



**BRUNA MOREIRA ANDRADE  
FLAVIA ROBERTA VALE CAMPOS**

**VIABILIDADE DA ESPECTROSCOPIA NO  
INFRAVERMELHO PRÓXIMO EM SISTEMA INDUSTRIAL  
PARA MONITORAMENTO DA UMIDADE DE POLPA  
CELULÓSICA**

**LAVRAS - MG  
2020**

**BRUNA MOREIRA ANDRADE  
FLAVIA ROBERTA VALE CAMPOS**

**VIABILIDADE DA ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO EM  
SISTEMA INDUSTRIAL PARA MONITORAMENTO DA UMIDADE DE POLPA  
CELULÓSICA**

**VIABILITY OF NEAR-INFRARED SPECTROSCOPY IN INDUSTRIAL SYSTEM  
FOR MONITORING MOISTURE IN CELLULOSIC PULP**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentada à Universidade Federal de Lavras, em parceria com o programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira do Departamento de Ciências Florestais, como parte das exigências para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Controle e Automação.

Dr. Paulo Ricardo Gherardi Hein  
Orientador  
Me. Lívia Ribeiro Costa  
Co-Orientadora

**LAVRAS - MG  
2020**

*A Deus, meus pais, irmãs e Gabriel por serem minha base e alicerce em toda caminhada*  
*Bruna.*

*Aos meus pais, Teresinha e Ronaldo, meu irmão Juca, e os amigos que me apoiaram até*  
*aqui.*  
*Flávia.*

## AGRADECIMENTOS

A Deus, por guiar-me e proteger nesta árdua jornada, cercando-me de boas pessoas.

Aos meus pais Humberto e Dulcinea, carinhosamente Beto e Neia, e irmãs, Ana Carolina e Jéssica, por serem meus alicerces e porto-seguro. Agradeço pelo apoio, incentivo e amor incondicionais, combustíveis para que eu fosse em busca dos meus sonhos.

Ao meu namorado, Gabriel, pelo amor, carinho, companheirismo e por nunca me deixar duvidar da minha capacidade.

À Mariana, minha psicóloga, por toda a luz que transmite, pelas palavras de apoio, incentivo e amizade.

Aos amigos que conquistei nesse período, foi um grande prazer dividir essa etapa tão importante com vocês. Sentirei saudades e os levarei comigo por toda a vida.

A vocês, todo meu amor e gratidão!

Bruna.

Agradeço ao universo por todas as energias boas e pessoas maravilhosas que fizeram parte do meu caminho, com quem pude conviver e aprender nessa jornada.

Aos meus pais, Teresinha e Ronaldo, e meu irmão Juca, por serem meu apoio incondicional. Sou eternamente grata a vocês.

A todos os amigos de infância e aos que ingressaram na minha vida durante essa caminhada, que fizeram dos desafios mais leves e felizes.

Flávia.

À Universidade Federal de Lavras (UFLA), aos Departamentos de Engenharia e de Ciências Florestais Ciência e Programa de Pós-Graduação em Tecnologia da Madeira, pela oportunidade de aprender e aplicar tantos conhecimentos, possibilitando a execução do presente trabalho.

Ao professor e orientador, Paulo Ricardo Gherardi Hein pela orientação, apoio, paciência e prontidão.

À doutoranda e co-orientadora Lívia pela amizade, paciência, apoio e incentivo.

Muito Obrigada!

*“A persistência é o caminho do êxito.”*  
*(Charles Chaplin)*

## RESUMO

A determinação do teor de umidade de polpas celulósicas é de extrema importância visto que essa propriedade afeta o desempenho do material durante o processamento industrial e, conseqüentemente, a qualidade dos produtos derivados. É preciso conhecer a umidade da polpa para adequar corretamente o ajuste dos parâmetros de processamento para promover a qualidade desejada ao produto final. Contudo, existe grande dificuldade em adequar um sistema de controle de umidade de polpas celulósicas a partir de sensores industriais convencionais devido à não-uniformidade da matéria-prima, fazendo com que o teor de umidade das polpas varie em função de diversos fatores ligados à madeira e ao processo de produção. A espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) tem sido apontada como uma técnica analítica rápida e confiável para estimativa de diversas propriedades de materiais biológicos e, portanto, se mostra uma boa opção para solucionar o problema identificado. Para evidenciar o potencial desta técnica como uma solução adequada para uso industrial, um modelo foi ajustado para estimar o teor de umidade de polpas de celulose com base nos espectros no infravermelho próximo. O modelo foi desenvolvido, como alternativa ao método destrutivo de determinação de umidade. Para isso, corpos de provas na forma de discos de 70 mm de diâmetro e 10 mm de espessura a partir de polpas não branqueadas de *Pinus sp.* foram utilizados. As amostras foram submetidas à secagem ao ar livre e em estufa até atingirem massa anidra (0% de umidade). Espectros no NIR e a massa dos discos foram registrados em diversas etapas durante o processo de dessecção da água. Finalmente, regressões baseadas nos mínimos quadrados parciais (PLS-R) foram ajustadas e validações cruzada e independente foram realizadas para testar a acurácia do modelo preditivo. Houve forte correlação ( $R^2=0,99$  e RMSE 2,6% para validação independente) entre o teor de umidade determinado em laboratório e o teor de umidade predito pelo modelo a partir dos espectros no NIR. A espectroscopia no NIR, portanto, mostrou ser uma ferramenta promissora para monitorar a umidade de polpas celulósicas, embora algumas limitações possam dificultar sua aplicação no setor industrial, como a faixa de umidade comumente encontradas em situações indústrias (5% a 15%) e a umidade utilizada neste estudo preliminar em laboratório (10% a 90%). Apesar do resultado promissor, estudos mais abrangentes são necessários para avaliar a viabilidade dessa alternativa, considerando os

desafios e benefícios da utilização do equipamento NIR em condições reais de operação industrial.

**Palavras-chave:** polpas de celulose; NIR; controle de umidade.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 –	Esquemático de um sistema de controle de umidade de uma empresa de papel e celulose.....	15
Figura 2 –	Malha de controle do sistema apresentado anteriormente.....	16
Figura 3 –	Esquema de um espectrômetro.....	19
Figura 4 –	Espectro eletromagnético.....	20
Figura 5 –	Valores de umidade determinados em laboratório e estimados pelo NIR de acordo com o número de espectros.....	21
Figura 6 –	Relação entre valores medidos e preditos pelos três métodos de análise: regressão linear múltipla por método capacitivo (a, b, c, d), regressão de mínimos quadrados parciais por espectroscopia no NIR (e, f, g, h), e regressão linear múltipla, combinando o método capacitivo com a técnica NIR em dois comprimentos de onda (i, j, k, l) com umidade decrescente do ponto de saturação das fibras para condição anidra.....	23
Figura 7 –	Amostras preparadas em laboratório.....	24
Figura 8 –	Agitador mecânico disponível no laboratório de Biomateriais da UFLA...	25
Figura 9 –	Bomba de vácuo utilizada para remoção do excesso de água.....	25
Figura 10 –	Equipamento do NIR utilizado para obtenção dos espectros.....	26
Figura 11 –	Espectros obtidos por meio do NIR.....	27
Figura 12 –	Relação entre os valores de teor de umidade determinados em laboratório em 24 horas e os estimados pelo NIR em menos de 1 minuto.....	29



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Resultados Validação Cruzada e Independente.....	29
---	----

