

FERNANDO WALLASE CARVALHO ANDRADE

**EFICIÊNCIA DE MÉTODOS NÃO DESTRUTIVOS PARA CLASSIFICAÇÃO E
PREDIÇÃO DE PROPRIEDADES DE MADEIRA MODIFICADA TERMICAMENTE**

**Botucatu
2021**

FERNANDO WALLASE CARVALHO ANDRADE

**EFICIÊNCIA DE MÉTODOS NÃO DESTRUTIVOS PARA CLASSIFICAÇÃO E
PREDIÇÃO DE PROPRIEDADES DE MADEIRA MODIFICADA TERMICAMENTE**

Tese apresentada à Faculdade de Ciências Agronômicas da Unesp Câmpus de Botucatu, para obtenção do título de Doutor em Ciência Florestal.

Orientador(a): Dr. Adriano Wagner Ballarin

Botucatu

2021

A553e

Andrade, Fernando Wallase Carvalho
Eficiência de métodos não destrutivos para classificação e
predição de propriedades de madeira modificada termicamente
/ Fernando Wallase Carvalho Andrade. -- Botucatu, 2021
129 p.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp),
Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu
Orientador: Adriano Ballarin

1. Madeira. 2. Testes dinâmicos. 3. Matéria - Propriedades.
4. Espectroscopia de infravermelho. 5. Termorretificação. I.
Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da
Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA TESE: EFICIÊNCIA DE MÉTODOS NÃO DESTRUTIVOS PARA CLASSIFICAÇÃO E PREDIÇÃO DE PROPRIEDADES DE MADEIRA MODIFICADA TERMICAMENTE

AUTOR: FERNANDO WALLASE CARVALHO ANDRADE

ORIENTADOR: ADRIANO WAGNER BALLARIN

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Doutor em CIÊNCIA FLORESTAL, pela Comissão Examinadora:


Prof. Dr. ADRIANO WAGNER BALLARIN (Participação Virtual)
Engenharia Rural e Socioeconomia / Faculdade de Ciências Agrônômicas de Botucatu - UNESP


P/ Prof. Dr. CLAUDIO ANGEL SANSIGOLO (Participação Virtual)
Ciência Florestal, Solos e Ambiente / Faculdade de Ciências Agrônômicas de Botucatu - UNESP


P/ Prof. Dr. GERALDO BORTOLETTO JÚNIOR (Participação Virtual)
Ciências Florestais / Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz


P/ Prof. Dr. PAULO RICARDO GHERARDI HEIN (Participação Virtual)
Ciências Florestais / Universidade Federal de Lavras


P/ Prof. Dr. JOÃO VICENTE DE FIGUEIREDO LATORRACA (Participação Virtual)
Produtos Florestais / Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro

Botucatu, 04 de fevereiro de 2021

*Ac Professor Dr. Elias Taylor Durgante
Sedero (in memorian),*

Dedico

AGRADECIMENTOS

À minha família, em especial a minha esposa Flávia Andrade e ao meu filho Kalel Andrade, por seu amor e suporte durante o tempo investido no planejamento, execução e escrita desta pesquisa.

Ao meu orientador Prof.º Dr.º Adriano W. Ballarin por seu suporte durante a execução e escrita deste texto. Obrigado pela confiança e por abdicar do seu tempo com a família para revisar e melhorar esta tese.

Ao Prof.º Dr.º Victor Moutinho por sua amizade, confiança e suporte que me permitiram ingressar e cursar o doutorado.

À Drª Fernanda M.G. Ramalho por sua colaboração essencial na coleta e análise dos espectros NIR.

Aos servidores técnicos da UNESP, Ailton de Lima Lucas (Laboratório de Ensaio de Materiais) e Rosangela Moreci (Departamento de Ciência Florestal) por todo suporte durante os trabalhos.

Ao meu orientador Prof.º Dr.º Elias Taylor Durgante Severo, *in memoriam*, pela oportunidade de ter sido seu orientado. Ao longo de três anos pude contar com sua amizade, auxílio e ensinamentos que me motivaram a concluir este trabalho. Fica aqui meu eterno agradecimento a tudo que o senhor fez pela pesquisa na ciência florestal no Brasil e no mundo.

