

Caracterización de feldespatos Ecuatorianos por técnicas analíticas instrumentales y cálculo estadístico de incertidumbre para la fiabilidad de resultados

Ecuadorian feldspar characterization by instrumental analytical techniques and statistical calculation of uncertainty for the reliability of results

Monica Moreno-Barriga

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo - Ecuador
monica.moreno@esPOCH.edu.ec

Andrés Noguera-Cundar

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo - Ecuador
andres.noguera@esPOCH.edu.ec

Lidia Castro-Cepeda

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo - Ecuador
lidia.castro@esPOCH.edu.ec

doi.org/10.33386/593dp.2020.3.227

RESUMEN

El presente estudio tiene como objetivo el análisis y caracterización de una muestra de un feldespato ecuatoriano, mediante técnicas de DRX, SEM y TGA, para el análisis microestructural de fase mineral y composición química. Los análisis de difracción de rayos X cualitativo y cuantitativo mediante el refinamiento de Rietveld, revelaron que este feldespato está compuesto por 33,31% de Albita, 15,70% de Cuarzo y un gran porcentaje en peso de 50,99% de material amorfo. Para validar estos resultados se investigó y calculó la incertidumbre de la medida, mediante análisis estadístico de desviación estándar, dando como resultados un error de incertidumbre de $\pm 0,87\text{wt}\%$, $\pm 0,23\text{wt}\%$ y $\pm 0,89\text{wt}\%$ respectivamente para los porcentajes en peso de los minerales encontrados en este análisis. El resultado mediante SEM muestra la presencia de Albita en el feldespato exhibiendo hermanamiento laminar y caracterizada por inclusiones de cuarzo y plagioclasa esféricas que se dispersan al azar.

Palabras clave: caracterización, feldespato, Rietveld, DRX, SEM, FT-IR, TGA

ABSTRACT

The objective of this study is to analyze and characterize a sample of an Ecuadorian feldspar, using DRX, SEM and TGA techniques, for the microstructural analysis of mineral phase and chemical composition. The qualitative and quantitative X-ray diffraction analysis through Rietveld refinement reveals that this feldspar is composed of 33.31% of Albite, 15.70% of Quartz and a large weight percentage of 50.99% of amorphous material. To validate these results, the uncertainty of the measurement was investigated and calculated, using a statistical analysis of standard deviation, resulting in an uncertainty error of $\pm 0.87\text{wt}\%$, $\pm 0.23\text{wt}\%$ and $\pm 0.89\text{wt}\%$ respectively for the percentages by weight of the minerals found in this analysis. The result by SEM shows the presence of Albite in the feldspar exhibiting laminar twinning and characterized by spherical quartz and plagioclase inclusions that are randomly dispersed.

Keywords: characterization, feldspar, rietveld, DRX, SEM, FT-IR, TGA

Cómo citar este artículo:

APA:

Moreno, M., Noguera, A., & Castro, L. (2020). Caracterización de feldespato Ecuatoriano por técnicas analíticas instrumentales y cálculo estadístico de incertidumbre para la fiabilidad de resultados. 593 Digital Publisher CEIT, 5(3), 154-164. <https://doi.org/10.33386/593dp.2020.3.227>

Descargar para Mendeley y Zotero

Introducción

Los feldespatos constituyen el grupo mineralógico más abundante en la corteza terrestre, el nombre de feldespato corresponde a un grupo extenso de minerales formados por silicatos de aluminio combinados en sus tres formas: potásicos, sódicos y cálcicos, la fórmula química del feldespato es $x\text{AlSiO}_8$ donde la x puede ser Sodio (Na), Potasio (K) o Calcio (Ca) (Parsons et al., 2015), los feldespatos se dividen en dos grandes grupos: ortoclasas (feldespatos potásicos) que son monocíclicos como la ortasa y plagioclasas (feldespatos de calcio y sodio) que son triclinicos como la albita (Parsons et al., 2015). Si se conoce el estado estructural del feldespato es posible deducir aspectos importantes sobre su composición interna.

La herramienta fundamental que se utiliza para caracterizar la estructura del feldespato es la difracción de rayos X (DRX) del material en polvo y el refinamiento de la estructura del feldespato mediante programas que usen el método de Rietveld.

El método de Rietveld es una técnica de refinamiento que tiene la capacidad de determinar con mayor precisión parámetros estructurales de la muestra, a partir de la construcción de un modelo teórico que se ajusta al patrón de difracción experimental, mediante el método de mínimos cuadrados. En el modelo teórico se incluyen aspectos estructurales tales como: estructura cristalina, grupo espacial, posición de los átomos en la celda unitaria, etc. Asimismo, en el modelo teórico se incluyen factores microestructurales que contemplan la concentración de las fases presentes, tamaño de cristal y microdeformaciones (Rietveld, 2014). Por último, también se incluye el factor instrumental, el cual contempla el efecto de la óptica del equipo de difracción de rayos-X sobre la medición y cuyo efecto es el ensanchamiento de los picos de difracción.

