

**O USO DA MADEIRA DE *Eucalyptus saligna* Smith NA
OBTENÇÃO DE CELULOSE PELO PROCESSO
BISSULFITO - BASE MAGNÉSIO**

LUIZ ERNESTO GEORGE BARRICHELO
ENGENHEIRO AGRÔNOMO
Auxiliar de Ensino do Departamento de Silvicultura - ESALQ-USP

Tese apresentada à Escola Superior de Agricultura
"Luiz de Queiroz" da Universidade de São Paulo
para obtenção do título de Doutor em Agronomia

Piracicaba - São Paulo - Brasil
Outubro - 1971

Aos meus pais

À minha esposa

Aos meus filhos

D E D I C O

Í N D I C E

	Página
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
3. MATERIA E MÉTODOS	7
3.1 - Material	7
3.2 - Métodos para produção de celulose	7
3.2.1 - Plano do experimento	7
3.2.2 - Escolha das árvores	7
3.2.3 - Corte e transporte	8
3.2.4 - Obtenção dos cavacos	8
3.2.5 - Determinação da densidade básica da madeira..	9
3.2.6 - Análise micrográfica da madeira	10
3.2.7 - Análise química da madeira	10
3.2.8 - Produção de celulose	11
3.2.8.1 - Processo	11
3.2.8.2 - Preparo do licor de cozimento	11
3.2.8.3 - Condições dos cozimentos	12
3.2.8.4 - Cálculo do rendimento bruto	13
3.2.8.5 - Determinação da percentagem de re-	
jeitos	13
3.2.8.6 - Depuração e cálculo do rendimento	
depurado	13
3.2.8.7 - Determinação do número de Kappa ...	14
3.3 - Métodos para preparo de amostras para testes físico -	
mecânicos	14
3.3.1 - Refinação	14
3.3.2 - Determinação do grau de refinação	14
3.3.3 - Formação das fôlhas de celulose	14
3.3.4 - Acondicionamento	15
3.3.5 - Gramatura	15
3.3.6 - Resistência à tração	15
3.3.7 - Resistência ao arrebentamento	15
3.3.8 - Resistência ao rasgo	15
3.3.9 - Análises estatísticas dos resultados	15

	<u>Página</u>
4. RESULTADOS	17
4.1 - Rendimento bruto	17
4.2 - Rendimento depurado	18
4.3 - Percentagem de rejeitos	19
4.4 - Número de Kappa	20
4.5 - Gramatura	21
4.6 - Grau de refinação	21
4.7 - Resistência à tração	24
4.8 - Resistência ao arrebatamento	38
4.9 - Resistência ao rasgo	52
5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	66
6. RESUMO E CONCLUSÕES	72
7. SUMMARY AND CONCLUSIONS	75
8. BIBLIOGRAFIA	78
9. APÊNDICE	82
9.1 - Densidade básica da madeira	83
9.2 - Dimensões das fibras	83
9.3 - Análises químicas	83
9.4 - Classificação dos cavacos	84
10. AGRADECIMENTOS	85

1. INTRODUÇÃO

Um dos assuntos mais focalizados nos dias atuais é o da poluição da água e do ar pelos resíduos e gases industriais.

A opinião pública mundial tem sido alertada para o problema e comissões de cientistas e técnicos têm sido constituídas para estudá-lo e equacioná-lo.

Dentre as indústrias que lançam seus resíduos nos cursos de água estão as fábricas de celulose e papel onde o volume dos mesmos é de tal monta que torna o problema um dos que mais clamam por solução. Porisso o estudo de processos de produção de celulose que diminuam ou mesmo eliminem a poluição deve ser cuidadosamente analisado.

Está nesse caso o PROCESSO BISSULFITO que sendo uma variação do processo sulfito clássico, se baseia na ação do ácido sulfuroso e do bissulfito e sulfito de um dado metal, sobre a lignina da madeira, formando sulfonatos que são removidos deixando como produto final o que comumente se denomina celulose.

O licor de cozimento tradicionalmente utilizado pela indústria de celulose é constituído por uma solução de ácido sulfuroso e bissulfito de cálcio. Embora de custo mais baixo, essa solução não permite a recuperação econômica do licor residual.

Até 1930 essa situação era vantajosa porque a recuperação do licor residual no processo sulfato, o grande concorrente do sulfito, era ainda bastante onerosa e a celulose produzida não podia ser eficientemente branqueada. Entretanto, a racionalização da recuperação no processo sulfato e a introdução de novos agentes de branqueamento tornaram os processos ácidos desinteressantes para as novas fábricas.

Depois da Segunda Guerra Mundial, estes processos despertaram novamente o interesse pois foi desenvolvida uma técnica relativamente

simples que utiliza o magnésio como base do licor de cozimento.

O sulfito de magnésio por ser mais solúvel que o de cálcio permite a condução do cozimento a um pH mais elevado acarretando maior rendimento, menor degradação da celulose e conseqüentemente maiores resistências físico-mecânicas do papel obtido.

A utilização do magnésio permite a recuperação do licor, o que além de representar uma economia no custo de produção, ainda reduz bastante ou praticamente elimina os problemas decorrentes da poluição.

Segundo JENSEN E COLABORADORES (1968) a partir de 1960 foram instaladas dez novas fábricas de celulose sulfito das quais seis utilizando o magnésio e quatro utilizando o sódio. Nenhuma das novas fábricas se decidiram pelo cálcio e por outro lado vinte e duas que vinham operando com êsse metal passaram a trabalhar com o magnésio.

O presente trabalho teve por objetivo o estudo da produção, em laboratório, de celulose bissulfito, tendo como base o magnésio e utilizando madeira de Eucalyptus saligna Smith, uma das matérias-primas menos ensaiadas no processo citado.

A par disso procurou-se verificar a influência de três das variáveis de cozimento quais sejam temperatura máxima de cozimento, tempo à temperatura máxima e concentração de anidrido sulfuroso (SO₂) total no licor, sobre o rendimento em celulose e resistências físico-mecânicas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Dentre muitos autores, HISEY (1944), Mc GREGOR (1950), BROWN e COLABORADORES (1952), PARSONS (1960), BIALKOWSKY e COLABORADOR (1961), ERICSSON e COLABORADORES (1962), SANYER e COLABORADOR (1963), BRITT (1964), WENZL (1965) e RYDHOLM (1965) relacionam como principais variáveis a considerar no processo bissulfito as seguintes:

1. Espécie vegetal
2. Base do licor de cozimento
3. Temperatura máxima de cozimento
4. Concentração de anidrido sulfuroso (SO_2) no licor de cozimento
5. Tempo à temperatura máxima de cozimento
6. Pressão
7. pH do licor de cozimento
8. Relação licor-madeira

Na fabricação de celulose, HORN e COLABORADOR (1968) atribuem à madeira grande participação no custo. Em nosso meio o preço da madeira de folhosas, notadamente de eucalipto, tem sido inferior ao de madeiras de coníferas representadas pelo Pinheiro do Paraná e diversas espécies do gênero Pinus. Já em 1965 RYDHOLM assinalava que o consumo de folhosas vinha aumentando consideravelmente o que era ratificado por SCHROEDER e COLABORADOR (1968) que a par disso, afirmavam que as mesmas eram mais facilmente deslignificadas devido o fato de possuírem menor teor de lignina.

SANYER e COLABORADOR (1963) classificaram o processo sulfito da seguinte maneira:

- a) Sulfito ácido: quando o pH do licor de cozimento está entre 1,5 e 2,5;
- b) Bissulfito: aquele em que o pH do licor de cozimento varia de 2,5 a 5,5;

- c) Sulfito Neutro: processo que é considerado como semi-químico no qual o pH do licor de cozimento está entre 5,5 e 8,5;
- d) Sulfito em dois estágios: no qual o pH do licor de cozimento pode apresentar os seguintes valores:
 - 1ª estágio: 5,0 a 7,5 ou 1,5 a 5,5
 - 2ª estágio: 1,5 a 3,0 ou 7,5 a 9,0

O processo bissulfito e o sulfito em dois estágios são aplicados às espécies resinosas ou sensíveis a licores de cozimento excessivamente ácidos. Assim é que estão sendo utilizados para a digestão de madeira de Pinus sendo todavia mais aconselhados para folhas densas nas quais a penetração do licor é fator crítico.

MARKANT e COLABORADORES (1962) consideraram os progressos recentes nas técnicas de cozimento responsáveis pelo aumento da aceitação comercial do processo bissulfito usando-se o magnésio como base (processo magnefita).

Embora reconhecendo o emprêgo generalizado do processo sulfato LEITNER (1969) considera que o processo bissulfito apresenta vantagens apreciáveis quais sejam:

- a) rendimentos maiores em celulose
- b) para a fabricação de papel de jornal a celulose não necessita branqueamento e apenas simples alveamento
- c) não há problemas de poluição do ar
- d) no branqueamento, se fôr o caso, a economia é maior.

KELLER e COLABORADORES (1967) salientavam que além do menor custo de branqueamento, citado acima, o licor residual do cozimento no processo magnefita pode ser recuperado a custos menores particularmente nas fábricas pequenas e médias.

O papel mais importante da base segundo PARSONS (1960) é

formar compostos solúveis com os ácidos lignossulfônicos. Sendo a quantidade da base insuficiente a celulose resultante se apresenta com coloração bastante escura.

No caso específico do cálcio, uma quantidade relativamente grande de anidrido sulfuroso livre deve estar presente para evitar a formação de sulfito de cálcio que é insolúvel.

Nesse sentido, SANYER e COLABORADORES (1963) consideravam que quando a base cálcio é usada o pH de licor de cozimento deve ser mantido entre 1,5 e 2,3, não podendo ir além desse limite superior para que não ocorra a precipitação do sulfito. Já para o magnésio o pH pode ser superior a 4,5 uma vez que não há perigo de precipitação de $MgSO_3$.

A introdução do magnésio eliminou esse problema relacionado com o cálcio, inclusive o excesso de anidrido sulfuroso livre segundo ANNERGREN e COLABORADOR (1966). CASEY (1960) e WENZL (1965).

Tendo em vista a importância das bases aplicáveis aos processos sulfito-ácido e bissulfito, ERICSSON e COLABORADORES (1962) indicava como principais o cálcio e magnésio, já citadas, o sódio e o amônio.

CLEMENT (1966) relatava que fábricas que trabalhavam com o processo sulfito normalmente usavam uma ou mais das quatro bases citadas. No entanto, somente o magnésio torna possível um sistema simples de recuperação dos produtos químicos e calor segundo KESSLER e COLABORADOR (1962), MARKANT e COLABORADORES (1962), entre outros. Já em 1961, HANNUS, baseando-se em diversos autores, recomendava a substituição da base cálcio por outra desde que a recuperação dos produtos químicos fosse viável, como é o caso do magnésio.

Como vantagens de cada base, PARSONS (1960) citava para o cálcio o fato de ser mais barato e abundante. Por outro lado, BIAL-

KOWSKY e COLABORADOR (1961) e RYDHOLM (1965) afirmavam que o magnésio se destacava pelos seguintes motivos:

- a) menor tempo de cozimento
- b) maior produção por digestor/dia
- c) possibilidade de recuperação do licor residual
- d) menor ou desprezível poluição dos cursos de água

Poder-se-ia acrescentar ser o magnésio mais versátil por permitir o uso tanto de folhosas como de coníferas como mencionado por MITTELU (1966).

A superioridade da base magnésio para produzir celuloses mais claras, mais resistentes, de maior rendimento é destacada pelos autores ROWE e COLABORADOR (1961), OLSZEWSKI (1964), HULTEBERG (1966), LEKANDER (1966) e ROZYCKI e COLABORADOR (1969).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Material

A madeira utilizada na produção de celulose foi obtida de árvores de Eucalyptus saligna Smith com 5 anos de idade, retiradas de povoamentos pertencentes à Champion Celulose S.A., em Mogi Guaçu, Estado de São Paulo.

O plantio foi feito no espaçamento de 3,00 x 1,50 metros em solo do tipo latosol vermelho-amarelo fase arenosa (COMISSÃO DE SOLOS, 1960).

3.2. Métodos para produção de celulose

3.2.1. Plano do experimento

O experimento obedeceu ao esquema fatorial 2x2x2 para temperatura máxima de cozimento, tempo à temperatura máxima de cozimento e concentração do licor de cozimento em termos de anidrido sulfuroso (SO₂) total, com 4 repetições.

3.2.2. Escôlha das árvores

As árvores foram demarcadas em um talhão representativo, no tocante ao desenvolvimento médio da espécie considerados idade e local.

Foram sorteadas 10 árvores que não apresentavam bifurcações, tortuosidades e espiralizações. O diâmetro à altura do peito (DAP) da árvore mais desenvolvida alcançou 17,0 cm e da menos desenvolvida 12,0 cm. As alturas oscilaram entre 14,50 e 16,30 m.

