Bentoniitin elastoplastisten ominaisuuksien määrittäminen

Topi Kääriäinen

26. helmikuuta 2016

Pro gradu -tutkielma
Ohjaaja: Markku Kataja
Jyväskylän yliopisto
Fysiikan laitos

Kiitokset

Haluaisin enimmäiseksi kiittää ohjaajaani Markku Katajaa soveltavasta ja käytännön läheisestä pro gradu -tutkielman aiheesta. Aihepiiri auttoi avartamaan, miten fysiikan osaamista voi tarvita hyvinkin erilaisilla aloilla. Lisäksi kiitän työryhmän henkilöitä rennosta ja mukavasta ilmapiiristä sekä perhettäni ja ystäviäni tuesta ja kannustuksesta opinnoissani.

Tiivistelmä

Suomen energiantuotannossa käytetään paljon ydinvoimaa, jonka haittapuolena on siitä syntyvä ydinjäte. Ydinjätteen loppusijoituksessa olevat kuparikapselit, jotka sisältävät ydinjätettä, on tarkoitus eristää ja tukea kallioperästä bentoniitilla. Bentoniitti on luonnonsavea, joka sisältää tiettyjä mineraaleja. Tarkoituksena on hankkia tietoa, jonka avulla voidaan tutkia ja ennustaa bentoniitin kestävyyttä loppusijoituskonseptissa. Tämän työn taustalla on erikoistyössä aloitettu bentoniitin elastoplastisten ominaisuuksien mittaamisella yksiulotteisten puristuskokeiden osalta. Tämän pro gradu -tutkielman tarkoituksena oli jatkaa mittauksia laajentamalla bentoniitin elastoplastisten ominaisuuksien määrittämistä hydrostaattisilla puristuskokeilla ja jatkaa erikoistyössä saatujen tuloksien analysoimista.

Yksiulotteisista ja hydrostaattisista puristuskokeista saaduille jännitys-myötymäkäyrille tehtiin funktiosovitukset. Elastisista haaroista määritettiin P-aaltomoduulin arvoja ja tilavuusmoduulin arvoja, joille tehtiin funktiosovitukset. Edelleen pystyttiin määrittämään Poissonin suhteelle funktio moduuleille määritettyjen funktiosovitusten avulla. Mittaustulosten perusteella Poissonin suhteelle ν saatiin arvojoukoksi $-0{,}2 \leq \nu \leq 0{,}55$ teoreettisen alarajan ollessa -1 ja ylärajan ollessa $\frac{1}{2}$.

Mittausten onnistumisesta voidaan mainita, että yksiulotteisen puristuskokeidein mittaamisessa ei ollut ongelmia. Käytetyn menetelmän avulla mittaussarjat olivat toistettavissa. Hydrostaattisten mittausten mittalaitteen kanssa ilmenneiden ongelmien takia saadut tulokset kärsivät. Todennäköisin syy Poissonin suhteen funktion laatuun oli hydrostaattisten mittausten mittauslaitteisto.

Sisältö

1 Johdanto **1**

2 Bentoniitin ominaisuuksia **2**
2.1 Natrium- ja kalsiummontmorilloniitti 2
2.2 Käyttökohteita 4

3 Teoreettiset lähtökohdat **6**
3.1 Elastisuus ja plastisuus käsitteenä 6
3.1.1 Muodonmuutostensori 8
3.1.2 Venymä 9
3.1.3 Youngin moduuli, P-aaltomoduuli ja tilavuusmoduuli . 10
3.1.4 Poissonin suhde 10

4 Kokeelliset menetelmät **13**
4.1 Bentoniittinäytteen kosteuden ja tarvittavan määrän määrittäminen 13
4.2 Mittalaitteet 14
4.2.1 Yksiulotteinen puristuskoe 14
4.2.2 Tilavuuden muutoksen mittaamisessa käytetty mittauslaitteisto 16
4.3 Näytteiden valmistus 19
4.4 Mittaukset 22
4.5 Virhelähteet ja suuruusarviot 24

5 Mittaustulosten analysoiminen **29**
5.1 Mittaustulosten esianalysointi 29
5.2 Funktiosovitukset 31
5.3 Poissonin suhde 32

6 Tulokset **33**
6.1 Mittaustulokset ja sovitukset 33
6.1.1 P-aaltomoduuli ja tilavuusmoduuli 33
6.1.2 Poissonin suhde 38

7 Johtopäätökset **41**

1 Johdanto

Sähköntuotannossa käytetään paljon ydinvoimaloita. Ydinvoiman haittapuolena sen tehokkuuteen nähden on syntyvä ydinjäte. Suomen säädökset kieltävät kotimaassa tuotetun ydinjätteen viemisen ulkomaille, joten loppusijoituskonseptin suunnitteleminen ja toteuttaminen on välttämätöntä. Tämänhetkisen suunnitelman mukaan ydinjäte on tarkoitus säilöä kuparikapseleihin ja sijoittaa kallioperään. Kuparikapselit tuetaan ja eristetään kallioperästä bentoniilla, joka on valittu sen turpoamisominaisuuksiensa takia sekä oletettavasti muitten puskurimateriaalille asetettujen vaatimusten täyttymisen vuoksi. Bentoniitti on luonnossa syntynyttä savea, joka sisältää dominoivasti smekttiittiryhmän mineraaleja kuten natriumia, kaliumia tai kalsiumia.

Bentoniitin soveltuvuutta tutkitaan edelleen ydinjätteen loppusijoituskonseptissa. Vielä on epäselvää kestääkö bentoniitti pitkiä aikoja kallioperässä. Tutkimusta bentoniitin parissa tehdään muun muassa Jyväskylän yliopistossa röntgentomografialla. Jyväskylän yliopiston fysiikan laitos kuuluu KYT2014-projektiin (kansallinen ydinjätehuollon tutkimusohjelma), jonka tarkoituksena on varmistaa ydinteknistä asiantuntemusta mm. ydinjätehuollon alalla. Fysiikan laitoksen tutkimusprojektina on bentoniitin fenomenologinen THM-mallinnus (Thermo–Hydro–Mechanical), mikä on myös BOA-konsortion (bentoniittipuskurin ominaisuuksien arviointi) osahanke.

Tämän työn osalta on tarkoitus analysoida aiemmin tehtyjen 1D-puristuskokeiden tuloksia, mitata ja tutkia hydromekaanisia ominaisuuksia hydrostaattisilla puristuskokeilla. Työ etenee esittelemällä ensin bentoniitin ominaisuuksia. Luvussa kolme käsitellään teoreettisia lähtökohtia plastisuudelle, elastisuudelle, P-aaltomoduulille ja tilavuusmoduulille sekä näitten avulla Poissonin suhdetta. Luvussa neljä käydään läpi mittalaitteet, mittaustapahtumat, näytteiden valmistukset ja virheanalyysit. Seuraavaksi käydään luvussa viisi datan analysoimisessa käytettävät menetelmät ja luvussa kuusi saadut tulokset. Lopuksi luvusta seitsemän löytyy johtopäätökset.

2 Bentoniitin ominaisuuksia

Käydään läpi lyhyesti mitä bentoniitti oikein on. Katsotaan lisäksi muutamia käyttökohteita bentoniitille sen ominaisuuksiin nojautuen.

2.1 Natrium- ja kalsiummontmorilloniitti

Bentoniitti on luonnonsavea, joka kuuluu smektiittien alaluokkaan. Smektiitti on ryhmänimi useille hydraateille. Näitä hydraatteja ovat natrium, kalsium-, magnesium-, litium- ja alumiini silikaatti. Yksittäisten mineraalien nimet ryhmässä ovat natriummontmorilloniitti, saponiitti (magnesiummontmorilloniitti), nontroniitti (rautamontmorillonitti), hektoriitti (litiummontmorilloniitti) ja beidelliitti (alumiinimontmorilloniitti). Kaikista yleisimmin esiintyvät montmorilloniittilajit ovat natrium- ja kalsium pohjaisia. Nimitystä bentoniitti käytetään, jos savi sisältää dominoivasti smektiiliryhmän mineraaleja riippumatta niiden alkuperästä. [1] Rakennekaava montmorilloniitille on usein annettu muodossa [2]

$$\mathrm{M}^{+}_{0.33}\left(\mathrm{Al}_{1.67}\mathrm{Mg}_{0.33}\right)\mathrm{Si}_4\mathrm{O}_{10}\left(\mathrm{OH}\right)_2 \cdot \mathrm{nH}_2\mathrm{O},$$

missä M^{+} edustaa vaihdettavia kationeita kuten natriumia Na^{+}, kaliumia K^{+} ja kalsiumia Ca^{2+}.

Yleisimmin esiintyvät montmorilloniittilajit ovat natrium- ja kalsiummontmorilloniitti. Natriummontmorilloniiti sisältää hyvin pieniä ja ohuita hiutaleita, jotka tekevät bentoniittimateriaalin ominaispinta-alasta hyvin suuren. Ominaispinta-ala yhdessä korkean pintavarauksen kanssa antaa natriummontmorilloniitille hyvän turpoamisominaisuuden. Turpoaminen voi olla suuruudeltaan jopa $10-15$ kertaista natriummontmorilloniitin jouduttua kosketuksiin veden kanssa. Natriummontmorilloniitin ja hektoriitin viskoottinen käyttäytyminen on tiksotrooppista. Tiksotropialla tarkoitetaan viskoottista ominaisuutta, jossa materiaalin viskositeetti pienenee ajan funktiona. Käytännössä tämä yleensä tarkoittaa materiaalin ohenemista sitä sekoitettaessa. [1, 3]

Kalsiummontmorilloniitilla on suurempi partikkelikoko, jolloin sillä on

pienempi ominaispinta-ala ja heikompi varaustenvaihtokapasiteetti kuin natriummontmorilloniitilla. Tämä puolestaan johtaa siihen, että turpoamisen suuruusluokka jää $2-3$ kertaluokan välille. Myös viskositeetti on pienempi kalsiummontmorilloniitilla. Ominaisuuksia on mahdollista parantaa sekoittamalla kalsiummontmorilloniittia natriummontmorilloniitin kanssa, mutta ominaisuudet eivät kuitenkaan yllä puhtaan natriummontmorilloniitin tasolle. Taulukossa 1 on listattuna vielä eräitä bentoniitin tärkeimpiä ominaisuuksia. [1]

Taulukko 1: Eräitä bentoniitin keskeisimpiä ominaisuuksia. [1]

Korkea pintavaraus
Keskitasosta korkeaan oleva kationeiden vaihtokapasitettii
Hyvin pieni partikkelikoko
Suuri ominaispinta-ala
Korkea sorptinen kapasiteetti
Suuri viskositeetti
Tiksotrooppisuus
Hyvin matala permeabiliteetti
Keskitasosta korkeaan oleva turpoamiskyky
Plastisuus

2.2 Käyttökohteita

Teollisuudessa käytetään pääsääntöisesti natrium-, kalsiummontmorilloniittia ja hektoriittia. Bentoniitin erittäin hyvä kyky sitoa nestettä, turpoaminen sekä viskoottiset ominaisuudet tekevät siitä erittäin monipuolisen käytettävyydeltään. Ensimmäisenä sovelluksena mainittakoon porausnesteenä käyttäminen. Porausnesteessä oleellisena ainesosana on natriummontmorilloniitti. Porausnesteen tarkoituksena on poistaa maaperän porauksissa leikkuujätettä, voidella ja viilentää poranterää sekä muodostaa läpäisemätön suodattava kerrostuma porattavan reiän seinämille. Suodattimen tarkoituksena on estää porausnesteen sekoittumista muihin maaperässä oleviin nesteisiin. Natriummontmorilloniitin korkea viskositeetti mahdollistaa leikkuujätteen siivoamisen. Erityisesti sen tiksotrooppinen viskositeetin käyttäytyminen tekee siitä erittäin käyttökelpoisen. Porauksen lopetettaessa natriummontmorilloniitti jämähtää paikalleen, jolloin se estää leikkuujätteen pääsemistä porausreiän pohjalle ja jähmettymästä porausterään. Porausten jatkuessa tiksotroppisen luonteensa ansiosta bentoniitti muuntuu takaisin nestemäiseksi ja virtaavaksi. [1]

Bentoniitin ominaisuus sitoa itseensä paljon nestettä tekee siitä paljon käytetyn absorbaattorin. Sitomiskyky perustuu bentoniitin korkeaan pintavaraukseen sekä suureen ominaispinta-alaan. Monet kalsiumpohjaiset bentoniitit voi sitoa itseensä jopa 100 % vettä verrattuna kuivamassaan ja 80 % painostaan öljyä. Tämän vuoksi bentoniittia käytetään sitomaan itseensä öljyä ympäristöstä ja monien teollisten prosessien absorbaattorina. [1]

Turpoamiskyky on natriummontmorilloniitilla erittäin hyvä. Tätä ominaisuutta käytetään hyväksi eristämistarkoituksessa ja itsepaikkaavana materiaalina. Yksi tutkimusalue bentoniitin tutkimuksessa on sen suunniteltu käyttö ydinjätteen loppusijoituksessa. Kuparikapseleihin sinetöity ydinjäte loppusijoitetaan yli 400 m syvyyteen kallioperään. Kuparikapselin ja kallioperän väliin on tarkoitus laittaa bentoniittia tukiaineeksi.

Bentoniitin hyvä turpoamiskyky pitää kuparikapselin suojassa mahdolliselta kallioperän liikehdinnältä. Kallioperään mahdollisesti muodostuvia halkeamia bentoniitti pystyy korjaamaan turpoamisellaan, jolloin se toimii myös

itsepaikkaavana materiaalina. Alhaisen vedenjohtavuuden takia bentoniitti estää veden pääsyn kuparikapselin lähelle. Bentoniitti auttaa hidastamaan radioaktiivisen ydinjätteen pääsyä kallioon kuparikapselin mahdollisessa vuototilanteessa. [4]

3 Teoreettiset lähtökohdat

Tässä työssä on tarkoituksena analysoida yksiulotteisen puristuskokeen mittaustuloksia. Lisäksi mittauksia laajennettiin hydrostaattisilla mittauksilla, joissa mitattiin tilavuuden muutosta. Käydään läpi hieman asioita liittyen elastiseen ja plastiseen muodonmuutokseen.

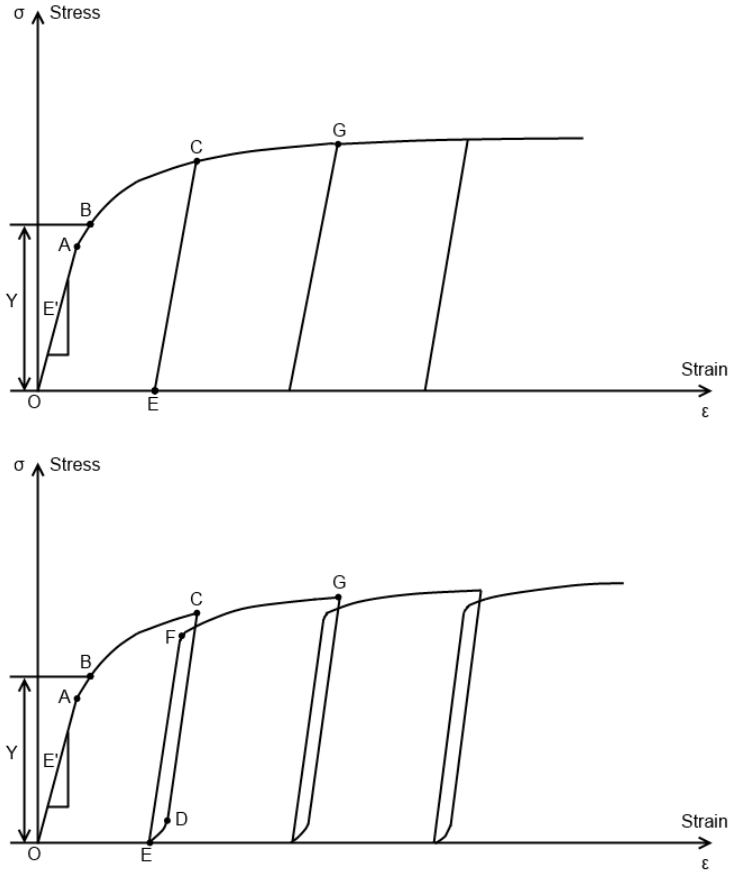
3.1 Elastisuus ja plastisuus käsitteenä

Materiaaliin kohdistuessa tarpeeksi suuria voimia tai lämpötiloja, voi sen muoto poiketa alkuperäisestä eli deformoitua. Muodonmuutos jaetaan palautumattomaan (irreversiibeliin) plastiseen ja palautuvaan (reversiibeliin) elastiseen prosessiin. Ajatellaan metallitankoa, jota taivutetaan molemmista päistä. Jos kohdistettu voima ei ole liian iso, niin tanko palautuu takaisin muotoonsa. Taivuttamiseen käytetyn voiman ollessa riittävän suuri metallitanko taipuu ja se jää taipuneeksi. Tangon palautuessa takaisin muuttoonsa on kyse elastisesta muodonmuutoksesta. Jos tanko ei palaudu ja jää taipuneeksi, on tapahtunut plastinen muodonmuutos.

