

Veden kulkeutumisen ja muodonmuutosten  
mittaaminen bentoniittinäytteissä  
röntgentomografiamenetelmällä

Tero Harjupatana



JYVÄSKYLÄN YLIOPISTO

Pro gradu -tutkielma  
Jyväskylän yliopisto  
Fysiikan laitos  
Joulukuu 2012

## **Kiitokset**

Haluan kiittää tutkielman ohjaajaa ja tarkastajaa, professori Markku Katajaa mahdollisuudesta työskennellä kiinnostavan aiheen parissa. Kiitokset myös tutkielman toiselle tarkastajalle, dosentti Timo Saja-vaaralle. Lisäksi haluan erityisesti kiittää FM Jarno Alaraudanjoeka moniin mittauksiin liittyneiden käytännön asioiden hoitamisista. Kiitokset myös kaikille kanssani työskenneille sekä läheisille ihmisilleni.

Jyväskylässä 12.12.2012

Tero Harjupatana

## Tiivistelmä

Tämän tutkielman tärkeimpänä tavoitteena oli kehittää menetelmä veden kulkeutumisen ja muodonmuutosten mittaamiseksi bentoniitinäytteissä röntgentomografialla. Menetelmällä voitaisiin mitata ja kerätä arvokasta kokeellista dataa ydinjätteen loppusijoituksessa käytettävän bentoniittipuskurin toimintaa kuvaavien mallien kehittämiseksi ja testaamiseksi.

Röntgentomografialla näytteestä saadaan kolmiulotteinen tomografiakuva, missä kuvavokselin harmaasävyarvo riippuu materiaaleista, ja niiden tiheyksistä. Bentoniitinäytteen kastuessa veden osatiheyden kasvu kasvattaa harmaasävyarvoja, jolloin kastuneen ja kuivan näytteen välinen erotuskuva voidaan kalibroida vastaamaan kolmiulotteista kosteuspitoisuusjakaumaa, mikäli näytteen kokonaisvesimäärä tiedetään. Bentoniitissa tapahtuu yleensä muodonmuutoksia kastumisen aikana, jolloin nämä täytyy mitata ja huomioida kosteuspitoisuuden määrittämisessä. Bentoniitinäytteitä (12 kpl, halk. 17 mm, kork. 10 mm, kuivatiheydet 1,2 ja 1,5 g/cm<sup>3</sup>) kasteltiin vakio-tilavuudessa näytteen alapinnan kautta (halk. 6 mm sintteri) keinotekoisella pohjavedellä muutamilla eri kastelupaineilla (0...8 bar). Kukin näyte kuvattiin röntgenmikrotomografialla noin 10 kertaa sopivin välein, pääosin kahden viikon aikana. Näytteenpidikkeitä myös punnittiin, jolloin näytteeseen imeytyneen veden kokonaismassa tiedettiin. Bentoniittiin sekoitettiin mikrolasikuulia merkkipartikkeleiksi, jolloin muodonmuutokset voitiin mitata yksinkertaista translaatioalgoritmia käyttäen.

Menetelmän huomattiin olevan herkkä kuvissa oleville häiriöille, joita syntyi todennäköisesti epästabiliin röntgenlähteen vuoksi. Kun stabiloitumiseen käytettävää aikaa kasvatettiin, häiriöt vähenivät huomattavasti. Mitatut muodonmuutokset olivat pieniä ja vaikuttivat silmämääräisesti hyviltä, mutta translaatioalgoritmien riittävästä tarkkuudesta ei saatu varmuutta. Menetelmä vaikuttaa muutoin toimivalta bentoniitinäytteiden kosteuspitoisuuden määrittämiseen, röntgenlähteen stabiloitumista ja menetelmän tarkkuutta olisi kuitenkin syytä tutkia lisää.

## Abstract

The main objective of this thesis was to develop a method of measuring water transport and deformations in bentonite samples with X-ray tomography. With this method, it could be possible to acquire important experimental data for developing and testing the models of the bentonite buffer used in nuclear waste repository.

The X-ray tomography is a non-destructive method for obtaining a three-dimensional tomographic image of the sample where a voxel grayscale value depends on materials and their density. When the water is absorbed in the bentonite, the grayscale values are increasing due to the increasing partial density of water. A difference image between wetted and dry sample can then be calibrated to correspond a three-dimensional water content distribution in the sample if the total amount of the water in the sample is known. Usually there are also deformations present in the bentonite during wetting so these have to be measured and taken into account when the water distribution is calibrated. Bentonite samples (12 pcs., diam. 17 mm, ht. 10 mm, dry densities 1.2 and 1.5 g/cm<sup>3</sup>) were held in a constant volume and wetted through lower surface (diam. 6 mm sinter) with synthetic groundwater and few different wetting pressures (0...8 bar). Every sample was scanned with the X-ray microtomography about 10 times appropriate intervals mainly during two weeks. Sample holders were also weighed so the total mass of the absorbed water could be determined. Hollow glass microspheres were mixed with bentonite as tracer particles for the determination of deformations which were measured with simple translation algorithm.

Method seemed to be very sensitive for artifacts formed in images. Those artifacts probably arised from unstable X-ray source because with longer stabilization time the artifacts decreased significantly. Measured deformations were small and looked quite good but the accuracy of translation algorithm could not be determined. Otherwise, the method seems to work well for measuring water content distribution in bentonite samples. Stability of X-ray source and the overall accuracy of the method should be examined further.

# Sisällysluettelo

<b>1 Johdanto</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Nesteen kulkeutumisesta materiaaleissa</b> .....	<b>3</b>
2.1 Advektio.....	3
2.2 Diffuusio.....	5
<b>3 Muodonmuutoksista</b> .....	<b>9</b>
<b>4 Röntgentomografiamenetelmä</b> .....	<b>11</b>
4.1 Röntgensäteily ja -kuva.....	11
4.2 Röntgentomografia.....	12
4.3 Näytteiden kosteuspitoisuuden määrittäminen.....	13
<b>5 Mittauslaitteisto ja näytteet</b> .....	<b>16</b>
5.1 Bentoniittinäytteet.....	16
5.2 Näytteenpidikkeet.....	18
5.3 Kastelu.....	20
5.4 Mikrotomografia.....	21
<b>6 Kokeet ja mittaustulosten analysointi</b> .....	<b>28</b>
6.1 Mittausten kulku.....	28
6.2 Tomografiakuvien kohdistus.....	29
6.3 Harmaasävykeskiarvot ja harmaasävyarvojen normitus.....	30
6.4 Muodonmuutosten määrittäminen ja kuvien palautus.....	31
6.5 Bentoniitin tiheyden muutokset ja kosteuspitoisuus.....	34
<b>7 Tulokset</b> .....	<b>36</b>
7.1 Veden imeytyminen näytteeseen.....	36
7.2 Harmaasävyarvojen riippuvuus osatiheyksistä.....	39
7.3 Muodonmuutokset.....	40
7.4 Kosteuspitoisuudet.....	42
7.5 Paine näytteiden yläpinnalla.....	46
<b>8 Johtopäätökset</b> .....	<b>47</b>
<b>Lähteet</b> .....	<b>49</b>
<b>Liite A: Harmaasävykeskiarvot</b> .....	<b>51</b>
<b>Liite B: Näytteiden kosteuspitoisuudet ja siirtymät</b> .....	<b>58</b>

## 1 Johdanto

Korkea-aktiivisen ydinjätteen loppusijoitus on monessa maassa ajan-kohtainen lähivuosisikymmeninä. Suomessa varsinaisen loppusijoituksen on määrä alkaa vuonna 2020, ensimmäisten maiden joukossa. Posiva Oy vastaa Olkiluodon ja Loviisan ydinvoimalaitosten loppusijoituksen toteutuksesta ja tutkimuksesta. Suunnitelmien mukaan ydinjäte sijoitetaan Eurajoen Olkiluodon kallioperään, lähes puolen kilometrin syvyyteen. Pitkäaikainen ja turvallinen sijoitus edellyttää, etteivät radioaktiiviset aineet kulkeudu sijoituspaikasta pois ja aiheuta haittaa ihmisille ja luonnolle. Loppusijoitus toteutetaan ns. moniesteperiaateella, missä useamman vapautumisesteen on tarkoitus estää radionuklidien leviäminen ympäristöön. Ydinjäte pakataan tiiviisiin, kuparisiin kapseluihin, jotka asetetaan kallioon porattuihin pystysuuntaisiin reikiin loppusijoitustunnelissa. Kapseli tiivistetään kallioperään bentoniittisavella, jonka tarkoituksena on vaimentaa mahdollisia liikuntoja, tiivistää kapselin ja kallion välinen tila sekä johtaa lämpöä pois. Erityisen tärkeää on estää radionuklidien pääsy pohjaveteen. Bentoniittia pidetään tähän tarkoitukseen sopivana materiaalina, koska sillä on hyvä vedeneristyskyky. Se myös turpoo voimakkaasti veden vaikutuksesta, jolloin sen pitäisi tiivistää mahdollisia vuotokohtia. Vapautumisesteiden tulisi kuitenkin toimia hyvin pitkiä aikoja, mutta tarkoituksenmukaiseen toimintaan pitkällä aikavälillä liittyy epävarmuustekijöitä. Siksi näiden materiaalien tutkiminen on tärkeää, jotta niiden toimintaa voitaisiin mallintaa ja ennustaa. [1], [2]

Tässä tutkielmassa bentoniitin kastumista ja kastumisen aikana tapahtuvia muodonmuutoksia mitataan röntgenmikrotomografialla. Röntgentomografia mahdollistaa näytteen sisäisen tutkimisen niitä hajottamatta. Tavoitteena on saada määritettyä veden pitoisuusjakauma bentoniittinäytteessä eri ajanhetkinä sen kastuessa. Bentoniitin kastuessa näytteen eri osissa saattaa esiintyä turpoamista ja tiivistymistä, jolloin näiden muodonmuutosten mittaaminen on tarpeen, varsinkin jos ne ovat merkittäviä. Röntgentomografiamenetelmällä olisi tarkoitus saada kerättyä arvokasta dataa bentoniitinpuskurin toimintaa kuvaavien mallien kehittämiseen ja testaamiseen. Tämä on röntgentomografiamenetelmän kehittämisen pääasiallinen motivaatio. Lisäksi pyritään selvittämään veden kulkeutumismekanismi ben-

toniitissa ja mittaamaan bentoniittinäytteiden yläpinnassa vallitsevaa painetta kastumisen aikana.

## 2 Nesteen kulkeutumisesta materiaaleissa

Nesteen kulkeutuminen huokoisessa aineessa voi olla hyvin monimutkainen ilmiö. Aineen rakenne voi muuttua nesteen vaikutuksesta. Nesteeseen voi vaikuttaa useita voimia, kuten vaikkapa kastelupaineen aiheuttama voima, gravitaatio ja kapillaarivoima. Neste voi myös kokea faasimuutoksia tai reagoida kemiallisesti. [3] Tässä luvussa nesteen kulkeutumista tarkastellaan kahden hyvin erilaisen mekanismin, advektion ja diffuusion kannalta yksinkertaisissa yksiulotteisissa tilanteissa, jolloin nähdään vähintään kvalitatiivisesti näiden kulkeutumismekanismien ero.

### 2.1 Advektio

Advektiolla tarkoitetaan tässä yhteydessä nesteen tai kaasun kulkeutumista virtaamalla. Advektio on siis ainoastaan mahdollista materiaaleissa, jotka ovat huokoisia, ja joissa huokokset eivät ole täysin suljettuja. Huokoisen aineen huokoisuus määritellään huokosten tilavuuden suhteena kokonaistilavuuteen

$$\phi = \frac{V_h}{V}. \quad (2.1)$$

Jos virtaus huokoisessa materiaalissa on riittävän hidasta, on se laminaarista ja noudattaa Darcyn lakia

$$\vec{q} = -\frac{k}{\eta} \nabla p, \quad (2.2)$$

missä  $\vec{q}$  on nesterintaman nopeus,  $k$  on materiaalin permeabiliteetti<sup>1</sup>,  $\eta$  virtaavan aineen dynaaminen viskositeetti ja  $p$  paine. Virtaus suuntautuu siis voimakkaimmin pienenevän paineen suuntaan. [3]

Tarkastellaan yksiulotteista tilannetta, missä neste kulkeutuu ulkoisen paineen  $p_0$  ajamana huokoisessa aineessa siten, että (terävarajainen) nesterintama pääsee liikkumaan ajan kuluessa (kuva 2.1). Yksiulotteisesta Darcyn laista

$$q_x = -\frac{k}{\eta} \frac{dp}{dx} = -\frac{k}{\eta} \frac{\Delta p}{\Delta x} \quad (2.3)$$

nähdään, että painejakauman on oltava lineaarinen paikan suhteen.

<sup>1</sup> Yleisessä tapauksessa permeabiliteetti on tensorisuure, mutta tässä materiaali oletetaan isotrooppiseksi ja permeabiliteetti on siksi skalaari. [3]



Kun yhtälön 2.3 oletetaan olevan voimassa kaikilla ajan hetkillä, saadaan nesterintaman sijainnille  $x$  differentiaaliyhtälö

$$\frac{dx}{dt} = \frac{k p_0}{\eta x}. \quad (2.4)$$

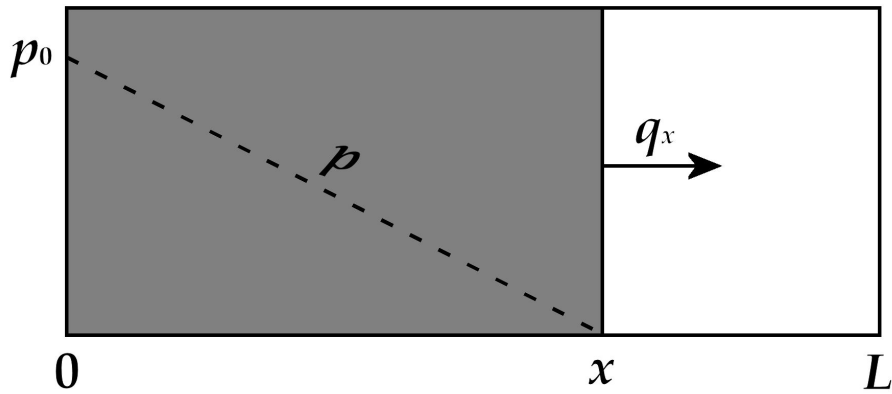
Kulkeutumiseen vaikuttavat muut ilmiöt (gravitaatio, kapillaari-ilmiö, jne.) jätetään huomiotta. Tällöin yhtälöstä 2.4 saadaan ratkaisuksi nesterintaman sijainnille

$$x = \sqrt{\frac{2k p_0 t}{\eta}}, \quad (2.5)$$

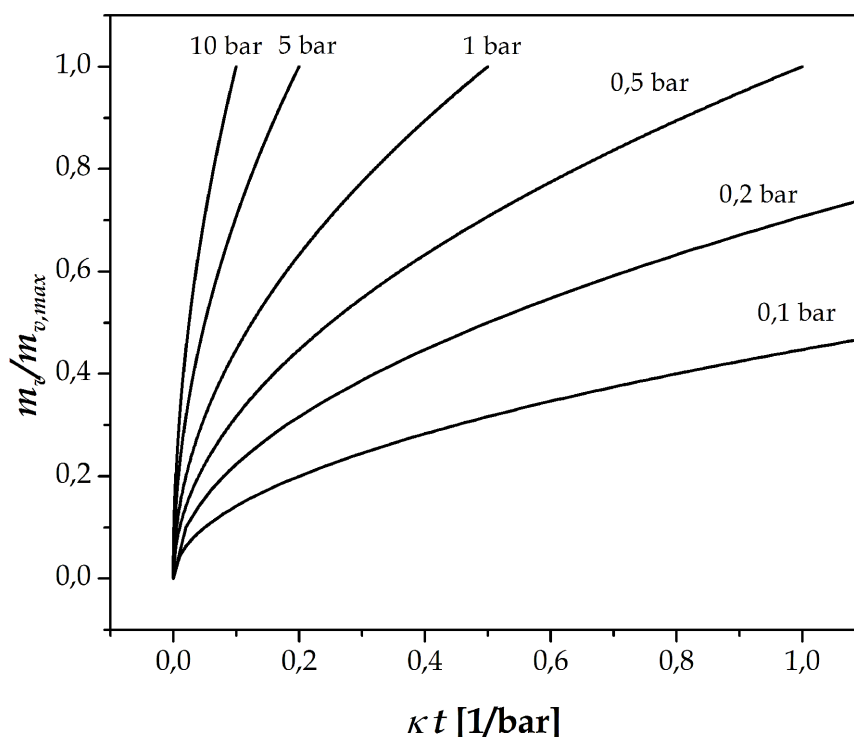
jolloin huokoiseen aineeseen imeytyneen veden massa on

$$m = \rho \phi A x = \rho \phi A \sqrt{\frac{2k p_0 t}{\eta}}, \quad (2.6)$$

missä  $A$  on aineen poikkipinta-ala ja  $\rho$  nesteen tiheys. Ratkaisuista nähdään, että advektiossa paine vaikuttaa merkittävästi kulkeutumismopeuteen ja äärellisen kokoinen huokoinen aine täyttyy advektiolla äärellisessä ajassa. Kuvassa 2.2 on piirrettynä advektiolla imeytyneen veden massa ajan funktiona eri kastelupaineilla.



**Kuva 2.1:** Nesterintaman eteneminen yksiulotteisesti advektiolla huokoisessa materiaalissa kastelupaineella  $p_0$ .



**Kuva 2.2:** Huokoiseen aineeseen kulkeutuneen nesteen massa suureen  $\kappa t$  (ajan) funktiona eri kastelupaineilla yksiulotteisessa tilanteessa ( $m_v/m_{v,max} = \sqrt{\kappa p_0 t}$ , missä  $\kappa$  kätkee sisäänsä yhtälön 2.6 vakiot). Kuvasta näkee paineen vaikutuksen kulkeutumisenopeuteen ja aineen täyttymisen nesteellä äärellisessä ajassa.

## 2.2 Diffuusio

Neste voi kulkeutua materiaaleissa myös diffundoitumalla, joka ilmiönä perustuu lämpöliikkeestä johtuvaan satunnaisliikkeeseen molekyyllitasolla. Neste voi diffundoitua aineessa, joka ei ole huokoinen, mutta toisaalta neste voi myös diffundoitua huokoisen aineen huokosissa höyryfaasissa. Neste voi siten kulkeutua samanaikaisesti useamman diffuusioprosessin välityksellä, jolloin kulkeutuminen voi olla hyvin monimutkaista.

Diffuusion matemaattinen kuvailu perustuu Fickin lakeihin. Fickin 1. lain mukaan

$$J = -D \nabla c, \quad (2.7)$$

missä  $J$  on diffundoitua vuo (aineen määrä pinta-alaa ja aikaa koh-

den), verrannollisuuskerroin  $D$  on diffuusiokerroin ja  $c$  on diffundoituvan aineen pitoisuus (konsentraatio). Aine pyrkii kulkeutumaan siten suuremmasta pitoisuudesta pienempää kohti, eli pitoisuudet pyrkivät tasoittumaan.

Fickin 2. laki kuvaa kuinka diffundoituvan aineen pitoisuus muuttuu ajan ja paikan suhteen, ja se voidaan kirjoittaa yleisessä muodossa seuraavasti

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \nabla \cdot (D \nabla c). \quad (2.8)$$

Jos diffuusiokerroin on vakio, voidaan yksiulotteinen diffuusioyhtälö kirjoittaa muodossa

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}. \quad (2.9)$$

Diffuusiokerroin voi käytännössä riippua monestakin suureesta, kuten esimerkiksi lämpötilasta tai konsentraatiosta.

Nesteen diffundoitumista yksiulotteisessa tapauksessa voidaan tarkastella ratkaisemalla diffuusioyhtälö 2.9, jota varten tarvitaan tilannetta kuvaavat alku- ja reunaehdot. Tarkastellaan yksiulotteista tilannetta, missä alussa kuivaa, äärellisen pituista ( $L$ ) kappaletta kastellaan alkupäästä, ja loppupää on nesteeltä eristetty (sen lävitse ei kulkeudu nestettä). Nesteen pitoisuuden  $c=c(x,t)$  alku- ja reunaehdot voidaan nyt kirjoittaa muodossa

$$\begin{aligned} c(x,0) &= 0, \\ c(0,t) &= c_0, \\ \left. \frac{\partial c}{\partial x} \right|_{x=L} &= 0, \end{aligned} \quad (2.10)$$

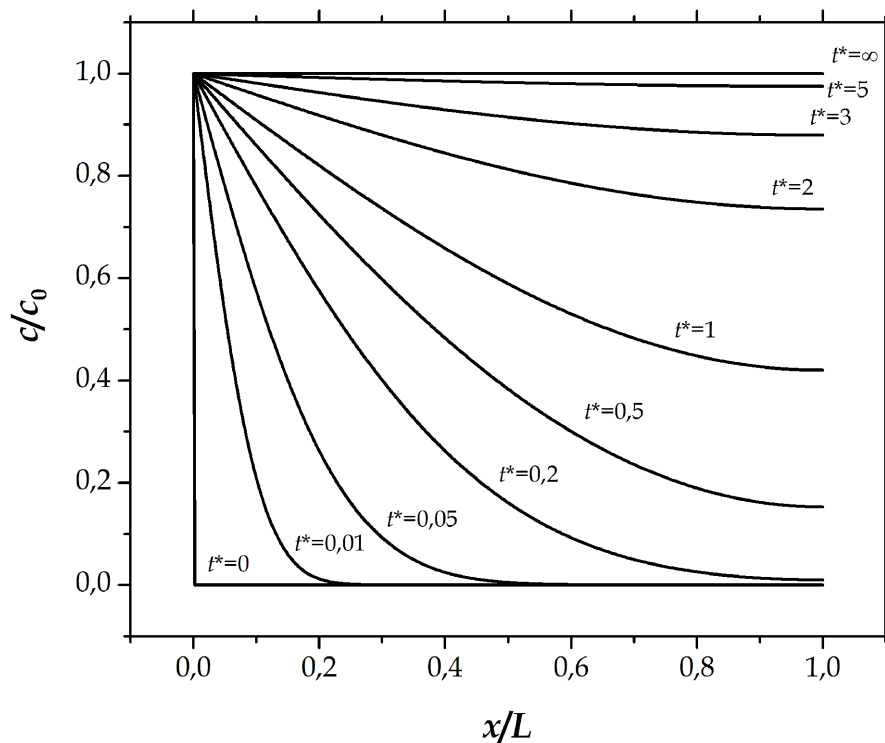
missä viimeisin ehto on yhtäpitävää ehdon

$$c(2L,t) = c_0 \quad (2.11)$$

kanssa symmetrian vuoksi. Näillä alku- ja reunaehdoilla diffuusioyhtälön 2.9 ratkaisu saadaan Fourier'n sarjakehitelmänä

$$\frac{c}{c_0} = 1 - \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \left[ \frac{4}{n\pi} \exp\left(-\frac{n^2\pi^2 t^*}{4}\right) \sin\left(\frac{n\pi x}{2L}\right) \right], \quad (2.12)$$

missä



**Kuva 2.3:** Konsentraatiprofileja eri ajanhetkinä 1D diffuusiassa dimensiottomien suureiden avulla esitettynä.

$$t^* = \frac{Dt}{L^2} \quad (2.13)$$

on dimensioton aika (Fourier'n luku). [4] Kuvaan 2.3 on piirretty muutamia konsentraatiprofileja eri ajanhetkinä yhtälön 2.12 avulla. Kuvasta nähdään kuinka neste kulkeutuu pitoisuuksien pyrkiessä tasoittumaan, eikä diffuusiassa ole nähtävissä selkeää nesterintamaa.

Diffuusiolla kulkeutuneen nesteen massa saadaan integroimalla yhtälöstä 2.12 ( $\rho/\rho_0 = c/c_0$ ), jolloin

$$m = \int_0^L A \rho(x) dx = \frac{8\rho_0 AL}{\pi^2} \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \left\{ \frac{1}{n^2} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 t^*}{4}\right) \right] \right\}. \quad (2.14)$$

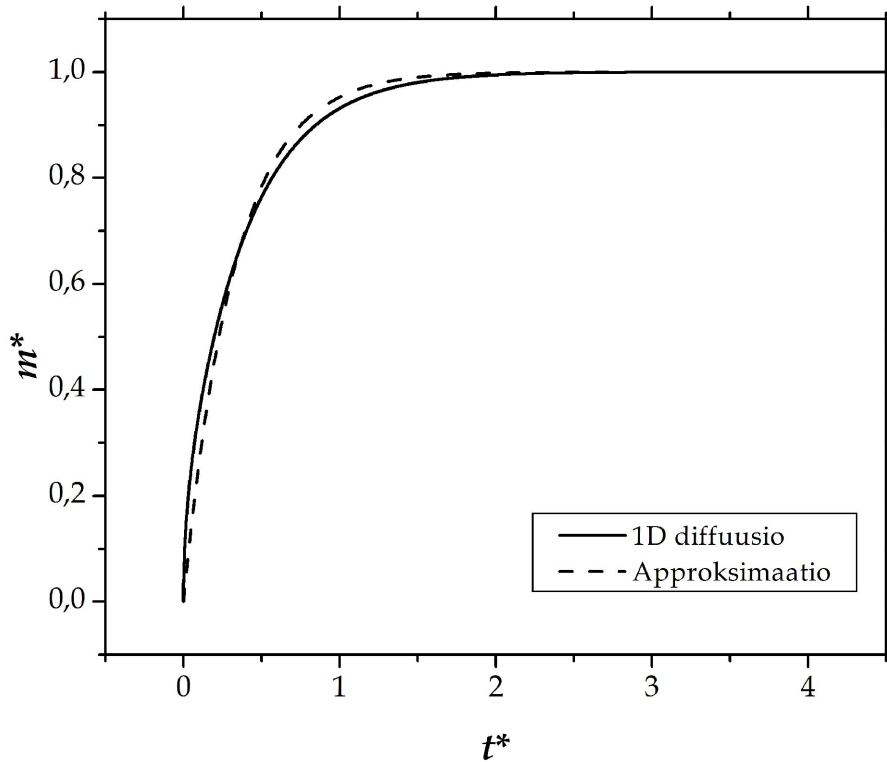
Kun  $t^* \rightarrow \infty$ , niin  $m \rightarrow m_\infty = \rho_0 AL$ , jonka avulla yhtälö 2.14 voidaan kirjoittaa seuraavasti

$$m^* = \frac{m}{m_\infty} = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \left\{ \frac{1}{n^2} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 t^*}{4}\right) \right] \right\}. \quad (2.15)$$

Yhtälöä 2.15 ei voida esittää suljetussa muodossa, mutta yksinkertainen ja kohtuullisen hyvä approksimaatio sille vaikuttaa olevan

$$m^* = 1 - e^{-t^*/\tau}, \quad (2.16)$$

missä  $\tau$  on jokin aikavakio. Kuvaan 2.4 on piirretty yhtälön 2.15 mukainen ja sitä approksimoiva käyrä (2.16). Diffuusiossa kulkeutuneen nesteen kokonaismassa kasvaa alussa nopeasti, kunnes hidastuu ja lähestyy asymptoottisesti maksiarvoa.



