UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

FELIPE AUGUSTO SANTIAGO HANSTED

Desempenho físico-mecânico de painéis particulados de madeira com adição de nanocelulose

Guaratinguetá/SP
2019

Felipe Augusto Santiago Hansted

Desempenho físico-mecânico de painéis particulados de madeira com adição de nanocelulose

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para fim de qualificação da obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientadora: Profª. Drª. Cristiane Inácio de Campos
Coorientadora: Prof.ª Drª. Danielle Goveia

Guaratinguetá/SP
2019

Hansted, Felipe Augusto Santiago
H249d Desempenho físico-mecânico de painéis particulados de madeira com adição de nanocelulose / Felipe Augusto Santiago Hansted – Guaratinguetá, 2019.
62 f : il.
Bibliografia: f. 58-62

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2019.
Orientadora: Profª. Drª. Cristiane Inácio de Campos
Co-Orientadora: Profª Drª Danielle Goveia

1. Painéis de madeira. 2. Nanopartículas. 3. Microscopia eletrônica. I. Título.

CDU 620.1(043)

Luciana Máximo
Bibliotecária/CRB-8 3595

unesp

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

FELIPE AUGUSTO SANTIAGO HANSTED

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
"MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA"

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO: MESTRADO

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Profª. Drª. Ivonete Ávila
Coordenadora

BANCA EXAMINADORA:

Profª. Drª. CRISTIANE INACIO DE CAMPOS
Orientadora / UNESP-ITAPEVA

PARTICIPOU POR VIDEOCONFERÊNCIA

Prof. Dr. ANDRÉ LUIS CHRISTOFORO
UF São Carlos/SP

Profª. Drª. MARILIA DA SILVA BERTOLINI
UNESP-ITAPEVA

DADOS CURRICULARES

FELIPE AUGUSTO SANTIAGO HANSTED

NASCIMENTO	10.08.1986 – CAMPINAS/SP
FILIAÇÃO	Laercio José Ayres Hansted Maisa Aparecida Torres Santiago Hansted
2005/2008	Curso de graduação em Publicidade e Propaganda na Escola Superior de Marketing e Comunicação ESAMC – Campus Sorocaba
2009/2011	Curso de Pós-Graduação em Marketing, especialização, na Escola Superior de Marketing e Comunicação ESAMC – Campus Sorocaba
2014/Atual	Curso de graduação em Engenharia de Produção– Universidade Estadual Paulista – Campus Experimental de Itapeva (em andamento).
2017/2019	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a Deus, minha família, minha noiva e meus amigos, sem o apoio dos quais nada disso seria possível. Gostaria de agradecer também a toda a equipe da UNESP, docentes, servidores e técnicos que me ajudaram muito, em especial a minha orientadora e minha coorientadora, que ajudaram a me fazer entender o caminho da pesquisa.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior- Brasil (CAPES) - código de financiamento 001.

RESUMO

O segmento de painéis à base de madeira tem apresentado crescente expansão e competitividade, especialmente com aplicações na indústria moveleira e construção civil. No entanto, para garantir a competitividade os produtos devem apresentar propriedades equivalentes aos concorrentes. Neste contexto o estudo dos materiais ganha espeço, principalmente incorporando o uso da nanotecnologia para melhorar as características dos painéis, ampliando suas aplicações. Com base no exposto definiu-se o objetivo do presente estudo que foi avaliar as propriedades físicas e mecânicas dos painéis MDP a partir da adição de porcentagens distintas (0%, 25%, 50% e 100% em relação à água) de solução aquosa de nanocelulose associada ao adesivo ureia-formaldeído, essa geralmente utilizada na produção dos painéis. Os resultados obtidos permitiram concluir que não houve diferença estatística significativa nas propriedades de densidade e teor de umidade dos painéis em nenhuma das porcentagens adicionadas em comparação ao painel testemunha. A análise de imagens a partir de microscopia eletrônica de varredura permitiu observar uma superfície mais polida, com menor presença de irregularidades o que torna o painel mais adequado para o recebimento de revestimentos. Os testes mecânicos indicaram que não houve diferença estatística significativa para os testes de flexão estática, adesão interna e arrancamento de parafuso. Observou-se que houve uma tendência de redução das propriedades de adesão interna, resistência e rigidez dos painéis com o aumento da porcentagem de nanocelulose. Entretanto, para os testes de arrancamento de parafuso observou-se uma tendência de melhora dos resultados com a adição de até 50% de solução de nanocelulose. Com base nos resultados obtidos pode-se concluir que o melhor desempenho em acabamento superficial foi conseguido para painéis com adição de 50% de solução que atendeu a todas as especificações normativas na norma ABNT e ANSI.

PALAVRAS-CHAVE: Painel de partículas. Características físicas. Características mecânicas. Nano partícula.

ABSTRACT

The wood-based panel segment has shown increasing expansion and competitiveness, especially with furniture industry and civil construction applications. However, to ensure competitiveness the products must present equivalent properties to competitors. In this context, the study of materials is gaining momentum, mainly incorporating the use of nanotechnology to improve the panels characteristics, expanding their applications. Based on the foregoing, the aim of the present study was to evaluate the physical properties of MDP panels by adding nanocellulose (in different percentages 0%, 25%, 50% and 100% regarding the water total) to the urea-formaldehyde adhesive in this type of panel production. The results showed that there was no significant statistical difference in the properties of density and moisture content of the panels in any of the percentages added in comparison to the control panel. The analysis of images from scanning electron microscopy allowed to observe a more polished surface, with less presence of irregularities which makes the panel more suitable for the reception of coatings. The mechanical tests indicated that there was no significant statistical difference for the tests of static flexion, internal adhesion and screw pulling. It was observed that there was a tendency of reduction of the internal adhesion properties, resistance and rigidity of the panels with the increase of the percentage of nanocellulose. However, for the bolt pull tests, a trend of improvement was observed with the addition of up to 50% of nanocellulose solution. Based on the results obtained it can be concluded that the best superficial performance was achieved for panels with 50% solution addition that met all ABNT and ANSI normative specifications.

KEYWORDS: Particleboard. Physical characteristics. Mechanical characteristics. Nanoparticle.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura de um painel MDP. 16
Figura 2 - Processo produtivo de painéis de madeira aglomerada (MDP). 18
Figura 3 - Estrutura molecular da Celulose. 25
Figura 4 - Modelo de fibrila elementar: seção longitudinal (a) e seção transversal (b). 26
Figura 5 - Polpa de Celulose..... 30
Figura 6 - Fases de preparação de polpa de celulose..... 31
Figura 7 - Montagem do sistema de hidrólise ácida. 32
Figura 8 - Eppendorfs sendo colocados na centrífuga..... 33
Figura 9 - Diferença na amostra antes e depois de cada ciclo de centrifugação. 33
Figura 10 - Aparelho Zetasizer “nano” da marca Malvern. 35
Figura 11 - Fases de preparação do painel de MDP. 35
Figura 12 - Colchão após pré-prensagem, com detalhe. 36
Figura 13 - Preparação dos corpos de prova. 36
Figura 14 - Amostras analisadas e Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). 41
Figura 15 - Exemplo de Polidispersão..... 44
Figura 16 - Relação concentração e tamanho das partículas da amostra 3A..... 45
Figura 17 - Tratamentos diferentes em microscopia eletrônica de varredura. 57
Figura 18 - Mapa de microscopia óptica com aumento de 50 x..... 58

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Tratamentos de Nanocelulose nos painéis.....29
Tabela 2 –Tempo de ultrassonificação das amostras.....34
Tabela 3 – Índices relativos as amostras de nanocelulose.....43
Tabela 4 – Índices relativos à densidade dos painéis de MDP.....46
Tabela 5 – Índices relativos à absorção dos painéis de MDP.....47
Tabela 6 – Índices relativos ao inchamento dos painéis de MDP.....48
Tabela 7 – Índices relativos ao teor de umidade dos painéis de MDP.....49
Tabela 8 – Índices relativos à adesão interna dos painéis de MDP.....51
Tabela 9 – Índices relativos ao arrancamento de parafusos no topo dos painéis de MDP.....52
Tabela 10 – Índices relativos ao arrancamento de parafusos na face dos painéis de MDP.....53
Tabela 11 – Índices relativos ao MOE dos painéis de MDP.....54
Tabela 12 – Índices relativos ao MOR dos painéis de MDP.....56

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MDP	*Medium Density Particleboard*
OSB	*Oriented Strandboard*
MDF	*Medium Density Fiberboard*
HDF	*High Density Fiberboard*
NC	Nano partícula de celulose
CNF	Nano fibras de celulose
CNCs	Nano cristais de celulose
NCDs	Nano domínios não cristalinos
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 12

2 OBJETIVOS 14

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS 14

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 15

3.1 PAINÉIS À BASE DE MADEIRA 15

3.2 MDP – PAINEL DE PARTÍCULAS DE MÉDIA DENSIDADE 16

3.2.1 Processo produtivo do MDP 18

3.2.2 Adesivos e aditivos para a produção de painéis MDP 19

3.3 NANOMATERIAIS 21

3.3.1 Nanopartículas em painéis 22

3.4 NANOCELULOSE 23

3.4.1 Estrutura da Celulose 24

3.4.2 Classificação da nanocelulose 26

3.4.3 Processo produtivo da nanocelulose 27

3.5 CONSIDERAÇÕES SOBRE A REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 28

4 MATERIAIS E MÉTODOS 29

4.1 MATERIAIS 29

4.2 PRODUÇÃO DE NANOCELULOSE 30

4.2.1 Etapas de laboratório 31

4.2.2 Ultrassonificação e filtragem. 33

4.2.3 Caracterização do tamanho da Nanocelulose. 34

4.3 PRODUÇÃO DE PAINEL DE MDP 35

4.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA 37

4.4.1 Densidade aparente 37

4.4.2 Teor de umidade 37

4.4.3 Inchamento em espessura e absorção de água 38

4.5 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA 38

4.5.1 Flexão Estática 38

4.5.2 Adesão Interna 39

4.5.3 Arrancamento de Parafuso 40

4.6 ANÁLISE DE IMAGENS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA 40

4.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA 41
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 42
5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE NANOCELULOSE 42
5.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS PAINÉIS MDP 45
5.2.1 Densidade aparente 45
5.2.2 Absorção de água 24 horas 46
5.2.3 Inchamento em espessura (IE) 48
5.2.4 Teor de umidade (TU) 49
5.3 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DOS PAINÉIS DE MDP 50
5.3.1 Adesão interna 50
5.3.2 Arrancamento de parafuso topo 52
5.3.3 Arrancamento de parafuso face 53
5.3.4 MOE Flexão 54
5.3.5 MOR Flexão 55
5.4 ANÁLISE DE IMAGENS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA 57
6 CONCLUSÕES 59
REFERÊNCIAS 61

1 INTRODUÇÃO

O esgotamento de recursos naturais à base de petróleo e possíveis problemas que tal fonte de recursos traz ao meio ambiente, como poluição atmosférica, degradação de áreas marinhas e o aquecimento global, estimulou o interesse e pesquisa de diversos setores no desenvolvimento de materiais ambientalmente sustentáveis. Tais materiais, geralmente, são compostos de elementos que em sua maioria não degradam ou agridem o meio ambiente seja em seu processo produtivo, seja em sua natureza química e física. Atualmente, esse rol de materiais compreende em grande parte aqueles que são compostos de celulose, hemiceluloses e lignina (MIAO et al., 2014; MTIBE et al., 2015).

O Brasil é um país detentor de vasta área de florestas, no entanto, com a busca por racionalização desse bem e com um mercado cada vez mais intenso, competitivamente percebe-se a necessidade de se desenvolver novas tecnologias que possibilitem uma menor geração de resíduos e maior utilização dos recursos como um todo, sendo assim nasce a indústria de painéis de madeira. Este segmento consome menor quantidade de energia quando comparado à produção de plásticos, aço e outras industrias tidas como clássicas (ELEOTÉRIO, 2000).

Os painéis à base de madeira apresentam-se como alternativas extremamente viáveis à madeira maciça, uma vez que, além de suas propriedades mecânicas geralmente apresentarem valores bem elevados, os mesmos podem minimizar alguns defeitos decorrentes do processo de secagem, e mesmo defeitos da própria madeira como nós, desvio de grã, medulas, tal como limitações advindas da própria dimensão das peças de madeira serrada, proporcionando assim uso mais absoluto da matéria-prima sem comprometer a qualidade final do produto.

A indústria de painéis de madeira reconstituída tem se mostrado cada vez mais proeminente apresentando assim grande relevância, podendo suprir tanto no quesito quantidade quanto no quesito qualidade demandas do setor madeireiro (TRIANOSKI, 2010).

Sendo assim, painéis à base de madeira tem se mostrado na sociedade atual como produtos de um valor agregado alto que além de tudo possuem a possibilidade de serem utilizados em muitas aplicações dentro da indústria moveleira e a indústria da construção civil.

Atualmente, os painéis à base de madeira de maior destaque no mercado são: as chapas de lâmina de madeira (compensados e painéis de lâminas paralelas), as chapas de partículas, Medium Density Particleboard (MDP), Oriented Strand Board (OSB) e waferboard e as chapas de fibras de madeira, chapa dura, Medium Density Fiberboard (MDF) e High Density Fiberboard (HDF). Entre esses citados pode-se dar ênfase especial para os painéis MDP (Medium Density Particleboard), sendo os mesmos uma evolução dos antigos painéis

conhecidos como aglomerados, tal evolução se dá especialmente por o MDP atual possuir três camadas, sendo que dessas, duas são compostas de partículas menores nas faces do painel e uma de partículas maiores no centro do mesmo. (MESQUITA et al., 2015)

Em contrapartida, um dos aspectos que ainda requer ajustes é o desempenho dos painéis quando expostos as condições externas e à umidade. Atualmente, utiliza-se a emulsão de parafina como maneira de tornar o painel mais hidrofóbico. Estudos recentes têm indicado novos constituintes que possam ser adicionados aos painéis melhorando suas propriedades físicas e mecânicas. Neste contexto pode-se destacar as nanopartículas.

Ulker (2018) versa que se houver irregularidades de superfície em um painel composto, elas podem aparecer através das sobreposições dos materiais. Portanto, a qualidade geral do produto final pode ser afetada por tais irregularidades, o que influencia diretamente em custos do processo produtivo

De acordo com Kelly et al. (2002) uma nanopartícula possui tamanho de 1 a 100 nm (nanômetros), tendo forma, posição e tamanho variados, assim como sua natureza química, uma vez que as propriedades do material estão diretamente unidas a atributos deste caráter, principalmente, o tamanho.

A utilização de nanopartículas em painéis à base de madeira vem avançando em termos de estudos científicos. A proposta de adição de um nanomaterial é melhorar as propriedades dos produtos já existentes. Em paralelo a isso, surgem as nanopartículas produzidos a partir da polpa celulósica, que apresentam particularidades que a tornam interessante sua associação com a madeira e, também, painéis à base de madeira.

2 OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo principal estudar a influência das nanopartículas de celulose, no desempenho físico-mecânico e acabamento superficial de painéis particulados de madeira de média densidade, produzidos com madeira de eucalipto e resina ureia-formaldeído.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar a melhor condição de potencial zeta de nanocelulose para a produção de painéis de partículas de média densidade;
- Avaliar o desempenho físico dos painéis para os diferentes tratamentos;
- Avaliar o desempenho mecânico dos painéis para os diferentes tratamentos;
- Avaliar a variação da estrutura microscópica dos painéis de partículas de média densidade para os diferentes tratamentos a partir da análise de imagens.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta etapa será exibida a base de referencial teórico que foi utilizada para a concretização desta dissertação. Serão apresentados os temas relacionados aos painéis à base de madeira, painéis de partículas de média densidade: características, aplicações e inovações, nanocelulose, processo de obtenção e tipos diferentes de estruturas nanométricas obtidas a partir da celulose.

