

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS - UNICAMP
FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA - FEAGRI

**EFEITO DA COMPOSIÇÃO E TAMANHO DE
PARTÍCULAS DE RESÍDUOS DE PINUS NAS
PROPRIEDADES DE COMPÓSITO DE POLIPROPILENO**

LEANDRO SHIROMA

CAMPINAS
Fevereiro de 2010

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS - UNICAMP
FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA - FEAGRI

**EFEITO DA COMPOSIÇÃO E TAMANHO DE
PARTÍCULAS DE RESÍDUOS DE PINUS NAS
PROPRIEDADES DE COMPÓSITO DE POLIPROPILENO**

Dissertação de Mestrado submetida à
banca examinadora para obtenção do
título de Mestre em Engenharia
Agrícola, na área de Construções
Rurais e Ambiente.

LEANDRO SHIROMA

Orientador: Prof. Dr. Antonio Ludovico Beraldo

Co-orientador: Prof. Dr. Alcides Lopes Leão

CAMPINAS
Fevereiro de 2010

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE -
UNICAMP

Shiroma, Leandro

Sh66e Efeitos da composição e tamanho de partículas de
resíduo de Pinus nas propriedades de compósito de
polipropileno / Leandro Shiroma. --Campinas, SP: [s.n.],
2010.

Orientadores: Antonio Ludovico Beraldo, Alcides
Lopes Leão.

Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola.

1. Compósito. 2. Polipropileno. 3. Resíduos. 4.
Madeira. 5. Reciclagem. I. Beraldo, Antonio Ludovico.
II. Leão, Alcides Lopes. III. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Agrícola. IV.
Título.

Título em Inglês: Composition and particle size effects on polypropylene
composite properties

Palavras-chave em Inglês: Composite, Polypropylene, Residue, Wood,
Recycling

Área de concentração: Construções Rurais e Ambiência

Titulação: Mestre em Engenharia Agrícola

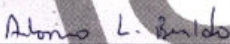
Banca examinadora: Ana Rita Morales, Julio Soriano

Data da defesa: 26/02/2010

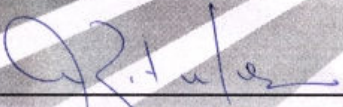
Programa de Pós Graduação: Engenharia Agrícola

Este exemplar corresponde à redação final da **Dissertação de Mestrado** defendida por **Leandro Shiroma**, aprovado pela Comissão Julgadora em 26 de fevereiro de 2010, na Faculdade de Engenharia Agrícola da Universidade Estadual de Campinas.

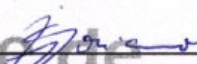
FEAGRI



Prof. Dr. Antonio Ludovico Beraldo – Presidente e Orientador
Feagri/Unicamp



Profª. Drª. Ana Rita Morales – Membro Titular
FEQ/Unicamp



Prof. Dr. Julio Soriano - Membro Titular
Feagri/Unicamp

Faculdade de Engenharia Agrícola
Unicamp

Dedico

Aos meus pais, José Shiroma e Marlene Shiroma(in memorian)

À minha esposa, Midori Cristina Shiroma

Agradecimentos

Ao **Prof. Dr. Antonio Ludovico Beraldo**, pela orientação, boa vontade, presteza, e contínuo interesse. Tive a oportunidade de aprender muito com suas valorosas orientações, entendendo que não há limites para o desenvolvimento intelectual e para o aprendizado.

Ao **Prof. Dr. Alcides Lopes Leão**, pelo empréstimo de equipamentos e orientação técnica.

Os técnicos Diego e Evaristo, do Laboratório da Faculdade de Ciências Agronômicas - UNESP, pela ajuda nos ensaios.

À técnica **Gisleiva**, do Laboratório de Materiais e Estruturas - FEAGRI - UNICAMP, pela ajuda nos ensaios.

À **Marcele Horikawa**, pelo apoio à pesquisa realizada.

À empresa **QUATTOR**, pelo fornecimento do polipropileno.

Ao empresário **Adalberto**, pelo fornecimento do resíduo de pó-de-serra.

À empresa **ROTOGINE**, pelo apoio à pesquisa realizada.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	iv
AGRADECIMENTOS.....	v
SUMÁRIO.....	vi
LISTA DE SIGLAS	viii
LISTA DE FIGURAS.....	ix
LISTA DE TABELAS	xi
RESUMO.....	xiii
ABSTRACT.....	xiv
1 - INTRODUÇÃO.....	1
2 - OBJETIVO.....	3
2.1 - OBJETIVO ESPECÍFICOS	3
3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
3.1 - Generalidades sobre <i>Pinus</i> sp.....	4
3.2 - Resíduo de <i>Pinus</i> sp.....	6
3.3 - Matrizes poliméricas.....	7
3.3.1 - Polipropileno	7
3.3.2 - Compósito e Wood Plastic Composite(WPC).....	8
3.3.3 - Agente de acoplamento	11
3.3.4 - Processamento: Equipamentos	12
4 - MATERIAIS E MÉTODOS	14
4.1 - Preparação das misturas	15
4.2 – Ensaio físico-químico.....	18
4.2.1 – Caracterização do resíduo de <i>Pinus</i> sp.....	18
4.2.2 - Determinação da densidade real dos compósitos	20
4.2.3 - Estabilidade dimensional e absorção de água.....	20
4.3 - Ensaio Mecânicos.....	21

4.3.1 - Ensaio de Tração.....	21
4.3.2 - Ensaio de Flexão Estática.....	22
4.3.3 - Ensaio de Impacto.....	23
4.3.4 - MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura)	25
5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
5.1 – Ensaio Físico-Químicos	29
5.1.1 – Caracterização do resíduo de <i>Pinus</i> sp	29
5.1.2- Determinação da densidade real dos compósitos	30
5.1.3 – Estabilidade dimensional e absorção de água.....	32
5.2 – Ensaio Mecânicos	35
5.2.1 - Resultados de Tração	35
5.2.2 - Resultados de Flexão estática	38
5.2.3 - Resultados de Ensaio de Impacto	41
5.2.4 - Resultados de M.E.V	48
6 - CONCLUSÕES.....	54
7 – TRABALHOS FUTUROS.....	54
8- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	55
ANEXO A - RESULTADO DOS ENSAIOS MECÂNICOS.....	60

LISTA DE SIGLAS

ASTM - American Standards for Testing and Materials

BOPP – Polipropileno bi-orientado

HDPE - Polietileno de alta densidade

LEED (Leadership in Energy and Environmental Design) - Liderança em Energia e Planejamento Ambiental

MAPP - Polipropileno grafitizado com anidrido maleico

MAPE – Polietileno grafitizado com anidrido maleico

PET - Poli(tereftalato de etileno)

PP - Polipropileno

PE - Polietileno

PVC – Poli(cloreto de vinila)

M.E.V- Microscopia Eletrônica de Varredura

WF(wood flour) – farinha de madeira

WPC - Wood-Polymer Composites

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Resíduo de <i>Pinus</i> sp.....	6
Figura 2- Paleta de <i>Pinus</i> sp.....	6
Figura 3- Evolução dos compósitos.....	9
Figura 4- Esquema da possível reação entre a interface da celulose e MAPP.....	12
Figura 5- Extrusora dupla rosca, modelo ZKS-25, Werner & Pfleiderer	15
Figura 6- Configuração da extrusora dupla-rosca utilizada no experimento.	16
Figura 7- Injetora – modelo Sandretto, 65 micro.....	16
Figura 8- Fluxograma descritivo das etapas dos processos.....	18
Figura 9- Jogo de peneira Quimis.....	19
Figura 10- Jogo de peneira Soloteste	20
Figura 11- Fixação do corpo-de-prova de ensaio à tração.....	21
Figura 12- Dimensão do corpo-de-prova para ensaio à tração.....	22
Figura 13- Fixação do corpo-de-prova de ensaio flexão estática	22
Figura 14- Dimensão do corpo-de-prova para ensaio de flexão estática	23
Figura 15- Máquina de ensaio de impacto Tinius Olsen.....	23
Figura 16- Dispositivo para efetuar de entalhe dos corpos-de-prova.....	24
Figura 17- Dimensões do corpo-de-prova com entalhe.....	24
Figura 18- Dimensões do corpo-de-prova sem entalhe.....	24
Figura 19- Sputter Coater, modelo SCD-050-Balzers.....	26
Figura 20- Deposição de um filme fino de ouro.....	26
Figura 21- <i>Scanning Electron Microscope</i> - modelo JSM-5800LV	27
Figura 22- Resultados de resistência à tração, sem compatibilizante.....	36
Figura 23- Resultados de resistência à tração, com compatibilizantes.....	38
Figura 24- Resultados de resistência à flexão estática, sem compatibilizante	40
Figura 25- Resultados de resistência à flexão estática, com compatibilizante.....	41
Figura 26- Resultados de resistência ao impacto, com entalhe e sem compatibilizante.....	43
Figura 27- Resultados de resistência ao impacto, com entalhe e com compatibilizante	44
Figura 28- Resultados de resistência ao impacto, sem entalhe e sem compatibilizante.....	46
Figura 29 - Resultados de resistência ao impacto, sem entalhe e com compatibilizante.....	47
Figura 30 – Micrografia MEV - 60/40, mesh 16, sem compatibilizante	48

Figura 31– Micrografia MEV - 60/40, mesh 40, sem compatibilizante	48
Figura 32– Micrografia MEV - 60/40, mesh 100, sem compatibilizante	49
Figura 33– Micrografia MEV - 70/30, mesh 16, sem compatibilizante	49
Figura 34– Micrografia MEV - 70/30, mesh 40, sem compatibilizante	49
Figura 35– Micrografia MEV - 70/30, mesh100, sem compatibilizante	50
Figura 36– Micrografia MEV - 80/20, mesh 16, sem compatibilizante	50
Figura 37– Micrografia MEV - 80/20, mesh 40, sem compatibilizante	50
Figura 38– Micrografia MEV - 80/20, mesh 100, sem compatibilizante	51
Figura 39– Micrografia MEV - 60/40, mesh 100, com Organosilano.....	51
Figura 40– Micrografia MEV - 70/30, mesh 100, com Organosilano.....	52
Figura 41– Micrografia MEV - 80/20, mesh 100, com Organosilano.....	52
Figura 42– Micrografia MEV - 60/40, mesh 100, com MAPP	52
Figura 43– Micrografia MEV - 70/30, mesh 100, com MAPP	53
Figura 44– Micrografia MEV - 80/20, mesh 100, com MAPP	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Formulações utilizadas na primeira fase	17
Tabela 2- Formulações com compatibilizantes utilizadas na primeira fase.....	17
Tabela 3- Dados de processo da extrusora	17
Tabela 4- Dados de processo da injetora.....	17
Tabela 5- Dados de tratamento de superfície da amostra.	26
Tabela 6 – Classificação granulométrica do resíduo de <i>Pinus</i> sp.....	29
Tabela 7- Caracterização do resíduo de <i>Pinus</i> sp	29
Tabela 8- Análise de Variância (ANOVA) para Densidade dos compósitos	30
Tabela 9- Densidade real dos compósitos	31
Tabela 10- Densidade real dos compósitos com agente de acoplamento	31
Tabela 11- Análise de Variância (ANOVA) para Densidade dos compósitos.....	32
Tabela 12- Tabela 12- Teste de Hipótese para fator de comprimento, 1ª fase e 2ª fase.....	33
Tabela 13- Teste de Hipótese para fator, Largura - 1ª fase e 2ª fase.	33
Tabela 14- Teste de Hipótese para fator, Altura - 1ª fase e 2ª fase..	34
Tabela 15- Teste de Hipótese para fator, Absorção de água - 1ª fase e 2ª fase.....	34
Tabela 16- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Tração de compósito, sem agente de acoplamento (1ª fase).	35
Tabela 17- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Tração de compósito, com agente de acoplamento (2ª fase).	37
Tabela 18-Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Flexão Estática de compósito, sem agente de acoplamento (1ª fase).	39
Tabela 19-Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Flexão Estática de compósito, com agente de acoplamento (2ª fase)	40
Tabela 20- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, com entalhe e sem agente de acoplamento (1ª fase)	42
Tabela 21- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, com entalhe e com agentes de acoplamento (2ª fase)	43
Tabela 22- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, sem entalhe e sem agente de acoplamento (1ª fase)	45

Tabela 23- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, sem entalhe e com agente de acoplamento (2ª fase)	46
--	----

RESUMO

Durante o processo de fabricação de paletes de madeira, em uma empresa situada em Limeira-SP, gera-se um volume de resíduo de *Pinus* sp de aproximadamente 100 toneladas por dia, que atualmente são destinados para queima em indústrias contribuindo para o aquecimento global. O objetivo desta pesquisa foi avaliar as propriedades de um composto de partículas de *Pinus* sp e de uma matriz de termoplástico de polipropileno (PP). Paralelamente, também se estudou o efeito da composição e do tamanho de partículas de resíduos de *Pinus* sp nas propriedades de compósitos de polipropileno. Na primeira fase, os compósitos foram processados em uma extrusora de dupla rosca, contendo de 20 a 40% de partícula de madeira e três tamanhos de partículas: 1,2 mm, 0,42 mm e 0,15 mm. Os corpos-de-prova foram injetados de acordo com ASTM e submetidos a ensaios mecânicos de tração, flexão estática e impacto (com e sem entalhe). Os resultados foram submetidos à análise estatística, com o auxílio do software Statgraphics 4.1. No geral, o compósito com a partícula de *Pinus* sp de 0,15mm foi que apresentou melhor resultado nos ensaios de tração e impacto. Para o ensaio de flexão estática, o compósito à base de *Pinus* sp com 1,2 mm apresentou o resultado mais adequado. Na segunda fase, o compósito com tamanho de partícula de 0,15 mm foi selecionado e foi novamente processado com as três relações polímero: resíduo adotando-se, no entanto, dois tipos de agente de acoplamento, a saber: polipropileno grafitizado com anidrido maleico (MAPP) e um organosilano, numa razão de 2% em relação à massa de polipropileno, buscando avaliar o desempenho de cada um nas características do compósito, quando submetidos aos ensaios de tração, flexão estática e impacto (com e sem entalhe). Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística com o auxílio de um software buscando-se sua validação, de forma a permitir a escolha da melhor combinação entre os materiais. De forma complementar, avaliou-se o efeito dos tratamentos de superfície aplicados às partículas de *Pinus* sp, na estabilidade dimensional do compósitos, quando imerso em água. Paralelamente, também se buscou avaliar a modificação na superfície das partículas, por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde se observou a formação de pontos de ancoragem insuficientes na superfície das partículas de *Pinus* sp quando se utilizou agentes de acoplamento.

Palavras chaves: compósitos, *Pinus*, polímeros, WPC, polipropileno, agente de acoplamento.

ABSTRACT

Wood pallets manufacture process at a company at Campinas region generate 100 tons per day of woodflour (*Pinus sp*), which are currently used for burning in industries of the region contributing to the global warming. The aim of this research was evaluated the effect of formulation and size woodflour (*Pinus sp*) in properties of polypropylene composite. It was investigated the effect of the wood particle size and polymer: particle ratio in the properties of polypropylene composite. In the first phase, the composite was processed in a twin-screw extruder, containing 20- 40% of wood particles and three particle sizes: 1.2, 0.42 and 0.15 mm. Specimens were molded according to ASTM Standards and submitted to the mechanical tests (tensile, flexural and impact). The results were compared by statistics analysis, with Statgraphics 4.1 software. In general, best results were obtained with composite with size *Pinus sp* of 0.15mm in the tensile and impact test. To flexural, best results were obtained with composite with size of 1.2mm. In second phase, the composite with particle 0.15mm was processed again with 20- 40wt% and coupling agent, maleic anhydride modified polypropylene (MAPP) and organosilane, added in ratio of 2% of total weight of PP by assessing the performance between them when submitted a tensile, flexural and impact test (notch and unnotcht). The results were compared by statistics analysis, with a software, to validate best combination of materials. The effect of the surface treatments applied to the *Pinus sp* particle on the dimensional stability of composites when immersed in water. In parallel, also sought to evaluate the change in particle surface, by scanning electron microscopy (SEM), where he observed the formation of insufficient crosslink on the surface of the particles of *Pinus sp* when using coupling agents.

Keywords: composite; *Pinus*; polymer; WPC; polypropylene; coupling agent.

1 - INTRODUÇÃO

O uso das fibras naturais como reforço em termoplásticos tem crescido nos últimos anos, podendo tal fato relacionar-se com conceito de “Desenvolvimento Sustentável”. Este movimento global ganha intensidade, refletindo uma tendência irreversível para as próximas décadas. Segundo Srebrenkoska et al. (2008), a regulamentação de novas leis e o surgimento de novas normas forçam as indústrias a buscarem materiais que agredam menos ao meio ambiente. Diversos setores da sociedade passam então a ter uma nova postura, contribuindo de forma agrupada, ao invés de ocorrerem iniciativas individuais sem a obtenção de efeitos significativos. Podem ser citados dois exemplos, como a indústria automobilística e a da construção civil.

O setor automotivo foi o pioneiro na utilização de fibras naturais em compósitos para fabricação de peças que reduzem o peso dos veículos (em torno de 40% se comparado à compósitos com fibras de vidro). O consumo de energia tornou-se menor no desenvolvimento, preparo e fabricação de compósitos com fibras naturais em relação à fibra de vidro (LEÃO et al., 2009).

Outro exemplo em escala mundial é o setor da construção civil, que tem buscado desenvolver o projeto, a edificação e a manutenção da mesma passando por fornecedores de produtos e de serviços sustentáveis. Green Building ou construções verdes são edificações nas quais foram aplicadas medidas construtivas e procedimentos de um sistema denominado LEED (Leadership in Energy and Environmental Design), que busca o aumento de eficiência no uso de recursos, com foco na redução dos impactos sócio-ambientais. Isto é feito por meio de um processo que abrange o ciclo de vida completo das edificações, sendo supervisionado por um órgão certificador USGBC (U.S. Green Building Council), uma organização não governamental reconhecida internacionalmente, que mantém filiais em diversos países, inclusive no Brasil. Com o monitoramento das edificações existentes conclui-se que se torna possível economizar 30% de energia, 30 a 50% de água, 50 a 90% de descarte de resíduos e 35% de emissões de carbono durante a vida útil do empreendimento (EMPRESA CUSHMAN & WAKEFIELD, 2008). Este último requisito é a porta de entrada para o desenvolvimento e uso de compósitos com fibras naturais nas construções verdes. A indústria de construção civil e automobilística são

as maiores consumidoras destes tipos de materiais, sendo o **Wood-Polymer-Composites** (WPC) o mais empregado dentre os compósitos existentes.

A utilização de resíduos de fibras naturais na obtenção de novos materiais é uma das estratégias para efetuar o controle e a minimização dos problemas ambientais causados pelo descarte, lançamento em aterros, ou devido à queima indiscriminada, podendo viabilizar a fabricação de materiais de baixo custo, permitindo ainda a substituição parcial ou total da matéria-prima convencional. A reciclagem é um ponto fundamental no processo, pois o conceito abrange diversos aspectos técnicos, econômicos e sociais da relação homem-meio ambiente. Entender a importância da reciclagem é o primeiro passo, mas saber praticá-la é o desafio maior. Ao contrário do que se pode imaginar, a relação custo/benefício de um projeto de reciclagem, desde que o mesmo seja, bem gerenciado, pode apresentar resultados positivos surpreendentes.

