

ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

Σχολή Μηχανολόγων Μηχανικών

Τομέας Πυρηνικής Τεχνολογίας

**ΕΓΚΑΤΑΣΤΑΣΗ ΚΑΙ ΠΑΡΑΜΕΤΡΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΔΙΑΤΑΞΗΣ
ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΑΣ -
ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΣΤΗΝ ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΑΙ ΤΟΝ
ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΩΝ ΡΑΔΙΟΛΟΓΙΚΩΝ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΩΝ
ΤΩΝ ΔΙΑΦΟΡΩΝ ΚΛΑΣΜΑΤΩΝ ΠΤΑΜΕΝΗΣ ΤΕΦΡΑΣ**

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ του

ΘΩΜΑ Κ. ΠΕΠΠΑ

Σπουδαστή της Σχολής

Μηχανολόγων Μηχανικών ΕΜΠ

Επίβλεψη: Επ. Καθηγητής Μ.Ι.Αναγνωστάκης

Συνεργασία: Δ.Ι.Καράγγελος

ΑΘΗΝΑ 2008

ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία παρουσιάζεται η εγκατάσταση διάταξης ανάλυσης κοκκομετρίας με τη μέθοδο του κοσκινίσματος. Έγινε παραμετρική μελέτη της διάταξης και εφαρμόστηκαν τα συμπεράσματα που προέκυψαν για την κοκκομετρική ανάλυση δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας. Τα κοκκομετρικά κλάσματα που προέκυψαν αναλύθηκαν για τον προσδιορισμό ραδιολογικών ιδιοτήτων. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας ΕΜΠ έχει πραγματοποιήσει εκτεταμένες μελέτες των ραδιολογικών χαρακτηριστικών της Ιπτάμενης Τέφρας και με την παρούσα Δ.Ε. έγινε δυνατόν να μελετηθούν δυνατότητες συνδυασμού των τεχνικών κοκκομετρικής και ραδιολογικής ανάλυσης. Τα πειράματα διεξήχθησαν στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας του ΕΜΠ.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω τον καθηγητή κ. Μ.Ι. Αναγνωστάκη για την δυνατότητα που μου έδωσε αναθέτοντάς μου αυτή την Δ.Ε. να ασχοληθώ με θέματα που είχαν ιδιαίτερο ενδιαφέρον για εμένα. Θα ήθελα επίσης να τον ευχαριστήσω για τις συμβουλές του και για την συνεχή βοήθεια που παρείχε κατά την διάρκεια της Δ.Ε. με τις εύστοχες επισημάνσεις και παρατηρήσεις του. Ιδιαίτερα, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον υποψήφιο διδάκτορα Δ. Καράγγελο για τις ατελείωτες ώρες που αφιέρωσε επιβλέποντας όλα τα βήματα αυτής της εργασίας καθώς επίσης και για την ουσιαστική και άμεση επίλυση όσων προβλημάτων παρουσιάστηκαν κατά την διάρκεια της. Η συμβολή του στην ολοκλήρωση της εργασίας υπήρξε περισσότερο από καθοριστική. Επίσης θα ήθελα να ευχαριστήσω την διδάκτορα Π. Ρούνη για τις πολύτιμη βοήθεια και γνώσεις που μου προσέφερε στα θέματα Νετρονικής Ενεργοποίησης, καθώς επίσης και τον υποψήφιο διδάκτορα Κ. Καρφόπουλο για την ουσιαστική βοήθεια του στα θέματα που αφορούσαν τους κώδικες PENELOPE και ETNA. Σημαντικές επίσης υπήρξαν και οι παρατηρήσεις του υποψήφιου διδάκτορα Α. Νικόγλου στην επιμέλεια των σχημάτων και ιδιαίτερα των μονογραμμικών διαγραμμάτων.

Από τη θέση αυτή θα ήθελα να ευχαριστήσω ιδιαίτερα το Γενικό Επιτελείο Στρατού για την χορήγηση εκπαιδευτικής άδειας, στη διάρκεια των οποίων πραγματοποίησα τις σπουδές μου στο Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο.

Η Διπλωματική Εργασία αυτή αφιερώνεται στην μητέρα μου για το πείσμα της να μάθω γράμματα, όπως έλεγε, ενώ εγώ το μόνο που ήθελα ήταν να παίζω μπάλα στα γήπεδα. Τελικά δεν θα μάθουμε ποτέ αν θα γινόμουν μεγάλος ποδοσφαιριστής όπως πίστευα. Ελπίζω τουλάχιστον να κατάφερα να γράψω μια “μεγάλη” Διπλωματική Εργασία.

Αθήνα-Σεπτέμβριος 2008

ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ	1
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2 ΙΠΤΑΜΕΝΗ ΤΕΦΡΑ ΑΠΟ ΤΗΝ ΚΑΥΣΗ ΟΡΥΚΤΩΝ ΚΑΥΣΙΜΩΝ	5
2.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	6
2.2 ΓΕΝΙΚΑ	6
2.3 ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΤΩΝ ΓΑΙΑΝΘΡΑΚΩΝ	7
2.3.1 Γενικά στοιχεία.....	8
2.3.2 Ελληνικοί Γαϊάνθρακες	8
2.4 ΠΑΡΑΓΩΓΗ ΚΑΙ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΙΠΤΑΜΕΝΗΣ ΤΕΦΡΑΣ.....	9
2.4.1 Γενικά στοιχεία.....	9
2.4.2 Ιπτάμενη Τέφρα στην Ελλάδα	10
2.5 ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΤΗΣ ΙΠΤΑΜΕΝΗΣ ΤΕΦΡΑΣ.....	11
2.5.1 Χημική σύσταση.....	11
2.5.2 Κατηγοριοποίηση της Ιπτάμενης Τέφρας	12
2.5.3 Συμπεριφορά των στοιχείων κατά την καύση	13
2.5.4 Ραδιολογικά χαρακτηριστικά.....	14
2.5.5 Εκροή Ραδονίου	15
2.6 ΔΕΙΓΜΑΤΑ ΙΠΤΑΜΕΝΗΣ ΤΕΦΡΑΣ ΠΟΥ ΑΝΑΛΥΘΗΚΑΝ	17
2.6.1 Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης.....	17
2.6.2 Ιπτάμενη Τέφρα Studstrup.....	18
ΠΙΝΑΚΕΣ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ.....	19
ΣΧΗΜΑΤΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ	25
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3 ΜΕΘΟΔΟΛΟΓΙΑ ΚΑΙ ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ ΣΕ ΜΟΡΦΗ ΣΚΟΝΗΣ	26
3.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	27
3.2 ΠΡΟΚΑΤΑΡΚΤΙΚΟΣ ΕΛΕΓΧΟΣ ΚΑΙ ΠΡΟΦΥΛΑΞΕΙΣ ΚΑΤΑ ΤΟΝ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟ ΥΛΙΚΩΝ ΣΕ ΜΟΡΦΗ ΣΚΟΝΗΣ.....	28
3.3 ΚΡΙΤΗΡΙΑ ΕΠΙΛΟΓΗΣ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ	30
3.3.1 Ομοιογένεια.....	30
3.3.2 Ροϊκά χαρακτηριστικά	31

3.3.3	<i>Ακρίβεια της υποδιαίρεσης</i>	31
3.4	ΜΕΘΟΔΟΙ ΥΠΟΔΙΑΙΡΕΣΗΣ ΕΝΟΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ	32
3.4.1	<i>Γενικά</i>	32
3.4.2	<i>Μέθοδος φτυαρίσματος</i>	33
3.4.3	<i>Μέθοδος του κώνου και της υποδιαίρεσης στα τέσσερα</i>	34
3.4.4	<i>Μέθοδος του κεκλιμένου αγωγού ανάμιξης</i>	35
3.4.5	<i>Μέθοδος του περιστροφικού διαχωρισμού</i>	36
3.4.6	<i>Δειγματοληψία χωρισμένης ροής</i>	37
3.4.7	<i>Δειγματοληψία χωρισμένης ροής με περιστροφικό διαχωριστή</i>	37
3.5	ΣΥΝΙΣΤΩΜΕΝΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ ΥΠΟΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ	38
3.5.1	<i>Ελεύθερα ρέουσες σκόνες</i>	38
3.5.2	<i>Μη ελεύθερα ρέουσες σκόνες</i>	38
3.5.3	<i>Μη ρέουσες σκόνες</i>	39
3.6	ΜΕΘΟΔΟΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΓΙΑ ΔΕΙΓΜΑ ΤΕΦΡΑΣ.....	39
3.7	ΜΗΧΑΝΗ ΠΕΡΙΣΤΡΟΦΙΚΟΥ ΔΙΑΧΩΡΙΣΤΗ	39
3.7.1	<i>Τμήματα μηχανής</i>	39
3.7.2	<i>Διαδικασία λειτουργίας της μηχανής</i>	40
3.8	ΠΕΙΡΑΜΑΤΑ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΣΤΑ ΠΛΑΙΣΙΑ ΤΗΣ ΔΕ	41
	ΠΙΝΑΚΕΣ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ.....	45
	ΣΧΗΜΑΤΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ	46

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4 ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΑΣ ΜΕ ΤΗ ΣΥΣΚΕΥΗ RETSCH

AS 200	52	
4.1	ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	53
4.2	ΑΝΑΛΥΣΗ ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΑΣ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΤΟΥ ΚΟΣΚΙΝΙΣΜΑΤΟΣ	53
4.3	ΜΕΓΕΘΗ ΚΟΣΚΙΝΩΝ	54
4.4	ΒΑΘΜΟΝΟΜΗΣΗ ΤΩΝ ΚΟΣΚΙΝΩΝ.....	55
4.5	ΠΑΡΑΓΟΝΤΕΣ ΠΟΥ ΕΠΗΡΕΑΖΟΥΝ ΤΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΚΟΣΚΙΝΙΣΜΑΤΟΣ.....	55
4.6	ΜΕΓΕΘΟΣ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ ΠΟΥ ΑΠΑΙΤΕΙΤΑΙ ΓΙΑ ΤΟ ΚΟΣΚΙΝΙΣΜΑ.....	57
4.7	ΜΕΘΟΔΟΙ ΚΟΣΚΙΝΙΣΜΑΤΟΣ	57
4.7.1	<i>Κοσκίνισμα με το χέρι</i>	57
4.7.2	<i>Κοσκίνισμα με χρήση μηχανής</i>	58
4.7.3	<i>Υγρό κοσκίνισμα</i>	59

4.8	Η ΜΗΧΑΝΗ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΑΣ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΚΟΣΚΙΝΙΣΜΑΤΟΣ AS 200 CONTROL.....	59
4.8.1	Περιγραφή της μηχανής κοσκινίσματος.....	60
4.8.2	Παράμετροι λειτουργίας	61
4.8.3	Διαδικασία λειτουργίας της συσκευής.....	62
4.8.4	Το λογισμικό EasySieve.....	63
4.8.5	Καθαρισμός των κόσκινων.....	65
4.9	ΠΡΟΚΑΤΑΡΚΤΙΚΟΣ ΈΛΕΓΧΟΣ ΤΗΣ ΣΥΣΚΕΥΗΣ AS-200.....	66
4.9.1	Δοκιμές καλής λειτουργίας της συσκευής.....	67
4.9.2	Πείραμα επαναληψιμότητας	69
4.10	ΔΟΚΙΜΕΣ ΠΑΡΑΜΕΤΡΩΝ.....	70
4.10.1	Προκαταρκτική ανάλυση Ιπτάμενης Τέφρας.....	70
4.10.2	Δοκιμές επίδρασης του χρόνου κοσκινίσματος	71
4.10.3	Δοκιμές επίδρασης του πλάτους ταλάντωσης.....	71
4.10.4	Δοκιμές επίδρασης της επιτάχυνσης.....	72
4.10.5	Δοκιμή τερματισμού της διαδικασίας κοσκινίσματος.....	73
4.10.6	Δοκιμές κοσκινίσματος με διαλείμματα	74
4.10.7	Προτεινόμενες ρυθμίσεις για την ανάλυση δειγμάτων τέφρας	74
4.11	ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ ΙΠΤΑΜΕΝΗΣ ΤΕΦΡΑΣ.....	75
4.11.1	Δείγμα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης.....	76
4.11.2	Δείγμα Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup.....	77
4.12	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	78
	ΠΙΝΑΚΕΣ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ	81
	ΣΧΗΜΑΤΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ.....	86

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5 ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΚΩΝ ΚΛΑΣΜΑΤΩΝ

ΙΠΤΑΜΕΝΗΣ ΤΕΦΡΑΣ ΜΕ ΜΕΘΟΔΟΥΣ ΠΥΡΗΝΙΚΗΣ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ 105

5.1	ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	106
5.2	ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ ΡΑΔΙΕΝΕΡΓΩΝ ΙΣΟΤΟΠΩΝ ΜΕ ΤΕΧΝΙΚΕΣ Γ-ΦΑΣΜΑΤΟΣΚΟΠΙΑΣ..	106
5.2.1	Γενικά.....	106
5.2.2	Προσδιορισμός γ-ραδιενεργών ισοτόπων στην Ιπτάμενη Τέφρα.....	107
5.2.3	Προετοιμασία δειγμάτων	108
5.2.4	Μεθοδολογία γ-Φασματοσκοπικής ανάλυσης.....	111

5.2.5	<i>Δείγματα που αναλύθηκαν στην παρούσα εργασία.....</i>	<i>114</i>
5.2.6	<i>Μετρήσεις και αποτελέσματα.....</i>	<i>114</i>
5.2.7	<i>Συμπεράσματα από τα αποτελέσματα των αναλύσεων.....</i>	<i>116</i>
5.3	ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΕΚΚΡΟΣΗΣ ΡΑΔΟΝΙΟΥ.....	122
5.3.1	<i>Εισαγωγή.....</i>	<i>122</i>
5.3.2	<i>Μεθοδολογίες μέτρησης.....</i>	<i>123</i>
5.3.3	<i>Ο ανιχνευτής AlphaGUARD.....</i>	<i>125</i>
5.3.4	<i>Βαθμονόμηση του ανιχνευτή AlphaGUARD.....</i>	<i>126</i>
5.3.5	<i>Διαδικασία μέτρησης εκροής Ραδονίου.....</i>	<i>130</i>
5.3.6	<i>Μετρήσεις και αποτελέσματα.....</i>	<i>133</i>
5.3.7	<i>Συμπεράσματα από τις μετρήσεις εκροής Ραδονίου.....</i>	<i>134</i>
5.4	ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ ΜΕ ΝΕΤΡΟΝΙΚΗ ΕΝΕΡΓΟΠΟΙΗΣΗ.....	136
5.4.1	<i>Γενικά.....</i>	<i>136</i>
5.4.2	<i>Ανίχνευση σταθερών στοιχείων στην Ιπτάμενη Τέφρα με μεθόδους Νετρονικής Ενεργοποίησης.....</i>	<i>138</i>
5.4.3	<i>Διάταξη Ανάλυσης Νετρονικής Ενεργοποίησης του ΕΠΤ-ΕΜΠ.....</i>	<i>138</i>
5.4.4	<i>Μεθοδολογία ανάλυσης.....</i>	<i>139</i>
5.4.5	<i>Μετρήσεις και αποτελέσματα.....</i>	<i>140</i>
5.4.6	<i>Συμπεράσματα από τις αναλύσεις με Νετρονική Ενεργοποίηση.....</i>	<i>141</i>
5.5	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	143
	ΠΙΝΑΚΕΣ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ.....	145
	ΣΧΗΜΑΤΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ.....	160
	ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6 ΕΠΙΛΟΓΟΣ.....	185
6.1	ΠΕΡΙΛΗΨΗ ΤΗΣ ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ.....	186
6.2	ΠΡΟΟΠΤΙΚΕΣ ΜΕΛΛΟΝΤΙΚΗΣ ΕΡΕΥΝΑΣ.....	188
	ΠΑΡΑΡΤΗΜΑΤΑ.....	190
	ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 1 ΠΙΣΤΟΠΟΙΗΤΙΚΟ ΒΑΘΜΟΝΟΜΗΣΗΣ ΚΟΣΚΙΝΟΥ.....	191
	ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 2 ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑ ΕΚΘΕΣΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΚΟΚΚΟΜΕΤΡΙΑΣ	193
	ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 3 ΠΙΣΤΟΠΟΙΗΤΙΚΟ ΒΑΘΜΟΝΟΜΗΣΗΣ ΤΗΣ ΠΗΓΗΣ ΡΑΔΟΝΙΟΥ RF 200.....	195

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 4 ΤΕΧΝΙΚΗ ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΤΗΣ ΠΗΓΗΣ ΝΕΤΡΟΝΙΩΝ ΑΜ- ΒΕ.	197
ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ 5 ΠΙΣΤΟΠΟΙΗΤΙΚΟ ΥΛΙΚΟΥ ΑΝΑΦΟΡΑΣ NIST SRM 1633B	205
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ	211

Κεφάλαιο 1

Εισαγωγή

Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία παρουσιάζεται η εγκατάσταση διάταξης ανάλυσης κοκκομετρίας με τη μέθοδο του κοσκινίσματος. Η συσκευή ανάλυσης κοκκομετρίας Retsch AS-200 χρησιμοποιήθηκε για πρώτη φορά στα πλαίσια της παρούσης Διπλωματικής Εργασίας. Πραγματοποιήθηκε σειρά πειραμάτων για να εξοικειωθούμε με τη διάταξη και εξετάστηκε η επίδραση των παραμέτρων λειτουργίας. Με βάση τα πειράματα αυτά επιλέχθηκαν κατάλληλες παράμετροι για την ανάλυση δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας.

Προτού ξεκινήσουν οι κοκκομετρικές αναλύσεις εξετάστηκε το θέμα του διαχωρισμού δειγμάτων μεγάλης ποσότητας σε μικρότερα δείγματα. Η μελέτη αυτή ήταν απαραίτητη πριν την πραγματοποίηση αναλύσεων κοκκομετρίας, ώστε να εξασφαλιστεί η δημιουργία αντιπροσωπευτικών δειγμάτων. Εντοπίστηκαν οι κυριότερες τυποποιημένες μέθοδοι διαχωρισμού δειγμάτων σκόνης από τη βιβλιογραφία και επιλέχθηκε η καταλληλότερη μέθοδος για τον διαχωρισμό δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας. Ακολούθως κατασκευάστηκε μια απλή διάταξη για την υλοποίηση της και πραγματοποιήθηκε ο διαχωρισμός δύο δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας από το αρχείο του ΕΠΤ-ΕΜΠ.

Η μελέτη των χαρακτηριστικών της Ιπτάμενης Τέφρας έχει ιδιαίτερη σημασία, τόσο για τον προσδιορισμό των περιβαλλοντικών επιπτώσεων της παραγωγής ηλεκτρικής ενέργειας, όσο και για την περαιτέρω αξιοποίηση της Ιπτάμενης Τέφρας. Ιδιαίτερο αντικείμενο μελέτης αποτελούν τα ραδιολογικά χαρακτηριστικά της Ιπτάμενης Τέφρας, καθώς λόγω της καύσης προκαλείται εμπλουτισμός της φυσικής ραδιενέργειας με αποτέλεσμα η Ιπτάμενη Τέφρα να χαρακτηρίζεται ως υλικό Τεχνολογικά Επαυξημένης Φυσικής Ραδιενέργειας. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας ΕΜΠ έχει πραγματοποιήσει εκτεταμένες μελέτες των ραδιολογικών χαρακτηριστικών της Ιπτάμενης Τέφρας.

Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία ασχοληθήκαμε με τη μελέτη των ραδιολογικών χαρακτηριστικών κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας. Με χρήση της διάταξης ανάλυσης κοκκομετρίας αναλύθηκαν τα δύο δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας σε κοκκομετρικά κλάσματα. Κάθε δείγμα αναλύθηκε σε 7 κλάσματα, με όρια στην περιοχή 32 – 500 μm .

Ακολούθως αναλύθηκε κάθε ένα από τα κοκκομετρικά κλάσματα που κατασκευάστηκαν με την διάταξη ανάλυσης κοκκομετρίας με τρεις διαφορετικές τεχνικές:

- Φασματοσκοπία ακτινών γ
- Μέτρηση του ρυθμού εκροής Ραδονίου
- Νετρονική Ενεργοποίηση

Με την τεχνική της γ-φασματοσκοπίας προσδιορίστηκε η ειδική ραδιενέργεια των ραδιοϊσοτόπων που περιέχονται στην Ιπτάμενη Τέφρα. Τα ραδιοϊσότοπα που προσδιορίστηκαν είναι τα ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{210}Pb και ^{238}U . Με την τεχνική της μέτρησης του ρυθμού εκροής Ραδονίου προσδιορίστηκε ο ρυθμός εκροής Ραδονίου και το εκρεόμενο κλάσμα. Με την τεχνική της Νετρονικής Ενεργοποίησης έγινε προσδιορισμός σταθερών στοιχείων. Χρησιμοποιήθηκε μεθοδολογία η οποία έχει αναπτυχθεί στο ΕΠΤ-ΕΜΠ, μέσω της οποίας προσδιορίζονται τα στοιχεία As, Al, Zn, Mn, Na και K σε Ιπτάμενη Τέφρα.

Η Διπλωματική εργασία αποτελείται από έξι Κεφάλαια και συνοδεύεται από πέντε Παραρτήματα.

Στο **2^ο Κεφάλαιο** παρουσιάζονται γενικά στοιχεία για το γαιάνθρακα και την Ιπτάμενη Τέφρα από την βιβλιογραφία. Παρουσιάζονται στοιχεία για την παραγωγή και χρήση της Ιπτάμενης Τέφρας και αναφέρονται συνοπτικά τα γενικά χαρακτηριστικά της, η χημική της σύσταση, τα ραδιολογικά χαρακτηριστικά και το φαινόμενο της εκροής ραδονίου. Τέλος περιγράφονται τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας που αναλύθηκαν στα πλαίσια της παρούσης Διπλωματικής Εργασίας.

Στο **3^ο Κεφάλαιο** εξετάστηκε το θέμα του διαχωρισμού δειγμάτων και παρουσιάστηκε η συσκευή διαχωρισμού που κατασκευάστηκε για το σκοπό αυτό. Αναφέρονται συνοπτικά ο προκαταρκτικός έλεγχος και οι προφυλάξεις που πρέπει να λαμβάνονται για τον χειρισμό των σκονών που πρόκειται να διαχωριστούν και παρουσιάζονται οι κυριότερες τυποποιημένες μέθοδοι για τον διαχωρισμό δειγμάτων σκόνης στο εργαστήριο. Ακόμη γίνεται αναφορά στα κριτήρια για να επιλεγεί η σωστή μέθοδος διαχωρισμού. Με βάση αυτά τα κριτήρια παρουσιάζεται η καταλληλότερη μέθοδος που επιλέχθηκε για τον διαχωρισμό δειγμάτων Ιπτάμενης

Τέφρας καθώς επίσης και την διάταξη που κατασκευάστηκε για την υλοποίηση της. Τέλος παρουσιάζονται όλα τα πειράματα διαχωρισμού που πραγματοποιήθηκαν.

Στο **4^ο Κεφάλαιο** περιγράφεται η συσκευή κοσκινίσματος Retsch AS 200, καθώς και όλες τις αναλύσεις που έγιναν με την συγκεκριμένη συσκευή. Παρουσιάζονται αρχικά γενικά στοιχεία για την διαδικασία κοσκινίσματος από τη βιβλιογραφία, τις παραμέτρους κοσκινίσματος και τις πιθανές πηγές σφάλματος. Ακολούθως περιγράφονται οι μέθοδοι κοσκινίσματος. Επιπλέον παρουσιάζεται η μηχανή κοσκινίσματος που διαθέτει το ΕΠΤ – ΕΜΠ και περιγράφονται συνοπτικά οι δυνατότητες που μας προσφέρει η χρήση της. Τέλος παρουσιάζονται οι δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν για την διερεύνηση των παραμέτρων λειτουργίας της συσκευής καθώς και τα πειράματα που πραγματοποιήθηκαν για την κλασματοποίηση δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας.

Στο **5^ο Κεφάλαιο** περιγράφονται οι αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στα κοκκομετρικά κλάσματα χρησιμοποιώντας τις τρεις αναλυτικές τεχνικές που αναφέραμε. Περιγράφονται συνοπτικά οι διατάξεις που χρησιμοποιήθηκαν και ο τρόπος λειτουργίας τους. Για όλες τις αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν παρουσιάζονται όλα τα αποτελέσματα που προέκυψαν. Τέλος για κάθε ανάλυση σχολιάζονται τα αποτελέσματα και παρουσιάζονται τα συμπεράσματα που προέκυψαν. Εξετάζονται ιδιαίτερα οι μεταβολές των χαρακτηριστικών της Ιπτάμενης Τέφρας στα διάφορα κοκκομετρικά κλάσματα, οι οποίες όπως προκύπτει από τις αναλύσεις είναι σημαντικές.

Στο **6^ο Κεφάλαιο** συνοψίζεται η Διπλωματική Εργασία και συγκεντρώνονται συνολικά συμπεράσματα και παρατηρήσεις που προέκυψαν. Αναφέρονται επίσης πιθανές προεκτάσεις της για μελλοντική έρευνα.

Η Διπλωματική Εργασία συνοδεύεται από 5 Παραρτήματα, στα οποία παρατίθενται Πιστοποιητικά που συνοδεύουν τα πρότυπα υλικά και πηγές που χρησιμοποιήθηκαν, καθώς και άλλες υποστηρικτικές πληροφορίες.

Κεφάλαιο 2

Ιπτάμενη Τέφρα από την καύση
ορυκτών καυσίμων

2.1 Εισαγωγή

Στο κεφάλαιο αυτό παρουσιάζονται γενικά στοιχεία για την Ιπτάμενη Τέφρα από τη βιβλιογραφία. Παρουσιάζονται συνοπτικά τα γενικά χαρακτηριστικά της, η χημική της σύσταση και τα ραδιολογικά χαρακτηριστικά της. Αναφέρονται επίσης στοιχεία για την παραγωγή και χρήση της Ιπτάμενης Τέφρας. Τέλος, περιγράφονται τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας που αναλύθηκαν στα πλαίσια της παρούσης εργασίας.

2.2 Γενικά

Η τέφρα ορίζεται ως το λεπτό διαμερισμένο υπόλοιπο προερχόμενο από την καύση. Σημαντικές ποσότητες τέφρας παράγονται από τους ατμοηλεκτρικούς σταθμούς παραγωγής ενέργειας, οι οποίοι χρησιμοποιούν στερεά καύσιμα, όπως ο λιγνίτης και ο ανθρακίτης. Η τέφρα αυτή χωρίζεται γενικά σε δύο κατηγορίες:

- **Στην Τέφρα Βάσης ή Υγρή Τέφρα** (bottom ή wet ash), που αποτελείται από συσσωματώματα άκαυστου καυσίμου και ανόργανα υπολλείματα της κάυσης που καταπίπτουν στην τεφρολεκάνη κάτω από την εστία.
- **Στην Ιπτάμενη Τέφρα** (fly ash), που αποτελείται από τα υπολλείματα της κάυσης που συμπαρασύρονται από τα καυσαέρια. Η Ιπτάμενη Τέφρα κατακρατείται σε πολύ μεγάλο ποσοστό, έως και πάνω από 99%, από τις συσκευές κατακράτησης σωματιδίων.

Τα στερεά σωματίδια που διαφεύγουν από τα φίλτρα και εκπέμπονται από τις καπνοδόχους στο περιβάλλον αποτελούν την τέφρα καπναερίων, η οποία αποτελεί ένα μικρό κλάσμα της παραγόμενης Ιπτάμενης Τέφρας.

Η Ιπτάμενη Τέφρα και η Τέφρα Βάσης συλλέγονται κατά την παραγωγή και οδηγούνται με μεταφορικές ταινίες στα εξαντλημένα ορυχεία, όπου χρησιμοποιούνται ως υλικό πλήρωσης, ή απορρίπτονται στις καθορισμένες περιοχές των αποθέσεων. Συχνά με τη βοήθεια των ανέμων συμπαρασύρονται σωματίδια τέφρας από το χώρο των αποθέσεων και διαχέονται στον ατμοσφαιρικό αέρα. Συνεπώς, τα αιωρούμενα σωματίδια της ιπτάμενης τέφρας προέρχονται από δύο πηγές:

α) την τέφρα καπναερίων, που αποτελεί την κύρια πηγή

β) τις αποθέσεις, τα εξαντλημένα ορυχεία και τις ανοιχτές μεταφορικές ταινίες, που συμμετέχουν στη διασπορά αιωρούμενων σωματιδίων με πολύ μικρότερο ποσοστό.

Η λεπτομερής γνώση της σύστασης της τέφρας είναι ιδιαίτερα σημαντική από άποψης βασικής και εφαρμοσμένης έρευνας. Η μελέτη της σύστασης και των χαρακτηριστικών της Ιπτάμενης Τέφρας συμβάλει στα ακόλουθα αντικείμενα:

- Καθορισμό του περιεχομένου, της τάσης συγκέντρωσης ή εξάντλησης, της διαταραχής και της μετανάστευσης των στοιχείων που περιέχονται στην Ιπτάμενη Τέφρα
- Καθορισμός της επίδρασης των στοιχείων, των ορυκτών και των φάσεων που περιέχονται στο καύσιμο στην Ιπτάμενη Τέφρα.
- Καθορισμό της συμπεριφοράς των οργανικών και ανόργανων συστατικών κατά την διάρκεια της καύσης.
- Ερμηνεία του μηχανισμού σχηματισμού Ιπτάμενης Τέφρας
- Χαρακτηρισμό των ιδιοτήτων της ιπτάμενης τέφρας και των οικονομικά αξιοποιήσιμων ή περιβαλλοντικά επικίνδυνων συστατικών που περιέχει.
- Αναγνώριση, καθορισμό και κατηγοριοποίηση των διάφορων τύπων ιπτάμενης τέφρας.
- Πρόβλεψη, αποσαφήνιση, μείωση ή εξάλειψη των διάφορων τεχνολογικών και περιβαλλοντικών επιπτώσεων που προκύπτουν από την ιπτάμενη τέφρα.

2.3 Χαρακτηριστικά των γαιανθράκων

Τα ποιοτικά χαρακτηριστικά της Ιπτάμενης Τέφρας εξαρτώνται σημαντικά από την ποιότητα του αρχικού γαιάνθρακα. Για το λόγο αυτό στις παραγράφους που ακολουθούν περιγράφονται συνοπτικά τα ποιοτικά χαρακτηριστικά και οι μέθοδοι κατηγοριοποίησης των γαιανθράκων. Παρουσιάζονται επίσης μερικά στοιχεία για τους γαιάνθρακες που απαντώνται στον Ελληνικό χώρο.

2.3.1 Γενικά στοιχεία

Η ποιότητα ενός γαιάνθρακα εκφράζεται με την στοιχειακή ανάλυση και την προσεγγιστική ανάλυση. Κατά την στοιχειακή ανάλυση προσδιορίζονται τα περιεχόμενα σε άνθρακα, οξυγόνο, υδρογόνο και άζωτο, χωρίς προσδιορισμό του τρόπου συνδέσεως αυτών μεταξύ τους. Η συνήθης εφαρμοζόμενη ανάλυση είναι η προσεγγιστική, κατά την οποία προσδιορίζεται η φυσική υγρασία, ο μόνιμος άνθρακας, τα πτητικά συστατικά, η τέφρα, το θείο και η θερμική απόδοση.

Με βάση τα παραπάνω ποιοτικά χαρακτηριστικά τους οι γαιάνθρακες κατατάσσονται σε διάφορες κατηγορίες. Ο Πίνακας 2-1 παρουσιάζει τη διεθνώς εφαρμοζόμενη κατάταξη των γαιανθράκων της ASTM.

2.3.2 Ελληνικοί Γαιάνθρακες

Στο Ελληνικό υπέδαφος έχουν ανακαλυφθεί σημαντικά κοιτάσματα λιγνίτη, ο οποίος αποτελεί το κύριο καύσιμο για την παραγωγή ηλεκτρικής ενέργειας, με αποτέλεσμα να παράγονται σημαντικές ποσότητες Ιπτάμενης Τέφρας. Σε όλα τα γεωγραφικά διαμερίσματα του ελληνικού χώρου είναι διάσπαρτα ένας μεγάλος αριθμός λιγνιτικών κοιτασμάτων διαφόρων μεγεθών και ποιοτήτων. Αυτά τα κοιτάσματα περιέχονται σε 70 περίπου ιζηματογενείς λεκάνες. Οι λιγνιτοφόρες λεκάνες της Πτολεμαΐδας και της Μεγαλόπολης παράγουν περίπου το 97% της συνολικής ελληνικής παραγωγής. Το υπόλοιπο 3% προέρχεται κατά το ήμισυ από τα λιγνιτωρυχεία Αλιβερίου και κατά το έτερον ήμισυ από 25 περίπου μικρά λιγνιτωρυχεία, που λειτουργούν συνεχώς ή εποχιακώς στα διάφορα διαμερίσματα της χώρας (Μπαρούνης χ.χ.).

Ο Πίνακας 2-2 παρουσιάζει προσεγγιστικές αναλύσεις των σπουδαιότερων ελληνικών λιγνιτοφόρων λεκανών. Όπως φαίνεται από τον Πίνακα, το περιεχόμενο φυσικής υγρασίας κυμαίνεται από μια ελάχιστη τιμή 9.2% στον γαιάνθρακα της Αλεξανδρούπολης μέχρι μιας μέγιστης 62.2% στον γαιάνθρακα της Μεγαλόπολης. Το ποσοστό μόνιμου άνθρακα κυμαίνεται από μια ελάχιστη τιμή 10.60% στον γαιάνθρακα της Μεγαλόπολης μέχρι μια μέγιστη τιμή 50.40% στον γαιάνθρακα της Βεύης. Το μεγαλύτερο ποσοστό πτητικών 50.40% παρουσιάζεται στον γαιάνθρακα Βεύης και το μικρότερο 17.59% στον γαιάνθρακα της Μεγαλόπολης. Το ποσοστό τέφρας κυμαίνεται από μια ελάχιστη τιμή 6.20% στον γαιάνθρακα των Σερρών μέχρι

μια μέγιστη τιμή 20.00% στον γαιάνθρακα του Ωρωπού. Η θερμαντική ικανότητα κυμαίνεται από μία ελάχιστη τιμή 1455 Kcal/kg στον γαιάνθρακα της Μεγαλόπολης μέχρι μια μέγιστη τιμή 6160 Kcal/kg στον γαιάνθρακα της Αλεξανδρούπολης. Τέλος, η περιεκτικότητα των ελληνικών κοιτασμάτων σε θείο, η οποία ενδιαφέρει κυρίως από περιβαλλοντικής απόψεως, είναι σχετικώς χαμηλή και κυμαίνεται από 0.5 έως 2.8 %. Επισημαίνεται ότι η περιεκτικότητα σε θείο των λιγνιτών της Μεγαλόπολης και της Πτολεμαΐδας κυμαίνεται περίξ του 1%.

Ο Πίνακας 2-3 παρουσιάζει μια ποιοτική κατάταξη των ελληνικών κοιτασμάτων γαιάνθρακα (Μπαρούνης χ.χ.).

2.4 Παραγωγή και Χρήση της Ιπτάμενης Τέφρας

2.4.1 Γενικά στοιχεία

Η καύση στερεών ορυκτών καυσίμων αποτελεί μια από τις κυριότερες πηγές ηλεκτρικής ενέργειας ανά τον πλανήτη. Η ετήσια εξόρυξη στερεών καυσίμων παγκοσμίως φτάνει τους 3.8 Gt (IAEA 2003). Η ετήσια παραγωγή Τέφρας εκτιμάται στους 600 Mt, από τα οποία 500 Mt περίπου είναι Ιπτάμενη Τέφρα (Joshi 1997).

Ήδη από το 1914 έχει διαπιστωθεί ότι η Ιπτάμενη Τέφρα εμφανίζει ποζολανικές ιδιότητες και μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως πρόσθετο στην παραγωγή τσιμέντου (Joshi 1997). Η ποζολάνη είναι ένα πυριτικό ή αργιλικό υλικό το οποίο αν και μόνο του δεν έχει υδραυλικές ιδιότητες, όταν αλεσθεί και παρουσία νερού αντιδρά με την υδράσβεστο που προκύπτει από τις αντιδράσεις ενυδάτωσης των κύριων συστατικών του τσιμέντου σε συνήθη θερμοκρασία και σχηματίζει ενώσεις που έχουν υδραυλικές ιδιότητες. Οι υδραυλικές ιδιότητες είναι οι ιδιότητες που έχουν ορισμένα υλικά, όπως για παράδειγμα το τσιμέντο, να σχηματίζουν κάτω από την επίδραση νερού σταθερές ένυδρες ενώσεις που είναι ελάχιστα υδατοδιαλυτές και έχουν μεγάλη συνάφεια μεταξύ των και με τα αδρανή (Τσίμας 1999).

Από τότε και μέχρι σήμερα η Ιπτάμενη Τέφρα έχει χρησιμοποιηθεί αυτούσια ή ως πρόσθετο σε πολλές εφαρμογές. Ορισμένες από τις σημαντικότερες εφαρμογές της είναι:

- Σε δομικές κατασκευές, σαν πρόσθετο στην παραγωγή τσιμέντων και μπετόν, πλίνθων και κεραμικών ειδών.
- Στην οδοποιία, για τη θεμελίωση οδοστρωμάτων, ως αδρανές υλικό και σε ειδικά κονιάματα.
- Στη βιομηχανία πλαστικών και χρωμάτων, ως φορέας καταλυτών.
- Στη γεωργία, για την εξουδετέρωση όξινων εδαφών.
- Στην επεξεργασία βιομηχανικών αποβλήτων.
- Στη φυσική αποθείωση καυσαερίων.
- Στην κατεργασία υγρών βιομηχανικών απόβλητων, όπως για παράδειγμα στην κατακρήμνιση μολύβδου.

Από την Ιπτάμενη Τέφρα μπορεί επίσης να γίνει ανάκτηση ιχνοστοιχείων, όπως Ge, V, Ga, Ni και άλλα (Arroyo 2008, Nayak 2007, Abdel-Latif 2002, Fang 1996).

2.4.2 Ιπτάμενη Τέφρα στην Ελλάδα

Οι λιγνιτικοί σταθμοί καλύπτουν σήμερα περισσότερο από το 65% των εγχώριων ενεργειακών απαιτήσεων. Δύο κύρια λιγνιτικά πεδία είναι υπό εκμετάλλευση στην Ελλάδα:

- Το λιγνιτικό πεδίο Πτολεμαΐδας - Αμόνταιου στην Βόρεια Ελλάδα με εκτιμώμενα αποθέματα λιγνίτη περίπου 2700Mt, όπου βρίσκονται εγκατεστημένοι πέντε σταθμοί παραγωγής ηλεκτρικής ενέργειας με 17 Μονάδες και συνολική εγκατεστημένη ισχύ 4000MW.
- Το λιγνιτικό πεδίο Μεγαλόπολης, με εκτιμώμενα αποθέματα λιγνίτη περίπου 370Mt, όπου βρίσκονται εγκατεστημένοι δύο σταθμοί παραγωγής ηλεκτρικής ενέργειας με 4 Μονάδες και συνολική εγκατεστημένη ισχύ 850MW.

Η συνολική παραγωγή Ιπτάμενης Τέφρας από τους σταθμούς αυτούς φθάνει τους 10 Mt ετησίως, από τους οποίους το 80% περίπου προέρχεται από το λιγνιτικό πεδίο Πτολεμαΐδας (Skodras 2007). Μικρό ποσοστό της παραγόμενης τέφρας, το οποίο δεν ξεπερνά το 20%, απορροφάται από τη βιομηχανία παραγωγής τσιμέντου, ενώ έχουν δοκιμαστεί και χρήσεις μεγάλης κλίμακας σε δομικά έργα, όπως το Φράγμα

Πλατανόβρυσης (ΙΤΕΣΚ 2008). Το μεγαλύτερο ποσοστό από την Ιπτάμενη Τέφρα που παράγεται στην Ελλάδα καταλήγει σε οργανωμένες αποθέσεις, συνήθως σε εξαντλημένα ορυχεία.

2.5 Χαρακτηριστικά της Ιπτάμενης Τέφρας

2.5.1 Χημική σύσταση

Η Ιπτάμενη Τέφρα αποτελείται από πλήθος συστατικών, τα κυριότερα των οποίων είναι οξείδια του Πυριτίου, του Αλουμινίου, του Σιδήρου και του Ασβεστίου (Joshi 1997). Τα στοιχεία από τα οποία αποτελείται η τέφρα μπορούν να χωριστούν σε :

- Κύρια στοιχεία , με κατά βάρος περιεκτικότητα μεγαλύτερη από 1%.
- Δευτερεύοντα στοιχεία, με κατά βάρος περιεκτικότητα μεγαλύτερη από 0.1%-1%.
- Ιχνοστοιχεία με κατά βάρος περιεκτικότητα μικρότερη από 0.1%.

Ο Πίνακας 2-4 παρουσιάζει τα συνηθέστερα απαντώμενα κύρια και δευτερεύοντα στοιχεία (Vassilev 2005). Πολλά άλλα στοιχεία μπορούν να ανιχνευθούν σε επίπεδο ίχνους σε τέφρες διαφόρων προελεύσεων. Ο Πίνακας 2-5 περιέχει τα κυριότερα από αυτά (Vassilev 2005, Georgakopoulos 2002, Grammelis 2006, Papaefthymiou 2007).

Επισημαίνεται ότι η σύσταση της Ιπτάμενης Τέφρας εμφανίζει μεγάλη μεταβλητότητα, τόσο λόγω διαφοροποιήσεων στη σύσταση του αρχικού καυσίμου όσο και λόγω των διαφόρων μεθόδων και συνθηκών καύσης. Ο Πίνακας 2-6 παρουσιάζει συγκριτικά την τυπική σύσταση της Ιπτάμενης Τέφρας ανάλογα με το είδος γαιάνθρακα που χρησιμοποιείται (TFHRC, 2008).

Η συμπεριφορά των στοιχείων που περιέχονται στην Ιπτάμενη Τέφρα αποτελεί αντικείμενο ενδιαφέροντος για την παρούσα εργασία. Τα ιχνοστοιχεία που ανιχνεύονται στην Ιπτάμενη Τέφρα και οι συγκεντρώσεις τους έχουν ιδιαίτερο ενδιαφέρον, καθώς πολλά από αυτά, όπως τα As, Cd και Zn, έχουν περιβαλλοντική σημασία. Η σπουδαιότητα της μελέτης των ιχνοστοιχείων αυτών εντείνεται από το γεγονός ότι συχνά συγκεντρώνονται κατά προτίμηση στα λεπτόκοκκα σωματίδια, τα οποία διαφεύγουν από το σύστημα κατακράτησης σωματιδίων και διαχέονται στην ατμόσφαιρα. Το θέμα αυτό παρουσιάζεται αναλυτικότερα στην Παράγραφο 2.5.3.

2.5.2 Κατηγοριοποίηση της Ιπτάμενης Τέφρας

Η σύσταση της Ιπτάμενης Τέφρας παίζει καθοριστικό ρόλο για την περαιτέρω αξιοποίησή της. Για την καλύτερη εκμετάλλευσή της έχουν θεσπιστεί συστήματα ταξινόμησης ως εξής:

- Το Ευρωπαϊκό πρότυπο **EN197-1 (Cement, Composition, Specifications and conformity criteria for low heat common cements)** διαχωρίζει τις τέφρες σε δύο μεγάλες κατηγορίες:

α) Στις πυριτικές τέφρες (V), οι οποίες περιέχουν λιγότερο από 10% CaO

β) Στις ασβεστολιθικές τέφρες (W), η οποίες περιέχουν 10-35% CaO

Οι τέφρες της πρώτης κατηγορίας παρουσιάζουν ποζολανικές ιδιότητες, ενώ της δεύτερης κατηγορίας μπορεί να έχουν και υδραυλικές ιδιότητες.

- Το Αμερικάνικο πρότυπο **ASTM C 618 (Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete)**, με βάση το οποίο οι τέφρες διαχωρίζονται σε τρεις κατηγορίες:

α) Στις τέφρες τύπου N, οι οποίες περιλαμβάνουν ακατέργαστες ποζολάνες με τουλάχιστον 70% SiO₂, Al₂O₃ και Fe₂O₃.

β) Στις τέφρες τύπου F που παράγονται από την καύση ανθρακίτη ή βιτουμενιούχου κάρβουνου με τουλάχιστον 70% SiO₂, Al₂O₃ και Fe₂O₃,

γ) Στις τέφρες τύπου C, που είναι εκείνες που παράγονται από την καύση λιγνίτη και ημιβιτουμενιούχου κάρβουνου και περιέχουν τουλάχιστον 50% αλλά λιγότερο από 70% SiO₂, Al₂O₃ και Fe₂O₃.

Οι τέφρες τύπου F περιέχουν συνήθως λιγότερο από 5% CaO, ενώ οι τέφρες τύπου C περιέχουν μεγάλη ποσότητα CaO (10-35%).

Οι ελληνικές τέφρες ανήκουν στην κατηγορία των ασβεστολιθικών τεφρών (W) σύμφωνα με το EN197-1 και στην κατηγορία C σύμφωνα με το ASTM C 618, λόγω των υψηλών ποσοστών CaO που περιέχουν (ΙΤΕΣΚ 2008).

2.5.3 Συμπεριφορά των στοιχείων κατά την καύση

Στον καυστήρα ενός ατμοηλεκτρικού σταθμού αναπτύσσονται υψηλές θερμοκρασίες, οι οποίες μπορεί να φθάσουν και τους 1700°C. Κατά την διαδικασία της καύσης το μεγαλύτερο μέρος των μεταλλικών συστατικών που υπάρχουν στο γαιάνθρακα τήκεται σε μορφή υαλοποιημένης τέφρας. Εξαιτίας κυρίως της απομάκρυνσης της οργανικής ύλης και του νερού από το καύσιμο, υπάρχει έντονος εμπλουτισμός των στοιχείων που παραμένουν στην τέφρα.

Οι συγκεντρώσεις των ιχνοστοιχείων στα κατάλοιπα της καύσης εξαρτάται από τους παρακάτω παράγοντες:

- Την αρχική συγκέντρωση των στοιχείων αυτών στο καύσιμο
- Το μέγεθος και τον τύπο του καυστήρα
- Τις συνθήκες λειτουργίας

Ανάλογα με την φυσικοχημική συμπεριφορά των διαφόρων στοιχείων που υπάρχουν στο καύσιμο, κατά την διάρκεια της καύσης παρατηρείται εκλεκτική συγκέντρωση τους τόσο στην Ιπτάμενη όσο και της Υγρής Τέφρας. Έχει διαπιστωθεί ότι τα ιχνοστοιχεία που απαντώνται στη Ιπτάμενη Τέφρα μπορούν να καταταχθούν σε τρεις ομάδες ανάλογα με τη συμπεριφορά τους κατά την διάρκεια της καύσης (Clarke 1992):

- Στην πρώτη ομάδα ανήκουν τα στοιχεία που συγκεντρώνονται στα χονδρόκοκκα υπολείμματα ή ισοκατανέμονται μεταξύ αυτών και των πιο λεπτόκοκκων σωματιδίων.
- Στη δεύτερη ομάδα ανήκουν εκείνα που συγκεντρώνονται περισσότερο στα λεπτόκοκκα υπολείμματα από ότι στα χονδρόκοκκα. Η συγκέντρωσή τους αυξάνει με τη μείωση του κοκκομετρικού μεγέθους των σωματιδίων.
- Στην τρίτη ομάδα ανήκουν τα πιο πτητικά στοιχεία. Αυτά συγκεντρώνονται κυρίως στα καυσαέρια και εμφανίζουν πολύ χαμηλές συγκεντρώσεις στα στερεά παραπροϊόντα της καύσης.

Η ταξινόμηση ορισμένων από τα στοιχεία που απαντώνται στην Ιπτάμενη Τέφρα, με βάση την κατηγοριοποίηση αυτή, παρουσιάζεται στο Σχήμα 2-1. Επισημαίνεται ότι μερικά στοιχεία, όπως για παράδειγμα το Cr, Ni, U και V, μπορεί να έχουν

συμπεριφορά που να τα κατατάσσει μεταξύ 1^{ης} και 2^{ης} Ομάδας. Πτητικά στοιχεία, όπως για παράδειγμα το Se, μπορεί να έχουν συμπεριφορά που να τα κατατάσσει μεταξύ 2^{ης} και 3^{ης} Ομάδας.

Οι διαφοροποιήσεις μεταξύ της συμπεριφοράς των στοιχείων κατά την καύση αποδίδονται σε μεγάλο βαθμό στην πλήρη ή μερική εξάτμισή τους, λόγω των υψηλών θερμοκρασιών που επικρατούν στον καυστήρα. Ο βαθμός εξατμίσεως εξαρτάται από τις φυσικοχημικές ιδιότητες κάθε στοιχείου και καθορίζει πως αυτό θα κατανεμηθεί μεταξύ Υγρής και Ιπτάμενης Τέφρας. Ιδιαίτερα τα πτητικά ιχνοστοιχεία, όπως τα As, Se, Zn, Pb και Cd, που εξατμίζονται κατά την διάρκεια της καύσης, έχουν την τάση να συμπυκνώνονται πάλι όταν η θερμοκρασία καυσαερίων μειώνεται κατά την κίνηση τους προς την καμινάδα, είτε στα τοιχώματα του καυστήρα, στα φίλτρα και στην καμινάδα είτε πάνω στους κόκκους της ιπτάμενης τέφρας. Έχει παρατηρηθεί ότι για τα πτητικά στοιχεία η συγκέντρωσή τους σε σχέση με το μέγεθος του κόκκου σχετίζεται αντιστρόφως ανάλογα, εξαιτίας του μεγαλύτερου λόγου επιφάνειας προς όγκο που έχουν οι μικρότεροι κόκκοι (Clarke 1992, Arditoglou 2004).

Ένα χαρακτηριστικό παράδειγμα πτητικού στοιχείου είναι το As το οποίο εξατμίζεται πλήρως κατά την διάρκεια της καύσης. Το As που περιέχεται στο αρχικό καύσιμο εξατμίζεται σε θερμοκρασία πάνω από 1400° και σε αυτές τις θερμοκρασίες εμφανίζεται σε αέριο φάση ως τριοξείδιο του Αρσενικού As₂O₃. Η συγκράτηση του στην μητρική τέφρα είναι αμελητέα και πολύ μικρό ποσοστό Αρσενικού κατακρατείται από τα χοντρόκοκκα σωματίδια. Καθώς τα καυσαέρια κρυστώνουν κατά την κίνηση τους προς την καμινάδα το As₂O₃ αντιδρά με την Ι.Τ, που μεταφέρεται με τα καυσαέρια, και σχηματίζει σταθερά συστατικά. Για το λόγο αυτό, η συγκέντρωση του Αρσενικού είναι υψηλότερη στα λεπτόκοκκα σωματίδια (Clarke 1992).

2.5.4 Ραδιολογικά χαρακτηριστικά

Ο γαιάνθρακας, όπως όλα τα γεωλογικά υλικά, περιέχει ραδιοϊσότοπα των φυσικών ραδιενεργών σειρών του Ουρανίου και του Θωρίου, καθώς και ⁴⁰K. Λόγω του εμπλουτισμού των ιχνοστοιχείων κατά την καύση, όπως περιγράφηκε στην Παράγραφο 2.5.3, τα ραδιενεργά ισότοπα που υπάρχουν στο αρχικό καύσιμο παρουσιάζονται εμπλουτισμένα στην Ιπτάμενη και Υγρή Τέφρα, όπου και παραμένουν (Simopoulos 1988). Κατά συνέπεια, η τέφρα μπορεί να χαρακτηριστεί

ως Υλικό Τεχνολογικά Επαυξημένης Φυσικής Ραδιενέργειας (Technologically Enhanced Naturally Occurring Radioactivity Material, TENORM). Τα ραδιολογικά χαρακτηριστικά της Ιπτάμενης Τέφρας και οι συνακόλουθες εκθέσεις αποτελούν αντικείμενο εκτεταμένης μελέτης (UNSCEAR 2000, IAEA 2003).

Στην Ιπτάμενη Τέφρα ανιχνεύονται όλα τα ραδιοϊσότοπα των σειρών του Ουρανίου και Θορίου και το ^{40}K . Σε συγκεκριμένες περιπτώσεις, όπως για παράδειγμα μετά το ατύχημα του Τσερνόμπιλ, έχουν ανιχνευθεί και τεχνητά ραδιοϊσότοπα, όπως το ^{137}Cs (Hedvall 1996, Grammelis 2006). Ο Πίνακας 2-7 παρουσιάζει ενδεικτικές συγκεντρώσεις σε τέφρες διαφόρων προελεύσεων από τη βιβλιογραφία (IAEA 2003). Η ραδιενέργεια των Ελληνικών Ιπταμένων τεφρών έχει επίσης μελετηθεί εκτενώς (Papastefanou 1984, Simopoulos 1987, Papastefanou 1996, Rouni 2001, Karangelos 2004). Ο Πίνακας 2-8 περιέχει τιμές αναφοράς για τις Ελληνικές Ιπτάμενες Τέφρες, όπως προκύπτουν από μετρήσεις που αναφέρονται στη βιβλιογραφία (Skodras 2007).

Τα ραδιενεργά ισότοπα έχουν την τάση να έχουν την ίδια συμπεριφορά με τα αντίστοιχα σταθερά ισότοπα, όπως περιγράφηκε στην Παράγραφο 2.5.3 (Clarke 1992). Πτητικά ραδιοϊσότοπα, όπως τα ^{210}Pb και ^{210}Po έχουν την τάση να συγκεντρώνονται στα λεπτόκοκκα σωματίδια σε μεγαλύτερο βαθμό από τα λιγότερο πτητικά όπως ^{228}Th και ^{40}K (Coles 1978, Tadmor 1986). Ορισμένα ραδιοϊσότοπα, όπως αυτά του Ουρανίου και του Ραδίου εμφανίζουν ενδιάμεση συμπεριφορά, ανάλογα με τη χημική μορφή τους στο αρχικό καύσιμο (Coles 1978).

Οι φυσικές ραδιενεργές σειρές στα ορυκτά καύσιμα συχνά βρίσκονται σε ραδιενεργό ισορροπία. Ακόμα και όταν η ισορροπία αυτή υπάρχει όμως, τυπικά κατά την καύση διαταράσσεται, λόγω των φαινομένων που αναφέρθηκαν, με αποτέλεσμα να εμφανίζονται σημαντικές διαφορές στις συγκεντρώσεις των ραδιοϊσοτόπων. Οι διαφορές αυτές εμφανίζονται τόσο κατά την συλλογή τέφρας από διαφορετικά σημεία του συστήματος κατακράτησης, όσο και κατά την ανάλυση της Ιπτάμενης Τέφρας ως προς το μέγεθος κόκκου (Coles 1978, Tadmor 1986, Karangelos 2004).

2.5.5 Εκροή Ραδονίου

Το Ραδόνιο είναι ένα ραδιενεργό στοιχείο με ατομικό αριθμό 86. Αποτελείται από τρία ισότοπα το ^{222}Rn , το ^{220}Rn και το ^{219}Rn , μέλη της σειράς του ^{238}U , του ^{232}Th και

του ^{235}U αντίστοιχα. Τα ισότοπα του ραδονίου είναι αέρια άχρωμα, άοσμα και μάλιστα ευγενή, δηλαδή δεν αντιδρούν χημικά με άλλα στοιχεία ή ενώσεις.

Το σημαντικότερο ισότοπο του Ραδονίου από ραδιολογικής απόψεως είναι το ^{222}Rn , λόγω του χρόνου ημιζωής του (3,82 d) και ακολουθεί το ^{220}Rn με χρόνο ημιζωής 55s. Όταν το ^{222}Rn διαφύγει στην ατμόσφαιρα, παράγει θυγατρικά ραδιοϊσότοπα τα οποία προσκολλώνται στο ατμοσφαιρικό αεροζόλ και μπορούν να εισέλθουν στους πνεύμονες με την αναπνοή. Τα θυγατρικά ραδιοϊσότοπα διατηρούνται στους πνεύμονες και διασπώμενα ακτινοβολούν εσωτερικά τον οργανισμό, γεγονός που μπορεί να οδηγήσει σε σημαντικές εσωτερικές εκθέσεις.

Η μέση συγκέντρωση ραδονίου σε εξωτερικούς χώρους υπό φυσιολογικές συνθήκες είναι περί τα 9 Bq m^{-3} (NCRP 1988), ενώ σημαντικές μεταβολές πιθανώς να εμφανιστούν σε περιόδους βροχής ή αυξημένης υγρασίας, θερμοκρασιακών αναστροφών ή σεισμικής έξαρσης. Το Ραδόνιο εισρέει στους εσωτερικούς χώρους τόσο από το υπέδαφος, όσο και από τα οικοδομικά υλικά. Η συγκέντρωση του Ραδονίου σε εσωτερικούς χώρους τυπικά είναι αυξημένη σε σχέση με το εξωτερικό περιβάλλον. Εμφανίζει μεγάλη μεταβλητότητα, καθώς εξαρτάται από πλήθος παραμέτρων. Οι μέσες συγκεντρώσεις, όπως προκύπτουν από μελέτες μεγάλης κλίμακας σε διάφορες χώρες κυμαίνονται στην περιοχή $25 - 120 \text{ Bq m}^{-3}$ (Nazaroff 1988).

Τα ισότοπα του Ραδονίου παράγονται συνεχώς στο εσωτερικό των υλικών που περιέχουν τα πατρικά τους ισότοπα και στη συνέχεια διαφεύγουν στην ατμόσφαιρα λόγω της αέριας φύσης τους. Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται εκροή Ραδονίου και μπορεί να δημιουργήσει προβλήματα λόγω της ανάπτυξης υψηλών συγκεντρώσεων, ιδιαίτερα σε κλειστούς χώρους (Nazaroff 1988). Τα μεγέθη που συνήθως προσδιορίζονται για το χαρακτηρισμό της εκροής Ραδονίου είναι ο ρυθμός εκροής και το εκρεόμενο κλάσμα Ραδονίου, αναλυτικοί ορισμοί των οποίων δίνονται στο Κεφάλαιο 5.

Εκροή ραδονίου εμφανίζεται και από την Ιπτάμενη Τέφρα και μπορεί να αποτελέσει πρόβλημα για την αξιοποίησή της σε χρήσεις όπως η κατασκευή οικοδομικών υλικών (Petropoulos 2001). Ο Πίνακας 2-9 παρουσιάζει μετρήσεις ρυθμού εκροής και εκρεόμενου κλάσματος Ραδονίου από Ιπτάμενες Τέφρες διαφόρων προελεύσεων. Παρατηρούμε ότι εμφανίζεται μεγάλο εύρος ρυθμών εκροής. Αξιοσημείωτο είναι το

γεγονός ότι σε όλες τις περιπτώσεις το εκρεόμενο κλάσμα είναι σχετικά μικρό, κάτω του 10%. Το γεγονός αυτό σημαίνει ότι οι Ιπτάμενες Τέφρες παρουσιάζουν σχετικά χαμηλή εκροή Ραδονίου, σε σχέση με τη ραδιενέργεια Ραδίου που περιέχουν και αποδίδεται στην υαλοποίηση της Τέφρας κατά την καύση η οποία εμποδίζει την εκροή του Ραδονίου.

2.6 Δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας που αναλύθηκαν

Στην παρούσα εργασία αναλύθηκαν δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας από το αρχείο δειγμάτων του ΕΠΤ-ΕΜΠ. Επιλέχθηκαν δείγματα από τα οποία υπήρχε διαθέσιμη μεγάλη ποσότητα, ώστε να είναι δυνατός ο διαχωρισμός τους σε κοκκομετρικά κλάσματα και η πραγματοποίηση αναλύσεων επί των κλασμάτων. Για το σκοπό έγιναν αντικείμενο επεξεργασίας δύο διαφορετικά δείγματα :

- Ιπτάμενη τέφρα προερχόμενη από λιγνικό σταθμό στην περιοχή της Μεγαλόπολης.
- Ιπτάμενη τέφρα από σταθμό μεικτής καύσης γαιάνθρακα/ βιομάζας στη Δανία.

2.6.1 Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης

Το δείγμα αυτό έχει συλλεγεί το Δεκέμβριο του 1996, στα πλαίσια συνεργασίας του ΕΠΤ-ΕΜΠ με τη ΔΕΗ. Πρόκειται για μεικτό δείγμα, το οποίο έχει συλλεγεί κατά τη διακομιδή της τέφρας προς απόθεση. Αποτελείται από τέφρα των μονάδων 1,2 και 3. Παλαιότερη γ-φασματοσκοπική ανάλυση του δείγματος έχει πραγματοποιηθεί με τον κωδικό PM3001.

Η τέφρα της Μεγαλόπολης ανήκει στην κατηγορία των ασβεστολιθικών τεφρών (W) σύμφωνα με το Ευρωπαϊκό πρότυπο EN197-1 λόγω των υψηλών ποσοστών CaO που περιέχει γύρω στο 10-15%. Επιπλέον τα κύρια συστατικά της είναι τα οξείδια του πυριτίου και του αργιλίου (SiO_2 , Al_2O_3). Σύμφωνα με το Αμερικάνικο πρότυπο ASTM C 618 ανήκει στην κατηγορία N αφού το άθροισμα των τριών οξειδίων SiO_2 , Al_2O_3 και Fe_2O_3 είναι μεγαλύτερο από 70%. Τέλος, εμφανίζεται να έχει όχι μόνο ποζολανική συμπεριφορά αλλά και υδραυλική συμπεριφορά (Skodras 2007).

2.6.2 Ιπτάμενη Τέφρα Studstrup

Το δείγμα αυτό έχει συλλεγεί στα πλαίσια του ερευνητικού προγράμματος UCOR (UCOR 2003), σε σταθμό της Δανέζικης εταιρίας ηλεκτροπαραγωγής Tech-Wise στο Studstrup της Δανίας. Ο σταθμός αυτός λειτουργεί με μεικτό καύσιμο γαιάνθρακα / βιομάζας. Το συγκεκριμένο δείγμα έχει συλλεγεί στη μονάδα SSV4, στις 30.01.03. Κατά τη συλλογή του δείγματος, η μονάδα λειτουργούσε με μείγμα γαιάνθρακα – αχύρου σε αναλογία 95% - 5% σε ενεργειακή βάση. Η γ-φασματοσκοπική ανάλυση του δείγματος έχει πραγματοποιηθεί από το ΕΠΤ-ΕΜΠ με τον κωδικό PUCOR33.

Σύμφωνα με χημικές αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν από τους συνεργάτες του έργου, η τέφρα του σταθμού SSV4 περιέχει λιγότερο από 10% CaO και επομένως κατατάσσεται στην κατηγορία V σύμφωνα με το Ευρωπαϊκό πρότυπο EN197-1. Από τις αναλύσεις παρατηρήθηκε ότι, λόγω της παρουσίας της βιομάζας, η τέφρα του σταθμού SSV4 περιέχει υψηλά ποσοστά K₂O και P₂O₅ σε σχέση με τις τέφρες που προκύπτουν από την καύση γαιάνθρακα.

Πίνακες Κεφαλαίου

Πίνακας 2-1: Κατηγορίες Γαιανθράκων κατά ASTM

<i>Κατηγορία</i>	<i>Ομάδα</i>
Ανθρακίτης	Μετανθρακίτης Ανθρακίτης Ημιανθρακίτης
Βιτουμενιούχος γαιάνθρακας (B.Γ)	B.Γ μικράς % Πτητικών στοιχείων B.Γ μέσης % Πτητικών στοιχείων B.Γ τύπου A % Πτητικών στοιχείων υψηλής B.Γ τύπου B % Πτητικών στοιχείων B.Γ τύπου C % Πτητικών στοιχείων
Ημιβιτουμενιούχος γαιάνθρακας (H.B.Γ)	H.B.Γ τύπου A H.B.Γ τύπου B H.B.Γ τύπου C
Λιγνίτης	Λιγνίτης Καστανός Άνθρακας

Πίνακας 2-2: Χαρακτηριστικά των ελληνικών γαιανθράκων

<i>Περιοχή</i>	<i>Υγρασία</i>	<i>Πτητικά</i>	<i>Μόνιμος Άνθρακας %</i>	<i>Τέφρα %</i>	<i>Θείο %</i>	<i>Ανώτερη θερμαντική ικανότητα (Kcal/kg)</i>
Αετοχώριο	18.30	29.30	40.00	11.80	-	5852
Αλεξ/πολης						
Αλιβέρι	35.30	32.80	21.00	10.80	-	3375
Αχλάδα	48.40	25.90	16.20	9.50	0.96	2660
Βεύη	40.00	50.40	50.40	9.60	-	3088
Ιάνα	9.2	33.60	46.60	11.20	-	6160
Αλεξ/πολης						
Καλογρέζα	16.90	35.60	38.40	9.10	2.80	5310
Κύμη	22.40	32.40	27.90	17.20	-	3995
Μεγαλόπολη	62.20	17.59	10.60	9.61	1.22	1455
Μέγαρα	49.20	22.00	15.80	13.00	2.50	2340
Παγγαίον	14.00	35.60	32.80	15.20	-	5145
Πτολεμαΐδα	62.00	18.20	14.50	5.30	0.50	2020
Ραφήνα	44.10	24.50	16.80	14.60	2.50	2710
Σέρρες	19.70	39.60	34.90	6.20	-	4899
Ωρωπός	32.80	27.90	19.30	20.00	-	3010
Δίλοφοι	33.00	30.00	27.50	9.50	2.20	3570
Ορεστιάδας						

Πίνακας 2-3: Ποιοτική κατάταξη των ελληνικών γαιανθράκων

<i>A/A</i>	<i>Κατηγορία γαιάνθρακα</i>	<i>Κυριότερες περιοχές εμφάνισης</i>
1	Τύρφη	Φίλιπποι Καβάλας
2	Τυρφώδης λιγνίτης μικράς συμπυκνώσεως	Μεγαλόπολη, Πτολεμαΐδα
3	Λιγνίτης συμπευκνωμένος χωρίς υπολείμματα ξύλου	Κύμη, Καλογρέζα, Αμύνταιο
4	Λιγνίτης συμπευκνωμένος με υπολείμματα ξύλου	Κατούνα, Βεύη, Αλιβέρι
5	Ημιπισσούχοι γαιάνθρακες	Αλεξανδρούπολη, Ξάνθη
6	Ανθρακίτες	Χίος Εύβοια, Λακωνία

Πίνακας 2-4: Κύρια και δευτερεύοντα στοιχεία που απαντώνται στην Ιπτάμενη Τέφρα

ΚΥΡΙΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ						
O	Si	Al	Ca	Fe	C	K
Mg	S					
ΔΕΥΤΕΡΕΥΟΝΤΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ						
H	Na	Ti	N	P	Ba	Mn
Sr	F	Cl				

Πίνακας 2-5: Ιχνοστοιχεία που απαντώνται στην Ιπτάμενη Τέφρα

ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΑ						
Ag	As	B	Ba	Be	Bi	Br
Cd	Ce	Co	Cr	Cs	Cu	Dy
Er	Eu	Ga	Gd	Ge	Hf	Ho
I	La	Li	Lu	Nb	Nd	Pb
Pr	Rb	Sb	Sc	Se	Sm	Sn
Ta	Tb	Th	Tl	Tm	U	W
Y	Yb	Zr				

Πίνακας 2-6: Χημική σύσταση της Ιπτάμενης Τέφρας, ανάλογα με το κάψιμο (TFHRC 2008)

Συστατικό	Κατά βάρος περιεκτικότητα (%)		
	Βιτουμενιούχο Κάρβουνο	Ημιβιτουμενιούχο Κάρβουνο	Λιγνίτης
SiO ₂	20-60	40-60	15-45
Al ₂ O ₃	5-35	20-30	10-25
Fe ₂ O ₃	10-40	4-10	4-15
CaO	1-12	5-30	15-40
MgO	0-5	1-6	3-10
SO ₃	0-4	0-2	0-10
Na ₂ O	0-4	0-2	0-6
K ₂ O	0-3	0-4	0-4

Πίνακας 2-7: Μετρήσεις ειδικής ραδιενέργειας Ιπτάμενης Τέφρας από τη βιβλιογραφία (ΙΑΕΑ 2003)

<i>Προέλευση</i>	<i>Ειδική Ραδιενέργεια (Bq kg⁻¹)</i>				
	²²⁶ Ra	²³² Th	⁴⁰ K	²¹⁰ Pb	²³⁸ U
Αγγλία	44.3-400	19.1-39.6		98-290	43.3-109.7
Κροατία	2400		150		8700
Βραζιλία	192	80		440	144
Ην. Πολιτείες Αμερικής	111	63		200	96

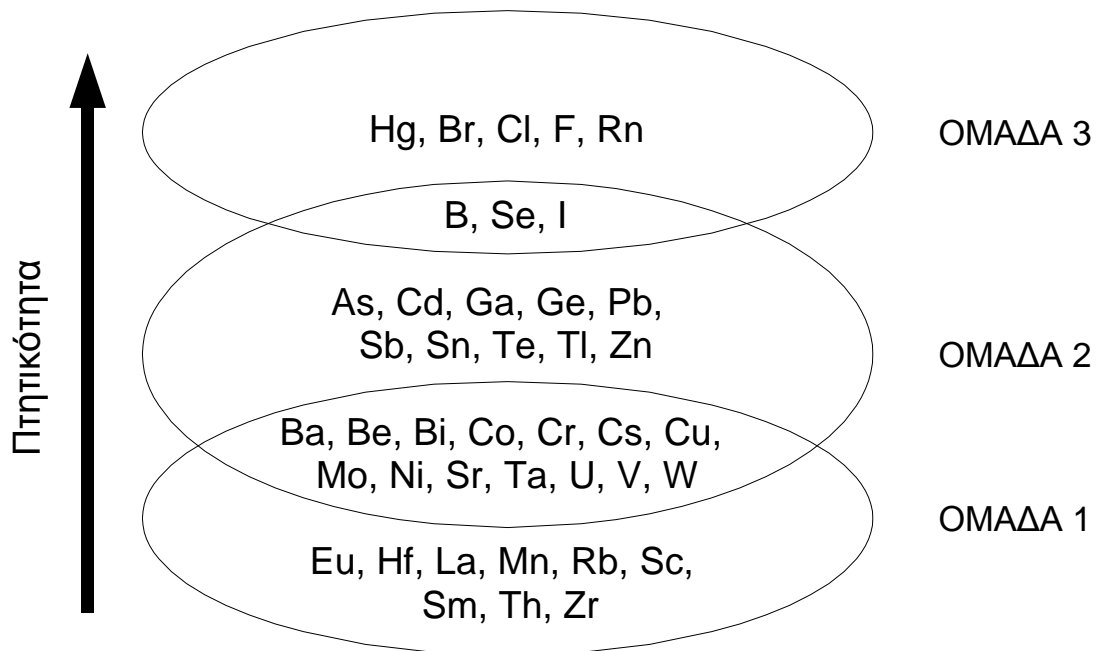
Πίνακας 2-8: Μετρήσεις ειδικής ραδιενέργειας Ελληνικής Ιπτάμενης Τέφρας από τη βιβλιογραφία (Skodras 2007)

<i>Προέλευση</i>	<i>Ειδική Ραδιενέργεια (Bq kg⁻¹)</i>				
	²²⁶ Ra	²³² Th	⁴⁰ K	²¹⁰ Pb	²³⁸ U
Αλιβέρι	307± 33	1.3± 0.44			529±122
Καρδιά	192-600	49±5.18	218±18.5		340-868
Μεγαλόπολη	392-904	7.1-67	290-520	538-1158	60-964
Πτολεμαΐδα	263±19	45±15	252±15		

Πίνακας 2-9: Μετρήσεις εκροής Ραδονίου από Ιπτάμενες Τέφρες από τη βιβλιογραφία

<i>Προέλευση</i>	<i>Ρυθμός Εκροής ($\mu\text{BqKg}^{-1}\text{s}^{-1}$)</i>	<i>Εκρεόμενο κλάσμα (%)</i>	<i>Αναφορά</i>
Αγγλία	2,94±0,23	0,43	Karamdoust 1991
Ισραήλ	2,3	0,52	Kovler 2005
Η.Π.Α.	0,397-0,816	0,096-0,152	Barton 1986
	2,3-85,2	0,7-9,8	Kalkwarf 1984
Μεγαλόπολη	19 – 44	0,52-2,4	Maraziotis 1987
	12-117	0,61-5,94	Karangelos 2004
Καρδιά	4- 34	1,04-3,2	Maraziotis 1987

Σχήματα Κεφαλαίου



Σχήμα 2-1: Κατηγοριοποίηση των ιχνοστοιχείων με βάση τη συμπεριφορά (Clarke 1992)

Κεφάλαιο 3

Μεθοδολογία και τεχνικές διαχωρισμού
δειγμάτων σε μορφή σκόνης

3.1 Εισαγωγή

Σε πολλές περιπτώσεις είναι αναγκαία η ανάλυση ενός υλικού σε μορφή σκόνης και το οποίο διατίθεται σε μεγάλη ποσότητα, για τον προσδιορισμό των φυσικών ή/και χημικών ιδιοτήτων του. Η ανάλυση τέτοιων μεγάλων ποσοτήτων υλικού μπορεί να μην είναι πρακτικά δυνατή, ή να απαιτεί πολύ μεγάλο χρονικό διάστημα και τεράστιο κόστος. Για το λόγο αυτό λαμβάνονται από τη συνολική ποσότητα πολύ μικρότερα δείγματα, συνήθως της τάξης των κιλών ή γραμμαρίων, ακολουθώντας τυποποιημένες διαδικασίες, έτσι ώστε αυτά να είναι αντιπροσωπευτικά της αρχικής ποσότητας.

