



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 330 396**

② Número de solicitud: 200601801

⑤ Int. Cl.:

**G01N 1/28** (2006.01)

**G01N 23/207** (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

② Fecha de presentación: **12.06.2006**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **09.12.2009**

④ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:  
**09.12.2009**

⑦ Solicitante/s: **Universidad de Almería  
Ctra. de Sacramento, s/n  
04120 La Cañada de San Urbano, Almería, ES  
FUNDACIÓN CENTRO TECNOLÓGICO ANDALUZ  
DE LA PIEDRA**

⑦ Inventor/es: **Romerosa Nieves, Antonio Manuel;  
Serrano Ruiz, Manuel;  
Sánchez Bajo, Lourdes y  
Tijeras García, Valentín**

⑦ Agente: **No consta**

⑤ Título: **Método de preparación de muestras pulverulentas para su análisis en un difractor de rayos X de monocristal.**

⑦ Resumen:

Método de preparación de muestras pulverulentas para su análisis en un difractor de rayos X de monocristal. El método consiste en moler una muestra del sólido a analizar para alcanzar un tamaño de partícula comprendido entre 1 y 50 micras, formar una pasta (1) homogénea consistente mediante adición y mezclado del sólido molido con un líquido de mayor densidad que el agua, introducir la pasta en una cámara (2) y comprimirla hasta eliminar parcialmente el líquido mezclado y obtener así una barra de muestra consistente. Finalmente se extrae dicha barra de la cámara (2) y se pega con resina en la punta de un capilar de vidrio de tamaño adecuado para su análisis en el difractor de rayos X de monocristal. Generalmente la cámara (2) utilizada es tubular abierta en sus bases, y la compresión de la pasta (1) dentro de la cámara (2) se realiza mediante émbolos (4) introducidos a través de dichas bases abiertas.

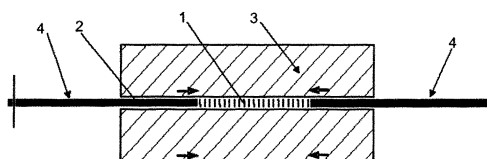


FIG. 1

ES 2 330 396 A1

**DESCRIPCIÓN**

Método de preparación de muestras pulverulentas para su análisis en un difractor de rayos X de monocristal.

**5 Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un método de preparación de muestras sólidas en forma de polvo para ser analizadas mediante difracción de rayos X, en concreto mediante un difractor de rayos X de monocristal.

**10 Antecedentes de la invención**

Un difractor de rayos X consiste en un emisor de radiación que emite un haz de rayos X sobre una muestra a analizar, y un receptor que localiza la radiación que ha sido difractada y calcula los ángulos de difracción. De esta forma se pueden obtener tablas tabuladas en donde se recogen los ángulos de difracción específicos para cada compuesto cristalino, lo que permite reconocer los compuestos cristalizados que constituyen una muestra.

Desde que Laue en los primeros años del siglo XX descubrió que los rayos X eran adecuados para la determinación espacial de los átomos en los sólidos, la difracción de rayos X ha constituido una de las armas más valiosas para el análisis y determinación de los sólidos. Desde el principio, la técnica se dividió en dos ramas fundamentales: la difracción de rayos X de monocristal y la de polvo.

La primera permite la determinación de la situación de los átomos en el sólido y por lo tanto el análisis estructural de los sólidos. Por lo tanto es la técnica perfecta con la que se puede obtener la composición química de un compuesto y cómo se distribuyen los átomos del mismo en el espacio, o sea su estructura. A pesar de los grandes progresos hechos desde el descubrimiento de la difracción de rayos X de monocristal, sigue siendo indispensable para su uso que la muestra sólida sea monocristalina, y por lo general obtener un monocristal con esas características es muy complicado.

