

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AARABI, P. Localization-Based Sensor Validation using the Kullback\_Leibler Divergence. Systems, Man and Cybernetics, Part B. *IEEE Transactions on*, 2004, pp. 1007-1016.
- BARR, G.; DONG, W. e GILMORE, C. J. High-throughput powder diffraction. II. Applications of clustering methods and multivariate data analysis. *J.Appl.Cryst.* **37** , 2004, pp. 243-252.
- BARROS, B.; SCARMINIO, I. S. e BRUNS, R. E. Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2001.
- BERGESE, P; COLOMBO I.; GERVASONI D. e DEPERO, L. E. Assessment of the X-ray diffraction-absorption method for quantitative analysis of largely amorphous pharmaceutical composites. *J. Appl. Cryst.*, **36**, 2003, pp. 74-79.
- BISH, L.D. e HOWARD, A.S. Quantitative Phase Analysis Using Rietveld Method.*J.Appl.Cryst.* **21**, 1988, pp. 86-91.
- BISH, L.D. e POST, E.J. Reviews in Mineralogy , vol.20 , Modern Powder Diffraction; The Mineralogical Society of America,Washington ,D.C. 1989
- BORIE,B. An Estimate of the Surface Roughness Effect. *J.Appl.Cryst.***14**, 1981, pp. 219- 222.
- BRINDLEY, G.W. On the Effect of Grain or Particle Size on X ray Reflections. *Philos.Mag.* **36**, 1945, pp. 347-369.
- Bruker AXS GmbH. Topas: General profile and structure analysis software for power diffraction data. Version 2.1, Karlsruhe, West Germany, 2003.
- CHEARY, R. W. e COELHO, A . A fundamental parametrs approach to X-Ray line-profile fitting. *J. Appl. Cryst.*, **25**, 1992, pp. 109-121.

CHUI, Q. S. H., ZUCCHINI, R. R e LICHTIG, J. Qualidade de medições em química analítica. Estudo de caso: determinação de cádmio por espectrofotometria de absorção atômica com chama. *Química Nova*, **24** 3, 2001, pp. 374-380.

COLLAZO, J.; HERMANN, H.; PITSCHEKE, W. e WETZIG, K. Microabsorption of X-rays in Planar Powder Samples in the Non-Symmetric Reflection Case. *J.Appl. Cryst.* **30**, 1997, pp. 312-319.

COSTA, A. F. B.; EPPRECHT, K. E.e CARPINETTI, L.C. R., Controle Estatístico de Qualidade. São Paulo: Atlas, 2004.

CULLITY, B. D. Elements of X ray Diffraction. Addison-Wesley Pub.Company, Inc.,London, 1967.

CURRIE, A. L. Nomenclature in evaluation of analytical methods incluind detection and quantification capabilities. *Analytica Chimica Acta* **391**, 1999, pp. 105-126.

DOLLASE, A.W. Correction of Intensities for Preferred Orientation in Powder Diffractometry : Application of the March Model. *J.Appl.Cryst.* **19**, 1986, pp. 267-272.

ESTEVE, V.; OCHANDO, L. E.; REVENTÓS, M.M.; PERIS, G. e AMIGÓ, J.M. Quantitative phase analysis of mixtures of three components using Rietveld and Rius standardless methods. Comparitive results. *Cryst. Res. Technol.*, 35 **10**, 2000, pp. 1183-1192.

GUALTIERI, A. F; MAZZUCATO, E.; VENTURELLI, P.; VIANI, A; ZANNINI P., e PETRAS, P. X-ray powder diffraction quantitative analysis performed in situ at high temperature: application to the determination of NiO in ceramic pigments. *J.Appl. Cryst.*, **32**, 1999, pp. 808-813.

HAIR, J. F.; ANDERSON, R.E.; TATHAN, R.L. e BLACK, W.C. Multivariate Data Analysis. 5th.ed.New Jersey: Prentice Hall, 1998.

HAMPEL, F. R.; RONCHETTI, E. M.; ROUSSEUW, P. J e STAHEL, W. A. *Robust Statistics: the approach based on influence functions*. Wiley. 1986.

HERMANN, H. Microabsorption of X-rays and its dependence on the shape of scattering. *Acta Cryst.* **A47**, 1991, pp. 446-447

HILL, R.J. Expanded use of the Rietveld method in studies of phase abundance in multiphase mixture. *Powder Diffraction*, **6 2**, 1991, pp.74-77.

HILL, R.J.; HOWARD, C. J Quantitative phase analysis from neutron powder diffraction data using the Rietveld Method. *J. Appl. Cryst.*, **20**, 1987, 467-474.

INMETRO. Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia. INMETRO, Rio de Janeiro, 1995.

INMETRO. Ensaios de proficiência: requisitos para provedores e banco de dados. Interciência, Rio de Janeiro, 2000.

\_\_\_\_\_. Guia para laboratórios químicos: um auxílio à organização e ao credenciamento. Interciência, Rio de Janeiro, 2000.

ISO 5725-5. Alternative methods of estimating precision. ISO, Geneva. 1998.

ISO/IEC 17025:1999 (E). General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Genebra, first edition 1999.

JOHNSON, D. H. e SINANOVIC, S. Symmetrizing the Kullback-Leibler Distance. Computer and Information Technology Institute. Department of Electrical and Computer Engineering. Rice University. Houston, 2001. Disponível em: <http://www.cmc.rice.edu>. Acesso em: 20 mar 2002.

JOHNSON, R. A; WICHERN, D. W., Applied Multivariate Statistical Analyses. Prentice-Hall, 1982.

KLEEBERG, R. Problems of the quantitative Rietveld phase and complex sample. Applied Mineralogy. São Paulo. ICAM, 2004.

KLUG, H.P. e ALEXANDER, L.E X Ray Diffraction Procedures. New York, Wiley,1974.

KUTTATHARMMAKUL, S.; LUC MASSART, D. e SMEYERS-VERBEKE, J. [Comparison of alternative measurement methods.](#) *Analytica Chimica Acta*, **391**, 1999, pp.203-225.

LA TORRE de, A.G.; BRUQUE, S. e ARANDA, A.G. Rietveld quantitative amorphous content analysis. *J. Appl. Cryst.* **34**, 2000, pp. 196-202.

LIU, H. e KUO, C. Quantitative multiphase determination using the Rietveld Method with accuracy. *Materials Letters*, **26**, 1996, pp.171-175.

MADSEN, I. C.; SCARLETT, N. V. Y; CRANWICK, L. M. D. e LWIN, T. Outcomes of the International Union of Crystallography Commission on Powder Diffraction Round Robin on Quantitative Phase Analysis: samples 1a to 1h. *J. Appl. Cryst.*,**34**, 2001, pp. 409-426.

MALINOWSKI, E. R. Factor Analysys in Chemistry. New York.John Wiley, 1991.

MARINKOVIC, B.;AVILLEZ, R.R.; SEAVEDRA, A e ASSUNÇÃO, F. R. A. A comparision between Warren-Averbach Method and alternate Methods for X-ray diffraction microstructure analysis of polycrystalinne specimens. *Materials Research* **4** *2*, 2001, pp. 1-6.

MAROTO, A.; RIU, J.; BOQUÉ, R. e XAVIER R. Estimating uncertainties of analytical results using information from the validation process. *Analytica Chimica Acta* **391**, 1999, pp.173-185.

MONTGOMERY, D.C. Design and analysis of experiments. 4th ed. New York, John Wiley Sons, 1996.

NASCIMENTO, I; BRUNS, R. E; SIQUEIRA, D.F e NUNES, S.P. Application of Statistical Mixture Models for Ternary Polymer Blends. *J. Braz. Chem. Soc.*, **8**, 1997, pp. 587-595.

NIJHUIS, A; van der KNAAP, H. C.M; de JONG,S; e VANDERGINSTE, B.G.M.. Strategy for ruggedness tests in chromatographic method validation. *Analytica Chimica Acta* **391**, 1999, pp. 187-202.

NORUSIS, M. J. SPSS 11.0 Guide to Data Analysis. Upper Saddle River, New Jersey, Prentice Hall, 2002.

OLIVEIRA, T. F e QUEIROZ, J. C. B. Avaliação da Concentração percentual do antioxidante DPBC em óleo isolante utilizando suavização por spline. In: Metrologia -- 2000, 2000, São Paulo. ENLAB, 2000.

ONG, J.L.; FARLEY, D. W.e NORLING, B.K. Quantification of leucite concentration using X-ray diffraction. *Dental Materials* **16**, 2000, pp. 20-25.