3.2.3. Corte e transporte

As árvores sorteadas foram derrubadas e seccionadas em toros de 2 m a partir da base até um diâmetro mínimo de 8 cm considerado limite comercial.

Para a determinação da densidade básica foram retira--das secções transversais ao nível do DAP, utilizando-se para isso serras de arco de tipo sueco. Os 10 discos de madeiras assim obtidos foram devidamente identificados recebendo numerações correspondentes à árvore. A seguir foram acondicionados em sacos plásticos e transportados para câmara frigorífica a fim de evitar os efeitos da secagem e possíveis contrações.

Os toros obtidos foram descascados e transportados para a fábrica da Champion Celulose S.A.

3.2.4. Obtenção dos cavacos

Uma vez na fábrica os toros foram postos ao acaso sô-bre a esteira rolante de alimentação de um picador industrial de 200 HP.

Utilizando-se o picador intermitentemente houve possibilidade de se coletar uma quantidade de cavacos que representasse per-feitamente os toros provenientes das 10 árvores.

Dos cavacos obtidos retiraram-se 3 amostras para a classificação, de acôrdo com o método TAPPI T16 ts-61.

A quantidade restante foi transportada para o laboratório de celulose e papel do Departamento de Silvicultura da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" onde foram colocados sôbre encerado, em condições ambientes, para sofrerem breve secagem natural.

Durante a secagem foram misturados muito bem. A seguir foram divididos em 4 lotes, acondicionados em sacos plásticos e numerados.

Antecedendo cada cozimento, 3 amostras de 50 g cada eram retiradas dos sacos de cavacos para a determinação da percentagem de umidade.

3.2.5. Determinação da densidade básica da madeira

Os discos de madeira obtidos conforme item 3.2.3. foram retirados da câmara frigorífica e levados ao laboratório onde foram descascados.

A seguir procedeu-se ao seccionamento dos discos em 4 partes iguais tomando-se 2 destas, opostas, para a determinação da densidade básica.

As amostras assim obtidas, após a identificação, eram submergidas em água até saturação completa.

A determinação da densidade foi executada pelo método preconizado pelo Forest Products Laboratory e empregado por FERREIRA (1968). As determinações volumétricas foram feitas utilizando-se balança hidrostática de 0,1 g de precisão, após o que as amostras foram levadas a uma estufa regulada a $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$ até atingirem pêso constante, sendo a seguir determinada a densidade básica pela relação:

$$d_{\text{básica}} = \frac{\text{Pêso sêco em estufa}}{\text{Volume saturado}}$$

3.2.6. Análise micrográfica da madeira

Para as determinações de comprimento, largura e espessura das paredes das fibras a amostragem foi feita diretamente sobre os cavacos.

As amostras colhidas foram maceradas em solução contendo uma parte de água oxigenada a 30%, 5 partes de ácido acético glacial e 4 partes de água destilada.

Após a maceração foram montadas as lâminas que se prestaram às medições das fibras. Foram preparadas 20 lâminas tendo-se medido 10 fibras nas 10 primeiras lâminas e 5 fibras nas restantes, num total de 150 medições.

3.2.7. Análise química da madeira

As análises químicas foram efetuadas sobre amostras obtidas dos cavacos conforme recomenda WATSON (1969).

Do lote de cavacos retirou-se uma amostra e desta uma sub-amostra que foi moída em moinho tipo Wiley, escala semi-industrial, usando-se tela de 10 mesh.

O material resultante foi refinado em moinho Wiley, escala de laboratório, utilizando-se telas de 20, 40 e 60 mesh conforme a granulometria requerida nas diversas análises a que a madeira foi submetida.

A serragem assim obtida foi ensaiada pelos métodos da TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY (TAPPI) e ASSOCIAÇÃO TÉCNICA BRASILEIRA DE CELULOSE E PAPEL (ABCP) no que diz respeito a:

1. Solubilidade da madeira em água fria e quente - TAPPI T 1m-59
2. Solubilidade da madeira em NaOH a 1% - TAPPI T 4m-59
3. Solubilidade da madeira em éter etílico - TAPPI T 5m-59
4. Solubilidade da madeira em álcool-benzeno - TAPPI T 6m-59
5. Celulose Cross & Bevan na madeira - ABCP M9/68
6. Lignina na madeira - TAPPI T 13m-54
7. Cinzas na madeira - TAPPI T 15m-58
8. Pentosanas na madeira - TAPPI T 19m-50

Os resultados das determinações de densidade básica, dimensões das fibras e análises químicas aparecem no apêndice e são apresentados exclusivamente para caracterizarem a matéria-prima empregada o que é de grande interesse industrial.

3.2.8 - Produção de celulose

3.2.8.1 - Processo

Foi utilizado o processo bissulfito-base magnésio (processo magnefita).

3.2.8.2 - Preparo do licor de cozimento

Os licores de cozimento foram preparados borbulhando-se anidrido sulfuroso à suspensão de hidróxido de magnésio obtida a partir do óxido do mesmo metal.

3.2.8.3. Condições dos cozimentos

VARIÁVEIS	T R A T A M E N T O S							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Concentração (%SO ₂ total)	4,00	4,00	4,00	4,00	6,00	6,00	6,00	6,00
Temperatura máxima (°C)	155	165	155	165	155	165	155	165
Tempo à temperatura máxima (h)	1	1	2	2	1	1	2	2

Condições pré-fixadas:

pH = 4,0 ± 0,5

Tempo até 105°C = 1 h

Tempo a 105°C = 1 h

Tempo até temperatura máxima = 1 h

Relação licor-madeira = 5 litros/1 kg

Para o cozimento da madeira foi utilizado um digester de aço inoxidável de 20 litros de capacidade, giratório (2 rpm), aquecido elêtricamente.

A quantidade de cavacos utilizada por cozimento foi equivalente a 1 kg de madeira sêca em estufa a 105 ± 3°C. A unidade média da madeira empregada esteve ao redor de 40%.

Terminado o cozimento o digester era aberto, sendo a celulose recebida em uma caixa de madeira com fundo de tela. Para facilitar a desintegração dos cavacos os mesmos eram, a seguir, passados através de um refinador de disco aberto ao máximo para evitar danos às fibras. Isso feito a celulose era lavada e o excesso de água elimina-

do por compressão manual, recolhendo-se o material em saco plástico e identificado.

3.2.8.4 - Cálculo do rendimento bruto

O rendimento bruto é expresso pela relação percentual entre a quantidade de celulose sêca resultante do cozimento e a quantidade original de madeira sêca empregada.

Após cada cozimento a celulose resultante era pesada . A partir de 3 amostras sêcas em estufa a $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$, a percentagem média de umidade era determinada e daí o pêsco sêco de celulose bruta e finalmente o rendimento bruto.

3.2.8.5 - Determinação da percentagem de rejeitos

Utilizou-se o classificador de fibras BH6/12 tipo Brecht & Holl com peneiras de fendas de 0,2 mm. Uma suspensão de fibras contendo o equivalente a 10 gramas sêcas em estufa em 1,5 litros de água era lavada durante 10 minutos à pressão de água de 0,3 atm.

A quantidade retida na peneira relacionada com o pêsco inicial e multiplicada por 100, expressa a percentagem de rejeitos baseada na quantidade de celulose. A seguir relacionou-se a percentagem de rejeitos em função da quantidade original de madeira empregada.

3.2.8.6 - Depuração e cálculo do rendimento depurado

Para a depuração, a celulose bruta foi colocada em desintegrador padrão, a 3.000 rpm, por 20 minutos. A seguir foi utilizado o classificador de fibras citado no item 3.2.8.5.

O rendimento depurado foi calculado a partir do rendimento bruto e percentagem de rejeitos da celulose.

3.2.8.7. Determinação do número de Kappa

A determinação do número de Kappa foi feita de acordo com a norma TAPPI T 236-m60.

3.3 - Métodos para preparo de amostras para testes físico-mecânicos

3.3.1. Refinação

A refinação da celulose foi feita em moinho Jokro-Muhle, utilizando-se uma quantidade de celulose equivalente a 16 gramas por panela, à consistência de 6% de acordo com Merkblatt V/105 de Verein Der Zellstoff, Und Papier, Chemiker Und, Ingenieure (V.Z.P.C.I.). A refinação foi conduzida em 6 tempos a partir de 0 minutos e a intervalos variáveis entre 7,5, 15 e 30 minutos até 60, 75 ou 90 minutos.

Após a refinação, a panela era retirada do moinho e o material transferido para o desintegrador onde se adicionava água até completar volume de 2 litros. Procedia-se à desintegração por 2 minutos e transferia-se a suspensão para o distribuidor, completando-se o volume para 8 litros.

3.3.2. Determinação do grau de refinação

Para cada tempo de moagem foi determinado o grau de refinação ou grau Schopper-Riegler (^oSR) de acordo com Merkblatt V/107 da VZPCI.

3.3.3. Formação das folhas de celulose

Utilizou-se o formador de folhas FSS/2 tipo Kothen - Rapid de dois secadores, de acordo com Merkblatt V/108 da VZPCI. As

fôlhas preparadas eram numeradas para posterior identificação.

3.3.4. Acondicionamento

As fôlhas foram acondicionadas e ensaiadas em ambiente climatizado, à temperatura de $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa de $65 \pm 2\%$ conforme norma ABCP Pl/68.

3.3.5. Gramatura

A gramatura foi determinada de acôrco com a norma TAPPI T 220 m-60.

3.3.6. Resistência à tração

Foi determinada segundo as normas TAPPI T 404 os-61 e T 220 m-60.

3.3.7. Resistência ao arrebentamento

A determinação foi feita segundo as normas TAPPI T 403 ts-63 e T 220 m-60.

3.3.8. Resistência ao rasgo

A determinação foi feita segundo as normas TAPPI T 414 ts-65 e T 220 m-60, utilizando-se concomitantemente de 7 a 12 corpos de prova e realizando-se 5 ensaios por conjunto.

3.3.9. Análises estatísticas dos resultados

Para as propriedades físico-mecânicas foram determinadas através de análises de regressão as equações que melhor explicavam as relações das mesmas com os respectivos graus de refinação.

O modelo matemático fundamental que permitiu a análise de variância, com os testes de hipóteses sobre os parâmetros, sugeridos por GODOI (1971), foi o seguinte:

$$Y_{ij} = a_i + lx_{ij} + qx_{ij}^2 + cx_{ij}^3 + e_{ij}$$

onde

Y_{ij} = propriedade físico-mecânica

a_i = efeito da repetição i ($i = 1, 2, 3, 4$)

l = efeito linear

q = efeito quadrático

c = efeito cúbico

x_{ij} = grau de refinação (variável concomitante)

e_{ij} = erro com distribuição normal $(0, \sigma^2)$

Obtidos os graus e parâmetros das equações de regressão para cada propriedade físico-mecânica, em cada repetição de todos os tratamentos, estimaram-se os seus valores para os graus de refinação de 30, 45 e 60°SR, conforme empregado por PEREIRA (1969).

Esses valores foram, a seguir, analisados estatisticamente.

Dada a complexidade das análises, as mesmas foram realizadas com o auxílio do computador eletrônico IBM-1130 4K da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" - U.S.P.

4. RESULTADOS

4.1. Rendimento bruto

Os dados relativos aos rendimentos brutos e sua respectiva análise estatística aparecem nos quadros I e II. Para a análise de variância empregou-se $\text{arc sen } \sqrt{\text{Rendimento bruto}/100}$.

Quadro I - Rendimentos brutos das quatro repetições dos oito tratamentos.

TRATAMENTOS	1a. REPETIÇÃO	2a. REPETIÇÃO	3a. REPETIÇÃO	4a. REPETIÇÃO
1	67,4	66,2	62,1	68,3
2	51,2	56,0	54,9	54,2
3	56,6	55,6	53,8	58,1
4	52,1	49,3	51,7	50,7
5	64,3	67,2	64,1	63,7
6	50,8	58,0	52,0	53,7
7	57,9	53,3	58,8	55,3
8	47,3	49,7	48,6	48,6

Quadro II - Análise da variância.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	218,1438	143,78 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	122,0312	80,43 **
Concentração (% SO ₂ total) (C)	1	2,4476	1,61
Interação T x t	1	18,7119	12,33 **
Interação T x C	1	0,6412	0,42
Interação t x C	1	0,0176	0,01
Interação T x t x C	1	6,8112	4,49 *
Tratamentos	7	51,9870	34,27 **
Resíduo	24	1,5172	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

C.V. = 2,56%

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

4.2 - Rendimento depurado

Os dados relativos aos rendimentos depurados e sua respectiva análise estatística aparecem nos quadros III e IV. Para a análise de variância empregou-se $\text{arc sen } \sqrt{\text{Rendimento depurado}}$.

Quadro III - Rendimentos depurados das quatro repetições dos oito tratamentos.

