

## USO DE LA DENSITOMETRÍA DE RAYOS X y DE LA ESPECTROSCOPIA EN EL INFRARROJO CERCANO PARA PREDECIR LAS PROPIEDADES TECNOLÓGICAS DE LA MADERA EN ESPECIES FORESTALES

Luis Enrique Campos Zumaeta<sup>1,2</sup>, Mario Tomazello Filho<sup>2</sup>, Livia Cassia Viana<sup>3</sup>, Dennis del Castillo<sup>1</sup>, Federico Yopez Alza<sup>1</sup>, Gustavo Torres<sup>1</sup>.

### I. INTRODUCCIÓN

Una creciente búsqueda por una mejor utilización de los bosques tropicales, así como la valoración de los productos maderables implica el uso de maderas con buena calidad. En estas últimas décadas se han desarrollado nuevas metodologías para analizar la madera como la Densitometría de Rayos X (DRX) y la Espectroscopia en el Infrarrojo Cercano (NIR) que determinan densidad así como para predecir sus propiedades tecnológicas. Las informaciones generadas por ambas metodologías son de vital importancia porque además de ser técnicas no destructivas permiten contribuir decisivamente en la generación de beneficios socio – económicos y ambientales, así como el carácter de sostenibilidad para el emprendimiento de una solida base forestal.

### II. REVISIÓN DE LITERATURA

Entre las diversas propiedades físicas de la madera, la densidad es una de las más importantes, porque afecta todas las características fundamentales para la producción y utilización de los productos forestales (Shimoyama, 1990). La densidad varía de acuerdo con la altura a lo largo del tronco, con la edad fisiológica del cambium y la distancia medula-cambio.

La búsqueda por nuevas alternativas, para una rápida, simple y confiable caracterización, se destacan las evaluaciones no destructivas de la madera; así (NIR) surge como una metodología capaz de predecir propiedades químicas (Meder et al.; 1999), mecánicas (Kelley et al.; 2004),

físicas (Schimleck et al., 1999) y anatómicas de la madera (Schimleck & Evans 2004).

La espectroscopia de NIR estudia la interacción de la radiación electromagnética en la faja del infrarrojo cercano con la materia. El método consiste en la exposición de las muestras de la madera a la radiación en la región del largo de las ondas que varían de 750 a 2500 nm y en la consecuente generación de espectros. Los espectros son entonces correlacionados con los resultados de análisis del laboratorio, originando un modelo estadístico para explicar y correlacionar a la mayoría de las informaciones contenidas en los mismos (Williams & Norris, 2001).

(Vetter & Botosso 1989; Amaral 1994; Worbes et al., 1995; Gourlay 1995; Moya 2005; Tomazello Filho, 2006) destacan que un creciente interés de la dendrocronología en los trópicos así como una mayor aplicación en la auto ecología de la especie desarrollándose en diversos ecosistemas, mediante la construcción del perfil radial de la densidad por densitometría de rayos X existente a lo largo de la muestra de madera hace más evidente que en algunos casos, posibilite la definición de los periodos de crecimiento.

La utilización de la técnica de DRX en maderas fue propuesta por Lenz (1957) y desarrollada por Polge (1963). La técnica consiste en adquirir respuestas para la irradiación transmitida a través de una muestra de madera (Siqueira, 2004). Es una de las técnicas más avanzadas para medir las variaciones de densidad, confirmando alta precisión en

1 Instituto de Investigaciones de la Amazonia Peruana –Programa de Ecosistemas Terrestres

2 Laboratorio de Anatomía, Identificación de Maderas y Densitometría de Rayos X. USP - ESALQ

3 Laboratorio de Anatomía, Identificación de Maderas y Espectroscopia en el Infrarrojo Cercano. UFPR

los resultados por posibilitar la detección de las variaciones e intervalos de 10 micrómetros (Tomazello et al., 2008).