La DRX es una técnica ampliamente aplicada para la caracterización de materiales cristalinos. El método ha sido tradicionalmente usado para análisis cualitativo, cuantitativo de fases y para

la determinación de la estructura cristalina, mediante el método de Rietveld (Rietveld, 2014), que es una potente herramienta para la obtención de información estructural, microestructural y el análisis cuantitativo de fases a partir de difractogramas de polvo. Este método de Rietveld consiste básicamente en un refinamiento de la estructura cristalina, a partir de datos de difracción de polvo, para el análisis cuantitativo de muestras cristalinas.

Para la precisión del refinamiento de Rietveld (Toby, 2006) es esencial que los datos de difracción de polvo sean recogidos adecuadamente, además tener en cuenta la geometría del difractómetro, la calidad de la alineación del instrumento y la calibración, la radiación más adecuada (por ejemplo, DRX convencional, DRX de sincrotrón o neutrón), la longitud de onda, la preparación apropiada de la muestra y el grosor, el tamaño de hendidura (slit), intensidad relativa o valores **2 θ** y el tiempo de recuento necesario (McCusker et al., 1999). Así como también los efectos de orientación preferencial (Toraya & Marumo, 1981)(Ahtee et al., 1989), que pueden conducir a mediciones de intensidades incorrectas, si las intensidades muestran una fuerte dependencia **hklhkl** (por ejemplo, todas las reflexiones **001 001** son fuertes y todas las reflexiones **hk0hk0** son débiles), se debe sospechar la orientación preferencial de los cristalitas, en el caso de los feldespatos y cuarzo, las direcciones [001] y [011] respectivamente, son utilizadas como los ejes especiales para las correcciones de orientación preferencial (Shim et al., 1996).

La exactitud y precisión en la práctica de refinamiento cristalográfico por el método de Rietveld dependerá de la desviación estándar estimada (incertidumbre estándar) del número de observaciones analizadas por este método, dado que la medida del porcentaje en peso de fases existentes en el material analizado, sólo proporciona una estimación del valor de la magnitud a medir. Dado que el valor de una magnitud a medir es una cantidad incognoscible, su desviación del resultado de la medición (error) es también desconocido,

entonces la incertidumbre estándar es una estimación de la desviación estándar, es decir, la raíz cuadrada positiva de la varianza, de la distribución de probabilidad de los posibles valores del mensurando. La incertidumbre refleja la falta de conocimiento exacto del valor del mensurando a causa de efectos aleatorios y sistemáticos, incluyendo deficiencias en el modelo que relaciona las observaciones al mensurando (Schwarzenbach et al., 1995).

En el presente estudio se investiga la exactitud y fiabilidad del análisis cuantitativo mediante el método de Rietveld de una muestra de feldespato ecuatoriano, así como la forma de preparación de la muestra para una correcta observación, y el estudio de cálculo de incertidumbre de la medida (incertidumbre por desviación estándar) para el análisis elemental del feldespato mediante DRX.

Método

Materiales para el análisis cuantitativo

Preparación de la muestra

Para evaluar la fiabilidad de los datos de DRX para el análisis de fase cuantitativo se preparó la muestra moliendo inicialmente hasta tamaños de grano menores a $75 \mu\text{m}$ (Santana et al., 2010), para posteriormente, ser micronizado en el molino de micronización McCrone con la adición de 10 ml de etanol durante 10 min (Hradil et al., 2016), el resultado de esta molienda fue una especie de lodo que fue secado en un horno de convección a 60°C por 24 horas para después el polvo resultante ser tamizado a granos menores a $10 \mu\text{m}$ para reducir al mínimo posible el efecto de micro absorción y mejorar la precisión en las intensidades medidas (Shim et al., 1996). Finalmente las muestras para los experimentos de difracción de polvo de rayos X se prepararon por el método de carga lateral para minimizar el efecto de la orientación preferencial (Hradil et al., 2016).

