



PRO GRADU

FYSIIKAN LAITOS

**Kastuvan bentoniitin muodonmuutosten ja
vesipitoisuuden aikakehityksen
mittaaminen röntgenkuvauksen avulla**

Tekijä

Joni Tantt

Ohjaaja

Markku Kataja

University of Jyväskylä

27. huhtikuuta 2020

Kiitokset

Ensimmäiseksi haluaisin kiittää tutkielmani ohjaajaa ja tarkistajaa professori Markku Katajaa ohjauksesta, palautteesta ja mahdollisuudesta työskennellä kiinnostavan ja käytännön läheisen projektin parissa. Kiitos myös tutkielmani toiselle tarkistajalle FT Mikko Laitiselle arvostelusta ja palautteesta. Lisäksi erityinen kiitos kuuluu FM Tero Harjupatanalle. Teron apu mittaustenjärjestelyissä ja ongelmatilanteissa sekä käytännön kokemus bentoniitin parissa ovat osoittautuneet kallisarvoisiksi tämän tutkielman synnyn kannalta.

Lopuksi haluan kiittää perhettäni, sukulaisiani ja ystäviäni kaikesta tuesta, jota olen vuosien mittaan saanut.

Jyväskylässä 27.4.2020

Joni Tanntu

Tiivistelmä

Tämän tutkielman tavoitteena oli jatkokehittää kokeellista menetelmää, jossa kastumisen seurauksena tyhjiin tilaan laajenevan bentoniitti nimisen savimateriaalin homogenisaatiota seurataan röntgenkuvauksen avulla. Menetelmällä mitataan turpoavan bentoniitin muodon- ja tiheydenmuutoksia sekä paisuntapainetta. Muodon- ja tiheysmuutosten laskenta perustuu numeeriseen röntgenkuvien analysoimiseen, jossa röntgenkuvia verrataan pikseli pikseliltä edellisiin referenssikuviin. Menetelmä tarjoaa kokeellista dataa, jota voidaan hyödyntää ydinjätteen loppusijoittamiseen käytettävän bentoniittipuskurin käytösmallien luomiseen ja validointiin.

Röntgenkuvien pikselikohtainen harmaansävyarvo ja röntgensäteilyn lineaarinen vaimenemiskerroin riippuvat materiaalista ja sen tiheydestä. Kastuessaan bentoniitin röntgenkuvien harmaansävyarvot muuttuvat johtuen veden osatiheyden kasvusta. Paikallisista harmaansävyjen muutoksista pystytään täten arvioimaan bentoniitin ja veden osatiheyksien muutokset tutkittavassa bentoniittinäytteessä. Tutkittaviin bentoniittinäytteisiin on lisätty merkkipartikkeleita, joiden siirtymiä seuraamalla saadaan selville bentoniitin muodonmuutoskenttä kastelun aikana.

Tässä tutkielmassa on esitelty yhteensä kymmenen sylinterimäisen (halkaisija: 20 mm ja korkeus: 10 mm) bentoniittinäytteen 16 vuorokauden kastelun mittaussarja. Bentoniittinäytteiden kuivatiheydet olivat joko 1.4 g/cm^3 tai 1.8 g/cm^3 ja näytteitä kasteltiin NaCl + CaCl₂, NaCl ja CaCl₂ suolaliuoksilla kolmella eri ionivahvuudella (3.5 mmol, 489 mmol ja 975 mmol). Mittaussarja koostui yhteensä kymmenestä kuvausvaiheesta. Kuvausvaiheiden aikana suoritettiin samanaikaisesti kalibraatio- ja näytekuviin keräämiset. Kuvien analysointi toteutettiin numeerisesti MATLAB-ohjelmalla.

Menetelmän kehityksen aikana huomattiin, että merkittävin virhelähde puoli-vapaasti laajenevalle bentoniittinäytteelle on sen hyvin nopea paisuminen kastelun alkuvaiheessa. Turpoamisen nopeus vaikuttaa röntgenkuvien tarkkuuteen erityisesti kastelun alussa, jolloin harmaansävyarvojen laskennasta aiheutuu tarpeetonta kohinaa myös muodonmuutos- ja tiheyskentän laskuihin. Ongelma on tutkielmassani ratkaistu toteuttamalla kuvien analysoiminen myös käänteisesti eli integroimalla ajassa taaksepäin lopputilasta alkutilaan. Eteen- ja taaksepäiset aikaintegraatiot yhdistetään vähemmän kohinaa sisältäväksi lopputulokseksi. Taaksepäinen aikaintegraatio olettaa kuitenkin bentoniittinäytteen lopputilan olevan täysin saturoitunut, mikä on tulosten perusteella paikoitellen kyseenalainen oletus.

Yleisesti ottaen tässä tutkielmassa esiteltävä röntgenkuvaukseen perustuva kokeellinen menetelmä on vankka ja toistettavuudeltaan erinomainen bentoniitin kaltaisen kemoelastisen savimateriaalin homogenisaatioasteen tutkimiseen. Menetelmän kehittämisellä on pyritty antamaan tietotaitoa tuleviin bentoniittitutkimuksiin ja saavuttamaan paras mahdollinen mittaustarkkuus nykyisellä jo kehitystä jäljessä olevalla röntgenkuvauslaitteistolla.

Title: X-ray imaging method for measuring the evolution of strain and water content in wetting bentonite

Abstract

The aim of this thesis was to further develop an experimental method where wetting induced free swelling and homogenization process of clay material called bentonite is monitored with X-ray imaging. The method is used to measure deformation, partial density changes and swelling pressure experienced by bentonite throughout the irrigation process. Calculations of the measured quantities is based on numerical X-ray image analysis, in which the X-ray images of the sample are compared pixel by pixel with the previous reference X-ray images. The method provides experimental data that can be used to create and validate computational models for a bentonite buffer used in nuclear waste disposal.

The pixel specific gray scale value and X-ray linear attenuation coefficient depends on the material and its density. When wetted, gray scale values in bentonite X-ray images change due to rise in partial density of water. Local changes in gray scale values can thus be used to estimate changes in the density of bentonite and water in the measured bentonite sample. In addition, marker particles have been added to the bentonite samples. Position changes of these particles between the images are used to define the deformation field of the sample.

This paper presents a 16-day irrigation measurement series of a total of ten cylindrical (diameter: 20 mm and height: 10 mm) bentonite samples. The dry densities of bentonite samples were either 1.4 g/cm^3 or 1.8 g/cm^3 and the samples were wet by NaCl + CaCl₂, NaCl and CaCl₂ water solutions at three different ionic strengths (3.5 mmol, 489 mmol and 975 mmol). The measurement series consisted of a total of ten phases. During the imaging steps, calibration and sample images were collected simultaneously. The image analysis was performed numerically with MATLAB software.

During the development of the method, it was noticed that the most significant source of uncertainty for a semi-freely expanding bentonite sample is its very rapid initial expansion. The swelling rate affects the resolution of the X-ray images, especially at the beginning of the irrigation, whereby the calculation of the gray scale values also causes unnecessary noise to the deformation and density field calculations. In my thesis this problem has been solved by implementing the analysis of the images also in reverse order, i.e. integrating backwards in time from end state to initial state. The forward and backward time integrations

can eventually be combined to give a better, less noisier, overall result. However, the backward integration assumes that the final state of the bentonite samples is fully saturated, which is sometimes a questionable assumption based on the results.

In general, the X-ray based experimental method presented in this study is a robust and reproducible method for studying the degree of homogenization of bentonite-like chemoelastic clay material. The development of the method has been aimed at providing know-how for future bentonite studies and at achieving the best possible measurement accuracy with current post-development X-ray imaging equipment.

Sisältö

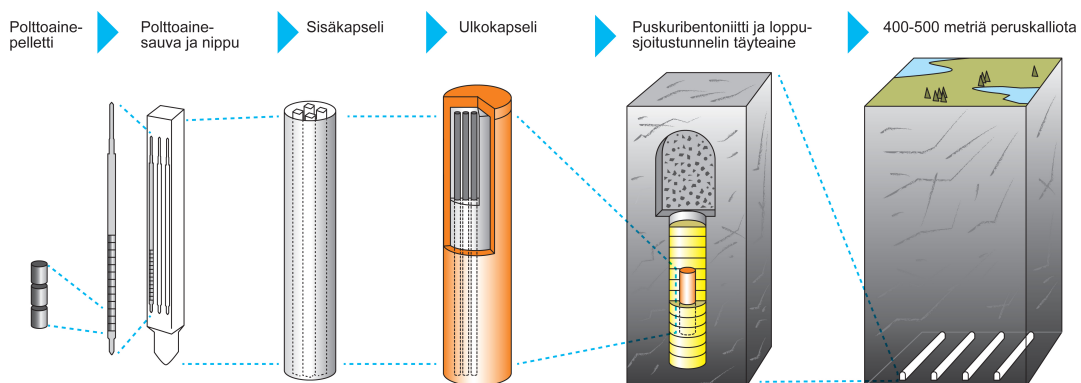
1 Johdanto	1
2 Teoreettinen tausta	3
2.1 Bentoniitin rakenne ja ominaisuudet	3
2.2 Veden mahdolliset kulkeutumismekanismit bentoniitissa	7
3 Kokeelliset menetelmät	9
3.1 Röntgensäteily ja -kuvaus	10
3.2 Röntgenkuvat ja lineaarinen vaimenemiskerroin	12
4 Mittauslaitteisto ja -välineet	15
4.1 Näyttekammiot	16
4.2 Kuvauslaitteisto	17
5 Mittaukset ja tulosten käsittely	19
5.1 Näytetyypit ja kasteluliukuokset	19
5.2 Mittausten kulku	22
5.3 Tulosten analyysin alkutoimenpiteet	28
5.4 Muodonmuutosten analysointi	32
5.5 Bentoniitin ja veden tiheyskenttien määrittäminen	35
5.6 Voima-antureiden tiedonkäsittely	36
6 Tulokset	36
6.1 Muodonmuutokset	37
6.2 Osatiheydet	42
6.3 Voima-anturin tulokset	45
7 Johtopäätökset	46
Viitteet	49
A Liite: Laajenemisen muodonmuutokset	51
B Liite: Osatiheydet	70
C Liite: Painedata	79

1 Johdanto

Maapallon energiantarpeen kasvaessa myös energian tuotannosta aiheutuvat haitat kasvavat. Ydinvoima on ollut jo vuosikymmeniä tehokas, yleinen ja kasvihuonepäästöiltään ympäristöystävällinen vaihtoehto sähköntuotannossa. Ydinenergiantuotannon ongelmana on kuitenkin sen sivutuotteena tuottama korkea-aktiivinen ydinjäte. Monissa maissa ratkaisuksi on esitetty erilaisia ydinjätteen loppusijoituslaitoksia.

Suomessa ydinjätteen loppusijoitusprojektin valvonnasta vastaa Säteilyturvakeskus [1] ja toteuttamisesta Posiva Oy, jonka konsepti kuvassa 1 toteutetaan nk. moniesteperiaatteella [2]. Moniesteperiaate toimii nimensä mukaisesti ydinjätettä ympäröivien monien vapautumisesteiden avulla. Ydinjäte sijoitetaan ke-raamisina pelletteinä metallisauvoihin, jotka edelleen pakataan sisäkapseliin ja kaasutiiviiseen loppusijoituskapseliin. Tämä korroosiota ja mekaanista rasitusta kestävä vapautumiseste ympäröidään seuraavalla suojakerroksella eli pus-kuriaineella, jonka tarkoitus on suojata kapselia mm. kosteudelta ja kallion lii-kehinnältä. Konseptin viimeisinä vapautumisesteinä toimivat loppusijoitus-tunnelin täyttöaine ja itse tunneleita ympäröivä peruskallio [2].

Koko konseptin erästä kriittisintä kohtaa eli potentiaalista puskuriainetta on tutkittu Suomessakin hyvin paljon. Yleisesti ottaen bentoniittisavi on valikoitu-nut kyseiseksi materiaaliksi ja monet tutkimushankkeet ovat kohdistuneet ben-toniitin käytösmallien luomiseen [3]. Bentoniitti on luonnossa esiintyvää savea, joka kykenee turpoamaan tehokkaasti kun se altistetaan kosteudelle, mutta toi-saalta se johtaa vettä huonosti ja rajoittaa muiden aineiden kulkeutumista. Li-säksi bentoniitin elastinen muovautuvuus ja mukautuvuus antaa mekaanista suo-jaa loppusijoituskapselille [4].



Kuva 1: Posiva Oy:n konseptikuva moniesteperiaatteesta, jossa käytetty ydinpolttoaine sijoitetaan monien vapautumisesteiden taakse [2].

Ydinjätteen loppusijoituksesta puhuttaessa täytyy varautua hyvin pitkiin aikaväleihin, jo pelkästään suuri aikaskaala voi aiheuttaa merkittäviä virhelähteitä ja vaikeasti ennustettavia ilmiöitä loppusijoituskonsepteihin. Keskeinen kysymys erityisesti puskuriaineen tapauksessa on kestäkö bentoniitti pitkiä aikoja toimintakykyisenä vapautumisesteenä. Luonnossa bentoniitin esiintymät voivat olla erittäin vanhoja, joten bentoniitti todella on sinnikästä materiaalia. Toisaalta tämä kestävyys on hyvin paikallista. Bentoniittiesiintymiä on löytenyt vain tietyn tyyppisistä olosuhteista. Puskuriaineena bentoniitti sijoitetaan kuitenkin tilaan, joka ei vastaa sen luonnollista esiintymisympäristöä. Puskuribentoniittia prosessoidaan myös hyvin paljon, jolloin sen ominaisuudet voivat muuttua arvaamattomiksi. Bentoniitin toimintakykyyn puskuriaineena vaikuttaa moni muukin muuttuja kuten pohjaveden suolaisuus ja loppusijoituskapselin lämpötila. Puskurimateriaalin rakenne saattaa muuttua olosuhteiden muuttuessa, tällöin on varauduttava puskuriaineelta vaadittavien ominaisuuksien muutoksiin. Pitkän aikaskaalan takia puhtaasti kokeelliset mittaukset ja menetelmät eivät sovellu yksinään bentoniitin puskuriominaisuuksien selvittämiseen vaan tueksi tarvitaan fysikaalista ja numeerista mallintamista.

Tämän tutkielman päätavoite on jatkokehittää bentoniittitutkimuksissa käytettävää kokeellista menetelmää. Toinen tavoite on kehitetyn menetelmän avulla mitata puolivapaasti paisuvan bentoniitin muodonmuutosten, paisuntapaineen ja osatiheyksien aikakehitystä sekä selvittää kokeellisesti kastelun seurauksena tyhjiin tilaan paisuvien bentoniittinäytteiden korjaantuvuutta eli ts. kykyä homogenisoitua kastumisen jälkeen. Menetelmäkehityksellä pyritään saamaan kallisarvoista tietotaitoa tulevaisuuden bentoniittitutkimuksiin, joissa tutkittavat ilmiöt tai muutettavat olosuhdeparametrit ovat erilaisia. Saatuja mitaustuloksia on tarkoitus käyttää pitkän aikavälin käyttäytymismallien luomiseen, testaamiseen ja validointiin. Tässä tutkielmassa bentoniitin muodonmuutoksia tarkkaillaan röntgenkuvausmenetelmin. Kuivatiheydeltään erilaisia bentoniittinäytteitä kasteltiin suolapitoisuudeltaan vaihtelevilla pohjavesisimulanteilla. Puolivapaata laajenemista kuvattiin röntgenlaitteistolla tietyillä ajanhetkillä. Saatuja röntgenkuvia analysointiin numeerisesti vertaamalla edellisiä referenssikuvia niitä seuraaviin kuviin. Kuvien vertailusta nähdään pikselikoh- taisten harmaansävyarvojen muutos näytteen kastuessa ja näytteisiin lisättyjen merkkipartikkelien liike kun näyte laajenee. Menetelmän numerikka hyödyn- tää näitä muutoksia määrittämällä muodonmuutoskentän sekä laskemalla ben- toniitin ja veden osatiheyskentät.

Tutkielma jatkuu luvussa 2 esitettävästä teoreettisesta taustasta, jossa kerrotaan bentoniitin rakenteesta ja ominaisuuksista sekä veden kulkeutumisen teoriaa. Luvussa 3 käydään läpi työn kokeelliset menetelmät aina röntgensäteilystä ja

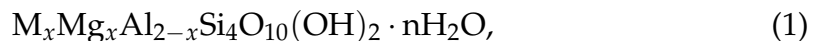
-kuvauksesta kuvien harmaansävyarvojen tulkintaan asti. Luku 4 toimii mittalaitteiston ja -välineiden esittelyinä. Mittausten yleiskuvaus ja tulosten käsittely voidaan läpi luvussa 5. Käsittelyn jälkeiset tulokset on puolestaan kerätty lukuun 6. Tutkielma päätetään tuloksista saatuihin johtopäätöksiin lukuun 7.

2 Teoreettinen tausta

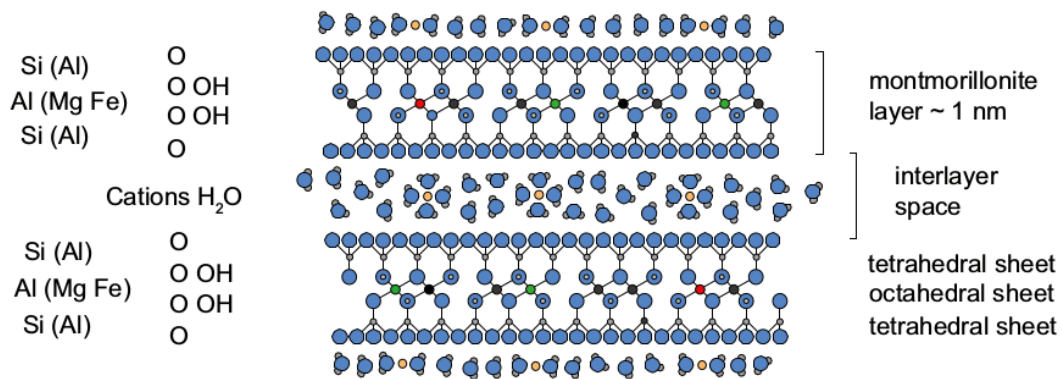
Tässä luvussa esitetään työn kannalta keskeisimmät teoreettiset taustat, alkaen bentoniitin rakenteesta ja ominaisuuksista. Tämän jälkeen käydään läpi veden potentiaalisia kulkeutumismekanismeja bentoniitissa.

2.1 Bentoniitin rakenne ja ominaisuudet

Bentoniitti on vulkaanisesta tuhkasta ja vedestä muodostunut savityyppi, jonka pääkomponentti on montmorilloniitti. Montmorilloniitti on paisuvahilaisiin smektiitteihin kategorisoitu savimineraali. Montmorilloniitin yleinen kemiallinen kaava annetaan yleisessä muodossa [3]:

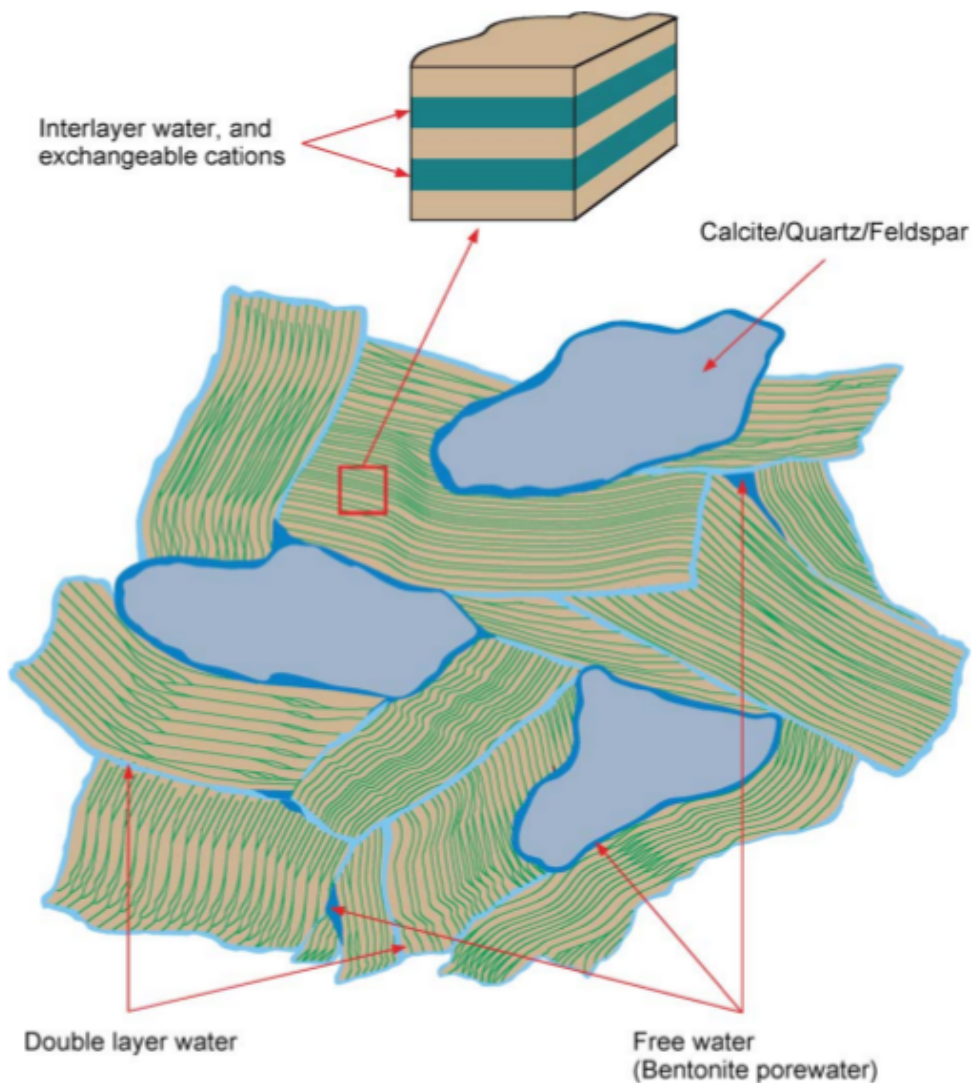


missä yleensä $x \approx 0,33$, $n \approx 2$ ja M kuvaa positiivista kationia joka yleisemmillään on joko Na^+ tai Ca^{2+} . Eri bentoniittityypit nimetään tämän kationin mukaan esim. natriumbentoniitti ja kalsiumbentoniitti. Montmorilloniitti koostuu kiderakenteeltaan kerroksista, joissa ohuiden Si(Al)-O-tetraedri levyjen välissä on Al(Mg, Fe)-O-OH-oktaedri levy. Kahden tällaisen kerroksen välillä on kerros vettä ja siihen liuenneita kiderakenteesta vapaita kationeja. Kyseinen rakenne on esitetty kuvassa 2. Montmorilloniitin kiderakenteen välitila antaa bentoniitille kastuessaan kyvyn turvota moninkertaisesti alkuperäiseen tilavuuteensa nähden, koska välitila sitoo kosteutta tehokkaasti [5].

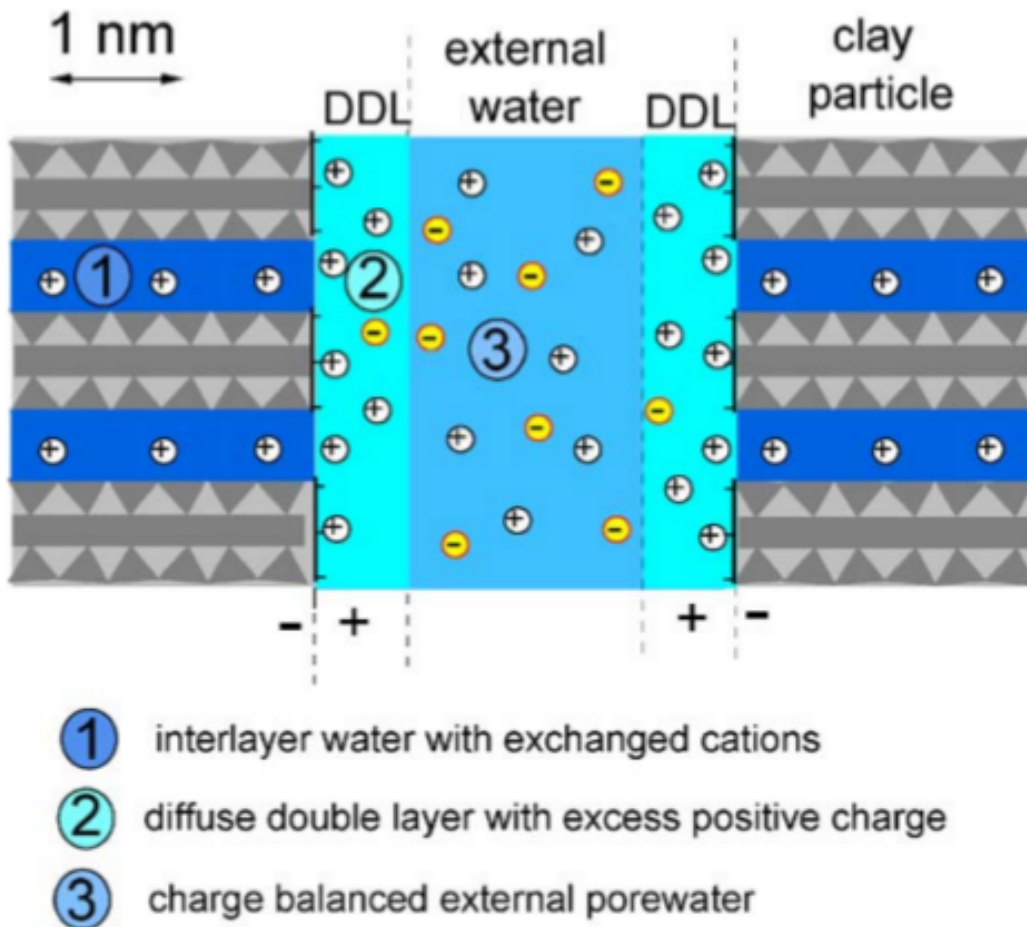


Kuva 2: Havaintokuva montmorillonitiin rakenteesta. Tetrahedrisista Si(Al)O ja oktahedrisista Al(MgFe)OOH-levyistä koostuvat n. 1 nm paksuiset montmorilloniti kerrokset sulkevat väli-tilaan vettä ja siihen liuenneita vapaita kationeja [6]

Montmorillonitiin lisäksi bentoniitti sisältää vaihtelevin määrin muitakin mineraaleja kuten kalsiittia, kvartseja ja erilaisia maasälpäitä. Nämä muut mineraalit ja montmorilloniti muodostavat yhdessä bentoniittiin huokoisuuden, joka sitoo ja kuljettaa vettä sekä ilmaa [7]. Montmorillonitiin väli-tilankosteuden ja mineraalien välisen huokoskosteuden lisäksi montmorillonitiittikiteiden negatiivisesti varattujen pintojen ympärille muodostuu enimmäkseen positiivisen varauksen omaava diffuusiokerros, joka päästää vesimolekyylejä diffundoitumaan korkeamman kemiallisen potentiaalin huokosvedestä matalamman potentiaalin montmorillonitiittikerrosten väli-tilaan. Vesimolekyylit eivät voi kuitenkaan diffundoitua takaisin, koska elektrostaattisen tasapainon on säilyttävä. Bentoniitin huokoisuuden vesityypit sekä veden varausjakauma on kuvattu kuvissa 3 ja 4 [8].



Kuva 3: Bentoniitin huokosrakenteessa esiintyvä vesi voidaan jakaa kolmeen pääryhmään: Väli-tilan vesi (interlayer water), kaksinkertaisen diffuusiovesikerroksen (double layer water) ja vapaa huokosvesi (free water). Väli-tilan vesi sijaitsee nimensä mukaisesti montmorilloniitin ki-
delevyjen välissä. Positiivisesti varautunut kaksinkertainen diffuusiovesikerros muodostuu lä-
hekkäisten kokonaisten negatiivisesti varautuneiden montmorilloniitti mineraalien välille. Suu-
remmat huokokset montmorilloniitti ja muiden mineraalien välillä sisältävät vapaan huokosve-
den. [7]



Kuva 4: Montmorillonitiin sitoutuneen veden varausjakauma. 1) Väli­tilassa positiivisesti varautuneet kationit, jotka voivat vaihtua muihin kationeihin. 2) Kaksinkertaisessa diffuusiokerroksessa, jossa on pääosin positiivinen varaus montmorillonitiilevyjen negatiivisesta pintavarauksesta johtuen. Kerros on diffuusioltaan yksisuuntainen eli se päästää vesimolekyylejä väli­tilaan, mutta ei sieltä pois. 3) Ulkoinen vapaa huokosvesi, joka säilyttää sähkökemiallista tasapainoa. [8]

Bentoniitin rakenteen tarkka tunteminen on tärkeää varsinkin kun puhutaan ydinjätteen loppusijoittamisesta. Rakenteen koostumus kuten huokoskoko, montmorillonitiin määrä ja väli­tilan hallitseva kationi ovat esimerkkejä ominaisuuksista, jotka vaikuttavat bentoniitin käyttäytymiseen puskuriaineena. Suomessa ydinjätteen loppusijoituksesta vastaava Posiva Oy on tutkimuksiansa perusteella määritellyt bentoniittipuskurilta vaadittavia ominaisuuksia seuraavasti [3]:

- *sopiva paisuntapaine*

- *alhainen vedenjohtavuus*
- *riittävä lämmönjohtokyky*
- *sopiva kantavuus*
- *sopiva muovautuvuus ja mukautuvuus*
- *sopiva kaasunläpäisevyys*
- *kyky suodattaa mikro-organismeja*
- *riittävä kemiallinen puskurikapasiteetti*
- *kyky rajoittaa aineiden kulkeutumista*
- *ei häiritse muiden vapautumisesteiden toimintaa*

Näiden vaatimusten toteuttamiseksi Posiva Oy käyttää seuraavia suunnittelu perusteita [3]:

- *montmorilloniitin osuus bentoniitista tulee olla vähintään 75%*
- *täysin kyllästyneen bentoniitin tiheys tulee olla suurempi kuin $1950 \text{ kg}\backslash\text{m}^3$ mutta alle $2050 \text{ kg}\backslash\text{m}^3$*
- *puskurin tulee olla niin taipuisa, että se vaimentaa alle 100 mm:n leikkaustyyppisen kalliosiiirtymän vaikutusta riittävästi*
- *koko loppusijoitustila tulee suunnitella niin, ettei lämpötila puskurissa ylitä 100°C*

2.2 Veden mahdolliset kulkeutumismekanismit bentoniitissa

Yleisesti ottaen veden kulkeutuminen bentoniitissa on monimutkainen tapahtuma, joten rajoitamme keskustelun tässä luvussa vakiintuneisiin vedenkulkeutumisen mekanismeihin sekä kastumisen mallintamisen monimutkaisuuteen ja ongelmiin bentoniitin kaltaisissa materiaaleissa. Bentoniitin kaltaisessa materiaalissa tapahtuvalle veden kulkeutumiselle on mahdollista rakentaa pintapuolinen teoreettinen malli, kun lähdemme tarkastelemaan asiaa kiinteän materiaalin huokoisuuden ϕ eli "tyhjän tilan" kautta. Huokoisuus määritellään

$$\phi = \frac{V_h}{V}, \quad (2)$$

missä V_h on aineen huokosten tilavuus ja V on huokoisen materiaalin kokonaistilavuus. Lisäksi huokoisessa aineessa etenevälle nesteelle on tiedossa kaksi kulkeutumismekanismia: advektio ja diffuusio. Advektio ilmiö kiteytyy huokoisessa aineessa kokeellisesti todennettuun Darcyn lakiin [9]

$$\vec{v} = \frac{\mathbf{K}}{\mu} \cdot (\vec{\nabla} p - \rho \vec{g}), \quad (3)$$

jossa \vec{v} on fluidirintaman nopeusvektori, p paine, ρ fluidin tiheys, \vec{g} putoamis-
kiihtyvyyys ja K huokoisen materiaalin permeabiliteetti eli aineen fluidijohta-
vuus. Nyt esitelty Darcyn lain muoto pätee kokoonpuristumattomalle alhaisen
Reynoldsin luvun omaavalle Newtoninlaiselle virtaukselle. Kun lisäämme tä-
hän oletuksien listaan vielä huokoisen aineen isotrooppisuuden niin voimme
pudottaa permeabiliteetin toisen kertaluokan tensoria kuvaavan lihavointi no-
taation pois ja merkitä permeabiliteettia skalaarina K . Permeabiliteetin määri-
tykseen löytyy kirjallisuudesta useita malleja, joista ehkä käytetyin on kokeelli-
sesti todettu Carmanin ja Kozenyn permeabiliteetti

$$K = \frac{\tau^2 S_0^2}{c} \frac{\phi^3}{(1 - \phi)^2}, \quad (4)$$

jossa τ on mutkitteluustekijä, c kapillaarien poikkipinta-alasta riippuva vakio
ja S_0 huokoisen aineen ominaispinta-ala.

Diffuusio huokoisessa materiaalissa on astetta monimutkaisempi prosessi, jos-
sa aineen molekyylit liikkuvat satunnaisen lämpötilaliikkeen mukaisesti (yleen-
sä) korkeammasta pitoisuudesta matalampaan. Diffuusion alkusysäyksenä toi-
mii termodynamiikan toista pääsääntöä mukaileva entropian kasvu, jonka seu-
rauksena systeemi pyrkii asettumaan todennäköisempään, epäjärjestyneempään
ja termodynaamisesti vakaampaan tilaan. Huokoisissa aineissa veden diffuusio-
ta ilmenee huokosten höyryfaasissa, joten kulkeutuminen tapahtuu useampa-
na samanaikaisena prosessina. Diffundoituminen voidaan ilmaista Fickin 1. ja
2. lain avulla [9]

$$\phi j = -\phi D \nabla c \quad (5)$$

$$\phi \frac{\partial c}{\partial t} = \nabla \cdot \phi j = \nabla \cdot (\phi D \nabla c), \quad (6)$$

joissa j on diffuusiovuo eli diffundoituvan aineen määrä pinta-alaa ja aikaa koh-
den, c diffundoituvan aineen pitoisuus ja D diffuusiokerroin, joka riippuu vä-
liaineen ominaisuuksista. Fickin lait kuvaavat diffuusion suuntaa, mikä on suu-
rimmasta pitoisuudesta pienempään pitoisuuteen päin ja pitoisuuden muutos-
ta ajan ja paikan suhteen.

Tapausta, jossa materia kulkeutuu yhtäaikaaisesti sekä advektiolla ja diffuusiolla
kutsutaan konvektioksi [9]. Konvektiivista materian kulkeutumista huokoises-
sa väliaineessa on mahdollista käsitellä ja jopa mallintaa monifaasivirtausdy-
namiikan avulla hyödyntäen esimerkiksi tilavuuskeskiarvoistusmenetelmää tai

seosmallia [10]. Monifaasivirtauksen ongelmaksi bentoniitin tapauksessa muodostuu luvussa 2.1 esitelty uniikki huokosrakenne sekä elastisuus. Montmorilloniitin ja muun bentoniitin luoman huokosverkosto ja sen sisältämä kosteus monimutkaistaa systeemin faasikompositiota huomattavasti. Yksinkertaisesti monifaasivirtaus sisältää muutamaa erillistä faasia, esimerkiksi kaasua ja nestettä, jotka virtaavat helpoimmassa tapauksessa kiinnitetyn kiinteän faasin läpi. Pelkästään nestefaasi jakautuu bentoniitin tapauksessa montmorilloniitin välitilan, diffuusiokerroksien ja muun huokoisuuden nestefaaseiksi. Lisäksi jokainen näistä nestefaaseista täytyy edelleen jakaa niiden liuoskemiallisen koostumuksen mukaan. Mm. nesteen jakaminen kationeja ja anioneja sisältäviin faaseihin on tärkeää, sillä ionien välillä tapahtuvat kemialliset reaktiot ja eri huokostyypeissä kulkeutumisesta ovat hyvin tärkeä osa bentoniitin paisumisprosessia. Kastumisesta aiheutuvan paisumisen myötä myös kiinteän faasin mekaniikka on otettava huomioon, sillä muodonmuutokset ovat suuria ja bentoniitin elastiset sekä plastiset ominaisuudet muuttuvat saturaatioasteen kehityksessä. Kaiken tämän lisäksi faaseihin vaikuttavat systeemin fysikaaliset muutokset, kuten paine ja lämpötila, on huomioitava.

