



III CBCTEM

Congresso Brasileiro de Ciência
e Tecnologia da Madeira
Florianópolis - 2017

ESTIMATIVA DA DENSIDADE DE MADEIRAS DE Eucalyptus POR ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO

Luana Teixeira Mancini¹

Wendell Rangel Queiroz de Souza¹

Lívia Ribeiro Costa¹

Luana Maria dos Santos¹

Anna Carolina Pereira Rezende Costa¹

Fernanda Maria Guedes Ramalho¹

Paulo Hein¹

¹ Universidade Federal de Lavras



III CBCTEM

Congresso Brasileiro de Ciência
e Tecnologia da Madeira
Florianópolis - 2017

ESTIMATIVA DA DENSIDADE DE MADEIRAS DE *Eucalyptus* POR ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO

Resumo: A densidade da madeira tem relação direta com a sua qualidade e com a qualidade do produto final. Por isso, é uma característica fundamental a qual deve-se ter o conhecimento quando deseja-se racionalizar o uso deste material. Porém, a caracterização da madeira por meio convencional é um processo demorado e oneroso. Por outro lado, a espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) é uma alternativa rápida, não destrutiva e que requer mínima preparação da amostra. Dessa forma, o objetivo deste estudo foi avaliar o potencial da técnica NIR combinada com análises multivariadas para estimar a densidade da madeira. Amostras de sete espécies de *Eucalyptus* aos 37 anos de idade foram investigadas. Espectros no NIR foram adquiridos nas faces radial, tangencial e transversal de 73 corpos de prova, que posteriormente tiveram a sua densidade aparente a 12% de umidade determinada pelo método convencional. Por meio de análise de regressão de mínimos quadrados parciais (*PLS regression*) correlacionou-se os valores de densidade aparente da madeira e a primeira derivada dos espectros no NIR. Por fim, os modelos calibrados foram testados por validação cruzada. O modelo mais robusto para estimativa da densidade da madeira foi obtido com base em espectros adquiridos pela face transversal do corpo de prova, apresentando menores valores de erros de calibração e validação, além de maiores coeficientes de determinação entre valores medidos e estimados.

Palavras-chave: espectroscopia no NIR, densidade da madeira, estatística multivariada.

ESTIMATION OF WOOD DENSITY OF *Eucalyptus* BY NEAR INFRARED SPECTROSCOPY

Abstract: Wood density is directly related to its quality and to the final product quality. Therefore, it is a fundamental characteristic that one should know when one wishes to rationalize the use of this material. However, the characterization of wood by conventional methods is a time-consuming and costly process. On the other hand, near infrared (NIR) spectroscopy is a fast, non-destructive alternative that requires minimal sample preparation. Thus, the objective of this study was to evaluate the potential of the NIR technique coupled with multivariate analyzes to estimate wood density. Samples of seven species of *Eucalyptus* at 37 years old were investigated. NIR spectra were recorded on the radial, tangential and transverse surfaces of 73 specimens, which subsequently had their apparent density at 12% moisture determined by the conventional method. Partial Least Squares (PLS) Regression Analysis correlated the values of apparent density of the wood with the first derivative of the NIR spectra. Finally, the calibrated NIR based-models were tested by cross-validation. The most robust model for estimation of wood density was obtained based on spectra acquired by the transverse surface of the specimen, presenting lower values of calibration and validation errors, as well as higher coefficients of determination between measured and estimated values.

Keywords: NIR spectroscopy, wood density, multivariate statistics.

REALIZAÇÃO



APOIO



ORGANIZAÇÃO





III CBCTEM

Congresso Brasileiro de Ciência
e Tecnologia da Madeira
Florianópolis - 2017

1. INTRODUÇÃO

As indústrias de base florestal vêm encontrando dificuldades no controle da qualidade de seus produtos, uma vez que a determinação das propriedades da madeira, na maioria dos casos, é realizada por meio de uma série de ensaios, envolvendo métodos tradicionais que são onerosos e destrutivos, impossibilitando o uso futuro do material (VIANA et al., 2010). Dessa forma, a utilização de técnicas inovadoras que possibilitem análises em tempo real e a determinação de várias propriedades simultaneamente e de forma não destrutiva, vem sendo cada vez mais exploradas pelas indústrias (MUÑIZ et al., 2012).

