

## ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΠΟΣΟΣΤΟΥ ΤΟΥ ΑΜΟΡΦΟΥ ΥΛΙΚΟΥ ΜΕ ΤΗ ΧΡΗΣΗ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΟΓΡΑΜΜΑΤΩΝ ΑΚΤΙΝΩΝ-Χ

Καντηράνης Ν.<sup>1</sup>, Στεργίου Α.<sup>2</sup>, Φιλιππίδης Α.<sup>1</sup>, και Δρακούλης Α.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Τομέας Ορυκτολογίας-Πετρολογίας-Κοιτασματολογίας, Τμήμα Γεωλογίας, Α.Π.Θ. 541 24 Θεσσαλονίκη, [kantira@geo.auth.gr](mailto:kantira@geo.auth.gr), [anestis@geo.auth.gr](mailto:anestis@geo.auth.gr), [alexdr@geo.auth.gr](mailto:alexdr@geo.auth.gr)

<sup>2</sup> Τομέας Εφαρμογών Φυσικής και Φυσικής Περιβάλλοντος, Τμήμα Φυσικής Α.Π.Θ. 541 24 Θεσσαλονίκη, [stergiou@auth.gr](mailto:stergiou@auth.gr)

### ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Πρότυπα μίγματα άμορφου υλικού (ηφαιστειακό γυαλί) και κρυσταλλικής φάσης (ισόποσα συμμετείχαν μοντομοριλλονίτης, μοσχοβίτης, χιουλανδίτης, χαλαζίας και ασβεστίτης) προετοιμάστηκαν στις ακόλουθες κατά βάρος αναλογίες μετά από ζύγιση: 100-0, 75-25, 50-50, 25-75 και 0-100, αντίστοιχα και μελετήθηκαν με τη μέθοδο της περιθλασιμετρίας ακτίνων-Χ κόνεως (Powder X-Ray Diffraction). Από τα περιθλασιογράμματά τους και με τη χρήση δύο διαφορετικών τεχνικών υπολογίστηκε το ποσοστό του άμορφου υλικού. Τα δύο ακραία πρότυπα μίγματα αποτέλεσαν τα μίγματα αναφοράς. Κατά την πρώτη τεχνική προσδιορίστηκε από το περιθλασιογράμμα το εμβαδόν της πλατύκυρτης ανάκλασης του άμορφου υλικού και προέκυψε αναλογικά με το πρότυπο μίγμα 100:0 το ποσοστό του, ενώ κατά τη δεύτερη εκτιμήθηκε η κρυσταλλικότητα του κάθε πρότυπου μίγματος και εξ αυτής προέκυψε το ποσοστό του άμορφου υλικού. Βρέθηκε ότι μεταξύ των δύο τεχνικών υπάρχει πολύ καλή ταύτιση και η απόκλισή τους σε σχέση με τις πραγματικές τιμές κυμάνθηκε στο  $\pm 3$  % κ.β. Η ποσοστιαία αναλογία των ορυκτών της κρυσταλλικής φάσης με βάση τις τιμές που προέκυψαν από την εφαρμογή του συντελεστή απορρόφησης μάζας είναι σε πολύ καλή συμφωνία με τις πραγματικές. Η μέθοδος της περιθλασιμετρίας ακτίνων-Χ μπορεί να αποτελέσει ένα πολύ καλό εργαλείο για τον ημιποσοτικό προσδιορισμό του άμορφου υλικού που περιέχεται σε ένα δείγμα.

### 1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Η μέθοδος της περιθλασιμετρίας κόνεως ακτίνων-Χ (PXRD) αποτελεί μια από τις σημαντικότερες μεθόδους ποιοτικού και ημιποσοτικού προσδιορισμού της ορυκτολογικής σύστασης ενός δείγματος πετρώματος (Zussman 1977). Αναπτύχθηκε στις αρχές του 20<sup>ου</sup> αιώνα και εξελίχθηκε μέχρι τις ημέρες μας σημαντικά, ιδιαίτερα με τη χρήση ηλεκτρονικών βάσεων δεδομένων και υπολογιστικών πακέτων που ελαχιστοποιούν τον χρόνο επεξεργασίας, εκτίμησης και προσδιορισμού της ορυκτολογικής σύστασης ενός δείγματος. Η παρουσία άμορφων φάσεων σε ένα δείγμα (π.χ. ηφαιστειακό γυαλί, άμορφο/κολλοειδές SiO<sub>2</sub> κ.α.) γίνεται φανερό με τη μορφολογική εξέταση του περιθλασιογράμματός του. Με τη χρήση ακτινοβολίας Cu (CuK<sub>α</sub>) το άμορφο υλικό εμφανίζεται με τη μορφή πλατύκυρτης ανάκλασης σε γωνίες 2θ μεταξύ 10-50° περίπου ανάλογα με τη χημική του σύσταση (Guinier 1963), πιο συχνά όμως εμφανίζεται μεταξύ 10-18° (Kantiranis et al. 1999). Η δυσκολία στον υπολογισμό του ποσοστού του άμορφου υλικού με τη μέθοδο της περιθλασιμετρίας ακτίνων-Χ (PXRD) οδηγεί πολλές φορές στην παράβλεψή του με αποτέλεσμα την υπερεκτίμηση του ποσοστού των κρυσταλλικών φάσεων και κατά συνέπεια τον υπολογισμό μη αντιπροσωπευτικής ορυκτολογικής σύστασης για το εξεταζόμενο δείγμα.