No Brasil, a principal motivação para este estudo é a abundância dos resíduos plásticos e agroindustriais (como o pó-de-serra, por exemplo). Aspectos ambientais podem ser um motivo interessante para o uso de resíduos vegetais em vez das cargas minerais ou inorgânicas. Tais compósitos oferecem vantagens em relação àqueles com cargas minerais, tais como: baixo peso específico, não são abrasivos, são originários de matéria-prima renovável, apresentam um caráter biodegradável, propriedades estéticas adequadas, além do baixo custo (LA MANTIA e MORREALE, 2008; NOURBAKHSH et al., 2008).

O nascimento da indústria de WPC envolveu as necessidades advindas de duas indústrias distintas, a de plásticos e a de produtos florestais, ambas em busca de produtos destinados à construção civil. No entanto, a madeira e outras fibras naturais não foram bem aceitas no início, já que o mercado utilizava como carga o talco, fibra de vidro, carbonato de cálcio, etc. Nos EUA, com o desenvolvimento de equipamentos e tecnologias, começaram a surgir produtos como batentes de portas e janelas, decks e mesas nos quais se conseguiu incorporar 50% de farinha de madeira em uma matriz de polietileno. Estes exemplos ajudaram a mudar o cenário nas últimas décadas (CLEMONS, 2002).

Neste trabalho estudou-se um resíduo de madeira de uma empresa fabricante de paletes situada em Limeira, que gera um volume de resíduo de *Pinus* sp de aproximadamente 100 toneladas por dia, que atualmente são destinados a outras empresas onde servem como combustível para queima.

2 - OBJETIVO

O objetivo deste projeto de pesquisa foi o de avaliar os efeitos da composição e tamanho de partículas de resíduos de *Pinus* sp nas propriedades de compósitos de polipropileno.

2.1 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterização das propriedades físicas do resíduo de *Pinus*-sp
- Tratamento das matérias primas como, secagem das fibras de madeira a 80°C por 24 horas a fim de diminuir a interferência da umidade residual da fibra.
- Caracterização das propriedades físico-mecânica do compósito sem agente de acoplamento.
- Caracterização das propriedades físico-mecânica do compósito com agente de acoplamento.
- Utilizar técnicas: microscopia eletrônica de varredura (MEV), resistência à tração, resistência à flexão, resistência ao impacto para avaliação dos compósitos.

3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 - Generalidades sobre *Pinus* sp

A madeira é constituída predominantemente por uma estrutura lignocelulósica, com algumas substâncias infiltradas (extrativos) nesta estrutura. Podem ser classificadas em *softwoods*, madeiras moles provenientes de árvores coníferas ou Gimnospermas e *hardwoods*, madeiras duras provenientes de árvores folhosas ou Angiospermas latifoliadas. As *softwoods* contêm em torno de 70 a 75% de holocelulose (celulose mais hemicelulose) e 25 a 30% de lignina. As *hardwoods* contêm em torno de 75 a 82% de holocelulose e de 18 a 25% de lignina (CAMARGO, 2006). A quantidade de extrativos presentes em ambas as classes de madeira pode variar de menos 1% a mais de 10%.

A madeira apresenta uma elevada porosidade, em função da sua estrutura, que é formada por vários vasos (no caso das Angiospermas) ou por traqueídes (no caso das Gimnospermas), que se interconectam para efetuar o transporte de água e de outras substâncias ao longo da árvore (STOLF e LAHR, 2004).

O setor florestal brasileiro é responsável por significativa participação na economia brasileira, tendo contribuído, em 2005 com 3% no PIB, gerando um milhão de empregos diretos e indiretos, envolvendo mais de 600 municípios e apresentando um forte apelo social como uma atividade ambientalmente adequada para a conservação dos solos, dos animais e da água (DOSSA, 2005). No Brasil, a área total com florestas plantadas em 2006, totalizou 5,74 milhões hectares, sendo 3,55 milhões de hectares com eucalipto; 1,82 milhão hectares com *Pinus* e 370,5 mil hectares de outras espécies, apresentando um crescimento de pouco mais de 175 mil hectares em relação ao ano de 2005 (5,56 milhões ha). Minas Gerais apresenta a maior em área de floresta plantada do país, ocupando 1,23 milhões hectares, seguido por São Paulo com 963,3 mil hectares, correspondendo a 21,5% e 16,8% respectivamente da área plantada existente no Brasil (Sociedade Brasileira de Silvicultura-SBS, 2007).

Dentre os gêneros exóticos cultivados no Brasil, destacam-se do *Eucalyptus* e os *Pinus*. As espécies de *Pinus* que se destacaram, inicialmente, na silvicultura brasileira, foram *P. elliottii* e *P.taeda*, introduzidas dos Estados Unidos, sendo as florestas plantadas nas regiões Sul e Sudeste. A partir de 1960, iniciaram-se as experimentações com espécies tropicais, como *P. caribaea*, *P.oocarpa*, *P. tecunumanii*, *P. maximinoi* e *P. patula*

possibilitando a expansão da cultura de Pinus em todo o território nacional, utilizando-se, à medida do possível, a espécie que fosse mais adequada para cada região ecológica (SHIMIZU, 2005).

O Pinus, dado o seu rápido crescimento e à boa qualidade da madeira, é muito utilizado em vários segmentos industriais, gerando uma diversidade de produtos. Em 1999, o plantio de Pinus abrangia uma área estimada em 1,94 milhões de hectares, concentrados nos estados do Paraná (33,9%), Santa Catarina (17,3%), Bahia (13,0%) e São Paulo (11,0%) (DOSSA, 2005). O segmento industrial de papel e celulose passou a utilizar, de forma mais intensiva, sementes provenientes de povoamentos melhorados, obtendo, assim, ganhos de produtividade. Atualmente, a produtividade dos povoamentos de Pinus varia de 25 a 35 m³/ha.ano, dependendo do tipo de solo e do manejo aplicado. A produção florestal com Pinus está bem desenvolvida no sul do Brasil, onde existe uma área estimada em 1,8 milhões de hectares. O valor bruto de produção florestal foi da ordem de US\$ 38 bilhões no ano de 2006. As exportações, estimadas em US\$ 9 bilhões, dos quais US\$ 6,1 bilhões devem-se aos produtos originados de florestas plantadas, cresceram em média 12% em relação a 2006 (DOSSA, 2005).

No entanto, os diferentes segmentos que compõem o setor de base florestal apresentaram desempenhos diferenciados. O segmento de celulose e papel cresceu tanto em produção (8,5% celulose e 3,1% papel), como em exportações (14%). Foram produzidas 11,8 milhões de toneladas de celulose e 9 milhões de toneladas de papel; as exportações totalizaram US\$ 4,6 bilhões. No caso de painéis reconstituídos houve um aumento de oferta física devido ao crescimento da produção. As vendas de painéis cresceram 12% em 2007. Os produtos de maior valor agregado experimentaram crescimento na produção, no consumo interno e na exportação. Foram exportados US\$ 1,4 bilhão em 2007 (25% a mais do que em 2006), com ênfase para os pisos de madeira, responsáveis por 58% do valor dessas exportações. A madeira serrada e os compensados enfrentaram os problemas de câmbio, juros ainda elevados, a crise imobiliária nos EUA e a crise no suprimento de matéria-prima, tanto de madeira tropical, devido ao “congelamento” dos planos de manejo, como de oferta de madeira de maior diâmetro das florestas de Pinus. A produção total de compensados (2,8 milhões de m³) caiu 8% em relação a 2006. As exportações caíram 23% em termos de volume e 22% em termos de valor, quando comparadas a 2006. As estimativas de produção de serrados em 2007 apontaram para um volume de 24,4 milhões m³ (dos quais 40% de Pinus), o que representa acréscimo de 3% em relação à 2006 (Sociedade Brasileira de Silvicultura -SBS, 2007).

3.2 - Resíduo de *Pinus* sp

O resíduo de *Pinus* sp estudado origina-se da indústria de paletes de madeira. No Brasil, foram produzidos 700.000 paletes homologados, no ano de 2006. No ano de 2000, esse número já foi maior, sendo produzidos 2.100.000 de unidades. Acredita-se que a queda de produção esteja sub-estimada devido à proliferação de empresas que comercializam paletes irregulares (ABRAPAL, 2007).

Os resíduos de *Pinus* sp gerados durante o processo de fabricação de paletes podem ser obtidos de diversas formas. Na serraria, o resíduo predominante é na forma de cascas, de lascas maiores devido ao corte das árvores e à transformação delas em tábuas de diversos tamanhos. Estes resíduos são coletados nos diferentes setores da serraria, sendo armazenados em containeres específicos.

No processo de acabamento ocorre a geração da fração mais fina proveniente da uniformização das tábuas e do acabamento final do pallet. A empresa ainda oferece um serviço de reposição de paletes quebrados e inutilizados por paletes novos aos clientes, o que também acaba gerando o resíduo do lixamento superficial e lateral dos paletes que são reciclados. Este resíduo é predominantemente constituído de pó-de-serra, sendo aspirado pelo sistema de exaustão e armazenado em um silo. Na Figura 1 e 2 apresenta-se o resíduo de pó-de-serra de *Pinus* sp e de um tipo de pallet de *Pinus* já reciclado.



Figura 1. Resíduo de *Pinus* sp.



Figura 2. Pallet de *Pinus* sp.

3.3 - Matrizes poliméricas

A principal função da matriz polimérica é a de dispersar ou de aglomerar a fase reforçante e, quando submetida a uma tensão mecânica, deve deformar-se o necessário a fim de distribuir e transferir as tensões para o componente de reforço.

Os polímeros utilizados são classificados como termoplásticos (plásticos), termofixos, borrachas e fibras. “Os polímeros são macromoléculas caracterizadas por seu tamanho, sua estrutura química e pelas interações intra e intermoleculares. Apresentam unidades químicas que são unidas por ligações covalentes, que se repetem ao longo da cadeia. Eles podem ser naturais, como a seda, a celulose, as fibras de algodão, dentre outros, ou podem ser sintéticos, como os termoplásticos: polipropileno (PP), o poli(tereftalato de etileno) (PET), o polietileno (PE), o poli(cloreto de vinila) (PVC), etc” (SPINACÉ e DE PAOLI, 2005). O termo plástico vem do grego, *plastikus*, que significa material *adequado à moldagem*. Os termoplásticos são materiais que, embora sólidos à temperatura ambiente, em seu estado final, quando aquecidos acima da temperatura de “amolecimento”, tornam-se fluidos e passíveis de serem moldados por ação isolada ou conjunta de calor e pressão.

A fabricação de compósitos com resinas termoplásticas (polipropileno, poliéster e PET) é mais fácil, pois durante o processo de incorporação, não é necessário realizar-se um processo de cura. Para endurecer, basta que o produto passe do estado fundido ou amolecido para o estado sólido, através do resfriamento. Além disso, as matrizes termoplásticas podem ser recicladas; no entanto, apresentam como desvantagem a baixa estabilidade dimensional (CAMARGO, 2006).

3.3.1 - Polipropileno

O polipropileno deve ser visto atualmente como um conjunto de três tipos: homopolímero, copolímero alternado e o copolímero estatístico (ou randômico). Cada um desses polímeros tem aplicações específicas. Esses polímeros podem ser modificados e adaptados às utilizações específicas através das técnicas de formulação ou de compostagem.

O copolímero de polipropileno se obtém através da adição de eteno ao propeno. O produto é um pouco mais resistente ao impacto do que o homopolímero, e apresenta uma melhoria acentuada na transparência.

O copolímero alternado é fabricado em duas etapas na polimerização. O homopolímero, produzido na primeira etapa, é, em seguida, copolimerizado com o eteno. A proporção do eteno é bem mais elevada do que na produção do copolímero estatístico. A parte copolimerizada se torna emborrachada, o que permite melhorar a absorção da energia no impacto.

O polipropileno também pode estar “orientado” para produção de um filme bi-orientado, denominado BOPP utilizados na fabricação de fitas adesivas, embalagens para alimentos e cigarros, etc. A bi-orientação melhora as propriedades ópticas do material e aumenta sua resistência à ruptura.

O polipropileno é um termoplástico commodity, sendo utilizado nos mais diversos processos e empregado em muitos produtos devido à sua facilidade de processamento, boas propriedades mecânicas, à alta resistência química, à baixa densidade e ao baixo custo (REZENDE, 2004).

Com capacidade instalada de mais de 5 milhões de toneladas por ano, o Brasil se coloca como maior fabricante de resinas plásticas da América do Sul e o oitavo do mundo. Em 2008, foram produzidos 4,8 milhões de toneladas de resinas termoplásticas, porém que representou uma redução de 8,61% em relação ao ano de 2007. Esta redução pode ser explicada pelas paradas técnicas ocorridas nas centrais petroquímicas e ao baixo desempenho a partir de outubro por conta da crise global. Deste total produzido em 2008, 1,26 milhões foram destinados à produção de polipropileno. O potencial de consumo do mercado brasileiro induz a grandes investimentos e à expansão da indústria petroquímica (ABIPLAST, 2008).

3.3.2 - Compósito e Wood Plastic Composite (WPC)

Compósito é definido como sendo uma mistura heterogênea de dois ou mais componentes ligados entre si. As fases podem não serem visíveis a olho nu, e por isso o compósito pode ser considerado como um material homogêneo, com propriedades mecânicas e físicas superiores àquelas de cada componente individual. Um compósito é formado por uma parte estrutural ou reforço e outra fase denominada matriz (PAIVA e MORALES, 2005).

O primeiro compósito comercial foi o Bakelite, constituído por uma resina Fenol-formaldeído e farinha de madeira. Seu primeiro uso foi reportado pela empresa Rolls Royce em 1916. Em 1973, a empresa Sonnesson Plast AB Company comercializou o

wood-PVC composite denominado” Sonwood (University of Massachusetts, 2000; RANGAPRASAD, 2003).

Em 1983, a American Woodstock começou a produzir partes internas de automóveis com 50% de farinha de madeira em processos de termoformagem. A Strandex Corporation patenteou uma tecnologia em extrudado com compósito de alto percentual de fibra de madeira (CLEMONS, 2002). A Figura 3 mostra a evolução dos compósitos com surgimentos de produtos para construção civil, tais como, elementos estruturais para pontes, decks e fundações (WOLCOTT et al., 2005).

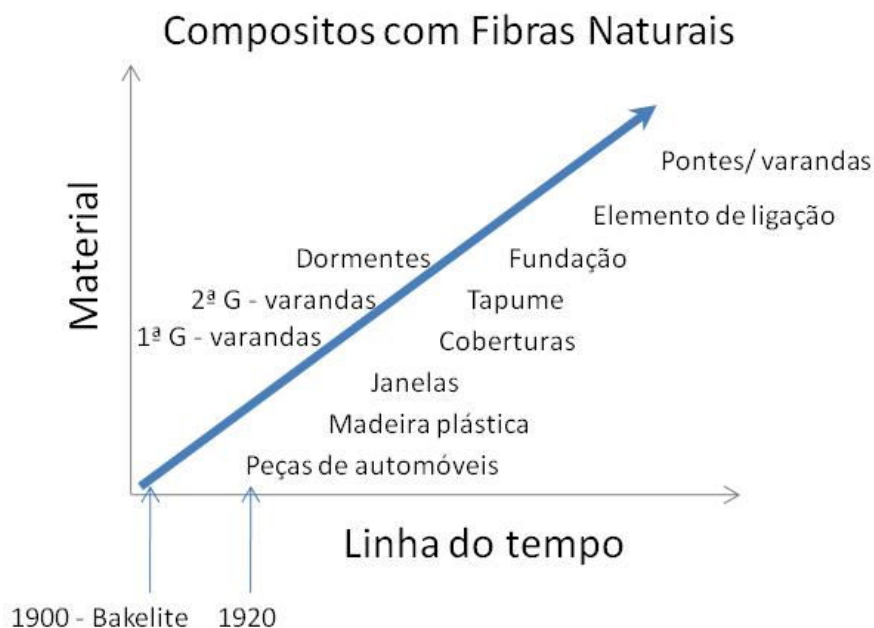


Figura 3. Evolução dos compósitos.

Fonte: WOLCOTT et al, (2005)

Compósitos termoplásticos com resíduo de pó-de-serra (WPC) apresentam algumas vantagens em relação às cargas convencionais de origem mineral. São mais leves, quando comparados às fibras de vidro, com densidade de $2,5 \text{ g/cm}^3$, e ao CaCO_3 ou talco, com densidade de $2,8 \text{ g/cm}^3$. Além disso, são menos abrasivos, são biodegradáveis, e originam-se de fonte renovável; apresentam baixo custo, menor expansão térmica em relação à madeira e não desgastam tanto os equipamentos utilizados em seu processamento (CAMARGO, 2006, SATO, 2008).

Os WPC absorvem menos umidade em relação à madeira natural e apresentam maior resistência ao ataque de fungos, tendo maior estabilidade dimensional quando expostos à umidade. Para compósitos com elevado teor de partículas de madeira alguns fabricantes incorporam aditivos, como o borato de zinco, visando melhorar a resistência ao ataque de fungos (CLEMONS, 2002).

De acordo com a pesquisa realizada pela Braskem, o mercado mundial de compósito com madeira supera um milhão de toneladas por ano, e 85% dele encontra-se na América do Norte. O compósito com PVC e madeira responde por 20% desse total.

Em 2008, o segmento de compósito no Brasil movimentou em torno de R\$2,2 bilhões, tendo sido produzidas 184 mil toneladas. O setor de transporte (automotivo, aéreo, marítimo, ferroviário) liderou a aplicação com 30%, seguido pela construção civil com 26% (PLASTICO MODERNO, 2009).

Quando se trabalha com compósitos, certos aspectos devem ser observados, tais como a impossibilidade de efetuar o processamento de polímeros carregados com reforços lignocelulósicos em temperaturas demasiadamente elevadas, como por exemplo, acima de 200 °C, por longos períodos, devido à susceptibilidade de a carga lignocelulósica sofrer degradação térmica. Esta limitação define os tipos de termoplásticos que podem ser utilizados, tais como, o PVC, os polietilenos (PE), o polipropileno (PP) e o poliestireno (PS), dentre outros, e podem ser processáveis em temperaturas compatíveis com os limites impostos pelo reforço lignocelulósico. Entretanto, não se pode ignorar que estes quatro termoplásticos correspondem a mais de 70% de todo o plástico consumido anualmente no mundo e, conseqüentemente, o uso de reforços lignocelulósicos nestes polímeros supera em muito qualquer possibilidade de uso em outros plásticos mais nobres (RODOLFO e JOHN, 2006).

Outros aspectos a serem observados são: o teor de umidade e o tamanho de partícula, que devem ser controlado a fim de se evitar problemas como descontinuidades, manchas e bolhas que surgiriam inevitavelmente nas peças (CAMARGO, 2006).

Pesquisas efetuadas sobre a influência dos fillers nas propriedades físico-mecânicas dos compósitos de farinha de madeira, indicam que a resistência ao impacto diminui independentemente do tamanho de partícula (ICHAZO et al., 2001).

NAJAFI et al. (2007) verificaram que, a absorção de água no compositos com PP e 50% de fibra de madeira foram geralmente superior em relação aos compósitos nos quais se utilizou o polietileno.

