



BRUNO CHARLES DIAS SOARES

**NANOENDENTAÇÕES NA PAREDE CELULAR: RELAÇÕES
ENTRE PROPRIEDADES NANOMECÂNICAS E O
FENDILHAMENTO NA MADEIRA DE *Eucalyptus grandis***

**LAVRAS - MG
2019**

BRUNO CHARLES DIAS SOARES

**NANOENDENTAÇÕES NA PAREDE CELULAR: RELAÇÕES ENTRE
PROPRIEDADES NANOMECÂNICAS E O FENDILHAMENTO NA MADEIRA DE**
Eucalyptus grandis

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira – Área de concentração em Ciência e Tecnologia da Madeira, para obtenção do título de Doutor.

Prof. Dr. José Tarcísio Lima
Orientador

LAVRAS - MG
2019

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

Soares, Bruno Charles Dias.

Nanoindentações na parede celular: Relações entre propriedades nanomecânicas e o fendilhamento na madeira de *Eucalyptus grandis* / Bruno Charles Dias Soares. - 2019.
65 p. : il.

Orientador(a): José Tarcísio Lima.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Lavras, 2019.
Bibliografia.

1. Ultraestrutura da parede celular. 2. Resistência da parede celular. 3. Fraturas na madeira. I. Lima, José Tarcísio. II. Título.

BRUNO CHARLES DIAS SOARES

**NANOENDENTAÇÕES NA PAREDE CELULAR: RELAÇÕES ENTRE
PROPRIEDADES NANOMECÂNICAS E O FENDILHAMENTO NA MADEIRA DE
*Eucalyptus grandis***

**NANOINDENTATIONS IN THE CELL WALL: RELATIONS BETWEEN
NANOMECHANICAL PROPERTIES AND THE CLEAVAGE IN THE *Eucalyptus grandis*
WOOD**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira – Área de concentração em Ciência e Tecnologia da Madeira, para obtenção do título de Doutor.

APROVADA em 14 de março de 2019.
Dr. José Reinaldo Moreira da Silva UFLA
Dr. Natalino Calegario UFLA
Dr. Gustavo Henrique Denzin Tonoli UFLA
Dr. Adriano Wagner Ballarin UNESP
Dr. Raphael Nogueira Rezende IFSULDEMINAS

Prof. Dr. José Tarcísio Lima
Orientador

**LAVRAS - MG
2019**

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Lavras, que possibilitou com sua estrutura todo o processo de pós-graduação em nível de Doutorado até este momento e a realização deste trabalho de Tese.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos.

Ao Professor José Tarcísio Lima pela orientação, ensinamentos, amizade, e claro, pela confiança a que foi depositada sobre mim.

Aos Professores Adriano Ballarin, Raphael Rezende, Gustavo Tonoli, José Reinaldo e Natalino Calegario, componentes da banca examinadora, pelas importantes contribuições dadas à versão final desta Tese.

Ao corpo de professores do Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira (PPGCTM). Vocês foram de essencial importância nesta etapa de construção acadêmica.

À secretaria do PPGCTM, representada pela amiga Raisia, e aos laboratórios de Serraria, Usinagem, Anatomia e Tecnologia da Madeira, dos quais fazem parte os amigos Carlos, Heber e Antônio Claret. Todos vocês colaboraram com o bom andamento deste projeto.

À família Soares, representada pelo Senhor Josemar, e pela Senhora Kátia, na figura de madrastra, bem como meus irmãos Lucas, Rodrigo e Danúbia, os quais me incentivaram dando apoio, força e coragem.

À minha companheira Arine pelo carinho, atenção e paciência que teve comigo durante todo o tempo em que estive na Pós-graduação. Suas palavras de conforto foram imprescindíveis para eu seguir sempre em frente nos momentos de dificuldade.

Aos demais familiares que puderam acompanhar essa jornada e me apoiar moralmente, auxiliando indiretamente o bom andamento da minha vida acadêmica.

Aos colegas e amigos do PPGCTM, que desde os primeiros passos compartilharam comigo alegrias, descontentamentos e experiências, tornando mais suave e agradável a caminhada na Pós-graduação. Acredito que juntos sempre seremos mais fortes!

A Deus, por me fortalecer nos momentos mais difíceis e por me dar capacidade para concretização desta etapa da minha vida.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho,

O meu sincero AGRADECIMENTO.

RESUMO

Neste trabalho, foram estudadas as relações entre propriedades mecânicas da parede celular e a resistência da madeira ao fendilhamento, buscando melhor compreender o processo de formação desse tipo de rachadura, que é muito comum na madeira de *Eucalyptus*. O objetivo da tese foi esclarecer as relações entre a resistência mecânica da madeira ao fendilhamento e propriedades mecânicas da parede celular, parâmetros dos vasos, teor de lignina, densidade da madeira. Para isso, duas árvores de *Eucalyptus grandis* foram abatidas com 22 anos de idade e corpos de prova para o ensaio de fendilhamento foram produzidos para determinação da resistência da madeira ao surgimento desse tipo de rachadura. A partir desses corpos de prova, foram realizados ensaios para determinação da dureza, módulo de elasticidade e razão de ductilidade da parede celular para avaliar sua relação com a resistência ao fendilhamento. Amostras também foram retiradas para determinação da densidade básica, área média do vaso, área percentual de vasos e teor de lignina na madeira, visando o ajuste de modelos matemáticos que expliquem a variação da resistência da madeira ao fendilhamento. Os resultados apontaram que quanto maiores forem a densidade básica e o teor de lignina, maior tende a ser a resistência ao fendilhamento. Entretanto, quanto maiores forem a área média do vaso e a porcentagem de área ocupada pelos vasos na superfície transversal da madeira, menor será sua resistência ao fendilhamento. O modelo de regressão linear múltiplo é capaz de estimar a resistência da madeira ao fendilhamento em função do teor de lignina, da área média do vaso e da área percentual de vasos. O módulo de elasticidade efetivo da parede celular das fibras se relaciona positivamente com a resistência da madeira ao fendilhamento. De modo semelhante ao módulo de elasticidade efetivo, a dureza da parede celular das fibras tem relação positiva com a resistência da madeira ao fendilhamento. A caracterização nanomecânica das células presentes na madeira de *E. grandis* mostrou que é possível estimar a dureza da parede celular a partir do módulo de elasticidade reduzido por meio de um modelo de regressão linear simples.

Palavras-chave: Ultraestrutura da parede celular, anatomia da madeira, química da madeira, fraturas na madeira, resistência da parede celular.

ABSTRACT

In this work, the relations between mechanical properties of the cell wall and the wood strength to the cleavage were studied, aiming to better understand the formation process of this type of crack, which is very common in *Eucalyptus* wood. The aim of the thesis was to clarify the relations between the wood strength to the cleavage and mechanical properties of the cell wall, vessels parameters, lignin content and density of the wood. For this, two trees of *Eucalyptus grandis* were felled at 22 years of age and test specimens for the cleavage test were produced to determine the wood strength to the appearance of this type of crack. From these specimens, tests were carried out to determine the hardness, modulus of elasticity and ductility ratio of the cell wall to evaluate its relation with the strength to the cleavage. Samples were also produced to determine the basic density, mean area of the vessel, percentage area of vessels and lignin content in wood, aiming the fitting of mathematical models that explain the variation of the wood strength to the cleavage. The results showed that higher basic density and lignin content is related with the increase of the wood strength to the cleavage. However, higher mean area of the vessel and percentage area occupied by the vessels on the transversal surface of wood is related with the decrease of its strength to the cleavage. The linear multiple regression model is able to estimate the wood strength to the cleavage as a function of the lignin content, mean area of the vessel and percentage area of vessels. The effective modulus of elasticity of the fibers cell wall is positively related to the strength to the cleavage of the wood. Similar to the effective modulus of elasticity, the hardness of the fibers cell wall has a positive relation with the strength to the cleavage of the wood. The nanomechanical characterization of the cells present in the *E. grandis* wood showed that it is reliably possible to estimate the cell wall hardness based on the reduced modulus of elasticity.

Keywords: Cell wall ultrastructure, wood anatomy, wood chemistry, fracture in wood, strength of the cell wall.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	9
2	OBJETIVO.....	11
3	REVISÃO DE LITERATURA	12
3.1	Características gerais do gênero <i>Eucalyptus</i>	12
3.2	Fraturas e sua propagação.....	13
3.3	Resistência ao fendilhamento e o modo de fratura.....	17
3.4	A técnica das nanoindentações.....	18
3.5	Propriedades nanomecânicas da parede celular.....	22
3.6	Nanomecânica da parede celular e a ocorrência de rachaduras.....	24
3.7	Vasos da madeira e a ocorrência de rachaduras	27
3.8	Teor de lignina na madeira e a ocorrência de rachaduras	30
4	MATERIAL E MÉTODOS	32
4.1	Obtenção e preparo do material.....	32
4.2	Ensaio mecânico de fendilhamento	32
4.3	Testes mecânicos na parede celular lenhosa	33
4.4	Análise dos elementos de vasos.....	37
4.5	Determinação da densidade básica da madeira	39
4.6	Determinação do teor de lignina na madeira	39
4.7	Análise estatística dos dados	39
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	41
5.1	Resistência ao fendilhamento em função da densidade básica	45
5.2	Resistência ao fendilhamento em função dos parâmetros dos vasos	46
5.3	Resistência ao fendilhamento em função do teor de lignina	48
5.4	Resistência ao fendilhamento em função das propriedades da madeira – ajuste de modelo de regressão múltipla	50
5.5	Resistência ao fendilhamento em função das propriedades nanomecânicas da parede celular	53
5.5.1	Resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular	53

5.5.2	Resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular	54
5.5.3	Resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular	55
5.6	Caracterização nanomecânica da parede celular na madeira.....	56
6	CONCLUSÕES.....	59
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	60
	APÊNDICE A – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular (grupo 1) na madeira de <i>E. grandis</i>	64
	APÊNDICE B – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular (grupo 1) na madeira de <i>E. grandis</i>	64
	APÊNDICE C – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular (grupo 1) na madeira de <i>E. grandis</i>	64
	APÊNDICE D – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular (grupo 2) em <i>E. grandis</i>	65
	APÊNDICE E – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular (grupo 2) na madeira de <i>E. grandis</i>	65
	APÊNDICE F – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular (grupo 2) na madeira de <i>E. grandis</i>	65

1 INTRODUÇÃO

No Brasil, o uso de madeiras de espécies nativas na indústria de madeira serrada ainda é comum por possuírem características e propriedades desejáveis para esse fim. O conhecimento empírico já consolidado sobre a qualidade associado à oferta de madeiras provenientes da floresta tropical amazônica faz com que várias espécies sejam preferidas no mercado, tanto doméstico quanto externo.

Como alternativa sustentável ao uso de madeiras de espécies nativas para a indústria de madeira serrada, espécies do gênero *Eucalyptus* vêm sendo empregadas. Contudo, a madeira de *Eucalyptus* é propensa aos defeitos causados pelo alívio das tensões de crescimento após o abate de árvores e pelas tensões geradas no processo de secagem. Dentre os defeitos mais comuns, as rachaduras merecem atenção pois podem ter efeitos negativos até mesmo na árvore em pé, prejudicando sua manutenção na posição ereta. A presença de rachaduras é um fator negativo para o setor de produção de madeira serrada por causar perda de rendimento e restringir seu uso. A madeira com rachaduras tem menor valor de mercado e menores possibilidades de utilização na construção civil e na produção de móveis de madeira maciça, por exemplo.

A ocorrência de defeitos em maior ou menor proporção depende da resistência mecânica da madeira. A parede celular das fibras é responsável pela resistência mecânica da madeira, porém, ainda não se conhece exatamente qual é a contribuição de cada uma de suas camadas constitutivas. A análise da influência da ultraestrutura da parede celular na resistência da madeira de *Eucalyptus* ao surgimento de rachaduras pode gerar conhecimento relevante para melhor entender as causas desse defeito em nível microscópico. Também se faz interessante avaliar a contribuição dos vasos e da lignina da madeira nesse fenômeno. Essas informações podem ajudar a explicar o comportamento da madeira frente à ruptura, permitindo sua aplicação em programas de melhoramento genético de *Eucalyptus* visando a obtenção de materiais com baixa propensão a rachaduras.

Pesquisas recentes enfocam a análise da ultraestrutura da parede celular das fibras para compreender o processo de formação das rachaduras. Estudos como os de Gacitúa et al. (2007) e Valenzuela (2012a) indicam que a mecânica das camadas da parede celular das fibras pode influenciar no surgimento de microfissuras, mesofissuras e rachaduras no plano transversal. Convencionalmente, as microfissuras consistem em rupturas do tecido xilemático, que são

observáveis em nível microscópico, enquanto as mesofissuras são rupturas desse tecido visíveis a olho nu, não ultrapassando o lenho inicial de um anel de crescimento. A rachadura propriamente dita é representada pela ruptura propagada por mais de um anel de crescimento (VALENZUELA et al., 2012a; VALENZUELA et al., 2012b).

Gacitúa et al. (2007) e Valenzuela et al. (2012a) usaram a técnica das nanoindentações para avaliar a resistência da parede celular das fibras, responsável pela resistência mecânica da madeira. Tal técnica foi desenvolvida inicialmente para analisar o comportamento mecânico de filmes muito delgados (OLIVER; PHARR, 2004). A resistência à nanoindentação da camada S2 da parede celular é condicionante do comportamento mecânico, influenciando a ocorrência de rachaduras na madeira (GACITÚA et al., 2007). Segundo Valenzuela et al. (2012a), as diferenças de resistência e elasticidade entre as camadas da parede celular podem levar à separação das mesmas quando submetidas à aplicação de tensões. Além das propriedades nanomecânicas da parede celular, a área média do vaso na superfície transversal da madeira influencia a formação de rachaduras por promover concentração de esforços (GACITÚA et al., 2007; VALENZUELA et al., 2012a).

Para a presente tese, foram formuladas as seguintes hipóteses:

- i)* Existe relação entre propriedades nanomecânicas da parede celular e a propensão da madeira a rachaduras por fendilhamento;
- ii)* A dureza se relaciona com o módulo de elasticidade da parede celular;
- iii)* A densidade básica da madeira tem relação com a propensão da madeira a rachaduras por fendilhamento;
- iv)* A área média do vaso e a porcentagem de área ocupada por eles influenciam a propensão da madeira a rachaduras por fendilhamento;
- v)* O teor de lignina total afeta a propensão da madeira a rachaduras por fendilhamento.

2 OBJETIVO

O objetivo desta tese foi conhecer e fornecer informações a respeito das propriedades nanomecânicas da parede celular, contribuindo para o esclarecimento das relações entre a resistência mecânica da madeira ao fendilhamento e a resistência à nanoendentação da parede celular das células do xilema secundário. Objetivou-se ainda esclarecer como a densidade, parâmetros dos vasos e o teor de lignina associam-se à resistência ao fendilhamento da madeira.

Para atender a esse objetivo foram estabelecidas as seguintes etapas:

- i)* Determinar a resistência mecânica da madeira ao fendilhamento;
- ii)* Determinar a densidade básica;
- iii)* Determinar a área média do vaso e a área percentual de vasos;
- iv)* Determinar o teor de lignina total;
- v)* Determinar as propriedades nanomecânicas de dureza, elasticidade e ductilidade da parede de células do lenho;
- vi)* Ajustar modelos de regressão relacionando as propriedades determinadas.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Características gerais do gênero *Eucalyptus*

A maioria das florestas plantadas que abastecem a indústria madeireira no Brasil é composta pelo gênero *Eucalyptus*. Isso é justificado pela alta taxa de crescimento de suas árvores, capacidade de adaptação, facilidade de implantação e a grande variedade de espécies e versatilidade de aplicação de sua madeira. Contudo, a madeira de *Eucalyptus* apresenta defeitos que limitam seu uso, estando entre eles o colapso, os empenamentos e as rachaduras.

Mudanças nas práticas silviculturais das plantações, originadas pelas pressões crescentes na demanda de madeira, tiveram como objetivo promover o crescimento ainda mais rápido da floresta para suprimento da demanda. Como consequência disso, Brown e McWilliams (1990) apontaram que há a formação de lenho juvenil em maior proporção em relação a árvores de crescimento lento. Os mesmos autores afirmaram que essa matéria-prima influencia o processo de transformação da madeira, pois suas propriedades tecnológicas também são afetadas, trazendo como resultado problemas na qualidade das fibras, na resistência mecânica e na durabilidade natural das peças confeccionadas a partir desse tipo de material.

Além disso, é conhecido que muitas espécies pertencentes ao gênero *Eucalyptus* desenvolvem fortes tensões de crescimento durante seu desenvolvimento para manutenção das árvores em posição ereta, sendo essa tensão de compressão no interior e de tração na região mais externa do tronco (ARCHER, 1986). Ao abater essas árvores, há a liberação das tensões, ocasionando movimentação dimensional desigual da madeira nas regiões antes submetidas à compressão ou à tração. Essa movimentação gera tensões que podem superar a resistência mecânica da madeira, levando à ocorrência de empenamentos e rachaduras, tanto nas toras como nas peças serradas (ARCHER, 1986).

A madeira também é afetada pelas tensões geradas durante o processo de secagem. Essas tensões ocorrem principalmente devido à diferença entre a velocidade de evaporação da água na superfície das peças e a velocidade de translocação da umidade do centro das peças para as regiões mais externas (SIAU, 1971). Além disso, há também o efeito das contrações anisotrópicas da madeira, que ocorrem quando há perda de umidade abaixo do ponto de saturação das fibras, causando contrações em proporções diferentes nas direções tangencial, radial e longitudinal (KOLLMANN; CÔTÉ, 1968). Essas contrações desiguais geram tensões

nas peças e quando a ação dessas forças ultrapassa a resistência mecânica da madeira, leva à ocorrência de empenamentos e as rachaduras (KOLLMANN; CÔTÉ, 1968). Nesse sentido, Hillis e Brown (1978) afirmam que a madeira proveniente de árvores do gênero *Eucalyptus* apresenta contração excessiva, o que ocasiona defeitos de secagem como empenamentos e rachaduras. Segundo eles, esses defeitos tendem a ser mais intensos em madeiras de menor densidade por possuírem menor quantidade de massa (parede celular) em relação ao seu volume, conferindo-lhes menor resistência mecânica. Oliveira (1997) relatou que tais defeitos são mais severos na região mais próxima à medula, que possui menor densidade que a região mais próxima à casca.

A rachadura é um dos defeitos que mais causam perda de rendimento na produção de madeira serrada. De acordo com Santini (1992), rachaduras são as separações dos elementos constituintes da madeira, provocadas pelas tensões de crescimento liberadas após o abate e agravadas pelo processo de secagem. Segundo Galvão e Jankowsky (1985), as rachaduras são consequências da diferença de retração radial e tangencial e diferenças de umidade entre regiões contíguas da peça de madeira. As rachaduras que frequentemente ocorrem na madeira devido a liberação das tensões de crescimento e pelo processo de secagem podem se enquadrar em modos de fratura, que indicam a maneira como os materiais sofrem ruptura.

3.2 Fraturas e sua propagação

Todos os materiais exibem resistência quando são submetidos a esforços. Como reação aos esforços aplicados, os materiais tendem a sofrer deformações elásticas, plásticas e podem progredir para rupturas de sua estrutura. Quando esta ruptura na estrutura do material alcança estágio avançado, o resultado é a fratura (BODIG; JAYNE, 1982; MATTHECK; KUBLER, 1995).

Mattheck e Kubler (1995) apontam a propagação de fraturas como uma cadeia de causa e efeito (FIGURA 1).