De acordo com Pasquini (2003) a espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) é um método analítico e não destrutivo que tem sido frequentemente utilizado para fornecer resultados eficientes na determinação de grupos funcionais orgânicos. Em vista da grande gama de informações que os espectros no NIR abrangem, este possibilita a sua aplicação em diversas áreas, como na indústria alimentícia, médica, têxtil, de cosméticos, agrícola, de polímeros, de tintas, ambiental, petroquímica, farmacêutica e florestal. Sendo que o objetivo geral da técnica NIR é testar uma amostra para adquirir informações qualitativas e/ou quantitativas proveniente da interação da radiação eletromagnética com a matéria.

Muitos trabalhos têm sido desenvolvidos na área florestal utilizando a espectroscopia no NIR e técnicas de análises multivariadas para prever diversas propriedades, sendo que estes estudos mostram a adequação da técnica, que além de ser utilizado para predições qualitativas, também promove avaliação quantitativa das propriedades físicas (VIANA et al., 2010), mecânicas (HEIN et al., 2009) e químicas (NASCIMENTO et al., 2015) da madeira (PRADES et al., 2012).

De acordo com Siesler et al. (2002) a exploração sobre a técnica NIR vem sendo muito utilizada nos últimos anos a fim de caracterizar e classificar produtos madeireiros, devido o NIR oferecer inúmeras vantagens como ser um método não destrutivo e não invasivo, que necessita de mínima preparação da amostra, ser rápido, preciso e que pode ser aplicado desde a aquisição da matéria prima até o produto final.

Uma característica muito importante da madeira, que está diretamente ligada a sua qualidade, é a densidade. Dentre outros fatores, conhecer o valor de densidade que o material apresenta é primordial para a destinação de seu uso. Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi utilizar a espectroscopia no infravermelho próximo associada a análises multivariadas para a estimativa da densidade aparente da madeira de diferentes espécies de *Eucalyptus*, de forma que seja uma análise precisa e mais rápida.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Obtenção e confecção dos corpos de prova

Foram utilizadas sete diferentes espécies do gênero *Eucalyptus*, com sementes provenientes da Austrália e plantadas com espaçamento 5 m x 5 m, em plantios experimentais do campus da Universidade Federal de Lavras, localizada no município de Lavras – MG, latitude 21°14'4" sul e longitude 44°59'5" oeste. As árvores foram abatidas com 37 anos de idade, os corpos de prova foram retirados de um pranchão central da primeira tora e confeccionados com dimensões de 10 cm x 2,5 cm, como apresentado na Figura 1.

REALIZAÇÃO



APOIO



ORGANIZAÇÃO





III CBCTEM

Congresso Brasileiro de Ciência
e Tecnologia da Madeira
Florianópolis - 2017

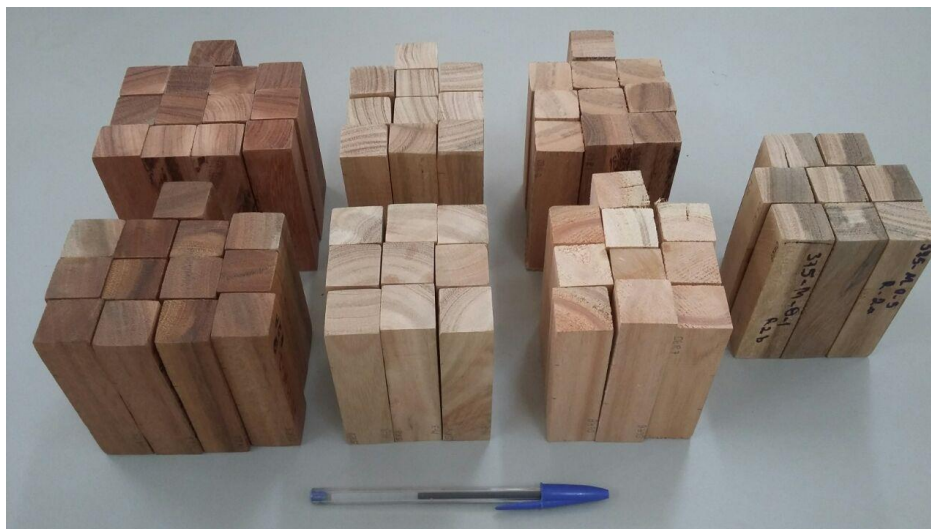


Figura 1. Corpos de provas (10 x 2,5 x 2,5 cm) de madeira de *Eucalyptus* separados por espécies.