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
CV	Validação Cruzada
CAL	Calibração
LSI	<i>Large-Scale Integration</i>
MTK-1504	Sensor industrial utilizado pela empresa de celulose
NBR	Norma Técnica definida pela ABNT
NIRS	<i>Near-infrared spectroscopy</i> (espectroscopia no infravermelho próximo)
NM	Nanômetro
PLS-R	<i>Partial Least Squares Regression</i> (Regressão Mínimos Quadrados Parciais)
R <sup>2</sup>	Coefficiente de determinação
RMSE	<i>Root-mean-square error</i> (Raiz quadrada do erro-médio)
RPM	Rotações por minuto
UFLA	Universidade Federal de Lavras

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>2</b>	<b>IDENTIFICAÇÃO DO PROBLEMA .....</b>	<b>14</b>
<b>2.1</b>	<b>Sistema de Controle de Umidade em uma Empresa de Papel e Celulose.....</b>	<b>15</b>
<b>2.2</b>	<b>Exigências da Empresa.....</b>	<b>16</b>
<b>3</b>	<b>ANÁLISE DAS ALTERNATIVAS .....</b>	<b>16</b>
<b>3.1</b>	<b>Métodos de determinação de Umidade em Madeira.....</b>	<b>16</b>
<b>3.2</b>	<b>Análise de Sensores de Umidade no Mercado .....</b>	<b>17</b>
<b>3.3</b>	<b>Espectroscopia no Infravermelho Próximo.....</b>	<b>19</b>
<b>3.3.1</b>	<b>Aplicação da espectroscopia no NIR em madeira.....</b>	<b>20</b>
<b>3.3.2</b>	<b>Desafios na aplicação de modelos baseados no NIR na indústria de celulose .....</b>	<b>21</b>
<b>3.4</b>	<b>Desenvolvimento do modelo utilizando a técnica NIR.....</b>	<b>24</b>
<b>3.4.1</b>	<b>Origem do Material e Preparo das Amostras.....</b>	<b>24</b>
<b>3.4.2</b>	<b>Aquisição dos espectros do NIR .....</b>	<b>26</b>
<b>3.4.3</b>	<b>Estatística multivariada .....</b>	<b>27</b>
<b>3.4.4</b>	<b>Acurácia do modelo.....</b>	<b>28</b>
<b>4</b>	<b>LEVANTAMENTO DOS CUSTOS DAS ALTERNATIVAS .....</b>	<b>29</b>
<b>4.1</b>	<b>Custo dos sensores industriais.....</b>	<b>29</b>
<b>4.2</b>	<b>Custo para aquisição do de um equipamento NIR .....</b>	<b>29</b>
<b>5</b>	<b>LEVANTAMENTO DOS BENEFÍCIOS .....</b>	<b>29</b>
<b>5.1</b>	<b>Benefícios da aquisição do equipamento NIR.....</b>	<b>29</b>
<b>6</b>	<b>ANÁLISE ECONÔMICA .....</b>	<b>30</b>
<b>6.1</b>	<b>Recomendação da melhor alternativa .....</b>	<b>30</b>
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES GERAIS .....</b>	<b>31</b>
<b>8</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>32</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O setor de celulose e papel possui função importante no desenvolvimento econômico do Brasil, contribuindo com 6,9% no Produto Interno Bruto (PIB) (IBÁ, 2020). De acordo com a Indústria Brasileira de Árvores (2019) o Brasil produziu aproximadamente 20 milhões de toneladas de celulose e cerca de 10 milhões de toneladas de papel em 2019, sendo este setor responsável pela geração de 3,8 milhões de empregos, de forma direta ou indireta.

O processo de fabricação de celulose e papel envolve várias etapas na qual a umidade da polpa de celulose deve ser levada em consideração pois a mesma afeta o comportamento da pasta durante o seu processamento e, conseqüentemente, sua aplicação final. Dessa forma, tem-se a necessidade de realizar estudos que possam auxiliar no monitoramento adequado da umidade em polpas de celulose visando garantir a qualidade do produto final e reduzir desperdícios de material.

Pelo fato das fibras serem irregulares e, portanto, absorverem quantidades não-homogêneas de água, a medição do teor de umidade torna-se um grande desafio para sensores elétricos convencionais. Além disso, os métodos clássicos de determinação da umidade em laboratório são demorados e caros. Dessa forma, faz-se necessário o estudo de alternativas economicamente viáveis, rápidos e eficazes que possam auxiliar na medição da umidade de forma adequada.

A espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) trata-se de uma técnica não destrutiva que vem sendo aplicada com êxito para a estimativa de diversas propriedades em materiais biológicos (Pasquini, 2018). Por meio dela é possível avaliar e correlacionar características desejadas de diversos materiais biológicos por meio da relação entre espectros gerados e as propriedades que se deseja estudar. A espectroscopia no NIR é baseada na interação da radiação eletromagnética na faixa compreendida entre os comprimentos de onda de 750 a 2500 nm (nanômetros). Nesta região, a luz emitida pelo equipamento interage com os constituintes químicos do material em estudo, podendo ser absorvida, refletida ou transmitida.

Um dos motivos da escolha do método NIRs como uma possível alternativa à resolução do problema instrumental encontrado na indústria de papel e celulose é o fato de que, ao adquirir o equipamento, diversos outros estudos poderiam ser desenvolvidos pela empresa, gerando melhorias na qualidade do produto final. Isso dá-se ao fato de que esta

técnica analítica é rápida e confiável para a estimativa de diversas propriedades dos materiais biológicos, incluindo a densidade e a composição química da madeira.

O presente estudo avaliou a viabilidade de aplicar a espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) associada a modelos multivariados para o estabelecimento de modelos capazes de estimar a umidade em amostras de polpa celulósica. O equipamento utilizado para validação da hipótese pertence ao laboratório multiusuário de Biomateriais no Departamento de Ciências Florestais. Ressaltando que o estudo, à priori, foi desenvolvido para resolução de problemas enfrentados em situações que demandam a estimativa da umidade em polpas, não necessariamente no âmbito industrial.

## **2 IDENTIFICAÇÃO DO PROBLEMA**

O intuito seria buscar informações sobre o monitoramento de umidade em empresas reais, aumentando o nível de detalhamento da pesquisa. A situação devido à pandemia inviabilizou a ideia inicial, então tentamos contatar empresas por telefone para buscar dados sobre o monitoramento de umidade, mas não obtivemos sucesso por se tratarem de informações sigilosas. Portanto, optamos por criar um case de uma empresa fictícia.

