

AMÉLIA GUIMARÃES CARVALHO

**EFEITO DO TRATAMENTO HIDROTÉRMICO DE PARTÍCULAS  
“STRANDS” NAS PROPRIEDADES DE PAINÉIS OSB**

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência Florestal, para obtenção do título de Doctor Scientiae.

VIÇOSA  
MINAS GERAIS – BRASIL  
2015

**Ficha catalográfica preparada pela Biblioteca Central da  
Universidade Federal de Viçosa - Câmpus Viçosa**

T

C331e  
2015  
Carvalho, Amélia Guimarães, 1987-  
Efeito do tratamento hidrotérmico de partículas  
"strands" nas propriedades de painéis OSB / Amélia  
Guimarães Carvalho. - Viçosa, MG, 2015.  
ix, 61f. : il. ; 29 cm.

Orientador : Benedito Rocha Vital.  
Tese (doutorado) - Universidade Federal de Viçosa.  
Inclui bibliografia.

1. Madeira - Produtos. 2. Madeira - Propriedades  
físicos-mecânicas. 3. Madeira - Efeito da temperatura.  
4. Madeira - Efeito da umidade. 5. Chapa de  
madeira aglomerados. I. Universidade Federal de Viçosa.  
Departamento de Engenharia Florestal. Programa de  
Pós-graduação em Ciência Florestal. II. Título.

CDD 22. ed. 634.9862

AMÉLIA GUIMARÃES CARVALHO

**EFEITO DO TRATAMENTO HIDROTÉRMICO DE PARTÍCULAS  
“STRANDS” NAS PROPRIEDADES DE PAINÉIS OSB**

Tese apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência Florestal, para obtenção do título de Doctor Scientiae.

APROVADA: 08 de Outubro de 2015.

---

Marcos Oliveira de Paula

---

Juliana Jerásio Bianche

---

Graziela Baptista Vidaurre

---

Angélica de Cássia Oliveira Carneiro  
(Coorientadora)

---

Benedito Rocha Vital  
(Orientador)

## AGRADECIMENTOS

Ao Divino Espírito Santo, por iluminar meu caminho e me guiar nos estudos.

Aos meus pais Maria Júlia Guimarães Carvalho e José Joaquim de Carvalho (in memoriam) e meus irmãos Olimpio Augusto de Carvalho Neto e Arquimedis Augusto de Carvalho, por mesmo distante estarem sempre presentes em minha vida e não medirem esforços para me ajudar.

Ao meu noivo Antonio José Vinha Zanuncio, que é meu porto seguro e meu amor, que me incentivou em cada etapa desse desafio e me ajudou inúmeras vezes.

A minha orientadora, Angélica de Cássia Oliveira Carneiro, que com sua enorme paciência me tirou inúmeras dúvidas, seja no corredor, na cozinha, em sua sala, onde for que a encontrasse sempre eu tinha alguma coisa a perguntar ou a pedir.

Ao meu orientador, Benedito Rocha Vital, que esteve sempre disponível a me ajudar durante o desenvolvimento de todo projeto.

À professora Ana Marcia Macedo Ladeira Carvalho que todas as vezes que precisei pude contar com sua ajuda.

A todos que botaram a mão na massa comigo, principalmente os técnicos Eder Cabral, Edna Mendes e ao colega de pós Carlos Miguel S. da Silva, a ajuda de vocês foi fundamental!

A todos os técnicos que quebraram muitos galhos, que resolveram muitos problemas durante o desenvolvimento desse trabalho, sempre com um sorriso e com muita boa vontade, Francisco Ricardo Bizerra, Braulio Oliveira, Leila Lopes, Sálvio Rodrigues (Moiado), Lawrence P. Oliveira, Jaqueline Souza, Eli Braz (Fumo), José Maria (Zé Avião), Arnaldo F. de Jesus e José Cardoso (Maninho).

Aos amigos que fiz com a família LAPEM, os quais tornaram esse período do doutorado muito mais prazeroso, podem ter certeza que cada conversa, cada bom dia, cada risada ou brincadeira fez a diferença nos meus dias. Além de todos os amigos citados anteriormente, obrigada a cada um de vocês: Mateus Magalhães, Matheus Perdigão, Renato Damásio, Ramon U. Teixeira, Artur Q. Lana, Juliana Bianche, Juliana Ceccato, Larissa C. Santos, Fabiana P. Freitas, Fernanda Ferreira, Déborah Soratto, Danilo B. Donato, Lívia Alves, Lucas Fialho, Clarissa Gusmão, Laura Vitória, Welliton Cândido, Diego C. Ramos, Felipe Bastos, Laíssa Carvalho, Isadora S. Corradi, Nívea Lima, Emylle Veloso, Juliana Jardim, Humberto Siqueira, Bruno G. de Andrade, Wagner Canal, Reginaldo de Pádua, Jéssica Dornelas, Vinicius Ayres, Maria Tereza A. Nunes e Ana Paula Teixeira.

Aos membros da banca, Graziela Baptista Vidaurre, Juliana Jerásio Bianche e Marcos Oliveira de Paula, por aceitarem tão prontamente ao convite para compor a banca.

Ao Laboratório de Painéis e Energia da Maderia, LAPEM, pela estrutura concedida para a realização do experimento.

Ao Programa de Pós Graduação em Ciência Florestal, especialmente os secretários, Alexandre Amorin, Dilson Garcia e Ritinha, os quais sempre tiveram muita boa vontade em ajudar.

À Fundação de Amparo a Pesquisa de Minas Gerais, FAPEMIG, pela bolsa de doutorado concedida.

À Universidade Federal de Viçosa e o Departamento de Engenharia Florestal pela oportunidade.

**OBRIGADA!**

## SUMÁRIO

RESUMO .....	VI
abstract .....	VIII
1 introdução geral.....	1
1.1 literatura citada.....	3
2 capítulo 1: colorimetric and chemical changes in pre-hydrolyzed strand board particles of pine and eucalyptus.....	4
2.1 introduction .....	4
2.2 experimental.....	5
2.2.1. methods.....	5
2.2.1.1 production and treatment of particles .....	5
2.2.1.2 statistical analysis .....	6
2.3 results and discussion .....	6
2.4 conclusions.....	10
acknowledgments.....	10
references cited .....	10
3 capítulo 2: efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de pinus nas propriedades de painéis osb.....	13
3.1 introdução .....	14
3.2 material e métodos.....	15
3.2.1 preparo das partículas do tipo strand.....	15
3.2.2 tratamento hidrotérmico.....	15
3.2.3 composição química estrutural da madeira.....	16
3.2.4 ângulo de contato e determinação do ph e capacidade tampão da madeira....	17
3.2.5 confecção dos painéis .....	17
3.2.6 análise estatística dos dados.....	18
3.3 resultados e discussão .....	18
3.3.1 resultado das partículas strands de pinus.....	18
3.3.1.1 modificação química dos flocos .....	18
3.3.1.2 umidade de equilíbrio higroscópico, perda de massa, densidade a granel, ph e capacidade tampão .....	20
3.3.1.3 ângulo de contato do adesivo com a superfície da madeira .....	22
3.3.2 resultados dos painéis osb.....	24
3.3.2.1 propriedades físicas dos painéis osb .....	24
3.3.2.2 propriedades mecânicas dos painéis osb.....	28
3.4. conclusão .....	33
referências .....	34

4	capítulo 3: efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de eucalipto nas propriedades de painéis osb.....	37
4.1	introdução .....	38
4.2	material e métodos.....	39
4.2.1	preparo das partículas do tipo strand.....	39
4.2.2	tratamento hidrotérmico.....	39
4.2.3	composição química estrutural.....	40
4.2.4	ângulo de contato e determinação do ph da madeira.....	41
4.2.5	confeção dos painéis .....	41
4.2.6	análise estatística dos dados.....	42
4.3	resultados e discussão .....	43
4.3.1	resultados das partículas strands de eucalipto .....	43
4.3.1.1	modificação química dos flocos .....	43
4.3.1.2	umidade de equilíbrio higroscópico, perda de massa, densidade a granel, ph e capacidade tampão .....	44
4.3.1.3	ângulo de contato.....	46
4.3.2	resultado dos painéis.....	47
4.3.2.1	propriedades físicas dos painéis osb.....	47
4.3.2.2	propriedades mecânicas dos painéis osb.....	52
4.4	conclusão .....	57
	referências .....	57
5.	conclusões gerais.....	61

## RESUMO

CARVALHO, Amélia Guimarães, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, outubro de 2015. **Efeito do tratamento hidrotérmico de partículas “strands” nas propriedades de painéis OSB.** Orientador: Benedito Rocha Vital. Coorientadora: Angélica de Cássia Oliveira Carneiro.

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do tratamento hidrotérmico de flocos (partículas do tipo strand) de pinus e eucalipto, nas propriedades físico-mecânicas de painéis OSB. Partículas strands de pinus e eucalipto, com 23 x 90 x 0,30 mm de largura, comprimento e espessura, respectivamente; foram pré-hidrolisadas a 130, 150 e 170°C por 7 e 21 minutos. Foram determinados os teores de extrativos, de lignina e de carboidratos dos flocos, assim como o pH, a umidade de equilíbrio, o ângulo de contato dos flocos com o adesivo fenol formaldeído e as propriedades colorimétricas. Em seguida foram confeccionados painéis do tipo OSB, com uma densidade nominal de 0,7 g/cm<sup>3</sup> e um ciclo de prensagem com a temperatura de 170°C, pressão de 32 kgf/cm<sup>2</sup> por 8 minutos. O adesivo utilizado foi o fenol-formaldeído no teor de 8% (base massa seca das partículas). Posteriormente os painéis foram mantidos em câmara climática a temperatura de 20 ± 2°C e umidade relativa de 65 ± 3%, até estabilização e em seguida determinou-se as propriedades físicas e mecânicas. A temperatura foi mais efetiva para alterar a composição química da madeira que o tempo de exposição ao tratamento. A temperatura do tratamento hidrotérmico de 170°C provocou maiores modificações químicas. O comportamento colorimétrico da madeira com a pré-hidrólise variou com o tratamento, sendo que a madeira de pinus foi mais resistente ao escurecimento que a de eucalipto. Os tratamentos hidrotérmicos a 170°C foram os mais eficientes na redução da umidade de equilíbrio higroscópico dos flocos de pinus e conseqüentemente aumentou a estabilidade dimensional dos painéis. O ângulo de contato do adesivo fenol-formaldeído com as superfícies dos flocos de pinus tratados apresentou uma leve diminuição, favorecendo a adesão do adesivo com a madeira, contudo a ligação interna dos painéis não foi afetada. Para a madeira de pinus o tratamento hidrotérmico causou degradação de alguns constituintes químicos principalmente de mananas, xilanas e arabinanas, o que causou uma acidificação e também perda de massa nos flocos, isso conseqüentemente diminuiu o inchamento em espessura e não influenciou negativamente nas propriedades mecânicas dos painéis OSB. O tratamento hidrotérmico a 170°C durante 7 minutos permitiu que o painel OSB de pinus, além da categoria 1, também se enquadre na categoria 2 da norma européia, ampliando sua gama de

utilização. Para os flocos de eucalipto o tratamento hidrotérmico, principalmente com a temperatura de 170°C, causou degradação de alguns constituintes químicos principalmente galactanas, xilanas e arabinanas e diminuiu a umidade de equilíbrio higroscópico e também causou uma acidificação e perda de massa dos flocos. Os tratamentos hidrotérmicos com a temperatura de 170°C foram os mais eficientes para melhorar a estabilidade dimensional dos painéis OSB de eucalipto, uma vez que reduziu os valores de UEH (umidade de equilíbrio higroscópico), AA24h (absorção de água) e IE24h (inchamento em espessura). O tratamento hidrotérmico a 170°C durante 7 minutos, assim como a 130°C por 7 minutos e a 150°C por 21 minutos, permitiu que o painel OSB de eucalipto além da categoria 1, também se enquadre na categoria 2 da norma européia, ampliando sua gama de utilização. Além de indicados para uso geral, ou seja, quando não são submetidos a suporte de carga e painéis para uso interior em condições de ambiente seco ele passa a ser indicado também para utilização que suporte cargas. Os painéis de eucalipto apresentaram menores valores de inchamento em espessura e absorção de água quando comparados com os painéis de pinus, devido a menor taxa de compactação desses painéis. Os valores do módulo de elasticidade e de ruptura, dos painéis de pinus e eucalipto, foram próximos, contudo os painéis de pinus apresentaram maiores valores de ligação interna.

## ABSTRACT

CARVALHO, Amélia Guimarães, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa, October, 2015. **Effect of hydrothermal treatment in strand board particles in the OSB panels properties.** Adviser: Benedito Rocha Vital. Co-adviser: Angélica de Cássia Oliveira Carneiro.

The aim of this study was to evaluate the effect of hydrothermal treatment in strands particles of pine and eucalyptus, on physical and mechanical properties of OSB. Eucalyptus and pine strands particles with 23 x 90 x 0.30 mm width, length and thickness, respectively; it was pre-hydrolysed at 130, 150 and 170°C for 7 and 21 minutes. The contents of extractives, lignin and carbohydrates of strands particles, as well as pH, moisture balance, the contact angle of the particles with phenol formaldehyde adhesive and colorimetric properties were determined. OSB panels were prepared with a nominal density of 0.7 g/cm<sup>3</sup>, with a temperature of 170°C, pressure of 32 kgf/cm<sup>2</sup> for 8 minutes. The phenol-formaldehyde adhesive was used in 8% content (based on dry weight of the particles). Subsequently the panels were exposed to conditioning under ambient conditions of 20 ± 2°C and 65 ± 3% relative humidity, and then were determined physical and mechanical properties. The temperature was more effective to change the chemical composition of wood than the time. The prehydrolysis temperature of 170°C resulted in higher chemical modifications. The colorimetric behavior with the prehydrolysis varied with the treatment. Pine wood was more resistant to darkening than eucalyptus. The hydrothermal treatment at 170 ° C was the most efficient in reducing the moisture equilibrium moisture content of pine strand particles and consequently improving dimensional stability of the panels. The contact angle of the adhesive phenol formaldehyde with the surfaces of the treated pine strand particles showed a slight decrease in this case favoring the adhesion of the adhesive with the wood, however, the internal connection of the panels was not affected. For pinus wood the hydrothermal treatment caused degradation of some chemical constituents mainly mannans, xylans and arabinans, causing acidification as well as mass loss in the strand particles, this consequently decreased swelling in thickness and not showed negative effect on the mechanical properties of OSB. The hydrothermal treatment at 170°C for 7 minutes allowed the pine OSB panel beyond Category 1 and also met the requirements in Category 2 of the European standard, expanding its range of use. For eucalyptus strand particles the hydrothermal treatment, especially the temperature of 170°C caused degradation of some chemical constituents mainly galactans, xylans and arabinans, it

decreased moisture equilibrium moisture content and also resulted in acidification as well as the loss of mass of the strand particles. The hydrothermal treatment at a temperature of 170°C was the most efficient in improving the dimensional stability of OSB from eucalyptus particles, since reduced amounts of EMC (equilibrium moisture content), and WA24h (water absorption), TS24h (thickness swelling). The hydrothermal treatment at 170°C for 7 minutes, at 150°C for 21 minutes and at 130°C for 7 minutes allowed eucalyptus OSB beyond category 1 also fits the category 2 of European standard, expanding its range of use. Besides indicated for non load-bearing boards, general purpose boards and boards for the interior fitments for use in dry conditions it is now also indicated load-bearing boards. The eucalyptus panels showed lower values of thickness swelling and water absorption when compared with pine panels, it was because of lower compression ratio of such panels. The values of elastic and rupture modulus of pine and eucalyptus panels were close, however pine panel showed higher internal bond values.

## 1 INTRODUÇÃO GERAL

A importância do setor de painéis de madeira reconstituída é crescente. Segundo dados da FAO (2015) no período entre 2010 a 2014 o setor passou de uma produção de aproximadamente 287,4 milhões, para 384,4 milhões de metros cúbicos, um aumento de 33,7% na produção mundial. No Brasil, a produção passou de aproximadamente 9,46 milhões em 2010, para 11,3 milhões de metros cúbicos em 2014, um aumento de 19,4%.

O setor possui a grande vantagem de diminuir a pressão sob as florestas nativas, uma vez que, a base de madeira para as indústrias de painéis de madeira reconstituída são as florestas plantadas dos gêneros *Pinus* e *Eucalyptus*.

Outro ponto positivo do setor de painéis de madeira reconstituída são as vantagens em relação a madeira maciça, como por exemplo, a distribuição e/ou eliminação de defeitos da madeira, a redução da anisotropia, a possibilidade de obter peças com dimensões variadas que não estejam restritas ao diâmetro e comprimento do tronco, assim como a possibilidade de utilização de espécies de baixa densidade até mesmo para usos estruturais, entre outras (IWAKIRI, 2005). Deste modo, os painéis de madeira vêm ganhando outros usos o que aumenta as exigências de qualidade para a sua utilização.

Apesar de todas as vantagens acima mencionadas, ressalva-se a capacidade da madeira de inchar quando em contato com a umidade, causa muitos problemas no seu uso e de seus produtos. A preocupação com esta característica não é recente e vem sendo discutida por vários pesquisadores (STAMM, 1974; ROWELL e YOUNGS, 1981; PANDEY et al, 2009; BABIŃSKI, 2012).

Os produtos confeccionados com madeira reconstituída têm comportamento distinto ao da madeira sólida em relação a estabilidade dimensional. Além dos fatores inerentes a própria madeiras existem fatores relacionados ao processo de produção. Em relação aos fatores relacionados a madeira, a molécula da água se liga aos grupos hidroxila da celulose e hemiceluloses, ocasionando uma expansão da parede celular de forma a acomodar a molécula de água, conseqüentemente ocorre o inchamento da madeira ou de seus produtos. Sendo assim, qualquer tratamento que reduza a capacidade da madeira de atrair as moléculas de água, proporcionará uma redução da sua capacidade de inchamento.

Diversas pesquisas têm sido conduzidas com o intuito de melhorar a estabilidade dimensional da madeira e conseqüentemente dos painéis de madeira reconstituída.

Existem alguns tratamentos que são aplicados antes e outros depois dos painéis já manufaturados.

Os pós-tratamentos são aqueles aplicados ao painel já consolidado, onde basicamente é empregado o tratamento térmico nas suas variadas formas, com o objetivo de liberar as tensões de compressão formadas durante a prensagem. Por outro lado os pré-tratamentos são aqueles aplicados ao material antes da prensagem e consolidação do painel, como a vaporização, o tratamento térmico ou a modificação química das partículas. Esses tratamentos têm o objetivo de alterar a higroscopicidade do material.

O tratamento hidrotérmico é utilizado comercialmente como pré-tratamento antes do processo Kraft do cozimento da madeira, com o objetivo de realizar a pré-hidrólise para diminuição do teor de hemiceluloses, para assim a obtenção da polpa solúvel.

São escassos os estudos a respeito do tratamento hidrotérmico de flocos de madeira com o objetivo aumentar a estabilidade dimensional de painéis OSB. Sendo assim o presente trabalho teve como objetivo avaliar o efeito da pré-hidrólise dos flocos (partículas do tipo strand) de pinus e eucalipto, nas propriedades físicas e mecânicas de painéis OSB, assim como verificar a modificação química e a variação da coloração das partículas.

Assim, esta tese foi estruturada em três artigos, conforme apresentados a seguir:

- **Artigo I:** Colorimetric and Chemical Changes in Pre-Hydrolyzed Strand Board Particles of Pine and Eucalyptus.

- **Artigo II:** Efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de pinus nas propriedades de painéis OSB.

- **Artigo III:** Efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de eucalipto nas propriedades de painéis OSB.

## 1.1 LITERATURA CITADA

BABIŃSKI, L. Research on dimensional stability in waterlogged archaeological wood dried in a non-cooled vacuum chamber connected to a laboratory freeze-dryer. **Drewno. Pr. Nauk. Donies. Komunik**, v. 55, n. 187. p. 5-19, 2012.

FAO - Food And Agriculture Organization. Disponível em: [http://faostat3.fao.org/download/F/\\*/E](http://faostat3.fao.org/download/F/*/E). Acesso em: 03 de setembro de 2015.

IWAKIRI, S. **Painéis de madeira reconstituída**. Curitiba: FUPEF, 2005.

PANDEY, K. K.; JAYASHREE; NAGAVENI, H. C. Study of dimensional stability, decay resistance, and light stability of phenylisothiocyanate modified rubberwood. **BioResources**, v. 4, n. 1, p. 257-267, 2009.