Τα μικρότερα αυτά δείγματα οδηγούνται στο εργαστήριο για να αναλυθούν. Παρόλο που τα δείγματα αυτά έχουν περιορισμένη μάζα σε σχέση με την αρχική ποσότητα, πολλές φορές για τα δεδομένα του εργαστηρίου εξακολουθούν να αποτελούν μεγάλη ποσότητα. Τα δείγματα που συνήθως χειρίζεται ένα εργαστήριο είναι της τάξης των γραμμαρίων, οπότε απαιτείται η περαιτέρω υποδιαίρεση τους σε ακόμα μικρότερα δείγματα για να γίνουν οι αναλύσεις. Επίσης, αρκετές φορές απαιτείται η υποδιαίρεση των δειγμάτων που λαμβάνει ένα εργαστήριο για να γίνουν μετρήσεις επαναληψιμότητας ή ελέγχου της ομοιογένειας του δείγματος.

Η υποδιαίρεση των δειγμάτων στο εργαστήριο δεν γίνεται με τυχαίο τρόπο, αλλά ακολουθώντας τυποποιημένη μέθοδο, που θα εξασφαλίζει ότι τα μικρότερα δείγματα είναι αντιπροσωπευτικά του αρχικού δείγματος. Οι τυποποιημένες μέθοδοι διαχωρισμού μπορούν να υλοποιηθούν είτε με χρήση πολύ απλών εργαλείων είτε με την χρήση ειδικών συσκευών.

Στα πλαίσια της παρούσης Διπλωματικής Εργασίας (ΔΕ) μελετήθηκαν οι μέθοδοι διαχωρισμού δειγμάτων σε μορφή σκόνης στο εργαστήριο, για την πραγματοποίηση αναλύσεων κοκκομετρίας, ραδιολογικών χαρακτηριστικών και σταθερών στοιχείων. Επιλέχθηκε η καταλληλότερη μέθοδος για το διαχωρισμό δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας και κατασκευάστηκε απλή διάταξη για την εφαρμογή της. Η ΔΕ δεν ασχολήθηκε με το θέμα της δειγματοληψίας στο πεδίο, καθώς δεν πραγματοποιήθηκαν δειγματοληψίες αλλά αναλύθηκαν δείγματα που είχαν ήδη συλλεχθεί από το ΕΠΤ-ΕΜΠ. Για πληροφορίες σχετικά με τις τεχνικές

δειγματοληψίας κόνεων ο αναγνώστης παραπέμπεται στη βιβλιογραφία (Allen, 1997).

Σε αυτό το κεφάλαιο παρουσιάζονται οι κυριότερες τυποποιημένες μέθοδοι για το διαχωρισμό δειγμάτων σκόνης στο εργαστήριο. Παρουσιάζεται επίσης η μέθοδος που υιοθετήθηκε, η μηχανή που κατασκευάστηκε για τον σκοπό αυτό και όλα τα πειράματα διαχωρισμού που πραγματοποιήθηκαν.

3.2 Προκαταρκτικός έλεγχος και προφυλάξεις κατά τον διαχωρισμό υλικών σε μορφή σκόνης

Πριν από την επιλογή της κατάλληλης μεθόδου διαχωρισμού, είναι απαραίτητο να γίνεται ένας προκαταρκτικός έλεγχος της φυσικής και χημικής σύστασης της σκόνης που πρόκειται να διαχωριστεί. Αυτός ο έλεγχος θα δείξει αρχικά ποιες από τις μεθόδους διαχωρισμού είναι κατάλληλες για τη συγκεκριμένη σκόνη. Επιπλέον, θα υποδείξει τη λήψη των απαραίτητων προφυλάξεων, αν απαιτούνται, για τον χειρισμό της σκόνης.

Τα κυριότερα χαρακτηριστικά που πρέπει να εξεταστούν είναι τα εξής (BSI Standard BS 3406-1 1986):

Χημική αντιδραστικότητα και περιβαλλοντική μόλυνση

Η γνώση της χημικής φύσης της σκόνης είναι απαραίτητη για να εκτιμηθεί η πιθανή αντίδραση με το περιβάλλον και την επιφάνεια εργασίας. Σκόνες που αντιδρούν, απορροφούν ή μπορεί να επιδράσουν με κάποιο τρόπο με συνηθισμένα ατμοσφαιρικά συστατικά όπως το νερό το οξυγόνο ή το διοξείδιο του άνθρακα, πρέπει να υποδιαιρούνται με τέτοιο τρόπο ώστε να αποφευχθεί η επαφή τους με αυτά τα υλικά. Συγκεκριμένες σκόνες μπορεί να αντιδρούν με το υλικό της συσκευής ή τα εργαλεία που χρησιμοποιούμε για τον διαχωρισμό τους.

Ξένα σωματίδια

Είναι πιθανόν μέσα στην σκόνη να υπάρχουν ξένα σωματίδια όπως για παράδειγμα χαρτί, ξύλο, ίνες. Γι' αυτό πρέπει η σκόνη να ελέγχεται και αν είναι δυνατόν να απομακρύνονται αυτά τα ξένα σωματίδια

Μέγεθος σωματιδίου

Όταν η σκόνη περιέχει πολύ λεπτόκοκκα σωματίδια και μάλιστα σε πολύ μεγάλη ποσότητα χρειάζεται προσοχή ώστε να μην υπάρχει απώλεια των λεπτόκοκκων αυτών σωματιδίων κατά τη διάρκεια του διαχωρισμού. Η απώλεια λεπτόκοκκων σωματιδίων μπορεί να αποφευχθεί με την εκτέλεση του διαχωρισμού σε ένα κλειστό χώρο, ελεύθερο από ρεύματα αέρα. Η εμφάνιση σκόνης στα μέρη της συσκευής εκτός της ζώνης συλλογής δείχνει ότι συμβαίνει απώλεια λεπτόκοκκων σωματιδίων.

Ομοιομορφία και πυκνότητα

Το υλικό μπορεί να περιέχει σωματίδια με μεγάλες διαφορές πυκνότητας ή μεγέθους. Οι σκόνες χαμηλής πυκνότητας ή μεγέθους, ιδιαίτερα τα οργανικά υλικά, έχουν την τάση να σχηματίζουν χαλαρά συσσωματώματα και είναι ιδιαίτερα ευαίσθητα στην απώλεια λεπτόκοκκων από ρεύματα αέρα.

Υγρασία

Θα πρέπει να είναι γνωστά τα επίπεδα υγρασίας της σκόνης που διαχωρίζεται. Πολύ υψηλά επίπεδα υγρασίας μπορεί να προκαλούν συσσωματώματα και να δυσκολεύουν την διαδικασία υποδιαίρεσης. Επίσης ο καθορισμός υγρασίας είναι σημαντικός εάν τα υλικά είναι υγροσκοπικά.

Ηλεκτροστατικές ιδιότητες

Μερικές σκόνες μπορεί να αποκτούν στατικό ηλεκτρισμό κατά την διάρκεια διαχωρισμού και να προσκολλώνται στην συσκευή.

Μαγνητικές ιδιότητες

Οι μαγνητικές ιδιότητες των υλικών μπορεί να επηρεάσουν την διαδικασία διαχωρισμού εξαιτίας της έλξης των σωματιδίων μεταξύ τους ή με την συσκευή.

Φως

Μερικές σκόνες μπορεί να επηρεάζονται από το φως οπότε πρέπει η διαδικασία να γίνεται απουσία φωτός.

Θερμοκρασία

Η σύσταση ορισμένων κόνεων μπορεί να επηρεαστεί από την αλλαγή θερμοκρασίας οπότε πρέπει η διαδικασία διαχωρισμού να γίνεται στην ίδια θερμοκρασία στην οποία συνήθως αποθηκεύονται ή γίνονται αντικείμενο χειρισμού.

3.3 Κριτήρια επιλογής της μεθόδου διαχωρισμού

Αφού έχει γίνει ο προκαταρκτικός έλεγχος όπως περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο έχουμε καταλήξει στις μεθόδους που είναι κατάλληλες για τον διαχωρισμό της σκόνης που διαθέτουμε. Η τελική επιλογή της μεθόδου θα εξαρτηθεί κυρίως από τους παρακάτω παράγοντες (BS 3406-1, 1986):

- Την ομοιογένεια ή την τάση για διαχωρισμό της σκόνης
- Τα ροϊκά χαρακτηριστικά της σκόνης
- Την αποδεκτή ακρίβεια της υποδιαίρεσης

3.3.1 Ομοιογένεια

Ένα δείγμα που είναι ομοιογενές παρουσιάζει τα ίδια χαρακτηριστικά σε όλη την μάζα του. Επομένως αν επιλεχθεί τυχαία ποσότητα από αυτό θα είναι αντιπροσωπευτική και του αρχικού δείγματος. Αντίθετα ένα δείγμα που είναι ανομοιογενές παρουσιάζει διαφορές στα χαρακτηριστικά του σε διάφορες περιοχές της μάζας του. Από ένα τέτοιο δείγμα αν πάρουμε μικρότερη ποσότητα κατά τυχαίο τρόπο δεν θα είναι αντιπροσωπευτική του αρχικού δείγματος.

Τα δείγματα που λαμβάνονται στο εργαστήριο συνήθως δεν εκ των προτέρων γνωστό κατά πόσον είναι ομοιογενή, αφού αυτό είναι κάτι που θα εξακριβωθεί μόνο μετά από τις αναλύσεις που θα ακολουθήσουν. Γι' αυτό το λόγο όλα τα δείγματα που λαμβάνονται στο εργαστήριο πρέπει κατ' αρχήν να τα θεωρούνται ανομοιογενή και να εφαρμόζεται μία τυποποιημένη μέθοδος διαχωρισμού, έτσι ώστε η ποσότητα που λαμβάνεται για ανάλυση να είναι αντιπροσωπευτική. Μόνο εάν υπάρχουν πληροφορίες για την ομοιογένεια του δείγματος, όπως από προηγούμενες αναλύσεις

ή λόγω της μεθόδου συλλογής του, μπορεί να αποφεύγεται η εφαρμογή των μεθόδων διαχωρισμού.

3.3.2 Ροϊκά χαρακτηριστικά

Οι σκόνες με βάση τις ροϊκές τους ιδιότητες χωρίζονται σε τρεις κατηγορίες:

- Ελεύθερα ρέουσες
- Μη ελεύθερα ρέουσες
- Μη ρέουσες

Η κατηγοριοποίηση των κόνεων γίνεται συνήθως ακολουθώντας μία τυποποιημένη πρακτική μέθοδο. Μια απλή δοκιμή προκειμένου να ελεγχθούν οι ροϊκές ιδιότητες ενός υλικού σε σκόνη μπορεί να πραγματοποιηθεί χρησιμοποιώντας ένα χωνί κωνικότητας 60° που έχει άνοιγμα με διάμετρο 10 mm (BSI Standard BS 3406-1 1986). Μια ελεύθερα ρέουσα σκόνη θα τρέξει τελείως από το χωνί σε σχετικά μικρό χρόνο, χωρίς να αφήνει υπολείμματα που προσκολλώνται στα πλευρά του χωνιού. Μια μη ελεύθερα ρέουσα σκόνη δεν θα ρέει εύκολα από το χωνί εκτός και αν βοηθηθεί, για παράδειγμα με δόνηση, ή θα ρέει αργά αλλά θα αφήνει υπολείμματα που θα προσκολλώνται στις πλευρές του χωνιού. Μια μη ρέουσα σκόνη δεν θα ρέει σχεδόν καθόλου από το χωνί.

Επισημαίνεται ότι, μερικές ελεύθερα ρέουσες σκόνες μπορεί να γίνουν μη ελεύθερα ρέουσες σκόνες ή ακόμη και μη ρέουσες όταν για παράδειγμα το επίπεδο της υγρασίας τους είναι υψηλό.

3.3.3 Ακρίβεια της υποδιαίρεσης

Μια ιδανική μέθοδος διαχωρισμού υποδιαιρεί το αρχικό δείγμα σε μικρότερα, κάθε ένα από τα οποία έχει ακριβώς τις ίδιες ιδιότητες με το σύνολο. Στην πράξη καμιά μέθοδος δεν μπορεί να διαχωρίσει ένα δείγμα κατά απόλυτα αντιπροσωπευτικό τρόπο, με αποτέλεσμα οι ιδιότητες των υποδιαίρεσεων να διαφέρουν λιγότερο ή περισσότερο από τις ιδιότητες του συνόλου.

Κάθε μέθοδος διαχωρισμού επιτυγχάνει σε μικρότερο ή μεγαλύτερο βαθμό να αναπαράγει αντιπροσωπευτικά τη σύσταση του αρχικού δείγματος. Ο Πίνακας 3-1

παρουσιάζει τα αποτελέσματα πειράματος από τη βιβλιογραφία, όπου συγκρίνονται διάφορες μέθοδοι υποδιαίρεσης (Allen, 1997). Κατά το πείραμα αυτό πραγματοποιήθηκε υποδιαίρεση μείγματος δύο διαφορετικών ειδών άμμου, σε αναλογία 60:40, και υπολογίστηκε η τυπική απόκλιση της αναλογίας των δύο ειδών στα δείγματα που προέκυψαν. Διαπιστώνεται από τον πίνακα ότι η μέθοδος του περιστροφικού διαχωριστή έχει σημαντικά καλύτερα αποτελέσματα από όλες τις άλλες μεθόδους.

Στη βιβλιογραφία απαντώνται συγκριτικές μελέτες των μεθόδων διαχωρισμού για διάφορα είδη δειγμάτων, με βάση τις οποίες μπορεί να γίνει η επιλογή της μεθόδου ανάλογα με την επιθυμητή ακρίβεια διαχωρισμού. Μια πλήρης μελέτη της επίδραση του διαχωρισμού στα αποτελέσματα των αναλύσεων μπορεί να πραγματοποιηθεί με βάση τη θεωρία δειγματοληψίας Gy, η έκταση της οποίας ξεφεύγει από τα όρια της παρούσης εργασίας (Schumacher 1990, Gerlach 2002).

3.4 Μέθοδοι υποδιαίρεσης ενός εργαστηριακού δείγματος

3.4.1 Γενικά

Σε αυτή την παράγραφο παρουσιάζονται τέσσερις από τις κυριότερες μεθόδους υποδιαίρεσης ενός εργαστηριακού δείγματος:

- Μέθοδος φτυαρίσματος (scoop sampling)
- Μέθοδος του κώνου και της υποδιαίρεσης στα τέσσερα (cone and quartering)
- Μέθοδος του κεκλιμένου αγωγού ανάμιξης (Chute Riffing)
- Μέθοδος του περιστροφικού διαχωρισμού (Rotary sampling)

Στις παραγράφους που ακολουθούν δίνεται μια σύντομη περιγραφή της διαδικασίας και των εργαλείων που απαιτούνται για την υλοποίηση της κάθε μεθόδου. Αναλυτικές περιγραφές των μεθόδων δίνονται στη βιβλιογραφία (BSI Standard BS 3406-1 1986, Allen 1997)

3.4.2 Μέθοδος φτυαρίσματος

3.4.2.1 Γενικά

Η μέθοδος του φτυαρίσματος είναι η πιο απλή και η πιο οικονομική από τις τέσσερις μεθόδους που παρουσιάζονται. Έχει όμως και την μικρότερη ακρίβεια από τις υπόλοιπες μεθόδους.

3.4.2.2 Εργαλεία της μεθόδου

Τα εργαλεία που απαιτούνται για την υλοποίηση της μεθόδου είναι τα παρακάτω:

- Φύλλα από αδιαπέραστο υλικό όπως για παράδειγμα στιλβωμένο ατσάλι ή στιλβωμένο χαρτί. Το υλικό που θα επιλεγεί δεν πρέπει να αντιδρά με το δείγμα.
- Επίπεδης βάσης φτυάρια με κάθετες πλευρές και γωνίες από κατάλληλο υλικό, όπως για παράδειγμα ανοξείδωτο ατσάλι ή κατάλληλο πλαστικό με μια αιχμηρή άκρη για τη συλλογή του δείγματος από την επιφάνεια του φύλλου.
- Δοχεία ικανού όγκου ώστε το υλικό που δειγματίζεται να καταλαμβάνει μεταξύ 1/3 και 2/3 του όγκου, με αεροστεγές κλείσιμο.
- Κουτάλια ή σπάτουλες που μπορούν να περάσουν μέσα από τον λαιμό του δοχείου που περιέχει το δείγμα.

3.4.2.3 Διαδικασία

Η διαδικασία εφαρμογής της μεθόδου παρουσιάζεται στο Σχήμα 3-1. Το αρχικό δείγμα αναδεύεται και αδειάζει στο αδιαπέραστο φύλλο σχηματίζοντας ένα σωρό. Με μία σπάτουλα γίνεται αρχικά ο σωρός ευθύγραμμος και μετά επίπεδο. Λαμβάνεται ένα πλήθος από γεμάτα φτυάρια τυχαία και τα ενωποιούνται. Πρέπει να λαμβάνεται ιδιαίτερη προσοχή ώστε σε κάθε φτυαριά να αφαιρείται ολόκληρη η ποσότητα. Για το λόγο αυτό το φτυάρι πρέπει να είναι σε συνεχή επαφή με την επιφάνεια του φύλλου. Λαμβάνεται ένα ελάχιστο των 10 φτυαρισμάτων. Εάν είναι επιθυμητή η παραγωγή μικρότερων δειγμάτων αναμιγνύεται η ποσότητα που έχει προηγουμένως αφαιρεθεί και εν συνεχεία επαναλαμβάνεται η διαδικασία με μικρότερο αυτή την φορά φτυάρι.

3.4.3 Μέθοδος του κώνου και της υποδιαίρεσης στα τέσσερα

3.4.3.1 Γενικά

Η μέθοδος του κώνου και της υποδιαίρεσης στα τέσσερα είναι και αυτή πολύ απλή στην υλοποίηση της και οικονομική. Έχει και αυτή μικρή ακρίβεια, καλύτερη όμως από αυτή της προηγούμενης μεθόδου.

3.4.3.2 Εργαλεία της μεθόδου

Τα εργαλεία που απαιτούνται για την υλοποίηση της μεθόδου είναι τα παρακάτω:

- Φύλλα από αδιαπέραστο υλικό όπως για παράδειγμα στιλβωμένο ατσάλι ή στιλβωμένο χαρτί. Το υλικό που θα επιλεγεί δεν πρέπει να αντιδρά με το δείγμα.
- Επίπεδης βάσης φτυάρια με κάθετες πλευρές και γωνίες διαφόρων μεγεθών και κατασκευασμένα από κατάλληλο υλικό όπως για παράδειγμα ανοξείδωτο ατσάλι ή κατάλληλο πλαστικό με μια αιχμηρή άκρη για να μαζεύουμε το δείγμα από την επιφάνεια του φύλλου.
- Συσσκευή διαχωρισμού στα τέσσερα: Ένα λεπτός μεταλλικός ή ξύλινος σταυρός, ο οποίος αποτελείται από 4 λεπίδες, προσαρμοσμένες στο κέντρο σε ορθές γωνίες. Οι λεπίδες πρέπει να είναι τουλάχιστον τόσο βαθιές όσο το μέγιστο ύψος του κώνου από σκόνη. Ανάλογα με την ποσότητα που διαχωρίζεται μπορεί να απαιτείται η κατασκευή διαφορετικού μεγέθους σταυρών.

3.4.3.3 Διαδικασία

Η διαδικασία παρουσιάζεται Σχήμα 3-2. Η σκόνη τοποθετείται σε ένα σωρό (Α) πάνω στο φύλλο από το αδιαπέραστο υλικό. Σχηματίζεται ένας κώνος σκόνης (Β) από ολόκληρο το σωρό αδειάζοντας γεμάτα φτυάρια από σκόνη στο κέντρο κάθε φορά, έτσι ώστε να ρέει ομαλά στα πλευρά του κώνου. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία δύο φορές (C, D). Εν συνεχεία, ο κώνος γίνεται πεπλατυσμένος με το πίσω μέρος του φτυαριού. Ο πεπλατυσμένος σωρός (Ε) πρέπει να είναι ομοιόμορφου πάχους και διαμέτρου, με κέντρο που συμπίπτει με αυτό του αρχικού κώνου. Στη συνέχεια, η συσκευή χωρισμού στα τέσσερα πιέζεται ελαφρά στο κέντρο του πεπλατυσμένου σωρού (F). Αφαιρούνται τα δύο αντίθετα τέταρτα και καθαρίζονται οι περιοχές που τα περιείχαν χωρίς να μετακινηθεί ο σταυρός. Απομακρύνεται ο σταυρός,

ανακατεύονται τα δύο εναπομείναντα τέταρτα και επαναλαμβάνεται η διαδικασία μέχρι το επιθυμητό μέγεθος δείγματος.

3.4.4 Μέθοδος του κεκλιμένου αγωγού ανάμιξης

3.4.4.1 Γενικά

Η μέθοδος του κεκλιμένου αγωγού ανακατέματος είναι πιο σύνθετη από τις δύο προηγούμενες μεθόδους αφού για την υλοποίηση της απαιτείται η χρήση μιας συσκευής. Επιτυγχάνεται όμως πολύ καλύτερη ακρίβεια από τις δύο προηγούμενες μεθόδους.

3.4.4.2 Συσκευή και εργαλεία της μεθόδου

Τα εργαλεία και η συσκευή που απαιτούνται για την υλοποίηση της μεθόδου, τα οποία παρουσιάζονται στο Σχήμα 3-3, είναι τα παρακάτω:

- Μεταλλικές χοάνες, που είναι τοποθετημένες πάνω από μια σειρά από μεταλλικά ισομεγέθη διαμερίσματα, τα οποία είναι διαδοχικά τοποθετημένα έτσι ώστε να τροφοδοτούν με σκόνη εναλλάξ, δύο δοχεία συλλογής σκόνης που είναι τοποθετημένα κάτω από τα διαμερίσματα. Το πλάτος κάθε διαμερίσματος (διάσταση A) δεν θα πρέπει γενικά να είναι μικρότερο από 4 φορές το μέγιστο μέγεθος σωματιδίων της σκόνης. Πλάτη μεταξύ 5 mm και 15 mm είναι κατάλληλα για τις περισσότερες σκόνες. Η γωνία της κλίσης πρέπει να είναι τέτοια ώστε να επιτρέπει την ελεύθερη πτώση λόγω βαρύτητας της σκόνης διαμέσου της συσκευής. Τα υλικά κατασκευής δεν πρέπει να διαβρώνονται ή να αντιδρούν με την σκόνη.
- Δύο δοχεία συλλογής μέσα στα οποία οδηγείται το υλικό όταν πέφτει απευθείας. Τα δοχεία μπορεί να είναι καλυμμένα για να αποφευχθεί η απώλεια σκόνης από το δείγμα.
- Τρίτο δοχείο ή φτυάρι που περιέχει την σκόνη που θα διαχωριστεί, ίδιου πλάτους όπως η κορυφή του χωνιού.

3.4.4.3 Διαδικασία

Τοποθετούνται τα δύο δοχεία συλλογής στην συσκευή. Φορτώνεται το τρίτο δοχείο με την καλά αναμιγμένη σκόνη, την οποία κατανέμεται ομοιόμορφα κατά μήκος του

δοχείου. Το δοχείο με τη σκόνη τοποθετείται με την μπροστινή του άκρη στην κορυφή του χείλους του χωνιού. Στη συνέχεια αδειάζει αργά, έτσι ώστε η σκόνη να ρέει ομοιόμορφα σε όλα τα διαμερίσματα και μετά μέσα στα δοχεία συλλογής. Το δείγμα έτσι χωρίζεται σε δύο μέρη. Αφαιρείται η ποσότητα από το ένα δοχείο συλλογής. Ανακατεύεται η ποσότητα στο άλλο δοχείο και επαναλαμβάνεται η διαδικασία με αυτή την ποσότητα, μέχρι να επιτευχθεί το επιθυμητό μέγεθος του δείγματος.

3.4.5 Μέθοδος του περιστροφικού διαχωρισμού

3.4.5.1 Γενικά

Η μέθοδος του περιστροφικού διαχωρισμού είναι η πιο σύνθετη μέθοδος, διότι απαιτεί όχι μόνο την χρήση συσκευής, αλλά επιπλέον η συσκευή διαθέτει και μηχανικά περιστρεφόμενα μέρη. Είναι η πιο ακριβής μέθοδος διαχωρισμού. Η μέθοδος αυτή στηρίζεται στην λήψη δειγμάτων από περιστρεφόμενους συλλέκτες κατά την ροή ενός υλικού σε τακτά χρονικά διαστήματα. Υπάρχουν διάφορες παραλλαγές αυτής της μεθόδου, οι σημαντικότερες από τις οποίες παρουσιάζονται συνοπτικά παρακάτω.

3.4.5.2 Περιστροφικός διαχωριστής ολικής ροής τύπου 1

Ο παραπάνω διαχωριστής (**Whole stream rotary sample divider type 1**) παρουσιάζεται στο Σχήμα 3-4. Το αρχικό δείγμα περιέχεται σε ένα χωνί μαζικής ροής που τροφοδοτεί με υλικό ένα δονούμενο κεκλιμένο διάδρομο και καταλήγει σε ένα περιστρεφόμενο δίσκο. Ο δίσκος περιέχει ένα πλήθος πανομοιοτήτων συλλεκτών τοποθετημένων σε ομοιόμορφους γωνιακούς τομείς οι οποίοι έχουν μεταξύ τους διαχωριστικά με αιχμηρές άκρες. Τυπικά το χωνί είναι χωρητικότητας 1lt και ο δίσκος περιέχει 16 συλλέκτες. Η όλη συσκευή πρέπει να καλύπτεται για να αποφεύγεται απώλεια σωματιδίων. Τυπικές ταχύτητες περιστροφής είναι 10 rpm και 20 rpm.

3.4.5.3 Περιστροφικός διαχωριστής ολικής ροής τύπου 2

Ο παραπάνω διαχωριστής (**Whole stream rotary sample divider type 2**) παρουσιάζεται στο Σχήμα 3-5. Το εργαστηριακό δείγμα τοποθετείται σε ένα κωνικό

χωνί και ρέει μέσα από ένα στόμιο σε ένα περιστρεφόμενο δίσκο που είναι ελαφρώς κωνικός. Ένα ακτινικό κανάλι δημιουργείται στον δίσκο και εκτείνεται από το κέντρο προς την περιφέρεια. Ο σκοπός είναι το υλικό που θα πέφτει στον δίσκο να μεταφέρεται κατά μήκος του καναλιού καθώς ο δίσκος θα περιστρέφεται και να αδειάζει σε ένα πλήθος διαμερισμάτων που είναι τοποθετημένα σε σταθερή βάση. Για να ρέει η σκόνη κατά μήκος του καναλιού είναι απαραίτητο ο περιστρεφόμενος δίσκος να περιστρέφεται με μία αρκετά υψηλή ταχύτητα, έως και 150 rpm. Τυπικά το χωνί είναι χωρητικότητας 0,5 lt και αποτελείται από 10 συλλέκτες.

3.4.6 Δειγματοληψία χωρισμένης ροής

Όπως με την δειγματοληψία ολικής ροής, η αρχή λειτουργίας για την δειγματοληψία χωρισμένης ροής (**Divided stream sampling**) είναι η συλλογή του δείγματος από μια ροή υλικού που πέφτει σε διαδοχικούς συλλέκτες. Η διαφορά βρίσκεται στο ότι η ροή του δείγματος είναι μια από ένα πλήθος επιμέρους ροών στις οποίες η κύρια ροή υποδιαιρείται με τη βοήθεια του διανομέα. Αυτή η συσκευή είναι συνήθως ένας κώνος, γύρω από τον οποίο το υλικό διανέμεται ομοιόμορφα, ώστε να πέφτει από την περιφέρειά του σαν ένα συνεχόμενο παραπέτασμα σωματιδίων (Σχήμα 3-6). Το δείγμα που συλλέγεται σε ένα συγκεκριμένο αποδέκτη συντίθεται από προσθήκες που δημιουργούνται από συστηματική δειγματοληψία ενός μεγαλύτερου αριθμού ροών (επιμέρους ροές) που δημιουργούνται από τον διαχωρισμό της κύριας ροής.

3.4.7 Δειγματοληψία χωρισμένης ροής με περιστροφικό διαχωριστή

Ο παραπάνω διαχωριστής (**Divided stream rotary sample divider**) παρουσιάζεται στο Σχήμα 3-7. Το αρχικό δείγμα περιέχεται σε ένα κανονικό χωνί και τροφοδοτείται μέσα από ένα προσαρμοζόμενο στόμιο σε ένα κανονικό διανομέα. Το υλικό που πέφτει από το διανομέα ανακόπτεται από ένα πλήθος κόλινων αποδεκτών, τοποθετημένων σε τομείς πάνω σε ένα περιστρεφόμενο δίσκο. Τυπικά το χωνί είναι χωρητικότητας 2 lt και ο περιστρεφόμενος δίσκος φέρει 6 αποδέκτες. Μια τυπική ταχύτητα περιστροφής είναι 50 rpm.

3.5 Συνιστώμενες μέθοδοι υποδειγματοληψίας

Με βάση τα κριτήρια επιλογής που αναφέρονται στην παράγραφο 3.3 οι συνιστώμενες μέθοδοι υποδειγματοληψίας (BS 3406-1/1986) για κάθε είδος σκόνης παρουσιάζονται παρακάτω.

3.5.1 Ελεύθερα ρέουσες σκόνες

Οι ελεύθερα ρέουσες σκόνες δείχνουν μεγαλύτερη τάση για διαχωρισμό από ότι η μη ελεύθερα ρέουσες σκόνες. Η μέθοδος της περιστροφικής δειγματοληψίας (rotary sampling) είναι η πρώτη επιλογή με την μέθοδο της ανάμιξης με κεκλιμένο αγωγό (chute riffing) ως δεύτερη επιλογή.

Όταν μια ελεύθερα ρέουσα σκόνη τοποθετείται σε σωρό, τα μεγαλύτερου μεγέθους σωματίδια έχουν την τάση να ρέουν προς την εξωτερική πλευρά, ενώ τα μικρής διαμέτρου σωματίδια εύκολα προσκολλώνται στις επιφάνειες εργασίας. Η κατανομή μεγέθους της σκόνης αλλοιώνεται με τον τρόπο αυτό, γεγονός που μπορεί να οδηγήσει σε μη αντιπροσωπευτική δειγματοληψία. Για το λόγο αυτό οι μέθοδοι φτυαρίσματος και κώνου πρέπει να αποφεύγονται για ελεύθερα ρέουσες σκόνες.

3.5.2 Μη ελεύθερα ρέουσες σκόνες

Η μέθοδος του κώνου (cone and quartering) είναι η πρώτη επιλογή. Αν η σκόνη μπορεί να ανακατευθεί διεξοδικά έτσι ώστε να γίνει ομογενής, η μέθοδος του φτυαρίσματος (scoop sampling) θα δώσει επίσης ακριβείς υποδιαιρέσεις.

Η περιστροφική μέθοδος (rotary sampling) μπορεί να χρησιμοποιηθεί εάν η σκόνη μπορεί να μετατραπεί σε ρέουσα για παράδειγμα με την εφαρμογή δόνησης αλλά πρέπει να λαμβάνουμε υπόψη την πιθανότητα λανθασμένης δειγματοληψίας από την συγκράτηση των λεπτόκοκκων σωματιδίων της σκόνης που προσκολλώνται στην συσκευή.

3.5.3 Μη ρέουσες σκόνες

Η μέθοδος του κώνου (cone and quartering) είναι η πρώτη επιλογή. Αν η σκόνη μπορεί να αναμιχθεί ώστε να θεωρηθεί ομοιογενής, η μέθοδος του φτυαριού (scoop sampling) θα δώσει επίσης ακριβείς υποδιαιρέσεις. Ο περιστροφικός διαχωρισμός και το ανακάτεμα με κεκλιμένο αγωγό δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν.

3.6 Μέθοδος διαχωρισμού για δείγμα τέφρας

Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία αναλύθηκαν κυρίως δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας, τα οποία συλλέχθηκαν σε μεγάλη ποσότητα στο πεδίο. Για την ανάλυση των δειγμάτων στο εργαστήριο απαιτήθηκε ο διαχωρισμός τους σε αντιπροσωπευτικά δείγματα.

Οι τέφρες ανήκουν στην κατηγορία των ελεύθερα ρέουσων κόνεων, οπότε η καλύτερη μέθοδος για να διαχωριστούν είναι του περιστρεφόμενου διαχωριστή, όπως έχει αναλυθεί στις προηγούμενες παραγράφους. Για το διαχωρισμό των δειγμάτων στα πλαίσια της παρούσης εργασίας υιοθετήθηκε η μέθοδος αυτή. Για την εφαρμογή της μεθόδου κατασκευάστηκε μια απλή αυτοσχέδια μηχανή περιστροφικού διαχωριστή.

3.7 Μηχανή περιστροφικού διαχωριστή

Η μηχανή, η οποία παρουσιάζεται στο Σχήμα 3-8, κατασκευάστηκε ώστε από ένα αρχικό μεγάλο δείγμα ρέουσας σκόνης όπως οι τέφρες να μπορεί να γίνει διαχωρισμός σε επιμέρους αντιπροσωπευτικά δείγματα που θα χρησιμοποιηθούν για περαιτέρω αναλύσεις. Η μηχανή αυτή μπορεί να διαχωρίσει δείγματα συνολικής αρχικής ποσότητας μέχρι 1 kg. Με τοποθέτηση μεγαλύτερων συλλεκτών η συσκευή μπορεί να διαχωρίσει και μεγαλύτερης ποσότητας δείγματα.

3.7.1 Τμήματα μηχανής

Η μηχανή αυτή αποτελείται από τα παρακάτω τμήματα:

- Ηλεκτροκινητήρας με ρυθμιζόμενες στροφές.

- Ξύλινος δίσκος που φέρει γυάλινο υποδοχέα, ο οποίος είναι χωρισμένος σε τέσσερα ίσα τμήματα.
- Μεταλλική βάση για να τοποθετείται το χωνί με το οποίο γίνεται η τροφοδότηση του υποδοχέα.
- Γυάλινο χωνί για την τροφοδοσία, όγκου 0.5 L περίπου.
- Χωρίσματα γωνίας 45 μοιρών από φύλλο αλουμινίου. Τα χωρίσματα αυτά τοποθετούνται μεταξύ των επιμέρους τμημάτων του γυάλινου υποδοχέα για να διευκολύνουν την σκόνη να ρέει στο εσωτερικό του και να έχουμε όσο το δυνατόν μικρότερες απώλειες.
- Μεταλλική βάση πάνω στην οποία βρίσκεται όλη η κατασκευή.

3.7.2 Διαδικασία λειτουργίας της μηχανής

Η διαδικασία λειτουργίας της συσκευής είναι απλή και περιγράφεται στα παρακάτω βήματα:

- Στα επιμέρους τμήματα του γυάλινου υποδοχέα, τοποθετούνται τετράγωνα λεία φύλλα από χαρτί, τα οποία θα βοηθήσουν τη συλλογή του υλικού από κάθε τμήμα. Τα φύλλα αυτά από χαρτί στηρίζονται με τα χωρίσματα γωνίας 45° για αποφυγή της μετακίνησής τους.
- Στηρίζεται το γυάλινο χωνί στην μεταλλική βάση. Η διάμετρος του χωνιού εξαρτάται από την ποσότητα που θα διαχωρισθεί. Για μικρή ποσότητα χρειάζεται μικρή διάμετρος για να έχουμε κατάλληλες ταχύτητες ροής, ώστε να προλαβαίνει ο δίσκος να περιστρέφεται αρκετές φορές και να λαμβάνονται αντιπροσωπευτικά δείγματα.
- Επιλέγεται η ταχύτητα περιστροφής. Συνήθως οι ταχύτητες περιστροφής κυμαίνονται από 15-20 rpm. Η ταχύτητα περιστροφής του ηλεκτροκινητήρα που διατίθεται ρυθμίζεται αναλογικά έως τις 30 rpm. Γενικά πρέπει να γίνεται προσπάθεια ο δίσκος να περιστρέφεται αρκετές φορές έτσι ώστε το υλικό που συλλέγεται σε κάθε υποδοχέα να είναι αποτέλεσμα σταδιακής προσαγωγής του αρχικού υλικού και να επιτυγχάνεται καλύτερος διαχωρισμός των δειγμάτων (BS 3406-1/1986).

- Αφού έχουν γίνει όλα τα παραπάνω ο κινητήρας τίθεται σε λειτουργία με την ταχύτητα που έχει επιλεγεί και αρχίζει να πέφτει η ποσότητα που θα διαχωρισθεί στο χωνί (Σχήμα 3-9). Η ποσότητα ρέει μέσα από το χωνί και συλλέγεται στα 4 επιμέρους τμήματα του γυάλινου υποδοχέα (Σχήμα 3-10). Σε περίπτωση που η ροή στο χωνί δεν κρίνεται ικανοποιητική συνίσταται η χρήση δόνησης στο χωνί. Αυτό μπορεί να γίνει είτε κτυπώντας το χωνί με το χέρι ή με ένα ξύλο, είτε με την χρήση κατάλληλου δονητή.
- Όταν τελειώσει η ποσότητα που θα διαχωρισθεί, συλλέγονται τα δείγματα από τα τμήματα του γυάλινου υποδοχέα.

Τα δείγματα που παράγονται με τη μέθοδο αυτή δεν θα έχουν το ίδιο βάρος αφού αυτό εξαρτάται από ποιο τμήμα αρχίζει και τελειώνει η διαδικασία. Συνήθως δεν είναι απαραίτητο να παράγονται ισοβαρή δείγματα, αλλά αντιπροσωπευτικά, κάτι που επιτυγχάνεται.

Σε περίπτωση που απαιτείται να παράγονται ισοβαρή δείγματα, μετά το διαχωρισμό ακολουθείται η παρακάτω διαδικασία για κάθε επιμέρους δείγμα:

- Λαμβάνεται το δείγμα το οποίο τοποθετείται σε ένα δοχείο ώστε να καταλαμβάνει μεταξύ 1/3 και 2/3 του όγκου του δοχείου.
- Κλείνει το δοχείο με αεροστεγές καπάκι και γίνεται καλή ανάμιξη.
- Ανοίγει το καπάκι και αφαιρείται όση ποσότητα απαιτείται ώστε το δείγμα να έχει το επιθυμητό βάρος (BSI Standard BS 3406-1 1986). Επισημαίνεται ότι η ποσότητα που θα αφαιρεθεί πρέπει να είναι πολύ μικρή σε σχέση με την αρχική ποσότητα έτσι ώστε να μην αλλοιώνει την σύσταση του δείγματος.
- Τα δείγματα τώρα είναι έτοιμα να χρησιμοποιηθούν για περαιτέρω αναλύσεις.

3.8 Πειράματα διαχωρισμού στα πλαίσια της ΔΕ

Σε αυτή την παράγραφο θα παρουσιαστούν όλοι τα πειράματα διαχωρισμού δειγμάτων που πραγματοποιήθηκαν με χρήση της μηχανής που περιγράφηκε, για την λήψη αντιπροσωπευτικών δειγμάτων από μεγαλύτερες ποσότητες δειγμάτων. Οι διαχωρισμοί αυτοί έγιναν με σκοπό την παραγωγή δειγμάτων για αναλύσεις

κοκκομετρίας. Οι αναλύσεις κοκκομετρίας πραγματοποιήθηκαν με κατάλληλη συσκευή και περιγράφονται σε επόμενο κεφάλαιο.

1^ο Πείραμα Διαχωρισμού

Στην υποδιαίρεση αυτή χρησιμοποιήθηκε άμμος θαλάσσης. Διαπιστώθηκε ότι η άμμος περιείχε σημαντική ποσότητα υγρασίας, με αποτέλεσμα να μη ρέει ελεύθερα. Για το λόγο αυτό, πριν το διαχωρισμό ξηράθηκε σε κλίβανο σε θερμοκρασία 125°. Ελήφθη ποσότητα 2,5 kg η οποία διαχωρίστηκε με τον περιστροφικό διαχωριστή. Στην συνέχεια με την διαδικασία που περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο σχηματίστηκαν 4 αντιπροσωπευτικά δείγματα του ίδιου βάρους (502 g) αφαιρώντας μικρή ποσότητα άμμου από κάθε επιμέρους δείγμα που ελήφθη από τους συλλέκτες. Τα δείγματα αυτά χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διαδικασία διερεύνησης της λειτουργίας της μηχανής κοκκομετρικής ανάλυσης και για τον προσδιορισμό των βέλτιστων παραμέτρων λειτουργίας της, στις δοκιμές καλής λειτουργίας της συσκευής ανάλυσης κοκκομετρίας.

2^ο Πείραμα διαχωρισμού

Στην υποδιαίρεση αυτή χρησιμοποιήθηκε άμμος θαλάσσης η οποία επεξεργάστηκε όπως και προηγουμένως για να αφαιρεθεί η υγρασία που περιείχε. Ελήφθη ποσότητα 1,8 kg η οποία διαχωρίστηκε με τον περιστροφικό διαχωριστή. Στην συνέχεια με την διαδικασία που περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο σχηματίστηκαν 4 αντιπροσωπευτικά δείγματα του ίδιου βάρους (350 g) αφαιρώντας μικρή ποσότητα άμμου από κάθε επιμέρους δείγμα που πήραμε από τους συλλέκτες. Τα δείγματα αυτά χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διαδικασία διερεύνησης της λειτουργίας της μηχανής κοκκομετρικής ανάλυσης και για τον προσδιορισμό των βέλτιστων παραμέτρων λειτουργίας της, στις δοκιμές επαναληψιμότητας της διαδικασίας κοσκινίσματος.

3^ο Πείραμα Διαχωρισμού

Στην υποδιαίρεση αυτή χρησιμοποιήθηκε Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης, η οποία περιγράφεται στην Παράγραφο 2.6.1. Ελήφθη ποσότητα 1 kg από το δοχείο που βρισκόταν, αφού είχε προηγηθεί η καλύτερη δυνατή μηχανική ανάδευση του δοχείου.

Με την χρήση του περιστροφικού διαχωριστή η τέφρα διαιρέθηκε σε τέσσερα επιμέρους δείγματα. Ακολούθως με την διαδικασία που περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο σχηματίστηκαν τέσσερα αντιπροσωπευτικά δείγματα του ίδιου βάρους (200,1 g) αφαιρώντας μικρή ποσότητα τέφρας από κάθε επιμέρους δείγμα που ελήφθησαν από τους συλλέκτες. Τα δείγματα αυτά χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διαδικασία διερεύνησης της λειτουργίας της μηχανής κοκκομετρικής ανάλυσης και για τον προσδιορισμό των βέλτιστων παραμέτρων λειτουργίας της, στις δοκιμές αρχικού χρόνου κοσκινίσματος.

4^ο Πείραμα Διαχωρισμού

Στην υποδιαίρεση αυτή χρησιμοποιήθηκε Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης. Ελήφθη ποσότητα 1 kg από το δοχείο που βρισκόταν, αφού προηγουμένως έγινε πολύ καλή ανάδευση του δοχείου. Με την χρήση του περιστροφικού διαχωριστή διαιρέθηκε σε 4 επιμέρους δείγματα. Ακολούθως με την διαδικασία που περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο σχηματίστηκαν 4 αντιπροσωπευτικά δείγματα του ίδιου βάρους (200 g) αφαιρώντας μικρή ποσότητα τέφρας από κάθε επιμέρους δείγμα που ελήφθησαν από τους συλλέκτες. Τα δείγματα αυτά χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διαδικασία διερεύνησης της λειτουργίας της μηχανής κοκκομετρικής ανάλυσης και για τον προσδιορισμό των βέλτιστων παραμέτρων λειτουργίας της, στις δοκιμές πλάτους κοσκινίσματος.

5^ο Πείραμα Διαχωρισμού

Στην υποδιαίρεση αυτή χρησιμοποιήθηκε Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης. Ελήφθη ποσότητα 1 kg από το δοχείο που βρισκόταν, αφού προηγουμένως έγινε πολύ καλή ανάδευση του δοχείου. Με την χρήση του περιστροφικού διαχωριστή διαιρέθηκε σε 4 επιμέρους δείγματα. Ακολούθως με την διαδικασία που περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο σχηματίστηκαν 4 αντιπροσωπευτικά δείγματα του ίδιου βάρους (200 g) αφαιρώντας μικρή ποσότητα τέφρας από κάθε επιμέρους δείγμα που ελήφθησαν από τους συλλέκτες. Τα δείγματα αυτά χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διαδικασία διερεύνησης της λειτουργίας της μηχανής κοκκομετρικής ανάλυσης και για τον προσδιορισμό των βέλτιστων παραμέτρων λειτουργίας της, στις δοκιμές επιτάχυνσης κοσκινίσματος.

6^ο Πείραμα Διαχωρισμού

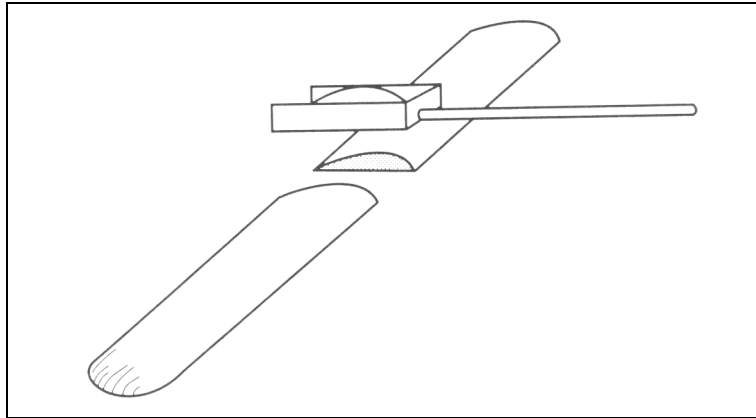
Στην υποδιαίρεση αυτή χρησιμοποιήθηκε Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης. Ελήφθη ποσότητα 1 kg από το δοχείο που βρισκόταν, αφού προηγουμένως έγινε πολύ καλή ανάδευση του δοχείου. Με την χρήση του περιστροφικού διαχωριστή διαιρέθηκε σε 4 επιμέρους δείγματα. Ακολούθως με την διαδικασία που περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο σχηματίστηκαν 4 αντιπροσωπευτικά δείγματα του ίδιου βάρους (200 g) αφαιρώντας μικρή ποσότητα τέφρας από κάθε επιμέρους δείγμα που ελήφθησαν από τους συλλέκτες. Τα δείγματα αυτά χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διαδικασία διερεύνησης της λειτουργίας της μηχανής κοκκομετρικής ανάλυσης και για τον προσδιορισμό των βέλτιστων παραμέτρων λειτουργίας της, στις δοκιμές διακοπτόμενου κοσκινίσματος.

Πίνακες Κεφαλαίου

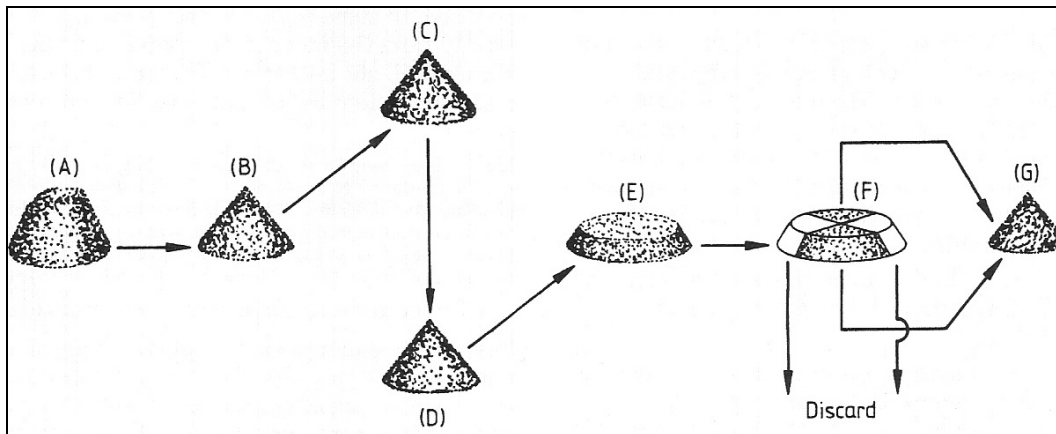
Πίνακας 3-1: Σύγκριση μεθόδων διαχωρισμού δείγματος με πρότυπο δείγμα άμμου (Allen 1997)

<i>Τεχνική διαχωρισμού</i>	<i>Τυπική απόκλιση (%)</i>
Κώνου και της υποδιαίρεσης στα τέσσερα	6.81
Φτυαρίσματος	5.14
Κεκλιμένου αγωγού ανάμιξης	1.01
Περιστροφικού διαχωριστή	0.146

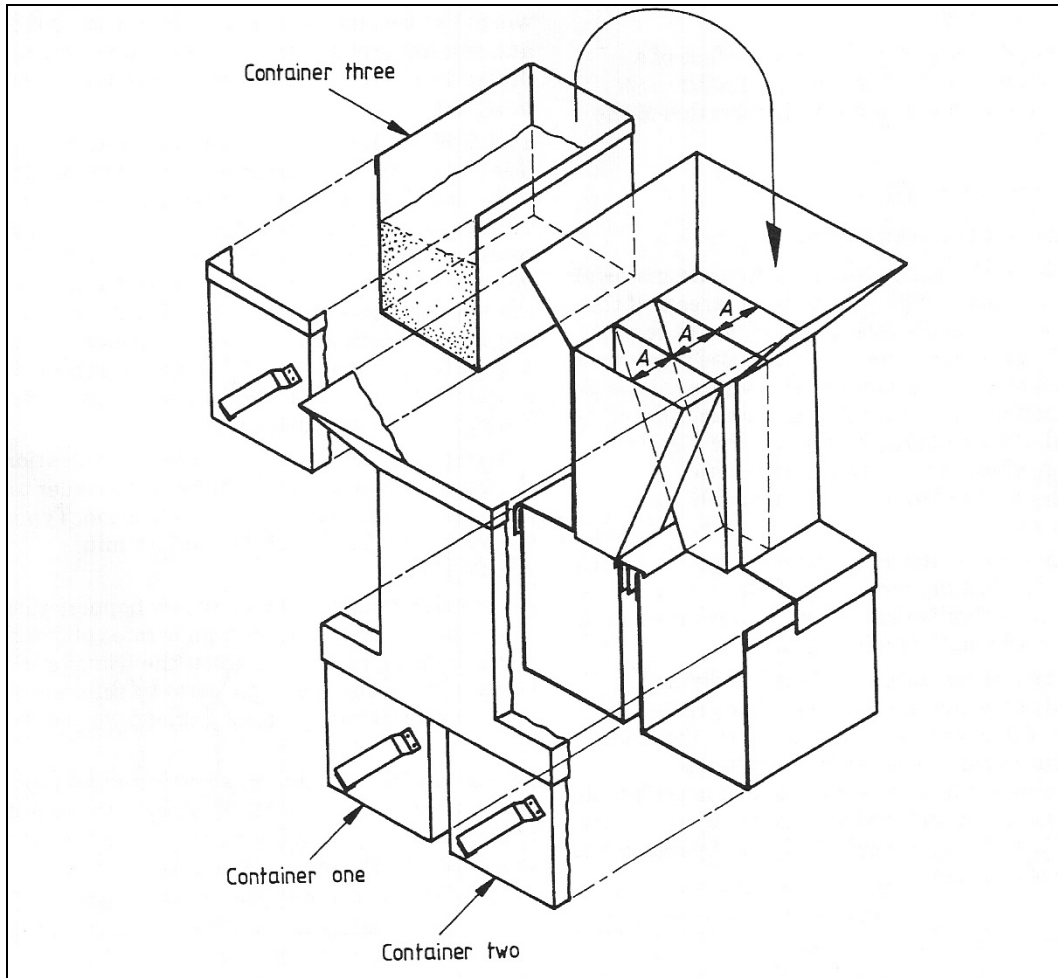
Σχήματα Κεφαλαίου



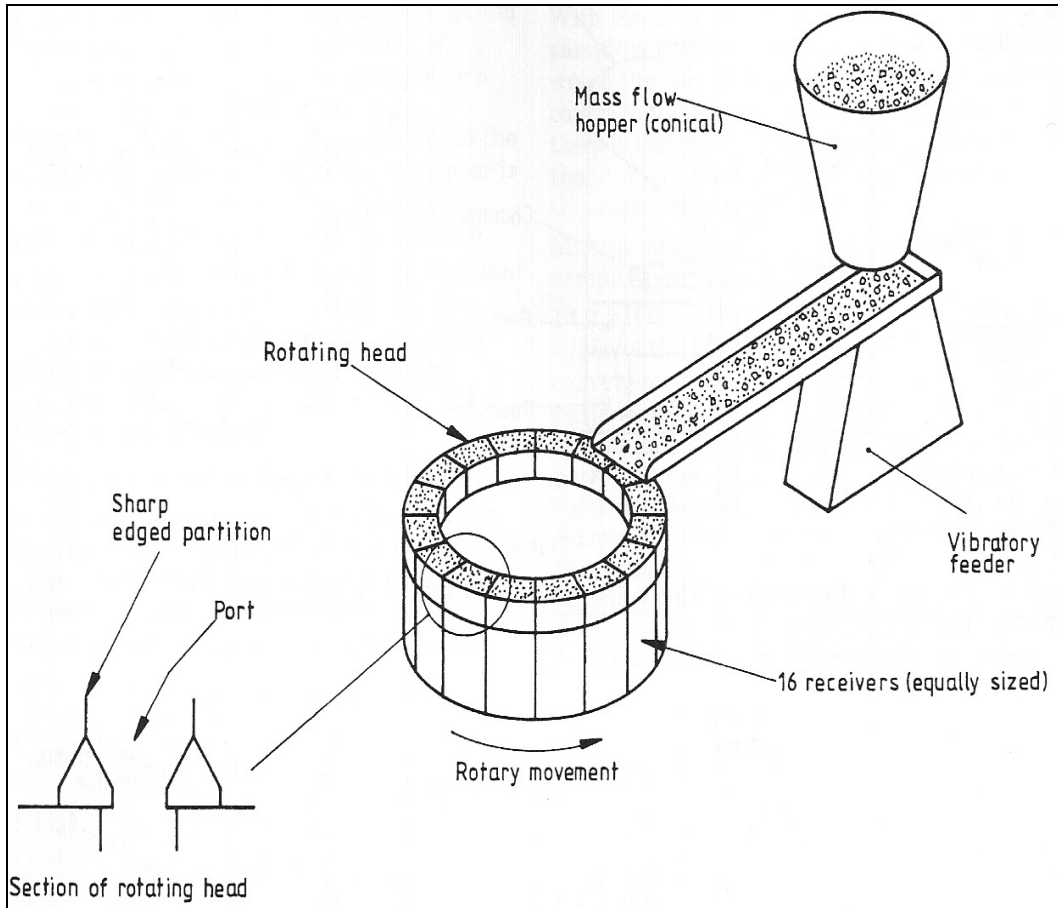
Σχήμα 3-1: Δειγματοληψία με τη μέθοδο φτυαρίσματος



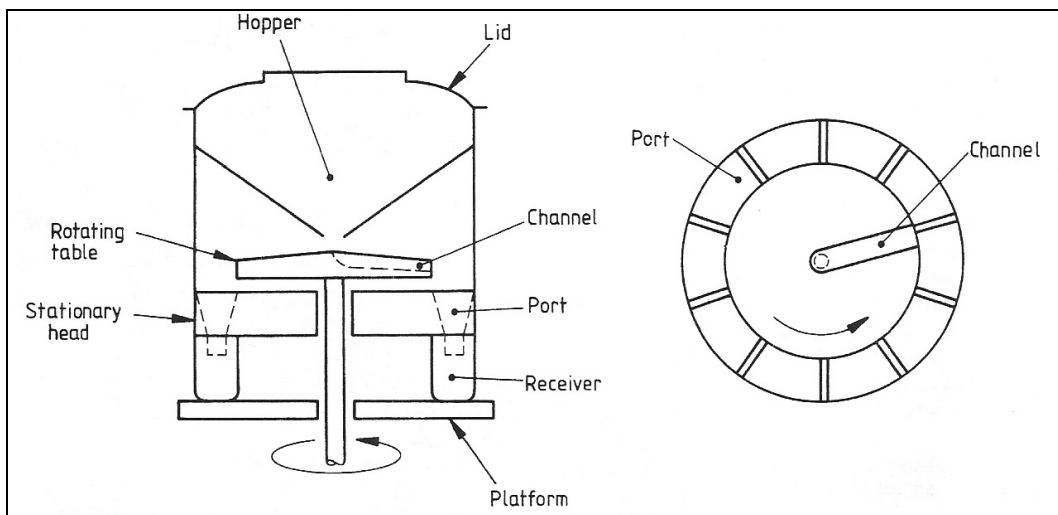
Σχήμα 3-2: Δειγματοληψία με τη μέθοδο κώνου και υποδιαίρεσης στα τέσσερα



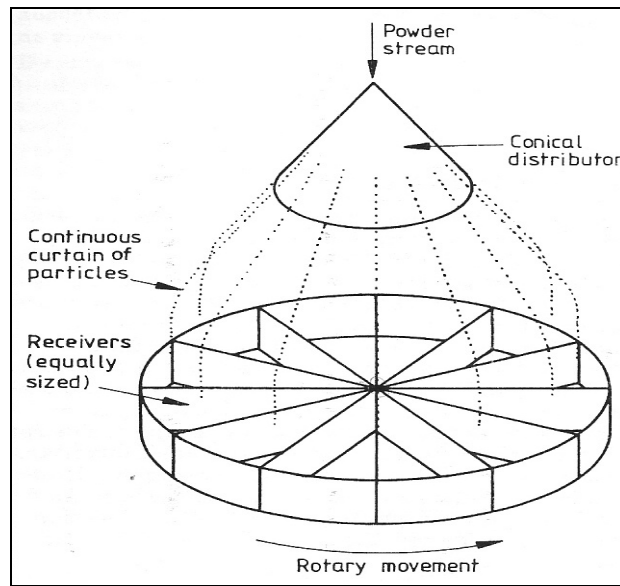
Σχήμα 3-3: Κεκλιμένος αγωγός ανάμιξης



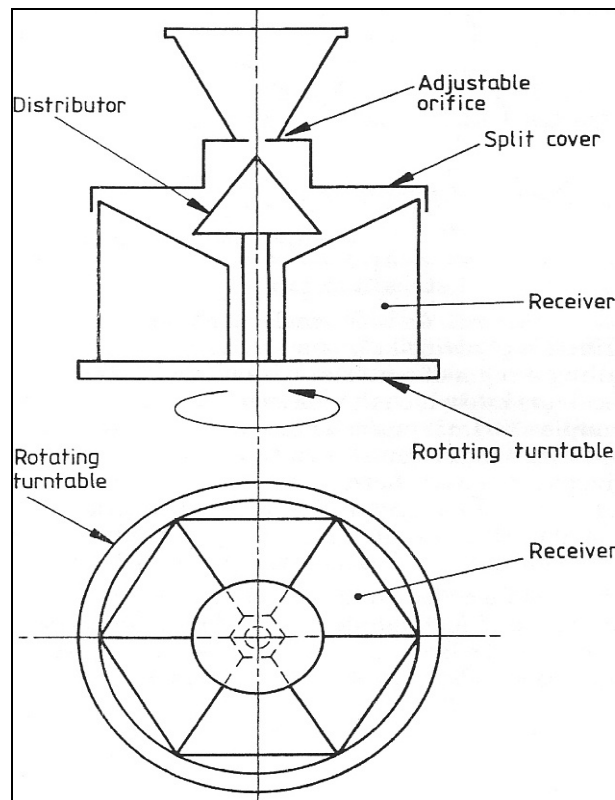
Σχήμα 3-4: Περιστροφικός διαχωριστής ολικής ροής τύπου 1



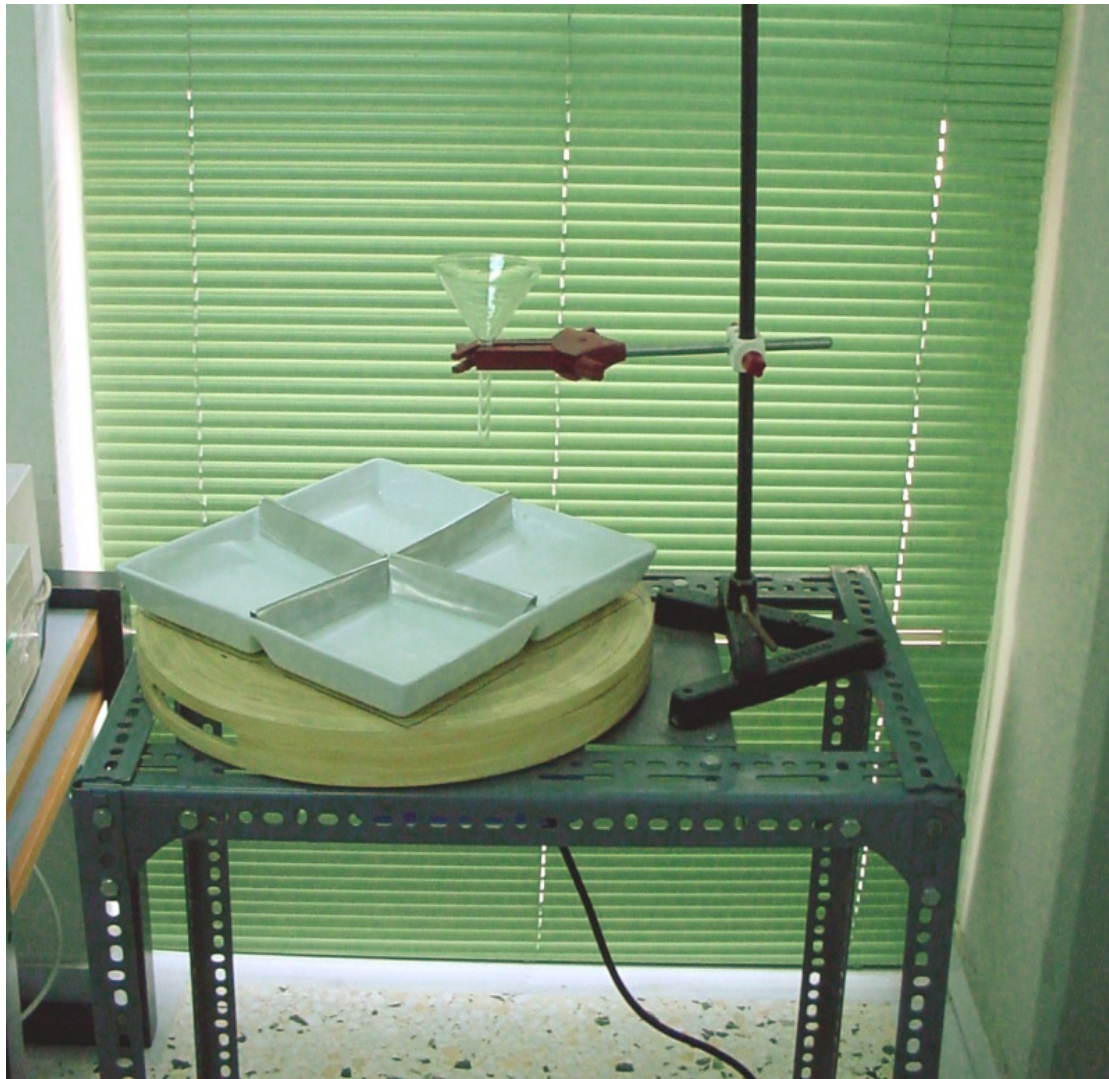
Σχήμα 3-5: Περιστροφικός διαχωριστής ολικής ροής τύπου 2



Σχήμα 3-6: Δειγματοληψία χωρισμένης ροής



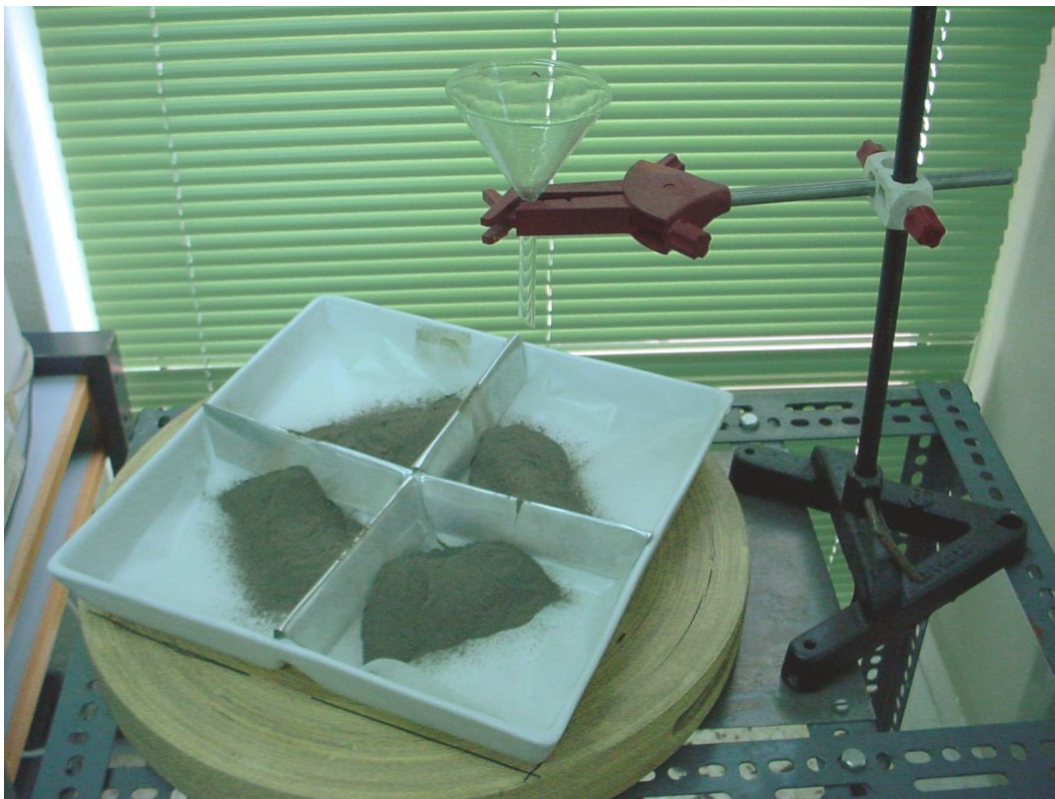
Σχήμα 3-7: Δειγματοληψία χωρισμένης ροής με περιστροφικό διαχωριστή



Σχήμα 3-8: Περιστροφικός διαχωριστής



Σχήμα 3-9: Λειτουργία και τροφοδότηση συσκευής.



Σχήμα 3-10: Ολοκλήρωση της διαδικασίας

Κεφάλαιο 4

Ανάλυση Κοκκομετρίας με τη συσκευή

RETSCH AS 200

4.1 Εισαγωγή

Στο κεφάλαιο αυτό περιγράφεται γενικά η διαδικασία κοσκίνισματος. Η μέθοδος αυτή είναι πιθανόν η πιο ευρέως χρησιμοποιούμενη για την ανάλυση μεγέθους σωματιδίων διαφόρων κόνεων, επειδή ο απαιτούμενος εξοπλισμός, η αναλυτική διαδικασία και η βασική ιδέα είναι τόσο απλή. Ακολουθώς παρουσιάζεται η ανάλυση κοκκομετρίας με χρήση συσκευής κοσκίνισματος που διαθέτει το ΕΠΤ-ΕΜΠ. Η μηχανή αυτή τέθηκε σε λειτουργία και χρησιμοποιήθηκε για πρώτη φορά στα πλαίσια της παρούσης Διπλωματικής Εργασίας. Παρουσιάζονται οι δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν για τη διερεύνηση των παραμέτρων λειτουργίας της συσκευής με χρήση άμμου θαλάσσης αρχικά και Ιπτάμενης Τέφρας στη συνέχεια, καθώς και τα πειράματα που πραγματοποιήθηκαν για την κλασματοποίηση κατά μέγεθος κόκκου των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας.

4.2 Ανάλυση κοκκομετρίας με τη μέθοδο του κοσκίνισματος

Το κοσκίνισμα χρησιμοποιήθηκε από τα πρώιμα Αιγυπτιακά χρόνια για την προετοιμασία διαφόρων τροφίμων. Τα πιο απλά κόσκινα ήταν φτιαγμένα από πλεκτό ύφασμα, ενώ σε Αιγυπτιακά σχέδια καταγράφονται και κόσκινα από διάτρητα ελάσματα. Από τότε και μέχρι σήμερα το κοσκίνισμα χρησιμοποιείται ευρέως για την ταξινόμηση διαφόρων κόνεων. Η τεχνική είναι ιδιαίτερα χρήσιμη αφού τα σωματίδια κατατάσσονται σε κατηγορίες με μοναδικό κριτήριο το μέγεθός τους, ανεξάρτητα από άλλες ιδιότητες (πυκνότητα, επιφάνεια κτλ). Το κοσκίνισμα μπορεί να χρησιμοποιηθεί για να αναλύσουμε τα μεγέθη σωματιδίων σε υγρές και ξηρές σκόνες.

Το κοσκίνισμα περιλαμβάνει την τοποθέτηση ενός δείγματος σκόνης σε ένα κόσκινο που έχει οπές σταθερού μεγέθους και τη δονήση του κόσκινου με τέτοιο τρόπο ώστε τα σωματίδια με μέγεθος μικρότερο από τις οπές να περνούν. Για να επιτευχθεί ο διαχωρισμός σε κατηγορίες ανάλογα με το μέγεθος κόκκου, μερικά κόσκινα στοιβάζονται το ένα πάνω στο άλλο με το κόσκινο με τις μεγαλύτερες οπές να βρίσκεται στην κορυφή. Αυτή η «φωλιά» από κόσκινα δονείται μέχρι τα υπολείμματα σε κάθε κόσκινο να περιέχουν σωματίδια που μπορούν να περάσουν από το ανώτερο κόσκινο και δεν μπορούν να περάσουν από το κατώτερο κόσκινο.

Η κλασματοποίηση με κοσκίνισμα είναι μια λειτουργία δύο διαστάσεων μόνο, για μέγιστο πλάτος και μέγιστο πάχος, και εκτός αν τα σωματίδια δεν είναι υπερβολικά επιμήκη, το μήκος δεν επηρεάζει τον τρόπο διέλευσης των κόκκων από το κόσκινο. Σωματίδια με τις δύο διαστάσεις μικρότερες από τα ανοίγματα θα περάσουν όταν το κόσκινο δονείται, ενώ τα μεγάλα σωματίδια θα κατακρατηθούν. Τα σωματίδια που είναι πολύ μικρότερα σε μέγεθος περνούν πολύ γρήγορα από τις οπές ενώ τα μεγαλύτερα περνούν πιο αργά. Αφού οι οπές έχουν ένα εύρος μεγεθών, το τελικό σωματίδιο το οποίο μπορεί να περάσει, θα περάσει από το μεγαλύτερο άνοιγμα όταν και οι δύο μικρότερες διαστάσεις είναι στην επιθυμητή κατεύθυνση.

Το κοσκίνισμα μπορεί να γίνει είτε με το χέρι είτε με κάποια ηλεκτρική μηχανή κοσκινίσματος. Η ανάλυση με κοσκίνισμα παρουσιάζει τρεις κύριες δυσκολίες:

- Με τα συρμάτινα κόσκινα η διαδικασία ύφανσης παράγει τριών διαστάσεων οπές με σημαντικές ανοχές, ειδικά για πλέγμα λεπτής ύφανσης.
- Το πλέγμα πολύ εύκολα καταστρέφεται με την χρήση.
- Τα σωματίδια περνάνε από τις οπές των κόσκινων μόνο εφόσον βρεθούν στην επιθυμητή κατεύθυνση.

4.3 Μέγεθη κοσκίνων

Τα κόσκινα συνήθως αναφέρονται με το μέγεθος των οπών τους και κατασκευάζονται με τυποποιημένες διαστάσεις. Η αρχή έγινε το 1867 με τον Rittinger ο οποίος πρότεινε μια προοδευτική αύξηση κατά $\sqrt{2}$ στα μεγέθη των κόσκινων. Οι μοντέρνες τυποποιήσεις βασίζονται σε μια πρόοδο της τάξης τέταρτης ρίζας του δύο, εκτός από την γαλλική σειρά AFNOR που βασίζεται σε μια πρόοδο της τάξης δέκατης ρίζα του δέκα (Allen, 1997). Το εύρος μεγεθών των συχνότερα χρησιμοποιούμενων τυποποιημένων σειρών κοσκίνων κυμαίνεται από 20 μm έως 16 mm (ISO 3310, ASTM E11-04).

4.4 Βαθμονόμηση των κοσκίνων

Η ανάλυση του ίδιου δείγματος ενός υλικού με διαφορετικά κόσκινα του ίδιου μεγέθους μπορεί να δώσει αποτελέσματα που θα διαφέρουν σημαντικά. Αυτά τα διαφορετικά αποτελέσματα μπορεί να οφείλονται σε μη αντιπροσωπευτικά δείγματα, διαφορές στη διάρκεια κοσκινίσματος, λάθος χειρισμούς, υγρασία, διαφορετικούς χειρισμούς κατά την ανάλυση και διαφορές στα ίδια τα κόσκινα. Από τα παραπάνω το πρώτο πράγμα που πρέπει να εξασφαλισθεί ότι λειτουργεί σωστά είναι τα ίδια τα κόσκινα. Γι' αυτό τον λόγο απαιτείται βαθμονόμηση των κοσκίνων (Allen 1997). Υπάρχουν διάφορες διαδικασίες βαθμονόμησης, οι οποίες μπορούν να χωριστούν σε δύο γενικές κατηγορίες:

- Χρήση πρότυπης σκόνης, με γνωστή κατανομή μεγέθους σωματιδίων.
- Μέτρηση του μεγέθους των οπών του κοσκίνου.

Τα κόσκινα που χρησιμοποιήθηκαν στα πλαίσια της παρούσης εργασίας ακολουθούν το πρότυπο ISO 3310 και συνοδεύονται από πιστοποιητικό βαθμονόμησης σύμφωνα με το πρότυπο 2.1 EN 10204. Ένα τέτοιο πιστοποιητικό παρουσιάζεται στο Παράρτημα 1.

Η διαδικασία βαθμονόμησης είναι σκόπιμο να επαναλαμβάνεται ανά τακτά χρονικά διαστήματα και ανάλογα με την χρήση που γίνεται στα κόσκινα.