**Kuva 2.4:** Kulkeutuneen nesteen massan aikariippuvuus yksiulotteisessa diffuusiossa dimensiottomien suureiden avulla esitettynä. Diffuusiota kuvaava käyrä on laskettu numeerisesti yhtälöstä 2.15 ja sitä approksimoiva sovitusta saadaan yhtälöstä 2.16 ( $\tau \approx 0,328$ ).

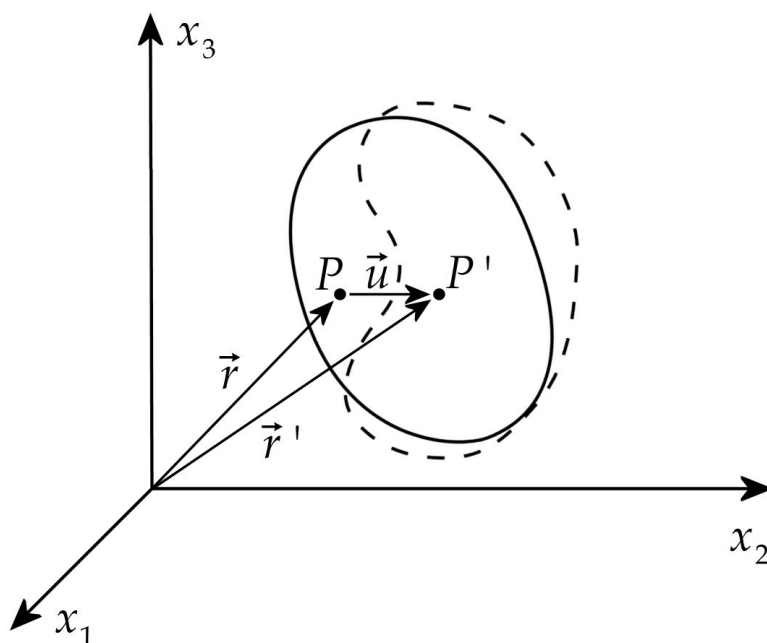
### 3 Muodonmuutoksista

Muodonmuutosten teoria kuuluu kiinteän ja yleisemmin jatkuvan aineen mekaniikkaan. Materiaaleissa voi tapahtua muodonmuutoksia, kun niihin kohdistuu jännityksiä. Muodonmuutos on elastinen, jos kappale palautuu alkuperäiseen muotoonsa jännityksen poistuttua. Jos kappale ei palaudu alkuperäiseen muotoonsa, puhutaan plasti-  
sesta muodonmuutoksesta. [5]

Muodonmuutoksessa (kuva 3.1) kappaleen jokaiseen pisteeseen  $(x_1, x_2, x_3)$  voidaan liittää siirtymävektori

$$\vec{u}(x_1, x_2, x_3) = \vec{r}'(x_1, x_2, x_3) - \vec{r}(x_1, x_2, x_3), \quad (3.1)$$

missä  $\vec{r}$  ja  $\vec{r}'$  ovat pisteen paikkavektorit ennen ja jälkeen muodonmuutoksen. Kappale voi myös olla muuttamatta muotoaan, vaikka siirtymävektorikenttä olisikin nolasta poikkeava. Tällöin ns. jäykän kappaleen avaruudellinen sijainti on muuttunut translaation tai rotaatioiden vaikutuksesta. Kappaleen uusi sijainti ja muodonmuutos tunnetaan täydellisesti, jos siirtymävektori tiedetään alkuperäisen kappaleen jokaisessa pisteessä. [5]



**Kuva 3.1:** Kappaleen muodonmuutoksessa materiaalipiste  $P$  siirtyy siirtymävektorin  $\vec{u}$  verran paikkaan  $P'$ .

Muodonmuutokseen liittyy läheisesti muodonmuutostensori, jonka komponentit määritellään seuraavasti

$$u_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \frac{\partial u_k}{\partial x_j} \right). \quad (3.2)$$

Jos muodonmuutokset ovat pieniä, yksinkertaistuu muodonmuutostensori muotoon

$$u_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right). \quad (3.3)$$

Suhteellinen tilavuuden muutos on muodonmuutostensorin jälki, eli diagonaalikomponenttien summa

$$\delta = \frac{dV' - dV}{dV} = \text{tr}(\mathbf{u}) = u_{11} + u_{22} + u_{33}. \quad (3.4)$$

Kartesisisessä koordinaatistossa  $(x_1, x_2, x_3)$  suhteellinen tilavuuden muutos on siten

$$\delta = \frac{\partial u_1}{\partial x_1} + \frac{\partial u_2}{\partial x_2} + \frac{\partial u_3}{\partial x_3} = \nabla \cdot \vec{u}. \quad (3.5)$$

Suhteellisesta tilavuuden muutoksesta voidaan edelleen laskea suhteellinen tiheyden muutos

$$\xi = \frac{\rho' - \rho}{\rho} = -\frac{\delta}{\delta + 1}. \quad (3.6)$$

[5]

## 4 Röntgentomografiamenetelmä

### 4.1 Röntgensäteily ja -kuva

Röntgensäteily on sähkömagneettista säteilyä, jonka energia on noin 0,1...100 keV. Röntgensäteilyä voi syntyä atomien elektronien viritystilojen muutoksissa (karakteristinen röntgensäteily) tai varauksellisten hiukkasten kokiessa sopivan suuruisia kiihtyvyyksiä. Jälkimmäiseen perustuu röntgensäteilyn tuotto perinteisesti röntgenputkella. Hehkulangalta irtoavat elektronit kiihdytetään sähkökentän avulla haluttuun energiaan. Elektronien törmätessä anodiin, syntyy jarrutussäteilyä (bremsstrahlung), jonka spektri on jatkuva. Myös karakteristista röntgensäteilyä syntyy samalla jonkin verran. Röntgensäteilyn maksimienergia määräytyy röntgenputken kiihdytysjännitteestä. [6]

Röntgenkuvaus perustuu röntgensäteilyn vaimenemiseen materiaaleissa. Monokromaattisen röntgensäteilyn intensiteetti vaimenee kulkiessaan materiaaleissa (suunnassa  $x$ ) siten, että

$$I = I_0 e^{-\int \mu dx}, \quad (4.1)$$

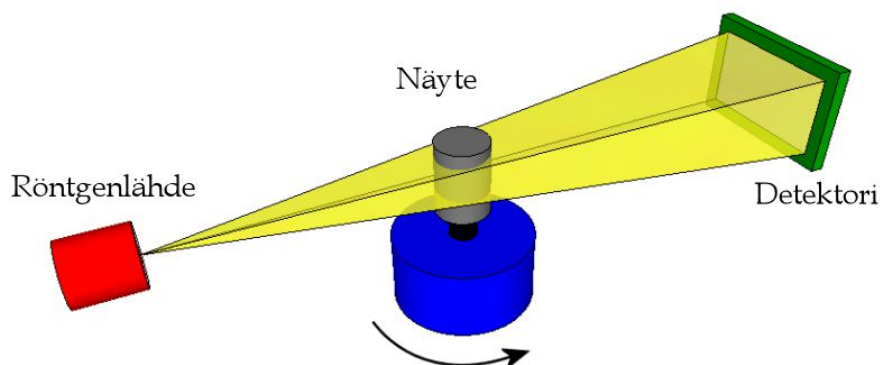
missä  $\mu$  on kullekin materiaalille ominainen matkavaimennuskerroin, joka riippuu myös säteilyn energiasta ja materiaalin tiheydestä. Massavaimennuskerroin ( $\mu/\rho$ ) saadaan jakamalla matkavaimennuskerroin materiaalin tiheydellä, jolloin se riippuu siten vain energiasta. Röntgenkuva muodostuu, kun kappaleen lävitse kulkeutuneen säteilyn intensiteettijakauma muunnetaan röntgenkuvan harmaasävyarvoiksi. Näytteen lävitse kulkenut, osittain vaimentunut röntgensäteily havainnoidaan ilmaisimella, jonka tyyppi riippuu sovelluksesta. Röntgentutkimuksissa käytettiin aikoinaan vahvistinlevyä ja filmiä, nykyisin digitaalista kuvalevyä. Röntgentomografialaitteissa ilmaisin koostuu yleensä jostakin fluoresoivasta aineesta (esim. skintillaattori), jonka avulla röntgensäteily muutetaan valoksi, joka voidaan sitten mitata CCD-kennolla tai fotodiodeilla. Ideaalisessa ilmaisimessa säteilyn synnyttämä virtapulssin suuruus on lineaarinen säteilyn energian suhteen. [7]



## 4.2 Röntgentomografia

Röntgentomografiassa kuvattavan kohteen ympäriltä otetaan suuri määrä röntgenkuvia eli projektiokuvia, joko röntgenlaitteistoa tai kohdetta kiertämällä, tähän liittyvän kiertoakselin ympäri. Tyypillisesti projektiokuvia tarvitaan vähintään satoja, joista saadaan tietokoneella rekonstruoitua kiertoakselia vastaan kohtisuoria leikekuvia kohteesta. Pinoamalla näitä leikekuvia päällekkäin, saadaan kohteesta kolmiulotteinen tomografiakuva, joka koostuu kolmiulotteisista kuvapikseleistä, vokseleista. Kunkin vokselin harmaasävyarvo vastaa kuvauskohteessa jotain matkavaimennuskertoimen arvoa. Erilaiset tiheydet ja materiaalit näkyvät näin ollen kuvissa tiettyinä harmaasävyinä. Röntgentomografian suurin etu on kohteen sisäisen rakenteen selvittäminen sitä hajottamatta. Röntgentomografia on lääketieteestä tuttu ja paljon käytetty menetelmä (tietokonetomografia, kerroskuvaus, TT, CT) potilaiden kuvantamiseen, mutta röntgentomografian käyttö tutkimuksessa ja teollisuudessa on lisääntynyt ajan myötä [7].

Röntgenmikrotomografiassa laitteiden tekniikka ja resoluutio on suunniteltu pienien näytteiden kuvaamiseen ja yksityiskohtien eroteluun. Nimensä mukaisesti resoluutiot ovat mikrometrien luokkaa, parhaimmillaan päästään nanometrien resoluutioihin. Kuvausgeometria on mikrotomografialaitteissa yleensä kuvan 4.1 kaltainen, missä näytettä kierretään ja muu laitteisto on pääasiassa kiinteästi asennettuna. Röntgenlähteenä on yleensä röntgenputki, mutta myös synkronisäteilyyn perustuvia laitteistoja on käytössä. Säteilykeila on useimmiten kartiomainen ja tällöin kaksiulotteisella detektorilla havainnoidaan näytteen lävitse kulkenut röntgensäteily, jolloin saadaan projektiokuva. Näytettä pyöräytetään pienen kulma-askeleen verran aina ennen uuden projektiokuvan ottamista. Tomografiakuvaus eli skannaus on valmis, kun kaikki kuvat on otettu näytteen ympäriltä, yleensä joko  $180^\circ$  tai  $360^\circ$  kiertokulman alueelta.



Kuva 4.1: Röntgenmikrotomografian periaatekuva.

### 4.3 Näytteiden kosteuspitoisuuden määrittäminen

Materiaalin tiheyden kasvaessa se myös absorboi enemmän röntgensäteilyä. Nesteen imeytyessä materiaaliin, kokonaistiheys ja absorptio kasvavat, jonka avulla voidaan nesteen kulkeutuminen havaita. Seoksen massavaimennuskerroin saadaan seoskomponenttien massavaimennuskertoimien massasuhteiden painotettuna keskiarvona

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right) = \sum_i \frac{m_i}{m} \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i, \quad (4.2)$$

josta saadaan seoksen matkavaimennuskertoimeksi

$$\mu = \sum_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \rho_i, \quad (4.3)$$

missä  $\rho_i$  on seoskomponentin osatiheys. [8]

Bentoniittinäytteiden ajatellaan koostuvan kahdesta seoskomponentistä, kuivasta bentoniitista ja vedestä. Tällöin röntgensäteilyn matkavaimennuskerroin näytteessä on näiden kahden komponentin summa

$$\mu = \mu_b + \mu_v = \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_b \rho_b + \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_v \rho_v. \quad (4.4)$$

Projektiokuvien rekonstruktiossa matkavaimennuskerroin muutetaan tomografiakuvan harmaasävyarvoksi yleensä lineaarisesti, jolloin

$$H = H_0 + \beta \cdot \mu. \quad (4.5)$$

Yhtälöt 4.4 ja 4.5 yhdistämällä, saadaan tomografiakuvassa vokselin harmaasävyarvoksi lineaarinen lauseke

$$H = H_0 + \alpha_b \cdot \rho_b + \alpha_v \cdot \rho_v, \quad (4.6)$$

missä  $H_0$ ,  $\alpha_b$  ja  $\alpha_v$  ovat vakioita. Kun kastuneen näytteen tomografiakuvasta vähennetään vokseleittain kastelemattoman, saman näytteen kuva, saadaan ns. erotuskuva. Erotuskuvassa vokselin harmaasävyarvo on siten

$$\Delta H = \alpha_b \cdot \Delta \rho_b + \alpha_v \cdot \Delta \rho_v, \quad (4.7)$$

josta saadaan veden osatiheyden muutokseksi

$$\Delta \rho_v = \frac{\Delta H - \alpha_b \cdot \Delta \rho_b}{\alpha_v}. \quad (4.8)$$

Jos muodonmuutokset ovat merkityksettömiä, tai niitä ei muuten huomioida ( $\Delta \rho_b \approx 0$ ), saadaan yhtälö 4.8 muotoon

$$\Delta \rho_v = \frac{\Delta H}{\alpha_v}, \quad (4.9)$$

Veden osatiheyden muutos on siten yksinkertaisimmillaan suoraan verrannollinen erotuskuvan harmaasävyarvoon. Jos määritetään erotuskuvan harmaasävykeskiarvo näytteen alueelta ja tiedetään veden keskimääräisen osatiheyden muutos näytteessä (punnituksilla), saadaan kertoimelle  $\alpha_v$  arvo yhtälöstä 4.9, jolloin tätä arvoa käyttämällä saadaan samalla yhtälöllä kutakin vokselia vastaava veden osatiheys.

Kertoimen  $\alpha_v$  pitäisi olla kaikille samoilla asetuksilla tehdyille skannauksille sama, joten se voidaan myös määrittää näytteen eri tomografiakuvista määritettyjen harmaasävykeskiarvojen avulla, kun veden keskimääräisen osatiheyden muutos tiedetään. Yhtälöstä 4.6 saadaan harmaasävyarvoksi

$$H = H_0 + \alpha_b \cdot \rho_b + \alpha_v \cdot \rho_{v0} + \alpha_v \cdot \Delta \rho_v, \quad (4.10)$$

kun näytteen alkukosteus ( $\rho_{v0}$ ) huomioidaan. Kun yhtälöä 4.10 käytetään yksittäisen vokselin sijasta vakioilavuudessa olevan näytteen harmaasävykeskiarvoille ( $\rho_b$  ja  $\rho_{v0}$  vakioita), saadaan se muotoon

$$H = H_1 + \alpha_v \cdot \Delta \rho_v, \quad (4.11)$$

missä  $H_1$  on jokin vakio. Esittämällä nyt näytteen harmaasävykeskiarvo veden keskimääräisen osatiheyden muutoksen funktiona, saa-

daan kerroin  $\alpha_v$  määritettyä sovittamalla pisteisiin yhtälön 4.11 mukainen suora. Tämän jälkeen voidaan laskea veden osatiheyden muutos yhtälöllä 4.9.

Bentoniitin tiheyden muutokset voivat olla sen verran merkittäviä, että ne vaikuttavat harmaasävyarvoihin. Tällöin veden osatiheyden muutos on laskettava yhtälöllä 4.8, jolloin bentoniitin tiheyden muutokset ( $\Delta\rho_b$ ) ja vakio  $\alpha_b$  pitää määrittää. Vakio  $\alpha_b$  voidaan määrittää eri tiheyksisten, kastelemattomien ( $\Delta\rho_v=0$ ) bentoniitinäytteiden harmaasävykeskiarvojen avulla, jolloin yhtälöstä 4.10 saadaan

$$H = H_0 + (\alpha_b + \alpha_v \cdot \theta_0) \cdot \rho_b, \quad (4.12)$$

missä  $\theta_0$  on alkukosteuspitoisuus, kun kosteuspitoisuus määritellään veden massan suhteena kuivaan bentoniittiin

$$\theta = \frac{m_v}{m_b} = \frac{\rho_v}{\rho_b}. \quad (4.13)$$

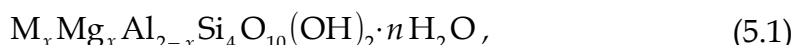
Kun eri tiheyksisten näytteiden harmaasävykeskiarvot esitetään bentoniitin tiheyden funktiona, saadaan yhtälön 4.12 mukaisella suoran- sovituksella vakiolle  $\alpha_b$  arvo.

Edellä esitetyt yhtälöt pätevät monokromaattiselle säteilylle. Röntgenputken tuottama säteily on kuitenkin polykromaattista, minkä vuoksi syntyy säteilyn kovenemiseksi (beam hardening) kutsuttu ilmiö. Nimitys tulee siitä, että matalaenerginen osa röntgensäteilyn spektristä vaimenee säteilyn kulkiessa materiaalissa nopeimmin, jolloin jäljelle jää suhteellisesti suurempi osa korkeaenergisempää, ja siten läpätunkevampaa ("kovempaa") säteilyä. Tomografiakuvissa tämä näkyy siten, että näytteen reunat vaikuttavat keskustaa tiheimmiltä (ks. kuva 5.7). Ilmiötä voidaan vähentää käyttämällä röntgensäteilyn tiellä suodattimia, tyypillisesti alumiini- tai kuparilevyjä, jolloin matalaenerginen osuus vaimentuu levyihin, eikä säteilyn koveneminen ole tämän jälkeen niin voimakasta. Myös rekonstruktio-ohjelmissa on yleensä mahdollisuus laskennallisesti korjata säteilyn kovenemisestä aiheutuva virhe, mikä toimii yleensä hyvin tietyille tiheysalueelle ja materiaalille kerrallaan. Myös röntgensäteilyn sironta näytteestä voi aiheuttaa häiriöitä kuviin. Säteilyn kovenemisen ja muiden ilmiöiden vuoksi aikaisemmin johdetut yhtälöt eivät välttämättä ole täysin lineaarisia, mutta mahdollisesti hyviä approksimaatioita. [7]

## 5 Mittauslaitteisto ja näytteet

### 5.1 Bentoniittinäytteet

Bentoniitti koostuu suurimmaksi osaksi montmorilloniitista, joka kuuluu paisuvahilaisiin smektiitteihin. Montmorilloniitin yleistetty kemiallinen kaava on



missä M on vaihtuva kationi, yleensä  $Na^+$  tai  $\frac{1}{2}Ca^{2+}$ . Tyypillisesti on  $x \approx 0,33$  ja  $n \approx 2$ , jolloin veden määrä on noin 8...10 %. Montmorilloniitti koostuu ohuista levyistä, joiden välissä on vesimolekyylikerros. Ylimääräinen vesi lisää vesikerroksen paksuutta lamellien välissä, jolloin montmorilloniitti paisuu. Vettä voi myös esiintyä vapaana makroskooppisissa huokosissa. [9]

Bentoniittinäytteet valmistettiin MP Biomedicalsilta hankitusta bentoniittijauheesta [10]. Tämä bentoniitti on varsin hienojakoista ja värittään vaalean harmaata. Kemiallisen koostumukseltaan käytetty bentoniitti on lähes puhdasta montmorilloniittia (95 %), ja pieni osa on kvartssia (5 %) [11]. Bentoniittijauheeseen sekoitettiin mikrolasikuulia merkkipartikkeleiksi, jotta myöhemmin tomografiakuvista voitiin määrittää näytteissä tapahtuvia muodonmuutoksia. Lasikuulat ovat onttoja ja siten ympäröivää bentoniittia harvempaa ainetta, joten ne erottuvat tomografiakuvista tummina täplinä. Mikrolasikuulien halkaisija on noin 100...200  $\mu m$ , ja niitä lisättiin noin 2 % kuivan bentoniitin painosta. Lasikuulien lisäyksen ei oletettu vaikuttavan merkittävästi bentoniitin ominaisuuksiin. Mittausten toistettavuuden kannalta oli hyvä sekoittaa etukäteen suurempi erä bentoniittia ja mikrolasikuulia ilma- ja vesitiiviiseen säilytysastiaan, jotta eri näytteistä saatiin keskenään mahdollisimman tasalaatuisia lasikuulien määrän ja alkukosteuden suhteen. Astiassa olleen bentoniittijauheen kosteuspitoisuus määritettiin lämmittämällä sitä uunissa (105 °C), jolloin lamelleissa olevan veden pitäisi haihtua pois [9]. Kosteuspitoisuudeksi saatiin usean mittauksen jälkeen  $\theta_0 = (7,8 \pm 0,2) \%$ , mikä on lähellä montmorilloniitin tyypillistä alkukosteuspitoisuutta.



**Kuva 5.1:** Bentoniittinäytteiden valmistukseen käytetyt välineet, bentoniittijauhetta ja valmis näytenappi.

**Taulukko 5.1:** Mitattu bentoniitin kuivatiheys, käytetty kastelupaine ja skannausten lukumäärä kaikille näytteille. Ryhmän N muodostavat 8 ensimmäistä näytettä ja ryhmän VA loput 4 näytettä.

Näyte	$\rho_b$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$p_0$ [bar]	Skannaukset
N01A	1,484	0	9
N01B	1,516	0	9
N02A	1,464	2	11
N02B	1,480	2	11
N03A	1,492	0	11
N03B	1,470	0	11
N04A	1,480	8	11
N04B	1,488	8	11
VA00	1,184	0	12
VA01	1,189	6	10
VA02	1,184	2	10
VA03	1,182	4	10

Bentoniittinäytenapit puristettiin metallisten mäntien ja sylinterin (kuva 5.1) avulla hydrauliprässillä. Näytenapin halkaisija oli noin 17 mm ja korkeus 10 mm. Näyte saatiin haluttuun tiheyteen punnitsemalla bentoniittijauhetta tietty määrä. Jauhe pystyttiin punnitsemaan hyvinkin tarkasti, mutta näytenapin valmistuksessa jauhetta jäi sylinteriin ja mäntiin aina jonkin verran, jolloin näytteiden massoihin ja tiheyksiin syntyi pientä hajontaa. Mittauksissa käytettiin kahta eri tiheyttä näytteissä. Ensimmäisissä mittauksissa (ryh-

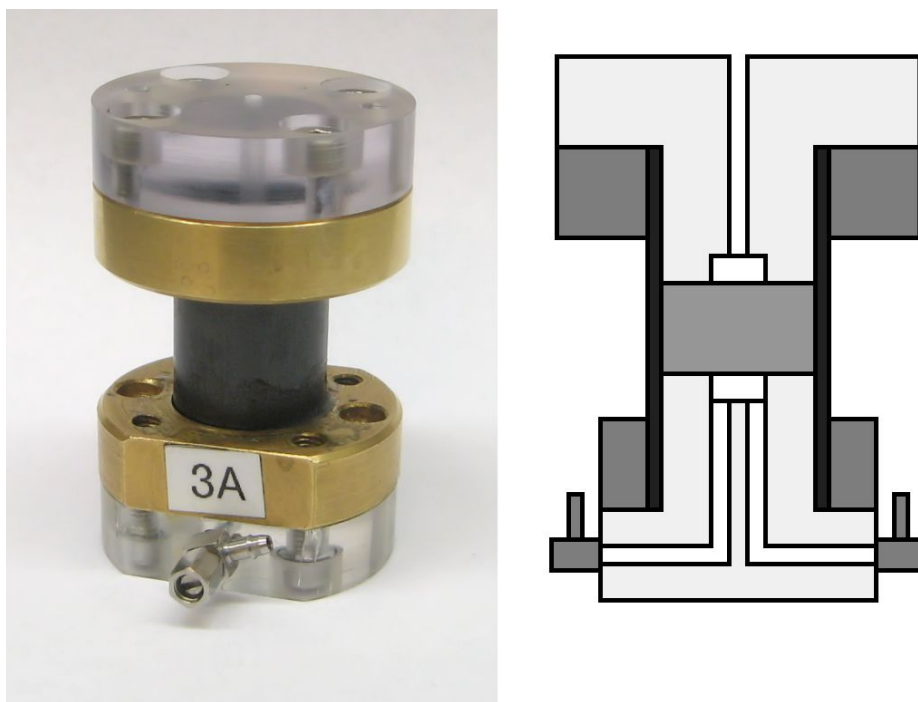
män N näytteet) käytettiin bentoniitin kuivatiheyttä  $1,5 \text{ g/cm}^3$  ja toisissa mittauksissa (ryhmän VA näytteet) käytettiin kuivatiheytenä  $1,2 \text{ g/cm}^3$  (taulukko 5.1).

## 5.2 Näytteenpidikkeet

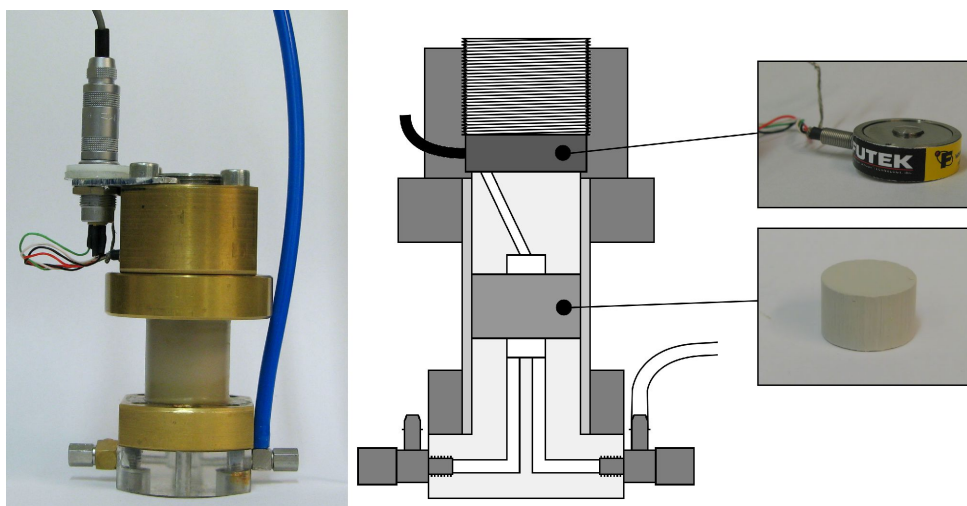
Näytteenpidikkeen tehtävänä oli pitää bentoniittinäyte vakio-tilavuudessa paikoillaan kastelun aikana, ja sen oli myös oltava helposti ja tukevasti kiinnitettävissä mikrotomografialaitteeseen sekä päästettävä röntgensäteilyä riittävän vapaasti näytteen lävitse.