ROWELL, R. M.; YOUNGS, R. L. **Dimensional stabilization of wood in use**. Washington: USDA, 8p, 1981. (Research Note, FPL-0243).

STAMM, A. J. Dimensional stabilization of wood with water soluble fire retardant bulking chemicals compared with polyethylene glycol-1000. **Wood Science and Technology**, v. 8, n. 4, p. 300-306, 1974.

## 2      **CAPÍTULO 1: Colorimetric and Chemical Changes in Pre-Hydrolyzed Strand Board Particles of Pine and Eucalyptus**

Changing wood color with physical treatment is an alternative method to avoid the use of chemicals harmful to the environment. However, despite this advantage, there are few studies on the chemistry and colorimetry of pre-hydrolyzed wood. The objective this research was to evaluate the content of extractives, lignin and holocellulose, lightness ( $L$ ), red matrix ( $a^*$ ), yellow matrix ( $b^*$ ), saturation ( $C$ ), and tonality angle ( $H$ ) on strand board particles of pre-hydrolyzed pine and eucalyptus. Strand board particles measuring 23 x 90 x 0.30 mm in width, length, and thickness, respectively, were pre-hydrolyzed at 130, 150, and 170°C during 7 or 21 minutes. The temperature had a significant effect on the chemical composition of wood. The pre-hydrolysis temperature of 170°C resulted in higher chemical modifications. The pre-hydrolysis reduced the equilibrium moisture content of pine and eucalyptus particles, especially at 170°C. Color modification due to pre-hydrolysis varied according to treatment conditions. Pine particles were more resistant color changing than the eucalyptus particles.

Keywords: Colorimetry; Oriented strand board (OSB); Pre-hydrolysis

### **2.1**

### **2.2 INTRODUCTION**

Pre-hydrolysis is used to degrade hemicellulose in wood for the manufacture of dissolving pulp (Li et al. 2010; Liu et al. 2013), and cellulosic ethanol (Vila et al. 2013). The hemicellulose unfavorably affects the dimensional stability of the wood and can cause problems in the quality of the final product. Some treatments, such as heat treatment, are employed to degrade hemicellulose and increase the dimensional stability of wood and panels (Paul et al. 2007; Del Menezzi et al. 2009; Mendes et al. 2013; Severo et al. 2012; Zanuncio et al. 2014), however the use of pre-hydrolysis to achieve the same effect has been scarcely studied.

Pre-hydrolysis, in common with other treatments that heat the raw material, changes the color and the chemistry of the wood, which is related to the degradation of hemicellulose (Sundqvist 2004) and phenolic extractives (McDonald et al. 1997). The formation and oxidation of compounds such as quinones are also mentioned as causes of colorimetric changes (Bekhta and Niemz 2003). This color change is often regarded as a positive effect, increasing the potential of other wood species to replace expensive hardwoods. The darkening with physical treatments, such as pre-hydrolysis of wood, can add value and extend its use. Such treatment also can prevent inks that emit toluene and xylene, harmful to human health and the environment, for staining wood (Korkut 2012).

The color of wood products influences consumer preferences. Wood of darker tonality is generally regarded as preferable for decorative functions. The color of the treated wood, in addition to the visual aspect, may be used to predict physical and mechanical properties of the solid wood (Bekhta and Niemz 2003) and panels (Del Menezzi 2008).

CIE-L\*a\*b\* (Commission International de L'Eclairage) is an efficient system to determine wood color with colorimeters or spectrophotometers. In this system, L indicates lightness and varies between 0 and 100, with zero representing pure black and 100 a perfect white. A positive value of the a\* parameter indicates a red matrix, while a negative value indicates green. A positive value of b\* indicates a yellow matrix, while a negative value indicates blue. The saturation (C) indicates the color purity, and the tonality angle (H), the dominant hue of a color.

The objective was to evaluate the chemical, colorimetric, and equilibrium moisture content modification, of pre-hydrolyzed particles of pine and eucalyptus.

## 2.3

## 2.4 EXPERIMENTAL

### 2.2.1. Methods

#### 2.2.1.1 Production and treatment of particles

Eucalyptus grandis and Pinus elliottii logs were obtained on a commercial plantation in the town of Coimbra, Minas Gerais, Brazil, and were processed with a band saw on boards of 23 mm thick. The boards were re-sawn using a circular saw into blocks of 90 mm length. These blocks were submerged in water until completely saturated and processed in a disc flaker with knives adjusted to generate flakes with thickness around 0.30 mm. Resulting flakes measuring approximately 23 x 90 x 0.30 mm (width x length x thickness, respectively) that were heated at temperatures and pressures (Table 1) in a 18,75 L digester (reactor Parr - model 4555) equipped with a heat exchanger (Parr 4848M) using a 8 L / 1.5 kg liquid / particle ratio.

**Table 1.** Treatments

Treatment	Species	Temperature (°C)	Pressure (bar)	Time (minutes)
Control 1	Pine	-	-	-
Control 2	Eucalyptus	-	-	-
T1	Pine	130*	2.28	7
T2				21
T3		150	4.48	7
T4				21
T5		170	8.62	7
T6				21
T7	Eucalyptus	130	2.28	7
T8				21
T9		150	4.48	7
T10				21
T11		170	8.62	7
T12				21
* Time to reach the temperature: 130°C – 60min / 150°C – 70min / 170°C – 90min				

The material was inserted in the digester at room temperature and the time to reach each temperature was different. To achieve 130, 150 and 170°C, required durations of 60, 70 and 90 minutes, respectively. The liquid used was regular water. Due a high pressure into the digester, the water remained in liquid form. After each treatment time, cooler was turned on and the liquid was removed by a hose located on the inside of the cooler. After removing the liquid, the digester was opened. Then the material was removed and washed.

The control samples were randomly obtained, after being produced in the disk flaker. Treated and non-treated particles were inserted into a climatic chamber adjusted at  $65\% \pm 2\%$  relative humidity and  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  temperature until mass stabilization. Then the equilibrium moisture content (EMC) was determined. Five repetitions were used to determine the EMC, each one with ten particles.

Colorimetric analysis was carried out for the surface of the wood particles with a Konica Minolta spectrophotometer CM-2500D. Lightness (L), red-green or red matrix ( $a^*$ ), and coordinated blue-yellow or yellow matrix coordinate ( $b^*$ ), based on the CIE-LAB color system in 1976 were measured. Twenty five samples of each treatment were used to obtain the colorimetric parameters.

The saturation (C) was calculated by Eq. 1, and the tonality angle or “hue” (H) according to Eq. 2,

$$C = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{0.5} \quad (1)$$

$$H = \arctan\left(\frac{a^*}{b^*}\right) \quad (2)$$

where C is the saturation,  $a^*$  indicates the value along the red/green color dimension,  $b^*$  indicates the value of the yellow/blue coloration, and H indicates the tonality angle or hue.

Samples of strand board particles were ground in a Wiley mill. The fraction that passed through a 40 mesh and was retained on a 60 mesh sieve was used to determine the chemical composition (ASTM 1982). Three replicates were used for these analyses. Wood ash content was determined according to ABNT NBR 8112 (ABNT 1986), replacing the platinum crucible by porcelain and using a temperature of  $600^{\circ}\text{C}$  instead of  $750^{\circ}\text{C}$ . The content of total extractives was determined according to TAPPI standard 204 om-88 (TAPPI 1996), insoluble lignin, following the procedure proposed by Gomide and Demuner (1986), and lignin spectrometry according to Goldschimid (1971). The total lignin content was obtained by the sum of the amounts of soluble and insoluble lignin. Percentage of ash in wood was determined according to ABNT NBR 8112 (ABNT, 1986). The holocellulose content was determined by subtracting the lignin, extractives, and ash from 100%.

#### 2.2.1.2 Statistical analysis

In a preliminary way to assess the analyses of variance, the homogeneity of variance test (Bartlett test at 5% significance) and normality test (Shapiro Wilk test at 5% significance) were performed. The Scott-Knott mean test at 5% significance was used for differentiation among the means of each treatment.

## 2.5 RESULTS AND DISCUSSION

The mass loss of eucalyptus particles was higher than that observed in pine particles for all treatments (Table 2). The particles mass loss for the two species was increased with an increase in temperature. Keeping the temperature constant, the longer heating time also caused higher mass loss. The average equilibrium moisture content of treated particles was numerically smaller than the observed value in untreated particles. The lowest equilibrium moisture content was observed on particles treated at  $170^{\circ}\text{C}$ .

**Table 2.** Mass Loss and Equilibrium Moisture Content of Pre-Hydrolysed Particles Strand

Temperature (°C)	Time (min)	EMC Pine (%)	EMC Eucalyptus (%)	Mass Loss Pine (%)	Mass Loss Eucalyptus (%)
-	-	13.6 <sup>(0.03)**</sup> a	12.8 <sup>(0.91)</sup> a	-	-
130*	7	12.6 <sup>(0.37)</sup> b	11.9 <sup>(0.02)</sup> a	1.5 <sup>(0.94)</sup> a	3.7 <sup>(1.74)</sup> a
	21	12.7 <sup>(0.44)</sup> b	12.0 <sup>(0.26)</sup> a	2.6 <sup>(1.6)</sup> a	4.5 <sup>(0.99)</sup> a
150	7	12.5 <sup>(0.23)</sup> b	11.5 <sup>(0.35)</sup> b	5.9 <sup>(1.47)</sup> b	6.3 <sup>(0.78)</sup> b
	21	12.6 <sup>(0.06)</sup> b	10.4 <sup>(0.77)</sup> b	6.8 <sup>(2.39)</sup> b	7.9 <sup>(1.89)</sup> b
170	7	10.7 <sup>(0.23)</sup> c	9.5 <sup>(0.09)</sup> c	12.2 <sup>(2.95)</sup> c	13.5 <sup>(2.61)</sup> c
	21	9.8 <sup>(0.04)</sup> d	9.2 <sup>(0.12)</sup> c	14.9 <sup>(1.85)</sup> c	16.3 <sup>(2.4)</sup> c

\* Mean values followed by the same letter, for each species; in each column, do not differ by the Scott-Knott test at 5 % significance. \*\*The standard deviation are in parentheses.

Pre-hydrolysis increased the extractives content in the pine particles, probably due to formation of soluble products in alcohol/toluene (Brito et al. 2008). In eucalyptus particles a significant reduction was observed in particles extractives heated at 130°C, with an increase at higher temperatures. The reduction in the content of extractives in eucalyptus particles that occurred at the temperature of 130°C is probably due to volatilization of polar extractives found in greater amounts in hardwoods, since hardwoods decompose between 130 and 250°C (Meszaros et al. 2007; Miranda and Pereira 2002; Society and Pereira 2012).

The holocellulose content for the wood of the two species heated at 170°C was smaller than the holocellulose content under all other experimental conditions. This reduction is probably due to its degradation, which, according to (Musinguzi et al. 2012; Barneto et al. 2011), occurs at 170°C and higher temperatures. A reduction of wood hemicelluloses was also observed by Musinguzi et al. (2012) and Barneto et al. (2011). This explains the increase of the amount of extractives and the decrease in holocellulose content at 170°C.

The insoluble lignin content increased only in pine particles heated to 170°C. On the other hand, the soluble lignin content for the particles of both species was greater in the particles heated to 170°C and further increased as a function of treatment time (Table 3). The total lignin content of the two species was not affected by experimental conditions except for pine particles heated at 170°C, for which higher values were observed. The more condensed lignin structure with of coniferous woods may explain the better resistance to thermal degradation (Fengel and Wegener 1984).

**Table 3.** Chemical Composition of Pre-Hydrolyzed Wood of Pine and Eucalyptus

Specie	Tempera ture (°C)	Time (min)	Extractives content (%)	Insoluble lignin content (%)	Soluble lignin content (%)	Total lignin (%)	Holocellulose (%)
Pine	-	-	1.7 <sup>(0.01)**</sup> a	29.66 <sup>(1.38)</sup> a	0.27 <sup>(0.13)</sup> c	29.93 <sup>(1.52)</sup> a	68.37 <sup>(1.52)</sup> b
	130*	7	3.37 <sup>(0.12)</sup> b	28.61 <sup>(0.09)</sup> a	0.24 <sup>(0.07)</sup> c	28.85 <sup>(0.02)</sup> a	67.78 <sup>(0.10)</sup> b
		21	2.96 <sup>(0.03)</sup> b	29.10 <sup>(0.70)</sup> a	0.25 <sup>(0.07)</sup> c	29.35 <sup>(0.63)</sup> a	67.78 <sup>(0.66)</sup> b
	150	7	3.02 <sup>(0.04)</sup> b	29.05 <sup>(0.63)</sup> a	0.26 <sup>(0.01)</sup> c	29.31 <sup>(0.62)</sup> a	67.67 <sup>(0.66)</sup> b
		21	3.02 <sup>(0.02)</sup> b	29.96 <sup>(0.11)</sup> a	0.20 <sup>(0.02)</sup> b	30.16 <sup>(0.14)</sup> a	66.82 <sup>(0.11)</sup> b
	170	7	4.83 <sup>(0.05)</sup> d	31.68 <sup>(0.23)</sup> b	0.18 <sup>(0.05)</sup> b	31.86 <sup>(0.28)</sup> b	63.31 <sup>(0.33)</sup> a
21		4.11 <sup>(0.20)</sup> c	32.09 <sup>(0.13)</sup> b	0.16 <sup>(0.07)</sup> a	32.25 <sup>(0.20)</sup> b	63.65 <sup>(0.00)</sup> a	
Eucalyptus	-	-	2.22 <sup>(0.27)</sup> b	27.73 <sup>(0.43)</sup> a	2.17 <sup>(0.01)</sup> c	29.9 <sup>(0.42)</sup> a	67.88 <sup>(0.69)</sup> b
	130*	7	1.61 <sup>(0.01)</sup> a	27.83 <sup>(0.44)</sup> a	1.97 <sup>(0.01)</sup> c	29.8 <sup>(0.45)</sup> a	68.59 <sup>(0.44)</sup> b
		21	1.77 <sup>(0.05)</sup> a	27.27 <sup>(0.46)</sup> a	1.98 <sup>(0.01)</sup> c	29.25 <sup>(0.46)</sup> a	68.98 <sup>(0.52)</sup> b
	150	7	4.38 <sup>(0.06)</sup> d	26.93 <sup>(0.15)</sup> a	1.68 <sup>(0.01)</sup> c	28.61 <sup>(0.16)</sup> a	67.01 <sup>(0.22)</sup> b
		21	3.13 <sup>(0.01)</sup> c	26.66 <sup>(1.05)</sup> a	1.90 <sup>(0.02)</sup> c	28.56 <sup>(1.03)</sup> a	68.30 <sup>(1.04)</sup> b
	170	7	8.97 <sup>(0.26)</sup> e	28.49 <sup>(0.54)</sup> a	1.25 <sup>(0.01)</sup> b	29.74 <sup>(0.53)</sup> a	61.28 <sup>(0.79)</sup> a
21		8.77 <sup>(0.18)</sup> e	27.90 <sup>(0.15)</sup> a	1.08 <sup>(0.00)</sup> a	28.98 <sup>(0.14)</sup> a	62.25 <sup>(0.32)</sup> a	

\* Mean values followed by the same letter, for each species; in each column, do not differ by the Scott-Knott test at 5 % significance. \*\*The standard deviation are in parentheses.

The color change of pine and eucalyptus wood occurred in all treatments. For both species a lighter color became darker, which is aesthetically advantageous for some applications (Table 4).

**Table 4.** Colorimetric Parameters

Species	Temperature (°C)	Time (min)	$\Delta L$	$\Delta a$	$\Delta b$	$\Delta C$	$\Delta H$
Pine	-	-	74.9 <sup>(1.5)**</sup> a	10.2 <sup>(1.6)</sup> c	26.1 <sup>(2.2)</sup> a	28 <sup>(2.4)</sup> a	68.7 <sup>(2.7)</sup> a
	130*	7	- 6.0 <sup>(2.2)</sup> b	- 0.7 <sup>(1.6)</sup> c	- 0.8 <sup>(1.5)</sup> a	- 1.0 <sup>(1.9)</sup> a	1.0 <sup>(2.5)</sup> a
		21	- 4.5 <sup>(2.3)</sup> b	1.1 <sup>(0.9)</sup> b	- 1.7 <sup>(2.2)</sup> a	- 1.2 <sup>(2.1)</sup> a	- 3.6 <sup>(2.2)</sup> b
	150	7	- 6.5 <sup>(2.1)</sup> b	- 0.8 <sup>(1.2)</sup> c	- 1.2 <sup>(1.4)</sup> a	- 1.4 <sup>(1.5)</sup> a	0.7 <sup>(1.9)</sup> a
		21	- 10.5 <sup>(1.9)</sup> c	1.7 <sup>(1.7)</sup> b	- 1.3 <sup>(1.3)</sup> a	- 0.5 <sup>(1.7)</sup> a	- 4.2 <sup>(2.6)</sup> b
	170	7	- 21.0 <sup>(3.1)</sup> d	4.5 <sup>(1.0)</sup> a	- 3.4 <sup>(1.6)</sup> b	- 1.0 <sup>(1.5)</sup> a	- 11.5 <sup>(2.3)</sup> d
21		- 18.0 <sup>(1.9)</sup> e	3.2 <sup>(3.1)</sup> a	- 1.6 <sup>(1.5)</sup> a	0.0 <sup>(2.4)</sup> a	- 6.9 <sup>(5.2)</sup> c	
Eucalyptus	-	-	74.3 <sup>(2.4)</sup> a	14.4 <sup>(1.8)</sup> a	20.4 <sup>(1.4)</sup> a	25.1 <sup>(1.9)</sup> a	54.8 <sup>(3.1)</sup> a
	130*	7	- 7.5 <sup>(2.1)</sup> b	1.6 <sup>(1.8)</sup> b	- 2.7 <sup>(0.5)</sup> b	- 1.1 <sup>(1.4)</sup> a	- 6.7 <sup>(3.0)</sup> b
		21	- 8.7 <sup>(1.4)</sup> b	2.0 <sup>(1.0)</sup> b	- 2.3 <sup>(1.0)</sup> b	- 0.5 <sup>(0.9)</sup> a	- 7.0 <sup>(2.4)</sup> b
	150	7	- 22.6 <sup>(3.7)</sup> c	4.5 <sup>(2.0)</sup> c	- 3.7 <sup>(0.9)</sup> c	0.3 <sup>(1.6)</sup> a	- 13.2 <sup>(3.6)</sup> c
		21	- 25.1 <sup>(3.2)</sup> d	5.8 <sup>(2.3)</sup> c	- 4.9 <sup>(1.0)</sup> b	0.5 <sup>(2.3)</sup> a	- 17.1 <sup>(2.4)</sup> d
	170	7	- 32.5 <sup>(3.7)</sup> e	2.8 <sup>(1.0)</sup> b	- 6.0 <sup>(1.7)</sup> e	- 2.6 <sup>(1.6)</sup> b	- 15.0 <sup>(3.2)</sup> c
21		- 36.8 <sup>(2.3)</sup> f	0.7 <sup>(0.9)</sup> a	- 7.0 <sup>(1.1)</sup> f	- 4.8 <sup>(1.3)</sup> c	- 13.3 <sup>(2.0)</sup> c	

\*Mean values followed by the same letter, for each species, in each column, do not differ by the Scott-Knott test at 5 % significance. \*\*The standard deviation are in parentheses.

However, the effect was different among species and was affected by the experimental conditions. The color parameters L (lightness), a\* (green-red), b\* (blue-

yellow), color saturation (C), and tonality angle (H) of the pine and eucalyptus control, as well as the variation of each parameter compared to control for all pre-hydrolysis treatment can be observed in Table 4.

The particles without treatment for both species showed similar values of lightness index (L). However, after pre-hydrolysis, the particles of pine acquired a lighter color than the eucalyptus particles. For both species the value of L was reduced, i.e. the particles acquired a darker color. Reduction in the rate of luminosity was observed in pre-hydrolysis at 130°C and 7 minutes; however, it became more pronounced when the particles were heated at 170°C for 21 minutes. The pine wood was more resistant to darkening than eucalyptus.

