



NAYARA DE LIMA RIOS

**ESTIMATIVA DA DENSIDADE BÁSICA DA MADEIRA
DE *EUCALYPTUS* POR ESPECTROSCOPIA NO NIR EM
EQUIPAMENTO PORTÁTIL**

LAVRAS – MG

2023

NAYARA DE LIMA RIOS

**ESTIMATIVA DA DENSIDADE BÁSICA DA MADEIRA DE *Eucalyptus* POR
ESPECTROSCOPIA NO NIR EM EQUIPAMENTO PORTÁTIL**

Monografia apresentada à
Universidade Federal de
Lavras, como parte das
exigências do Curso de
Engenharia Florestal, para a
obtenção do título de
Bacharel.

Prof. Dr. Paulo Ricardo Gherardi Hein

Orientador

Dayane Targino de Medeiros

Coorientadora

LAVRAS – MG

2023

NAYARA DE LIMA RIOS

**ESTIMATIVA DA DENSIDADE BÁSICA DA MADEIRA DE *EUCALYPTUS*
POR ESPECTROSCOPIA NO NIR EM EQUIPAMENTO PORTÁTIL**

**BASIC DENSITY ESTIMATION OF *EUCALYPTUS* WOOD BY NIR
SPECTROSCOPY IN PORTABLE EQUIPAMENT**

Monografia apresentada à
Universidade Federal de
Lavras, como parte das
exigências do Curso de
Engenharia Florestal, para a
obtenção do título de
Bacharel.

APROVADA em 25 de junho de 2023.

Dr. Paulo Ricardo Gherardi Hein UFLA

Dayane Targino de Medeiros UFLA

Dr. Vicente Toledo Moraes de Machado Junior UFV

Prof. Dr. Paulo Ricardo Gherardi Hein

Orientador

Dayane Targino de Medeiros

Coorientadora

LAVRAS

2023

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus primeiramente, por todas as bênçãos e proteção nesses anos de graduação.

A toda a minha família, em especial aos meus pais Elvis e Ana Paula, que tornaram isso possível, sonhando comigo e acreditando em mim acima de tudo.

Aos meus amigos pelo apoio e companheirismo, e à equipe do Departamento de Ciências Florestais, aqueles que, diretamente ou não, participaram da minha jornada.

Ao Dr. Paulo Hein pela orientação, ensinamentos, compreensão e dedicação à minha monografia desde o princípio.

À Dayane Targino, pela orientação e disponibilidade para ajudar sempre que precisei, e à Jhenyfer Nayara, pelas conversas e aprendizados durante o início do trabalho. Desejo muito sucesso a vocês.

À coordenadora do curso de Engenharia Florestal, Dra. Ana Carolina Maioli, pela dedicação e compreensão durante toda a minha jornada, e pela forma humana e gentil que lidou nas diversas vezes que precisei da coordenação. Jamais me esquecerei de toda a ajuda.

Ao Dr. Vicente Júnior por aceitar fazer parte da banca de defesa e por todo o aprendizado que estou recebendo com a equipe que formamos.

Por fim agradeço à UFLA, por ser minha segunda casa todos esses anos e tornar esse sonho possível, ao CAPES e a FAPEMIG, por viabilizarem ano após ano diversos projetos tão importantes junto ao Departamento de Ciências Florestais.

RESUMO

A densidade básica é uma propriedade fundamental para caracterização da madeira, pois tem relação direta com outros aspectos como resistência, durabilidade natural e permeabilidade. Além do método gravimétrico, o mais tradicional, uma das formas rápidas de determinação da densidade da madeira é por meio da espectroscopia no infravermelho próximo (NIR). Esta técnica tem sido empregada para estimar propriedades dos materiais e classificá-los em níveis de qualidade. A maioria dos estudos foram realizados com equipamentos estacionários, porém, atualmente existem equipamentos portáteis que permitem classificação em campo. A técnica com esses equipamentos, portanto, precisa ser mais profundamente estudada para avaliar a qualidade de suas estimativas, sobretudo em madeiras de rápido crescimento utilizadas em indústria. Dessa forma, o objetivo deste estudo foi desenvolver modelos multivariados para estimativa da densidade básica da madeira com base na assinatura espectral no NIR obtida em diferentes superfícies da madeira de *Eucalyptus* a partir de equipamento portátil. Inicialmente, determinou-se a densidade básica da madeira em 95 amostras através do procedimento D2395 (ASTM 2017), sendo a massa obtida em balança analítica de precisão (0,001 g) e o volume pelo princípio de imersão em água. Os espectros no NIR foram obtidos nas faces tangencial, radial e transversal das amostras. Os valores de densidade básica foram correlacionados com os espectros no NIR por meio da regressão dos mínimos quadrados parciais para o desenvolvimento dos modelos. A fim de melhorar a qualidade das estimativas dos modelos, foi aplicado tratamento matemático utilizando a primeira derivada. O melhor modelo para estimativa da densidade básica da madeira foi obtido através dos espectros da face transversal, com R²CV (coeficiente de determinação da validação cruzada) de 0,85. A face tangencial forneceu o modelo menos preciso na estimativa, com R²CV de 0,63. Sendo assim, deve ser investigada a aplicabilidade do MicroNIR às necessidades da indústria, visto que o equipamento portátil fornece estimativas adequadas de densidade da madeira e apresenta vantagens na aplicação em campo para a indústria do setor madeireiro.

Palavras-Chave: *Eucalyptus grandis*. Propriedade física. Infravermelho próximo. Regressão dos mínimos quadrados parciais. Indústria.

ABSTRACT

The basic density is a fundamental property for the characterization of wood, as it is directly related to aspects such as strength, natural durability, permeability, among others.

In addition to the classic method, one of the quick ways to determine wood density is by means of near infrared spectroscopy (NIR). This technique has been used to estimate material properties and classify them into quality levels. Most studies were carried out with stationary equipment, however, currently there are portable equipment that allow classification in the field. The technique with these equipments, therefore, needs to be more deeply studied to evaluate the quality of its estimates, especially in fast-growing woods used in industry. Thus, the objective of this study was to develop multivariate models for estimating the basic density of wood based on the spectral signature in the NIR obtained from different surfaces of *Eucalyptus* wood using portable equipment. Initially, the basic density of the wood was determined in 95 samples using the D2395 procedure (ASTM 2017), with the mass obtained on a precision analytical balance (0.001 g) and the volume by the principle of immersion in water. The NIR spectra were obtained on the tangential, radial and transversal faces of the samples. Basic density values were correlated with NIR spectra using partial least squares regression (PLS-R). After that, the calibration of the obtained models was carried out and later, validation with the databases. To improve the quality of the models estimates, a mathematical treatment was applied using the first derivative. The best model for estimating the basic wood density was obtained through the transverse face spectra, with R^2CV (coefficient of determination of cross validation) being 0.85. The tangential face provided the least accurate model in estimating, with R^2CV of 0.63. Therefore, the applicability of MicroNIR to the needs of the industry should be investigated, since the portable equipment provides adequate estimates of wood density, with the transverse and radial faces being the ones that presented the most robustness in the models.