À toda comunidade R, iniciativa Sci-hub, professores, pesquisadores e desenvolvedores que disponibilizam conhecimento de qualidade de forma gratuita e acessível a todos.

Aos membros da banca examinadora por suas valiosas contribuições a redação final deste trabalho.

Ao professor Djeison Cesar Batista por suas contribuições a redação final deste trabalho e sua contribuição ao tema de modificação térmica da madeira no Brasil.

À Universidade Federal do Oeste do Pará (UFOPA) pela concessão da licença de afastamento para realização da minha qualificação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo suporte financeiro a realização do estudo, fornecidos por meio do programa Novo Pro Doutoral (Processo nº 1757909).

À empresa Tramontina S.A. pela doação do material de pesquisa.

À empresa Eucatex S.A. pelo apoio na aquisição dos dados colorimétricos deste estudo.

À Universidade Federal de Lavras pelo suporte na coleta de dados de espectroscopia NIR.

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, campus de Botucatu, pelo suporte na execução deste estudo.

Esta tese foi fruto de um desejo de acrescentar algo a ciência e tecnologia da madeira e demonstrar toda gratidão as contribuições já feitas anteriormente. Durante este doutorado aprendi muitas coisas pelo caminho. As mais valiosas são de valor intangível. Na minha visão, este trabalho não define todo o ganho que obtive ao longo destes quatro anos. Como disse uma vez Steve Jobs: “A viagem é a recompensa”.

“Existe uma velha fórmula para redação de ensaios. Nela, um bom ensaio responde a três perguntas: O quê? E daí? E agora? É mais ou menos isso”.

ANDERSON, C. J. TED Talks: O guia oficial do TED para falar em público. Tradução de Donaldson Garschagen e Renata Guerra. 1. Ed. Edição do Kindle. Rio de Janeiro: editora Intriseca, 2016. l. 784.

RESUMO

Este trabalho caracterizou os efeitos da modificação térmica entre 160 °C e 210 °C (intervalo de 10 °C) nas propriedades físicas, mecânicas e colorimétricas da madeira de Tauari (*Couratari* spp.) por meio de diferentes métodos não destrutivos para predição de propriedades físicas e mecânicas e para classificação de madeira modificada termicamente (MMT). No capítulo 1, observou-se que a modificação térmica influencia a madeira de Tauari em quatro faixas distintas, sendo que até 170 °C ocorrem mudanças na umidade de equilíbrio, nos coeficientes de inchamento e na luminosidade. Até 200 °C há ganhos em estabilidade dimensional e higroscopicidade e a madeira torna-se mais escura. Acima de 200 °C ocorre maior perda de massa e diminuição da umidade de equilíbrio, sendo verificadas quedas consistentes de resistência à flexão e dureza, assim como na densidade da madeira. No capítulo 2, demonstrou-se o potencial do uso do sinal de endentação dinâmica combinado com um método de aprendizado de máquina supervisionado para o controle de qualidade – predição de propriedades físico-mecânicas e classificação de tratamentos - de madeira termicamente modificada, principalmente para identificação de amostras fora do padrão de qualidade pré-estabelecido. Finalmente, no capítulo 3, foi possível atestar que a perda de massa e a colorimetria não são métodos viáveis para predizer propriedades mecânicas da madeira de Tauari modificada termicamente. Por meio da análise de NIR foi possível estimar corretamente a maioria das propriedades mecânicas da madeira modificada termicamente de Tauari, à exceção do MOR à flexão ($R^2=0,58$) e da dureza Janka tangencial ($R^2=0,74$). O método ultrassom pode ser usado para estimar a dureza Janka normal, radial e o MOE à flexão de MMT. Já o método de endentação é o mais indicado quando o objetivo é estimar com maior precisão a dureza da madeira em todas as direções. O NIR e a perda de massa são os métodos mais eficazes na classificação de MMT de Tauari. Não foi observado um método não destrutivo que seja capaz de predizer com alta precisão todas as propriedades físicas e mecânicas aqui avaliadas. A escolha do método mais adequado para controle de qualidade depende da propriedade de interesse. A melhor combinação de métodos observada foi para o NIR aliado ao método de endentação ou ultrassom.