Similar results were observed for Pincelli et al. (2012), who concluded that the conifers woods pre-hydrolysed below 160°C are more resistant to color change than the hardwood. These authors also observed that wood treated at 180°C had indices with similar brightness. According to Bourgios et al. (1991) darkening in pre-hydrolyzed for treatments between 240 and 310°C wood is caused by the reduction of the content of hemicellulose, especially pentosans. According Mitsui et al. (2001) heat in the presence of water accelerates the change of color of wood. This may be caused by phenolic components coming from depolymerization of lignin, and also the sugars generated by depolymerization of the cellulose and hemicelluloses. The phenolic compounds coming from the degradation of lignin and sugars coming from the breakdown of cellulose or hemicellulose molecules can produce colored compounds by oxidation processes, which can at least partly explain the phenomenon of darkening.

Generally a change was observed in red-green coordinate ( $a^*$ ) for both species. Eucalyptus particles became redder at 150°C while that in pine particles this change was observed only for heating at 170°C. Moura and Brito (2011) carried out various heating treatments on eucalyptus and pine woods and observed that generally an average higher red hue in eucalyptus (13.06) in the pine (10.60) wood. They also observed that the pine wood showed no significant changes in the level of red depending on the maximum temperature of the heat treatment. However, for the Eucalyptus wood the level of red level decreased with increasing temperature.

The  $b^*$  values were higher for the flakes of pine than eucalyptus in all treatments. The particles of pine showed significant reduction in this ratio only at 170°C. On the other hand, eucalyptus particles showed a tendency to decrease in yellow color with increasing temperature.

The work by Moura and Brito (2011) corroborates the reduction in  $b^*$  for pine for pine wood subjected to heating at temperatures exceeding 160°C (Moura and Brito 2011). Also, Bekhta and Niemz (2003) found that wood of *Picea abies* suffered a considerable decrease in yellow after treatments above 150°C. Pincelli (1999) was another author who observed a reduction in yellow hues in the wood of *Pinus caribaea* var. *hondurensis* when exposed to temperatures exceeding 160°C. The yellowing is associated with the chromophores in the lignin, extractives, and organometallic complexes found in some extractives. The heat treatment affects the structure and / or quantitate of these compounds, resulting in a color change (Moura and Brito 2011).

The color saturation (C) was higher in pine particles than the particles of eucalyptus under all conditions. The saturation of pine wood remained constant in all treatments, while heating at 170°C reduced this parameter in the case of the eucalyptus wood. The color saturation is calculated as a function of the coordinates  $a^*$  and  $b^*$ . The  $b^*$  value is typically higher than the  $a^*$  value as measured on wood. Thus it is expected that  $b^*$  has a greater influence on the actual values of C. Thus, the pattern of variation of C is generally similar and dependent to the color yellow.

The tonality angle (H) of pine particles was higher than that observed in particles of eucalyptus in all treatments. For eucalyptus all H values decreased compared to the

control, while pine values didn't show a pattern. In other words, for pine some values decreased and some increased. Pincelli et al. (2012) also found in pine wood that H values were higher than for eucalyptus wood. However, the tonality angle of pine was reduced by heating while eucalyptus was increased. This reduces the variation pattern of tone difference between species.

Further work will be developed in order to verify the effect of pre-hydrolyzed strand particles on the properties of resulting OSB panels.

## 2.6 CONCLUSIONS

1. The temperature had a significant effect on the chemical composition of wood. The pre-hydrolysis at 170°C resulted in higher chemical modifications in pine and eucalyptus wood.
2. Pre-hydrolysis reduced the equilibrium moisture content of pine and eucalyptus wood, especially at 170°C.
3. The species of pine and eucalyptus showed distinct color changes due to the treatment, with greater darkening in eucalyptus.
4. For the eucalyptus wood, the green-red coordinate ( $a^*$ ) increased in all treatments, reaching a maximum value at 150° C for 21 minutes. For pine, the maximum value was found in the 170° C treatments.
5. The values of the blue-yellow coordinate ( $b^*$ ), color saturation (C), and tonality angle (H) had their values reduced after all treatments. For the three parameters, the reduction was greater for eucalyptus than pine.

## ACKNOWLEDGMENTS

The authors are grateful for the support of the Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

## REFERENCES CITED

- Barneto, A. G., Vila, C., and Ariza, J. (2011). "Eucalyptus kraft pulp production: Thermogravimetry monitoring," *Thermochimica Acta* 520(1-2), 110-120. DOI: 10.1016/j.tca.2011.03.027
- Bekhta, P., and Niemz, P. (2003). "Effect of high temperature on the change in color, dimensional stability and mechanical properties of spruce wood," *Holzforschung* 57(5), 539-546. DOI: 10.1515/HF.2003.080
- Brito, J. O., Silva, F. G., Leão, M. M., and Almeida, G. (2008). "Chemical composition changes in Eucalyptus and Pinus woods submitted to heat treatment," *Bioresource Technology* 99(18), 8545-8548. DOI: 10.1016/j.biortech.2008.03.069
- Del Menezzi, C. H. S., Tomaselli, I., Okino, E. Y. A., Teixeira, D. E., and Santana, M. A. E. (2009). "Thermal modification of consolidated oriented strand boards: Effects on dimensional stability, mechanical properties, chemical composition and surface color," *Eur. J. Wood Prod* 67(4), 383-396. DOI: 10.1007/s00107-009-0332-2

- Del Menezzi, C. H. S. (2008). "Relationship between color modification and dimensional stability improvement of a thermally treated OSB," in: Proceedings of the 51st International Convention of Society of Wood Science and Technology, Concepción, Chile.
- Fengel, D., and Wegener, G. (1984). *Wood, Chemistry, Ultrastructure, Reactions*, Walter de Gruyter, New York, 613 pp.
- Goldschimid, O. (1971) "Ultraviolet spectra," in: Sarkanen, K. V., and Ludwig, C. H. (1971). *Lignins: Occurrence, Formation, Structure and Reactions*, John Wiley, New York, 241-298.
- Korkut, S. (2012). "Performance of three thermally treated tropical wood species commonly used in Turkey," *Industrial Crops and Products* 36(1), 355-362. DOI: 10.1016/j.indcrop.2011.10.004
- Li, H., Saeed, A., Jahan, M. S., Ni, Y., and van Heiningen, A. (2010). "Hemicellulose removal from hardwood chips in the pre-hydrolysis step of the kraft-based dissolving pulp production process," *Journal of Wood Chemistry and Technology* 30(1), 48-60. DOI: 10.1080/02773810903419227
- Liu, H., Hu, H., Jahan, M. S., and Ni, Y. (2013). "Furfural formation from the pre-hydrolysis liquor of a hardwood kraft-based dissolving pulp production process," *Bioresource Technology* 131, 315-320. DOI: 10.1016/j.biortech.2012.12.158
- McDonald, A., Fernandez, M., and Kreber, B. (1997). "Chemical and UV-VIS spectroscopic study on kiln brown stain formation in radiata pine," *The 9th International Symposium of Wood and Pulping Chemistry*, Montreal, Canada. 1-5. ISSN\_ISBN]:1-896742-15-7
- Mendes, R. F., Bortoletto Júnior, G., Almeida, N. F., Surdi, P. G., and Barbeiro, I. N. (2013). "Effect of thermal treatment on properties of OSB panels," *Wood Science and Technology* 47(2), 243-256. DOI: 10.1007/s00226-012-0494-7
- Mészáros, E., Jakab, E., and Várhegyi, G. (2007). "TG/MS, Py-GC/MS and THM-GC/MS study of the composition and thermal behavior of extractive components of *Robinia pseudoacacia*," *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 79(1-2), 61-70. DOI: 10.1016/j.jaap.2006.12.007
- Miranda, I., and Pereira, H. (2002). "Variation of pulpwood quality with provenances and site in *Eucalyptus globulus*," *Annals of Forest Science* 59(3), 283-291. DOI: 10.1051/forest:2002024
- Mitsui, K., Takada, H., Sugiyama, M., and Hasegawa, R. (2001). "Changes in the properties of light-irradiated wood with heat treatment. Part 1. Effect of treatment conditions on the change in color," *Holzforschung* 55(6), 601-605. DOI: 10.1515/HF.2001.098
- Moura, L. F., and Brito, J. O., (2011). "Effect of thermal rectification on colorimetric properties of *Eucalyptus grandis* and *Pinus caribaea* var. *Hondurensis* woods," *Scientia Forestalis* 39(89), 69-76.
- Musinguzi, W. B., Okure, M. A. E., Wang, L., Sebbit, A., and Løvas, T. (2012). "Thermal characterization of Uganda's *Acacia hockii*, *Combretum molle*, *Eucalyptus grandis* and *Terminalia glaucescens* for gasification," *Biomass and Bioenergy* 46, 402-408. DOI: 10.1016/j.biombioe.2012.08.001
- Paul, W., Ohlmeyer, M., and Leithoff, H. (2007). "Thermal modification of OSB-strands by a one-step heat pre-treatment – Influence of temperature on weight loss hygroscopicity and improved fungal resistance," *Holz als Roh- und Werkstoff* 65(1), 57-63. DOI: 10.1007/s00107-006-0146-4
- Pincelli, A. L. P. S. M. (1999). "Efeito da termorretificação no envernizamento, colagem e cor da madeira de *Eucalyptus saligna* e *Pinus caribaea* var. *Hondurensis*," 115 pp. Dissertação (Mestrado em Tecnologia da Madeira) –Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba.

- Pincelli, A. L. P. S. M., de Moura, L. F., and Brito, J. O. (2012). "Effect of thermal rectification on colors of *Eucalyptus saligna* and *Pinus caribaea* woods," *Maderas.Ciencia y Tecnología* 14(2), 239-248, 2012. DOI: 10.4067/S0718-221X2012000200010
- Severo, E. T. D., Calonego, F. W., and Sansígolo, C. A. (2012). "Physical and chemical changes in juvenile and mature woods of *Pinus elliottii* var. *elliottii* by thermal modification," *Eur. J. Wood Prod.* 70(5), 741-747. DOI: 10.1007/s00107-012-0611-1
- Sundqvist, B. (2004). "Colour changes and acid formation in wood during heating," Ph.D. Thesis, Lulea University of Technology, Lulea, Sweden, 154 pp.
- Vila, C., Francisco, J. L., Santos, V., and Parajo, J. C. (2013). "Effects of hydrothermal processing on the cellulosic fraction of *Eucalyptus globulus* wood," *Holzforschung* 67(1), 33-40. DOI: 10.1515/hf-2012-0046.
- Zanuncio, A. J. V., Motta, J. P., Silveira, T. A. S., Farias, E. S., and Trugilho, P. F. (2014). "Physical and colorimetric changes in *Eucalyptus grandis* wood after heat treatment," *BioResources* 9(1), 293-302.

Article submitted: August 7, 2014; Peer review completed: September 21, 2014;  
Revised version received and accepted: October 7, 2014; Published

### 3      **CAPITULO 2: EFEITO DO TRATAMENTO HIDROTÉRMICO DE PARTÍCULAS STRANDS DE PINUS NAS PROPRIEDADES DE PAINÉIS OSB**

**Resumo:** O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de pinus nas propriedades físicas e mecânicas de painéis OSB. Partículas strands de pinus, medindo cerca de 23 x 90 x 0,30 mm de largura, comprimento e espessura, respectivamente; foram pré-hidrolisadas a 130, 150 e 170°C por 7 e 21 minutos. Determinou-se os teores de extrativos, de lignina e de carboidratos dos flocos, assim como o pH, a umidade de equilíbrio higroscópico, a perda de massa, densidade a granel e o ângulo de contato dos flocos com o adesivo fenol formaldeído. Em seguida foram confeccionados painéis do tipo OSB, com uma densidade nominal de 0,7 g/cm<sup>3</sup> e ciclo de prensagem com temperatura de 170°C pressão de 32 kgf/cm<sup>2</sup> por 8 minutos. O adesivo fenol-formaldeído foi aplicado no teor de 8% (base massa seca das partículas). Posteriormente, os painéis foram mantidos em câmara climática a temperatura de 20 ± 2°C e umidade relativa de 65 ± 3%, até estabilização e em seguida foram determinadas as suas propriedades físicas e mecânicas de acordo com as especificações das normas europeias para painéis OSB. O ângulo de contato do adesivo fenol-formaldeído com as superfícies dos flocos pré-hidrolizados foi reduzido. De modo geral, favorecendo a adesão do adesivo com a madeira, contudo a ligação interna dos painéis não foi afetada. O tratamento hidrotérmico causou degradação de alguns constituintes químicos principalmente de mananas, xilanas e arabinanas, ocasionando a uma acidificação e também perda de massa dos flocos, assim como a redução da higroscopicidade e conseqüente redução do inchamento em espessura do painel. O tratamento hidrotérmico dos flocos não influenciou negativamente as propriedades mecânicas dos painéis OSB. As condições a 170°C durante 7 minutos permitiu que o painel OSB além da categoria 1 também se enquadre na categoria 2 da norma européia, ampliando sua gama de utilização.

**Palavras chave:** Oriented strand board (OSB); Pinus sp.; tratamento hidrotérmico, pré-hidrólise.

### 3.1 INTRODUÇÃO

Painéis OSB (oriented strand board) são produzidos com partículas longas de formato retangular, que são parcialmente orientadas, geralmente, formando três camadas perpendiculares entre si. Essa orientação confere ao painel uma melhor distribuição da resistência mecânica e melhor estabilidade dimensional.

Por ser um material higroscópico a madeira e seus derivados constantemente trocam umidade com o ambiente. Um estado de umidade de equilíbrio é atingido quando não há nenhuma troca mensurável de umidade entre a madeira e o ambiente. Uma variação da umidade do ambiente causa variação no teor de umidade da madeira e pode causar alterações nas suas dimensões, o que não é desejado porque pode causar problemas no seu uso. Por isso muitos estudos estão sendo direcionados para diminuir a higroscopicidade da madeira.

O tratamento térmico da madeira é a técnica mais desenvolvida comercialmente para modificar as suas características, com o objetivo de melhorar a sua estabilidade dimensional (Pelaez-Samaniego et al. 2013). O pré-tratamento térmico tanto em condições seca quanto úmido é usado para modificar a composição e estrutura da madeira. Segundo Pelaez-samaniego et al. (2013) os principais efeitos do tratamento térmico são a remoção de parte das hemiceluloses, o aumento do grau de cristalinidade da celulose, além da redução do seu grau de polimerização e também da lignina. Existe um interesse na utilização de madeira tratada pelo calor para a produção de compósitos de madeira, devido as vantagens de se produzir um produto menos hidrofílico.

A pré-hidrólise é um tratamento hidrotérmico utilizado principalmente para obtenção de uma polpa celulósica com alto teor de alfa celulose. Esse método usa apenas água á altas temperaturas causando a formação de ácido acético que catalisa reações hidrolíticas nos polímeros de madeira. Liu et al. (2011) mostraram que as hemiceluloses podem ser extraídas do licor de pré-hidrólise por meio de sua acidificação e subsequente adição de etanol, permitindo a utilização de hemicelulose para a produção de vários produtos, tais como biocombustíveis, produtos químicos e materiais.

Assim o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de pinus nas propriedades físico e mecânicas de painéis OSB.

## **3.2 MATERIAL E MÉTODOS**

A densidade básica da madeira foi determinada de acordo com a norma NBR 11941 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2003).

### **3.2.1 Preparo das partículas do tipo strand**

Foram coletadas árvores de *Pinus* sp. no município de Coimbra, Minas Gerais. As toras foram desdobradas, numa serra fita, em tábuas de 23 mm de espessura que, posteriormente foram seccionadas em serra circular, em blocos com 90 mm na direção das fibras. Estes blocos foram submersos em água até completa saturação e em seguida processados em um picador a discos com as facas ajustadas para gerarem partículas com espessura em torno de 0,30 mm, obtendo assim partículas do tipo strand (flocos) com as dimensões aproximadas de 23 x 90 x 0,30 mm (largura x comprimento x espessura, respectivamente).

### **3.2.2 Tratamento hidrotérmico**

Os flocos foram submetidos a tratamento hidrotérmico sob diferentes tempos (7 e 21 minutos) e temperaturas (130, 150 e 170°C). Os tratamentos foram realizados em um reator Parr cilíndrico, com capacidade de 18,75 L e aquecido com resistência elétrica, equipado com controlador de temperatura e manômetro. Foi utilizada uma relação de água:madeira de 8:1,5.

Os flocos de madeira foram colocados em um cesto metálico com dimensões aproximadas de 24 cm de diâmetro e 38 cm de altura, o qual foi inserido no reator. Após a inserção do cesto adicionou-se 8 litros de água a temperatura de 25°C, fechou-se a tampa do reator e apertou os parafusos com auxílio de um torquímetro.

Utilizou-se uma taxa de aquecimento de 1,71°C/minuto e pressão de 0,228; 0,448 e 0,862 MPa até atingir as temperaturas estabelecidas (130, 150 e 170°C), respectivamente. Após atingir a temperatura de pré-hidrólise desejada, os flocos permaneceram no reator durante 7 ou 21 minutos dependendo do tratamento. Sendo assim foram realizados tratamentos com 3 temperaturas (130, 150 e 170°C) e dois tempos (7 e 21 minutos) em cada temperatura.

Decorrido o tempo de tratamento, a pressão foi aliviada por meio de um válvula e o líquido escoado do reator passando inicialmente por um sistema de resfriamento

(serpentina) para reduzir a temperatura de saída. Em seguida, o reator foi aberto, removeu-se o cesto contendo os flocos hidrolisados que posteriormente foram lavados em água corrente para remoção de possíveis extrativos presentes na sua superfície. Após a lavagem, os flocos foram secos a temperatura de 25°C até atingirem umidade de equilíbrio higroscópico.

Para o cálculo de perda de massa durante a hidrólise obteve-se o teor de umidade (base seca) e a massa de madeira antes e após cada tratamento.

Os flocos de madeira tratados e não tratados (testemunha) foram condicionados em câmara climática a temperatura de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $65 \pm 3\%$  até atingirem massa constante para determinação da umidade de equilíbrio higroscópico.

Para a obtenção da densidade a granel dos flocos foram depositados formando um colchão de partículas orientadas, em um recipiente com o volume conhecido. Pela divisão da massa obtida para preencher todo o recipiente e o volume do mesmo, foi obtido a densidade a granel.

### **3.2.3 Composição química estrutural da madeira**

Parte dos flocos foram transformados em serragem em um moinho de laboratório tipo Wiley. Utilizou-se a fração que passou pela peneira com malha de 40 mesh e ficou retida na peneira com malha de 60 mesh.

Foram determinados os teores de extrativos totais (TAPPI 204 om-88, 2001), os teores de lignina insolúvel, pelo método Klason, modificado de acordo com o procedimento proposto por Gomide e Demuner (1986). A lignina solúvel foi determinada por espectrometria, conforme Goldschimid (1971), a partir da diluição do filtrado proveniente do procedimento para obtenção da lignina insolúvel. O teor de lignina total foi obtido por meio da soma dos valores de lignina solúvel e insolúvel.

A composição de carboidratos foi determinada por cromatografia de troca iônica de alta performance acoplada a detector de pulso amperométrico (HPAEC-PAD) após pré-tratamento (30°C, 1h), das amostras em uma solução aquosa 72% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, seguido por hidrólise com 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> em autoclave (100°C, 3h). HPAEC-PAD foi realizada num sistema Dionex ICS-3000 equipado com uma coluna analítica CarboPac PA1 (250 x 4mm). Os monossacarídeos foram separados isocriticamente com NaOH 0,001 M (45 min, caudal 1 ml/min), de acordo com (Wallis et al., 1996).

### **3.2.4 Ângulo de contato e determinação do pH e capacidade tampão da madeira**

O ângulo de contato do adesivo fenol formaldeído com a superfície dos flocos tratadas hidrotermicamente foi obtido após a adição de 5  $\mu\text{L}$  de adesivo fenol-formaldeído e a leitura realizada 5 segundos após a deposição. Utilizou-se um goniômetro conectado a uma câmera digital e computador.

Para determinação do pH e a capacidade tampão das madeiras, os flocos foram transformados em serragem em um moinho de laboratório tipo Wiley, as quais foram classificadas em peneiras de 40 mesh, recolhendo-se a fração que ficou retirada na malha de 60 mesh. Em um becker, adicionou-se 15 gramas de massa seca de serragem de cada tratamento e 150 mL de água destilada a temperatura de 100°C. Essa mistura foi mantido por 30 minutos sob agitação. Em seguida, filtrou-se a mistura em funil sinterizado porosidade 2, retirando-se posteriormente uma alíquota de 50 mL do líquido resultante para determinação do pH, utilizando-se um pHmetro digital.