Yleensä muodonmuutokseen liittyvät kuvaajat esitetään jännitys-myötymäkuvaajien avulla. Jännitys-myötymäkäyrän alkuvaiheessa (kuva 1) esiintyy lineaarinen elastinen osa, joka noudattaa Hooken lakia. Elastinen osa kuitenkin jatkuu hivenen lineaarisen osan jälkeen ennen myötörajan (yield point) saavuttamista. Tämä osa elastisesta osasta ei ole enää Hooken lain mukainen ja on hyvin pieni alue. Myötöraja kuvaa rajaa, jossa elastinen käyttäytyminen muuttuu plastiseksi eli muodonmuutokset ovat pysyviä. Myötörajaa vastaavaa jännitysvoimaa kutsutaan myötöjännitykseksi (yield stress). Myötöraja kuvataan yleensä teräväksi epäjatkuvaksi pisteeksi, joka muodostetaan Hooken alueen suoran ja hieman myötöpisteen yläpuolelta otetun tangentin leikkauspisteenä. [7]

Plastisella alueella oltaessa voidaan prosessi ikään kuin aloittaa uudestaan, mikä tapahtuu pudottamalla jännitys nollaan ja nostamalla se takaisin. Kuvaajassa tämä tarkoittaa muodostuvaa hystereesi-ilmiötä eli laskuja nousuosa eivät mene päällekkäin (toisin kuin ideaalisessa tapauksessa). Käyttäytymistä on esitetty kuvassa 1, missä näkyy ideaalinen ja realistinen

käyttäytyminen. Kuvaaja on tyypillinen jännitys-myötymäkäyrä metalleille.



Kuva 1: Ylemmässä kuvaajassa on esitettynä teoreettinen käyttäytyminen jännitys-myötymäkäyrälle. Alempi kuvaaja puolestaan kuvaa realistisempaa ja tyypillistä kuvaajaa metalleille. Kuvaajissa Y on myötöjännitys, A on Hooken lain eli lineaarisen osan E' raja ja B on elastisen alueen loppupiste. Pisteet C ja G ovat plastisen osan pisteitä, joista tehdään jännityksen laskeminen nollaan ja uudelleen jännityksen takaisin kasvattaminen. Tästä muodostuu hystereesi-ilmiö, mikä näkyy pisteiden $CDEF$ muodostamasta lenkistä. Ideaalisessa tapauksessa ei hystereesi-ilmiötä tapahdu, mikä on esitettynä ylemmässä kuvaajassa haarana CE/EC. [7]

3.1.1 Muodonmuutostensori

Elastisissa muodonmuutoksissa puhutaan hyvin pienistä muodonmuutoksista, jotka ovat reversiibelejä prosesseja. Muodonmuutostensori esitettynä komponenttimuodossa on [6]

$$u_{ik} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} + \sum_l \frac{\partial u_l}{\partial x_i}\frac{\partial u_l}{\partial x_k}\right), \tag{1}$$

missä $u_i = x_i' - x_i$ deformoituneen x_i' ja deformoitumattoman x_i tilan vektorien muodostamien paikkavektorien muodostama siirtymävektori u_i. Kun puhutaan pienistä muodonmuutoksista, niin kahden pienen muodonmuutoksen tulo on hyvin pieni. Approksimoimalla yhtälöstä (1) termi

$$\sum_l \frac{\partial u_l}{\partial x_i}\frac{\partial u_l}{\partial x_k} \approx 0, \tag{2}$$

jolloin saadaan pieni muodonmuutostensori

$$u_{ik} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i}\right). \tag{3}$$

Oletetaan, että materiaali on luonteeltaan isotrooppisia eli sen ominaisuudet ovat samat suunnasta riippumatta. Tällöin on mahdollista Helmholzin vapaan energian kautta johtaa jännitystensorin komponenteille σ_{ik} lauseke [6]

$$\sigma_{ik} = K\delta_{ik}\sum_{l=1}^{3} u_{ll} + 2\mu\left(u_{ik} - \frac{1}{3}\delta_{ik}\sum_{l=1}^{3} u_{ll}\right), \tag{4}$$

missä K on tilavuusmoduuli, δ on Kroneckerin delta ja μ on leikkausmoduuli. Laskemalla diagonaalialkioitten summa (eli matriisin jälki) yhtälöstä (4) saadaan ratkaistua

$$\sum_{l=1}^{3} u_{ll} = \frac{\sum_{l=1}^{3}\sigma_{ll}}{3K}. \tag{5}$$

Edellä olevan yhtälön (5) perusteella voidaan ilmoittaa muodonmuutostensorin komponentit u_{ik} jännityksen σ_{ik} ja kertoimien K ja μ avulla. Tämä tapahtuu sijoittamalla yhtälö (5) yhtälöön (4) ja ratkaisemalla tästä

$$u_{ik} = \frac{1}{9K}\delta_{ik}\sum_{l=1}^{3}\sigma_{ll} + \frac{1}{2\mu}\left(\sigma_{ik} - \frac{1}{3}\delta_{ik}\sum_{l=1}^{3}\sigma_{ll}\right). \tag{6}$$

3.1.2 Venymä

Kappaleen muotoa voidaan muuttaa riittävän suurilla voimilla. Kuitenkaan ei ole yksikäsitteistä miten muodonmuutos tulisi mitata tai määritellä, mikä toimisi yleisesti. Tämän takia muodonmuutosmitta voidaan valita useammalla eri tavalla kuvaamaan joitain tiettyjä ominaisuuksia paremmin kuin toiset. Tyypillisimmin venymä ϵ_e määritellään [5]

$$\epsilon_e = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0}, \tag{7}$$

missä Δl on pituuden muutos lopputilan pituudesta l verrattuna alkuperäiseen pituuteen l_0. Toisaalta venymä voidaan määritellä myös, kun Δl lähestyy differentiaalisen pientä muutosta $\mathrm{d}l$. Tällöin määritelmä (7) saadaan muotoon [5]

$$\mathrm{d}\epsilon_l = \frac{\mathrm{d}l}{l}, \tag{8}$$

mistä integroimalla kappaleen todellisen pituuden yli alkuperäisestä pituudesta l_0 lopulliseen pituuteen l saadaan

$$\epsilon_l = \int_{l_0}^{l}\frac{\mathrm{d}l}{l} = \ln\frac{l}{l_0} = \ln\frac{l - l_0 + l_0}{l_0} = \ln(1 + \epsilon_e). \tag{9}$$

Tällä tavoin määriteltyä venymää (8) sanotaan luonnolliseksi venymäksi tai logaritmiseksi venymäksi.

3.1.3 Youngin moduuli, P-aaltomoduuli ja tilavuusmoduuli

Materiaalien ominaisuuksia kuvaamaan on otettu käyttöön erilaisia suureita. Edellä selitettyyn elastisiin ominaisuuksiin on otettu käyttöön niin sanottu kimmokerroin eli Youngin moduuli. Youngin moduuli E määritellään

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon}, \tag{10}$$

missä σ on jännitys ja ϵ on venymä määritelmän (7) mukainen. Youngin moduuli kuvaa aineen kimmokerrointa, mikä määritetään elastisen osan kulmakertoimena. Jos elastiset ominaisuudet määritellään tilanteessa, jossa muodonmuutos on sallittu vain yhdessä dimensiossa, niin kyseessä on P-aaltomoduuli. P-aaltomoduuli M määritellään

$$M = \frac{\sigma_{zz}}{\epsilon_{zz}}, \tag{11}$$

missä kaikki ristitermit eli leikkausjännitykset ovat nollia.

Tilavuusmoduulin K määritelmä ei idealtaan eroa aikaisemmista. Nyt ilmaistaan paineen muutosta tilavuuden suhteellisen muutoksen suhteen. Materiaalin muodonmuutosta mitataan hydrostaattisessa puristuksessa, jossa materiaaliin kohdistetaan painetta sen ollessa nesteessä. Tällöin paineen muutos saa aikaan materiaalissa mahdollisen muodonmuutoksen ja tilavuuden muutoksen. Tilavuusmoduuli määritellään

$$K = -V\frac{\mathrm{d}p}{\mathrm{d}V} = \rho\frac{\mathrm{d}p}{\mathrm{d}\rho}, \tag{12}$$

missä p on paine, V on tilavuus ja ρ on tiheys.

3.1.4 Poissonin suhde

Materiaalia venytettäessä muuttuu kappaleen muoto myös muissakin suunnissa kuin venytyssuunnassa. Tätä varten on otettu kuvaamaan Poissonin suhde ν, joka määritellään poikittaissuuntaisen venymän ϵ_t suhde aksiaali-

sessa suunnassa tapahtuvaan venymään ϵ_l eli

$$\nu = -\frac{\epsilon_t}{\epsilon_l}. \tag{13}$$

Ajatellaan tilannetta, jossa sauvaa venytetään päistä z-akselin suuntaisesti. Tällöin vain sauvan päihin kohdistuu jännitys σ_{zz}. Nyt jännitystensorin u komponentit voidaan laskea yhtälön (6) avulla, jolloin matriisimuodossa saadaan

$$u = \begin{pmatrix} -\frac{1}{3}\left(\frac{1}{2\mu} - \frac{1}{3K}\right) & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{1}{3}\left(\frac{1}{2\mu} - \frac{1}{3K}\right) & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{3}\left(\frac{1}{\mu} + \frac{1}{3K}\right) \end{pmatrix} \sigma_{zz}. \tag{14}$$

Sauvan symmetrian nojalla on $u_{xx} = u_{yy}$, joten Poissonin suhteeksi saadaan

$$\nu = -\frac{u_{xx}}{u_{zz}} = -\frac{u_{yy}}{u_{zz}} = -\frac{-\frac{1}{3}\left(\frac{1}{\mu} - \frac{1}{3K}\right)\sigma_{zz}}{\frac{1}{3}\left(\frac{1}{2\mu} + \frac{1}{3K}\right)\sigma_{zz}} = \frac{3K - 2\mu}{2\left(3K + \mu\right)}. \tag{15}$$

Koska leikkausmoduuli μ ja tilavuusmoduulin K on aina oltava positiivisia, saadaan Poissonin suhteelle yhtälöstä (15) alarajaksi -1 (kun $\mu = 0$) ja ylärajaksi $\frac{1}{2}$ (kun $K = 0$). Kuitenkin arvot ovat tyypillisesti välillä $\frac{1}{5} \leq \nu \leq \frac{1}{2}$. [6, 8]

Moduuleista P-aaltomoduulin tapauksessa käytetään tilannetta, jossa sauvaa puristetaan kasaan estäen radiaalinen muodonmuutos. Radiaalisen muodonmuutoksen estyessä on $u_{xx} = u_{yy} = 0$. Nyt yhtälöä (4) käyttäen saadaan σ_{zz} komponentiksi

$$\sigma_{zz} = Mu_{zz} = \left(K + \frac{4}{3}\mu\right) u_{zz}, \tag{16}$$

missä $M = K + \frac{4}{3}\mu$ on P-aaltomoduuli määritelmän (11) mukaisesti. Käyttämällä edellä laskettua P-aaltomoduulia (16) sekä ilmoittamalla

$$\mu = \frac{3}{4}\left(M - K\right) \tag{17}$$

voidaan Poissonin suhde ilmaista tilavuusmoduulin K ja P-aaltomoduulin M avulla. Sijoittamalla leikkausmoduuli μ yhtälön (17) muodossa Poissonin suhteen yhtälöön (15) saadaan

$$\nu = \frac{3K - M}{3K + M}. \tag{18}$$

4 Kokeelliset menetelmät

Tässä luvussa käydään läpi käytetyt mittalaitteet P-aaltomoduulin ja tilavuusmoduulin mittaamiseen sekä näytteitten valmistuksessa käytetyt menetelmät. Lisäksi käsitellään mittauksissa aiheutuvia virhelähteitä, niiden suuruuksia ja vaikutuksia mittauksiin.

4.1 Bentoniittinäytteen kosteuden ja tarvittavan määrän määrittäminen

Bentoniitin kosteussuhde η voidaan määrittää samaa vertailutilavuusyksikköä kohti seuraavasti:

$$\eta = \frac{m_w}{m_0} = \frac{m - m_0}{m_0} = \frac{m}{m_0} - 1, \tag{19}$$

missä m_w on bentoniitin sisältävän veden massa, m_0 on kuivan bentoniitin massa ja m on vettä sisältävän bentoniitin massa eli $m = m_0 + m_w$. Nyt kosteussuhteen η avulla saadaan yhteys vettä sisältävän bentoniitin tiheydelle ρ ja kuivan bentoniitin tiheydelle ρ_0

$$\begin{aligned} \rho &= (1 + \eta)\, \rho_0 \\ \frac{m}{V} &= (1 + \eta)\, \rho_0 \\ m &= (1 + \eta)\, \rho_0 V, \end{aligned} \tag{20}$$

missä V on tilavuus. Bentoniitti valmistetaan sylinterin muotoisessa putkessa, jolloin tilavuus on $V = \pi r^2 h$, missä r on sylinterin säde ja h on korkeus. Tällöin tarvittavan bentoniitin massaksi saadaan

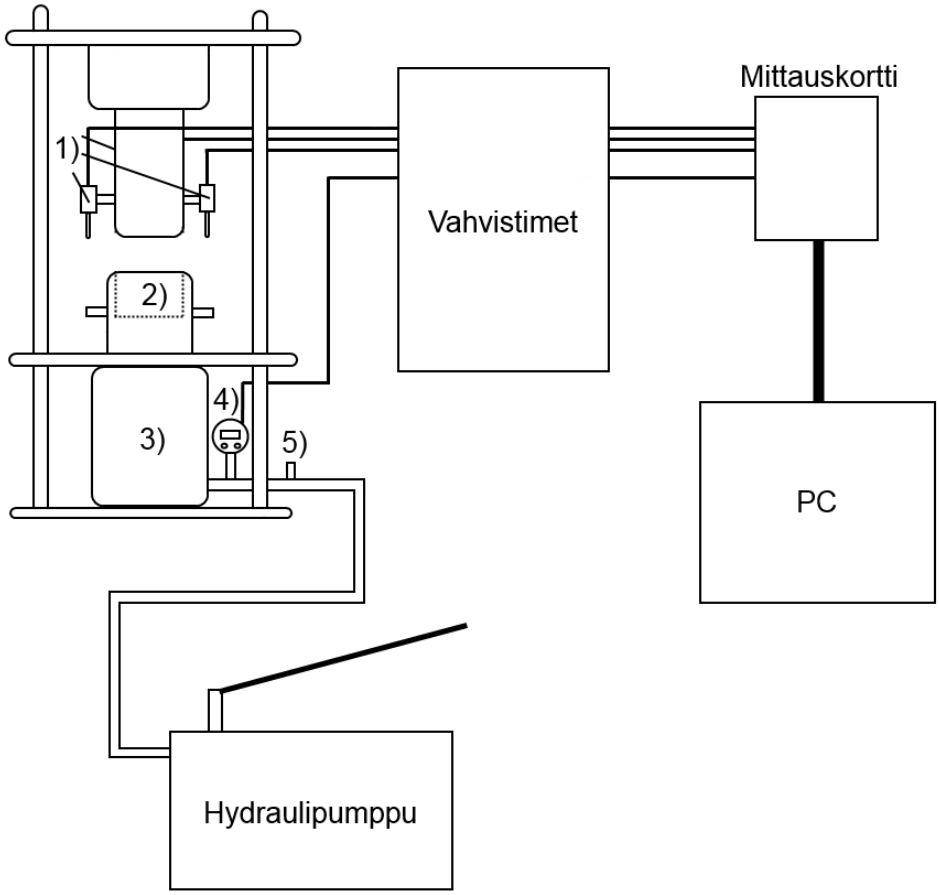
$$m = (1 + \eta)\, \rho_0 \pi r^2 h, \tag{21}$$

kun valitaan tehtävän näytteen korkeus h ja kuivatiheys ρ_0.