ORTIZ, A.L CUMBRERA; F.L; SÁNCHEZ-BAJO, F.; GUIBERTEAU, F. e CARUSO, R. Fundamental parameters approach in the Rietveld method: a study of stability of results versus the accuracy of the instrumental profile. *Journal of European Ceramic Society* **20**, 2000, pp. 1845-1851.

ORTIZ, A.L; SÁNCHEZ-BAJO, F.; PADTURE, N.P.; CUMBRERA, F.L. e GUIBERTEAU, F. *Quantitative polytype-composition analyses of SiC using X-ray diffraction: a critical comparision between the polymorphic and Rietveld methods*. *Journal of European Ceramic Society* **21**, 2001, pp. 1237-1248.

PAIVA-SANTOS, C.O. Caracterização de materiais pelo método de Rietveld com dados de difração por policristais. Instituto de Química-Unesp, 2004. Disponível em:<<http://www.labcacc.iq.unesp.br>>. Acesso em: 20 jul 2004.

PASCOAL, C.; MACHADO, R. e PANDOLFELLI, V.C. Determinação de fase vítreo em bauxitas refratárias. *Cerâmica*, 48, **306**, 2002, pp. 61-69.

PITSCHKE, W.; COLLAZO, A.L; HERMANN H. e HILDENBRAND, V.D. Absorption Corrections of Powder Diffraction Intensities Recorded in Transmission Geometry. *J. Appl. Cryst.*, **29**, 1996, pp. 561-567.

PITSCHKE, W.;HERMANN, H. e MATTERN, N. The Influence of Surface Roughness on Diffracted X ray Intensities in Bragg-Brentano

Geometry and its Effect on the Structure Determination by means of Rietveld Analysis. *Powder Diffraction*, **8**, 1993, pp.75-83.

PUTVINSKIS, R. e PAIVA-SANTOS, C. O. Curvas de Calibração para Análise Quantitativa de fases de zircônias. Laboratório Computacional de Análises Cristalográficas e Cristalinas – Araraquara, 2003. Versão Online no site do LABCACC, Instituto de Química da UNESP. Disponível em: <<http://www.labcacc.iq.unesp.br>>. Acesso em 15 jul 2004.

REIS, C.; ANDRADE, J.C e BRUNS, R.E. Estudo comparativo da seletividade de um método cinético-catalítico: a determinação de Cr(VI) pela oxidação da o-dianisidina pelo peróxido de hidrogênio. *Química Nova*, **22**, 2, 1999, pp.189-193.

REIS, M.L e FERREIRA, J. Método de refinamento Rietveld e procedimento Quasar na análise de misturas de fases minerais. Estudo, notas e trabalhos, Tomo 4. Instituto Geológico e Mineiro de Portugal, 1998. Disponível em: <[http://www.igm.pt/edicoes\\_online/estudos](http://www.igm.pt/edicoes_online/estudos)>. Acesso em 10 ago.2004.

SHAPIRO, S. S. How to test normality and other distributional assumptions. 3<sup>rd</sup> ed. American Society for Quality Control. Statistics Division,1990.

SUOTTI, P. Effects of Porosity and Surface Roughness on the X-rays Intensity Reflected from a Powder Specimen. *J.Appl. Cryst.* **5**, 1972, pp. 325-331.

TAYLOR, C..J. e MATULIS, E.C. Absorption Contrast Effects in the Quantitative XRD Analysis of Powder by Full Multiphase Profile Refinement. *J.Appl.Cryst.* **24**, 1991, pp. 14-17.

TORAYA, H. Whole Powder Pattern Fitting Without Reference to a Structural Model: Application to X ray Powder Diffractometer Data. *J.Appl.Cryst.*, **19**, 1986, pp.440-447.

\_\_\_\_\_. Estimation of statistical uncertainties in quantitative phase analysis using the Rietveld method and the whole – powder – pattern decomposition method. *J. Appl. Cryst.*, **33**, 2000, pp.1324-1328.

TORAYA, H.; HAYASHI, S.e NAKAYASU, T. Quantitative phase analysis of  $\alpha$  and  $\beta$ -silicon nitrides. Parte II. *J. Appl. Cryst.*, **32**, 1999, pp. 716-728.

YOUNG, R.A. The Rietveld Method .I.U.Cr. New York, Oxford University Press Inc.,1995.

ZHANG, E.H., ROBINSON E.L e NATHER E., *Astrophysical Journal*, **305**, 1986, 740.

**ANEXO A**  
**CARACTERÍSTICAS DAS AMOSTRAS DO PROJETO**  
**PILOTO**

**Tabela A1.** Percentuais de massa de SiO<sub>2</sub>, CaCO<sub>3</sub> e de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilizados no experimento por tipo de homogeneização.

Homogeneização	A			B		
	Medição	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaCO <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1	5,014	20,016	74,970	5,014	20,036	74,950
2	5,035	20,000	74,965	5,036	20,024	74,940
Média	5,024	20,008	74,968	5,025	20,030	74,945
Desvio-padrão	0,015	0,011	0,004	0,016	0,008	0,007

**Tabela A2.** Percentuais de massa de SiO<sub>2</sub> e fatores de escala do CaCO<sub>3</sub> e do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> refinados pelo TOPAS por tempo de contagem, tamanho de passo, grau do polinômio de Tchebycheff para ajuste da radiação de fundo para amostra homogeneizada pelo método A e B.

Tempo	Passo	GP	Fase	M	Homogeneização A			Homogeneização B		
					S	V	wSiO <sub>2</sub>	S	V	wSiO <sub>2</sub>
2	0,025	3	CaCO <sub>3</sub>	600,521	5,422x10 <sup>-5</sup>	367,702		5,627 x10 <sup>-5</sup>	368,073	
2	0,025	3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	2,276 x10 <sup>-5</sup>	254,592	15,529	2,227 x10 <sup>-5</sup>	254,727	10,271
2	0,025	5	CaCO <sub>3</sub>	600,521	5,411 x10 <sup>-5</sup>	367,693		5,617 x10 <sup>-5</sup>	368,084	
2	0,025	5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	2,270 x10 <sup>-5</sup>	254,587	15,475	2,231 x10 <sup>-5</sup>	254,750	10,686
2	0,05	3	CaCO <sub>3</sub>	600,521	5,597 x10 <sup>-5</sup>	367,525		5,769 x10 <sup>-5</sup>	367,803	
2	0,05	3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	2,120 x10 <sup>-5</sup>	254,455	6,359	2,164 x10 <sup>-5</sup>	254,693	5,415
2	0,05	5	CaCO <sub>3</sub>	600,521	5,591 x10 <sup>-5</sup>	367,548		5,591 x10 <sup>-5</sup>	367,548	
2	0,05	5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	2,142 x10 <sup>-5</sup>	254,458	7,378	2,142 x10 <sup>-5</sup>	254,458	7,309
4	0,025	3	CaCO <sub>3</sub>	600,521	1,113 x10 <sup>-4</sup>	367,638		1,126 x10 <sup>-4</sup>	368,181	
4	0,025	3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	4,852 x10 <sup>-5</sup>	254,575	18,596	4,757 x10 <sup>-5</sup>	254,803	15,935
4	0,025	5	CaCO <sub>3</sub>	600,521	1,113 x10 <sup>-4</sup>	367,638		1,128 x10 <sup>-4</sup>	368,183	
4	0,025	5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	4,859 x10 <sup>-5</sup>	254,573	18,783	4,763 x10 <sup>-5</sup>	254,806	15,863
4	0,05	3	CaCO <sub>3</sub>	600,521	1,077 x10 <sup>-4</sup>	367,689		1,105 x10 <sup>-4</sup>	368,320	
4	0,05	3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	4,774 x10 <sup>-5</sup>	254,544	19,967	4,343 x10 <sup>-5</sup>	254,865	9,641
4	0,05	5	CaCO <sub>3</sub>	600,521	1,089 x10 <sup>-4</sup>	367,704		1,104 x10 <sup>-4</sup>	368,332	
4	0,05	5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	4,759 x10 <sup>-5</sup>	254,553	18,780	4,352 x10 <sup>-5</sup>	254,874	9,941
8	0,025	3	CaCO <sub>3</sub>	600,521	2,213 x10 <sup>-4</sup>	367,710		2,254 x10 <sup>-4</sup>	368,141	
8	0,025	3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	9,796 x10 <sup>-5</sup>	254,571	19,845	8,666 x10 <sup>-5</sup>	254,795	7,650
8	0,025	5	CaCO <sub>3</sub>	600,521	2,213 x10 <sup>-4</sup>	367,713		2,249 x10 <sup>-4</sup>	368,147	
8	0,025	5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	9,836 x10 <sup>-5</sup>	254,573	20,217	8,690 x10 <sup>-5</sup>	254,802	8,134
8	0,05	3	CaCO <sub>3</sub>	600,521	2,162 x10 <sup>-4</sup>	367,826		2,219 x10 <sup>-4</sup>	368,041	
8	0,05	3	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	9,501 x10 <sup>-5</sup>	254,606	19,342	8,279 x10 <sup>-5</sup>	254,777	4,877
8	0,05	5	CaCO <sub>3</sub>	600,521	2,187 x10 <sup>-4</sup>	367,846		2,221 x10 <sup>-4</sup>	367,846	
8	0,05	5	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	611,768	9,524 x10 <sup>-5</sup>	254,617	18,708	8,286 x10 <sup>-5</sup>	254,617	4,846

**Tabela A3** Estatística de ajuste dos refinamentos pelo *TOPAS* para amostra homogeneizada pelo método A e B por tempo de contagem, tamanho de passo, grau do polinômio.

