



ARLILA DA SILVA COSTA

**USO DA ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO
INFRAVERMELHO PRÓXIMO NA
DETERMINAÇÃO DE CARACTERÍSTICAS DA
MADEIRA DE *Corymbia***

LAVRAS - MG

2017

ARLILA DA SILVA COSTA

**USO DA ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO
PRÓXIMO PARA PREDIZER PROPRIEDADES DA MADEIRA DE
*Corymbia***

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira, área de concentração em Processamento e Utilização da Madeira, para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Paulo Fernando Trugilho

Orientador

Prof. Dr. Alfredo Napoli

Prof. Dr. Natalino Calegario

Coorientadores

LAVRAS - MG

2017

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Costa, Arlila da Silva.

Uso da espectroscopia na região do infravermelho próximo para
predizer propriedades da madeira de *Corymbia* / Arlila da Silva Costa. -
2016.

49 p.

Orientador: Paulo Fernando Trugilho.

Coorientadores: Alfredo Napoli, Natalino Calegario.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Lavras,
2016.

Bibliografia.

1. NIR . 2. *Corymbia citriodora*. 3. Madeira maciça I. Trugilho, Paulo
Fernando. II. Napoli, Alfredo. III. Calegario, Natalino. IV. Título.

ARLILA DA SILVA COSTA

**USO DA ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO
PRÓXIMO PARA PREDIZER PROPRIEDADES DA MADEIRA DE**

Corymbia

***USE OF SPECTROSCOPY IN THE INFRARED REGION NEAR TO
PREDICT PROPERTIES OF Corymbia WOOD***

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira, área de concentração em Processamento e Utilização da Madeira, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 19 de Dezembro de 2016.

Prof. Dr. Paulo Ricardo Gherardi Hein UFLA

Prof. Dr. Renato da Silva Vieira

UFSJ

Prof. Dr. Paulo Fernando Trugilho
Orientador

Prof. Dr. Alfredo Napoli
Prof. Dr. Natalino Calegario
Coorientadores

LAVRAS - MG

2017

Dedico esta dissertação a meu amado avô Artur Garcia Costa e a meu amigo querido Fabrício Aquino, que neste ano foram para mais pertinho de Deus, mas que me deixaram grandes lições e bonitas lembranças. Somos velas acesas aqui neste mundo, mas podemos ser velas brilhantes e fazer diferença em meio a escuridão.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter multiplicado minha fé durante esses dois anos, fazendo-me mais forte, mais paciente e grata por cada ensinamento, não me deixando esquecer em nenhum momento todos os motivos que me fizeram chegar até aqui.

Aos meus pais, Artur e Cantanila, por não me deixarem entristecer ou abalar diante das batalhas diárias, sempre me encorajando a correr atrás dos meus sonhos, apoiando-me e amando-me incondicionalmente.

Ao meu irmão Marcelo, que sempre me incentivou e ajuda-me a tornar realidade os meus objetivos, fazendo tudo o que estiver ao seu alcance para ver-me feliz. Aos familiares, sempre solícitos a ajudar - me nesta caminhada, não medindo esforços.

Ao professor Paulo Trugilho, que durante essa caminhada sempre esteve disposto a incentivar-me e dividir conhecimentos. Tornando-se exemplo de profissionalismo, dedicação e ser humano.

Ao professor Paulo Hein, pela disponibilidade e contribuições fundamentais para a realização desta pesquisa.

Aos amigos que dividiram morada comigo, da pós-graduação em ciência e tecnologia da madeira, e a família Biomateriais, vocês foram essenciais para que essa caminhada se tornasse mais leve e recheada de boas histórias.

Aos professores do Programa de Ciência e Tecnologia da Madeira da UFLA.

À Universidade Federal de Lavras.

À CAPES pelo apoio financeiro.

RESUMO

As inúmeras possibilidades de utilização da madeira fazem desta matéria-prima objeto de várias pesquisas. A variabilidade natural das características da madeira requer uma amostragem representativa de toda a matéria-prima desejada. Na busca por alternativas que levam à rapidez na obtenção de resultados, reduzindo o tempo e os custos de análise, destacam-se as avaliações não destrutivas de madeira. Nesse sentido, a espectroscopia de infravermelho próximo foi destacada entre os métodos não destrutivos utilizados na caracterização da madeira. Esta pesquisa teve como objetivo utilizar a espectroscopia de infravermelho próximo na predição de características químicas e físicas da madeira em clones de híbridos de *Corymbia*. Foram utilizados sete clones, aos 3,75 anos, de um teste clonal implantado na cidade de Itamarandiba - MG. Cinco árvores foram amostradas por clone. Os espectros NIR foram obtidos em três pontos diferentes em amostras sólidas e também em amostras moídas. Para a aquisição dos espectros de madeira foi utilizado um espectrômetro com transformada de Fourier e esfera de integração. Os resultados obtidos para a madeira sólida indicaram que a face radial foi a que gerou melhores calibrações para prever a densidade básica, apresentando uma relação de desempenho desvio (RPD) de 0,76. Quanto às análises químicas, o teor de holocelulose apresentou melhores resultados na fase transversal, com RPD de 0,73. As calibrações realizadas para amostras de madeira moída apresentaram melhores resultados, apresentando maior correlação e RPD para todas as características comparadas com aquelas obtidas em madeira maciça.

Palavras-chave: NIR. *Corymbia citriodora*. Madeira maciça. Madeira moída.

ABSTRACT

The numerous possibilities of use the wood makes this raw material subject of several researches. The natural variability of the wood characteristics requires a representative sampling of all the desired raw material. In search for alternatives that lead to speed in obtaining results, reducing time and costs of analysis, the non-destructive evaluations of wood stand out. In this sense, near-infrared spectroscopy has been highlighted among the non-destructive methods used in the wood characterization. This research aimed to use the near infrared spectroscopy in the prediction of wood chemical and physical characteristics in clones of *Corymbia* hybrids. Seven clones were used, at 3.75 years old, from a clonal test implanted in the Itamarandiba-MG City. Five trees were sampled per clone. The NIR spectra were obtained at three different points in solid samples and also in milled samples. For the acquisition of the wood spectra a spectrometer with Fourier transform and integration sphere was used. The results obtained for the solid wood indicated the radial face was the one that generated better calibrations to prediction the basic density, presenting a deviation performance ratio (RPD) of 0.76. Regarding the chemical analyzes the holocellulose content presented better results in transverse face, with RPD of 0.73. The calibrations performed for milled wood samples presented better results, presenting higher correlation and RPD for all characteristics compared to those obtained in solid wood.

Keywords: NIR. *Corymbia citriodora*. Solid wood. Milled wood.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Toretos retirados nas árvores na altura do DAP.	26
Figura 2 – Esquema ilustrativo de obtenção dos espectros NIR.	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Informações gerais sobre os materiais genéticos utilizados no estudo.....	25
Tabela 2 – Resumo dos valores referentes a densidade básica da madeira do lote de calibração.....	31
Tabela 3 – Valores médios das análises químicas do lote de calibração.	32
Tabela 4 – Calibrações NIRS para densidade básica na madeira maciça.....	34
Tabela 5 – Calibrações na madeira maciça para análises químicas.	36
Tabela 6 – Calibrações na madeira moída para densidade básica.....	38
Tabela 7 – Calibrações na madeira moída para análises químicas.....	39

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	OBJETIVOS.....	13
2.1	Objetivos específicos.....	13
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
3.1	O gênero <i>Corymbia</i>	15
3.2	Propriedades da madeira	16
3.2.1	Densidade básica	16
3.2.2	Propriedades químicas	17
3.2.2.1	Teor de Lignina	17
3.2.2.2	Teor de Extrativos	18
3.2.2.3	Teor de Holocelulose	19
3.3	Espectroscopia no infravermelho próximo	19
3.3.1	Quimiometria	20
3.3.2	Calibração e validação do modelo.....	22
3.4	NIR e o setor florestal.....	23
4	MATERIAL E MÉTODOS	25
4.1	Análises de referência.....	27
4.1.1	Densidade básica	27
4.1.2	Composição química	27
4.2	NIR	28
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	31
5.1	Propriedades da madeira – valores de referência	31
5.1.1	Densidade básica	31
5.1.2	Análises químicas	32
5.2	Espectroscopia no infravermelho próximo	34
5.2.1	Madeira maciça	34
5.2.1.1	Calibrações para densidade básica	34
5.2.1.2	Calibrações para análises químicas	35
5.2.2	Madeira moída	37
5.2.2.1	Calibrações para densidade básica	37
5.2.2.2	Calibrações para análises químicas	38
6	CONCLUSÃO	41
	REFERÊNCIAS	43

1 INTRODUÇÃO

A madeira é uma das primeiras matérias-primas a ser utilizada pela humanidade, mantendo, apesar do aparecimento de outros materiais grandes possibilidades de uso. Este fato tem levado a madeira a ser objeto de muitas pesquisas. Um dos principais direcionamentos dessas pesquisas é poder vincular, o rápido crescimento sem que haja a perda de qualidade no uso final.

