

Estimativa da resistência e da elasticidade à compressão  
paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla*  
usando a espectroscopia no infravermelho próximo

Estimation of the strength and elasticity in compression parallel  
to fibers to grain of *Eucalyptus grandis* and *E. urophylla*  
wood, using near infrared spectroscopy

Paulo Ricardo Gherardi Hein<sup>1</sup>, Ana Carolina Maioli Campos<sup>2</sup>,  
José Tarcísio Lima<sup>3</sup>, Paulo Fernando Trugilho<sup>4</sup> e Gilles Chaix<sup>5</sup>

---

### Resumo

O emprego da madeira para finalidade estrutural, com segurança e economia, exige o conhecimento de suas propriedades mecânicas. A realização do ensaio é relativamente rápida, entretanto a preparação dos corpos-de-prova é uma etapa demorada e trabalhosa e freqüentemente causa desperdício de madeira devido à dificuldade de obtenção de corpos-de-prova livres de defeitos nas dimensões normalizadas. Além disso, há a necessidade de utilização de máquina de ensaio e de instrumentos de medição de deformações caso se deseje obter dados de rigidez. Uma das alternativas para contornar esses problemas é a espectroscopia no infravermelho próximo ou NIRS (Near Infrared Spectroscopy), que é um método indireto, rápido e preciso para a predição de muitas propriedades da madeira. A utilização desta técnica na avaliação de algumas propriedades mecânicas pode reduzir o tempo, o custo e as perdas de material, principalmente em peças com alta incidência de defeitos, mas para isso, é necessário efetuar uma etapa de calibração a partir de dados de referência. O objetivo deste trabalho foi avaliar a eficiência da espectroscopia no infravermelho próximo para estimar a resistência e a elasticidade à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla*. Os ensaios de compressão paralela às fibras foram executados em Máquina Universal de Ensaio e seguiram os procedimentos da norma ASTM D-143 - 94 (1997). Os espectros no infravermelho próximo foram adquiridos em um espectrômetro com varredura de 4.000 a 12.500 cm<sup>-1</sup> em modo de reflexão difusa. Assim, a informação espectral obtida sobre a face transversal dos corpos-de-prova foi correlacionada com os valores das propriedades mecânicas pela regressão dos mínimos quadrados parciais. A resistência e a elasticidade à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla* podem ser estimadas por modelos que apresentam coeficientes de determinação na validação cruzada de 0,78 e 0,75 respectivamente, que são valores satisfatórios considerando a simplicidade e a rapidez na execução da análise pelo NIRS.

**Palavras-chave:** Espectroscopia no infravermelho próximo, Regressão dos mínimos quadrados parciais, Propriedade mecânica, *Eucalyptus*

### Abstract

The use of wood for structural purposes, safely and economically, requires knowledge of its mechanical properties. The mechanical test is relatively quick, however, sample preparation is a laborious and time-consuming processes which causes waste of wood due to the difficulty to obtain free of defects samples with standard dimensions. Furthermore, to obtain data about stiffness (modulus of elasticity) the use of machine testing with a large capacity and for measuring deformation is required. One alternative to circumvent these problems is the near infrared spectroscopy (NIRS), which is an indirect, fast and accurate method for the prediction of many wood properties. The use of this technique for the evaluation of

---

<sup>1</sup>Doutorando na Université Montpellier 2 - CIRAD - PERSYST Department - TA B-40/16 - Production and Processing of Tropical Woods - 73 rue Jean-François Breton - 34398 Montpellier - France - E-mail: [phein1980@gmail.com](mailto:phein1980@gmail.com)

<sup>2</sup>Doutoranda em Ciências Florestais no Departamento de Ciências Florestais da Universidade Federal de Lavras - Caixa Postal 3037 - Lavras, MG - 37200-000 - E-mail: [accampos@gmail.com](mailto:accampos@gmail.com)

<sup>3</sup>Professor Associado II do Departamento de Ciências Florestais da Universidade Federal de Lavras - Caixa Postal 3037 - Lavras, MG - 37200-000 - E-mail: [jtlima@ufla.br](mailto:jtlima@ufla.br)

<sup>4</sup>Professor Associado II do Departamento de Ciências Florestais da Universidade Federal de Lavras - Caixa Postal 3037 - Lavras, MG - 37200-000 - E-mail: [trugilho@ufla.br](mailto:trugilho@ufla.br)

<sup>5</sup>Pesquisador CIRAD (France) - BIOS Department - TA A-39 - Genetic diversity and breeding of forest species - 73 rue Jean-François Breton - 34398 Montpellier - France - E-mail: [gilles.chaix@cirad.fr](mailto:gilles.chaix@cirad.fr)

some mechanical properties can reduce the time, cost and material waste, especially in parts with a high incidence of defects, but requires a calibration step that is carried out from reference data. The objective of this work was to evaluate the efficiency of the near infrared spectroscopy to estimate the elasticity and strength in compression parallel to fibers of *Eucalyptus grandis* and *E. urophylla* wood. The trials of parallel to fibers compression were performed in a universal test machine following the procedures of the ASTM D-143-94 (1997). The absorbance spectra were acquired from a scanning spectrometer with 4,000 to 12,500  $\text{cm}^{-1}$  in diffuse reflection mode. Thus, spectral information measured on the transverse face of the samples was correlated with the values of mechanical properties by partial least square regression. The strength and elasticity in compression parallel to fibers of *Eucalyptus grandis* and *E. urophylla* wood can be estimated by models that present coefficients of determination in the validation of 0.78 and 0.75 respectively. These values are satisfactory considering the simplicity and the rapidity required for NIRS analysis.

**Keywords:** Near infrared spectroscopy, Partial least square regression, Mechanical properties, *Eucalyptus*

## INTRODUÇÃO

Para avaliação de madeira, a rigidez, indicada pelo módulo de elasticidade, encontra-se entre as propriedades mecânicas mais importantes (YANG e EVANS, 2003; SCANAVACA JUNIOR e GARCIA, 2004). Embora a resistência e a rigidez da madeira à compressão paralela às fibras da madeira constituam parâmetros importantes para aplicações estruturais (LIN *et al.*, 2007), o módulo de elasticidade medido em ensaio de flexão é frequentemente utilizado como critério classificatório em máquinas de classificação. Segundo Watt *et al.* (2008), o módulo de elasticidade em flexão é também considerado como propriedade chave para determinação da qualidade de madeira laminada colada.

