



Høgskolen i Telemark

Avdeling for teknologiske fag

Masterutdanningen

HOVEDOPPGAVE 2005

Kenneth Johansen

Effekten av syklisk belastning under konsolidering og styrkeprøving i en uniaxialtester



Avdeling for teknologiske fag

Adresse: Kjølnes, 3914 Porsgrunn, telefon 35 57 50 00, telefax 35 55 75 47

Ingeniørutdanning - Sivilingeniørutdanning - Doktorgradsutdanning



Høgskolen i Telemark

Avdeling for teknologiske fag

Masterutdanningen

RAPPORT FRA HOVEDOPPGAVE, FAG F4203

Student : Kenneth Johansen

Oppgavens tittel: Effekten av syklisk belastning under konsolidering og styrkeprøving i en uniaxialtester

Signatur :

Antall sider : 68 sider rapport og 57 sider vedlegg

Emneord : **Pulverteknologi**
Skjærtестere
Uniaxialtester
Belastnings- og avlastningssykluser

Faglærer : Prof. Gisle G. Enstad sign.:

Biveileder : Ph.D. student Trude O. Nysæter sign.:

Sensor : Prof. Gisle G. Enstad sign.:

Ekstern partner : Ingen

Tilgjengelighet : Åpen

Godkjent for arkivering (sign. faglærer): **Dato:**

Sammendrag:

For industri som bruker, behandler eller produserer partikulære materialer (pulver), er ofte de partikulære materialenes flytegenskaper av avgjørende betydning for prosessene eller for produktene. Mange bedrifter innenfor slike industrigrener har behov for å kunne kontrollere de partikulære materialenes flytegenskaper.

Ved "Telemark Tekniske og Industrielle Utviklingssenter avdeling for pulverteknologi (POSTEC)", er det utviklet en spesiell skjærtester (kalt *uniaxialtester*) som kan brukes til å karakterisere pulverets flytegenskaper, kvalitetskontroll av pulveret og gi mulighet for kvalitative sammenligninger av forskjellige typer pulver. Fra *uniaxialtesteren* kan man blant annet få informasjon om pulverets kompresjonsegenskaper under ulike konsolideringer, bruddstyrke og krypeegenskaper.

Det har i pulverlaboratoriet ved Høgskolen i Telemark blitt utført eksperimenter i *uniaxialtesteren* på to forskjellige typer pulver (kalkstein- og industrisementpulver), for å undersøke hvordan konsolidering med belastnings- og avlastningssykluser har innvirkning på pulvereienskaper som bruddstyrke og bulk tetthet. Dette var interessant å studere for å vite om pulveret ble svakere, sterkere eller upåvirket av denne typen konsolidering i forhold til enkel konsolidering. Styrken og flytegenskapene til pulvere har en sammenheng, og design av prosessutstyr og optimaliseringer av prosesser som involverer bruk av pulvere vil derfor være påvirket av dette.

Etter analyse av de eksperimentelle resultatene kan det konkluderes med at belastnings- og avlastningssykluser under konsolidering av pulveret, vil bidra til redusert bruddstyrke på pulveret i forhold til tester uten slike sykluser. Resultatene viser også at belastnings- og avlastningssykluser under styrketesting, vil ha liten eller ubetydelig innvirkning på bruddstyrken. Når det gjelder bulk tettheten til pulveret som funksjon av konsolideringstrykket, viser det seg også at dette vil være påvirket av belastnings- og avlastningssykluser.

Rapporten inneholder fullstendig dokumentasjon av de eksperimentelle resultatene og analyser av disse, beskrivelse av både *uniaxialtesteren* og en generell beskrivelse av andre typer skjærtestere som finnes i markedet.

FORORD

Denne rapporten er et resultat av den obligatoriske hovedoppgaven fra mastergradsutdanningen i prosessteknikk, ved Høgskolen i Telemark avdeling for teknologiske fag. Hovedoppgaven skal være en individuell 30 studiepoengs prosjektoppgave, som er forskningsrettet og tema er som oftest problemstillinger som dagens industri står midt oppe i.

Hovedmålet med denne hovedoppgaven var å studere effekten av syklisk belastnings- og avlastningssykluser under konsolidering og styrketest av pulver i en *uniaxialtester*. Et annet mål var også å gi en generell beskrivelse av andre skjærtelere for pulver.

Eksperimentene i denne hovedoppgaven har blitt gjennomført i pulverlaboratoriet ved Høgskolen i Telemark. Det har totalt blitt gjennomført 440 tester som er bakgrunnen for resultatene som blir fremstilt i denne rapporten. Det er blitt gjort eksperimenter på kalksteinpulver og industrisementpulver.

Det kreves ingen spesiell forkunnskaper for å lese rapporten, men leseren får best utbytte av å ha generell kunnskaper om pulverteknologi.

Jeg vil gi en spesiell takk til mine to veiledere professor Gisle G. Enstad og doktorgradsstudent Trude O. Nysæter, som har hjulpet meg med gjennomføringen av denne hovedoppgaven.

Porsgrunn 25/5-2005

.....

Kenneth Johansen

INNHOLDSFORTEGNELSE

1	BAKGRUNN^[1,2]	6
2	LITTERATURSTUDIE AV SKJÆRTESTERE	8
2.1	JENIKE'S SKJÆRCELLE ^[1,3,4,5]	8
2.1.1	<i>Innledning</i>	8
2.1.2	<i>Teori og bruk av testeren</i>	9
2.2	SCHULZE'S RINGSKJÆRTESTER ^[4]	11
2.3	POSTEC UNIAXIALTESTER ^[2,3,4,6,7,8]	12
2.3.1	<i>Innledning</i>	12
2.3.2	<i>Prinsipp</i>	13
2.4	POSTEC BIAXIALTESTER ^[3]	15
2.5	FORSKJELLEN MELLOM DIREKTE OG INDIREKTE SKJÆRTESTERE ^[4]	16
3	EKSPERIMENTELT	18
3.1	UTSTYR.....	18
3.1.1	<i>Teknisk beskrivelse av POSTEC uniaxialtester</i>	18
3.1.2	<i>Generell beskrivelse av ekstra utstyr</i>	21
3.2	UTFØRTE EKSPERIMENTER.....	22
3.2.1	<i>Prøvepulver</i>	22
3.2.2	<i>Prøvedeling</i>	23
3.2.3	<i>Forklaring av begreper og dataplotter</i>	23
3.2.4	<i>Referansekurver</i>	25
3.2.5	<i>Syklisk konsolidering</i>	25
3.2.6	<i>Bulktetthet</i>	26
3.2.7	<i>Syklisk belastning under styrketest</i>	27
3.2.8	<i>Nøyaktighet av eksperimentene</i>	27
3.3	TESTPROSEDYRER.....	27
3.3.1	<i>Fylling av prøvepulver i matrisen</i>	27
3.3.2	<i>Montering av matrisen i uniaxialtesteren</i>	29
3.3.3	<i>Enkel konsolidering i uniaxialtesteren</i>	30
3.3.4	<i>Enkel styrketest i uniaxialtesteren</i>	30
3.3.5	<i>Syklisk konsolidering i uniaxialtesteren</i>	31
3.3.6	<i>Syklisk styrketest i uniaxialtesteren</i>	31
4	RESULTATER	33
4.1	REFERANSEKURVER.....	33
4.1.1	<i>Kalksteinpulver</i>	33
4.1.2	<i>Industrisementpulver</i>	35
4.2	SYKLISK KONSOLIDERING.....	35
4.2.1	<i>Kalksteinpulver</i>	35
4.2.2	<i>Industrisementpulver</i>	41
4.3	BEREGNEDE STANDARDAVVIK PÅ BRUDDSTYRKEN.....	42
4.3.1	<i>Kalksteinpulver</i>	42
4.3.2	<i>Industrisementpulver</i>	44

4.4	BEREGNEDE STANDARDAVVIK PÅ KONSOLIDERINGSPROSESSEN	45
4.4.1	<i>Kalksteinpulver</i>	45
4.4.2	<i>Industrisementpulver</i>	46
4.5	BEREGNEDE VERDIER PÅ BULKTTETTHETEN	47
4.5.1	<i>Kalksteinpulver</i>	47
4.5.2	<i>Industrisementpulver</i>	51
4.6	SYKLISK STYRKETESTING	53
4.6.1	<i>Kalksteinpulver</i>	53
4.6.2	<i>Industrisementpulver</i>	56
4.7	PRØVEVEKTSFORDELING	58
4.7.1	<i>Kalksteinpulver</i>	58
4.7.2	<i>Industrisementpulver</i>	58
4.8	FUKTIGHETSFORDELING	59
4.8.1	<i>Kalksteinpulver</i>	59
4.8.2	<i>Industrisementpulver</i>	60
5	DISKUSJON	61
6	KONKLUSJON	64
	FORMELLISTE	65
	REFERANSELISTE	66
	REFERANSELISTE FOR BILDER	67
	VEDLEGGSLISTE	68

1 BAKGRUNN^[1,2]

Pulvere, eller også kalt partikulære materialer brukes eller produseres i store deler av både norsk og utenlandsk landbasert industri. Dette omfatter alt fra den typiske kjemiske industrien (plast og gjødsel) via metallurgi til farmasøytisk- og næringsmiddelindustri. I tillegg til dette finner man også pulverteknologi i oljeutvinning, fiskeoppdrett og møbelindustri.

Operasjoner i industrien som inneholder pulverteknologi kan være: pulverkarakterisering, pulvermekanikk (lagring og utmating fra siloer), knusing/maling, blanding/segregering, faststoff/gass separasjon, fluidisering, tørking, partikkelforstørrelse (granulering, tableting), sortering/klassifisering, transport (mekanisk og pneumatisk) og innmating/dosering til ulike prosessutstyr og prosesser.

På mange måter kan man anse pulver under spesielle omstendigheter som en fjerde aggregattilstand i tillegg til gass, væske og faststoff. Pulver er et faststoff, men under de rette omstendighetene som for eksempel *fluidisering* kan det oppføre seg som væske. For gasser og væsker er tilstandsligninger godt utviklet, noe som fører til at prosesser relativt lett kan beregnes med god nøyaktighet. For pulvere er slike formelverk fremdeles lite tilgjengelig og beregninger baseres på erfaringstall og forsøkskjøring av testtrigge.

Figur 1.1 viser forskjellen i mekaniske egenskaper mellom væsker, pulvere og faststoff.



Figur 1.1 Illustrasjon av forskjellen i mekaniske egenskaper hos a) væsker, b) pulvere og c) faste stoffer^[1]

Forskjellen som illustreres i figur 1.1 ligger i at pulvere som står i ro, delvis kan overføre skjærkrefter, væsker derimot kan ikke det, mens faststoff kan overføre slike krefter i en nesten ubegrenset grad. Et pulvers evne til å overføre skjærkrefter er avhengig av dets tilstand. I oppluftet tilstand (eks: under fluidisering) oppfører pulvere seg som væsker, mens i komprimert tilstand (eks: under lagring i silo) oppfører de seg nesten som faststoff. Det er den vidt forskjellige oppførsel, avhengig av tilstand, som gjør det vanskelig å forutsi hvordan pulvere vil oppføre seg i en gitt situasjon.

For industri som bruker, behandler eller produserer partikulære materialer, er ofte de partikulære materialenes flyteegenskaper av avgjørende betydning for prosessene, eller for

produktene. Mange bedrifter innenfor slike industrigrener har behov for å kunne kontrollere de partikulære materialenes flyteegenskaper. Til dette brukes forskjellige typer utstyr som er beheftet med mangler som operatørvhengighet og måleverdier med varierende pålitelighet. Behovet for et raskt og lite operatørvhengig apparatur for måling av flyteegenskaper er derfor til stede. Denne form for apparatur må være rask nok til at den kan inngå som en naturlig del av kvalitetskontrollen, kunne undersøke pulvereegenskapene under forutsetninger som vil være tilstede under virkelige prosesser og den må være følsom mot små variasjoner i pulveres flyteegenskaper.

Ved ”Telemark Tekniske og Industrielle Utviklingssenter avdeling for pulverteknologi (POSTEC)”, er det utviklet en spesiell skjærtester (heretter kalt *uniaxialtester*) som oppfyller alle de nevnte kravene. Denne skjærtesteren bygger på prinsippet om *uniaxial konsolidering*, med homogen pakking av pulverprøven og en tilnærmet friksjonsløs deformasjon av pulveret. Etter endt konsolidering kan pulverprøven frigjøres fra prøveformen (matrisen) og man kan gjennomføre en styrketest av pulveret.

Bruksområdet til *uniaxialtester* er å karakterisere pulverets flyteegenskaper, kvalitetskontroll og gi mulighet for kvalitative sammenligninger av pulvere. Fra *uniaxialtester* kan man blant annet få informasjon om pulverets kompresjonsegenskaper under ulike konsolideringer, bruddstyrke og krypeegenskaper.

Det som ønskes å få undersøkt ved denne masteroppgaven er å se på hvordan konsolidering med sykliske belastnings- og avlastningssykluser har innvirkning på pulvereegenskaper som bruddstyrke og bulk tetthet. Dette er interessant å studere for å vite om pulveret blir svakere, sterkere eller upåvirket av denne typen konsolidering i forhold til enkel konsolidering. Styrken og flyteegenskapene til pulveret har en sammenheng, og design av prosessutstyr og optimaliseringer av prosesser som involverer pulvere vil derfor være påvirket av dette.

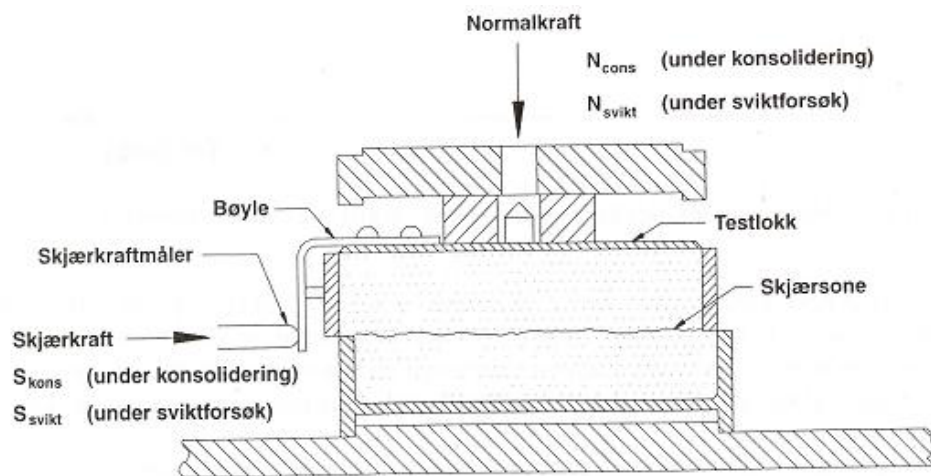
2 LITTERATURSTUDIE AV SKJÆRTESTERE

2.1 Jenike's skjærcelle^[1,3,4,5]

2.1.1 Innledning

Pioneren på fagområdet *pulvermekanikk* var *dr. Andrew W. Jenike*, som utviklet en ny metode for å designe siloer med pålitelig utstrømning. *Jenike's* metode består av to hoveddeler, hvor man har en eksperimentell del som muliggjør en karakterisering av pulverets flyteegenskaper, og en teoretisk del som gjør det mulig å beregne kritiske siloparametere (utløpsdiameteren og hopperhelningsvinkelen) for pålitelig utstrømning, som baseres på de målte egenskapene til et pulver. For å måle de relevante egenskapene til pulveret må man bruke en skjærtester.

Jenike's skjærcelle hører til det vi kaller *direkte* skjærtestere, som gjør det mulig å bestemme den såkalte *sviktfunksjonen*. Figur 2.1 viser hvordan *Jenike's skjærcelle* ser ut under konsolidering og sviktforsøk av pulverprøven.

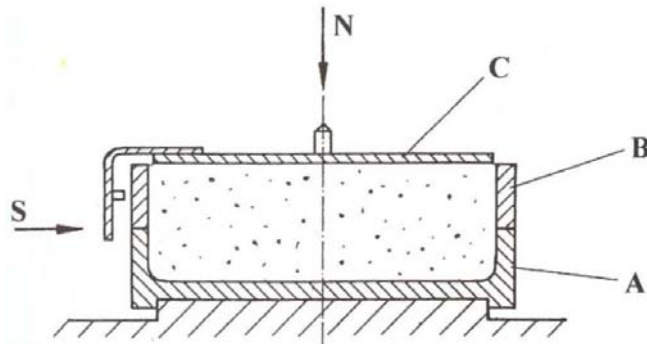


Figur 2.1 Illustrering av *Jenike's skjærcelle* under konsolidering og skjærtest av pulverprøven^[1]

Sviktfunksjonen betegner styrken på prøven (eng: compressive strength) som funksjon av påført konsolideringspenning, etter en *steady state* defomasjon (pulveret deformeres uten noen endringer i tetthet, volum eller andre egenskaper). *Sviktfunksjonen* brukes for å karakterisere pulverets flyteegenskaper og når man skal beregne de kritiske siloparametere. I tillegg til *sviktfunksjonen* trenger man også et diagram som viser den *effektive indre friksjonsvinkelen* δ som funksjon av den *største konsolideringspenningen* σ_1 , og et diagram som viser hvordan *bulktettheten* ρ_b varierer med σ_1 . Det er også mulighet for å måle veggfriksjonen, det vil si motstanden materialet i siloveggene har for pulverflyten. Dette gjøres med en enkel modifikasjon på skjærcellen.

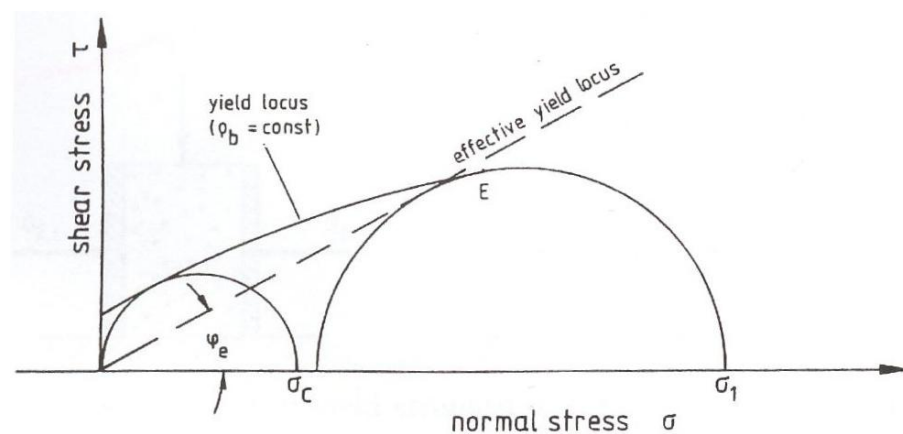
2.1.2 Teori og bruk av testerene

Den viktigste delen av *Jenike's skjærtester* er skjærcellen (se figur 2.2). Den består av en *cellebunn (A)*, *cellering (B)* som hviler oppå toppen av *cellebunnen* og et *cellelokk (C)*. *Cellebunnen* og *celleringen* fylles med pulvermaterialet som skal testes. Det finnes egne prosedyrer på hvordan man fyller pulveret i skjærcellen, men det vil ikke bli omtalt i denne rapporten. Til fyllingsprosedyren hører det også en egen prosedyre for kompaktering av pulvermaterialet før testingen kan begynne. Dette er viktig fordi man ønsker at pulvermaterialet skal ha samme initialverdi for tettheten i hver serie skjærtester som utføres. Denne kompakteringen vil bli omtalt videre i rapporten som *før-konsolidering*.



Figur 2.2 *Jenike's skjærcelle (A: cellebunn, B: cellering, C: cellelokk, S: skjærkraft, N: normalkraften)*^[2]

En vertikal kraft (normalkraften N) i form av vekter, belaster *cellelokket* samtidig som *celleringen* skyves horisontalt med en skjærkraft S som måles. Ved å bruke forskjellige *normalkrefter* vil man oppnå forskjellige maksimumsverdier for *skjærkraften* ved hvert forsøk. Ved å dividere N og S på tverrsnittsarealet til *skjærcellen*, finner man *normalspenningene* σ_1 og *skjærspenningene* τ . Figur 2.3 viser et σ, τ -diagram.



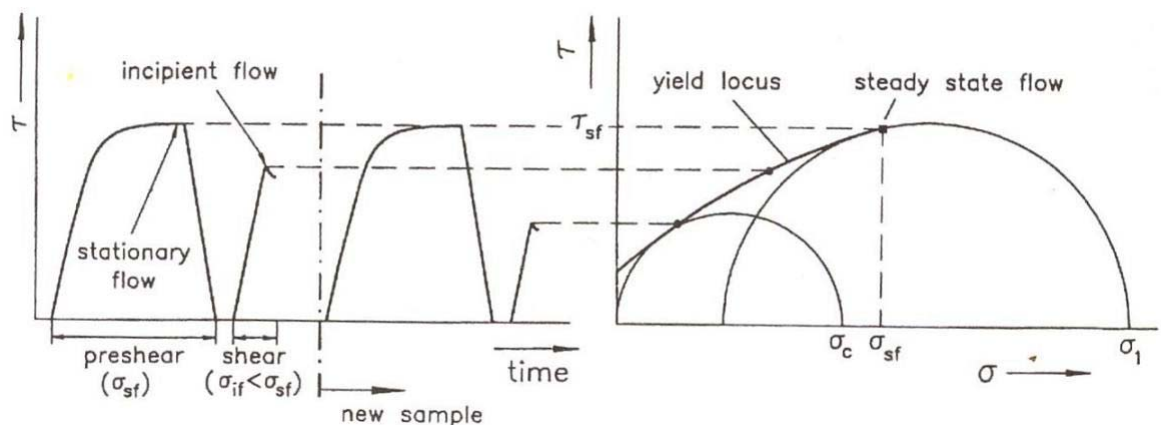
Figur 2.3 *Sviktcurven (eng: yield loci) og effektiv sviktcurve*^[3]

Kurven representerer den maksimale *skjærspenningen* τ som pulvermaterialet kan tåle under en bestemt *normalspenning* σ . Denne kurven kalles *sviktcurven* (eng: yield locus). Parameteren til en *sviktcurve* er *bulktettheten* ρ_b ved *før-konsolideringen* av pulveret.

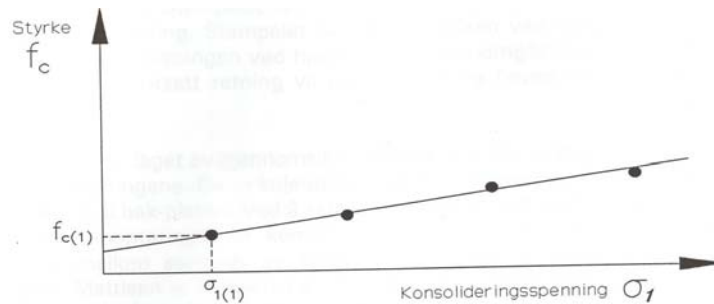
Ved kraftigere *før-konsolidering* vil *bulktettheten* ρ_b øke og *sviktkurven* vil bevege seg oppover. Hver *sviktkurve* vil stoppe ved punktet *E* (endepunktet) i retning av økende *normalspenninger* σ . Punktet *E* karakteriserer *steady state* strømming som vil si ingen endring i spenninger eller *bulktetthet* ρ_b .

For å bestemme *sviktkurven* som er vist i figur 2.3 må man gjennomføre en bestemt prosedyre som består av to hovedtrinn. Etter *før-konsolideringen* utføres skjærforsøk med *normalspenning* σ_{sf} som er tilpasset pulverets tetthet slik at man får *steady state* og $\tau = \tau_{sf} = \text{konstant}$. *Normalspenningen* σ_{sf} må bestemmes ved prøving og feiling. Etter at *steady state* er oppnådd (1. trinn "preshear"), noe som blir indikert når τ_{sf} er konstant (se figur 2.4), blir *skjærkraften* redusert til null og *normalspenningene* blir redusert til $\sigma < \sigma_{sf}$. Deretter blir pulveret igjen belastet med en *skjærkraft* og man vil få en maksimum *skjærspenningsverdi*, som vil gi et punkt på *sviktkurven* (2. trinn "shear"). For å få flere punkter på *sviktkurven* må man repetere denne prosedyren med samme *normalspenninger* σ_{sf} under "preshear", men med nye normalspenninger $\sigma < \sigma_{sf}$ under "shear". Det er også viktig med en "fersk" pulverprøve for hvert forsøk (dvs hvert punkt på *sviktkurven*). Figur 2.4 viser skjematisk hvordan prosedyren foregår. For å få flere *sviktkurver* må man forandre på *normalkraften* under *før-konsolidering* og "preshear", og den omtalte prosedyren må repeteres.

På figur 2.4 er det tegnet inn to *Mohr-sirkler* som bestemmes ved hjelp av *sviktkurven*. σ_1 er den største *hovedspenningen* ved *steady state* og σ_c (kalles også for f_c) er litt forenklet sagt pulverets *trykkstyrke* (eng: unconfined failure strength). Hver *sviktkurve* gir et par av σ_1 og σ_c . Ved å plote σ_c som funksjon av σ_1 vil man få *sviktfunksjonen* (se figur 2.5). Vinkelen φ_e mellom σ -aksen og tangenten til den største *Mohr-sirkelen* (kalles *effektiv sviktkurve*, se figur 2.3) er et mål på den indre friksjonen ved *steady state* og er veldig viktig ved silodesign.