Keywords: *Eucalyptus grandis*. Physical property. Near infrared. Least squares regression. Industry.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	7
2	OBJETIVOS	10
2.1	Objetivo geral	10
2.2	Objetivos específicos	10
3	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	11
3.1	A madeira de <i>Eucalyptus</i>	11
3.2	Aplicação na indústria	11
3.3	Métodos de determinação da densidade da madeira	12
3.4	A espectroscopia NIR na madeira e seus produtos	14
3.5	Técnicas de análise multivariada	14
3.6	Desafios da aplicação do NIR em madeira	16
4	MATERIAL E MÉTODOS	18
4.1	Obtenção e preparo das amostras.....	18
4.2	Determinação da densidade	19
4.3	Aquisição espectral.....	19
4.4	Estatística multivariada.....	20
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	21
5.1	Dados de referência	21
5.2	Calibração e validação cruzada	21
6	CONCLUSÃO.....	26
	REFERÊNCIAS.....	27

1 INTRODUÇÃO

A utilização da madeira de *Eucalyptus* para múltiplos setores industriais têm avançado progressivamente. Isso se deve à sua ampla versatilidade, rápido crescimento e boa capacidade de adaptação climática. Dentre as destinações da madeira de *Eucalyptus* e seus produtos, têm-se a indústria de papel e celulose, madeira serrada e carvão vegetal como destaques, além dos painéis e aglomerados e produtos florestais não-madeireiros, como óleos essenciais, resinas etc. A difusão das florestas plantadas de *Eucalyptus* impacta positivamente o agronegócio, gera empregos e tem um papel crucial na diminuição da pressão sobre matas nativas e seus produtos. Com o aumento da demanda e produção por produtos sustentáveis, e com sua ampla diversidade, as empresas do setor florestal têm buscado soluções rápidas e precisas para avaliação das propriedades da madeira, com intuito de prever e otimizar o seu desempenho durante o processamento industrial.

A densidade básica é reconhecida como um dos mais importantes indicadores da qualidade da madeira. É considerada uma propriedade de fácil determinação e está relacionada às demais características da madeira (Shimoyama e Barrichello, 1991), como rigidez, resistência, durabilidade natural, entre outras. Porém, é uma propriedade que varia amplamente entre as espécies e condições de crescimento. Portanto, a determinação da densidade da madeira e sua variação dentro da árvore, tanto na direção radial (medula - casca), quanto longitudinal (base - topo), é fundamental para antecipar seu comportamento durante o seu processamento e assim classificar sua qualidade para determinada finalidade. Assim, a determinação da densidade da madeira deve ser realizada em diferentes direções e posições no interior da árvore. A busca por métodos eficazes para determinação da densidade da madeira que sejam economicamente viáveis para a indústria é de extrema importância para otimizar sua utilização e evitar defeitos comuns inerentes aos processos industriais.

Por se tratar de um material orgânico formado por diferentes componentes químicos e ter sua constituição anatômica influenciada por diversos fatores edáficos, climáticos e ambientais, a madeira apresenta alta variabilidade em suas características físicas e químicas, ainda que sendo de uma mesma espécie e plantio. Devido a essas condições, a indústria madeireira encontra grandes dificuldades em determinar

propriedades importantes, como a densidade, de forma rápida e eficaz as largas escalas de produção e tornar o processamento mais assertivo e economicamente viável. Além do método tradicional, existem diversos métodos difundidos na indústria e nas pesquisas para determinação ou estimativa da densidade da madeira, como a resistógrafo (Downes et al., 2018) Pilodyn (Sunarti et al., 2022) e a espectrometria no infravermelho próximo (NIR, do inglês, Near Infrared).

A técnica de espectroscopia no NIR é baseada na radiação eletromagnética que se estende na faixa de comprimento de onda de 750 nm a 2.500 nm, que mede a interação entre luz e material (Pasquini, 2018). A técnica NIR surgiu para avaliação não destrutiva de materiais orgânicos, sendo largamente utilizada para o controle da qualidade e o monitoramento de processos em diversas indústrias, inclusive de base florestal (Baillères et al., 2002, Yeh et al., 2004). A tecnologia NIR associada à análise multivariada dos espectros, se baseia na aquisição direta de medidas de reflectância com informação dos diversos grupos funcionais presentes nas moléculas de alto peso (celulose, hemicelulose e lignina) e de menor peso molecular (extrativos) da madeira (Tshuchikawa, 2007). A aplicação dessa técnica com objetivo de estimar a densidade da madeira recém abatida é um método extremamente atrativo ao mercado que processa madeira, visto que é rápido, preciso e garante que o processo de produção ocorra de forma mais eficiente e racional.

Muitos estudos foram conduzidos para avaliar o potencial e aplicabilidade do NIR na avaliação de diferentes propriedades da madeira (Tsuchikawa; Kobori, 2015). Devido a esse reconhecimento, a tecnologia NIR foi inserida como uma das técnicas recomendadas pelo guia de boas práticas para identificação de madeira para fins forenses, publicado no ano de 2016 pelo escritório das Nações Unidas sobre Drogas e Crime (UNODC, do inglês *United Nations Office on Drugs and Crime*) do Programa Global de Combate a crimes contra a vida selvagem e florestas (GPWLFC, do inglês *Global Programme for Combating Wildlife and Forest Crime*), conforme apresentado por Soares et al. (2017). A técnica tem sido amplamente utilizada pelo setor florestal para caracterizar e classificar os materiais e para monitorar a qualidade de diversos produtos, sobretudo polpa (Costa et al., 2019), carvão (Ramalho et al., 2017) e painéis (Hein et al., 2010), além de madeira in natura (Novais et al., 2023).

Contudo, estudos devem ser realizados para avaliar o desempenho preditivo dos modelos baseados em NIR a partir de vários tipos de sensores e variações na matéria-prima. Atualmente existem inúmeros equipamentos NIR portáteis disponíveis no mercado e ainda não foram estabelecidos quais as configurações ideais para utilização destes equipamentos. Além disso, o efeito da anisotropia da madeira na capacidade do modelo gerar boas estimativas não está plenamente compreendido.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste estudo foi desenvolver modelos multivariados para estimativa da densidade básica da madeira com base na assinatura espectral obtida em diferentes superfícies da madeira de *Eucalyptus* a partir de equipamento NIR portátil.

2.2 Objetivos específicos

- Determinar a superfície da madeira mais adequada na aquisição dos espectros no NIR.
- Avaliar o desempenho do sensor portátil no desenvolvimento das calibrações multivariadas.