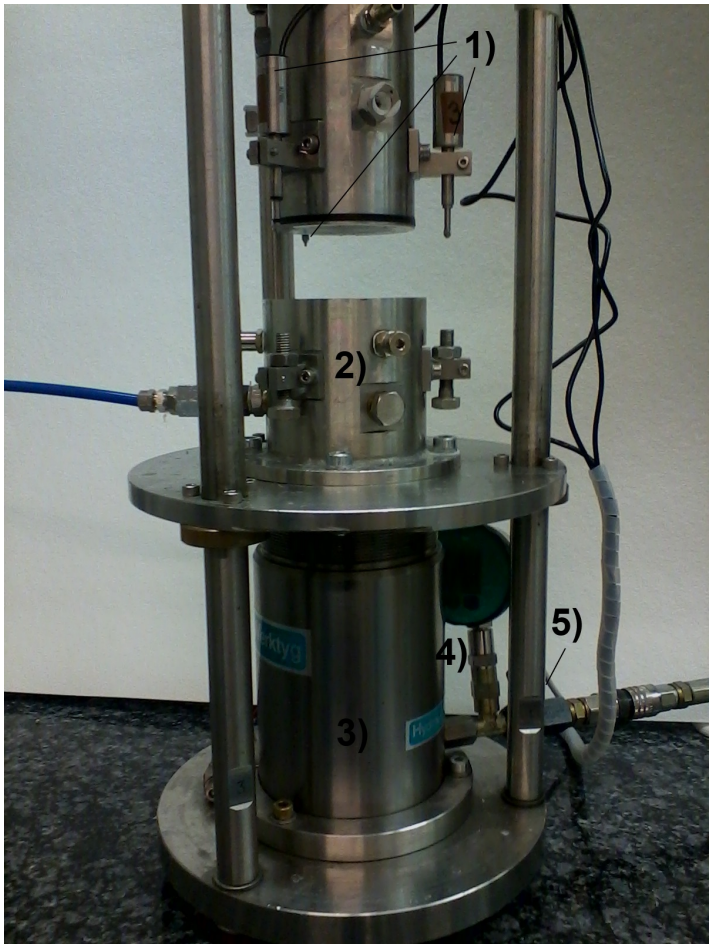
4.2 Mittalaitteet

4.2.1 Yksiulotteinen puristuskoe

Puhdistetun bentoniitin yksiulotteisessa puristuskokeessa käytettiin permeabiliteettilaitteistoa. Mittalaite soveltuu rakenteensa vuoksi myös 1D-puristuskokeisiin. Mittalaite koostuu näytekammiosta, jota voidaan nostaa hydraulisylinterin avulla, paikka-antureista sekä paineanturista. Näytekammio-osa nostetaan hydrauliikan avulla kiinteää osaa vasten, jossa näytteen puristaminen tapahtuu. Näytekammion seinämät estävät näytteen muodonmuutoksen radiaalisuunnassa, jolloin mitattavat elastinen suure on P-aaltomoduuli. Mittalaitteella mitataan näytteen paksuutta ja siihen kohdistuvaa jännitystä (eli painetta). Kuva mittalaitteen kaaviosta on kuvassa 2 ja itse mittalaite on esitettynä kuvassa 3. Tarkempi kuvaus laitteen käyttöönotosta, sensorien kalibraatiosta ja mittaustapahtumista on esitettynä tarkemmin erikoistyössä, jonka osa on liitteessä 1.



Kuva 2: Kaaviokuvassa on esitettynä pääperiaate mittauslaitteistosta 1D-puristuskokeissa. Paikka-anturit 1) ja paineanturi 4) on kytketty vahvistimiin. Vahvistimilta lähdöt on kytketty mittauskortille ja edelleen mittauskortilta tietokoneeseen tiedon keräämistä varten. Hydraulipumpun avulla liikutettiin hydraulisylinteriä 3), joka nostaa näytekammio-osaa 2) ylöspäin. Venttiilillä 5) voitiin laskea painetta hallitummin kuin suoraan hydraulipumpusta mittauksia tehdessä.



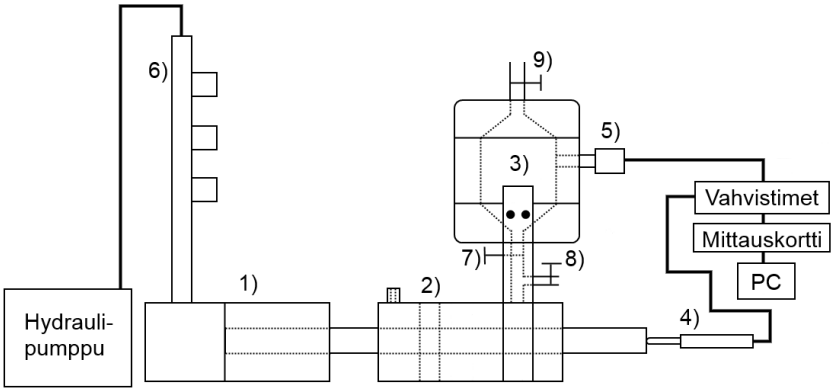
Kuva 3: Kuva käytetystä mittauslaitteistosta bentoniitin elastoplastisten ominaisuuksien määrittämisessä. Mittalaite koostuu 1) paikka-antureista näytteen paksuuden mittaamiseen, 2) näytekammiosta, 3) hydraulisylinteristä, 4) paineanturista ja 5) venttiilistä paineen laskemiseksi, mikä on piilossa runkotolpan takana.

4.2.2 Tilavuuden muutoksen mittaamisessa käytetty mittauslaitteisto

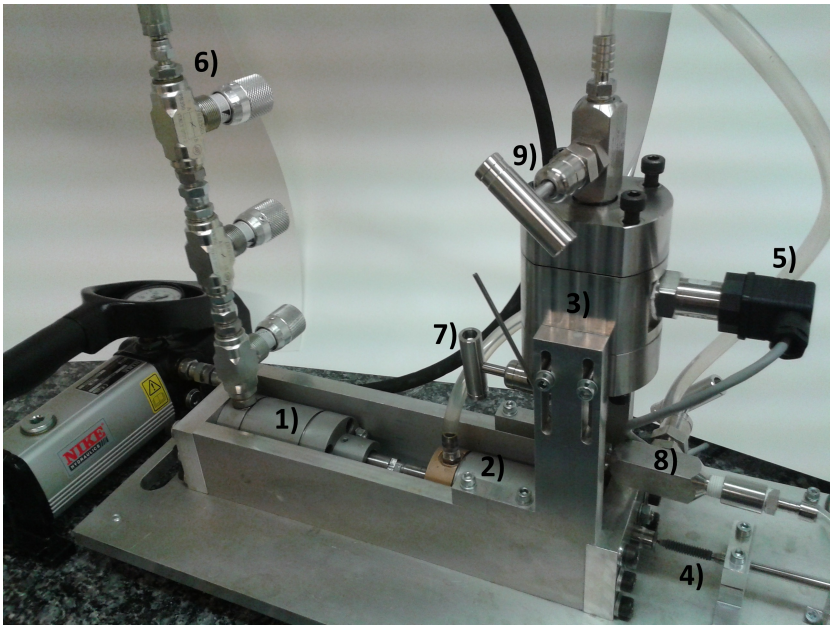
Tässä työssä mittauksia laajennettiin selvittämään puhdistetun bentoniitin tilavuusmoduulin määrittämiseen. Tämä tapahtui mittaamalla näytettä suljetussa näytekammiossa, joka oli täytetty vedellä. Liikuttamalla mäntää pystyttiin kasvattamaan näytekammion painetta, jolloin näytteen tilavuus muut-

tui siihen kohdistuvan hydrostaattisen paineen seurauksesta. Samalla mitattiin männän liikkumaa matkaa paikka-anturin avulla. Tilavuuden muutos pystytään laskemaan tällöin suoraan männän pinta-alan ja paikka-anturin mittaaman paikan muutoksen tulona. Mittalaitteessa käytettiin nesteenä ionivaihdettua vettä. Vesi keitettiin, jotta kaikki ylimääräinen ilma saataisiin poistettua nesteestä. Ilman minimoimiseksi mittalaitteen rakenteesta se purettiin ja kasattiin keitetyn ionivaihdetun veden alla. Tilavuuden muutoksen mittaamisessa käytettävä mittalaitteen kaaviokuva näkyy kuvassa 4a ja mittauslaitteisto kuvassa 4b.

Kyseisessä mittalaitteessa tarvittiin paikka-anturia ja paineanturia. Paikka-anturi kalibroitiin mittaamalla ulostulojännitettä paikan muutoksen funktiona. Sovitettu kalibraatiosuora ja kalibrointimenetelmä löytyvät liitteestä 2. Paineanturina käytettiin Keller PA-25Y/200bar/80087.55 anturia. Hydrostaattista painetta mittaavalle anturille oli hankala tehdä käytännön kalibraatiota ilman varsinaista kalibraattoria. Kalibrointi toteutettiin muodostamalla teoreettinen kalibraatioyhtälö. Tietoina käytettiin paineanturin mittausaluetta $0 - 200$ bar ja virran antoaluetta $4 - 20$ mA. Mittaussysteemit oli toteutettu jännitteen mittauksella, joten paineanturilta lähtevä virta muutettiin jännitteen mittaukseksi mittaamalla jännitettä $500\ \Omega$ vastuksen yli. Vastus oli muodostettu kahdesta $250\ \Omega$ sarjaan kytketystä vastuksesta. Suoritettu kalibraatioyhtälön laskeminen löytyy liitteestä 3. Paineanturin lukema kalibroitiin näyttämään nollaa, kun näytekammion kansi oli auki ja näytekammiossa oli vettä. Mittalaitteen venymä otettiin huomioon mittaamalla laitteen tilavuuden muutosta metallisen, käytännössä kokoon puristumattoman, kappaleen ja suojapussin kanssa. Tarkoituksena oli kumota laitteen venymä sekä suojan aiheuttamat elastiset ominaisuudet tekemällä korjausfunktio mittalaitteen venymästä. Kyseinen kalibrointikuvaaja ja sovitus on nähtävissä liitteessä 4. Koska mäntä liikkuu sylinterin sisässä, asetettiin samalla paikka-anturin nollakohta tähän pisteeseen, josta laitteen venymäkorjausta aloitettiin mittaamaan. Jännitteen mittaamisessa käytettiin National Instruments NI USB-6008 mittauskorttia ja LabVIEW 2011 ver. 11.0 ohjelmistoa. Kuva ohjelman käyttöliittymästä ja rakenteesta näkyvät liitteessä 5.



(a)



(b)

Kuva 4: Kaaviokuva hydrostaattisesta laitteistosta on kuvassa 4a ja kuva mittauslaitteistosta on kuvassa 4b. Hydralipumpulla toimiva hydraulisylinteri 1) liikuttaa vedellä täytetyn sylinterin sisässä olevaa mäntää. Samalla vedellä täytetyn näytekammion 3) paine nousee. Tilavuudenmuutos voidaan määrittää männän liikkeestä paikka-anturin 4) avulla ja painetta mitataan paineanturin 5) avulla. Paikka-anturin ja painemittarin signaalit menevät vahvistimien läpi, signaali mitataan mittauskortilla ja mittaustulokset tallennetaan tietokoneella. Tornimainen rakennelma 6) on mittauksia helpottava hienosäätö paineen hallitsemiseksi. Venttiileillä 7), 8) ja 9) voidaan vesi virtauttaa systeemin läpi ilman poistamiseksi.

4.3 Näytteiden valmistus

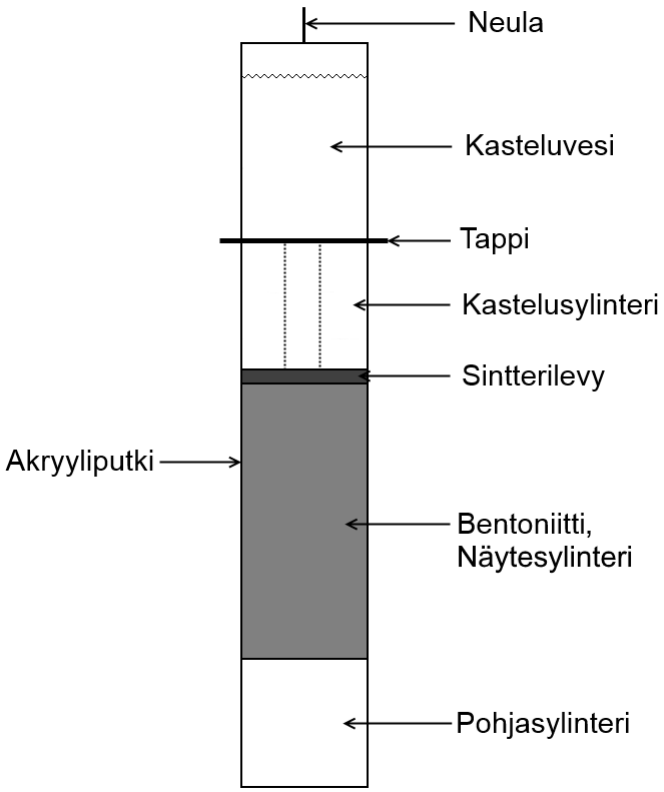
Bentoniitista valmistettavien näytteiden tekeminen oli idealtaan sama kuin 1D-puristuskoikeissa. Näytettä kasteltiin ylhäältä päin sintterilevyn läpi. Kastelua pidettiin yllä noin kaksi viikkoa tai pidempiä aikoja. Yksiulotteisen puristuskokeen näytteiden valmistus on selitettynä yksityiskohtaisemmin osana erikoistyötä (liite 1), mutta käydään kuitenkin vielä hydrostaattisessa puristuksessa valmistettavien näytteiden valmistus tarkemmin läpi.

Mittaukset oli tarkoitus suorittaa eri bentoniitin kosteuspitoisuuksilla. Näytteen valmistaminen alkoi määrittämällä tarvittavan bentoniitin massa. Kun käytettävän bentoniittijauheen kosteussuhde η tunnetaan, valitaan haluttu kuivatiheys ρ_0 ja tehtävän näytesylinterin korkeus h yhtälön (21) mukaan. Tehtävien näytesylinterien korkeus oli pääsääntöisesti $9 - 12$ cm ja valittu kuivatiheys $1000 - 1200\ \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$ välillä. Alkuvalintojen jälkeen tarvittava määrä bentoniittia punnittiin ja laitettiin halkaisijaltaan 3 cm olevaan akryyliputkeen. Tämän jälkeen bentoniitti puristettiin kasaan hydraulisella puristimella haluttuun tiheyteen ja laitettiin kasteluun. Kuivimmat näytteet valmistettiin suoraan bentoniittijauheesta puristamalla. Kaikista kuivimmat tehtiin kuivattamalla bentoniittijauhe uunissa ennen näytteen tekemistä.

Kasteluputken rakenne ja toiminta on idealtaan täysin sama kuin yksiulotteisen puristuskokeen tapauksessa. Putken pohjassa oli umpinainen sylinteri ja yläpuolella oli kastelusylinteri, johon oli porattu reikä kastelemisen mahdollistamiseksi. Koska putken halkaisija oli suhteellisen pieni ja kastelusylinterin kasteluaukko riittävän iso, ei kastelusylinterissä ollut tarvetta käyttää enää kastelu-uria. Välissä oleva sintterilevy itsessään tasoitti kasteluprosessia riittävästi. Näytesylinterin turpoamisen estämiseksi oli kasteluputki puristimella kiinni pöydässä. Kasteluputkeen oli porattu reikä, johon laitettiin tappi estämään kastelusylinterin liike. Pohjasylinteri pysyi tukevasti paikallaan kasteluputken ollessa kiinni pöydässä. Kiristyspantoja käytettiin kasteluputken ympärillä estäen näytesylinterin turpoamista radiaalisuunnassa ja putken mahdollista hajoamista. Näytesylintereitä tehtiin myös niin, että kastelusylinteri pääsi liikkumaan ylöspäin näytteen turpoamisen vaikutuksesta. Saavutettavaan kosteuspitoisuuteen pystyttiin vaikuttamaan valitsemalla eri

kuivatiheys, kasteluajan pituus sekä annettiinko näytteen turvota vai ei kastelun aikana. Kasteluvetenä käytettiin Allard pH 7 vettä. [9] Näytesylinterin kasteluprosessista hydrostaattisia mittauksia varten on esitetty kaaviokuva kuvassa 5 ja kastelutilanne kuvassa 6.

Bentoniitin kastumisen jälkeen näytesylinteri otettiin pois putkesta hydraulisen puristimen avulla. Pois otettaessa bentoniitti työnnettiin saman kokoisesta putkesta tehtyihin näytepitimiin. Näytepitimien ansiosta näytesylinteri pystyttiin leikkaamaan oikean kokoisiksi näytteiksi suhteellisen helposti. Leikkaamisessa käytettiin 0,9 mm paksuista teräslankaa. Näytteet olivat sylinterin muotoisia, joiden mitat olivat korkeudeltaan 3 cm ja halkaisijaltaan 3 cm. Leikkaaminen oli helpompaa osassa näytettä, jossa kosteuspistoisuus oli suurempi. Kuivempien näytteiden leikkausvaiheessa että niiden käsittelemisessä liittyi näytteen hajoamisen riski. Näytteitä saatiin leikattua ehjänä yleensä yhdestä kolmeen kappaletta. Leikattu näyte näytepitimessä näkyy kuvassa 7a. Kuivimman pään mitattavia näytteitä valmistettiin suoraan jauheesta puristamalla. Bentoniittijauhe kuivatettiin ensin uunissa kuivimpia näytteitä varten.



Kuva 5: Kaaviokuva hydrostaattisessa puristuksessa käytettävän näytteen tekemisestä. Akryyliputkessa pohjasylinterin ja kastelusylinterin välissä on bentoniitti kastumassa. Kastumista on tasoittamassa huokoinen sintterilevy kasteluveden ollessa putken yläosassa. Putkeen on tehty reikä ja laitettu tappi estämään kastelusylinterin liikettä, kun akryyliputki on tuettuna paikoilleen puristimella pöytään kiinni. Putken yläosa on tiivistetty nesteen haihtumisen estämiseksi. Ontto neula on laitettu alipaineen syntymisen estämiseksi putken tiivistyksen läpi.

Kuva 6: Yllä olevassa kuvassa on kuvan 5 kaaviokuvan mukainen kastelujärjestelmä. Vaikkei kuvasta käy ilmi, niin putki on puristimella kiinni pöydässä, jolloin estetään pohjasylinteriä liikkumasta. Tappi estää puolestaan kastelusylinterin liikkeen.