2.2 Aquisição dos espectros no Infravermelho Próximo (NIR) e análise laboratorial

A aquisição dos espectros no NIR foi realizada por meio de um equipamento Bruker (Optik GmbH, Ettlingen, Germany), modelo MPA, que é um espectrômetro baseado em transformação de Fourier equipado com esfera de integração e uma fibra ótica. A aquisição foi realizada diretamente nas faces radial, tangencial e transversal dos 73 corpos de prova, utilizando a via de aquisição esfera de integração (Figura 2), na gama de 12.500 cm^{-1} a 3.500 cm^{-1} com resolução espectral de 8 cm^{-1} em modo de reflexão difusa. O espectrômetro é conectado a um computador que armazenou os dados dos espectros coletados por meio do programa OPUS (versão 7.5).



Figura 2. Aquisição dos espectros no NIR por via de aquisição esfera de integração.

REALIZAÇÃO



APOIO



ORGANIZAÇÃO





III CBCTEM

Congresso Brasileiro de Ciência
e Tecnologia da Madeira
Florianópolis - 2017

A densidade aparente do material, a 12% de umidade, foi mensurada em laboratório. Com auxílio de um paquímetro, as dimensões do corpo de prova foram mensuradas e a sua massa foi medida com uma balança de precisão. Posteriormente a densidade aparente do material foi calculada de acordo com a Equação (1). A densidade aparente depende da umidade que o material se encontra, que varia de acordo com a umidade relativa do ar do local onde é feita a medição.

$$\rho_{12\%} = \left(\frac{M_{12\%}}{V_{12\%}} \right)$$

Em que:

$\rho_{12\%}$ = densidade aparente a 12%

$M_{12\%}$ = massa a 12%

$V_{12\%}$ = volume a 12%

2.3 Análise estatística multivariada

Análise de regressão dos mínimos quadrados parciais (*PLS regression*) foi utilizada para descrever a relação entre os valores da densidade aparente da madeira e os espectros no infravermelho próximo. Análise estatística multivariada foi feita por meio do programa estatístico *Chemoface* (versão 1.61, <http://ufla.br/chemoface/>) nos espectros tratados por primeira derivada. De acordo com Pasquini (2003), os pré-tratamentos são utilizados, principalmente, para solucionar problemas associados à dispersão de radiação por uma amostra sólida que é medida por reflectância e outros fenômenos que afetam a linha de base do espectro. O método utilizado para validar os modelos de calibração foi o de validação cruzada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para melhor análise dos resultados foi selecionada a faixa de comprimento de onda de 4.000 a 9.000 cm^{-1} , por apresentar poucos ruídos. Os ruídos compreendidos pela faixa espectral de 9.000 a 12.500 cm^{-1} resultam em uma má qualidade das informações, sendo, portanto, descartada esta faixa. Na Figura 3 são apresentados os espectros das três diferentes faces de 73 amostras de *Eucalyptus*, adquiridos pela via de aquisição esfera de integração, contabilizando no total 219 espectros.

