



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 275 635**

51 Int. Cl.:
G01N 23/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01401378 .3**

86 Fecha de presentación : **25.05.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1260812**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **27.11.2002**

54 Título: **Procedimiento y aparato para la caracterización por difracción de rayos X de un material con fase amorfa.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.06.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.06.2007

73 Titular/es: **LAFARGE**
61, rue des Belles Feuilles
75116 Paris, FR

72 Inventor/es: **Walenta, Günther;**
Fullman, Thomas;
Westphal, Torsten y
Pöllmann, Herbert

74 Agente: **Curell Suñol, Marcelino**

ES 2 275 635 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y aparato para la caracterización por difracción de rayos X de un material con fase amorfa.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento destinado a la caracterización cualitativa y cuantitativa de un material que presenta una fase amorfa utilizando el método de difracción de rayos X. Puede utilizarse en la industria del cemento o siempre que se necesite analizar un material sólido o líquido.

10 Los métodos de difracción de rayos X son herramientas bien conocidas y comunes para el análisis de fase cuantitativo y cualitativo de materiales sólidos y líquidos que son cristales o se comportan como tal con rayos X. Aquellos materiales son elementos de difracción eficaces debido a su estructura reticular repetitiva y producen espectros de difracción que pueden analizarse fácilmente gracias a métodos informatizados tales como el concebido por H.M. Rietveld al final de los años sesenta: "PROFILE REFINEMENT METHOD FOR NUCLEAR AND MAGNETIC STRUCTURES", J. App. Cryst., Vol.2, (1969). El método de Rietveld se describe, por ejemplo, en el documento "QUANTITATIVE RIETVELD PHASE ANALYSIS OF ALUMINATE CEMENTS" de Füllmann, Tesis (1997)
15 -Universidad de Erlangen, Alemania y "SYNTHESIS AND RIETVELD-REFINEMENTS OF PHASES OF ALUMINATE CEMENTS" de Walenta. Thesis (1997) - Universidad de Erlangen, Alemania.

20 El método de Rietveld demostró sus capacidades para el análisis de fase cuantitativo. La base del método de Rietveld es la descripción matemática y física de los parámetros y procesos que influyen en la forma de un espectro de difracción de polvo. Si se conoce cualitativamente la composición de fase de una muestra, el método de Rietveld puede calcular la composición cuantitativa mediante la variación paso a paso de los parámetros cristalográficos de cada fase mineralógica y la comparación de espectros calculados y medidos hasta obtener la diferencia más pequeña entre el espectro medido y calculado. Los parámetros cristalográficos de todas las fases mineralógicas de un material
25 dado se definen como "Archivo de control".

30 Sin embargo, un método de este tipo no puede utilizarse directamente en el caso de que el sólido sea o contenga una fase amorfa, ya que no se dispone de ninguna estructura reticular para producir la difracción eficaz de rayos X y provoca un aumento en el ruido estadístico. Este ruido puede crearse por ejemplo mediante la dispersión del haz de rayos X provocada por el aire entre la fuente de rayos X y la muestra, el portamuestras o una fase amorfa en la muestra. Este ruido estadístico se denomina el fondo del espectro de difracción.

35 Muchos materiales sólidos que tienen que caracterizarse presentan una parte amorfa. Las fases amorfas no pueden evaluarse directamente mediante difracción de polvo de rayos X porque contribuyen al ruido de fondo y la dispersión resultante del haz de rayos no provoca picos regulares sino un ruido estadístico por todo el espectro.

40 Para superar esta dificultad, se ha propuesto mezclar, en una proporción conocida, una fase mineralógica cristalina completa, que se define como "patrón" en la siguiente descripción, con el sólido, y utilizar es espectro de difracción de esta mezcla para la caracterización cuantitativa y cualitativa utilizando el método de Rietveld mencionado anteriormente.

45 También se describe un procedimiento de este tipo por ejemplo en el documento "RIETVELD QUANTITATIVE X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS OF NIST FLY ASH "STANDARD" REFERENCE MATERIAL" de Winburn *et al.* en Powder Diffr., Vol. 15, nº 3, septiembre de 2000. Entonces, es posible cuantificar la parte amorfa añadiendo una cantidad definida del material "patrón". Se calcula una composición aparente utilizando el método de Rietveld, ignorando la parte amorfa. Las partes cristalinas se cuantifican a la suma de 100%. Así, se sobreestima cada fase cristalina. Debido a la diferencia de cantidades del "patrón" añadido y "patrón" calculado, pueden recalcularse la cantidad de parte amorfa y la composición de fase verdadera.