Paralelamente al descubrimiento por Laue de la difracción de rayos X de monocristal, Bragg determinó que si en lugar de ser un monocristal el que se analiza con rayos X es una muestra de sólido pulverulento la información que se obtiene es debida a los planos espaciales en donde se sitúan los átomos pero no se puede saber exactamente en que parte del plano están los átomos situados, eso tiene tres consecuencias importantes:

- no es posible determinar mediante la difracción de rayos X de polvo la estructura cristalina absoluta de un sólido;
- la información obtenida de una muestra pulverulenta es mucho menor que de un monocristal;
- la información obtenida, aunque simplificada, es consecuencia de la estructura del sólido y por lo tanto es como la huella dactilar de ese sólido.

Los átomos de un mismo compuesto químico se pueden disponer en el espacio de formas diferentes dando lugar a diferentes fases cristalinas del mismo compuesto químico. El ejemplo típico es el carbono: tanto el diamante, como el grafito, como la antracita tienen la misma composición, átomos de carbono, aunque distribuida en las tres direcciones del espacio de forma diferente, por lo tanto cada uno de esos sólidos son fases cristalinas del carbono.

Por lo tanto la difracción de rayos X de polvo permite diferenciar fases cristalinas entre sí, siendo la técnica por antonomasia empleada para dicha determinación. Sin duda las propiedades del diamante son claramente diferentes a las del grafito, por lo que conocer la fase cristalina de un compuesto químico es realmente importante.

Además, la difracción de rayos X de polvo aporta una ventaja sobre la de monocristal, y es que la preparación de las muestras no tiene mucha dificultad ya que obtener un sólido en forma de polvo es muy fácil. Por lo tanto a lo largo de los últimos años se han empleado ambas técnicas cuando ha sido posible: la difracción de rayos X de monocristal con muestras mono cristalinas cuando se quería saber la estructura absoluta de los mismos; la difracción de rayos X de polvo con muestras pulverulentas, cuando solo se quería identificar la fase o las fases cristalinas que componen un sólido.

Debido a la facilidad con la que se prepara una muestra para difracción de rayos X de polvo, esta técnica se ha establecido como una rutina en todos los centros que precisen el control y caracterización de los sólidos.

Para poder obtener resultados a partir de ambas técnicas se han diseñado a lo largo de los años aparatos específicos para cada una de ellas cada vez más precisos, fiables y sensibles. En general debido a que con la difracción de rayos X de monocristal obtenemos toda la información estructural posible de un sólido, es posible por simplificación de la misma obtener su difractograma de polvo; lo contrario no es posible. Durante mucho tiempo, debido a la baja sensibilidad de los difractómetros de monocristal, a su lenta velocidad de toma de datos y a su elevado precio, se consideraba una aberración emplearlos para obtener difractogramas de muestras pulverulentas.

## ES 2 330 396 A1

Sin embargo, las nuevas generaciones de difractómetros de rayos X de monocristal con detectores CCD, presentan una elevada sensibilidad y velocidad de toma de datos, lo que permite que sea posible obtener un difractograma de rayos X de una muestra pulverulenta de menos de 1 mg de peso, con una calidad razonable para la mayor parte de las necesidades (identificación de fases, determinación de mezcla de componentes, etc.) en un tiempo más corto que con un difractómetro de rayos X especialmente diseñado para polvo. Eso permite que un instrumento concebido para el análisis de un monocristal se pueda emplear también para el análisis de un sólido microcristalino. El secreto de poder obtener un adecuado difractograma de polvo mediante uno de monocristal radica fundamentalmente en la perfecta calibración y buen estado del instrumento y sobre todo en la óptima preparación de la muestra a medir. Hasta el momento no existe ningún método general que permita de una forma cómoda y conveniente, con una mínima cantidad de producto, preparar una muestra sólida de forma reproducible y que de esa forma de lugar a un difractograma de polvo reproducible, óptimo en intensidad y anchura de picos, y con mínima dispersión.