Palavras-chave: redes neurais artificiais. NIR. endentação dinâmica. higroscopicidade. estabilidade dimensional. CIElab. ultrassom

ABSTRACT

This study characterized the effects of thermal modification between 160 °C and 210 °C (10 °C range) on the physical, mechanical, and colourimetric properties of Tauari wood (*Couratari* spp.). We evaluated the efficiency of different non-destructive methods for physical and mechanical properties prediction and classification of thermally modified timber (MMT). In Chapter 1, we demonstrate that the temperature influences the Tauari wood in three distinct ranges, with changes in equilibrium moisture content, swelling coefficients and lightness occurring up to 170 °C. Up to 200 °C there are gains in dimensional stability and hygroscopicity and the wood becomes black. Above 200 °C, there is a higher mass loss and a decrease in equilibrium moisture content and consistent downwards in bending strength (MOR) and hardness, as well in density. In Chapter 2, the results demonstrate the potential of using the dynamic indentation signal combined with a supervised machine learning method for quality control - prediction of physical-mechanical properties and treatment classification - of thermally modified wood, mainly for the identification of samples outside the pre-established quality standard. In Chapter 3, we concluded that mass loss and colourimetry are not suitable methods to predict mechanical properties of thermally modified Tauari wood. Using NIR spectroscopy we correctly estimate most of the mechanical properties of Tauari thermally modified wood, except for MOR ($R^2 = 0.58$) and Janka Tangential hardness ($R^2 = 0.74$). The ultrasound method it is useful to estimate side, radial Janka hardness and the MOR of MMT. The indentation method is the most suitable method to predict the hardness of the wood in all directions. NIR and mass loss are the most effective methods for the classification of MMT in Tauari. We did not observe a non-destructive evaluation that can predict with high precision all the physical and mechanical properties evaluated. The choice of the most suitable method for quality control depends on the property of interest. The best combination of methods observed was for the NIR combined with the indentation or ultrasound method.

Keywords: Artificial neural networks. NIR. dynamic indentation. hygroscopicity. dimensional stability. CIElab. ultrasound

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL	17
CAPÍTULO 1 - EFEITO DA MODIFICAÇÃO TÉRMICA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS, MECÂNICAS E COLORIMÉTRICAS DA MADEIRA DE TAUARI (<i>Couratari</i> spp.)	22
1.1 INTRODUÇÃO.....	24
1.2 MATERIAL E MÉTODOS.....	25
1.2.1 Coleta e preparo do material experimental.....	26
1.2.2 Métodos.....	27
1.2.2.1 Modificação térmica e plano experimental.....	27
1.2.2.2 Avaliação das propriedades físicas	27
1.2.2.3 Avaliação das propriedades mecânicas	30
1.2.2.4 Avaliação dos parâmetros colorimétricos	31
1.2.3 Análise de dados	31
1.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
1.3.1 Perda de massa e densidade	32
1.3.2 Higroscopicidade e estabilidade dimensional	36
1.3.3 Propriedades Mecânicas	48
1.3.4 Parâmetros colorimétricos	54
1.4 CONCLUSÃO	59
REFERÊNCIAS	60
CAPÍTULO 2 - ENDENTAÇÃO DINÂMICA E REDES NEURAIS ARTIFICIAIS PARA CONTROLE DE QUALIDADE EM MADEIRAS TERMICAMENTE MODIFICADAS	68
2.1 INTRODUÇÃO.....	70
2.2 MATERIAL E MÉTODOS	71
2.2.1 Material experimental e modificação térmica da madeira.....	71
2.2.2 Ensaio físicos e mecânicos convencionais	72
2.2.3 Ensaio de endentação dinâmica	73
2.2.4 Técnicas de aprendizado de máquinas	77
2.2.5 Classificação das modificações térmicas	79
2.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	80