De acordo com Yang e Evans (2003), o módulo de elasticidade obtido em flexão é uma propriedade mecânica que tem recebido considerável atenção, sobretudo quando se trata de madeiras provenientes de plantações comerciais de rápido crescimento, pois estas madeiras suprem a demanda comercial. Esse material, geralmente, contém grande proporção de madeira juvenil (JANKOWSKY, 1979) e pode não apresentar propriedades mecânicas satisfatórias para determinados usos (EVANS *et al.*, 2000). Na literatura encontram-se vários estudos que investigam as propriedades mecânicas medidas em ensaio de flexão (TREVISAN *et al.*, 2007; LIN e FU, 2008). Entretanto, verifica-se que poucos são os trabalhos que avaliam a rigidez e a resistência medidas em ensaio de compressão paralela às fibras da madeira.

Atualmente, existe grande demanda por métodos rápidos e confiáveis para seleção e classificação de madeiras, tanto pelos geneticistas, como pelas indústrias de processamento mecânico (YANG e EVANS, 2003). A existência de métodos alternativos para determinação de pro-

priedades elásticas, além de outras, poderia resultar em ganhos expressivos, tanto em termos econômicos como em tempo. Por isso, muitos métodos não-destrutivos têm sido desenvolvidos para caracterização mecânica de materiais, como os eletromagnéticos e acústicos, incluindo ultra-som e métodos vibracionais.

De maneira geral, um dos fatores mais limitantes para a execução de ensaios mecânicos é o alto custo para aquisição e manutenção dos equipamentos necessários para a sua realização. Apesar da execução do ensaio de compressão paralela às fibras ser relativamente rápida, a preparação dos corpos-de-prova é uma etapa demorada e onerosa. Além disso, a dificuldade de obtenção de corpos-de-prova livres de defeito nas dimensões exigidas pelas normas resulta em desperdício de madeira.

Uma das alternativas para contornar esses problemas são os ensaios não-destrutivos, dentre eles a espectroscopia no infravermelho próximo ou NIRS (Near Infrared Spectroscopy). NIRS é um método considerado rápido (um minuto ou menos por amostra), não-destrutivo, não-invasivo, com alta penetração da radiação emitida, aplicável em processos on-line e de aplicação universal (qualquer molécula que contenha ligações C-H, N-H, S-H ou O-H) e que exige mínima preparação de amostras (PASQUINI, 2003).

Desde os anos 80 o método tem sido usado para estimar diversas propriedades da madeira. Os primeiros trabalhos que aplicaram a técnica do NIRS em madeira investigaram as propriedades químicas, como teor de celulose (BIRKETT e GAMBINO, 1988; EASTY *et al.*, 1990; WRIGHT *et al.*, 1990).

Como o NIRS é um método baseado em espectroscopia vibracional, é ligado diretamente às propriedades químicas do material investigado. Devido a essas circunstâncias, autores como Baillères *et al.* (2002) sugerem que as

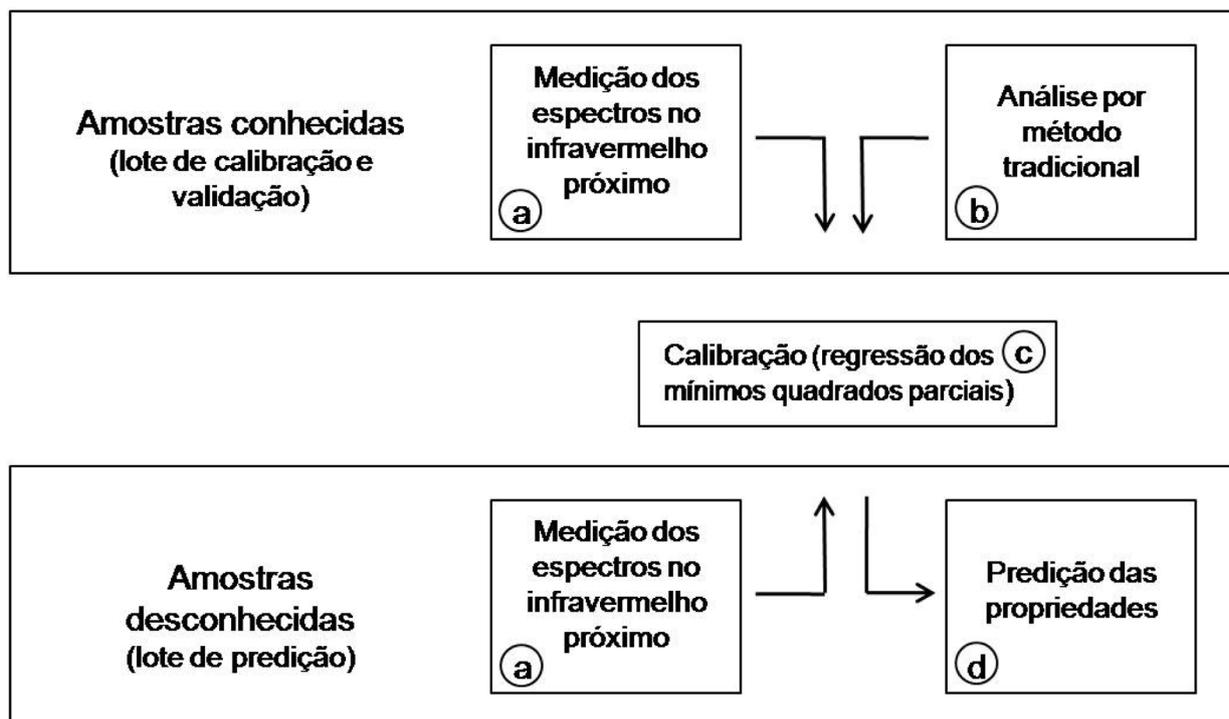
predições das propriedades da madeira a partir de espectros no NIR sejam realizadas somente para aquelas que dependem diretamente da composição e estrutura química da madeira. No entanto, vários trabalhos têm mostrado que outras propriedades da madeira, como densidade, ângulo microfibrilar e as propriedades de resistência e rigidez também podem ser estimadas por espectroscopia no infravermelho próximo (THYGESEN, 1994; HOFFMEYER e PEDERSEN, 1995; ENGSTROM *et al.*, 1998; SCHIMLECK *et al.*, 1999; FUJIMOTO *et al.*, 2008).

