

PROCES SCHNIĘCIA WARSTW MATERIAŁÓW POROWATYCH NASYCONYCH WODNYM ROZTWOREM $CdCl_2$



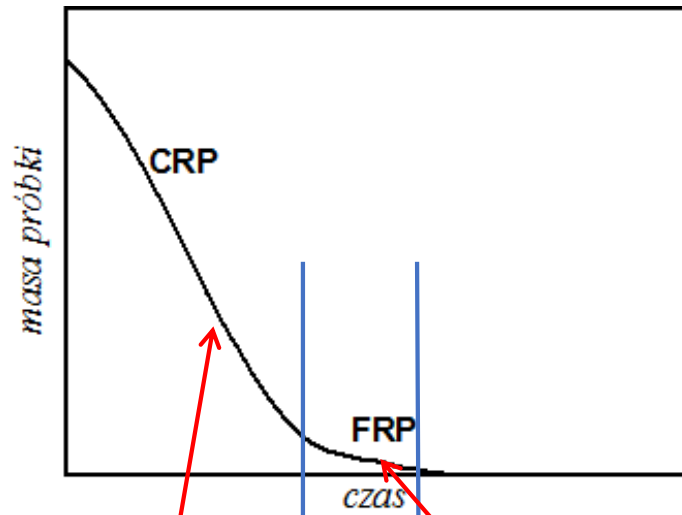
**NARODOWE
CENTRUM
BADAŃ
JĄDROWYCH
ŚWIERK**



*I.M. Fijał-Kirejczyk, J.J. Milczarek, A. Budzianowski,
D. Rusinek, J. Żołądek*

Podstawowy opis procesu schnięcia w próbkach masywnych

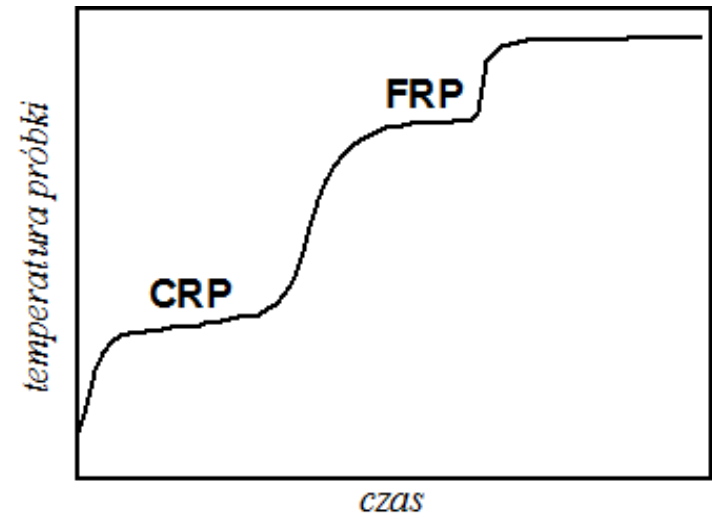
Zmiana masy próbki podczas schnięcia



CRP – utrata wody
jednorodnie w całej
objętości

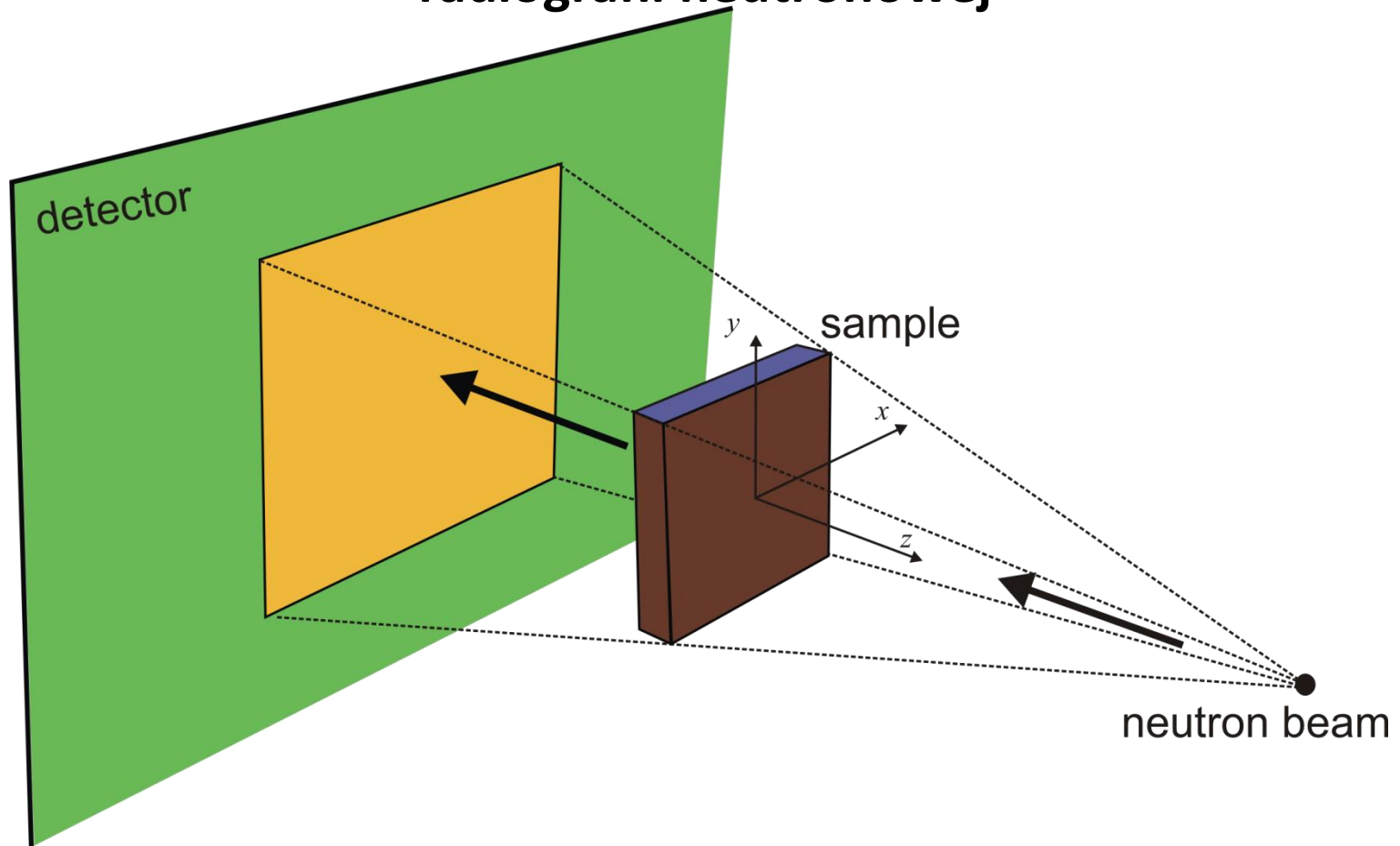
Powstaje front
schnięcia

Zmiany temperatury wewnątrz próbki

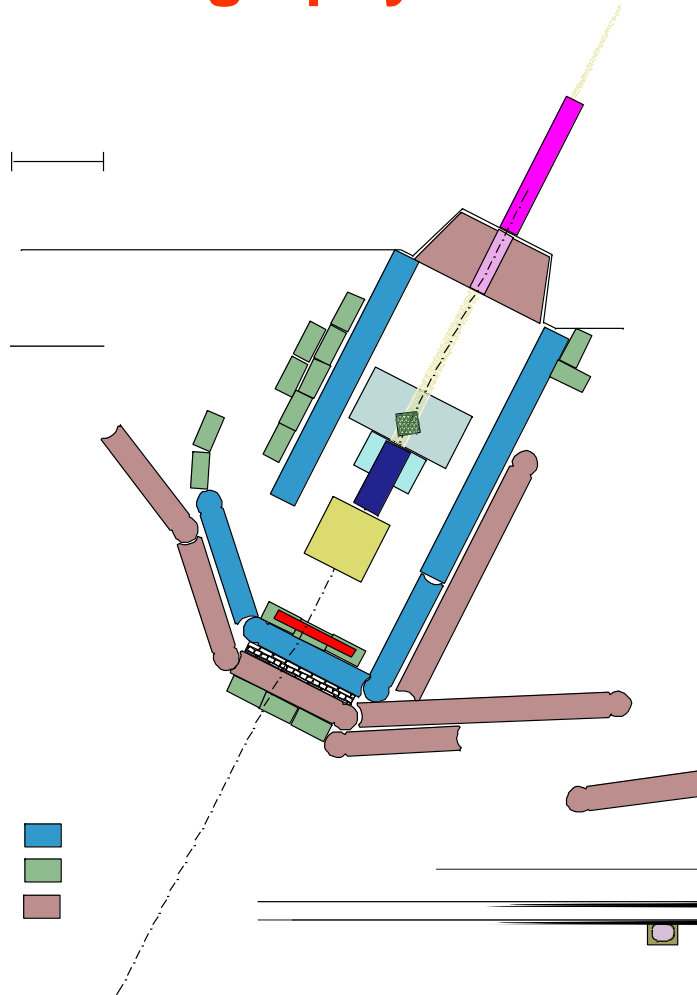


CRP – Constant Rate Period
FRP - Falling Rate Period

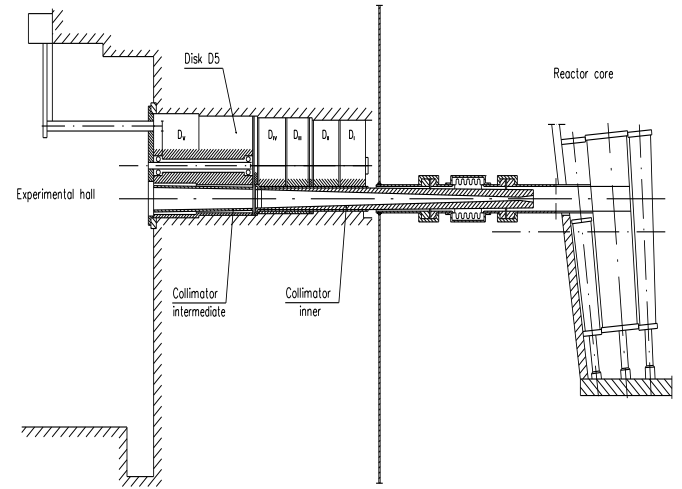
Układ pomiarowy radiografii neutronowej



H8 neutron radiography station



Collimators



Neutron Radiography facility main parameters

$100 < L/D < 200$

Cd ratio = 20

neutron flux density = $1.1 \times 10^7 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ (at $L/D = 150$)

ILL $2.9 \times 10^9 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ at $L/D = 100$

Converter screen size: 250 x 250 mm

Converters:

gamma : $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S}$; Tb

neutrons: ^6Li :ZnS:Cu, Al, Au (green light)

Camera: CCD ORCA-ER (Hamamatsu)