TRATAMENTOS	1a. REPETIÇÃO	2a. REPETIÇÃO	3a. REPETIÇÃO	4a. REPETIÇÃO
1	57,3	56,4	46,6	52,3
2	51,0	55,7	54,6	53,9
3	55,9	54,9	53,5	57,6
4	51,9	49,1	51,6	50,6
5	56,3	60,1	57,4	57,7
6	50,7	57,7	51,9	53,6
7	57,5	53,2	58,6	55,0
8	47,2	49,6	48,5	48,5

Quadro IV - Análise de variância.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	42,5505	20,02 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	9,2693	4,36 *
Concentração (% SO ₂ total) (C)	1	1,1967	0,56
Interação T x t	1	11,9043	5,60 *
Interação T x C	1	10,5160	4,95 *
Interação t x C	1	6,2146	2,92
Interação T x t x C	1	0,7540	0,35
Tratamentos	7	11,7722	5,53 **
Resíduo	24	2,1252	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

C.V. = 3,10%

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

4.3- Percentagem de rejeitos

Os dados relativos às percentagens de rejeitos e sua respectiva análise estatística aparecem nos quadros V e VI. Para a análise de variância empregou-se $\text{arc sen} \sqrt{\% \text{ rejeitos}/100}$.

Quadro V - Percentagens de rejeitos das quatro repetições dos oito tratamentos.

TRATAMENTOS	1a. REPETIÇÃO	2a. REPETIÇÃO	3a. REPETIÇÃO	4a. REPETIÇÃO
1	10,1	9,8	15,5	16,0
2	0,2	0,3	0,3	0,3
3	0,7	0,7	0,3	0,5
4	0,2	0,2	0,1	0,1
5	8,0	7,1	6,7	6,0
6	0,1	0,3	0,1	0,1
7	0,4	0,1	0,2	0,3
8	0,1	0,1	0,1	0,1

Quadro VI - Análise de variância.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	578,00	412,80 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	459,35	328,06 **
Concentração (% SO ₂ total) (C)	1	34,11	24,36 **
Interação T x t	1	392,70	280,46 **
Interação T x C	1	16,85	12,03 **
Interação t x C	1	10,98	7,84 **
Interação T x t x C	1	6,96	4,97 *
Tratamentos	7	214,14	152,93 **
Resíduo	24	1,40	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

C.V. = 18,07%

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

4.4- Número de Kappa

Os dados relativos aos números de Kappa e sua respectiva análise estatística aparecem nos quadros VII e VIII.

Quadro VII - Números de Kappa das quatro repetições dos oito tratamentos.

TRATAMENTOS	1a. REPETIÇÃO	2a. REPETIÇÃO	3a. REPETIÇÃO	4a. REPETIÇÃO
1	95,6	94,3	110,5	104,0
2	52,8	65,3	63,1	60,1
3	67,8	65,2	60,5	66,0
4	44,3	40,8	44,6	36,9
5	103,0	100,0	93,6	90,2
6	51,6	69,3	52,9	48,2
7	73,2	53,9	67,3	61,6
8	32,8	32,4	28,6	30,4

Quadro VIII - Análise de variância.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	9.542,71	250,79 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	6.277,60	164,98 **
Concentração (% SO ₂ total) (C)	1	214,24	5,63 *
Interação T x t	1	332,82	8,75 **
Interação T x C	1	51,52	1,35
Interação t x C	1	2,54	0,07
Interação T x t x C	1	42,23	1,11
Tratamentos	7	2.352,09	61,82 **
Resíduo	24	38,05	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

C.V. = 9,60%

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

4.5 - Gramatura

A gramatura média das folhas utilizadas na determinação dos valores básicos referentes às propriedades físico-mecânicas estudadas foi de 63 ± 2 g/m² conforme preconiza BARRICHELO e COLABORADOR (1969).

4.6 - Grau de refinação

Os dados relativos ao grau de refinação relacionados aos tempos de refinação empregados aparecem nos quadros de números IX a XVI.

Quadro IX - Tratamento 1: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler (^oSR) aos tempos de refinação de 0 a 90 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	30	45	60	75	90
1	13	31	39	53	65	77
2	12	26	35	40	56	68
3	12	17	22	38	48	62
4	13	27	36	45	55	67

Quadro X - Tratamento 2: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler (^oSR) aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	17	27	33	41	56	72
2	18	25	32	42	55	67
3	16	27	34	42	53	72
4	16	27	32	41	56	72

Quadro XI - Tratamento 3: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler ($^{\circ}$ SR) aos tempos de refinação de 0 a 75 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	30	45	60	75
1	16	26	44	49	55	78
2	16	25	36	45	60	73
3	17	27	35	49	68	80
4	17	24	33	42	54	69

Quadro XII - Tratamento 4: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler ($^{\circ}$ SR) aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	18	35	44	52	64	73
2	17	30	39	46	65	75
3	18	28	37	45	60	72
4	16	27	36	48	61	74

Quadro XIII - Tratamento 5: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler ($^{\circ}$ SR) aos tempos de refinação de 0 a 75 minutos.

REPE- TI- ÇÃO	ET I-	t e m p o e m m i n u t o s					
		0	15	30	45	60	75
1		13	20	30	41	51	67
2		14	24	29	38	55	66
3		16	21	32	51	62	71
4		14	20	30	42	62	70

Quadro XIV - Tratamento 6: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler ($^{\circ}$ SR) aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPETIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	17	28	33	42	53	73
2	16	25	31	41	52	70
3	18	26	32	38	66	77
4	18	28	33	40	51	68

Quadro XV - Tratamento 7: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler ($^{\circ}$ SR) aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPETIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	15	26	29	35	42	70
2	17	30	36	42	58	73
3	16	26	32	40	46	71
4	16	26	29	35	50	74

Quadro XVI - Tratamento 8: valores dos graus de refinação expressos em graus Schopper-Riegler ($^{\circ}$ SR) aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPETIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	16	26	33	44	59	73
2	17	30	42	54	65	79
3	18	34	45	55	71	78
4	17	34	42	54	72	80

4.7 - Resistência à tração

Os dados relativos à resistência à tração aparecem nos quadros de números XVII a XXIV.

Quadro XVII - Tratamento 1: valores da resistência à tração, expressos pelo comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de refinação de 0 a 90 minutos.

REPETIÇÃO	0	30	45	60	75	90
1	2843	5848	6786	7130	7360	7214
2	2399	6013	6486	6522	6667	6942
3	1892	5138	5876	6788	6578	7776
4	2548	5377	6136	6734	6221	6987

Quadro XVIII - Tratamento 2: valores da resistência à tração, expressos pelo comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPETIÇÃO	0	15	2 2,5	30	45	60
1	3339	5480	5210	5099	4713	4712
2	3360	5318	6015	5442	5421	5790
3	3194	5802	5744	5985	5871	5641
4	3692	5046	5044	4942	5151	5052

Quadro XIX - Tratamento 3: valores da resistência à tração, expressos em comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de refinação de 0 a 75 minutos.

REPETIÇÃO	0	15	30	45	60	75
1	3393	6372	6743	6229	6400	6536
2	3189	5383	5896	5873	5987	6559
3	3719	5913	6024	6142	5687	6323
4	3048	5600	5836	5778	5952	5748

Quadro XX - Tratamento 4: valores da resistência à tração, expressos em comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	2976	3927	3744	3607	3996	3853
2	3350	4954	4366	4549	4246	4254
3	2755	4334	4404	4261	3961	4150
4	3322	4022	3623	3755	3382	3333

Quadro XXI - Tratamento 5: valores da resistência à tração, expressos em comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de 0 a 75 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	30	45	60	75
1	2593	6645	7257	7280	7856	7637
2	3022	5556	6732	6809	6960	7462
3	3035	7109	7370	6622	7315	7356
4	2974	6667	7039	7603	7814	7721

Quadro XXII - Tratamento 6: valores da resistência à tração, expressos em comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de 0 a 60 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	3565	5833	5866	6058	5588	5754
2	3894	6237	6314	6190	5392	5982
3	3666	5738	6267	5818	5717	5888
4	3994	6453	5990	6090	6331	5641

Quadro XXIII - Tratamento 7: valores da resistência à tração, expressos em comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de 0 a 60 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	3633	6223	7069	6959	6799	6941
2	4183	6580	5976	6286	6634	6179
3	3612	6210	6732	6645	6496	6259
4	4230	6006	7693	6874	7192	7071

Quadro XXIV - Tratamento 8: valores da resistência à tração, expressos em comprimento de auto-ruptura, em metros, aos tempos de 0 a 60 minutos.

REPETI- ÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	2763	4459	4285	4584	4375	4365
2	3114	4569	4535	4653	4587	3774
3	3060	4386	4160	3881	3614	3869
4	3244	4477	4056	4395	4469	3900

As análises de variância e os testes de hipóteses aparecem resumidos nos quadros XXV a XXXVIII. São apresentadas também as equações de regressão determinadas para cada repetição.

Quadro XXV - Resistência à tração - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 1.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	881.034.096	125.862.014	565,90 **
Resíduo	17	3.780.961	222.409	
Total	24	884.815.057		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	881.034.096		
R (a_i, l, q)	6	877.625.260		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	3.408.836	3.408.836	15,33 **
Resíduo	17	3.780.961	222.409	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	877.625.260		
R (a_i, l)	5	863.950.594		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	13.674.666	13.674.666	61,48 **
Resíduo	17	3.780.961	222.409	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	863.950.594		
R (a_i)	4	820.856.350		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	43.094.244	43.094.244	193,76 **
Resíduo	17	3.780.961	222.409	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 8,07%

Equações para resistência à tração:

$$\hat{Y}_1 = -2649,31 + 539,763931x - 10,139930x^2 + 0,063157x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -2694,23 + 539,763931x - 10,139930x^2 + 0,063157x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -2279,78 + 539,763931x - 10,139930x^2 + 0,063157x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -2962,46 + 539,763931x - 10,139930x^2 + 0,063157x^3$$

Quadro XXVI - Resistência à tração - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 2.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	624.440.777	89.205.825	593,00 **
Resíduo	17	2.557.321	150.430	
Total	24	626.998.098		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	624.440.777		
R (a_i, l, q)	6	621.706.449		
R ($c, ajust.$)	1	2.734.328	2.734.328	18,18 **
Resíduo	17	2.557.321	150.430	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	621.706.449		
R (a_i, l)	5	615.837.808		
R ($q, ajust.$)	1	5.868.641	5.868.641	39,01 **
Resíduo	17	2.557.321	150.430	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	615.837.808		
R (a_i)	4	612.306.837		
R ($l, ajust.$)	1	3.530.971	3.530.971	23,47 **
Resíduo	17	2.557.321	150.430	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 7,69%

Equações para resistência à tração

$$\hat{Y}_1 = -3.270,68 + 563,225770x - 11,813698x^2 + 0,077639x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -2.763,19 + 563,225770x - 11,813698x^2 + 0,077639x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -2.636,28 + 563,225770x - 11,813698x^2 + 0,077639x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -3.161,99 + 563,225770x - 11,813698x^2 + 0,077639x^3$$

Quadro XXVII - Resistência à tração - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 3.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	776.722.340	110.960.334	821,52 **
Resíduo	17	2.296.145	135.067	
Total	24	779.018.485		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	776.722.340		
R (a_i, l, q)	6	771.740.836		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	4.981.504	4.981.504	36,88 **
Resíduo	17	2.296.145	135.067	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	771.740.836		
R (a_i, l)	5	764.597.834		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	7.143.002	7.143.002	52,88 **
Resíduo	17	2.296.145	135.067	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	764.597.834		
R (a_i)	4	753.111.335		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	11.486.499	11.486.499	85,04 **
Resíduo	17	2.296.145	135.067	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 6,57%

Equações para resistência à tração:

$$\hat{Y}_1 = -3.529,38 + 632,637608x - 12,620969x^2 + 0,079459x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -3.883,16 + 632,637608x - 12,620969x^2 + 0,079459x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -3.905,33 + 632,637608x - 12,620969x^2 + 0,079459x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -4.044,82 + 632,637608x - 12,620969x^2 + 0,079459x^3$$

Quadro XXVIII - Resistência à tração- análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 4.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	365.846.661	52.263.809	515,09 **
Resíduo	17	1.724.917	101.466	
Total	24	367.571.578		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	365.846.661		
R (a _i , l, q)	6	365.037.305		
R (c, ajust.)	1	809.356	809.356	7,98 *
Resíduo	17	1.724.917	101.466	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	365.037.305		
R (a _i , l)	5	363.557.363		
R (q, ajust.)	1	1.479.942	1.479.942	14,58 **
Resíduo	17	1.724.917	101.466	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	363.557.363		
R (a _i)	4	363.167.837		
R (l, ajust.)	1	389.526	389.526	3,84
Resíduo	17	1.724.917	101.466	

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 8,20%

Equações para resistência à tração

$$\hat{Y}_1 = -430,36 + 293,242506x - 6,163055x^2 + 0,040023x^3$$

$$\hat{Y}_2 = 163,82 + 293,242506x - 6,163055x^2 + 0,040023x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -144,26 + 293,242506x - 6,163055x^2 + 0,040023x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -500,55 + 293,242506x - 6,163055x^2 + 0,040023x^3$$

