

Identificación y cuantificación
de fases minerales de materiales de construcción
usando el software HighScore
disponible en el Dpto. de
Mineralogía y Petrología (UGR)

Introducción

Generalmente, las muestras de materiales de construcción van a contener distintos minerales. Más de **4000 minerales** son reconocidos oficialmente. Afortunadamente, el número de minerales que encontramos normalmente en materiales como la tierra, piedra, ladrillos, morteros, productos de alteración, etc. es más limitado. En la siguiente tabla se muestran los minerales más comunes en dichos materiales y su reflexión d_{hkl} más intensa (identificativa). Los nombres de los minerales están incluidos en inglés porque los programas de análisis de DRX usan los nombres en inglés.

Fases Minerales

- **Tierra**

(quartz 3.34 Å, phyllosilicates ~4.50 Å; calcite 3.03 Å, dolomite 2.88 Å, gypsum 7.59 Å; feldspars ~3.20 Å, hematite, goethite, rutile)

- **Fracción arcilla (<2µm)**

(smectite (montmorillonite, beidellite, nontronite, saponite ~13-15Å), mica/illite 10.0 Å, paragonite 9.6 Å, kaolinite 7.15 Å, chlorite ~7.15 Å, quartz, calcite)

- **Ladrillos**

(quartz, mica/illite, feldspars (orthoclase, plagioclase, etc.), calcite, dolomite, hematite, mullite, gehlenite, diopside, wollastonite)

- **Morteros/Revocos**

(quartz, lime (CaO), calcite, vaterite, aragonite, dolomite, portlandite, periclase, brucite, hydromagnesite, calcium silicate hydrate (cemento Portland), gypsum, bassanite, anhydrite, phyllosilicates (mica/illite))

- **Piedra**

(quartz, calcite, dolomite, gypsum, feldspars, pyroxene, amphibole, olivine, phyllosilicates (mica), magnetite, hematite, goethite, pyrite, rutile)

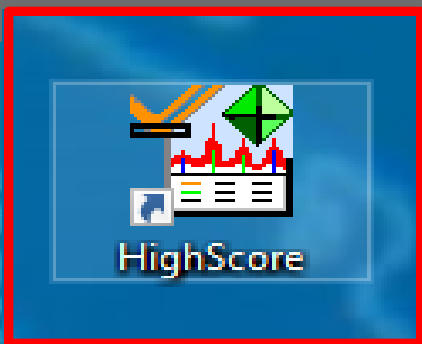
- **Productos de alteración**

(bassanite, calcite, hexahydrate, anhidrite, gypsum, epsomite, halite, kaliginite, mirabilite, natron, niter, thenardite, trona, weddellite, whewellite)

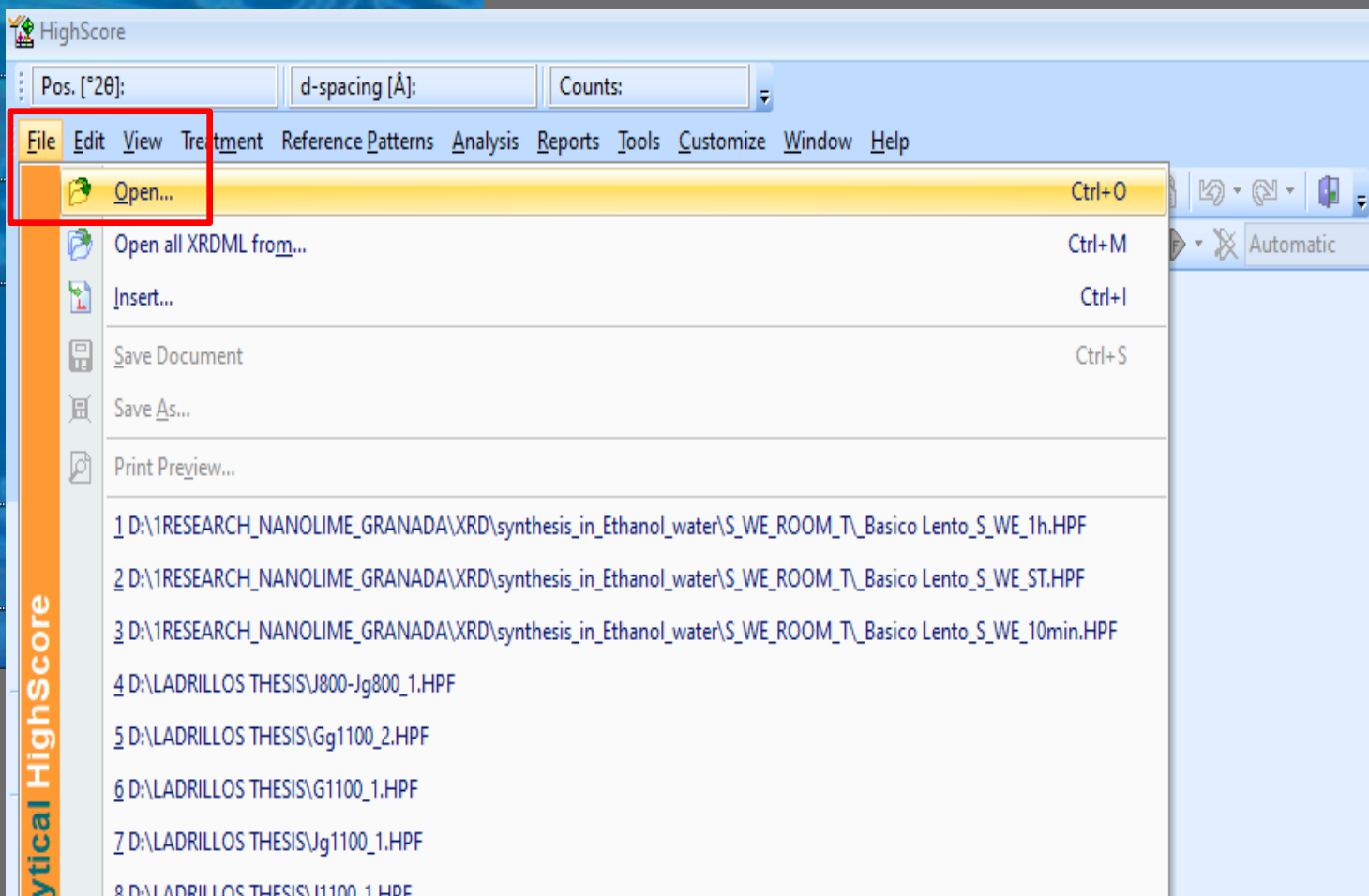
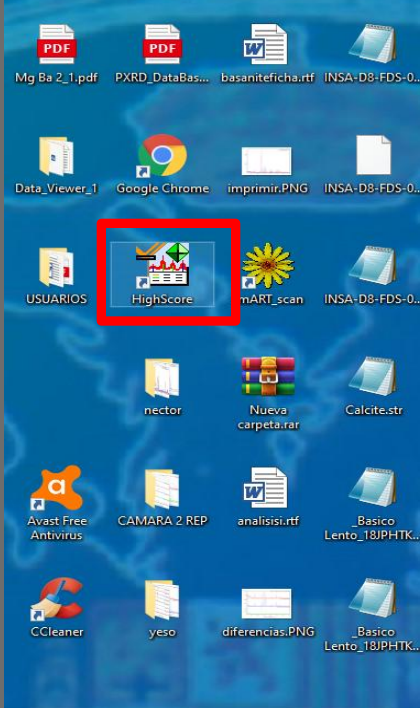
**Información adicional
sobre minerales:**

<http://www.webmineral.com> y <https://www.mindat.org>

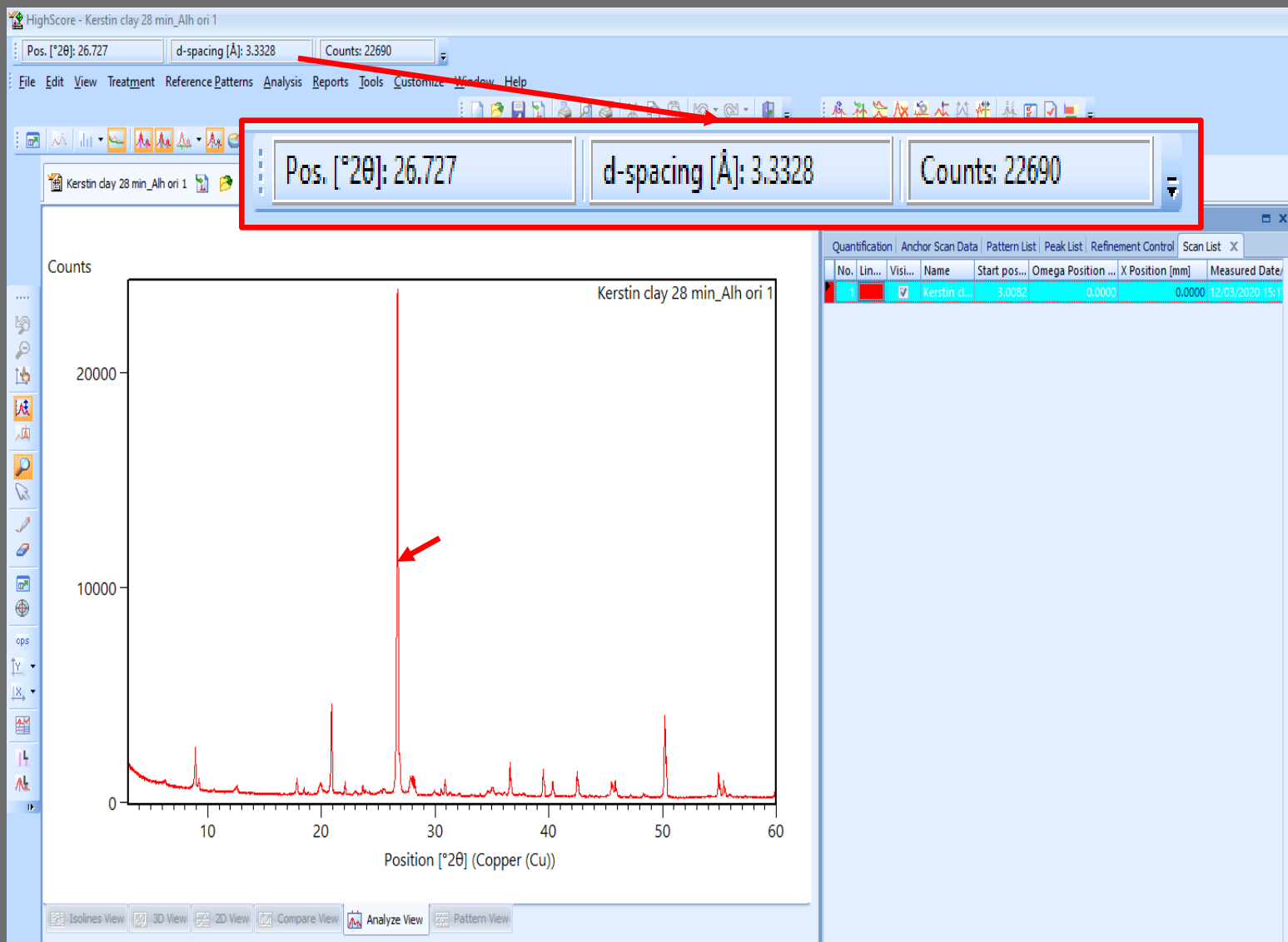
Uso del software «HighScore»



1. Se abre el software HighScore y el fichero del difractograma («File» y «open»).



2. Se comprueba que el difractograma no esté desplazado usando preferentemente el pico más intenso del cuarzo a 3.34 \AA o de otra fase mayoritaria (debido a pequeñas variaciones en la altura de la muestra durante el análisis los picos pueden estar desplazados). Coloca el ratón encima del pico y comprueba el valor.



3. Si el valor del pico no coincide con 3.34 \AA , se elige «Scan List» y «Shifts» y se introduce un valor negativo para mover el difractograma hacia la izquierda o valores positivos para moverlo hacia la derecha para que el valor del pico del cuarzo de nuestra muestra sea igual a 3.34 \AA .