Técnicas analíticas

Mediciones de difracción de polvo de rayos X Bragg-Brentano convencionales

El análisis de DRX de la muestra de feldespato se llevaron a cabo utilizando un difractómetro PANalytical X'Pert PRO equipado con un tubo de rayos X convencional (radiación **Cu_K α**) con un voltaje de aceleración de 40 kV y el tubo de corriente de 30 mA y detector multicanal X'Celerator con protección antidispersión. El espectro de difracción fue recogido en la modalidad paso a paso entre $5 - 80^\circ$ (**2 θ 2 θ**), con una velocidad de barrido de 0.5 s/paso y un tamaño de paso de 0.02° (Yuan et al., 2015).

Análisis cuantitativo de fase-refinamiento Rietveld

A partir del difractograma de la muestra analizada se ha establecido la composición mineralógica cualitativa, caracterizándose todos los minerales presentes en la misma. La cuantificación de los datos experimentales se realizó usando el Método de Rietveld (Rietveld, 2014), mediante el software X'Pert HighScore Plus (Speakman, 2012), que es un programa de refinamiento de estructuras cristalinas basado en el método de ajuste por mínimos cuadrados para optimizar la información proporcionada en los patrones de difracción.

Incertidumbre de la medida

La incertidumbre (Ellison et al., 2003), se puede definir como un parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que pueden ser atribuidos a la propia medida. Por tanto la incertidumbre es un intervalo, dentro del cual se encuentra el valor verdadero de la magnitud a medir. Existen dos tipos de incertidumbres debido a errores aleatorios y errores sistemáticos.

Un error aleatorio varía de manera impredecible tanto en magnitud como en signo, cuando un gran número de mediciones de la misma cantidad se realizan bajo esencialmente las mismas condiciones. Estos errores siguen la distribución gaussiana (normal) con media cero.

Sin embargo, para muestras pequeñas (menor número de observaciones), los resultados estadísticos que se basan en la distribución normal se corrigen por medio del factor t de Student. Estos errores pueden deberse a condiciones ambientales incontrolables, juicio personal del observador y la inestabilidad inherente del instrumento de medida o cualquier otra causa de naturaleza aleatoria. En cambio los errores sistemáticos son debido al sistema (incluyendo las normas utilizadas para la medición) y no puede ser reducido mediante la adopción de mayor número de observaciones si el equipo y las condiciones de medida permanecen sin cambios (Lewandowski, Co-investigator, & Lewandowski, 2015).

La guía para la expresión de la incertidumbre en la medición (GUM)(Joint Committee for Guides in Metrology, 2009; Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), 2008), con el propósito de establecer en general reglas para evaluar y expresar la incertidumbre del resultado de una medición, establecen componentes de la incertidumbre que pueden clasificarse en dos categorías en función de su método de evaluación, conocido como Tipo A y Tipo B, véase más adelante. El propósito de esta clasificación es para indicar los dos métodos fundamentalmente diferentes de la evaluación de componentes de la incertidumbre. Esto contrasta con la clasificación tradicional de incertidumbre como el resultado de una combinación de efectos aleatorios y sistemáticos. La categorización de los métodos de evaluación de los componentes de incertidumbre en lugar de los propios componentes evita las ambigüedades tradicionales asociadas a los intentos de distinguir entre los efectos aleatorios y sistemáticos. El resultado de una evaluación Tipo A de un componente de incertidumbre puede ser denominado como una incertidumbre estándar tipo A, el de una evaluación Tipo B como una incertidumbre estándar Tipo B (Schwarzenbach et al., 1995). Ambos tipos representan desviaciones estándar. Estas reglas se pretende que sean aplicables a un amplio espectro de mediciones, teniendo como principales fuentes de incertidumbre las

siguientes influencias que pueden afectar en las mediciones.

Repetibilidad

Resolución

Reproducibilidad

Preparación de la muestra

Referencia Incertidumbre estándar

Referencia Estabilidad Standard

Factores ambientales

Contribuyentes específicos de medición

La alineación, la escala, la evaporación, la falta de coincidencia, etc.

Uno de los rasgos característicos de la GUM es su designación de todas las contribuciones a la incertidumbre como tipo A o tipo B. No hay otras categorías. Las estimaciones de incertidumbre tipo A se derivan de los análisis estadísticos de los datos de prueba. Cualquier contribuyente de incertidumbre que no se deriva de un análisis estadístico de los datos de prueba es un contribuidor de incertidumbre tipo B (derivada por errores sistemáticos). Las contribuciones de incertidumbre Tipo A y Tipo B (Bell, 1999), una vez determinadas, ambos son "incertidumbres típicas"