Para obtenção da capacidade tampão dos flocos tratados hidrotermicamente, realizou-se medições de pH do extrato puro e após a adição de uma solução de hidróxido de sódio (NaOH), a uma concentração de 0,025 molar. A solução alcalina foi adicionada até a solução atingir o pH 7 e a quantidade gasta foi utilizada para calcular a capacidade tampão em mmol/L.

### **3.2.5 Confeção dos painéis**

O adesivo utilizado para confecção dos painéis foi o fenol formaldeído com a viscosidade de 943 centipoise, um teor de sólidos de 53,4%, gel time a 170°C de 64,3 segundos e o pH 10,7.

Os flocos foram secos em estufa com circulação de ar forçada até a umidade de 3% (base massa seca das partículas). Para cada tratamento foram produzidos painéis OSB com densidade nominal de 0,70 g/cm<sup>3</sup> e espessura de 10 mm.

Foi aplicado a massa de flocos 8% de adesivo fenol formaldeído (base massa seca das partículas), por meio de aspersão, em uma encoladeira do tipo tambor giratório. Após a aspersão do adesivo, os flocos foram levados para uma caixa formadora, com dimensões de 40 cm x 40 cm, para a realização da orientação dos flocos em três camadas (25+50+25% da massa total de flocos). Posteriormente, o colchão foi prensado a quente, durante 8 minutos, na temperatura de 170°C e pressão de 32 kgf/cm<sup>2</sup>.

Após a prensagem os painéis OSB foram condicionados a 65% de umidade relativa e a 23°C, até atingirem massa constante e posteriormente foram esquadrejados em uma serra retirando-se 2 cm de cada extremidade. Depois retirou-se os corpos-de-prova conforme as normas européias que foram mantidos em câmara climática na temperatura de  $20 \pm 2$  °C e umidade relativa de  $65 \pm 3\%$ , até estabilização.

Para avaliação das propriedades físicas e mecânicas dos painéis OSB foram seguidas as especificações das normas européias. Foi determinada a densidade (EN 323/1993), o teor de umidade (base seca) (EN 322/1993), inchamento em espessura (EN 317/1993), absorção de água, módulo de elasticidade e módulo de ruptura à flexão estática (EN 310/1993) e ligação interna (EN 319/1993). Posteriormente, os resultados foram comparados com as especificações da norma EN 300/2006.

### **3.2.6 Análise estatística dos dados**

Os dados foram submetidos aos testes de Lilliefors para verificar a normalidade, e Cochran para testar a homogeneidade das variâncias. O experimento foi analisado segundo um delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial, sendo avaliados dois tempos 7 e 14 minutos e três temperaturas 130, 150 e 170°C. Os dados foram submetidos a análise de variância pelo teste F, sendo as médias comparadas pelo teste Tukey. Também foi utilizado o teste Dunnett para identificar diferenças entre cada combinação de fatores (tempo e temperatura) em relação a testemunha. Considerou-se sempre o nível de significância de 5%.

Vale salientar que a densidade aparente dos painéis apresentou diferença significativa entre os tratamentos, logo os dados foram submetidos a análise de covariância.

## **3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **3.3.1 Resultado das partículas strands de Pinus**

#### **3.3.1.1 Modificação química dos flocos**

Na Tabela 1 estão os dados referentes a caracterização química dos flocos em função da temperatura e do tempo de tratamento.

Tabela 1. Composição química dos flocos de pinus em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

%	Test	T1	T2	T3	T4	T5	T6
Extrativos total	1,7 a	3,37 b	2,96 b	3,02 b	3,02 b	4,83 d	4,11 c
Lignina insolúvel	29,66 a	28,61 a	29,10 a	29,05 a	29,96 a	31,68 b	32,09 b
Lignina solúvel	0,27 c	0,24 c	0,25 c	0,26 c	0,20 b	0,18 b	0,16 a
Lignina total	29,93 a	28,85 a	29,35 a	29,31 a	30,16 a	31,86 b	32,25 b
Arabinanas	1,20 a	1,04 b	1,02 b	0,83 c	0,43 d	0,19 e	0,16 e
Galactanas	1,80 c	1,90 b	2,07 a	1,75 d	1,55 e	1,33 f	0,70 g
Glicanas	41,5 b	39,1 c	41,8 b	41,5 b	41,6 b	42,7 a	42,7 a
Xilanas	4,45 a	4,31 a	4,75 a	4,56 a	4,11 a	3,67 b	3,45 b
Mananas	13,05 a	11,62 b	12,03 b	11,88 b	10,42 c	8,52 d	6,82 e

Médias seguidas de mesmas letras, em cada coluna, não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Scott Knott.

Test. = Testemunha; T1 = 130°C-07 min; T2 = 130°C-21 min; T3 = 150°C-07 min; T4 = 150°C-21 min; T5 = 170°C-07 min; T6 = 170°C-21 min.

Observa-se que o teor de extrativos aumentou a partir da temperatura de 130°C, provavelmente ocasionado pela degradação das hemiceluloses, uma vez que segundo Brito et al. (2008) a degradação desses constituintes químicos formam produtos solúveis em álcool/tolueno, o que aumenta o teor de extrativos totais. Esteves e Pereira (2009) também afirmaram que a maioria dos extrativos solubilizam, volatizam ou degradam durante o tratamento térmico, especialmente os mais voláteis, contudo novos compostos que podem ser extraídos da madeira aparecem, resultantes da degradação de componentes estruturais da parede celular.

Os teores de lignina insolúvel e total foram significativamente maiores nos flocos tratados a 170°C, em detrimento a redução do teor de polissacarídeos. Os tratamentos realizados a 130 e a 150°C não influenciaram significativamente no teor de polissacarídeos e de lignina insolúvel e total. O aumento no teor de lignina após a modificação térmica na madeira também foi observado por Brito et al. 2008 e por Inari et al. 2007. Esse aumento de lignina na madeira tratada hidrotermicamente se dá pela degradação dos outros constituintes, como os extrativos e hemiceluloses, uma vez que as ligninas são mais resistentes a degradação térmica (BACH et al. 2014).

Severo et al. (2012) trataram termicamente a 200°C, madeira juvenil e adulta de *Pinus elliottii* e também observaram um aumento no teor de lignina insolúvel e total.

Neste trabalho, o teor de lignina solúvel diminuiu nos tratamentos a 170°C e também no tratamento a 150°C durante 21 minutos.

Observa-se uma redução dos carboidratos com o aumento da temperatura do tratamento hidrotérmico dos flocos, exceto para as glicanas que teve um ligeiro aumento no seu percentual a 170°C, provavelmente por apresentar maior estabilidade térmica em relação aos demais carboidratos. Como mostrado por Amidon et al. (2008) e Boonstra (2008) a celulose é mais estável que as hemiceluloses e sua degradação começa em temperaturas acima de 200°C.

Comparando a testemunha com o tratamento 170°C por 21 minutos, o qual causou maior degradação dos açúcares, verifica-se que em termos percentuais as arabinanas foram as que mais degradaram, com uma redução de 86,7% em relação a testemunha. Seguida das galactanas como uma redução de 61,1%, as mananas reduziram 47,7% e as xilanas 22,5% em relação a testemunha.

Brito et al (2008) estudaram a degradação dos carboidratos da madeira de pinus tratada termicamente e na temperatura de 180°C os autores também verificaram a redução de arabinanas, mananas, galactanas e xilanas, assim como verificaram um aumento percentual nos teores de glicanas.

### **3.3.1.2 Umidade de equilíbrio higroscópico, perda de massa, densidade a granel, pH e capacidade tampão**

Os valores médios de umidade de equilíbrio higroscópico (UEH), da perda de massa, da densidade a granel, do pH e da capacidade tampão dos flocos podem ser observados na Tabela 2.

Tabela 2. Umidade de equilíbrio higroscópico, perda de massa, densidade a granel, pH e capacidade tampão dos flocos de pinus em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Tratamentos	UEH (%)	Perda de massa (%)	Densidade a granel (kg/m <sup>3</sup> )	pH	Capacidade tampão (mmol/L)
Testemunha	13,6 a	-	70,11 a	4,35	0,0680
130°C / 07 min	12,6 b	1,5 a	64,31 a	4,24	0,0680
130°C / 21 min	12,7 b	2,6 a	67,04 a	4,24	0,0705
150°C / 07 min	12,5 b	5,9 b	56,89 b	3,89	0,0899
150°C / 21 min	12,6 b	6,8 b	53,74 b	3,92	0,0887
170°C / 07 min	10,7 c	12,2 c	48,65 c	3,60	0,1179
170°C / 21 min	9,8 d	14,9 c	43,97 c	3,60	0,1166

Médias seguidas de mesmas letras não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Scott Knott. Valor entre parênteses é o desvio padrão ( $\sigma$ ).

O tratamento hidrotérmico reduziu significativamente a umidade de equilíbrio higroscópico dos flocos tratados a 170°C em relação aos demais. Nesta temperatura, o tempo de exposição das partículas de 21 minutos foi mais eficiente na redução da umidade de equilíbrio higroscópico. Houve uma redução de 28% da UEH em relação a testemunha para o tempo de 21 minutos e uma redução de 21% para o tempo de 7 minutos. A redução da UEH está relacionada com a redução dos grupos hidroxílicos disponíveis para realizar ligação com a água, provavelmente causada pela degradação parcial dos açúcares das hemiceluloses, a qual foi mais pronunciada nas temperaturas de 170°C (Tabela 1). Verifica-se que não houve diferenças significativas da UEH dos flocos tratados a temperatura de 130 e 150°C.

Em relação a perda de massa, observa-se que a medida que se aumenta a temperatura do tratamento hidrotérmico a perda de massa aumenta significativamente. Para uma mesma temperatura não houve efeito do tempo de exposição na perda de massa das partículas. A maior perda de massa está relacionada com a maior degradação das hemiceluloses como mostrado na Tabela 2 e também devido a solubilidade dos extrativos dos flocos de pinus.

O tratamento hidrotérmico provocou uma degradação parcial da estrutura fibrosa da madeira, causando perda de massa dos flocos e conseqüentemente diminuição da densidade a granel.

O pH das madeiras varia de 3 a 6. A capacidade tampão da madeira mostra a sua capacidade para resistir a variação de pH.

Houve uma redução nos valores médios de pH dos flocos tratados hidrotêrmicamente em relação a testemunha. Essa redução do pH da madeira está associado aos ácidos orgânicos e furfural liberados a partir da degradação das hemiceluloses, pois, os grupos acetil de hemiceluloses são clivados a temperaturas relativamente baixas, liberando o ácido acético, o qual catalisa a despolimerização dos polissacarídeos. Salienta que as pentoses são degradadas mais facilmente do que hexoses, sendo que o furfural e hidroximetilfurfural são produtos de degradação voláteis de pentoses e hexoses, respectivamente (FENGEL e WEGENER, 1989).

A clivagem de grupos acetil da hemicelulose foi observada por Tjeerdsma e Militz (2005) quando submeteram a madeira de *Fagus silvatica* L. e *Pinus sylvestris* L. a condições de alta umidade e temperatura, resultando na formação de ácidos carbônicos e principalmente ácido acético.

Vale ressaltar que a redução do pH da madeira pode retardar a polimerização dos adesivos fenólicos alcalinos (resóis), pois os ácidos acético e fórmico que se encontram presentes na madeira após o tratamento térmico podem retardar as reações de condensação e conseqüentemente aumentar o tempo de prensagem dos painéis.

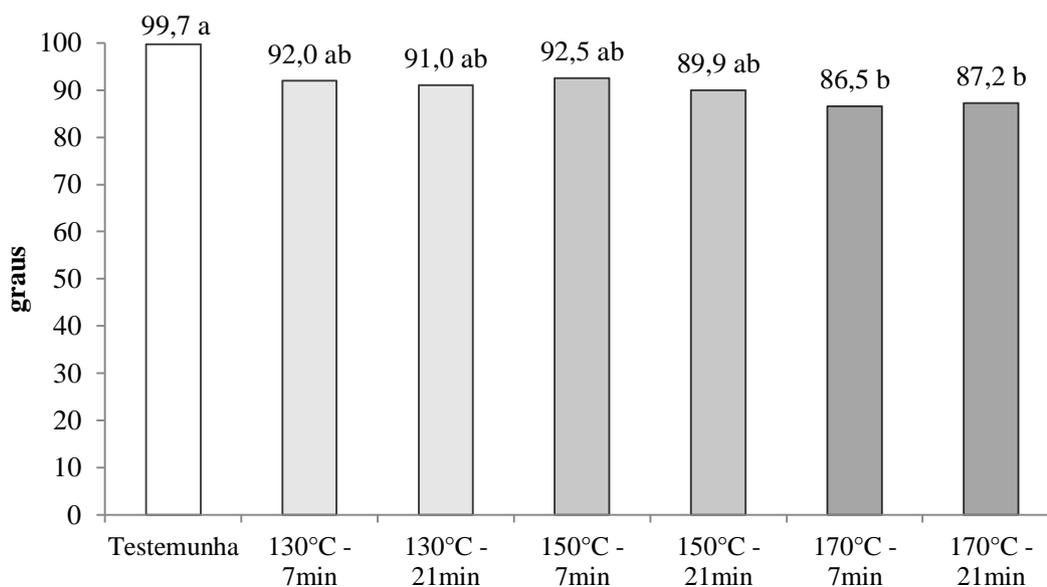
A capacidade tampão não foi afetada pelo tempo de tratamento dentro de uma mesma temperatura, contudo a temperatura de 150°C e 170°C do tratamento hidrotêrmico aumentou a capacidade tampão das partículas.

O adesivo fenol formaldeído cura mais rápido em pH alcalino, logo o aumento da capacidade tampão das partículas em pH ácido pode influenciar na velocidade de cura do adesivo, tendo como consequência, por exemplo, um aumento do tempo de prensagem para assegurar a polimerização completa do adesivo.

### **3.3.1.3 Ângulo de contato do adesivo com a superfície da madeira**

A tendência do líquido molhar e se espalhar pela superfície sólida é denominada de molhabilidade e pode ser estimada pelo ângulo entre o contorno da superfície da gota e a interface líquido/sólido, denominado ângulo de contato. Um menor ângulo de contato significa que o adesivo apresentou uma maior molhabilidade com a superfície da madeira.

Os valores médios do ângulo de contato formado entre o adesivo fenol formaldeído e a superfície dos flocos de madeira de pinus estão expostos na Figura 1.



Médias seguidas de mesmas letras, em cada coluna, não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Scott Knott.

Figura 1. Ângulo de contato formado entre o adesivo fenol formaldeído e a superfície dos flocos de pinus tratados hidrotermicamente.

Observa-se uma redução dos valores médios do ângulo de contato da madeira tratada hidrotermicamente em relação a testemunha. Contudo os tratamentos a 130 e 150°C não apresentaram diferença significativa entre eles e também com a testemunha. Apenas os tratamentos a 170°C apresentaram uma redução significativa em relação a testemunha.

A diminuição do ângulo de contato implica no aumento da molhabilidade do adesivo sobre a superfície da madeira. O aumento da temperatura do tratamento hidrotérmico causou a diminuição do ângulo de contato, isso se deve provavelmente, a redução da tensão superficial das partículas e ao aumento da permeabilidade da madeira.

Kariz e Sernek (2010) trataram termicamente a madeira de *Picea abies* a 180 e 220°C e também observaram uma redução dos valores do ângulo de contato do adesivo fenol formaldeído com a madeira.

Petric et al. (2007) investigaram a molhabilidade de pinheiro-silvestre tratado termicamente com óleo quente, com revestimento comerciais de madeira a base de água; embora o carácter hidrofóbico da superfície da madeira tenha aumentado, o revestimento a base de água exibiu melhor umectação em madeira modificada do que no controle.

Comportamento contrário foi observado por Herreca et al (2014) quando se mediu o ângulo de contato formado entre água as madeiras de *Pinus radiata* e *Quercus*

robur tratadas termicamente; por Bakar et al. (2013) para *Quercus robur* expostos a temperatura de 190°C e por Kariz e Sernek (2010) para *Picea abies* a 180 e 220°C. Vale salientar que essa diminuição da molhabilidade da madeira tratada com água é devido a diminuição dos grupos hidroxílicos, causado pela degradação das hemiceluloses durante o tratamento térmico.

### 3.3.2 Resultados dos painéis OSB

#### 3.3.2.1 Propriedades físicas dos painéis OSB

Os valores médios de densidade aparente dos painéis OSB (Tabela 3) variaram de 0,72 a 0,79 g/cm<sup>3</sup> sendo assim, segundo a norma ANSI/A1 280 (AMERICAN NATIONAL STANDARD, 1993) todos os painéis foram enquadrados na categoria de painéis de média densidade. A densidade básica da madeira de pinus utilizada foi de 0,36 g/cm<sup>3</sup> e a densidade aparente do painel testemunha foi de 0,74 g/cm<sup>3</sup>, sendo assim os painéis testemunha possuem uma razão de compactação 2,05.

Tabela 3. Densidades aparente dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		Média
	7	21	
130	0,74	0,72	0,73 b
150	0,74	0,76	0,75 b
170	0,79*	0,79*	0,79 a
Média	0,76 A	0,76 A	
Testemunha	0,74		

Sem interação. Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*” diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

A análise de variância não indicou interação significativa entre as variáveis tempo e temperatura na densidade aparente dos painéis, apenas efeito isolado da temperatura.

Os painéis produzidos com flocos tratados a 170°C apresentaram densidades superiores a testemunha e aos demais tratamentos. Provavelmente devido a maior taxa de retorno em espessura após a prensagem, pois a espessura do painel expande após a completa liberação da pressão na prensa, afetando tolerância da espessura (Molesmi 1974). No presente estudo, houve um maior retorno em espessura nos painéis testemunha e nos tratamentos em menores temperaturas, isso provavelmente devido ao

maior teor de lignina presente nos tratamento a 170°C onde houve a plasticização desse componente e as partículas permaneceram mais coesas.

Considerando que a menor espessura implica em menor volume do painel e que a densidade do painel é dada pela relação entre massa e volume, é possível inferir que o aumento da densidade dos painéis produzidos com flocos pré-hidrolisados decorreu, principalmente, em função das menores espessuras.

Del Menezzi e Tomaselli (2006) trataram termicamente painéis OSB a 250°C por 4, 7 e 10 minutos e verificaram a redução da espessura dos painéis. Contudo, segundo os autores devido a perda de massa do painel, não se observou o aumento esperado na densidade dos painéis e sim uma redução dos valores com aumento do tempo de tratamento.

Os valores médios da umidade de equilíbrio higroscópico (UEH) dos painéis estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4. Valores médios de umidade de equilíbrio higroscópico dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		Média
	7	21	
130	12,48	12,77	12,6 a
150	12,26	11,96*	12,1 a
170	11,6*	10,61*	11,1 b
Média	12,1 A	11,8 A	
Testemunha	13,0		

Sem interação. Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com "\*" diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

De acordo com a análise da variância, a interação entre o tempo e a temperatura dos tratamentos não foi significativa. Além disso, o tempo de tratamento não influenciou a UEH dos painéis, contudo a temperatura se mostrou significativa. Sendo que os painéis produzidos com flocos tratados a temperatura de 170°C foram menos higroscópicos em relação aos demais. Esse comportamento é consequência da degradação das hemiceluloses, que são os componentes mais higroscópicos da madeira.

Os painéis produzidos com partículas tratadas a 150°C por 21 minutos e a 170°C, independente do tempo, tiveram umidade de equilíbrio higroscópico inferior aos painéis produzidos com partículas não tratadas. Esse resultado contribui para a melhoria da estabilidade dimensional dos painéis dos referidos tratamentos.

Em relação a absorção após 24 horas de imersão em água, verificou-se que todos os tratamentos apresentaram valores de absorção de água inferiores ao da testemunha

(Figura 3), contudo a análise de covariância foi significativa para a densidade aparente dos painéis. Assim, o aumento da densidade observado nos tratamentos a 170°C, provavelmente, influenciou os valores de absorção de água após 24 horas de imersão (AA24h). A relação entre a densidade e a absorção de água está representada na Figura 2. Pode-se observar que painéis com maiores densidades absorveram menos água.