3.3.3 - Agente de acoplamento

A utilização de agentes de acoplamento tem sido estudada por diversos autores, já que a superfície da celulose (fibras naturais) é rica em OH, altamente hidrofílico, e requer a compatibilização com termoplásticos poliolefinicos apolares devido à falta de afinidade entre ambos. Pode-se conseguir essa afinidade através da adsorção e da ligação química, com a utilização de agentes de acoplamentos, ou com a modificação superficial das cargas de reforço, promovendo então uma união química entre as fases (CORREA et al., 2003). O polipropileno grafitizado com anidrido maleico (MAPP), o polietileno grafitizado com anidrido maleico (MAPE). O anidrido maleico possui cadeias suficientemente longas de alta massa molecular que permitem a formação de emaranhamentos moleculares com a matriz polimérica na interface através de ancoramento mecânico. Outro grupo, a família dos silanos, é um dos principais e mais eficazes agente de acoplamento. Tais compostos apresentam parte orgânica, a qual interage com a matriz polimérica unindo-se fortemente a ela e à parte inorgânica, que se liga às cargas proporcionando um perfeito acoplamento polímero/carga. Excelentes resultados do uso de silanos como agentes de acoplamento são conseguidos principalmente quando cargas, com características superficiais reativas, são usadas; tais como, sílicas, fibras de vidro, mica em pó, etc. Também, bons resultados, porém inferiores são obtidos quando os silanos são empregados em compostos contendo cargas de menor atividade superficial, tais como, carbonato de cálcio, talco, caulim, alumina hidratada, negro de fumo, etc (SATO, 2008).

A utilização de 1% de silano, em relação ao peso total de fibras, como agente de acoplamento, aumenta a adesão, a dispersão das partículas e diminui a absorção de água pelo compósito. Já com a utilização de 3,45% de MAPP, em relação ao peso total de PP, observa-se o aumento das propriedades de tração dos compósitos (ICHAZO et al., 2001).

Suarez et al. (2005), em seu estudo sobre compósito com HDPE reciclado e resíduos de piaçava, utilizaram uma proporção de 1/3 (silano/ fibra), como agente de acoplamento no tratamento das fibras, tendo verificado se ocorria melhora do desempenho mecânico (resistência à flexão e à tração) em relação ao compósito com fibra não tratada. O melhor desempenho mecânico do compósito com fibra tratada foi associado ao aumento da adesão fibra-matriz de HDPE reciclado.

Yuan et al. (2008) utilizaram 3% de MAPP ou MAPE; como agentes de acoplamento, e constataram que, a resistência ao impacto foi 60% superior em relação ao compósito com fibras sem compatibilizante.

Kim et al. (2008) também utilizaram 5% de MAPP como agente de acoplamento na comparação entre compósitos com fibras de algodão e com farinha de madeira, e constataram a melhoria na interação entre as fibras naturais e o PP. A resistência à tração diminuiu com o aumento do teor de farinha de madeira, mas para fibras de algodão, a resistência aumentou com a adição entre 20 a 30% em peso de PP. Na Figura 4, apresenta-se esquematicamente, como se realiza a interação entre a superfície celulósica e o MAPP.

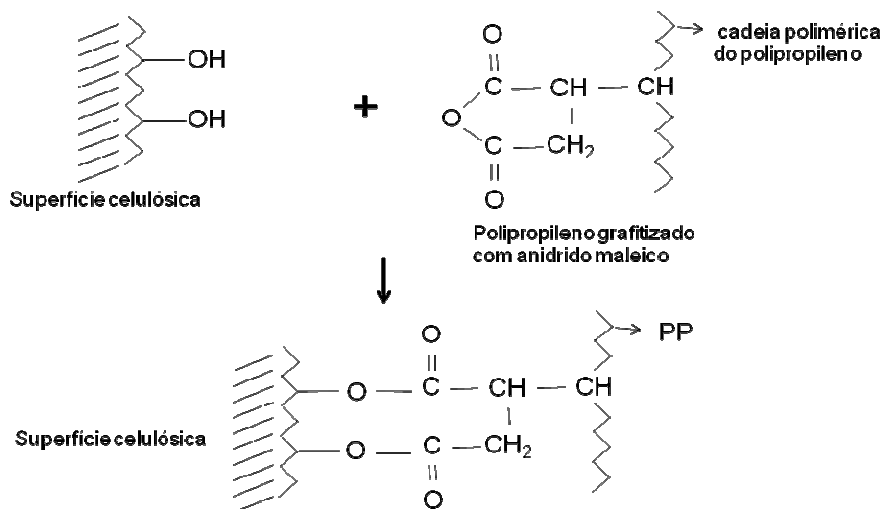


Figura 4. Esquema da possível reação entre a interface da celulose e polipropileno grafítico com anidrido maleico

Fonte: Sato. (2008)

Stolf e Lahr (2004) utilizaram 20,53 mL de monômero (estireno, metil metacrilato) e 255g de catalisador (peróxido de benzoíla) para formar radicais livres nas fibras de *Pinus caribaea*, tendo obtido um aumento das propriedades físicas e mecânicas.

Hristov et al. (2004) variaram a quantidade de madeira de 10 a 30% em uma matriz de PP, utilizando MAPP, como agente de acoplamento e verificaram que a resistência ao impacto foi superior em relação aos compósitos sem agente de acoplamento.

3.3.4 - Processamento: Equipamentos

Com o desenvolvimento das tecnologias de equipamento e de aditivos, novos processos estão surgindo. Os materiais podem ser fundidos com aditivos, cargas e fibras de forma direta em moldes, como no processo de termoformagem, rotomoldagem, laminação ou por intrusão. A extrusão é o processo mais utilizado para fabricação dos WPC; o material é misturado antes de passar pela extrusora para formar os peletes. Dependendo da

aplicação, existe o processo que utiliza extrusora de uma rosca, mas também existem processos que utilizam extrusoras de dupla-rosca com zonas de desgaseificação podendo estar em linha com outra extrusora. Há também a possibilidade de se fazer a co-extrusão, onde a camada superficial de acabamento, com a textura e cores, é simultaneamente extrudada com a camada de enchimento. Este processo também possibilita utilizar aditivos e pigmentos somente na camada superficial e pode combinar diferentes tipos de compósitos nas camadas, diminuindo os custos de fabricação (LEGAULT, 2009). Outro processo que também tem sido muito utilizado é a injeção, mas sua produtividade é inferior em relação ao processo de extrusão.

De modo geral, a elevada capacidade de absorção de umidade do reforço lignocelulósico também traz dificuldades no processamento do compósito, tornando necessária a secagem prévia do reforço lignocelulósico, além de necessitar de uma série de cuidados para a manutenção dos baixos teores de umidade. O máximo teor de umidade admissível em uma farinha de madeira para processamento em matrizes poliméricas é de difícil definição e tal valor é pouco divulgado pelos detentores das principais tecnologias de processamento, tais como as empresas Cincinnati Extrusion, Bausano Group, Kraus Maffei, Davis-Standard e Krupp, Werner & Pfleiderer (RODOLFO e JOHN, 2006).

Outro fator importante é a baixa temperatura necessária para degradação da celulose, que situa-se na faixa de 200-220 °C, sendo um fator limitante ao processo, exceto se o tempo de residência for muito limitado para que não permita ocorrer a liberação de voláteis, descoloração e enfraquecimento do compósito.

Ocorre atualmente uma grande discussão entre os principais fabricantes de equipamentos sobre qual seria a melhor configuração a ser adotada na fabricação de WPC, podendo ser classificada em quatro categorias:

- Madeira pré-secada/ mistura pré-homogeneizada (*Pre-dry; Pre-mix*): O processo consiste em submeter a fibra de madeira a uma pré-secagem com o teor de umidade seja inferior a 1% e, posteriormente, alimentá-la em uma extrusora de rosca-dupla contra-rotacional, juntamente com o polímero, normalmente na forma de pó. A mistura de polímero, madeira e aditivos é homogeneizada em misturadores intensivos do tipo Henschel, antes de serem alimentados na extrusora. Esse sistema é muito utilizado para processamento de termoplásticos com baixa estabilidade térmica, como é o caso do PVC.

- Madeira pré-secada: a alimentação polímero-madeira é feita separadamente (*Pre-dry/ Split Feed*). O processo consiste em alimentar a resina e a fibra em separado, o que permite exercer um melhor controle do tempo de residência da carga celulósica durante o

processamento. São normalmente utilizadas extrusoras de rosca-dupla, de grande capacidade, com portas laterais de alimentação, onde a fibra é misturada ao polímero fundido, passando por zonas de mistura distributiva e possibilitando a desgaseificação da umidade residual.

- Madeira úmida primeiro: A alimentação do polímero fundido (*Wood First/ Melt Feed*). O processo consiste em utilizar duas extrusoras que operam simultaneamente; uma extrusora primária seca a madeira e uma outra menor plastifica o polímero e os aditivos.

- Madeira úmida primeiro: alimentação em separado (*Wood First, Split Feed*). O processo consiste em alimentar a farinha de madeira úmida na zona de alimentação e a mistura de resina e aditivos é introduzida posteriormente no barril através de um alimentador lateral. Todavia, esse processo requer normalmente o uso de equipamentos com barris muito longos e com zonas de desgaseificação próximas à zona de alimentação, para a remoção da umidade da madeira, o que nem sempre se mostra possível. Nos processos nos quais a extrusora é utilizada na secagem da farinha de madeira, podem ocorrer problemas de consistência da massa fundida devido a alterações no teor de umidade. Os custos associados a essa prática ainda tem sido objeto de calorosas discussões entre fabricantes de equipamentos e de processadores. Dessa forma, a alternativa mais segura ainda tem sido a utilização de madeira pré-secada, adquirida junto aos fornecedores de farinha/fibra de madeira (CORREA et al., 2003).

4 - MATERIAIS E MÉTODOS

No presente trabalho, os seguintes materiais foram utilizados na confecção dos corpos-de-prova:

- Resíduo vegetal - resíduo de *Pinus* sp fornecido pela indústria de paletes de madeira situada em Limeira;

- Polipropileno (PP) - Plástico granulado da marca Prolen EP310D - proveniente da empresa Quattor - São Paulo-SP. Características: lote: MS 2886, densidade; 0,903 g/cm³, índice de fluidez: 0,8 g/10 min;

- PP-MAH – polipropileno grafítico com anidrido maleico, tipo: EPOLENE – G3003, proveniente da empresa Eastman Chemical Company. Características: viscosidade Brookfield: 60000 cP, ponto de amolecimento 150 °C;

- Ester de organosilano (Triacrilato de Trimetilopropano) – tipo: Silquest PC 1A, fabricante: Momentive Performance Material. Características: densidade: 0,3 g/cm³, ponto de fusão superior a 100 °C.

4.1 - Preparações das misturas

O desenvolvimento do projeto foi realizado em duas fases, sendo que na primeira, tanto o resíduo de pó-de-serra, previamente classificado, quanto o PP, em forma de “grânulos” ou “peletes”, foram acondicionados numa estufa a 80 °C durante 24 h. Após o período de secagem, as amostras foram coletadas para se determinar o teor de umidade, ainda restante, através do método da estufa, até verificar-se a constância em massa. O cálculo da umidade foi determinado com base na metodologia utilizada para determinação do teor de umidade em cavacos de madeira (NBR 14929), de acordo com a Equação 1.1.

$$Teor_{UMIDADE} = \frac{(Massa_{UMIDA} - Massa_{SECA})}{Massa_{SECA}} \cdot 100(\%)$$

(1.1)

O processo de secagem utilizado não foi eficiente, os corpos-de-prova apresentaram manchas esbranquiçadas em alguns pontos. Os materiais foram pesados nas devidas ou razões, sendo homogeneizados manualmente em um recipiente plástico. A mistura foi alimentada diretamente no funil de alimentação da extrusora, modelo ZKS-25, Werner & Pfleiderer, (Figura 5), com relação comprimento/ diâmetro de 25:1, sendo os materiais fundidos, homogeneizados no canhão e empurrados através das roscas duplas co-rotacionais, formando fios contínuos que foram resfriados num tanque com água em recirculação. A configuração do tipo de rosca esta representada na Figura 6.



Figura 5. Extrusora dupla rosca, modelo ZKS-25, Werner & Pfleiderer

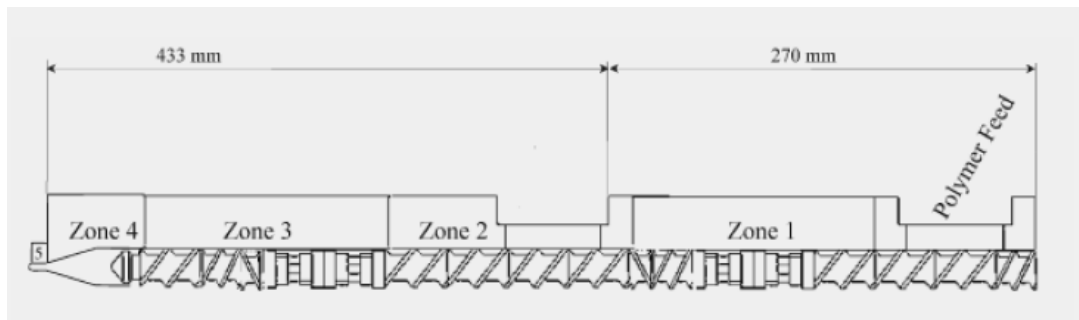


Figura 6. Configuração da extrusora dupla-rosca utilizada nos experimentos.

Os fios contínuos foram puxados e cortados no picador formando “peletes”. Os peletes de compósitos foram colocados numa estufa durante 24 h a 80 °C para secagem, antes de efetuar-se a injeção para confecção dos corpos-de-prova, utilizando-se a injetora modelo Sandretto, 65 micro, (Figura 7). A Tabela 1 relaciona as formulações preparadas na primeira fase da pesquisa, na qual não foram utilizados agentes de acoplamento. Foram utilizadas como parâmetro para fabricação do compósito aqueles relatados por LEÃO et al. (2009).



Figura 7. Injetora – modelo Sandretto, 65 micro.

Tabela 1- Formulações utilizadas na primeira fase da pesquisa.

Amostra PP/ Pinus	Tamanho de partículas (mm)		
	1,2	0,42	0,15
60/40	T1	T2	T3
70/30	T4	T5	T6
80/20	T7	T8	T9

Na segunda fase, o procedimento adotado foi o mesmo, porém só acrescentando-se os agentes de acoplamento, numa proporção de 2% em relação à massa de PP, no momento de efetuar-se a mistura do resíduo de *Pinus* sp e com o polímero. A Tabela 2 relaciona as formulações preparadas na segunda fase da pesquisa com o emprego de agentes de acoplamento. Os dados de processo de extrusão e injeção de estão apresentados nas Tabela 3 e Tabela 4.

Tabela 2- Formulações utilizadas na segunda fase.

Amostra PP/ Pinus	Agente de acoplamento							
	Organosilano (2%)				MAPP (2%)			
	Tração	Flexão	Impacto c/ entalhe	Impacto s/ entalhe	Tração	Flexão	Impacto c/ entalhe	Impacto s/ entalhe
60/40	T10	T11	T12	T13	T22	T23	T24	T25
70/30	T14	T15	T16	T17	T26	T27	T28	T29
80/20	T18	T19	T20	T21	T30	T31	T32	T33

Tabela 3- Dados de processo da extrusora.

Vazão(kg/h)	Rotação(RPM)	Torque(%)	Zona 1 (°C)	Zona 2 (°C)	Zona 3 (°C)	Zona 4 (°C)	Zona 5 (°C)
20	250	30 a 45	180	180	180	180	170

Tabela 4- Dados de processo da injetora.

Velocidade (mm/s)	Tempo (s)	Pressão recalque (bar)	Bico injeção (°C)	Zona 2 (°C)	Zona 3 (°C)	Zona 4 (°C)
60	6	600	160	165	170	170

A descrição de cada etapa dos processos é apresentada na Figura 8.

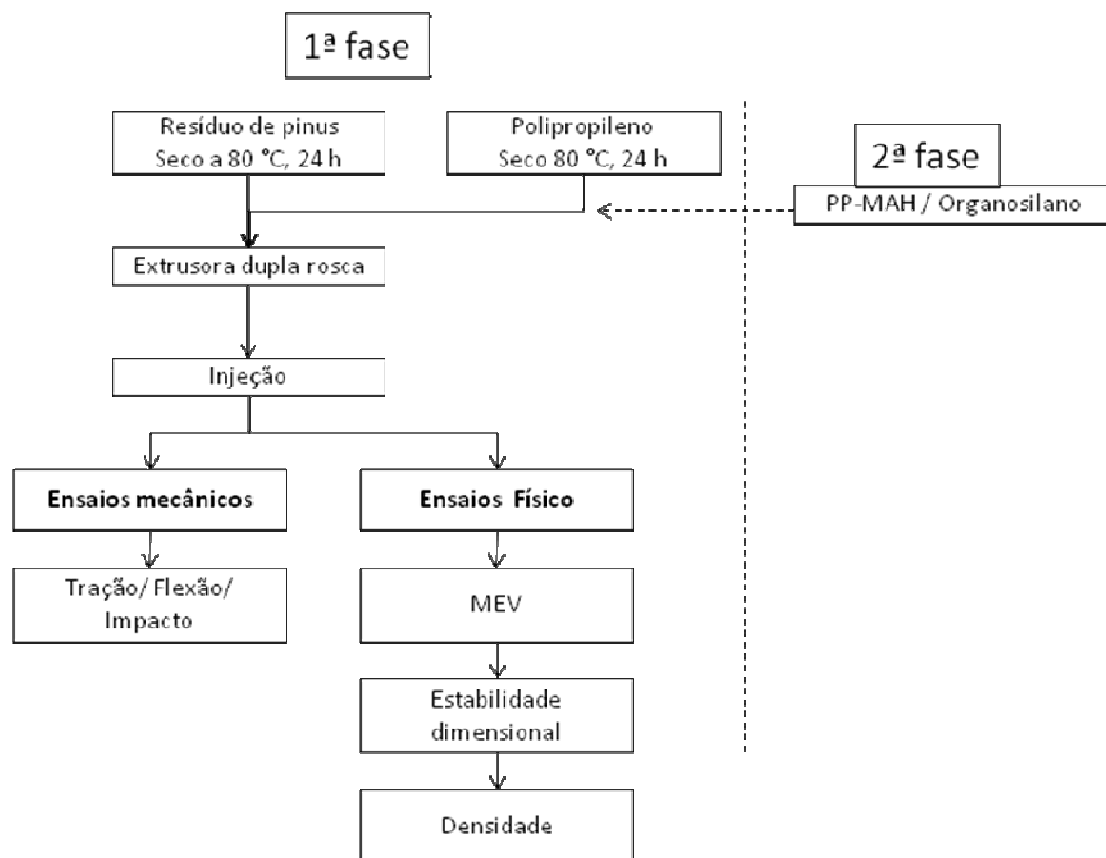


Figura 8- Fluxograma descritivo das etapas dos processos.

4.2 – Ensaios Físicos

4.2.1 – Caracterização do resíduo de *Pinus* sp

Na caracterização do resíduo de *Pinus* sp efetuou-se o peneiramento e a determinação da densidade aparente das partículas.