La incertidumbre se basan en mediciones repetidas de un proceso controlado y se describen por la familiarizada distribución de probabilidad normal (o "Estándar") que produce una media y una desviación estándar para el conjunto. En cristalografía como en otras partes, los valores de medida Y se derivan generalmente de un número de otras magnitudes observadas $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$, cada una de las cuales es también una fuente de incertidumbre:

$$Y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n) \quad (1)$$

La mejor estimación del valor esperado de una variable aleatoria independiente de nn observaciones $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n, x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$, obtenida en las mismas condiciones de medición es la media aritmética de nn observaciones que se da como:

$$\bar{x} = \sum_{p=1}^{p=n} x_p/n \quad (2)$$

La desviación estándar de la media \bar{x} es $s(\bar{x})$ y está dada por:

$$s(\bar{x}) = \left\{ \frac{\sum_{p=1}^{p=n} (x_p - \bar{x})^2}{n(n-1)} \right\}^{1/2} \quad (3)$$

A partir de la desviación estándar de las medias $s(\bar{x})$ de la muestra de tamaño nn , la desviación estándar de la población se calculó multiplicando por el factor tt de Student. El valor de la tt de Student para nivel deseado de confianza del 95%, tomando $n - 1$ como el grado de libertad. La incertidumbre aleatoria estándar u_r debido a la magnitud de entrada solo se da como:

$$U = u_r = t \left\{ \frac{\sum_{p=1}^{p=n} (x_p - \bar{x})^2}{n(n-1)} \right\}^{1/2} \quad (4)$$

La incertidumbre calculada tiene que ser reportada junto con el resultado x y se considera de la siguiente manera,

(Resultado): $(x \pm U)$ (unidades), donde la incertidumbre reportada es una incertidumbre expandida como se define en el Vocabulario Internacional de Términos Básicos y Generales de metrología (VIM) (JCGM, 2008).

Resultados y discusión

Se puede observar en la figura 1(a) que la preparación de la muestra no fue la adecuada ya que la intensidad de un pico característico es demasiado elevada, esto es debido a la orientación preferencial de los cristales, en la figura 1(b) en cambio se aprecia que la orientación preferida fue eliminada con una nueva preparación de la muestra como fue mencionado anteriormente.

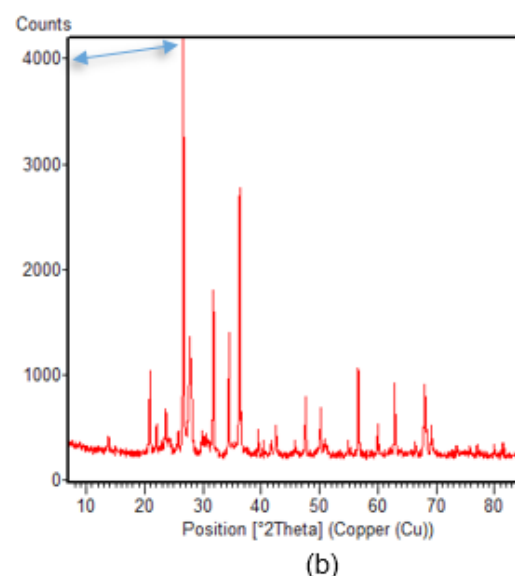
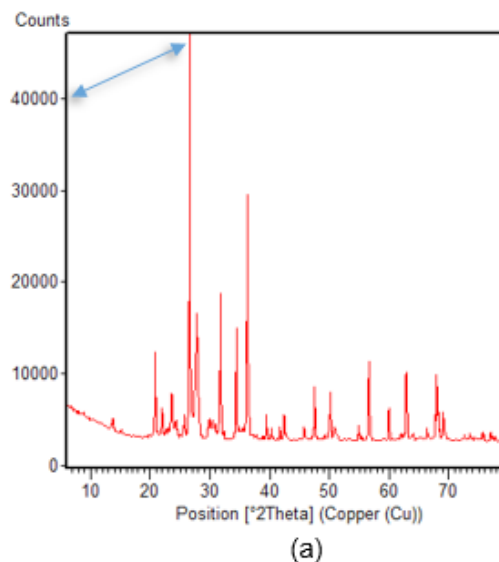


