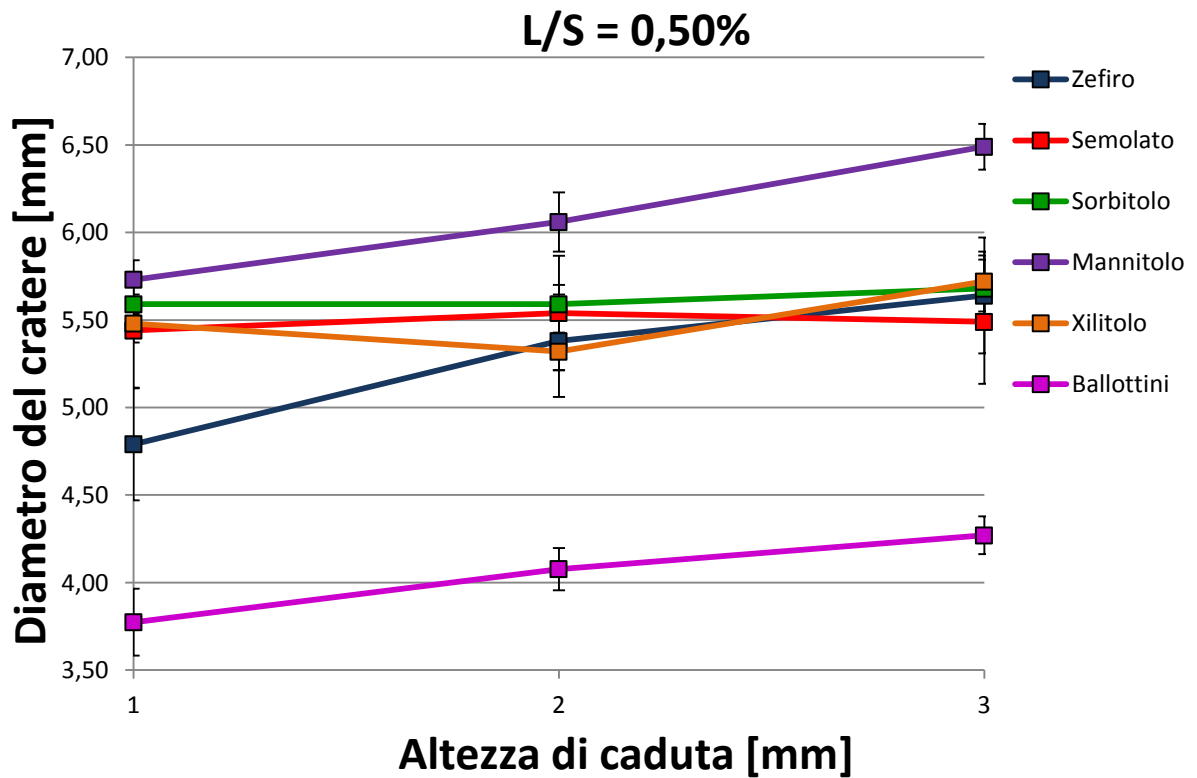


**Figura 3.7:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro in funzione dell'altezza di caduta per rapporto ponderale liquido/solido pari a 0%.

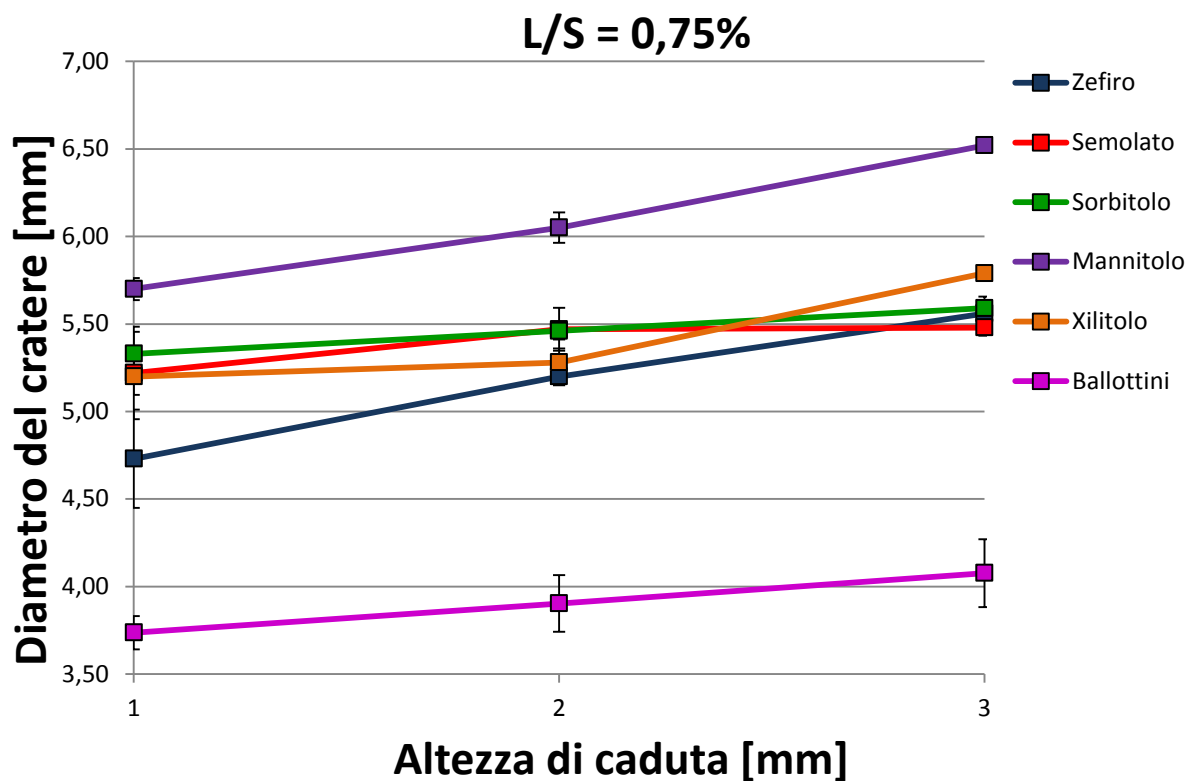
Nel caso di materiali granulari asciutti, si può notare come i valori del diametro dei crateri ottenuti da un'altezza di caduta di 1 mm siano confrontabili con il diametro della sfera utilizzata. L'unica eccezione è rappresentata dai ballottini di vetro che formano un cratere avente diametro maggiore, ovvero la sfera sprofonda nel letto di materiale per più della sua metà. Aumentando l'altezza di caduta, è possibile osservare come il valore del diametro inizi ad aumentare per tutte le tipologie di materiale utilizzato. Quando poi la sfera viene lasciata cadere da un'altezza di 3 mm, è chiaro che questa sprofonda nel letto per più della sua metà. Questo è evidente poiché i risultati ottenuti per i diametri sono superiori al valore del diametro della sfera, che risulta essere di 6 mm.