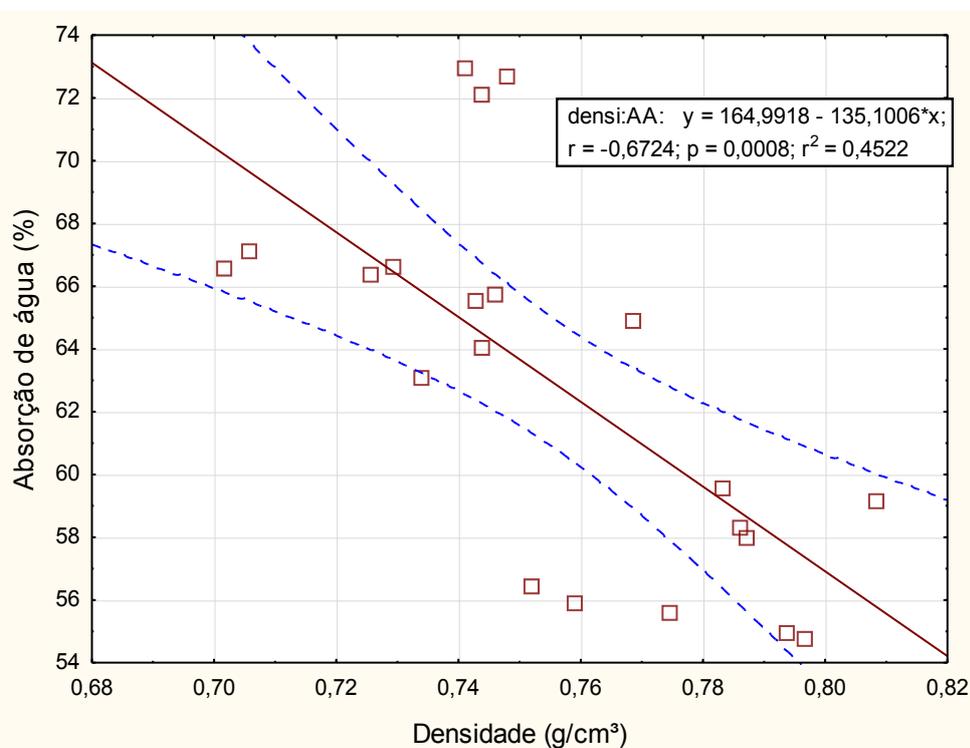


Figura 2. Relação entre densidade e absorção de água após 24 horas de imersão.

Os valores médios de absorção de água pelos painéis, após 24 horas de imersão em água, estão apresentados na Figura 3.

As menores absorções de água foram verificadas para os painéis produzidos com partículas tratadas a 170°C e a 150°C por 21 minutos, sendo que os tratamentos a 170°C apresentaram valores de densidade significativamente superior aos demais (Tabela 3).

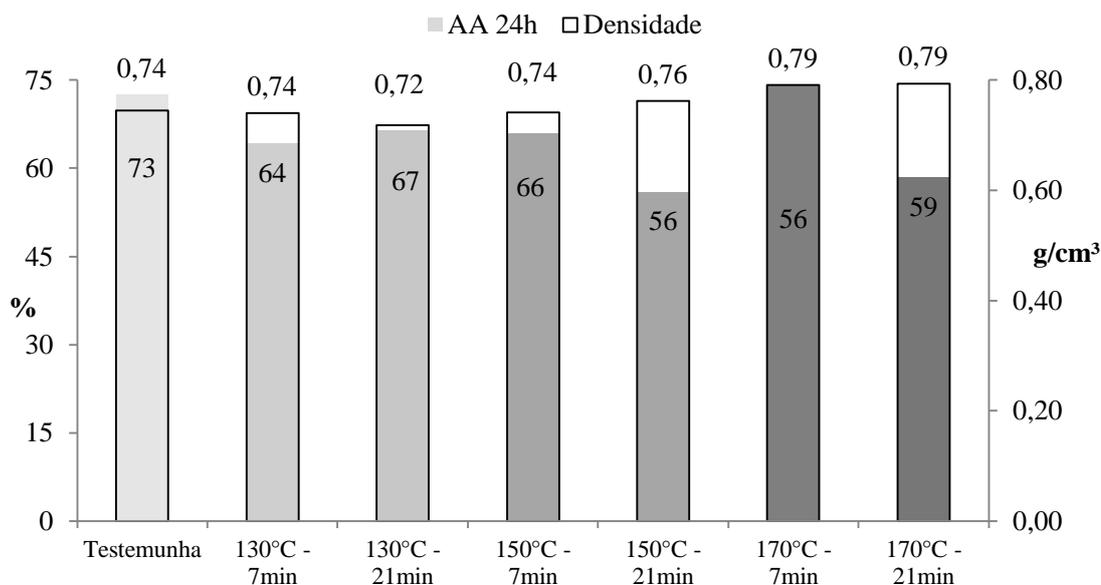


Figura 3. Valores médios de absorção de água após 24 horas de imersão e de densidade aparente dos painéis em função da temperatura e do tempo de tratamento hidrotérmico.

Os valores médios de inchamento em espessura, após 24 horas de imersão (IE24h), dos painéis OSB estão na Tabela 5. De acordo com a análise da variância não houve efeito significativo da interação.

Tabela 5. Valores médios de inchamento em espessura, após 24 horas de imersão, dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		Média
	7	21	
130	21,46	21,95	21,70 b
150	23,82	23,34	23,58 a
170	19,11*	19,21*	19,16 c
Média	21,46 A	21,50 A	
Testemunha	22,60		

Sem interação. Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*” diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

O tempo de exposição das partículas ao tratamento hidrotérmico não teve efeito significativo para o IE24h, contudo a temperatura causou mudanças significativas. O inchamento médio dos painéis fabricados com flocos tratados a 170°C foi significativamente menor em relação aos demais. A redução em relação a testemunha foi de 18,3 e 17,6% para os tempos de 7 e 21 respectivamente.

Isso se deve a degradação das hemiceluloses, que são o componente mais higroscópico da madeira. Tjeerdsma e Militz (2005) afirmam que a esterificação dos

grupos hidroxílicos devido ao tratamento hidrotérmico resulta em menor higroscopicidade de madeira e, conseqüentemente, aumenta sua estabilidade dimensional e durabilidade.

As médias dos tratamentos nas temperaturas de 130°C e 150°C não diferiram em relação a testemunha, contudo houve diferença entre as duas temperaturas de tratamentos, onde os painéis produzidos com partículas tratadas a 130°C apresentou menor inchamento em espessura em relação a 150°C.

Por outro lado, Goroyias e Hale (2002) avaliando o efeito do tratamento térmico em partículas strands em temperaturas mais elevadas de 200, 210, 220, 230, 240, 250 e 260°C por um período de 20 minutos, já observaram uma redução significativa do inchamento em espessura com o aumento da temperatura.

Todos os tratamentos, inclusive a testemunha tiveram inchamento em espessura inferior ao máximo estipulado para painéis OSB do tipo 1 (IE24h < 25%). Contudo, verificou-se que apenas os painéis produzidos com flocos tratados a 170°C se enquadraram na categoria OSB do tipo 2 (IE24h < 20%) e todos os tratamentos, inclusive a testemunha tiveram inchamento em espessura superior ao máximo estipulado pela norma EN 300 (2006) para painéis OSB do tipo 3 (IE24h < 15%) e 4 (IE24h < 12%).

### **3.3.2.2 Propriedades mecânicas dos painéis OSB**

Os valores médios do módulo de elasticidade paralelo à flexão estática (MOE //), dos painéis, em megapascal (MPa), estão na Tabela 6. De acordo com a análise da variância, para o MOE //, a interação entre o tempo e a temperatura foi significativa e por isso os efeitos foram desdobrados.

Tabela 6. Valores médios do módulo de elasticidade à flexão estática paralelo (MPa), dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos.

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	3808,5 Aa	3413,4 Ab
150	4087,4 Aa	4084,4 Ab
170	4303,7 Ba*	4458,7 Aa*
Testemunha	3610,1	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*” diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

O MOE // não foi significativamente afetado pelos tratamentos a 130 e a 150°C, com exceção apenas aos tratamentos a 170°C, onde os tratamentos apresentaram valores superiores ao da testemunha.

De modo geral, não houve efeito significativo do tempo de exposição ao tratamento hidrotérmico sobre o MOE //, exceto para os painéis produzidos com flocos tratados a 170°C.

A temperatura, não afetou significativamente o MOE // no tempo de 7 minutos. Contudo no tempo de 21 minutos ocorreu um aumento do MOE // na temperatura de 170°C. Possivelmente a menor umidade de equilíbrio dos painéis tratados a 170°C (Tabela 2), tenha contribuído para os maiores valores observados, pois existe uma relação inversamente proporcional entre o teor de umidade e as propriedades mecânicas da madeira e de derivados. Outro fator que corrobora para esse resultado é a maior densidade apresentada por esses tratamentos conforme a Tabela 3, já que existe uma relação direta entre a densidade e as propriedades mecânicas da madeira.

De acordo com a norma EN 300 (2006), apenas os painéis produzidos com flocos tratados a 130°C por 21 minutos não atingiram o mínimo estipulado para painéis do tipo 2 e 3, que requerem valores superiores a 3500 MPa. Contudo o MOE // de todos os painéis foram maiores ao mínimo estipulado pela norma para painéis OSB do tipo 1, que estabelece valores superiores a 2500 MPa.

Os valores médios do módulo de ruptura à flexão estática paralelo (MOR //), dos painéis, em megapascal (MPa), estão apresentados na Tabela 7. De acordo com a análise da variância, para o MOR //, não houve efeito significativo da interação, observando-se somente o efeito isolado da temperatura.

Tabela 7. Valores médios do módulo de ruptura à flexão estática paralelo (MPa), dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		Média
	7	21	
130	33,5	37,8	35,6 b
150	38	41	39,5 ab
170	43,3*	46,9*	45,1 a
Média	38,3 A	41,9 A	
Testemunha	34,4		

Sem interação. Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*” diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

O tempo de exposição ao tratamento hidrotérmico não influenciou significativamente o MOR // dos painéis. Contudo, observa-se um aumento significativo do MOR // dos painéis com o aumento da temperatura do tratamento.

A resistência do MOR // à flexão dos painéis produzidos com flocos tratados a 170°C foi significativamente superior a obtida para os painéis testemunha. Como abordado para o MOE //, possivelmente, a menor umidade de equilíbrio e a maior densidade apresentada dos painéis tratados hidrotérmicamente a 170°C conforme as Tabelas 2 e 3, respectivamente, corroboraram para esse resultado.

Todos os painéis, independente do tratamento, atenderam o mínimo exigido para MOR //, pela norma EN 300 (2006) para painéis OSB do tipo 1, 2, 3 e 4, que estabelece valores superiores a 20, 22, 22 e 30 MPa, respectivamente.

Os valores médios do módulo de elasticidade perpendicular (MOE ⊥) dos painéis, em megapascal (MPa), estão apresentados na Tabela 8. De acordo com a análise da variância, para o MOE ⊥, não houve efeito significativo da interação temperatura e tempo.

Tabela 8. Valores médios do módulo de elasticidade à flexão estática perpendicular, dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		Média
	7	21	
130	1257,7*	1145,7*	1201,7 b
150	1493,7	1247,3	1370,5 a
170	1547,2	1317,0	1432,1 a
Média	1432,9 A	1236,7 A	
Testemunha =	1431,2		

Sem interação. Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*” diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

O MOE  $\perp$  dos painéis testemunha diferiu significativamente dos produzidos com flocos tratados a 130°C, o qual apresentou os menores valores médios de rigidez. Verifica-se que os painéis produzidos a 130°C, também, diferiram daqueles produzidos com flocos tratados a 150°C e 170°C.

O tempo não influenciou significativamente o MOE  $\perp$  à flexão estática dos painéis.

O tratamento a 130°C por 21 minutos não atingiu o mínimo estipulado para MOE  $\perp$ , pela norma EN 300 (2006) para painéis OSB do tipo 1, onde é necessário obter valores superiores a 1200 MPa. Apenas os painéis produzidos com flocos tratados a 150 e 170°C, ambos por 7 minutos, atenderam o mínimo requerido (1400 MPa) para painéis OSB do tipo 2.

Os valores médios do módulo de ruptura perpendicular à flexão estática (MOR  $\perp$ ) dos painéis, em megapascal (MPa), estão apresentados na Tabela 9. De acordo com a análise da variância, para o MOR  $\perp$ , não houve interação significativa.

Tabela 9. Valores médios do módulo de ruptura à flexão estática perpendicular, dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		Média
	7	21	
130	17,9	16,2*	17,1 c
150	21,8	22,2	22,0 b
170	26,0*	22,7	24,4 a
Média	21,9 A	20,4 A	
Testemunha =	20,9		

Sem interação. Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*” diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

O MOR  $\perp$  à flexão estática dos painéis testemunha foi significativamente maior do que os painéis produzidos com flocos tratados a 130°C por 21 minutos. Os painéis testemunha apresentaram MOR  $\perp$  inferior apenas em comparação com os painéis produzidos com flocos tratados a 170°C por 7 minutos.

O tempo de tratamento hidrotérmico dos flocos não afetou a resistência dos painéis.

Todos os tratamentos atingiram o mínimo estipulado pela norma EN 300 (2006) para painéis OSB do tipo 1, 2, 3 e 4, que estabelece valores superiores a 10, 11, 11 e 16 MPa, respectivamente, para MOR  $\perp$ .

De modo geral, houve um aumento dos valores médios de MOE e MOR à flexão estática, nos painéis produzidos com flocos hidrotermicamente tratados a 170°C. Vale salientar que o tratamento hidrotérmico foi aplicado aos flocos antes da produção do painel, logo a perda de massa dos mesmos (Tabela 2) não interferiu diretamente na propriedade de flexão estática dos painéis. Embora a densidade dos flocos tenha diminuído (Tabela 2), utilizou-se a mesma massa para a formação do colchão, logo teve-se alteração somente no volume final do colchão do painel, o que acarretou em uma maior taxa de compactação, influenciando positivamente na resistência à flexão.

Uma tendência de aumento dos valores de MOE e uma manutenção dos valores de MOR à flexão estática foi observada por HSU et al. (1988) para painéis do tipo “waferboard” produzidos com partículas que foram submetidas a tratamento com vapor a 1,55 MPa de pressão, por 1, 2, 3 e 4 minutos.

Del Menezzi et al. (2009) trataram termicamente painéis OSB industriais, a 190 e 220°C por 12, 16 e 20 minutos e observaram um aumento dos valores médios de MOE  $\perp$  à flexão estática, em relação ao MOE // e MOR  $\perp$  os valores médios não apresentaram uma tendência com aumentou da intensidade dos tratamentos e para o MOR // os valores tenderam a diminuir.

Os valores médios da ligação interna dos painéis, em megapascal (MPa), estão apresentados na Tabela 10. De acordo com a análise da variância, para a ligação interna, não houve efeito significativo da interação.

Tabela 10. Valores médios de resistência a tração perpendicular, dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		Média
	7	21	
130	0,656	0,661	0,658 a
150	0,676	0,630	0,653 a
170	0,644	0,645	0,645 a
Média	0,659 A	0,645 A	
Testemunha =	0,687		

Sem interação. Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*\*” diferem da testemunha ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

Não houve efeito dos tratamentos hidrotérmicos na resistência a tração perpendicular dos painéis, os valores de ligação interna (LI) permaneceram estatisticamente iguais em todos os tratamentos.

Esses resultados evidenciam que o tratamento hidrotérmico não afetou a colagem dos flocos, diferente, por exemplo, do pré-tratamento térmico a seco realizado por Mendes et al. (2013) em partículas strands, nas temperaturas de 200 e 240°C, onde os autores observaram uma drástica redução na ligação interna dos painéis.

Todos os painéis atingiram o mínimo estipulado para ligação interna, pela norma EN 300 (2006) para painéis OSB do tipo 1, 2, 3 e 4 onde é necessário obter valores superiores a 0,3; 0,34; 0,34 e 0,5 MPa, respectivamente.

### 3.4. CONCLUSÃO

Os tratamentos hidrotérmicos a 170°C foram os mais eficientes na redução da umidade de equilíbrio higroscópico dos flocos e conseqüentemente na melhoria da estabilidade dimensional dos painéis.

A molhabilidade do adesivo fenol-formaldeído com as superfícies dos flocos tratados foi levemente aumentada, o que pode ter contribuído para a ligação entre o adesivo e a madeira. Contudo a ligação interna dos painéis não foi influenciada. O aumento da capacidade tampão em pH menores poderia ter prejudicado a cura do adesivo, mas tal fato também não influenciou nos resultados de ligação interna do produto final.

O tratamento hidrotérmico causou degradação de alguns constituintes químicos, principalmente mananas, xilanas e arabinanas, o que causou uma acidificação e também perda de massa, e conseqüentemente diminuiu o inchamento em espessura, entretanto não influenciou negativamente as propriedades mecânicas dos painéis OSB.

O tratamento hidrotérmico a 170°C durante 7 minutos permitiu que o painel OSB além da categoria 1, também se enquadre na categoria 2 da norma europeia, ampliando sua gama de utilização. Uma vez que, além de indicados painéis para uso interior quando não é submetido a suporte de carga, esse painel passa a ser indicado também para utilização que suporte cargas.

## REFERÊNCIAS

AMERICAN NATIONAL STANDARD. **Mat formed wood particleboard: specification ANSI/A 208.1.1993**. Gaithersburg: National Particleboards Association, 1993. 9 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 1084**: Standard Test Methods for Viscosity of Adhesives. 1997. 5 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 1582**: Standard Test Method for Nonvolatile Content of Liquid Phenol, Resorcinol, and Melamine Adhesives. 1998. 2 p.

AMIDON, T.E.; WOOD, C. D.; SHUPE, A. M.; WANG, Y.; GRAVES, M.; LIU, S. Biorefinery: conversion of woody biomass to chemicals, energy and materials. **J Biobased Mater Bio**, v. 2, p. 100-120, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11941: Madeira - Determinação da densidade básica. Brasília, 2003. 6 p.

BACH, Q.; TRAN, K.; SKREIBERG, Ø.; KHALIL, R. A.; PHAN, A. N. Effects of wet torrefaction on reactivity and kinetics of wood under air combustion conditions. **Fuel**, v.137, p. 375-383, 2014.

BAKAR, B.F.A.; HIZIROGLU, S.; TAHIR, P. Md. Properties of some thermally modified wood species. **Materials and Design**, v.43, p. 348-355, 2013.

BOONSTRA, M. J. A two-stage thermal modification of wood. Ph.D. dissertation in cosupervision Ghent University and Universite´ Henry Poincare´, Nancy 1. 2008.

BRITO, J. O.; SILVA, F. G.; LEÃO, M. M.; ALMEIDA, G. Chemical composition changes in Eucalyptus and Pinus woods submitted to heat treatment. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 18, p. 8545-8548, 2008.

DEL MENEZZI, C. H. S.; TOMAZELLI, I. Contact thermal post-treatment of oriented strandboard to improve dimensional stability: A preliminary study. **European Journal of Wood and Wood Products**, v.64, n.3, p. 212-217, 2006.

DEL MENEZZI, C. H. S.; TOMAZELLI, I.; OKINO, E. Y. A.; TEIXEIRA, D.E.; SANTANA, M. A. E. Thermal modification of consolidated oriented strandboards: effects on dimensional stability, mechanical properties, chemical composition and

surface color. **European Journal of Wood and Wood Products**, v.67, p.383–396, 2009.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 300**: oriented Strand Boards (OSB) - definitions, classification and specifications, 2006.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 310**: Wood-based panels — Determination of modulus of elasticity in bending and of bending strength. Bruxelles, 1993.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 317**. Particleboards and fiberboards, determination of swelling in thickness after immersion. Brussels, 1993.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 319**: Particleboards and fibreboards — Determination of tensile strength perpendicular to the plane of the board. Bruxelles, 1993.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 322**: Wood-based panels — Determination of moisture content. Bruxelles, 1993.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 323**: Wood-based panels — Determination of density. Bruxelles, 1993.

ESTEVEVES, B. M.; PEREIRA, H. M. Wood modification by heat treatment: A review. **BioResources**, v. 4, n. 1, p. 370-404, 2009.

ESTEVEVES, B.; GRAÇA, J.; PEREIRA, H. Extractive composition and summative chemical analysis of thermally treated eucalypt wood. **Holzforschung**, v. 62, n. 3, p. 344-351, 2008.

FENGEL, D.; WEGENER, G. Influence of temperature. In: **Wood Chemistry Ultrastructure Reactions**; Walter de Gruyter: Berlin, p. 319–344, 1989.