50 Este último método adolece de algunos inconvenientes. El inconveniente principal es que la mezcla del elemento "patrón" y el sólido tiene que ser íntima, y muy precisa en la proporción y los pesos respectivos. Cualquier error en la proporción y/o los pesos da lugar a errores en la caracterización. Los cambios en la calidad del "patrón" provocados por el proveedor del material también pueden dar como resultado errores. Las proporciones de mezcla ideales son difíciles de realizar debido a la precisión limitada de los dispositivos de pesada. la muestra y el "patrón" deben mezclarse para proporcionar una mezcla homogénea, pero la homogeneidad es difícil de conseguir y verificar.
55 Además, existe una demanda alta en las cantidades de "patrón" cuando se utiliza este método para los análisis de rutina. Por ejemplo, si se añade el 20% de "patrón", un error del 1% en el cálculo de Rietveld representa un error del 1,25% en la muestra y, si se añade el 50% del "patrón", el mismo error en el cálculo representa un error del 2% en la muestra. Esto significa que la cantidad de "patrón" que va a añadirse debe ser la menor posible. Sin embargo,
60 cuanto menor es la cantidad, más difícil es conseguir la distribución regular o aleatoria de partículas en la mezcla. La mezcla física se asocia entonces con requisitos contradictorios. Finalmente, este método también requiere mucho tiempo.

65 La presente invención supera esos problemas evitando la mezcla física del "patrón" con el sólido y es una ampliación y adaptación del método de Rietveld. Utiliza mezclas "virtuales" obtenidas por cálculos matemáticos en vez de mezclas físicas. La utilización de mezclas "virtuales" elimina algunas fuentes de errores que resultan de la preparación de la muestra, y como tal, puede ahorrar tiempo y consumo de material.

ES 2 275 635 T3

La invención se refiere a un procedimiento para la caracterización cualitativa y cuantitativa de un material que contiene al menos una parte amorfa mediante el análisis del espectro de difracción de rayos X en el que se analiza un espectro de difracción combinado del material y de un “patrón” cristalino con el método de Rietveld en un dispositivo informatizado.

5

Según la invención, el espectro de difracción combinado se obtiene mediante la combinación matemática lineal de un espectro de difracción medido del “patrón” cristalino con un espectro de difracción medido del material. Con la invención, el espectro de difracción del “patrón” y el espectro de difracción del material se obtienen de manera separada utilizando un dispositivo de difracción de rayos X y se combinan esos espectros. El espectro de difracción combinado resultante se analiza entonces con el método de Rietveld. Por tanto, la adición mediante combinación matemática lineal de espectros de difracción es una “combinación virtual”.

10

En varias formas de realización, la invención puede utilizar los siguientes medios, que pueden combinarse según cualquier posibilidad técnica:

15

- la combinación matemática lineal se calcula utilizando:

20

$$\Sigma I(\Theta)_{\text{global}} = \alpha \Sigma I(\Theta)_{\text{patrón}} + \beta \Sigma I(\Theta)_{\text{muestra}}$$

en la que $\alpha + \beta = 1$ y en la que:

25

$\Sigma I(\Theta)_{\text{global}}$ es la función de intensidad global de la mezcla,

α es el factor de ponderación para el espectro medido del “patrón”,

30

$\Sigma I(\Theta)_{\text{patrón}}$ es la función de intensidad del “patrón” medido,

$\Sigma I(\Theta)_{\text{muestra}}$ es la función de intensidad de la muestra medida,

β = factor de ponderación del espectro medido de la muestra,

35

- el espectro de difracción del “patrón” se mide para cada caracterización de un material,

40

- espectro de difracción del “patrón” se obtiene de una vez por todas, estando dicho espectro de difracción almacenado en el dispositivo informatizado o sobre un medio que puede leerse mediante el dispositivo informatizado, (el significado de medio cubre o bien una fuente que puede leerse directamente tal como un disquete, un CD-ROM..., o una fuente que puede leerse remotamente tal como una conexión de módem...)

45

- el “patrón” se selecciona de entre rutilo, cuarzo, corindón u otros materiales equivalentes que es al menos una fase cristalina que no se encuentra normalmente en el material que va a caracterizarse,

50

- preferentemente, la cantidad del espectro de difracción del “patrón”, es decir, α , añadida mediante combinación matemática lineal al espectro de difracción del material es una función de la cantidad esperada de parte amorfa del material que va a cuantificarse, (existen casos en los que la cantidad de parte amorfa del material se conoce normalmente debido a las propiedades generales de este tipo de material y por tanto, la cantidad es esperada o habitual)

55

- la cantidad de “patrón” para la cuantificación es inferior al 50% en peso del “patrón”, es decir, α es inferior a 0,5,

- la cantidad de “patrón” para la cuantificación es aproximadamente del 20% al 30% en peso del “patrón”, es decir, α es aproximadamente entre 0,2 y 0,3,

60

- la cantidad de “patrón” para la cuantificación de escorias es aproximadamente el 20% en peso de rutilo, es decir, α es aproximadamente igual a 0,2,

- la cantidad de “patrón” para la cuantificación de cenizas volantes es aproximadamente el 30% en peso de rutilo, es decir, α es aproximadamente igual a 0,3,

65

- el análisis cuantitativo utilizando el refinamiento de Rietveld de la mezcla “virtual” resultante mediante la combinación de espectros de difracción es un proceso iterativo;

- se utiliza un criterio de convergencia para detener la iteración, deteniéndose la iteración cuando se cumple el criterio de convergencia,

ES 2 275 635 T3

- el número de iteraciones se limita a un máximo predeterminado de iteraciones,
- se utiliza un criterio de convergencia para detener la iteración, deteniéndose la iteración antes de alcanzar el máximo de iteración cuando se cumple el criterio de convergencia,
- el cálculo de la convergencia se realiza con la siguiente fórmula:

$$S_y = \sum w(i) (y(i)_{\text{obs}} - y(i)_{\text{calc}})^2$$

en la que:

S_y = suma de varianza ponderada

$w(i) = 1/y(i)_{\text{obs}}$

$y(i)_{\text{obs}}$ = función de intensidad observada del punto i ésimo

$y(i)_{\text{calc}}$ = función de intensidad calculada del punto i ésimo.