La aplicación de estas técnicas demuestra potencial como herramientas para analizar la calidad en la madera, así como para demarcar el límite de los anillos de crecimiento en los árboles tropicales, para estudios de dendrocronología

### III. MATERIALES Y MÉTODOS

#### 3.1 Variación radial de la densidad del leño en árboles de *Cedrelinga cateniformis* por densitometría de rayos X. (Tomazello et al., 2008)

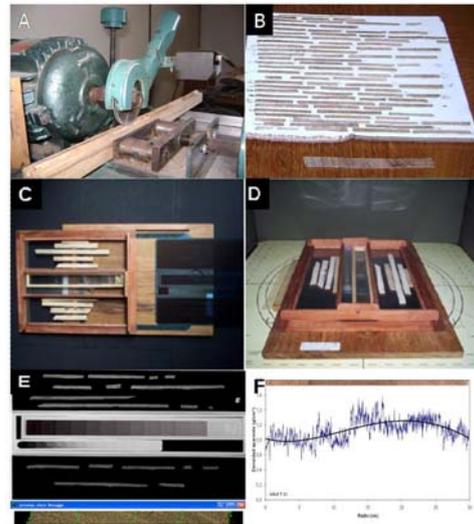
##### 3.1.1 Preparación de las muestras de leño

Las muestras radiales de leño en árboles de *C. cateniformis* del bosque y de la plantación 401-74 colectadas en el Centro de Investigaciones Jenaro Herrera (C.I.J.H.), Perú, fueron coladas en soporte de maderas y cortadas en la sección transversal (2,0 mm de espesor) con una dupla sierra circular paralela (Figura 1A). Las secciones transversales del leño (Figura 1B) fueron acondicionadas en cámaras climatizadas a 20 °C, con 50% UR, hasta conseguir el 12% de humedad.

##### 3.1.2. Obtención de los filmes radiográficos

Las secciones transversales del leño y la cuña de calibración de acetato de celulosa (densidad: 1,48 g/cm<sup>3</sup>) fueron dispuestas sobre un soporte con filme de rayos X (Kodak, Diagnostic Film T-Mat, 240x180 mm) (Figura 1 C, D), en condiciones de cámara oscura. En seguida, las muestras de leño y la cuña de calibración de acetato de celulosa, fueron transferidas para el equipamiento de rayo X (Hewlett Packard, Faxitron 43805 N; 1,20 m distancia de la fuente

de rayos-X-filme) y radiografiadas (5 minutos de exposición, 16 Kv de tensión acelerados en el tubo, 3 mA de corriente de calentamiento de cátodo). Los filmes radiográficos de las muestras de madera y la cuña de calibración fueron revelados en un aparato de Macrotec MX-2 (Amaral & Tomazello Filho, 1997, 1998).



**Figura 1** Metodología de rayos X y obtención de los perfiles radiales de densidad en el leño de *Cedrelinga cateniformis*. A- Corte de las muestras de leño en el equipamiento de dupla sierra. B- Sección transversal de las muestras de leño. C- Soporte de las muestras de leño y de la cuña de calibración sobre los filmes radiográficos. D- cámara de irradiación de las muestras de leño en el equipo de rayos X. E-Imagen radiográfica de las muestras de leño y de la cuña de calibración, análisis en los programas CRAD y CERD. F-Perfil radial de densidad aparente en las muestras de leño de *Cedrelinga. cateniformis*.

##### 3.1.3 Análisis de los filmes radiográficos

Los filmes radiográficos de las muestras de leño fueron digitalizados en escáner (Hewlett Packard ScanJet 6100C/T) con resolución de 1000 dpi (pixel por pulgadas) en escala gris de 256 grados.

En la imagen digitalizada fueron realizadas comparaciones con una escala gris de las muestras de madera con un testigo de curva padrón (valores conocidos de densidad: 1,48 g/cm<sup>3</sup>), siendo determinados los valores conocidos de densidad y convertidos

para un archivo tipo DEN, a través del software CRAD, así mismo el archivo DEN fue leído con auxilio del software CERD (Figura 1E) considerando 500 x 10 (largura x ancho) determinándose la densidad para los segmentos de 25 % de largo de las muestras de leño

### 3.2 Uso de la espectroscopia en el infrarrojo cercano para predecir la densidad básica de la madera en *Eucalyptus*

Fueron utilizados seis clones de *Eucalyptus* pertenecientes a la empresa Cenibra, provenientes de plantaciones comerciales con 3 años de edad, plantados en las localidades de Cocais, Guanhões, Rio Doce-Ipaba y Santa Bárbara en el estado de Minas Gerais, Brasil. En total, fueron colectados 120 individuos, siendo 30 árboles (muestra) por local.