2.3.1	Caracterização do sinal de endentação e predição de propriedades físicas e mecânicas	80
2.3.2	Classificação de madeira modificada termicamente usando sinal de endentação dinâmica	84
2.4	CONCLUSÃO	88
	REFERÊNCIAS.....	88
	CAPÍTULO 3 - EFICIÊNCIA DO NIR PARA CLASSIFICAR E PREDIZER PROPRIEDADES DE MADEIRA DE TAUARI MODIFICADA TERMICAMENTE UTILIZANDO REDES NEURAIS ARTIFICIAIS	92
3.1	INTRODUÇÃO	94
3.2	MATERIAL E MÉTODOS	96
3.2.1	Material e processo de modificação térmica	96
3.2.2	Avaliação não destrutiva (NDE)	97
3.2.3	Determinação dos parâmetros por ensaios convencionais.....	100
3.2.4	Redes Neurais Artificiais (RNA)	101
3.3	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	102
3.3.1	Efeito da modificação térmica nos dados NIR.....	102
3.3.2	Predição de propriedades de MMT Tauari.....	105
3.3.3	Classificação de MMT em função das temperaturas dos tratamentos	113
3.4	CONCLUSÃO	117
	REFERÊNCIAS.....	117
	CONSIDERAÇÕES FINAIS	122
	REFERÊNCIAS	123
	APÊNDICE A - PROCESSO DE DESDOBRO DAS TORAS EM PRANCHAS: (A) TORAS SELECIONADAS; (B) SECCIONAMENTO DA PARTE BASAL; (C) CORTE DE PRANCHA RADIAL; (D) RECEBIMENTO DAS PRANCHAS EM BOTUCATU-SP.....	126
	ANEXO A – GRÁFICO DE COR CIELAB	127
	ANEXO B - ATRIBUIÇÕES DE BANDAS DE COMPONENTES DE MADEIRA.....	128

INTRODUÇÃO GERAL

A madeira é um material renovável produzido em florestas que podem ser manejadas de forma legal e sustentável e apresenta propriedades adequadas a diversos fins. Seu uso permite o armazenamento de CO₂, diminui a utilização de aço e concreto (alto consumo energético) e pode ainda evitar a queima de combustíveis fósseis (altamente poluidores) (Sathre & Connor, 2010). Aumentar a vida útil, a utilização e a qualidade de produtos à base de madeira pode mitigar até 31% das emissões anuais de CO₂ proveniente de combustíveis fósseis (Oliver et al., 2014).

Por ser um material natural e heterogêneo, a madeira requer pesquisas contínuas para seu máximo aproveitamento. Somente nas florestas tropicais amazônicas existem mais de 16 mil espécies de árvores, muitas com características potenciais para aproveitamento madeireiro (>250 espécies) (ter Steege et al., 2013; Fauset et al., 2015). Entretanto, ainda são escassos os estudos sobre a qualidade e o comportamento destas espécies frente a diferentes processos de uso. Há uma necessidade do mercado por soluções que visem o uso de madeiras de folhosas de baixa qualidade, com foco no aproveitamento de suas notáveis propriedades mecânicas e aumento de sua vida útil. Outras soluções, como para fins estruturais, bioenergia, madeira modificada e produtos florestais não madeireiros também devem ser investigadas, dando à sociedade e às indústrias de base florestal uma contribuição significativa para o desenvolvimento sustentável com manejo racional dos recursos naturais disponíveis.

O fornecimento de madeiras maciças de qualidade para uso em ambientes externos vem diminuindo, enquanto a demanda por este tipo de material na indústria de produtos florestais tende a crescer em função do crescimento populacional, melhoria na economia e busca por produtos diferenciados (Souza et al., 2018). Nas duas últimas décadas, o setor florestal da região amazônica vem tentando introduzir novas espécies no mercado, em função da menor riqueza de espécies tradicionais e do menor volume madeireiro das novas áreas exploradas.