Quadro XXIX - Resistência à tração - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 5.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	1.051.262.437	150.180.348	316,49 **
Resíduo	17	8.066.700	474.512	
Total	24	1.059.329.137		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	1.051.262.437		
R (a_i, l, q)	6	1.043.047.723		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	8.214.714	8.214.714	17,31 **
Resíduo	17	8.066.700	474.512	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	1.043.047.723		
R (a_i, l)	5	1.026.193.364		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	16.854.359	16.854.359	35,52 **
Resíduo	17	8.066.700	474.512	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	1.026.193.364		
R (a_i)	4	994.852.568		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	31.340.796	31.340.796	66,05 **
Resíduo	17	8.066.700	474.512	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 10,71%

Equações para resistência à tração

$$\hat{Y}_1 = - 5.775,37 + 914,578036x - 19,812305x^2 + 0,136714x^3$$

$$\hat{Y}_2 = - 6.416,46 + 914,578036x - 19,812305x^2 + 0,136714x^3$$

$$\hat{Y}_3 = - 6.145,99 + 914,578036x - 19,812305x^2 + 0,136714x^3$$

$$\hat{Y}_4 = - 5.798,29 + 914,578036x - 19,812305x^2 + 0,136714x^3$$

Quadro XXX - Resistência à tração - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 6.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	766.668.577	109.524.082	917,08 **
Resíduo	17	2.030.260	119.427	
Total	24	768.698.837		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	766.668.577		
R (a_i, l, q)	6	761.839.603		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	4.828.974	4.828.974	40,43 **
Resíduo	17	2.030.260	119.427	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	761.839.603		
R (a_i, l)	5	754.950.766		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	6.888.837	6.888.837	57,68 **
Resíduo	17	2.030.260	119.427	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	754.950.766		
R (a_i)	4	751.605.483		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	3.345.283	3.345.283	28,01 **
Resíduo	17	2.030.260	119.427	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade C.V. = 6,18%

Equações para resistência à tração

$$\hat{Y}_1 = -4.329,85 + 695,146211x - 14,791139x^2 + 0,097924x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -3.953,92 + 695,146211x - 14,791139x^2 + 0,097924x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -4.311,41 + 695,146211x - 14,791139x^2 + 0,097924x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -4.032,48 + 695,146211x - 14,791139x^2 + 0,097924x^3$$

Quadro XXXI - Resistência à tração - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 7.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	944.773.610	134.967.658	835,58 **
Resíduo	17	2.745.946	161.526	
Total	24	947.519.556		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	944.773.610		
R (a _i , l, q)	6	941.737.380		
R (c, ajust.)	1	3.036.230	3.036.230	18,80 **
Resíduo	17	2.745.946	161.526	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	941.737.380		
R (a _i , l)	5	929.009.597		
R (q, ajust.)	1	12.727.783	12.727.783	78,80 **
Resíduo	17	2.745.946	161.526	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	929.009.597		
R (a _i)	4	919.795.016		
R (l, ajust.)	1	9.214.581	9.214.581	57,05 **
Resíduo	17	2.745.946	161.526	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade C.V. = 6,50%

Equações para resistência à tração

$$\hat{Y}_1 = -3.367,77 + 663,265326x - 13,514542x^2 + 0,087196x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -3.882,96 + 663,265326x - 13,514542x^2 + 0,087196x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -3.750,40 + 663,265326x - 13,514542x^2 + 0,087196x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -3.117,72 + 663,265326x - 13,514542x^2 + 0,087196x^3$$

Quadro XXXII - Resistência à tração - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 8.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	402.404.838	57.486.405	770,79 **
Resíduo	17	1.267.880	74.581	
Total	24	403.672.718		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	402.404.838		
R (a _i , l, q)	6	401.882.275		
R (c, ajust.)	1	522.563	522.563	7,00 *
Resíduo	17	1.267.880	74.581	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	401.882.275		
R (a _i , l)	5	398.145.413		
R (q, ajust.)	1	3.736.862	3.736.862	50,10 **
Resíduo	17	1.267.880	74.581	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	398.145.413		
R (a _i)	4	397.185.661		
R (l, ajust.)	1	959.752	959.752	12,86 **
Resíduo	17	1.267.880	74.581	

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade C.V. = 6,71%

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

Equações para resistência à tração

$$\hat{Y}_1 = 54,77 + 256,797651x - 4,567017x^2 + 0,024896x^3$$

$$\hat{Y}_2 = 77,00 + 256,797651x - 4,567017x^2 + 0,024896x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -325,86 + 256,797651x - 4,567017x^2 + 0,024896x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -44,86 + 256,797651x - 4,567017x^2 + 0,024896x^3$$

Quadro XXXIII - Valores estimados da resistência à tração ao grau de refinação de 30^oSR, expressos pelo comprimento de auto-ruptura.

TRATAMENTOS	1a.REPET.	2a. REPET.	3a.REPET.	4a.REPET.	MÉDIA
1	6123	6078	6492	5810	6126
2	5090	5598	5724	5199	5403
3	6236	5882	5860	5721	5925
4	3901	4495	4187	3831	4104
5	7530	6891	7160	7507	7272
6	5847	6223	5865	6144	6020
7	6722	6207	6339	6972	6560
8	4321	4343	3940	4221	4206

Quadro XXXIV - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 30^oSR, da resistência à tração, expressos pelo comprimento de auto-ruptura.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	18.912.788	239,00 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	8.103.332	102,40 **
Concentração (%SO ₂ total) (C)	1	3.128.126	39,53 **
Interação T x t	1	2.419.449	30,58 **
Interação T x C	1	563.656	7,12 *
Interação t x C	1	525.568	6,64 *
Interação T x t x C	1	7	0,000088 *
Tratamentos	7	4.807.561	60,75 **
Resíduo	24	79.131	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

C.V. = 4,93%

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

Quadro XXXV - Valores estimados da resistência à tração ao grau de refinação de 45°SR, expressos pelo comprimento de auto-ruptura.

TRATAMENTOS	1a. REPET.	2a. REPET.	3a. REPET.	4a. REPET.	MÉDIA
1	6862	6817	7231	6549	6865
2	5227	5734	5861	5335	5539
3	6623	6269	6247	6107	6312
4	3933	4527	4219	3862	4135
5	7745	7104	7375	7722	7486
6	5921	6297	5940	6218	6094
7	7059	6544	6677	7309	6897
8	5053	5075	4672	4953	4938

Quadro XXXVI - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 45°SR, da resistência à tração, expressa pelo comprimento de auto-ruptura.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	23.483.518	312,96 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	6.853.328	91,33 **
Concentração (%SO ₂ total) (C)	1	3.290.254	43,85 **
Interação T x t	1	1.004.298	13,38 **
Interação T x C	1	11.287	0,15
Interação t x C	1	22.525	0,30
Interação T x t x C	1	40.400	0,54
Tratamentos	7	4.957.944	99,66 **
Resíduo	24	75.037	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 4,53%

Quadro XXXVII - Valores estimados da resistência à tração ao grau de refinação de 60^oSR, expressa pelo comprimento de auto-ruptura.

TRATAMENTOS	1a. REPET.	2a. REPET.	3a. REPET.	4a. REPET.	MÉDIA
1	6875	6830	7244	6562	6878
2	4764	5271	5398	4872	5076
3	6625	6271	6249	6109	6314
4	3622	4216	3908	3552	3824
5	7368	6727	6998	7345	7110
6	5278	5654	5296	5575	5451
7	6613	6098	6230	6863	6451
8	4400	4422	4019	4300	4285

Quadro XXXVIII - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 60^oSR, da resistência à tração, expressa pelo comprimento de auto-ruptura.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	32.926.612	438,75 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	6.624.800	88,28 **
Concentração (%SO ₂ total) (C)	1	725.410	9,67 **
Interação T x t	1	713.415	9,51 **
Interação T x C	1	108.578	1,45
Interação t x C	1	32	0,0004 *
Interação T x t x C	1	16.291	0,22
Tratamentos	7	5.873.591	43,88 **
Resíduo	24	75.046	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 4,83%

4.8 - Resistência ao arrebatamento.

Os dados relativos à resistência ao arrebatamento, expressa pelo índice de arrebatamento, aparecem nos quadros de números XXXIX a XLVI.

Quadro XXXIX - Tratamento 1: valores da resistência ao arrebatamento, expressa pelo índice de arrebatamento, aos tempos de refinação de 0 a 90 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	30	45	60	75	90
1	11,4	33,9	33,7	36,9	38,0	39,1
2	8,4	38,5	37,5	38,0	39,5	43,0
3	6,8	27,3	33,0	38,1	36,9	47,1
4	11,3	36,1	39,5	35,4	38,4	43,4

Quadro XL - Tratamento 2: valores da resistência ao arrebatamento, expressa pelo índice de arrebatamento, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	15,6	32,0	29,9	29,6	28,3	26,6
2	14,1	32,3	30,9	28,4	27,9	27,8
3	16,3	35,0	37,8	35,2	34,3	32,1
4	16,7	31,4	30,7	29,7	30,3	29,1

Quadro XLI - Tratamento 3: valores da resistência ao arrebetamento, expressa pelo índice de arrebetamento, aos tempos de refinação de 0 a 75 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	30	45	60	75
1	14,0	37,1	39,2	40,0	37,1	38,7
2	14,7	33,4	33,5	33,3	33,2	34,4
3	16,7	35,8	35,0	36,4	31,3	30,3
4	14,1	37,0	34,3	37,5	34,5	34,6

Quadro XLII - Tratamento 4: valores da resistência ao arrebetamento, expressa pelo índice de arrebetamento, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	11,0	19,6	18,7	16,4	17,6	17,2
2	14,5	26,0	22,9	23,2	19,9	19,4
3	11,0	22,6	21,2	23,1	19,3	19,4
4	11,1	19,5	18,4	16,7	15,7	14,7

Quadro XLIII - Tratamento 5: valores da resistência ao arrebetamento expressa pelo índice de arrebetamento, aos tempos de refinação de 0 a 75 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	30	45	60	75
1	10,2	34,8	39,8	40,9	42,8	45,0
2	11,3	35,3	36,1	36,5	37,7	40,8
3	13,2	37,5	39,1	41,9	47,2	44,2
4	12,2	35,7	39,0	43,8	43,3	41,7

Quadro XLIV - Tratamento 6: valores da resistência ao arrebatamento, expressa pelo índice de arrebatamento aos tempos de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	17,6	37,0	34,7	34,1	34,8	32,2
2	18,8	34,9	36,7	34,8	33,3	34,8
3	16,6	35,4	36,9	36,4	33,5	31,4
4	17,9	35,1	30,0	35,6	31,5	32,4

Quadro XLV - Tratamento 7: valores da resistência ao arrebatamento, expressa pelo índice de arrebatamento, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	16,6	41,9	42,7	43,3	40,3	41,6
2	20,5	35,8	36,3	36,3	35,9	34,5
3	17,4	37,6	38,5	41,8	37,7	29,0
4	19,2	36,8	39,0	37,4	40,2	36,1

Quadro XLVI - Tratamento 8: valores da resistência ao arrebatamento, expressa pelo índice de arrebatamento, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	11,8	24,5	23,0	22,5	22,1	19,7
2	12,8	25,0	21,7	24,3	19,9	16,7
3	13,4	23,6	21,1	21,7	18,8	13,8
4	14,8	27,0	24,4	25,3	23,4	15,7

As análises de variância e testes de hipótese aparecem resumidos nos quadros XLVII a LX. São apresentadas também as equações de regressão determinadas para cada repetição.