O gênero *Corymbia* pertence à família Myrtaceae, e até os anos 90 este gênero era classificado como sendo *Eucalyptus*, mas após a comprovação de que existiam diferenças na reprodução dos sub-gêneros houve-se o interesse por parte dos taxonomistas em rearranjar as espécies. Atualmente, o gênero *Corymbia* inclui os chamados eucaliptos-de-jardim, dos quais fazem parte, cerca de 113 espécies de árvores.

Devido à variabilidade natural das características da madeira, torna-se necessário uma amostragem eficiente que busque a representatividade de toda a matéria-prima desejada, além da utilização de métodos de avaliação precisos.

Na maioria das pesquisas, as propriedades da madeira são avaliadas pelo emprego de técnicas destrutivas, as quais exigem a preparação de diversos corpos-de-prova para a avaliação das propriedades. Este tipo de técnica geralmente está associado a uma metodologia padronizada, para que não acarretem resultados que não sejam coerentes e que as propriedades dos corpos-de-prova utilizados, sejam representativas do lote de madeira que está sendo analisado. Essas técnicas são demoradas, dificultam a avaliação em razão do grande número de amostras e geralmente são mais caras.

Na busca por novas alternativas para a rápida caracterização, rapidez na obtenção de resultados, mínimo percentual de cortes de árvores, tem-se destacado as avaliações não-destrutivas da madeira. A avaliação não-destrutiva possibilita identificar propriedades do material através de medidas indiretas, verificar a existência de descontinuidades ou defeitos sem alterar suas

características físicas, químicas, mecânicas ou dimensionais, o que não altera suas possibilidades de uso final.

2 OBJETIVOS

O trabalho possui como objetivo geral a utilização da espectroscopia no infravermelho próximo na determinação do Teor de lignina, Teor de extrativos, Teor de holocelulose e densidade da madeira em clones de híbridos de *Corymbia*.

2.1 Objetivos específicos

- a) Determinar qual das faces analisadas (radial, tangencial e transversal) será mais adequada no ajuste dos modelos de predição na amostra maciça;
- b) Comparar a forma de preparo da amostra maciça (face radial, tangencial e transversal) e moída (amostra composta e DAP) na calibração dos modelos de predição.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 O gênero *Corymbia*

As espécies do gênero *Corymbia* pertencem à família Myrtaceae, que inclui os chamados eucaliptos-de-jardim. Inclui cerca de 113 espécies de árvores que já foram classificadas no gênero *Eucalyptus* até meados da década de 1990, ainda que algumas espécies sejam reconhecidas como um grupo distinto dos *Eucalyptus* desde 1867. Estudos a nível molecular na década de 1990 mostraram que estão mais próximas do gênero *Angophora* que de *Eucalyptus*, pelo que se optou pela criação de um novo gênero (FONSECA et al., 2010).

O *Corymbia citriodora* é de natural ocorrência no leste da Austrália, principalmente, no estado de Queensland (QLD). A sua adaptação fisiológica a diferentes regiões brasileiras, incremento volumétrico e a forma do fuste são as principais razões para o cultivo de *Corymbia citriodora* (BOLAND et al., 2006).

Esta espécie apresenta uma madeira com alta densidade, cerca de 0,7 g/cm³, alta concentração volumétrica, ótimo fator anisotrópico e menor incremento volumétrico anual de madeira comparado com as espécies mais plantadas no Brasil, além disso, o percentual de casca é elevado, podendo chegar a 30% do volume do tronco (REIS et al., 2014).

O *Corymbia torelliana* consiste em espécie nativa, localizada ao norte de Queensland (QLD), Austrália (BOLAND et al., 2006).

Há pouca disponibilidade de informações sobre a espécie *Corymbia torelliana* no Brasil. Durante anos, o uso de *Corymbia torelliana* foi desprezado, em plantios comerciais, por causa do seu baixo desempenho de crescimento. Entretanto, atualmente, essa espécie ganhou importância, na composição de híbridos interespecíficos, destacando-se pelo desempenho em volume de madeira, propriedades tecnológicas da madeira para vários usos, tolerância a

várias doenças e insetos-praga, vento frio e a seca. Além de maior facilidade para propagação vegetativa (REIS et al., 2014).

O cruzamento entre essas duas espécies (*Corymbia citriodora* x *Corymbia torelliana*) tem tido grande destaque em meio às pesquisas realizadas, isso porque alguns híbridos, resultantes desse cruzamento, têm apresentado significativas vantagens em termos de crescimento, facilidade na propagação vegetativa, além de tolerância a doenças, insetos e ao frio.

3.2 Propriedades da madeira

A utilização da madeira como matéria-prima torna indispensável o conhecimento de suas propriedades, já que estas podem variar de acordo com a espécie estudada, ambiente e tratamentos silviculturais utilizados no plantio.

O conhecimento de tais propriedades é de fundamental importância para a indicação dos potenciais de utilização final deste material. Por exemplo, uma madeira com grã espiralada não influenciara nas características da pasta celulósica, mas trará sérios problemas durante a secagem para a produção de madeira serrada (HARRIS; COWN, 1991; VIANA, 2008). Já as dimensões das fibras como o comprimento e espessura de parede, são de importância significativa no processo de obtenção de celulose (COWN; KIBBLEWHIT, 1980; VIANA, 2008).

3.2.1 Densidade básica

Quando se pretende avaliar a qualidade da madeira, a densidade é uma das principais características a serem consideradas, já que se correlaciona fortemente com as demais propriedades tecnológicas da madeira (CHIMELLO, 1980).

A densidade básica é uma propriedade que apresenta considerável variação entre gêneros, espécies pertencentes ao mesmo gênero, bem como entre árvores e até dentro do mesmo indivíduo (SOUZA; CARPIM; BARRICHELO,

1986). Fatores genéticos, ambientais e a interação entre ambos, são responsáveis por essa variação (ZOBEL; JETT, 1995).

Uma árvore mais homogênea em relação a densidade no interior do tronco será matéria-prima desejável nos processos de processamento, já que apresenta melhor comportamento e estabilidade (HEIN, 2008). Já no processo de obtenção de celulose não são desejáveis madeiras de elevada densidade, pois possuem maiores teores de extrativos e lignina, prejudicando o rendimento de polpa celulósica (CLARKE, 1990).

3.2.2 Propriedades químicas

Quimicamente, a madeira constitui-se, basicamente, de três componentes com elevado grau de polimerização e massa molecular: celulose, hemiceluloses e lignina, os chamados componentes fundamentais (ZOBEL; BUIJTENEN, 1989). Além destes, encontram-se também (em menor proporção) os chamados “constituintes menores” ou “secundários”, que possuem baixa massa molecular e incluem compostos inorgânicos e orgânicos de diversas funções químicas (LIMA et al., 2007).

A madeira, de forma geral, apresenta de 40% a 55% de celulose, de 20% a 40% de hemiceluloses e teor de lignina na faixa de 15% a 25% da massa seca total (BARRICHELO; BRITO, 1976). A composição química de uma madeira é importante, não só como indicativo de possíveis utilizações desse material pela indústria, mas também no que se refere aos aspectos relacionados com a sua durabilidade natural (OLIVEIRA, 1971).

3.2.2.1 Teor de Lignina

Lignina é uma macromolécula amorfa, tridimensional, de natureza aromática e complexa, presente na parede celular e na lamela média dos vegetais (SALIBA et al., 2001). Trata-se de um dos principais componentes dos tecidos de gimnospermas e angiospermas e tem importante papel no transporte de água,

nutrientes e metabólitos, sendo responsável pela resistência mecânica de vegetais, além de proteger os tecidos contra o ataque de microrganismos (FENGEL; WEGENER, 1984).