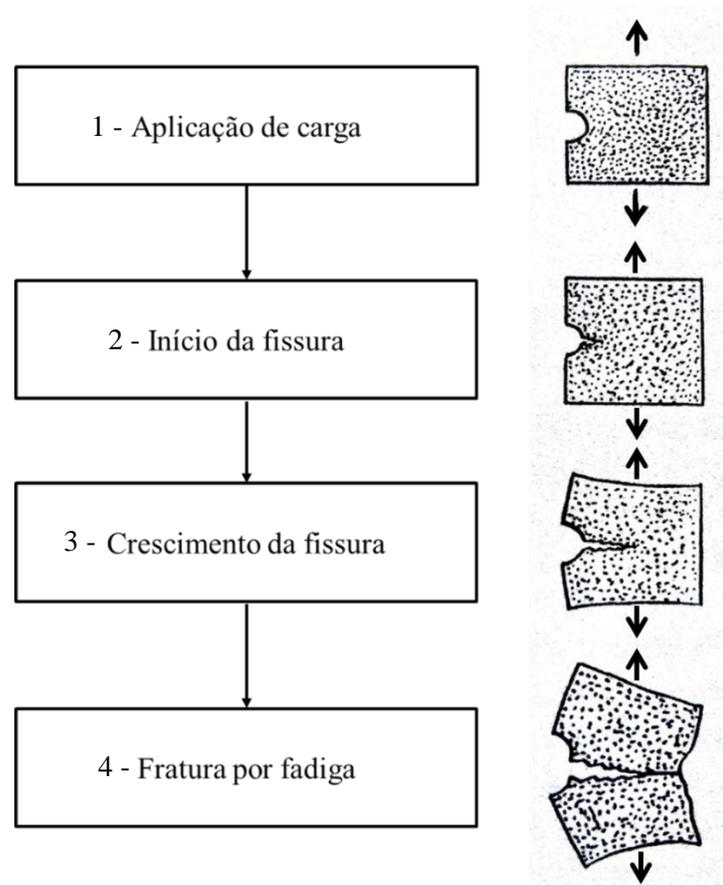
O primeiro estágio do processo de formação da fratura trata-se da causa propriamente dita: A “aplicação de cargas”, que tensionam o material.

À medida em que as tensões na peça aumentam em função do aumento da carga aplicada, essas podem superar a resistência mecânica da peça em alguma região, levando ao “início da fissura” no segundo estágio.

Após o início, ocorre o “crescimento da fissura” seguindo as regiões de menor resistência no material, em função da continuidade da aplicação de cargas, o que compreende o terceiro estágio.

No quarto estágio, o material sofre a completa ruptura. Tal ruptura nesse momento é chamada por Mattheck e Kubler (1995) de “fratura por fadiga”.

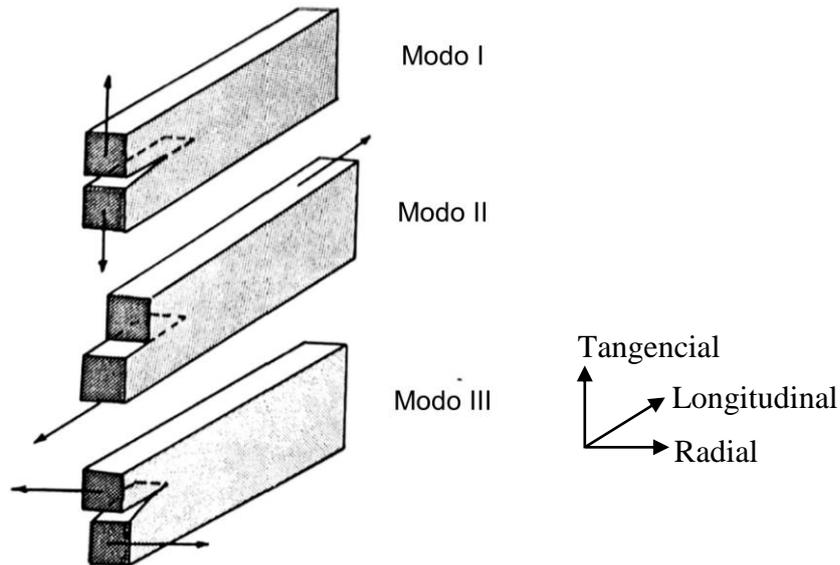
Figura 1 – Etapas que levam à fratura, em que: 1 = Aplicação de carga; 2 = Início da fissura; 3 – Crescimento da fissura; 4 = Fratura por fadiga. Fonte: Adaptado de Mattheck e Kubler (1995).



De acordo com Bodig e Jayne (1982), as fraturas nos materiais podem ocorrer de três modos, sendo eles o modo de abertura ou clivagem, o modo de cisalhamento frontal e o modo de cisalhamento transversal (FIGURA 2).

Bodig e Jayne (1982) consideram os modos de fratura I e II como os mais relevantes para a madeira por serem de ocorrências mais comuns.

Figura 2 – Esquemática dos modos de fratura I, II e III descritos como modo de abertura ou clivagem, modo de cisalhamento frontal e modo de cisalhamento transversal. Fonte: Adaptado de Bodig e Jayne (1982).



É mais frequente que as rachaduras por fendilhamento enquadrem-se no modo I de fratura, ou seja, no modo de clivagem (FIGURA 2), quando ocasionadas na madeira pelo alívio das tensões de crescimento e durante o processo de secagem. Nesse modo, a fratura ocorre quando esforços de tração são aplicados na peça para provocar abertura no material (BODIG; JAYNE, 1982). Se as tensões superam a resistência mecânica da peça à tração, ocorre o rompimento das ligações existentes entre as moléculas das células adjacentes, o que leva ao surgimento da fratura, chamada de fenda no modo I de fratura.

Com o abate de árvores há o alívio das tensões de crescimento, ocasionando a expansão da região interna, antes comprimida, e a contração da região externa, antes tracionada. A contração sofrida pela região mais próxima à casca acontece em proporções maiores do que a expansão da região anteriormente comprimida, de modo que isso gera um esforço resultante que leva ao tracionamento da madeira no sentido normal às fibras nos topos da peça (ARCHER, 1986). Já quando há perda de umidade, as paredes celulares sofrem contrações, levando à redução das dimensões nas diferentes direções ortotrópicas. A redução desigual dessas dimensões, mais fortemente influenciada pela contração tangencial, maior do que a radial, também geram tensões que forçam o distanciamento de células adjacentes, podendo levar à ruptura das ligações existentes entre elas (KOLMANN; CÔTÉ, 1968).

No modo de cisalhamento frontal – Modo II (FIGURA 2), duas regiões da peça são submetidas a forças com sentidos opostos na direção longitudinal, ocasionando a fratura quando

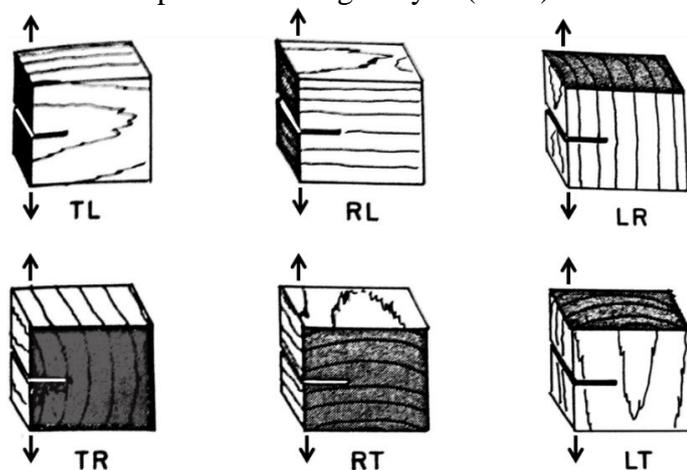
a resistência da madeira é superada. Nesse modo, a ruptura é ocasionada pela ação da madeira deslizar sobre ela mesma (WILCOX et al., 1991).

O modo de cisalhamento transversal – Modo III (FIGURA 2) – descreve a fratura ocorrida quando o material é submetido ao esforço de rasgo. Segundo Bodig e Jayne (1982), esse modo de fratura não é comum em madeira, sendo mais relevante para estudos com papel. Entretanto, é possível que ocorra a junção de dois ou até dos três modo de fratura durante a formação de uma rachadura na madeira, levando em conta a heterogeneidade do material lenhoso.

Bodig e Jayne (1982) salientam que, para a madeira e outros materiais ortotrópicos, o plano da fratura em relação aos planos de simetria deve ser especificado além do modo de fratura. Segundo os autores, em materiais ortotrópicos o plano da fratura coincide com um dos principais planos de simetria da peça, sendo que a direção de propagação da fratura e a direção de seu alinhamento tendem a seguir as direções ortotrópicas da madeira. Isso deve ser observado para sua classificação.

Como ilustrado na Figura 3, a fratura por fendilhamento pode surgir e propagar-se em qualquer uma das direções ortotrópicas, sendo observadas seis combinações que permitem a análise completa de seu alinhamento. Bodig e Jayne (1982) apresentaram as notações duplas usadas para descrever as combinações entre a direção do esforço causador da fenda – responsável por seu alinhamento no plano de simetria – e a direção de propagação da fratura em relação às direções ortotrópicas da madeira (FIGURA 3).

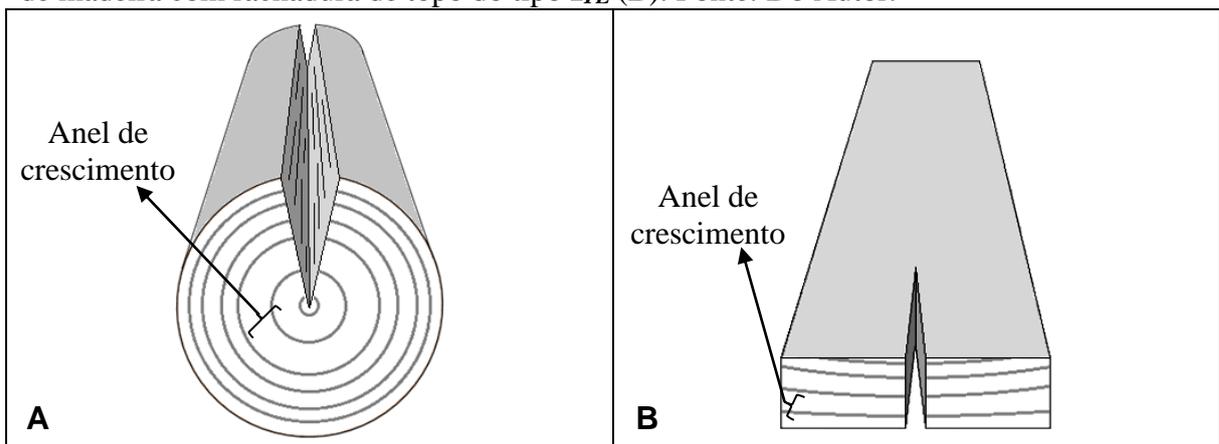
Figura 3 – Alinhamento ortotrópico das fraturas na madeira, em que: T = direção tangencial, L = direção longitudinal e R = direção radial. As setas indicam a direção dos esforços aplicados às peças. Fonte: Adaptado de Bodig e Jayne (1982).



A primeira letra da notação designa a direção do esforço causador da abertura (fenda), enquanto a segunda letra indica a direção de propagação da fratura.

A Figura 4 ilustra as rachaduras mais frequentes ocorridas em peças (FIGURA 4A) e em toras de madeira (FIGURA 4B), em razão da anisotropia das contrações ocorridas na secagem e do alívio das tensões de crescimento.

Figura 4 – Exemplos de uma tora com rachadura de superfície do tipo I_{TR} (A) e uma peça de madeira com rachadura de topo do tipo I_{TL} (B). Fonte: Do Autor.

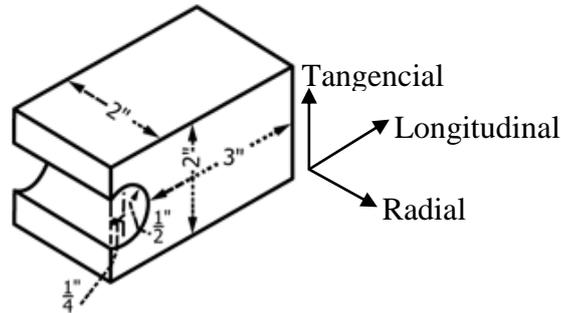


3.3 Resistência ao fendilhamento e o modo de fratura

É possível observar em toras ou em peças de madeira serrada que as rachaduras ocorridas devido à liberação das tensões de crescimento e/ou em decorrência do processo de secagem, seguem mais frequentemente as notações I_{TR} e I_{TL} . Isso quer dizer que os esforços ocorrem principalmente no modo de clivagem, com esforço para abertura da rachadura ocorrendo na direção tangencial e a frente de propagação na direção radial (I_{TR}) ou longitudinal (I_{TL}). A partir disso, acredita-se que a madeira pode ser mais propensa às rachaduras surgidas logo após o abate e durante o processo de secagem quando o material é menos resistente ao fendilhamento.

Pela norma ASTM D143 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2014), a resistência da madeira ao fendilhamento indica a capacidade de um bloco, dotado de uma ranhura, de resistir quando esforços de tração perpendicular às fibras são aplicados nas bordas deixadas pela ranhura com objetivo de afastar tais bordas (FIGURA 5).

Figura 5 – Corpo de prova contendo ranhura circular. Fonte: Adaptado da norma ASTM D143, de American Society For Testing And Materials (2014).



Partindo do que foi exposto por Bodig e Jayne (1982) no que se refere ao modo de clivagem e da observação de como as rachaduras ocorrem na madeira, torna-se pertinente lançar mão do ensaio mecânico de fendilhamento para induzir a madeira a apresentar a rachadura do tipo *ITL* e medir sua resistência máxima ao esforço causador da fratura. Isso possibilitará que sejam feitas inferências quanto à resistência mecânica da madeira ao surgimento desse tipo de rachadura.

Levando em conta que a densidade básica é uma das propriedades que mais se relaciona com a resistência mecânica da madeira (BODIG; JAYNE, 1982), é relevante avaliar como essa propriedade física influencia na resistência da madeira de *Eucalyptus* ao fendilhamento, uma vez que são escassas as informações na literatura acerca desse assunto.

Araújo (2007) avaliou a resistência ao fendilhamento e a densidade básica de 115 espécies tropicais brasileiras e, com base no coeficiente de determinação encontrado (0,477), considerou inviável o modelo matemático ajustado para estimar a resistência ao fendilhamento em função da densidade básica. Dias e Lahr (2004) também consideraram inviável estimar a resistência ao fendilhamento em função da densidade da madeira. Eles estudaram 40 espécies de folhosas e ajustaram diferentes modelos na tentativa de estimar a resistência ao fendilhamento em função da densidade aparente a 12% de umidade, encontrando um coeficiente de determinação igual a 0,210 no melhor ajuste alcançado.

3.4 A técnica das nanoindentações

A técnica das nanoindentações permite a avaliação de propriedades mecânicas como dureza e a elasticidade em materiais à escala nanométrica (OLIVER e PHARR, 2004). Sendo possível determinar propriedades mecânicas à escala nanométrica, torna-se viável avaliar a

nanomecânica da parede celular para investigar de como isso afeta a resistência mecânica da madeira. No presente estudo, pretendeu-se analisar como a nanomecânica da parede celular afeta a resistência mecânica da madeira ao fendilhamento, especificamente.

De acordo com Oliver e Pharr (2004), a técnica das nanoindentações começou a ser utilizada em 1992 pelos próprios autores para caracterizar filmes finos quanto à sua elasticidade e dureza, objetivando o conhecimento de suas propriedades mecânicas. O método é atrativo pelo fato de que as propriedades mecânicas podem ser determinadas diretamente a partir de medições da carga realizada pelo nanoindentador e do deslocamento causado no material durante e após a carga de endentação (OLIVER; PHARR, 2004).

O ensaio de nanoindentações fornece informações sobre a dureza e a elasticidade do material analisado (ZOU et al.; 2009). A partir dessas informações, torna-se possível obter outros parâmetros para caracterização nanomecânica como o módulo de resiliência e a razão de ductilidade (VALENZUELA et al.; 2012).

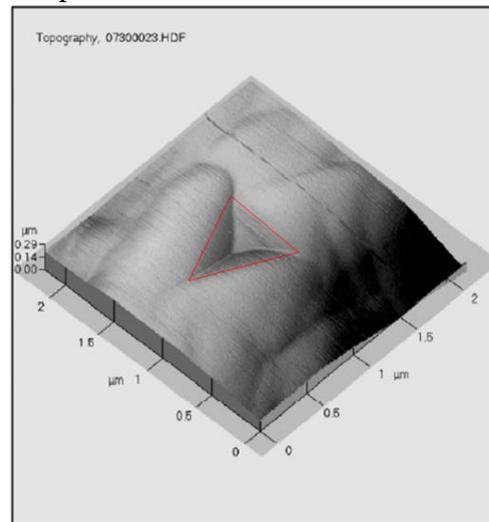
O módulo de resiliência indica a energia absorvida por um material quando submetido a um esforço dentro de seu limite elástico (BEER; JOHNSTON, 1992).

Segundo Bolshakov e Pharr (1998), quanto maior é a razão de ductilidade, mais dúctil é o material e quanto menor for esse coeficiente, mais frágil o material tende a ser.

Oliver e Pharr (2004) relatam que o método foi desenvolvido para medir a dureza e o módulo de elasticidade de um material a partir de dados de carga-deslocamento de endentação, obtidos durante um ciclo de carga e descarga. No ensaio, um aparato de diamante com forma geométrica definida é inserido na amostra, a uma taxa de carregamento constante pré-definida, até atingir uma carga máxima (P_{max}), sendo a carga mantida por um determinado tempo antes de ser retirada controladamente. Tal processo causa deformações, deixando sua “marca” na superfície endentada, como mostra a Figura 6.

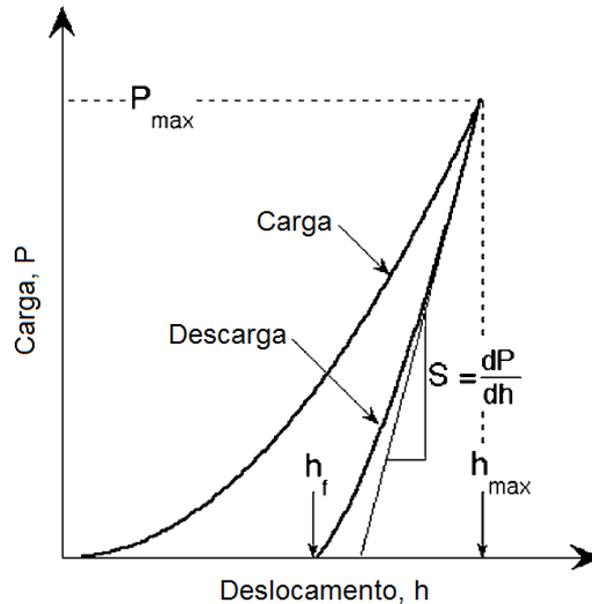
O aparato indentador comumente utilizado é o do tipo Berkovich, que consiste em uma pirâmide de três lados, com cada lado formando um ângulo de $65,3^\circ$ com o plano normal à base da pirâmide. Quando a carga é removida do material, a superfície tende a retornar à sua forma original. Todavia, muitas vezes ela é impedida de fazê-lo devido às deformações plásticas sofridas durante o processo de carga. Entretanto, devido à relaxação das tensões elásticas no material, pode ocorrer um certo grau de recuperação. A análise desta recuperação elástica após a retirada da carga fornece uma estimativa do módulo de elasticidade da amostra (OLIVER; PHARR, 2004).

Figura 6 – Imagem de uma nanoindentação sobre a camada S2 de *Eucalyptus nitens* realizada com indentador do tipo Berkovich. Fonte: Gacitúa et al. (2007).