Ryhmän N näytteille käytettiin kuvan 5.2 kaltaista näytteenpidikettä. Näyte sijaitsi hiilikuituputken sisällä, jonka uskottiin olevan tarkoitukseen riittävän kestävä ja absorboivan röntgensäteilyä suhteellisen vähän. Näytettä rajoittivat ala- ja yläpuolelta muoviosat (akryyli ja polykarbonaatti). Alamuoviosassa oli kaksi vesikanavaa, jotka yhtyivät lasisintterilevyn (halk. 6 mm) luona, joka oli suoraan kosketuksissa näytteeseen. Molemmissa vesikanavissa oli pienet venttiilit, ja näytettä kasteltiin toisesta kanavasta. Kahden vesikanavan ideana oli mahdollistaa vesikanavien ja sintterin helppo ilmaaminen, sillä ilmakuplia muodostui kanaviin melko usein. Ilmakuplat olisivat voineet haitata veden kulkeutumista ja vaikuttaa punnitustuloksiin. Ylämuoviosassa oli myös lasisintteri (halk. 6 mm), joka oli kosketuksissa näytteen yläpinnan kanssa. Lasisintteristä lähti avoin kanava ylöspäin, jonka tarkoituksena oli johtaa näytteestä vapautuva ilma pois. Bentoniittinäyte oli tiivistetty silikonikumiaineella (Silcoflex HE) hiilikuituputken ja muoviosien välille. Hiilikuituputki oli liimattu epoksiliimalla messinkiosiin, muoviosat oli kiinnitetty ruuveilla.

Ryhmän VA näytteille näytteenpidikettä hieman muokattiin (kuva 5.3), sen peruseriaate oli kuitenkin sama kuin ryhmässä N. Putki oli hiilikuidun sijasta PEEK-muovia (paitsi VA00 vielä hiilikuitu), joka osoittautui lujaksi kaikissa suunnissa. Hiilikuituputken ongelma oli sen heikkous kehän suunnassa, jolloin syntyi helposti radiaalisia halkeamia näytteen pyrkiessä turpoamaan. PEEK-muovin vaikutus röntgensäteilyn absorptioon oli myös lähes sama kuin hiilikuituputkella. Näytteenpidikkeen alaosa oli täysin samanlainen kuin ryhmässä N, mutta yläosaan asennettiin voima-anturi. Näytteen yläpuolella oli akryylimuovisylinteri, joka välitti näytteen kastuessa syntyvän voiman anturiin. Voima-anturin yläpuolella oli ruuvi, joka



**Kuva 5.2:** Ryhmän N näytteiden näytteenpidike ja sen poikkileikkaus. Näyte sijaitsi hiilikuituputken sisällä, jossa sitä pidettiin vakiotilavuudessa. Näytettä kasteltiin alapuolelta toisesta kanavasta.



**Kuva 5.3:** Ryhmän VA näytteiden näytteenpidike ja sen poikkileikkaus. Näytteenpidikkeen rakennetta muutettiin (ryhmän N versiosta, kuva 5.2) ylösastaan siten, että näytteen ylöspäin kohdistamaa voimaa voitiin mitata voima-anturilla. Myös putken materiaali vaihdettiin hiilikuidusta PEEK-muoviin.



esti asetelmaa liikkumasta pystysuunnassa, ja sen avulla voitiin asettaa näytteeseen sopiva alkujännitys ennen kastelua.

### 5.3 Kastelu

Bentoniittinäytteitä kasteltiin keinotekoisella pohjavedellä, ns. Allardin vedellä. Sen tarkoituksena on jäljitellä syvällä kallioperässä olevan pohjaveden koostumusta. Vedessä olevat suolat ja muut aineet voivat vaikuttaa diffusiiviseen kulkeutumiseen, sillä diffuusiassa molekyylien väliset vuorovaikutukset ovat keskeisessä asemassa. Allardin veden koostumus nähdään taulukosta 5.2.

Ryhmän N näytteitä kasteltiin kolmella eri painetasolla (0, 2 ja 8 bar) ja ryhmän VA näytteitä neljällä paineella (0, 2, 4 ja 6 bar) (taulukko 5.1). Kastelupaine saatiin paineilmajärjestelmästä (maks. n. 8 bar), jolloin paineilmalla paineistetaan erillinen vesisäiliö, josta vesi johdettiin näytteenpidikkeeseen. Paineettomissa kasteluissa hanalliset erotussuppilot osoittautuivat käteviksi vesisäiliöiksi (kuva 5.4). Jos kastelupaine haluttaisiin pitää tarkasti nollassa tietyssä kohtaa näytettä, olisi näytteenpidike ja näyte asetettava tarkasti haluttuun kohtaan vesisäiliön pinnan suhteen. Tässä työssä ei niin tarkkoja oltu, vaan veden pinta oli joitakin senttimetrejä korkeammalla. Kastelupaine oli tällöin kuitenkin pienempi kuin 0,01 bar.

**Taulukko 5.2:** Laskennalliset pitoisuudet Allardin vedessä. [12]

	mg/l	mmol/l
Na	52,43	2,2804
K	3,91	0,10
Ca	17,94	0,4476
Mg	4,32	0,1777
SiO <sub>2</sub>	6,44	0,118
SO <sub>4</sub>	9,61	0,10004
Cl	40,80	1,1508
HCO <sub>3</sub>	122,9	2,01



**Kuva 5.4:** Näytteiden kastelujärjestelyt. Vasemmalla alareunassa on kaksi näytettä kastelussa paineen alaisena. Paineilmalla saadaan tarvittava paine vesisäiliöön ja siitä näytteisiin (kuvassa  $p_0 \sim 8$  bar). Oikealla yläreunassa on kaksi näytettä paineettomassa ( $p_0 < 0,01$  bar) kastelussa, missä erotussuppilot toimivat vesisäiliöinä.

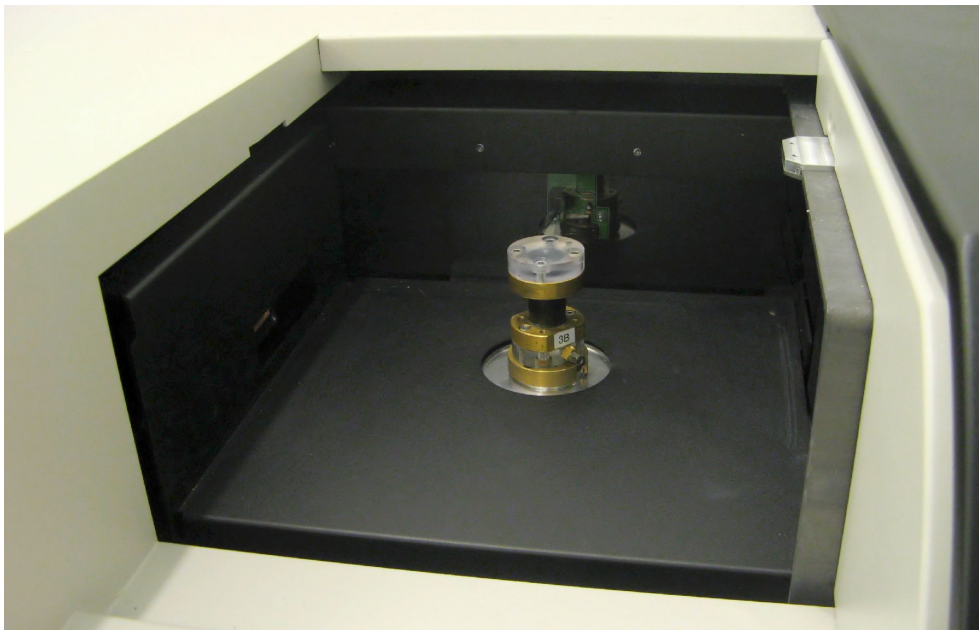
## 5.4 Mikrotomografia

Näytteet tomografiakuvattiin SkyScan 1172 -mikrotomografialaitteella (kuvat 5.5 ja 5.6). Laite on pöytämallinen ja sijaitsee laboratoriotilassa, sille varatussa erillisessä huonetilassa. Mikrotomografialaitetta ohjataan sen yhteydessä olevan tietokoneen avulla. Laitteen tärkeimmät ominaisuudet on esitetty taulukossa 5.3. Koska bentoniittinäytteen kastuminen oli varsinkin alkuvaiheessa suhteellisen nopeaa, oli skannausasetukset valittava siten, että itse skannaus kestäisi mahdollisimman lyhyen aikaa, kuitenkin niin, että kuvanlaatu olisi vielä riittävä. Sopiva kompromissi oli noin 50 min skannaus pienellä resoluutiolla ja kuvakoolla (n.  $24 \mu\text{m}/\text{px}$ ). Tarkemmat skannausasetukset löytyvät taulukosta 5.4.

Rekonstruktioit tehtiin Nrecon-ohjelmalla. Rekonstruktiossa on mahdollista korjata erilaisia virheitä kuvissa. Näistä tärkeimmät ovat säteilyn kovenemisen korjaus (beam hardening) ja pyörähdysakselin ja kameran keskilinjan poikkeamaan liittyvä (post-alignment) korjaus.



Kuva 5.5: SkyScan 1172 -mikrotomografialaite.



Kuva 5.6: Näytteenpidike kiinnitettynä SkyScan 1172 -mikrotomografialaitteessa.

Mahdollisia rengaskuvioita (ring artifacts) voidaan myös yrittää korjata. Rekonstruktion yhteydessä on myös valittava matkavaimennuskertoimien minimi ja maksimiarvot, jolta väliltä näiden arvot muunnetaan tomografiakuvan harmaasävyarvoiksi (8-bit:  $H=0,1,2,\dots,255$ ) lineaarisesti. Taulukossa 5.5 on rekonstruktiossa käytetyt tärkeimmät asetukset.

**Taulukko 5.3:** SkyScan 1172 -mikrotomografialaitteen tärkeimmät tekniset tiedot [13].

Röntgenlähde	20...100 kV, 0...250 $\mu$ A, max 10 W
Röntgendetektor	10 Mpx, 12-bit jäähdetty CCD (+ valokuitu + tuikeaine)
Erotuskyky	$\sim 1 \mu\text{m}$
Kohteen vokselikoko	0,7...35 $\mu\text{m}$
Kohteen maks. halkaisija	5,4...68 mm
Suodattimet	Al, Al+Cu

**Taulukko 5.4:** Mikrotomografiaskannauksissa (SkyScan 1172) käytetyt asetukset.

Kiihdytysjännite (Source voltage)	100 kV
Virta (Source current)	100 $\mu$ A
Suodatin (Filter)	Al+Cu
Kameran kuvakoko (Image size)	1000x524 (0,52 Mpx)
Kuvan pikselikoko (Pixel size)	23,79 $\mu\text{m}$
Valotusaika (Exposure)	316 ms
Kiertokulman askel (Rotation step)	0,65°
360° kierto (use 360° rotation)	Kyllä
Kuvan keskiarvoistus (Frame averaging)	10
Satuinnaisliike (Random movement)	10

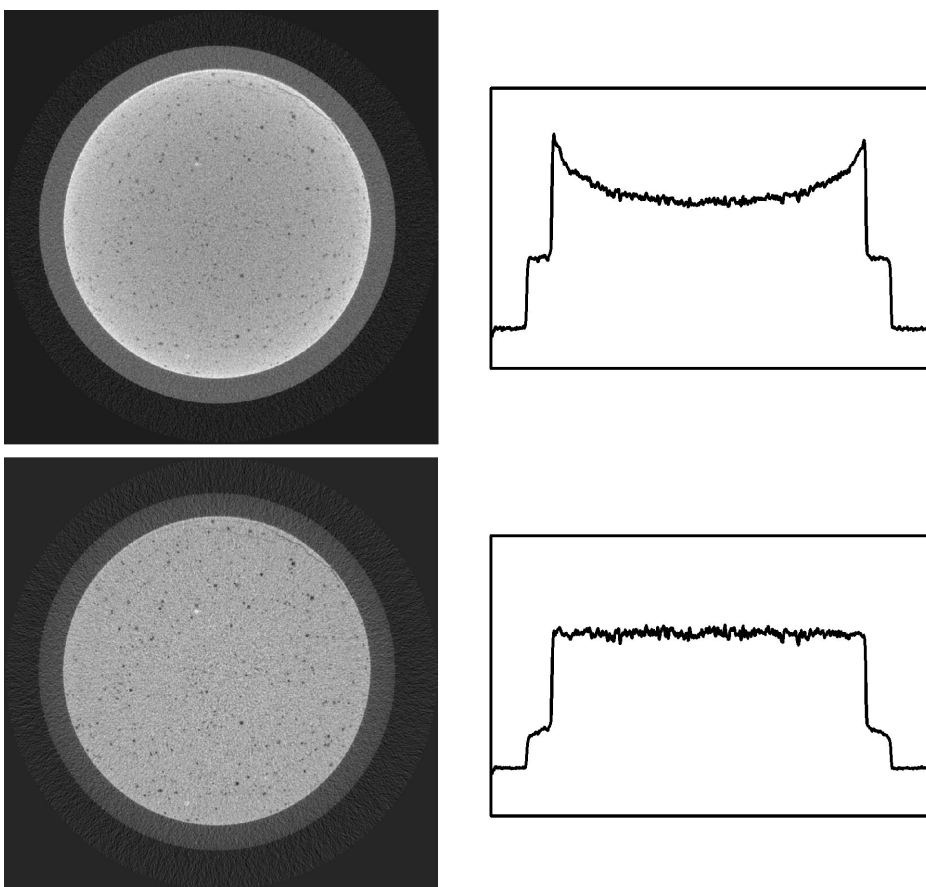
**Taulukko 5.5:** Nrecon-rekonstruktio-ohjelman tärkeimmät asetukset.

Rengasartefaktien korjaus (Ring artifacts reduction)	10
Säteilyn kovenemisen korjaus (Beam-hardening correction)	50 %
Matkavaimennuskerroinalue (Dynamic image range)	-0,004...0,03 <sup>2</sup>

Saman näytteen eri skannauksissa ja rekonstruktioissa on käytettävä samoja asetuksia. Hyödyllistä on kuitenkin käyttää samoja asetuksia kaikille (samankaltaisille) näytteille, kuten tässä työssä tehtiin. Säteilyn kovenemisen korjauksen arvo määritettiin kokeilemalla, kunnes näytteen poikkileikkauksen harmaasävyprofiili oli kastelemattomalle näytteelle tasainen (kuva 5.7).

Ennen kutakin skannausta mikrotomografialaitteella tulisi tehdä taustakorjaus. Taustakorjaus ottaa huomioon mahdolliset säteilykeilan epätasaisuudet ja detektorin pikselien erilaiset herkkyydet röntgensäteilylle. Taustakorjauksessa otetaan kaksi projektiokuvaa ilman näytettä: ensimmäinen säteilyn ollessa päällä (kuva  $K_1$ ) ja toinen ilman säteilyä (kuva  $K_0$ ). Korjattu kuva saadaan silloin pikseleittäin

<sup>2</sup> Yksikkö ei tiedossa.



**Kuva 5.7:** Säteilyn koveneminen nähdään ylemmässä kuvassa näytteen vaaleampi-  
na (tiheämpinä) reunoina, jolloin harmaasävyprofiili on kuppimainen. Alemmassa  
kuvassa ilmiö on korjattu rekonstruktio-ohjelmassa, jolloin saadaan näytteen osalta  
tasainen profiili.

seuraavasti

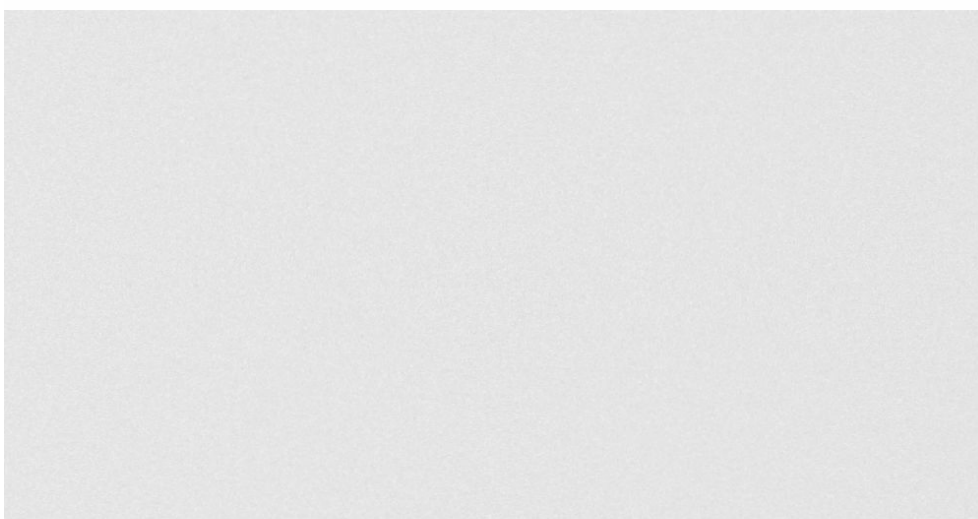
$$K_k = h_{max} \cdot \frac{K - K_0}{K_1 - K_0}, \quad (5.2)$$

missä  $h_{max}$  on korjatun kuvan maksimi harmaasävyarvo, joka vaikuttaa olevan SkyScanissa 90 % projektiokuvan maksimiharmaasävyarvosta. Kuvassa 5.8 on esimerkkinä projektiokuva ilman taustakorjausta ja taustakorjattuna, joista nähdään kuinka epätasainen korjaamaton kuva on.

Ryhmän N näyteparit (A/B) skannattiin peräjälkeen, ja jälkimmäiselle näytteelle (B) käytettiin samaa taustakorjausta kuin ensimmäiselle



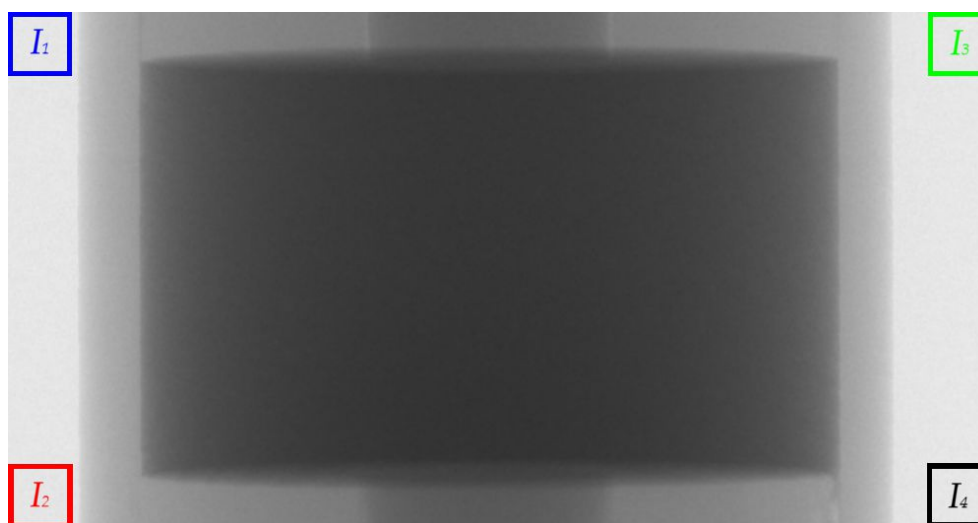
(a)



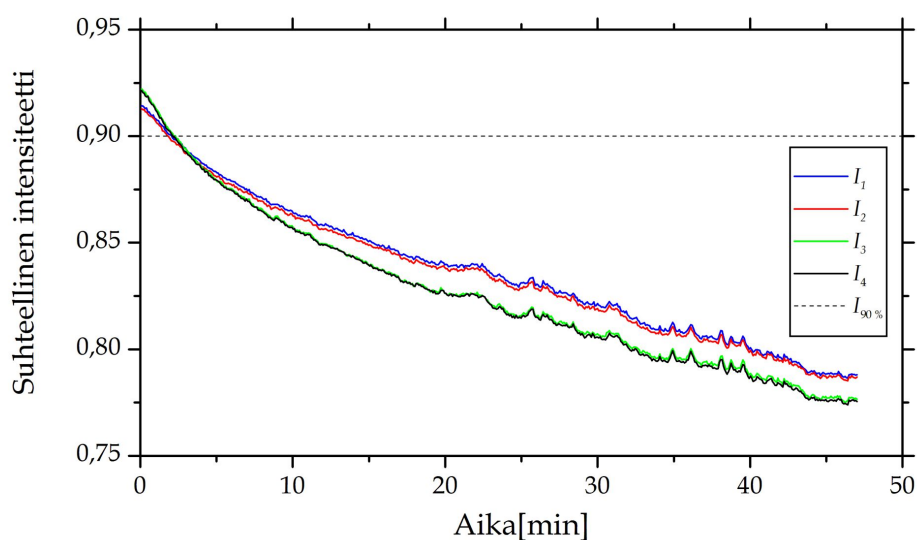
(b)

**Kuva 5.8:** Projektiokuva (a) ilman taustakorjausta ja (b) taustakorjauksen jälkeen.

(A). Ryhmän N näytteiden tomografiakuvissa huomattiin olevan paljon erilaisia häiriöitä. Syynä oli todennäköisesti röntgenlähteen epästabiilisuus, ja sen riittämätön huomioiminen. Kuvassa 5.9 on erään skannauksen projektiokuvien nurkka-alueista mitattu suhteellinen intensiteetti. Huomataan, että kokonaisintensiteetti laskee koko skannauksen ajan ja nurkka-alueiden intensiteetit laskevat hieman eri tah-



(a)



(b)

**Kuva 5.9:** Röntgensäteilyn intensiteetin (harmaasävyarvon) muuttuminen ajan suhteen projektiokuvien nurkka-alueissa eräässä skannauksessa.

tiin. Intensiteetti voi siis muuttua paikallisesti eri puolilla kuvaa, kunnes jossain vaiheessa mahdollisesti stabiloituu. Projektiokuvat voidaan normittaa taustan intensiteetin suhteen kertomalla kukin kuva jollakin arvolla, tällöin rekonstruktio tuottaa kuitenkin saman tuloksen kuin ilman normitusta, joten kokonaisintensiteetin pieneneminen ei ole juurikaan ongelma. Suuri ongelma on kuitenkin intensi-

teetin epätasainen muuttuminen. Jos taustakorjaus tehdään tilanteessa, missä säteily ei ole vielä stabiloitunut, tausta muuttuu skannauksen aikana epätasaiseksi, ja seurauksena syntyy projektio- ja tomografiakuviin häiriöitä. Näiden poistaminen jälkikäteen on käytännössä mahdotonta. Kuvan 5.9 tapauksessa nurkka-alueiden intensiteetit näyttävät silmämääräisesti stabiloituvan toistensa suhteen n. 20...30 min kuluttua. Taustakorjaus on siis tehtävä aikaisintaan noin puolen tunnin päästä siitä, kun röntgenlähde on käynnistetty. Taustakorjauksen jälkeen röntgenlähde on muutamia minutteja sammuuttuna, koska näytteenpidike on kiinnitettävä laitteeseen. Kun röntgenlähde jälleen käynnistetään skannausta varten, on taas odotettava säteilyn stabiloitumista. Tähän kuuluva aika vaikutti olevan hieman lyhyempi, noin 10...15 min. Intensiteetin epästabiilisuus saattaa liittyä röntgenputken (anodin) tai muiden komponenttien lämpenemiseen. Ryhmän N näytteille epästabiilisuutta ei huomioitu järjestelmällisesti, vaan taustakorjaukset ja skannaukset aloitettiin epäsäännöllisesti melko lyhyen ajan kuluttua röntgenlähteen käynnistytyn jälkeen. Ryhmän VA näytteille sen sijaan käytettiin säännönmukaisesti 30 + 15 minuutin stabiloitumisaikoja.



## 6 Kokeet ja mittaustulosten analysointi

### 6.1 Mittausten kulku

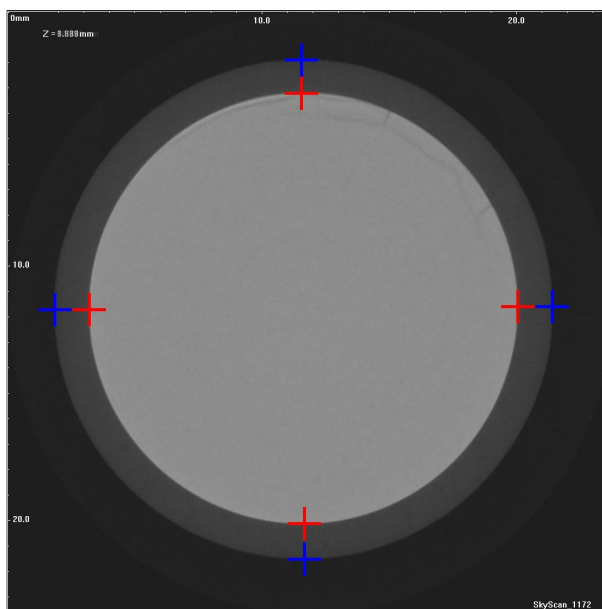
Mittauksissa näytteitä kasteltiin ja kuvattiin sopivin väliajoin röntgenmikrotomografialla. Skannausten yhteydessä näytteenpidike punnittiin, jolloin voitiin määrittää näytteeseen imeytyneen veden massa. Kunkin näytteen ensimmäinen tomografiaskannaus tehtiin ennen kastelun aloittamista, koska tätä tilaa käytettiin referenssitilana verrattaessa eri kastumisvaiheisiin. Ensimmäisenä kahtena päivänä skannauksia oli yleensä kaksi kertaa päivässä, harventuen tämän jälkeen. Yhteensä skannauksia oli noin 10 kertaa, joista suurin osa ensimmäisen kahden viikon aikana kastelun aloittamisesta, jona aikana näytteet olivat lähes saturoituneet veden suhteen.