Quadro XLVII - Resistência ao arrebetamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 1.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	29.247,0078	4.178,1440	261,16 **
Resíduo	17	271,9721	15,9984	
Total	24	29.518,9799		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	29.247,0078		
R (a _i , l, q)	6	28.960,3304		
R (c, ajust.)	1	286,6774	286,6774	17,92 **
Resíduo	17	271,9721	15,9984	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	28.960,3304		
R (a _i , l)	5	28.296,4342		
R (q, ajust.)	1	663,8962	663,8962	41,50 **
Resíduo	17	271,9721	15,9984	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	28.296,4342		
R (a _i)	4	26.506,4100		
R (l, ajust.)	1	1.790,0242	1.790,0242	111,89 **
Resíduo	17	271,9721	15,9984	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 12,09%

Equações para resistência ao arrebetamento

$$\hat{Y}_1 = -33,301 + 4,366839x - 0,088239x^2 + 0,000579x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -30,098 + 4,366839x - 0,088239x^2 + 0,000579x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -28,810 + 4,366839x - 0,088239x^2 + 0,000579x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -30,794 + 4,366839x - 0,088239x^2 + 0,000579x^3$$

Quadro XLVIII - Resistência ao arrebentamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 2.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	20.208,4478	2.886,9211	438,00 **
Resíduo	17	112,0522	6,5913	
Total	24	20.320,5000		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	20.208,4478		
R (a_i, l, q)	6	20.005,4528		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	202,9950	202,9950	30,80 **
Resíduo	17	112,0522	6,5913	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	20.005,4528		
R (a_i, l)	5	19.608,5071		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	396,9457	396,9457	60,22 **
Resíduo	17	112,0522	6,5913	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	19.608,5071		
R (a_i)	4	19.475,1433		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	133,3638	133,3638	17,20 **
Resíduo	17	112,0522	6,5913	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade C.V. = 8,98%

Equações para resistência ao arrebentamento

$$\hat{Y}_1 = -38,980 + 4,742512x - 0,101135x^2 + 0,000669x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -38,754 + 4,742512x - 0,101135x^2 + 0,000669x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -34,035 + 4,742512x - 0,101135x^2 + 0,000669x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -37,624 + 4,742512x - 0,101135x^2 + 0,000669x^3$$

Quadro XLIX - Resistência ao arrebetamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 3.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	25.772,0263	3.681,7180	304,21 **
Resíduo	17	205,7437	12,1026	
Total	24	25.977,7700		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	25.772,0263		
R (a _i , l, q)	6	25.484,2612		
R (c, ajust.)	1	287,7651	287,7651	23,78 **
Resíduo	17	205,7437	12,1026	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	25.484,2612		
R (a _i , l)	5	24.913,5606		
R (q, ajust.)	1	570,7006	570,7006	47,16 **
Resíduo	17	205,7437	12,1026	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	24.913,5606		
R (a _i)	4	24.509,6185		
R (l, ajust.)	1	403,9423	403,9423	33,38 **
Resíduo	17	205,7437	12,1026	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 10,91%

Equações para resistência ao arrebetamento

$$\hat{Y}_1 = -38,525 + 4,935396x - 0,097933x^2 + 0,000604x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -41,761 + 4,935396x - 0,097933x^2 + 0,000604x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -42,191 + 4,935396x - 0,097933x^2 + 0,000604x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -40,477 + 4,935396x - 0,097933x^2 + 0,000604x^3$$

Quadro L - Resistência ao arrebetamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 4.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	8.347,0648	1.192,4378	399,32 **
Resíduo	17	50,7652	2,9862	
Total	24	8.397,8300		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	8.347,0648		
R (a_i, l, q)	6	8.285,9614		
R ($c, ajust.$)	1	61,1034	61,1034	20,46 **
Resíduo	17	50,7652	2,9862	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	8.285,9614		
R (a_i, l)	5	8.144,6488		
R ($q, ajust.$)	1	141,3126	141,3126	47,32 **
Resíduo	17	50,7652	2,9862	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	8.144,6488		
R (a_i)	4	8.130,3050		
R ($l, ajust.$)	1	14,3438	14,3438	48,03 **
Resíduo	17	50,7652	2,9862	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade C.V. = 9,45%

Equações para resistência ao arrebetamento

$$\hat{Y}_1 = -19,635 + 2,606952x - 0,054385x^2 + 0,000348x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -15,468 + 2,606952x - 0,054385x^2 + 0,000348x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -17,086 + 2,606952x - 0,054385x^2 + 0,000348x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -20,030 + 2,606952x - 0,054385x^2 + 0,000348x^3$$

Quadro LI - Resistência ao arrebentamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 5.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	32.743,3731	4.677,6247	262,00 **
Resíduo	17	303,5069	17,8533	
Total	24	33.046,8800		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	32.743,3731		
R (a_i, l, q)	6	32.444,8014		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	298,5717	298,5717	16,72 **
Resíduo	17	303,5069	17,8533	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	32.444,8014		
R (a_i, l)	5	31.708,4296		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	736,3718	736,3718	41,24 **
Resíduo	17	303,5069	17,8533	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	31.708,4296		
R (a_i)	4	30.161,2733		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	1.547,1563	1.547,1563	86,66 **
Resíduo	17	303,5069	17,8533	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade C.V. = 11,92%

Equações para resistência ao arrebentamento

$$\hat{Y}_1 = -43,192 + 5,713999x - 0,121147x^2 + 0,000824x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -47,034 + 5,713999x - 0,121147x^2 + 0,000824x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -43,556 + 5,713999x - 0,121147x^2 + 0,000824x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -43,550 + 5,713999x - 0,121147x^2 + 0,000824x^3$$

Quadro LII - Resistência ao arrebentamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 6.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	24.679,2252	3.525,6036	402,48 **
Resíduo	17	148,9147	8,7597	
Total	24	24.828,1399		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	24.679,2252		
R (a_i, l, q)	6	24.491,4492		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	187,7760	187,7760	21,44 **
Resíduo	17	148,9147	8,7597	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	24.491,4492		
R (a_i, l)	5	24.022,0810		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	469,3682	469,3682	53,58 **
Resíduo	17	148,9147	8,7597	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	24.022,0810		
R (a_i)	4	23.849,8900		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	172,1910	172,1910	19,66 **
Resíduo	17	148,9147	8,7597	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 9,40%

Equações para resistência ao arrebentamento:

$$\hat{Y}_1 = -36,138 + 4,678258x - 0,095795x^2 + 0,000611x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -34,635 + 4,678258x - 0,095795x^2 + 0,000611x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -36,131 + 4,678258x - 0,095795x^2 + 0,000611x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -37,679 + 4,678258x - 0,095795x^2 + 0,000611x^3$$

Quadro LIIII - Resistência ao arrebetamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 7.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	30.539,9024	4.362,8432	567,83 **
Resíduo	17	130,6175	7,6834	
Total	24	30.670,5199		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	30.539,9024		
R (a _i , l, q)	6	30.336,6361		
R (c, ajust.)	1	203,2663	203,2663	26,46 **
Resíduo	17	130,6175	7,6834	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	30.336,6361		
R (a _i , l)	5	29.500,1894		
R (q, ajust.)	1	836,4467	836,4467	108,86 **
Resíduo	17	130,6175	7,6834	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	29.500,1894		
R (a _i)	4	29.222,8566		
R (l, ajust.)	1	277,3328	277,3328	36,10 **
Resíduo	17	130,6175	7,6834	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade C.V. = 7,93%

Equações para resistência ao arrebetamento

$$\hat{Y}_1 = -37,342 + 5,314057x - 0,110394x^2 + 0,000713x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -45,006 + 5,314057x - 0,110394x^2 + 0,000713x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -42,032 + 5,314057x - 0,110394x^2 + 0,000713x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -40,155 + 5,314057x - 0,110394x^2 + 0,000713x^3$$

Quadro LIV - Resistência ao arrebentamento - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 8.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	10.274,1929	1.467,7418	327,42 **
Resíduo	17	76,2071	4,4828	
Total	24	10.350,4000		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	10.274,1929		
R (a_i, l, q)	6	10.251,2771		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	22,9158	22,9158	5,11 *
Resíduo	17	76,2071	4,4828	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	10.251,2771		
R (a_i, l)	5	9.912,5459		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	338,7312	338,7312	75,56 **
Resíduo	17	76,2071	4,4828	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	9.912,5459		
R (a_i)	4	9.910,5400		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	2,0059	2,0059	0,45
Resíduo	17	76,2071	4,4828	

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

C.V. = 10,44%

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

Equações para resistência ao arrebentamento

$$\hat{Y}_1 = -10,021 + 1,939612x - 0,033262x^2 + 0,000165x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -10,489 + 1,939612x - 0,033262x^2 + 0,000165x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -11,888 + 1,939612x - 0,033262x^2 + 0,000165x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -8,620 + 1,939612x - 0,033262x^2 + 0,000165x^3$$

Quadro LV - Valores estimados da resistência ao arrebentamento ao grau de re fi na ç ã o de 30^oSR, expressa pelo índice de arrebentamento.

TRATA- MENTOS	1a.REPETIÇÃO	2a.REPETIÇÃO	3a.REPETIÇÃO	4a.REPETIÇÃO	MÉDIA
1	33,9	37,1	38,4	36,4	36,4
2	30,3	30,6	35,3	31,7	32,0
3	37,7	34,5	34,0	35,8	35,5
4	19,0	23,2	21,6	18,6	20,6
5	41,4	37,6	41,1	41,1	40,3
6	34,5	36,0	34,5	33,0	34,5
7	42,0	34,3	37,3	39,2	33,2
8	22,7	22,2	20,8	24,1	22,4

Quadro LVI - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 30^oSR, da resistência ao arrebentamento, expressa pelo índice de arrebentamento.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	837,43	200,34 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	350,46	83,84 **
Concentração (% SO ₂ total) (C)	1	59,68	14,28 **
Interação T x t	1	207,57	49,66 **
Interação T x C	1	2,36	0,56
Interação t x C	1	1,67	0,40
Interação T x t x C	1	0,11	0,02
Tratamentos	7	208,47	49,87 **
Resíduo	24	4,18	
Total	31		

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 6,25%

Quadro LVII - Valores estimados da resistência ao arrebatamento ao grau de refinação de 45^oSR, expressa pelo índice de arrebatamento.

TRATAMENTOS	1a.REPETIÇÃO	2a.REPETIÇÃO	3a.REPETIÇÃO	4a.REPETIÇÃO	MÉDIA
1	37,3	40,5	41,8	39,8	39,8
2	30,6	30,8	35,5	32,0	32,2
3	40,3	37,1	36,6	38,3	38,1
4	19,1	23,2	21,6	18,7	20,6
5	43,7	39,9	43,3	43,3	42,6
6	36,1	37,6	36,1	34,5	36,1
7	43,2	35,5	38,5	40,4	39,4
8	24,9	24,5	23,1	26,3	24,6

Quadro LVIII - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 45^oSR da resistência ao arrebatamento, expressa pelo índice de arrebatamento.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	1.068,38	259,32 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	388,51	94,29 **
Concentração (%SO ₂ total) (C)	1	71,10	17,26 **
Interação T x t	1	162,44	39,42 **
Interação T x C	1	7,51	1,82 *
Interação t x C	1	0,69	0,18
Interação T x t x C	1	1,25	0,30
Tratamentos	7	242,84	58,94 **
Resíduo	24	4,12	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 5,94%

Quadro LIX - Valores estimados da resistência ao arrebentamento ao grau de refinação de 60^oSR, expressa pelo índice de arrebentamento.

TRATA- MENTOS	1a.REPETIÇÃO	2a.REPETIÇÃO	3a.REPETIÇÃO	4a.REPETIÇÃO	MÉDIA
1	36,1	39,3	40,6	38,6	38,6
2	26,0	26,2	30,9	27,3	27,6
3	35,5	32,3	32,8	33,5	33,5
4	16,2	20,3	18,7	15,8	17,8
5	41,5	37,7	41,1	41,1	40,4
6	31,7	33,2	31,7	30,1	31,7
7	38,2	30,4	33,4	35,3	34,3
8	22,4	21,5	20,5	23,8	22,0

Quadro LX - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 60^oSR da resistência ao arrebentamento, expressa pelo índice de arrebentamento.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	1.141,23	279,03 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	468,95	114,66 **
Concentração (%SO ₂ total) (C)	1	59,14	14,46 **
Interação T x t	1	34,65	8,47 **
Interação T x C	1	17,25	4,22
Interação t x C	1	0,22	0,05
Interação T x t x C	1	0,64	0,16
Tratamentos	7	246,02	60,15 **
Resíduo	24	4,09	
Total	31		

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 6,51%

4.9 - Resistência ao rasgo

Os dados relativos à resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aparecem nos quadros de números LXI a LXVIII.

Quadro LXI - Tratamento 1: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 90 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	30	45	60	75	90
1	54	74	78	79	71	65
2	48	107	101	100	100	87
3	50	78	78	82	79	86
4	51	85	95	86	85	76

Quadro LXII - Tratamento 2: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	77	68	67	66	55	56
2	79	84	73	68	58	58
3	70	84	82	74	66	60
4	76	78	76	66	58	59

Quadro LXIII - Tratamento 3: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 75 minutos .

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	30	45	60	75
1	60	81	88	85	67	52
2	64	95	81	75	72	68
3	67	83	72	70	51	46
4	70	99	88	91	85	78

Quadro LXIV - Tratamento 4: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	59	50	50	41	61	40
2	77	60	61	57	43	40
3	57	58	62	50	45	44
4	58	64	92	49	40	37

Quadro LXV - Tratamento 5: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 75 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	30	45	60	75
1	50	85	76	90	84	84
2	54	84	92	86	69	88
3	68	72	86	76	80	76
4	60	96	88	79	71	76

Quadro LXVI - Tratamento 6: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos .

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	82	85	85	87	79	64
2	65	96	86	86	74	59
3	69	100	80	87	75	70
4	83	96	57	90	81	81

Quadro LXVII - Tratamento 7: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	81	99	101	96	88	73
2	83	87	88	73	76	68
3	75	98	89	98	88	58
4	81	106	82	96	86	90

Quadro LXVIII - Tratamento 8: valores da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo, aos tempos de refinação de 0 a 60 minutos.

REPE- TIÇÃO	t e m p o e m m i n u t o s					
	0	15	22,5	30	45	60
1	70	76	62	51	50	43
2	66	72	54	55	43	41
3	67	65	63	50	44	24
4	72	77	68	68	52	25

As análises de variância e testes de hipóteses aparecem resumidos nos quadros LXIX a LXXXII. São apresentadas também as equações de regressão determinadas para cada repetição.

Quadro LXIX - Resistência ao rasgo - análise de variância de teste de hipótese para o tratamento 1.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	154.874	22.124,85	413,78 **
Resíduo	17	909	53,47	
Total	24	155.783		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	154.874		
R (a _i , l, q)	6	154.408		
R (c, ajust.)	1	466	466	8,72 **
Resíduo	17	909	53,47	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	154.408		
R (a _i , l)	5	151.886		
R (q, ajust.)	1	2.522	2.522	47,17 **
Resíduo	17	909	53,47	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	151.886		
R (a _i)	4	150.964		
R (l, ajust.)	1	922	922	17,24 **
Resíduo	17	909	53,47	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 9,24%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = -14,95 + 6,144625x - 0,122634x^2 + 0,000738x^3$$

$$\hat{Y}_2 = 5,05 + 6,144625x - 0,122634x^2 + 0,000738x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -6,21 + 6,144625x - 0,122634x^2 + 0,000738x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -6,52 + 6,144625x - 0,122634x^2 + 0,000738x^3$$

Quadro LXX - Resistência ao rasgo - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 2.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	116.236	16.605,14	1.129,60 **
Resíduo	17	250	14,70	
Total	24	116.486		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	116.236		
R (a_i, l, q)	6	116.029		
R ($c, ajust.$)	1	207	207	14,08 **
Resíduo	17	250	14,70	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	116.029		
R (a_i, l)	5	116.027		
R ($q, ajust.$)	1	2	2	0,14
Resíduo	17	250	14,70	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	116.027		
R (a_i)	4	114.731		
R ($l, ajust.$)	1	1.296	1.296	88,16 **
Resíduo	17	250	14,70	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 5,51%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = 41,24 + 3,098372x - 0,089118x^2 + 0,000676x^3$$

$$\hat{Y}_2 = 46,62 + 3,098372x - 0,089118x^2 + 0,000676x^3$$

$$\hat{Y}_3 = 49,12 + 3,098372x - 0,089118x^2 + 0,000676x^3$$

$$\hat{Y}_4 = 45,26 + 3,098372x - 0,089118x^2 + 0,000676x^3$$

Quadro LXXI - Resistência ao rasgo - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 3.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	136.718	17.755,51	323,18 **
Resíduo	17	934	54,94	
Total	24	137.652		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	136.718		
R (a_i, l, q)	6	136.400		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	318	318	5,79 *
Resíduo	17	934	54,94	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	136.400		
R (a_i, l)	5	135.080		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	1.320	1.320	24,03**
Resíduo	17	934	54,94	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	135.080		
R (a_i)	4	134.493		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	587	587	10,68**
Resíduo	17	934	54,94	

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade
 ** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 10,00%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = 5,46 + 5,305430x - 0,109275x^2 + 0,000635x^3$$

$$\hat{Y}_2 = 8,80 + 5,305430x - 0,109275x^2 + 0,000635x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -0,92 + 5,305430x - 0,109275x^2 + 0,000635x^3$$

$$\hat{Y}_4 = 16,30 + 5,305430x - 0,109275x^2 + 0,000635x^3$$

Quadro LXXII - Resistência ao rasgo - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 4.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	71.807	10.258,14	94,98 **
Resíduo	17	1.836	108,00	
Total	24	73.643		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	71.807		
R (a_i, l, q)	6	71.752		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	55	55	0,51
Resíduo	17	1.836	108,00	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	71.752		
R (a_i, l)	5	71.693		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	59	59	0,55
Resíduo	17	1.836	108,00	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	71.693		
R (a_i)	4	70.050		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	1.643	1.643	15,21 **
Resíduo	17	1.836	108,00	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 19,25%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = 70,89 - 0,434809x$$

$$\hat{Y}_2 = 76,04 - 0,434809x$$

$$\hat{Y}_3 = 71,51 - 0,434809x$$

$$\hat{Y}_4 = 75,65 - 0,434809x$$

Quadro LXXIII - Resistência ao rasgo - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 5.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	147.696	21.099,43	318,00 **
Resíduo	17	1.128	66,35	
Total	24	148.824		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	147.696		
R (a _i , l, q)	6	146.842		
R (c, ajust.)	1	854	854	12,87 **
Resíduo	17	1.128	66,35	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	146.842		
R (a _i , l)	5	145.955		
R (q, ajust.)	1	887	887	13,37 **
Resíduo	17	1.128	66,35	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	145.955		
R (a _i)	4	145.726		
R (l, ajust.)	1	229	229	3,45
Resíduo	17	1.128	66,35	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 10,45%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = -19,34 + 8,166965x - 0,193359x^2 + 0,001394x^3$$

$$\hat{Y}_2 = -20,10 + 8,166965x - 0,193359x^2 + 0,001394x^3$$

$$\hat{Y}_3 = -22,45 + 8,166965x - 0,193359x^2 + 0,001394x^3$$

$$\hat{Y}_4 = -19,79 + 8,166965x - 0,193359x^2 + 0,001394x^3$$

Quadro LXXIV - Resistência ao rasgo - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 6.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	154.181	22.202,58	196,61 **
Resíduo	17	1.920	112,94	
Total	24	156.101		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q, c)	7	154.181		
R (a _i , l, q)	6	154.077		
R (c, ajust.)	1	104	104	0,92
Resíduo	17	1.920	112,94	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l, q)	6	154.077		
R (a _i , l)	5	153.613		
R (q, ajust.)	1	464	464	4,31 *
Resíduo	17	1.920	112,94	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a _i , l)	5	153.613		
R (a _i)	4	153.164		
R (l, ajust.)	1	449	449	3,98
Resíduo	17	1.920	112,94	

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade
 ** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 13,25%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = 64,92 + 1,085849x - 0,014474x^2$$

$$\hat{Y}_2 = 61,98 + 1,085849x - 0,014474x^2$$

$$\hat{Y}_3 = 66,83 + 1,085849x - 0,014474x^2$$

$$\hat{Y}_4 = 64,85 + 1,085849x - 0,014474x^2$$

Quadro LXXV - Resistência ao rasgo - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 7.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	178.830	25.547,14	414,38 **
Resíduo	17	1.048	61,65	
Total	24	179.878		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	178.830		
R (a_i, l, q)	6	178.712		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	118	118	1,91
Resíduo	17	1.048	61,65	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	178.712		
R (a_i, l)	5	177.857		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	855	855	13,87**
Resíduo	17	1.048	61,65	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	177.857		
R (a_i)	4	177.298		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	559	559	9,07**
Resíduo	17	1.048	61,65	

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 9,13%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = 68,58 + 1,466424x - 0,019905x^2$$

$$\hat{Y}_2 = 59,53 + 1,466424x - 0,019905x^2$$

$$\hat{Y}_3 = 63,42 + 1,466424x - 0,019905x^2$$

$$\hat{Y}_4 = 68,22 + 1,466424x - 0,019905x^2$$

Quadro LXXVI - Resistência ao rasgo - análise de variância e teste de hipótese para o tratamento 8.

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	81.096	11.585,14	255,80 **
Resíduo	17	770	45,29	
Total	24	81.866		

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q, c)	7	81.096		
R (a_i, l, q)	6	81.092		
R ($c, \text{ajust.}$)	1	4	4	0,088
Resíduo	17	770	45,29	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l, q)	6	81.092		
R (a_i, l)	5	80.786		
R ($q, \text{ajust.}$)	1	306	306	6,76 *
Resíduo	17	770	45,29	

Causa de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
R (a_i, l)	5	80.786		
R (a_i)	4	77.079		
R ($l, \text{ajust.}$)	1	3.707	3.707	81,85**
Resíduo	17	770	45,29	

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade
 ** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 11,81%

Equações para resistência ao rasgo

$$\hat{Y}_1 = 66,11 + 0,301523x - 0,009428x^2$$

$$\hat{Y}_2 = 66,41 + 0,301523x - 0,009428x^2$$

$$\hat{Y}_3 = 64,78 + 0,301523x - 0,009428x^2$$

$$\hat{Y}_4 = 73,13 + 0,301523x - 0,009428x^2$$

Quadro LXXVII - Valores estimados da resistência ao rasgo ao grau de refinação de 30^oSR, expressa pelo índice de rasgo.

TRATA- MENTOS	1a.REPETIÇÃO	2a.REPETIÇÃO	3a.REPETIÇÃO	4a.REPETIÇÃO	MÉDIA
1	79	99	88	87	88
2	72	78	80	76	76
3	83	87	77	94	85
4	58	63	58	63	60
5	89	88	86	89	88
6	84	82	86	84	84
7	95	86	90	94	91
8	67	67	65	74	68

Quadro LXXVIII - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refi nação de 30^oSR, da resistência ao rasgo, expressa pelo ín- dice de rasgo.

Causa de variaç <u>ão</u>	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máx <u>ima</u> (T)	1	2.016	91,63 **
Tempo à temperatura máx <u>ima</u> (t)	1	496	22,54 **
Concentraç <u>ão</u> (%SO ₂ total) (C)	1	220	10,00 **
Interaç <u>ão</u> T x t	1	512	23,27 **
Interaç <u>ão</u> T x C	1	46	2,09
Interaç <u>ão</u> t x C	1	22	1,00
Interaç <u>ão</u> T x t x C	1	16	0,73
Tratamentos	7	475	21,59 **
Resíduo	24	22	
Total	31		

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 5,84%

Quadro LXXIX - Valores estimados da resistência ao rasgo ao grau de refinação de 45^oSR, expressa pelo índice de rasgo.

TRATAMENTOS	1a.REPETIÇÃO	2a.REPETIÇÃO	3a.REPETIÇÃO	4a.REPETIÇÃO	MÉDIA
1	72	92	80	80	81
2	62	67	70	66	66
3	70	84	74	92	80
4	51	56	52	56	54
5	84	83	80	83	82
6	84	82	86	84	84
7	94	85	89	94	90
8	61	61	59	68	62

Quadro LXXX - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 45^oSR, da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	2.295	81,96 **
Tempo à temperatura máxima (t)	1	371	13,25 **
Concentração (%SO ₂ total) (C)	1	732	26,14 **
Interação T x t	1	851	30,39 **
Interação T x C	1	101	3,61
Interação t x C	1	10	0,36
Interação T x t x C	1	157	5,60 *
Tratamentos	7	645	23,04 **
Resíduo	24	28	
Total	31		

* - significativo ao nível de 5% de probabilidade

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 7,07%

Quadro LXXXI - Valores estimados da resistência ao rasgo, ao grau de refinação de 60^oSR, expressa pelo índice de rasgo.

TRATAMENTOS	1a.REPETIÇÃO	2a.REPETIÇÃO	3a.REPETIÇÃO	4a.REPETIÇÃO	MÉDIA
1	72	92	80	80	81
2	52	58	60	56	56
3	68	71	61	78	70
4	45	50	45	50	48
5	76	75	73	75	75
6	78	75	80	78	78
7	85	76	80	84	81
8	50	51	49	57	52

Quadro LXXXII - Análise de variância dos valores estimados ao grau de refinação de 60^oSR, da resistência ao rasgo, expressa pelo índice de rasgo.

Causa de variação	G.L.	Q.M.	F
Temperatura máxima (T)	1	2.664	140,21 **
Tempo a temperatura máxima (t)	1	800	42,10 **
Concentração (%SO ₂ total) (C)	1	480	25,26 **
Interação T x t	1	451	23,73 **
Interação T x C	1	201	10,58 **
Interação t x C	1	1	0,05
Interação T x t x C	1	684	36,00 **
Tratamentos	7	754	39,68 **
Resíduo	24	19	
Total	31		

** - significativo ao nível de 1% de probabilidade

C.V. = 6,47%

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A análise estatística dos dados constantes do quadro II mostrou efeitos significativos da temperatura máxima, tempo à temperatura máxima e interação dos mesmos ao nível de 1% de probabilidade no rendimento bruto. A interação tripla se mostrou significativa ao nível de 5% de probabilidade, porém não possui tal fato, nenhuma aplicação prática. A interação dupla citada é de utilidade, pois, como afirma CASEY (1960) o tempo depende principalmente da temperatura máxima de cozimento.