3.1 PAINÉIS À BASE DE MADEIRA

A contribuição econômica, social e ambiental do setor florestal de espécies não nativas é extremamente expressiva no Brasil. Segundo Iwakiri et al. (2013), o país em 2008 possuía 6,5 milhões de hectares de florestas não nativas, dos quais 4,26 milhões são florestas de eucaliptos e 1,87 milhão são de florestas de pinus. Este setor contribui com cerca de R$9 bilhões em impostos e cria 2,2 milhões de empregos diretos e indiretos.

Na indústria madeireira os painéis de madeira podem ser classificados como estruturas feitas com madeiras sejam estas em lâminas ou em diferentes formatos de desagregação. Estes materiais são unidos com a adição de resina sintética e aglutinados sob ação de calor e pressão. Sendo feitos de maneira industrial aumentam os possíveis aproveitamentos da madeira em diferentes utilizações como na fabricação de elementos estruturais, móveis e pisos ou até mesmo na construção civil (GONÇALVES et al., 2008).

O uso e aplicação de produtos de madeira têm crescido muito nos últimos anos, não só no Brasil, mas em todo o mundo. Painéis à base de madeira são reconhecidos como a principal matéria-prima em uma variedade de outras indústrias de produtos de madeira, como pisos, mobiliário, embalagem, construção naval e diversos segmentos de construção. O consumo brasileiro de painéis à base de madeira aumentou cerca de 15,9% em 2017 quando comparado com 2016, podendo relatar um aumento no faturamento, passando de 246 para 285 milhões de dólares. (VARANDA et al., 2018)

As florestas de Pinus são a principal fonte de matéria-prima na fabricação de painéis, contudo, diferentes espécies também são empregadas em menor escala, e várias ainda têm sido avaliadas quanto a sua viabilidade para inclusão na produção industrial e avanço das propriedades destes painéis. (TRIANOSKI et al., 2013)

O Brasil destaca-se entre os países mais avançados no tocante a produção de painéis de madeira reconstituída, uma vez que, grande parte das fábricas implantadas no país são de última geração (ABIPA, 2018).

Entende-se que os painéis reconstituídos possuem maior percentual econômico de mercado, uma vez que esses produtos possuem grande valor agregado e demanda. Painéis aglomerados apresentam as maiores taxas de crescimento neste segmento, tanto em âmbito nacional quanto em âmbito mundial e, isto pode ser explicado, em parte, dada a quantidade de produtos existentes e possibilidade de aplicações para diversos fins (BERTOLINI, 2011).

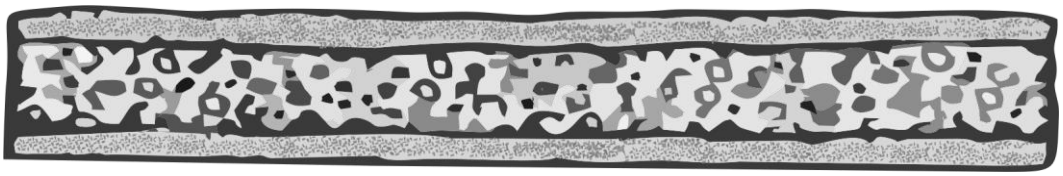
Sellers (2000) ressalta que a demanda por painéis à base de madeira, como chapa de lascas orientadas, compensado, aglomerado, chapa dura, chapas compostas de lâminas e chapas de fibras de média densidade, acendeu consideravelmente na maioria dos países.

3.2 MDP – PAINEL DE PARTÍCULAS DE MÉDIA DENSIDADE

MDP significa *Medium Density Particleboard*, sendo definido por painel de partículas de média densidade. Tal painel é classificado como um material compósito e, ainda de acordo com a ABIPA (2018), o painel MDP é produzido com a concepção de três camadas, sendo que duas camadas de superfície, ou de face, são constituídas de partículas com dimensões reduzidas, e a camada interna do painel, é formada por partículas de maior dimensão, como pode ser visto na Figura 1.

Conforme com a norma brasileira NBR 14810-1:2018, o painel pode variar de 3 mm a 50 mm em espessura, sendo composto por partículas de madeira com a adição de resinas naturais ou sintéticas, feito sob a ação de calor e pressão, e em sua maioria podem ser com uma densidade média entre 551 e 750 kg/m³.

Figura 1 - Estrutura de um painel MDP.



Fonte: Adaptado de Iwakiri (2005) .

O MDP é considerado como sendo uma inovação tecnológica do painel de madeira aglomerada. O painel aglomerado surgiu na Alemanha em meados dos anos 1940, como

maneira de possibilitar a aplicação de resíduos de madeira, frente ao impedimento de se conseguir madeiras de boa qualidade para a fabricação de painéis compensados, dado o isolamento da Alemanha durante a Segunda Guerra Mundial (IWAKIRI, 2005).

De acordo com Irle et al. (2012) as partículas de maior comprimento se mostram melhores para grande parte das propriedades dos painéis, no entanto, partículas de tamanho reduzido proporcionam uma qualidade da superfície e dureza.

O MDP, por sua fabricação, e mesmo sem as evoluções tecnológicas ainda como aglomerado, apresenta diversos benefícios quando comparado a outros produtos à base de madeira sem exceção à madeira serrada. Iwakiri (2005) relata ainda que alguns desses benefícios são: supressão de fatores redutores de resistência da madeira, como nós, inclinação da grã, lenhos, entre outros; supressão de efeitos da anisotropia; possibilidades de acomodamentos das propriedades físico-mecânicas dos painéis devido ao controle de parâmetros de processo como geometria das partículas, resina, grau de densificação, entre outros; exigências menos específicas em relação a matéria-prima com dimensões; custo de produção reduzido, este fato geralmente atrelado a qualidade da madeira e mão de obra.

Atualmente, o MDP é tido como o painel à base de madeira de maior produção e consumo mundial e, em território nacional representa quase 50% da produção total de painéis reconstituídos. Importante ressaltar que o consumo de tal produção se destina, praticamente, em sua completude no mercado interno, para poucos casos de exportação do material, grande parte se concentra nos países sul-americanos (ABRAF, 2013).

Reduzir materiais lignocelulósicos a partículas requer menos energia do que reduzir o mesmo material em fibras. No entanto, o aglomerado simples geralmente não se apresenta tão resistente quanto o painel de fibras, dada a natureza fibrosa dos materiais lignocelulósicos. (Wood Handbook, 2010).

Na produção mundial de produtos engenheirados de madeira, foram produzidos cerca de 405,9 milhões de m³ em 2017 e, a representação de painéis MDP é expressiva e corresponde a aproximadamente 23% da produção mundial com cerca 93,2 milhões de m³, de acordo com a Food and Agriculture Organization- ONU - FAO (2018).

Os painéis são produzidos a partir de partículas de madeira, com a inclusão de adesivos, e estabilizadas por meio de prensa a quente. Seu processo produtivo, em geral, envolve as seguintes etapas: geração de partículas, secagem, classificação das partículas, administração do adesivo e aditivo químico, montagem do colchão, pré-prensagem, prensa a quente, acondicionamento e acabamento (IWAKIRI, 2005).

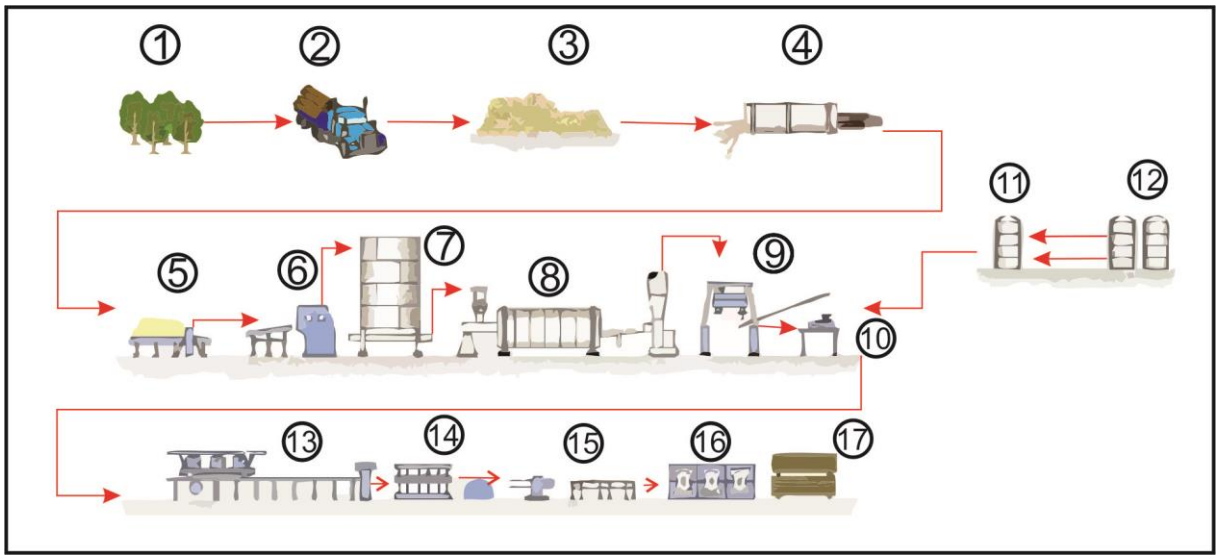
Como já mencionado, a matéria-prima principal dos painéis MDP é a madeira, a mesma geralmente é proveniente de plantios florestais, sendo de pinus, eucalipto ou ainda uma mistura das duas espécies. Geralmente, na produção do painel o adesivo mais empregado é a resina sintética ureia-formaldeído (UF). Outra opção um pouco menos comum ao uso é a resina melamina-formaldeído, está geralmente mais utilizada em situações que o painel requer melhor desempenho em ambientes com maior umidade ou com contato direto com a água. Em adição a resina, aditivos também são misturados, como retardantes de fogo, preservantes e emulsão de parafina, visando aperfeiçoar características do produto final (MACIEL et. al., 2004).

Segundo Duran et al. (2006) vários estudos visam a melhoria da matéria-prima, dos preservantes, adesivos e demais aditivos, sendo assim, uma notável inovação no setor seria a possibilidade do uso de nanopartículas, uma vez que a ciência e tecnologia visa cada vez mais estudar as propriedades destes nanomateriais, a nanocelulose por exemplo seria um destes materiais que de acordo com Dufresne (2010) apresenta elevado módulo de Young (100 GPa), mostrando-se muito adequado para materiais compósitos em geral.

3.2.1 Processo produtivo do MDP

A Figura 2 apresenta fluxograma da produção industrial de MDP, no entanto, as etapas produtivas mostradas apresentam pequenas variações entre diferentes indústrias deste segmento.

Figura 2 – Processo produtivo de painéis de madeira aglomerada (MDP).



Fonte: Adaptado de Iwakiri (2016).

Na figura 02 as etapas mostradas são: 1. Floresta de plantio; 2. Transporte de toras; 3. Pátio de madeiras; 4. Descascador; 5. Esteira transportadora de madeira; 6. Produção de cavacos e partículas; 7. Silo de armazenagem; 8. Secador; 9. Peneira; 10. Aplicador de cola; 11. Preparação de cola; 12. Fábrica de resina; 13. Formadora; 14. Prensa; 15. Serra esquadrejadeira; 16. Lixadeira; 17. Estoque.

De acordo com Ranita et. al (2005), a concretização do painel particulado ocorre durante o próprio processo de prensagem, no qual, dentro de um determinado tempo juntamente com a aplicação de elevada pressão e temperatura as condições necessárias finais são adquiridas pelo colchão de partículas, sejam elas quanto à espessura, ou ainda, propriedades físico-mecânicas. A etapa de prensagem é uma das partes mais importantes e, também, de maior custo operacional do processo de fabricação, sendo assim um controle severo de todos os parâmetros operacionais é extremamente necessário visando garantir a qualidade do produto.

Ainda segundo o mesmo autor, a seção interna do colchão é de fato influenciada por parâmetros do processo de prensagem, transferindo assim essa influência para as propriedades físico-mecânicas do painel. Os parâmetros principais do processo de prensagem são conhecidos e listados a seguir: temperatura, pressão e o tempo de duração do ciclo de prensagem. (RANITA et. al 2005).

Ainda sobre propriedades da madeira, a densidade básica pode afetar a relação entre pressão de prensagem e resistência do colchão de partículas, e assim, provocar mudanças na distribuição da densidade em um nível vertical, fato este que pode resultar em uma grande variação no processo produtivo do painel e por final de suas propriedades (WANG et al., 2000).

Quanto a geometria das partículas Maloney (1993), ressalta que quanto menor a dimensão das mesmas maior será o consumo relativo de resina, uma vez que deve-se levar em conta a área superficial específica das partículas que serão recobertas. Aplicando a mesma quantidade de resina a produção de painéis com partículas maiores apresenta maior ligação interna.

3.2.2 Adesivos e aditivos para a produção de painéis MDP

De acordo com Iwakiri (2005), adesivo é um tipo de material com propriedades aderentes, sendo então capaz de manter unidos outros materiais em suas superfícies, formando uma ligação em suas áreas superficiais intensa e diuturna.

Os principais fatores que influenciam na escolha de um adesivo incluem o custo, compatibilidade com o processo de produção, a força da colagem e a durabilidade. Sendo que

tal adesivo não deve reagir instantaneamente ao ter contato com a temperatura, mas seja ativado pelo calor durante o processo de prensagem (FRIHART,2012).

Atualmente, existem diversas alternativas de eficácia e produtividade que, quando adicionadas ao número crescente de usos, exigem ciência especializada para a escolha dos produtos e processos mais apropriados às operações de colagem. Em adição a própria pluralidade de objetivos de produção na indústria faz com que cada processo tenha características únicas, demandando assim soluções também ímpares. O nível de refinamento tecnológico e especializado para a escolha de produtos e processos de colagem fica claro por meio de estudos que demonstram a diversidade de classificação dos adesivos para madeira (HAUBRICH et al., 2007).

Ainda segundo Iwakiri (2005) os adesivos mais utilizados pela indústria de painéis à base de madeira são: ureia-formaldeído (UF); fenol-formaldeído (FF) e melamina-formaldeído (MF), hoje em dia sendo este último quase que em sua totalidade substituído por melanina-ureia-formaldeído (MUF).

- Ureia-formaldeído

Resina utilizada, geralmente, na fabricação de painéis de MDF, misturada com aditivos específicos que visam aprimorar suas características.

A resina ureia formaldeído tem uma extensa aplicação na indústria madeireira, na colagem de madeira sólida e compostos laminados e particulados, uma vez que possui baixo custo, facilidade de manuseio, cura rápida e é incolor, não conferindo assim cor desfavorável à superfície do painel. No entanto, uma das desvantagens incide na sua sensibilidade a degradação hidrolítica na presença de ácidos ou até mesmo umidade, notadamente em temperaturas moderadas a elevadas. (IWAKIRI, 2005).

- Fenol-formaldeído

A resina tem como principal característica a alta resistência à umidade, sendo recomendada para utilização exterior. Seu uso dispõe-se principalmente para produção de compensados resistentes à água, painéis de fibras (duras), painéis aglomerados e estruturais “waferboard” e “OSB”. Apresenta, no entanto, um custo relativamente alto. (IWAKIRI, 2005).

- Melanina-ureia-formaldeído

A resina melamina-ureia-formaldeído resulta da união das resinas ureia-formaldeído com melamina-formaldeído. A adição de melamina confere maior resistência à umidade, fornecendo

grupos aminados sem introduzir grupos hidrolisáveis na rede, sendo assim pode praticamente ser encarada como um aditivo para evitar a hidrólise (ALMEIDA, 2006).

