

X-Ray Difraksiyon Analizlerinde Standart Sapma Yöntemi Uygulaması île Plajiyoklamların Anortit Yüzdelerinin Belirlenmesi

The determination of the anorthite content of plagioclases by the application of the standart deviation method to the x-ray diffraction analyses

SALİM GENÇ

K.Ü. Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Trabzon

Üz i Plajiyoklamların anortit yüzdelerinin x-ray difraksiyon analizleri yardımıyla belirlenmesi yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu analizlerin yapılmasında kontrolü sağlamak için "standart sapma" diye bilinen ve okumalarda hata oranını ortaya koyarak yapılan işlemlerin doğruluk derecesini gösteren yöntemden yararlanılabilir. Bu yöntem burada, (CuK_{α1}) radyasyonu ile çalışılan bir Philips difraktometresiyle analiz edilen ve (131) ve (131-) yansımaları için grafik değerleri kullanılan bir kayalık örneğine uygulanmakta ve bu yolla plajiyoklamların anortit yüzdesi belirlenmektedir.

ABSTRACT : The determination of the anorthite contents of plagioclases by x-ray diffraction analyses is an extensively used method. In order to control the results obtained during these analyses, the method known as "standart deviation" indicating the rate of error in readings and showing the degree of preciseness of the procedure to progress, may be utilized. This method here, is applied to a rock sample analysed by a Philips diffractometer using (CuK_{α1}) radiation, for the purpose of employing the graphical values of its (131) and (131-) reflections, and in this way the anorthite content of the plagioclases is determined.

ÖİBtŞ

X-ray difraksiyon analizlerinden yararlanılarak plajiyoklasların ayırtlanması çeşitli yazarlar tarafından tartışılmıştır. Bu tartışmalar laboratuvar çalışmalarında elde edilen, plajiyoklaslara özgü difraksiyon modellerinin (grafiklerinin) plajiyoklasın amorfite yüzdesine bağlı olarak konum ve yefinlik bakımından değişiklik göstermesi temeline dayanır. Gay (1953) $Ab_{80}An_{70}$ — Ab_0An_{100} serisi içinde bulunan bir μM plajiyoklas örneğinin difraksiyon modellerini inceledi ve bu yolla her modelin özelliklerini örneğin bileşimi ve oluşabileceği ısı koşulları açısından irdeledi, Goodyear ve Duff in (1954), olasılı olarak düşük ısı kökenli ve Jeokimyasal olarak analiz edilmiş plajiyoklaslarla yüksek ısıya özgü plajiyoklasları inceledi ve anortit yüzdelерinin belirlenebilmesi için bazı diyagramlar önerdiler, Aynı yazarlar daha sonraki incelemeleri (Goodyear ve Duffin 1955) sonunda da yeni diyagramlar önererek plajiyoklasların X-ray difraksiyon yöntemiyle ayırtlanabilmesine katkıda bulundular. Benzer nitelikli çalışmalar sonraları Smith (1956), Smith ve Yoder (1956), Slemmons (1962), Bambauer et. al (1965), ve Bambauer et. al. (1967) tarafından sürdürüldü ve konu etraflıca ele alındı.

Her ne kadar bu yazarların tümü plajiyoklasların anortit yüzdelерinin bulunması için çeşitli yöntemler önermişse de hiç birisi bu amaçla yapılan laboratuvar çalışmalarının doğrulukunu denetlemeye ilişkin herhangi bir yöntemden söz etmemişlerdir. Halbuki yapılan işlemin doğruluk derecesinin ve buna bağlı olarak ulaşılan sonuçun ne derece duyarlı olduğunun bilinmesi sonu kez büyük yararlar sağlar. İşte bu yazıda —Genç (1977)»de de kısaca definildiği gibi— x-ray difraksiyon analizlerinin doğrulukunun standart sapma yöntemiyle nasıl denetlenebileceği ele alınacak ve bu konu Bambauer et. al. (1967) tarafından verilen ve anortit yüzdelерinin belirlenmesi için kullanılan diyagramların birisiyle birlikte bir örnek üzerinde açıklanacaktır.