El proceso global de caracterización se completa con las dos etapas siguientes:

- se realiza una “etapa de calibración” y/o una “etapa de corrección” separada,
- la etapa de “calibración” se realiza cuando al menos una mezcla de referencia de composición conocida que está caracterizada por la combinación de los espectros de difracción del “patrón” y de la referencia y su análisis da un resultado cuantitativo que difiere de la composición conocida, corrigiendo por tanto los parámetros de las operaciones de combinación y análisis para disponer de un nuevo resultado cuantitativo que corresponde a la composición conocida;
- la etapa de “corrección” se realiza en el caso de que el espectro de difracción del “patrón” se obtiene de una vez por todas cuando la diferencia entre el resultado cuantitativo y una composición conocida es superior a un límite predeterminado, obteniéndose por tanto el espectro de difracción del “patrón” de nuevo.

La invención se refiere asimismo a un aparato para la caracterización cualitativa y cuantitativa de un material que contiene al menos una parte amorfa mediante el análisis utilizando el método de difracción de rayos X según cualquiera de las características enumeradas anteriormente.

Gracias a la invención, los problemas asociados con métodos conocidos pueden excluirse evitando las mezclas físicas y utilizando en su lugar una superposición matemática sencilla de los espectros de difracción de las sustancias. Al contrario de la práctica y conocimiento generales, en este procedimiento, en el que se utiliza una mezcla virtual, evitando la mezcla física del “patrón” y del material y su fuente de errores, los resultados obtenidos no se apartan del método tradicional. La superposición matemática sencilla es una simplificación aproximada. Se ignoran los procesos físicos provocados por la interacción de las diferentes sustancias. Por tanto, el espectro de polvo de rayos X de la superposición matemática es diferente del espectro de una mezcla física. Pero el método de Rietveld está adaptado a esta simplificación. Un método de cuantificación de este tipo que utiliza una superposición matemática de espectros de difracción es casi sin patrón. En un modo preferido, el material “patrón” ha de medirse una vez en las condiciones de las muestras que van a cuantificarse y el espectro grabado/almacenado del “patrón” puede utilizarse tanto como sea necesario. Solamente si existen cambios en la potencia del tubo de rayos X, por ejemplo, debido a efectos de envejecimiento o modificación de las condiciones de medición, el “patrón” ha de medirse de nuevo. La invención también puede utilizarse en bucles de automatización en plantas gracias a la eliminación de la mezcla física que evita la intervención humana y reduce el tiempo de preparación de la muestra.

La presente invención se ilustrará mediante las siguientes explicaciones y la descripción de la aplicación del método con respecto a:

la figura 1 que corresponde a un método de Rietveld común con la mezcla física del “patrón” y la muestra,

la figura 2 que corresponde al método de la invención con la mezcla virtual del “patrón” y la muestra,

la figura 3 que corresponde a una prueba de cuantificación con mezclas virtuales,

la figura 4 que corresponde a una prueba de cuantificación comparando mezclas físicas y virtuales

la figura 5 que corresponde a una representación gráfica diferencial de un cálculo de Rietveld utilizando una mezcla virtual con software “Topas”®.

ES 2 275 635 T3

Deben llevarse a cabo etapas para la aplicación del método en un dispositivo de medición que presenta capacidades de producción de espectros de difracción de rayos X y de cómputo. Este dispositivo de medición se denomina aparato para la simplificación e incluye medios informáticos.

5 Esas etapas son:

- adaptación para materiales específicos
- calibración del aparato,
- 10 - medición de la muestra,
- cálculos,
- 15 - posible recalibración del aparato y correcciones.

La adaptación para materiales específicos se consigue gracias a una identificación de las fases del tipo de material que va a cuantificarse. Por ejemplo, pueden caracterizarse cementos compuestos, escorias, cenizas volantes, productos farmacéuticos, semiconductores o cualquier otro material que presente hasta el 99,9% de fases amorfas con el procedimiento de la invención. Debe elegirse un material “patrón” que no se encuentra en la muestra que va a cuantificarse. Deben elegirse condiciones de medición adecuadas, lo que significa que puede obtenerse suficientes estadísticas de recuento para el refinamiento de Rietveld. Se realizan mezclas de referencia de composición cuantitativa conocida. El “archivo de control” del software de Rietveld está adaptado a los materiales y condiciones de medición específicos.