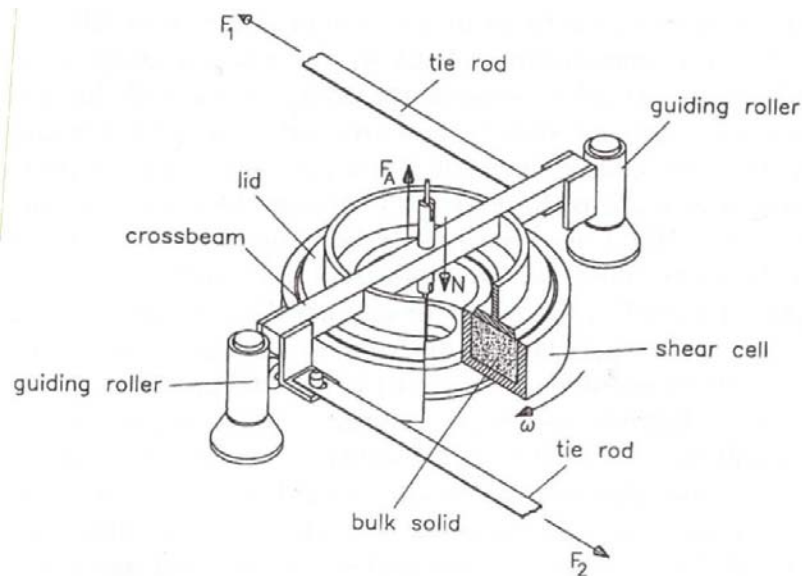
Figur 2.4 Prosedyre for Jenike's skjærtester som gir sviktkurven^[3]



Figur 2.5 Sviktfunksjonen som viser styrken (f_c) som funksjon av konsolideringsspenning σ_1 ^[1]

2.2 Schulze's ringskjærtester^[4]

Figur 2.6 viser hvordan Schulze's ringskjærtester er designet.



Figur 2.6 Schulze's ringskjærtester^[3]

Standard dimensjoner på *ringskjærcellen* (eng: ring shear cell) er innvendig og utvendig diameter (D_i og D_a) på henholdsvis 100 mm og 200 mm. Et ringformet cellelokk (eng: lid) som er montert sammen med en tverrliggende stang (eng: crossbeam), ligger oppå pulverprøven. *Ringskjærcellen* kjøres i retningen ω som vises på figur 2.6. Lokket forhindres mot å rotere av to tynne stenger (eng: tie rod) som er montert sammen med den tverrliggende stangen, og som er festet til hver sin kraftmåler. Ut ifra kreftene som virker på de to tynne stengene (F_1 og F_2) kan man beregne hvor store *skjærkrefter* som belaster pulverprøven. For å forhindre at *cellelokket* flytter seg horisontalt er det montert to lederuller (eng: guiding rollers), som også vil redusere friksjonen som oppstår når *ringskjærcellen* roterer. *Cellelokket* på Schulze's ringskjærtester er like uhindret ved rotasjonen under *skjærtesten*, som *cellelokket* i Jenike's skjærcelle er under forskyvning av *celleringen*.

Pulverprøven utsettes for *normalkrefter* ved at man henger vekter på den tverrliggende stangen. Ved bruk av et motvektsystem F_A kan man oppnå veldig små *normalkrefter* σ på pulverprøven. I forhold til andre *ringskjærtестere* gir konstruksjonen til *Schulze's ringskjærtестer* en veldig lav vekt, noe som gir mindre friksjon og treghetskrefter (eng: inertia forces) i pulverprøven. Et resultat av dette er at man får mer nøyaktige målinger, spesielt ved lave *normalkrefter*.

Testprosedyren med *Schulze's ringskjærtестer* er ekvivalent med den som ble beskrevet under kapitlet om *Jenike's skjærcelle*, hvor skjærtестen foregår i to trinn. Første trinn ("preshear") under *normalspenninger* σ_{sf} opp til *steady state* ved $\tau_{sf} = konst$, og andre trinn ("shear") hvor *normalspenningene* $\sigma < \sigma_{sf}$ opp til et maksimumspunkt for *skjærspenningen* τ . Her bestemmes *steady state* direkte uten prøving og feiling, som var tilfellet ved bruk av *Jenike's skjærcelle*. Når man bruker *Jenike's skjærcelle* må man dessuten bruke en "fersk" prøve (ubrukt pulver) for hver *skjærtест*. I motsetning til dette vil man med *Schulze's ringskjærtестer* kunne få alle punktene på *sviktkurven* (eng: yield locus) med samme pulverprøve. Etter å ha målt det første punktet på *sviktkurven* (både "preshear" og "shear") vil *normalspenningene* øke igjen til σ_{sf} , pulverprøven blir utsatt for *skjærkrefter* igjen opp til *steady state* τ_{sf} og neste punkt på *sviktkurven* kan bli funnet ved en ny *normalspenning* $\sigma < \sigma_{sf}$. Dette repeteres til man har alle punktene på *sviktkurven*.

Den største fordelene med *ringskjærtестere* i forhold til såkalte *translatoriske skjærtестere* (eks: *Jenike's skjærcelle*), er at de ikke har noen grenser for hvor mye deformasjoner de kan påføre pulverprøven. Det trengs ikke noen *før-konsolidering* av pulverprøven for å bruke *ringskjærtестere*. En annen fordel med *ringskjærtестere* er at det er mulig å få nøyaktige og pålitelige testresultater ved veldig lave *normalspenninger*. Dette er noe som er viktig både for *kohesive* og *fritt-flytende* pulver.

2.3 POSTEC uniaxialtester^[2,3,4,6,7,8]

2.3.1 Innledning

Uniaxialtesteren er en *indirekte skjærtестer* og hovedformålet med testeren er å karakterisere pulverets flyteegenskaper. Det er viktig å vite pulverets flyteegenskaper for å kunne optimalisere utstyr og prosesser som involverer lagring, transport eller generell behandling av partikulære materialer.

Uniaxialtesteren tar mye mindre tid å bruke enn *Jenike's skjærcelle*, som er en *direkte skjærtестer*. Andre bruksområder for uniaxialtesteren kan være kvalitetskontroll og kvalitative sammenligninger av pulver. Det er viktig å merke seg at for fritt-flytende pulver

(partikler $>100 \mu\text{m}$) kan man bare studere konsolideringsegenskapene til pulveret ved bruk av uniaxialtesteren.

Fra uniaxialtesteren kan man få informasjon om:

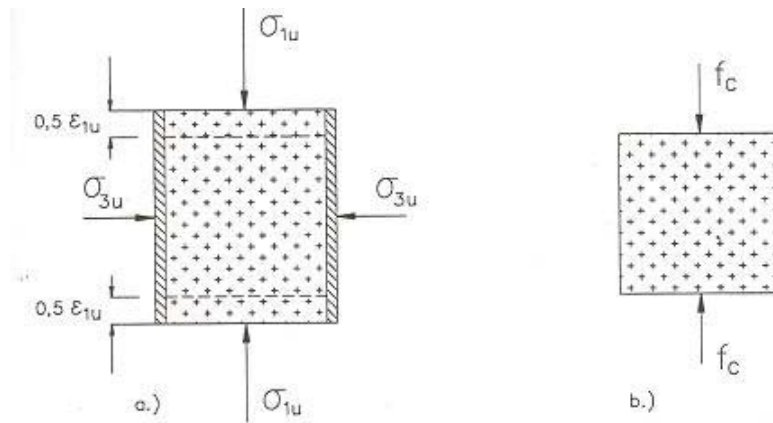
- Kompresjonsegenskaper (elastisitet/plastisk deformasjon) under konsolidering.
- Bruddstyrken (eng: compressive failure strength).
- Undersøkelser av andre mekaniske egenskaper for pulveret som: spenningsrelaksjon (eng: stress relaxation), krypegenskaper, karakterisering av pulveroppførsel ved belastning/avlastnings sykluser.

Uniaxialtesteren ble som utgangspunkt utviklet for å gi et enklere alternativ til mer kompliserte skjærtestere som *Jenike's skjærce*lle og *biaxialtesteren*. Uniaxialtesteren var i begynnelsen ment bare som et instrument for å måle *tidskonsolideringseffekter* for ulike pulvere, men det ble raskt oppdaget at den hadde et potensial som et instrument for mer vitenskapelige undersøkelser av de mekaniske egenskapene til pulvermaterialer. Siden uniaxialtesteren har god reproduserbarhet og er relativt enkel å betjene, så er den et utmerket verktøy for å gjøre kvalitetskontroll av ulike typer pulvere.

2.3.2 Prinsipp

I uniaxialtesteren fyller man en sylinderform (matrise) med pulver og ved hjelp av et stempel kan pulveret bli kompaktert i aksial retning, mens de radielle dimensjonene holdes konstante på grunn av matrisen. Ved hjelp av en elastisk gummimembran og smøremiddel (tynn oljefilm) vil friksjonen mellom pulveret og matrisen bli tilnærmet neglisjerbar, noe som gir en meget homogen konsolidering av pulveret. Under konsolidering (se figur 2.7a) måler man deformasjonen av pulveret (kompaktering av pulverprøven i aksial retning, mens radiell retning er låst) og aksielt trykk. Når man avlaster pulverprøven (stempelet reverseres) kan man studere pulverets elastiske egenskaper. Når man snakker om elastiske egenskaper mener man evnen pulverprøven har til å ekspandere når den aksielle spenningen reduseres. Etter konsolidering er det også mulig å fjerne matrisen og membranen slik at pulverprøven blir stående ubeskyttet (se figur 2.7b). Ved da igjen å belaste pulverprøven med stempelet vil ikke dimensjonene på pulveret i radiell retning være lengre konstante. Stempelet belaster pulverprøven til den raser sammen. Det trykket som skal til for å få pulverprøven til å bryte sammen registreres med en veiecelle. Pulverets styrke etter konsolidering (eng: compressive strength) er en funksjon av konsolideringstrykket.

Konstruksjonen av uniaxialtesteren er basert på prinsippet om uniaxial konsolidering (kompakteringen av pulveret skjer i *en* retning uten deformasjon i andre retninger) vist i figur 2.7.



Figur 2.7 Illustrering av prinsippet ved uniaxialtesterene, a) under konsolidering b) styrketest^[4]

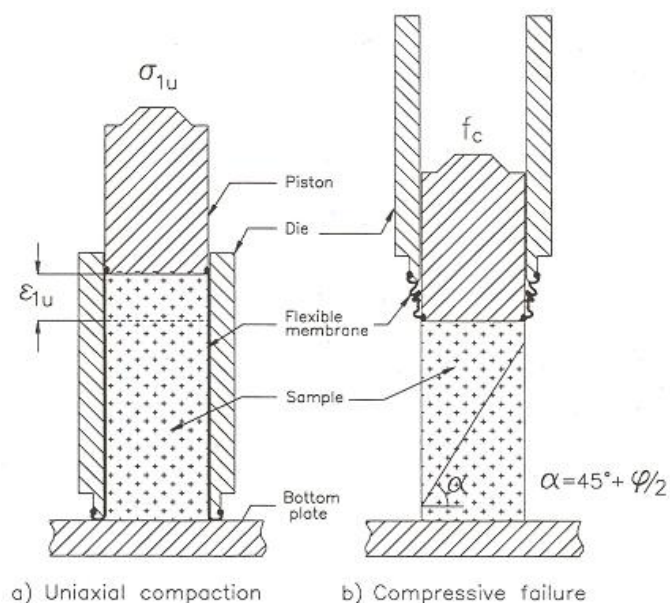
Det er viktig å merke seg at forholdet mellom høyden (H) og diameteren (D) på pulverprøven må overstige en kritisk verdi som er illustrert i Figur . Denne verdien finnes fra lign 2.1 og lign 2.2:

$$\frac{H}{D} > \tan(\alpha) \quad (2.1)$$

$$\alpha = 45^\circ + \frac{\phi}{2} \quad (2.2)$$

ϕ er den indre friksjonsvinkelen for pulveret som testes. Den kritiske verdien av H/D -forholdet må være så stor at skjærplanet kan utvikle seg uhindret mellom bunnen av stempelet og toppen av bunnkoppen, som er de flatene som overfører krefter til pulverprøven.

Den mekaniske løsning på dette prinsippet er vist i figur 2.8.

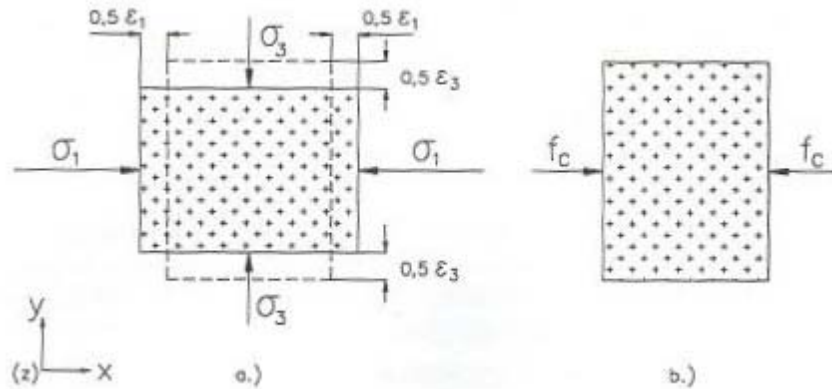


Figur 2.8 Viser mekanisk prinsipp av uniaxialtesterene ved a) konsolidering b) styrkeprøving^[3]

2.4 POSTEC biaxialtester^[3]

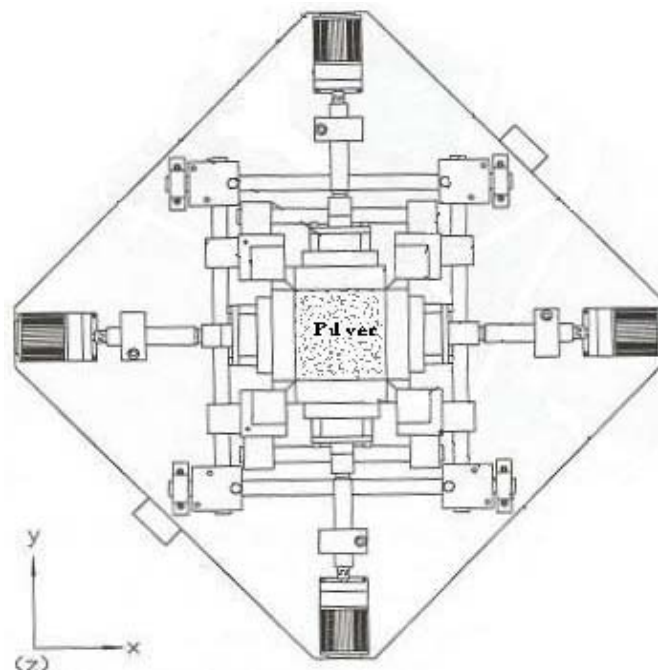
Biaxialtesteren hører til den gruppen skjærtestere som kalles *indirekte skjærtestere*.

Konstruksjonen av *biaxialtesteren* er basert på spenning/deformasjon (eng: stress/strain) prinsippet vist i figur 2.9.



Figur 2.9 Illustrering av prinsippet til biaxialtesteren^[4]

Biaxialtesteren kan belaste pulverprøven i alle horisontale retninger (x og y retning er regulerbar, z holdes konstant), mens *uniaxialtesteren* bare belaster prøven fra en retning (aksielt) i det vertikale planet (radielle dimensjoner holdes konstant). Det fører til at man kan få lik belastning på alle overflatene, noe som gjør at man unngår utvikling av overflatefriksjon mellom pulverprøven og testerene. Figur 2.10 illustrerer hvordan *biaxialtesteren* er konstruert ved *Telemark Tekniske og Industrielle Utviklingscenter avdeling pulverteknologi (POSTEC)*.

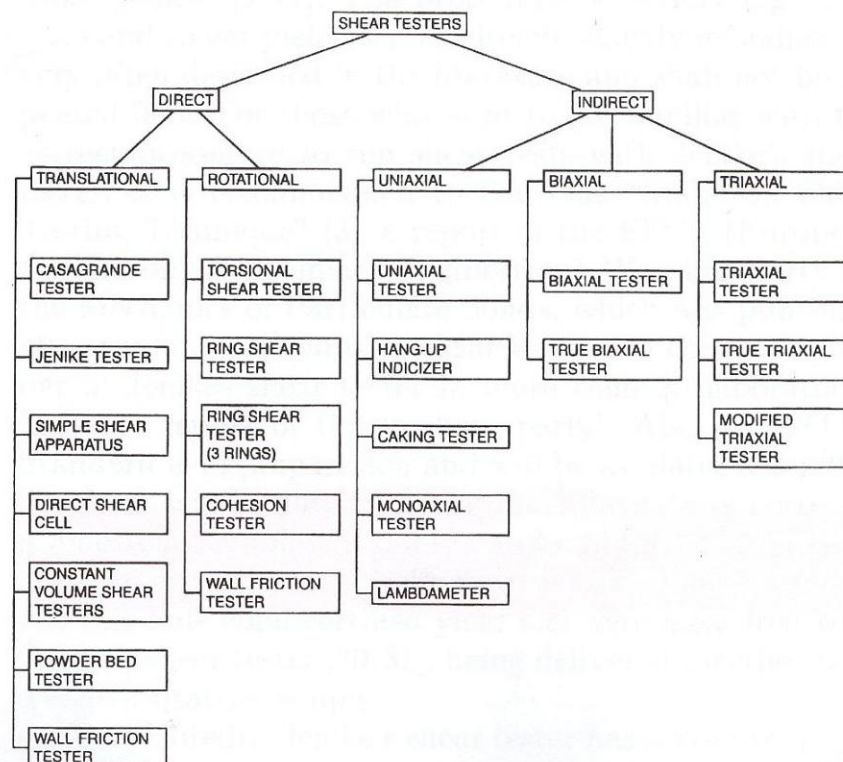


Figur 2.10 Illustrasjon av det mekaniske prinsippet for biaxialtesteren^[4]

Overflatene som berører pulverprøven (de ikke-bevegelige) er utstyrt med gummimembraner. De bevegelige overflatene som berører pulveret i horisontal retning er utstyrt med spesielle membranlommer som kan fylles med luft med varierende trykk. Ved å kontrollere lufttrykket i membranlommene og i tillegg holde membranene plane der hvor de er i kontakt med pulverprøven, kan *hovedspenningene* (eng: principal stresses) på pulverprøven bli kontrollert. Membranlommene er festet med en spesiell anordning til hver sin bakplate som beveger seg ved hjelp av en liten motor og et lineært skrue-drev. For å sikre at forflytningen av de bevegelige horisontale overflatene foregår korrekt, er det installert ømfintlige sensorer som om membranene er plane. Posisjonssensorer gjør det mulig å registrere deformasjonen av pulverprøven. Belastningen som pulverprøven utsettes for kommer fra trykkluften i membranlommene. Så lenge den delen av membranlommen som berører pulverprøven er plan, vil lufttrykket i lommene være det samme som normalspenningen på pulveret som berører membranen. Ved å variere lufttrykkene i membranputene kan man studere hvordan pulverprøven deformeres av de påtrykte hovedspenningene.

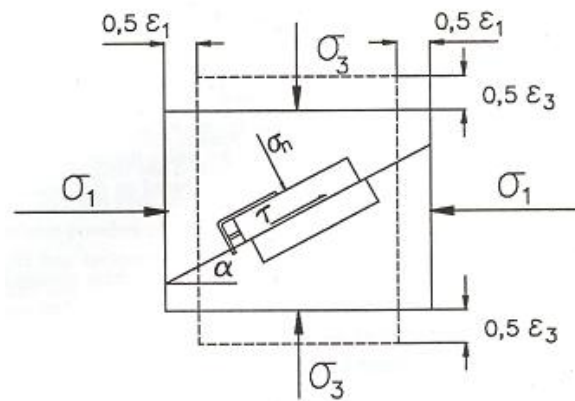
2.5 Forskjellen mellom direkte og indirekte skjærtestere^[4]

I tillegg til de omtalte skjærtesterne i denne rapporten finnes det en mengde andre testere på markedet. Figur 2.11 viser en oversikt over en mengde med skjærtestere.



Figur 2.11 Skjematisk fremstilling av utvalget av skjærtestere^[3]

Jenike's skjærcelle er som tidligere nevnt en *direkte skjærtester*. Det vil si at skjærplanet blir bestemt av cellens konstruksjon, og det er ikke mulig å bestemme spennings- og deformasjonsforholdene. På grunn av disse begrensingene har det blitt utviklet *biaxialtester*, som er i stand til å bestemme slike forhold. Slike målinger er nødvendig for utviklingen av konstitutive lover, som den *Hookske lov* for faststoffer, som tillater bedre forståelse av oppførselen til bulkpulvere. Andre ulemper med *Jenike's skjærcelletest* er at de tillatte deformasjoner er meget begrenset, men også at målinger ikke er mulige med lav normalspenning. *Biaxialtesteren* tillater imidlertid målinger ved lave *normalspenninger*. En annen fordel med *biaxialtesteren* er at man direkte kan bestemme punkter på *sviktfunksjonen*, slik at man unngår vanskelige fortolkninger av *sviktkurver* og *Mohrsirkler*. Figur 2.12 viser sammenhengen mellom *direkte* og *indirekte skjærtester*. Dette er eksemplifisert ved henholdsvis *Jenike's skjærcelle* (tegnet inne i firkanten), og *biaxialtesteren* (vist ved heltrukken firkant før deformasjon og strekete firkant etter deformasjon).



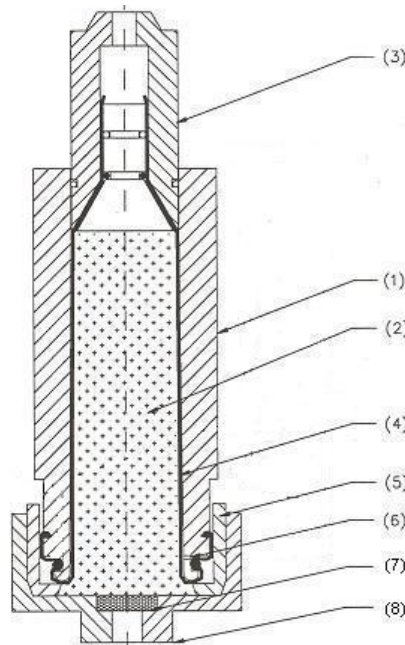
Figur 2.12 Forskjellen mellom direkte og indirekte skjærtester eksemplifisert ved henholdsvis *Jenike's skjærcelle* i midten av figuren, og *biaxialtesteren* på utsiden^[1]

3 EKSPERIMENTELT

3.1 Utstyr

3.1.1 Teknisk beskrivelse av POSTEC uniaxialtester

Det refereres til ulike utstyrsdeler på *uniaxialtesteren* i dette kapitlet. Numrene tilhører, figur 3.1, figur 3.4 og figur 3.5 som følger på de neste sidene.



Figur 3.1 Snitt av matrise med nummerkoder^[4]



Figur 3.2 Ferdigmontert matrise uten pulverprøve

Pulverformen (1) er en *matrise* av plexiglass (60mm*70mm*134mm), noe som gir operatøren en mulighet til å observere konsolideringen av pulverprøven (2). Matrisen har en gjennomgående sentrert boring med toppdiameter på 35,4 mm. De første 20 mm av boringen er eksakt sylindriske, mens resten av boringen er en kon med 0,5° helning på veggene. Dette er nødvendig for å få slipp mellom matriseveggen og pulveret når matrisen skal heves over pulverprøven før man gjennomfører styrketesten. Inne i boringen blir det plassert et stempel (3) med en diameter på 35 mm. Når pulvertesten startes har undersiden av stemplet en startposisjon på høyde med det øverste punktet på den koniske boringen.

En fleksibel gummimembran (4) blir festet med en spesiell anordning til stempelet. Membranen strekker seg fra stempelet langs etter veggene på boringen og ut av bunnen til matrisen. En ring (5) blir montert sammen med to *o-ringer* på den nedre delen av matrisen for å beskytte og holde membranen i en fast posisjon. Når stempelet beveges vertikalt

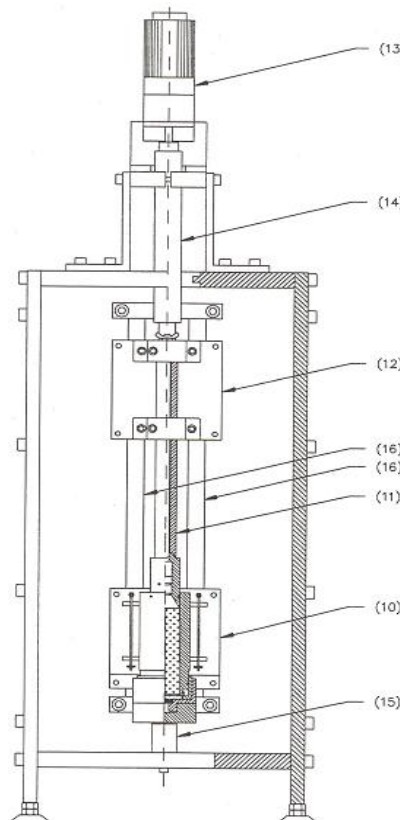
nedover i matrisen vil strekket i membranen avta, og membranen vil følge deformasjonen som pulverprøven utsettes for. For å minimalisere friksjonen mellom overflaten til matriseboringen og membranen, så er overflaten polert og i tillegg smører man overflaten med olje. Det er viktig at ikke oljens viskositet er for høy fordi man ønsker at friksjonen skal være uavhengig av stampelets hastighet. På den andre siden må ikke viskositeten være for liten slik at oljen kan presses ut på grunn av radielle krefter.