Há maior teor de lignina em coníferas do que em folhosas, além de existirem diferenças estruturais na lignina. O teor de lignina na madeira pode variar de 15% a 30%, porém esse valor pode modificar-se caso a árvore necessite, geralmente provocado por fatores externos que induzem a árvore a produzir mais ou menos lignina (SANSÍGOLO, 1994).

3.2.2.2 Teor de Extrativos

Os extrativos, considerados constituintes secundários, são compostos químicos de baixa massa molecular, solúveis em água e solventes orgânicos, que não fazem parte da estrutura da parede celular (ONAYADE et al., 1998).

Em sua maioria, independente de folhosa ou conífera, a localização dos extrativos é no cerne, eles são os principais responsáveis na formação da cor, do cheiro, do sabor e durabilidade da madeira. Em geral, as madeiras não apresentam altos teores de extrativos, porém as madeiras de clima mais quente possuem maior teor de extrativos do que as madeiras de clima frio (ROWELL et al., 2005).

Apesar do baixo teor de extrativos em relação aos demais componentes, sua presença pode influenciar na escolha da madeira para determinados fins, podendo ser desejáveis ou não. De acordo com Shimoyama (1990), altos teores de extrativos em madeiras podem colaborar para o aumento da densidade das mesmas.

A investigação das propriedades da madeira, que são ensaios padronizados e realizados em laboratório, são precisos, mas na sua maioria, trabalhosos, demorados e dispendem um maior investimento. Neste contexto, é

importante a utilização de técnicas não-destrutivas visando análises rápidas, fáceis e resultados representativos.

Nesse sentido, a espectroscopia no infravermelho próximo (Near infrared spectroscopy) tem tido destaque entre os métodos não-destrutivos para a caracterização da madeira.

3.2.2.3 Teor de Holocelulose

A maior porção de carboidratos da madeira é composta por polímeros de celulose e hemicelulose, com menor quantidade de outros açúcares. A combinação de celulose e hemicelulose é chamada holocelulose (SANTOS, 2008).

Através do processo de deslignificação, ou seja, da remoção da lignina, é possível obter-se a holocelulose (KLOCK et al., 2005).

3.3 Espectroscopia no infravermelho próximo

Frederick William Herschel, astrônomo e músico inglês, foi o responsável pela descoberta da região do infravermelho próximo, em 1800. O pesquisador verificou que algumas cores de luz conduziam calor em ondas mais longas do que todas as luzes visíveis e se apresentavam invisíveis aos olhos humanos, denominando-os raios infravermelhos (GIVENS; DE BOEVER; DEAVILLE, 1997).

Na década de 30 foram registrados relatos da utilização desta técnica, porém, merece destaque, pela importância dos seus trabalhos, o engenheiro agrícola Karl Norris, que durante a década de 60 iniciou suas pesquisas aplicando a espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) como novo método de determinação da umidade em produtos agrícolas (BOKOBZA, 1998).

Após os trabalhos de Karl Norris, a técnica NIRS foi fortemente impulsionada nas décadas de 80 e 90 pelo avanço da instrumentação relacionada

ao método e desenvolvimento dos microcomputadores (WOLD; SJÖSTRÖM, 1998).

A técnica da espectroscopia no infravermelho próximo baseia-se no fato de que as ligações covalentes das substâncias orgânicas absorvem essa energia, usando-se essa absorção para estimar o número e tipo de ligações moleculares nas amostras. Em outras palavras, o princípio mecânico seria o de iluminar uma amostra com luz de comprimento de onda específico e conhecido da região do infravermelho próximo. A absorção de luz é então medida por diferenças entre a quantidade de luz emitida pelo NIR e a quantidade de luz refletida pela amostra (KEMPEN; JACKSON, 1996).

Segundo Sefara, Conradie e Turner (2000), 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.

Após ocorrer a absorção da luz através da amostra, é possível que a quantidade de luz emitida pelo NIR e a quantidade de luz refletida pela amostra sejam quantificadas através dos gráficos gerados no computador.

3.3.1 Quimiometria

A Quimiometria é a ciência que utiliza em conjunto os métodos matemáticos, estatísticos e informáticos com a finalidade de obter informações quimicamente relevantes a partir dos dados químicos medidos, e representar e apresentar essa informação (WOLD; SJÖSTRÖM, 1998).

De modo que para o desenvolvimento e interpretação do espectro pela técnica NIRS, é fundamental reunir amostras representativas, que reproduzam os parâmetros físico-químicos da amostra que se pretende analisar (CATITA, 2005).

A aplicação da técnica NIRS depende diretamente do desenvolvimento de métodos para manipular e interpretar os dados da análise (PASQUINI, 2003).

Dentre os métodos de calibração multivariada os mais utilizados são:

PCA- Análise de Componentes Principais

É um método habitualmente utilizado na identificação de grupos distintos, bem como na escolha de amostras para modelos de calibração, baseando-se na redução dos dados experimentais, na medida em que determina os componentes principais da amostra utilizando um menor número de variáveis (SIMÕES, 2008).

Os componentes principais consistem num conjunto de vetores, ortogonais entre si. Esses novos componentes são combinações lineares das variáveis originais, construídos em ordem decrescente de variância e, portanto, de quantidade de informações resultantes, do agrupamento das variáveis altamente correlacionadas (GELADI; KOWALSKI, 1986).

PLSR – Regressão de Mínimos Quadrados Parciais

É um processo de calibração inversa no qual é possível correlacionar o componente pretendido com um variável independente, de modo a obter uma relação linear (CATITA, 2005).

O método é usado principalmente em determinações quantitativas, necessitando de uma análise de elevado número de amostras para estabelecer uma relação entre a informação retirada do espectro e as concentrações obtidas experimentalmente. Difere do PCA pelo fato de não contabilizar concentrações da matriz (ALMEIDA, 2009).

3.3.2 Calibração e validação do modelo

A calibração pode ser definida como uma série de operações que estabelecem uma relação entre medidas instrumentais e valores para uma propriedade de interesse correspondente (MARTENS; NAES, 1996).

A técnica NIR pode prever, qualitativa ou quantitativamente, determinadas substâncias, baseando-se no princípio da correlação entre os resultados obtidos a partir dos métodos de referência e os espectros obtidos pelo aparelho. Dessa forma, exige calibração por meio de amostras de composição conhecida determinadas nos laboratórios pelos métodos tradicionais (VIANA, 2008).

Após a calibração de uma propriedade qualquer de um dado material por espectroscopia, é indispensável validar o modelo (GEMPERLINE, 2006). A validação do modelo pode ser realizada por dois métodos: validação externa ou validação cruzada (WORKMAN; WEYWER, 2007).

Na validação externa, utiliza-se um conjunto de amostras diferente do conjunto de amostras da calibração. É o método mais simples, mas exige outro conjunto de amostras, que implica na medição de espectros e realização de análises convencionais, o que torna essa validação mais confiável e válida (SOTELO, 2006).

De acordo com Andrade et al. (2004) na validação cruzada, as amostras para validação são as mesmas usadas no teste de calibração. Algumas amostras são separadas para a construção de um modelo com as amostras restantes e a previsão é feita em relação às amostras separadas inicialmente. O procedimento é realizado para cada amostra ou subconjunto de amostras até que todo o conjunto de dados iniciais seja explorado.

3.4 NIR e o setor florestal

Na área florestal, os primeiros trabalhos utilizando a espectroscopia no infravermelho próximo e técnicas de análise multivariada foram realizados por Birkett e Gambino (1989) e estavam direcionados para indústria de papel e celulose.

A partir De 1990 a técnica teve maior destaque e apresentou, a partir de então, uma maior participação nas publicações da área florestal. Estudos realizados por Schultz e Burns (1990) mostraram que pode-se determinar o teor de lignina, celulose e extrativos da madeira utilizando-se a espectroscopia no infravermelho próximo. Easty et al. (1990) e Garbutt, Donkin e Meyer (1992) utilizaram o NIR para estimar propriedades anatômicas, como o teor de fibras em papéis. Hoffmeyer e Pedersen (1995), Schimleck et al. (1999) e Thygesen (1994) demonstram a possibilidade de uso da técnica do NIRS para predição da densidade da madeira com confiabilidade.