4.5 Παράγοντες που επηρεάζουν τη διαδικασία κοσκινίσματος

Οι οπές ενός κοσκίνου μπορούν να θεωρηθούν ως μια σειρά από διαμετρήματα τα οποία απορρίπτουν ή περνούν σωματίδια όταν αυτά παρουσιάζονται στην οπή. Εάν θα περάσει ή όχι το σωματίδιο το κόσκινο όταν παρουσιαστεί στην επιφάνεια κοσκινίσματος εξαρτάται από τις διαστάσεις του και την γωνία υπό την οποία προσπίπτει στο κόσκινο. Επιπλέον, η πιθανότητα του να περάσει από το κόσκινο εξαρτάται και από τους παρακάτω παράγοντες:

- Τον αριθμό των σωματιδίων πάνω στο κόσκινο. Όσο λιγότερο φορτίο έχει το κόσκινο τόσο πιο γρήγορη είναι η ανάλυση. Παρόλα αυτά πολύ λίγο φορτίο οδηγεί σε αυξημένη αβεβαιότητα στο βάρος και μη αποδεκτά ποσοστά απωλειών.

- Την κατανομή μεγεθών των σωματιδίων στην σκόνη. Η παρουσία σε υψηλό ποσοστό σωματιδίων με μέγεθος περί το μέσο μέγεθος κόκκου μειώνει την αποτελεσματικότητα του κοσκινίσματος. Αυτό συμβαίνει γιατί συγκεντρώνεται πολύ μεγάλη ποσότητα σκόνης σε ένα κλάσμα, με αποτέλεσμα να δημιουργείται ένα μεγάλο στρώμα σκόνης μέσα στο κόσκινο που δυσκολεύει την διέλευση των μικρότερων σωματιδίων, αυξάνοντας παράλληλα πάρα πολύ το χρόνο περάτωσης της διαδικασίας. Όταν τα πιο λεπτόκοκκα σωματίδια αποτελούν ένα σημαντικό μέρος της σκόνης που πρόκειται να διαχωρισθούν, πρέπει να απομακρύνονται πριν γίνει η ανάλυση. Αν αυτό δεν γίνει, τα λεπτόκοκκα θα πρέπει να περάσουν μέσα από όλη την «φωλιά» των κόσκινων έτσι θα παρατείνουν την ανάλυση και θα αυξηθεί ο κίνδυνος να χαθεί περισσότερη σκόνη, η οποία θα έχει την ευκαιρία να προσκολληθεί στις εσωτερικές επιφάνειες των κοσκίνων.
- Τις φυσικές ιδιότητες των σωματιδίων. Η παρουσία υγρασίας ή η τάση των σωματιδίων να κολλούν μεταξύ τους και να σχηματίζουν συσσωματώματα μπορεί να εμποδίζει τη διέλευσή τους από τις οπές του κόσκινου.
- Τη μέθοδο δόνησης του κόσκινου. Ο τρόπος κίνησης του κόσκινου μπορεί να μειώσει την πιθανότητα φραξίματος των οπών.
- Το σχήμα σωματιδίων. Οι επιμήκεις κόκκοι κοσκινίζονται πολύ πιο αργά από κόκκους λιγότερο επιμήκεις.

Η κατανομή μεγεθών που γίνεται μέσω της διαδικασίας κοσκινίσματος εξαρτάται ακόμη από τους παρακάτω παράγοντες:

- Διάρκεια κοσκινίσματος.
- Ανοχές του μεγέθους οπών των κόσκινων.
- Φθορά των κόσκινων από την χρήση.
- Λάθη κατά τη ζύγιση και πειραματικά λάθη.
- Λάθη δειγματοληψίας.
- Επίδραση διαφορετικών συσκευών και ρυθμίσεων λειτουργίας.

4.6 Μέγεθος δείγματος που απαιτείται για το κοσκίνισμα

Για να καθορισθεί το μέγεθος του δείγματος που θα χρησιμοποιηθεί είναι απαραίτητο να ληφθεί υπόψη ο τύπος του υλικού, η ικανότητα για κοσκίνισμα και τα μεγέθη των κόσκινων που διατίθενται. Πρέπει να χρησιμοποιηθεί επαρκές υλικό, ώστε σε κάθε κλάσμα να συλλέγεται επαρκής ποσότητα για τις περαιτέρω αναλύσεις που πρόκειται να γίνουν. Επιπλέον πρέπει η αρχική ποσότητα υλικού που αναλύεται να είναι αρκετά μικρή, έτσι ώστε το κοσκίνισμα να τελειώσει σε ένα εύλογο χρονικό διάστημα. Για να συνδυασθούν τα δύο παραπάνω, μπορεί να γίνει κοσκίνισμα μιας μικρής αρχικής ποσότητας σκόνης, και ανάλογα με την κατανομή που παρουσιάζει, να επιλεγεί η αρχική ποσότητα που σκόνης που απαιτείται. Αν η αρχική ποσότητα είναι μεγάλη μπορεί να είναι πιο αποδοτικό να διαιρεθεί την σκόνη σε επιμέρους τμήματα και να επαναληφθεί η διαδικασία έτσι ώστε κάθε φορά να τελειώνει σε σύντομο χρονικό διάστημα.

4.7 Μέθοδοι κοσκίνισματος

Το κοσκίνισμα μπορεί να γίνει είτε με το χέρι είτε με κάποια ηλεκτρική μηχανή κοσκίνισματος. Για την πραγματοποίηση αναλύσεων κοκκομετρίας με κοσκίνισμα υπάρχει στη βιβλιογραφία πλήθος τυποποιημένων μεθόδων (ASTM 452, BS 1796).

4.7.1 Κοσκίνισμα με το χέρι

Το κοσκίνισμα με το χέρι μπορεί να είναι χρονοβόρο αλλά δίνει αξιόπιστα δεδομένα για ξηρό κοσκίνισμα. Αρχικά πράγματοποιείται προκοσκίνισμα με το πιο λεπτό διαθέσιμο κόσκινο, για την απομάκρυνση του μεγαλύτερου μέρους των λεπτόκοκκων σωματιδίων. Στη συνέχεια το δείγμα κοσκινίζεται με το πιο χονδρό διαθέσιμο κόσκινο και η ποσότητα που διέρχεται κάθε φορά μεταφέρεται σε κόσκινα αυξανόμενης λεπτότητας. Αναλυτικά η διαδικασία που ακολουθείται είναι η παρακάτω (Allen 1997):

- Το κόσκινο με τις μικρότερες οπές τοποθετείται πάνω σε ένα δοχείο συλλογής.

- Το δείγμα ζυγίζεται και τοποθετείται στο κόσκινο.
- Το κόσκινο σφραγίζεται με ένα καπάκι για αποφυγή απώλειας σωματιδίων.
- Το κόσκινο, το οποίο πρέπει να είναι ελαφρώς κεκλιμένο, δονείται ελαφρά και γρήγορα με ένα κυλινδρικό κομμάτι από ξύλο περίπου 20 εκ. μακρύ και 3 εκ. σε διάμετρο. Αντί για ξύλο μπορεί να χρησιμοποιηθεί απλά το χέρι. Ο ρυθμός των χτυπημάτων πρέπει να είναι περίπου 150 το λεπτό, το κόσκινο πρέπει να περιστρέφεται κατά περίπου 45° κάθε 25 χτυπήματα.
- Μετά από 10 λεπτά επεξεργασίας, το υπόλειμμα μεταφέρεται στο πιο χοντρόκοκκο κόσκινο, το οποίο φωλιάζει σε άλλο δοχείο συλλογής.
- Η διαδικασία επαναλαμβάνεται σε κύκλους των 5 λεπτών μέχρι λιγότερο από 0,2% του αρχικού φορτίου να περνάει μέσα από το κόσκινο.
- Στο τέλος της διαδικασίας το κόσκινο αναποδογυρίζει σε ένα λεπτό χαρτί. Με ένα μαλακό πινέλο αφαιρούνται τα λεπτόκοκκα σωματίδια που έχουν προσκολληθεί στο κόσκινο και προστίθενται στην υπόλοιπη ποσότητα.
- Η διαδικασία επαναλαμβάνεται με κόσκινα αυξανόμενης λεπτότητας.
- Συλλέγεται και ζυγίζεται η ποσότητα που συγκεντρώνεται σε κάθε κόσκινο.

4.7.2 Κοσκίνισμα με χρήση μηχανής

Το μηχανικό κοσκίνισμα πραγματοποιείται στοιβάζοντας κόσκινα με φθίνουσα σειρά μεγέθους και τοποθετώντας τη σκόνη στο κόσκινο κορυφής. Ένα κλειστό δοχείο, ο συλλέκτης, τοποθετείται στο κάτω μέρος της στοιβάδας για να συλλέγει τα πιο λεπτόκοκκα και ένα καπάκι τοποθετείται στο κόσκινο κορυφής για να αποφευχθεί η απώλεια σκόνης. Το σύνολο των κοσκίνων δονείται για προκαθορισμένο χρόνο και λαμβάνονται τα υπολείμματα από κάθε κόσκινο. Για ανάλυση ρουτίνας είναι σύνηθες το κοσκίνισμα να διαρκεί για διάστημα 20 λεπτών, μετά από το οποίο θεωρείται ότι η διαδικασία έχει ολοκληρωθεί (Allen 1997). Οι πρότυπες διαδικασίες κοσκινίσματος καθορίζουν τυπικά κριτήρια για την ολοκλήρωση της διαδικασίας όπως για παράδειγμα:

- Στο BS 1796 συστήνεται το κοσκίνισμα να συνεχίζεται μέχρι λιγότερο από 0,2% του δείγματος να περνάει μέσα από κάθε κόσκινο σε κάθε επιπλέον 2λεπτη περίοδο κοσκίνισματος.
- Στο ASTM 452, προτείνεται ένα αρχικό 20λεπτο κοσκίνισμα που θα ακολουθείται από 10λεπτες περιόδους κοσκίνισματος στις οποίες το ποσό που θα περνάει θα πρέπει να είναι λιγότερο από 0,5% του αρχικού φορτίου.

Γενικά, προτείνεται ότι η ανάλυση πρέπει να θεωρείται αναξιόπιστη αν οι απώλειες για οποιοδήποτε λόγο κατά την διάρκεια του κοσκίνισματος είναι πάνω από 0,5% του αρχικού φορτίου.

Μία καλή πρακτική είναι να γίνεται ένα προκαταρκτικό κοσκίνισμα με το χέρι για να απομακρύνονται τα πολύ λεπτόκοκκα. Σε διαφορετική περίπτωση αυτά τα λεπτόκοκκα θα περάσουν από όλη την σειρά των κόσκινων και θα αυξήσουν τον χρόνο κοσκίνισματος καθώς επίσης θα κατακάθονται στα διάφορα κόσκινα αυξάνοντας την απώλεια σκόνης.

4.7.3 Υγρό κοσκίνισμα

Επειδή τα λεπτόκοκκα συχνά προσκολλώνται στα πιο μεγάλα σωματίδια, η διαδικασία του κοσκίνισματος μπορεί να γίνει με τη βοήθεια νερού ή άλλου υγρού. Η διαδικασία που ακολουθείται είναι παρόμοια με αυτή του ξηρού κοσκίνισματος, με τη διαφορά ότι χρησιμοποιείται ειδική διάταξη η οποία επιτρέπει τη ροή υγρού μέσα από τα κόσκινα. Με τον τρόπο αυτό συμπαρασύρονται τα λεπτότερα σωματίδια και η ικανότητα διαχωρισμού των μικρότερων διαμέτρων αυξάνεται.

4.8 Η Μηχανή ανάλυσης κοκκομετρίας με τη μέθοδο κοσκίνισματος AS 200 CONTROL

Ο χωρισμός των δειγμάτων στα διάφορα κλάσματα στην παρούσα εργασία έγινε με χρήση της μηχανής ανάλυσης κοκκομετρίας με τη μέθοδο κοσκίνισματος του ΕΠΤ-ΕΜΠ. Η μηχανή αυτή, τύπου AS 200 Control της γερμανικής εταιρίας Retsch παρουσιάζεται στο Σχήμα 4-1.

4.8.1 Περιγραφή της μηχανής κοσκινίσματος

Η μηχανή AS-200 Control αποτελείται από τα παρακάτω επιμέρους τμήματα (Retsch 2006α):

- Μηχάνημα δόνησης με ενσωματωμένα ηλεκτρονικά για όλες τις απαραίτητες ρυθμίσεις.
- Δύο μεταλλικές ράβδους στήριξης των κόσκινων.
- Κόσκινα με διαφορετικά μεγέθη οπών. Τα μεγέθη που διατίθενται από την εταιρία κυμαίνονται από 20 μ m έως μερικά mm. Τα κόσκινα που έχει προμηθευτεί το ΕΠΤ-ΕΜΠ, διαμέτρου 200 mm και ύψους 50 mm, φαίνονται στον Πίνακα 4-1. Επισημαίνουμε ότι το κόσκινο των 32 μ m έχει αγοραστεί παλαιότερα και προέρχεται από διαφορετικό κατασκευαστή. Ο συνδυασμός κόσκινων από διαφορετικούς κατασκευαστές είναι δυνατός, καθώς η συσκευή ακολουθεί τις προδιαγραφές του προτύπου ISO 3310. Μετά την επιτυχή ανάλυση Ιπτάμενης Τέφρας με το ήδη υπάρχον κόσκινο των 32 μ m, όπως περιγράφεται στην Παράγραφο 4.11.1, αποφασίστηκε η προμήθεια ενός ακόμα κόσκινου στη διάσταση αυτή από την εταιρεία Retsch. Επισημαίνεται ότι όλες οι αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στα πλαίσια της ΔΕ έχουν γίνει με το κόσκινο Endecotts.
- Συλλέκτη βάσης, που τοποθετείται στο κάτω μέρος της στοίβας των κόσκινων και καπάκι που τοποθετείται στο κόσκινο κορυφής για να αποφευχθεί η απώλεια σκόνης.
- Δύο ασφάλειες για την ακινητοποίηση των κόσκινων και την ασφαλή λειτουργία της συσκευής.

Ο χειρισμός της συσκευής μπορεί να γίνει από τον πίνακα ελέγχου που βρίσκεται στο εμπρός τμήμα της. Οι ενδείξεις που παρέχει ο πίνακας ελέγχου είναι οι παρακάτω:

- Πλάτους κοσκινίσματος
- Λειτουργίας με διακοπόμενα διαλείμματα
- Χρόνου κοσκινίσματος
- Λειτουργίας της συσκευής.
- Επιλεγμένου προγράμματος ανάλυσης κοκκομετρίας

Για όλες τις παραπάνω ενδείξεις ο πίνακας ελέγχου διαθέτει κουμπιά , που βρίσκονται ακριβώς κάτω από τις ενδείξεις, προκειμένου να γίνονται κάθε φορά οι απαραίτητες ρυθμίσεις. Αναλυτική περιγραφή των παραμέτρων λειτουργίας δίνεται στην Παράγραφο 4.8.2.

Εκτός του χειροκίνητου ελέγχου μέσω του πίνακα, ο χειρισμός της συσκευής μπορεί να πραγματοποιηθεί και μέσω H/Y, ο οποίος συνδέεται σε θύρα RS-232 που διαθέτει η συσκευή. Περισσότερες λεπτομέρειες για τη διασύνδεση με H/Y και το λογισμικό ελέγχου δίνονται στην Παράγραφο 4.8.4.

4.8.2 Παράμετροι λειτουργίας

Η μέγιστη ποσότητα που μπορεί να κοσκινισθεί με την συγκεκριμένη συσκευή είναι τρία κιλά. Το μέγιστο φορτίο, δηλαδή το βάρος της σκόνης και των κόσκινων, είναι έξι κιλά. Στο μηχάνημα δόνησης μπορούν να τοποθετηθούν μέχρι οκτώ κόσκινα και επιπλέον ο συλλέκτης βάσης.

Η συσκευή δίνει την δυνατότητα ρύθμισης των παρακάτω παραμέτρων:

- Χρόνος κοσκινίσματος από 1 έως 99 min
- Πλάτος δόνησης από 0,2 έως 3 mm
- Επιτάχυνση από 0,1 έως 18 g
- Χρόνος διακοπής από 10 έως 99 sec

Η ρύθμιση επιτάχυνσης είναι μια ιδιαίτερη δυνατότητα της συσκευής AS 200, η οποία δεν απαντάται συνήθως σε αντίστοιχες συσκευές. Στις συσκευές στις οποίες ρυθμίζεται μόνο το πλάτος ταλάντωσης, η κίνηση που εκτελούν τα κόσκινα εξαρτάται σημαντικά από τη συχνότητα του ρεύματος τροφοδοσίας της συσκευής. Η απ' ευθείας ρύθμιση της επιτάχυνσης στη συσκευή AS-200 εξομαλύνει τις επιδράσεις αυτές και επιτυγχάνει καλύτερη επαναληψιμότητα. Ιδιαίτερα σημαντική είναι η ρύθμιση αυτή, όταν συγκρίνονται αποτελέσματα από διαφορετικές συσκευές, ή συσκευές εγκατεστημένες σε διαφορετικές τοποθεσίες.

Επισημαίνεται ότι η ρύθμιση πλάτους και επιτάχυνσης δεν γίνεται ταυτόχρονα. Ο χρήστης πρέπει να επιλέξει μία από τις δύο παραμέτρους, οπότε η άλλη προκύπτει αυτόματα.

Όταν η συσκευή ρυθμίζεται με χρόνο διακοπής μεγαλύτερο του μηδενός, η δόνηση σταματά στον προεπιλεγμένο χρόνο. Μετά από διάστημα 10 sec η δόνηση ξεκινά ξανά και ο κύκλος επαναλαμβάνεται. Η διακοπτόμενη λειτουργία χρησιμεύει για την ανάλυση σκονών που έχουν την τάση να φράσσουν τις οπές του κόσκινου.

4.8.3 Διαδικασία λειτουργίας της συσκευής

Η διαδικασία λειτουργίας της συσκευής είναι απλή και αποτελείται από τα παρακάτω βήματα:

- Επιλέγονται τα κόσκινα που θα χρησιμοποιηθούν για την ανάλυση.
- Τοποθετούνται τα κόσκινα σε στοιβάδα πάνω στην βάση δόνησης με φθίνουσα σειρά μεγέθους.
- Τροφοδοτείται η σκόνη στο κόσκινο κορυφής.
- Κατεβαίνει το καπάκι και πιέζονται οι ασφάλειες από τα πράσινα άκρα ταυτόχρονα μέχρι να ασφαλίσει το καπάκι (Σχήμα 4-2). Στο σημείο αυτό χρειάζεται ιδιαίτερη προσοχή ώστε καπάκι να ασφαλίσει σωστά. Σε διαφορετική περίπτωση η συσκευή δονείται έντονα κάνοντας υπερβολικό θόρυβο και καταπονείται υπερβολικά δημιουργώντας αυλακώσεις στις μεταλλικές ράβδους στήριξης των κόσκινων. Επιπλέον, υπάρχει κίνδυνος βλάβης της συσκευής ή απώλειας του δείγματος.
- Επιλέγονται οι επιθυμητές ρυθμίσεις για το κοσκίνισμα, είτε απευθείας από τον πίνακα ελέγχου είτε από τον υπολογιστή. Στην παρούσα εργασία όλες οι ρυθμίσεις επιλέχθηκαν από τον υπολογιστή για να υπάρχει ηλεκτρονικό αρχείο των μετρήσεων και για να εκμεταλλευτούμε τα πλεονεκτήματα που μας δίνει η χρήση του λογισμικού.
- Ξεκινάει η διαδικασία κοσκίνισματος
- Όταν ολοκληρωθεί η διαδικασία συνιστάται αναμονή λίγων λεπτών ώστε να κατακαθίσει όλη η σκόνη και να μην υπάρχουν απώλειες κατά το άνοιγμα.
- Απασφαλίζει το καπάκι ασφαλείας πιέζοντας ταυτόχρονα τις ασφάλειες (Σχήμα 4-3). Κρατώντας πιεσμένα τα κόκκινα άκρα από τις ασφάλειες το καπάκι ανεβαίνει με αργές κινήσεις ώστε να μην προκληθεί φθορά στις ράβδους στήριξης.

- Στο τέλος της διαδικασίας αναποδογυρίζει κάθε κόσκινο προσεκτικά σε ένα λεπτό χαρτί. Αφαιρούνται τα λεπτόκοκκα σωματίδια που έχουν προσκολληθεί στο κόσκινο με ένα μαλακό πινέλο και προστίθενται στην υπόλοιπη ποσότητα.

4.8.4 Το λογισμικό EasySieve

Η συσκευή AS-200 Control συνοδεύεται από το λογισμικό EasySieve, με τη βοήθεια του οποίου όλες οι λειτουργίες μπορούν να ελέγχονται από ηλεκτρονικό υπολογιστή μέσω σειριακής σύνδεσης RS-232 (Retsch 2006β). Η ανάλυση με χρήση του λογισμικού συνίσταται από τρία ξεχωριστά βήματα:

- Δημιουργία ενός αρχείου εργασίας (*Task File*) και καθορισμό των παραμέτρων ανάλυσης
- Εκτέλεση της κοκκομετρικής ανάλυσης
- Παρουσίαση και αξιολόγηση των αποτελεσμάτων

Τα δεδομένα για την λειτουργία της συσκευής αποθηκεύονται στον κατάλογο *C:\Program Files\Easysieve*. Ο κατάλογος αυτός περιέχει δύο (2) υποκαταλόγους:

- *SIEVESYS*, όπου αποθηκεύονται τα αρχεία παραμέτρων
- *SIEVEDAT*, όπου αποθηκεύονται τα αρχεία αποτελεσμάτων.

Ένα αρχείο εργασίας (task file) περιέχει όλες τις απαραίτητες παραμέτρους για την ανάλυση ενός συγκεκριμένου είδους υλικού. Η δημιουργία ενός νέου αρχείου εργασίας γίνεται από την γραμμή εργασιών επιλέγοντας το *File - New Sieve analysis*. Τα κύρια στοιχεία που πρέπει να συμπληρωθούν για να καθορισθεί πλήρως ο φάκελος εργασίας είναι:

- Όνομα του φακέλου εργασίας (File Name) και θέση αποθήκευσης των αποτελεσμάτων
- Παράμετροι της κοκκομετρικής ανάλυσης (Sieve Parameters)
- Μεγέθη κόσκινων και τα απόβαρα τους (Define Sieve Size Classes-Sieve properties)
- Βοηθητικές πληροφορίες όπως η επικεφαλίδα των αναφορών και οι παράμετροι των γραφημάτων.

Μετά τη συμπλήρωση των παραμέτρων, το αρχείο εργασίας αποθηκεύεται με κατάληξη *.afg στον κατάλογο SIEVESYS μέσω της επιλογής Save Task File.

Χρησιμοποιώντας αρχεία εργασίας, εξασφαλίζουμε ότι όλες οι αναλύσεις θα γίνονται με τυποποιημένες ρυθμίσεις. Για να προφυλαχθούν τα στοιχεία του αρχείου εργασίας από σκόπιμη ή τυχαία αλλαγή, το αρχείο μπορεί να προστατευθεί με κωδικό.

Μετά τον καθορισμό του αρχείου εργασίας, η ανάλυση ξεκινά από την επιλογή *Sieve Analysis*. Αφού επιλεγεί το αρχείο εργασίας και τροποποιηθούν οι παράμετροι, αν χρειάζεται, πιέζεται το πλήκτρο *OK*. Στη συνέχεια, τίθεται σε λειτουργία η συσκευή από το πλήκτρο *Sieving* και πραγματοποιείται η κοκκομετρική ανάλυση. Με την ολοκλήρωση της διαδικασίας ζυγίζονται τα κόσκινα με το φορτίο τους. Αν υπάρχει διαθέσιμος ηλεκτρονικός ζυγός σε επικοινωνία με τον υπολογιστή, τα φορτία εισάγονται αυτόματα. Διαφορετικά εισάγονται τα αποτελέσματα χειροκίνητα. Η επεξεργασία των αποτελεσμάτων και η παραγωγή των γραφημάτων γίνεται αυτόματα από το λογισμικό πατώντας το πλήκτρο *Calculate*. Επισημαίνεται ότι τα αποτελέσματα της ανάλυσης αποθηκεύονται αυτόματα στον κατάλογο SIEVEDAT, με το όνομα που έχει ρυθμιστεί στο αρχείο εργασίας και κατάληξη *.rdf.

Η ρύθμιση των παραμέτρων της συσκευής και ο χειρισμός της ανάλυσης μπορούν να γίνουν και χειροκίνητα, από τον πίνακα ελέγχου της συσκευής. Η χρήση όμως του λογισμικού μας δίνει σημαντικά πλεονεκτήματα:

- Έχει δυνατότητα σύνδεσης με ηλεκτρονικό ζυγό, για την αυτόματη καταγραφή των αποτελεσμάτων.
- Επιτρέπει τη δημιουργία αρχείων εργασίας. Με τον τρόπο αυτό εξασφαλίζεται ότι όλες οι αναλύσεις γίνονται με τις ίδιες παραμέτρους.
- Αποθηκεύει τα αποτελέσματα κάθε ανάλυσης σε ένα αρχείο, στο οποίο περιέχονται όλες οι πληροφορίες σχετικά με την ανάλυση.
- Παρέχει με την μορφή έκθεσης τα αποτελέσματα κάθε ανάλυσης που έχει πραγματοποιηθεί. Παράδειγμα έκθεσης παρουσιάζεται στο Παράρτημα 2.
- Παρέχει τα αποτελέσματα σε μορφή ιστογραμμάτων με τυποποιημένο τρόπο. Παράδειγμα γραφήματος δίνεται στο Σχήμα 4-5. Στον άξονα X δίνονται οι κλάσεις που χωρίστηκε το εκάστοτε δείγμα (σε mm). Στον αριστερά άξονα Y δίνεται το ποσοστό των σωματιδίων που υπάρχει σε κάθε κλάση σε σχέση με το αρχικό φορτίο.

Στον δεξιά άξονα Y δίνεται το ποσοστό των σωματιδίων που είναι μικρότερα από μια συγκεκριμένη τιμή του X.

- Συγκρίνει τα αποτελέσματα από διάφορες αναλύσεις.

4.8.5 Καθαρισμός των κόσκινων

Όταν τελειώσει η διαδικασία, κοσκινίσματος ένα πολύ σημαντικό θέμα είναι ο καθαρισμός των κόσκινων. Ο καθαρισμός αυτός μπορεί να γίνει με απιονισμένο νερό, με πεπιεσμένο αέρα, με μαλακά πινέλα ή με χρήση ειδικής συσκευής καθαρισμού με υπέρηχους.

Από τις επανειλημμένες αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στα πλαίσια της εργασίας, παρατηρήθηκε ότι ο καθαρισμός στα κόσκινα κάτω από 250μm είναι ιδιαίτερα δύσκολος. Σε αυτά τα κόσκινα ο καθαρισμός με νερό είναι δύσκολος, γιατί το νερό δεν μπορεί να διαπεράσει τις πολύ μικρές οπές και να παρασύρει τα σωματίδια που έχουν φράξει τις οπές. Η κατάσταση βελτιώνεται με την χρήση πινέλων και πεπιεσμένου αέρα αλλά και πάλι πολλές οπές μένουν φραγμένες από τα σωματίδια, κάτι που μπορεί να γίνει αντιληπτό ακόμη και με απλή παρατήρηση δια γυμνού οφθαλμού. Επιπλέον, ο καθαρισμός με αυτό τον τρόπο είναι ιδιαίτερα χρονοβόρος και μπορεί να καταστρέψει τα κόσκινα αν δεν γίνει με ιδιαίτερη προσοχή.

Για τον καλύτερο καθαρισμό των κοσκίνων πραγματοποιήθηκε προμήθεια συσκευής καθαρισμού με υπέρηχους τύπου Elmasonic S100, που παρουσιάζεται στο Σχήμα 4-4. Η συσκευή αποτελείται από μια δεξαμενή που πληρώνεται με νερό, στο οποίο προστίθεται ειδικό υγρό καθαρισμού. Μια γεννήτρια υπέρηχων δημιουργεί ηλεκτρική ενέργεια υψηλής συχνότητας που μετατρέπεται με πιεζοηλεκτρικά συστήματα σε μηχανική ενέργεια και μεταδίδεται μέσα στην δεξαμενή. Αυτή η διαδικασία δημιουργεί μικροσκοπικές φυσαλίδες, οι οποίες καταρρέουν λόγω των τοπικών μεταβολών πίεσης. Μέσω του φαινομένου αυτού, το οποίο ονομάζεται σπηλαίωση, επιτυγχάνεται η απομάκρυνση των σωματιδίων ακόμα και από επιφάνειες με πολύ μικρές οπές.

Η διαδικασία λειτουργίας της συσκευής υπέρηχων είναι απλή και αποτελείται από τα παρακάτω βήματα:

- Γεμίζει η δεξαμενή με απιονισμένο νερό, προσθέτοντας υγρό καθαρισμού σε αναλογία 1:20. Το βέλτιστο επίπεδο πλήρωσης της δεξαμενής είναι περίπου στα 2/3 του όγκου της.
- Τοποθετούνται μέσα έως 2 κόσκινα.
- Επιλέγονται από τον πίνακα ελέγχου οι κατάλληλες ρυθμίσεις για τον καθαρισμό.
- Ξεκινάει η διαδικασία καθαρισμού.
- Μετά την ολοκλήρωση της διαδικασίας απομακρύνονται τα κόσκινα και αφήνονται να στεγνώσουν.
- Αδειάζει το υγρό που έχει μέσα η δεξαμενή.

4.9 Προκαταρκτικός Έλεγχος της συσκευής AS-200

Η συσκευή AS-200 τέθηκε για πρώτη φορά σε λειτουργία στα πλαίσια της παρούσης εργασίας. Για το λόγο αυτό, πραγματοποιήθηκε σειρά δοκιμαστικών αναλύσεων, ώστε να διαπιστωθεί η καλή λειτουργία της συσκευής και να ελεγχθεί η επαναληψιμότητα της κοκκομετρικής ανάλυσης.

Για τον προκαταρκτικό έλεγχο της συσκευής αναλύθηκαν δείγματα άμμου θαλάσσης. Σκοπός των δοκιμών αυτών ήταν η εξοικείωση με τη λειτουργία της διάταξης και ο έλεγχος κατά πόσον ότι η ανάλυση μπορεί να ολοκληρωθεί χωρίς απώλεια σκόνης. Επιλέχθηκε ως υλικό για τις δοκιμές αυτές την άμμο, καθώς είναι ένα εύκολα διαθέσιμο σε μεγάλες ποσότητες αδρανές υλικό, από το οποίο δεν υπάρχει κίνδυνος ρύπανσης της διάταξης. Η διαδικασία προετοιμασίας των δειγμάτων περιγράφεται στην Παράγραφο 3.8.

Για την πραγματοποίηση των αναλύσεων μέσω του λογισμικού EasySieve δημιουργήθηκε αρχείο εργασίας με την ονομασία SANDTEST. Ο Πίνακας 4-2 περιέχει τα στοιχεία των πειραμάτων που πραγματοποιήθηκαν και των αντίστοιχων αρχείων καταγραφής.

4.9.1 Δοκιμές καλής λειτουργίας της συσκευής

Πραγματοποιήθηκαν συνολικά τέσσερις δοκιμές. Για τις δοκιμές αυτές χρησιμοποιήθηκαν τα κόσκινα 45 μm, 63 μm, 125 μm, 250 μm και 500 μm.

1^η Δοκιμή

Ακολουθώντας τη διαδικασία που περιγράφηκε στην Παράγραφο 4.8.3, αναλύθηκε ένα από τα δείγματα άμμου θαλάσσης. Επιλέχθηκε για την ανάλυση χρόνος κοσκινίσματος 10 min και πλάτος κοσκινίσματος 1,5 mm.

2^η Δοκιμή

Επαναλήφθηκε η διαδικασία με το δεύτερο δείγμα, διατηρώντας τις ρυθμίσεις ίδιες όπως στην πρώτη δοκιμή.

Παρατηρήθηκε ότι τα αποτελέσματα των δύο πρώτων δοκιμών εμφανίζουν πολύ καλή σύμπτωση μεταξύ τους, με αποκλίσεις που δεν ξεπερνούν το 1 g σε κάθε κοκκομετρικό κλάσμα. Οι κατανομές μεγέθους της άμμου, όπως προέκυψαν από τις δύο δοκιμές, παρουσιάζονται στο Σχήμα 4-6.

3^η Δοκιμή

Για να διαπιστωθεί η επίδραση τυχόν ανομοιογένειας της άμμου στην ανάλυση, πραγματοποιήθηκε νέα ανάλυση χρησιμοποιώντας δείγμα άμμου που λήφθηκε κατά τυχαίο τρόπο από τη συνολική διαθέσιμη ποσότητα. Η διαδικασία κοκκομετρικής ανάλυσης που ακολουθήθηκε είναι ίδια με τις προηγούμενες δοκιμές και με τις ίδιες ρυθμίσεις παραμέτρων της μηχανής.

Παρατηρήθηκε ότι τα αποτελέσματα της 3^{ης} δοκιμής δεν διέφεραν σημαντικά από αυτά των δύο πρώτων δοκιμών, με αποκλίσεις που δεν ξεπερνούν το 1 g. Τα αποτελέσματα των τριών πρώτων δοκιμών συγκρίνονται στο Σχήμα 4-7 .

4^η Δοκιμή

Όπως έχει αναφερθεί στην Παράγραφο 4.7.2, πριν το μηχανικό κοσκίνισμα προτείνεται να γίνεται προ-κοσκίνισμα με το χέρι. Για να δοκιμασθεί η μέθοδος αυτή, χρησιμοποιήθηκε το 3^ο κατά σειρά δείγμα που προετοιμάστηκε με τον περιστροφικό

διαχωριστή, κάνοντας πρώτα όμως προ-κοσκίνισμα με το χέρι στο πιο λεπτόκοκκο κόσκινο που χρησιμοποιήθηκε στην διαδικασία (45 μm). Τοποθετήθηκε το λεπτόκοκκο κόσκινο πάνω στον συλλέκτη βάσης μαζί με την άμμο. Καλύφθηκε το πάνω μέρος και τα πλάγια μέρη που ενώνεται το κόσκινο με τον συλλέκτη βάσης με αλουμινόχαρτο για να αποφευχθεί η απώλεια σκόνης. Μετά εφαρμόστηκε η διαδικασία προ-κοσκίνισματος όπως έχει αναφερθεί στην Παράγραφο 4.7.2. Αφού ολοκληρώθηκε αυτή η διαδικασία άδειασε το υπόλοιπο από το κόσκινο σε ένα γυάλινο δοχείο και τοποθετήθηκαν τα κόσκινα στην μηχανή. Το ποσό που είχε συλλεχθεί στον συλλέκτη βάσης αφέθηκε εντός του συλλέκτη. Τοποθετήθηκε η σκόνη από το γυάλινο δοχείο στο κόσκινο κορυφής και ξεκίνησε η διαδικασία κοσκίνισματος με τις ίδιες ρυθμίσεις όπως στις προηγούμενες δοκιμές.

Τα αποτελέσματα της ανάλυσης με προ-κοσκίνισμα συγκρίνονται με τις δοκιμές 1 και 2, χωρίς προ-κοσκίνισμα στο Σχήμα 4-8. Παρατηρείται ότι δεν υπάρχει σημαντική διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων, γεγονός που σημαίνει ότι το προ-κοσκίνισμα δεν είχε σημαντική επίδραση στην ανάλυση της άμμου. Επισημαίνεται ότι η επίδραση του προ-κοσκίνισματος ήταν μάλλον περιορισμένη λόγω και του μικρού ποσοστού λεπτόκοκκων σωματιδίων που περιέχει η άμμος θαλάσσης.

Συμπεράσματα

Από τις προκαταρκτικές δοκιμές που περιγράφηκαν στην παράγραφο αυτή, προκύπτει μια σειρά από συμπεράσματα σχετικά με τη λειτουργία της διάταξης:

- Η απώλεια σκόνης σε όλες τις μετρήσεις που έγιναν ήταν αμελητέα, πάντα μικρότερη από 0,2% της συνολικής μάζας του δείγματος. Το γεγονός αυτό αποτελεί ένδειξη της καλής λειτουργία της συσκευής και της διαδικασίας που ακολουθήθηκε.
- Η κατανομή κοκκομετρίας της άμμου θαλάσσης δεν εξαρτάται σημαντικά από τον τρόπο με τον οποίο λαμβάνεται το δείγμα. Ακόμα και όταν ελήφθη τελείως τυχαίο δείγμα από τη συνολικά διαθέσιμη ποσότητα, τα αποτελέσματα που προέκυψαν δεν διαφέρουν σημαντικά από αυτά που προέκυψαν χρησιμοποιώντας τον περιστροφικό διαχωριστή.
- Το προ-κοσκίνισμα στην άμμο θαλάσσης επηρεάζει ελάχιστα την όλη διαδικασία. Γενικά, το προ-κοσκίνισμα είναι καλό να γίνεται, γιατί η απομάκρυνση των λεπτόκοκκων σωματιδίων μειώνει το χρόνο κοσκίνισματος και ελαττώνει την

απώλεια σκόνης. Στην άμμο θαλάσσης, όπως διαπιστώθηκε, το λεπτόκοκκο κλάσμα αποτελεί μικρό ποσοστό του δείγματος, με αποτέλεσμα το προ-κοσκίνισμα να μην έχει σημαντική επίδραση.

- Αφού καθαρίστηκαν τα κόσκινα, παρατηρήθηκε ότι τα σωματίδια είχαν φράξει ορισμένες οπές, τα οποία δεν στάθηκε δυνατό να απομακρυνθούν με τα μέσα που αρχικά διετίθεντο, καθώς η προμήθεια της συσκευής καθαρισμού με υπέρηχους έγινε μετά την ολοκλήρωση των πειραμάτων. Καθώς δεν ήταν δυνατός ο πλήρης καθαρισμός των κόσκινων, αποφασίστηκε αυτά να ζυγίζονται κάθε φορά πριν την έναρξη της ανάλυσης. Όπως θα φανεί και στη συνέχεια, οι διαφορές που προκύπτουν κατά τη ζύγιση δεν είναι σημαντικές.
- Μετά την προμήθεια της συσκευής υπερήχων διαπιστώθηκε ότι επιτυγχάνεται πολύ καλός καθαρισμός.

4.9.2 Πείραμα επαναληψιμότητας

Από τις δοκιμές ανάλυσης που πραγματοποιήθηκαν με την άμμο θαλάσσης, διαπιστώθηκε ότι η κύμανση των αποτελεσμάτων είναι περιορισμένη, ακόμα και όταν εφαρμόζονται διαφορετικές τεχνικές δειγματοληψίας. Για να εκτιμηθεί το εύρος αυτής της κύμανσης, και να ερμηνευθούν καλύτερα τα αποτελέσματα, πραγματοποιήθηκε πείραμα επαναληψιμότητας.

Για το πείραμα αυτό, διαιρέθηκε ποσότητα άμμου με τη βοήθεια του περιστροφικού διαχωριστή, όπως αναφέρεται στην Παράγραφο 3.8 (2^η υποδιαίρεση). Τα δείγματα αυτά αναλύθηκαν ρυθμίζοντας τη συσκευή σε πλάτος δόνησης 2 mm, επί χρόνο 10 min. Οι κατανομές που προέκυψαν από τις αναλύσεις αυτές παρουσιάζονται στο Σχήμα 4-9. Επισημαίνεται ότι το πείραμα αυτό έγινε με διαφορετικές ρυθμίσεις από αυτό της Παραγράφου 4.9.1, και επομένως οι κατανομές που προέκυψαν δεν μπορούν να συγκριθούν άμεσα με τις προηγούμενες.

Στον Πίνακα 4-4 παρουσιάζονται τα ποσοστά μάζας που συγκεντρώθηκαν σε κάθε κλάσμα στις τέσσερις δοκιμές, καθώς και τη μέση τιμή και την τυπική απόκλισή τους. Παρατηρείται ότι οι τυπικές αποκλίσεις των διαφόρων κλασμάτων διαφέρουν μεν μεταξύ τους, αλλά δεν ξεπερνούν το 0,55%.

Η στατιστική ανάλυση τέτοιου είδους μετρήσεων, προκειμένου να ελεγχθεί κατά πόσον τα ιστογράμματα κατανομής κοκκομετρίας διαφέρουν μεταξύ τους, αποτελεί ιδιαίτερα σύνθετο θέμα. Αναζητήθηκε στη βιβλιογραφία κατάλληλη στατιστική μέθοδο για τη σύγκριση μεταξύ αποτελεσμάτων διαφορετικών κατανομών, διαπιστώθηκε όμως ότι δεν υπάρχει μία τυποποιημένη διαδικασία.

4.10 Δοκιμές Παραμέτρων

Πραγματοποιήθηκαν πειράματα για με στόχο τη διερεύνηση της επίδρασης των διαφόρων παραμέτρων λειτουργίας στην ανάλυση. Για τα πειράματα αυτά χρησιμοποιήθηκε ποσότητα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης, η προέλευση της οποίας περιγράφεται στην Παράγραφο 2.6. Η διαδικασία προετοιμασίας των δειγμάτων περιγράφεται στην Παράγραφο 3.8. Αρχικά, πραγματοποιήθηκε μια προκαταρκτική ανάλυση μικρής ποσότητας Ιπτάμενης Τέφρα, ώστε να επιλεγούν τα κόσκινα που θα χρησιμοποιηθούν στις περαιτέρω αναλύσεις. Για την πραγματοποίηση των αναλύσεων μέσω του λογισμικού EasySieve δημιουργήθηκε αρχείο εργασίας με την ονομασία FLYASH. Ο Πίνακας 4-3 περιέχει τα στοιχεία των πειραμάτων που πραγματοποιήθηκαν και των αντίστοιχων αρχείων καταγραφής.

4.10.1 Προκαταρκτική ανάλυση Ιπτάμενης Τέφρας

Για την ανάλυση χρησιμοποιήθηκαν 520 g τέφρας. Σε παλαιότερη μελέτη του ΕΠΤ-ΕΜΠ, έχει αναλυθεί περιορισμένος αριθμός δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας από την περιοχή της Μεγαλόπολης με μεθόδους κοκκομετρίας laser. Για τα δείγματα αυτά, η μέση διάμετρος προέκυψε στην περιοχή 22 – 287 μm (Karangelos 2004). Με βάση την πληροφορία αυτή, τοποθετήθηκαν στη συσκευή τα κόσκινα 45 μm , 63 μm , 125 μm , 250 μm και 500 μm . Επιλέχθηκε χρόνος κοσκινίσματος 10 λεπτά και πλάτος κοσκινίσματος 1mm. Τα αποτελέσματα της δοκιμής φαίνονται στο Σχήμα 4-10.

Από την κατανομή που προέκυψε διαπιστώνεται ότι σε όλα τα κόσκινα συγκεντρώνεται μετρήσιμη ποσότητα τέφρας. Δεδομένου του μικρού ποσοστού (0.6%) που κατακρατήθηκε από το κόσκινο των 500 μm , αποφασίσθηκε ότι δεν είναι σκόπιμο να χρησιμοποιηθεί κόσκινο μεγαλύτερου μεγέθους.

4.10.2 Δοκιμές επίδρασης του χρόνου κοσκινίσματος

Πραγματοποιήθηκαν δύο δοκιμές, για να διαπιστωθεί η επίδραση του χρόνου κοσκινίσματος. Η προετοιμασία των δειγμάτων που χρησιμοποιήθηκαν για τις δοκιμές αυτές περιγράφεται στην Παράγραφο 3.8. Τοποθετήθηκαν στη συσκευή τα κόσκινα των 45 μm , 63 μm , 125 μm , 250 μm και 500 μm . Οι δοκιμές πραγματοποιήθηκαν με πλάτος ταλάντωσης 1 mm. Στην πρώτη δοκιμή επιλέχθηκε χρόνος κοσκινίσματος 5 min, ενώ στη δεύτερη 10 min.

Τα αποτελέσματα των δύο παραπάνω δοκιμών παρουσιάζονται στο Σχήμα 4-11. Παρατηρείται ότι μεταξύ των δύο δοκιμών υπάρχει σημαντική διαφορά, γεγονός που σημαίνει ότι η διαδικασία του κοσκινίσματος δεν έχει ολοκληρωθεί σε χρόνο 5 min.

Δεν πραγματοποιήθηκαν περισσότερες δοκιμές της επίδρασης του χρόνου κοσκινίσματος, καθώς σε πραγματικές αναλύσεις η ολοκλήρωση της διαδικασίας ελέγχεται ούτως ή άλλως με επαναληπτικές αναλύσεις. Επιλέχθηκε το χρονικό διάστημα των 10 min ως ικανοποιητική αρχική προσέγγιση για τις δοκιμές παραμέτρων που ακολουθούν. Παράδειγμα εφαρμογής των κριτηρίων τερματισμού της διαδικασίας παρουσιάζεται στην Παράγραφο 4.10.5.

4.10.3 Δοκιμές επίδρασης του πλάτους ταλάντωσης

Πραγματοποιήθηκαν τέσσερις δοκιμές για να διαπιστωθεί η επίδραση του πλάτους κοσκινίσματος. Η προετοιμασία των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας που χρησιμοποιήθηκαν για το σκοπό αυτό περιγράφονται στην Παράγραφο 3.8 Στη συσκευή τοποθετήθηκαν τα κόσκινα των 45 μm , 63 μm , 125 μm , 250 μm και 500 μm . Σε όλες τις δοκιμές πλάτους διατηρήθηκε ο χρόνος κοσκινίσματος σταθερός στα 10 λεπτά και μετεβλήθη μόνο το πλάτος ταλάντωσης. Πραγματοποιήθηκαν δοκιμές με πλάτη 0.5, 1, 1.5 και 2 mm. Τα αποτελέσματα των τεσσάρων δοκιμών παρουσιάζονται στο Σχήμα 4-12.

Παρατηρήθηκε ότι υπάρχουν σημαντικές διαφορές μεταξύ των δοκιμών. Το ποσοστό μάζας που κατακρατείται σε κάθε κόσκινο εμφανίζει συσχέτιση με το πλάτος ταλάντωσης, η οποία εξαρτάται από το κοκκομετρικό κλάσμα: Στα κλάσματα άνω των 45 μm , το κατακρατούμενο ποσοστό μειώνεται, καθώς το πλάτος ταλάντωσης αυξάνει. Αντίθετα, στη βάση, όπου κατακρατείται το κλάσμα κάτω των 45 μm , το

κατακρατούμενο ποσοστό αυξάνεται καθώς το πλάτος ταλάντωσης αυξάνει. Οι συσχετίσεις αυτές οφείλονται στο ότι το κοσκίνισμα δεν έχει ολοκληρωθεί στο χρονικό διάστημα των 10 min που επιλέχθηκε. Αυξάνοντας το πλάτος ταλάντωσης, αυξάνεται και η αποτελεσματικότητα του κοσκινίσματος, με αποτέλεσμα μεγαλύτερο τμήμα από το λεπτόκοκκο κλάσμα να προλαβαίνει να φθάσει στη βάση της στοίβας των κοσκίνων.

Προκύπτει επομένως ότι πολύ μικρές τιμές πλάτους δεν είναι επιθυμητές γιατί οδηγούν σε υπερβολική αύξηση του χρόνου κοσκινίσματος για να ολοκληρωθεί η διαδικασία.

4.10.4 Δοκιμές επίδρασης της επιτάχυνσης

Όπως αναλύθηκε στην Παράγραφο 4.8.2, η συσκευή AS-200 επιτρέπει, εναλλακτικά τη ρύθμιση του πλάτους ή την επιτάχυνση της ταλάντωσης. Για να διαπιστωθεί η επίδραση της επιτάχυνσης στο κοσκίνισμα, πραγματοποιήθηκαν δοκιμές με δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας, η προετοιμασία των οποίων περιγράφεται στην Παράγραφο 3.8. Για τις δοκιμές αυτές τοποθετήθηκαν στη συσκευή τα κόσκινα των 45 μm, 63 μm, 125 μm, 250 μm και 500 μm. Σε όλες τις δοκιμές επιτάχυνσης διατηρήθηκε το χρόνος κοσκινίσματος σταθερός στα 10 λεπτά και μετεβλήθη μόνο η επιτάχυνση της ταλάντωσης.

Πραγματοποιήθηκαν δοκιμές με επιτάχυνση 3.5g, 6.0g, 8.0g και 10g. Κατά την πραγματοποίηση της τελευταίας δοκιμής παρατηρήθηκε ότι η λειτουργία της συσκευής ήταν ιδιαίτερα θορυβώδης και παρουσίαζε πολύ έντονους κραδασμούς. Για την αποφυγή καταπόνησης της συσκευής, διεκόπη το κοσκίνισμα πριν την ολοκλήρωση του προκαθορισμένου διαστήματος των 10 min. Τα αποτελέσματα των υπόλοιπων τριών δοκιμών παρουσιάζονται στο Σχήμα 4-13.

Η εικόνα η οποία παρουσιάζεται από τα αποτελέσματα των δοκιμών επιτάχυνσης είναι αντίστοιχη με εκείνη των δοκιμών πλάτους: Αύξηση της επιτάχυνσης οδηγεί στη συλλογή μεγαλύτερου ποσοστού στο τελευταίο λεπτόκοκκο κλάσμα, καθώς η αποδοτικότητα του κοσκινίσματος αυξάνει.

4.10.5 Δοκιμή τερματισμού της διαδικασίας κοσκίνισματος

Όπως έχει παρουσιασθεί στην Παράγραφο 4.7.2, στις τυποποιημένες μεθόδους ανάλυσης προτείνεται το κοσκίνισμα να γίνεται αρχικά για ένα προκαθορισμένο χρονικό διάστημα και στη συνέχεια σε επαναλαμβανόμενα μικρότερα διαστήματα μέχρι την ολοκλήρωση της διαδικασίας.

Εφαρμόστηκε μια τέτοια μεθοδολογία, χρησιμοποιώντας δείγμα Ιπτάμενης Τέφρας. Το δείγμα κοσκίνιστηκε αρχικά για 10 min, σε επιτάχυνση 8g, και στη συνέχεια σε επαναλαμβανόμενα διαστήματα 2 min. Τα κόσκινα ζυγίστηκαν μετά την ολοκλήρωση κάθε διαστήματος. Συνολικά πραγματοποιήθηκαν 5 επαναλήψεις.

Το καθαρό βάρος της ποσότητας που κατακρατήθηκε σε κάθε κόσκινο, στο τέλος κάθε χρονικού διαστήματος, παρουσιάζεται στον Πίνακα 4-5. Με βάση τα δεδομένα αυτά επιχειρήθηκε να εφαρμοσθούν τα κριτήρια τερματισμού που έχουν αναφερθεί.

Στο Σχήμα 4-14 παρουσιάζεται η σχετική μεταβολή της ποσότητας που συγκρατήθηκε σε κάθε κόσκινο, σε σχέση με το χρόνο κοσκίνισματος. Παρατηρείται ότι οι μεταβολές είναι μεγαλύτερες από το όριο του 0,2%, το οποίο προτείνεται από το πρότυπο BS 1796, ειδικά για τα κλάσματα μεγαλύτερης διαμέτρου, όπου οι ποσότητες που συγκρατούνται είναι πολύ μικρές. Ακόμα και μετά από 20 min, η διαδικασία τυπικά δεν έχει ολοκληρωθεί.

Στο Σχήμα 4-15 παρουσιάζεται η μεταβολή της ποσότητας που συγκρατήθηκε σε κάθε κόσκινο, ως ποσοστό του αρχικού φορτίου. Παρατηρείται ότι, αν και οι μεταβολές στο πρώτο στάδιο είναι μικρότερες από 0,5%, και επομένως το κριτήριο ικανοποιείται, σε όλα τα επόμενα βήματα αυτό δεν ισχύει. Αυτό σημαίνει ότι, ο τερματισμός με βάση το κριτήριο αυτό στο πρώτο βήμα θα ήταν πρόωρος. Πρέπει στο σημείο αυτό να επισημανθεί ότι το πρότυπο ASTM 452 συνιστά μεγαλύτερο αρχικό χρόνο κοσκίνισματος και μεγαλύτερα ενδιάμεσα διαστήματα.

Διαπιστώνεται επομένως ότι το κριτήριο του προτύπου BS 1796 δεν ικανοποιείται από την ανάλυσή που έγινε, ενώ εκείνο του προτύπου ASTM 452 ικανοποιείται. Επομένως, σύμφωνα με το ένα πρότυπο η ανάλυση έχει ολοκληρωθεί, ενώ σύμφωνα με το άλλο όχι. Τέτοιες διαφορές είναι φυσιολογικό να παρατηρούνται, καθώς το κριτήριο τερματισμού είναι μια τυπική μέθοδος για να αποφασίζεται η ολοκλήρωση

της διαδικασίας, αποφεύγοντας τα σφάλματα λόγω υποκειμενικής κρίσης του αναλυτή.

4.10.6 Δοκιμές κοσκίνισματος με διαλείμματα

Το κοσκίνισμα με διαλείμματα βοηθά στην καλύτερη ανάλυση ορισμένων κόνεων, ιδιαίτερα εκείνων που έχουν την τάση να σχηματίζουν συσσωματώματα που φράσσουν τις οπές του κόσκινου.

Για να διαπιστωθεί αν εμφανίζονται τέτοια φαινόμενα κατά την ανάλυση της τέφρας, πραγματοποιήθηκαν δύο δοκιμές ανάλυσης με διαλείμματα. Για τις δοκιμές αυτές χρησιμοποιήθηκαν δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης, η προετοιμασία των οποίων έχει παρουσιαστεί στην Παράγραφο 3.8. Στη συσκευή τοποθετήθηκαν τα κόσκινα των 45 μm, 63 μm, 125 μm, 250 μm και 500 μm και η συσκευή ρυθμίστηκε για χρόνο κοσκίνισματος 10 min και πλάτος 1,5 mm. Επιπλέον, η συσκευή ρυθμίστηκε για διάλειμμα κάθε 30 sec και κάθε 10 sec αντίστοιχα στις δύο δοκιμές.

Τα αποτελέσματα των δύο δοκιμών παρουσιάζονται στο Σχήμα 4-16. Στο Σχήμα αυτό έχουν συμπεριληφθεί για λόγους σύγκρισης και μια ανάλυση που πραγματοποιήθηκε με τις ίδιες ρυθμίσεις αλλά χωρίς διαλείμματα. Από τη σύγκριση των κατανομών δεν φαίνεται να υπάρχει διαφορά από το κοσκίνισμα χωρίς διαλείμματα. Και πάλι, μία δόκιμη διαδικασία στατιστικού ελέγχου θα μπορούσε να καταδείξει κατά πόσον η διαφορά αυτή είναι στατιστικά σημαντική.

4.10.7 Προτεινόμενες ρυθμίσεις για την ανάλυση δειγμάτων τέφρας

Από την διεξαγωγή των πειραμάτων που έγιναν για την διερεύνηση της επίδρασης των διαφόρων παραμέτρων λειτουργίας στην ανάλυση κοκκομετρίας οι παρακάτω ρυθμίσεις προτείνονται για τις αναλύσεις δειγμάτων τέφρας:

- Φορτίο μέχρι 1kg
- Πλάτος ταλάντωσης 2.0mm ή επιτάχυνση 8g.
- Αρχικός χρόνος κοσκίνισματος 10 min
- Χωρίς διαλείμματα

Επισημαίνεται ότι οι τιμές των ρυθμίσεων είναι ενδεικτικές και ότι με διαφορετικές αρχικές τιμές η διαδικασία θα μπορούσε να ολοκληρωθεί. Οι συγκεκριμένες τιμές επιλέχθηκαν έτσι ώστε να μην είναι ιδιαίτερα χρονοβόρος η διαδικασία και για τον λόγο αυτό αποκλείστηκαν οι πολύ μικρές τιμές για τις διάφορες παραμέτρους. Επιπλέον αποκλείστηκαν οι πολύ μεγάλες τιμές που θα συντόμευαν την διαδικασία για να μην καταπονείται η συσκευή λόγω έντονων δονήσεων.

Τυπικά, για την ολοκλήρωση της διαδικασίας πρέπει να χρησιμοποιείται ένα κριτήριο τερματισμού. Δοκιμάζοντας τα κριτήρια που προτείνονται στη βιβλιογραφία διαπιστώθηκε ότι αυτά είναι αρκετά αυστηρά και οδηγούν σε πολύ μεγάλους χρόνους ανάλυσης. Για το λόγο αυτό στα πλαίσια της ΔΕ επιλέχθηκε ως κριτήριο ο τερματισμός της διαδικασίας να γίνεται όταν η μεταβολή σε κάθε κοκκομετρικό κλάσμα δεν ξεπερνούσε το 1% του συνολικού φορτίου.

4.11 Κοκκομετρική ανάλυση δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας

Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία αναλύθηκαν δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας από το αρχείο δειγμάτων του ΕΠΤ-ΕΜΠ. Επιλέχθηκαν δείγματα από τα οποία υπήρχε διαθέσιμη μεγάλη ποσότητα, ώστε να είναι δυνατός ο διαχωρισμός τους σε κοκκομετρικά κλάσματα και η πραγματοποίηση αναλύσεων επί των κλασμάτων. Για το σκοπό αυτό έγιναν αντικείμενο επεξεργασίας δύο διαφορετικά δείγματα όπως περιγράφεται αναλυτικότερα στο 2^ο Κεφάλαιο:

- Ιπτάμενη τέφρα προερχόμενη από λιγνιτικό σταθμό στην περιοχή της Μεγαλόπολης.
- Ιπτάμενη τέφρα από σταθμό μεικτής καύσης γαιάνθρακα/ βιομάζας στη Δανία.

Προκείμενου να εκτιμηθούν οι απαιτούμενες ποσότητες αρχικού δείγματος, ώστε σε κάθε κοκκομετρικό κλάσμα να συγκεντρώνεται επαρκής ποσότητα για τις περαιτέρω αναλύσεις, έπρεπε να είναι καταρχήν γνωστή η κατανομή της κάθε Ιπτάμενης Τέφρας. Για τον σκοπό αυτό πραγματοποιήθηκαν προκαταρκτικές αναλύσεις με μικρή ποσότητα Ιπτάμενης Τέφρας, ώστε να προσδιορισθούν κατά προσέγγιση οι κατανομές τους. Από τις προκαταρκτικές αναλύσεις αυτές, και λαμβάνοντας υπ' όψιν τις απαιτούμενες για την ανάλυση ποσότητες όπως περιγράφονται στο Κεφάλαιο 5, διαπιστώθηκε ότι απαιτούνταν ~3 kg Ιπτάμενης Τέφρας από το κάθε δείγμα.

4.11.1 Δείγμα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

Από τις δοκιμές παραμέτρων οι οποίες έχουν περιγραφεί στις προηγούμενες παραγράφους, διαπιστώθηκε ότι σημαντικό ποσοστό της Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης, της τάξης του 36%, συγκεντρώνεται στο κλάσμα κάτω των 45 μm . Για το λόγο αυτό επιχειρήθηκε περαιτέρω διαχωρισμός του κλάσματος αυτού, χρησιμοποιώντας κόσκινο μεγέθους οπής 32 μm , το οποίο υπήρχε διαθέσιμο στο Εργαστήριο.

Αρχικά κοσκινίστηκε με το χέρι μικρή ποσότητα τέφρας από το κλάσμα κάτω των 45 μm με το κόσκινο των 32 μm . Διαπιστώθηκε από τη δοκιμή αυτή ότι μεγάλο ποσοστό της τέφρας, της τάξης του 50%, περνάει από το κόσκινο. Κρίθηκε επομένως σκόπιμο να επαναληφθεί το κοσκίνισμα όλων των μέχρι τώρα συγκεντρωμένων δειγμάτων, προσθέτοντας το κόσκινο των 32 μm .

Για τη δεύτερη αυτή ανάλυση, τοποθετήθηκαν στη συσκευή τα κόσκινα των 32 μm , 45 μm , 63 μm , 125 μm , 250 μm και 500 μm . Σε κάθε κόσκινο τοποθετήθηκε το σύνολο των ποσοτήτων Ιπτάμενης Τέφρας που είχε συγκρατήσει στις προηγούμενες δοκιμές. Η τέφρα Κοσκινίστηκε για 10 λεπτά σε πλάτος κοσκινίσματος 1,5 mm. Οι ποσότητες τέφρας που συλλέχθηκαν σε κάθε κλάσμα με τον τρόπο αυτό, είναι οι ποσότητες που χρησιμοποιήθηκαν για τις αναλύσεις που περιγράφονται στο Κεφάλαιο 5.

Επειδή το κοσκίνισμα τις τέφρας έγινε σταδιακά, χωρίς να εξασφαλίζεται η αντιπροσωπευτικότητα, πραγματοποιήθηκε νέα ανάλυση με μικρή ποσότητα τέφρας, για τον προσδιορισμό με ακρίβεια της κατανομής κοκκομετρίας. Για τη δοκιμή αυτή χρησιμοποιήθηκαν 400 g Ιπτάμενης Τέφρας, τα οποία κοσκινίστηκαν σε πλάτος 2 mm. Αρχικά κοσκινίστηκαν για χρονικό διάστημα 10 min, και στη συνέχεια σε επαναλαμβανόμενα διαστήματα 2 min. Η διαδικασία τερματίστηκε μετά από πέντε επαναλήψεις, αφού διαπιστώθηκε ότι η μεταβολή σε κάθε κοκκομετρικό κλάσμα δεν ξεπερνούσε το 1% του συνολικού φορτίου.

Η κατανομή που προέκυψε από την ανάλυση αυτή παρουσιάζεται στο Σχήμα 4-17. Το ποσοστό μάζας που κατακρατήθηκε σε κάθε κοκκομετρικό κλάσμα παρουσιάζεται στον Πίνακα 4-6.

4.11.2 Δείγμα Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup

Η συνολικά διαθέσιμη ποσότητα της τέφρας αυτής ήταν ίση με περίπου 2 kg. Με βάση τις απαιτούμενες ποσότητες για τις σχεδιαζόμενες αναλύσεις, αποφασίστηκε να κοσκινισθεί το σύνολο της διαθέσιμης ποσότητας. Για το λόγο αυτό δεν χρησιμοποιήθηκε ο περιστροφικός διαχωριστής για την προετοιμασία των δειγμάτων. Αρχικά, πραγματοποιήθηκε μια σειρά διερευνήσεων για να μελετηθεί η συμπεριφορά της μηχανής ανάλυσης κοκκομετρίας σε μεγάλα φορτία, πριν τον τελική ανάλυση του δείγματος.

Αρχικά δοκιμάστηκε το κοσκίνισμα μεγάλης ποσότητας τέφρας, ώστε να εξετασθεί και η συμπεριφορά της μηχανής με μεγαλύτερα φορτία. Για την ανάλυση αυτή χρησιμοποιήθηκαν 921,6 g τέφρας. Τοποθετήθηκαν στη συσκευή τα κόσκινα των 32 μm , 45 μm , 63 μm , 125 μm , 250 μm και 500 μm και ρυθμίστηκε το πλάτος ταλάντωσης σε 1,5 mm. Επειδή το φορτίο ήταν αρκετά μεγάλο επιλέχθηκε αρχικός χρόνος κοσκίνισματος 20 λεπτά. Μετά το τέλος της διαδικασίας ζυγίστηκαν τα κόσκινα και συνέχισε το κοσκίνισμα για ακόμα 2 min.

Παρατηρήθηκε ότι στα τρία μεγαλύτερα κλάσματα η μεταβολή κατά το δεύτερο κοσκίνισμα ήταν μικρότερη από 1%, ενώ στα άλλα κλάσματα υπήρχαν μεγάλες διαφορές. Η περισσότερη ποσότητα είχε συγκεντρωθεί στο κλάσμα 63-125 μm . Διαπιστώθηκε ότι, λόγω της κατακράτησης μεγάλης ποσότητας στο κόσκινο αυτό, δημιουργήθηκε ένα στρώμα μεγάλου πάχους που δεν επέτρεπε εύκολα την διέλευση των σωματιδίων παρόλη την δόνηση.

Για να διερευνηθεί το φαινόμενο αυτό, αφαιρέθηκαν οι συγκεντρωμένες ποσότητες από κάθε κοκκομετρικό κλάσμα και επανατοποθετήθηκε μικρή ποσότητα από το κλάσμα 63-125 μm στο κόσκινο των 125 μm για περαιτέρω κοσκίνισμα. Ακολούθησε κοσκίνισμα για διάστημα 5 min με πλάτος 1,5 mm και διαπιστώθηκε ότι ο διαχωρισμός των σωματιδίων προχωρά με πολύ μεγαλύτερο ρυθμό.

Στη συνέχεια τοποθετήθηκε ποσότητα 162,7g από το κλάσμα 63 - 125 μm στη συσκευή και συνέχισε το κοσκίνισμα σε διαστήματα των 5 min. Η διαδικασία ολοκληρώθηκε μετά από πέντε επαναλήψεις, οπότε η σχετική μεταβολή σε όλα τα κλάσματα ήταν μικρότερη από 1%.

Ακολουθώς κοσκινίστηκε η υπόλοιπη ποσότητα που διετίθετο από το αρχικό κοσκίνισμα από το κλάσμα 63-125, η οποία ήταν 79,2g. Η τέφρα τοποθετήθηκε στο κόσκινο 125 και κοσκινίστηκε για 3 διαδοχικά 5λεπτα με πλάτος κοσκινίσματος 2 mm όπου και ολοκληρώθηκε η διαδικασία καθώς επιτεύχθηκε το κριτήριο του 1%.

Για να αποφευχθούν παρόμοια προβλήματα κατά το κοσκίνισμα της υπόλοιπης ποσότητας, πραγματοποιήθηκε η ανάλυση σε τρία στάδια, χρησιμοποιώντας 250 g τέφρας για το κάθε ένα. Για κάθε ανάλυση έγινε αρχικό κοσκίνισμα για 10 λεπτά με πλάτος κοσκινίσματος 2mm και ακολούθησαν επαναλήψεις διάρκειας 5 min με το ίδιο πλάτος. Η διαδικασία ολοκληρώθηκε μετά από δύο επαναλήψεις, οπότε η σχετική μεταβολή σε όλα τα κλάσματα ήταν μικρότερη από 1%. Επισημαίνεται ότι, επειδή υπήρχαν ενδείξεις ότι το κόσκινο 32 μm εμφάνιζε διαρροές, λόγω επεμβάσεων που έχει υποστεί στο παρελθόν, για τον τερματισμό της διαδικασίας τα κλάσματα 32 – 45 μm και < 32 μm λήφθηκαν αθροιστικά στους υπολογισμούς.

Τα αποτελέσματα των τριών αυτών αναλύσεων του δείγματος Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup παρουσιάζονται στο Σχήμα 4-18. Ο Πίνακας 4-7 περιέχει το μέσο όρο του ποσοστού μάζας που κατακρατήθηκε στο κάθε κλάσμα. Επιπλέον στο Σχήμα 4-19 παρουσιάζονται φωτογραφίες από τα κόσκινα, μετά την ολοκλήρωση της διαδικασίας και πριν αφαιρεθεί η Ιπτάμενη Τέφρα. Διαπιστώνεται ότι τα κλάσματα μπορούν να διακριθούν οπτικά μεταξύ τους, τόσο λόγω του διαφορετικού μεγέθους κόκκου όσο και διαφορών στο χρώμα και την υφή της τέφρας. Ενδιαφέρον παρουσιάζει το γεγονός ότι σε ορισμένα κλάσματα εμφανίζεται διχρωμία, γεγονός που αποτελεί ένδειξη ανομοιογένειας ως προς τη σύσταση, ακόμα και μέσα στο ίδιο κοκκομετρικό κλάσμα.

4.12 Συμπεράσματα

Όπως περιγράφηκε στο παρόν κεφάλαιο, η συσκευή ανάλυσης κοκκομετρίας AS 200 Control τέθηκε με επιτυχία σε λειτουργία. Η καλή λειτουργία της διαπιστώθηκε με τις δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν με άμμο θαλάσσης. Διαπιστώθηκε από τις δοκιμές αυτές ότι τα αποτελέσματα εμφανίζουν πολύ καλή επαναληψιμότητα, όταν η διαδικασία ανάλυσης και οι ρυθμίσεις της συσκευής παραμένουν σταθερές.

Δοκιμάσθηκαν οι παράμετροι λειτουργίας της συσκευής και διαπιστώθηκε ότι υπάρχει αλληλεξάρτηση μεταξύ τους. Οι παράμετροι λειτουργίας πρέπει να επιλέγονται μετά από δοκιμή αν είναι δυνατόν, ώστε να είναι κατάλληλες για το αναλυόμενο υλικό και το επιθυμητό φορτίο. Το κυριότερο πρόβλημα που εμφανίζεται όταν οι παράμετροι δεν επιλεγούν σωστά είναι η πολύ μεγάλη διάρκεια ανάλυσης.

Για τις Ιπτάμενες Τέφρες οι οποίες εξετάσθηκαν στα πλαίσια της παρούσης εργασίας, διαπιστώθηκε ότι μπορεί να επιτευχθεί ικανοποιητική ανάλυση σε χρόνους της τάξης των 20 min, κοσκινίζοντας σε πλάτος 2 mm. Αντίστοιχα αποτελέσματα μπορούν να επιτευχθούν ρυθμίζοντας την επιτάχυνση στα 8g. Επισημαίνεται ότι οι τιμές αυτές ισχύουν για μικρά φορτία, έως 500 g. Σε μεγαλύτερα φορτία, η συσκευή μπορεί να μην επιτυγχάνει το επιθυμητό πλάτος, κάτι που πρέπει να ελέγχεται μέσω του λογισμικού EasySieve. Η επιλογή του φορτίου πρέπει να λαμβάνει υπ' όψιν και την πυκνότητα του υλικού, καθώς υλικά με χαμηλή πυκνότητα όπως η τέφρα μπορεί να σχηματίζουν παχύ στρώμα το οποίο εμποδίζει την ανάλυση ακόμα και όταν η μάζα είναι μικρότερη από τα όρια ασφαλείας της συσκευής.

Οι πρότυποι μέθοδοι κοσκίνισματος που αναφέρονται στη βιβλιογραφία χρησιμοποιούν ορισμένα τυποποιημένα κριτήρια για τον καθορισμό του σημείου ολοκλήρωσης της διαδικασίας. Προτείνεται με βάση τις δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν στη ΔΕ, για καθημερινή χρήση, το κοσκίνισμα να γίνεται αρχικά για 10 min και η διαδικασία να ολοκληρώνεται όταν η σχετική μεταβολή όλων των κλασμάτων γίνει μικρότερη από 1 % του αρχικού φορτίου. Ένας λόγος για τον οποίο υιοθετήθηκε το σχετικά χαλαρό αυτό κριτήριο είναι και το γεγονός ότι οι αναλύσεις στις οποίες θα υποβληθούν τα δείγματα τα οποία προκύπτουν από τις κοκκομετρικές αναλύσεις συνοδεύονται ούτως ή άλλως από αβεβαιότητες υψηλότερες τουλάχιστον του 2%. Δεν είναι επομένως σκόπιμη η επιμονή σε επίτευξη μεγαλύτερης ακρίβειας κατά τη φάση της κοκκομετρικής ανάλυσης.

Καλό είναι κατά την ανάλυση με κοσκίνισμα να γίνεται και οπτικός έλεγχος των συλλεγόμενων κλασμάτων, καθώς μπορεί να προκύψουν χρήσιμα συμπεράσματα σχετικά με την ομοιογένεια του υλικού.

Η συσκευή AS-200 χρησιμοποιήθηκε για την ανάλυση δύο διαφορετικών δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας, ένα από τα οποία προέρχεται από σταθμό της Μεγαλόπολης, ενώ το δεύτερο από σταθμό της Δανίας όπου γίνεται μικτή καύση γαιάνθρακα - βιομάζας.

Οι κατανομές κοκκομετρίας των δύο δειγμάτων συγκρίνονται στο Σχήμα 4-20. Το δείγμα τέφρας Μεγαλόπολης βρέθηκε να έχει γενικά μεγαλύτερο μέγεθος κόκκων από το δείγμα τέφρας Studstrup. Συγκεκριμένα, στην τέφρα Μεγαλόπολης συγκεντρώθηκε το 28 % της συνολικής μάζας στο κλάσμα <32 μm, ενώ στη τέφρα Studstrup στο κλάσμα <32 μm συγκεντρώθηκε το 45,9 %.