25 La calibración del dispositivo de medición se realiza gracias a mezclas “patrón” y de referencia, que se miden en el aparato específico. El archivo de espectro del “patrón” se almacena preferentemente de manera permanente. Cada archivo del espectro de la mezcla de referencia se fusiona con el archivo de espectro “patrón”. Entonces se calibra el procedimiento de cálculo para ajustarse a la composición de mezcla de referencia.

30 Con respecto a las mediciones de la muestra, puede medirse cualquier número de muestras que se desee. Entonces, es posible utilizar métodos estadísticos y/o de promedio para aumentar la precisión de la caracterización.

35 Para los cálculos, cada archivo de espectro de la muestra se fusiona con el archivo de espectro del “patrón”. En otras formas de realización, el patrón de la muestra se fusiona directamente con el “patrón”. Entonces, los archivos fusionados resultantes se cuantifican mediante el método de Rietveld.

40 La invención también permite la recalibración del aparato. Como ejemplo, el aparato puede mostrar efectos de envejecimiento. Para compensar, el “patrón” tiene que medirse frecuentemente, y el archivo de espectro del “patrón” almacenado tiene que renovarse.

Del método conocido, los cambios al método de Rietveld son:

- 45 - el método de Rietveld tiene que adaptarse a la superposición matemática de un espectro del “patrón” con el espectro de la muestra. Esto puede realizarse o bien con el software que calcula, el software de Rietveld, cambiando el algoritmo o en el archivo que controla el cómputo, el “archivo de control” de Rietveld, o después del cómputo, recalculando los resultados.
- 50 - El espectro de la muestra tiene que superponerse con el espectro del “patrón”. Esto puede realizarse antes del cómputo del software de Rietveld con cualquier herramienta adecuada o durante el cómputo por el propio software de Rietveld.
- 55 - El cómputo de Rietveld tiene que recalcularse para conseguir la composición de la muestra incluyendo la parte amorfa.

En la figura 1, se esquematiza el método de Rietveld común con la mezcla física del “patrón” y de la muestra. La mezcla 3 física del “patrón” 1 y de la muestra 2 se realiza antes de la medición 4 por rayos X. El resultado de la medición es un archivo de espectro 5 que se utiliza para la cuantificación 6.

60 Al contrario que el procedimiento de la figura 1, en la figura 2, por una parte, se mide 7 el “patrón” 1 para un archivo de espectro del “patrón” 8, por otra parte, se mide 9 la muestra 2 para un archivo de espectro de la muestra 10 y entonces se fusionan el archivo de espectro del “patrón” 8 y el archivo de espectro de la muestra 10 mediante una combinación lineal en un archivo de espectro fusionado 11. Entonces, se utiliza el archivo de espectro fusionado 11 para la cuantificación. El “patrón” puede medirse para cada cuantificación o, en una realización preferida, se mide de una vez por todas, almacenando el archivo de espectro del “patrón” para la cuantificación adicional.

ES 2 275 635 T3

En la figura 3, los materiales de composición conocida, mezclas de cuarzo + vidrio, se caracterizan con el procedimiento de la invención utilizando la mezcla virtual y los resultados se muestran en una gráfica con referencia a las composiciones conocidas relacionadas. Los resultados y las composiciones conocidas expresadas como valores numéricos corresponden a la siguiente tabla:

mediciones	vidrio ponderado en el	vidrio calculado
1A	30%	31,3%
2A	30%	33,7%
3A	30%	29,2%
1B	50%	50,0%
2B	50%	49,7%
3B	50%	49,9%
1C	75%	74,1%
2C	75%	74,4%
3C	75%	74,9%

En la figura 4, los mismos materiales se analizan con el método de mezcla física y el método de mezcla virtual de la invención y los resultados se muestran en una gráfica. Los resultados correspondientes de ambos métodos expresados como valores numéricos están en la siguiente tabla:

M U E S T R A	parte amorfa %		akermanita-gehlenita %		merwinita %	
	Adición de patrón virtual	Adición de patrón físico	Adición de patrón virtual	Adición de patrón físico	Adición de patrón virtual	Adición de patrón físico
1	98	98	2	2	1	0
2	100	99	0	1	0	0
3	88	88	1	1	11	11
4	94	95	1	1	5	4

ES 2 275 635 T3

(Continuación)

M U E S T R A	parte amorfa %		akermanita-gehlenita %		merwinita %	
	Adición de patrón virtual	Adición de patrón físico	Adición de patrón virtual	Adición de patrón físico	Adición de patrón virtual	Adición de patrón físico
5	97	98	3	1	0	0
6	99	99	0	0	0	1
7	86	90	2	1	12	9
8	92	96	2	1	6	3
9	98	98	1	1	1	1
10	99	96	1	1	0	3
11	98	95	2	4	1	1
12	77	81	0	0	22	19
13	67	72	11	10	21	17
14	99	95	1	4	0	1
15	97	98	2	2	0	0
16	85	85	1	1	14	14
17	89	88	2	2	9	10
18	88	87	5	4	7	9
19	74	74	5	5	21	21