Linear resolution: 0.1 mm, time resolution: 1 s

Objects: medium size technical devices

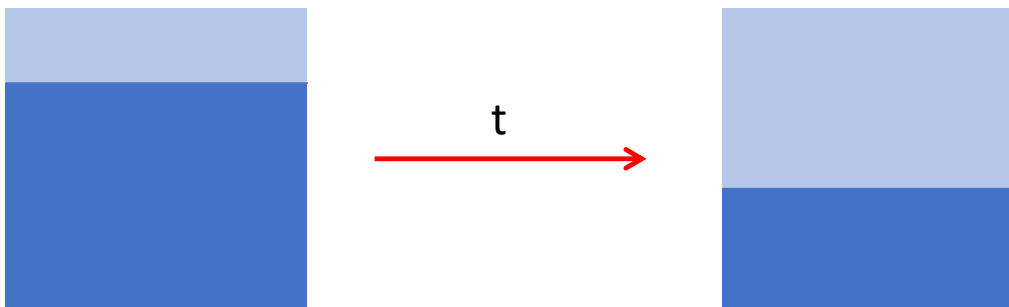
Processes: water migration in porous systems
self-diffusion in water

Poglądowe przedstawienie obrazów neutronowych podczas procesu schnięcia

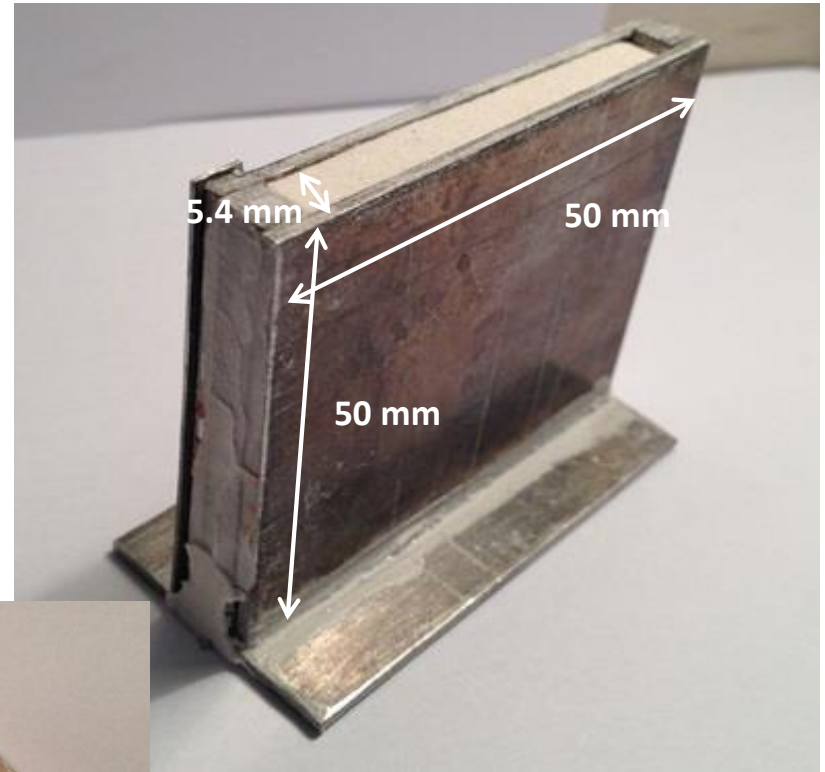
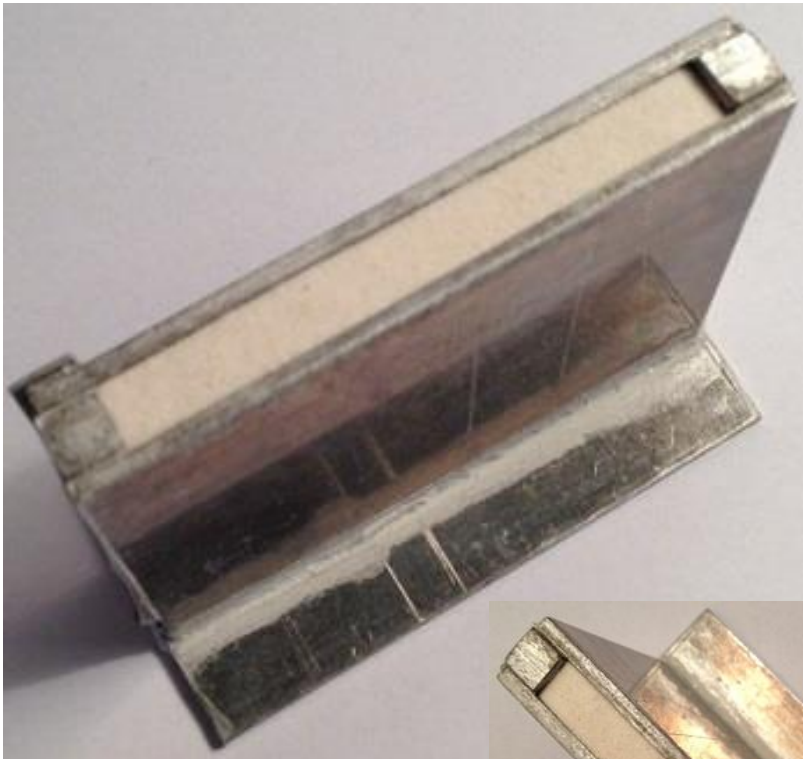
CRP „jednorodne” zmniejszanie zawartości wody



FRP powstaje front schnięcia



Próbki (złoże korundu w pojemniku duralowym)



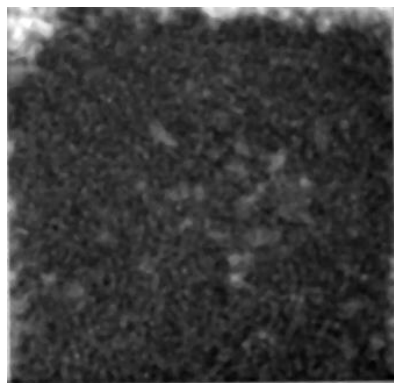
Właściwości materiału użytego do badań

Nazwa producenta	Średnica ziaren [mm]
Elektrokorund F20	1 – 1.11
Elektrokorund F40	0.4 – 0.5
Elektrokorund F60	0.25 – 0.3
Elektrokorund F120	0.12 – 0.1
Elektrokorund F220	0.075 – 0.053

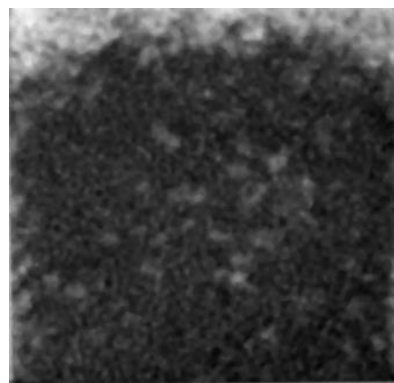
W badaniach użyto ziarnistego elektrokorundu o rozmiarach ziaren ok. 1 mm. Materiał do badań został wstępnie wyflukany w wodzie, a następnie wydzielony w drodze sedimentacji, w kolejnym etapie był suszony i przechowywany w temperaturze 50°C (wiele tygodni).

Przykładowe radiogramy neutronowe dla próbki korundu o rozmiarach ziaren 1 – 1.11 mm (F20) nasyconej czystą wodą.

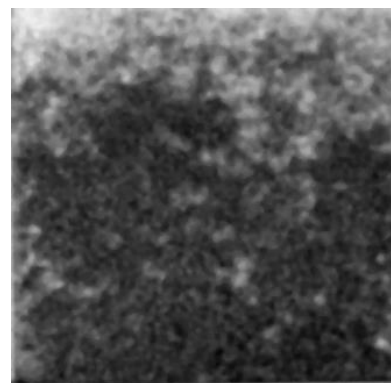
Poniżej obrazów podano czas od początku procesu schnięcia



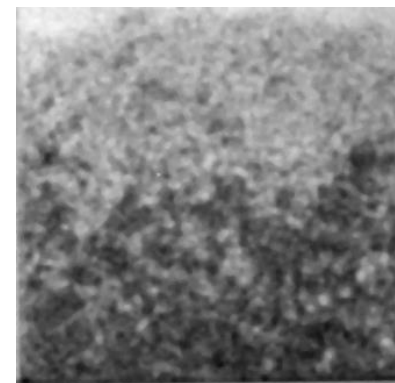
390 s



775 s



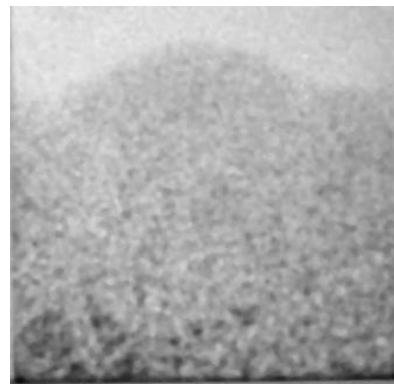
1375 s



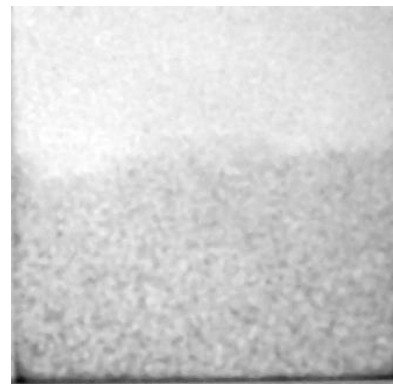
2680 s



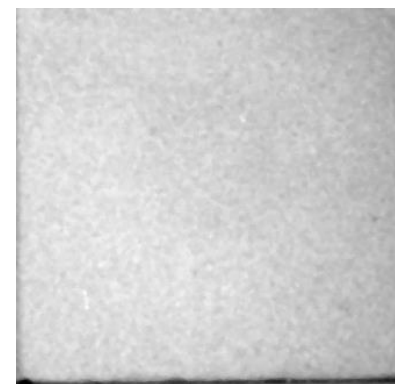
5244 s



6059 s

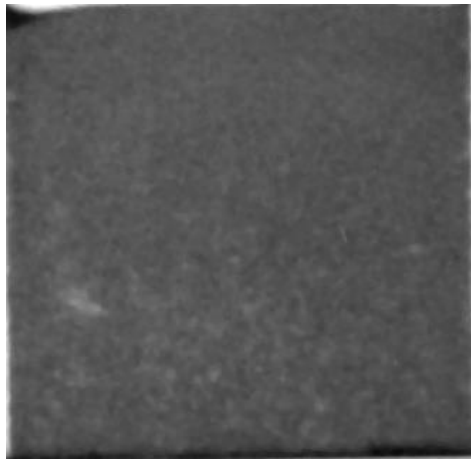


9061 s

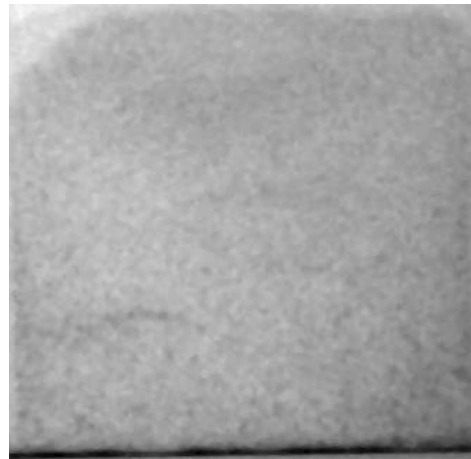


17845 s

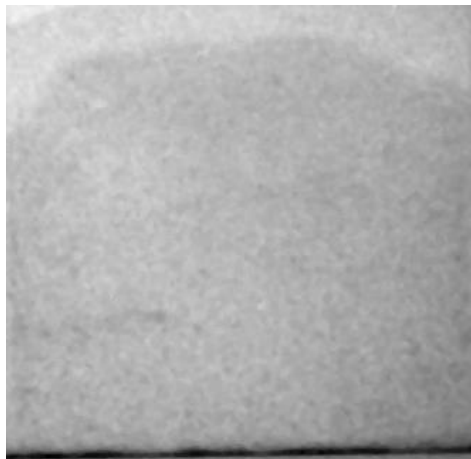
CRP (Constant Rate Period)