Etter hvert som pulverprøven blir konsolidert vil det på grunn av gravitasjon og radielle krefter føre til at overskuddet til den relativt tynne oljefilmen har en tendens til å sige ned i den nedre delen av matriseboringen. For å forhindre at det oppstår en oppsamling av olje og eventuelt luft, er det laget tre små radielle hull med diameter på 1 mm (6). Dette resulterer i at bare en tynn oljefilm opptrer mellom veggene på boringen og membranen, og at alt overskudd strømmer ut av disse hullene.

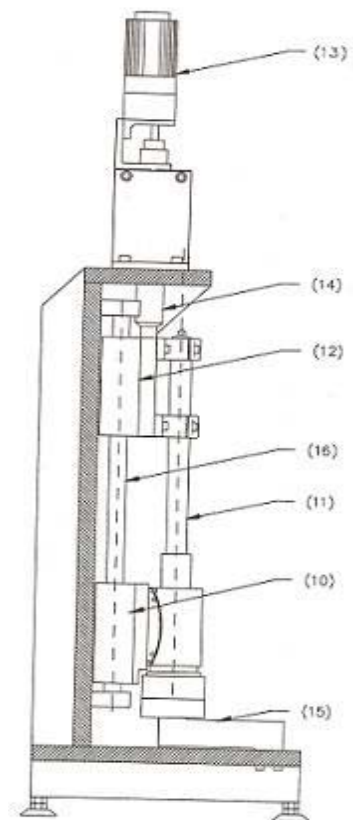
Etter hvert som pulverprøven blir konsolidert ved hjelp av et vertikalt bevegende stempel vil luften som er i pulverprøven presses ut igjennom et filter (7), som er montert inne i en bunnkopp (8) (se figur 3.3) som hele matrisen hviler på. Figur 3.2 viser hvordan matrisen ser ut når den er ferdig montert. For illustrering av hele *uniaxialtesteren* se figur 3.4 og figur 3.5.



Figur 3.3 Bunnkopp med lufffilter



Figur 3.4 Uniaxialtesteren sett forfra^[4]

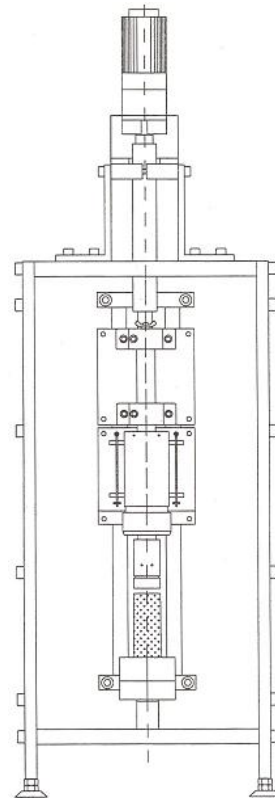


Figur 3.5 Uniaxialtesteren i sidesnitt^[4]

Matrisen (1) er vist montert på en nedre kuleføring (10). Stempelet er montert med en gjennomgående skrue gjennom en stempelstang (11) som igjen er montert på en øvre kuleføring (12). Begge kuleføringene (11) og (12) beveges vertikalt langs to stenger (16). Når disse komponentene er korrekt montert vil den mekaniske løsningen på *uniaxialtester* sikre at stempelet og matriseboringen er i senter av hverandre. Den øvre kuleføringen beveger seg nedover for å konsolidere pulverprøven ved hjelp av en PANASONIC AC motor (13) med mulighet for en reversibel og variabel hastighet, og et lineært skruedrev (14). Under konsolidering hviler den nedre kuleføringen på en justerbar skrue som ikke er vist på figurene, mens bunnkoppen (9) hviler på en veiecelle (15). Den nedre kuleføringen kan flyttes vertikalt oppover på de to stengene (16) når konsolideringen er fullført. Figur 3.6 viser hvordan *uniaxialtester* ser ut med alle tilhørende komponenter. Figur 3.7 viser *uniaxialtester* når den er klar til å måle bruddstyrken til pulveret.



Figur 3.6 POSTEC uniaxialtester



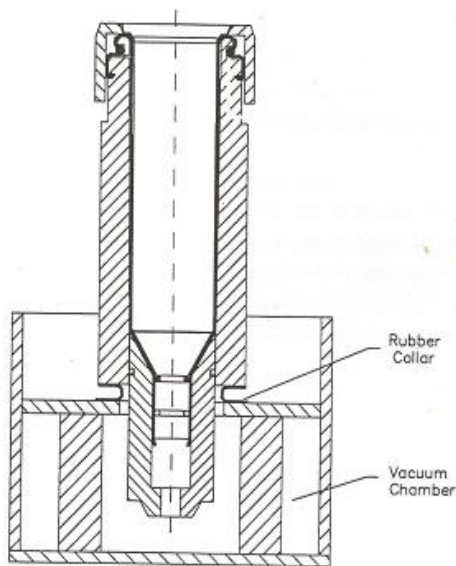
Figur 3.7 Illustrering av uniaxialtester under pulverstyrketesten^[4]

I tillegg til den nevnte matrisen finnes det også en matrise med mindre boring, som er tenkt brukt til tester av pulvermaterialer som har en høy kostnad (eks: farmasøytiske produkter). Denne matrisen har en kapasitet på ca 4 gram, mens matrisen som er omtalt i dette kapitlet har kapasitet på ca 110-120 gram (vekten er basert på standard testpulver). I tillegg så bruker man to forskjellige veieceller til de to ulike matrisene, ettersom belastningen på veiecellen øker ved større pulvermengde. På grunn av gravitasjon,

pulverprøvetetthet (homogeniteten), membran, friksjon og geometri på matriseboringen som brukes i *uniaxialtesteren*, vil det eksistere trykkforskjeller mellom toppen og bunnen av pulverprøven. Det er derfor blitt utviklet et stempel som har montert på en egen trykksensor, slik at det er mulig å måle de eventuelle trykkforskjellene over pulverprøven.

3.1.2 Generell beskrivelse av ekstra utstyr

Det brukes et vakuumkammer som er montert på et vibrasjonsbord, for å klargjøre matrisen slik at man kan fylle matrisen med prøvepulveret (vibrasjonsbordet omtales ikke spesifikt i denne rapporten). Figur 3.8 og figur 3.9 viser hvordan matrisen (med stempel og membran) er montert på vakuumkammeret. Fra figur 3.8 og figur 3.9 ser man at matrisen er rotert 180° slik at den står opp ned i forhold til hvordan den opptrer i *uniaxialtesteren*.



Figur 3.8 Snitt av matrisen montert sammen med vakuumkammeret^[4]



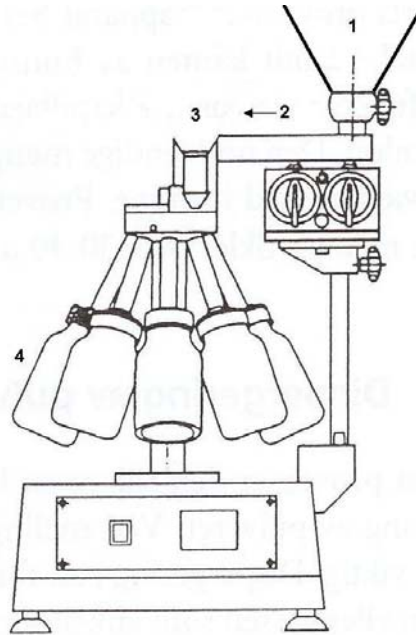
Figur 3.9 Matrisen montert sammen med vakuumkammer og vibrasjonsbord

En vakuumpumpe brukes for å danne et undertrykk i vakuumkammeret. Dette resulterer i at luften mellom overflaten til matriseboringen og membranen blir sugd ut, og membranen kommer i full kontakt med overflaten på matriseboringen. Denne prosedyren må foretaes for å unngå effekten av "Poisson ratio" på membranen, og at mengde prøvepulver skal bli tilnærmet lik under hver test. Dette er også en kontrollsjekk på om membranen kan være ødelagt. Hvis det er hull i membranen vil den ikke suges ut til overflaten til matriseboringen.

Til å registrere vekten på pulverprøven ble det brukt en digitalvekt. Denne digitalvekten gir resultatet ut i antall gram med en desimals nøyaktighet.

Til prøvedeling av prøvepulveret ble det brukt en roterende prøvedeler som vist i figur 3.10. Prøvedelers funksjon er som følgende:

1. Prøvepulveret strømmer ned gjennom en hopper.
2. En vibrerende kanal med mulighet for justering av frekvens og vibrasjonstid transporterer pulveret til punkt 3.
3. Pulveret strømmer gjennom en ny hopper hvor det blir fordelt i 8 roterende skråstilte rør.
4. I enden av hvert rør er det skrudd på et avtakbart prøveglass med kapasitet på 250 ml.



Figur 3.10 Roterende prøvedeler^[1]

3.2 Utførte eksperimenter

Alle eksperimentene ble utført i pulverlaboratoriet ved Høgskolen i Telemark. Temperaturen på laboratoriet har ligget tilnærmet stabilt rundt 22°C under alle eksperimentene. Den relative fuktigheten i luften har variert en del, noe som er dokumentert i vedleggene knyttet til eksperimentene som er utført.

3.2.1 Prøvepulver

Det har blitt utført eksperimenter i *uniaxialtesteren* med to typer pulvere:

1. Standard testpulver for Jenike skjærcelle. Kalksteinpulver (eng: limestone) fra "Community Bureau of Reference (BCR)" med referansenummer 116. Identifikasjonsnummeret er 0805.

2. Industrisement fra Norcem. Produktnavnet er "CEM I 42,5RR" og produktnummeret er 26274.

3.2.2 Prøvedeling

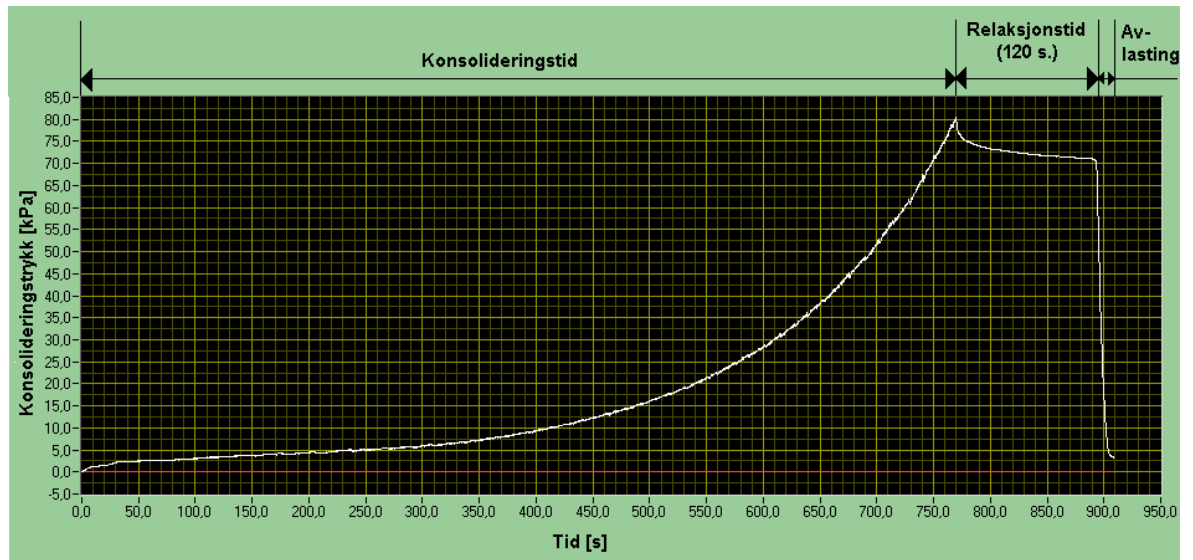
På grunn av at kalksteinpulveret er et standard testpulver ble det besluttet å ikke prøve dele dette pulveret. På grunn av kalksteinpulverets høye kostnad ble pulveret brukt om igjen. Det vil si at man kjørte så mange tester som var mulig til boksen med kalksteinpulveret var tomt, for deretter å returnere pulveret oppi boksen igjen slik at det var klart til gjenbruk.

Når man kjørte tester med industrisementpulveret ble hver pulverprøve kastet etter bruk. Norcem leverte en 40 kilo sekk med pulver. Hele sekken måtte først prøvedeles i 8 store poser. Hver av disse 8 store posene måtte igjen deles i 8 nye mellomstore poser. Hver av de 8 mellomstore posene måtte igjen deles i 8 nye små poser. To av disse små posene dannet grunnlaget for *en* pulverprøve på ca. 135-145 gram.

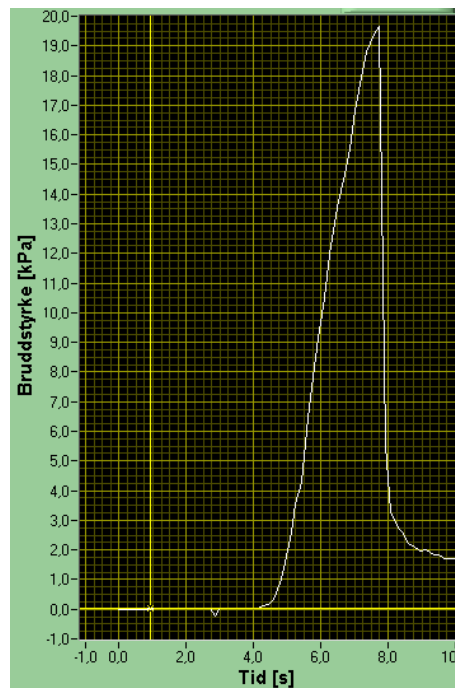
Tanken bak prøvedelingen av pulveret, var at *en* pulverprøve skulle være representativ (med hensyn på partikkelstørrelse og partikkelform) for *hele* sekken.

3.2.3 Forklaring av begreper og dataplotter

Når man gjennomfører tester på *uniaxialtesteren* får man både en grafisk fremstilling (dataplotter) av forsøkesultatene, og datafiler som inneholder alle registrerte data. De registrerte dataen vil være konsolideringstrykk, stempelposisjon, tid og bruddstyrke. De grafiske fremstillingene gjør det lettere å få det overordnede bilde av forsøket, og vil danne basis for en rask konklusjon av den aktuelle testen. Ønsker man mer detaljerte undersøkelser studerer man datafilene, som inneholder opp til tre desimalers nøyaktighet på alle registrerte data. Figur 3.11 og figur 3.12 viser grafiske fremstillinger av henholdsvis konsolideringsprosessen og styrketesten.



Figur 3.11 Pc-plot av konsolideringsprosessen i uniaxialtesteren



Figur 3.12 Pc-plot av styrketesten i uniaxialtesteren

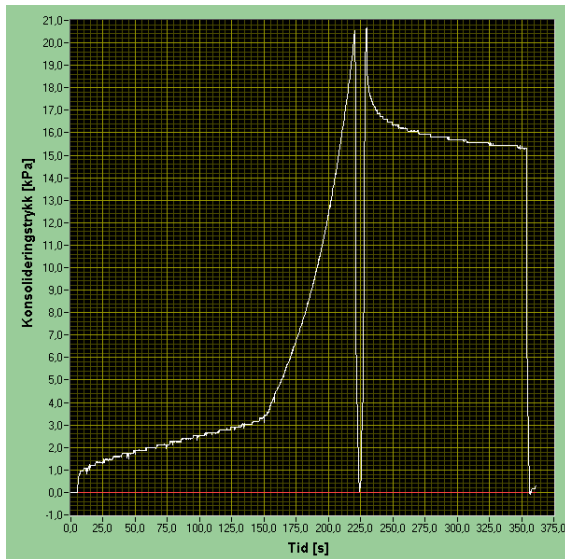
Under konsolideringen kjøres stampelet nedover i matriseboringen. Når konsolideringstrykket når maksimalverdien som operatøren har bestemt, stoppes stampelet og pulveret hviler (relakserer) i 120 sekunder. Deretter avlastes pulverprøven ved at stampelet kjøres opp igjen. Under styrketesten heves matrisen slik at pulverprøven står ubeskyttet og stampelet kjøres nedover igjen til pulverprøven bryter sammen. Rett før pulverprøven har brutt sammen har man fått en verdi for maksimalt trykk, dette er pulverets bruddstyrke.

3.2.4 Referansekurver

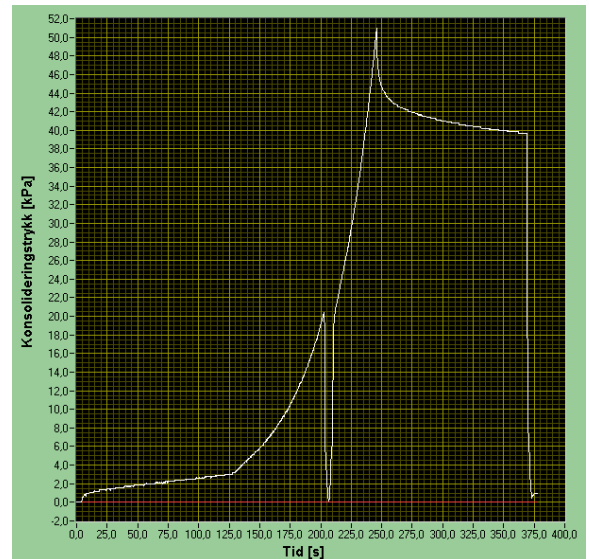
Det ble først utført eksperimenter med enkel konsolidering og styrketest, hvor stempel ble automatisk styrt fra pc. Det var ønskelig å se på hvordan bruddstyrken varierte i forhold til konsolideringstrykket. Resultatene fra disse eksperimentene skulle danne grunnlag for analyse av resultatene med syklisk konsolidering og syklisk styrketesting. Det var også ønskelig å se om stempelhastigheten hadde innvirkning på bruddstyrken (bare på kalksteinpulver). Først ble det besluttet å utføre tester med konsolideringstrykkserier på 5kPa, 20kPa, 50kPa, 80kPa, 100kPa, 125kPa, 150kPa, 200kPa, 300kPa, 450kPa og med en stempelhastighet på 8 mm/min (gjelder bare for kalksteinpulver). Når man kjørte tester med stempelhastighet på 2,4 mm/min, ble det på grunn av ønske om tidsbesparelse besluttet å redusere konsolideringstrykkseriene til 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa (både kalkstein- og industrisementpulver). Hver serie inneholdt 5 forsøk.

3.2.5 Syklisk konsolidering

Det var ønskelig å se hvilken innvirkning sykliske konsolideringer hadde på bruddstyrken i forhold til referansekurvene. Det var også ønskelig å se om stempelhastigheten hadde innvirkning på disse resultatene (bare for kalksteinpulver). Det ble utført tester med sykliske konsolideringstrykk på 5kPa, 20kPa og 50kPa. Dette ble utført ved at syklusen på for eksempel 20kPa (gjelder også for 5kPa og 50kPa), ble utført ved alle konsolideringstrykkseriene på 5kPa, 20kPa, 50kPa, 80kPa, 100kPa, 125kPa, 150kPa, 200kPa, 300kPa og 450kPa ved stempelhastighet på 8 mm/min. Ved stempelhastighet på 2,4 mm/min ble tester utført ved konsolideringstrykkseriene 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Figur 3.13 viser dataplot av syklus ved 20kPa og maksimalt konsolideringstrykk på 20kPa. Figur 3.14 viser dataplot av syklus ved 20kPa og maksimalt konsolideringstrykk på 80kPa.



Figur 3.13 Pc-plot av konsolideringsprosessen i uniaxialtesteren, med syklus ved 20 kPa og max. konsolideringstrykk på 20 kPa

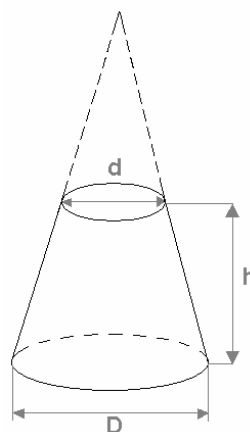


Figur 3.14 Pc-plot av konsolideringsprosessen i uniaxialtesteren, med syklus ved 20 kPa og max. konsolideringstrykk på 50 kPa

3.2.6 Bulktetthet

Det var ønskelig å undersøke hvordan bulktettheten varierte med konsolideringssyklusene i forhold til referanseverdiene. Det var også et ønske om å undersøke hvordan bruddstyrken varierte med bulktettheten. Ut ifra målte verdier av prøvevekten (pulveret i matrisen), geometrien på matriseboringen og stempelposisjonen kunne man beregne bulktettheten til pulverne.

På grunn av at matriseboringen har vegger som koner med $0,5^\circ$ helning, kan boringen sees på som en avkortet kjegle (se figur 3.15).



Figur 3.15 Matriseboringen kan betraktes som en avkortet kjegle

Ut ifra figur 3.15 kan man sette opp følgende formler for volumet og bulktettheten:

$$V = \frac{\pi \cdot h}{12} \cdot (D^2 + D \cdot d + d^2) \quad (3.1)$$

$$d = \frac{\pi \cdot d^2}{4} \quad (3.2) \quad D = \frac{\pi \cdot D^2}{4} \quad (3.3)$$

$$\text{Bulktetthet } \rho_b = \frac{\text{prøvevekt}}{\text{volum}} \quad (3.4)$$

3.2.7 Syklisk belastning under styrketest

Det var et ønske om å undersøke hvordan syklisk belastning under styrketesten ville påvirke bruddstyrken til pulveret. Det ble besluttet å bruke enkel konsolidering (analogt med referansekurver) og *en* syklus under hver styrketest. Det er besluttet å kjøre en syklusserie på 75 % av middelverdien til bruddstyrken ved enkel konsolidering av pulveret, og en syklusserie ved 50 %. Hver syklusserie bestod av 5 forsøk. Stempelhastigheten ble satt til 2,4 mm/min. Konsolideringstrykkseriene som ble brukt under disse forsøkene var 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa.

3.2.8 Nøyaktighet av eksperimentene

På grunn av at det er ønske om en rekke sammenligninger av de forskjellige eksperimentene, er det også et sterkt ønske om å se på nøyaktigheten til disse. Dette er også et godt mål på hvordan reproduserbarheten til *uniaxialtesteren* er. Det ønskes å se på standard avviket på testpulvernes bruddstyrke og prøvevekt. Det vil også bli beregnet standard avvik på konsolideringstrykkene. Dette fordi når *uniaxialtesteren* kjøres manuelt vil det være en viss unøyaktighet når konsolideringsprosessen stoppes.

Standard avviket er et mål på spredning av data rundt middelverdien. Standard avviket er en størrelse som alltid er ikke-negativ, og som får større og større verdi jo mer spredning det er i datamaterialet. Til å beregne standard avviket er følgende formel brukt:

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (3.5)$$

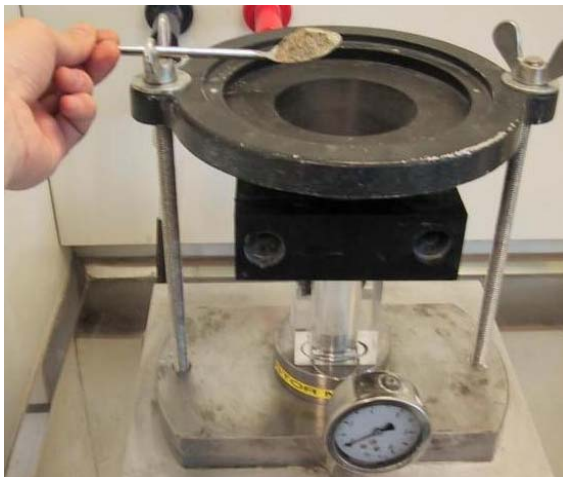
3.3 Testprosedyrer

3.3.1 Fylling av prøvepulver i matrisen

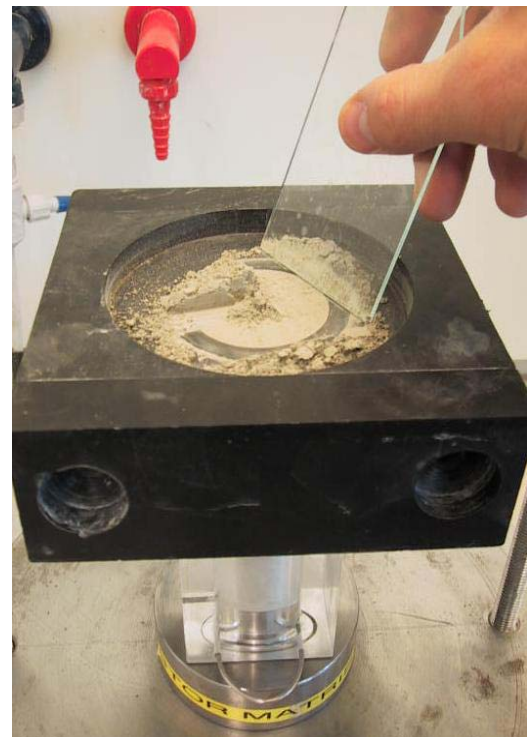
Matrisen settes opp på et vakuumkammer som står montert på et vibrasjonsbord. Matrisen monteres sammen med spesielt tilpasset fyllingshjelpetstyr, og skrues fast med to skruer og

tilhørende muttere. Membranen suges ut til overflaten av matriseboringen ved hjelp av en vakuumpumpe.