A técnica da espectroscopia no NIR permite a predição dessas propriedades de forma rápida e precisa, mas para isso, é necessário efetuar uma etapa de calibração, que é realizada a partir de dados de referência. Uma vez calibrado e validado (testado) o modelo, um grande número de amostras de madeiras, sem a necessidade de medições padronizadas, pode ter suas propriedades preditas rapidamente a partir da informação contida nos espectros medidos no NIR.

Um procedimento geral e simplificado para predição de propriedades a partir de dados espectrais é apresentado na Figura 1. Primeiramente é necessário que os espectros de absorvância na região do infravermelho próximo sejam medidos em todos os corpos-de-prova (Figura 1 a). Em seguida, os corpos-de-prova são submetidos à análise por método tradicional (Figura 1 b). As informações obtidas nessas etapas são correlacionadas por meio de regressão,

que na maioria dos casos é a regressão dos mínimos quadrados parciais (PASQUINI, 2003), e fornece a calibração (Figura 1 c). Finalmente, a calibração é capaz de prever, com rapidez e precisão, os valores da propriedade investigada a partir das informações espectrais de amostras desconhecidas (Figura 1 d). Os fatores que justificam a utilização da espectroscopia no infravermelho próximo para avaliação de madeiras é que as etapas "a", "c" e "d" da Figura 1 podem ser rapidamente realizadas, tornando possível a predição imediata dessas propriedades em muitas amostras desconhecidas. Vale esclarecer que as amostras desconhecidas devem apresentar as mesmas características (mesma espécie, idade, origem) daquelas usadas para a calibração do modelo e que os corpos-de-prova, mesmo após análise pelo NIRS, podem ser guardados e reaproveitados para futuras inspeções.

Hein *et al.* (2009a) afirmam que a utilização da espectroscopia no infravermelho próximo para a avaliação de características da madeira, como as propriedades mecânicas, é possível devido ao fato de que a expressão dessas propriedades sofre alguma influência de outras de caráter químico (BURGER e RICHTER, 1991). Nesse sentido, PANSWIN e DE ZEEUW (1980) relatam que o comportamento mecânico da madeira não depende apenas da quantidade de massa nela presente, mas também das proporções dos componentes da parede celular e dos extrativos presentes no lume.



**Figura 1.** Procedimento para predição de propriedades a partir de dados espectrais.  
**Figure 1.** Procedure for properties prediction from spectral data.

Por isso, analisando os trabalhos de ENGS-TROM *et al.* (1998), SCHIMLECK *et al.* (2001), GINDL *et al.* (2001), SO *et al.* (2002), KELLEY *et al.* (2004), FUJIMOTO *et al.*, (2007), FUJIMOTO *et al.*, (2008) fica evidente que é possível utilizar a técnica NIRS para predição de propriedades mecânicas de madeiras com confiabilidade. Sua aplicação para a estimativa das propriedades mecânicas de madeiras a partir das informações espectrais pode auxiliar na redução de tempo, custos e desperdício de recursos, sendo uma importante ferramenta na avaliação, seleção e classificação de madeiras.

Contudo, a espectroscopia no infravermelho próximo, principalmente quando medida em reflexão difusa, pode apresentar alguns problemas como o espalhamento de luz e falhas devido às diferenças de espessura das amostras (PASQUINI, 2003). Algumas técnicas matemáticas são úteis para reduzir esses freqüentes efeitos, como os pré-tratamentos espectrais, que consistem na remoção de informações irrelevantes na calibração. Isto é importante tanto para a precisão da predição da propriedade, como para a interpretação dos espectros (NÆS *et al.*, 2002).

Assim, o objetivo deste trabalho foi utilizar a técnica de espectroscopia no infravermelho próximo para estimar a resistência e a elasticidade à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla*.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Amostragem

Foram utilizados, neste estudo, clones de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla* com idade de 6,5 anos provenientes de plantações comerciais da Plantar S.A., localizada em Curvelo, na região central do Estado de Minas Gerais. Amostras foram cortadas nas posições central, intermediária e externa de pranchões centrais de um metro de comprimento retirados da base do tronco. Os 140 corpos-de-prova utilizados para ensaio de compressão paralela às fibras, livres de defeitos, foram produzidos com as dimensões de 100 x 25 x 25 mm, com faces tangenciais e radiais bem definidas. O módulo de elasticidade ( $E_{c0,m}$ ) e a resistência da madeira ( $F_{c0,k}$ ) foram determinados em ensaio de compressão paralela às fibras de acordo a norma ASTM (1997), seguindo a padronização da norma D 143-94 (Standard Methods of Testing Small Clear Specimens of Timber). Os testes foram realizados na Máquina Universal de Ensaio, modelo EMIC DL – 30 kN.

### Aquisição espectral

A aquisição dos espectros no infravermelho próximo foi realizada por meio de um Bruker (Optik GmbH, Ettlingen, Germany), modelo Vector, que é um espectrômetro baseado em transformada de Fourier e é equipado com uma esfera de integração. A aquisição espectral foi realizada na gama de 4.000 a 12.500  $\text{cm}^{-1}$  com uma resolução espectral de 8  $\text{cm}^{-1}$  em modo de reflexão difusa. Os espectros foram adquiridos diretamente nas duas extremidades (face transversal) de cada corpo-de-prova, sendo que cada espectro representou a média de 32 varreduras e o espectro utilizado para calibração foi obtido por meio da média das medidas das duas faces.

### Parâmetros de calibração, validação e seleção dos modelos

As calibrações foram ajustadas pelo método de regressão dos mínimos quadrados parciais (PLS regression) por meio do programa The Unscrambler® (CAMO AS, Norway) versão 9.7. Os modelos foram ajustados pelo método PLS-1 com um máximo de doze variáveis latentes, sendo que o número adotado para cada modelo foi o valor sugerido pelo programa estatístico.