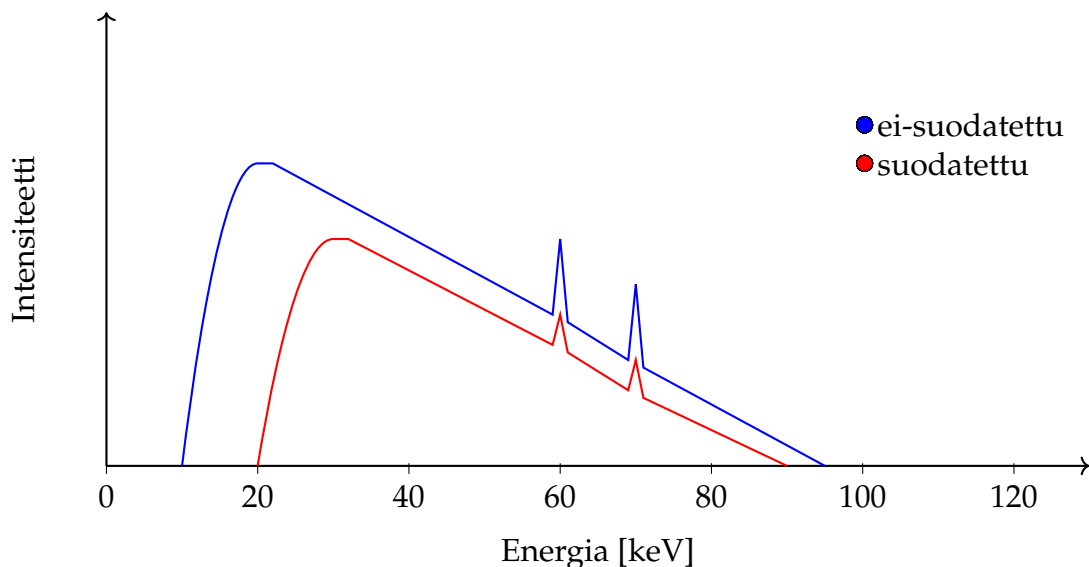
Tällä monifaasivirtausmallintamiseen keskittyvällä esimerkillä on tarkoitus selvittää lukijalle, että bentoniitin kaltaisille savilajeille vedenkulkeutumiseen keskittyvien käytösmallien luominen on varsin työlästä. Tilannetta hankaloittaa nykyisten mallien rajoittuminen lähinnä kapillaarisiin maalajeihin, joidenka mekaniikka perustuu pieniin muodonmuutoksiin. Käytösmallien kehitykseen tarvitaan kokeellista tutkimusta ja dataa, jotta bentoniitin ominaisuuksia pystytään ymmärtämään paremmin. Hyvä esimerkki tällaisesta menettelytavasta on Veli-Matti Pulkkasen väitöskirja [11], jossa on onnistuneesti luotu konseptuaalinen malli ja matemaattinen selkäranka veden kulkeutumisen takia suuria muodonmuutoksia kokevalle kemoelastiselle huokoiselle materiaalille bentoniittitutkimuksen kokeellista tietoa hyväksi käyttäen.

3 Kokeelliset menetelmät

Tässä luvussa käydään läpi työssä käytetyt kokeelliset menetelmät, jotka ovat kiteytetysti röntgensäteily ja -kuvaus sekä röntgenkuvien harmaansävyarvoista saatava tieto kosteuspitoisuudesta. Harmaansävyarvoja käytetään muiden suureiden kuten muodonmuutoskentän ratkaisuun.

3.1 Röntgensäteily ja -kuvaus

Röntgensäteily on osa sähkömagneettisen säteilyn spektriä aallonpituus alueella 0,01-10 nm. Energialtaan röntgensäteily on tyypillisesti 10 eV:sta 100 keV:iin [12]. Röntgensäteilyä syntyy kun elektronit vaihtavat elektronikuorta atomissa tai kun varattu hiukkanen on kiihtyvässä liikkeessä. Atomin elektronikuorilla tapahtuvaa röntgensäteilyä kutsutaan karakteristiseksi röntgensäteilyksi. Varatun hiukkasen kiihtyvyyden muutoksiin perustuva röntgensäteily tuotetaan käytännön sovelluksissa yleensä elektronien liikettä hyödyntäen [13]. Monissa röntgenlaitteissa kuten röntgenkuvauksessa, röntgensäteily tuotetaan röntgenputkessa, joka koostuu elektronilähteestä ja kahdesta metallielektrodista (katodi ja anodi). Elektronilähteenä toimii kuuma hehkulanka, josta elektronit irtoavat termisen emission seurauksena. Irronneet elektronit kiihdytetään katodin ja anodin välisen sähkökentän avulla törmäämään anodiin, jonka seurauksena anodilla syntyy jarrutussäteilyä. Suurin osa elektronin liike-energiasta muuttuu törmäyksessä lämmöksi. Jarrutussäteilyn ja lämmön lisäksi vapautuu karakteristista röntgensäteilyä, joka näkyy säteilyn intensiteetin tarkasteluissa selkeinä piikkeinä (Kuva 5).



Kuva 5: Hahmotelma ei-suodatetusta ja suodatetusta röntgensäteilyn spektristä. Spektri koostuu jatkuvasta jarrutussäteilystä ja karakterisista piikeistä.

Jarrutussäteily itsessään jakautuu eri aallonpituuksiin, joiden intensiteetit voivat erota toisistaan merkittävästi. Jarrutussäteilyä kutsutaankin tällaisen näkyvälle valollekin tyypillisen spektrikoostumuksen takia jatkuvaksi säteilyksi. Jarrutussäteilyn spektrin jakauman muoto riippuu röntgenputken kiihdytysjännä-

nitteestä. Huomioitavaa on myös anodimateriaali, joka vaikuttaa intensiteettiin mutta ei aallonpituusjakaumaan. [13]

Röntgensäteilyn fotonit absorboituvat kuvattavan materiaalin atomien elektronipilveen vaimentaen säteilyn intensiteettiä. Atomien elektronikuorilla tapahtuu myös sirontaa. Vaimenemista voidaan kuvata kokeellisesti todennetun Beerin ja Lambertin lailla [13], joka kuvaa aallonpituudeltaan λ olevan sähkömagneettisen säteilyn intensiteetin I_x vaimenemista sen kulkiessa heterogeenisessä väliaineessa paksuuden dx verran seuraavasti:

$$I_x = I_0 e^{-\int \mu(x) dx}, \quad (7)$$

jossa I_0 on suoraan lankeavan vaimenemattoman säteilyn intensiteetti ja μ on väliaineelle ominainen lineaarinen vaimennuskerroin. Vaimennuskerroin voidaan jakaa materiaalin tiheydellä ρ jolloin

$$I_x = I_0 e^{-\int \frac{\mu(x)}{\rho} \rho dx} \quad (8)$$

ja tästä saamme massavaimennuskertoimen (merk. $\frac{\mu}{\rho} = \mu_m$), jolle pätee

$$\mu_m \propto Z^i \lambda^j, \quad (9)$$

jossa λ on säteilyn aallonpituus ja Z on materiaalin atomimassaluku sekä vakiot $i \approx 4$ ja $j = 3$ tai $j = 4$. Massavaimennuskerroin riippuu siis täten säteilyn taajuudesta (ja energiasta) ja materiaalin atomirakenteen ominaisuuksista [12]. Massavaimennuskerroin voidaan kirjoittaa materiaalin sisältävien ainekomponenttien summana

$$\mu_m = \sum_i w_i \mu_{m,i}, \quad (10)$$

jossa w_i on i :nen komponentin painoprosenttiosuus koko materiaalissa ja vastaavasti $\mu_{m,i}$ on i :nen komponentin massavaimennuskerroin. Vastaavasti tällöin lineaariselle vaimenemiskertoimelle pätee

$$\mu = \sum_i \mu_{m,i} \rho_i. \quad (11)$$

Röntgensäteilyn vaimeneminen eri materiaaleissa on röntgenkuvauksen tärkein kulmakivi. Näytteessä vaimentuneen röntgensäteilyn ominaisuuksia on

mahdollista mitata siihen soveltuvan ilmaisimen avulla. Ajan saatossa röntgenkuvauksessa käytettyjä ilmaisimia ovat olleet vanhemmat lasinegatiivit ja valokuvausfilmi sekä uudemmat digitaaliset kuvalevyt ja luminesenssiin perustuvat ilmaisimet. Luminesenssi ilmiöön perustuvissa ilmaisimissa fluoresoiva aine eli skintilaattori absorboi röntgensäteilyn ja emittoi sen näkyvänä valona, joka voidaan edelleen vahvistaa valomonistinputken avulla ja muuntaa sähköiseksi signaaliksi esim. fotodiodin tai CCD-kennon avulla [13].

3.2 Röntgenkuvat ja lineaarinen vaimenemiskerroin

Edellä kuvatuille ilmaisimenmenetelmille on yhteistä, että kuvattavassa näytteessä vaimentuneen röntgensäteilyn ja alkuperäisen ei vaimenneen röntgensäteilyn intensiteettien suhde muutetaan röntgenkuvan yksittäisten kuva-alkioiden eli pikseleiden harmaansävyarvoiksi, joista lopullinen kuva muodostetaan. Yhtälön (7) nojalla voidaan siis myös sanoa että tietyn yksittäisen pikselin harmaasävy arvo vastaa tiettyä lineaarisen vaimennuskertoimen arvoa. Bentonitinäytteet kuvataan sylinterin muotoisessa näyttekammiossa. Näytteisiin lisätään myös merkkipartikkeleja muodonmuutosten liiketunnistusta varten. Molempien vaikutus lineaariseen vaimenemiskertoimeen tulee huomioida. Kokonai-stransmittanssi näytteen ja kammion läpi on [14]

$$\frac{I}{I_0} = \exp[-\mu_k(s_2 - s_1) - \mu_{s_1}], \quad (12)$$

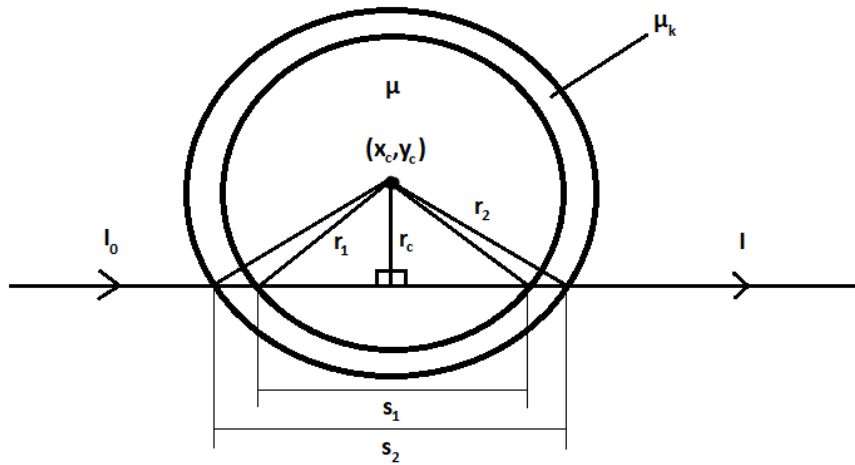
jossa s_1 ja s_2 ovat röntgensäteen kulkema matka kammion sisä- ja ulkohalkaisijan läpi. μ ja μ_k ovat näytteen ja kammion lineaariset vaimenemiskertoimet. Matkat s_1 ja s_2 lasketaan röntgenkuvista mittaamalla näytteen keskipiste (x_c, y_c) ja kammion sisä- ja ulkosäteet r_1 ja r_2

$$s_1 = \frac{1}{2} \sqrt{r_1^2 - r_c^2} \quad (13)$$

$$s_2 = \frac{1}{2} \sqrt{r_2^2 - r_c^2}, \quad (14)$$

joissa r_c on etäisyys näytteen keskipisteestä. Tilanteen geometria on havainnoitu kuvassa 6.

Röntgenkuville lasketaan yhtälön (12) mukaisesti kuvan jokaisen pikselin kattava kaksiulotteinen lineaarinen vaimennuskeroinkartta μ_{ij} , josta voidaan keskiarvoistaa yksittäisiä näytettä sisältäviä rivejä



Kuva 6: Periaatekuva näytteestä ja näytekammiosta. Röntgensäteilyn kulkemat matkat s_1 ja s_2 lasketaan kuvan mukaisen geometrian avulla. Näytteen keskipiste (x_c, y_c) ja näyteputken sisä- ja ulkosäde (r_1 ja r_2) mitataan röntgenkuvista. Laskenta olettaa röntgensäteiden kulkevan samansuuntaisesti [14].

$$\mu_j = \frac{\sum_i (b_{ij} \cdot s_{1,ij} \cdot \mu_{ij})}{\sum_i (b_{ij} \cdot s_{1,ij})}, \quad (15)$$

jossa b_{ij} on binäärisen maskikuvan pikseliarvo. Maskikuvat sisältävät vain kahden pikseliarvoa, joten merkkipartikkelien erottaminen on helppoa. Maskikuvien luonti esitellään luvussa 5.3.

Olettamalla kasteltujen bentoniittinäytteiden koostuvan kuivasta bentoniitista ja vedestä voimme kirjoittaa lineaarisen vaimenemiskertoimen ja massavaimenemiskertoimen yhteyden kyseiselle seokselle yhtälön (11) mukaisesti

$$\mu = \mu_b + \mu_v = \mu_{m,b} \rho_b + \mu_{m,v} \rho_v. \quad (16)$$

Näytteen kosteussuhde η määritellään

$$\eta = \frac{m_v}{m_b} = \frac{\rho_v}{\rho_b}, \quad (17)$$

jossa m_v on näytteen veden massa, m_b on näytteen bentoniitin massa, ρ_v on näytteen veden osatiheys ja ρ_b on näytteen bentoniitin osatiheys. Näytteen referenssitilan bentoniitin ja veden osatiheydet ρ_{b0} ja ρ_{v0} ovat [15]

$$\rho_{b0} = \frac{\mu_0 - C}{\mu_{m,b} + \eta_0 \mu_{m,v}} \quad (18)$$

$$\rho_{v0} = \eta_0 \rho_{b0}, \quad (19)$$

joissa η_0 on referenssitilan kosteussuhde, μ_0 on referenssitilan lineaarinen vaiennuskerroin ja C on sovitusp parametri. Yhtälöt (18) ja (19) toimivat luonnollisesti ensimmäisistä röntgenkuvista tulkittavana näytteen alkutilana kun näytteen alkukosteussuhde tiedetään. Bentoniitin ja veden osatiheyksien aikakehitykseen määrittämiseen käytetään muodonmuutoksen siirtymiä, joiden numeeriseen selvitykseen palaamme luvussa 5.4. Siirtymät määritellään näytekerroksittain, joille voidaan jokaiselle laskea tilavuuden aikakehitys $V(t)$

$$V_j(t) = \pi r^2 (x_{k+1}(t) - x_k(t)), \quad (20)$$

jossa V_j on j :nen kerroksen tilavuus, r on näytteen säde ja x_k on k :nen näytekerroksen rajapinnan sijainti. Kerrosten massa lasketaan alkutilan mukaisesti

$$m_j = \rho_{b0} V_j(t = 0). \quad (21)$$

Massan säilymislain mukaisesti tämä tarkoittaa kerroskohtaisten osatiheyksien aikakehityksille $\rho_{bj}(t)$ ja $\rho_{vj}(t)$

$$\rho_{bj}(t) = \frac{m_j}{V_j(t)} \quad (22)$$

$$\rho_{vj}(t) = \frac{\mu(t) - C - \mu_{m,b} \rho_{bj}(t)}{\mu_{m,v}} \quad (23)$$

Veden saturaatioitiheyden $\rho_{sat,v}$ rajaa kasteluprosessin aikana voidaan seurata laskemalla

$$\rho_{sat,v}(t) = \rho_{vi} \left(1 - \frac{\rho_{bj}(t)}{\rho_{bi}} \right), \quad (24)$$

jossa ρ_{vi} on kasteluveden tiheys ja ρ_{bi} on bentoniitin raetiheys (grain density) eli tiheys josta on poisluettu materiaalin huokoisuus. Saturaatioiheyden lisäksi näytteen dimensiotonta saturaatioastetta s voidaan puolestaan seurata röntgenkuvista

$$s(t) = \frac{\mu(t) - C - \mu_{m,v}\rho_{bj}(t)}{\mu_{m,v}\rho_{vi} - \mu_{m,v}\rho_{bj}(t)\frac{\rho_{vi}}{\rho_{bi}}}. \quad (25)$$

Olettamalla näytteen olevan täysin saturaatiossa kastumisprosessin lopussa voimme merkitä $s = 1$ ja ratkaista näytteen lopputilan bentoniitin osatiheyden ρ_{bf}

$$\rho_{bf} = \frac{\mu_f - C - \mu_{m,v}\rho_{vi}}{\mu_{m,v} - \mu_{m,v}\frac{\rho_{vi}}{\rho_{bi}}}. \quad (26)$$

Yhtälöä (24) mukaillen lopputilan veden osatiheys ρ_{vf} on täydellisessä saturaatiossa täten

$$\rho_{vf} = \rho_{vi} \left(1 - \frac{\rho_{bf}}{\rho_{bi}} \right) \quad (27)$$

Juuri määritetyillä lopputilan osatiheyksillä voimme suorittaa näytteen osatiheyksien aikakehityksen laskennan myös käänteisesti. Tällä menettelyllä pysytään poistamaan osatiheyksien flukтуаatioita alkutilan ja lopputilan väliltä.

Röntgenkuvaukseen liittyy häiriöitä aiheuttavia ilmiöitä, jotka on otettava huomioon jo ennen kuvauksen aloittamista. Röntgensäteilyn polykromaattisuuden takia kuvattavassa kappaleessa havaitaan säteilyn kovenemista (beam-hardening), mikä aiheuttaa näennäisen tiheyden kasvun kappaleen reunoilla. Säteilyn erilaiset sirontamekanismit aiheuttavat myös kuvattavaan kohteeseen paikallisia virheitä. Molemmat ilmiöt muodostavat röntgenkuviin harmaansävyarvojen vääristymiä, jotka näkyvät edelleen muodonmuutosten ja osatiheyksien analyysissä. Säteilyn kovenemista korjataan kuvauksessa käytettävällä suodatuksella ja luvussa 4.2 esitettävällä dynaamisella taustakorjauksella.

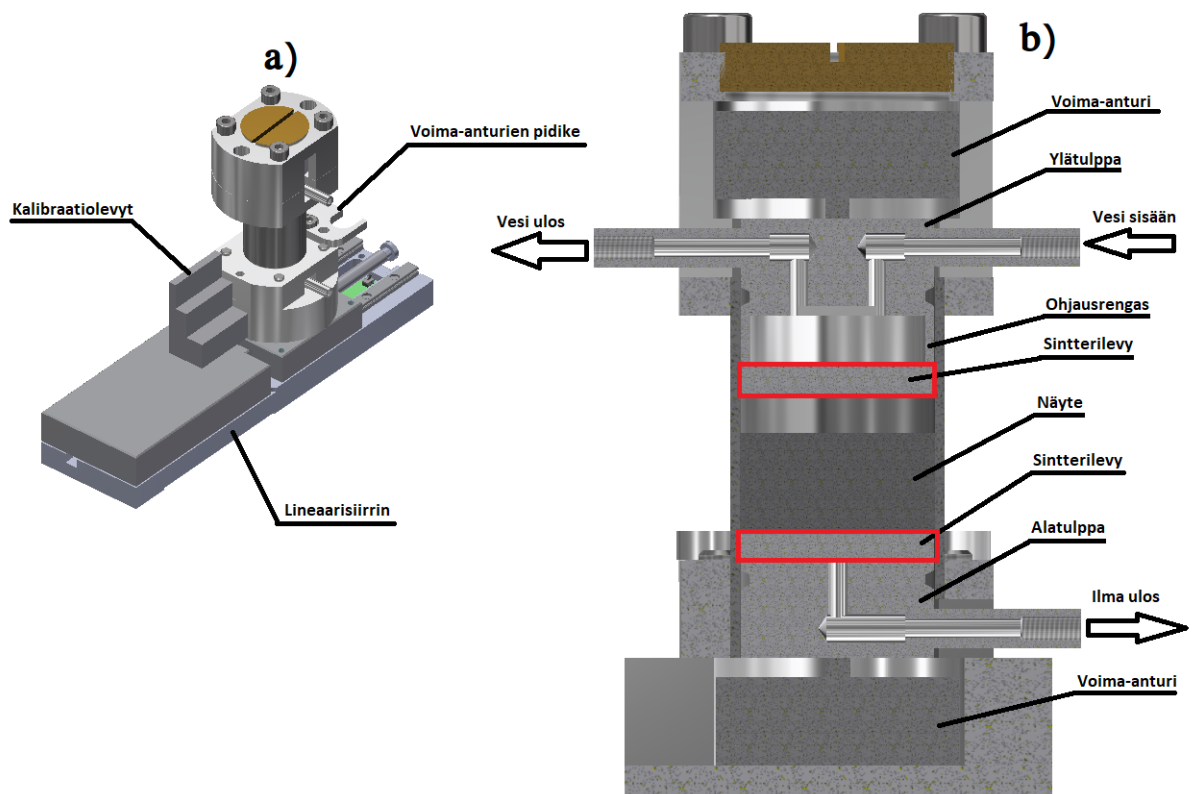
4 Mittauslaitteisto ja -välineet

Tässä luvussa käsitellään työn mittauksissa käytettävät laitteistot ja välineet. Luku rakentuu näytekammioille ja kuvauslaitteistolle omistetuista alaluvuista, joissa jokaisessa on tarkoitus käydä kukin mittausinstrumentti tarkasti läpi.

4.1 Näytekammiot

Näytekammiot ovat sylinterimäisille näytteille suunniteltuja mittausvälineitä, joiden tarkoitus on antaa näytteelle suljettu tila hallitulle puolivapaalle laajenemiselle. Kammioiden rakenne on esitetty kuvassa 7.

Kammioissa on yläpäässä näytteen kastelua varten venttiileillä varusteltu tulppa, jonka kautta vesi pääsee näytteen päällä sijaitsevan sintterilevyn päälle. Vesi läpäisee huokoisen sintterilevyn ja imeytyy siitä näytteeseen, jolloin pystysuora näytteen laajeneminen alkaa. Sintterilevy on liimattu ohjausrenkaaseen, joka varmistaa laajenemisen tasaisuuden pitämällä sintterilevyn pinnan kiinni näytteen pinnassa. Yläpään kastelutulppa on tiivistetty sylinterimäisen kammioputken seiniin muovisen renkaan avulla. Kyseinen rengas ja tulpan renkaan lovi on rasvattu, jolloin tulppa tiivistää kammion entistä paremmin vähentäen ilman vaikutusta mittaukseen. Tulppa on myös vapaa liikkumaan rasvauksen myötä vähennetyllä kitkalla pystysuunnassa. Näytteen laajenemisen edetessä ohjausrenkas joutuu lopulta kosketuksiin yläpään tulpan kanssa, joka vuorostaan on kosketuksissa kammion yläpään voima-anturin kanssa. Täten laajenemisesta aiheutuva voima saadaan mitattua. Näytteen alapää on myös kosketuksissa sintterilevyn kanssa, jonka kautta ilma poistuu alapään tulpan venttiiliin ja siitä ulos kammioista. Alapään tulppa on myös varustettu rasvatulla renkaalla ja omalla voima-anturilla.



Kuva 7: Näytekammioiden rakenne: a) Kammio kytkettynä lineaarsiirtimeen, joka liikuttaa kammiota kalibraatiolevyjen ja näytteen välillä. Voima-anturien pidike on sijoitettu kammion toiselle puolelle. b) Kammion tarkempi rakenne esitettynä halkileikkauksena. Havainnoinnin helpottamiseksi puolivapaan laajenemisen tyhjä tila on kuvassa asetettu näytteen ja ohjausrenkaallisen sinterilevyn väliin. Todellisessa mittaustilanteessa tämä tila on ohjausrenkaan yläpuolella. Sinterilevyt ovat korostettu punaisella merkinnällä.

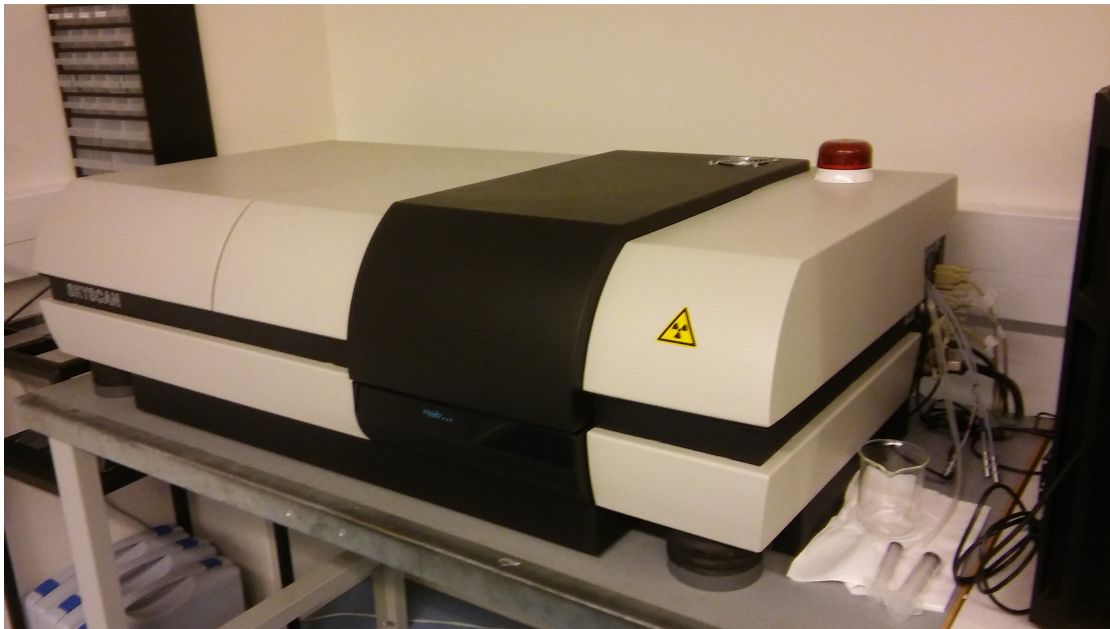
Kammioiden ulkopinnalta löytyy voima-anturien johdoille suunniteltu pidike ja kuva-analyysin dynaamista taustakorjausta varten tarkoitetut kalibraatiolevyt. Näytekammiot voidaan kiinnittää lineaarsiirtimeen (Thorlabs MTS50-Z8), jota käytetään kammion siirtämiseen vaakasuunnassa kun halutaan vaihtaa kuvattavaa kohdetta näytteestä kalibraatiolevyihin. Näytekammiot on dimensioiltaan valmistettu sellaisiksi, että niitä on helppo liikutella kastelun ja kuvauksien välillä ne sopivat tukevasti kuvauslaitteistoon ja putki, jossa näyte sijaitsee, läpäisee tarpeeksi röntgensäteilyä.

4.2 Kuvauslaitteisto

Näytteiden röntgenkuvauksessa käytettiin SkyScan 1172-mikrotomografialaitetta (kuva 8), jota operoitiin sen omalla järjestelmäohjausohjelmistolla [16]. Tässä

työssä emme paneudu laitteiston alkuperäiseen käyttötarkoitukseen eli röntgentomografiaan sillä laitetta käytetään tässä tutkielmassa vain röntgenkuvien ottamiseen. Mainittakoon kuitenkin, että samaista laitetta on käytetty tomografiakuvaukseen aikaisemmissa bentoniittitutkimuksissa mm. Harjupatana ym. [17] [15] [18] toimesta. Laitteiston tärkeimmät tekniset tiedot on lueteltu taulukkoon 1. Lisäksi laitteistoon on asennettu tarvittavat kasteluletkut kammion venttiileille ja johdot voima-antureille sekä lineaarisiirtimelle.

Kuvauslaitteiston röntgenlähteen annetaan aina stabiloitua tarvittava aika ennen kuvauksia. Lisäksi suoritetaan riittävin väliajoin taustakorjaus, jolla korjataan näytteestä otetut kuvat pikseli kerrallaan. Taustakorjauksessa käytetään samoissa olosuhteissa otettua kuvaa ilman näytettä (bright field-kuva) ja kuvaa jossa röntgenlähde ei ole päällä (dark field-kuva). Näillä toimenpiteillä korjataan röntgensäteilyn spektrin ja ilmaisimen epästabiilisuuksia. Näytteille suoritetaan monta kuvauskertaa kastelun eri vaiheissa. Kuvauskertojen välillä esiintyy siis myös lähteen ja ilmaisimen epästabiilisuuksia, joita ei voi korjata perinteisellä taustakorjauksella. Kaikkien kuvausvaiheiden tulisi kuitenkin olla keskenään vertailukelpoisia. Kuvausten aikana näytekuvia korjataankin nk. dynaamisen taustakorjauksen avulla. Käytännössä dynaamisessa taustakorjauksessa otetaan kuvia eri paksuisista alumiinilevyistä. Epästabiilisuus korjausten lisäksi alumiinikuvat korjaavat sironnasta ja säteilyn kovenemisestä aiheutuvia artefakteja näytekuvista.



Kuva 8: SkyScan 1172-röntgenmikrotomografialaitteisto

Taulukko 1: SkyScan 1172 röntgenmikrotomografialaitteiston tiedot [16].

Laitteistotiedot	SkyScan 1172 100kv
Erotuskyky	1 μm
Matala kontrastitarkkuus	5 μm
Pikselikoko maksimisuurenoksella	< 0.9 μm
Röntgenlähde	Jäähdytetty, eristetty ja mikrofokusoitu röntgenputki
Röntgenlähteen elinaika	< 10 000 h
Röntgenlähteen pistekoko	< 5 μm kun teho on 8 W
Röntgenlähteen käyttöjännite	20 kV – 100 kV
Röntgenlähteen käyttövirta	0 μA – 250 μA
Röntgenlähteen maksimiteho	10 W
Röntgenilmaisin	10 megapikselin CCD-kenno yhdistettynä skintillaattoriin

5 Mittaukset ja tulosten käsittely

Seuraavassa luvussa käydään läpi itse mittaukset. Aluksi käsitellään käytetyt näytetyypit ja kasteluvedet, jonka jälkeen mittaukset käydään seikkaperäisesti läpi. Luku viimeistellään esittelemällä tulosten analysoinnissa käytetyt menetelmät ja työkalut. Luvun tarkoitus on antaa niin tarkka kuvaus mittauksista, että ne on mahdollista toistaa.

5.1 Näytetyypit ja kasteluliuokset

Tutkimuksessa tutkittiin kauppanimeltään Bara-Kade bentoniittia kahdella eri kuivatiheydellä. Bara-Kade näytteitä kasteltiin kolmella eri ionivahvuisella NaCl + CaCl₂ kasteluliuoksella. Bara-Kade bentoniitin kemiallinen koostumus on esitetty taulukossa 2 kun taas mineraloginen koostumus löytyy taulukosta 3. Bara-Kaden lisäksi myös kahta puhdistettua Na-MMT ja Ca-MMT bentoniittia tutkittiin samoilla kuivatiheyksillä. Puhdistettuja näytteitä kasteltiin vastaavasti NaCl ja CaCl₂ liuoksilla kahdella eri suolapitoisuudella. Puhdistetut bentoniitti materiaalit ovat kemiallisesti puhdistettuja, joten ne koostuvat pelkästään joko natrium tai kalsium montomorilloniitista. Mittausten tarkemmat näytetiedot on koottu taulukkoon 4.

Taulukko 2: Bara-Kade bentoniitin kemiallinen koostumus [19].

Kemikaali	Painoprosenttiosuus
SiO ₂	61,22
Al ₂ O ₃	19,34
Fe ₂ O ₃	4,14
MgO	2,44
NaO ₂	1,94
CaO	1,33
K ₂ O	0,56
TiO ₂	0,15
P ₂ O ₅	0,05
MnO	0,04
Cr ₂ O ₃	0,003
Häviöt/muut	8,7

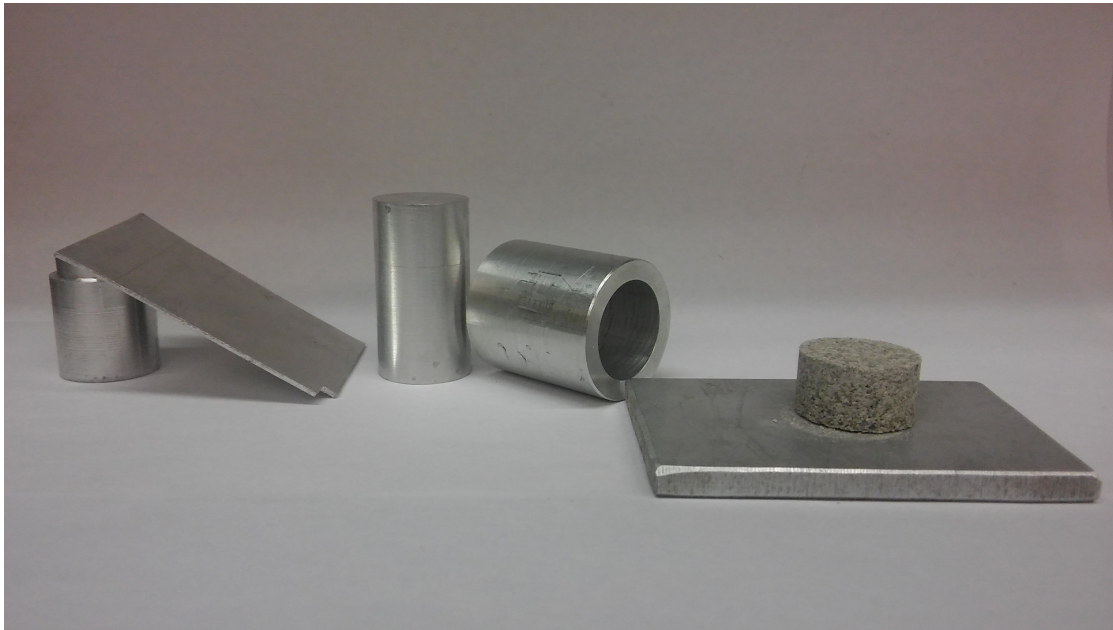
Taulukko 3: Bara-Kade bentoniitin mineraloginen koostumus [19].

Mineraali	Painoprosenttiosuus
Montomorilloniitti	83,9
Kvartsi	6,2
Plagioklaasi	3,2
Kalium maasälpä	1,9
Kipsi	1,3
Pyriitti	1,2
Kalsiitti	1,1
Kristobaliitti	0,7
Illiitti	0,4
Muut	0,1

Taulukko 4: Mittausten näytetiedot: Muuttuvina parametreina kokeissa on kuivatiheys, kasteluliuos ja käytettävä bentoniittimateriaali.

Mittaus-ID	Bentoniitti	Kuivatiheys (g/cm) ³	Kasteluliuos	Kasteluliuoksen ionivahvuus (mmol/L)
T1	Bara-Kade	1,4	NaCl + CaCl ₂	3,5
T2	Bara-Kade	1,4	NaCl + CaCl ₂	489
T3	Bara-Kade	1,4	NaCl + CaCl ₂	975
T4	Bara-Kade	1,8	NaCl + CaCl ₂	3,5
T5	Bara-Kade	1,8	NaCl + CaCl ₂	489
T6	Bara-Kade	1,8	NaCl + CaCl ₂	975
T3.Na	Na-MMT	1,4	NaCl	975
T4.Na	Na-MMT	1,8	NaCl	3,5
T3.Ca	Ca-MMT	1,4	CaCl ₂	975
T4.Ca	Ca-MMT	1,8	CaCl ₂	3,5

Kasteluliuokset valmistettiin punnitsemalla NaCl ja CaCl₂ · 2 H₂O suoloja ja liuottamalla ne ionivaihdettuun veteen. Suoloihin imeytynyt kosteus sekä CaCl₂ · 2 H₂O:n kidevesi otettiin huomioon punnituksia tehdessä kuivauskokeiden avulla. Kasteluliuoksista poistettiin ilma keittämällä niitä aina ennen mittausten alkua. Liuosten pH:ta tarkkailtiin mittausten aikana. Lisäksi vesille, jotka sisältävät CaCl₂:a havainnoitiin mahdollista CaCO₃ saostuman syntymistä. Kyseinen saostuma syntyy kun liuoksen Ca²⁺-ioni reagoi siihen ilmasta liukenevan hiilidioksidin kanssa. Liuotessaan hiilidioksidi laskee liuoksen pH:ta ja ionivahvuutta. Mittauksia varten varastoituihin näytebentoniitteihin lisättiin massaprosentin $w_m = 0,01$ verran pieniä zirkoniumdioksidi(ZrO₂)-kuulia, jotka toimivat röntgenkuvauksen merkkipartikkeleina.



Kuva 9: Näytteenvalmistuksen käytetyt apuvälineet sekä puristettu näyte.