Πίνακες Κεφαλαίου

Πίνακας 4-1: Μεγέθη κοσκίνων και συλλέκτη βάσης

<i>Μέγεθος</i>	<i>Αριθμός Τύπου</i>	<i>Αριθμός Σειράς</i>	<i>Εταιρεία Κατασκευής</i>
ΒΑΣΗ	697200050	0 6016314	RETSCH
32μm	667924	347863	ENDECOTTS
32μm	6013100032	08020037	RETSCH
45μm	6013100045	06013558	RETSCH
63μm	6013100063	06013632	RETSCH
125μm	60131000125	06013786	RETSCH
250μm	60131000250	06017885	RETSCH
500μm	60231000500	06014218	RETSCH

Πίνακας 4-2: Δοκιμές ανάλυσης κοκκομετρίας με άμμο θαλάσσης

Αρχείο	Φορτίο (g)	Ρυθμίσεις	Παρατηρήσεις
SANDTEST01	502,0	Πλάτος 1.5 mm, Χρόνος 10 min	Από περιστροφικό διαχωριστή
SANDTEST02	502,0	Πλάτος 1.5 mm, Χρόνος 10 min	Από περιστροφικό διαχωριστή
SANDTEST03	502,0	Πλάτος 1.5 mm, Χρόνος 10 min	Από τυχαία δειγματοληψία
SANDTEST04	502,0	Πλάτος 1.5 mm, Χρόνος 10 min	Από περιστροφικό διαχωριστή, με προκοσκίνισμα
SANDTEST07	350,0	Πλάτος 2mm Χρόνος 10min	Από περιστροφικό διαχωριστή
SANDTEST08	350,0	Πλάτος 2mm Χρόνος 10min	Από περιστροφικό διαχωριστή
SANDTEST09	350,0	Πλάτος 2mm Χρόνος 10min	Από περιστροφικό διαχωριστή
SANDTEST10	350,0	Πλάτος 2mm Χρόνος 10min	Από περιστροφικό διαχωριστή

Πίνακας 4-3: Δοκιμές παραμέτρων με Ιπτάμενη Τέφρα

Αρχείο	Φορτίο (g)	Ρυθμίσεις	Παρατηρήσεις
FLYASH01	520,0	Πλάτος 1.0 mm, Χρόνος 10 min	Δοκιμή επιλογής κοσκίνων
FLYASH02	200,1	Πλάτος 1.0 mm, Χρόνος 5 min	Δοκιμή χρόνου κοσκινίσματος
FLYASH03	200,1	Πλάτος 1.0 mm, Χρόνος 10 min	Δοκιμή χρόνου κοσκινίσματος
FLYASH04	200,0	Πλάτος 0.5 mm, Χρόνος 10 min	Δοκιμή πλάτους
FLYASH05	200,0	Πλάτος 1.0 mm Χρόνος 10 min	Δοκιμή πλάτους
FLYASH06	200,0	Πλάτος 1.5 mm Χρόνος 10 min	Δοκιμή πλάτους
FLYASH07	200,0	Πλάτος 2.0 mm Χρόνος 10 min	Δοκιμή πλάτους
FLYASH10	200,0	Επιτάχυνση 3.5g Χρόνος 10 min	Δοκιμή επιτάχυνσης
FLYASH11	200,0	Επιτάχυνση 10.0g Χρόνος 10 min	Δοκιμή επιτάχυνσης
FLYASH12	200,0	Επιτάχυνση 6.0g Χρόνος 10 min	Δοκιμή επιτάχυνσης
FLYASH13	200,0	Επιτάχυνση 8.0g Χρόνος 10 min	Δοκιμή επιτάχυνσης
FLYASH19	200,0	Διάλειμμα 30 sec Χρόνος 10 min	Δοκιμή διαλείμματος
FLYASH20	200,0	Διάλειμμα 10 sec Χρόνος 10 min	Δοκιμή διαλείμματος

Πίνακας 4-4: Αποτελέσματα δοκιμών επαναληψιμότητας με άμμο θαλάσσης

Κλάσμα	Ποσοστό Μάζας (%)					
	Δοκιμή				Μέση Τιμή	Τυπική Απόκλιση
	1	2	3	4		
<45	1,1	0,9	1,0	0,9	1,0	0,10
45-63	1,0	1,1	0,9	1,0	1,0	0,08
63-125	9,8	9,5	9,5	9,5	9,6	0,15
125-250	39,0	38,7	39,9	39,6	39,3	0,55
250-500	42,0	42,6	41,9	42,1	42,2	0,31
>500	7,1	7,3	6,8	6,9	7,0	0,22

Πίνακας 4-5: Αποτελέσματα δοκιμής τερματισμού της διαδικασίας

Κλάσμα	Μάζα (g)					
	Χρόνος Κοσκινίσματος (min)					
	10	12	14	16	18	20
>500	1,2	1,1	1,0	0,9	0,8	0,8
250 – 500	10,3	10,2	9,9	9,8	9,7	9,6
125 – 250	37,1	37,0	37,1	36,9	36,8	36,8
63 – 125	46,5	46,2	46,2	46,0	46,0	45,9
45 – 63	26,7	26,3	26,0	25,8	25,7	25,7
<45	78,6	79,4	80,0	80,5	80,9	81,2

Πίνακας 4-6: Κατανομή κοκκομετρίας δείγματος Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

Κλάσμα	Ποσοστό Μάζας (%)
< 32 μm	28,0
32 – 45 μm	12,4
45 – 63 μm	12,7
63 –125 μm	22,8
125 – 250 μm	18,7
250 – 500 μm	4,9
> 500 μm	0,4

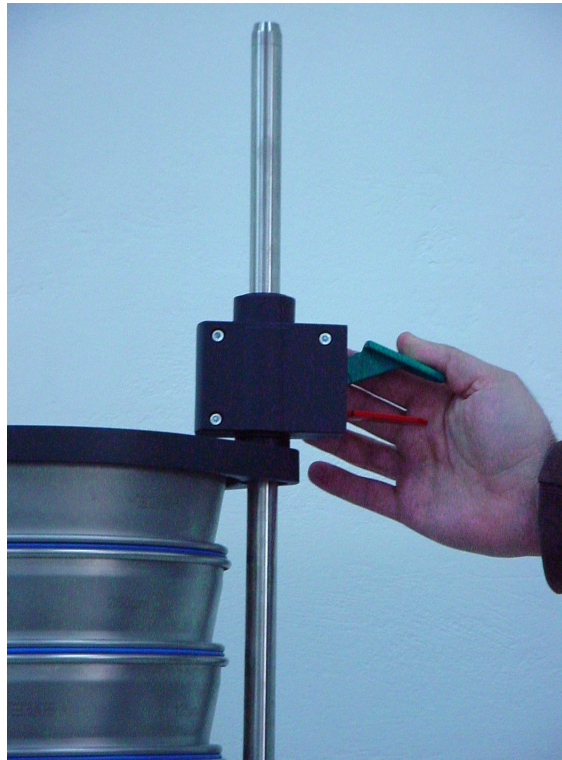
Πίνακας 4-7: Κατανομή κοκκομετρίας δείγματος Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup

Κλάσμα	Ποσοστό Μάζας (%)
< 32 μm	45,9
32 – 45 μm	17,5
45 – 63 μm	13,9
63 –125 μm	16,7
125 – 250 μm	4,3
250 – 500 μm	1,1
> 500 μm	0,5

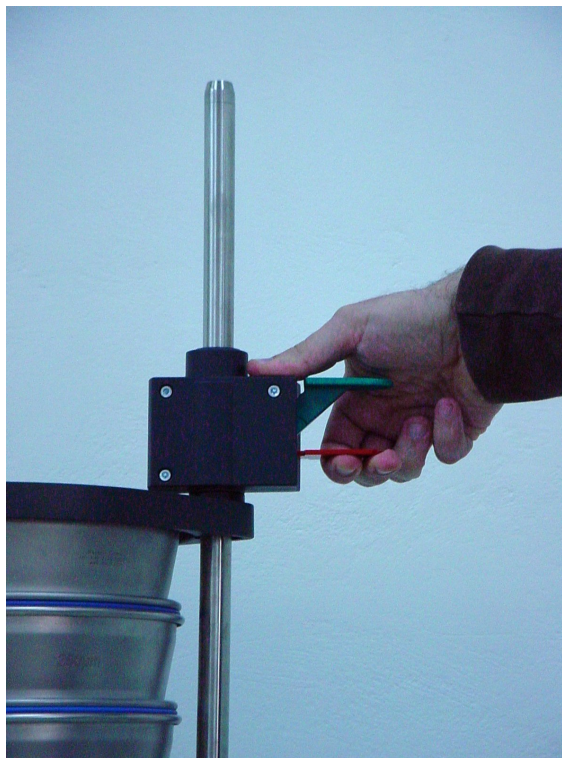
Σχήματα Κεφαλαίου



Σχήμα 4-1: Μηχανή κοσκινίσματος AS 200 control



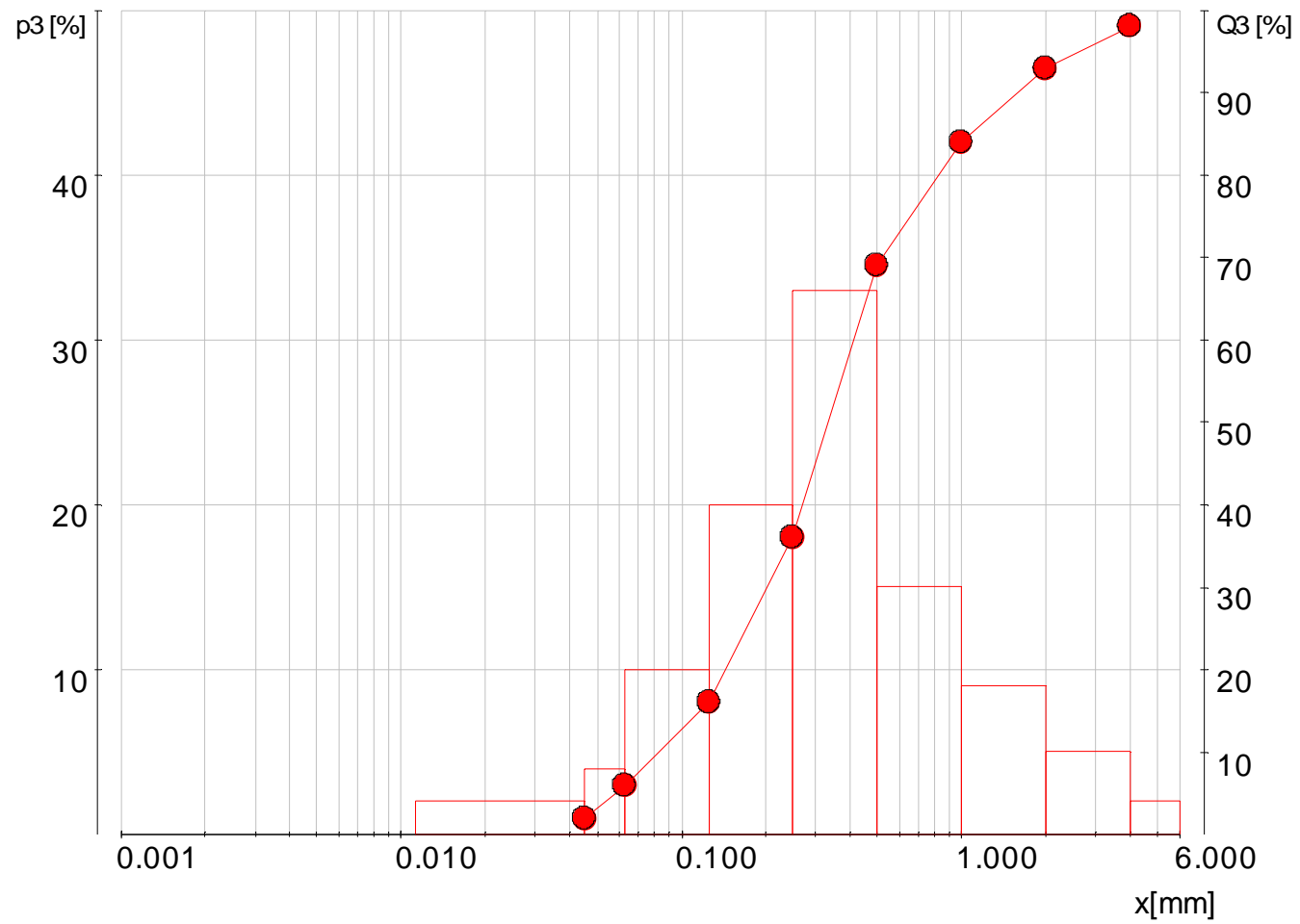
Σχήμα 4-2: Τρόπος προσαρμογής καπακιού κορυφής



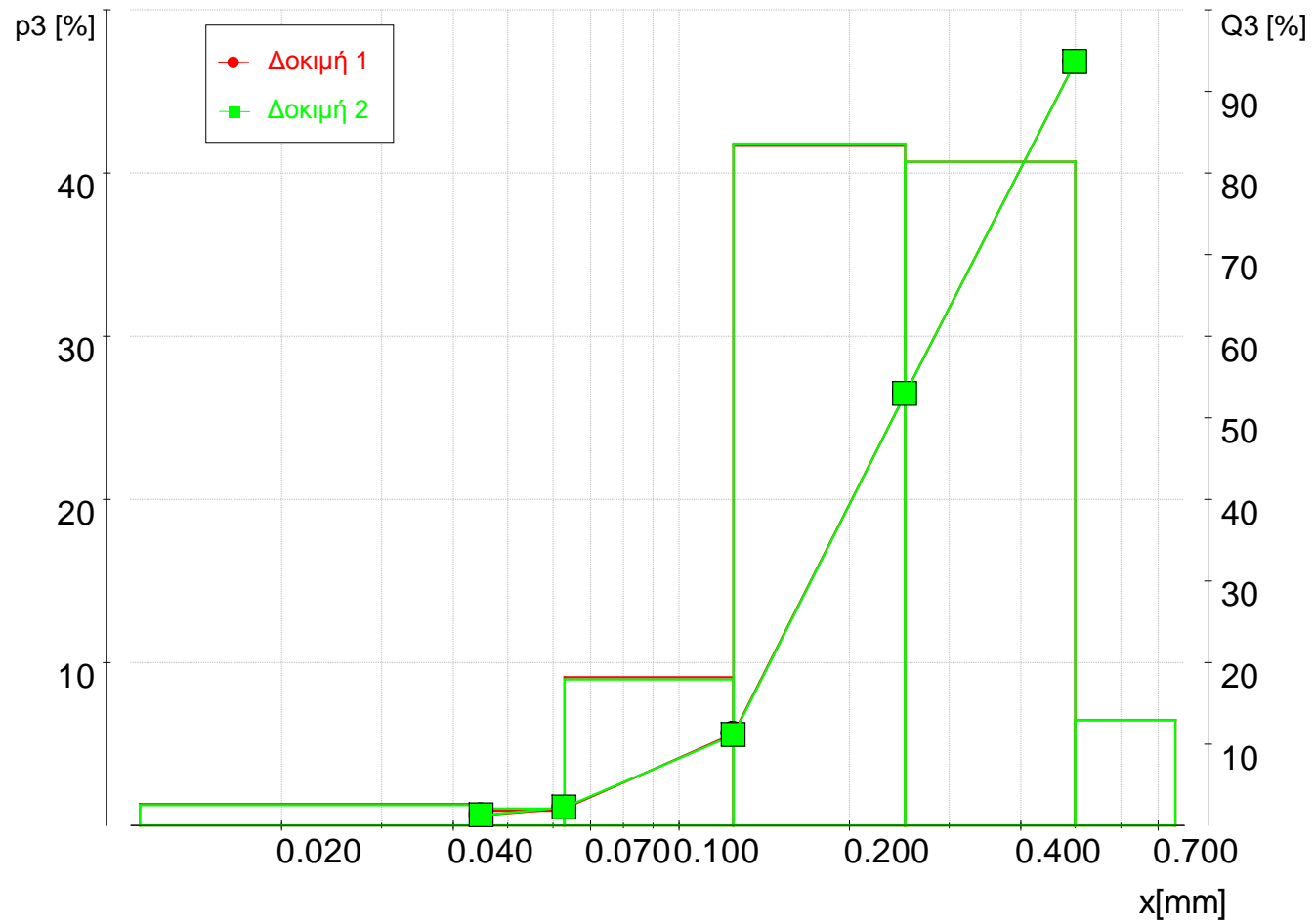
Σχήμα 4-3: Τρόπος απασφάλισης καπακιού κορυφής



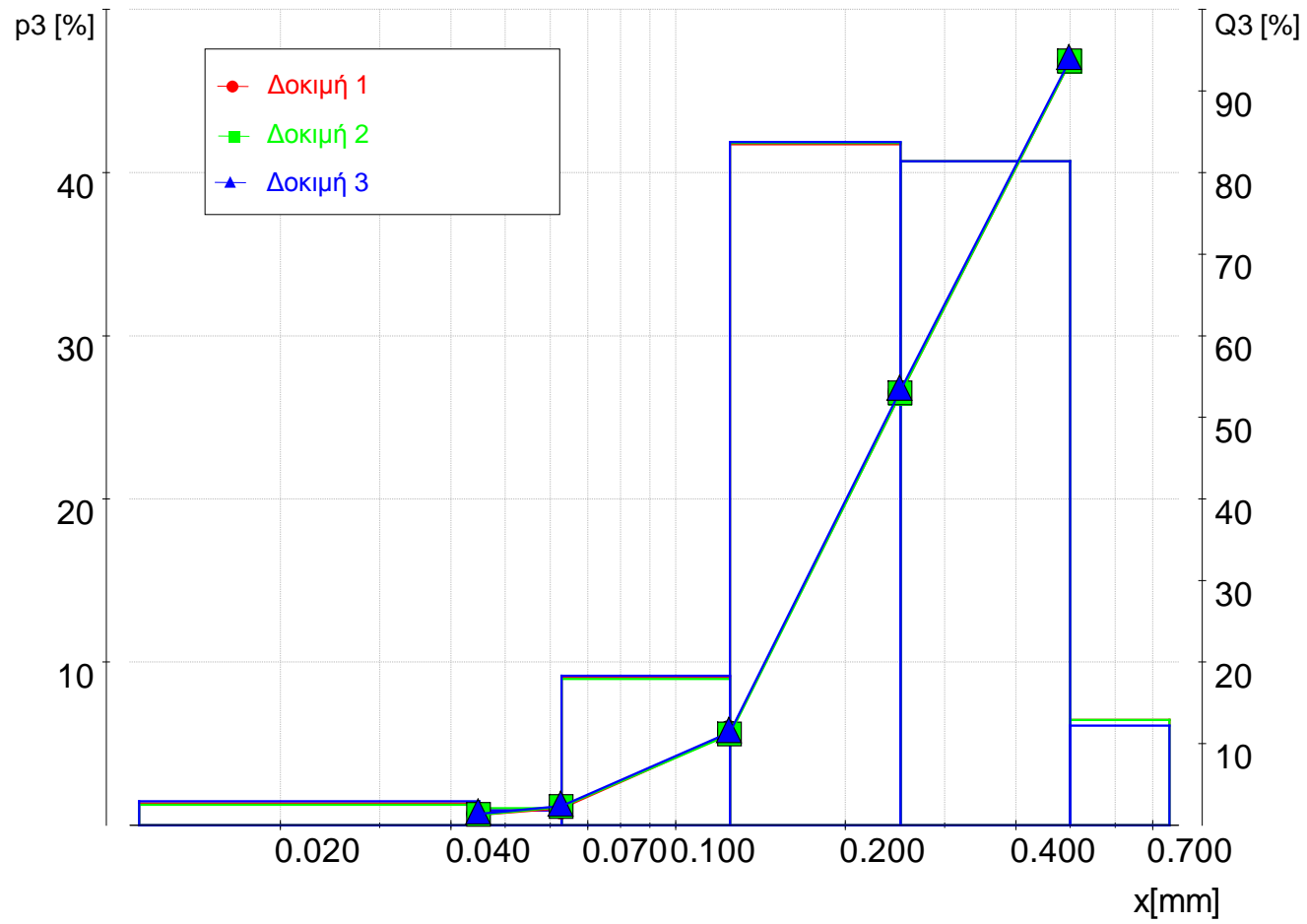
Σχήμα 4-4: Συσκευή καθαρισμού Elmasonic S100



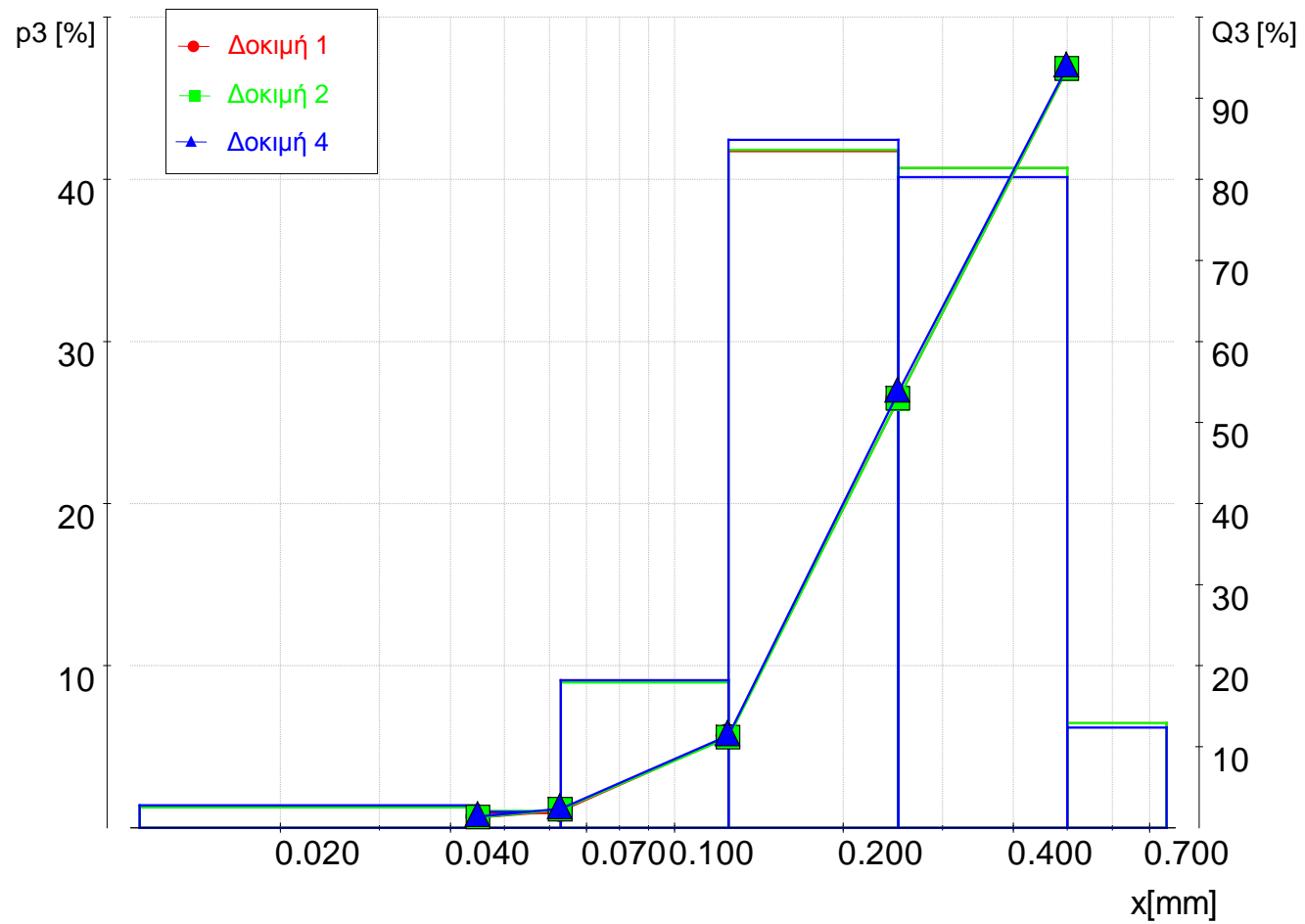
Σχήμα 4-5: Παράδειγμα τυποποιημένου διαγράμματος κατανομής κοκκομετρίας



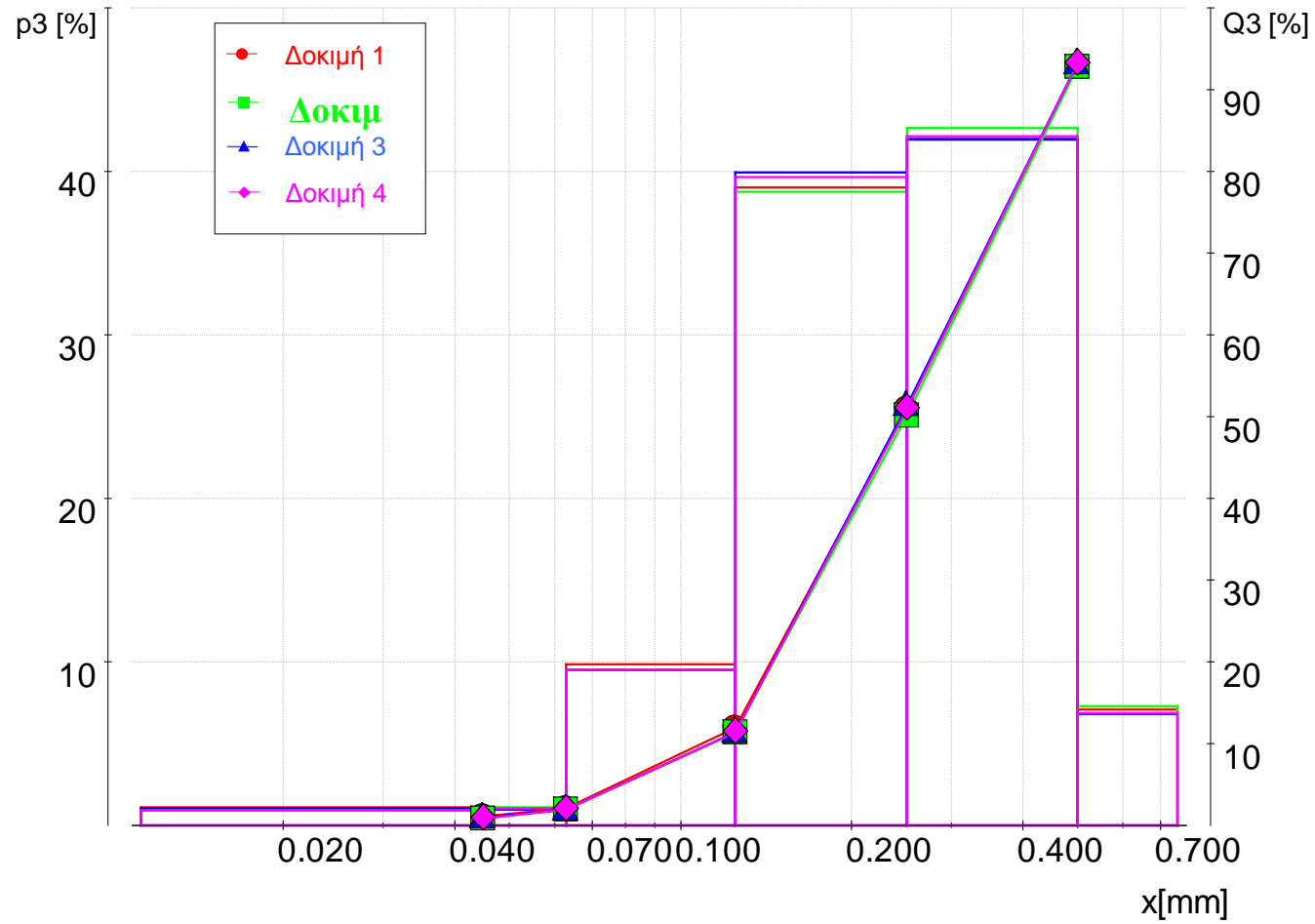
Σχήμα 4-6: Δοκιμές ανάλυσης με άμμο θαλάσσης 1, 2



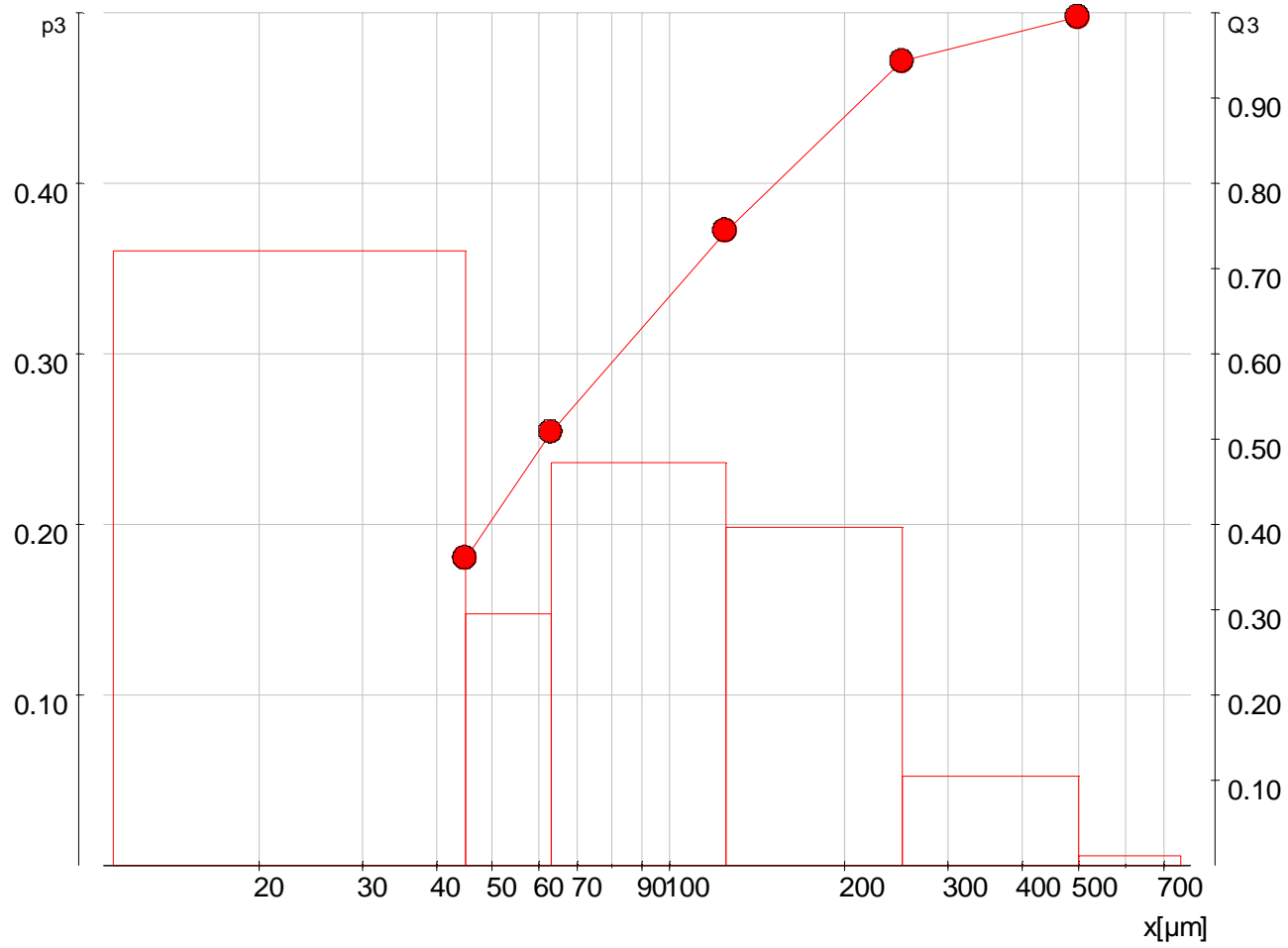
Σχήμα 4-7: Δοκιμές με άμμο θαλάσσης 1,2 και 3



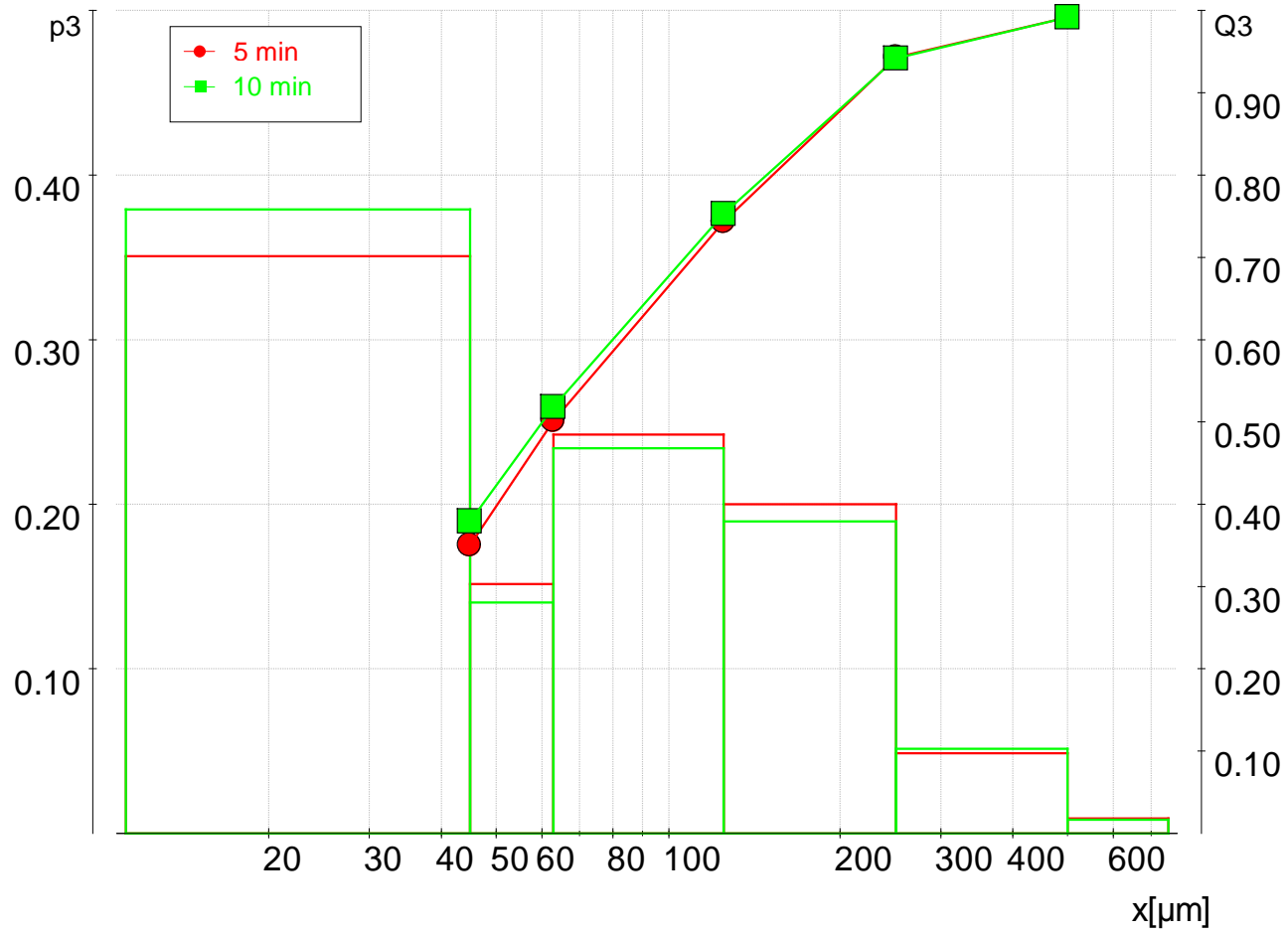
Σχήμα 4-8: Δοκιμές με άμμο θαλάσσης 1,2 και 4



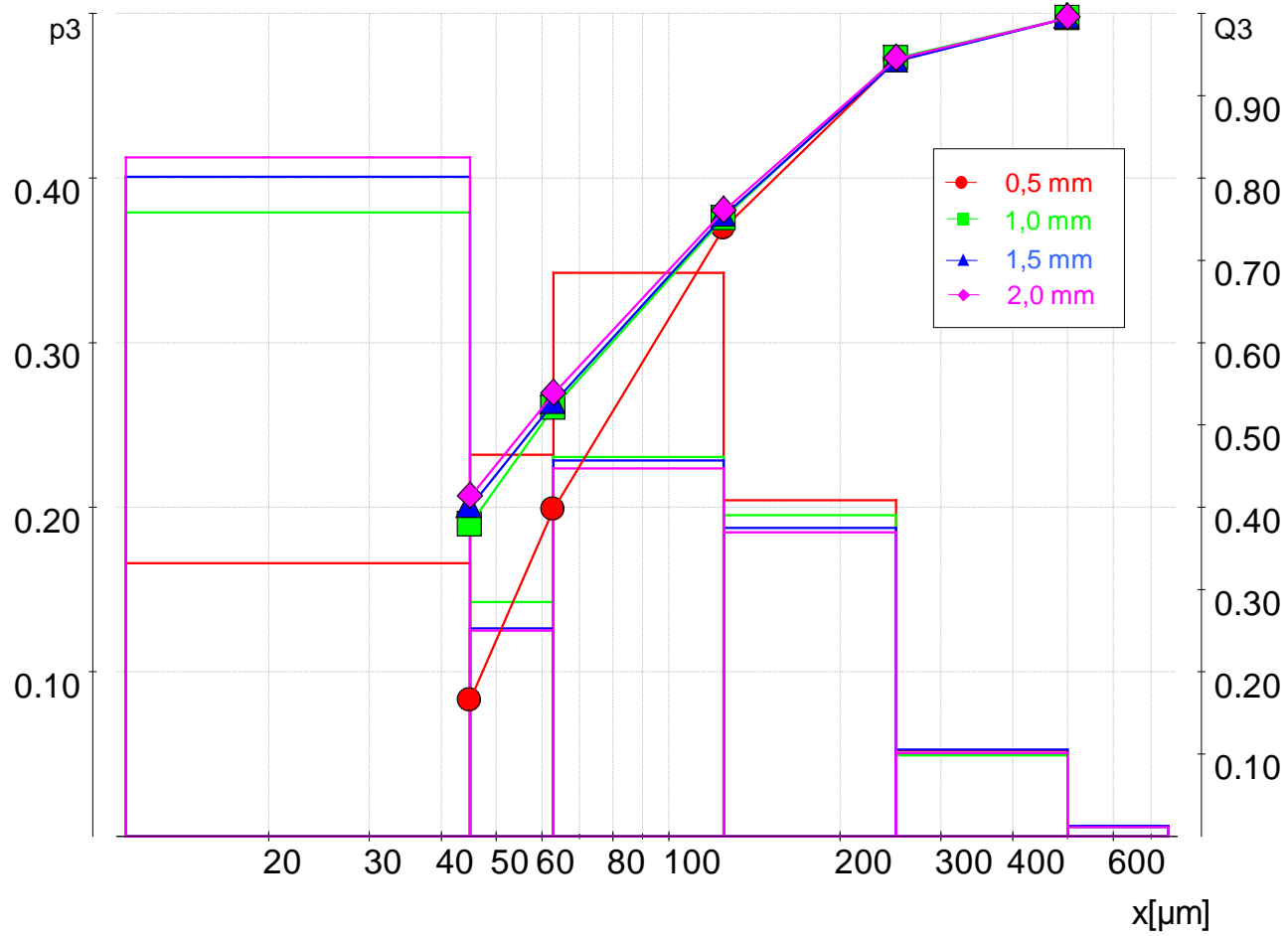
Σχήμα 4-9: Δοκιμές επαναληψιμότητας με άμμο θαλάσσης



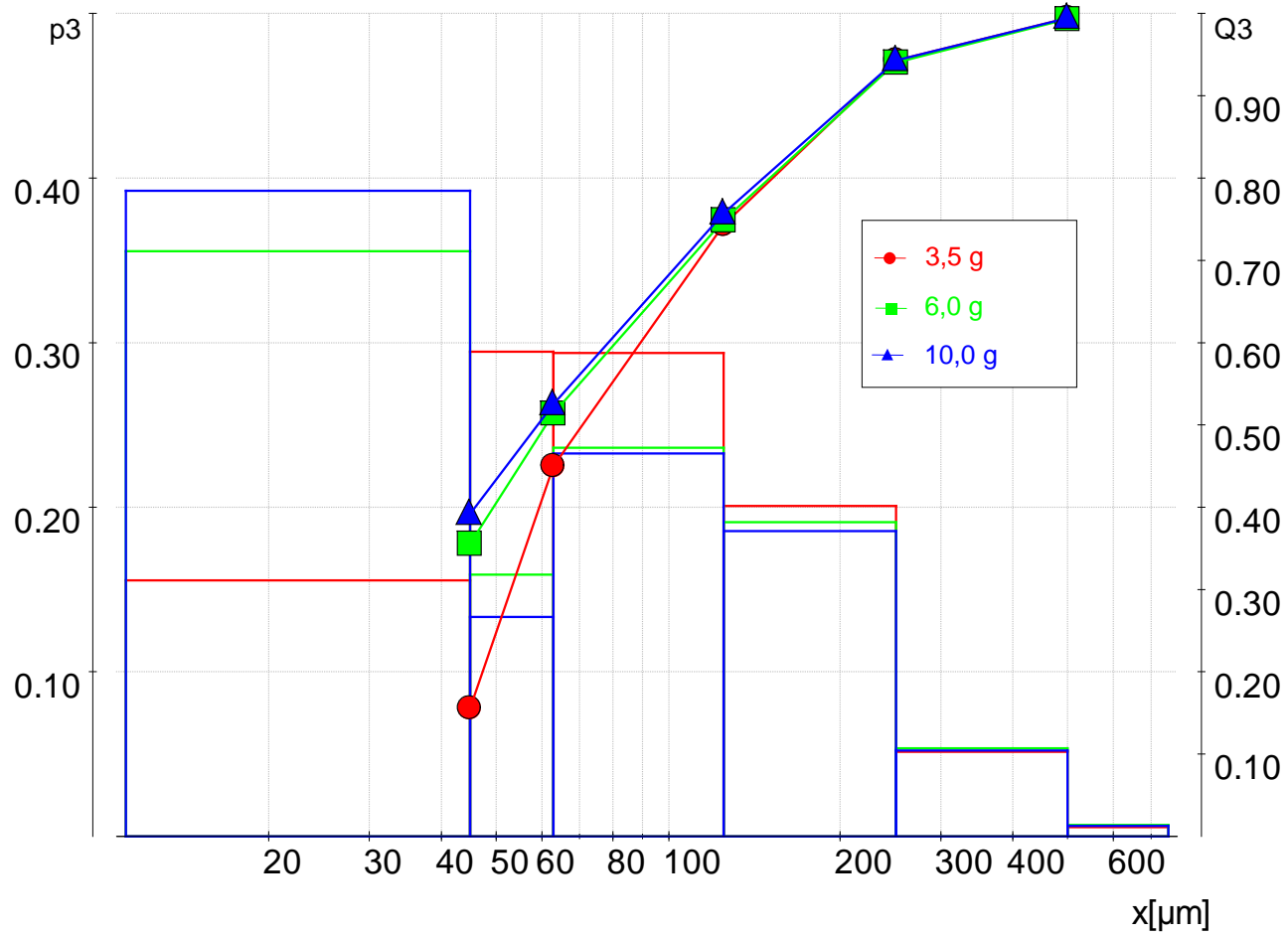
Σχήμα 4-10: Προκαταρκτική ανάλυση Ιπτάμενης Τέφρας



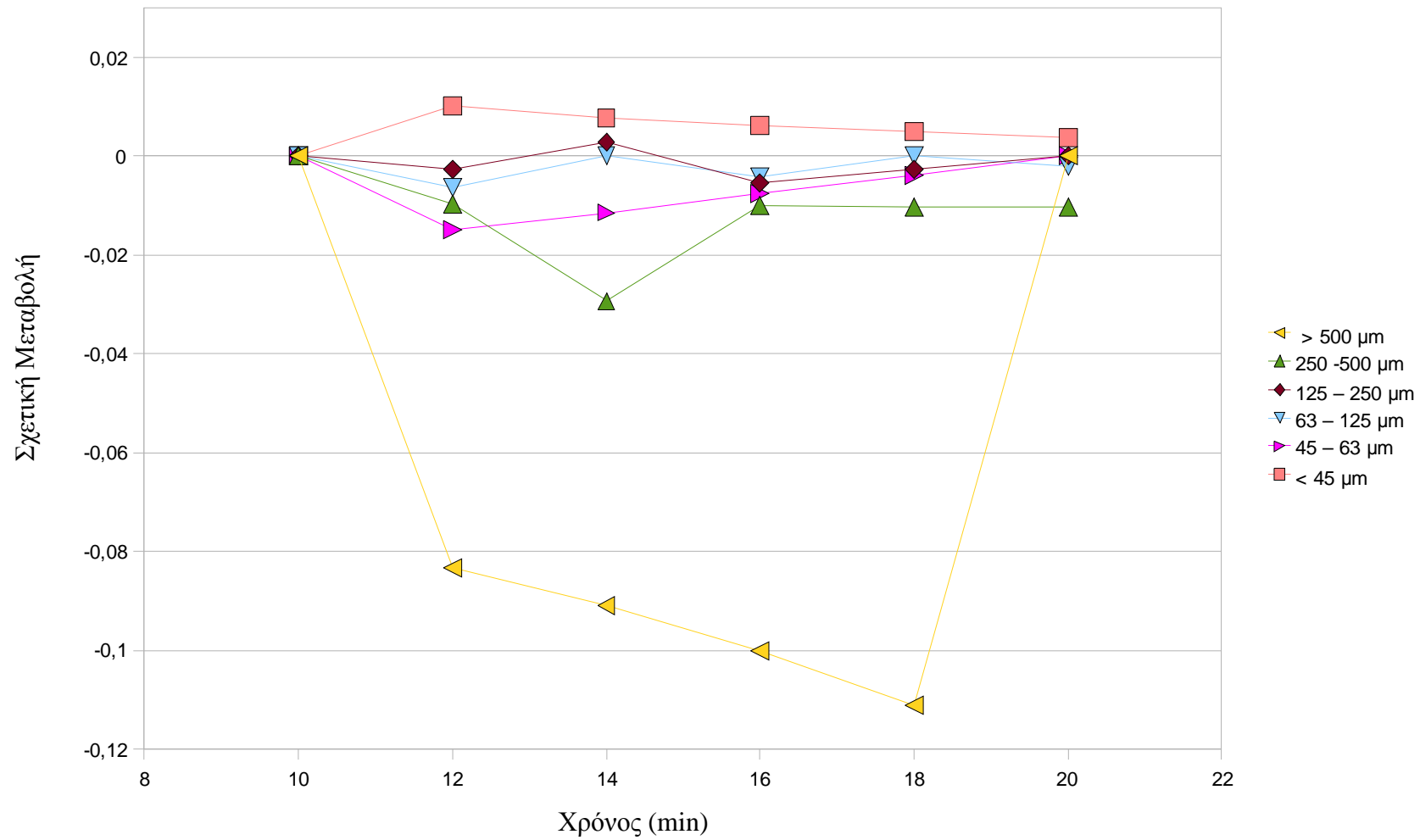
Σχήμα 4-11: Δοκιμές χρόνου κοσκινίσματος



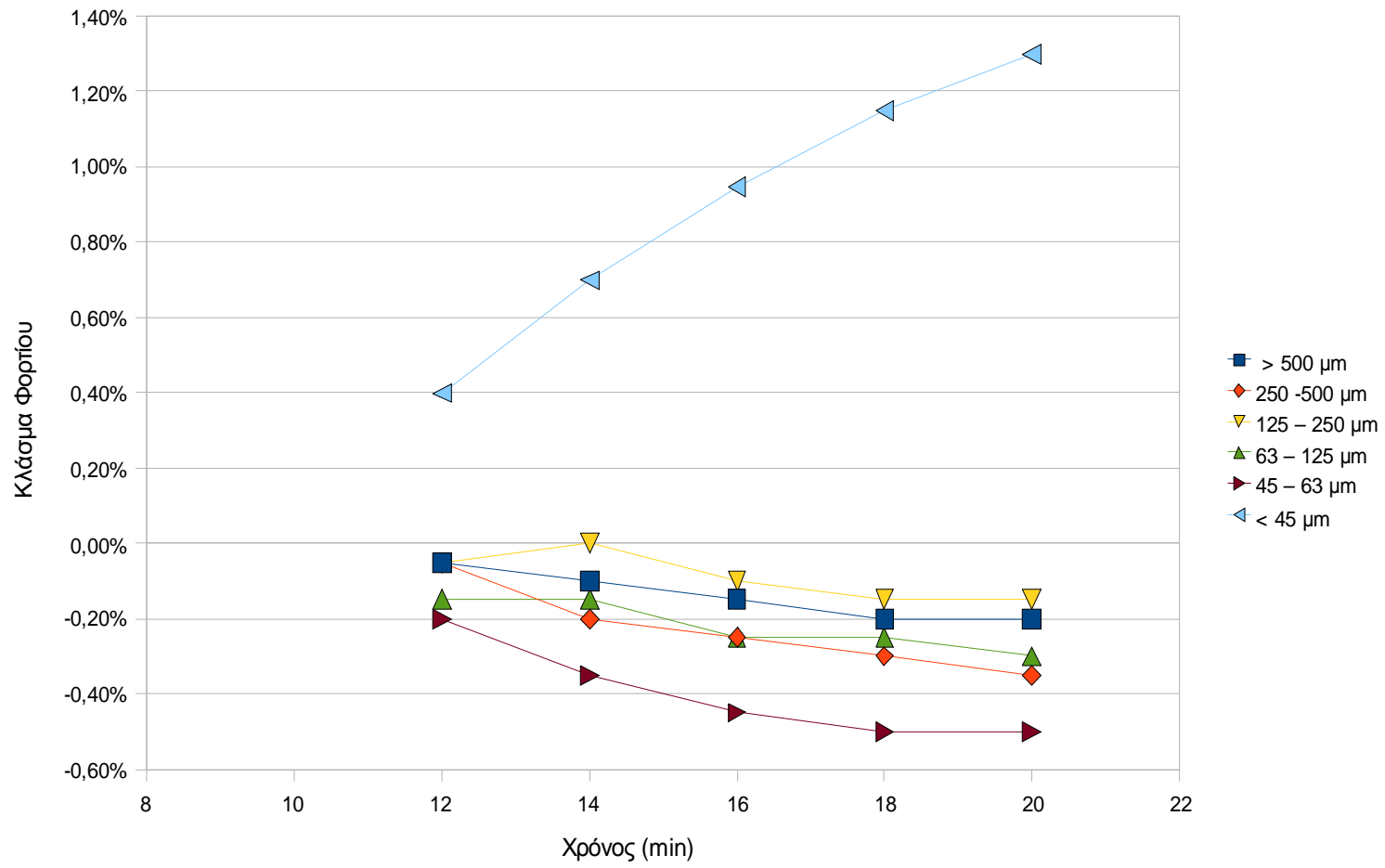
Σχήμα 4-12: Δοκιμές πλάτους ταλάντωσης



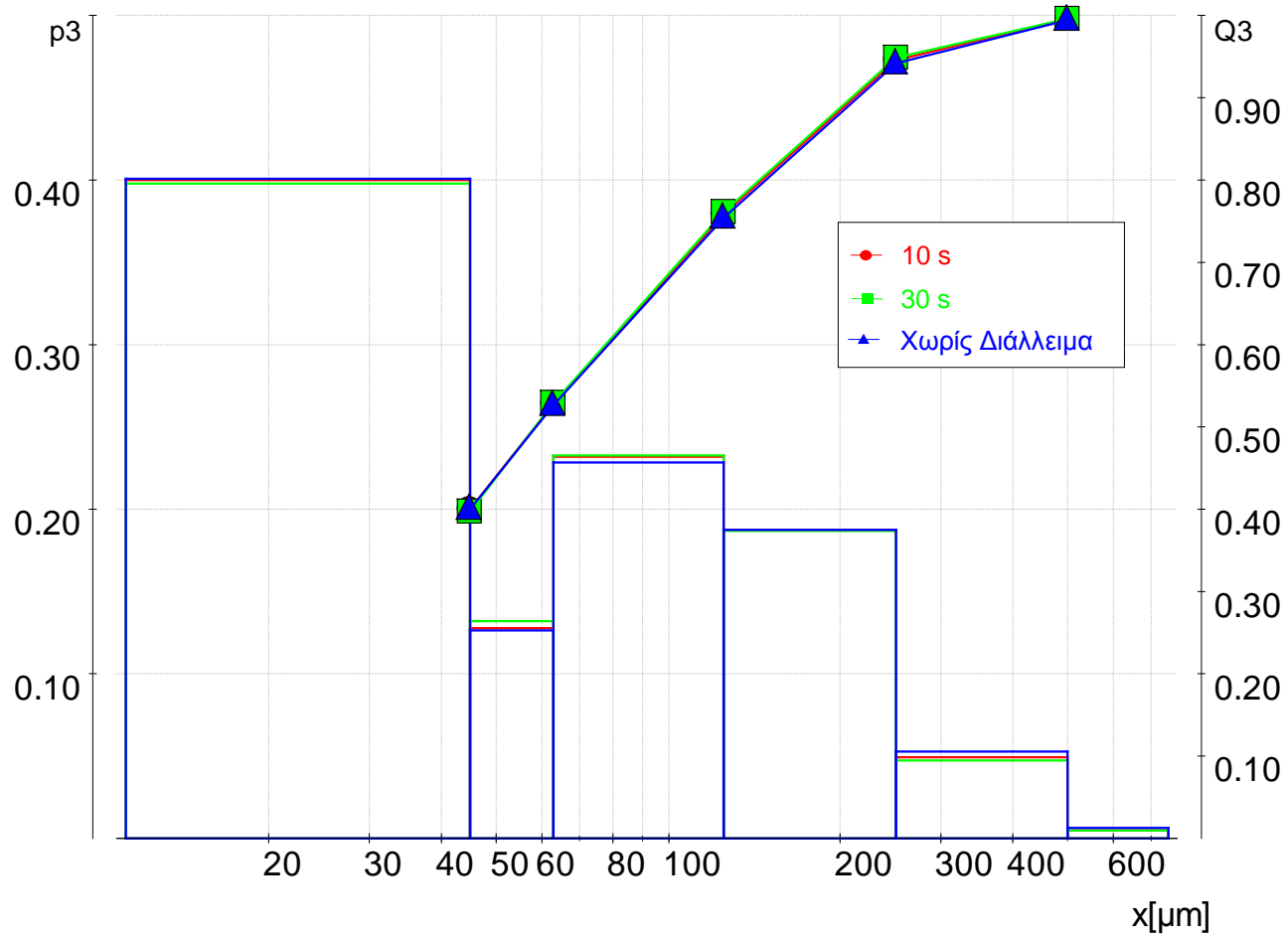
Σχήμα 4-13: Δοκιμές επιτάχυνσης



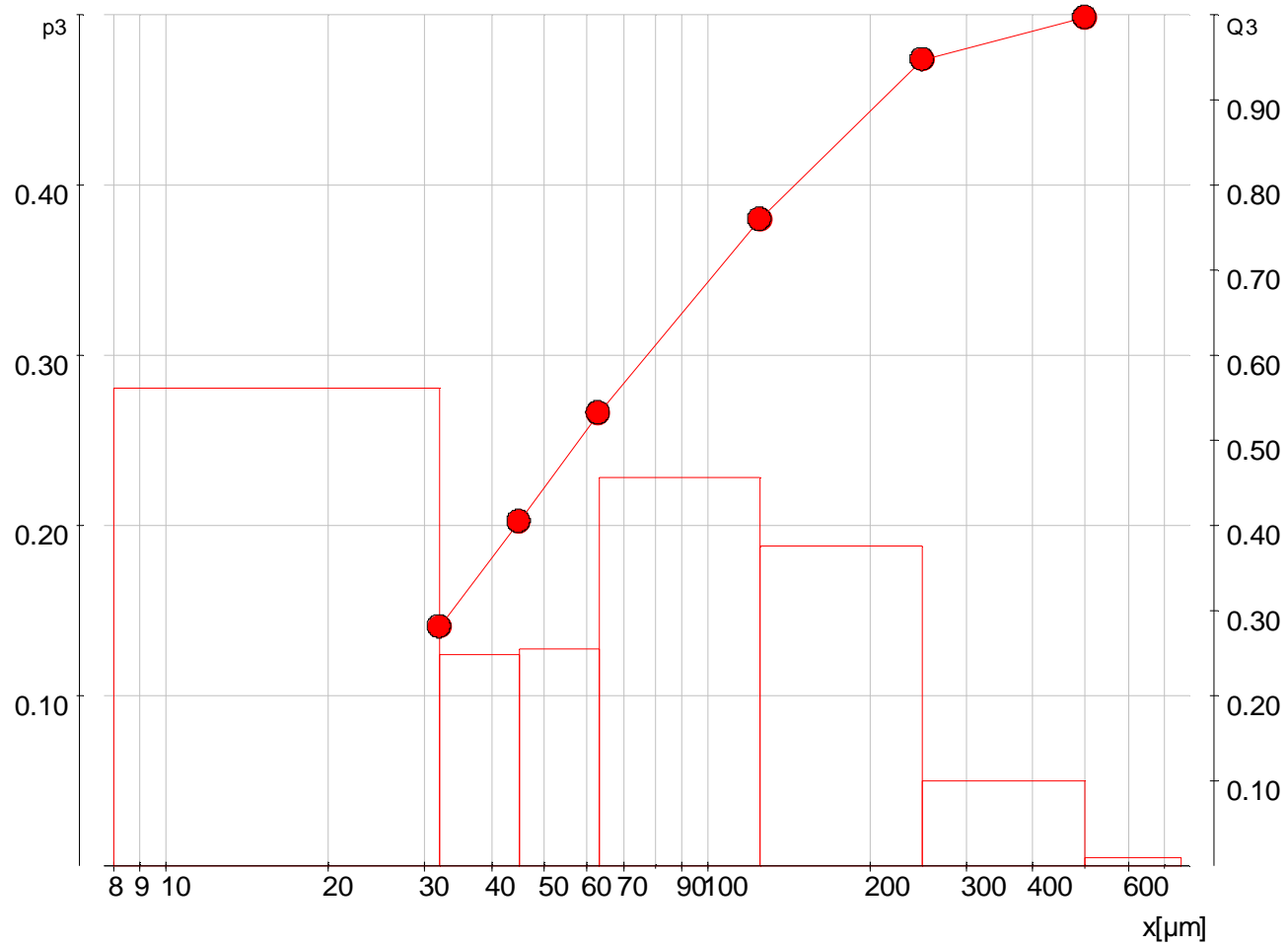
Σχήμα 4-14: Εφαρμογή του κριτηρίου τερματισμού BS 1796



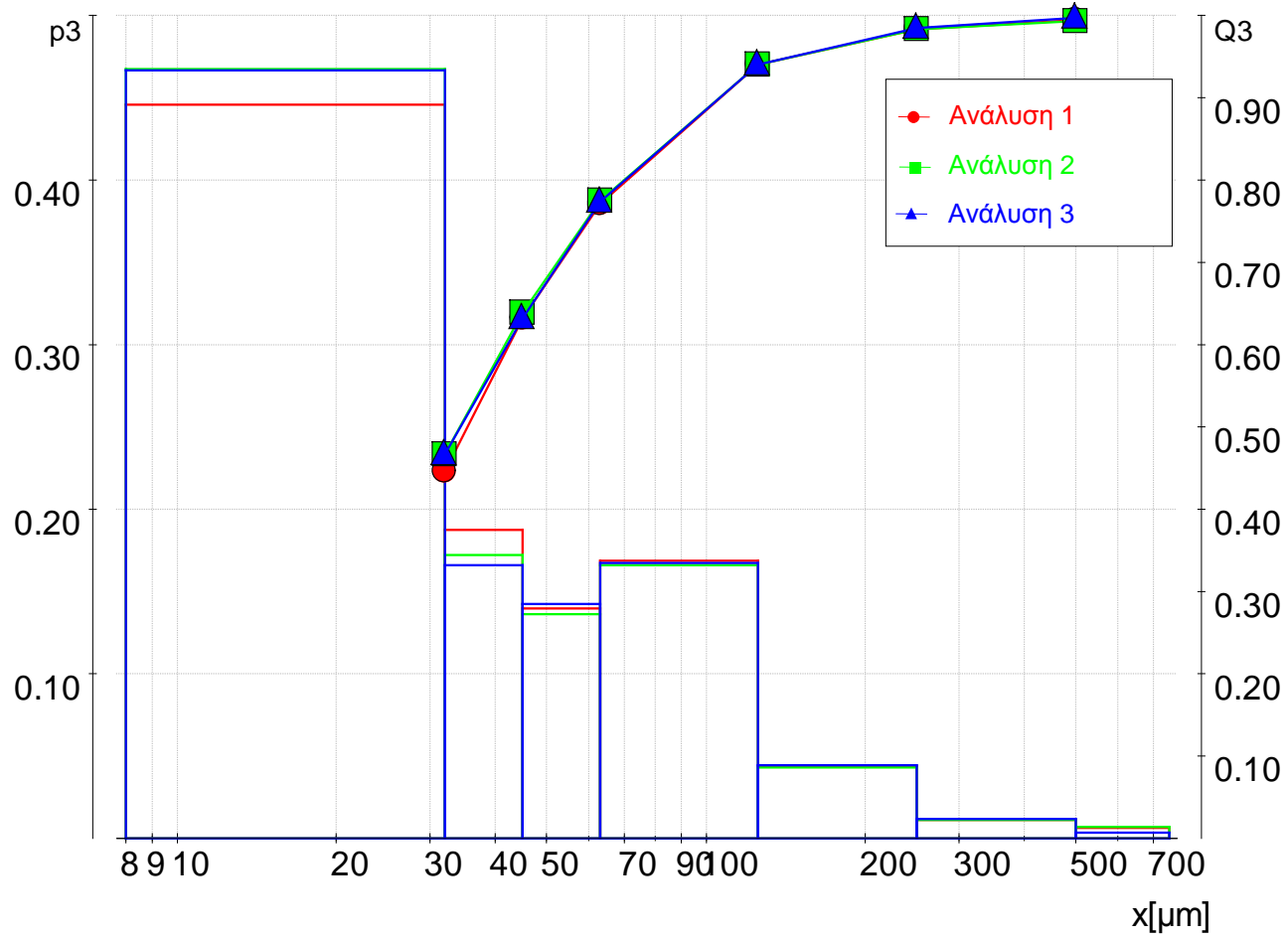
Σχήμα 4-15: Εφαρμογή του κριτηρίου τερματισμού ASTM 452



Σχήμα 4-16: Δοκιμές κοσκίνισματος με διαλείμματα



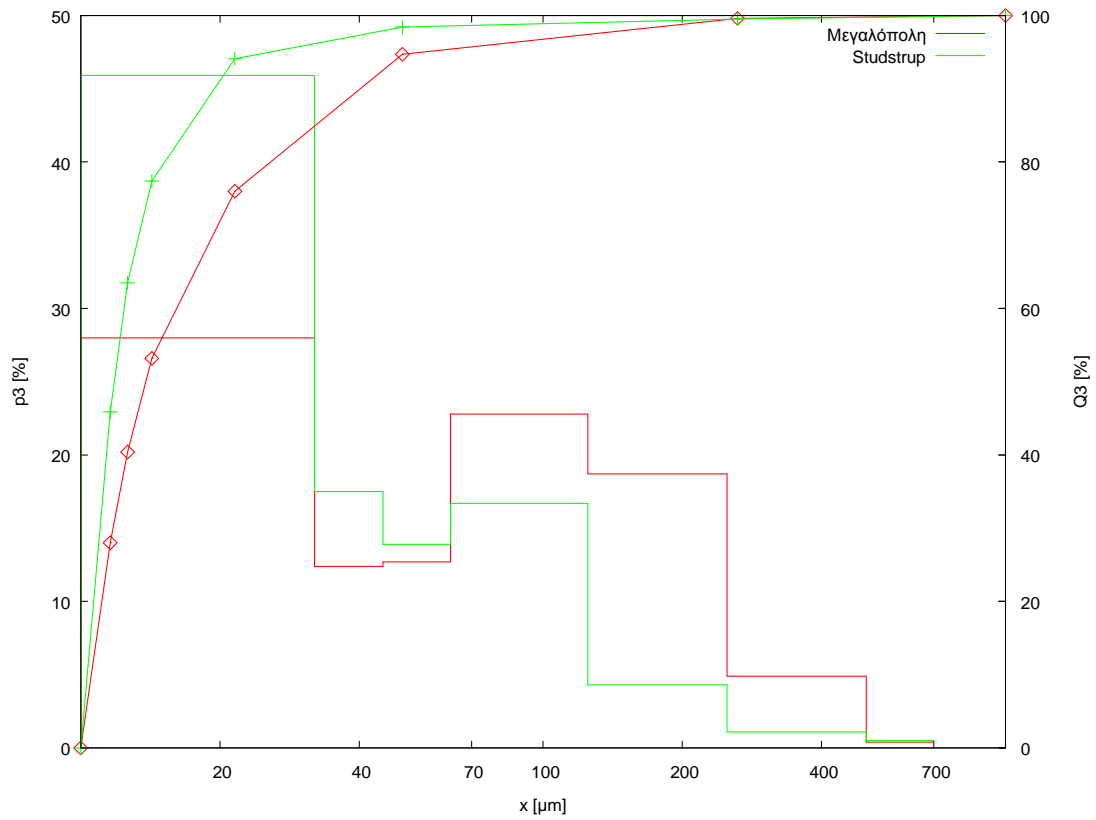
Σχήμα 4-17: Τελική κατανομή ιπτάμενης τέφρας Μεγαλόπολης



Σχήμα 4-18: Αναλύσεις Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup



Σχήμα 4-19: Κόσκινα διάφορων κλασμάτων με Ιπτάμενη Τέφρα Studstrup μετά την ολοκλήρωση της διαδικασίας κοσκινίσματος



Σχήμα 4-20: Σύγκριση των κατανομών των δύο δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας που αναλύθηκαν

Κεφάλαιο 5

Αναλύσεις κοκκομετρικών κλασμάτων
Ιπτάμενης Τέφρας με μεθόδους
Πυρηνικής Τεχνολογίας

5.1 Εισαγωγή

Στο Κεφάλαιο αυτό περιγράφονται οι αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν στα κοκκομετρικά κλάσματα Ιπτάμενης Τέφρας, την παραγωγή των οποίων περιγράφηκε στο 4^ο Κεφάλαιο. Πραγματοποιήθηκαν αναλύσεις χρησιμοποιώντας τρεις τεχνικές :

- Φασματοσκοπία-γ, για τον προσδιορισμό των ραδιενεργών ιχνοστοιχείων που περιέχονται στην Ιπτάμενη Τέφρα
- Μέτρηση εκροής Ραδονίου
- Ανάλυση με Νετρονική Ενεργοποίηση για τον προσδιορισμό σταθερών στοιχείων .

5.2 Αναλύσεις ραδιενεργών ισοτόπων με τεχνικές γ-φασματοσκοπίας

5.2.1 Γενικά

Η γ-φασματοσκοπική ανάλυση είναι μία μη καταστροφική μέθοδος ποιοτικού και ποσοτικού προσδιορισμού ραδιενεργών ισοτόπων. Η μέθοδος αυτή στηρίζεται στην επεξεργασία του φάσματος των ακτίνων -γ που εκπέμπονται κατά την διάσπαση των ραδιενεργών πυρήνων. Με τον ποιοτικό προσδιορισμό επιτυγχάνεται ο προσδιορισμός του είδους των πυρήνων που διασπώνται, δηλαδή του αντίστοιχου ραδιοϊσοτόπου. Με τον ποσοτικό προσδιορισμό επιτυγχάνεται η εκτίμηση του πλήθους των πυρήνων που διασπώνται στην μονάδα του χρόνου, για κάθε είδος πυρήνα, που οδηγεί σε εκτίμηση της ραδιενέργειας του δείγματος.

Η γ-φασματοσκοπία είναι μία από τις ευρύτερα χρησιμοποιούμενες ραδιομετρικές τεχνικές, καθώς τα περισσότερα ραδιενεργά ισότοπα που συνήθως ενδιαφέρουν εκπέμπουν ακτίνες-γ. Έχει το σημαντικό πλεονέκτημα ότι είναι μη καταστροφική και αναλύει ταυτόχρονα όλα τα γ-ραδιενεργά ισότοπα που περιέχονται σε ένα δείγμα, χωρίς να απαιτείται ειδική διαδικασία για το κάθε ένα από αυτά. Επιπλέον, παρουσιάζει το πλεονέκτημα ότι τα δείγματα δεν χρειάζονται ιδιαίτερη προετοιμασία όπως συμβαίνει με μεθόδους όπως η α-φασματοσκοπία, η οποία απαιτεί

προηγούμενως ραδιοχημική επεξεργασία. Συνήθως αρκεί η απλή συλλογή και συσκευασία του δείγματος σε δοχείο καθορισμένης γεωμετρίας και η εν συνεχεία τοποθέτηση του πάνω στον ανιχνευτή.

5.2.2 Προσδιορισμός γ-ραδιενεργών ισοτόπων στην Ιπτάμενη Τέφρα

Στην Ιπτάμενη Τέφρα απαντώνται όλες οι φυσικές ραδιενεργές σειρές και το ^{40}K , ενώ σε ορισμένες περιπτώσεις ανιχνεύονται και τεχνητά ραδιοϊσότοπα. Από τα ραδιοϊσότοπα που περιέχονται στην Ιπτάμενη Τέφρα, ορισμένα όπως τα ^{40}K και ^{210}Pb εκπέμπουν απ' ευθείας φωτόνια κατάλληλα για ανάλυση, ενώ άλλα, όπως τα ^{226}Ra και ^{232}Th , μπορούν να προσδιοριστούν από τα θυγατρικά τους σε ισορροπία.

Τα ραδιοϊσότοπα που προσδιορίζονται συνήθως στην Ιπτάμενη Τέφρα είναι τα ακόλουθα:

- Το ^{226}Ra προσδιορίζεται άμεσα από τα φωτόνια ενέργειας 186.25 keV υπό την προϋπόθεση ότι είναι δυνατή η ανάλυση της πολλαπλής φωτοκορυφής περί τα 186 keV που δημιουργείται και εξαιτίας των φωτονίων 185.72 keV του ^{235}U . Επιπλέον προσδιορίζεται έμμεσα από τα θυγατρικά του ραδονίου σε ισορροπία:

- ^{214}Pb (φωτόνια ενέργειας 295.22 keV και 351.99 keV)
- ^{214}Bi (Φωτόνια ενέργειας 609.32 keV, 1120.28 keV και 1764.51 keV)

- Το ^{232}Th δεν εκπέμπει φωτόνια ικανά να οδηγήσουν στον προσδιορισμό του. Προσδιορίζεται μέσω των θυγατρικών του που εκπέμπουν φωτόνια, υπό την προϋπόθεση ότι βρίσκονται σε ισορροπία. Τα θυγατρικά που συνήθως προσδιορίζονται είναι το ^{228}Ra , με χρόνο ημιζωής 5.75y και το ^{228}Th με χρόνο ημιζωής 1.92y. Επισημαίνεται ότι ο χρόνος ημιζωής του ^{228}Ra είναι πρακτικά πολύ μεγάλος για να επιτρέψει την επίτευξη ραδιενεργού ισορροπίας μεταξύ ^{228}Ra και ^{232}Th μετά τη συλλογή του δείγματος. Όταν όμως τα ^{228}Ra και ^{228}Th βρίσκονται σε ισορροπία, συνήθως γίνεται η παραδοχή ότι όλη η σειρά βρίσκεται σε ισορροπία και αναφέρεται ως ραδιενέργεια του ^{232}Th η σταθμισμένη μέση τιμή των ραδιενεργειών των ^{228}Ra και ^{228}Th . Το ^{228}Ra προσδιορίζεται από τα φωτόνια του θυγατρικού του ^{228}Ac στα 338,40 keV και 911,07 keV, ενώ το ^{228}Th από τα φωτόνια των ^{212}Pb και ^{208}Tl στα 238,63 keV και 583,14 keV αντίστοιχα.

- Το ^{40}K εκπέμπει φωτόνια στην ενέργεια των 1460.7 keV με ποσοστό εκπομπής 10 %.
- Ο ^{210}Pb είναι ένα από τα δυσκολότερα ισότοπα στον προσδιορισμό του γιατί εκπέμπει φωτόνια χαμηλής ενέργειας 46.5 keV και με χαμηλό ποσοστό εκπομπής περίπου 4%.
- Το ^{238}U δεν εκπέμπει φωτόνια ικανά να οδηγήσουν στον προσδιορισμό του. Για τον λόγο αυτό προσδιορίζεται μέσω των φωτονίων που εκπέμπουν τα θυγατρικά του, μετά την εξασφάλιση ραδιενεργού ισορροπίας με αυτά. Συνήθως χρησιμοποιείται το θυγατρικό του ^{234}Th , που εκπέμπει φωτόνια ενέργειας 63.29 keV.

Όπως προκύπτει από τα παραπάνω, η ανίχνευση ορισμένων ισωτόπων είναι δυνατόν να γίνει μόνο με εκμετάλλευση φωτονίων χαμηλών ενεργειών, στην περιοχή περίπου από 40 έως 200 keV. Οι γ-φασματοσκοπικές αναλύσεις με εκμετάλλευση φωτονίων τόσο χαμηλών ενεργειών παρουσιάζουν ιδιαίτερα προβλήματα, κυρίως λόγω της έντονης εξασθένησης που παρουσιάζουν τα φωτόνια μέσα στο υλικό των αναλυόμενων δειγμάτων, δηλαδή της αυτοαπορρόφησης. Η αυτοαπορρόφηση των φωτονίων εξαρτάται έντονα από:

- Την ενέργεια των φωτονίων
- Την σύσταση και πυκνότητα του αναλυόμενου υλικού

Επειδή το φαινόμενο της αυτοαπορρόφησης είναι ιδιαίτερα σημαντικό πρέπει να λαμβάνεται υπόψη κατά την ανάλυση των δειγμάτων. Για την αντιμετώπιση του φαινομένου αυτού στο ΕΠΤ-ΕΜΠ έχει αναπτυχθεί και εφαρμόζεται ειδική μεθοδολογία προσδιορισμού συντελεστή διόρθωσης (Αναγνωστάκης, 1998).

5.2.3 Προετοιμασία δειγμάτων

Σε αυτή την παράγραφο παρουσιάζεται η προετοιμασία των δειγμάτων και η κωδικοποίηση που ακολουθήθηκε για τον χαρακτηρισμό των διάφορων κοκκομετρικών κλασμάτων.

5.2.3.1 Τυποποιημένες γεωμετρίες δειγμάτων

Για την ποσοτική ανάλυση ενός δείγματος, είναι απαραίτητο αυτό να έχει τις ίδιες διαστάσεις και σχήμα με την πηγή βαθμονόμησης και να τοποθετείται στην ίδια

σχετική θέση ως προς τον ανιχνευτή. Ο συνδυασμός ορισμένου σχήματος, διαστάσεων και τοποθέτησης του δείγματος σε σχέση με τον ανιχνευτή ονομάζεται γεωμετρία δείγματος – ανιχνευτή. Στο ΕΠΤ-ΕΜΠ έχουν υιοθετηθεί συγκεκριμένες γεωμετρίες και έχουν κωδικοποιηθεί έτσι ώστε να είναι πιο εύκολος ο χειρισμός τους.

Στην παρούσα εργασία αναλύθηκαν δείγματα σε τρεις από τις τυποποιημένες γεωμετρίες:

- Γεωμετρία 2: Το δείγμα γεμίζει πλήρως ένα πλαστικό κυλινδρικό δοχείο ύψους 69 mm και όγκου 282 ml.
- Γεωμετρία 5: Το κυλινδρικό πλαστικό δοχείο πληρώνεται μέχρι το ύψος των 22 mm.
- Γεωμετρία 8: Το κυλινδρικό πλαστικό δοχείο πληρώνεται μέχρι το ύψος των 10 mm.