Vários trabalhos, que tem por objetivo estimar diferentes propriedades da madeira, têm mostrado que é possível obter-se sucesso nas análises a partir da utilização da espectroscopia no infravermelho próximo, como estimar a durabilidade natural (GIERLINGER et al., 2003; JACQUES et al., 2002), classificar madeiras (SCHIMLECK; MICHELL; VINDEN, 1996; TSUCHIKAWA et al., 2003) além de ângulo de microfibrila (YANG; EVANS, 2003) e morfologia das fibras (MEDER; THUMM; MARSTON, 2003; SCHIMLECK; EVANS, 2004).

Hein (2008) estudou *Eucalyptus urophylla* e a partir de espectros medidos em madeira sólida e madeira moída pôde-se estimar as propriedades químicas da madeira.

A partir da constante e eficiente utilização da espectroscopia no infravermelho próximo, nota-se o quanto o seu uso tem alcançado resultados

satisfatórios na predição de propriedades em diferentes pesquisas do setor florestal.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Neste estudo foram utilizados 7 clones procedentes de híbridos de *Corymbia torelliana* x *Corymbia citriodora*, aos três anos e nove meses de idade, procedentes de teste clonal e plantados em espaçamento de 3,0 m x 3,0 m.

Tabela 1 - Informações gerais sobre os materiais genéticos utilizados no estudo.

Clone	Cruzamento	Idade (anos)
AEC 001	<i>C. citriodora</i> x <i>C. torelliana</i>	3,75
AEC 003	<i>C. citriodora</i> x <i>C. torelliana</i>	3,75
AEC 004	<i>C. citriodora</i> x <i>C. torelliana</i>	3,75
AEC 007	<i>C. torelliana</i> x <i>C. citriodora</i>	3,75
AEC 022	<i>C. torelliana</i> x <i>C. citriodora</i>	3,75
AEC 043	<i>C. torelliana</i> x <i>C. citriodora</i>	3,75
AEC 045	<i>C. torelliana</i> x <i>C. citriodora</i>	3,75

Fonte: Dados da pesquisa (2016)

Os clones foram cedidos pela empresa Aperam Bioenergia, localizada na cidade de Itamarandiba, no estado de Minas Gerais, Brasil. De cada clone foram amostradas cinco árvores, totalizando trinta e cinco árvores, como mostrado na Figura 1.

Figura 1 – Toretos retirados nas árvores na altura do DAP.



Fonte: Da autora (2016).

A amostragem foi realizada ao longo da altura comercial, de onde foram retirados discos de 2,5 cm de espessura em oito posições longitudinais, ou seja, na base (0%), 2%, 10%, 30%, 50%, 70% e 100% da altura comercial do fuste, considerada até o diâmetro mínimo de 4 cm. Além dos discos, foram retirados, na altura do peito (DAP), toretes apresentando no mínimo 15 cm de comprimento.

Nos discos foram retiradas as amostras para a determinação das características da madeira (análises de referência) e nos toretes (DAP) foram retirados corpos de prova para a obtenção dos espectros NIR nos três planos ortotrópicos da madeira, ou seja, radial, tangencial e transversal. Também foram obtidos espectros NIR na madeira moída proveniente das amostras compostas dos discos (altura comercial do fuste) e dos toretes (DAP).

4.1 Análises de referência

4.1.1 Densidade básica

Para a determinação da densidade básica da madeira foram utilizadas duas cunhas opostas de cada disco obtido na amostragem longitudinal do fuste da árvore, sendo realizada pelo método de imersão em água, conforme as diretrizes da norma NBR 11941 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT, 2003).

4.1.2 Composição química

Os teores de extrativos totais foram obtidos conforme a norma TAPPI 204 om-88 (TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY - TAPPI, 2001), substituindo a mistura etanol/benzeno por etanol/tolueno.

A determinação da lignina insolúvel foi obtida pelo método Klason modificado, acompanhando o procedimento recomendado por Gomide e Demuner (1986). A lignina solúvel foi determinada de acordo com o procedimento proposto por Goldschimid (1971). O teor total de lignina foi determinado pelo soma dos resultados da lignina solúvel e lignina insolúvel.

O teor de holocelulose foi obtido por meio da análise somativa dos componentes químicos, conforme a Equação 1.

$$\text{HOLO} = 100 - (\text{Tlig} + \text{Tet} + \text{Tcz}) \quad (1)$$

Em que, HOLO é o teor de holocelulose (%), Tlig é o teor de lignina total (%), Tet é o teor de extrativo totais (%) e Tcz é o teor de cinzas (%). O teor

de cinzas foi obtido conforme o procedimento da norma NBR 13999 (ABNT, 2003).

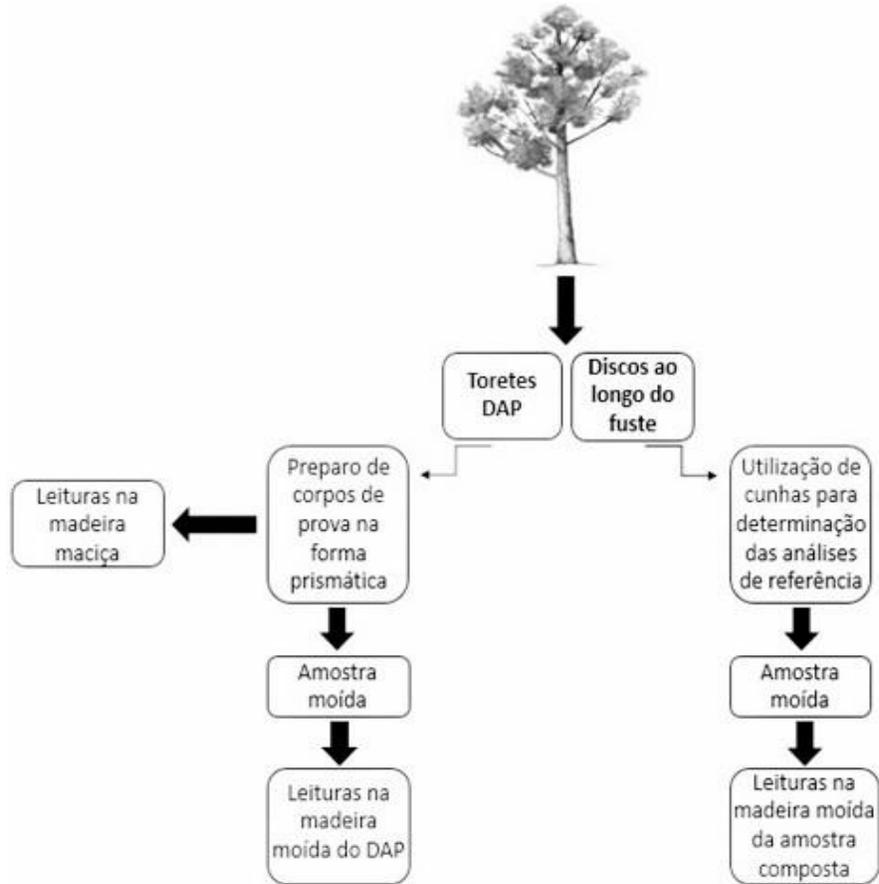
4.2 NIR

O material utilizado nas leituras foi previamente usinado para que fossem retirados corpos de prova na forma prismática, apresentando 10 cm de comprimento e 3 cm de largura orientados a partir da medula do material. Após isso foram lixados para remoção de possíveis falhas surgidas durante o processo de usinagem.

As leituras no NIR foram realizadas através de um espectrômetro Bruker MPA com transformada de Fourier. A partir da utilização da esfera de integração foi realizada a aquisição espectral, que foi obtida em três diferentes pontos do corpo de prova, sendo na Face radial (Rd), Face tangencial (Tg) e Face transversal (Tr).

Após as leituras realizadas na madeira maciça, os corpos de prova referentes ao DAP foram moídos, assim como os corpos de prova referentes aos discos utilizados nas análises de referência, e então foram realizadas leituras na madeira moída das duas amostras separadamente, como mostrado na Figura 2. Após obter os espectros, foram realizadas as estatísticas multivariadas sem tratamento a partir do programa estatístico Chemoface versão 1.6. A precisão dos modelos foi avaliada por meio da relação de desempenho do desvio (RDP), que é calculada pela razão entre o desvio padrão dos valores de referência e o erro padrão da calibração (RMSEC). A Figura 3 mostra o esquema de obtenção dos espectros NIR na madeira dos clones avaliados.