#### 3.2.1 Determinación de la densidad básica de la madera

Para determinar la densidad básica media de la madera en los árboles de *Eucalyptus* fueron retiradas trozas de 1 m de largo a 0, 25, 50, 75 y 100% de altura comercial (diámetro mínimo de 7 cm) del tronco. Las trozas fueron transformadas en astillas. La determinación de la densidad siguió los procedimientos de la norma TAPPI 258 om-94

#### 3.2.2 Adquisición espectral

La madera utilizada para la adquisición de los espectros en el infrarrojo cercano fue obtenida a partir de humedecer las astillas en “moinho martelo”, representando la muestra compuesta formada por la mezcla de todos los puntos del muestreo longitudinal. La adquisición fue realizada en modo de reflexión difusa en la región de 750 a 2.500 nm con una resolución espectral

de 2 nm, en el espectrómetro Bruker (Figura 2) asociado al programa *OPUS* versión 4.2

Las muestras fueron previamente acondicionadas en la sala climatizando a temperatura media de 20°C y humedad relativa al aire en torno de 65% para la estandarización de las lecturas en la misma temperatura y humedad.



Figura 2 Espectrómetro NIR Bruker

#### 3.2.3 Calibración, validación y selección de los modelos

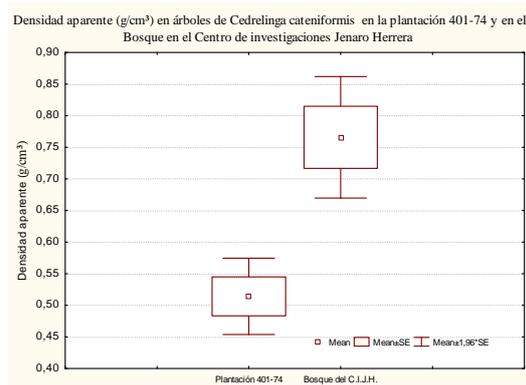
Para establecer la relación entre las informaciones espectrales y las propiedades de la madera investigadas, fue usada la regresión de los mínimos cuadrados parciales (*PLS regresión*) en el programa *The Unscrambler*® versión 9.1.

Los modelos fueron ajustados con un máximo de 12 variables latentes (VL). Las calibraciones fueron realizadas a partir de los espectros originales y de los espectros tratados matemáticamente por el método de la primera derivada “*Savitzky-Golay*” (Savitzky e Golay, 1964). Las muestras clasificadas como *outliers* fueron excluidas de las calibraciones de los modelos. Para validar los modelos de calibración fue adoptado el modelo de la validación cruzada completa (*full cross-validation*).

Para seleccionar los modelos predictivos fueron usados los siguientes criterios: coeficiente de correlación en la validación cruzada (Rcv); error padrón de la validación cruzada (SECV); número de factores PLS utilizados en la calibración y la relación del desempeño de desvío (RPD). De acuerdo con Schimleck *et al.* (2003), calibraciones con la relación de desempeño de desvío (RPD) igual o superior a 1,5 son suficientes para lecturas iniciales con el objetivo seleccionar árboles jóvenes con potencial para a ser seleccionados.

#### IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Los valores de densidad aparente media, mínima y máxima del leño de los árboles de *C. cateniformis* en el bosque del C.I.J.H. fueron de 0,70; 0,32; 1,12 g/cm<sup>3</sup> y para la plantación 401-74 fueron de 0,58, 0,30 y 0,89 g/cm<sup>3</sup>, las diferencias de densidad media en el leño en los árboles de *C. cateniformis* entre la plantación 401-74 y el bosque del C.I.J.H. se deben probablemente a la diferencia de edades (Figura 3). Estas diferencias mostraron ser significativas ( $p < 0,005$ ).