Tempo de varredura (s)	Passo (°20)	Tempo (h)	Rwp			
			A		B	
			GP 3º	GP 5º	GP 3º	GP 5º
2	0,025	02:02	32,898	32,890	32,560	32,460
2	0,5	01:02	32,660	32,320	33,190	32,870
4	0,025	04:04	23,680	23,490	22,600	22,360
4	0,5	02:04	22,820	22,440	22,360	22,110
8	0,025	08:08	16,360	16,060	16,930	16,780
8	0,5	04:08	16,010	15,850	16,540	16,200

**Tabela A4a.** Análise de variância para o fator de escala do CaCO<sub>3</sub> para amostra homogeneizada pelo método A.

Causa de variação	SQ	GL	QM	F	p
(1)Tempo	5,600x10 <sup>-8</sup>	1	5,600x10 <sup>-8</sup>	41202,266	0,000
(2)Passo	1,147x10 <sup>-11</sup>	1	1,147x10 <sup>-11</sup>	8,436	0,044
(3)GP	1,186x10 <sup>-12</sup>	1	1,186x10 <sup>-12</sup>	0,872	0,403
1 x 2	1,306 x10 <sup>-11</sup>	1	1,306 x10 <sup>-11</sup>	9,612	0,036
1 x 3	7,883x10 <sup>-13</sup>	1	7,883x10 <sup>-13</sup>	0,580	0,489
2 x 3	1,411 x10 <sup>-12</sup>	1	1,411 x10 <sup>-12</sup>	1,038	0,366
1x2x3	7,266x10 <sup>-13</sup>	1	7,266x10 <sup>-13</sup>	0,535	0,505
Resíduo	5,437 x10 <sup>-12</sup>	4	1,359 x10 <sup>-12</sup>		
Total	5,603x10 <sup>-8</sup>	11			

**Tabela A4b.** Análise de variância para o fator de escala do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para amostra homogeneizada pelo método A.

Causa de variação	SQ	GL	QM	F	p
(1)Tempo	1,147x10 <sup>-8</sup>	1	1,147x10 <sup>-8</sup>	9989,244	0,000
(2)Passo	1,048 x10 <sup>-11</sup>	1	1,048 x10 <sup>-11</sup>	9,126	0,039
(3)GP	5,311x10 <sup>-14</sup>	1	5,311x10 <sup>-14</sup>	0,046	0,840
1 x 2	1,757 x10 <sup>-12</sup>	1	1,757 x10 <sup>-12</sup>	1,531	0,284
1 x 3	4,071x10 <sup>-14</sup>	1	4,071x10 <sup>-14</sup>	0,035	0,860
2 x 3	2,999x10 <sup>-15</sup>	1	2,999x10 <sup>-15</sup>	0,003	0,962
1x2x3	1,970x10 <sup>-14</sup>	1	1,970x10 <sup>-14</sup>	0,017	0,902
Resíduo	4,592 x10 <sup>-12</sup>	4	1,148x10 <sup>-12</sup>		
Total	1,148x10 <sup>-8</sup>	11			

**Tabela A5.** Distribuição da massa em gramas do material utilizado no experimento do Estudo Nº3.

Medição	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaCO <sub>3</sub>	Total
1	0,0251	0,0501	0,4251	0,5003
2	0,0250	0,0502	0,4250	0,5002
3	0,0250	0,0504	0,4252	0,5006
Média	0,0251	0,0502	0,4251	0,5004
%	5,0062	10,0390	84,9549	100,0000

## ANEXO B

### CARACTERÍSTICAS DAS AMOSTRAS

**Tabela B1.** Percentuais das massas nominais das fases, condições de temperatura e umidade no difratômetro no momento da leitura e contagem de fótons por segundo na direção (2 0 0) do MgO.

Amostra	Massa percentual (%w <sub>n</sub> )			Temperatura (°C)		Umidade (%)		Contagem (cfs)
	MgO	NiO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mínima	Máxima	Mínima	Máxima	
A11	1,03	4,01	94,96	24,00	24,10	60	65	1420
A12	1,00	4,02	94,98	24,30	24,30	59	60	1599
A13	1,00	4,00	95,00	24,60	24,90	59	59	1560
A21 <sup>(2)</sup>	1,05	94,91	4,04	23,30	23,40	55	56	6132
A22	1,02	94,97	4,01	23,30	23,40	56	56	6556
A23	1,01	94,98	4,01	25,00	25,10	54	54	6249
A31 <sup>(2)</sup>	4,00	1,01	94,99	23,30	23,50	56	56	1365
A32	4,00	1,02	94,98	24,60	24,60	51	52	1405
A33	4,01	1,00	94,99	25,00	25,00	49	50	1413
A41 <sup>(1)</sup>	4,02	94,98	1,00	23,40	23,50	59	59	5936
A42	4,00	95,00	1,00	23,90	24,00	52	53	5859
A43	4,02	94,98	1,00	24,90	24,90	44	45	6220
A44 <sup>(1)</sup>	4,00	95,00	1,00	24,00	24,00	56	57	6219
A51 <sup>(2)</sup>	94,95	1,03	4,02	23,40	23,40	55	56	14132
A52	94,98	1,00	4,02	23,60	23,70	57	57	9952
A53	94,98	1,00	4,02	23,70	23,70	56	56	9852
A54 <sup>(1)</sup>	95,00	1,00	4,00	23,50	23,60	59	59	7415
A61	94,98	4,01	1,01	24,30	24,30	57	65	8423
A62	95,00	4,00	1,00	23,90	23,50	54	54	9577
A63	95,00	4,00	1,00	23,00	23,10	63	63	21653
B11	15,00	29,99	55,01	24,30	24,10	60	66	2390
B12	15,00	30,00	55,00	24,00	24,00	52	53	2784
B13	14,99	30,01	55,00	25,00	25,20	58	58	2697
B21	15,02	54,99	29,99	24,00	24,10	65	67	3394
B22	15,00	55,01	29,99	23,10	23,20	52	53	3922
B23	15,01	54,98	30,01	23,50	23,60	53	54	3930

**Tabela B1.** Percentuais das massas nominais das fases, condições de temperatura e umidade no difratômetro no momento da leitura e contagem de fôtons por segundo na direção (2 0 0) do MgO (*continuação*).