Figura 2 – Esquema ilustrativo de obtenção dos espectros NIR.



Fonte: Elaborado pela autora (2016).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Propriedades da madeira – valores de referência

5.1.1 Densidade básica

Os valores médios, mínimos e máximos de densidade básica da madeira do lote de calibração estão apresentados na Tabela 2.

O valor médio geral da densidade básica da madeira dos clones foi de 0,566 g/cm³. Os maiores valores foram evidenciados para os clones AEC 004 (0,665 g/cm³) e AEC 043 (0,620 g/cm³), enquanto que o menor valor foi obtido pelo clone AEC 022, o qual apresentou 0,501g/cm³ como valor mínimo.

Tabela 2 - Resumo dos valores referentes a densidade básica da madeira do lote de calibração.

Clone	Densidade (g/cm ³)		
	Mínimo	Média	Máxima
AEC 001	0,531	0,545	0,554
AEC 003	0,533	0,545	0,558
AEC 004	0,630	0,641	0,665
AEC 007	0,568	0,586	0,597
AEC 022	0,501	0,506	0,512
AEC 043	0,584	0,597	0,620
AEC 045	0,537	0,547	0,552
Média Geral	0,554	0,566	0,579

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

De acordo com a literatura para o gênero *Eucalyptus*, percebe-se que os valores encontrados para densidade básica foram maiores que as normalmente encontradas.

Por exemplo, Carneiro (2014) encontrou *E.urophylla* e *E. grandis*, aos 4 anos com densidade básica média de 0,51 g/cm³. Carvalho e Nahuz (2001), estudando *E. grandis* e *E. urophylla*, aos 7 anos de idade, encontraram árvores com densidade básica média de 0,505 g/cm³.

5.1.2 Análises químicas

Na Tabela 3 estão apresentados os valores médios, mínimos e máximos dos resultados obtidos para as análises químicas do lote de calibração.

Tabela 3 – Valores médios das análises químicas do lote de calibração.

Clone		Extrativos (%)	Lignina (%)	Holocelulose (%)
AEC 001	Min	9,07	24,02	58,39
	Média	12,70	26,16	60,16
	Max	16,55	27,89	63,19
AEC 003	Min	9,74	21,33	60,58
	Média	10,35	26,24	62,57
	Max	11,25	28,56	67,40
AEC 004	Min	7,46	24,53	61,70
	Média	9,46	25,71	64,05
	Max	10,83	27,20	67,28
AEC 007	Min	7,33	24,96	62,09
	Média	8,69	26,94	63,60
	Max	9,71	28,27	65,18
AEC 022	Min	4,00	24,98	67,60
	Média	4,45	26,00	69,00
	Max	5,16	27,54	70,64
AEC 043	Min	6,05	23,84	63,43
	Média	6,72	25,90	67,09
	Max	8,22	28,10	69,25
AEC 045	Min	8,70	26,08	61,32
	Média	9,15	27,31	63,02
	Max	9,38	29,18	64,59
Média Geral		8,80	26,22	64,38

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Pela Tabela 3, pode-se observar que os valores encontrados para o teor de extrativos variou consideravelmente entre os clones, onde o clone AEC 001 evidenciou o maior resultado 16,55%, sendo este valor quatro vezes maior do que o valor mínimo, o qual foi apresentado pelo clone AEC 022 (4,00%). No

geral, esses resultados são maiores que os encontrados na literatura para madeira de *Eucalyptus*. Gomide et al. (2005) estudaram a composição química de 13 clones de *Eucalyptus* e obtiveram para teor de extrativos resultados variando de 1,76% a 4,13%. Assim como Castro (2011), Pereira (2012) e Santos (2010) encontraram teores de extrativos totais variando de 2,37% a 5,0% para *Eucalyptus* spp. com idades entre 3 a 7,5 anos. Percebe-se que apenas o clone AEC 022 apresentou valores de acordo com os normalmente observados na literatura, enquanto que os clones AEC 001, AEC 003, AEC 004, AEC 007, AEC 043 e AEC 045 obtiveram valores bem mais elevados para teor de extrativos.

Os resultados referentes ao teor de lignina apresentaram pouca variação em comparação aos resultados das outras análises, o clone AEC 045 obteve o maior valor 29,18%, enquanto que o clone AEC 003 apresentou o valor mínimo de 21,33%. Esses valores são inferiores aos encontrados na literatura para *Eucalyptus* com idades próximas a esses materiais (CASTRO, 2011; FREDERICO, 2009). Gomide et al. (2005) estudaram a composição química de clones de *Eucalyptus* e obtiveram para teor de lignina resultados variando de 27,5% a 31,7%. Castro (2011) e Pereira (2012) estudaram *Eucalyptus* spp. com idades de três, quatro, cinco e sete anos, e obtiveram valores variando de 28,8% a 33,8%.

Para o teor de holocelulose os resultados obtidos também apresentaram pequena variação. O clone AEC 022 (70,64%) foi o que apresentou o maior valor, enquanto o inverso ocorreu com o clone AEC 001, que apresentou o valor de 58,39%, e valor médio de 64,21%. Os valores obtidos para o teor de holocelulose foram menores que o resultado apresentado por Santos (2010) que estudou *Eucalyptus* sp., aos sete anos, encontrando valor médio de 65,0%. Assim como Frederico (2009), que estudou *Eucalyptus* sp., aos três anos de idade e encontrou para teor de holocelulose valores médios de 68,71% a 69,94%.

Os resultados médios observados para as características físicas e químicas avaliados nos clones de *Corymbia* demonstram que a madeira desses genótipos apresentaram, de modo geral, elevada densidade básica, especialmente os clones AEC 004 e AEC 043, altos teores de extrativos totais, exceto o clone AEC 022, teores de lignina e holocelulose dentro da faixa de normalmente observados na literatura para gênero *Eucalyptus*.

5.2 Espectroscopia no infravermelho próximo

5.2.1 Madeira maciça

5.2.1.1 Calibrações para densidade básica

Na Tabela 4 estão apresentadas as calibrações NIRS para a densidade básica da madeira considerando-se as leituras nos três planos ortotrópicos dos corpos de prova. Os modelos das Tabelas 4 e 5 foram desenvolvidos a partir de 105 espectros, sendo eles 35 leituras realizadas na face radial, 35 leituras na face transversal e 35 leituras na face tangencial.

De acordo com Schimleck, Doran e Rimbawanto (2003), para aplicações na área florestal, são considerados aceitáveis para leituras e predições preliminares os valores de RPD maiores que 1,5.

A partir da Tabela 4 pode-se constatar que as calibrações realizadas a partir dos espectros medidos na face radial apresentaram RPD de 0,76, o maior valor dentre as leituras realizadas, e obteve coeficiente de determinação (R^2_{cal}) igual a 0,44.

Tabela 4 – Calibrações NIRS para densidade básica na madeira maciça.

Face	R^2_{cal}	RMSEc	R^2_{cv}	RMSEcv	RPD
Radial	0,44	0,03	0,04	0,04	0,76
Transversal	0,36	0,03	0,0009	0,04	0,72
Tangencial	0,49	0,02	0,03	0,05	0,63

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

A face tangencial apresentou o mais alto coeficiente de determinação (R^2_{cal}) de 0,49, e o menor valor de relação de desempenho do desvio (RPD) de 0,63, enquanto a face transversal apresentou o menor valor de R^2_{cal} (0,36) e RPD de 0,72, o segundo maior valor obtido. Hein (2008) aplicou a técnica NIRS para avaliar a densidade básica de madeira de *Eucalyptus* e verificou que as faces axiais e radiais da madeira forneceram calibrações precisas, tendo a face radial fornecido o modelo de melhor desempenho. Viana (2008) estudou a densidade básica de *Eucalyptus*, aos três anos de idade, por meio de espectroscopia de infravermelho próximo e obteve R^2_c de 0,79 e RPD de 1,2. Sendo assim os valores obtidos através das calibrações para as três faces mostraram-se inferiores aos encontrados na literatura para densidade básica, mesmo assim a face radial apresentou destaque entre as demais, apresentando relação de desempenho do desvio (RPD) com melhor resultado.

Deve-se levar em consideração que os corpos de prova retirados a partir dos toretes (DAP) não foram utilizados nas análises de referência, portanto a partir dos resultados para densidade básica da madeira, pode-se perceber que a utilização de corpos de prova diferentes dos que foram utilizados nas análises de referência são incapazes de estimar as características ao longo do fuste da árvore em estudo.