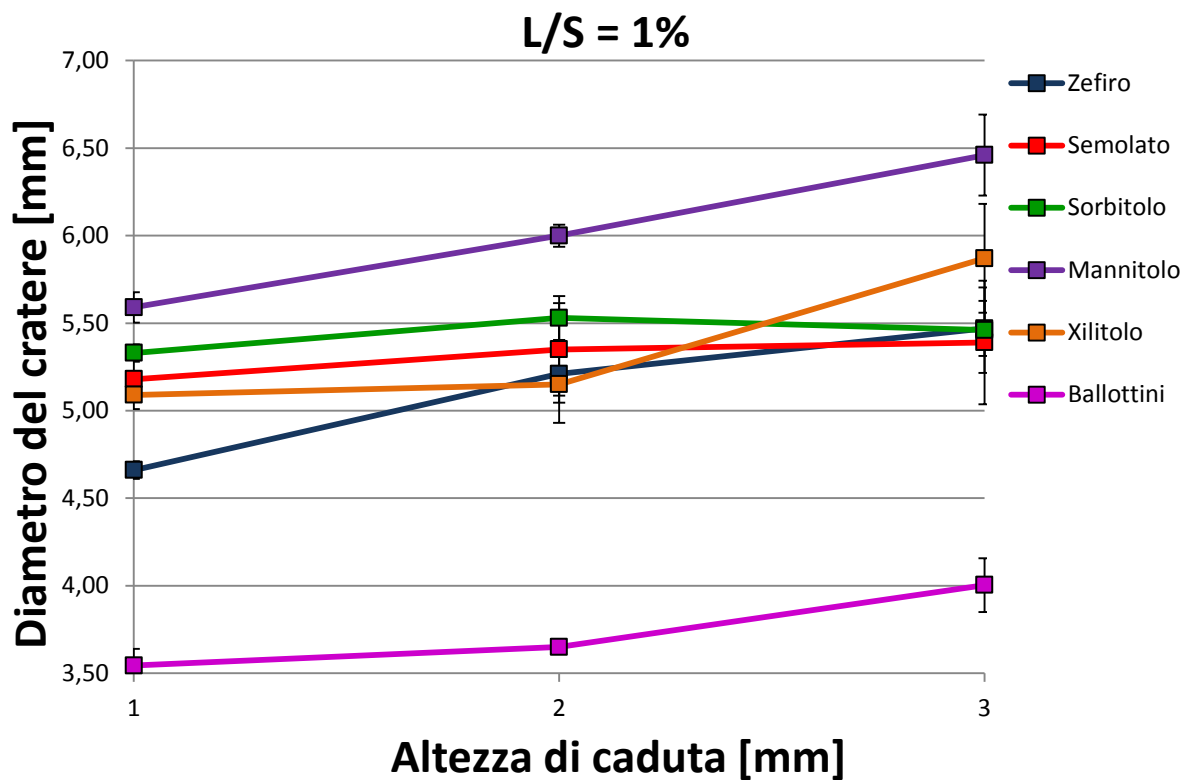
**Figura 3.8:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro in funzione dell'altezza di caduta per rapporto ponderale liquido/solido pari a 0.25%.



**Figura 3.9:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro in funzione dell'altezza di caduta per rapporto ponderale liquido/solido pari a 0.50%.



**Figura 3.10:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro in funzione dell'altezza di caduta per rapporto ponderale liquido/solido pari a 0.75%.



**Figura 3.11:** Andamento dei valori del diametro di crateri di diversi zuccheri e di ballottini di vetro in funzione dell'altezza di caduta per rapporto ponderale liquido/solido pari a 1%.



Come si può notare aumentando la quantità di acqua aggiunta il valore del diametro dei diversi crateri diminuisce. La spiegazione è dovuta al fatto che aggiungendo acqua il materiale offre una maggiore resistenza alla penetrazione della sfera che viene lasciata cadere. Per basse altezze il diametro che si trova risulta essere minore perché la sfera non acquisisce forza sufficiente per penetrare il materiale. Invece, a mano a mano che si aumenta l'altezza di caduta, la sfera è in grado di imprimere una forza maggiore quando raggiunge il letto di materiale, realizzando così un cratere avente un diametro maggiore.

### 3.2.2 Densità di bulk e porosità

Attraverso le prove effettuate con l'elettrocalamita è stato possibile risalire anche al valore della densità di bulk dei diversi campioni che sono stati testati.

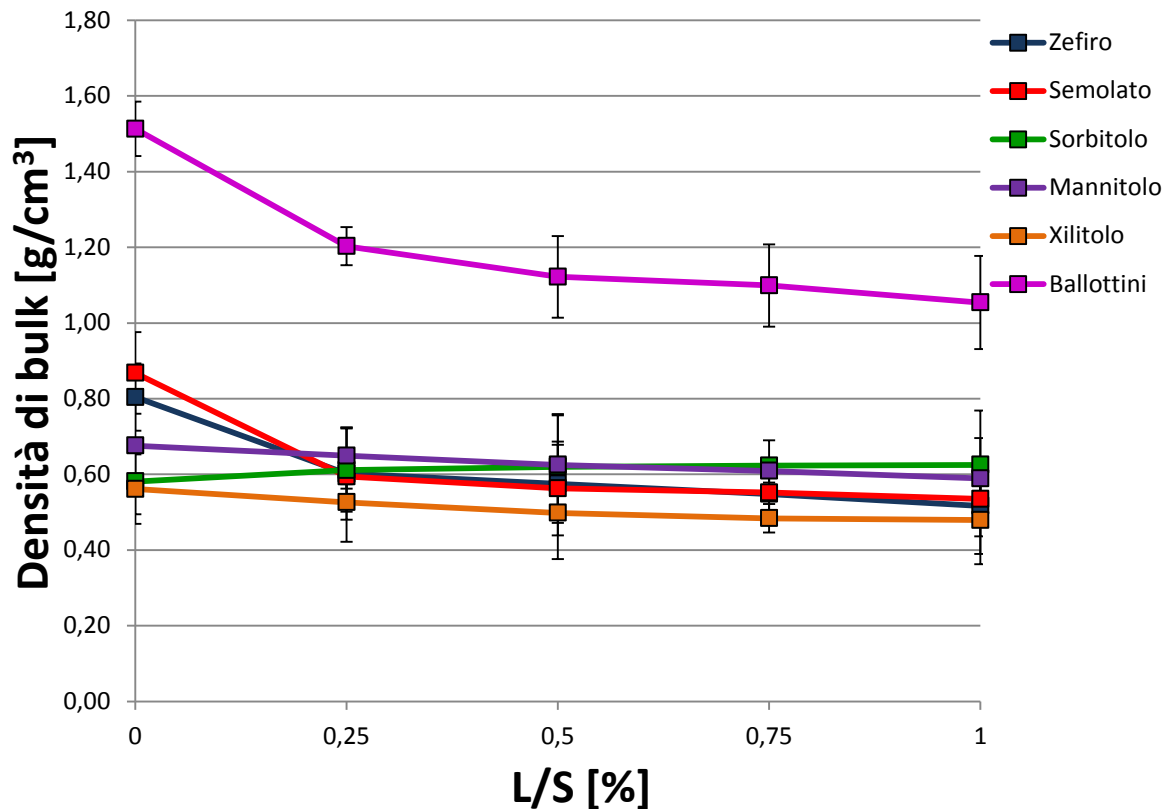
Innanzitutto è necessario conoscere il volume del vetrino in cui le polveri sono state versate per essere testate con l'elettrocalamita. Per ottenere questa informazione, il vetrino è stato posto sopra una bilancia per essere tarato e riempito con acqua di cui si conosce il valore della densità a temperatura ambiente. Una volta che il vetrino è stato completamente riempito d'acqua fino all'orlo, con la bilancia si ricava la massa d'acqua che è stata versata nel vetrino. Nota la densità dell'acqua, è possibile ricavare in modo semplice il volume del vetrino.