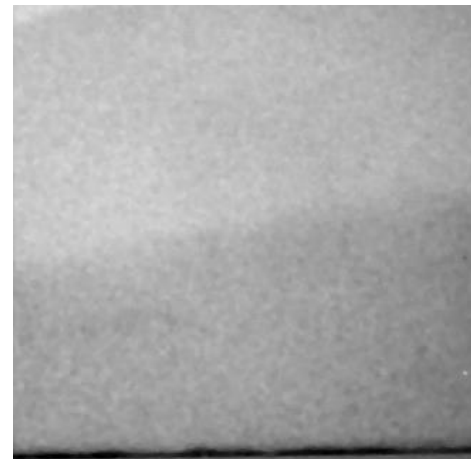
t →



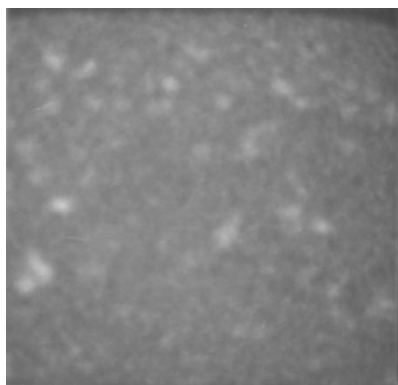
FRP (Falling Rate Period)



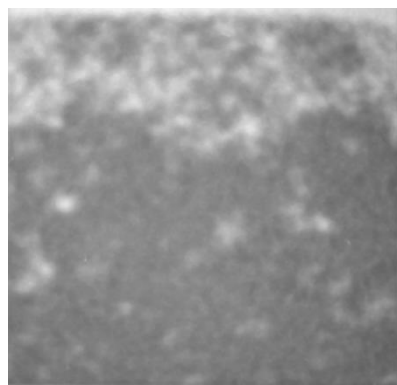
t →



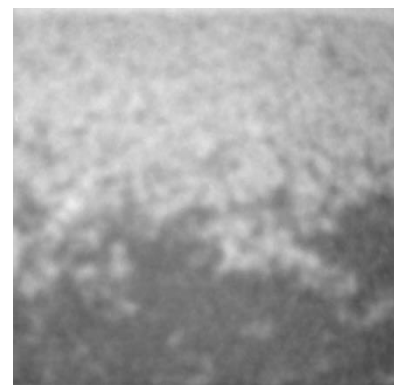
Radiogramy dla korundu o rozmiarach ziaren 1 – 1.11 mm (F20) nasyconych roztworem wodnym NaCl o stężeniu 1%



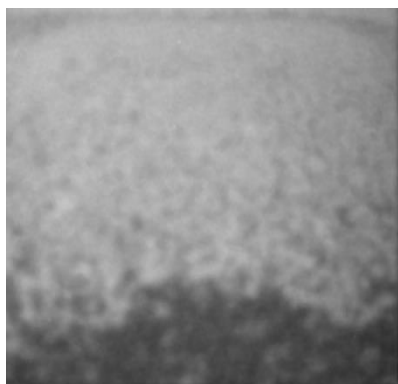
330 s



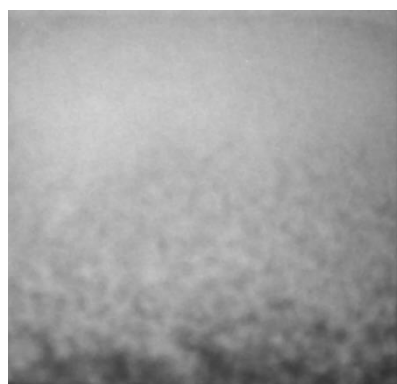
1700 s



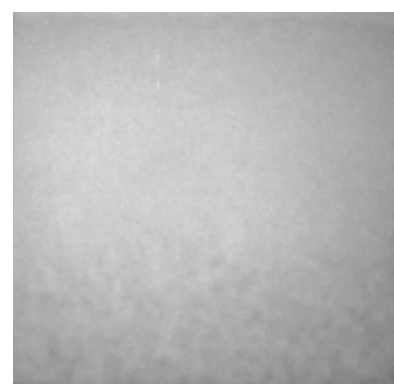
4548 s



8724 s

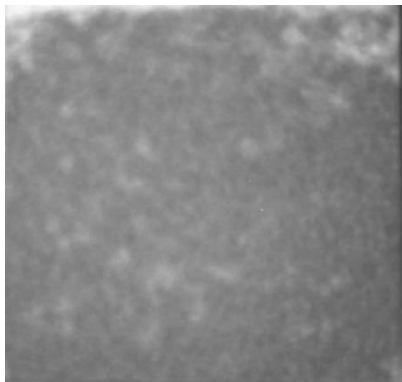


22787 s

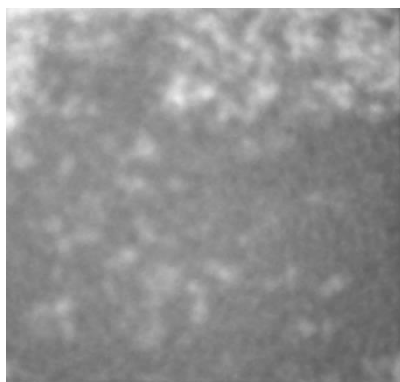


96980 s

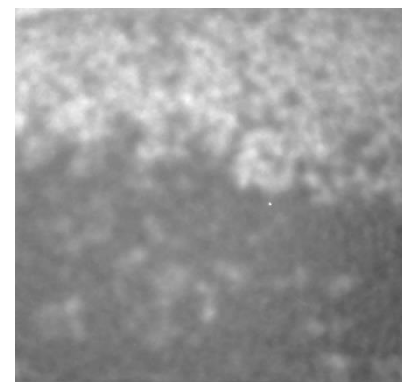
Radiogramy dla korundu o rozmiarach ziaren 1 – 1.11 mm (F20) nasyconych roztworem wodnym NaCl o stężeniu 12%



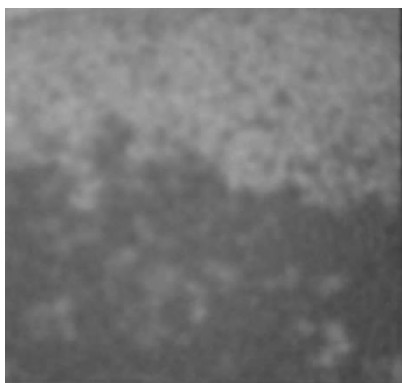
14 s



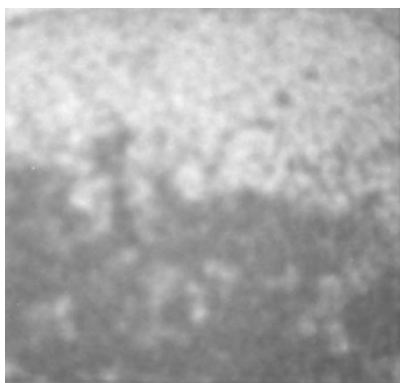
1586 s



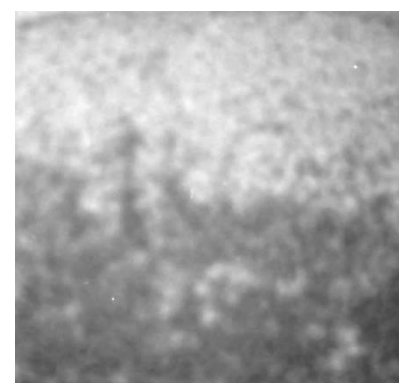
3970 s



5070 s

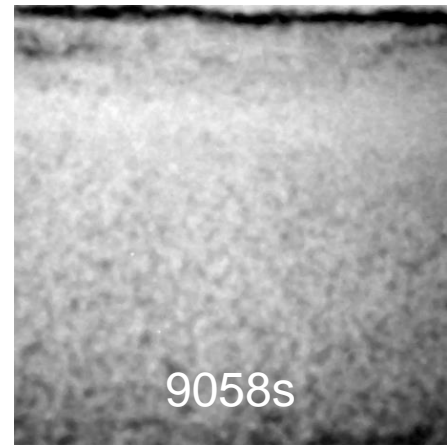
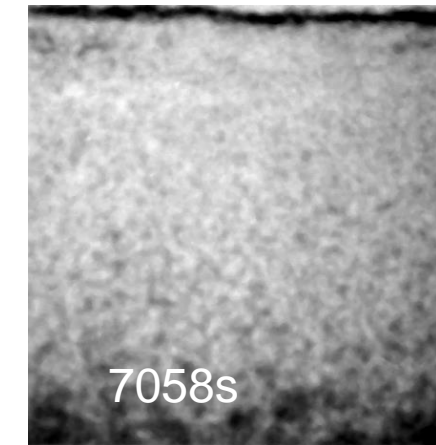
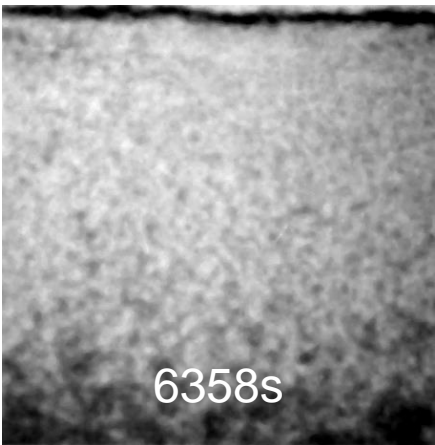
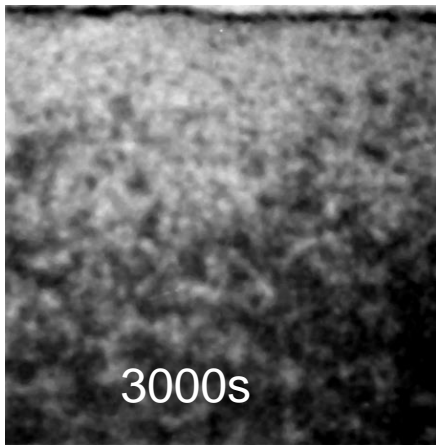
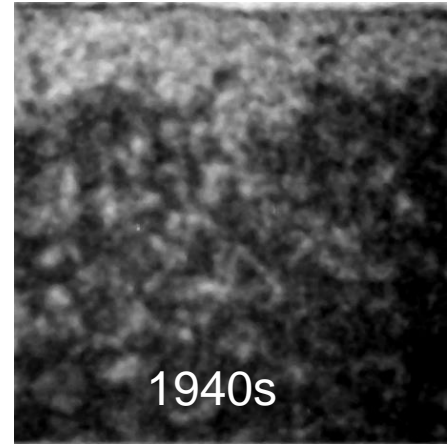
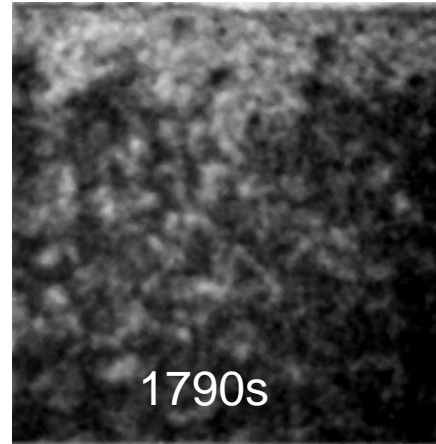
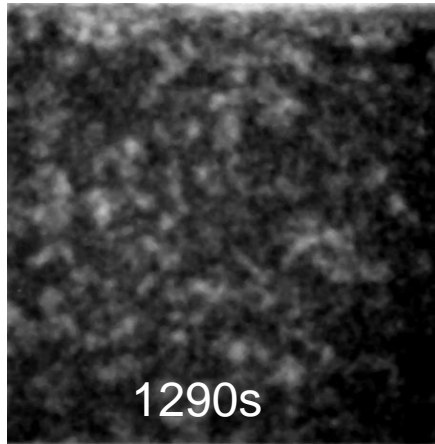
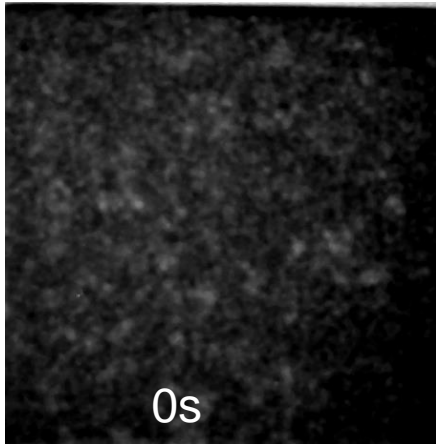