Kastelun aikana tuli huolehtia, ettei letkuissa ja venttiileissä ollut vuotoja, eikä vesikanavissa ollut merkittävästi ilmakuplia. Ilmakuplat voitiin tarvittaessa poistaa ilmaamalla vesikanavat. Ennen jokaista skannausta näytteenpidike irrotettiin kastelusta, vesikanavat ilmatiin ja mahdolliset vesiroiskeet kuivattiin huolellisesti, jonka jälkeen näytteenpidike punnittiin, ja se voitiin viedä skannattavaksi. Tässä vaiheessa ryhmän VA näytteillä röntgenlähde oli käynnistetty stabiloitumista varten jo aikaisemmin (30 min), jolloin voitiin saman tien suorittaa taustakorjaus ja sen jälkeen kiinnittää näytteenpidike mikrotomografialaiteeseen. Seuraavaksi röntgenlähde käynnistettiin uudelleen, ja sen annettiin stabiloitua (15 min), jonka jälkeen varsinainen skannaus voitiin aloittaa. Ryhmän N näytteillä röntgenlähdettä ei siis laitettu etukäteen stabiloitumaan, vaan taustakorjaus ja skannaus aloitettiin arviolta 2...10 min röntgenlähteen käynnistämisestä. Skannauksen jälkeen vesikanavat ilmattiin ja näytteenpidike punnittiin uudelleen. Varsinkin alussa näytteet imivät nopeasti vettä, jolloin ennen ja jälkeen skannauksen suoritetuista punnituksista voitiin arvioida skannauksen keskiajankohtaa vastaava massa näytteenpidikkeelle. Myös punnitusvirheiden mahdollisuus pienenee kahden punnituksen myötä. Osaa näytteistä punnittiin myös muutamia kertoja muulloinkin kuin vain skannausten yhteydessä.

## 6.2 Tomografiakuvien kohdistus

Kolmiulotteisista tomografiakuvista (1000x1000x470) määritettiin ensin näytteen ja putken mitat. Ensin määritetään näytteen ala- ja yläpintojen koordinaatit  $(z_1, z_2)$ , joiden tarkka määrittäminen oli hieman hankalaa, koska näytteen ja muoviosien välinen raja on melko epäselvä. Kartiomainen säteilykeila ja rekonstruktio ilmeisesti suumentavat säteilyn suhteen erisuuntaisia pintoja jonkin verran. Silmämääräisesti raja määritettiin leikekuvia selailemalla kohtiin, joissa mikrolasikuulat alkavat näkymään näytteessä. Tämän jälkeen tomografiakuvasta tehdään 2D keskiarvoprojektio  $z$ -suunnassa määritettyjen ala- ja yläpintojen välillä, jolloin saadusta kuvasta (6.1) voitiin määrittää näytteen ja putken reunat. Olettamalla näyte ja putki ellipsin muotoisiksi, saatiin samalla näiden ellipsien parametrit. Ellipsien avulla voitiin kuvan kaikki pikselit käydä läpi ja määrittää mihin alueeseen pikseli kuului (näyte, putki tai ilma), jolloin saatiin määritettyä näiden eri alueiden harmaasävyarvojen summa, pikselien lukumäärät ja siten harmaasävyarvojen keskiarvot.

Näytteen keskiakseli ei yleensä ollut keskellä leikekuvien keskipistettä. Keskiakselin sijainti myöskin hieman vaihteli saman näytteen eri



**Kuva 6.1:** Leikekuvien keskiarvoprojektio näytteen ala- ja yläpinnan väliltä  $z$ -suunnassa. Kuvasta saadaan määritettyä näytteen ja putken reunat kuvien keskittämistä ja keskiarvojen laskentaa varten.

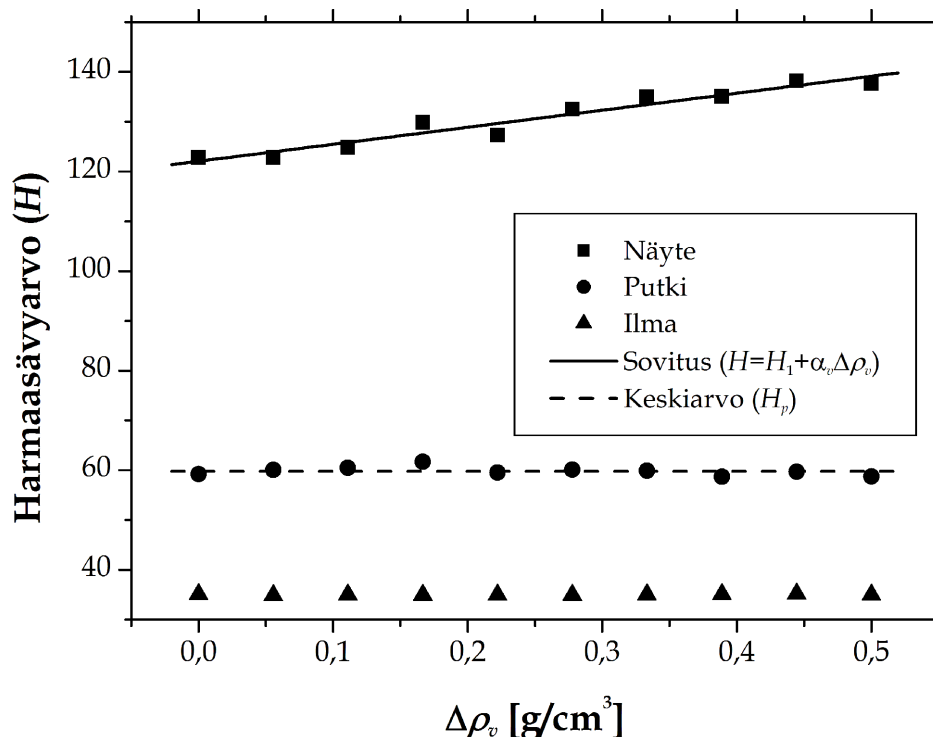
skannausten välillä, johtuen luultavasti siitä, ettei näytteenpidikettä voi käytännössä saada täsmälleen samaan kohtaan mikrotomografia-laitteeseen kiinni (esim. ruuvien ja ruuvireikien välillä on aina pieni välys). Tomografiakuvat voitiin kuitenkin keskittää siten, että kuvan keskiakseli ja näytteen (määritetyn ellipsin) keskiakseli yhtyivät. Tomografiakuvien välillä oli todennäköisesti vaihtelua myös keskiakselin suhteen tapahtuvien pienten rotaatioiden myötä. Näitä ei kuitenkaan korjattu, sillä tulokset oli tarkoitus esittää  $rz$ -koordinaateissa atsimuuttikulman ( $2\pi$ ) yli keskiarvoistettuna, jolloin pienten rotaatioiden ei pitäisi vaikuttaa tuloksiin. Pystysuunnassa ( $z$ ) näytteet pysyivät hyvin tarkalleen kohdistettuina toistensa suhteen, eikä kohdistusta tarvittu.

### 6.3 Harmaasävykeskiarvot ja harmaasävyarvojen normitus

Kaikista tomografiakuvasta saatiin siis määritettyä näytteen, putken ja ilman harmaasävykeskiarvot. Näiden riippuvuus veden keskimääräisen osatiheyden muutoksesta näytteessä näytti mittausten jälkeen tyypillisesti kuvan 6.2 kaltaiselta. Mittauspisteissä oli enemmän tai vähemmän hajontaa suoran (yhtälö 4.11) ja putken keskiarvotason  $H_p$  suhteen. Suoran kulmakerroin ( $\alpha_v$ ) on hyvin herkkä poikkeaville arvoille, kun mittauspisteitä on vähän. Kulmakertoimen arvoa saatiin kuitenkin tarkennettua laskemalla se kaikkien näytteiden sovituksesta painotettuna keskiarvona. Tämän jälkeen voitiin sovittaa kaikille näytteille uudet suorat käyttämällä juuri saatua kulmakeroainta  $\alpha_v$  kiinnitettynä, jolloin saatiin vakiotermeille  $H_1$  tarkempi arvo kullekin näytteelle.

Tomografiakuvien harmaasävyarvot voitiin nyt normittaa ( $H \rightarrow H'$ ) näytteen ja putken harmaasävykeskiarvojen avulla. Normituksen jälkeen putken harmaasävykeskiarvo asettuu keskiarvolle  $H_p$  ja näytteen harmaasävykeskiarvo noudattaa sovitusta  $H_1 + \alpha_v \cdot \Delta \rho_v$ . Normitus tehtiin tomografiakuvalle (nro  $i$ ) lineaarisella interpolaatiolla

$$H' = H_p + \frac{H_1 + \alpha_v \cdot \Delta \rho_{v,i} - H_p}{H_{n,i} - H_{p,i}} \cdot (H - H_{p,i}), \quad (6.1)$$

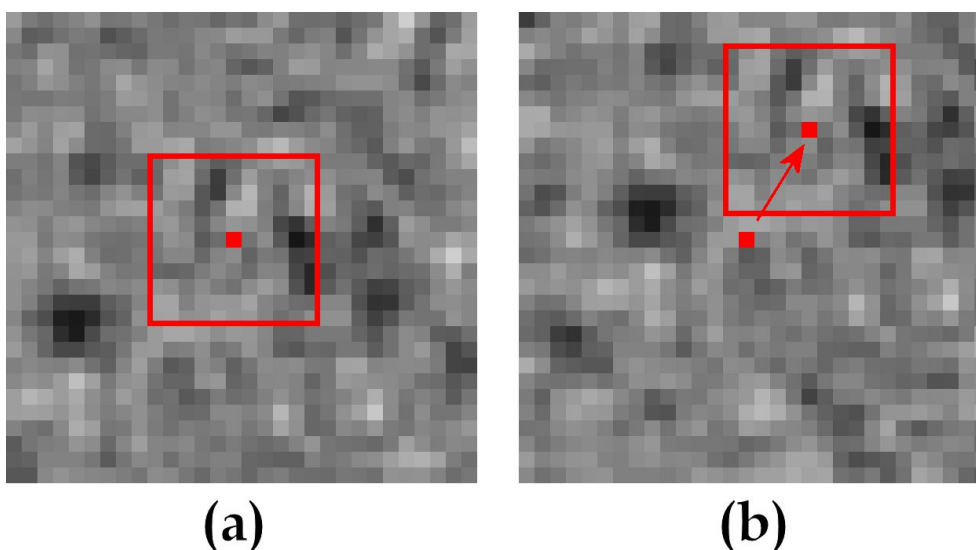


Kuva 6.2: Harmaasävykeskiarvojen riippuvuus veden keskimääräisen osatiheyden muutoksesta näytteessä.

missä  $H_{p,i}$  ja  $H_{n,i}$  ovat mitatut putken ja näytteen harmaasävykeskiarvot,  $\Delta\rho_{v,i}$  on mitattu veden osatiheyden muutos näytteessä. Normitus korjaa mahdolliset kontrastin vaihtelut koko kuvassa, mutta ei tietytikään korjaa paikallisia häiriöitä. Normitus kuitenkin tehtiin kaikille tomografiakuville, sillä sen ei pitäisi muuntaa onnistuneiden kuvien harmaasävyarvoja lainkaan.

#### 6.4 Muodonmuutosten määrittäminen ja kuvien palautus

Muodonmuutosten määrittämistä varten tomografiakuvat skaalattiin 50 %:iin alkuperäisestä, jolloin laskentanopeus kasvaa, mutta toisaalta tarkkuus kärsii. Muodonmuutokset laskettiin yksinkertaista translaatioalgoritmia käyttäen (MATLAB:illa). Vertailtaviin tomografiakuviin muodostetaan suorakulmainen, kolmiulotteinen hilapisteistö, joissa siirtymiä haetaan. Referenssikuvan kunkin hilapisteen ympäriltä otetaan tietyn kokoinen kolmiulotteinen, suorakulmainen vertailualue. Vertailualueen kokoista, vastaavaa aluetta etsitään deformoituneessa kuvassa hilapisteen lähiympäristöstä (kuva 6.3). Algo-

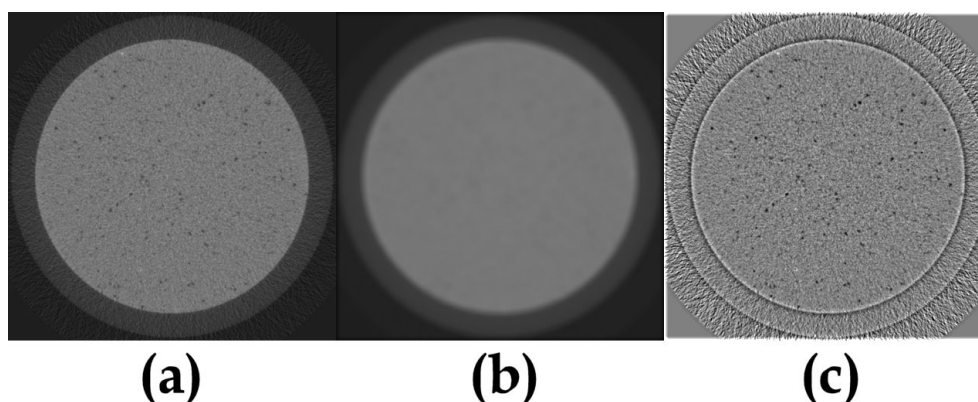


**Kuva 6.3:** Translaatioalgoritmin periaate 2D:ssä. Referenssikuvan (a) hilapisteen ympärille muodostetaan vertailualue, jolle etsitään parhaiten vastaavaa, samankokoista aluetta deformoituneen näytteen kuvasta (b) hilapisteen lähiympäristöstä.

**Taulukko 6.1:** Translaatioalgoritmissa käytetyt asetukset.

Hilapisteiden lukumäärä	31x31x21
Hilapisteiden etäisyys toisistaan	$\Delta x_1 = \Delta x_2 = 14 \text{ px}$ , $\Delta x_3 = 11 \text{ px}$
Vertailualueiden koko	21x21x21 px
Siirtymien hakualue	10x10x10 px

ritmissä vertailualueet vastaavat parhaiten toisiaan, kun vokselien erotusten neliösummalle löytyy minimi. Tällöin saadaan siirtymän suuruus vokselin tarkkuudella. Minimien ja sen lähinaapureiden neliösummiin (yht. 27 kpl) sovitetaan tämän jälkeen kolmiulotteista "kuoppaa" approksimoiva paraboloidinen sovitus, jolloin sovituksen minimistä saadaan mahdollisesti tarkempi arvo siirtymälle. Niissä hilapisteissä, jotka ovat näytteen ulkopuolella, ei siirtymiä haeta, vaan niissä siirtymät määritellään suoraan nolliksi. Translaatioalgoritmi sopii parhaiten tilanteisiin, missä muodonmuutokset ovat suhteellisen yksinkertaisia. Jos siirtymävektorikentässä on voimakkaita gradientteja, ei deformoituneesta kuvasta välttämättä löydy referenssikuvaa vastaavaa vertailualueita. Translaatioalgoritmia käytettiin muodonmuutosten määrittämiseen taulukosta 6.1 löytyvillä asetuksilla. Laskenta-aika riippuu voimakkaasti käytettyjen hilapisteiden lukumäärästä, vertailualueiden koosta ja siirtymien hakualueen suu-



**Kuva 6.4:** Tomografiakuvien normitus muodonmuutosten laskentaan varten. Alkuperäinen kuva (a), keskiarvoistettu kuva (b) ja näiden osamääräkuva (c).

ruudesta.

Näytteisiin lisätyt merkkipartikkelit (mikrolasikuulat) olivat keskeisessä asemassa muodonmuutosten määrityksessä, sillä näytteen rakenne oli muutoin varsin tasajakoista. Käytetyssä translaatioalgoritmista neliösummia laskettaessa vertailualueiden harmaasävyarvoja ei normitettu keskenään millään lailla, mikä voisi johtaa virheellisiin siirtymiin, koska harmaasävyarvojen taso voi vaihdella reilustikin kuvien välillä samoissa alueissa. Algoritmin kannalta tomografiakuvista oli siis syytä tehdä translaatioalgoritmia varten normitetut versiot. Tämä onnistui riittävän hyvin jakamalla tomografiakuva itsensä keskiarvokuvalla (ImageJ: 3D mean filter,  $r=5$ ) vokseleittain ja ikkunoimalla harmaasävyarvot uudelleen sopivasti, jolloin myös merkkipartikkelit tulevat silmämääräisesti paremmin näkyviin (kuva 6.4). Normittamalla kuvat algoritmin ulkopuolella, säästettiin laskentaan kuluvaa aikaa.

Erotuskuvat saatiin vähentämällä vokseleittain kunkin kastumisvaiheen kuvasta referenssikuva (kastelematon näyte). Bentonitiin mahdollisten muodonmuutoksien vuoksi referenssi- ja vertailukuvan vokselit ei välttämättä ole samoja massapisteitä. Tämä ongelma voidaan kuitenkin korjata palauttamalla vertailukuva referenssikuvaa vastaavaksi massapisteiden suhteen, määritettyjen muodonmuutosten avulla. Aluksi hilapisteissä määritetyt siirtymät interpoloidaan jokaiseen vokseliin. Referenssikuvan vokselien koordinaatteihin voidaan nyt summata siirtymät, jolloin saadaan näitä vokseleita vastaa-

vien vokselien (massapisteiden) koordinaatit vertailukuvassa ( $\vec{r}' = \vec{r} + \vec{u}$ ). Näiden koordinaattien avulla vertailukuvasta voidaan interpoloida kutakin referenssikuvan vokselia vastaava harmaasävy-arvo, jolloin saadaan muodonmuutosten suhteen palautettu tomografiakuva muodostettua.

## 6.5 Bentoniitin tiheyden muutokset ja kosteuspitoisuus

Veden pitoisuutta bentoniitissa esittävien tulosten suurena oli tarkoitus käyttää kosteuspitoisuuden muutosta, joka saatiin yhtälöiden 4.8 ja 4.13 avulla seuraavasti

$$\Delta\theta = \frac{\Delta H - \alpha_b \cdot \Delta\rho_b}{\alpha_v \cdot \rho_b}. \quad (6.2)$$

Yhtälössä tarvittavaa bentoniitin tiheyden muutosta varten laskettiin ensin bentoniitin suhteellinen tiheyden muutos määritetyistä muodonmuutoksista yhtälöillä 3.5 ja 3.6. Tätä varten siirtymän derivaatta laskettiin hilapisteessä  $(i_1, i_2, i_3)$  kunkin koordinaatin  $(x_1, x_2, x_3)$  suunnassa diskreetisti, esimerkiksi

$$\frac{\partial u_1(i_1, i_2, i_3)}{\partial x_1} \approx \frac{u_1(i_1+1, i_2, i_3) - u_1(i_1-1, i_2, i_3)}{2 \cdot \Delta x_1}. \quad (6.3)$$

Tilavuuden ja tiheyden muutokset saatiin siten laskettua vain niissä hilapisteissä, jotka eivät ole reunapisteitä. Suhteellinen tiheyden muutos voitiin nyt interpoloida jokaiseen vokseliin.

Bentoniitin tiheyden muutos saadaan kertomalla suhteellinen tiheyden muutos bentoniitin alkutiheydellä

$$\Delta\rho_b = \xi \cdot \rho_{b0}. \quad (6.4)$$

Alkutiheys voidaan olettaa tasaiseksi tai määrittää mahdollisesti tarkemmin alkutilan tomografiakuvasta yhtälöllä 4.6. Yhtälössä 6.2 esiintyvä bentoniitin tiheys lopputilassa voidaan myös olettaa tasaiseksi tai laskea se alkutilan tiheyden ja tiheyden muutoksen avulla, jolloin se olisi

$$\rho_b = \rho_{b0} + \Delta\rho_b. \quad (6.5)$$

Koska translaatioalgoritmin tarkkuus bentoniitin tiheyden muutosten määrittämiseen ei välttämättä ollut riittävä (ks. luku 7.3), päätettiin bentoniitin tiheyden muutokset jättää huomiotta, tällöin yhtälö 6.2 yksinkertaistui muotoon

$$\Delta\theta = \frac{\Delta H}{\alpha_v \cdot \rho_b}, \quad (6.6)$$

missä bentoniitin lopputilan tiheys oletettiin tasaiseksi, ja sen arvona käytettiin näytteen tavoitekuivatiheyttä.

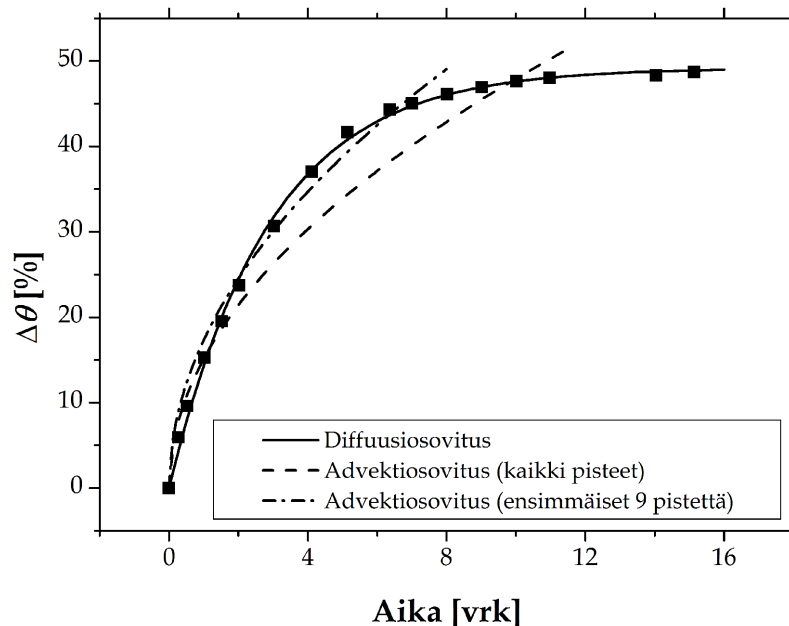


## 7 Tulokset

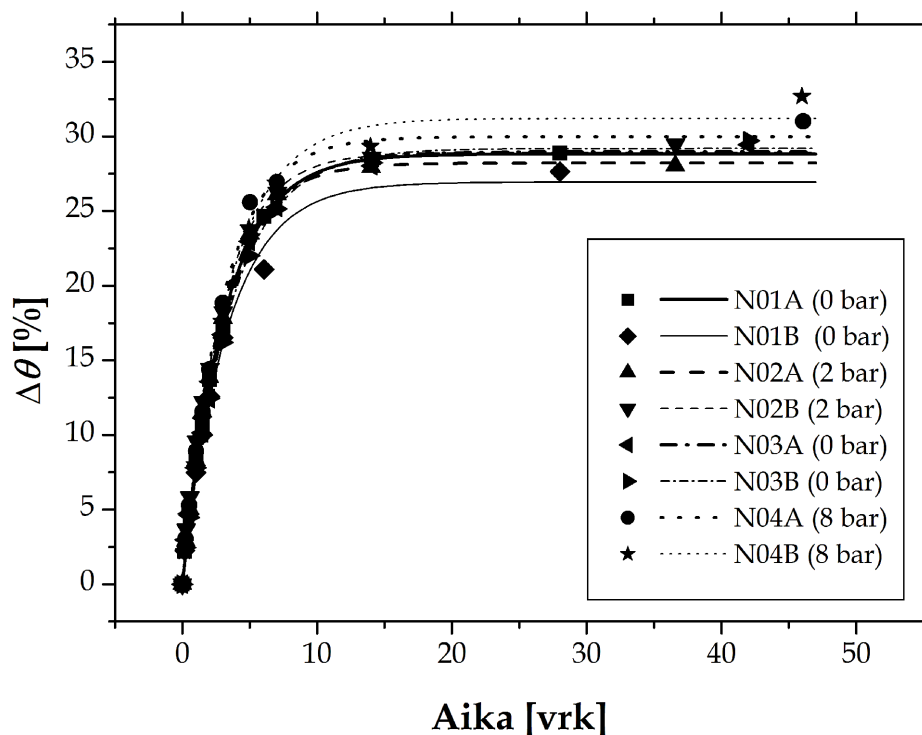
### 7.1 Veden imeytyminen näytteeseen

Kuvassa 7.1 on esimerkkinä näytteen (VA02) keskimääräinen kosteuspitoisuus ajan funktiona sekä mittauspisteisiin sovitetut diffuusiota ja advektiota kuvaavat käyrät. Diffuusion mukainen käyrä sopii mittauspisteisiin hyvin, kun taas advektiokäyrät eivät näytä sopivan. Sama voitiin todeta kaikille muillekin näytteille. Näytteen kastuminen ei geometriasta johtuen ollut tietenkään yksiulotteista, sillä kastelu tapahtui halkaisijaltaan näytettä huomattavasti pienemmän sinterin kautta, silti 1D diffuusion kaltainen approksimaatio sopii mitaustuloksiin hyvin. Sovitusten perusteella veden kulkeutuminen näyttäisi olevan diffuusion kaltainen prosessi.

Kuvissa 7.2 ja 7.3 on esitetty ryhmien N ja VA näytteiden keskimääräinen kosteuspitoisuuden muutos ajan funktiona. Sovitusten para-



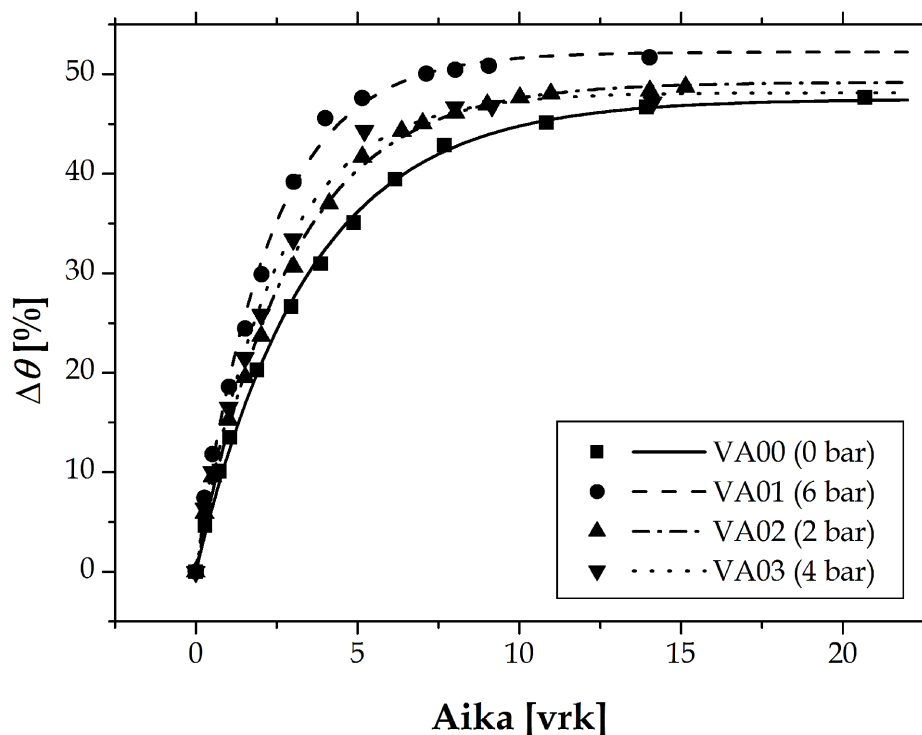
**Kuva 7.1:** Näytteen VA02 keskimääräinen kosteuspitoisuuden muutos ajan funktiona. Mittauspisteisiin on sovitettu 1D diffuusiota (approksimaatio) ja advektiota kuvaavat käyrät. Advektiokäyriä on kaksi, kaikkiin mittauspisteisiin ja alun jyrkempään osaan (9 ensimmäistä pistettä) sovitetut käyrät.