Amostra	Massa nominal (%wn)			Temperatura (°C)		Umidade (%)		Contagem (cfs)
	MgO	NiO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mínima	Máxima	Mínima	Máxima	
B31	30,00	15,03	54,97	23,90	24,00	61	62	2853
B32	29,99	15,02	54,99	23,70	23,90	60	60	1847
B33	30,00	15,00	55,00	24,50	24,60	61	62	3035
B41 <sup>(2)</sup>	29,99	55,00	15,01	23,70	23,80	60	62	5491
B42	30,00	55,00	15,00	23,70	23,90	61	64	4058
B43	29,99	54,98	15,03	23,90	24,00	60	63	3023
B51 <sup>(2)</sup>	54,98	30,01	15,01	23,80	23,90	51	52	6420
B52	55,01	30,00	14,99	23,00	23,20	57	58	7877
B53	54,99	30,00	15,01	24,50	24,60	58	59	4588
B54 <sup>(1)</sup>	55,01	29,99	15,00	23,20	23,30	60	60	4148
B61 <sup>(2)</sup>	54,95	15,07	29,98	24,30	24,50	61	62	5670
B62	55,00	15,00	30,00	24,40	24,50	54	55	7237
B63	54,99	15,00	30,01	24,70	24,80	54	54	8540
C11	32,01	32,99	35,00	24,00	24,70	64	68	3431
C12	32,00	33,00	35,00	23,00	23,20	61	61	4655
C13	32,00	32,99	35,01	25,10	25,20	53	53	10816
C21 <sup>(2)</sup>	32,01	35,00	32,99	24,30	24,50	54	62	2913
C22	31,99	34,99	33,02	24,60	24,80	48	54	2810
C23	32,01	35,00	32,99	24,60	24,60	59	59	3996
C31	32,99	32,00	35,01	24,60	24,60	63	65	3663
C32	33,02	32,00	34,98	24,60	24,70	58	62	4529
C33	32,99	32,01	35,00	24,30	24,40	50	52	4014
C41 <sup>(2)</sup>	33,00	35,00	32,00	24,10	24,10	60	60	3762
C42	33,02	34,98	32,00	25,00	25,00	55	55	2822
C43	33,00	35,00	32,00	23,70	23,90	66	66	2349
C51	34,99	33,01	32,00	24,60	24,70	64	66	3016
C52 <sup>(2)</sup>	35,01	33,00	31,99	23,50	23,60	68	72	3216
C53	34,99	33,01	32,00	24,00	24,00	59	59	6668
C61	35,00	32,00	33,00	24,20	24,30	54	55	2821
C62	35,02	32,00	32,98	23,30	23,50	57	58	2691
C63	35,00	32,00	33,00	25,20	25,30	47	52	4887

Continua...

**Tabela B1.** Percentuais das massas nominais das fases, condições de temperatura e umidade no difratômetro no momento da leitura e contagem de fôtons por segundo na direção (2 0 0) do MgO (*conclusão*).

Amostra	Massa nominal (%wn)			Temperatura (°C)		Umidade (%)		Contagem (cfs)
	MgO	NiO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mínima	Máxima	Mínima	Máxima	
D11	0,00	0,00	100,00	23,50	23,60	54	54	976
D12	0,00	0,00	100,00	22,90	22,90	60	60	1002
D13	0,00	0,00	100,00	23,30	23,50	57	58	1010
D21	0,00	100,00	0,00	21,70	21,80	70	70	6422
D22	0,00	100,00	0,00	22,60	22,70	58	59	6753
D23	0,00	100,00	0,00	23,20	23,40	57	57	6513
D31	100,00	0,00	0,00	24,00	24,10	58	58	23490
D32	100,00	0,00	0,00	22,90	23,00	61	61	22754
D33	100,00	0,00	0,00	23,40	23,50	60	61	23120
D34 <sup>(1)</sup>	100,00	0,00	0,00	24,00	24,10	52	53	5566

(1) Granulometria menor ou igual a 400 mesh.

(2) Preparada para leitura no difratômetro por outro operador

**Tabela B2.** Estatísticas descritivas do diâmetro de cristalito D( $\mu\text{m}$ ) por percentagem de massa do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nos grupos A, B e C e das fases individuais no Grupo D.

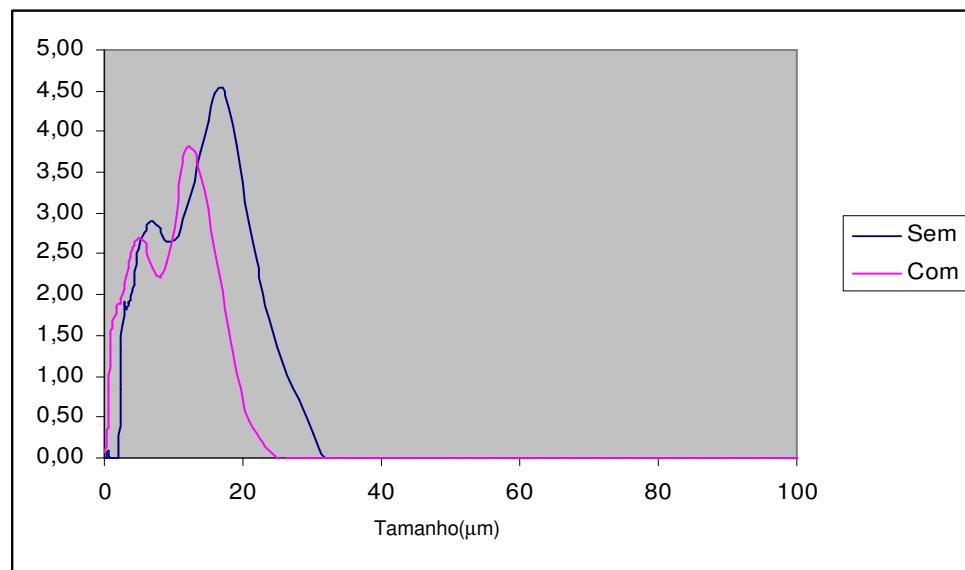
Grupo	Fase	%	D( $\mu\text{m}$ ) Média	Variância	Desvio- Padrão	Mínimo	Máximo
A	$\text{Al}_2\text{O}_3$	1	0,120	0,014	0,119	0,000	0,280
		4	0,150	0,009	0,096	0,000	0,280
		95	0,250	0,001	0,023	0,227	0,288
	$\text{MgO}$	1	3,076	22,433	4,736	0,000	10,000
		4	4,558	25,931	5,092	0,247	10,000
		95	6,757	25,275	5,027	0,000	10,000
	$\text{NiO}$	1	0,397	0,140	0,374	0,000	0,823
		4	1,835	13,002	3,606	0,190	10,000
		95	3,442	25,870	5,086	0,000	10,000
B	$\text{Al}_2\text{O}_3$	15	0,274	0,002	0,040	0,219	0,329
		30	0,253	0,001	0,030	0,222	0,299
		55	0,272	0,001	0,033	0,229	0,319
	$\text{MgO}$	15	0,750	0,183	0,428	0,261	1,560
		30	1,570	7,083	2,661	0,390	7,000
		55	1,084	0,776	0,881	0,253	2,700
	$\text{NiO}$	15	0,911	0,042	0,204	0,630	1,190
		30	2,206	14,587	3,819	0,537	10,000
		55	0,880	0,319	0,564	0,460	2,000
C	$\text{Al}_2\text{O}_3$	32	0,252	0,003	0,052	0,204	0,347
		33	0,254	0,000	0,013	0,236	0,273
		35	0,258	0,001	0,027	0,223	0,296
	$\text{MgO}$	32	0,511	0,027	0,164	0,298	0,790
		33	0,448	0,026	0,163	0,213	0,670
		35	1,200	0,882	0,939	0,455	3,000
	$\text{NiO}$	32	0,803	0,023	0,152	0,640	1,040
		33	0,662	0,031	0,175	0,530	0,970
		35	0,748	0,031	0,177	0,505	0,960
D	$\text{Al}_2\text{O}_3$	100	0,301	0,000	0,010	0,295	0,313
	$\text{MgO}$	100	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
	$\text{NiO}$	100	0,537	0,051	0,226	0,202	0,688

**Tabela B3.** Estatísticas descritivas da micro-deformação do cristalito  $D_M(\%)$  por percentagem de massa do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por grupo e das fases individuais do Grupo D.

