



IV EVENTO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA *Embrapa Florestas*  
Colombo - 05 a 09 de dezembro de 2005

**Embrapa**

[Apresentação](#)

[Ficha Catalográfica](#)

[Programa](#)

[Lista de Autores](#)

[Lista de Trabalhos](#)

[Agradecimentos](#)

## 033

### ESTUDOS DAS PROPRIEDADES ANATÔMICAS DE *Pinus greggii* ENGELM. PREDITAS CONVENCIONALMENTE E ATRAVÉS DE ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO PRÓXIMO <sup>1</sup>

Franciele Scorsin <sup>2</sup>

Washington Luiz Esteves Magalhães <sup>3</sup>

Graciela Inês Bolzon de Muñiz <sup>4</sup>

Umberto Klock <sup>4</sup>

Romullo Luis Simão <sup>5</sup>

#### RESUMO

O setor madeireiro e de celulose e papel necessitam uniformizar e otimizar seus produtos e o controle da qualidade da madeira usada como matéria-prima é uma exigência cada vez maior. A espectroscopia de infravermelho próximo vem se difundindo como método de análise devido à rapidez, a pequena preparação de amostras, nenhum uso de reagentes químicos. Este trabalho objetiva correlacionar os espectros de NIR com as dimensões de fibras de amostras de madeira de *Pinus greggii* Engelm.. A técnica envolve a aquisição de espectros de reflectância difusa na faixa do NIR de amostras que são também submetidas às análises convencionais. A seguir é feita uma análise matemática multivariada para construir um modelo de predição das propriedades. As medidas convencionais foram feitas usando-se microscopia óptica em lâmina de macerado. Nas análises anatômicas, verificou-se uma variação de comprimento de traqueídeos entre 4100  $\mu$ m e 2300  $\mu$ m, diâmetro entre 71  $\mu$ m e 50  $\mu$ m e espessuras de parede entre 10  $\mu$ m e 19  $\mu$ m. O equipamento utilizado para obtenção dos espectros foi um espectrofotômetro FemWin900. Os cálculos matemáticos foram realizados utilizando o software Unscrambler <sup>®</sup> 9.2. As correlações encontradas para calibração e validação respectivamente foram: comprimento dos traqueídeos 68 % e 41 %; diâmetro externo 54 % e 41 %; diâmetro interno 19 % e 0,6 %; espessura de parede 64 % e 53 %. Conseguiu-se uma correlação baixa para as propriedades de comprimento e espessura dos traqueídeos, já para as duas outras propriedades não houve uma boa correlação.

<sup>1</sup> Trabalho desenvolvido na *Embrapa Florestas*

<sup>2</sup> Aluna do curso de Engenharia Industrial Madeireira, Universidade Federal do Paraná

<sup>3</sup> Pesquisador da *Embrapa Florestas*, [wmagalha@cnpf.embrapa.br](mailto:wmagalha@cnpf.embrapa.br)

<sup>4</sup> Professor da Universidade Federal do Paraná

<sup>5</sup> Mestrando da Universidade Federal do Paraná

#### INTRODUÇÃO

A madeira, composta por agregações de células vegetais, é uma das principais matérias-primas industriais.

Para se entender muitas das propriedades da madeira e de seu comportamento em serviço, torna-se necessário o estudo da anatomia da madeira, a ultraestrutura da parede celular e suas variações. As propriedades da madeira e de produtos a base da madeira estão fortemente correlacionadas com a sua estrutura anatômica (ZOBEL et al.,1959;DINWOODIE,1965).

O principal objetivo da investigação anatômica é verificar a relação existente entre as características estruturais da madeira e seu uso. Por exemplo, as dimensões das fibras da madeira fornecem indicações importantes do potencial de uma espécie para a fabricação de papel com propriedades específicas desejadas (HUGHES,1973).