Matrisen fylles med prøvepulveret ved hjelp av en skje, som holdes inntil en av mutterne slik at vibrasjonene forplanter seg til skjeen (se figur 3.16). Dette bidrar til at de eventuelle agglomeratene som måtte finnes i prøvepulveret oppi skjeen oppløses. Andre hensikter med vibrering av matrisen er å hindre luftbobler i prøvepulveret og at pulveret skal pakke seg bedre i matrisen. Når matrisen er full, skrapes overflødig prøvepulver av matrisen ved hjelp av en linjal eller lignende (se figur 3.17). Det er meget viktig at prøvepulveret som ligger "inne" i matrisen ikke blir påvirket av noe trykk, fordi dette vil kunne bidra til kompaktering *før* den virkelige konsolideringsprosessen i *uniaxialtesteren* startes.



Figur 3.16 Vibrasjon under fylling



Figur 3.17 Skraping av overflødig pulver

Etter fylling demonteres matrisen fra vakuumkanmeret og den forsegles med bunnkoppen (se figur 3.18). Deretter tas matrisen av vakuumkanmeret og veies for å registrere vekten på prøvepulveret inne i matrisen (se figur 3.19).



Figur 3.18 Forsegling av matrisen etter fylling



Figur 3.19 Veiing av prøvepulver i matrisen

3.3.2 Montering av matrisen i uniaxialtesteren

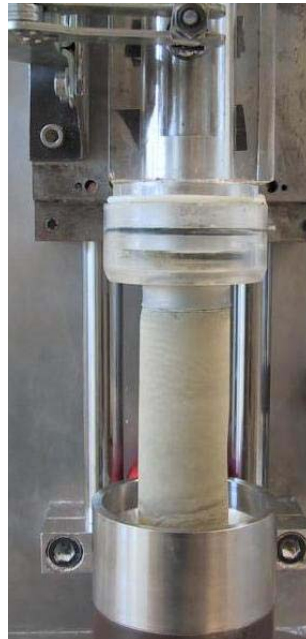
Matrisen med bunnkappen settes oppå veiecellen i *uniaxialtesteren*, og låses fast til den nedre kuleføringen ved hjelp av en klemme (se figur 3.20). Deretter låses stempelstangen fast til stempelet med en skruestang. Til slutt trekkes bøylen som holder stempelet i startposisjon ut av matrisen.



Figur 3.20 Matrisen montert i uniaxialtesteren ved hjelp av en klemme

3.3.3 Enkel konsolidering i uniaxialtesteren

Ved hjelp av pc'en som er koblet opp mot *uniaxialtesteren* settes ønsket maksimale konsolideringstrykk, relaksjonstid, stempelhastighet og kriterier for avlastingsprosedyren. Når man gjennomfører en enkel konsolidering i *uniaxialtesteren* blir stempelbevegelsen styrt automatisk av pc'en. Etter endt konsolideringsprosess føres matrisen vertikalt oppover ved hjelp av den nedre kuleføringen, og pulverprøven opptrer som en "søyle" som står ubeskyttet (se figur 3.21). For at ikke pulversøylen skal ha noen ytre påvirkninger, blir stempelet kjørt manuelt oppover slik at det ikke berører pulversøylen. *Uniaxialtesteren* er nå klar for styrketesten.



Figur 3.21 Pulverprøven opptrer som en "søyle" før styrketesten

3.3.4 Enkel styrketest i uniaxialtesteren

Når man skal gjennomføre styrketesten på pulverprøven, må man ved hjelp av pc'en sette inn ønsket hastigheten til stempelet. Stempelet kjøres vertikalt nedover helt til pulversøylen bryter sammen. Veiecellen vil registrere et maksimaltrykk som gir verdien for pulverprøvens bruddstyrke. Når styrketesten er gjennomført reverseres stempelet til utgangsposisjonen igjen. Når stempelet har blitt fjernet ser man som oftest et eller flere klare *sviktplan* i pulveret (se figur 3.22).



Figur 3.22 Pulversøylen viser et klart sviktplan etter styrketesten

3.3.5 Syklisk konsolidering i uniaxialtesteren

Når man skal konsolidere pulveret med sykluser må stempelbevegelsen kjøres manuelt. Stempelet kjøres vertikalt nedover i matriseboringen helt til man kommer til ønsket konsolideringstrykk for syklusen (eks: 20kPa). Stempelet reverseres deretter til trykket på veiecellen er tilnærmet null (aldri negativ verdi). Så kjøres stempelet på nytt nedover i matrisen og konsolideringstrykket vil nå raskt øke til startverdien av syklusen (20kPa). Hvis man ønsker flere sykluser repeteres bare denne prosedyren. Hvis man ikke ønsker flere sykluser, så lar man bare stempelet fortsette nedover i matriseboringen helt til ønskede maksimale konsolideringstrykk er oppnådd. Når maksimaltrykket er oppnådd stoppes stempelbevegelsen og man lar pulverprøven hvile (relaksere) i 120 sekunder. Når man kjører *uniaxialtesteren* manuelt må relaksasjonstiden enten kontrolleres ved hjelp av stoppeklokke, eller man må følge nøye med på tidsskalaen på pc-skjermen. Når relaksasjonstiden er over kjøres stempelet vertikalt oppover igjen til trykket på veiecellen er tilnærmet null. Prosedyren for styrketesten er analog med den som ble forklart under kapittel 3.3.4.

3.3.6 Syklisk styrketest i uniaxialtesteren

Konsolideringsprosessen er analog med den som er beskrevet i kapittel 3.3.3. Under den sykliske styrketesten må *uniaxialtesteren* kjøres både automatisk og manuelt. Først så kjøres *uniaxialtesteren* automatisk. Ved hjelp av pc'en settes ønsket maksimale konsolideringstrykk. Relaksasjonstiden settes til null, slik at når maksimale

konsolideringstrykk er oppnådd reverseres stempelet umiddelbart og pulverprøven avlastes med en gang. Deretter må stempelet kjøres manuelt opp slik at det ikke berører selve pulverprøven. Deretter startes den vanlige styrketesten som er analog med den som er beskrevet i kapitel 3.3.4. Etter disse prosedyrene vil man ha gjennomført en syklisk belastning under styrketesten.

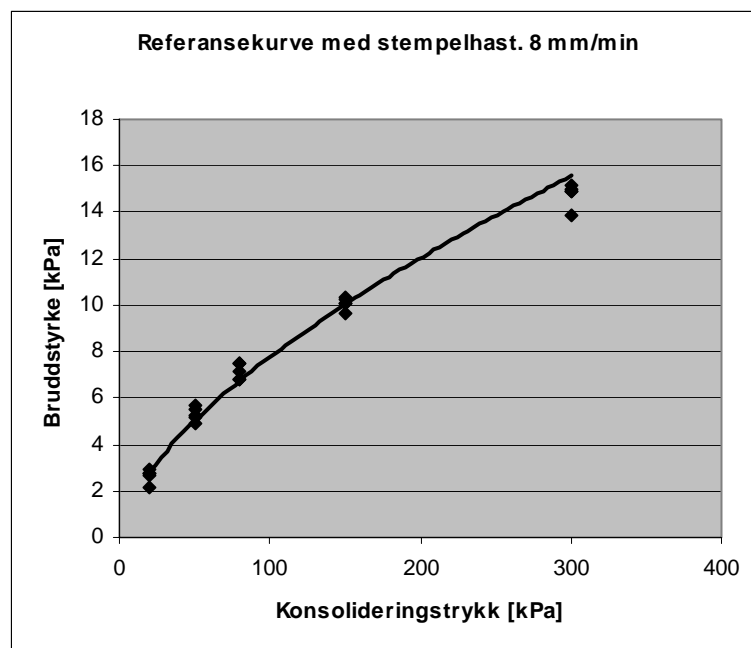
4 RESULTATER

4.1 Referansekurver

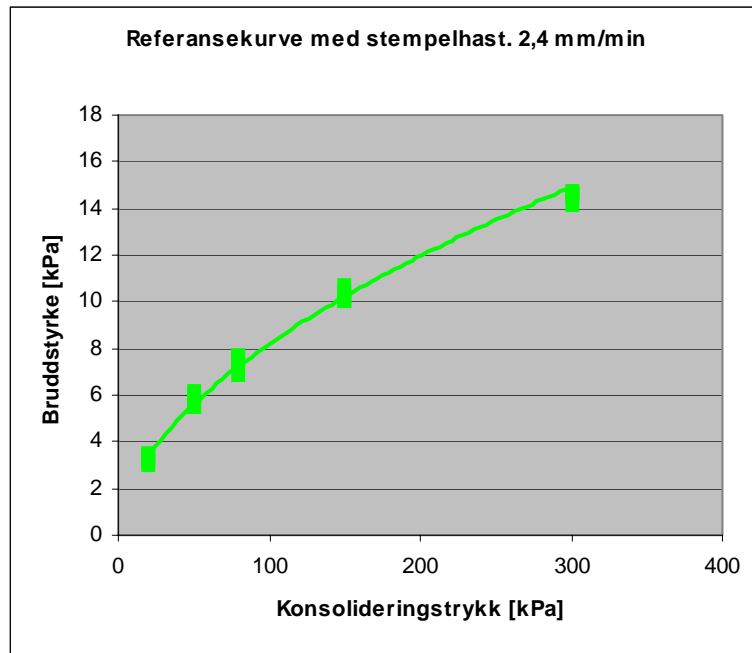
Referansekurvene er laget på basis av enkel konsolidering hvor stempellet er styrt automatisk etter operatørens innstillinger fra pc. Det er blitt operert med to forskjellige stempelhastigheter på 8 mm/min og 2,4 mm/min, og to forskjellige prøvepulvere (kalksteinpulver og industrisementpulver). Punktene under hver konsolideringstrykkserie viser spredningen av resultatene under det aktuelle trykket. Deretter er det laget en kurve som er tilpasset middelverdiene til de ulike konsolideringstrykkseriene. Under hver konsolideringstrykkserie er det utført 5 tester, som danner grunnlaget for videre beregninger.

4.1.1 Kalksteinpulver

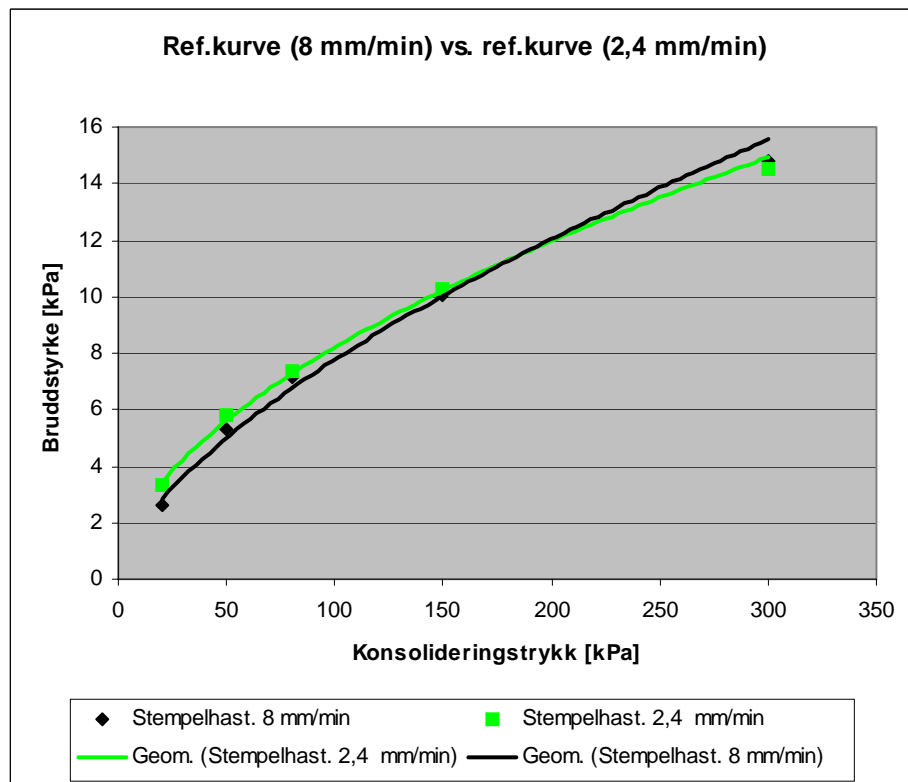
Det ble startet med å kjøre tester med stempelhastighet på 8 mm/min og konsolideringstrykkserier på 5kPa, 20kPa, 50kPa, 80kPa, 100kPa, 125kPa, 150kPa, 200kPa, 300kPa og 450kPa. På grunn av tidsbesparelse ble det besluttet å kjøre testene med stempelhastighet på 2,4 mm/min med færre konsolideringstrykkserier. Konsolideringstrykkseriene ble 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Figur 4.1, figur 4.2, og figur 4.3 viser hvordan referansekurvene forandrer seg ved ulik stempelhastighet. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 1.



Figur 4.1 Referansekurve med stempelhast. 8 mm/min



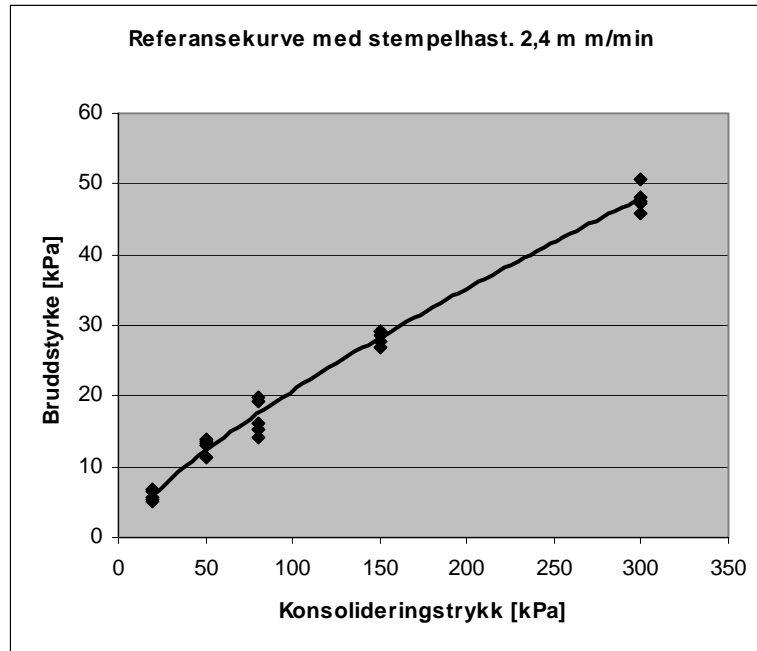
Figur 4.2 Referansekurve med stempelhast. 2,4 mm/min



Figur 4.3 Ref.kurve (8 mm/min) sammenliknet med ref.kurve (2,4 mm/min)

4.1.2 Industrisementpulver

Konsolideringstrykkseriene ble utført ved 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Stempelhastigheten var satt til 2,4 mm/min. Figur 4.4 viser hvordan referansekurven utarter seg for industrisementpulveret. Alle målte og beregnede verdier vises i vedlegg 2.



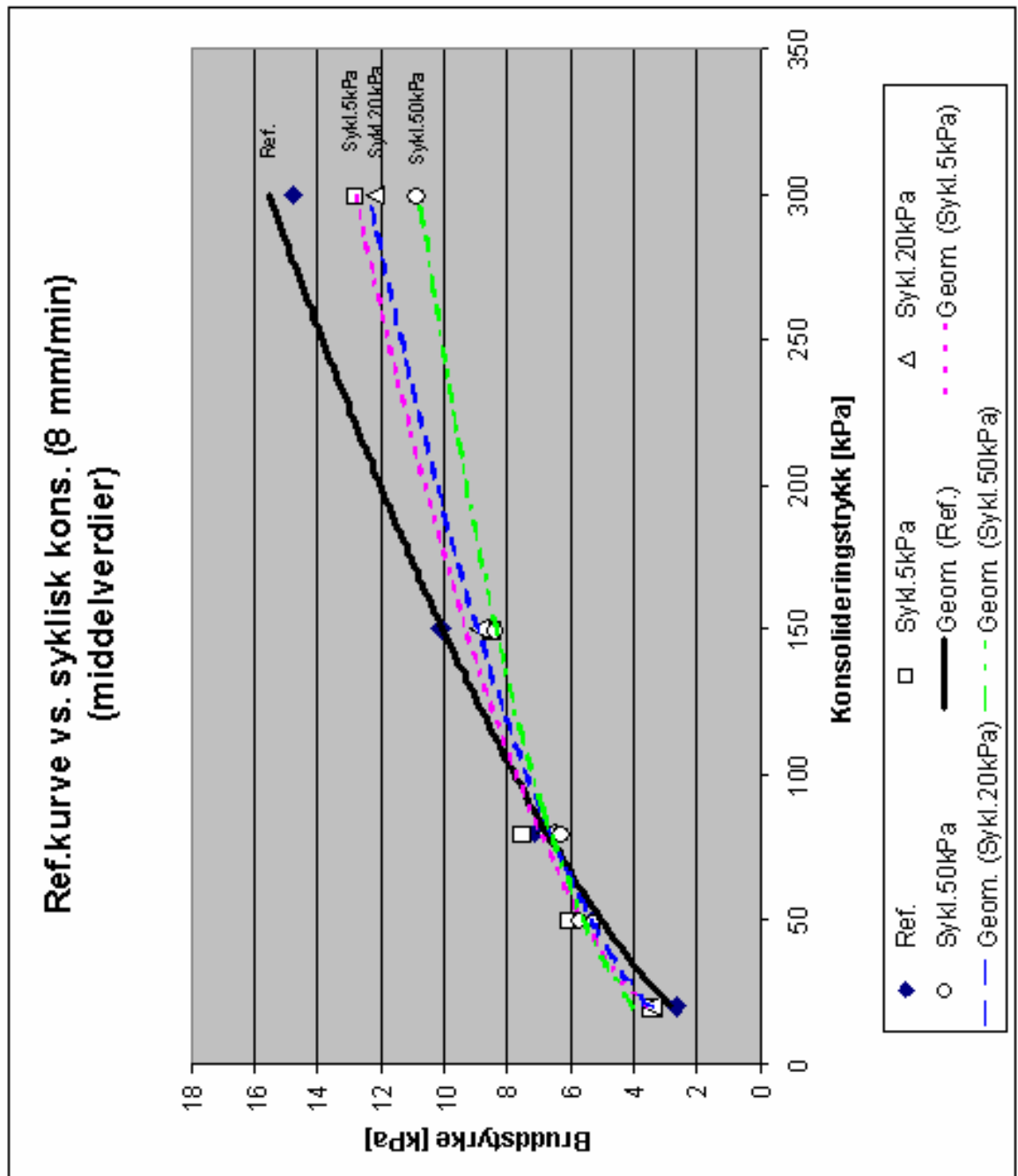
Figur 4.4 Referansekurve med stempelhast. 2,4 mm/min

4.2 Syklisk konsolidering

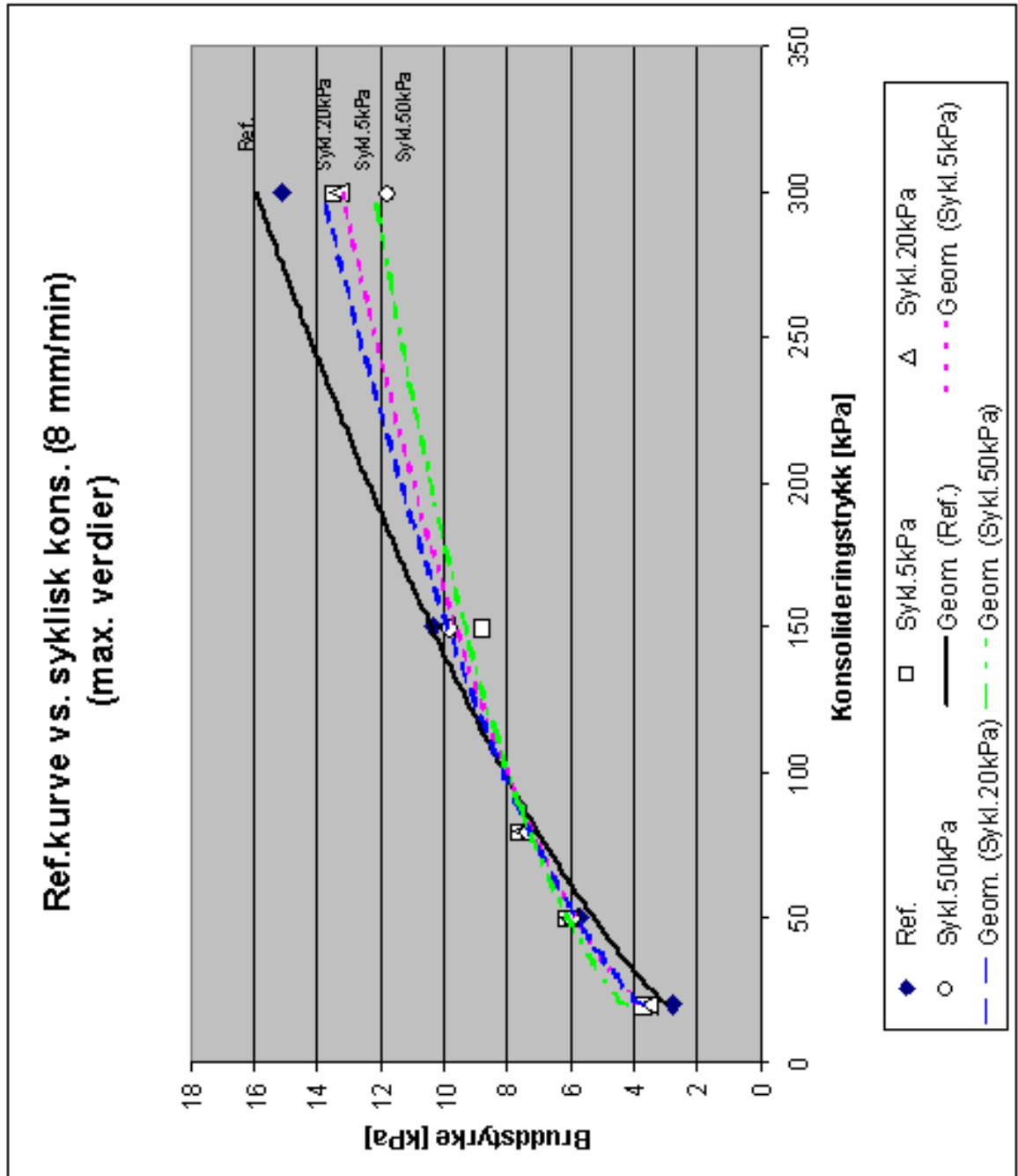
Av samme grunner som under kapittel 4.1.1 presenteres alle kurvene på basis av konsolideringstrykkseriene på 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa.

4.2.1 Kalksteinpulver

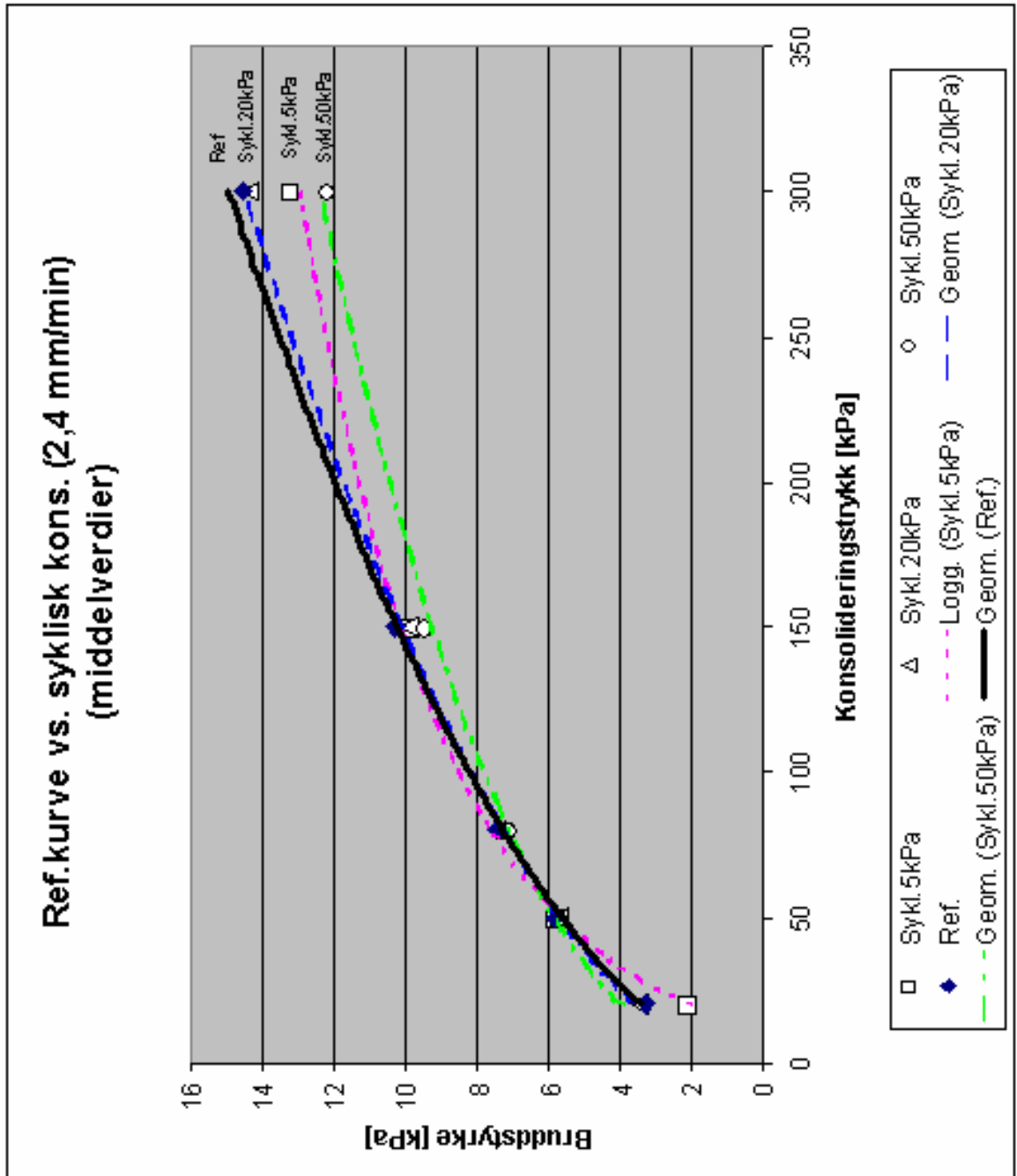
Figur 4.5, figur 4.6, figur 4.7 og figur 4.8 viser hvordan kurvene for syklisk konsolidering varierer i forhold til referansekurvene. Figurene illustrerer kurvene både med stempelhastigheter på 2,4 mm/min og 8 mm/min, og kurvenes maksimalverdier i forhold til middelveidier. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 1, vedlegg 3 og vedlegg 4.