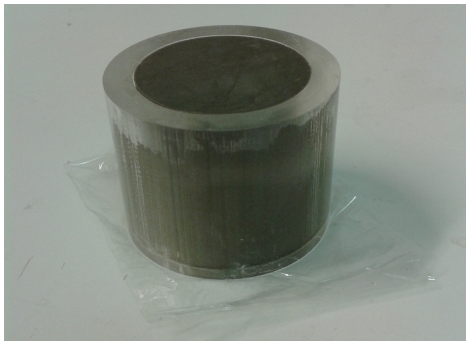
4.4 Mittaukset

Yksiulotteisen puristuskokeen mittaustapahtuma on selitettynä yksityiskohtaisemmin osana erikoistyötä (liite 1), joten käydään läpi vain pääpiirteittäiset vaiheet. Tarkastellaan kuitenkin hydrostaattiset mittaukset yksityiskohtaisemmin läpi. Itse mittaustapahtuma on kuitenkin hyvin vastaavanlainen

kuin 1D-puristuskokeessa.

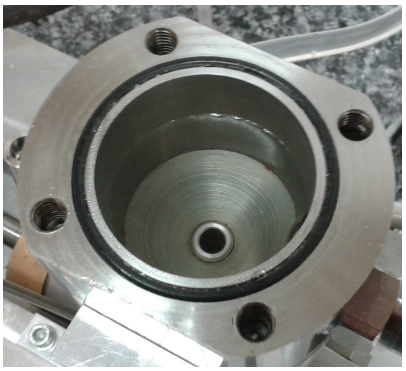
Yksiulotteisessa puristuskokeessa mitattiin näytteen elastoplastisia ominaisuuksia suljetussa tilassa. Suljettu tila esti näytteen muodonmuutoksen radiaalisuunnassa. Näytteet oli 1 cm paksuisia ja 9 cm halkaisijaltaan olevia ”kiekkoja”, jotka asetettiin näytekammioon. Näytettä puristettiin kasaan ja tietyin väliajoin paine laskettiin nollaan ja kasvatettiin takaisin.

Siirrytään seuraavaksi kuvaamaan tarkemmin hydrostaattisen mittauksen työvaiheet ja mittaustapahtuma. Suojattu ja valmiina mittauksiin oleva näyte on esitettynä kuvassa 7b ja näytekammio on kuvassa 7c. Näytekammion sulkemisen jälkeen virtautettiin keitetty ionivaihdettu vesi systeemin läpi venttiileiden 8) ja 9) kautta siten, että virtaussuunta oli venttiililtä 8) kohti venttiiliä 9) (kuva 4b). Venttiileitä pyöriteltiin nopeasti auki ja kiinni ilmauksen aikana, jotta venttiileihin kertyneet mahdolliset ilmakuplat poistuisivat myös systeemistä. Venttiiliä 7) pidettiin koko ajan auki. Ilmaamisen jälkeen suljettiin venttiilit 8) ja 9), minkä jälkeen mittaukset voitiin aloittaa. Hydraulipumpulla voitiin liikuttaa mäntää, jolla säädeltiin painetta. Männän liikettä mitattiin paikka-anturilla, jonka liikkeen muutos muutettiin mittausohjelmassa vastaamaan tilavuuden muutosta. Painekammion kyljessä olevalla paineanturilla mitattiin painetta. Painetta nostettiin hitaasti ja sopivilta kohdilta paine laskettiin asetettuun nollakohtaan ja nostettiin takaisin lähtöpaineeseen. Tällä tavalla saatiin mittauspisteitä elastisten ominaisuuksien määrittämiseksi. Tätä jatkettiin aina 10 MPa saakka. Mittauksissa tehtiin aina elastisuusmittaus 10 MPa:ssa. Näyte suojapussissa punnittiin ennen mittauksia ja mittausten jälkeen varmistuen, ettei suoja ollut vuotanut. Punnituksien jälkeen näyte laitettiin uuniin kuivumaan yön yli. Kuivaaminen tapahtui uunissa (Nabertherm mod. L9/11/S27) 105 °C lämpötilassa.



(a) Näytteen työntäminen akryylisiin näytepitimiin tapahtui hydraulista puristinta käyttäen. Kuvassa näkyy leikattu näyte näytepitimessä.

(b) Näytteen suojaamisessa käytetty suojapussi näytteen kastumisen estämiseksi mittausten aikana. Kuvassa oleva näyte on valmiina mitattavaksi.



(c) Kuva näytekammion sisältä, johon näyte laitetaan mitattavaksi. Kammion läpi vielä virtautetaan neste poistamalla ylimääräinen ilma sekä täyttämällä kammio-osa vedellä.

Kuva 7: Kohdassa 7a on leikattu näyte näytepitimessä, 7b on näyte suojapussissa valmiina mitattavaksi ja 7c näkyy näytekammio sisältäpäin.

4.5 Virhelähteet ja suuruusarviot

Käydään seuraavaksi läpi mittauksissa esiintyneitä ongelmia sekä pyritään arvioimaan niiden suuruutta ja vaikutusta mittaustuloksiin. Ensimmäisenä mainittakoon hydrostaattisten mittausten mittalaitteen venymästä aiheutuva tilavuudenmuutoksen korjaaminen. Akseli, jolla mäntää liikutettiin sylinterissä, ei palautunut kunnolla takaisin päin. Kalibroitaessa venymää kali-

brointikappaleen avulla paikka-anturin lukema ei palautunutkaan täysin nollakohtaan. Tämän vuoksi pyrittiin etsimään suhteellisen luotettava nollakohta, johon mäntä pystyisi palautumaan. Mittalaitteen venymämittaukset eivät näyttäneet täsmälleen samoilta, vaikka ne mitattiin aloittamalla samasta nollakohdasta. Nollakohdan vaeltaminen todennäköisimmin johtui pienestä vuodosta mittalaitteistossa.

Mittauksissa käytettiin vain yhtä paikka-anturia tilavuuden muutoksen mittaamiseen. Sovelletaan yleistä virheen etenemislakia käytettyyn suoran kalibrointiyhtälöön $h = aU + b$

$$\begin{aligned}\delta h &= \sqrt{(U\delta a)^2 + (a\delta U)^2 + (\delta b)^2} \\ &\leq \sqrt{(U_{max}\delta a)^2 + (a\delta U)^2 + (\delta b)^2},\end{aligned} \tag{22}$$

missä U on jännite, U_{max} on suurin skaalattu mitattava jännite, δU on jännitteen lukemisvirhe mittauskortilta, a on kalibrointiyhtälön kulmakerroin, δa kulmakertoimen virhe, b on vakio ja δb on sen virhe. Liikutettavan männän pinta-alalla $A\,(= 0{,}68\ \text{in}^2 = 4{,}387088\ \text{cm}^2)$ kerrottaessa pituuden virhettä (22) saadaan mittauksessa aiheutuva tilavuuden muutoksen virhe δV

$$\delta V = A\delta h = A\sqrt{(U_{max}\delta a)^2 + (a\delta U)^2 + (\delta b)^2}. \tag{23}$$

Jännitteen mittausalue oli skaalattu välille $0 - 10$ V, jolloin $U_{max} = 10$ V. Jännitteen mittaamisessa käytettiin NI USB-6008 mittauskorttia, jolle löytyy jännitteen absoluuttiseksi virheeksi $\delta U = 14{,}7$ mV. Liitteestä 2 voidaan katsoa arvot $a = 0{,}88529\ \frac{\text{mm}}{\text{V}}$, $\delta a = 9{,}36919 \cdot 10^{-4}\ \frac{\text{mm}}{\text{V}}$ ja $\delta b = 0{,}00415$ mm, jolloin yhtälön (23) mukaan saadaan tilavuuden virheeksi

$$\begin{aligned}\delta V =& 4{,}387088\ \text{cm}^2 \cdot \Bigg(\left(10\ \text{V} \cdot 9{,}36919 \cdot 10^{-5}\ \frac{\text{cm}}{\text{V}}\right)^2 \\ &+ \left(0{,}088529\ \frac{\text{cm}}{\text{V}} \cdot 0{,}0147\ \text{V}\right)^2 + \left(4{,}15 \cdot 10^{-4}\ \text{cm}\right)^2 \Bigg)^{1/2} \\ =& 7{,}266721614 \cdot 10^{-3}\ \text{cm}^3 \\ \approx& 0{,}008\ \text{ml}.\end{aligned}$$

Vaeltamisesta aiheutuvaksi virheeksi voitiin arvioda maksimissaan noin 0,1 ml. Summaamalla nollakohdan vaeltamisesta aiheutuva virhe edellä laskettuun teoreettiseen tilavuuden virheeseen saadaan lopulliseksi virheeksi

$$\delta V = 0{,}1 \text{ ml} + 0{,}008 \text{ ml} = 0{,}1008 \text{ ml} \approx 0{,}11 \text{ ml}.$$

Lisäksi suojapussi sisälsi mittauksissa jonkin verran ilmaa, joka myös aiheutti virhettä. Ilma on kuitenkin niin kokoon puristuvaa, että tämä on päätetty jättää huomiotta. Kuitenkin mittauksissa alkuvaiheessa ilma puristuu kasaan, jolloin mitattuun näytteen tilavuudenmuutokseen sisältyy alkuvaiheen ilmataskun kokoonpuristuminen. Tämä puolestaan aiheuttaa vääristymää näytteen kuivatiheyden määrittämisessä, sillä tilavuuden muutosta verrataan suoraan näytteen aloitustilavuuteen. Venymäkorjauksessa käytetty funktio oli sovitettu nousu- että laskuosan pisteisiin, jolloin se huomioi jonkin verran vaeltamista. Kuitenkin virheen voidaan sanoa olevan maksimissaan $\pm 0{,}11$ ml. Jos ajatellaan mitattujen sarjojen mitattua tilavuudenmuutosta, jonka kappale painui kasaan, saadaan näiksi arvoiksi minimissään noin 0,68 cm^3 ja maksimissaan 4,68 cm^3. Tällöin suhteellinen virhe kokonaismuutokseen verrattuna on maksimissaan

$$\frac{0{,}11 \text{ cm}^3}{0{,}68 \text{ cm}^3} = 0{,}161883738 \approx 0{,}2\,(= 20\ \%)$$

ja minimissään

$$\frac{0{,}11 \text{ cm}^3}{4{,}68 \text{ cm}^3} = 0{,}02350276692 \approx 0{,}03\,(= 3\ \%)\,.$$

Koska mitattavana suureena oli käytännössä juurikin tilavuuden muutoksen mittaaminen, niin on virhe suuri tältä kannalta tarkasteltuna.

Paineen määrittämiseksi käytettiin teoreettista muunnosyhtälöä jännitteen ja paineen välillä (liite 3). Todetaan virheeksi paineanturin Keller PA-25Y/200bar/80087.55 teknisten tietojen ilmoittama maksimivirhe 0,5 % FS

eli

$$\delta p = 0{,}005 \cdot 200 \text{ bar} = 1 \text{ bar} = 0{,}1 \text{ MPa}.$$

Paineen virheeksi voidaan siis karkeasti sanoa sen olevan luokkaa $\pm 0{,}1$ MPa.

Massan mittauksessa virheenä voidaan käyttää $\pm 0{,}005$ g, joka on maksimi pyöristyksestä aiheutuva virhe punnittaessa. Näytteen kuivatiheydelle $\rho_0 = \frac{m_0}{V}$ saadaan arvioitua virhe $\delta\rho_0$ virheen yleisellä etenemislailla

$$\delta\rho_0 = \sqrt{\left(\frac{1}{V}\delta m_0\right)^2 + \left(-\frac{m_0}{V^2}\delta V\right)^2}, \tag{24}$$

missä m_0 on kuivamassa, δm_0 on kuivamassan virhe ($\pm 0{,}005$ g) ja V näytteen tilavuus. Käytetään kuivamassalle, vettä sisältävälle massalle ja tilavuudelle tyypillisiä arvoja $\mathrm{m} = 32$ g, $\mathrm{m_0} = 22$ g ja $\mathrm{V} = 19\ \mathrm{cm}^3$. Tyypilliset arvon on arvioitu mittaustuloksista keskiarvoistamalla. Tilavuuden arvioinnissa on käytetty plastisen osan tilavuuksia (eli tilavuuden todellinen vaihteluväli mittauksissa). Näillä arvioilla saadaan virheen suuruudeksi yhtälön (24) avulla

$$\begin{aligned}
\delta\rho_0 &= \sqrt{\left(\frac{1}{19\ \mathrm{cm}^3} \cdot 0{,}005\ \mathrm{g}\right)^2 + \left(-\frac{22\ \mathrm{g}}{(19\ \mathrm{cm}^3)^2} \cdot 0{,}11\ \mathrm{cm}^3\right)^2} \\
&= 6{,}708764409\ \frac{\mathrm{kg}}{\mathrm{m}^3} \\
&\approx 7\ \frac{\mathrm{kg}}{\mathrm{m}^3}.
\end{aligned}$$

Kosteuspitoisuudelle saadaan virhe $\delta\eta$ yhtälöstä (21)

$$\delta\eta = \sqrt{\left(\frac{1}{m_0}\delta m\right)^2 + \left(-\frac{m}{m_0^2}\delta m_0\right)^2}, \tag{25}$$

missä m on vettä sisältävän näytteen massa ja δm on vettä sisältävän näytteen massan virhe ($\pm 0{,}005$ g). Käyttämällä aikaisemmin arvioituja tyypillisiä arvoja kuivamassalle ja vettä sisältävälle massalle saadaan yhtälöstä (25)

kosteussuhteen virheeksi

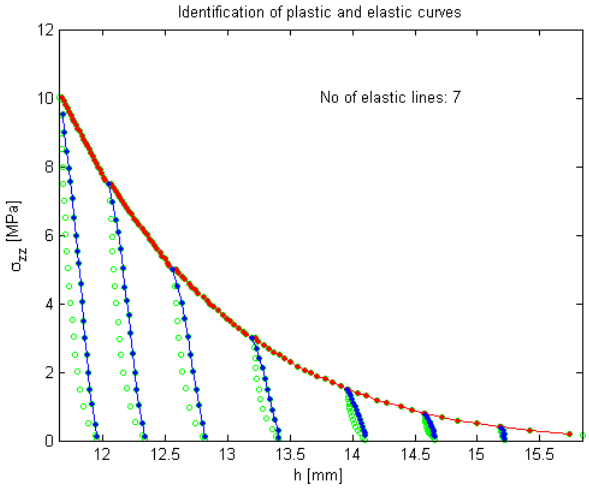
$$\begin{aligned}\delta\eta &= \sqrt{\left(\frac{1}{22\ \mathrm{g}}\cdot 0{,}005\ \mathrm{g}\right)^2 + \left(-\frac{32\ \mathrm{g}}{(22\ \mathrm{g})^2}\cdot 0{,}005\ \mathrm{g}\right)^2} \\ &= 4{,}011671041\cdot 10^{-4} \\ &\approx 0{,}0005\ (= 0{,}05\ \%).\end{aligned}$$

5 Mittaustulosten analysoiminen

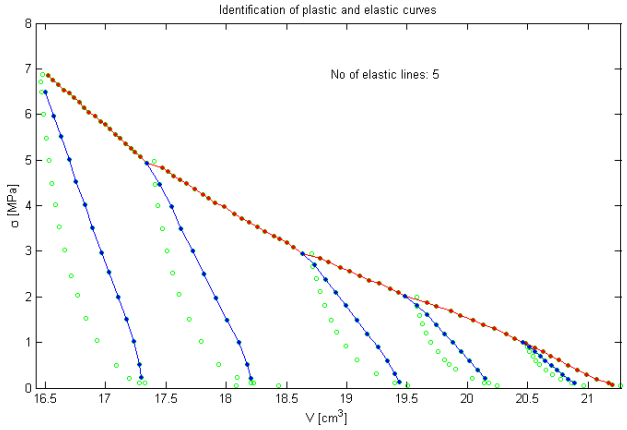
Käydään seuraavaksi läpi mittaustulosten analysoimista. Tämä sisältää mittaustulosten esianalysoimisen ja funktiosovitusten tekemisen muodonmuutoksen ja kosteuden avulla. Funktiosovitukset antavat lausekkeet P-aaltomoduulille ja tilavuusmoduulille, joista voidaan muodostaa funktio Poissonin suhteelle.

5.1 Mittaustulosten esianalysointi

Mittaustuloksista saadut mittauspisteet esianalysoitiin luokittelemalla ne oikeisiin kategorioihin MATLAB-ohjelman avulla. Käytännössä tämä tarkoitti plastisten ja elastisten osien pisteiden mittauspisteiden erottelemista. Elastisten osien mittauspisteistä otettiin käyttöön paineen nousuosa. Eroteltavat mittauspisteet edustavat kerättyä tietoa, jossa mitattiin yksiulotteisessa puristuksessa näytteen paksuutta/korkeutta h ja jännitystä σ_{zz} sekä hydrostaattisessa puristuskokeessa tilavuutta V ja jännitystä σ, joka vastaa mitattua hydrostaattista painetta. Kuvaa esianalysoiduista mittauksista näkyy kuvissa 8a ja 8b. Kuvassa 8a on yksiulotteisesta puristuksesta ja 8b on hydrostaattisesta puristuksesta esianalysoitu mittauspisteet oikeisiin kategorioihinsa. Oleellisesti 1D-puristuskokeiden ja hydrostaattisen mittauspisteet käyttäytyvät samalla tavalla, joten esianalysointivaihe oli käytännössä molemmille sama.