Para os procedimentos, as amostras foram retirada de vários pontos do silo de armazenamento da empresa fabricante de paletes. O silo recebe o resíduo de todas as etapas de fabricação de paletes, sendo o fluxo direcionado através de um sistema de exaustão.

Primeiramente, o material coletado foi peneirado no laboratório, Figura 9, de acordo com a norma NBR 7211/83, que define as frações granulométricas do agregado mineral miúdo, visto que não existe normalização específica para os agregados de origem

vegetal. Inicialmente, pesou-se 180 g de cada resíduo seco, submetendo-os ao processo de peneiramento, utilizando-se de um agitador mecânico de peneiras durante um período de aproximadamente 5 minutos. Utilizou-se a série normal de peneiras da Associação Brasileira de Normas Técnicas, ABNT, com malhas de aberturas #4,76 mm, #2,38 mm, #1,19 mm, #0,59 mm, #0,297 mm, #0,149 mm e fundo. Após a execução do peneiramento, pesou-se a massa correspondente ao material retido em cada peneira. Tal procedimento foi realizado em três repetições. Após a análise, foram selecionados três tamanhos de partículas para confecção dos compósitos.



Figura 9- Jogo de peneira Quimis.

Foi utilizada uma peneira vibratória de três compartimentos, da Faculdade de Engenharia Agrícola, FEAGRI, Figura 10, operando durante 5 minutos. O resíduo foi classificado em três tamanhos de partículas: # 1,2 mm (16 mesh), # 0,42 mm (40 mesh), # 0,15 mm (100 mesh).



Figura 10. Jogo de peneira Soloteste.

Para determinação da densidade aparente, um recipiente cilíndrico de vidro com volume de 11L foi preenchido pela amostra do resíduo, lançado de uma altura de 10 cm a 12 cm do topo do recipiente, até completar seu volume total. A superfície foi regularizada por meio de uma régua metálica e, em seguida, efetuou-se a pesagem do resíduo contido nesse volume.

4.2.2 - Determinação da densidade real dos compósitos

A densidade real do compósito foi determinada com base na norma da American Society for Testing and Materials, ASTM-D-792-08. Os corpos-de-prova foram pesados antes do ensaio, assim como um “peso” colocado sobre os mesmos para evitar que os corpos-de-prova flutuassem no recipiente e prejudicassem os resultados durante o procedimento. O ensaio foi realizado à temperatura de $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, sendo anotado o volume deslocado pelo corpo-de-prova.

4.2.3 - Estabilidade dimensional e absorção de água

As amostras foram colocadas em uma estufa a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, com circulação de ar, por um período de 24 h, sendo posteriormente imersas em água à temperatura ambiente por 24 h, conforme norma ASTM D570-00. A estabilidade dimensional foi determinada pela variação das medidas das dimensões dos corpos-de-prova antes e após a realização da imersão. Da mesma forma, os corpos-de-prova foram pesados nas mesmas condições para se obter a absorção de água (CARASCHI et al., 2002).

Os resultados foram analisados pelo software Statgraphics 4.1, utilizando-se o “Hypothesis Tests” para avaliar a possível diferença estatística entre os tratamentos distintos.

4.3 - Ensaios Mecânicos

4.3.1 - Ensaio de Tração

Os ensaios de tração das primeira e segunda fases foram realizados em uma máquina universal de ensaios EMIC DL 2000. O ensaio seguiu as recomendações da norma ASTM D 638-01, que especifica um total de cinco corpos-de-prova para cada traço estudado, sendo adotada a velocidade de ensaio de 5 mm/min. Os dados obtidos nos ensaios foram armazenados pelo software Tesc versão 3.01. A Figura 11 demonstra o posicionamento e a fixação do corpo-de-prova, na Figura 12, apresentam-se as dimensões do corpo-de-prova.



Figura 11. Fixação do corpo-de-prova para ensaio tração.

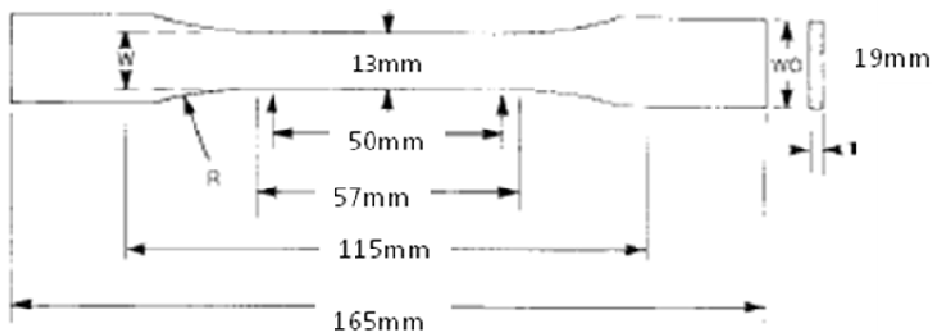


Figura 12. Dimensão do corpo-de-prova para ensaio à tração.

4.3.2 - Ensaio de Flexão Estática

Os ensaios de flexão estática das primeira e segunda fases foram realizados em uma máquina de ensaio universal EMIC DL 2000, pertencente ao laboratório da Faculdade de Ciências Agronômicas da Unesp – Botucatu. O ensaio seguiu as recomendações da norma ASTM D 790-00. Foram testados 5 corpos-de-prova para cada traço estudado, sendo adotada a velocidade de ensaio de 5 mm/min. Na Figura 13, apresenta-se o posicionamento do corpo-de-prova. Os dados obtidos nos ensaios foram armazenados pelo software Tesc versão 3.01, na Figura 14, apresentam-se as dimensões do corpo-de-prova.



Figura 13. Posicionamento do corpo-de-prova para ensaio de flexão estática.

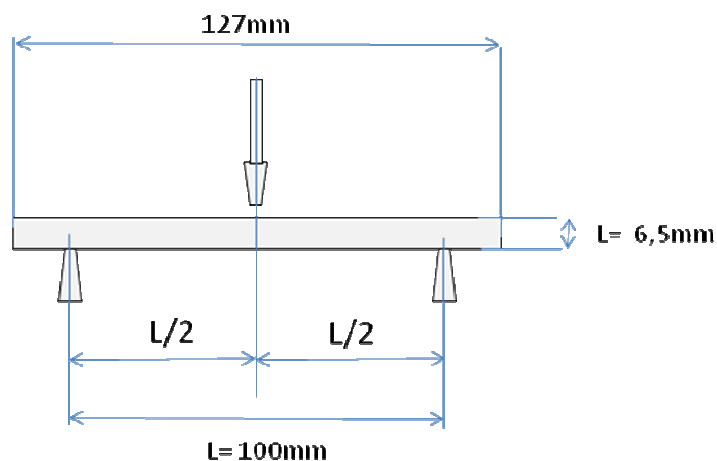


Figura 14. Dimensão do corpo-de-prova.

4.3.3 - Ensaio de Impacto

Os ensaios das primeira e segunda fases foram realizados em uma máquina de ensaio de impacto Tinius Olsen, Figura 16, pertencente ao laboratório da Faculdade de Ciências Agronômicas da Unesp – Botucatu.. Foram testados 5 corpos-de-prova sem entalhe e 5 corpos-de-prova com entalhe para cada traço estudado. O entalhe foi realizado conforme as recomendações da ASTM 256-97. O dispositivo utilizado para efetuar o entalhe dos corpos-de-prova está apresentado na Figura 15, na Figura 16, apresentam-se o dispositivo utilizado para efetuar os entalhes nos corpos-de-prova.



Figura 15. Máquina de ensaio de impacto Tinius Olsen.



Figura 16. Dispositivo para efetuar entalhe dos corpo-de-prova.

As dimensões do corpo-de-prova com entalhe e sem entalhe são representadas nas Figura 17 e 18, respectivamente.

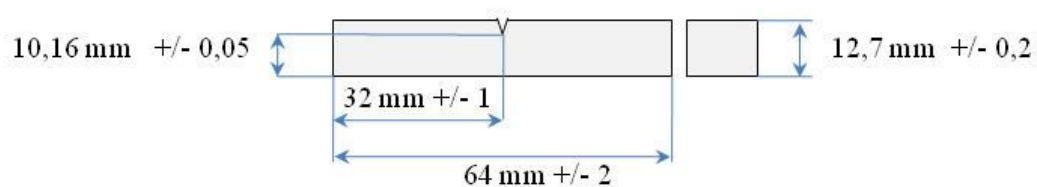


Figura 17. Dimensões do corpo-de-prova com entalhe.

Fonte: ASTM 256-97

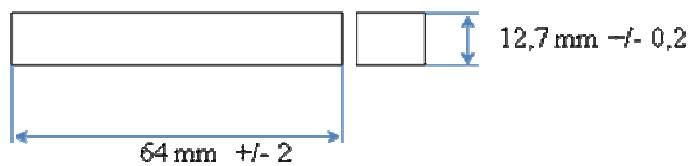


Figura 18. Dimensões do corpo-de-prova sem entalhe.

Fonte: ASTM 256-97

4.3.4 – MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura)

A caracterização morfológica do compósito foi realizada com auxílio da microscopia eletrônica de varredura (MEV). Esta técnica tem como principal aplicação a análise da superfície de uma amostra. Um feixe de elétrons é emitido por um canhão que varre a superfície da amostra; em seguida, os elétrons refletidos são coletados por detectores formando a imagem (PAIVA e MORALES, 2005).

Basicamente, existem dois processos de formação de imagem. No primeiro, denominado “Backscattered electron”, a imagem pode ser formada por elétrons retroespalhados (emitidos da amostra com alta energia). No segundo, que é o procedimento escolhido para análise, a imagem é formada por elétrons secundários (produzidos pelo feixe primário de elétrons e retroespalhados, emitidos da amostra com baixa energia) (DUNLAP e ADASKAVEG, 1997).

Os ensaios de microscopia foram realizados no Laboratório da Faculdade de Engenharia Mecânica- FEM e no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Instituto de Biologia, sendo utilizados os microscópios eletrônico de varredura LV-SEM (*Low Vacuum - Scanning Electron Microscope*), modelo JSM-5800LV.

Os corpos-de-prova originários do ensaio de impacto foram escolhidos para serem analisados em MEV. Inicialmente, foram mergulhados em nitrogênio líquido por aproximadamente 5 minutos. Este processo facilita a fratura do corpo-de-prova, que em condições normais só seria possível com auxílio de uma serra. Mas o procedimento de corte com a serra dificultaria a análise, devido às imperfeições produzidas na superfície da amostra.

O tamanho médio das amostras fraturadas foi de 10 mm. Em seguida, as amostras foram coladas na porta-amostra ou “stub” com um adesivo, em cuja composição continha resina e carbono, tendo a superfície fraturada voltada para cima. Desse modo, o porta-amostra foi colocado num equipamento denominado “Sputter Coater”, modelo SCD-050-Balzers, (Figura 19), para realizar a deposição de um filme fino (ouro) a vácuo sobre a superfície da amostra, (Figura 20), o que a torna condutora permitindo, desse modo, a passagem de corrente elétrica. Os dados do tratamento de superfície estão apresentados na Tabela 5.



Figura 19. Sputter Coater, modelo SCD-050-Balzers.



Figura 20. Deposição do filme fino de ouro.

Tabela 5- Dados do tratamento de superfície da amostra.

Material de metalização:	ouro
Corrente	40 mA
Pressão	0,05 mBar
Temperatura	27 ° C
Tempo de deposição	180 s
Gás	Argônio

As amostras foram submetidas ao microscópio eletrônico de varredura, (Figura 21), adotando-se a tensão de 10kV.



Figura 21. *Scanning Electron Microscope*- modelo JSM-5800LV.

5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos nos ensaios dos compósitos de polipropileno e de resíduo de *Pinus* sp foram analisados estatisticamente. A análise dos resultados obtidos na primeira fase da pesquisa foi efetuada com um auxílio do software Statgraphics 4.1. A ANOVA (Análise de variância) foi aplicada para avaliar a diferença estatística entre os tamanhos de partícula de resíduo de *Pinus* sp e para os três tipos de razão polímero: resíduo, a saber, 60:40, 70:30, 80:20. As médias foram comparadas entre si pelo teste de Tukey ao nível de 99% de probabilidade estatística.

Para os ensaios da segunda fase da pesquisa foi selecionado o tamanho de partícula 0,15 mm (mesh 100) por se mostrar o mais adequado nos ensaios de tração de resistência ao impacto (sem entalhe). Para o fator traço, foram repetidos os três tipos de razão polímero: resíduo T3 (60:40), T6 (70:30), T9 (80:20) , porém com 2% de agentes de acoplamento em relação à massa total de PP.

Nas análises, foram comparados os compósitos T3, T6, T9 (sem agentes de acoplamento) e T10 a T21 (com organosilano) e T22 a T33 (com MAPP), co auxílio do software Statgraphics 4.1 sendo empregada a análise de variância (ANOVA) para avaliar as diferenças estatísticas entre os dois tipos de agente de acoplamento.

5.1 – Ensaios Físicos

5.1.1 – Caracterização do resíduo de *Pinus* sp

Devido à alta capacidade de absorção de umidade do resíduo de *Pinus* sp, o processo de pré-tratamento exigiu cuidados especiais. O teor de umidade encontrado foi de 9%.

A Tabela 6 apresenta a classificação do tamanho de partícula do resíduo de *Pinus* sp na condição seca ao ar. Por não haver uma norma específica, adaptou-se a norma NBR 7211/83. A distribuição de tamanho de partículas indicou que o resíduo de *Pinus* mostra-se similar à areia fina.

Tabela 6 – Classificação do tamanho de partícula do resíduo de *Pinus* sp.

Peneira (mm)	Massa retida (g)		
		%retida	% Acum.
4,76	1,02	0,57	0,57
2,38	0,49	0,27	0,84
1,19	7,21	4,01	4,84
0,59	72,68	40,38	45,22
0,297	57,1	31,72	76,94
0,149	30,6	17,00	93,94
FUNDO	10,9	6,06	100,00
TOTAL	180	100,00	
Módulo de finura			3,22
Diâmetro máximo			1,20 mm

A Tabela 7 apresenta as densidades aparente dos partículas de *Pinus*. Observou-se que quanto menor foi o tamanho das partículas, maior foi a sua densidade, devido ao efeito mais efetivo da acomodação das partículas no recipiente.

Tabela 7- Caracterização do resíduo de *Pinus*.

Tamanho de partículas		Densidade aparente g/cm ³
Mesh 16	(1,20 mm)	0,345
Mesh 40	(0,42 mm)	0,389
Mesh 100	(0,15 mm)	0,430

5.1.2- Determinação da densidade real dos compósitos

Para a primeira fase, segundo a comparação entre os tipos de tamanho de partícula (A), através da ANOVA, o *p*-value foi igual a 0,000, ou seja, inferior a 0,01 (estatisticamente significativo) ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, o tamanho das partículas influenciou nos resultados. Segundo a comparação das composições (B:Traço), o *p*-value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01 (é estatisticamente significativo) ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, a razão adotada interferiu nos resultados de densidade, como mostra a Tabela 8.

A densidade real dos compósitos foi inferior à densidade real do PP, que é da ordem de 0,95 g/cm³, sendo muito diferente daquela relativa às cargas convencionais, como o CaCO₃, da ordem de 2,8 g/cm³. Tal fato demonstra que a utilização do resíduo de *Pinus* sp como reforço diminuiu a densidade do compósito, conforme apresentado na Tabela 9, o que pode favorecer o uso do compósito na indústria de transporte, como componentes de veículos, e também na indústria de construção civil, na forma de forros, tapumes, etc. Porém, observou-se uma incoerência nos resultados obtidos. Para a razão, 60/40 observou-se quanto menor foi a partícula, maior foi a densidade, mas tal fato não foi observado para as demais razões 70:30 e 80:20. Isto pode ser explicado, devido à ocorrência de uma possível segregação do resíduo de *Pinus* sp e do “peletes” de PP, devido à diferença de densidades, durante a alimentação manual no processo de extrusão do compósito.

Tabela 8- Análise de Variância (ANOVA) para Densidade dos compósitos.

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A:Tamanho de partícula	0,002966	2	0,001483	81,38	0,0000
B:traco	0,007360	2	0,0036803	201,97	0,0000
INTERAÇÃO					
AB	0,0809173	4	0,0202293	1110,15	0,0000
RESIDUAL	0,000328	18	0,0000182222		
TOTAL (CORRIGIDO)	0,091572	26			

Tabela 9- Densidade real dos compósitos.

Relação Polímero : madeira	Tamanho de partículas(mm)		
	1,20	0,42	0,15
	densidade (g/cm ³)		
60/40	0,694	0,836	0,871
70/30	0,811	0,776	0,669
80/20	0,789	0,719	0,801

Para a segunda fase da pesquisa, a densidade real dos compósitos nos quais se utilizou o Silquest PC1A (organosilano) como agente de acoplamento mostrou-se similar àquela obtida com o PP “virgem”, enquanto que os compósitos nos quais se utilizou o Epolene (MAPP) apresentaram valores médios superiores aos do PP. Tal fato demonstra que a utilização do agente de acoplamento favoreceu ao aumento da densidade do compósito, conforme resultados apresentados na Tabela 10.

Tabela 10- Densidade real dos compósitos com agente de acoplamento.

Relação Polímero : madeira	Tipo de agentes de acoplamento	
	Silquest PC1A (organosilano)	Epolene (MAPP)
	g/cm ³	g/cm ³
60/40	0,948	1,057
70/30	0,956	1,012
80/20	0,952	0,963

Através da ANOVA, na comparação entre os tipos de tamanho de partícula (A), o *p*-value foi igual a 0,000, ou seja, inferior a 0,01 (estatisticamente significativo) no ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, o tamanho das partículas influenciou nos resultados. Segundo a comparação das composições (B:Traço), o *p*-value foi igual a 0,0015, ou seja, inferior a 0,01 (estatisticamente significativo) ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, a razão entre eles interferiu nos resultados de tração, como mostra a Tabela 11.

Tabela 11- Análise de Variância (ANOVA) para densidade dos compósitos.

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A:agente acoplamento	0,0153125	1	0,0153125	57,20	0,0000
B: Razão (traço)	0,0062574	2	0,0031287	11,69	0,0015
INTERACÃO					
AB	0,007069	2	0,0035345	13,20	0,0009
RESIDUAL	0,0032126	12	0,0002677		
TOTAL (CORRIGIDO)	0,0318516	17			

5.1.3 – Estabilidade Dimensional e absorção de água

Em relação aos testes de estabilidade dimensional, observou-se que os corpos-de-prova da primeira fase (sem compatibilizante) e os da segunda fase (com compatibilizante) imersos em água durante 24 h, não mostraram uma variação significativa nos valores de comprimento, largura e altura, ou seja, o *p*-value foi superior a 0,01 não sendo, portanto, estatisticamente significativo ao nível de 99% de confiança pelo **Hypothesis Tests** (Teste de Hipótese) realizada pelo software Statgraphics 4.1. As Tabelas 12, 13, 14 demonstram os valores obtidos.

Tabela 12- Teste de Hipótese para fator de comprimento, 1ª fase e 2ª fase.