Estudos comprovam a existência de estreita correlação entre volume de fibras, massa específica e resistência mecânica em dicotiledôneas, sendo os elementos celulares (fibras libriformes e

fibrotraqueóides) os mais importantes em relação à resistência mecânica (KLOCK,2000).

As técnicas convencionais para a determinação das propriedades citadas acima, principalmente as propriedades anatômicas da madeira, são geralmente demoradas, com custos elevados, imprecisas e na maioria dos casos utiliza métodos destrutivos.

Vários estudos estão sendo feitos para o desenvolvimento de metodologia mais rápida, não-destrutiva e com baixos custos. Algumas técnicas podem ser citadas, como a microscopia óptica e eletrônica, a cristalografia de raios-X, a auto-radiografia, as espectroscopias de infravermelho e de ultravioleta, entre outras (NISGOSKI,2005).

O objetivo do presente trabalho foi avaliar as propriedades anatômicas de *Pinus greggii* Engelm. com idade de 13 anos, em diversas alturas e árvores, através de métodos convencionais e usando uma calibração multivariada com a espectroscopia de infravermelho próximo.

## REVISÃO DE LITERATURA

O *P. greggii*, também conhecido como "pino gabarato", "pino gabaratico" ou "pino prieto", é uma espécie mexicana que, em estado natural, se encontra em duas regiões com características ambientais distintas: Região Norte do México, nos estados de Coahuila e Nuevo Leon, em altitudes entre 2.300 m até 2.700 m, em solos neutros a alcalinos em ambientes semi-áridos com precipitações médias anuais entre 400 mm e 600 mm; e Região central, em altitudes entre 1.200 m e 1.800 m, nos estados de San Luís Potosí, Hidalgo e Puebla, em solo ácido e precipitação entre 700mm e 1.600mm. Por essas características, fica claro que as procedências do segundo grupo são as mais promissoras para o plantio no sul do Brasil. (SHIMIZU,2004)

Os experimentos instalados em vários locais no Sul do Brasil têm demonstrado essa tendência, além de um claro sinal de má adaptabilidade das procedências da Região Norte do México, em forma de árvores de baixo vigor, com acículas mais curtas e rígidas do que nas procedências da Região Central, além de deformações severas no fuste e ramos. Entre as particularidades desta espécie estão a resistência a geadas severas e a precocidade do florescimento. A densidade de sua madeira varia de 450 a 550 kg/m<sup>3</sup>. Dado o grande número de ramos que produz, ela tende a concentrar um grande número de nós na madeira, tornando-a de baixa qualidade para processamento industrial ( SHIMIZU,2004).

As toras de *P. greggii* são facilmente descascadas e serradas, e a madeira não apresenta desvio excessivo de grã. Quanto à resina, existe diferença entre regiões, mas de forma geral a madeira não é muito resinosa. O efeito do sítio é altamente significativo sobre a densidade da madeira, a largura do anel, a porcentagem de lenho tardio, o comprimento dos traqueídeos, a retração, o desvio de grã e a produção de resina. Porém, esse efeito é irrelevante sobre a inclinação dos ramos, a forma do fuste e a alta concentração de nós, que são aspectos negativos da espécie. Na sua origem, a madeira é empregada na construção em geral, como escora para minas e como lenha.

A madeira de *P. greggii* apresenta um baixo teor de cinzas (0,08 %), o que é um aspecto positivo para a produção de polpa e papel e rendimento de 44 % a 45 % em polpa Kraft pré-hidrolisada não branqueada. Estes valores estão dentro dos limites de rendimento obtidos por outras espécies de *Pinus*. Não foram detectadas diferenças marcantes nas características químicas entre a madeira de *P. greggii* e de outras espécies de *Pinus*. (BORSATO,2000)

O crescimento de *P. greggii* vem se mostrando satisfatório em vários países em testes de utilização da madeira tanto para serraria quanto para papel. (BORSATO,2000)

A aplicação do infravermelho próximo teve um crescimento muito rápido com o desenvolvimento da eletrônica e dos computadores pessoais mais rápidos e potentes, e também das técnicas matemáticas multivariadas. As aplicações mais usuais desta técnica ocorrem na análise quantitativa de matérias-primas e produtos industriais e agrícolas e no controle de processos industriais.

A espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) mede a intensidade de luz infravermelha próxima espalhada por uma amostra em função do comprimento de onda, em uma faixa de 800 a 2500 nm. Essa técnica é tipicamente usada no estudo de quimiometria de grupos funcionais orgânicos, especialmente O-H, N-H, e C=O.

Um espectro de reflexão pode ser obtido com um espectrofotômetro, que consiste de uma fonte luminosa, um monocromador que contém o seletor de comprimento de onda tipo prisma ou uma rede de difração, um receptor para amostras, um fotodetector e uma impressora ou computador.

## MATERIAL E MÉTODOS

Foram estudados anatomicamente as mostras de *Pinus greggii*, provenientes de florestas com 13 anos da Klabin SC. Estas amostras são oriundas de um teste de família e progênies, as mudas foram produzidas via sementes e plantadas em uma área experimental onde a testemunha foi o *P. taeda*, para a comparação com o desenvolvimento das famílias de *P. greggii* em igual tratamento. Foram analisadas 20 árvores, com alturas médias de 16 m. Foram coletados discos ao longo da altura das árvores de 3,10 m em 3,10 m (cerca de sete em cada árvore em média nas seguintes alturas: 2,3 m, 4,6 m, 6,9 m, 9,2 m, 11,5 m, 13,8 m, 16,1 m).

Utilizou-se a técnica de maceração para separar fibras que foram usadas na montagem de lâminas provisórias para as medidas anatômicas. Cunhas dos discos foram palitadas e a seguir maceradas. Assim, a média dos valores medidos é automaticamente ponderada além de manter o mesmo padrão das amostras utilizadas para obtenção dos espectros de NIR.

Foi utilizado o método nítrico-acético para maceração através do seguinte procedimento(BARRICHELO, et al.):

- a) preparo do material: palitar as amostras de madeira na espessura de 2 mm;
- b) preparo da solução macerante obtida pela mistura de ácido nítrico concentrado e ácido acético glacial na proporção de 1:3;
- c) maceração: colocar em tubo de ensaio os palitos de madeira e um volume da mistura macerante suficiente para manter as amostras submersas. Levar o conjunto para banho-maria em ebulição dentro de capela com exaustor. O tempo de maceração durou cerca de uma hora, a seguir foi lavada com água destilada e o resíduo desintegrado;
- d) medições: foram feitas as medições em microscópio óptico em  $\mu\text{m}$ ; para medição do comprimento utilizou-se a objetiva de 5x e para a medição dos diâmetros interno e externo usou-se a objetiva de 10x. Os resultados foram dados em micrômetros.

Foram feitas 30 medidas por lâmina dos traqueídeos das seguintes dimensões: comprimento, diâmetro externo. O microscópio óptico utilizado foi o AXIOPLAN 2 "ZEISS".

Os espectros de NIR foram obtidos a partir da serragem de cunhas dos discos das toras. As médias dos valores medidos foram utilizadas como referências para a calibração do NIR.

Os espectros de reflectância foram obtidos das amostras de serragem utilizando um espectrofotômetro FenWin900 (FEMTO) de fabricação nacional. Os espectros foram coletados de 1 em 1 nm, em um intervalo variando de 1100 a 2500 nm. O equipamento utiliza um corpo de teflon como referência e opera em modo de reflectância difusa (log 1/R). Foram coletados 101 espectros de 20 árvores de *P. greggii*.