**Kuva 7.2:** Ryhmän N näytteiden keskimääräinen kosteuspitoisuuden muutos ajan funktiona. Kullekin näytteelle on sovitettu diffuusiota kuvaavat käyrät. Sovitusten parametrit löytyvät taulukosta 7.1.

metrit on koottu taulukkoon 7.1. Kuvista<sup>3</sup> ja taulukosta nähdään, että ryhmän N näytteillä imeytymisnopeuden ja lopullisen vesipitoisuuden riippuvuutta kastelupaineesta ei ole selvästi havaittavissa, kun taas ryhmän VA näytteissä imeytymisnopeus ja lopullinen kosteuspitoisuus näyttää hieman riippuvan paineesta. Erona ryhmien välillä oli bentoniitin kuivatiheys (1,5 ja 1,2 g/cm<sup>3</sup>), joten suurempi kuivatiheys saattaa vähentää kastelupaineen vaikutusta. Pienempi bentoniitin kuivatiheys näyttää vakio-tilavuudessa johtavan suurempaan lopulliseen kosteuspitoisuuteen (taulukko 7.2).

<sup>3</sup> Huomaa kuvien 7.1 ja 7.2 erilaiset asteikot.



**Kuva 7.3:** Ryhmän VA näytteiden keskimääräinen kosteuspitoisuuden muutos ajan funktiona. Kullekin näytteelle on sovitettu diffuusiota kuvaavat käyrät. Sovitusten parametrit löytyvät taulukosta 7.1.

**Taulukko 7.1:** Näytteiden keskimääräisen kosteuspitoisuuden muutosta kuvaavan sovituksen ( $\Delta\theta = \theta_\infty(1 - e^{-t/\tau})$ ) parametrit. Näytteiden keskimääräinen kosteuspitoisuus saadaan lisäämällä muutokseen alkukosteus ( $\theta_0 = 7,8 \pm 0,2$ ).

Näyte	$p_0$ [bar]	$\theta_\infty$ [%]	$\tau$ [vrk]	$R^2$
N01A	0	$28,8 \pm 0,4$	$3,17 \pm 0,09$	0,999
N01B	0	$26,9 \pm 0,8$	$3,30 \pm 0,21$	0,993
N02A	2	$28,2 \pm 0,3$	$2,89 \pm 0,06$	0,999
N02B	2	$28,9 \pm 0,4$	$2,88 \pm 0,11$	0,997
N03A	0	$29,0 \pm 0,5$	$3,34 \pm 0,14$	0,997
N03B	0	$29,2 \pm 0,4$	$3,52 \pm 0,12$	0,998
N04A	8	$30,0 \pm 0,5$	$2,95 \pm 0,14$	0,996
N04B	8	$31,2 \pm 0,6$	$3,40 \pm 0,17$	0,996
VA00	0	$47,5 \pm 0,5$	$3,49 \pm 0,10$	0,998
VA01	6	$52,2 \pm 0,7$	$2,23 \pm 0,09$	0,997
VA02	2	$49,2 \pm 0,4$	$2,91 \pm 0,08$	0,998
VA03	4	$48,2 \pm 0,7$	$2,46 \pm 0,11$	0,997

**Taulukko 7.2:** Näytteiden keskimääräinen loppukosteuspitoisuus kummassakin ryhmässä.

ryhmä	$\rho_b$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\theta_\infty$ [%]	$\theta_\infty + \theta_0$ [%]
N	1,5	29	37
VA	1,2	49	57

## 7.2 Harmaasävyarvojen riippuvuus osatiheyksistä

Kaikkien näytteiden harmaasävyarvojen keskiarvojen riippuvuus näytteen keskimääräisen veden osatiheyden muutoksesta bentoniitinäytteen, putken ja ilman alueelta löytyvät liitteestä A (kuvat A.1, ..., A.12). Kuviin on sovitettu suorat, joiden parametrit löytyvät taulukoista A.1 ja A.2. Kuvista ja sovitusten parametreista näkee, että ryhmän N näytteissä on runsaasti hajontaa mittaustuloksissa, kun taas ryhmän VA mittaustuloksissa hajonta on huomattavasti pienempää. Tämä on luultavasti seurausta röntgenlähteen epästabiilisuudesta, sillä ryhmän VA mittauksissa röntgenlähteen annettiin stabiloitua reilusti kauemmin. Sovitussuorien keskimääräisiksi (painotettu keskiarvo) kulmakertoimiksi saatiin ryhmille N ja VA

$$\alpha_{v,N} = (35,4 \pm 5,1) \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$\alpha_{v,VA} = (36,5 \pm 0,7) \text{ cm}^3/\text{g},$$

jotka ovat lähellä toisiaan ryhmän N suuresta hajonnasta huolimatta. Kaikkien näytteiden (painotetuksi) keskiarvoksi saadaan näistä  $\alpha_v = (36,5 \pm 0,7) \text{ cm}^3/\text{g}$ , joka kiinnitettiin käytettäväksi toisessa sovituksessa.

Kerroin  $\alpha_b$  voidaan määrittää jo tehtyjen mittausten avulla, koska käytettiin kahta eri bentoniitin tiheyttä ja tiedetään näitä tiheyksiä vastaavat harmaasävykeskiarvot kastelemattomalle näytteelle (taulukko 7.3). Kyseessä on tällöin kahden pisteen kautta kulkevan suoran (yhtälö 4.12) määrittäminen, jonka kautta saadaan kertoimeksi  $\alpha_b = (86 \pm 3) \text{ cm}^3/\text{g}$  ja vakiotermiksi  $H_0 = 10 \pm 4$ . Näin saataisiin tomografiakuvan harmaasävyarvolle kokeellisilla kertoimilla yhtälö 4.6 muotoon

$$H \approx 10 + 86 \cdot \rho_b + 36,5 \cdot \rho_v, \quad (7.1)$$

kun osatiheyksien yksikkönä on g/cm<sup>3</sup>. Ilman näytettä ( $\rho_b = \rho_v = 0$ )

**Taulukko 7.3:** Bentoniittinäytteiden mitatut kuivatiheydet ja näitä vastaavien alkukosteuden sisältämien näytteiden harmaasävykeskiarvot kummallekin näyteryhmälle.

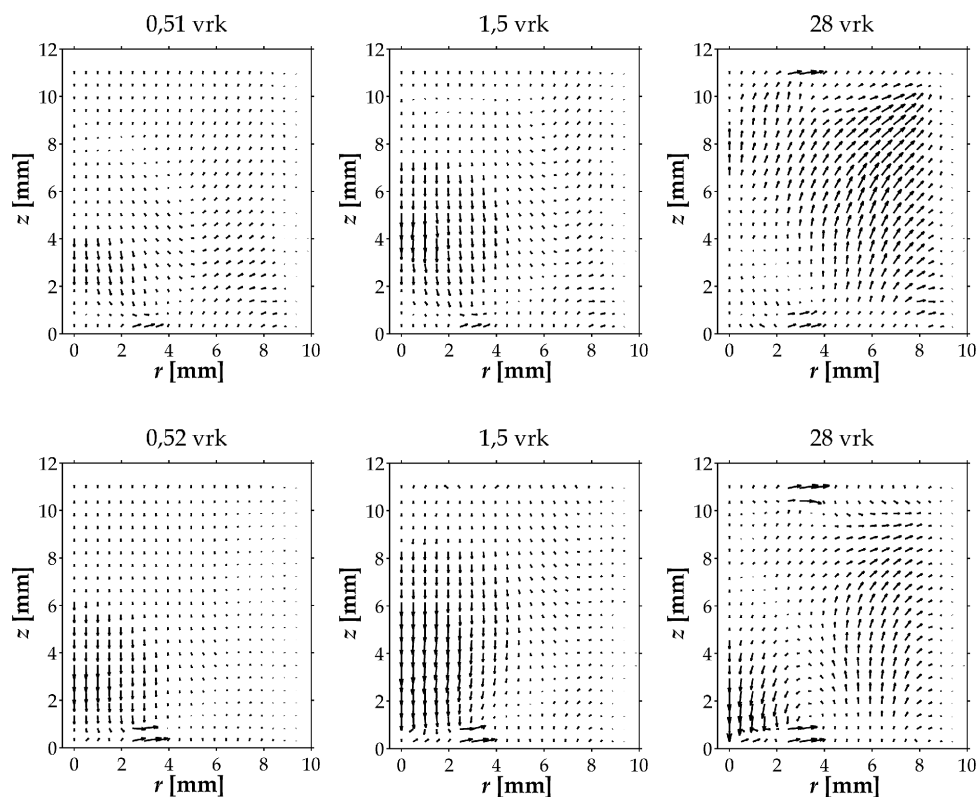
ryhmä	$\rho_b$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$H$
N	1,4843 ± 0,0056	142,31 ± 0,70
VA	1,1848 ± 0,0015	115,56 ± 0,12

yhtälö (7.1) antaa harmaasävyarvoksi  $H \approx 10$ , kuitenkin rekonstruktioasetusten perusteella harmaasävyarvon pitäisi olla tällöin  $H = 30$ . Ero johtuu todennäköisesti siitä, että harmaasävyarvojen riippuvuus osatiheyksistä on todellisuudessa epälineaarinen. Jos kuitenkin pysytään riittävän pienellä tiheysalueilla, on lineaarisuus luultavasti hyvä approksimaatio. On syytä muistaa, että määritetyt kertoimet pätevät vain työssä käytetyille skannaus- ja rekonstruktioasetuksille sekä mikrotomografialaitteen röntgenspektrille. Kertoimista nähdään, että bentoniitti absorboi röntgensäteilyä yli kaksinkertaisesti veteen verrattuna tiheyksien ollessa sama mittauksissa käytetyn energiaspektarin alueella ( $E_{max} = 100$  keV).

### 7.3 Muodonmuutokset

Kaikkien näytteiden eri kastumisvaiheille saatiin määritettyä kolmiulotteiset siirtymävektorikentät, joiden avulla tomografiakuvat palautettiin muodonmuutosten kannalta alkutilannetta vastaaviksi, ennen erotuskuvien laskemista. Siirtymävektorikenttä on havainnollisuuden kannalta helpointa esittää kaksiulotteisena,  $rz$ -koordinaatistossa, atsimuuttikulman ( $2\pi$ ) yli keskiarvoistettuna. Kuvassa 7.4 on esimerkkinä näyteparin N01A ja N01B siirtymävektorikentät kolmessa eri kastumisvaiheessa. Siirtymät eivät ole kovin suuria (kuvassa skaalattu kertoimella 5), ja ne vaikuttavat melko mutkikkailta. Kuvista kuitenkin näkee, että siirtymissä on samankaltaisuuksia parien välillä, joten translaatioalgoritmi toimii luultavasti ainakin jollain tarkkuudella. Liitteestä B löytyvät kaikkien näytteiden siirtymävektorikentät kosteuspitoisuuskuvien päälle piirrettynä.

Siirtymävektorikentistä voitiin laskea bentoniitin suhteellinen tiheyden muutos näytteissä, kuvassa 7.5 on esimerkkinä näytteen VA00 kolmessa eri kastumisvaiheessa lasketut suhteelliset tiheyden muutokset. Bentoniitissa näyttää tapahtuvan paikallisia tiheyden muu-

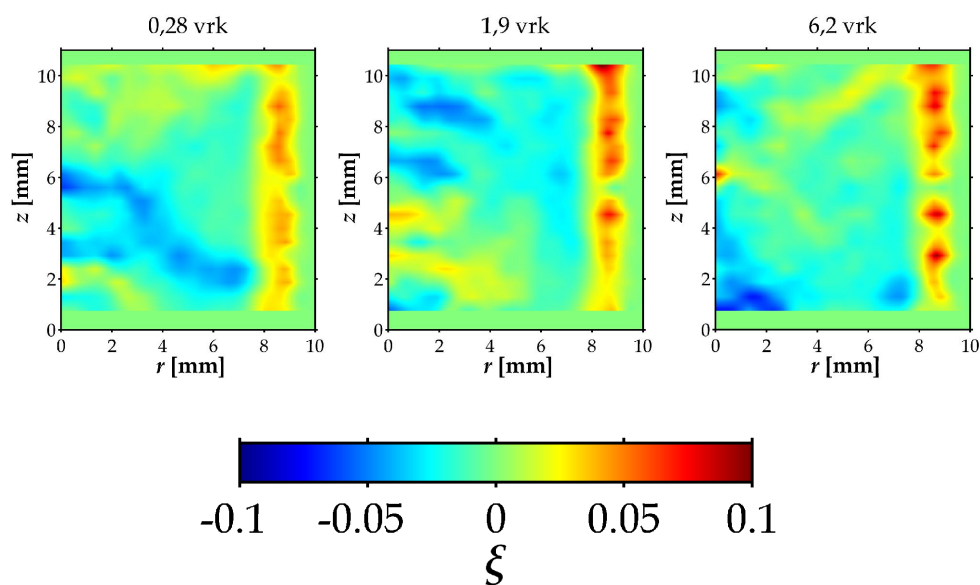


**Kuva 7.4:** Esimerkkejä määritetyistä siirtymävektorikentistä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä. Siirtymien suuruudet on skaalattu kertoimella 5. Ylärivillä näytteen N01A siirtymät kolmessa eri kastumisvaiheessa, alarivillä vastaavat siirtymät näytteelle N01B.

toksia. Erikoista on kuitenkin se, ettei kaikkia näitä tiheyden muutoksia nähdä erotuskuvissa. Tähän voi olla kaksi syytä:

- Kuvassa nähtyjä tiheyden muutoksia ei tapahdu, jolloin translaatioalgoritmi ei toimi riittävän tarkasti.
- Veden osatiheys kasvaa alueissa, missä bentoniitin tiheys laskee ja päinvastoin siten, että harmaasävyarvo pysyy likimain vakiona (ks. yhtälö 7.1).

Kuvasta 7.5 nähdään, että suhteellinen tiheyden muutos on paikoin jopa  $\xi = -0,1$ . Yhtälön 7.1 avulla voidaan arvioida, että tällöin vesipitoisuuden pitäisi nousta yli 25 prosenttiyksikköä, jotta harmaasävyarvo pysyisi samana kuin alueissa, missä tiheyden muutoksia ei tapahdu. Ryhmän VA näytteiden kosteuspitoisuuskuviissa (B.10, B.11 ja B.12) näkyy sen sijaan alaintterin tuntumassa voimakkaita siirty-

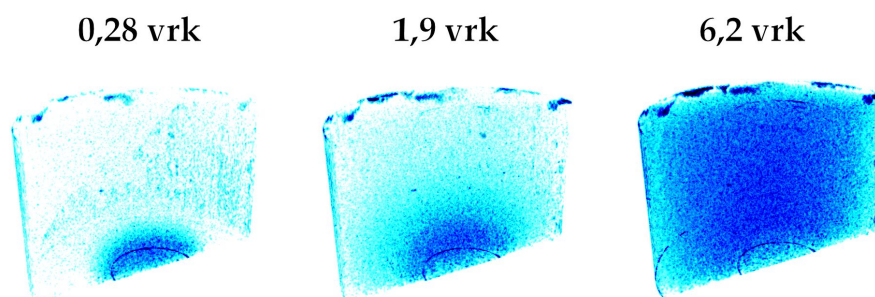


**Kuva 7.5:** Näytteen VA00 siirtymävektorikentistä lasketut suhteelliset tiheyden muutokset ( $\xi$ ) kolmella eri ajanhetkenä. Kuvissa näkyy tihentymiä ja harventumia, joissa tiheys muuttuu sen verran paljon, että niiden pitäisi myös näkyä kuvassa 7.7.

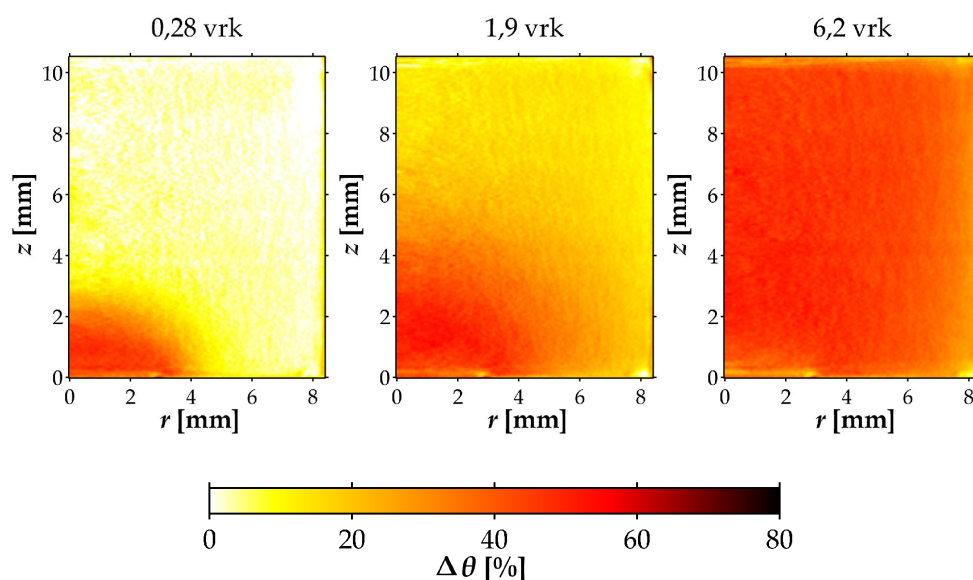
miä, jotka voisivat selittää samalla alueella näkyvän harventuman. Translaatioalgoritmin toimintaa olisi syytä testata lisää ja mahdollisesti kokeilla muunlaisten muodonmuutosalgoritmien toimivuutta.

## 7.4 Kosteuspitoisuudet

Kuvassa 7.6 on esimerkki näytteen kosteuspitoisuusjakauman kolmiulotteisesta visualisoinnista, mistä selvästi erottaa veden kulkeutumisen näytteeseen mittauksissa käytetyn geometrian mukaisesti. Myös kosteuspitoisuus voitiin esittää  $rz$ -koordinaatistossa, jolloin se keskiarvoistettiin atsimuuttikulman ( $2\pi$ ) yli (kuva 7.7). Kaikkien näytteiden kosteuspitoisuuskuvat löytyvät liitteestä B, joiden päälle on myös piirretty siirtymävektorikentät. Kosteuspitoisuuskuvista nähdään veden kulkeutuminen alapinnassa olevasta sintteristä näytteeseen, aluksi puolipallon kaltaisena, sumeana rintamana, kunnes näyte lopulta näyttää olevan lähes tasaisesti kastunut kaikkialta. Veden kulkeutumista voitiin myös tarkastella näytteen keskeltä, jonkin säteen sisäpuolelta pystyakselin suunnassa, jolloin saatiin jossain mielessä yksiulotteista tilannetta vastaavia pitoisuuskäyriä (kuva 7.8). Käyrät muistuttavat 1D diffuusion pitoisuuskäyriä (kuva 2.3).



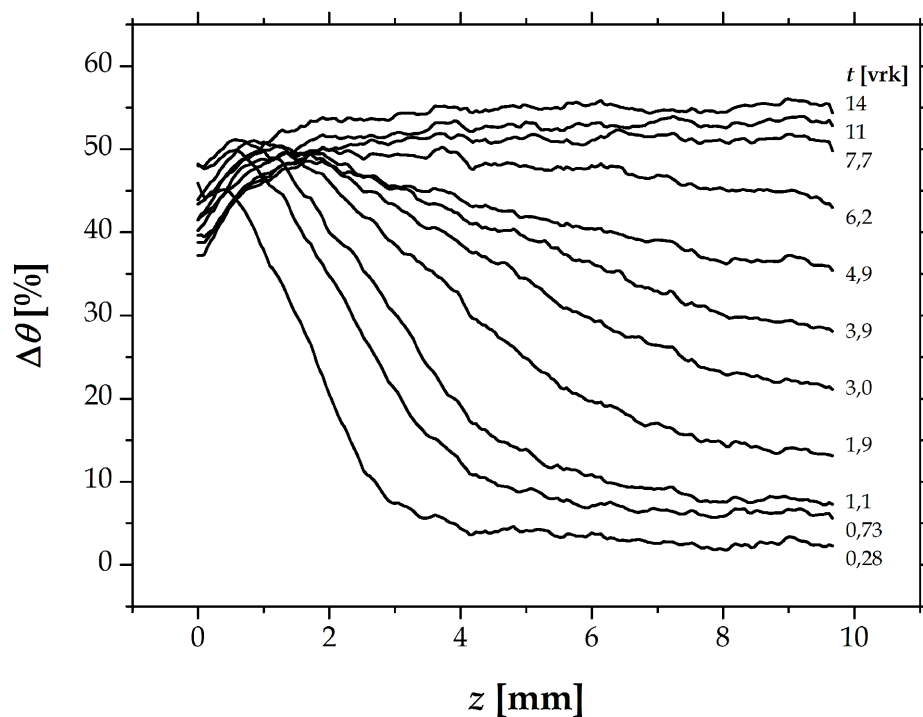
**Kuva 7.6:** Näytteen VA00 kosteuspitoisuuden muutos 3D poikkileikkauksena esitettyinä kolmena eri ajanhetkenä.



**Kuva 7.7:** Näytteen VA00 kosteuspitoisuuden muutos  $rz$ -koordinaatistossa esitettyinä kolmena eri ajanhetkenä.

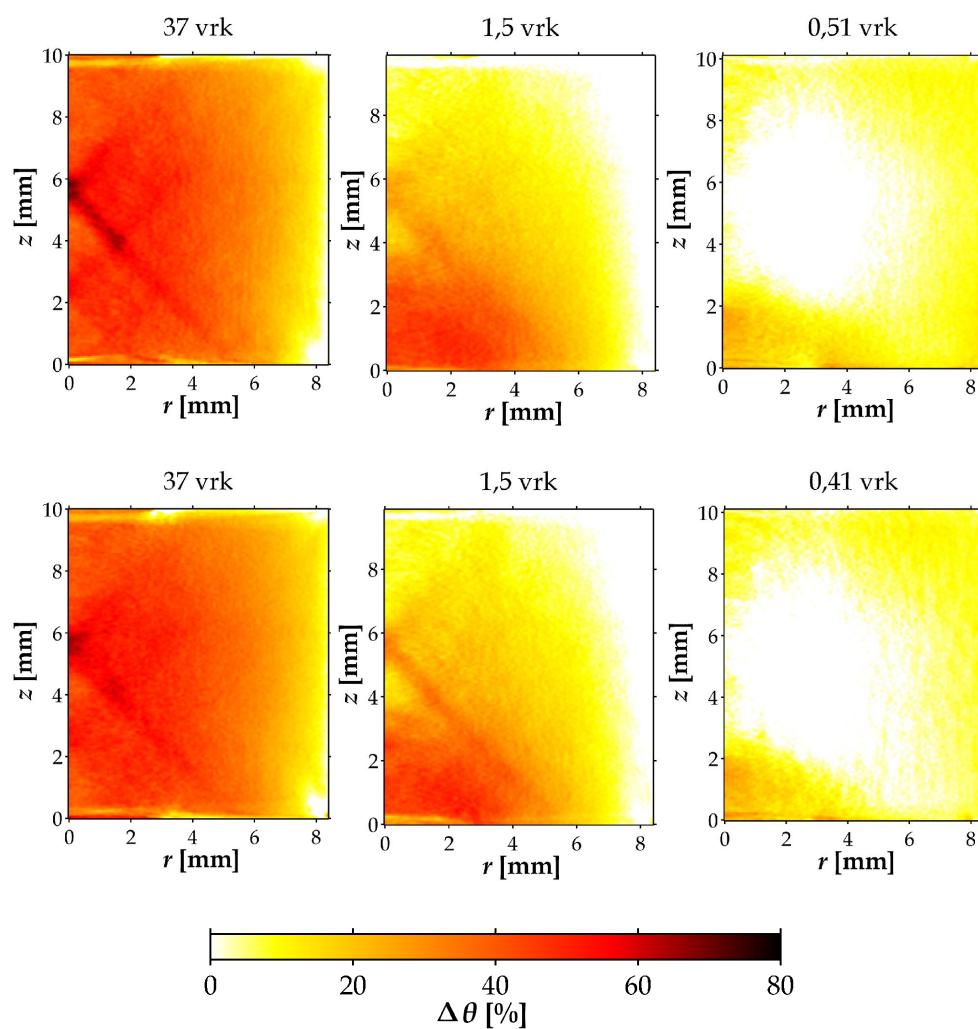
Monissa kosteuspitoisuuskuville on paljon häiriöitä, varsinkin ryhmän N näytteiden kuvissa. Kuvassa 7.9 on vertailtu joitakin häiriöitä sisältäviä kuvia näyteparien kesken. Huomataan, että ne ovat parien välillä hyvin samankaltaisia, joten häiriöt ovat todennäköisesti tulleet yhteisestä taustakorjauksesta. Ryhmän VA näytteissä suurempia häiriöitä ei esiinny, joten röntgenlähteen stabiloitumiseen on syytä kiinnittää huomiota. Poikkeuksena on näytteen VA03 viimeisimmän kastumisvaiheen kuva (B.12), jossa on paha häiriö. Syy tähän saattaa olla





**Kuva 7.8:** Näytteen VA00 keskiakselilta mitattu kosteuspitoisuuden muutos  $z$ -koordinaatin funktiona eri ajanhetkinä. Kosteusprofiilit muistuttavat muodoltaan diffuusion kaltaista veden kulkeutumista (vrt. kuva 2.3).