	1ª fase – sem agentes de acoplamento		2ª fase- com agentes de acoplamento	
Média amostral	126,225 and 126,97		126,242 and 126,315	
Desvio padrão da amostra	1,0 and 1,0		1,0 and 1,0	
Tamanho da amostras	45 and 45		45 and 45	
99,0% intervalo de confiança para diferença entre as médias:	-0,072 +/- 0,555056	[- 0,627056; 0,483056]	-0,0735 +/- 0,555056	[- 0,628556; 0,481556]
Hipótese nula: diferença entre as médias	0,0		0,0	
Alternativa	not equal		not equal	
Estatística t computada	-0,341526		-0,348641	
P-Value	0,733522		0,728192	
Não rejeitar a hipótese nula para o alfa	0,01		0,01	

Tabela 13- Teste de Hipótese para fator, Largura - 1ª fase e 2ª fase.

	1ª fase – sem agentes de acoplamento		2ª fase- com agentes de acoplamento	
Média amostral	12,966 and 13,003		12,9771 and 13,0122	
Desvio padrão da amostra	1,0 and 1,0		1,0 and 1,0	
Tamanho da amostras	45 and 45		45 and 45	
99,0% intervalo de confiança para diferença entre as médias:	-0,037 +/- 0,5550	[-0,592056 ;0,518056]	-0,0351 +/- 0,555056	[-0,590156 ;0,519956]
Hipótese nula: diferença entre as médias	0,0		0,0	
Alternativa	not equal		not equal	
Estatística t computada	-0,175506		-0,166494	
P-Value	0,861085		0,86815	
Não rejeitar a hipótese nula para o alfa	0,01		0,01	

Tabela 14- Teste de Hipótese para fator, Altura - 1ª fase e 2ª fase.

	1ª fase – sem agentes de acoplamento		2ª fase- com agentes de acoplamento	
Média amostral	6,4 and 6,43		6,4049 and 6,4331	
Desvio padrão da amostra	1,0 and 1,0		1,0 and 1,0	
Tamanho da amostras	45 and 45		45 and 45	
99,0% intervalo de confiança para diferença entre as médias:	-0,03 +/- 0,555056	[-0,585056; 0,525056]	-0,0282 +/- 0,555056	[-0,583256; 0,526856]
Hipótese nula: diferença entre as médias	0,0		0,0	
Alternativa	not equal		not equal	
Estatística t computada	-0,142302		-0,133764	
P-Value	0,887166		0,893894	
Não rejeitar a hipótese nula para o alfa	0,01		0,01	

A absorção de água para todos os corpos-de-prova sem e com agentes de acoplamento imersos em água durante 24 h, mostrou *p*-value foram superiores a 0,01, não sendo, portanto, estatisticamente significativo ao nível de 99% de confiança, pelo **Hypothesis Tests** (Teste de Hipótese) realizada pelo software Statgraphics 4.1. A Tabela 15 demonstra os resultados obtidos.

Tabela 15- Teste de Hipótese para fator, Absorção de água - 1ª fase e 2ª fase.

	1ª fase – sem agentes de acoplamento		2ª fase- com agentes de acoplamento	
Média amostral	9,9978 and 10,3291		9,9978 and 9,9777	
Desvio padrão da amostra	1,0 and 1,0		1,0 and 1,0	
Tamanho da amostras	45 and 45		45 and 45	
99,0% intervalo de confiança para diferença entre as médias:	-0,3313 +/- 0,55505	[-0,886356 ;0,223756]	0,0201 +/- 0,555056	[-0,534956 ;0,575156]
Hipótese nula: diferença entre as médias	0,0		0,0	
Alternativa	not equal		not equal	
Estatística t computada	-1,57149		0,0953427	
P-Value	0,119657		0,924259	
Não rejeitar a hipótese nula para o alfa	0,01		0,01	

5.2 – Ensaios Mecânicos

5.2.1 - Resultados de Tração

Para a primeira fase, segundo a comparação dos tamanhos de partículas (A:Mesh), através da ANOVA, o *p*-value foi igual a 0,2091, ou seja, superior a 0,01 (não sendo estatisticamente significativo) ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, o tamanho das partículas não influenciou nos resultados. Segundo a comparação das composições (B:Traço), o *p*-value foi igual a 0,0734, ou seja, superior a 0,01 (não sendo estatisticamente significativo) ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, a razão entre eles não interferiu nos resultados de tração, como mostra a Tabela 16.

Tabela 16- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Tração de compósito, sem agente de acoplamento (1ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A: Tamanho de partícula	2,2458	2	1,12294	1,63	0,2091
B: Razão (Traço)	3,8623	2	1,93115	2,81	0,0734
INTERAÇÃO					
AB	33,8364	4	8,45911	12,32	0,0000
RESIDUAL	24,7278	36	0,686882		
TOTAL (CORRIGIDO)	64,6724	44			

O software Statgraphics 4.1 possibilita efetuar um outro tipo de análise, o Multiple Range Test, que se encontra no Anexo A, Tabelas A1 e A2.

Pela análise de Multiple Range Test, tanto para o fator tamanho de partícula quanto para o fator traço (razão polímero: resíduo), observa-se que os grupos identificados por "X" estão pareados, conforme indicado pela análise de ANOVA, ou seja, o tamanho das partículas e a razão polímero: resíduo não são estatisticamente diferentes entre si.

Na Figura 22, apresentam-se os valores médios da resistência à tração para compósitos sem agentes de acoplamento. O valor médio obtido para o tamanho de partícula de 0,15 mm (T3, T6 e T9) foi 22,81% superior ao da matriz pura. Para os tamanhos de 1,2 mm (T1, T4 e T7) e 0,42 mm (T2, T5 e T8) os aumentos foram de 20,03%

e 18,96%, respectivamente. Observou-se que, a adição do resíduo de *Pinus* sp possibilitou o aumentar a resistência à tração do compósito.

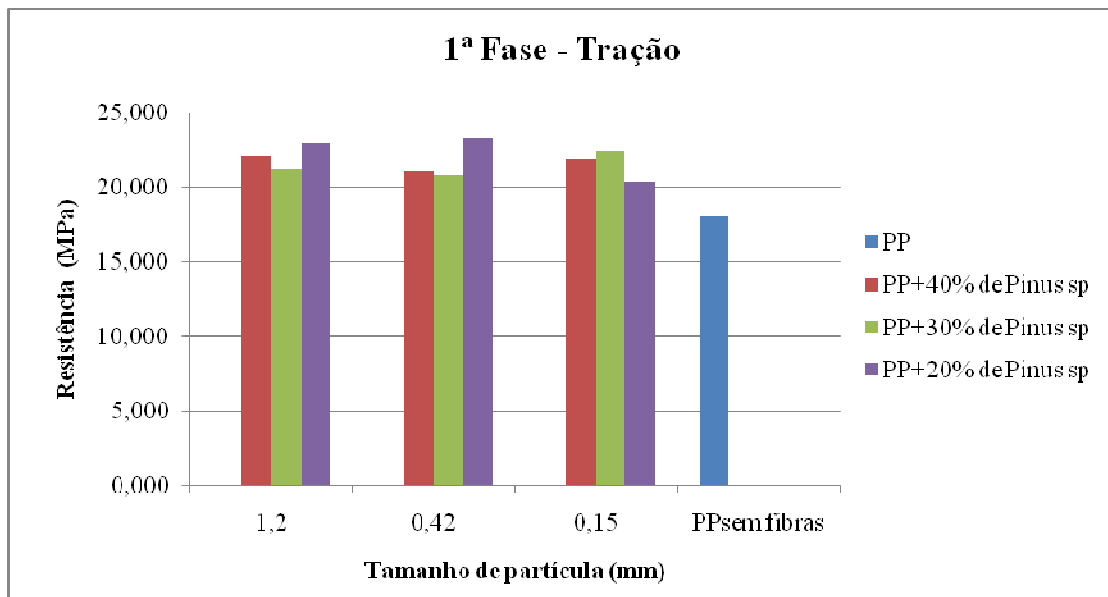


Figura 22. Resultados de resistência à tração, sem compatibilizante.

Para a segunda fase, segundo a comparação entre os agentes de acoplamento (A: Agente de acoplamento), através da ANOVA, o *p*-value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01, sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, o tipo de agente de acoplamento influenciou nos resultados. Segundo a comparação das composições (B:Traço), o *p*-value foi igual a 0,0014, ou seja, inferior a 0,01 sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, a razão adotada também influenciou nos resultados de tração, como mostra a Tabela 17.

Tabela 17- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Tração de compósito, com agente de acoplamento (2ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A:agente acoplamento	220,14	2	110,07	126,25	0,0000
B:Razão (traço)	13,88	2	6,93998	7,96	0,0014
INTERAÇÃO					
AB	10,4341	4	2,60852	2,99	0,0313
RESIDUAL	31,3852	36	0,871811		
TOTAL (CORRIGIDO)	275,84	44			

Pela análise de Multiple Range Test, apresentada no Anexo A, Tabelas A3 e A4, para o fator: agente de acoplamento observou-se que para o fator traço (razão polímero: resíduo) os grupos identificados por "X" não estão pareados, conforme a análise de ANOVA, ou seja, o tamanho das partículas e a razão polímero: resíduo influenciaram estatisticamente os resultados.

Na Figura 23, apresentam-se as faixas de valores médios de resistência à tração para compósitos com e sem agente de acoplamento. Os compósitos com adição de 2% de MAPP/ Epolene (T22, T26 e T30) e compósitos com adição de 2% de organosilano/ Silquest PC1A (T10, T14 e T18) não proporcionaram melhoria nos resultados de resistência à tração em relação aos compósitos sem compatibilizantes e com tamanho de partículas de 0,15 mm (T3, T6 e T9). No entanto, nos compósitos onde se utilizou o MAPP como tratamento observou-se o aumento de 10,28% em relação à matriz pura (PP sem fibras).

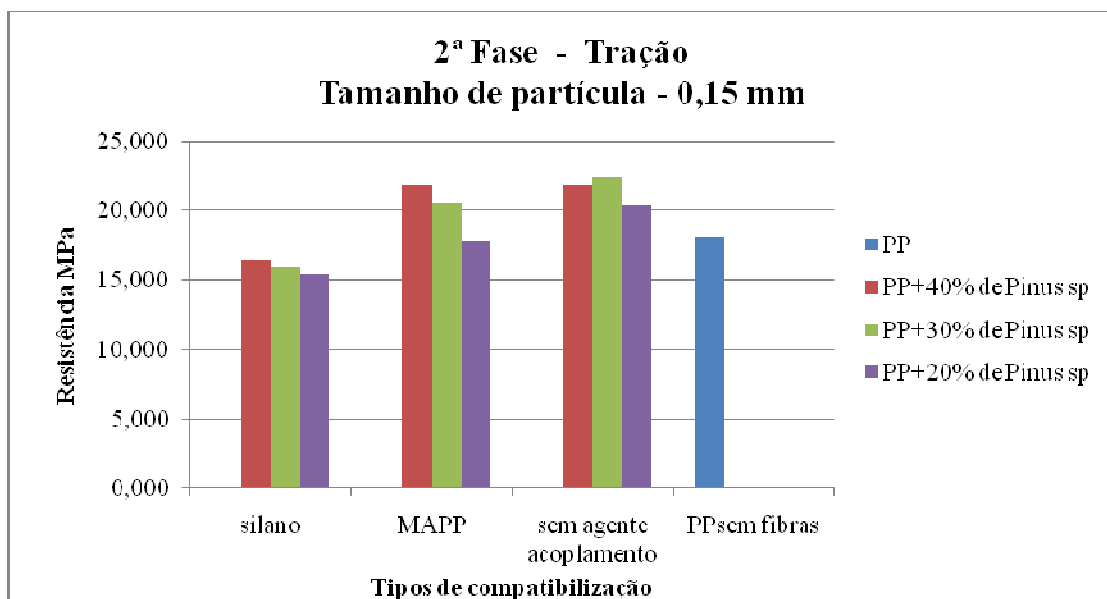


Figura 23. Resultados de resistência à tração, com compatibilizantes.

5.2.2 - Resultados de flexão estática

Para a primeira fase, segundo a comparação dos tipos de tamanho de partícula (A:Mesh), com auxílio da ANOVA, o *p*-value foi igual a 0,0000, ou seja inferior a 0,01, sendo portanto, estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, o tamanho das partículas influenciaram nos resultados. Segundo a comparação das composições (B:Traço), o *p*-value foi igual a 0,0002, ou seja, inferior a 0,01 sendo, estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, a razão polímero: resíduo interferiu nos resultados de flexão, como mostra a Tabela 18.

Tabela 18- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Flexão Estática de compósito, sem agente de acoplamento (1ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A:Tamanho de partícula	110,658	2	55,3288	51,02	0,0000
B:Razão (Traço)	24,144	2	12,072	11,13	0,0002
INTERAÇÃO					
AB	29,9954	4	7,49884	6,91	0,0003
RESIDUAL	37,9551	35	1,08443		
TOTAL (CORRIGIDO)	195,783	43			

Nos resultados de Multiple Range Test, que se encontram no Anexo A, Tabela A5 e A6, para o fator tamanho de partícula (mesh) observa-se que os grupos identificados por "X" não estão pareados, conforme indicou a análise de ANOVA. O tamanho das partículas interferiu nos resultados, que foram estatisticamente diferentes entre si. Para o fator, traço (razão polímero: resíduo) pode-se observar que os grupos identificados por "X" estão pareados para os traços 1 (60:40) e 3 (80:20), sendo ambos estatisticamente inferiores ao traço 2 (70:30), ao nível de 99% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Figura 24, apresentam-se os valores médios de resistência à flexão estática para compósitos sem agentes de acoplamento. O valor médio obtido para o tamanho de partícula de 0,42 mm (T2, T5 e T8) foi 71,76% superior se comparado à matriz pura. Para os tamanhos de 1,2 mm (T1, T4 e T7) e 0,15 mm (T3, T6 e T9) os aumentos foram de 63,96% e de 63,18%, respectivamente. Observou-se que a adição do resíduo de *Pinus* sp aumentou significativamente da resistência á flexão estática do compósito.

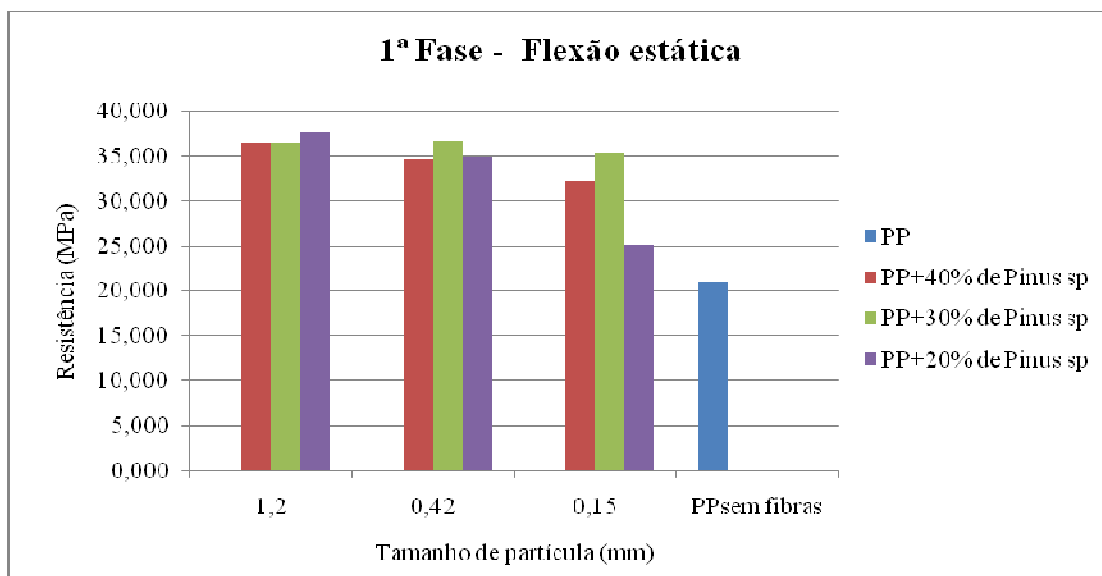


Figura 24. Resultados de resistência a flexão estática, sem compatibilizante.

Para a segunda fase, segundo a comparação dos tipos de agentes de acoplamento (A: Agente de acoplamento), com auxílio da ANOVA, o p -value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01, sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade pelo teste de Tukey, ou seja, o tipo de agente de acoplamento influenciaram nos resultados. Segundo a comparação das composições (B: Traço), o p -value foi igual a 0,3431, ou seja, superior a 0,01 sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade pelo teste de Tukey, ou seja, a razão polímero: resíduo não influenciou nos resultados de flexão estática, como mostra a Tabela 19.

Tabela 19- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência à Flexão Estática de compósito, com agente de acoplamento (2ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A: Agente acoplamento	434,765	2	217,382	126,13	0,0000
B: Razão (Traço)	3,837	2	1,918	1,11	0,3431
INTERAÇÃO					
AB	114,165	4	28,5413	16,56	0,0000
RESIDUAL	46,5344	27	1,7235		
TOTAL (CORRIGIDO)	599,301	35			

Pela análise de Multiple Range Test, que se encontra no Anexo A, Tabelas A7 e A8, para o fator: agente de acoplamento, observa-se que o MAPP, identificado como “3”, foi o mais adequado. Quanto ao fator traço (razão polímero: resíduo), observa-se que os grupos identificados por “X” estão pareados, conforme os resultados da análise de ANOVA, ou seja, o traço não interferiu nos resultados.

Na Figura 25, apresentam-se as faixas de valores médios de resistência à flexão estática para compósitos com e sem agentes de acoplamento. O valor médio obtido para MAPP/Epolene (T23, T27 e T31) foi 59,91% superior ao da matriz pura, enquanto o organosilano/ Silquest PC1A (T11, T15 e T19) foi 21,80% superior à matriz pura. Porém, nenhum dos compatibilizantes favoreceu a melhoria nos resultados em relação ao compósito sem compatibilizante, quanto foi adotado tamanho de partícula 0,15 mm (T3, T6 e T9).

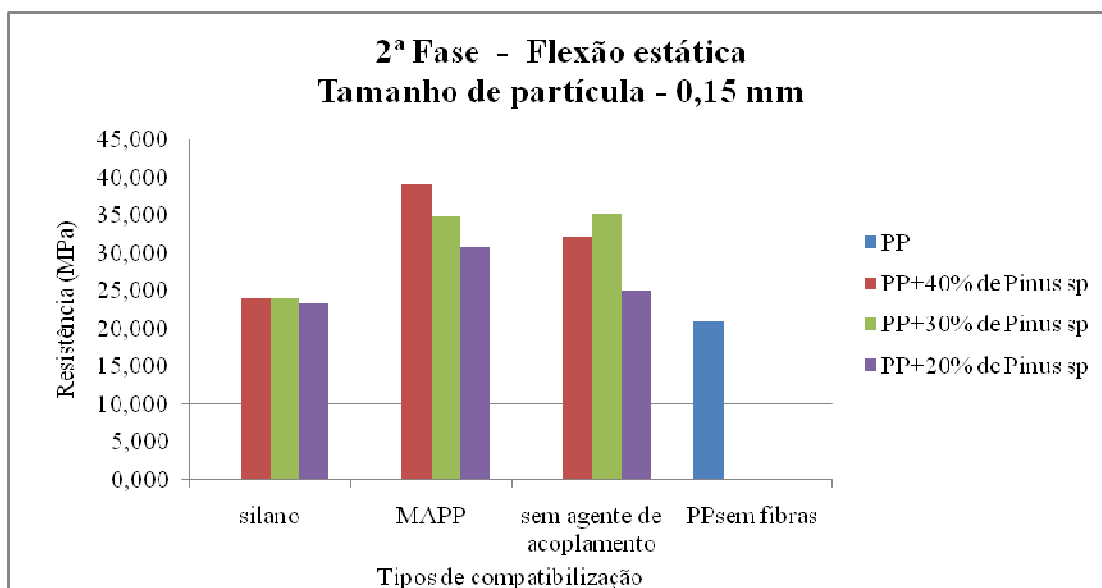


Figura 25. Resultados de resistência à flexão estática, com compatibilizante.

