



Uso da Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR) para Predição Não-Destrutiva de Densidade Básica da Madeira de *Pinus taeda*

Washington Luiz Esteves Magalhães¹
Fernanda Zangiski²
Claudete Hara Klein³
Antonio Rioyei Higa⁴

1. Introdução

A avaliação da qualidade da madeira é uma atividade rotineira nos programas de melhoramento florestal focados para a produção de celulose, porém, poderia ser mais intensivamente utilizada desde que fosse operacionalmente mais prática. Em programas orientados para outros usos da madeira, a investigação de suas características tecnológicas, embora bastante úteis, tem sido bem menos freqüente. O *Pinus taeda* é a espécie de conífera mais plantada na Região Sul do Brasil e tem se mostrado uma excelente espécie para produção de madeira no País devido ao seu grande incremento volumétrico e alta qualidade da madeira. Segundo McKeand et al. (2001), ganhos genéticos podem exceder a 35% da produção em volume quando comparados a *Pinus* não melhorados.

A densidade básica apresenta grande variabilidade associada com moderada herdabilidade, sendo, portanto, um caráter importante na seleção de árvores para o melhoramento florestal. O conhecimento da densidade básica da madeira e das dimensões das fibras permite prever as propriedades do papel a ser produzido.

Embora a densidade seja uma medida grosseira refletindo a somatória de numerosas variáveis dentro dos sucessivos anéis de crescimento, ela tem sido investigada mais que qualquer outra propriedade da madeira (BARRICHELO & BRITO, 1979). A determinação da densidade básica pelos procedimentos convencionais consome muitos dias desde o preparo das amostras até a obtenção dos resultados. Segundo Shimoyama & Barrichelo (1989), a densidade básica é um parâmetro de difícil avaliação na fase de seleção de árvores superiores. De um modo geral, os laboratórios de qualidade da madeira conseguem medir a densidade de no máximo 1.500 árvores anualmente. Apesar desta argumentação, foram realizados trabalhos com essa característica que mostra ter, realmente, alta variabilidade e considerável controle genético, fatores fundamentais para o emprego de qualquer método de melhoramento.

As radiações eletromagnéticas na faixa do NIR apresentam pequena absorção pelo material lignocelulósico permitindo o uso de amostras com quase nenhuma preparação prévia. NIRS é a sigla de uma técnica denominada "near infrared spectroscopy" -espectroscopia no infravermelho

¹ Engenheira Química, Doutor, Pesquisador da *Embrapa Florestas*. wmagalha@cnpf.embrapa.br

² Engenheira Florestal, Agropastoril Gaboardi Ltda. fernanda@gaboardi.com.br

³ Zootecnista, Mestre, Técnica de Nível Superior da *Embrapa Suínos e Aves*. chara@cnpas.embrapa.br

⁴ Engenheiro Florestal, Doutor, Professor da Universidade Federal do Paraná. higa@ufpr.br

próximo - que permite a análise química e física da madeira sem coleta de discos, não sendo necessário a derrubada da árvore mas, somente, a retirada de rolos de incremento. Constitui-se, portanto, em um método não destrutivo (SCHIMLECK et al. 2004). O NIR corresponde a uma faixa do espectro da radiação eletromagnética com comprimento de onda entre 800 e 2.400 nm. A intensidade de radiação que é refletida da superfície da amostra e analisada como uma função de comprimento de onda é usualmente apresentada como espectro de absorvância. As mudanças no espectro devido às mudanças na composição química podem ser quantificadas e são de utilidade técnica (POPE, 1995). Motivações para o uso da tecnologia do NIR em laboratórios analíticos incluem a rapidez de análises, ausência de preparação de amostras, simplicidade de procedimento, e melhor repetibilidade em comparação ao tradicional método de análises químicas. O baixo custo devido à rapidez das análises justifica a compra do equipamento.

O método aqui proposto consiste em associar espectros de NIR com propriedades da madeira determinadas convencionalmente. Desenvolve-se, então, uma curva de calibração usando estatística multivariada. Uma vez desenvolvida esta calibração e feita a sua validação externa, basta obter um espectro da amostra desconhecida e rapidamente prever a propriedade desejada. Este método consome cerca de 90 segundos para a realização de uma análise e apresenta outras vantagens, como a não utilização de quaisquer substâncias químicas e a quase total independência de erros de operador.