5.2 Mittausten kulku

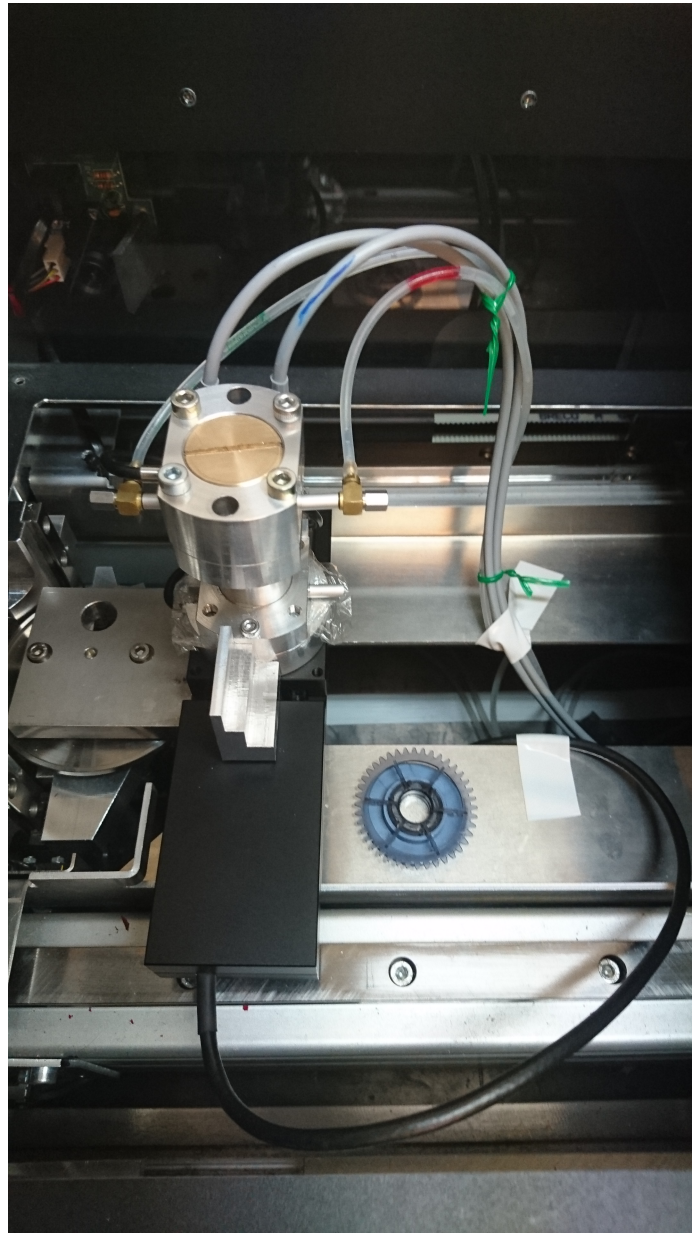
Jokainen mittaus alkaa sylinterin muotoisen näytteen valmistamisella kuvan 9 mukaisten apuvälineiden avulla. Näytteeseen tarvittavan bentoniitin massa m lasketaan tavoitekuivatiheyden ρ (1.4 g/cm^3 tai 1.8 g/cm^3) ja näytteen dimensioiden avulla seuraavasti

$$m = \rho \pi r^2 h (1 + w_v + w_m), \quad (28)$$

jossa $r = 1 \text{ cm}$ ja $h = 1 \text{ cm}$ ovat näytteen säde ja korkeus ja w_v ja w_m ovat vastaavasti näytteen veden ja merkkipartikkelien massaprosenttiosuudet. Bentoniittimateriaalien veden massaprosenttiosuutta valvotaan punnitsemalla bentoniittien säilytysastioiden massa ennen ja jälkeen näytteen oton. Näytettä varten punnittu bentoniittijauhe kaadetaan alumiinilevyn päällä olevaan puristusputkeen, jonka päälle asetetaan toinen alumiinilevy. Seuraavaksi suoritetaan näytejauheen sekoitus ravistamalla puristusputkea alumiinilevyjen välissä, jotta merkkipartikkelit saadaan tasaisesti levitettyä. Näytejauhe puristetaan puristusputkessa erillisen sylinterin ja hydraulipuristimen avulla 11 mm paksuiseksi kiekoksi. Puristettu näyte punnitaan ja asetetaan näytekammioon pohjatulpan ja sinterilevyn päälle. Pohjatulppaa painetaan hieman kammion sisään ohuen aluslevyn avulla, joka jätetään tulpan alle kun näyte puristetaan

lopulliseen 1 cm paksuuteensa. Tällä varmistetaan ettei näytekammion alapään voima-anturille synny alkujännitystä. Näytteen päälle asetetaan mahdollisimman tiiviisti sintterilevy, johon ohjausrenkas on liimattu. Yläpään kastelutulppa kiinnitetään kammioon ja kammion ylä- ja alapäähän asetetaan voima-anturit ja niiden kiinnikkeet ruuvataan kammioon. Lopuksi yläpään tulppa vedetään kiinni voima-anturiin, jotta voimamittaukseen ei aiheudu viivettä.

Näytteen valmistuksen jälkeen kammio kiinnitetään lineaarisiirtimeen, joka edelleen kiinnitetään tomografialaitteen kuvauspöytään kuvan 10 mukaisesti. Kuvasta 10 havaitaan myös voima-anturien ja kasteluletkujen kiinnitykset, jotka pyritään tekemään siten että ne eivät näy röntgenkuvissa.

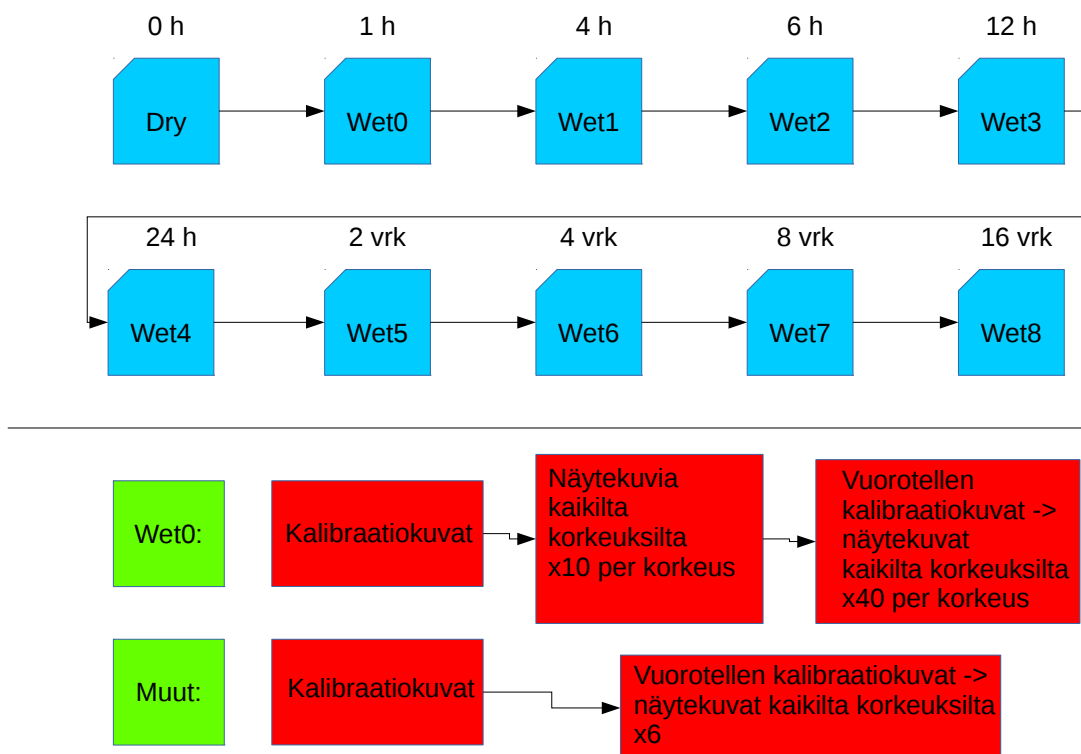


Kuva 10: Mittaustilanne tomografialaitteen sisällä: Kammioon on kytketty venttiileille, kasteluletkut ja voima-antureille omat johdot. Kammio itsessään on ruuvattu kiinni lineaarisiirtimelle, joka on edelleen kiinnitetty laitteiston kuvauspöytään. Letkut ja johdot tulevat ulos tomografialaitteen takaa, jolloin kastelu, lineaarisiirtimen liikutus ja paisuntapaineiden mittaaminen onnistuu kuvausten aikana.

Kammiota sivusuunnassa liikuttavaa lineaarisiirrintä ohjataan sen omalla ohjausohjelmistolla, kun taas kammion pystysuuntainen liike saadaan aikaan tomografialaitteen kuvauspöytää liikuttamalla. Mittaustilanne on automatisoitu

siten, että AutoHotkey-ohjelmistolla koodattu komentosarja suorittaa siirtimen ja kuvauspöydän liikuttamisen sekä kuvien ottamisen ja tallentamisen.

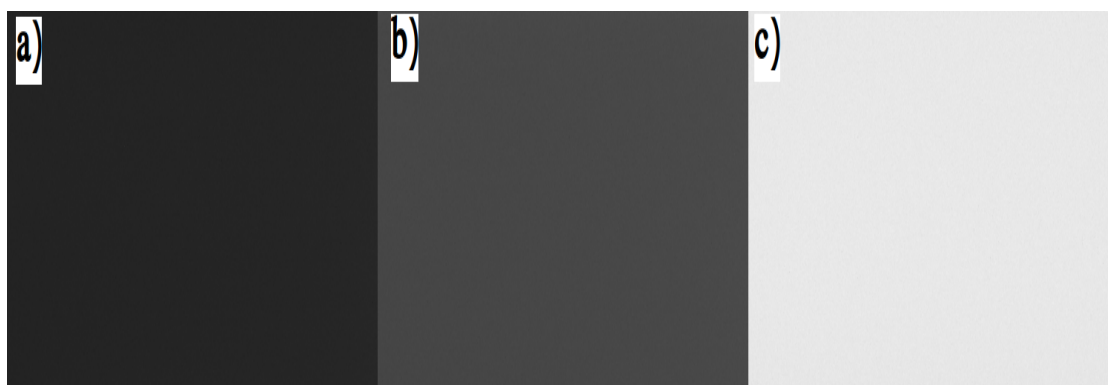
Kuvausvaiheiden aikataulutusta ja rakennetta on kuvattu työnkulkukaaviona kuvassa 11. Kuvaukset aloitetaan kuvaamalla näyte ensin kuivana, jonka jälkeen kastelun aloituksen aikana suoritetaan ensimmäinen märkäkuvaus. Märkäkuvauksien aikaväliä kasvatetaan asteittain ja yhden näytteen kuvausyksi kestää 16 vuorokautta.



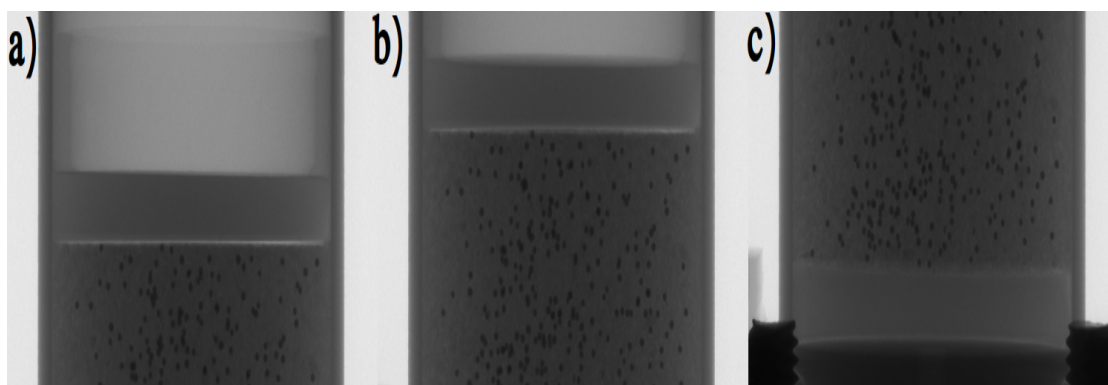
Kuva 11: Kuvausvaiheiden aikataulutusta ja rakennetta: Yksittäiselle näytteelle suoritetaan yhteensä kymmenen kuvausvaihetta, joista kastelun alun vaihe (Wet0) on kaikista intensiivisin. Näytettä kuvataan laajasti jokaiselta korkeudelta, koska muutokset kastelun alussa ovat merkittäviä. Muut vaiheet ovat rakenteeltaan identtisiä. Kuvausvaiheiden ajankohta on suuntaa antava arvio. Todellinen aika luetaan kuvatiedostoista.

Kuvausvälit kuvausvaiheiden välissä kasvavat pykälittäin. Ensimmäiset märkäkuvat (Wet0-Wet3) saadaan n. 1, 4, 6 ja 12 tunnin jälkeen. Kuvausvälin kasvaessa 24 tuntiin eli viidennen märkäkuvauksen (Wet4) jälkeen kammio siirretään tomografialaitteen sisältä erilliselle kastelupisteelle, jossa myös voima-

mittaus jatkuu toisella tietokoneella. Seuraavat märkäkuvat otetaan n. 4, 8 ja 16 vuorokauden kohdalla. Kuvausvaiheet sisältävät kalibraatiokuvien 12 ja näytekammion eri korkeuksilta saatavien näytekuvien ottamisen 13. Kalibraatiokuvat ovat kahdesta eri paksuisesta alumiinilevystä ja taustasta. Alumiinilevyjen paksuudet ovat n. 8 ja 16 mm. Näytekuvat ovat näytteen kolmelta eri korkeudelta. Kalibraatiokuvia ja näytekuvia vuorotellaan yksittäisessä kuvausvaiheessa. Yhdessä kuvausvaiheessa kolmen kalibraatiokuvan sarjoja otetaan 7 ja näytekuva sarjoja 6, joten kalibraatiokuvia kertyy yhteensä 21 ja näytekuvia 18. Yksittäiseen kuvausvaiheeseen kuluu aikaa n. 23 minuuttia.



Kuva 12: Yksittäinen kalibraatiokuvien sarja. a) ensimmäinen kalibraatiolevy (kuvauskorkeus = 36 mm) b) toinen kalibraatiolevy (kuvauskorkeus = 20 mm) c) taustakuva (kuvauskorkeus = 4 mm)



Kuva 13: Yksittäinen näytekuvien sarja. a) ensimmäinen näytekuva (kuvauskorkeus = 5,4-6,1mm) b) toinen näytekuva (kuvankorkeus = 9,5mm) c) kolmas näytekuva (kuvankorkeus = 14,9mm)

Poikkeuksellisenä kuvausvaiheena on ensimmäinen märkäkuvaus (Wet0), jossa aluksi kuvataan näytettä kaikista intensiivisimmin, jotta puolivapaa laajenemi-

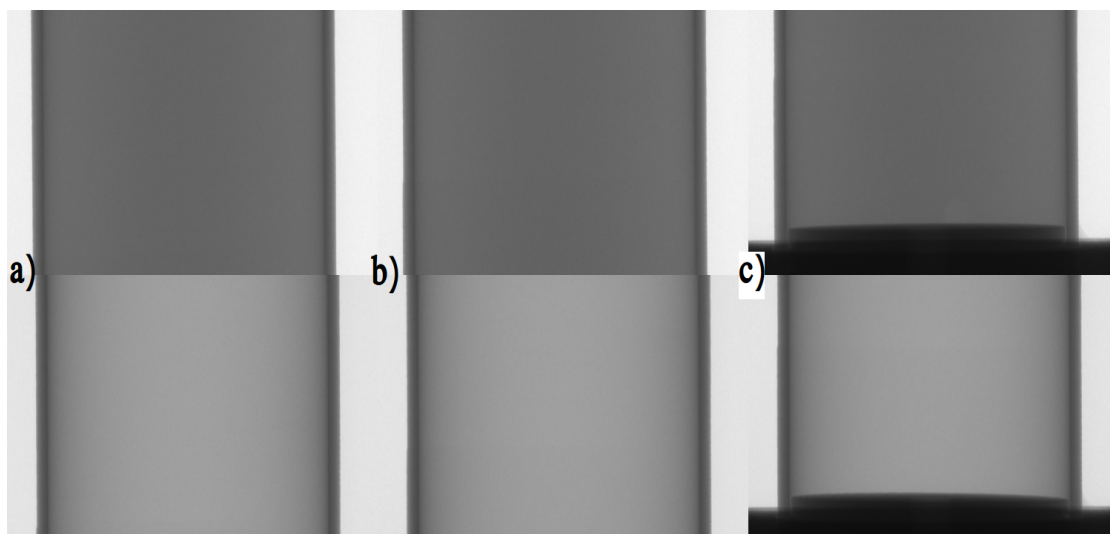
nen saadaan tallennettua mahdollisimman hyvin. Ensimmäinen märkäkuvausvaihe alkaa jokaisen kalibraatiokuvan ottamisella, jonka jälkeen otetaan näytekuvat joka korkeudelta. Kun viimeinen näytekuva eli kuva näytteen alapäästä on otettu ja tallennettu, aloitetaan kastelu. Kastelun alettua näytettä kuvataan jokaiselta korkeudelta 9 kertaa eli yhteensä 27 kuvan verran. Näiden ensimmäisten näytekuviin jälkeen siirrytään takaisin vuorottelemaan kalibraatiokuvien ja näytekuviin välillä. Vuorottelua suoritetaan yhteensä 40 kertaa, jolloin kalibraatio- ja näytekuvia kertyy vielä 120 kappaletta kutakin. Lopulta kuvausvaiheessa on kerätty yhteensä $3 + 3 + 3 \cdot 9 + 3 \cdot 40 + 3 \cdot 40 = 273$ röntgenkuvaa. Ensimmäiseen märkäkuvausvaiheeseen kuluu aikaa lopulta n. 158 minuuttia.

Suurin osa kuvausvaiheiden ajasta kuluu näytekammion siirtelyyn. Tomografialaitteen kuvauspöytään kiinnitetty lineaarisiirrin liikuttaa kammiota 36 mm:ä sivusuunnassa kameraan nähden näyte- ja kalibraatiokuvien välillä. Kuvauspöytää liikutellaan pystysuunnassa eri kalibraatio- ja näytekuviin korkeuksille. Kalibraatiokuvien ottokorkeudet ovat 36, 20 ja 4 mm:ä ja näytekuviin 14,9, 9,5 ja kammion riippuen 5,4 tai 6,1 mm:ä. Komentosarjalle on annettava siirtelyille sopivan kokoiset viiveet, jotta kuvien ottaminen oikeassa kohtaa onnistuu. Lisäksi tomografialaitteelle on annettava aikaa itse kuvien ottamiseen ja tallentamiseen. Kuvien ottamisen viive riippuu keskiarvoistettavien kuvien määrästä ja valotusajasta. Komentosarjan viiveet on kerätty taulukkoon 5

Taulukko 5: Kuvaussarjoissa käytetyn AutoHotKey-komentosarja makron viiveet.

Toimenpide	Viive
Lineaarisiirtimen 36 mm siirto	22 s
Kuvauspöydän 36 mm siirto	20 s
Kuvauspöydän 20 mm siirto	14 s
Kuvauspöydän 16 mm siirto	13 s
Kuvauspöydän n. 5 mm siirto	8 s
Kuvauspöydän n. 2 mm siirto	7 s
Kuvan ottaminen (keskiarvoistus ja valotusaika)	13 s
Kuvan tallennus	2 s

Kuvaussyklin lisäksi jokainen kammio on kuvattu tyhjänä sekä jokaisella kasteluvedellä täytettynä, jotta kammion ja suolaliuosten vaimennuskertoimet voidaan huomioida tulosten määrityksessä (kuva 14). Kasteluiden loputtua näyte irrotetaan kammion ja punnitaan heti sekä vuorokauden mittaisen uunikui- vatuksen jälkeen, jotta imeytyneen veden massa saadaan selville. Jokaisen mittauksen kuvaukset suoritettiin taulukon 6 mukaisilla tomografialaitteen asetuksilla.



Kuva 14: Kokeissa käytetty näytekammio $3,5 \text{ mmol L}^{-1}$ $\text{NaCl}+\text{CaCl}_2$ suolaliuoksella täytettynä (kuvan yläriivi) ja tyhjänä (kuvan alariivi). a) ensimmäinen kammio ja liuoskuva (kuvankorkeus = 5,4-6,1 mm) b) toinen kammio- ja liuoskuva (kuvankorkeus = 9,5 mm) c) kolmas kammio- ja liuoskuva (kuvankorkeus = 14,9 mm).

Taulukko 6: Mittauksissa käytetyt laitteistoasetukset ja -arvot

Asetus	Arvo
Käyttöjännite	100 kV
Käyttövirta	80 μA
Käyttöteho	8 W
Kuvakoko	2000 x 1048
Pikselikoko	17,1 μm
Suodatin	Al+Cu
Keskiarvoistus	3
Valotusaika	4130 ms

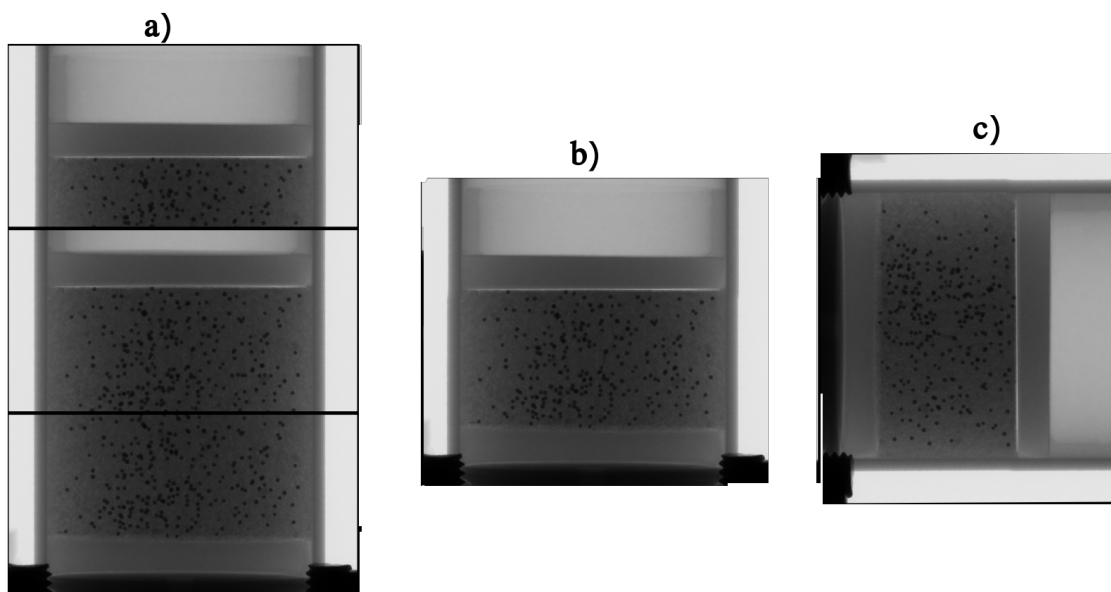
5.3 Tulosten analyysin alkutoimenpiteet

Röntgenkuvauksen jälkeen näytteistä otetuista kuvista määritettiin tulokset numeerisesti MATLAB-ohjelmaa hyväksikäyttäen. Ohjelman toimintaperiaate perustuu saatujen röntgenkuvien pikselikohtaiseen lukemiseen ja muokkaamiseen. Ohjelma suorittaa aluksi saaduille kuville röntgensäteilyn sironnan ja kovettumisen korjaukset kalibraatiokuvien avulla. Korjauksessa kaikki kalibraatiokuvat luetaan ja jaetaan alueisiin. Alueille lasketaan harmaansävykeskiarvot,

joihin tehdään toisen asteen polynomisovitus. Polynomisovituksen kertoimet interpoloidaan jokaiseen pikseliin. Näytekuvat korjataan lopulta sovituksella

$$I_k = \exp [K_1 + K_2 \ln(I) + K_3 \ln^2(I)], \quad (29)$$

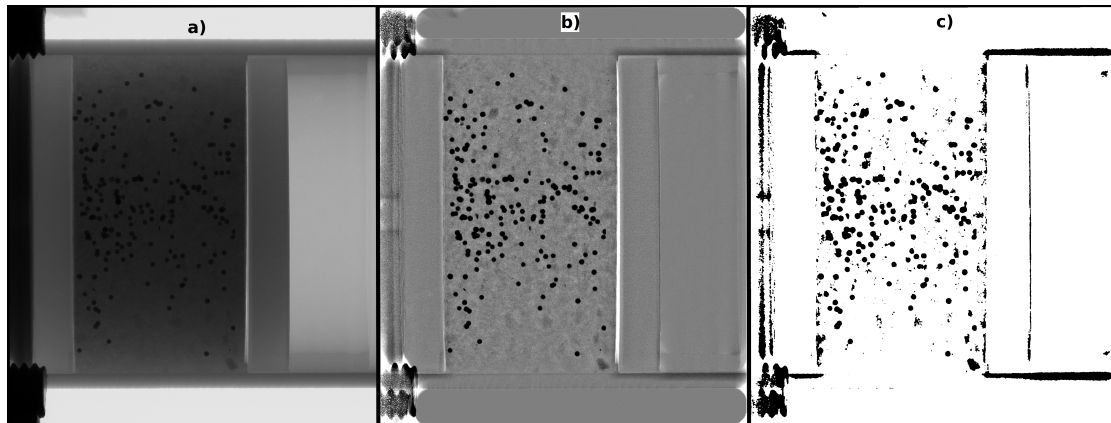
jossa I_k on korjattu kuva, I on alkuperäinen näytekuva ja K_n vakiot ovat lineaarisesta interpoloinnista. Korjatut kuvat yhdistetään yhtenäiseksi kokonaisuudeksi, siten että eri kuvauskorkeuden kuvat liitetään yhteen (Kuva 15). Kuvia myös käännetään 90 astetta myöhemmän visualisoinnin helpottamiseksi.



Kuva 15: a) Sovituksen 29 mukaisesti korjatut näytekuvat. b) Näytekuvat yhteen liitettynä. c) Näyte kuvien 90 asteen kääntö myöhempää visualisointia varten.

Laskenta-ajan säästämiseksi liitetyille kuville lasketaan normalisoidut kuvat ja binääriset maskikuvat (Kuva 16) MATLAB-algoritmin ulkopuolisella ImageJ-kuvankäsittelyohjelmalla. Kyseisiä kuvia käytetään hyväksi vaimenemiskertoimien ja muodonmuutosten laskemisessa, koska ne tuovat merkkipartikkelit paremmin esiin ja poistavat kohinaa. Alkuperäisiä korjattuja kuvia skaalataan ensin pienemmiksi ja keskiarvoistetaan mediaanisuodatuksella, jonka jälkeen kuvien mittakaava muutetaan takaisin alkuperäiseen. Kuvien uudelleen mitoitus pienentää tarkkuutta, mutta säästää suodatukseen kuluvaa aikaa. Normalisoi-

dut eli osamääräkuvat saadaan jakamalla alkuperäisten kuvien yksittäisten pikselien arvot keskiarvoistettujen kuvien pikseleiden arvoilla. Laskutoimituksen jälkeen normalisoidut kuvat säädetään sopivalle kirkkaustasolle ja tallennetaan MATLAB-ohjelman seuraavia vaiheita varten. Tämän jälkeen osamääräkuvat kynnystetään binäärikuviksi, joissa kuvien pikseleillä on vain kahta eri arvoa. Binääriset maskikuvat menevät vielä lopuksi mediaanisuodatuksen läpi, joka vähentää entisestään ylimääräisiä häiriöitä.



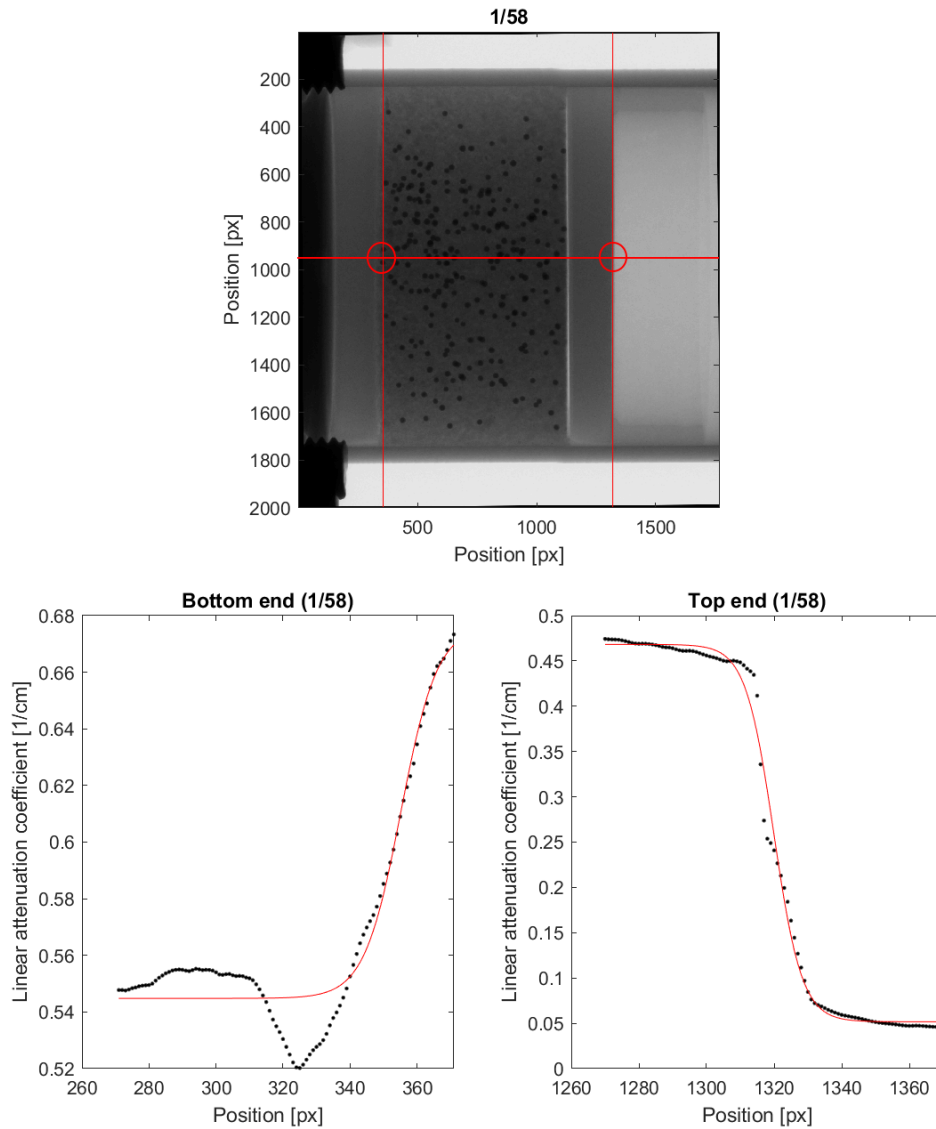
Kuva 16: a) Eri korkeuksilta yhteen liitetty ja taustakorjattu näytekuva. b) Näytekuvan normalisoitu kuva. c) Näytekuvan binäärinen maskikuva.

Kuvien muokkausten jälkeen seuraava toimenpide on laskea jokaisen korjatun ja liitetyn kuvan harmaansävyarvoista näytteen aksiaalinen lineaarinen vaimenemiskerroin. Tämän vaiheen apuna käytetään maskikuvia ja jokaisesta kammioista otettuja kuvia, joissa kammiot ovat tyhjiä. Täten jokaisen kuvan lineaarisen vaimenemiskertoimen laskemisessa huomioidaan näytekammioputken ja merkkipartikkelien vaikutus. Samaisessa vaiheessa lasketaan veden lineaarinen vaimenemiskerroin tyhjän ja vedellä täytetyn kammion kuvien avulla.

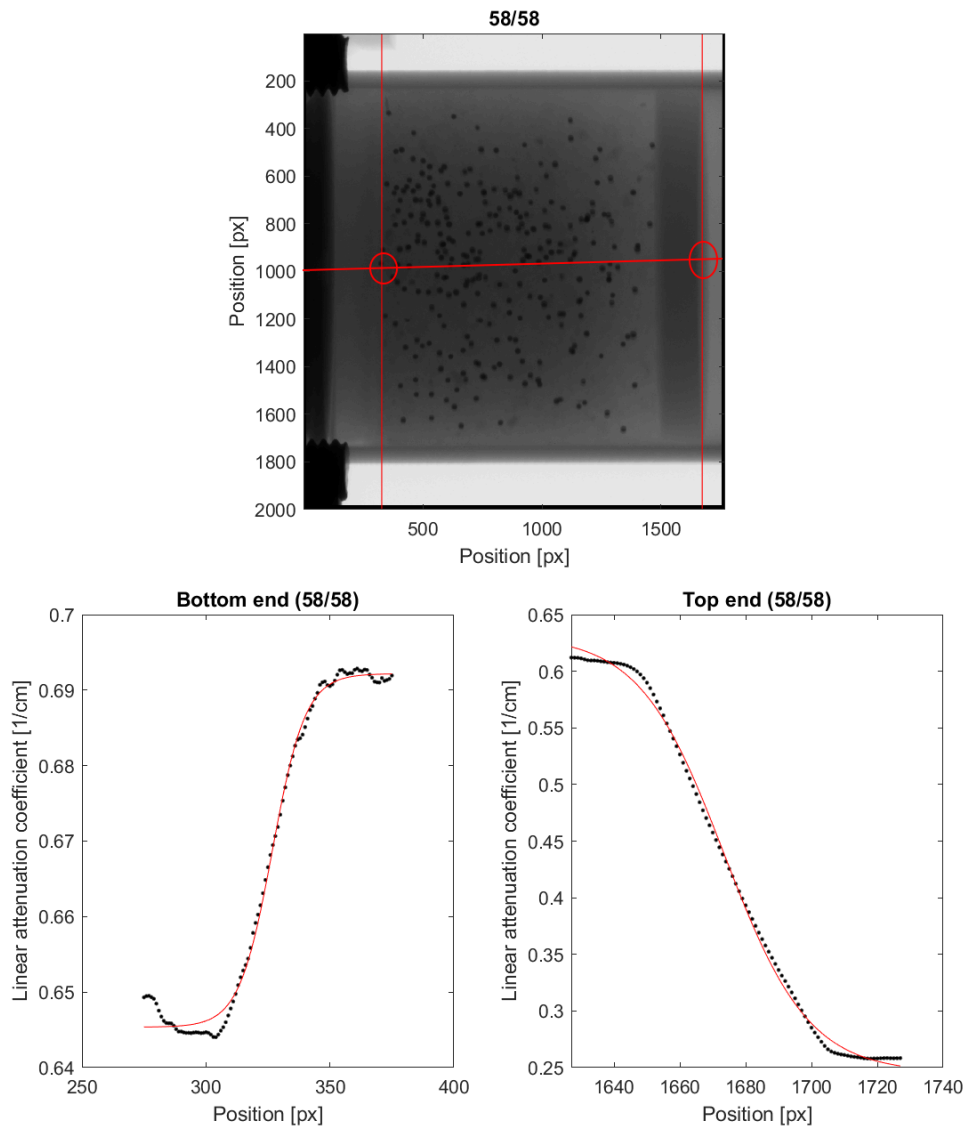
Viimeinen alustava toimenpide on numeerisesti mitata ja seurata näytteen päiden paikkaa. Päiden paikan seurannalla saamme raja-arvoehdot muodonmuutos- ja tiheysanalyysille. Seuranta suoritetaan käyttämällä hyväksi lineaarisen vaimenemiskertoimen käyttäytymistä näytteen päädyissä eli sintterilevyjen rajapinnoilla. Ohjelmalle annetaan rajapintojen paikoille alkuarvot, joissa lineaarinen vaimenemiskerroin on kuvan 17 mukainen. Alkuarvot luetaan silmämääräisesti korjatuista näytekuvista. Kuvan 17 pistedataan on sovitettu sigmoidifunktio

$$S(x) = c_1 + \frac{c_2 - c_1}{1 + \exp -c_4(x - c_3)}, \quad (30)$$

jossa $c_{1...4}$ ovat sovitusvakioita. Sigmoidifunktion avulla interpoloidaan seuraavan näyttekuvan rajapinnalle uusi paikka sitä mukaan kun bentoniittinäyte turpoaa (Kuva 18).