Ο ρόλος του άμορφου υλικού σε ένα φυσικό υλικό και κατ' επέκταση η επίδρασή του στις ιδιότητες του υλικού αυτού είναι ιδιαίτερα σημαντικός. Σύμφωνα με τον Bye (1983) το άμορφο υλικό επηρεάζει έντονα τις πουζολανικές ιδιότητες ενός δείγματος, ενώ σύμφωνα με τους Vasely and Pekarek (1972) και Kantiranis et al. (2002) αυξάνει σημαντικά τη δεσμευτική του ικανότητα. Οι δύο αυτές παράμετροι, πουζολανικότητα και δεσμευτική ικανότητα, επηρεάζουν σημαντικά τις χρήσεις ενός βιομηχανικού πετρώματος και είναι από τις βασικότερες ιδιότητές του.

Στην παρούσα εργασία γίνεται προσπάθεια για τον υπολογισμό του ποσοστού του άμορφου υλικού με περιθλασιογράμματα πρότυπων δειγμάτων που προετοιμάστηκαν ειδικά για το σκοπό αυτό, με τη συνδυασμένη χρήση δύο τεχνικών, μιας αναλογικής και μιας με λογισμικό που αναπτύχθηκε και βελτιώθηκε για τη μέτρηση του βαθμού κρυσταλλικότητας ενός δείγματος.

## 2 ΥΛΙΚΑ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΙ

Κονιοποιημένες καθαρές ορυκτολογικές φάσεις και φυσικό άμορφο υλικό χρησιμοποιήθηκαν για την προετοιμασία ειδικών πρότυπων μιγμάτων ορυκτών και άμορφου σε διάφορες κατά βάρος αναλογίες. Ως πρότυπα κρυσταλλικά υλικά επιλέχθηκαν τα ορυκτά μοντοριλλονίτης, μοσχοβίτης, χιουλανδίτης, χαλαζίας και ασβεσίτης, ενώ ως άμορφο υλικό χρησιμοποιήθηκε οψιδιανός (ηφαιστειακό γυαλί). Η καθαρότητα του άμορφου και των ορυκτών ελέγχθηκε πριν την ανάμιξή τους με τη μέθοδο της περιθλασιμετρίας ακτίνων-Χ κόνεως (PXRD).

Προετοιμάστηκαν συνολικά πέντε πρότυπα μίγματα άμορφου και κρυσταλλικής φάσης με τις ακόλουθες % κατά βάρος αναλογίες: 100-0, 75-25, 50-50, 25-75 και 0-100, αντίστοιχα. Στην % κατά βάρος σύσταση της κρυσταλλικής φάσης η συμμετοχή του κάθε ορυκτού ήταν ισότιμη. Κάθε μίγμα που ζύγιζε 0,5 g ακριβώς, τοποθετήθηκε σε φιαλίδιο των 20 mL, προστέθηκαν 10 mL ακετόνη και ομογενοποιήθηκε σε συσκευή περιστροφικής ανάδευσης για 24 ώρες. Κατόπιν τα μίγματα ξηράθηκαν σε θερμοκρασία δωματίου και από κάθε ένα προετοιμάστηκε παρασκευάσμα κόνεως τυχαίου προσανατολισμού για μελέτη με τη μέθοδο PXRD. Η σάρωση έγινε σε περιθλασίμετρο τύπου PHILIPS PW1820/00, εξοπλισμένο με μικροεπεξεργαστή PW1710/00 και λογισμικό PCAPD v3.6 (1994) για την αυτόματη λήψη και επεξεργασία των δεδομένων της σάρωσης σε ψηφιακή μορφή. Χρησιμοποιήθηκε λυχνία Cu και φίλτρο Ni για την λήψη  $CuK_{\alpha}$  ακτινοβολίας, ενώ η περιοχή σάρωσης γωνίας  $2\theta$  ήταν  $3-63^{\circ}$ . Ο τρόπος προετοιμασίας των παρασκευασμάτων, οι δειγματολήπτες και οι συνθήκες σάρωσης των δειγμάτων ήταν ακριβώς ίδιες σε κάθε περίπτωση, τόσο για τις καθαρές φάσεις όσο και για τα πρότυπα μίγματα.