5.2.3 - Resultados de Ensaio de Impacto

5.2.3.1 - Impacto com entalhe

Para a primeira fase (sem agente de acoplamento), segundo a comparação dos tipos de tamanho das partículas (A:Mesh), através da ANOVA, o *p*-value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01, sendo, portanto, estatisticamente significativo ao nível de

99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, o tamanho das partículas influenciou nos resultados. Segundo a comparação das composições (B:Traço), o *p*-value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01, sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, a razão polímero: resíduo influenciou nos resultados de impacto com entalhe sem agente de acoplamento, como mostra a Tabela 20.

Tabela 20- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, com entalhe e sem agente de acoplamento (1ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A: Tamanho de partícula	30,6662	2	15,3331	25,73	0,0000
B: Razão (Traço)	106,074	2	53,0369	88,99	0,0000
INTERAÇÃO					
AB	18,8099	4	4,70247	7,89	0,0001
RESIDUAL	21,4566	36	0,596016		
TOTAL (CORRIGIDO)	177,006	44			

Os resultados de Multiple Range Test, que se encontram no Anexo A, Tabelas A9 e A10, para o fator: tamanho de partícula, indicam que os grupos identificados por "X" não estão pareados, conforme a análise de ANOVA. O tamanho de partícula interferiu nos resultados, ou seja, os resultados obtidos foram estatisticamente diferentes entre si. Para o fator, traço (razão polímero: resíduo) pode-se observar que os grupos identificados por "X" não estão pareados para os traços; ou seja, os resultados obtidos foram estatisticamente diferentes entre si.

A Figura 26 apresenta os resultados médios de resistência ao impacto com entalhe para compósitos sem agentes de acoplamento.

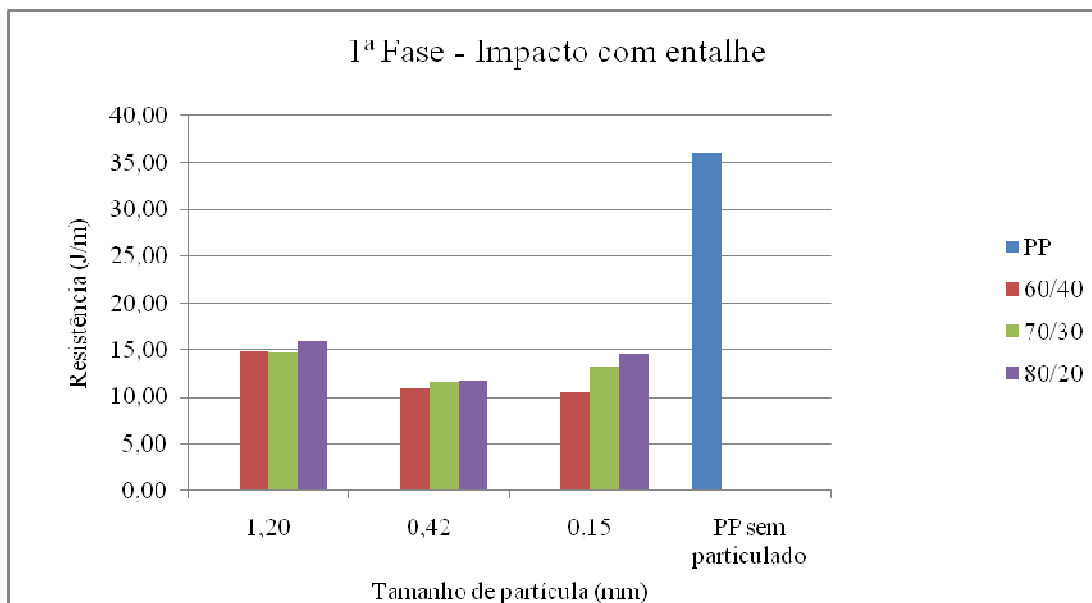


Figura 26. Resultados de resistência ao impacto de compósito com entalhe e sem agentes de acoplamento.

Para a segunda fase, a análise foi realizada segundo a comparação dos tipos de agentes de acoplamento (A: Traço), através da ANOVA. O p -value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01, sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade pelo teste de Tukey, ou seja, a proporção entre eles influenciou nos resultados de impacto. Segundo a comparação das composições (B: Agente de acoplamento), o p -value foi igual a 0,0000, ou seja, menor que 0,01 sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade pelo testes de Tukey, ou seja, os tipos de agentes de acoplamento influenciaram nos resultados, como mostra a Tabela 21.

Tabela 21- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, com entalhe e com agentes de acoplamento (2ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A:Tamanho de partícula	591,84	2	295,92	151,02	0,0000
B:Ag. acoplamento	670,788	2	335,394	171,17	0,0000
INTERAÇÃO					
AB	320,951	4	80,2378	40,95	0,0000
RESIDUAL	70,5389	36	1,95941		
TOTAL (CORRIGIDO)	1654,12	44			

Nos resultados de Multiple Range Test, que se encontram no Anexo A, as Tabelas A11 e A12, para o fator: agente de acoplamento, observa-se que os grupos identificados por "X" não estão pareados, o que coincide com os resultados encontrados na análise de ANOVA. A utilização de agentes de acoplamento interferiu nos resultados, ou seja, os resultados obtidos foram estatisticamente diferentes entre si. Para o fator traço (razão polímero: resíduo) pode-se observar que os grupos identificados por "X" não estão pareados apenas para o compósito T20 e T32 (razão 80:20).

Os resultados de valores médios do ensaio de Impacto com entalhe, para compósitos T12, T16, T20, T24, T28 e T32 (com agentes de acoplamento), se apresentaram superiores em relação aos compósitos T3, T6 e T9 (sem agentes de acoplamento). A resistência dos compósitos com MAPP foi de 61,05% superior para relação T24 (60:40), 48,70% para T28 (70:30) e 111,60% para T32 (80:20), em relação aos compósitos sem compatibilizante. Já para os compósitos com organosilano (Silquest PC 1ªA), os resultados foram de 75,10% superiores para relação T12 (60:40), 42,67% para T16 (70:30) e 97,35% para T20 (80:20) em relação aos compósitos sem agentes de acoplamento. A adição de 2% de agentes de acoplamento (MAPP e organosilano) melhorou a adesão entre as fibras e a matriz termoplástica. Os resultados estão apresentados na Figura 27.

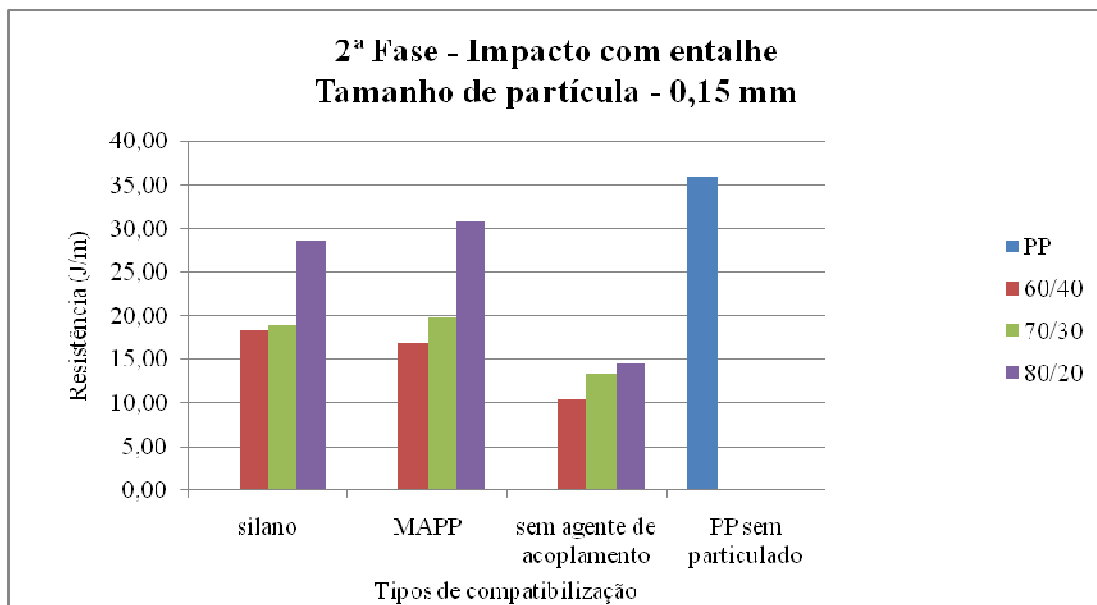


Figura 27. Resultados de resistência ao impacto de compósitos sem entalhe e com compatibilizante.

5.2.3.2 -Impacto sem entalhe

Para a primeira fase, segundo a comparação dos tamanho de partícula (A:Mesh), através da ANOVA, o *p*-value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01, sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, os tamanhos de partícula influenciaram nos resultados de resistência ao impacto sem agente de acoplamento. Segundo a comparação das composições (B:Traço), o *p*-value foi igual a 0,0001, ou seja, inferior a 0,01, sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade pelo testes de Tukey, ou seja, a razão polímero: madeira influenciou nos resultados de impacto sem entalhe, como mostra a Tabela 22.

Tabela 22- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, sem entalhe e sem agente de acoplamento (1ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A:Tamanho de particular	6809,31	2	3404,66	65,60	0,0000
B:Razão (Traco)	1233,59	2	616,794	11,88	0,0001
INTERAÇÃO					
AB	1493,27	4	373,317	7,19	0,0002
RESIDUAL	1868,33	36	51,8981		
TOTAL (CORRIGIDO)	11404,5	44			

Nos resultados de Multiple Range Test, que se encontram no Anexo A, Tabelas A13 e A14, para o fator: tamanho de partículas, observa-se que os grupos identificados por "X" não estão pareados, o que coincide com os resultados encontrados na análise de ANOVA. O tamanho de partícula interferiu nos resultados, ou seja, os resultados obtidos foram estatisticamente diferentes. Para fator traço (razão polímero: resíduo) pode-se observar que os grupos identificados por "X" não estão pareados para o traço 60:40 (T1, T2 e T3), ou seja, os resultados obtidos foram estatisticamente diferentes dos traços 70:30 (T4, T5 e T6) e 80:20 (T7, T8 e T9).

Na Figura 28, observam-se as faixas de valores médios de resistência ao impacto de compósitos sem entalhe e sem agentes de acoplamento.

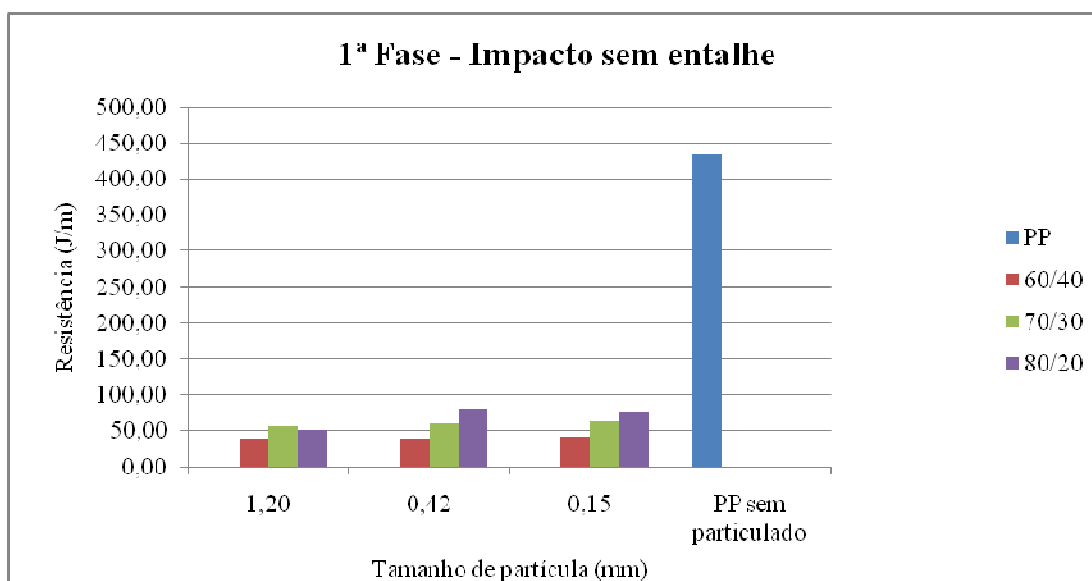


Figura 28. Resultados de resistência ao impacto de compósitos sem entalhe e sem compatibilizante.

Para a segunda fase, segundo as composições (A:Traço), com auxílio da ANOVA, o p -value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior a 0,01, sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade, pelo teste de Tukey, ou seja, a razão polímero: resíduo entre eles influenciou nos resultados de impacto.

Segundo a comparação dos tipos de agentes de acoplamento (B: Agente de acoplamento), o p -value foi igual a 0,0000, ou seja, inferior que 0,01 sendo estatisticamente significativo ao nível de 99% de probabilidade pelo teste de Tukey, ou seja, o tipo de agente de acoplamento influenciou nos resultados, como mostra a Tabela 23.

Tabela 23- Análise de Variância (ANOVA) para Resistência ao Impacto de compósito, sem entalhe e com agente de acoplamento (2ª fase).

	Soma dos quadrados	GL	Média quadrática	F-Ratio	P-Value
EFEITOS					
A:Razão (traço)	5654,12	2	2827,06	60,56	0,0000
B:ag.acoplamento	1884,62	2	942,308	20,19	0,0000
INTERAÇÃO					
AB	374,451	4	93,6126	2,01	0,1369
RESIDUAL	840,265	18	46,6814		
TOTAL (CORRIGIDO)	8753,45	26			

Nos resultados de Multiple Range Test, que se encontram nas Tabelas A15 e A16, no Anexo A, para o fator agente de acoplamento, observa-se que os grupos identificados por "X" não estão pareados apenas para o MAPP (T25, T29 e T33), que apresentou resultados superiores em relação aos compósitos com organosilano (T13, T17 e T21) e compósitos sem compatibilizante (T3, T6 e T9), que não apresentaram diferenças significativas entre si.

Para o fator traço (razão polímero: resíduo) pode-se observar que os grupos identificados por "X" não estão pareados apenas para o compósito T13 e T25 (60:40) são estatisticamente diferentes dos traços 70:30 (T17 e T29) e 80:20 (T21 e T33).

Os resultados dos valores médios dos compósitos com MAPP apresentaram valores de resistência ao impacto sem entalhe superiores a 49,19% para o tratamento T25 (60:40), 40,21% para T29 (70:30) e 23,86% para T33 (80:20), em relação aos compósitos T3, T6 e T9 (sem MAPP). A adição de 2% de MAPP melhorou a adesão entre as partículas e a matriz termoplástica. Em relação ao organosilano (Silquest PC 1 A), foram observados valores de resistência ao impacto sem entalhe superiores de 2,37% para relação T13 (60:40), 0,6% para T17 (70:30) e 9,38% para T21 (80:20), em relação aos compósitos T3, T6 e T9 (sem MAPP). Os dados estão apresentados na Figura 29.

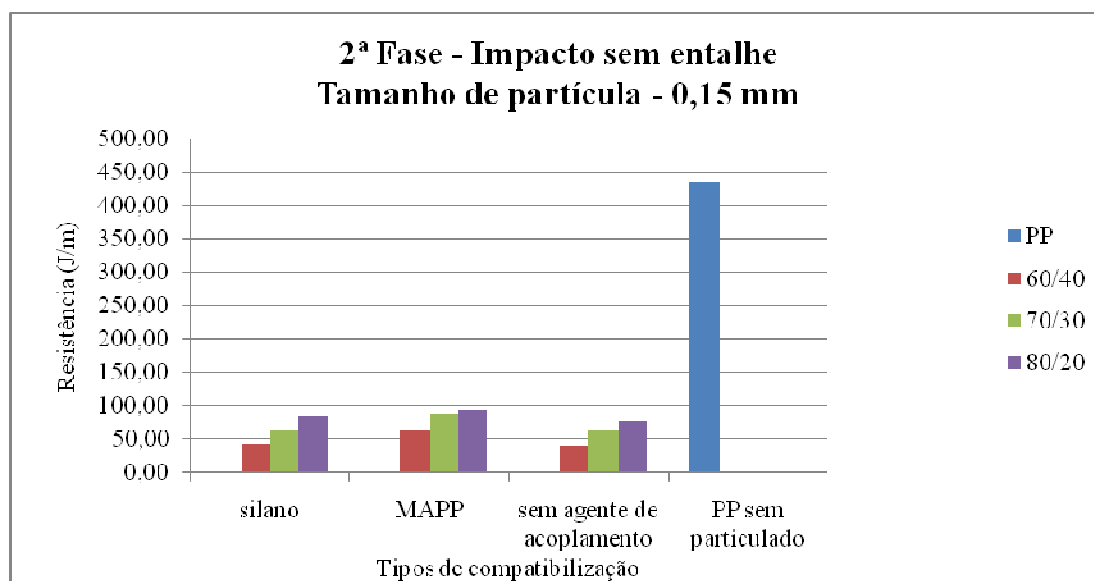


Figura 29. Resultados de resistência ao impacto de compósitos sem entalhe e com compatibilizante.

Hristov et al. (2004) em seu estudo perceberam um aumento da resistência ao impacto com a utilização de MAPP, em relação aos compósitos sem agente de acoplamento.

5.2.4 - Resultados de M.E.V

Através da microscopia eletrônica de varredura foi possível se avaliar a eficiência do processo de dispersão da carga celulósica na matriz termoplástica e a interação entre elas. Observa-se as fases constituídas pelas partículas e pela matriz polimérica na sequência das Figuras 30 a 38.

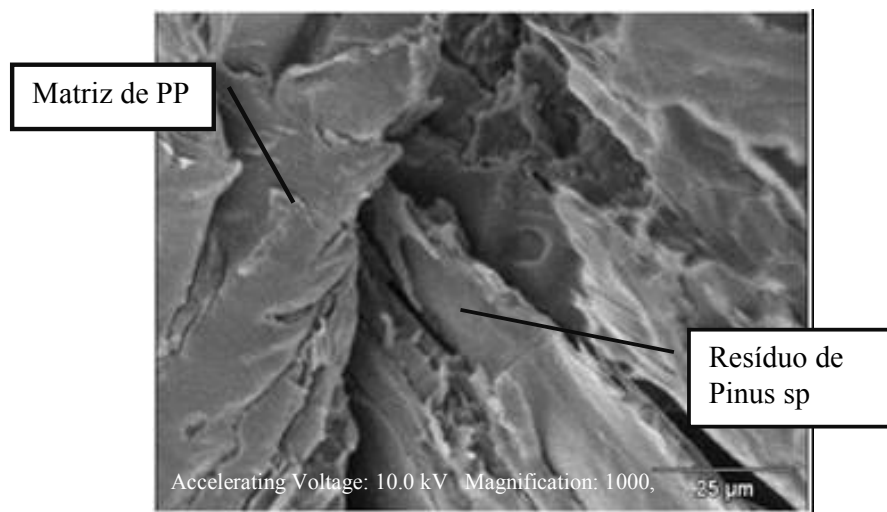


Figura 30 – Micrografia MEV - 60/40, mesh 16, sem compatibilizante.