Kuva 17: Näytteen T1 ensimmäisen näyttekuvan aksiaalinen lineaarinen vaimenemiskerroin sinntterilevyjen rajapinoilla näytteen ylä- ja alapäässä. Rajapintojen paikka on luettu korjatuista näyttekuvista ja merkitty näyttekuvaan punaisilla pystysuorilla viivoilla. Aksiaalinen vaimenemiskerroin on mitattu näyttekuvan keskiakselilta ja merkitty kuvaan punaisella vaakasuoralla viivalla. Kuvaajien data on siis saatu suurinpiirtein punaisten ympyröiden kohdalta. Pisteisiin on sovitettu sigmoidifunktio (30), jonka avulla interpolointi ja näytteen päiden liikkeen seuranta toteutetaan. Kuvaajien yksikkö px tarkoittaa pikseliä.



Kuva 18: Kuten kuva 17, mutta mittaussarjan viimeisen näytekuvan tilanteessa.

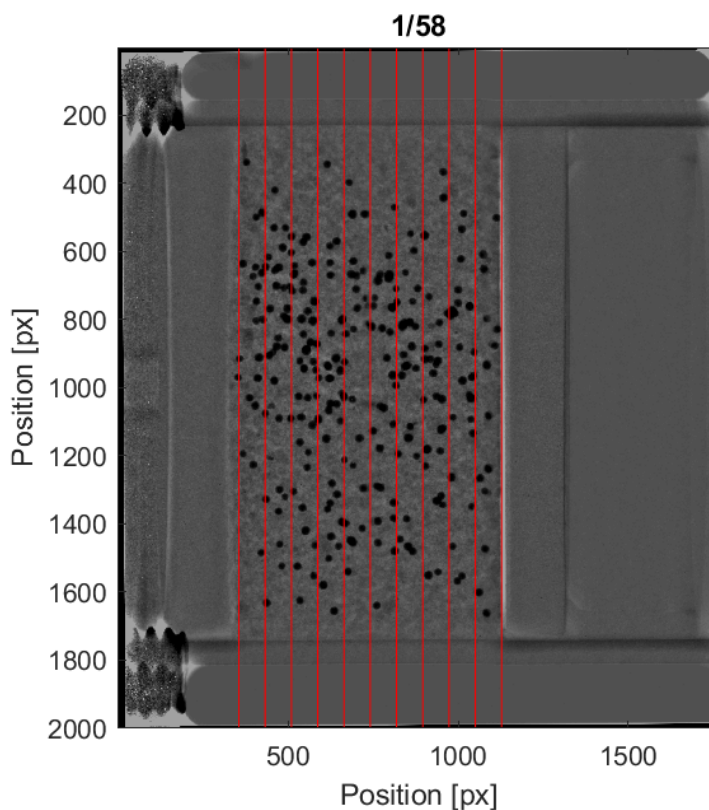
5.4 Muodonmuutosten analysointi

Muodonmuutosten analysointiin käytetään yksittäisten merkkipartikkelien seuraamiseen perustuvaa siirtymäliikealgoritmia ja normitettuja näytekuvia. Normitettut kuvat jaetaan kerroksittain suorakulmion muotoisiin alueisiin, joissa merkkipartikkelien siirtymiä havainnoidaan (Kuva 19). Yksittäinen alue jaetaan edelleen vertailualueisiin eli lohkoihin. Referenssikuvan lohkoja verrataan aina seuraavaan kuvaan. Tarkoitus on löytää seuraavasta kuvasta edellistä referenssikuvaa parhaiten vastaava lohko. Lohkojen siirtymiä haetaan tietyllä hakualu-

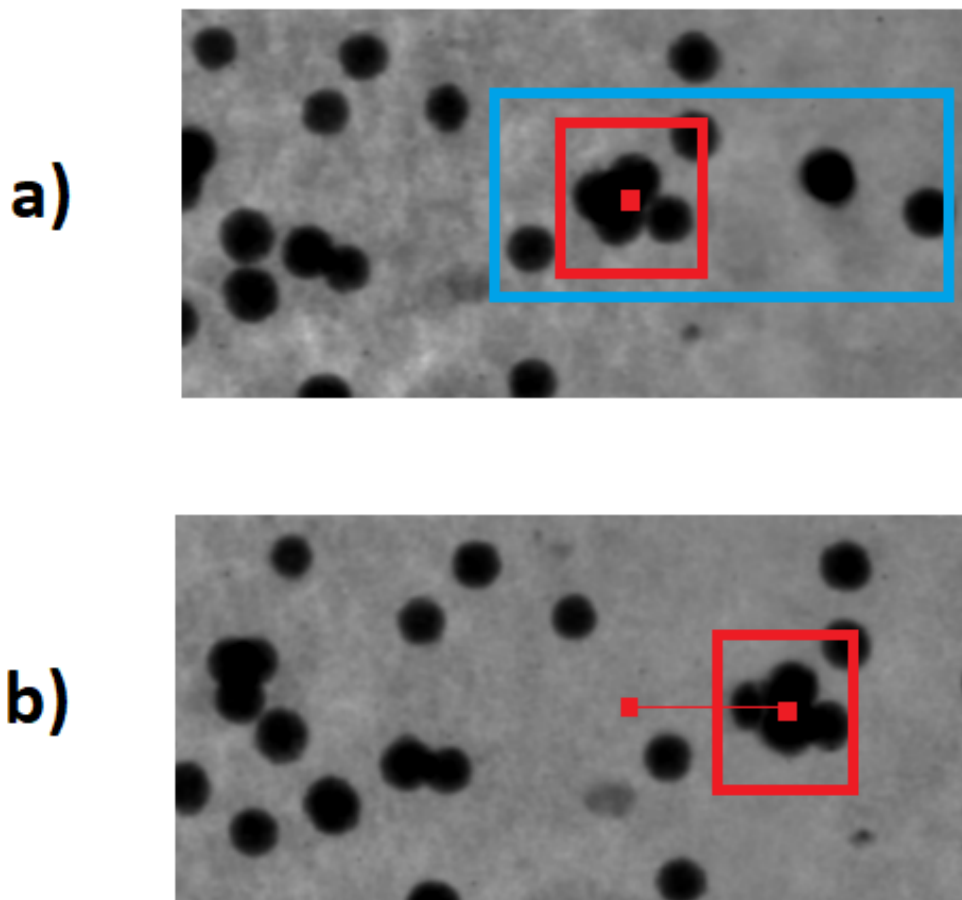
eella. Referenssikuvaa parhaiten vastaavaa lohkoa etsitään erotusten neliösumman (Mean Squared Deviation MSD) ja hakualueen avulla

$$\text{MSD} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (B_i - B_{ref,i})^2, \quad (31)$$

jossa $B_{ref,i}$ ja B_i on vastaavasti referenssilohkon ja seuraavan lohkon pikseleiden arvot i :nessä hakualueen indeksissä. Lohkot vastaavat toisiaan parhaiten, kun referenssin ja seuraavan kuvan lohkon pikseleiden erotusten neliösummalle löytyy minimi. Minimien löytymisen jälkeen siihen ja sen naapuripisteiden erotusten neliösummiin tehdään polynomisovitus, josta approksimoidaan mahdollisesti tarkempi arvo minimille kun sovituksen kertoimet ovat tiedossa. Lohkojen sovittamisen lopputuloksena algoritmi antaa siirtymät pikselin tarkkuudella jokaiselle näytekerrokselle. Lohkosovitus on havainnollistettu kuvassa 20.



Kuva 19: Normitetun näytekuvan jakaminen kerroksittain alueisiin, joissa merkkiparikkelienvälistä siirtymää seurataan. Algoritmin lopputuloksena jokaiselle kerrokselle saadaan siirtymät, joita käytetään osatiheyksien laskemiseen.



Kuva 20: Havainnointikuva lohkosovituksen toimintaperiaatteesta: a) Punaisella merkitylle lohkolle lähdetään hakemaan sinisellä merkityltä hakualueelta parhaiten vastaavaa lohkoa seuraavasta kuvasta b).

Siirtymäliikealgoritmin laskenta-aikaan vaikuttavat merkittävästi kerrosten lukumäärä, lohkojen koko ja lohkojen siirtymien hakualueen koko. Laskenta-ajan vähentämiseksi kuvien kerrokset ja lohkot on määritetty näytteen päiden paikkojen ja näytekammion putken avulla, jottei laskemista tarvitse suorittaa kuin pelkästään näytettä sisältävälle alueelle.

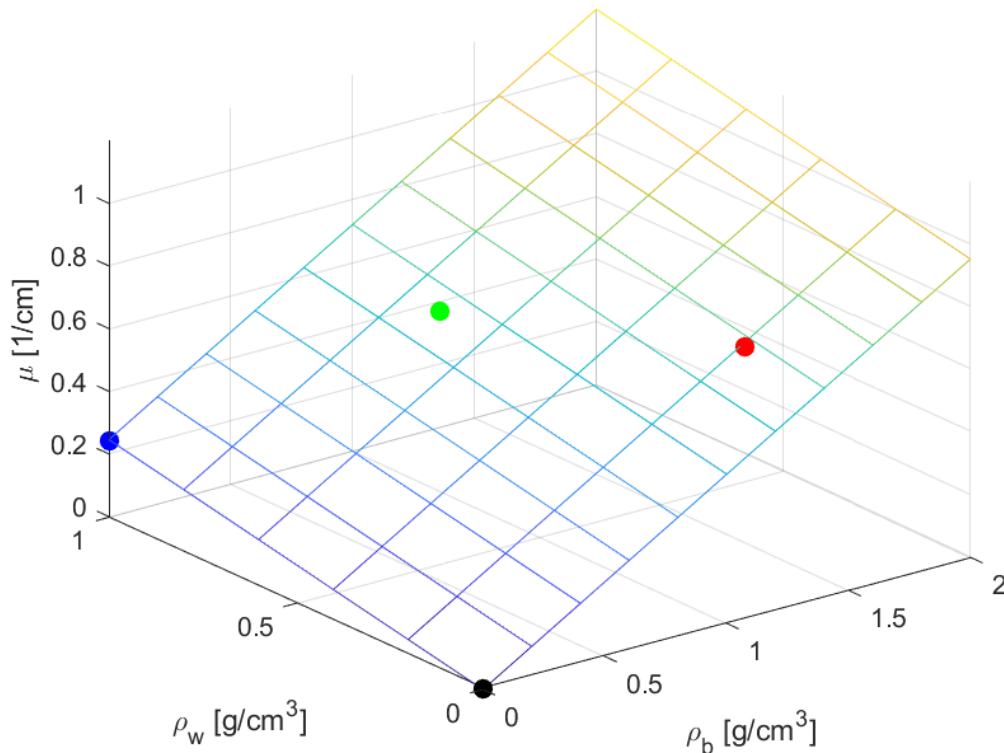
Näytteiden alun nopean laajenemisen takia ensimmäisten kuvien tarkkuus heikkenee ja muodonmuutosten laskentaan aiheutuu tämän kohinan johdosta virheitä. Siirtymien laskenta suoritetaan tämän takia myös käänteisesti käymällä kuvat läpi lopputilanteesta alkutilaan.

5.5 Bentoniitin ja veden tiheyskenttien määrittäminen

Lopputuloksena muodonmuutosanalyysi antaa jokaiselle näytekerrokselle siirtymät. Näitä tietoja käytetään bentoniitin ja veden osatiheyskenttien ratkaisuun luvussa 3.2 esitettyjen menetelmien avulla. Lopullinen ratkaisu vaatii vielä arviot tuntemattomille massavaimennuskertoimille $\mu_{m,v}$ ja $\mu_{m,b}$ sekä sovituspäarametrille C , joka karkeasti ottaen riippuu mm. röntgensäteilyn energiaspektristä, näytteen rakenteesta, kuvausasetuksista ja kuvien jälkikäsitteilystä [15].

Bentoniitin ja veden osatiheydet pystytään määrittämään kokeellisesti punnitsemalla näyte ennen kastelua ja sen jälkeen. Näytteen alku- ja lopputilalle laskeaan röntgenkuvien harmaasävyarvojen avulla myös lineaarisen vaimennuskertoimen arvojen aksiaalinen jakauma (keskiarvoistettuna poikkileikkauksen yli). Lisäksi kulloinkin käytettävän kasteluveden vaimennuskertoimen on otettava huomioon. Näihin tietoihin sovitetaan kuvan 21 ja yhtälön (16) mukainen taso. Tason sovituksesta nähdään veden ja bentoniitin osatiheyksien riippuvuus lineaarisesta vaimennuskertoimesta sekä saadaan yhtälön (16) kertoimet eli massa-vaimennuskertoimet ja sovituspäarametri C .

Sovitusparametrien ja näytekerrosten siirtymien avulla lasketaan bentoniitin ja veden osatiheyksien aikakehitys koko kasteluprosessin ajalta yhtälöiden (22) ja (23) mukaisesti. Osatiheyksien aikakehitys lasketaan kahdella tavalla; sekä integroimalla ajassa eteenpäin alkutilasta lopputilaan, että taaksepäin lopputilasta kohti alkutilaa. Eteenpäin suuntautuvassa aikaintegroinnissa laskennan alkutilana käytetään todellista alkutilaa eli yhtälöitä (18) ja (19). Kastelun alussa korkeasuolaisilla vesillä kasteltavien näytteiden laajeneminen on nopeaa. Nopea laajeneminen aiheuttaa siirtymien analysoimiseen virheitä, jotka näkyvät osatiheyksien vaihteluina kastelun keski- ja loppuvaiheilla. Tiheyskenttien fluktuatioita saadaan vähennettyä tehokkaasti suorittamalla osatiheyksien aikakehitysintergraatio taaksepäin. Taaksepäin suuntautuvassa aikakehityksessä laskennan alkutilana käytetään todellista lopputilaa eli yhtälöitä (26) ja (27).



Kuva 21: Lineaarisen vaimenemiskertoimen riippuvuus bentoniitin ja veden osatiheyksistä. Kuvaajassa sininen piste on kastelussa käytetyn veden vaimenemiskerroin. Vihreä ja punainen piste on vastaavasti gravimetrisesti määritetyt näytteen loppu- ja alkutilat. Musta piste on visualisointia helpottava origopiste. Pisteille on suoritettu tasonsovitus, josta saadaan tiheysanalyysiin käytettävät sovitusparametrit eli yhtälön 16 mukaiset massavaimennuskertoimet.

5.6 Voima-antureiden tiedonkäsittely

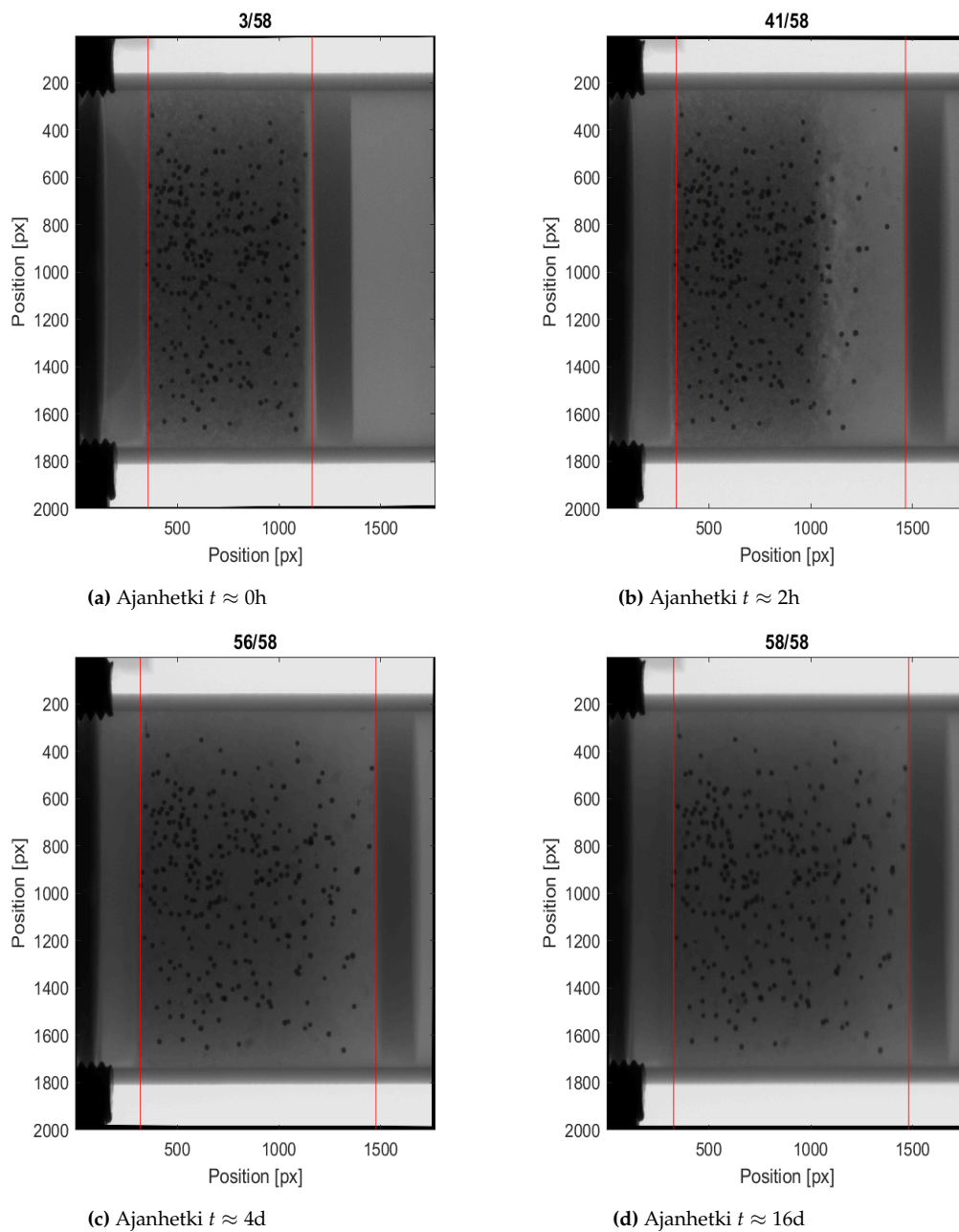
Voima-antureilta kerättiin dataa tekstitiedostoon ForcePanel6-ohjelman avulla. Tiedostoon kerätään eri ajanhetkillä antureihin vaikuttavaa voimaa ja voiman aiheuttavaa anturin jännite-eroa. Anturit on kalibroitu siten, että paineen saa laskettua lineaaristen kertoimien avulla joko anturille rekisteröityneistä voimista tai suoraan jännite-eroista. Tiedonkäsittely suoritettiin MATLAB:illa.

6 Tulokset

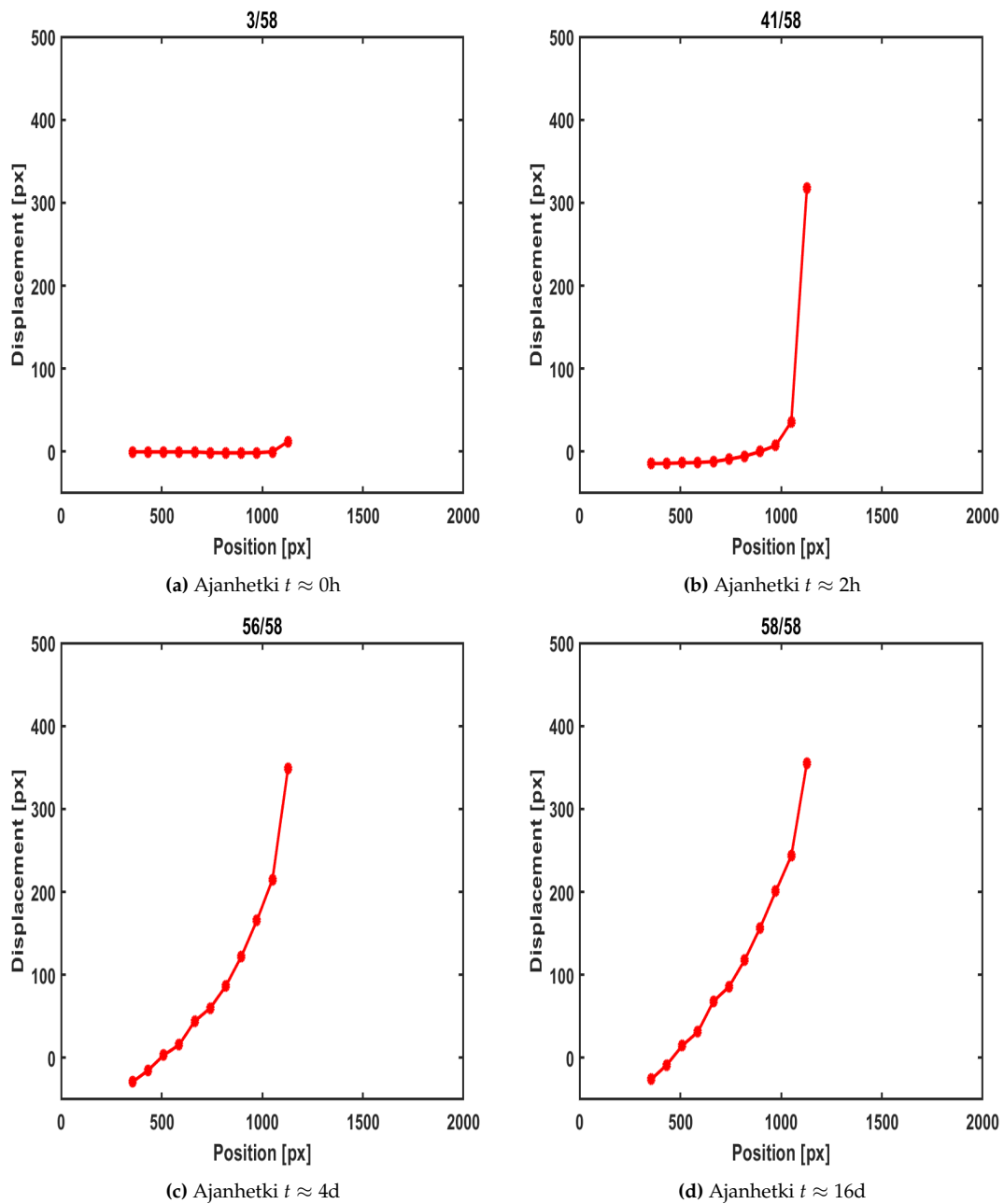
Seuraavaksi siirrytään tutkielman tulosten esittelyyn, jossa käydään menetelmän tarjoamat keskeiset tulokset läpi.

6.1 Muodonmuutokset

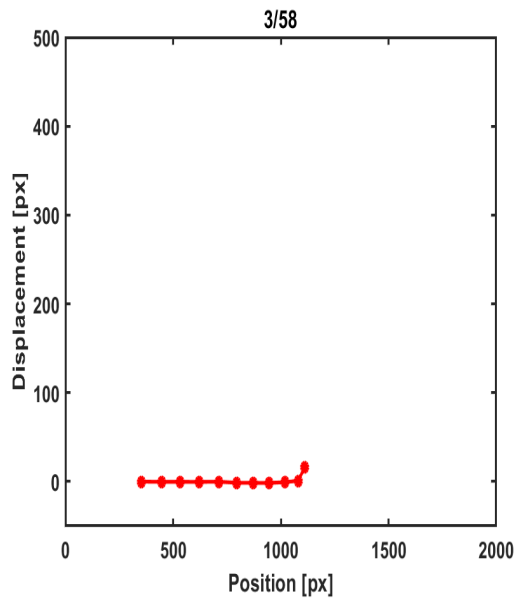
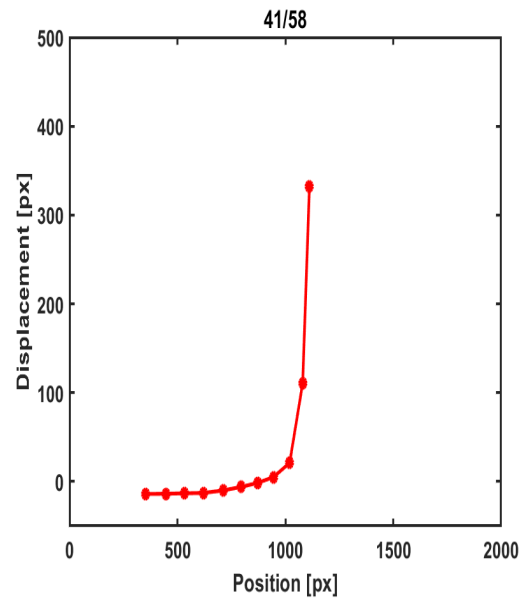
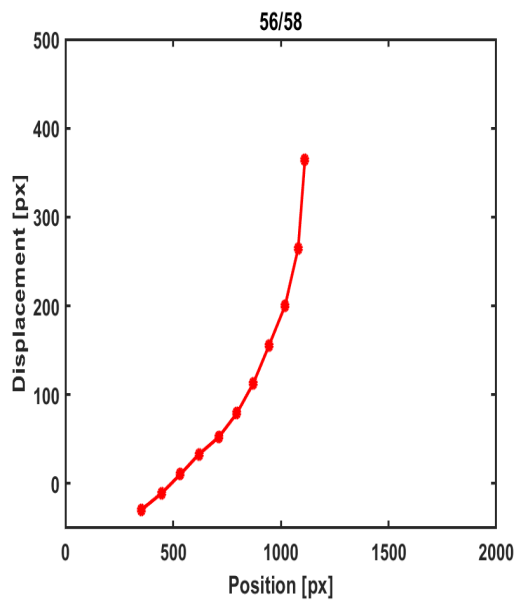
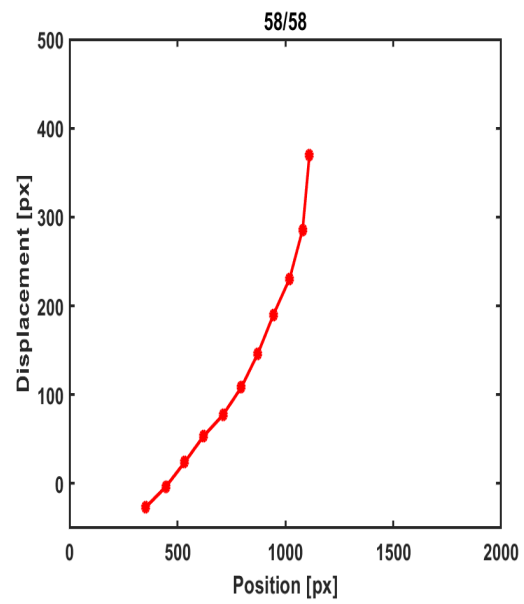
Kuvassa 22 näkyy bentoniittinäytteen T1 laajentumisen tila eri ajanhetkillä ja kuvassa 23 on esiteltyinä näytekerrosten siirtymät ajanhetkillä. Kuvassa 24 on näytekerrosten siirtymät samoilla ajanhetkillä, kun muodonmuutosanalyysi suoritetaan taaksepäin ajassa integroiden. Kuvassa 25 on näytekerrosten rajapintojen ja näytteen päätyjen paikka ajan funktiona. Kuten muistakin kuvista on tulkittavissa, bentoniittinäytteiden puolivapaa laajeneminen on nopeaa alussa ja se saavuttaa näytekkammion yläpinnan muutaman tunnin jälkeen, täten kuva 25 on skaalattu kastelun alkutunteihin kuvassa 26. Kaikkien muiden näytteiden muodonmuutosten kuvaajat on esitetty liitteessä A.



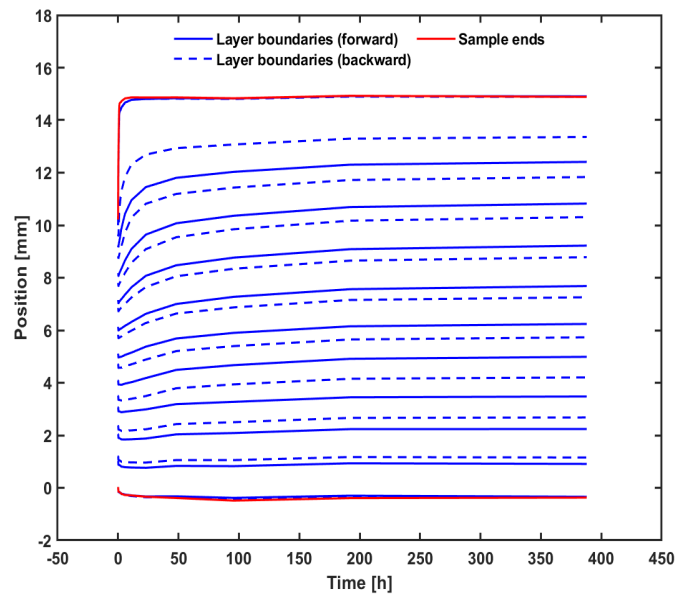
Kuva 22: Bentoniittinäytteen T1 laajentumisen tila eri ajanhetkillä. Kuvia on käännetty 90 astetta. Kuvissa punaiset viivat ovat näytteen ylä- ja alapään seurannassa (Kuva 17) käytetyt tarkistusviivat. Akseliston yksikkönä on pikseli.



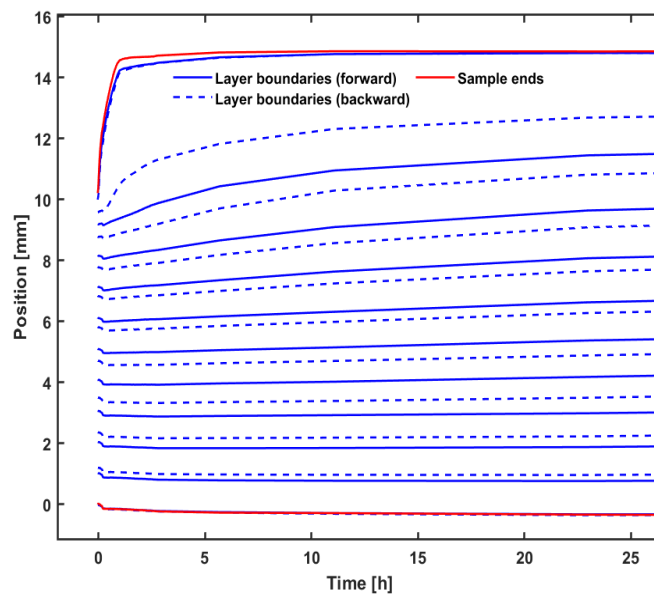
Kuva 23: Bentoniittinäytteen T1 kokemat siirtymät eri ajanhetkillä, kun aikaintegraatio suoritetaan ajassa eteenpäin. Punaiset pisteet ovat näytekerrosten rajapinnat.

(a) Ajanhetki $t \approx 0h$ (b) Ajanhetki $t \approx 2h$ (c) Ajanhetki $t \approx 4d$ (d) Ajanhetki $t \approx 16d$

Kuva 24: Kuten kuva 23, mutta aikaintegraatio on suoritettu ajassa taaksepäin.



Kuva 25: Näytteen T1 näytekerrosten rajapintojen paikka ajan funktiona. Punaiset viivat ovat näytteen päädyt. Siniset yhtenäiset viivat ovat näytekerrosten rajapintojen paikat kun aikaintegraatio suoritetaan ajassa eteenpäin. Siniset katkoviivat ovat näytekerrosten rajapintojen paikat kun aikaintegraatio suoritetaan ajassa taaksepäin.



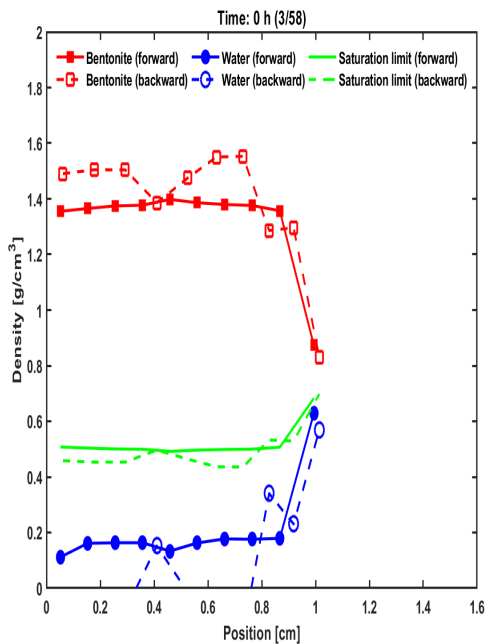
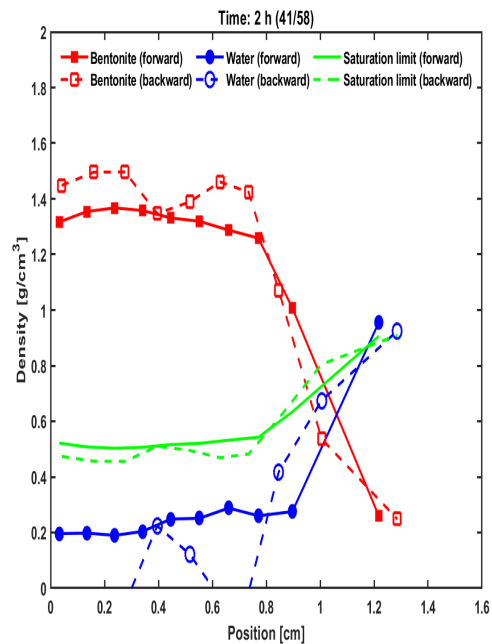
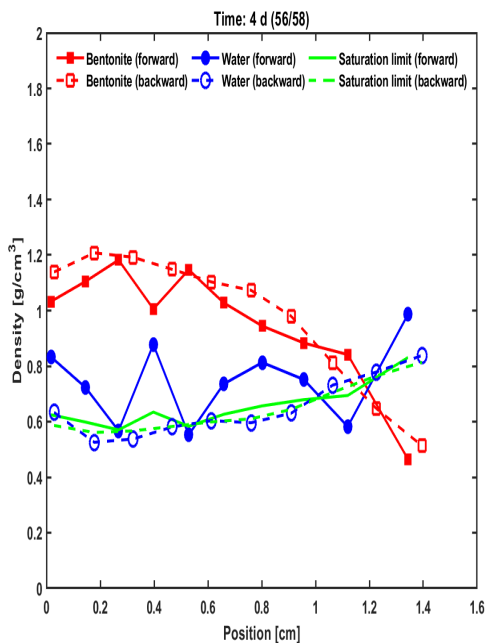
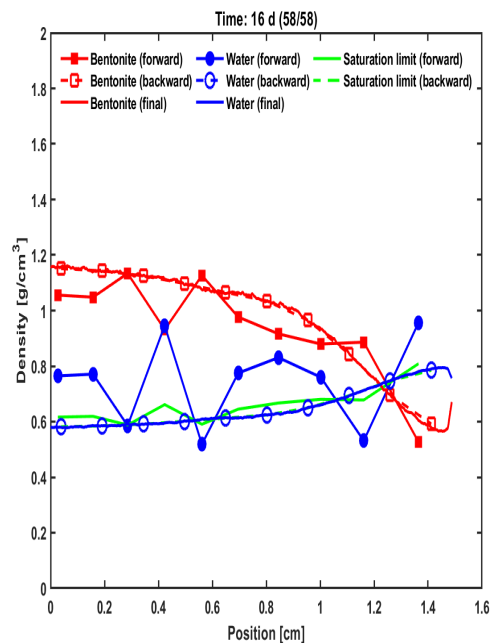
Kuva 26: Kuten kuva 25, mutta aika-akseli on skaalattu kastelun alkutuntien kohdalle.

Näytteiden kasteluvesien suolaisuus vaikuttaa muodonmuutoksien nopeuteen. Laajeneminen on entistä joutuisampaa näytteille, joita kastellaan keski- ja korkeasuolaisilla vesillä eli kokeille T2, T3, T5, T6, T3.Na ja T3.Ca. Kuten sanottua muodonmuutosten nopeus aiheuttaa etenkin näiden näytteiden muodonmuutoskenttään numeerista virhettä, mikä näkyy ymmärrettävästi näytteen yläpäässä sinnterilevyn läheisyydessä. Laskennallinen virhe näkyy analyysin lopussa tiheyseroina tarkkailukerroksien välillä, mutta kuvien muodonmuutosten ajassa taaksepäin suuntautuvalla integraatiolla saamme vähemmän kohinaa omaavaa tietoa näytteen lopputilasta.