Este trabalho tem por objetivo avaliar a técnica de análise por reflectância difusa de infravermelho próximo (NIR) na determinação da densidade básica em pó da madeira de *Pinus taeda*.

2. Material e Métodos

2.1. Amostragem e preparação do material

Foram utilizadas 15 árvores de *Pinus taeda*, com cinco anos de idade provenientes de um plantio comercial de propriedade da Florestal Vale do Corisco, localizada no Município de Jaguariaíva, com altitude de 850 m (CITY BRAZIL, 2004), no Estado do Paraná. As árvores que constituíram a amostra de estudo foram definidas aleatoriamente na população de plantas e classificadas pelo desenvolvimento médio em diâmetro e altura baseado na distribuição de freqüência.

Foram coletados dois discos de madeira de posições relativas à altura comercial, com aproximadamente 3 cm de espessura, com exceção dos dois últimos discos retirados (100% da altura comercial) que possuíam 5 cm de

espessura. O diâmetro comercial mínimo fixado foi de 8 cm. As posições de corte dos discos corresponderam às alturas DAP (diâmetro à altura do peito a 1,30 m), 0% (base), 25%, 50%, 75% e 100% da altura comercial. Os discos devidamente codificados e acondicionados foram transportados para o Laboratório de Tecnologia da Madeira da *Embrapa Florestas* para a preparação das amostras. As análises foram realizadas por anel de crescimento, totalizando 290 amostras.

2.2. Medida convencional da densidade básica da madeira

O cálculo da densidade básica foi realizado de acordo com Barrichello (1983). Foram retiradas cunhas dos discos coletados, destes, separados os anéis de crescimento, e posteriormente colocados em água para saturação total das amostras. Foram determinados os pesos imersos das amostras saturadas com o auxílio de um dispositivo especial acoplado ao prato da balança. A seguir, foi realizada a pesagem das amostras após a remoção da água superficial em excesso, obtendo-se o peso saturado. Depois da secagem das amostras em estufa regulada em $105 \pm 3^\circ\text{C}$ até peso constante para a obtenção do peso seco.

A densidade básica foi calculada utilizando-se a relação:

$$r_b = PS / (P_{SAT} - P_i)$$

Onde:

r_b = densidade básica (g/cm³)

PS = peso seco (g)

P_{SAT} = peso saturado (g)

P_i = peso imerso (g)

A balança usada tem precisão na segunda casa decimal (0,01 g), portanto o erro da medida na densidade é no máximo de 10 kg/m³.

2.3 NIR

Para as análises de infravermelho, a madeira foi transformada em serragem usando-se o moinho de facas tipo Wiley.

A serragem foi peneirada de acordo com as normas TAPPI (TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY, 1968) e ABTCP (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA TÉCNICA DE CELULOSE E PAPEL, 1974). Utilizou-se fração 40/60 ($F_{40/60}$) – fração de serragem que atravessa a peneira de 40 mesh e fica retida na peneira de 60 mesh.

As amostras foram devidamente acondicionadas em saquinhos plásticos, encaixotadas e enviadas para a Embrapa Suínos e Aves (Concórdia, SC), para a obtenção dos espectros no equipamento NIRSystems Modelo 6500 (Foss). Os espectros foram coletados com uma resolução de 1 nm entre os comprimentos de onda de 400 a 2.500 nm. Os resultados foram analisados na *Embrapa Florestas* (Colombo, PR).

O modelo matemático utilizado foi o de mínimos quadrados parciais (PLS) modificado do software NSAS que acompanha o equipamento. Os espectros foram derivados, mas não foi feita nenhuma correção de sinal, foi usada validação cruzada com quatro segmentos e no máximo 10 variáveis latentes, sendo que o software NSAS recomenda ao final da análise o número de variáveis latentes ideal.

A avaliação de como a calibração ajusta os dados é fornecido pelo erro padrão de calibração. O erro padrão de predição (SEP) fornece uma avaliação da qualidade da predição feita pela curva de calibração para um conjunto de amostras diferentes daquelas usadas na calibração. O desvio da razão de performance (RDP), calculado como a razão entre o desvio padrão dos valores de referência ao SEP, foi usado para determinar a habilidade de predição da calibração (SCHIMLECK & EVANS, 2004). Um valor de RDP maior que 2,5 é considerado satisfatório para seleção, todavia Schimleck et al. (2003) mostraram que um RDP de aproximadamente 1,5 pode ser usado como uma ferramenta inicial para o melhoramento.