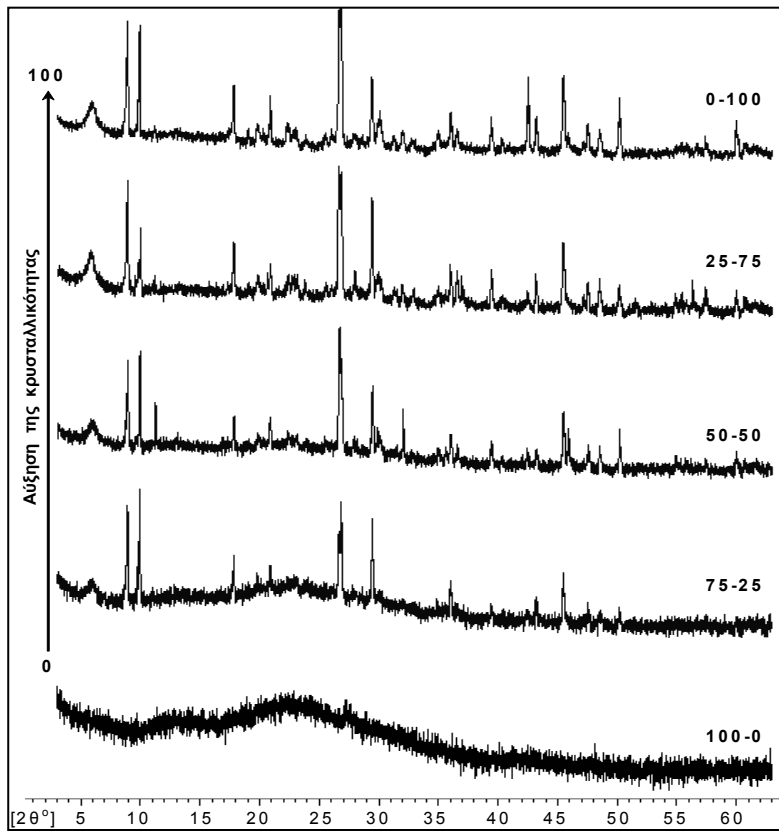
Το άμορφο υλικό κάθε πρότυπου μίγματος υπολογίστηκε με δύο τεχνικές. Στην πρώτη αναλογικά, με σύγκριση του εμβαδού που σχηματίζει η πλατύκυρτη ανάκλαση του άμορφου υλικού των πρότυπων μιγμάτων 75-25, 50-50 και 25-75 με το εμβαδόν που σχηματίζει η αντίστοιχη ανάκλαση του πρότυπου που αποτελείται από 100% άμορφο υλικό (Σχ. 1). Με τον τρόπο αυτό αντιμετωπίζεται το πρόβλημα της επίδρασης του συντελεστή απορρόφησης μάζας στη γεωμετρία ενός περιθλασιογράμματος εάν για σύγκριση χρησιμοποιούνταν κάποιο άλλο άμορφο υλικό, διαφορετικής χημικής σύστασης. Κατά τη δεύτερη, με τη χρήση λογισμικού (CRYST, Stergiou 1995) που αναπτύχθηκε για τον υπολογισμό του βαθμού κρυσταλλικότητας ενός δείγματος. Με τη βοήθεια αυτού αναλύεται το περιθλασιόγραμμα σε επί μέρους ανακλάσεις, που περιγράφονται με γνωστές εκθετικές συναρτήσεις μορφής. Η συνισταμένη όλων των ανακλάσεων (και του άμορφου) ταυτοποιείται με το περιθλασιόγραμμα με τη μέθοδο fitting. Τελικά αφού επιτευχθεί ικανοποιητική ταύτιση, δίνεται ο βαθμός κρυσταλλικότητας του δείγματος (σε κλίμακα από 0 έως 1) και εξ αυτού το ποσοστό της άμορφης φάσης που περιέχεται σε κάθε δείγμα.

Η αξιολόγηση της ημιποσοτικής ορυκτολογικής σύστασης της κρυσταλλικής φάσης των εξεταζόμενων πρότυπων μιγμάτων έγινε με βάση τις μετρήσεις των εντάσεων σε συγκεκριμένες ανακλάσεις των ορυκτών (με τιμές  $d$ : μοντοριλλονίτης  $\sim 15 \text{ \AA}$ , μοσχοβίτης  $9,98 \text{ \AA}$ , χιουλανδίτης  $8,97 \text{ \AA}$ , χαλαζίας  $4,26 \text{ \AA}$  και ασβεσίτης  $3,03 \text{ \AA}$ ), λαμβάνοντας υπόψη την πυκνότητα και το συντελεστή απορρόφησης μάζας των ορυκτών που προσδιορίστηκαν για ακτινοβολία  $CuK_{\alpha}$ . Οι τιμές αυτές συγκρίθηκαν με τις πραγματικές αναλογίες των ορυκτών σε κάθε πρότυπο δείγμα και ελέγχθηκε η αξιοπιστία της μεθόδου.