Para suprimir parte do ruído e melhorar a qualidade do sinal, os pré-tratamentos da primeira e segunda derivada foram empregados nas informações espectrais. Para a primeira derivada, foram adotados polinômios de segunda ordem com janela espectral de 13 variáveis e para a segunda derivada, foram adotados polinômios de terceira ordem com janela espectral de 25 variáveis. A primeira e a segunda derivada dos espectros foram calculadas utilizando o algoritmo proposto por Savitzky e Golay (1964). Segundo Martens e Tormod (1989) a aplicação da primeira ou segunda derivada sobre os dados espectrais brutos resulta em ampliação dos ombros espectrais e redução do efeito das inclinações provocadas na linha de base do espectro, devido à morfologia das partículas. Em alguns casos, os pré-tratamentos são aplicados para evitar eventuais erros de medição devido a diferenças de caminho óptico da luz, diferenças de densidade das amostras e outras fontes de variação (GIORDANENGO, 2005).

Para detectar amostras anômalas (outliers), os parâmetros resíduos de student e valor de leverage foram analisados, conforme sugerido por HEIN *et al.* (2009a). As amostras classificadas como outliers não foram incluídas na fase de calibração e validação dos modelos.

Para cada propriedade calibraram-se seis curvas, perfazendo um total de 36 modelos preditivos. Os modelos foram divididos em dois grupos de acordo com o método de validação empregado: validação cruzada e independente. Dentro de cada grupo, foram utilizados os espectros originais e pré-tratados por primeira e segunda derivativa.

Para a validação da equação de calibração foram adotados os métodos da validação cruzada e da validação independente. Na validação cruzada, a amostragem foi dividida em 16 segmentos de calibração, sendo que em cada segmento oito amostras foram selecionadas (ao acaso) para validação do modelo. Para a validação independente foram utilizadas 100 amostras para calibração e 40 para validação, com seleção aleatória das amostras. A determinação dos parâmetros de calibração e validação foi baseada em análises preliminares.

De acordo com Williams e Sobering (1993) uma forma de verificar a precisão de uma calibração é por meio da relação de desempenho do desvio (RDP), que é calculada como a razão entre o desvio padrão dos valores de referência e o erro padrão da predição ou validação cruzada (SEP ou SECV). Assim, quanto maior o valor de RPD, melhor é o ajuste do modelo (FUJIMOTO *et al.*, 2008).

Os critérios adotados para selecionar os modelos de predição seguiram as recomendações descritas em HEIN *et al.* (2009b) e foram os seguintes: (i) coeficiente de determinação do modelo na validação cruzada ( $R^2_{cv}$ ) ou validação independente ( $R^2_p$ ); (ii) erro padrão da validação cruzada (RMSECV) ou validação independente (RMSEP); (iii) número de variáveis latentes (VL) utilizado na calibração e (iv) relação de desempenho do desvio (RPD).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização mecânica da madeira de *Eucalyptus grandis*

A Tabela 1 apresenta os resultados de resistência e de elasticidade à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla*.

Os resultados apresentados pela Tabela 1 permitem constatar que o valor médio da resistên-

cia à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla* aos 6,5 anos de idade, obtido para os 140 corpos-de-prova estudados foi de 52,25 MPa. Para o módulo de elasticidade, o valor médio foi de 7847,64 MPa. O coeficiente de variação dessas propriedades apresentado por esses indivíduos (entre 16% e 18%) é considerado normal e são compatíveis com aqueles encontrados por outros autores (OLIVEIRA, 1997). LIMA *et al.* (1999) estudaram 26 clones de *Eucalyptus* aos oito anos e obtiveram valores menores para resistência à compressão paralela às fibras (42 MPa). MOURA (2000) analisou 10 híbridos de *Eucalyptus* aos nove anos de idade e obteve, em média, módulo de elasticidade em maior magnitude (9159 MPa) e resistência à compressão (54,50 MPa) semelhante à resistência à compressão paralela às fibras apresentado pelas madeiras deste estudo. Os valores das propriedades apresentadas na Tabela 1 são superiores aos resultados relatados em investigações com madeiras mais jovens. CRUZ *et al.* (2003) avaliaram sete clones de *Eucalyptus* com idades de 5,5 a 10,5 anos e relatou resistência à compressão variando de 40 MPa a 52 MPa e módulo de elasticidade em flexão variando de 6590 MPa a 8993 MPa. SERPA *et al.* (2005) estudando árvores maduras relataram resistência a compressão paralela às fibras variando na direção da medula à casca de 40 a 55 MPa em *Eucalyptus grandis* aos 50 anos. Isso indica que a madeira madura é mais resistente à compressão que a juvenil, no entanto, madeiras jovens podem apresentar valores dessa magnitude. MELO (2004), investigando madeira juvenil em clones de *Eucalyptus* aos 24 meses, obteve valores próximos (módulo de elasticidade = 7716 MPa e resistência à compressão paralela às fibras = 52 MPa) aos apresetados na Tabela 1 e por SERPA *et al.* (2005).

### Calibrações NIRS

Para cada propriedade investigada, modelos preditivos foram calibrados e validados por dois métodos: validação cruzada e independente. Na Tabela 2 são apresentados os resultados da seleção de calibrações com melhores parâmetros estatísticos para cada método de validação.

**Tabela 1.** Ensaio de compressão paralela às fibras.

**Table 1.** Parallel compression to grain.

	Média	sd	Máx	Min	CV	n
$E_{co}$	7848	1391	11014	3545	17,7	140
$f_{co}$	52,25	8,33	75,78	26,08	16,0	140

$E_{co}$  - módulo de elasticidade (MPa),  $f_{co}$  - resistência à compressão paralela às fibras (MPa)

**Tabela 2.** Calibrações NIRS para ensaio de compressão paralela às fibras.

**Table 2.** NIRS calibrations for parallel compression to grain test.

prop	método	cal/val	R <sup>2</sup> c	R <sup>2</sup> p	VL	outlier	RMSEC	RMSEP	RPD
E <sub>co</sub>	cruz	136/136	0,79	0,75	6	4	593,4	652,2	2,1
	ind	98/40	0,76	0,68	5	2	665,7	732,4	1,9
f <sub>co</sub>	cruz	138/138	0,77	0,73	6	2	3,82	4,22	2,0
	ind	99/39	0,8	0,78	7	2	3,63	3,82	2,2

E<sub>co</sub> - módulo de elasticidade, f<sub>co</sub> - resistência à compressão paralela às fibras, cruz - validação cruzada, ind - validação independente, R<sup>2</sup>c - coeficiente de determinação do modelo de calibração, R<sup>2</sup>p - coeficiente de determinação do modelo de predição, VL - número de variáveis latentes; outlier - número de amostras descartadas, RMSEC - erro padrão da calibração (em MPa), RMSEP - erro padrão da predição (em MPa) e RPD - relação de desempenho do desvio.