Infine, per poter conoscere il valore della densità di bulk dei diversi campioni, è sufficiente pesare la massa di materiale granulare che viene versata nel vetrino. Ottenuto questo valore e noto il volume del vetrino, si può risalire al valore della densità di bulk.

I valori della densità di bulk ottenuti per le diverse prove sono riportati in Tabella 3.6 mentre il loro andamento in funzione dei diversi rapporti ponderali è visibile nella Figura 3.12.

**Tabella 3.6:** Media e deviazione standard della densità di bulk ottenuta per diverse tipologie di zuccheri e di ballottini di vetro

w/w (%)	Zefiro		Semolato		Sorbitolo		Mannitolo		Xilitolo		Ballottini	
	Media [g/cm <sup>3</sup> ]	Dev. St.	Media [g/cm <sup>3</sup> ]	Dev. St.	Media [g/cm <sup>3</sup> ]	Dev. St.	Media [g/cm <sup>3</sup> ]	Dev. St.	Media [g/cm <sup>3</sup> ]	Dev. St.	Media [g/cm <sup>3</sup> ]	Dev. St.
0	0,804	0,089	0,868	0,108	0,581	0,086	0,676	0,111	0,561	0,092	1,513	0,072
0,25	0,602	0,122	0,594	0,032	0,611	0,110	0,649	0,075	0,526	0,104	1,203	0,050
0,50	0,575	0,103	0,563	0,124	0,620	0,139	0,625	0,131	0,498	0,122	1,122	0,108
0,75	0,548	0,051	0,552	0,047	0,623	0,067	0,609	0,031	0,484	0,038	1,099	0,194
1	0,517	0,127	0,535	0,099	0,625	0,144	0,589	0,107	0,479	0,116	1,054	0,153



**Figura 3.12:** Andamento dei valori della densità di bulk di diversi zuccheri e di ballottini di vetro in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

Come si può osservare l'andamento dei valori della densità di bulk è caratterizzato da un valore iniziale a secco che risulta essere maggiore della condizione umida. Progressivamente che l'acqua viene aggiunta, si ha un abbassamento del valore fino a raggiungere una condizione più o meno stabile definita da un plateau. L'unico materiale che presenta un andamento diverso risulta essere il sorbitolo. Per questa tipologia di zucchero la densità aumenta leggermente a mano a mano che si aggiungono piccole quantità di acqua.

Un altro parametro che risulta essere importante ai fini di analisi successive risulta essere la porosità dei diversi campioni. Nota la densità di bulk dei campioni e ottenuta la densità vera dei diversi materiali granulari da letteratura, è possibile calcolare la porosità dei diversi campioni attraverso la relazione:

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_b}{\rho_s} \quad (3.3)$$

I valori di porosità ottenuti sono riportati in Tabella 3.7.

**Tabella 3.7:** Valori di porosità per gli zuccheri e i ballottini di vetro

w/w (%)	Zefiro	Semolato	Sorbitolo	Mannitolo	Xilitolo	Ballottini
0	0,497	0,458	0,614	0,554	0,631	0,395
0,25	0,624	0,629	0,595	0,571	0,654	0,519
0,50	0,640	0,648	0,588	0,587	0,672	0,551
0,75	0,658	0,655	0,587	0,598	0,682	0,560
1	0,677	0,665	0,585	0,611	0,685	0,578

I valori di porosità per i diversi materiali granulari aumentano progressivamente con l'aggiunta di acqua. Per quanto riguarda i ballottini di vetro, la loro porosità risulta avere valori mediamente più bassi degli altri materiali. Questo è anche imputabile al fatto che la densità vera del vetro è di gran lunga maggiore rispetto alle densità vere degli zuccheri.

La densità apparente di materiali a grana fine o coesivi è fortemente dipendente dallo stress di consolidamento mentre materiali scorrevoli o grossolani sono di solito quasi incompressibili. Nei prodotti coesivi le forze coesive sono grandi rispetto alla forza di gravità. In modo particolare, quando un materiale viene versato liberamente in un contenitore si può avere un'alta porosità. Solo quando il materiale viene sottoposto a maggiore sollecitazione, la porosità può essere ridotta e, quindi, la densità apparente può essere aumentata.

### 3.2.3 Modello per il calcolo del diametro del cratere

Oltre ad essere stato misurato sperimentalmente e analizzato con il software ImageJ per ricavarne il valore, il diametro del cratere è stato anche calcolato impiegando un modello trovato in letteratura.

Con questo modello si possono misurare i valori del diametro di crateri che vengono formati a seguito dell'impatto di proiettili sferici. Ambroso et al. (2005) hanno migliorato questo modello per riuscire a determinare il diametro ottenuto da una penetrazione di proiettili sferici di diverse densità  $\rho_b$  e diversi diametri  $D_b$  in materiali granulari aventi anch'essi diverse densità  $\rho_g$  e diversi angoli di attrito interno. Questo modello permette di calcolare il diametro del cratere attraverso la seguente relazione:

$$d = 0.14 \frac{1}{\mu} \left( \frac{\rho_b}{\rho_g} \right)^{1/2} D_b^{2/3} H^{1/3} \quad (3.4)$$

Dove

$\mu$  = coefficiente di attrito interno

H = altezza totale di caduta

Questo modello lega il diametro del cratere a parametri quali le densità e i coefficienti di attrito interno dei materiali, il diametro dei proiettili utilizzati e l'altezza totale di caduta che comprende l'altezza alla quale il proiettile viene lasciato cadere.

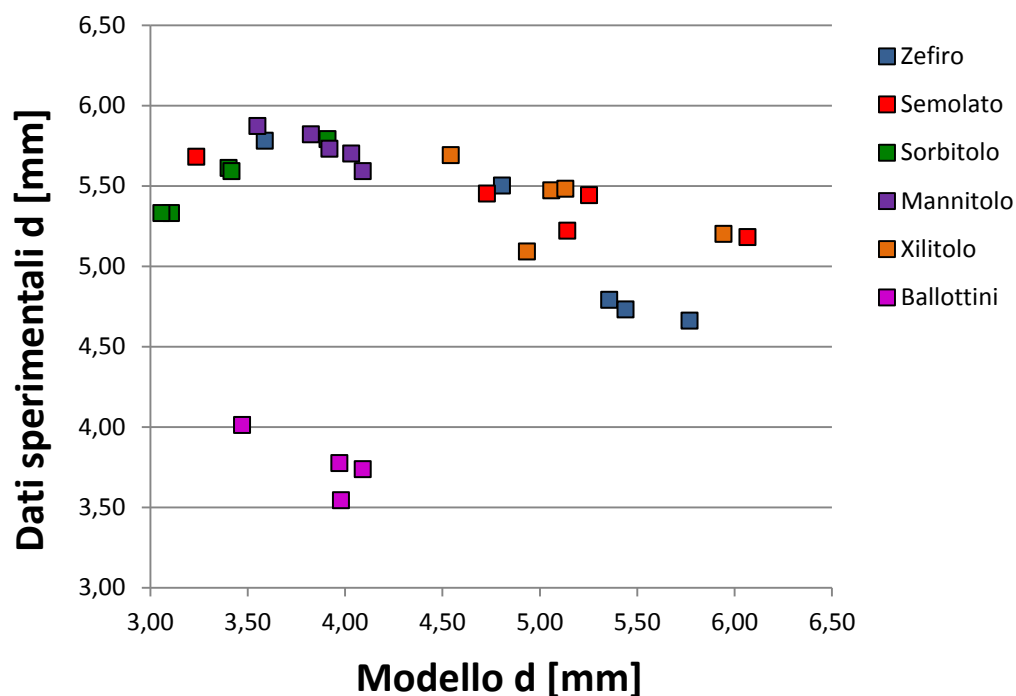
In Tabella 3.8 sono riportati i valori dei diametri ricavati con il modello per i diversi materiali granulari.