The screenshot displays the HighScore software interface. The main window shows a diffraction pattern with a peak at 3.0082 \AA . The **Scan List** panel is highlighted with a red box and contains the following data:

No.	Lin...	Visi...	Name	Start pos...	Omega Position ...	X Position [mm]	Measured Date
1		<input checked="" type="checkbox"/>	Kerstin cl...	3.0082	0.0000	0.0000	12/03/2020 15:1

The **Shifts** panel is also highlighted with a red box and shows the following settings:

Parameter	Value
Incident Beam Mask Position...	109
Shifts	
Shift Position by [$^{\circ}2\theta$]	-2
Set Minimum [cts]	170.3551
Set Maximum [cts]	24348.13
Add [cts]	0
Scale Intensity by	1
Add Poisson Noise [ESD]	1

Red arrows indicate the relationship between the peak position in the Scan List and the shift value in the Shifts panel.

4. Para el análisis de nuestro difractograma deberíamos seleccionar los picos mediante «Treatment» y «Search Peaks» y «Accept». Si los valores de «Minimum Significance» y «Minimum tip width Gonio» son demasiado altos solo se marcan los picos de mas intensidad (si bajamos los dos valores el programa incluyera también picos mas pequeños).

The image shows the HighScore software interface for XRD analysis. The main window displays a plot of Counts versus Position [°2θ] (Copper (Cu)). The plot shows a prominent peak at approximately 25° 2θ. The software interface includes a menu bar with options like File, Edit, View, Treatment, Reference Patterns, Analysis, Reports, Tools, Customize, Window, and Help. A toolbar contains various icons for file operations and analysis. A Scan List table is visible in the background, showing a single scan with the following data:

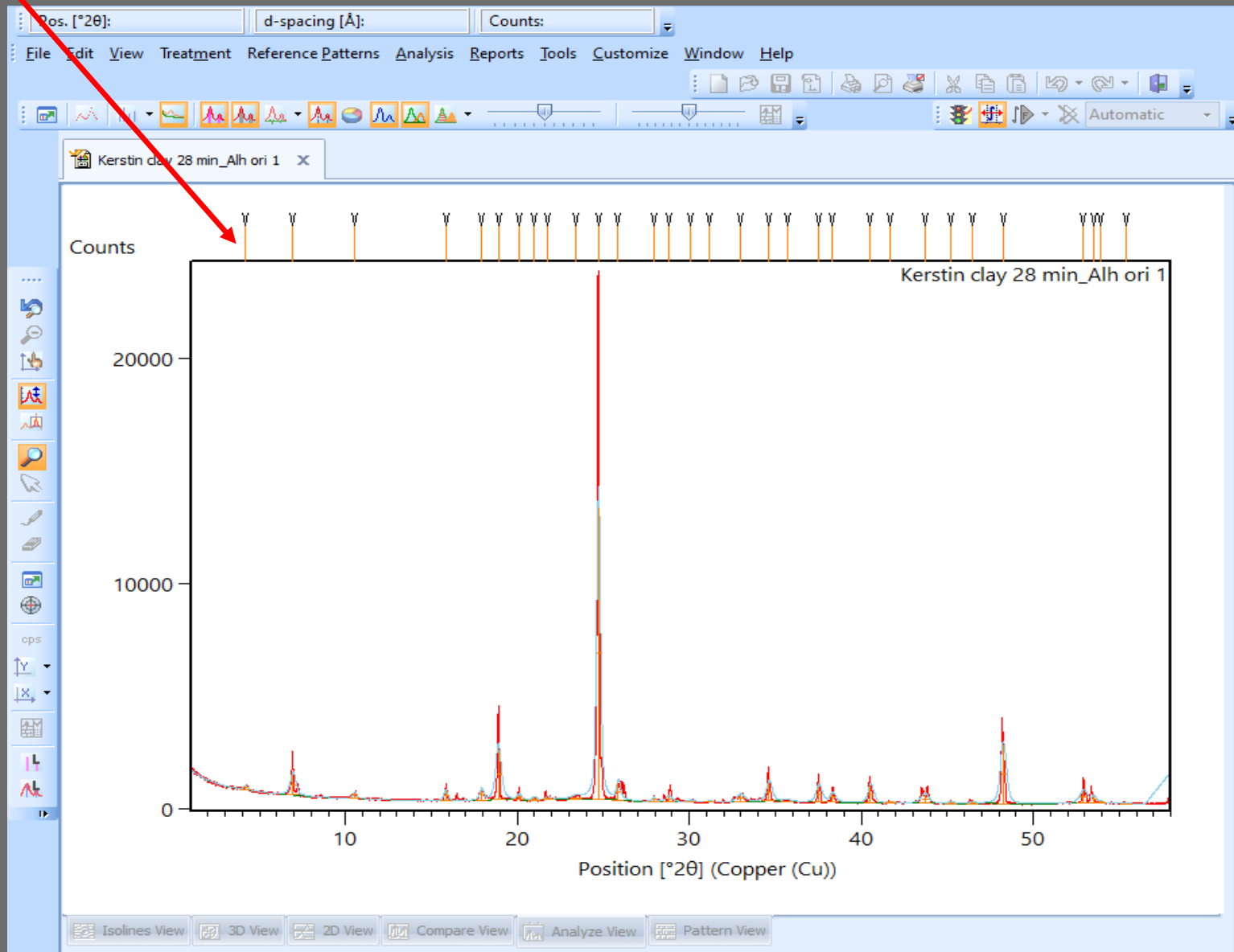
No.	Lin...	Ver...	Name	Start pos...	Omega Position ...	X Position [mm]	Measured Date/
1			Kerstin cl...	1.0082	0.0000	0.0000	12/03/2020 15:1

The Search Peaks dialog box is open, showing the following settings:

- Minimum significance: 2.00
- Minimum tip width Gonio: 0.20
- Maximum tip width Gonio: 1.00
- Peak base width Gonio: 2.00
- Method: Minimum 2nd derivative
- Trial: Search 1

Buttons for Search Peaks, Accept, Close, and More >> are visible in the dialog box. A red arrow points from the text in the first block to the Search Peaks dialog box.

Ejemplo de un difractograma con los picos seleccionados (marcados por una línea y una «V»).



5. Para el análisis «automático» de nuestro difractograma por comparación con los datos de las fichas incluidas en la base de datos del software, elegimos «Analysis» y «Execute Search & Match» y pulsamos «Search» y «OK». El programa nos da un listado de los posibles candidatos, indicando la coincidencia (Score, columna naranja) de los picos de cada candidato con nuestra muestra.

The screenshot shows the HighScore software interface. The 'Analysis' menu is open, and the 'Execute Search & Match...' option is highlighted. The 'Search & Match' dialog box is open, showing the 'Automatic' tab. The 'Search' button is highlighted. Below the dialog, a table of search candidates is displayed, with the 'Score' column highlighted in orange.

No.	Ref. Code	Mineral Name	Score	Compound Na...	Chemical Formula	Scal
1	ICDD 01-089-1961	Quartz low, dau...	44	Silicon Oxide	Si O2	0.
2	ICDD 01-070-2517	Quartz low - the...	43	Silicon Oxide	Si O2	0.
3	ICDD 01-070-3755	Quartz	41	Silicon Oxide	Si O2	0.
4	ICDD 01-089-8935	Quartz SGA	41	Silicon Oxide	Si O2	0.
5	ICDD 01-083-0539	Quartz	41	Silicon Oxide	Si O2	0.
6	ICDD 01-078-1252	Quartz low, syn	41	Silicon Oxide	Si O2	0.
7	ICDD 01-089-8936	Quartz SGA	41	Silicon Oxide	Si O2	0.
8	ICDD 01-077-1060		40	Silicon Oxide	Si O2	0.
9	ICDD 01-086-1560	Quartz	39	Silicon Oxide	Si O2	0.
10	ICDD 01-085-0457	Quartz low	39	Silicon Oxide	Si O2	0.
11	ICDD 01-083-2465	Quartz low, syn	39	Silicon Oxide	Si O2	0.

6. Una vez seleccionada la ficha del mineral con las posiciones e intensidades de picos que se ajusten mas a los de nuestra muestra (generalmente la fase con el «Score» más alto en la **columna naranja**), lo subimos (arrastrando) al listado «Accepted Ref. Pattern Name». El programa nos indica los picos de nuestra muestra que faltan por asignar (V) y selecciona automáticamente la siguiente fase del listado cuyos picos coinciden con los picos no identificados.

Primera fase seleccionada y subida al listado «Accepted Ref. Pattern Name»: Quartz

No.	Ref. Code	Mineral Name	Score	Compound Na...	Chemical Formula	Scal
1	ICDD 00-050-0015		33	Calcium Manga...	Ca2 Mn14 O27 lx H...	0.
2	ICDD 01-080-1286		29	Strontium Cesi...	Sr4.0 Cs1.1 (Al12 Si...	0.
3	ICDD 00-052-2044		29	Anthralin	C14 H10 O3	0.
4	ICDD 00-007-0042	Muscovite-3\ITT...	29	Potassium Alu...	(K, Na) (Al, Mg, ...	0.
5	ICDD 00-048-1952		28	Lanthanum hy...	C H3 La O6 P2 I4 H...	0.
6	ICDD 00-037-0409		28	Sodium Zinc Sil...	Na1.625 Zn0.8125 ...	0.
7	ICDD 00-039-0101		28	Sodium Alumin...	(Na2 O)0.33 Na Al ...	0.
8	ICDD 00-007-0032	Muscovite 2M1, ...	28	Potassium Alu...	K Al2 Si3 Al O10 (O...	0.
9	ICDD 01-073-2363		27	Zinc Platinum ...	Zn2 Pt O4	0.
10	ICDD 01-084-1306	Muscovite 2\ITM...	26	Potassium Alu...	K Al3 Si3 O10 (O H...	0.
11	ICDD 01-077-0018		26	Zinc Platinum ...	Zn2 Pt O4	0.

Residue + Peak List
Accepted Patterns

Picos de la muestra
Picos de la fase seleccionada

Análisis «manual»

En muchos casos el análisis automático da resultados satisfactorios. Hay que considerar que el software elige los minerales candidatos en base a la similitud de la posición e intensidad de sus picos. Tenemos que tener sentido común para seleccionar los minerales «verdaderos» de la lista y excluir aquellos con composición «exótica».

En el caso de difractogramas mas complejos puede ser necesario hacer un análisis «manual» adicional, buscando fases minerales concretas.

En el caso de los materiales de construcción resulta útil buscar primero los picos de máxima intensidad de los minerales más comunes usando su d_{hkl} y marcar los demás picos de cada fase. Después se buscan las fases correspondientes a los picos que no se habían asignado previamente.

Cuarzo (3.34 Å)

Calcita (3.03 Å)

Dolomita (2.88 Å)

Feldespatos (~3.20 Å)

Yeso (~7.60 Å)

Arcillas (~4.50 Å), incluyendo esmectitas, illita, kaolinita etc.

Análisis «manual»

7. También existe la posibilidad de buscar una fase concreta eligiendo «Reference Patterns» y «Restrictions». Seleccionamos «Strings» e introducimos el nombre del mineral y pulsamos «Load».

The screenshot displays the HighScore software interface. The main window shows a diffraction pattern plot with intensity on the y-axis (0 to 10000) and position on the x-axis (0 to 20). The title bar reads 'HighScore - Kerstin clay 28 min_Alh ori 1'. The 'Reference Patterns' menu is open, showing 'Retrieve Pattern by' with a dropdown arrow, and 'Restrictions...' is selected. The 'Restrictions - [Untitled]' dialog box is open, with the 'Strings' tab selected. The 'Mineral Name' field contains 'Quartz'. The 'Load' button is highlighted with a red box. The 'Exact Match' checkbox is checked. The 'Save as Subset' button is also visible.

Reference Patterns Analysis Reports Tools Customize Window Help

Retrieve Pattern by

Restrictions...

Reference Code...

Counts

Kerstin clay 28 min_Alh ori 1

Pattern List

Quantification Anchor Scan Data Pattern List X Peak List Refinement Control Scan List

Accepted Pattern:

Ref. Code Compound Na... Chemical Form... Score Scale ... Display Co...

Subfiles Chemistry Quality Crystallography Strings Mineral/Zelite Class

Exact Match

Load

Save as Subset

Compound Name: ... X

Mineral Name: Quartz ... X

Formula: ... X

Color: ... X

Author: ... X

Journal: ... X

Additional Graphics

ClipAllToZoom Default IdeAll IdeCom IdeMin IdMine2 Merge PDF scans MinorMinerals MultiRiet Overlay Scans PrintIdeAll Alboran

Retrieve Patterns by Restrictions

8. Todas las fichas de los minerales elegidos de la base de datos aparecen en el listado «Accepted Ref. Pattern Name». Se elige el más «adecuado» y los duplicados pueden ser eliminados seleccionándolos y pulsando «Borrar».