As médias dos tratamentos foram:

Tratamento	Esquema	Rendimento bruto (%)
1	$T_1 t_1 C_1$	66,0
2	$T_2 t_1 C_1$	54,1
3	$T_1 t_2 C_1$	56,0
4	$T_2 t_2 C_1$	51,0
5	$T_1 t_1 C_2$	64,8
6	$T_2 t_1 C_2$	53,6
7	$T_1 t_2 C_2$	56,3
8	$T_2 t_2 C_2$	48,6

onde:

$$T_1 = 155^{\circ}\text{C}$$

$$T_2 = 165^{\circ}\text{C}$$

$$t_1 = 1 \text{ h}$$

$$t_2 = 2 \text{ h}$$

$$C_1 = 4\% \text{ SO}_2 \text{ total}$$

$$C_2 = 6\% \text{ SO}_2 \text{ total}$$

Especificamente, para o rendimento depurado cujos resultados aparecem nos quadros III e IV, os efeitos devidos a temperatura máxima se mostraram significativos ao nível de 1% de probabilidade.

Por outro lado, os efeitos devidos ao tempo à temperatura máxima, interação da temperatura e tempo e interação da temperatura e concentração se mostraram significativos ao nível de 5% de probabilidade.

As médias dos tratamentos foram:

Tratamento	Esquema	Rendimento depurado (%)
1	$T_1 t_1 C_1$	53,2
2	$T_2 t_1 C_1$	53,8
3	$T_1 t_2 C_1$	55,5
4	$T_2 t_2 C_1$	50,8
5	$T_1 t_1 C_2$	57,9
6	$T_2 t_1 C_2$	53,5
7	$T_1 t_2 C_2$	56,1
8	$T_2 t_2 C_2$	48,4

onde:

$$T_1 = 155^{\circ}\text{C}$$

$$T_2 = 165^{\circ}\text{C}$$

$$t_1 = 1 \text{ h}$$

$$t_2 = 2 \text{ h}$$

$$C_1 = 4\% \text{ SO}_2 \text{ total}$$

$$C_2 = 6\% \text{ SO}_2 \text{ total}$$

Êsses resultados deixam perceber que as influências das três variáveis em estudo foram de menor escala que no caso do rendimento bruto. Isso significa que grandes variações neste último foram acompanhadas por significativas variações nos teores de rejeitos não se

fazendo sentir no rendimento depurado.

Os efeitos da temperatura máxima, tempo a essa temperatura e concentração de SO_2 total se refletiram de maneira marcante na porcentagem de rejeitos. Analisando os dados reunidos no quadro VI podemos notar que os efeitos foram na totalidade significativos ao nível de 1% de probabilidade. Com exceção dos tratamentos 1 e 5 as porcentagens de rejeitos mantiveram-se em níveis bastante baixos. Isto é um indício de que o tempo de três horas até a temperatura máxima foi suficiente para a total impregnação dos cavacos pelo licor de cozimento.

Ressalte-se que no caso da influência da temperatura, as maiores variações ocorreram quando os cozimentos foram conduzidos durante uma hora à temperatura máxima. Quanto à influência do tempo, as maiores variações se fizeram sentir nos cozimentos à temperatura de $155^{\circ}C$. Finalmente, no tocante à influência da concentração de SO_2 total, a maior variação ocorreu quando se utilizou temperatura máxima de $155^{\circ}C$ e uma hora a essa temperatura.

O número de Kappa está relacionado com a lignina residual que acompanha as fibras. Segundo a norma TAPPI T 236 m-60 a porcentagem de lignina é aproximadamente igual a $K \cdot 0,150$. PACKMAN e COLABORADOR (1964) estabeleceram para celulose sulfito e bissulfito obtidas de madeira de Pinus sp e Picea sp a relação

$$L = K \cdot 0,161 \text{ onde}$$

L é a porcentagem de lignina, K é o número de Kappa e 0,161 é um fator de conversão.

A análise de variância dos dados constantes do quadro VIII mostrou efeitos significativos ao nível de 1% de probabilidade para temperatura máxima, tempo à temperatura máxima e interação de ambas. Mostrou, por outro lado, significância ao nível de 5% de probabilidade para concentração de SO_2 total.

Os valores médios para o número de Kappa dos tratamentos en-

saiados foram:

Tratamento	Esquema	Número de Kappa
1	$T_1 \ t_1 \ C_1$	101,1
2	$T_2 \ t_1 \ C_1$	60,3
3	$T_1 \ t_2 \ C_1$	64,9
4	$T_2 \ t_2 \ C_1$	41,6
5	$T_1 \ t_1 \ C_2$	96,7
6	$T_2 \ t_1 \ C_2$	55,5
7	$T_1 \ t_2 \ C_2$	64,0
8	$T_2 \ t_2 \ C_2$	31,0

onde:

$$T_1 = 155^{\circ}\text{C}$$

$$T_2 = 165^{\circ}\text{C}$$

$$t_1 = 1 \text{ h}$$

$$t_2 = 2 \text{ h}$$

$$C_1 = 4\% \text{ SO}_2 \text{ total}$$

$$C_2 = 6\% \text{ SO}_2 \text{ total}$$

Nos quadros IX a XVI estão os dados relativos aos graus de refinação em função do tempo de moagem. Para atingir um grau máximo entre 60 e 70^oSR foram necessários, nos diversos tratamentos, tempos que variaram de 60 a 90 minutos. PEREIRA (1969) trabalhando com celulose sulfato de madeira de Eucalyptus saligna Smith para atingir o mesmo nível de refinação necessitou de 90 a 120 minutos quando utilizou madeira dessa espécie com 5 anos de idade e de 120 a 150 minutos quando empregou madeira de 7 anos. Tal fato mostra que a celulose bissulfito-base magnésio refina mais rapidamente o que é importante do ponto de vista industrial em termos de economia de energia consumida pelos refinadores.

Relativamente à resistência à tração e ao arrebatamento DINWOODIE (1965) considera que as variações entre ambas são bastante semelhantes e sugere a conveniência de estudá-las simultaneamente.

No presente estudo, as citadas resistências apresentaram equações de regressão de natureza cúbica quando cada uma de per si foi relacionada com o grau de refinação. Comparando-se os valores encontrados para os graus de refinação de 30, 45 e 60^oSR constatamos que, no geral, as maiores resistências foram alcançadas a 45^oSR como pode ser observado nos quadros XXXIII, XXV e XXXVII para a resistência à tração e nos quadros LV, LVII e LIX para a resistência ao arrebatamento.

Os mesmos dados mostram que para ambas, as maiores resistências foram conseguidas através do tratamento 5, no qual a temperatura máxima de cozimento foi 155^oC mantida durante uma hora e utilizado licor com concentração de 6% de SO₂ total.

As análises de variância mostraram em todos os casos significância ao nível de 1% de probabilidade para os tratamentos. Da mesma forma foi significativa ao nível de 1% de probabilidade a influência da temperatura máxima, tempo a essa temperatura, concentração de SO₂ e interação temperatura e tempo o que é apresentado nos quadros XXXIV, XXXVI, XXXVIII, LVI, LVIII e LX.

Em termos de resistência ao rasgo, as análises de variância dos valores obtidos aos graus de refinação de 30, 45 e 60^oSR mostraram ser significativos ao nível de 1% de probabilidade os efeitos da temperatura máxima, tempo e concentração de SO₂. Da mesma forma mostraram ser significativas as interações temperatura e tempo para 30 e 45^oSR, temperatura e tempo, temperatura e concentração para 60^oSR como pode ser verificado pela análise dos dados relacionados nos quadros LXXVIII, LXXX e LXXXII.

Os dados constantes nos quadros II, IV, VI, VIII, XXXIV, XXXVI, XXXVIII, LVI, LVIII, LX, LXXVIII, LXXX e LXXXIII mostram ainda que para rendimentos bruto e depurado, percentagem de rejeitos, número de Kappa, resistências à tração, ao arrebentamento e ao rasgo, a variável mais importante foi a temperatura máxima, vindo a seguir e pela ordem, tempo à temperatura máxima e concentração de SO₂ total.

6. RESUMO E CONCLUSÕES

O presente trabalho teve por objetivo o estudo da produção, em laboratório, de celulose bissulfito, tendo como base o magnésio e utilizando madeira de Eucalyptus saligna Smith com 5 anos de idade.

O projeto experimental obedeceu ao esquema fatorial $2 \times 2 \times 2$ para temperatura máxima de cozimento, tempo à temperatura máxima e concentração do licor de cozimento em termos de SO_2 total.

Foram determinados a densidade básica, dimensões das fibras e composição química quantitativa, da madeira utilizada no trabalho.

Na celulose resultante dos cozimentos foram determinados os rendimentos bruto e depurado, percentagem de rejeitos e número de Kappa.

A refinação da celulose foi feita em Moinho Jokro-Muhle a 150 rpm e consistência de 6%.

Para a realização dos ensaios físico-mecânicos a celulose foi transformada em fôlhas no formador Koethen-Rapid e as seguintes propriedades foram investigadas: resistência à tração, resistência ao arrebentamento e resistência ao rasgo.

Para cada propriedade físico-mecânica foram estabelecidas equações de regressão em função do grau de refinação.

As celulosas obtidas foram comparadas para cada uma das propriedades físico-mecânicas em níveis de refinação de 30, 45 e 60 °SR.

Da discussão dos resultados podem ser tiradas as conclusões seguintes:

- 1) O aumento da temperatura diminuiu o rendimento em celulose e sua resistência físico-mecânica. Apesar do pH relativamente alto

que pode ser empregado quando o licor bissulfito tem como base o magnésio é recomendável o emprêgo de temperaturas mais baixas para a obtenção de rendimentos elevados e celulose mais resistente.

Tendo sido constatado ser a temperatura - a principal variável do cozimento, recomenda-se um contrôle rigoroso da mesma.

2) O tempo ótimo de cozimento depende principalmente da temperatura máxima estando ambas as variáveis relacionadas entre si. Assim sendo, para se conseguir resultados semelhantes, quanto maior a temperatura menor deve ser o tempo à temperatura máxima. Esse aspecto do processo deve ser observado para evitar a degradação excessiva da celulose do que decorre uma diminuição na sua resistência físico-mecânica.

3) O tempo de cozimento até a temperatura máxima de três horas mostrou ser suficiente para a penetração completa dos cavacos pelo licor de cozimento, tempo esse que pode ser abreviado se fôr utilizada pressão conseguida através de um gás inerte num tratamento de pré-impregnação.

4) A concentração de SO_2 total, dentro dos níveis estudados, não mostrou influenciar significativamente os rendimentos em celulose. Por outro lado teve influência sobre os teores de rejeitos, número de Kappa e resistências físico-mecânicas.

5) As influências das variáveis estudadas se fizeram sentir de forma decrescente na ordem seguinte: temperatura máxima, tempo à temperatura máxima e concentração de SO_2 total.

6) Os melhores resultados em termos de rendimento bruto, rendimento depurado, percentagem de rejeitos, resistências à tração, resistência ao arrebentamento e resistência ao rasgo foram conseguidas respectivamente através dos tratamentos 1 (T_1 t_1 C_1), 5 (T_1 t_1 C_2), 8 (T_2 t_2 C_2), 5, 5 e 7 (T_1 t_2 C_2) onde $T_1 = 155^\circ\text{C}$, $T_2 = 165^\circ\text{C}$, $t_1 = 1\text{h}$, $t_2 = 2\text{h}$, $C_1 = 4\%\text{SO}_2$ total e $C_2 = 6\%\text{SO}_2$ total. Com base nos resultados

deve-se optar pelo esquema de cozimento que melhores resultados tragam para o objetivo desejado (rendimento, resistência físico-mecânica ou ambos).

7) As celuloses apresentaram velocidades de refinações elevadas quando comparadas à celulose sulfato e tanto maior quanto menor o número de Kappa.

8) Houve predominância de equações de natureza cúbica quando as propriedades físico-mecânicas da celulose foram relacionadas com o grau de refinação.

9) A madeira de Eucalyptus saligna Smith se presta convenientemente como matéria-prima para a produção de celulose pelo processo magnéfita não devendo apresentar problemas nos cozimentos de cavacos e processamento das celuloses obtidas industrialmente.

7. SUMMARY AND CONCLUSIONS

The objective of the present study was the production of magnesium bisulfite pulp from the wood of 5 year old Eucalyptus saligna Smith.

The experimental project followed the factorial scheme $2 \times 2 \times 2$ for maximum temperature of cooking, time at maximum temperature and total sulfur dioxide concentration of cooking liquor.

The basic density, dimensions of fibers and chemical composition of wood, utilized in the work, were determined.

Total yield, screened yield, percentage of screenings and Kappa number were determined from the pulp and which had been obtained.

The pulp was beat, at a consistency of 6% with a Jokro-Muhle laboratory refiner, at 150 r.p.m.

The pulp was transformed in sheets in the Koethen-Rapid sheet former and the following physical-mechanical properties were investigated: tensile strength, bursting strength and tear resistance.

The data were used to establish regression equations relating each physical-mechanical property of pulp to the degree of slowness.