Os dados foram analisados com o software Unscrambler® 9,2, utilizou-se a calibração multivariada, feita por uma regressão pela técnica dos mínimos quadrados parciais (PLS), com validação cruzada. Obtiveram-se os erros padrões de calibração e validação. O método PLS faz uma regressão linear entre coeficientes gerados através das componentes principais (também chamados de escores ou autovalores) e os dados de referência. Esta técnica utiliza uma transformação das variáveis originais em 'novas' variáveis, através de algoritmos entre matrizes.

## RESULTADOS

Os valores mínimos, médios e máximos das dimensões dos traqueídeos medidas convencionalmente são mostrados na tabela 1.

Tabela 1. Dimensões dos traqueídeos de *Pinus greggii* obtidos de árvores com 13 anos de idades.

Propriedades Anatômicas	Mínimo (mm)	Médio (mm)	Máximo (mm)
Comprimento	2300	2950	4100
Diâmetro Externo	50	57	71
Diâmetro Interno (lúmen)	20	30	38
Espessura da Parede	10	13	19

Foram utilizados para o tratamento matemático feito com os espectros no infravermelho próximo 71 amostras para a calibração do modelo para o comprimento dos traqueídeos, diâmetros externo e interno (lúmen) e espessura da parede a partir de 20 amostras com a validação externa destas propriedades. Os

(lumen), e espessura de parede e outras 30 amostras para a validação externa destas propriedades. Os resultados estão mostrados na Tabela 2.

Propriedades Anatômicas	Calibração	Validação	Variância Calibração	Variância Validação	Predição
Comprimento	0,679	0,407	1600,147	2172,031	0,617
Diâmetro Externo	0,539	0,412	40,654	44,732	0,399
Diâmetro Interno	0,185	0,006	30,243	31,28	0,086
Espessura de Parede	0,639	0,526	7,607	8,548	0,05

Tabela 2. Calibração e Validação de valores de propriedades anatômicas de *P. greggii* pelo programa Unscrambler 9.2.

A Figura 1 mostra os valores preditos pela regressão PLS comparados com os valores referência medidos para o comprimento dos traqueídeos. Os erros padrões encontrados para calibração e validação foram, respectivamente, 263 mm e 340 mm.

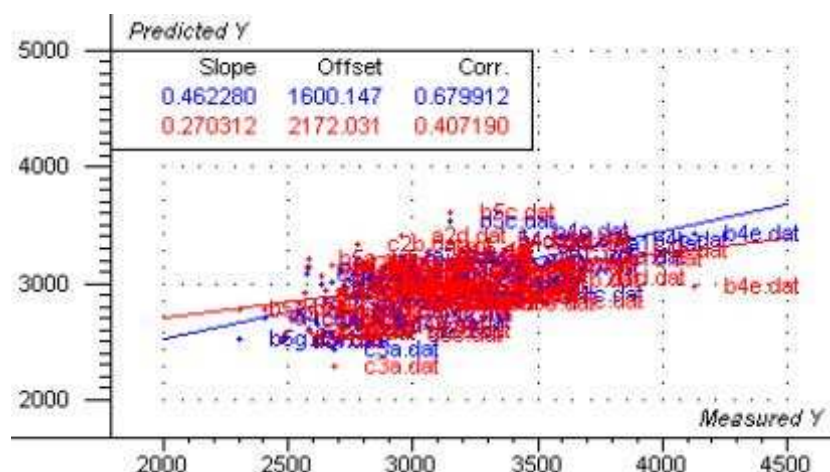


Figura 1: Calibração e Validação para comprimento dos traqueídeos.

A Figura 2 mostra os valores de comprimento de fibra preditos para amostras não usadas durante a calibração comparados aos valores medidos, experimentalmente.