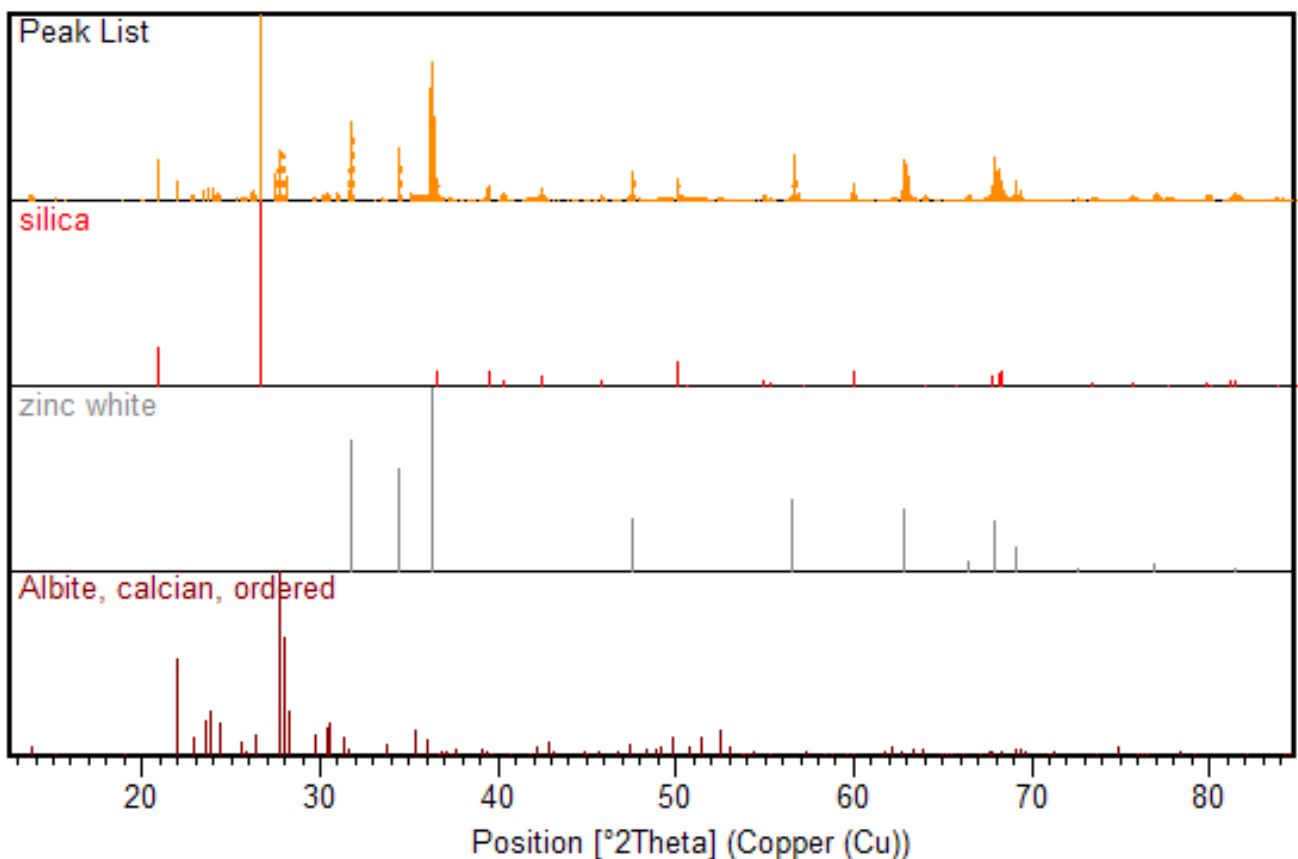
Figura 1. Difractograma de la muestra de

feldespato analizada. (a) Análisis de la muestra sin preparación de la muestra para evitar orientación preferencial (b) Difractograma con una muestra preparada a $< 10\mu\text{m} < 10\mu\text{m}$ sin orientación preferencial.