The screenshot displays the HighScore software interface. The main window shows an XRD pattern for 'Kerstin clay 28 min_Alh ori 1' with 'Counts' on the y-axis and 'Position [°2θ] (Copper (Cu))' on the x-axis. A pattern list window is open, showing a table of reference patterns. A red arrow points from the text above to the first entry in the list, which is highlighted in blue.

No.	Visi...	Ref. Code	Compound Na...	Chemical Form...	Score	Scale ...	Display Co...
1	<input checked="" type="checkbox"/>	ICDD 00-001-0649	Silicon Oxide	Si O2	24	0.205	Blue
2	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-002-0458	Silicon Oxide	Si O2	Un...	0.099	Lime
3	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-002-0471	Silicon Oxide	Si O2	26	0.055	Gray
4	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-003-0419	Silicon Oxide	Si O2	28	0.092	Mar..
5	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-003-0427	Silicon Oxide	Si O2	16	0.133	Aqua
6	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-003-0444	Silicon Oxide	Si O2	5	0.083	Fuc...
7	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-007-0346	Silicon Oxide	Si O2	Un...	0.016	Yell...
8	<input type="checkbox"/>	ICDD 01-070-3755	Silicon Oxide	Si O2	39	0.342	Red
9	<input type="checkbox"/>	ICDD 01-074-1811	Silicon Oxide	Si O2	15	0.015	Blue

9. El programa permite la comparación de la coincidencia de los picos de nuestra muestra con varias fichas de minerales a la vez, eligiendo las fichas del listado «Accepted Ref. Pattern Name» y «Pattern View».

The screenshot displays the HighScore software interface. The main window shows a 'Peak List' plot with three stacked traces: 'Muestra' (Sample), 'Ficha 1' (Reference 1), and 'Ficha 2' (Reference 2). The x-axis is labeled 'Position [°2θ] (°)' and ranges from 10 to 30. A 'Pattern List' window is open, showing a table of reference patterns. A red arrow points from the text in the question to the 'Accepted Ref. Pattern: 00-002-0458' entry in the table. Another red arrow points from the text to the 'Pattern View' button in the bottom toolbar. The 'Additional Graphics' window at the bottom shows a 'Residue + Peak List' plot comparing the sample peaks with the selected reference patterns.

No.	Visi...	Ref. Code	Compound Na...	Chemical Form...	Score	Scale ...	Display Co...
1	<input checked="" type="checkbox"/>	ICDD 00-001-0649	Silicon Oxide	Si O2	20	0.296	Blue
2	<input checked="" type="checkbox"/>	ICDD 00-002-0458	Silicon Oxide	Si O2	Un...	0.139	Lime
3	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-002-0471	Silicon Oxide	Si O2	21	0.043	Gray
4	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-003-0419	Silicon Oxide	Si O2	25	0.129	Mar..
5	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-003-0427	Silicon Oxide	Si O2	13	0.193	Aqua
6	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-003-0444	Silicon Oxide	Si O2	5	0.047	Fuc...
7	<input type="checkbox"/>	ICDD 00-007-0346	Silicon Oxide	Si O2	Un...	0.010	Yell...
8	<input type="checkbox"/>	ICDD 01-070-3755	Silicon Oxide	Si O2	36	0.548	Red
9	<input type="checkbox"/>	ICDD 01-074-1811	Silicon Oxide	Si O2	18	0.034	Blue

10. El programa permite ver la información de las fichas de los minerales de referencia (incluyendo el d_{hkl} de cada pico), haciendo doble «click» con el botón derecho del ratón sobre el Ref. Code de la ficha seleccionada.

The screenshot shows the HighScore software interface. The main window displays an XRD pattern for 'Kerstin clay 28 min_Bacteria'. A prominent peak is labeled '101'. A red arrow points from this peak to a reference pattern window for 'Quartz' (Ref. Code: 01-079-1910). The reference pattern window shows a table of peaks with columns for No., h, k, l, d [Å], 2θ [°], and I [%]. The peak at 2θ = 26.637° is highlighted with a red box, corresponding to the '101' peak in the XRD pattern.

Reference Pattern: 01-079-1910 **Quartz**
 Structure: Hazen, R.M., Finger, L.W., Hemley, R.J., Mao, H.K., *Solid State Commun.*, **72**, 5

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	1	0	0	4.25565	20.857	21.0
2	1	0	1	3.34387	26.637	100.0
3	1	1	0	2.45700	36.542	6.7
4	0	1	2	2.28166	39.462	6.6
5	1	1	1	2.23681	40.287	2.9
6	2	0	0	2.12782	42.448	4.9
7	0	2	1	1.97997	45.790	2.7
8	1	1	2	1.81812	50.134	11.0
9	0	0	3	1.80200	50.614	0.4
10	2	0	2	1.67193	54.868	3.3
11	1	0	3	1.65937	55.318	1.4
12	2	1	0	1.60848	57.227	0.2
13	2	1	1	1.54169	59.953	7.7
14	1	1	3	1.45309	64.026	1.4

11. Para analizar varias muestras al mismo tiempo se usa «File» e «Insert» para abrir los ficheros de las muestras adicionales.

The screenshot displays the HighScore software interface. The main window title is "HighScore - Kerstin clay 28 min_Alh ori 1". The status bar shows "Pos. [°2θ]: 6.411" and "d-spacing [Å]: 13.7752". The menu bar includes File, Edit, View, Treatment, Reference Patterns, Analysis, Reports, Tools, Customize, Window, and Help. The File menu is open, and the "Insert..." option is highlighted with a red box. A red arrow points to the File menu. The background shows a plot of the X-ray diffraction pattern for "Kerstin clay 28 min_Alh ori 1". The x-axis is labeled "Position [°2θ] (Copper (Cu))" and ranges from 30 to 60. The y-axis represents intensity. The plot shows a sharp peak at approximately 26.5° 2θ and several smaller peaks between 35° and 55° 2θ.

File Edit View Treatment Reference Patterns Analysis

- Open... Ctrl+O
- Open all XRDML from... Ctrl+M
- Insert... Ctrl+I**
- Save Document Ctrl+S
- Save As...
- Print Preview...

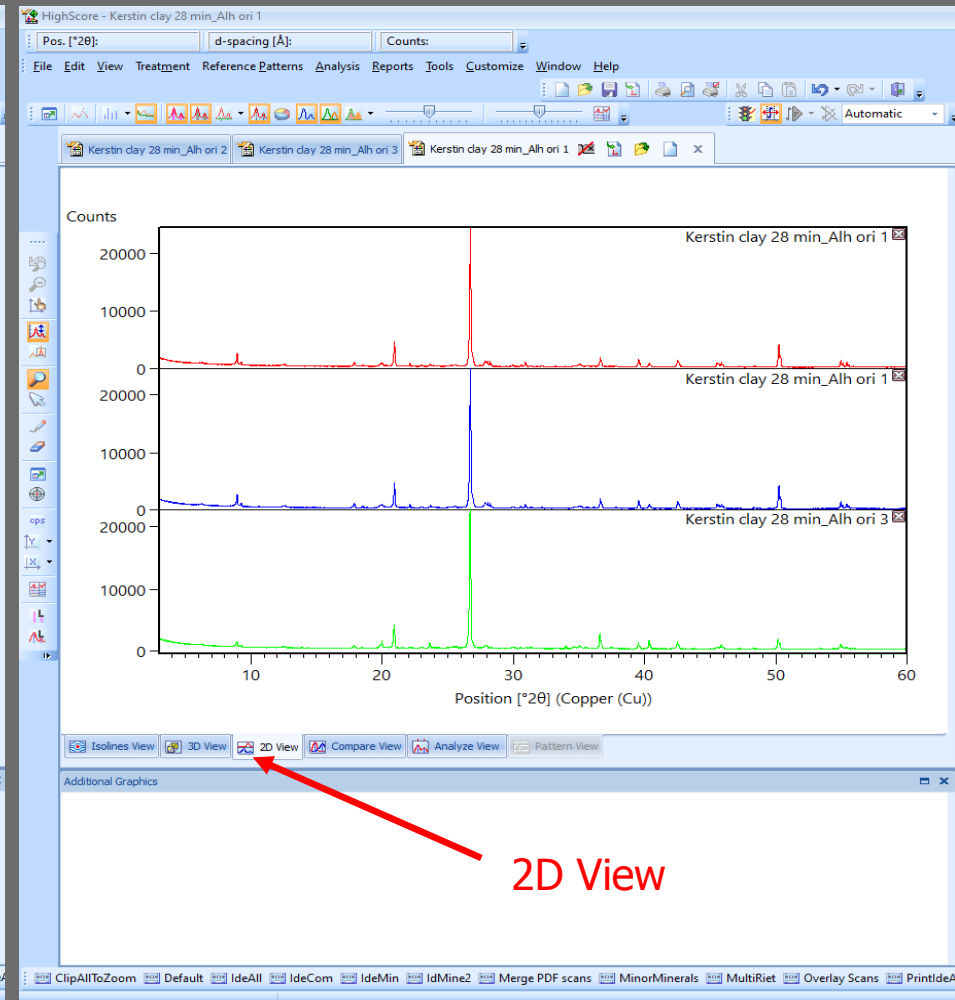
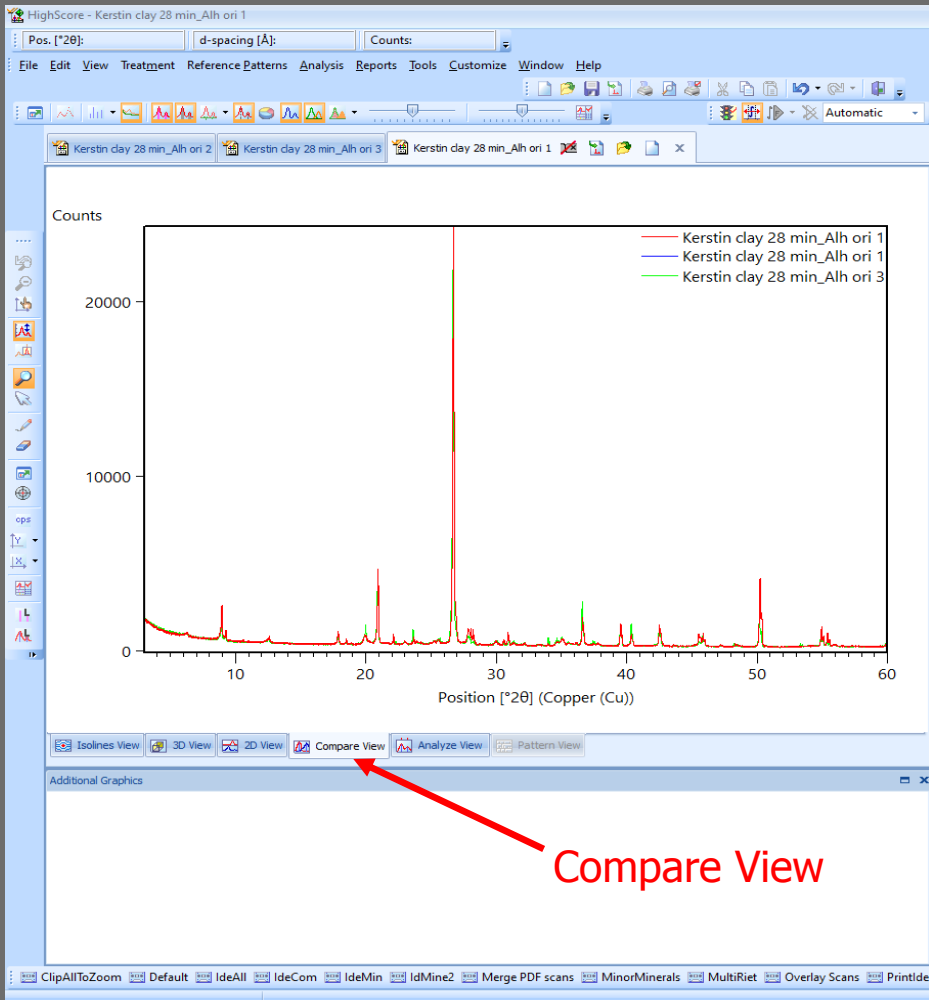
1 D:\LADRILLOS THESIS\Jg800_1.HPF
2 D:\LADRILLOS THESIS\Gg1100_2.HPF
3 D:\LADRILLOS THESIS\G1100_1.HPF
4 D:\LADRILLOS THESIS\Jg1100_1.HPF
5 D:\LADRILLOS THESIS\J1100_1.HPF
6 D:\LADRILLOS THESIS\Gg950_1.HPF
7 D:\LADRILLOS THESIS\G950_1.HPF
8 D:\LADRILLOS THESIS\Jg950_1.HPF
9 D:\LADRILLOS THESIS\J950_1.HPF
A D:\LADRILLOS THESIS\Gg800_1.HPF

Kerstin clay 28 min_Alh ori 1

Position [°2θ] (Copper (Cu))

Analyze View Pattern View

12. Para comparar diferentes muestras existen varias opciones, por ejemplo: «Compare View» (se ven los difractogramas superpuestos unos sobre otros) o «2D View» (se ven los difractogramas por separado, uno encima del otro).