**Tabella 3.8:** Valori dei diametri ottenuti con il modello soprastante

w/w (%)	Zefiro [mm]	Semolato [mm]	Sorbitolo [mm]	Mannitolo [mm]	Xilitolo [mm]	Ballottini [mm]
0	3,59	3,24	3,91	3,55	4,54	3,31
0,25	4,81	4,73	3,40	3,82	5,06	3,47
0,50	5,36	5,25	3,42	3,92	5,13	3,97
0,75	5,44	5,14	3,11	4,03	5,94	4,09
1	5,77	6,07	3,06	4,09	4,93	3,98

Fin da subito si può notare come il modello non risulti essere propriamente corretto per questi materiali granulari. I valori che si ottengono aumentano progressivamente mentre i dati sperimentali confermano un andamento opposto, ovvero una diminuzione del diametro all'aumentare della quantità di acqua aggiunta.

La Figura 3.13 evidenzia meglio la correlazione esistente tra dati sperimentali e modello impiegato. In ascissa si riportano i valori dei diametri ottenuti con il modello esaminato mentre in ordinato si inseriscono i valori sperimentali.



**Figura 3.13:** Confronto dei diametri dei crateri ottenuti con il modello e con le prove sperimentali.

Come si può notare il modello utilizzato per ricavare i diversi diametri non risulta essere molto accurato e appropriato per questi materiali granulari. Tuttavia, ad eccezione dei pallottini di vetro, una qualche relazione tra dati sperimentali e dati ottenuti con il modello sembrerebbe esistere.

Il modello preso in esame presenta al suo interno come unica grandezza meccanica il coefficiente di attrito interno che dipende dal valore dell'angolo di attrito interno. L'angolo di attrito interno dei materiali granulari può essere influenzato da diversi fattori, come umidità, forma, composizione, rugosità, velocità di taglio. Con l'incremento della grado di compattazione, l'angolo di attrito interno tende a diminuire. Anche con l'incremento del contenuto di umidità nei materiali granulari, la coesione causata per capillarità e la resistenza allo shear tendono ad aumentare rapidamente. Tuttavia, quando i materiali granulari raggiungono un grado di saturazione l'effetto della coesione dovuta alla capillarità tende a scomparire e l'angolo di attrito interno diminuisce rapidamente (Wu, A., 2008).

Nonostante l'angolo di attrito intero sia un parametro meccanico molto importante, non tiene conto delle forze e della resistenza che il materiale granulare possiede al momento dell'impatto causato dalla caduta della sfera. Quando la sfera impatta sul letto di materiale granulare, le particelle solide che formano il letto devono in qualche modo spostarsi lasciando lo spazio per la sfera che penetra nel letto. Il meccanismo con cui le particelle si spostano può essere fondamentalmente di due tipi.

Le particelle possono spostarsi in due direzioni verticale, ossia parallelamente al moto di caduta della sfera, oppure possono muoversi in direzione orizzontale, cioè perpendicolarmente al moto di caduta della sfera. È chiaro che le forze che agiscono sul materiale cambiano di intensità a seguito dell'impatto della sfera. Ad esempio, le particelle che si spostano in direzione orizzontale devono separarsi tra di loro e per farlo si allontanano. In questo modo le forze di van der Waals che agiscono sulle particelle a seguito dell'impatto risultano avere un'intensità inferiore rispetto al caso iniziale. Infatti, l'intensità delle forze di van der Waals diminuisce all'aumentare della distanza di separazione tra le particelle.

Un materiale granulare umido è caratterizzato dal possedere forze dovute alla capillarità, oltre che forze di van der Waals. È evidente che all'aumentare della quantità di acqua aggiunta, la forza legata ai ponti liquidi presenta un'intensità maggiore. Per questo motivo, i materiali granulari umidi offrono una resistenza maggiore all'impatto causato dalla sfera che tende così a formare un cratere caratterizzato da un diametro minore.

Pertanto, il modello esposto in precedenza non trova una correlazione con i dati sperimentali per la mancanza di un termine che tenga conto delle forze che agiscono tra

le particelle solide. È da ricercare un modello che includa dei parametri legati alla forza di cedimento del materiale, come può essere lo sforzo di cedimento non confinato.

### 3.2.4 Modello per il calcolo della profondità del cratere

Anche la profondità del cratere è un parametro che è stato analizzato all'interno di questo lavoro di Tesi. Infatti, la profondità e il diametro sono le due grandezze principali che caratterizzano un cratere formato a seguito di un impatto.

La profondità del cratere può essere calcolata impiegando la formula per ricavare l'altezza di una calotta sferica. Pertanto:

$$h = \frac{1}{2} \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right) \quad (3.5)$$

È importante osservare che questa relazione può essere utilizzata solamente quando la sfera non penetra per più della sua metà nel letto di materiale granulare. Per questo motivo, l'analisi della profondità del cratere è stata effettuata solamente per un'altezza di caduta di 1 mm. In questo caso, i valori dei diametri dei crateri trovati sperimentalmente possono essere utilizzati nella relazione (3.5).

I valori sperimentali ottenuti per la profondità del cratere sono riportati in Tabella 3.9.

**Tabella 3.9:** Valori sperimentali ottenuti per la profondità del cratere

w/w (%)	Zefiro	Semolato	Sorbitolo	Mannitolo	Xilitolo	Ballottini
0	2,195	2,033	2,213	2,379	2,048	2,543
0,25	1,801	1,745	1,936	2,271	1,767	0,768
0,50	1,148	1,734	1,910	2,110	1,778	0,668
0,75	1,154	1,521	1,622	2,063	1,503	0,654
1	1,187	1,486	1,622	1,910	1,412	0,579

È evidente che all'aumentare della quantità di acqua aggiunta, ovvero al diminuire del diametro del cratere, anche la profondità che si ottiene per il cratere progressivamente diminuisce. Questo è sempre legato al fatto che il materiale umido presenta una maggiore resistenza alla penetrazione. Quindi nell'impatto la sfera di acciaio forma un cratere caratterizzato da un diametro e da una profondità minori.

Il modello impiegato per stimare la profondità di un cratere causato da un impatto di un proiettile si basa sull'equazione di Poncelet (Guzman, I. L., 2014). La dipendenza della forza dalla velocità è generalmente espressa come un polinomio:

$$F = m \frac{dv}{dt} = AC\rho v^2 + Bv + AR \quad (3.6)$$

In questo caso:

$F$  = forza sul proiettile,

$m$  = massa del proiettile,

$v$  = velocità del proiettile,

$\rho$  = densità del materiale granulare che viene penetrato,

$A$  = area proiettata del proiettile.