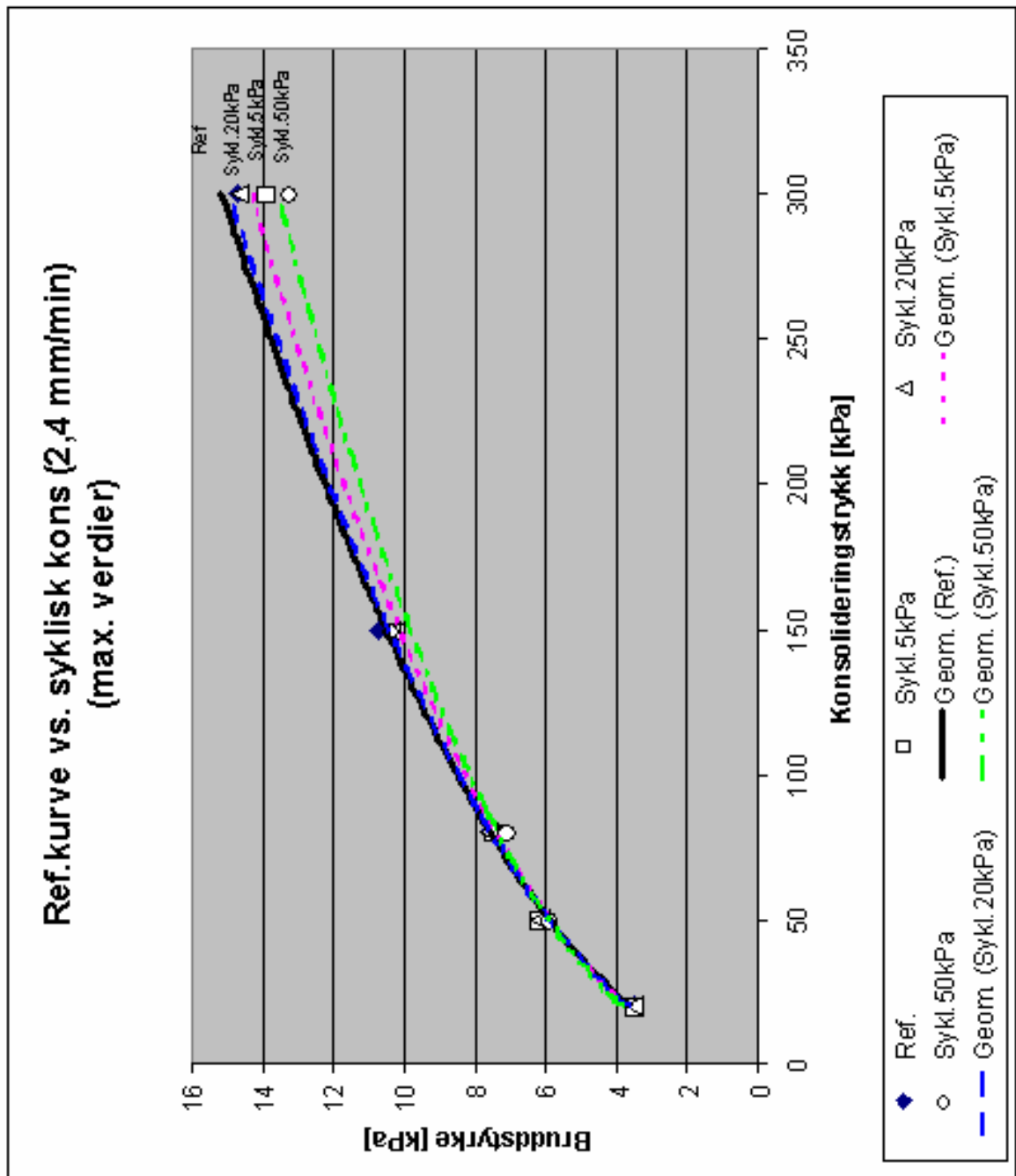
Figur 4.5 Ref.kurve vs. syklisk kons. for kalksteinpulver (8 mm/min) (middelverdier)



Figur 4.6 Ref.kurve vs. syklisk kons. for kalksteinpulver (8 mm/min) (max. verdier)



Figur 4.7 Ref.kurve vs. syklisk kons. for kalksteinpulver (2,4 mm/min) (middelverdier)

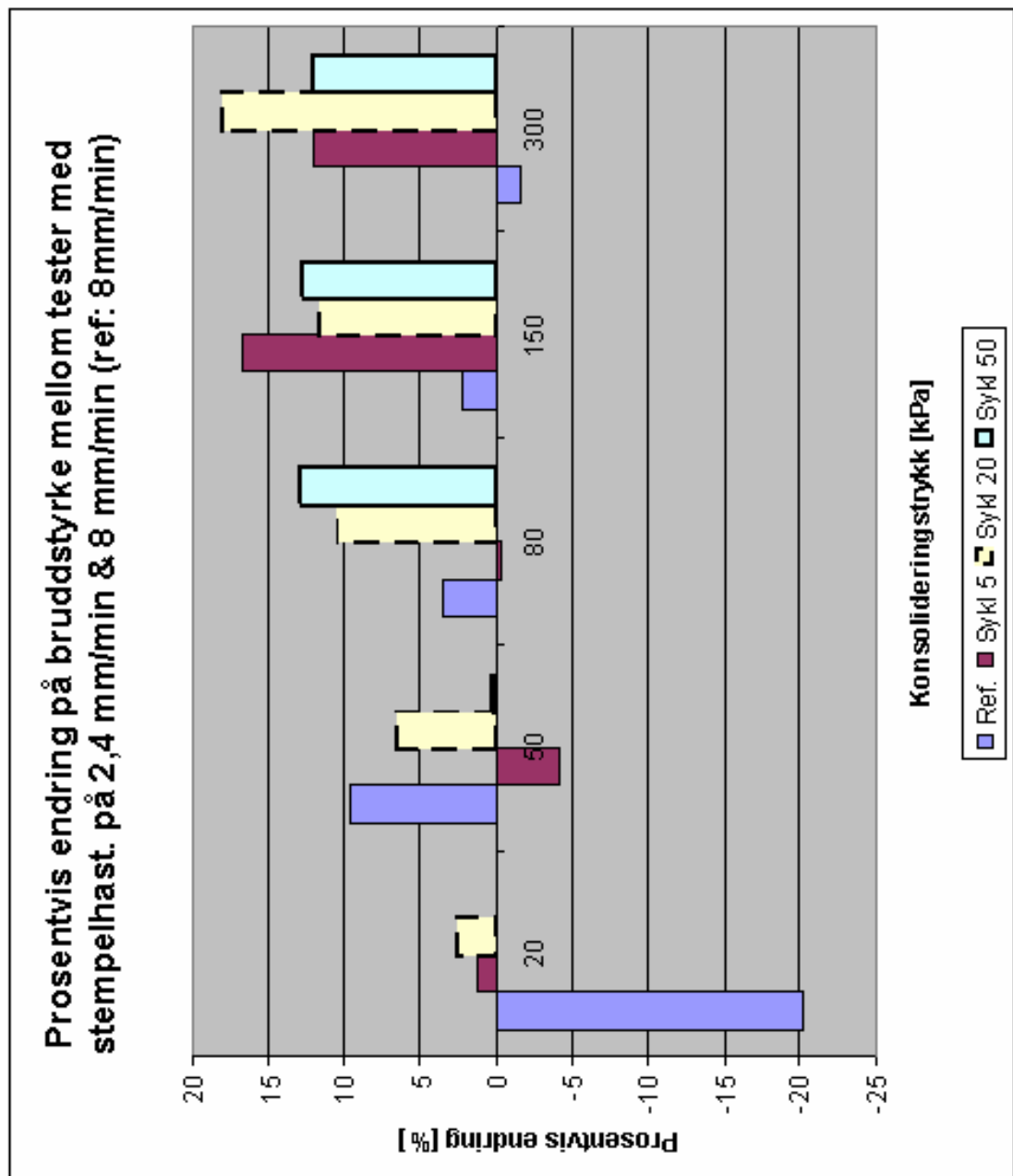


Figur 4.8 Ref.kurve vs. syklisk kons.for kalksteinpulver (2,4 mm/min) (max. verdier)

Figur 4.9 illustrerer den prosentvise endringen på bruddstyrken mellom tester som ble utført med stempelhastigheter på 2,4 mm/min og 8 mm/min. Verdiene som er brukt i figur 4.9 er middelverdier av bruddstyrken under hver konsolideringstrykkserie for referanseverdiene og syklusene. Tabell 4.1 viser oversikt over dataene som er brukt i figur 4.9.

Tabell 4.1 Prosentvis endring på bruddstyrke mellom tester med stempel hast. på 2,4 mm/min og 8 mm/min. 8 mm/min velges som referanse

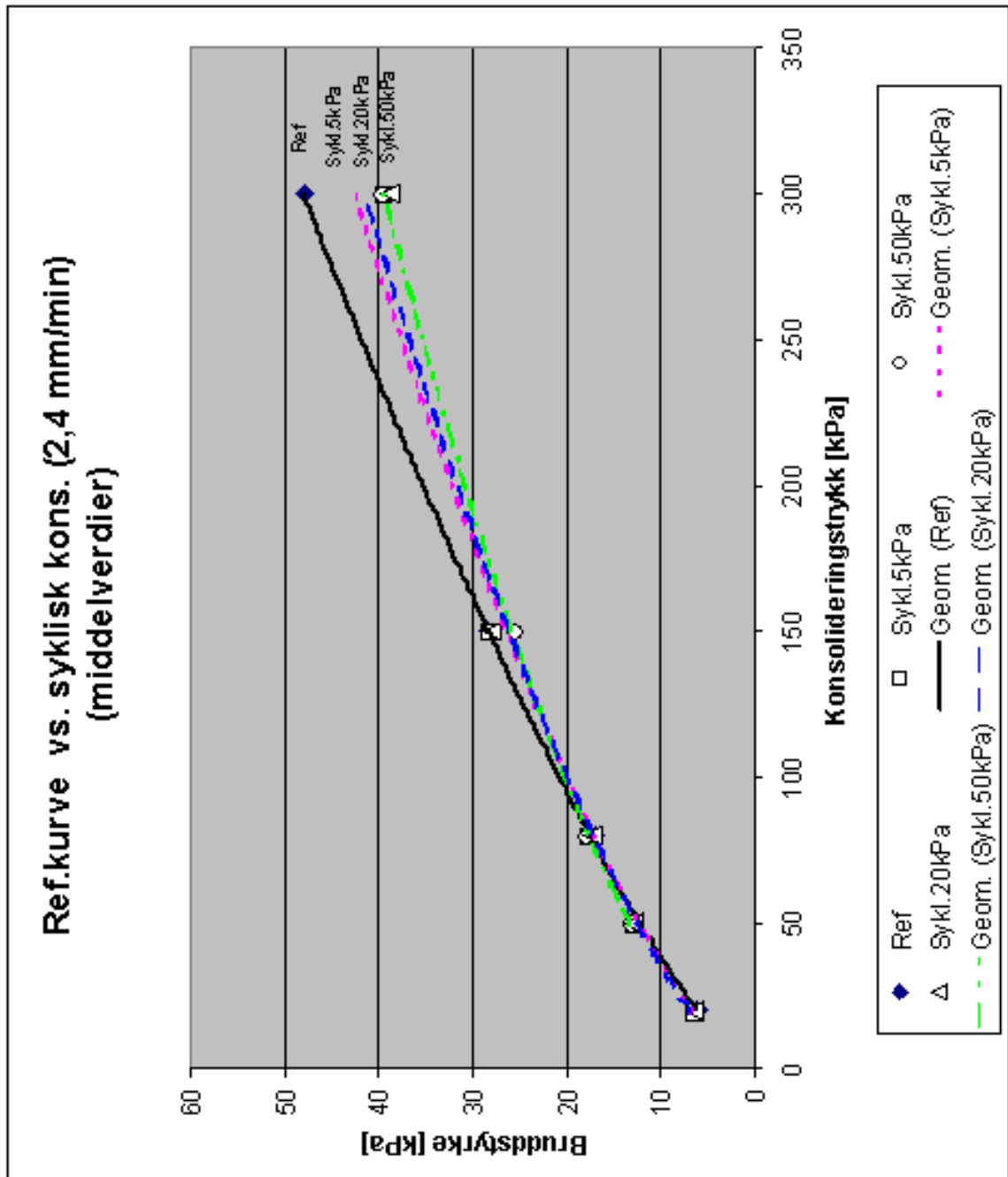
Kons. nivå [kPa]	Referanse [%]	Syklus 5 kPa [%]	Syklus 20 kPa [%]	Syklus 50 kPa [%]
20	-20,1	1,1	2,5	
50	9,6	-4,1	6,5	0,2
80	3,4	-0,4	10,4	12,8
150	2,2	16,8	11,6	12,6
300	-1,6	12,0	18,0	12,1



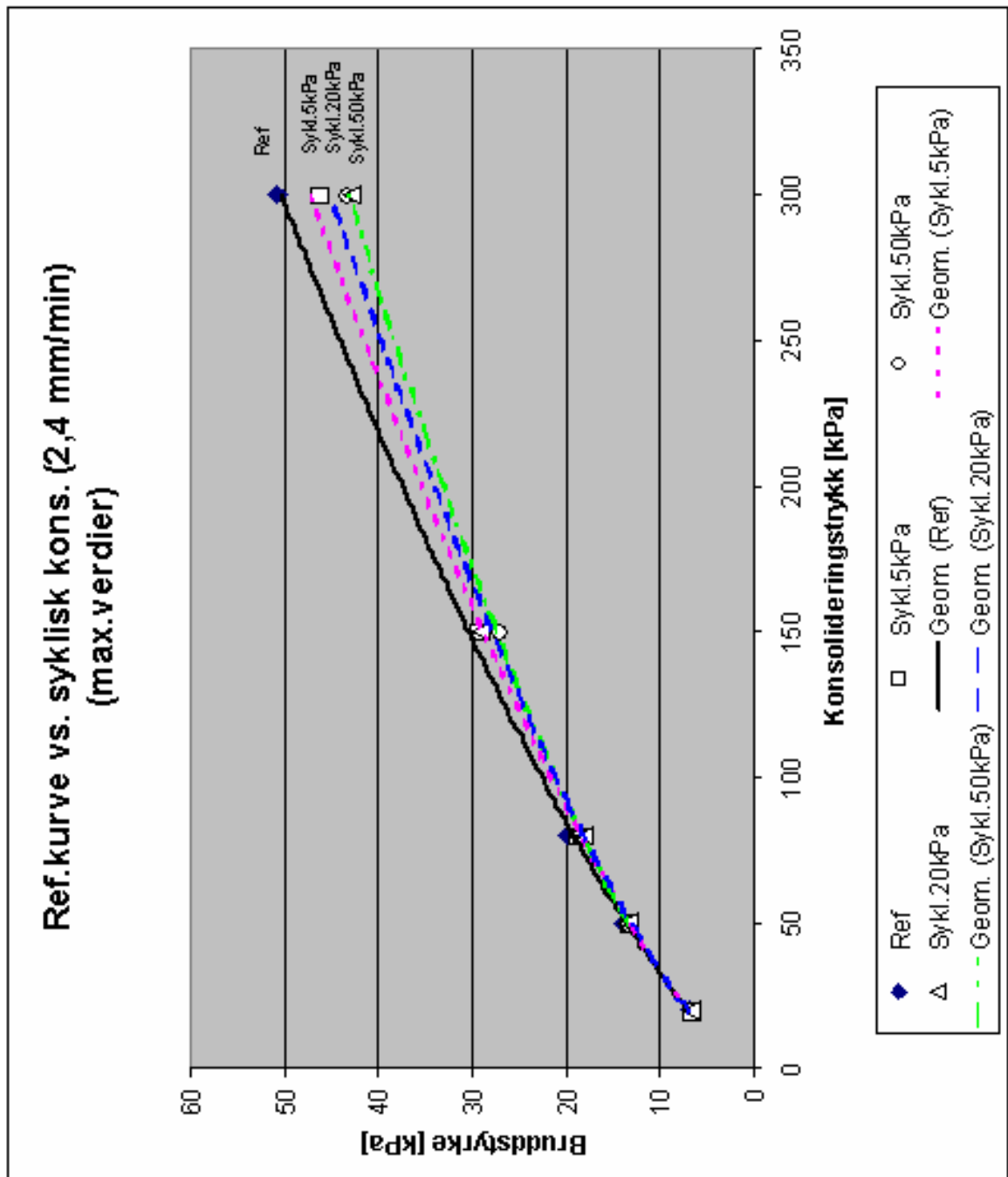
Figur 4.9 Prosentvis endring på bruddstyrke for kalksteinpulver mellom tester med stempelhast. på 2,4 mm/min og 8 mm/min (ref: 8 mm/min)

4.2.2 Industrisementpulver

Det ble brukt stempelhastighet på 2,4 mm/min og konsolideringstrykkserier på 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Figur 4.10 og figur 4.11 viser hvordan verdiene for syklusene varierer i forhold til referansekurvene både ved middelverdier og maksimalverdier. Alle målte og beregnede verdier vises i vedlegg 2 og vedlegg 5.



Figur 4.10 Ref.kurve vs. syklisk kons. for industrisementpulver (2,4 mm/min) (middelverdier)



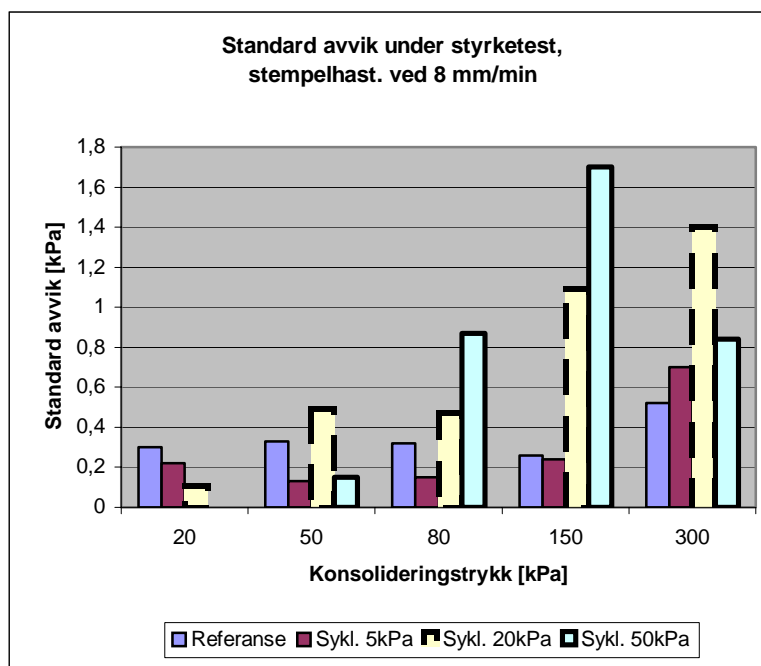
Figur 4.11 Ref.kurve vs. syklisk kons. for industrisementpulver (2,4 mm/min) (max. verdier)

4.3 Beregnede standardavvik på bruddstyrken

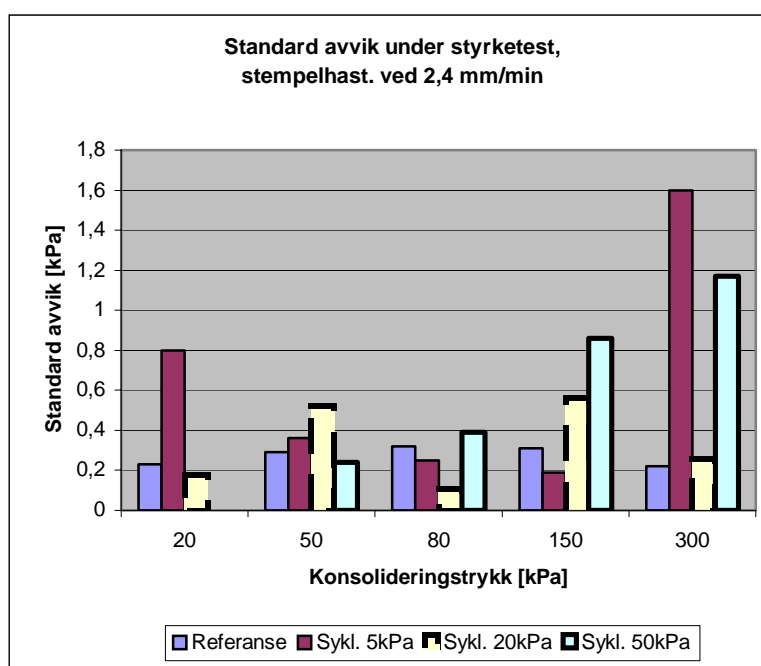
4.3.1 Kalksteinpulver

Av samme grunner som under kapittel 4.1.1 presenteres alle figurene på basis av konsolideringstrykk på 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Figur 4.12 og figur 4.13 viser standard avviket på bruddstyrken for referanse- og sykluskurvene under hver

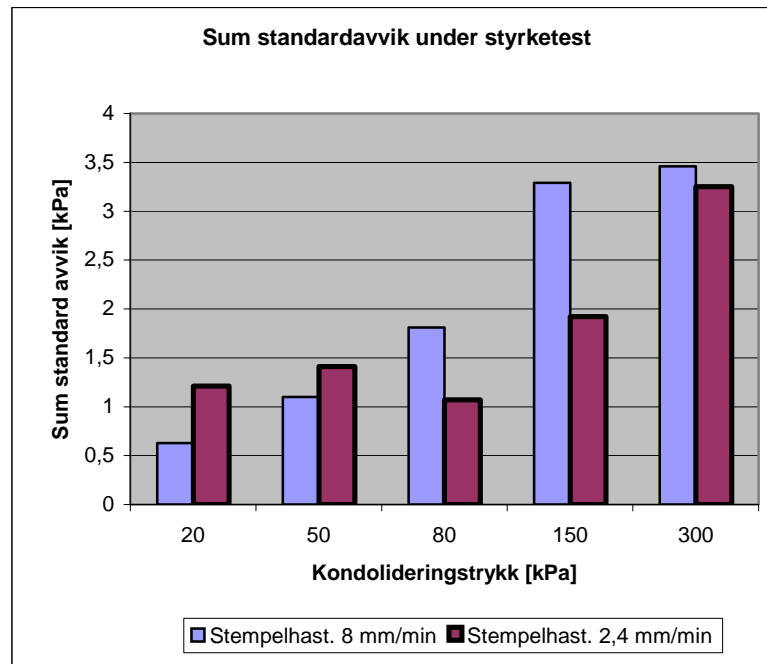
konsolideringstrykkserie med stempelhastigheter på henholdsvis 8 mm/min og 2,4 mm/min. I figur 4.14 er standardavvikene for bruddstyrken for referansen og alle syklusene summert sammen under hver konsolideringstrykkserie ved ulike stempelhastigheter. Figur 4.15 illustrerer hvordan summen av standardavviket på bruddstyrken har variert med stempelhastigheter på 8 mm/min og 2,4 mm/min. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 1, vedlegg 3, vedlegg 4 og vedlegg 6.