13. Por defecto el programa selecciona la primera muestra para analizar. Si queremos hacer el análisis de otra muestra, tenemos que seleccionarlo con doble «clic» del botón derecho del ratón y elegir «Take as Anchor Scan».

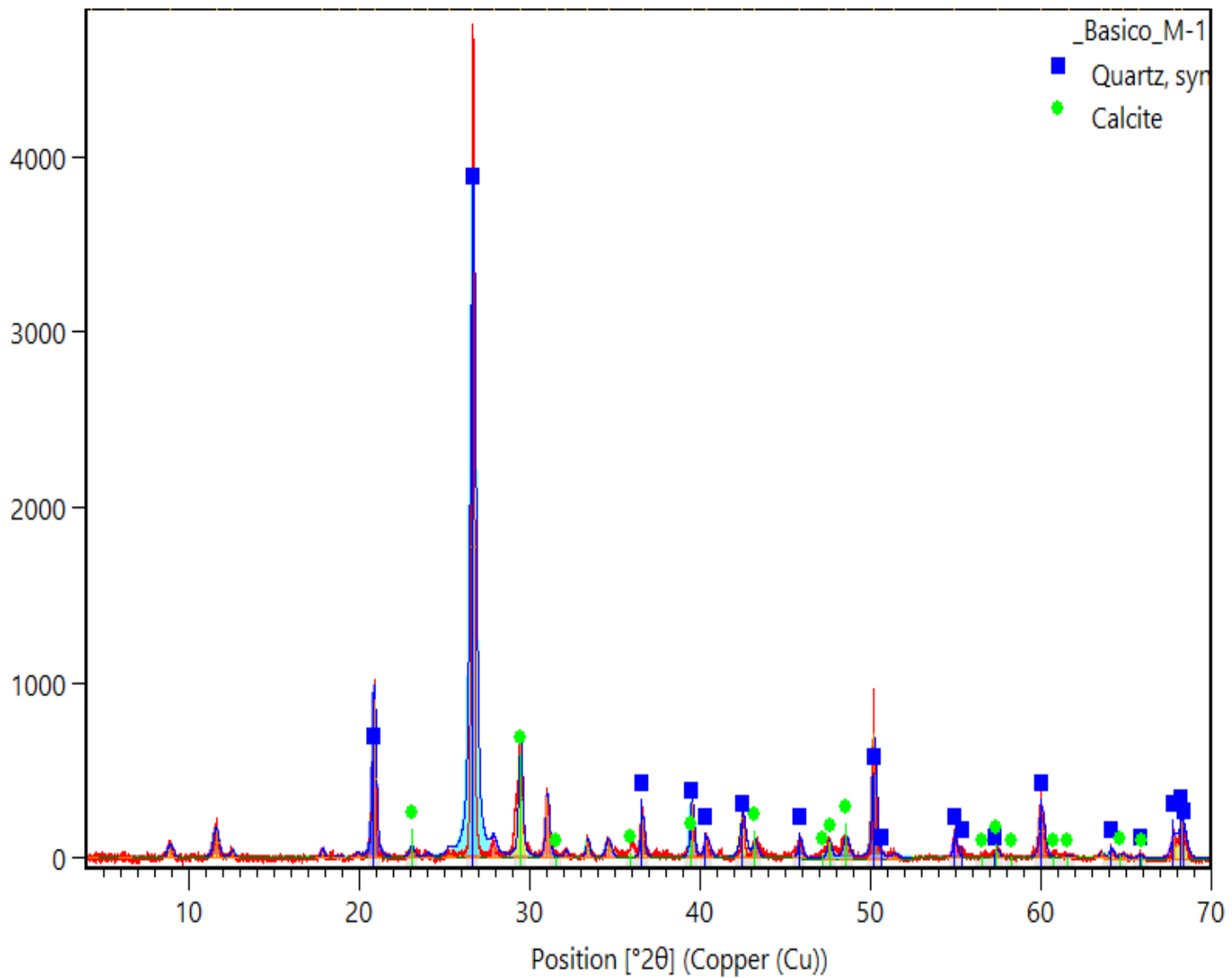
The screenshot shows the HighScore software interface. The main window displays an XRD pattern for 'Kerstin clay 28 min_Alh ori 1'. The y-axis is labeled 'Counts' and ranges from 0 to 20000. The x-axis is labeled 'Position [°2θ] (Copper (Cu))' and ranges from 0 to 40. A prominent peak is visible at approximately 26.5° 2θ. The Scan List table in the bottom right corner is as follows:

No.	Lin...	Visi...	Name	Start pos...	Omeg...	Position ...	X Position [mm]	Measured Date/
1		<input checked="" type="checkbox"/>	Kerstin d...	3.0082		0.0000	0.0000	12/03/2020 15:1
2		<input checked="" type="checkbox"/>	Kerstin d...	3.0082		0.0000	0.0000	12/03/2020 15:1
3		<input checked="" type="checkbox"/>	Kerstin d...	3.0082		0.0000	0.0000	12/03/2020 15:1

A context menu is open over the Scan List table, with the following options:

- Edit Scan Parameters...
- Copy To
- Re-Apply Color Scheme
- Make Cluster Visible
- Copy Representative Scans to New Document
- Take as Anchor Scan** (Ctrl+T)
- Take as Background
- Subtract existing Background
- Remove Scan
- Duplicate Scan
- Toggle visible
- Add selected Scans to Reference Database
- Simple Sum...

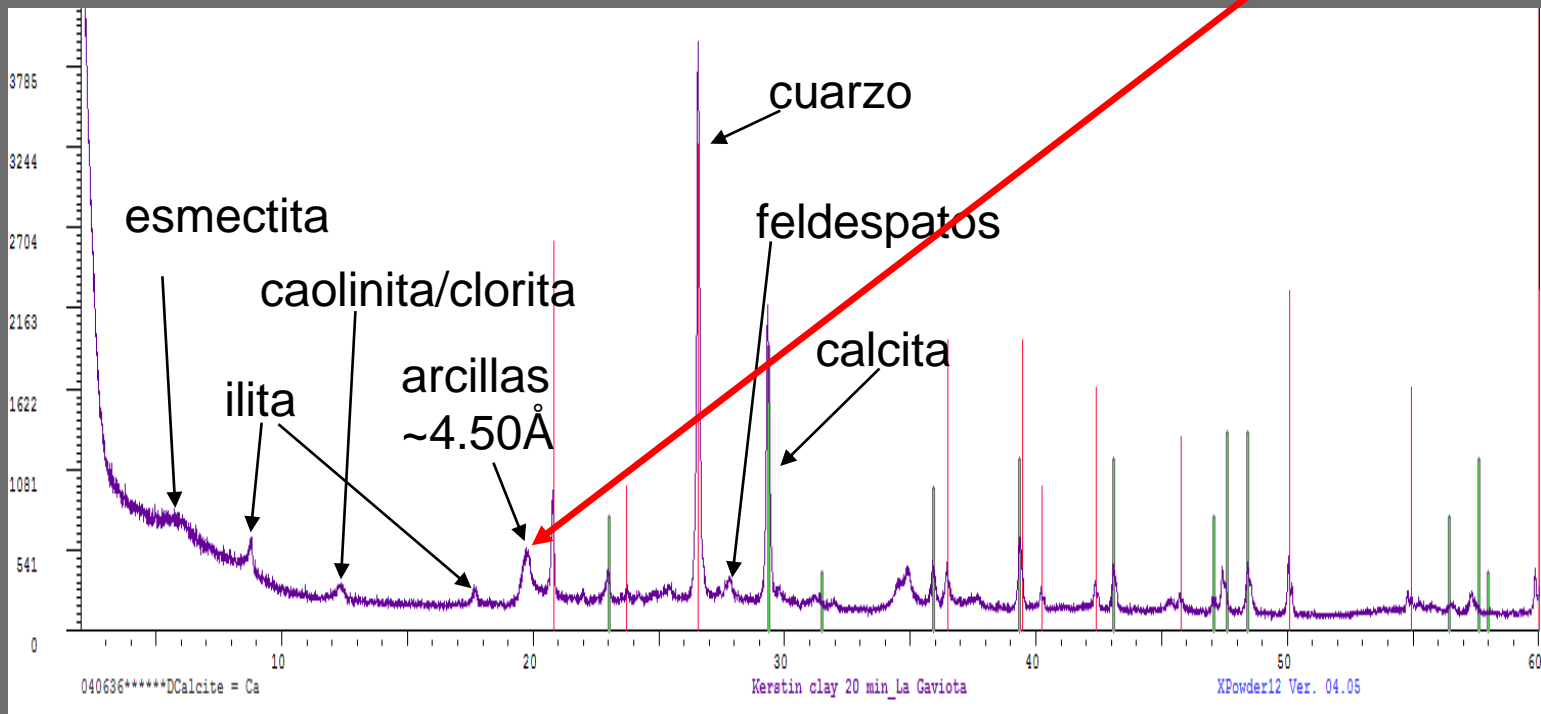
El programa permite guardar el difractograma analizado como fichero pdf.



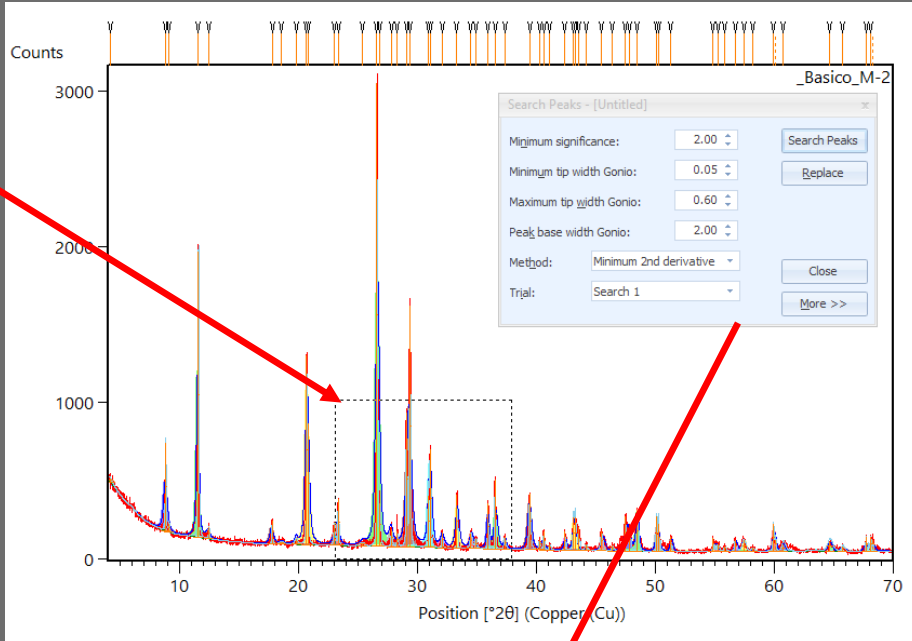
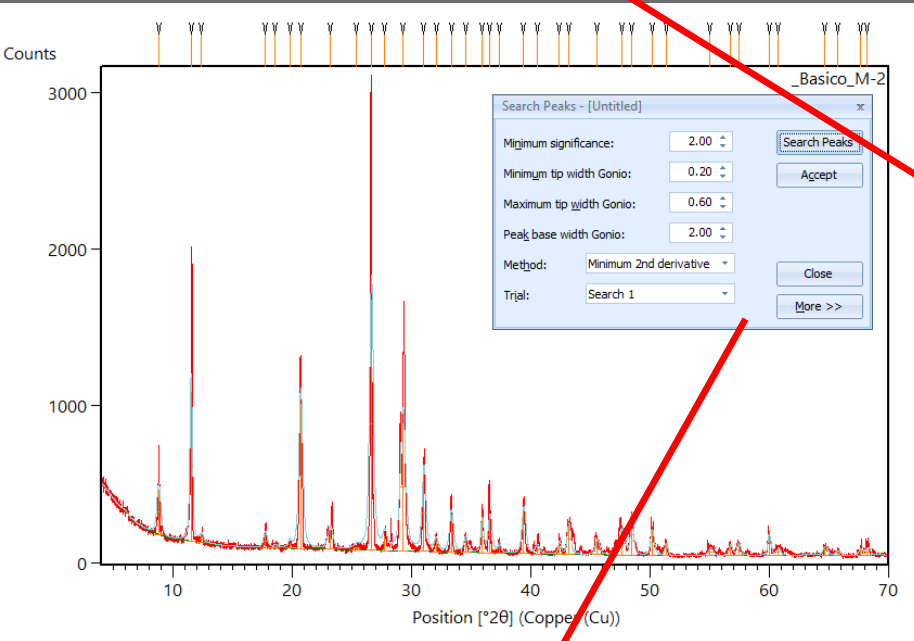
Cuantificación de los fases minerales mediante DRX

Generalmente los software comerciales permiten una cuantificación de las fases automática mas o menos fiable. Un análisis cuantitativo de alta precisión requiere la aplicación del método Rietveld – análisis de DRX avanzado).