## 3 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ

Από τη μορφολογική εξέταση του πρότυπου μίγματος 100:0 που αποτελείται μόνο από άμορφο υλικό (Σχ. 1) γίνεται φανερή η παρουσία τριών πλατύκυρτων ανακλάσεων. Η πρώτη, είναι έντονη και εμφανίζεται μεταξύ  $9$  και  $17^{\circ} 2\theta$ , η δεύτερη είναι πολύ έντονη και εμφανίζεται μεταξύ  $17$  και  $39^{\circ} 2\theta$ , ενώ η τρίτη είναι αδύναμη και εμφανίζεται μεταξύ  $39$  και  $49^{\circ} 2\theta$ . Σύμφωνα με τον Guinier (1963) η παρουσία περισσότερων της μιας πλατύκυρτων ανακλάσεων άμορφου υλικού σε ένα δείγμα συνδέεται με την ύπαρξη πυρήνων άμορφου υλικού διαφορετικού μοριακού μεγέθους.

Η διαφοροποίηση του μεγέθους των μορίων του άμορφου υλικού οφείλεται στη διαφοροποίηση της χημικής τους σύστασης. Από την τιμή της γωνίας  $2\theta$  όπου συναντάται το μέγιστο της κάθε πλατύκυρτης ανάκλασης του άμορφου υλικού είναι δυνατόν να υπολογιστεί το μέγεθος των μορίων του (Guinier, 1963). Η αναγνώριση των πλατύκυρτων ανακλάσεων όσο αυξάνεται το ποσοστό της κρυσταλλικής φάσης χρειάζεται ιδιαίτερη προσοχή και είναι απαραίτητη η σύγκρισή του με το 0-100 πρότυπο μίγμα.



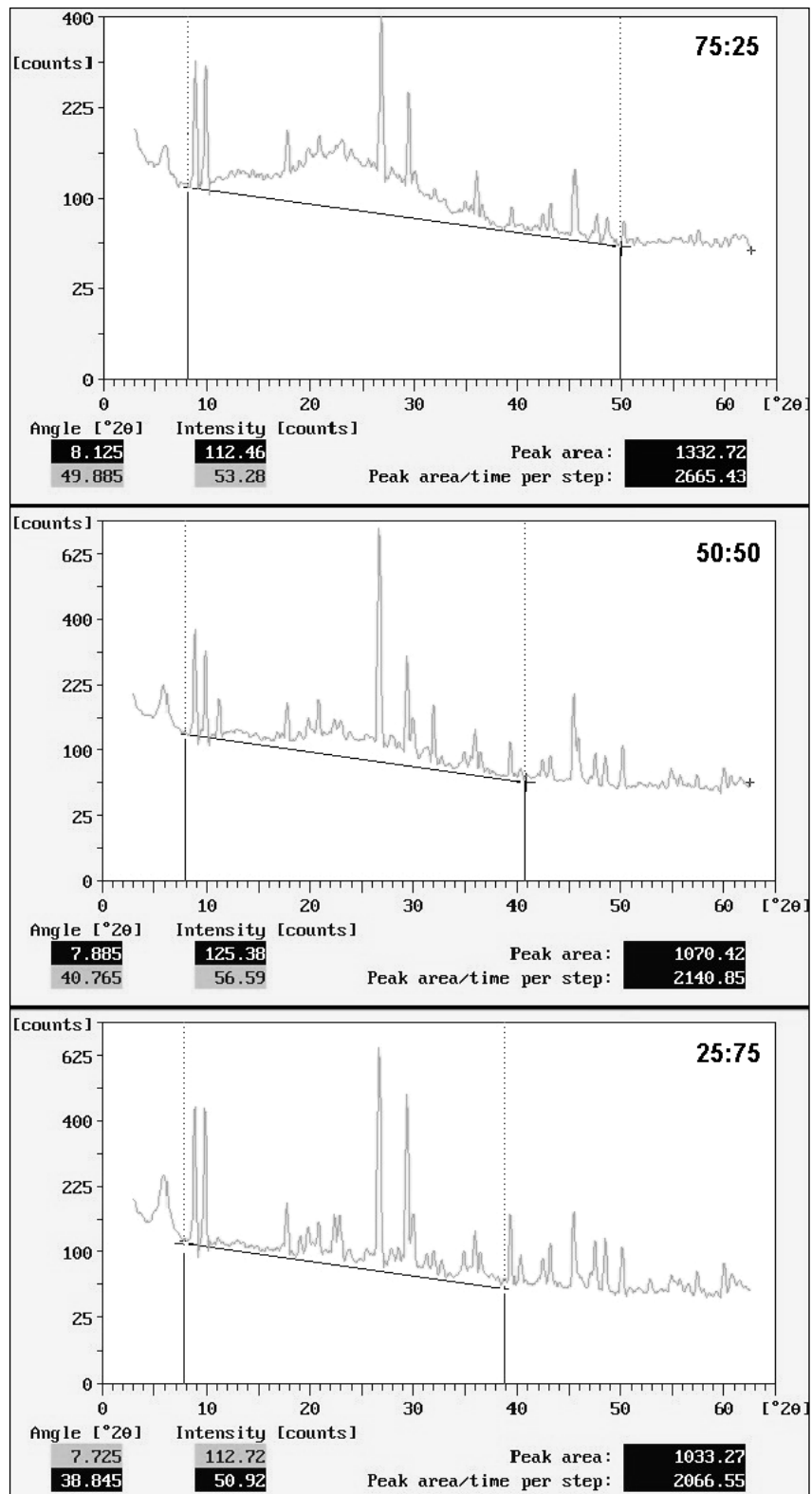
Σχήμα 1. Περιθλασιογράμματα των πρότυπων μιγμάτων.