11190 s

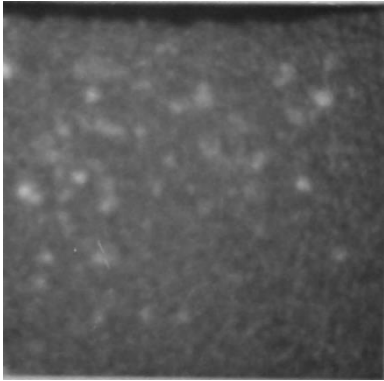


19468 s

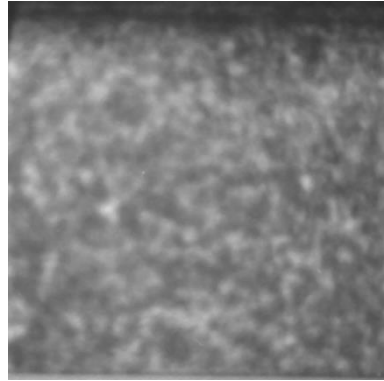
**Radiogramy dla korundu o rozmiarach ziaren 1 – 1.11 mm (F20)
w roztworze CdCl_2 o stężeniu 3.7% w pojemniku kwarcowym**



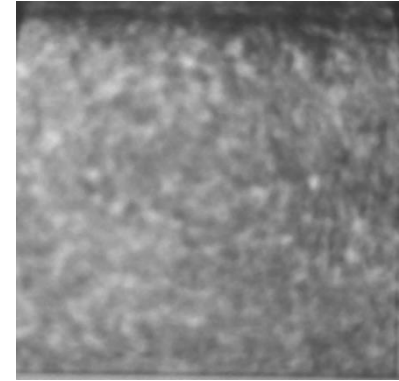
Radiogramy dla korundu o rozmiarach ziaren 1 – 1.11 mm (F20) w roztworze CdCl_2 o stężeniu 17.3% w pojemniku aluminiowym



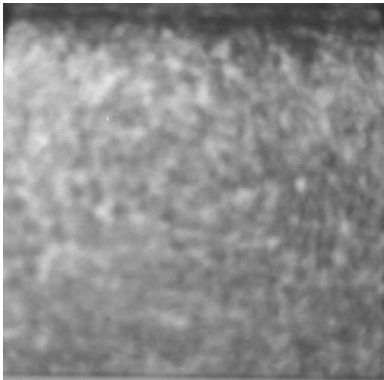
60 s



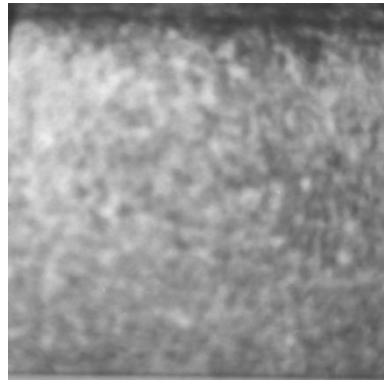
720 s



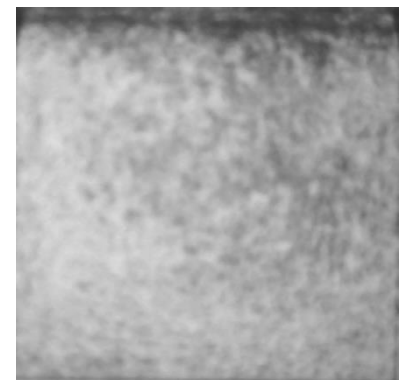
1380 s



2490 s

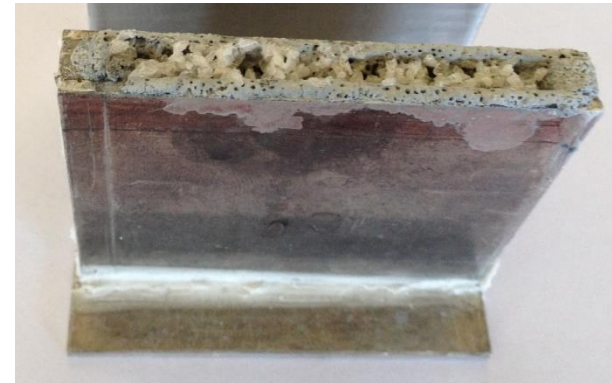
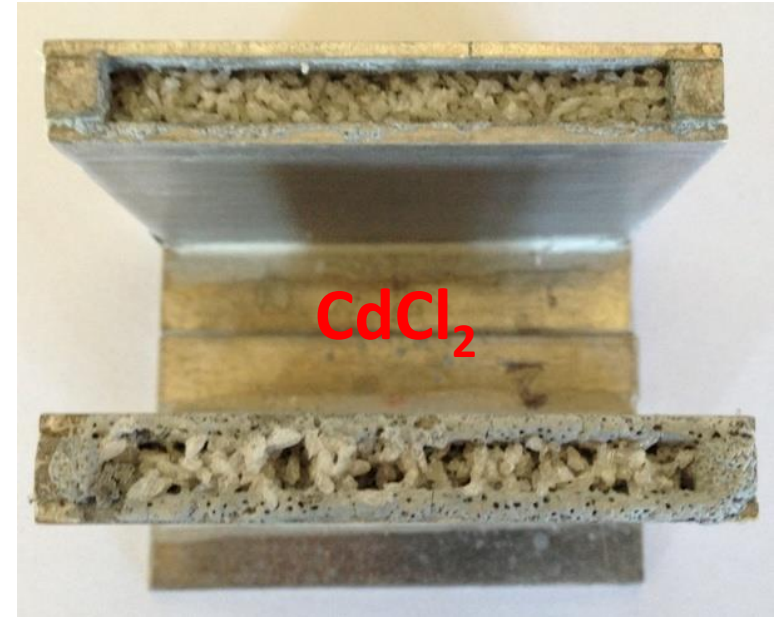


5570 s



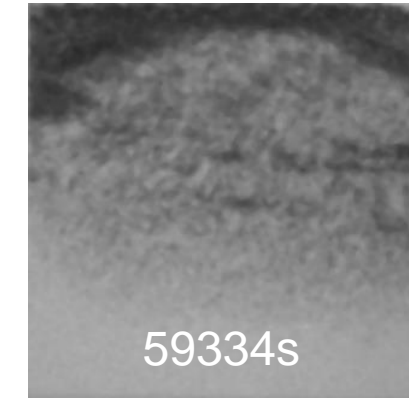
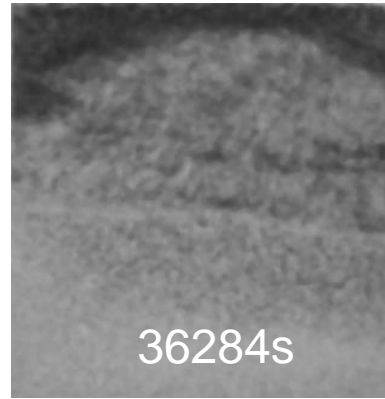
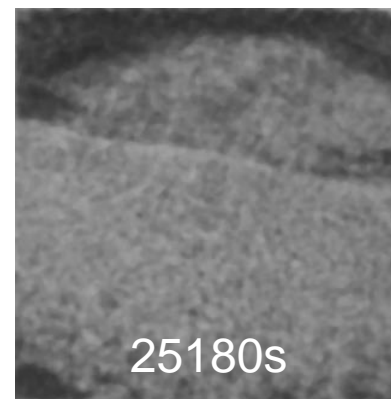
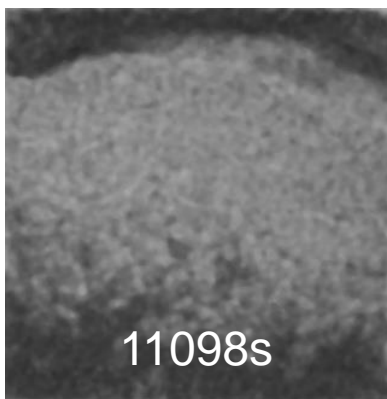
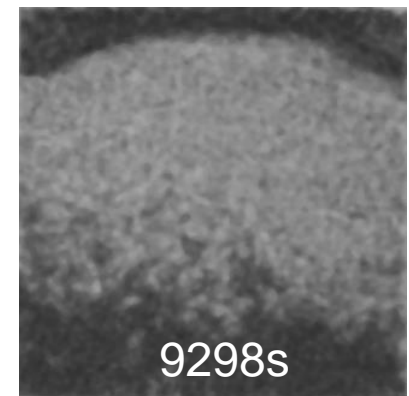
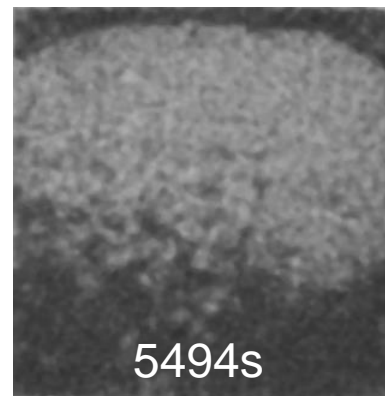
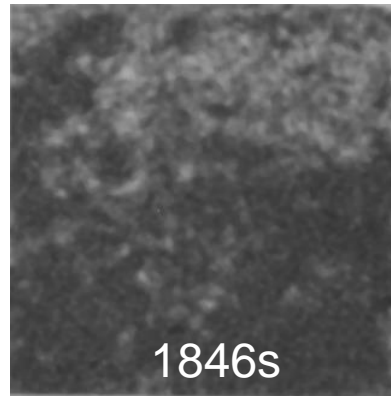
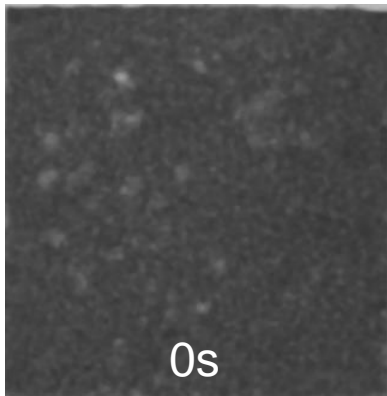
43010 s