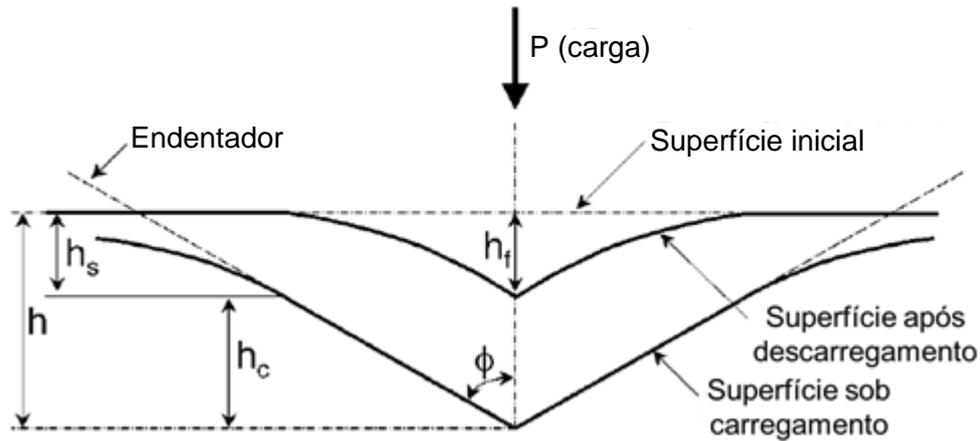
A Figura 7 mostra o gráfico de carga-deslocamento típico de um ensaio de nanoindentação.

Figura 7 – Gráfico de “carga-deslocamento” indicando os principais parâmetros fornecidos pelo nanoindentador. Fonte: Oliver e Pharr (2004).



Uma vez conhecida a profundidade de contato (h_c) definida na Figura 8 e a geometria do indentador, determina-se a área projetada (A), que consiste na área da indentação quando a carga é máxima (P_{max}).

Figura 8 – Ilustração do processo de carga e descarga mostrando parâmetros caracterizadores do contato geométrico, em que: h_c , h , h_f e h_s são as profundidades de contato, da superfície na situação de carga máxima, da impressão residual e de afundamento, respectivamente e $\phi = 65,3^\circ$. Fonte: Oliver e Pharr (2004).



A rigidez do material é determinada a partir da inclinação da porção inicial da curva de descarga no gráfico de carga-deslocamento (FIGURA 7), denominada grandeza S , é dada pela Equação 1 (OLIVER; PHARR, 2004):

$$S = dP/dh \quad (1)$$

Em que: S = rigidez do material; “ dP/dh ” = primeira derivada da equação que descreve a curva de descarga no gráfico de carga-deslocamento.

Segundo Oliver e Pharr (2004), a profundidade de contato é dada pela Equação 2:

$$h_c = h - 0,75 \times (P_{\max}/S) \quad (2)$$

Em que: h_c = profundidade de contato; h = profundidade da superfície na situação de carga máxima; P_{\max} = carga máxima aplicada ao material e S = rigidez do material.

Para um indutor do tipo Berkovich, a área da pirâmide projetada no material indutado quando a carga é máxima se relaciona com a profundidade de contato através da Equação 3 (OLIVER; PHARR, 2004):

$$A = 24,5 \times h_c^2 \quad (3)$$

Em que: A = área de contato quando a carga é máxima e h_c = profundidade de contato.

Com isto, pode-se então obter a dureza do material usando a Equação 4 (OLIVER; PHARR, 2004):

$$H = P_{\max}/A \quad (4)$$

Em que: H = dureza do material; P_{\max} = carga máxima aplicada ao material e A = área de contato quando a carga é máxima.

De posse do valor de rigidez do material, o módulo de elasticidade reduzido, em que a elasticidade da ponta do endentador está embutida, é obtido através da Equação 5 (OLIVER; PHARR, 2004):

$$E_r = \left(\sqrt{\pi}/2\right) \times \left(S/\sqrt{A}\right) \quad (5)$$

Em que: E_r = módulo de elasticidade reduzido; S = rigidez do material; A = área de contato quando a carga é máxima.

O módulo de elasticidade efetivo, em que a elasticidade da ponta do endentador é descontada, pode então ser obtido a partir da Equação 6 (GINDL E SCHÖBERL, 2004):

$$E_s = \left[\left(1 - v_s^2/E_r\right) + \left(1 - v_i^2/E_i\right) \right]^{-1} \quad (6)$$

Em que: E_s = módulo de elasticidade efetivo; v_s = coeficiente de Poisson da amostra; v_i = coeficiente de Poisson da ponta de diamante, de 0,07; E_r = módulo de elasticidade reduzido; E_i = módulo de elasticidade da ponta de diamante, de 1141 GPa.

3.5 Propriedades nanomecânicas da parede celular

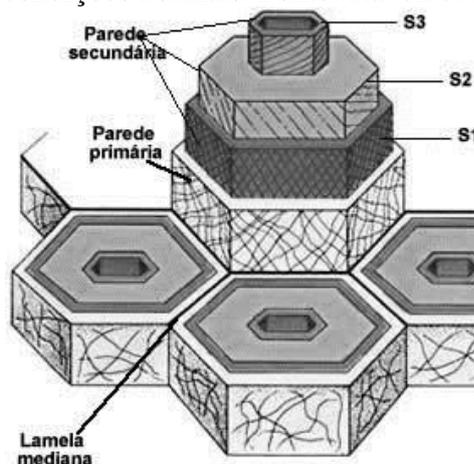
Em espécies angiospermas como as do gênero *Eucalyptus*, as fibras libriiformes são responsáveis por conferir resistência mecânica ao fuste, promovendo a sustentação do peso da copa e do próprio tronco para que a árvore mantenha-se na posição vertical (KOLLMANN; CÔTÉ, 1968).

A parede celular das fibras é composta por três camadas, sendo elas a lamela média, a parede primária e a parede secundária. A parede secundária é subdividida nas camadas S1, S2 e S3, caracterizando as regiões externa, mediana e interna, respectivamente (FENGEL; WAGENER, 1984). As camadas da parede celular diferem entre si principalmente

quanto à orientação de suas microfibrilas de celulose, além da espessura e composição química (RAVEN et al., 2001).

A Figura 9 representa graficamente a parede celular de uma fibra normal de madeira angiosperma e suas diferentes camadas.

Figura 9 – Representação gráfica das camadas da parede celular da fibra presente no lenho de uma árvore crescida em condições normais. Fonte: Raven et al. (2001).



Dentre as camadas da parede secundária, a S2 é a mais espessa e por isso é a maior responsável pelo comportamento físico e mecânico da parede celular das fibras. Tal camada representa de 75% a 85% da espessura da parede celular (FENGEL; WAGENER, 1984).

O ângulo formado entre as microfibrilas e o eixo da fibra também varia dentro da parede celular secundária, sendo 60° a 80° na camada S1, de 5° a 30° na camada S2 e de 60° a 90° na camada S3 (FENGEL; WAGENER, 1984). Na parede primária, as microfibrilas encontram-se dispostas aleatoriamente, não apresentando angulação definida (WIEDENHOEFT; MILLER, 2005).

Quanto à composição química, a madeira é composta por cerca de 50% celulose, 25% de lignina e 25% de hemicelulose, com traços de pectinas e proteínas, impregnadas por substâncias fenólicas (DÉJARDIN et al., 2010). Entretanto, o teor dessas substâncias na parede celular varia entre espécies e até mesmo entre árvores da mesma espécie, como afirmam Déjardin et al. (2010). Além disso, a distribuição dos três principais componentes varia nas camadas da parede celular. Segundo Rowell (2005), a lignina é responsável por até 84% da massa da lamela média composta (lamela média + parede primária), a camada S3 é constituída

por até 87% de hemicelulose, com pouca ou nenhuma lignina, enquanto a camada S2 apresenta em média 54% de celulose.

Os avanços tecnológicos em análises ultraestruturais possibilitaram a análise do comportamento mecânico da parede celular das fibras. Tais estudos avaliam a variação das propriedades mecânicas na parede celular das fibras, além da sua relação com as propriedades físicas, químicas e mecânicas da madeira como um todo.

Konnerth et al. (2009) aplicaram a técnica das nanoindentações na parede celular da madeira de compressão de *Picea abies*, observando regiões de alto módulo de elasticidade (até 17,97 GPa) e baixo módulo (em média 8,20 GPa) dentro da camada S2 em uma mesma célula. Tais autores direcionaram as nanoindentações apenas para a camada S2 da parede celular, encontrando valores máximos de 800 MPa e 28 GPa para a dureza e módulo de elasticidade reduzido, respectivamente. Konnerth et al. (2009) também relataram valores mínimos de 250 MPa e 4 GPa para dureza e módulo de elasticidade reduzido, respectivamente.

Wagner et al. (2014) encontraram médias entre 290 e 360 MPa para a dureza e entre 6,83 e 17,43 GPa para o módulo de elasticidade reduzido da parede celular das fibras. Estes autores também estudaram a madeira de *Picea abies*, mas nanoindentaram a lamela média e a camada S2 da parede celular dos traqueídes.

Gindl et al. (2004) observaram, com auxílio da técnica das nanoindentações, que a dureza da parede celular de *Picea abies* não diferiu estatisticamente entre os lenhos iniciais e tardios do tronco, lenhos de compressão e oposto de galhos e cantos celulares (lamela média). Segundo esses autores, não houve correlação entre a dureza, o ângulo microfibrilar e o conteúdo de lignina da camada S2 da parede celular. Entretanto, Gindl et al. (2004) encontraram correlação direta entre o conteúdo de lignina e o ângulo microfibrilar, além de correlação inversa entre tais propriedades e o módulo de elasticidade reduzido da camada S2 da parede celular em *Picea abies*.

3.6 Nanomecânica da parede celular e a ocorrência de rachaduras

Com objetivo de investigar e melhor entender o surgimento de rachaduras na madeira de *Eucalyptus*, pesquisadores (GACITÚA et al., 2007; VALENZUELA et al., 2012a) testaram hipóteses acerca da influência das propriedades nanomecânicas da parede celular das fibras na ocorrência e propagação de fissuras, que são tidas como pontos de fragilidade que levam à falha

propriamente dita. Esses trabalhos tiveram como principal objeto de pesquisa a mecânica das camadas da parede celular, analisando a possível influência dessas características no surgimento e propagação das fraturas entre as camadas da parede celular e a ocorrência de rachaduras na madeira após secagem.

Gacitúa et al. (2007) avaliaram a nanomecânica da camada S2 da parede secundária das fibras e sua relação com a ocorrência das rachaduras na madeira de *Eucalyptus nitens* com 16 anos de idade plantados no Chile. Dois discos com rachaduras e dois discos sem rachadura foram analisados no estudo citado.

Ao cortar as amostras sem rachaduras usando lâmina de ultrafio, Gacitúa et al. (2007) observaram que a resistência ao corte perpendicular à fibra foi menor do que a detectada para as amostras com rachaduras. Segundo os autores, isto pareceu um indicador de resistência oferecida pela madeira que poderia ser explicada pelas propriedades das estruturas das células de *Eucalyptus nitens* (parede secundária e lamela média composta). Aparentemente as estruturas celulares das amostras não colapsadas permitem maior deformação plástica sem ruptura da estrutura (fraturas), gerando assim baixa resistência ao corte.

Gacitúa et al. (2007) analisaram amostras em microscópio eletrônico de varredura (MEV) para verificar deformações nas paredes das fibras e vasos buscando diferenças entre as amostras com rachaduras e sem rachaduras. A partir das imagens obtidas, os autores identificaram separações das camadas da parede celular, as quais chamaram de “microfissuras”, vistas somente com auxílio de MEV. As rachaduras visíveis a olho nu que ocorreram apenas dentro do lenho inicial em um dado anel de crescimento foram chamadas de “mesofissuras”.

Gacitúa et al. (2007) observaram que o módulo de elasticidade da parede S2 de amostras com mesofissuras foi significativamente maior do que a madeira de *Eucalyptus nitens* denominada como madeira normal. Esse resultado permite inferir que a camada S2 da parede celular na madeira normal é menos rígida, permitindo-lhe assim suportar maiores esforços sem sofrer rupturas significativas em sua estrutura.

Seguindo a linha de estudos de Gacitúa et al. (2007), Valenzuela et al. (2012a) analisaram as propriedades mecânicas da lamela média composta e das camadas S1 e S2 da parede celular das fibras com auxílio da técnica das nanoindentações. Os parâmetros utilizados para avaliar o comportamento mecânico das camadas da parede celular foram: razão de ductilidade (RD), que é a razão entre o módulo de elasticidade (E) e a dureza do material (H), o módulo de resiliência (u_r) e a diferença entre o módulo de resiliência (Δu_r) das camadas.

A razão de ductilidade indica o grau de fragilidade do material, de modo que quanto menor for esse parâmetro, mais frágil é o material analisado e, quanto maior ele for, mais dúctil o material tende a ser. Materiais frágeis são quebradiços, possuem baixa flexibilidade e tendem a apresentar baixo RD, a exemplo do vidro ($RD = 12$), enquanto materiais dúcteis possuem alto RD, como é o caso do alumínio ($RD = 117$) (BOLSHAKOV; PHARR, 1998).

Valenzuela et al. (2012a) afirmaram que a formação de fraturas na madeira se deve ao comportamento mecânico em nível ultraestrutural, envolvendo as relações entre o esforço exercido e a deformação sofrida pelas camadas da parede celular. Eles observaram diferenças entre a razão de ductilidade das camadas da parede celular, sendo menor na lamela média, seguida da camada S1 e maior na camada S2. A lamela média apresentou menor razão de ductilidade e por isso foi considerada a camada mais quebradiça por ser mais frágil. Valenzuela et al. (2012a) indicam essa diferença de elasticidade e resistência como sendo a causa da separação dessas camadas (fratura). Enquanto a camada mais dúctil se deforma ao sofrer a ação de uma força, a camada mais frágil não sofre deformação, causando a separação das camadas devido a essa diferença de comportamento.

Valenzuela et al. (2012a) não encontraram diferenças significativas nas propriedades nanomecânicas da lamela média e das camadas S1 e S2 entre as duas famílias analisadas em seu estudo. Contudo, as porcentagens de rachaduras encontradas foram diferentes entre as famílias. Esse resultado indica que algum outro fator, além da nanomecânica da parede celular, pode estar influenciando mais fortemente o surgimento de rachaduras nos materiais analisados. Avaliando os materiais coletados em um dos sítios, os autores observaram que a ductilidade da camada S2 na família com menor porcentagem de rachaduras foi maior, indicando maior capacidade de suportar maiores esforços de deformação, evidenciando uma menor porcentagem de rachaduras na mesma.

Analisando o módulo de resiliência, Valenzuela et al. (2012a) encontraram semelhança entre a lamela média e a camada S1, que foram maiores do que o obtido para a camada S2. O módulo de resiliência faz referência à quantidade de energia que um material pode absorver dentro do seu limite elástico de resistência. A partir desse resultado, inferiram que a camada S1 e a lamela média têm maior capacidade de absorver energia de deformação elástica, podendo assim dissipar maiores esforços sem sofrer deformações permanentes, comportando-se como materiais resilientes.

Valenzuela (2011) usou o parâmetro ‘diferença do módulo de resiliência’ entre as camadas da parede celular para conhecer os níveis de deformação que elas podem suportar. Seu estudo aponta que, se a diferença do módulo de resiliência aumenta, as tensões entre a lamela média composta e a camada S2 se incrementam, gerando tensões de cisalhamento que podem levar à formação de microfissuras visíveis somente em microscopia de alto aumento. Analisando esse parâmetro, Valenzuela et al. (2012a) não observaram diferenças estatísticas nas interfaces lamela média/S2 e S1/S2, enquanto ambas foram maiores do que na interface lamela média/S1. Segundo os autores, dado que o módulo de resiliência das interfaces lamela média/S2 e S1/S2 são maiores do que da interface lamela média/S1, podem produzir maiores tensões de cisalhamento responsáveis pela formação de microfissuras.

Valenzuela et al. (2012a) observaram que os sítios e famílias estudados eram distintos estatisticamente quanto à diferença do módulo de resiliência. Dentro do sítio “A”, a diferença do módulo de resiliência foi maior na família com maior porcentagem de rachaduras, indicando que a maior diferença de módulo de resiliência gera maiores tensões entre camadas, o que se relaciona com a maior porcentagem de rachaduras ocorridas. Já no sítio “B”, a diferença no módulo de resiliência foi maior na família com menor porcentagem de rachaduras, sendo esse resultado contraditório às teorias anteriormente expostas, o que pode indicar a interferência mais forte de algum outro fator além da diferença do módulo de resiliência na ocorrência de rachaduras.

Os resultados encontrados nos estudos realizados por Gacitúa et al. (2007) e por Valenzuela et al. (2012a) permitem inferir que a estrutura e a organização da parede celular podem influenciar o comportamento mecânico da madeira quanto à ocorrência das rachaduras, no entanto, sua influência nesse processo ainda não foi completamente elucidada.

Além das propriedades mecânicas da parede celular, características anatômicas e químicas da madeira também podem influenciar no surgimento de fraturas na madeira decorrentes do alívio das tensões de crescimento e da perda de umidade no processo de secagem.

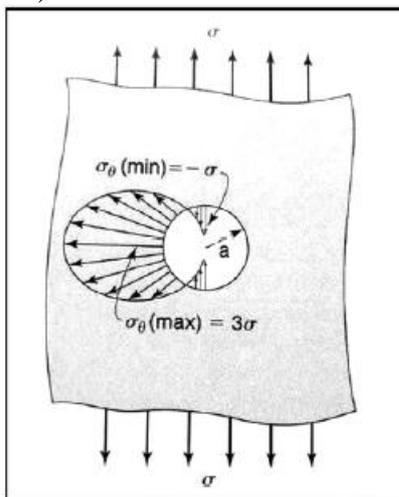
3.7 Vasos da madeira e a ocorrência de rachaduras

As equações clássicas da mecânica preconizam que, se em um sólido poroso a frequência dos orifícios é mais elevada, o fator de concentração de tensões, também cresce

(MATTHECK; KUBLER, 1995). Isso ocorre porque os poros são descontinuidades tidas como falhas que não oferecem resistência mecânica a esforços aplicados no sólido. Desse modo, quanto maior é a porosidade, maior tende a ser a concentração de esforços na estrutura sólida do material e maior será a probabilidade de ocorrência de fraturas (UGURAL; FENSTER, 1995; CRAIG, 2000; SANFORD, 2003). Na madeira, os poros consistem nos vasos vistos no plano transversal, ou seja, quanto maior for a concentração de vasos, maiores serão as chances de o material rachar.

De acordo com a mecânica de sólidos (UGURAL; FENSTER, 1995; CRAIG, 2000; SANFORD, 2003), o esforço tangencial máximo gera o efeito de cunha na estrutura da madeira sólida, iniciando a fratura a partir do centro geométrico do vaso (FIGURA 10). Sanford (2003) indica que a tensão resultante, perpendicular à direção do esforço original, na borda do orifício é cerca de três vezes maior do que a tensão tangencial máxima aplicada no sólido imperfeito.

Figura 10 – Distribuição de esforços tangenciais em volta de orifício em um sólido imperfeito. Fonte: Sanford (2003).