3 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

3.1 A madeira de *Eucalyptus*

Para Lima (1993), as florestas são recursos naturais renováveis com alto potencial de produção de biomassas que podem acabar se exaurindo se não houver políticas de incentivo ao reflorestamento. A causa é a grande demanda gerada para o fornecimento de insumos industriais. Uma das espécies mais utilizadas para geração dos mais diversos insumos provenientes de florestas no mundo atualmente é o *Eucalyptus*, devido à suas propriedades que permitem que sua madeira e outras estruturas sejam empregadas para diversas finalidades. A produtividade média das florestas de *Eucalyptus* hoje no Brasil tem média de de 39 m³/ha/ano, enquanto em países Chile, Estados Unidos, Canadá e Finlândia chegam a 20, 10, 7 e 4 m³/ha/ano, respectivamente (Embrapa, 2022). A madeira de *Eucalyptus* tem bastante importância econômica no país, e o setor de florestas plantadas vem recebendo cada vez mais investimentos em inovações industriais e florestais. Segundo o IBÁ (Instituto Brasileiro de Árvores), atualmente no país existem 9,93 milhões de hectares de plantios florestais, sendo dessa que área 75,8% é plantio de *Eucalyptus*, e com forte tendência de crescimento deste número nos próximos anos. A espécie *Eucalyptus* é destaque na produção no país por tratar-se de uma espécie rentável e considerada sustentável, se o plantio for feito com um manejo consciente. Além disso, a vantagem comparativa do Brasil aos demais países na produção pelo seu clima predominantemente tropical e subtropical, junto ao forte investimento em tecnologias e melhoramento genético da espécie, fez a produção anual média do *Eucalyptus* saltar de 10m³/ha, em 1970, para o recorde de 38,9m³/ha no ano de 2021.

3.2 Aplicação na indústria

A madeira de *Eucalyptus* tem grande versatilidade quando ao seu fim na indústria de base florestal. Devido a suas propriedades físicas e químicas, e ao seu acelerado acúmulo de biomassa quando comparada à outras espécies, o *Eucalyptus* tem suas finalidades divididas principalmente entre a produção estrutural, como a madeira serrada e os painéis, a produção de energia e a produção de celulose e papel. Também

há uma crescente utilização da madeira como fonte de bioprodutos nos últimos anos. Segundo o relatório do IBÁ de 2022, no ano de 2021 o preço médio de exportação de todos os produtos provenientes de florestas plantadas subiu, com exceção do cavaco que se manteve constante. O destaque continua sendo para a indústria da celulose e papel, que em 10 anos teve crescimento de 60% em sua produção e 80% da exportação no Brasil. Apesar disso, nos últimos anos houve um crescimento considerável na produção e venda de laminados e painéis, que, nos anos da pandemia, teve crescimento de 15,2% e 9,5%, respectivamente. Para o *Eucalyptus*, no histórico entre os anos de 2013 e 2021, o consumo de madeira para uso industrial foi de 173,9 milhões de m³, quase quatro vezes o consumo da madeira de pinus, que é a segunda espécie mais produzida no país.

3.3 Métodos de determinação da densidade da madeira

A determinação das propriedades físicas da madeira é um importante passo para seu processamento na indústria nos seus diversos fins, como por exemplo na produção de energia com o carvão vegetal e na laminação das toras. Há uma grande necessidade da indústria florestal em encontrar métodos rápidos e precisos para a determinação, por exemplo, da umidade das toras nos pátios para que as empresas façam a melhor escolha quanto ao uso da madeira, a fim de evitar desperdícios e perda de qualidade do produto. O método da norma da ABNT NBR 14929 (ABNT, 2003), chamado de método gravimétrico, é o mais tradicional na indústria, e, apesar de bastante preciso, ele tem como desvantagens a demora em determinar a umidade e por se tratar de um método destrutivo. A determinação do teor de umidade por esse método é feita por meio da diferença de massa de amostras antes e depois de passarem por um processo de secagem em estufa a $103\pm 2^{\circ}\text{C}$, até peso constante (ABNT, 2003).

Diante das desvantagens do método tradicional de determinação das propriedades da madeira, houve uma intensa busca da indústria em encontrar métodos igualmente precisos que não fossem destrutivos, mais baratos e que acelerassem o processamento da madeira. Esses métodos não destrutivos são geralmente indiretos, ou seja, faz correlações e utiliza modelos de calibração entre propriedades a serem investigadas e outras que são mais facilmente obtidas. Um exemplo de método eficaz para análise não-destrutiva é o Pilodyn, que é feito diretamente na estrutura da peça (Ross et al., 1998).

O Pilodyn trata-se de um equipamento que fornece dados para medir a densidade da madeira através do cálculo da resistência da madeira à penetração, feita através da introdução de um pino de forma gradual, e a resistência da madeira gera dados de medida de penetração, em mm, e unidades arbitrárias de resistência, em %. Com os dados obtidos, calcula-se a densidade da madeira (Gorniak; Matos, 2000). Lopez e Staffieri (1998) afirmam que a penetração do pino do Pilodyn detém uma forte correlação com a densidade da madeira, tanto em árvores individuais como em agrupamentos de árvores. Estudos feitos por Fernandes et al. (2011) concluíram que o método Pilodyn é razoavelmente eficiente na análise da densidade básica de diferentes materiais genéticos e não foi observada nenhuma relação entre a densidade básica e a penetração do Pilodyn com a classe diamétrica das árvores avaliadas.

Outro método explorado pela indústria na busca de avaliar propriedades da madeira de maneira não-destrutiva é com o uso do Resistograph®, que tem seu princípio parecido com o do Pilodyn, onde a medição da resistência da madeira à penetração de uma broca muito fina (3 mm de diâmetro) feita de aço de alta qualidade, é direcionada para dentro da madeira a uma determinada taxa, dependendo da espécie de madeira, e do modelo empregado. Quando a broca atravessa a madeira, encontra intensidades diferentes de resistência. Essa resistência reflete: a condição estrutural das paredes celulares; as variações entre lenho inicial e tardio nos anéis de crescimento; a espécie da madeira e seu desenho típico (por exemplo, anéis difusos ou porosos), e a maneira em que a árvore tem se desenvolvido em resposta às condições ambientais (Rinn *et al.*, 1996). De acordo com os estudos de Lima et al. (2006), o resistógrafo se mostrou um equipamento adequado para estimativa a densidade básica da madeira de *Eucalyptus* sp. e a média da resistência à perfuração medida pelo Resistograph®, denominada por Amplitude, foi de 13,66%, variando de 7,3% a 23,8%.

Ainda em busca de tecnologias para análises não-destrutivas das propriedades da madeira pela indústria e pelos pesquisadores, o uso da densitometria de raios X vem ganhando espaço junto à adoção de análises computacionais. Segundo Amaral (1994), a densitometria de raios X é uma técnica que consiste na obtenção de radiografias de uma fina secção transversal de madeira sobre um filme radiográfico. Esse filme exposto à fonte de raios X e, pela passagem da radiação por meio da amostra de madeira, forma-se uma imagem da sua estrutura transversal.

3.4 A espectroscopia NIR na madeira e seus produtos

Dentre as tecnologias mais avançadas está o uso da espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) para análise de propriedades da madeira. A espectroscopia é uma técnica instrumental analítica que se baseia nas propriedades de absorção e emissão de energia eletromagnética das moléculas em regiões do espectro eletromagnético. No caso da espectroscopia NIR, essa região localiza-se entre 700 nm e 2.500 nm, e a resposta obtida é um sinal (espectro) interpretado por técnicas estatísticas de análises multivariadas dos dados. Se o espectrofotômetro no NIR for calibrado com precisão, é possível, pela análise dos espectros, prever várias propriedades da madeira e da polpa celulósica. (Santos et al., 2009).