(a)



(b)

Kuva 8: Kuvissa on esimerkki suorittujen mittaustulosten esianalysoimisesta. Kuva 8a edustaa yksiulotteisen puristuksen ja kuva 8b hydrostaattisten mittausten mittauspisteitä. Punaiset pisteet ovat jännitys-myötökäyrää (eli plastista osaa) ja siniset pisteet ovat elastisen osan jännityksen nousuosaa. Näytteen kosteussuhde on noin 9,2 % yksiulotteisessa ja 6,3 % hydrostaattisessa puristuksessa.

Mittaustulosten arvojen analysoiminen lähti liikkeelle muuttamalla mitattujen näytteiden tiheydet kuivatiheyksiksi ρ_0. Kuivatiheydeksi muuttaminen tapahtuu ratkaisemalla ρ_0 yhtälöstä (20) hydrostaattisten puristuskokeen ja yhtälöstä (21) yksiulotteinsen puristuskokeen tapauksessa kosteussuhteen ollessa $\eta = 0$ kuivalle näytteelle. Esianalysoiduille elastisille osille tehdään suoran sovitukset. Suoran sovituksista ratkaistaan plastista muodonmuutosta vastaava kuivatiheys, eli kuivatiheys joissa näytteeseen kohdistuva jännitys häviää. Tätä kuivatiheyttä tullaan käyttämään moduulien muuttujana.

Moduuleista P-aaltomoduuli saadaan suoraan lineaarisovituksien kulmakertoimista määritelmän (11) mukaan. Saatu P-aaltomoduuli on kuivatiheyden funktio mitatulla kosteussuhteen arvolla. Suoran sovitus paineelle p on

$$p = a\rho + b, \tag{26}$$

missä a ja b ovat vakioita. Sijoitetaan suoran sovituksen yhtälö (26) tilavuusmoduulin määritelmään (12), jolloin saadaan

$$K = \rho\frac{\mathrm{d}p}{\mathrm{d}\rho} = \rho\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}\rho}\left(a\rho + b\right) = a\rho. \tag{27}$$

Moduulien muuttujana käytettävissä kuivatiheyden ρ_0 arvoissa paine on nolla, jolloin saadaan suoran sovituksesta (26)

$$\rho_0 = -\frac{b}{a}. \tag{28}$$

Sijoittamalla kuivatiheys (28) takaisin yhtälöön (27) saadaan tilavuusmoduuliksi

$$K = -b. \tag{29}$$

5.2 Funktiosovitukset

Esianalysoiduista mittaustuloksista piirrettiin kuvaajat, joissa akseleina on (η, ϵ_p, σ_{zz}) eli (kosteussuhde, muodonmuutos, aksiaalinen jännitys) yksiulotteisessa puristuksessa ja (η, ϵ_p, σ) hydrostaattisessa puristuksessa, missä σ on

hydrostaattinen paine. Mittaustuloksiin etsitään funktiosovitusta aksiaalisen jännityksen $\sigma_{zz}(\eta, \epsilon_p)$ ja hydrostaattisen paineen $\sigma(\eta, \epsilon_p)$ funktioina.

Mittaustulosten avulla voidaan ilmaista lasketut P-aaltomoduulit M ja tilavuusmoduulit K taas $M(\eta, \epsilon_p)$ ja $K(\eta, \epsilon_p)$ funktioina. Koska moduulit ovat määritetty suoran sovituksesta, on nyt jokaista määritettyä moduulia kohden ratkaistu suoran sovituksen nollakohdasta vastaava kuivatiheyden ρ_0 piste eli plastinen kuivatiheys.

Sovitettavana yhtälönä käytettiin myötöpinnoille ja moduuleille

$$a_0 \exp\left(-\frac{b - c_0\eta - \epsilon_p}{d_0}\right) + a_1 \exp\left(-\frac{b + c_1\eta^{3/2} - \epsilon_p}{d_1}\right), \tag{30}$$

missä a_0, a_1, b, c_0, c_1, d_0 ja d_1 ovat vapaita sovitettavia parametreja. Näissä muuttujissa vain a_0 ja a_1 parametreilla on dimensio. Sovituksia varten muodonmuutos on skaalattu kuivan aineen muodonmuutokseen, jossa kuivatiheyden referenssiksi on valittu $\rho_{ref} = 1200\ \frac{\mathrm{kg}}{\mathrm{m}^3}$ eli

$$\epsilon_p = 1 - \frac{\rho_{ref}}{\rho_0},$$

missä ρ_0 on kuivatiheys. Muuttujaa ϵ_p voidaan kutsua efektiiviseksi plastiseksi muodonmuutokseksi.

5.3 Poissonin suhde

Tilavuusmoduulin ja P-aaltomoduulin funktiosovitusten jälkeen voidaan muodostaa Poissonin suhteelle lauseke. Lausekkeen muodostaminen tapahtuu sijoittamalla sovitetut yhtälöt kappaleen 3.1.4 yhtälöön (18). Tämä antaisi tiedon Poisson suhteelle hyvinkin monipuolisesti kosteussuhteen ja muodonmuutoksen suhteen, mikäli saatu funktio osoittautuu toimivaksi ja järkeväksi.

6 Tulokset

Tässä osiossa esitetään saadut tulokset ja funktiosovitukset mittaustuloksiin. Funktiosovitukset tehdään P-aaltomoduulille ja tilavuusmoduulille. Näitten sovitusten avulla voidaan muodostaa funktio Poissonin suhteelle. Poissonin suhteen arvot antavat vertailukohdan teoreettiseen arvojoukkoon ja mittausten onnistumisesta.

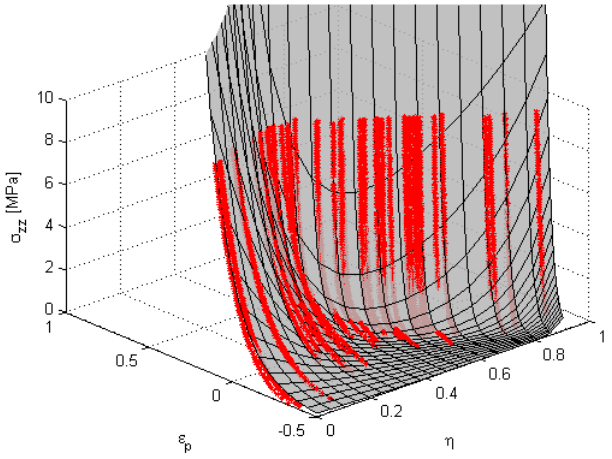
6.1 Mittaustulokset ja sovitukset

6.1.1 P-aaltomoduuli ja tilavuusmoduuli

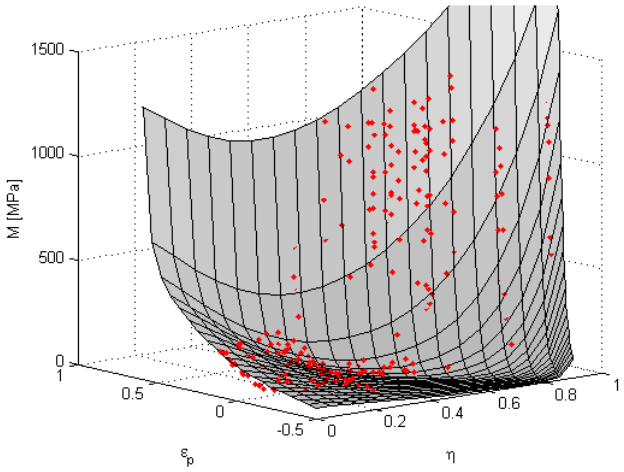
Puhdistetun bentoniitin yksiulotteisen puristuskokeen aksiaalisen jännityksen σ_{zz} ja P-aaltomoduulin M mittaustulokset esitettiin skaalatun efektiivisen plastisen kuivatiheyden ϵ_p ja kosteussuhteen η funktiona. Kuvassa 9 on sovitettu aksiaaliselle jännitykselle saatu funktio. Kuvassa 10 on esitettynä P-aaltomoduulille eli elastisten haarojen nousuosaan saatujen suoransovitusten kulmakertoimen riippuvuus efektiivisestä plastisesta muodonmuutoksesta ja kosteussuhteesta saatu funktio. Kyseisten sovitusten funktiot tehtiin yhtälön (30) mukaan. Sovitettavien parametrien arvot on esitettynä taulukossa 2.

Taulukko 2: Alla on taulukoituna 1D-puristuskokeen aksiaalisen jännityksen σ_{zz} ja P-aaltomoduulin M sovitettavat parametrien arvot yhtälön (30) mukaan.

	Aksiaalinen jännitys σ_{zz}	P-aaltomoduuli M
a_0	44,16 MPa	583,5 MPa
b	0,6403	0,5912
c_0	1,113	1,146
d_0	0,03217	0,03110
a_1	378,6 MPa	638,2 MPa
c_1	1,034	2,058
d_1	0,1467	0,4332



Kuva 9: Yksiulotteisen puristuskokeiden myötö-jännitys-mittausten punaiset pisteet ovat aksiaalisen jännityksen arvoja esitettynä muuttujien efektiivisen plastisen muodonmuutoksen ja kosteussuhteen avulla. Harmaa sovitettu myötöpinta on tehty yhtälön (30) mukaan ja yhtälön parametrien arvot näkyvät taulukossa 2.



Kuva 10: Punaiset pisteet ovat elastisten haarojen nousuosasta saatujen suoransovitusten kulmakertoimen arvoja, jotka riippuvat efektiivisestä plastisesta muodonmuutoksesta ja kosteussuhteesta. Harmaa sovitettu P-aaltomoduulin funktio on tehty yhtälön (30) mukaan ja yhtälön parametrien arvot näkyvät taulukossa 2.

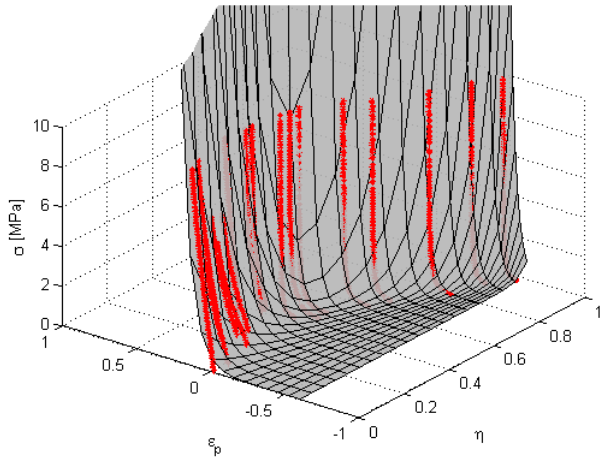
Hydrostaattisten puristuskokeitten tapauksessa onnistuttiin sovittamaan sama funktio kuin 1D-puristuskokeissa. Hydrostaattisten mittausten kohdalla ei kuitenkaan päästy aivan yhtä ihanteelliseen mittaussarjojen onnistumiseen kuin 1D-puristuskokeissa, mikä viittaisi ongelmaan mittauksissa tai menetelmässä. Mittaussarjojen myötökäyrät (plastisten osien käyrät) eivät olleet läheskään niin hyvin asettuneet kohdilleen kuin 1D-puristuskokeissa. Hydrostaattisten kokeiden myötöpinnan käyttäytyminen oli vastaavanlainen kuin 1D-puristuskokeissa eli pehmenemisilmiö noin 0,3 kosteussuhteen tietämillä. Yhtälön (30) määritetyt parametrit hydrostaattisten puristuskokeiden tapauksessa myötöpinnalle σ ja tilavuusmoduulille K ovat esitettyinä taulukossa 3. Saadut sovitukset näkyvät vastaavassa järjestyksessä kuvissa 11 ja 12.

Mainittakoon vielä, ettei parametrien valinta ole yksikäsitteistä. Seitsemän vapaata parametria on sovitettavaksi paljon. Lisäksi sovittamisessa alkuarvauksella oli suuri merkitys saatuun sovitukseen ja sen järkevyyteen. Alkuarvauksen suhteen funktio on hyvinkin herkkä. Positiivisena puolena voidaan pitää saman yhtälön taipumista jokaiseen tilanteeseen, ettei erikseen tarvinnut keksiä useampia sovitettavia funktioita.

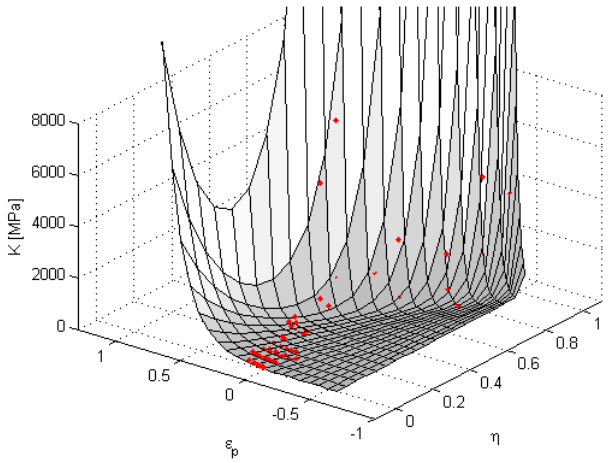
Sovitusten perusteella hydrostaattisen puristuskokeitten mittaustulokset eivät olleet onnistuneet kovin hyvin. Myötöpinnan asettuminen mittaustuloksiin ei ollut yhtä hyvä kuin 1D-puristuskokeissa. Kuitenkin tilavuusmoduulin sovitus vaikuttaa olevan hyvä, mutta sovitettava pistejoukko vaikuttaa olevan niukahko. Toisaalta tämä olisi vaatinut mittausten jatkamista yli maksimina pidetyn 10 MPa paineen rajasta.

Taulukko 3: Alla on taulukoituna hydrostaattisen mittauksen jännitys σ ja tilavuusmoduulin K sovitettavat parametrien arvot yhtälön (30) mukaan.

	Jännitys σ	Tilavuusmoduuli K
a_0	1,995e-9 MPa	2,841 MPa
b	-0,02413	0,6655
c_0	1,342	1,373
d_0	0,03862	0,02810
a_1	0,4928 MPa	4428 MPa
c_1	0,2924	-0,1786
d_1	0,06655	0,1387



Kuva 11: Hydrostaattisten puristuskokeiden myötö-jännitys-mittausten punaiset pisteet ovat hydrostaattisen paineen arvoja esitettynä muuttujien efektiivisen plastisen muodonmuutoksen ja kosteussuhteen avulla. Harmaa sovitettu myötöpinta on tehty yhtälön (30) mukaan ja yhtälön parametrien arvot näkyvät taulukossa 3.



Kuva 12: Punaiset pisteet ovat elastisten haarojen nousuosasta saatujen suoransovitusten paineakselin leikkauspisteen vastalukuja, jotka riippuvat efektiivisestä plastisesta muodonmuutoksesta ja kosteussuhteesta. Harmaa sovitettu tilavuusmoduulin funktio on tehty yhtälön (30) mukaan ja yhtälön parametrien arvot näkyvät taulukossa 3.

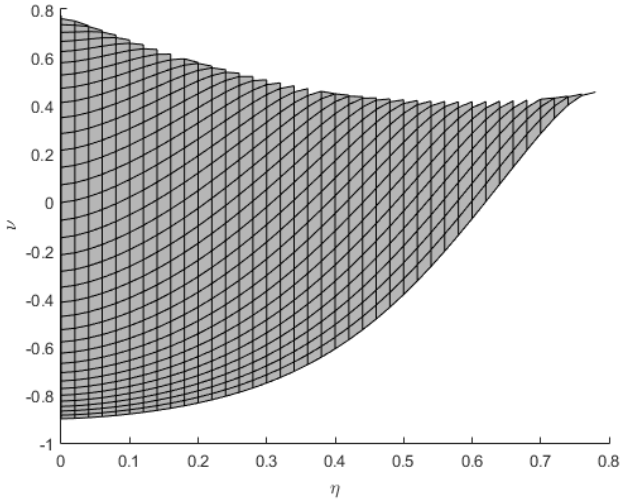
6.1.2 Poissonin suhde

Kun ollaan saatu määritettyä funktiot P-aaltomoduulille ja tilavuusmoduulille, voidaan näiden avulla ilmaista Poissonin suhde. Poissonin suhde ilmaisee, kuinka paljon materiaalin poikittaissuuntainen venymä muuttuu suhteessa aksiaaliseen venymään. Käyttämällä sovitettavaa yhtälöä (30) ja määritettyjä parametreja P-aaltomoduulille (taulukko 2) ja tilavuusmoduulille (taulukko 3) saadaan Poissonin suhde ilmaistua kosteussuhteen ja efektiivisen plastisen muodonmuutoksen funktiona yhtälön (18) mukaan. Kuvassa 13 on esitettynä saatu Poissonin suhteen arvojoukkoa ekstrapoloituna ja kuvassa 14 Poissonin suhteen tasa-arvokäyrästö.