En general, el análisis DRX es semicuantitativo y en muchos casos tenemos que asumir un error de aproximadamente $\pm 5\%$ en peso (en casos de minerales de la arcilla hasta $\pm 10\%$ en peso). Considerando que muchas muestras de materiales de construcción contienen varias fases incluyendo arcillas, se recomienda una cuantificación «semimanual». Se describen la cuantificación automática y semimanual a continuación, usando valores de poder reflectante experimentales para la última y teniendo en cuenta que se usa el pico general de las arcillas a $\sim 4.50 \text{ \AA}$ para el cálculo.



14. Para cuantificar las fases de una muestra tenemos que estar seguros de que el programa ha seleccionado y separado todos los picos adecuadamente. Se puede marcar una zona para comprobar la selección de los picos usando el botón izquierdo del ratón.



Search Peaks - [Untitled]

Minimum significance: 2.00

Minimum tip width Gonio: 0.20

Maximum tip width Gonio: 0.60

Peak base width Gonio: 2.00

Method: Minimum 2nd derivative

Trial: Search 1

Buttons: Search Peaks, Accept, Close, More >>

Search Peaks - [Untitled]

Minimum significance: 2.00

Minimum tip width Gonio: 0.05

Maximum tip width Gonio: 0.60

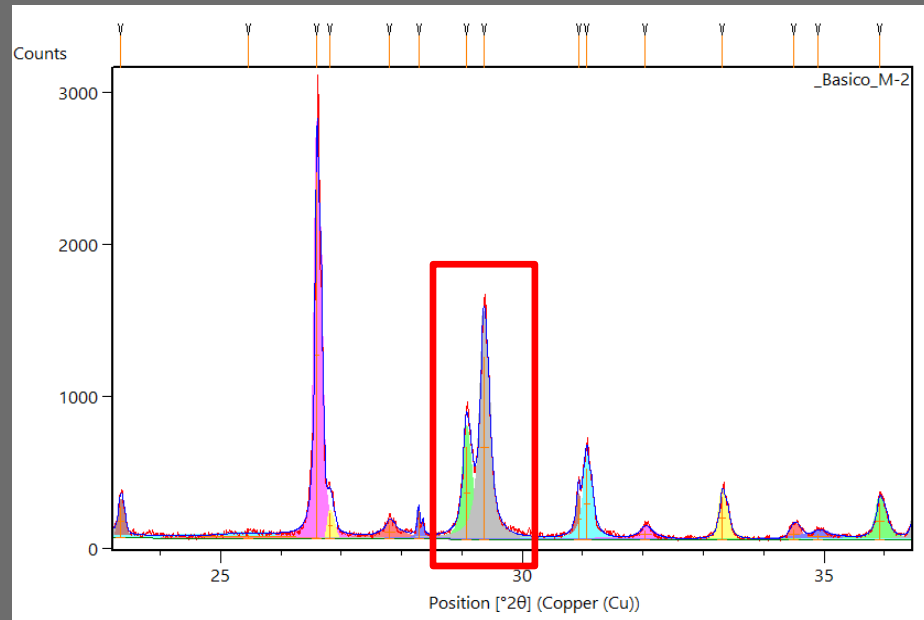
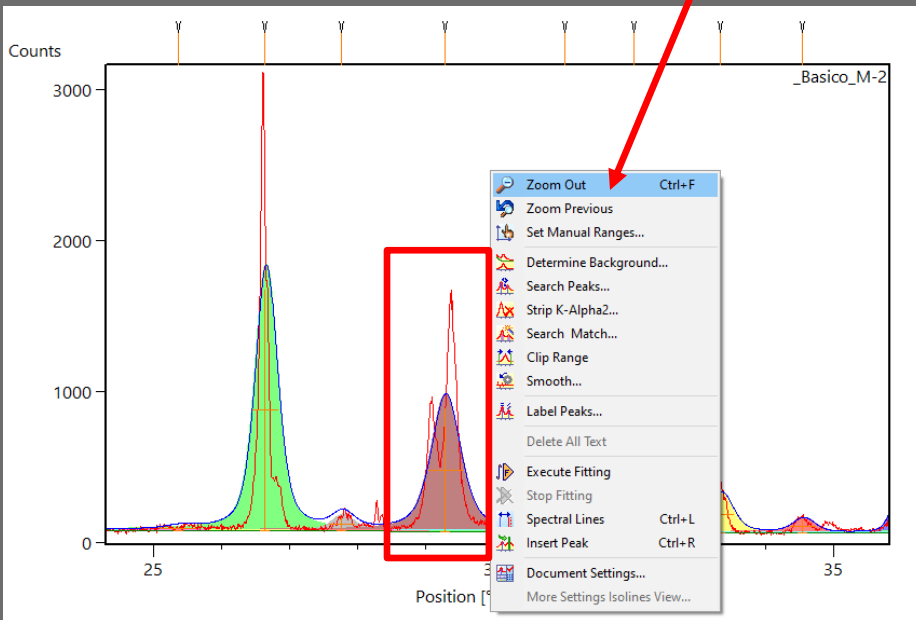
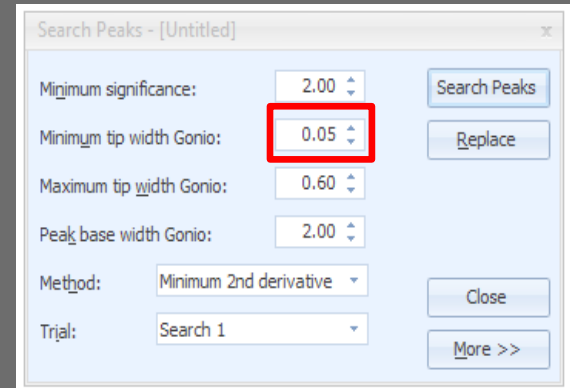
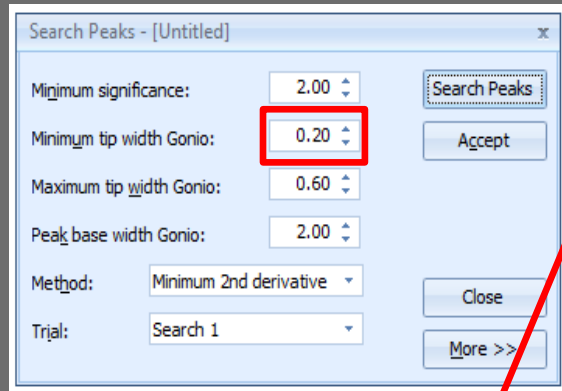
Peak base width Gonio: 2.00

Method: Minimum 2nd derivative

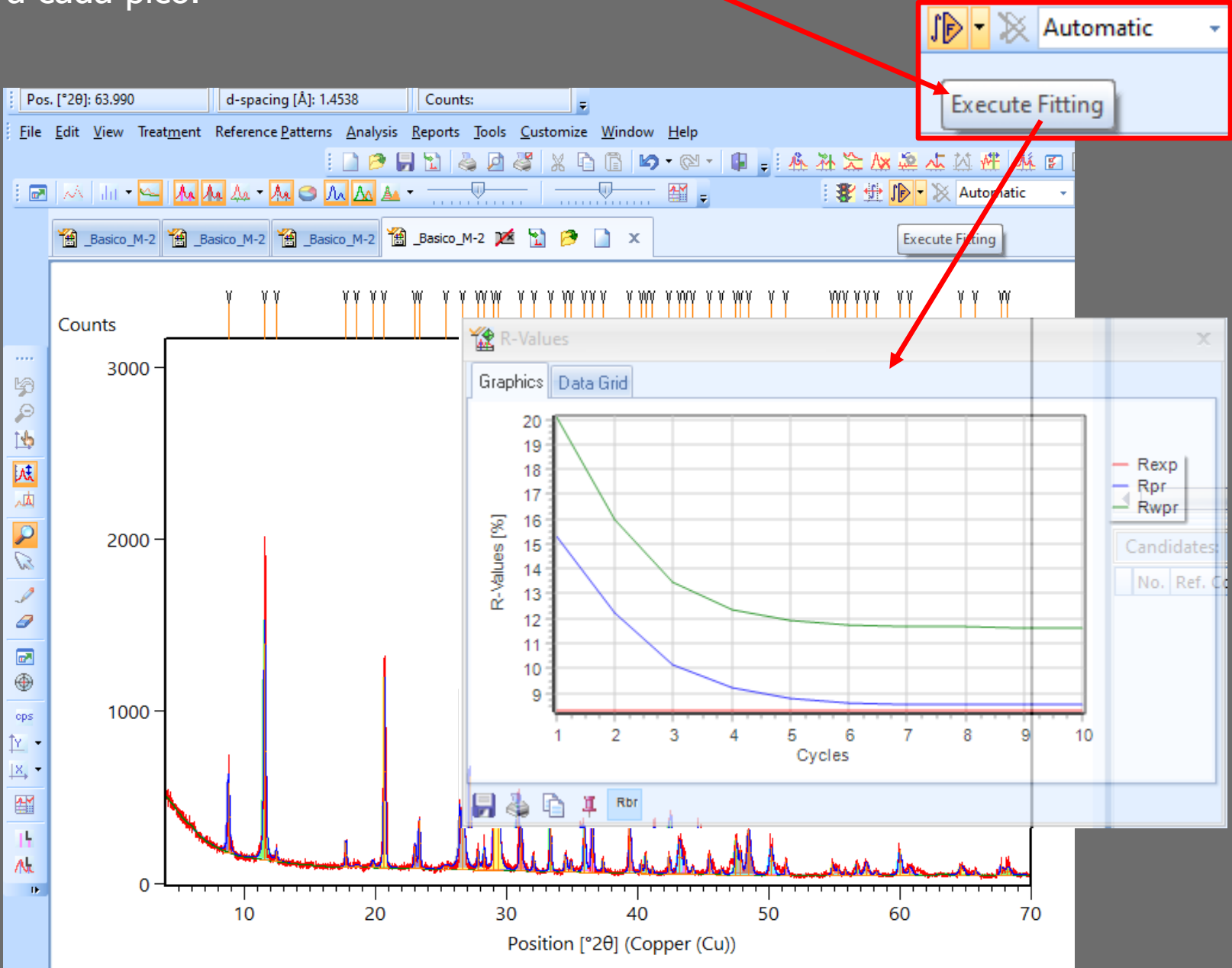
Trial: Search 1

Buttons: Search Peaks, Replace, Close, More >>

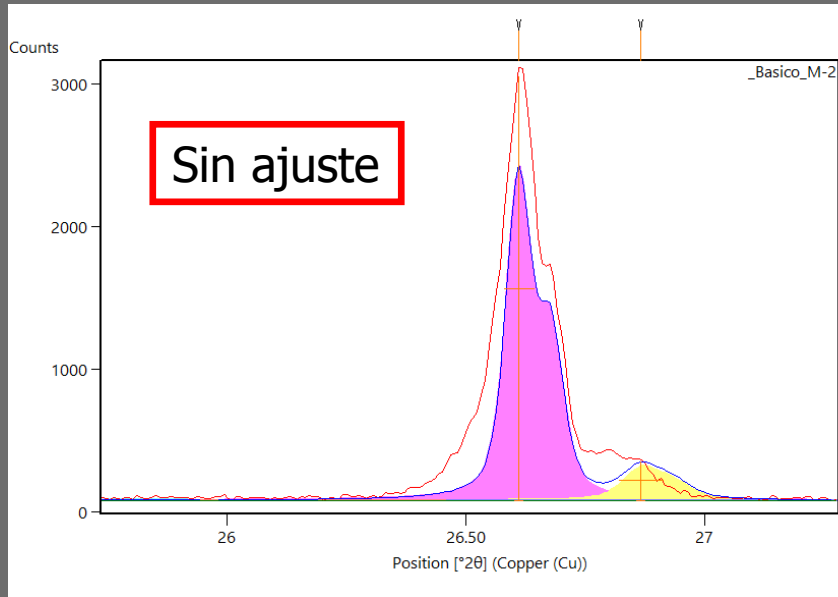
Abajo se ve el efecto de disminuir el valor de «Minimum tip width Gonio» en la separación de los picos. Para poder ver el difractograma otra vez completo se usa el botón derecho del ratón y se selecciona «Zoom Out».