Δείγματα των τριών γεωμετριών που χρησιμοποιήσαμε στην παρούσα εργασία παρουσιάζονται στο Σχήμα 5-1.

5.2.3.2 Σφράγισμα των δειγμάτων

Για την ανάλυση των ^{226}Ra , και ^{232}Th μέσω των θυγατρικών του ραδιοϊσοτόπων, είναι απαραίτητο το δείγμα να είναι συσκευασμένο αεροστεγώς, ώστε να αποφεύγεται η διαφυγή των αερίων ισοτόπων του Ραδονίου (^{222}Rn και ^{220}Rn αντίστοιχα). Για τα δείγματα γεωμετρίας 2 αυτό επιτυγχάνεται καλύπτοντας το δείγμα με ένα λεπτό στρώμα κατάλληλης εποξικής ρητίνης, η οποία εμποδίζει αποτελεσματικά την εκροή ραδονίου από το δείγμα.

Οι γεωμετρίες 5 και 8 είναι πρακτικά δύσκολο να σφραγιστούν με τον τρόπο αυτό καθώς, ακόμα και αν το δοχείο σφραγιστεί εξωτερικά, στο εσωτερικό του υπάρχει κενός χώρος πάνω από το δείγμα με αποτέλεσμα να υπάρχει ανομοιογένεια στην κατανομή του ^{222}Rn και των θυγατρικών του. Γι αυτό τον λόγο χρησιμοποιείται ένας λεπτός πλαστικός δίσκος, διαμέτρου ίσης με την εσωτερική διάμετρο του πλαστικού κυλινδρικού δοχείου, ο οποίος τοποθετείται εσωτερικά του δοχείου σε επαφή με το υλικό του δείγματος. Ακολούθως σφραγίζεται με σιλικόνη και καλύπτεται περιμετρικά με την εποξική ρητίνη έτσι ώστε να εμποδίζεται η εκροή του ραδονίου.

Ο χρόνος ημιζωής του μακροβιότερου ισότοπου του Ραδονίου, ^{222}Rn , είναι ίσος με $T_{1/2} = 3.82 \text{ d}$. Τυπικά, η ραδιενεργός ισορροπία μεταξύ ^{226}Ra και ^{222}Rn θεωρείται ότι έχει επιτευχθεί μετά την παρέλευση έξι χρόνων ημιζωής. Επομένως, για τον προσδιορισμό του ^{226}Ra από τα θυγατρικά του, μετά τη συσκευασία και το σφράγισμα του δείγματος, πριν την ανάλυση πρέπει να παρέλθει χρονικό διάστημα $6T_{1/2} = 23 \text{ d}$.

5.2.3.3 Κωδικοποίηση δειγμάτων για τα διάφορα κοκκομετρικά κλάσματα

Κάθε δείγμα που υφίσταται γ-φασματοσκοπική ανάλυση στο εργαστήριο ΕΠΤ-ΕΜΠ αποκτά έναν μοναδικό κωδικό, με μέγιστο μήκος οκτώ χαρακτήρων και καταγράφεται σε ένα δελτίο της αρχειοθήκης δειγμάτων. Στην παρούσα εργασία καθορίστηκε τυποποιημένο τρόπο απόδοσης κωδικών σε κοκκομετρικά κλάσματα, ο οποίος μπορεί να χρησιμοποιηθεί ευρύτερα για την ανάλυση τέτοιων δειγμάτων.

Η κωδικοποίηση έγινε με τον παρακάτω τρόπο:

- Οι δύο πρώτοι χαρακτήρες εκφράζουν τον κωδικό του υλικού που αναλύεται. Οι χαρακτήρες αυτοί είναι δύο γράμματα σύμφωνα με την ήδη υπάρχουσα κωδικοποίηση που χρησιμοποιείται για την γ-φασματοσκοπία.
- Οι επόμενοι τρεις χαρακτήρες αποτελούν το αναγνωριστικό του δείγματος. Από αυτούς οι δύο πρώτοι χαρακτήρες είναι γράμματα ή αριθμοί που επιτρέπουν την αναγνώριση του δείγματος. Όπου υπάρχει η δυνατότητα ακολουθείται η κωδικοποίηση που υπάρχει ήδη για την γ-φασματοσκοπία για τους δύο πρώτους χαρακτήρες. Ο τελευταίος χαρακτήρας είναι αριθμός και υποδηλώνει τις επαναλαμβανόμενες δειγματοληψίες που έγιναν για το συγκεκριμένο δείγμα.
- Οι επόμενοι δύο χαρακτήρες εκφράζουν το κοκκομετρικό κλάσμα που αναλύεται. Αυτοί οι δύο χαρακτήρες είναι γράμματα και καθορίζουν το άνω και κάτω όριο της κοκκομετρίας. Ο Πίνακας 5-1 παρουσιάζει τη σχετική κωδικοποίηση για τα κόσκινα που διατίθενται στο ΕΠΤ-ΕΜΠ.
- Ο προτελευταίος χαρακτήρας καθορίζει τον αριθμό των δοχείων που συσκευάστηκαν από την υπάρχουσα ποσότητα δείγματος. Αυτός ο χαρακτήρας είναι ένας αριθμός που ξεκινάει από το ένα και αυξάνει προοδευτικά ανάλογα με τον αριθμό των δοχείων.

Το όνομα αρχείου το φάσματος κατά την ανάλυση ενός δείγματος προκύπτει προσθέτοντας ένα ακόμα χαρακτήρα στον κωδικό του δείγματος. Ο χαρακτήρας αυτός είναι ένα γράμμα, ξεκινώντας από το Α, και αυξάνει προοδευτικά ανάλογα με το πλήθος των αναλύσεων.

5.2.4 Μεθοδολογία γ-Φασματοσκοπικής ανάλυσης

5.2.4.1 Γενικά

Σε αυτή την παράγραφο παρουσιάζεται η ανιχνευτική διάταξη του ανιχνευτή XtRa (EXtended Range Ge) που χρησιμοποιήθηκε για τον προσδιορισμό των ραδιενεργών ιχνοστοιχείων και ο κώδικας που χρησιμοποιείται για την ανάλυση των φασμάτων που προκύπτουν από την γ-φασματοσκοπική ανάλυση. Τέλος γίνεται ανάλυση των αβεβαιοτήτων που προκύπτουν και πως αυτές υπολογίζονται.

5.2.4.2 Ο ανιχνευτής XtRa και η ανιχνευτική διάταξη του

Ο ανιχνευτής XtRa είναι εγκατεστημένος και λειτουργεί στο ΕΠΤ-ΕΜΠ από το 1999. Πρόκειται για ανιχνευτή “ coaxial one open end, closed end facing window ”. Έχει διάμετρο 80 mm, ύψος 78 mm και η σχετική απόδοση του για φωτόνια ενέργειας 1332.50 keV είναι 104,5%. Ο ανιχνευτής είναι τοποθετημένος σε κρυστάτη τύπου 7500SL της CI ενώ ο προενισχυτής του είναι τύπου 2000CSL της CI. Η διακριτική του ικανότητα ανιχνευτή, όπως εκφράζεται από το FWHM είναι:

- Για φωτόνια ενέργειας 122.06 keV είναι 1.03 keV
- Για φωτόνια ενέργειας 1332.50 keV είναι 2.04 keV

Ο λόγος peak-to-Compton για φωτόνια ενέργειας 1332.50 keV είναι 82.2:1.

Ο ανιχνευτής είναι εγκατεστημένος σε θωράκιση front-open split-top, κατασκευασμένη από παλαιό ατσάλι.

Ο ανιχνευτής συνοδεύεται από διάταξη επεξεργασίας σήματος, ρυθμισμένη και βαθμονομημένη για την ανίχνευση φωτονίων στην ενεργειακή περιοχή των 0-2000 keV. Η διάταξη συγκροτείται από τα παρακάτω:

- Ενισχυτή ύψους παλμών τύπου 2025
- Διαχωριστή ύψους παλμών, τύπου 1437

- Καταμετρητή παλμών, τύπου 2071
- Αναλογοψηφιακό μετατροπέα, τύπου 8701
- Πολυκαναλικό αναλυτή, τύπου AIM 550
- Τροφοδοτικό υψηλής τάσης, τύπου 3106D
- Μονάδα NIM-BIM, τύπου 2000

Όλα τα τμήματα της διάταξης είναι κατασκευασμένα από την εταιρεία Canberra Industries. Η ανιχνευτική διάταξη παρουσιάζεται στο Σχήμα 5-2.

5.2.4.3 Ο Κώδικας SPUNAL

Ο κώδικας που χρησιμοποιείται στο ΕΠΤ-ΕΜΠ είναι ο κώδικας SPUNAL. Ο κώδικας SPUNAL (SPectrum UNix AnaLysis) είναι γραμμένος σε γλώσσα FORTRAN 77 και έχει εξ' ολοκλήρου αναπτυχθεί στο ΕΠΤ-ΕΜΠ. Ο κώδικας SPUNAL περιλαμβάνει προγράμματα που εκτελούν και επιπλέον λειτουργίες όπως για παράδειγμα διαχείριση των φασμάτων, βαθμονόμηση των ανιχνευτικών διατάξεων και άλλες. Το μεγαλύτερο πλεονέκτημα του SPUNAL έναντι των εμπορικών προγραμμάτων γ-φασματοσκοπικής ανάλυσης είναι το γεγονός ότι είναι ένας ανοικτός κώδικας που επιδέχεται τροποποιήσεων και βελτιώσεων στην δομή του.

Συνοπτικά, ο κώδικας SPUNAL εκτελεί τις εξής λειτουργίες (Αναγνωστάκης Μ., 1998):

- Παρέχει δυνατότητες επικοινωνίας πολυκαναλικών αναλυτών με Η/Υ και προγράμματα μεταφοράς φασμάτων σε αρχεία Η/Υ και αντίστροφα.
- Διαθέτει προγράμματα κατάλληλα για όλων των ειδών τις βαθμονομήσεις που είναι απαραίτητες σε διατάξεις με ανιχνευτές υψηλής διακριτικής ικανότητας.
- Διαθέτει προγράμματα για την γ-φασματοσκοπική ανάλυση φασμάτων που έχουν αποθηκευτεί σε αρχεία Η/Υ. Η ανάλυση συνίσταται στον εντοπισμό απλών και πολλαπλών φωτοκορυφών, προσδιορισμό της επιφάνειας και του κεντροειδούς τους, ποιοτικό και ποσοτικό προσδιορισμό ραδιενεργών ισοτόπων και δημιουργία λιστών τελικών αποτελεσμάτων ανάλογα με την εφαρμογή.

- Ενημερώνει αυτόματα βάσεις δεδομένων που χρησιμοποιούνται για την εν συνεχεία στατιστική επεξεργασία των αποτελεσμάτων των αναλύσεων, την ανάλυση με τη μέθοδο των fractals και την χαρτογράφηση με ένα γεωγραφικό σύστημα πληροφοριών DBGIS (Data Base/ Geographical Information System), το οποίο επίσης έχει αναπτυχθεί στο ΕΠΤ-ΕΜΠ.

5.2.4.4 Ανάλυση αβεβαιότητων

Για την τελική παρουσίαση των αποτελεσμάτων είναι απαραίτητο να υπολογισθούν όλες οι αβεβαιότητες που υπεισέρχονται στους υπολογισμούς. Η τελική αβεβαιότητα θα είναι:

$$\sigma = \sqrt{\sigma_{sp}^2 + \sigma_{fit}^2 + \sigma_{sr}^2 + \sigma_{ab}^2}$$

Οι όροι της παραπάνω εξίσωσης έχουν την ακόλουθη σημασία:

- σ_{sp}^2 : Αβεβαιότητα προσδιορισμού επιφάνειας της φωτοκορυφής
- σ_{fit}^2 : Αβεβαιότητα λόγω προσαρμογής της συνάρτησης βαθμονόμησης απόδοσης.
- σ_{sr}^2 : Αβεβαιότητα λόγω του προτύπου αναφοράς που χρησιμοποιήθηκε για τη βαθμονόμηση απόδοσης.
- σ_{ab}^2 : Αβεβαιότητα λόγω εφαρμογής διορθώσεων αυτοαπορρόφησης: Η αβεβαιότητα αυτή λαμβάνεται υπόψη μόνο για ενέργειες φωτονίων μικρότερες των 200 keV.

Για τις γ -φασματοσκοπικές αναλύσεις που πραγματοποιήσαμε, εκτιμήσαμε τις συνιστώσες της αβεβαιότητας ως εξής :

- Η αβεβαιότητα προσδιορισμού επιφάνειας υπολογίζεται απευθείας από το λογισμικό και φαίνεται στις εκθέσεις κάθε ανάλυσης (σε επίπεδο 1.65· σ).
- Η αβεβαιότητα λόγω της συνάρτησης βαθμονόμησης απόδοσης εκτιμήθηκε ίση με τη μέση τετραγωνική απόκλιση της καμπύλης βαθμονόμησης από τα πειραματικά σημεία. Ο Πίνακας 5-2 περιέχει τις τιμές που χρησιμοποιήσαμε για κάθε γεωμετρία και ενεργειακή περιοχή.

- Η αβεβαιότητα λόγω προτύπου αναφοράς προκύπτει από το πιστοποιητικό που συνοδεύει το πρότυπο. Επειδή το πρότυπο QCY.48, από το οποίο προέκυψαν οι βαθμονομήσεις που χρησιμοποιούμε, περιέχει περισσότερα του ενός ισότοπα με διαφορετικές μεταξύ τους αβεβαιότητες, για κάθε ενεργειακή περιοχή χρησιμοποιήσαμε τη μεγαλύτερη από τις αβεβαιότητες των ισοτόπων που εκπέμπουν σε αυτή. Για ενέργεια φωτονίων μικρότερη από 279.19 keV λαμβάνεται από το πρότυπο η τιμή 3.1 %, ενώ για ενέργεια φωτονίων μεγαλύτερη από 279.19 keV λαμβάνεται από το πρότυπο η τιμή 1.6 %.
- Η αβεβαιότητα λόγω διόρθωσης αυταπορρόφησης έχει εκτιμηθεί προσεγγιστικά ίση με 1%

5.2.5 Δείγματα που αναλύθηκαν στην παρούσα εργασία

Στην παρούσα εργασία αναλύθηκαν με γ-φασματοσκοπικές μεθόδους συνολικά 16 δείγματα. Τα δείγματα αυτά προήλθαν από τις Ιπτάμενες Τέφρες Μεγαλόπολης και Studstrup, οι οποίες παρουσιάστηκαν στις Παραγράφους 2.6.1 και 2.6.2 αντίστοιχα. Για κάθε μία από τις δύο Τέφρες, αναλύθηκε ένα δείγμα της συνολικής Τέφρας, χωρίς κοκκομετρικό διαχωρισμό και επτά δείγματα κοκκομετρικών κλασμάτων. Η προετοιμασία των κοκκομετρικών κλασμάτων περιγράφεται στις Παραγράφους 4.11 και 4.12. Ο Πίνακας 5-3 περιέχει τα στοιχεία των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης που αναλύθηκαν, ενώ ο Πίνακας 5-4 τα στοιχεία των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup.

5.2.6 Μετρήσεις και αποτελέσματα

Ο Πίνακας 5-5 περιέχει τα στοιχεία όλων των φασμάτων που ελήφθησαν για τον προσδιορισμό γ-ραδιενεργών ραδιοϊσοτόπων.

Τα δείγματα της Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης αναλύθηκαν μετά από επαρκή χρόνο για την ανάπτυξη ραδιενεργού ισορροπίας. Ο Πίνακας 5-7 περιέχει τις ειδικές ραδιενέργειες των ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{210}Pb , ^{238}U , όπως προέκυψαν από τις αναλύσεις αυτές. Τα αποτελέσματα συνοδεύονται από συνολική αβεβαιότητα σε επίπεδο 1σ, η οποία υπολογίστηκε σύμφωνα με τα όσα αναφέρονται στην Παράγραφο 5.2.4.4.

Ειδικά για την ανάλυση του φάσματος του δείγματος PM001GZ1, το οποίο λόγω μικρής ποσότητας δεν ήταν δυνατό να συσκευαστεί σε τυποποιημένη γεωμετρία, δεν χρησιμοποιήθηκαν οι βαθμονομήσεις που περιέχει ο κώδικας SPUNAL. Το δείγμα συσκευάστηκε σε τυποποιημένο δοχείο γ-φασματοσκοπίας, το οποίο όμως πληρώθηκε μόνο μέχρι το ύψος των 5mm. Για το δείγμα αυτό υπολογίστηκαν αριθμητικές τιμές τις απόδοσης, χρησιμοποιώντας τους κώδικες PENELOPE (Salvat 2006) και ETNA (Lepy 2001). Ο κώδικας PENELOPE χρησιμοποιεί αλγορίθμους Monte Carlo, ενώ ο ETNA υπολογίζει την απόδοση με γεωμετρικό τρόπο. Ο κώδικας PENELOPE έχει χρησιμοποιηθεί στο παρελθόν στο ΕΠΤ-ΕΜΠ για την πραγματοποίηση παρόμοιων βαθμονομήσεων (Αθανασίου, 2006).

Τόσο για τον πρώτο όσο και για το δεύτερο κώδικα, ο υπολογισμός γίνεται με αναγωγή από τη γεωμετρία 8, ώστε να βελτιωθεί η ακρίβεια του αποτελέσματος. Η εφαρμογή του κώδικα PENELOPE δεν ήταν δυνατή για όλες τις ενέργειες λόγω του μεγάλου απαιτούμενου υπολογιστικού χρόνου. Όπου υπολογίστηκαν δύο τιμές απόδοσης, τελικά χρησιμοποιήθηκε η μέση τιμή των αποδόσεων που προκύπτουν από τις δύο μεθοδολογίες. Ο Πίνακας 5-6 περιέχει τις τιμές της απόδοσης που εκτιμήθηκαν για το δείγμα αυτό με κάθε μεθοδολογία και τις τιμές που τελικά χρησιμοποιήθηκαν. Οι αποδόσεις που χρησιμοποιήθηκαν συγκρίνονται με τις καμπύλες απόδοσης των τυποποιημένων γεωμετριών στο Σχήμα 5-3.

Λόγω μικρού όγκου, το δείγμα PM001GZ1 δεν ήταν δυνατό να σφραγιστεί αεροστεγώς. Για το λόγο αυτό, η ραδιενέργεια του ^{226}Ra υπολογίστηκε από τα φωτόνια των 186,25 keV, αφού αφαιρέθηκε η συνεισφορά του ^{235}U η οποία εκτιμήθηκε από την ειδική ραδιενέργεια του ^{238}U , θεωρώντας ότι η ισοτοπική σύσταση του ουρανίου στο δείγμα είναι η φυσική. Για τον ίδιο λόγο, η ραδιενέργεια του ^{232}Th εκτιμήθηκε μόνο από τα φωτόνια του ^{228}Ac , το οποίο στη σειρά διάσπασης προηγείται του αερίου ^{220}Rn .

Από τα δείγματα της Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup ελήφθη μια προκαταρκτική σειρά φασμάτων, τα οποία αποθηκεύθηκαν σε αρχεία με καταληκτικό γράμμα A, αμέσως μετά τη συσκευασία τους. Μετά την παρέλευση αρκετού χρόνου για την επίτευξη ραδιενεργού ισορροπίας ελήφθη νέα σειρά φασμάτων, με καταληκτικό γράμμα B. Ο Πίνακας 5-8 περιέχει τις ειδικές ραδιενέργειες των ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{210}Pb , ^{238}U . Για όσα δείγματα έχουν ληφθεί περισσότερα από ένα φάσματα, έχουμε λάβει υπ' όψιν μόνο τα αποτελέσματα που προέκυψαν από το φάσμα της σειράς B. Τα

αποτελέσματα συνοδεύονται από συνολική αβεβαιότητα σε επίπεδο 1σ, η οποία υπολογίστηκε σύμφωνα με τα όσα αναφέρονται στην Παράγραφο 5.2.4.4. Στον Πίνακα δεν έχει περιληφθεί η ραδιενέργεια ^{232}Th για το δείγμα PU001GZ1, καθώς από την ανάλυση διαπιστώθηκε ότι δεν υπάρχει ραδιενεργός ισορροπία στη σειρά του Θορίου. Η ραδιενέργεια του ^{228}Ra προκύπτει ίση με $87\pm 9,3 \text{ Bq kg}^{-1}$, ενώ αυτή του ^{228}Th ίση με $35\pm 2,7 \text{ Bq kg}^{-1}$.

Κατά την ανάλυση του δείγματος PU001GZ1, διαπιστώθηκε ότι, λόγω της χαμηλής πυκνότητας του δείγματος ($0,0925 \text{ g cm}^{-3}$), δεν είναι δυνατό να πραγματοποιηθεί διόρθωση αυτοαπορρόφησης, η οποία είναι απαραίτητη για την ανάλυση των ^{210}Pb και ^{238}U . Για να υπολογισθούν, έστω και προσεγγιστικά οι ραδιενέργειες των ισοτόπων αυτών, χρησιμοποιήθηκε το πρόγραμμα calceff για να υπολογισθούν συντελεστές διόρθωσης αυτοαπορρόφησης για τις ενέργειες των δύο ισοτόπων, για Ιπτάμενη Τέφρα πυκνότητας $0,1 \text{ g cm}^{-3}$. Η πυκνότητα αυτή αντιστοιχεί στο ελάχιστο όριο εφαρμογής της προσαρμογής, από την οποία προκύπτει ο συντελεστής διόρθωσης αυτοαπορρόφησης. Επισημαίνεται ότι η προέκταση (extrapolation) της καμπύλης του συντελεστή αυτοαπορρόφησης σε τόσο χαμηλή πυκνότητα δεν θεωρείται αξιόπιστη, έγινε όμως για να υπολογιστούν έστω και προσεγγιστικά αποτελέσματα για το δείγμα PU001GZ1.

5.2.7 Συμπεράσματα από τα αποτελέσματα των αναλύσεων

5.2.7.1 Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης

Από την ανάλυση των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης, διαπιστώνεται ότι οι ειδικές ραδιενέργειες των ραδιοϊσοτόπων που εξετάστηκαν βρίσκονται μέσα στα αναμενόμενα από τις μετρήσεις της βιβλιογραφίας όρια. Οι ραδιενέργειες των ^{226}Ra , ^{238}U και ^{210}Pb είναι αρκετά υψηλές, της τάξης του 1 kBq kg^{-1} , η ραδιενέργεια του ^{40}K είναι σχετικά χαμηλότερη, ενώ η ραδιενέργεια του ^{232}Th είναι πολύ χαμηλότερη. Η εικόνα αυτή, με υψηλές τιμές της ραδιενέργειας στη σειρά του Ουρανίου και πολύ χαμηλότερες στη σειρά του Θορίου, έχει επανειλημμένα καταγραφεί στη βιβλιογραφία σε Ιπτάμενες Τέφρες από τους Ατμοηλεκτρικούς Σταθμούς της Μεγαλόπολης (Skodras 2007, Papaefthymiou 2007, Karangelos 2004, Rouni 2001, Simopoulos 1987).

Οι μεταβολές των ραδιοϊσοτόπων σε σχέση με το κοκκομετρικό κλάσμα παρουσιάζονται στα Σχήματα 5-4 έως 5-8. Παρατηρείται ότι υπάρχουν σημαντικές διαφοροποιήσεις μεταξύ των κλασμάτων, οι οποίες μάλιστα εμφανίζουν συστηματική σχέση με το μέγεθος κόκκου. Για τα ^{226}Ra , ^{210}Pb και ^{238}U , η ειδική ραδιενέργεια μειώνεται καθώς το μέγεθος του κόκκου αυξάνει. Για τα ^{232}Th και ^{40}K αντίθετα η ειδική ραδιενέργεια εμφανίζει θετική συσχέτιση με το μέγεθος κόκκου. Σύμφωνα με την παρατήρηση αυτή, τα ^{232}Th και ^{40}K μπορούν να ενταχθούν στην πρώτη Ομάδα της ταξινόμησης που παρουσιάσαμε στην Παράγραφο 2.5.3, ενώ τα ^{226}Ra , ^{210}Pb και ^{238}U στη δεύτερη.

Η συγκέντρωση των ^{226}Ra , ^{210}Pb και ^{238}U στα λεπτόκοκκα κλάσματα της Ιπτάμενης Τέφρας είναι συμβατή με μελέτες σε Ελληνικούς Ατμοηλεκτρικούς Σταθμούς που καταγράφονται στη βιβλιογραφία, σύμφωνα με τις οποίες η συγκέντρωση των ισοτόπων αυτών τείνει να αυξάνεται προς την ψυχρή πλευρά του συστήματος κατακράτησης (Papastefanou 1984, Karangelos 2004). Για τον ^{210}Pb , η συμπεριφορά αυτή είναι γενικά γνωστή και αποδίδεται στην έντονη πτητικότητα του. Η συμπεριφορά των ^{226}Ra και ^{238}U είναι πιο σύνθετη, και εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό από τη χημική και ορυκτολογική μορφή τους στο αρχικό καύσιμο. Από τα αποτελέσματα που παρουσιάζονται, προκύπτει ότι στο Λιγνίτη της Μεγαλόπολης τα ραδιοϊσότοπα αυτά πρέπει να περιέχονται σε κάποια από τις πτητικές μορφές τους. Η κοινή κατά ομάδες συμπεριφορά των ραδιοϊσοτόπων τεκμηριώνεται και από την εξέταση των συντελεστών συσχέτισης μεταξύ των ειδικών ραδιενεργειών τους. Ο Πίνακας 5-9 περιέχει τους συντελεστές συσχέτισης για κάθε ζεύγος ραδιοϊσοτόπων. Διαπιστώνεται ότι, μεταξύ των ^{226}Ra , ^{210}Pb και ^{238}U εμφανίζεται υψηλή θετική συσχέτιση. Ομοίως, μεταξύ των ^{232}Th και ^{40}K η συσχέτιση είναι θετική. Αντίθετα, η συσχέτιση μεταξύ των μελών της πρώτης και της δεύτερης ομάδας είναι σε όλες τις περιπτώσεις αρνητική. Σημειώνεται ότι, επειδή οι αποδόσεις προέκυψαν με διαφορετική μεθοδολογία, στις συγκρίσεις αυτές δεν έχουν συμπεριληφθεί τα αποτελέσματα του δείγματος PM001GZ1.

Οι συντελεστές συσχέτισης ελέγχθηκαν αναφορικά με τη σημαντικότητά τους με βάση τις υποθέσεις:

$$H_0 : \rho = 0$$

$$H_1 : \rho \neq 0$$

Ο Πίνακας 5-10 περιέχει τις τιμές της μεταβλητή συγκρίσεως, για $n=6$ σημεία, η οποία δίνεται από τον τύπο:

$$t_0 = r \frac{\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Για δίπλευρο έλεγχο σε επίπεδο εμπιστοσύνης 5%, η τιμή σύγκρισης με $n-2=4$ βαθμούς ελευθερίας βρίσκεται από πίνακες ίση με $t_{0,975} = 2,776$. Επομένως, η H_0 απορρίπτεται σε όλες τις περιπτώσεις, εκτός από αυτήν του ζεύγους $^{226}\text{Ra} - ^{210}\text{Pb}$. Προκύπτει επομένως ότι, εκτός της περίπτωσης αυτής, οι παρατηρούμενες συσχετίσεις μεταξύ των ραδιοϊσοτόπων είναι στατιστικά σημαντικές.

Εξετάζοντας τη συνολική ανάλυση της Ιπτάμενης Τέφρας, χωρίς κοκκομετρικό διαχωρισμό, μπορεί κανείς να καταλήξει στο συμπέρασμα ότι στη σειρά του ουρανίου επικρατεί ραδιενεργός ισορροπία, τόσο μεταξύ ^{238}U και ^{226}Ra , όσο και μεταξύ ^{226}Ra και ^{210}Pb . Από τις αναλύσεις των κοκκομετρικών κλασμάτων όμως προκύπτει ότι στις περισσότερες περιπτώσεις η ισορροπία είναι διαταραγμένη. Στα χονδρόκοκκα κλάσματα, το ^{238}U εμφανίζει έλλειμμα ως προς το ^{226}Ra , πλησιάζει όμως τη ραδιενεργό ισορροπία καθώς το μέγεθος κόκκου μειώνεται. Το γεγονός αυτό είναι σε συμφωνία με προηγούμενες παρατηρήσεις σε ΑΗΣ της Μεγαλόπολης, όπου διαπιστώθηκε ότι υπάρχει τάση αύξησης του λόγου $^{238}\text{U}/^{226}\text{Ra}$ προς την ψυχρή πλευρά του συστήματος κατακράτησης. Η ισορροπία $^{226}\text{Ra}/^{210}\text{Pb}$ είναι σε όλα τα κλάσματα διαταραγμένη, με το ^{210}Pb να υπερέχει στα λεπτόκοκκα κλάσματα, ενώ το ^{226}Ra στα χονδρόκοκκα, κάτι που είναι σε συμφωνία με την εμπειρία από τη βιβλιογραφία (Karangelos 2004).

Για να ελεγχθεί η ορθότητα των αναλύσεων που πραγματοποιήθηκαν, ακολούθησε υπολογισμός της ειδικής ραδιενέργειας των διαφόρων ισοτόπων στο αρχικό δείγμα Ιπτάμενης Τέφρας, με βάση τις ειδικές ραδιενέργειες των επί μέρους κλασμάτων και την κατανομή μάζας που προσδιορίσαμε στην Παράγραφο 4.12. Ο Πίνακας 5-11 παρουσιάζει το ισοζύγιο αυτό για κάθε ένα από τα ισότοπα που εξετάστηκαν. Επισημαίνεται ότι από το ισοζύγιο απουσιάζει το τελευταίο κοκκομετρικό κλάσμα, με διάμετρο $> 500 \mu\text{m}$, καθώς η ανάλυσή του πραγματοποιήθηκε με διαφορετική μεθοδολογία. Εκτιμάται όμως ότι, ακριβώς λόγω της μικρής συμμετοχής του (0,5 % κ.β.), η παράλειψη αυτή δεν επηρεάζει σημαντικά τα αποτελέσματα. Διαπιστώνεται ότι σε γενικές γραμμές οι αποκλίσεις μεταξύ των δύο τιμών είναι στην τάξη του 10%.

Η ανάλυση χωρίς διαχωρισμό δίνει σε κάθε περίπτωση υψηλότερη συγκέντρωση από το άθροισμα των αναλύσεων των κοκκομετρικών κλασμάτων.

Οι τιμές της ραδιενέργειας που προκύπτουν από την ανάλυση των κλασμάτων μπορούν να συγκριθούν με τις αντίστοιχες ραδιενέργειες που προσδιορίστηκαν από απευθείας ανάλυση της αρχικής τέφρας, χρησιμοποιώντας τη μεταβλητή σύγκρισης u :

$$u = \frac{R_1 - R_2}{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}}$$

Οι δύο τιμές R_1 , R_2 θεωρείται ότι διαφέρουν σημαντικά όταν $|u| > 1,96$. Ο Πίνακας 5-12 περιέχει τις τιμές της μεταβλητής u , από όπου προκύπτει ότι μόνο στην περίπτωση του ^{40}K η διαφορά είναι στατιστικά σημαντική.

Ενδιαφέρον παρουσιάζει το γεγονός ότι οι μεγαλύτερες αποκλίσεις παρατηρούνται στα ραδιοϊσότοπα που αναλύονται από φωτόνια χαμηλών ενεργειών, όπου και εφαρμόζονται διορθώσεις αυτοαπορρόφησης. Για την παρατήρηση αυτή μπορούμε να δώσουμε δύο πιθανές ερμηνείες:

- Πιθανές ανομοιογένειες στο δείγμα έχουν σημαντική επίδραση στην ανάλυση χαμηλών ενεργειών, καθώς ο ανιχνευτής καταγράφει κυρίως φωτόνια από την κάτω πλευρά του δείγματος.
- Η ανάλυση χαμηλών ενεργειών βασίζεται στη χρήση συντελεστή διόρθωσης αυτοαπορρόφησης, ο οποίος προσδιορίζεται πειραματικά για κάθε υλικό. Η ανάλυση κοκκομετρίας ενδέχεται να διαχωρίζει την τέφρα σε κλάσματα διαφορετικής σύστασης, για τα οποία απαιτείται διαφορετική τιμή του συντελεστή.

Επισημαίνεται ότι κατά την συσκευασία του αρχικού δείγματος και λόγω της ανάδευσης που λαμβάνει χώρα ενδέχεται τα πιο λεπτόκοκκα να βρίσκονται στη βάση του δοχείου συσκευασίας και επομένως πιο κοντά στον ανιχνευτή. Αυτό θα έχει ως συνέπεια να εκτιμώνται υψηλότερες τιμές για τα ισότοπα που εμφανίζουν γενικά υψηλότερες τιμές στα πιο λεπτόκοκκα κλάσματα τους. Η περαιτέρω διερεύνηση των φαινομένων αυτών ξεφεύγει από τα πλαίσια της παρούσης ΔΕ, παρουσιάζει όμως ιδιαίτερο ενδιαφέρον και για τις αναλύσεις άλλων υλικών όπως το χώμα.

5.2.7.2 Ιπτάμενη Τέφρα Studstrup

Τα αποτελέσματα ανάλυσης των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup βρίσκονται επίσης μέσα στα αναμενόμενα από τη βιβλιογραφία πλαίσια, όπως έχουν παρουσιαστεί στο Κεφάλαιο 2. Οι ραδιενέργειες των ισοτόπων της σειράς του ουρανίου είναι χαμηλότερες από ότι στα δείγματα Μεγαλόπολης, στην τάξη των 150 Bq kg^{-1} . Επισημαίνεται ότι οι διαφορές αυτές είναι δικαιολογημένες, αφού, τόσο το αρχικό καύσιμο, όσο και οι συνθήκες καύσης, τα οποία καθορίζουν τις συγκεντρώσεις των διάφορων στοιχείων στην τέφρα είναι διαφορετικά. Το ^{232}Th έχει αυξημένες συγκεντρώσεις σε σχέση με τα δείγματα Μεγαλόπολης, συγκρίσιμες με αυτές της σειράς του Ουρανίου. Η ραδιενέργεια του ^{40}K είναι κατά μέσο όρο συγκρίσιμη με αυτή των δειγμάτων Μεγαλόπολης, εμφανίζει όμως μεγαλύτερη μεταβλητότητα με τη μέγιστη συγκέντρωση να φθάνει τα $1561 \pm 73 \text{ Bq kg}^{-1}$.

Οι μεταβολές των ραδιοϊσοτόπων σε σχέση με το κοκκομετρικό κλάσμα παρουσιάζονται στα Σχήματα 5-9 έως 5-13. Όπως και στην προηγούμενη περίπτωση, υπάρχει σημαντική διαφοροποίηση μεταξύ των κλασμάτων, με συστηματική μεταβολή της ειδικής ραδιενέργειας σε σχέση με το μέγεθος κόκκου. Για όλα τα ισότοπα, εκτός του ^{40}K , η ειδική ραδιενέργεια μειώνεται καθώς το μέγεθος του κόκκου αυξάνει. Το ^{40}K παρουσιάζει ιδιαίτερη συμπεριφορά, καθώς η συγκέντρωσή του στα λεπτόκοκκα κλάσματα μειώνεται, αυξανόμενου του μεγέθους κόκκου. Μετά το κλάσμα 63-125 μm όμως η τάση αυτή αντιστρέφεται, ενώ η συγκέντρωση τελικά φθάνει σε υψηλά επίπεδα. Σύμφωνα με την παρατήρηση αυτή, τα ισότοπα της σειράς του ουρανίου και το ^{232}Th εντάσσονται στη δεύτερη Ομάδα της ταξινόμησης που παρουσιάσαμε στην Παράγραφο 2.5.3, ενώ το ^{40}K στην πρώτη.

Παρατηρείται ότι για τα ^{210}Pb και ^{238}U , στο τελευταίο κοκκομετρικό κλάσμα ($>500 \mu\text{m}$) εμφανίζεται αύξηση της ειδικής ραδιενέργειας. Πρέπει όμως να σημειωθεί ότι για τον υπολογισμό των ειδικών ραδιενεργειών αυτών στο συγκεκριμένο κλάσμα έχει χρησιμοποιηθεί προσεγγιστική τιμή του συντελεστή διόρθωση αυτοαπορρόφησης. Επομένως, η αύξηση αυτή δεν μπορεί να αξιολογηθεί με βεβαιότητα.

Η ιδιαίτερη συμπεριφορά του ^{40}K συμβαδίζει με παρατηρήσεις οι οποίες έχουν προκύψει από την ανάλυση Τεφρών μεικτής καύσης Γαϊάνθρακα-Βιομάζας (Grammelis 2006). Συγκεκριμένα, στη εργασία αυτή, όπου παρουσιάζεται η ανάλυση

δειγμάτων από εγκατάσταση πιλοτικής κλίμακας, έχει παρατηρηθεί ότι η προσθήκη βιομάζας στο μείγμα γενικά αυξάνει την ειδική ραδιενέργεια του ^{40}K , αλλά και μετατοπίζει τις μέγιστες συγκεντρώσεις προς τα χονδρόκοκκα κλάσματα. Οι επιδράσεις αυτές της βιομάζας στην κατανομή του ^{40}K είναι αναμενόμενες, καθώς η βιομάζα περιέχει υψηλά επίπεδα ^{40}K σε σχέση με τα ορυκτά καύσιμα.

Η συμπεριφορά των ισοτόπων της σειράς του ουρανίου είναι σε συμφωνία με τα όσα παρατηρήθηκαν στα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης, αν και τα επίπεδα ραδιενέργειας είναι χαμηλότερα. Το ^{232}Th όμως παρουσιάζει αντίθετη τάση από αυτή που παρατηρήθηκε στην προηγούμενη σειρά δειγμάτων.

Η κοινή κατά ομάδες συμπεριφορά των ραδιοϊσοτόπων τεκμηριώνεται και από την εξέταση των συντελεστών συσχέτισης μεταξύ των ειδικών ραδιενεργειών τους. Ο Πίνακας 5-13 περιέχει τους συντελεστές συσχέτισης για κάθε ζεύγος ραδιοϊσοτόπων. Διαπιστώνεται ότι, μεταξύ των ^{226}Ra , ^{210}Pb , ^{238}U και ^{232}Th εμφανίζεται υψηλή θετική συσχέτιση. Η ειδική ραδιενέργεια του ^{40}K εμφανίζει αρνητική συσχέτιση με όλες τις άλλες ειδικές ραδιενέργειες, και μάλιστα οι συντελεστές συσχέτισης είναι γενικά χαμηλότεροι. Η διαφοροποίηση αυτή μπορεί να αποδοθεί στη μη μονοτονική συμπεριφορά του ^{40}K . Όπως και στην περίπτωση της Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης, δε συμπεριελήφθη το τελευταίο κοκκομετρικό κλάσμα στους υπολογισμούς αυτούς λόγω των προσεγγίσεων που έγιναν στην ανάλυσή του.

Οι συντελεστές συσχέτισης συγκρίθηκαν με το μηδέν με βάση τις υποθέσεις:

$$H_0 : \rho = 0$$

$$H_1 : \rho \neq 0$$

Ο Πίνακας 5-14 περιέχει τις τιμές της μεταβλητή συγκρίσεως, για $n=6$ σημεία, η οποία δίνεται από τον τύπο:

$$t_0 = r \frac{\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Για δίπλευρο έλεγχο σε επίπεδο εμπιστοσύνης 5%, η τιμή σύγκρισης με $n-2=4$ βαθμούς ελευθερίας βρίσκεται από πίνακες ίση με $t_{0,975} = 2,776$. Παρατηρείται ότι σε όλες τις περιπτώσεις είναι $t_0 > t_{0,975}$, εκτός από τα ζεύγη που περιέχουν το ^{40}K . Προκύπτει επομένως ότι οι συσχετίσεις είναι στατιστικά σημαντικές για όλα τα ισότοπα πλην του ^{40}K . Η ιδιαίτερη αυτή συμπεριφορά του ^{40}K ενδέχεται να σχετίζεται

με την παρουσία βιομάζας στο μείγμα καύσης, η οποία επηρεάζει σημαντικά τη συγκέντρωσή του.

Εξετάζοντας τη συνολική ανάλυση της Ιπτάμενης Τέφρας, χωρίς κοκκομετρικό διαχωρισμό, μπορεί κανείς να καταλήξει στο συμπέρασμα ότι στη σειρά του ουρανίου επικρατεί ραδιενεργός ισορροπία, τόσο μεταξύ ^{238}U και ^{226}Ra , όσο και μεταξύ ^{226}Ra και ^{210}Pb . Από τις αναλύσεις των κοκκομετρικών κλασμάτων όμως προκύπτει ότι σε αρκετές περισσότερες περιπτώσεις η ισορροπία είναι διαταραγμένη. Στα χονδρόκοκκα κλάσματα, το ^{238}U εμφανίζει έλλειμμα ως προς το ^{226}Ra , βρίσκεται όμως σε ισορροπία στα μεσαία κλάσματα ενώ στα πιο λεπτόκοκκα εμφανίζει πλεόνασμα. Παρόμοια τάση αύξησης του λόγου $^{238}\text{U}/^{226}\text{Ra}$ καθώς το μέγεθος κόκκου μειώνεται παρατηρήσαμε στις αναλύσεις των δειγμάτων Μεγαλόπολης. Η ισορροπία $^{226}\text{Ra}/^{210}\text{Pb}$ είναι σε όλα τα κλάσματα διαταραγμένη, με το ^{210}Pb να βρίσκεται γενικά σε έλλειμμα, με αυξανόμενη διαφοροποίηση καθώς το μέγεθος κόκκου αυξάνει.

Ο Πίνακας 5-15 παρουσιάζει το ισοζύγιο ραδιενεργειών για τα κοκκομετρικά κλάσματα, κατά τρόπο παρόμοιο με αυτόν της προηγούμενης παραγράφου. Όπως και στην περίπτωση των δειγμάτων Μεγαλόπολης, από το ισοζύγιο απουσιάζει το τελευταίο κοκκομετρικό κλάσμα, με διάμετρο $> 500 \mu\text{m}$, καθώς η ανάλυσή του δεν ήταν δυνατή λόγω της μικρής ποσότητας που συγκεντρώθηκε (0,6 % κ.β.). Παρατηρείται πολύ καλή σύμπτωση μεταξύ των τιμών που υπολογίστηκαν από τα κλάσματα και της απ' ευθείας ανάλυσης. Οι σχετικές αποκλίσεις είναι μικρότερες από αυτές που παρατηρήθηκαν στην περίπτωση των δειγμάτων Μεγαλόπολης. Ο Πίνακας 5-16 περιέχει τις τιμές της μεταβλητής σύγκρισης u , οι οποίες υπολογίστηκαν όπως περιγράφεται στην Παράγραφο 5.2.7.1, από όπου προκύπτει ότι σε όλες τις περιπτώσεις οι διαφορές δεν είναι στατιστικά σημαντικές. Επισημαίνεται ότι οι μεγαλύτερες αποκλίσεις παρατηρούνται στα ^{210}Pb και ^{238}U , τα οποία αναλύονται με διόρθωση αυτοαπορρόφησης.

5.3 Μετρήσεις εκροής Ραδονίου

5.3.1 Εισαγωγή

Στα πλαίσια της παρούσης εργασίας πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις εκροής Ραδονίου από τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης, τα οποία προετοιμάστηκαν με τη

συσκευή κοσκινίσματος AS-200. Για τις μετρήσεις αυτές χρησιμοποιήθηκε διάταξη που έχει συγκροτηθεί στο παρελθόν στο ΕΠΤ-ΕΜΠ και βασίζεται στον ολοκληρωμένο ενεργητικό ανιχνευτή Ραδονίου AlphaGUARD.

Πριν την πραγματοποίηση των μετρήσεων, πραγματοποιήθηκε βαθμονόμηση του ανιχνευτή AlphaGUARD στο θάλαμο Ραδονίου το ΕΠΤ-ΕΜΠ, για τον έλεγχο της κατάστασής του. Επίσης εκτελέστηκε μέτρηση εκροής Ραδονίου από δείγμα αναφοράς με υψηλό ρυθμό εκροής, για το συνολικό έλεγχο της διαδικασίας. Τα πειράματα αυτά, καθώς και οι μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν, καθώς και τα αποτελέσματα που προέκυψαν περιγράφονται στις Παραγράφους που ακολουθούν.

5.3.2 Μεθοδολογίες μέτρησης

Οι μέθοδοι μέτρησης του ρυθμού εκροής Ραδονίου μπορούν να διακριθούν σε δύο κύριες κατηγορίες (Petrooulos 2001):

- Μέθοδοι κλειστού θαλάμου (Closed-chamber-methods).
- Μέθοδοι ανοιχτού θαλάμου (Open-chamber-methods).

Στις μεθόδους της πρώτης κατηγορίας το δείγμα τοποθετείται σε έναν ερμητικά σφραγισμένο θάλαμο και η συγκέντρωση του Ραδονίου παρακολουθείται συνεχώς με κατάλληλο όργανο. Στις μεθόδους ανοιχτού θαλάμου το δείγμα τοποθετείται σε συνεχή ροή αέρα και ο ρυθμός εκροής προσδιορίζεται από τη συγκέντρωση σταθερής κατάστασης ή από ολοκληρωτική μέτρηση.

Η μέθοδος που εφαρμόστηκε στα πλαίσια της παρούσης εργασίας είναι μέθοδος κλειστού θαλάμου. Σε μια τέτοια μέτρηση, η συγκέντρωση του Ραδονίου $C(t)$ στο εσωτερικό του θαλάμου, μετά από χρόνο t , δίνεται από τη συνάρτηση:

$$C(t) = C_0 \exp(-\lambda t) + \frac{E}{\lambda V} (1 - \exp(-\lambda t)) \quad (1)$$

Οι όροι της εξίσωσης έχουν την ακόλουθη σημασία :

- C_0 : Συγκέντρωση Ραδονίου κατά την έναρξη της μέτρησης στο εσωτερικό του θαλάμου (Bq m^{-3}).
- E : Συνολικός ρυθμός εκροής Ραδονίου από το δείγμα (Bq h^{-1})

- V : Ο ελεύθερος όγκος του θαλάμου (m^3)
- λ : Η σταθερά απομείωσης του Ραδονίου.

Θεωρητικά, σε έναν απόλυτα ερμητικό θάλαμο, η σταθερά απομείωσης του Ραδονίου ισούται με τη σταθερά διάσπασης ($\lambda = 7,56 \cdot 10^{-3} \text{ h}^{-1}$). Στην πράξη όμως, λόγω διαρροών από το θάλαμο και φαινομένων όπως η ανάστροφη διάχυση, η τιμή της σταθεράς αυτής είναι πάντα μεγαλύτερη (Nazaroff 1988).

Ο προσδιορισμός του ρυθμού εκροής Ραδονίου γίνεται εφαρμόζοντας προσαρμογή ελαχίστων τετραγώνων στην εξίσωση (1). Στην προσαρμογή αυτή, τα t , $C(t)$ προκύπτουν από το πείραμα, ενώ ο όγκος του θαλάμου V είναι γνωστός. Η σταθερά απομείωσης λ γενικά δεν είναι γνωστή, οπότε προκύπτει από την προσαρμογή. Επισημαίνεται ότι, για την πραγματοποίηση προσαρμογής στην εξίσωση (1), οι πειραματικές μετρήσεις πρέπει να καλύπτουν επαρκές χρονικό διάστημα. Στην περίπτωση που η διάρκεια μέτρησης είναι πολύ σύντομη, τυπικά ίση με μερικές ώρες, η προσαρμογή γίνεται στη γραμμικοποιημένη μορφή :

$$C(t) = C_0 + \frac{E}{V}t \quad (2)$$

Επισημαίνεται ότι, για να χρησιμοποιηθούν οι τύποι αυτοί για μετρήσεις εκροής, ο ελεύθερος όγκος του θαλάμου πρέπει να είναι τουλάχιστον δέκα φορές μεγαλύτερος από τον όγκο του δείγματος (Samuelsson 1990).

Ο ρυθμός εκροής E ο οποίος προσδιορίζεται από την προσαρμογή αναφέρεται στη συνολική ποσότητα υλικού που έχει τοποθετηθεί στο θάλαμο. Αν η ποσότητα αυτή έχει μάζα m , ο ρυθμός εκροής ανά μονάδα μάζας είναι:

$$\varepsilon = \frac{E}{m} \quad (3)$$

Ένα διαφορετικό μέγεθος που χρησιμοποιείται για το χαρακτηρισμό της εκροής Ραδονίου από υλικά είναι το εκρεόμενο κλάσμα, το οποίο ορίζεται ως το κλάσμα της ενεργότητας Ραδονίου που εκρέεται από το υλικό προς την ενεργότητα που παράγεται στο εσωτερικό του υλικού από το Ράδιο το οποίο περιέχει. Αν ε ο ρυθμός εκροής ανά μονάδα μάζας και R η ενεργότητα ^{226}Ra ανά μονάδα μάζας, το εκρεόμενο κλάσμα f δίνεται από τον τύπο:

$$f = \frac{\varepsilon}{\lambda(^{222}\text{Rn})R} \quad (4)$$

Στον τύπο αυτό, $\lambda(^{222}\text{Rn})=7,65 \cdot 10^{-3} \text{ h}^{-1}$ είναι η σταθερά διάσπασης του Ραδονίου.

5.3.3 Ο ανιχνευτής AlphaGUARD

Ο AlphaGUARD PQ2000 PRO είναι ένας ενεργητικός ανιχνευτής ραδονίου, εταιρείας κατασκευής Genitron (Σχήμα 5-16). Είναι ένας ολοκληρωμένος, φορητός ανιχνευτής Ραδονίου, εφοδιασμένος με μικροεπεξεργαστή και κατάλληλη μνήμη για την καταγραφή των μετρήσεων (Genitron 1998). Οι διαστάσεις του, συμπεριλαμβανομένης της πλαστικής χειρολαβής είναι 340 mm (μήκος), 240 mm (ύψος), 120 mm (πλάτος).

Για την ανίχνευση του ραδονίου χρησιμοποιείται κυλινδρικός θάλαμος ιονισμού, ο οποίος έχει συνολικό όγκο 0,62 lt και λειτουργεί υπό τάση +750 V. Τα θυγατρικά του Ραδονίου κατακρατούνται πριν την είσοδο στον ανιχνευτή και έτσι στο θάλαμο εισέρχεται μόνο το Ραδόνιο. Το ηλεκτρικό σήμα που παράγεται κατά τη διάσπαση των πυρήνων στο εσωτερικό του θαλάμου οδηγείται σε έναν εξαιρετικά ευαίσθητο προενισχυτή και εν συνεχεία σε ηλεκτρονικό δίκτυο για περαιτέρω ανάλυση. Η περιοχή λειτουργίας του ανιχνευτή εκτείνεται από τα 2 Bq m^{-3} έως τα $2 \cdot 10^6 \text{ Bq m}^{-3}$.

Ο ανιχνευτής ρυθμίζεται για λειτουργία με ορισμένο κύκλο ολοκλήρωσης, ο οποίος μπορεί να κυμαίνεται από 1 min έως 1 h. Στο τέλος κάθε κύκλου ολοκλήρωσης καταγράφει στην εσωτερική μνήμη του τη μέση συγκέντρωση του Ραδονίου κατά τη διάρκεια του κύκλου. Ο ανιχνευτής διαθέτει επαρκή μνήμη για την καταγραφή έως και 6 μηνών δεδομένων, όταν λειτουργεί σε ωριαίο κύκλο ολοκλήρωσης. Τα δεδομένα που καταγράφονται στην εσωτερική μνήμη μπορούν να διαβαστούν από ηλεκτρονικό υπολογιστή, μέσω σύνδεσης RS-232, με τη βοήθεια του λογισμικού AlphaExpert (Genitron 1999).

Εκτός της συγκέντρωσης του Ραδονίου, ο ανιχνευτής AlphaGUARD προσδιορίζει και τη θερμοκρασία, πίεση και υγρασία του ατμοσφαιρικού αέρα με τη βοήθεια κατάλληλων αισθητήρων. Επιπλέον, ο ανιχνευτής διαθέτει ενσωματωμένο αισθητήρα μετακίνησης για τη διασφάλιση της ποιότητας των μετρήσεων. Όλες οι μετρήσεις καταγράφονται στην εσωτερική μνήμη και είναι διαθέσιμες για επεξεργασία.

Μαζί με τον ανιχνευτή AlphaGUARD παρέχεται και η αντλία AlphaPUMP (Genitron 1995). Πρόκειται για αντλία αερίου, εταιρεία κατασκευής Genitron. Οι διαστάσεις της αντλίας είναι 200 mm×112 mm×50 mm (L×W×H) ενώ έχει βάρος περίπου 900 g. Διαθέτει φίλτρο κατακράτησης υγρών και ενσωματωμένη μπαταρία. Λειτουργεί σε παροχές 0.03 έως 1 L m⁻¹, ενώ έχει δυνατότητα εξωτερικού ελέγχου. Για τον έλεγχο της αντλίας σε μεγάλης διάρκειας πειράματα, το ΕΠΤ-ΕΜΠ έχει εφοδιάσει την αντλία AlphaPUMP με εξωτερικό χρονοδιακόπτη.

5.3.4 Βαθμονόμηση του ανιχνευτή AlphaGUARD

5.3.4.1 Διάταξη βαθμονόμησης

Το ΕΠΤ-ΕΜΠ διαθέτει δύο θαλάμους ραδονίου με όγκους 1,8 m³ και 8,5 m³, κατάλληλους για τη βαθμονόμηση οργάνων μέτρησης. Στην διαδικασία βαθμονόμησης χρησιμοποιήθηκε ο θάλαμος ραδονίου MRH, με όγκο 1,86 m³. Οι διαστάσεις του θαλάμου είναι 1,2m (μήκος), 1m (πλάτος) και 1,55m (ύψος). Ο θάλαμος είναι κατασκευασμένος από ανοξείδωτο ατσάλι. Είναι εφοδιασμένος με διατάξεις καταγραφής και ελέγχου των περιβαλλοντικών συνθηκών. Στο θάλαμο μπορεί να δημιουργηθεί ελεγχόμενη συγκέντρωση Ραδονίου χρησιμοποιώντας δύο διαφορετικές πιστοποιημένες πηγές, ενεργότητας 274,3 kBq και 102,8 kBq.

Για την πραγματοποίηση της βαθμονόμησης χρησιμοποιήθηκε πιστοποιημένη πηγή ²²⁶Ra, με την οποία είναι εφοδιασμένος ο Θάλαμος Ραδονίου. Η πηγή, τύπου RF-200 συνολικής ενεργότητας 274,3 kBq έχει κατασκευαστεί από το Τσέχικο Μετρολογικό Ινστιτούτο (Czech Metrological Institute, CMI). Είναι εγκατεστημένη εκτός του θαλάμου, εφοδιασμένη με κατάλληλη θωράκιση, ενώ η κυκλοφορία μεταξύ της πηγής και του Θαλάμου εξασφαλίζεται με κατάλληλο κύκλωμα και αντλία αέρα. Στο Παράρτημα 3 παρουσιάζεται το Πιστοποιητικό Βαθμονόμησης που συνοδεύει την πηγή.

Η συνδεσμολογία και ρύθμιση του οργάνου μέτρησης κατά τη βαθμονόμηση πρέπει να είναι κατά το δυνατόν όμοια με αυτές που χρησιμοποιούνται για την εκτέλεση μετρήσεων. Η συνδεσμολογία της διάταξης βαθμονόμησης παρουσιάζεται στο Σχήμα 5-17 και περιλαμβάνει τα παρακάτω:

- Ενεργητικός ανιχνευτής ραδονίου AlphaGUARD

- Αντλία AlphaPUMP
- Φίλτρο
- Πλαστικούς σωλήνες σύνδεσης
- Εξωτερικό χρονοδιακόπτη
- Τροφοδοτικό AlphaGUARD
- Τροφοδοτικό αντλίας

Για την πραγματοποίηση της βαθμονόμησης, η διάταξη τοποθετείται στο εσωτερικό του θαλάμου. Η συνδεσμολογία γίνεται ως εξής :

- Η έξοδος της αντλίας AlphaPUMP συνδέεται με πλαστικό σωλήνα με την είσοδο του AlphaGUARD, η οποία βρίσκεται στην πίσω πλευρά του.
- Μεταξύ της αντλίας και του οργάνου παρεμβάλλεται το ειδικό φίλτρο για την κατακράτηση των θυγατρικών του Ραδονίου. Τονίζεται ότι η αντλία δεν πρέπει ποτέ να συνδέεται χωρίς το φίλτρο, καθώς στην περίπτωση αυτή θα προκληθεί εσωτερική ρύπανση του οργάνου.
- Για τη βαθμονόμηση, η είσοδος της αντλίας και η έξοδος του οργάνου παραμένουν ανοιχτές στο περιβάλλον.
- Η αντλία συνδέεται με τον εξωτερικό χρονοδιακόπτη.
- Το όργανο και η αντλία συνδέονται μέσω των τροφοδοτικών τους με τις παροχές ρεύματος του θαλάμου βαθμονόμησης.

5.3.4.2 Σχεδιασμός της βαθμονόμησης

Είναι σκόπιμο κατά τη βαθμονόμηση ολοκληρωμένων οργάνων μέτρησης Ραδονίου να επιδιώκεται η περιοχή συγκεντρώσεων στην οποία πραγματοποιείται η βαθμονόμηση να συμπίπτει κατά το δυνατόν με την περιοχή μέτρησης. Με το σκεπτικό αυτό, το πείραμα βαθμονόμησης σχεδιάστηκε για να καλύψει την περιοχή τυπικών συγκεντρώσεων που εμφανίζονται κατά τις μετρήσεις εκροής από δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας.

Έστω ποσότητα m υλικού, το οποίο εμφανίζει ρυθμό εκροής ε , και τοποθετείται σε θάλαμο συνολικού όγκου V για χρονικό διάστημα t . Η συγκέντρωση του Ραδονίου στο θάλαμο, αγνοώντας τη διάσπαση, δεν θα ξεπεράσει το άνω όριο C_{\max} :

$$C_{\max} = \frac{\varepsilon \cdot m \cdot t}{V}$$

Από προηγούμενες μετρήσεις που έχουν πραγματοποιηθεί στο ΕΠΤ-ΕΜΠ, ο ρυθμός εκροής Ραδονίου από την Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης αναμένεται να κινείται στην περιοχή 10-120 mBq kg⁻¹ s⁻¹ (Karangelos 2004). Οι μετρήσεις εκροής Ραδονίου από δείγματα μικρού όγκου, όπως αυτά που παρήχθησαν στα πλαίσια της παρούσης εργασίας, στο ΕΠΤ-ΕΜΠ πραγματοποιούνται σε διάταξη συνολικού όγκου $V = 6$ lt. Τυπικά χρησιμοποιούνται $m = 300$ g υλικού, ενώ η διάρκεια μέτρησης ξεκινά από $t = 8$ h.

Αντικαθιστώντας τα μεγέθη αυτά στον τύπο προκύπτει ότι η μέγιστη αναμενόμενη συγκέντρωση Ραδονίου είναι

$$C_{\max} = \frac{120 \times 10^{-6} \times 0,3 \times 8 \times 3600}{0,006} \text{Bq m}^{-3} = 200 \text{Bq m}^{-3}$$

Με βάση την εκτίμηση αυτή το πείραμα βαθμονόμησης σχεδιάστηκε για μέγιστη συγκέντρωση ίση με 1 kBq m⁻³. Για την επίτευξη της συγκέντρωσης αυτής στο Θάλαμο Ραδονίου, όγκου 1,8 m³ απαιτείται παραγωγή συνολικής ενεργότητας 2 kBq.

5.3.4.3 Διεξαγωγή πειράματος βαθμονόμησης

Η βαθμονόμηση του ανιχνευτή AlphaGUARD πραγματοποιήθηκε στο χρονικό διάστημα 24 – 31 Οκτωβρίου 2007. Για την εκτέλεση της βαθμονόμησης ακολουθήσαμε τα παρακάτω βήματα:

1. Συγκροτήθηκε η διάταξη στο εσωτερικό του θαλάμου
2. Επιλέχθηκαν οι παρακάτω ρυθμίσεις:
 - Παροχή αντλίας 1 L min⁻¹
 - Χρονοδιακόπτης λειτουργίας 15min ανά 1h.
 - Κύκλος ολοκλήρωσης ανιχνευτή AlphaGUARD διάρκειας 1hr σε ρύθμιση Diffusion mode.
3. Σφραγίσθηκε ο θάλαμος στις 24 14:00 Οκτωβρίου 2007.

4. Τροφοδοτήθηκε ο θάλαμος με άζωτο, για τον καθαρισμό του από το ραδόνιο της ατμόσφαιρας. Ο καθαρισμός έγινε σε παροχή $1,5 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$, από τις 24 15:15 Οκτωβρίου 2007 έως τις 24 16:15 Οκτωβρίου 2007.
5. Ο θάλαμος παρέμεινε σε ατμόσφαιρα αζώτου έως τις 26 09:00 Οκτωβρίου 2007, για τον έλεγχο των επιπέδων υποβάθρου του οργάνου.
6. Καθαρίστηκε η πηγή CMI από τις 26 09:30. Οκτωβρίου 2007 έως τις 26 10:35 Οκτωβρίου 2007.
7. Στις 26 11:07 Οκτωβρίου 2007, και ενώ η ανάπτυξη του Ραδονίου στην πηγή συνεχιζόταν, ξεκίνησε η κυκλοφορία μεταξύ της πηγής και του θαλάμου.
8. Η κυκλοφορία τερματίστηκε στις 26 11:35 Οκτωβρίου 2007.
9. Στις 31 14:00 Οκτωβρίου 2007 ξεκίνησε ο καθαρισμός του θαλάμου με ατμοσφαιρικό αέρα.
10. Ο θάλαμος άνοιξε στις 31 14:45 Οκτωβρίου 2007.

Μετά την ολοκλήρωση του πειράματος βαθμονόμησης, αποσυνδέθηκε ο ανιχνευτής AlphaGUARD από την διάταξη και συνδέθηκε με Η/Υ για την ανάγνωση των δεδομένων.

Από τις μετρήσεις που καταγράφηκαν στο διάστημα 24 16:15 Οκτωβρίου 2007 - 26 09:00 Οκτωβρίου 2007, η συγκέντρωση Ραδονίου στο θάλαμο προκύπτει ίση με $17,6 \pm 5,1 \text{ Bq m}^{-3}$. Οι μετρήσεις αυτές αντιστοιχούν σε ατμόσφαιρα αζώτου στο θάλαμο και είναι σε συμφωνία με τα αναμενόμενα επίπεδα υποβάθρου του οργάνου.

Οι μετρήσεις που καταγράφηκαν κατά το διάστημα 26 11:35 Οκτωβρίου 2007 - 31 14:00 Οκτωβρίου 2007 παρουσιάζονται στο Σχήμα 5-18. Στα δεδομένα αυτά πραγματοποιήθηκε προσαρμογή σε καμπύλη της μορφής:

$$A(t) = A_0 \exp(-\lambda t)$$

Από την προσαρμογή, η αρχική ραδιενέργεια προκύπτει $A_0 = 1,2003 \pm 0,00023 \text{ kBq m}^{-3}$, με συντελεστή πολλαπλής συσχέτισης $R^2 = 0,976$. Η συνολική ραδιενέργεια που αναπτύχθηκε στο θάλαμο, στο διάστημα από τη λήξη του καθαρισμού έως τη λήξη της κυκλοφορίας είναι:

$$R = R_0 (1 - \exp(-\lambda t)) = 274,3 \text{ kBq} (1 - \exp(-\frac{\ln 2}{3,82 \cdot 24} \times 1)) = 2,066 \text{ kBq}$$

Ο όγκος του θαλάμου είναι $V=1,86 \text{ m}^3$, η θεωρητικά αναμενόμενη συγκέντρωση επομένως είναι :

$$A_{\ominus} = \frac{R}{V} = 1,11 \text{ kBq m}^{-3}$$

Διαπιστώθηκε ότι η συγκέντρωση που μετράται από το όργανο διαφέρει σημαντικά από την αναμενόμενη. Για το λόγο αυτό υπολογίστηκε συντελεστής διόρθωσης, ο οποίος εφαρμόστηκε σε όλες τις μετρήσεις που ακολουθούν:

$$\alpha = \frac{A_{\ominus}}{A} = 0,925$$

5.3.5 Διαδικασία μέτρησης εκροής Ραδονίου

5.3.5.1 Διάταξη μέτρησης

Για τα πειράματα μέτρησης εκροής ραδονίου χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος του κλειστού θαλάμου, η οποία έχει αναπτυχθεί στο ΕΠΤ-ΕΜΠ (Karangelos 2004).

Η διάταξη που χρησιμοποιήθηκε για τις μετρήσεις εκροής Ραδονίου παρουσιάζεται στο Σχήμα 5-19 και αποτελείται από τα ακόλουθα μέρη:

- Ενεργητικός ανιχνευτής ραδονίου AlphaGUARD
- Αντλία AlphaPUMP
- Αεροστεγής θάλαμος, όγκου 5,6 lt (τροποποιημένη χύτρα)
- Φίλτρο
- Πλαστικοί σωλήνες σύνδεσης
- Εξωτερικό χρονοδιακόπτη
- Τροφοδοτικό AlphaGUARD
- Τροφοδοτικό AlphaPUMP

Η συνδεσμολογία γίνεται ως εξής :

- Η έξοδος της αντλίας AlphaPUMP συνδέεται με πλαστικό σωλήνα με την είσοδο του AlphaGUARD, η οποία βρίσκεται στην πίσω πλευρά του.

- Μεταξύ της αντλίας και του οργάνου παρεμβάλλεται το ειδικό φίλτρο για την κατακράτηση των θυγατρικών του Ραδονίου. Τονίζεται ότι η αντλία δεν πρέπει ποτέ να συνδέεται χωρίς το φίλτρο, καθώς στην περίπτωση αυτή θα προκληθεί εσωτερική ρύπανση του οργάνου.
- Η έξοδος του οργάνου AlphaGUARD συνδέεται με πλαστικό σωλήνα με την είσοδο του θαλάμου μέτρησης.
- Η έξοδος του θαλάμου μέτρησης συνδέεται με την είσοδο της αντλίας AlphaPUMP.
- Το όργανο και η αντλία συνδέονται μέσω των τροφοδοτικών τους με τις παροχές ρεύματος.
- Η αντλία συνδέεται με τον εξωτερικό χρονοδιακόπτη.

5.3.5.2 Διεξαγωγή πειράματος μέτρησης εκροής Ραδονίου

Τα τυποποιημένα βήματα που ακολουθούνται για την πραγματοποίηση μιας μέτρησης εκροής με τη διάταξη που περιγράφηκε είναι τα εξής :

1. Ενεργοποίηση του ανιχνευτή AlphaGUARD και έλεγχος ότι έχει υποστεί καθαρισμό. Αν διαπιστωθεί ότι η ένδειξη του οργάνου είναι αφύσικα υψηλή, πράγμα που μπορεί να συμβαίνει αν το όργανο δεν έχει καθαριστεί μετά από προηγούμενη μέτρηση, διακόπτεται το κύκλωμα και ενεργοποιείται η αντλία έως ότου η ένδειξη επανέλθει σε φυσιολογικά επίπεδα υποβάθρου, τυπικά στην περιοχή των 30 Bq m^{-3} .
2. Το δείγμα ζυγίζεται. Σύμφωνα με τα όσα αναφέρονται στην Παράγραφο 5.3.2, ο όγκος του δείγματος δεν πρέπει να ξεπερνά το 1/10 του όγκου του θαλάμου μέτρησης.
3. Το δείγμα τοποθετείται σε δοχείο από αλουμίνιο, το οποίο τοποθετείται μέσα στο θάλαμο. Το δοχείο αυτό χρησιμοποιείται για να αποφευχθεί η ρύπανση του θαλάμου από υψηλής ενεργότητας δείγματα. Είναι μίας χρήσης, για να αποφεύγεται η ρύπανση μεταξύ δειγμάτων (cross-contamination).
4. Ο θάλαμος σφραγίζεται αεροστεγώς και ελέγχεται ότι οι βαλβίδες του είναι ανοικτές.
5. Επιλέγονται οι παρακάτω ρυθμίσεις:

- Παροχή αντλίας 1 L min^{-1}
- Χρονοδιακόπτης λειτουργίας 15min ανά 1h.
- Κύκλος ολοκλήρωσης ανιχνευτή AlphaGUARD διάρκειας 1hr σε ρύθμιση Diffusion mode.

6. Έναρξη της διαδικασίας μέτρησης.

Σε όλα τα πειράματα το δείγμα παραμένει στο θάλαμο για τουλάχιστον δύο ημέρες. Μετά την παρέλευση του διαστήματος αυτού, αποσυνδέεται ο ανιχνευτής AlphaGUARD από την διάταξη και συνδέεται στον Η/Υ για την ανάγνωση των δεδομένων που καταγράφηκαν.

5.3.5.3 Μέτρηση εκροής Ραδονίου από δείγμα αναφοράς

Προκειμένου να ελεγχθεί συνολικά η διαδικασία μέτρησης, πραγματοποιήθηκε αρχικά μέτρηση εκροής Ραδονίου από δείγμα Λιγνίτη. Το συγκεκριμένο δείγμα εμφανίζει σχετικά υψηλό ρυθμό εκροής και έχει αναλυθεί επανειλημμένα κατά το παρελθόν από το ΕΠΤ-ΕΜΠ. Είναι επομένως κατάλληλο ως δείγμα αναφοράς για τον έλεγχο ποιότητας των αναλύσεων.

Η μέτρηση πραγματοποιήθηκε στο διάστημα 2-6 Νοεμβρίου 2007. Για τη μέτρηση χρησιμοποιήθηκαν 340,7 g λιγνίτη, ακολουθώντας τη διαδικασία που περιγράφηκε στην Παράγραφο 5.3.5.2. Τα δεδομένα που καταγράφηκαν από τον ανιχνευτή AlphaGUARD κατά τη μέτρηση περιέχονται στο αρχείο 071106A1.DVD.

Η εξέλιξη της συγκέντρωσης του Ραδονίου στο θάλαμο και η αντίστοιχη καμπύλη προσαρμογής παρουσιάζονται στο Σχήμα 5-20.

Από την προσαρμογή της καμπύλης, οι συντελεστές της εξίσωσης (1) προκύπτουν :

$$E = 270,0 \pm 0,45 \text{ mBq h}^{-1}$$

$$\lambda = 0,0724 \pm 0,00013 \text{ h}^{-1}$$

$$C_0 = 59,3 \pm 0,66 \text{ Bq m}^{-3}$$

Παρατηρείται ότι η τιμή της σταθεράς λ προκύπτει πολύ μεγαλύτερη από την τιμή που αντιστοιχεί σε απομάκρυνση μόνο λόγω διάσπασης ($\lambda_0 = 0,00756 \text{ h}^{-1}$). Αντίστοιχες αποκλίσεις έχουν παρατηρηθεί και στο παρελθόν, αν και όχι τόσο μεγάλης έκτασης.

Αντικαθιστώντας την τιμή του E στην εξίσωση (3), και εφαρμόζοντας το συντελεστή διόρθωσης a που υπολογίσαμε στην Παράγραφο 5.3.4.3, ο ρυθμός εκροής του Ραδονίου προκύπτει $\varepsilon = 205,8 \pm 0,34 \mu\text{Bq kg}^{-1} \text{ s}^{-1}$. Η τιμή αυτή συμπίπτει στατιστικά με προηγούμενες μετρήσεις του δείγματος που έχουν πραγματοποιηθεί με τον ανιχνευτή AlphaGUARD.

5.3.6 Μετρήσεις και αποτελέσματα

Η μεθοδολογία μέτρησης που παρουσιάζεται στην Παράγραφο 5.3.5 εφαρμόστηκε για τον προσδιορισμό του ρυθμού εκροής των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης. Αναλύθηκαν όλα τα κοκκομετρικά κλάσματα, καθώς και ποσότητα τέφρας που δεν είχε υποστεί διαχωρισμό. Ειδικά για το κλάσμα $>500 \mu\text{m}$, λόγω της πολύ μικρής διαθέσιμης ποσότητας, η μέτρηση πραγματοποιήθηκε σε γυάλινη φιάλη, όγκου 500 ml. Ο Πίνακας 5-17 περιέχει τα στοιχεία όλων των μετρήσεων εκροής Ραδονίου που πραγματοποιήσαμε.

Οι μετρήσεις του οργάνου AlphaGUARD και οι αντίστοιχες καμπύλες προσαρμογής παρουσιάζονται στα Σχήματα 5-21 έως 5-28. Ο Πίνακας 5-18 περιέχει τους συντελεστές της εξίσωσης (1) για κάθε μία από τις μετρήσεις, όπως προέκυψαν από την προσαρμογή. Παρατηρείται ότι οι τιμές του λ στις προσαρμογές αυτές προέκυψαν μεγαλύτερες από τη φυσική τιμή, όπως και στη μέτρηση ελέγχου με Λιγνίτη. Οι τιμές της συγκέντρωσης υποβάθρου C_0 κυμαίνονται μέσα στα αναμενόμενα πλαίσια συγκεντρώσεων εσωτερικών χώρων. Ο Πίνακας 5-19 περιέχει το ρυθμό εκροής και το εκρέομενο κλάσμα Ραδονίου για κάθε μία από τις μετρήσεις, όπως προκύπτουν από τους τύπους που παρουσιάσαμε στην Παράγραφο 5.3.2. Για τον υπολογισμό του εκρέομενου κλάσματος χρησιμοποιήθηκαν οι ειδικές ραδιενέργειες ^{226}Ra τις οποίες προσδιορίσαμε στην Παράγραφο 5.2.6.