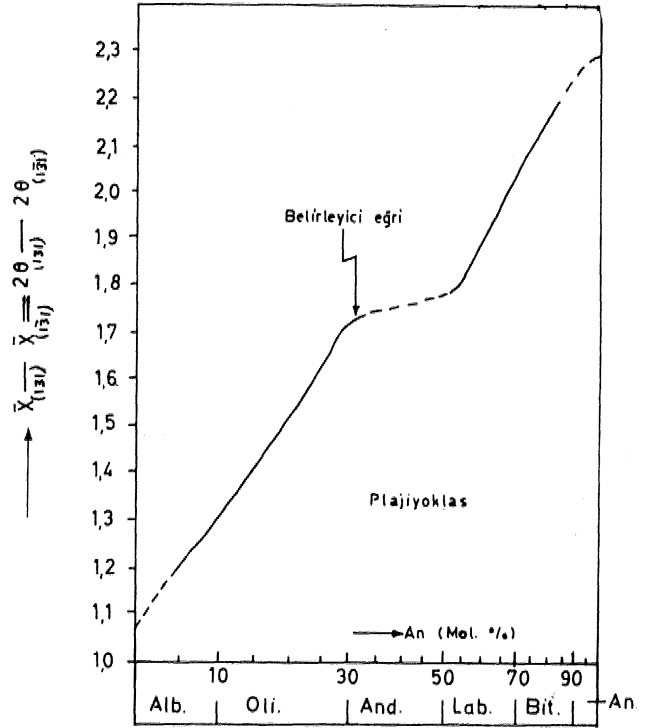
YÖNTEM VE "UYGULAMA

Yukarıda sözü edilen diyagram (131) ve (131-) yüzeyleri kullanılarak ve 2θ ($GuKoCj$) = $21^\circ - 37^\circ$ deferi için hazırlanmıştır (şekil 1), Bu nedenle örnek olarak seçilen kayaç, pudra haline getirildikten sonra analiz için ($CuK\alpha_1$) radyasyonu ile çalışılan bir Philips difraktometre aleti kullanılmı ve örnek, aletin 1 derece/dakika ve 2 derece/dakika çalışma hızlarında ve $2\theta = 20 - 40$ derece arasında olacak şekilde üç kez analiz edilmiştir. Başka bir deyimle, örneğin pudrası Philips difraktometresiyle analiz için kullanılan Al çerçevelerden, birbirinin aynı olan ÜQ tanesi üzerine kaplanmış ve her çerçevedeki pudra ayrı ayrı analte edilmiştir. Sonuçta elde edilen ortalama deferler için geçerli standart sapmalar Moroney (1975) tarafından tanımlanan

$$2 < X_1 - X_2 > B$$

yan yöntemine göre ve $ss = \frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n}$ formülü uygulanarak bulunmuştur, Bu formülde :

- s = standart sapma (numune sapması),
- X = 2θ = Yansıma açısı (Bragg açısı), Aynı bir (131) veya (131-) yüzeyi için defigik



Şekil 1: ($CuK\alpha_1$) radyasyonu ile çalışılan bir x-ray difraktometresiyle analiz edilen bir kayaç örneğindeki plajiyoklasların amorfite yüzdelерinin bulunmasında kullanılan ve (131), (131-) yansımaları için hazırlanan model diyagram (Bambauer ve diğerleri 1967'den kısmen değiştirilerek alınmıştır).

Kısaltmalar :

- Alb. = albit, Oli. = oligoklas,
- And. = andezin, Lab. = labradorit,
- Bit. = bitovnit, An. = anortit.

Figure 1: Model diagram prepared for (131), (131-) reflections for using in the determination of anorthite content of plagioclases in a rock sample analysed by an x-ray diffractometer utilizing ($CuK\alpha_1$) radiation (partly modified from Bambauer et. al. 1967).