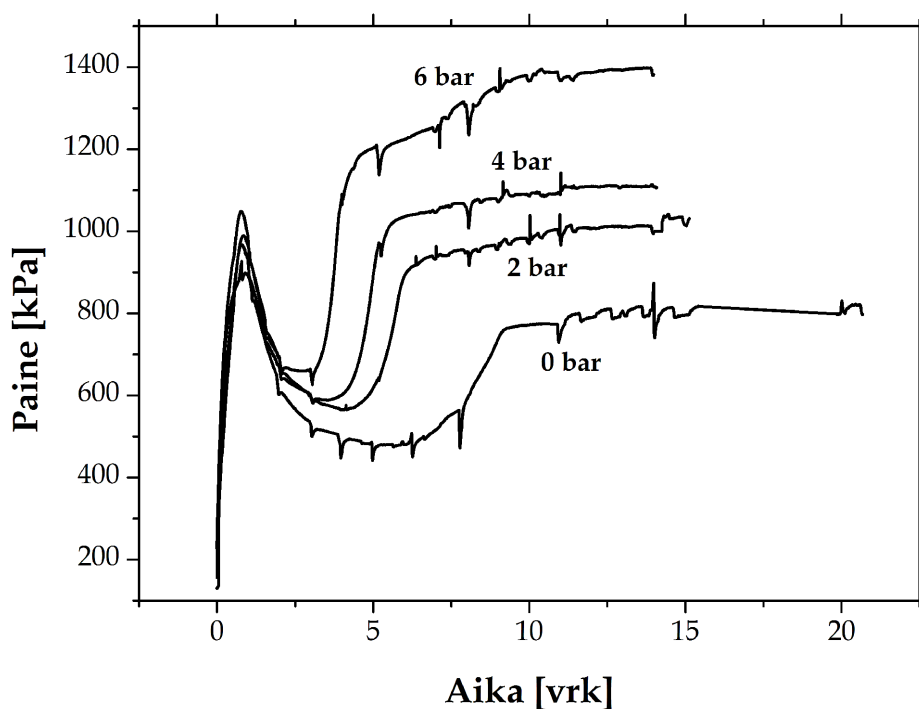
ajankohtaan ajoittuva uusi ohjeistus pitää mikrotomografialaitetilan ovea suljettuna skannausten ajan, jolloin tila ja mikrotomografialaite ovat luultavasti lämmenneet normaalia enemmän. Jos tämä on syytä, on myös ympäristön lämpötilaan kiinnitettävä huomiota. Röntgenlähde voi olla epästabiilimpi, jos laitetilan lämpötila on korkeampi tai vaihtelee voimakkaasti.



**Kuva 7.9:** Esimerkkejä häiriöistä kosteuspitoisuuskuvissa. Ylärivillä on näytteiden N02A, N03A ja N04A eräiden ajanhetkien kuvat ja alarivillä näiden näyteparien N02B, N03B ja N04B kuvat. Häiriöt ovat näytepareissa hyvin samankaltaisia, luultavasti yhteisen, huonon taustakorjauksen vuoksi.

## 7.5 Paine näytteiden yläpinnalla

Bentoniitti pyrkii turpoamaan kastuessaan, jolloin näytteet kohdistavat voimia putkeen ja muoviosiin. Ryhmän VA näytteiden voima-anturin mittauksista voitiin laskea näytteen yläpinnassa vallitseva paine. Kuvassa 7.10 on piirrettyä painekäyrät neljälle ryhmän VA näytteelle eri kastelupaineilla. Käyrien muoto on mielenkiintoinen, alussa on jyrkkä paineen kasvu, kunnes saavutetaan huippu suunnilleen samaan aikaan kaikissa näytteissä. Tämän jälkeen paine laskee, kunnes taas nousee uudelleen, nyt kuitenkin eri tahtiin. Lopulta paine tasoittuu, kullekin näytteelle ominaiseen painetasoon. Bentoniitissa tapahtuu luultavasti jonkinlainen pehmenemisilmiö jossain kastumisvaiheessa, jolloin paine laskee. Käyrien systemaattinen muoto kertoo siitä, että paineen mittaus on todennäköisesti onnistunut hyvin kaikille neljälle näytteelle.



**Kuva 7.10:** Näytteiden (ryhmä VA) yläpinnalla vallitseva paine ajan funktiona eri kastelupaineilla voima-anturin avulla mitattuna.

## 8 Johtopäätökset

Tavoitteena oli kehittää menetelmä veden kulkeutumisen mittaamiseksi bentoniitissa röntgentomografialla, jotta voitaisiin määrittää kosteuspitoisuusjakauma eri ajanhetkillä näytteitä kasteltaessa. Menetelmän avulla olisi tarkoitus saada bentoniittia kuvaavien mallien kehittämiseen ja validointiin tärkeää mittausdataa, mikä oli menetelmän kehittämisen pääasiallinen motivaatio.

Imeytyvän veden aiheuttama muutos tomografiakuvien harmaasävyarvoissa on suhteellisen pieni, joten menetelmä on herkkä häiriöille. Toisaalta pienten tiheyden muutosten vuoksi epälineaarisuudet ovat pieniä, ja tilannetta voidaan approksimoida lineaarisilla yhtälöillä. Röntgenlähteen polykromaattinen säteily ei siten aiheuta juuriakaan ongelmia menetelmän kannalta. Menetelmän suurin ongelma sen sijaan oli käytetyn tomografialaitteen röntgenlähteen epästabilius, jonka luultavasti aiheutti kuvissa nähdyt häiriöt. Röntgensäteilyn intensiteetti ei pysynyt riittävän tasaisena skannausten aikana, mikä saattaa liittyä röntgenlähteen lämpenemiseen, jolloin laitteen ja laitetilän lämpötiloihin olisi syytä kiinnittää huomiota. Voi olla myös hyvä kokeilla vieläkin pidempiä stabiloitumisaikoja röntgenlähteelle. Toinen epävarmuustekijä mittauksissa oli siirtymien määrittäminen translaatioalgoritmeilla. Silmämääräisesti sillä mitatut siirtymät olivat suhteellisen siistejä ja todentuntuksia. Siirtymistä lasketuissa bentoniitin tiheyden muutoksissa näkyi kuitenkin tihentymiä ja harventumia, joiden olemassaolosta ei ole varmuutta. Translaatioalgoritmin ja myös muunlaisten algoritmien toimivuutta kannattaisi siten testata lisää. Muilta osin röntgentomografiamenetelmä vaikuttaa toimivalta kosteuspitoisuuden määrittämiseen. Menetelmän tarkkuutta on vaikea arvioida, häiriöt ja muodonmuutokset voivat mahdollisesti aiheuttaa suuriakin virheitä. Tarkkuuden selvittämiseksi olisi hyvä skannata sopivista materiaaleista valmistettuja testinäytteitä, joissa kosteuspitoisuus ja muodonmuutokset tunnetaan.

Mittauksissa käytettyjen bentoniittinäytteiden tiheysalueella ja kastelupaineilla veden kulkeutumismekanismi vaikuttaa olevan pääasiallisesti diffuusio. Kosteuspitoisuusjakaumat ja -profiilit muistuttavat läheisesti diffuusion kaltaista kulkeutumista. Myös näytteeseen imeytyneen veden kokonaismassa ajan funktiona noudattaa hyvin diffu-

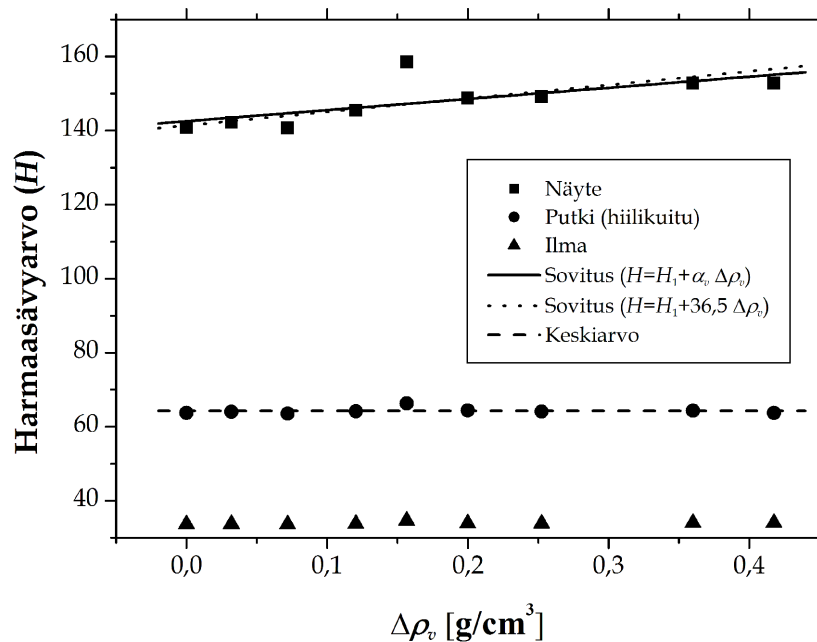
sioyhtälön ratkaisusta johdettua approksimaatiota, vaikka lähtökoh-  
tana olikin yksiulotteinen tilanne. Kastelupaine näyttää vaikuttavan  
hieman kulkeutumisenopeuteen ja lopulliseen kosteuspitoisuuteen,  
enemmän pienemmän tiheyden näytteissä. Paineen mittaaminen on-  
nistui näytteiden yläpinnalta hyvin. Paineikäyrien muoto on mielen-  
kiintoinen, koska paine putoaa alun nopean nousun jälkeen, ennen  
lopullista nousua ja tasaantumista. Bentoniitin kastuminen näyttää  
olevan kaiken kaikkiaan monimutkainen dynaaminen ilmiö.

## Lähteet

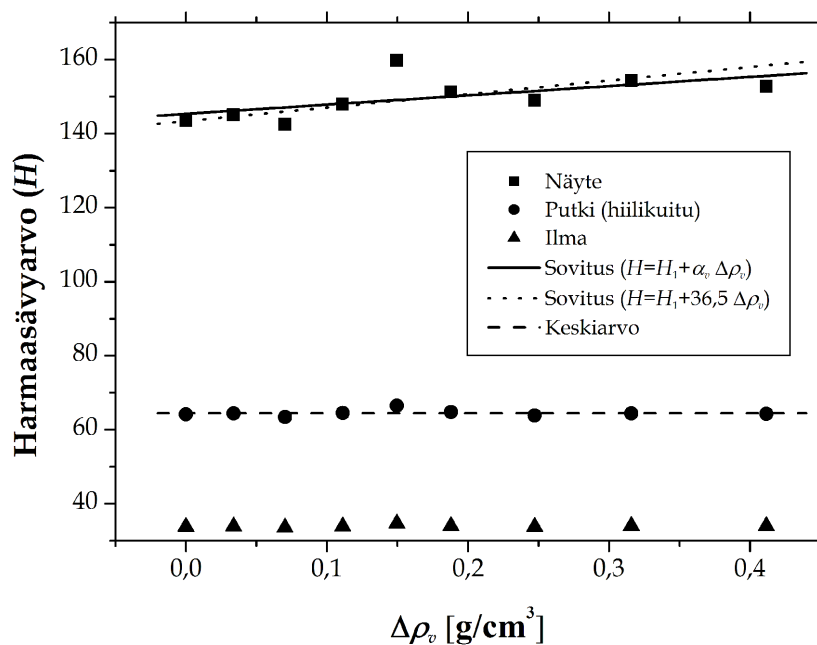
- [1] Posiva Oy, <http://www.posiva.fi/loppusijoitus>, viitattu 5.10.2012.
- [2] STUK, <http://www.stuk.fi/ydinturvallisuus/ydinjatteet>, viitattu 5.10.2012.
- [3] M. Sahimi, *Flow and transport in Porous Media and Fractured Rock*, VCH, 1995.
- [4] Mark S. Gockenbach, *Partial Differential Equations: Analytical and Numerical Methods*, SIAM, 2011.
- [5] L. D. Landau and E. M. Lifshitz, *Theory of Elasticity*, Pergamon Press, 1959.
- [6] STUK, *Säteily ja ydinturvallisuus: 3 Säteilyn käyttö*, Karisto Oy, 2004.
- [7] Stuart R. Stock, *MicroComputed Tomography: Methodology and Applications*, CRC Press, 2009.
- [8] NIST, X-Ray Mass Attenuation Coefficients, <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/chap2.html>, viitattu 5.10.2012.
- [9] VTT Tiedotteita 2587: *Bentoniittipuskurin kytketty käyttäytyminen*, 2011.
- [10] MP biomedical, Bentonite, <http://www.mpbio.com/US/Pages/Product.aspx?pid=02100894.5>, viitattu 5.10.2012.
- [11] M. Tiljander, GTK, *Bentoniittianalyysi*, sähköpostiviesti, päiväys 5.7.2011.
- [12] M. Snellman, Posiva Oy, *Käytetty simuloidun Allard-pH-7 veden resepti 1L varten*, faksi, päivätty 10.7.1997.

- [13] SkyScan, <http://www.skyscan.be/products/1172.htm>, viitattu 5.10.2012.

## Liite A: Harmaasävykeskiarvot

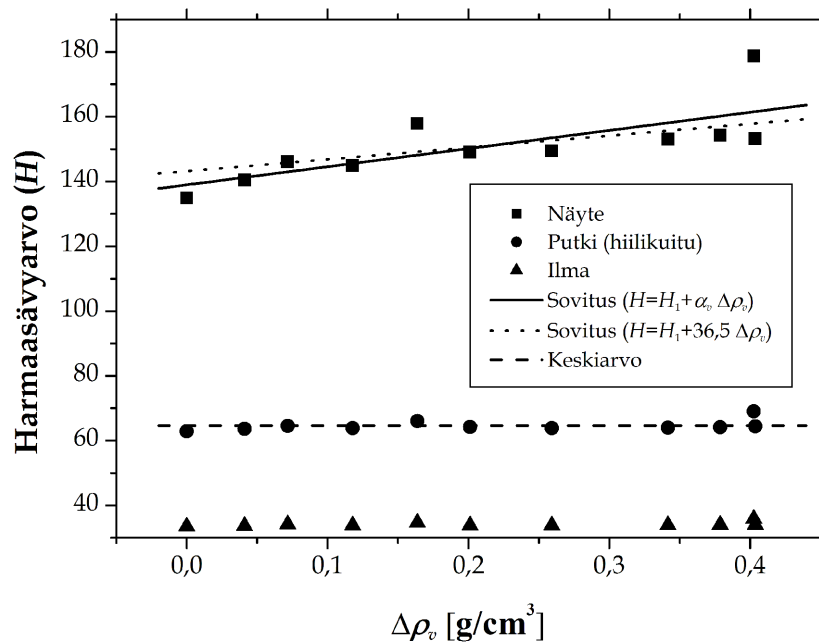


Kuva A.1: Näytteen N01A harmaasävykeskiarvot.

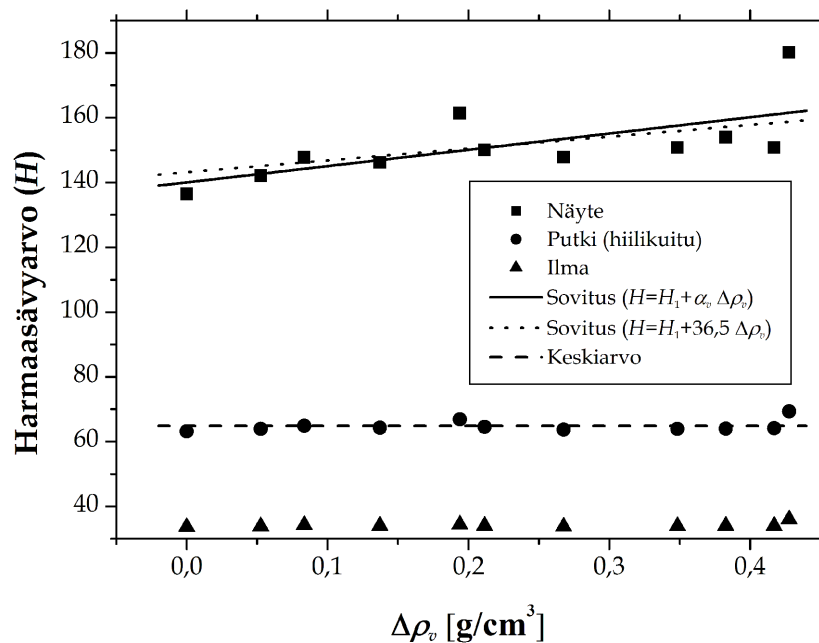


Kuva A.2: Näytteen N01B harmaasävykeskiarvot.

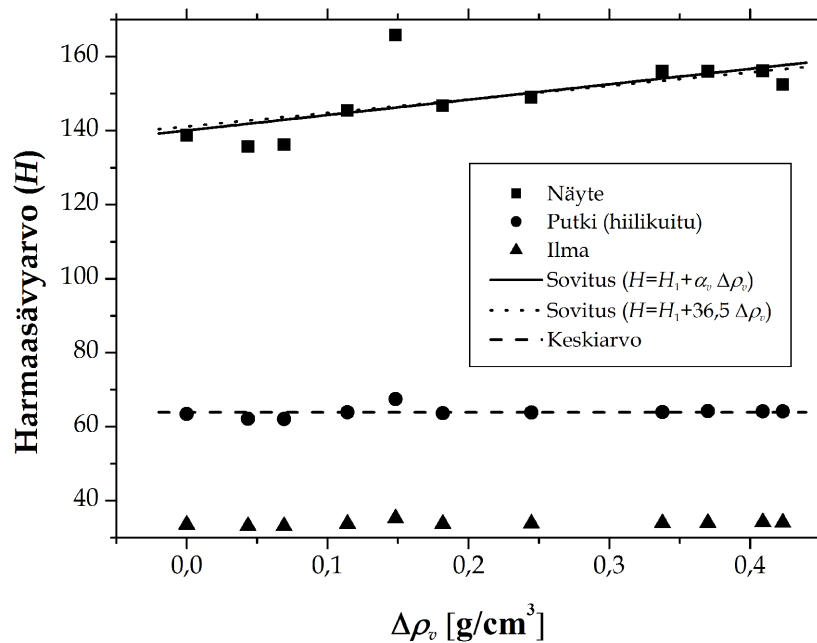




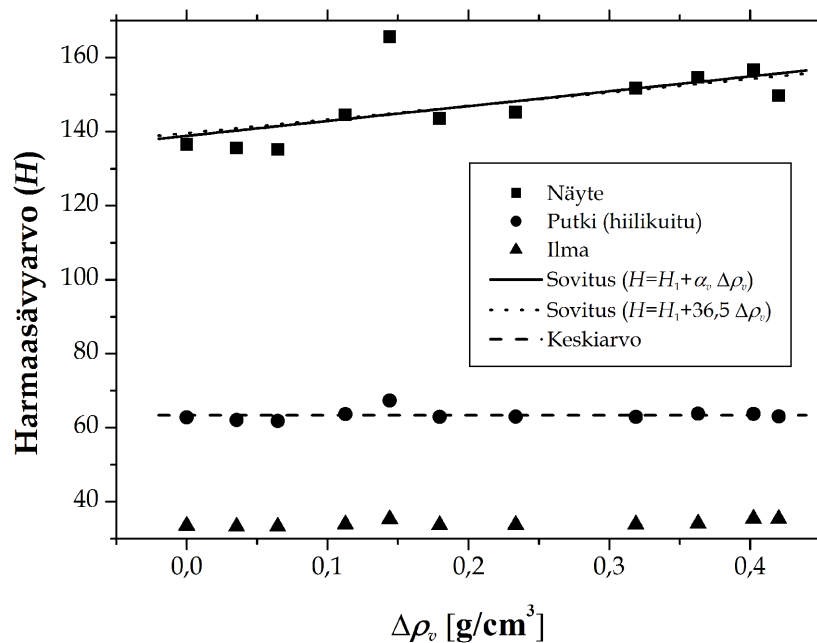
Kuva A.3: Näytteen N02A harmaasävykeskiarvot.



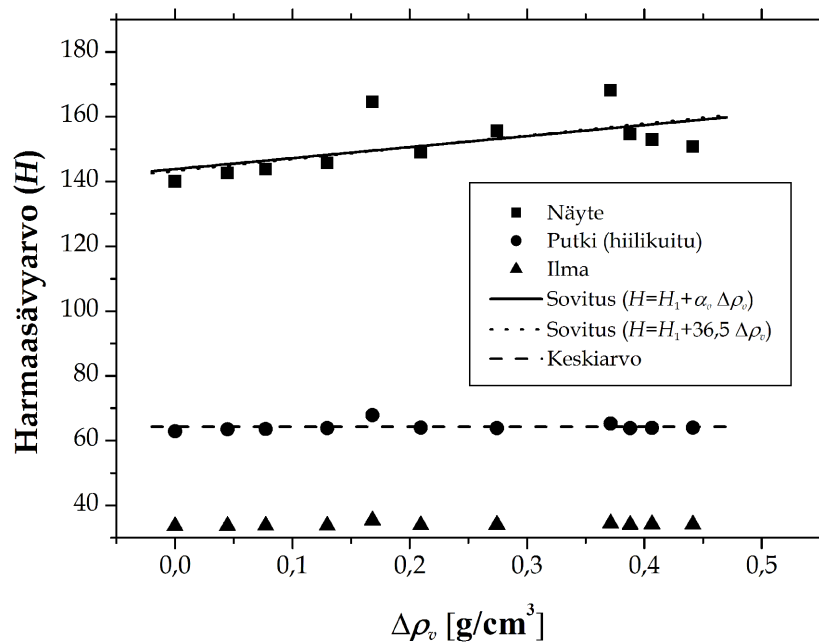
Kuva A.4: Näytteen N02B harmaasävykeskiarvot.



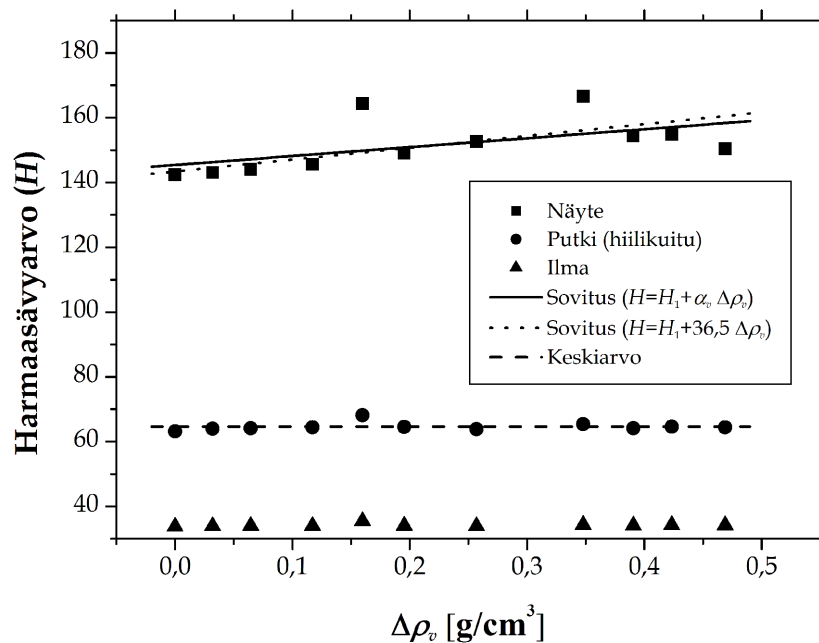
Kuva A.5: Näytteen N03A harmaasävykeskiarvot.



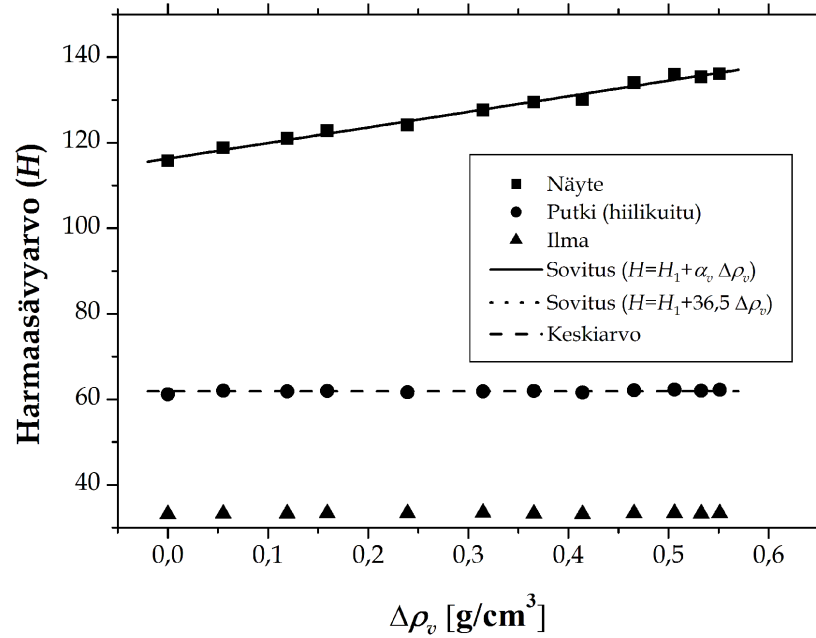
Kuva A.6: Näytteen N03B harmaasävykeskiarvot.



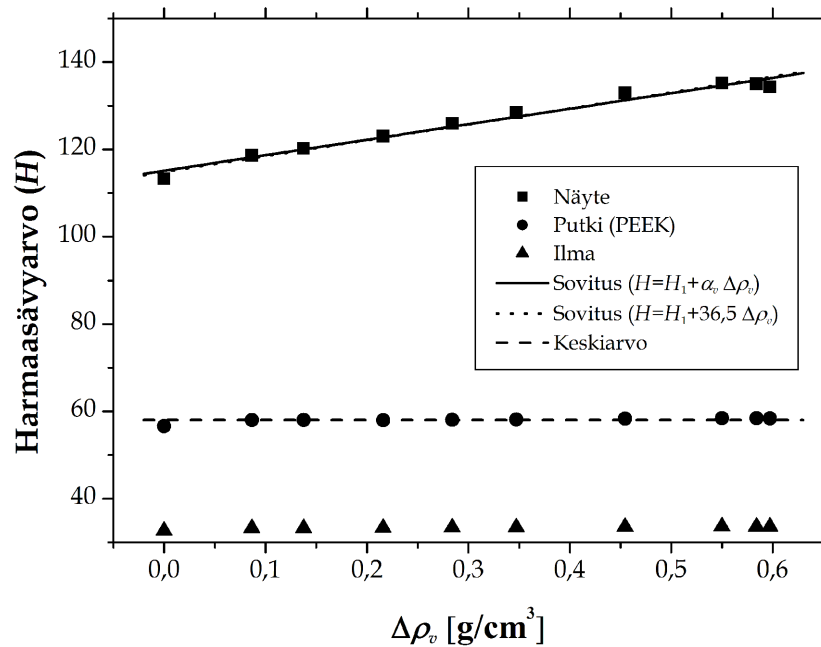
Kuva A.7: Näytteen N04A harmaasävykeskiarvot.