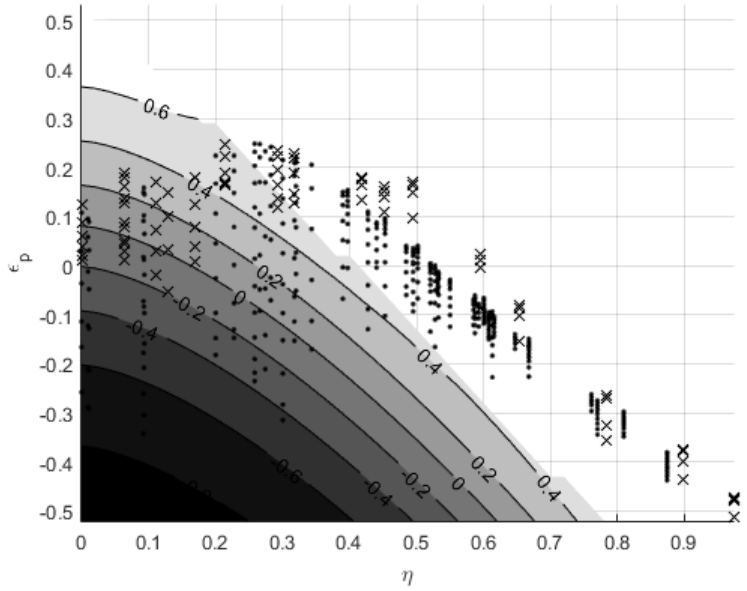
Poissonin suhteen ν arvojoukoksi saadaan kuvan 14 mukaan noin $-0{,}2 \leq \nu \leq 0{,}55$ teoreettisen rajan ν:lle ollessa $-1 \leq \nu \leq \frac{1}{2}$. Arviointi on tehty alueelta, joka sisältää P-aaltomoduulille ja tilavuusmoduulille mittauspisteitä efektiivisen plastisen kuivatiheyden ja kosteussuhteen alueelta. Tulos pätee noin kosteuspitoisuuksilla $0{,}1 \leq \eta \leq 0{,}3$. Negatiivinen Poissonin suhde tarkoittaa siis sitä, että materiaalia aksiaaliseen suuntaan venytettäessä sen poikittaissuuntainen venymä kasvaa. Tällaiset materiaalit ovat harvinaisempia, mutta niitä on kuitenkin olemassa. [10, 11] Puhdistetulle bentoniitille on hyvin epätodennäköistä, että negatiivisia Poissonin suhteita voi edes esiintyä. Jos ajatellaan bentoniitin olevan tarpeeksi harvaa, niin puristettaessa sitä kasaan ei sen poikittaissuuntainen venymä muutu kunnes bentoniitti on tarpeeksi tiivistä. Poissonin suhteen ollessa puoli tämä tarkoittaa materiaalin poikittaissuuntaisen venymän olevan yhtä suuri kuin aksiaalisen venymän. Saturaatiorajalla bentoniitti ei pysty enää sitomaan itseensä vettä. Vesi on käytännössä lähes kokoon puristumatonta, joten bentoniitti tällöin leviäisi poikittaissuunnassa yhtä paljon kuin sitä puristettaisiin kasaan aksiaalisuunnassa. Tällöin bentoniitin Poissonin suhde on likimain puoli. Tyypillisesti monelle eri materiaalille Poissonin suhde on välillä $\frac{1}{5} \leq \nu \leq \frac{1}{2}$. [6, 8] Bentoniitin Poissonin suhde voi käytännössä vaihdella välillä $0 \leq \nu \leq \frac{1}{2}$.

Kuvan 14 perusteella saatu Poissonin suhteen funktio vaikuttaisi olevan hyväksyttävissä vain kosteuspitoisuuksilla $0{,}1 \leq \eta \leq 0{,}3$. Suurin osa mittauspisteistä jää täysin Poissonin suhteen funktion ulkopuolelle. Tästä voidaan

päätellä, että mittaukset eivät onnistuneet kovin hyvin. Ongelmana on todennäköisimmin tilavuusmoduulien arvot. Kuten tasa-arvokäyrästöstä nähdään, on tilavuusmoduulien efektiivinen plastinen muodonmuutos paljon suurempi kuin yksiulotteisissa puristuskokeissa. Tämä selittyy hydrostaattisissa mittauksissa esiintyneissä ongelmista tilavuuden muutoksen mittaamisesta.



Kuva 13: Kuvaajasta käy ilmi Poissonin suhteen arvojoukko kosteussuhteen funktiona sekä Poissonin suhteen yhtälö, joka on muodostettu P-aaltomoduulin ja tilavuusmoduulin saatujen funktiosovitusten avulla. Teoriassa Poissonin suhteen arvo voi olla välillä $-1 \leq \nu \leq \frac{1}{2}$, mutta tyypillisesti se on välillä $\frac{1}{5} \leq \nu \leq \frac{1}{2}$. [6, 8]



Kuva 14: Kuvassa on Poissonin suhteelle muodostettu tasa-arvokäyrästö, missä •-symboli vastaa yksiulotteisesta puristuskokeista saatuja P-aaltomoduulin ja x-symboli tilavuusmoduulin mittauspisteitä efektiivisen plastisen muodonmuutoksen ja kosteussuhteen muodostamassa tasossa. Poissonin suhteen arvojoukoksi tästä voidaan arvioida noin $-0{,}2 \leq \nu \leq 0{,}55$.

7 Johtopäätökset

Tämä työ koostui pääasiassa bentoniitin hydrostaattisten puristuskokeiden mittaamisesta ja mittaustulosten analysoimisesta. Mittaustulosten analysointiin sisältyi erikoistyössä mitattujen yksiulotteisten puristuskokeitten sekä tämän työn hydrostaattisten mittausten mittaustulokset. Yksiulotteisen puristuskokeen mittaussarjojen kesken ei ollut ristiriitoja ja tulokset olivat toistettavissa. Hydrostaattisessa puristuskokeessa saadut tulokset ovat oikeansuuntaisia, mutta mittaussarjoista saadut tulokset saattoivat erota toisistaan määritetyn kuivatiheyden osilta, vaikkakin jännitys-myötymäkäyrän muodot olivatkin samoja samoilla kosteussuhteen arvoilla. Ongelmana oli hydrostaattisissa puristuskokeissa mittalaitteen nollakohdan vaeltaminen, mikä aiheutuu todennäköisesti pienestä vuodosta mittalaitteessa. Mittalaitteen männän palautuminen ei ollut painetta pudottaessa kovinkaan nopeaa. Tämän takia nollakohdan valinta oli hankalaa, jotta paineen pudottamisvaiheessa päästäisiin edes suurin piirtein takaisin aloituspisteeseen. Männän palautumisesta aiheutuvat ongelmat heikensivät männän täyden liikkumavaran käyttämistä. Toisena asiana hyrdrostaattisissa mittauksissa voi vaikuttaa käytetty näytekoko. Eri tiheyksisillä näytteillä ja eri kohdista leikatuilla näytteillä saattoi näytteen kosteusprofiili vaihdella huomattavasti 3 cm korkuisessa näytteessä. Virheen suhteellinen osuus vaihteli suuresti riippuen kosteussuhteesta, mikä tarkoittaa käytännössä näytteen kokoonpuristuvuutta. Suhteellisen virheen osuus oli niinkin suuri kuin $3 - 20$ % verrattuna mitattuun kokonaistilavuudenmuutokseen. Jatkokehittämiseksi näyteitten osalta voisi olla näytekoon vaihtaminen tai kastelusysteemin jatkokehittäminen kosteusprofiilieron pienentämiseksi näytteessä.

Mittaustuloksille tehdyn sovitusfunktion löytäminen oli hieman haasteellista, sillä valmista teoreettista sovitusfunktiota ei ollut. Sovitusfunktio saatiin sopimaan tilavuus- ja P-aaltomoduulille. Jännitys-myötökäyrien sovitukset ovat siistejä ja hyvin sopivia mittaustuloksiin. Yksiulotteisen puristuskokeen jännitys-myötökäyrän kuvaajasta voidaan kuitenkin havaita, että lähestyttäessä nollakosteutta ei sovitus ihan mukaudu sille alueelle. Kuitenkin sovitus on riittävän lähellä pienillä kosteuspitoisuuksilla ja antaa näin ollen hy-

vän approksimaation. Hydrostaattisista puristuskokeista sovitetut jännitysmyötökäyrät eivät asettuneet yhtä hyvin kuin yksiulotteisten puristuskokeiden mittaustuloksiin.

Poissonin suhteelle, joka kuvaa poikittaissuuntaisen venymän suhdetta aksiaalisessa suunnassa tapahtuvaan venymään, saatiin maksimissaan tasaarvokäyrästön perusteella (kuva 14) noin $-0{,}2 \leq \nu \leq 0{,}55$. Tulos on luetettava kosteussuhteen arvoilla $0{,}1 \leq \nu \leq 0{,}3$. Huomattava osa Tyypillisesti Poissonin suhde on eri materiaaleilla välillä $\frac{1}{5} \leq \nu \leq \frac{1}{2}$ teoreettisen alarajan ollessa -1 ja ylärajan ollessa $\frac{1}{2}$. Yli maksimaalinen Poissonin suhde esiintyy kuvan 13 kuvaajassa kuivan kosteussuhteen alueella, mutta asettuu kuitenkin nopeasti puolikkaan lähettyville. Saadut arvot eivät ole ihan optimaalisia, mutta on kuitenkin lähes teoreettisten rajojen sisällä. Saatavat negatiiviset Poissonin suhteen arvot ovat kyseenalaisia sillä bentoniitille ei todennäköisesti voi saada negatiivisia Poissonin suhteen arvoja.

Viitteet

[1] H. H. Murray, *Applied Clay Mineralogy, Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays*, Elsevier, 2007, ISBN-13 978-0-444-51701-2

[2] M. Önal, *Determination of Chemical Formula of a smectite*, Commun. Fac. Univ. Ank. Series B V.52 (2). pp. 1-6 (2006)

[3] Frank M. White, *Fluid Mechanics*, 7 th edition, McGraw-Hill, 2011, ISBN 978-007-131121-2

[4] Toimittanut Jorma Sandberg, *Ydinturvallisuus*, Säteilyturvakeskus, 2004, ISBN 951-712-507-0

[5] David Rees, *Basic Engineering Plasticity: An Introduction with Engineering and Manufacturing Applications*, Elsevier, 2006, ISBN-13: 9780750680257

[6] L. D. Landau and E. M. Lifshitz, translated from the Russian by J. B. Sykes and W. H. Reid, *Theory of Elasticity*, second English edition, Pergamon Press, 1970, Library of Congress Catalog Card No. 77-91701

[7] J. Chakrabarty, *Theory of Plasticity*, third edition, Elsevier, 2006, ISBN-13 978-0-7506-6638-2

[8] P. H. Mott and C. M. Roland, *Limits to Poisson's ratio in isotropic materials*, Physical Review B 80, 132104 (2009), DOI: 10.1103/PhysRevB.80.132104

[9] Tuula Huitti, Martti Hakanen and Antero Lindberg, *Sorption of cesium on Olkiluoto mica gneiss, granodiorite and granite*, Working report: POSIVA Report POSIVA 98-11, 1998, ISBN 951-652-049-9

[10] B. D. Caddock and K. E. Evans, *Microporous materials with negative Poisson's ratios. I. Microstructure and mechanical properties*, J. Phys. D: Appl. Phys. 22 (1989) 1877-1882

[11] Chaobin He, Puwei Liu, and Anselm C. Griffin, *Toward Negative Poisson Ratio Polymers through Molecular Design*, Macromolecules, Vol. 31, No. 9, 1998, 3145-3147

Liitteet

Liite 1: Erikoistyön sivut 12-22 luvusta kokeelliset menetelmät
Liite 2: Paikka-anturien kalibrointi
Liite 3: Painemittauksen kalibrointi
Liite 4: Mittalaitteen venymä
Liite 5: Mittausohjelman käyttöliittymä ja rakenne

Liite 1: Erikoistyön sivut 12-22 luvusta kokeelliset menetelmät

Tämä liite pitää sisällään osan erikoistyön luvusta kokeelliset menetelmät (sivut 12-22). Liite sisältää tarkentavaa tietoa yksiulotteisesta mittalaitteesta ja sen kalibroinnista. Lisäksi liitteessä on tietoa yksiulotteisissa mittauksissa tehtyjen näytteiden valmistuksesta sekä mittauksista.

4.2 Mittalaite ja kalibrointi

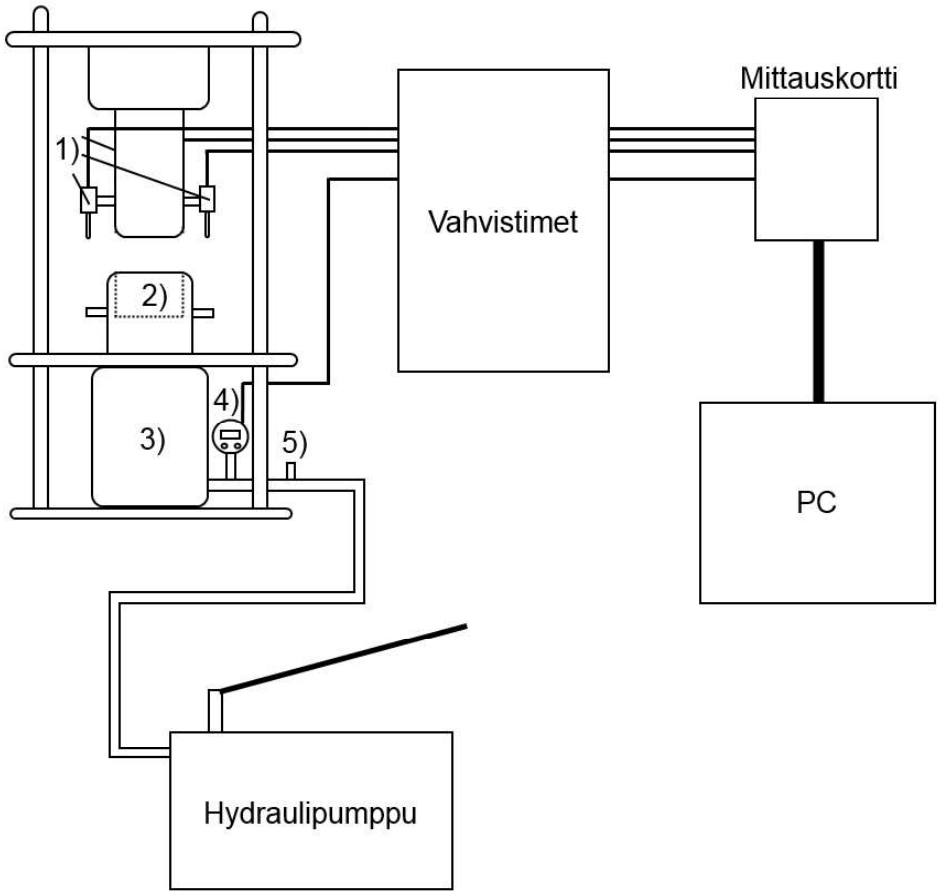
Mittaamisessa käytetty laite on alun perin tarkoitettu permeabiliteetin mittaamiseen, mutta soveltuu rakenteensa vuoksi myös bentoniitin elastoplastisten ominaisuuksien mittaamiseen. Kaaviokuva mittauslaitteistosta on esitetty kuvassa 4. Mittauksissa käytetty mittalaite on esitetty kuvassa 5 sekä mittauskortti ja vahvistinosa kuvassa 6. Mittauskorttina käytettiin National Intsruments NI DAQPad-6016. Ennen mittausten aloittamista oli käytettävät anturit kalibroitava.

Painemittarin lukemalle oli mittausten kannalta saatava yhteys tietokoneen mittausohjelmaan. Mittaamalla painetta jännitteen funktiona voitiin näiden tietojen perusteella tehdä suoran sovitus, josta saatiin muunnoskerroin paineen muutokselle jännitteen avulla. Painearvot otettiin suoraan painemittarin näyttämästä, jolloin oletettiin painemittarin näyttämä oikeaksi. Muunnoskertoimen saaduttua sen toimivuus tarkistettiin siten, että tietokoneella painenäyttämä näytti samaa lukemaa kuin painemittari. Painemittarina käytettiin Keller LEO 3:sta, jonka mittausalue oli $0 - 300$ bar. Kalibrointi tapahtui 10 MPa asti, mitä pidettiin mittausten maksimipaineena mittalaitteen kannalta. Painemittarille saatu kalibraatiosuora löytyy liitteestä 1.