Il termine legato al quadrato della velocità viene solitamente impiegato per rappresentare l'inerzia. Questo termine dipende dalla velocità al quadrato a causa di un argomento che risale a Newton secondo cui al fine di avanzare in un mezzo ad una velocità  $v$ , il penetratore deve spostare il materiale da una parte con una velocità proporzionale a  $v$ . Il coefficiente  $C$  svolge un ruolo simile al coefficiente di resistenza aerodinamica,  $C_D$ , ed esprime il ruolo della forma. Si noti però che in aerodinamica convenzionale, il termine velocità al quadrato per densità viene moltiplicato per metà del coefficiente di resistenza, il che significa  $C_p = C_D / 2$ , dove  $C = C_p$  è il coefficiente di resistenza utilizzato nell'equazione (3.6). Il termine  $R$  generalmente viene considerato essere un termine legato a una forza, solitamente proporzionale alla forza di cedimento del materiale. Gli argomenti dimensionali implicano che il termine centrale è causa di effetti viscosi. In generale la forza viene calcolata come l'aggiunta di tutti questi tre termini. Tuttavia, c'è una lunga tradizione per cui i dati sperimentali vengono fittati nel miglior modo considerando esclusivamente i termini legati all'inerzia e alla forza. Inoltre, esiste proprio un'interpretazione fisica dell'equazione di Poncelet con solo questi due termini.

L'equazione (3.3) scritta senza il termine viscoso ( $B = 0$ ) è nota proprio come equazione di Poncelet. Quando l'equazione Poncelet viene risolta per la penetrazione finale  $h$ , e supponendo proiettili sferici di diametro  $D$ , il risultato è:

$$h = \frac{1}{3} \frac{\rho_b D}{\rho_g C_p} \ln \left( \frac{\rho_g C_p v_0^2}{R} + 1 \right) \quad (3.7)$$

In particolare:

$\rho_b$  = densità della sfera,

$\rho_g$  = densità di bulk del materiale granulare,

$D$  = diametro della sfera,

$v_0$  = velocità terminale di caduta nel punto di impatto.

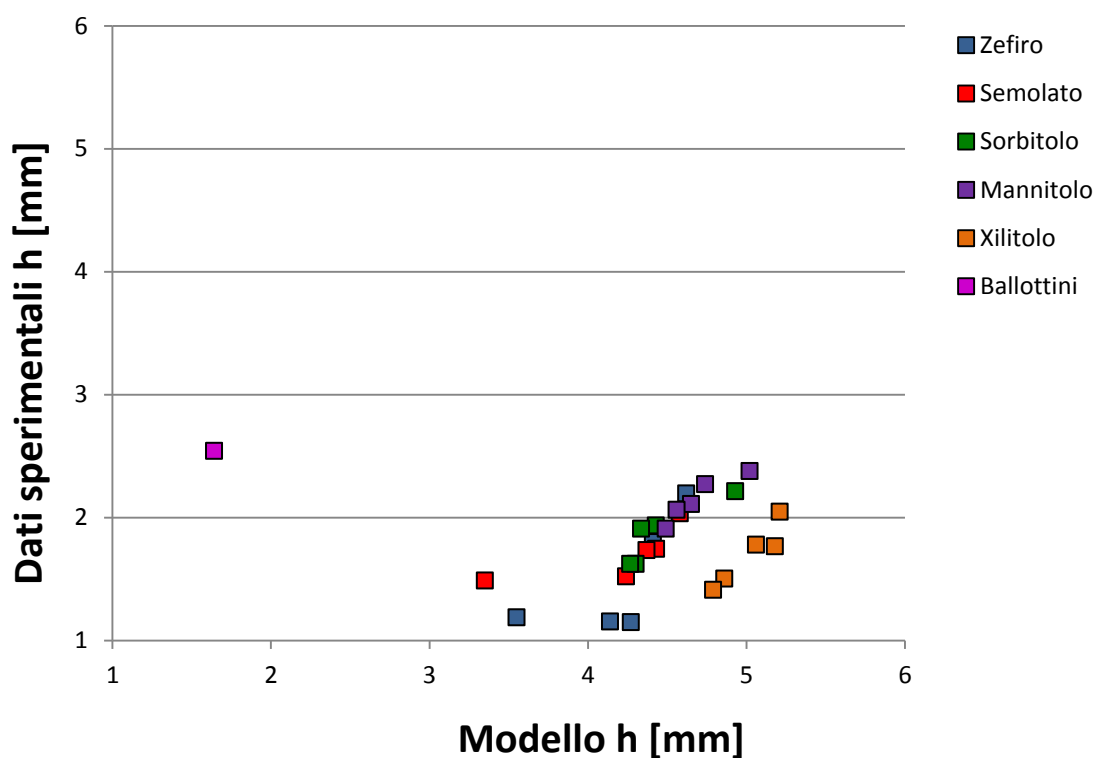
Per quanto riguarda il termine  $R$ , essendo legato alla forza di cedimento del materiale, il relativo valore è stato ottenuto dal valore dello sforzo di cedimento del materiale moltiplicato per l'area proiettata della sfera.

In Tabella 3.10 sono riportati i valori della profondità dei crateri ottenuti sfruttando l'equazione di Poncelet.

**Tabella 3.10:** Valori ottenuti con l'equazione di Poncelet per la profondità del cratere, nel caso in cui si consideri  $R$  proporzionale allo sforzo di cedimento non confinato

w/w (%)	Zefiro [mm]	Semolato [mm]	Sorbitolo [mm]	Mannitolo [mm]	Xilitolo [mm]	Ballottini [mm]
0	4,620	4,580	4,929	5,020	5,210	1,640
0,25	4,410	4,430	4,429	4,740	5,180	1,570
0,50	4,270	4,370	4,335	4,650	5,060	1,570
0,75	4,140	4,240	4,301	4,560	4,860	1,470
1	3,550	3,350	4,267	4,490	4,790	1,440

Anche i valori ottenuti con l'equazione di Poncelet rispecchiano l'andamento di quelli sperimentali. In particolare, l'aggiunta di acqua corrisponde ad una diminuzione della profondità del cratere. Tuttavia, i valori che si ottengono dal modello risultano essere mediamente più alti di quelli sperimentali. La Figura 3.14 confronta i risultati ottenuti sperimentalmente e quelli ricavati attraverso l'equazione di Poncelet.



**Figura 3.14:** Confronto delle profondità dei crateri ottenute con le prove sperimentali e il modello nel quale si considera  $R$  proporzionale allo sforzo di cedimento non confinato.

Come si può notare dalla Figura 3.14 esiste una certa correlazione tra dati sperimentali e modello, eccetto per i ballottini di vetro che sono isolati dagli altri valori. Nel complesso il modello adottato per calcolare la profondità del cratere risulta essere buono, anche se tende a sovrastimare i valori di profondità.



Diversamente dal modello impiegato per calcolare il diametro del cratere, l'equazione di Poncelet include al suo interno un termine legato alle forze che agiscono sul materiale. Questo è di fondamentale importanza perché permette al modello di conoscere quali sono i meccanismi che agiscono tra le particelle. Infatti, questo modello permette di legare la profondità del cratere, che è una grandezza fisica altrettanto importante, alla forza che esercita il materiale granulare quando viene penetrato da un proiettile.