Badanie schnięcia korundu F20 nasyconego wodnymi roztworami wodnymi soli NaCl i CdCl₂ w pojemnikach aluminiowych



Obrazy próbek po zakończonym procesie schnięcia widoczna eflorescencja obydwu soli

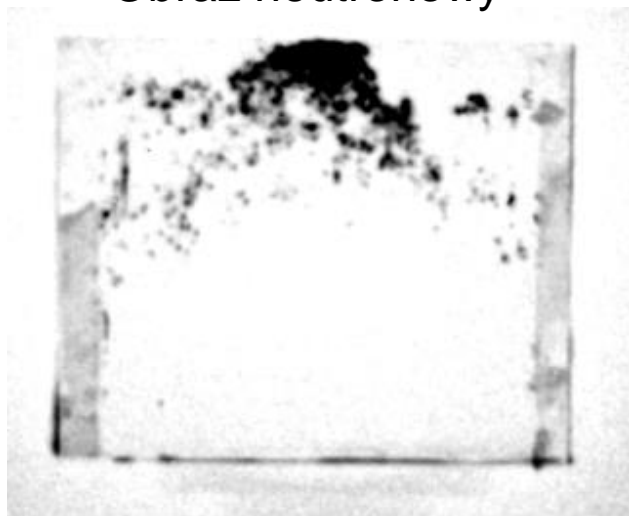
**Radiogramy dla korundu o rozmiarach ziaren 1 – 1.11 mm (F20)
w roztworze CdCl₂ o stężeniu 17.3% w pojemniku kwarcowym**



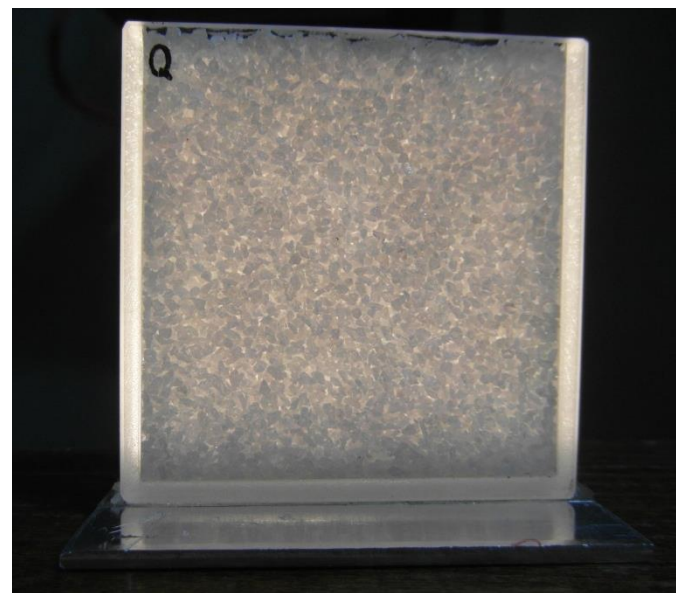
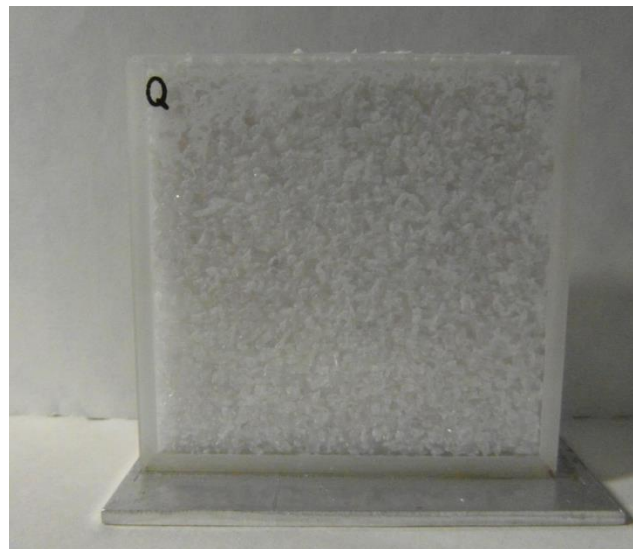
Wewnętrzna strona ściany frontowej
pojemnika Al. po skończonym procesie
widoczne wytrącenia Cd



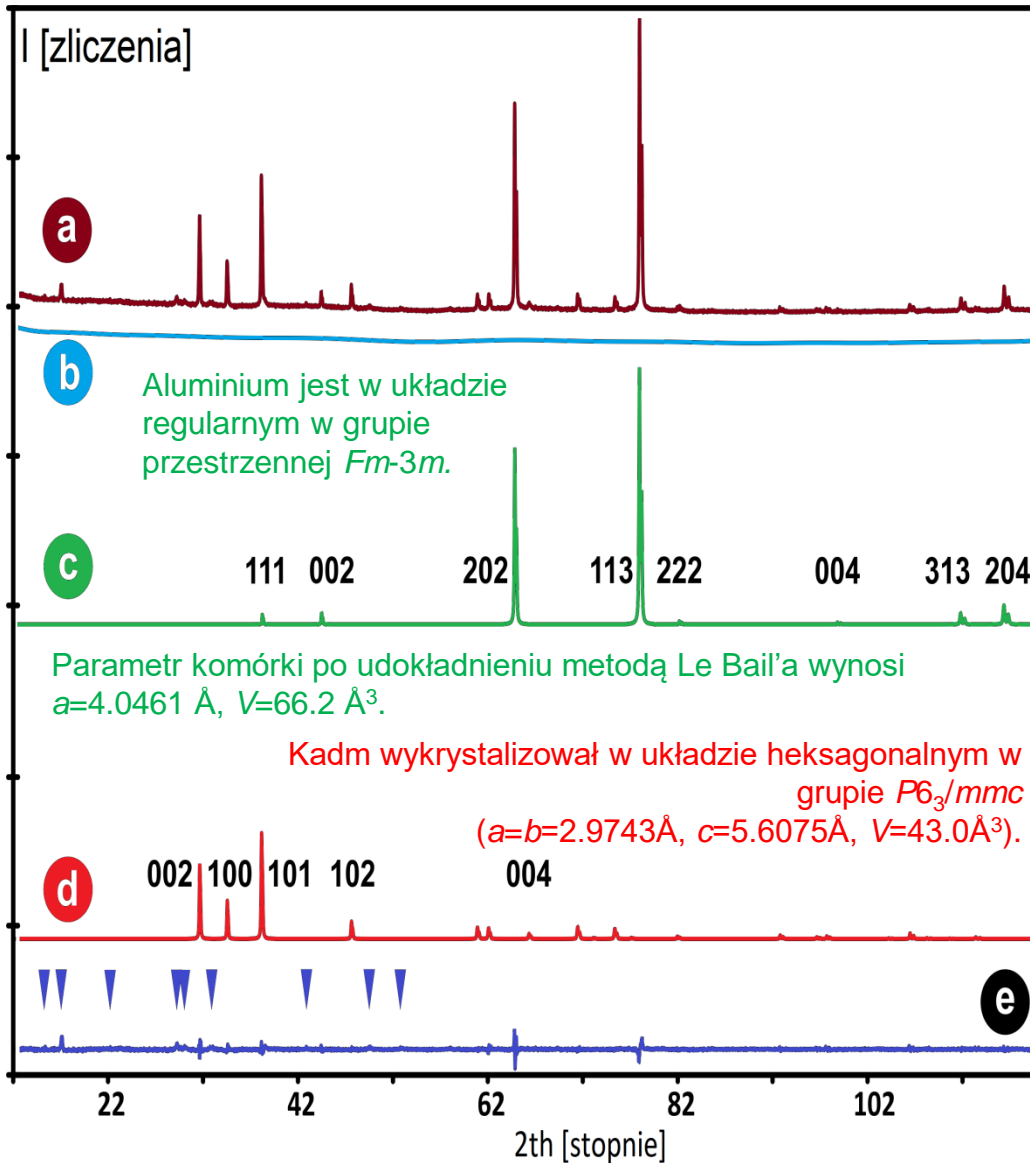
Obraz neutronowy



Pojemnik kwarcowy wypełniony
elektrokorundem o gradacji F20



Identyfikacja fazowa XRD



Dyfraktogram dla wewnętrznej strony kontenera zarejestrowano na dyfraktometrze proszkowym Bruker Discovery D8 z lampą rentgenowską z anodą miedziową w konfiguracji wiązki równoległej przy użyciu detektora VANTEC.

