



JULIANO JOSÉ MOTA DA ROCHA

**AVALIAÇÃO DO ÂNGULO MICROFIBRILAR DA MADEIRA DE *Dipteryx*
odorata (Aubl.) Willd – CUMARU EM FUNÇÃO DA VARIAÇÃO DE UMIDADE
NA MADEIRA**

LAVRAS – MG

2019

JULIANO JOSÉ MOTA DA ROCHA

**AVALIAÇÃO DO ÂNGULO MICROFIBRILAR DA MADEIRA DE *Dipteryx*
odorata (Aubl.) Willd – CUMARU EM FUNÇÃO DA VARIAÇÃO DE UMIDADE
NA MADEIRA**

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 Ciência e Tecnologia da Madeira, para a obtenção do título de Mestre.

Dr. José Tarcísio Lima

Orientador

Dr. José Reinaldo Moreira Silva

Coorientador

LAVRAS – MG

2019

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

Rocha, Juliano José Mota da.

Avaliação do ângulo microfibrilar da madeira
de *Dipteryx odorata*(Aubl.) Willd – cumaru em função da variação
de umidade na madeira / Juliano José Mota da Rocha. - 2019.

56 p. : il.

Orientador(a): José Tarcísio Lima.

Coorientador(a): José Reinaldo Moreira Silva.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de
Lavras, 2019.

Bibliografia.

1. ângulo de microfibrilas. 2. difração de raios X. 3.
Microscopia de luz polarizada. I. Lima, José Tarcísio. II. Silva, José
Reinaldo Moreira. III. Título.

JULIANO JOSÉ MOTA DA ROCHA

AVALIAÇÃO DO ÂNGULO MICROFIBRILAR DA MADEIRA DE *Dipteryx odorata* (Aubl.) Willd – CUMARU EM FUNÇÃO DA VARIAÇÃO DE UMIDADE NA MADEIRA

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 Ciência e Tecnologia da Madeira, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 27 de novembro de 2019.

Dr Irineu Mazaro UFPR

Dr Natalino Calegario UFLA

Dr. José Tarcísio Lima

Orientador

Dr. José Reinaldo Moreira Silva

Coorientador

LAVRAS – MG

2019

A todas as pessoas que lutam para
defender a Educação e a Ciência no Brasil **dedico.**

AGRADECIMENTOS

A Deus pela saúde que tem me dado para continuar em busca dos meus objetivos.

A minha família pelo apoio em todos momentos.

A minha namorada Thaiza Aparecida Ferreira Rodrigues pelo companheirismo e amor.

Aos professores envolvidos na minha formação, em especial ao meu orientador José Tarcísio Lima, pelos conhecimentos transmitidos.

À Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos.

À Universidade Federal de Lavras e ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira pela oportunidade de complementar a minha formação acadêmica.

Ao Departamento de Física da Universidade Federal do Paraná, em especial ao Professor Irineu Mazaro pelo apoio na realização das análises.

A todas as pessoas envolvidas de forma direta e indireta na realização deste trabalho, muito obrigado!

RESUMO

O ângulo microfibrilar – AMF exerce efeito sobre ampla faixa de propriedades da fibra e, conseqüentemente, da madeira que compõe. Porém, pouco se conhece sobre as alterações que ocorrem no AMF em função da variação da umidade da madeira. O objetivo deste trabalho foi estimar o AMF no ponto de saturação das fibras – PSF, a 12% e a 0% de umidade, e compará-los com medições feitas por microscopia de luz polarizada para madeira de *Dipteryx odorata* (Aublet.) Willd, (cumaru). Para tal, foram abatidas três árvores, coletando-se cinco discos ao longo do tronco de cada uma das árvores para a retirada de amostras. De cada disco, foram feitas três amostragens na direção medula-casca. Os AMF foram estimados pelo método da difração de raios X (DRX) e medidos por microscopia de luz polarizada (MLP). O AMF_{DRX} médio foi igual a 9,0 graus, enquanto o AMF_{MLP} foi igual a 8,5 graus. O AMF não diferiu estatisticamente em relação aos dois métodos utilizados. Já o ângulo microfibrilar médio estimado por DRX foi maior na madeira no ponto de saturação das fibras e menor na madeira a 12% de umidade. O ângulo microfibrilar aumentou da posição 0% até a posição 100% da altura comercial. Para a variação medula-casca, não se observou comportamento uniforme do AMF por difração de raios X. Nas condições em que o estudo foi realizado, foi possível estimar o ângulo microfibrilar por microscopia de luz polarizada em função da difração de raios X.

Palavras chave: umidade da madeira, ângulo das microfibrilas, Difração de raios X, Microscopia de Luz. Polarizada.

ABSTRACT

The microfibrillar angle - MFA has an effect on a wide range of properties of the fiber and, consequently, of the wood it composes. However, little is known about the changes that occur in MFA due to the variation in wood moisture. The objective of this work was to estimate the MFA at the fiber saturation point - FSP at 12% and 0% moisture content and to compare them with measurements made by polarized light microscopy for *Dipteryx odorata* (Aublet.) Willd wood, (cumaru). For this purpose, three trees were felled, cutting five discs along the trunk of each tree for the sampling. From each disc, three across pith-to-bark samples were cut. MFA were estimated by the X-ray diffraction method (XRD) and measured by polarized light microscopy (PLM). The average MFA_{XRD} was equal to 9.0 degrees, while the MFA_{PLM} was equal to 8.5 degrees. The MFA did not differ statistically in relation to the two methods used. The average microfibrillar angle estimated by XRD was higher in wood at the fiber saturation point and lower in wood at 12% moisture content. The microfibrillar angle increased from 0% to 100% of commercial height. For the pith bark variation in the trunk, there was no uniform behavior of MFA by X-ray diffraction. Under the conditions in which the study was carried out, it was not possible to estimate the microfibrillar angle by polarized light microscopy as function of X-ray diffraction.

Keywords: moisture content, X ray Diffraction, Polarized Light Microscopy.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Piso da madeira de <i>Dipteryx odorata</i>	14
Figura 2 – Parênquima da Madeira de <i>Dipteryx odorata</i>	15
Figura 3 - Gradiente do teor de água na madeira.....	16
Figura 4 - Parede celular da madeira	17
Figura 5 - Determinação do valor T a partir do perfil [002].	24
Figura 6 - Posicionamento de fibras para determinação do AMF utilizando a técnica de microscopia de luz polarizada.	25
Figura 7 - Representação da amostragem.	26
Figura 8 - amostras em suspensão em CaCl ₂ dentro do recipiente de vidro	27
Figura 9 - Difratorômetro de raios X. As setas abaixo indicam o detector a esquerda (a), a amostra no centro (b), e a emissão de raios X a direita (c)	28
Figura 10 - Na figura 10a) apresenta-se em (a) a imagem obtida com o detector 2D, e as regiões de integração para o perfil de $I(2\theta)$ e $I(\phi)$; as flechas indicam o sentido da varredura; BS é a sombra “beam stopper” – protege o detector do feixe direto. Em b) o Perfil de Intensidade $I(\Phi)$. Em c) o Perfil de Intensidade $I(2\theta)$	29
Figura 11 – Delimitação do perfil cristalográfico.....	30
Figura 12 - Determinação do ponto de inflexão.	30
Figura 13 - Variação do AMF em função da umidade para a espécie <i>Dipteryx odorata</i>	32
Figura 14 - Perfis [002] da madeira <i>Dipteryx odorata</i> para as três umidades estudadas.	33
Figura 15 - Imagens bidimensionais do detector do difratômetro de raios X com a madeira <i>Dipteryx odorata</i> . As diferenças de largura dos perfis [002] correspondem	33
Figura 16 - Variação longitudinal do AMF estimado por difração de raios X para a espécie <i>Dipteryx odorata</i>	34
Figura 17 - Variação radial do AMF estimado por difração de raios X para a espécie <i>Dipteryx odorata</i>	34
Figura 18 - Variação radial do ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada para a espécie <i>Dipteryx odorata</i>	36
Figura 19 - Variação longitudinal do ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada para a espécie <i>Dipteryx odorata</i>	37
Figura 20 - Relação entre o AMF estimado por difração de raios X, e o AMF medido por meio da microscopia de luz polarizada para a espécie <i>Dipteryx odorata</i> . ..	39

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Valores de ângulo microfibrilar (AMF) para três umidades na madeira de <i>Dipteryx odorata</i>	31
Tabela 2 - Ângulo microfibrilar (AMF) para as três posições radiais de amostragem no tronco da madeira de <i>Dipteryx odorata</i>	35
Tabela 3 - Ângulo microfibrilar (AMF) para as cinco posições longitudinais de amostragem no tronco em árvores de <i>Dipeteryx odorata</i>	37
Tabela 4 - Teste de Tukey, a 5% de significância, para o ângulo microfibrilar da madeira de <i>Dipteryx odorata</i> medido por microscopia de luz polarizada e estimado por difração de raios X.....	38
Tabela 5 análise de regressão do ângulo microfibrilar determinado por microscopia de luz polarizada (AMFmlp) em função do ângulo microfibrilar estimado por difração de raios X (AMFdrx)	39

Sumário

1. INTRODUÇÃO	10
2 OBJETIVOS	12
3 REFERENCIAL TEÓRICO.....	13
3.1 Importância das madeiras tropicais da Amazônia	13
3.2 Cumaru.....	14
3.3 Umidade da madeira	15
3.4 Ultraestrutura da parede celular	17
3.5 Ângulo microfibrilar	18
3.6 Variação do ângulo microfibrilar	20
3.7 Fatores que afetam o ângulo microfibrilar	20
3.8 Relação entre ângulo microfibrilar e propriedades da madeira.....	21
3.9 Efeito da redução de umidade no ângulo microfibrilar	21
3.10 Métodos de medição do ângulo microfibrilar	23
3.10.1 Difração de raios X	23
3.10.2 Microscopia de luz polarizada	25
4 MATERIAL E METODOS.....	26
4.1 Coleta e desdobro de material	26
4.2 Preparo das amostras para microscopia de luz polarizada	26
4.3 Microscopia de luz polarizada.....	27
4.4 Umidade da madeira para avaliação do AMF por difração de raios X.	27
4.5 Estimativa do AMF por difração de raios X	28
4.6 Análise de dados.....	30
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	31
6 CONCLUSÕES	40
7 REFERÊNCIAS.....	41
8 APÊNDICE	48

1. INTRODUÇÃO

A madeira da espécie *Dipteryx odorata* (Aublet.) Willd – cumaru está entre as cinco principais comercializadas no Estado do Pará. Segundo os dados do Sistema de Comercialização e Transporte de Produtos Florestais do Pará (SISFLORA, 2016), dentre as mais de 1600 espécies comercializadas no Estado, o cumaru contribui com 2,73%, atrás apenas das madeiras de ipê, maçaranduba e jatobá. A madeira de cumaru é reconhecida por apresentar usos que vão desde a construção civil leve até a pesada, tais como: decks, tacos, forros, vigas, caibros, pontes, mourões, dormentes, além de móveis e embarcações (IPT, 1989). No entanto, essas aplicações são prejudicadas quando a madeira é utilizada de forma úmida ou a secagem é inadequada.

Deste modo, ressalta-se que a apropriada secagem da madeira serrada, antes da sua transformação em bens e produtos, é fase importante em todo o processamento que visa agregar valor ao produto final. A secagem consiste na saída de água entre as microfibrilas de celulose afetando o comportamento da madeira, quanto a trabalhabilidade, estabilidade dimensional, resistência mecânica e durabilidade natural (GALVÃO e JANKOWSKY, 1985). No entanto, o efeito da movimentação da água da madeira sobre o ângulo microfibrilar (AMF) ainda é pouco conhecido.

O ângulo microfibrilar refere-se ao ângulo formado entre o eixo axial das fibras e a orientação das microfibrilas de celulose da parede secundária das células, que a depender da camada em que está inserida apresenta certo grau de inclinação (DONALDSON, 2008). O AMF varia entre espécies, entre árvores da mesma árvore, da medula para a câmbio e com a altura de amostragem no tronco, assim como dentro da parede celular. Ele também varia com a taxa de crescimento da árvore (CAVE e WALKER, 1994).

O ângulo microfibrilar destaca-se por exercer influência sobre diferentes características da madeira, como módulo de elasticidade e contração (HARRIS, 2006). Dessa forma, mudanças no AMF durante a perda de umidade podem alterar propriedades físicas e mecânicas da madeira. A saída da água adsorvida ocasiona alterações na ultraestrutura da parede das células, como a retração das microfibrilas, o que, segundo Skaar (1988), é responsável pelas contrações da madeira.

Entre os diferentes métodos utilizados para a medição do AMF destacam-se a difração de raios X e a microscopia de luz polarizada (DONALDSON, 2008). A difração

de raios X é uma técnica não destrutiva que utiliza pequenos blocos de madeira, consistindo em um conjunto de células para a medição do AMF (TAMER, 2013), o que reduz o tempo e os custos da análise, além de permitir a medição do AMF tanto na madeira com alta umidade como na madeira seca (SOUZA, 2017). Já na microscopia de luz polarizada a medição do AMF é realizada na fibra individual, o que confere maior detalhamento na análise. A observação de uma única parede da fibra se torna possível devido à retirada de cortes finos, de aproximadamente 5 micrômetros de espessura, além da maceração que faz a dissociação da lamela média (DONALDSON, 2008). Como o método da estimativa do AMF por difração de raios X ainda está em fase inicial em laboratórios brasileiros, seu emprego deve ser referenciado por outro método de avaliação, como o da microscopia de luz polarizada, que pode indicar as magnitudes aproximadas a serem observadas.

O efeito da saída de água adsorvida sobre o AMF ainda é pouco conhecido, sendo que os autores que abordaram este assunto encontraram diferentes resultados, como aumento, diminuição, ou nenhuma alteração no AMF com a redução de umidade da madeira (RAYIRATH et al. 2008; LUBE et al, 2015; SOUZA 2017). Para a madeira de cumaru, apesar de sua empregabilidade, não foram encontrados estudos que mostrem a importância da variação da umidade no ângulo microfibrilar.

2 OBJETIVOS

O objetivo principal deste trabalho foi estimar os ângulos microfibrilares por difração de raios X em diferentes umidades na madeira de *Dipteryx odorata* (Aublet.) Willd, (cumaru), comparando-os com os ângulos medidos por microscopia de luz polarizada.

Objetivos específicos

Medir o ângulo microfibrilar no sentido medula-casca e base-topo do tronco utilizando a técnica de microscopia de luz polarizada.

Medir o ângulo microfibrilar no sentido medula-casca e base-topo do tronco utilizando a técnica de difração de raios X.