Por meio da regressão dos mínimos quadrados parciais foram calibrados modelos para prever as propriedades mecânicas da madeira. O módulo de elasticidade (MOE) em ensaio de compressão paralela às fibras da madeira foi ajustado com coeficiente de determinação (R<sup>2</sup>) de 0,75 na validação cruzada e 0,68 na validação independente (teste). Para a resistência à compressão paralela (RCP), o modelo apresentou um R<sup>2</sup>p na validação cruzada de 0,73 e 0,78 na validação independente. Os métodos de validação apresentaram parâmetros estatísticos diferentes. Para o MOE, o método de validação cruzada apresentou melhores resultados, (R<sup>2</sup>cv=0,75) quando comparada à validação em um lote independente (R<sup>2</sup>p=0,68), contudo, o primeiro método exigiu uma variável latente a mais e foram descartadas quatro amostras anômalas. A validação da RCP pelo método independente produziu resultados melhores (R<sup>2</sup>p=0,78), que a validação cruzada (R<sup>2</sup>cv=0,73), utilizando-se o mesmo número de amostras (dois outliers) e apenas uma variável latente a mais. Pasquini (2003) recomenda o uso da validação independente, pois o método produz resultados mais reais. Na validação independente, a predição de novas amostras não depende dos dados utilizados na construção e otimização do modelo. Giordanengo (2005) sugere que a validação cruzada seja utilizada apenas nos casos em que o número de amostras é limitado.

Na calibração do MOE, o valor de RPD alcançado pelo método cruzado (RPD=2,13) foi superior ao método independente (RPD=1,90). Para a calibração da resistência à compressão paralela, o RPD alcançado foi superior pelo método de validação independente (RPD=2,20).

Verifica-se que as estatísticas associadas às calibrações para prever as propriedades mecânicas medidas em ensaio de compressão (Tabela 2) foram comparáveis aos obtidos nos estudos que se basearam principalmente nos ensaios de flexão estática.

Gindl *et al.* (2001) investigaram madeiras de *Larix decidua* Mill. e obtiveram boas estatísticas

em seus modelos baseados em NIRS para prever. Estes autores ajustaram modelos com coeficiente de correlação de 0,98 e 0,96 entre os valores medidos e preditos para calibração e validação cruzada, respectivamente, do módulo de elasticidade em flexão. Schimleck *et al.*, (2001) estudaram 69 amostras de *Eucalyptus delegatensis* provenientes de florestas nativas em Vitória, Austrália e obtiveram calibração com R<sup>2</sup> de 0,90 para o módulo de elasticidade em flexão e predição com R<sup>2</sup> de 0,88, sendo o SEP de 1,59 GPa. Para a tensão de ruptura esses pesquisadores desenvolveram calibrações com R<sup>2</sup> de 0,78 e erro padrão de predição de 10,9 MPa. So *et al.* (2002) ajustaram boas calibrações para estimar a tensão de ruptura (R<sup>2</sup>=0,88) e módulo de elasticidade (R<sup>2</sup>=0,87) em ensaio de flexão em madeiras de *Pinus taeda* L. com idade variando entre 15 e 55 anos. Kelley *et al.* (2004) avaliaram seis tipos de madeira (*Pinus taeda*, *Pinus palustris* Mill., *Pinus elliotti* Engelm., *Pinus echinata* Mill., *Pinus ponderosa* Dougl. Ex Laws e *Pseudotsuga menziesii*) com idades entre 26 e 60 anos. Os autores ajustaram calibrações com R<sup>2</sup> variando de 0,81 a 0,89 e validações com R<sup>2</sup> de 0,81 a 0,90 para módulo de elasticidade em ensaio de flexão. Para a estimativa da tensão de ruptura, esta equipe de pesquisadores apresentou calibrações e validações com R<sup>2</sup> entre 0,85 e 0,90. No entanto, Danvind (1999) relatou que a variável módulo de elasticidade obtida em ensaio de flexão, apresentou baixa influência na modelagem baseada em espectros no infravermelho próximo.

As diferenças nas informações espectrais medidas nas faces radial, tangencial e transversal da madeira ainda não estão bem estabelecidas. Fujimoto *et al.* (2008) aplicaram a espectroscopia no infravermelho próximo para estimar propriedades mecânicas em duas espécies do gênero *Larix*. Eles usaram espectros medidos nas faces tangencial (R<sup>2</sup>=0,61-0,84) e radial (R<sup>2</sup>=0,73-0,89) e concluíram que as calibrações a partir dos dois tipos de espectros apresentam a mesma tendência geral, embora os espectros medidos na face radial tenham apresentado

correlações em maior magnitude. Para a estimativa da densidade básica da madeira, Hein (2008) e Hein *et al.* (2009a) também relataram que espectros medidos na face radial da madeira forneceram modelos mais precisos. Neste trabalho foram utilizados apenas os espectros medidos na face transversal das amostras com o objetivo de prever as propriedades mecânicas. Considerando que as informações a respeito da densidade e de propriedades mecânicas estão contidas de forma complexa nos espectros medidos no infravermelho próximo, constata-se que atenção especial deve ser dada a este detalhe metodológico, pois há uma suspeita de que espectros medidos nas faces radiais de madeiras contenham informações importantes para a construção de modelos de regressão.

### Efeito do filtro espectral nas calibrações

Buscando a melhoria das estatísticas associadas aos modelos de calibração, duas rotinas de pré-tratamento espectral foram utilizadas: a primeira e segunda derivada da informação espectral.