3. Resultados e Discussão

Os valores de densidade encontrados foram baixos, provavelmente devido à idade do plantio, e mostram que a densidade aumenta da medula para a casca e do topo para a base do tronco.

A Figura 1 mostra os valores de referência medidos em laboratório de forma convencional para a densidade básica versus os valores calculados com base nos espectros de NIR obtidos da madeira. O coeficiente de determinação (R^2) encontrado para a calibração foi superior a 0,8 e o erro de validação cruzada foi cerca de 20 kg/m³ para uma densidade média de 357 Kg/m³. Os espectros de NIR têm maior correlação com os teores de lignina da madeira (MAGALHÃES et al. 2003) do que com a densidade básica. Todavia, mesmo para o caso da densidade básica a correlação ainda é alta e justifica a utilização desta metodologia.

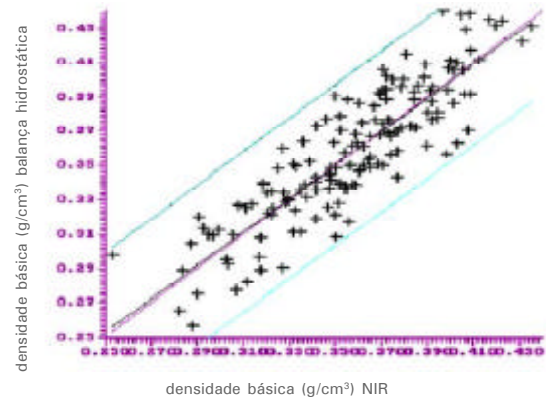


Figura 1. Valores de densidade medida pelo método convencional e predito através do Infravermelho Próximo (NIR).

A curva de calibração obtida foi testada com amostras de duas outras árvores para avaliação da capacidade de predição da calibração. O erro padrão de predição encontrado foi de 30 kg/m³, com um coeficiente de determinação R^2 de 0,35, o número de amostras usado nessa predição foi de 35.

A figura 2 mostra os valores da densidade básica medida convencionalmente versus os valores preditos pela técnica NIR.

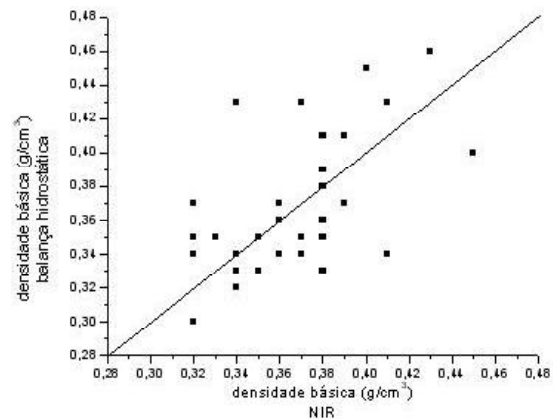


Figura 2. Valores de densidade medida pelo método convencional e predito através do Infravermelho Próximo (NIR) usando amostras externas àquelas usadas na calibração.

Observa-se que os maiores erros estão na faixa de altos valores de densidade, isto porque a curva de calibração obtida privilegia amostras com menor densidade. Esta deficiência não se deve à técnica em si, mas ao erro de amostragem para construção da curva de calibração que apresentava muitas amostras com densidade próxima à média. Para correção deste inconveniente, deve-se aumentar o espaço amostral, além de verificar se os valores convencionais de densidade e também os espectros obtidos foram corretamente medidos.

Como a técnica usa valores convencionais para obtenção da curva de calibração, o erro de predição não poderia ser menor que o erro da medida tradicional. Comparando o erro de predição com o erro da medida convencional e considerando o tempo de análise que diminui de alguns dias para cerca de 1,5 min, a técnica pode ser usada para controle de qualidade e na seleção preliminar em programas de melhoramento genético para a indústria de base florestal. O desvio da razão de performance (RDP) para este caso está por volta de 1,3 corroborando a conclusão acima.

4. Conclusão

Espectros de NIR foram obtidos de uma série de amostras de madeira de *Pinus taeda*. Modelos de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) podem ser usados para desenvolver boas correlações ($R^2 > 0,8$) entre os espectros de NIR e a densidade básica da madeira.