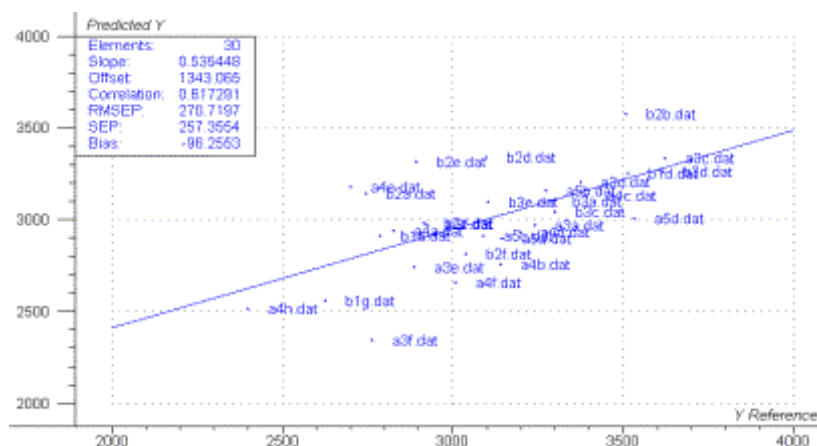


Figura 2: Predição externa para comprimento dos traqueídeos.

As correlações encontradas para calibração e validação foram, respectivamente, 68 % e 41 %. Na predição externa o valor obtido foi de 62 % sendo que as amostras foram diferentes das usadas para a calibração. Nisgoski (2005) relatou para *P. taeda*, porcentagens para calibração e validação como 73 % e 63 % usando a mesma técnica matemática.

A Figura 3 mostra os valores preditos pela regressão PLS comparados com os valores referência medidos para o diâmetro externo dos traqueídeos. Os erros padrões encontrados para calibração e validação foram, respectivamente, 3,5 mm e 3,8 mm.



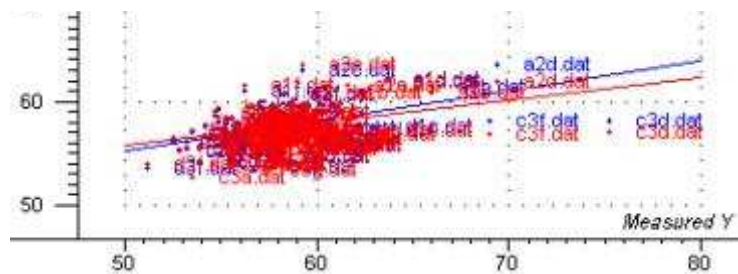


Figura 3: Calibração e Validação para diâmetro externo dos traqueídeos.

A Figura 4 mostra os valores de diâmetro externo de fibra preditos para amostras não usadas durante a calibração comparados aos valores medidos, experimentalmente.

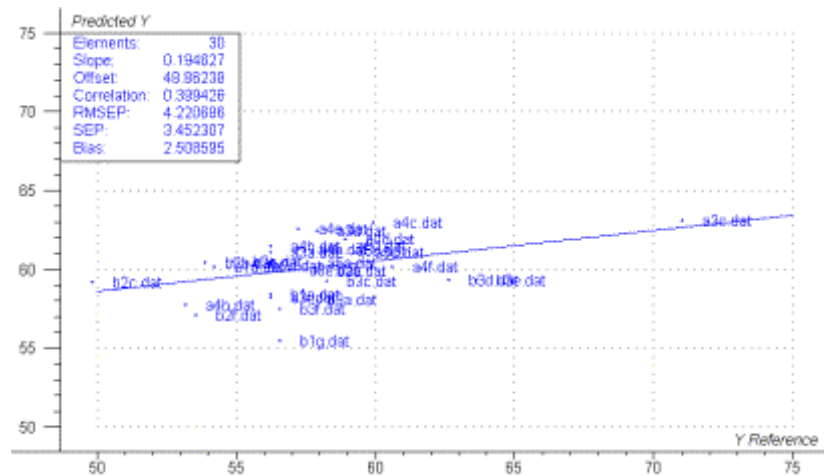


Figura 4: Predição externa para diâmetro externo dos traqueídeos.