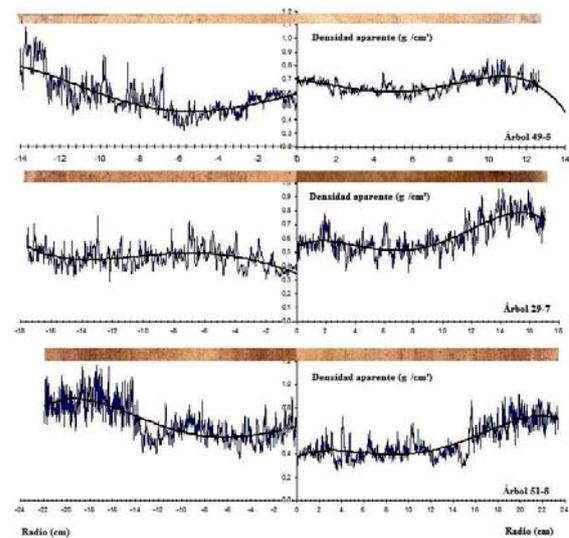


**Figura 3** Medias en la densidad aparente del leño en árboles de *C. cateniformis*

Los árboles de *C. cateniformis* procedentes de la plantación 401-74 mostraron diferencias en el perfil densitométrico entre árboles, teniendo una diferencia entre el perfil radial

densitométrico obtenido del borde de la plantación, en comparación con los árboles del centro y entre el centro-borde de la plantación. Asimismo los perfiles radiales de densidad en árboles de *C. cateniformis* del bosque del C.I.J.H. no mostraron una tendencia común.

El análisis de las densidades medias de cada sitio mostro una diferencia significativa, pudiéndose observar una mayor densidad en árboles del bosque que de la plantación, pudiéndose deber a condiciones de competición, así como en el crecimiento de los árboles analizados, en general, para la mayoría de las especies forestales ocurre un aumento entre la densidad media de la madera con la edad de los árboles (Zobel & Van Buitenen, 1988) y principalmente durante la formación de madera juvenil (Zobel 1984) siendo esta tendencia también detectada en los árboles del bosque en el C.I.J.H (Figura 4).



**Figura 4** Perfil radial de densidad aparente del leño de árboles de *C. cateniformis*, con tendencia de crecimiento y diferenciación de duramen y albura.

Las calibraciones NIRS para estimar la densidad básica de la madera de *Eucalyptus*, para las cuatro regionales se encontraron en el Cuadro N° 1

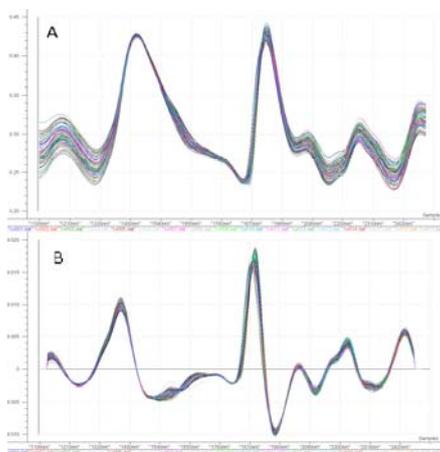
**Cuadro N° 1** Calibraciones NIRS para la densidad básica media (DBM) de la madera por regional.

Regional	Filtro	Rcv	Fat	SECV	Out	RPD
Cocais	osd	0,89	8	0,013	1	2,2
Guanhães	osd	0,85	9	0,018	0	1,8
Rio Doce	1 d	0,86	8	0,013	2	2,1
Sta. Bárbara	1 d	0,91	4	0,013	1	2,6

Nota: Espectros originales; 1d: primera derivada; Rcv: coeficiente de correlación de la validación cruzada; Fat: número de factores PLS utilizados en la calibración; SECV: error padrón de la validación cruzada ( $\text{g/cm}^3$ ); RPD: relación de desempeño do desvío.