Προκειμένου να μελετηθούν ορισμένες ασυνέπειες που παρατηρούνται συγκρίνοντας τα αποτελέσματα των επί μέρους κλασμάτων με αυτά της τέφρας χωρίς διαχωρισμό, πραγματοποιήθηκε μία ακόμα μέτρηση εκροής. Για τη μέτρηση αυτή ελήφθησαν ποσότητες των ήδη διαχωρισμένων κλασμάτων, σύμφωνα με την κατανομή που προσδιορίστηκε στο Κεφάλαιο 4, ώστε να «ανασυντεθεί» η αρχική τέφρα. Η συνολική ποσότητα που ανασυντέθηκε με τον τρόπο αυτό ήταν 200 g και μετρήθηκε κατά το χρονικό διάστημα 24 – 30/06/2008. Τα δεδομένα που συλλέχθηκαν κατά τη

μέτρηση καταγράφηκαν στο αρχείο 080630A1 και παρουσιάζονται στο Σχήμα 5-29. Οι συντελεστές της καμπύλης προσαρμογής για τη μέτρηση του δείγματος αυτού Ιπτάμενης Τέφρας προέκυψαν :

$$E = 20,7 \pm 0,12 \text{ mBq h}^{-1}$$

$$\lambda = 0,0197 \pm 0,00015 \text{ h}^{-1}$$

$$C_0 = 36,2 \pm 0,35 \text{ Bq m}^{-3}$$

Από τις τιμές αυτές, ο ρυθμός εκροής Ραδονίου προκύπτει ίσος με $26,6 \pm 0,16 \text{ μBq kg}^{-1} \text{ s}^{-1}$ και το εκρεόμενο κλάσμα ίσο με $1,3 \pm 0,53 \%$.

5.3.7 Συμπεράσματα από τις μετρήσεις εκροής Ραδονίου

Οι τιμές του ρυθμού εκροής Ραδονίου που προσδιορίστηκαν κυμαίνονται μέσα στα αναμενόμενα όρια από τη βιβλιογραφία, όπως έχουν παρουσιάσει στο Κεφάλαιο 2. Οι τιμές του εκρεόμενου κλάσματος είναι επίσης μέσα στα αναμενόμενα όρια και επιβεβαιώνουν την παρατήρηση ότι το εκρεόμενο κλάσμα Ραδονίου από τις Ιπτάμενες Τέφρες είναι χαμηλό.

Μεταξύ των κοκκομετρικών κλασμάτων παρατηρούνται σημαντικές διαφορές στο ρυθμό εκροής Ραδονίου, οι οποίες παρουσιάζονται στο Σχήμα 5-30. Η εμφάνιση υψηλών ρυθμών εκροής στα λεπτόκοκκα κλάσματα είναι αναμενόμενη, καθώς ο ρυθμός εκροής Ραδονίου εξαρτάται από την ειδική επιφάνεια του υλικού. Ενδιαφέρον παρουσιάζει το γεγονός ότι αύξηση παρατηρείται και προς το άλλο άκρο της κοκκομετρικής κατανομής, με μέγιστο περί τα 250-500 μm . Η αύξηση αυτή αποτελεί ένδειξη ότι υπάρχουν διαφοροποιήσεις ως προς τη σύσταση και τη δομή μεταξύ των σωματιδίων.

Αντίστοιχες παρατηρήσεις μπορούν να γίνουν και από το Σχήμα 5-31, όπου παρουσιάζονται οι μεταβολές του εκρεόμενου κλάσματος Ραδονίου σε σχέση με το κοκκομετρικό κλάσμα. Παρατηρείται ότι οι μεταβολές του εκρεόμενου κλάσματος είναι ανάλογες με αυτές του ρυθμού εκροής, γεγονός που σημαίνει ότι οι διαφορές που παρατηρούνται δεν οφείλονται σε μεταβολές της ενεργότητας ^{226}Ra , αλλά πρέπει να αποδοθούν σε αλλαγές στη σύσταση των σωματιδίων.

Για να εξετασθούν τα φαινόμενα αυτά υπολογίστηκε ο συντελεστής συσχέτισης μεταξύ ρυθμού εκροής Ραδονίου και συγκέντρωσης ^{226}Ra , ο οποίος προκύπτει ίσος

με $r = -0,33$. Ο συντελεστής αυτός ελέγχθηκε ως προς τη σημαντικότητά του με βάση τις υποθέσεις:

$$H_0 : \rho = 0$$

$$H_1 : \rho \neq 0$$

Η τιμή σύγκρισης υπολογίσθηκε για $n=8$ σημεία:

$$t_0 = r \frac{\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}} = -0,85$$

Για δίπλευρο έλεγχο σε επίπεδο εμπιστοσύνης 5%, η τιμή σύγκρισης με $n-2=6$ βαθμούς ελευθερίας βρίσκεται από πίνακες ίση με $t_{0,975} = 2,447$. Επομένως η H_0 δεν απορρίπτεται και ο συντελεστής συσχέτισης δεν διαφέρει σημαντικά από το μηδέν. Μπορούμε επομένως να πούμε ότι δεν υπάρχει συσχέτιση και ότι οι διαφορές ρυθμού εκροής που παρατηρούμε μεταξύ των κλασμάτων δεν οφείλονται αποκλειστικά στο διαφορετικό τους περιεχόμενο σε ^{226}Ra .

Ο μικρός ρυθμός εκροής Ραδονίου από τις Ιπτάμενες Τέφρες έχει αποδοθεί στην υαλοποίηση του υλικού κατά την καύση. Η ερμηνεία αυτή συμβαδίζει με τις μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν, καθώς παρατηρείται ότι προκύπτει αύξηση του ρυθμού εκροής στα μεγαλύτερης διαμέτρου κλάσματα, όπου αναμένεται να συκρατούνται τα άκαυστα υλικά.

Για να ελεγχθούν τα αποτελέσματά έγινε υπολογισμός του ισοζυγίου του ρυθμού εκροής, με βάση την κατανομή μάζας, όπως έχει προσδιοριστεί στο Κεφάλαιο 4. Η τιμή που προκύπτει είναι ίση με $32 \pm 0,18 \mu\text{Bq kg}^{-1} \text{ s}^{-1}$ και είναι σημαντικά διαφορετική από τη μέτρηση της Ιπτάμενης Τέφρας χωρίς διαχωρισμό, η οποία προέκυψε ίση με $37,1 \pm 0,44 \mu\text{Bq kg}^{-1} \text{ s}^{-1}$. Λόγω της παρατηρούμενης αυτής απόκλισης πραγματοποιήθηκε και δεύτερη μέτρηση ρυθμού εκροής, με δείγμα Ιπτάμενης Τέφρας το οποίο ανασυντέθηκε όπως περιγράφηκε στην προηγούμενη Παράγραφο. Διαπιστώθηκε όμως ότι, ούτε η δεύτερη μέτρηση, ίση με $26,6 \pm 0,16 \mu\text{Bq kg}^{-1} \text{ s}^{-1}$ βρίσκεται σε συμφωνία με τα αναμενόμενα από τις μετρήσεις των επί μέρους κλασμάτων. Δε στάθηκε δυνατό να δοθεί ερμηνεία στις αποκλίσεις αυτές, οι οποίες ενδεχομένως οφείλονται σε συστηματικές αβεβαιότητες λόγω των χαμηλών συγκεντρώσεων Ραδονίου στα πειράματά μας, οι οποίες ενδεχομένως δεν ελήφθησαν υπόψη.

5.4 Αναλύσεις με Νετρονική Ενεργοποίηση

5.4.1 Γενικά

Νετρονική ενεργοποίηση ονομάζεται η ακτινοβολήση ενός πυρήνα με νετρόνια για την παραγωγή ραδιενεργών ισοτόπων. Η Νετρονική Ενεργοποίηση, εκτός των άλλων, χρησιμοποιείται και σε συνδυασμό με ραδιομετρικές τεχνικές, όπως η γ-φασματοσκοπία, για την ανίχνευση ιχνοστοιχείων. Η συνδυασμένη τεχνική αυτή ονομάζεται Ανάλυση με Νετρονική Ενεργοποίηση (Neutron Activation Analysis-NAA).

Η αρχή στην οποία βασίζεται η ανάλυση με Νετρονική Ενεργοποίηση είναι η μετατροπή σταθερών ισοτόπων που περιέχονται στο δείγμα σε ραδιενεργά, με τον βομβαρδισμό τους με νετρόνια. Τα ραδιενεργά ισότοπα στη συνέχεια μπορεί να ανιχνευθούν από την ραδιενέργεια που εκπέμπουν σε συγκεκριμένες ενέργειες και με αυτό τον τρόπο να ταυτοποιηθεί ο αρχικός πυρήνας-στόχος. Από το ρυθμό διάσπασης του ραδιενεργού προϊόντος της ενεργοποίησης μπορεί να προσδιοριστεί και ποσοτικά το αρχικό ισότοπο-στόχος.

Τα πρώτα πειράματα νετρονικής ενεργοποίησης καταγράφονται την δεκαετία 1940, όμως γνώρισε γρήγορη εξέλιξη, υποβοηθούμενη και από την παράλληλη ανάπτυξη της φασματοσκοπίας ακτίνων-γ, με αποτέλεσμα σήμερα να είναι καθιερωμένη μέθοδος ανάλυσης. Η ανάλυση με ενεργοποίηση και στη συνέχεια γ-φασματοσκοπία βρίσκει εφαρμογές σε μεγάλο εύρος τύπων δειγμάτων όπως είναι τα περιβαλλοντικά δείγματα (Bem 2002), τα γεωλογικά δείγματα όπως ορυκτά, βράχοι, μέταλλα, λάβη ηφαιστειών (Sroor 2003), τα δείγματα γλωρίδας (Djingona 1999), τα τρόφιμα, τα βιολογικά δείγματα όπως αίμα, ιστοί, τρίχες, δόντια, κόκαλα (Pazirandeh 1997), τα δείγματα βιομηχανικών προϊόντων όπως κράματα, κεραμικά, ύαλοι, οργανικά υλικά καθώς και υλικά από άνθρακα και βόριο (Killick 1962), αλλά και σε δείγματα αρχαιολογικών και ιστορικών ερευνών (Zamudio 2003).

Σε ορισμένες περιπτώσεις για καλύτερα αποτελέσματα στην ανίχνευση ιχνοστοιχείων η Νετρονική Ενεργοποίηση συνδυάζεται με χημικές διεργασίες για την απομόνωση του στοιχείου που ενδιαφέρει ή την απομάκρυνση του φέροντος υλικού. Η χημική επεξεργασία προηγείται της ενεργοποίησης (Sun 1999), ή έπεται (Schwarzer 2000).

Σε αυτές τις περιπτώσεις η μέθοδος παίρνει το χαρακτηρισμό Ανάλυση με Ραδιοχημική Νετρονική Ενεργοποίηση (Radiochemical Neutron Activation Analysis-RNAA) σε αντιδιαστολή με την κλασσική μέθοδο της Ενόργανης Ανάλυσης με Νετρονική Ενεργοποίηση (Instrumental Neutron Activation Analysis -INAA) που βασίζεται στην ανίχνευση των χαρακτηριστικών εκπεμπόμενων ακτινοβολιών, χωρίς χρήση χημικών διαχωρισμών, (Kruger 1971).

Η μέθοδος της Νετρονικής Ενεργοποίησης έχει πολλά πλεονεκτήματα. Ένα από τα βασικότερα πλεονεκτήματα της μεθόδου είναι η δυνατότητα ισοτοπικού ποσοτικού προσδιορισμού μη ραδιενεργών στοιχείων που υπάρχουν στο εξεταζόμενο δείγμα. Ένα ακόμα πλεονέκτημα της μεθόδου είναι ότι απαιτείται πολύ μικρή ποσότητα δείγματος σε σχέση με άλλες μεθόδους ανίχνευσης, καθώς η μέθοδος εμφανίζει υψηλή ευαισθησία, ενώ δεν απαιτείται ιδιαίτερη προετοιμασία του δείγματος. Επιπλέον με την μέθοδο αυτή μπορούν να επιτευχθούν χαμηλά κατώτερα επίπεδα ανίχνευσης.

Όμως η μέθοδος αυτή παρουσιάζει και σημαντικά τεχνικά προβλήματα στο σχεδιασμό μιας διάταξης Νετρονικής Ενεργοποίησης όπως η διασφάλιση των ασφαλών χειρισμών από τη μεριά των χειριστών καθώς και η διατήρηση σταθερής της γεωμετρίας τοποθέτησης του προς ενεργοποίηση δείγματος προς την πηγή νετρονίων. Επιπλέον, για την ανίχνευση των διαφόρων στοιχείων που υπάρχουν σε ένα δείγμα απαιτούνται διαφορετικοί χρόνοι Νετρονικής Ενεργοποίησης οι οποίοι εκτείνονται από λίγα δευτερόλεπτα μέχρι πολλές ημέρες. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα να καθιστά σύνθετη και ιδιαίτερα χρονοβόρα την διαδικασία αφού απαιτείται είτε η βελτιστοποίηση της προκειμένου να αναλύουμε όσο το δυνατόν περισσότερα στοιχεία με μια μόνο Νετρονική Ενεργοποίηση, είτε η δημιουργία υποδειγμάτων από το αρχικό μας δείγμα και η διαδοχική ενεργοποίηση τους με βάση τα στοιχεία που θέλουμε κάθε φορά να αναλύσουμε. Τέλος, ένα ακόμα μειονέκτημα της μεθόδου είναι ότι είναι καταστροφική, καθώς η ενεργοποίηση αλλοιώνει, έστω και σε μικρό βαθμό, την ισοτοπική σύσταση του δείγματος.

5.4.2 Ανίχνευση σταθερών στοιχείων στην Ιπτάμενη Τέφρα με μεθόδους Νετρονικής Ενεργοποίησης

Η ανάλυση με Νετρονική Ενεργοποίηση επιτρέπει τον ταυτόχρονο ποσοτικό προσδιορισμό ενός μεγάλου αριθμού στοιχείων, όταν εφαρμοστεί το κατάλληλο σενάριο ακτινοβολήσης. Ο Πίνακας 5-20 παρουσιάζει ενδεικτικά τα στοιχεία που είναι δυνατό να ανιχνευθούν σύμφωνα με τη βιβλιογραφία.

Η μέθοδος της Νετρονικής Ενεργοποίησης μπορεί να χρησιμοποιηθεί και για την ανάλυση των ιχνοστοιχείων που περιέχονται στην Ιπτάμενη Τέφρα. Στη βιβλιογραφία απαντώνται μελέτες Ιπταμένων Τεφρών τόσο από την Ελλάδα, όσο και από το εξωτερικό (Papaefthymiou 2007, Wachasunder 2001).

Στο ΕΠΤ-ΕΜΠ έχει αναπτυχθεί μέθοδος ανάλυσης περιβαλλοντικών δειγμάτων με Νετρονική Ενεργοποίηση, στα πλαίσια Διδακτορικής Διατριβής (Ρούνη 2008). Η χρησιμοποιούμενη διάταξη, η οποία βασίζεται σε πηγή $^{241}\text{Am-Be}$, ενεργότητας 10 Ci, περιγράφεται στην Παράγραφο 5.4.3. Η διάταξη έχει βαθμονομηθεί χρησιμοποιώντας πρότυπα υλικά αναφοράς, μεταξύ των οποίων και Ιπτάμενη Τέφρα, και έχει χρησιμοποιηθεί με επιτυχία για τον προσδιορισμό ιχνοστοιχείων σε περιβαλλοντικά δείγματα. Ο Πίνακας 5-21 περιέχει τα στοιχεία που είναι δυνατό να προσδιοριστούν με τη διάταξη του ΕΠΤ-ΕΜΠ στην Ιπτάμενη Τέφρα και τα αντίστοιχα Κατώτερα Όρια Ανίχνευσης.

5.4.3 Διάταξη Ανάλυσης Νετρονικής Ενεργοποίησης του ΕΠΤ-ΕΜΠ

Η διάταξη ενεργοποίησης με νετρόνια του ΕΠΤ-ΕΜΠ σχεδιάστηκε για την εκμετάλλευση της ισοτοπικής πηγής $^{241}\text{Am-Be}$, ενεργότητας 10 Ci, που διατίθεται στο ΕΠΤ-ΕΜΠ. Πρόκειται για πηγή νετρονίων, που συνίσταται από οξείδιο του Αμερικού και μεταλλικό Βηρύλλιο, την οποία το ΕΠΤ-ΕΜΠ προμηθεύτηκε στα μέσα της δεκαετίας του 1970 από την εταιρεία Amersham International Limited. Τεχνικά στοιχεία για την πηγή, όπως δίνονται από την κατασκευάστρια εταιρία, παρουσιάζονται στο Παράρτημα 4.

Η πηγή είναι τοποθετημένη μέσα σε πολυεστερική δεξαμενή διαστάσεων $1\times 1\times 1\text{m}$, η οποία είναι γεμάτη με ελαφρύ νερό. Η δεξαμενή είναι εφοδιασμένη με συστήματα

ασφαλείας για τον έλεγχο της στάθμης του νερού, ενώ υπάρχει διαθέσιμη και εφεδρική δεξαμενή σε περίπτωση διαρροής. Η πηγή νετρονίων είναι σταθερά τοποθετημένη στο κέντρο της δεξαμενής, σε ειδική κατασκευή από plexiglass. Η διάταξη παρουσιάζεται στο Σχήμα 5-32.

Το προς ενεργοποίηση δείγμα εισάγεται στη δεξαμενή μέσα σε ειδικά κατασκευασμένο στεγανό φορέα από plexiglass. Ο φορέας τοποθετείται κατακόρυφα σε απόσταση 41.5 mm πάνω από την πηγή, με τη βοήθεια ενσωματωμένου στελέχους. Το plexiglass ως υλικό έχει το πλεονέκτημα ότι είναι απαλλαγμένο από προσμίξεις που μπορούν να ενεργοποιηθούν, ενώ είναι διαφανές και διευκολύνει τη σωστή τοποθέτηση του δείγματος ως προς την πηγή. Λεπτομέρειες για τον τρόπο στερέωσης της πηγής και του δείγματος στη δεξαμενή περιγράφονται σε σχετική Διδακτορική Διατριβή (Ρούνη 2008).

Η εσωτερική κοιλότητα του φορέα, στην οποία τοποθετείται το δείγμα, έχει κυλινδρικό σχήμα, όγκου 6,3 ml. Η ποσότητα αυτή αντιστοιχεί στην τυποποιημένη γεωμετρία 11 για γ-φασματοσκοπικές αναλύσεις. Η γεωμετρία 11 υλοποιείται αφαιρώντας το δείγμα από το στεγανό φορέα και μεταφέροντάς το σε τυποποιημένο πλαστικό δοχείο όγκου 282 ml, ίδιου τύπου με αυτά που χρησιμοποιούνται για τις Γεωμετρίες 2, 5 και 8 τις οποίες έχουν ήδη περιγραφεί στην Παράγραφο 5.2.3.1. Η μεταφορά του δείγματος σε νέο δοχείο απαιτείται για την αποφυγή ρύπανσης του ανιχνευτή από προϊόντα ενεργοποίησης.

Για τη γ-φασματοσκοπική ανάλυση των δειγμάτων χρησιμοποιείται ανιχνευτής τύπου HPGe, κατασκευής της εταιρείας Canberra. Πρόκειται για ανιχνευτή υπερκαθαρού γερμανίου (HPGe) σχετικής απόδοσης 33.8%, συνοδευόμενο από την απαραίτητη ηλεκτρονική διάταξη για τη συλλογή και την επεξεργασία του σήματος. Η διαχείριση και η επεξεργασία των συλλεγόμενων φασμάτων γίνεται από τον κώδικα SPUNAL, κατά τρόπο παρόμοιο με αυτό που περιγράφηκε στην Παράγραφο 5.2.4.

5.4.4 Μεθοδολογία ανάλυσης

Το σενάριο έκθεσης για τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας έχει προκύψει από προηγούμενες μελέτες (Ρούνη 2008). Είναι σχεδιασμένο ώστε να επιτυγχάνει το μεγαλύτερο δυνατό πλήθος προσδιοριζόμενων ισοτόπων με μία μόνο ακτινοβόληση.

Σύμφωνα με το σενάριο αυτό το δείγμα εκτίθεται σε ακτινοβολία νετρονίων για χρονικό διάστημα 110,5 h. Στη συνέχεια το δείγμα αφαιρείται από το φορέα και μεταφέρεται σε πλαστικό δοχείο προκειμένου να αναλυθεί με τον ανιχνευτή HPGe. Για κάθε αναλυόμενο δείγμα συλλέγονται τρία φάσματα, με χρονική διάρκεια 1h, 3h και 12h. Συλλέγονται περισσότερα του ενός φάσματα καθώς για τα ισότοπα με σύντομο χρόνο ημιζωής, τα φάσματα μικρής διάρκειας δίνουν καλύτερη στατιστική, ενώ για τα μακρόβια ισότοπα τα φάσματα μεγαλύτερης διάρκειας πλεονεκτούν.

Η βαθμονόμηση της μεθόδου για την πραγματοποίηση ποσοτικού προσδιορισμού έχει πραγματοποιηθεί χρησιμοποιώντας την πρότυπη Ιπτάμενη Τέφρα NIST SRM-1633b. Το πιστοποιητικό που συνοδεύει την Τέφρα αυτή αναπαράγεται στο Παράρτημα 5. Από την ανάλυση του φάσματος της ενεργοποιημένης τέφρας, προέκυψε ότι μπορούν να ανιχνευθεί μεγάλο πλήθος στοιχείων, από τα οποία έξι μόνο προσδιορίζονται ποσοτικά με ικανοποιητική ακρίβεια. Για κάθε ένα από τα στοιχεία αυτά, διαιρώντας τη συγκέντρωση C του σταθερού στοιχείου στο αρχικό δείγμα με την επιφάνεια A της ισχυρότερης φωτοκορυφής του ενεργοποιημένου ισότοπου, όπως προκύπτει από την ανάλυση του φάσματος, προκύπτει ο συντελεστής ευαισθησίας λ :

$$\lambda = \frac{C}{A}$$

Ο συντελεστής αυτός χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της άγνωστης συγκέντρωσης στο αναλυόμενο δείγμα.

Ο Πίνακας 5-22 περιέχει τα στοιχεία που είναι δυνατό να προσδιοριστούν με τη μέθοδο αυτή στην Ιπτάμενη Τέφρα και τους συντελεστές ευαισθησίας που χρησιμοποιήθηκαν στα πλαίσια της παρούσης εργασίας. Οι συντελεστές ευαισθησίας συνοδεύονται από αβεβαιότητες σε επίπεδο 1σ , οι οποίες προκύπτουν μόνο από την αβεβαιότητα προσδιορισμού της επιφάνειας στο φάσμα βαθμονόμησης. Η προσέγγιση αυτή είναι ικανοποιητική, καθώς οι αβεβαιότητες αυτές είναι πολύ μεγαλύτερες από τις αντίστοιχες που αναφέρονται στο πιστοποιητικό βαθμονόμησης.

5.4.5 Μετρήσεις και αποτελέσματα

Η τεχνική NAA που παρουσιάζεται στην Παράγραφο 5.4.4 χρησιμοποιήθηκε για τον προσδιορισμό σταθερών στοιχείων των δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης.

Αναλύθηκαν όλα τα κοκκομετρικά κλάσματα, εκτός από το κλάσμα >500 μ m, καθώς και ποσότητα τέφρας που δεν έχει υποστεί διαχωρισμό. Το κλάσμα >500 μ m δεν αναλύθηκε λόγω της ανεπαρκούς ποσότητας που διατίθεται. Ο Πίνακας 5-23 περιέχει τους κωδικούς των δειγμάτων Νετρονικής Ενεργοποίησης, σύμφωνα με την κωδικοποίηση που περιγράφεται στην Παράγραφο 5.2.3.3.

Όπως έχει αναφερθεί, από κάθε δείγμα μετά την ενεργοποίηση συλλέγονται τρία φάσματα στον ανιχνευτή HPGe. Ο Πίνακας 5-24 περιέχει τα στοιχεία των φασμάτων αυτών.

Ο Πίνακας 5-25 περιέχει τα αποτελέσματα των αναλύσεων, συνοδευόμενα από συνολική αβεβαιότητα σε επίπεδο 1 σ . Σημειώνεται ότι το As ανιχνεύθηκε σε ένα μόνο δείγμα, σε συγκέντρωση κοντά στο Κατώτερο Όριο Ανίχνευσης.

5.4.6 Συμπεράσματα από τις αναλύσεις με Νετρονική Ενεργοποίηση

Οι περισσότερες από τις συγκεντρώσεις που προσδιορίστηκαν στα κοκκομετρικά κλάσματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης είναι μέσα στα αναμενόμενα όρια. Από τα προσδιοριζόμενα στοιχεία το Al ανιχνεύεται σε υψηλότερη συγκέντρωση, όπως είναι αναμενόμενο καθώς είναι κύριο συστατικό της Ιπτάμενης Τέφρας. Τα Zn, Na και K ανιχνεύονται σε συγκεντρώσεις συμβατές με άλλες μετρήσεις σε Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης από τη βιβλιογραφία (Skodras 2007, Papaefthymiou 2007). Με παρόμοιο τρόπο, η μη ανίχνευση As στα περισσότερα κλάσματα δεν προκαλεί έκπληξη, καθώς μετρήσεις που αναφέρονται στη βιβλιογραφία είναι χαμηλότερες από το Κατώτερο Όριο Ανίχνευσης της ανάλυσής μας (Papaefthymiou 2007, Georgakopoulos 2002). Για το Mn δεν εντοπίστηκαν δεδομένα αναφοράς στη βιβλιογραφία, σημειώνεται όμως ότι τα αποτελέσματα συμφωνούν σε τάξη μεγέθους με τιμές που αναφέρονται από μετρήσεις σε Ιπτάμενη Τέφρα από την περιοχή της Πτολεμαΐδας (Georgakopoulos 2002).

Οι μεταβολές των συγκεντρώσεων των στοιχείων που προσδιορίσαμε σε σχέση με το κοκκομετρικό κλάσμα παρουσιάζονται στα Σχήματα Σχήμα 5-33 έως Σχήμα 5-37. Για τα Zn, Na και Al δεν διαπιστώνεται συστηματική τάση μεταβολής, σημειώνεται όμως ότι οι αναλύσεις συνοδεύονται από σημαντικά σφάλματα. Για το Mn αντίθετα εμφανίζεται σαφής συσχέτιση της συγκέντρωσης με το κοκκομετρικό κλάσμα, με τη

συγκέντρωση να μειώνεται καθώς το μέγεθος κόκκου αυξάνει. Η συγκέντρωση του K αντίθετα αυξάνει καθώς το μέγεθος κόκκου αυξάνει, σε συμφωνία με τα όσα έχουν παρατηρηθεί από τη γ-φασματοσκοπική ανάλυση του ^{40}K . Διαφοροποίηση εμφανίζεται στο κλάσμα 250-500 μm , όπου η στοιχειακή συγκέντρωση του K φαίνεται να μειώνεται ενώ η ειδική ραδιενέργεια ^{40}K αυξάνει.

Υπενθυμίζεται ότι για τα δείγματα που αναλύθηκαν στα πλαίσια της ΔΕ προσδιορίστηκε μέσω γ-φασματοσκοπικής ανάλυσης και το ισότοπό του καλίου ^{40}K . Για λόγους σύγκρισης των δύο τεχνικών (NAA και γ-φασματοσκοπική ανάλυση) χρησιμοποιήθηκε η στοιχειακή συγκέντρωση του K, όπως προέκυψε από τις αναλύσεις με Νετρονική Ενεργοποίηση, για να υπολογισθεί η ειδική ραδιενέργεια του ^{40}K των δειγμάτων με βάση τη φυσική ισοτοπική σύσταση. Αν η κατά βάρος συγκέντρωση του K στο δείγμα είναι C, το πλήθος ατόμων ανά μονάδα μάζας του δείγματος N δίνεται από τον τύπο:

$$N = \frac{C}{m_A} N_A$$

Στον τύπο αυτό $m_A=39,0983 \text{ g mole}^{-1}$ το ατομικό βάρος του K και $N_A = 6,023 \cdot 10^{23}$ ο αριθμός Avogadro. Επομένως, αν $\alpha=0,0117\%$ η ισοτοπική αναλογία και $T_{1/2} = 1,277 \cdot 10^9$ y ο χρόνος ημιζωής του ^{40}K , η ειδική του ραδιενέργεια R δίνεται από τον τύπο :

$$R = \frac{\ln 2}{T_{1/2}} \alpha N = \frac{\ln 2}{T_{1/2}} \frac{\alpha N_A}{m_A} C$$

Σύμφωνα με τους υπολογισμούς αυτούς, στοιχειακή συγκέντρωση K ίση με 1 ppm αντιστοιχεί σε ειδική ραδιενέργεια ^{40}K ίση με 31 mBq kg^{-1} .

Ο Πίνακας 5-26 περιέχει τις ειδικές ραδιενέργειες που υπολογίστηκαν με τον τρόπο αυτό. Οι τιμές συγκρίνονται με τις αντίστοιχες ειδικές ραδιενέργειες που προσδιορίστηκαν με γ-φασματοσκοπική ανάλυση, χρησιμοποιώντας τη μεταβλητή σύγκρισης u:

$$u = \frac{R_1 - R_2}{\sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}}$$

Οι δύο τιμές R_1 , R_2 θεωρείται ότι διαφέρουν σημαντικά όταν $|\mu| > 1,96$. Με βάση το κριτήριο αυτό, μόνο στο κλάσμα 250-500 μm ανιχνεύεται στατιστικά σημαντική διαφορά, όπου και παρατηρήθηκε διαφοροποίηση στο Σχήμα 5-36.

5.5 Συμπεράσματα

Στον παρόν Κεφάλαιο παρουσιάστηκαν αναλύσεις των κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας με τρεις διαφορετικές τεχνικές. Πραγματοποιήθηκε γ -φασματοσκοπική ανάλυση όλων των δειγμάτων, ενώ για τα δείγματα Μεγαλόπολης πραγματοποιήθηκαν επίσης μετρήσεις ρυθμού εκροής Ραδονίου και αναλύσεις με Νετρονική Ενεργοποίηση. Από όλες τις αναλύσεις παρατηρήθηκαν σημαντικές διαφορές μεταξύ των κλασμάτων, γεγονός που επιβεβαιώνει ότι η Ιπτάμενη Τέφρα είναι ανομοιογενές υλικό.

Προσδιορίστηκαν με γ -φασματοσκοπική ανάλυση οι ειδικές ραδιενέργειες των ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{238}U και ^{210}Pb , οι οποίες προέκυψαν σε όλες τις περιπτώσεις μέσα στα αναμενόμενα από τη βιβλιογραφία όρια. Παρατηρήθηκε συσχέτιση των ειδικών ραδιενεργειών με το μέγεθος κόκκου, θετική ή αρνητική ανάλογα με το εξεταζόμενο ραδιοϊσότοπο και την προέλευση του δείγματος. Από τις αναλύσεις που πραγματοποιήθηκαν, προκύπτουν μεταξύ άλλων δύο παρατηρήσεις οι οποίες έχουν ενδιαφέρον και για τη συνολική ανάλυση Ιπτάμενης Τέφρας με γ -φασματοσκοπικές μεθόδους, χωρίς κοκκομετρικό διαχωρισμό:

- Αν και στη συνολική Ι.Τ. εμφανίζεται να επικρατεί ραδιενεργός ισορροπία μεταξύ ^{238}U και ^{226}Ra , δεν ισχύει το ίδιο στα κοκκομετρικά κλάσματα.
- Οι παρατηρούμενες διαφορές μεταξύ των κοκκομετρικών κλασμάτων μπορούν να οδηγήσουν σε αποκλίσεις κατά την ανάλυση της συνολικής Ι.Τ., ειδικά όταν δεν γίνεται προσεκτική ομογενοποίηση του δείγματος πριν την ανάλυση. Επισημαίνεται ότι η ομογενοποίηση αυτή δεν είναι εύκολη, καθώς η Ι.Τ. είναι ρέουσα σκόνη και εμφανίζει τάση διαχωρισμού κατά μέγεθος αν δεν ληφθούν κατάλληλα μέτρα.

Όσον αφορά στις μετρήσεις εκροής Ραδονίου που πραγματοποιήθηκαν, αυτές έδωσαν αποτελέσματα μέσα στα αναμενόμενα από τη βιβλιογραφία όρια. Παρατηρήθηκε επιπλέον ότι, όπως είναι γνωστό από τη βιβλιογραφία, η Ιπτάμενη Τέφρα εμφανίζει

χαμηλό εκρεόμενο κλάσμα Ραδονίου, λόγω της υαλοποίησης των σωματιδίων κατά την καύση. Μεταξύ των κοκκομετρικών κλασμάτων εμφανίζονται συστηματικές μεταβολές τόσο του ρυθμού εκροής όσο και του εκρεόμενου κλάσματος, φαίνεται όμως ότι υπάρχουν δύο ανταγωνιστικές τάσεις : Η αύξηση της ειδικής επιφάνειας αυξάνει το ρυθμό εκροής καθώς το μέγεθος κόκκου μικραίνει, ενώ η ύπαρξη άκαυστων σωματιδίων αυξάνει το ρυθμό εκροής καθώς το μέγεθος κόκκου μεγαλώνει.

Από τις αναλύσεις με Νετρονική Ενεργοποίηση που έγιναν προσδιορίστηκαν με επιτυχία πέντε σταθερά στοιχεία, από τα οποία δύο κύρια (Al, K), ένα δευτερεύον (Na) και δύο σε επίπεδο ίχνους (Zn, Mn). Στο πιο λεπτόκοκκο από τα δείγματα ανιχνεύθηκε και As σε επίπεδο ίχνους, κοντά στο Κατώτερο Όριο Ανίχνευσης. Η συγκέντρωση του As στα λεπτόκοκκα σωματίδια είναι αναμενόμενη σύμφωνα με τη βιβλιογραφία όπως έχει περιγραφεί στο Κεφάλαιο 2. Δεν κατέστη δυνατόν να διαπιστωθεί επίδραση του μεγέθους του κόκκου για τα Zn, Na και Al, γεγονός που ενδεχομένως οφείλεται στη σημαντική αβεβαιότητα που συνοδεύει τις αναλύσεις. Για τα Mn και K εμφανίζεται συσχέτιση μεταξύ συγκέντρωσης και μεγέθους κόκκου. Ιδιαίτερα για το K πραγματοποιήθηκε έλεγχος, συγκρίνοντας τα αποτελέσματα της Νετρονικής Ενεργοποίησης με τη γ-φασματοσκοπική ανάλυση μέσω του ^{40}K . Από τον έλεγχο προέκυψε στατιστική σύμπτωση μεταξύ των δύο μεθόδων για όλα τα σχεδόν τα δείγματα.

Πίνακες Κεφαλαίου

Πίνακας 5-1: Κωδικοποίηση κοκκομετρικών κλασμάτων για αναλύσεις γ-φασματοσκοπίας

<i>Γράμμα</i>	Όριο Κοκκομετρίας
A	Βάση χωρίς όριο
B	32 μm
C	45 μm
D	63 μm
E	125 μm
F	250 μm
G	500 μm
H	1000 μm
I	2000 μm
J	4000 μm
Z	Κορυφή χωρίς όριο

Πίνακας 5-2: Σχετική αβεβαιότητα λόγω συνάρτησης βαθμονόμησης απόδοσης του ανιχνευτή XtRa για διάφορες γεωμετρίες πηγής ανιχνευτή, σε επίπεδο 1σ

Γεωμετρία	<i>Σχετική Αβεβαιότητα (1σ)</i>	
	E<279.19 KeV	E>279.19 KeV
2	4.32 %	2.85 %
5	5.47 %	3.62 %
8	6.93 %	4.19 %

Πίνακας 5-3: Δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης που αναλύθηκαν με γ-φασματοσκοπία

<i>A/A</i>	<i>Κωδικός Δείγματος</i>	<i>Κλάσμα Κοκκομετρίας</i>	Γεωμετρία	<i>Μάζα (g)</i>
1	PM001AB1	< 32μm	2	267.9
2	PM001BC1	32-45 μm	2	276.8
3	PM001CD1	45-63 μm	2	238.7
4	PM001DE1	63-125 μm	2	239.4
5	PM001EF1	125-250μm	2	216.5
6	PM001FG1	250-500 μm	5	56.2
7	PM001GZ1	>500 μm	-	2.4
8	PM001AZ1	Χωρίς Διαχωρισμό	5	73.5

Πίνακας 5-4: Δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup που αναλύθηκαν με γ-φασματοσκοπία

<i>A/A</i>	<i>Κωδικός Δείγματος</i>	<i>Κλάσμα Κοκκομετρίας</i>	Γεωμετρία	<i>Μάζα (g)</i>
1	PU001AB1	< 32μm	2	302.5
2	PU001BC1	32-45 μm	2	267.4
3	PU001CD1	45-63 μm	2	246.5
4	PU001DE1	63-125 μm	2	165.7
5	PU001EF1	125-250μm	5	47.8
6	PU001FG1	250-500 μm	8	18
7	PU001GZ1	>500 μm	8	3.7
8	PU001AZ1	Χωρίς Διαχωρισμό	5	69.9

Πίνακας 5-5: γ-Φάσματα των κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας

<i>Δείγμα</i>	<i>Φάσμα</i>	<i>Διάρκεια</i> (s)	Θέση
PM001AB1	PM001AB1A	86185	11/ 2.104
PM001AZ1	PM001AZ1A	152581	11/ 2.113
PM001BC1	PM001BC1A	67816	11/ 2.103
PM001CD1	PM001CD1A	82235	11/ 2.102
PM001DE1	PM001DE1A	238266	11/ 2.98
PM001EF1	PM001EF1A	74600	11/ 2.106
PM001FG1	PM001FG1A	83957	11/2.115
PM001GZ1	PM001GZ1A	164804	11/2.118
PU001AB1	PU001AB1A	85100	11/ 2.90
	PU001AB1B	324146	11/ 2.107
PU001AZ1	PU001AZ1A	91804	11/2.117
PU001BC1	PU001BC1A	80429	11/ 2.91
	PU001BC1B	88672	11/ 2.108
PU001CD1	PU001CD1A	86221	11/ 2.92
	PU001CD1B	223373	11/ 2.109
PU001DE1	PU001DE1A	231166	11/ 2.99
	PU001DE1B	83122	11/2.114
PU001EF1	PU001EF1A	144493	14/ 5.225
	PU001EF1B	86554	11/ 2.110
PU001FG1	PU001FG1B	83413	11/2.116
	PU001FG1A	271578	11/ 2.97
PU001GZ1	PU001GZ1A	87734	11/2.119

Πίνακας 5-6: Απόδοση φωτοκορυφής για την ανάλυση του δείγματος PM001GZ1 (από αριθμητικό υπολογισμό)

Ισότοπο	Ενέργεια	Απόδοση	Απόδοση	Τελική Τιμή
		<i>PENELOPE</i>	<i>ETNA</i>	
²¹⁰ Pb	46.52	-	0.1927	0.1927±0.0055
²³⁴ Th	63.29	-	0.1939	0.1939±0.0055
²²⁶ Ra / ²³⁸ U	186.25	0.1443	0.1441	0.1442±0.0036
²²⁸ Ac	338.4	-	0.0987	0.0987±0.0026
	911.07	-	0.0493	0.0493±0.0013
⁴⁰ K	1460.75	0.03490	0.0354	0.0351±0.00093

Πίνακας 5-7: Αποτελέσματα της γ-φασματοσκοπικής ανάλυσης κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

Κοκκομετρικό Κλάσμα	Ειδική Ραδιενέργεια (Bq kg ⁻¹ , ± 1σ)				
	²²⁶ Ra	²³² Th	⁴⁰ K	²¹⁰ Pb	²³⁸ U
< 32 μm	1054±34	49±1.8	398±14	1419±85	997±56
32-45 μm	1003±33	47±1.7	396±15	1156±73	939±53
45-63 μm	1020±33	52±1.9	474±17	836±56	912±51
63-125 μm	985±32	54±1.9	534±18	647±44	867±48
125-250μm	903±30	56±2.0	612±22	487±38	766±44
250-500μm	750±30	58±2.5	711±31	428±37	661±44
> 500 μm(*)	601±39	65±6.7	555±21	358±27	385±26
Χωρίς διαχωρισμό	1004±40	56±2.3	541±23	1035±72	979±63

(*) Αναλύθηκε με αριθμητικά υπολογισμένες αποδόσεις σε μη τυποποιημένη γεωμετρία.

Πίνακας 5-8: Αποτελέσματα της γ-φασματοσκοπικής ανάλυσης κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup

Κοκκομετρικό Κλάσμα	Ειδική Ραδιενέργεια (Bq kg ⁻¹ , ± 1σ)				
	²²⁶ Ra	²³² Th	⁴⁰ K	²¹⁰ Pb	²³⁸ U
< 32 μm	179±5.9	171±5.6	529±17	171±12	215±16
32-45 μm	177±5.8	175±5.8	492±17	153±10	220±21
45-63 μm	167±5.5	162±5.3	425±14	129±11	186±16
63-125 μm	115±3.8	118±4.0	348±13	62±9.3	115±13
125-250μm	82±3.4	78±3.2	784±33	39±4.9	69±7.6
250-500μm	74±3.6	61±3.0	1561±73	16±3.0	49±6.4
> 500 μm(*)	70±5.0	-	1610±89	25±4.0	81±11
Χωρίς διαχωρισμό	161±6.4	156±6.3	509±22	155±16	189±22

(*)Αναλύθηκε με προσεγγιστικό συντελεστή διόρθωσης αυτοαπορρόφησης

Πίνακας 5-9: Συντελεστές συσχέτισης μεταξύ ραδιοϊσοτόπων για τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

	²³² Th	²¹⁰ Pb	²³⁸ U	⁴⁰ K
²²⁶ Ra	-0.844	0.776	0.970	-0.931
²³² Th		-0.912	-0.922	0.978
²¹⁰ Pb			0.901	-0.918
²³⁸ U				-0.982

Πίνακας 5-10: Μεταβλητή σύγκρισης t για τον έλεγχο των συντελεστών συσχέτισης μεταξύ ραδιοϊσοτόπων στα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

	^{232}Th	^{210}Pb	^{238}U	^{40}K
^{226}Ra	-3.15	2.46	7.98	-5.1
^{232}Th		-4.45	-4.76	9.38
^{210}Pb			4.15	-4.63
^{238}U				-10.4

Πίνακας 5-11: Ισοζύγιο ραδιενεργειών για τις αναλύσεις κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

Ισότοπο	Ειδική Ραδιενέργεια (Bq kg^{-1} , $\pm 1\sigma$)		Σχετική
	Ανάλυση χωρίς διαχωρισμό Σταθμισμένο Άθροισμα Κλασμάτων Απόκλιση		
^{226}Ra	1004 \pm 40	979 \pm 15	2.4%
^{232}Th	56 \pm 2.3	51.8 \pm 0.83	7.6%
^{40}K	541 \pm 23	492 \pm 7.9	9.1%
^{210}Pb	1035 \pm 72	906 \pm 29	12.4%
^{238}U	979 \pm 63	885 \pm 23	9.6%

Πίνακας 5-12: Στατιστικός έλεγχος των ισοζυγίων ραδιενεργειών για τις αναλύσεις Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

<i>Ισότοπο</i>	<i>Μεταβλητή Σύγκρισης μ</i>
^{226}Ra	0.59
^{232}Th	1.72
^{40}K	2.01
^{210}Pb	1.66
^{238}U	1.40

Πίνακας 5-13: Συντελεστές συσχέτισης μεταξύ ραδιοϊσοτόπων για τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup

	^{232}Th	^{210}Pb	^{238}U	^{40}K
^{226}Ra	0.994	0.987	0.996	-0.689
^{232}Th		0.975	0.993	-0.759
^{210}Pb			0.990	-0.654
^{238}U				-0.695

Πίνακας 5-14: Μεταβλητή σύγκρισης t για τον έλεγχο των συντελεστών συσχέτισης μεταξύ ραδιοϊσοτόπων στα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup

	^{232}Th	^{210}Pb	^{238}U	^{40}K
^{226}Ra	18.18	12.28	22.29	-1.90
^{232}Th		8.78	16.81	-2.33
^{210}Pb			14.04	-1.73
^{238}U				-1.93

Πίνακας 5-15: Ισοζύγιο ραδιενεργειών για τις αναλύσεις κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup

Ισότοπο	Ειδική Ραδιενέργεια ($Bq\ kg^{-1}$, $\pm 1\sigma$)		Σχετική
	Ανάλυση χωρίς διαχωρισμό	Σταθμισμένο Άθροισμα Κλασμάτων	Απόκλιση
^{226}Ra	161±6.4	160±3.1	0.4%
^{232}Th	156±6.3	155±3.0	0.6%
^{40}K	509±22	497±9.2	2.4%
^{210}Pb	155±16	135±6.5	12.9%
^{238}U	189±22	186±8.9	1.9%

Πίνακας 5-16: Στατιστικός έλεγχος των ισοζυγίων ραδιενεργειών για τις αναλύσεις Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup

Ισότοπο	Μεταβλητή Σύγκρισης u
^{226}Ra	0.14
^{232}Th	0.14
^{40}K	0.50
^{210}Pb	1.16
^{238}U	0.13

Πίνακας 5-17: Μετρήσεις εκροής Ραδονίου κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

<i>Κοκκομετρικό Κλάσμα</i>	<i>Έναρξη</i>	<i>Λήξη</i>	<i>Μάζα (kg)</i>	<i>Όγκος (L)</i>	<i>Αρχείο Δεδομένων</i>
< 32 μm	7/2/08	12/2/08	0.238	0.280	080212A1
32-45 μm	19/2/08	22/2/08	0.1923	0.280	080222A1
45-63 μm	31/1/08	05/02/08	0.198	0.280	080207A1
63-125 μm	25/2/08	29/2/08	0.194	0.280	080229A1
125-250μm	29/2/08	04/03/08	0.1837	0.280	080304A1
250-500μm	06/06/08	09/06/08	0.1063	0.200	080609A1
> 500 μm	29/05/08	02/06/08	0.00985	0.010	080602A1
Χωρίς διαχωρισμό	18/06/08	23/06/08	0.2004	0.280	080623A1

Πίνακας 5-18: Αποτελέσματα προσαρμογής μετρήσεων εκροής Ραδονίου

<i>Κοκκομετρικό Κλάσμα</i>	<i>E</i>	<i>σ(E)</i>	<i>C₀</i>	<i>σ(C₀)</i>	<i>λ</i>	<i>σ(λ)</i>
	(mBq h ⁻¹)	(mBq h ⁻¹)	(Bq m ⁻³)	(Bq m ⁻³)	(h ⁻¹)	(h ⁻¹)
< 32 μm	33.7	0.18	38.9	0.39	0.0302	0.00020
32-45 μm	24.8	0.31	32.1	0.45	0.0254	0.00048
45-63 μm	20.5	0.25	65.8	0.38	0.0222	0.00033
63-125 μm	20.0	0.26	37.2	0.39	0.0257	0.00044
125-250μm	22.7	0.48	65.1	0.44	0.0323	0.00077
250-500μm	15.6	0.47	31.6	0.48	0.0306	0.00120
> 500 μm	1.14	0.060	33.1	0.33	0.0124	0.00097
Χωρίς διαχωρισμό	28.9	0.34	30.0	0.45	0.0505	0.00040

Πίνακας 5-19: Ρυθμός εκροής και εκκρεόμενο κλάσμα Ραδονίου των κοκκομετρικών κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

Κοκκομετρικό Κλάσμα	ε	$\sigma(\varepsilon)$	f	$\sigma(f)$
	($\mu\text{Bq kg}^{-1}\text{s}^{-1}$)	($\mu\text{Bq kg}^{-1}\text{s}^{-1}$)	(%)	(%)
< 32 μm	36.4	0.20	1.65	0.094
32-45 μm	33.2	0.41	1.57	0.092
45-63 μm	26.6	0.32	1.24	0.072
63-125 μm	26.4	0.34	1.28	0.075
125-250 μm	31.8	0.67	1.7	0.102
250-500 μm	38	1.1	2.4	0.12
> 500 μm	30	1.6	2.4	0.20
Χωρίς διαχωρισμό	37.1	0.44	1.76	0.074

Πίνακας 5-20: Στοιχεία που είναι δυνατό να ανιχνευθούν με τεχνικές ΝΑΑ

Στοιχεία									
Ag	Al	As	Au	Ba	Br	Ca	Cd	Ce	Cl
Co	Cr	Cs	Cu	Dy	Eu	Fe	Ga	Ge	Hf
Hg	Ho	I	In	K	La	Lu	Mg	Mn	Mo
Na	Nd	Ni	Pd	Rb	Sb	Sc	Se	Si	Sm
Sn	Sr	Ta	Tb	Th	Ti	Tm	U	V	W
Yb	Zn	Zr							

Πίνακας 5-21 : Προσδιοριζόμενα στοιχεία και Κατώτερα Όρια Ανίχνευσης για αναλύσεις Ι.Τ. με Νετρονική Ενεργοποίηση στο ΕΠΤ-ΕΜΠ

<i>Στοιχείο</i>	<i>Κατώτερο Όριο Ανίχνευσης (ppm)</i>
As	21
Al	28219
Zn	44
Mn	8
Na	34
K	2615

Πίνακας 5-22: Συντελεστές ευαισθησίας ανάλυσης Ι.Τ. με Νετρονική Ενεργοποίηση στο ΕΠΤ-ΕΜΠ

<i>Στοιχείο</i>	<i>Προϊόν Ενεργοποίησης</i>	<i>Ενέργεια (keV)</i>	<i>Χρόνος Ανάλυσης (h)</i>	<i>Συντελεστής Ευαισθησίας (ppm cps⁻¹)</i>
As	As-76	559.1	12	8482 ± 771
Al	Al-28	1778.8	1	2724677 ± 313751
Zn	Zn-71m	487.3	12	17127 ± 2076
Mn	Mn-56	846.6	3	1081 ± 66
Na	Na-24	1368.6	12	22499 ± 411
K	K-42	1524.7	12	1800537 ± 163684

Πίνακας 5-23: Δείγματα Νετρονικής Ενεργοποίησης Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης

<i>A/A</i>	<i>Κωδικός Δείγματος</i>	<i>Κλάσμα Κοκκομετρίας</i>	<i>Μάζα (g)</i>
1	PM001AB2	< 32μm	5.4
2	PM001BC2	32-45 μm	4.9
3	PM001CD2	45-63 μm	4.9
4	PM001DE2	63-125 μm	5.3
5	PM001EF2	125-250μm	4.7
6	PM001FG2	250-500 μm	4.6
8	PM001AZ2	Χωρίς Διαχωρισμό	5.5

Πίνακας 5-24: Φάσματα δειγμάτων Νετρονικής Ενεργοποίησης

Δείγμα	Ανάλυση 1h		Ανάλυση 3h		Ανάλυση 12h	
	Φάσμα	Θέση	Φάσμα	Θέση	Φάσμα	Θέση
PM001AB2	PM001AB2A	4/1.281	PM001AB2C	4/1.283	PM001AB2D	4/1.284
PM001AZ2	PM001AZ2A	4/2.006	PM001AZ2B	4/2.007	PM001AZ2C	4/2.008
PM001BC2	PM001BC2A	4/1.285	PM001BC2C	4/1.287	PM001BC2D	4/1.288
PM001CD2	PM001CD2A	4/1.289	PM001CD2B	4/1.290	PM001CD2C	4/1.291
PM001DE2	PM001DE2A	4/1.292	PM001DE2C	4/1.294	PM001DE2D	4/1.295
PM001EF2	PM001EF2A	4/1.296	PM001EF2B	4/1.297	PM001EF2C	4/1.298
PM001FG2	PM001FG2A	4/2.1	PM001FG2B	4/2.2	PM001FG2C	4/1.299

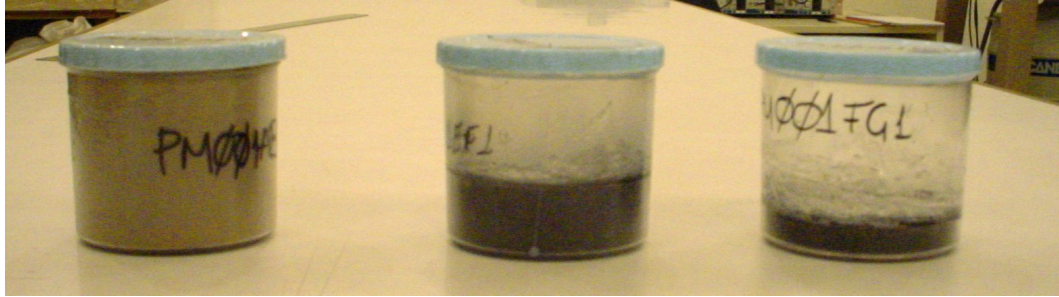
Πίνακας 5-25: Αποτελέσματα αναλύσεων με Νετρονική Ενεργοποίηση

Κοκκομετρικό Κλάσμα	Συγκέντρωση (ppm)					
	Zn	As	Mn	Na	K	Al
<32 μm	52±34	32±17	455±30	3953±100	15951±2550	61141±14014
32-45 μm	102±35	-	395±25	3737±95	15167±2547	31354±14352
45-63 μm	100±35	-	377±24	3997±99	17707±2683	58789±17799
63-125 μm	91±35	-	356±23	4093±100	19649±2818	94062±16817
125-250 μm	71±33	-	298±20	3640±92	21704±2866	83089±15208
250-500 μm	85±32	-	248±17	3082±82	17221±2576	57221±12658
Χωρίς Διαχωρισμό	157±39	-	429±27	4389±106	20135±2878	98766±18317

Πίνακας 5-26: Σύγκριση των ειδικών ραδιενεργειών ^{40}K των κλασμάτων Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης από Νετρονική Ενεργοποίηση και γ -Φασματοσκοπία

<i>Κοκκομετρικό Κλάσμα</i>	<i>Ειδική Ραδιενέργεια (Bq kg^{-1})</i>		<i>u-score</i>
	<i>Νετρονική Ενεργοποίηση</i>	<i>γ-Φασματοσκοπία</i>	
<32 μm	494 \pm 79	398 \pm 15	1.21
32-45 μm	470 \pm 79	396 \pm 15	0.92
45-63 μm	549 \pm 83	474 \pm 17	0.88
63-125 μm	609 \pm 87	534 \pm 18	0.84
125-250 μm	673 \pm 89	612 \pm 22	0.66
250-500 μm	534 \pm 80	711 \pm 31	-2.07
Χωρίς Διαχωρισμό	624 \pm 89	541 \pm 23	0.9

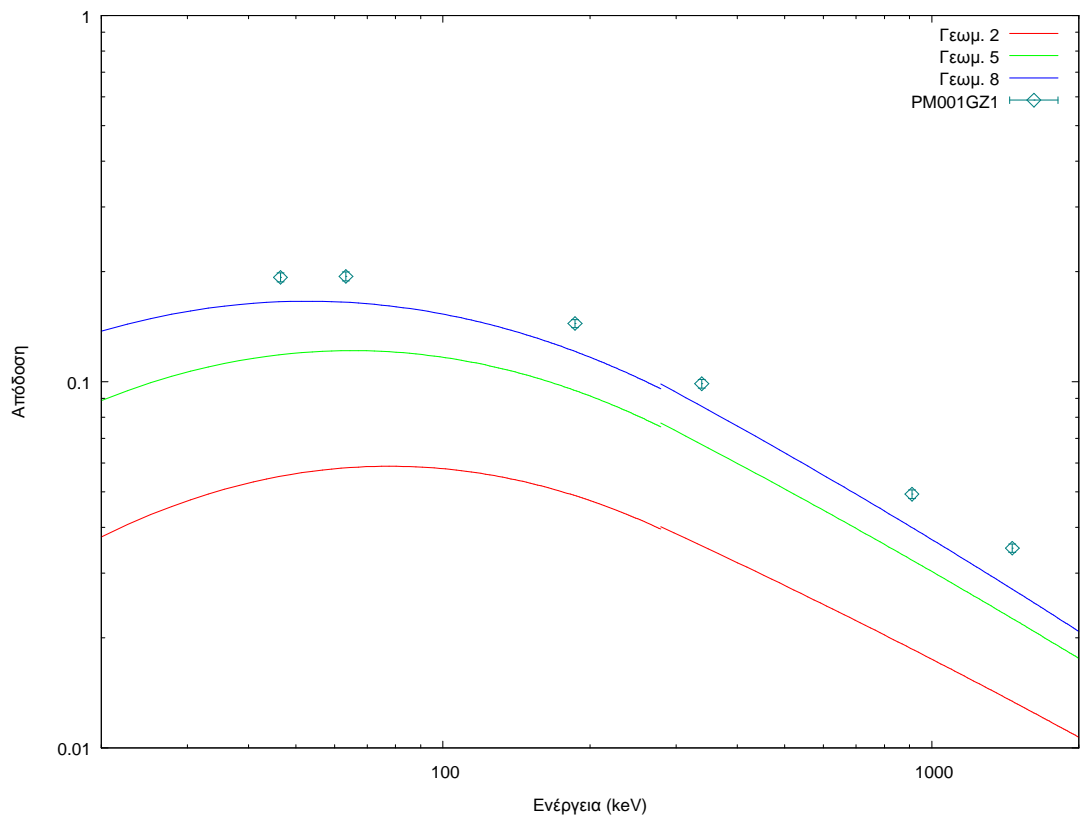
Σχήματα Κεφαλαίου



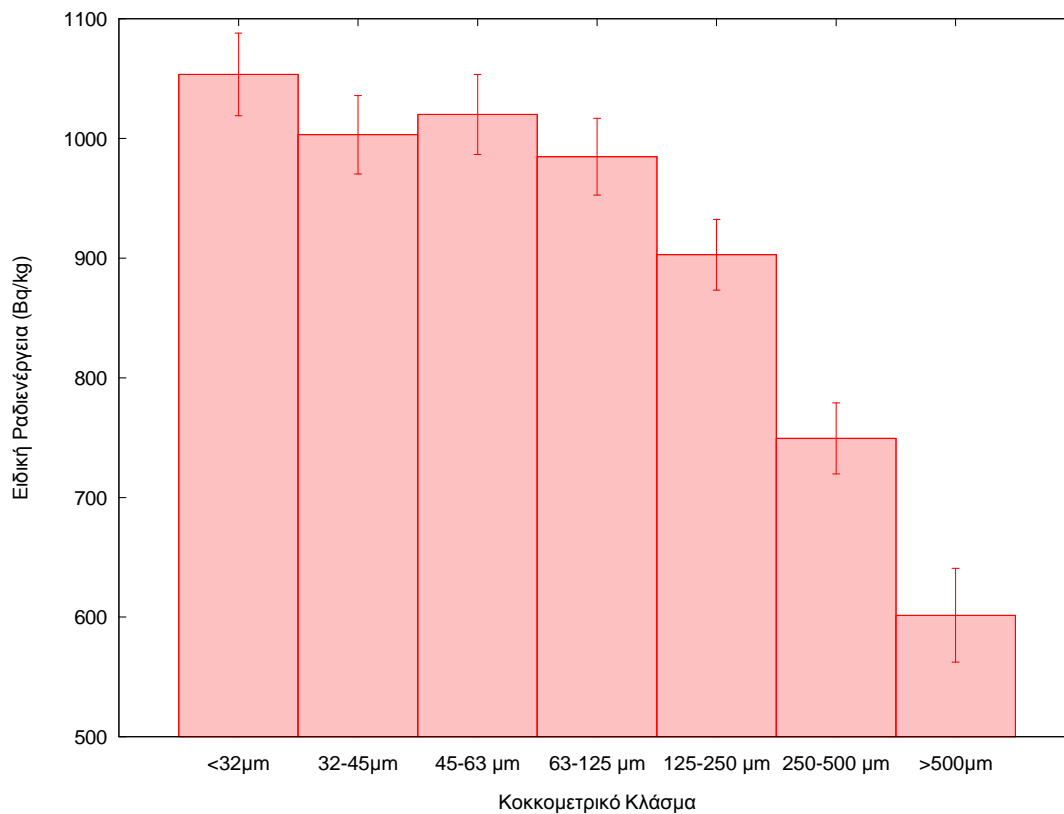
Σχήμα 5-1: Δείγματα των γεωμετριών που χρησιμοποιήσαμε στα πλαίσια της εργασίας



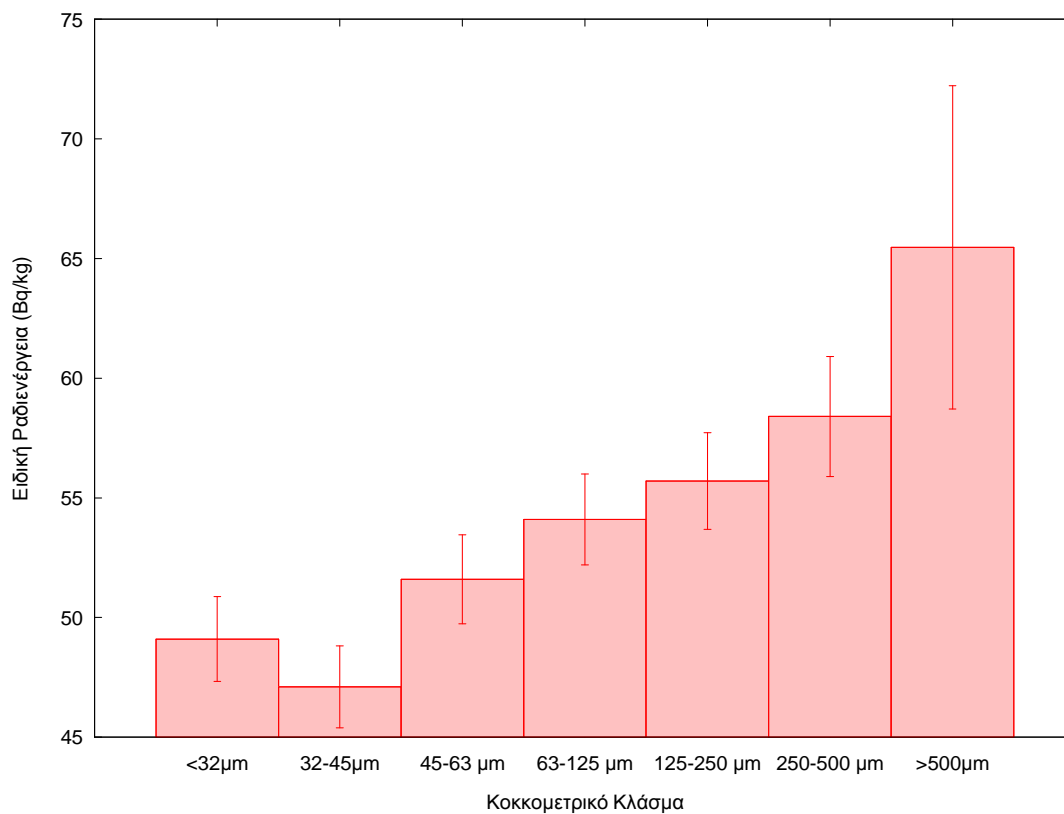
Σχήμα 5-2: Ανιχνευτής XtRA και διάταξη επεξεργασίας σήματος



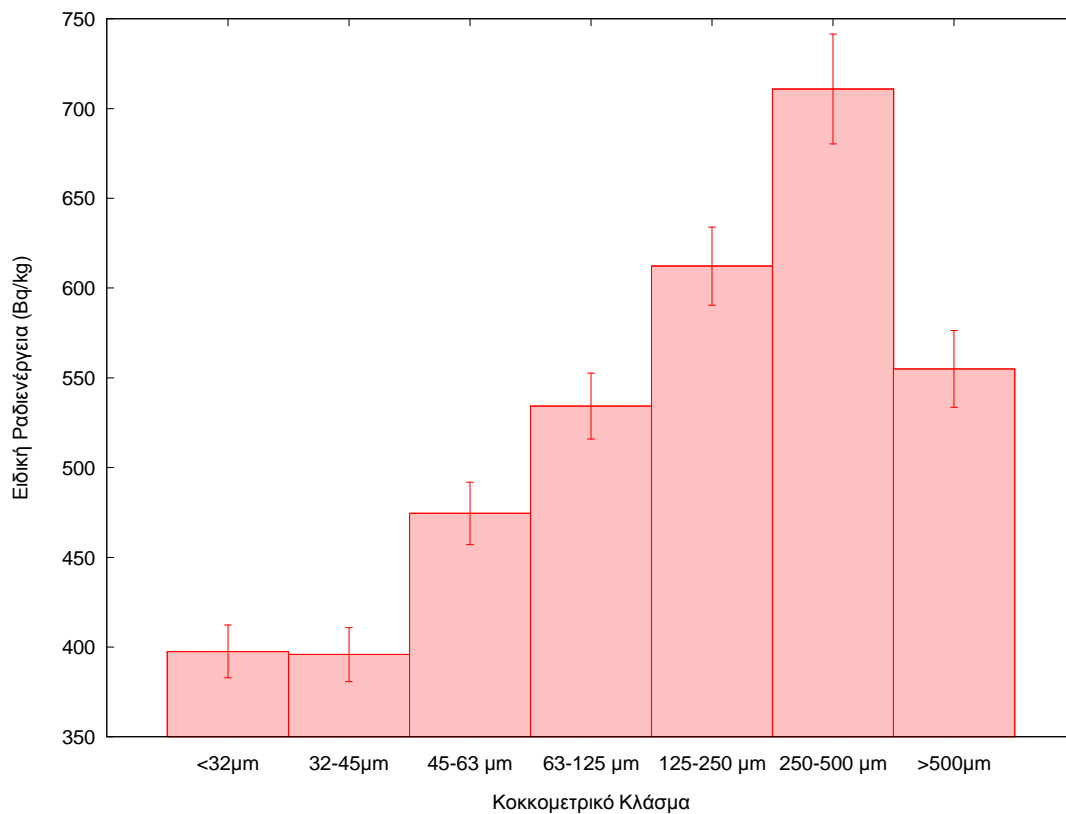
Σχήμα 5-3: Σύγκριση των αριθμητικά υπολογισμένων αποδόσεων για το δείγμα PM001GZ1 με τις καμπύλες βαθμονόμησης



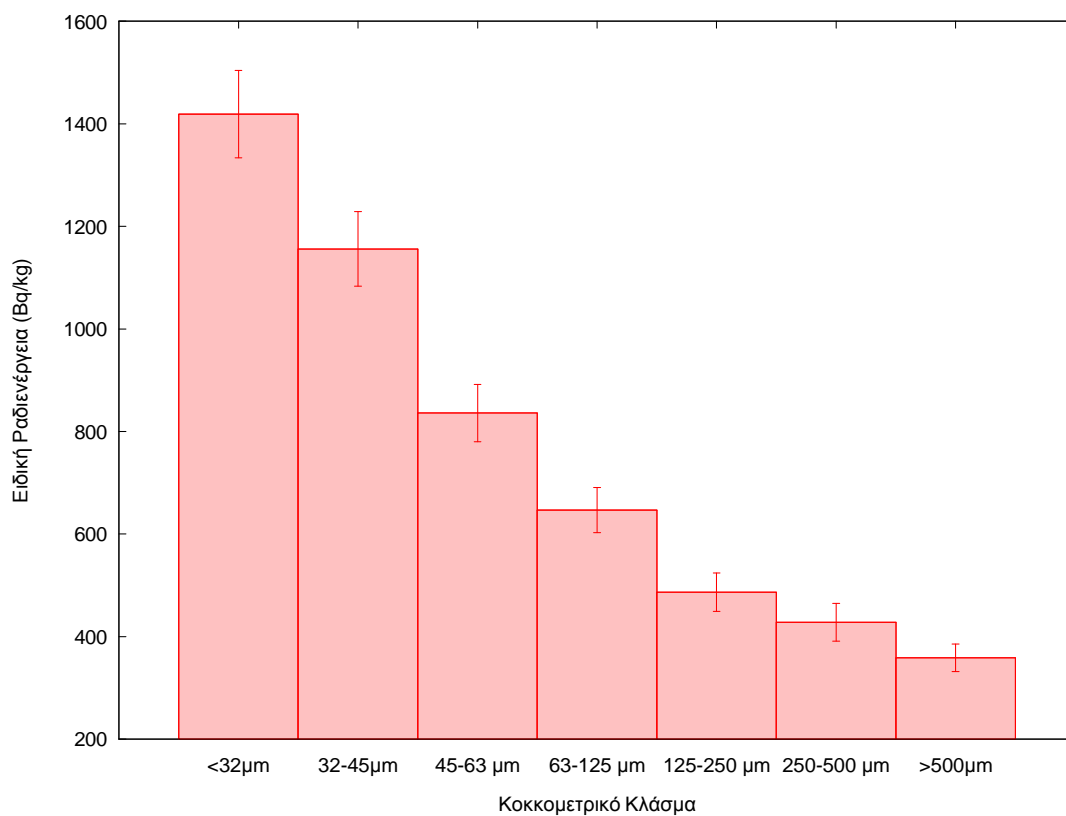
Σχήμα 5-4: Ειδική Ραδιενέργεια ^{226}Ra στα δείγματα Μεγαλόπολης



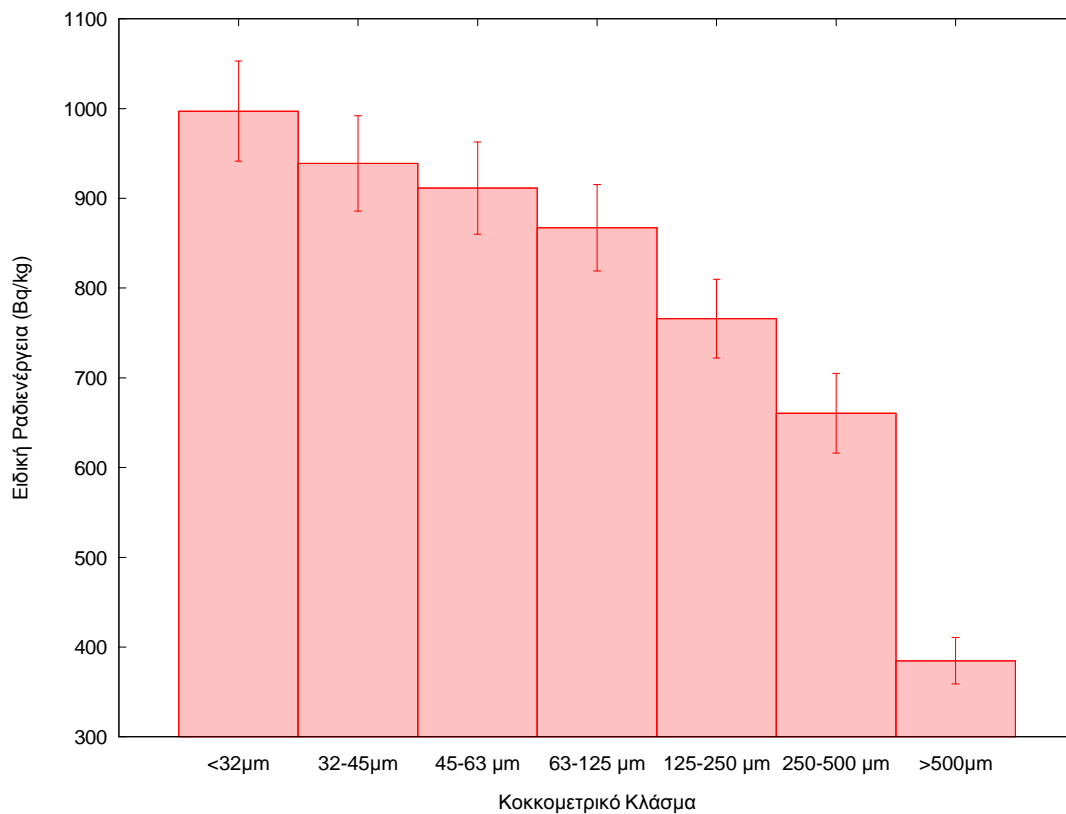
Σχήμα 5-5: Ειδική Ραδιενέργεια ^{232}Th στα δείγματα Μεγαλόπολης



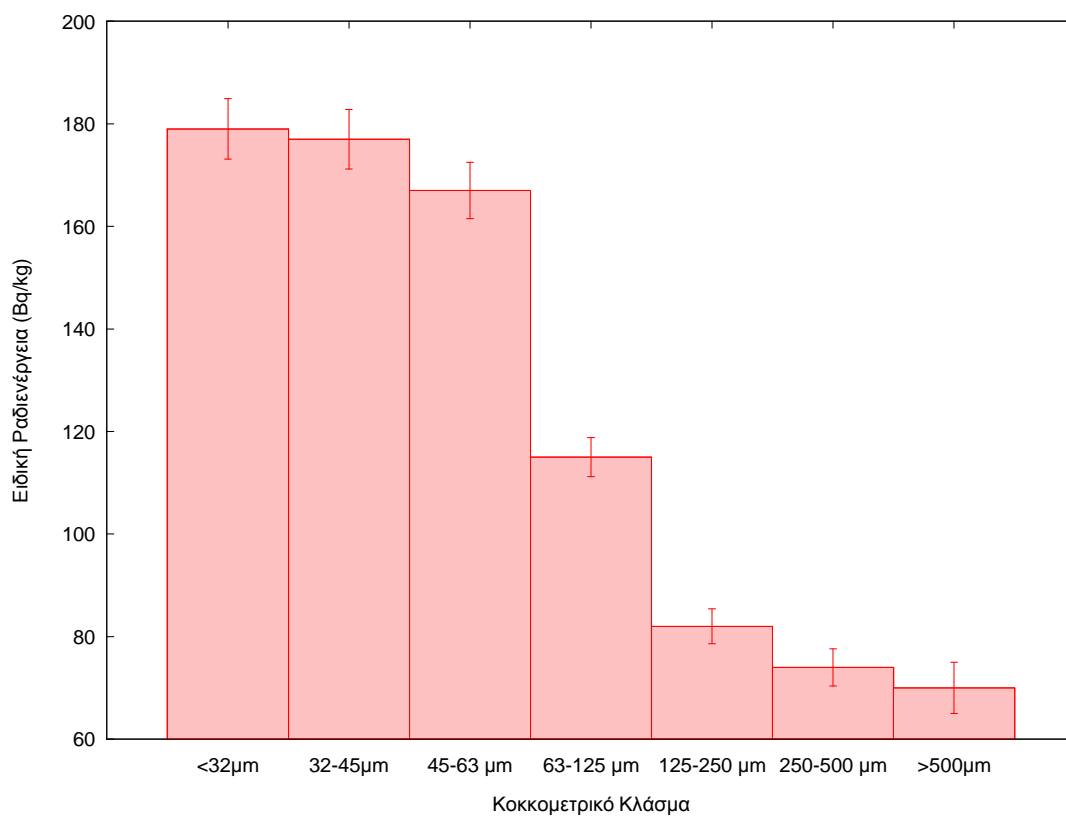
Σχήμα 5-6: Ειδική Ραδιενέργεια ^{40}K στα δείγματα Μεγαλόπολης