A Figura 5 mostra os valores preditos pela regressão PLS comparados com os valores referência medidos para espessura de parede dos traqueídeos. Os erros padrões encontrados para calibração e validação foram, respectivamente, 1,3  $\mu\text{m}$  e 1,4  $\mu\text{m}$ .

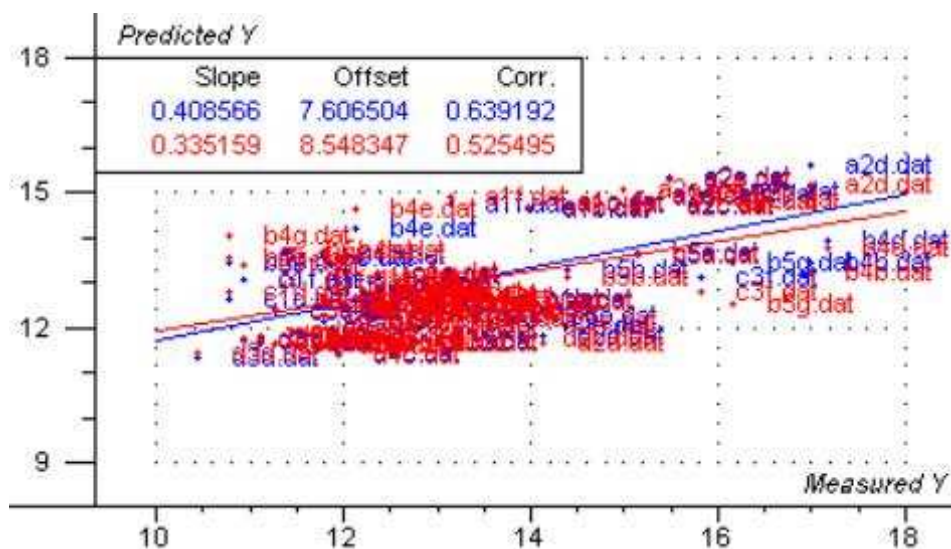


Figura 5: Calibração e Validação para espessura dos traqueídeos.

A Figura 6 mostra os valores de espessura de parede preditos para amostras não usadas durante a calibração comparados aos valores medidos experimentalmente.