Las calibraciones para estimar la densidad básica media de la madera presentan coeficientes de correlación en la validación cruzada entre 0,85 y 0,91; teniendo la localidad de Santa Bárbara la que presenta mayores valores de Rcv (0,91) y RPD (2,6) y un desvío padrón de validación cruzada ( $0,013 \text{ g/cm}^3$ ). Para calibrar este modelo los datos fueron tratados matemáticamente con la primera derivada, fueron utilizados cuatro factores PLS y descartada una muestra clasificada como *outlier*.

La Figura 5 Muestra espectros originales (5A) y tratados matemáticamente con pre-tratamiento de la primera derivada (5B).



**Figura 5** Espectros NIR de la madera de *Eucalyptus*

Schimleck et al. (1999) uso la regresión PLS para estimar la densidad básica de

los árboles de *Eucalyptus globulus* con 8 años de edad y encontraron modelos con coeficientes de correlación en la calibración (R) entre 0,62 e 0,80. El error padrón de la calibración (SEC) y error padrón de validación (SEP) vario entre 27 e 33  $\text{Kg/m}^3$ .

Cogdill et al. (2004) también utilizaron la técnica NIRS para predecir la densidad básica de la madera de *Pinus taeda*. Estos autores obtuvieron calibraciones con coeficientes de correlación (R) variando de 0,90 a 0,91 y desvíos padrones de validación cruzada variando de 0,038 a 0,041  $\text{g/cm}^3$ , usando de seis factores PLS en los modelos.

## V. CONCLUSIONES

La técnica NIRS y DRX demostraron ser eficiente para la predicción de la densidad de la madera en clones de *Eucalyptus* y en árboles de *C. cateniformis* respectivamente. Las calibraciones desarrolladas en el NIR permitieron estimar las propiedades de los árboles en las diferentes regiones presentando resultados satisfactorios considerándose la facilidad y rapidez del análisis por espectroscopia en el infrarrojo cercano, asimismo la DRX posibilito determinar si existían diferencias significativas entre las densidades aparente media del leño de esta manera ambas técnicas presentan tener características confiables para determinar las propiedades tecnológicas de las en especies forestales.

## VI. BIBLIOGRAFIA

- AMARAL, A. C. B. 1994. Implantação da metodologia de densitometria de raios X em madeira. Piracicaba, 109 p.
- AMARAL, A.C.B.; TOMAZELLO FILHO, M. 1997. Avaliação das características dos anéis decrescimento de *Pinus taeda*, através da microdensitometria de raios X. In: MEETING ON NUCLEAR APPLICATIONS, 4, Poços de Calda. Programas e resumos... São Paulo: SBF. p. 202.
- AMARAL, A.; TOMAZELLO, M. 1998. Avaliação das características dos anéis de crescimento de *Pinus taeda* através de microdensitometria de raios X. Revista Ciência e Tecnologia, v.11/12, n.6, p.17-23.
- COGDILL, R.P.; SCHIMLECK, L.R.; JONES, P.D.; PETER, G.F.; DANIELS, R.F.; CLARK, A. 2004. Estimation of the physical wood properties of *Pinus taeda* L. radial strips using least square support vector machines. Journal of Near Infrared Spectroscopy, Sussex, v.12, p.263-269.
- GOURLAY, I. 1995. Growth rings characteristics of some African Acacia species. Journal of Tropical Ecology, v.11, n.1, p.121-140.
- KELLEY, S.S.; RIALS, T.G.; GROOM, L.R.; SO, C.L. 2004. Use of near infrared Spectroscopy to predict the mechanical properties of six softwoods. Holzforschung, Berlim, v.58, p.252-260.
- LENZ, O. 1957. The use of radiography in the examination of annual rings. Forest Research Inst, Swiss, v.33, n.5.
- MEDER, R.; GALLAGHER, S.; MACKIE, K.L.; BÖHLER, H.; MEGLLEN, R.R. 1999. Rapid determination of the chemical composition and density of *Pinus radiata* by PLS modelling of transmission and diffuse reflectance FTIR Spectra. Holzforschung, Berlin, v.53, p.261-266.
- MOYA, R. 2005. Variação Da Anatomia e Da Densidade Básica da Madeira de *Gmelina Arborea* (Roxb.), em Diferentes Condições de Clima e de Manejo na Costa Rica. ESALQ – USP. Piracicaba / 201 p.
- POLGE, H. 1963. Densitometric analysis of radiographs. Ann. Ecole Nat. Elaux et Forets, vol.20, n.4.
- SAVITZKY, A.; GOLAY, M.J.E. 1964. Smoothing and differentiation of data by simplified least-squares procedures. Analytical Chemistry, Washington, v.36, n.8, p.1627-1639.
- SCHIMLECK, L.R.; DORAN, J.C.; RIMBAWANTO, A. 2003. Near infrared spectroscopy for cost-effective screening of foliar oil characteristics in a *Melaleuca cajuputi* breeding population. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Easton, v.51, p.2433-2437.
- SCHIMLECK, L.R.; EVANS, R. 2004. Estimation of *Pinus radiata* D. Don tracheid morphological characteristics by near infrared spectroscopy. Holzforschung, Berlin, v.58, p.66-73.
- SCHIMLECK, L.R.; MICHELL, A.J.; RAYMOND, C.A.; MUNERI, A. 1999. Estimation of basic density of *Eucalyptus globulus* using near-infrared spectroscopy. Canadian Journal of Forest Research, Ottawa, v.29, p.194-201.