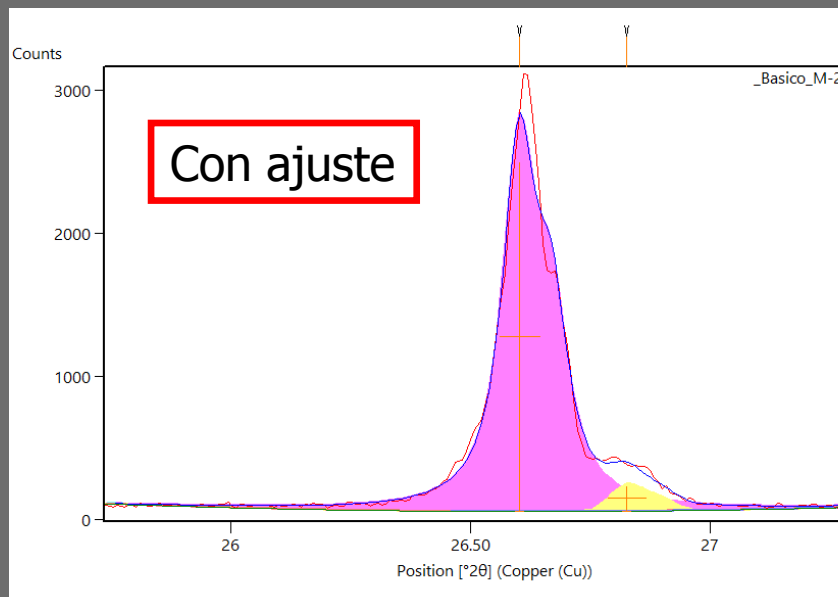
15. Una vez seleccionados los picos se elige «Execute Fitting» para mejorar el ajuste de la curva a cada pico.



Abajo se ve el efecto del ajuste de la curva en el valor del área (números de cuenta) de los picos reconocidos por el programa. Hay que elegir «Peak List» para acceder a esta información.

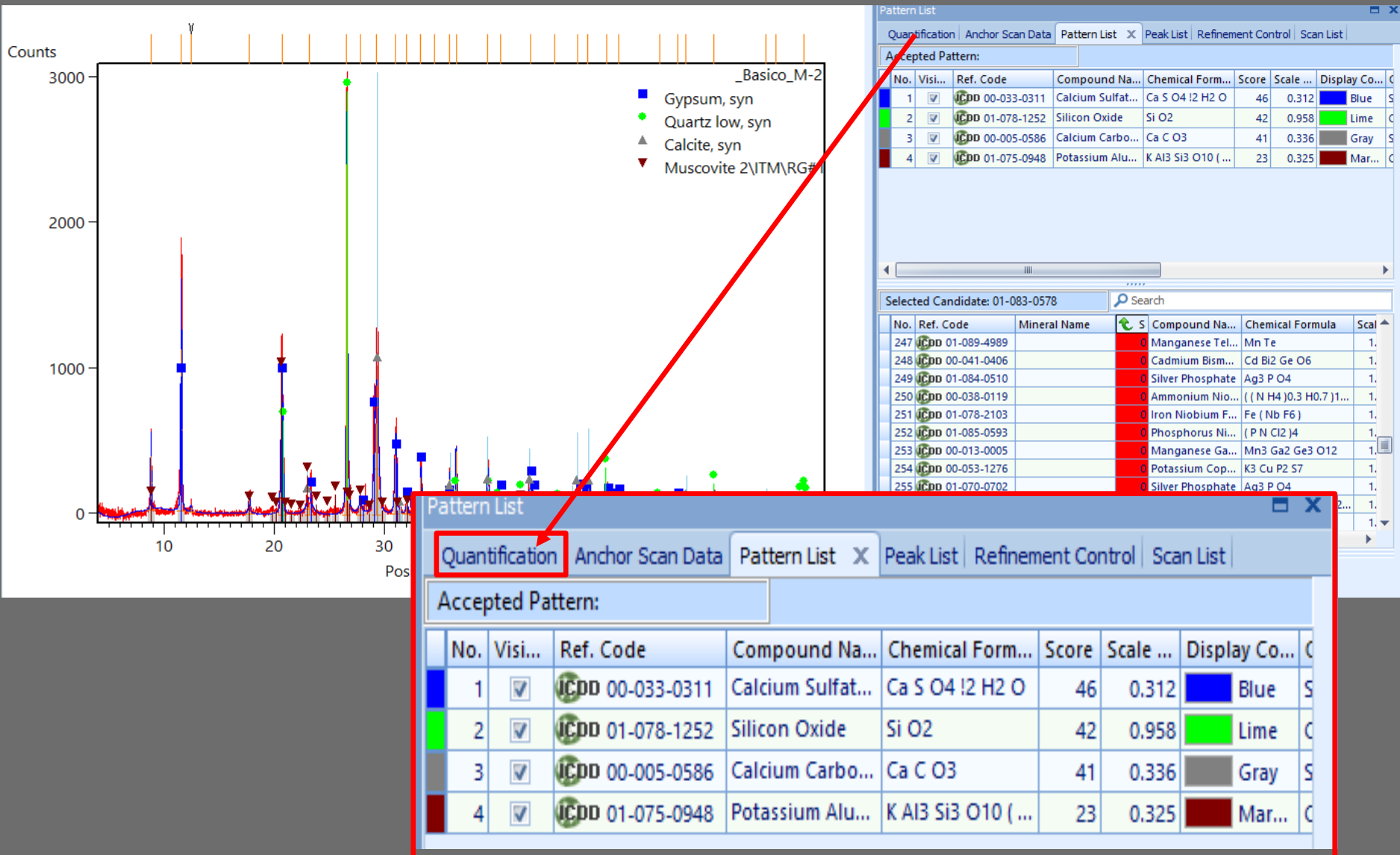


No.	Pos. [°2θ]	d-spacing ...	Height [c...]	Sha...	Area [cts**2θ]	Status	Crystallite Size only [Å]
1	4.2042	21.01773	146.17	0.600	54.48	Incl...	24
2	8.8595	9.98151	575.72	0.600	44.71	Incl...	210
3	9.1360	9.68002	57.13	0.600	5.32	Incl...	133
4	11.6197	7.61587	1872.05	0.600	145.37	Incl...	207
5	12.5004	7.08126	78.12	0.600	7.28	Incl...	132
6	17.8077	4.98097	154.38	0.600	9.59	Incl...	2827
7	18.5897	4.77315	15.21	0.600	5.67	Incl...	24
8	19.8153	4.48061	38.59	0.600	9.59	Incl...	37
9	20.7000	4.29106	1242.01	0.600	96.45	Incl...	201
10	20.8393	4.26271	800.38	0.600	49.72	Incl...	2840
11	23.0329	3.86146	139.34	0.600	21.64	Incl...	63
12	23.3584	3.80839	305.34	0.600	23.71	Incl...	200
13	25.3734	3.51033	21.07	0.600	10.47	Incl...	18
14	26.6098	3.34996	3035.81	0.600	188.59	Incl...	2870

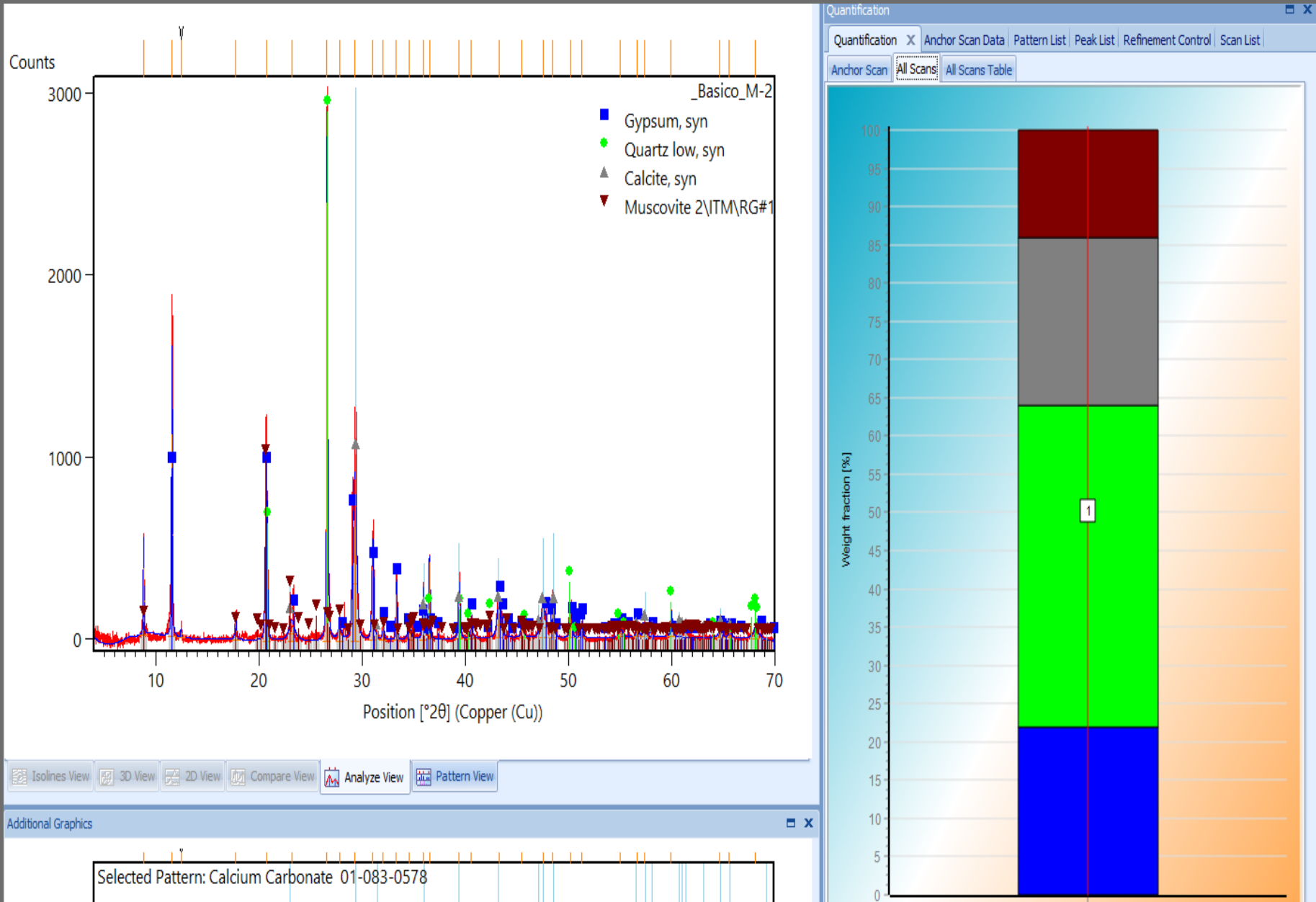


No.	Pos. [°2θ]	d-spacing ...	Height [c...]	Sha...	Area [cts**2θ]	Status	Crystallite Size only [Å]
1	4.2042	21.01773	146.17	0.600	54.48	Incl...	24
2	8.8595	9.98151	575.72	0.600	44.71	Incl...	210
3	9.1360	9.68002	57.13	0.600	5.32	Incl...	133
4	11.6197	7.61587	1872.05	0.600	145.37	Incl...	207
5	12.5004	7.08126	78.12	0.600	7.28	Incl...	132
6	17.8077	4.98097	154.38	0.600	9.59	Incl...	2827
7	18.5897	4.77315	15.21	0.600	5.67	Incl...	24
8	19.8153	4.48061	38.59	0.600	9.59	Incl...	37
9	20.7000	4.29106	1242.01	0.600	96.45	Incl...	201
10	20.8393	4.26271	800.38	0.600	49.72	Incl...	2840
11	23.0329	3.86146	139.34	0.600	21.64	Incl...	63
12	23.3584	3.80839	305.34	0.600	23.71	Incl...	200
13	25.3734	3.51033	21.07	0.600	10.47	Incl...	18
14	26.6007	3.34831	2488.77	0.959	322.34	Incl...	180

16. El programa HighScore permite una cuantificación de las fases automática considerando las fichas de minerales en el listado «Accepted Pattern».