Além dos adesivos, outros constituintes são importantes para garantir a efetiva qualidade dos painéis. Estes constituintes são denominados aditivos, produtos químicos adicionados as partículas de madeira durante o processo de aplicação do adesivo, sendo utilizados a fim de melhorar certas propriedades dos painéis. Alguns aditivos e suas finalidades são descritos a seguir:

• Catalisador: tem como função reativar a pré-condensação e aumentar a velocidade de polimerização e cura da resina. O catalisador quando adicionado reduz o pH da resina e, assim acelera seu endurecimento (IWAKIRI,2005). Segundo Maloney (1993), o catalisador algumas vezes pode já estar incorporado a resina sem a necessidade de adição durante o processo ou podem ser adicionados durante o processo de encolagem.

• Emulsão de parafina: este aditivo tem como finalidade reduzir a higroscopicidade das partículas que constituem o painel auxiliando na melhor estabilidade dimensional, ou seja, o painel torna-se menos higroscópico. Suchsland (1990) observa ainda que a parafina tem a única finalidade de aumentar a resistência à umidade do painel, e que durante o processo de fabricação a parafina pode ser adicionada no colchão junto com a resina. Segundo Almeida (2006), a emulsão fornece aos painéis a impermeabilização a água e a estabilidade dimensional, sendo estas propriedades importantes para operações realizadas após o processo de colagem.

• Retardante de fogo: Este aditivo serve para diminuir a facilidade com que os painéis propaguem o fogo, porém não é muito utilizado, pois segundo alguns autores diminuem a resistência dos painéis, principalmente os produzidos com uréia-formaldeído, sendo seu uso indicado para asilos, hospitais, etc. (IWAKIRI, 2005 e MALONEY, 1993).

3.3 NANOMATERIAIS

O segmento da ciência que estuda materiais de dimensões nanométricas é denominado nanociência ou nanotecnologia, sendo uma área de pesquisa e desenvolvimento que pesquisa os mais diversificados tipos de materiais, sejam eles polímeros, cerâmicas, metais, semicondutores, compósitos e/ou biomateriais (DURÁN, et al., 2006).

Tais materiais e sistemas possuem estruturas e componentes que exibem propriedades e fenômenos físicos, químicos e/ou biológicos expressivamente inovadores dada sua escala.

Manter as interfaces e integração dessas nanoestruturas estáveis em ambas escalas, micrométrica e macroscópica, é o maior desafio da atual nanotecnologia (DURÁN, et al., 2006).

Nanomaterial artificial é definido por ser sintetizado para uma determinada finalidade podendo, portanto, ser encontrado de diversas formas. Pode-se ainda ser subdividido em orgânicos e inorgânicos. (Sabdin, 2010).

A nanotecnologia, nos últimos anos recebeu investimentos significativos, chegando a valores de capital investido com estimativas em torno de 18 bilhões de dólares entre 1997 e 2005. (Sabdin, 2010).

3.3.1 Nanopartículas em painéis

A nanopartícula pode ser definida como material com tamanho de 1 a 100 nm (nanômetros), havendo grande disparidade na literatura quanto a outros parâmetros como à sua forma, seu estado físico, superfície, natureza química e seu meio de dispersão, sendo assim, as propriedades do material estão diretamente ligadas a tais características. (MARTINS, 2015)

De acordo com Taghiyari (2011) alterações inusitadas nas propriedades de um sólido podem acontecer uma vez que o tamanho de uma partícula ou o tamanho dos grãos do material é reduzido em escala nanométrica.

Lage (2011) versa que nanomateriais apresentam elevado número relativo de átomos superficiais, fazendo assim com que esses materiais sejam extremamente interativos com o meio em que se encontram, o controle do número e o padrão desses átomos proporciona mudanças nas propriedades dos mesmos, assim como na atividade catalítica dos átomos.

Estudos científicos quanto a aplicação de nanopartículas em painéis vêm sendo realizada em diversos países. Destacam-se estudos realizados por Roumeli et al. (2012) que utilizou nanopartículas de sílica juntamente as resinas à base de formaldeído. Neste trabalho o autor encontrou interferências das nanopartículas nas propriedades mecânicas dos painéis e resultados mais significativos quanto ao inchamento em espessura do painel em contato com água.

Cardoso et al. (2016) estudou as propriedades da adição de nanocelulose em painéis de madeira aglomerada e, obteve resultados sem diferença estatística, ou seja, sem melhora significativa para diferentes propriedades mecânicas e físicas dos painéis.

De acordo com Papadoulos (2010) chapas de MDP, OSB e MDF que foram com tratadas com um composto nanotecnológico chamado de SurfaPoreTMW, composto esse que contem

três tamanhos distintos de nanopartículas de SurfaPore, apresentaram resultados de inchamento melhores, em aproximadamente 12%.

Sabdin (2010) cita pesquisas realizadas por Hanz Joachim Denzer e Oliver Frederik Klaeusler com foco em um filme composto por nanopartículas, um material de superfície ativa, uma resina e um polimérico dispersante. Em adição, também revelam que nanopartículas de sílica, óxido de titânio e óxido de zinco para alteração da superfície de paredes de madeira aperfeiçoam a resistência à estabilidade química e a aptidão de repelir e dispersar a água, óleo, bactérias, poeira orgânica, eletricidade, magnetismo e luz.

Propriedades mecânicas de grande parte das fibras naturais são influenciadas por uma gama de fatores, especialmente composição química e localização geográfica da espécie, outros fatores de influência a serem citados são: a idade da espécie, o processo de obtenção do material, defeitos na microestrutura e detalhes sobre solo e irrigação onde estão plantados. (DUFRESNE, 2013).

Ainda de acordo com Dufresne (2013) avanços em materiais fibrosos e compostos de fibras podem ser adquiridos pela seleção e isolamento das fibrilas altamente cristalinas destes materiais. No caso da celulose, as propriedades mecânicas de suas microfibrilas se apresentam com maior intensidade e menos dispersas que das fibras lignocelulósicas das quais são removidas por conta de sua natureza mais homogênea.

3.4 NANOCELULOSE

A celulose é o tipo de matéria orgânica mais abundante na Terra, com uma produção biossintética anual estimada em mais de 1011 toneladas (Habibi, 2010). Celulose em tamanho regular tem sido utilizada como matéria-prima em diversos processos industriais, um exemplo clássico é a fabricação de fibras têxteis sintéticas empregadas como componentes principal em revestimentos e a fabricação de celulose e papel, gêneros alimentícios, filmes ópticos, cosméticos, aditivos em materiais de construção entre outros. Dadas suas propriedades, como durabilidade, uniformidade e funcionalidade sua utilização continua crescendo em diversos campos. Atualmente processos que utilizam nanopartículas de celulose (NC) para a constituição de novos biomateriais tem sido mais estudados .(MIAO et al., 2014; MTIBE et al., 2015; NETO et al, 2013; PETERSSON et al., 2006; HABIBI et al., 2010; KLEMM et al., 2011).

A arquitetura molecular singular da celulose natural incide em fibrilas e cristalitos que, em uma escala nanométrica, aceitam a extração desses nano constituintes por intermédio de tratamentos mecânicos e químicos, ou até mesmo pela combinação das duas técnicas.

Nano fibras de celulose destacadas (CNF) se apresentam como formações longas, flexíveis e finas, combinadas de domínios alternados amorfos e cristalinos, já os nano cristais de celulose (CNCs) se mostram em formas de hastes de maneiras cristalina. (DUFRESNE, 2013).

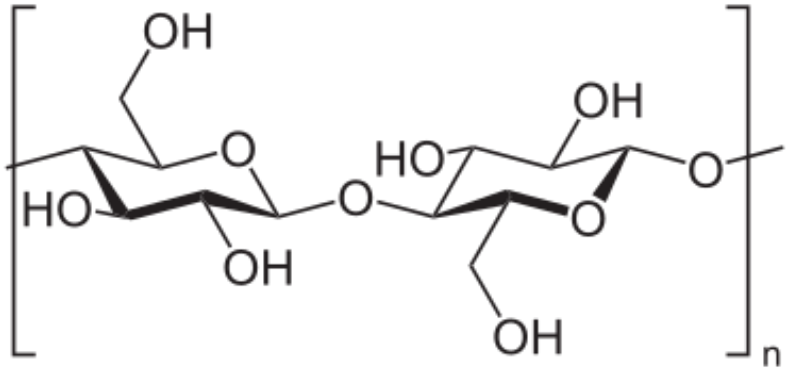
Vários esforços de pesquisa focados em diferentes aplicações da nano celulose têm sido desenvolvidos, dada sua disponibilidade, dimensionalidade em nano escala, peso leve, morfologia singular e propriedades físicas e químicas. (PRANGER et al., 2008; DUFRESNE, 2013).

3.4.1 Estrutura da Celulose

A estrutura morfológica e física da celulose em seu estado natural, encontrada em paredes celulares de plantas, é muito intricada e heterogênea, dado especialmente, por causa de sua agregação intrínseca com outros componentes vegetais (polissacarídeos, lignina, etc.).

Celulose se apresenta como um polissacarídeo, sendo um polímero de cadeia linear com dimensão que gera insolubilidade em solventes como água, álcalis diluídos e ácidos, em temperatura ambiente, podendo ser visualizado na Figura 3, caracterizado geralmente por sua extensão e por uma acomodação rígida em forma de haste. Grupos hidroxila primário e secundário desenvolvem a base para ligações de hidrogênio intermolecular e intramoleculares consentindo a concepção de estruturas de cristal tridimensionais extremamente ordenadas; tornando a celulose um polímero semirrígido. Tais ligações de hidrogênio sustentam as conexões fortemente unidas formando dessa maneira microfibras elementares lado a lado, tal forma é responsável por conferir alta resistência à tração e formidável rigidez das paredes celulares (KRÄSSIG, 1993).

Figura 3 - Estrutura molecular da Celulose.



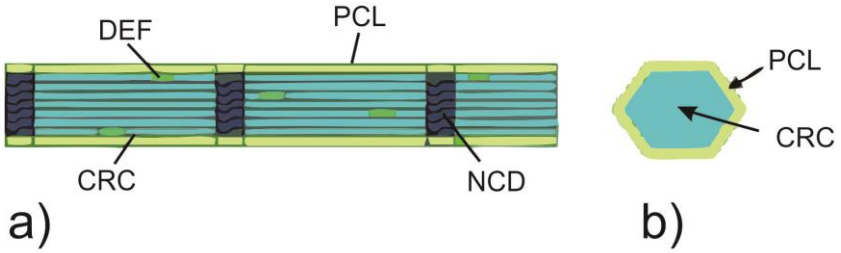
Fonte: Adaptado de UNESP (2019).

O modelo de duas fases, que possui domínios cristalinos e não cristalinos, é atualmente utilizado para apresentar como a celulose se estrutura organizacionalmente, porém a maneira como os cristalitos se mostram ainda é motivo de estudos, pois acreditava-se no passado que sua seção transversal se mostrava em quadrados ou retângulos, no entanto, atualmente estudos indicam que tal seção se mostra em um formato hexagonal (IOELOVICH 2013).

Novas pesquisas, mostraram a existência de um fragmento paracristalino nas superfícies de cristalitos, fração essa que deve ser levada em conta quando do desenvolvimento de um modelo aprimorado de estrutura da celulose (IOELOVICH e FIGOVSKY, 2010).

Diversos modelos de fibrilas elementares vêm sendo propostos com o objetivo de simplificar a visualização da celulose e de suas estruturas, como micelas franjadas e fibrilas franjadas. Atualmente, um exemplo mais detalhado da molécula de celulose natural foi concebido, de acordo com este exemplo (Figura 4). A nano fibrila primária da celulose é feita a partir de nano cristalitos e nano domínios não cristalinos (NCDs) aparelhados ao longo da fibrila; uma camada fina para-cristalina (PCL) é situada na superfície de um núcleo cristalino (CRC). Aos cristalitos existe a possibilidade de conter defeitos locais (DEF), como, por exemplo, vacâncias, tais defeitos geralmente são causados naturalmente pela finalização das cadeias poliméricas.

Figura 4 - Modelo de fibrila elementar: seção longitudinal (a) e seção transversal (b).



Fonte: Adaptado de Ioelovich (2015).

3.4.2 Classificação da nanocelulose

As diversas variações de NC podem ser classificadas em distintas subcategorias baseadas em seu formato, dimensão, função e maneira como foram preparadas, em resumo, a fonte celulósica e as condições de processamento. Diferentes nomenclaturas foram utilizadas para os vários tipos de NC. Atualmente, o Padrão Técnico proposto pela Associação de Indústria de Celulose e Papel dos Estados Unidos (TAPPI) é baseado no tamanho e formato da NC. (DUFRESNE, 2013).

- Celulose Microcristalina (MCC)

MCC é geralmente apresentada como material celulósico particulado, na maioria das vezes preparado através de hidrólise ácida com um ácido mineral diluído. Consiste em agregados de nanocristais de dimensões grandes ligados uns aos outros. Se mostra como partículas esféricas ou em formatos de bastão com tamanhos variando entre 10-200 μm (BRITTAIN et al., 1993).

- Celulose microfibrilada (MFC)

Obtida quando a celulose natural é sujeitada a severas forças de cisalhamento mecânico usualmente por moinho. Grande parte da MFC é utilizada como agente de engrossamento na indústria de alimentos e cosméticos. MFC é conhecida por ser um material que contém diversos agregados de nano fibras elementais (ABE et al., 2007).

- Celulose nanofribrilada (NFC)

NFC é feita no advento de se inserir uma técnica particular de facilitação de fibrilamento em um procedimento mecânico de refino de polpa vegetal. Idealmente NFC deveria consistir em nanopartículas com dimensão lateral não maior que 5 nanômetros, contudo, a produção de seja em laboratório seja industrial contando com diâmetros menores que 100 nm, é ainda um desafio devido à alta tendência de re-aglomeração do composto (DUFRESNE, 2013).

- Nano cristais de Celulose (NCCs)

Esta estrutura exibe um formato de haste alongada e possui flexibilidade limitada se comparadas a NFC, isto pode ser explicado devido a sua alta cristalinidade (PENG et al., 2011).

NCCs também são conhecidas como nanowhiskers, celulose nanocristalina, e nanohastes. As partículas surgem na separação dos domínios amorfos, além da quebra dos contatos cristalinos locais entre as nanofibras, processo geralmente por via hidrólise com ácidos concentrados, seguido por tratamentos ultrassônicos. NCCs exibem extraordinárias propriedades mecânicas. Teoricamente o módulo de Young ao longo da cadeia de celulose axial seria de 167 GPa, (TASHIRO e KOBAYASHI, 1991). No entanto, o maior valor experimental deste módulo visto na literatura foi de 105 GPa para de NCCs feitas a partir de celulose algodão, e de 143 GPa para nanocelulose de Tunicado (RUSLI e EICHHORN, 2008; ŠTURCOVÁ et al.,2005).

3.4.3 Processo produtivo da nanocelulose

A geração de nanopartículas de celulose é, em grande parte, feita em duas etapas. Sendo que a primeira etapa constitui o pré-tratamento da matéria-prima objetivando-se a obtenção de fibras celulósicas "purificadas". Como as fontes de matéria-prima diferem entre si, também diferem os pré-tratamentos. Já o segundo estágio, comumente denominado de "fibrilação", é relacionado com a transformação das fibras celulósicas. A transformação das fibras celulósicas pode ocorrer em diversos tamanhos e a morfologias das nanopartículas finais, sendo que os processos desta etapa podem ser mecânicos ou químicos separadamente ou combinados. (HUBBE et al., 2008; STELTE e SANADI, 2009; STENIUS e ANDRESEN, 2009).

No segundo estágio os processos de hidrólise ácida hoje em dia utilizados ocorrem ao se submeter o material celulósico já “purificado” em uma solução ácida forte. Variações como a

natureza do ácido, concentração, proporção de fibras de celulose na solução, temperatura, taxa de mistura e tempo de reação podem ser encontradas na literatura. Uma das opções mais utilizadas, atualmente, é o ácido sulfúrico sendo que o mesmo promove dispersão das nanopartículas, tentando assim evitar um dos fenômenos mais complicados no processamento a agregação das partículas (REVOL et al., 1992).