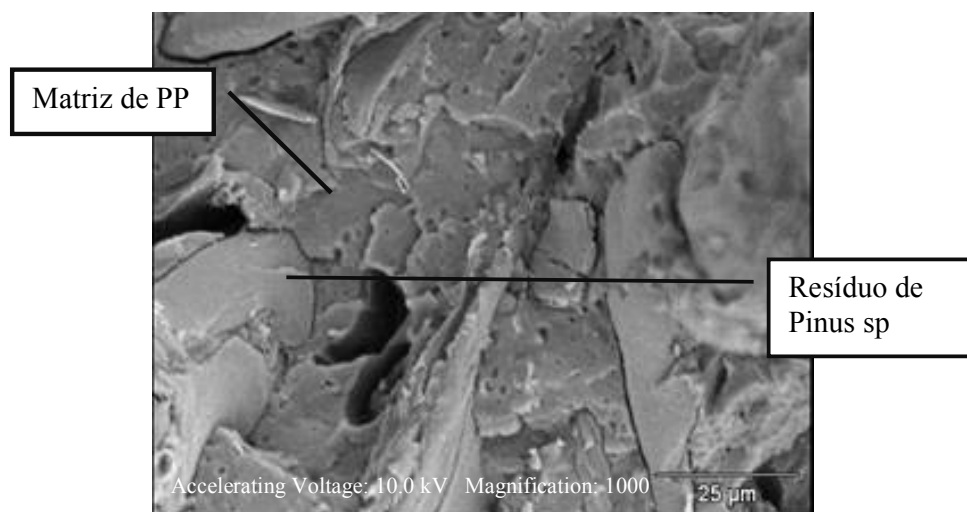


Figura 31– Micrografia MEV - 60/40, mesh 40, sem compatibilizante.

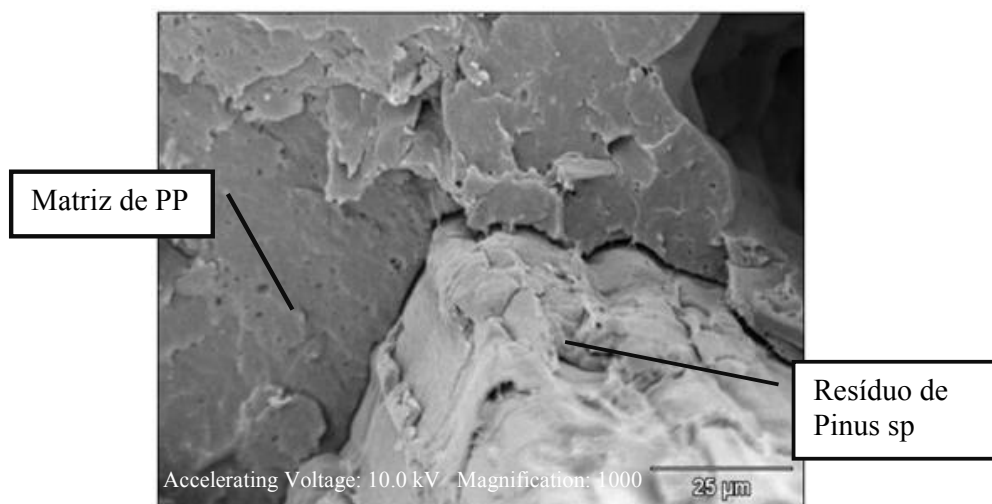


Figura 32– Micrografia MEV - 60/40, mesh 100, sem compatibilizante.

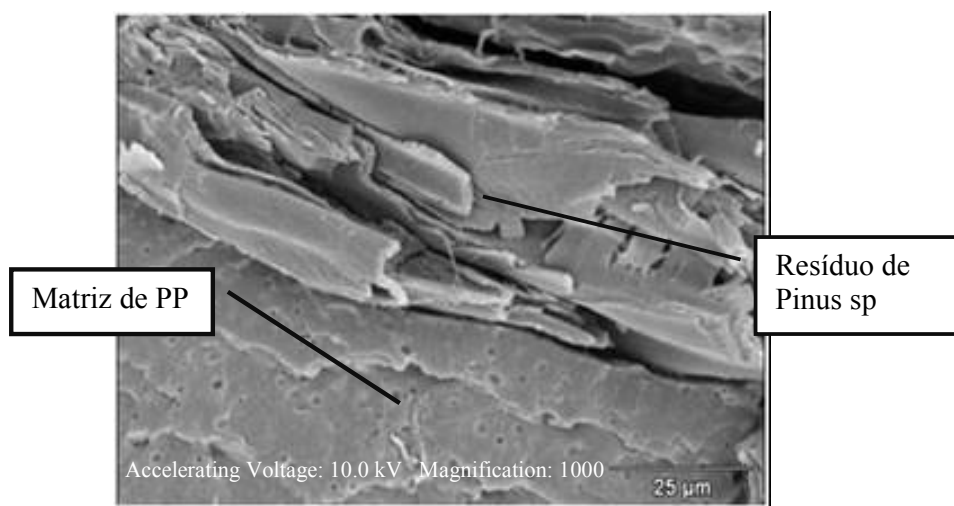


Figura 33– Micrografia MEV - 70/30, mesh 16, sem compatibilizante.

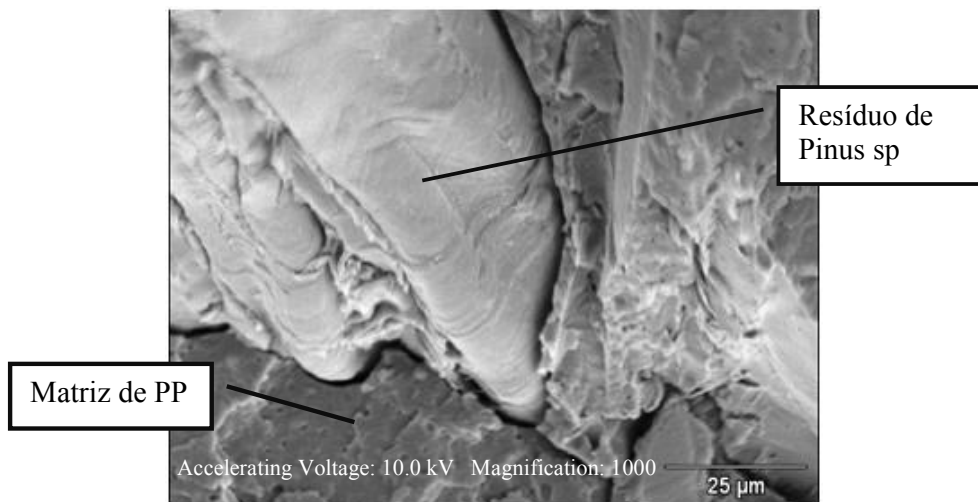


Figura 34– Micrografia MEV - 70/30, mesh 40, sem compatibilizante.

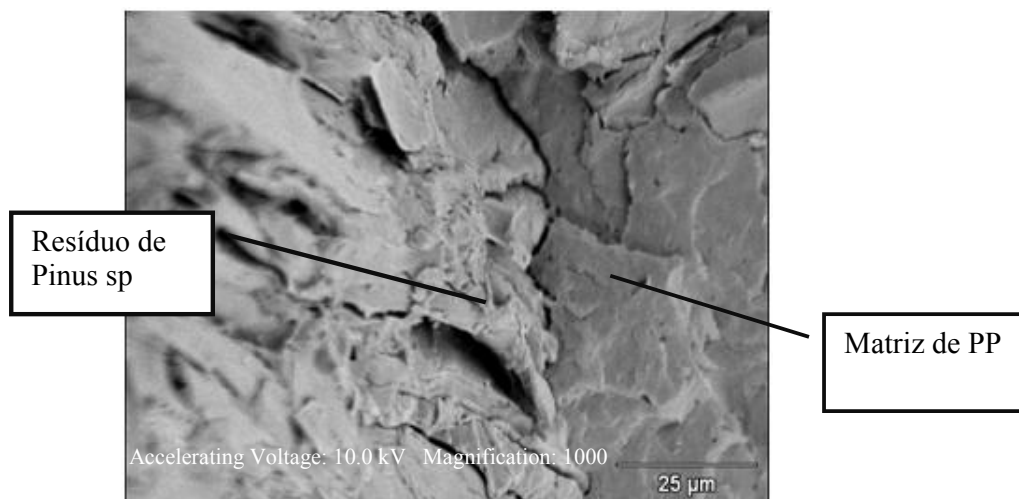


Figura 35– Micrografia MEV - 70/30, mesh100, sem compatibilizante

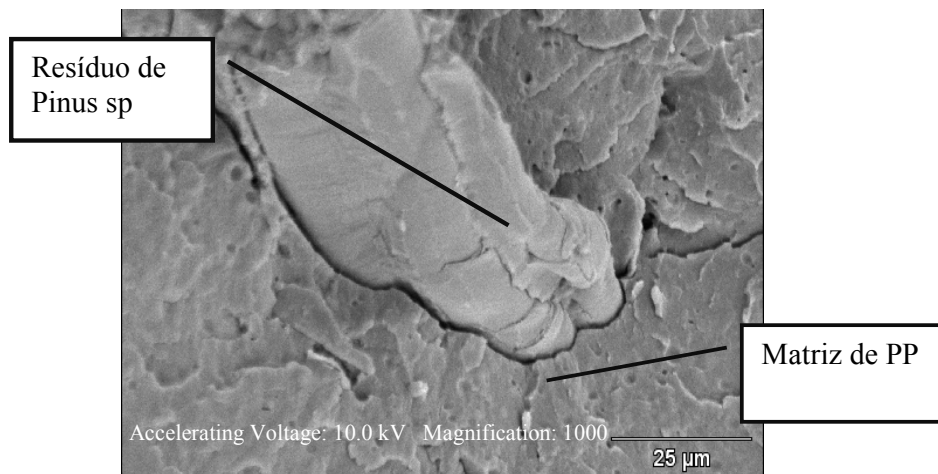


Figura 36– Micrografia MEV - 80/20, mesh 16, sem compatibilizante

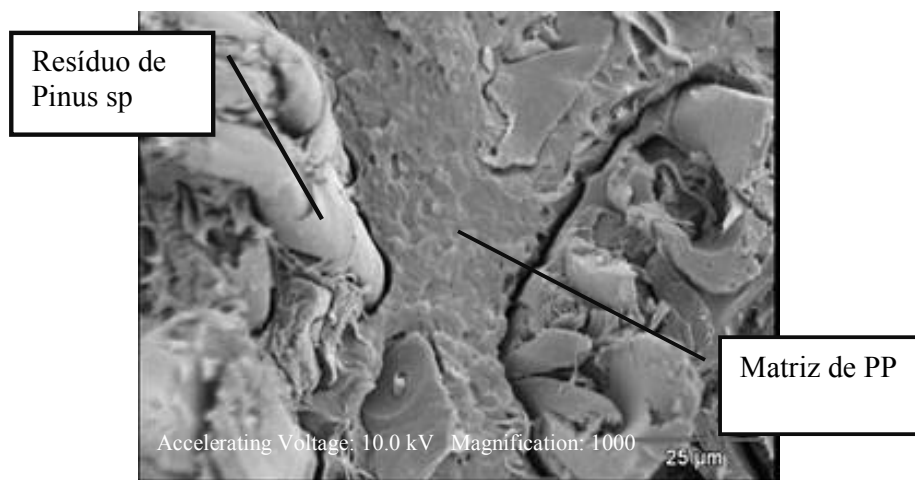


Figura 37– micrografia MEV - 80/20, mesh 40, sem compatibilizante

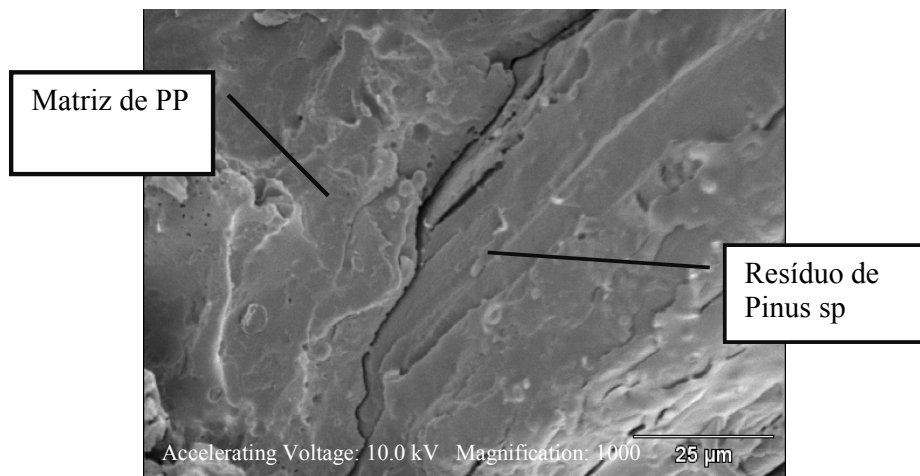


Figura 38– micrografia MEV - 80/20, mesh 100, sem compatibilizante

Com a utilização de agentes de acoplamento, observa-se na sequência das Figuras 39 a 44, a formação de pontos de ancoragem, em pontos isolados do compósito, demonstrando provavelmente que a dosagem de agentes de acoplamento tenha sido insuficiente.