REALIZAÇÃO



APOIO



ORGANIZAÇÃO



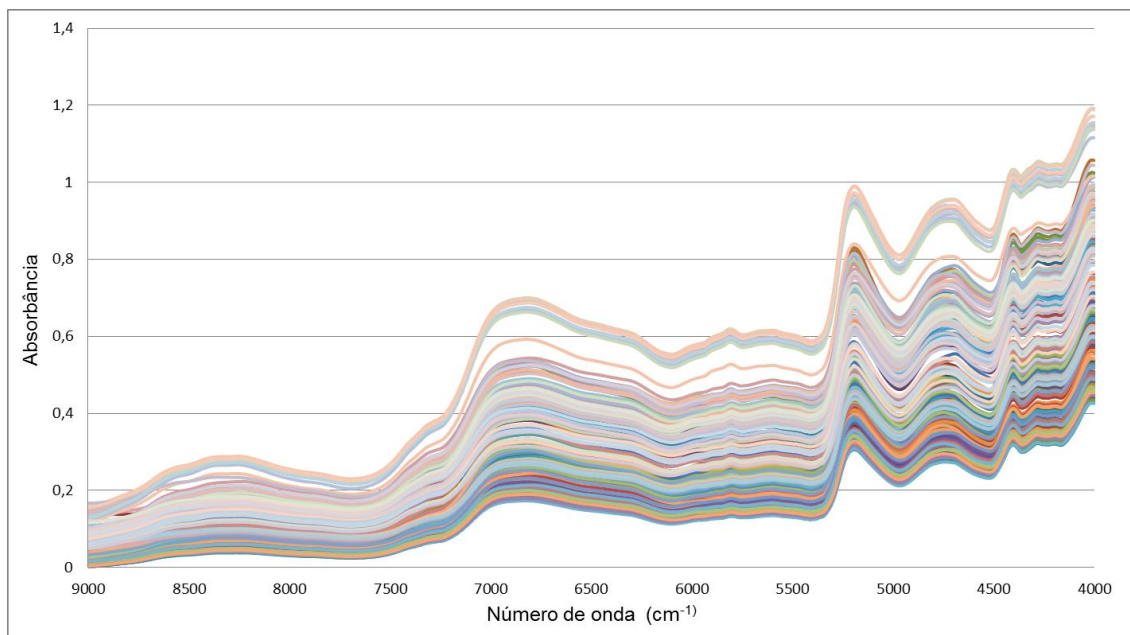


Figura 3. Espectros no NIR de 73 amostras de *Eucalyptus* registrados nas faces radial, tangencial e transversal dos corpos de prova.

Observa-se com o gráfico de espectros que não existem diferenças perceptíveis na assinatura espectral das amostras nas diferentes faces, sendo, portanto, necessário recorrer à estatística multivariada para extrair informações relevantes destes espectros.

3.1 Calibração e validação dos modelos

As calibrações e validações obtidas com as análises estatísticas estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Valores de calibrações e validações cruzadas para estimativa da densidade da madeira a partir de espectros no NIR obtidos por meio da esfera de integração

Mod PLSr	Face	Trat	R ² c	RMSEC	R ² cv	RMSECV	RPD	LV
1	rd	1D	0,91	0,06	0,84	0,08	2,52	5
2	tg	1D	0,92	0,06	0,86	0,07	2,73	5
3	tv	1D	0,95	0,04	0,92	0,06	3,54	5

Mod PLSr= Modelo PLSr. Trat= Tratamento matemático. 1D= primeira derivada. R²c= coeficiente de determinação da calibração. RMSEC= erro padrão da calibração. R²cv= coeficiente de determinação da validação cruzada. RMSECV= erro padrão da validação cruzada. RPD= relação de desempenho do desvio padrão. LV= variável latente. rd= radial. tg= tangencial. tv= transversal.

As análises foram realizadas considerando todas as amostras, nenhum dado



III CBCTEM

Congresso Brasileiro de Ciência
e Tecnologia da Madeira
Florianópolis - 2017

considerado *outlier* foi retirado dos modelos. De acordo com os parâmetros de desempenho dos modelos, apresentados na Tabela 1, o menor erro para calibração (RMSEC= 0,04) e para a validação (RMSECV= 0,06), é observado para o modelo 3, a partir da face transversal do corpo de prova. Esta face também apresentou maior valor para os coeficientes de determinação, tanto da calibração, quanto da validação cruzada ($R^2c= 0,95$ e $R^2cv= 0,92$). Já o maior erro foi apresentado pelo modelo a partir da face radial do corpo de prova (RMSEC= 0,06 e RMSECV= 0,08) que também apresentou o menor coeficiente de determinação ($R^2c= 0,91$ e $R^2cv= 0,84$).

A relação entre os valores mensurados em laboratório e estimados pelo NIR do modelo com melhor desempenho está apresentada na Figura 4.