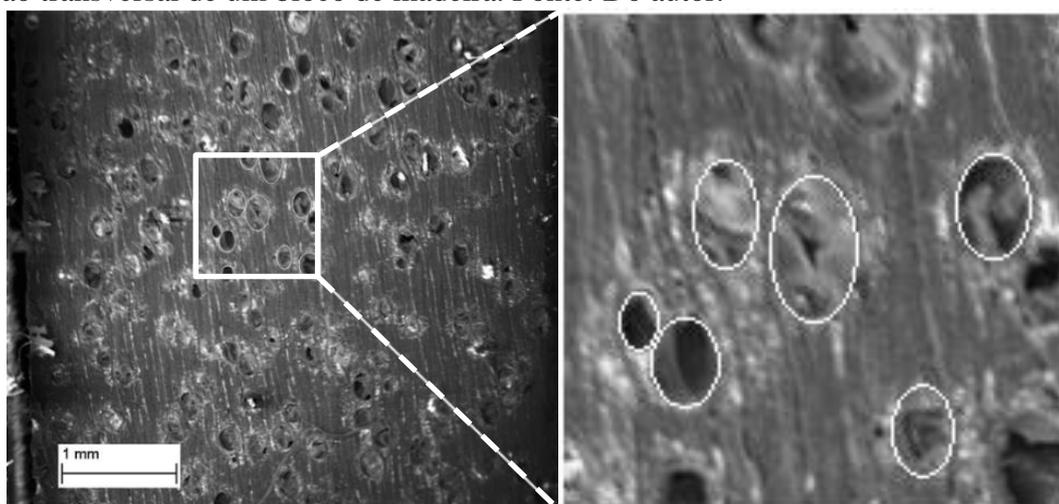


Gacitúa et al. (2007) afirmaram que os esforços concentrados provocam inicialmente a microfissura, que cresce e se transforma em uma mesofissura dependendo do nível de esforços concentrados na periferia do vaso. A falha então tende a se propagar finalmente através das estruturas poliméricas mais frágeis da madeira, que estão localizadas na lamela média, formada basicamente por lignina (GACITÚA et al., 2007).

Segundo Gacitúa et al. (2007), a presença de vasos e suas características geométricas, frequência e propriedades mecânicas desempenham um papel fundamental na ocorrência de

rachaduras na madeira. Para verificar a possível influência dos vasos na ocorrência de rachaduras na madeira, os autores utilizaram o parâmetro “área média do vaso”, que consiste na área média que um vaso ocupa na superfície transversal da madeira (FIGURA 11).

Figura 11 – Representação da medição da área média do vaso em uma área de 1 mm² na secção transversal de um bloco de madeira. Fonte: Do autor.

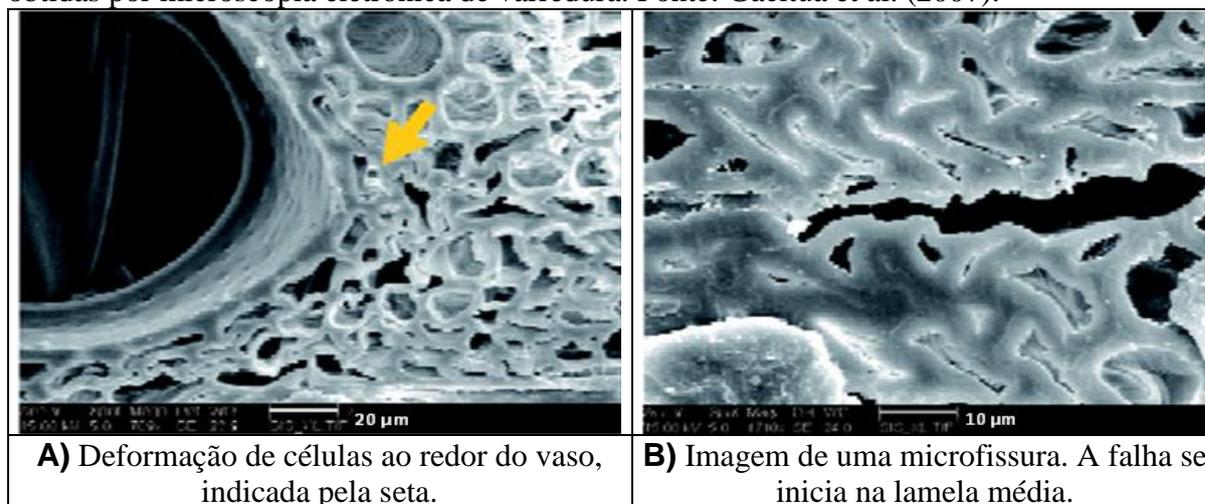


Gacitúa et al. (2007) analisaram amostras da madeira retiradas de discos com rachaduras e sem rachaduras em *Eucalyptus nitens* aos 16 anos de idade. Eles observaram que a área média do vaso foi maior na madeira com rachaduras visíveis em relação àquela livre desse defeito, o que pode ser explicado pela relação entre os vasos e o fator de concentração de esforços. A partir dessa constatação, Gacitúa et al. (2007) afirmaram que quanto maior for o valor desse parâmetro, maior será a probabilidade de aparecimento de rachaduras na madeira.

Analisando imagens de microscopia eletrônica de varredura (FIGURA 12A), Gacitúa et al. (2007) afirmaram que a deformação nas células ao redor dos vasos, efeito da concentração de esforços, foi mais evidente nas amostras com mesofissuras. Os autores também observaram que microfissuras se iniciaram na borda dos vasos, zona onde teoricamente se encontra a maior tensão resultante do efeito “concentração de esforço” provocado por eles.

Segundo os autores, esta microfissura se propaga sem maior resistência pelas zonas “frágeis” da estrutura da madeira, que correspondem à lamela média composta e à parede S1 (FIGURA 12B). Eventualmente a microfissura se transformaria em mesofissura, dependendo do nível de tensões e de como estas se distribuem e dissipam na estrutura anatômica da madeira.

Figura 12 – Imagens da face transversal da madeira de *Eucalyptus nitens* com 16 anos de idade obtidas por microscopia eletrônica de varredura. Fonte: Gacitúa et al. (2007).



Valenzuela et al. (2012a) analisaram as características dos vasos em amostras de madeira de *Eucalyptus nitens* com 12 anos de idade de duas famílias, procedentes de dois sítios no Chile. Preliminarmente os autores avaliaram a porcentagem de rachaduras ocorridas em cada material após ser submetido à secagem em condições controladas (temperatura de 20°C e umidade relativa do ar de 66%), encontrando diferença estatística entre famílias e semelhança entre sítios. Foi observada relação inversa entre a frequência e o diâmetro de vasos, que por sua vez, apresentou relação direta com a área média do vaso. O maior diâmetro de vaso e a maior área média do vaso foram encontrados na madeira com maior porcentagem de rachaduras, corroborando com os resultados descritos por Gacitúa et al. (2007).

3.8 Teor de lignina na madeira e a ocorrência de rachaduras

A lignina é um polímero tridimensional complexo que ocorre predominantemente no xilema das plantas terrestres. Como um dos principais componentes da parede celular de traqueídes, vasos e fibras, a lignina contribui para a resistência à compressão no lenho e para a impermeabilização de elementos condutores do xilema (DONALDSON, 2001).

A lignificação é uma das etapas finais da diferenciação celular do xilema, na qual a lignina é depositada dentro da matriz da parede celular em um processo de preenchimento de espaços vazios interlamelares (DONALDSON, 2001) e formação de ligações químicas com as hemiceluloses, atuando como uma ponte ou adesivo e garantindo a adesão entre a matriz e as microfibrilas de celulose (MESHITSUKA et al., 1982).

Fujino e Itoh (1998) estudaram o processo de lignificação em *Eucalyptus tereticornis* e observaram perda de porosidade da parede celular, à medida que ocorre processo de deposição de lignina, o que seria a provável razão para as diferenças de concentração de lignina entre as regiões de parede celular, sendo que a matriz altamente porosa da lamela média e parede primária permitem maior deposição de lignina do que a parede secundária, mais densamente organizada.

A distribuição de lignina na parede celular das fibras de folhosas é semelhante à dos traqueídes de coníferas, no entanto, a parede secundária das fibras é frequentemente menos lignificada do que a dos traqueídes (DONALDSON, 2001).

Os resultados encontrados nos estudos realizados por Gacitúa et al. (2007) e por Valenzuela et al. (2012a) levantam a hipótese de que pode existir influência da concentração de lignina nas camadas da parede celular nas suas características nanomecânicas, se fazendo necessários estudos mais aprofundados para avaliar a sua contribuição na ocorrência de rachaduras na madeira. Segundo Valenzuela et al. (2012a), o fato de a lamela média e a camada S1 serem mais quebradiças do que a camada S2 pode estar relacionado à maior quantidade de lignina presente nelas.

De acordo com Bodig e Jayne (1982), a lamela média composta contém cerca de 70% de lignina, seguida da camada S1, com 40%, enquanto a camada S2 contém 20%. Os autores indicam ainda que a lignina é uma substância que confere rigidez, provocando fragilidade nos materiais. Como a lamela média e a camada S1 são mais frágeis do que a camada S2, é possível que a maior frequência de fraturas ocorra nas interfaces LM/S2 e S1/S2, já que entre essas camadas existe diferença nas propriedades mecânicas (PUTOCZKI et al., 2007; GACITÚA et al., 2007). Contudo, vale ressaltar que não existe interface entre a lamela média composta e a camada S2, tendo em vista que entre essas camadas encontra-se a camada S1.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Obtenção e preparo do material

Duas árvores de *Eucalyptus grandis* com idade de 22 anos foram sorteadas entre as existentes em plantio experimental do campus da Universidade Federal de Lavras, localizada no município de Lavras – MG, latitude 21° 14' 4" sul e longitude 44° 59' 5" oeste.

A caracterização biométrica do material foi feita por meio da medição do diâmetro à altura do peito, altura total e altura comercial do fuste a ser desdobrado, considerada até o diâmetro mínimo de 20 cm. Este diâmetro foi estabelecido para possibilitar que os corpos de prova para ensaios mecânicos fossem preparados a partir dos pranchões centrais que foram obtidos após o desdobro das toras.

A Tabela 1 mostra os dados biométricos das árvores amostradas para a determinação das propriedades de sua madeira.

Tabela 1 – Dados biométricos das duas árvores de *E. grandis* abatidas aos 22 anos de idade.

Árvore	DAP (cm)	Altura total (m)	Altura comercial (m)
A	32,5	29,65	15,44
B	38,5	34,45	20,40

DAP = diâmetro com casca à altura do peito. Altura comercial considerada até 20 cm de diâmetro.

Todo o processamento das toras foi realizado na Unidade de Desdobro e Secagem da Madeira da Universidade Federal de Lavras. Os caules foram seccionados com motosserra após o abate para obtenção de toras com três metros de comprimento, sendo as toras da base utilizadas para análise no presente estudo.

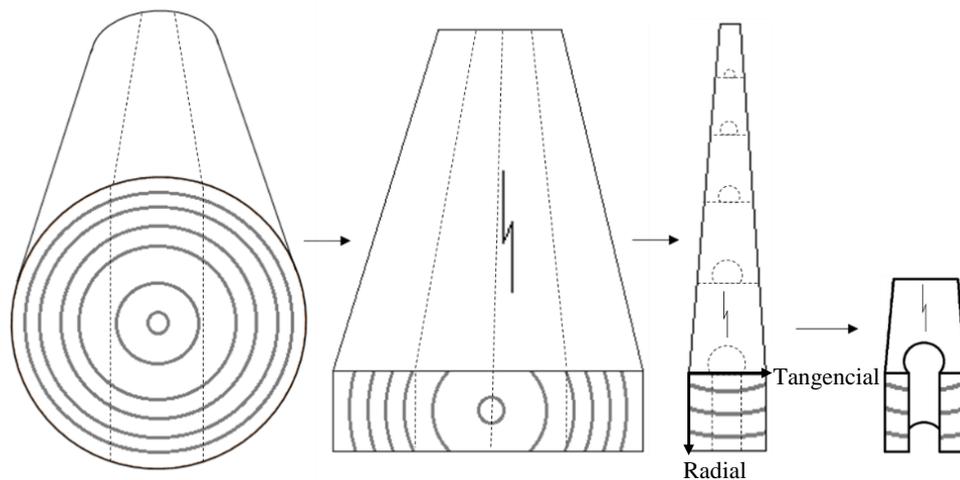
4.2 Ensaio mecânico de fendilhamento

As toras da base foram escolhidas (0 a 3 metros de altura) e traçadas para obtenção de toretes de 1,5 metros de comprimento. A opção pelas toras da base foi feita partindo da hipótese de que essa região representa melhor as propriedades da madeira para a árvore inteira, considerando árvores adultas (DOWNES et al., 1997). Dos toretes, foram retirados pranchões

centrais por meio do desdobro tangencial alternado paralelo ao centro da tora, feito em serra fita. Como mostra a Figura 13, os pranchões centrais de cada árvore foram serrados para confecção de 25 corpos de prova por árvore. A produção dos corpos de prova seguiu as sugestões da norma ASTM D143 (ASTM, 2014), estando livres de quaisquer defeitos que pudessem mascarar os resultados do teste, sem distinção de cerne e alborno ou lenho juvenil e adulto. O ensaio mecânico foi realizado em máquina universal de ensaios EMIC, modelo DL 30000.

Optou-se por produzir os corpos de prova de modo que o fendilhamento ocorresse na direção dos raios, objetivando a provocação de rachaduras do tipo I_{TL} . Esse método foi escolhido levando em conta que esse as rachaduras ocorrem mais frequentemente na direção dos raios (I_{TR} e I_{TL} – Figura 4).

Figura 13 – Representação da forma de amostragem dos corpos de prova utilizados para o ensaio mecânico de fendilhamento. Fonte: Do autor.



4.3 Testes mecânicos na parede celular lenhosa

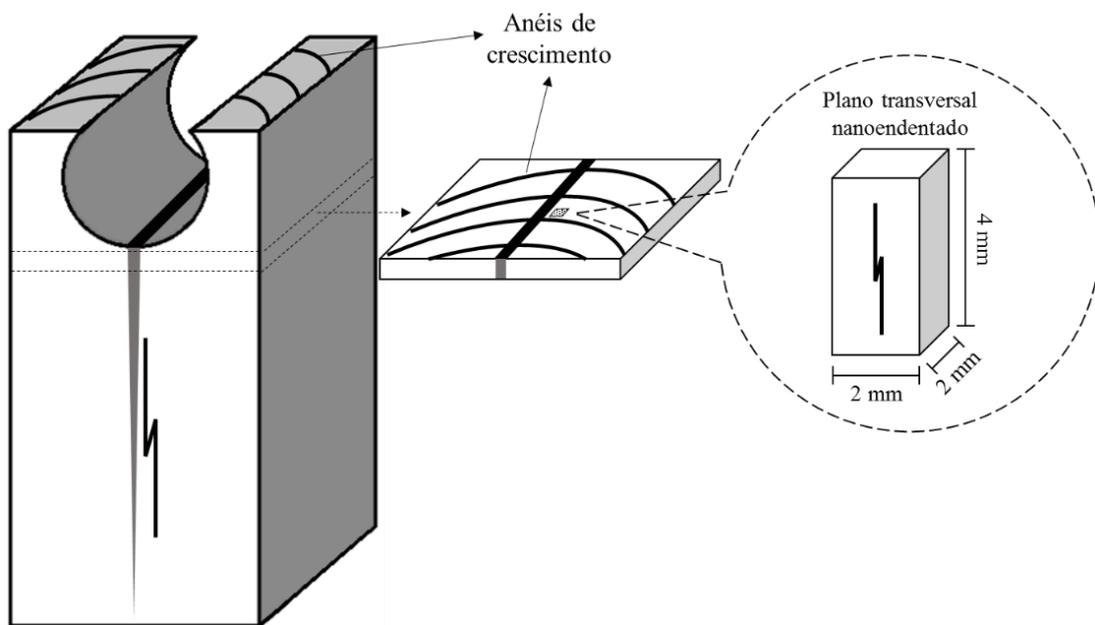
As análises nanomecânicas da parede celular, realizadas usando o método da nanoindentação, foram feitas no Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais, localizado em Belo Horizonte-MG.

Quinze corpos de prova usados no ensaio de fendilhamento foram selecionados (cinco corpos de prova mais resistentes, cinco de resistência intermediária e cinco menos resistentes) e uma amostra com aproximadamente 2 mm de largura, 2 mm de espessura e 4 mm de comprimento foi retirada de cada um deles para o ensaio de nanoindentação.

Como mostra a Figura 14, a amostra foi retirada na proximidade da rachadura ocorrida nos corpos de prova de fendilhamento para que as propriedades mecânicas das camadas da parede celular fossem medidas em parte íntegra, próxima do ponto de fragilidade onde houve o rompimento do tecido. A impossibilidade de identificar visualmente os anéis de crescimento nessas amostras impediu que se fizesse classificação das amostras quanto à presença de lenho inicial ou lenho tardio.

As nanoindentações foram realizadas na superfície transversal das amostras, em regiões livres de vasos. O principal objetivo foi nanoindentar a parede celular das fibras, responsáveis pela resistência mecânica da madeira, para compor as médias de dureza, módulo de elasticidade reduzido, módulo de elasticidade efetivo e razão de ductilidade em cada amostra.

Figura 14 – Representação da confecção da amostra submetida às análises no nanoindentador. Fonte: Do autor.

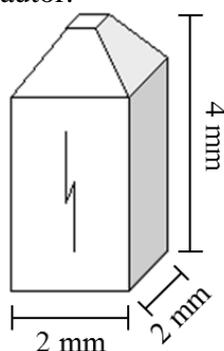


Para análises ultraestruturais, em que o aspecto morfológico original da amostra precisa ser conservado, utilizou-se a técnica do emblocamento em resina. No presente estudo, as amostras obtidas foram impregnadas com resina Spurr sob vácuo para conferir suporte mecânico à parede celular e evitar danos mecânicos causados durante o preparo da superfície. A obtenção de superfícies planas, pré-requisito para análises no nanoindentador, foi possível com auxílio do corte em ultramicrótomo.

Antes do corte em ultramicrotomo, o topo das amostras emblocadas foi desbastado. O desbaste foi realizado visando a obtenção do formato de pirâmide (FIGURA 15), com auxílio de aparelho para desbaste Leica, modelo EM TRIM2.

Após o desbaste, a extremidade da pirâmide foi cortada (FIGURA 15) com navalha de vidro em ultramicrotomo Leica, modelo UC7 e o corte da superfície foi finalizado com navalha de diamante. A área exposta para ser nanoendentada foi de aproximadamente $0,5 \text{ mm}^2$, seguindo a técnica utilizada por Jakes et al. (2007).

Figura 15 – Representação da amostra de madeira a ser nanoendentada após o desbaste e corte em ultramicrotomo. Fonte: Do autor.



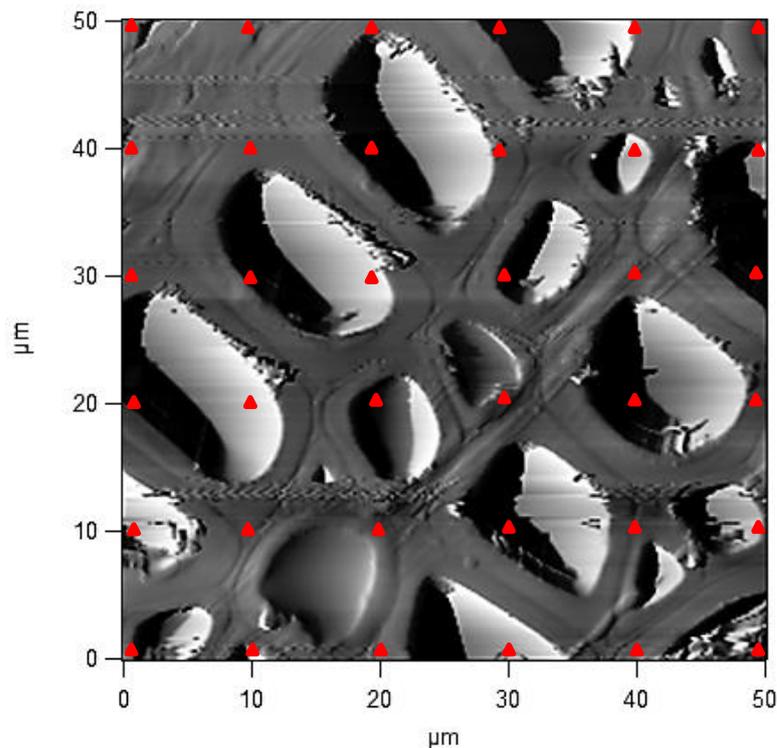
Para melhorar a qualidade da superfície da amostra, o avanço da navalha de diamante foi ajustado ao mínimo, de acordo com a metodologia utilizada por Valenzuela et al. (2012a). Por fim, as amostras preparadas foram colocadas em um disco metálico para sua montagem na placa base do nanoendentador.