5.2.1.2 Calibrações para análises químicas

Na Tabela 5 estão apresentadas as estatísticas referentes às análises químicas realizadas neste estudo, sendo elas Teor de extrativos, Teor de cinzas, Teor de holocelulose e Teor de lignina.

Pode-se perceber que para as calibrações referentes ao teor de extrativos, a face que apresentou maior relação de desempenho do desvio (RPD) foi à face transversal com valor de 0,71. A face transversal também apresentou o maior valor de coeficiente de determinação ($R^2_{cal} = 0,45$), enquanto a face radial

apresentou o menor valor de R^2_{cal} (0,27). Apesar das faces terem apresentado RMSEc e RMSEcv com valores iguais 2 e 3 respectivamente, houve grande variação no valor de R^2_{cv} onde a face radial apresentou $R^2_{cv} = 0,06$, e as outras faces obtiveram valor igual de 0,002. Baillères, Davrieux e Ham-Pichavant (2002), estudando híbridos de *Eucalyptus urophylla* x *grandis* com cinco anos de idade, ajustaram calibrações para estimar o teor de extrativos com R^2_{cal} de 0,93 e RPD de 2,2. Viana (2008), trabalhando com clones de eucaliptos, encontrou para a predição do teor de extrativos coeficientes de correlação na validação cruzada de (0,90), e também menor erro padrão na validação cruzada (0,102%).

Tabela 5 – Calibrações na madeira maciça para análises químicas.

	Face	R^2_{cal}	RMSEc	R^2_{cv}	RMSEcv	RPD
Teor de extrativos	Radial	0,27	2	0,002	3	0,64
	Transversal	0,45	2	0,06	3	0,71
	Tangencial	0,41	2	0,002	3	0,59
Holocelulose	Radial	0,32	3	0,01	4	0,68
	Transversal	0,38	3	0,007	4	0,73
	Tangencial	0,50	2	0,05	3	0,79
Lignina	Radial	0,33	1	0,02	2	0,54
	Transversal	0,18	1	0,03	2	0,66
	Tangencial	0,36	1	0,005	2	0,68

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Os valores dos coeficientes de correlação para o teor de holocelulose apresentaram pouca variação. A partir da Tabela 5 percebe-se que a face tangencial foi a que apresentou maiores valores, tendo RPD igual a 0,79, e coeficiente de determinação (R^2_{cal}) de 0,50. As faces radial e transversal apresentaram valores próximos para R^2_{cal} , sendo estes 0,32 e 0,38 respectivamente. Em contra partida, houve maior diferença em relação ao valor

de RPD dessas faces, onde a face transversal apresentou 0,73 enquanto a face radial apresentou RPD de 0,68. Andrade (2009) aplicou a técnica NIRS para avaliar as propriedades químicas da madeira de *Eucalyptus*, com sete anos de idade, e verificou que a face radial forneceu calibrações mais precisas para holocelulose, com R^2_{cal} de 0,62 e RPD de 1,4.

Para os valores referentes ao teor de lignina, foram apresentadas melhores calibrações a partir da face tangencial, a qual obteve maior relação de desempenho do desvio (RPD) com valor de 0,68. Houve grande variação para os valores de R^2_{cal} , a face tangencial apresentou R^2_{cal} de 0,36, seguido pela face radial que apresentou R^2_{cal} de 0,33, enquanto a face transversal apresentou o menor valor de R^2_{cal} (0,18), metade do valor obtido para a face tangencial. De acordo com Ribeiro (2009) estudando Pinus e Eucalyptus encontrou os melhores valores para a predição do teor de lignina em ambas as madeiras na face tangencial. Andrade (2009), investigando o teor de lignina da madeira de *Eucalyptus*, calibraram modelos com R^2_{cal} 0,70 e RPD de 1,5.

A partir da Tabela 5 pode-se perceber que os valores apresentados para a relação de desempenho do desvio (RPD) variou de 0,54 a 0,79 para as características analisadas, enquanto os valores de média referentes ao R^2_{cal} variaram de 0,18 a 0,50. Esta variação de valores mostra que pelo fato dos corpos de prova provenientes do DAP não terem sido utilizados nas análises de referência, a utilização da espectroscopia no infravermelho próximo não foi capaz de estimar de forma precisa as características da árvore ao longo do fuste através das amostras provindas do DAP.

5.2.2 Madeira moída

5.2.2.1 Calibrações para densidade básica

Na Tabela 6 são apresentadas as estatísticas referentes à densidade básica nos espectros NIR considerando as amostras de madeira moída

provenientes tanto dos corpos de prova retirados dos discos (amostra composta) quanto dos retirados dos toretes (DAP). Os modelos da Tabela 6 e Tabela 7 foram desenvolvidos a partir de 70 espectros.

A partir da Tabela 6 pode-se perceber que as calibrações para estimar a densidade básica média apresentaram grande variação de valores.

Tabela 6 – Calibrações na madeira moída para densidade básica.

	R ² cal	RMSEc	R ² cv	RMSEcv	RPD
Amostra composta	0,883	0,010	0,087	0,049	0,71
Amostra DAP	0,957	0,006	0,013	0,042	0,83

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Dentre as calibrações, a amostra referente ao DAP obteve melhores valores, apresentando relação de desempenho do desvio (RPD) de 0,83, e R²cal de 0,95. Enquanto a amostra composta apresentou RPD de 0,71 e R²cal de 0,88. Os valores referentes ao RPD são superiores aos encontrados na literatura, mas o coeficiente de variação (R²cal) encontrado para a amostra moída do DAP está de acordo com o valor encontrado por Viana (2008), que avaliou a densidade básica da madeira moída de *Eucalyptus*, com três anos de idade, e ajustou modelos com R²cal de 0,95 e RPD de 1,8.

5.2.2.2 Calibrações para análises químicas

Na Tabela 7 são apresentadas as calibrações para madeira moída referente às análises químicas.

A Tabela 7 apresenta os modelos preditivos referentes ao teor de extrativos, o qual apresentou relação de desempenho do desvio (RPD) de 0,71 para a amostra composta e RPD de 0,81 para a amostra do DAP, em relação ao coeficiente de variação (R²cal) houve pouca variação de valores, tendo a amostra composta apresentado R²cal de 0,86 e a amostra do DAP ter R²cal de 0,90.

Pode-se observar que apesar dos valores da relação de desempenho do desvio (RPD) serem menores do que os encontrados na literatura, os valores referentes ao R^2_{cal} mostraram-se superiores aos de referência. Viana (2008), trabalhando com clones de eucaliptos, encontrou para a predição do teor de extrativos na madeira moída coeficientes de correlação na validação cruzada de (0,90), e relação de desempenho do desvio (RPD) de 2,2. Andrade (2009), estudando *Eucalyptus*, com sete anos de idade, e ajustou calibrações para estimar o teor de extrativos com R^2_{cal} de 0,28 e relação de desempenho do desvio (RPD) de 1,2.

Tabela 7 – Calibrações na madeira moída para análises químicas.

		R^2_{cal}	RMSE _c	R^2_{cv}	RMSE _{cv}	RPD
Teor de extrativos	Amostra composta	0,866	0,251	0,009	2,803	0,71
	Amostra DAP	0,904	0,185	0,168	2,466	0,81
Holocelulose	Amostra composta	0,855	0,354	0,005	3,459	0,80
	Amostra DAP	0,900	0,64	0,115	3,080	0,90
Lignina	Amostra composta	0,888	0,192	0,037	1,797	0,70
	Amostra DAP	0,963	0,224	0,014	1,716	0,73

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Para os resultados referentes ao teor de holocelulose, pode-se perceber que houve pouca variação para os valores referentes ao coeficiente de determinação (R^2_{cal}), o maior valor (0,90) foi evidenciado para a amostra do DAP, já a amostra composta apresentou R^2_{cal} de 0,85, sendo estes resultados superiores aos valores referentes a R^2_{cal} encontrados na literatura. O teor de holocelulose apresentou o maior valor de relação de desempenho de desvio (RPD) dentre as análises, sendo ele evidenciado para a amostra do DAP (0,90),

já a amostra composta apresentou RPD de 0,80. Andrade (2009), estudando madeiras de *Eucalyptus urophylla*, calibraram modelos para predizer o teor de holocelulose com R^2_{cal} de 0,66 e relação de desempenho do desvio (RPD) de 1,4.