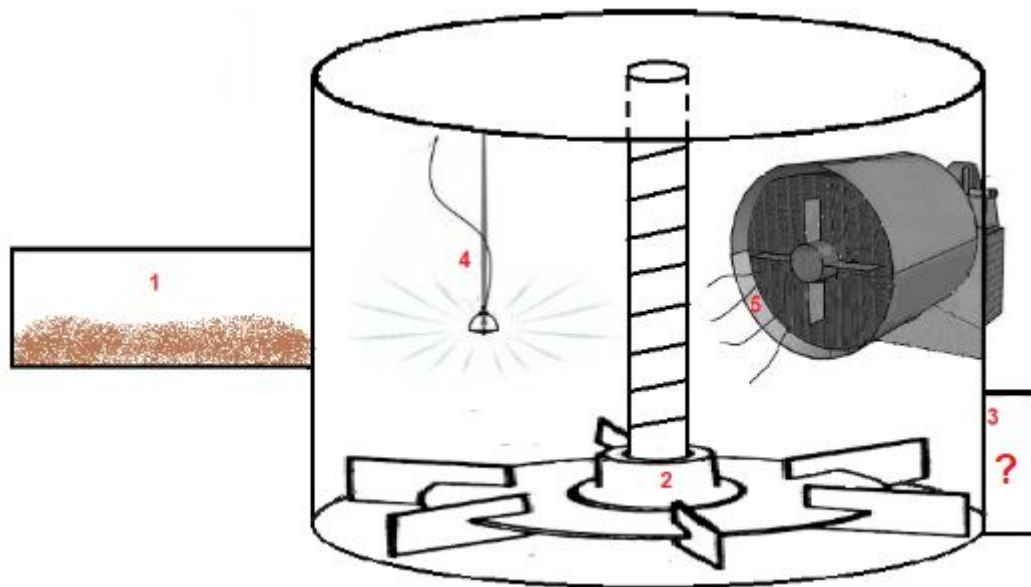
### **2.1 Sistema de Controle de Umidade em uma Empresa de Papel e Celulose**

Considerando o sistema abaixo na Figura 1 onde (1) é o tubo de entrada de celulose, (2) é um agitador mecânico que possui movimento giratório e vertical, de forma a uniformizar o material presente no reservatório.

A medição da umidade é realizada em um repositório (3), que é aberto após o agitador misturar todo o material. Após a medição, é calculado o erro a partir de um *set-point* ou referência (definido de acordo com o material a ser produzido). O erro é enviado a um controlador que, se necessário, habilita o sistema de aspersores (4), para umedecer as polpas, ou o exaustor industrial (5), que injeta ar quente ao sistema, sendo que o teto do reservatório possui uma tecnologia que absorve as partículas de água que são evaporadas. Ambos os processos são realizados mantendo o agitador (2) ligado e refazendo as medições periodicamente, até que a umidade ideal seja atingida.

Ressaltando que, ao entrar no repositório, o material não tem contato com o ambiente, evitando distúrbios no sistema de controle devido à variações climáticas.

Figura 1 - Sistema de controle de umidade de uma empresa de papel e celulose

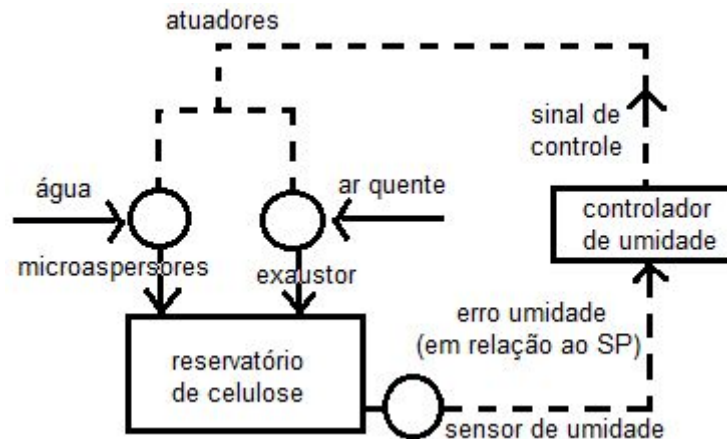


Fonte: Das autoras (2020)

O problema identificado encontra-se na etapa 3 da Figura 1 devido à dificuldade em encontrar métodos de medição não destrutivos, rápido e eficazes, visando aumentar a qualidade do produto final. Mesmo fazendo várias pesquisas no mercado, encontra-se grande dificuldade de identificar sensores específicos para medição de umidade em polpas de celulose, visto que a maioria é indicada para utilização em madeira. Sendo assim, eles buscam por alternativas viáveis para realizar tal medição de maneira mais precisa, visando aumentar a qualidade do produto final.

Na Figura 2, abaixo, é possível observar o esquemático da malha de controle que rege a planta anterior. Foram realizados diversos testes para acurácia do sistema, onde concluíram que o controlador e os atuadores (microaspersores e exaustor industrial) apresentam perfeito funcionamento, sendo trocados com a frequência indicada pelos fornecedores. Portanto, confirma-se a hipótese de que o ponto de melhoria na planta de monitoramento está na medição da umidade, visto que o ambiente é isolado e os testes foram realizados para polpas de uma mesma remessa.

Figura 2 - Malha de controle do sistema apresentado anteriormente



Fonte: Das autoras (2020)

O intuito do presente estudo é avaliar se a técnica do NIR é uma boa alternativa para utilização no setor industrial.

## 2.2 Exigências da Empresa

Antes de investir em qualquer alternativa, a empresa necessita avaliar a viabilidade econômica, bem como os benefícios a longo prazo, visto que muitos sensores testados se mostraram eficientes no início, porém apresentam falhas com certo tempo de uso, exigindo alta necessidade de manutenção.

## 3 ANÁLISE DAS ALTERNATIVAS

### 3.1 Métodos de determinação de umidade da celulose

Por influenciar diretamente na qualidade do produto final, é aconselhado que o monitoramento do teor de umidade na madeira seja feito a partir técnicas que rápidas, eficientes e de baixo custo. Nesta seção, serão apresentadas algumas das formas utilizadas.

Segundo Kollmann e Cotê (1984), alguns dos principais métodos para determinação de umidade da madeira são o de estufa (gravimétrico), químicos (destilação), por radiação nuclear e a partir de medidores elétricos.

Definido pela norma NBR 14929 (ABNT, 2003) o método gravimétrico, ou de secagem de estufa, é um dos mais utilizados pela facilidade na execução e precisão. Porém, esse método é destrutivo, demanda muito tempo, além de ser inviável para aplicação madeiras com grandes quantidades de componentes voláteis (CALONEGO et al., 2006).

O método da destilação trata-se de um método químico, sendo indicado para madeiras que contenham altos teores de extratos voláteis. O teor de umidade, com este método, é determinado volumetricamente por meio de produtos químicos extratores, como xileno ou tolueno, que não são miscíveis com a água contida na madeira (GALVÃO; JANKOWSKY 1985).

Outro método que pode ser empregado na determinação da umidade da madeira é o da radiação nuclear. Nele, é utilizado um gerador de nêutrons que são direcionados com alta velocidade à madeira. As moléculas de hidrogênio contidas na água fazem com que alguns destes nêutrons percam velocidade, sendo possível contabilizá-los por meio de um detector. Como a umidade é determinada em função da massa da madeira, sua densidade é medida por meio da radiação gama. Sendo assim, dirige-se um feixe de raios gama para a madeira, medindo com um detector a intensidade de radiação refletida através desta. Essa intensidade é inversamente proporcional à densidade da madeira. Combinando-se as medições desses dois detectores, o teor de umidade pode ser estimado. (GALVÃO; JANKOWSKY, 1985).

Comparado ao método gravimétrico, a medição de umidade por meio de medidores elétricos possui menor precisão, porém, é mais rápida e não destrutiva. Os medidores possuem dois tipos: capacitivos ou elétricos. Nos medidores elétricos capacitivos, o funcionamento baseia-se na comparação das constantes dielétricas da madeira totalmente seca e a da água (KOLLMANN; COTÊ, 1984). Enquanto o funcionamento dos medidores elétricos, que são os mais utilizados segundo Galvão e Jankowsky (1985), baseiam-se na resistência da madeira em relação à passagem de corrente elétrica, que é inversamente proporcional ao teor de umidade na madeira. Ou seja, quanto maior o teor de umidade na madeira, menor a resistência à passagem de eletricidade e vice-versa.