A madeira de tauari (*Couratari* spp.) é um exemplo disto. Esta madeira embora sempre tivesse grande abundância na floresta amazônica, até final de década de 1990 não era utilizada pelas indústrias locais em função da sua baixa durabilidade e sua cor branco-amarelada (IBAMA, 1997). Desde então, em função da menor oferta

de madeiras tradicionais, começou a ser utilizada comercialmente por empresas, mas com usos de baixo valor agregado como cabos de utensílios domésticos e ferramentas. A melhoria das propriedades de madeiras não tradicionais, como durabilidade e coloração pode aumentar o valor comercial de madeiras que tenham algumas destas características inferiores as tradicionais, permitindo seu uso em ambientes exteriores e diminuindo a pressão ecológica sobre madeiras mais comercializadas.

Uma das soluções disponíveis para melhoria das características mencionadas é o processo de modificação da madeira, que pode ser feito por via química, física, de impregnação, mecânica, térmica e/ou suas combinações (Hill, 2011; Sandberg et al., 2017). O processo de modificação térmica vem ganhando grande destaque devido sua baixa complexidade, ausência de toxicidade e alta eficácia.

A madeira modificada termicamente (MMT) é produto de um processo de pirólise parcial em temperaturas que variam de 160 °C a 260 °C, com alterações na composição química da parede celular em função da degradação de seus polímeros (Esteves & Pereira, 2009; Severo et al., 2016). Estas modificações alteram a cor da madeira, aumentam a estabilidade dimensional, reduzem a higroscopicidade e aumentam a resistência ao ataque microbiológico (Yildiz et al., 2006). Entretanto, dependendo da severidade do tratamento e da espécie utilizada, pode haver redução nas propriedades de resistência e aparecimento de microfissuras (Hill, 2006).

As aplicações de MMT, em geral, são de alto valor agregado como móveis de jardim, revestimentos externos e decks de piscina. Para atender esta demanda, vários métodos de modificação térmica foram desenvolvidos tanto em escala laboratorial quanto industrial no mundo, principalmente na Europa. Os processos variam, em geral, em termos de atmosfera, temperatura e tempo de modificação. A falta de normatização para atestar a qualidade da madeira modificada termicamente é uma barreira para ganho de mercado (González-Penã & Hale, 2009; Willems et al., 2015). O desenvolvimento de métodos rápidos, precisos e industrialmente viáveis tem se tornado necessário para a caracterização e classificação de matéria-prima na indústria florestal (Hein et al., 2017).

O método mais citado para avaliar a intensidade da modificação térmica é a perda de massa, que, em sua maior parte está relacionada à composição química

do material. Entretanto, essa perda de massa depende ainda da variação da umidade e do conteúdo de extrativos que são primeiramente liberados durante aplicação do calor no processo. A perda de massa não é, portanto, influenciada exclusivamente pela degradação (Hill, 2006; Esteves & Pereira, 2008). Assim, é essencial encontrar um método ou combinação de métodos não destrutivos (NDE) que permita a classificação da MMT em função do nível do tratamento e a predição de suas propriedades tecnológicas.

Entre os NDE a medição de cores ou colorimetria é usualmente sugerida na literatura para o controle de qualidade de MMT, uma vez que a madeira tende a escurecer com o aumento do tempo e da temperatura de tratamento. A mudança de cor é reportada como um indicador útil da intensidade de uma temperatura de modificação térmica e pode ser usada tanto para classificação quanto para predição de propriedades de MMT (Sundqvist, 2004; Schnabel et al., 2007; González-Penã & Hale, 2009).

A avaliação por meio de ondas de tensão (*stress wave*) e ultrassom já foi estudada como método promissor na predição de propriedades e classificação de MMT. Del Menezzi et al. (2014) compararam os dois métodos para predição de perda de massa e propriedades mecânicas da madeira de Marupá (*Simarouba amara*) e concluíram que o método de ultrassom apresentou melhores resultados. De acordo com os autores, somente com a velocidade de onda ultrassônica é possível ter conhecimento de algumas propriedades do material modificado termicamente.