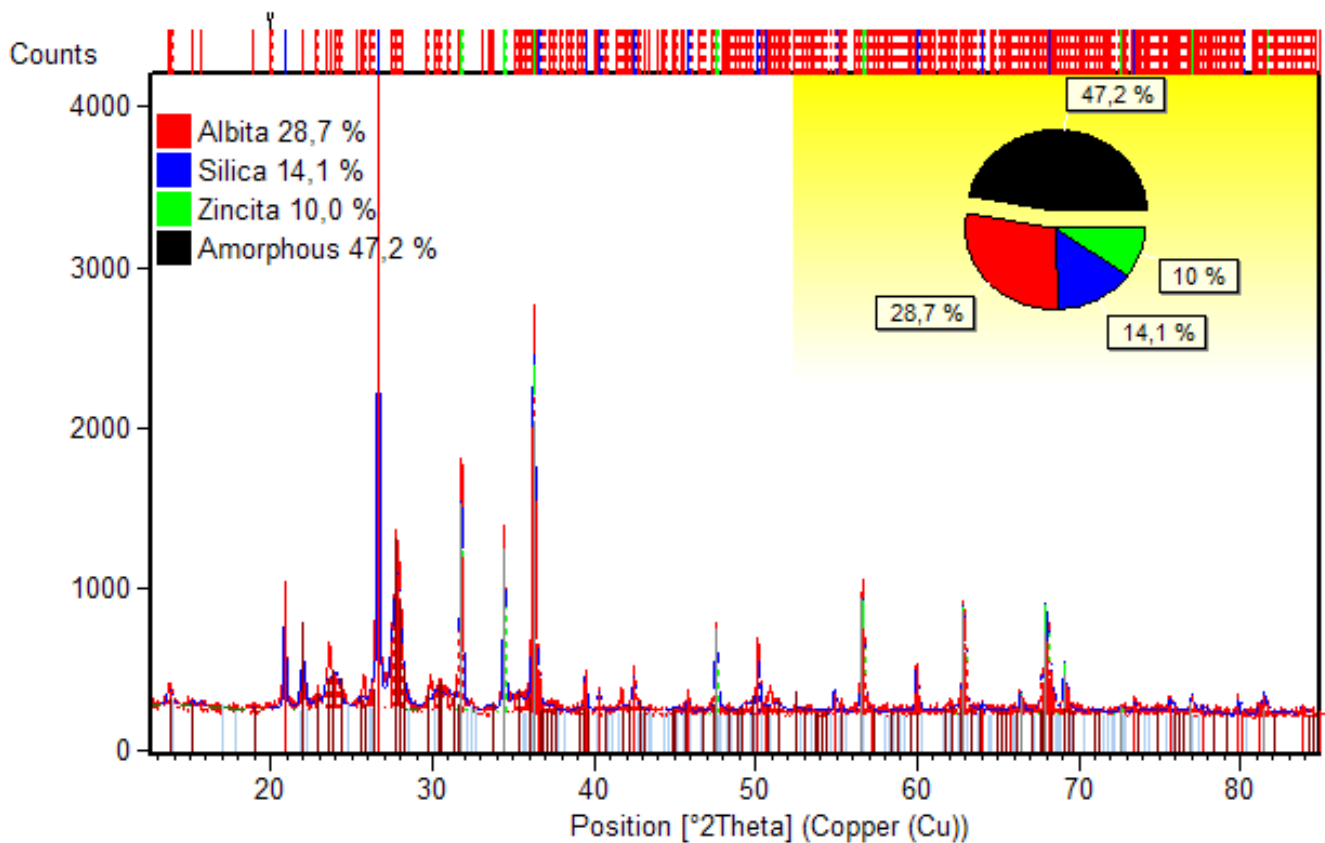
Una vez confirmado la eliminación de la orientación preferencial de las muestras preparadas, se realiza el análisis de 10 muestras de difracción de rayos X en polvo (DRXP), de un lote de muestra escogidas al azar para su respectivo análisis de cuantificación de los resultados de los difractogramas obtenidos por DRXP.

Para la cuantificación se utilizó los patrones de DRX que se muestran en la Fig.2(a), usando la base de datos PDF02 que era posible para

obtener la indexación de fases de las muestras de feldespato. Los resultados muestran que el feldespato analizado presenta una fase de albita ((Na,Ca)Al(Si,Al)₃O₈), mezclado con una baja concentración de cuarzo (SiO₂) y un gran porcentaje de material amorfo, el mismo que no puede ser analizado por DRX, este resultado muestra que el feldespato analizado pertenece al grupo de plagioclasas. Para la cuantificación de las fases cristalinas encontradas se utilizó como peso conocido el patrón Zincita, en cada medición se utilizó aproximadamente 10 % de Zincita. La Fig. 2(b) muestra las fases encontradas en porcentaje en peso de una de las 10 muestras analizadas y cuantificadas mediante el método de Rietveld con el software X'Pert HighScore Plus.



(a)



(b)

Figura 2. (a) Patrones de DRX para la muestra analizada de feldespato. (b) Cuantificación de las fases encontradas en porcentaje en peso.

Los resultados de la cuantificación de porcentaje en peso de minerales encontrados de las 10 muestras de feldespato tomadas aleatoriamente se muestran en la Tabla 1, de los cuales se puede apreciar que existe una desviación del valor real, para lo cual se realizó un análisis estadístico de control de medias (ver Fig. 3) para evaluar todos los puntos que estén dentro de los límites de control, lo cual dio como resultado que existen 3 puntos fuera de los límites para el mineral albite, y para el mineral sílice existe apenas un solo punto fuera de los límites de control, esto indica que los valores en su totalidad se encuentran dentro del rango de control.

La Tabla 2 muestra los resultados del cálculo de desviación estándar para el análisis de incertidumbre de las medidas de porcentaje en peso de los minerales encontrados en la cuantificación, dando como resultado para

el mineral Albite un error de incertidumbre de $\pm 0,87\% \pm 0,87\%$ en sus mediciones y para el mineral Sílice un error de incertidumbre de $\pm 0,23\% \pm 0,23\%$, con una confiabilidad del 95% y un factor *t* de Student $t = 2.26$ en ambos casos.