Esses medidores, também conhecidos como sensores, serão melhor estudados no próximo tópico, por serem o meio mais utilizado no setor industrial.

### **3.2 Análise de Sensores de Umidade no Mercado**

Realizando uma pesquisa no mercado, foram encontrados diversos sensores industriais que podem ser utilizados na medição de umidade de diversos materiais, visando identificar os mais indicados para utilização em madeira, dada a dificuldade de especificidade para polpas



de celulose, considerando que possam ser adaptáveis para medição de polpas de celulose prensadas.

O **MTK 1504** é um medidor de umidade utilizado para medição e diagnósticos de madeira e de outros materiais como concreto, papelão, espuma, vidro, couro, borracha, tijolo, granito, entre outros. Está enquadrado nos sensores do tipo agulha e sensor plano (com ensaio do tipo não-destrutivo) e utiliza de um circuito microcomputador LSI (*Large-Scale Integration*) para comunicar-se com computadores por softwares ou cabo USB. A resolução desse sensor é de 0,1%, enquanto a exatidão é de  $\pm (0,5\%n + 1)$ , onde n é igual ao valor medido. Uma pesquisa indicou que o preço médio desse sensor mostra um valor de R\$1.887,00.

O **FLIR MR160** é um equipamento de medição de umidade que conta com a tecnologia *Infrared Guided Measurement* que utiliza uma sonda externa com pinos e um sensor sem pinos integrado. Possui resolução de 0,1 e precisão, utilizando os pinos via faixa de sonda, de 0–100% WME ( $\pm 5\%$ ). Segundo a pesquisa, seu preço médio é de R\$ 4.334,83.

O **MUMR-630** é um medidor de umidade de madeira digital. Ele utiliza dois pinos de eletrodo para determinar a umidade por meios de medições de condutividade do material, convertendo a leitura para porcentagem, possuindo faixa de trabalho na escala de 9% a 30%. A pesquisa de indicou um valor de R\$2.731,69 para o produto.

O **PCMini52** é uma mini sonda digital de umidade relativa e temperatura que utiliza calibração multipontos e controle multiprocessado. Tem duas saídas analógicas de sinais que podem ser de porcentagem de umidade relativa, cálculo de umidade absoluta, temperatura, temperatura de bulbo úmido e ponto de orvalho. Trabalha na faixa de 0% a 100% e tem precisão de aproximadamente  $\pm 2\%$  e uma estabilidade de  $\pm 1\%$  RH/ano. O preço do produto no site do seu fabricante Michell Instruments é de £94.52, corresponde a R\$ 634,17.

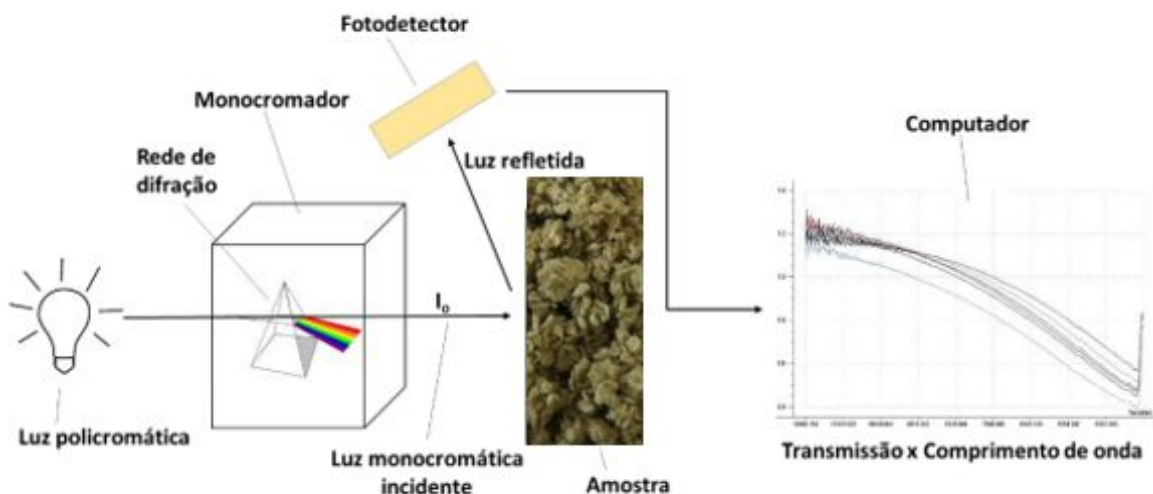
Uma boa alternativa seria a realização de um teste comparativo, em campo, com cada um dos sensores estudados, para verificar o desempenho e fazer uma análise de durabilidade, a fim de identificar o mais propício para a situação. Porém, baseado nos estudos, acredita-se que MTK 1504 seja o mais indicado, visto que é o mais indicado para utilização em madeiras e possui um custo relativamente baixo.

### 3.3 Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR)

A espectroscopia no infravermelho próximo, em inglês, *Near Infrared* (NIR) *Spectroscopy* trata-se de uma técnica simples, rápida, eficiente, não destrutiva e com elevada gama de aplicações, fazendo com que seja adequada para a gestão e tomada de decisões no ramo industrial. (MUÑIZ et al., 2012).

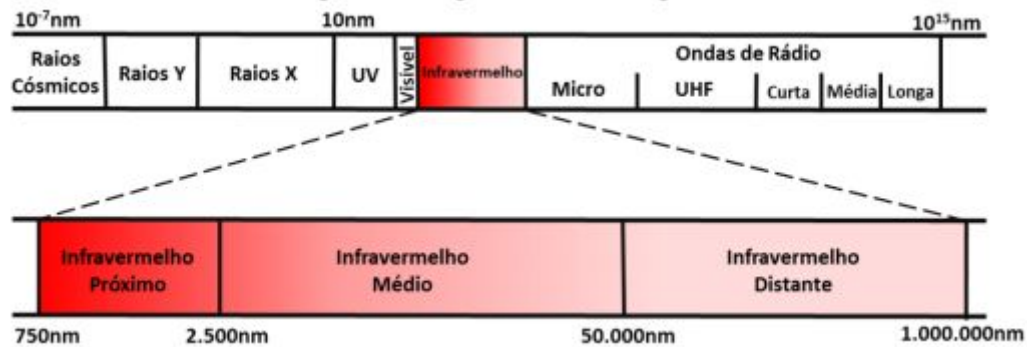
Os equipamentos utilizados nesta técnica, chamados espectrômetros, constituem-se de quatro partes, em geral, sendo uma base para suporte das amostras, uma fonte luminosa policromática, um sistema para separação da luz policromática e um fotodetector (Figura 3). A faixa de radiação emitida pelo instrumento, conforme a Figura 4, é a do infravermelho próximo (2500 a 750 nm), que interage com os elementos que compõem a amostra, principalmente ligações do tipo C-H, O-H, N-H ou S-H. Após interação com o material, fotodetectores registram a intensidade da luz e produzem um espectro de absorbância, reflectância ou transmitância, dependendo do modo de funcionamento do equipamento (TAIZ; ZEIGER, 2004). Como é possível observar, também na Figura 4, a faixa de atuação do NIR é a mais próxima da faixa do espectro visível dentre as categorias de infravermelho.