Estimar o ângulo microfibrilar por difração de raios X no PSF, 12% e 0% de umidade.

Estimar o ângulo microfibrilar calculado por difração de raios X em função do ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Importância das madeiras tropicais da Amazônia

A Amazônia brasileira é uma das principais regiões produtoras de madeira tropical no mundo (VERÍSSIMO & PEREIRA, 2015). O setor florestal tem alto peso na economia, sendo importante fonte de receita e emprego para a Região Amazônica, e mesmo para o restante do Brasil. Além de gerar produtos que auxiliam diversas atividades (SANTANA et al., 2010).

O Brasil tem mais de 61% do seu território recoberto pela Amazônia legal, sendo 49% pelo Bioma Amazônia, que contribui com mais de 90% da produção florestal de áreas naturais do Brasil (CASTRO e SILVA, 2007).

Segundo Reis (2017) a floresta amazônica tem grande importância econômica, sendo uma das maiores fontes de renda na região Norte, tanto pelo extrativismo, como pela colheita de madeiras. No Estado do Pará a renda obtida pela venda de madeiras no ano de 2015 foi de aproximadamente 369 milhões de reais (SEMAS, 2015). No ano de 2018 o Estado arrecadou US\$ 54.452.265 com exportação em madeira serrada (SNIF, 2019).

A exploração madeireira é uma das atividades mais dinâmicas da Amazônia. Se esta for realizada de forma predatória poderá causar danos severos na floresta e empobrecer, a longo prazo, a economia da região. Entretanto, se for conduzida de maneira manejada, poderá conciliar geração de renda e emprego e ao mesmo tempo garantir a manutenção da floresta (IMAZON 2013). Corroborando com tal afirmação, Reis (2017) relata que a atividade madeireira executada de forma racional não esgota o recurso, e que quando comparada à agropecuária extensiva, gera o dobro de empregos e paga salário quatro vezes maior.

Por mais de três séculos, a atividade madeireira esteve restrita às florestas de várzea ao longo dos principais rios da Amazônia (IMAZON 2010). Durante esse período, a extração de madeira era extremamente seletiva (IMAZON 2010). A partir da década de 1970, com a construção de estradas estratégicas de acesso na Amazônia (BR 010 e BR 230), o acesso a recursos florestais em florestas densas, ricas em madeiras de valor comercial, tornou-se maior, destacando-se espécies como mogno (*Swietenia macrophylla*), ipê (*Tabebuia sp.*), cedro (*Cedrela odorata*), freijó (*Cordia sp.*), cerejeira (*Torresia sp.*), cumaru (*Dipteryx odorata*), jatobá (*Hymenaea courbaril*) e maçaranduba (*Manilkara uberi*) (VERÍSSIMO & PEREIRA 2014).

Em 2012, os nove estados da Amazônia Legal exportaram cerca de US\$ 625 milhões em diversos tipos de madeira ou produtos feitos a partir dela, destacando-se espécies, como ipê, cedro, cerejeira, imbuia, cumaru (Figura 1) ou outras descritas apenas como madeiras tropicais (IMAZON 2013).

Figura 1 - Piso da madeira de *Dipteryx odorata*



Fonte: <http://www.schreinermadeiras.com.br>

A madeira da Amazônia destina-se majoritariamente ao mercado doméstico. Em 2009, as exportações de madeira nativa na forma de madeira serrada e ou beneficiada representou 21% do volume total enquanto a maioria (79%) foi comercializada no mercado interno (VERÍSSIMO e PEREIRA 2014). O maior consumidor foi o Estado de São Paulo, responsável por 17% da madeira nativa da Amazônia Legal comercializada (VERÍSSIMO e PEREIRA 2014). Segundo Andrade (2015) grande parte do volume de madeira utilizada para fabricação de pisos no estado de São Paulo é oriunda da floresta amazônica.

3.2 Cumaru

Pertencente à família Leguminosae, o cumaru (*Dipteryx odorata* (Aublet.) Willd) ocorre em toda a Floresta Amazônica, da Venezuela ao Estado do Mato Grosso. A espécie é uma das principais comercializadas no Estado do Pará, o que se deve a diversificação no uso de sua madeira (SISFLORA, 2016).

A madeira apresenta cerne e alburno distintos pela cor, cerne marrom; brilho moderado; cheiro e gosto imperceptíveis, densidade alta; dura ao corte; grã reversa; parênquima axial visível sob lente, paratraqueal aliforme de extensão losangular (Figura 2), ocasionalmente confluyente; Raios visíveis apenas sob lente na face tangencial, finos, numerosos, estratificados; vasos visíveis a olho nu, pequenos à médios e porosidade difusa (IPT, 2011).

Figura 2 – Parênquima da Madeira de *Dipteryx odorata*



Fonte: Ipt (2011)

A textura varia de fina a média, com aspecto fibroso atenuado; superfície pouco lustrosa. O cerne apresenta alta resistência ao ataque de organismos xilófagos e massa específica aparente a 15% de umidade de 1.090 kg/m^3 (IBDF, 1988).

A madeira de cumaru é difícil de ser trabalhada, mas recebe excelente acabamento no torneamento, é difícil de ser perfurada (IBDF, 1988), é relativamente fácil de secar ao ar, com tendência a rachaduras superficiais, apresenta empenamento moderado, em estufa a secagem dura em torno de seis dias com tendência ao torcimento médio (IBDF, 1988), devido à natureza oleosa, a madeira apresenta dificuldade em ser colada (JANKOWSKY 1990),

3.3 Umidade da madeira

Árvores recém-abatidas, apresentam madeira com alto teor de umidade, que tende a reduzir-se lentamente à medida que as toras aguardam o desdobramento inicial (GALVÃO e JANKOWSKY, 1985). Posteriormente ao desdobro, a umidade segue diminuindo com maior ou menor rapidez em função da espécie vegetal, condições ambientais, das dimensões das peças e do empilhamento utilizado (GALVÃO e JANKOWSKY, 1985).

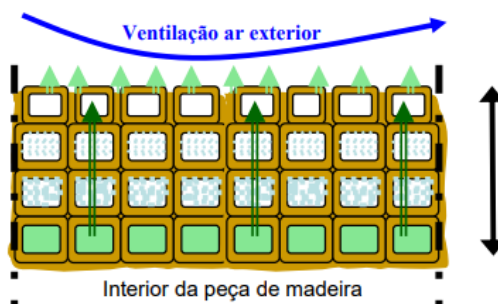
A variação de umidade na madeira é afetada entre outras variáveis por sua estrutura anatômica que condiciona a sua permeabilidade, afetando a facilidade de movimentação da água líquida; enquanto que a densidade está relacionada com a espessura da parede celular, o que influencia a movimentação de água abaixo do ponto de saturação das fibras (JANKOWSKY, 2000). Adicionalmente, variações na composição química como altos teores de extrativos solúveis em água proveniente de

folhosas, podem influenciar negativamente na umidade do material e causam redução da higroscopicidade da madeira (JANKOWSKY, 2000).

Durante a secagem o calor é transferido do meio secante (ar) para a superfície da madeira por convecção. Após a superfície ser aquecida, este calor é transferido para o interior por condução (ANDRADE, 2000). No início da secagem, quando a madeira está úmida, a transferência de calor do ambiente para a superfície é o fator mais importante, sendo que à medida que a madeira perde umidade, a transferência de calor da superfície para o interior passa a ser o fator limitante. (ANDRADE, 2000).

Um fator condicionante da qualidade da secagem é o de manter um equilíbrio entre a água que é evaporada nas superfícies da madeira e a que vai chegando às superfícies por migração (Figura 3) (SANTOS 2005). Se a evaporação for mais lenta do que a migração não há inconveniente para a qualidade, porém se esta diferença for muito significativa é porque o processo não está sendo otimizado e a secagem vai demorar muito mais tempo do que seria possível (SANTOS 2005).

Figura 3 - Gradiente do teor de água na madeira



Fonte: Santos 2005

Em relação à movimentação de água no interior da madeira, Skaar (1988) relata diferentes formas de ocorrência de água, das quais as principais são:

- Capilar: água no estado líquido, contida nos espaços intra e inter-celulares, principalmente no lume dos vasos, das fibras, traqueídes e outros elementos anatômicos;
- Adsorvida: água adsorvida na superfície e no interior da parede celular, ligada aos componentes básicos da madeira principalmente por ligações de hidrogênio (atração entre moléculas).

- Água de constituição química: é oriunda da formação da madeira, fazendo parte de sua estrutura molecular.

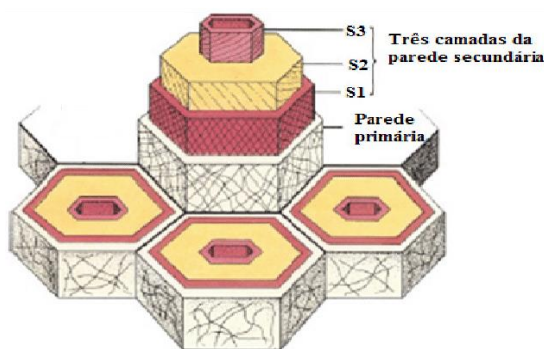
3.4 Ultraestrutura da parede celular

A madeira caracteriza-se por ser um material heterogêneo, constituído por células com paredes finas e células com paredes espessas, com formas e tamanhos variáveis, dependendo da espécie e do estágio de desenvolvimento da planta.

As células da madeira são compostas por sucessivas divisões do câmbio, tecido constituído por uma camada de células que se localiza entre o xilema e o floema (RAVEN, 1996). As células originadas por essas divisões apresentam como componente predominante a celulose, formada por cadeias de glicose, unidas entre si por átomos de oxigênio (D'ALMEIDA, 1991). Estas cadeias são agrupadas em feixes, compondo as microfibrilas (ESAU, 1988). Com largura típica de 250 Å e reúnem aproximadamente 2000 moléculas de celulose na secção transversal (D'ALMEIDA, 1991). Após a divisão celular, as células recém-formadas permanecem unidas entre si por uma camada intercelular chamada lamela média, constituída principalmente por lignina (ESAU, 1988).

Também denominadas de fibras, as células de sustentação das madeiras de angiospermas são esbeltas, de extremidades afiladas com comprimento variando de 0,5 a 2,5 mm e diâmetro variando de 10 a 80 micrômetros (BURGER e RICHTER, 1991). Cada célula possui duas paredes, primária e secundária (Figura 4), sendo que esta divide-se em três camadas (S1, S2 e S3). As camadas são constituídas por combinações diferentes de celulose, hemicelulose e lignina (TAMER et al., 2013).

Figura 4 - Parede celular da madeira



Fonte: Raven (2014)

As camadas da parede celular estão divididas em função da orientação das microfibrilas em diferentes camadas. A parede primária é muito fina, cerca de 0,1 μm e as microfibrilas são orientadas aleatoriamente (DONALDSON, 2008).

Na parede secundária, as microfibrilas possuem certa inclinação a depender da camada em que estão dispostas (PAPADOPOULOS, 2005). A parede celular da madeira possui constituição heterogênea em sua ultraestrutura, sendo que grande parte do volume das camadas que a constituem está contida na camada S2 (PAPADOPOULOS, 2005).

3.5 Ângulo microfibrilar

A parede celular primária e secundária das plantas contêm um suporte de microfibrilas incorporadas em uma matriz de polissacarídeos como pectina, hemiceluloses, especialmente nos tecidos vasculares (HARRIS, 2006). A celulose cristaliza-se na parede celular, formando microfibrilas rígidas, estas se alinham de forma helicoidal ao sentido das fibras, na camada S2 da parede celular (TAKAHISA, 2006).

Nas paredes celulares primárias as orientações das microfibrilas de celulose são frequentemente dispersas, contudo podem mostrar vários graus de alinhamento nos tecidos onde ocorre o alongamento celular (DONALDSON, 2008).

Já nas paredes secundárias das células que formam o xilema, a parede celular divide-se em três camadas, a S1 sendo a camada mais externa da célula com microfibrilas orientadas transversalmente, S2 a camada mais espessa com microfibrilas formando ângulos de 5 a 20° com o eixo longitudinal da célula, e mais internamente, a camada S3 com microfibrilas também orientadas de forma transversal ao eixo da célula (BARNETT e BONHAM, 2004).

Segundo Konnerth et al. (2005), a parede celular é constituída de camadas que se diferem na sua composição química, variando o conteúdo de celulose, mas também sua estrutura, sendo a característica mais importante a variação no ângulo microfibrilar das fibrilas de celulose na parede celular. Souza (2017) relata que estas variações de ângulo microfibrilar não acontecem de forma abrupta de uma camada para outra da parede celular secundária, havendo uma transição gradual.

A orientação das microfibrilas está frequentemente associada à orientação dos microtúbulos dentro do protoplasto de células vivas durante a formação da parede celular (BARNETT et al. 1998; BARNETT & BONHAM 2004). Burk & Ye (2002) mostraram que microfibrilas desorganizadas estavam associadas a microtúbulos corticais igualmente desorganizados.

Sabe-se que a celulose é sintetizada a partir de complexos de proteínas na membrana plasmática conhecida como complexos terminais ou “rosetas”. O movimento das microfibrilas segue a orientação das rosetas e dos microtúbulos (KIMURA et al., 1999). As microfibrilas recém-depositadas geralmente estão coalinhadas com microtúbulos dispostos no citoplasma, próximos da membrana plasmática (KIMURA et al., 1999).

A estrutura cruzada das microfibrilas (Figura 5) proporciona à madeira alta rigidez axial, assim como alta resistência ao colapso e à ruptura, permitindo que a árvore adote um hábito de crescimento ereto (DONALDSON, 2008).

Figura 5 - estrutura cruzadas das microfibrilas de celulose



Fonte: ABTC (1994)

Segundo Souza et al. (2015), em árvores mais velhas, em que se necessita de maior rigidez, para que ela suporte o peso da copa, o AMF da madeira adulta tende a ser menor. Evans et al. (1996) o ângulo das microfibrilas em relação ao eixo da fibra tem grande influência, especialmente sobre a contração longitudinal, sendo que madeiras com ângulos microfibrilares menores têm menor contração longitudinal.

Tienne et al. (2009) relataram que o espaçamento entre árvores pode ser utilizado para evitar efeitos indesejáveis causados por altos AMF. Lima et al. (2014) analisaram o AMF da madeira de *Eucalyptus grandis* aos 25 anos de idade e observaram diminuição gradual do MFA com a idade cambial.