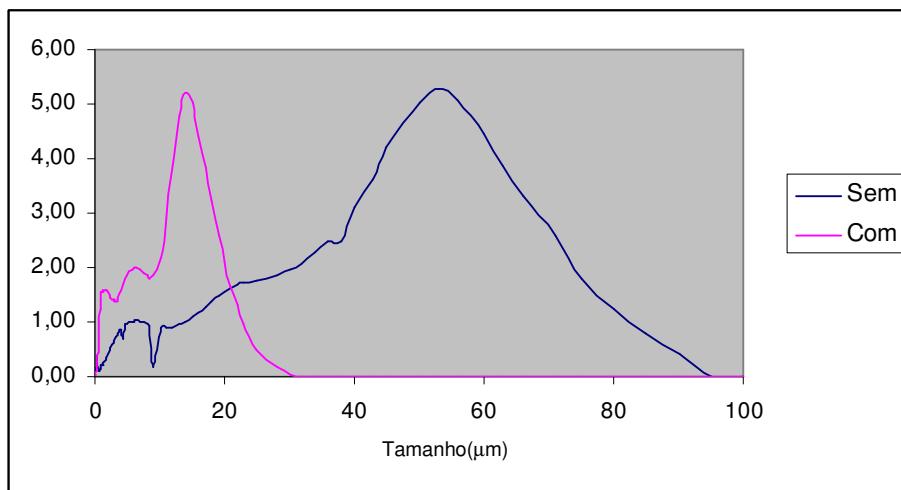
Grupo	Fase	%	$D_M(\%)$ Média	Variância	Desvio- Padrão	Mínimo	Máximo
<b>A</b>	$\text{Al}_2\text{O}_3$	1	0,219	0,116	0,341	0,000	0,800
		4	0,050	0,004	0,066	0,000	0,162
		95	0,104	0,000	0,017	0,084	0,136
	$\text{MgO}$	1	0,182	0,016	0,128	0,000	0,338
		4	0,175	0,002	0,049	0,132	0,269
		95	0,273	0,004	0,060	0,185	0,370
	$\text{NiO}$	1	0,136	0,002	0,043	0,107	0,229
		4	0,098	0,007	0,086	0,000	0,210
		95	0,155	0,009	0,097	0,000	0,251
<b>B</b>	$\text{Al}_2\text{O}_3$	15	0,087	0,001	0,029	0,027	0,111
		30	0,096	0,001	0,032	0,032	0,121
		55	0,118	0,001	0,034	0,081	0,181
	$\text{MgO}$	15	0,146	0,000	0,006	0,136	0,154
		30	0,130	0,001	0,037	0,079	0,184
		55	0,168	0,001	0,032	0,118	0,210
	$\text{NiO}$	15	0,112	0,001	0,030	0,060	0,145
		30	0,090	0,004	0,064	0,010	0,158
		55	0,117	0,003	0,050	0,040	0,168
<b>C</b>	$\text{Al}_2\text{O}_3$	32	0,088	0,002	0,049	0,003	0,140
		33	0,170	0,022	0,148	0,081	0,470
		35	0,093	0,002	0,041	0,022	0,134
	$\text{MgO}$	32	0,141	0,000	0,019	0,116	0,163
		33	0,125	0,002	0,039	0,075	0,169
		35	0,135	0,001	0,031	0,082	0,175
	$\text{NiO}$	32	0,081	0,001	0,025	0,045	0,101
		33	0,061	0,003	0,052	0,000	0,136
		35	0,079	0,001	0,038	0,034	0,123
<b>D</b>	$\text{Al}_2\text{O}_3$	100	0,136	0,000	0,016	0,120	0,151
	$\text{MgO}$	100	0,208	0,001	0,036	0,174	0,258
	$\text{NiO}$	100	0,159	0,000	0,020	0,144	0,182

**Tabela B4.** Estatísticas descritivas da orientação preferencial dos cristalitos  $O_p$  de MgO referente à direção (0 0 2) nos grupos A , B e C e das fases individuais no Grupo D.

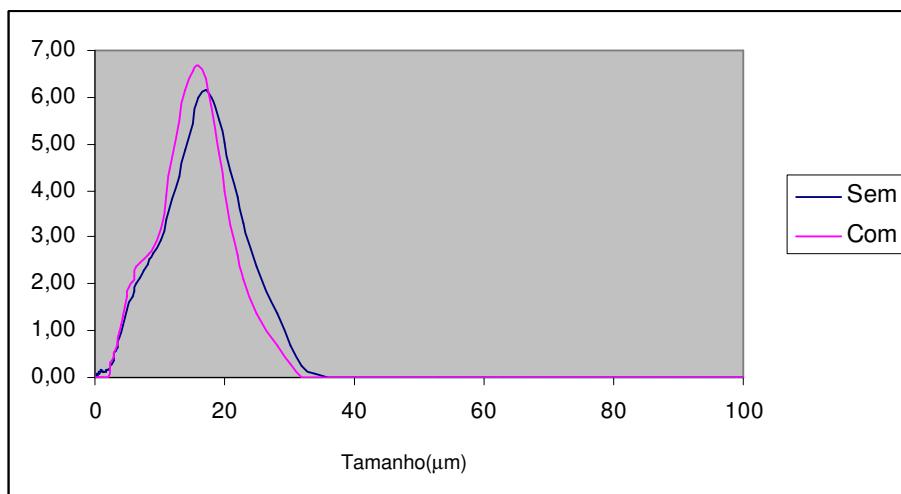
Grupo	%	$O_p$ Média	Variância	Desvio- Padrão	Mínimo	Máximo
1	1	0,666	0,024	0,154	0,522	1,000
	4	0,553	0,005	0,07	0,434	0,660
	95	1,021	0,351	0,592	0,461	1,790
30	15	0,577	0,005	0,07	0,513	0,704
	30	0,604	0,01	0,098	0,494	0,768
	55	0,615	0,015	0,123	0,516	0,849
35	32	0,615	0,002	0,05	0,538	0,686
	33	0,648	0,016	0,127	0,534	0,888
	35	0,532	0,003	0,051	0,434	0,574
	100	0,584	0,017	0,129	0,506	0,770



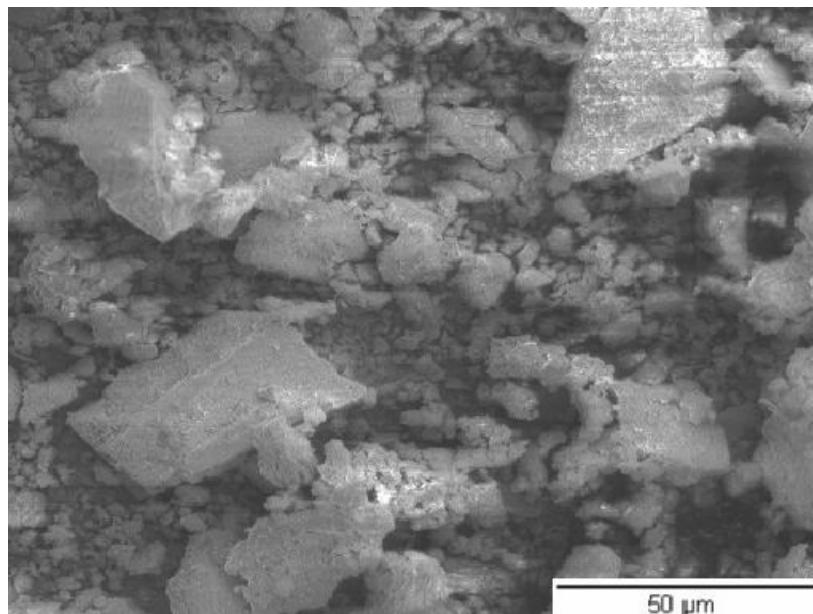
**Figura B1.** Distribuição das partículas em  $\mu\text{m}$  do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com e sem peneiramento.



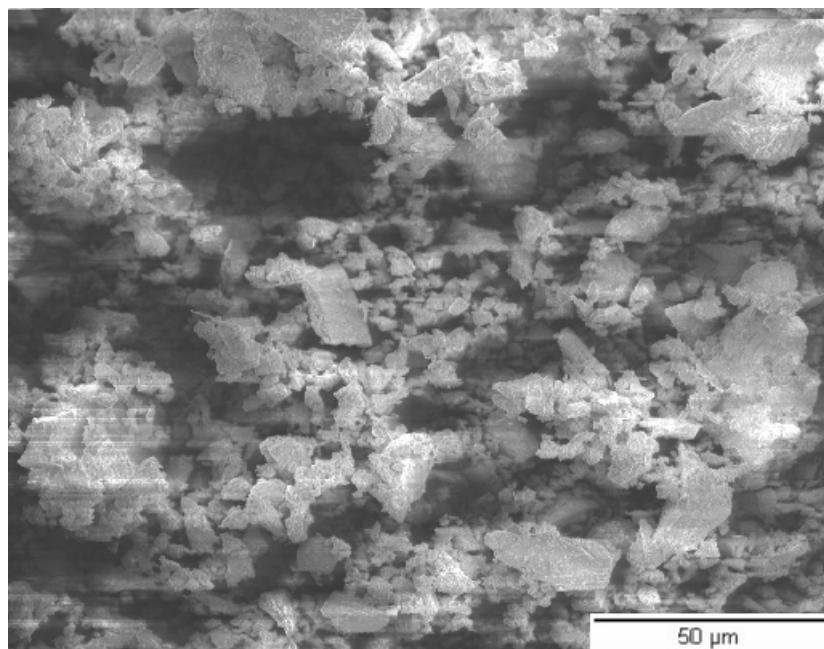
**Figura B2.** Distribuição das partículas em  $\mu\text{m}$  do MgO com e sem peneiramento.