Figura 3 - Esquema de um espectrômetro



Fonte: Adaptado de TAIZ e ZEIGER (2004)

Figura 4 - Espectro eletromagnético



Fonte: Adaptado de Araújo (2007)

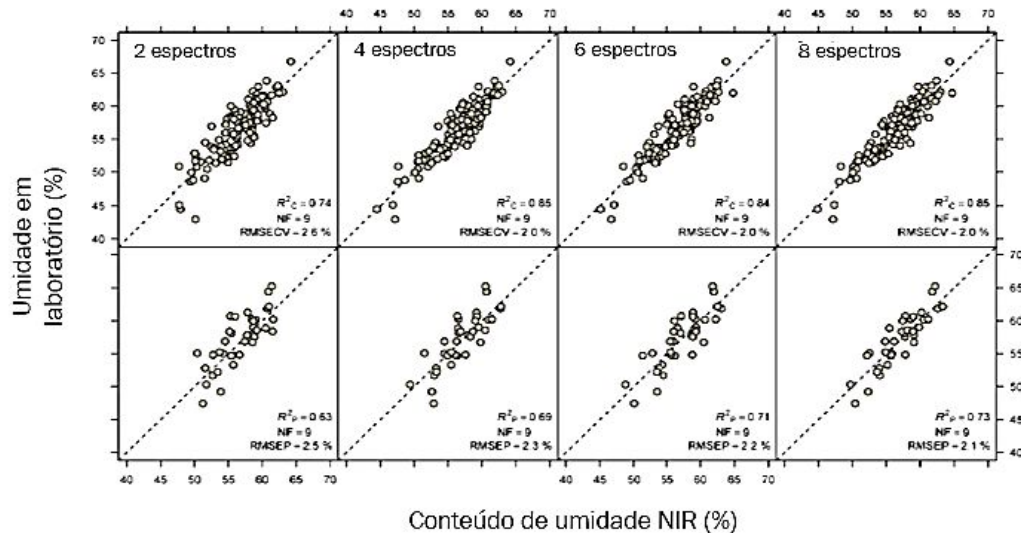
### 3.3.1 Aplicação da espectroscopia no NIR em polpas celulósicas

Com a diversidade de pesquisas científicas envolvendo o setor florestal, a espectroscopia no NIR vem ganhando espaço por se tratar de uma técnica moderna e extremamente útil para avaliar propriedades químicas, físicas, mecânicas e anatômicas da madeira (TSUCHIKAWA; SCHWANNINGER, 2013).

Como exemplo, Mora et al. (2011) utilizaram a técnica para determinação da umidade em toras de madeira de *Pinus taeda*, onde foram analisados 219 amostras de madeira, com idades variadas entre 13 e 19 anos. Os espectros foram obtidos a partir da superfície transversal dos discos de madeira verde. Os resultados foram satisfatórios, visto que os modelos de calibração e validação obtiveram um coeficiente de determinação  $R^2$  de 0,85.

Com base na imagem abaixo (Figura 5), avaliando a linearidade dos valores determinados em laboratório e estimados pelo NIR, pode-se notar que o número de espectros por disco de madeira em quatro leituras é o suficiente. Acima disso, conforme o resultado de 6 e 8 espectros, o resultado é bastante semelhante, gerando um esforço maior sem efetividade. E, com apenas duas leituras, existem alguns pontos discrepantes da linha, gerando um maior número de erros de predição.

Figura 5 - Valores de umidade determinados em laboratório e estimados pelo NIR de acordo com o número de espectros.



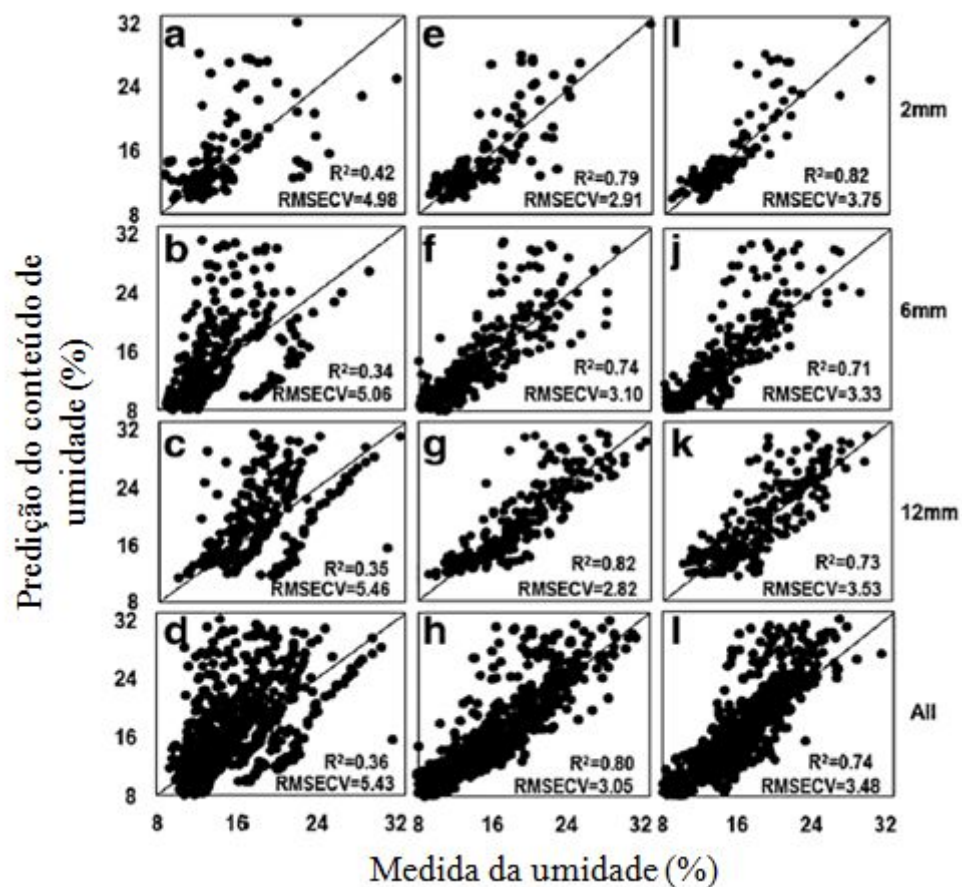
Fonte: Mora et al. (2011)

Diversos outros estudos podem ser realizados com o intuito de melhorar a qualidade do produto final do setor industrial de papel e celulose, tais como rendimento da polpação, número kappa e composição química, além da densidade da madeira precursora.

Tham, Inagaki e Tsuchikawa (2017) utilizaram um método capacitivo e a espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) para a predição da densidade e umidade de amostras de madeira. Para isso, foram feitas combinações entre a capacidade e a absorvância em dois comprimentos de onda, dentre o intervalo de 908 nm a 1676 nm, do espectro NIR, selecionando-se a combinação com coeficiente de determinação mais elevada. Análises multivariadas foram realizadas para avaliar a precisão desses métodos. Houve grande relação entre dados preditos e medidos, mesmo variando-se as espécies e espessura das amostras. A precisão da predição das amostras de madeira a partir de madeira verde para condições anidra mostrou resultados promissores, com coeficiente de validação cruzada ( $R^2_{cv}$ ) = 0,80, erro padrão de validação cruzada (RMSECV) = 25,70%, e desvio residual preditivo (RPD) = 2,22 para umidade. Abaixo do ponto de saturação da fibra para condição anidra, o valor de  $R^2_{cv}$  foi ligeiramente menor na predição da umidade, mas o RMSECV diminuiu significativamente (máximo 5,46%) em comparação com o intervalo de umidade do ponto saturado (máximo de 39,56%). Esses resultados foram consideravelmente melhores do que aqueles obtidos pela

modelagem do método capacitivo ou NIR individualmente. Os resultados sugerem a possibilidade de um novo dispositivo combinando ao método capacitivo e a espectroscopia NIR para prever densidade e umidade com maior precisão (Figura 6).