3.5 CONSIDERAÇÕES SOBRE A REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Com base na Revisão Bibliográfica realizada observa-se que é crescente a produção mundial de painéis à base de madeira, assim como o número de estudos sobre esses compósitos. Painéis de madeira, como grande parte dos produtos desenvolvidos de madeira, representam um potencial de mercado, em especial os painéis de MDP, que ao longo dos anos tem apresentado evoluções tecnológicas tanto em termos de processo como matérias-primas. Dentre essas inovações contatou-se a utilização de nanomateriais na produção de painéis à base de madeira é crescente e, vem apresentando resultados muito satisfatórios e promissores. Em paralelo, a isso constatou-se que a nanocelulose surge como uma alternativa sustentável para o desenvolvimento de novos materiais, por suas propriedades, como módulo de elasticidade alto e sua hidrofobicidade, no entanto não foi até o momento muito estudada a inserção do nanomaterial como aditivo no compósito.

Sendo assim, mostra-se clara a contribuição científica da presente pesquisa. O trabalho buscou verificar a viabilidade da utilização de solução de nanocelulose na produção e composições do MDP, avaliando suas propriedades físicas e mecânicas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção, são apresentados os materiais, assim como a metodologia empregada na produção e caracterização da nanocelulose e dos painéis.

4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados para a produção de painéis de MDP foram:

- partículas de madeira de Eucalyptus grandis, doadas por uma empresa madeireira
- Adesivo de ureia-formaldeído (UF), com teor de sólidos de 66%
- Catalisador de sulfato de amônio, teor de sólidos de 57,2%
- Emulsão de parafina com teor de sólidos de 13,1%
- Água, pura ou adição de nanopartículas de celulose obtidas a partir do método hidrólise ácida.

Na produção de nano celulose primeiro deve-se obter a celulose branqueada e livre de outros compostos, a mesma foi obtida do laboratório de Celulose e Papel da Unesp de Itapeva já cozida no processo Kraft e branqueada utilizando os seguintes componentes, dióxido de cloro, extração oxidativa e Peróxido de hidrogênio.

O estudo foi realizado a partir de quatro tratamentos diferentes. A Tabela 1 mostra a nomenclatura dos tratamentos e a quantidade percentual de solução de nanocelulose. A proporção de materiais e o processo de produção da nanocelulose e dos painéis são descritos abaixo.

Tabela 1 – Tratamentos de Nanocelulose nos painéis

Tratamentos	Relação de solução aquosa de nanocelulose e água* (%)
1	(0/100)
2	(25/75)
3	(50/50)
4	(0/100)

*água geralmente utilizada na camada interna da produção de painéis de MDP

Fonte: Produção do próprio autor

No total foram analisados quatro tratamentos diferentes, contando com a referência. Em cada tratamento foram produzidos 3 painéis totalizando então 12 painéis produzidos. A produção dos painéis foi realizada da mesma forma para todos os tratamentos.

Já a produção de nanocelulose foi feita para que possibilitasse 9 tratamentos diferentes de sonicação, procedimento que utiliza a energia das ondas sonoras, mais comumente o ultra-som, aplicado sobre determinados sistemas químicos, e assim escolher o melhor resultado para aplicar nas placas de MDP.

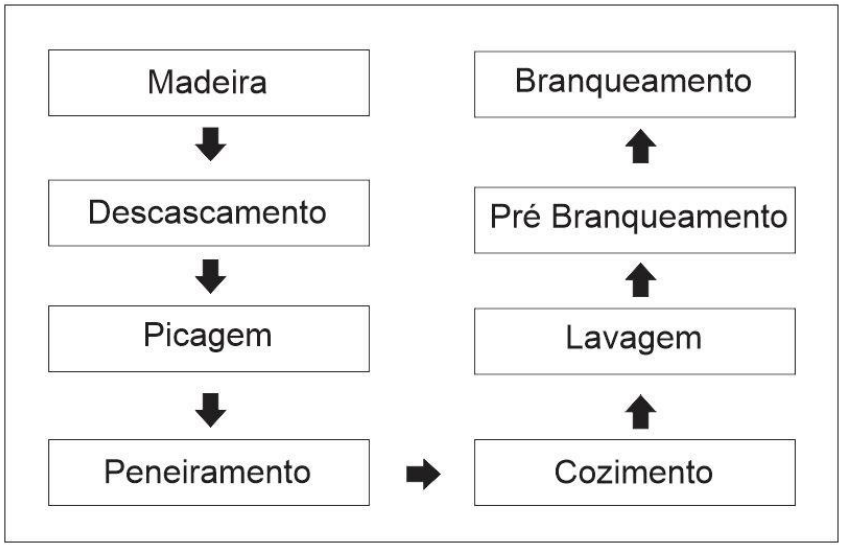
4.2 PRODUÇÃO DE NANOCELULOSE

Na produção de nanocelulose primeiro deve-se obter a celulose branqueada, e livre de outros compostos, conforme Figura 5. Em seguida a Figura 6 apresenta fluxograma do processo de preparação de polpa de celulose.

Figura 5 - Polpa de Celulose

Fonte: Produção do próprio autor

Figura 6 - Fases de preparação de polpa de celulose.



Fonte: Produção do próprio autor

4.2.1 Etapas de laboratório

As polpas já branqueadas e removidas de substâncias que não celulose passam então pelo processo de obtenção de nanocelulose descrito na sequência adaptada de Siqueira et al. (2010) e de Silva e D'Almeida (2009).

- Secagem da Polpa

Amostras da polpa foram secas à uma temperatura de 90°C durante 48 horas em uma estufa laboratorial.

- Moagem da polpa

A polpa já então seca foi moída em liquidificador, em potência 03 por 05 minutos.

- Hidrólise ácida

Uma cota de 03 gramas dessa celulose já seca e moída foi então colocada em um Becker de 250 ml, o mesmo foi colocado em uma placa aquecida com agitador magnético (Figura 7), dentro do Becker foram adicionados 8,75 ml de H2SO4 para cada grama de celulose e uma barra magnética revestida de politetrafluoretileno de 7x20 (mm).

A mistura foi deixada reagindo durante 35 minutos à uma rotação de 250 rpm e uma temperatura de 70°C.

Nesta etapa a rotação ajuda a homogeneizar o ácido com a celulose e a alta concentração do ácido é responsável pela quebra da molécula em tamanhos reduzidos.

Figura 7 - Montagem do sistema de hidrólise ácida.

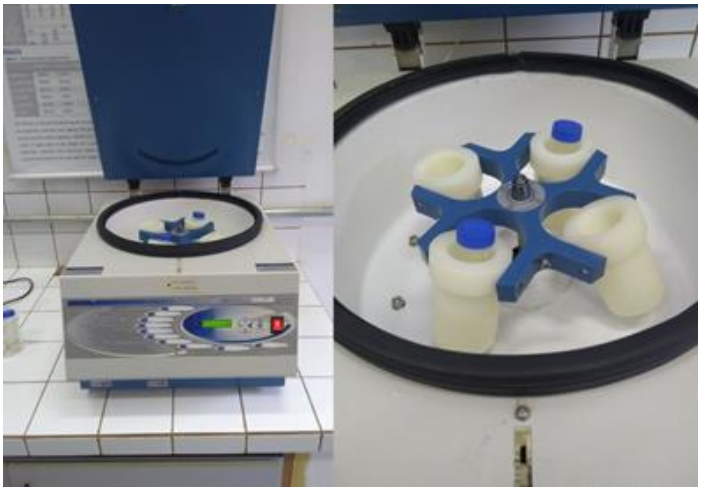
Fonte: Produção do próprio autor

Dado o tempo estipulado na literatura, é necessário que a reação cesse, uma vez que o ácido se deixado por muito tempo pode danificar permanentemente a celulose e não somete reduzir seu tamanho molecular, para cessar a reação o Becker contendo a mistura foi então colocado em um banho de água a uma temperatura de 12 °C sem que a água fria entrasse em contato com a mistura.

- Centrifugação

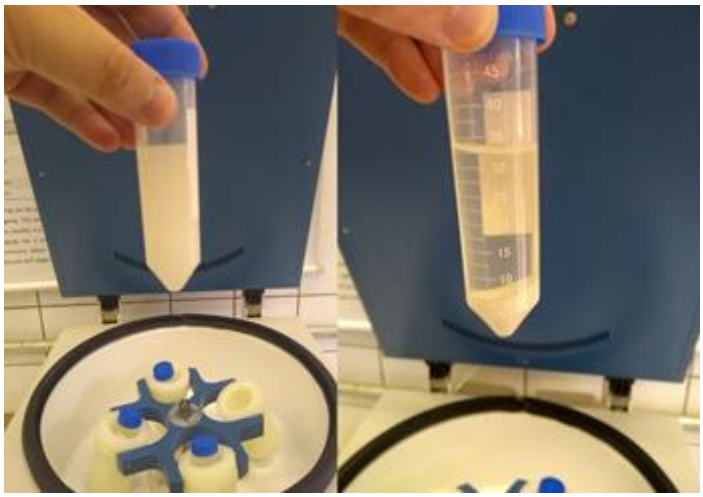
A solução já resfriada foi então diluída com 170ml de água ultrapura e dividida em quatro eppendorfs de 50 ml. Esses eppendorfs foram então colocados para centrifugar em uma centrifuga da marca Nova Técnica modelo NT810 (Figura 8), a uma velocidade de 3.000 rpm durante quatro ciclos de 5 minutos cada, entre cada ciclo foi feita a remoção do sobrenadante e adição de mais água ultrapura até que fosse atingido o limite do eppendorf. Este processo se mostra necessário, para reduzir a concentração de ácido da solução e assim sobrar somente nanocelulose e água (Figura 9).

Figura 8 - Eppendorfs sendo colocados na centrífuga.



Fonte: Produção do próprio autor

Figura 9 - Diferença na amostra antes e depois de cada ciclo de centrifugação.



Fonte: Produção do próprio autor

4.2.2 Ultrassonificação e filtragem.

A solução remanescente dos 4 eppendorfs foi diluída em 200 ml de água ultrafiltrada e dividida em 9 amostras diferentes 15 ml cada, cada uma dessas amostras passou por tempos diferentes de filtragem e sonicação conforme Tabela 2.

Tabela 2 – Tempo de ultrassonificação das amostras.

Amostra	Tempo de Ultrassonificação (min)
1A	20
1B	30
1C	40
1D	50
2A	10
3A	20
3B	30
3C	40
3D	50

Fonte: Produção do próprio autor

As amostras 1A, 1B, 1C e 1D foram filtradas em um filtro de 0,45 µm antes de serem ultrassonificadas. Já as amostras 2A, 3A, 3B, 3C e 3D foram filtradas em um filtro de 0,45 µm após serem ultrassonificadas.

O processo de ultrassonificação foi realizado em uma potência de 75% com a ponta macro do aparelho.

4.2.3 Caracterização do tamanho da Nanocelulose.

Após as etapas de obtenção da nanocelulose a mesma foi analisada em um aparelho de determinação de tamanho da partícula por potencial Zeta, o Zetasizer da marca Malvern modelo “Nano”, no Laboratório de Análise e Caracterização de amostras da Unesp Sorocaba (Figura 10). Para que fosse evitada a reagrupação das partículas, cada amostra foi novamente sonificada em uma potência de 75 durante 2 minutos, anterior à análise no zetasizer.

A quantidade de um ml de cada amostra foi recolhido com um pipetador automático e colocado no aparelho para análise.

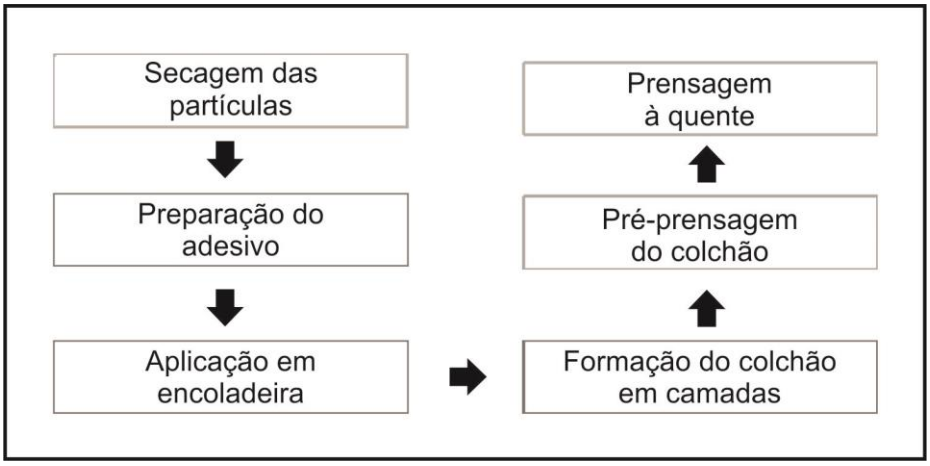
Figura 10 - Aparelho Zetasizer “nano” da marca Malvern.

Fonte: Produção do próprio autor

4.3 PRODUÇÃO DE PAINEL DE MDP

A produção dos painéis de MDP seguiu conforme o disposto na Figura 11, em processo adaptado de Lima (2018).

Figura 11 - Fases de preparação do painel de MDP.



Fonte: Produção do próprio autor

Para formar o colchão a composição do painel industrial foi levada em conta, sendo assim as seguintes proporções foram definidas: 1740g de partículas por painel, sendo que 1020g para camada interna e 720g divididos nas duas camadas externas.

Os demais constituintes do painel também tiveram seu padrão definido para este estudo. Na camada externa, 161,27g de resina; 13,97g de parafina; 5,24g de catalisador. Na camada interna; 167,4g de resina; 19,79 de parafina; 5,44g de catalisador; e 19,8g de água. No entanto, a água da camada interna foi substituída por solução de nanocelulose, conforme Tabela 1.

Uma encoladeira rotativa com uma pistola a ar do tipo gravidade, foi empregada por cerca de dez minutos, visando misturar e homogeneizar os aditivos, as partículas de madeira e a nanocelulose.

Após a uniformização das camadas e a mistura, o material composto de partículas de madeira encoladas e aditivadas foi levado à uma caixa formadora para distribuição e acomodação das mesmas (Figura 12).

Na etapa de compactação, o colchão passou por uma pré-prensagem a frio, com pressão de 2,83 kgf/cm².

Figura 12 - Colchão após pré-prensagem, com detalhe.

Fonte: Produção do próprio autor

Logo em seguida, este colchão foi levado à prensagem quente, esta etapa conta com temperatura de 180 °C, em três ciclos de prensagem de 180 segundos e dois intervalos de degasagem de 30 segundos, somando um total de 600 segundos e pressão total de 4 MPa.

Retirados da prensa os painéis foram acondicionados ao ar livre, resfriando ao tempo por cerca de 72 horas, posteriormente foram preparados para retirada dos corpos de prova (Figura 13).

Figura 13 - Preparação dos corpos de prova.

Fonte: Produção do próprio autor

4.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

4.4.1 Densidade aparente

Munido de dados de massa e das dimensões das amostras pode-se calcular a densidade do corpo de prova pela equação 1:

$$D = \frac{M}{V} * 1000000 \quad (1)$$

Onde:

D é tido como a densidade, dada em quilogramas por metro cúbico;

M é a massa das amostras, dada em gramas;

V é o volume, dado em milímetros;

4.4.2 Teor de umidade

O teor de umidade das amostras foi calculado em função da relação entre a massa úmida (UM) sua massa seca (MS) após secagem em estufa a 103±2ºC até que a mesma atingisse um valor constante e calculado conforme a equação 2:

$$U = \frac{MU - MS}{MS} \; x \; 100 \quad (2)$$

Onde:

U é a umidade residual do corpo de prova, em porcentagem;
MU é a massa úmida do corpo de prova, em gramas;
MS é a massa seca do corpo de prova, em gramas.