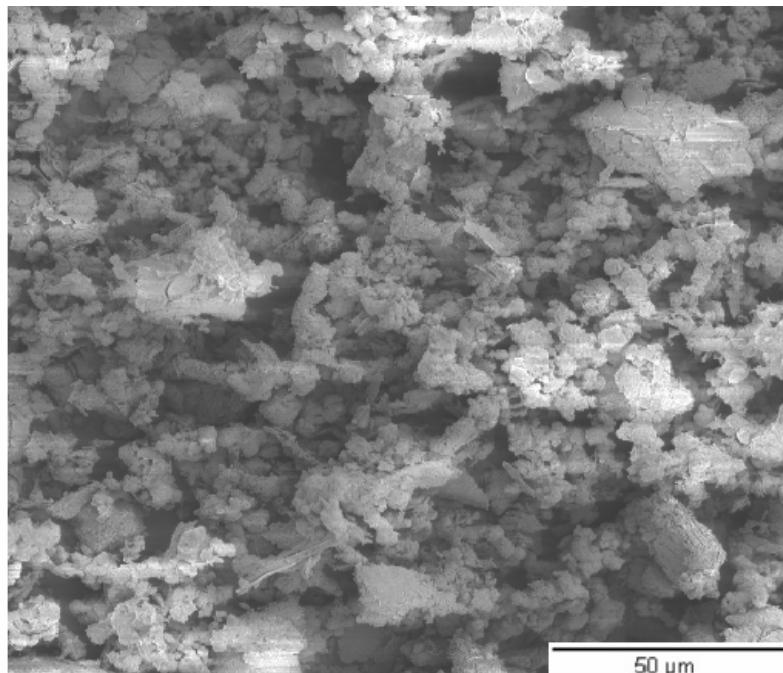
**Figura B3.** Distribuição das partículas em  $\mu\text{m}$  do NiO com e sem peneiramento