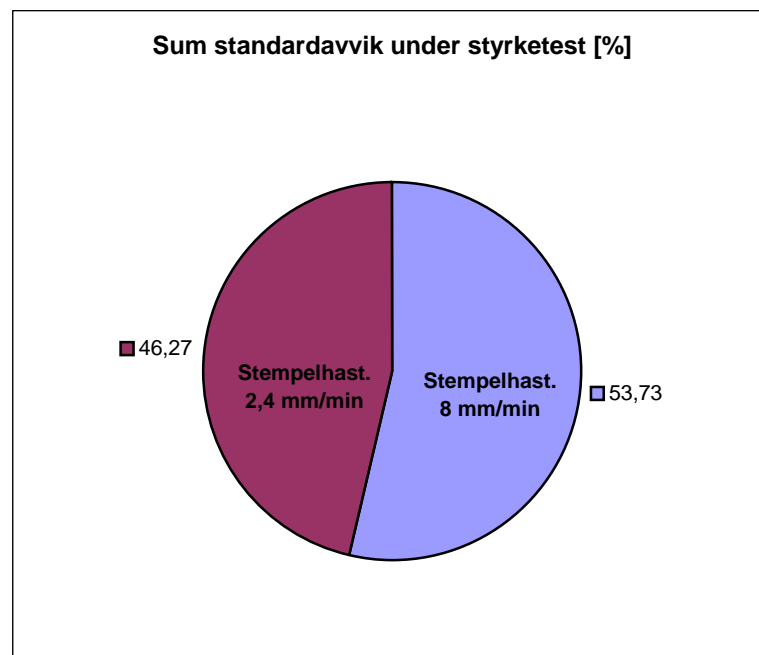
Figur 4.12 Standardavvik under styrketest, stempelhast. på 8 mm/min



Figur 4.13 Standardavvik under styrketest, stempelhast. på 2,4 mm/min



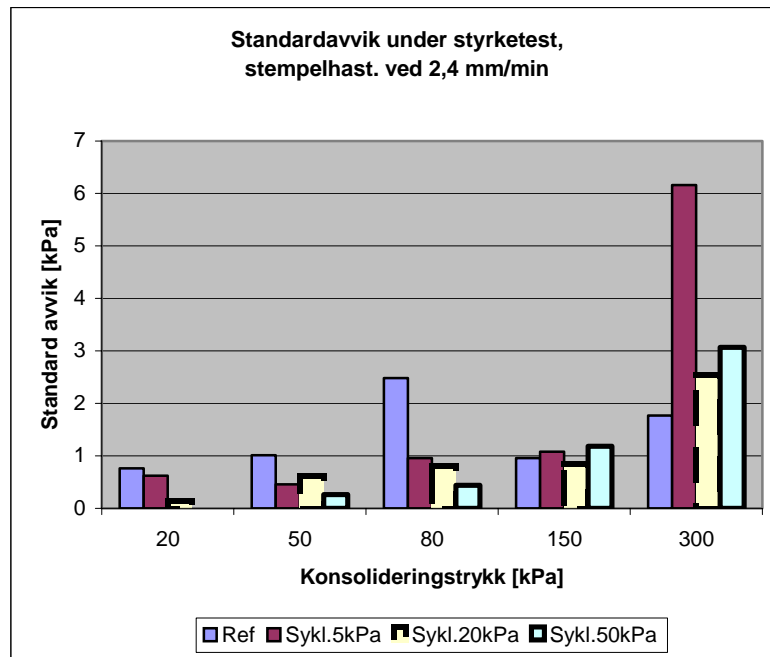
Figur 4.14 Sum standardavvik under styrketest



Figur 4.15 Sum standardavvik under styrketest

4.3.2 Industrisementpulver

Standard avviket for bruddstyrken med stempelhastighet på 2,4 mm/min er beregnet ved konsolideringstrykkseriene på 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Figur 4.16 viser hvordan standard avvikene på bruddstyrken varierer mellom referanse- og syklusverdiene. Alle målte og beregnede verdier vises i vedlegg 5.



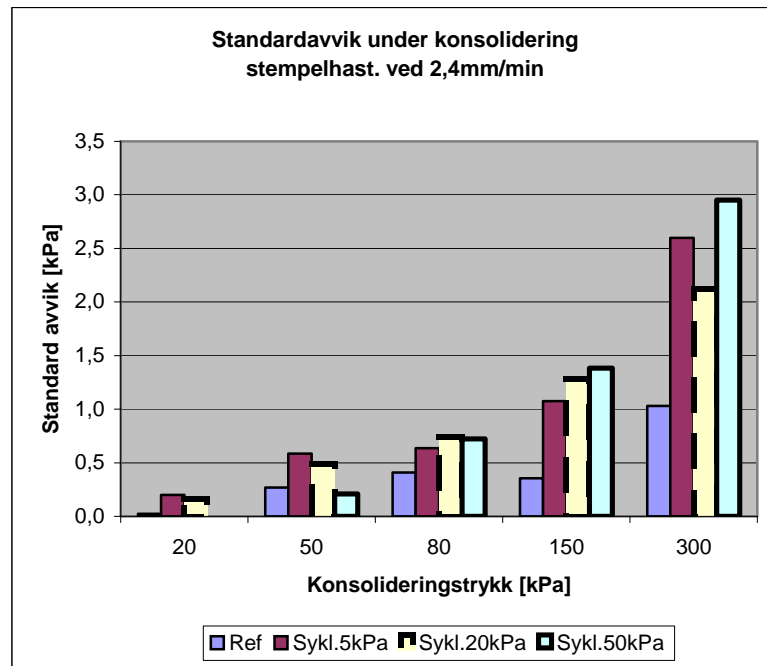
Figur 4.16 Standardavvik under styrketest, stempelhast. på 2,4 mm/min

4.4 Beregnede standardavvik på konsolideringsprosessen

På grunn av responstiden i systemet og at deler av forsøkene i *uniaxialtesteren* kjøres manuelt, vil det være knyttet en viss unøyaktighet til de maksimale konsolideringstrykkene. Med dette menes om *uniaxialtesteren* klarer å stoppe konsolideringsprosessen nøyaktig på ønsket maksimalt konsolideringstrykk.

4.4.1 Kalksteinpulver

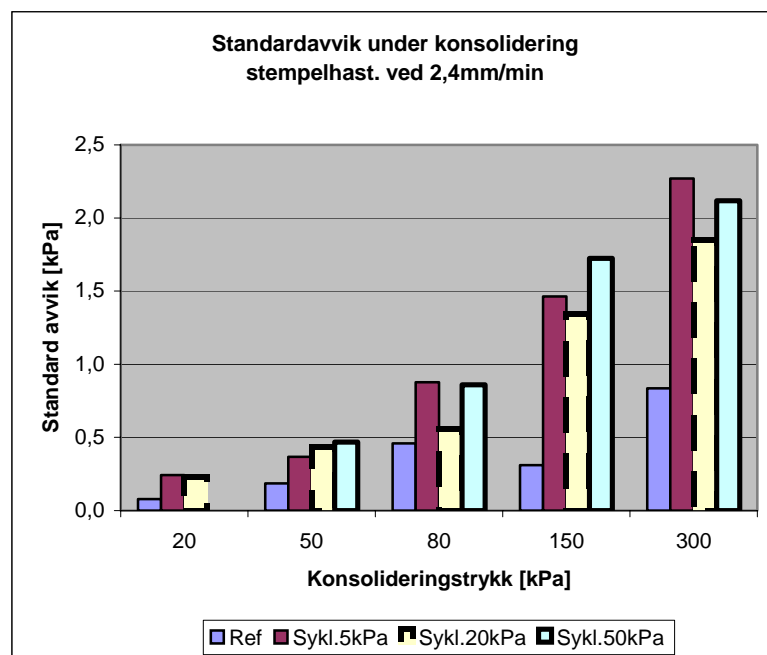
Figur 4.17 viser hvordan standard avviket på de maksimale konsolideringstrykkene varierer under de ulike konsolideringstrykkseriene. Referanseverdiene er funnet ved å kjøre *uniaxialtesteren* automatisk, mens forsøkene med syklisk konsolidering kjøres manuelt. Alle målte og beregnede verdier vises i vedlegg 7.



Figur 4.17 Standardavvik under konsolidering med stempelhast. på 2,4 mm/min

4.4.2 Industrisementpulver

Figur 4.18 viser hvordan standardavviket på de maksimale konsolideringstrykkene varierer under de ulike konsolideringstrykkseriene. Referanseverdiene er funnet ved å kjøre *uniaxialtester* automatisk, mens forsøkene med syklisk konsolidering kjøres manuelt. Alle målte og beregnede verdier vises i vedlegg 7.



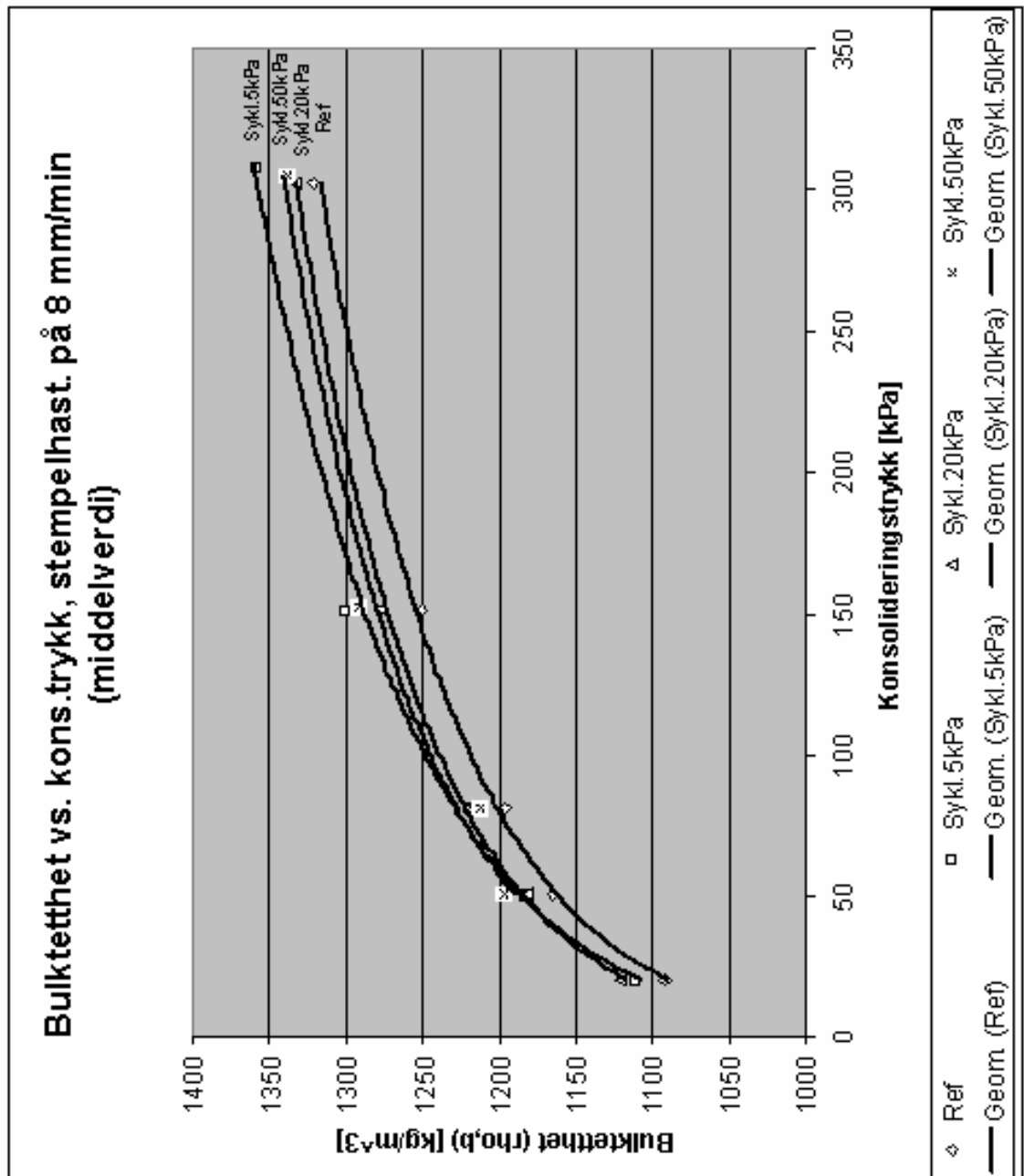
Figur 4.18 Standardavvik under konsolidering med stempelhast. på 2,4 mm/min

4.5 Beregnede verdier på bulk tettheten

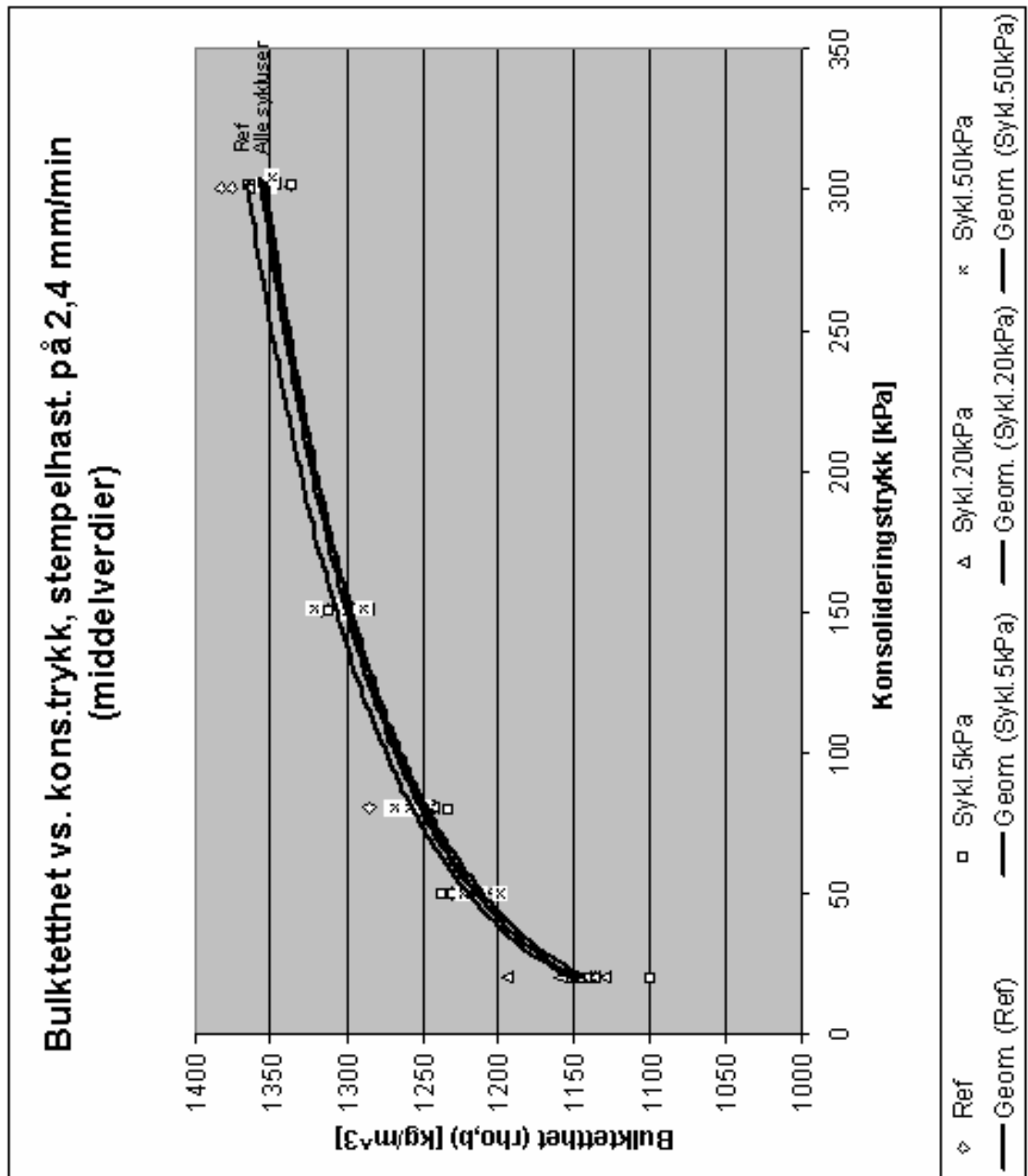
På grunn av et lite mellomrom mellom bunnkoppen og utløpet på matrisen, blir noe pulver presset ut av matrisen under forsøkene. Denne pulvermengden ligger i gjennomsnitt på 6-7 gram (både for kalkstein- og industrisementpulver) uavhengig av type konsolidering, konsolideringstrykk eller type pulver. Dette pulveret er ikke tatt hensyn til i beregningene av bulk tettheten.

4.5.1 Kalksteinpulver

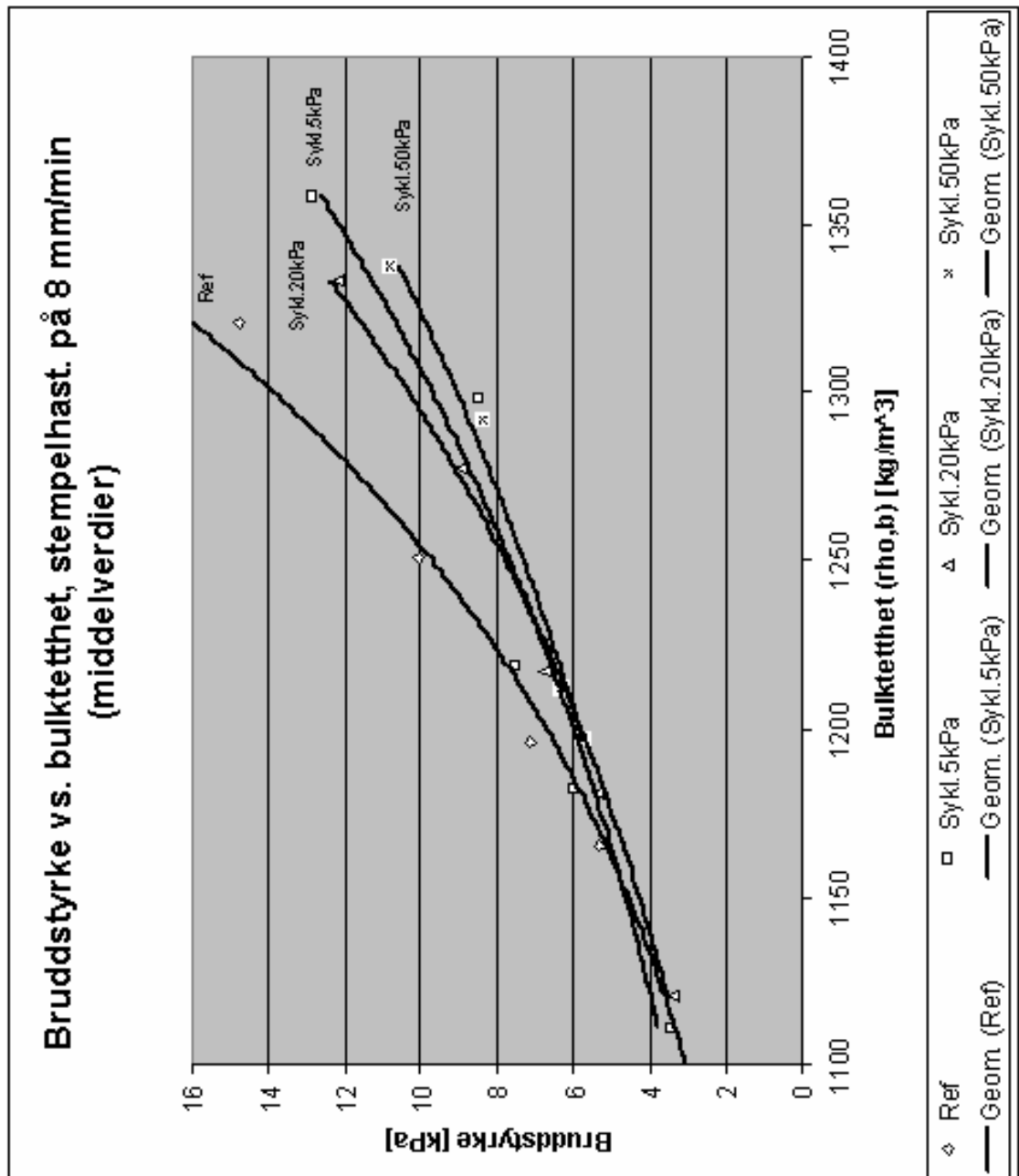
Av samme grunner som under kapittel 4.1.1 presenteres alle kurvene på basis av konsolideringstrykk på 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Figur 4.19 og figur 4.20 viser hvordan bulk tettheten for forsøk med enkel og syklisk konsolidering, varierer i forhold til konsolideringstrykket med stempelhastigheter på henholdsvis 8 mm/min og 2,4 mm/min. Figur 4.21 og figur 4.22 viser hvordan bruddstyrken for forsøk med enkel og syklisk konsolidering, varierer i forhold til bulk tettheten med stempelhastigheter på henholdsvis 8 mm/min og 2,4mm /min. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 1 og vedlegg 8.



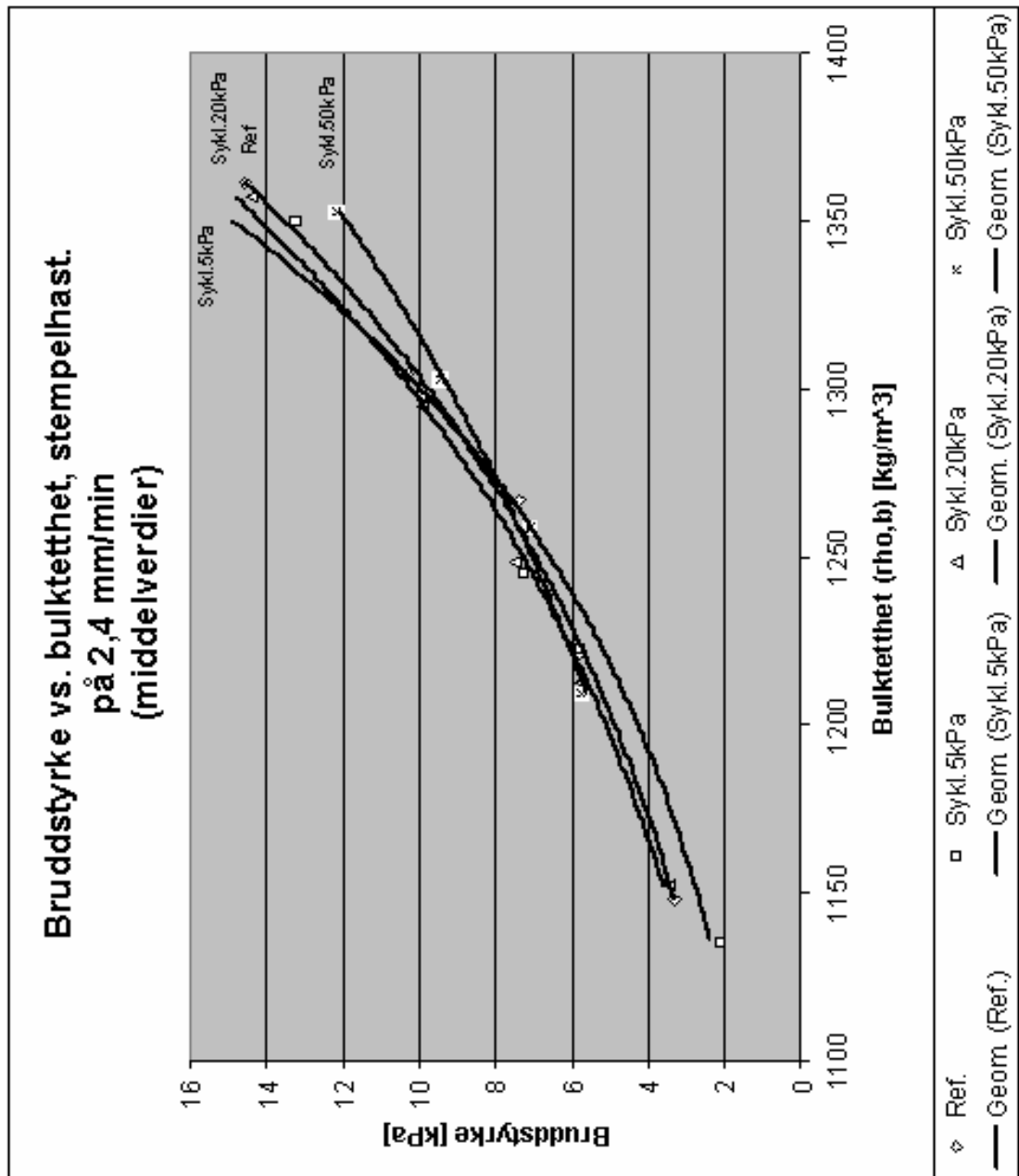
Figur 4.19 Bulketthet vs. konsolideringstrykk for tester av kalksteinpulver med stempelhastighet på 8 mm/min (middelverdier)



Figur 4.20 Bulketthet vs. konsolideringstrykk for tester av kalksteinpulver med stempelhastighet på 2,4 mm/min (middelverdier)