4.4.3 Inchamento em espessura e absorção de água

A determinação do inchamento e da absorção de água, seguindo as instruções da ABNT NBR 14810: 2013, deve ser feita pela imersão dos corpos de prova (de dimensão 50x50mm) em água com as amostras totalmente submersas durante 24h ±3min. Deve-se então medir com um paquímetro graduado a variação da espessura e a variação da massa dos corpos-de-prova com o uso de balança analítica. Calculando-se com o uso das equações 3 e 4 os valores para inchamento em espessura e absorção de água para os painéis.

$$I = \frac{E1-E0}{E0} * 100 \quad (3)$$

Onde:

I é tido como o inchamento em espessura, dado em porcentagem;
E1 é a espessura do corpo de prova após a imersão, dado em milímetros;
EO é a espessura da amostra antes da imersão, dado em milímetros.

$$A = \frac{M1-M0}{MO} * 100 \quad (4)$$

Onde:

A é a absorção de água, dada em porcentagem;
M1 é a massa da amostra após imersão, dada em gramas;
MO é a massa da amostra antes da imersão, dada em gramas.

4.5 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

4.5.1 Flexão Estática

O ensaio de Flexão Estática tem como objetivo determinar o Módulo de Elasticidade (MOE) e o Módulo de Ruptura (MOR) dos painéis. De acordo com a ABNT NBR 14810-3:2018 o ensaio foi realizado em uma máquina universal de ensaios com controle de velocidade,

com a amostra biapoiada e um vão de vinte vezes a espessura do corpo-de-prova e velocidade de carregamento de 6 mm/min.

Os valores de MOR, Equação 5 e os valores de MOE, Equação 6, recebidos do software que acompanha a Máquina Universal de Ensaios, foram diretamente calculados após a realização dos ensaios, da seguinte maneira:

$$MOR = \frac{1{,}5 * P * D}{B * E^2} \tag{5}$$

Onde:

MOR é o módulo de ruptura (MPa);

P é a carga de ruptura lida no indicador de cargas (N);

D é a distância entre apoios do aparelho (mm);

B é a largura do corpo-de-prova (mm);

E é a espessura média tomada em três pontos do corpo-de-prova (mm).

$$MOE = \frac{P1 * D^3}{4 * d * E^3 * B} \tag{6}$$

Onde:

MOE é o módulo de elasticidade (MPa);

P1 é a carga no limite proporcional lida no indicador de cargas (N);

D é a distância entre os apoios do aparelho (mm);

d é a deflexão (mm), correspondente à carga P1;

B é a largura do corpo-de-prova (mm);

E é a espessura média tomada em três pontos do corpo-de-prova (mm).

4.5.2 Adesão Interna

O ensaio de adesão interna foi realizado a partir de um ensaio de tração perpendicular do painel. O corpo-de-prova quadrado com dimensão de 50 mm de lado foi fixado em bases de madeira e acoplado ao encaixe da máquina universal de ensaios com controle de velocidade. O cálculo da resistência a tração perpendicular é feito através da Equação 7:

$$TP = \frac{P}{S} \quad (7)$$

Onde:

TP é a resistência à tração perpendicular (MPa);

P é a carga na ruptura (N);

S é a área da superfície do corpo-de-prova (mm²).

4.5.3 Arrancamento de Parafuso

O furo para a fixação do parafuso foi realizado com furadeira manual nas faces e topos dos corpos de prova. A fixação foi realizada com parafusadeira elétrica. A furação e a fixação dos parafusos nos corpos de prova foram realizadas de acordo com a ABNT NBR 14810:2008.

A leitura da força necessária para arrancar o parafuso foi feita pelo no indicador da máquina universal, após os corpos de prova terem sido acoplados em suportes para o teste, tal leitura denota a força para o arrancamento em newtons (N).

4.6 ANÁLISE DE IMAGENS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para a apreciação da integridade superficial após a produção dos painéis foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura ZEISS, modelo EVO LS 15 (Figura 13) do Laboratório de Imagem dos Materiais – LaIMat da UNESP – Câmpus de Guaratinguetá. Foi empregado o modo VP de pressão variável, coletando-se o sinal pelo detector de elétrons retro espalhados (BSE), proporcionando assim um melhor contraste. Para que a superfície fosse neutralizada foi utilizada uma atmosfera de nitrogênio.

Para realização das imagens os corpos de prova foram feitos nas dimensões de 1x1 cm de acordo com o especificado e a imagem foi registrada da superfície fraturada do material, no interior do painel, onde foi colocada a solução de nanocelulose (Figura 14).

Figura 14 - Amostras analisadas e Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

Fonte: Produção do próprio autor

Para a realização da análise de imagens a partir de microscopia óptica foi utilizado um microscópio Zeiss Axiolmager Z2m com contraste em campo escuro, no mesmo laboratório do equipamento anterior.

4.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA

De forma a analisar os dados obtidos foi aplicado um teste de comparações múltiplas Tukey, com nível de significância de 5%. Para tal o software Microsoft Excel foi utilizado.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta etapa estão apresentados os resultados obtidos para a caracterização da nanocelulose e, também, resultados obtidos nos testes físicos, mecânicos e caracterização microestrutural realizados com os painéis de MDP. Na sequência, foi realizada a comparação dos valores do presente estudo e valores normativos, além de trabalho correlatos encontrados na literatura.

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE NANOCELULOSE

De acordo com Bajpai (2017) a caracterização física da nanocelulose inclui a análise do tamanho da partícula. Esse processo pode ser realizado utilizando o espalhamento dinâmico de luz e pela medição do potencial zeta das partículas.

Materiais particulados quando em contato com um líquido adquirem uma carga elétrica em sua superfície, esta carga pode ser resultada da adsorção de íons da solução na superfície da partícula (GREENWOOD, 2003). A técnica de espalhamento de luz de eletroforese é amplamente empregada para a determinação do potencial zeta de formulações de nanopartículas, sendo que essa suspensão coloidal é diluída em uma célula contendo eletrodos onde é aplicado um potencial elétrico, ocasionando a migração das partículas com carga elétrica líquida para o eletrodo de carga contrária, e esta velocidade de migração é proporcional à carga elétrica e também do campo elétrico aplicado (XU, 2008).

Em geral, para um potencial Zeta menor que -15mV já começa a apresentar reaglomeração das partículas e abaixo de -30mV representa repulsão bilateral suficiente para atingir estabilidade coloidal. Sobre o tamanho Bajpai (2017) ainda menciona que uma partícula de nanocelulose obtida através do processo de hidrólise ácida pode variar entre 115 e 620 nm.

A Tabela 3 apresenta os diferentes valores de Potencial Zeta, tamanho médio de partículas e Índice médio de Polidispersão para as nove amostras estudadas.

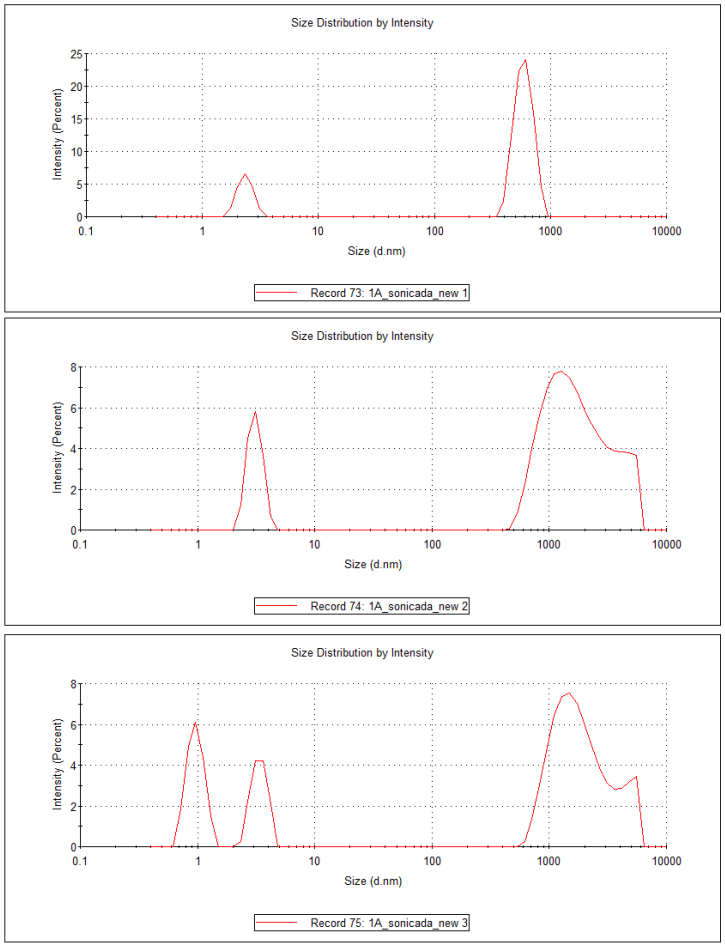
Tabela 3 – Índices relativos as amostras de nanocelulose.

Amostra	Potencial Zeta médio (mV)	Tamanho médio (nm)	Índice de Polidispersão médio
1A	-0,38	258,55	1,0
1B	-8,36	403,05	0,68
1C	-3,44	236,13	0,67
1D	-8,20	287,23	0,51
2A	-9,88	359,05	0,65
3A	-14,74	373,10	0,69
3B	-7,75	377,33	0,71
3C	-10,33	84,76	0,23
3D	-12,70	235,30	0,65

Fonte: Produção do próprio autor

Pode se notar que apesar dos tamanhos médios serem relativamente pequenos, algumas amostras apresentaram-se extremamente polidispersas. Pois, quanto maior o índice de polidispersão maior a dispersão entre as moléculas estudadas (MELO et al., 2010). A amostra 1A, por exemplo, em seu teste em triplicata apresentou famílias de tamanho de moléculas bem distintas, como é possível observar na Figura 15.

Figura 15 - Exemplo de Polidispersão.



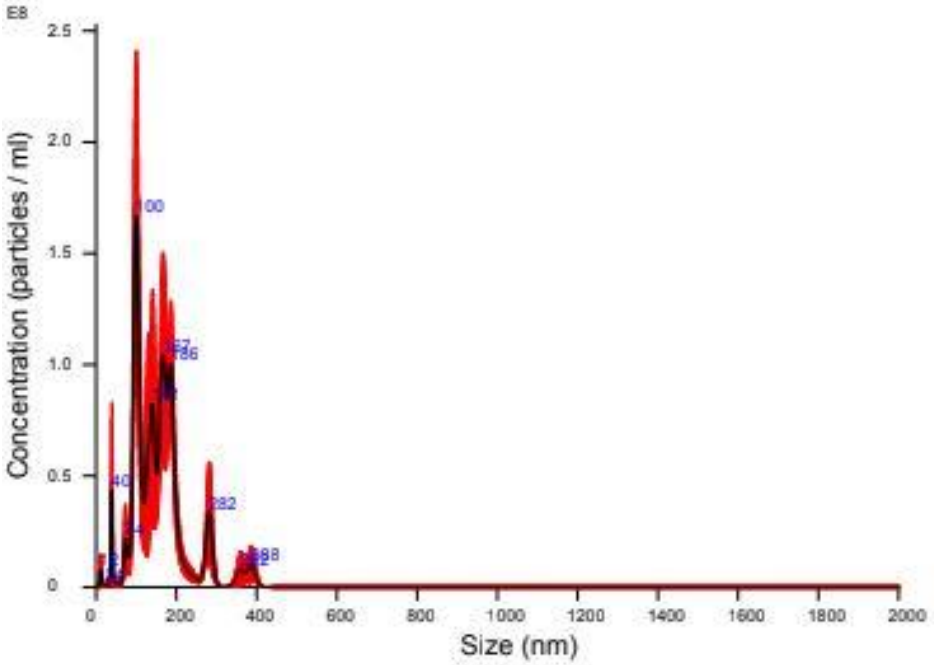
Fonte: Produção do próprio autor

Outro valor evidente ao se analisar os resultados é que somente uma amostra obteve um potencial Zeta perto do resultado esperado, ou seja, as outras oito amostras apresentaram grande potencial de reagregação fazendo com que o tamanho da partícula aumentasse, perdendo assim as características de nano material.

Como mencionado anteriormente, segundo Bajpai (2017) a amostra 3A foi selecionada para a continuidade do estudo, pois as demais amostras, devido ao maior Potencial Zeta, provavelmente iriam reaglomerar.

A partir da escolha da amostra 3ª foi realizado o teste de concentração de partículas medida no NANOSIGHT e, o resultado obtido em concentração de partículas por ml de solução foi de 1.14.e+010, como pode ser visto na Figura 16.

Figura 16 - Relação concentração e tamanho das partículas da amostra 3A.



Fonte: Produção do próprio autor

5.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS PAINÉIS MDP

A seguir estão apresentados os resultados obtidos nos ensaios físicos para a determinação: densidade, teor de umidade, inchamento em espessura e absorção de água após imersão em água por 24 horas.

5.2.1 Densidade aparente

O ensaio de densidade foi realizado para os quatro tratamentos. Mesmo com as variações de cada tratamento, os painéis ainda podem ser classificados como particulados.

Para os painéis fabricados com as variações de concentração de nanocelulose, os tratamentos apresentaram valores dentro do especificado para a norma consultada e, a partir da análise de variância de teste Tukey a um nível de significância de 5% não mostraram diferença significativa entre si.

Tabela 4 – Índices relativos a densidade dos painéis de MDP.

	0%	25%	50%	100%	ABNT 14810	ANSI /A 208.1-2009
Densidade (kg/m³)	700[a]	660[a]	640[a]	*690[a]*	*551 a 750*	*640 a 800*
CV (%)	7,47	8,98	6,05	6,91	-	-

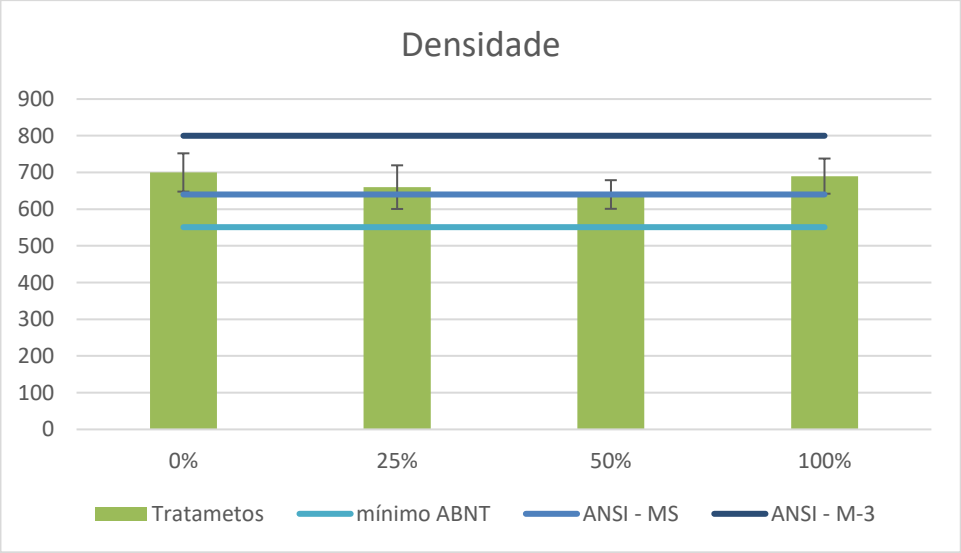
* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

Como observa-se na Tabela 4, a adição de nanocelulose não influenciou na densidade dos painéis, garantindo que todos os tratamentos estiveram dentro dos limites normativos para painéis de partículas de média densidade, ou seja, valores de densidade entre 551 e 750 kg/m³.