Abbreviations:

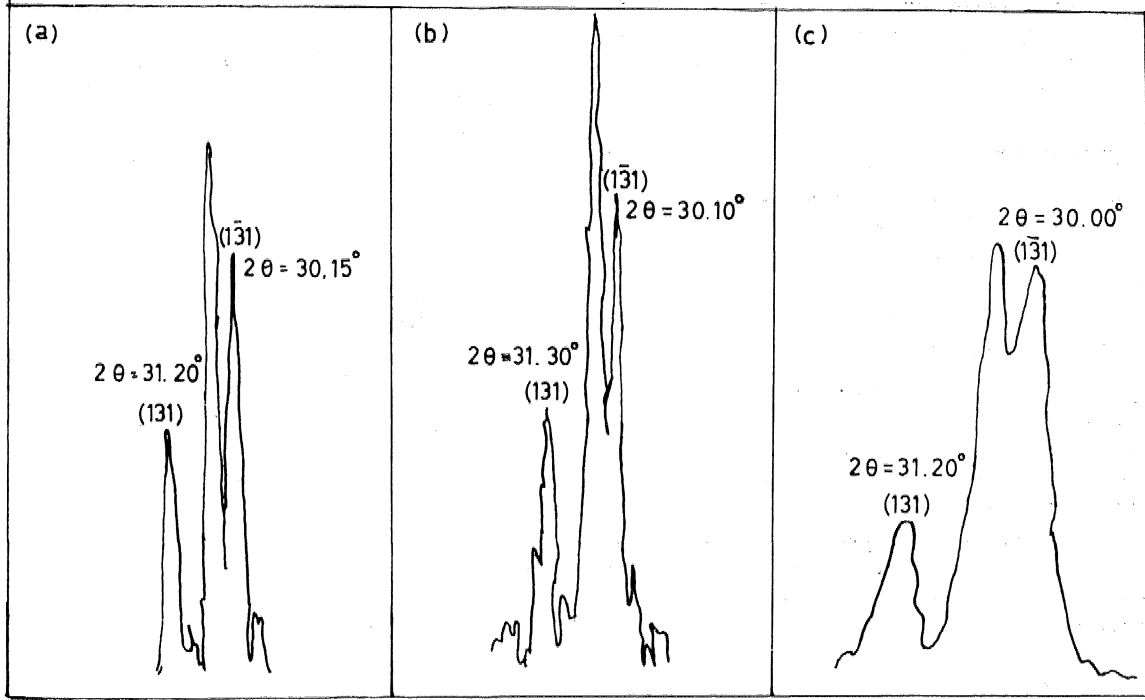
- Alb. = albite, Oli. = oligoclase,
- And. = andesine, Lab. = labradorite,
- Bit. = bytownite, An. = anorthite.

Üç analizden elde edilen deferlerden (grafiklerden) alınır, örneğin Şekil 2-a, b» c'deki grafikler (131) yüzeyi için $31,20$ derece, $31,30$ ve $31,20$ derece deferlerini, (131-) yüzeyi içinse $30,15^\circ$, $30,10^\circ$ ve $30,00^\circ$ deferlerini verir,

X- « farklı okumaların ortalama deferi,

n = okuma sayısı (Örneğimizde numune 3 kez analiz edildiği için n-3).

Bu duruma göre şimdi (131) yüzeyine ilişkin okumalar için s deferini bulalım:



Şekil 1 i Flajiy oklasların anortit yüzdeleri belirlemek amacıyla x-ray difraktometresiyle analiz edilen bir tonalit örneğinden elde edilen (131) ve (131̄) tepelikleri ile bunlara karşılık gelen %Q ağırlarını gösterir grafikler (Genç İdil'den alınmıştır)

Figure 1: Graphs showing the peaks of (131) and (131̄) reflections with accompanying %B angles obtained from a tonalite sample analysed by x-ray diffractometer for the purpose of determining the anorthite contents of plagioclases (after Genç 1977)

$X_i = 2\theta$	X^-	$X_i - X^-$	$(X_i - X^-)^2$
31,20		-0,04	0,0016
31,30	→ 31,24	0,06	0,0036
31,20		-0,04	+ 0,0016
			0,0068

$$s^2 = \frac{\sum (X_i - X^-)^2}{n} = \frac{0,0068}{3} = 0,0023$$

$$s = \sqrt{0,0023} \rightarrow s = 0,045$$

Böylece (131) yüzeyi için $X_i = 2\theta = 31,24$ derece değeri 0,045'lik (s) değerini içermektedir yani $X^- = 31,24 \pm 0,045$ dir.