a) Dyfraktogram zarejestrowany dla wewnętrznej strony kontenera

b) krzywa ła

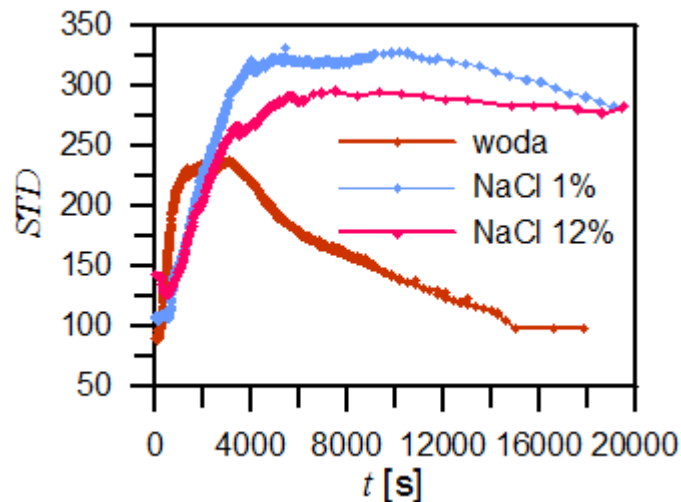
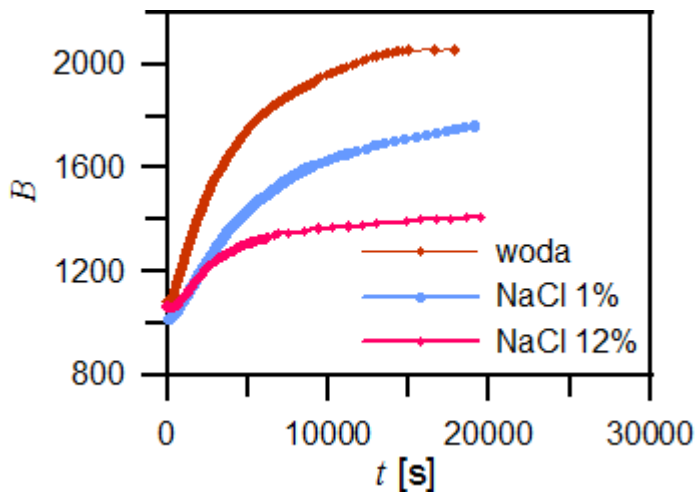
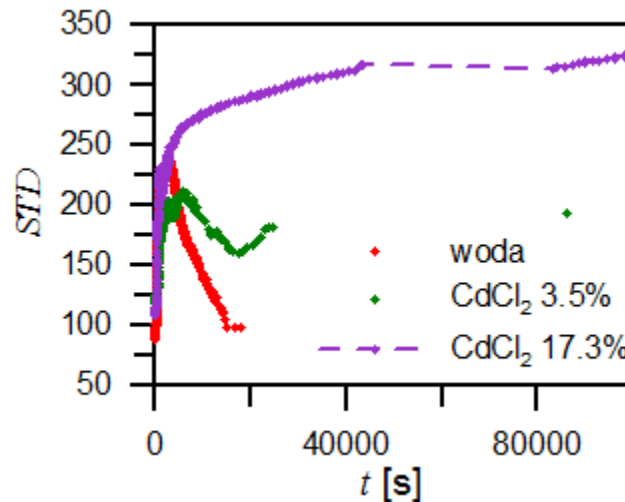
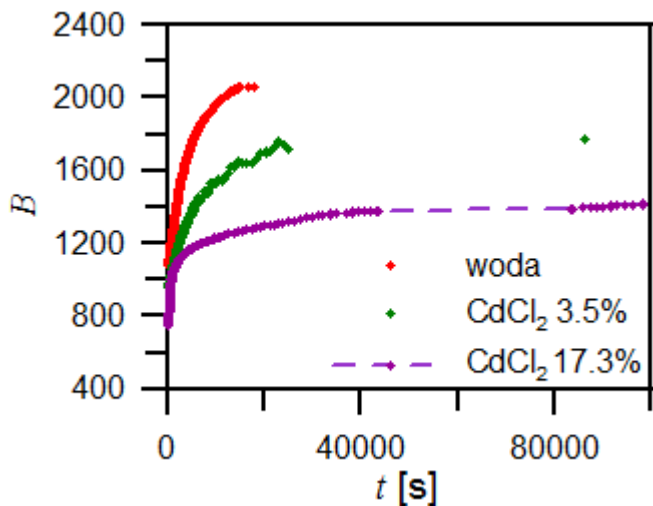
c) glin

d) kadm

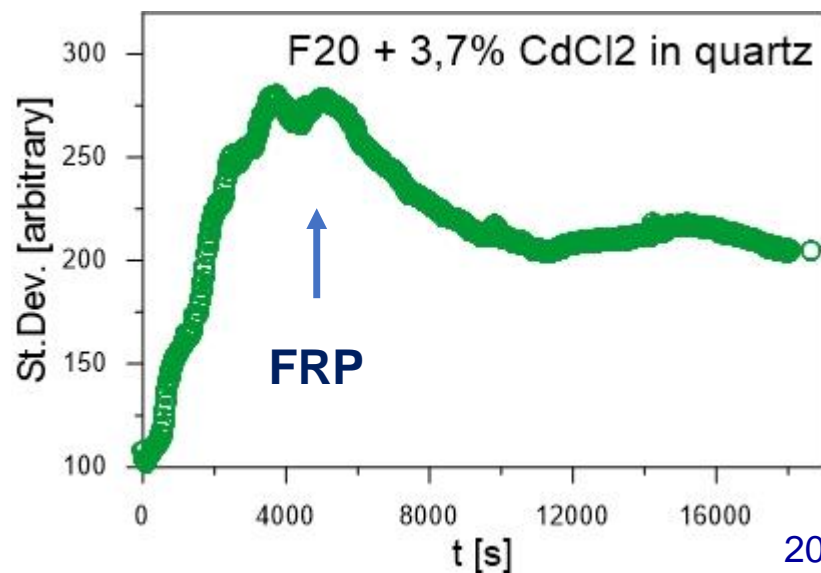
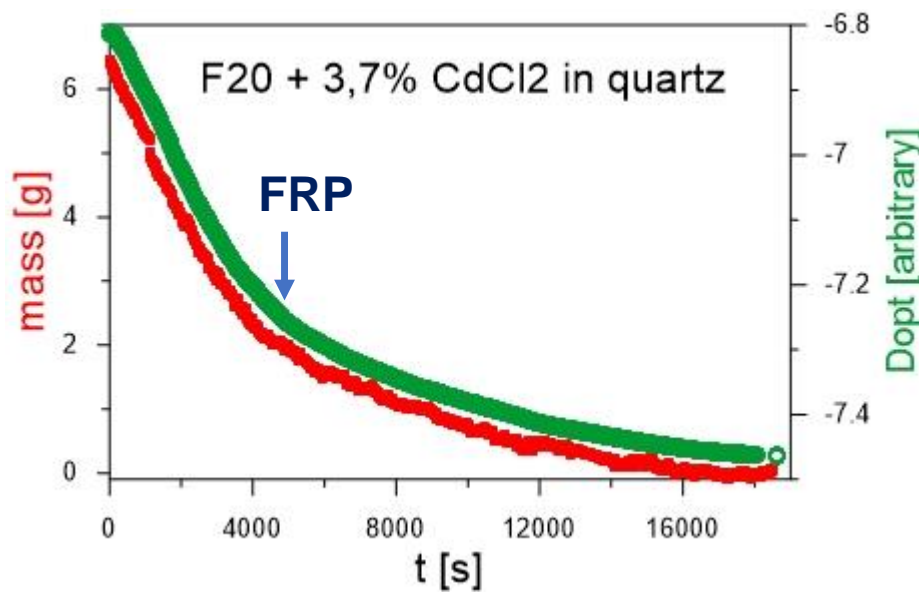
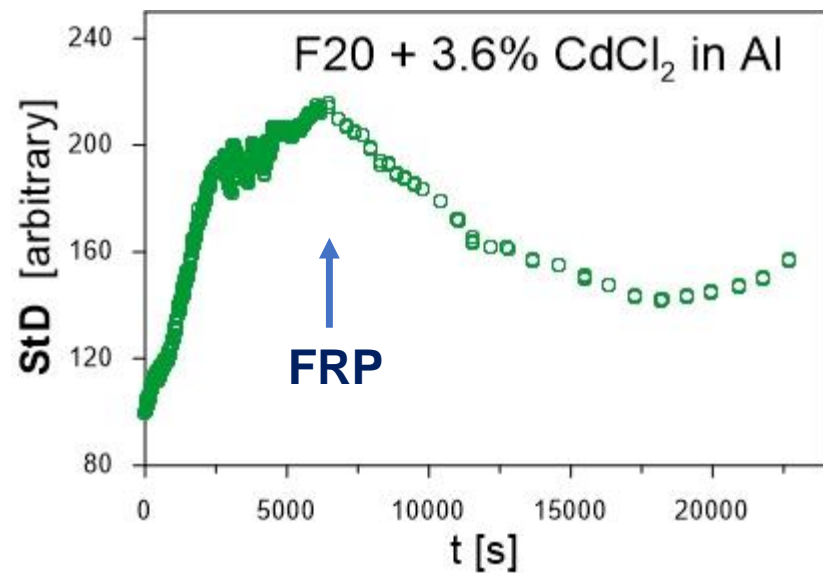
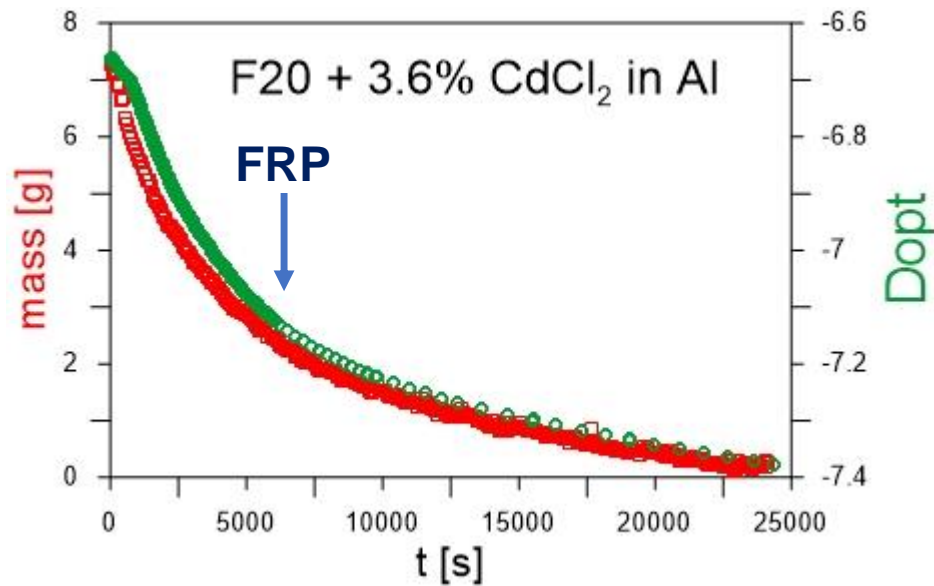
e) Różnice w dyfraktogramie wynikające z równania $e=a-(b+c+d)$.

Niebieskie trójkąty powyżej linii różnicowej wskazują miejsca, gdzie występują dodatkowa niezidentyfikowane dyfrakcja od faz krystalicznych obecnych na kontenerze.