The properties of the pulp were compared at 30, 45 and 60°SR of slowness.

The following conclusions were made from the analyses of results:

1) An increase in temperature decreases the pulp yield and its physical-mechanical strengths. When the bisulfite liquor has magnesium as its base, it is recommendable to use lower temperatures to obtain increased yields and more resistant pulp, in spite of the relatively high pH. After it was established that the temperature was the principal variable of cooking, it was recommended that the temperature be regously controlled.

2) The optimum time of cooking depends mainly on the maximum temperature. In such case, to obtain similar results, the higher the temperature the shorter the time necessary at maximum temperature. One must pay attention to avoid excessive degradation of the pulp. If the relationship of time and maximum temperature is not controlled properly a decrease in physical-mechanical strength will result.

3) The time of cooking up to the maximum temperature of three hours proved to be sufficient for the complete penetration of the chips by the cooking liquor. Processing time can be abbreviated if one utilizes presure by an inert gas in the pre-impregnation treatments.

4) The concentration of total SO_2 , among the levels studied, did not influence significantly the pulp yields. On the other hand, SO_2 concentration did influence the percentage of screenings, Kappa number and physical-mechanical strengths.

5) It was noted, in a decreasing order, the influences of the variables studied such as: maximum temperature of cooking, time at maximum temperature and concentration of total SO_2 .

6) The best results, in terms of total yield, screening yield, percentage of screenings, tensile strength, bursting strength

and tear resistance were obtained, respectively, with the treatments: 1 (T_1 t_1 C_1), 5 (T_1 t_1 C_2), 8 (T_2 t_2 C_2) 5,5 and 7 (T_1 t_2 C_2) where $T_1 = 155^{\circ}\text{C}$, $T_2 = 165^{\circ}\text{C}$, $t_1 = 1$ h, $t_2 = 2$ h, $C_1 = 4\%$ total SO_2 and $C_2 = 6\%$ total SO_2 . Based on these results it is necessary to choose the scheme that gives best results for the desired objective: yield, physical-mechanical resistance or both.

7) When refining the pulp at high velocity as compared to sulfate pulp and the higher the velocity the lower the Kappa number.

8) When the physical-mechanical properties of the pulp were compared to the degree of slowness regression equations of cubic type were predominant.

9) The wood of Eucalyptus saligna Smith is useful as raw material for pulp production by the magnefite process with no problem, in cooking the chips or in processing the pulp for industry.

8. BIBLIOGRAFIA

- A.B.C.P. 1969. Normas de ensaio. Associação Técnica Brasileira de Celulose e Papel. São Paulo.
- ANNERGREN, G. & A. BACKLUND. 1966. Continuous Sulphite Cooking. Pulp Paper Mag. Canada. 67(4):220-224.
- BARRICHELO, L.E.G. & C.E.B. FOELKEL. 1969. Influência da Gramatura sôbre as Propriedades Físico-Mecânicas da Celulose. II Convenção Anual da Associação Técnica Brasileira de Celulose e Papel. São Paulo. 17p.
- BIALKOWSKY, H.W. & P.S. BILLINGTON. 1961. Pulp and Paper Processes and Their Characteristic Differences. TAPPI 44(3):195-201.
- BRITT, K.W. 1964. Handbook of Pulp and Paper Technology. Reinhold Publishing Corporation, New York. 537p.
- BROWN, H.P., A.J. PANSHIN & C.C.FORSAITH. 1952. Textbook of Wood Technology. Mc Graw-Hill Book Company Inc. New York. Vol. II:741-748.
- CASEY, J.P. 1960. Pulp and Paper - Chemistry and Chemical Technology. Interscience Publishers Inc., New York. Vol.I. 580p.
- CLEMENT, J.L. 1966. Magnesium Oxide Recovery System. TAPPI 49(8): 127A-134A.
- COMISSÃO DE SOLOS. C.N.E.P.A. 1960. Levantamento de reconhecimento dos solos do Estado de São Paulo. Serv. Nac. Pesq.Agron. Bol. 12. 634p.
- DINWOODIE, J.M. 1965. The Relationship Between Fiber Morphology and Paper Properties. A Review of Literature. TAPPI 48(8):440-447.

- ERICSSON, E.C., J.L.McCARTHY & D.A.PEARSON. 1962. Sulfite Pulping. Pulp and Paper Science and Technology. Mc Graw-Hill Book Company, Inc. New York. p240-280.
- FERREIRA, M. 1968. Estudo da variação da densidade básica da madeira de Eucalyptus alba Reinw e Eucalyptus saligna Smith. Tese de doutoramento, ESALQ-USP. Piracicaba.
- GODOI, C.R.M. 1971. Informações Pessoais - ESALQ-USP. Piracicaba.
- HANNUS, S. 1961. New Techniques in Sulfite Pulp Productions. Papiri par Magy. Graf. 5:88-89. In Chem. Abstr. 62(2). 1965.
- HISEY, W.O. 1944. Delignification of wood. Wood Chemistry. Reinhold Publishing Corporation. New York. p696-761.
- HORN, R.A. & F.A. SIMMONDS. 1968. Microscopical and other Fiber Characteristics of High-Yield Sodium Bissulfite Pulps from Balsam Fir. TAPPI 51(1):67A-73A.
- HULTEBERG, A. 1966. High-Yield Mg-base Sulfite Pulping at Hallstavik. Paper Trade Journal 150(28):58-60. In Chem. Abstr. 65(10) 1966.
- JENSEN, W. & I. PALENIUS & H. MAKKONEN. 1968. The Sulfite Process - Today and Tomorrow. TAPPI 51(8):52A-55A.
- KELLER, E.L. & D.J.FAHEY. 1967. Magnesium Bissulfite and Papermaking with Southern Pine. U.S. Forest Service. Research Paper FPL 78. 12p.
- KESSLER, R.B. & S.T. HAN. 1962. Solubility and Neutralization Equilibria in Magnesia Base Sulfite Acid System. TAPPI 45(7) : 534-538.

- LEITNER, G.F. 1969. Spent Sulfite Liquor Evaporators - Design and Performance. TAPPI 52(7):1296-1298.
- LEKANDER, K.E. 1966. Bleached Magnesium Sulfite Pulp. Norsk Skogind 20(6):224-231. In Chem. Abstr. 65(12) 1966.
- MARKANT, H.P., R.A. McILROY & R.E.MATTY. 1962. Absorption Studies MgO-SO₂ System. TAPPI 45(11):849-854.
- , N.D. PHILLIPS & I.S.SHAH. 1965. Physical and Chemical Properties of Magnesia-Base Pulping Solutions. TAPPI 48(11):648-653.
- Mc GREGOR, G.H. 1950. Manufacture of Sulphite Pulp. Pulp and Paper Manufacture - Preparation and Treatment of Wood Pulp . McGraw-Hill Book Company, Inc. New York. Vol.1:252-362.
- MITITELU, C. 1966. Sulfite Pulping with Calcium and Soluble Bases for High Cellulose Yields. Celulosa Hirtie 15(2):49-58. In Chem. Abstr. 65(9) 1966.
- OLSZEWSKI, J. 1964. Production of Sulfite Pulp by Using Cooking Liquors with Various Bases. Przegląd Papier 20(2):50-55. In Chem. Abstr. 63(5) 1965.
- PACKMAN, D.F. & R.J. ORSTER. 1964. Sulphite Pulping of British-Grow Soft-Woods. Techischer Verlag Herbert Crans. December. 5pp.
- PARSONS, J.L. 1960. The Sulfite Process. Modern Pulp and Paper Making. Reinhold Publishing Corporation. New York. p81-119.
- PEREIRA, R.A.G. 1969. Estudo comparativo das propriedades físico - mecânicas da celulose sulfato de madeira de Eucalyptus saligna Smith, Eucalyptus alba Reinw e Eucalyptus grandis Hill ex Maiden. Tese de doutoramento. ESALQ-USP. Piracicaba.

- ROWE, J.W. & I.A. PEARE. 1961. A Review of Progress in Chemical Conversion. Forest Products Journal. Vol. XI(2):85-107.
- ROZYCKI, Z.F. & R.S.SMITH. 1969. Practical Experience with Magnefite Pulping. TAPPI 52(4):608-611.
- RYDHOLM, S.A. 1965. Pulping Processes. Interscience Publishers, Inc. New York. p439-576.
- SANYER, N. & G.H. CHIDESTER. 1963. Manufacture of Wood Pulps. The Chemistry of Wood. Interscience Publishers Inc., New York. p442-534.
- SCHROEDER, H.A. & E.D. HANSEN. 1968. Two-Stage High Yield Sulfite Pulping at Red Alder. TAPPI 51(1):1-7.
- TAPPI. 1968. Testing Methods and Recommended Practices. 2 vol. The Tech. Assoc. of Pulp and Paper Ind. New York.
- V.Z.P.C.I. 1949. Merklat der verein der zellstoff und papier chemiker und inginieure. Germany.
- WATSON, A.J. 1969. Informações pessoais. ESALQ-USP. Piracicaba.
- WENZL, H.F.J. 1965. Sulphite Pulping Technology. Loockwood Trade Journal Company. New York. 140p.

9. APÊNDICE

Nas páginas seguintes são apresentados os valores encontrados nas determinações da densidade básica, dimensões das fibras, e análises químicas quantitativas da madeira e classificação dos cavacos utilizados na produção de celulose.

9.1. Densidade básica da madeira

A densidade básica da madeira variou de 0,434 g/cm³ a 0,588 g/cm³ sendo 0,490 g/cm³ o valor médio encontrado.

9.2. Dimensões das fibras

O quadro LXXXIII apresenta as dimensões das fibras da matéria-prima ensaiada.

Quadro LXXXIII - Dimensões das fibras.

VALORES	COMPRIMENTO (milímetro)	LARGURA (micra)	ESPESSURA DA PAREDE (micra)
Médio	1,13	17,80	3,75
Máximo	1,71	25,00	6,25
Mínimo	0,77	15,00	2,50
Desvio padrão	0,17	2,28	0,48
Coefficiente de variação (%)	14,76	12,85	12,85

9.3. Análises químicas

Conforme especificado em Material e Métodos foram feitas as análises químicas da madeira e os resultados apresentados no quadro LXXXIV representam médias de duas determinações.

Quadro LXXXIV - Análises químicas da madeira.

A N Á L I S E S	%
Celulose Cross & Bevan	50,2
Lignina	23,0
Pentosanas	17,8
Solubilidade em água fria	3,6
Solubilidade em água quente	4,2
Solubilidade em álcool benzeno	3,2
Solubilidade em éter etílico	0,4
Solubilidade em hidróxido de sódio a 1%	18,0
Cinzas	0,3

9.4. Classificação dos cavacos

A classificação dos cavacos que foram empregados aparece no quadro LXXXV.

Quadro LXXXV - Classificação dos cavacos.

PENEIRA	% de cavacos retidos			
	1a. REPETIÇÃO	2a. REPETIÇÃO	3a. REPETIÇÃO	MÉDIA
1"	1,63	1,39	2,23	1,75
3/4"	20,44	21,27	19,36	20,36
5/8"	32,37	29,10	26,70	29,39
1/2"	11,85	11,69	13,16	12,23
3/8"	18,96	20,05	21,18	20,06
6 mesh	13,78	15,18	15,57	14,84
<6 mesh (Fibra miúda)	0,97	1,32	1,80	1,36

10. AGRADECIMENTOS

Queremos registrar nosso reconhecimento e gratidão pelo apóio de diversas pessoas e organizações na elaboração desta tese.

Ao Professor Dr. Helladio do Amaral Mello, Chefe do Departamento de Silvicultura e nosso orientador, pela compreensão e estímulo.

À Champion Celulose S.A. pelas facilidades materiais proporcionadas e inestimável colaboração através do Departamento Florestal na pessoa do Eng^o Agr^o Jayme Mascarenhas Sobrinho.

Aos Drs. Roland Vencovsky e Humberto de Campos pelas sugestões e orientações nas análises estatísticas realizadas.

Ao Dr. Cassio Roberto de M. Godoi pela elaboração dos programas de computação eletrônica.

Ao Dr. Ronaldo Algodal Guedes Pereira, pelo incentivo constante.

Aos colegas do Departamento de Silvicultura, bolsistas e estagiários que direta ou indiretamente procuraram colaborar para a concretização dêste trabalho.

Aos Auxiliares de Técnicos de Laboratório, Antonio Luiz Gorga e João Pedro Godinho Neto pela dedicação, desprendimento e colaboração na realização das análises químicas, cozimentos e ensaios físico-mecânicos.

Ao Auxiliar de Assistente de Administração, Sr. Antonio José da Silva e ao Servente Sr. João Luiz Duarte Novaes pelo zêlo e boa vontade demonstrados nos trabalhos de datilografia e montagem da tese.

Involuntariamente poderemos ter omitido alguns nomes de outras pessoas que conosco colaboraram.

Nossos melhores agradecimentos a todos.