A Tabela 3 apresenta o efeito do filtro espectral no desempenho das calibrações NIRS com validação cruzada para o ensaio de compressão paralela às fibras.

Analisando os resultados (Tabela 3) pode-se constatar que o emprego dos tratamentos es-

pectrais reduziu o coeficiente de determinação das calibrações para MOE. Para a RCP, os pré-tratamentos melhoraram as calibrações, mas não influenciaram em grande magnitude o coeficiente de determinação da validação cruzada, apesar da segunda derivada ter elevado o R<sup>2</sup>p de 0,73 para 0,74. De maneira geral, observa-se que o emprego de tratamento espectral nos dados resulta na redução de variáveis latentes (VL) utilizadas para a calibração dos modelos. Giordanengo (2005) e Hein *et al.* (2008) também relatam a mesma tendência em relação à redução do número de variáveis latentes no ajuste dos modelos após tratamento matemático. Outra implicação dos filtros espectrais verificada neste estudo foi o aumento do erro padrão da predição e conseqüente redução da relação de desempenho do desvio em todos os casos.

A Tabela 4 mostra o efeito do filtro espectral nas calibrações NIRS com validação independente para as propriedades mecânicas da madeira em compressão paralela às fibras.

Com base nos resultados apresentados na Tabela 4, a aplicação do filtro espectral produziu efeito semelhante às calibrações validadas pelo método cruzado e as estatísticas associadas aos modelos calibrados a partir de espectros tratados apresentaram a mesma tendência geral. As derivadas dos espectros reduziram o valor de RPD, o

**Tabela 3.** Efeito do filtro espectral nas calibrações NIRS com validação cruzada para ensaio de compressão paralela às fibras.  
**Table 3.** Effect of the spectral filter in NIRS calibrations, with cross-validation, for parallel compression to the fiber test.

prop	trat	R <sup>2</sup> c	R <sup>2</sup> cv	VL	outlier	RMSEC	RMSECV	RPD
E <sub>co</sub>	osd	0,79	0,75	6	4	593	652	2,1
	1d	0,78	0,70	5	2	625	734	1,9
	2d	0,77	0,69	4	2	648	749	1,9
f <sub>co</sub>	osd	0,77	0,73	6	2	3,82	4,12	2,0
	1d	0,85	0,74	6	1	3,14	4,22	2,0
	2d	0,81	0,73	4	3	3,63	4,31	2,0

E<sub>co</sub> - módulo de elasticidade, f<sub>co</sub> - resistência à compressão paralela às fibras, trat - filtro espectral, osd - dados espectrais originais, 1d - primeira derivada, 2d - segunda derivada, R<sup>2</sup>c - coeficiente de determinação do modelo de calibração, R<sup>2</sup>cv - coeficiente de determinação do modelo de validação cruzada, VL - número de variáveis latentes; outlier - número de amostras descartadas, RMSEC - erro padrão da calibração (em MPa), RMSECV - erro padrão da validação cruzada (em MPa) e RPD - relação de desempenho do desvio

**Tabela 4.** Efeito do filtro espectral nas calibrações NIRS com validação independente para ensaio de compressão paralela às fibras.

**Table 4.** Effect of the spectral filter in NIRS calibrations with independent validation set for parallel compression to fiber.

prop	cal/val	trat	R <sup>2</sup> c	R <sup>2</sup> p	VL	outlier	RMSEC	RMSEP	RPD
E <sub>co</sub>	98/40	osd	0,76	0,70	5	2	666	732	1,9
	98/40	1d	0,78	0,57	3	2	673	774	1,8
	100/40	2d	0,76	0,62	3	1	654	919	1,5
f <sub>co</sub>	99/39	osd	0,8	0,78	7	2	3,63	3,82	2,2
	100/38	1d	0,88	0,70	6	2	2,84	4,12	2,0
	100/40	2d	0,74	0,69	3	0	4,12	5,20	1,6

E<sub>co</sub> - módulo de elasticidade, f<sub>co</sub> - resistência à compressão paralela às fibras, trat - filtro espectral, osd - dados espectrais originais, 1d - primeira derivada, 2d - segunda derivada, R<sup>2</sup>c - coeficiente de determinação do modelo de calibração, R<sup>2</sup>p - coeficiente de determinação do modelo de predição, VL - número de variáveis latentes; outlier - número de amostras descartadas, RMSEC - erro padrão da calibração (em MPa), RMSEP - erro padrão da predição (em MPa) e RPD - relação de desempenho do desvio

número de variáveis latentes e os coeficientes de correlação dos modelos de predição e aumentaram o erro padrão das predições. Assim, fica constatado que, para estimativa do módulo de elasticidade e da resistência à compressão paralela em ensaio de compressão em madeiras de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla* por meio de espectroscopia no infravermelho próximo, pré-tratamentos espectrais não melhoraram as estatísticas associadas aos modelos preditivos.

De uma maneira geral, a aplicação da espectroscopia no NIR tem sido amplamente difundida e estudos recentes mostram que é possível aplicar de forma promissora essa técnica em madeiras, sobretudo, para predizer propriedades ligadas à composição química da madeira, tais como teor de lignina e extrativo. É possível também investigar, por meio da técnica NIRS, as propriedades físicas e mecânicas da madeira, pois elas têm alguma relação com a composição química do material. Fujimoto *et al.* (2008) sugerem que as bandas de absorção devido aos grupos O-H presentes na celulose contribuem em grande magnitude para a construção de modelos robustos para predição de propriedades mecânicas da madeira.

Conforme foi apontado na introdução deste trabalho, a maioria dos trabalhos nesta área que investiga madeiras maduras vem apresentando bons resultados. No entanto, para madeiras de rápido crescimento, como os *Eucalyptus* cultivados comercialmente no Brasil, e que atendem à demanda da indústria de polpa celulósica, a técnica de espectroscopia no infravermelho próximo pode ser ainda mais aprimorada. Essas madeiras, via de regra, apresentam tensões de crescimento e grande proporção de madeira juvenil em seu lenho, além de outros problemas comuns e inerentes às madeiras que crescem com alto incremento médio anual. Essas particularidades das madeiras de rápido crescimento podem influenciar, de forma negativa, o desempenho desta promissora técnica na caracterização da madeira proveniente de florestas de produção em zonas tropicais.