Figura 6 - Relação entre valores medidos e preditos pelos três métodos de análise: regressão linear múltipla por método capacitivo (a, b, c, d), regressão de mínimos quadrados parciais por espectroscopia no NIR (e, f, g, h), e regressão linear múltipla, combinando o método capacitivo com a técnica NIR em dois comprimentos de onda (i, j, k, l) com umidade decrescente do ponto de saturação das fibras para condição anidra



Fonte: Tham; Inagaki; Tsuchikawa (2017)

### 3.3.2 Desafios na aplicação de modelos baseados no NIR na indústria de celulose

A predição da umidade em polpas de celulose pode ser necessária em muitas etapas da produção industrial, como nas etapas de refino, quantificação da massa de reagente necessária para deslignificação e branqueamento, extração de xilana, produção de polpa solúvel, mistura

com outros polímeros e nas etapas de secagem da preparação e comercialização da polpa e do papel.

Costa et al. (2019), ao desenvolverem modelos para a estimativa da umidade em polpas de celulose por meio da espectroscopia no NIR, detalharam alguns desafios enfrentados para a aplicação dos modelos na indústria. Os modelos desenvolvidos pelos autores apresentam limitações técnicas para aplicação industrial, onde a faixa de atuação da umidade é em torno de 5% a 15%, enquanto o estudo foi efetivo para uma faixa superior, entre 10 a 90%. Outro ponto é que a rugosidade dos discos amostrais de celulose avaliadas no estudo era diferente da rugosidade das chapas de celulose industriais. As amostras utilizadas foram produzidas experimentalmente em laboratório, gerando irregularidades, enquanto as polpas comerciais são produzidas sob pressão constante. No entanto, os modelos preditivos gerados podem ser utilizados com sucesso em escala laboratorial, levando em consideração a necessidade de conhecer o nível de secagem do material de celulose de maneira rápida e confiável.

Segundo Hein, Lima e Chaix (2009) a técnica possui sensibilidade às variações do ambiente, como temperatura e umidade relativa do ar, podendo ocasionar alterações na eficiência dos resultados, sendo essa outra desvantagem nesse tipo de aplicação. Já no que diz respeito às amostras, os resultados também podem ser prejudicados devido às variações quanto à heterogeneidade e granulometria. Contudo, com a aplicação de tratamento aos dados espectrais, tais problemas podem ser amenizados

Um grande ponto a se destacar é o fato de que o preço para aquisição do equipamento é bastante elevado. Mas espera-se que, futuramente, possam haver equipamentos mais simples e baratos que poderão ser usados para registrar apenas certos comprimentos de onda no NIR, tornando a aquisição espectral ainda mais rápida. Porém, em contato com alguns fornecedores, foi informado que existe uma forma de adquirir o equipamento de forma provisória para que, com ajuda de um funcionário especializado, sejam realizados os testes necessários para verificar a adaptação e eficácia do método.

### 3.4 Desenvolvimento do modelo utilizando a técnica NIR

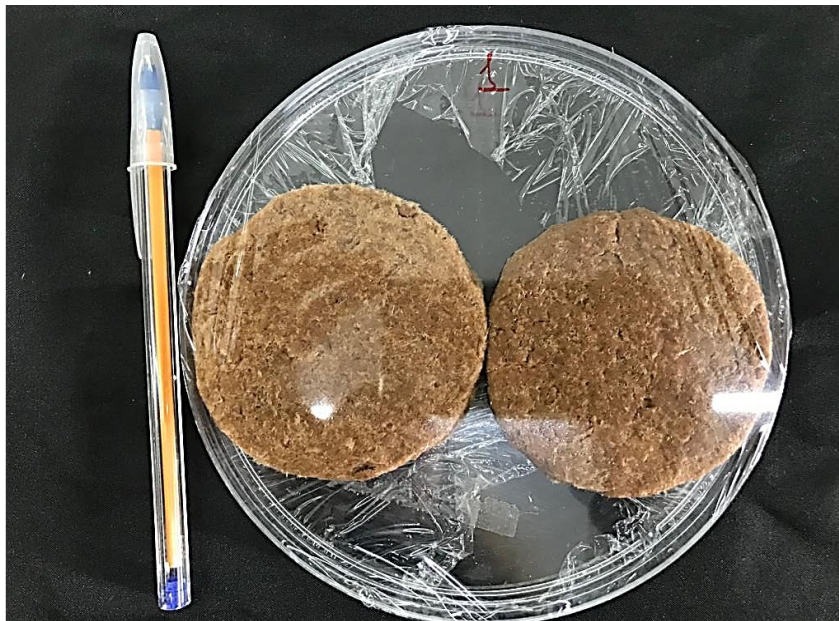
Abaixo está descrito o procedimento utilizado para desenvolvimento do modelo para estimativa da umidade de polpas celulósicas, sugerido como alternativa para solucionar o problema instrumental de uma empresa.

#### 3.4.1 Origem do material e preparo das amostras

Polpas comerciais de celulose de *Pinus* não branqueadas cedidas pela empresa Klabin foram utilizadas para o desenvolvimento do projeto.

Foram preparados vinte corpos de prova em formato de discos, com dimensões de aproximadamente 4 mm de espessura e 70 mm de diâmetro, conforme a Figura 7, a partir de polpas não branqueadas de *Pinus sp.* na umidade de equilíbrio.

Figura 7 – Discos de celulose preparadas em laboratório



Fonte: Das autoras (2018)



Para obtenção desses corpos de prova, foi utilizada uma proporção de 100 g de fibras para 2000 mL de água destilada, levando a mistura a um agitador mecânico com velocidade de 500 rpm durante 30 minutos, visando homogeneizar a mistura (Figura 8).

Figura 8 - Agitador mecânico no laboratório de Biomateriais da UFLA



Fonte: Das autoras (2018)

Após a agitação, alíquotas de aproximadamente 50 mL dessa mistura foram colocadas na bomba de vácuo (Figura 9) para remoção do excesso de água e a formação dos discos.

Figura 9 - Bomba de vácuo utilizada para remoção do excesso de água



Fonte: Das autoras (2018)



Inicialmente a massa das amostras foram adquiridas e posteriormente submetidas à secagem em estufa com circulação de ar a  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  em intervalos de tempo de 30 minutos. Após esses intervalos, as amostras eram retiradas, coletando a massa e os espectros no NIR, tais procedimentos foram repetidos até que as amostras obtivessem 0% de umidade, ou seja, até que a massa das mesmas se tornasse constante.

### 3.4.2 Aquisição dos espectros do NIR

Para obtenção dos espectros foi utilizado um espectrômetro da marca Bruker, modelo MPA, baseado na transformada de Fourier, disponibilizado em um dos laboratórios de Biomateriais do Departamento de Ciências Florestais, bem como o software OPUS versão 7.0, onde é possível nomear e armazenar os espectros obtidos. Devido a sensibilidade do equipamento, o laboratório é climatizado, com temperatura de aproximadamente  $20^\circ$  e umidade relativa do ar 60%.