SHIMOYAMA, V. R. 1990. Variações da densidade básica e características anatômicas e químicas da madeira em *Eucalyptus sp.* Dissertação de Mestrado em Ciência Florestal. ESALQ/USP, Piracicaba-SP. p. 93.

SIQUEIRA, K. P. de 2004. Variabilidade da massa específica de *Pinus taeda* L. em diferentes classes de sítio. Dissertação de Mestrado em Engenharia Florestal, UFPR, p. 54.

TECHNICAL ASSOCIATION OF PULP AND PAPER INDUSTRY. 1994. Basic density and moisture content of pulpwood. Test methods, Atlanta, TAPPI, 6p. ( T 258 om-94 ).

TOMAZELLO FILHO, M. 2006. Efeito da irrigação e fertilização nas propriedades do lenho de árvores de *Eucalyptus grandis x urophylla*. 146p. Tese (Livre docência na área de ...) Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba.

TOMAZELLO FILHO, M.; BRAZOLIN, S.; CHAGAS, M.; OLIVEIRA, T.S.; BALLARIN, A.; BENJAMIN, C. 2008. Application of X-Ray Technique in Nondestructive Evaluation of Eucalypt Wood. *Maderas Ciencia y Tecnología*. Vol. 10. N° 2, p. 139 – 150.

VETTER, R. & BOTOSSO, P. 1989. Remarks on age and growth rate periodicity of Amazonian trees. *IAWA Journal*, Leiden, v. 10, n. 2, p. 133-145.

WILLIAMS, P.; NORRIS, K. 2001. Near-infrared technology. 2.ed. Saint Paul: American Association of Cereal Chemistry. 296p.

WORBES, M. 1995. How to measure growth dynamics in tropical trees - A review. *Iawa Journal* 16:337-351.

ZOBEL, B. 1984. The changing quality of the world wood supply. *Wood Science and Technology*, v.18, n.1, p.1-18.

ZOBEL, B.; VAN BUIJTENEN, B. 1988. Wood variation: its causes and control. New York: Springer Verlag. 363 p.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores dan un especial agradecimiento al Centro de Investigaciones Jenaro Herrera por haber permitido el muestreo de los árboles para el análisis de densitometría de rayos X, consecuentemente al Laboratorio de Anatomía, Identificación de Maderas y Rayos X de la Escuela Superior de Agricultura Luiz de Queiroz - Universidad de São Paulo y al laboratorio de Ciencia y Tecnología de la madera de la Universidad de Lavras – Minas Gerais en Brasil por facilitar los equipamientos para el desarrollo de este trabajo.