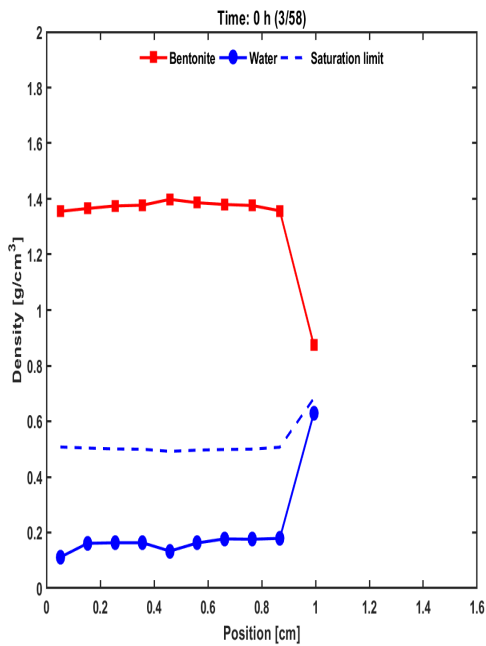
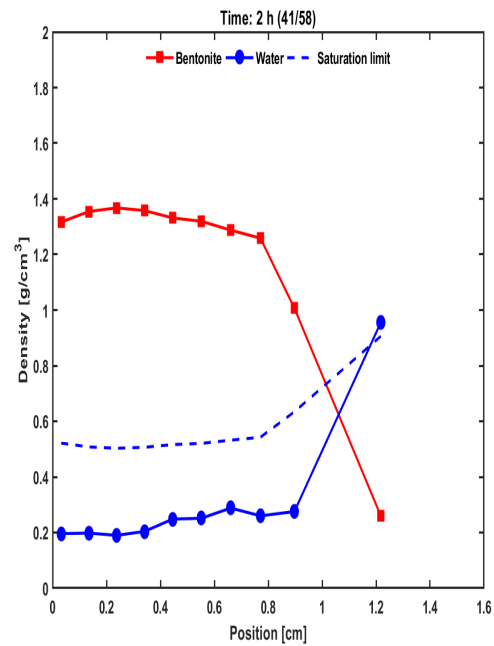
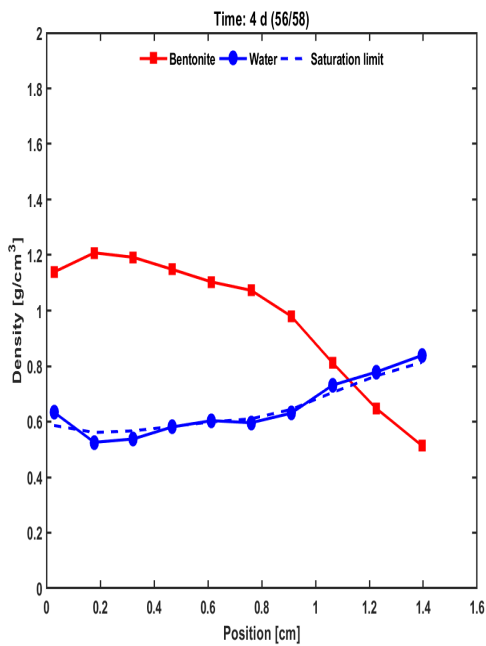
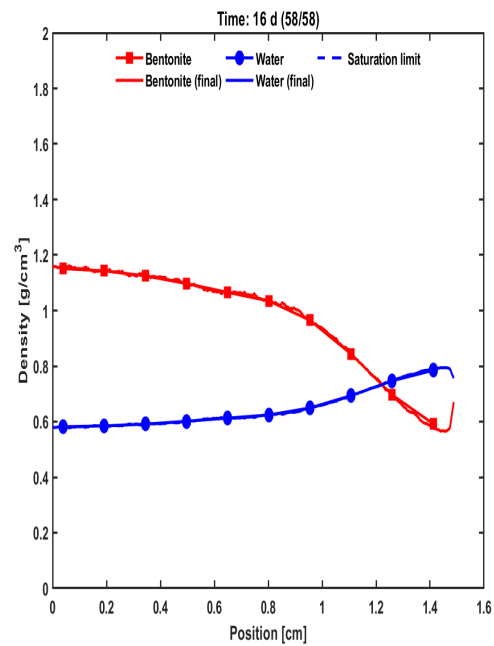
6.2 Osatiheydet

Kuvassa 27 on esitetty siirtymien avulla lasketut näytekerroksien bentoniitin ja veden osatiheydet näytteen laajentuessa eri ajanhetkillä. Ajassa taaksepäin integroidut osatiheydet on laskettu hyödyntäen gravimetrisesti saatua bentoniitin ja veden osatiheyksien lopputilaa sekä olettamalla näytteen olevan täysin saturoitunut yhtälöiden (26) ja (27) mukaisesti. Lisäksi veden ja bentoniitin ominaistiheydet oletetaan vakioiksi ($\rho_{vi} = 1 \text{ g/cm}$ ja $\rho_{bi} = 2.75 \text{ g/cm}$). Kuvassa 28 esitetään T1 kokeen näytekerroksien bentoniitin ja veden osatiheydet näytteen laajentuessa eri ajanhetkillä, kun aikaintegrointien tulokset on yhdistetty. Lopputuloksen tarkistamiseksi kuvioihin on myös merkitty veden saturaatorajan aikakehitys ja täydelliseen saturaatio-oletukseen perustuvat koko näytteen kattavat lopputila osatiheydet. Muiden kokeiden osatiheyksien aikakehitykset löytyvät liitteestä B.

Kuten luvussa 6.1 mainittiin muodonmuutoskentän määrittämisessä ilmenevät numeeriset virheet näkyvät ilman muuta myös osatiheyksien määrittämisessä äkillisinä tiheyden muutoksina vertailukerroksien välillä. Näitä häiriöitä pystytään elimimoimaan ajassa taaksepäin integroinnilla. Tiheyskenttätuloksista päätellen voidaan varmasti sanoa, että mikään kokeista ei saavuta täydellistä homogenisaatiota 16 vuorokauden jälkeen. Toisin sanoen bentoniitti ei korjaannu täysin kastelusta seuraavista muodonmuutoksista. Korkeamman suolapitoisuuden kastelukokeissa korjaantuvuus on tehokkaampaa, mikä selittyy nopeammalla laajenemisella ja sitä myötä nopeammalla kastumisella.

(a) Ajanhetki $t \approx 0$ h(b) Ajanhetki $t \approx 2$ h(c) Ajanhetki $t \approx 4$ d(d) Ajanhetki $t \approx 16$ d

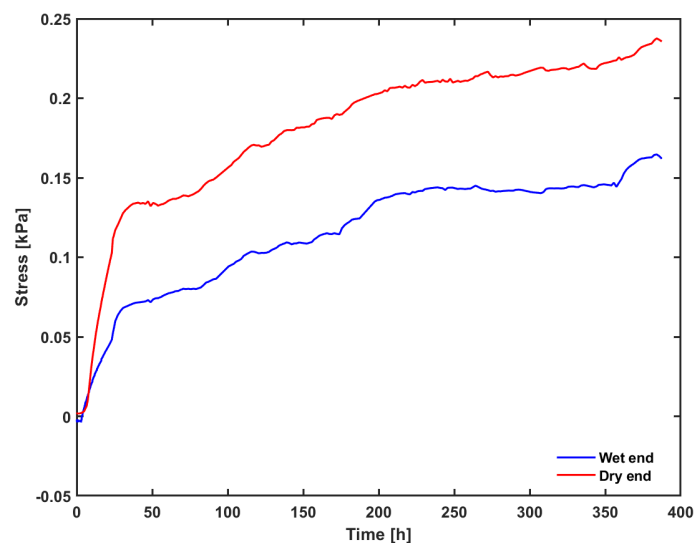
Kuva 27: Bentoniitinäytteen T1 näytekerroksien veden ja bentoniitin osatiheydet paikan funktiona eri ajanhetkillä. Pisteellinen punainen ja sininen yhtenäinen käyrä on vastaavasti bentoniitin ja veden osatiheys eteenpäin suuntautuvalla aikaintegraatiolla laskettuna. Pisteellinen punainen ja sininen katkoviivainen käyrä on vastaavasti bentoniitin ja veden osatiheys taaksepäin suuntautuvalla aikaintegraatiolla laskettuna. Vihreät käyrät ovat veden saturaatio rajat eteenpäin (yhtenäinen käyrä) ja taaksepäin (katkoviivainen käyrä) suuntautuvalla aikaintegraatiolla laskettuna. Käyrien pisteet ovat näytekerroksien rajapintojen avulla määritetyt näytekerroksien paikalliset osatiheydet. Kuvaan 27d on lisätty yhtenäiset pisteettömät käyrät, jotka ovat koko näytteen kattavat bentoniitin(punainen) ja veden(sininen) lopulliset osatiheydet. Lopputila on laskettu olettamalla näytteen olevan täysin saturoitunut. Kyseinen lopputila toimii ajassa taaksepäin suuntautuvan aikaintegraation alkutilana.

(a) Ajanhetki $t \approx 0$ h(b) Ajanhetki $t \approx 2$ h(c) Ajanhetki $t \approx 4$ d(d) Ajanhetki $t \approx 16$ d

Kuva 28: Bentoniittinäytteen T1 veden ja bentoniitin osatiheydet paikan funktiona eri ajanhetkillä. Tulokset on saatu yhdistämällä kuvassa 27 esitetty eteenpäin ja taaksepäin suuntautuva laskennallinen analysointi.

6.3 Voima-anturin tulokset

Voima-anturimittauksista saadut T1 kokeen tulokset paineelle on esitetty kuvassa 29 ja liite C esittelee loppujen kokeiden painekäyrästä. Kasteluvesien ionivahvuus vaikuttaa myös paineiden arvoihin. Veden suolapitoisuuden kasvaessa paineen arvot näytteen ylä- ja alapäässä pienenevät prosessin aikana sekä lopussa. Tosin paineen arvot ovat korkean suolapitoisuuden kokeissa hyvin pieniä ja niiden suuruuden absoluuttinen tulkinta on hankalaa voima-anturien mittausalueen takia. Näytteen painearvot ovat kokeessa T3 jopa niin pieniä, että laboratoriotilan lämpötilan vaikutus mittauselektroniikkaan näkyy merkittävinä vaihteluina mittausdatasta. Painemittauksissa on nähtävissä myös kammio seinämien ja näytteen välistä kitkaa tästä selkeänä esimerkkinä toimii näyte T5. Näytteiden joiden alkukuivatiheys on $1,8\text{g}/\text{cm}^3$ paineiden arvot ovat suuremmat kuin vastaavilla pienemmän alkutiheyden $1,4\text{g}/\text{cm}^3$ omaavilla näytteillä. Painetiedoista tärkein tulkinta on että kaikki näytteet eivät ole täysin saturoituneita sillä käyrästä ei ole vakioitunut. Valitettavana huomiona todettakoon vielä että näytteen T4 painemittaus on suurimmilta osin korruptoitunut sähkökatkojen takia.



Kuva 29: Näytteen T1 paineen käyttö näytteen ylä- ja alapäässä ajan funktiona. Kuvaajan punainen käyrä on näytteen alapään kokema paine ja sininen käyrä näytteen yläpään. Näytteen kastelu tapahtuu näytteen yläpäästä.

7 Johtopäätökset

Tämän työn päätavoite oli bentoniittitutkimuksessa käytettävän kokeellisen menetelmän jatkokehitys. Toinen tavoite oli mitata ja selvittää bentoniitin ominaisuuksia kyseessä olevalla menetelmällä. Menetelmällä saatuja tuloksia on tarkoitettu käyttää bentoniitin käyttäytymismallien kehitykseen. Kokeellisena menetelmänä käytössä oli näytteitä häiritsemätön röntgenkuvaus ja röntgenkuvien harmaansävyarvojen vertailuun perustuva numeerinen analyysi. Vertailussa referenssitilan näytteestä otettuja röntgenkuvia verrataan aina seuraavien aika-askelien näytteen röntgenkuviin. Kokonaisuudessaan tällä mittausmenetelmien kombinaatiolla pystytään keräämään tietoa seuraavien suureiden aikakehityksestä:

- Harmaansävyarvo $H(t)$, joka muuttuu pikselikohtaisesti kastelun edetessä.
- Lineaarinen vaimenemiskerroin $\mu(t)$, joka määritetään lineaarisesti harmaansävyarvoista riippuvana suureena.
- Bentoniitin siirtymät $x_{k+1}(t) - x_k(t)$, joiden laskenta perustuu näytteisiin lisättyjen merkkipartikkelien liikkeeseen ja bentoniitin ja veden massavaimenemiskertoimien muutokseen kastelun aikana.
- Bentoniitin osatiheyskenttä $\rho_b(t)$ ratkaistaan siirtymäkentän avulla.
- Veden osatiheyskenttä $\rho_v(t)$ saadaan selville gravimetrisiä mittauksia sekä $\rho_b(t)$:n ja $\mu(t)$:n aikakehityksiä hyväksikäyttäen.
- Näytteen päiden aksiaalinen paine $p(t)$.

Yllä olevaa listaus toimii mittaustulosten numeerisen analyysin ja tiedonkäsittelyn karkeana rakenteena.

Suoraviivainen suureiden laskeminen edellisten suureiden avulla on altis virheen kasautumisille. Kuitenkin suurin numeriikkaan vaikuttava virhelähde on röntgenkuvien pikseleiden harmaansävyarvojen pieni signaali-kohinasuhde. Veden kulkeutuminen ja imeytyminen näytteessä muuttaa harmaansävyarvoja hyvin vähän, jolloin kuvista tulkittavat arvot ovat herkkiä erilaisille röntgenkuvauksen häiriöille. Häiriöitä pyritään vähentämään röntgenlaitteiston oman taustakorjauksen ja suodatuksen sekä kuvaussyklin aikana toteutettavan dynaamisen taustakorjauksen avulla. Toimenpiteistä huolimatta kohinaa esiintyy varsinkin näytteisiin lisättyjen merkkipartikkelien ympärillä, jossa röntgensäteilyn polykromaattisuus tuottaa korjauksista huolimatta säteilyn siroamista ja kovenemista partikkelien rajapinnoilla. Säteilyn sironta ja koveneminen vääristää näytteiden harmaansävyarvoja partikkelien läheisyydessä. Merkkipartikkelien

epätasainen jakautuminen ja paikoittainen kasautuminen kaksiulotteisessa kuvassa lisäävät ilmiön vaikutusta.

Näytteiden merkkipartikkelien liike voi olla myös hyvin satunnaista johtuen puhtaasti partikkelien etäisyydestä näytteen keskiakselista. Näyte saattaa esimerkiksi sisältää partikkeleita, joiden liike on hyvin vähäistä näytekammion seinän kosketuksen takia. Kastelun alussa bentoniittinäytteiden laajeneminen tyhjiin tilaan on todella nopeaa mikä vaikuttaa merkkipartikkelien erotuskykyyn ja tuottaa täten ongelmia tulosten analysoinnille ja aiheuttaa siten mittausvirhettä.

Kaikki kuvien kohinaan liittyvät seikat kasaavat virhettä numeerisen analyysin aikana. Tämä näkyy etenkin ajassa eteenpäin suuntautuvassa aikaintegraatiossa. Näytteen eri kerroksissa näkyy selviä eroja tiheyden arvoissa eteenpäin suuntautuvalla metodilla, mikä johtuu pääosin näytteen merkkipartikkelien nopeasta liikkeestä. Siirtymäkentän ja tiheyskenttien analysoiminen ajassa taaksepäin integroiden lähtien näytteen lopputilasta on osoittautunut merkittäväksi edistysaskeleeksi nopeasta laajenemisesta johtuvien mittausvirheiden poistamisessa. Tosin nyt saadut tiheyskenttien tulokset on tulkittava terveellä skeptisyydellä, sillä ajassa taaksepäin suuntautuva analyysi olettaa näytteiden olevan täysin saturoituneita. Täydellistä saturaatiota ei olla todennäköisesti saavutettu, mikä on nähtävissä painedatasta. Näytteen saturaatioasteen kehitystä voidaan seurata röntgenkuvien avulla käyttämällä yhtälöä 25. Yhtälössä on kuitenkin oletettu että bentoniitin raetiheys ja kasteluveden tiheys ovat vakioita. Tämä ei välttämättä toteudu, jos kasteluveden suolapitoisuus on suuri. Lisäksi saturaation todentamiseen tarvittaisiin pidempi kasteluaika, jotta voidaan varmuudella todeta saturaatioasteen vakioituminen. Nykyinen 16 vuorokauden kasteluaika on liian pieni aikaväli tähän.

Röntgensäteilyn sironnasta johtuvien virhelähteiden minimoimiseen voisi jatkossa harkita merkkipartikkelien koon pienentämistä. Tämä saattaisi edesauttaa myös tasaisempaa merkkipartikkelien jakautumista näytteessä. Merkkipartikkelien materiaalin vaihtoa zirkoniumoksidikuulista johonkin toiseen on myös esitetty, mutta sopivan veden vaikutuksesta välittämättömän materiaalin löytäminen vaatii testaamista ja voi osoittautua lopulta turhaksi tahi mahdottomaksi.

Näytekuvien rajausta kolmeen eri kuvauskorkeuteen ja näiden kuvien yhteennidonta on näytekoon ja nykyisen mittalaitteiston sanelema pakko. Kuvien yhteen liittäminen ja muut tarpeelliset kuvanmuokkaukset tuottavat kuviin virhettä. Tulevaisuudessa uusilla laitehankinnoilla suuremmatkin näytteet on mahdollista saada kokonaan kuvausalueeseen. Tällöin myös kuvaustiheyden muut-

taminen suoraviivaistuu, koska näytteen siirtelyyn ei kulu aikaa. Röntgenkuvista tulkittavat näytteiden muodonmuutokset oletetaan siirtymäliikealgoritmissa yksiulotteisiksi, mutta seinämäkitkan ja näytteen paikallisten tiheyserojen takia näytteen laajeneminen ei ole täysin yksiulotteista. Kyseessä olevan virheen suuruus on vielä epävarma, mutta virheen suuruutta pitäisi arvioida etenkin kun näytekokoa kasvatetaan.

Veden kulkeutuminen bentoniitissa ja siitä seuraava bentoniitin muodonmuutos on läheisesti sidoksissa bentoniitin monimutkaiseen kide- ja mikrorakenteeseen. Veden, höyryn ja bentoniitin kulkeutumisen mekanismien tutkiminen ja mallintaminen tukeutuen esimerkiksi nanotomografisiin menetelmiin ja luvussa 2.2 sivuutettuihin kemoelastiseen huokosmalliin sekä monifaasivirtausdynamiikkaan olisi varmasti varteenotettava tutkimuksen kohde. Ydinjätteen loppusijoituksen aloittamisen aika on kuitenkin rajallinen ja todennäköisin jatko bentoniittitutkimuksen saralla on valmiiden ja toimivien metodien kehitys kun systeemiä muutetaan lämpötilan ja kastelupaineen lisäyksellä tai näytekokoa kasvattamalla. Tulevissa bentoniittia käsittelevissä projekteissa tutkimussuunnitelman rakentaminen mahdollisimman optimoidusti korostuu muuttuvien parametrien lisääntyessä entisestään. Hyvän tasapainon löytäminen kasteluajan ja erilaisten muuttujien välillä on todella tärkeää. Tämän työn tiimoilta muuttujia on sen verran paljon, että näytteiden kasteluaikaa jouduttiin supistamaan. Jälkiviisaana sanottuna tämä oli virheratkaisu, sillä kuten sanottua nyt kehitetty kuvien taaksepäin suuntautuvan analysoinnin toiminta perustuu lopputilan täydelliseen saturaatioon.

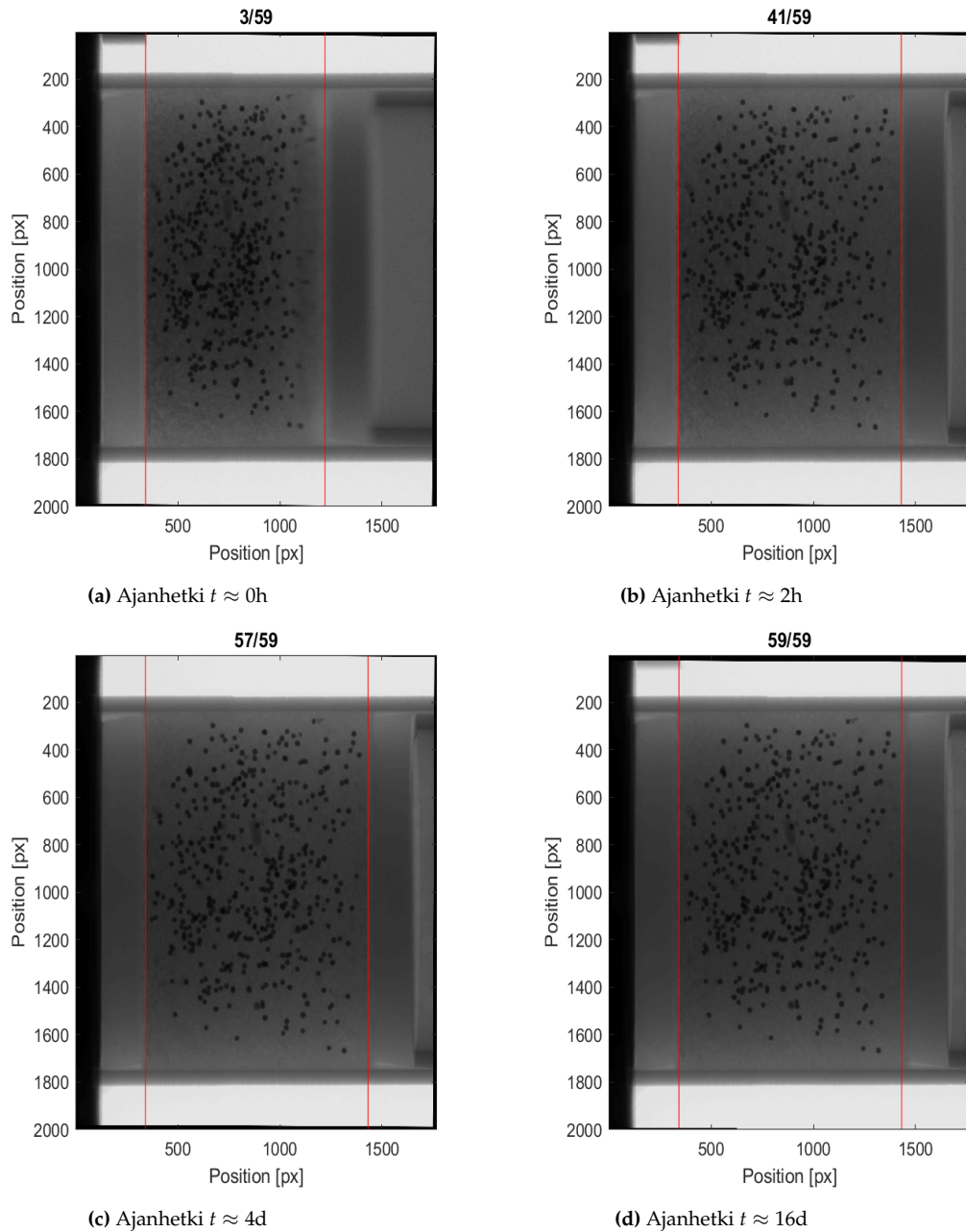
Kaiken kaikkiaan puolilaajenevan bentoniittinäytteen kaksiulotteinen röntgenkuvaaminen ja kuvien laskennallinen analysointi on nopea ja toistettavuudelta vankka tapa tutkia matemaattisten malleihin vaadittavien suureiden aikakehitystä ja seurata bentoniitin kastumisen jälkeistä laajenemista sekä homogenisointumista.

Viitteet

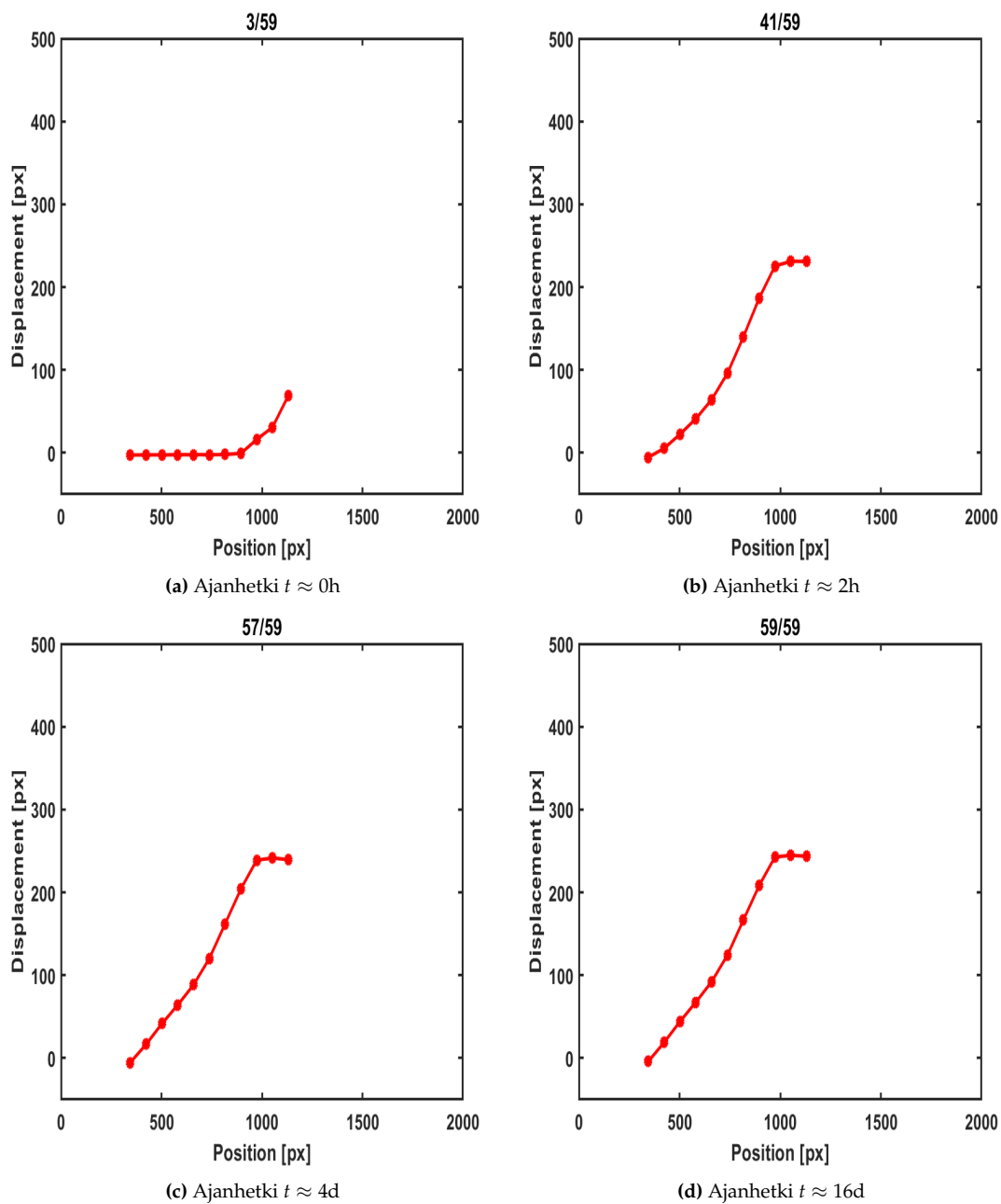
- [1] Säteilyturvakeskus (STUK). <https://www.stuk.fi/stuk-valvoo/ydinturvallisuus> Viitattu 6.4.2020.
- [2] Posiva Oy. http://www.posiva.fi/loppusijoitus/loppusijoituksen_perusteet#.W2rKxxhRXZs Viitattu 6.4.2020.
- [3] M. Olin, Kari Rasilainen, Aku Itälä, Veli-Matti Pulkkanen, Michal Matusewicz, Merja Tanhua-Tyrkkö, Arto Muurinen, Lasse Ahonen, Markku Kataja, Pekka Kekäläinen, Antti Niemistö, Mika Laitinen, and Janne Martikainen. *Bentoniittipuskurin kytketty käyttäytyminen, PUSKURI-hankkeen tuloksia*. VTT, 2011.
- [4] Posiva Oy. http://www.posiva.fi/loppusijoitus/loppusijoituksen_perusteet/bentoniittipuskuri#.W3qwihhRXZs Viitattu 6.4.2020.
- [5] Elisa Rautioaho and Leena Korkiala-Tanttu. *Bentomap: Survey of bentonite and tunnel backfill knowledge, State-of-the-art*. VTT, 2009.
- [6] Ola Karland, Siv Olsson, and Ulf Nilsson. *Mineralogy and sealing properties of various bentonites and smectite-rich clay materials*. SKB, 2006.
- [7] Michael H. Bradbury and Bart Baeyens. Porewater chemistry in compacted re-saturated MX-80 bentonite. *Journal of Contaminant Hydrology*, (61):329–338, 2002.
- [8] P. Wersin, E. Curti, and C.A.J. Appelo. Modelling bentonite-water interactions at high solid/liquid ratios: swelling and diffuse double layer effects. *Applied Clay Science*, (26):249–257, 2004.
- [9] Donald A. Nield and Adrian Bejan. *Convection in Porous Media*. Springer, 1998.
- [10] Kai Hiltunen, Ari Jäsberg, Sirpa Kallio, Hannu Karema, Markku Kataja, Antti Koponen, Mikko Manninen, and Veikko Taivassalo. *Multiphase Flow Dynamics: Theory and Numerics*. VTT, 2009.
- [11] Veli-Matti Pulkkanen. *A large deformation model for chemoelastic porous media*. PhD thesis, Aalto yliopisto, 2019.
- [12] B.D. Cullity and S.R. Stock. *Elements of X-ray Diffraction, Third Edition*. Prentice-Hall, 2001.
- [13] Stuart R. Stock. *MicroComputed Tomography: Methodology and Applications*. CRC Press, 2009.

- [14] Tero Harjupatana, Jarno Alaraudanjoki, and Markku Kataja. A method for measuring wetting and swelling of bentonite in a narrow channel using x-ray imaging. Valmisteilla oleva julkaisematon artikkeli.
- [15] Tero Harjupatana, Jarno Alaraudanjoki, and Markku Kataja. X-ray tomographic method for measuring three-dimensional deformation and water content distribution in swelling clays. *Applied Clay Science*, (114):386–394, 2015.
- [16] SkyScan N.V. *SkyScan 1172 Desktop X-ray microtomograph Instruction Manual*, 2005.
- [17] Tero Harjupatana. Veden kulkeutumisen ja muodonmuutosten mittaaminen bentoniittinäytteistä röntgentomografiamenetelmällä. Master's thesis, Jyväskylän yliopisto, Fysiikan laitos, 2012.
- [18] Joni Lämsä. Veden kulkeutumisen ja muodonmuutosten mittaaminen MX-80-tyyppisessä bentoniitissa röntgenmikrotomografisin menetelmin. Master's thesis, Jyväskylän yliopisto, Fysiikan laitos, 2015.
- [19] Leena Kiviranta, Sirpa Kumpulainen, Noora Kanerva, and Sari Alastalo. *Be-Wy-BT0030-Sa-R Charecterization results*, 2016.

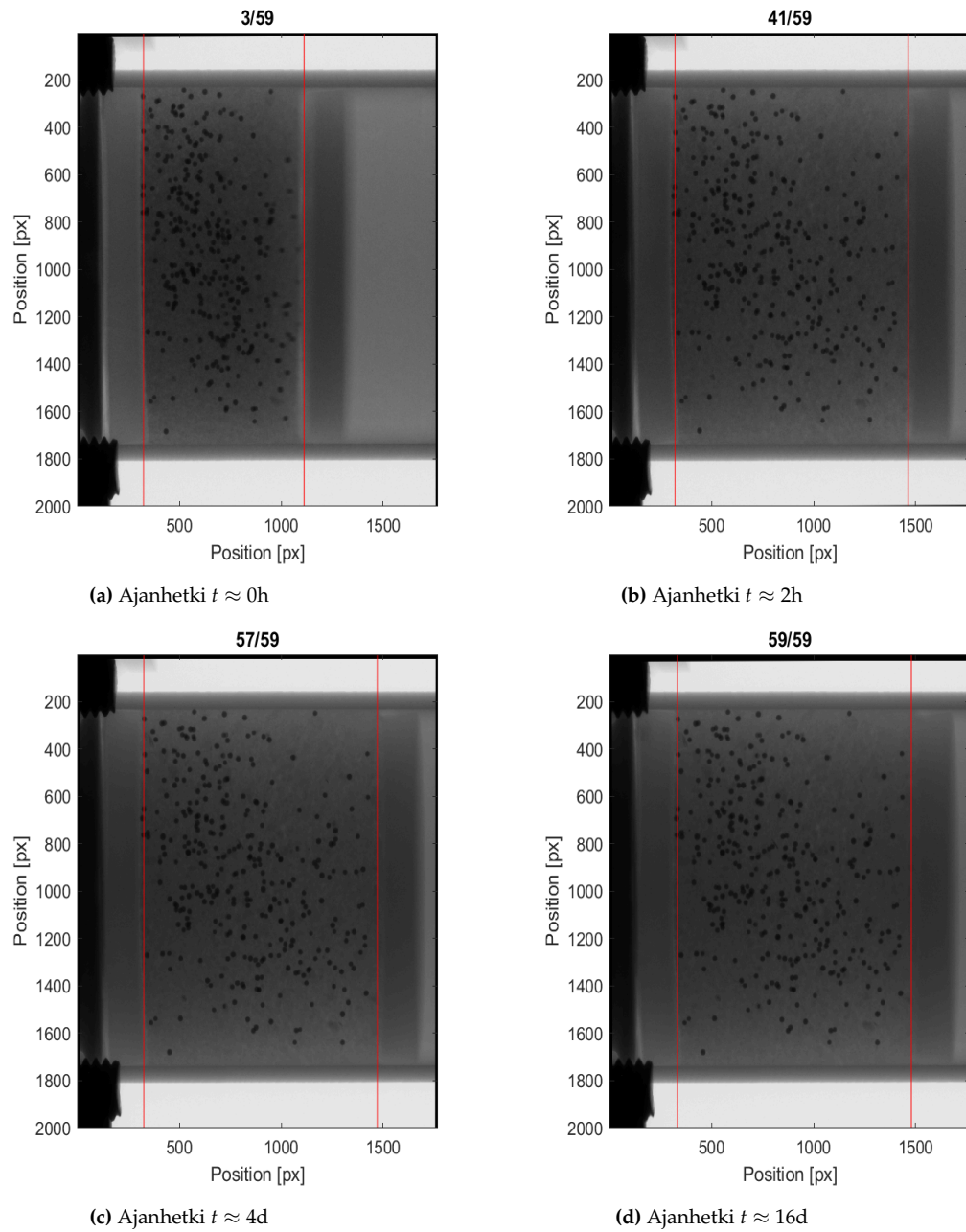
A Liite: Laajenemisen muodonmuutokset



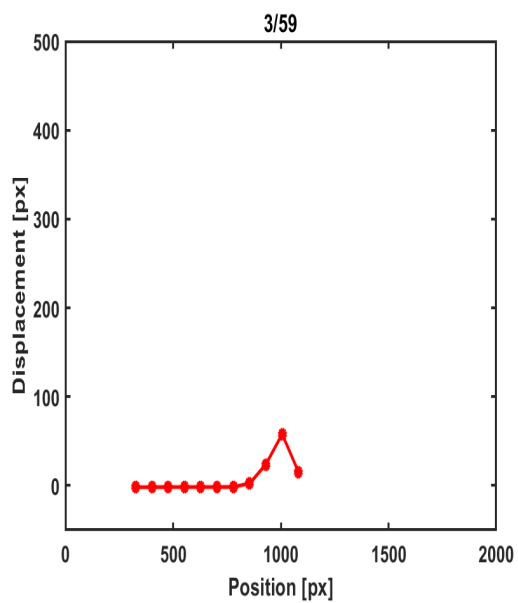
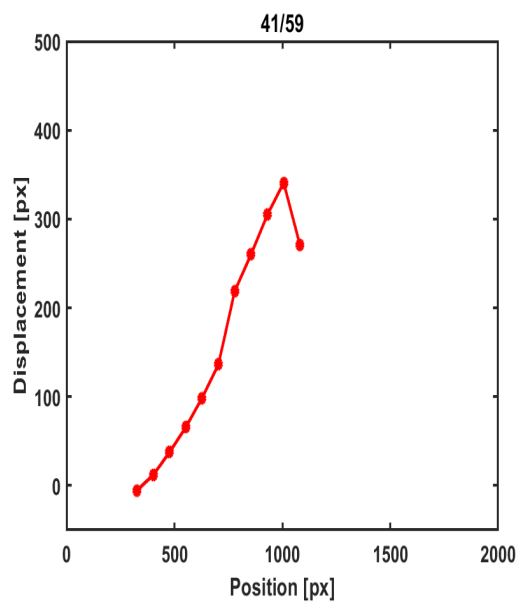
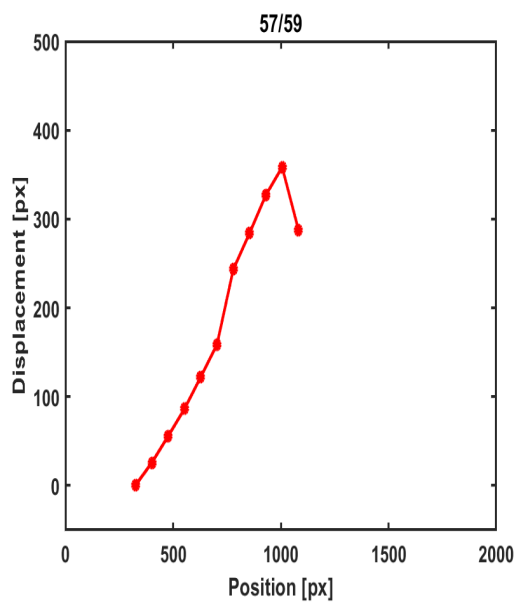
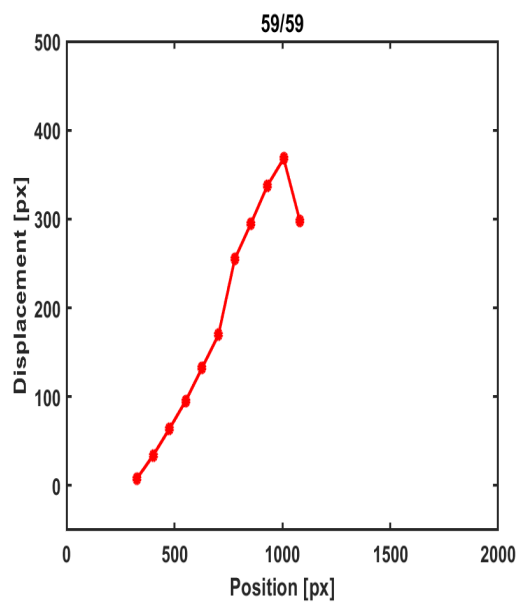
Kuva A.1: Bentoniittinäytteen T2 laajentumisen tila eri ajanhetkillä. Kuvia on käännetty 90 astetta. Kuvissa punaiset viivat ovat näytteen ylä- ja alapään seurannassa (Kuva 17) käytetyt tarkistusviivat. Akseliston yksikkönä on pikseli.