En general, la forma más corriente es disponer el polvo en un capilar que se sitúa en la cabeza goniométrica del difractómetro de monocristal. Este método es simple y conveniente cuando sólo se requiere obtener un difractograma de una muestra que sólo sirva para una evaluación superficial y simple de la misma. Pero adolece de grandes problemas, entre otros:

- el capilar debe de ser de un vidrio especial sin metales pesados y de tamaño definido lo que lo encarece considerablemente;
- no existe ningún control sobre la disposición del polvo dentro del capilar por lo que dicha disposición no es reproducible y por lo tanto los difractogramas de polvo obtenidos no son reproducibles;
- el capilar suele adsorber radiación X lo que tiene como consecuencia que la señal se debilite y por lo tanto sea necesario que la muestra introducida sea más de la aconsejable en función de la geometría de los difractómetros de rayos X de monocristal del mercado;
- el capilar y una muestra del mayor diámetro de lo adecuado producen ensanchamiento de las bandas de difracción y haces dispersados lo que redundará en la reducción de la calidad de los espectros obtenidos, una notable reducción de la resolución de los mismos y que la integral de las bandas no sea parangonable con la concentración de las fases cristalinas en un sólido.

Para evitar estos problemas se han propuesto distintas soluciones entre las que destacan: embeber la muestra en una gota de aceite especial, diluirla en un polímero, etc. Todas estas soluciones adolecen de problemas y cuanto menos son complicadas y poco reproducibles.

### Descripción de la invención

La invención se refiere a un método de preparación de muestras pulverulentas para la obtención de su difractograma de polvo mediante su análisis en un difractómetro de rayos X de monocristal, según la reivindicación 1. Realizaciones preferidas del método y del sistema se definen en las reivindicaciones dependientes.

El método comprende una serie de etapas. En primer lugar, se debe moler una muestra del sólido a analizar para alcanzar un tamaño de partícula comprendido entre 1 y 50 micras, utilizando para ello el tamiz del tamaño adecuado. Se ha calculado teóricamente que el tamaño óptimo de partícula es de 10 micras para conseguir una óptima reproducibilidad de ángulo de difracción y anchura de pico. Pero el tamaño de partícula podría ser mayor, incluso hasta 50 micras, aunque los picos de difracción y los errores de difracción aumentan conforme el grano que difracta es mayor. Posteriormente se debe formar una pasta homogénea consistente mediante adición y mezclado del sólido molido con un líquido de mayor densidad que el agua. El líquido puede estar compuesto de olefinas saturadas de alto peso molecular, siliconas, alquenos insaturados de alto punto de ebullición, moléculas polifluoradas de alto punto de ebullición, líquidos iónicos y líquidos inorgánicos, en función del sólido que se desea preparar. Después se debe introducir la pasta en una cámara y comprimirla hasta eliminar parcialmente el líquido mezclado y obtener así una barra de muestra consistente. Dicha barra se debe extraer de la cámara y se debe pegar con resina en la punta de un capilar de vidrio de tamaño adecuado para su análisis en el difractómetro de rayos X de monocristal.

Se puede utilizar una resina de base cianoacrílica, epoxídica, poliésterica, vinílica o etilénica, en función del sólido a preparar y del líquido utilizado para ello.

Este método de preparación logra una dispersión mínima y una alta intensidad de rayo difractado, con una alta reproducibilidad del mismo. Además de ser reproducible el método de preparación de la muestra, son también reproducibles los difractogramas de rayos X de polvo obtenidos a partir de dicha muestra en un difractómetro de rayos X de monocristal, de forma que todas las veces que se obtenga de la misma muestra preparada con esta técnica un difractograma con el mismo difractómetro ajustado de la misma forma, tanto la intensidad, anchura a media altura, ruido de fondo y ángulo de difracción de los picos son los mismos. De esta manera la integral de los picos de difracción observados para una muestra se correlacionan con la concentración de las distintas fases que constituyen el sólido.

Otra ventaja adicional del presente método es que necesita menos de 10 miligramos para la realización de cada muestra.