È chiaro quindi che maggiore è il numero di parametri che sono legati alle forze che agiscono tra le particelle, migliore risulta essere l'accuratezza del modello impiegato.

Un altro parametro che può essere considerato, oltre allo sforzo di cedimento del materiale, è la pressione  $P_f$  necessaria a deformare il materiale. In questo modo, il termine  $R$  risulterebbe essere il prodotto di questa pressione e dell'area proiettata del proiettile. In accordo con i lavori di Ghadiri, la pressione necessaria a deformare il materiale può essere approssimata come il triplo del valore dello sforzo di cedimento non confinato. Quindi, si ha:

$$P_f = 3f_c \quad (3.8)$$

Utilizzando i valori dello sforzo di cedimento non confinato ottenuti dai test con la cella di shear, è possibile calcolare il valore di questa pressione. I risultati ottenuti sono mostrati in Tabella 3.11.

**Tabella 3.11:** Valori di pressione necessari a deformare i diversi materiali granulari

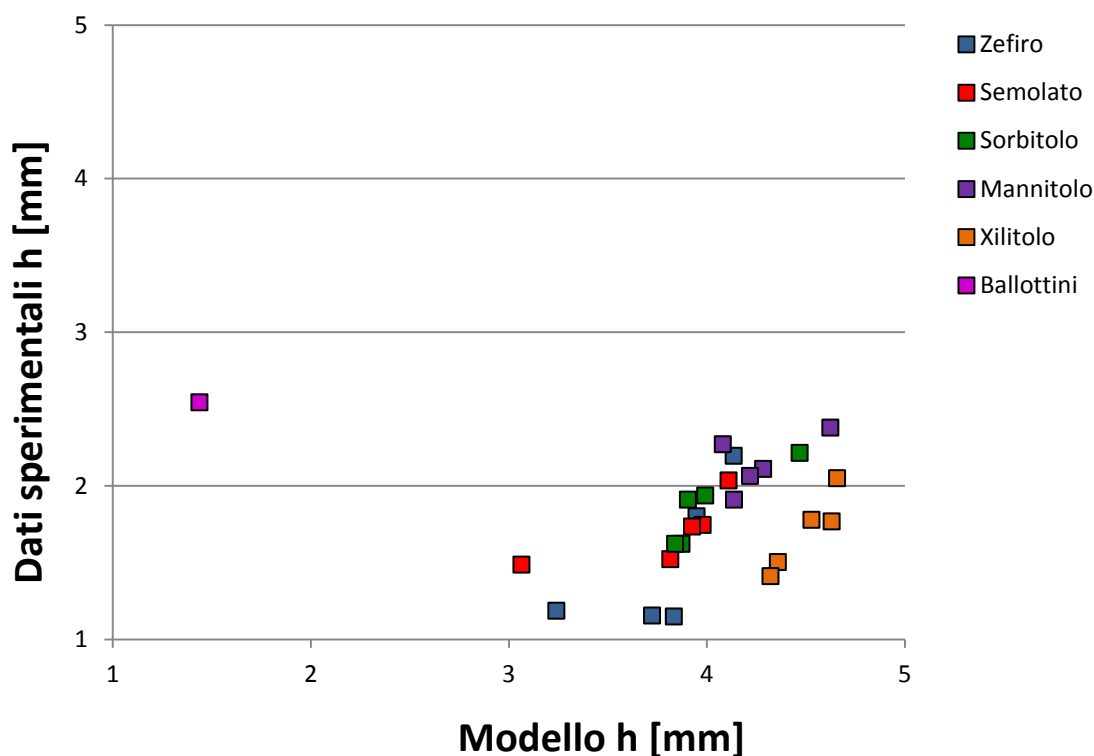
w/w (%)	Zefiro [Pa]	Semolato [Pa]	Sorbitolo [Pa]	Mannitolo [Pa]	Xilitolo [Pa]	Ballottini [Pa]
0	420	357	570	72	1035	111
0,25	1539	1359	1155	495	1686	1422
0,50	1722	1647	1257	615	1857	1488
0,75	1968	1719	1311	645	1923	1764
1	2079	1641	1392	750	1989	1758

Con questi valori si possono calcolare le profondità dei diversi crateri attraverso l'impiego di un parametro  $R$  alternativo. I valori ricavati in questo modo sono riportati in Tabella 3.12.

**Tabella 3.12:** Valori ottenuti con l'equazione di Poncelet per la profondità del cratere, nel caso in cui si consideri  $R$  proporzionale alla pressione necessaria a deformare il materiale

w/w (%)	Zefiro [mm]	Semolato [mm]	Sorbitolo [mm]	Mannitolo [mm]	Xilitolo [mm]	Ballottini [mm]
0	4,137	4,110	4,470	4,624	4,658	1,438
0,25	3,949	3,980	3,992	4,081	4,631	1,427
0,50	3,834	3,926	3,905	4,285	4,529	1,423
0,75	3,724	3,817	3,873	4,218	4,359	1,341
1	3,240	3,065	3,840	4,138	4,322	1,335

Come si può notare dalla Tabella 3.12, anche in questo caso i valori della profondità del cratere diminuiscono all'aumentare della quantità di acqua aggiunta e quindi rispecchiano l'andamento dei dati sperimentali. Tuttavia, è anche importante sottolineare come i valori ottenuti considerando  $R$  dipendente dalla pressione siano più piccoli rispetto al caso in cui  $R$  è funzione dello sforzo di cedimento non confinato. Sembrerebbe quindi che la pressione riesca a rappresentare il modello in modo migliore rispetto al caso precedente. Il confronto tra questo modello e i dati sperimentali è riportato in Figura 3.15.



**Figura 3.15:** Confronto delle profondità dei crateri ottenute con le prove sperimentali e il modello nel quale si considera  $R$  proporzionale alla pressione necessaria a deformare il materiale.

Anche in questo caso il modello riesce a rappresentare i dati sperimentali in maniera abbastanza accurata. I valori che si ottengono per le profondità del cratere con il modello risultano essere ancora sovrastimati rispetto ai dati sperimentali. Tuttavia, questa sovrastima risulta essere minore rispetto al caso in cui il parametro  $R$  dipende dallo sforzo di cedimento del materiale. La pressione necessaria a deformare il materiale sembra essere un parametro più preciso rispetto allo sforzo di cedimento non confinato. Le Figure 3.14 e 3.15 permettono quindi di confermare come la presenza di un parametro meccanico sia di fondamentale importanza per il modello. Un modello che si propone di rappresentare dati sperimentali relativi all'impatto di un proiettile in caduta libera su un letto di materiale granulare deve contenere parametri che descrivano la forza di deformazione del materiale, siano essi legati allo sforzo di cedimento non confinato o alla pressione necessaria a deformare il materiale.