O R^2 e o erro de predição podem ser considerados satisfatórios se forem considerados a variabilidade natural da madeira e o pequeno tempo despendido (< 90s) para realização de uma análise. Essa rapidez poderá viabilizar o emprego do método nos programas de melhoramento.

5. Referências

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA TÉCNICA DE CELULOSE E PAPEL. **Normas de ensaio**. São Paulo, 1974. Não paginado.
- BARRICHELO, L. E. G. Densidade básica: subsídios para determinação (1º parte). **Informações SQCE**, n. 3, p. 1-6, 1983.
- BARRICHELO, L. E. G.; BRITO, J. O. Variabilidade radial da madeira de *Pinus caribaea* var. *hondurensis*. **IPEF**, n. 18, p. 81-102, 1979
- CITY BRAZIL. **PR – Cidade de Jaguariaíva**. Disponível em: <<http://www.citybrazil.com.br/pr/jaguariaiva/>>. Acesso em: 18 out. 2004.
- MAGALHÃES, W. L. E.; PEREIRA, J. C. D.; BOLZON DE MUÑIZ, G. I.; KLOCK, U.; SILVA, J. R. M. da. Determinação de propriedades de madeira através do infravermelho próximo. In: CONGRESSO FLORESTAL BRASILEIRO, 8., 2003, São Paulo. **Benefícios, produtos e serviços da floresta: oportunidades e desafios do século XXI**. São Paulo: Sociedade Brasileira de Silvicultura: Sociedade Brasileira de Engenheiros Florestais, 2003. 1 CD-ROM.
- McKEAND, S. T.; ALLEN, H. L.; GOLDFARB, B. **Tree improvement and intensive silviculture: productivity increases from modern plantation methods**. Raleigh: North Carolina State University, 2001.
- POPE, J. M. Near-infrared spectroscopy of wood products. In: CONNERS, T. E.; BANERJEE, S. (Ed.). **Surface analysis of paper**. Boca Raton: CRC Press, 1995. p. 142-151.
- SCHIMLECK, L. R., DORAN, J. C.; RIMBAWANTO, A. Near infrared spectroscopy for cost-effective screening of foliar oil characteristics in a *Melaleuca cajuputi* breeding population. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, p. 2433–2437, 2003.
- SCHIMLECK, L. R.; EVANS, R. Estimation of *Pinus radiata* D. Don tracheid morphological characteristics by near infrared spectroscopy. **Holzforchung**, v. 58, p. 66–73, 2004.
- SCHIMLECK, L. R.; JONES, P. D.; PETER, G. F.; DANIELS, R. F.; CLARK, A. Nondestructive estimation of tracheid length from sections of radial wood strips by near infrared spectroscopy. **Holzforchung**, v. 58, p. 375-381, 2004.
- SHIMOYAMA, V. R. de S.; BARRICHELO, L. E. G. Densidade básica da madeira, melhoramento e manejo florestal. **Série Técnica IPEF**, v. 6, n. 20, p. 1-22, 1989.
- TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY. **Testing methods and recommended practices**. New York, 1968. 2 v.

Comunicado Técnico, 159

Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:
Embrapa Florestas

Endereço: Estrada da Ribeira km 111 - CP 319

Fone / Fax: (0**) 41 3675-5600

E-mail: sac@cnpf.embrapa.br

Para reclamações e sugestões *Fale com o*

Ouvidor: www.embrapa.br/ouvidoria

1ª edição

1ª impressão (2006): conforme demanda



Comitê de publicações

Presidente: Luiz Roberto Graça

Secretária-Executiva: Elisabete Marques Oaida

Membros: Álvaro Figueredo dos Santos

Edilson Batista de Oliveira / Honorino R. Rodigheri /

Ivar Wendling / Maria Augusta Doetzer Rosot / Patrícia

Póvoa de Mattos / Sandra Bos Mikich / Sérgio Ahrens

Supervisor editorial: Luiz Roberto Graça

Revisão texto: Mauro Marcelo Berté

Normalização bibliográfica: Elizabeth Câmara

Trevisan / Lidia Woronkoff

Foto: Washington Luiz E. Magalhães

Editoreção eletrônica: Mauro Marcelo Berté

Expediente