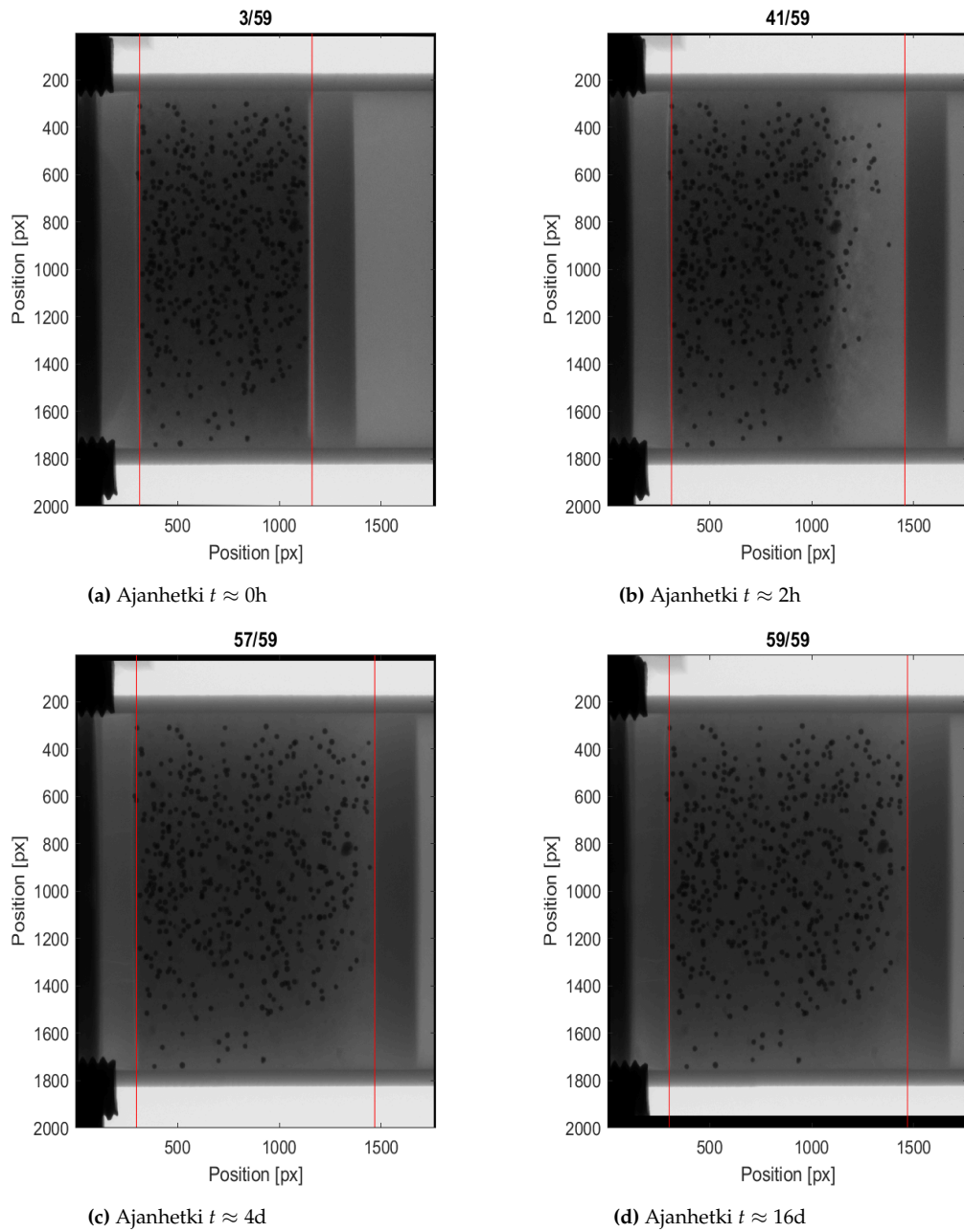


Kuva A.2: Bentoniittinäytteen T2 kokemat siirtymät eri ajanhetkillä, kun aikaintegraatio suoritetaan ajassa eteenpäin. Punaiset pisteet ovat näytekerrosten rajapinnat.

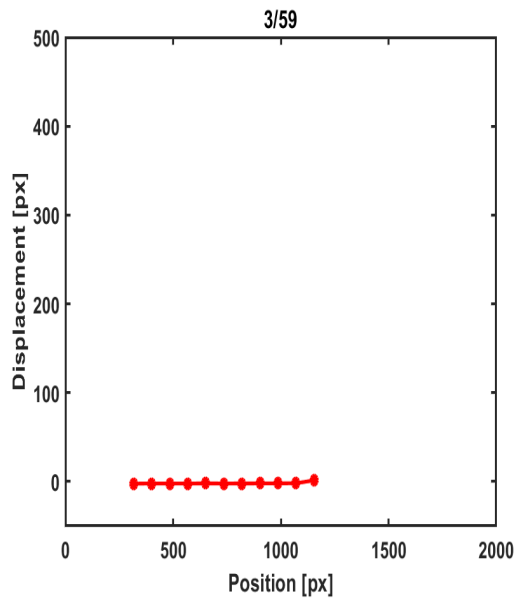
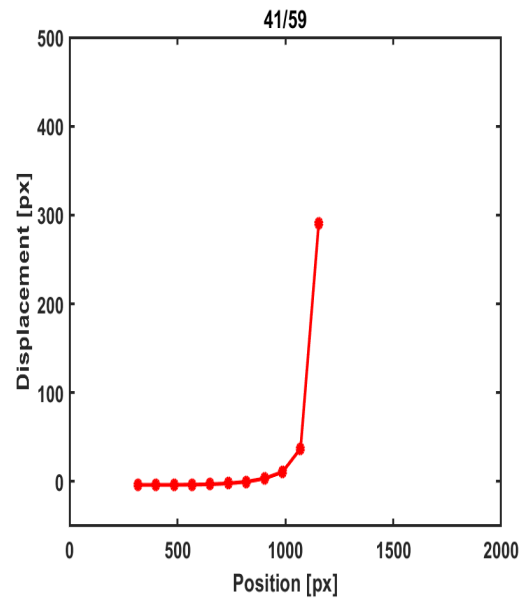
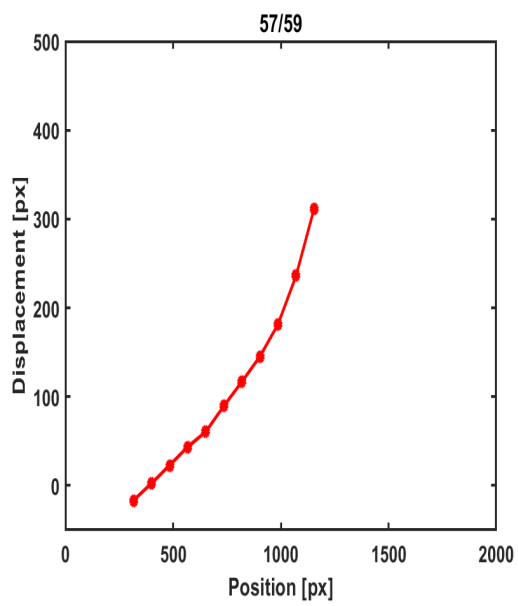
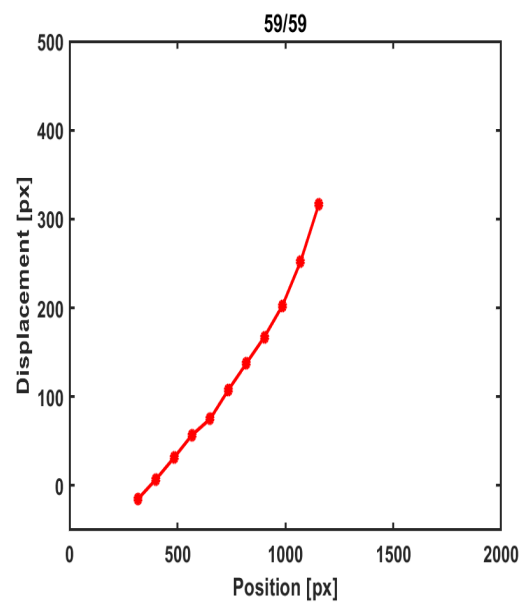


Kuva A.3: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle T3.

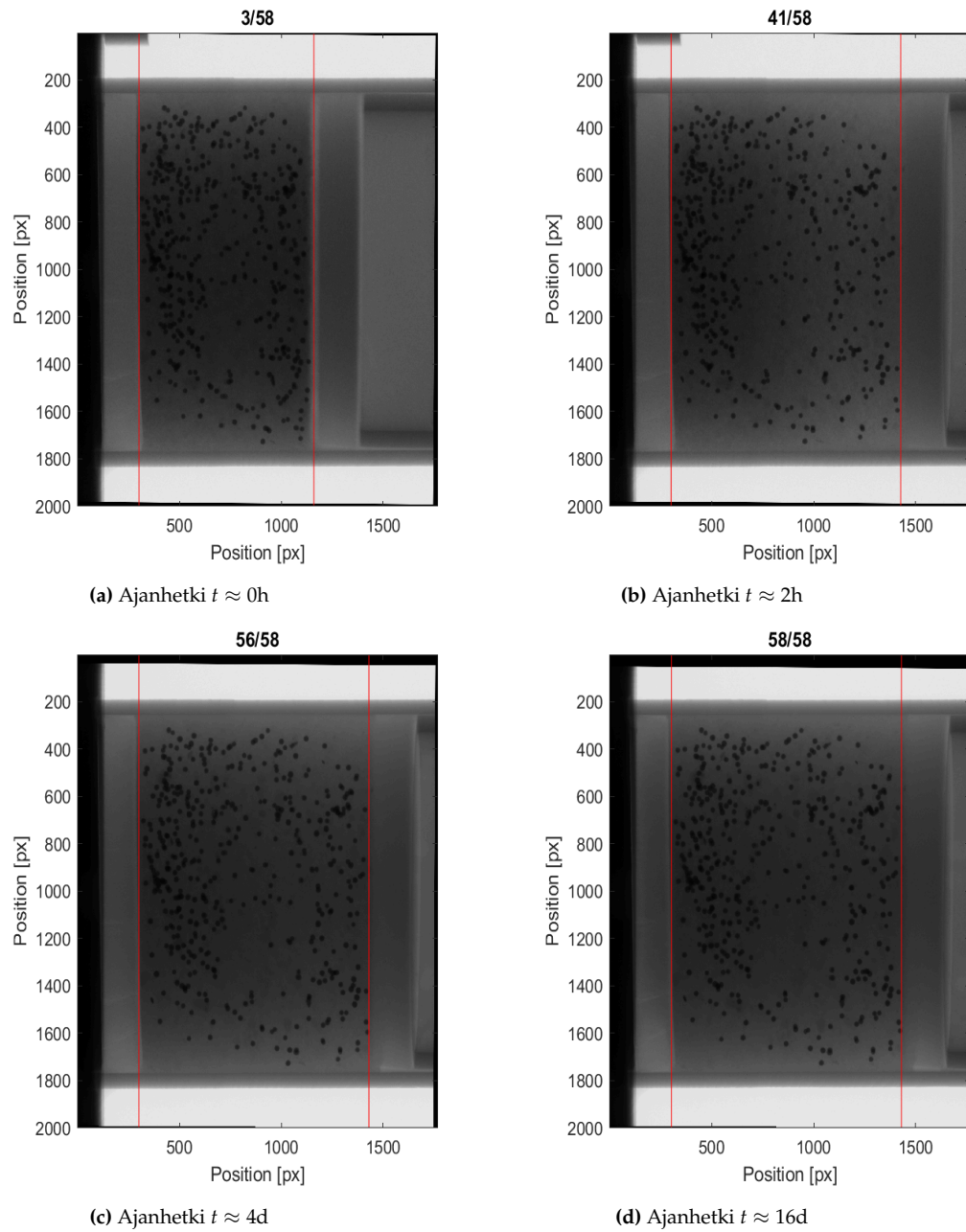
(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$ **Kuva A.4:** Kuten kuva A.2, mutta näytteelle T3.



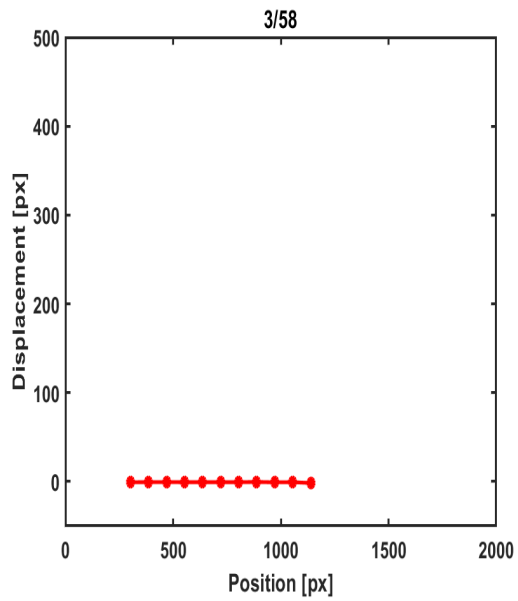
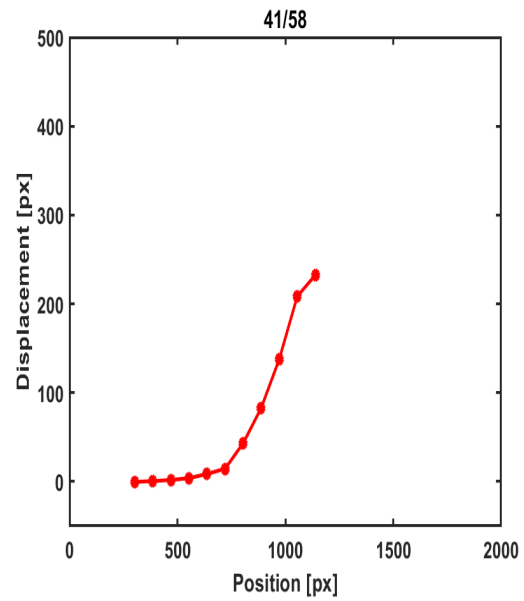
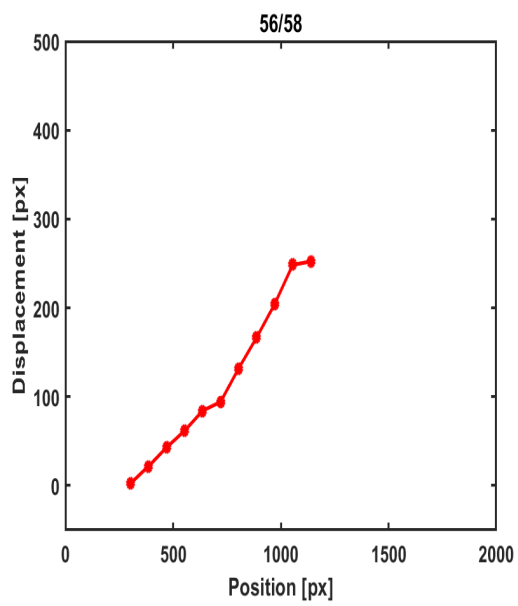
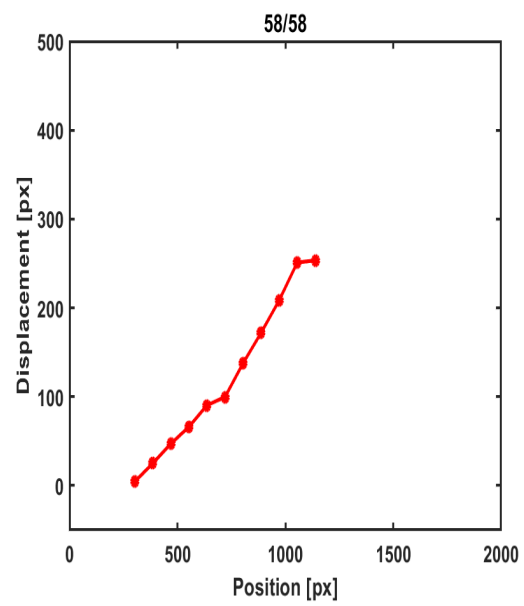
Kuva A.5: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle T4.

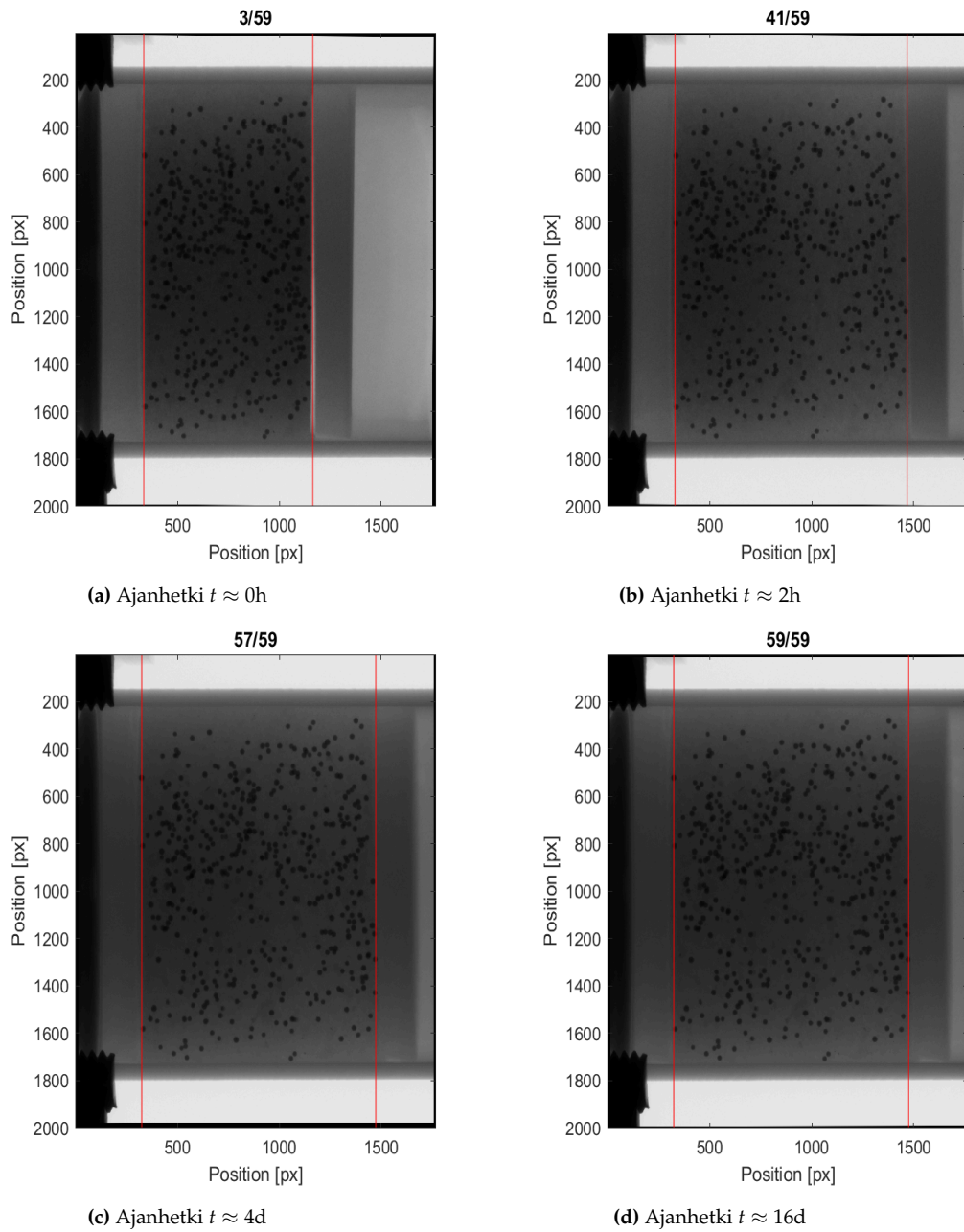
(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$

Kuva A.6: Kuten kuva A.2, mutta näytteelle T4.

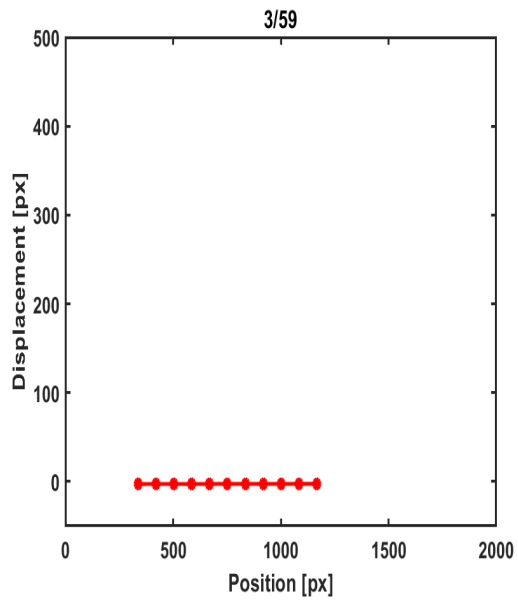
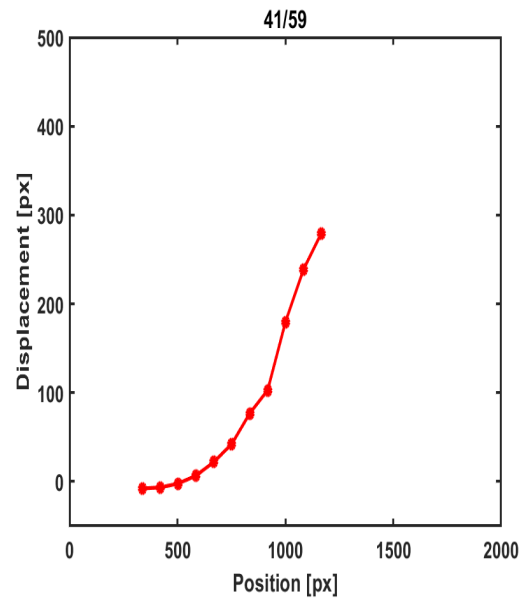
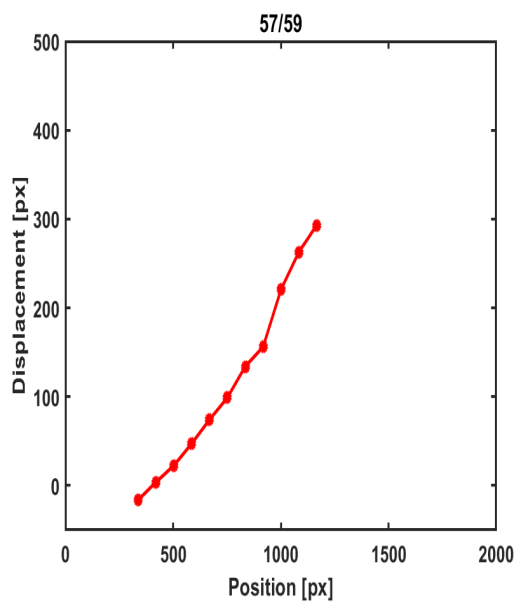
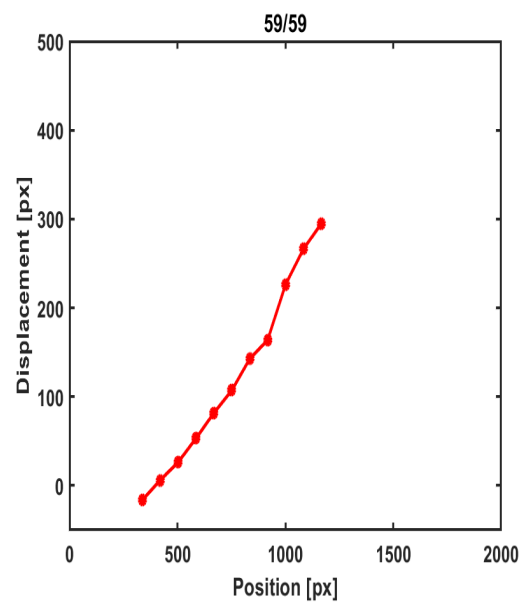


Kuva A.7: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle T5.

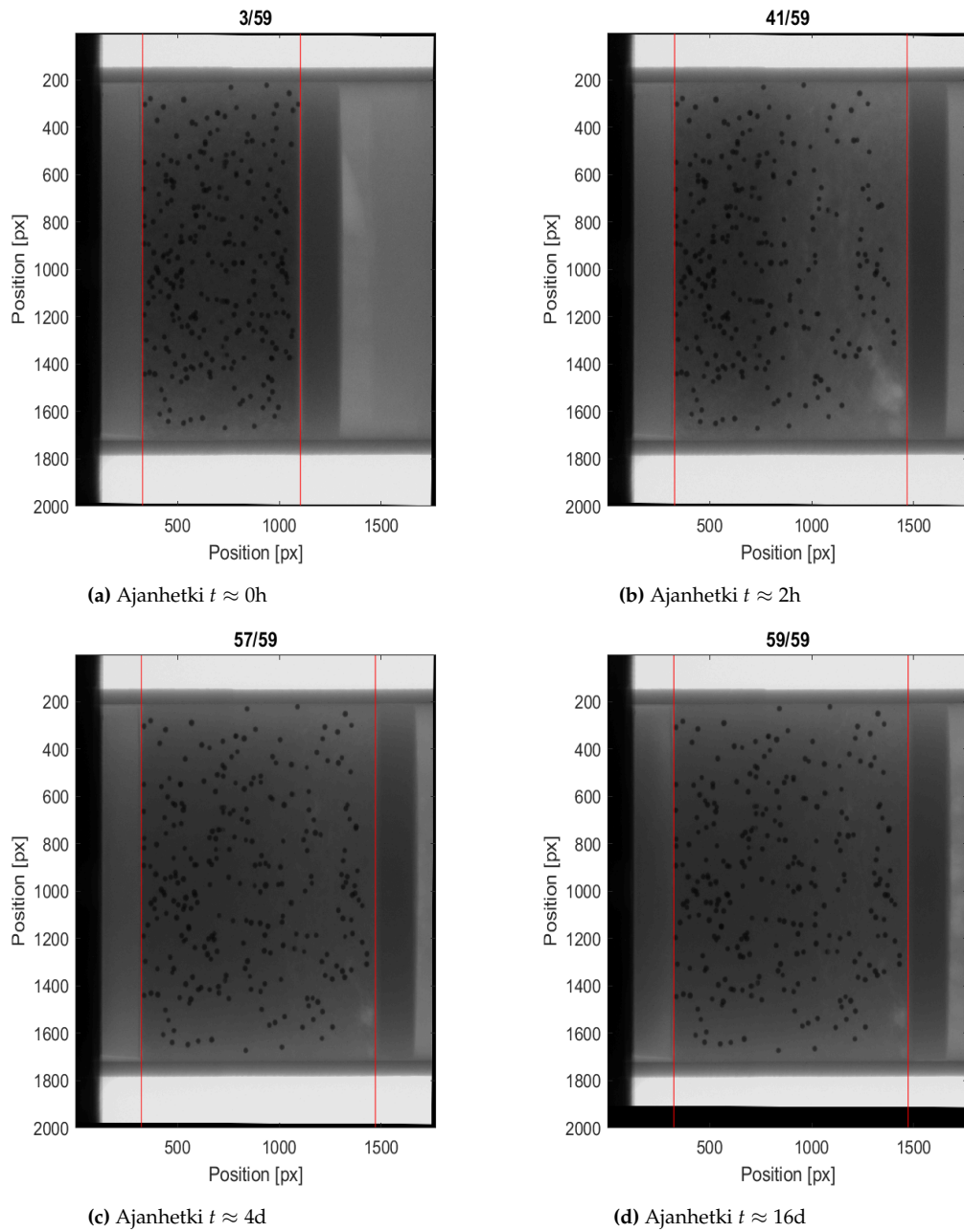
(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$ **Kuva A.8:** Kuten kuva A.2, mutta näytteelle T5.



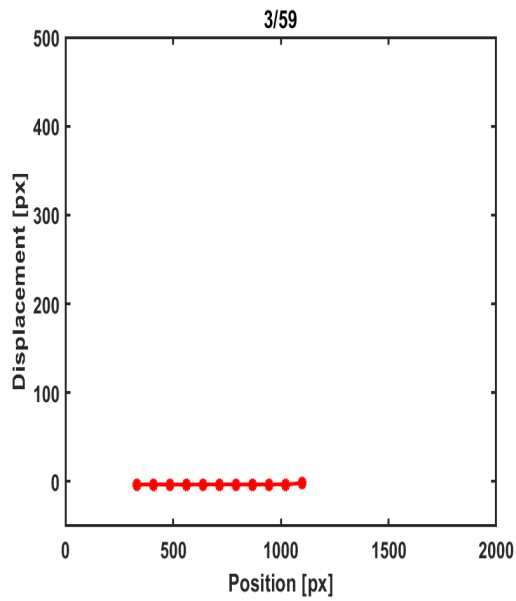
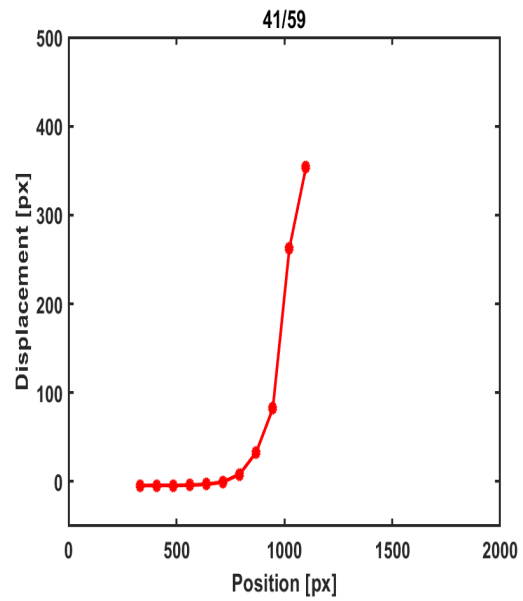
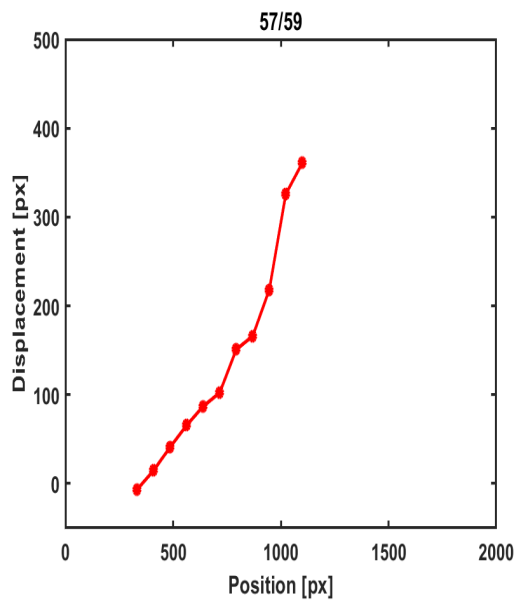
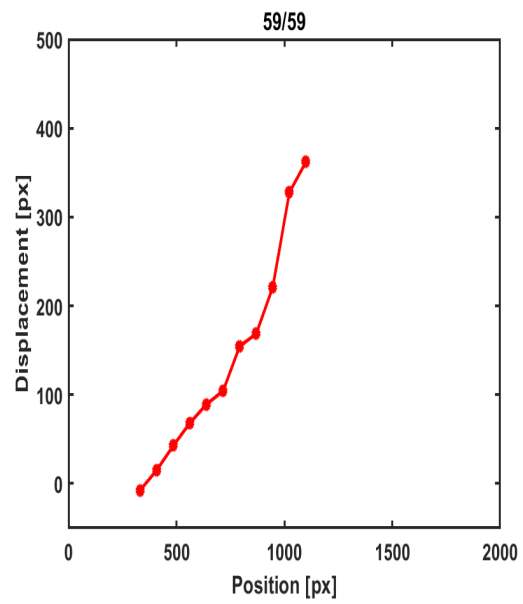
Kuva A.9: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle T6.

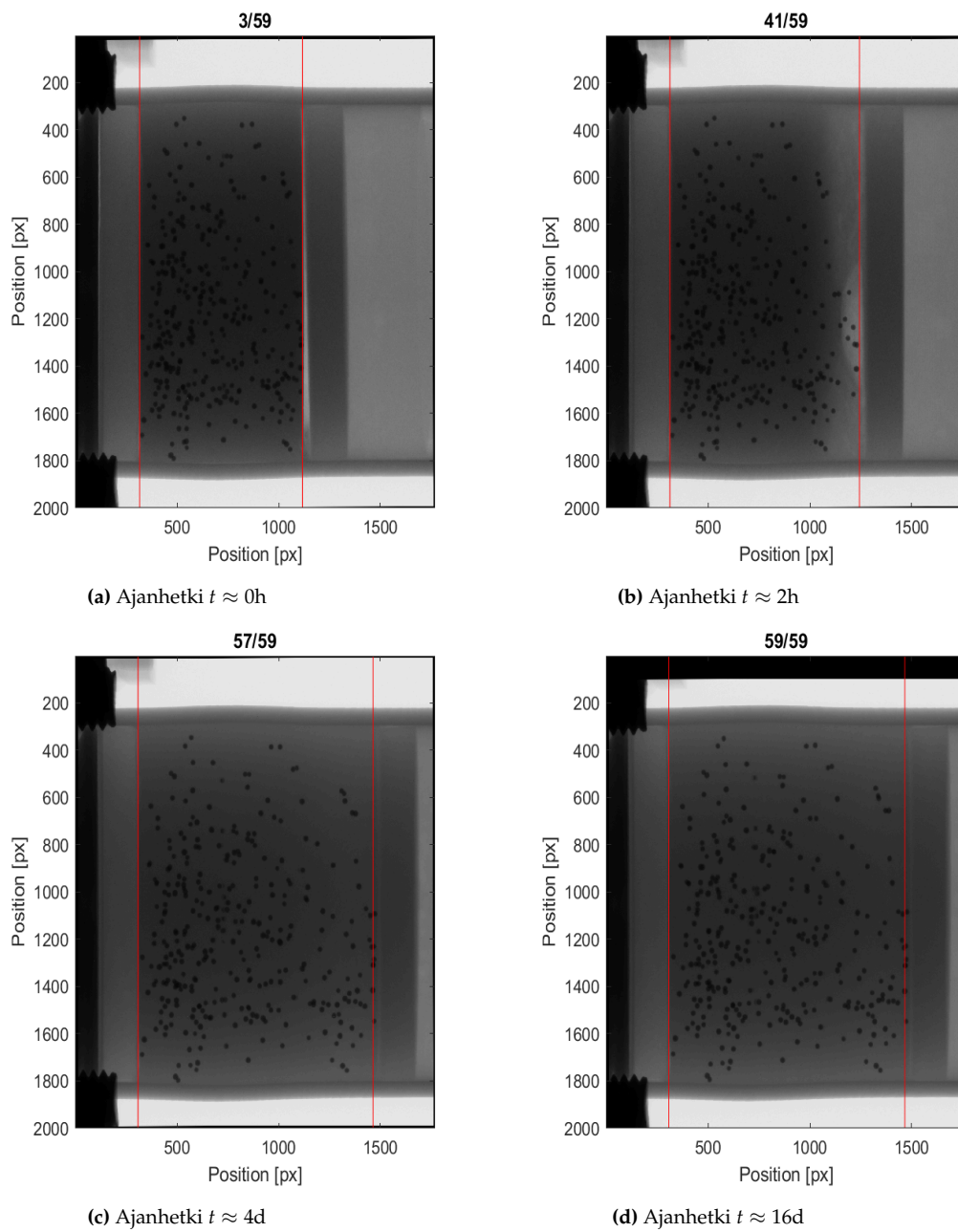
(a) Ajanhetki $t \approx 0h$ (b) Ajanhetki $t \approx 2h$ (c) Ajanhetki $t \approx 4d$ (d) Ajanhetki $t \approx 16d$

Kuva A.10: Kuten kuva A.2, mutta näytteelle T6.