Outra tecnologia que apresenta potencial para uso em MMT é o durômetro portátil automatizado para madeiras DPM3. Este equipamento mede a dureza dinâmica da madeira e apresenta elevada correlação com a dureza Janka da madeira ($R^2 = 0.93$) (Assis, De et al., 2017). Neto et al. (2018) observaram que a dureza dinâmica conseguiu diferenciar o material carbonizado acima de 300 °C da madeira controle. Entretanto, apresentou baixa correlação ($R^2 = 0.41$) para estimativa do rendimento em massa da carbonização. Pinto (2015) testou o uso do sinal gerado no ensaio de dureza dinâmica para predição de propriedades físico-mecânicas da madeira e obteve alta precisão ($R^2_{\text{máx}} = 0.91$). Desta forma, este método apresenta potencial para ser empregado para classificação e predição de propriedades de MMT.

Outros métodos como ressonância (Carvalho et al., 2017), espectroscopia de ressonância nuclear - NMR (Wikberg & Maunu, 2004), espectroscopia ESR (Altgen et al., 2012) foram testados para caracterização das propriedades de MMT. Entretanto, em ciência e tecnologia da madeira o método mais promissor para classificação e predição de propriedades em produtos vem sendo a espectroscopia no infravermelho próximo (NIR). A aquisição dos espectros NIR é rápida e fácil e um grande banco de dados espectrais pode ser obtido a custo relativamente baixo. O NIR vem sendo usado para estimar durabilidade natural da madeira (Sykacek et al., 2006), predição de propriedades físicas e mecânicas (Fujimoto et al., 2007; Kokutse et al., 2010), mudanças de cor (Avramidis et al., 2014), diferenciação entre espécies nativas e plantadas (Ramalho et al., 2018), caracterização química (Liang et al., 2019) e determinação da densidade básica (Hein et al., 2009).

O uso do NIR demonstrou potencial para diferenciação de madeiras modificadas termicamente e detecção de mudanças químicas (Schwanninger et al., 2004). Além disso, a técnica quando associada a regressão multivariada PLS fornece informações úteis para o desenvolvimento de modelos preditivos em escala industrial (Bachle et al., 2010). Entretanto, a acurácia destes modelos é altamente dependente da espécie e da faixa espectral analisada (Todorović et al., 2015), fazendo com que seja necessário a calibração para diferentes espécies. O potencial do uso do NIR para MMT como ferramenta de controle de qualidade ainda precisa ser testado em diferentes espécies e propriedades (Esteves e Pereira, 2008).

Pode-se observar que embora existam diferentes métodos relatados na literatura, há poucas comparações sobre a eficiência entre os métodos. Nasir et al. (2019) compararam a espectroscopia NIR com as técnicas de colorimetria e stress wave para classificação e predição de propriedades da madeira de *Tsuga heterophylla* modificada termicamente a 170 °C, 212 °C e 230 °C. Os autores observaram que todos os três métodos são promissores para classificação de MMT, entretanto não conseguiram prever com qualidade a densidade e as propriedades mecânicas do material.

A grande variedade de espécies e processos utilizados no mundo torna difícil a comparação entre os resultados na literatura. Para seleção do método NDE mais adequado para classificação e predição de propriedades de MMT é preciso testar e comparar a eficiência entre estes métodos para o mesmo material e nas mesmas

condições do processo. Além disso, não há na literatura trabalhos utilizando o NIR com madeiras tropicais nativas brasileiras modificadas termicamente. A heterogeneidade de idade, sítio, proporções de tecidos e mesmo de espécies comercializadas sob mesmo nome comum podem afetar de forma significativa a eficiência dos testes de controle de qualidade quando comparado a madeira plantada.

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar a eficiência de diferentes métodos não-destrutivos na classificação e predição das propriedades da madeira de tauari (*Couratari spp.*) modificada termicamente.

No primeiro capítulo, investigamos o efeito de diferentes níveis de modificação térmica (160 °C a 210 °C) nas propriedades físicas, mecânicas e colorimétricas da MMT de tauari. Também foi investigado se os ganhos em hidrofobicidade da MMT de tauari são reversíveis quando a madeira é exposta a diferentes ciclos de secagem-saturação.