Watanabe et al. (2011) aplicaram a técnica NIR para classificação sobre a umidade da madeira verde. Os autores mostraram que a espectroscopia NIR tem o potencial de estimar a umidade média da madeira verde, embora forneça apenas valores de umidade superficial.

O espectro no NIR pode ser utilizado para identificar compostos moleculares em complexas misturas químicas, como a madeira, e avaliar as proporções de diversos constituintes além das suas interações (Sousa et al., 2007). No caso da madeira, a radiação NIR interage com as ligações de C-H, C-O, ligações CO-H e com a água, que está presente na madeira (Lestander et al., 2008). É possível a obtenção de informações qualitativas e quantitativas dos constituintes químicos da biomassa em virtude da interação da onda eletromagnética no infravermelho próximo com os constituintes químicos da amostra (Pasquini, 2003).

3.5 Técnicas de análise multivariada

Análise multivariada é uma ferramenta estatística com o propósito de avaliar diversas variáveis de uma base de dados em um único resultado, utilizando métodos que possuem finalidades diferentes entre si.

Dentre os métodos estatísticos utilizados para criar modelos relacionando as variáveis espectroscópicas e o valor da propriedade de interesse, pressupondo uma

relação linear, tem-se a regressão linear múltipla (MLR), análise dos componentes principais (PCA) e a regressão dos mínimos quadrados parciais (PLS), conforme relatado por Pasquini (2003).

Os espectros no NIR, coletados em madeira, possuem muitas informações e para analisar essa complexa base de dados, é necessário recorrer à estatística multivariada. A Análise de Componentes Principais (PCA, do inglês Principal Component Analysis) é, provavelmente, a técnica quimiométrica multivariada mais difundida, é considerada por muitos como a técnica que mudou, significativamente, a análise de dados do ponto de vista químico (Brereton, 2003).

Quando é aplicada a análise de componentes principais, em um conjunto de variáveis de espectros no infravermelho, tal conjunto é substituído por um novo denominado de componentes principais os quais fornecem juntos 100% da variância e a maior percentagem é explicada pela primeira componente. Há uma diminuição dos dados com a concentração das informações em poucas variáveis, porém não há perda significativa das informações químicas. Na PCA, um conjunto de variáveis correlacionadas é transformado em um conjunto menor chamado de componentes principais (PCs). Os PCs são usados para descobrir e interpretar as dependências que existem entre as variáveis e para examinar as relações que podem existir entre indivíduos (Timm, 2002).

O algoritmo PLS foi desenvolvido por Herman Wold, no campo da economia, em 1960. Em seguida, Harold Martens e Swante Wold divulgaram o método aplicando-o em sistemas químicos. O PLS tem a característica em utilizar PCA nos dados de entrada e saída a fim de potencializar a covariância entre ambos. É um método que garante que a informação modelada esteja, diretamente, associada à propriedade de interesse (Gemperline, 2006; Hein, 2008). No PLS a matriz de dados é decomposta em duas matrizes, de “loadings” e scores. Durante o processo de obtenção do modelo PLS, podem ocorrer algumas distorções das “loadings”, fazendo com que percam a ortogonalidade e, conseqüentemente, ocasionem pequena redundância de informações. Essa redundância intensifica a relação linear entre os “scores” e a distorção de ortogonalidade entre as componentes principais, fazendo com que passem a ser chamadas de variáveis latentes (Beebe, et al., 1998; Burns, Ciurczak, 2008).

A principal vantagem em utilizar a regressão PLS é a sua robustez, isto é, adicionar ou retirar amostras do conjunto de calibração não irá alterar os parâmetros do modelo de forma significativa e os resultados, ainda, serão confiáveis. Isso permite o uso da PLS, em processos industriais, em que há frequentes mudanças nos parâmetros que envolvem o processo produtivo. Dessa forma, é possível acrescentar ou retirar amostras sem causar modificações no modelo, inicialmente, criado (Geladi, Kowalsky, 1986).

3.6 Desafios da aplicação do NIR em madeira

Embora o uso da espectroscopia NIR em produtos florestais venha crescendo nos últimos anos, ainda existem lacunas de conhecimento sobre essa técnica quando aplicada à madeira. A maior parte das calibrações com o espectro NIR tem focado principalmente as madeiras de coníferas e eucalipto. Mesmo em estudos com outras angiospermas, as calibrações são desenvolvidas utilizando-se madeiras da mesma espécie ou gênero. Portanto o efeito da variabilidade entre espécies de madeiras foi pouco abordado na literatura. (Schimleck et al., 2001b e 2003).

Ainda que apresente uma eficiência evidente em diversos tipos de análise em propriedades da madeira se combinado à utilização de métodos estatísticos válidos, a tecnologia NIR conta com algumas desvantagens que impede de ser difundida para a esfera industrial. Uma dessas desvantagens é a etapa de calibração. A calibração consiste em utilizar dados de análises laboratoriais convencionais e correlacionar os dados espectrais com as características da amostra. É, também, um método sensível às variações do ambiente como temperatura, umidade relativa do ar e outras alterações próprias do ambiente, que podem afetar a eficiência da aplicação da espectroscopia em processos industriais. Também é sensível a características da amostra, como granulometria, umidade e heterogeneidade. Alguns desses problemas podem ser corrigidos aplicando tratamentos aos dados espectrais para otimizar a calibração (Hein et al., 2009).

Ainda, o método apresenta a restrição de estimar apenas as propriedades que têm alguma relação com a composição química do material. A precisão das estimativas pela técnica NIR depende da acurácia do método de referência e que este seja confiável

(Sandak et al., 2016). Além disso, variações de temperatura, umidade, tamanho, heterogeneidade e impurezas podem constituir problemas (Arriel et al., 2007) para utilização adequada da técnica.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Obtenção e preparo das amostras

Discos de madeira de *Eucalyptus grandis* provenientes de plantio experimental da Universidade Federal de Lavras (Latitude: 21°14'30''S; Longitude: 44°00'10''O) foram coletados após abate, totalizando oito discos de diferentes posições longitudinais do fuste. A partir dos discos, 95 amostras de madeira foram produzidas no formato cúbico por meio de serra fita, com dimensões de aproximadamente 3 x 3 x 3 cm (Figura 1). As amostras de madeira foram retiradas de várias posições no sentido medula-casca dos discos para incluir variação de densidade nos modelos de predição, tornando-os mais robustos e condizente com a realidade industrial. As amostras foram lixadas para retirar as rebarbas e para melhorar acabamento superficial.

As amostras foram submetidas a secagem em ambiente climatizado, com temperatura de 25°C e umidade relativa por volta de 60%, até atingir a umidade de equilíbrio (~13%), as quais permaneceram cerca de 40 dias para uniformizar o teor de água.

Figura 1 – Marcação nos discos para retirada dos corpos de prova de madeira



Fonte: Do autor (2022).

4.2 Determinação da densidade

A densidade básica da madeira de *Eucalyptus grandis* foi determinada conforme o procedimento D2395 (ASTM 2017), sendo a massa obtida em balança analítica de precisão (0,001 g) e o volume pelo princípio de imersão em água.