3.6 Variação do ângulo microfibrilar

Nas folhosas, geralmente há poucos dados sobre a variação do AMF dentro das árvores, a maioria dos dados para árvores de eucalipto (BOYD 1980; BAILLÈRES et al. 1995; STUART & EVANS 1995; LI et al. 1997; EVANS et al. 2000; KIBBLEWHITE et al. 2005; LIMA et al. 2004). Em *E. nitens*, o AMF diminui com a altura, atingir um mínimo de 30-50% da altura do caule antes de aumentar novamente em direção à copa (EVANS et al. 2000). O AMF decresce da medula para a casca, segundo Evans et al. (2000), em *Eucalyptus* há um declínio no valor do AMF no sentido medula-casca, sendo que na região da medula os ângulos normalmente variam de 15 à 20°. Baseado nas tendências médias de 29 árvores, os mesmos autores observaram que o AMF de *E. nitens* variou de 20° na medula para 14° na casca, em árvores de 15 anos de idade.

Já as diferenças de AMF entre as árvores são geralmente mais aparentes na madeira juvenil (DONALDSON, 2008). Em coníferas, as árvores vizinhas geralmente mostram uma ampla variedade de valores de AMF para madeira juvenil (DONALDSON 1992). A tendência do AMF de mostrar menor variação entre árvores na madeira madura (15 anos ou mais) do que na madeira juvenil é uma razão para o AMF ser um preditor significativo de rigidez na madeira (COWN et al. 1999).

O AMF varia dentro dos anéis de crescimento, sendo que no lenho inicial o AMF é maior, e um pouco menor no lenho tardio, Alguns estudos no entanto, sugerem que o declínio do AMF no lenho tardio é mais evidente com o aumento da distância a partir da medula (DERESSE et al. 2003; MYSZEWSKI et al. 2004).

3.7 Fatores que afetam o ângulo microfibrilar

Fatores relacionados à silvicultura como o espaçamento, adubação, desbaste e irrigação podem ter efeitos sobre AMF, aparentemente em resposta à taxa de crescimento (DONALDSON, 2008; TIENNE et al. 2009). Os resultados de um estudo realizado por Mary et al. (2001) sugerem que o crescimento de árvores em plantios mais adensados produzem madeiras com AMF menor. Enquanto, para Burdon et al. (2004) a variação do AMF devido ao espaçamento ocorre devido a adaptações biomecânicas das árvores a ventos mais fortes especialmente em árvores jovens, em plantios com espaçamentos mais amplos.

Herman et al. (1999) encontraram aumento do AMF quando a taxa de crescimento foi aumentada pelo tratamento de desbaste e irrigação em *Picea abies* aos 38 anos de

idade cultivadas sob diferentes esquemas de irrigação, a AMF mostrou uma relação significativa com déficit hídrico (WIMMER et al. 2002).

O ângulo microfibrilar, assim como as demais propriedades da madeira, pode sofrer influências edafoclimáticas, pois está fortemente ligado à morfologia das fibras e, conseqüentemente, à atividade cambial (FERREIRA et al., 2018).

Bergander et al., (2002) relataram que ocorre um aumento significativo do AMF na camada S2 em madeiras de rápido crescimento, o que pode alterar as propriedades de resistência da madeira.

3.8 Relação entre ângulo microfibrilar e propriedades da madeira

Cave (1968) afirma que a orientação das fibrilas na camada S2 tem influência nas propriedades físicas, tais como retratibilidade e densidade, assim como no módulo de elasticidade-MOE. Corroborando com esta afirmativa, Wang e Stewart (2012) e Alteyrac (2015) relatam que o ângulo microfibrilar é o principal fator de influência da rigidez da madeira, assim como na contração longitudinal, sendo importante, portanto para a qualidade da madeira serrada.

Segundo Winck et al. (2015), a qualidade da madeira melhora à medida que o ângulo microfibrilar diminui, de forma que este influencia diretamente na estabilidade dimensional da madeira.

A estrutura cruzada das microfibrilas proporciona à madeira alta rigidez axial, assim como alta resistência ao colapso e à ruptura, permitindo que a árvore adote o hábito de crescimento ereto (DONALDSON, 2008).

Quando o ângulo microfibrilar é pequeno, a maior parte das contrações ocorrem transversalmente, enquanto que à medida que o ângulo aumenta, o componente longitudinal aumenta espécie (HEIN et al., 2013). O ângulo também tem efeito na secagem e nos subseqüentes processos industriais (TABET & AZIS, 2013).

A inclinação das microfibrilas na camada S2 da parede celular também é importante na definição de dureza, onde ângulos menores são responsáveis por maiores resistências (LIMA et al., 2004).

Lima et al. (2015) constataram para a madeira de *Eucalyptus* que o AMF é indiretamente proporcional à densidade e às contrações da madeira. Também inferiram que menores ângulos das microfibrilas estão associados a madeiras mais rígidas e mais resistentes à compressão.

3.9 Efeito da redução de umidade no ângulo microfibrilar

Poucos estudos têm tratado das alterações ocorridas no ângulo microfibrilar em função da variação da umidade. Entretanto, Resultados referentes a mudanças significativas na AMF devido à processo de secagem e sua interpretação são múltiplos, Hill et al. (2010) relataram que além da aproximação das microfibrilas durante a dessorção, a formação de ligações de hidrogênio após a saída das moléculas de água ocasiona, também, redução no ângulo de microfibrilas. Rayirath et al. (2008) avaliaram o efeito de secagem por convecção a 40°C e 80°C, com a umidade de equilíbrio de 8% e 15% na cristalinidade da parede celular e no AMF de *Picea mariana* e não encontraram alterações significativas no AMF após secagem. Hill et al. (2010) avaliaram *Pinus radiata* com madeira seca em forno (103° C) e depois novamente umedecida e não encontraram mudanças substanciais no AMF.

Souza (2017) estudando o ângulo microfibrilar da madeira de *Eucalyptus grandis*, úmida e seca, relatou que os ângulos microfibrilares diminuíram após a secagem da madeira. Leppiana et al. (2011) relataram aumento de dois a três graus no AMF em madeira de tração em *Betula pendula* Roth e *Populus tremula* após a secagem, enquanto que para o lenho normal não foram observadas mudanças no AMF com a secagem. Tal comportamento pode ser explicado pelo fato de que o lenho de tração possui menos lignina que o lenho normal, tornando a matriz menos rígida, o que permite maior flexibilidade às microfibrilas celulósicas.

Abe e Yamamoto (2005) mostraram que durante a dessorção de água na madeira de *Cryptomeria japonica* de 25% a 5%, as microfibrilas na parede celular encolheram longitudinalmente e expandiram transversalmente. Zabler et al. (2010) apresentaram uma hipótese ligeiramente diferente examinando o efeito da desidratação simultânea e carga de tração no AMF na madeira de abeto. Eles observaram que para as umidades entre 10% e 15%, o rearranjo microfibrilar mudou consideravelmente, enquanto apenas flutuações fracas foram observados entre o ponto de saturação das fibras e 15% de umidade.

Quando as células de madeira estão sob tensão e também sob condições de secagem, o alongamento das células causa tensão de cisalhamento entre as microfibrilas de celulose dentro da parede celular, resultando em alteração de AMF (KECKES et al. 2003; KAMIYAMA et al. 2005; BONARSKI et al. 2015).

Lube et al. (2015) relataram que a saída de água na parede celular provoca modificações ultraestruturais e nanoestruturais nas microfibrilas, o que pode ser

explicado pela deformação lateral das microfibrilas, que pode se manifestar pela interação com a água e, ou polímeros da matriz.

Quando as hemiceluloses e ligninas são secas, os polímeros são colocados em contato próximo e formam ligações intermoleculares de hidrogênio (HILL et al., 2010). Essas ligações intermoleculares não se conectam facilmente com moléculas de água, portanto, as substâncias perdem parte de sua capacidade de absorver a umidade (ISHIMARU et al., 2001). Esta explicação não pode ser aplicada à celulose cristalina, pois as cadeias de celulose empacotadas em um cristalito já estão em contato próximo um com o outro (ISHIMARU et al., 2001).

3.10 Métodos de medição do ângulo microfibrilar

Os métodos de medição de ângulo microfibrilar podem ser divididos em duas categorias, as que medem traqueídeos ou fibras individuais através de microscopia, e as que medem um conjunto de células utilizando a difração de raios X, ou espectroscopia no infravermelho próximo (DONALDSON 2008).

As técnicas baseadas em microscopia são divididas entre aquelas que dependem da cristalinidade da celulose, utilizando a técnica de luz polarizada e aqueles que, direta ou indiretamente, permitem visualizar a orientação das próprias microfibrilas. Tais como precipitação iodo, microscopia de fluorescência, microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e microscopia confocal Raman (DONALDSON, 2008).

3.10.1 Difração de raios X

Existem diferentes métodos de medição do AMF, destacando-se a difração de raios X, em que ocorre interação da matéria com a radiação eletromagnética. Tal método, leva em consideração a natureza cristalina da celulose (DONALDSON, 2008).

A difração de raios X ocorre quando há interferência construtiva entre os feixes de raios X espalhados pelos átomos presentes no cristal. Num cristal os planos de átomos têm uma distância constante entre si (d). Quando o Feixe de raios X de comprimento de onda λ , incide sobre um cristal, pode haver interferência construtiva desde que a condição prevista pela equação de Bragg (Equação 1) seja satisfeita.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \text{ (Equação 1)}$$

Em que:

n = ordem de reflexão (número inteiro)

λ = comprimento de onda

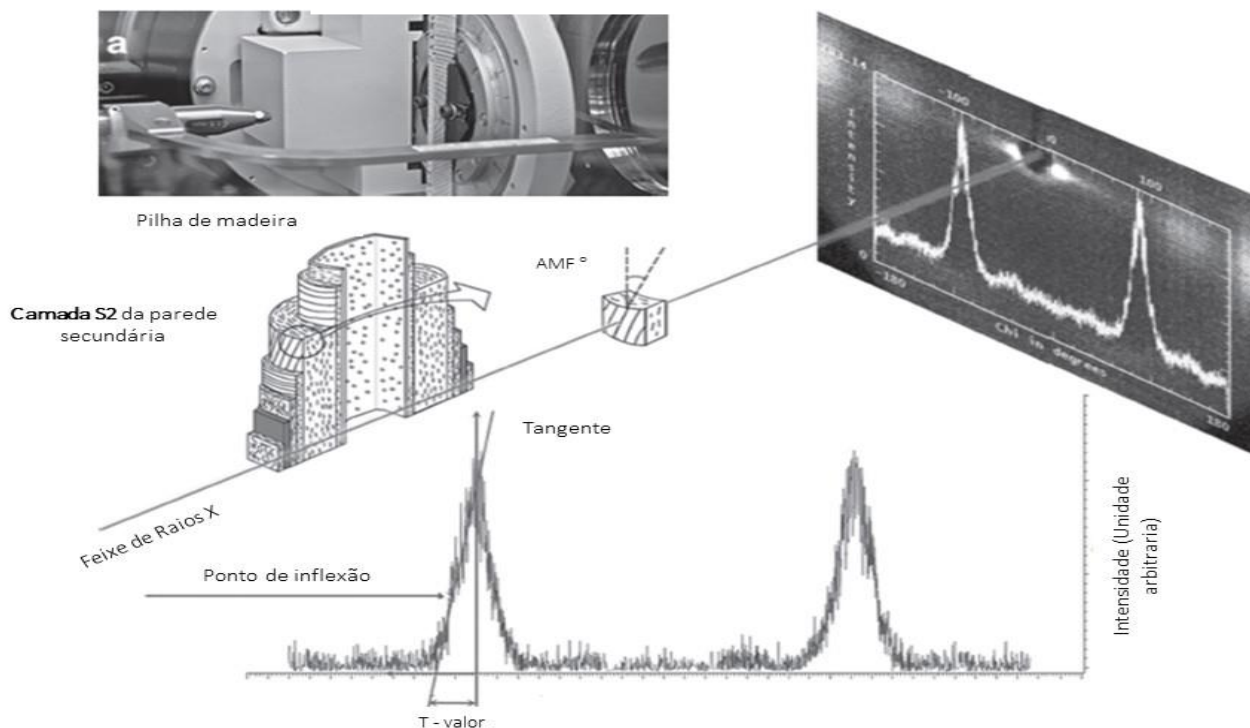
d = distância entre dois planos atômicos

θ = é o ângulo de Bragg

Este método permite que um grande número de amostras seja medido em um curto período de tempo, além de ser eficiente na medição do AMF com a madeira seca (SOUZA, 2017) ou úmida. Nesta técnica (Figura5) uma fina seção de madeira é irradiada perpendicular ao comprimento da fibra por feixe de raios X produzindo um conjunto de padrões de difração (TAMER, 2013).

Cave (1966) foi o primeiro a utilizar a difração de raios X para a predição do ângulo microfibrilar, utilizando a equação $AMF = 0,6 T$ sendo T a metade da distância entre as interseções das tangentes nos pontos de inflexão da curva referente ao perfil (002) com a linha de base ao longo de Φ . Essa equação teve como base a relação teórica entre o ângulo microfibrilar e o perfil da difração dos planos (002) ao longo de Φ .

Figura 6 - Determinação do valor T a partir do perfil [002].



Fonte: Lube et al. (2015).

No entanto, Yamamoto et al. (1993) ao utilizarem a referida equação para estimar o ângulo microfibrilar em diferentes espécies florestais, verificaram que a equação desenvolvida por Cave (1966) era imprecisa em regiões onde o AMF é menor que 10° e maior que 25° . Desse modo, eles ajustaram uma nova equação para a predição do ângulo microfibrilar, sendo $AMF = 1,575 \cdot 10^3 \cdot T^3 - 1,431 \cdot 10^{-1} \cdot T^2 + 4,693 \cdot T - 36,19$. Tal equação, que relaciona o valor de T com o ângulo microfibrilar é representada por uma curva do tipo S.

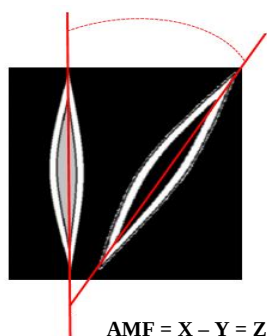
3.10.2 Microscopia de luz polarizada

A microscopia de luz polarizada – MLP fundamenta-se no princípio de modificação da luz não polarizada em polarizada empregando-se um filtro polarizador, o qual permite a passagem de uma componente específica da luz não polarizada (MÜLLER et al., 1998).

O emprego da técnica de microscopia de luz polarizada para aferir o AMF é possível pelo fato da celulose possuir regiões cristalinas (PRESTON, 1974). Quando seções finas de madeira são observadas entre dois filtros polarizadores cruzados, é possível perceber colorações distintas da parede celular, isto se deve à birrefringência da celulose (DONALDSON, 2008).