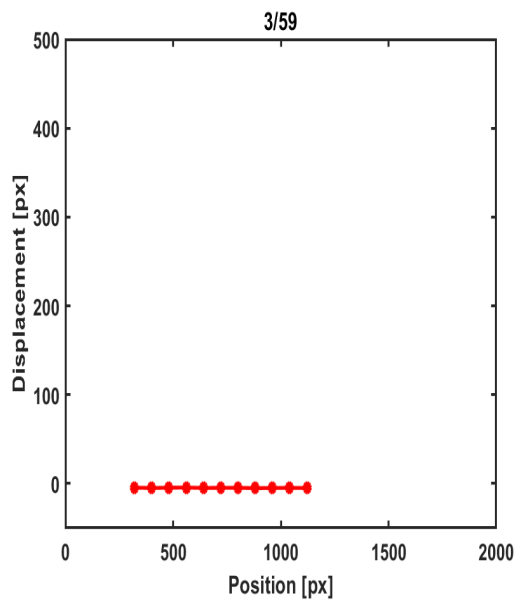
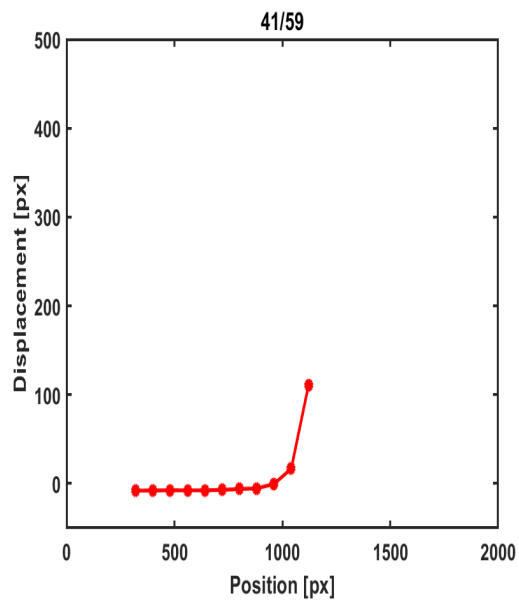
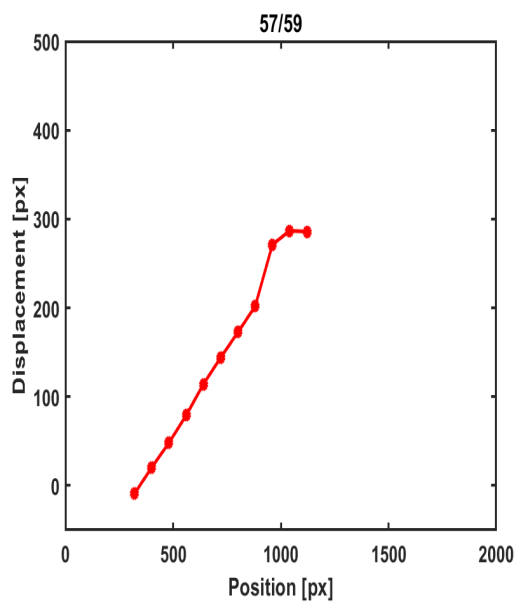
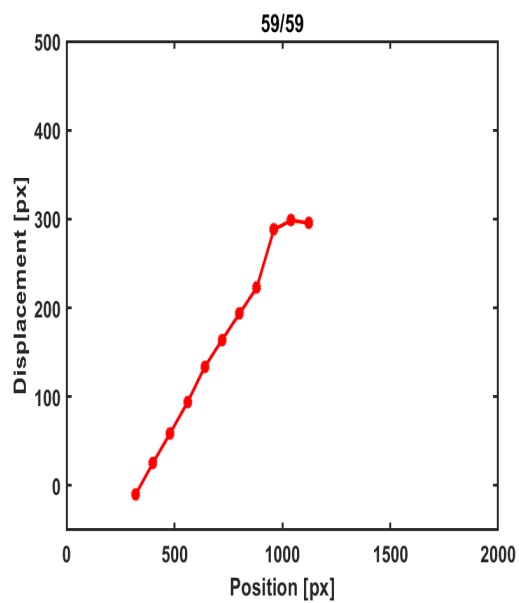


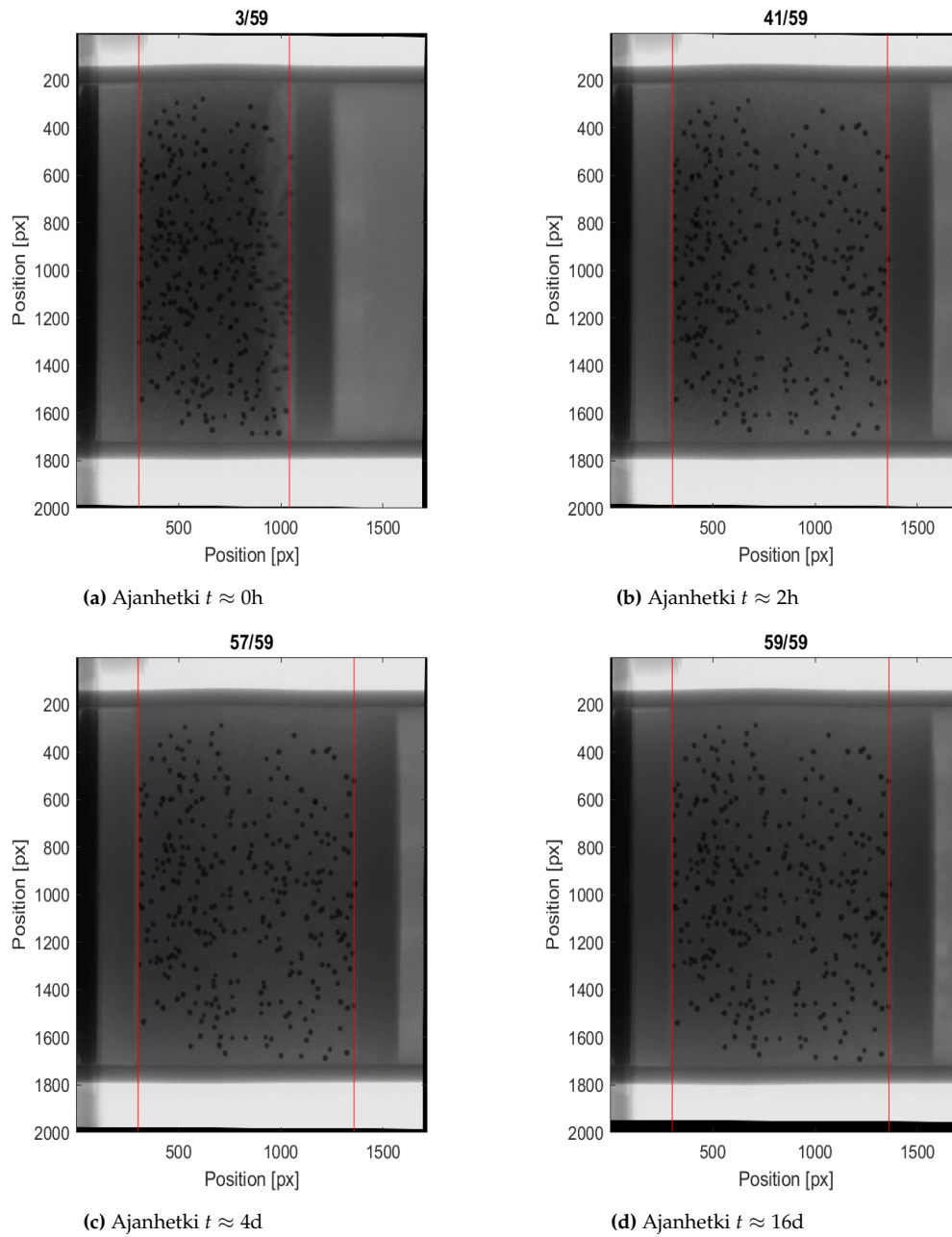
Kuva A.11: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle CaT3.

(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$ **Kuva A.12:** Kuten kuva A.2, mutta näytteelle CaT3.

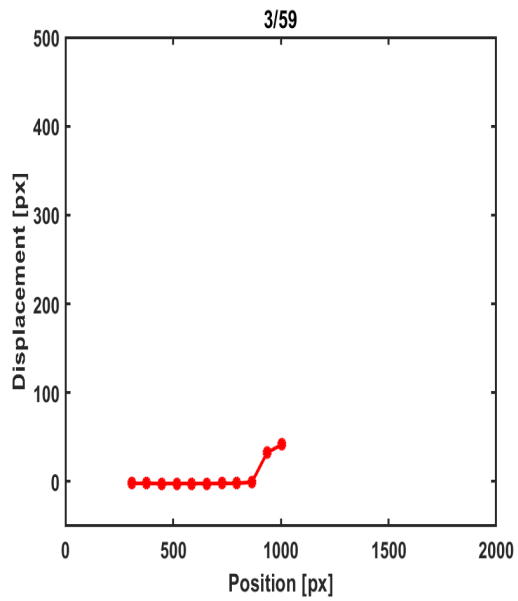
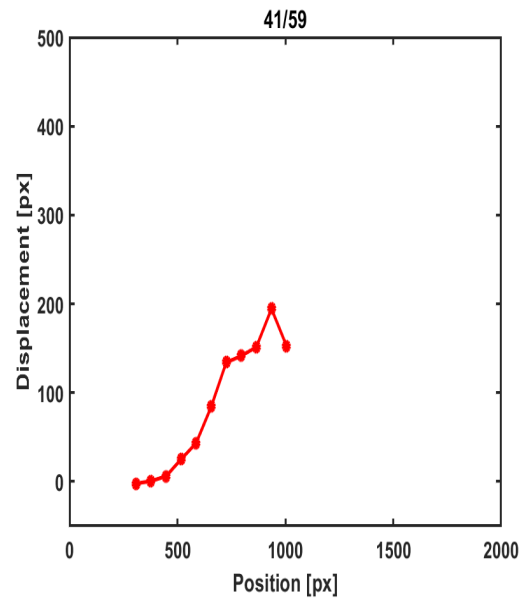
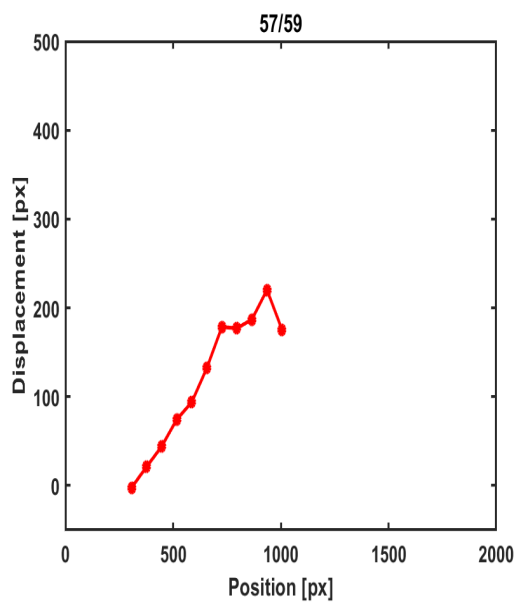
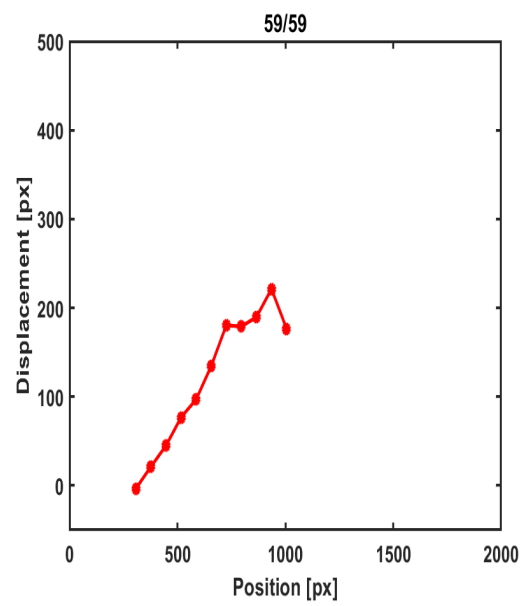


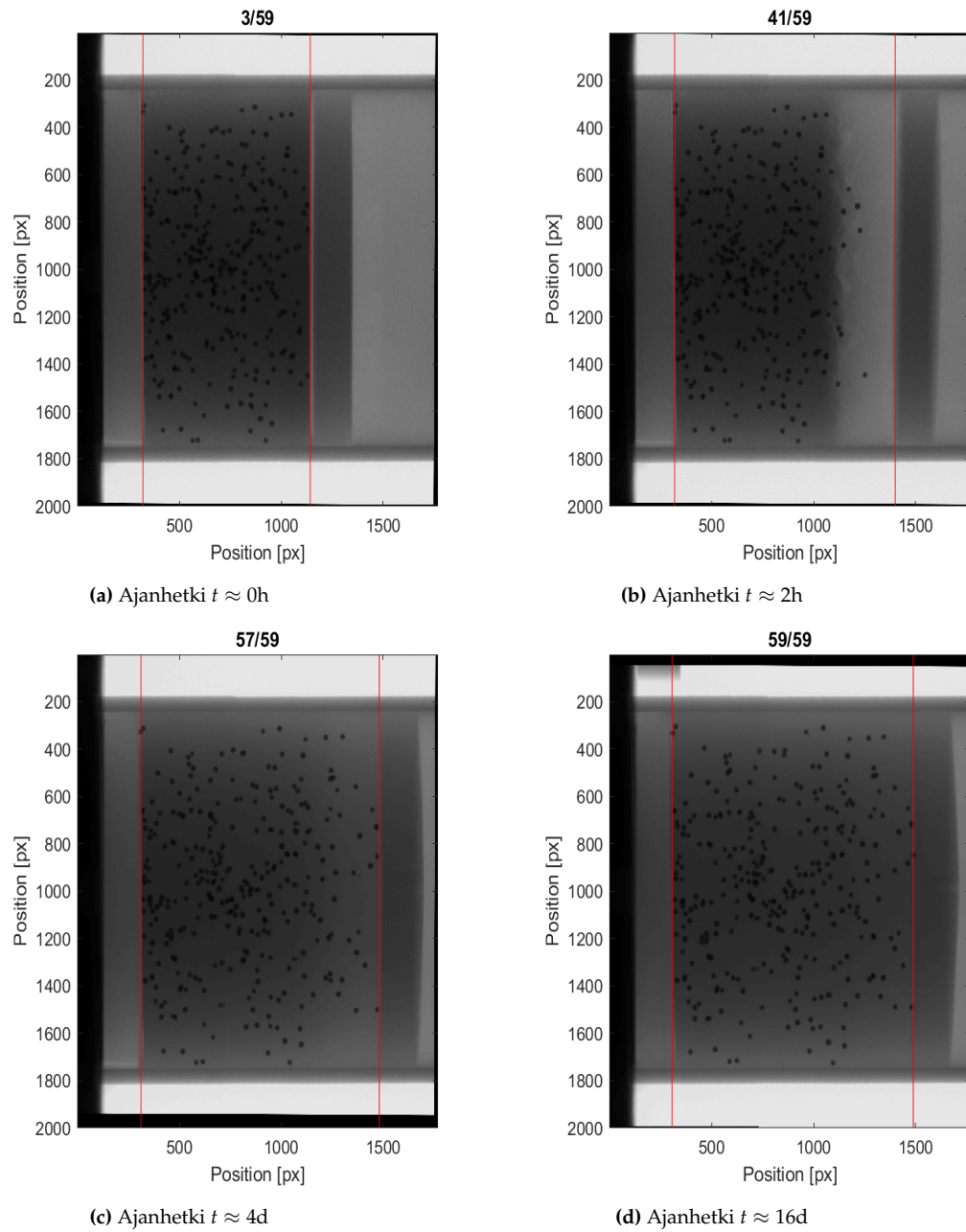
Kuva A.13: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle CaT4.

(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$ **Kuva A.14:** Kuten kuva A.2, mutta näytteelle CaT4.

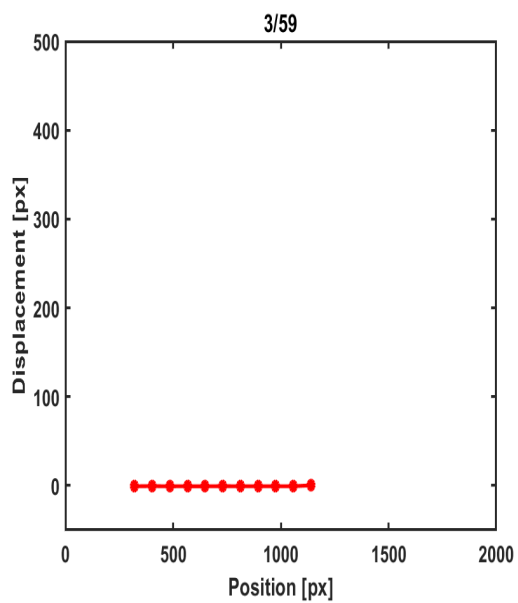
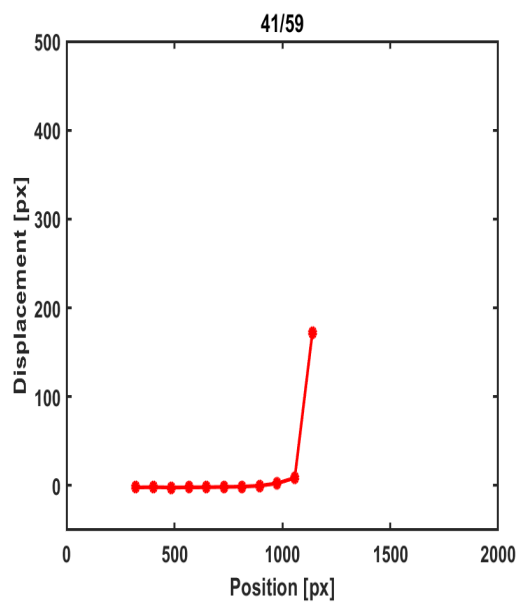
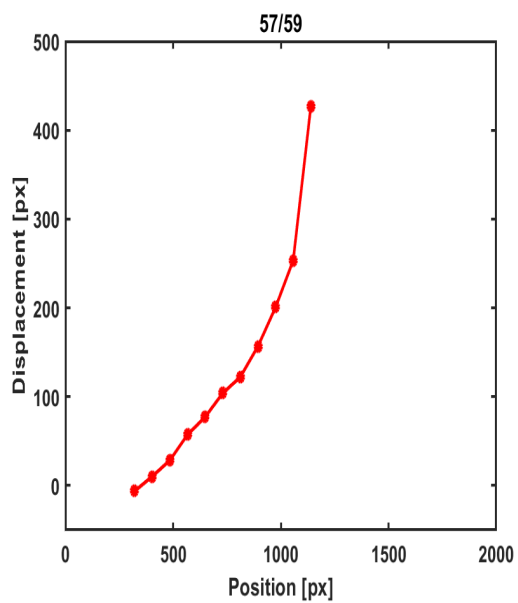
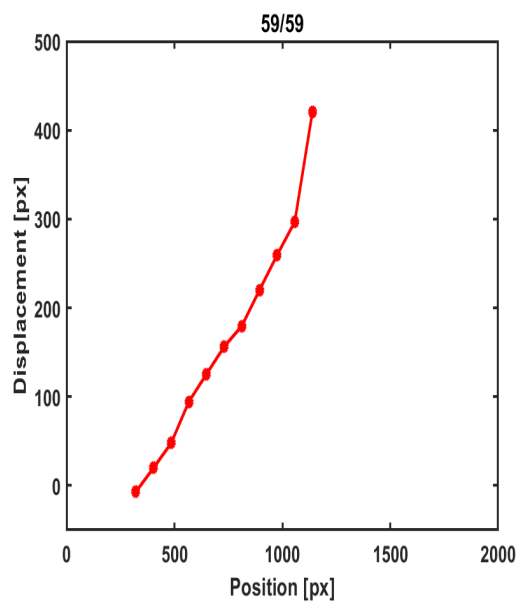


Kuva A.15: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle NaT3.

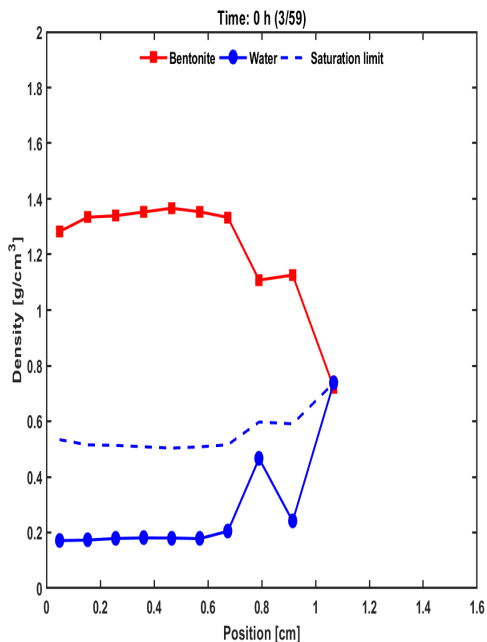
(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$ **Kuva A.16:** Kuten kuva A.2, mutta näytteelle NaT3.



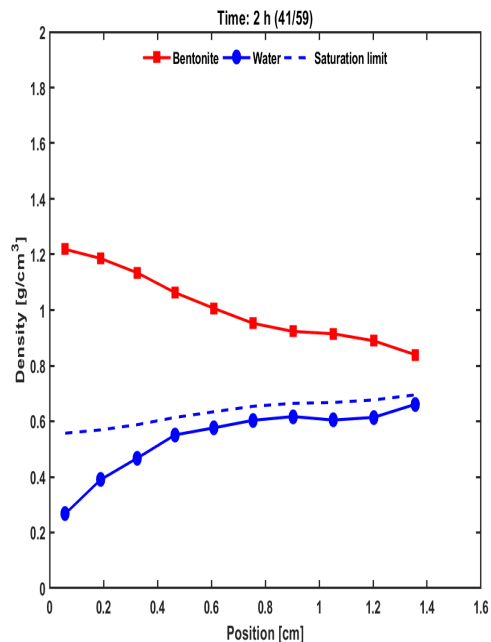
Kuva A.17: Kuten kuva A.1, mutta näytteelle NaT4.

(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$ **Kuva A.18:** Kuten kuva A.2, mutta näytteelle NaT4.

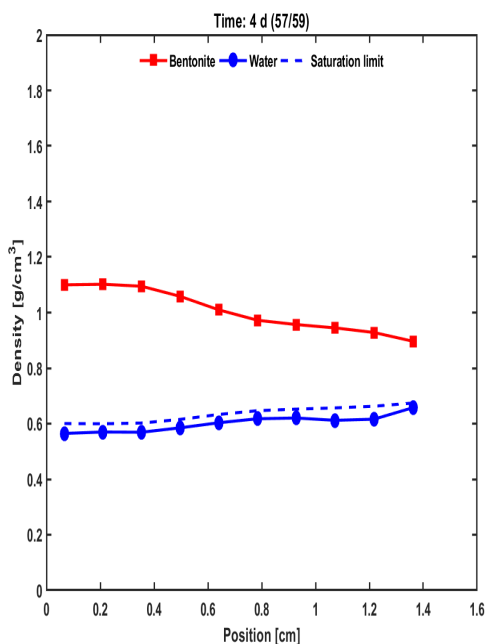
B Liite: Osatiheydet



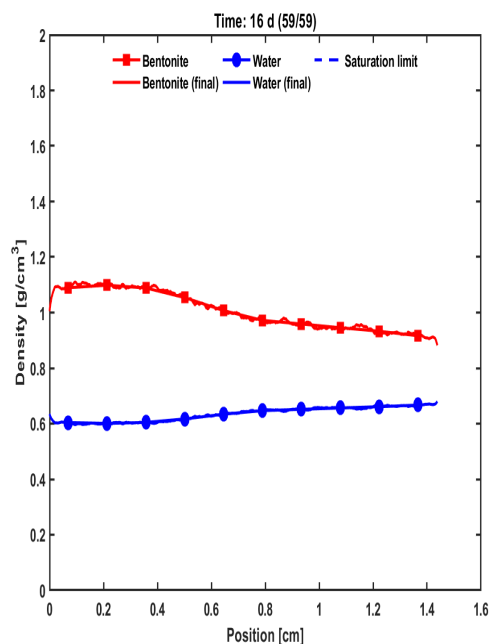
(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$



(b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$

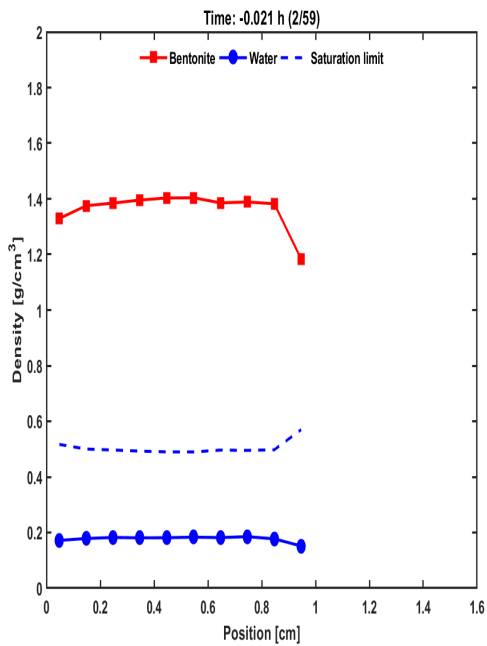
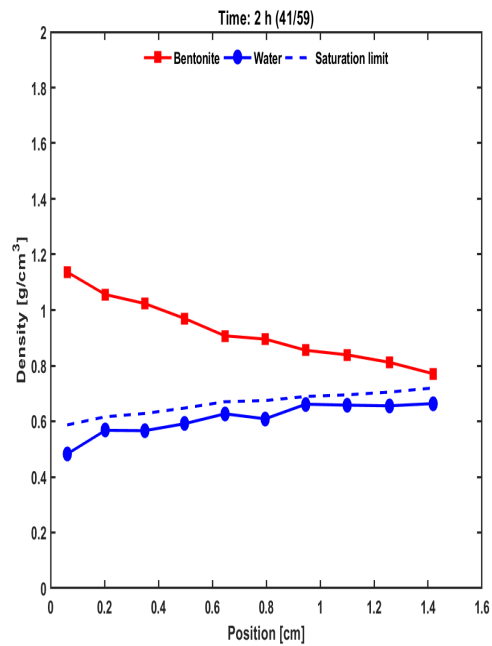
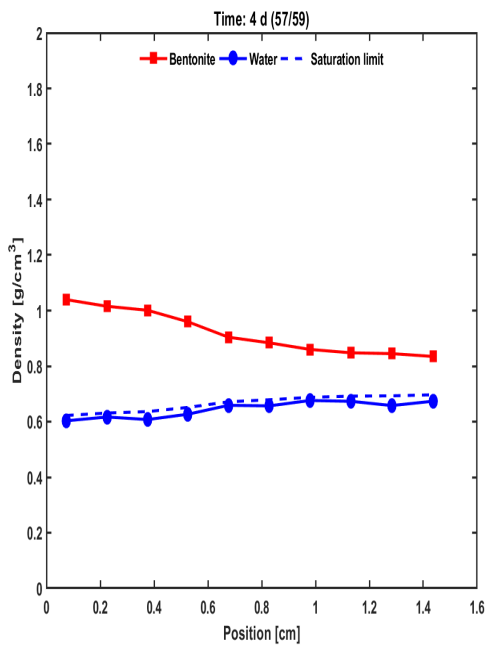
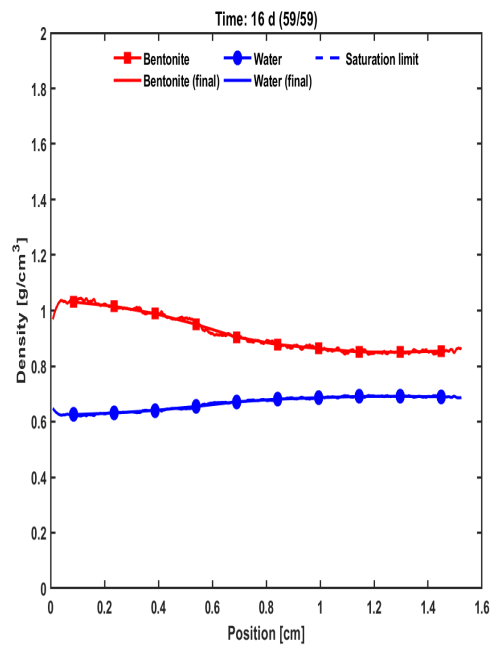


(c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$

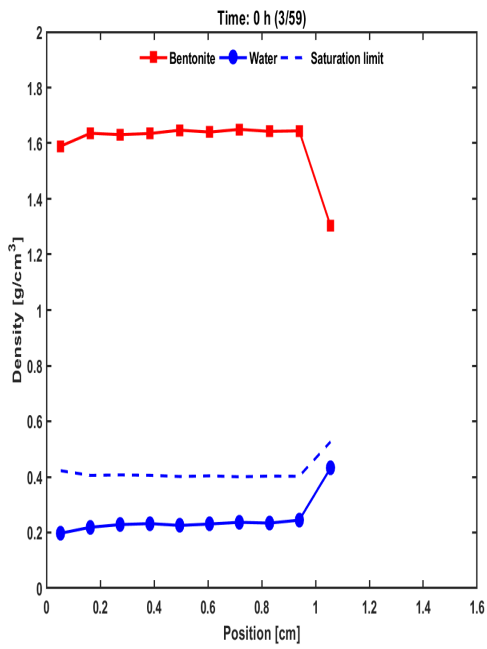
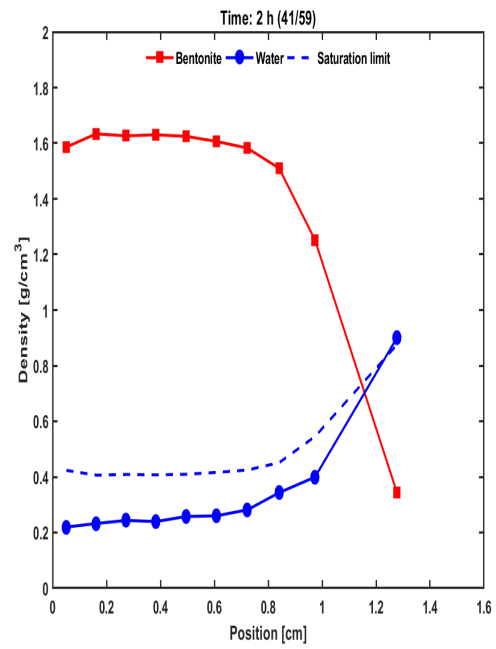
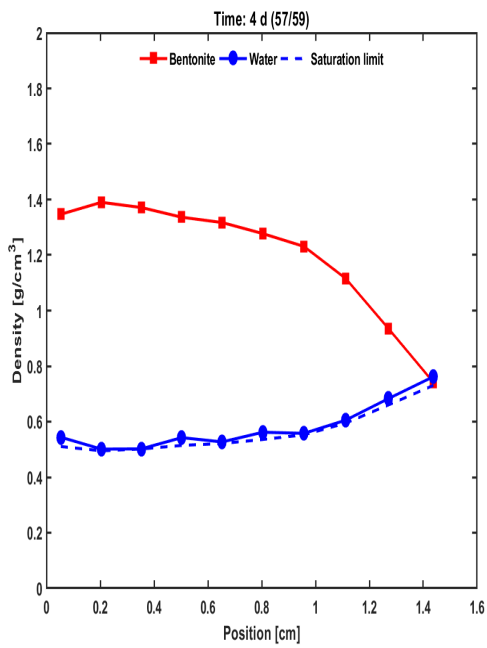
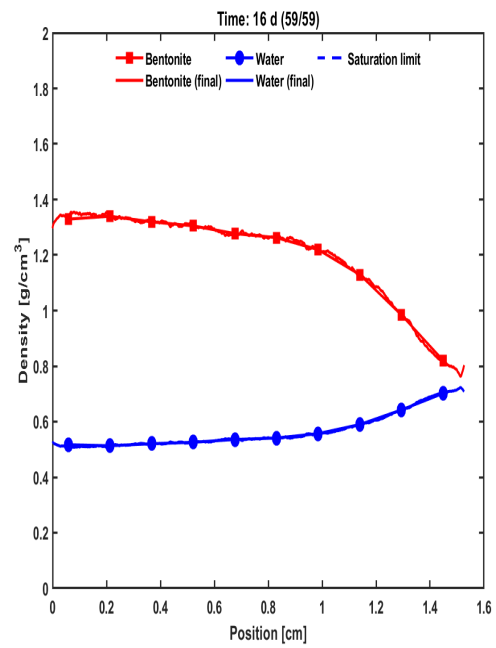


(d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$

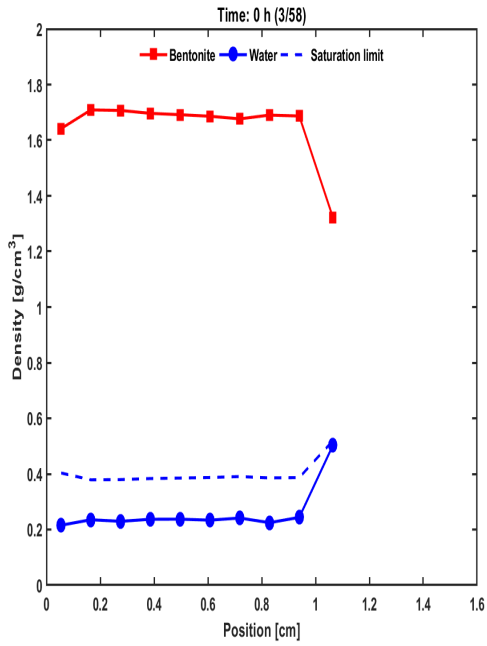
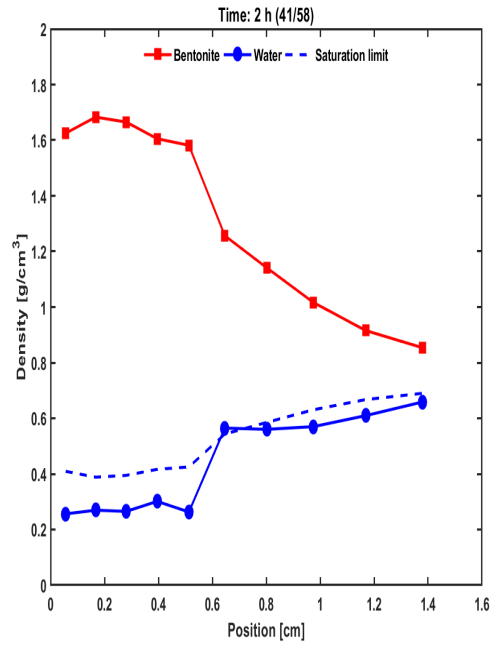
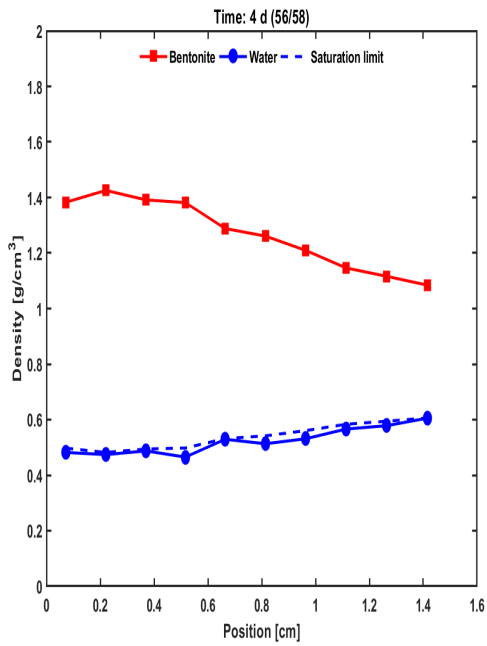
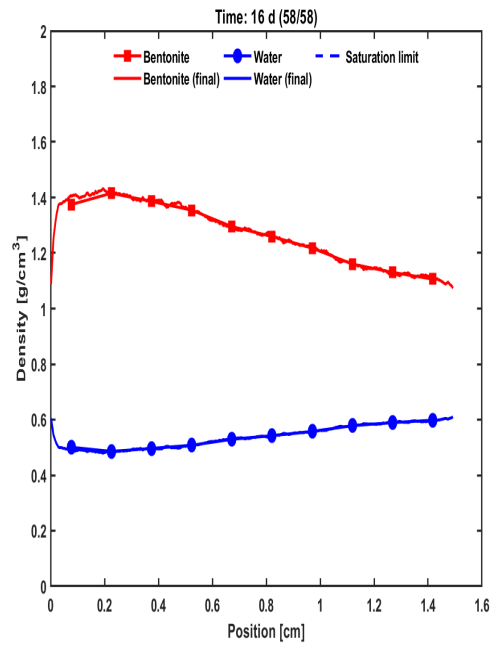
Kuva B.1: Bentonitiinäytteen T2 näytekerroksien veden ja bentoniitin osatiheydet paikan funktiona eri ajanhetkillä. Pisteellinen punainen ja sininen yhtenäinen käyrä on vastaavasti bentoniitin ja veden osatiheys. Katkoviivainen sininen käyrä on veden saturaatoraja. Käyrien pisteet ovat näytekerroksien rajapintojen avulla määritetyt näytekerroksien paikalliset osatiheydet. Kuvaan B.1d on lisätty yhtenäiset pisteettömät käyrät, jotka ovat koko näytteen kattavat bentoniitin (punainen) ja veden (sininen) lopulliset osatiheydet. Lopputila on laskettu olettamalla näytteen olevan täysin saturoitunut. Kyseinen lopputila toimii ajassa taaksepäin suuntautuvan aikaintegraation alkutilana.