4.3 Aquisição espectral

Os espectros das amostras foram coletados nas superfícies transversal, radial e tangencial de cada amostra de madeira, com o uso do espectrômetro portátil microNIR On-site (Viavi Solutions Inc., CA, United States). A comunicação entre o equipamento e o software foi realizada por via USB (Figura 2). A faixa de aquisição foi de 950 a 1650 nm, com resolução de 5.6 nm, resultando em 125 variáveis espectrais. Cada espectro representou uma média de 16 varreduras e o tempo de integração foi ajustado para 10 ms. Um Spectralon (refletância de 99%) foi usado como referência de fundo.

No total foram coletadas 285 assinaturas espectrais. Logo após a coleta espectral, as amostras foram encaminhadas para estufa, no qual permaneceram até alcançarem peso constante (condição anidra) para cálculo de densidade.

Figura 2 – Equipamento NIR portátil conectado ao computador por cabo USB.



Fonte: Do autor (2022).

4.4 Estatística multivariada

Para o desenvolvimento dos modelos preditivos da densidade foi realizada a regressão dos mínimos quadrados parciais (PLS-R) no software The Unscrambler v.9.7 (Camo Software, NJ, USA).

As regressões para estimativa da densidade básica da madeira foram realizadas utilizando-se 12 variáveis latentes calculadas partir dos espectros originais e tratados por primeira derivada. A primeira derivada foi aplicada aos espectros com 13 pontos de alisamento e polinômio de segunda ordem usando o algoritmo de Savitzky-Golay, com a finalidade excluir os ruídos e melhorar a qualidade da calibração. Para validar os modelos da calibração, utilizou-se o método da validação cruzada (cross-validation). As amostras anômalas que se distanciaram de maneira discrepante da linha de tendência, foram identificadas no gráfico de resíduos como outliers e removidas da análise para obtenção de melhorias nos parâmetros dos modelos estatísticos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Dados de referência

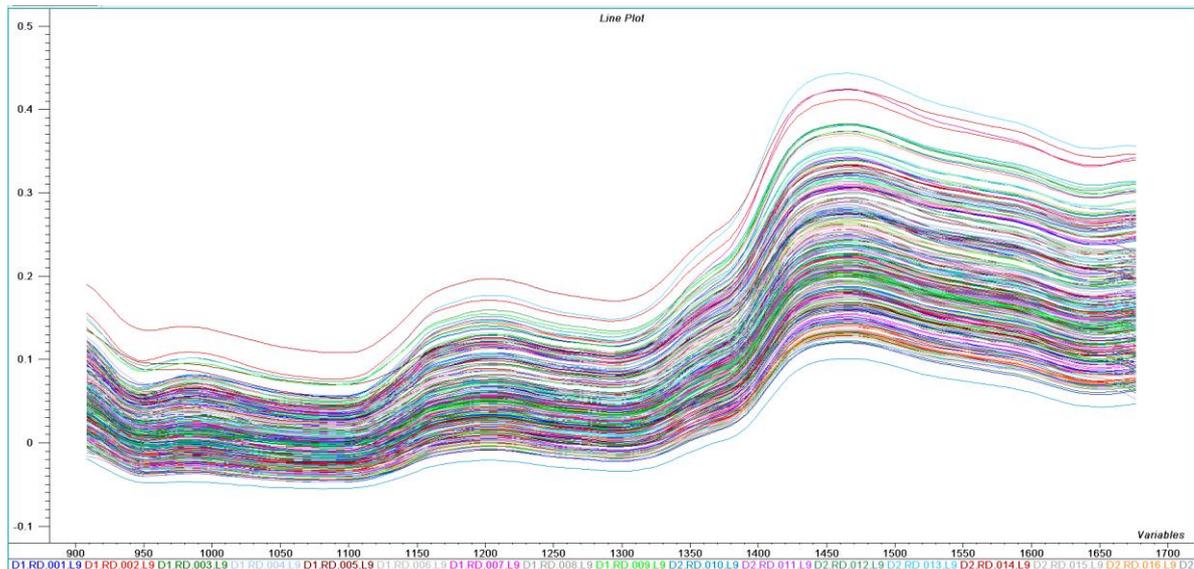
As amostras de *Eucalyptus* apresentaram densidade média de $0,617 \text{ g cm}^{-3}$, variando entre $0,373 \text{ g cm}^{-3}$ a $0,827 \text{ g cm}^{-3}$. O coeficiente de variação foi de 14,56%. Batista *et al.* (2010) encontraram densidade básica em clones de *Eucalyptus grandis* entre 0,400 e $0,490 \text{ g cm}^{-3}$ e $0,650 \text{ g cm}^{-3}$ em clone de *Eucalyptus dunii*, com o maior valor de densidade básica do estudo. Costa *et al.* (2018) encontrou densidade média de $0,462 \text{ g cm}^{-3}$ em amostras de híbridos de *Eucalyptus urophylla* x *Eucalyptus grandis* com coeficiente de variação de 14,80% em um trabalho utilizando infravermelho próximo para aferir densidade.

É possível concluir que os valores encontrados nesse estudo estão de acordo com os encontrados na literatura para madeira de *Eucalyptus*.

5.2 Calibração e validação cruzada

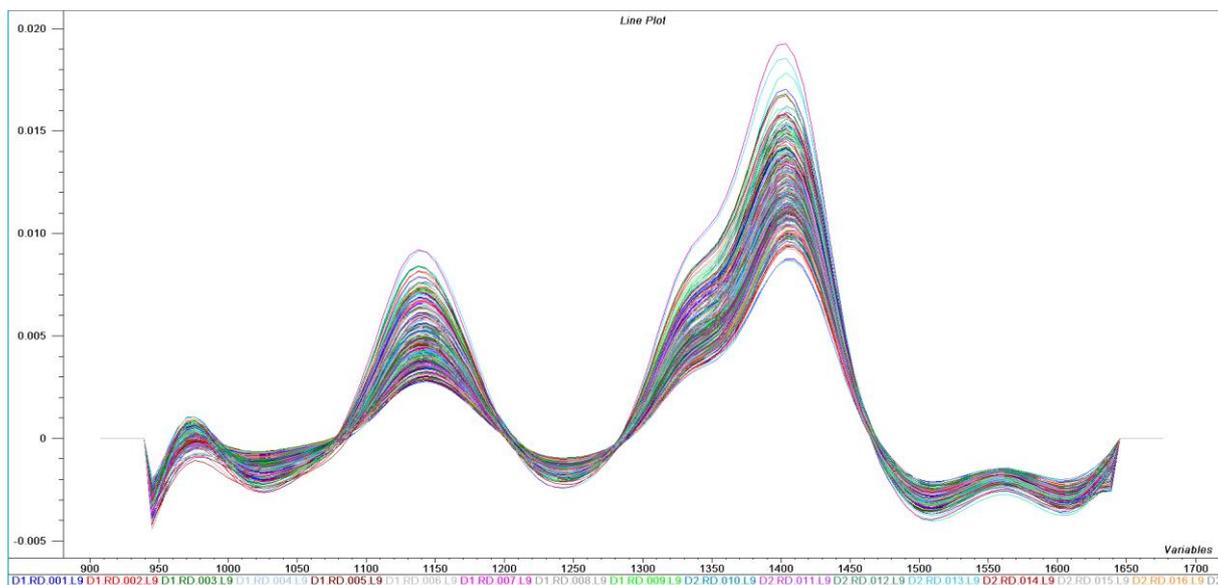
Nas figuras 3 e 4 estão os espectros das amostras de madeira de *Eucalyptus* nas três faces analisadas, dos dados originais e após o tratamento matemático aplicado da primeira derivada, respectivamente, obtidos no software estatístico The Unscrambler. Cada assinatura espectral gerou uma linha no gráfico.