Las condiciones de realización de los dos ejemplos anteriores se proporcionan a continuación. Preparar una muestra de escoria triturada para el procedimiento de difracción de rayos X. Realizar una medición de rayos X sobre la muestra y el "patrón" de manera separada por ejemplo con las siguientes condiciones utilizando un difractómetro "Siemens/Bruker® AXS" d5000 y tamaño de paso de 0,02°/2 s de tiempo de recuento, ángulo medido desde: 10° a 60° con ranuras de divergencia fijas, potencia del difractómetro: 45 mA/45 kV. Fusionar juntos ambos difractogramas (espectros de difracción) eligiendo la proporción deseada entre el "patrón" y la muestra, de la siguiente manera:

por ejemplo, si se desea trabajar con el "patrón" al 20% (muestra al 80%) se debe multiplicar el difractograma de su "patrón" por el factor $\alpha = 0,2$ y el difractograma de la muestra con $\beta = 0,8$ en la ecuación:

$$\Sigma I(\Theta)_{\text{global}} = \alpha \Sigma I(\Theta)_{\text{patrón}} + \beta \Sigma I(\Theta)_{\text{muestra}}$$

ES 2 275 635 T3

para el cálculo de la proporción de “patrón” con respecto a la muestra. Los parámetros son:

$\Sigma I(\Theta)_{\text{global}}$ = función de intensidad global de la mezcla,

5 $\Sigma I(\Theta)_{\text{patrón}}$ = función de intensidad del “patrón” medido,

$\Sigma I(\Theta)_{\text{muestra}}$ = función de intensidad de la muestra medida,

α = factor de ponderación para el espectro medido del “patrón”,

10

β = factor de ponderación del espectro medido de la muestra,

en la que $\alpha + \beta = 1$.

15

Una operación de este tipo podría realizarse fácilmente con el software “Diffrac plus”[®] de “Bruker[®] AXS” o cualquier otro software moderno de evaluación de difracción. Utilizar un “archivo de control” que contiene todas las estructuras cristalográficas del “patrón” y todas las fases cristalinas presentes en las muestras. El “archivo de control” se desarrolla respetando las reglas cristalográficas básicas y utilizando anotaciones de Rietveld.

20

Por ejemplo, el software de Rietveld “Topas”[®] de “Bruker AXS”[®], o “Xpert plus”[®] de “Philips”[®] son adecuados para este uso.

25

En la figura 5 que es una edición de una representación gráfica de pantalla proporcionada por el software “AXS”[®] y “Topas”[®], en la que los nombres registrados pertenecen a sus propietarios respectivos, se muestra un resultado de un cálculo realizado con el software “Topas”[®] tal como se muestra en la pantalla del aparato, una representación gráfica diferencial de un cálculo de Rietveld utilizando rutilo como un “patrón” añadido “virtual”, con el rutilo al 20% añadido “virtualmente” a la muestra de escoria al 80%. La representación gráfica diferencial muestra una diferencia de casi cero, lo que significa por tanto la precisión de este método “virtual” para materiales que presentan partes amorfas. En este ejemplo, se ignoran los efectos de absorción provocados por las distintas fases, o bien sometidas a rayos X en una mezcla o como fases únicas.

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la caracterización cualitativa y cuantitativa de un material (2) que contiene al menos una parte amorfa mediante el análisis del espectro de difracción de rayos X en el que se analiza un espectro de difracción combinado del material y de un “patrón” cristalino con el método de Rietveld en un dispositivo informatizado, **caracterizado** porque

se obtiene el espectro de difracción combinado (11) mediante la combinación matemática lineal de un espectro de difracción medido (8) del “patrón” (1) cristalino con un espectro de difracción medido (10) del material (2).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque se calcula la combinación matemática lineal utilizando:

$$\Sigma I(\Theta)_{\text{global}} = \alpha \Sigma I(\Theta)_{\text{patrón}} + \beta \Sigma I(\Theta)_{\text{muestra}}$$

siendo $\alpha + \beta = 1$ y en la que:

$\Sigma I(\Theta)_{\text{global}}$ es la función de intensidad global de la mezcla,

α es el factor de ponderación para el espectro medido del “patrón”,

$\Sigma I(\Theta)_{\text{patrón}}$ es la función de intensidad del “patrón” medido,

$\Sigma I(\Theta)_{\text{muestra}}$ es la función de intensidad de la muestra medida,

β = factor de ponderación del espectro medido de la muestra.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el espectro de difracción (8) del “patrón” (1) se obtiene de una vez por todas, almacenándose dicho espectro de difracción en el dispositivo informatizado o en un medio que puede leerse mediante el dispositivo informatizado.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque el “patrón” (1) se selecciona de entre rutilo, cuarzo, corindón u otros materiales equivalentes que es al menos una fase cristalina que no se encuentra normalmente en el material que va a caracterizarse.

5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque preferentemente la cantidad del espectro de difracción del “patrón”, es decir, α , añadida mediante combinación matemática lineal al espectro de difracción del material es una función de la cantidad esperada de parte amorfa del material que va a cuantificarse.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, **caracterizado** porque la cantidad del “patrón” para la cuantificación está comprendida aproximadamente entre el 20% y el 30% en peso del “patrón”, es decir, α está comprendida aproximadamente entre 0,2 y 0,3.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** porque la cantidad del “patrón” para la cuantificación de escorias es aproximadamente el 20% en peso de rutilo, es decir, α es aproximadamente igual a 0,2.

8. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** porque la cantidad del “patrón” para la cuantificación de cenizas volantes es de aproximadamente el 30% en peso de rutilo, es decir, α es aproximadamente igual a 0,3.

9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque se realiza una “etapa de calibración” y/o una “etapa de corrección” separada.

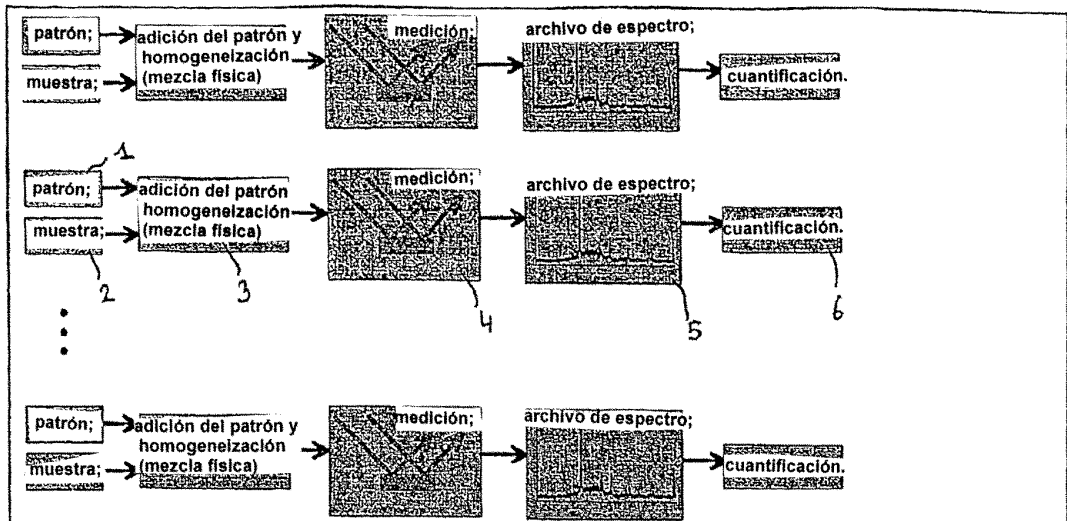


Figura 1