# ES 2 330 396 A1

## Breve descripción de los dibujos

A continuación se pasa a describir de manera breve un modo de realización de la invención, como ejemplo ilustrativo y no limitativo de ésta. Para una mejor comprensión del modo de realización, se incluyen las siguientes figuras:

La Figura 1 muestra, en sección longitudinal de un cuerpo que dispone en su interior de una cámara tubular, el método de preparación de muestras en la fase de compresión de la pasta realizada por dos émbolos en el interior de la cámara para obtener la barrita de muestra consistente. Las flechas indican el sentido de movimiento de dichos émbolos.

La Figura 2 muestra una figura similar a la anterior en la que el método de preparación de muestras se encuentra en la fase de extracción de la barrita fuera de la cámara, utilizando para ello uno de los émbolos que se mueve en el sentido de las flechas.

## Descripción detallada de la invención

Una pequeña cantidad del sólido a analizar se muele hasta aproximadamente un grosor de 10  $\mu\text{m}$ . Si el sólido que se quiere moler está en forma compacta se puede emplear un mortero de dureza adecuada al material sólido compacto, hecho de acero, aluminio, mármol, ágata, cerámica, sílex, oxidiana o granito.

Se coloca el sólido molido, ya en estado de polvo, en un portaobjetos y se le agrega gota a gota un líquido de mayor densidad que el agua, por ejemplo un aceite, y utilizando por ejemplo una microjeringa, hasta obtener una mezcla homogénea con consistencia de pasta 1. La mezcla del polvo y del líquido se puede realizar utilizando una espátula pequeña de acero y hasta que la pasta no se cuartee ni se pegue a la espátula cuando se la presiona con la misma. Esta mezcla así realizada es importante porque si no se realiza de manera correcta puede que haya microburbujas de aire en el interior de la muestra, de forma que la muestra no sería homogénea y produciría aberraciones e irreproductibilidades en el difractograma. Además, si no se realiza de esta forma es posible que la muestra no se pueda compactar bien lo que podría producir que se rompa o deforme en la manipulación y montaje posterior sobre un capilar.

La pasta 1 se transfiere dentro de una cámara 2, preferiblemente una cámara tubular abierta en sus bases. Las paredes de la cámara pueden ser de vidrio, u otro material apropiado, de alta dureza y transparencia para poder observar el proceso de preparación de la muestra. En una realización preferida de la invención se utiliza un cuerpo 3 constituido por vidrio de alta transparencia y dureza y de grosor superior a 0,15 mm, con forma de paralelepípedo de 5 x 5 mm de base y 80 mm de altura, con un orificio central que tiene la función de cámara 2, a lo largo de la mayor dirección de entre 0,5 y 3 mm de espesor. La cámara 2 está abierta a ambos extremos del cuerpo central, estando tanto un extremo como el otro del cuerpo central, cortados perpendicularmente a la mayor dirección del mismo. Es aconsejable que ambos extremos del cuerpo central sean mecanizados y pulidos hasta transparencia del material.

En el método se utilizan además dos émbolos 4 del grosor aproximado de la cámara 2, constituidos de un metal resistente a la corrosión y de fácil deslizamiento entre vidrio, como acero inoxidable, aluminio, titanio, cromo o zinc. La pasta 1 se sitúa mediante uno de los émbolos 4 en la parte central de la cámara 2 y se comprime dicha pasta mediante los dos émbolos 4 introducidos a través de los extremos de la cámara 2. La compresión de la pasta 1 dentro de la cámara 2 se realiza en dos fases sucesivas: una primera fase con una fuerza comprendida entre 0,5 Kgf y 4 Kgf hasta eliminar parcialmente el líquido mezclado, aplicada durante un tiempo variable según el tipo de material, siendo ese tiempo inferior a un minuto y normalmente en torno a veinte segundos. El líquido se elimina por una holgura existente entre los émbolos 4 y el interior de la cámara 2. Posteriormente una segunda fase con una fuerza generalmente constante y dependiente del tipo de material comprendida entre 5 Kgf y 10 Kgf normalmente durante un tiempo comprendido entre 1s y 10 minutos, hasta obtener una barrita 5 de muestra consistente. Los valores óptimos para la mayoría de los sólidos son una fuerza de siete u ocho Kgf durante unos cuatro ó cinco minutos. El grosor de la barrita 5 es muy importante. El valor óptimo del grosor de la barrita 5 cambia en función del ajuste específico del difractómetro que se vaya a utilizar.