Figura 3 – Espectros obtidos a partir dos dados originais



Fonte: Do autor (2023).

Figura 4 – Espectros obtidos a partir da aplicação de tratamento matemático



Fonte: Do autor (2023).

Na tabela 1 encontra-se o resultado das calibrações e das validações cruzadas para prever a densidade básica da madeira a partir dos dados originais e da aplicação da primeira derivada.

As faces radial e transversal obtiveram bom desempenho dos modelos na predição de densidade. Em ambas foram retirados 1 outlier para melhor qualidade da análise.

Tabela 1 – Calibrações e validações cruzadas para estimativa da densidade básica da madeira a partir de espectros no NIR

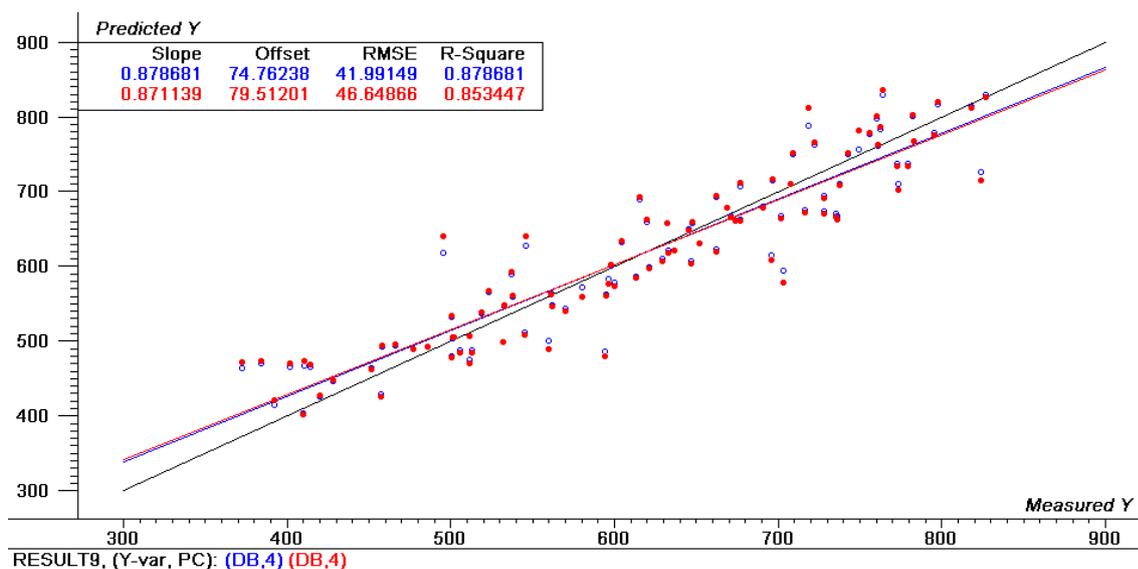
Face de aquisição	Trat	R ² C	SEC	R ² CV	SECV	LV
Tg	-	0,65	71,631	0,60	76,706	2
	1d	0,65	70,883	0,63	74,412	3
Rad	-	0,79	55,269	0,76	59,598	2
	1d	0,81	59,92	0,79	55,804	3
Trasv	-	0,88	42,246	0,84	47,460	6
	1d	0,88	41,991	0,85	46,649	4

Fonte: Do autor (2023).

Tg – face tangencial; Rad – face radial; Trasv – face transversal; Trat – tratamento matemático; “-” – dados originais; 1d – primeira derivada; R²C – coeficiente de determinação da calibração; SEC – erro padrão da calibração; R²CV – coeficiente de determinação da validação cruzada; SECV – erro padrão da validação cruzada; LV – número de variáveis latentes; Out – número de amostras eliminadas (outliers)

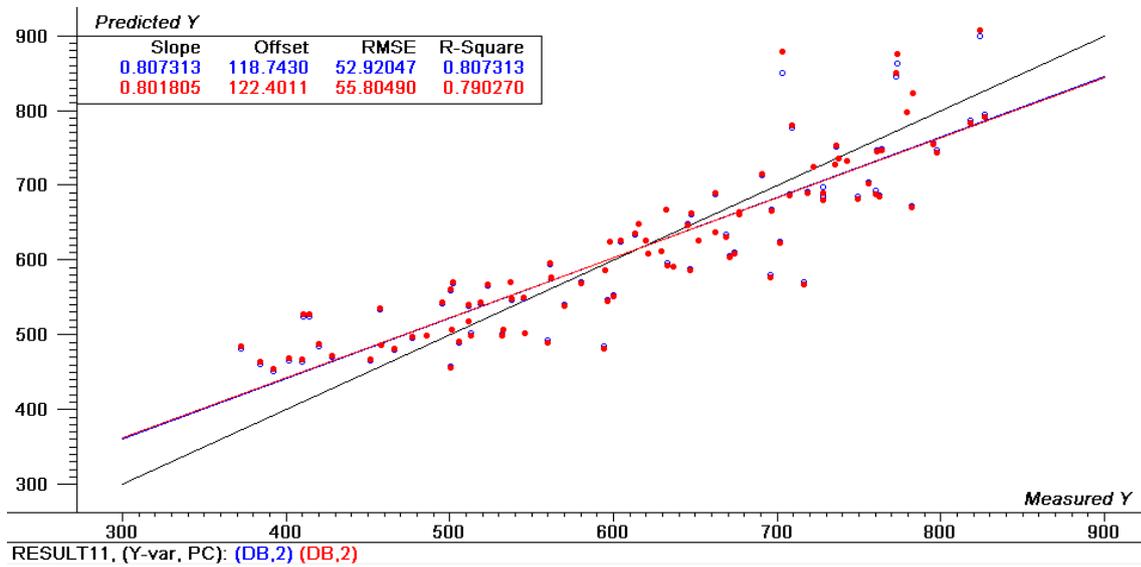
As figuras 5, 6 e 7 mostram como ficou os dados de calibração e de validação cruzada após aplicação de tratamento matemático com a primeira derivada nos modelos de cada face das amostras.