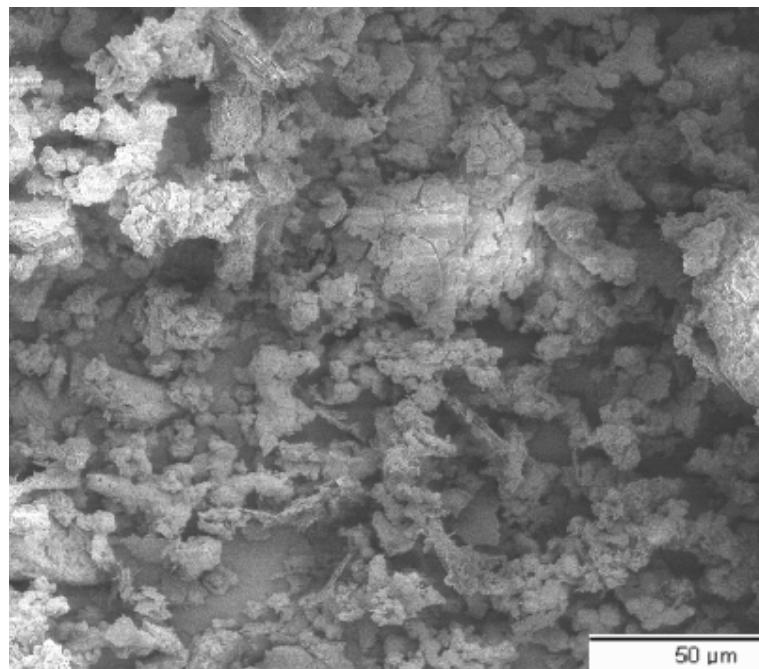
**Figura B4.** Amostra A41



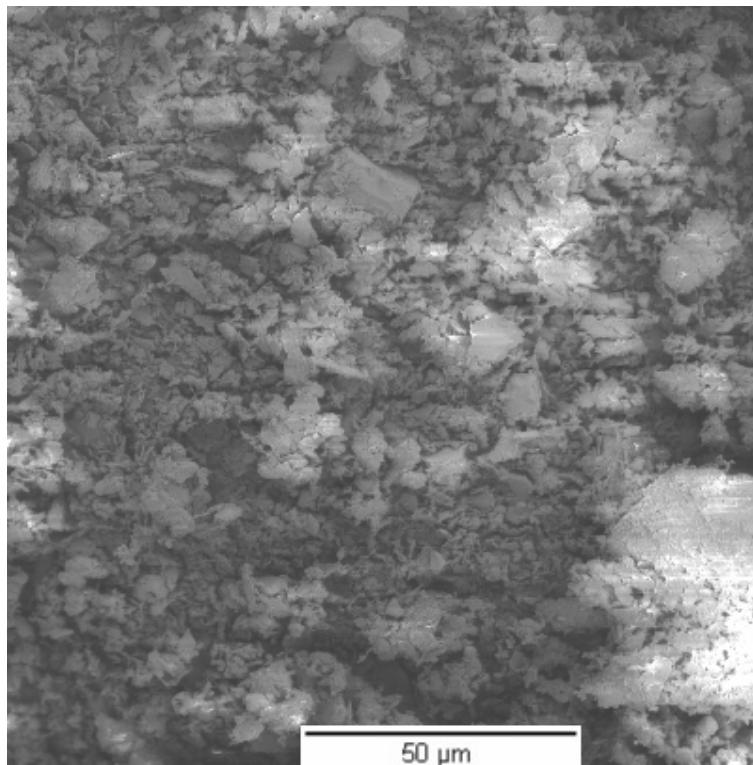
**Figura B5.** Amostra A44



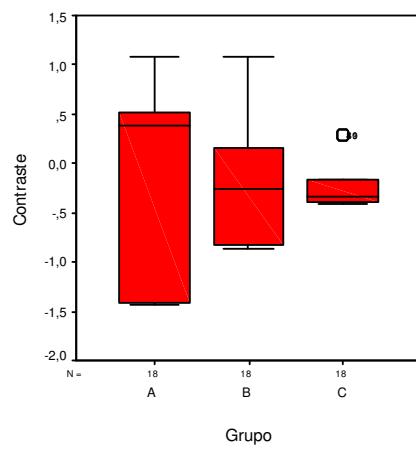
**Figura B6.** Amostra B43



**Figura B7.** Amostra B53

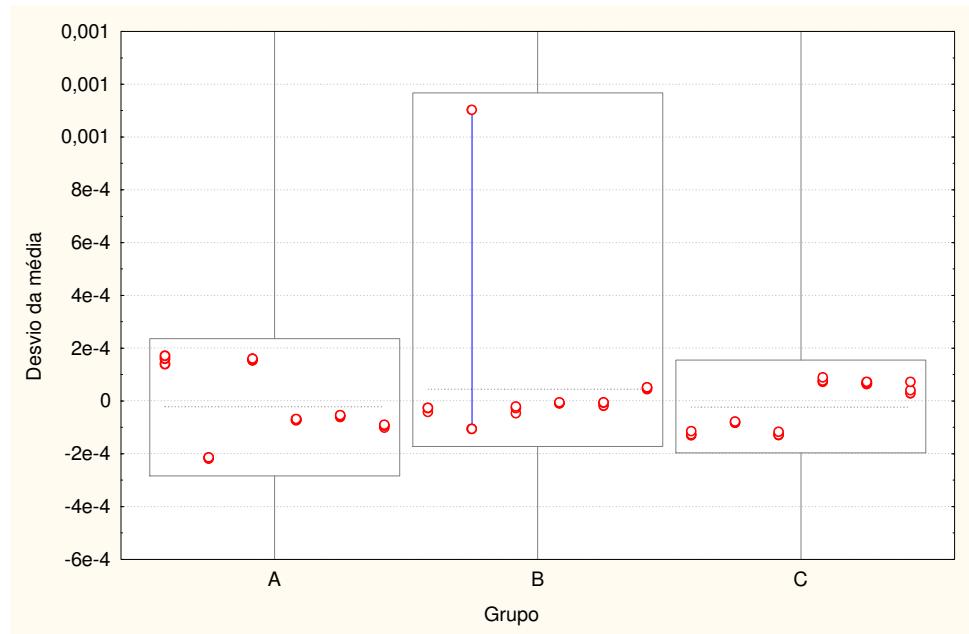


**Figura B8.** Amostra B54

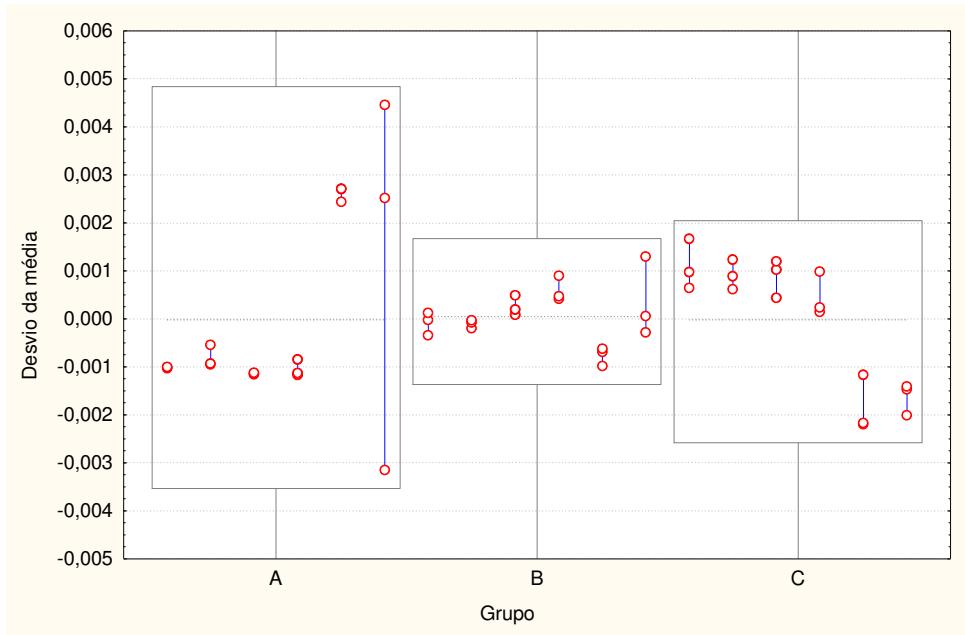


**Figura B9.** Box-plot do contraste da micro-absorção por grupo.

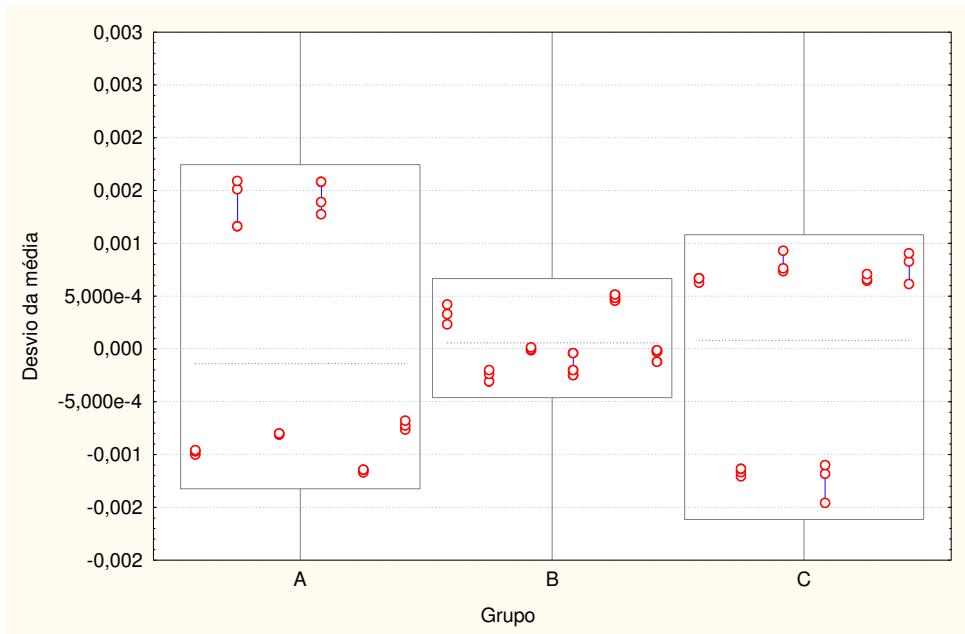
## ANEXO C RESULTADOS DAS ESTATÍSTICAS



**Figura C1.** Diagrama de variabilidade do fator de escala do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por grupo e replicação das amostras.



**Figura C2.** Diagrama de variabilidade do fator de escala do MgO por grupo e replicação das amostras.



**Figura C3.** Diagrama de variabilidade do fator de escala do NiO por grupo e replicação das amostras

**Tabela C1.** Média e desvio-padrão do fator de escala e percentual de massa de fase.

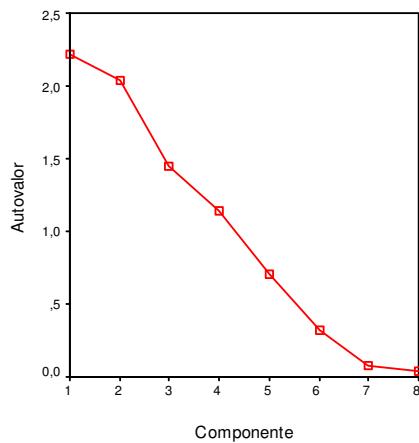
Grupo	Variável	Média	Desvio-Padrão
A	S <sub>Al2O3</sub>	1,569×10 <sup>-4</sup>	2,082×10 <sup>-4</sup>
	S <sub>MgO</sub>	2,104×10 <sup>-3</sup>	3,190×10 <sup>-3</sup>
	S <sub>NiO</sub>	1,593×10 <sup>-3</sup>	2,101×10 <sup>-3</sup>
	W <sub>Al2O3</sub>	34,019	44,888
	W <sub>MgO</sub>	33,682	44,498
	W <sub>NiO</sub>	32,409	43,742
B	S <sub>Al2O3</sub>	2,220×10 <sup>-4</sup>	2,889×10 <sup>-4</sup>
	S <sub>MgO</sub>	2,168×10 <sup>-3</sup>	1,305×10 <sup>-3</sup>
	S <sub>NiO</sub>	1,788×10 <sup>-3</sup>	8,394×10 <sup>-4</sup>
	W <sub>Al2O3</sub>	33,956	17,949
	W <sub>MgO</sub>	37,178	20,196
	W <sub>NiO</sub>	31,207	16,114
C	S <sub>Al2O3</sub>	1,553×10 <sup>-4</sup>	1,052×10 <sup>-5</sup>
	S <sub>MgO</sub>	2,102×10 <sup>-3</sup>	4,503×10 <sup>-4</sup>
	S <sub>NiO</sub>	1,814×10 <sup>-3</sup>	1,250×10 <sup>-4</sup>
	W <sub>Al2O3</sub>	33,933	3,172
	W <sub>MgO</sub>	34,962	4,525
	W <sub>NiO</sub>	31,106	2,463
Média Geral	S <sub>Al2O3</sub>	1,781×10 <sup>-4</sup>	2,042×10 <sup>-4</sup>
	S <sub>MgO</sub>	2,125×10 <sup>-3</sup>	1,969×10 <sup>-3</sup>
	S <sub>NiO</sub>	1,732×10 <sup>-3</sup>	1,287×10 <sup>-3</sup>
	W <sub>Al2O3</sub>	33,979	27,439
	W <sub>MgO</sub>	35,274	27,833
	W <sub>NiO</sub>	31,574	26,444

**Tabela C2.** Total de variância explicada pela análise de componentes principais.

Componente	Autovalores iniciais	% Variância	%Acumulado
1	2,08	25,964	25,964
2	2,04	25,508	51,472
3	1,45	18,186	69,658
4	1,28	16,060	85,718

Kaiser-Meyer-Olkin KMO= 0,664

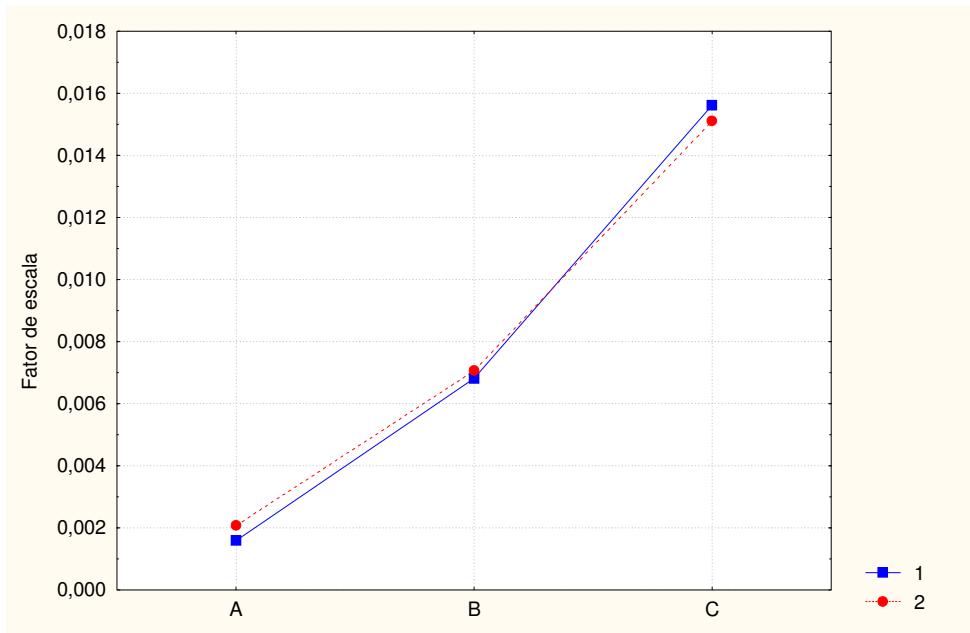
Teste de esfericidade de Bartlet:  $\chi^2_{28} = 718,327$  e p=0,000

**Figura C4.** Gráficos de declive.**Tabela C3.** Coeficientes de regressão linear para o fator de escala do MgO no Grupo A.