Finalmente se libera uno de los émbolos 4 y por presión del otro se extrae la barrita 5 de muestra. La barra 5 se pega con ayuda de la resina en la punta de un capilar de vidrio de tamaño adecuado para su análisis en el difractómetro de rayos X de monocristal.

## Ejemplos de realización

El procedimiento concreto dependerá del tipo de sólido en forma de polvo, así como el líquido que se debe emplear. Se detallan los siguientes ejemplos:

a) Se pesan entre 12 y 17 mg de mármol, se moltura en un mortero de ágata de 30 cm de diámetro, durante 3 minutos y se pasa por una malla ASTM 100. El resto se sigue molturando hasta que todo el sólido pesado haya pasado por la malla. El polvo de tamaño homogéneo así conseguido, se coloca en un portaobjetos y con ayuda de una microjeringa se añaden 50  $\mu\text{l}$  de aceite de vaselina.

A continuación se mezcla el polvo y el aceite con ayuda de una espátula pequeña de acero hasta que se obtenga una pasta 1 homogénea consistente que no se cuartee ni se pegue a la espátula cuando se la presiona con la misma.

## ES 2 330 396 A1

Una vez que la mezcla entre el polvo y el aceite tenga la consistencia adecuada se transfiere al interior del cuerpo 3 que tendrá una longitud de 5 cm y 0,5 mm de diámetro, mediante la espátula.

5 Una vez que se ha introducido toda la mezcla con ayuda de uno de los émbolos 4 se arrastrará a la parte media del cuerpo 3. Mediante el segundo émbolo que se introduce por el extremo contrario al que se introdujo la pasta 1 se presiona primero suavemente con objeto de eliminar un poco de aceite y posteriormente con una fuerza equivalente al peso de 7 Kg. De esa forma se obtiene una barra 5 lo suficientemente fuerte que no se resquebraja cuando se extrae del cuerpo 3.

10 Se retira uno de los émbolos 4 y mediante el otro se presiona suavemente hasta sacar la barrita 5 completamente. De esta forma se obtiene una barra 5 de 0,5 mm de diámetro y aproximadamente 3 mm de longitud. Una vez que la barrita 5 se ha extraído completamente y sin separarla del cuerpo 3 se pega, con cuidado de no romperla, en un capilar de aproximadamente 0,5 mm de diámetro mediante el uso de una resina cianoacrilica. La muestra ya está preparada para montarse en la cabeza goniométrica del difractor de rayos X de monocristal.

15 b) Se pesan entre 5 y 7 mg de metacrilato de metilo, se moltura en un mortero de ágata, de 30 cm de diámetro, durante 10 minutos y se pasa por una malla ASTM 100. El resto se sigue molturando hasta que todo el sólido pase por la malla. El polvo se coloca en un portaobjetos y con ayuda de una microjeringa se añaden 30  $\mu$ l de aceite (REF).

20 A continuación se mezcla el polvo y el aceite con ayuda de una espátula pequeña de zinc hasta que se obtenga una pasta 1 homogénea. Una vez que la mezcla entre el polvo y el aceite tenga la consistencia adecuada, se transfiere mediante la espátula al cuerpo 3 que tendrá una longitud de 5 cm y 3 mm de diámetro.

25 Una vez que se ha introducido toda la mezcla con ayuda de uno de los émbolos 4 se arrastrará a la parte media del cuerpo 3. Mediante el segundo émbolo que se introduce por el extremo contrario al que se introdujo la pasta 1 se presiona primero suavemente con objeto de eliminar un poco de aceite y posteriormente con una fuerza equivalente al peso de 10 Kg.