### 3.2.5 Forza di legame

Anche la profondità del cratere è una grandezza fisica perché è legata alla forza esercitata dal mezzo sulla massa lasciata cadere. In particolare, se una massa  $m$  viene lasciata cadere a riposo da una certa altezza e forma un cratere di profondità  $h$ , allora la forza media di arresto  $F$  soddisfa la relazione (Uehara, J., S., 2003):

$$\bar{F} = \frac{mgH}{h} \quad (3.9)$$

Per definizione, uno sforzo è calcolabile come:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (3.10)$$

Sostituendo in questa relazione le equazioni (3.5) e (3.9) e considerando l'area del cratere si ricava:

$$\sigma = \frac{8mgH}{\pi d^2 (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (3.11)$$

Rumpf (1962) ha derivato una relazione generale per ricavare lo sforzo di una granulo che risulta essere funzione della porosità, della dimensione della particella e delle forze di legame tra le particelle stesse. Invertendo questa relazione è possibile ottenerne una per calcolare il valore delle forze di legame. Infatti, si ha:

$$F_{bond} = \frac{8}{9} \frac{\varepsilon}{1 - \varepsilon} d_{3,2}^2 \sigma \quad (3.12)$$

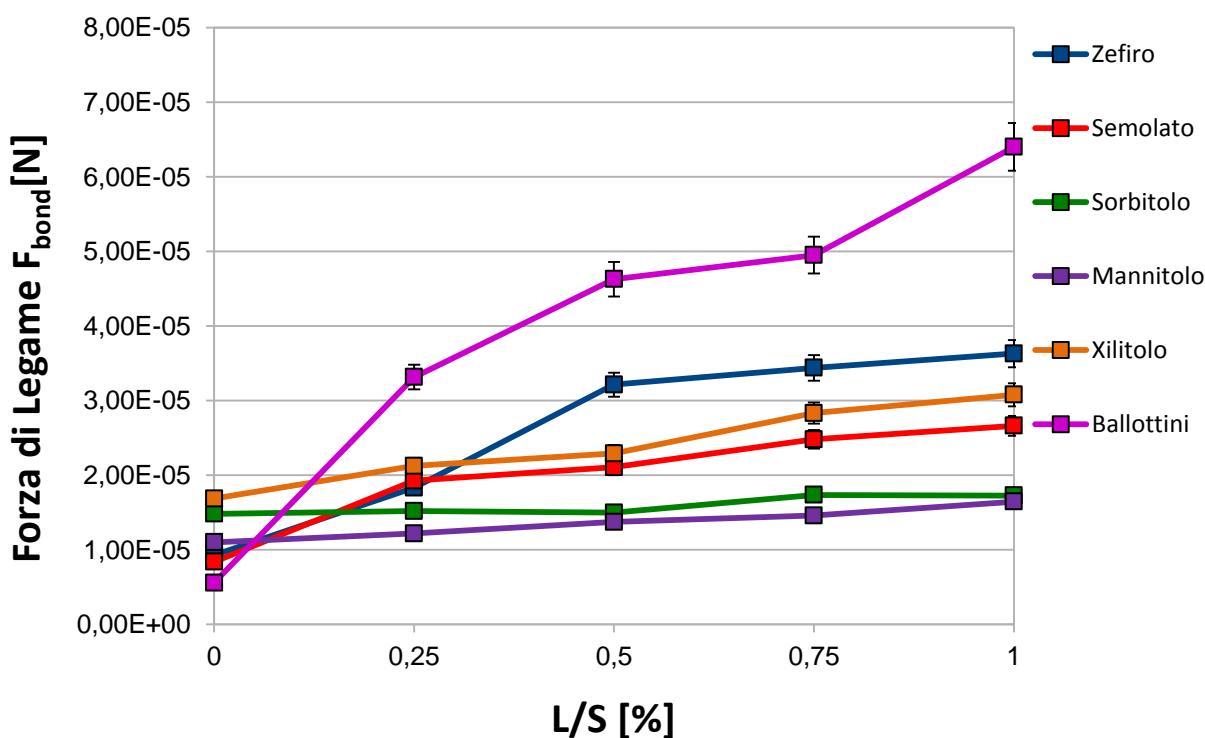
Inserendo in questa espressione la relazione (3.11) è possibile ricavare il valore delle forze di legame che agiscono tra le particelle:

$$F_{bond} = \frac{8}{9} \frac{\varepsilon}{1 - \varepsilon} d_{3,2}^2 \frac{8mgH}{\pi d^2 (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (3.13)$$

I risultati ottenuti attraverso tale relazione sono riportati nella Tabella 3.13 e nella Figura 3.16 seguenti.

**Tabella 3.13:** Valori della forza di legame di zuccheri e ballottini di vetro ottenuti da un'altezza di caduta di 1 mm

w/w (%)	Zefiro [N]	Semolato [N]	Sorbitolo [N]	Mannitolo [N]	Xilitolo [N]	Ballottini [N]
0	9,26E-06	8,38E-06	1,48E-05	1,10E-05	1,69E-05	5,55E-06
0,25	1,83E-05	1,93E-05	1,52E-05	1,22E-05	2,12E-05	3,31E-05
0,5	3,21E-05	2,11E-05	1,50E-05	1,37E-05	2,29E-05	4,63E-05
0,75	3,44E-05	2,48E-05	1,73E-05	1,46E-05	2,83E-05	4,95E-05
1	3,63E-05	2,66E-05	1,73E-05	1,64E-05	3,08E-05	6,40E-05



**Figura 3.16:** Andamento della forza di legame ottenuta da un'altezza di caduta di 1 mm per zuccheri e ballottini di vetro in funzione del rapporto ponderale liquido/solido.

Come si può osservare, la forza di legame aumenta al crescere del rapporto ponderale liquido/solido fino al raggiungimento di un plateau più o meno marcato. Questo è in accordo con il fatto che all'aumentare della quantità di acqua aggiunta i ponti liquidi

che si formano sono in numero maggiore. Di conseguenza la forza che si stabilisce tra le diverse particelle solide presenterà un'intensità maggiore.

Da notare anche che i valori che si ottengono per i ballottini di vetro in condizioni umide risultano essere superiori ai valori degli zuccheri. Una spiegazione è dovuta a come l'acqua aggiunta si distribuisce tra le particelle di materiale granulare. Nel caso dei ballottini di vetro, l'acqua tende a concentrarsi nei punti di contatto tra le particelle solide. Pertanto, i ponti liquidi che si formano in questo caso sono individuabili prevalentemente nei punti di contatto e risultano essere più resistenti. Diversamente, per gli zuccheri l'acqua tende a disporsi circondando la superficie del materiale. In questo caso i ponti che si formano risultano essere più piccoli e più deboli. Pertanto, questo spiegherebbe perché la forza di legame dei ballottini di vetro in condizioni umide è maggiore di quella dei diversi zuccheri.



# Conclusioni

Il lavoro di questa Tesi è stato rivolto all'analisi di alcune grandezze, coesione e sforzo di cedimento non confinato da una parte, diametro e profondità del cratere dall'altra, prestando particolare attenzione all'effetto dell'acqua aggiunta attraverso i rapporti ponderali liquido/solido.

L'indagine è stata condotta attraverso dei campioni di materiale granulare appositamente preparati e a cui sono state aggiunte quantità d'acqua ben precise.

Mediante la cella di shear i diversi campioni sono stati testati in modo da ottenere informazioni relative alla coesione, alla resistenza a trazione e allo sforzo di cedimento non confinato.

I risultati ottenuti confermano che all'aumentare dei rapporti ponderali liquido/solido, ovvero all'aumentare della quantità di acqua aggiunta, le diverse grandezze presentano un iniziale aumento del loro valore rispetto al caso a secco per poi raggiungere un plateau più o meno marcato.

Campioni simili sono poi stati impiegati nel processo che ha permesso di determinare il diametro e la profondità dei crateri ottenuti facendo cadere una sfera di acciaio da un'altezza fissata.