Στον πίνακα 1 δίνονται τα αποτελέσματα του προσδιορισμού του άμορφου υλικού, αλλά και της ποσοστιαίας αναλογίας των ορυκτών που συμμετέχουν στην κρυσταλλική φάση των πρότυπων μιγμάτων όπως αυτή προέκυψε λαμβάνοντας υπόψη τον συντελεστή απορρόφησης μάζας κάθε ορυκτού.

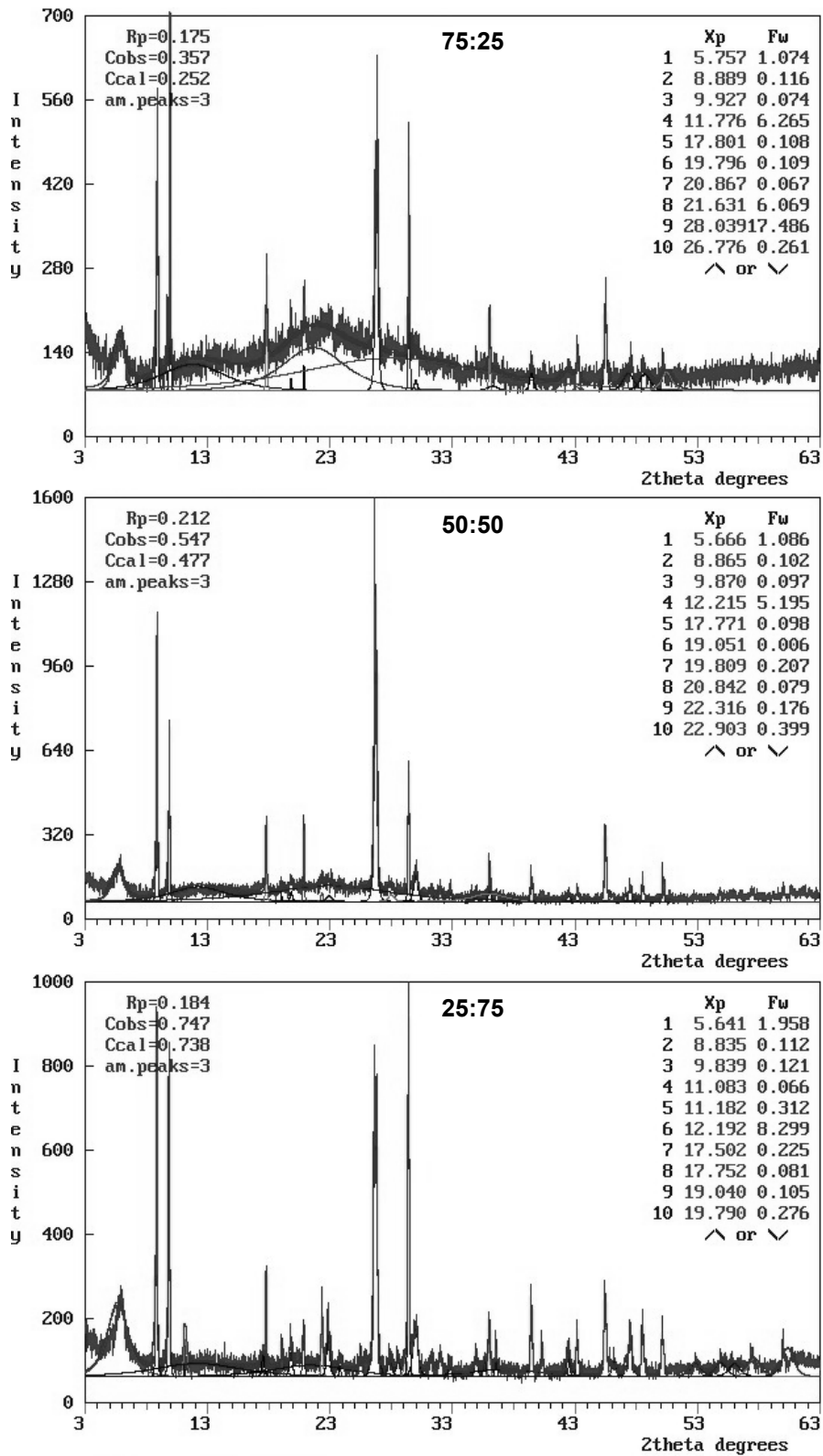
Πίνακας 1. Υπολογισμός του άμορφου υλικού και των ορυκτών που συμμετέχουν στην κρυσταλλική φάση των εξεταζόμενων πρότυπων μιγμάτων.