Segundo a norma americana ANSI /A 208.1-2009 todos os painéis podem ser classificados como de média densidade, pois encontram-se entre 640 e 800 kg/m³, assim como pode ser visto no Gráfico 01.

Gráfico 1 – Índices relativos à densidade.



Fonte: Produção do próprio autor

5.2.2 Absorção de água 24 horas

O ensaio de absorção de água após imersão por 24 horas não apresenta valores referenciais em normas técnicas. No entanto, a análise destes resultados (Tabela 5) torna-se relevante para entender o comportamento físico dos painéis com adição de nanocelulose. Assim

como no ensaio de densidade, os valores não apresentaram diferença significativa entre si a partir do teste de variância Tukey a um nível de significância de 5%.

Tabela 5 – Índices relativos a absorção dos painéis de MDP.

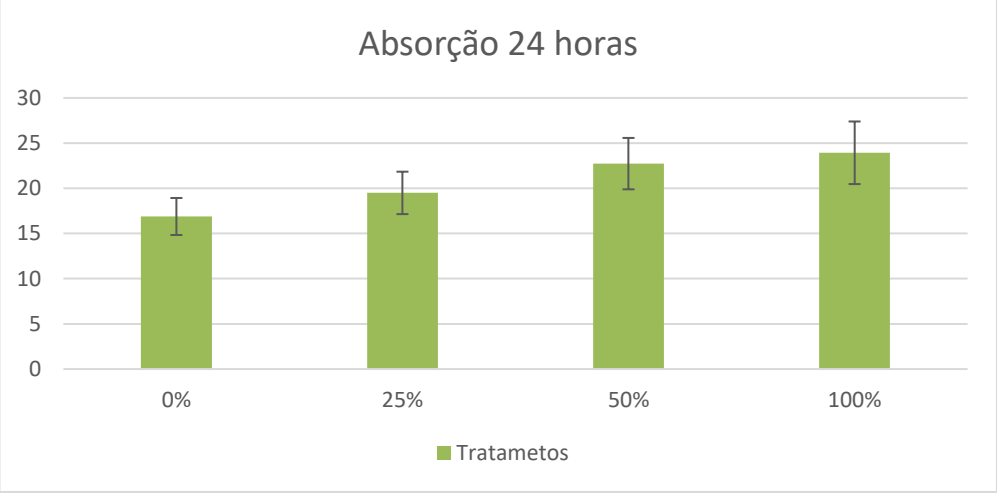
	0%	**25%**	**50%**	**100%**	**ABNT 14810**	**ANSI /A 208.1-2009**
Absorção 24h %	16,88[a]	19,49[a]	22,73[a]	*23,93[a]*	*	*
CV (%)	15,77	14,91	19,22	33,2	-	-

* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

Cardoso et al. (2016), obteve respectivamente para os painéis produzidos com 2% e 5% de nanocelulose os valores de 182,7 e 219,35% para a absorção 24 horas, não encontrando efeito significativo do nanomaterial. Destaca-se que os valores do trabalho citado são muito maiores em relação aos obtidos neste estudo (Tabela 5 e Gráfico 2). Vale destacar que Cardoso et al. (2016) utilizou nanomaterial em forma de pó e, no presente estudo foi utilizada a nanocelulose em solução aquosa, o que indica menor concentração do nanomaterial na maioria das vezes.

Gráfico 2 – Índices relativos à absorção.



Fonte: Produção do próprio autor

5.2.3 Inchamento em espessura (IE)

Assim como mencionado anteriormente para o ensaio de absorção, o teste de inchamento em espessura, também é muito importante dentre os ensaios físicos normativos para avaliar o comportamento dos painéis em contato com água. Para o teste de inchamento em espessura após imersão em água por 24 horas, a ABNT NBR 14810:2018 versa que uma porcentagem limite deve ser de 22% para os painéis classificados como Tipo P2, que são painéis não estruturais para uso em condições secas. Para painéis classificados como Tipo P3 a exigência é que o inchamento seja de no máximo 14%. Os resultados apresentados na Tabela 6 mostram que houve diferença estatística significativa a um nível de significância de 5% para o tratamento com 100 % de solução aquosa de nanocelulose.

Tabela 6 – Índices relativos ao inchamento dos painéis de MDP.

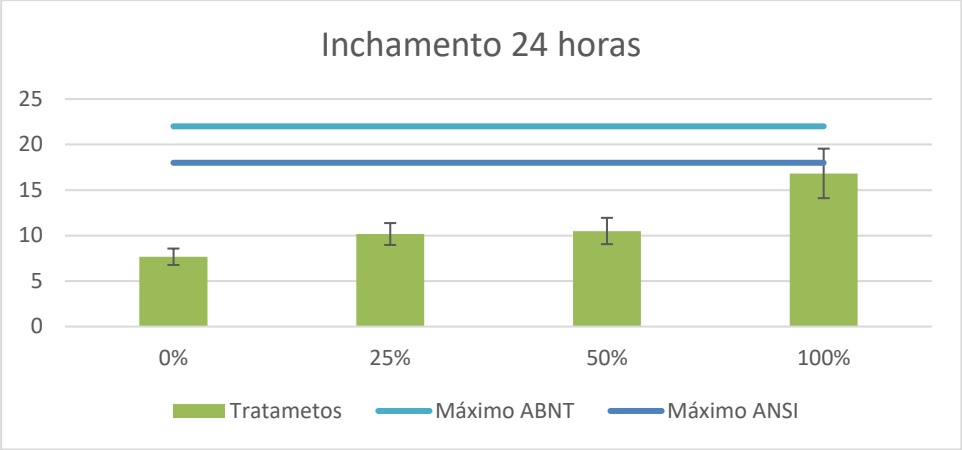
	0%	**25%**	**50%**	**100%**	**ABNT 14810**	**ANSI /A 208.1-2009**
Inchamento 24h %	7,67[b]	10,17[b]	10,50[b]	*16,83[a]*	*22*	*18*
CV (%)	7,43	10,09	28,36	42,95	-	-

* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

A partir dos resultados apresentados na Tabela 6 observa-se que embora tenha ocorrido diferença estatística significativa para o uso apenas com 100% de solução de nanocelulose, os painéis referenciais e com 25 e 50% de solução atenderam ao limite máximo normativo de 14% de inchamento em espessura para os painéis indicados para classe de uso Tipo P3, dados esse que são evidenciados no Gráfico 3. Os mesmos tratamentos atendem ainda o Tipo P4 que são painéis estruturais para ambiente seco, com valor normativo de no máximo 15%.

Gráfico 3 – Índices relativos ao Inchamento.



Fonte: Produção do próprio autor

O estudo realizado por Cardoso et al. (2016) em painéis tratados com nanocelulose apresentaram inchamento de 30,35 e 53,68%. Observa-se que os valores obtidos no presente estudo foram melhores em comparação a este trabalho citado, destacando novamente que a forma de utilização do nanomaterial nos trabalhos foram distintas.

5.2.4. Teor de umidade (TU)

Segundo a ABNT NBR 14810:2018, o teor de umidade deve estar compreendido entre 5 e 13%. Todos os tratamentos apresentaram valores dentro do especificado para a norma consultada e, a partir da análise de variância de teste Tukey a um nível de significância de 5% não mostraram diferença significativa entre si (Tabela 7).

Tabela 7 – Índices relativos ao teor de umidade dos painéis de MDP.

	0%	**25%**	**50%**	**100%**	**ABNT 14810**	**ANSI /A 208.1-2009**
Teor de umidade %	8,33[a]	8,49[a]	9,16[a]	*8,98[a]*	*5 - 13*	*10*
CV	6,69	2,54	4,71	5,02	-	-

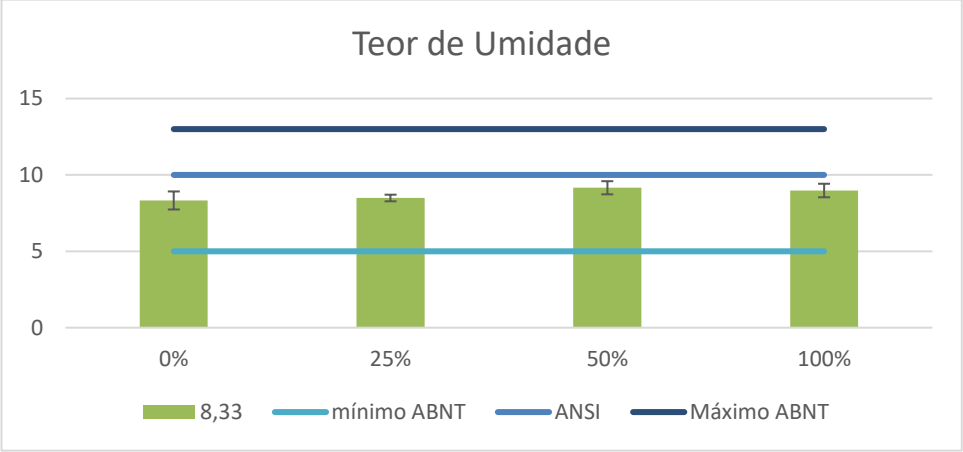
* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

Cardoso *et al.* (2016), estudaram a adição 2% e 5% de nanocelulose em painéis particulados de madeira e, encontraram valores de umidade para os painéis, respectivamente, 9,71% e 10,85%, valores muito próximos aos encontrados para os tratamentos deste estudo.

Segundo a ANSI /A 208.1-2009 o teor de umidade não deve exceder 10% para todas as classificações. A partir dos resultados da Tabela 7 todos os tratamentos atenderam a norma americana, como evidenciado no Gráfico 4.

Gráfico 4 – Índices relativos ao Teor de Umidade.



Fonte: Produção do próprio autor

5.3 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DOS PAINÉIS DE MDP

A seguir estão apresentados os resultados obtidos nos ensaios mecânicos de adesão interna, arrancamento de parafuso topo e face, módulo de elasticidade e módulo de ruptura obtidos na flexão estática e, as comparações com a literatura foram feitas para painéis de MDP não estruturais em condições úmidas segundo as normas brasileira e americana.

5.3.1 Adesão interna

Considerando os resultados de adesão interna dos painéis obtidos através do ensaio de tração perpendicular, as diferentes composições dos painéis apresentaram valores muito próximos, não apresentando assim nenhuma diferença estatística, como observa-se na Tabela 8.

Tabela 8 – Índices relativos à adesão interna dos painéis de MDP.

	0%	25%	50%	100%	ABNT 14810	ANSI /A 208.1-2009
Tração média (MPa)	0,7505[a]	0,4960 [a]	0,3167 [a]	*0,4146* [a]	0,35	0,36-0,50
CV (%)	26,50	20,47	118.8	35,34	-	

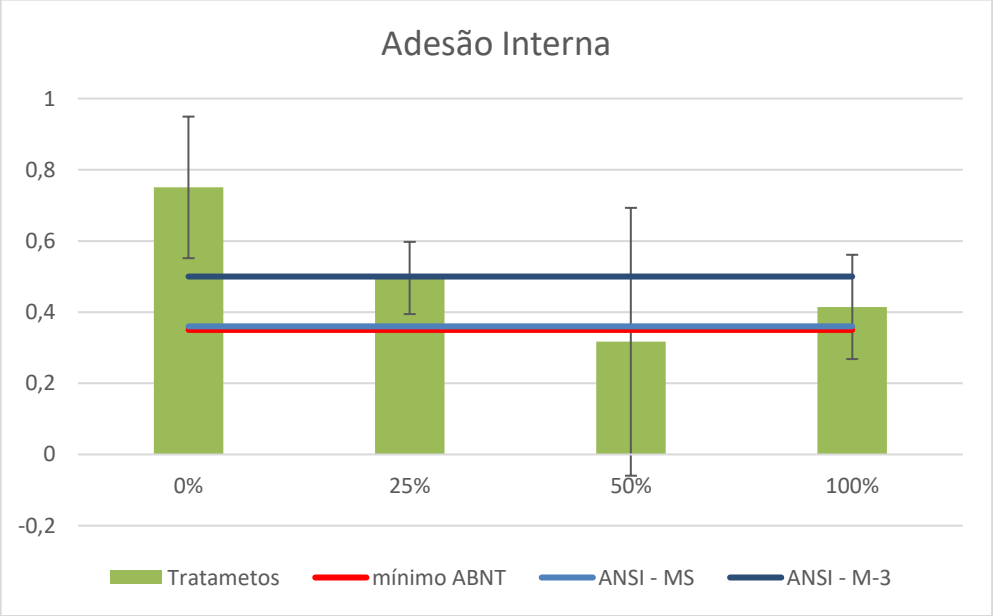
* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

Segundo a ABNT 14.810-2 (2018) para painéis de partículas de média densidade com espessura entre 13 e 20 mm, a referência e o tratamento 25% atendem as especificações para Tipo P3. Os painéis com 100% atendem ao Tipo P2 e com adição de 50% de solução aquosa não atendeu os limites normativos para nenhuma classe de resistência.

Segundo a norma americana ANSI /A 208.1-2009 para a classe de resistência M-S o valor mínimo para a adesão interna é de 0,36 MPa e para a classe M-3 que são painéis estruturais em condições úmidas é de 0,50 MPa. Com base nos resultados da Tabela 8 observa-se o painel referência e o tratamento com solução de 25% atendem a classe M-3. O tratamento com 100% de solução atendeu a classe M-S e, o tratamento a 50% não atingiu valores normativos, fato esse que fica evidenciado no Gráfico 5, visto a seguir.

Gráfico 5 – Índices relativos à Adesão Interna.



Fonte: Produção do próprio autor

5.3.2 Arrancamento de parafuso topo

Os resultados obtidos no teste de arrancamento de parafuso de topo para as diferentes composições dos painéis apresentaram valores que não diferiram estatisticamente.

Como observa-se na Tabela 9 a adição de solução de nanocelulose até 50% apresentou tendência de melhoria de desempenho.

Tabela 9 – Índices relativos ao arrancamento de parafusos no topo dos painéis de MDP.

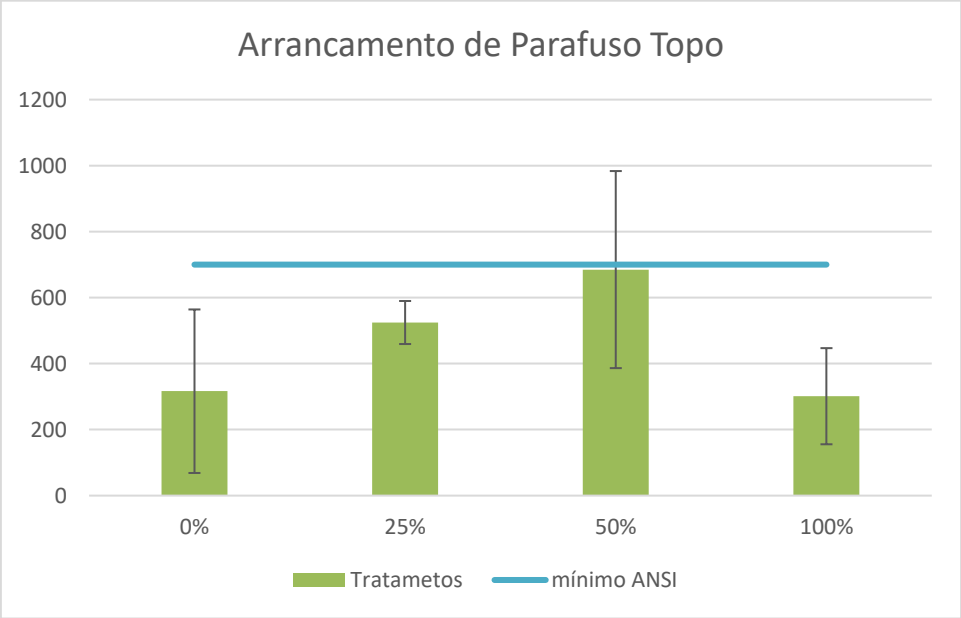
	0%	**25%**	**50%**	**100%**	**ANSI 208.1-2009**	**ABNT 14810**
Força máxima média (N)	316,3 [a]	524,5 [a]	684,9 [a]	*301,2* [a]	700	*
CV (%)	78,36	12,43	43,60	48,38	-	-

* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

Para o ensaio de arrancamento de parafuso em topo a norma brasileira não versa sobre o teste, no entanto a norma americana ANSI /A 208.1-2009 exige, no mínimo, 700N, como pode ser visto no Gráfico 6, para classe M-1 painéis indicados para uso em construção em ambiente seco, diferente da proposta deste estudo.