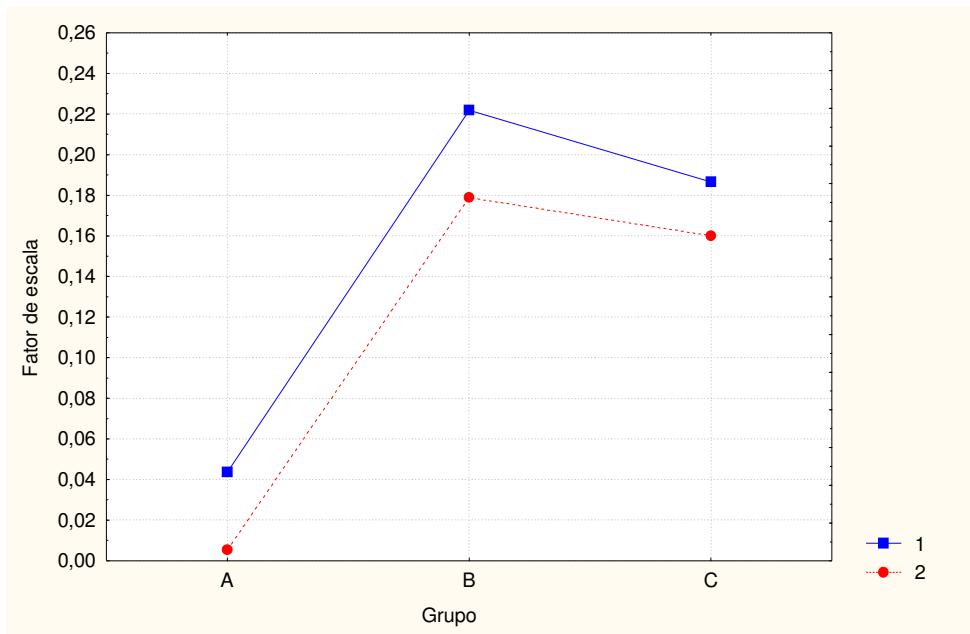
Modelo	Coeficiente	Erro-Padrão	Coeficiente Padronizado	t	p
Intercepto	$-6,053 \times 10^{-6}$	$6,677 \times 10^{-4}$		-0,009	0,993
w <sub>MgO</sub>	$6,332 \times 10^{-5}$	$9,712 \times 10^{-6}$	$8,832 \times 10^{-1}$	6,520	0,000
w <sub>NiO</sub>	$-7,073 \times 10^{-7}$	$9,880 \times 10^{-6}$	$-9,698 \times 10^{-3}$	-0,072	0,944
$R^2=0,788$		$F=27,939$		$p=0,000$	

**Tabela C4.** Coeficientes de regressão linear para o fator de escala do NiO no Grupo A.

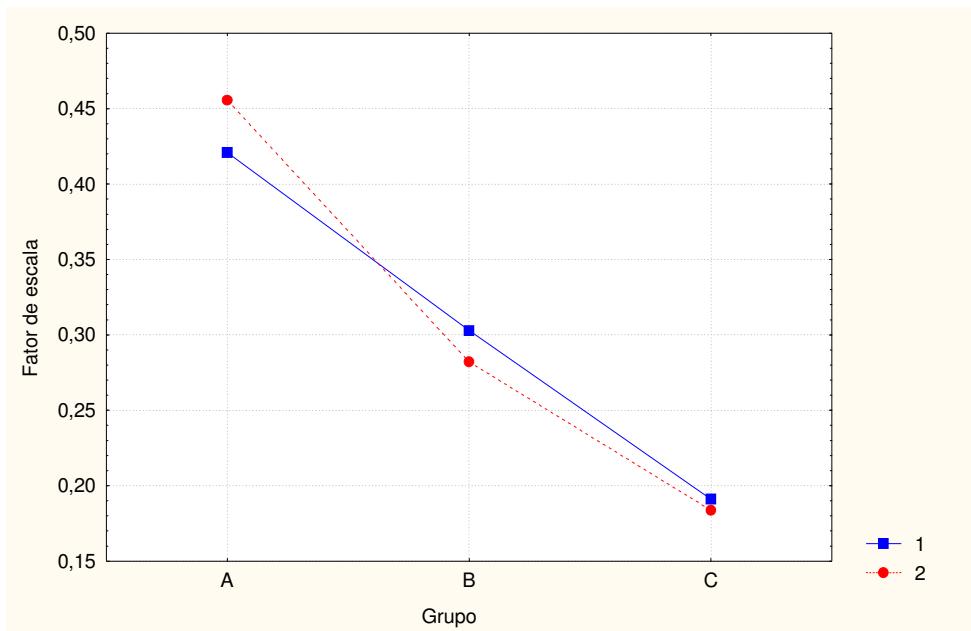
Modelo	Coeficiente	Erro-Padrão	Coeficiente Padronizado	t	p
Intercepto	$5,404 \times 10^{-4}$	0,000		2,234	0,042
w <sub>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></sub>	$-6,073 \times 10^{-6}$	0,000	-0,130	-2,175	0,047
w <sub>MgO</sub>	$1,338 \times 10^{-6}$	0,000	0,032	-0,587	0,567
w <sub>NiO</sub>	$4,818 \times 10^{-5}$	0,000	0,925	19,787	0,000
$R^2=0,9999$		$F=12933,091$		$p=0,000$	



**Figura C5.** Variabilidade do fator de escala do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  devido ao grupo e ao operador.



**Figura C6.** Variabilidade do fator de escala do  $\text{MgO}$  devido ao grupo e ao operador.



**Figura C7.** Variabilidade do fator de escala do NiO devido ao grupo e ao operador.

## APÊNDICE I

### ESTIMAÇÃO DA CORREÇÃO DOS EFEITOS DE MICRO- ABSORÇÃO

**Tabela I1.** Estimação de  $\tau$  necessário à correção dos efeitos de micro-absorção sobre o fator de escala de cada fase. Extraído de Brindley (1945)

$(\mu_t - \bar{\mu}) \bar{R}$	$\tau_{2\theta=0}$	$\tau_{2\theta=90}$	$\tau_{2\theta=180}$
-0,50	2,068	2,036	2,029
-0,40	1,813	1,807	1,827
-0,30	1,508	1,573	1,585
-0,20	1,352	1,353	1,362
-0,10	1,159	1,162	1,163
-0,09	1,142	1,143	1,144
-0,08	1,124	1,125	1,125
-0,07	1,107	1,108	1,108
-0,06	1,090	1,091	1,091
-0,05	1,074	1,073	1,074
-0,04	1,059	1,058	1,058
-0,03	1,043	1,042	1,042
-0,02	1,028	1,027	1,027
-0,01	1,014	1,014	1,014
0,00	1,000	1,000	1,000
0,01	0,986	0,986	0,986
0,02	0,972	0,973	0,973
0,03	0,959	0,960	0,960
0,04	0,945	0,946	0,947
0,05	0,932	0,933	0,934
0,06	0,918	0,919	0,921
0,07	0,905	0,906	0,908
0,08	0,892	0,893	0,895
0,09	0,878	0,879	0,882
0,10	0,865	0,866	0,870
0,20	0,742	0,753	0,760
0,30	0,640	0,653	0,671
0,40	0,545	0,569	0,587
0,50	0,468	0,496	0,529