Δείγμα	Άμορφο υλικό (% κ.β.)				Κρυσταλλικές φάσεις (% κ.β.)										
	w	Μέθοδος		MT	w	S		M		Z		Q		C	
		PXRD	CRYST			w	m	w	m	w	m	w	m	w	m
STD1	100	-	-	-	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
STD2	75	74	75	74,5	25	5	5	5	4	5	7	5	4	5	5
STD3	50	53	48	50,5	50	10	8	10	9	10	12	10	12	10	9
STD4	25	24	25	24,5	75	15	15	15	13	15	15	15	15	15	17
STD5	0	-	-	-	100	20	18	20	21	20	19	20	23	20	19

w: συμμετοχή στο πρότυπο μίγμα, MT: μέση τιμή, S: μοντμοριλλονίτης, M: μοσχοβίτης, Z: χιουλανδίτης, Q: χαλαζίας, C: ασβεστίτης, m: ποσοστό που υπολογίστηκε με εφαρμογή του συντελεστή απορρόφησης μάζας.



Σχήμα 2. Υπολογισμός του εμβαδού του άμορφου υλικού.



Σχήμα 3. Υπολογισμός της κρυσταλλικότητας.

Τα δύο ακραία πρότυπα μίγματα (100:0 και 0:100) αποτέλεσαν τα σημεία αναφοράς στα οποία βασίστηκε η αξιολόγηση των ενδιάμεσων πρότυπων μιγμάτων και η εύρεση του ποσοστού του άμορφου υλικού σε κάθε δείγμα, ιδιαίτερα για την αναλογική τεχνική. Στο πρότυπο μίγμα 75:25 οι δύο μέθοδοι έδωσαν παραπλήσια αποτελέσματα, με το άμορφο υλικό να κυμαίνεται μεταξύ 74-75 % κ.β. Στο πρότυπο μίγμα 50:50 παρατηρήθηκε η μεγαλύτερη απόκλιση. Με βάση την αναλογική τεχνική υπολογίστηκε ποσοστό άμορφου υλικού 53 % κ.β., ενώ η τεχνική με χρήση του λογισμικού CRYST οδήγησε σε ποσοστό 48 % κ.β. Η μέση τιμή των δύο μεθόδων είναι 50,5 % κ.β. και βρίσκεται σε πολύ καλή συμφωνία με την πραγματική τιμή. Στο πρότυπο μίγμα 25:75 παρατηρήθηκε επίσης πολύ καλή συμφωνία μεταξύ των δύο τεχνικών. Η αναλογική τεχνική έδωσε τιμή 24 % κ.β., ενώ βάση του λογισμικού CRYST υπολογίστηκε ποσοστό 25 % κ.β. Η μέση τιμή των δύο μεθόδων σε όλα τα πρότυπα μίγματα που εξετάστηκαν βρίσκεται πολύ κοντά στις πραγματικές τιμές.

Όπως προκύπτει από τον πίνακα 1 η μεγαλύτερη απόκλιση μεταξύ των δύο τεχνικών παρουσιάζεται στο πρότυπο μίγμα 50:50 και κυμαίνεται στο  $\pm 3$  % κ.β. συγκριτικά με την πραγματική τιμή. Η απόκλιση στο συγκεκριμένο πρότυπο μίγμα πιστεύουμε ότι οφείλεται στην πολυπλοκότητα του συστήματος μελέτης από την ισοδύναμη επίδραση άμορφης και κρυσταλλικής φάσης στην μορφολογία του περιθλασιογράμματος. Η συμμετοχή μιας εκ των δύο φάσεων σε μεγαλύτερο ποσοστό ενισχύει την επίδρασή της στη μορφολογία του περιθλασιογράμματος και καθιστά έτσι πιο ομαλή και αποτελεσματική την επεξεργασία του.

Στα σχήματα 2 και 3 παρουσιάζονται γραφικά η διαδικασία επεξεργασίας των περιθλασιογραμμάτων με την αναλογική τεχνική και ο υπολογισμός της κρυσταλλικότητας με τη χρήση του λογισμικού CRYST, αντίστοιχα. Στην πρώτη τεχνική, προσδιορίζονται τα όρια της γωνίας  $2\theta$  στα οποία εμφανίζεται η πλατύκυρτη ανάκλαση του άμορφου υλικού, υπολογίζεται το εμβαδόν της οριοθετημένης περιοχής και αφαιρείται από αυτό το εμβαδόν των εμπεριεχομένων ανακλάσεων των κρυσταλλικών φάσεων. Το καθαρό εμβαδόν που απομένει συγκρίνεται με το εμβαδόν που αντιστοιχεί στο 100:0 πρότυπο μίγμα και προκύπτει η εκτίμηση του ποσοστού του άμορφου υλικού που περιέχει το εξεταζόμενο δείγμα. Σε περίπτωση ύπαρξης περισσότερων της μιας πλατύκυρτων ανακλάσεων ακολουθείται η ίδια διαδικασία για κάθε μία και τα αποτελέσματα αθροίζονται.