Aynı işlemler (131̄) yüzeyi için yapırsa:

$X_i = 2\theta$	X^-	$X_i - X^-$	$(X_i - X^-)^2$
30,15		0,07	0,0049
30,10	→ 30,08	0,02	0,0004
30,00		-0,08	+ 0,0064
			0,0117

$$s^2 = \frac{0,0117}{3} = 0,0039$$

$$s = \sqrt{0,0039} = 0,06 \rightarrow X^- = 30,08 \pm 0,06 \text{ olur.}$$

Alman bu örnekte X^- için bulunan standart sapma değerleri çok küçüktür ve bu nedenle de göz önüne alınmayabilirler. Bununla beraber efektif standart sapma miktarları ortalama X^- değerlerini etkileyecek kadar büyük olsaydı bu, kayaç örneğindeki anortit yüzdesinin farklı bulunmasına neden olacak ve sonuçta numunenin yeniden difraktometre ile analiz edilmesi gerekecekti. Bu duruma göre örnekte bulunan (131) defrelerini yani (131) için 31,24 derece ve (131̄) için 30,08 dereceyi, kayaç örneğinin içerdiği plajiyoklast anortit yüzdesini bulmada kullanabiliriz. Bu amaçla $3C-(131)$ ve $X^-(131̄)$ arasındaki fark hesap edilir ve bulunan değer şekil 1'deki düşey hat boyunca bulunarak buradan şeklin yatay hattına (bu hat anortitin molekül yüzdesini gösterir) bir paralel çizilir; bu paralelin belirleyici eğriyi kestiği noktadan da düşey kenara bir paralel çizilerek plajiyoklast anortit yüzdesi bulunmu olur.

Örneğimizde:

$$\begin{aligned} X^-(131) - X^-(131̄) &= 2\theta_{(131)} - 2\theta_{(131̄)} \\ &= 31,24 - 30,08 \\ &= 1,16 \rightarrow \text{Albit (An}_{0-7}\text{)} \end{aligned}$$

bulunur.

SONUÇ

X-ray difraksiyon analizlerinin kontrol edilmesini ve böylece daha sağlıklı sonuçlara ulaşılmasını sağla-

mak için standart sapma yönteminin uygulanmasında büyük yarar vardır. Bunun için de aynı bir kayaç örneğinin birden fazla analizinin yapılması ve böylece hata payının hesaplanabilmesini mümkün kılmak gerekir.

KATKI BELİRTME

Yazar, bu çalışmalarını sürdürürken yakın ilgilerini gördüğü "University College of Wales" in Jeoloji bölümü elemanlarına ve özellikle H. A. Edwards'a teşekkürü bir borç bilir.

BEĞENİLMİŞ BELGELER

- Bambauer, H.U., Oorlett, M. Eberhard, E, Gubser, R; Laves, F; Nissen, H.U, Viswanathan, K, 1965, Variations in x-ray powder patterns of low structural state plagioclases, Schweiz. Min Petr, Mitt., c, 45/1, s, 327-830,
- Bambauer, H.IJ. Oollett, M. Eberhard, E. Viswanathan» K, 1967, Diagrams for the determination of plagioclases using x-ray powder methods. Schweiz, Min, Petr, Mitt, c, 47, s. 333-340,

- Gay, P., 1953, The structures of the plagioclase feldspars: III, An x-ray study of anorthites and bytownites, Min. Mag., c, 30, s, 169-177,
- Genç, S., 1977, Geological evolution of the southern margin of the Bitlis massif, Lice-Kulp district, SE Turkey, Yayınlanmamış, doktora tezi, University of Wales, İngiltere,
- Goodyear, J, Duff in, W.J., 1954, The identification and determination of plagioclase feldspars by the x-ray powder method, Min, Mag., c. 30, 306-326, — — — ^ # > 1955, The determination of composition and thermal history of plagioclases by the x-ray powder method. Min, Mag., c. 30, s, 648-656,
- Moroney, M.J., 1975, Facts from figures. 472 s., Penguin Serisi, London,
- Smith, J.V, 1956, The powder patterns and lattice parameters of plagioclase feldspars, 1, The soda rich plagioclases. Min, Mag., c. 31, s. 47-68,
- Smith, J,R, Yoder, H.S, Jr., 1956, Variations in x-ray powder diffraction patterns of plagioclase feldspars, Am, Min., c. 41, s. 632-647.