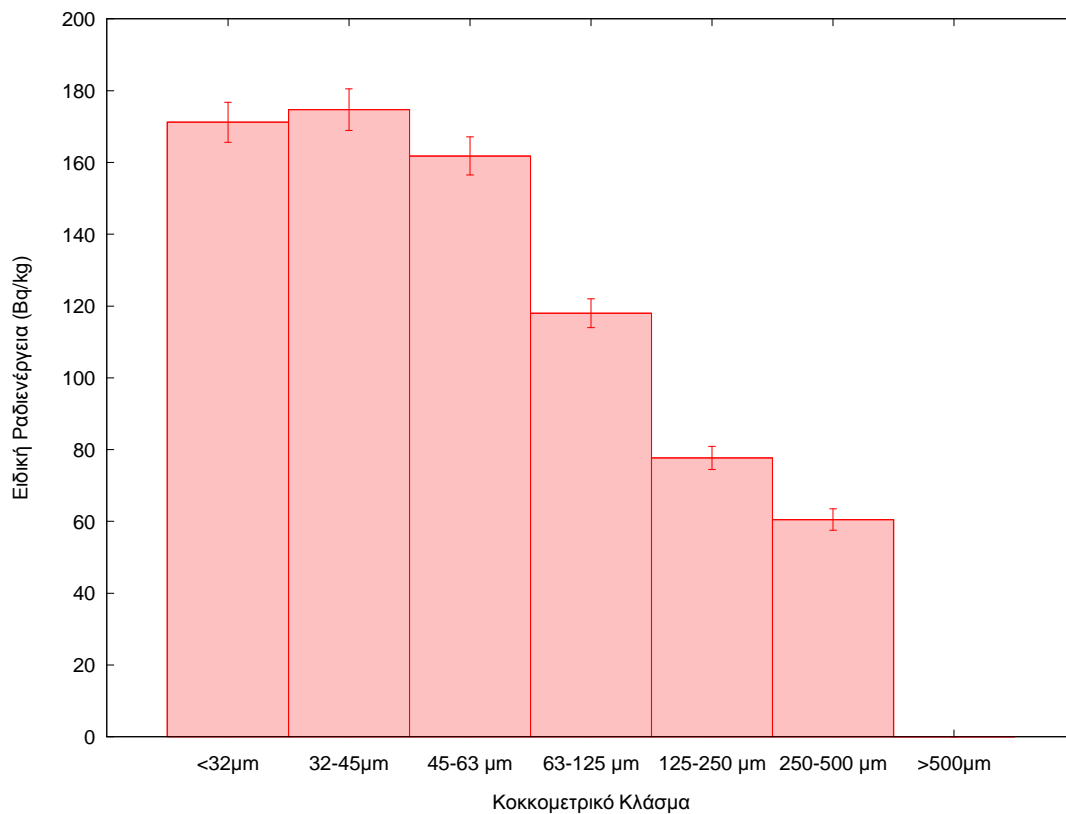
Σχήμα 5-7: Ειδική Ραδιενέργεια ^{210}Pb στα δείγματα Μεγαλόπολης



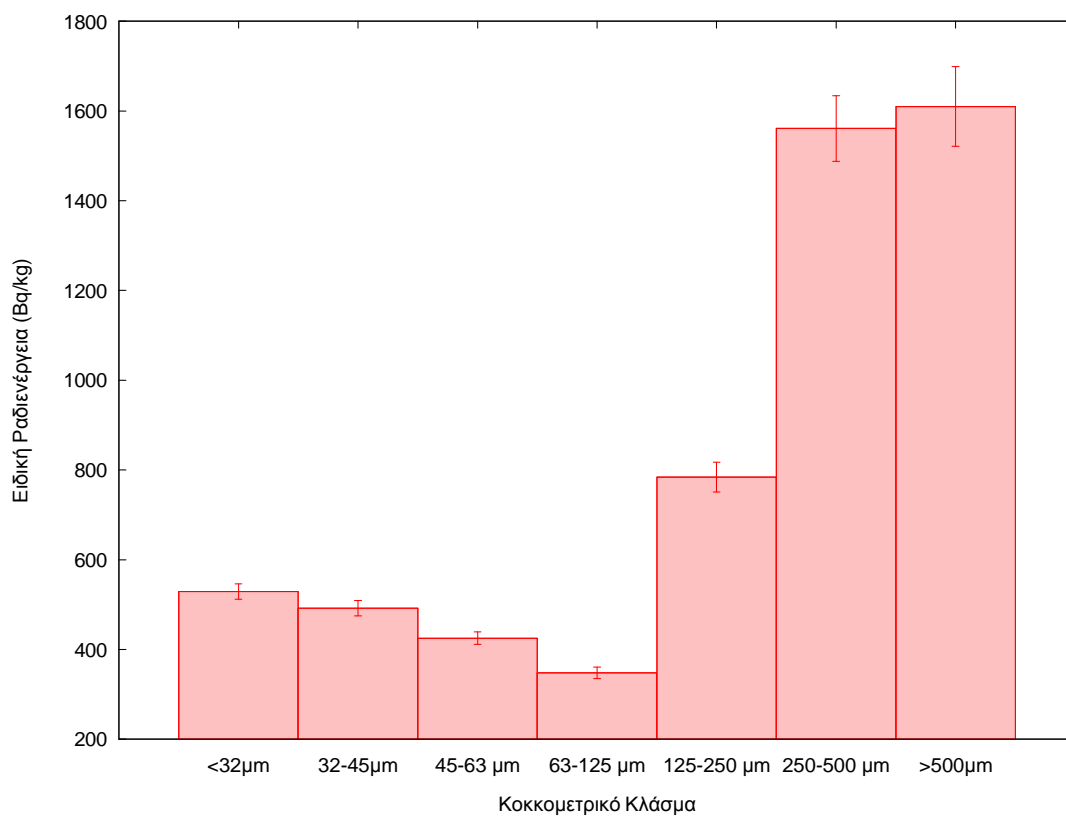
Σχήμα 5-8: Ειδική Ραδιενέργεια ^{238}U στα δείγματα Μεγαλόπολης



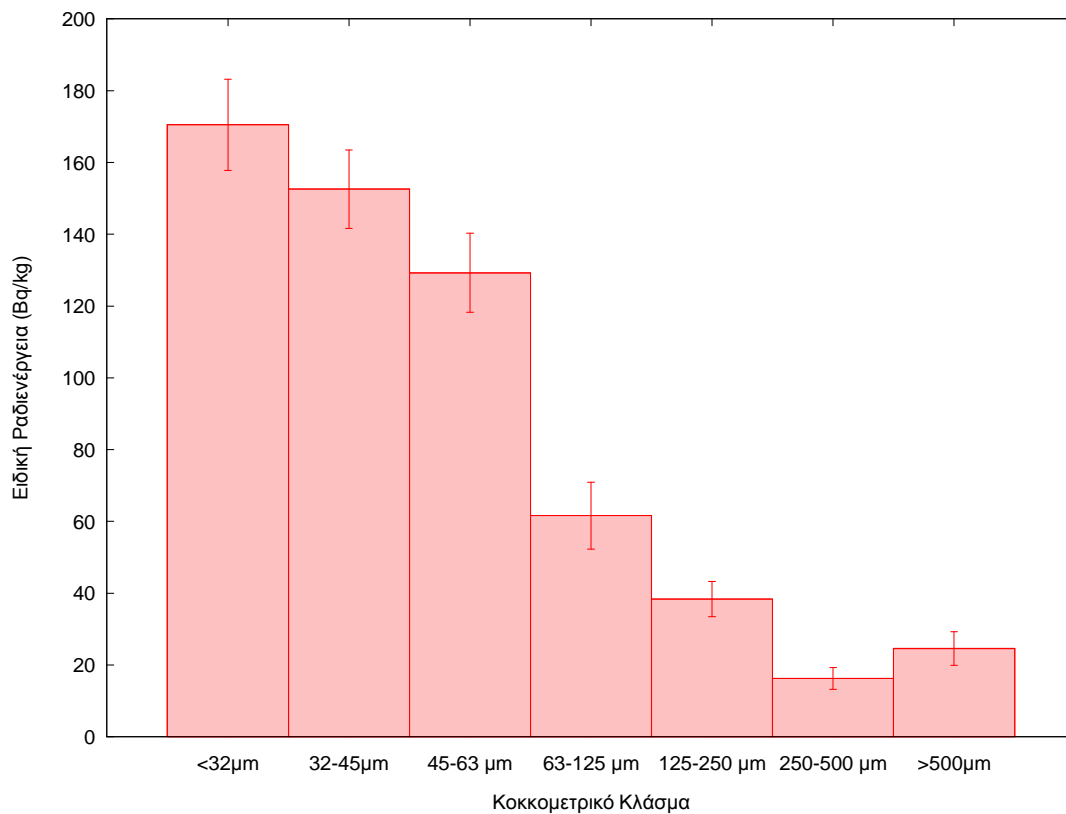
Σχήμα 5-9: Ειδική Ραδιενέργεια ^{226}Ra στα δείγματα Studstrup



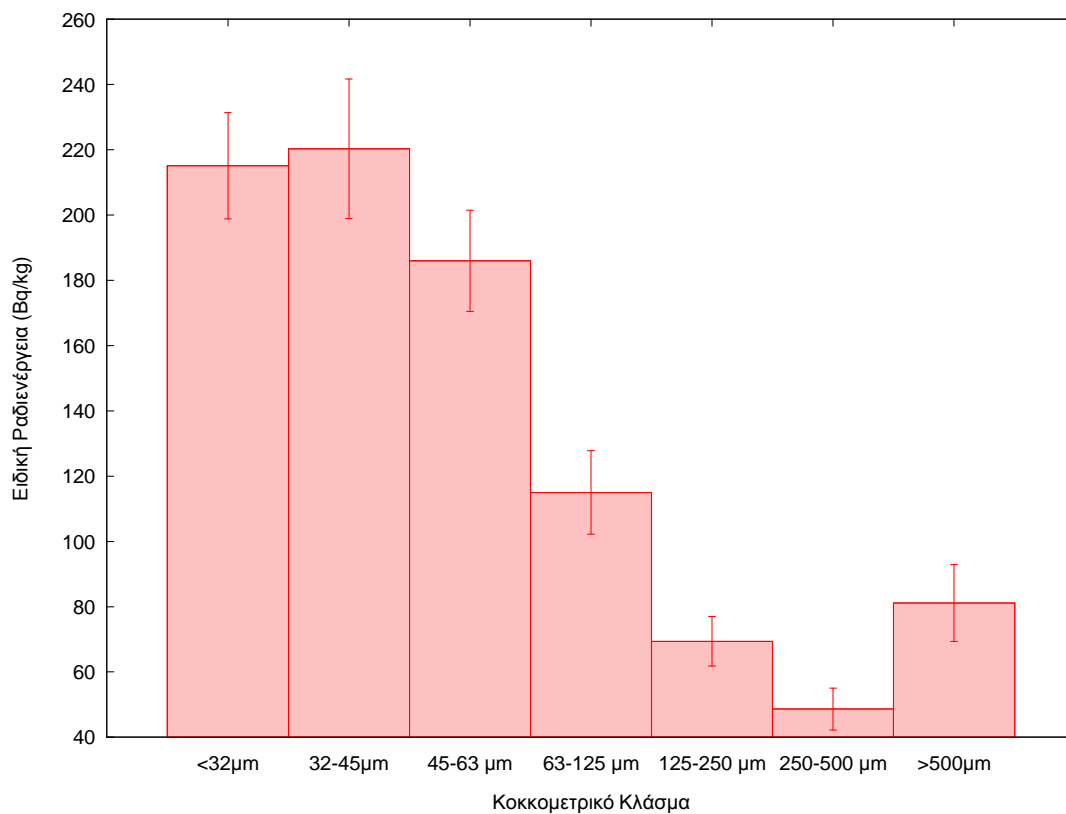
Σχήμα 5-10: Ειδική Ραδιενέργεια ^{232}Th στα δείγματα Studstrup



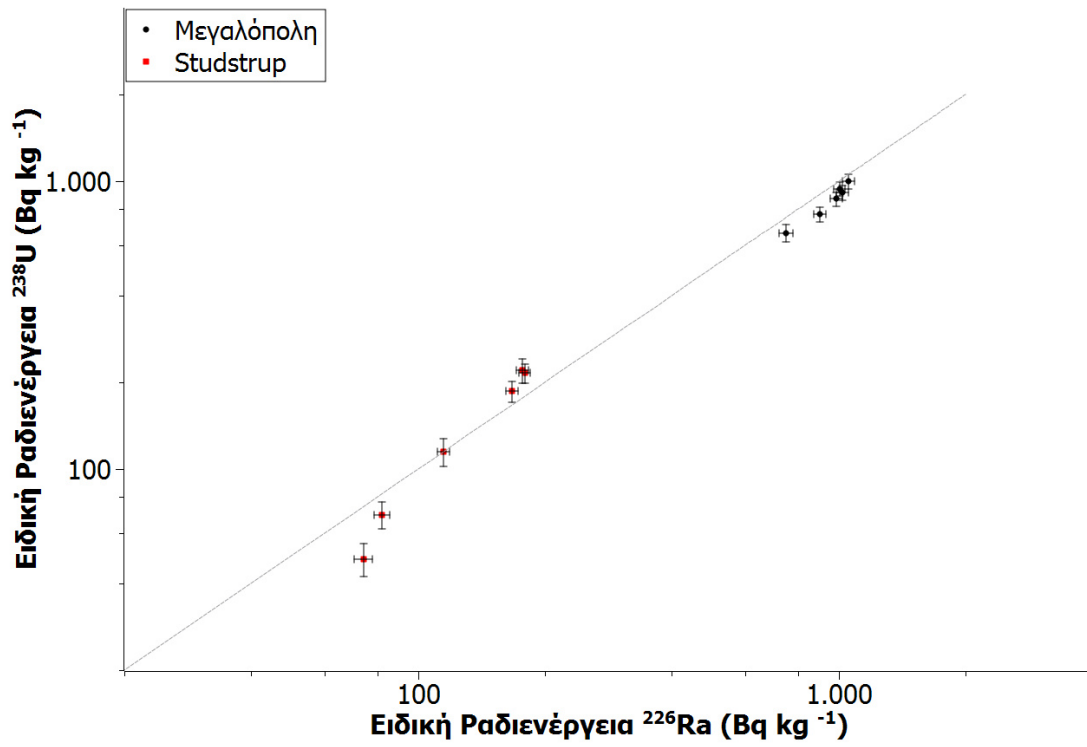
Σχήμα 5-11: Ειδική Ραδιενέργεια ^{40}K στα δείγματα Studstrup



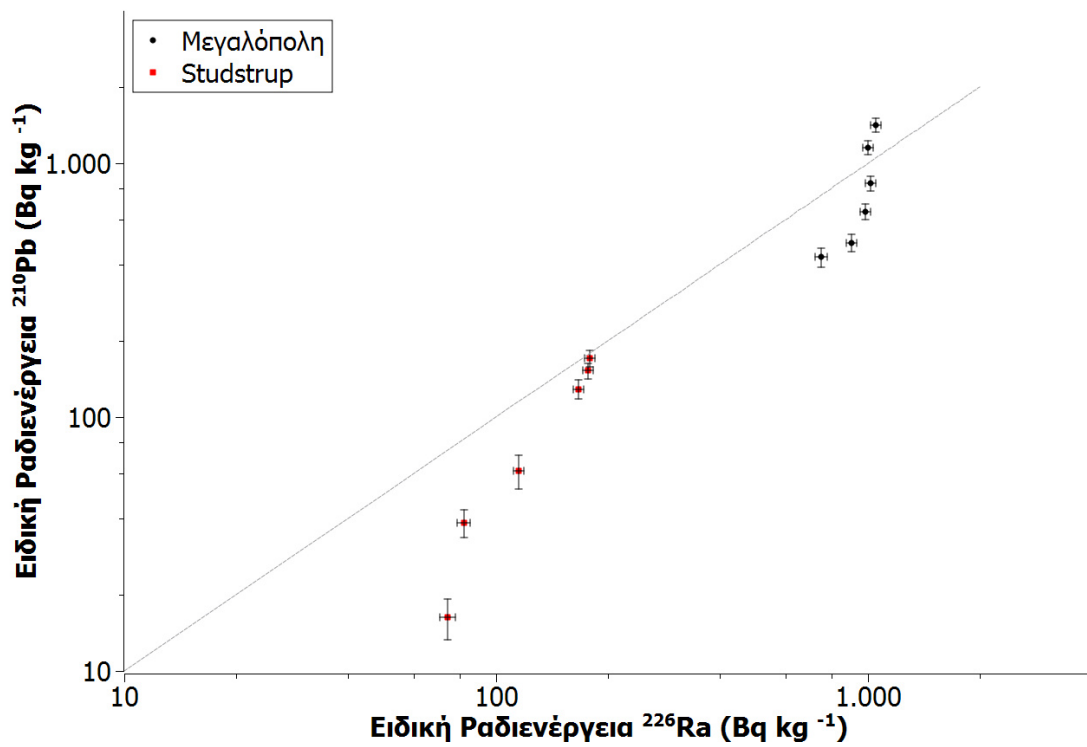
Σχήμα 5-12: Ειδική Ραδιενέργεια ^{210}Pb στα δείγματα Studstrup



Σχήμα 5-13: Ειδική Ραδιενέργεια ^{238}U στα δείγματα Studstrup



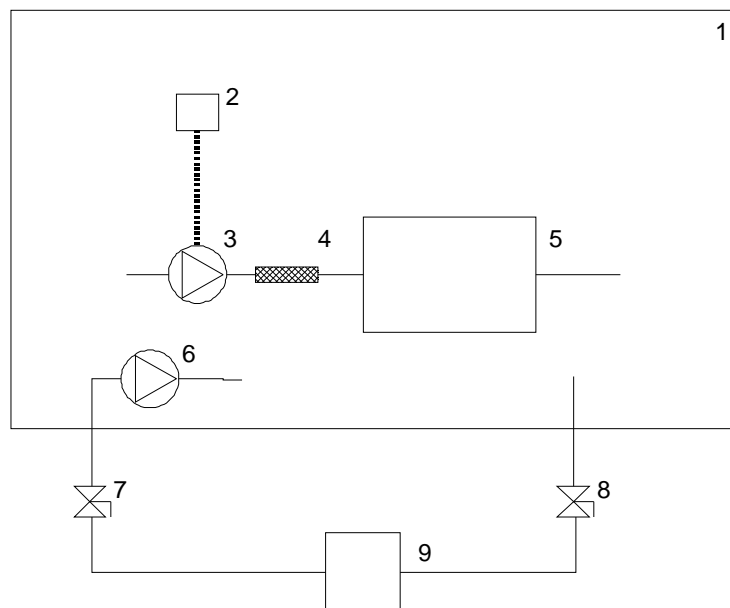
Σχήμα 5-14: Ραδιενεργός ισορροπία $^{226}\text{Ra} / ^{238}\text{U}$



Σχήμα 5-15: Ραδιενεργός ισορροπία $^{226}\text{Ra} / ^{210}\text{Pb}$

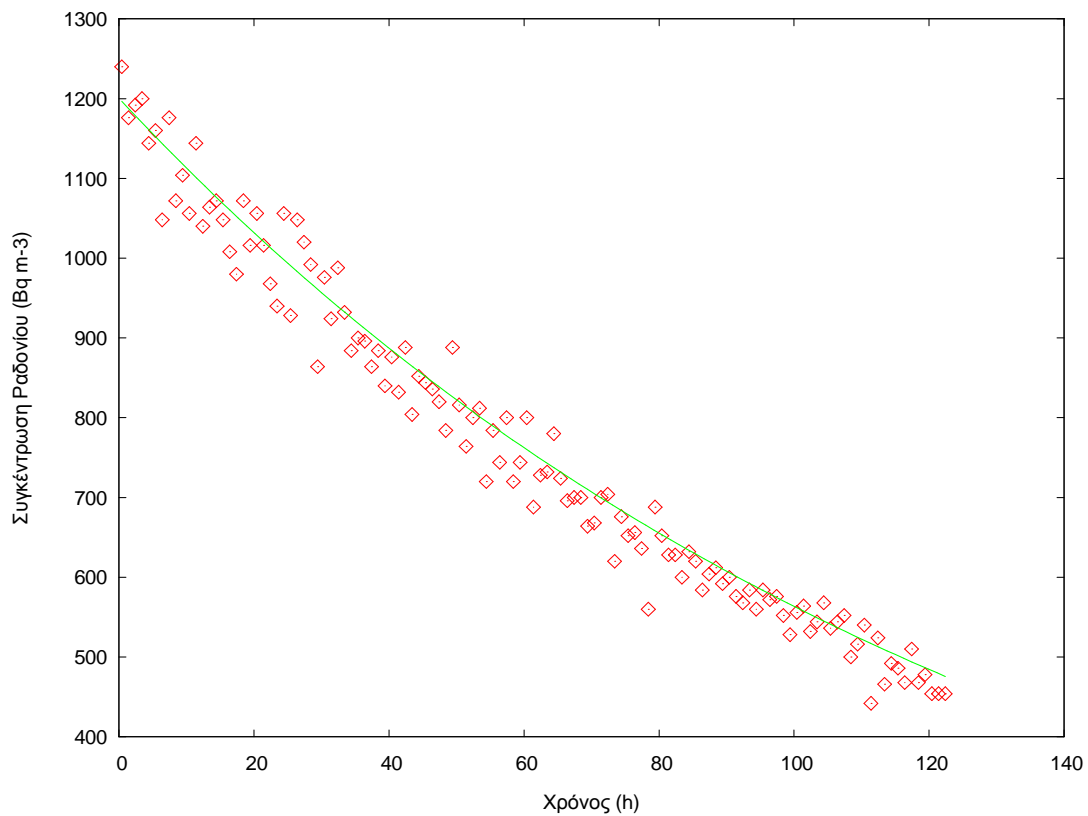


Σχήμα 5-16: Ο ανιχνευτής Alpha Guard PQ2000Pro



- | | | | |
|---|-------------------|-----|-----------------------|
| 1 | Θάλαμος Ραδονίου | 5 | Ανιχνευτής AlphaGUARD |
| 2 | Χρονοδιακόπτης | 6 | Αντλία Θαλάμου |
| 3 | Αντλία AlphaPUMP | 7,8 | Σφαιρική Βαλβίδα |
| 4 | Φίλτρο Θυγατρικών | 9 | Πηγή Ραδονίου |

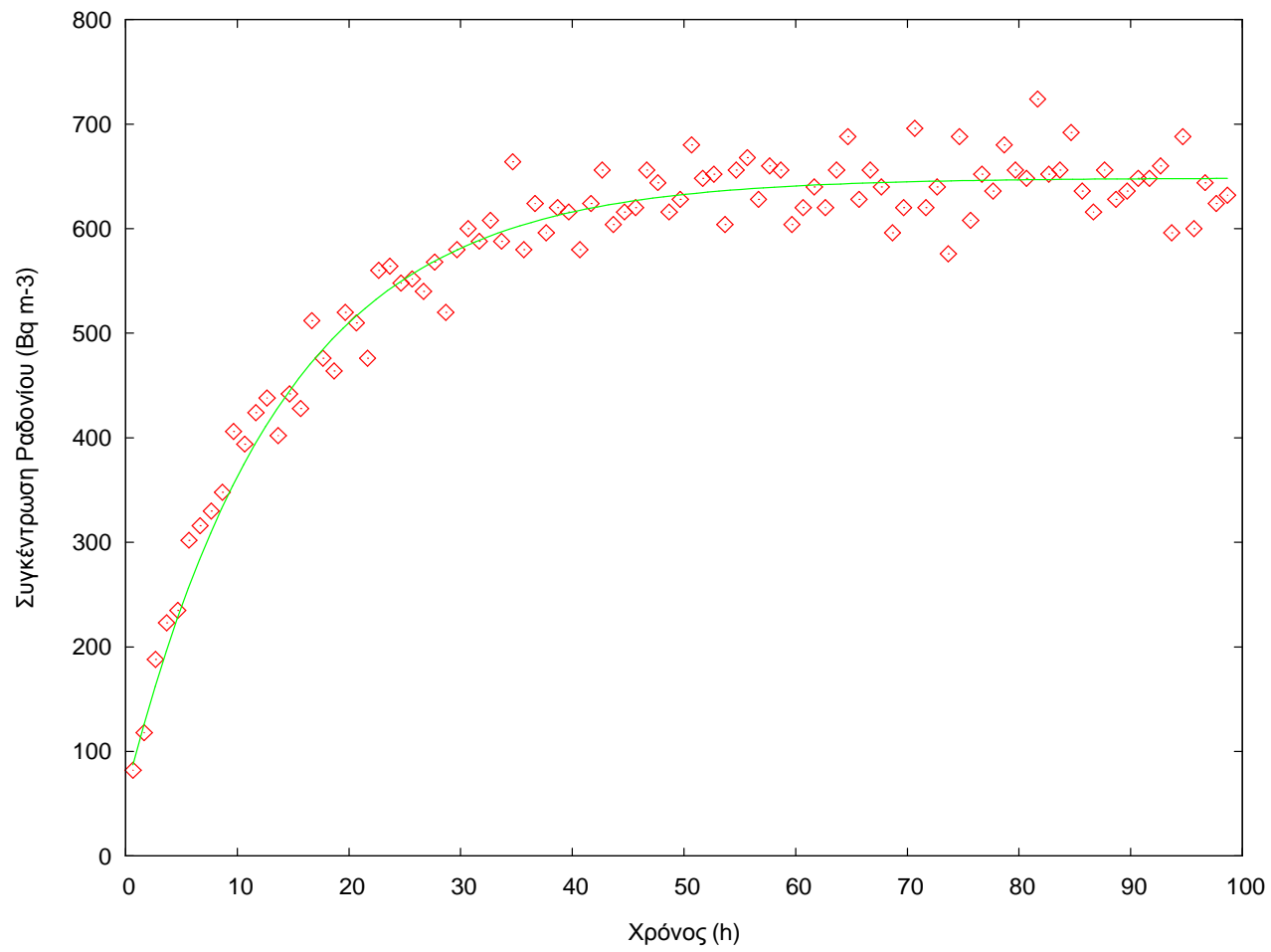
Σχήμα 5-17: Διάταξη βαθμονόμησης ανιχνευτή AlphaGUARD



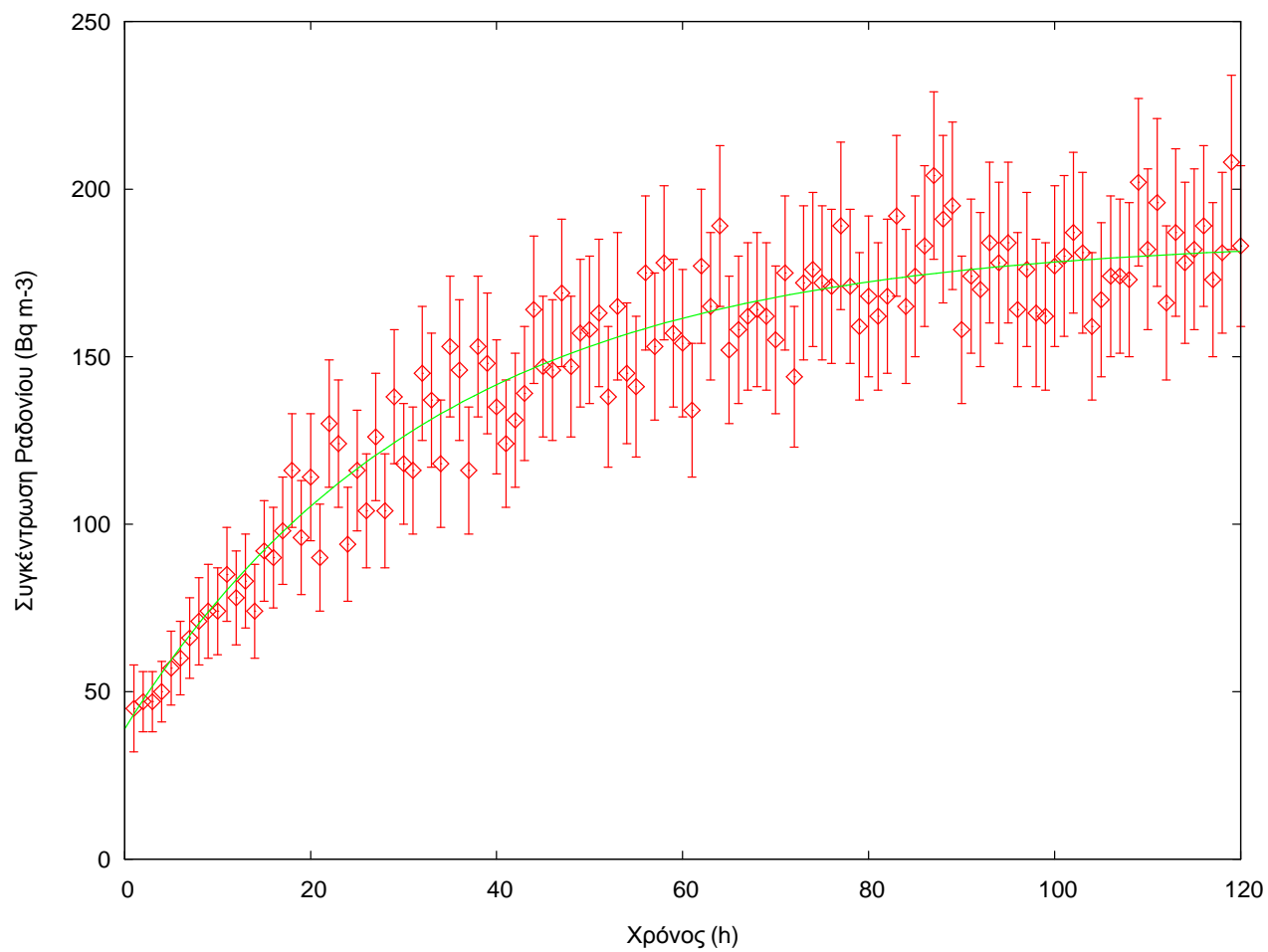
Σχήμα 5-18: Καμπύλη βαθμονόμησης του οργάνου AlphaGUARD



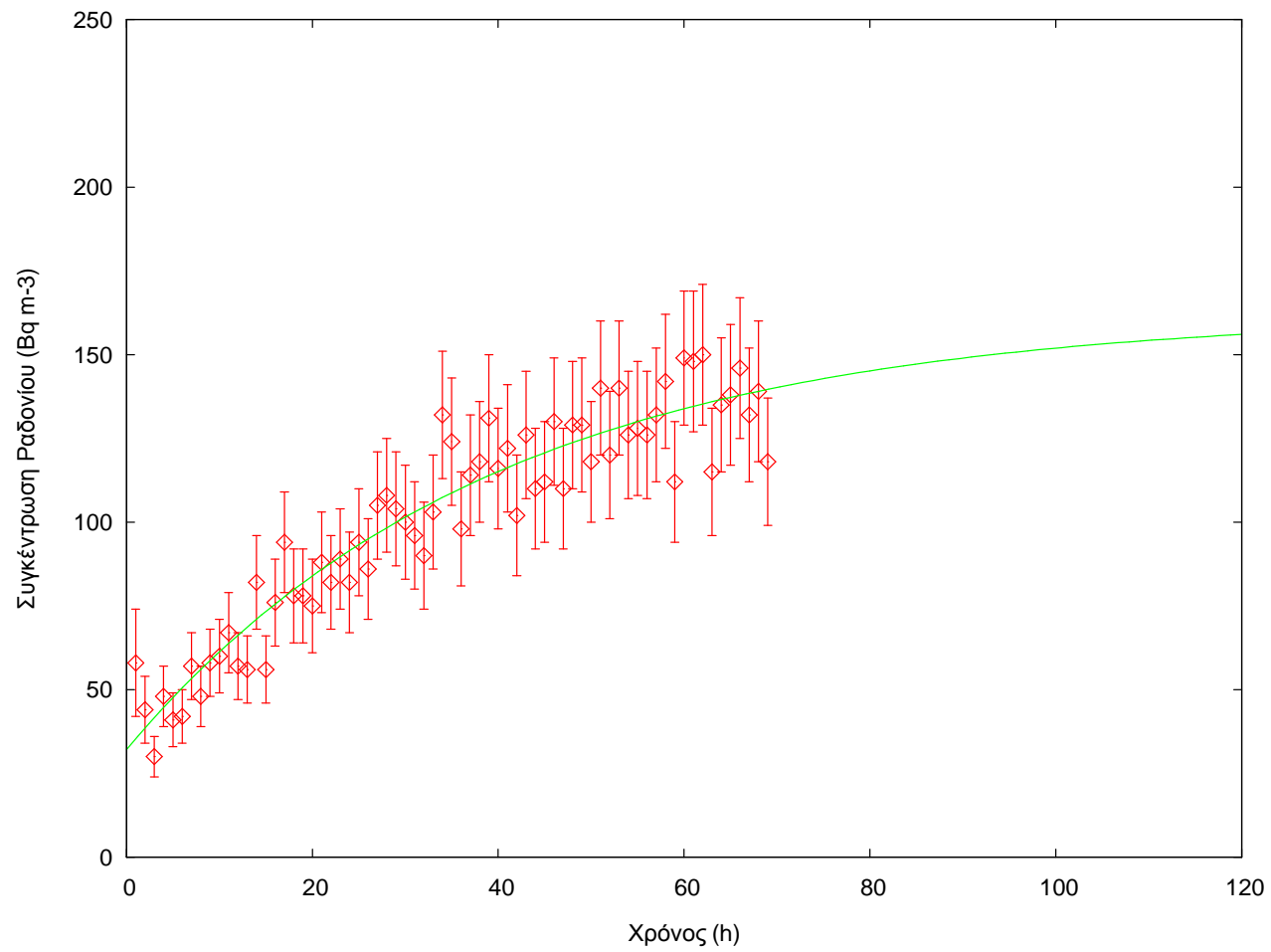
Σχήμα 5-19: Διάταξη μέτρησης εκροής Ραδονίου



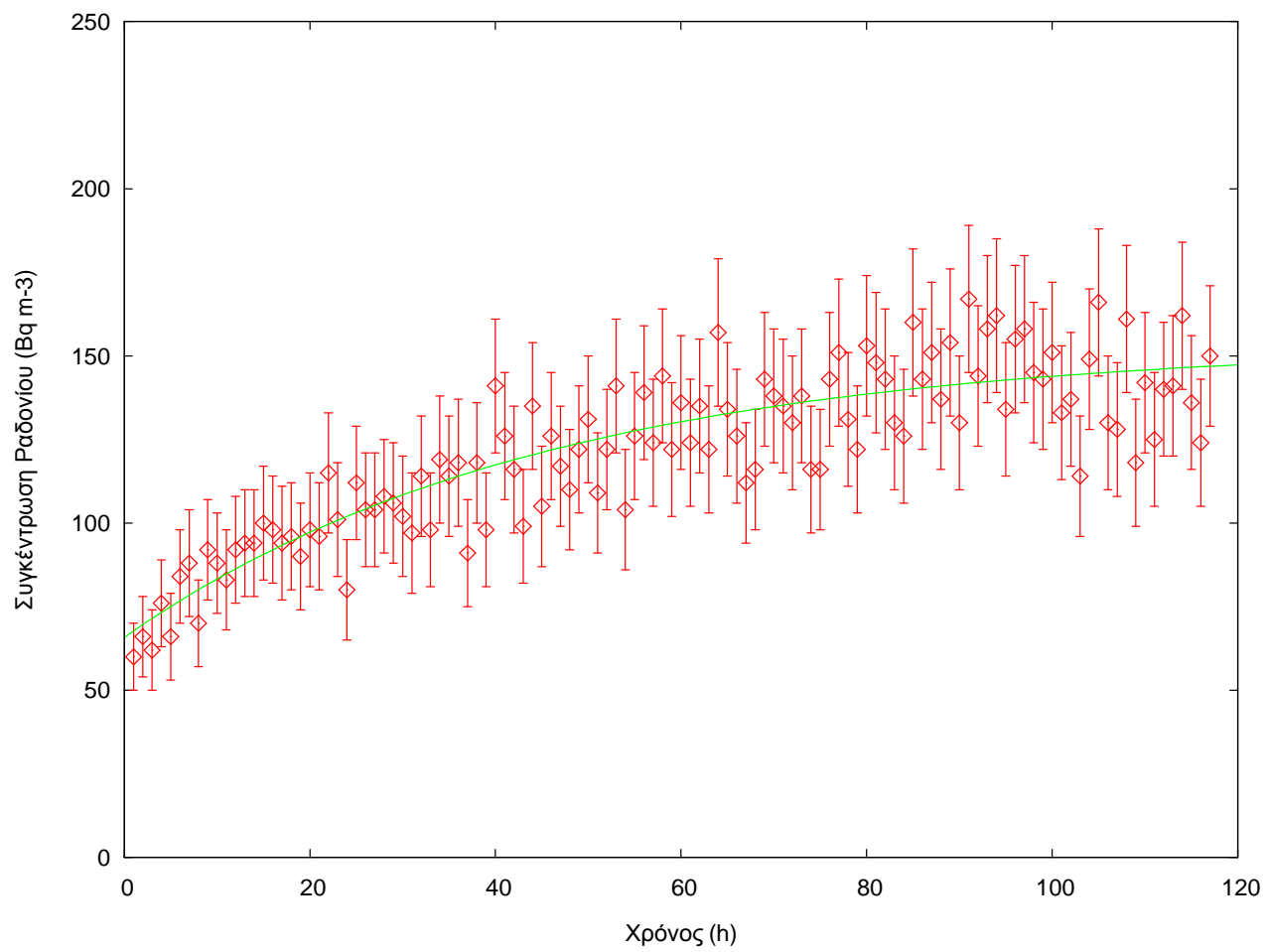
Σχήμα 5-20: Μέτρηση εκροής Ραδονίου από δείγμα αναφοράς



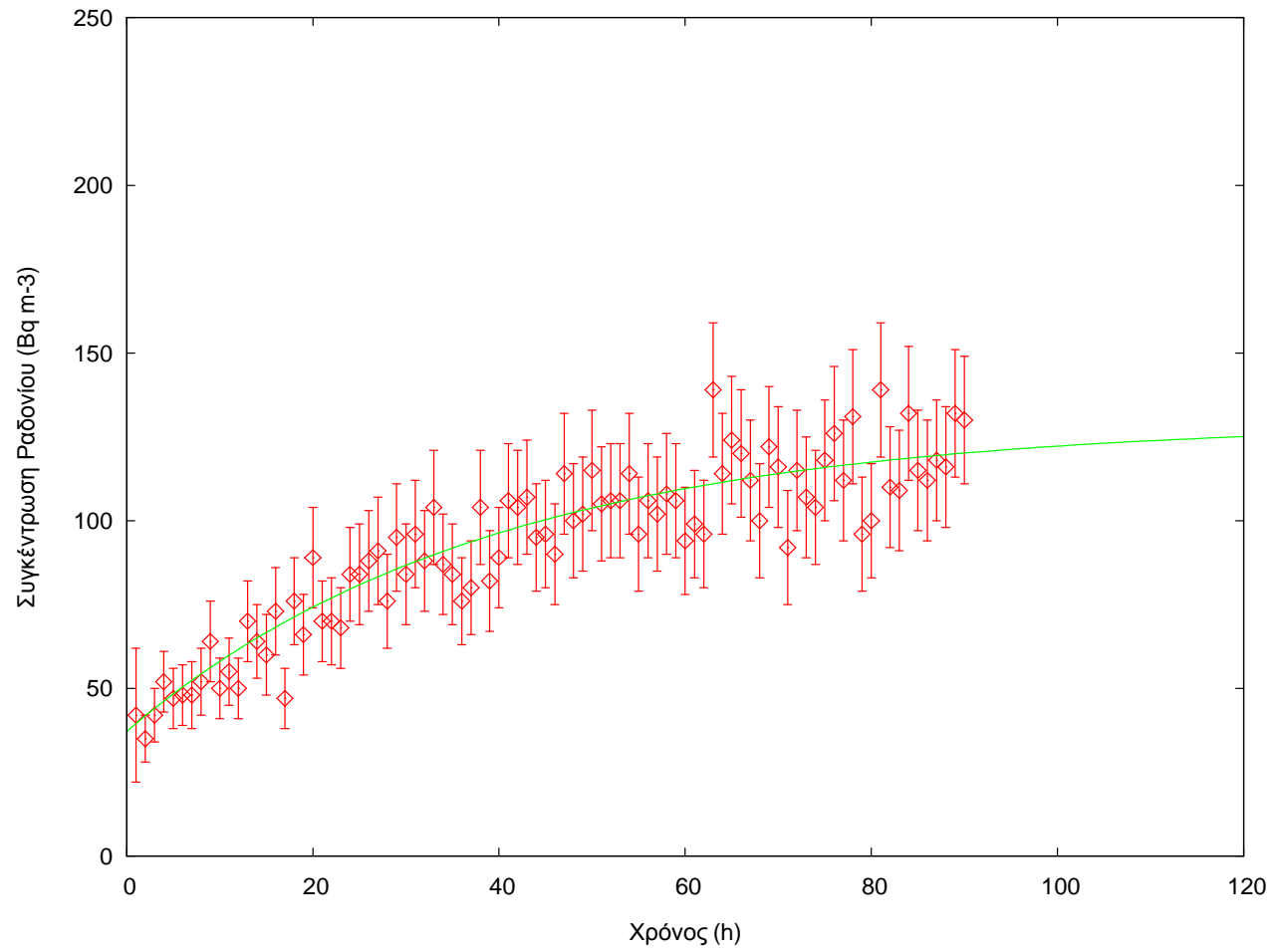
Σχήμα 5-21: Μέτρηση εκροής Ραδονίου του κοκκομετρικού κλάσματος < 32 μm



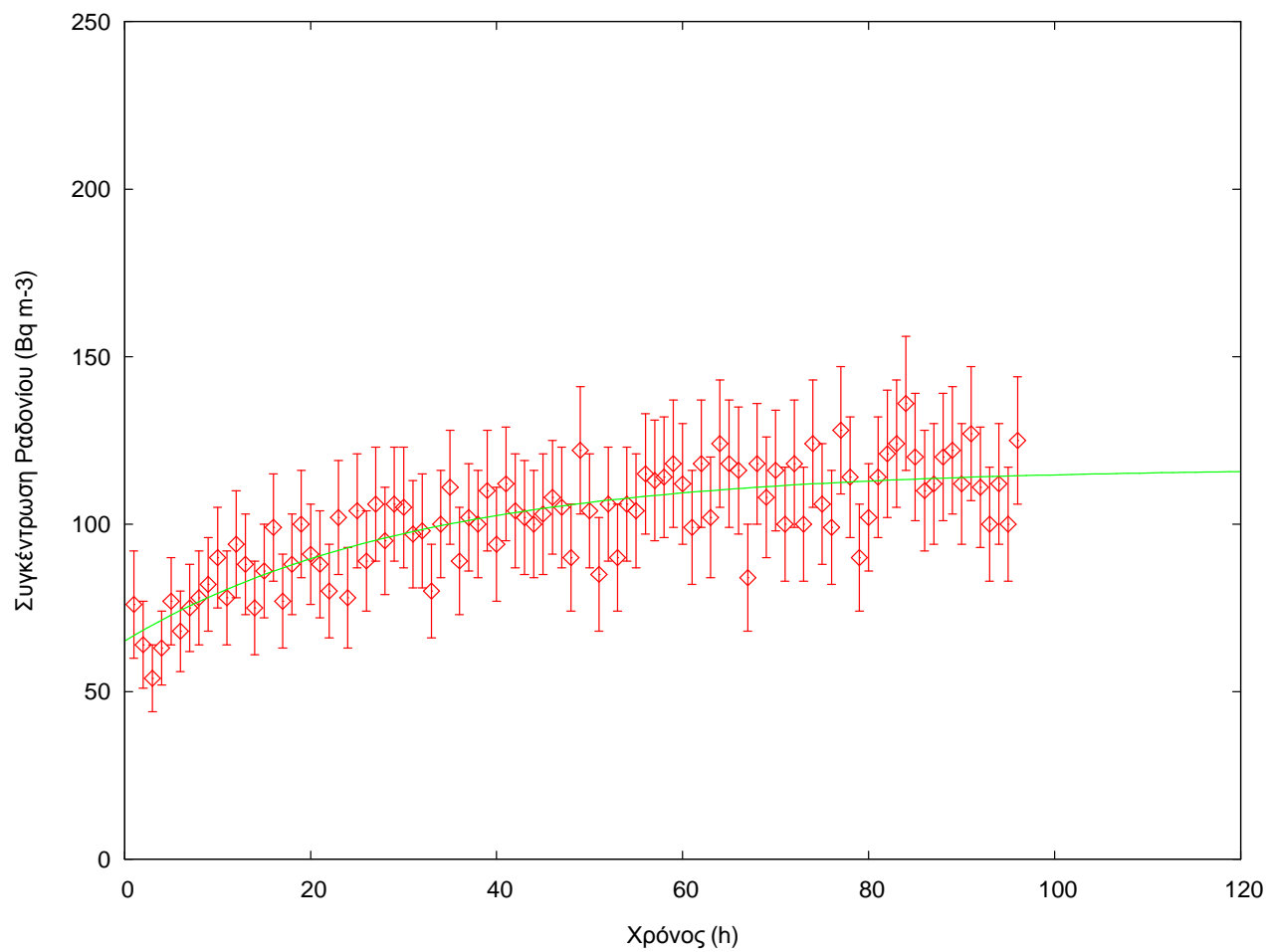
Σχήμα 5-22: Μέτρηση εκροής Ραδονίου του κοκκομετρικού κλάσματος 32 - 45 μm



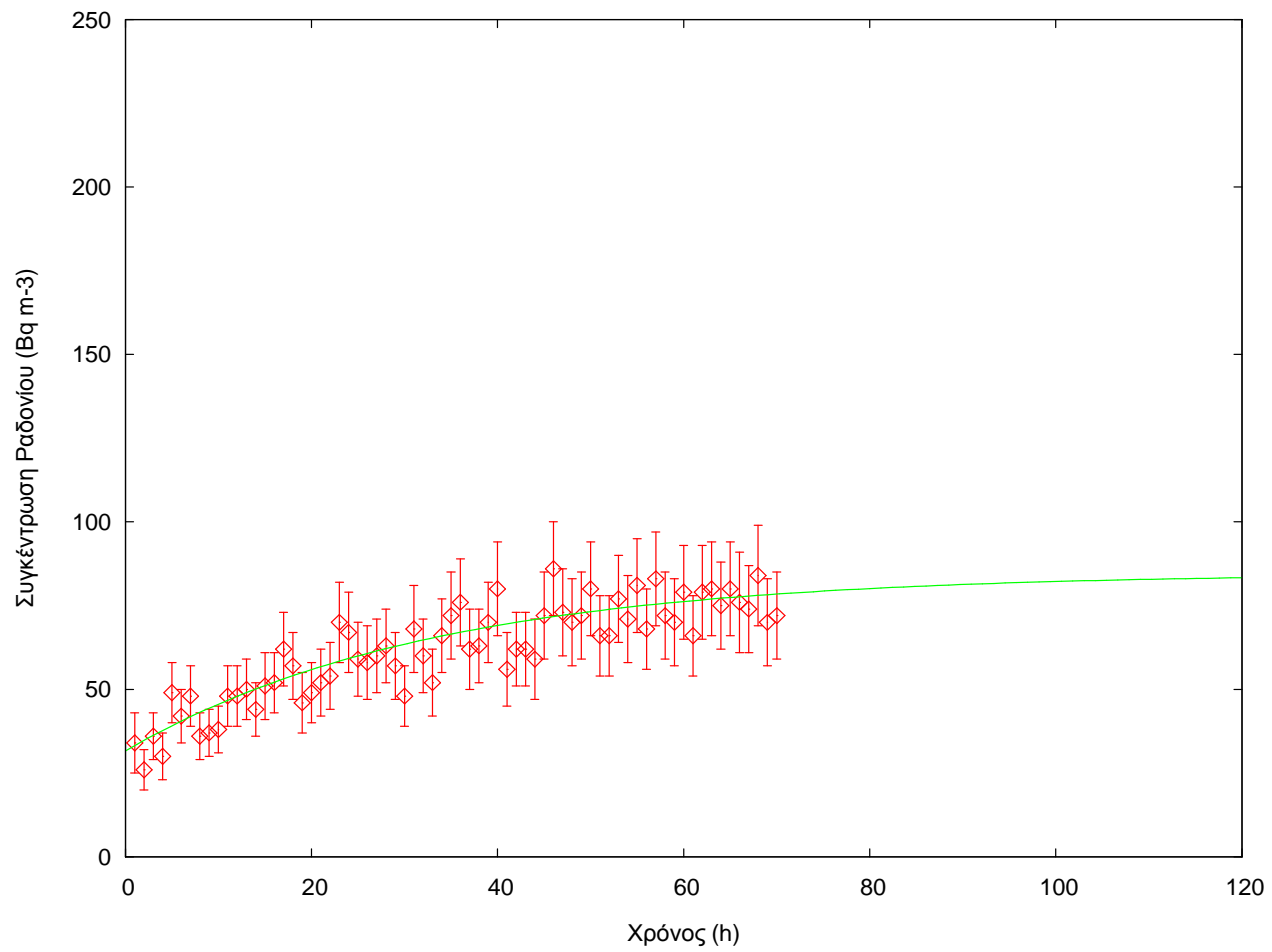
Σχήμα 5-23: Μέτρηση εκροής Ραδονίου του κοκκομετρικού κλάσματος 45-63 μm



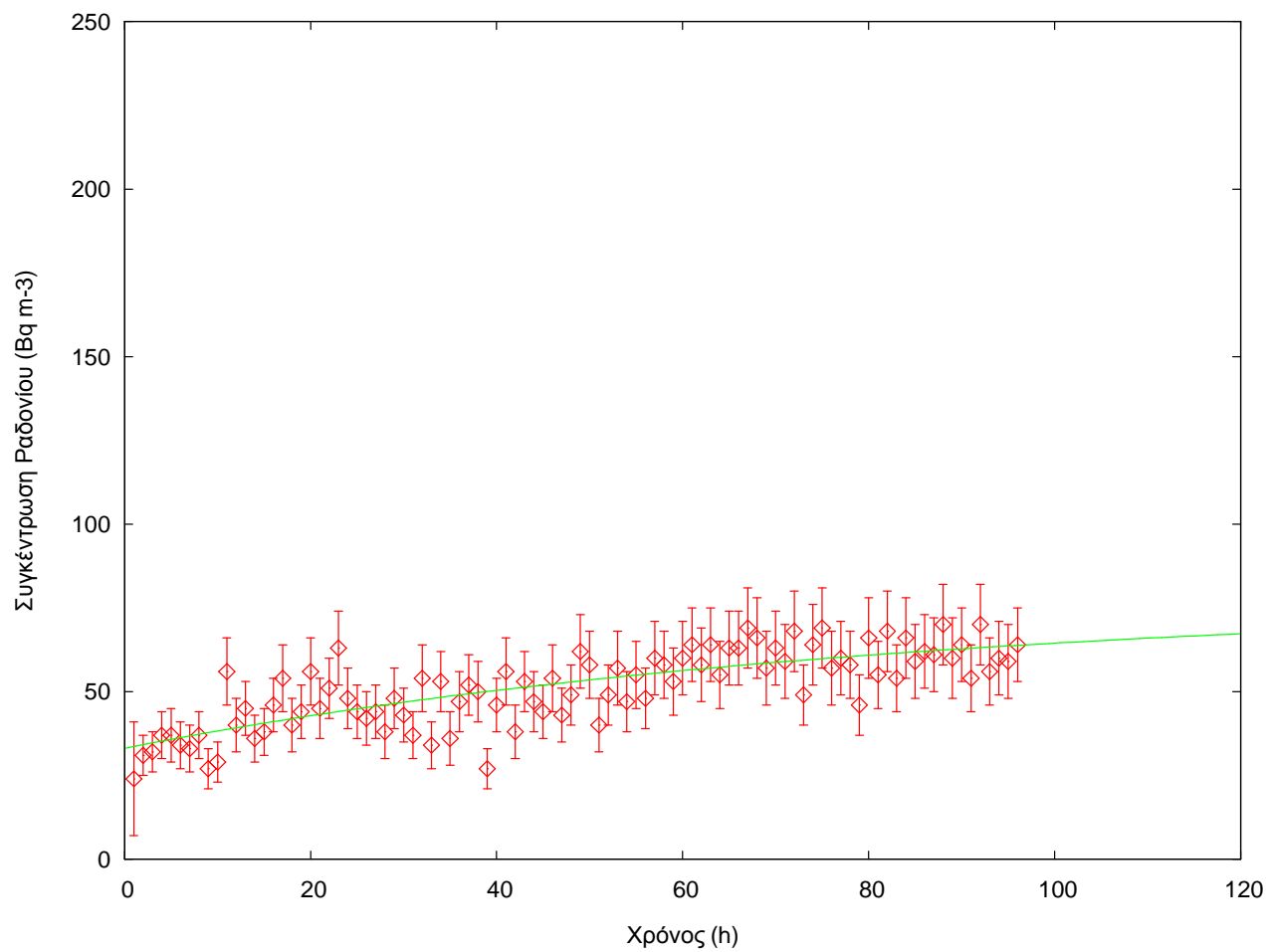
Σχήμα 5-24: Μέτρηση εκροής Ραδονίου του κοκκομετρικού κλάσματος 63-125 μm



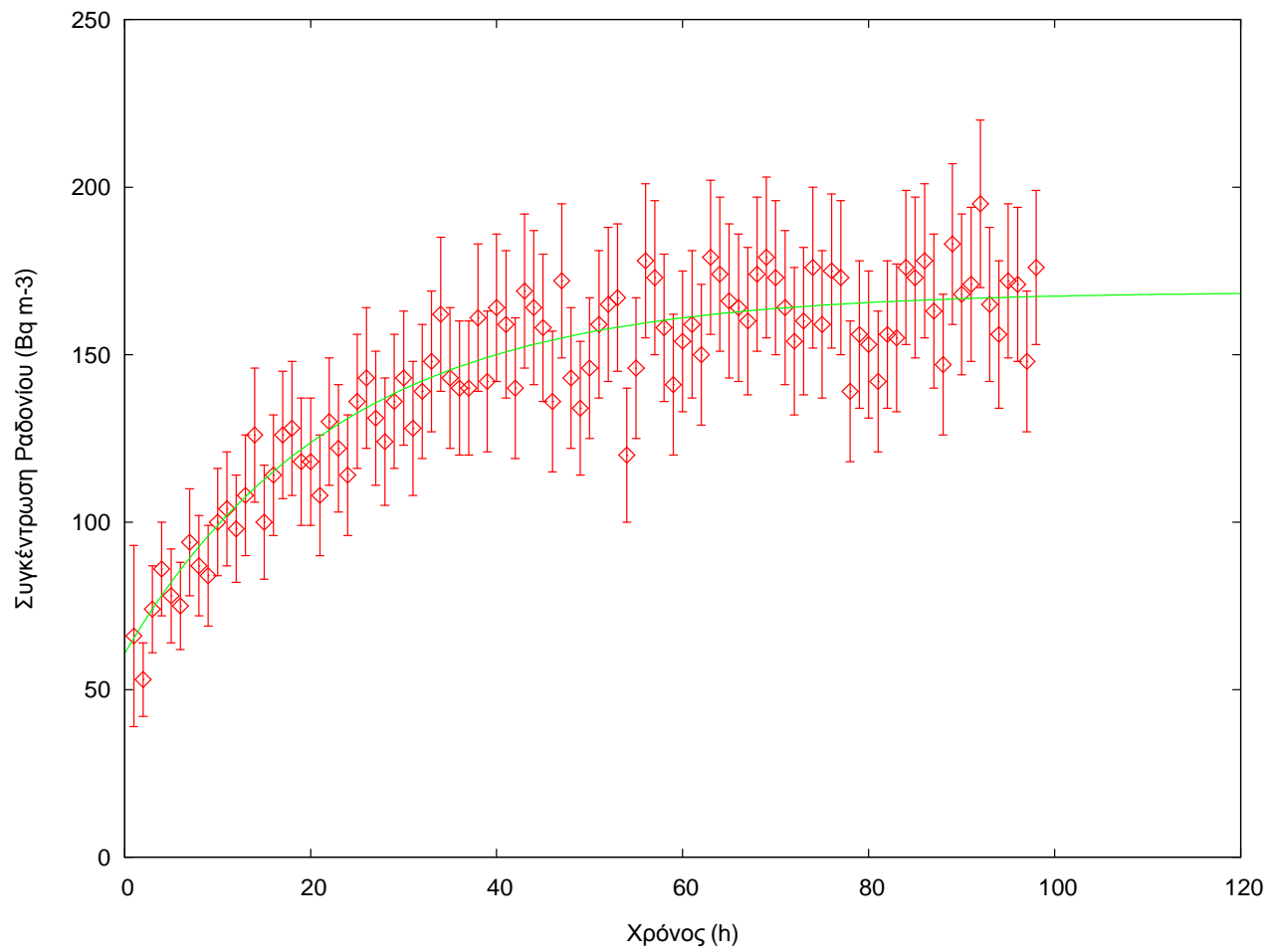
Σχήμα 5-25: Μέτρηση εκροής Ραδονίου του κοκκομετρικού κλάσματος 125 -250 μm



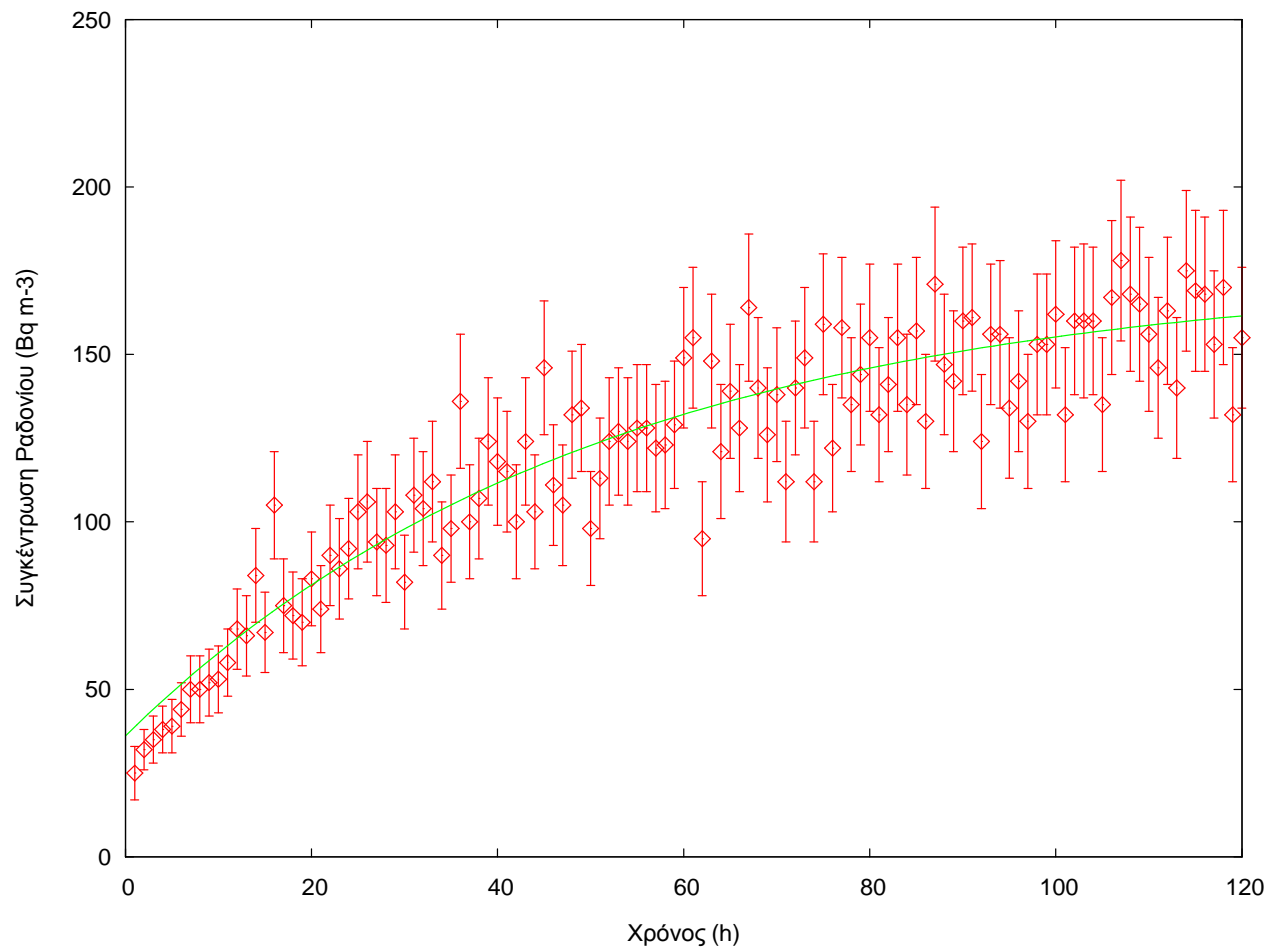
Σχήμα 5-26: Μέτρηση εκροής Ραδονίου του κοκκομετρικού κλάσματος 250-500 μm



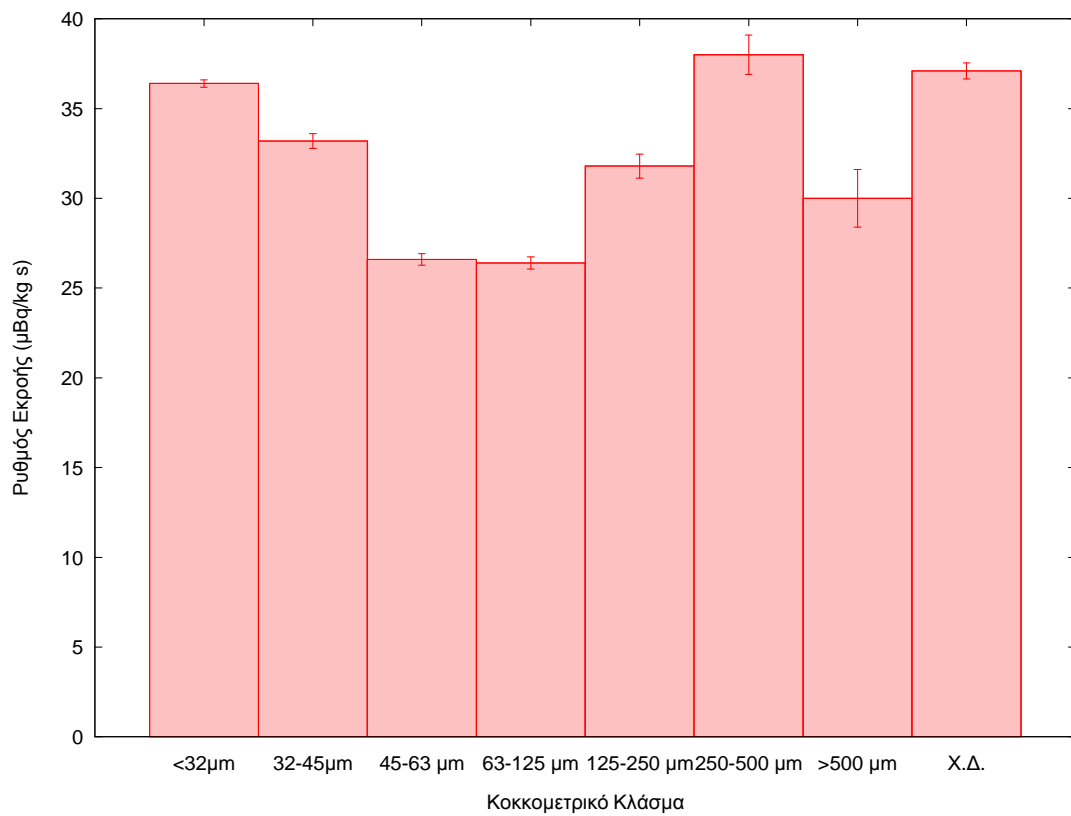
Σχήμα 5-27: Μέτρηση εκροής Ραδονίου του κοκκομετρικού κλάσματος > 500 μm



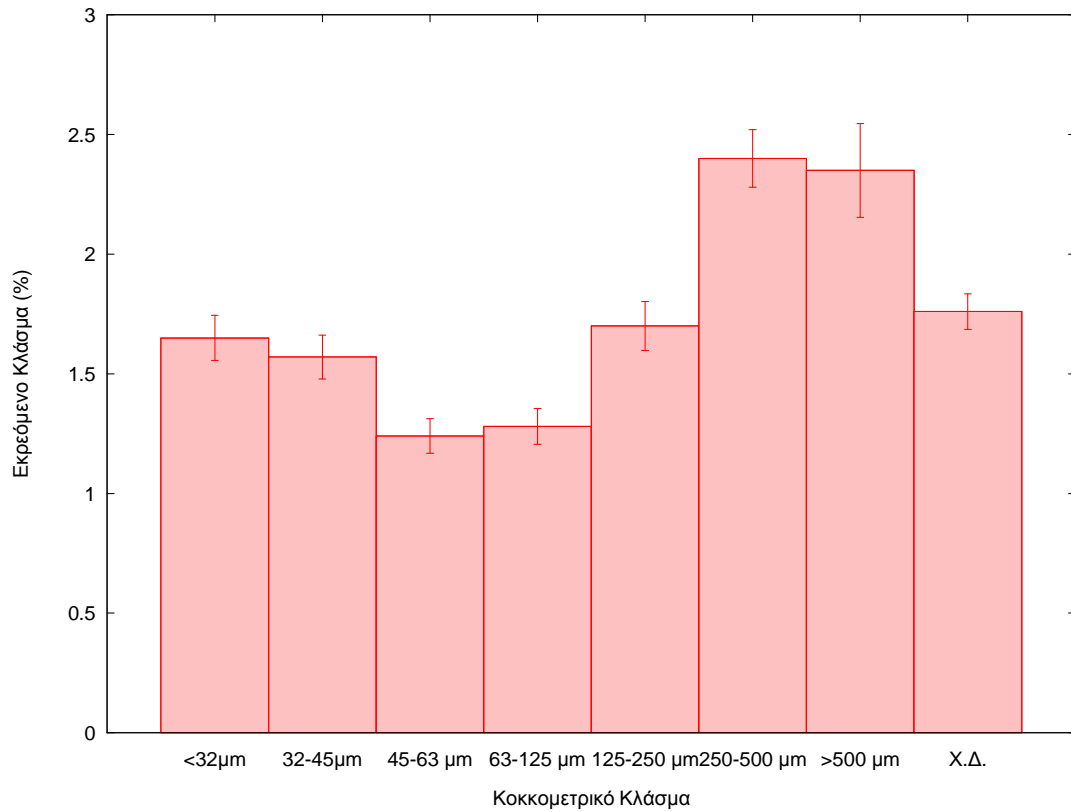
Σχήμα 5-28: Μέτρηση εκροής Ραδονίου Ιπτάμενης Τέφρας χωρίς διαχωρισμό



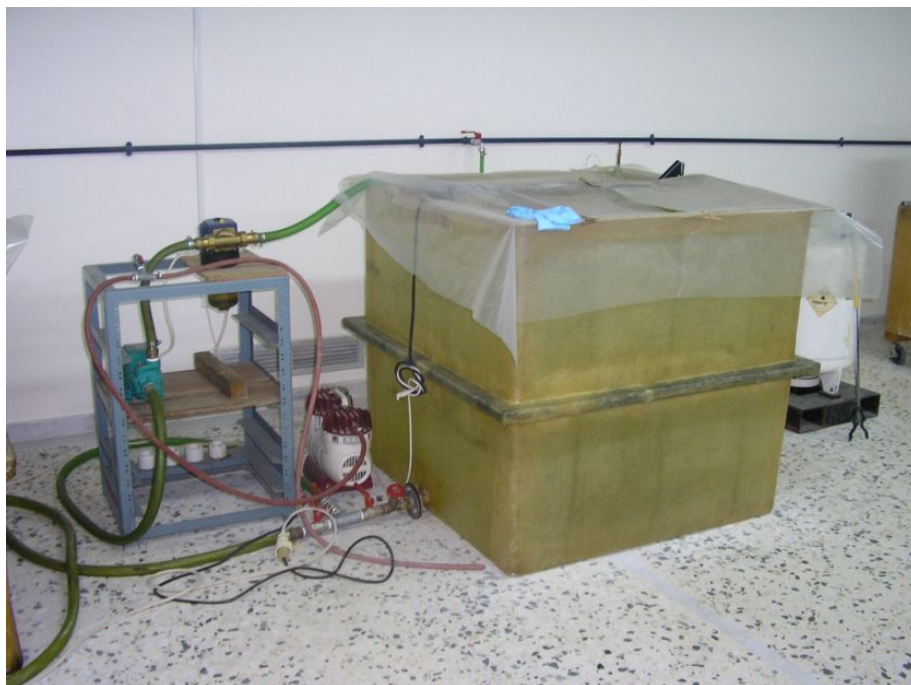
Σχήμα 5-29: Μέτρηση εκροής Ραδονίου Ιπτάμενης Τέφρας από ανακατασκευή



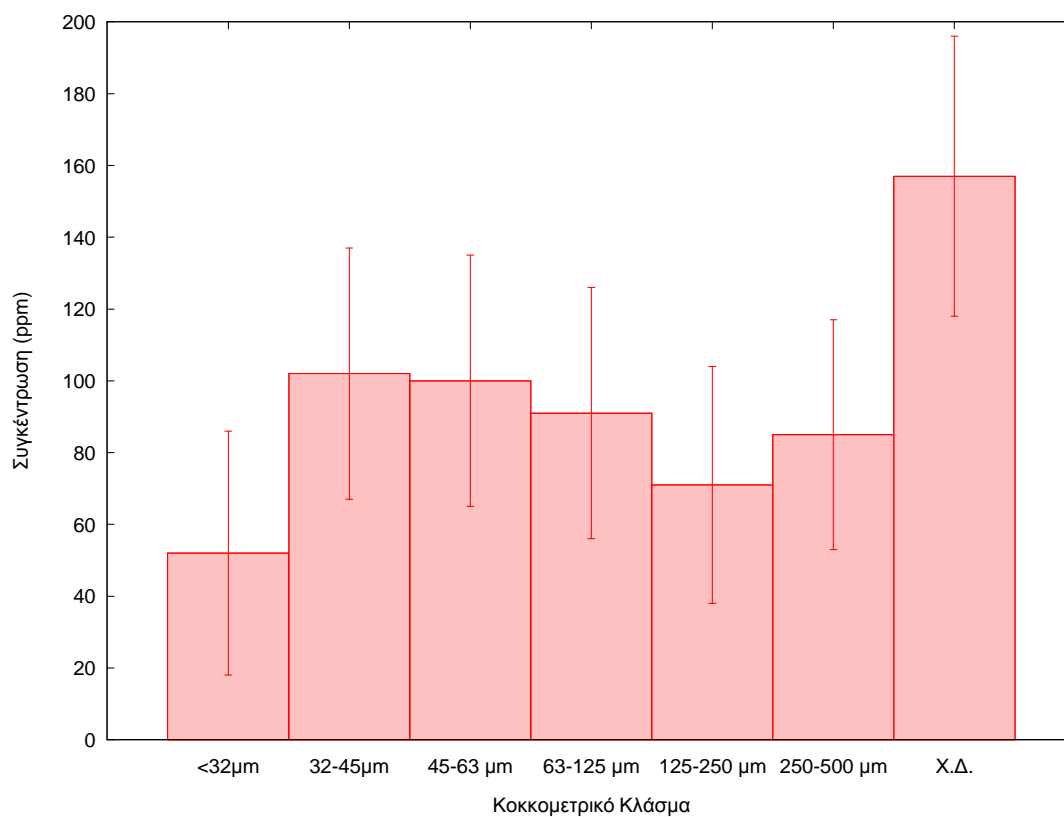
Σχήμα 5-30: Μεταβολή του ρυθμού εκροής σε σχέση με το κοκκομετρικό κλάσμα.