O espectrômetro possui duas vias de aquisição, sendo a esfera de integração (A) e fibra ótica (B), conforme apresentado na Figura 10. Como as polpas são irregulares e absorvem quantidades distintas de água, optou-se pelo método esfera (por meio de reflexão difusa), no qual movimentou-se lentamente a amostra durante a medição, para maior abrangência.

Os espectros foram medidos na superfície de cada um dos corpos de prova na forma de discos, em diferentes teores de umidade.

Figura 10 - Equipamento do NIR utilizado para obtenção dos espectros

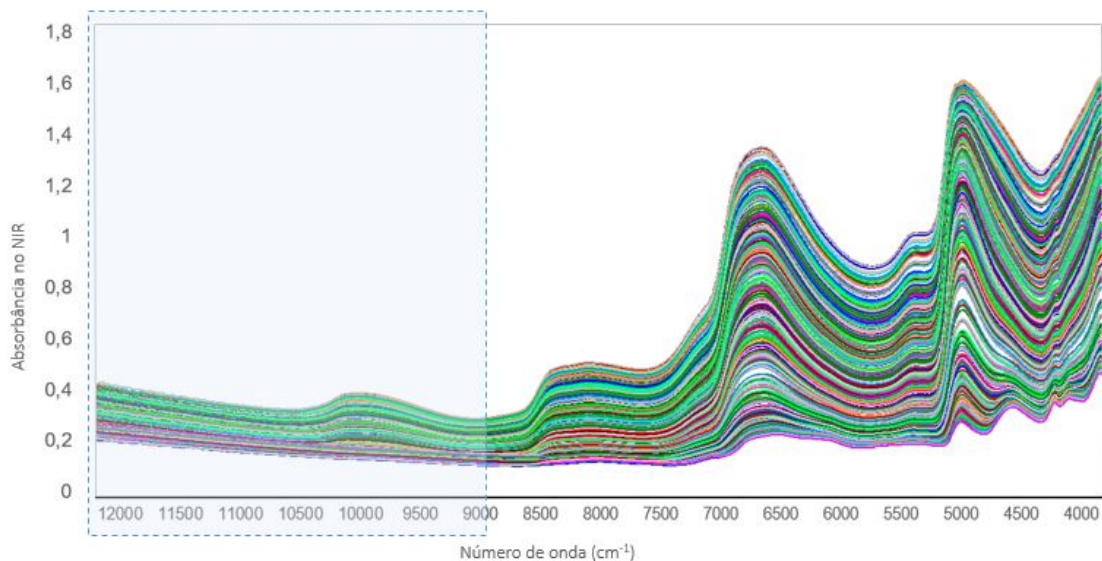


### 3.4.3 Estatística multivariada

A análise de regressão dos mínimos quadrados parciais (*PLS regression*) foi utilizada para o ajuste dos modelos, associando as informações espectrais com a umidade determinada durante o monitoramento da dessecção de água. Para o processamento das análises foi utilizado o programa *Chemoface* versão 9.61 (NUNES *et al.* 2012).

As calibrações foram realizadas a partir dos espectros originais e dos espectros tratados matematicamente pelo método da primeira derivada. A exclusão do número de ondas de 9000 a 12000  $\text{cm}^{-1}$  também foi realizada (parte destacada na Figura 11) como o propósito de eliminar os ruídos e melhorar a qualidade do sinal. Os modelos foram validados pelo método da validação cruzada, em que as mesmas amostras são utilizadas para calibração e validação do modelo e por validação independente, onde o conjunto de amostras utilizado para acurácia do modelo é diferente dos dados utilizados na definição do modelo.

Figura 11 - Espectros no NIR das amostras de discos de celulose em diferentes umidades



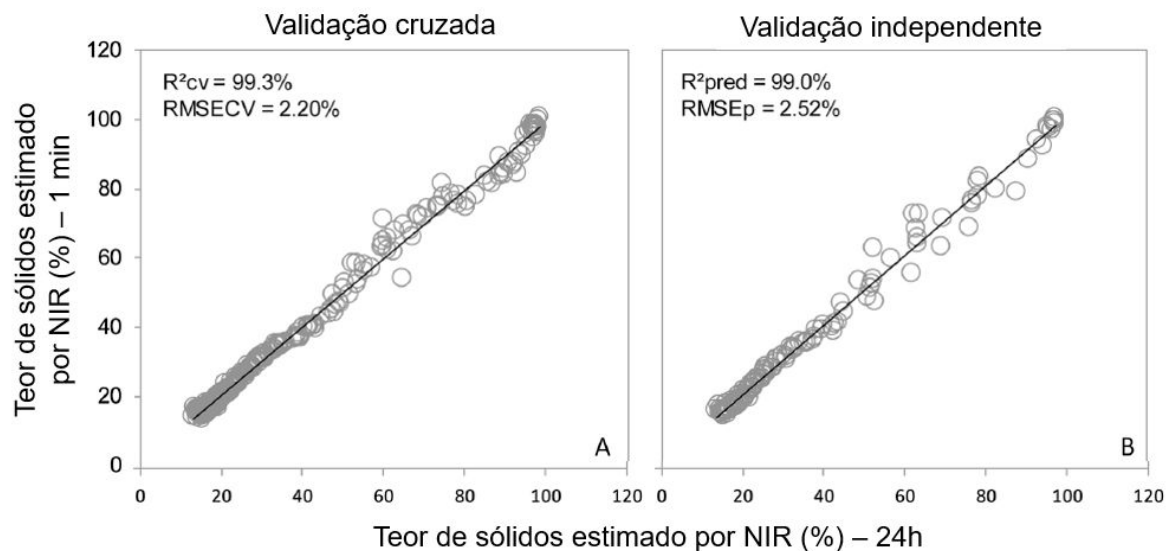
Fonte: Das autoras (2018)

Na Figura 11, acima, pode-se observar uma clara diferença na absorção nos diferentes espectros, em função da umidade, indicando grande sensibilidade e, portanto, eficiência do modelo.

### 3.4.4 Acurácia do modelo

Houve correlação entre o teor de umidade calculado em laboratório por meio da diferença entre massa atual e massa seca obtida no laboratório e o teor de umidade predito pelos espectros no NIR. Obteve-se um coeficiente de determinação ( $R^2$ ) de 0,99 na calibração e na validação e o erro padrão da estimativa em validação cruzada (RMSE\_CV) foi de 2,2%. Na validação independente, em que um lote de amostras totalmente diferente foi utilizado, o  $R^2$  da predição foi de 0,99 e o erro padrão foi de 2,52%, conforme mostra a Tabela 1.

Figura 12 – Relação entre os valores de teor de umidade determinados em laboratório em 24 horas e os estimados pelo NIR em menos de 1 minuto.



Fonte: Costa et al. (2019)

Tabela 1 - Resultados Validação Cruzada e Independente

$R^2_{cv}$	0,99
$R^2_{cal}$	0,99
RMSE_cv	2,2%
$R^2_{pred}$	0,98
RMSE_pred	2,6%

Fonte: das autoras (2020)

## **4 LEVANTAMENTO DOS CUSTOS DAS ALTERNATIVAS**

### **4.1 Custo dos sensores industriais tradicionais**

O sensor mais indicado para a situação, baseado nos estudos, é o MTK 1504, cujo custo médio é de R\$2000. A empresa opta por utilizar duas unidades em paralelo, para aumentar a precisão da medição. Levando-se em conta que os sensores duram em média um ano, o custo anual com sensores é de R\$4000.