As nanoendentações foram realizadas em modo de controle de carga seguindo a rotina empregada por Valenzuela et al. (2012a) apresentada na Tabela 2, usando um nanoendentador acoplado ao microscópio de força atômica Asylum Research, modelo MFP-3D, equipado com ponta de diamante do tipo Berkovich, cujo raio é de 20 nm e a profundidade máxima atingida pela ponta é de 2 μm . O microscópio MFP-3D também possui microscópio óptico acoplado, com aumento máximo de 100 vezes, útil no posicionamento prévio das amostras em relação ao nanoendentador.

No nanoendentador, a área de varredura utilizada foi de $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ para que mais fibras por amostra fossem nanoendentadas. O dispositivo realiza sistematicamente as nanoendentações uma a uma, seguindo uma matriz 6×6 , o que possibilita a obtenção de 36 pontos por amostra em materiais lisos. Desse modo, a distância entre pontos nanoendentados é de aproximadamente 9 μm . Porém, em áreas de $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ na superfície transversal da

madeira estão presentes os lumes das fibras e por isso, o tecido fibroso é considerado poroso. Isso fez com que muitos pontos marcados pela matriz 6 x 6 fossem descartados – com base na análise do comportamento da curva de “carga *versus* deslocamento” – por terem sido posicionados em regiões de lume, como mostra a Figura 16. Em consequência disso, o número de pontos na parede celular atingidos pela ponta de diamante foi de 17 a 30 para compor as médias por amostra.

Figura 16 – Esquema de marcação da matriz 6 x 6 que posiciona os pontos a serem nanoendentados no plano transversal de uma amostra de madeira. Fonte: Do autor.



Como as nanoendentações foram realizadas aleatoriamente no plano transversal das fibras, a rotina sugerida por Valenzuela et al. (2012a) para a camada S2 (TABELA 2) foi usada em todo o ensaio nanomecânico por ter havido maior probabilidade de que essa camada da parede celular fosse atingida pela ponta de diamante. Essa probabilidade está relacionada à maior espessura da camada S2 da parede secundária, em comparação com as demais camadas e leva em conta também a área de varredura de $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ feita pelo microscópio de força atômica MFP-3D. Além disso, a rotina de carga e descarga sugerida para a lamela média composta é a mesma utilizada para a camada S2 da parede secundária (VALENZUELA et al., 2012a).

A dureza (H) e módulo de elasticidade reduzido (E_r) da parede celular foram determinados a partir das equações 4 e 5, respectivamente, propostas por Oliver e Pharr (2004) e apresentadas no item “3 – Revisão de literatura”.

Tabela 2 – Rotina de carga e descarga com a ponta de diamante para a camada S2 da parede celular (VALENZUELA et al., 2012a).

Tempo de carga (s)	Força máxima aplicada (μN)	Tempo de manutenção da carga (s)	Tempo de descarga (s)
5	100	60	5

O módulo de elasticidade efetivo (E_s), em que a elasticidade da ponta de diamante é descontada, foi determinado segundo a Equação 6 (GINDL; SCHÖBERL, 2004). De posse dos valores de elasticidade e dureza do material, foi possível calcular a razão de ductilidade (BOLSHAKOV; PHARR 1998). A razão de ductilidade (RD) foi obtida por meio da Equação 7.

$$RD = E_s / H \quad (7)$$

Em que: RD = razão de ductilidade, E_s = módulo de elasticidade efetivo, H = dureza do material.

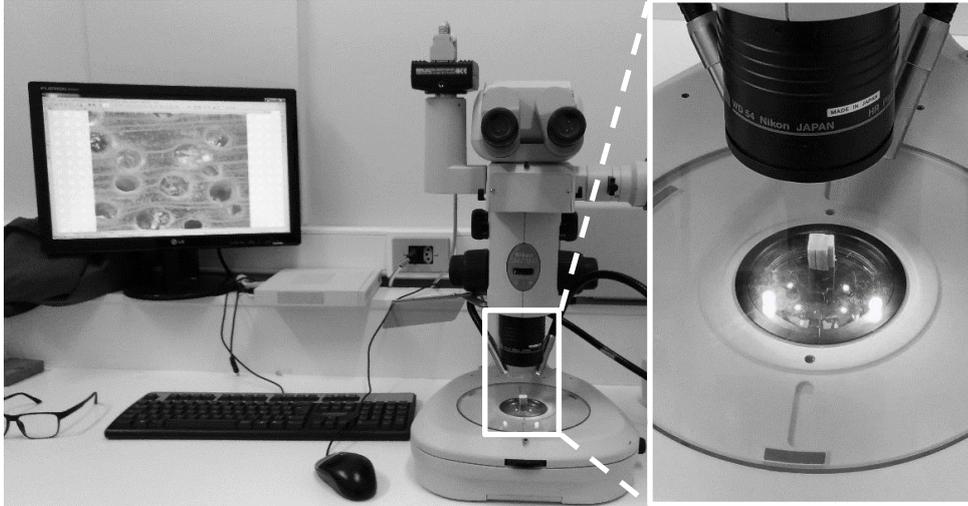
4.4 Análise dos elementos de vasos

Dentre os 50 corpos de prova de fendilhamento ensaiados, 30 foram selecionados (10 mais resistentes, 10 com resistência intermediária e 10 com resistência baixa) para a produção de cubos com aproximadamente 1 cm^3 , usados na análise dos vasos vistos no plano transversal. Os cubos foram retirados na região próxima de onde houve o fendilhamento nos corpos de prova, de modo semelhante ao que foi feito na produção das amostras para o ensaio de nanoindentação, conforme ilustrado na Figura 14.

Com uso do estereomicroscópio de luz com câmera acoplada do Laboratório de Análise Ultraestrutural e Microscopia Eletrônica da Universidade Federal de Lavras, foram obtidas imagens da face transversal, como mostra a Figura 17.

As imagens foram binarizadas com auxílio do software *ImageJ*, de modo que os vasos assumiram a cor preta e o restante da área assumiu a cor branca. De posse das imagens binarizadas, a medição das áreas ocupadas por vasos em cada área de interesse foi realizada também no software *ImageJ*.

Figura 17 – Estereomicroscópio de luz usado para obtenção de imagem da face transversal da madeira. Fonte: Do autor.



Neste estudo foi medida a “área média do vaso” (AMV) por amostra (GACITÚA et al., 2007; VALENZUELA et al., 2012a), dada pela Equação 8. Também foi medido o percentual de área ocupada por vasos na superfície transversal da madeira, sendo essa variável aqui chamada de “área percentual de vasos” (APV). A APV foi calculada a partir da Equação 9.

$$AMV = \left[\left(\frac{\sum AV_1}{n_1} \right) + \left(\frac{\sum AV_2}{n_2} \right) + \left(\frac{\sum AV_3}{n_3} \right) \right] / 3 \quad (8)$$

Em que: AMV = área média do vaso em uma amostra (μm^2); AV = área de um vaso inteiro presente na área de interesse de $1,12 \text{ mm}^2$ (μm^2); n = número de vasos inteiros presentes na área de interesse de $1,12 \text{ mm}^2$ (un.).

$$APV = \left\{ \left[\left(\frac{\sum AV_1}{1,12} \right) \times 100 \right] + \left[\left(\frac{\sum AV_2}{1,12} \right) \times 100 \right] + \left[\left(\frac{\sum AV_3}{1,12} \right) \times 100 \right] \right\} / 3 \quad (9)$$

Em que: APV = área percentual de vasos em uma amostra (%); AV = área coberta por um vaso na área de interesse de $1,12 \text{ mm}^2$ (mm^2); 1,12 = área de interesse (mm^2).

Três diferentes áreas de interesse, com aproximadamente $1,12 \text{ mm}^2$ cada, foram analisadas na superfície transversal de cada cubo. Assim, a AMV e APV por amostra foram obtidas pela média dessas três áreas (repetições), conforme mostrado nas equações 8 e 9.

4.5 Determinação da densidade básica da madeira

Após a retirada das amostras utilizadas na análise de nanoindentação e na análise da APV e AMV, os 50 corpos de prova ensaiados no teste mecânico de fendilhamento foram usados para determinação da densidade básica, conforme descrito na norma NBR 11941-02 (ABNT, 2003).

De posse dos dados de volume verde e massa absolutamente seca, foi possível calcular a densidade básica de cada corpo de prova, a partir da Equação 10:

$$DB = MS/VV \quad (10)$$

Em que: DB = densidade básica; MS = massa seca; VV = volume saturado.

4.6 Determinação do teor de lignina na madeira

Após a determinação da densidade básica nos 50 corpos de prova de fendilhamento, 20 deles foram selecionados para a análise química e determinação do teor de lignina da madeira. Os 20 corpos de prova selecionados foram moídos e classificados em peneiras de 40 e 60 mesh para a determinação do teor de lignina presente em cada um deles.

A umidade do material moído foi determinada e os extrativos foram removidos em série de toluol/etanol, de acordo com a norma ABCP M3/89 (ABCP, 1974).

O teor de lignina Klason insolúvel foi obtido por meio do método de ataque ácido, utilizando a metodologia descrita por Gomide e Demuner (1986). As amostras foram analisadas em duplicata. O teor de lignina solúvel em ácido sulfúrico foi determinado por espectrometria a partir do filtrado resultante do processo de obtenção da lignina insolúvel, seguindo a metodologia proposta por Goldschmidt (1971).

O teor de lignina total foi resultado do somatório dos teores de lignina solúvel e insolúvel.

4.7 Análise estatística dos dados

Inicialmente, os dados de f_{s0} , DB, AMV, APV, TL, H, E_r , E_s e RD foram submetidos à análise estatística descritiva para avaliação das médias e da variação dos dados.

Análises de regressão simples foram realizadas para ajustar modelos com finalidade de explicar o comportamento da resistência da madeira ao fendilhamento em função da densidade básica, dos parâmetros dos vasos e do conteúdo de lignina das amostras avaliadas. Também foram feitas análise de regressão múltipla para ajustar modelos capazes de estimar a resistência ao fendilhamento em função das demais propriedades da madeira citadas.

Por meio de avaliação prévia dos dados nanomecânicos, observou-se elevados coeficientes de variação, maiores do que 150%, entre amostras e dentro das amostras. Em razão disso, optou-se por lançar mão de técnicas estatísticas multivariadas para agrupamento dos pontos nanoendentados semelhantes entre si, dentro de cada amostra. A análise multivariada Cluster foi escolhida para fazer o agrupamento, usando como critério os dados de módulo de elasticidade reduzido (E_r) e dureza (H) mensurados nas 15 amostras avaliadas.

A análise de regressão simples também foi realizada para verificar o comportamento de f_{s0} em função das propriedades nanomecânicas de dureza, módulo de elasticidade efetivo e razão de ductilidade da parede celular.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 3 mostra os resultados da análise estatística descritiva realizada para os dados de resistência ao fendilhamento (f_{s0}), densidade básica (DB), área média do vaso (AMV), área percentual de vasos (APV) e teor de lignina total (TL) da madeira.

Tabela 3 – Estatística descritiva das propriedades da madeira de *E. grandis* avaliada aos 22 anos de idade.

Propriedade	n	Máximo	Médio	Mínimo	CV%
Resistência ao fendilhamento (MPa)	50	0,86	0,64	0,44	16,00
Área média do vaso (μm^2)	30	16556	12493	8238	18,47
Área percentual de vasos (%)	30	27,04	18,73	13,29	20,46
Densidade básica ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	50	0,573	0,514	0,407	8,32
Teor de lignina total (%)	20	35,59	32,45	28,43	5,67

n = número de amostras analisadas; CV% = coeficiente de variação em porcentagem.

A resistência ao fendilhamento média de 0,64 MPa apresentada na Tabela 3 é maior do que a média de 0,57 MPa obtida por Araújo (2007). Entretanto, os valores de f_{s0} vistos na Tabela 3 estão dentro do intervalo encontrado por Dias e Lahr (2004).

Quanto à área média do vaso, a média de 12493 μm^2 apresentada na Tabela 3 é maior do que a encontrada por Barotto et al. (2017), de 9673 μm^2 , em madeira de *E. grandis* com 18 anos de idade. Isso pode estar relacionado à diferença de idade entre os materiais avaliados, além da influência da possível diferença de disponibilidade hídrica nos diferentes sítios, que afeta as dimensões dos vasos (CARLQUIST, 1989).

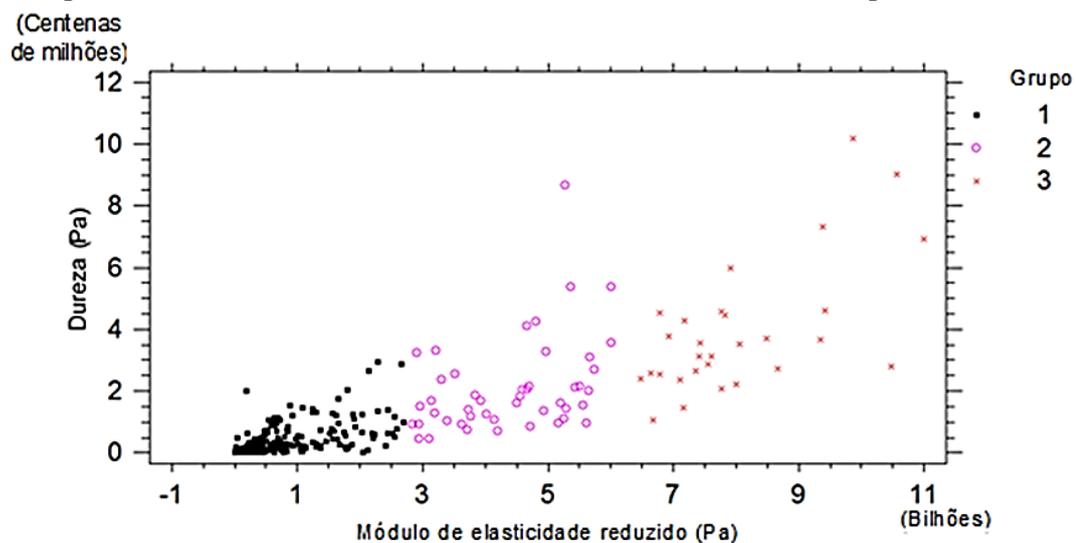
No que se refere à área percentual de vasos, a média de 18,73% (TABELA 3) é superior à média de 14,44% encontrada por Barotto et al. (2017). Os dados de AMV e APV vistos na Tabela 3 e os reportados por Barotto et al. (2017) indicam que quanto maior for a área média do vaso, maior será a área percentual de vasos na madeira de *E. grandis*.

Tratando-se da densidade básica, a média de 0,514 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ mostrada na Tabela 3 é aproximadamente 6% menor do que a média de 0,547 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ encontrada por Pelozzi et al. (2012) na madeira de *E. grandis*, analisada aos 30 anos de idade. É possível que essa diferença esteja ligada ao fato de a madeira estudada no presente estudo ser mais jovem, fazendo com que esta possua menor proporção de lenho adulto em relação a lenho juvenil comparada com a madeira avaliada por Pelozzi et al. (2012), tornando-a menos densa.

No que diz respeito ao teor de lignina, o percentual médio de 32,45% aqui apresentado é maior do que a média de 28,7% observada no estudo feito por Morais et al. (2017) com madeira de *E. grandis* abatida aos 8 anos de idade. A diferença pode estar relacionada a fatores como idade, procedência do material genético e efeito do sítio, uma vez que os materiais são de diferentes procedências e cresceram em locais distintos.

A Tabela 4 apresenta os resultados da estatística descritiva para os dados de dureza (H), módulo de elasticidade reduzido (E_r), módulo de elasticidade efetivo (E_s) e razão de ductilidade (RD) da parede celular, classificados em três grupos. A análise Cluster (FIGURA 18) classificou e agrupou os dados com base na distância euclidiana entre os pontos e na média dos grupos, a partir da variação dos dados de dureza em função do módulo de elasticidade reduzido.

Figura 18 – Gráfico gerado pela análise Cluster, que classificou os dados em três diferentes grupos a partir da dureza (H) e módulo de elasticidade reduzido (E_r) da parede celular.



Durante a análise dos dados, observou-se que nem todas as 15 amostras continham dados pertencentes aos três grupos formados pelo Cluster, ou seja, algumas amostras continham dados pertencentes a apenas dois grupos e outras amostras tiveram todos os dados classificados dentro de somente um grupo.

A formação de três grupos para as propriedades nanomecânicas pela análise Cluster é justificável, haja visto que a parede celular é formada por camadas diferentes entre si quanto às suas características (FENGEL; WAGENER, 1984) e que a ponta de diamante pode ter endentado mais de uma camada da parede celular das fibras ou até mesmo a parede celular de células parenquimáticas durante o ensaio de nanoindentação.

Tabela 4 – Estatística descritiva das propriedades da parede celular da madeira de *E. grandis* avaliada aos 22 anos de idade.

Propriedade	Grupo	n	Máximo	Médio	Mínimo	CV%
Módulo de elasticidade reduzido (GPa)	1	12	0,147	0,060	0,022	62,38
Módulo de elasticidade efetivo (GPa)		12	0,162	0,066	0,024	62,37
Dureza (MPa)		12	7,36	3,20	1,21	57,60
Razão de ductilidade (un.)		12	39,37	22,78	6,43	43,91
Módulo de elasticidade reduzido (GPa)	2	12	2,18	0,88	0,30	70,52
Módulo de elasticidade efetivo (GPa)		12	2,39	0,96	0,33	70,46
Dureza (MPa)		12	97,82	39,22	11,67	73,18
Razão de ductilidade (un.)		12	89,31	32,95	8,18	78,03
Módulo de elasticidade reduzido (GPa)	3	11	7,30	4,58	1,90	44,93
Módulo de elasticidade efetivo (GPa)		11	7,97	5,01	2,08	44,78
Dureza (MPa)		11	389,12	224,38	67,27	45,09
Razão de ductilidade (un.)		11	65,41	26,19	9,05	60,77

n = número de amostras analisadas; CV% = coeficiente de variação em porcentagem.

Observou-se que os valores de módulo de elasticidade reduzido, módulo de elasticidade efetivo e dureza apresentados pelo grupo 1 são muito menores – mais de 10 vezes – do que aqueles encontrados na literatura (KONNERTH et al., 2009; VALENZUELA et al., 2012b, WAGNER et al., 2014) e do que os encontrados nos grupos 2 e 3. Esse resultado pode ser uma consequência da nanoindentação da superfície transversal das amostras sem visualização prévia exata dos pontos nanoindentados. Possivelmente, os dados pertencentes ao grupo 1 são referentes a nanoindentações feitas nos lumes das células, preenchidos pela resina Spurr.