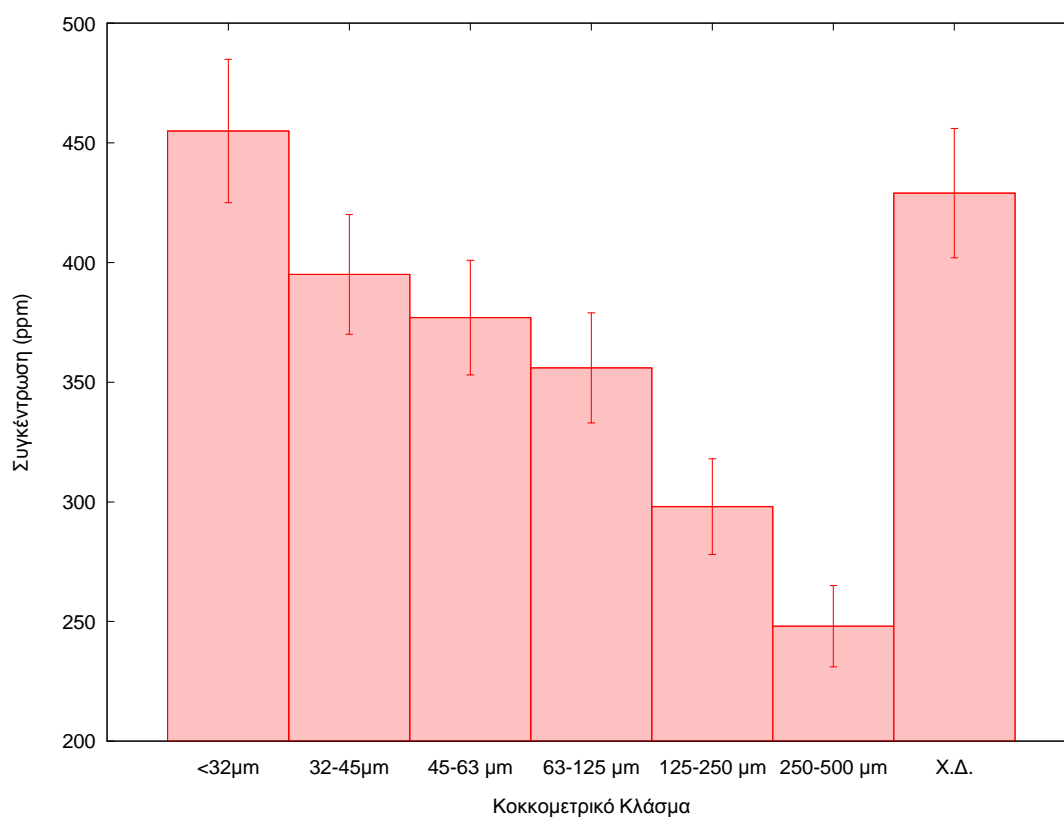
Σχήμα 5-31: Μεταβολή του εκρεώμενου κλάσματος σε σχέση με το κοκκομετρικό κλάσμα



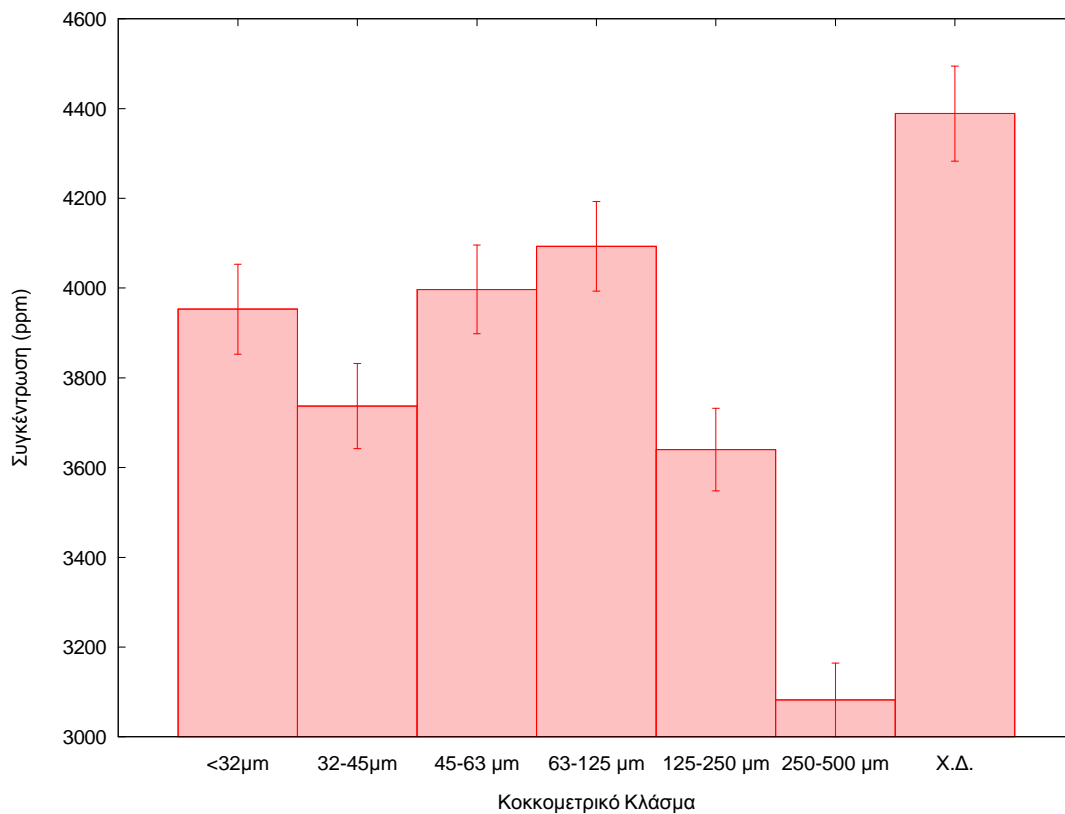
Σχήμα 5-32: Διάταξη Νετρονικής Ενεργοποίησης



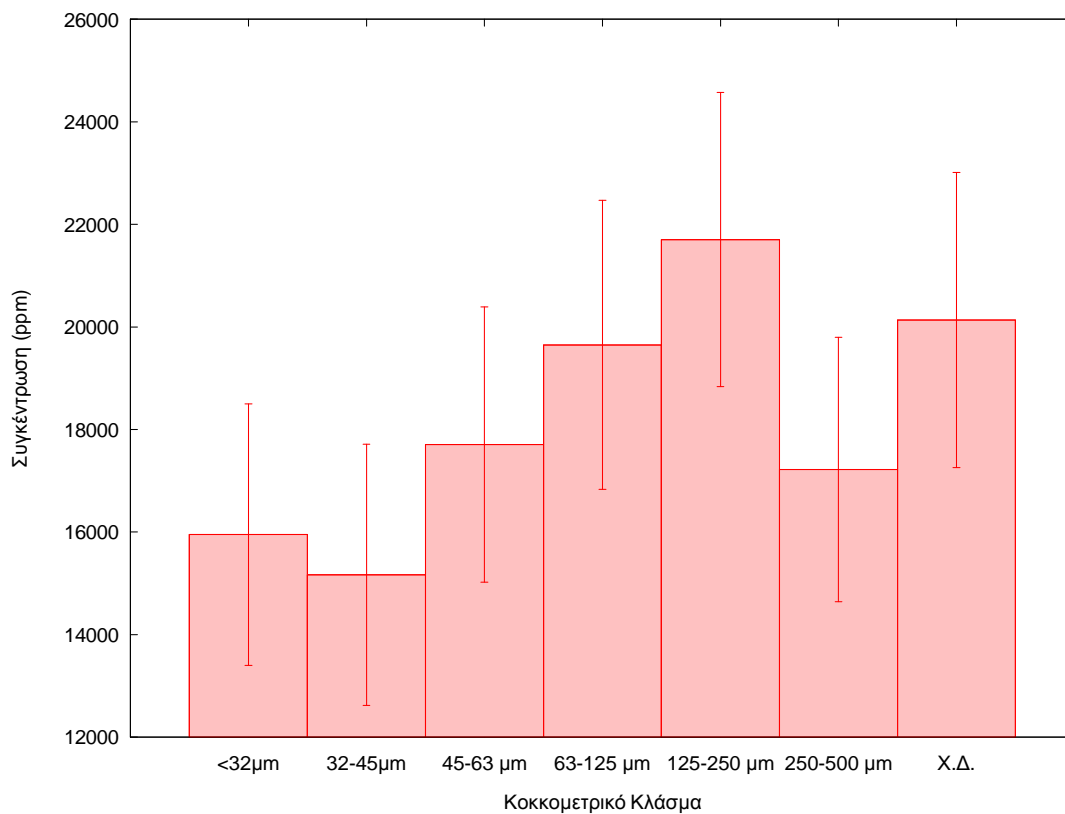
Σχήμα 5-33: Συγκέντρωση Zn στα δείγματα Μεγαλόπολης



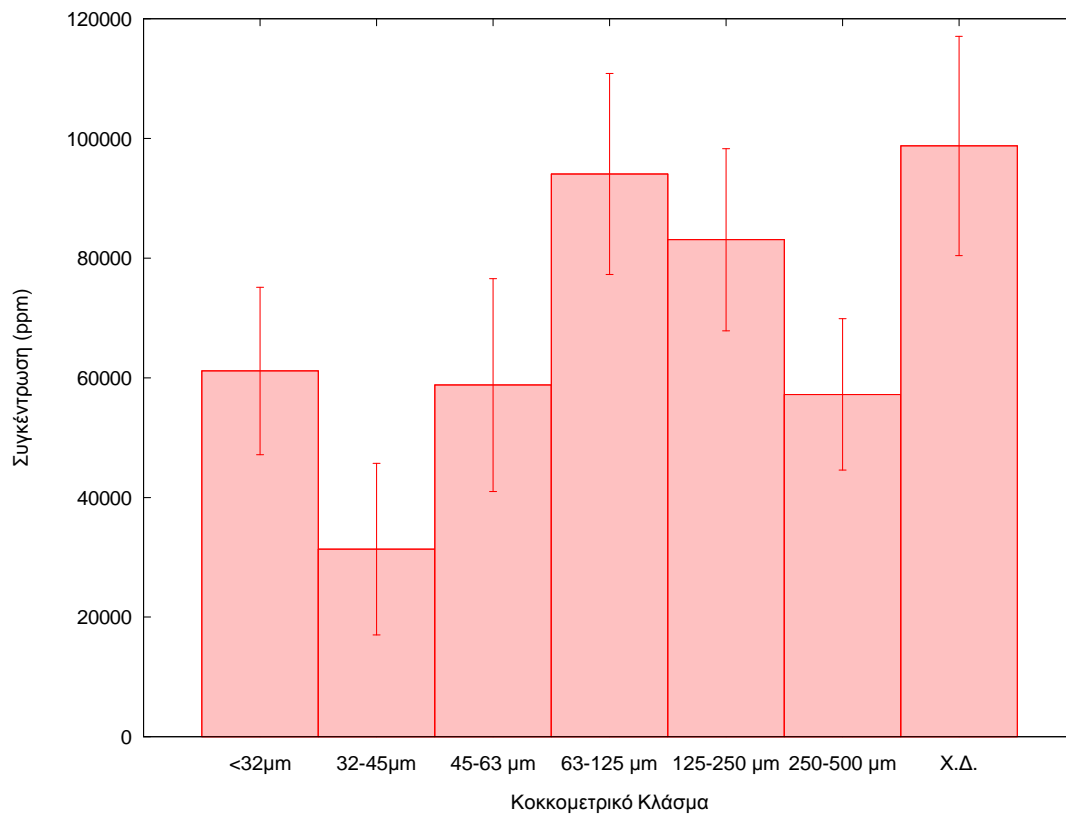
Σχήμα 5-34: Συγκέντρωση Mn στα δείγματα Μεγαλόπολης



Σχήμα 5-35: Συγκέντρωση Na στα δείγματα Μεγαλόπολης



Σχήμα 5-36: Συγκέντρωση K στα δείγματα Μεγαλόπολης



Σχήμα 5-37: Συγκέντρωση Al στα δείγματα Μεγαλόπολης

Κεφάλαιο 6

Επίλογος

6.1 Περίληψη της Διπλωματικής Εργασίας

Η παρούσα εργασία αποτελείται ουσιαστικά από δύο τμήματα. Στο πρώτο τμήμα μελετήθηκε η συμπεριφορά της μηχανής ανάλυσης κοκκομετρίας AS-200 της Retsch την οποία διαθέτει το ΕΠΤ-ΕΜΠ. Στο δεύτερο τμήμα, μια σειρά δειγμάτων ιπτάμενης τέφρας τα οποία είχαν υποστεί κοκκομετρική ανάλυση με τη μηχανή κοκκομετρίας, υποβλήθηκαν σε περαιτέρω αναλύσεις για προσδιορισμό των ραδιολογικών χαρακτηριστικών τους καθώς και τον προσδιορισμό ορισμένων μη ραδιενεργών στοιχείων τα οποία περιέχουν.

Αρχικά, στα πλαίσια της Διπλωματικής Εργασίας μελετήθηκε και τέθηκε σε λειτουργία για πρώτη φορά στο ΕΠΤ-ΕΜΠ η συσκευή ανάλυσης κοκκομετρίας AS-200 της Retsch. Εξετάσθηκαν αναλυτικά οι παράμετροι λειτουργίας της και η επίδρασή τους στα αποτελέσματα της ανάλυσης. Επιλέχθηκαν οι κατάλληλες παράμετροι για την ανάλυση δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας και χρησιμοποιήθηκε η συσκευή για να αναλυθούν δύο δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας σε κοκκομετρικά κλάσματα. Το πρώτο δείγμα προέρχεται από τη Μεγαλόπολη, ενώ το δεύτερο από μικτή καύση άνθρακα και βιομάζας από τη Δανία (Studstrup). Από κάθε δείγμα παρήχθησαν συνολικά 7 κοκκομετρικά κλάσματα, με όρια στην περιοχή 32 – 500 μm.

Από τις δοκιμές που πραγματοποιήθηκαν διαπιστώθηκε ότι η μεταβολή των παραμέτρων της μηχανής κοκκομετρίας επηρεάζει κυρίως τον απαιτούμενο χρόνο για την ολοκλήρωση της ανάλυσης. Προέκυψε ακόμα ότι υπάρχει αλληλεξάρτηση μεταξύ των παραμέτρων, οι οποίες πρέπει να επιλέγονται μετά από δοκιμή, αν είναι δυνατόν, ώστε να είναι κατάλληλες για το αναλυόμενο υλικό και το επιθυμητό φορτίο. Για τις Ιπτάμενες Τέφρες οι οποίες εξετάσθηκαν στα πλαίσια της παρούσης εργασίας, διαπιστώθηκε ότι, για φορτία της τάξης των 500g, επιτυγχάνεται ικανοποιητική ανάλυση σε χρόνους της τάξης των 20 min, κοσκινίζοντας σε πλάτος 2 mm. ή αντίστοιχα σε επιτάχυνση 8g. Διαπιστώθηκε επιπλέον ότι οι Ιπτάμενες Τέφρες που εξετάσθηκαν είναι σχετικά λεπτόκοκκες, ενώ το δείγμα τέφρας από τη Μεγαλόπολη έχει γενικά μεγαλύτερο μέγεθος κόκκων από το δείγμα που προέρχεται από το Δανικό σταθμό.

Τα κοκκομετρικά κλάσματα Ιπτάμενης Τέφρας τα οποία παρήχθησαν κατά την κοκκομετρική ανάλυση, αλλά και δείγματα της συνολικής Τέφρας πριν την κλασματοποίηση, αναλύθηκαν με τρεις διαφορετικές τεχνικές :

- γ-Φασματοσκοπία, για τον προσδιορισμό των φυσικών ραδιοϊσοτόπων ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{238}U και ^{210}Pb .
- Μέτρηση εκροής Ραδονίου, για τον προσδιορισμό του ρυθμού εκροής και του εκρεόμενου κλάσματος.
- Ανάλυση με Νετρονική Ενεργοποίηση, από την οποία προσδιορίσαμε έξι σταθερά στοιχεία (Al, K, Na, Mn, Zn, As).

Τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης αναλύθηκαν με όλες τις τεχνικές, ενώ τα δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας Studstrup αναλύθηκαν μόνο με την τεχνική της γ-φασματοσκοπίας, λόγω περιορισμών στο διαθέσιμο χρόνο αλλά και την ποσότητα δείγματος.

Τα αποτελέσματα που προέκυψαν από όλες τις αναλύσεις κυμαίνονται μέσα στα αναμενόμενα από τη βιβλιογραφία όρια. Παρατηρήθηκε όμως ότι υπάρχουν σημαντικές διαφορές μεταξύ των κοκκομετρικών κλασμάτων, γεγονός που σημαίνει ότι η Ιπτάμενη Τέφρα είναι έντονα ανομοιογενές υλικό. Σε πολλές περιπτώσεις η μεταβολές των συγκεντρώσεων εμφανίζουν συσχέτιση με το μέγεθος κόκκου, θετική ή αρνητική ανάλογα με το εξεταζόμενο ισότοπο ή στοιχείο και το δείγμα.

Ειδικότερα, οι ειδικές ραδιενέργειες των ραδιοϊσοτόπων που αναλύθηκαν βρέθηκαν μέσα στα αναμενόμενα από τη βιβλιογραφία όρια. Διαπιστώθηκαν συστηματικές μεταβολές της ραδιενέργειας σε σχέση με το μέγεθος κόκκου, και συγκεκριμένα :

- Τα ^{226}Ra , ^{210}Pb , ^{238}U εμφανίζουν εκλεκτική συγκέντρωση στα λεπτόκοκκα κλάσματα τόσο στην Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης όσο και στην Ιπτάμενη Τέφρα Studstrup.
- Το ^{40}K ανίχνευται σε μεγαλύτερη συγκέντρωση στα χονδρόκοκκα κλάσματα και στα δύο δείγματα Ιπτάμενης Τέφρας που εξετάστηκαν.
- Το ^{232}Th εμφανίζει διαφορετική συμπεριφορά στα δύο δείγματα: Στην Ιπτάμενη Τέφρα Μεγαλόπολης η συγκέντρωσή του αυξάνει στα χονδρόκοκκα κλάσματα, ενώ αντίθετα στην Ιπτάμενη Τέφρα Studstrup αυξάνει στα λεπτόκοκκα κλάσματα.

Οι τιμές του ρυθμού εκροής Ραδονίου που προσδιορίστηκαν κυμαίνονται μέσα στα αναμενόμενα όρια από τη βιβλιογραφία. Όπως είναι γνωστό για την Ιπτάμενη Τέφρα, το εκρεόμενο κλάσμα Ραδονίου είναι χαμηλό, της τάξης του 1-2%. Μεταξύ των κοκκομετρικών κλασμάτων παρατηρούνται σημαντικές διαφορές τόσο στο ρυθμό εκροής Ραδονίου όσο και στο εκρεόμενο κλάσμα.

Οι συγκεντρώσεις που προσδιορίστηκαν στα κοκκομετρικά κλάσματα Ιπτάμενης Τέφρας Μεγαλόπολης με Νετρονική Ενεργοποίηση, είναι μέσα στα αναμενόμενα από την βιβλιογραφία όρια. Το Al και το K ανιχνεύονται σε υψηλότερη συγκέντρωση, καθώς είναι κύρια συστατικά της Ιπτάμενης Τέφρας, τα Na και Mn ανιχνεύονται σε μικρότερες συγκεντρώσεις, ενώ ο Zn ανιχνεύεται σε επίπεδο ίχνους. Στο κλάσμα <32 μm ανιχνεύθηκε και χαμηλή συγκέντρωση As, κοντά στο όριο ανίχνευσης. Από τη βιβλιογραφία είναι γνωστό ότι το As είναι ιδιαίτερα πτητικό και συγκεντρώνεται στα λεπτόκοκκα κλάσματα. Για τα Zn, Na και Al δεν διαπιστώνεται συστηματική τάση μεταβολής της συγκέντρωσης με την κοκκομετρία. Το Mn εμφανίζει σαφή συσχέτιση της συγκέντρωσης με το κοκκομετρικό κλάσμα, με τη συγκέντρωση να μειώνεται καθώς το μέγεθος κόκκου αυξάνει. Η συγκέντρωση του K αντίθετα αυξάνει καθώς το μέγεθος κόκκου αυξάνει.

Η μέτρηση του K με Νετρονική Ενεργοποίηση ελέγχθηκε στατιστικά σε σχέση με όσα έχουν παρατηρηθεί από τη γ-φασματοσκοπική ανάλυση του ⁴⁰K. Από τη σύγκριση προέκυψε συμφωνία σε όλα τα κοκκομετρικά κλάσματα πλην ενός.

6.2 Προοπτικές μελλοντικής έρευνας

Οι παρατηρήσεις που πραγματοποιήθηκαν και τα συμπεράσματα που προέκυψαν στα πλαίσια της παρούσης Διπλωματικής Εργασίας μπορούν να αποτελέσουν τη βάση για μελλοντική έρευνα.

- Η συσκευή ανάλυσης κοκκομετρίας, η οποία χρησιμοποιήθηκε με επιτυχία για την ανάλυση δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας, μπορεί να αξιοποιηθεί για την ανάλυση περισσότερων υλικών όπως έδαφος, οικοδομικά υλικά και άλλα υλικά ραδιολογικού ενδιαφέροντος.
- Από τη μελέτη των δύο δειγμάτων Ιπτάμενης Τέφρας που εξετάστηκαν προέκυψαν τόσο διαφοροποιήσεις μεταξύ των κοκκομετρικών κλασμάτων όσο και

συσχετίσεις μεταξύ των ιδιοτήτων τους. Τεκμηριώνεται επομένως η δυνατότητα ευρύτερης μελέτης του φαινομένου, εξετάζοντας μεγαλύτερο πλήθος δειγμάτων αλλά και οργανώνοντας κατάλληλες δειγματοληψίες.

- Διαπιστώθηκε από τις αναλύσεις ότι σημαντικό μέρος των εξεταζόμενων δειγμάτων έχει μέγεθος κόκκου κάτω των 32 μm . Μπορεί να επιχειρηθεί περαιτέρω ανάλυση στην περιοχή αυτή, αν και από τη βιβλιογραφική έρευνα προκύπτει ότι θα απαιτηθεί υγρή κοσκίνιση, η οποία στα πλαίσια της παρούσης εργασίας δεν εξετάστηκε. Επισημαίνεται ότι η συσκευή AS-200 έχει δυνατότητα υγρής κοσκίνισης και το ΕΠΤ-ΕΜΠ διαθέτει τον απαιτούμενο εξοπλισμό.
- Οι ανομοιογένειες οι οποίες παρατηρήθηκαν μεταξύ των κοκκομετρικών κλασμάτων μπορεί να έχουν σημαντική επίδραση και στην ανάλυση συνολικής Ιπτάμενης Τέφρας χωρίς κλασματοποίηση, με μεθόδους όπως η γ -φασματοσκοπία. Οι πιθανές επιδράσεις αυτές, αλλά και τρόποι αντιμετώπισής τους, πρέπει να μελετηθούν κατάλληλα. Ιδιαίτερο ενδιαφέρον θα έχει η μελέτη αυτή για δείγματα περιβαλλοντικών υλικών όπως το χώμα.
- Κατά τις μετρήσεις ρυθμού εκροής Ραδονίου παρατηρήθηκαν ορισμένες ασυνέπειες, οι οποίες ενδεχομένως οφείλονται στους χαμηλούς ρυθμούς εκροής της Ιπτάμενης Τέφρας. Η βελτίωση των τεχνικών μέτρησης χαμηλών επιπέδων μπορεί να επιτρέψει την περαιτέρω εξέταση των φαινομένων αυτών.
- Οι σημαντικές αβεβαιότητες που παρατηρήθηκαν στα αποτελέσματα των αναλύσεων Νετρονικής Ενεργοποίησης δεν επέτρεψαν την εξαγωγή συγκεκριμένων συμπερασμάτων για τη συμπεριφορά ορισμένων σταθερών στοιχείων. Προτείνεται η ανάπτυξη σεναρίων ακτινοβολήσης ειδικά για τις αναλύσεις Ιπτάμενης Τέφρας, η οποία θα επιτρέψει την καλύτερη μελέτη των φαινομένων.
- Οι παρατηρούμενες μεταβολές της χημικής σύστασης και των περιεχόμενων ιχνοστοιχείων στα κοκκομετρικά κλάσματα Ιπτάμενης Τέφρας μπορούν να μελετηθούν με περισσότερες μεθόδους. Ιδιαίτερα κατάλληλη για το σκοπό αυτό είναι η ανάλυση Φθορισμού Ακτινών Χ (X-Ray Fluorescence), η οποία θα επιτρέψει τον εύκολο και γρήγορο προσδιορισμό μεγάλου πλήθους σταθερών στοιχείων.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑΤΑ

Παράρτημα 1
Πιστοποιητικό βαθμονόμησης
κόσκινου



ANALYSENSIEB - TEST SIEVE - TAMIS D' ANALYSE

Werksbescheinigung nach 2.1 EN 10204 **Certificate of compliance with the order according to 2.1 EN 10204** **Attestation de conformité à la commande 2.1 EN 10204**

Serien Nr. / Serial No. / Numéro de série Maschenweite / Mesh width / Overture de maille Norm / Standard / Norme

06017885 250 μm ISO 3310-1

Dieses Analysensieb wurde sorgfältig in unserem Werk geprüft und entspricht der oben genannten Norm.

This test sieve has been submitted to careful examination in our works and is certified to conform with a.m. standard.

Ce tamis d'analyse a été contrôlé soigneusement à l'usine et correspond à la norme nommé ci-dessus.

TEST SIEVE RECORD CARD

Date	Time used	Visual survey	Tolerance average aperture size Warp +/-Y	Tolerance average aperture size Weft +/-Y	Certificate acc. 5.3.2 unknown=0 compliance=1 inspection=2 calibration=3
11.05.2006	new / neu	* NC <input type="checkbox"/>	* C <input checked="" type="checkbox"/> * NC <input type="checkbox"/>	* C <input checked="" type="checkbox"/> * NC <input type="checkbox"/>	1

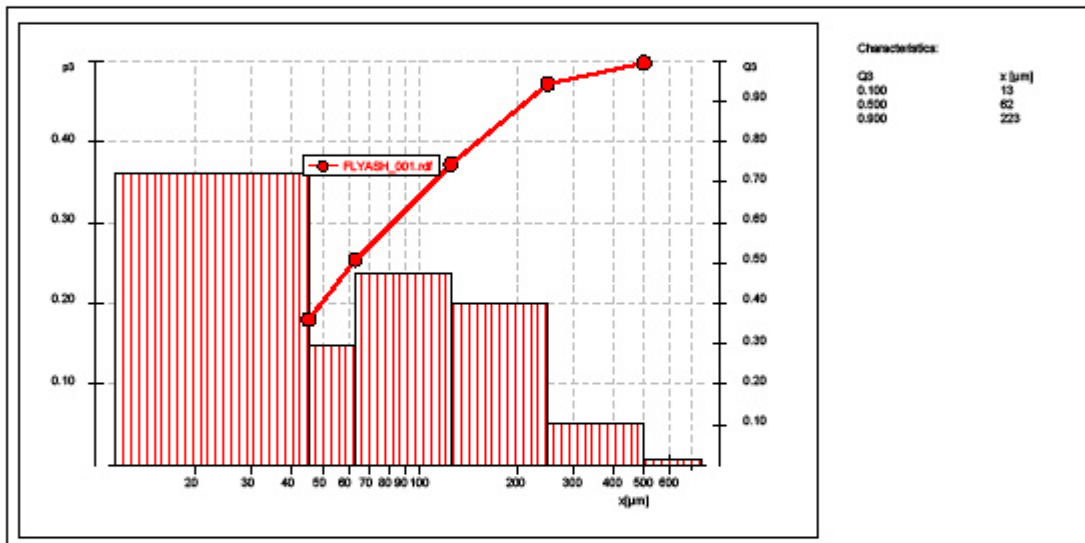
Παράρτημα 2

Παράδειγμα έκθεσης ανάλυσης
κοκκομετρίας

Πρόχειρη δοκιμή ιπτάμενης τέφρας

Company: ΕΠΤ-ΕΜΠ User: Θ. Νίμιμας Result file: C:\Program Files\EasySieve\GIEVEDAT\FLYASH\FLYASH_001.nf Task file: FLYASH.sfg Date: 8. 1.2025 10:50 Sieve machine: AS 200 control		Sieve classes file: FLYASH.gd Sieving duration [min]: 10 Amplitude [mm]: 1.00 Sieve insert acceleration [g]: 6.0	
Manual input			
Material: Ιπτάμενη Τέφρα			
Sample quantity [g]:	300.00	Sum loaded sieve weights [g]: 299.25	
Sieve loss [%]:	0.25		
Sampling:	Τέφρα Μεγάλομολής	Sample preparation:	No sample preparation
Sieve method:	three-dimensional AS200	Sieve diameter:	200 x 50 mm
Sieves according to standard:	DIN ISO 3310-1	Sieving aids:	No sieving aids
Comment:			

Size class [µm]	p3	Q3	Δm [g]	Σm [g]
< 45	0.360	0.360	107.70	107.70
45 - 63	0.148	0.508	44.20	151.90
63 - 125	0.238	0.744	70.70	222.60
125 - 250	0.198	0.942	69.40	282.00
250 - 500	0.052	0.994	15.80	297.80
> 500	0.008	1.000	1.85	299.25



User: _____

Παράρτημα 3
Πιστοποιητικό Βαθμονόμησης της
πηγής Ραδονίου RF 200



CERTIFICATE

Certificate No.: 931 - OI - 1049/98 Type: RF 200 Prod. No.: 524-01
Radio-nuclide: 226Ra Half life: 5643(8) days
Activity: 274,3 kBq Mass of 226Ra: 7,499 µg Emanating power: 0,997 ± 0,001
Radon output: 0,5737 Bq/s Half life of 222Rn: 3,824 days
Radioactive impurities: -
Inner volume between valves: 272 ml Inner volume of the filter head: 20 ml
Reference date: 1.3.1998
Combined standard uncertainty of the activity: 1,5 %

Description:

Solid phase flow through source of 222Rn with emanating power $\geq 0,995$ % closed in the stainless steel cylindrical case provided with two ball valves and two aerosol filters connected an output aperture of the valves. Radon source as polymer foil is placed in the centre of the tube.

Measuring method:

Comparison with IR standards.

Note:

The source works reliably in temperature range 0 - 40 centigrades and relative humidity 0 - 100 % (non condensing)

Date of the certificate issue: 5.3.1998

Certificate validity: 3 years

Customer: National Technical University of Athens
Mech. Eng. Dep. - Nuclear Eng. Section
Athens
GREECE



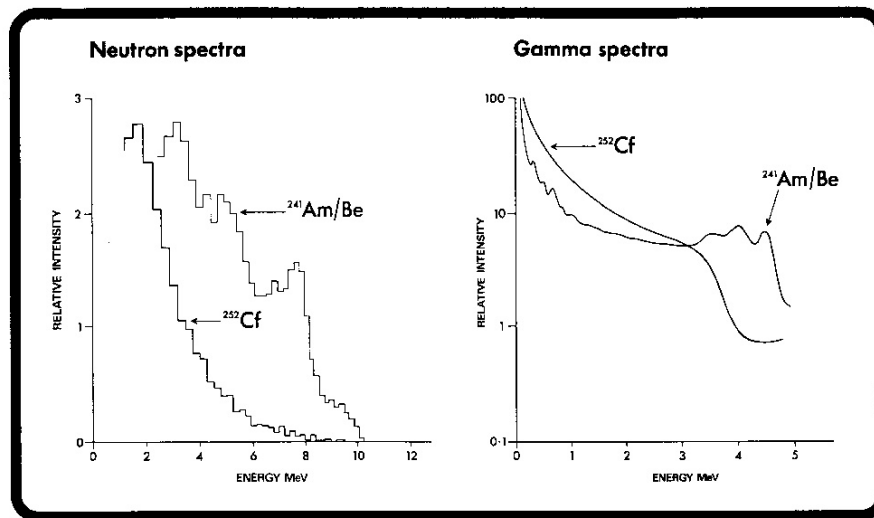

RNDr. Pavel Dryák, Sc.
director

Παράρτημα 4
Τεχνική Περιγραφή της πηγής
νετρονίων Am-Be.



Neutron Sources: Americium-241/Beryllium and Californium-252

Technical
bulletin
76/7

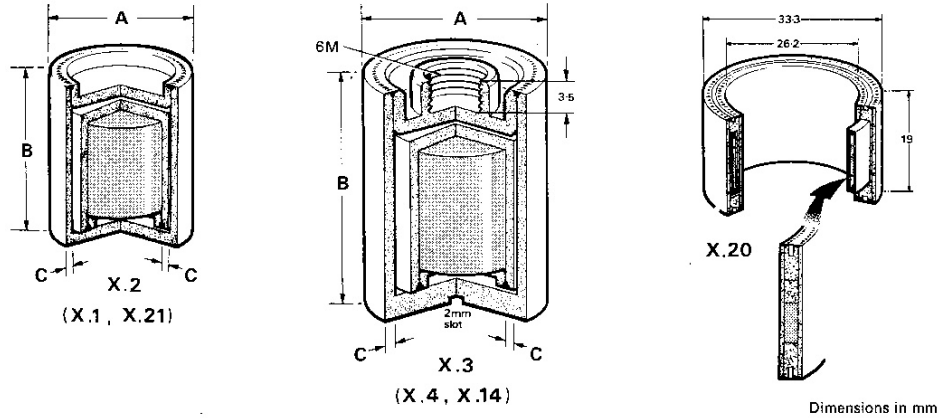


Neutron fluxes obtainable from radioisotopic neutron sources are much lower than those from nuclear reactors and neutron generators, but there are many applications where neutron yields of between 10^4 and 10^9 per second are sufficient to perform measurements with adequate speed and sensitivity. Compared to alternative sources of neutrons radioisotopic sources are reliable, compact and relatively inexpensive and have been used for many years. They are still the preferred source where stability, price and portability are important. Americium-241/beryllium and californium-252 have become the most widely used radioisotopes and technical specifications of our range are given in this bulletin. However, neutron sources based on other α - and γ -emitting nuclides are available, and further details of these can be supplied on request. Physical data are given of the radiations emitted by americium-241/beryllium and californium-252 sources together with brief information on applications. The latter is merely intended to serve as a guide and the user is referred to the bibliography for more detailed information.

Applications

Neutrons are very penetrating; consequently bulk material can usually be investigated yielding information which is relatively insensitive to inhomogeneity or surface effects that often prove troublesome with other techniques. An added attraction of the use of neutrons is the minimum sample preparation which is necessary to yield optimum information. Information about the sample is obtained by measuring either modifications in the primary (neutron) radiation or else the secondary radiations produced as a result of a neutron reaction with a component of the sample. Examples of methods based upon measurement of primary radiations are transmission, absorption and moderation whilst activation analysis is the best known of the techniques exploiting counting of secondary radiations. Table 1 lists some of the major applications of radioisotopic neutron sources. Activity ranges are given for each application but the precise activity chosen will depend on the optimization of several factors. Users are requested to write giving details of their application if advice on suitable source activities is required.

(a, n) Neutron source capsules



capsule type	overall dia 'A' mm	overall height 'B' mm	wall thickness 'C' mm	IAEA special form	ISO classification
X.1	7.8	10	0.8	SFC.7	C(E)64344
X.2	17.4	19.4	0.8	SFC.8	C(E)64544
X.21	7.8	15	0.8	SFC.43	C64444

X.20				SFC.29	C64444
------	--	--	--	--------	--------

threaded capsule type	overall dia 'A' mm	overall height 'B' mm	wall thickness 'C' mm	IAEA special form	ISO classification
X.3	22.4	31	1.2	SFC.9	C(E)64445
X.4	22.4	48.5	1.2	SFC.10	E64445
X.14	30	60	1.2	SFC.11	E64445

Capsules X.3, X.4 and X.14 have 6M threads. Alternative threads to customers' specifications can be supplied on request.

Americium-241/Beryllium

activity	emission n/sec	capsule type	code
1 mCi	2.2×10^3	X.2	AMN.11
3 mCi	6.6×10^3	X.2	AMN.13
10 mCi	2.2×10^4	X.2	AMN.15
30 mCi	6.6×10^4	X.2	AMN.16
30 mCi	6.6×10^4	X.21	AMN.168
100 mCi	2.2×10^5	X.2	AMN.17
100 mCi	2.2×10^5	X.20	AMN.170
300 mCi	6.6×10^5	X.2	AMN.18
500 mCi	1.1×10^6	X.3	AMN.19
1 Ci	2.2×10^6	X.3	AMN.22
3 Ci	6.6×10^6	X.4	AMN.23
5 Ci	1.1×10^7	X.14	AMN.24
10 Ci	2.2×10^7	X.14	AMN.25
25 Ci	specification on request		
50 Ci	specification on request		

Californium-252

²⁵² Cf content	²⁵² Cf activity	emission n/sec	capsule	code
0.01 µg	5 µCi	2.3×10^4	X.1	CVN.101
0.1 µg	54 µCi	2.3×10^5	X.1	CVN.1
0.5 µg	268 µCi	1.15×10^6	X.1	CVN.2
1 µg	536 µCi	2.3×10^6	X.1	CVN.3
2 µg	1.07 mCi	4.6×10^6	X.1	CVN.4
5 µg	2.7 mCi	1.15×10^7	X.1	CVN.5
10 µg	5.4 mCi	2.3×10^7	X.1	CVN.6
20 µg	10.7 mCi	4.6×10^7	X.1	CVN.7
50 µg	27 mCi	1.15×10^8	X.1	CVN.10

Various capsules are offered for sources in the following activity ranges. Further details are available on request.

100 µg	54 mCi	2.3×10^8
200 µg	107 mCi	4.6×10^8
500 µg	268 mCi	1.15×10^9
1 mg	536 mCi	2.3×10^9

Table 1. A guide to neutron source applications

application	method	typical source required		notes
		²⁵² Cf	²⁴¹ Am	
Trace element analysis	Neutron activation			
	Fast $\begin{cases} (n, \gamma) \\ (n, \alpha) \\ (n, p) \\ (n, n' \gamma) \end{cases}$	100–1000µg*	10–100Ci	Sensitivity level 100 ppm ⁽²⁾ *For fast neutron activation of light elements through (n, α) and (n, p) reactions americium-241/beryllium is about 10 times more efficient than californium-252 ⁽³⁾
	Thermal (n, γ)	1–100µg	1–100Ci	Sensitivity level ppm ⁽⁴⁾
Per cent element analysis, for example process control, logging, whole body activation	Neutron activation	1–10µg	1–10Ci	Determination of high cross-section materials at the percentage level ⁽⁵⁾ Calcium and potassium bone content ⁽⁶⁾
Hydrogenous material measurement, for example soil moisture	Thermalization	0.1 µg	30–100mCi	Analysis to accuracy ±0.01g H ₂ O per g solid ⁽⁷⁾
Bulk element analysis (process control)	Neutron attenuation	~10µg	0.3–1Ci	Determination of materials ⁽⁸⁾ with high neutron absorption/scattering cross-sections at the percentage level, for example H ₂ O, Li, B, Cd.
Neutron radiography	Neutron attenuation	100–1000µg		Produces shadow picture of high cross-section materials ⁽⁹⁾
Demonstration	Various	0.01–10µg	1mCi–10Ci	Properties of neutrons, for example migration lengths and Fermi age by neutron activation ^(10, 11)
Instrument calibration	Various	0.01–1µg	1–100mCi	Health physics instrumentation checks. Neutron flux monitor checks ^(1, 2)
Nuclear materials assay and safeguard	Fission, delayed neutron yield + other	25µg–10mg		Measurement of fissile content of fuel rods ^(1, 3)

Normal product range

Composition

Californium-252 is available in bulk as oxide, or as a palladium cermet in the form of wire or pellet. In general, sources below 50µg incorporate the oxide and above 50µg the cermet as wire or pellet is used. Americium-241/beryllium sources are available as a compacted mixture of americium oxide with beryllium metal powder.

Encapsulation

All sources in our normal product range are doubly encapsulated in vacuum melted stainless steel (grade AISI.316) sealed by argon arc welding. A typical percentage composition is:—

C	0.004	Cr	16.96
Mn	1.59	Ni	13.61
P	0.011	Mo	2.29
S	0.008		
Si	0.37	Fe	balance

Other capsule materials can be considered for special applications.

Availability

Californium-252 sources are manufactured in batches at intervals of a few months. Small numbers of sources containing up to 100µg are often available from stock. Americium-241/beryllium sources are in continuous production and are often available from stock or within two to four weeks depending on the activity required.

Radiation emissions and nuclear data

Much detail has been published on the radiation spectra of isotopic neutron sources⁽¹⁾. On page 1 the neutron and gamma spectra measured from sources produced in our laboratories are given. The user should note that for americium-241/beryllium there is a significant number of very low energy neutrons in addition to the high energy neutrons shown in the spectrum^(1,4). Other important radiation parameters are given in Table 2. Many neutron source applications depend on the production of a thermal neutron flux. The magnitude of the thermal flux produced by a source will depend on several factors, including the physical size of source, the size and type of moderator and the neutron spectrum. Table 2 gives the peak thermal neutron flux to be expected from both types of source emitting 10^6 fast neutrons per second in an infinite H_2O moderator (for example, a sphere with a radius of 30cm).

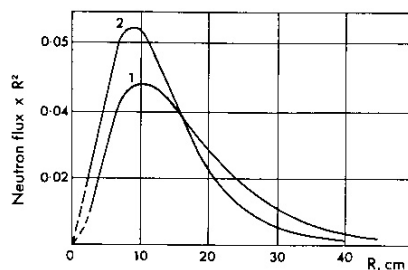
Table 2. Radiation emissions

	Americium-241/beryllium	Californium-252
Neutron emission (per sec)	$2.2 \times 10^6/\text{Ci}$	$2.3 \times 10^6/\mu\text{g}$
Fraction of neutrons below 1.5MeV	~ 0.23	~ 0.46
Mean energy of (a) low energy component (b) high energy component	400keV $\sim 4-5\text{MeV}$	— $\sim 2.3\text{MeV}$
γ -ray emission per neutron (uncorrected for capsule attenuation)	0.7 at 4.43MeV from (a, n). 6×10^3 from ^{241}Am decay predominantly at 60keV	5.7 across 0.6-5MeV spectrum
Neutron dose rate at 1m for source emission 10^6 neutrons/sec	$\sim 1\text{mrem/h}$	$\sim 1\text{mrem/h}$
γ exposure rate at 1m for source emission of 10^6 neutrons/sec	$\sim 1\text{mR/h}$	$\sim 0.1\text{mR/h}$
Peak thermal flux for source with 10^6 neutrons/sec emission in infinite H_2O moderator	$5 \times 10^3 \text{n/cm}^2 \text{ per sec}$	$1 \times 10^4 \text{n/cm}^2 \text{ per sec}$

Table 3. Nuclear data

	Americium-241/beryllium	Californium-252
Half-life	433y	2.65y (effective)
Mode of decay	α (100%)	α (96.9%) spontaneous fission (3.1%)

Normalized neutron distribution in water.
1 americium-241/beryllium
2 californium-252



(reproduced from Aleksandrov et al, *Pribory i Tekhnika Eksperimenta*, No 3, 1971)

Quality Control

Leakage and contamination

Bubble test

The source is immersed in a suitable liquid and the pressure in the containment vessel reduced to 100mm of mercury. No bubbles must be observed. This test is described in Appendix B of BS 3513:1962 and is used for both americium-241/beryllium and californium-252 sources.

Immersion test

The source is immersed in water at 50°C for 4 hours and activity in the water measured; the pass limit is 0.005µCi. This test is used for all americium-241/beryllium sources and for californium-252 sources up to 50µg.

Special Testing

For some special applications other tests may be required such as corrosion resistance, dye-penetrant crack detection, X-radiography, helium leak tests, etc. Customers should enquire for tests to suit their particular needs.

Measurement

Using a BF₃ counter array and paraffin wax moderator assembly the neutron emission of each source is compared with the emission from a source of similar construction measured at the U.K. National Physical Laboratory.

The result of this measurement together with those of leakage and contamination testing are given on a Test Report issued with each source.

Special Sources

Custom source design

The design of sources is a specialist subject and requires considerations of radioisotope to target ratios, gas evolution, heating, capsule materials, radiation chemistry, pressure vessel codes, transport regulations etc. However, as a preliminary guide for the design of americium-241/beryllium sources with dimensions other than those given in this bulletin, the curves on page 8 of this bulletin are useful. It should be noted that californium-252 has inherently such a small active volume that this aspect tends not to be a limitation. The Radiochemical Centre welcomes enquiries for special requirements.

Reactor sources

The Radiochemical Centre has 30 years' experience in the design and construction of neutron sources for reactors. Full consultation with reactor design engineers at an early stage of the project design is advisable. These can be held on customer's premises or at The Radiochemical Centre, Amersham.

Prototype testing

The Radiochemical Centre has a laboratory solely devoted to the prototype testing of capsule designs. A programme exists for the classification of all source capsule designs according to the comprehensive tests described in the regulations of the American National Standards Institute⁽¹⁵⁾ and the International Standards Organisation⁽¹⁶⁾ for sealed radioactive sources. In this bulletin reference is made to the performance classification of each capsule design actually tested and approved.

'Special form' is a category of the IAEA transport regulations covering source integrity⁽¹⁷⁾. The certificate (SFC) numbers given against approved items in this technical bulletin are those issued by the Department of the Environment, the competent authority in the UK for administering the IAEA regulations.

Sealed neutron source performance requirements for typical usage (ISO Standard)

sealed source usage	tempera- ture	pressure	impact	vibration	puncture
Oil-well logging	5	6	5	2	3
Portable moisture and density gauge (including hand held or dolly transported)	4	3	3	3	3
General neutron source application (excluding reactor start-up)	4	3	3	2	2

Classification of sealed-source performance standards (ISO Standard)

test/class	1	2	3	4	5	6	x
Temperature	No test	-40°C (20 min) +80°C (1 h)	-40°C (20 min) +180°C (1 h)	-40°C (20 min) +400°C (1 h) and thermal shock 400°C to 20°C	-40°C (20 min) +600°C (1 h) and thermal shock 600°C to 20°C	-40°C (20 min) +800°C (1 h) and thermal shock 800°C to 20°C	Special test
External pressure	No test	25 kPa absolute to atmospheric pressure	25 kPa absolute to 2 MPa absolute	25 kPa absolute to 7 MPa absolute	25 kPa absolute to 70 MPa absolute	25 kPa absolute to 170 MPa absolute	Special test
Impact	No test	50 g from 1 m	200 g from 1 m	2 kg from 1 m	5 kg from 1 m	20 kg from 1 m	Special test
Vibration	No test	30 min 25 Hz to 500 Hz at 5 gn peak amplitude	30 min 25 Hz to 50 Hz at 5 gn peak amplitude and 50 Hz to 90 Hz at 0.635 mm amplitude peak to peak and 90 Hz to 500 Hz at 10 gn	90 min 25 Hz to 80 Hz at 1.5 mm amplitude peak to peak and 80 Hz to 2000 Hz at 20 gn			Special test
Puncture	No test	1 g from 1 m	10 g from 1 m	50 g from 1 m	300 g from 1 m	1 kg from 1 m	Special test

Special form testing

Impact	Sample is dropped from height 9m on to flat rigid horizontal surface
Percussion	A steel billet 1.4kg dropped from height of 1m onto sample placed on lead supported by a smooth solid surface. Details of billet and lead sheet are specified.
Heating	Sample is heated in air to 800°C and held at temperature for 10 minutes and then allowed to cool.
Immersion	Sample is immersed for 24 hours in water at room temperature.

References

1. LORCH, E. A.
Neutron spectra of $^{241}\text{Am/B}$, $^{241}\text{Am/Be}$, $^{241}\text{Am/F}$, $^{242}\text{Cm/Be}$, $^{238}\text{Pu/}^{13}\text{C}$ and ^{252}Cf isotopic neutron sources. *International Journal of Applied Radiation Isotopes*, vol. 24, pp. 585-591, 1973.
2. LUTZ, G. J.
Fast-neutron activation analysis with a ^{252}Cf source. *Transactions of the American Nuclear Society*, vol. 17, p. 125, 1973.
3. WAHLGREN, M. A. and STEWART, D. C.
Evaluation of a $^{244}\text{Cm-Be}$ neutron source for activation analysis. Proceedings of the American Nuclear Society National Topical Meeting, Augusta, April 19-21, 1971. (CONF - 710402, vol. 2.)
4. DUFFEY, D. and EL KADY, A.
Analytical sensitivities and energies of thermal-neutron-capture gamma rays. *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 80, pp. 149-171, 1970.
5. KUUSI, J.
Radioisotope neutron activation analyzer for process control analysis. *Nuclear Applications and Technology*, vol. 8, pp. 465-473, 1970.
6. BODDY, K., HOLLOWAY, I., ELLIOTT, A., GLAROS, D., ROBERTSON, I. and EAST, B. W.
Low-cost facilities for partial-body and total-body in-vivo activation analysis in the clinical environment. pp. 589-603 in Proceedings of a Symposium on Nuclear Activation Techniques in the Life Sciences, held in Bled, Yugoslavia, 10-14 April 1972. Vienna, IAEA, 1972, 664pp.
7. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY
Neutron moisture gauges. (Technical Reports Series no. 112.) Vienna, IAEA, 1970, 95pp.
8. PIERCE, T. B.
Some uses of neutrons for analytical control. pp. 197-207 in International Conference on Industrial Measurement and Control by Radiation Techniques, Guildford, 11-13 April 1972, London, IEE, 1972, 255pp.
9. SPOWART, A. R.
A review of neutron radiography. *Journal of Physics, E, Scientific Instruments*, vol. 5, pp. 497-510, 1972.
10. GLASSTONE, S.
Section 3.96, page 165 in Principles of Nuclear Reactor Engineering. London, Macmillan, 1960.
11. RATHUR, M. A. J. and GRANT, P. J.
The age of Po-Be neutrons in water and in graphite. *British Journal of Applied Physics*, vol. 15, pp. 93-96, 1964.
12. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY
Handbook on calibration of radiation protection monitoring instruments. (Technical Reports Series No. 133.) Vienna, IAEA, 1971, 95pp.
13. TERREY, D. R.
Applications of neutron techniques for non-destructive measurements in safeguards, pp. 265-306 in Symposium on Practical Applications of R and D in the Field of Safeguards, held in Rome, 7-8 March 1974. Rome, ESARDA, 1975, 436pp.
14. PAUW, H.
Energy spectra of radioactive neutron sources. PhD thesis, University of Amsterdam, 1970.
15. UNITED STATES OF AMERICA STANDARDS INSTITUTE (now American National Standards Institute)
Classification of Sealed Radioactive Sources. USAI Report N5.10, 1968.
16. INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATION
Draft standard for the Safety Classification of Sealed Radioactive Sources. ISO/DIS.2919, November, 1972.
17. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY
Regulations for the safe transport of radioactive materials. (IAEA Safety Series No. 6). Vienna, IAEA, 1967. Revised regulations for the Transport of Radioactive Materials have been published by the IAEA (IAEA Safety Series No. 6, 1973 edition). These regulations have not yet been internationally adopted.

Παράρτημα 5
Πιστοποιητικό Υλικού Αναφοράς NIST
SRM 1633b



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material[®] 1633b

Constituent Elements in Coal Fly Ash

This Standard Reference Material (SRM) is intended for use in the evaluation of analytical methods for the determination of constituent elements in coal fly ash or materials with a similar matrix. SRM 1633b is a bituminous coal fly ash that was sieved through a nominal sieve opening of 90 μm (170 mesh) and then blended to assure homogeneity. A unit of SRM 1633b consists of 75 g of powdered material.

The certified values for the constituent elements are given in Table 1. The values are based on measurements using one definitive method or two or more independent and reliable analytical techniques. Noncertified values for a number of elements are given in Table 2 as additional information on the composition of the material. The noncertified values **should not** be used for calibration or quality control. Analytical methods used for the certification of this SRM are given in Table 3 along with analysts and cooperating laboratories. All values are based on measurements using a dry sample weight of at least 250 mg.

Certified Values and Uncertainties: The certified values are weighted means of results of two or more independent analytical methods, or the means of results from a single definitive method. The weights for the weighted means were computed according to the iterative procedure of Paule and Mandel [1]. The stated uncertainty includes allowances for measurement imprecision, material variability, and differences among analytical methods. Each uncertainty is the sum of the half-width of a 95 % prediction interval, and includes an allowance for the systematic error among the methods used. In the absence of systematic error, a 95 % prediction interval predicts where the true concentrations of 95 % of the samples of this SRM lie.

Mercury certification is based on cold vapor isotope dilution inductively coupled plasma mass spectrometry (CV-ID-ICP-MS) at NIST [2]. The uncertainty in the certified value for mercury is expressed as an expanded uncertainty, $U = ku_c$, calculated according to the methods in the ISO/NIST Guide [3]. The quantity u_c represents, at the level of one standard deviation, the potential combined effects of the uncertainty due to material and measurement variability. The quantity k is the coverage factor used to obtain an expanded uncertainty with an approximate confidence level of 95 %. The value of the coverage factor, $k = 2.034$, is determined from the Student's t -distribution with 33 degrees of freedom and a confidence level of 95 %.

Expiration of Certification: The certification of this SRM is valid until **01 May 2014**, within the uncertainty specified, provided the SRM is handled and stored in accordance with the instructions given in this certificate (see "Instructions for Use"). However, the certification will be nullified if the SRM is damaged or contaminated. Registration (see attached sheet) will facilitate notification.

Stability: This material is considered to be stable; however, its stability has not been rigorously assessed. NIST will monitor this material and will report any substantive changes in certification to the purchaser.

The overall direction and coordination of the analyses were under the chairmanship of R.R. Greenberg of the NIST Analytical Chemistry Division.

Statistical consultation was provided by S.B. Schiller and D.D. Leber of the NIST Statistical Engineering Division.

Willie E. May, Chief
Analytical Chemistry Division

Gaithersburg, MD 20899
Certificate Issue Date: 10 December 2004
See Certificate Revision History on Last Page

Robert L. Watters, Jr., Chief
Measurement Services Division

SRM 1633b

Page 1 of 5

The support aspects involved in the issuance of this SRM were coordinated through the NIST Standard Reference Materials Program by B.S. MacDonald of the NIST Measurement Services Division.

INSTRUCTIONS FOR USE

A minimum dry sample weight of 250 mg should be used for analytical determinations to be related to the certified values on this Certificate of Analysis.

To obtain the certified values, sample preparation procedures should be designed to affect complete dissolution. If volatile elements (e.g., Hg, As, Se) are to be determined, precautions should be taken in the dissolution of SRM 1633b to avoid volatilization losses.

Instructions for Drying: When non-volatile elements are being determined, this material should be dried to constant weight before using. Recommended procedures for drying are: 1) Vacuum drying for 24 h at ambient temperature using a cold trap at or below -50 °C and a pressure not greater than 0.2 mm Hg (30 Pa); 2) drying for 2 h in an oven of 105 °C. Samples of the dried material weighing at least 250 mg should be used for analysis. When not in use, the material should be kept in a tightly sealed bottle. Volatile elements should be determined on an as-received basis, and corrected to dry weight. Correction should be based on a separate determination of moisture using one of the above drying procedures.

Source and Preparation of the Material: The fly ash was supplied by a coal fired power plant and is the product of Pennsylvania and West Virginia coals. It was selected as a typical bituminous coal fly ash and is not intended as a fly ash from a specific coal or combustion process. The material was air dried, sieved, and blended for 24 h before being placed in a series of bulk containers. X-ray fluorescence and inductively coupled plasma atomic emission (ICP-AES) analyses were performed on ten grab samples taken from the bulk for a preliminary homogeneity assessment before proceeding with bottling the material in 75 g units.

Analysis: The homogeneity of the bottled material was assessed by X-ray fluorescence spectrometry (XRF) and instrumental neutron activation analysis, using selected elements as indicators. In some cases, statistically significant differences between samples were seen, and the variance due to material inhomogeneity is included in the overall uncertainties of the certified values. The estimated relative standard deviation for material inhomogeneity is less than 1 % for those elements for which homogeneity was assessed, except thorium, for which material inhomogeneity was estimated to be 2 %.

Table 1. Certified Values

Element	Mass Fraction (%)	Element	Mass Fraction (mg/kg)
Al	15.05 ± 0.27	As	136.2 ± 2.6
Ca	1.51 ± 0.06	Ba	709 ± 27
Fe	7.78 ± 0.23	Cd	0.784 ± 0.006
Mg	0.482 ± 0.008	Cr	198.2 ± 4.7
K	1.95 ± 0.03	Cu	112.8 ± 2.6
Si	23.02 ± 0.08	Pb	68.2 ± 1.1
Na	0.201 ± 0.003	Mn	131.8 ± 1.7
S	0.2075 ± 0.0011	Hg	0.1431 ± 0.0018
Ti	0.791 ± 0.014	Ni	120.6 ± 1.8
		Se	10.26 ± 0.17
		Sr	1041 ± 14
		Th	25.7 ± 1.3
		U	8.79 ± 0.36
		V	295.7 ± 3.6

Table 2. Noncertified Values

Element	Mass Fraction (mg/kg)	Element	Mass Fraction (mg/kg)
Sb	6	P	2300
Br	2.9	Rb	140
Ce	190	Sc	41
Co	50	Sm	20
Cs	11	Ta	1.8
Dy	17	Tb	2.6
Eu	4.1	Tl	5.9
Gd	13	Tm	2.1
Hf	6.8	W	5.6
Ho	3.5	Yb	7.6
La	94	Zn	210
Lu	1.2		
Nd	85		

Table 3. Analytical Methods Used for Certification Analyses

Element	Certification Methods
Al	INAA, XRF
As	FIA-HAAS, INAA
Ba	ICP-MS, INAA
Ca	ICP, INAA, XRF
Cd	ETAAS, IDTIMS
Cr	FAAS, INAA
Cu	FAAS, ICP-MS
Fe	INAA, XRF
Hg	CV-ID-ICP-MS
K	FAES, INAA, XRF
Mg	ICP, IDTIMS
Mn	FAAS, INAA
Na	FAES, INAA
Ni	ETAAS, ICP
Pb	ETAAS, ICP-MS
Rb	FAES, INAA
S	IDTIMS
Sb	ETAAS, INAA
Se	FIA-HAAS, INAA
Si	GRAV, XRF
Sr	FAES, INAA, IDTIMS
Th	ICP-MS, INAA
Ti	INAA, XRF
U	ICP-MS, INAA
V	ICP, INAA

ID-TIMS	Isotope Dilution Thermal Ionization Mass Spectrometry; mixed acid digestion
ICP-MS	Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry; mixed acid digestion
INAA	Instrumental Neutron Activation Analysis
XRF	Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence on fused borate discs
ICP-AES	Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry; mixed acid digestion
ETAAS	Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry; mixed acid digestion
CV-ID-ICP-MS	Cold Vapor Isotope Dilution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry
FIA-HAAS	Flow Injection Analyses - Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry
FAAS	Flame Atomic Absorption Spectrometry; mixed acid digestion except for Au, leached with HBr-Br ₂
GRAV	Gravimetry; sodium carbonate fusion

Most information values were determined by INAA only; P was determined by ICP-AES and XRF; Ti was determined by ICP-MS; Zn was determined by FAAS and ICP-AES.

Participating NIST Analysts

Rocio Arvizu
Ellyn S. Beary
Diane S. Braverman
Michael S. Epstein
John D. Fassett
Karen M. Garrity
Robert R. Greenberg
W. Robert Kelly
Stephen E. Long
Elizabeth A. Mackey
John R. Moody
Karen E. Murphy
Paul J. Paulsen
Theresa A. Rush
Rajananda Saraswati
Johanna M. Smeller
Thomas W. Vetter
Robert D. Vocke
Robert L. Watters, Jr.

Participating Laboratories

J. Delles, H. Kanare; Construction Technology Laboratories, Inc., Skokie, IL 60077

P. Briggs, D. Siems; U.S. Geological Survey, Branch of Geochemistry, Lakewood, CO 80225

REFERENCES

- [1] Paule, R.C.; Mandel, J.; *Consensus Values and Weighting Factors*; J. Res. Natl. Bur. Stand., Vol. 87, pp. 377–385 (1982).
- [2] Christopher, S.J.; Long, S.E.; Rearick, M.S.; *Development of High Accuracy Vapor Generation ICP-MS and its Application to the Certification of Mercury in Standard Reference Materials*; Anal. Chem., Submitted for Publication (November 2000).
- [3] ISO; *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, ISBN 92-67-10188-9, 1st ed.; International Organization for Standardization: Geneva, Switzerland (1993); see also Taylor, B.N.; Kuyatt, C.E.; *Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results*; NIST Technical Note 1297, U.S. Government Printing Office: Washington, DC (1994); available at <http://physics.nist.gov/Pubs/>.

Certificate Revision History: 10 December 2004 (This revision reflects an update of the certified value for Hg based on new methodology, update expiration date, and editorial changes); 22 June 1993 (Original certificate date).

Users of this SRM should ensure that the certificate in their possession is current. This can be accomplished by contacting the SRM Program at: telephone (301) 975-6776; fax (301) 926-4751, email srminfo@nist.gov; or via the Internet at <http://www.nist.gov/srm>.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Allen, T. 1997. *Particle Size Measurement, Volume I*. 5^η έκδοση. Chapman & Hall, Λονδίνο.
2. American Coal Ash Association (ACAA 2008). *Advancing the Management and Use of Coal Combustion Products*. <http://www.acca-usa.org> (Πρόσβαση Φεβρουάριος 2008).
3. Arditsoglou A., Pataloti Ch., Terzi E., Sofoniou M. και Samara C. 2004. *Size distribution of trace elements and polycyclic aromatic hydrocarbons in fly ashes generated in Greek lignite-fired power plants* *The Science of the Total Environment* 323 (2004): 153-167..
4. Ash Development Association of Australia (ADAA 2008). <http://www.adaa.asn.au> (Πρόσβαση Μάρτιος 2008).
5. Association of Canadian Industries Recycling Coal Ash (CIRCA 2008). <http://www.circainfo.ca> (Πρόσβαση Μάρτιος 2008).
6. ASTM Standard C 33. *Specification for Concrete Aggregates*. ASTM International, West Conshohocken, PA.
7. ASTM Standard C 452. *Standard Test Method for Expansion of Portland Cement Mortars Exposed to Sulfate*, West Conshohocken, PA.
8. ASTM Standard C618 – 08. *Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete*. ASTM International, West Conshohocken, PA.
9. ASTM Standard E11-04. *Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes*. ASTM International, West Conshohocken, PA.
10. Barton T.P και Ziemer P.L 1986. *The effects of particle size and moisture content on the emanation of Rn from coal ash*. *Health Physics* Vol 50, No 5 (1986): 581-588.
11. BSI Standard BS 3406-1. 1986. *Methods for determination of particle size distribution- Part 1: Guide to powder sampling*. British Standards Institution, Λονδίνο.

12. BSI Standard BS 1796. 1989. *Test sieving. Methods using test sieves of woven wire cloth and perforated metal plate*. British Standards Institution, Λονδίνο.
13. Buhrke V.E., Jenkins R και Smith D.K. 1998. *A practical guide for the preparation of specimens for X-RAY fluorescence and X-RAY diffraction analysis*. Νέα Υόρκη, John Wiley & Sons.
14. Clarke L.B και Sloss L.L.,1992. *Trace elements- emissions from coal combustion and gasification*. Λονδίνο, IEA Coal Research.
15. Coles D., Ragaini R., και Ondov J.1978.*Behaviour of natural radionuclides in western coal-fired power plants*. Environmental Science and Technology Vol12, No 4 (1978): 442-446.
16. Ecosmart Concrete 2008. <http://www.ecosmartconcrete.com>. (Πρόσβαση Φεβρουάριος 2008).
17. European Coal Combustion Products Association (ECOBA 2008). <http://www.ecoba.com> (Πρόσβαση Μάρτιος 2008).
18. Fly Ash Information Center 2008. <http://www.fly-ash information-center.org.in>. (Πρόσβαση Φεβρουάριος 2008).
19. Fillipidis A., Georgakopoulos A., Kassoli-Fournaraki A., Misaelides P., Yiakkoupis P. και Broussoulis J. 1996. *Trace element contents in composited samples of three lignite seams from the central part of the Drama lignite deposit, Macedonia, Greece*. International Journal of Coal Geology 29 (1996):219-234.
20. Genitron 1995. *AlphaPUMP Technical Description*. Genitron Instruments GmbH, Φρανκφούρτη.
21. Genitron 1998. *Portable Radon Monitor "AlphaGUARD" User Manual*. Genitron Instruments GmbH, Φρανκφούρτη.
22. Genitron 1999. *Multiparameter Software AlphaVIEW Version 2.x, AlphaEXPERT Version 3.x Instruction Manual*. Genitron Instruments GmbH, Φρανκφούρτη.

23. Georgakopoulos A. 2000. *The Drama lignite deposit, Northern Greece: Insights from traditional coal analyses, rock-eval data, and natural radionuclides concentrations*. Energy Sources 22 (2000):497-513.
24. Georgakopoulos A. 2001. *Trace elements in the Lava Xylite/lignite deposit, Servia Basin, Northern Greece*. Energy Sources 23 (2001):143-156.
25. Georgakopoulos A., Fillipidis A. και Kassoli-Fournaraki A. 2002. *Leachability of major and trace elements of fly ash from Ptolemais power station, Northern Greece*. Energy Sources 24 (2002):103-113.
26. Gerlach R.W., Dobb D.E., Raab G.A. και Nocerino J.M., 2002. *Gy sampling theory in environmental studies. 1. Assessing soil splitting protocols*. Journal of Chemometrics 16:321-328.
27. Gerlach R.W., Dobb.D.E., Raab G.A., και Nocerino J.M. 2002. *Gy sampling theory in environmental studies*. Journal of Chemometrics 16 (2002):321-328.
28. Gilmore G και Hemingway J.D., 1995. *Practical Gamma-Ray Spectrometry*. Νέα Υόρκη, John Wiley & Sons.
29. Grammelis P., Skodras G., Kakaras E., Karangelos D.J., Petropoulos N.P., Anagnostakis M.J., Hinis E.P και Simopoulos S.E.2006. *Effects of biomass co-firing with coal on ash properties. Part II: Leaching, toxicity and radiological behaviour*. Fuel 85 (2006):2316-2322.
30. Hedvall, R., Erlandsson, B. και Mattsson, S. 1996. *Cs-137 in fuels and ash products from biofuel power plants in Sweden*. Journal of Environmental Radioactivity, 31 (1996): 103-117.
31. IAEA 2003. *Extent of environmental contamination by naturally occurring radioactive material (NORM) and technological options for mitigation*. Technical Report Series no. 419. International Atomic Energy Agency, Βιέννη.
32. ISO 3310-1:2000. *Test sieves - Technical requirements and testing - Part 1: Test sieves of metal wire cloth*. International Organization for Standardization, Γενεύη.
33. Joshi, R.C. και Lohtia, R.P., 1997. *Fly Ash in Concrete*. Gordon & Breach Science Publishers, Λονδίνο.

34. Kalkwarf D.R., Jackson P.O και Kutt J.C 1984. *Emanation coefficients for Rn in sized coal fly ash*. Health Physics Vol 48, No 4 (1985): 429-436.
35. Karangelos D.J., Petropoulos N.P., Anagnostakis M.J., Hinis E.P και Simopoulos S.E. 2004. *Radiological characteristics and investigation of the radioactive equilibrium in the ashes produced in lignite-fired power plants*. Journal of Environmental Radioactivity 77(2004):233-246.
36. Kovler K., Perevalov A., Steiner V. και Metzger L.A. 2005. *Radon exhalation of cementitious materials made with coal fly ash: Part I-scientific background and testing of the cement and fly ash emanation*. Journal of Environmental Radioactivity 82 (2005):321-334.
37. Lepy M.C., Be M.M. και Piton F.2001. *ETNA(Efficiency Transfer for Nuclide Activity Measurements):Software for Efficiency transfer and coincidence corrections in gamma-ray spectrometry*. Note Technique LNHB/01/09/F (2001).
38. Maraziotis E.A 1987. *Theoretical evaluation of the ^{222}Rn emanation coefficient for coal fly ash*. Health Physics Vol 52, No 3 (1987): 297-302.
39. Nazaroff W.W και Nero A.V. 1988. *Radon and its decay products in indoor air*. Νέα Υόρκη, John Wiley & Sons.
40. Papaetfthymiou H., Symeopoulos B.D και Soupioni M. 2007. *Neutron activation analysis and natural radioactivity measurements of lignite and ashes from Megalopolis basin, Greece*. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. Vol 274, No 1 (2007):123-130.
41. Papanikolaou C.,Kotis T., Foskolos A.και Goodarzi F.2004. *Coals of Greece: A review of properties, uses and future perspectives*. International Journal of Coal Geology 58 (2004):147-169.
42. Papastefanou C.1996. *Radiation impact from lignite burning due to ^{226}Ra in Greek coal-fired power plants*. Health Physics Vol 70, No 2 (1996):187-191.
43. Papastefanou C. και Charalampous S. 1984. *On the escaping radioactivity from coal power plants (ccp)*. Health Physics Vol 46, No 2 (1984):293-302.
44. Petropoulos N.P., Anagnostakis M.J. και Simopoulos S.E. 2001. *Building materials radon exhalation rate: ERRICCA intercomparison exercise results*. The Science of the Total Environment 272(2001): 109-118.

45. Petropoulos N.P., Anagnostakis M.J. και Simopoulos S.E.2001. *Photon attenuation, natural radioactivity content and radon exhalation rate of building materials*. Journal of Environmental Radioactivity 61(2002):257-269.
46. Retsch 2006α. *Operating instructions for sieving machine type AS 200 Control*. Retsch GmbH, Haan. (Doc. Nr. 98.018.0000).
47. Retsch 2006β. *Software description "EasySieve"*. Retsch GmbH, Haan.
48. Roeck D.R., Reavey T.C και Hardin J.M. 1987.*Partitioning of natural radionuclides in the waste streams of coal-fired utilities*. Health Physics Vol 52, No 3 (1987):311-323.
49. Rouni P.K., Petropoulos N.P., Anagnostakis M.J., Hinis E.P και Simopoulos S.E. 2001.*Radioenviromental survey of the Megalopolis lignite field basin*. The Science of the Total Environment 272(2001): 261-272.
50. Sakorafa V., Michailidis K., και Burragato F.1996.*Mineralogy, geochemistry and physical properties of fly ash from Megalopolis lignite fields, Peloponnese, Southern Greece*. Fuel Vol 75, No 4(1996):419-423.
51. Salvat F., Fernandez-Varea J.M και Sempau J.2006. PENELOPE-2006, A Code System for Monte Carlo Simulation of Electron and Photon Transport. Μπαρτσελόνα.2006.
52. Samuelsson C και Pettersson H. *Exhalation of ²²²Rn from porous materials*. Radiation Protection Dosimetry Vol 7, No 1-4: 95-100.
53. Samuelsson C. 1990. *The Closed-Can Exhalation Method for Measuring Radon*. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology 95(1990): 167- 169.
54. Schumacher B.A., Shines K.C., Burton J.V και Papp M.L., 1990. *A comparison of soil sample homogenization techniques*. Νεβάδα, U.S. Environmental Protection Agency (EPA 600//X-90/043).
55. Simopoulos S.E. και Angelopoulos. M.G. 1987.*Natural radioactivity releases from lignite power plants in Greece*. Journal of Environmental Radioactivity 5(1987):379-389.

56. Tadmor Jacob.1986.*Radioactivity from coal-fired power plants: A review.* Journal Enviromental Radioactivity 4 (1986):177-204.
57. Turner Fairbank Highway Research Center (TFHRC), 2008. *User Guidelines for waste and byproduct materials in pavement construction.* <http://www.tfhr.gov/hnr20/recycle/waste/begin.htm> (Πρόσβαση Ιούνιος 2008).
58. UCOR 2003. Utilization of residues from biomass co-combustion in pulverized coal boilers. Final Technical Report. Universität Stuttgart Institut für Verfahrenstechnik und Dampfkesselwesen (IVD).Στουτγάρδη 2003.(NNE5/1999/366)
59. United Kingdom Quality Ash Association 2008. . <http://www.ukqaa.org.uk>. (Πρόσβαση Φεβρουάριος 2008).
60. Valkovic V.1983. *Trace elements in coal, Volume I.*CRC Press, Inc, Φλόριντα.
61. Vassilev S.V. και Vassileva C.G. 2005. *Methods for characterization of composition of fly ashes from coal-fired power stations: A critical overview.* Energy & Fuels 19 (2005):1084-1098.
62. Wachasunder S.D και Pandya G.H. 2002. *Instrumental determination of trace metals in fly ash by INAA and AAS techniques and its statistical analysis.*Water,Air, and Soil Pollution 135(2002):325-334.
63. Αθανασίου Νικολάου 2006. *Προσομοίωση της Αλληλεπίδρασης Φωτονιακών Ακτινοβολιών και Ύλης με χρήση του κώδικα Penelope-Εφαρμογή σε Προβλήματα Υπολογισμού Θωρακίσεων κα Βαθμονόμησης Ανιχνευτικών Διατάξεων.* Διπλωματική Εργασία ΕΠΤ-ΕΜΠ. Αθήνα 2006.
64. Αναγνωστάκης Μάριος 1998.*Γ-φασματοσκοπική ανάλυση δειγμάτων χαμηλών ραδιενεργειών στην περιοχή χαμηλών ενεργειών .*Διδακτορική Διατριβή ΕΠΤ-ΕΜΠ. Αθήνα 1998.
65. Αντωνιάδης Π.Α. 1985. *Κοιτασματολογία Ενεργειακών Ορυκτών Πόρων.* ΕΜΠ. Αθήνα 1985
66. ΕΛΟΤ EN 10204 E2. 2005. *Μεταλλικά προϊόντα - Τύποι εγγράφων ελέγχου.* Ελληνικός Οργανισμός Τυποποίησης.

67. Ινστιτούτο Τεχνολογίας και Εφαρμογών Στερεών Καυσίμων (ΙΤΕΣΚ), 2008. *Το ελληνικό site για την Ιπτάμενη Τέφρα*. <http://www.flyash.gr/> (Πρόσβαση Ιούνιος 2008).
68. Μπαρούνης Αριστείδης. *χ.χ. Οι Ελληνικοί Γαιάνθρακες*.
69. Ρούνη Παναγιώτα. 2008. *Ανίχνευση ιχνοστοιχείων σε δείγματα περιβαλλοντικής σημασίας με χρήση μεθόδων Πυρηνικής Τεχνολογίας*. Διδακτορική Διατριβή ΕΠΤ-ΕΜΠ. Αθήνα 2008.
70. Σιαβάλας Γεώργιος 2005. *Εφαρμογή μεθόδων οργανικής πετρολογίας και οργανικής γεωχημείας στη μελέτη της ρύπανσης των ιζημάτων του Αλφειού ποταμού από την εκμετάλλευση του λιγνιτικού κοιτάσματος της Μεγαλόπολης*. Μεταπτυχιακή Εργασία Ειδίκευσης. Τμήμα γεωλογίας, Πανεπιστήμιο Πατρών. Πάτρα 2005.
71. Τσικριτζής Λάζαρος 2003. *Μελέτη της βιοσυσσώρευσης βαρέων μετάλλων και ραδιονουκλιδίων σε φυτικούς οργανισμούς στη Δυτική Μακεδονία*. Διδακτορική Διατριβή. Τμήμα Βιολογίας Α.Π.Θ. Θεσσαλονίκη 2003.
72. Τσίμας Σ και Τσιβίλης Σ. 1999. *Επιστήμη και Τεχνολογία Τσιμέντου*. ΕΜΠ. Αθήνα 1999.