Figura 5 – Dispersão dos dados de calibração e validação cruzada após tratamento matemático na fase transversal



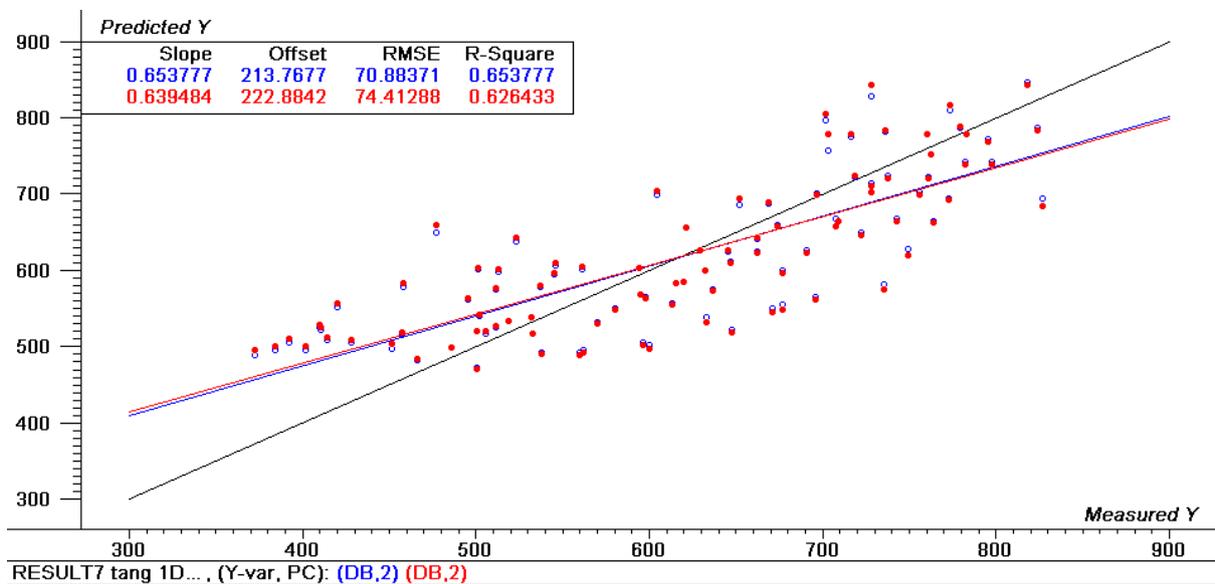
Fonte: Do autor (2023).

Figura 6 – Dispersão dos dados de calibração e validação cruzada na face radial após tratamento matemático



Fonte: Do autor (2023).

Figura 7 – Dispersão dos dados de calibração e validação cruzada na fase tangencial após tratamento matemático



Fonte: Do autor (2023).

Os modelos obtidos na fase tangencial, com os dados originais e com a aplicação de tratamento matemático, foram os menos precisos, apresentando valor de 0,65 para coeficiente de determinação da calibração (R^2C) e 0,60 a 0,63 para coeficiente de determinação da validação cruzada (R^2CV). Ainda que a face tangencial apresente menos precisão em relação às demais analisadas no estudo, é possível considerar que suas estimativas apresentam potencial para aplicação na madeira.

A face radial foi a mais beneficiada pela aplicação do tratamento matemático, tendo seu coeficiente de determinação da calibração (R^2C) de 0,79 para 0,81 e o coeficiente de determinação da validação cruzada (R^2CV) de 0,76 para 0,79.

A face transversal foi a que apresentou modelos mais precisos para predição da densidade da madeira, com valores de coeficiente de determinação da validação cruzada (R^2CV) 0,84 com os dados originais, e 0,85 após aplicação de tratamento matemático com a primeira derivada.

Hein, Lima e Chaix (2009) estudaram modelos matemáticos baseados na espectroscopia no infravermelho próximo para predição de densidade básica em madeira de *Eucalyptus urophylla* aos 14 anos de idade, e obtiveram valores de R^2CV para a face tangencial variando de 0,63 a 0,67 na face radial de 0,83 a 0,81, e na face transversal o R^2CV variou de 0,78 a 0,83, e, portanto, concluíram que os modelos preditivos a partir da face radial apresentavam maior robustez. Esse estudo apresentou resultados que divergem do apresentado neste trabalho, que apresentou modelos mais robustos a partir da face transversal.

Costa et al. (2018) obtiveram resultados semelhantes ao deste trabalho, a partir de espectros obtidos no NIR via esfera de integração, com R^2CV para face transversal de amostras de madeira usinadas em serra de fita variando entre 0,85 e 0,88. E para amostras usinadas em serra circular o coeficiente de determinação da validação cruzada (R^2CV) variou de 0,81 a 0,84. Para os estudos de Costa *et al.* (2018), a face tangencial também apresentou resultados um pouco menor em precisão do que as demais faces analisadas.

6 CONCLUSÃO

A técnica de infravermelho próximo a partir do uso de aparelho portátil MicroNIR se mostrou eficiente na predição de densidade básica da madeira de *Eucalyptus*. A validação cruzada e a aplicação de tratamento matemático com a primeira derivada resultaram na melhora nas predições, sendo aliados na escolha de melhores modelos para estimar densidade.

A face transversal foi a que apresentou o melhor coeficiente de calibração e coeficiente de validação cruzada neste trabalho. Contudo, as faces radial e tangencial também obtiveram estimativas aceitáveis e se mostraram válidas para obtenção de densidade básica a partir de dados do NIR.

É possível concluir que o aparelho portátil MicroNIR, juntamente com boas análises estatísticas com eliminação de outlier e aplicação de tratamento matemático adequado fornecem modelos robustos de estimativa de densidade de *Eucalyptus*, o que torna a técnica uma opção que deve ser melhor investigada, a fim de atender as demandas da indústria de madeira e melhor visualização das suas reais aplicabilidades.

REFERÊNCIAS

- AMARAL, A. C. B. **Implantação da metodologia de densitometria de raios-X em madeira**. 1994. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM D 2017: accelerated laboratory test of natural decay resistance of woods**. Philadelphia, 2005.
- ARRIEL, N. H. C.; ANDRADE, F. P.; VIEIRA, D. J.; COUTINHO, J. L. B.; OLIVEIRA, J. S.; AMABILE, R. F.; DANTAS, E. S. B.; PEREIRA, J. R. Análise de adaptabilidade e estabilidade de produção de sementes em gergelim. **Revista de oleaginosas e fibrosas**. Campina Grande, v. 4, n. 3, p. 181-191, 2000.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 11941**: Madeira: determinação da densidade básica. Rio de Janeiro: ABNT, 2003. 6 p.
- BAILLÈRES, H.; DAVRIEUX, F.; HAM-PICHAVANT, F. **Near infrared analysis as a tool for rapid screening of some major wood characteristics in a *Eucalyptus* breeding program**. Les Ulis, v. 59, n. 5/6, p. 479-490. 2002.
- BATISTA, D. C.; KLITZKE, R. J.; SANTOS, C. V. T. Densidade básica e reprodutibilidade da madeira de clones de três espécies de *Eucalyptus*. **Ciência Florestal**, v. 20, p. 665-674, 2010.
- BEEBE, K. R.; PELL, R. J.; SESASHOLTZ, M. B. **Chemometrics: a practical guide**. New York: Wiley, 1998. 348 p.
- BURNS, D. A.; CIURCZAK, E. W. **Handbook of near-infrared analysis**. 3. ed. Boca Raton: CRC Press, 2008. 808 p.
- BRERETON, Richard G. **Chemometrics: data analysis for the laboratory and chemical plant**. John Wiley & Sons, 2003.
- COSTA, L. R.; TONOLI, 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. **Carbohydrate Polymers**, v. 224, p. 1 – 9, 2019.
- DOWNES, G.M., LAUSBERG, M., POTTS, B.M., PILBEAM, D.L., BIRD, M., BRADSHAW, B. **Application of the IML Resistograph to the infield assessment of basic density in plantation *Eucalyptus***. **Australian Forestry**. 2018. p.177-185.
- EMBRAPA. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**. Eucalipto no Semiárido brasileiro. Petrolina, 2016. 42 p. (EMBRAPA/PE. Documentos online).
- GELADI, P. AND KOWALSKI, B.P. Partial least-squares regression: A tutorial. **Analytica Chimica Acta**, 185, v.1, p. 1-17.1986.
- GEMPERLINE, Paul J. Principal component analysis. **Practical guide to chemometrics**, v. 2, p. 69-104, 2006.
- GORNIK, E.; MATOS, J. L. M. Métodos não destrutivos para determinação e avaliação de propriedades da madeira. In: ENCONTRO BRASILEIRO EM MADEIRAS E EM ESTRUTURAS DE MADEIRA, **Anais...** São Carlos: UFSC, p. 121-131, 2000.