Στη δεύτερη τεχνική γίνεται ταυτοποίηση των επί μέρους ανακλάσεων των κρυσταλλικών φάσεων και προσδιορίζονται οι πλατύκυρτες ανακλάσεις που αντιστοιχούν στο άμορφο υλικό. Η κρυσταλλικότητα υπολογίζεται με δύο τρόπους. Ο πρώτος δίνει την κρυσταλλικότητα Cobs συγκρίνοντας το άθροισμα των εμβαδών των κρυσταλλικών ανακλάσεων με το καθαρό εμβαδόν κάτωθεν της πειραματικής καμπύλης, ενώ ο δεύτερος δίνει την κρυσταλλικότητα Ccal συγκρίνοντας πάλι το άθροισμα των εμβαδών των κρυσταλλικών ανακλάσεων αλλά με το καθαρό εμβαδόν κάτωθεν της θεωρητικά υπολογισμένης συνισταμένης καμπύλης, που περιλαμβάνει όλες τις κρυσταλλικές ανακλάσεις και όλες τις πλατύκυρτες του άμορφου. Η σύγκλιση των δύο τιμών (Cobs, Ccal) σημαίνει ότι ο υπολογισμός του βαθμού κρυσταλλικότητας του υλικού έγινε σωστά. Ως μέτρο καλής ταύτισης του θεωρητικού με το πειραματικό προφίλ του περιθλασιογράμματος χρησιμοποιείται ο δείκτης αξιοπιστίας Rp. Όσο μικρότερη είναι η τιμή του συντελεστή αυτού, τόσο καλύτερη είναι η ταύτιση των δύο καμπυλών. Η τιμή του βαθμού κρυσταλλικότητας δίνεται από τις παραμέτρους Cobs, Ccal, ενώ η διαφορά από το 1, που αντιστοιχεί σε 100% κρυσταλλική φάση, δίνει το ποσοστό του άμορφου υλικού.

Όσον αφορά τα ποσοστά των ορυκτών που συμμετέχουν στην κρυσταλλική φάση, όπως προέκυψαν με την εφαρμογή του συντελεστή απορρόφησης μάζας κάθε ορυκτού, κυμάνθηκαν συγκρινόμενα με τις πραγματικές τιμές στα όρια του  $\pm 3$  % κ.β. Η μεγαλύτερη διακύμανση παρατηρήθηκε στο χαλαζία και ιδιαίτερα στο πρότυπο μίγμα 0:100 όπου ο χαλαζίας υπερεκτιμήθηκε κατά 3 % κ.β. Η υπερεκτίμηση του χαλαζία σε πολλά δείγματα πετρωμάτων είναι συνηθισμένο φαινόμενο, εξαιτίας της πυκνής του δομής, της ανθεκτικότητάς του, της σκληρότητάς του και της υψηλής του κρυσταλλικότητας που οδηγούν πολλές φορές σε ενισχυμένη περίθλαση.

#### 4 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Η αξιολόγηση των περιθλασιογραμμάτων ακτίνων-Χ κόνεως των πρότυπων μιγμάτων και ο υπολογισμός του άμορφου υλικού με τις δύο διαφορετικές τεχνικές έδειξε ότι υπάρχει πολύ καλή συμφωνία μεταξύ τους. Παρόλη την παρουσία στα πρότυπα μίγματα πολλών ορυκτολογικών φάσεων οι οποίες οδηγούσαν σε ένα ιδιαίτερα πολύπλοκο σύστημα μελέτης (εσκεμμένα προκειμένου

να αξιολογηθεί η αξιοπιστία των δύο τεχνικών), η αποτελεσματικότητα και ευστοχία και των δύο τεχνικών ήταν ιδιαίτερα καλή. Οι αποκλίσεις από τις % κ. β. τιμές κυμαίνονταν σε κάθε περίπτωση μεταξύ  $\pm 3$ , με τη μεγαλύτερη απόκλιση να παρατηρείται στο πρότυπο μίγμα που αποτελούνταν από 50 % κ.β. άμορφο υλικό και 50 % κ.β. κρυσταλλικές φάσεις.

Η συσχέτιση της ποσοστιαίας συμμετοχής των ορυκτών που αποτελούν την κρυσταλλική φάση των πρότυπων μιγμάτων, η οποία υπολογίστηκε βάση του συντελεστή απορρόφησης μάζας είναι σε πολύ καλή συμφωνία με τις πραγματικές τιμές, καθιστώντας τη μέθοδο μέτρησης ιδιαίτερα αξιόπιστη.