A luz em sua trajetória deve atingir somente um lado da parede celular (TIENNE et al. 2009). O preparo de uma fibra com uma única parede se torna possível com o auxílio de um micrótomo que realiza cortes muito finos, além da maceração que faz a dissociação da lamela média (DONALDSON, 2008). Para a observação, utiliza-se um microscópio dotado de um goniômetro graduado de 0° a 360° , onde a lâmina é colocada, fazendo com que as fibras fiquem na posição vertical (TIENNE, et al. 2009). Em seguida gira-se o goniômetro até que a amostra atinja a máxima posição de extinção, ou seja, a cor do fundo da fibra torne-se mais escura (Figura 6).

Figura 7 - Posicionamento de fibras para determinação do AMF utilizando a técnica de microscopia de luz polarizada.



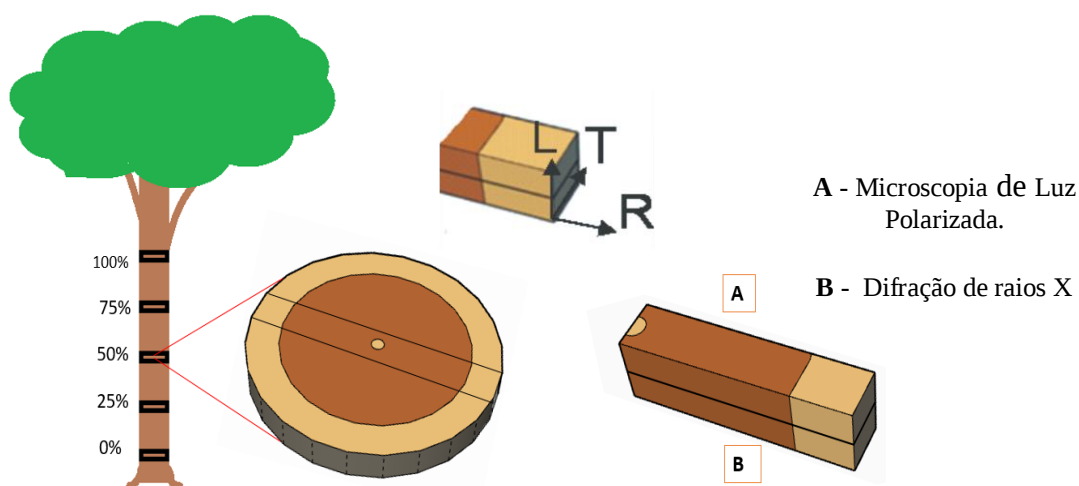
Fonte: Lima (2015)

4 MATERIAL E METODOS

4.1 Coleta e desdobro de material

As amostras foram coletadas no plantio experimental de Curuá-una no município de Prainha no Estado do Pará. Foram abatidas três árvores da espécie *Dipteryx odorata*, cumaru, com aproximadamente 40 anos de idade, das quais retiraram-se cinco discos do fuste de cada árvore nas posições 0, 25, 50, 75 e 100% da altura comercial (Figura 7). De cada disco foi retirado um filete central, de onde foi utilizada a madeira de um dos lados para a amostragem radial no tronco.

Figura 8 - Representação da amostragem.



Fonte: do autor (2019).

4.2 Preparo das amostras para microscopia de luz polarizada

De cada filete foram retirados cubos de 1 x 1 x 1 cm para fornecerem seções histológicas de 5 μ m de espessura na seção tangencial com o auxílio de micrótomo de deslize. Os cortes foram colocados em frascos de vidro cobertos com solução de ácido acético glacial e peróxido de hidrogênio, na proporção de 1:1 (FRANKLIN, 1945, modificado por BERLYN e MIKSCH, 1976). Os frascos foram lacrados e colocados em estufa a 60°C por 12 horas para maceração. O material obtido foi lavado e armazenado em água destilada.

4.3 Microscopia de luz polarizada

Para as medições do AMF no microscópio de luz polarizada, foram confeccionadas lâminas provisórias com o material macerado. O AMF foi medido em fibras individualizadas utilizando microscópio Olympus BX51, equipado com goniômetro graduado de 0° a 360° e filtros analisador e polarizador. As fibras foram orientadas na posição vertical e registrado o valor marcado no goniômetro, a seguir a mesa foi girada até a posição de máxima extinção de luz e, registrado o novo valor na escala graduada. O ângulo microfibrilar foi calculado pela diferença entre o valor inicial e o valor final. Foram realizadas 20 medições do AMF por amostra (LIMA et al., 2004).

4.4 Umidade da madeira para avaliação do AMF por difração de raios X.

Os ângulos microfibrilares foram medidos nas umidades de 12%, 0% e no ponto de saturação das fibras - PSF. Para a umidade no PSF as amostras ficaram em uma atmosfera controlada dentro de um recipiente de vidro por 72h contendo CaCl_2 (Figura 8), ressalta-se que as amostras não ficaram em contato direto com o sal. Após este período as amostras foram retiradas e medidas as suas umidades.

Figura 9 - amostras em suspensão em CaCl_2 dentro do recipiente de vidro



Fonte: do autor (2019)

A umidade a 0% foi alcançada pela secagem em estufa de laboratório com circulação de ar a $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ até massa constante. Para obtenção da umidade de 12%, as amostras foram acondicionadas em câmara de climatização à temperatura de 20°C e 65% de umidade relativa até atingir a umidade de equilíbrio. Para tal, foram verificadas as massas

das amostras periodicamente até atingirem a referida umidade. Posteriormente foram retiradas amostras para a medição do ângulo microfibrilar com o difratômetro de raios X.

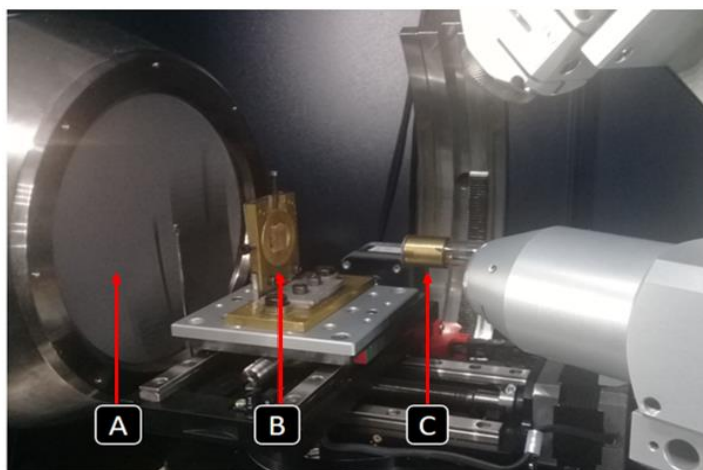
4.5 Estimativa do AMF por difração de raios X

As medições do AMF foram realizadas no Laboratório de Espalhamento e Difração de raios X do Departamento de Física da Universidade Federal do Paraná – UFPR.

Para a estimativa do ângulo microfibrilar com a variação de umidade, foram confeccionados corpos de prova de 10 x 10 x 2 mm, comprimento, largura e espessura respectivamente. Estes, foram levados ao Difratômetro de raios X e colocados na posição vertical no centro do porta amostra (Figura 9).

A geometria de transmissão foi utilizada para difração, sendo obtidas imagens através de um detector 2D (VANTEC 500) com resolução espacial de 400 μm . As amostras foram expostas por um período de 30 min. A fonte de raios X utilizada foi de alta brilhancia com espelho Montel e foco pontual com seção reta de 1 mm^2 e com comprimento de onda do $\text{CuK}\alpha$ 0,154 nm. A tensão e corrente aplicada no tubo de raios X teve valores 50 kV e 1 mA. A distância amostra-detector foi de 83,95 mm.

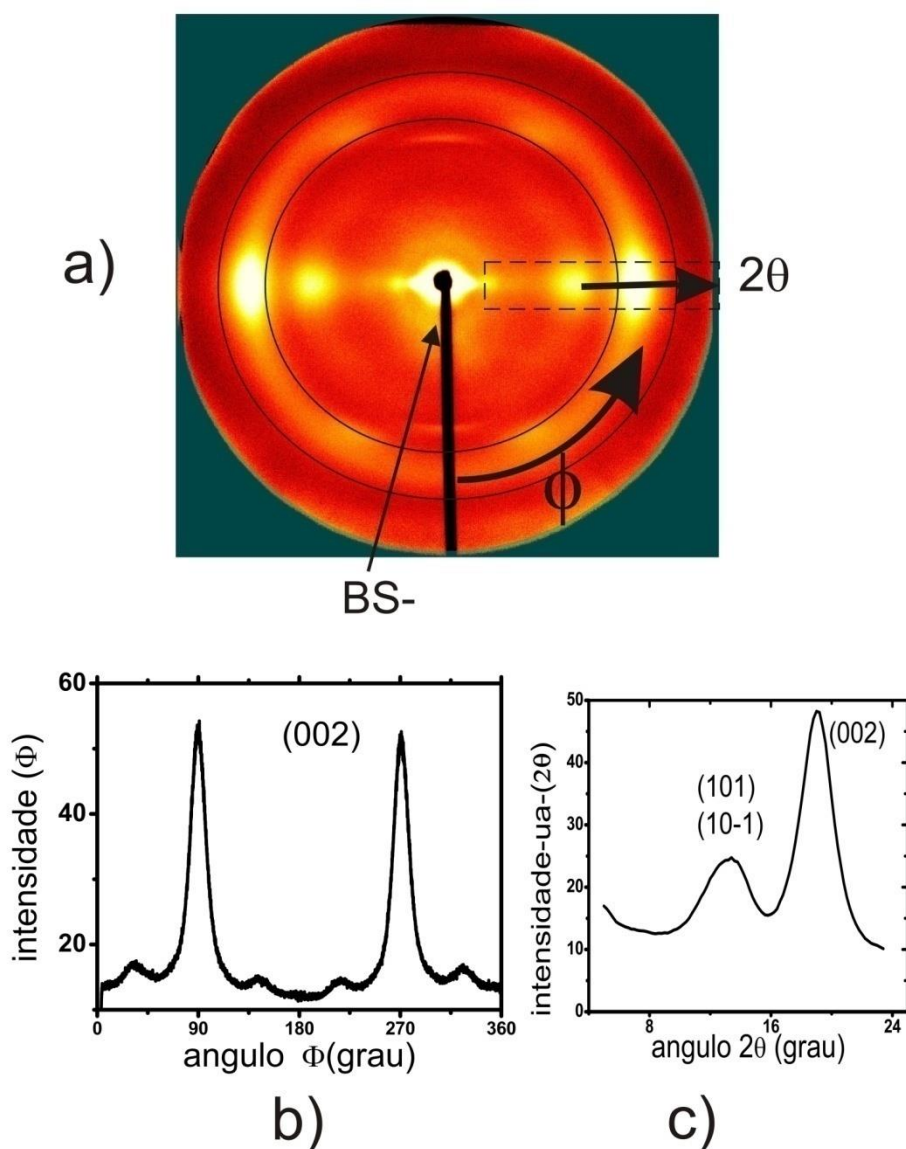
Figura 10 - Difratômetro de raios X. As setas vermelhas indicam o detector à esquerda (a), a amostra no centro (b), e a emissão de raios X à direita (c)



Fonte: do autor (2019)

Para a análise de dados, as imagens de cada amostra foram integradas em função do ângulo Φ no intervalo fixo em 2θ de $21,768^\circ$ a $22,982^\circ$. A figura 10a, permite visualizar a região de integração. Curva de $I(\Phi)$ típica é apresentada na figura 10b,

Figura 11 - Na figura 10a) apresenta-se em (a) a imagem obtida com o detector 2D, e as regiões de integração para o perfil de $I(2\theta)$ e $I(\phi)$; as flechas indicam o sentido da varredura; BS é a sombra “beam stopper” – protege o detector do feixe direto. Em b) o Perfil de Intensidade $I(\phi)$. Em c) o Perfil de Intensidade $I(2\theta)$.

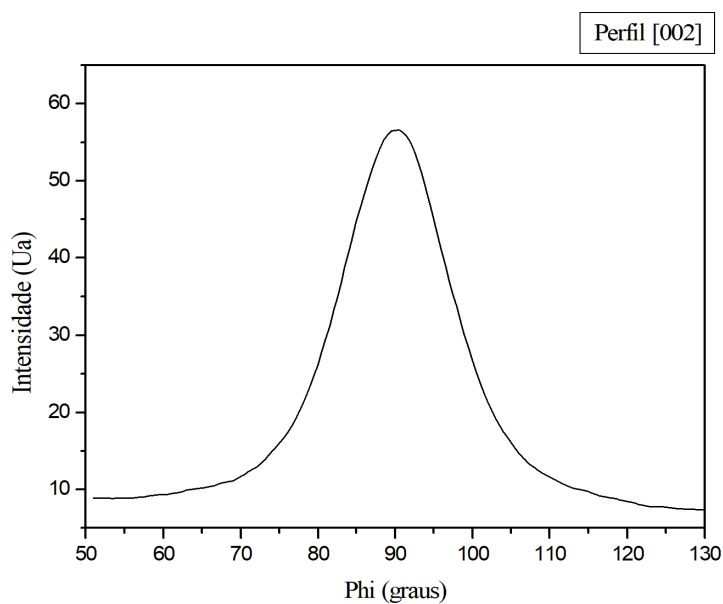


Fonte: do autor (2019)

Inicialmente delimitou-se o pico (002) e posteriormente foi feita a sua subtração (Figura 11). Para o cálculo do AMF foi utilizada a equação de Yamamoto et al (1993):

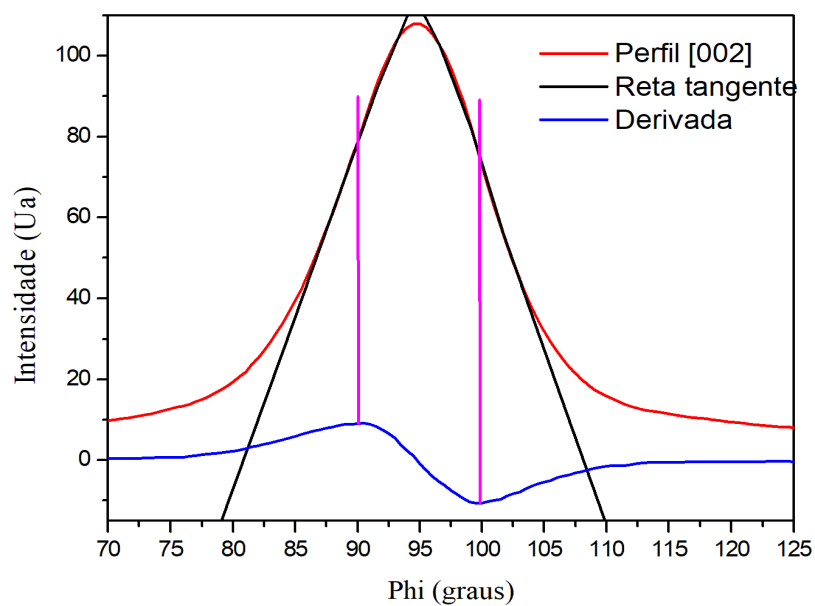
$$\text{AMF} = 1,575 \cdot 10^3 T^3 - 1,431 \cdot 10^{-1} \cdot T^2 + 4,693 \cdot T - 36,19 \text{ (Equação 2)}$$

Figura 12 – Delimitação do perfil cristalográfico.