GIL, M. V.; GARCÍA, R.; PEVIDA, C.; RUBIERA, F. Grindability and combustion behavior of coal and torrefied biomass blends. **Bioresource Technology**, v. 191, p. 205-212, 2015.

GOLDSCHIMID, O. Ultraviolet spectra. In: SARKANEN, K. V. e LUDWING, C. H. (Eds.). **Lignins: occurrence, formation, structure and reactions**. 1 ed. New York: John Wiley Interprice, 1971. p. 241-266.

GOMIDE, J. L.; DEMUNER, B. J. Determinação do teor de lignina em material lenhoso: método Klason modificado. **O Papel**, v. 47, n. 8, 1986.

GOROYIAS, G. J.; HALE, M. D. C. Heat treatment of wood strands for OSB production: effect on the mechanical properties, water absorption and dimensional stability. Intern Res Group Wood Prot, Cardiff, p 1.2002.

HERRECA, R.; ERDOCIA, X.; LLANO-PONTE, R.; LABIDI, J. Characterization of hydrothermally treated wood in relation to changes on its chemical composition and physical properties. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 107, n. 256–266, 2014.

- INARI, G.N.; PETRISSANS, M.; GERARDIN, P. Chemical reactivity of heat-treated wood. **Wood Science Technology**, v. 41, n. 2, p. 157–168, 2007.
- KARIZ, M.; SERNEK, M. Bonding of Heat-Treated Spruce with Phenol-Formaldehyde Adhesive. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 24, n. 8-10, p. 1703–1716, 2010.
- LIU, Z.; FATEHI, P.; JAHAN, M. S.; NI, Y. (2011). Separation of lignocellulosic materials by combined processes of pre-hydrolysis and ethanol extraction. **Bioresource Technology**, 102(2), 1264-1269. DOI:10.1016/j.biortech.2010.08.049
- MENDES, R.F.; BORTOLETTO JÚNIOR, G., ALMEIDA, N. F.; SURDI, P. G.; BARBEIRO, Z. N. (2013) Effect of thermal treatment on properties of OSB panels. **Wood Science Technology** 47:243–256. DOI: 10.1007/s00226-012-0494-7
- MOSLEMI, A.A. Particleboard. Carbandale: Southern Illinois University Press, 1974, v.1. 243p.
- NUNES, L. J. R.; MATIAS, J. C. O., CATALÃO, J. P. S. A review on torrefied biomass pellets as a sustainable alternative to coal in power generation. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, V. 40, P. 153-160, 2014.
- PELAEZ-SAMANIEGO, M. R.; YADAMA, V.; LOWELL, E.; ESPINOZA-HERRERA, R. A review of wood thermal pretreatments to improve wood composite properties. **Wood Science and Technology**, v.47, n.6, p. 1285-1319, 2013.
- PETRIC, M.; KNEHTL, B.; KRAUSE, A.; MILITZ, H.; PAVLIC, M.; PETRISSANS, M.; RAPP, A.; TOMAZIC, M.; WELZBACHER, C.; GERARDIN, P. Wettability of waterborne coatings on chemically and thermally modified pine wood. **Journal of Coatings Technology and Research**, v. 4, n. 2, p. 203–206, 2007.
- SEVERO, E. T. D.; CALONEGO, F. W.; SANSÍGOLO, C. A. Physical and chemical changes in juvenile and mature woods of *Pinus elliottii* var. *elliottii* by thermal modification. **European Journal of Wood and Wood Products**, v.70, n.5, p.741-747, 2012.
- TAPPI - Technical Association of the Pulp and Paper Industry. **TAPPI test methods T 264 om-88: preparation of wood for chemical analysis**. In: TAPPI Standard Method. Atlanta, USA. Cd-Rom, 2001.
- TJEERDSMA, B. F.; MILITZ, H. Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood. **European Journal of Wood and Wood Products**. 2005; 63(2):102-111. <http://dx.doi.org/10.1007/s00107-004-0532-8>.
- WALLIS, A.; WEARNE, R.; WRIGHT, P. J. Analytical characteristics of plantation eucalypt woods relating to kraft pulp yields. **Appita Journal**, v. 49, n.5, p. 427-432, 1996.

#### 4      **CAPITULO 3: EFEITO DO TRATAMENTO HIDROTÉRMICO DE PARTÍCULAS STRANDS DE EUCALIPTO NAS PROPRIEDADES DE PAINÉIS OSB**

**Resumo:** O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de eucalipto nas propriedades físicas e mecânicas de painéis OSB, assim como a modificação química das partículas ocasionada pelos tratamentos. Partículas strands de eucalipto medindo cerca de 23 x 90 x 0,30 mm de largura, comprimento e espessura, respectivamente; foram pré-hidrolisadas a 130, 150 e 170°C por 7 e 21 minutos. Foram determinados os teores de extrativos, de lignina e de carboidratos dos flocos, assim como o pH, a umidade de equilíbrio, a perda de massa, a densidade a granel e o ângulo de contato dos flocos com o adesivo fenol formaldeído. Em seguida foram confeccionados painéis do tipo OSB, com uma densidade nominal de 0,7 g/cm<sup>3</sup> e um ciclo de prensagem com a temperatura de 170°C, pressão de 32 kgf/cm<sup>2</sup> por 8 minutos. O adesivo utilizado foi o fenol-formaldeído com teor de 8% (base massa seca das partículas). Posteriormente os painéis foram mantidos em câmara climática a temperatura de 20 ± 2 °C e umidade relativa de 65 ± 3%, até estabilização e em seguida foram determinadas suas propriedades físicas e mecânicas de acordo com as especificações das normas européias. O tratamento hidrotérmico, principalmente na temperatura de 170°C, causou degradação de alguns constituintes químicos principalmente galactanas, xilanas e arabinanas e conseqüentemente diminuiu a umidade de equilíbrio higroscópico dos flocos e também causou uma acidificação e a perda de massa. Os tratamentos hidrotérmicos na temperatura de 170°C foram os mais eficientes para melhorar a estabilidade dimendional dos painéis OSB, reduzindo os valores de umidade de umidade de equilíbrio, absorção de água e inchamento em espessura após 24 horas de imersão. O tratamento hidrotérmico a 170°C durante 7 minutos, assim como a 130°C por 7 minutos e a 150°C por 21 minutos, permitiu que o painel OSB além da categoria 1 também se enquadre na categoria 2 da norma européia, ampliando sua gama de utilização. Uma vez que, além de indicados para uso geral quando não sejam submetidos a suporte de carga, este passa a ser indicado também para utilização que suporte cargas.

**Palavras chave:** Oriented strand board (OSB); Eucalyptus sp.; Tratamento hidrotérmico, pré-hidrólise.

## 4.1 INTRODUÇÃO

Os polissacarídeos (celulose e hemicelulose) são os principais responsáveis pela adsorção e dessorção de umidade na madeira quando exposta a diferentes condições ambientais ocasionando mudanças no seu volume (instabilidade dimensional). Uma vez que, as hemiceluloses são mais instáveis termicamente, a redução destes polissacarídeos na madeira pode ser uma rota para aumentar a estabilidade dimensional.

A busca por alternativas que melhorem a estabilidade dimensional de produtos de madeira reconstituída não é recente. Dentre as técnicas estudadas se destaca o pré e pós-tratamento térmico (Goroyias e Hale, 2002; Del Menezzi e Tomaselli, 2006; Paul et al., 2006 e 2007; Del Menezzi et al., 2009; Mendes et al., 2013).

A pré-hidrólise é um processo hidrotérmico que usa água líquida aquecida, sob pressão, para hidrolisar a hemicelulose (Carvalho et al 2008). As hemiceluloses são mais fáceis de hidrolisar que a celulose, o que ocasiona uma remoção seletiva de hemiceluloses.

No processo de pré-hidrólise, grupos acetis e ácidos urônicos resultantes da hidrólise, originalmente presente em hemiceluloses, catalisam a hidrólise das ligações entre as hemiceluloses e lignina, além da hidrólise dos hidratos de carbono (Lamprey et al 1985). O efeito de pré-tratamentos hidrotérmicos no processo subsequente de polpação foi amplamente estudado usando uma diversidade de matérias-primas, tais como pinus (Saukkonen et al., 2012), eucalipto (Chirat et al., 2012), bagaço de cana (Andrade e Colodette, 2014), leucena (Feria et al., 2012), dentre outras.

Com base no exposto vê-se o potencial da utilização do processo hidrotérmico de pré-hidrólise, para melhorar a estabilidade dimensional dos painéis do tipo OSB.

Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do tratamento hidrotérmico de partículas strands de eucalipto nas propriedades físicas e mecânicas de painéis OSB.

## **4.2 MATERIAL E MÉTODOS**

A densidade básica da madeira foi determinada de acordo com a norma NBR 11941 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2003).

### **4.2.1 Preparo das partículas do tipo strand**

Foram coletadas árvores de *Eucalypto* sp. no município de Coimbra, Minas Gerais. As toras foram desdobradas, numa serra fita, em tábuas de 23 mm de espessura que, posteriormente foram seccionadas em serra circular, em blocos com 90 mm de comprimento na direção das fibras. Estes blocos foram submersos em água até completa saturação e em seguida processados em um picador de discos com as facas ajustadas para gerarem partículas com espessura em torno de 0,30 mm, obtendo assim partículas do tipo strand (flocos) com as dimensões de 23 x 90 x 0,30 mm (largura x comprimento x espessura, respectivamente).

### **4.2.2 Tratamento hidrotérmico**

Os flocos foram submetidos a tratamento hidrotérmico sob diferentes tempos (7 e 21 minutos) e temperaturas (130, 150 e 170°C). Os tratamentos foram realizados em um reator Parr cilíndrico, com capacidade de 18,75 L e aquecido com resistência elétrica, equipado com controlador de temperatura e manômetro. Foi utilizada uma relação de água:madeira de 8:1,5.

Os flocos de madeira foram colocados em um cesto metálico com dimensões aproximadas de 24 cm de diâmetro e 38 cm de altura, que foi inserido no reator. Após a inserção do cesto adicionou-se 8 litros de água a temperatura de 25°C, fechou-se a tampa do reator e apertou os parafusos com auxílio de um torquímetro.

Utilizou-se uma taxa de aquecimento de 1,71°C/minuto e pressão de 0,228; 0,448 e 0,862 MPa até atingir as temperaturas estabelecidas (130, 150 e 170°C), respectivamente. Após atingir a temperatura de pré-hidrólise desejada, os flocos permaneceram no reator durante 7 ou 21 minutos dependendo do tratamento. Sendo assim foram realizados tratamentos com 3 temperaturas (130, 150 e 170°C) e dois tempos (7 e 21 minutos) em cada temperatura.

Decorrido o tempo de tratamento, a pressão foi aliviada por meio de uma válvula e o líquido escoado do reator passando inicialmente por um sistema de resfriamento

(serpentina) para reduzir a temperatura de saída. Em seguida, o reator foi aberto, removeu-se o cesto contendo os flocos hidrolisados que posteriormente foram lavados em água corrente para remoção de possíveis extrativos presentes na sua superfície. Após a lavagem, os flocos foram secos a temperatura de 25°C até atingirem umidade de equilíbrio higroscópico.

Para o cálculo de perda de massa durante hidrólise obteve-se o teor de umidade (base seca) e a massa de madeira antes e após cada tratamento.

Os flocos de madeira tratados e não tratados (testemunha) foram condicionados em câmara climática a temperatura de  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $65 \pm 3\%$  até atingirem massa constante para determinação da umidade de equilíbrio higroscópico.

Para a obtenção da densidade a granel dos flocos foram depositados formando um colchão de partículas orientadas, em um recipiente com o volume conhecido. Pela divisão da massa obtida para preencher todo o recipiente e o volume do mesmo, foi obtida a densidade a granel.

#### **4.2.3 Composição química estrutural**

Parte dos flocos foram transformados em serragem em um moinho de laboratório tipo Wiley. Utilizou-se a fração que passou pela peneira com malha de 40 mesh e ficou retida na peneira com malha de 60 mesh.

Foram determinados os teores de extrativos totais (TAPPI 204 om-88, 2001), os teores de lignina insolúvel, pelo método Klason, modificado de acordo com o procedimento proposto por Gomide e Demuner (1986). A lignina solúvel foi determinada por espectrometria, conforme Goldschimid (1971), a partir da diluição do filtrado proveniente do procedimento para obtenção da lignina insolúvel. O teor de lignina total foi obtido por meio da soma dos valores de lignina solúvel e insolúvel.

A composição de carboidratos foi determinada por cromatografia de troca iônica de alta performance acoplada a detector de pulso amperométrico (HPAEC-PAD) após pré-tratamento (30°C, 1h), das amostras em uma solução aquosa 72% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, seguido por hidrólise com 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> em autoclave (100°C, 3h). HPAEC-PAD foi realizada num sistema Dionex ICS-3000 equipado com uma coluna analítica CarboPac PA1 (250 x 4mm). Os monossacarídeos foram separados isocriticamente com NaOH 0,001 M (45 min, caudal 1 ml/min), de acordo com (Wallis et al., 1996).

#### **4.2.4 Ângulo de contato e determinação do pH da madeira**

O ângulo de contato do adesivo fenol formaldeído com a superfície dos flocos tratadas hidrotermicamente foi obtido após a adição de 5  $\mu$ L de adesivo fenol-formaldeído e a leitura realizada 5 segundos após a deposição. Utilizou-se um goniômetro conectado a uma câmera digital e computador.

Para determinação do pH e a capacidade tampão das madeiras, os flocos foram transformados em serragem em um moinho de laboratório tipo Wiley, as quais foram classificadas em peneiras de 40 mesh, recolhendo-se a fração que ficou retirada na malha de 60 mesh. Em um becker, adicionou-se 15 gramas de massa seca de serragem de cada tratamento e 150 mL de água destilada a temperatura de 100°C. Essa mistura foi mantido por 30 minutos sob agitação. Em seguida, filtrou-se a mistura em funil sinterizado porosidade 2, retirando-se posteriormente uma alíquota de 50 mL do líquido resultante para determinação do pH, utilizando-se um pHmetro digital.

Para obtenção da capacidade tampão dos flocos tratados hidrotermicamente, realizou-se medições de pH do extrato puro e após a adição de uma solução de hidróxido de sódio (NaOH), a uma concentração de 0,025 molar. A solução alcalina foi adicionada até a solução atingir o pH 7 e a quantidade gasta foi utilizada para calcular a capacidade tampão em mmol/L.

#### **4.2.5 Confeção dos painéis**

O adesivo utilizado para confecção dos painéis foi o fenol formaldeído com a viscosidade de 943 centipoise, um teor de sólidos de 53,4%, gel time a 170°C de 64,3 segundos e o pH 10,7.

Os flocos foram secos em estufa com circulação de ar forçada até a umidade de 3% (base massa seca das partículas). Para cada tratamento foram produzidos painéis OSB com densidade nominal de 0,70 g/cm<sup>3</sup> e espessura de 10 mm.

Foi aplicado a massa de flocos 8% de adesivo fenol formaldeído (base massa seca das partículas), por meio de aspersão, em uma encoladeira do tipo tambor giratório. Após a aspersão do adesivo, os flocos foram levados para uma caixa formadora, com dimensões de 40 cm x 40 cm, para a realização da orientação dos flocos em três camadas (25+50+25% da massa total de flocos). Posteriormente, o colchão foi prensado a quente, durante 8 minutos, na temperatura de 170°C e pressão de 32 kgf/cm<sup>2</sup>.

Após a prensagem os painéis OSB foram condicionados até atingirem massa constante e posteriormente foram esquadrejados em uma serra retirando-se 2 cm de cada extremidade. Depois retirou-se os corpos-de-prova conforme as normas européias que foram mantidos em câmara climática na temperatura de  $20 \pm 2$  °C e umidade relativa de  $65 \pm 3\%$ , até estabilização.

Para avaliação das propriedades físicas e mecânicas dos painéis OSB foram seguidas as especificações das normas européias. Foi determinada a densidade (EN 323/1993), o teor de umidade (base seca) (EN 322/1993), inchamento em espessura (EN 317/1993), absorção de água, módulo de elasticidade e módulo de ruptura à flexão estática (EN 310/1993) e ligação interna (EN 319/1993). Posteriormente, os resultados foram comparados com as especificações da norma EN 300/2006.

#### **4.2.6 Análise estatística dos dados**

Os dados foram submetidos aos testes de Lilliefors para verificar a normalidade, e Cochran para testar a homogeneidade das variâncias. O experimento foi analisado segundo um delineamento inteiramente casualizado em esquema fatorial, sendo avaliados dois tempos 7 e 14 minutos e três temperaturas 130, 150 e 170°C. Os dados foram submetidos a análise de variância pelo teste F, sendo as médias comparadas pelo teste Tukey. Também foi utilizado o teste Dunnett para identificar diferenças entre cada combinação de fatores (tempo e temperatura) em relação a testemunha. Considerou-se sempre o nível de significância de 5%.

Vale salientar que a densidade aparente dos painéis apresentou diferença significativa entre os tratamentos, logo os dados foram submetidos a análise de covariância.

## 4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.3.1 Resultados das partículas strands de eucalipto

#### 4.3.1.1 Modificação química dos flocos

Os teores de extrativos, lignina solúvel, insolúvel e total, assim como de polissacarídeos, tanto da testemunha quanto dos flocos tratados estão na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química dos flocos de eucalipto em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

%	Test	T1	T2	T3	T4	T5	T6
Extrativos total	2,22 b	1,61 a	1,77 a	4,38 d	3,13 c	8,97 e	8,77 e
Lignina insolúvel	27,73 a	27,83 a	27,27 a	26,93 a	26,66 a	28,49 a	27,90 a
Lignina solúvel	2,17 c	1,97 c	1,98 c	1,68 c	1,90 c	1,25 b	1,08 a
Lignina total	29,9 a	29,8 a	29,25 a	28,61a	28,56 a	29,74 a	28,98 a
Arabinanas	0,38 a	0,34 a	0,34 a	0,22 b	0,23 b	0,24 b	0,27 b
Galactanas	0,66 a	0,54 c	0,66 a	0,60 b	0,59 b	0,33 d	0,25 e
Glicanas	43,64 d	42,45 e	42,23 e	44,24 d	46,10 c	52,11 b	55,82 a
Xilanas	14,48 a	13,12 b	12,70 b	11,73 c	12,92 b	7,01 d	5,47 e
Mananas	ND						

Médias seguidas de mesmas letras, em cada coluna, não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Scott Knott.

Trat. = tratamento; Test. = Testemunha; T1 = 130°C-07 min; T2 = 130°C-21 min; T3 = 150°C-07 min; T4 = 150°C-21 min; T5 = 170°C-07 min; T6 = 170°C-21 min; ND = Não detectado.

Em comparação com a testemunha, o teor de extrativos dos flocos reduziu quando tratados a 130°C. Contudo os teores aumentaram nas temperaturas de 150°C e 170°C. Alguns autores (Hakkou et al., 2006; Brito et al., 2008; Esteves e Pereira, 2009) associam o aumento do teor de extrativos com a degradação das hemiceluloses. As hemiceluloses são os polissacarídeos mais instáveis termicamente e quando a madeira é submetida ao tratamento térmico ou, como neste caso, hidrotérmico, ela é degradada formando-se novos compostos oriundos da degradação. Segundo Brito et al. (2008), esses compostos são solúveis em álcool/tolueno, sendo contabilizados como extrativos nas análises químicas.

Zanuncio et al. (2014) termorretificaram a madeira de *Eucalyptus grandis* e também observaram o aumento do teor de extrativos, na madeira termorretificada a 200°C e 230°C. Também Hakkou et al. (2006) trataram termicamente *Fagus sylvatica* até a temperatura de 300°C e observaram um aumento no teor de extrativos a partir de

160°C, com pico a 240°C. Contudo a partir dessa temperatura os autores verificaram uma queda dos valores, segundo eles devido provavelmente a decomposição térmica e/ou volatilização dos extrativos.

Os teores de lignina insolúvel e de lignina total dos flocos de eucalipto não foram influenciados pelo tratamento hidrotérmico. Contudo a madeira tratada a 170°C teve uma redução significativa no teor de lignina solúvel.

Os teores de galactanas e xilanas foram reduzidos a partir do tratamento hidrotérmico a 130°C. Menores valores de arabinanas, galactanas e xilanas foram obtidos nos tratamentos a 170°C, entretanto para as arabinanas os tratamentos a 150 e 170°C apresentaram valores próximos entre eles. Apesar da madeira de eucalipto possuir mananas, o equipamento não detectou os teores deste açúcar.