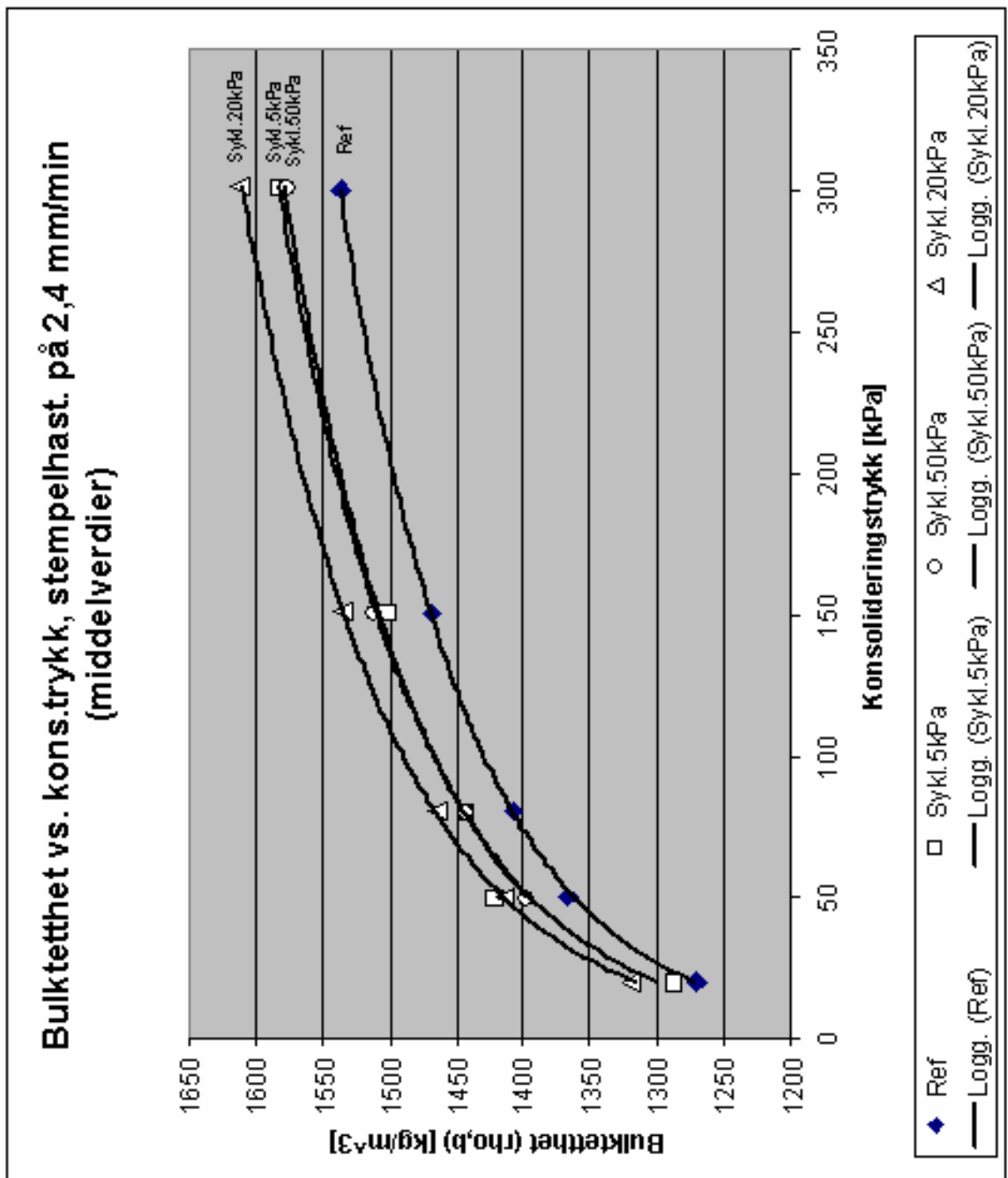
Figur 4.21 Bruddstyrke vs. bulketthet for tester av kalksteinpulver med stempelhastighet på 8 mm/min (middelverdi)



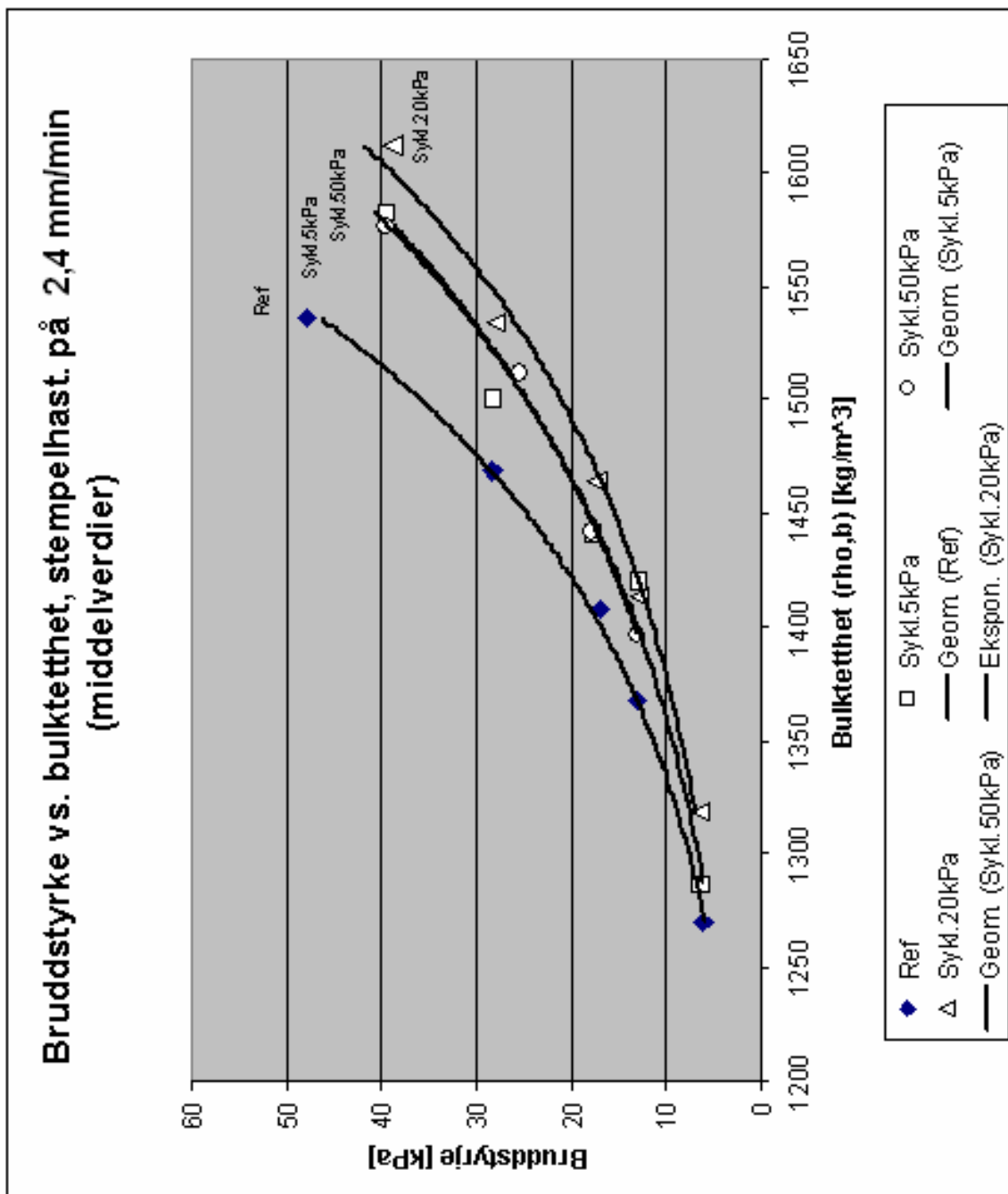
Figur 4.22 Bruddstyrke vs. bulkthetthet for tester av kalksteinpulver med stempelhastighet på 2,4 mm/min (middelverdi)

4.5.2 Industrisementpulver

Alle kurvene baseres på basis av konsolideringstrykkserier på 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Figur 4.23 viser hvordan bulkthettheten for forsøk med enkel og syklisk konsolidering, varierer i forhold til konsolideringstrykket med stempelhastighet på 2,4 mm/min. Figur 4.24 viser hvordan bruddstyrken for forsøk med enkel og syklisk konsolidering, varierer i forhold til bulkthettheten med stempelhastighet på 2,4mm /min. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 2 og vedlegg 9.



Figur 4.23 Bulketthet vs. konsolideringstrykk for tester av industrisementpulver med stempelhastighet på 2,4 mm/min (middelverdier)



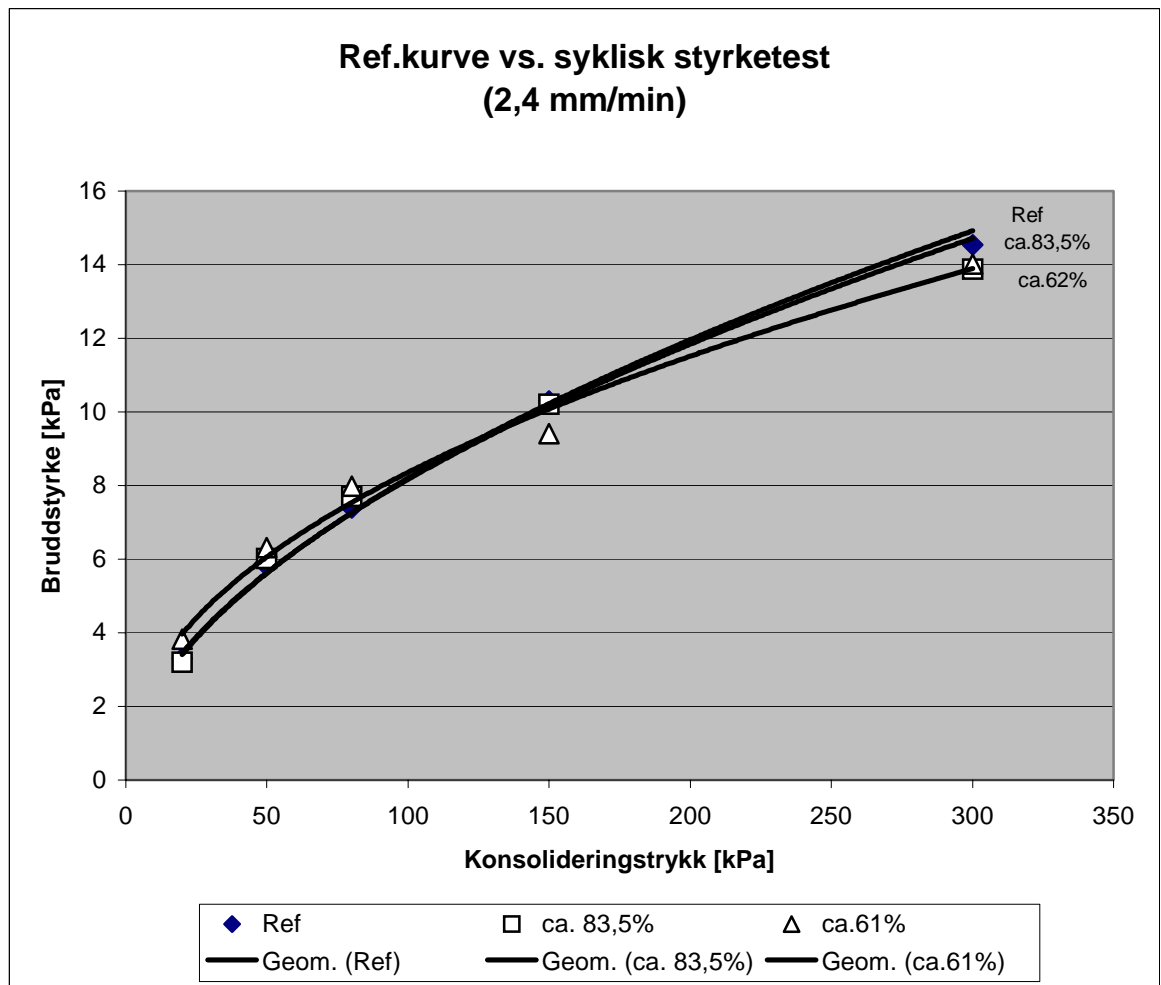
Figur 4.24 Bruddstyrke vs. bulkthet for tester av industrisementpulver med stempelhastighet på 2,4 mm/min (middelverdi)

4.6 Syklisk styrketesting

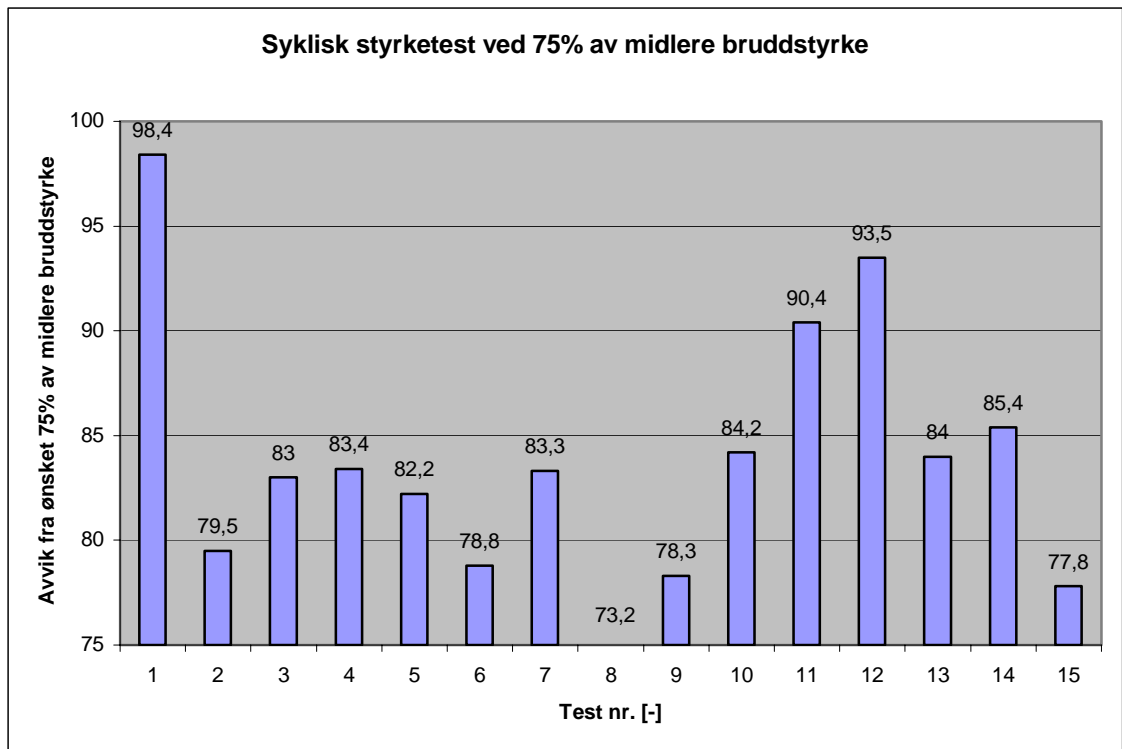
4.6.1 Kalksteinpulver

Der er gjort forsøk med sykliske belastninger under styrketesten ved 75 % og 50 % av middelverdien til bruddstyrken under enkel konsolidering. På grunn av stor unøyaktighet blir resultatene presentert ved 83,5 % og 62 %, sammen med referanseverdikurven (se

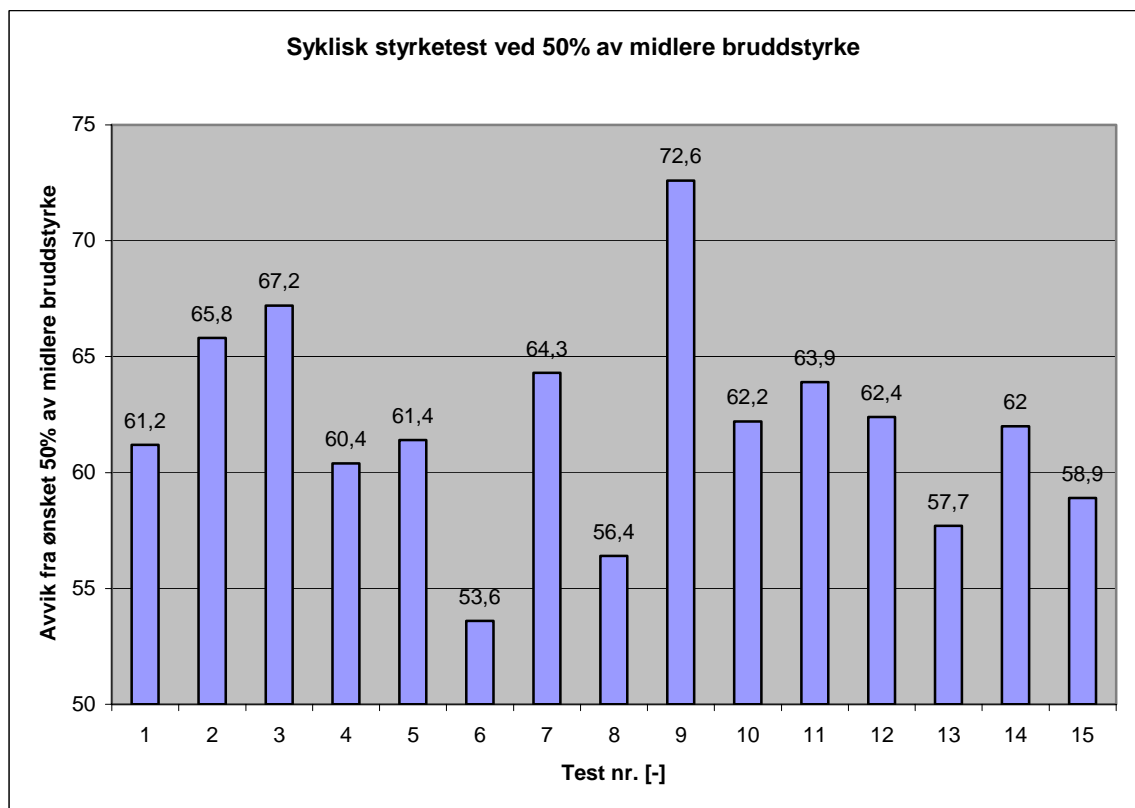
figur 4.25). Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 1 og vedlegg 10. Figur 4.26 og figur 4.27 viser avviket fra ønskede verdier (75 % og 50 %) på den sykliske belastningen under styrketesten.



Figur 4.25 Referansekurve vs. forsøk med syklisk belastning for kalksteinpulver under styrketest



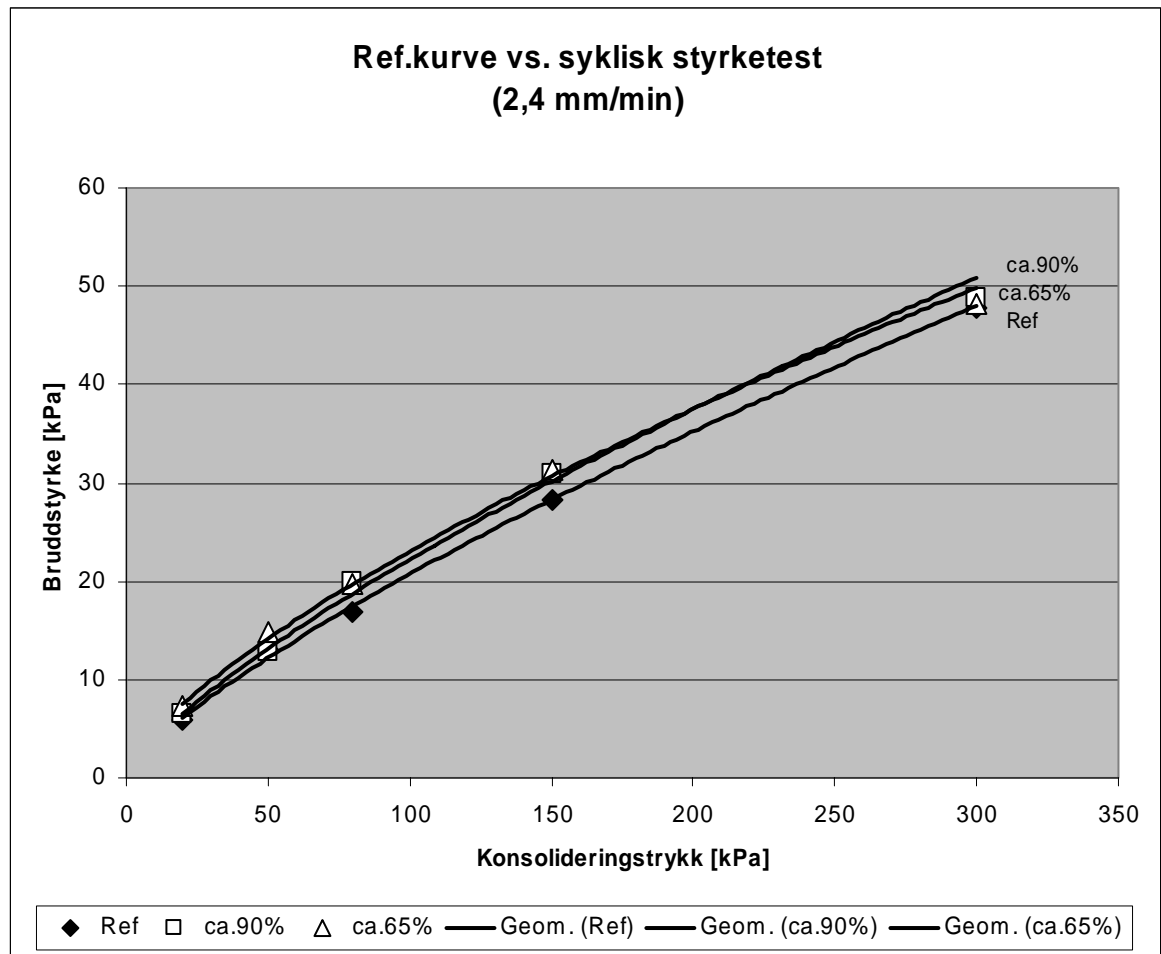
Figur 4.26 Avviket fra ønsket 75 % av verdien til midlere bruddstyrke under enkel konsolidering (kalksteinpulver)



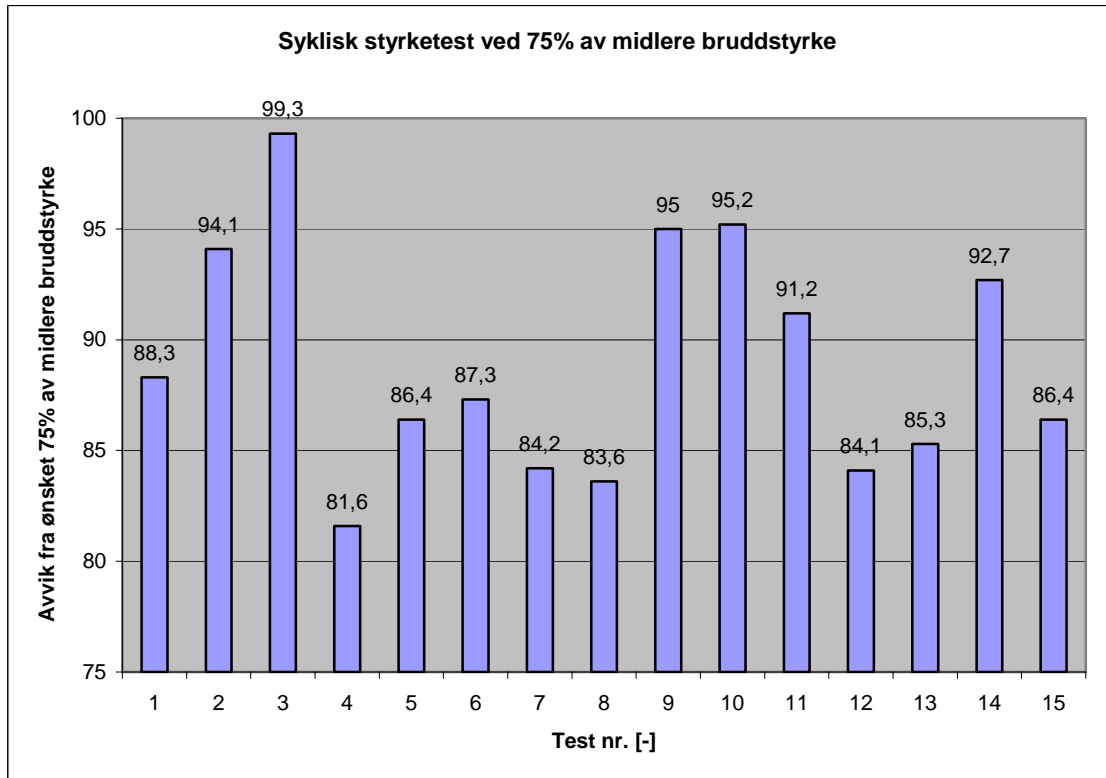
Figur 4.27 Avviket fra ønsket 50 % av verdien til midlere bruddstyrke under enkel konsolidering (kalksteinpulver)

4.6.2 Industrisementpulver

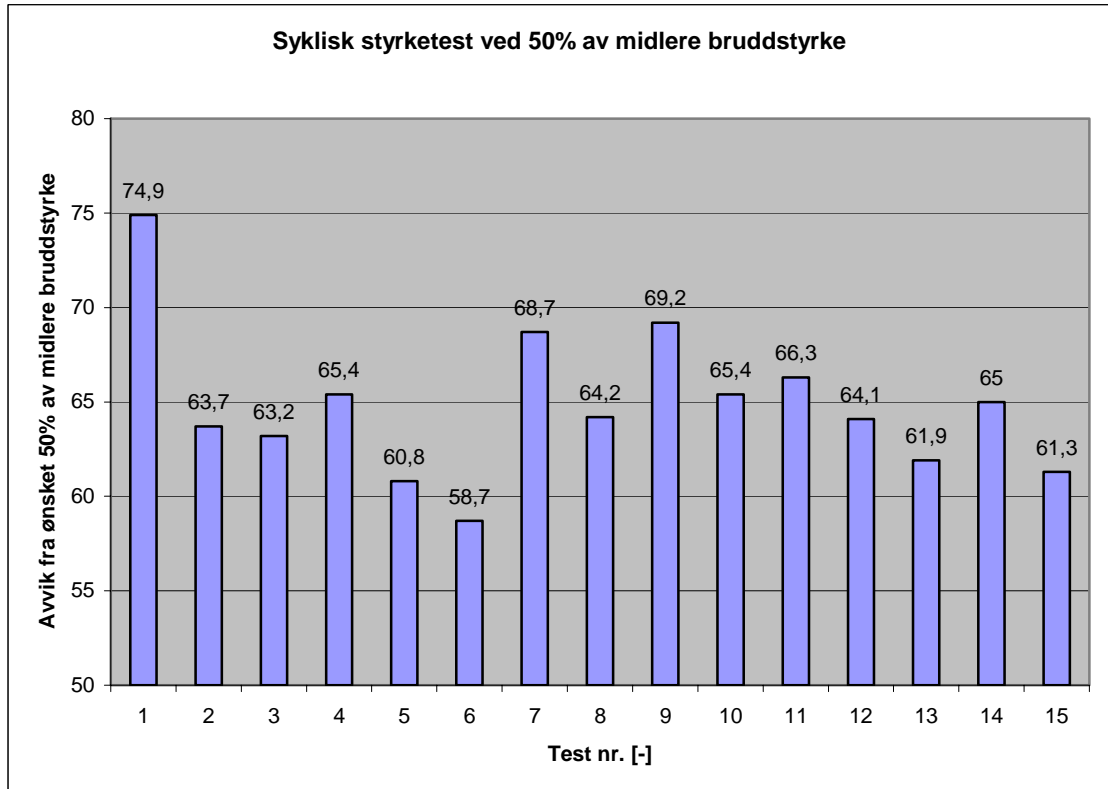
Der er gjort forsøk med sykliske belastninger under styrketesten ved 75 % og 50 % av middelveien til bruddstyrken under enkel konsolidering. På grunn av stor unøyaktighet blir resultatene presentert ved 90 % og 65 %, sammen med referanseverdikurven (se figur 4.28). Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 2 og vedlegg 10. Figur 4.29 og figur 4.30 viser avviket fra ønskede verdier (75 % og 50 %) på den sykliske belastningen under styrketesten.