Quanto aos dados alocados no grupo 2, acredita-se na possibilidade de que células de parênquima tenham sido nanoindentadas, apresentando baixos valores das propriedades nanomecânicas por possuir parede celular delgada, que não possui função de promover resistência mecânica ao lenho. O microscópio óptico acoplado ao microscópio de força atômica MFP-3D possibilitou a visualização do material antes de ser nanoindentado com aumento máximo de 100 vezes e com resolução baixa. Desse modo, foi possível selecionar áreas livres de vasos para serem nanoindentadas, mas não foi possível garantir que a ponta de diamante não atingiria células parenquimáticas do raio.

No grupo 3 encontram-se os dados que mais se aproximam daqueles reportados na literatura por Konnerth et al. (2009), Valenzuela et al. (2012b) e Wagner et al. (2014). Provavelmente, são dados referentes a nanoindentações realizadas na parede celular das fibras, podendo ter sido feitas nas camadas S1, S2 ou na lamela média composta. Portanto, optou-se por explorar e discutir os resultados obtidos a partir dos dados nanomecânicos pertencentes ao

grupo 3 nas análises de regressão que ajustam modelos para estimar a resistência mecânica da madeira ao fendilhamento em função das propriedades nanomecânicas da parede celular.

É possível observar na Tabela 4 que os coeficientes de variação das propriedades nanomecânicas – maiores do que 40% – são consideravelmente maiores do que aqueles vistos na Tabela 3 para as demais propriedades avaliadas. Esse resultado é um reflexo da grande amplitude existente entre os valores máximos e mínimos encontrados para cada propriedade nanomecânica, dentro de cada grupo. Isso indica que existe grande variação das propriedades nanomecânicas entre amostras, mesmo sendo provenientes de árvores de mesma espécie, idade e do mesmo sítio. Grandes amplitudes também foram observadas por Konnerth et al. (2009), que encontraram valores entre 4 e 28 GPa para E_r e entre 250 e 800 MPa para H na camada S2 da parede celular de *Picea abies*.

Os valores máximos e mínimos relacionados na Tabela 4 para dureza e módulo de elasticidade reduzido dos grupos 1, 2 e 3 são consideravelmente menores que os valores máximos e mínimos relatados por Konnerth et al. (2009).

As maiores médias de dureza e módulo de elasticidade reduzido foram encontradas para o grupo 3 ($H = 224$ MPa; $E_r = 4,58$ GPa). Esses valores são menores que as médias de H e E_r apresentadas por Wagner et al. (2014). Estes autores também estudaram a madeira de *Picea abies*, mas nanoindentaram a lamela média e a camada S2 da parede celular dos traqueídes. A partir desse resultado, pode-se inferir que a parede celular dos traqueídes em *P. abies* é mais resistente que a parede das fibras em *E. grandis*.

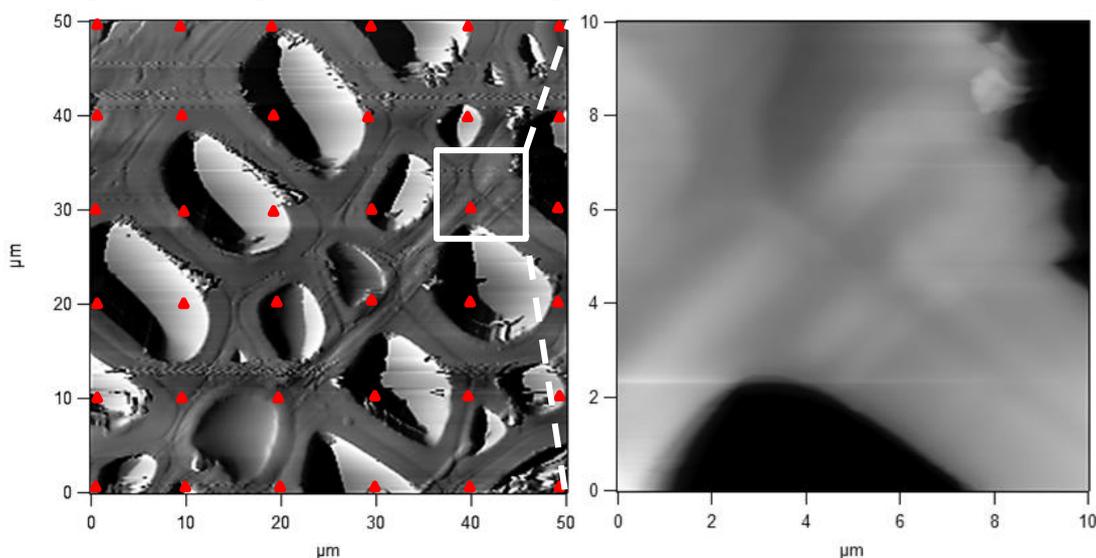
As médias de E_s e H apresentadas na Tabela 4 também são menores do que as reportadas por Valenzuela et al. (2012b), de 10,4 GPa para E_s e 320 MPa para H da parede das fibras em *E. nitens*. Aparentemente, a parede das fibras em *E. nitens* também pode ser mais resistente do que em *E. grandis*.

As médias de razão de ductilidade vistas na Tabela 4 também são menores do que a média de 40 encontrada por Valenzuela et al. (2012b), na camada S2 da parede das fibras em *E. nitens*. Esse é um indicativo de que a parede celular de *E. grandis* pode ser mais frágil do que a parede celular de *E. nitens* e portanto, possui menor flexibilidade e pode se fraturar sofrendo menor grau de deformação.

Ainda no que tange a caracterização nanomecânica, houve grande dificuldade em encontrar as marcas realizadas pelas nanoindentações na parede celular, mesmo tendo sido obtidos os dados quantitativos. A Figura 19A mostra a imagem obtida por microscopia de força

atômica de uma região onde foram feitas as 36 nanoindentações em uma amostra e a Figura 19B mostra a ampliação de um local nanoindentado na parede celular, em que a marca não aparece nitidamente.

Figura 19 – Imagens do plano transversal de uma amostra de madeira, em que a imagem “B” é uma ampliação da região demarcada na imagem “A”. Fonte: Do autor.



A obtenção das imagens em microscópio de força atômica (MFA) é realizada registrando-se o deslocamento da ponta livre do cantiléver – elemento sensor do MFA – quando esta é atraída ou repelida pela superfície analisada, sendo a topografia da amostra muito importante nesse processo. Quanto mais lisa e plana for a amostra, melhor tende a ser a qualidade da imagem. Contudo, a superfície transversal da madeira é porosa devido à presença dos lumes das fibras, tornando a superfície extremamente acidentada numa análise com MFA. Além disso, observa-se na Figura 19 que o corte no ultramicrótomo deixou algumas marcas na superfície, o que também prejudica a produção de imagens no MFA. Para a formação da imagem, o MFA baseia-se nas regiões da superfície mais próximas ao cantiléver, o que causa perda de detalhes em profundidade.

5.1 Resistência ao fendilhamento em função da densidade básica

A Figura 20 mostra o comportamento da resistência da madeira ao fendilhamento (f_{s0}) em função da densidade básica (DB). De acordo com o coeficiente de determinação da regressão mostrado na Figura 16 ($R^2 = 0,447$), o modelo linear ajustado é capaz de explicar

apenas 44,7% da variação total de f_{s0} a partir da variação de DB, indicando baixa associação entre f_{s0} e DB. Ainda assim, a análise de variância da regressão mostrou que o modelo é significativo a 1% de probabilidade de erro, como mostra a Tabela 5.

Figura 20 – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da densidade básica de *E. grandis* com 22 anos de idade.

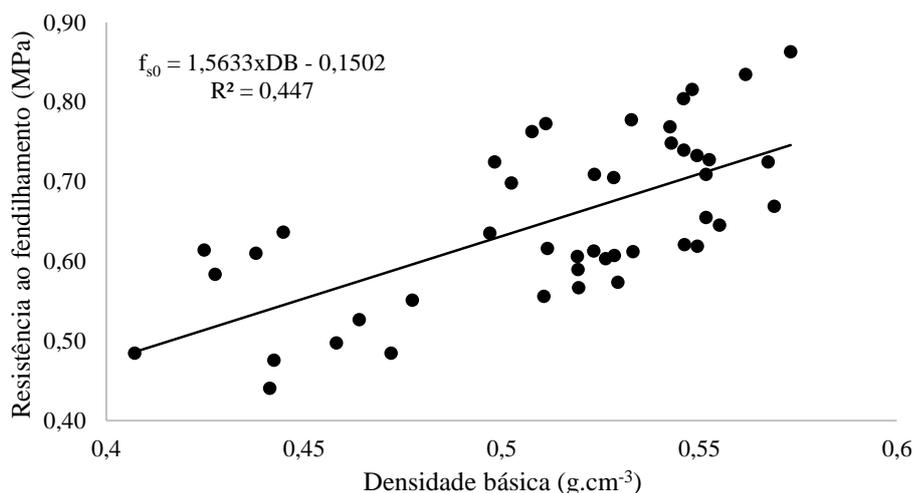


Tabela 5 – Análise de variância da regressão ajustada para a resistência ao fendilhamento em função da densidade básica da madeira de *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	0,21635	34,74306*
Resíduo	48	0,00623	
Total	49		

* = significativo a 1% de probabilidade de erro.

O R^2 se assemelha ao que foi encontrado por Araújo et al. (2007) e é maior do que o encontrado por Dias e Lahr (2004). A tendência observada é de relação direta entre DB e f_{s0} , tendência essa também relatada na literatura para as demais propriedades mecânicas da madeira. Esse resultado mostra que, quanto maior é a densidade da madeira, mais resistente ela tende a ser ao fendilhamento.

5.2 Resistência ao fendilhamento em função dos parâmetros dos vasos

As Figuras 21 e 22 mostram o comportamento de f_{s0} em função da AMV e da APV, respectivamente. Os R^2 dos modelos lineares ajustados para f_{s0} em função da AMV e para f_{s0}

em função da APV foram de 0,501 e 0,522, respectivamente. Os modelos ajustados foram testados e apresentaram significância a 1% de probabilidade de erro, como mostram as tabelas 6 e 7.

Figura 21 – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da área média do vaso da madeira de *E. grandis* com 22 anos de idade.

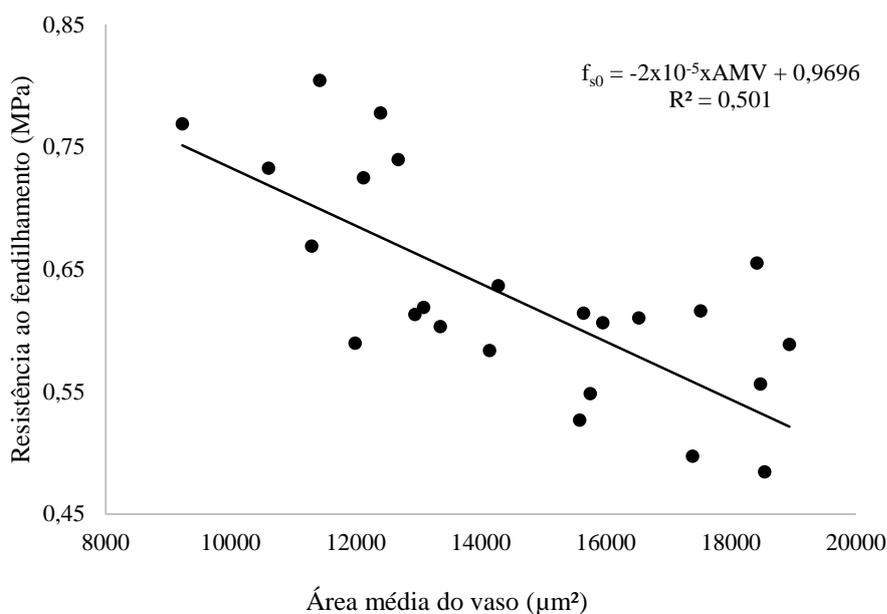


Tabela 6 – Análise de variância da regressão linear ajustada para a resistência ao fendilhamento em função da área média do vaso na madeira de *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	0,105149	23,07589*
Resíduo	28	0,004557	
Total	29		

* = significativo a 1% de probabilidade de erro.

As tendências observadas nas Figuras 21 e 22 indicam que há relação inversa entre os parâmetros dos vasos avaliados no presente estudo e a resistência da madeira ao fendilhamento. Entende-se com isso que, quanto maior for a área média dos vasos e quanto maior for a porcentagem de área da superfície transversal ocupada pelos vasos na madeira, maior tenderá a ser a incidência de rachaduras do tipo **ITL**.

Figura 22 – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da área percentual de vasos em *E. grandis* com 22 anos de idade.

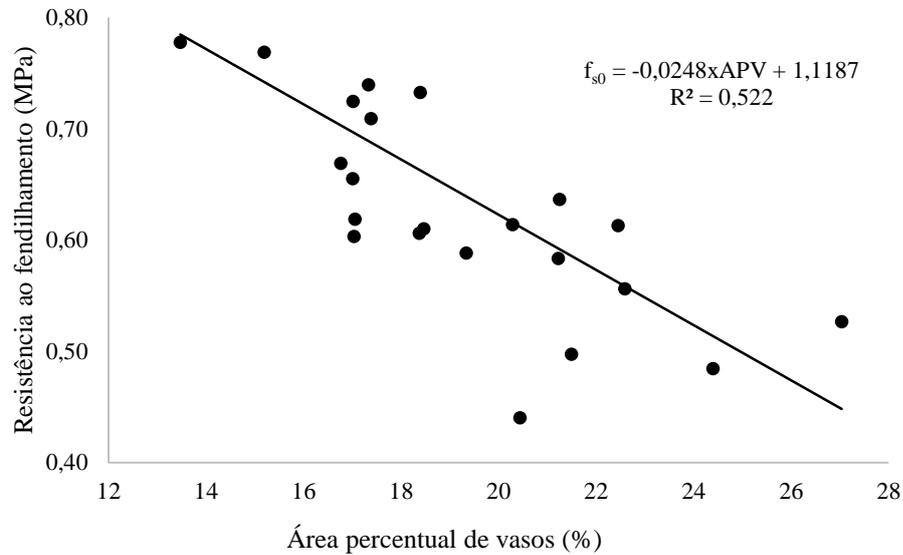


Tabela 7 – Análise de variância da regressão ajustada para a resistência ao fendilhamento em função da área percentual de vasos na madeira de *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	0,144488	25,16917*
Resíduo	28	0,005741	
Total	29		

* = significativo a 1% de probabilidade de erro.

As tendências vistas nas Figuras 21 e 22 corroboram os encontrados por Gacitúa et al. (2007), Valenzuela et al. (2012a) e Valenzuela et al. (2012b), que observaram maior intensidade de rachaduras nas madeiras que apresentavam maior AMV. Esses resultados também apoiam o que foi dito por Ugural e Fenster (1995), Craig (2000) e por Sanford (2003) no que se refere à concentração de esforços nas bordas de orifícios contidos em sólidos.

5.3 Resistência ao fendilhamento em função do teor de lignina

O comportamento da resistência ao fendilhamento em função do teor de lignina é apresentado na Figura 23. O modelo linear ajustado é significativo a 1% de probabilidade de erro (TABELA 8) e apresenta R^2 aproximado de 0,452.

A tendência mostrada pelo gráfico na Figura 23 é de que existe relação direta entre as duas variáveis, sendo que a variação do teor de lignina é capaz de explicar cerca de 45% da variação total da resistência ao fendilhamento. Ou seja, o aumento do teor de lignina na madeira tende a torná-la menos propensa à ocorrência de rachaduras do tipo **I_{TL}**. Ainda assim, a associação entre f_{s0} e TL também foi baixa, semelhantemente ao que foi observado para f_{s0} em função da DB.

Figura 23 – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função do teor de lignina em *E. grandis* com 22 anos de idade.

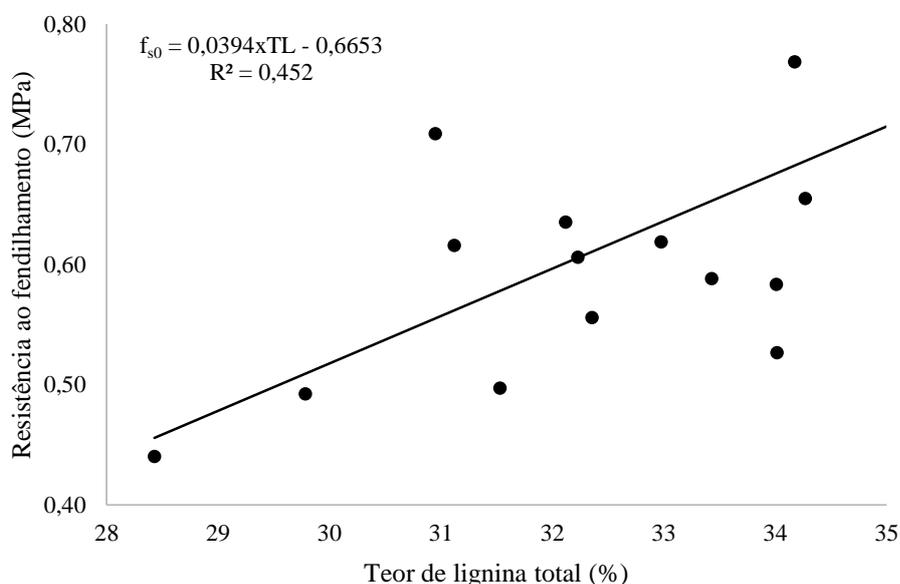


Tabela 8 – Análise de variância da regressão linear ajustada para a resistência ao fendilhamento em função do teor de lignina da madeira de *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	0,082578	11,5268*
Resíduo	18	0,007164	
Total	19		

* = significativo a 1% de probabilidade de erro.

Por ser uma substância que confere rigidez (BODIG; JAYNE, 1982), a lignina presente na parede celular confere também resistência mecânica à madeira, levando em conta a relação direta existente entre resistência e rigidez. Essa relação é atestada por Soares et al. (2018), que avaliaram propriedades mecânicas da madeira em cinco espécies de *Eucalyptus* e observaram forte relação entre a resistência e a rigidez da madeira.

Esperava-se que o maior teor de lignina na madeira a tornaria mais frágil, quebradiça e menos resistente ao fendilhamento, considerando os resultados reportados por Gacitúa et al. (2007) e Valenzuela et al. (2012a). Entretanto, o inverso disto foi observado na Figura 23. A justificativa para esse resultado pode estar no fato de que a camada S2 ocupa a maior proporção da parede celular, sendo que o teor de lignina nela contida é o maior responsável pela lignina total existente na madeira. Isso permite inferir que o aumento do teor de lignina na camada S2 pode provocar o aumento da resistência mecânica da madeira ao fendilhamento, a partir dos resultados mostrados no presente estudo.

É importante salientar que, aliada à rigidez conferida pela lignina à camada S2 da parede celular, existe a resistência conferida pelas microfibrilas de celulose, que tem papel fundamental como reforço dentro da matriz de lignina e hemicelulose, no que se refere à resistência mecânica da madeira.

5.4 Resistência ao fendilhamento em função das propriedades da madeira – ajuste de modelo de regressão múltipla

A Equação 11 apresenta o modelo de regressão linear múltipla ajustado para estimar f_{s0} em função de DB, AMV, APV e TL e a Tabela 9 mostra o teste de significância dos parâmetros utilizados para ajustar o modelo.

$$f_{s0} = 0,236907 + 0,344503 \times DB - 0,0000221769 \times AMV - 0,0119249 \times APV + 0,0237229 \times TL \quad (11)$$

Em que: f_{s0} = resistência ao fendilhamento; DB = densidade básica; AMV = área média do vaso; APV = área percentual de vasos; TL = teor de lignina.

Tabela 9 – Teste de significância dos parâmetros do modelo de regressão linear múltipla (EQUAÇÃO 11) a partir da estatística T de Student.