O tratamento a 170°C por 21 minutos causou uma redução de 28,9% no teor das arabinanas, 62,1% no teor de galactanas e 62,2% no teor de xilanas dos flocos, em relação aos flocos controle.

As hemiceluloses são menos tolerantes a ação do calor, devido as ramificações presentes que são facilmente removidas da cadeia principal e degradam-se em compostos voláteis (Yang et al., 2007). Isso explica a redução dos açúcares que compõem a estrutura das hemiceluloses.

Por apresentar maior estabilidade térmica em relação aos demais carboidratos, o teor de glicanas aumentou no seu percentual a 170°C, e a 150°C por 21 minutos.

#### **4.3.1.2 Umidade de equilíbrio higroscópico, perda de massa, densidade a granel, pH e capacidade tampão**

Os valores médios da umidade de equilíbrio higroscópico (UEH), perda de massa, densidade a granel, variação do pH dos flocos de eucalipto e a capacidade tampão estão na Tabela 2.

O tempo de tratamento não afetou significativamente a perda de massa e a redução da UEH. Por outro lado, a temperatura de tratamento, afetou a perda de massa bem como a UEH, sendo que a 170°C causou maiores modificações nos flocos, seguido do tratamento a 150°C.

Tabela 2. Umidade de equilíbrio higroscópico, perda de massa, densidade a granel, pH e capacidade tampão dos flocos de eucalipto em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Tratamento	UEH (%)	Perda de massa (%)	Densidade a granel (kg/cm <sup>3</sup> )	pH	Capacidade tampão (mmol/L)
Testemunha	12,8 <sup>(0,91)</sup> a	-	89,7 <sup>(0,25)</sup> b	4,53	0,0680
130°C / 07 min	11,9 <sup>(0,02)</sup> a	3,7 <sup>(1,74)</sup> a	99,1 <sup>(1,67)</sup> a	4,08	0,0693
130°C / 21 min	12,0 <sup>(0,26)</sup> a	4,5 <sup>(0,99)</sup> a	92,2 <sup>(4,08)</sup> b	4,07	0,0717
150°C / 07 min	11,5 <sup>(0,35)</sup> b	6,3 <sup>(0,78)</sup> b	62,8 <sup>(3,06)</sup> c	3,39	0,1361
150°C / 21 min	10,4 <sup>(0,77)</sup> b	7,9 <sup>(1,89)</sup> b	65,2 <sup>(2,68)</sup> c	3,37	0,1434
170°C / 07 min	9,5 <sup>(0,09)</sup> c	13,5 <sup>(2,61)</sup> c	54,0 <sup>(1,34)</sup> d	3,09	0,2503
170°C / 21 min	9,2 <sup>(0,12)</sup> c	16,3 <sup>(2,4)</sup> c	41,7 <sup>(1,41)</sup> e	3,08	0,2420

Médias seguidas de mesmas letras, em cada coluna, não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Scott Knott.

Valor entre parênteses é o desvio padrão ( $\sigma$ ).

O aquecimento a 170°C reduziu a UEH dos flocos em 25,8% (7 minutos) e 26,6% (21 minutos) em relação à testemunha. E o tratamento a 150°C reduziu a UEH em 10,2% (7 minutos) e 18,8% (21 minutos) também em relação à testemunha. O tratamento na temperatura de 130°C não interferiu na UEH dos flocos, obtendo valores estatisticamente iguais ao da testemunha. A degradação dos açúcares das hemiceluloses (Tabela 1) teve influência direta na redução da higroscopicidade dos flocos, uma vez que ocorre a redução do número de grupos hidroxílicos disponíveis para fazer ligações de hidrogênio com moléculas de água.

A perda de massa a 150°C foi maior do que a 130°C, e a perda de massa a 170°C foi superior às demais. O aumento da perda de massa o aumento da temperatura de tratamento é devido a degradação térmica dos constituintes químicos da madeira (Tabela 1), principalmente os polissacarídeos.

Foi verificada uma diminuição da densidade a granel nos tratamentos a 150 e a 170°C em relação à testemunha, conseqüente da maior perda de massa dos flocos durante a realização do tratamento hidrotérmico.

O pH da madeira de eucalipto foi igual a 4,53; e diminuiu, a medida que a temperatura do tratamento hidrotérmico aumentou. O tempo de tratamento dentro de uma mesma temperatura não mostrou efeito significativo nos valores do pH.

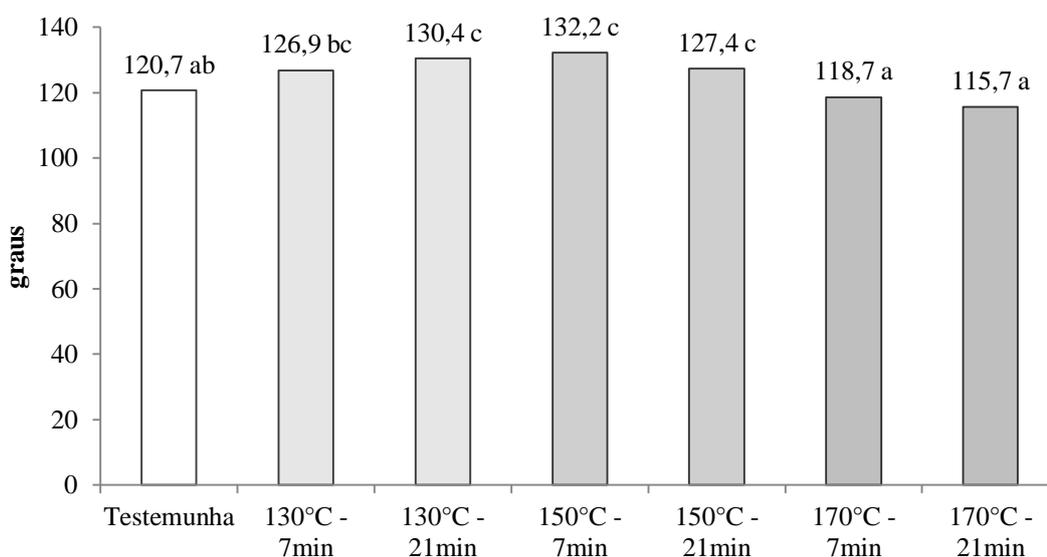
A redução do pH é atribuída a formação de ácidos carbonícos, principalmente o ácido acético, como um resultado de desacetilação durante a hidrólise de polioses, causado pela clivagem de grupos acetil das hemiceluloses (Tjeerdsma e Militz 2005).

A capacidade tampão da madeira mostra a sua capacidade para resistir a variação de pH do meio. A capacidade tampão foi afetada pelas temperaturas de 150 e 170°C que aumentaram a capacidade tampão dos flocos.

O adesivo fenol formaldeído polimeriza mais rápido em pH alcalino, o aumento da capacidade tampão dos flocos em pH ácido pode influenciar na velocidade de cura do adesivo, diminuindo o seu tempo de polimerização.

#### 4.3.1.3 Ângulo de contato

Ângulo de contato é definido como o ângulo entre um plano tangente a uma gota do líquido e um plano contendo a superfície onde o líquido se encontra depositado. Os valores médios do ângulo de contato formado entre o adesivo fenol formaldeído e a superfície do floco, estão expostos na Figura 1.



Médias seguidas de mesmas letras não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Scott Knott.

Figura 1. Ângulo de contato formado entre o adesivo fenol formaldeído e a superfície dos flocos de eucalipto.

Os tratamentos hidrotérmicos na temperatura de 130 por 21 minutos e 150°C por 7 e 21 minutos causaram um aumento do ângulo de contato entre a superfície do floco de eucalipto e o adesivo fenol formaldeído em relação à testemunha. Diminuindo a molhabilidade do adesivo na superfície do floco, devido a menor área superficial para um dado volume. Entretanto estatisticamente os tratamentos a 170°C e a 130°C por 7 minutos resultaram em valores estatisticamente iguais ao da testemunha, ou seja, não influenciaram a molhabilidade do adesivo nos flocos.

Cardematori et al. (2013) determinaram o ângulo de contato de água destilada com a madeira termorretificada de *Eucalyptus cloeziana* F. Muell, e observaram um aumento do ângulo de contato em madeiras tratadas termicamente, confirmando que a madeira após o tratamento térmico diminui sua higroscopicidade. Contudo os autores também não observaram uma sequência de aumento do ângulo de contato em função do aumento da temperatura; nas temperaturas de 180 e 200°C observaram-se maiores ângulos de contatos do que nas temperaturas de 220 e 240°C.

#### 4.3.2 Resultado dos Painéis

##### 4.3.2.1 Propriedades físicas dos painéis OSB

Os valores médios de densidade dos painéis OSB estão apresentados na Tabela 3. Segundo a norma ANSI/A1 280 (AMERICAN NATIONAL STANDARD, 1993) painéis de média densidade possuem valores entre 0,64 e 0,80 g/cm<sup>3</sup> e acima de 0,80 g/cm<sup>3</sup> são enquadrados na categoria de painéis de alta densidade. Os painéis produzidos com flocos tratados a 170°C foram enquadrados na categoria de painéis de alta densidade, enquanto os demais foram classificados em painéis de média densidade. A densidade básica da madeira de eucalipto utilizada foi de 0,48 g/cm<sup>3</sup>, tendo portando uma razão de compactação dos painéis testemunha de 1,51.

Tabela 3. Valores médios de densidade (g/cm<sup>3</sup>), dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	0,74 Ab	0,73 Ac
150	0,76 Bb*	0,79 Ab*
170	0,83 Aa*	0,82 Aa*
Testemunha	0,72	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com "\*" diferem da testemunha (temperatura 25°C e tempo 0) ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

De acordo com a análise da variância, para a densidade, a interação entre as fontes de variação foram significativas. O tempo de tratamento hidrotérmico dos flocos influenciou a densidade dos painéis, apenas na temperatura de 150°C onde o tempo de tratamento durante 21 minutos resultou em maior densidade. O efeito da temperatura foi significativo de modo que no tempo de 7 minutos a densidade foi maior na

temperatura de tratamento de 170°C em relação a 130 e 150°C, e no tempo de 21 minutos a densidade no tratamento a 170°C foi superior do que a 150°C, que por sua vez foi superior ao tratamento a 130°C.

Os painéis produzidos com flocos tratados a 170 e a 150°C apresentaram densidades superiores a testemunha e ao tratamento a 130°C. Provavelmente devido a taxa de retorno em espessura após a prensagem, onde a espessura do painel expande após a completa liberação da pressão, afetando tolerância da espessura (Molesmi 1974). No presente estudo, houve um maior retorno em espessura nos painéis testemunha e no tratamento de menor temperatura, isso provavelmente devido a degradação parcial das partículas que foi maior nos tratamentos a 150 e 170°C. Essas partículas ofereceram menor resistência ao prato da prensa permanecendo o painel com menor espessura.

Considerando que a menor espessura implica em menor volume do painel e que a densidade do painel é dada pela relação entre massa e volume, é possível inferir que o aumento da densidade dos painéis produzidos com flocos pré-hidrolizados decorreu, principalmente, em função das menores espessuras.

Del Menezzi e Tomaselli (2006) trataram termicamente painéis OSB a 250°C por 4, 7 e 10 minutos e verificaram uma redução da espessura dos painéis, contudo segundo os autores devido a perda de massa do painel não foi observado o aumento esperado na densidade dos painéis.

Salienta-se que o tratamento hidrotérmico foi aplicado aos flocos antes da confecção do painel, logo não houve efeito da perda de massa na densidade do painel, como observado por Del Menezzi e Tomaselli (2006). Nesse experimento, a diminuição da espessura dos painéis devido ao tratamento hidrotérmico causou um aumento da densidade dos painéis.

Os valores médios da umidade de equilíbrio higroscópico (UEH) dos painéis OSB estão na Tabela 4.

Tabela 4. Valores médios de umidade de equilíbrio higroscópico (%), dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	13,1 Aa	11,8 Ba*
150	12,0 Aa*	11,8 Aa*
170	10,7 Ab*	10,8 Aa*
Testemunha	13,2	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com “\*” diferem da testemunha (temperatura 25°C e tempo 0) ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

De acordo com a análise da variância, para a umidade de equilíbrio higroscópico, a interação entre a temperatura e tempo foi significativa. O tratamento hidrotérmico foi eficiente na redução UEH dos painéis quando comparado com a testemunha, exceto para os painéis produzidos com flocos tratados a 130°C por 7 minutos. Entre os painéis produzidos com flocos tratados, observa-se que o tempo de tratamento foi significativo apenas para a temperatura de 130°C, onde um maior tempo causou maior redução na UEH. A temperatura de 170°C foi a mais eficiente na redução da UEH dos painéis, essa temperatura causou uma redução de 18,9% (7 minutos) e 18,2% (21 minutos) em relação a UEH do painel testemunha.

A análise de covariância da absorção de água foi significativa para a densidade. Logo, além dos tratamentos hidrotérmicos o aumento da densidade dos painéis a 170°C também influenciou os valores de absorção de água após 24 horas de imersão (AA24h).

Os valores médios de absorção de água após 24 horas de imersão e os valores médios de densidade de cada tratamento estão na Figura 2.

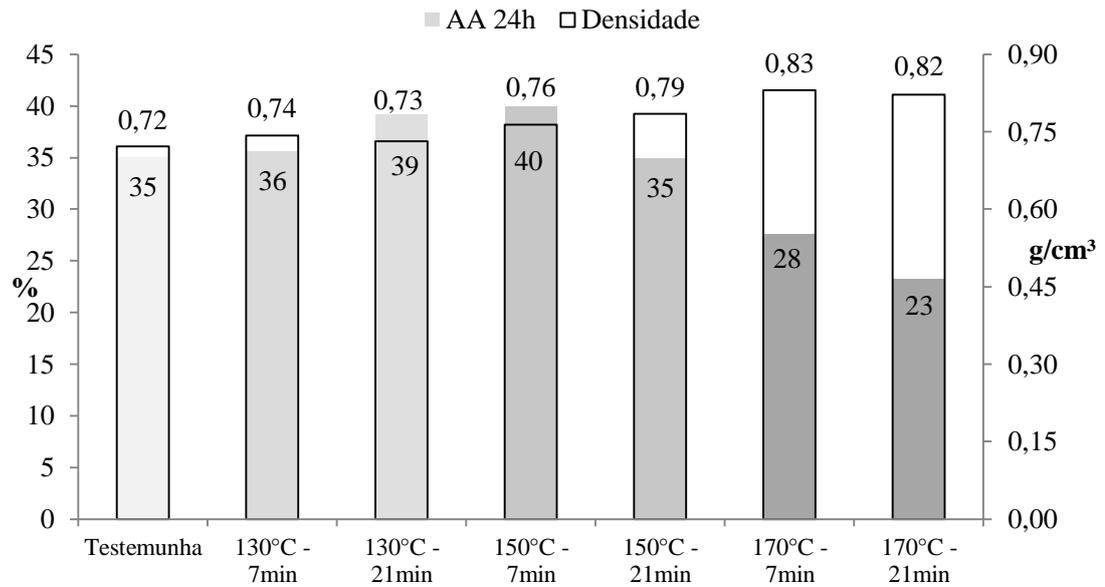


Figura 2. Valores médios absorção de água após 24 horas de imersão em água e de densidade em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos.

Os menores valores de absorção de água foram observados para os painéis produzidos com flocos tratados a 170°C (Figura 2). Sendo que os tratamentos a 170°C apresentaram valores de densidade significativamente superior tanto a testemunha quanto aos outros tratamentos hidrotérmicos (Tabela 3).

A relação entre a densidade e a absorção de água esta representada na Figura 3. Observa-se que os painéis com maiores densidades absorveram menos água.

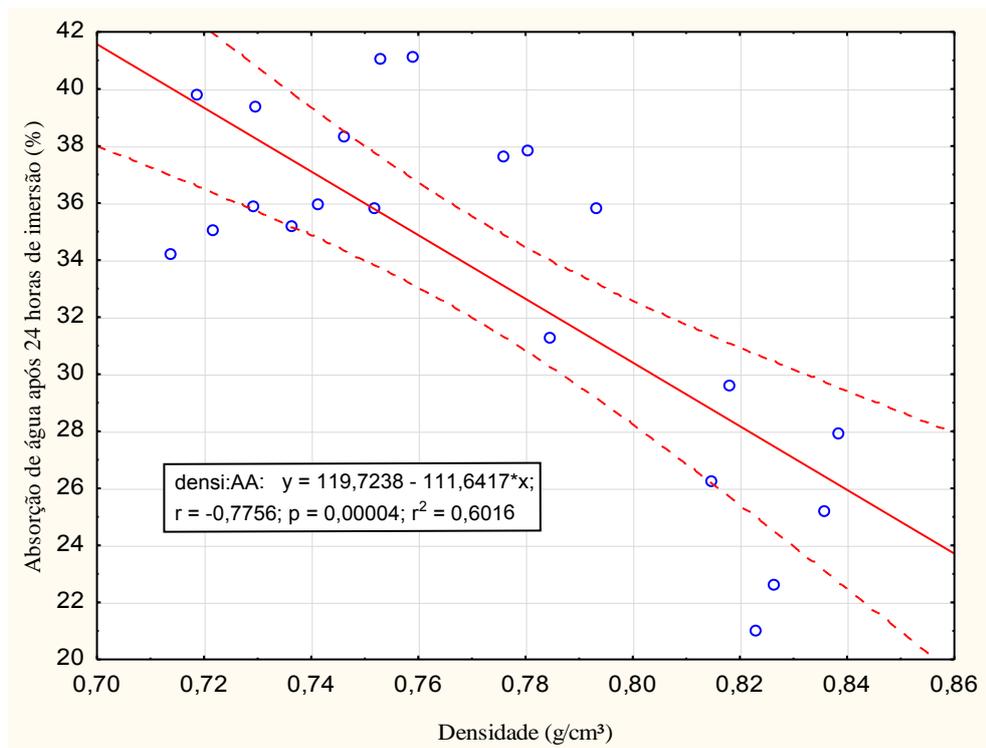


Figura 3. Relação entre densidade e absorção de água após 24 horas de imersão.

Iwariki et al (2008) produziram painéis OSB com flocos de *Eucayptus grandis* e *E. dunni* e a razão de compactação dos painéis foi de 1,12 e 1,0 respectivamente. Os autores encontraram valores de absorção de água superiores aos obtidos neste trabalho, na ordem de 68,49 e 82,04%.

Os valores médios de inchamento em espessura após 24 horas de imersão em água estão na Tabela 5. De acordo com a análise da variância a interação entre as fontes de variação foi significativa.

Tabela 5. Valores médios de inchamento em espessura após 24 horas de imersão (%), dos painéis OSB, em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	15,37 Bb	19,69 Aa*
150	21,54 Aa*	17,15 Ba
170	11,65 Ac	8,96 Ab*
Testemunha =	14,23	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com "\*" diferem da testemunha (temperatura 25°C e tempo 0) ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

Os painéis contendo flocos tratados hidrotermicamente a 170°C tiveram os menores valores de IE24h. Contudo apenas o tratamento a 170°C por 21 minutos reduziu os valores de IE24h em relação à testemunha. Os tratamentos a 130°C por 21 minutos e 150°C por 7 minutos ocasionaram valores elevados de IE24h em comparação com a testemunha.

Mendes et al (2013) trataram termicamente as partículas strands de pinus a 200 e 240°C e também não observaram uma continuidade nos resultados. Os autores verificaram um aumento dos valores de inchamento em espessura para a temperatura de 200°C e uma redução a 240°C.

Okino et al (2008) produziram painéis OSB com partículas de eucalipto e o adesivo fenol formaldeído no teor de 8%, e os autores encontraram valor de 26,8% de inchamento em espessura, valor superior aos encontrados nesse trabalho.

De acordo com a norma EN 300 (2006) apenas os painéis contendo flocos tratados a 170°C por 7 minutos se enquadram na categoria OSB tipo 4 (IE24h < 12%). Os tratamentos a 170°C e a testemunha atenderam os requerimentos para painéis OSB do tipo 3 (IE24h < 15%). O tratamento a 150°C por 7 minutos foi o único que não atendeu o mínimo estipulado para a categoria OSB do tipo 2 (IE24h < 20%). Todos os painéis atenderam o mínimo estipulado pela norma para painéis OSB do tipo 1 (IE24h < 25%).

#### **4.3.2.2 Propriedades mecânicas dos painéis OSB**

A análise de covariância do módulo de elasticidade paralelo à flexão estática (MOE //) foi significativa para a densidade, sendo assim além dos tratamentos o aumento da densidade influenciou os valores de MOE //.