Gráfico 6 – Índices relativos ao Arrancamento Topo.



Fonte: Produção do próprio autor

Lima (2018) no estudo de painéis MDP produzidos com nanopartículas de óxido de zinco na proporção de 0,5% e 1,0% com base no peso seco de partículas, obteve valores médios em torno de 500 N para este quesito.

5.3.3 Arrancamento de parafuso face

Assim como apresentado anteriormente, o teste de arrancamento de parafuso na face para as diferentes composições dos painéis também apresentou valores que não diferiram estatisticamente. Destaca-se como apresentado na Tabela 10 o melhor desempenho neste teste foi para os painéis produzidos com 50% de solução.

Tabela 10 – Índices relativos ao arrancamento de parafusos na face dos painéis de MDP.

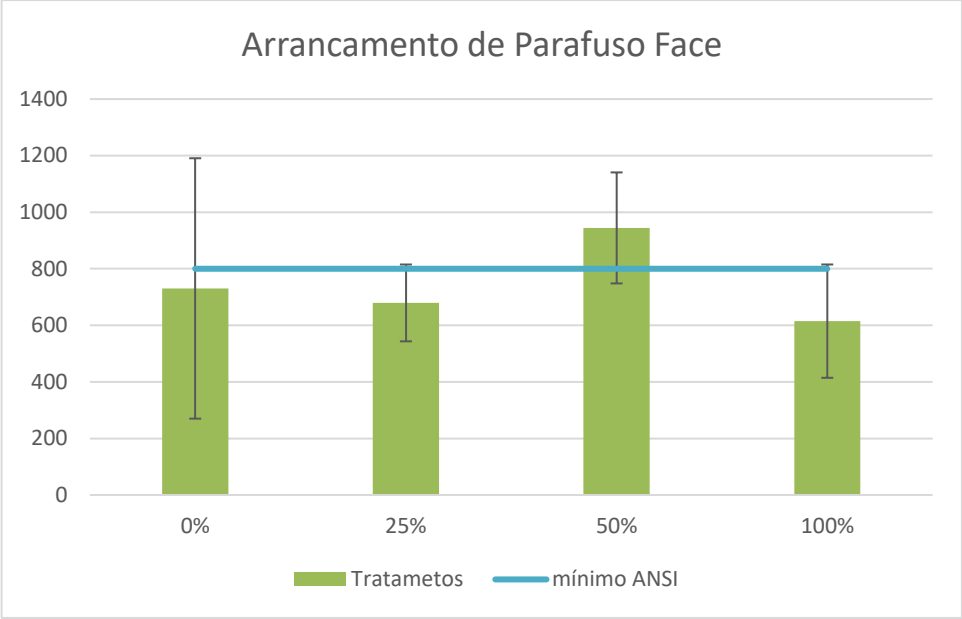
	0%	**25%**	**50%**	**100%**	**ANSI 208.1-2009**	**ABNT 14810**
Força máxima média (N)	730,4 [a]	679,2 [a]	944,4 [a]	*614,8* [a]	800	*
CV (%)	63,03	20,00	20,78	32,57	-	-

* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

No ensaio de arrancamento de parafuso na face, assim como para o arrancamento de topo tanto a norma brasileira quanto a norma americana ANSI /A 208.1-2009 não apresentam requisitos para painéis comerciais. Apresentam apenas valores de 800N para painéis indicados para uso em construção, valor evidenciado no Gráfico 7, uso este diferente da proposta deste estudo.

Gráfico 7 – Índices relativos ao Arrancamento Face.



Fonte: Produção do próprio autor

Lima (2018) no estudo de painéis MDP produzidos com nanopartículas de óxido de zinco na proporção de 0,5% e 1,0% com base no peso seco de partículas, obteve valores médios em torno de 1000 N para este quesito.

5.3.4 MOE Flexão

Ao analisar os valores do módulo de elasticidade (MOE) na Tabela 11, a norma brasileira especifica valor mínimo de 1950 MPa para painéis com espessura entre 13 a 20 mm não estruturais em ambientes úmidos, portanto, os tratamentos com 50% e 100% de solução se enquadram no Tipo P3.

Tabela 11 – Índices relativos ao MOE dos painéis de MDP.

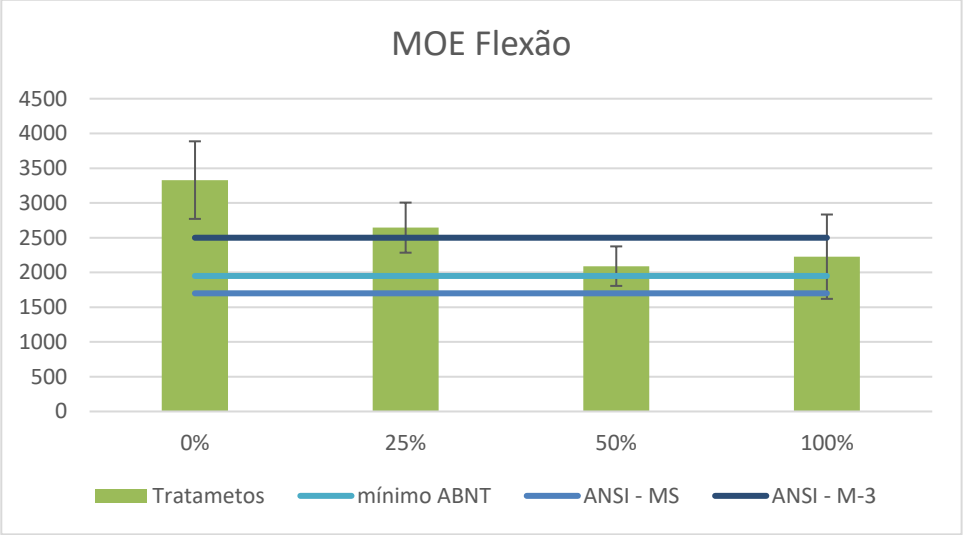
	0%	**25%**	**50%**	**100%**	**ABNT 14810**	**ANSI /A 208.1-2009**
MOE médio (MPa)	3329 [a]	2645 [a]	2091 [a]	2227 [a]	1950	1700-2500
CV (%)	16,77	13,62	13,60	27,25	-	

* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

Já os painéis referência e tratamento com 25%, atenderam as especificações para Tipo P4 que são painéis estruturais com uso de condições secas, com valor mínimo exigido de 2300 Mpa, o que fica claro no Gráfico 8, visto a seguir.

Gráfico 8 – Índices relativos ao MOE.



Fonte: Produção do próprio autor

Analisando os resultados segundo a norma americana ANSI 208.1-2009, os tratamentos com 50% e 100% de solução se enquadram na classificação M-S com valor mínimo exigido de 1700 MPa. Já os painéis referência e tratamento com 25%, atenderam as especificações para M-3 que são painéis estruturais em condições úmidas, com valor mínimo exigido de 2500 MPa.

Apesar disso, em relação ao efeito da adição da solução de nanocelulose nos painéis, é possível ver que os valores médios das mesmas não diferiram estatisticamente, não definindo assim uma interferência clara do nanomaterial.

5.3.5 MOR Flexão

Com base na Tabela 12 observa-se que o módulo de ruptura (MOR) segundo a norma brasileira especifica valor mínimo de 14 MPa para painéis com espessura entre 13 a 20 mm não estruturais em ambientes úmidos, portanto, os painéis referência e tratamento com 25% de solução se enquadram no Tipo P3.

Tabela 12 – Índices relativos ao MOR dos painéis de MDP.

	0%	25%	50%	100%	ABNT 14810	ANSI /A 208.1-2009
MOR médio (MPa)	19,71 a	14,14 a	11,49 a	10,24 a	11-14	11-15
CV (%)	24,03	21,07	26,52	40,40	-	

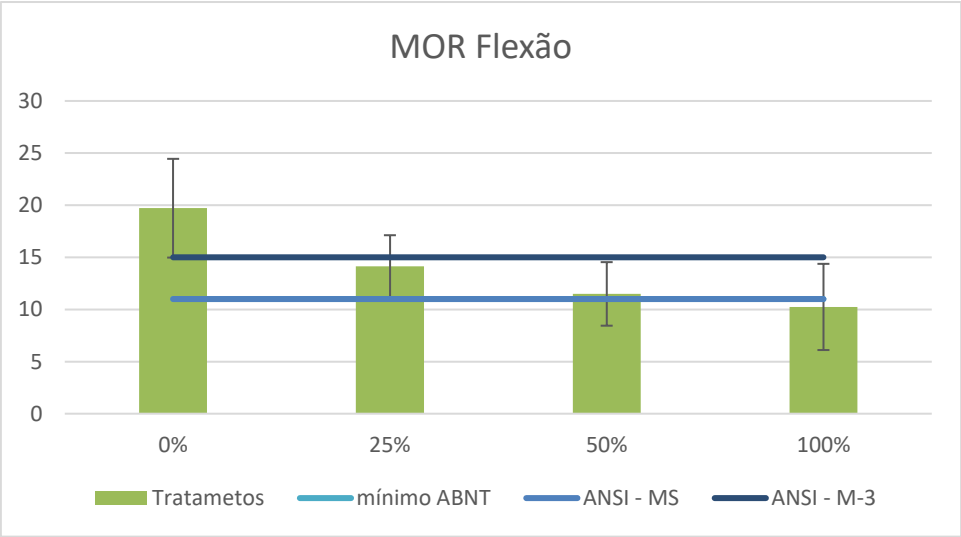
* Médias seguidas por letras iguais não apresentam diferença estatística significativa

Fonte: Produção do próprio autor

Já o tratamento com 50%, atendeu as especificações para Tipo P2 que são painéis não estruturais com uso de condições secas, com valor mínimo exigido de 11 MPa.

Analisando os valores médios segundo a norma americana ANSI 208.1-2009, os tratamentos com 25% e 50% de solução se enquadraram na classificação M-S com valor mínimo exigido de 11 MPa, como pode ser visto no Gráfico 9. Já o painel referência atendeu as especificações para M-3 que são painéis estruturais em condições úmidas, com valor mínimo exigido de 15 MPa.

Gráfico 9 – Índices relativos ao MOR.



Fonte: Produção do próprio autor

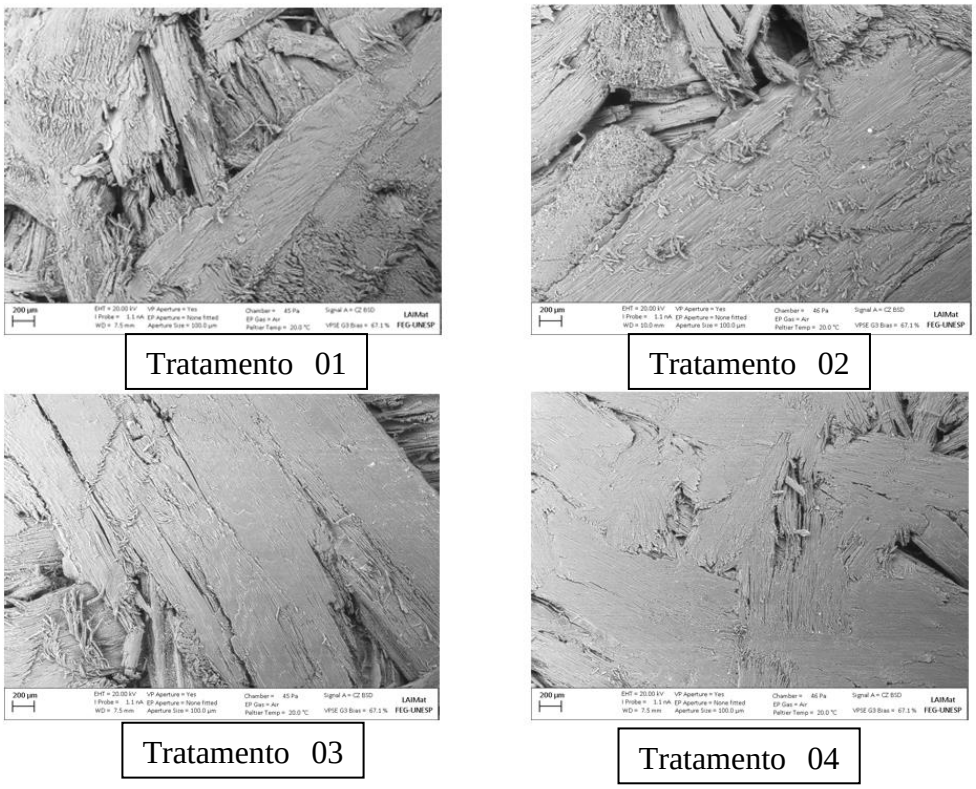
Destaca-se ainda que efeito da adição da solução de nanocelulose nos painéis, não apresentou diferença estatística, não definindo assim uma interferência clara do nanomaterial.

5.4 ANÁLISE DE IMAGENS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A análise de imagens foi realizada a partir de microscopia eletrônica de varredura ZEISS, modelo EVO LS 15 a uma abertura de 100 μm e, pode-se observar a partir da Figura 17 que o aumento na concentração de nanocelulose nos painéis proporcionou superfície mais lisa.

Observa-se a partir das imagens menores vazios que, possivelmente podem ter sido preenchidos pela nanocelulose. No entanto, a superfície mais lisa pode ter prejudicado a qualidade de colagem e, isto pode ser comprovado a partir dos resultados obtidos nos testes mecânicos.

Figura 17 - Tratamentos diferentes em microscopia eletrônica de varredura.



Fonte: Produção do próprio autor

A Figura 18 apresenta o mapa de microscopia óptica realizado para os quatro tratamentos. A partir das imagens observa-se que o aumento na concentração de nanocelulose proporcionou uma estrutura mais coesa com menor percepção visual de vazios, como já havia sido observado nas imagens da Figura 17. Entretanto, o desempenho não satisfatório como desejado pode ser justificado pela superfície mais lisa que prejudicou a interação entre partículas e adesivos.

Figura 18 - Mapa de microscopia óptica com aumento de 50 x.

Fonte: Produção do próprio autor

6 CONCLUSÕES

A proposta de adicionar nanopartículas de celulose na camada interna de painéis MDP não modificou o desempenho físico-mecânico dos painéis. A partir da análise dos resultados obtidos na caracterização física e mecânica pode-se concluir que não houve diferença estatística significativa na maioria dos testes realizados. Observou-se também que a adição de 50% de solução foi o tratamento que apresentou os melhores resultados de forma geral na qualidade do acabamento superficial do material.

Estudos presentes na literatura com adição de nanocelulose em painéis particulados de madeira obtiveram resultados piores quando comparados ao presente estudo. No entanto, destaca-se que a forma e, principalmente, a quantidade de nanocelulose utilizada foram diferentes.

Destaca-se também que a adição de solução de nanocelulose em substituição a água na mistura com o adesivo provocou aumento da viscosidade do adesivo com o aumento da porcentagem de solução de nanocelulose. O aumento na viscosidade do adesivo dificultou o encolamento das partículas, provocando concentração de adesivo em pontos isolados dos painéis, o que pode justificar o aumento do coeficiente de variação verificado, especialmente, nos testes realizados com os painéis imersos em água por 24 horas, ou seja, testes de inchamento em espessura e absorção de água.