El tipo de incertidumbre que se reporta en este estudio se trata de una incertidumbre Tipo A, debido a que su cálculo se realizó estadísticamente y no intervinieron los errores sistematicos del instrumento de medida.

Mineral	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10
Albite	31,9	34	33,5	34,1	34,5	31,6	32,2	33,1	32,8	35,4
Sílice	15,7	15,6	15,4	16,3	16,1	15,8	15,5	15,8	15,6	15,2
Amorfo	52,4	50,4	51,1	49,6	49,4	52,6	52,3	51,1	51,6	49,4
Total (%)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

Tabla 1. Composición mineralógica de las 10 muestras analizadas en porcentaje en peso. (M, indica la muestra analizada.)

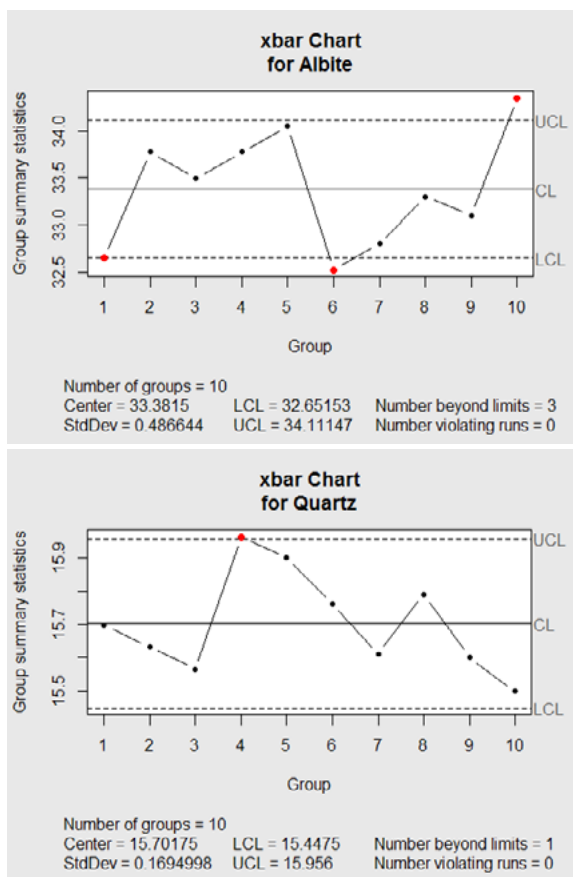


Figura 3. Control de medias para los minerales albita y silice de las muestras analizadas.

Mineral	Media de la muestra $(\bar{X})(\bar{X})$	Desviación Estándar $S(\bar{X})$	Incertidumbre U $U(\%)$
Albita	33,31	0,39	0,87 Tipo A
Silice	15,70	0,10	0,23 Tipo A
Amorfo	50,99	0,39	0,89 Tipo A

Tabla 2. Resultados del análisis estadístico de incertidumbre

Conclusiones

De acuerdo a la composición mineralógica obtenida del material analizado se indica un porcentaje de: 33,31% de albita, 15,7% de silice y 50,99% de amorfo, por lo tanto según la clasificación mencionada por los autores Parsons, I., Gerald, J. D. F., & Lee, el material estudiado corresponde a feldespatos de calcio y sodio, pues la muestra tiene presencia de Albite, exhibiendo hermanamiento laminar y caracterizada por inclusiones de cuarzo y plagioclasas esféricas que se dispersan al azar.

Las muestras de feldespatos analizadas en este estudio presentaron efectos de orientación preferencial, las mismas que fueron observadas en los diferentes difractogramas, identificando un pico con una alta intensidad de 40000 (counts) en la posición $2\theta = 28^\circ$, causando dificultades en el análisis de cuantificación de fases, este defecto se corrigió con una correcta preparación de la muestra como se mencionó al inicio de este estudio, y configurando la generación de energía a 40 kV y 30 mA junto con un slit de divergencia de $1/8^\circ$, con lo cual se consiguió bajar la intensidad del pico a 4000 (counts) eliminando el efecto de orientación preferencial, que fue necesario realizar para el análisis de cuantificación de fases y para el cálculo de incertidumbre.

Los resultados del análisis de incertidumbre de los ensayos de DRXP se encuentran dentro de un rango de $\pm 0,87wt\%$ y $\pm 0,23wt\%$ de las fases Albite y Silice respectivamente con una confiabilidad del 95%. Este reporte de incertidumbre garantiza la validez de los resultados de la cuantificación de las fases cristalinas encontradas en este análisis, siendo como principales contribuyentes a la incertidumbre los factores de preparación de la muestra y el manejo del equipo de DRX.