Os valores médios do módulo de elasticidade paralelo à flexão estática (MOE //) e de densidade para cada tratamento estão na Figura 4.

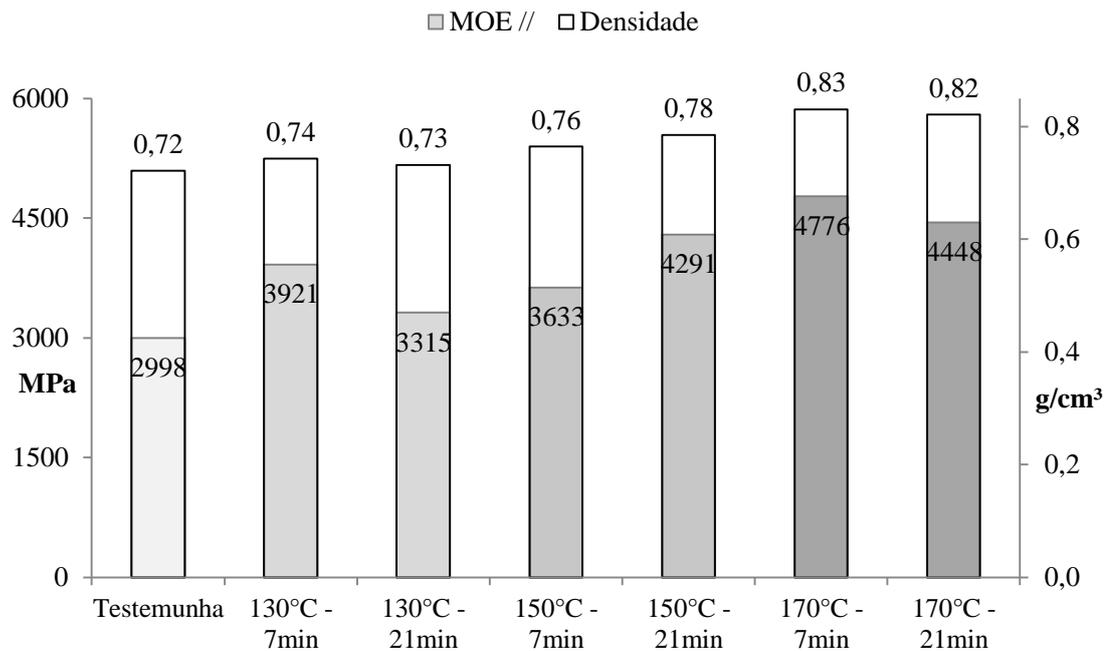


Figura 4. Valores médios do módulo de elasticidade paralelo à flexão estática (MOE //) e de densidade aparente dos painéis, em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos.

Os painéis tratados a 170°C e também a 150°C por 21 minutos são os que apresentam os maiores valores de densidade e conseqüentemente de MOE //.

Todos os tratamentos atenderam o mínimo estipulado pela norma européia EN 300:2006 para painéis OSB tipo 1, onde é requerido que os painéis atinjam o mínimo de 2500 MPa para essa propriedade. Contudo os painéis produzidos com flocos tratados a 170, 150°C e a 130°C por 7 minutos, também atenderam o requisito da norma para painéis OSB do tipo 2 e 3 onde a norma estipula que os painéis atinjam um mínimo de 3500 MPa.

Os valores médios do módulo de ruptura paralelo à flexão estática (MOR //), dos painéis OSB estão na Tabela 6. De acordo com a análise da variância, para MOR //.

Tabela 6. Valores médios do módulo de ruptura paralelo à flexão estática (MPa), dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	34,2 Aa	27,4 Bb*
150	31,5 Ab	35,2 Aa
170	37,9 Aa*	33,6 Aa
<b>Testemunha =</b>	<b>30,6</b>	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com "\*" diferem da testemunha (temperatura 25°C e tempo 0) ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

O MOR // à flexão estática dos painéis testemunha foi significativamente maior que painéis produzidos com flocos tratados a 130°C por 21 minutos, e significativamente menor em relação aqueles produzidos com flocos tratados a 170°C por 7 minutos.

O tempo de tratamento foi significativo apenas para os painéis produzidos com flocos tratados a temperatura de 130°C onde o maior tempo resultou em menores valores de MOR //. Avaliando o efeito da temperatura, no tempo de 7 minutos que os tratados a de 150°C apresentaram menores valores de MOR //. No tempo de 21 minutos foi a temperatura de 130°C que resultou em painéis menores valores de MOR //.

Todos os painéis atenderam o mínimo estipulado pela norma EN 300 (2006) para painéis OSB do tipo 1, 2 e 3, onde o requisito é de 20, 22 e 22 MPa, respectivamente. Apenas os painéis contendo flocos tratados a 130°C por 21 minutos não atendeu a exigência para painéis OSB do tipo 4 que exige pelo menos 30 MPa.

Os valores médios do módulo de elasticidade perpendicular à flexão estática (MOE  $\perp$ ), dos painéis OSB estão na Tabela 7. De acordo com a análise da variância, para MOE  $\perp$ , a interação entre temperatura e tempo foi significativa.

Tabela 7. Valores médios do módulo de elasticidade perpendicular à flexão estática (MPa), dos painéis OSB, em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	1439 Ab	1212 Ba
150	1055 Bc*	1417 Aa
170	1632 Aa*	1323 Ba
<b>Testemunha =</b>	<b>1323</b>	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com "\*" diferem da testemunha (temperatura 25°C e tempo 0) ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

O MOE  $\perp$  à flexão estática dos painéis testemunha diferiu significativamente dos painéis produzidos com flocos tratados a 150°C por 7 minutos onde se obteve valores superiores, e daqueles produzidos com flocos tratados a 170°C por 7 minutos que apresentaram valores inferiores.

O efeito do tempo de tratamento hidrotérmico foi significativo para todas as temperaturas, onde um maior tempo reduziu os valores de MOE nas temperaturas de 130 e 170°C, e aumentou na temperatura de 150°C. Por outro lado a temperatura de tratamento foi significativa apenas no tempo de 7 minutos, onde a 150°C foram observados os menores valores de MOE  $\perp$ .

Painéis produzidos com flocos tratados a 150°C por 7 minutos foram os únicos que não atenderam as exigências da norma europeia para painéis OSB do tipo 1 (EN300:2006), uma vez que o mínimo estipulado é de 1200 MPa. Os painéis que atingiram o mínimo estipulado para painéis do tipo 2 e 3 (1400 MPa) foram aqueles contendo flocos tratados a 130°C por 7 minutos, 170°C por 7 minutos e 150°C por 21 minutos.

Tabela 8. Valores médios do módulo de ruptura perpendicular à flexão estática (MPa), dos painéis OSB, em função da temperatura e do tempo de exposição tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	20,1 Aa	15,5 Ba
150	11,7 Bb*	18,0 Aa
170	18,3 Aab	14,3 Aa
Testemunha =	16,6	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com "\*" diferem da testemunha (temperatura 25°C e tempo 0) ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

Apenas os painéis produzidos com flocos tratados hidrotermicamente a 150°C por 7 minutos apresentaram menores valores de MOR  $\perp$  em relação à testemunha. A temperatura de tratamento foi significativa no tempo de 7 minutos. O tempo foi significativo nas temperaturas de 130 e 150°C, onde na temperatura de 130°C o maior tempo diminuiu os valores, e ao contrário aconteceu na temperatura de 150°C.

Todos os painéis atenderam as exigências da norma europeia para painéis OSB do tipo 1, 2 e 3 (EN300:2006). Além da testemunha os painéis que atingiram o mínimo estipulado para o tipo 4 foram aqueles com flocos tratados a 130°C por 7 minutos, 170°C por 7 minutos e 150°C por 21 minutos.

De modo geral, houve uma manutenção dos valores de MOE e MOR à flexão estática para os painéis produzidos com flocos hidrotérmicamente tratados em relação a testemunha. Com exceção do MOE  $\perp$  e MOR  $\perp$ , para o tratamento a 150°C por 7 minutos e para o MOR // para o tratamento a 130°C por 21 minutos, onde os valores foram inferiores ao da testemunha. Para o MOE  $\perp$  e MOR //, houve um aumento apenas do tratamento a 170°C por 7 minutos.

Vale salientar que o tratamento hidrotérmico foi aplicado aos flocos antes da produção do painel, logo a perda de massa dos mesmos (Tabela 2) não interferiu diretamente na propriedade de flexão estática dos painéis. Pois embora a densidade dos flocos tenha diminuído (Tabela 2), utilizou-se a mesma massa para a formação do colchão, logo teve-se alteração somente no volume final do colchão de partículas, o que acarretou em uma maior taxa de compactação, influenciando positivamente na resistência à flexão.

Os valores médios de ligação interna dos painéis OSB estão na Tabela 9. De acordo com a análise da variância, para ligação interna, houve interação significativa das variáveis tempo e temperatura.

Tabela 9. Valores médios de resistência a ligação interna em megapascal, dos painéis OSB em função da temperatura e do tempo de exposição aos tratamentos hidrotérmicos

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
	7	21
130	0,417 Ab	0,393 Aa*
150	0,376 Ab*	0,401 Aa*
170	0,527 Aa*	0,431 Ba
Testemunha =	0,470	

Médias seguidas de mesmas letras maiúsculas entre colunas (tempo) e minúsculas entre linhas (temperatura) não diferem entre si ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Tukey. Médias com "\*" diferem da testemunha (temperatura 25°C e tempo 0) ao nível de 95% de probabilidade pelo teste Dunnett.

A resistência a ligação interna dos painéis, de modo geral, não foi afetada pelo tempo de exposição dos flocos ao tratamento hidrotérmico, exceto a 170°C, onde os tratados onde o maior tempo diminui os valores da ligação interna. A temperatura de tratamento foi significativa apenas no tempo de 7 minutos onde a 170°C apresentou valores superiores as demais temperaturas.

Os tratamentos a 130°C por 21 minutos e a 150°C por 7 e 21 minutos resultaram em valores de ligação interna inferiores aos da testemunha. Enquanto que o tratamento a 170°C a 7 minutos apresentou valor de ligação interna superior ao da testemunha.

Todos os painéis atenderam as exigências da norma europeia (EN300:2006) para painéis OSB do tipo 1, 2 e 3. Para atender as exigências de painéis do tipo 4 apenas o tratamento a 170°C por 7 minutos atendeu o mínimo estipulado pela norma.

#### 4.4 CONCLUSÃO

O tratamento hidrotérmico, principalmente na temperatura de 170°C, causou degradação de alguns constituintes químicos principalmente galactanas, xilanas e arabinanas e conseqüentemente diminuiu a umidade de equilíbrio higroscópico dos flocos e também causou uma acidificação e perda de massa dos mesmos.

Os tratamentos hidrotérmicos na temperatura de 170°C foram os mais eficientes para melhorar a estabilidade dimensional dos painéis OSB, uma vez que reduziu os valores de UEH, AA24h e IE24h.

O tratamento hidrotérmico a 170°C durante 7 minutos, assim como a 130°C por 7 minutos e a 150°C por 21 minutos, permitiu que o painel OSB além da categoria 1 também se enquadre na categoria 2 da norma europeia, ampliando sua gama de utilização. Assim, além de indicados para uso geral em condições de ambiente seco, quando não sejam submetidos a suporte de carga; ele pode ser utilizado onde seja necessário suporte de cargas.

#### REFERÊNCIAS

AMERICAN NATIONAL STANDARD. **Mat formed wood particleboard: specification ANSI/A 208.1.1993**. Gaithersburg: National Particleboards Association, 1993. 9 p.

ANDRADE, M. F.; COLODETTE, J. L. Dissolving pulp production from sugar cane bagasse. **Industrial Crops and Products**, v. 52, p.58-64, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11941: Madeira - Determinação da densidade básica. Brasília, 2003. 6 p.

BRITO, J. O.; SILVA, F. G.; LEÃO, M. M.; ALMEIDA, G. Chemical composition changes in Eucalyptus and Pinus woods submitted to heat treatment. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 18, p. 8545-8548, 2008.

CARDEMATO, P. H. G.; SANTOS, P. S. B. dos; SERRANO, L.; LABIDI, J. GATTO, D. A. Effect of thermal treatment on physicochemical properties of Gympie messmate wood. **Industrial Crops and Products**, v. 45, p. 360– 366, 2013.

- CARVALHEIRO, F.; DUARTE, L. C.; GÍRIO, F. M. Hemicellulose biorefineries: a review on biomass pretreatments. **Journal of Scientific & Industrial Research**, v. 67, n. 11, p. 849-864, 2008.
- CHIRAT, C., LACHENAL, D., SANGLARD, M. Extraction of xylans from hardwood chips prior to kraft cooking. **Process Biochemistry**, v. 47, n. 3, p. 381–385, 2012.
- DEL MENEZZI, C. H. S.; TOMAZELLI, I. Contact thermal post-treatment of oriented strandboard to improve dimensional stability: A preliminary study. **European Journal of Wood and Wood Products**, v.64, n.3, p. 212-217, 2006.
- DEL MENEZZI, C. H. S.; TOMASELLI, I.; OKINO, E. Y. A.; TEIXEIRA, D. E.; SANTANA, M. A. E. Thermal modification of consolidated oriented strandboards: effects on dimensional stability, mechanical properties, chemical composition and surface color. **European Journal of Wood and Wood Products**, v. 67, n. 4, p. 383-396, 2009.
- ESTEVEES, B. M.; PEREIRA, H. M. Wood modification by heat treatment: A review. **BioResources**, v. 4, n. 1, p. 370-404, 2009.
- EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 300**: Oriented Strand Boards (OSB) - definitions, classification and specifications, 2006.
- EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 310**: Wood-based panels — Determination of modulus of elasticity in bending and of bending strength. Bruxelas, 1993.
- EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 317**. Particleboards and fiberboards, determination of swelling in thickness after immersion. Brussels, 1993.
- EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 319**: Particleboards and fibreboards — Determination of tensile strength perpendicular to the plane of the board. Bruxelas, 1993.
- EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 322**: Wood-based panels — Determination of moisture content. Bruxelas, 1993.
- EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **EN 323**: Wood-based panels — Determination of density. Bruxelas, 1993.
- FERIA, M.; GARCÍA, J.; DÍAZ, M.; FERNÁNDEZ, M.; LÓPEZ, F. Biorefinery process for production of paper and oligomers from *Leucaena leucocephala* K360 with or without prior autohydrolysis. **Bioresource Technology**, v. 126, p. 64–70, 2012.
- GOLDSCHIMID, O. Ultraviolet spectra. In: SARKANEN, K. V. e LUDWING, C. H. (Eds.). **Lignins: occurrence, formation, structure and reactions**. 1 ed. New York: John Wiley Interprice, 1971. p. 241-266.
- GOMIDE, J. L.; DEMUNER, B. J. Determinação do teor de lignina em material lenhoso: método Klason modificado. **O Papel**, v. 47, n. 8, 1986.

- GOROYIAS, G. J.; HALE, M. D. C. Heat treatment of wood strands for OSB production: effect on the mechanical properties, water absorption and dimensional stability. **International Research Group on Wood Protection**, Cardiff, p 1, IRG/WP 02-40238. 2002.
- HAKKOU, M.; PÉTRISSANS, M.; GÉRARDIN, P.; ZOULALIAN, A. Investigations of the reasons for fungal durability of heat-treated beech wood. **Polymer Degradation and Stability**, v. 91, n. 2, p. 393-397, 2006.
- IWAKIRI, S.; ALBUQUERQUE, C. E. C. DE; PRATA, J. G.; COSTA, A. C. B. utilização de madeiras de *Eucalyptus grandis* e *Eucalyptus dunnii* para produção de painéis de partículas orientadas – OSB, **Ciência Florestal**, v. 18, n.2, p. 265-270, 2008.
- MENDES, R. F. M.; BORTOLETTO JR, G.; DE ALMEIDA, N. F.; SURDI, P. G.; BARBEIRO, I. N. Effect of thermal treatment on properties of OSB panels. **Wood Science Technology**, v. 47, n. 2, p. 243-256, 2013.
- LAMPTEY J.; ROBINSON C. W.; MOO-YOUNG M. Enhanced enzymatic hydrolysis of lignocellulosic biomass pretreated by low-pressure steam autohydrolysis. **Biotechnol Lett**, v. 7, p. 531-536, 1985.
- MENDES, R.F.; BORTOLETTO JÚNIOR, G., ALMEIDA, N. F.; SURDI, P. G.; BARBEIRO, Z. N. (2013) Effect of thermal treatment on properties of OSB panels. **Wood Science Technology** 47:243–256. DOI: 10.1007/s00226-012-0494-7
- OKINO, E. Y. A.; TEIXEIRA, D. E.; SOUZA, M. R. DE; SANTANA, M. A. E.; SOUZA, M. E. DE. Propriedades de chapas OSB de *Eucalyptus grandis* e de *Cupressus glauca*, **Scientia Florestalis**, v. 36, n. 78, p. 123-131, 2008.
- PAUL, W.; OHLMEYER, M.; LEITHOFF, H.; BOONSTRA, M. J.; PIZZI, A. Optimising the properties of OSB by a one-step heat pre-treatment process. **Holz Roh Werkst**, v. 64, n. 3, p. 227–234, 2006.
- PAUL, W.; OHLMEYER, M.; LEITHOFF, H. Thermal modification of OSB-strands by a one step heat pretreatment-influence of temperature on weight loss, hygroscopicity and improved fungal resistance. **Holz Roh Werkst**, v. 65, n. 1, p. 57–63, 2007.
- SAUKKONEN, E.; KAUTTO, J.; RAUVANTO, I.; BACKFOLK, K. Characteristics of prehydrolysis-kraft pulp fibers from Scots pine. **Holzforschung**, v. 66, n. 7, p. 801–808, 2012.
- TAPPI - Technical Association of the Pulp and Paper Industry. **TAPPI test methods T 264 om-88: preparation of wood for chemical analysis**. In: TAPPI Standard Method. Atlanta, USA. Cd-Rom, 2001.
- TJEERDSMA, B. F.; MILITZ, H. Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry-heated wood. **European Journal of Wood and Wood Products**, v. 63, n.2, p. 102-111, 2005.
- YANG, H. P.; YAN, R.; CHEN, H. P.; LEE, D. H.; ZHENG, C. G. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. **Fuel**, v. 86, n. 12-13, p. 1781-1788, 2007.

ZANUNCIO, A. J. V.; MOTTA, J. P.; SILVEIRA, T. A. S.; FARIAS, E. S.; TRUGILHO, P. F. Physical and colorimetric changes in *Eucalyptus grandis* wood after heat treatment. **BioResources**, v. 9, n. 1, p. 293-302, 2014.

WALLIS, A.; WEARNE, R.; WRIGHT, P. J. Analytical characteristics of plantation eucalypt woods relating to kraft pulp yields. **Appita Journal**, v. 49, n.5, p. 427-432, 1996.

## 5. CONCLUSÕES GERAIS

As espécies de pinus e eucalipto mostraram comportamentos colorimétricos distintos em função do tratamento, com maior escurecimento do eucalipto. A madeira de eucalipto manteve níveis mais altos de cor vermelha que a de pinus para todos os tratamentos. Os valores da coordenada azul-amarela ( $b^*$ ) e a saturação de cor (C) e ângulo da tinta (H) foram maiores para o pinus que para eucalipto em todas as condições testadas.

O tratamento hidrotérmico a 170°C durante 7 minutos tanto para painéis de pinus quanto de eucalipto permitiu que o painel OSB além da categoria 1 também se enquadre na categoria 2 da norma europeia, ampliando sua gama de utilização. As temperaturas de 130 e 150°C não foram eficientes para melhorar a estabilidade dimensional dos painéis.

A vantagem do tratamento hidrotérmico foi a não diminuição da densidade, como é comum, por exemplo, em painéis submetidos ao tratamento térmico. Ao contrário os valores tenderam a se elevar, uma vez que o tratamento é aplicado nos flocos antes da formação do painel, garantindo uma manutenção e até mesmo melhoria dos valores de MOE e MOR.

Os painéis de eucalipto apresentaram menores valores de inchamento em espessura e absorção de água quando comparados com os painéis de pinus, isso devido a menor taxa de compactação desses painéis. Os valores do módulo de elasticidade e de ruptura, dos painéis de pinus e eucalipto, foram próximos, contudo os painéis de pinus apresentaram maiores valores de ligação interna.