Parâmetro	Estimativa	Estatística T
Teor de lignina (TL)	0,0237229	3,21509**
Área percentual de vasos (APV)	-0,0119249	-3,05157**
Área média do vaso (AMV)	-0,0000221769	-2,13415*
Densidade básica (DB)	0,344503	0,684234 ^{ns}
Constante	0,236907	0,494909 ^{ns}

* significativo a 5% de probabilidade de erro; ** = significativo a 1% de probabilidade de erro; ns = não significativo.

A variável que mais contribuiu para o ajuste do modelo foi TL, enquanto DB foi a variável que menos contribuiu. Esta inferência baseia-se na estatística T de Student apresentada na Tabela 9, que indica menor contribuição do modelo quando o valor de T calculado é mais próximo de zero, independentemente do sinal (negativo ou positivo).

Observa-se ainda na Tabela 9 que o parâmetro DB não foi significativo para o modelo ajustado (EQUAÇÃO 11), o que sugere a remoção desta propriedade do modelo. Porém, a Tabela 10 mostra que mesmo contendo este parâmetro, a regressão é significativa a 1% de probabilidade de erro e apresenta R^2 igual a 0,853. Este R^2 é maior do que os R^2 das regressões simples ajustadas para cada propriedade separadamente.

Tabela 10 – Análise de variância da regressão múltipla ajustada para a resistência ao fendilhamento em função da densidade básica, teor de lignina, área média do vaso e área percentual de vasos em *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	4	0,0390131	16,00*
Resíduo	11	0,00243833	
Total	15		

* = significativo a 1% de probabilidade de erro.

É interessante que o modelo de regressão múltipla tenha apresentado melhor ajuste que os modelos de regressão simples, levando em conta que é um modelo considerado mais complexo por envolver quatro variáveis independentes. Para a análise de regressão múltipla, foi preciso utilizar como fonte de dados somente as amostras em que todas as propriedades (f_{s0} , DB, AMV, APV e TL) haviam sido determinadas. Como todas as análises foram feitas em apenas 16 corpos de prova dentre todos os 50 inicialmente ensaiados no fendilhamento, o número de observações utilizadas para o ajuste do modelo de regressão linear múltipla foi reduzido a 16. Ainda assim, o modelo de regressão múltipla foi capaz de estimar com maior precisão a resistência ao fendilhamento a partir da densidade básica, área média do vaso, área percentual de vasos e teor de lignina da madeira, por ser mais completo do que os modelos de regressão simples. Contudo, o parâmetro DB não foi significativo no modelo apresentado na Equação 11, o que pode estar relacionado à baixa influência dessa propriedade na resistência ao fendilhamento.

Com a exclusão a variável DB, foi ajustado novo modelo de regressão linear múltipla para estimar f_{s0} em função de AMV, APV e TL, que é apresentado na Equação 12.

$$f_{s0} = 0,488195 - 0,0000274737xAMV - 0,0126727xAPV + 0,0243431xTL \quad (12)$$

Em que: f_{s0} = resistência ao fendilhamento; AMV = área média do vaso; APV = área percentual de vasos; TL = teor de lignina.

É possível observar na Tabela 11 que a constante se manteve não significativa para o segundo modelo de regressão linear múltipla ajustado (EQUAÇÃO 12). Contudo, todos os parâmetros do modelo foram melhorados, comparando os valores da estatística T de Student vistos na Tabela 11 com aqueles da Tabela 9. A variável que mais contribuiu para o ajuste do modelo representado pela Equação 12 foi AMV, enquanto o TL foi a variável que menos contribuiu. Ainda assim, todas as variáveis independentes contribuíram significativamente para o ajuste do segundo modelo de regressão múltipla.

Tabela 11 – Teste de significância dos parâmetros do modelo de regressão linear múltipla (EQUAÇÃO 12) a partir da estatística T de Student.

Parâmetro	Estimativa	Estatística T
Teor de lignina (TL)	0,0243431	3,40053*
Área média do vaso (AMV)	-0,0000274737	-4,05405*
Área percentual de vasos (APV)	-0,0126727	-3,45516*
Constante	0,488195	1,62651 ^{ns}

* significativo a 1% de probabilidade de erro; ns = não significativo.

O R^2 do modelo mostrado na Equação 12 (0,847) é semelhante ao R^2 do modelo visto na Equação 11 (0,853). Esse resultado permite inferir que o parâmetro DB tem baixa influência no ajuste do modelo de regressão linear múltipla que estima f_{s0} . A ANOVA da regressão apresentada na Tabela 12 mostra que o modelo apresentado na Equação 12 é significativo a 1% de probabilidade de erro.

Tabela 12 – Análise de variância da regressão múltipla ajustada para a resistência ao fendilhamento em função do teor de lignina, área média do vaso e área percentual de vasos em *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	3	0,051637	22,16*
Resíduo	12	0,00233027	
Total	15		

* = significativo a 1% de probabilidade de erro.

5.5 Resistência ao fendilhamento em função das propriedades nanomecânicas da parede celular

As análises de regressão foram realizadas para os dados de f_{s0} em função de H , E_s e RD , considerando a classificação em três grupos realizada pela análise Cluster (FIGURA 18).

Buscando respostas quanto às possíveis relações entre as propriedades nanomecânicas da parede celular das fibras e a resistência da madeira ao fendilhamento, foram ajustados modelos de regressão linear simples, após a eliminação de pontos identificados como outliers. Observou-se que os ajustes dos modelos gerados a partir dos dados pertencentes ao grupo 3 foram melhores do que os ajustes daqueles obtidos para os dados pertencentes aos grupos 1 e 2. Esse resultado é compreensível, levando em conta que os dados dos grupos 1 e 2 são de provenientes da nanoindentação em regiões do lenho que não oferecem resistência mecânica à madeira (lumes de células e parede celular de parênquima). Os Apêndices A, B, C, D, E e F mostram os modelos ajustados, os coeficientes de determinação e as linhas de tendências para a resistência fendilhamento em função dos dados nanomecânicos (H , E_s e RD) dos grupos 1 e 2, que não foram significativos e apresentaram coeficiente de determinação muito baixo.

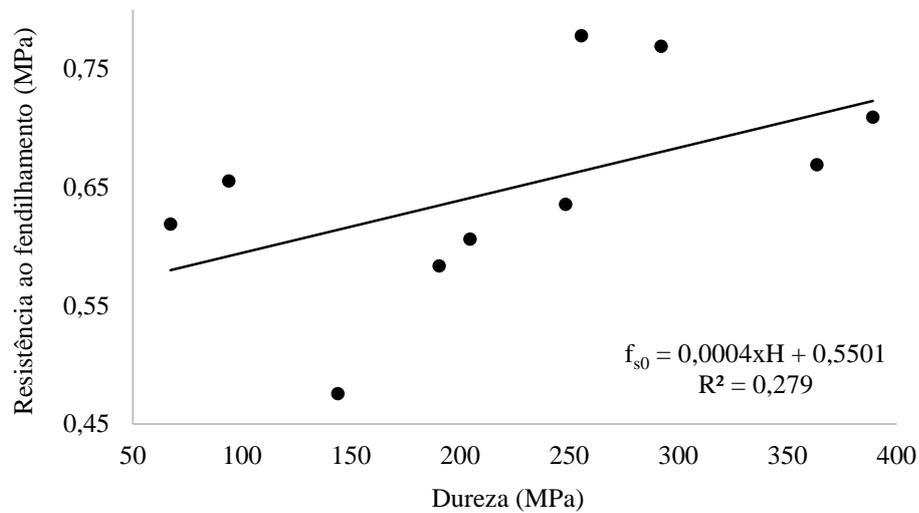
Portanto, a discussão do item 5.5 tem como foco as análises de regressão realizadas para a resistência ao fendilhamento da madeira em função das propriedades nanomecânicas da parede celular do grupo 3, que possivelmente são dados provenientes da nanoindentação da parede celular de fibras.

As ANOVAs das regressões e discussões a respeito dos modelos ajustados para estimar a resistência ao fendilhamento em função da dureza, módulo de elasticidade efetivo e razão de ductilidade da parede celular do grupo 3 são apresentados nos itens 5.5.1, 5.5.2 e 5.5.3, respectivamente.

5.5.1 Resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular

A Figura 24 mostra o modelo ajustado por meio da análise de regressão linear simples para estimar a resistência ao fendilhamento da madeira em função da dureza da parede celular das fibras (grupo 3), além do coeficiente de determinação do modelo.

Figura 24 – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular (grupo 3) na madeira de *E. grandis*.



A linha de tendência do gráfico na Figura 24 aponta que o aumento de H ocasiona o aumento da resistência da madeira ao fendilhamento. Esse resultado indica que o aumento da dureza da parede celular leva à redução da propensão da madeira às rachaduras do tipo **I_{TL}**. Entretanto, o modelo só é significativo assumindo uma probabilidade de erro de 10%, como mostra a Tabela 19, considerada uma probabilidade de erro alta.

Tabela 19 – Análise de variância da regressão ajustada para a resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular (grupo 3) na madeira de *E. grandis*.

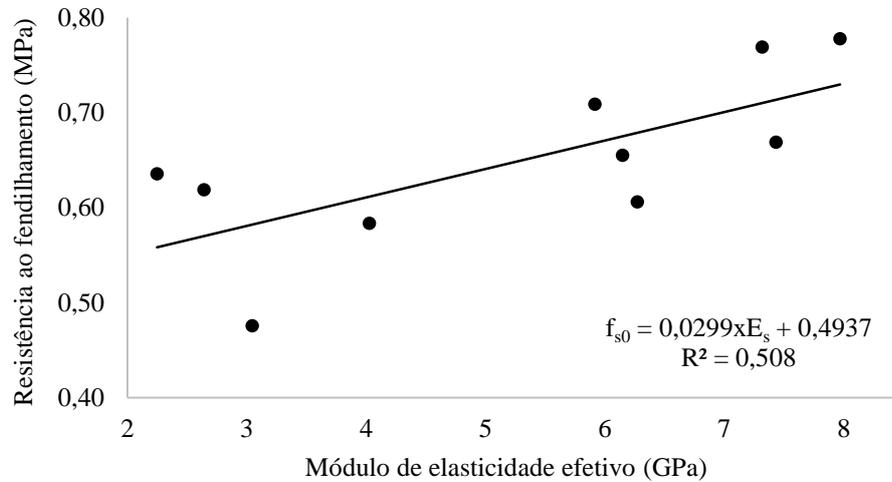
	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	0,020147	3,09*
Resíduo	8	0,006511	
Total	9		

* = significativo a 10% de probabilidade de erro.

5.5.2 Resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular

O comportamento da resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular das fibras (grupo) 3 é apresentado na Figura 25, onde são mostrados a linha de tendência do gráfico, o modelo ajustado e o coeficiente de determinação. De acordo com a Tabela 20, o modelo é significativo a 5% de probabilidade de erro.

Figura 25 – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular (grupo 3) na madeira de *E. grandis*.



A tendência apresentada na Figura 25 mostra que o aumento do módulo de elasticidade reduzido da parede celular das fibras provoca o aumento da resistência mecânica da madeira ao fendilhamento. Esse é um indicativo de que quanto mais rígida for a parede celular das fibras, menos propensa ela será ao surgimento das rachaduras. O modelo ajustado tem coeficiente de determinação de 0,508, indicando que a variação de E_s do grupo 3 pode explicar até aproximadamente 51% da variação de f_{s0} . Levando em conta a discussão do resultado visto no item “5.3 – Resistência ao fendilhamento em função do teor de lignina”, pode-se inferir que o aumento da rigidez da camada S2 da parede celular das fibras reduz a propensão da madeira às rachaduras do tipo I_{TL} .

Tabela 20 – Análise de variância da regressão ajustada para a resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular (grupo 3) na madeira de *E. grandis*.

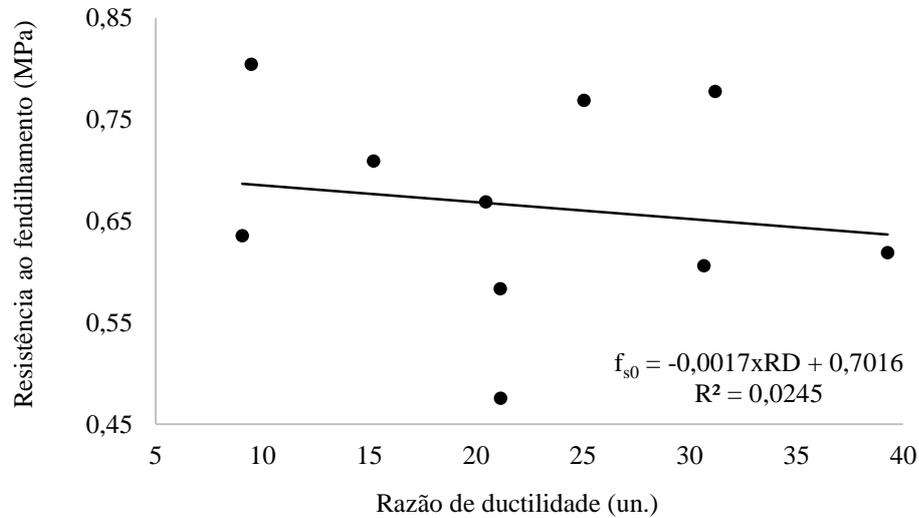
	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	0,036466	8,26*
Resíduo	8	0,004412	
Total	9		

* = significativo a 5% de probabilidade de erro.

5.5.3 Resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular

O modelo ajustado para estimar a resistência ao fendilhamento em função razão de ductilidade da parede das fibras (grupo 3) é apresentado na Figura 26, assim como a tendência do gráfico e o coeficiente de determinação do modelo.

Figura 26 – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular (grupo 3) na madeira de *E. grandis*.



A Figura 26 mostra que não há tendência clara de comportamento dos dados de resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular das fibras. Os dados encontram-se dispersos e além disso, o coeficiente de determinação do modelo é muito baixo, comparado aos vistos nas demais análises de regressão apresentadas no presente estudo. A partir desses dados, não é possível se fazer inferências a respeito da influência da razão de ductilidade da parede celular das fibras na propensão da madeira às rachaduras do tipo **ITL**.

A Tabela 21 reforça o resultado visto na Figura 26, mostrando por meio da ANOVA da regressão que o modelo não é significativo estatisticamente.

Tabela 21 – Análise de variância da regressão quadrática ajustada para a resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular (grupo 3) na madeira de *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	0,002299	0,20 ^{ns}
Resíduo	8	0,011435	
Total	9		

ns = não significativo.

5.6 Caracterização nanomecânica da parede celular na madeira

De modo geral, houve dificuldade em identificar padrões claros de comportamento da propensão da madeira à ocorrência de rachaduras em função dos dados nanomecânicos da

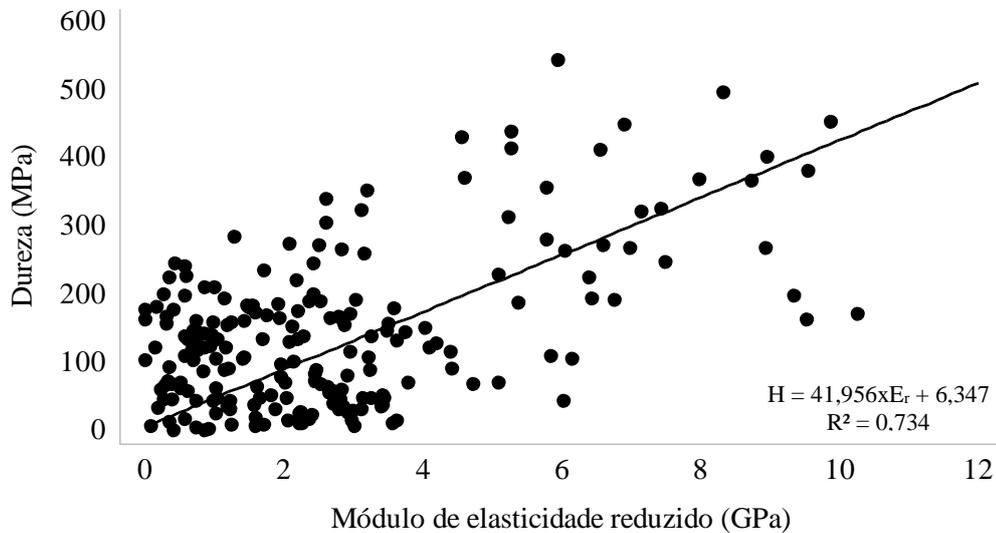
parede celular. Isto é visto também nos trabalhos de Gacitúa et al. (2007), Valenzuela et al. (2012a) e Valenzuela et al. (2012b). Os resultados descritos por eles indicam a existência de relações entre as propriedades nanomecânicas da parede celular e os pontos de fragilidade da estrutura anatômica e da ultraestrutura da parede celular das fibras, que podem originar rachaduras na madeira de *E. nitens*. Entretanto, os resultados obtidos pelos autores não possibilitaram distinguir madeiras com ou sem rachaduras com base nos dados nanomecânicos de dureza, módulo de elasticidade e razão de ductilidade da parede celular.

A dificuldade em encontrar relações claras entre as propriedades mecânicas da parede celular – medidas em escala nano – e a resistência mecânica ao fendilhamento (f_{s0}) – medida em escala macro – pode ser explicada pelo fato de haver outros fatores também em escala macro (inclinação da grã e imperfeições na estrutura interna dos corpos de prova imperceptíveis visualmente, por exemplo), que podem afetar mais a variável f_{s0} do que os parâmetros nanomecânicos aqui avaliados. Apesar disso, acredita-se ser importante o aprofundamento nesse tipo de estudo e o aprimoramento das técnicas de análise nanomecânica aplicadas na madeira para que seja possível alcançar resultados experimentais que expliquem melhor o fenômeno estudado em relação às propriedades nanomecânicas da parede celular. A caracterização nanomecânica da madeira permitiu avaliar o comportamento da parede celular mediante a nanoindentação, fornecendo informações relevantes e consideráveis para o conhecimento do material madeira.

Alguns microscópios de força atômica (MFA) já possuem a capacidade de medir a elasticidade dos materiais à escala “nano”. O módulo de elasticidade é medido em escala ainda menor do que os nanoindentadores, levando em conta as dimensões da agulha acoplada ao cantiléver (elementos sensores do MFA) em comparação com as dimensões da ponta do nanoindentador. A partir disso, o uso do dispositivo nanoindentador, que precisa ser adquirido separadamente do MFA, passa a não ser indispensável para medição da elasticidade. Entretanto, o MFA não é capaz de medir a dureza dos materiais, o que é uma desvantagem do método.

A partir da caracterização nanomecânica da parede celular realizada no presente estudo, observou-se que a dureza (H) pode ser estimada a partir do módulo de elasticidade reduzido (E_r), como mostrado na Figura 27. O ajuste do modelo foi feito utilizando todos os dados obtidos com as nanoindentações realizadas nas 15 amostras de madeira.

Figura 27 - Comportamento da dureza em função do módulo de elasticidade da parede celular na madeira de *E. grandis*.



O R^2 do modelo visto na Figura 27 é de 0,734 e indica que aproximadamente 73% da variação de H pode ser explicada pela variação de E_r .

A Tabela 22 apresenta a ANOVA da regressão, onde é possível verificar que o modelo linear ajustado é significativo a 1% de probabilidade de erro.

Tabela 22 – Análise de variância da regressão linear ajustada para a dureza em função do módulo de elasticidade da parede celular na madeira de *E. grandis*.

	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado
Regressão	1	3516399	1409,75*
Resíduo	512	2494,34	
Total	513		

* = significativo a 1% de probabilidade de erro.

A razão de ductilidade (RD) também apresenta bom ajuste de modelo de regressão quando estimado em função de E_r ou H. Contudo, esses modelos não foram apresentados por haver colinearidade entre essas variáveis, pois, como mostra a Equação 7, RD é calculado a partir das variáveis módulo de elasticidade efetivo (E_s) e H. Por sua vez, E_s é obtido com base em E_r (EQUAÇÃO 6).