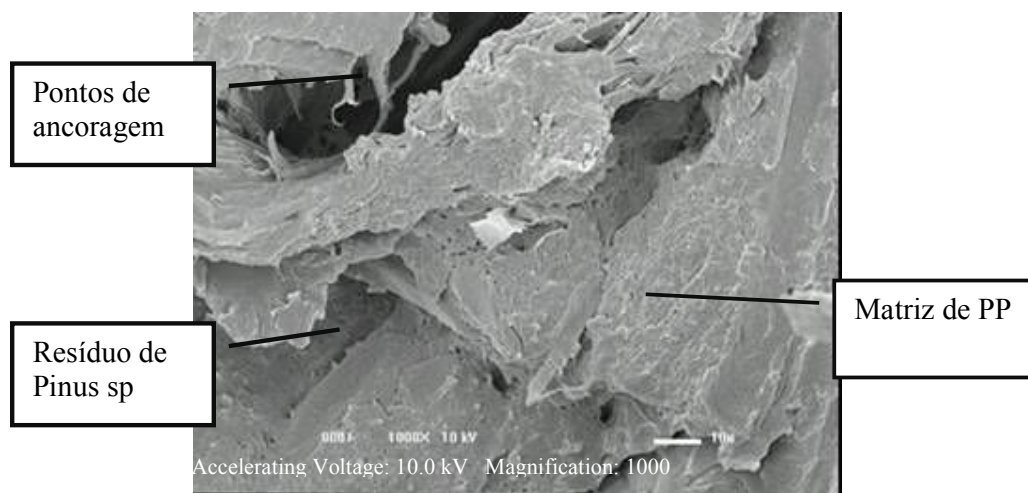


Figura 39– Micrografia MEV - 60/40, mesh 100, com Organosilano

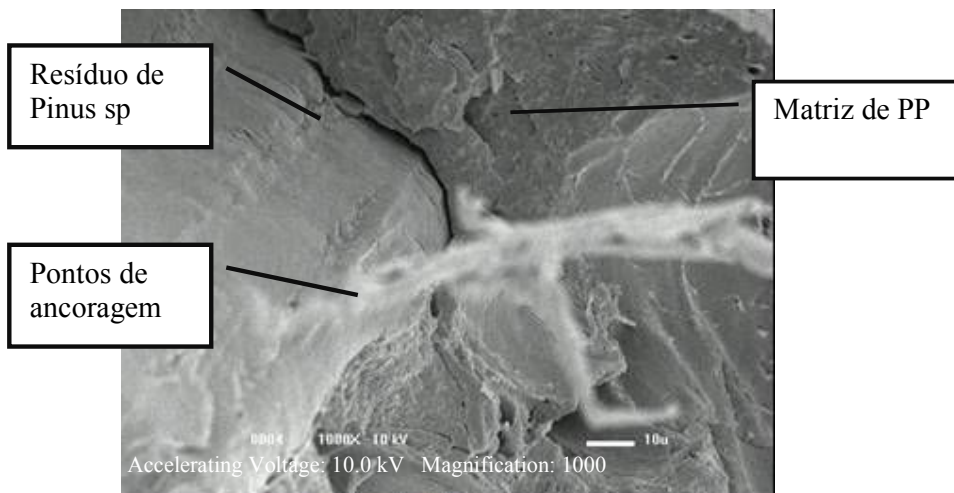


Figura 40– micrografia MEV - 70/30, mesh 100, com Organosilano

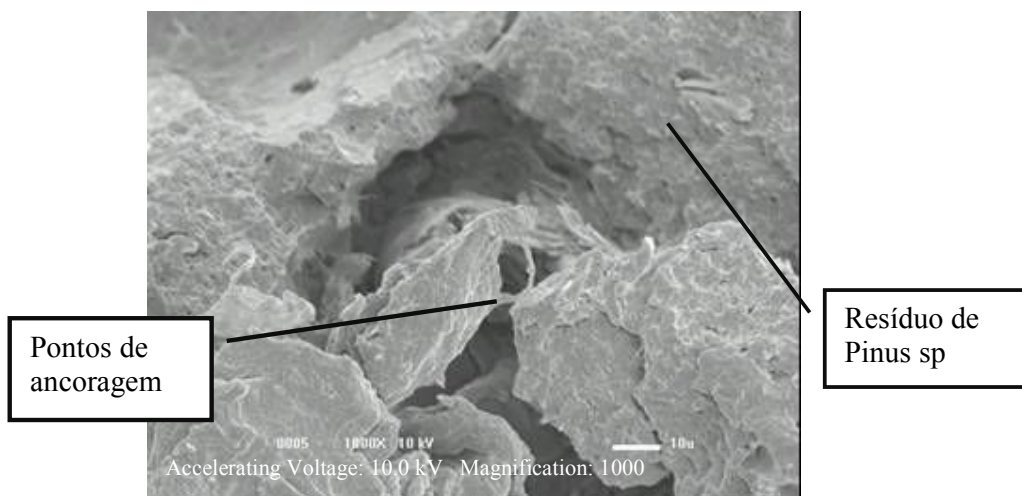


Figura 41– Micrografia MEV - 80/20, mesh 100, com Organosilano

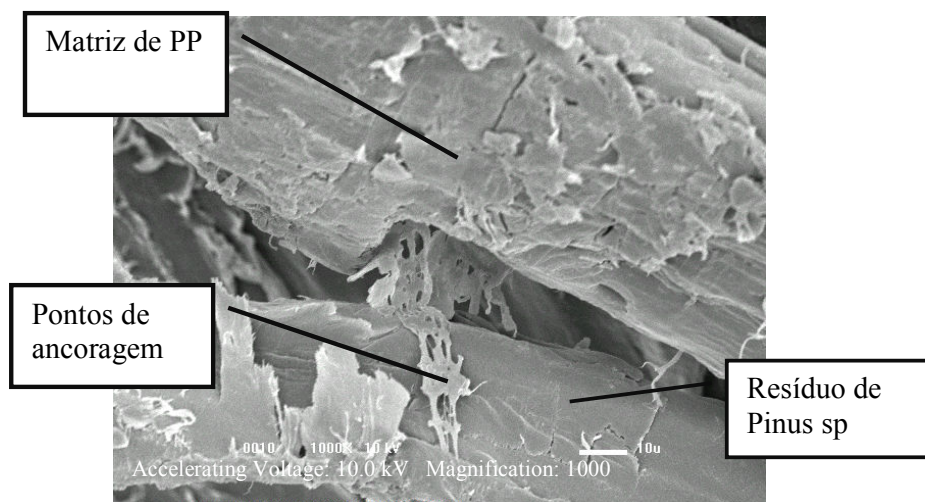


Figura 42– Micrografia MEV - 60/40, mesh 100, com MAPP

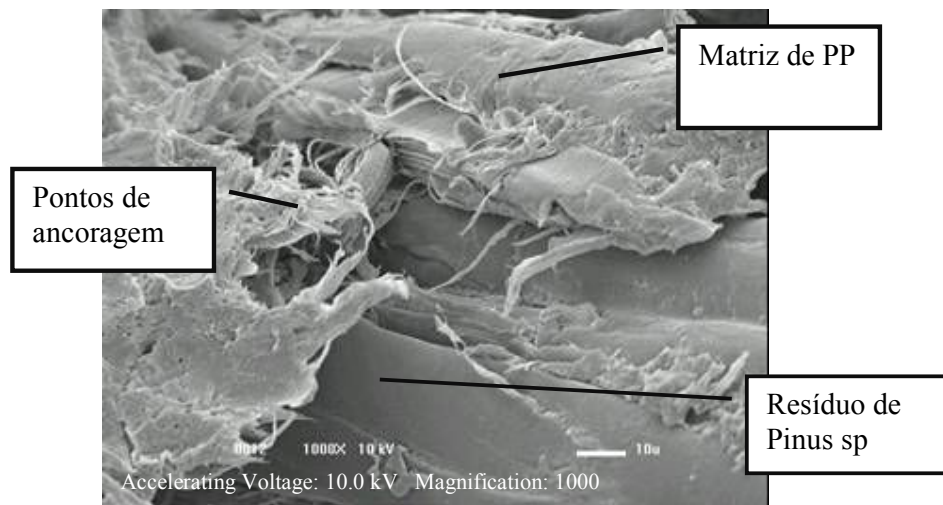


Figura 43– Micrografia MEV - 70/30, mesh 100, com MAPP

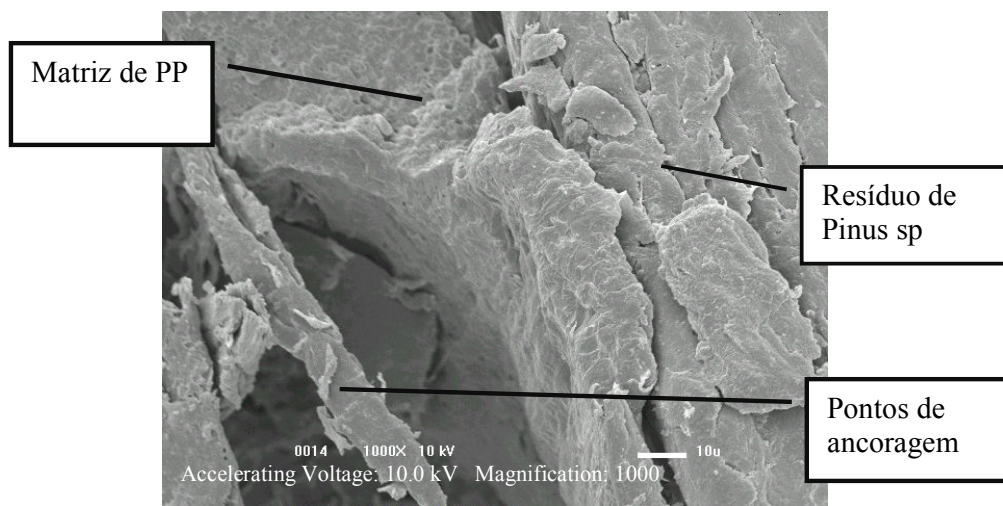


Figura 44– Micrografia MEV - 80/20, mesh 100, com MAPP

6 - CONCLUSÕES

Após os resultados obtidos, analisados e interpretados estatisticamente permitiu-se obter as seguintes conclusões:

- A adição do resíduo de *Pinus* sp possibilitou a obtenção de compósitos mais leves que a matriz pura. Os compósitos com a utilização de agentes de acoplamento foram mais densos do que os compósitos sem compatibilizantes e com a matriz pura. Tal fato pode ser explicado devido à possibilidade de o polímero ter penetrado nos traqueídes ou fraturas da madeira.
- A adição do resíduo de *Pinus* sp como reforço aumentou a resistência à flexão estática e à tração independente do tamanho de partícula, em relação à matriz pura.
- A adição do MAPP ou de organosilano não favoreceu ao aumento de resistência à flexão estática e à tração, mas possibilitou o aumento na resistência ao impacto em relação aos compósitos sem compatibilizantes.
- Através do MEV pode-se concluir que a dosagem de agente de acoplamento não foi suficiente para estabelecer ligações entre o polímero e as partículas de *Pinus* sp.

7-TRABALHOS FUTUROS

- Estudo da variação da dosagem de agentes de acoplamento, no compósito com objetivo de otimizar e favorecer a formação de pontos de ancoragem entre a matriz e o resíduo de *Pinus* sp e, conseqüentemente, melhorar a adesão interfacial.
- Avaliação do processo de alimentação side-feeder no controle da umidade do resíduo de madeira e homogeneização dos materiais.
- Estudo de outros processos de resfriamento durante a extrusão do compósito, com objetivo de eliminar a interferência da umidade.

8-REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 256-97** – Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics. 19 p.

_____. **ASTM D 570-00** – Standard Test Method for Water Absorption of Plastics, 2005. 4 p.

_____. **ASTM D 638-01** – Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. 13 p.

_____. **ASTM D 790-00** – Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. 9 p.

_____. **ASTM D 792-08** – Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement. 6 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211**: Agregados para concreto – Especificação, 1983. 5 p.

_____. **NBR 14929**: Madeira- Determinação do teor de umidade de cavacos – Método por secagem em estufa, 2003. 3 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DO PLÁSTICO - ABIPLAST. **Perfil 2008 – Indústria Brasileira de Transformação de Material Plástico**. São Paulo, 2008. 20 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE FABRICANTES DE PALETES - ABRAPAL. Entidades combatem paleteiros pirata. **Revista Tecnológica**, 2007. p 42.

CAMARGO, Alexandre Soares. **Compósito de polipropileno reforçado com farinha de madeira para aplicação em produtos moldados por injeção**. 85 f. Dissertação de Mestrado-Universidade São Francisco, Itatiba, São Paulo, 2006.

CORREA, C. A; NEVES, S; RAZZINO, A; HAGE, E. J. Compósitos termoplásticos com Madeira. **Polímeros**, vol. 13, n. 3, p. 154-165. 2003.

_____. Role of Maleated Coupling Agents on the Interface Adhesion of Polypropylene–Wood Composites. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, vol. 20, n. 3, 323. 2007.

CARASCHI, J. C.; RAMOS, U. M.; LEÃO, A. L. Compósitos biodegradáveis de polihidroxibutirato (PHB) reforçados com farinha de madeira: propriedades e degradação. **Acta Scientiarum**, Maringá, vol. 24, n. 6, p. 1609-1614. 2002.

CLEMONS, C. Wood-Plastic Composite in the United States, **Journal Forest Products**, v.52, n.02, p.18, june 2002.

EMPRESA CUSHMAN & WAKEFIELD. **Implementando Tecnologias Acessíveis para a Sustentabilidade da Construção Civil**. São Paulo, 2008. 23p.

DOSSA, D. **Importância sócio-econômica e ambiental**. EMBRAPA. 2005, Disponível em:<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Pinus/CultivodoPinus/11_importancia_socio_economica.htm>. Acesso em: 03 dez.2008.

DUNLAP, M.; ADASKAVEG, J. E. Introduction to the Scanning Electron Microscope. **Facility for Advanced Instrumentation**, p.52. 1997.

HRISTOV, V.N.; LACH, R.; GRELLMANN, W. Impact fracture behavior of modified polypropylene/wood fiber composites. **Polymers Testing**. n 23, p.581-589. 2004.

ICHAZO, M. N.; ALBANO, C.; GONZALEZ, J.;PERERA, R.;CANDAL, M.V. Polipropilene/wood flour composites: trataments and properties. **Composite Structure**. n. 54, p. 207-214. 2001.

KIM, S. J.; MOON, J. B.; KIM, G. H.; HA, C. S. Mechanical properties of polypropylene / natural fiber composites. Comparison of wood fiber and cotton fiber. **Polymer Testing**, n. 27, p. 801-806, 2008.

LA MANTIA, F. P.; MORREALE, M. Accelerated weathering of polypropylene/wood flour composites. **Polymer Degradation and Stability**, Palermo, n. 93, p.1252-1258, May.2008.

LEGAULT, M. R. Raising the bar on WPC durability. **Composites Technology**, p.6, Nov.2009.

LEÃO, A. L.; FERRÃO, P.C.; TEIXEIRA, R.; SARTOR, S.M. State of the Art For Extrusion and Injection Molding FPC - Fiber Plastics Composites in Brazil. **International Journal of Material and Product Tecnology**, vol. 36, n. 1-4, p. 134-154. 2009.

NAJAFI, S.K.; KIAEFAR, A.; HAMIDINA, E. Water Absorption Behavior of Composites from Sawdust and Recycled Plastics, **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v.26, n.03, p.9, mar 2007.

NOURBAKHS, A.; KOKTA, B.V.; ASHORI, A.; LATIBARI, A.J. Effect of a Novel Coupling Agent, Polybutadiene Isocyanate, on Mechanical Properties of Wood-Fiber Polypropylene Composites, **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v.0, n.00, 10p, may 2008.

PAIVA, Lucilene Bertega; MORALES, Ana Rita. **Estudo das Propriedades de Nanocompósitos de Polipropileno/ Polipropileno Grafitizado com Anidrido Maleico e Montmorilonita Organofílica**. 127 p. Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2005.

PLASTICO MODERNO. **Notícias**. 2009, Disponível em: <
<http://www.plasticomoderno.com.br/revista/pm414/noticias/noticias02.html>>. Acesso em:
05 jan.2010.

RANGAPRASAD, R. Wood Plastic Composites An Overview. In: IPI SEMINAR ON SYNTHETIC WOOD, 10, 2003, **Anais...** Mumbai: p.1-38. 2003.

REZENDE, Camila Alves. **Blendas de Nylon-6 com Polietileno e Polipropileno para fabricação de fibras Têxteis**. 122f. Dissertação de Mestrado-Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2004.

RODOLFO, A. J.; JOHN, V. M. Desenvolvimento de PVC Reforçado com Resíduos de *Pinus* para Substituir Madeira Convencional em Diversas Aplicações. **Polímeros**, vol.16 n 1, p.1-11, 2006.

SATO, Alex Kazuo. **Desenvolvimento e Caracterização de um Compósito Híbrido de Polipropileno Homopolímero e Micro Fibra de Sílica Amorfa e Fibra de Madeira, utilizando agente de acoplagem**. 109f. Dissertação de Mestrado-Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2008.

SOCIEDADE BRASILEIRA DE SILVICULTURA. **Relatório de Atividades 2007**. São Paulo, 2008,

SPINACÉ, M. A.; DE PAOLI, M. A. A tecnologia da reciclagem de polímeros. **Química Nova**, Campinas, vol 28, n. 1, p. 65-72, 2005.

SUAREZ, J. C.; COUTINHO, F. M. B.; SYDENSTRICKER, T. H. Analysis of the Fracture Behavior of Polypropylene - Sawdust Composites. **Polímeros**, vol.15 n. 2, 2005.

STOLF, D. O.; LAHR, F. A. R. Wood-Polymer Composite: Physical and Mechanical Properties of Some Wood Species Impregnated with Styrene and Methyl Methacrylate. **Materials Research**, vol.7 n. 4, p.611-617, 2004.

SREBRENKOSKA, V.; GACEVA, G. B.; AVELLA, M.; ERRICO, M. E.; GENTILE, G. Recycling of polypropylene-based eco-composites. **Polymer International**, n. 57, p.1252-1257, 2008.

SHIMIZU, J. Y. **Espécies de Pinus mais plantadas no Brasil**. EMBRAPA, 2005,

Disponível em:

<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Pinus/CultivadoPinus/03_especies_mais_plantadas_no_brasil.htm>. Acesso em: 03 dez.2008.

UNIVERSITY OF MASSACHUSETTS. Chelsea Center for Recycling and Economic Development. **An Investigation of the Potential to Expand the Manufacture of Recycled Wood-Plastic Composite Products in Massachusetts**. Chelsea, 2000.

YUAN, Q; WU, D; GOTAMA, J; BATERMAN, S. Wood Fiber Reinforced Polyethylene and Polypropylene Composites with High Modulus and Impact Strength. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**. 2008. Vol.21, 2008.

WOLCOTT, M.P; SMITH, P.M; HERMANSON, J. Opportunities and Challenge for WPC's in emerging Product areas, In: **8TH International Conference on Wood - Fiber composite**, Madison, 2005. 21p.

.

ANEXO A - ENSAIOS MECÂNICOS

TRAÇÃO
FLEXÃO
IMPACTO

Tabela A1 - Primeira fase – Análise “Multiple Range Tests” para resistência à tração:
fator tamanho partícula

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Mesh	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
3(mesh 100)	15	21,5527	X
2(mesh 40)	15	21,6873	X
1(mesh 16)	15	22,0793	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	0,392		0,739847
1 - 3	0,526667		0,739847
2 - 3	0,134667		0,739847

Tabela A2 –Primeira fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à tração:
fator traço

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
2(70/30)	15	21,4767	X
1(60/40)	15	21,6707	X
3(80/20)	15	22,172	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	0,194		0,739847
1 - 3	-0,501333		0,739847
2 - 3	-0,695333		0,739847

Tabela A3 – Segunda fase – Análise “Multiple Range Tests” para resistência à tração,
fator: agente de acoplamento.

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
agente acopl	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
2(Organosilano)	15	16,2613	X
3(MAPP)	15	19,9147	X
1(sem compatib)	15	21,5527	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*5,29133		1,06042
1 - 3	*1,638		1,06042
2 - 3	*-3,65333		1,06042

Tabela A4 – Segunda fase – Análise “Multiple Range Tests” para resistência à tração,
fator: traço

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
3(80/20)	15	18,4607	X
1(60/40)	15	19,5727	X
2(70/30)	15	19,6953	X
Contrast			
		Difference	+/- Limits
1 - 2		-0,122667	1,06042
1 - 3		*1,112	1,06042
2 - 3		*1,23467	1,06042

Tabela A5 – Primeira fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à flexão,
fator: tamanho partícula.

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Mesh	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
3(mesh 100)	14	32,9682	X
2(mesh 40)	15	35,3907	X
1(mesh 16)	15	36,8607	X
Contrast			
		Difference	+/- Limits
1 - 2		*1,47	0,930753
1 - 3		*3,8925	0,947228
2 - 3		*2,4225	0,947228

Tabela A6 – Primeira fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à flexão,
fator: traço

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
1(60/40)	15	34,4713	X
3(80/20)	14	34,6388	X
2(70/30)	15	36,1093	X
Contrast			
		Difference	+/- Limits
1 - 2		*-1,638	0,930753
1 - 3		-0,1675	0,947228
2 - 3		*1,4705	0,947228

Tabela A7 – Segunda fase – Análise “Multiple Range Tests” para resistência à flexão, fator: agente de acoplamento

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Level	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
2(Organosilano)	12	26,0492	X
1(sem compatib)	12	32,8292	X
3(MAPP)	12	33,8967	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*6,78		1,70245
1 - 3	-1,0675		1,70245
2 - 3	*-7,8475		1,70245

Tabela A8 – Segundo fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à flexão, fator: traço

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
3(80/20)	12	30,5008	X
1(60/40)	12	30,9792	X
2(70/30)	12	31,295	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	-0,315833		1,70245
1 - 3	0,478333		1,70245
2 - 3	0,794167		1,70245

Tabela A9 – Primeira Fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à impacto com entalhe, fator: tamanho partícula

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Mesh	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
1(mesh 16)	15	12,07	X
2(mesh 40)	15	13,256	X
3(mesh 100)	15	14,0813	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*-1,186		0,689176
1 - 3	*-2,01133		0,689176
2 - 3	*-0,825333		0,689176

Tabela A10 – Primeira Fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à impacto com entalhe, fator: traço

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
2(70/30)	15	11,454	X
3(80/20)	15	12,7873	X
1(60/40)	15	15,166	X

Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*3,712		0,689176
1 - 3	*2,37867		0,689176
2 - 3	*-1,33333		0,689176

Tabela A11 – Segunda fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à impacto com entalhe, fator: agente acoplamento

Method: 99,0 percent LSD			
Level	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
1(sem compatib)	9	14,0814	X
3(MAPP)	9	22,0246	X
2(organosilano)	9	22,4979	X

Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*-7,13322		1,39822
1 - 3	*-3,93356		1,39822
2 - 3	*3,19967		1,39822

Tabela A12 – Segunda fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à impacto. Impacto com entalhe, fator: Traco

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
2(70/30)	9	16,851	X
1(60/40)	9	17,0913	X
3(80/20)	9	24,6615	X

Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	0,441889		1,61005
1 - 3	*-3,424		1,61005
2 - 3	*-3,86589		1,61005

Tabela A13 – Primeira Fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à impacto sem entalhe, fator: tamanho partícula

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
Mesh	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
1(mesh 16)	15	39,5197	X
2(mesh 40)	15	60,0477	X
3(mesh 100)	15	68,8855	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*-20,5281		6,43097
1 - 3	*-29,3659		6,43097
2 - 3	*-8,8378		6,43097

Tabela A14 – Primeira Fase - Análise “Multiple Range Tests” para resistência à impacto sem entalhe, fator : traço

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
1(60/40)	15	49,7967	X
2(70/30)	15	76,8808	X
3(80/20)	15	83,1426	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*-27,0841		10,6754
1 - 3	*-33,3459		10,6754
2 - 3	-6,26178		10,6754

Tabela 15- Segunda Fase - Análise Multiple Range Tests para resistência à impacto sem entalhe, fator: agente de acoplamento

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
ag.acopl	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
2(organozilano)	15	63,1434	X
1(sem compatib)	15	64,9683	X
3(MAPP)	15	81,7082	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	1,82489		10,6754
1 - 3	*-16,7399		10,6754
2 - 3	*-18,5648		10,6754

Tabela 16- Segunda Fase - Análise Multiple Range Tests para resistência à impacto sem entalhe, fator: traço.

Method: 99,0 percent Tukey HSD			
traco	Count	LS Mean	Homogeneous Groups
1(60/40)	9	45,8463	X
2(70/30)	9	65,7629	X
3(80/20)	9	71,4606	X
Contrast	Difference		+/- Limits
1 - 2	*-19,9166		9,55209
1 - 3	*-25,6142		9,55209
2 - 3	-5,69767		9,55209