A partir da Tabela 7 pode-se perceber que o teor de lignina foi a propriedade que apresentou os menores valores de relação de desempenho de desvio (RPD) dentre as análises químicas. Esta propriedade gerou modelos com coeficiente de determinação (R^2_{cal}) de 0,88 para a amostra composta e de 0,96 para a amostra do DAP. Os valores referentes ao RPD foram de 0,70 para a amostra composta e 0,73 para a amostra do DAP. Hodge e Woodbridge (2004) estudaram o teor de lignina de *Pinus caribaea*, *P. oocarpa* e *P. tecunumanii*. Estes autores calibraram o teor de lignina a partir de madeira moída e obtiveram R^2_{cal} de 0,95 e SEC de 0,350%. Baillères, Davrieux e Ham-Pichavant (2002) ajustaram modelos para predizer o teor de lignina Klason em híbridos de *Eucalyptus urophylla* x *Eucalyptus grandis* e foi possível obter um coeficiente de correlação de 0,93 e RPD de 2,3.

Os resultados observados a partir da utilização da técnica da espectroscopia no infravermelho próximo demonstrou que as leituras realizadas a partir da madeira moída gerou melhores resultados, apresentando relação de desempenho do desvio (RPD) maior para as características analisadas nos clones de *Corymbia*. Em comparação aos resultados encontrados na literatura, os RPD apresentados tanto para madeira moída quanto para madeira maciça, nesta pesquisa, foram considerados baixos, mas deve-se levar em consideração a forma indireta de realização das leituras, onde não foram realizadas análises de referência a partir das amostras referentes ao DAP.

6 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados apresentados neste trabalho, conclui-se que:

Para a madeira maciça:

- a) A face que gerou melhores calibrações para predizer a densidade básica foi a face radial, apresentando RPD de 0,76. A face tangencial foi a que apresentou maior coeficiente de determinação com R^2 de 0,49.
- b) Em relação as análises químicas, a holocelulose foi a análise que apresentou melhores resultados, tendo a face transversal apresentado RPD igual a 0,73, o maior valor dentre as análises químicas, e coeficiente de determinação com R^2 de 0,50 para a face tangencial.
- c) De forma geral, as faces radial e transversal conseguiram ajustar melhores modelos para três das cinco características analisadas.

Para a madeira moída:

- a) As calibrações realizadas a partir das amostras obtidas no DAP apresentaram melhores correlações, com maiores RPDs para o teor de extrativos, teor de holocelulose, lignina e densidade básica.
- b) O teor de holocelulose a partir da amostra de madeira moída do DAP foi a propriedade que gerou melhores calibrações, com a melhor correlação tanto para madeira maciça quanto madeira moída, apresentando RPD de 0,90.
- c) A madeira moída gerou melhores calibrações que a madeira maciça, apresentando relação de desempenho do desvio (RPD) maior para todas as propriedades analisadas.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, F. **Espectroscopia de infravermelho próximo com transformada de Fourier (FT-NIR) na caracterização de farinhas para alimentação pueril**. 2009. 73 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Biológica)-Instituto Superior Técnico, Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, 2009.

ANDRADE, A. M. et al. Pirólise de resíduos do coco-da-baía (*Cocos nucifera* Linn) e análise do carvão vegetal. **Revista Árvore**, Viçosa, MG, v. 28, n. 5, p. 707-714, 2004.

ANDRADE, C. R. **Uso da espectroscopia no infravermelho próximo para avaliar propriedades da madeira e do carvão vegetal de *eucalyptus***. 2009. 76 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira)-Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11941: madeira: determinação da densidade básica**. Rio de Janeiro, 2003. 6 p.

BAILLEÈRES, 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. **Annals of Forest Science**, Les Ulis, v. 59, p. 479-490, 2002.

BARRICHELO, L. G.; BRITO, J. O. **A madeira das espécies de eucalipto como matéria-prima para indústria de celulose e papel**. Brasília, DF: PRODEPEF, 1976. 145 p. (Divulgação PRODEPEF, 45).

BIRKETT, M. D.; GAMBINO, M. J. T. Estimation of pulp kappa number with near infrared spectroscopy. **Tappi Journal**, Atlanta, v. 9, n. 72, p. 193-197, 1989.

BOKOBZA, L. Near infrared spectroscopy. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Sussex, v. 6, p. 3-17, 1998.

BOLAND, D. et al. **Forest trees of Australia**. Melbourne: CSIRO, 2006. 736 p.

CARNEIRO, M. **Classificação de lâminas de madeira de *Pinus Spp* por espectroscopia óptica**. 2014. 97 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal)-Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2014.

CARVALHO, A. M.; NAHUZ, M. A. R. Valorização da madeira do híbrido *Eucalyptus grandis x urophylla* através da produção conjunta de madeira serrada em pequenas dimensões, celulose e lenha. **Scientia Forestalis**, Piracicaba, n. 59, p. 61-76, 2001.

CASTRO, A. F. N. M. **Efeito da idade e de materiais genéticos de *Eucalyptus* sp. na madeira e carvão vegetal**. 2011. 97 p. Dissertação (Mestrado em Ciência Florestal)-Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2011.

CATITA, J. Aplicações da espectroscopia de infravermelho próximo na indústria farmacêutica. **ROF - Revista Ordem dos Farmacêuticos**, Lisboa, n. 65, p. 70, 2005.

CHIMELLO, J. **Anotações sobre anatomia e identificação de madeiras**. São Paulo: IPT, 1980. Apostila.

CLARKE, C. R. E. **The estimation of genetic parameters of pulp and paper properties in *E. grandis* Hill ex Maiden and their implications for tree improvement**. 1990. 120 p. Thesis (Magister Scientiae)-University of Natal, Pietermaritzburg, 1990.

COWN, D. J.; KIBBLEWHITE, R. P. Effects of wood quality variation in New Zealand radiata pine on kraft paper properties. **Journal of Forest Science**, Praha, v. 10, n. 3, p. 521-532, 1980.

EASTY, D. B. et al. Near-infrared Spectroscopy for the analysis of wood pulp: quantifying hardwood-softwood mistures and estimating lignin content. **Tappi Journal**, Atlanta, v. 73, n. 10, p. 257-261, 1990.

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood, chemistry, ultrastructure, reactions**. New York: Waster & Grugter, 1984. 613 p.

FONSECA, S. M. da et al. **Manual prático de melhoramento genético do eucalipto**. Viçosa, MG: Ed. UFV, 2010. 200 p.

FREDERICO, P. G. U. **Efeito da região e da madeira de eucalipto nas propriedades do carvão vegetal**. 2009. 73 f. Dissertação (Mestrado em Ciência Florestal)-Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2009.

GARBUTT, D. C. F.; DONKIN, M. J.; MEYER, J. H. Near-infrared reflectance analysis of cellulose and lignin in wood. **Paper Southern Africa**, Pretoria, v. 2, n. 4, p. 45, 1992.

GELADI, P.; KOWALSKI, B. R. Partial Least-Square regression: a tutorial. **Analytica Chimica Acta**, Amsterdam, v. 185, p. 1-17, 1986.

GEMPERLINE, P. **Practical guide to chemometrics**. 2nd ed. Boca Raton: Taylor and Francis, 2006. 520 p.

GIERLINGER, N. et al. Rapid prediction of natural durability of larch heartwood using Fourier transform near-infrared spectroscopy. **Canadian Journal of Forest Research**, Ottawa, v. 33, n. 9, p. 1727-1736, 2003.

GIVENS, D. I.; DE BOEVER, J. L.; DEAVILLE, E. R. The principles, practice and future applications of near infrared spectroscopy for predicting the nutritive value of foods for animals and humans. **Nutrition Research Reviews**, Cambridge, v. 10, p. 83-114, 1997.

GOLDSCHMID, O. Ultraviolet spectra. In: SARKANEN, K. V.; LUDWIG, C. H. (Ed.). **Lignins: occurrence, formation, structure and reactions**. New York: J. Wiley Interprice, 1971. p. 241-298.

GOMIDE, J. L.; DEMUNER, B. J. Determinação do teor de lignina na madeira: método Klason modificado. **O Papel**, São Paulo, v. 47, p. 36-38, 1986.