Figur 4.28 Referansekurve vs. forsøk med syklisk belastning for industrisementpulver under styrketest



Figur 4.29 Avviket fra ønsket 75 % av verdien til midlere bruddstyrke under enkel konsolidering (industriementpulver)



Figur 4.30 Avviket fra ønsket 50 % av verdien til midlere bruddstyrke under enkel konsolidering (industriementpulver)

4.7 Prøvevektfordeling

Det var ønskelig å studere hvordan prøvevektfordelingen utartet seg for kalkstein- og industrisementpulveret. Det er et ønske om at prøvevekten etter hver fylling av matrisen vil være mest mulig lik ved bruk av de ulike pulverne.

4.7.1 Kalksteinpulver

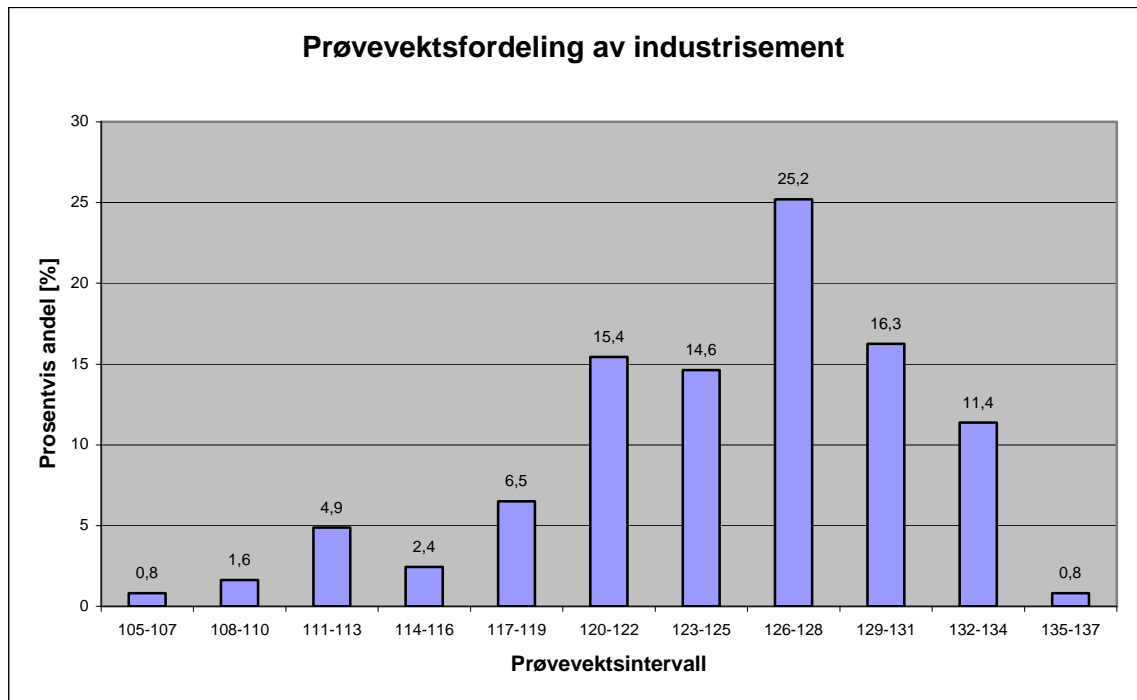
Figur 4.31 viser hvordan prøvevektfordelingen var etter fylling av kalksteinpulver i matrisen. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 11.



Figur 4.31 Prøvevektfordeling av kalksteinpulver

4.7.2 Industrisementpulver

Figur 4.32 viser hvordan prøvevektfordelingen var etter fylling av industrisementpulver i matrisen. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 11.



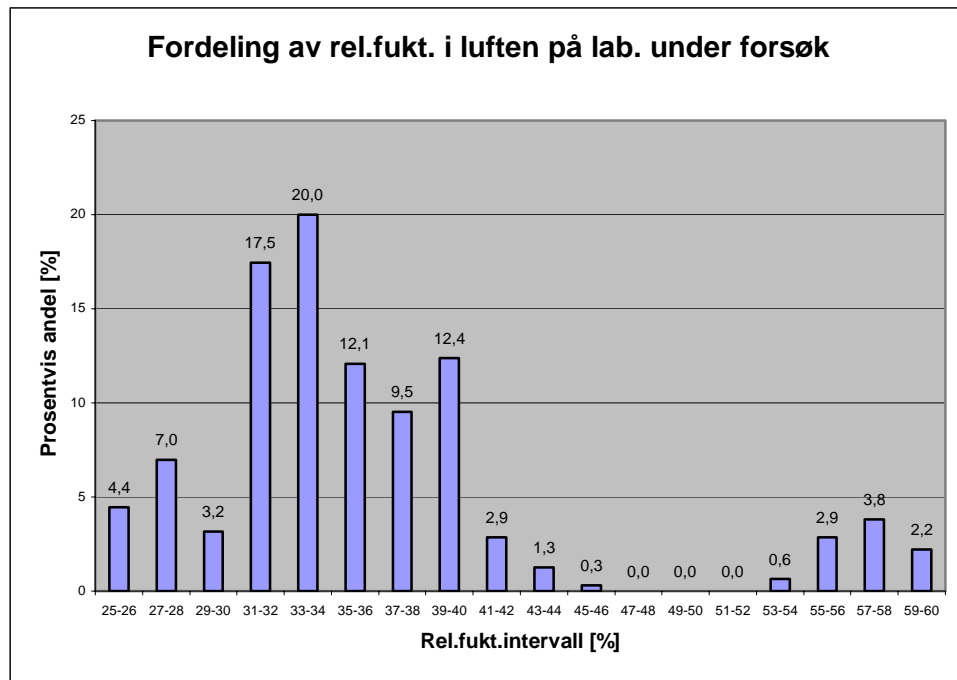
Figur 4.32 Prøvevektsfordeling av industrisementpulver

4.8 Fuktighetsfordeling

Det var ønskelig å se hvordan den relative fuktigheten i luften på pulverlaboratoriet varierte under hvert forsøk. Det er montert et måleinstrument i laboratoriet hvor man lett kan lese av den relative fuktigheten.

4.8.1 Kalksteinpulver

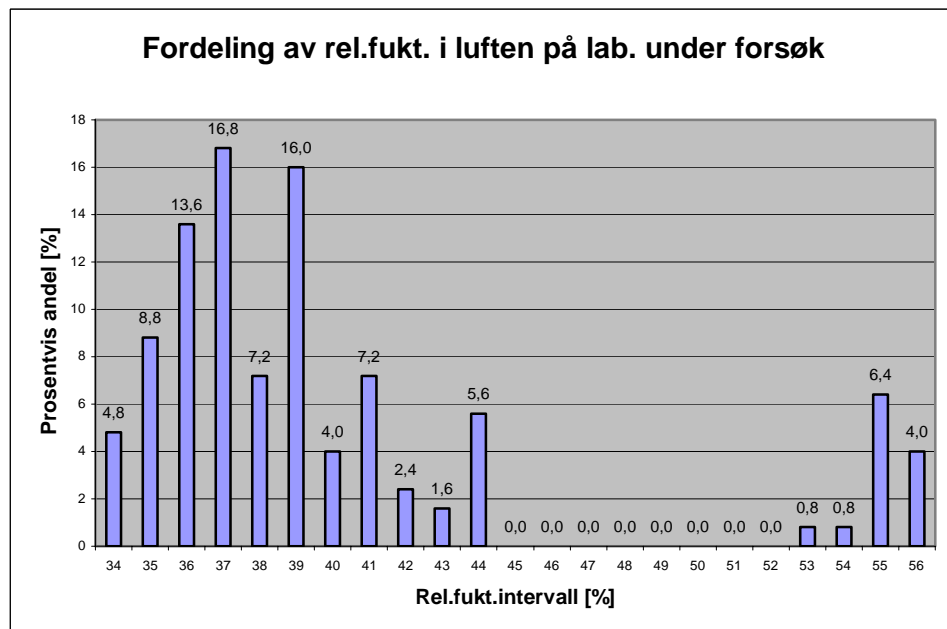
Figur 4.33 viser hvordan den relative fuktigheten i luften på laboratoriet varierer under forsøk med kalksteinpulver. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 12.



Figur 4.33 Fordeling av relativ fuktighet i luften på laboratoriet under forsøk med kalksteinpulver

4.8.2 Industrisementpulver

Figur 4.34 viser hvordan den relative fuktigheten i luften på laboratoriet varierte under forsøk med industrisementpulver. Alle målte og beregnede verdier finnes i vedlegg 12.



Figur 4.34 Fordeling av relativ fuktighet i luften på laboratoriet under forsøk med industrisementpulver

5 DISKUSJON

Det ble gjennomført tester med stempelhastigheter på 2,4 mm/min og 8 mm/min. Resultatene fra testene som ble gjennomført i *uniaxialtesteren*, viser at med stempelhastighet på 2,4 mm/min får forsøkpulveret som regel høyere bruddstyrke. Dette kan komme av at pulverpartiklene får bedre tid til å innordne seg etter hverandre, slik at de pakker seg bedre sammen i matrisen under konsolideringen.

Testene som ble gjennomført med stempelhastighet på 2,4 mm/min gav også jevnere forsøksresultater enn testene med stempelhastighet på 8 mm/min. Standardavviket på bruddstyrken til forsøkpulveret ble beregnet både for tester med stempelhastighet på 2,4 mm/min og 8 mm/min, og deretter ble resultatene sammenlignet med hverandre. Disse resultatene er vist i figur 4.12 til figur 4.15. Grunnen til at resultatene fra testene med stempelhastighet på 2,4 mm/min er jevnere, kan være at pulverpartiklene får bedre tid til å innordne seg etter hverandre. Når stempelhastigheten er 8 mm/min kan kompakteringen av pulveret skje noe mer tilfeldig og bruddstyrken som man får etter styrketesten vil variere mer. Det ville også ha vært ønskelig å gjøre tester med stempelhastigheter lavere enn 2,4 mm/min for å undersøke denne trenden, men dagens utgave av *uniaxialtesteren* tillater ikke lavere hastighet.

Stempelhastighet på 2,4 mm/min gir også større nøyaktighet når det gjelder å kunne stoppe stempelet ved ønsket konsolideringstrykk. Siden stempelet går saktere vil belastningen på veicellen skje med mer moderat hastighet, og stempelet vil lettere kunne stoppes ved ønsket konsolideringstrykk.

Det ble utført eksperimenter med enkel konsolidering og styrketest for to typer pulver. Det ble brukt kalkstein- og industrisementpulver. Resultatene fra disse testene ble brukt som referanser for videre studier av mer avanserte eksperimenter. Industrisementpulveret gav som ventet en god del høyere bruddstyrke enn kalksteinpulveret. Siden *uniaxialtesteren* ble styrt automatisk fra pc under disse testene, var nøyaktigheten på resultatene gode.

Det ble også kjørt tester med syklisk konsolidering i *uniaxialtesteren*. Resultatene fra disse testene viser at kalksteinpulveret og industrisementpulveret oppfører seg tilnærmet likt. Fra styrketestene fremkommer det at ved å kjøre en styrketest rett etter en konsolideringssyklus, vil bruddstyrken øke i forhold til referanseverdien. Til lenger man venter med å ta styrketesten etter konsolideringssyklusen, desto mer vil bruddstyrken avta i forhold til referanseverdien. Generelt sett så vil kurvene med maksimale bruddstyrkeverdier ved de ulike syklusene, gi mindre avstand mellom hverandre og i forhold til referansekurven, enn ved å bruke kurver som er laget på bakgrunn av middelveidene til bruddstyrken. De maksimale bruddstyrkeverdiene vil nok være det mest riktige å bruke til sammenligning av konsolideringer med sykluser i forhold til enkel

konsolidering (referanse). Sannsynligheten for at man har funnet den maksimale bruddstyrken under hvert konsolideringstrykk, vil selvsagt øke til flere repetisjoner man gjør under hver test. Ved eksperimentene utført ved denne hovedoppgaven er det gjennomført 5 repetisjoner under hver konsolideringstrykkserie. Alle testene med syklisk og enkel konsolidering på kalksteinpulveret, ble gjennomført ved stempelhastigheter på 2,4 mm/min og 8 mm/min (industriementpulver brukte bare 2,4 mm/min). Resultatene viser at stempelhastighet på 2,4 mm/min gir mer sammenfallende kurver mellom enkel konsolidering (referanse) og syklisk konsolidering. Det ble kjørt tester med konsolideringssykluser ved 5kPa, 20kPa og 50kPa. Verdiene fra disse syklusene sammen med verdiene fra enkel konsolidering, ble plottet i diagram som viser bruddstyrken i forhold til konsolideringstrykkene. Bruddstyrken i disse diagrammene ble plottet ved konsolideringstrykkseriene på 20kPa, 50kPa, 80kPa, 150kPa og 300kPa. Resultatene fra styrketesten viser at bruddstyrkeverdiene for syklusene er veldig like frem til 150kPa. Ved 300kPa blir det en større spredning mellom bruddstyrkeverdiene. Hvilken syklus som gir størst bruddstyrke variere med hvilke pulver som testes. Tester av kalksteinpulveret viser at syklus ved 20kPa gir størst bruddstyrke, mens syklus ved 50kPa gir lavest (gjelder ikke for middelverdiene av bruddstyrken med stempelhastighet på 8 mm/min). For industriementpulveret derimot er det syklus på 5kPa som gir størst bruddstyrke, mens syklus ved 50kPa gir minst. Fra testene av industriementpulveret kan man si at til senere syklusen kommer i konsolideringsprosessen, til større innvirkningen har den på reduksjonen av bruddstyrken til pulveret i forhold til enkel konsolidering. Dette vil vel også kunne sies å være det mest logiske når man tenker på hvordan kompakteringen av pulveret skjer inne i matrisen. Når man kjører en syklus ved 5kPa så har ikke pulveret "fått satt seg" skikkelig, og når stempelet reverseres (kjøres vertikalt oppover) så får pulverpartiklene en ny sjanse til å innordne seg etter hverandre. Når man derimot kjører en syklus ved 50kPa så har kompakteringen kommet så langt at pulverpartiklene allerede har innordnet seg etter hverandre, og når stempelet reverseres vil ikke partiklene klare å reorganisere seg på samme måte. Når det gjelder resultatene for kalksteinpulveret, er det vanskelig å avgjøre om rekkefølgen på hvilken syklus som gir størst og minst bruddstyrke er tilfeldig eller om det er en grunn til dette. En ting som det er hvert å merke seg, er at de testene som ble gjennomført på industriementpulveret viser at standardavviket på bruddstyrken var vesentlig høyere enn standardavviket på bruddstyrken for kalksteinpulveret. Dette kan bidra til at resultatene for industriementpulveret ikke er like pålitelig som for kalksteinpulveret. En annen grunn kan også være at industriementpulveret har mye høyere bruddstyrke, og dette bidrar til at standardavviket (spredningen av data fra middelverdien) er større.

Det ble gjennomført tester med sykliske belastninger under styrketesten. Det var et ønske om å undersøke om dette hadde innvirkning på bruddstyrken. Det ble bestemt å kjøre

belastningssyklusener ved 75 % og 50 % av middelverdien på bruddstyrken ved enkel konsolidering og styrketest. På grunn av treghet i systemet som gav relativt lang responstid mellom pc og *uniaxialtester* lot dette seg ikke gjennomføre. Belastningssyklusene ble derfor i stede gjennomført tilfeldig. I og med at man bare ønsket å undersøke om belastningssyklusene hadde innvirkning på bruddstyrken, var ikke dette så veldig avgjørende. Etter å ha gjennomført 60 tester med tilfeldige belastningssyklusener fra 53,6 % til 99,3 % av middelverdien på bruddstyrken ved enkel konsolidering og styrketest, så kunne man se at dette hadde lite eller ingen innvirkning på resultatet (se vedlegg 10).

Det var også et ønske om å studere hvordan bulk tettheten varierte for tester med enkel konsolidering og tester med syklisk konsolidering i forhold til konsolideringstrykket. Bulk tettheten ble beregnet ut ifra en matematisk formel og resultatene ble fremstilt i figurer på basis av brukt stempelhastighet og pulvermateriale. For kalksteinpulver ble det brukt to forskjellige stempelhastigheter (2,4 mm/min og 8 mm/min). Ved bruk av stempelhastighet på 8 mm/min ser man at bulk tettheten under enkel konsolidering har den laveste verdien ved alle konsolideringstrykk. Syklus ved 5kPa gir de høyeste verdiene, mens syklus ved 20kPa gir de laveste verdiene av de tre syklusene. Ved å redusere stempelhastigheten til 2,4 mm/min, ser man at bulk tettheten under enkel konsolidering har de høyeste verdiene ved økende konsolideringstrykk. Syklusene har alle fått lavere verdier for bulk tettheten, og verdiene er meget sammenfallende for alle syklusene. Når det gjelder resultatene fra testene med industrisementpulver, så ser man at generelt er bulk tettheten for alle typer konsolideringer høyere. Dette er logisk siden bruddstyrken for industrisementpulveret er mye høyere enn for kalksteinpulveret. Bulk tettheten for enkel konsolidering har de laveste verdiene i forhold til konsolideringstrykket. Syklus ved 20kPa har de høyeste verdiene for bulk tettheten, mens syklus ved 50kPa har de laveste. Ved beregningene av bulk tettheten er det ikke tatt hensyn til den lille pulvermengden på 6-7 gram som lekker ut av matrisen under konsolideringen. På grunn av dette vil det være en viss usikkerhet i resultatene.

6 KONKLUSJON

Stempelhastigheten har innvirkning på bruddstyrken til forsøkpulveret. Testene med stempelhastighet på 2,4 mm/min gir høyere bruddstyrke enn med testene med stempelhastighet på 8 mm/min. Ved å bruke stempelhastighet på 2,4 mm/min får man også jevnere resultater (mindre standardavvik).

Ved syklisk konsolidering så oppfører kalkstein- og industrisementpulveret seg tilnærmet likt. Ved å kjøre en styrketest rett etter en konsolideringssyklus vil bruddstyrken øke i forhold til konsolidering uten syklus. Til lengre man venter med å ta styrketesten etter konsolideringssyklusen, desto mer vil bruddstyrken avta i forhold til konsolidering uten syklus.

Syklisk belastning og avlastning av forsøkpulveret under styrketesting gir lite eller ingen betydning på bruddstyrken.

Bulktettheten til forsøkpulveret som funksjon av konsolideringstrykket, vil varierer etter hvilken type konsolidering som benyttes.

FORMELLISTE

- (2.1) Lars Petter Maltby, Investigation of the behavior of powders under and after consolidation, Dr.ing. thesis Høgskolen i Telemark, 1993
- (2.2) Lars Petter Maltby, Investigation of the behavior of powders under and after consolidation, Dr.ing. thesis Høgskolen i Telemark, 1993
- (3.1) Hartvig Hartvigsen, Rolf Lorentsen, Knut Michelsen, Sverre Seljevoll, Verksted håndboka for mekaniske fag 3. utgave, Yrkesopplæring ans, 1996
- (3.2) Hartvig Hartvigsen, Rolf Lorentsen, Knut Michelsen, Sverre Seljevoll, Verksted håndboka for mekaniske fag 3. utgave, Yrkesopplæring ans, 1996
- (3.3) Hartvig Hartvigsen, Rolf Lorentsen, Knut Michelsen, Sverre Seljevoll, Verksted håndboka for mekaniske fag 3. utgave, Yrkesopplæring ans, 1996
- (3.4) Prof. Sunil R. de Silva, En innføring i pulverteknologi, boken ikke utgitt på noe forlag, 1997
- (3.5) Alf Harbitz, Statistikk og sannsynlighetsregning 2. utgave, Fagbokforlaget, 1999

REFERANSELISTE

- [1] Prof. Sunil R. de Silva, En innføring i pulverteknologi, boken ikke utgitt på noe forlag, 1997
- [2] Lars Petter Maltby, Beskrivelse av uniaxialtesteren, POSTEC-Research A/S, årstall ukjent
- [3] Lars Petter Maltby, Investigation of the behavior of powders under and after consolidation, Dr.ing. thesis Høgskolen i Telemark, 1993
- [4] Jörg Schwedes, Measurement of flow properties of bulk solids, Powder Technology 88, 1996
- [5] Jörg Schwedes, Review on testers for measuring flow properties of bulk solids, Springer-Verlag, 2003
- [6] Gisle G. Enstad, News on the development of the uniaxialtester, POSTEC Newsletter no. 17, 1998
- [7] Gisle G. Enstad, Uniaxial Tester as a Tool for Predicting Tableting Performance of Powder Mixtures, POSTEC Newsletter no. 20, 2001

REFERANSELISTE FOR BILDER

- [1] Prof. Sunil R. de Silva, En innføring i pulverteknologi, boken ikke utgitt på noe forlag, 1997
- [2] Jörg Schwedes, Measurement of flow properties of bulk solids, Powder Technology 88, 1996
- [3] Jörg Schwedes, Review on testers for measuring flow properties of bulk solids, Springer-Verlag, 2003
- [4] Lars Petter Maltby, Investigation of the behavior of powders under and after consolidation, Dr.ing. thesis Høgskolen i Telemark, 1993

VEDLEGGSLISTE

1. Referansekurveverdier for kalksteinpulver.
2. Referansekurveverdier for industrisementpulver.
3. Syklisk konsolidering for kalksteinpulver med stempelhastighet på 8 mm/min.
4. Syklisk konsolidering for kalksteinpulver med stempelhastighet på 2,4 mm/min.
5. Syklisk konsolidering av industrisementpulver.
6. Sum standardavvik på bruddstyrke med kalksteinpulver.
7. Standardavvik på konsolideringsprosessen for kalkstein- og industrisementpulver.
8. Bulktetthet og reelle konsolideringstrykk for kalksteinpulver.
9. Bulktetthet og reelle konsolideringstrykk for industrisementpulver.
10. Syklisk styrketest på kalkstein- og industrisementpulver.
11. Prøvevektsfordeling for kalkstein- og industrisementpulver.
12. Relativ fuktighet i luften på laboratorium under forsøk.

VEDLEGG 1

Referansekurveverdier for kalksteinpulver.

VEDLEGG 2

Referansekurveverdier for industrisementpulver.

VEDLEGG 3

Syklisk konsolidering for kalksteinpulver med stempelhastighet på 8 mm/min.

VEDLEGG 4

Syklisk konsolidering for kalksteinpulver med stempelhastighet på 2,4 mm/min.

VEDLEGG 5

Syklisk konsolidering av industrisementpulver.

VEDLEGG 6

Sum standardavvik på bruddstyrke med kalksteinpulver.

VEDLEGG 7

Standardavvik på konsolideringsprosessen for kalkstein- og industrisementpulver.

VEDLEGG 8

Bulktetthet og reelle konsolideringstrykk for kalksteinpulver.

VEDLEGG 9

Bulktetthet og reelle konsolideringstrykk for industrisementpulver.

VEDLEGG 10

Syklisk styrketest på kalkstein- og industrisementpulver.

VEDLEGG 11

Prøvevektfordeling for kalkstein- og industrisementpulver.

VEDLEGG 12

Relativ fuktighet i luften på labratorium under forsøk.