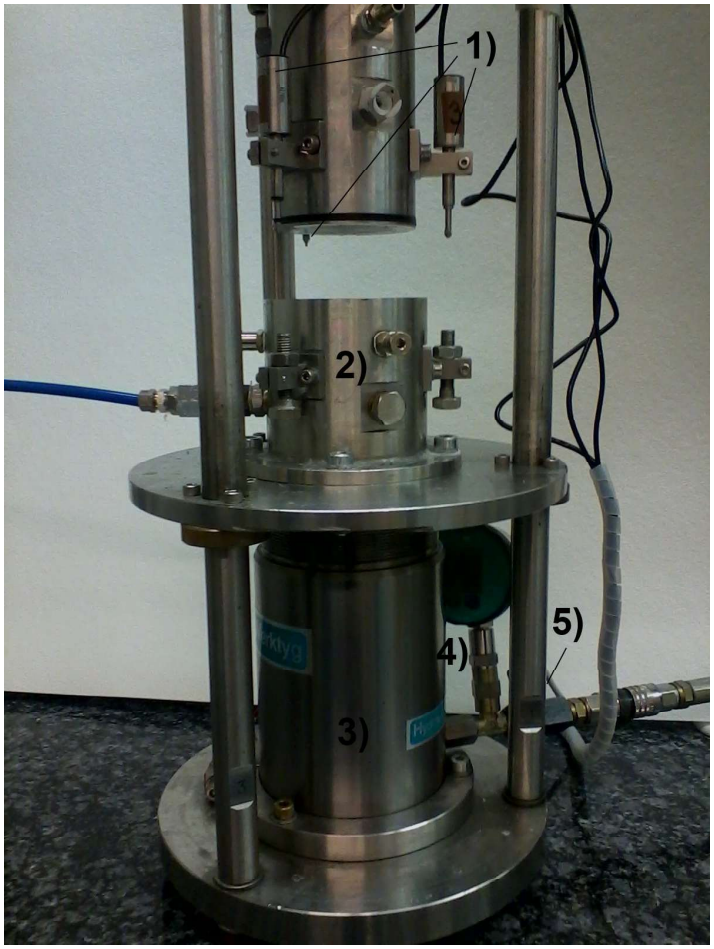
Paikka-anturit toimivat siten, että niitten jänniteanto muuttuu anturin liikkeestä. Tätä varten tehtiin jokaiselle anturille kalibraatiosuorat paikka jännitteen funktiona. Kulmakertoimesta saadaan muunnoskerroin paljonko anturin paikka muuttuu jännitteen funktiona. Kalibrointi tapahtui lukemalla anturin liikkeen muutosta digitaalisesta mikrometristä (Mitutoyo 164-171, MHD1-25) ja jännitettä tietokoneelta. Kuva anturin painauman liikkeen mittaamisesta mikrometrillä näkyy kuvassa 7. Paikka-anturien kalibraatiokäyrät löytyvät liitteestä 2.

Mittalaitteen käyttöönotto tapahtui kiinnittämällä paineen ja paikka-anturien näyttämät. Tähän käytettiin kiinteää kappaletta, jonka paksuus tiedettiin. Tämän jälkeen mittalaitteen leuat puristettiin kevyesti kiinni kalibraatiokappaleeseen, jolloin valittiin paineen nollakohta ja paikka-anturien näyttämä asetettiin kalibraatiokappaleen paksuuteen. Tällöin mittalaite saatiin mittaamaan suoraan paksuutta. Asetukset pidettiin samana läpi mit-

tausten. Mittaukset tehtiin LabVIEW ohjelman ja siihen tehdyn mittausohjelman avulla. Ohjelmistoversiona käytettiin LabVIEW 2011 ver. 11.0. Kuva ohjelman käyttöliittymästä ja rakenteesta näkyvät liitteessä 3.



Kuva 4: Kaaviokuva mittauslaitteistosta. Paikka-anturit 1) ja paineanturi 4) on kytketty vahvistimiin. Vahvistimilta lähdöt on kytketty mittauskortille ja edelleen mittauskortilta tietokoneeseen datan keräämistä varten. Hydraulipumpun avulla liikutettiin hydraulisylinteriä 3), joka puolestaan nostaa näytekammio-osaa 2) ylöspäin. Venttiilillä 5) voitiin laskea painetta hallitummin kuin suoraan hydraulipumpusta mittauksia tehdessä.



Kuva 5: Kuva käytetystä mittauslaitteistosta bentoniitin elastoplastisten ominaisuuksien määrittämisessä. Mittalaite koostuu 1) paikka-antureista näytteen paksuuden mittaamiseen, 2) näytekammiosta, 3) hydraulisylinteristä, 4) paineanturista ja 5) venttiilistä paineen laskemiseksi, mikä on piilossa runkotolpan takana.

Kuva 6: Kuvassa näkyy vahvistinosa ja mittauskorttina käytetty National Intsruments NI DAQPad-6016. Mittauskortti on yhdistetty tietokoneeseen tiedonkeruuta varten.

Kuva 7: Paikka-anturien kalibroimisessa käytetty mikrometri ja teline.

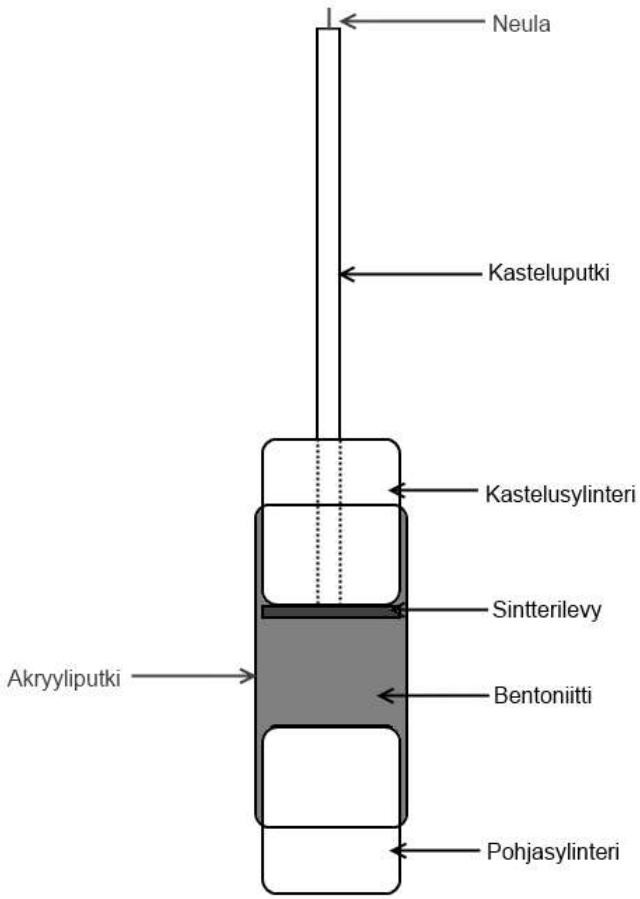
4.3 Näytteiden valmistus

Näytteiden valmistuksessa käytettiin akryyliputkea, jonka halkaisija oli 90 mm. Putken päissä oli kaksi sylinteriä, joista toinen oli umpinainen ja toisessa oli reikä kastelua varten sekä uurretut kastelu-urat tasaisemman kastelun aikaansaamiseksi. Varsinainen kasteleminen tapahtui sintterilevyn läpi, jonka avulla kastelu pyrittiin pitämään mahdollisimman tasaisena pinta-alaa kohden. Kastelumenetelmää havainnollistaa kaaviokuva kuvassa 8 ja kasteluurat omaava sylinteri näkyy kuvassa 9.

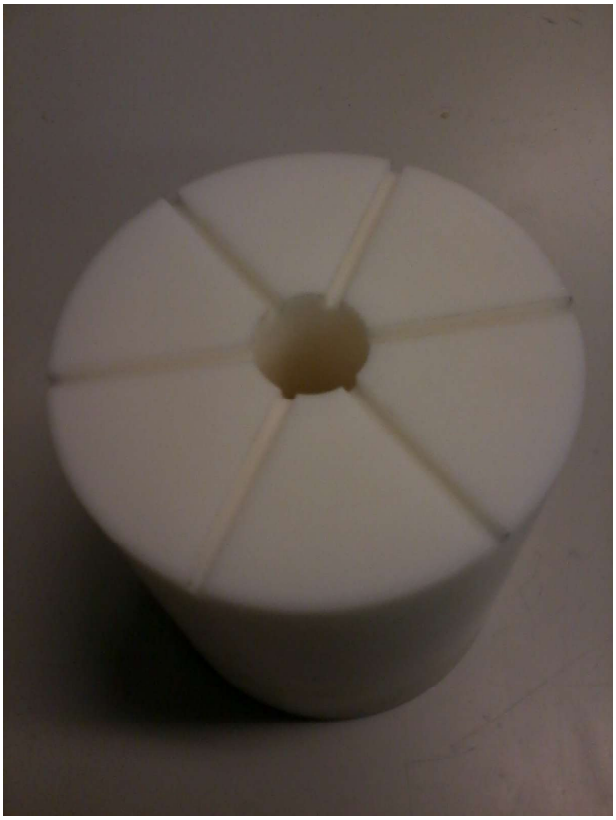
Näytteen valmistaminen aloitettiin päättämällä kuivatiheys ρ_0 sekä näytteen korkeus h. Haluttua tiheyttä varten oli määritettävä kuivan bentoniitin kosteussuhde η, jolloin se pystyttiin huomioimaan halutun kuivabentoniitin tiheyteen näytettä valmistaessa. Tarvittavan bentoniitin massa pystyttiin sitten laskemaan yhtälöstä (15). Punnittu määrä bentoniittia laitettiin putkeen siten, että kastelusylinteri ja sintterilevy toimivat pohjana. Akryyliputken toinen pää suljettiin umpinaisella sylinterillä ja systeemi käännettiin oikein päin kastelusylinteri ylöspäin. Tämän jälkeen bentoniittijauhe puristettiin haluttuun tiheyteen eli käytännössä korkeuteen h. Bentoniitin kuivatiheytenä käytettiin pääsääntöisesti 1000 $\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$, mutta näytteitä tehtiin välillä $800 - 1200$ $\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$. Korkeutena h käytettiin arvoja välillä $50 - 80$ mm, mutta pääsääntöinen arvo oli 60 mm.

Näytteen valmistuksen jälkeen kastelusylinterin porattuun reikään laitettiin noin metrin mittainen kasteluputki. Akryyliputken ympärille laitettiin kaksi kiristyspantaa estämään mahdollinen näytteen turpoaminen radiaalisuunnassa ja estäen putken särkymisen. Näytteet pyrittiin pitämään vakiotilavuudessa kastelun aikana, minkä vuoksi ne kiinnitettiin puristimilla pöytään kiinni kastelun ajaksi. Kuva kastelumenetelmästä näkyy kuvassa 10. Muutama kastelu suoritettiin myös siten, että näyte pääsi laajenemaan vapaasti korkeussuunnassa. Kasteluputki täytettiin vedellä ja sen pää tukittiin teipillä. Teipin läpi laitettiin ohut ontto neula minimoimaan nesteen haihtumista sekä antamaan yhteyden ilmanpaineeseen estäen tyhjiön muodostumista kasteluputken yläpäähän. Kastelunesteenä käytettiin Allard ph 7 vettä, jolla pyrittiin simuloimaan Olkiluodon pohjaveden koostumusta. [8] Näytteen

annettiin kastua pääsääntöisesti noin kaksi viikkoa. Myös pidempiäkin aikoja kastelua saatettiin pitää yllä.



Kuva 8: Kuvan 10 kastelusysteemin kaaviokuva. Akryyliputkeen on laitettu kaksi sylinteriä, joiden välissä bentoniitti on. Sylintereistä toinen on kastelusulinteri, jossa on porattu reikä kasteluputkea varten sekä kastelu-urat. Sintterilevyn tarkoitus kastelusylinterin ja bentoniitin välissä on tasoittaa kastumista. Kasteluputken päässä on teipin läpi laitettu ontto neula, jonka tehtävänä on estää tyhjiön muodostumista tukittuun päähän ja minimoimaan kastelussa käytetyn nesteen haihtumista.



Kuva 9: Kastelussa käytettävän sylinterin kastelu-urat, jotta näytteen kastuminen tapahtuisi mahdollisimman tasaisesti. Kastumista tasoittaa lisäksi sintterilevy.

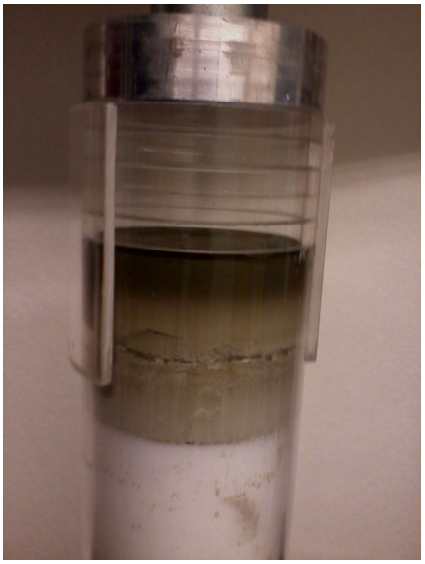
Kuva 10: Näytteen kasteleminen toteutettiin akryyliputkessa. Kastelusylinterin reikään on laitettu noin 1 m:n putki johon vesi kaadettiin. Näytteen oli annettava kastua noin kaksi viikkoa.

4.4 Mittaukset

Ennen mittauksia täytyi kasteltu bentoniitti saada pois putkesta. Näyte työnnettiin akryyliputkesta tehtyihin 10 mm korkuisiin renkaisiin. Irtorenkaitten ansiosta näytteestä pystyi leikkaamaan helposti samankorkuisia kiekkomaisia näytteitä. Työnnettäessä bentoniittinäytettä ulos akryyliputkesta tuli siihen aina halkeama. Kitkaerosta kuivemman ja märemmän osan välillä tämä tuskin johtuu, sillä näytettä työnnettiin ulospäin putkesta. Toisaalta halkeama näytti tulevan niille kohdille, jossa bentoniitin kastumisraja tuli vastaan eli

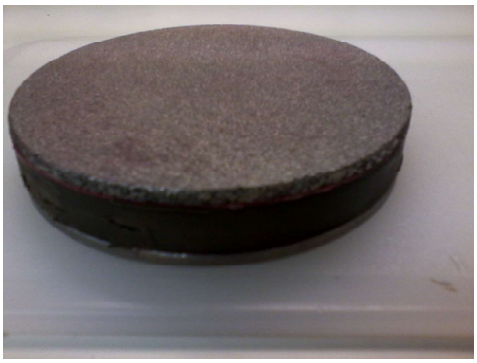
kuivemman ja kastuneemman kohdan rajalle. Kuva näytteen poistyöntämisestä putkesta ja syntyneestä halkeamasta näkyvät kuvassa 11a. Leikkaamisessa käytettiin ohutta 0,9 mm:n paksuista teräslankaa. Ohuen teräslangan sai laitettua kahden muovirenkaan väliin, jolloin leikkaaminen pystyttiin tekemään suhteellisen hallitusti. Kyseisellä leikkausmenetelmällä näytteen märemmän osan leikkaaminen onnistui hyvin, mutta kuivemman ei. Ongelmaksi muodostui kuivemman osan hauraampi rakenne, jolloin leikatessa näyte saattoi lohkeilla. Kuvassa 11b näkyy leikattu näyte.

Näytteen mittaaminen tapahtui kahden sintterilevyn välissä. Märempien näytteiden kohdalla bentoniitti tunkeutui sintterilevyjen huokosiin, jolloin itse puristettavan bentoniitin massa muutui mittausten aikana. Tämä ongelma vältettiin laittamalla ohuet kalvot sinttereiden ja näytteen väliin, mikä esti sintterin ja bentoniitin suoran kontaktin. Alun perin huokoisen sintterilevyn tarkoituksena oli päästää ilma helposti läpi, mutta näytteen tunkeutuminen huokosiin oli ei-toivottu tapahtuma. Kuva näytteestä sintterilevyjen välissä ja näyte mittalaitteessa näkyvät kuvissa 11c ja 11d.



(a) Näytteen työntäminen muovisiin tukirenkaisiin tapahtui hyrdaulista puristinta käyttäen. Kuvassa näkyy myös näytteen halkeaminen näytettä työnnettäessä ulos tukirenkaisiin.

(b) Leikattu näyte tukirenkaassa. Näytteen ympärille laitettiin leikkaamisen jälkeen kelmua kuivumisen ehkäisemiseksi.



(c) Valmis näyte menossa mittauksiin. Näyte puristetaan sinttereiden välissä ja näytteen ja sinttereiden väliin on laitettu kalvot estämään märemmän bentoniitin tunkeutumista sintterin huokosiin.

(d) Näyte mittalaitteessa valmiina mittaukseen.

Kuva 11: Näytteen käsittelyvaiheet ennen mittauksia.

Näytteen mittaaminen aloitettiin kalibroidusta nollakohdasta, jonka jälkeen painetta alettiin hitaasti kasvattaa. Sopivin välein plastiselta alueelta mitattiin näyteen elastisia ominaisuuksia. Plastiselta pisteeltä alettiin pudottamaan hitaasti painetta mittalaitteen venttiilistä (kuva 5 osa 5)) kalibroituun nollakohtaan asti. Tämän jälkeen painetta lähdettiin taas nostamaan. Paineen laskemisella ja nostamisella saadaan mitattua näytteen elastiset ominaisuudet, mitkä näkyvät kuvaajassa hystereesisilmukoina (katso kappale 3.1.2). Tätä jatkettiin aina 10 MPa asti siten, että 10 MPa:ssa tehtiin myös aina elastisuusmittaus. Elastisuusmittauksia tuli näytettä kohden yleensä noin viidestä kymmeneen kappaletta.