GOMIDE, J. L. et al. Caracterização tecnológica, para produção de celulose, da nova geração de clones de *Eucalyptus* no Brasil. **Revista Árvore**, Viçosa, MG, v. 29, n. 1, p. 129-137, 2005.

HARRIS, J. M.; COWN, D. J. Basic wood properties. In: KININMONTH, J. A.; WHITEHOUSE, L. J. (Ed.). **Properties and uses of New Zealand radiata pine**. New Zealand: Ministry of Forestry, Forest Research Institute, 1991. v. 1, p. 6.1-6.28.

HEIN, P. R. G. **Avaliação e controle genético das propriedades tecnológicas da madeira de *Eucalyptus urophylla* por meio de espectroscopia no infravermelho próximo**. 2008. 75 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira)-Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2008.

HODGE, G. R.; WOODBRIDE, W. C. Use of near infrared spectroscopy to predict lignin content in tropical and sub-tropical pines. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Sussex, v. 12, p. 381-390, 2004.

HOFFMEYER, P.; PEDERSEN, J. G. Evaluation of density and strength of Norway spruce wood by near infrared reflectance spectroscopy. **Holz als Roh- und Werkstoff**, Berlin, v. 53, n. 3, p. 165-170, 1995.

JACQUES, D. et al. Heartwood extractives and durability of larch: relationships and their prediction by FT-NIR spectroscopy: improvement of larch (*Larix* sp.) for better growth, stem form and wood quality. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM GAP, 2002, Hautes-Alpes. **Proceedings...** Hautes-Alpes: Auvergne & Limousin, 2002. p. 414-421.

KEMPEN, T. van; JACKSON, D. NIRS may provide rapid evaluation of amino acids. **Feedstuffs**, Minnetonka, v. 68, p. 12-15, 1996.

KLOCK, U. et al. **Química da madeira**. 3. ed. rev. Curitiba: Ed. UFPR, 2005. 86 p.

LIMA, S. R. et al. Estudo dos constituintes macromoleculares, extrativos voláteis e compostos fenólicos da madeira de candeia – *Moquinia polymorpha* (LESS.) DC. **Ciência Florestal**, Santa Maria, v. 17, n. 2, p. 145-155, 2007.

MARTENS, H.; NAES, T. **Multivariate calibration**. New York: Wiley, 1996. 419 p.

MEDER, R.; THUMM, A.; MARSTON, D. Sawmill trial of at-line prediction of recovered lumber stiffness by NIR spectroscopy of *Pinus radiata* cants. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Chichester, v. 11, p. 137-143, 2003.

OLIVEIRA, J. S. Análise química de madeiras tropicais. **Ciências Agrônômicas**, Lourenço Marques, v. 4, n. 3, p. 1-32, 1971.

ONAYADE, O. A. et al. Lavender lactone and other volatile constituents of the oleoresin from seeds of *Garcinia kola* heckle. **Flavour and Fragrance Journal**, Chichester, v. 13, n. 6, p. 409-412, 1998.

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.

PEREIRA, B. L. C. **Qualidade da madeira de Eucalyptus para a produção de carvão vegetal**. 2010. 69 f. Dissertação (Mestrado em Ciência Florestal)- Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2012.

REIS, C. A. F. et al. ***Corymbia torelliana***: estado da arte de pesquisas no Brasil. Colombo: EMBRAPA Florestas, 2014. 48 p. (EMBRAPA Florestas. Documentos, 261).

RIBEIRO, P. G. **Utilização de técnicas não destrutivas para caracterização de madeiras de *Pinus Caribaea* Var. *Hondurensis* e de *Eucalyptus grandis***. 2009. 114 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal)-Universidade de Brasília, Brasília, DF, 2009.

ROWELL, R. M. et al. Cell wall chemistry. In: ROWELL, R. M. (Ed.). **Handbook of wood chemistry and wood composites**. New York: Taylor & Francis, 2005. chap. 3.

SALIBA, E. O. S. et al. Ligninas: métodos de obtenção e caracterização química. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 31, n. 5, p. 917-928, 2001.

SANSÍGOLO, C. A. **Deslignificação em metanol-água de *Eucalyptus globulus*, Labill**: características da lignina e da polpa. 1994. 163 f. Tese (Doutorado em Ciências)-Universidade de São Paulo, São Carlos, 1994.

SANTOS, I. D. **Influência dos teores de lignina, holocelulose e extrativos na densidade básica e contração da madeira e nos rendimentos e densidade do carvão vegetal de cinco espécies lenhosas do cerrado**. 2008. 57 p. Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais)-Universidade de Brasília, Brasília, DF, 2008.

SANTOS, R. C. **Parâmetros de qualidade da madeira e do carvão vegetal de clones de eucalipto**. 2010. 173 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia da Madeira)-Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2010.

SCHIMLECK, L. R.; DORAN, J. C.; RIMBAWANTO, A. Near infrared spectroscopy for cost- effect screening of foliar oil characteristics in a *Melaleuca cajuputi* breeding population. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 51, p. 2433-2437, 2003.

SCHIMLECK, L. R. et al. Estimation of basic density of *Eucalyptus globulus* using near-infrared spectroscopy. **Canadian Journal of Forest Research**, Ottawa, v. 29, p. 194-201, 1999.

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

SCHIMLECK, L. R.; MICHELL, A. J.; VINDEN, P. Eucalypt wood classification by NIR spectroscopy and a principal component analysis. **Tappi Journal**, Atlanta, v. 49, p. 319-324, 1996.

SCHULTZ, T. P.; BURNS, D. A. Rapid secondary analysis of lignocellulose: comparison of near infrared (NIR) and fourier transform infrared (FTIR). **Tappi Journal**, Atlanta, v. 73, n. 5, p. 209-212, May 1990.

SEFARA, N. L.; CONRADIE, D.; TURNER, P. Progress in the use of near-infrared absorption spectroscopy as a tool for the rapid determination of pulp yield in plantation eucalypts. **Tappi Journal**, Atlanta, v. 53, n. 11, p. 15-17, 2000.

SHIMOYAMA, V. R. S. **Variações da densidade básica e características anatômicas e químicas da madeira em *Eucalytus spp.*** 1990. 93 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais)-Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Piracicaba, 1990.

SIMÕES, R. **Potencialidades da espectroscopia de infravermelho com transformadas de Fourier na caracterização de aguardentes vînicas.** 2008. 105 p. Dissertação (Mestrado em Bioquímica e Química dos Alimentos)-Universidade de Aveiro, Aveiro, 2008.

SOTELO, F. F. **Aplicação da espectroscopia de infravermelho próximo na caracterização de petróleo:** simulação de uma unidade de destilação atmosférica. 2006. 154 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química)-Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

SOUZA, V. R.; CARPIM, M. A.; BARRICHELO, L. E. G. Densidade básica entre procedências, classes de diâmetro e posição em árvores de *Eucalyptus grandis* e *Eucalyptus saligna*. **IPEF**, Piracicaba, v. 3, p. 63-72, 1986.

TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY. **TAPPI test methods T204 om-88:** solvent extractives of wood and pulp. Atlanta, 2001. 1 CD-ROM.

THYGESSEN, L. G. Determination of dry matter content and basic density of Norway spruce by near infrared reflectance and transmission spectroscopy. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, Sussex, v. 2, p. 127-135, 1994.

TSUCHIKAWA, S. et al. Application of near-infrared spectroscopy to wood discrimination. **Journal of Wood Science and Technology**, New York, v. 49, p. 29-35, 2003.

VIANA, L. C. **Uso da espectroscopia no infravermelho próximo para predição de propriedades tecnológicas da madeira de *eucalyptus***. 2008. 111 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira)-Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2008.

WOLD, S.; SJÖSTRÖM, M. Chemometrics, presente and future success. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, Amsterdam, v. 44, p. 3-14, 1998.

WORKMAN, J.; WEYWER, L. **Practical guide to interpretive near-infrared spectroscopy**. Boca Raton: CRC, 2007. 332 p.

YANG, J. L.; EVANS, R. Prediction of MOE of Eucalyptus wood from microfibril angle and density. **Holz Als Roh- und Werkstoff**, Berlin, v. 61, p. 449-452, 2003.

ZOBEL, B. J.; BUIJTENEN, J. P. van. **Wood variation: its causes and control**. New York: Springer-Verlag, 1989. 363 p.

ZOBEL, B. J.; JETT, J. B. **Genetics of wood production**. Berlin: Springer-Verlag, 1995. 336 p.