Referencias bibliográficas

Ahtee, M., Nurmela, M., Suortti, P., & Järvinen, M. (1989). Correction for preferred orientation in Rietveld refinement. *Journal of Applied Crystallography*, 22(3), 261-268. <https://doi.org/10.1107/S0021889889000725>

Bell, S. (1999). A Beginner's Guide to Uncertainty of Measurement. *Measurement Good Practice Guide*, (2), 41. <https://doi.org/10.1111/j.1468-3148.2007.00360.x>

Ellison, S., Rosslein, M., & Williams, A. (2003). EURACHEM/CITAC Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. *Journal of Analytical Chemistry*, 58(2), 191-191. <https://doi.org/10.1023/A:1022374509064>

- Hradil, D., Bezdička, P., Hradilová, J., & Vašutová, V. (2016). Microanalysis of clay-based pigments in paintings by XRD techniques. *Microchemical Journal*, 125, 10-20. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2015.10.032>
- JCGM. (2008). JCGM 200: 2008 International vocabulary of metrology—Basic and general concepts and associated terms (VIM) Vocabulaire international de métrologie—Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM). International Organization for Standardization Geneva ISBN, 3(Vim), 104. [https://doi.org/10.1016/0263-2241\(85\)90006-5](https://doi.org/10.1016/0263-2241(85)90006-5)
- Joint Committee for Guides in Metrology. (2009). Evaluation of measurement data—An introduction to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” and related documents. (July), 28. [https://doi.org/10.1016/0263-2241\(85\)90006-5](https://doi.org/10.1016/0263-2241(85)90006-5)
- Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM). (2008). Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement. (September), 120. <https://doi.org/10.1373/clinchem.2003.030528>
- Lewandowski, C. M., Co-investigator, N., & Lewandowski, C. M. (2015). Measurement Uncertainties/Physical Parameters and Calibration of Instruments. En *The effects of brief mindfulness intervention on acute pain experience: An examination of individual difference* (Vol. 1). <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- McCusker, L. B., Von Dreele, R. B., Cox, D. E., Louër, D., & Scardi, P. (1999). Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography*, 32(1), 36-50. <https://doi.org/10.1107/S0021889898009856>
- Parsons, I., Gerald, J. D. F., & Lee, M. R. (2015). Routine characterization and interpretation of complex alkali feldspar intergrowths. *American Mineralogist*, 100(5-6), 1277-1303. <https://doi.org/10.2138/am-2015-5094>
- Rietveld, H. M. (2014). The Rietveld method. *Physica Scripta*, 89(9), 098002. <https://doi.org/10.1088/0031-8949/89/9/098002>
- Santana, S. T., Khoury, H. J., Sullasi, H. L., & Guzzo, P. L. (2010). Luminescence properties of feldspars from the Northeast region of Brazil. *Journal of Physics: Conference Series*, 249, 012028. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/249/1/012028>
- Schwarzenbach, D., Abrahams, S. C., Flack, H. D., Prince, E., & Wilson, A. J. C. (1995). Statistical descriptions in crystallography. II. Report of a Working Group on Expression of Uncertainty in Measurement. *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography*, 51(4), 565-569. <https://doi.org/10.1107/S0108767395002340>
- Shim, S.-H., Kim, S. J., & Ahn, J. H. (1996). Quantitative analysis of alkali feldspar minerals using Rietveld refinement of X-ray diffraction data. *American Mineralogist*, 81(9-10), 1133-1140. Recuperado de <https://asu.pure.elsevier.com/en/publications/quantitative-analysis-of-alkali-feldspar-minerals-using-rietveld->
- Speakman, S. A. (2012). Introduction to PANalytical X'Pert HighScore Plus v3.0. (March), 1-19.
- Toby, B. H. (2006). R factors in Rietveld analysis: How good is good enough? *Powder Diffraction*, 21(1), 67-70. <https://doi.org/10.1154/1.2179804>
- Toraya, H., & Marumo, F. (1981). Preferred orientation correction in powder pattern-fitting. *Mineralogical Journal*, 10(5), 211-221. <https://doi.org/10.2465/minerj.10.211>
- Yuan, B., Li, C., Liang, B., Lü, L., Yue, H., Sheng, H., ... Xie, H. (2015). Extraction of potassium from K-feldspar via the CaCl₂ calcination

route. Chinese Journal of Chemical Engineering, 23(9), 1557-1564. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2015.06.012>