### **4.2 Custo para aquisição de um equipamento NIR**

O equipamento utilizado para o presente estudo, da marca Bruker, modelo MPA, custa em média €80000, segundo o orçamento do fabricante.

O modelo NIR 900PLS, da marca FEMTO, dadas suas limitações, custa em torno de R\$80000, incluindo os equipamentos necessários e treinamentos de capacitação.

## **5 LEVANTAMENTO DOS BENEFÍCIOS**

### **5.1 Benefícios da aquisição do equipamento NIR**

Além da estimativa de umidade, existem diversos estudos que podem ser realizados utilizando o NIR que podem auxiliar na melhoria de qualidade dos produtos desenvolvidos. E, embora os desafios citados anteriormente possam causar certa insegurança ao serem utilizados no ramo industrial, a possibilidade de adquirir o equipamento sob período provisório pode mitigar riscos relacionados ao investimento.

## **6 ANÁLISE ECONÔMICA**

### **6.1 Recomendação da Melhor Alternativa**

No presente estudo analisou-se o investimento a curto e longo prazo, e com isso é possível concluir que, considerando-se apenas o à curto prazo, o custo de sensores industriais é bem mais baixo, podendo se tornar a opção mais atrativa.

Considerando-se a necessidade de manutenção dos sensores tradicionais, bem como a possibilidade de realização de diversos outros estudos citados anteriormente, a aquisição de um espectrômetro se mostra bastante efetiva.

Para empresas de pequeno porte, o mais indicado é avaliar a viabilidade de aquisição do equipamento, mesmo de marcas nacionais, por um período probatório, possibilitando a realização de estudos que avaliem se os resultados justificam o investimento.

Portanto, levando-se em consideração que a empresa escolhida é de grande porte, fazendo com que o custo do espectrômetro não seja um impacto financeiro, a técnica do NIR é a opção mais indicada, visto que o investimento seria diluído a longo prazo em vista dos benefícios gerados pelo aumento da qualidade dos produtos.

## **7 CONCLUSÕES GERAIS**

A tecnologia NIR se mostrou eficiente para estimar o teor de umidade em polpa celulósica com umidade variando de 0 a 120%. O modelo preditivo para teor de umidade baseado em assinaturas espectrais retornou valores com alta correlação ( $r^2 = 0.99$  e erro de 2.5%, segundo validação independente) com os valores determinados em laboratório.

Um desafio que poderia motivar novos estudos é que as polpas de baixa consistência tendem a se depositar no recipiente, dificultando que a radiação NIR capture os espectros do material como um todo, mesmo movendo as amostras durante a medição na esfera.

As aplicações dessa abordagem com outros tipos de celulose, como fibra de madeira, polpas de nanofibras e celulose branqueada/não branqueada de diferentes matérias-primas, seriam úteis para o monitoramento no meio industrial.

Por fim, sabendo da vastidão de estudos que a aquisição desse equipamento possibilitaria, para uma empresa de grande porte, a aquisição de um espectrômetro é amplamente indicada que a empresa analisasse já que os sensores disponíveis no mercado não mitigam as perdas de material causadas pela baixa precisão do sistema atual de controle de umidade.



## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CALONEGO, F. W.; BATISTA, W. R.; SEVERO, E. T. D.; SANTOS, J. E. G.; RIBAS, C. Avaliação do teor de umidade da madeira de *Eucalyptus grandis* por medidores elétricos resistivos. **Instituto Florestal**, São Paulo, v. 18, p. 71-78, 2006.

COSTA, L. R. **Aplicação da Espectroscopia no Infravermelho Próximo para Avaliação do Carvão Vegetal**. 2017. 62p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2017.

COSTA, L. R.; TONOLIA, G. H. D.; MILAGRES, F. R.; HEIN, P. R. G. Artificial neural network and partial least square regressions for rapid estimation of cellulose pulp dryness based on near infrared spectroscopic data. **Journal Elsevier**. 2019, p.9,2019

FLIR SYSTEMS. *Medidor de Umidade IGM FLIR MR160*. Disponível em <<https://www.flir.com.br/products/mr160/>>. Acesso em 24 jun. 2020.

GALVÃO, A. P. M.; JANKOWSKY, I. **Secagem racional da madeira**. 1985. 112p. São Paulo: Nobel, 1985.

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**, v. 17, n. 3, p. 141-150, 2009.

INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES. Disponível em <<https://www.iba.org/dados-estatisticos/>>. Acesso em 06 jul. 2020

INSTRUTHERM. *Manual de instruções: Medidor de Umidade de Madeira Digital Portátil Modelo MUMR-630*. Disponível em <<https://www.instrutherm.net.br/media/catalog/product/m/u/mumr-630.pdf>>. Acesso em: 24 jun. 2020.

KOLLMANN, F.F.P.; CÔTÉ, W.A. **Principles of wood science and technology: Solid Wood**. 1968, v.1. 591p. Springer Verlag. New York, 1968.

METROTOKYO. *Manual de instruções: Medidor de Umidade de Madeira e Materiais Diversos* Código: MTK-1504. Disponível em <<https://websitesolution.com.br/arquivos/manual/graos/manual-mtk-1504.pdf>>. Acesso em: 24 jun. 2020.

MICHELL INSTRUMENTS. *PCMini52 Digital Relative Humidity and Temperature Mini Probe*. Disponível em <<http://www.michell.com/uk/products/pcmini52.htm>>. Acesso em: 24 jun. 2020.

MORA, C. R. SCHIMLECK, L. C.; CLARK, A.; DANIELS, R. F. Determination of basic density and moisture content of merchantable loblolly pine logs by near infrared spectroscopy. **Journal Near Infrared Spectroscopy**, v. 19, n. 1, p. 392-399, 2011.

MUÑIZ, G. I. B. et al. Fundamentos e estado da arte da espectroscopia no infravermelho próximo no setor de base florestal. **Ciência Florestal**, Santa Maria, v. 22, n. 4, p. 865-875, 2012.

NUNES, C. A.; FREITAS, M. P.; PINHEIRO, A. C. M.; BASTOS, S. C. Chemoface: a novel free user-friendly interface for chemometrics. **Journal Brazilian Chemical Society**, São Paulo, v. 23, n. 11, 2012

PASQUINI, C. Near infrared spectroscopy: A mature analytical technique with new perspectives - A review. **Journal Elsevier**, 2019, 1-29

SHEPPARD, N.; WILLIS, H. A.; RIGG, J. C. Commission on molecular structure and spectroscopy and commission on quantities and units in clinical chemistry. **Pure and Applied Chemistry**, v. 57, n. 1, p. 105-120, 1985.

TAIZ, L.; ZEIGER, E. *Fisiologia vegetal*. **Porto Alegre: Artmed**, 2004. 719 p.



TSUCHIKAWA, S.; SCHWANNINGER, M. A review of recent near-infrared research for wood and paper (Part 2). **Applied Spectroscopy Reviews**, v. 48, n.7, p. 560-587, 2013.VCH. Berlin, 2009.

THAM, V. T. H.; INAGAKI, T.; TSUCHIKAWA, S.; A novel combined application of capacitive method and near-infrared spectroscopy for predicting the density and moisture content of solid wood. **Wood Science and Technology**, v. 52, p.115–129, 2018.