(a) Ajanhetki $t \approx 0h$ (b) Ajanhetki $t \approx 2h$ (c) Ajanhetki $t \approx 4d$ (d) Ajanhetki $t \approx 16d$

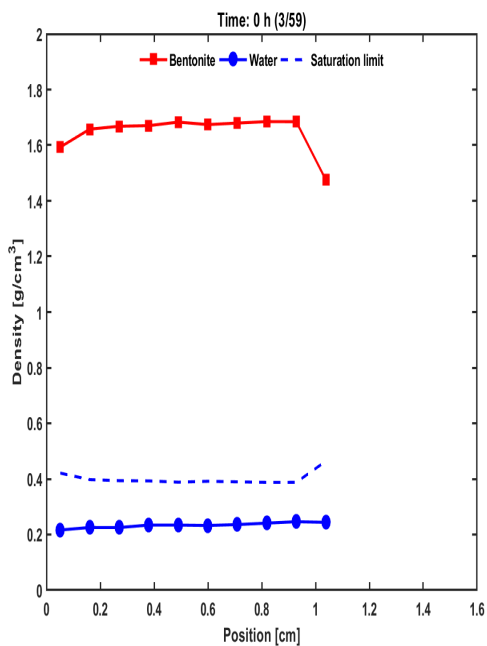
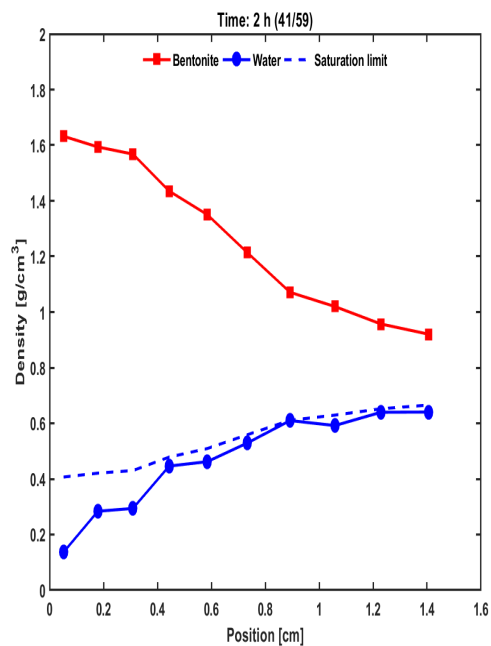
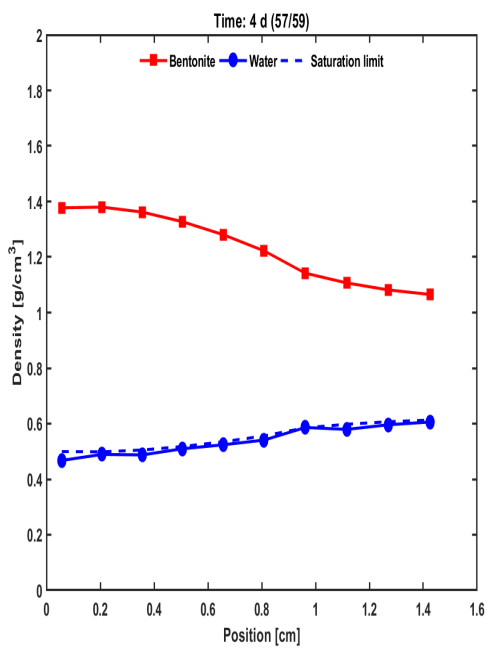
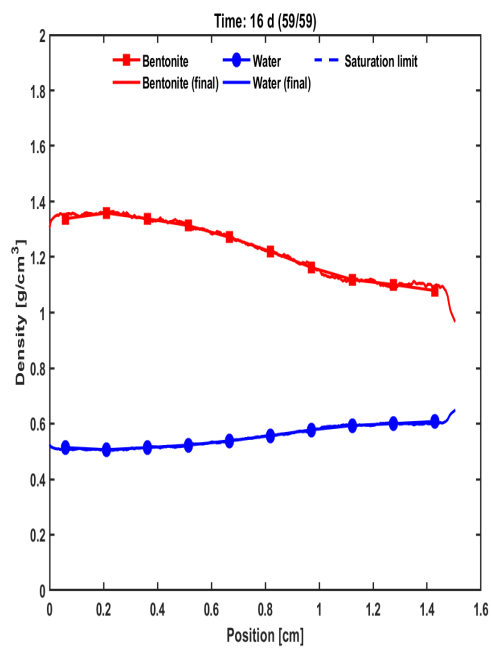
Kuva B.2: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle T3.

(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$

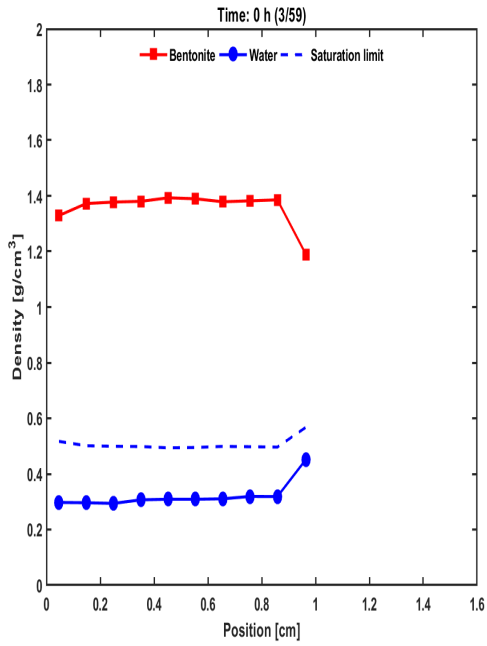
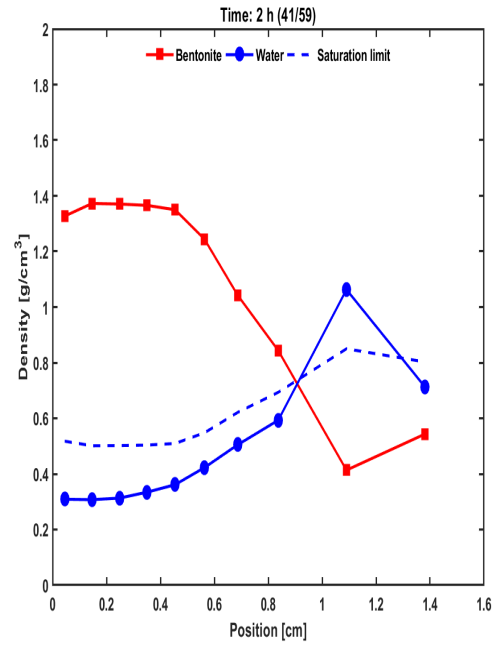
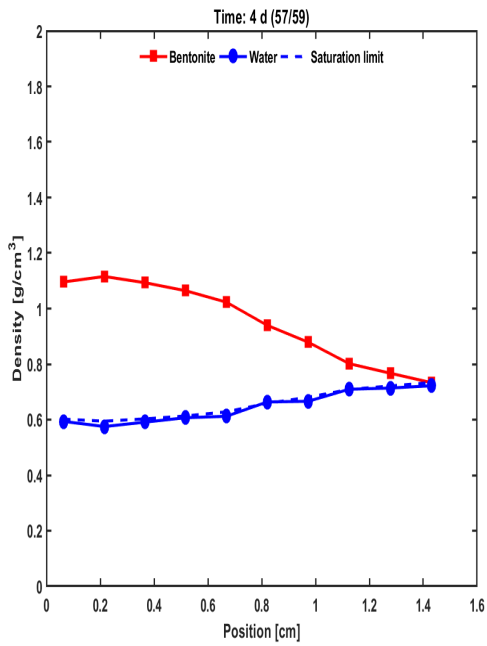
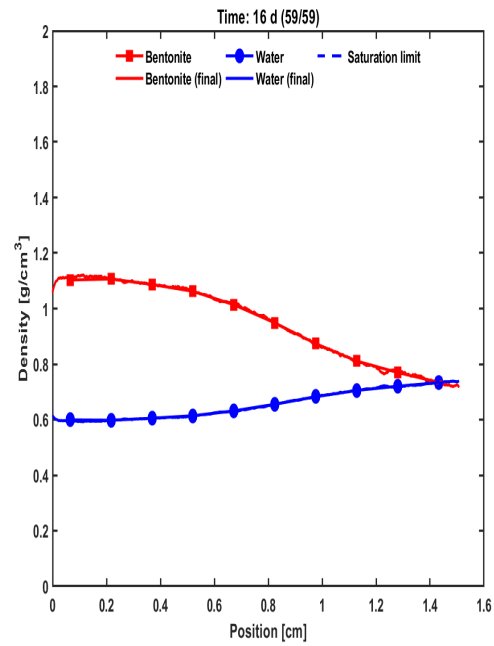
Kuva B.3: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle T4.

(a) Ajanhetki $t \approx 0\text{h}$ (b) Ajanhetki $t \approx 2\text{h}$ (c) Ajanhetki $t \approx 4\text{d}$ (d) Ajanhetki $t \approx 16\text{d}$

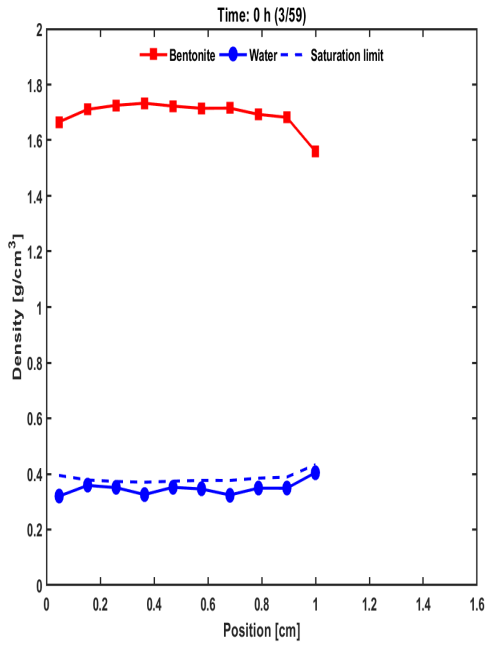
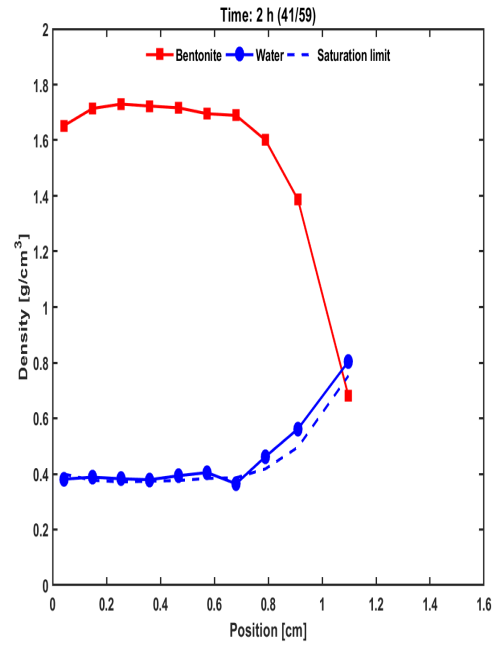
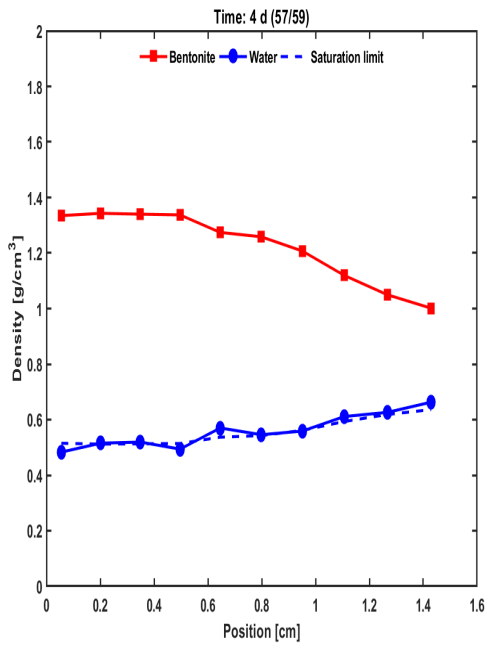
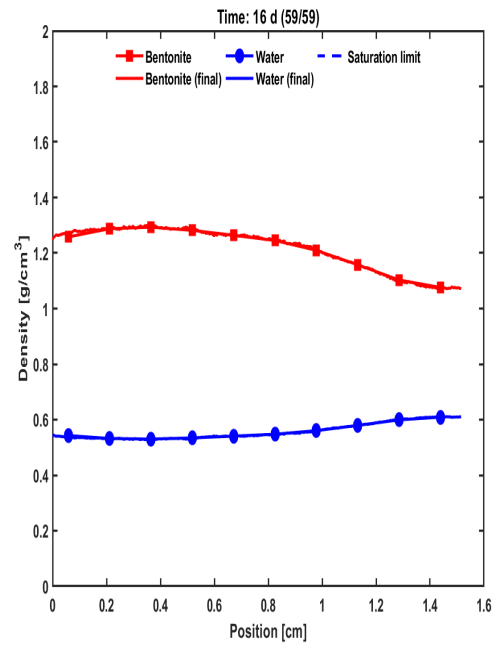
Kuva B.4: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle T5.

(a) Ajanhetki $t \approx 0$ h(b) Ajanhetki $t \approx 2$ h(c) Ajanhetki $t \approx 4$ d(d) Ajanhetki $t \approx 16$ d

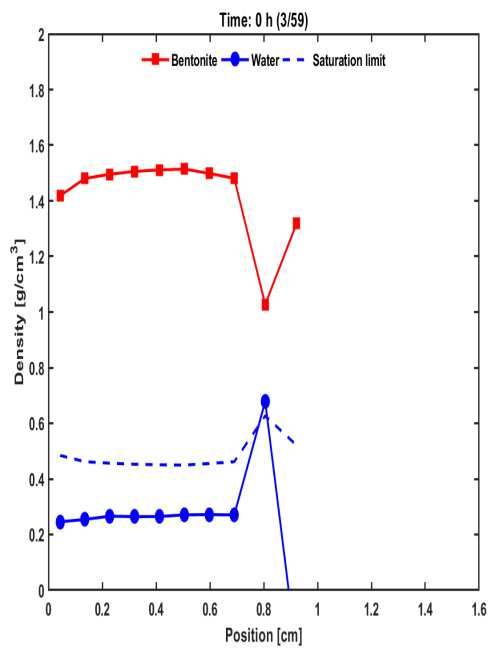
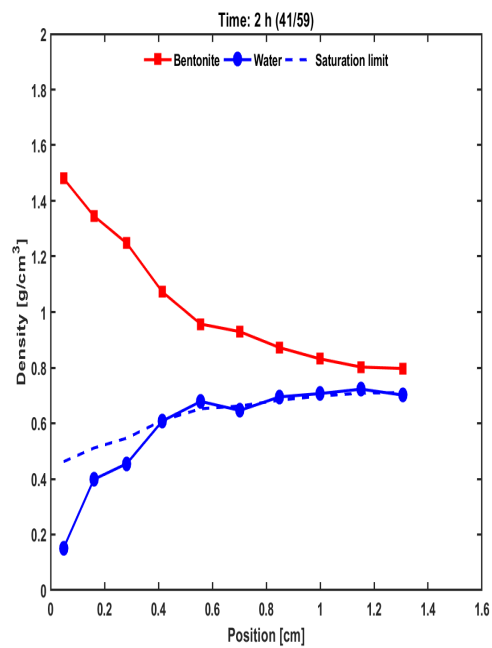
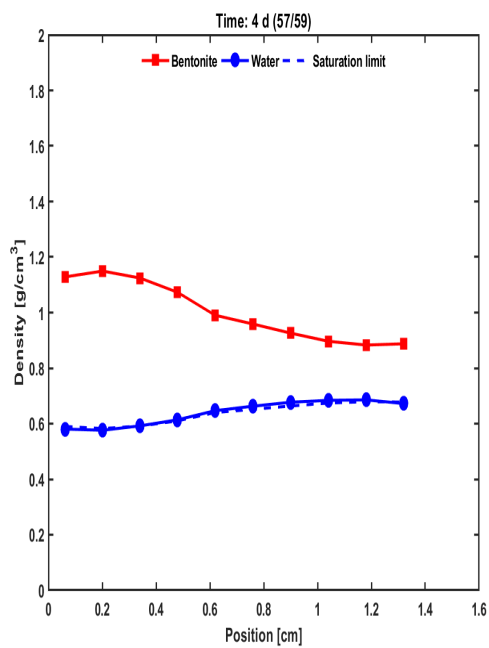
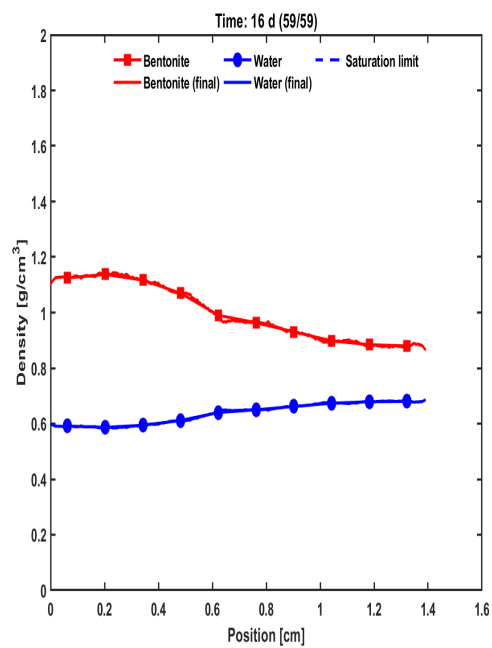
Kuva B.5: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle T6.

(a) Ajanhetki $t \approx 0$ h(b) Ajanhetki $t \approx 2$ h(c) Ajanhetki $t \approx 4$ d(d) Ajanhetki $t \approx 16$ d

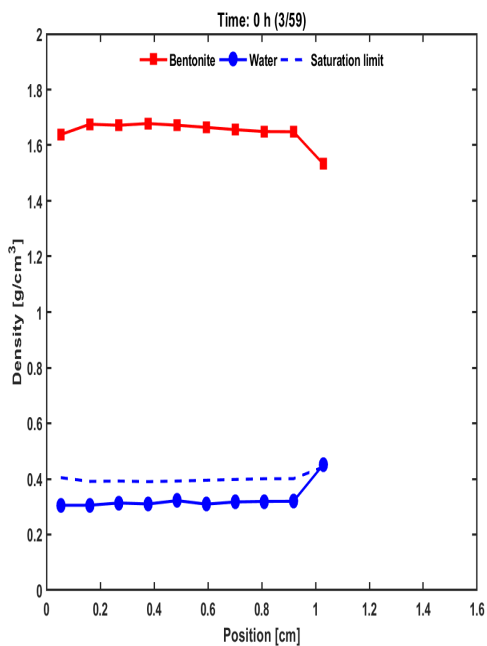
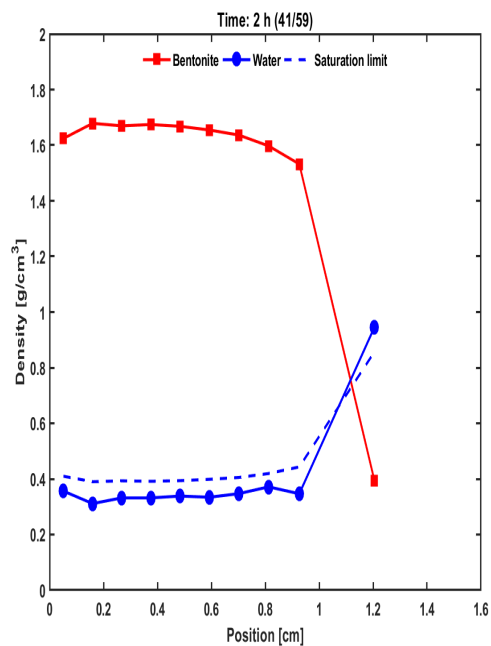
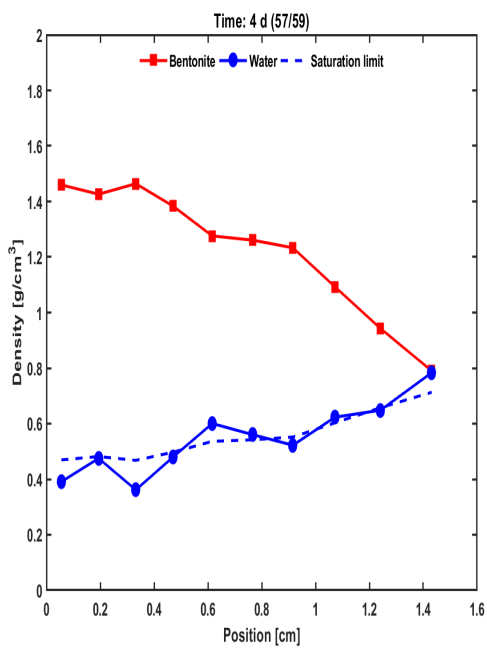
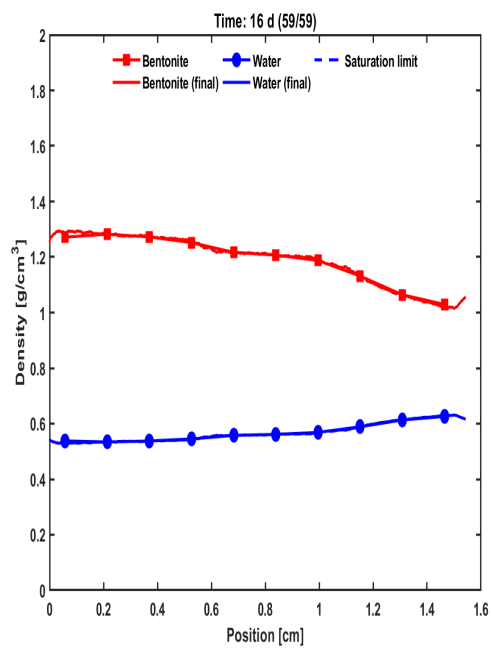
Kuva B.6: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle CaT3.

(a) Ajanhetki $t \approx 0$ h(b) Ajanhetki $t \approx 2$ h(c) Ajanhetki $t \approx 4$ d(d) Ajanhetki $t \approx 16$ d

Kuva B.7: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle CaT4.

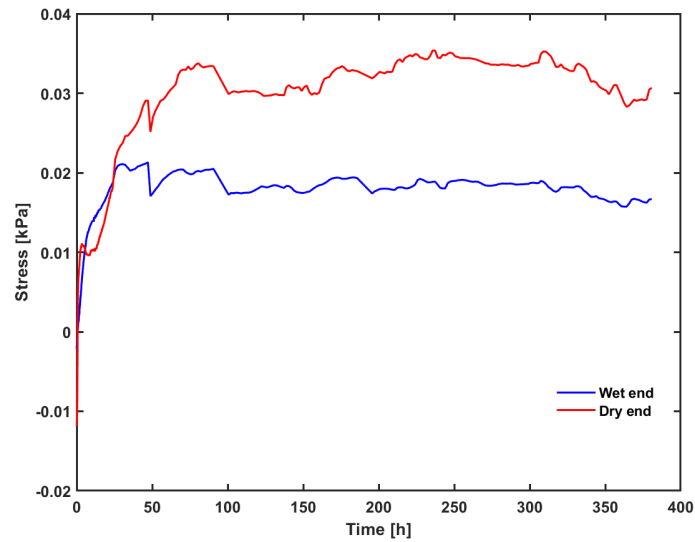
(a) Ajanhetki $t \approx 0$ h(b) Ajanhetki $t \approx 2$ h(c) Ajanhetki $t \approx 4$ d(d) Ajanhetki $t \approx 16$ d

Kuva B.8: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle NaT3.

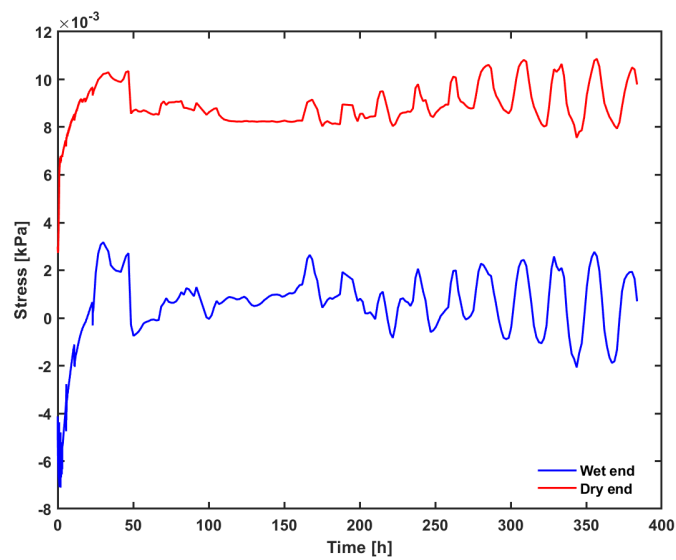
(a) Ajanhetki $t \approx 0$ h(b) Ajanhetki $t \approx 2$ h(c) Ajanhetki $t \approx 4$ d(d) Ajanhetki $t \approx 16$ d

Kuva B.9: Kuten kuva B.1, mutta näytteelle NaT4.

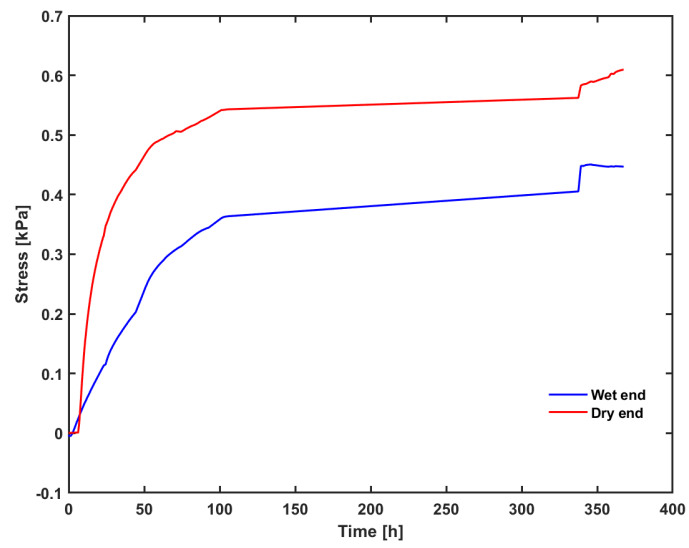
C Liite: Painedata



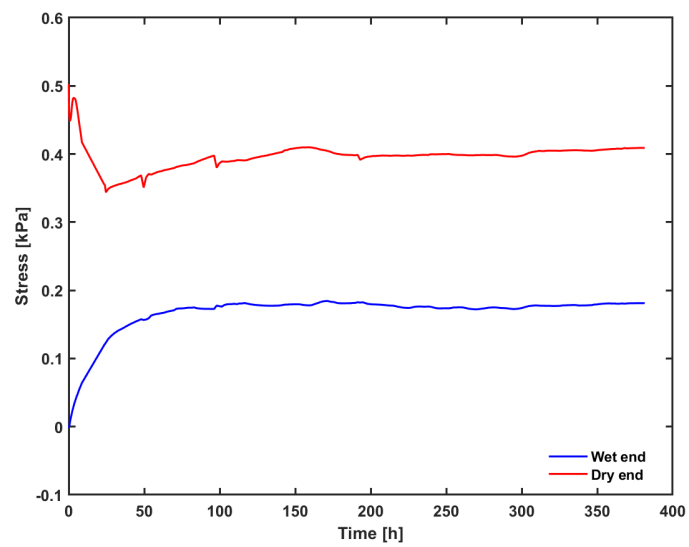
Kuva C.1: Näytteen T2 paineen käyttö näytteen ylä- ja alapäässä ajan funktiona. Kuvaajan punainen käyrä on näytteen alapään kokema paine ja sininen käyrä näytteen yläpään. Näytteen kastelu tapahtuu näytteen yläpäästä.



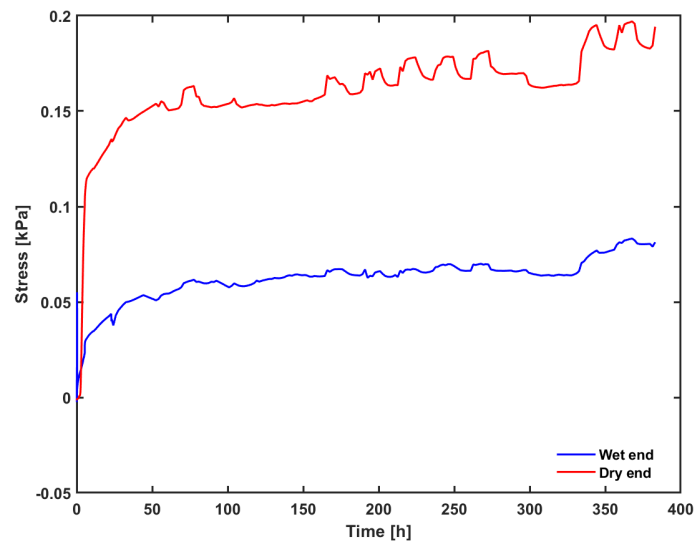
Kuva C.2: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle T3.



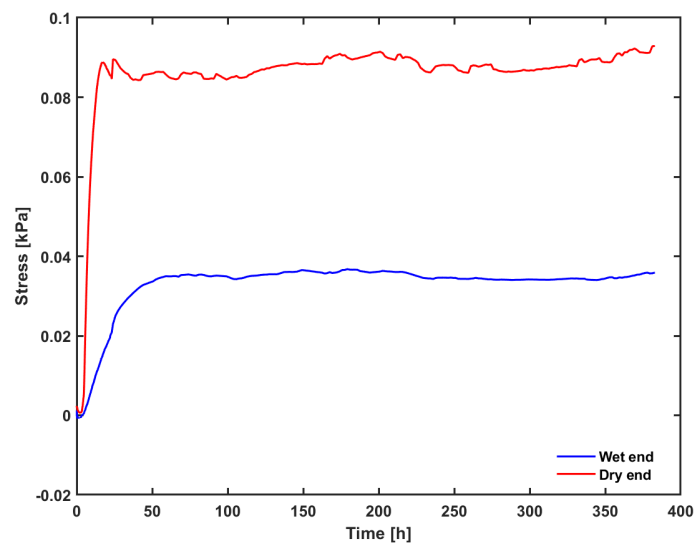
Kuva C.3: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle T4.



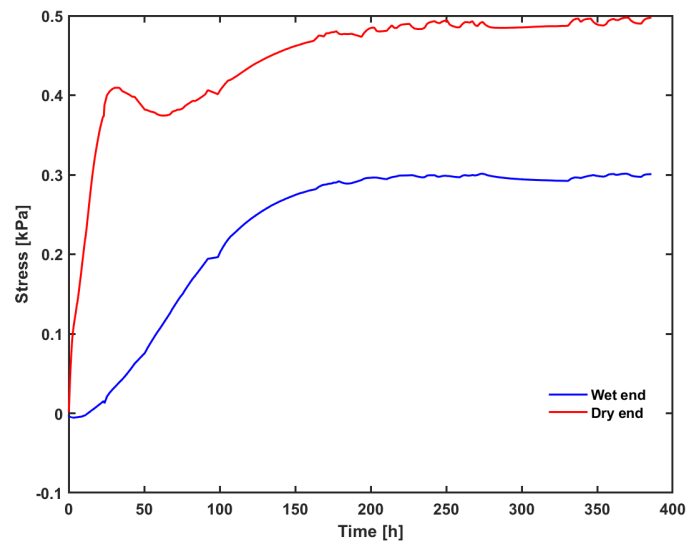
Kuva C.4: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle T5.



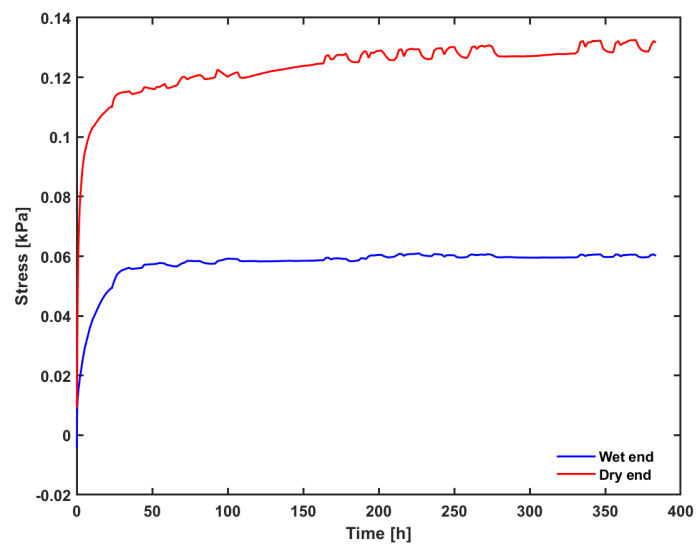
Kuva C.5: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle T6.



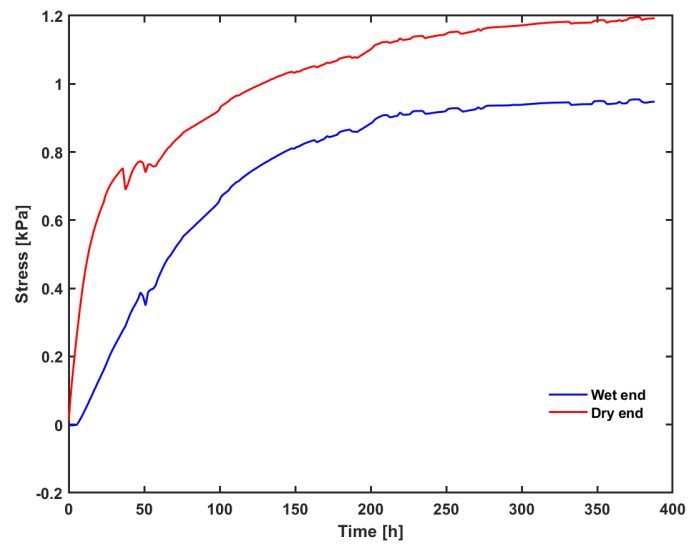
Kuva C.6: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle CaT3.



Kuva C.7: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle CaT4.



Kuva C.8: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle NaT3.



Kuva C.9: Kuten kuva C.1, mutta näytteelle NaT4.