Para avaliação de propriedades mecânicas de madeiras por espectroscopia no NIR, Fujimoto *et al.* (2008) recomenda que medições multiponto sejam tomadas ao longo do corpo-de-prova a fim de minimizar possíveis influências como a presença de nós e grãos espiraladas da madeira. Conforme mencionado anteriormente, sugere-se que espectros medidos nas faces radiais e tangenciais sejam considerados nas

próximas investigações, pois, devido à anisotropia da madeira (maior exposição das células de parênquima na face radial, por exemplo), esses espectros podem conter mais informações a respeito do material.

## CONCLUSÃO

A partir dos resultados apresentados por este trabalho, pode-se concluir que:

- Modelos ajustados por regressão dos mínimos quadrados parciais (PLS) a partir dos espectros originais apresentaram bons coeficientes de determinação para estimativa da elasticidade e da resistência à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla* ( $R^2$  entre 0,78 e 0,75, respectivamente);
- Para a estimativa do módulo de elasticidade em ensaio de compressão, as estatísticas associadas aos modelos de calibração validados pelo método cruzado foram superiores e para as estimativas da resistência à compressão, o método da validação por lote independente resultou em desempenho superior;
- Para avaliar o módulo de elasticidade e a resistência da madeira à compressão paralela às fibras, os pré-tratamentos espectrais não melhoraram os modelos de predição, provocando aumento do erro padrão de predição e redução na relação de desempenho do desvio; e
- Devido ao pouco tempo (menos de um minuto por amostra) requerido para execução da análise por espectroscopia no infravermelho próximo, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e o erro de predição da resistência e da elasticidade à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus* podem ser considerados satisfatórios.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à empresa Plantar S.A. pela concessão das árvores e à empresa V&M Tubes pela permissão de aquisição dos espectros de absorbância utilizados neste trabalho em seu equipamento.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Annual book of ASTM standards*. Denver, 1997. p.23-53. (D 143-94 - Standard methods of testing small, clear specimens of timber).

- BAILLÈRES, H.; DAVRIEUX, F.; HAM-PICHAVANT, F. Near infrared analysis as a tool for rapid screening of some major wood characteristics in a *Eucalyptus* breeding program. **Annals of Forest Science**, Nancy, v.59, p.479-490, 2002.
- BIRKETT, M.D.; GAMBINO, M.J.T. Potential applications for Near Infrared Spectroscopy in the pulping industry. **Paper Southern Africa**, v.11, n.12, p.34-38, 1988.
- BURGER, L.M.; RICHTER, H.R. **Anatomia da madeira**. São Paulo: Nobel, 1991. 154p.
- CRUZ, C.R.; LIMA, J.T.; MUNIZ, G.I.B. Variações dentro das árvores e entre clones das propriedades físicas e mecânicas da madeira de híbridos de *Eucalyptus*. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, v.64, n.1, p.33-47, 2003.
- DANVIND, J. **Systems to dynamically measure shape changes in wooden sample sticks to determine shrinkage, twist, crook, bow, MOE and Poisson's ratio**. 1999. Dissertação (Mestrado) - Lulea University of Technology, Lulea, 1999.
- EASTY, D.B.; BERBEN, S.A.; DETHOMAS, F.A.; BRIMMER, P.J. Near-infrared Spectroscopy for the analysis of wood pulp: quantifying hardwood-softwood mixtures and estimating lignin content. **Tappi Journal**, Atlanta, v.73, n.10, p.257-261, 1990.
- ENGSTROM, B.; JOHNSON, B.; HEDQUIST, M.; GROTHAGE, M.; SUNDSTROM, H.; ARLEBRANDT, A. Process modeling system for particleboard manufacturing, incorporating Near Infrared Spectroscopy on dried wood particles. In: EUROPEAN PANEL PRODUCTS SYMPOSIUM, 2., 1998, Liandudno, Wales. **Proceedings...** Liandudno, Wales, 1998. p.107-114.
- EVANS, J.W.; SENFT, J.E.; GREEN, D.W. Juvenile wood effect in red alder: analysis of physical and mechanical data to delineate juvenile and mature wood zones. **Forest Products Journal**, Madison, v.50, n.7/8, p.75-87, 2000.
- FUJIMOTO, T.; KURATA, Y.; MATSUMOTO, K.; TSUCHIKAWA, S. Application of near infrared spectroscopy for estimating wood mechanical properties of small clear and full length lumber specimens. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Chichester, v.16, p.529-537, 2008.
- FUJIMOTO, T.; YAMAMOTO, H.; TSUCHIKAWA, S. Estimation of wood stiffness and strength properties of hybrid larch by near infrared spectroscopy. **Applied Spectroscopy**, Bound Brook, v.61, p.882-888, 2007.
- GINDL, W.; TEISCHINGER, A.; SCHWANNINGER, M.; HINTERSTOISSER, B. The relationship between Near Infrared Spectra of radial wood surfaces and wood mechanical properties. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Chichester, v.9, p.255-261, 2001.
- GIORDANENGO, T. **Commentaire bibliographique sur les procédures d'évaluation de la composition chimique du bois par spectrométrie proche infrarouge: rapport de DEA Sciences du Bois**. Montpellier: ENGREF, 2005. 106p.
- HEIN, P.R.G. **Avaliação das propriedades da madeira de *Eucalyptus urophylla* por meio da espectroscopia no infravermelho próximo**. 2008. 75p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2008.
- HEIN, P.R.G.; CAMPOS, A.C.M.; LIMA, J.T.; CHAIX, G. Uso da espectroscopia para avaliação de densidade básica e propriedades colorimétricas da madeira de 14 espécies. In: ENCONTRO BRASILEIRO EM MADEIRAS E EM ESTRUTURAS DE MADEIRAS, 11., 2008, Londrina. **Anais...** Londrina: IBRAMEM, 2008.
- HEIN, P.R.G.; LIMA, J.T.; CHAIX, G. Robustness of models based on near infrared spectra to predict the basic density in *Eucalyptus urophylla* wood. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Chichester, v.17, n.3, p.141-150, 2009a.
- HEIN, P.R.G.; CAMPOS, A.C.M.; TRUGILHO, P.F.; LIMA, J.T.; CHAIX, G. Near infrared spectroscopy for estimating wood basic density in *Eucalyptus urophylla* and *Eucalyptus grandis*. **Cerne**, Lavras, v.15, n.2, p.133-141, 2009b.
- HOFFMEYER, P.; PEDERSEN, J.G. Evaluation of density and strength of Norway spruce by near infrared reflectance spectroscopy. **Holz als Roh- und Werkstoff**, Berlin, v.53, p.165-170, 1995.
- JANKOWSKY, I.P. Madeira juvenil, formação e aproveitamento industrial. **Circular Técnica IPEF**, Piracicaba, n.81, p.1-18, 1979.