Fonte: do autor (2019)

Figura 13 - Determinação do ponto de inflexão.



Fonte: do autor (2019)

4.6 Análise de dados

Para a alteração do AMF medula casca e base topo, assim como para as alterações do AMF em função da redução de umidade foi realizada a análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey, ambos a 5% de significância por meio do Software Sisvar. A estatística descritiva também foi realizada por meio do Software Sisvar. A estimativa do AMF determinado por difração de raios X foi feita utilizando o Software Origin 6.0. Os valores de AMF determinado pela MLP foram correlacionados com os valores de AMF estimados pela DRX através da análise de regressão pelo modelo linear: $AMF_{MLP} = -0,3099AMF_{DRX} + 11,3$

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Ângulo microfibrilar estimado por difração de raios X.

Os ângulos microfibrilares médios determinados por difração de raios X para as umidades 0%, 12% e PSF foram iguais a 9,5°; 7,9° e 10,5° respectivamente (Tabela 1).

O menor ângulo microfibrilar foi encontrado na madeira a 12% de umidade, ao passo que o maior AMF foi encontrado na madeira a 0% de umidade. Porém, tanto na madeira a 0%, como na madeira a 12% o coeficiente de variação foi elevado indicando alta dispersão de dados em torno da média.

Pode-se observar por meio do teste Tukey a 5% de significância, que houve diferenças significativas entre o AMF no ponto de saturação das fibras e o AMF na madeira a 12%, não sendo observada diferença significativa entre o AMF na madeira a 0% e as demais umidades.

Tabela 1 - Valores de ângulo microfibrilar (AMF) para três umidades na madeira de *Dipteryx odorata*.

Umidades	AMF	Mínimo	Máximo	CV
PSF	10,5 a2	8,7	12,3	14,58
12%	7,9 a1	4,6	10,8	34,47
0%	9,5 a1 a2	5,3	13,4	31,85

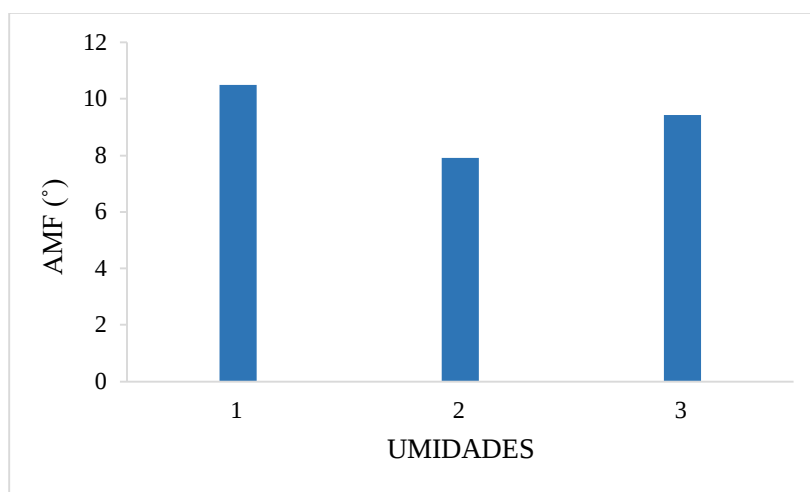
Médias seguidas de mesma letra e número não diferiram estatisticamente ao nível significativo a 0,05% de significância segundo o teste Tukey; CV – Coeficiente de variação.

Fonte: do autor (2019)

Tais resultados podem indicar que a saída de água adsorvida abaixo do ponto de saturação da fibra até a umidade de equilíbrio de 12% provoca deformações ultra estruturais nas microfibrilas fazendo com que o AMF diminua na madeira de cumaru, o

que pode ter influências positivas nas propriedades físicas e mecânicas da madeira em questão. Isso é um ponto benéfico, pois essa é a faixa de variação de umidade mais comum para o uso da madeira serrada. Embora não haja diferença significativa entre 0% e as demais umidades, pode-se observar a tendência de aumento do AMF com a perda de água abaixo de 12% até à saída completa de água adsorvida (Figura 13).

Figura 14 - Variação do AMF em função da umidade para a espécie *Dipteryx odorata*.



1 – ponto de saturação das fibras; 2 – 12% de umidade; 3 – 0% de umidade

Fonte: do autor (2019)

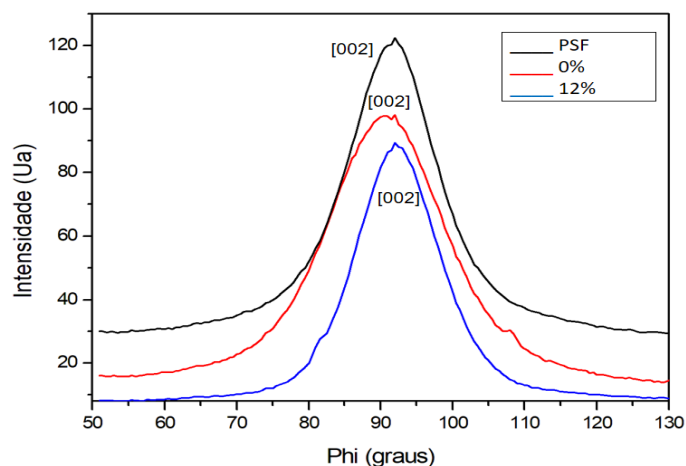
Estes resultados estão de acordo com encontrados por Hill et al. (2010), que verificaram decréscimo no ângulo microfibrilar da madeira de *Pinus* após a secagem abaixo do PSF. Assim como os resultados encontrados por Souza (2017) para a madeira de *Eucalyptus grandis* aos 22 anos de idade, que encontrou maiores valores de AMF na madeira com elevada umidade em comparação à madeira seca.

As Figuras 14 e 15 mostram as diferenças dos picos cristalográficos para as amostras com AMF pequeno e AMF mais elevado, o que corresponde a variações na largura do pico [002]. O aumento da largura desse pico equivale ao aumento do ângulo microfibrilar (Yamamoto et al., 2010) o que segundo Abe e Yamamoto (2005) indica alteração nos padrões de difração de raios X da madeira devido à mudança de seu conteúdo de umidade. Essa explicação corrobora o relato de Nishimura et al. (1981) que consideram razoável que ocorra uma mudança no padrão de dispersão dos raios X devido

ao aumento do teor de umidade, em função da mudança na posição do pico [002] até certo ponto.

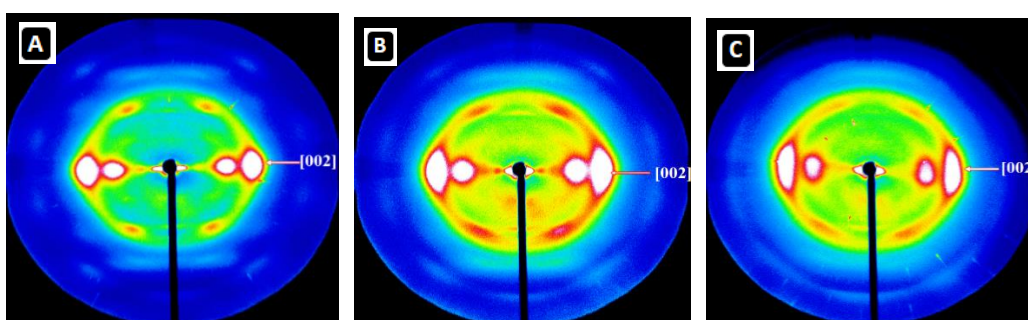
Ao comparar as Figuras 15A, 15B e 15C, percebe-se que as alterações na largura dos picos ocorrem devido à perda de água adsorvida.

Figura 15 - Perfis [002] da madeira *Dipteryx odorata* para as três umidades estudadas.



Fonte: do autor (2019)

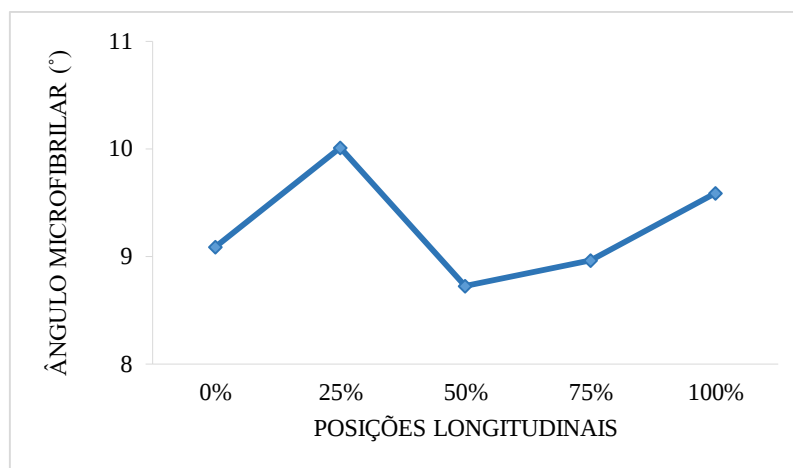
Figura 16 - Imagens bidimensionais do detector do difratômetro de raios X com a madeira *Dipteryx odorata*. As diferenças de largura dos perfis [002] correspondem à reflexão de celulose. A = 12% de umidades; B = 0% de umidades; C = PSF



Fonte: do autor (2019)

A variação do AMF em função da altura de amostragem no tronco para a espécie em estudo, não apresentou comportamento uniforme (Figura 16). O AMF aumentou da posição 0 até a posição 25%, de onde diminuiu até 50% da altura, tendo um leve aumento até atingir a posição 100% da altura comercial.

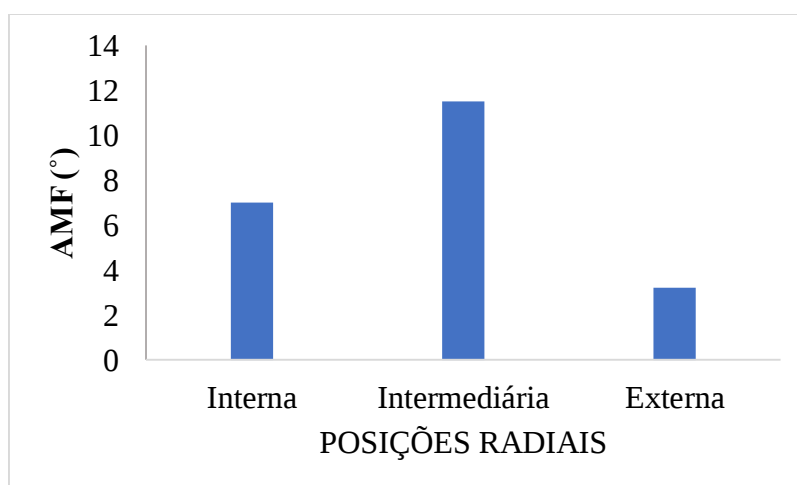
Figura 17 - Variação longitudinal do AMF estimado por difração de raios X para a espécie *Dipteryx odorata*.



Fonte: do autor (2019)

Para a variação radial, o AMF na posição intermediária foi mais elevado comparado com a posição interna, comportamento este considerado incomum, pois espera-se que o AMF seja maior próximo a medula devido a adaptações biomecânicas das árvores. Na posição externa o AMF foi menor que nas posições internas e intermediárias.

Figura 18 - Variação radial do AMF estimado por difração de raios X para a espécie *Dipteryx odorata*.



Fonte: do autor (2019)

5.2 Ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada

As médias encontradas para o ângulo microfibrilar nas posições radiais, determinado por microscopia de luz polarizada para *Dipteryx odorata* estão descritas na Tabela 1, assim como os valores de AMF máximos, mínimos e coeficiente de variação.

Não foram observadas diferenças estatísticas entre as três posições radiais para o ângulo microfibrilar médio. Isto pode ser observado por meio do coeficiente de variação que apresentou média dispersão dos dados em torno da média.

Esses resultados estão de acordo com os descritos por Boyd (1980), que relata que geralmente, a orientação das microfibrilas na camada S2 em angiospermas varia entre 5° a 20°.

Tabela 2 - Ângulo microfibrilar (AMF) para as três posições radiais de amostragem no tronco da madeira de *Dipteryx odorata*.

Posição radial	AMF Médio	Máximo	Mínimo	CV
A	9,3 a1	17	3	22,5
B	7,9 a1	18	4	21,8
C	8,4 a1	16	4	23,7

CV = coeficiente de variação, A = interna, B = intermediária, C = externa. Médias seguidas de mesma letra e número não diferem estatisticamente a 0,05% de significância.

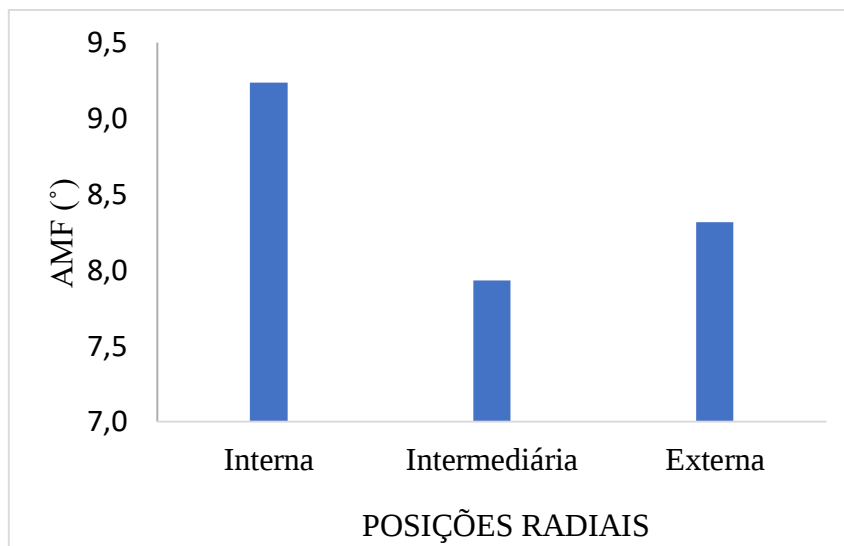
Fonte: do autor (2019).