Näytteen punnitseminen tapahtui ennen mittauksia ja mittausten jälkeen. Kosteuden määritystä varten näyteen kuivaminen taphtui uunissa (Nabertherm mod. L9/11/S27) 105 °C:n lämpötilassa noin 1-2 vuorokauden ajan. Mitattujen näytteiden kosteuteen vaikutti huomattavasti määritetty kuivatiheys (sekä tietysti mistä kohtaa näytettä näytekiekko oli leikattu). Pienemmillä kuivatiheyksillä $800 - 1000$ kg ja pitkillä kasteluajoilla päästiin yli 100 %:n kosteuspitoisuuksiin. Tiheämmillä kuivatiheyksillä $1000 - 1200$ kg vastaavassa kasteluajassa oli kosteuspitoisuudet puolestaan pienempiä. Pienemmällä kuivatiheydellä tehtynä kuivempi osa oli hauraampaa ja hajosi herkemmin kuin tiheämmällä. Kuivimpien näytekiekkojen kosteusprosentti oli noin 17 %:n luokkaa.

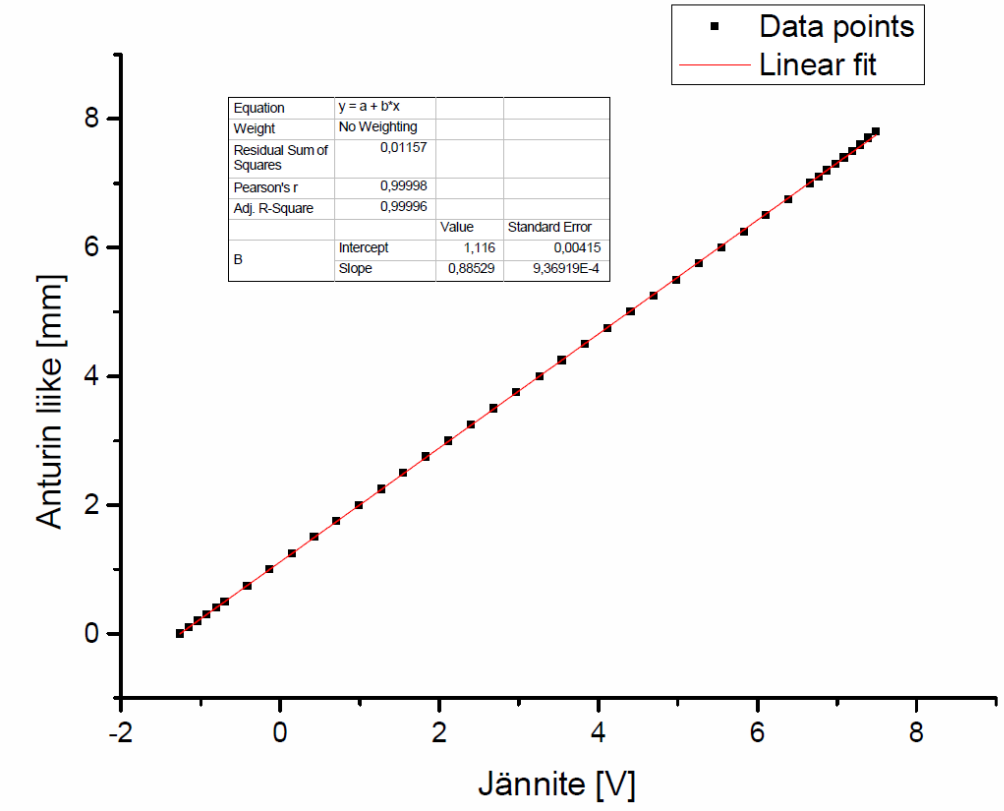
4.5 Virhe

Bentoniitin massa mitattiin ennen mittauksia ja mittausten jälkeen. Koska näytteen joutui kaapimaan pois näytekammiosta, niin ihan kaikkea bentoniittia ei pystynyt saamaan talteen. Tämä aiheutti pienen määrän bentoniitin hävikkiä, joka näkyi massavajeena $0{,}5 - 2$ g välillä. Tyypillisen näytteen märkämassa oli noin 100 g.

Mittalaitteen myötämistä ei otettu huomioon, mikä johtuu jälkeenpäin huomatusta seikasta, että mittalaitteen yläpuristuspinta oli hivenen vinossa. Kuitenkin myötäminen oli niin pientä, että sen aiheuttama suhteellinen virhe oli maksimissaan noin 2 %:n luokkaa. Puristuspinnan vinous aiheutti

Liite 2: Paikka-anturien kalibrointi

Paikka-anturin kalibrointi tapahtui mittaamalla anturin liikettä Mitutoyo 164-171, MHD1-25 mikrometrillä. Kalibrointia varten mikrometrille oli suunniteltu teline, johon anturin pystyi laittaamaan tukevasti paikoilleen. Anturilta saatavaa jännitettä luettiin LabVIEW ohjelman avulla National Instruments NI USB-6008 mittauskortilta. Kuvassa on esitettynä käytetyn paikka-anturin liike jännitteen funktiona sekä sovitettu kalibraatiosuora.



Kuva 1: Paikka-anturille määritetty kalibraatiosuora anturin liikkeen ollessa jännitteen funktio.

Liite 3: Painemittauksen kalibrointi

Painemittaukseen käytetyn anturin kalibrointi tehtiin linearisoimalla teoreettisesti yhtälö Keller PA-25Y/200bar/80087.55 paineanturin teknisten tietojen perusteella. Paineanturin antama virta muutettiin jännitteeksi, jota mitattiin National Instruments NI USB-6008 mittauskortilla LabVIEW-ohjelman avulla.

Paineanturin ulosanto virralle on $4 - 20$ mA mittausalueen ollessa $0 - 200$ bar. Virta muutettiin jännitteeksi mittaamalla tapahtuvaa jännitehäviötä $500\ \Omega$ vastuksen yli (kaksi sarjaan kytkettyä $250\ \Omega$ vastusta). Tällöin mitattava jännite vaihtelee Ohmin lain mukaan

$$4\ \text{mA} \cdot 500\ \Omega = 2\ \text{V} \tag{1}$$

$$20\ \text{mA} \cdot 500\ \Omega = 10\ \text{V} \tag{2}$$

eli $2 - 10$ V välillä. Linearisoinnissa käytetään mitattavalle paineelle p suoran yhtälöä

$$p = kU + b, \tag{3}$$

missä k on kulmakerroin, U on mitattava jännite ja b on vakio. Koska mittausalue tiedetään, saadaan kulmakertoimeksi k paineen muutosnopeus jännitteen suhteen

$$k = \frac{200 - 0}{10 - 2}\ \frac{\text{bar}}{\text{V}} = \frac{200}{8}\frac{10^5}{10^6}\frac{\text{MPa}}{\text{V}} = \frac{5}{2}\frac{\text{MPa}}{\text{V}}. \tag{4}$$

Ratkaistaan vakio b reunaehdolla, jolloin paineen täytyy olla $p = 0$ MPa mittauspisteessä $U = 2$ V

$$0\ \text{MPa} = \frac{5}{2}\frac{\text{MPa}}{\text{V}} \cdot 2\ \text{V} + b \tag{5}$$

$$\Longleftrightarrow$$

$$b = -5\ \text{MPa}. \tag{6}$$

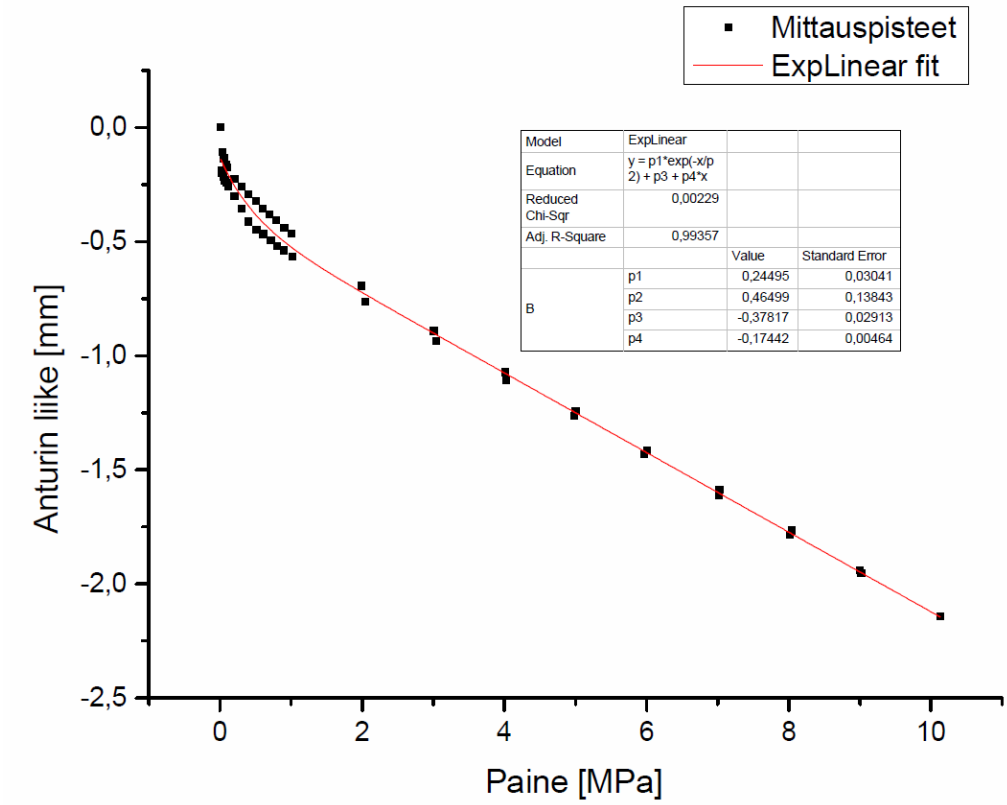
Nyt saadaan paineen laskemiselle lopullinen yhtälö sijoittamalla määritetyt

k:n ja b:n arvot yhtälöön (3)

$$p = \frac{5}{2}\frac{\mathrm{MPa}}{\mathrm{V}}\left(U - 2\ \mathrm{V}\right). \tag{7}$$

Liite 4: Mittalaitteen venymä

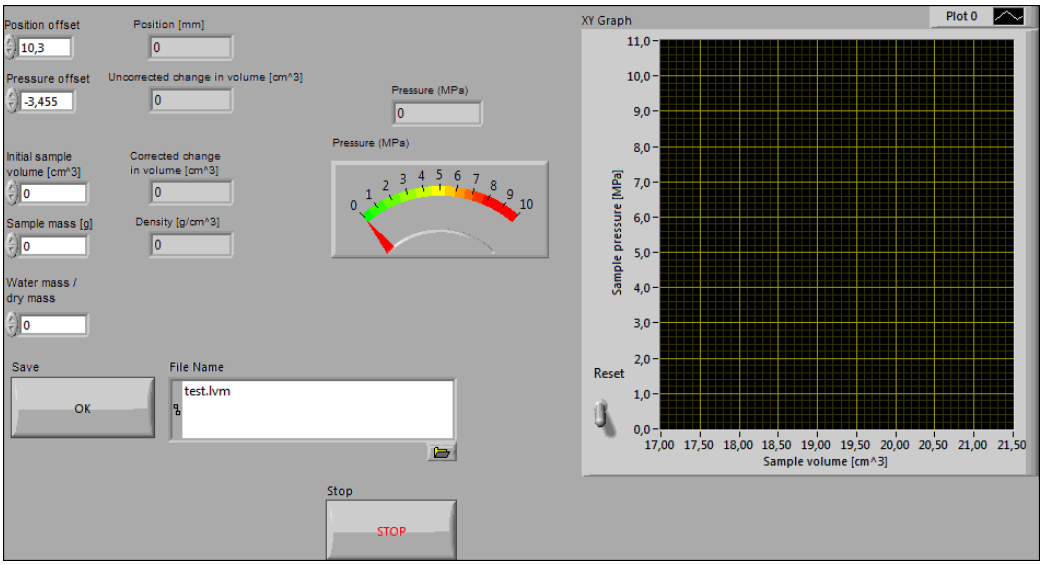
Oheisessa kuvassa on esitetty hydrostaattisten puristuskokeiden mittauslaitteiston venymä paineen funktiona. Kuvaajasta käy ilmi, kuinka mittalaite käyttäytyy metallisen joustamattoman kalibrointikappaleen kanssa. Kalibrointikappale oli laitettu suojapussiin, minkä ideana oli kompensoida ainakin jonkin verran suojan aiheuttamasta muodonmuutoksita pois jo kalibrointivaiheessa. Anturin liike voidaan muuttaa suoraan tilavuudeksi, kun liikkutettavan männän pinta-ala tunnetaan.



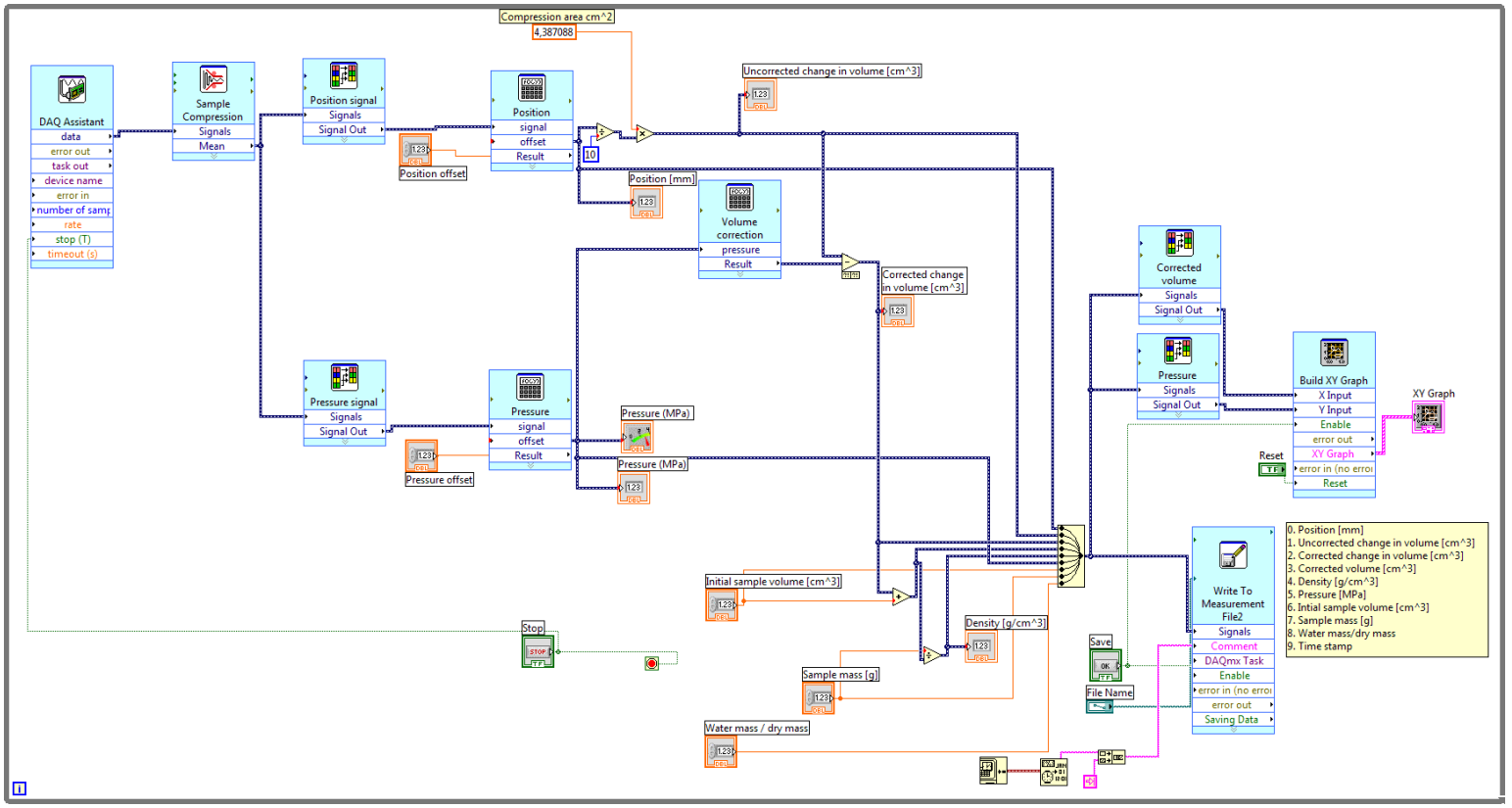
Kuva 1: Kuvaajasta käy ilmi mittalaitteen venymäkorjauksessa käytetyn yhtälön sovitus paineen funktiona.

Liite 5: Mittausohjelman käyttöliittymä ja rakenne

Tässä liitteesssä näkyvät käytetyn mittausohjelman käyttöliittymä kuvassa 1 sekä koko ohjelman tarkempi rakenne LabVIEW:in ohjelmointinäkymästä kuvassa 2. Kyseessä on hydrostaattisten mittausten käyttöliittymä ja ohjelma.



Kuva 1: Kuvassa on esitettynä käytetyn mittausohjelman käyttöliittymä.



Kuva 2: Kuvassa on esitettynä mittausohjelman rakenne LabVIEW:in ohjelmointinäkymästä.