Τα πολύ καλά αποτελέσματα και των δύο τεχνικών που εφαρμόστηκαν στα δεδομένα της μελέτης των πρότυπων δειγμάτων με τη μέθοδο της περιθλασιμετρίας ακτίνων-Χ καταδεικνύουν ότι μπορεί αυτή να αποτελέσει ένα πολύ καλό εργαλείο για τον ημιποσοτικό προσδιορισμό του άμορφου υλικού που περιέχεται σε ένα δείγμα. Η προσεκτική προετοιμασία ενός δείγματος για περιθλάση σε συνδυασμό με την παρατηρητική και λεπτομερή αξιολόγηση ενός περιθλασιογράμματος μπορεί να μας οδηγήσει με μεγάλη ασφάλεια σε ιδιαίτερα ικανοποιητικούς υπολογισμούς της ορυκτολογικής σύστασης ενός δείγματος, ακόμη και εάν αυτό περιέχει ορισμένο ποσοστό άμορφου υλικού. Περαιτέρω μελέτη και αξιολόγηση των δύο τεχνικών πιθανόν να αποδείξει ότι η μεθοδολογία που αναπτύχθηκε θα μπορούσε να εφαρμοσθεί για οποιασδήποτε προέλευσης φυσικό ή τεχνητό υλικό που περιέχει άμορφη φάση. Επίσης, η σύγκριση των αποτελεσμάτων των τεχνικών που εφαρμόστηκαν στη συγκεκριμένη εργασία με τα αποτελέσματα που θα προκύψουν από την εφαρμογή άλλων μεθοδολογιών που χρησιμοποιούνται για την αξιολόγηση ενός περιθλασιογράμματος και ιδιαίτερα με τη μέθοδο Rietveld, θα αποτελέσει το επόμενο στάδιο της παρούσης μελέτης.

## ΑΝΑΦΟΡΕΣ

- Bye, C.G., 1983. Portland cement: Composition, Production and Properties, Oxford, Pergamon Press, 149 p.
- Guinier, A., 1963. *X-Ray diffraction in crystals, imperfect crystals and amorphous bodies*, San Francisco, Freeman H.W. and Company, 378 p.
- Kantiranis, N., Tsirambides, A., Filippidis, A., and Christaras, B., 1999. Technological characteristics of the calcined limestone from Agios Panteleimonas, Macedonia, Greece. *Materials & Structures* 32, 546-551.
- Kantiranis, N., Filippidis, A., Mouhtaros, Th., Charistos, D., Kassoli-Fourmaraki, A., Tsirambidis, A., 2002. The uptake ability of the Greek natural zeolites. *Zeolite'02, 6<sup>th</sup> Int. Conf. Natural Zeolites (Thessaloniki Jun.02)*, Ext.Abs, 155-156.
- PC-APD, 1994. *Software for automated powder diffraction, version 3.6*, The Netherlands, Philips Analytical X-Ray B.V.
- Stergiou, A., 1995. "CRYST". *Program for crystallinity determination, by XRD profile fitting*. Thessaloniki, Department of Physics, Aristotle University of Thessaloniki.
- Zussman, J., 1977. *Physical methods in determinative mineralogy*, London, Academic Press, 720 p.
- Vasely, V., and Pekarek, V., 1972. Synthetic inorganic ion-exchangers: 1. Hydrous oxides and acidic salts of multivalent metals, *Talanta* 19(3), 219-262.

## ABSTRACT

### **CALCULATION OF THE PERCENTAGE OF AMORPHOUS MATERIAL USING PXRD PATTERNS**

Kantiranis N.<sup>1</sup>, Stergiou A.<sup>2</sup>, Filippidis A.<sup>1</sup>, and Drakoulis A.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Department of Mineralogy-Petrology-Economic Geology, School of Geology, Aristotle University of Thessaloniki, 541 24, Thessaloniki, kantira@geo.auth.gr, anestis@geo.auth.gr, alexdr@geo.auth.gr

<sup>2</sup> Section of Applied and Environmental Physics, School of Physics, Aristotle University of Thessaloniki, 541 24, Thessaloniki, stergiou@auth.gr

Standard mixtures of amorphous material (volcanic glass) and crystalline phase (equally participated montmorillonite, muscovite, heulandite, quartz, and calcite) were prepared at the following weight proportions after weighting: 100-0, 75-25, 50-50, 25-75 and 0-100, respectively. From their

XRD patterns and using two different techniques of analysis the percentage of amorphous material was calculated. The pure amorphous and crystalline standard mixtures constituted the mixtures of report. The area of the broad background peak of the amorphous material determined using the analogical technique and its percentage was calculated by comparing the measured area to the area of the 100:0 standard mixture, while with the second technique was appreciated the crystallinity of each standard mixture and from this resulted the percentage of amorphous material. It was found that between the two methods there is a very good identification and their divergence concerning the weighed percentages varied between  $\pm 3$  wt. %. The percentage proportion of minerals based in the values resulted from the application of mass absorption coefficient is in very good agreement with the weighted proportions. The method of Powder X-Ray Diffraction can constitute a very good tool for the semi-quantitative calculation of the amorphous material contained in a sample.