Ejemplo de una cuantificación automática de las fases considerando las fichas de minerales en el listado «Accepted Pattern».



Para obtener los valores (porcentaje en peso) de la semicuantificación de cada fase tenemos que elegir «Pattern List» y la correspondiente ficha de la fase. En el ejemplo se ve el valor para el carbonato cálcico (calcita).

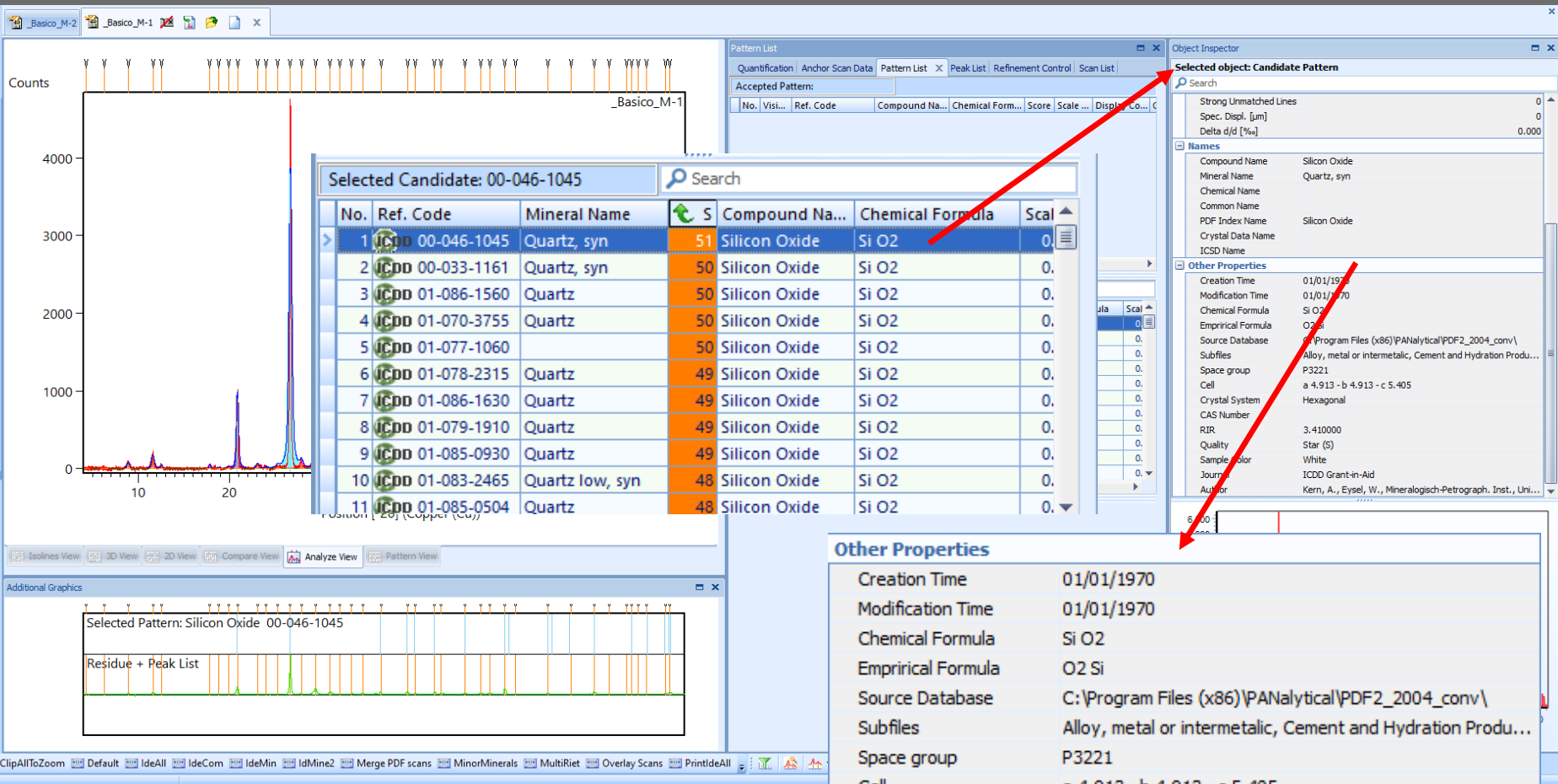
The image shows two windows from a software application. The left window is titled "Pattern List" and has tabs for "Quantification", "Anchor Scan Data", "Pattern List", "Peak List", "Refinement Control", and "Scan List". The "Pattern List" tab is active, showing a table of reference patterns. The third row is highlighted with a red box. Below the table is a search bar and a "Selected Candidate" field.

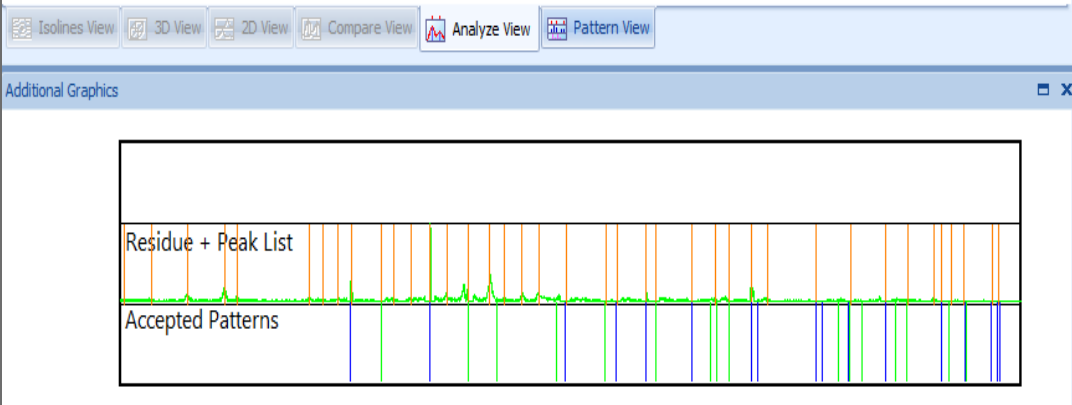
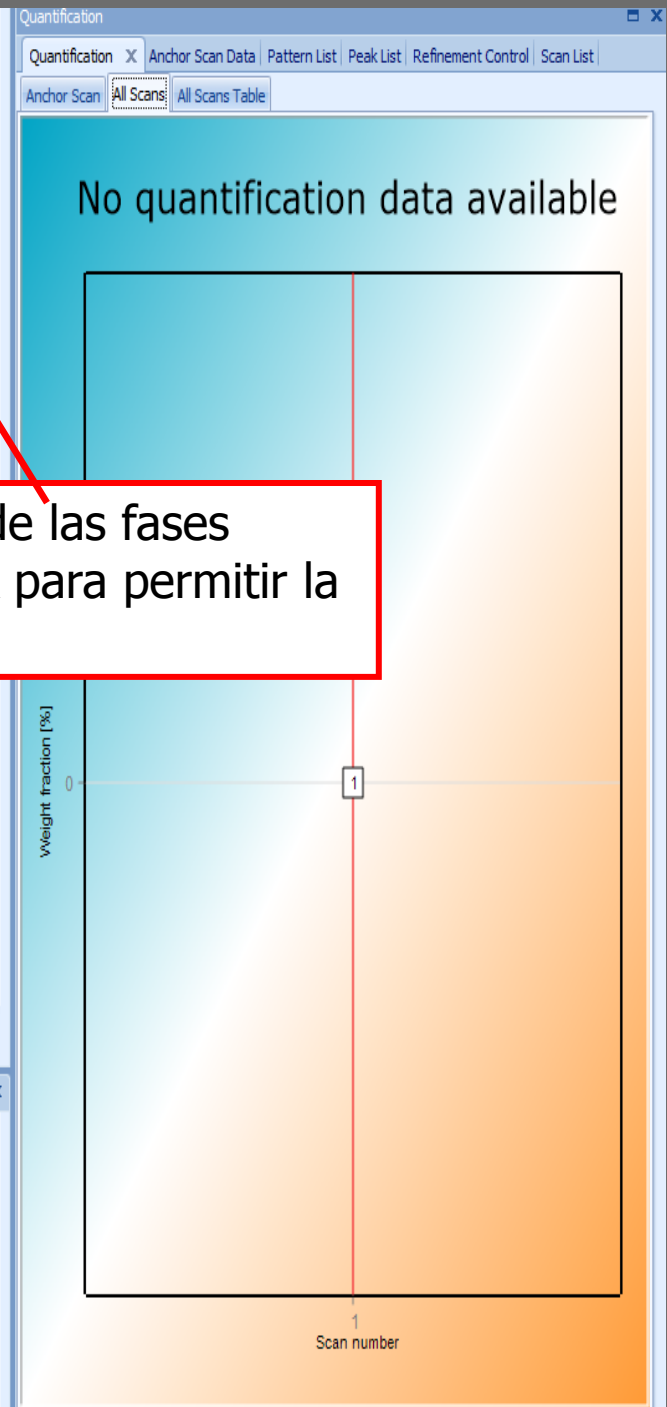
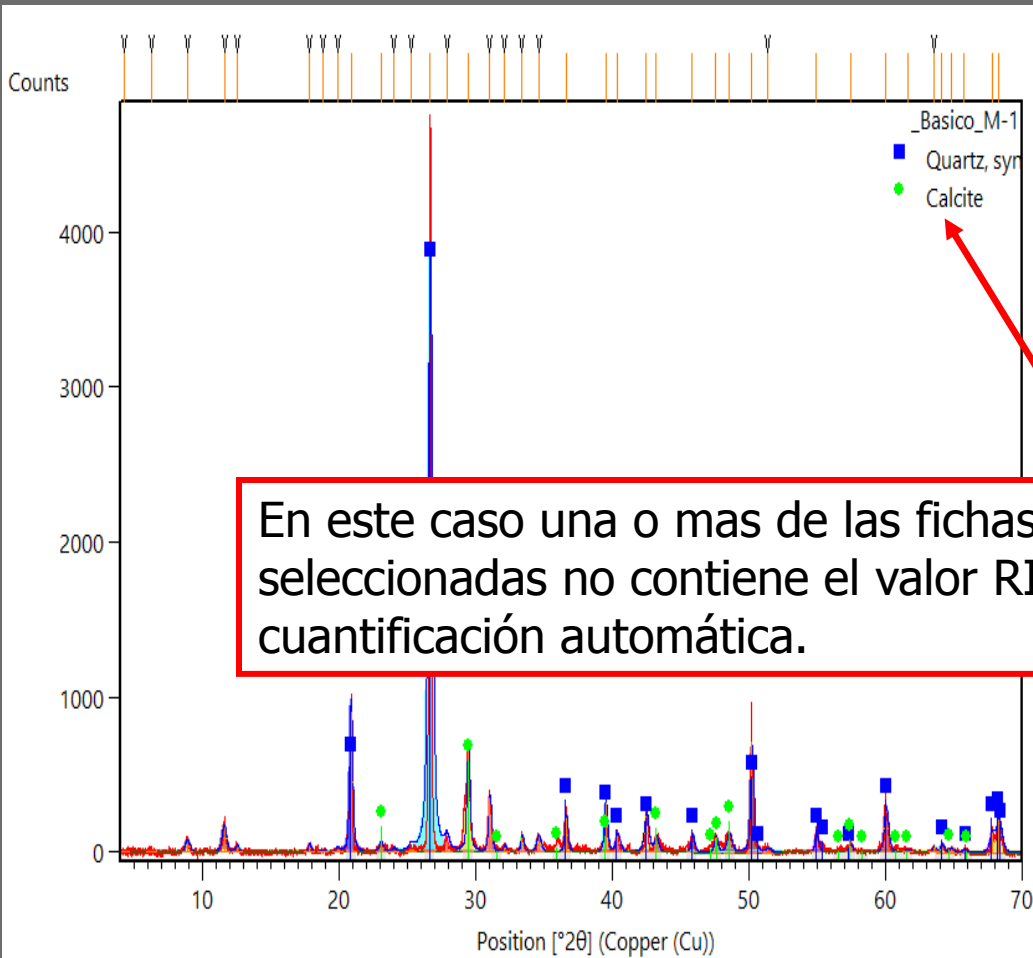
No.	Visi...	Ref. Code	Compound Na...	Chemical Form...	Score	Scale ...	Display Co...
1	<input checked="" type="checkbox"/>	ICDD 00-033-0311	Calcium Sulfat...	Ca S O4 I2 H2 O	46	0.312	Blue
2	<input checked="" type="checkbox"/>	ICDD 01-078-1252	Silicon Oxide	Si O2	42	0.958	Lime
3	<input checked="" type="checkbox"/>	ICDD 00-005-0586	Calcium Carbo...	Ca C O3	41	0.336	Gray
4	<input checked="" type="checkbox"/>	ICDD 01-075-0948	Potassium Alu...	K Al3 Si3 O10 (...)	23	0.325	Mar...