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. et al. Spatial variation of wood density, stiffness and microfibril angle along *Eucalyptus* trunks grown under contrasting growth conditions. **Trees**, 2016. v. 30 p. 871–882, 2016. DOI 10.1007/s00468-015-1327-8.

HEIN, P.R.G., CAMPOS, A.C.M., MENDES, R.F.; MENDES L.M., CHAIX, G. Estimation of physical and mechanical properties of agro-based particleboards by near infrared spectroscopy. **European Journal of Wood and Wood Products**. v. 69, n 3, p. 431-442. 2009.

INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES. IBÁ 2022. Brasília, DF, 2022. **Relatório anual 2022**. Disponível em: <https://www.iba.org/datafiles/publicacoes/relatorios/relatorio-anual-iba2022-compactado.pdf>

LIMA, J. T., HEIN, P. R. G., TRUGILHO, P. F.; SILVA, J. (2006). Adequação do Resistograph para a estimativa da densidade básica da madeira de *Eucalyptus*. **ENCONTRO BRASILEIRO EM MADEIRAS E EM ESTRUTURAS DE MADEIRA–EBRAMEM**, 10.

LOPEZ, J.A.; STAFFIERI, G.M. Correlaciones genéticas entre Pilodyn y densidad de la madera de *Pinnus elliotti* var. *elliotti* em la mesopotâmia Argentina. **Novenas Jornadas Técnicas Forestalis**. Misiones, Argentina. 5p., 1998.

NOVAES, T.V., RAMALHO, F.M.G., SILVA ARAUJO, E., LIMA, MDR, SILVA M.G., FERREIRA, G.C., HEIN, P.R.G. Discrimination of amazonian forest species by NIR spectroscopy: wood surface effects. **European Journal of Wood and Wood Products**. v.81, p. 159 – 172, 2023.

PASQUINI, C. Near infrared spectroscopy: fundamentals, practical aspects and analytical applications. **Journal of the Brazilian chemical society**, v. 14, p. 198-219, 2003.

PASQUINI, C. Near infrared spectroscopy: A mature analytical technique with new perspectives e A review. **Analytica Chimica Acta**, v. 1026, 8 – 36, 2018.

RAMALHO, F.M.G., HEIN, P.R.G., ANDRADE, J.M, NAPOLI, A. Potential of near-infrared spectroscopy for distinguishing charcoal produced from planted and native wood for energy purpose.2018. **Energy & Fuels**.v. 31, n 2, p. 1593-1599.

RIBEIRO, F. L. **Uso de espectroscopia no infravermelho e análise multivariada para previsão de ácidos graxos em linhaça dourada marrom**. Tese (mestrado) Universidade Federal do Paraná, p. 39, 2012.

ROSS, R. J. Nondestructive evaluation of wood. **Forest Products Journal**. v. 48, n.1, p. 14-19, 1998.

SANDAK, Jakub; SANDAK, Anna; MEDER, Roger. Assessing trees, wood and derived products with near infrared spectroscopy: hints and tips. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, v. 24, n. 6, p. 485-505, 2016.

SANTOS, R. B. D., GOMIDE, J. L., & SOUSA, L. C. D. 2009. Predição de qualidade da madeira e da polpa celulósica por técnica de espectroscopia de infravermelho próximo (NIRS). **Revista Árvore**, 33, 759-767.

SCHIMLECK, L. R.; EVANS, R. Estimation of *Pinus radiata* D. Don tracheid morphological characteristics by near infrared spectroscopy. **Holzforschung**, Berlin, v. 58, n. 1, p. 66-73, Feb. 2004.

SCHIMLECK, L. R.; EVANS, R.; ILIC, J. Estimation of *Eucalyptus delegatensis* wood properties by Near infrared spectroscopy. **Canadian Journal of Forest Research**, Ottawa, v. 31, n. 10, p. 1671-1675, Oct. 2001.

SHIMOYAMA, V. R. S.; BARRICHELLO, L. E. G. Influência de características anatômicas e químicas sobre a densidade básica da madeira de *Eucalyptus* spp. In: CONGRESSO ANUAL DE CELULOSE E PAPEL, 24., 1991, São Paulo. **Anais...** São Paulo: ABTCP, 1991. p. 178-183.

SOUSA, L.C.; GOMIDE, J.L.; BALLEIRINI, R.S., Importância da amostragem no uso da espectroscopia NIRS para caracterização de madeiras. **III Colóquio Internacional de Celulose**, 2007, Proceedings, Belo Horizonte, Brasil.

SUNARTI S, NIRSATMANTO A, BRAUNER J, SETYAJI T, KARTIKANINGTYAS D, HANDAYANI BR, HIDAYATI F. Effect of genetic gain in diameter and wood density on advanced generation breeding strategy of *Acacia mangium* in Indonesia. **Journal of Tropical Forest Science**, 2022. v. 34, n 1, p. 92-102.

TIMM, N.H. 2002. Applied Multivariate Analysis. **Springer-Verlag Inc.**, New York. Disponível em: [https://www.scirp.org/\(S\(czeh2tfqw2orz553k1w0r45\)\)/reference/referencespapers.aspx?referenceid=1631967](https://www.scirp.org/(S(czeh2tfqw2orz553k1w0r45))/reference/referencespapers.aspx?referenceid=1631967)

TSUCHIKAWA, S.; KOBORI, H. 2015. A review of recent application of near infrared spectroscopy to wood science and technology. **Journal of Wood Science**, 61. p. 213 – 220.

VIANA, L. C. et al. Modelos de calibração e a espectroscopia no infravermelho próximo para predição das propriedades químicas e da densidade básica da madeira de *Eucalyptus*. **Ciência Florestal**, Santa Maria, v. 20, n. 2, p. 367-376. 2010.

WATANABE, K.; MANSFIELD, S. D.; AVRAMIDIS, S. Application of near infrared spectroscopy for moisture-based sorting of green hem-fir timber. **Journal Wood Science**, Madison, v. 57, n. 4, p. 288–294, Aug. 2011.

YEH, J. W., CHEN, S. K., LIN, S. J., GAN, J. Y., CHIN, T. S., SHUN, T. T., ... & Chang, S. Y. 2004. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes. **Advanced engineering materials**, 6, v.5, 299-303.