- KELLEY, S.S.; RIALS, T.G.; GROOM, L.R.; SO, C-L. Use of Near Infrared Spectroscopy to predict the mechanical properties of six softwoods. **Holzforschung**, Berlin, v.58, p.252-260, 2004.
- LIMA, J.T.; BREESE, M.C.; CAHALAN, C.M. Variation in compression strength parallel to the grain in *Eucalyptus* clones. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE DEVELOPMENT OF WOOD SCIENCE, 4, 1999, High Wycombe. **Proceedings...** 1999, p.502-510.
- LIN, C-H.; TSAI, M-J.; LEE, C-J.; WANG, S-Y.; LIN, L-D. Effects of ring characteristics on the compressive strength and dynamic modulus of elasticity of seven softwood species. **Holzforschung**, Berlin, v.61, p.414-418, 2007.
- LIN, L.; FU, F. Segregation of *Eucalyptus* lumbers for finger-jointed using longitudinal vibration. **Chinese Forestry Science and Technology**, v.7, n.1, p.64-70, 2008.
- MARTENS, H.E.; TORMOD, N. Multivariate calibration. New York: John Wiley, 1989.
- MELO, V.M. **Variações nas propriedades da madeira de clones de *Eucalyptus* cultivados em diferentes topografias e sujeitos a tempestades.** 2004. 115p. Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2004.
- MOURA, M.C.O. **Varição em características do crescimento e da madeira em clones de *Eucalyptus*.** 2000. 63p. Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2000.
- NÆS, T.; ISAKSSON, T.; FEARN, T.; DAVIES, T. A user-friendly guide to multivariate calibration and classification. **NIR Publication**, Chichester, p.344, 2002.
- OLIVEIRA, J.T.S. **Caracterização da madeira de eucalipto para a construção civil.** 1997. 2v. Tese (Doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1997.
- PANSHIN, A.J.; DE ZEEUW, C. **Textbook of wood technology.** 2.ed. New York: McGraw-Hill, 1964. v.1, 641p.
- PASQUINI, C. Near Infrared Spectroscopy: fundamentals, practical aspects and analytical applications. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, São Paulo, v.14, n.2, p.198-219, 2003.
- SAVITZKY, A.; GOLAY, M.J.E. Smoothing and differentiation of data by simplified least-squares procedures. **Analytical Chemistry**, Washington, n.36, p.1627-1639, 1964.
- SCANAVACA JUNIOR, L.; GARCIA, J.N. Determinação das propriedades físicas e mecânicas da madeira de *Eucalyptus urophylla*. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, n.65, p.120-129, 2004.
- SCHIMLECK, L.R.; EVANS, R.; ILIC, J. Estimation of *Eucalyptus delegatensis* wood properties by Near Infrared Spectroscopy. **Canadian Journal of Forest Research**, Ottawa, v.31 p.1671-1675, 2001.
- SCHIMLECK, L.R.; MICHELL, A.J.; RAYMOND, C.A.; MUNERI, A. Estimation of basic density of *Eucalyptus globulus* using Near-Infrared Spectroscopy. **Canadian Journal of Forest Research**, Ottawa, v.29, p.194-201, 1999.
- SERPA, P.N.; VITAL, B.R.; LUCIA, R.M.D.; PIMENTA, A.S. Avaliação de algumas propriedades da madeira de *Eucalyptus grandis*, *Eucalyptus saligna* e *Pinus elliottii*. **Revista Árvore**, Viçosa, v.27, p.723-733, 2003.
- SO, C-L.; GROOM, L.H.; RIALS, T.G.; SNELL, R.; KELLEY, S.S.; MEGLEN, R. Rapid assessment of the fundamental property variation of wood. In: BIENNIAL SOUTHERN SILVICULTURAL RESEARCH CONFERENCE, 11., 2002, Asheville, NC. **Proceedings...** Asheville: USDA, Forest Service, 2002. p.176-180.
- THYGESEN, L.G. Determination of dry matter content and basic density of Norway spruce by Near Infrared Reflectance and Transmission Spectroscopy. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Chichester, v.2, p.127-135, 1994.
- TREVISAN, T.; TIEPPO, F.M.M.; CARVALHO, A.G.; LELIS, R.C.C. Avaliação de propriedades físicas e mecânicas da madeira de cinco espécies florestais em função da deterioração em dois ambientes. **Revista Árvore**, Viçosa, v.31, n.1, 93-101, 2007.

- WATT, M.S.; CLINTON, P.W.; COKER, G.; DAVIS, M.R.; SIMCOCK, R.; PARFITT, R.L.; DANDO, J. Modelling the influence of environment and stand characteristics on basic density and modulus of elasticity for young *Pinus radiata* and *Cupressus lusitanica*. **Forest Ecology and Management**, Amsterdam, v.255, p.1023-1033, 2008.
- WILLIAMS, P.C.; SOBERING, D.C. Comparison of commercial Near Infrared transmittance and reflectance instruments for analysis of whole grains and seeds. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Chichester, v.1, n.1, p.25-33, 1993.
- WRIGHT, J.A.; BIRKETT, M.D.; GAMBINO, M.J.T. Prediction of pulp yield and cellulose content from wood samples using Near Infrared Reflectance Spectroscopy. **Tappi Journal**, Atlanta, v.73, n.8, p.164-166, 1990.
- YANG, J.L.; EVANS, R. Prediction of MOE of *Eucalyptus* wood from microfibril angle and density. **Holz als Roh- und Werkstoff**, Berlin, v.61, p.449-452, 2003.

Recebido em 23/04/2008

Aceito para publicação em 19/05/2009