30 De esa forma se obtiene una barra 5 lo suficientemente fuerte que no se resquebraja cuando sea extraída del cuerpo 3. Se retira uno de los émbolos 4 y mediante el otro se presiona suavemente hasta sacar la barrita 5 completamente. De esta forma se obtiene una barra 5 de 3 mm de diámetro y aproximadamente 5 mm de longitud.

35 Una vez que la barrita 5 se ha extraído completamente y sin separarla del cuerpo 3 se pega con cuidado de no romperla en un capilar de aproximadamente 3 mm de diámetro con una resina epoxi.

40 c) Un trozo de cerámica de entre 1 y 2 mg se moltura en un mortero de ágata, de 30 cm de diámetro, durante 3 minutos y se pasa por una malla ASTM 100. El resto se sigue molturando hasta que todo el sólido pase por la malla. El polvo se coloca en un portaobjetos y con ayuda de una microjeringa se añaden 15  $\mu$ l de aceite de silicona. Mediante una espátula de plástico se obtiene una pasta 1 homogénea. A continuación se transfiere la pasta 1 mediante la espátula al cuerpo 3 que tendrá una longitud de 3 cm y 0,3 mm de diámetro. Una vez que se ha introducido toda la pasta 1, con ayuda de uno de los émbolos 4, se arrastrará a la parte media del cuerpo 3.

45 Mediante el segundo émbolo que se introduce por el extremo contrario al que se introdujo la pasta 1 se presiona primero suavemente con objeto de eliminar un poco de aceite y posteriormente con una fuerza equivalente al peso de 5 Kg. De esa forma se obtiene una barra 5 fina que no se resquebraja al ser extraída del cuerpo 3. Se retira uno de los émbolos 4 y mediante el otro se presiona suavemente hasta sacar la barrita 5 completamente. De esta forma se obtiene una barra 5 de 0,3 mm de diámetro y aproximadamente 2 mm de longitud. Una vez que la barrita 5 se ha extraído completamente y sin separarla del cuerpo 3 se pega con cuidado de no romperla en un capilar de aproximadamente 0,5 mm de diámetro con una resina epoxi de endurecimiento rápido.

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Método de preparación de muestras pulverulentas para su análisis en un difractómetro de rayos X de monocristal, **caracterizado** porque comprende las siguientes etapas:

- moler una muestra del sólido a analizar para alcanzar un tamaño de partícula comprendido entre 1 y 50 micras;
- 10 - formar una pasta (1) homogénea consistente mediante adición y mezclado del sólido molido con un líquido de mayor densidad que el agua;
- introducir la pasta en una cámara (2) y comprimirla hasta eliminar parcialmente el líquido mezclado y obtener una barrita (5) de muestra consistente;
- 15 - extraer dicha barrita (5) de la cámara (2) y pegarla con resina en la punta de un capilar de vidrio para su análisis en el difractómetro de rayos X de monocristal.

20 2. Método según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la mezcla del sólido molido y del líquido se realiza utilizando una espátula pequeña y hasta que la pasta (1) no se cuartee ni se pegue a la espátula cuando se la presiona con la misma.

25 3. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la cámara (2) utilizada es tubular abierta en sus bases, y porque la compresión de la pasta (1) dentro de la cámara (2) se realiza , mediante sendos émbolos (4) introducidos a través de dichas bases abiertas.

30 4. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la compresión de la pasta (1) dentro de la cámara (2) se realiza en dos fases sucesivas; una primera fase con una fuerza comprendida entre 0,5 Kgf y 4 Kgf hasta eliminar parcialmente el líquido mezclado y posteriormente una segunda fase con una fuerza comprendida entre 5 Kgf y 10 Kgf hasta obtener una barrita (5) de muestra consistente.

35 5. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque el líquido utilizado para obtener la pasta (1) comprende al menos uno de los compuestos seleccionados del siguiente grupo: olefinas saturadas de alto peso molecular, siliconas, alquenos insaturados de alto punto de ebullición, moléculas polifluoradas de alto punto de ebullición, líquidos fónicos y líquidos inorgánicos.

6. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque la resina utilizada en dicho método se selecciona de entre resinas de base cianoacrílica, epoxídica, poliestérica, vinílica o etilénica.