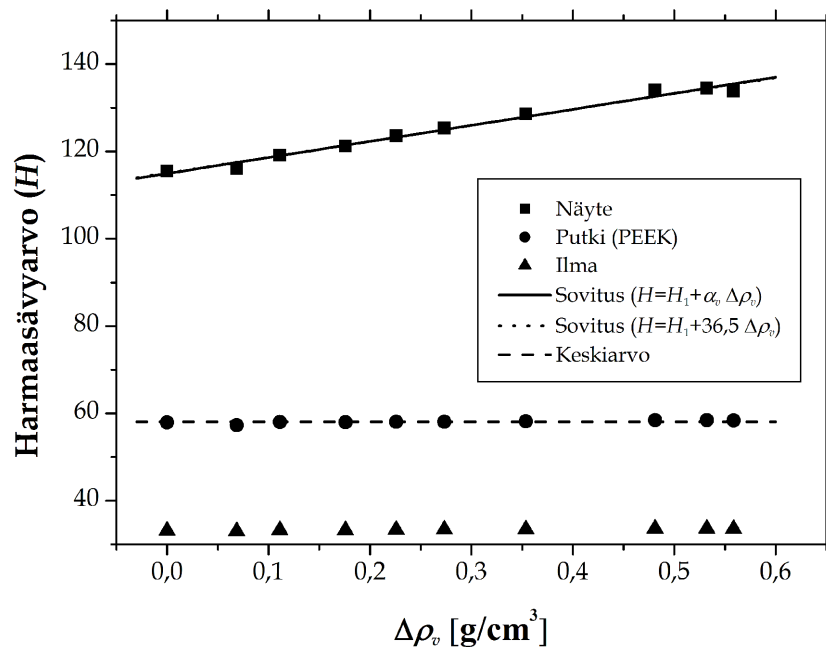
Kuva A.8: Näytteen N04B harmaasävykeskiarvot.



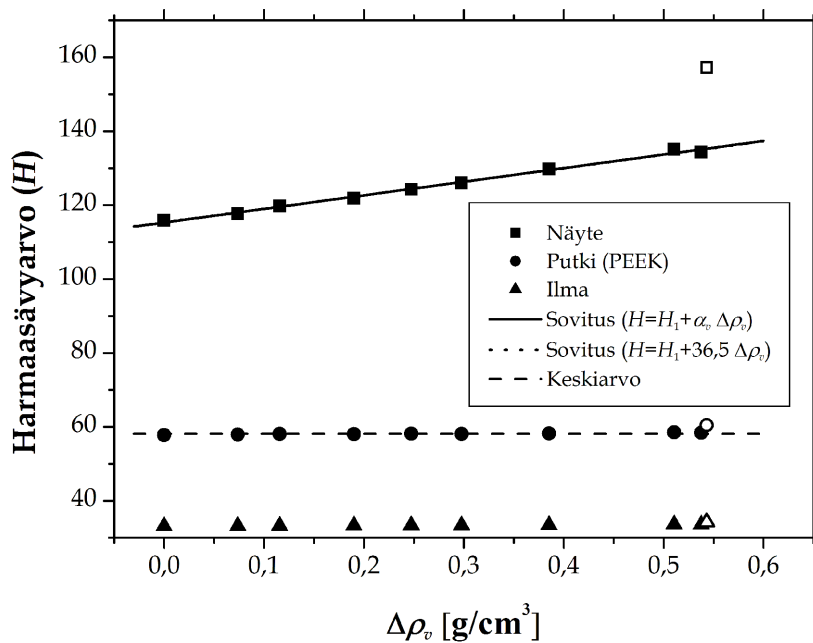
Kuva A.9: Näytteen VA00 harmaasävykeskiarvot.



Kuva A.10: Näytteen VA01 harmaasävykeskiarvot.



Kuva A.11: Näytteen VA02 harmaasävykeskiarvot.



Kuva A.12: Näytteen VA03 harmaasävykeskiarvot. Avoimella symbolilla merkityt datapisteet jätetty pois sovituksista (selkeästi virheellinen mittaustulos).

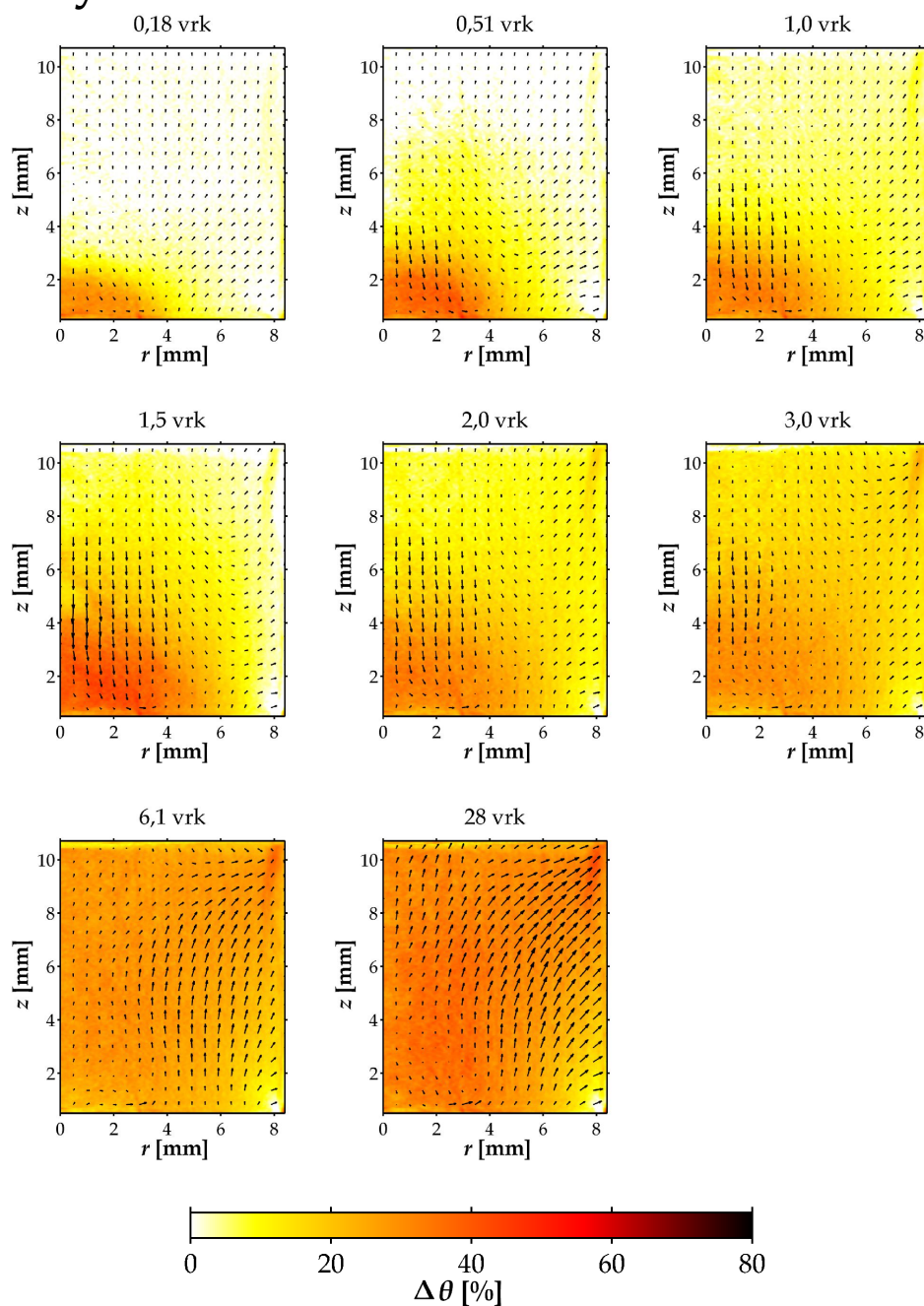
**Taulukko A.1:** Ryhmän N näytteiden harmaasävykeskiarvojen ja veden keskimääräisen osatiheyden muutoksen välisen suoransovituksen ( $H = H_1 + \alpha_v \cdot \Delta \rho_v$ ) kertoimet ja sovituksen selitysaste  $R^2$ .  $\tilde{H}_1$  on suoransovituksen vakiotermi, kun kulmakertoimena on käytetty arvoa  $\alpha_v = 36,5 \text{ cm}^3/\text{g}$ . Seuraavissa sarakkeissa ovat putken (hiilikuitu) ja ilman harmaasävyarvojen keskiarvot. Suureille on myös laskettu painotetut keskiarvot (PKA).

	$H_1$	$\alpha_v[\text{cm}^3/\text{g}]$	$R^2$	$\tilde{H}_1$	$H_{\text{putki}}$	$H_{\text{ilma}}$	Kuva
N01A	142,53 ± 2,60	30,1 ± 11,6	0,490	141,39 ± 1,50	64,26 ± 0,27	33,91 ± 0,10	A.1
N01B	145,34 ± 2,62	24,9 ± 12,3	0,369	143,38 ± 1,56	64,47 ± 0,28	33,96 ± 0,10	A.2
N02A	138,97 ± 4,35	56,0 ± 16,8	0,553	143,20 ± 2,44	64,60 ± 0,50	34,13 ± 0,20	A.3
N02B	140,02 ± 5,06	50,3 ± 18,7	0,446	143,18 ± 2,63	64,80 ± 0,53	34,17 ± 0,19	A.4
N03A	140,04 ± 3,99	41,6 ± 15,5	0,445	141,13 ± 2,15	63,91 ± 0,43	33,89 ± 0,17	A.5
N03B	138,86 ± 4,18	40,1 ± 16,6	0,393	139,61 ± 2,28	63,37 ± 0,44	34,15 ± 0,25	A.6
N04A	143,84 ± 4,10	33,9 ± 15,0	0,362	143,26 ± 2,14	64,23 ± 0,40	34,09 ± 0,15	A.7
N04B	145,41 ± 3,75	27,6 ± 13,7	0,310	143,42 ± 2,09	64,61 ± 0,39	34,17 ± 0,13	A.8
<b>PKA</b>	<b>142,59 ± 1,25</b>	<b>35,4 ± 5,1</b>		<b>142,31 ± 0,70</b>	<b>64,29 ± 0,13</b>	<b>34,02 ± 0,05</b>	

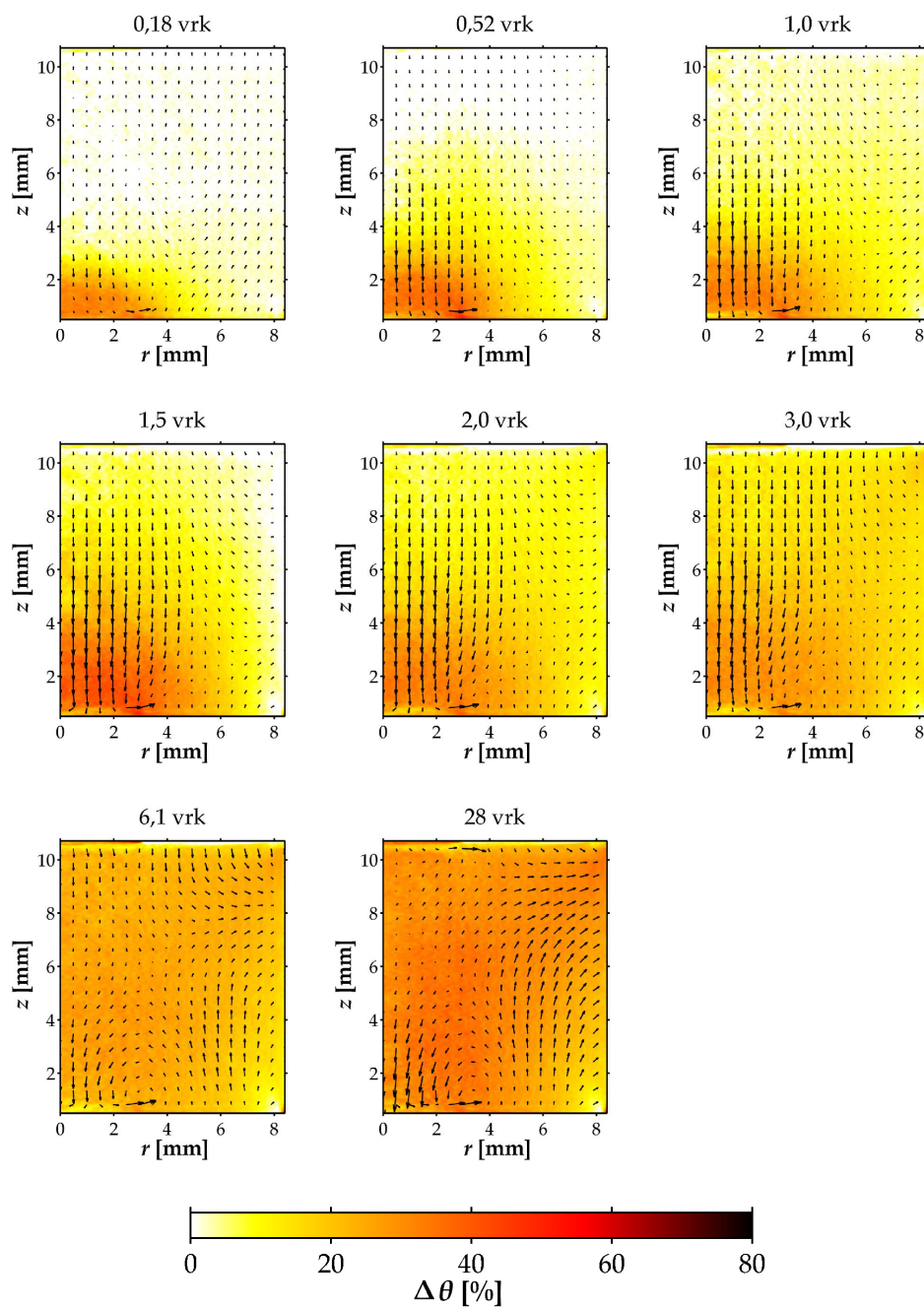
**Taulukko A.2:** Ryhmän VA näytteiden harmaasävykeskiarvojen ja veden keskimääräisen osatiheyden muutoksen välisen suoransovituksen ( $H = H_1 + \alpha_v \cdot \rho_v$ ) kertoimet ja sovituksen selitysaste  $R^2$ .  $\tilde{H}_1$  on suoransovituksen vakiotermi, kun kulmakertoimena on käytetty arvoa  $\alpha_v = 36,5 \text{ cm}^3/\text{g}$ . Seuraavissa sarakkeissa ovat putken (VA00:ssa hiilikuitu, muissa PEEK-muovi) ja ilman harmaasävyarvojen keskiarvot. Suureille on myös laskettu painotetut keskiarvot (PKA).

	$H_1$	$\alpha_v[\text{cm}^3/\text{g}]$	$R^2$	$\tilde{H}_1$	$H_{\text{putki}}$	$H_{\text{ilma}}$	Kuva
VA00	116,29 ± 0,44	36,4 ± 1,2	0,989	116,27 ± 0,21	61,88 ± 0,09	33,29 ± 0,03	A.9
VA01	115,13 ± 0,75	35,5 ± 2,0	0,976	114,81 ± 0,38	58,04 ± 0,17	33,36 ± 0,09	A.10
VA02	114,94 ± 0,55	36,8 ± 1,6	0,984	115,02 ± 0,29	58,07 ± 0,11	34,13 ± 0,06	A.11
VA03	115,30 ± 0,36	36,8 ± 1,1	0,993	115,39 ± 0,19	58,13 ± 0,08	34,17 ± 0,05	A.12
<b>PKA</b>	<b>115,56 ± 0,12</b>	<b>36,5 ± 0,7</b>		<b>115,56 ± 0,12</b>	<b>58,10 ± 0,06</b>	<b>33,60 ± 0,02</b>	