The right window is titled "Object Inspector" and shows the properties of the selected object, "Accepted Pattern". The "Reference Code" is "ICDD 00-005-0586". The "Semi Quant [%]" value is 22, which is highlighted with a red box. Other properties include "Score" (41), "Scale Factor" (0.336), and "Displacement [°2Th.]" (0.000).

Property	Value
Score	41
Scale Factor	0.336
Displacement [°2Th.]	0.000
Matched Lines	12
Total Lines	17
Strong Unmatched Lines	0
Spec. Displ. [µm]	0
Delta d/d [%]	0.000
Semi Quant [%]	22

Cuando seleccionamos una ficha tenemos que asegurarnos de que la ficha contiene el valor RIR para permitir la cuantificación automática. Podemos consultar esta información eligiendo «Pattern List» y la ficha de la fase seleccionada.





Los valores de «Reference Intensity Ratio» (RIR, similar al poder reflectante) que el programa usa para la cuantificación de las fases pueden variar según las fichas. Por tanto, la cuantificación puede variar según las fichas seleccionadas.

Gypsum											
Patterns		9		Offset		<input checked="" type="checkbox"/>		Max offset		0.15	
								Convergence		0	
Set-Fil	Phase name	Q	Fract	RIR.	% W Unc	Ab	m/rho	% W Xtal	% W Xtal+A	min	%
700982	Gypsum	1	0.683	1.90	14.5 (0.3)	60.8	60.8	14.6 (0.3)	14.1 (0.3)	000.0	
700983	Gypsum	1	0.415	1.70	09.8 (0.5)	60.8	60.8	09.9 (0.5)	09.6 (0.4)	000.0	
700984	Gypsum	1	0.682	1.70	16.2 (0.3)	60.8	60.8	16.3 (0.3)	15.8 (0.3)	000.0	
720596	Gypsum	1	0.250	1.90	05.3 (0.5)	60.8	60.8	05.3 (0.5)	05.2 (0.5)	000.0	
741433	Gypsum	1	0.682	1.60	17.2 (0.3)	60.8	60.8	17.3 (0.3)	16.8 (0.3)	000.0	
741904	Gypsum	1	0.415	1.70	09.8 (0.5)	60.8	60.8	09.9 (0.5)	09.6 (0.4)	000.0	
741905	Gypsum	1	0.415	1.90	08.8 (0.5)	60.8	60.8	08.9 (0.5)	08.6 (0.4)	000.0	
761746	Gypsum	1	1.000	5.00	08.1 (0.2)	60.8	60.8	07.5 (0.2)	07.3 (0.2)	000.0	

17. Para la cuantificación «semimanual», en vez de medir la altura y calcular la intensidad absoluta como hemos hecho en la practica de DRX, vamos a usar el numero de cuentas del área de cada pico (considerando el pico de máxima intensidad de las distintas fases). El programa señala los datos del pico en la lista («Peak List») al posicionar el ratón encima del pico en el difractograma.



9	26.5925	3.34933	4534.63	0.794	564.31	Incl...
---	---------	---------	---------	-------	--------	---------

Cuantificación semimanual

Para la cuantificación dividimos el número de cuentas del área de cada fase (del pico de max. intensidad) por el poder reflectante (P.R.) correspondiente. **Nota:** Los nombres de los minerales están incluidos en inglés porque los programas de identificación usan los nombres en inglés.

Fase	P.R.	d_{hkl} (Å)
Quartz	1.43	3.34
Calcite	1.05	3.03
Dolomite	1.03	2.88
Gypsum	0.70	7.56
Feldspars	0.98	~3.20
Strontianite	0.60	3.53
Fluorite	2.00	3.16
Galena	1.50	2.96
Clays/Arcillas (mica, illite, kaolinite, smectite, etc.)	0.09	~4.50

18. Para el análisis semicuantitativo creamos una hoja EXCEL con las siguientes columnas: nombre del mineral, d_{hkl} , poder reflectante, cuentas del área, cuentas del área dividido por el poder reflectante (AC/PR), porcentaje en peso (wt%) y porcentaje semicuantitativo (± 5 wt%).

Simplemente tenemos que introducir los valores del área (cuentas) de cada mineral (columna roja) y sumar los valores obtenidos (columna verde), dividir el valor de AC/PR de cada mineral por la suma de todos los AC/PR calculados (columna azul) y ajustar el porcentaje semicuantitativo redondeando a múltiplos de cinco.

Mineral	d_{hkl}	Poder reflectante	Área (Cuentas)	AC/PR	Porcentaje (wt%)	Porcentaje semicuant. (wt%)
Filosilicatos	4.49	0.09	512	(512/0.09 =) 5689	(5689/14039 =) 40	40
Cuarzo	3.34	1.43	11011	7700	55	55
Calcita	3.03	1.05	0	0	0	0
Dolomita	2.88	1.08	279	258	2	<5
Yeso	7.05	0.70	0	0	0	0
Feldespatos	3.21	1.03	404	392	3	<5
				Suma 14039		

19. También tenemos la posibilidad de presentar los resultados de un análisis DRX en una tabla, describiendo la abundancia de cada fase usando los siguientes términos: muy abundante, abundante, poco abundante y trazas (ver tabla). Hay que considerar que algunos minerales tienen un poder reflectante muy bajo resultando en un pico relativamente pequeño a pesar de una cantidad considerable del mineral (por ejemplo las esmectitas) o que la posición de picos de dos minerales solapen (por ejemplo el 003 de illita y el 101 del cuarzo) lo que puede causar una subestimación de la esmectita o sobrestimación del cuarzo si se hace una cuantificación «a ojo».

Ejemplo

Muestra	Filosilicatos	Cuarzo	Calcita	Dolomita	Yeso	Feldespatos
Alhambra 1	+	+++	+	+	-	+
Alhambra 2	tr	++	++	+	-	+
Alhambra 3	+	+++	+	tr	tr	tr
Alhambra 4	++	++	+	tr	tr	tr
Alhambra 5	tr	++	++	+	+	-
Alhambra 6	-	++	++	-	tr	-

+++ = muy abundante

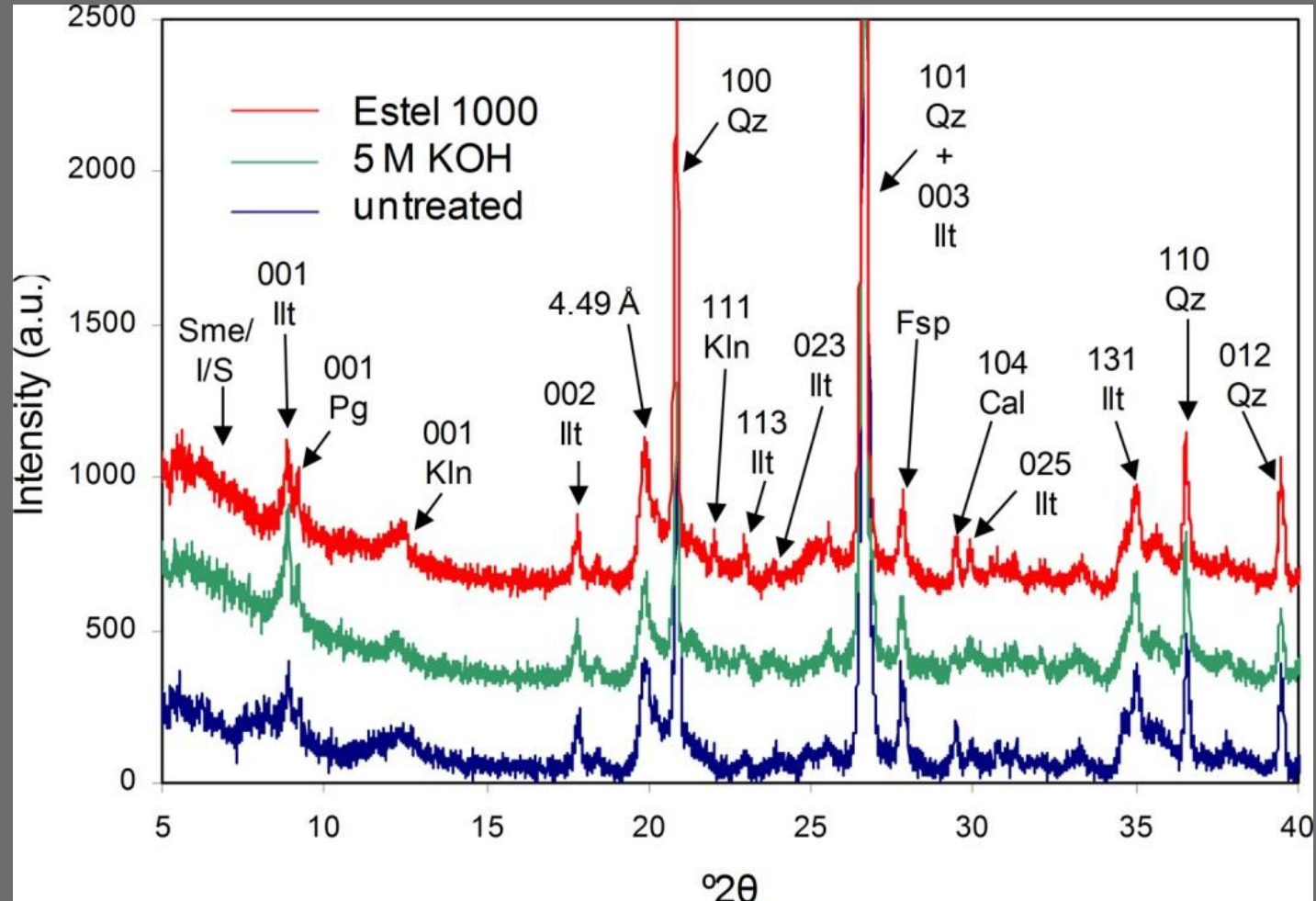
++ = abundante

+ = poco abundante

tr = trazas

- = no detectado

20. Para la presentación de los datos DRX se recomienda usar un programa de hoja de cálculo (spreadsheet) como EXCEL u ORIGIN e incluir el nombre del mineral (abreviatura*) y su d_{hkl} (ver fichas de minerales). Para poder abrir los ficheros generados por el difractómetro en dichos programas hay que convertirlos usando un programa como POWDLL (conversión a ficheros de texto o xy).



*D.L. Whitney y B.W. Evans, Abbreviations of names of rock-forming minerals, Amer. Miner. 95 (2010) 185–187.