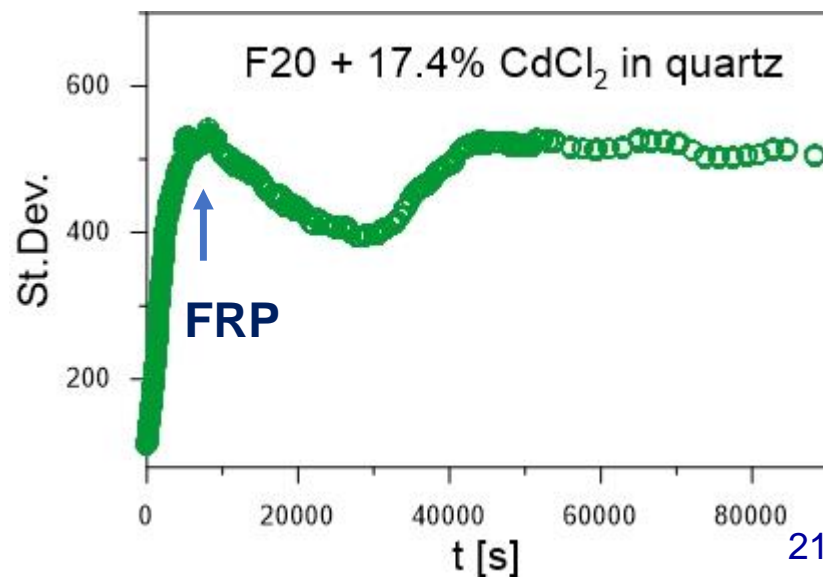
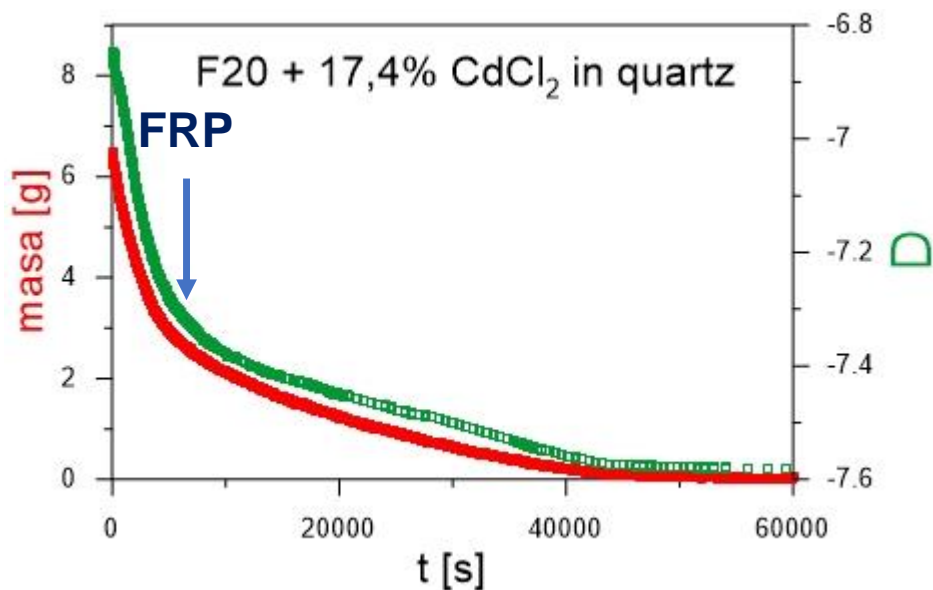
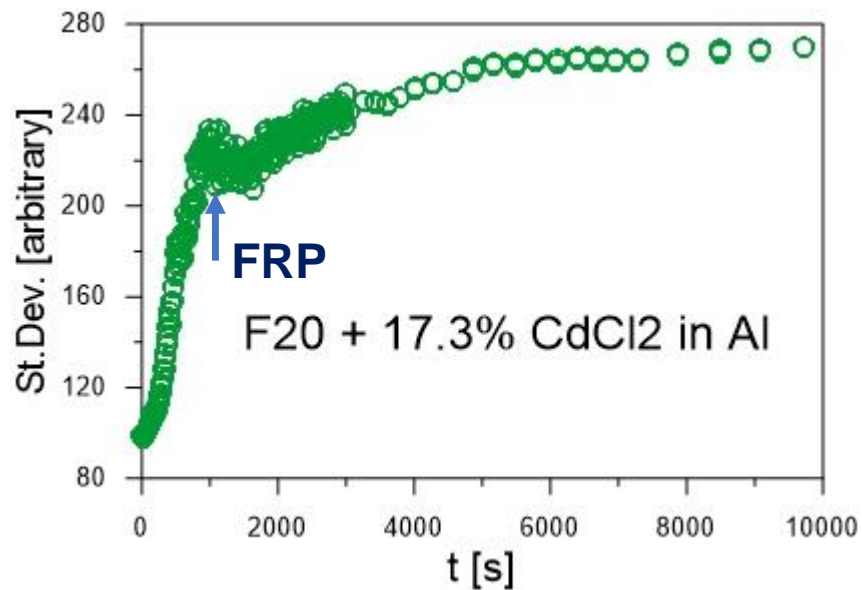
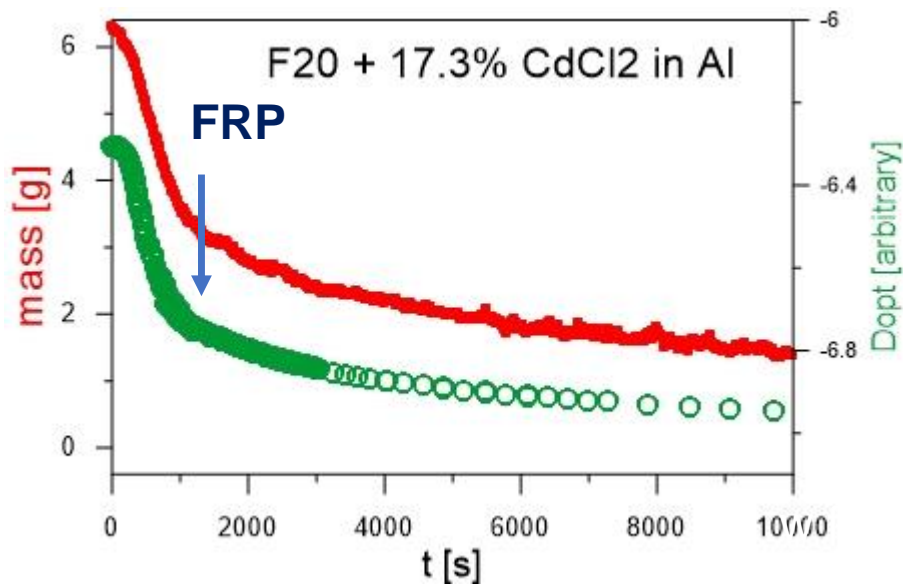
Średnia jasność B i odchylenie standardowe jasności radiogramów dla suszenia korundu F20 w roztworach soli CdCl_2 i NaCl o różnym stężeniu w pojemniku Al



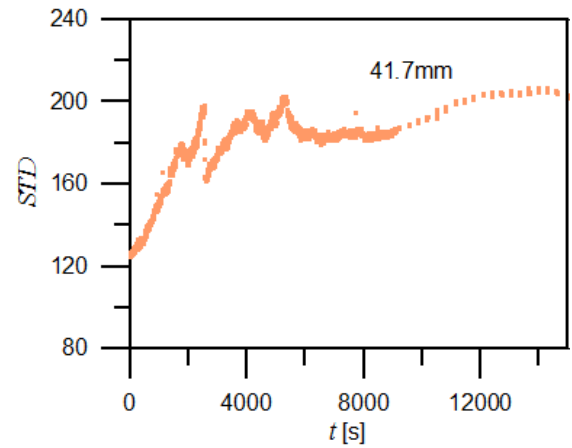
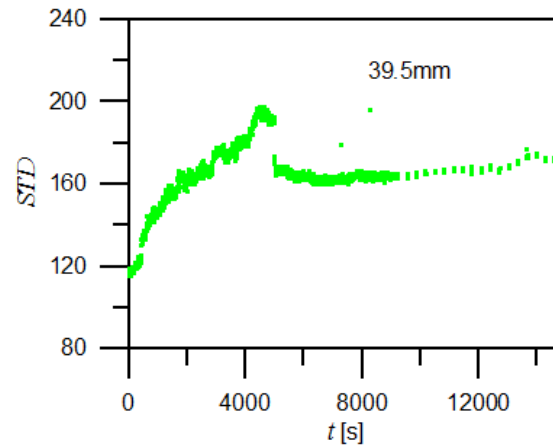
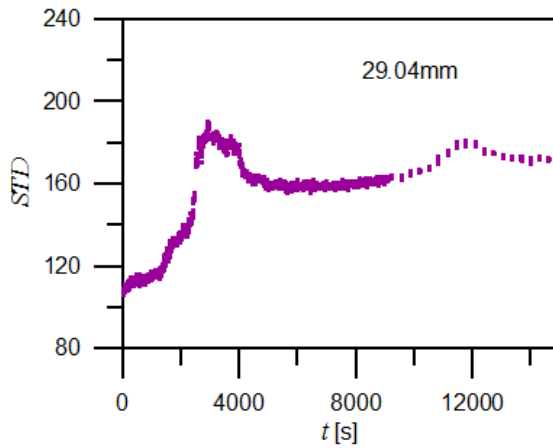
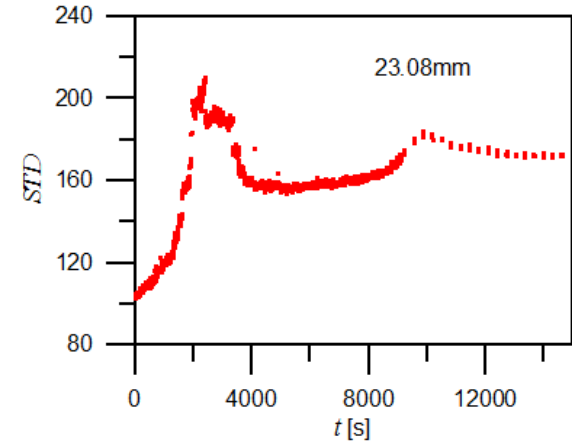
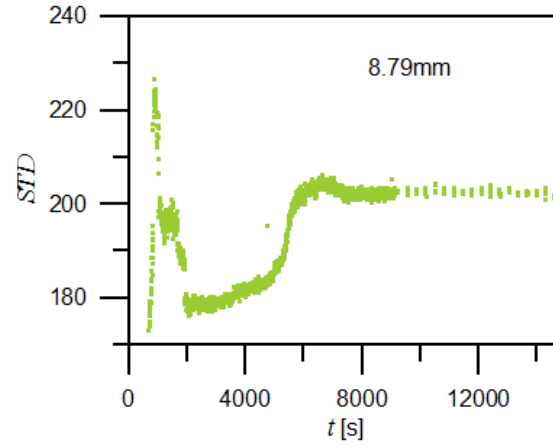
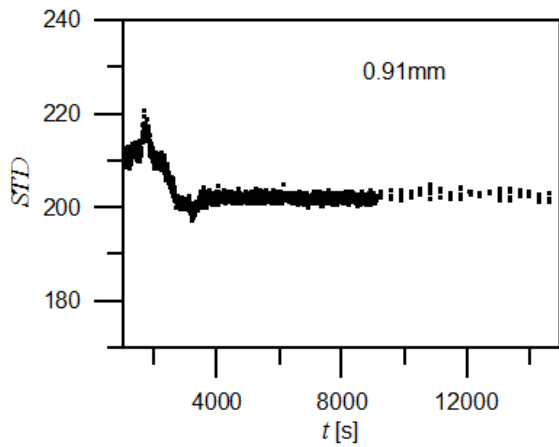
Średnia gęstość optyczna D i odchylenie standardowe jasności radiogramów dla suszenia korundu F20 w 3,6% roztworze soli CdCl₂ w różnych pojemnikach