A análise dos resultados físicos obtidos para todos os tratamentos referente aos testes de inchamento em espessura após imersão em água por 24 horas e teor de umidade indicaram que o painel referência e a adição de 25% e 50% de solução de nanocelulose atenderam ao menos os valores normativos para painéis não estruturais indicados para uso em ambiente úmido, ou seja, segundo a ABNT NBR 14.810-2:2018 se enquadrariam como painéis Tipo P3 e segundo a norma americana ANSI 208.1-2009 poderiam ser classificados como painéis M-S. O tratamento com 100% de solução não atendeu nenhuma especificação normativa. Segundo ambas as normas citadas todos os painéis se enquadraram como média densidade.

Com base nos resultados mecânicos obtidos verificou-se que os painéis referência e com 25% de solução enquadram-se em painéis estruturais para uso em ambiente úmido segundo as normas brasileira e americana, sendo classificados como no mínimo Tipo P3 (ABNT) e M-3 (ANSI) para os testes de flexão estática e adesão interna.

Com base nas considerações apresentadas anteriormente, conclui-se que a adição de solução de nanocelulose incorporado ao adesivo no interior do painel, é recomendada para os painéis de MDP, especialmente com o objetivo de proporcionar um melhor acabamento

superficial nos painéis visando melhor qualidade de colagem de revestimentos, menor consumo de adesivo e tintas e, menor consumo de lixas.

Estudos devem ser realizados ainda para uma aplicação na camada exterior do painel, em formato de filme para que possa se utilizar da impermeabilidade advinda da estrutura natural da celulose, assim como da resistência de seu nano material.

REFERÊNCIAS

ABE, K.; IWAMOTO, S.; YANO, H. Obtaining cellulose nanofibers with a uniform width of 15 nm from wood. **Biomacromolecules**, Washington, v. 8, n.10, p. 3276-3278, 2007.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE PAINÉIS DE MADEIRA. **Base de dados.** Disponível em: http://www.abipa.org.br. Acesso em: 30 ago. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE PRODUTORES DE FLORESTAS PLANTADAS, **Anuário estatístico da ABRAF 2013 ano base 2012**. Disponível em: https://www.ipef.br/estatisticas/relatorios/anuario-ABRAF13-BR.pdf. Acesso em 25 nov. 2018.

ALMEIDA, P. C. O. R. **Estudo da influência da temperatura e do tempo de prensagem nas características físicos mecânicas, de diferentes tipos de MDF quando do seu revestimento por prensagem.** 2006. 159 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais Lenhocelulósicos) – Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 14810-1**: Chapas de madeira aglomerada: terminologia. Rio de Janeiro: ABNT, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 14810-2**: Chapas de madeira aglomerada: requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 14810-3**: Chapas de madeira aglomerada: métodos de ensaio. Rio de Janeiro: ABNT, 2013.

BAJPAI, P. **Pulp and Paper Industry**, 1. ed. Punjabe: Elsevier, 2017. 258 p.

BERTOLINI, M. S. **Emprego de resíduos de Pinus sp tratado com preservante CCB na produção de chapas de partículas homogêneas utilizando resina poliuretana à base de mamona**. 2011. 126 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2011.

BRITTAIN, H. C. *et al.* Changes in material properties accompanying the national formulary (NF) Identity Test for Microcrystalline Cellulose. **Pharmaceutical Research,** Arlington, v. 10, n. 1, p. 61–67 1993.

CARDOSO, G. V. *et al.* Nanocelulose como catalisador de ureiauréia-formaldeído para produção de painéis aglomerados. *In*: ENCONTRO BRASILEIRO EM MADEIRAS E ESTRUTURAS DE MADEIRA, 15., 2016, Curitiba. **Anais** do XV Ebramem, Curitiba, 2016.

DEDAVID, B.A.; GOMES, C.I.; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura - Aplicações e preparação de amostras.** 1. ed. Porto Alegre: EdiPUCRS, 2007. 60 p.

DIAS, F. M. **Aplicação de resina poliuretana à base de mamona na fabricação de painéis de madeira compensada e aglomerada.** 2005. 149 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.

DUFRESNE, A. **Nano-cellulose: from Nature to High Performance Tailored Materials**, 1. ed. Berlin: Gruyter GmbH & Co, 2013. 475 p.

DURÁN, N.; MATTOSO, L. H. C.; MORAIS, P. C. **Nanotecnologia: Introdução, preparação e caracterização de nanopartículas e exemplos de aplicação**. 1. ed. São Paulo: Artliber Editora, 2006. 208 p.

ELEOTÉRIO, J.R. **Propriedades físicas e mecânicas de painéis MDF de diferentes densidades e teores de resina**. 2000. 121 f. Dissertação (Mestrado em Recursos Florestais) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2000.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **FAOSTAT Forestry - 2018**. Disponível em: http://www.fao.org/faostat/en/#data/FO. Acesso em: 10 nov. 2018.

FRIHART, R. C. Wood Adhesion and Adhesives. *In*: ROWELL, M. R. **Handbook of wood chemistry and wood composites**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2012. Cap. 9.

GONÇALVES, R. M.; MATTOS, R. L. G.; CHAGAS F. B. Painéis de Madeira no Brasil: Panorama e Perspectivas. **BNDES**, São Paulo, 27, p.121-156, 2008.

GREENWOOD, R. Review of the measurement of zeta potentials in concentrated aqueous suspensions using electroacoustics. **Advances in Colloid and Interface Science**, Amsterdam, v. 106, n. 1. p.55-81, 2003.

HABIBI, Y.; LUCIA, L.A.; ROJAS, O.J. Cellulose nanocrystals: chemistry, self-assembly, and applications. **Chem. Ver,** Washington, v. 110, n. 6, p. 3479–350, 2010.

HAUBRICH, J. L.; GONÇALVES, C.; TONET, A. Adesivos vinílicos apresentam soluções para madeira. **Revista da Madeira**. Edição nº 103. Março 2007.

HUBBE, M.A.; ROJAS, O.J.: LUCIA, L.A.; SAIN, M. Cellulosic nanocomposites: a review. **Bioresources**, Raleigh, v. 3, n. 3, p. 929–980, 2008.

IOELOVICH, M. **Plant Biomass as a Renewable Source of Biofuels and Biochemicals**. 2 ed. Saarbrücken: Lap Lambert Academic Publishing. 2013. 60 p.

IOELOVICH, M. Recent findings and the energetic potential of plant biomass as a renewable source of biofuels – a review. **Bioresources**, Raleigh, v. 10, n. 1, p. 1879–1914, 2015.

IOELOVICH, M.; LEYKIN, A.; FIGOVSKY, O. Study of cellulose paracrystallinity. **Bioresources**, Raleigh, v. 5, n. 3, p. 1393–1407, 2010.

IRLE, M. A.; BARBU, M. C.; REH, R.; BERGLAND, L.; ROWELL, R. M. Wood Composites. *In*: ROWELL, R. M. **Handbook of wood chemistry and wood composites**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2012. Cap. 10.

IWAKIRI, S. **A influência de variáveis de processamento sobre propriedades de chapas de partículas de diferentes espécies de Pinus**. 1989. 129 f. Tese (Doutorado em Ciências Florestais) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 1989.

IWAKIRI, S. Painéis de madeira aglomerada. **Slides de aula**. Disponível em http://www.madeira.ufpr.br/disciplinassetsuo/setsuo-pma.pdf. Acesso em: 25 ago. 2018

IWAKIRI, Setsuo **Painéis de Madeira Reconstituída**. Curitiba: FUPEF, 2005. 247 p.

IWAKIRI, S. et al. Evaluation of the use potential of nine species of genus eucalyptus for production of veneers and plywood panels. **Cerne**, Lavras, v. 19, n. 2, p.263-269, 2013.

KELLY, K. L. *et al*. The optical properties of metal nanoparticles: the influence of size, shape, and dielectric environment. **American Chemical Society**, Illinois, v. 107, n. 1, p.668-677, 2002

KLEMM, D., F. *et al*. Nanocelluloses: a new family of natural-based materials. **Angewandte Chemie International Edition**, Nova Jersey v. 50, n. 24, p. 356–378, 2011.

KRÄSSIG, H. A. **Cellulose Structure, Accessibility and Reactivity**. 1. ed. Yverdon: Gordon and Breach Science Publishers, 1993.

LAGE, L.F. **Análise da influência da dependência em temperatura da viscosidade na convecção forçada com nanofluidos**. 97 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

MACIEL, A. C. *et al.* Chapas de madeira aglomerada produzidas com partículas de Eucalyptus grandis W. Hill ex Maiden, poliestireno (PS) e polietileno tereftalato (PET). **Revista Cerne**, Lavras, v. 10, n. 1, p.53-66, 2004.

MALONEY, T.M. **Modern particleboard e dry-process fiberboard manufacturing**. 2. ed. San Francisco: Miller Freeman, 1993. 160 p.

MANTANIS, G. I.; PAPADOPOULOS, A. N. Reducing the thickness swelling of wood-based panels by applying a nanotechnology compound. **Eur. J. Wood Prod**, Berlin v. 107, n. 9, p. 401–407, 2010.

MARRA, A.A. **Technology of wood bonding: principles in practice**. 1. ed. New York: Van Nostrand Reinhold, 1992. 454 p.

MARTINS, Luis Miguel Ferraz. **Toxicologia de nanomateriais.** Dissertação (Mestrado em Ciências) - Instituto Superior de Egas Moniz, Lisboa, 2015.

MELO, N. F. S. et al. Desenvolvimento e caracterização de nanocápsulas de poli (L-lactídeo) contendo benzocaína. **Química Nova**. Sociedade Brasileira de Química, v. 33, n. 1, p. 65-69, 2010

MESQUITA, R. G. A. *et al*. Inclusão de feixes de sisal na produção de painéis MDP de eucalipto. **Scientia Florestalis**, Piracicaba, v. 43, n. 105, p.75-82, 2015.

MIAO, Q. *et al*. A process for enhancing the accessibility and reactivity of hardwood Kraft-based dissolving pulp for viscose rayon production by cellulose treatment. **Bioresource technology**, Essex, v. 154, n. 1, p.109-113, 2014.

MTIBE, A. *et al*. A comparative study on properties of micro and nanopapers produced from cellulose and cellulose nanofibers. **Carbohydr. Polym**. Barking v. 10, n. 7, p.115-169, 2015

NAGATANI, T. *et al*. Development of an ultra-high resolution scanning electron microscope by means of a field emission source and in-lens system. **Scanning Microscopy**. Chicago v.11, p. 901-909, 1987.

NETO, W. P. F.; SILVÉRIO, H. A.; DANTAS, N. O.; PASQUINI, D., Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from agro-industrial residue - Soy hulls. **Indus. Crop. Prod.**, Berne, v. 42, p. 480-488, 2013.

PETERSSON, L., KVIEN, I., OKSMAN, K. Structure and Thermal Properties of Poly(Lactic Acid)/Cellulose Whiskers Nanocomposite Materials. **Composites Science and Technology**, Barking, v. 67, p. 2535-2544, 2006

PRANGER, L.; TANNENBAUM, R. Biobased Nanocomposites Prepared by in Situ Polymerization of Furfuryl Alcohol with Cellulose Whiskers or Montmorillonite Clay **Macromolecules**, Easton, v. 41, n. 22, p. 8682-8687 2008.

RANITA, J. *et al*. Influence of the pressing cycle onthe quality of medium density fibreboard made with a high content of recycled particles (*in Portuguese*). *in*: **Proceedings of 5th Forestry National Congress**, Polytechnic Institute of Viseu, Viseu Portugal. 2005

REVOL, J. F. *et al.* Helicoidal Self-Ordering of Cellulose Microfibrils in Aqueous Suspension, **International Journal of Biological Macromolecules**, Guildford, v. 14, n. 3, p. 170-172, 1992.

ROUMELI E. *et al.* Chrissafis ksynthesis, characterization and thermal analysis of urea-formaldehyde/nanosio(2) resins. **Thermochimica Acta**, Amsterdam, v. 527, p. 33-39, 2012.

RUSLI, R.; EICHHORN, S.J. Determination of the stiffness of cellulose nanowhiskers and the fiber-matrix interface in a nanocomposite using Raman spectroscopy. **Applied Physics**. New York, v. 93, p. 83-37, 2008.

SABDIN, S. B. **Use of nanoparticle in the wood composite to enhance the heat transfer**. Universiti Malaysia Pahang. 2010.

SELLERS, T. – Growing markets for engineered products spurs research. **Wood Technology**, San Francisco v. 127, n. 3, p.40-43. 2000.

SILVA, D. J.; D'ALMEIDA, M.L.O. Nanocristais de celulose. **O Papel**, São Paulo, v. 70, p. 34-52. 2009.

SIQUEIRA, G.; BRAS, J., DUFRESNE, A. Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications. **Polymers**, Barking, v 2, p. 728-765. 2010.

STELTE, W.; SANADI, A. R. Preparation and Characterization of Cellulose Nanofibers from Two Commercial Hardwood and Softwood Pulps, **Industrial & engineering chemistry research,** Washington v. 48, n.24, p. 11211-11219. 2009.

STENIUS ,P.; ANDRESEN M. **Highlights in Colloid Science**, 1 ed. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2009. 306 p.

ŠTURCOVÁ, A., DAVIES, G.R., and Eichhorn, S.J. Elastic modulus and stress-transfer properties of tunicate cellulose whiskers. **Biomacromolecules**, Washington, v. 6, n. 2, p. 1055-1061. 2005.

SUCHSLAND, Otto. **Fiberboard manufacturing practices in the United States**. 2. ed. Madison: Forest Products Research Society, 1990.

TAGHIYARI, H.R., Study on the effect of nano-silver impregnation on mechanical properties of heat-treated Poplus nigra. **Wood Sci Technol**, New York, v. 45, p. 399–404. 2011

TASHIRO, K.; KOBAYASHI, M. Theoretical evaluation of three-dimensional elastic constants of native and regenerated celluloses: role of hydrogen bonds. **Polymer**, Barking, v. 32, n. 8, p. 1516-1526. 1991

TRIANOSKI, R. **Avaliação do potencial de espécies florestais alternativas, de rápido crescimento, para produção de painéis de madeira aglomerada**. 2010. 260f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2010.

TRIANOSKI, Rosilani et al. Propriedades físicas e mecânicas de painéis de madeira aglomerada de Acrocarpus fraxinifolius, compostos com diferentes percentuais de casca. **Ciência Florestal**, Santa Maria, v. 23, n. 4, p.761-769, 2013.

ULKER, Onur. Surface Roughness of Composite Panels as a Quality Control Tool. **Materials**, [s.l.], v. 11, n. 3, p. 407-507, 2018.

UNESP - Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Polissacarídeos: **Celulose. 2019**. Disponível em: http://www.fcfar.unesp.br/alimentos/bioquimica/introducao_carboidratos/polissacarideos.htm. Acesso em: 15 mar. 2019.

VARANDA, Luciano D. et al. Physical performance of particleboards using Castor oil-based adhesive. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 22, n. 10, p.707-712, 2018.

WANG, S.; WINISTORFER, P.; MOSCHLER, W.; HELTON, C. Hot-pressing of oriented strand board by stepclosure. **Forest Products Journal**, Madison, v. 50, n. 3, p. 28-34, 2000.

WOOD Preservation. Wood Handbook – Wood as an Engineering Material. Forest Products Laboratory, **United States Department of Agriculture Forest Service**, Madison, 2010

XU, R. Progress in nanoparticles characterization: Sizing and zeta potential measurement. **Particuology**, [s.l.], v. 6, n. 2, p. 112-115, 2008.