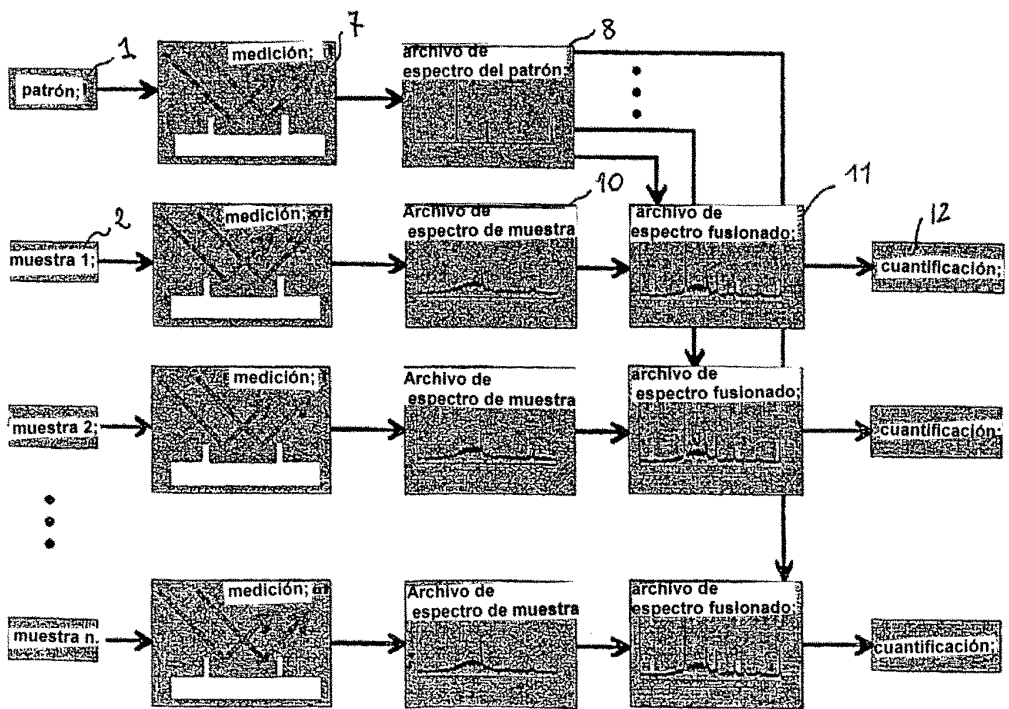


Figura 2

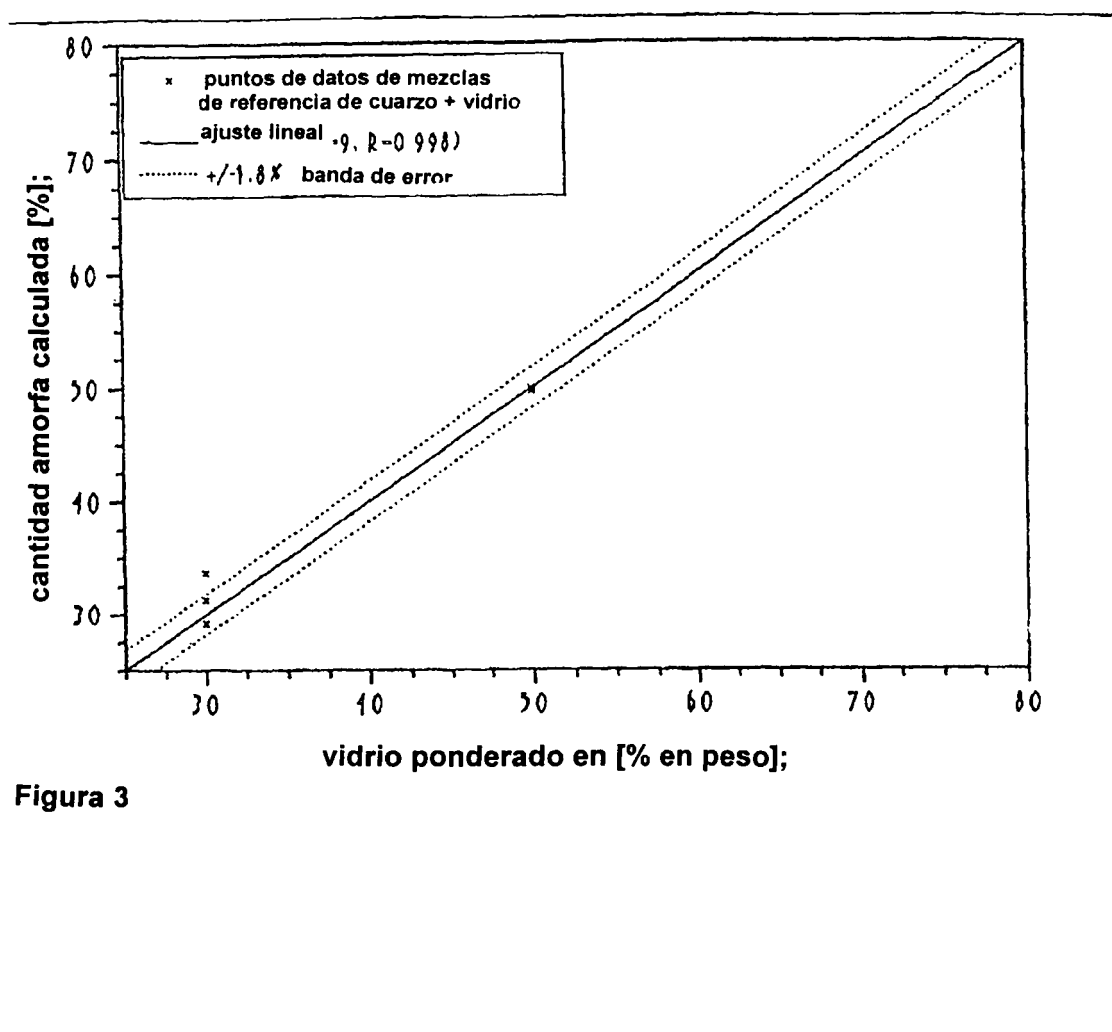


Figura 3

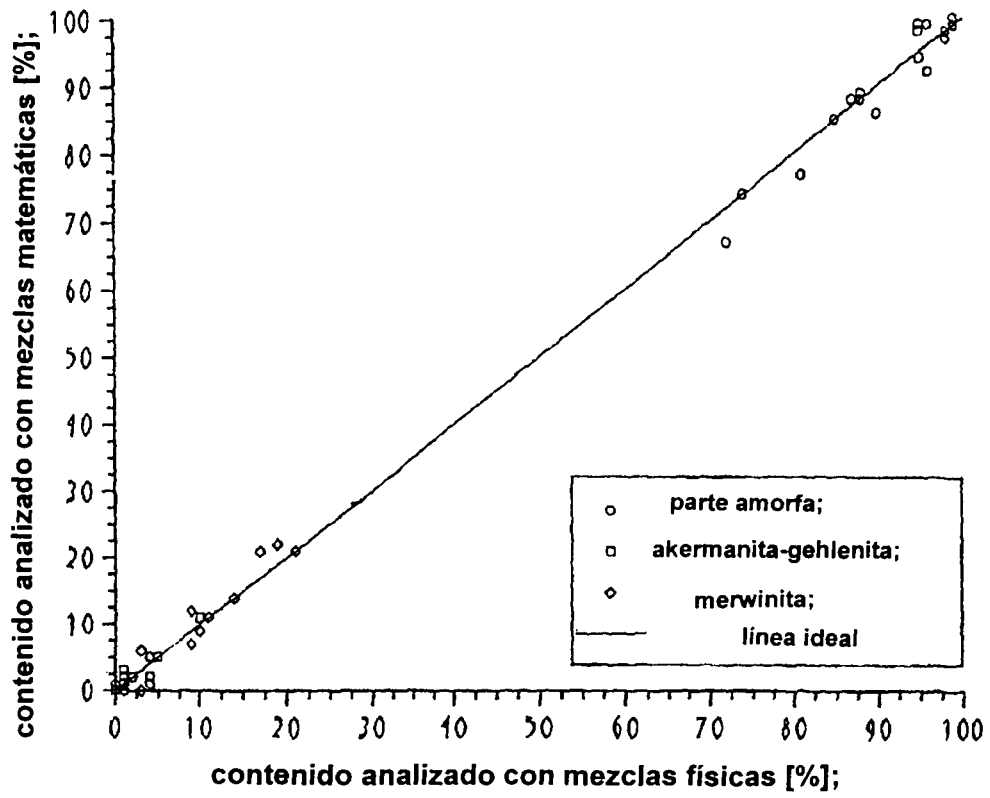


Figura 4

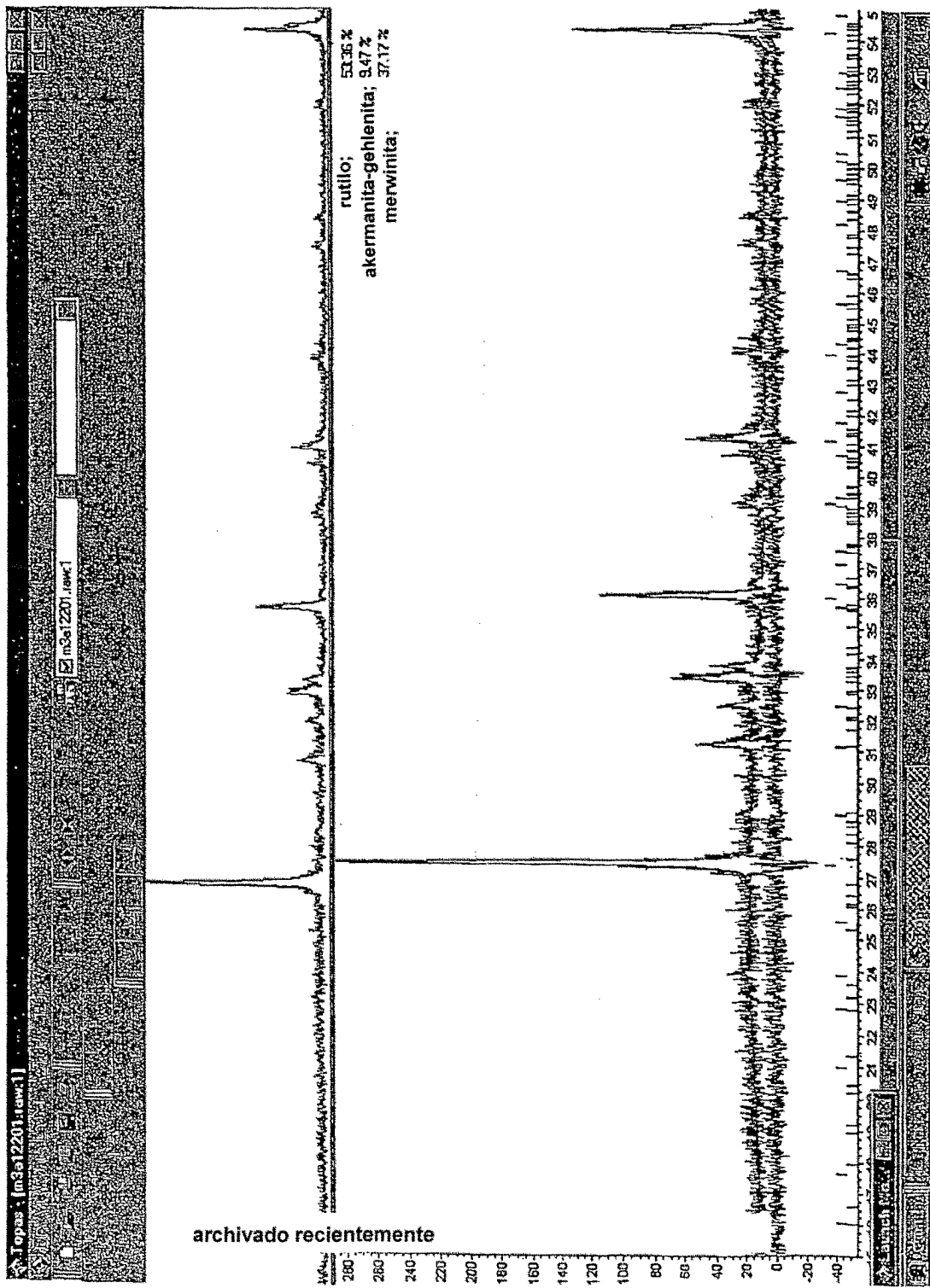


Figura 5