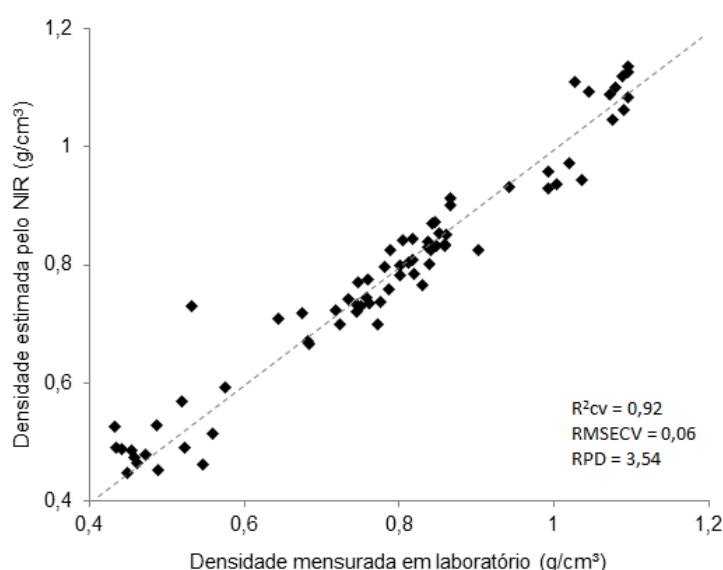


Figura 4. Relação entre os valores de densidade aparente da madeira mensurada em laboratório e estimada pelo modelo 3 (através da face transversal).

4. CONCLUSÕES

O modelo obtido para estimativa da densidade da madeira a partir da face transversal apresentou melhor desempenho, enquanto o modelo menos robusto foi obtido para a face radial do corpo de prova.

A técnica NIR associada à análise de regressão dos mínimos quadrados parciais demonstrou ser eficiente e rápida na estimativa da densidade da madeira, a partir da via de aquisição esfera de integração, apresentando resultados satisfatórios, com boa correlação com os dados reais obtidos através de análises feitas em laboratório. Indicando assim, que a técnica tem potencial para substituir os ensaios convencionais.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, à Fapemig e à Capes pelo apoio prestado ao desenvolvimento deste trabalho.

REALIZAÇÃO



APOIO



ORGANIZAÇÃO





III CBCTEM

Congresso Brasileiro de Ciência
e Tecnologia da Madeira
Florianópolis - 2017

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRERETON, R. G. Chemometrics: data analysis for the laboratory and chemical plant. J. Wiley. 2003, 489 p.

GIORDANENGO, T. Commentaire Bibliographique sur les Procédures d'évaluation de la composition chimique du bois par spectrométrie proche infrarouge. Master (Sciences du Bois) - ENGREF, Montpellier. 2005, 106p.

HEIN, P. R. G. Avaliação das propriedades da madeira de *Eucalyptus urophylla* por meio da espectroscopia no infravermelho próximo. 2008. 75 p. 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.; TRUGILHO, P.F.; CHAIX, G. 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. SCIENTIA FORESTALIS, Piracicaba, v.37, n.82, p.7-16, 2009

MASOUM, S. et al. Discrimination of wines based on 2D NMR spectra sing learning vector quantization neural networks and partial least squares discriminant analysis. ANALYTICA CHIMICA ACTA, Amsterdam, v. 558, n. 1, p. 144-149, 2006.

MUÑIZ, G. et al. Fundamentos e estado da arte da espectroscopia no infravermelho próximo no setor de base florestal. CIÊNCIA FLORESTAL, v.22, n.4, p. 865-875, 2012.

NASCIMENTO, J.F.; HEIN, P.R.G.; DAVIDE, A.C.; MELO, L.A.; TRUGILHO, P.F. Essential oil content in *Eremanthus erythropappus* wood powder can be estimated using near infrared spectroscopy. JOURNAL OF NEAR INFRARED SPECTROSCOPY, v. 23, p. 33-39, 2015

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.

PRADES, C. et al. Discriminant analysis of geographical origin of cork planks and stoppers by near infrared spectroscopy. JOURNAL OF WOOD CHEMISTRY AND TECHNOLOGY, New York, v. 32, n. 1, p. 54-70, 2012.

SIESLER, H. et al. Near-Infrared Spectroscopy: Principles, instruments, applications. 1ª ed. Weinheim, Germany. Ed. Wiley-VCH. 2002, 341p.

VIANA, L.C.; TRUGILHO, P.F.; SILVA, J.R.M.; LIMA, J.T.; HEIN, P.R.G. Uso da espectroscopia no infravermelho próximo para predição de propriedades químicas e da densidade básica em madeira de *Eucalyptus*. CIÊNCIA FLORESTAL, Santa Maria, v.20, n.2, 367-376, 2010

REALIZAÇÃO



APOIO



ORGANIZAÇÃO