A Figura 18 mostra a variação do ângulo microfibrilar no sentido medula-casca. Mesmo não havendo diferença estatística, observa-se que o AMF foi mais elevado próximo à medula, tendo decréscimo até a posição intermediária e um leve aumento até a posição externa.

Ângulos microfibrilares mais altos são característicos de lenho juvenil, situado na região central do fuste. Esta característica juntamente com a espessura da parede celular influencia positivamente a retratibilidade, diminuindo seus valores, o que impacta diretamente o comportamento da madeira no processamento e na utilização.

A variação no AMF tem propósito funcional no crescimento da árvore e pode ser dependente da idade da árvore (SOUZA et al. 2015). É de se esperar que árvores jovens apresentem um alto AMF, já que as mesmas necessitam de maior flexibilidade para que o tronco se curve com o vento sem quebrar. O contrário ocorre em árvores mais velhas, onde é necessário maior rigidez para suportar o peso do caule e da copa (SOUZA et al. 2015).

Figura 19 - Variação radial do ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada para a espécie *Dipteryx odorata*.



Fonte: do autor (2019)

Na Tabela 3 encontram-se os valores para ângulos microfibrilares médios da base ao topo da madeira das árvores de cumaru. Os valores médios obtidos em relação ao ângulo nas posições 0, 25, 50 e 75% do tronco das árvores exprimem um comportamento semelhante, sendo que na posição 100% o AMF foi mais elevado, diferindo-se estatisticamente das posições 0 e 25%. Porém, foi igual a posição 75 e 50%.

Esses resultados estão em acordo com Evans et al. (2000) que relatam a diferença na variação de AMF dentro da árvore da base em direção ao topo. Tal comportamento é esperado já que o AMF tem função biomecânica no crescimento da árvore (DOWNES et al. 2003), onde na base o AMF é menor, pois esta parte da árvore suporta o peso da copa e do tronco. Também pode ser explicado pelas influências silviculturais e ambientais que podem ter ocorrido. Segundo Marcati (1992), numerosos fatores, tanto internos quanto externos à árvore, conduzem a variações quanto ao tamanho, forma, estrutura física e composição química dos elementos celulares.

Tabela 3 - Ângulo microfibrilar (AMF) para as cinco posições longitudinais de amostragem no tronco em árvores de *Dipeteryx odorata*

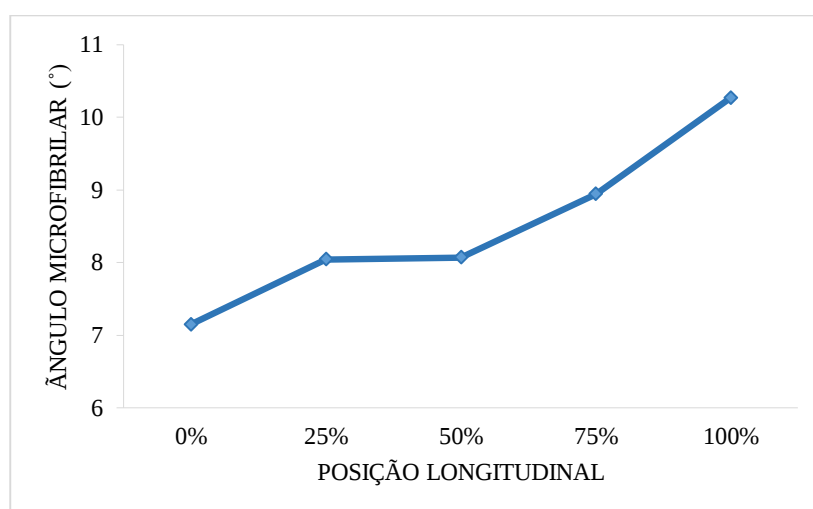
Posição longitudinal	AMF médio	Máximo	Mínimo	CV
0%	7,15 a1			
25%	8,04 a1			
50%	8,07 a1 a2	18	4	19,34
75%	8,94 a1 a2			
100%	10,27 a2			

CV = coeficiente de variação. Médias seguidas de mesma letra e número não diferem estatisticamente a 0,05% de significância.

Fonte: do autor (2019).

A Figura 19 mostra a variação do ângulo microfibrilar no sentido longitudinal na madeira cumaru, nota-se que o AMF apresentou tendência de aumento da posição 0% até 100% da altura.

Figura 20 - Variação do ângulo microfibrilar em função da posição de amostragem ao longo do tronco, medido por microscopia de luz polarizada para a espécie *Dipeteryx odorata*.



Fonte: do autor (2019)

A Tabela 4 resume os resultados obtidos por meio do teste de comparação de médias, a 5% de significância para os AMF estimados por difração de raios X e medidos por microscopia de luz polarizada.

O ângulo microfibrilar não diferiu estatisticamente quando estimado por difração de raios X em comparação com o AMF medido por microscopia de luz polarizada. Isso indica portanto, que a difração foi capaz de detectar variação nos ângulos microfibrilares das amostras de madeira. A difração de raios X para avaliar o AMF na madeira de *Dipteryx odorata* apresenta vantagem de ser mais rápida, além de ter precisão nas análises.

Um fator importante a ser considerado é que a madeira utilizada para medição do AMF_{MLP} e estimativa do AMF_{DRX} foi retirada do mesmo corpo de prova, evitando variações do AMF causadas por diferenças de lenhos.

Tabela 4 - Teste de Tukey, a 5% de significância, para o ângulo microfibrilar da madeira de *Dipteryx odorata* medido por microscopia de luz polarizada e estimado por difração de raios X.

Tratamentos	Médias	Resultado do teste
Difração de raios X	9,0	a1
Microscopia de luz polarizada	8,5	a1

Fonte: do autor (2019)

A análise de variância da regressão indicou a equação linear foi significativa, assim como a variável independente (DRX), apesar do ajuste ser pequeno, foi possível estimar o ângulo microfilar por microscopia de luz polarizada em função da difração de raios X

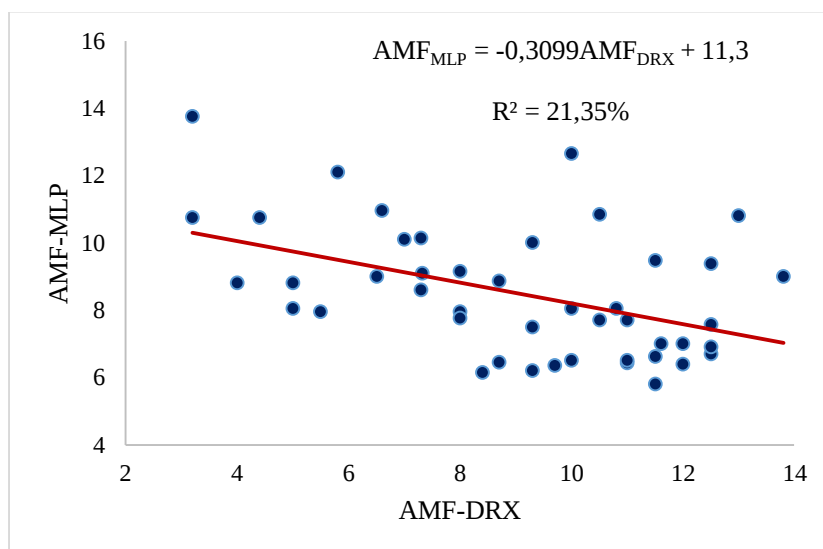
Tabela 5 análise de regressão do ângulo microfibrilar determinado por microscopia de luz polarizada (AMF_{mlp}) em função do ângulo microfibrilar estimado por difração de raios X (AMF_{drx})

Termo	Coefficiente	Valor-T	P	
Constante	11,3	13,16	0	
AMFdrx	-0,3099	-3,42	0,001	
Sumário do modelo				
S	R ²	R ² (aj.)	R ² (pred)	
1,69925	21,35%	19,50%	12,94	
Análise de variância				
Fonte	GL	QM (Aj.)	F	P
Regressão	1	33,706	11,67	0,001
AMFdrx	1	33,706	11,67	0,001
Erro	43	2,887		
Total	44			

Fonte: do autor (2019)

O coeficiente de determinação R² foi igual a 21,35% (Figura 21), o que significa que AMF_{MPL} depende 21% do AMF_{DRX}. A equação mostra um comportamento linearmente decrescente, ou seja, à medida que AMF_{drx} aumenta, o AMF_{mlp} diminui

Figura 21 - Relação entre o AMF estimado por difração de raios X, e o AMF medido por meio da microscopia de luz polarizada para a espécie *Dipteryx odorata*.



Fonte: do autor (2019)

6 CONCLUSÕES

. O ângulo microfibrilar da madeira estimado pelo método da difração de raios-X foi igual estatisticamente ao ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada.

. Foi possível estimar o ângulo microfibrilar por difração de raios X em função da microscopia de luz polarizada.

- Os ângulos microfibrilares foram mais elevados na madeira no ponto de saturação das fibras e menor na madeira a 12% de umidade, quando estimados por difração de raios X.

- O ângulo microfibrilar obtido por microscopia de luz polarizada aumentou da posição 0% até a posição 100% da altura comercial.

- O AMF amostrado no sentido medula casca do tronco pelo método de difração de raios X foi maior na posição intermediária e menor na posição externa.

7 REFERÊNCIAS

- ABE, K., YAMAMOTO, H. Mechanical interaction between cellulose microfibril and matrix substance in wood cell wall determined by X-ray diffraction. **Wood Sci.** V. 51: p. 334–338, 2005.
- ASSOCIAÇÃO TÉCNICA BRASILEIRA DE CELULOSE E PAPEL. Condicionamento de papel e papelão para ensaios. ABTCP - P4/94. São Paulo, p. 12, 1994.
- ANDRADE, A. A importância das florestas e vantagem dos produtos de madeira, In: **Guia básico para instalação de pisos de madeira.** – 2 ed. - Piracicaba: ANPM, 2015.
- ANDRADE, A.; JANKOWSKY, I. P.; DUCATTI, M. A. Grupamento de madeiras para secagem convencional. **Scientia Forestalis**, nº 59, p. 89-99, 2001.
- ANDRADE, A. Indicação de programas para a secagem convencional de madeiras. Dissertação, Piracicaba SP, 2000.
- ALTEYRAC, J. Variation of Microfibril Angle of *Pinus radiata* D. Don in Relation to Tree Spacing in Chilean Plantations. **Revista Árvore**, Vol..39(4), p.751-758, 2015.
- BAILLÈRES, H.; CHANSON, B.; FOURNIER, M.; TOLLIER, M. T.; MONTIES, B (1995) Structure, composition chimique et retraits 12 de maturation du bois chez les clones d' *Eucalyptus*. **Ann. Sci. For.** 52: 157-172, 1995.
- BERLYN, G. P.; MIKSCH, J. P. **Botanical microtechnique and cytochemistry.** Ames: Universidade Estadual de Iowa, 1976.
- BONARSKI, J.T., KIFETEW, G., OLEK, W. Effects of cell wall ultrastructure on the transverse shrinkage anisotropy of Scots pine wood. **Holzforschung.** 69:501–507, 2015.
- BOYD, J. D. Relationships between fibre morphology, growth strains and physical properties of wood. **Australian Forest Research.** Vol.10: p. 337-360, 1980.
- BURGER, L. M.; RICHTER, H. G. Estrutura anatômica da madeira. In: Anatomia da madeira. Nobel S. A. São Paulo, p. 53-94, 1991.
- BURDON, R.D.; KIBBLEWHITE, R.P.; WALKER, J.C.F.; MEGRAW, R.A.; EVANS, R.; COWN, D.J. Juvenile versus mature wood: a new concept, orthogonal to corewood versus outerwood, with special reference to *Pinus radiata* and *P. Taeda*. **Forest Science**, v.50, n.4, p.399-415, 2004.
- BRANDÃO, A.T.O. Determinação de metodologia para a indicação de programas de secagem de madeiras. **Dissertação** - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1989.
- BURK, D.H. & Z-H. YE. Alteration of oriented deposition of cellulose microfibrils by mutation of a katanin-like microtubule-severing protein. **The Plant Cell.** 14: 2145-2160. 2002.

CARVALHO, W. “Uma Visão Sobre a Estrutura e a Composição da Madeira.” **Janus**. p. 6 – 9, 2014.

CASTRO, E. M. R. de; SILVA, R. N. M. da. Setor madeireiro, dinâmica de atores e política florestal. In: VENTURIERI, A. **Zoneamento ecológico-econômico da área de influência da rodovia BR 163 (Cuiabá-Santarém) diagnóstico do meio socioeconômico, jurídico e arqueologia**. Belém: Embrapa Amazônia Oriental, Cap. 8. 2007.

CAVE, I. D. The anisotropic elasticity of the plant cell wall. **Wood Science and Technology**, New York, v. 2, n. 4, p. 268-278, 1968.

CAVE, I. D. Theory of X-ray measurement of microfibril angle in wood. **For. Prod. J.** v. 16, p.37–42. 1997.

CAVE, I. D; WALKER J. C. F. Rigidez de madeira em madeiras macias plantaçoão crescido-rápidas: A 1 influência do ângulo de microfibrilas. **Para. Prod. J.** Vol. 44. P. 43-48, 1994.

CALONEGO, F. W.; SEVERO, E. T. D.; ASSI, P. P. Mensuração do comprimento das fibras para a determinação da madeira juvenil em *Eucalyptus citriodora*. **Scientia forestalis**, 68, 113-121, 2005.

COWN, D. J., HEBERT, J.; BALL, J. Modelling *Pinus radiata* lumber characteristics. Part 1: Mechanical properties of small clears. **NZ J. For. Sci.** 29: 203-213, 1999.

D’ALMEIDA, M. L. O. Morfologia da célula vegetal. In: **Celulose e papel**. IPT, São Paulo, v. 1, p. 30-34, 1981.

DERESSE, T., R.K. SHEPARD, R. K.; SHALER, R. K. Microfibril angle variation in red pine (*Pinus resinosa* Ait.) and its relation to the strength and stiffness of early juvenile wood. **For. Prod. J.** 53: 34-40, 2003.

DONALDSON, L. Microfibril angle: measurement, variation and relationships - a review. **IAWA Journal**, Utrecht, Vol.29(4), 345-386, 2008.

DOWNES, G., R. EVANS, R. WIMMER, J. FRENCH, A. FARRINGTON & P. LOCK. Wood, pulp and handsheet relationships in plantation grown *Eucalyptus globulus*. **Appita J.** Vol. 56(3): p. 221-228, 2003.

ELEOTERIO, J. R.; SILVA, C. M. K. Comparação de programas de secagem para Cumaru (*Dipteryx odorata*), Jatobá (*Hymenaea* spp) e Muiracatiara (*Astronium lecointei*) obtidos por diferentes métodos. **Sci. For.**, Piracicaba, v. 40, n. 96, p. 537-545, 2012.