40 7. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque las paredes de la cámara (2) son de vidrio transparente.

45

50

55

60

65

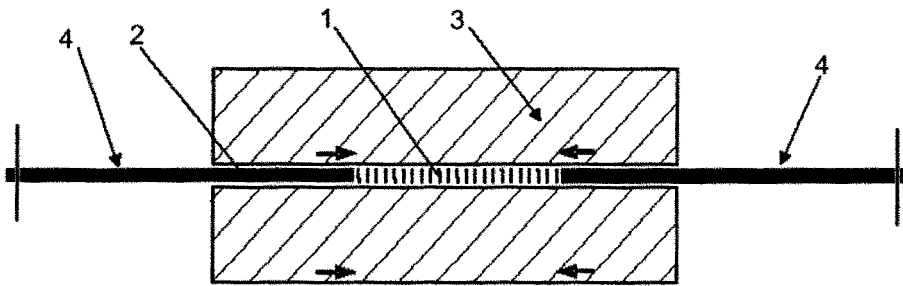


FIG. 1



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 330 396

② N° de solicitud: 200601801

③ Fecha de presentación de la solicitud: 12.06.2006

④ Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: **G01N 1/28** (2006.01)  
G01N 23/207 (2006.01)

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 6677162 B1 (UOP LLC) 13.01.2004, párrafos [22-28]; figuras.	1-7
X	EP 0701120 A1 (NGK INSULATORS LTD) 13.03.1996, página 2, líneas 33-39; página 3, líneas 20,52-55; reivindicaciones 1-3.	1-7
X	JP 54134491 A (KAWASAKI STEEL CO) 18.10.1979, BASE DE DATOS WPI en EPOQUE, resumen.	1-7
A	US 2004136497 A1 (MELDRUM et al.) 15.07.2004, párrafos [5-10]; figuras.	7

#### Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

#### El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe  
20.11.2009

Examinador  
E. Pina Martínez

Página  
1/4



Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 20.11.2009

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1-7	<b>SÍ</b>
	Reivindicaciones	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones	<b>SÍ</b>
	Reivindicaciones 1-7	<b>NO</b>

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de **aplicación industrial**. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión:**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como ha sido publicada.

**1. Documentos considerados:**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 6677162 B1	13-01-2004

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

Se considera D01 el documento del estado de la técnica anterior más próximo al objeto reivindicado. Este documento afectaría a la actividad inventiva de las reivindicaciones propuestas tal y como se explica a continuación.

## Reivindicación 1

Utilizando la terminología empleada en la reivindicación 1 de la solicitud, el documento D01 describe lo siguiente:

Método de preparación de muestras pulverulentas para su análisis en un difractor de rayos X que comprende las siguientes etapas (D01, párr. 22-28):

- moler una muestra del sólido a analizar;
- formar una pasta homogénea consistente mediante adición y mezclado del sólido molido con un líquido;
- introducir la pasta en una cámara y comprimirla hasta eliminar parcialmente el líquido mezclado y obtener una barra de muestra consistente.

La principal diferencia entre lo descrito en D01 y lo reivindicado en la solicitud radica en la última etapa, consistente en extraer la muestra y pegarla con resina en un capilar de vidrio. Sin embargo, esta etapa se considera evidente para el experto en la materia por lo que su consecución no supondría la realización de un esfuerzo inventivo.

Por lo anterior, se concluye que la reivindicación independiente carecería del requisito de actividad inventiva establecido en el art. 8 LP.

## Reivindicaciones dependientes

En cuanto al resto de reivindicaciones dependientes de la primera, no se encuentran en ellas características técnicas adicionales o alternativas que confieran a las reivindicaciones el requisito de actividad inventiva necesario. Se trata por tanto de características técnicas sobradamente conocidas en el estado de la técnica relacionado.

Por todo lo anterior, se concluye que la solicitud, a la vista del estado de la técnica anterior, carecería de los requisitos de patentabilidad establecidos en el art. 4.1 LP.