6 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos no presente estudo permitem concluir que:

A densidade básica e o conteúdo de lignina se relacionam diretamente com a resistência ao fendilhamento, indicando que quanto maiores forem os valores dessas propriedades, menor tenderá a ser a incidência de rachaduras do tipo **I_{TL}** na madeira.

Os parâmetros dos vasos se relacionam inversamente com a resistência ao fendilhamento, apontando que quanto maiores forem a área média do vaso e a área total ocupada pelos vasos na madeira, maior probabilidade a madeira terá de sofrer rachaduras do tipo **I_{TL}**.

O modelo de regressão linear múltiplo é capaz de estimar a resistência da madeira ao fendilhamento em função do teor de lignina, da área média do vaso e da área percentual de vasos, haja visto que a densidade básica não contribui beneficemente com o modelo.

O módulo de elasticidade efetivo da parede celular das fibras se relaciona positivamente com a resistência da madeira ao fendilhamento, de modo que quanto maior for a rigidez da parede celular das fibras, menos propensa a madeira será às rachaduras do tipo **I_{TL}**.

De modo semelhante ao módulo de elasticidade efetivo, a dureza da parede celular das fibras tem relação positiva com a resistência da madeira ao fendilhamento, significando que quanto maior for a dureza da parede celular, menor será a incidência de rachaduras do tipo **I_{TL}** na madeira.

Não foi constatada relação entre a propriedade nanomecânica razão de ductilidade da parede celular e a resistência mecânica da madeira ao fendilhamento.

A caracterização nanomecânica das células presentes na madeira de *E. grandis* mostrou que é possível estimar a dureza da parede celular a partir do módulo de elasticidade reduzido por meio de um modelo linear simples que explica 73% da variação da dureza a partir da variação do módulo de elasticidade reduzido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D143: Standard methods of testing small clear specimens of timber**. Filadelfia, Estados Unidos da América. 31 p., 2014.

ARAÚJO, H. J. B. Relações funcionais entre propriedades físicas e mecânicas de madeiras tropicais brasileiras. **Floresta**, v. 37, n. 3, p. 399-416, 2007.

ARCHER, R. R. **Growth stresses and strains in trees**. New York: Springer, 1986.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11941-02: Determinação da densidade básica em madeira**. Rio de Janeiro, Brasil. 6 p., 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA TÉCNICA DE CELULOSE E PAPEL. **Norma Técnica ABCP M3/89**. São Paulo, Brasil. 1974.

BAROTTO, A. J.; MONTEOLIVA, S.; GYENGE, J.; MARTINEZ-MEIER, A.; MORENO, K.; TESÓN, N.; FERNÁNDEZ, M. E. Wood density and anatomy of three Eucalyptus species: implications on hydraulic conductivity. **Forest Systems**, v. 26, n. 1, p. 11-21, 2017.

BEER, F.P.; JOHNSTON, E.R. Jr. **Mechanics of material**. 2ª ed. New York: McGraw-Hill, Inc., 1992.

BODIG, J.; JAYNE, B. A. **Mechanics of wood and wood composites**. New York: V. N. Reinhold, 1982.

BOLSHAKOV, A.; PHARR, M. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. **Journal of Materials Research**, v. 13, n. 4, p. 1049-1058, 1998.

BROWN, M. J.; MCWILLIAMS, W. H. Pine stands across the South - trends and projections. In: SOUTHERN PLANTATION WOOD QUALITY WORKSHOP, 1989, Athens. **Proceedings...** Asheville: Southeastern Forest Experiment Station, 1990. p. 1-15.

CARLQUIST, S. **Comparative wood anatomy: systematic ecological, and evolutionary aspects of dicotyledon wood**. Berlin: Springer-Verlag, 1989.

CRAIG, R. R. **Mechanics of materials**. 2ª ed. New Jersey: Wiley, 2000.

DÉJARDIN, A.; LAURANS, F.; ARNAUD, D.; BRETON, C.; PILATE, G.; LEPLÉ, J. Wood formation in Angiosperms. **Comptes Rendus Biologies**, v. 333, p. 325-334, 2010.

DIAS, F. M.; LAHR, F. A. R. Estimativa de propriedades de resistência e rigidez da madeira através da densidade aparente. **Scientia forestalis**, n. 65, p. 102-113, 2004.

DONALDSON, L. A. Lignification and lignin topochemistry: an ultrastructural view. **Phytochemistry**, Oxford, v. 57, n. 6, p. 859-873, 2001.

DOWNES, G. M.; HUDSON, I. L.; RAYMOND, C. A.; DEAN, G. H.; MICHELL, A. J.; SCHIMLECK, L. R.; EVANS, R.; MUNERI, A. **Sampling plantation Eucalypts for wood and fibre properties**. Melbourne: CSIRO, 1997.

FENGEL, D.; WAGENER, G. **Wood: chemistry, ultrastructure, reactions**. Berlin: Walter De Gruyter, 1984.

FUJINO, T.; ITOH, T. Changes in the three dimensional architecture of the cell wall during lignification of xylem cells in *Eucalyptus tereticornis*. **Holzforschung**, v. 52, n. 2, p. 111-116, 1998.

GACITÚA, W.; BALLERINI, A.; LASSERRE, J. P.; BAHR, D. Nanoindentaciones y ultraestructura en madera de *Eucalyptus nitens* con micro y meso fracturas. **Maderas. Ciencia y Tecnología**, v. 9, n. 3, p. 259-270, 2007.

GALVÃO, A. P. M.; JANKOWSKY, I. P. **Secagem racional da madeira**. São Paulo: Nobel, 1985.

GINDL, W.; GUPTA, H. S.; SCHÖBERL, T.; LICHTENEGGER, H. C.; FRATZL, P. Mechanical properties of spruce wood cell walls by nanoindentation. **Applied Physics A**, v. 79, n. 8, p. 2069-2073, 2004.

GINDL, W.; SCHÖBERL, T. The significance of the elastic modulus of wood cell walls obtained from nanoindentation measurements. **Composites Parte A** 35, p. 1345-1349, 2004.

GOLDSCHIMID, O. Ultraviolet spectra. In: SARKANEN, K. V.; LUDWIG, C. H. (Ed.). **Lignins: occurrence, formation, structure and reactions**. New York: John Wiley, 1971. p. 241-266.

GOMIDE, J. L.; DEMUNER, B. J. Determinação do teor de lignina em material lenhoso: método Klason modificado. **O Papel**, São Paulo, v. 47, n. 8, p. 36-38, ago. 1986.

HILLIS, W. E.; BROWN, A. G. **Eucalypts for wood production**. Melbourne: CSIRO, 1978.

JAKES, J. E.; STONE, D. S.; FRIHART, C. R. **Nanoindentation size effects in Wood**. 30th Annual Meeting of The Adhesion Society, Inc. February 18-21, 2007. Tampa Bay, FL. ISSN 1086-9506.

KOLLMANN, F. F. P.; CÔTÉ, W. A. **Principles of wood science and technology: solid wood**. Volume 1. New York: Springer, 1968.

KONNERTH, J.; GIERLINGER, N.; KECKES, J.; GINDL, W. Actual versus apparent within cell wall variability of nanoindentation results from wood cell walls related to cellulose microfibril angle. **Journal of Materials Science**, v. 44, n. 16, p. 4399-4406, 2009.

MATTHECK, C.; KUBLER, H. **Wood: the internal optimization of trees**. New York: Springer-Verlag (Springer Series in Wood), 1995. 129 p.

MESHITSUKA, G.; LEE, Z. Z.; NAKANO, J.; EDA, S. Studies on the nature of lignin-carbohydrate bonding. **Journal of Wood Chemistry and Technology**, v. 2, n. 3, p. 251-267, 1982.

MORAIS, P. H. D.; LONGUE JÚNIOR, D.; COLODETTE, J. L.; MORAIS, E. H. C.; JARDIM, C. M. Influence of clone harvesting age of *Eucalyptus grandis* and hybrids of *Eucalyptus grandis* x *Eucalyptus urophylla* in the wood chemical composition and in kraft pulpability. **Ciência Florestal**, v. 27, n. 1, p. 237-248, 2017.

OLIVEIRA, J. T. S. **Caracterização da madeira de eucalipto para a construção civil**. 1997. 429 p. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1997.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. **Journal of Materials Research**, v. 19, n. 1, p. 3-20, 2004.

PANSHIN, A. J.; DE ZEEUW, C. **Textbook of wood technology**. 4. ed. New York: Mc-Graw-Hill, 1980.

PELOZZI, M. M. A.; SEVERO, E. T. D.; CALONEGO, F. W.; RODRIGUES, P. L. M. Propriedades físicas dos lenhos juvenil e adulto de *Pinus elliottii* Engelm var. *elliottii* e de *Eucalyptus grandis* Hill ex Maiden. **Ciência Florestal**, v. 22, n. 2, p. 305-313, 2012.

PUTOCZKI, T.; NAIR, H.; BUTTERFIELD, B.; JACKSON S. Intra-ring checking in *Pinus radiata* D. Don: the occurrence of cell wall fracture, cell collapse, and lignin distribution. **Trees**, v. 21, n. 2, p. 221-229, 2007.

RAVEN, P. H.; EVERT, R. F.; EICHCHORN, S. E. **Biologia Vegetal**. 6. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2001.

ROWELL, R. M. **Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites**. 1. ed. Madison: CRC Press, 2005.

SANFORD, R. J. **Principles of fracture mechanics**. New Jersey: Pearson Education, Inc. Prentice Hall Upper Saddle River, 2003. 416 p.

SANTINI, E. J. Métodos de secagem de madeira. In: SEMINÁRIO SOBRE SECAGEM DE MADEIRA, 1, 1992, Santa Maria. **Anais...** Santa Maria: Editora da UFSM, 1992. p. 47-59.

SANTOS NETO, A. B. S. **Cisalhamento em corpos-de-prova de madeira**. 1999. 164 p. Dissertação (Mestrado). Departamento de Engenharia Civil – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1999.

SOARES, B. C. D.; LIMA, J. T.; GOULART, S. L.; ASSIS, C. O. Strength and stiffness of the reaction wood in five *Eucalyptus* species. **Holzforschung**, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1515/hf-2018-0091>. Acesso em: 11 set. 2018.

UGURAL, A. C.; FENSTER, S. K. **Advanced strength and applied elasticity**. 3rd edition, Prentice Hall, Inc. ISBN 0-137589-X, 1995.

VALENZUELA, P.; BUSTOS, C.; LASSERRE, J. P.; GACITÚA, W. Caracterización nanomecánica de la estructura celular y anatómica de *Eucalyptus nitens* y su relación con la frecuencia de grietas y rajaduras en madera redonda. **Maderas. Ciencia y Tecnología**, v. 14, n. 3, p. 321-337, 2012b.

VALENZUELA, P.; BUSTOS, C.; LASSERRE, J. P.; GACITÚA, W. Fracturas en madera de *Eucalyptus nitens*: Efecto de las propiedades mecánicas a nivel ultraestructural y de la anatomía celular. **Maderas. Ciencia y Tecnología**, v. 14, n. 2, p. 225-238, 2012a.

VALENZUELA, P. **Fracturas, propiedades nanomecánicas y anatomía de familias de *Eucalyptus nitens***. 2011. 91 p. Dissertação (Mestrado). Departamento de ingeniería en maderas – Universidad del Bío Bío, Concepción, Chile, 2011.

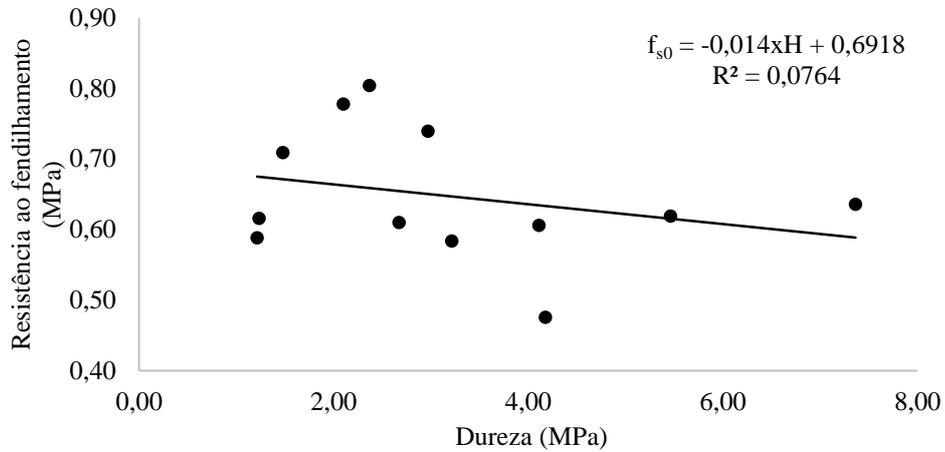
WAGNER, L.; BADER, T. K.; BORST, K. Nanoindentation of wood cell walls: effects of sample preparation and indentation protocol. **Journal of Materials Science**, v. 49, n. 1, p. 94-102, 2014.

WILCOX, W., W.; BOTSAI, E., E.; KUBLER, H. **Wood as a Building Material: a Guide for Designers and Builders**. Wiley-Interscience Publications, 1991.

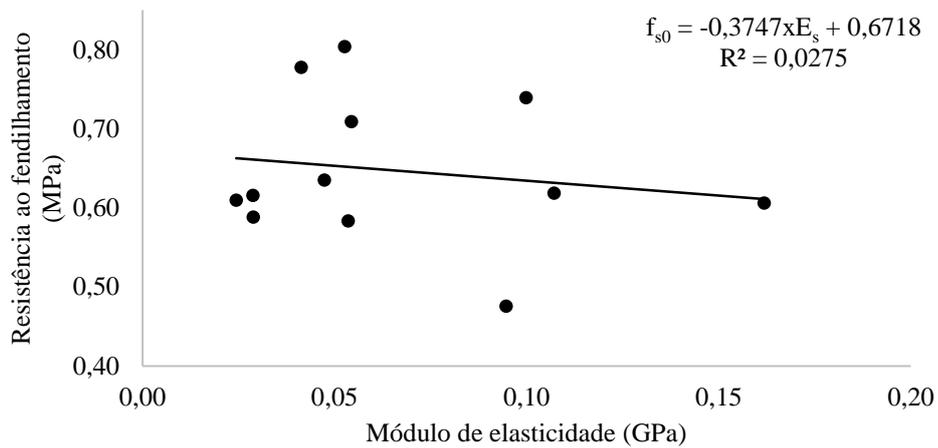
WIEDENHOEFT, A. C.; MILLER, R. B. **Structure and Function of Wood**. In: ROWELL, R. M. Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites. 1. ed. Madison: CRC Press, 2005.

ZOU, L.; JIN, H.; LU, W.; LI, X. Nanoscale structural and mechanical characterization of the cell Wall of bamboo fibers. **Materials Science and Engineering C.**, v. 29, n. 4, p. 1077-1502, 2009.

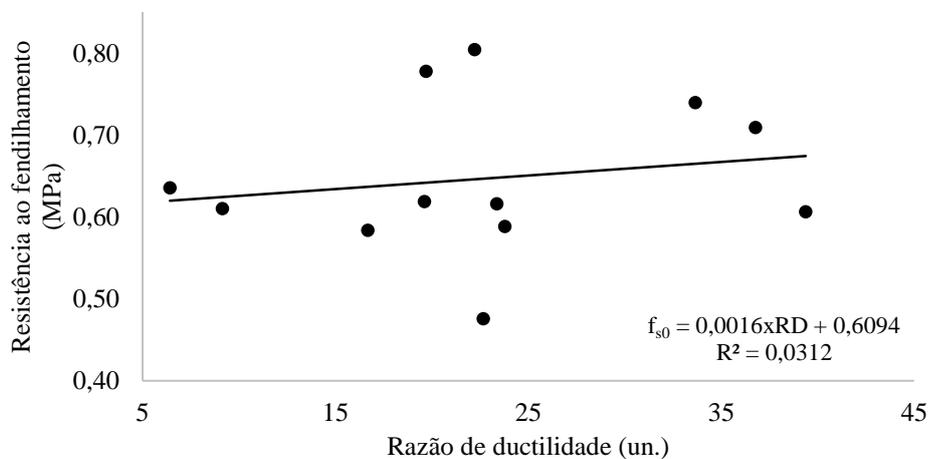
APÊNDICE A – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular (grupo 1) na madeira de *E. grandis*.



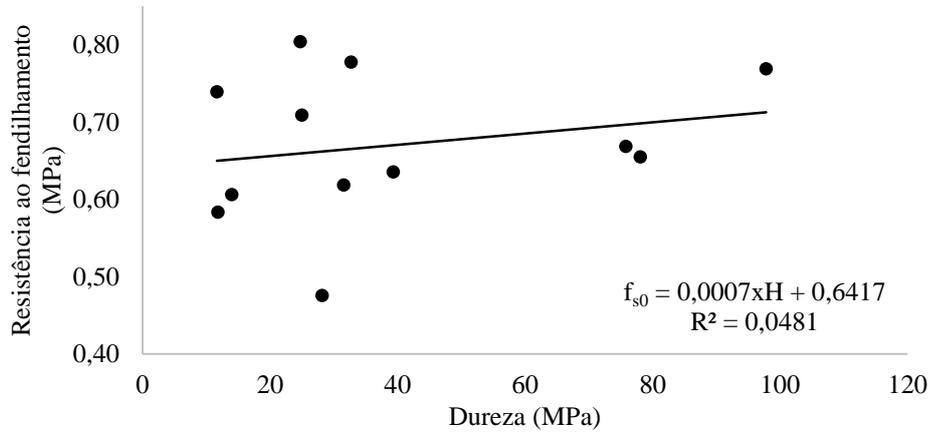
APÊNDICE B – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular (grupo 1) na madeira de *E. grandis*.



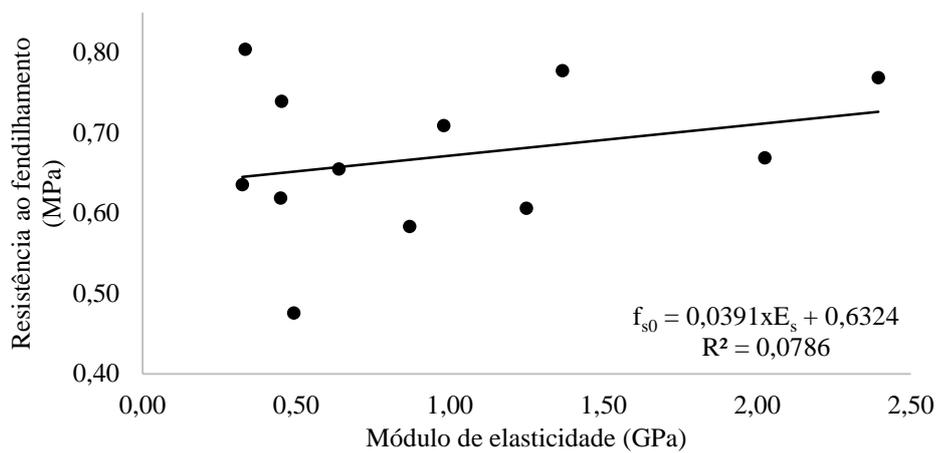
APÊNDICE C – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular (grupo 1) na madeira de *E. grandis*.



APÊNDICE D – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da dureza da parede celular (grupo 2) em *E. grandis*.



APÊNDICE E – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função do módulo de elasticidade efetivo da parede celular (grupo 2) na madeira de *E. grandis*.



APÊNDICE F – Comportamento da resistência ao fendilhamento em função da razão de ductilidade da parede celular (grupo 2) na madeira de *E. grandis*.