EVANS II, J.W.; SENFT, J.F.; GREEN, D.W. Juvenile wood effect in red alder: analysis of physical and mechanical data to delineate juvenile and mature wood zones. **Forest Products Journal**, Madison, 50, (7/8), 75-87, 2000.

Evans, R.; Stuart, S.A.; Van Der Touw, J. Microfibril angle scanning of increment cores by X-ray diffractometry. *Appita Journal* 49 (6):411, 1996.

FANG, S.; YANG, W.; F, X. Variation of Microfibril Angle and its Correlation to Wood Properties in Poplars. **Journal of Forestry**. Vol 15(4): 261-267, 2004.

FERREIRA, C. A.; RIBEIRO, A. O.; URBINATI, C. V.; MORI, F. A. Biometria das fibras e o ângulo microfibrilar em genótipos de eucalipto. **Scientia Agraria Paranaensis**, v. 17, n. 3, p. 352-358, 2018.

FILHO, T. F. Variação radial da densidade básica e da estrutura anatômica da madeira do *Eucalyptus saligna* e *E. grandis*. **IPEF** n.29, p.37-45, 1985.

FRANKLIN, G. L. Preparation of thin sections of synthetic resins and woodresin composites, and a new macerating method for wood. **Nature**, Londres, v.155, n. 3924, p. 51, 1945.

GALVÃO, A. P. M.; JANKOWSKY, I. P. **Secagem racional da madeira**. Editora NOBEL, São Paulo, 1985.

HARRIS, P. J. Primary and secondary plant cell walls: A comparative overview. **New Zealand Journal of Forestry Science**, Rotorua, v. 36, n. 1, p. 36-53, 2006.

HEIN, P. R. G.; CHAIX, G.; CLAIR, B.; BRANCHERIAU, L.; GRIL, J. Spatial variation of wood density, stiffness and microfibril angle along *Eucalyptus* trunks grown under contrasting growth conditions. **Trees**, published online: 18 november 2015.

HEIN, P. G. R.; SILVA, J. R. M.; BRANCHERIAL, L. Correlação entre ângulo de microfibrilha, densidade, módulo de elasticidade, módulo de ruptura e encolhimento em *Eucalyptus urophylla* de 6 anos × *E. grandis*. **Maderas, Cienc. Tecnol**, 15 (2),2013.

HEIN, PGR; BRANCHERIAU, L. Radial variation of microfibril angle and wood Density and their relationships in 14-year-old *Eucalyptus urophylla* s.t. blake wood. **BioResources**, v 6(3), p. 3352-3362, 2011.

HERMAN, M., P. DUTILLEUL & T. AVELLA-SHAW. Growth rate effects on intra-ring and inter-ring trajectories of microfibril angle in Norway spruce (*Picea abies*). *IAWA J.* 20: 3-21, 1999.

IBDF – Instituto Brasileiro de Desenvolvimento Florestal. Madeiras da Amazônia características e utilização. Brasília, Vol. 2, pg. 86,1988.

IPT – Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. **Informações sobre madeiras**. São Paulo, 1989.

ISHIMARU, Y., ARAI, K., MIZUTANI, M., OSHIMA, K., IIDA, I. Physical and mechanical properties of wood after moisture conditioning. *J. Wood Sci.* 47:185–191, 2001.

JANKOWSKY, I. P. Melhorando a eficiência dos secadores para madeira serrada. **IPEF**, circular técnica, nº 191, 2000.

KAMIYAMA, T., SUZUKI, H., SUGIYAMA, J. Studies of the structural change during deformation in cryptomeria japonica by time-resolved synchrotron small-angle X-ray scattering. **J. Struc. Biol.** 151:1–11, 2005.

KECKES, J., BURGERT, I., FRÜHMANN, K., MÜLLER, M., KÖLLN, K., HAMILTON, M., BURGHAMMER, M., ROTH, S.V., TSCHEGG, S.S., FRATZL, P. Cell-wall recovery after irreversible deformation of wood. **Nat. Mater.** 2:810–814, 2003.

KONNERTH, J.; GIERLINGER, N.; KECKES, J.; GINDL, W. Actual versus apparent within cell wall variability of nanoindentation results from wood cell walls related to cellulose microfibril angle. **J Mater Sci**, Vol.44:4399–4406, 2005.

KIMURA, S., W. LAOSINCHAI, T. ITOH, X. CUI, C.R. LINDER & R.M. BROWN. IMMUNOGOLD. labelling of rosette terminal cellulose-synthesizing complexes in the vascular plant *Vigna angularis*. **The Plant Cell**, 11: 2075-2085. 1999.

KIBBLEWHITE, R.P., EVANS, R.; GRACE, J. C.; RIDDELL, M. J. C. Fibre length, microfibril angle and wood colour variation and interrelationships for two radiata pine trees with mild and severe compression wood. **Appita J.** 58: 316-322, 2005.

LEPPÄNEN, K., BJURHAGER, I., PEURA, M., KALLONEN, A., SUURONEN, J.P., PENTTILÄ, P., LOVE, J., FAGERSTEDT, K., SERIMAA, R. X-ray scattering and microtomography study on the structural change of never-dried silver birch, European aspen and hybrid aspen during drying. **Holzforschung** V. 65: p. 865–873. 2011.

LI, H.G., HUANG, M. R.; RUAN, X. G. On variations within trees of microfibril angle in the S2 layer of the cell secondary wall of cottonwood. **J. Northwest For.** Col. 12: 61-65, 1997.

LIMA, J. T., BREESE, M. C., CAHALAN, C. M. Variation in microfibril angle in *Eucalyptus* clones. **Holzforschung**, 58: 160-166, 2004.

LIMA, J. T., RIBEIRO, A. O.; NARCISO, C. R. P. Microfibril angle of *Eucalyptus grandis* wood in relation to the cambial age. **Maderas. Ciencia y tecnología** v.16(4): p. 487 - 494, 2014.

LIMA, L. C. Variação do ângulo microfibrilar e do conteúdo de lignina na parede celular das fibras da madeira de clones de *Eucalyptus grandis* × *Eucalyptus urophylla*. Dissertação, UFLA, 2017.

LIMA, L. C.; SOUZA, M. T.; LIMA, J. T.; GOULART, S. L.; SILVA, T. A. Influência do ângulo microfibrilar sobre as propriedades físico-mecânicas da madeira de *Eucalyptus*. **II CBCTEM**, II Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia da Madeira Belo Horizonte - 20 a 22 set 2015.

LUBE, V.; Lazarescu, C.; Mansfield, S. D.; Avramidis, S. Wood microfibril angle variation after drying. **Holzforschung**, 2015.

MARCATI, C. R. **Estudo da anatomia e das propriedades tecnológicas da madeira do angicovermelho** (*Piptadenia peregrina* Benth). Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 1992.

MEDHURST, J.; DOWNES, G.; OTTENSCHLAEGER, M.; HARWOOD, C.; EVANS, R.; BEADLE, C. Intra-specific competition and the radial development of wood density, microfibril angle and modulus of elasticity in plantation-grown *Eucalyptus nitens*. **Trees**, Vol. 26:1771–1780, 2012.

MÜLLER, M.; CZIHAK, C.; VOGL, G.; FRATZL, P.; SCHÖBER, H.; RIEKEL, C. Direct observation of microfibril arrangement in a single native cellulose fibre by microbeam small-angle x-ray scattering. **Macromolecules**, Easton, v. 31, n 12, p. 3953-3957, 1998.

Myszewski, J.H., F.E. Bridgwater, W.J. Lowe, T.D. Byram & R.A. Megraw. 2004. Genetic variation in the microfibril angle of loblolly pine from two test sites. **Southern J. Appl. For.** 28: 196-204.

NISHIMURA H, OKANO T, ASANO I Fine structure of wood cell walls 1. Structural features of noncrystalline substances in wood cell walls. **Mokuzai Gakkaishi**, vol. 27: p. 611–617, 1981.

PAPADOPOULOS, A. N. An investigation of the cell wall ultrastructure of the sapwood of ten Greek wood species by means of chemical modification. **Holz als Roh- und Werkstoff**. Vol. 63: 437–441, 2005.

PRESTON, R. D. **The physical biology of plant cell walls**. Londres: Champman e Hall, 491 p. 1974.

RAVEN, P. H.; EVERT, R. F.; EICHHORN, S. E. *Biologia vegetal*. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, p. 728, 1996.

RUDMAN, P. The influence of genotype and environment on wood: properties of juvenile eucalyptus camaldulensis. **Silvae Genetica**, Frankfurt, v. 19, n. 2/3, p. 49-54, 1970.

RAYIRATH, P.; AVRAMIDIS, S.; MANSFIELD S. D. The Effect of Wood Drying on Crystallinity and Microfibril Angle in Black Spruce (*Picea mariana*). **Journal of Wood Chemistry and Technology**, v. 28: p.167-179, 2008.

REIS, P. C. M. Análise estrutural e propriedades tecnológicas da madeira de espécies da Amazônia. **Tese**, Viçosa – MG, 2017.

RIBEIRO, A. O.; MORI, F. A.; MENDES, L. M. Características das dimensões das fibras e análise do ângulo microfibrilar de *Toona ciliata* cultivada em diferentes localidades. **Floresta**, V. 41, n. 1, p. 47-56, 2011.

SANTOS, J. A. A secagem e as relações de água com a madeira. Encontro sobre madeira e suas aplicações nobres. Lisboa, 2005.

SANTANA, A. C.; SANTOS, M. A. S.; OLIVEIRA, C. M. Preço da madeira em pé, valor econômico e mercado de madeira nos contratos de Transição do estado do Pará. **Relatório de pesquisa**, Belém – PA, 2010.

SECRETARIA DE MEIO AMBIENTE E SUSTENTABILIDADE (SEMAS-PA). **Comercialização total por destino das vendas: 2015**. Disponível em: <<http://monitoramento.sema.pa.gov.br/sisflora/index.php/relatorios>>. Acesso em: 16/05/2019.

SISFLORA. Sistema de Comercialização e Transporte de Produtos Florestais do Pará. **Comercialização de madeira no estado do Pará no período de 2006 a 2016**. Disponível em: <https://monitoramento.semas.pa.gov.br/sisflora/relatorios.html>.

SILVA, C. J.; OLIVEIRA, J. T. S. Avaliação das propriedades higroscópicas da madeira de *Eucalyptus saligna* Sm., em diferentes condições de umidade relativa do ar. **R. Árvore**, Viçosa-MG, v.27, n.2, p.233-239, 2003.

SNIF – Sistema Nacional de Informações Florestais. **Exportação - Produtos Florestais Madeireiros (PFM)**. SFB – SERVIÇO FLORESTAL BRASILEIRO, 2019.

SKAAR, C. **Wood–water relations**. Springer, Berlin, p 128,1988.

SOUZA, M. T.; NOBRE, J. R. C.; GOULART, S. L.; MIRMEHDI. S.; LIMA, J. T.; REIS, A. H. **Ângulo microfibrilar e contrações das madeiras *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus urophylla***. II Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia da Madeira, Belo Horizonte 20 a 22 de set-2015

SOUZA, N. C. M. Estudo do ângulo microfibrilar da madeira de *Eucalyptus grandis*, úmida e seca, por microscopia de Luz Polarizada e estimada por Difração de raios X. Dissertação, UFLA, 2017.

STUART, S-A. & R. EVANS. X-ray diffraction estimation of the microfibril angle variation in eucalypt wood. **Appita J.** 48: 197-200, 1995.

TABET, TA, AZIS FA. Cellulose Microfibril Angle in Wood and Its Dynamic Mechanical Significance. **Open science**, Intech 2013.

TAMER, A. T.; AZIS, F. A. Cellulose Microfibril Angle in Wood and Its Dynamic Mechanical Significance. **Open science**, Intech 2013.

TAKAHISA, N.; HIROYUKI, Y.; TETSUYA, N.; MASATOSHI, H. Mechanical behavior of the crystal lattice of natural cellulose in wood under repeated uniaxial tension stress in the fiber direction. **Wood Sci Technol**, Vol. 40:683–695 2006.

TIENNE, D. L. C.; OLIVEIRA, J. N.; PALERMO, G. P.M.; SOUSA, J. S.; LATORRACA, J. V. F. Influência do espaçamento no ângulo das microfibrilas e

comprimento de fibras de clone de eucalipto. **Revista Forestal Latinoamericana**, 24(1):67-83, 2009.

VERÍSSIMO, A.; PEREIRA, DENYS. Diagnóstico da produção florestal na Amazônia. In: **Produção na Amazônia Florestal: características, desafios e oportunidades**. Parc. Estrat. • Brasília-DF, v. 19, n. 38, p. 13-44, 2014.

WANG, M.; STEWART, J. D. Determining the transition from juvenile to mature wood microfibril angle in lodgepole pine: a comparison of six different two-segment models. **Annals of Forest Science**, Vol.69:927–937, 2012.

YAMAMOTO, H.; OKUYAMA, T.; YOSHIDA, M. Method of determining the mean microfibril angle of wood over a wide range by the improved Cave's method. **Mokusai Gakkaishi**, Nagoya, v. 39, n. 4, p.375-381, abr., 1993.

YAMAMOTO, H., RUELE, J., ARAKAWA, Y., YOSHIDA, M., CLAIR, B., GRIL, J. Origin of the characteristics hygro-mechanical properties of the gelatinous layer in tension wood from Kunugi oak (*Quercus acutissima*). **Wood Sci. Technol.** 44:149–163, 2010

ZABLER, S., PARIS, O., BURGERT, I., FRATZL, P. Moisture changes in the plant cell wall force cellulose crystallites to deform. **Struct. Biol.** V. 171:p. 133–141, 2010.

8 APÊNDICE

Tabela com valores de T utilizados para o cálculo do ângulo microfibrilar estimado por difração de raios X.

Ponto Inflexão Direito	Ponto de inflexão esquerdo	2T	Valor de T
90,45	118	27,6	13,8
84,007	110	26,0	13,0
77,08	104	26,9	13,5
74	104	30	15,0
78	111	33	16,5
68	105	37	18,5
72	106	34	17,0
72	102	30	15,0
73	102	29	14,5
82	107	25	12,5
67	107	40	20,0
84	112	28	14,0
81	107	26	13,0
74	106	32	16,0
73	106	33	16,5
62,5	92,5	30	15,0
76	102,3	26,3	13,2
79	104	25	12,5
69	113	44	22,0
73	107	34	17,0
72,5	104	31,5	15,8
80	117	37	18,5
67	103	36	18,0
66	102	36	18,0
87	116	29	14,5
70	97	27	13,5
72,5	107	34,5	17,3
72	103	31	15,5
76	107	31	15,5
80	117	37	18,5
72	109	37	18,5
75	114	39	19,5
77	109	32	16,0
68	107	39	19,5
70	112	42	21,0
71	110	39	19,5
79	114	35	17,5
77	108	31	15,5
77	112,5	35,5	17,8
75	105	30	15,0
82	115	33	16,5
69	107	38	19,0
75	112	37	18,5

81	116	35	17,5
78	112	34	17,0
66	105	39	19,5
79	117	38	19,0
82	116	34	17,0
78	114	36	18,0
82,5	116	33,5	16,8

Gráfico da variação longitudinal do ângulo microfibrilar estimado por difração de raios X para a espécie *Dipteryx odorata*.