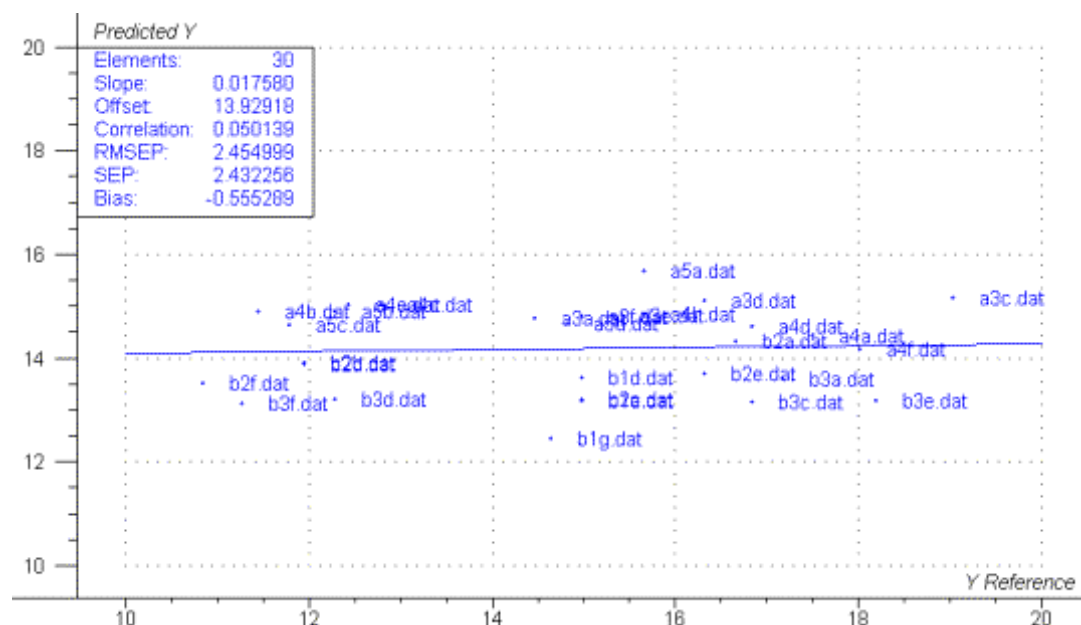


Figura 6: Predição externa para espessura dos traqueídeos.

Os resultados encontrados para as outras propriedades com seus valores de calibração e validação respectivos foram: Diâmetro externo 54 % e 41 %; Diâmetro Interno 19 % e 0,6 %; Espessura de parede 64 % e 53 %. Foram encontrados resultados semelhantes em Nisgoski (2005), para as mesmas propriedades do *Pinus taeda* com os seguintes valores: Diâmetro externo 13 % e 21 %; Diâmetro Interno 5 % e 16 %; Espessura de parede 58 % e 51 %.

Este trabalho encontra-se em fase de desenvolvimento e pesquisa, o próximo passo é obter um maior número de espectros de madeira de *Pinus greggii*, e aplicar novos tratamentos matemáticos para melhorar as correlações, alguns tratamentos que podem ajudar a melhorar esses resultados são: correções de sinais (OSC), derivadas, correção de ruído (MSC), entre outros.

## CONCLUSÃO

Ao avaliar as propriedades anatômicas da madeira de *Pinus greggii*, conseguiu-se uma correlação baixa para as propriedades de comprimento e espessura dos traqueídeos, já para as duas outras propriedades não houve uma boa correlação, isso pode ser devido a uma amostragem insuficiente, ou pela morfologia da amostra, que no caso é a serragem da madeira.

Deve-se considerar o erro da medida convencional. Além do erro da medida dos valores de referência ainda há que se observar a grande variação natural dentro de uma mesma amostra.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARRICHELO, L. E. G.; FOELKEL, C. E. B. Processo nítrico-acético para maceração de madeira. **Silvicultura**, São Paulo, v. 8, n. 28, p. 732-733, 1983. Edição dos anais do 4º Congresso Florestal Brasileiro, 1983, Belo Horizonte

BORSATO, R. **Variação genética em *Pinus greggii* Engelm. e seu potencial para reflorestamento no sul do Brasil**. 2000. 86 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais), Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

EWING, G. W. **Métodos instrumentais de análise química**. São Paulo: EdgardBlucher, 1972. 296 p.

FERREIRA, M.; COUTO, H. T. Z.; MASCARENHAS SOBRINHO, J. Introdução de pinus mexicanos na região de Poços de Caldas. **IPEF**, Piracicaba, n. 4, p. 95-109, 1972.

HECK, T. C.; RAMOS, M. G.; MENDES, F. S. Tratamento de sementes de *Pinus greggii* Engelm. Ex Parlatore, para produção de mudas. **Folha Florestal**, Viçosa, n. 101, p. 25-26, 2002.

KLOCK, U. **Qualidade da madeira juvenil de *Pinus maximinoi* H. E. Moore**. 2000. 291 f. Tese (Doutorado em Ciências Florestais) - Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

MAGALHÃES, W. L. E.; PEREIRA, J. C. D.; BOLZON de MUNIZ, G. I.; 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.

NISGOSKI, S. **Espectroscopia no infravermelho próximo no estudo de características da madeira e papel de *Pinus taeda* L.** 2005. 160 f. Tese (Doutorado em Engenharia Florestal) - Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba

Pinus: Alternativa para o crescimento. **Revista da madeira**, Curitiba, v. 14, n. 83, 2004. Edição Especial.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. 6. ed. [Rio de Janeiro]: LTC, [2000]. 460 p.



Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