I risultati mostrano che all'aumentare dei rapporti ponderali il diametro e la profondità dei diversi crateri inizialmente diminuisce rispetto al caso asciutto fino al raggiungimento di un plateau finale.

Inoltre i valori sperimentali relativi al diametro e alla profondità dei crateri sono stati confrontati con un modello di letteratura relativo all'impatto di proiettili su letti granulari secchi.

Per quanto riguarda il diametro del cratere, il modello trovato non rappresenta nel migliore dei modi i dati sperimentali. Si può intravedere l'esistenza di una certa correlazione tra dati sperimentali e modello, anche se il modello non è accurato. La mancanza di accuratezza deriva dal fatto che nel modello non sono presenti parametri che includono il ruolo delle forze tra le particelle. In particolare non viene contemplata l'esistenza di forze di legame tra le particelle come quelle coesive dovute alla presenza di ponti liquidi.

Invece, nel caso della profondità del cratere, il modello utilizzato mostra l'esistenza di una correlazione con i dati sperimentali, anche se il modello tende a sovrastimare i valori di profondità. La migliore correlazione rispetto al modello usato per il diametro

deriva dalla presenza di un parametro che è legato allo sforzo di cedimento del materiale. Questo parametro riesce a tenere conto delle forze che agiscono tra le particelle e permette al modello di stimare in modo più preciso i valori di profondità.

I risultati ottenuti mostrano anche l'esistenza di una correlazione tra tutte le prove sperimentali effettuate. Materiali granulari, come ballottini di vetro o zefiro, che hanno un valore di coesione e sforzo di cedimento non confinato più alti rispetto ad altri, come possono essere mannitolo e sorbitolo, sono caratterizzati da un diametro e da una profondità del cratere minore. I ponti liquidi che si formano a seguito dell'aggiunta di acqua permettono al materiale di diventare più coesivo e di avere uno sforzo di cedimento non confinato maggiore. Questo si riflette in una maggiore resistenza da parte del materiale quando viene penetrato da una sfera di acciaio.



# Appendice

## Codici di calcolo

```
format long
clear all

rng default % for reproducibility
sigmadata = [0.131 0.204 0.299 0.395];
taudata = [0.293 0.331 0.387 0.415];

fun = @(x)sseval(x,sigmadata,taudata);
x0 = [0 1.5 0];
bestx = fminsearch(fun,x0)
T = bestx(1);
n = bestx(2);
C = bestx(3);
sigmafit = [-T:0.0001:1];
taufit = C*((sigmafit + T)/T).^1/n);

function sse = sseval(x,sigmadata,taudata)
T = x(1);
n = x(2);
C = x(3);
sse = sum((taudata - C*((sigmadata + T)/T).^1/n).^2);
```

Per ogni materiale granulare bisogna inserire i relativi valori di taudata e sigmadata.



# Riferimenti bibliografici

1. Althaus, T., O., Windhab, E., Scheuble, N. (2012). Effect of pendular liquid bridges on the flow behavior of wet powders. *Powder Technology*, **217**, 599-606.
2. Ambroso, M. A., Santore, C. R., Abate, A. R., Durian, D. J. (2005). Penetration depth for shallow impact cratering. *Physical Review*, **71**, 0531305.
3. Barnocky, G., Davis, R. H. (1988) Elastohydrodynamic collision and rebound of spheres: Experimental verification. *Phys. Fluids*, **31**, 1324–1329.
4. Brookfield Powder Flow Tester: Operating Instruction.
5. Colombo, P., Alhaique, F., Caramella, C., Conti, B., Gazzaniga, A., Vidale, E. (2015). Granulati, in *Principi di tecnologia farmaceutica*. Casa Editrice Ambrosiana Ed., 2<sup>a</sup>ed., 278-286, Milano.
6. de Vet, S. J., de Bruyn, J. R. (2007). Shape of impact craters in granular media. *Physical Review*, **76**, 041306.
7. Guzman, I. L., Iskander, M., Bless, S., Qi, C. (2014). Terminal depth of penetration of spherical projectiles in transparent granular media. *Granular Matter*, **16**, 829-842.
8. Hassanpour, A., Ghadiri, M. (2007). Characterisation of Flowability of Loosely Compacted Cohesive Powders by Indentation. *Part. Syst. Charact.*, **24**, 117-123
9. Iskander, M., Bless, S., Omidvar, M. (2015). *Rapid Penetration into Granular Media*. Elsevier.
10. Lee, S., Henthorn, K. H. (2012). *Particle Technology and applications*. CRC Press, Taylor & Francis Group.
11. Mauer, L. J., Taylor, L. S. (2010). Water-Solids Interactions: Deliquescence. *Annu. Rev. Food Sci. Technol.*, **1**, 41-63.
12. Molerus, O. (1978). Effect of interparticle cohesive forces on the flow behavior of powder. *Powder Technology*, **20**, 161-175.
13. Molerus, O. (1993). *Principles of Flow in Disperse Systems*. Chapman & Hall, London.
14. Mu, F., Su, X. (2007). Analysis of liquid bridge between spherical particles. *China Particuology*, **5**, 420-424.
15. Peleg, M., Normand, M., D., Corradini, M., G. (2010). Interactive software for calculating the principal stresses of compacted cohesive powders with Warren-Spring equation. *Powder Technology*, **197**, 268-273.
16. Prof. Santomaso, A. C. (2015). *Appunti delle lezioni*.

17. Rhodes, M. (2008). *Introduction to Particle Technology*. Wiley, 2<sup>nd</sup> ed.
18. Rietema, K. (1991). *The dynamics of fine powder*. Elsevier Applied Science, London and New York.
19. Rowe, R. C., Sheskey, P. J., Owen, S. C. (2006). *Handbook of Pharmaceutical Excipients*. Royal Pharmaceutical Society of Great Britain Ed., 5<sup>th</sup> ed., London.
20. Seville, J. P. K., Tuzun, U., Clift, R. (1997). *Processing of Particulate Solids*. Blackie Academic and Professional, 330-348.
21. Seville, J. P. K. (2007). *Fluidization of Cohesive Particles*. *Handbook of Powder Technology*, vol. 11, Elsevier.
22. Seville J. P. K., Wu, C. Y. (2016). *Particle Technology and Engineering. An Engineer's Guide to Particles and Powders: Fundamentals and Computational Approaches*. Elsevier (Butterworth-Heinemann).
23. Simons, S. J. R. (2007). *Liquid Bridges in Granules*. *Handbook of Powder Technology*, vol. 11, Elsevier.
24. Schulze, D. (2008). *Powders and Bulk Solids. Behavior, Characterization, Storage and Flow*. Springer.
25. van den Dries, K., Vromans, H. (2002). Relationship between inhomogeneity phenomena and granule growth mechanisms in a high-shear mixer. *International Journal of Pharmaceutics*, **247**, 167-177.
26. Wang, C., Hassanpour, A., Ghadiri, M. (2008). Characterisation of cohesive powders by testing small quantities of weak compacts. *Particuology*, **6**, 282-285.
27. Willet, C. D. et al. (2007). *Pendular Capillary Bridges*. *Handbook of Powder Technology*, vol. 11, Elsevier.
28. Wu, A., Sun, Y. (2008). *Granular Dynamic Theory and its Applications*. Springer.