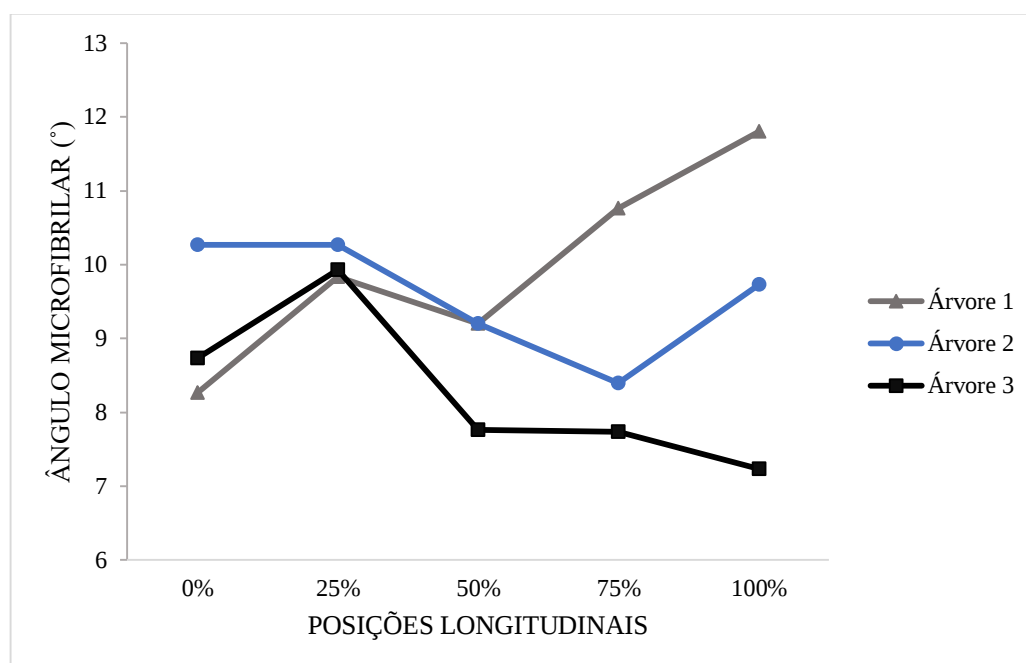


Gráfico da variação radial do ângulo microfibrilar estimado por difração de raios X para a espécie *Dipteryx odorata*.

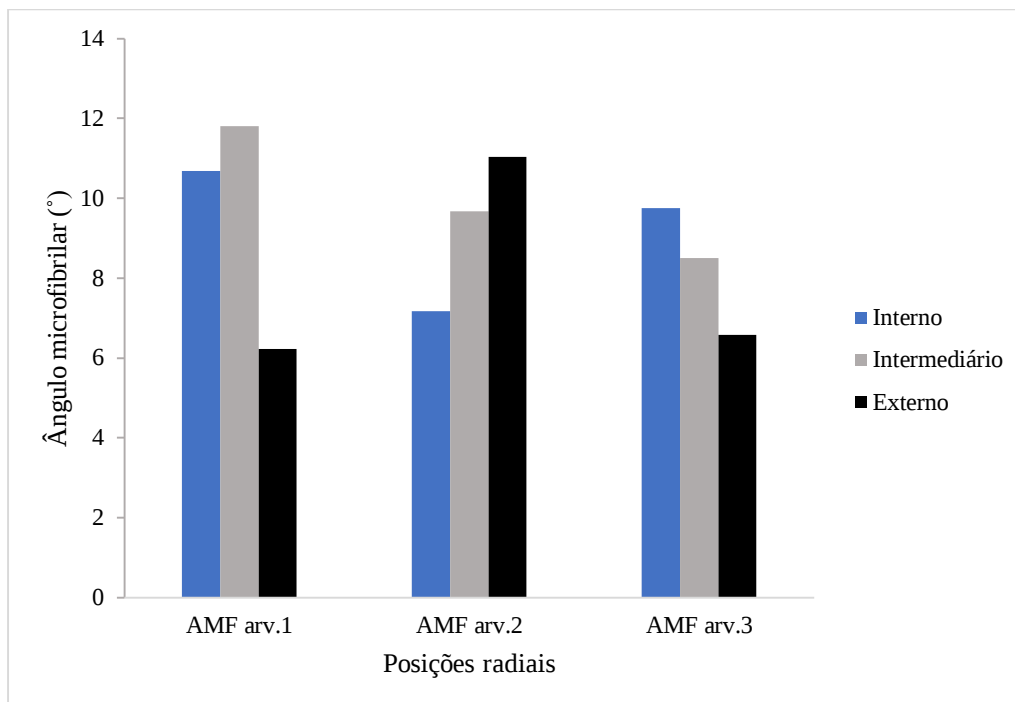


Gráfico da variação longitudinal do ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada para a espécie *Dipteryx odorata*.

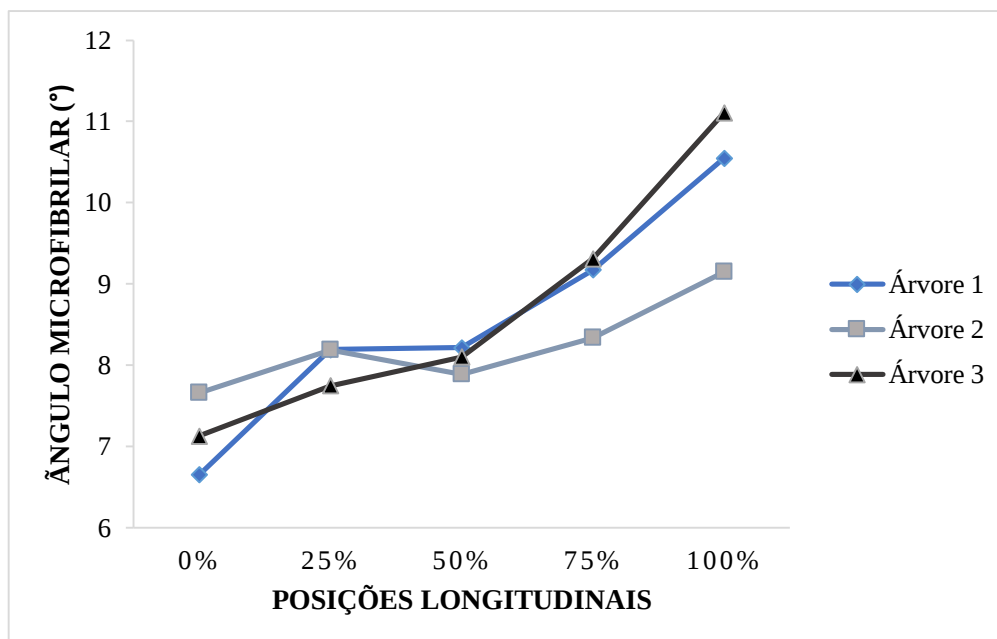
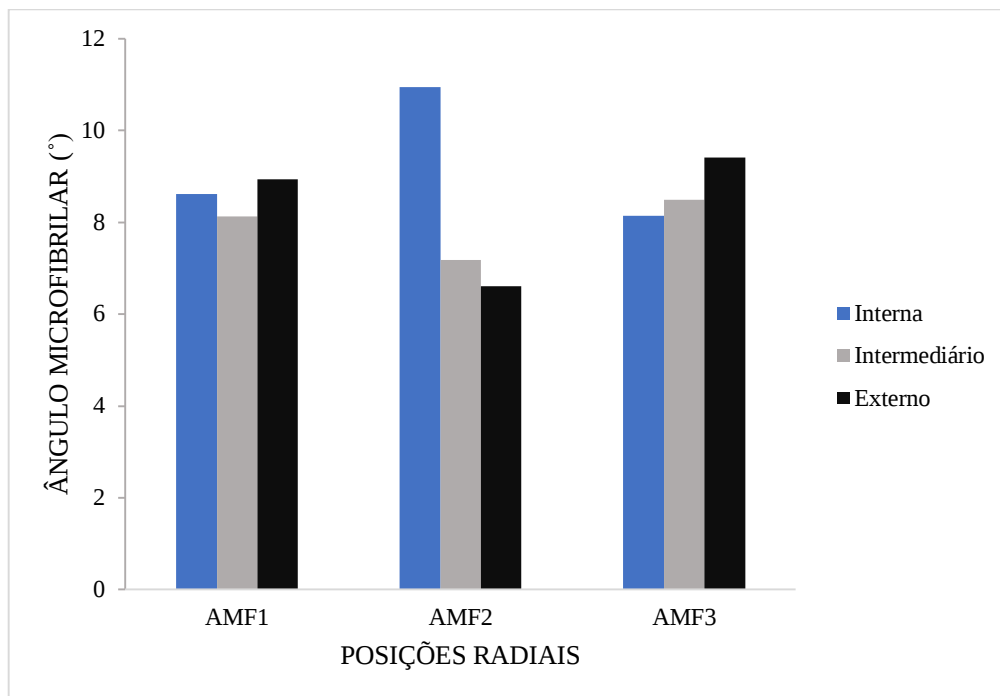


Gráfico da variação radial do ângulo microfibrilar medido por microscopia de luz polarizada para a espécie *Dipteryx odorata*.



Estatística descritiva para o AMF medido por microscopia de luz polarizada.

Variável analisada AMF_MICROSCOPIA DE LUZ POLARIZADA

Estatísticas descritivas básicas

n:	45
média aritmética amostral:	8.4955555555556
média harmônica amostral:	8.120627720441
média geométrica amostral:	8.301643245203
variância:	3.588175252525
desvio padrão:	1.894247938504
desvio padrão não viesado:	1.905040413681
coeficiente de variação(em %):	22.296928389397
erro padrão da média:	0.282377810449
soma total:	382.300000000000
soma de quadrados não corrig.:	3405.730600000000
soma de quadrados corrigida:	157.879711111111
amplitude total (A ou R):	7.940000000000
mínimo:	5.810000000000
máximo:	13.750000000000

amplitude estudentizada (W): 4.191637133982

Obs. O Desvio padrão não viesado é obtido por: $S_c = Q * S$, em que Q é dado

por: $Q = [(n-1)/2]^{0.5} * G[(n-1)/2] / G[n/2] * S$; sendo G(a) a função gama do argumento a!

Estatísticas da natureza da distribuição

Coef. de Assimetria - Estimador beta:	0.735087631285
Coef. de Assimetria - Estimador gama:	0.760682201724
Coef. de curtose - Estimador beta:	2.993102283108
Coef. de curtose - Estimador gama:	0.138449070327
Momento de ordem 3 centrado na média:	4.940485926487
Momento de ordem 4 centrado na média:	37.679836883028

Nota: Os estimadores beta de assimetria e curtose têm como referências os valores 0 (para o coef. de assimetria) e 3 para o de curtose! Já os estimadores gama têm como referência o valor 0 (zero)! Os momentos foram divididos por (n-1) e não por n!

Teste de normalidade

Shapiro-Wilk: W = 0.939220568613 pr<W = 0.020135194490
Kolmogorov-Smirnov: D = 0.126312406679 pr<D = 0.443476050737

Obs. O teste de Kolmogorov-Smirnov deve ser visto com reserva para pequenos tamanhos de amostras - uma vez que a média e a variância foram estimadas dos dados!

Estatística descritiva para o AMF estimado por difração de raios X.

Variável analisada AMF_DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Estatísticas descritivas básicas

```

-----
-----
n: 45
média aritmética amostral: 9.04933333333333
média harmônica amostral: 7.889421988390
média geométrica amostral: 8.523330884617
variância: 7.977792727273
desvio padrão: 2.824498668308
desvio padrão não viesado: 2.840591245814
coeficiente de variação(em %): 31.212229279960
erro padrão da média: 0.421051401646
soma total: 407.220000000000
soma de quadrados não corrig.: 4036.092400000000
soma de quadrados corrigida: 351.022880000000
amplitude total (A ou R): 10.600000000000
mínimo: 3.200000000000
máximo: 13.800000000000
amplitude estudantizada (W): 3.752878384733
-----
-----

```

Obs. O Desvio padrão não viesado é obtido por: $S_c = Q * S$, em que Q é dado por: $Q = [(n-1)/2]^{0.5} * G[(n-1)/2]/G[n/2] * S$; sendo G(a) a função gama do argumento a!

Estatísticas da natureza da distribuição

```

-----
-----
Coef. de Assimetria - Estimador beta: -0.427278269486
Coef. de Assimetria - Estimador gama: -0.442155412427
Coef. de curtose - Estimador beta: 2.220625429298
Coef. de curtose - Estimador gama: -0.727272497841
Momento de ordem 3 centrado na média: -9.520395936970
Momento de ordem 4 centrado na média: 138.191384762705
-----
-----

```

Nota: Os estimadores beta de assimetria e curtose têm como referências os valores 0 (para o coef. de assimetria) e 3 para o de curtose! Já os estimadores gama têm como referência o valor 0 (zero)! Os momentos foram divididos por (n-1) e não por n!

Teste de normalidade

```

-----
-----
Shapiro-Wilk: W = 0.957288815597 pr<W = 0.096240026295
Kolmogorov-Smirnov: D = 0.098449486039 pr<D =

```

0.754213081706

Obs. O teste de Kolmogorov-Smirnov deve ser visto com reserva para pequenos tamanhos de amostras - uma vez que a média e a variância foram estimadas dos dados!

Análise de variância e teste de comparação de médias para os métodos utilizados.

Variável analisada: AMF

Opção de transformação: Variável sem transformação (Y)

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
M_TODO	1	6.900071	6.900071	1.193	0.2777
Erro	88	508.902591	5.782984		
Total corrigido	89	515.802662			
CV (%) =	27.41				
Média geral:	8.7724444	Número de observações:		90	

Teste Tukey para a FV M_TODO

DMS: 1,0075020849975 NMS: 0,05

Média harmonica do número de repetições (r): 45
 Erro padrão: 0,358483968025194

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
-------------	--------	---------------------

2	8.495556	a1
1	9.049333	a1