## Liite B: Näytteiden kosteuspitoisuudet ja siirtymät

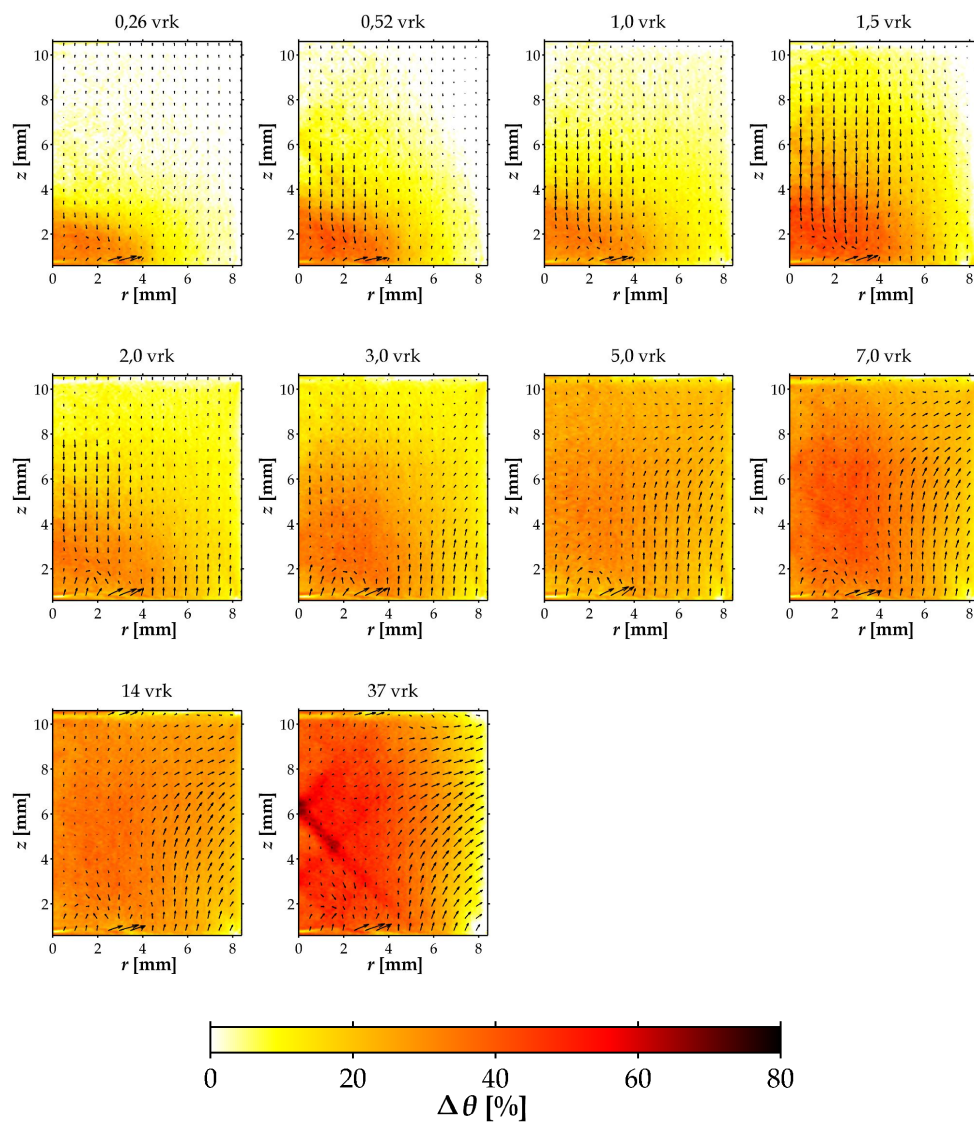


**Kuva B.1:** Näytteen N01A kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.

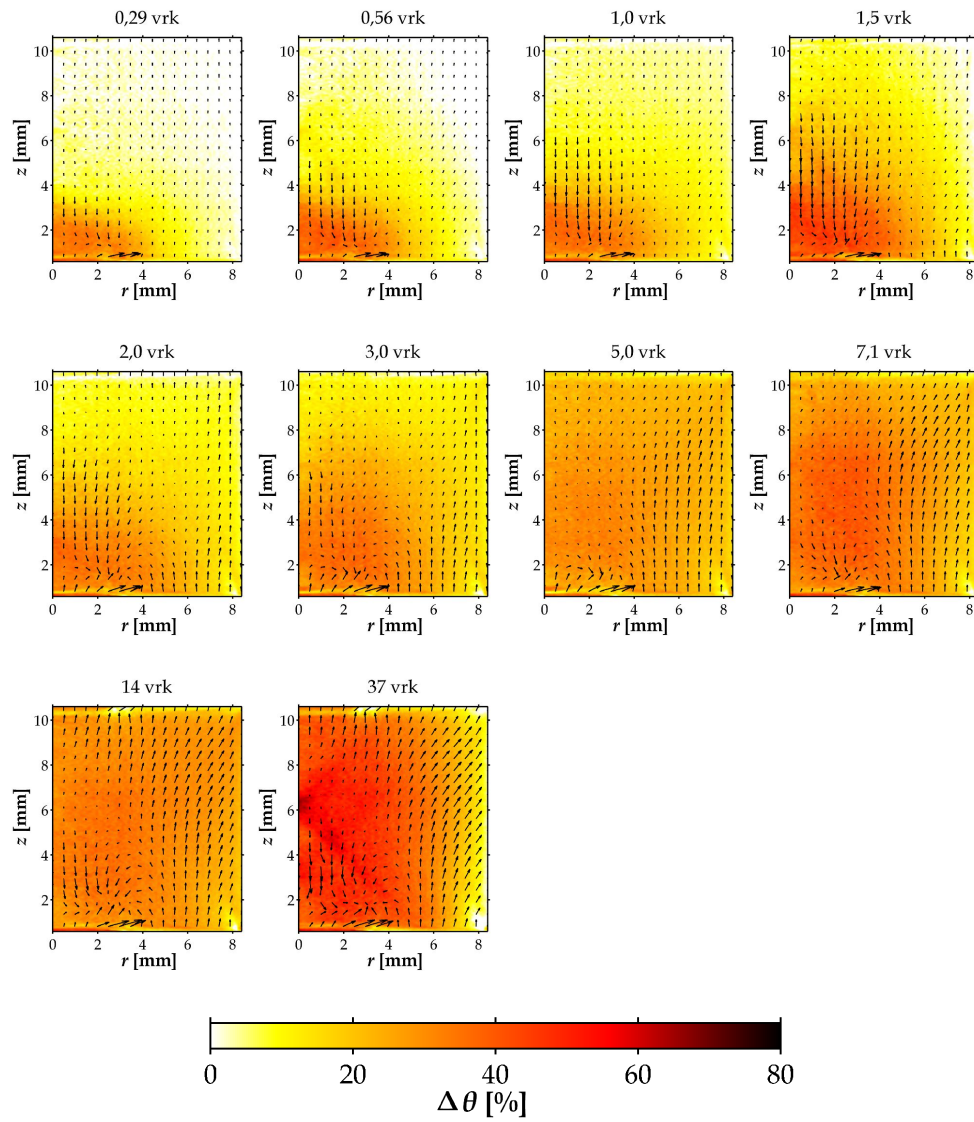


**Kuva B.2:** Näytteen N01B kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.

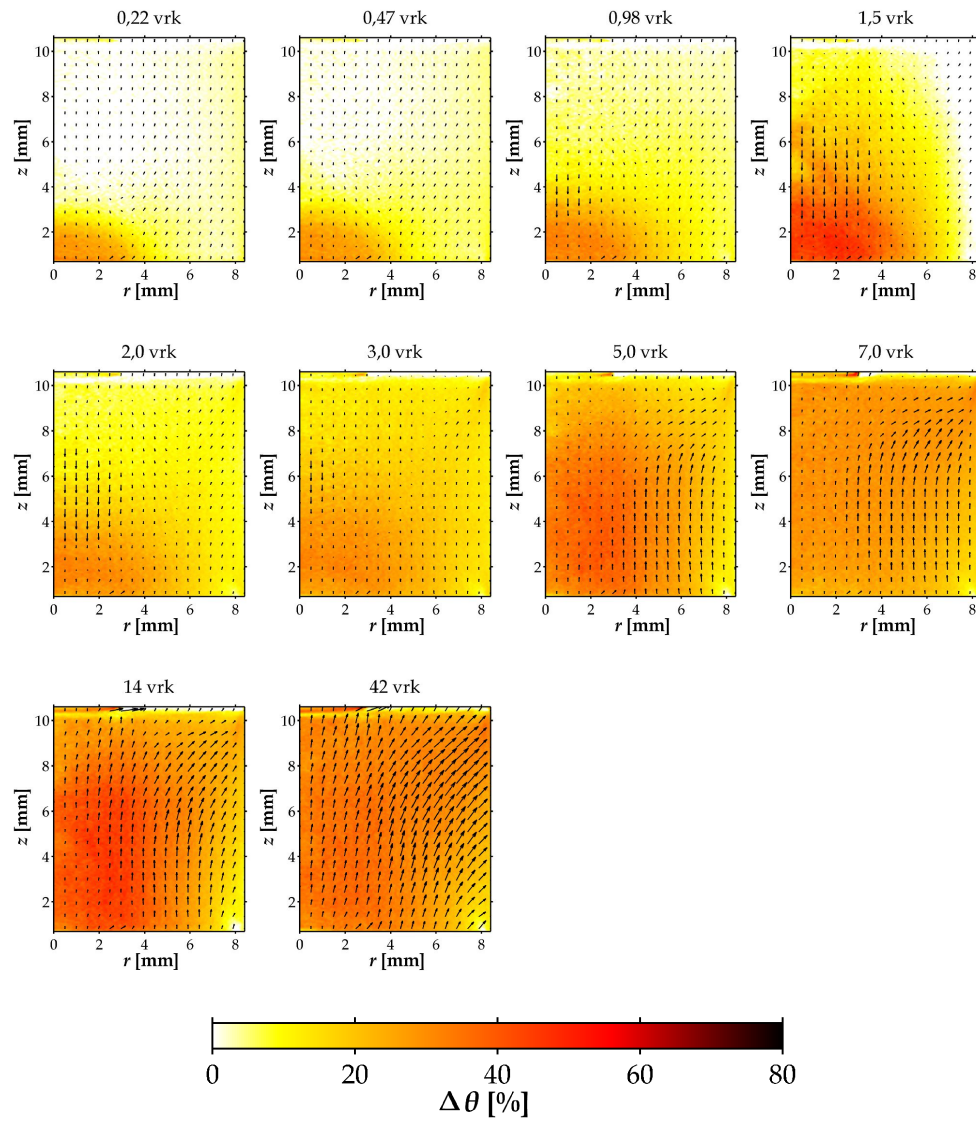




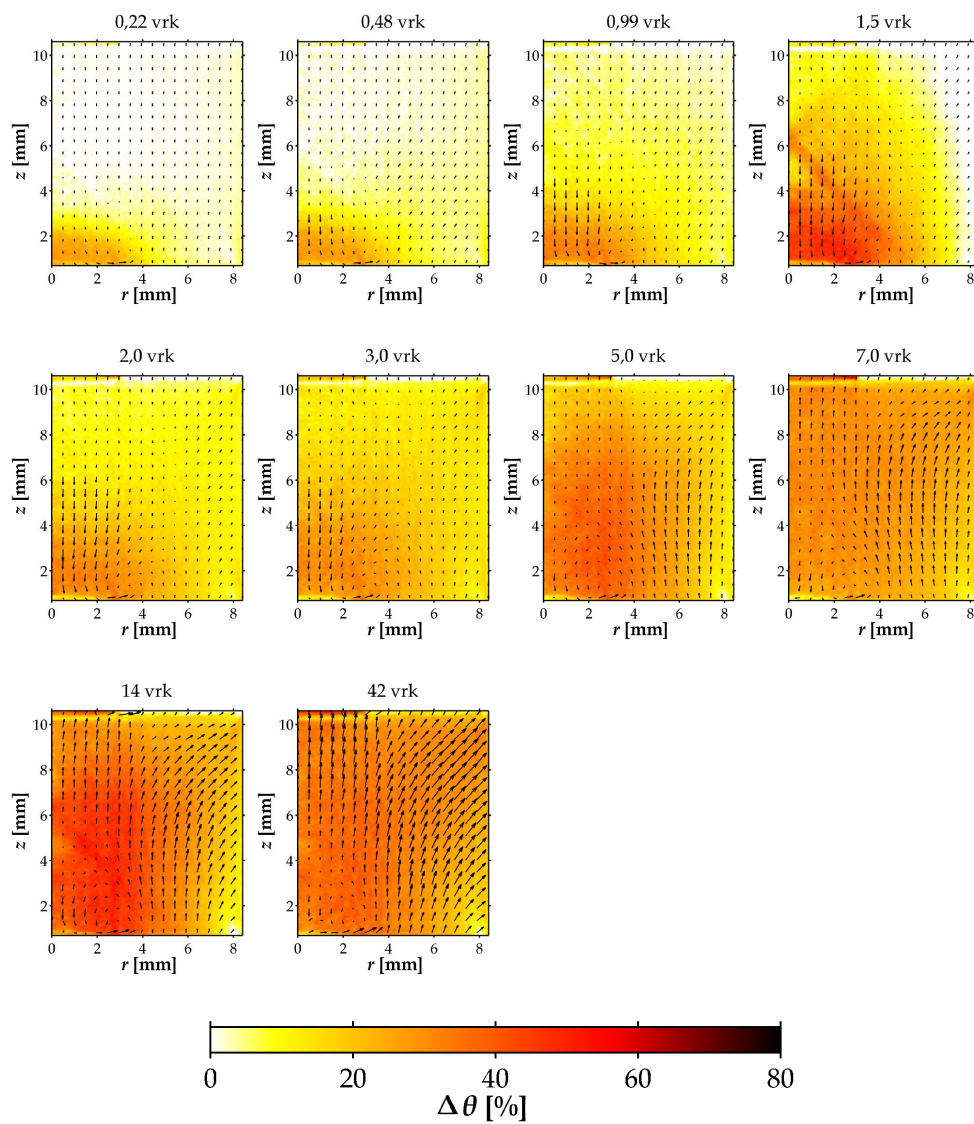
**Kuva B.3:** Näytteen N02A kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.



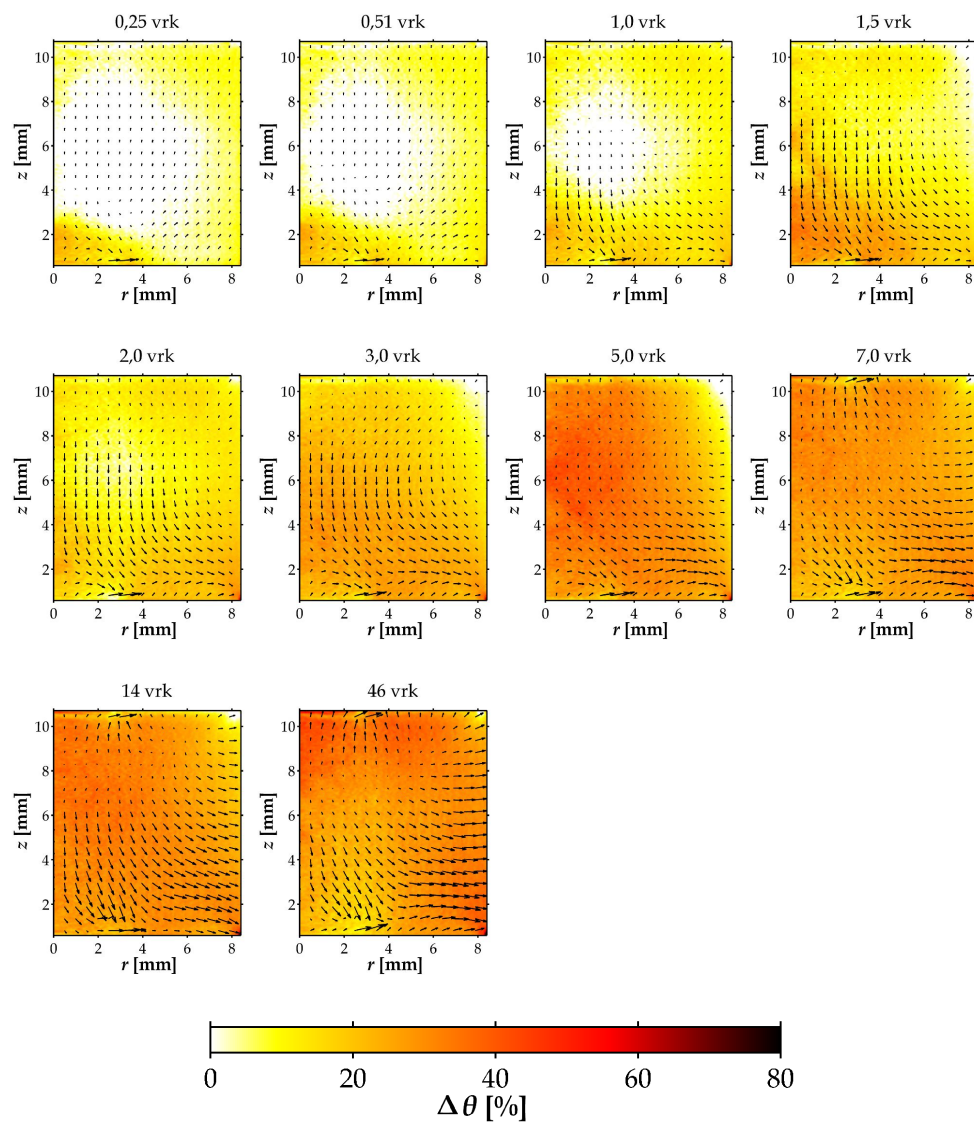
**Kuva B.4:** Näytteen N02B kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.



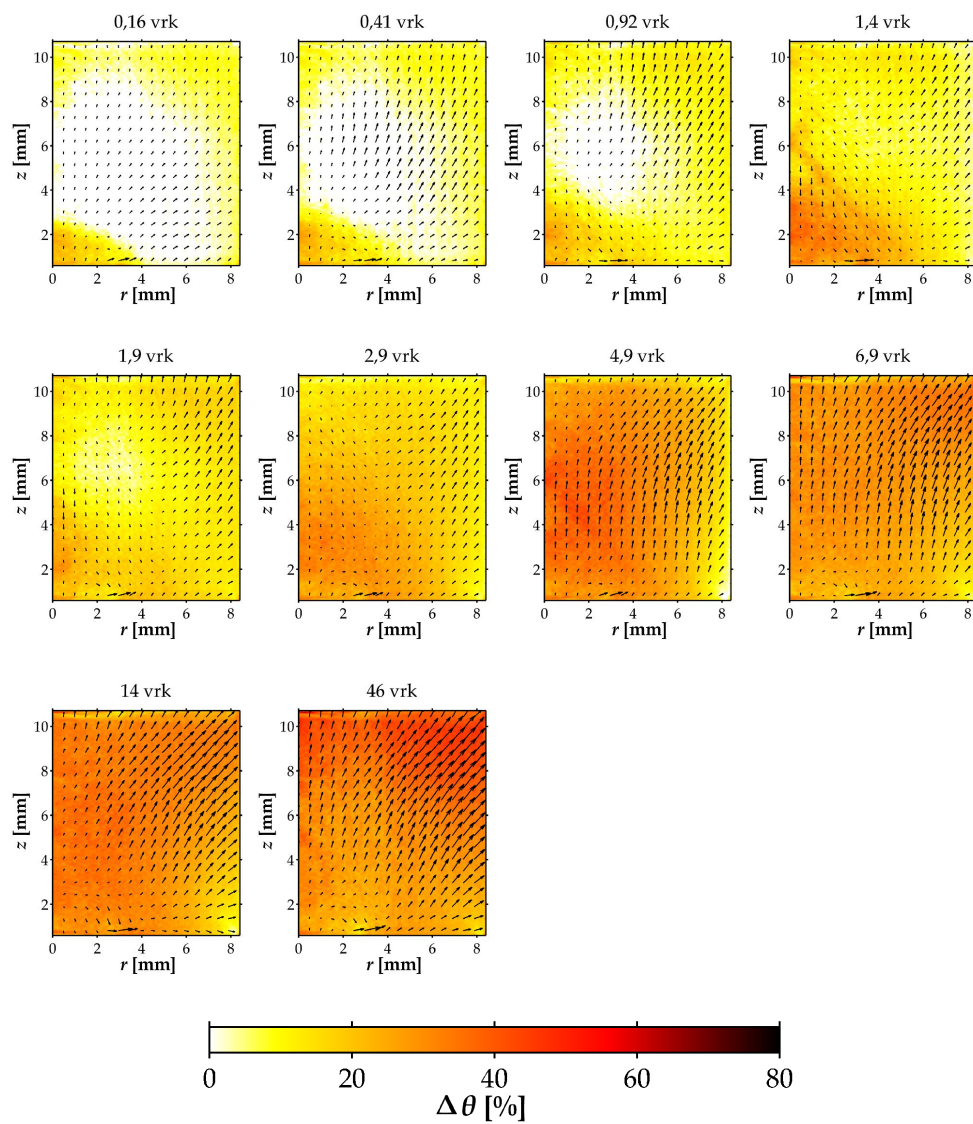
**Kuva B.5:** Näytteen N03A kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.



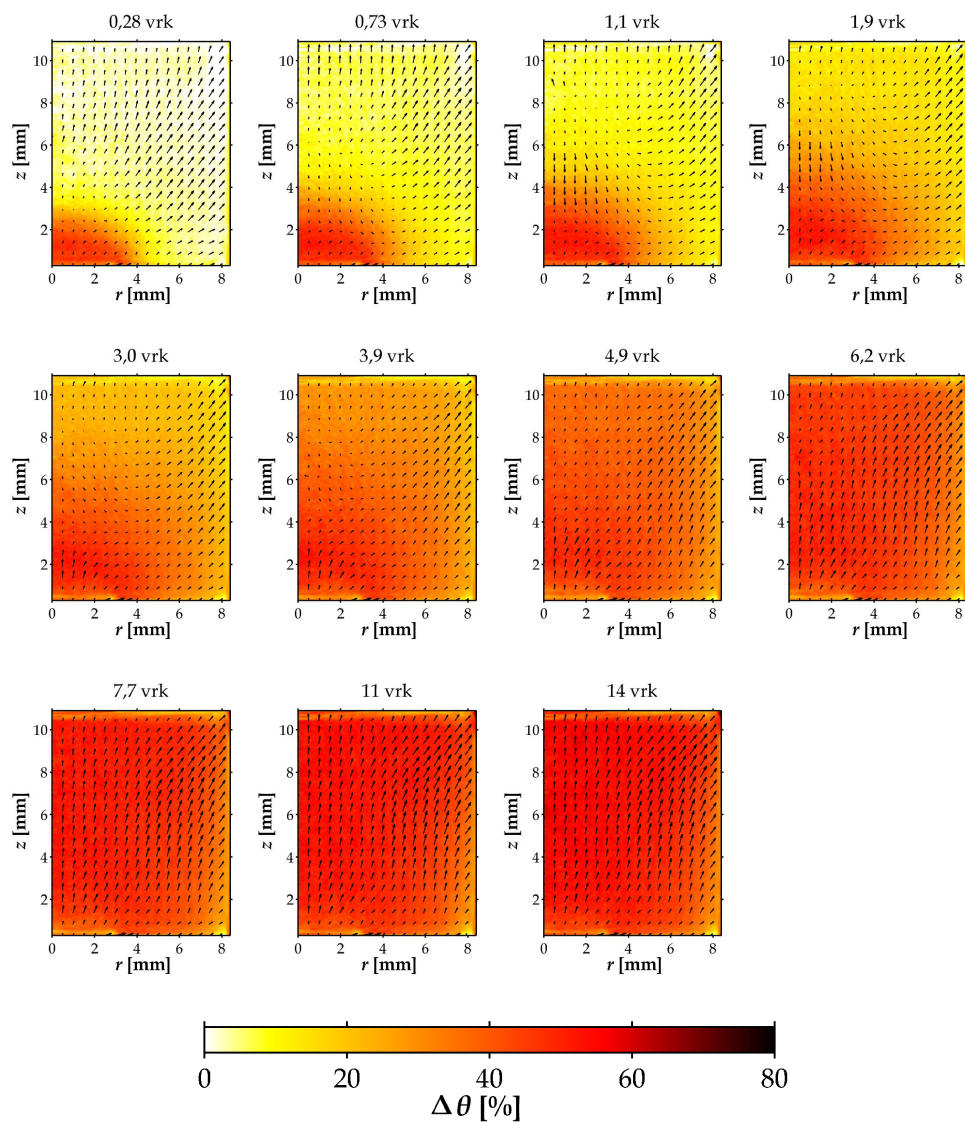
**Kuva B.6:** Näytteen N03B kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.



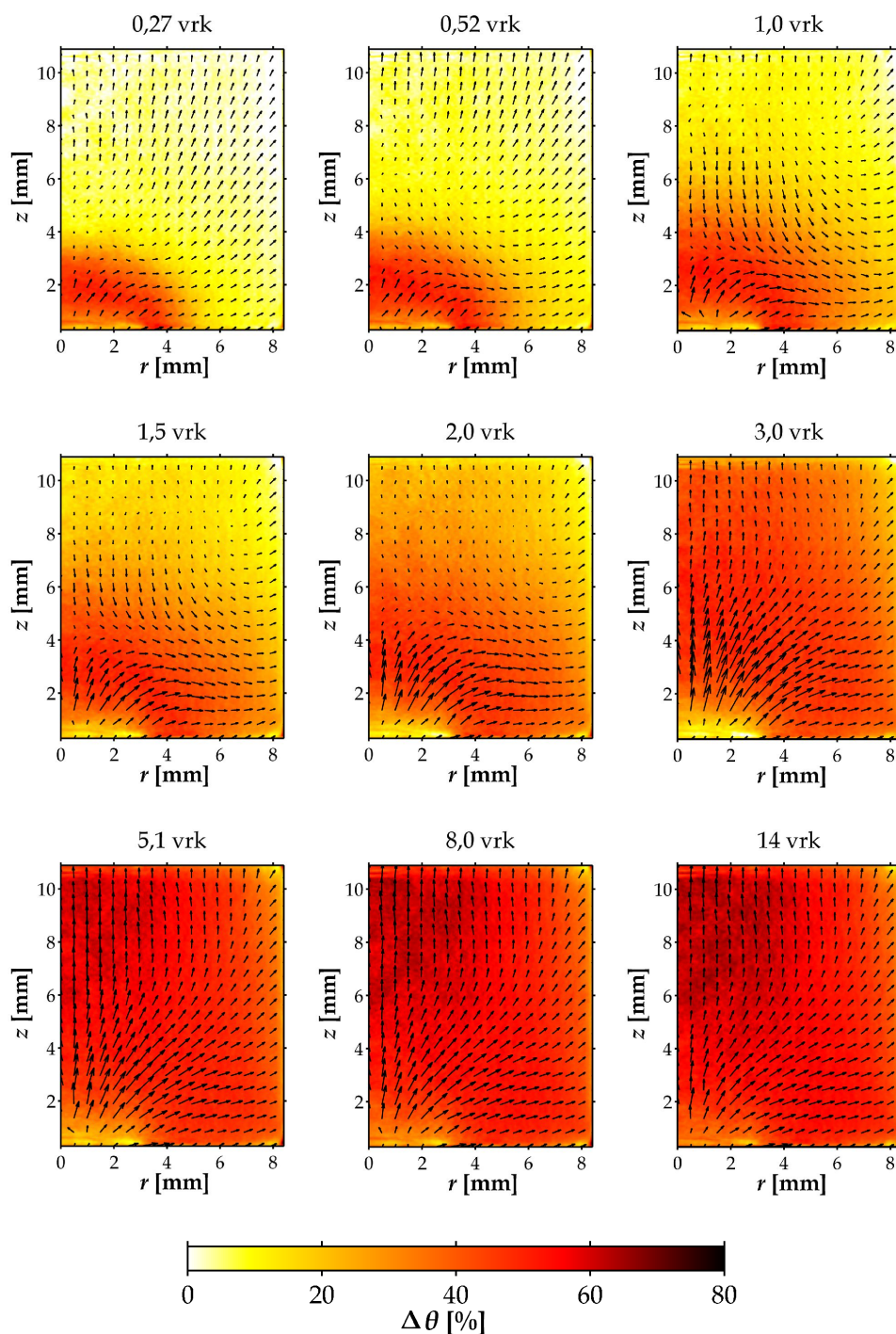
**Kuva B.7:** Näytteen N04A kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.



**Kuva B.8:** Näytteen N04B kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.

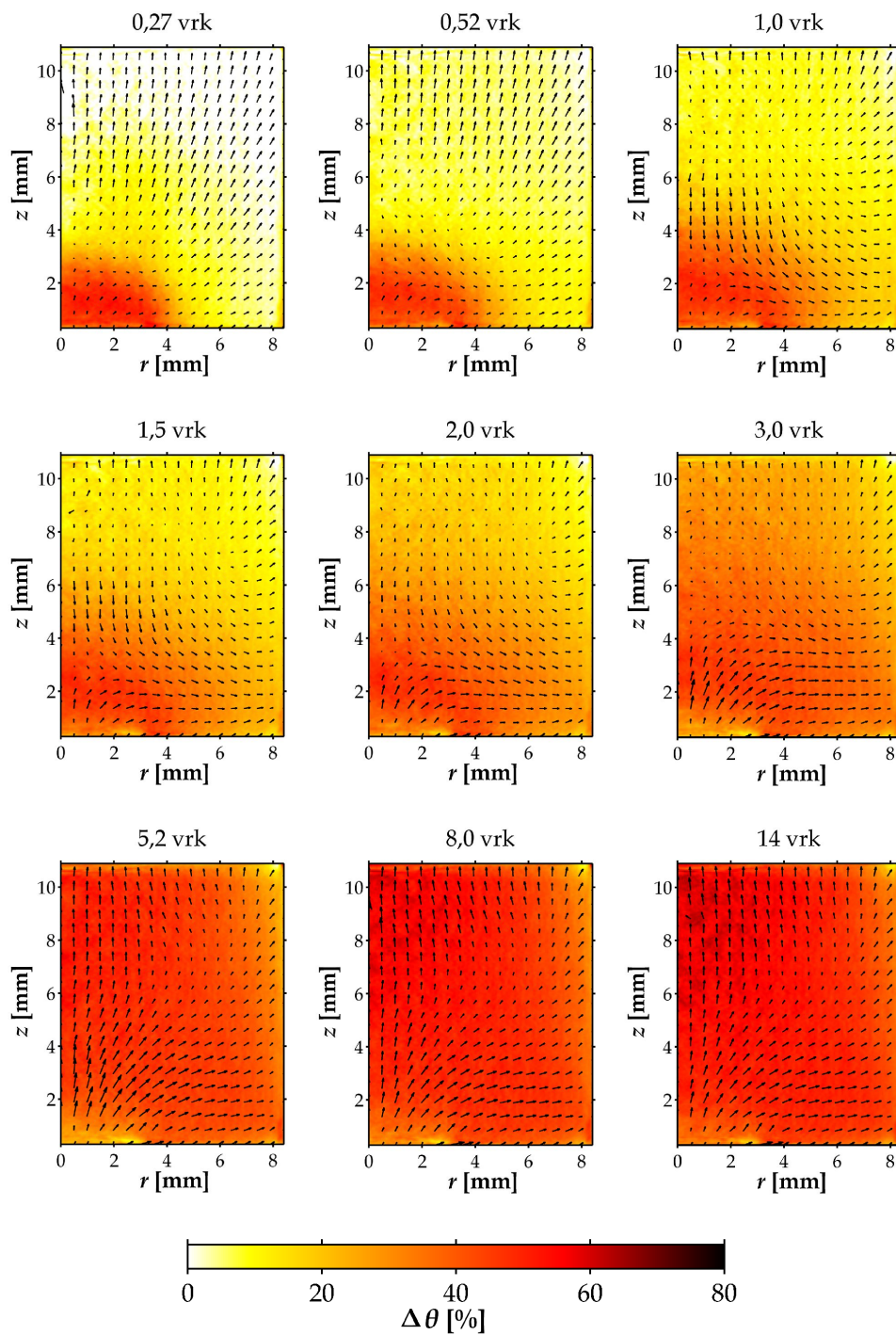


**Kuva B.9:** Näytteen VA00 kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.

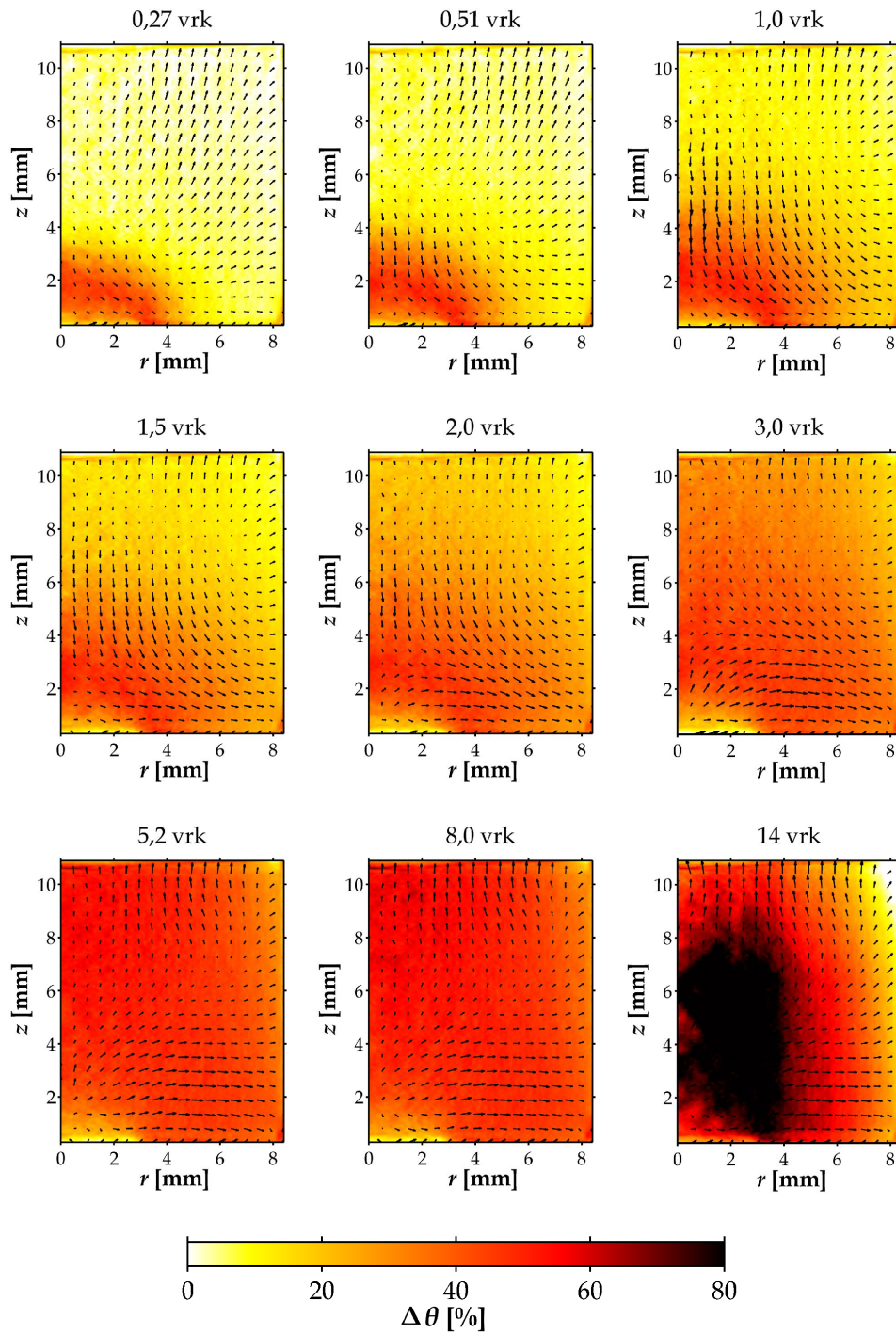


**Kuva B.10:** Näytteen VA01 kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.





**Kuva B.11:** Näytteen VA02 kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä.



**Kuva B.12:** Näytteen VA03 kosteuspitoisuuden muutos ( $\Delta\theta$ ) ja siirtymävektori-kenttä (skaalattu kertoimella 5) eri ajanhetkinä  $rz$ -koordinaatistossa esitettynä. Viimeisessä kuvassa näkyy selkeä häiriö, joka saattaa johtua mikrotomografialaitetilan normaalia suuremmasta lämpenemisestä (ks. kappale 7.4).