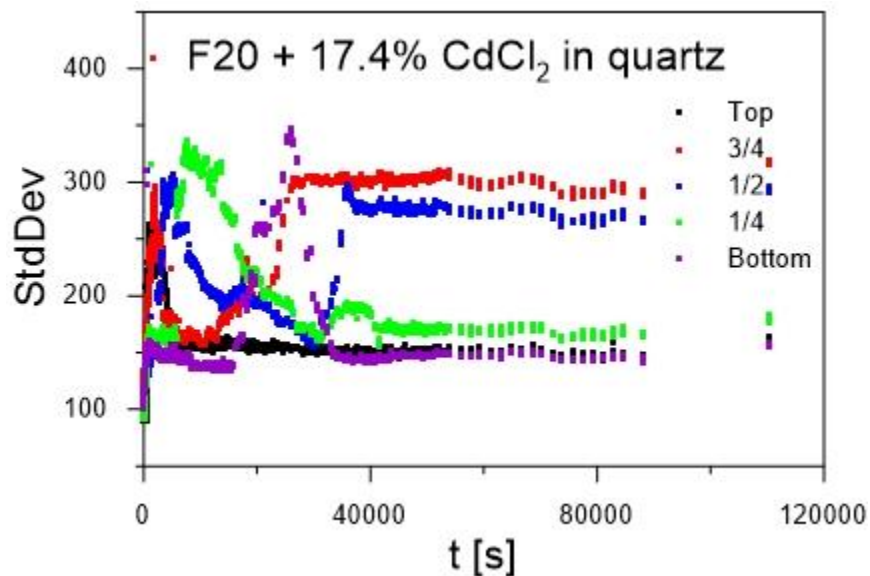
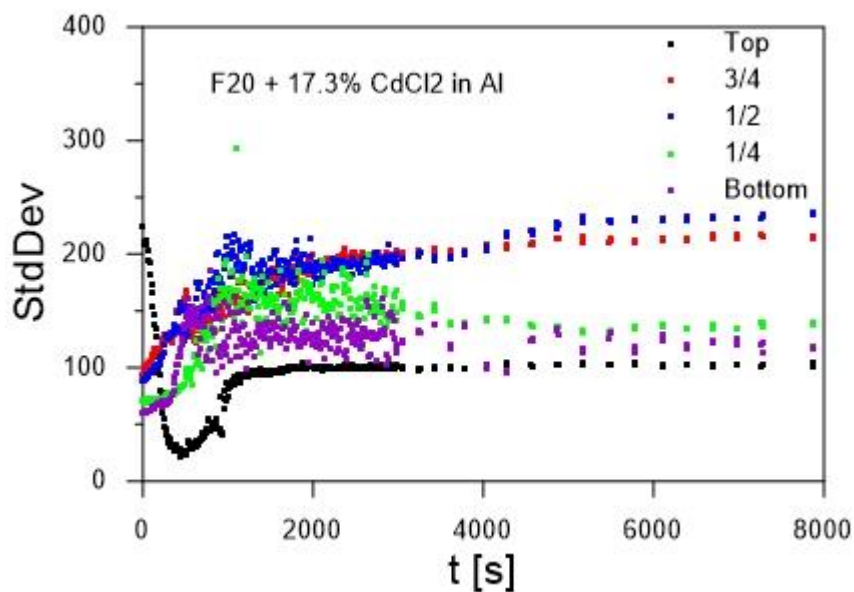
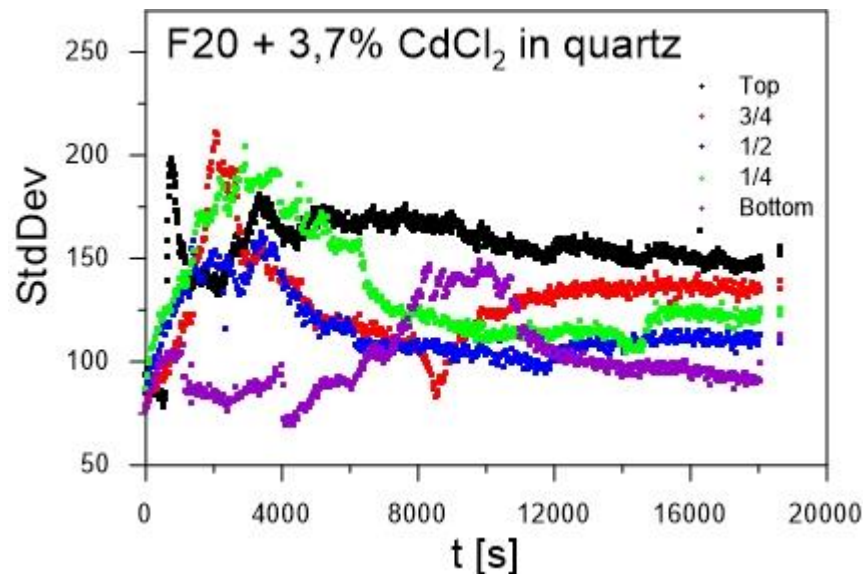
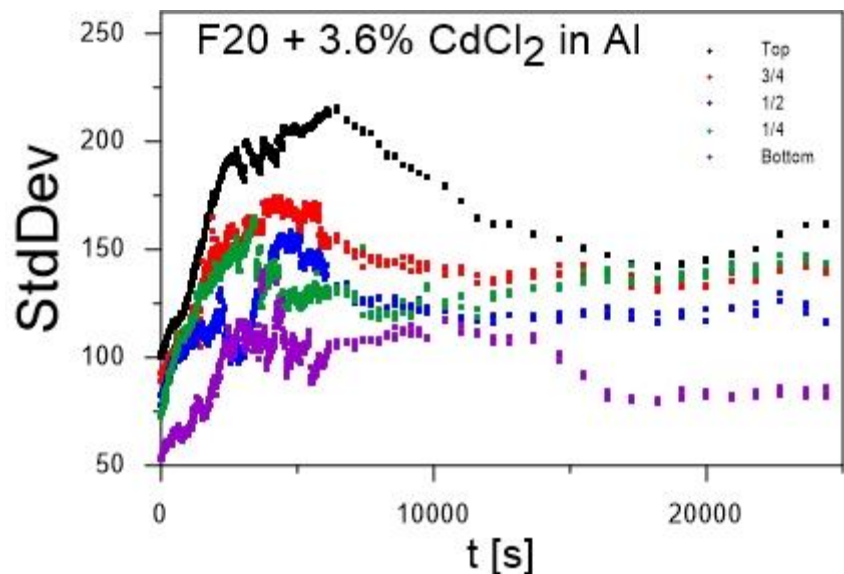
Średnia jasność B i odchylenie standardowe jasności radiogramów dla suszenia korundu F20 w 17,3% roztworze soli CdCl_2 w różnych pojemnikach



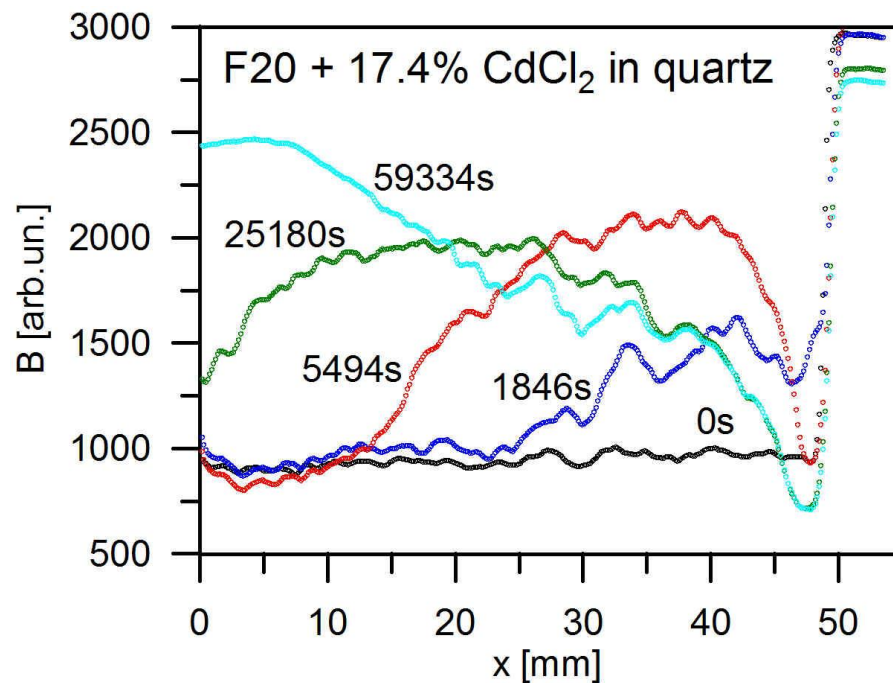
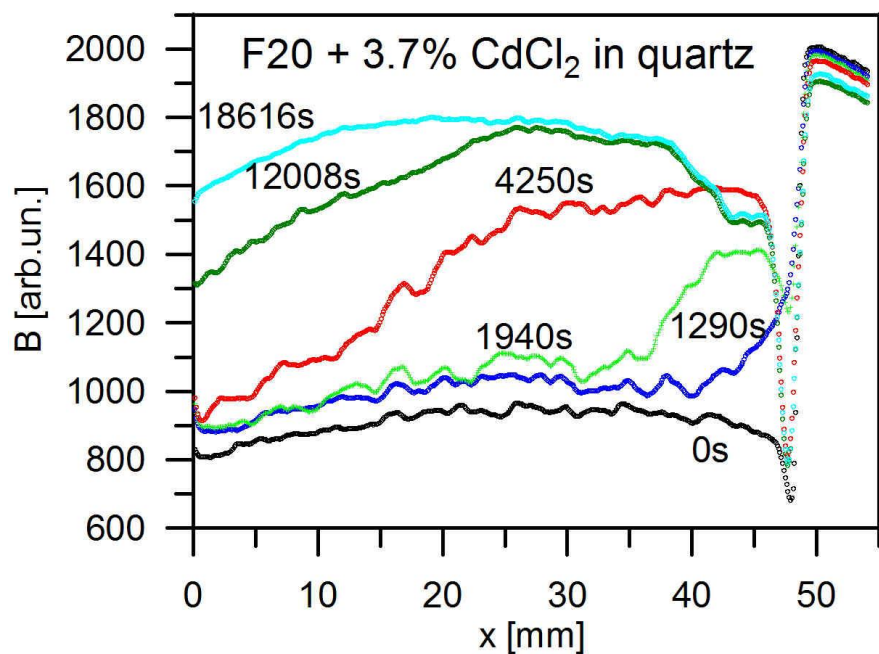
Porównanie zależności od czasu STD określonego dla różnych głębokości pojemnika z korundem F20 nasyconym czystą wodą



Ewolucja czasowa odchylenia standardowego jasności radiogramów w trakcie suszenia korundu F20 w różnych roztworach soli CdCl_2 w różnych pojemnikach



Rozkład jasności B wzdłuż osi pionowej radiogramów dla suszenia korundu F20 nasyconego roztworami soli CdCl_2 w pojemnikach kwarcowych



Wnioski

- Zależność średniej jasności $\langle B \rangle$ od czasu odzwierciedla zmiany średniej zawartości wody w materiale i koresponduje ze zmianami masy wody zawartej w próbce.
- Zmiany standardowego odchylenia statystycznego STD jasności obrazu próbki w funkcji czasu zawierają zwykle dwa maksima:
pierwsze wyraźne - związane z schnięciem materiału wewnątrz
drugie (późniejsze i słabsze) - związane z ruchem frontu schnięcia.
- Obserwacja zależności $\langle B \rangle$ i STD względem czasu na różnych głębokościach w próbce pozwala na interpretację procesów transportu masy w trakcie schnięcia materiału.
- Zaobserwowana zarówno eflorescencję jak i subflorescencję CdCl_2 oraz wydzielanie metalicznego kadmu na powierzchni pojemnika aluminiowego.