No segundo capítulo, avaliamos a eficiência do uso do sinal derivado do ensaio de endentação dinâmica associado a diferentes tipos e arquiteturas de redes neurais para predição de propriedades físicas e mecânicas da madeira e classificação de temperaturas de modificação térmica em diferentes intervalos.

No terceiro capítulo, utilizamos a espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) para caracterizar a MMT de tauari em diferentes temperaturas de modificação, e comparamos a acurácia de modelos de redes neurais artificiais com base nos espectros NIR frente a outros métodos não destrutivos (perda de massa, colorimetria, ultrassom e endentação dinâmica) para predição de propriedades físicas e mecânicas e para classificação de tratamentos.

CAPÍTULO 1

EFEITO DA MODIFICAÇÃO TÉRMICA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS, MECÂNICAS E COLORIMÉTRICAS DA MADEIRA DE TAUARI (*Couratari* spp.)

RESUMO

Neste estudo foram avaliados os efeitos da modificação térmica entre 160 °C e 210 °C nas propriedades da madeira de tauari. Peças radiais de 50x50x600mm³ extraídas de dez toras de tauari (*Couratari* spp., Lecythidaceae, Dicotiledônea) oriundas de florestas nativas sob manejo florestal localizadas na região oeste do estado do Pará foram modificadas termicamente. A temperatura influencia a madeira de tauari em quatro faixas distintas, sendo que até 170 °C ocorrem mudanças na umidade de equilíbrio, nos coeficientes de inchamento e na luminosidade. Até 200 °C acentuam-se as mudanças anteriores, com ganhos em estabilidade dimensional e higroscopicidade e a madeira torna-se mais escura. Acima de 200 °C acentuam-se ainda mais as mudanças anteriores, sobretudo a perda de massa e umidade de equilíbrio, e são verificadas quedas consistentes de resistência à flexão (MOR), densidade e dureza. Os resultados encontrados mostraram que a modificação térmica é um processo adequado para melhoria das características higroscópicas da madeira de tauari e de suas características mecânicas e colorimétricas até 200 °C.

Palavras-chave: Madeira modificada termicamente. CIELab. dureza Janka. densidade básica. relações água-madeira

Effect of thermal modification on the physical, mechanical, and colourimetric properties of tauari wood (*Couratari* spp.)

ABSTRACT

The effects of thermal modification with a wide temperature range (160 °C to 210 °C) on the physical, mechanical, and colourimetric properties of tauari, a native Brazilian wood, were investigated. We extracted wood samples with 50x50x600mm³ dimension from ten logs of tauari (*Couratari* spp., Lecythidaceae, hardwood) cut from native forests under forest management in the western region of the state of Pará, Brazil. The temperature influences the tauari wood in three distinct ranges, with changes in the equilibrium humidity, swelling coefficients and luminosity up to 170 °C. Up to 200 °C the previous modifications are accentuated, promoting gains in dimensional stability, hygroscopicity and turns wood darker. Above 200 °C, the process highlighted the changes, especially the mass loss and equilibrium moisture content, and consistent decreases in bending strength (MOR), hardness and density. The results show that thermal modification is a process adequate to improve the hygroscopic characteristics of tauari wood and its mechanical and colourimetric properties up to 200 °C.

Keywords: Thermally modified wood. CIELab. Janka hardness. basic density. water-wood interaction

1.1 INTRODUÇÃO

O aumento da demanda por madeira tropical nativa da Amazônia ao longo dos anos resultou em declínio na disponibilidade de madeiras tradicionais. Na última década, o setor florestal amazônico vem tentando introduzir novas espécies, preteridas até então sobretudo pelo menor potencial tecnológico. Uma das barreiras à aceitação de madeiras não tradicionais pelo mercado consumidor está na menor qualidade, principalmente em termos de durabilidade e estabilidade dimensional (Okino et al., 2015). Incluem-se como não tradicionais as “madeiras brancas”, assim conhecidas devido à coloração mais clara do seu lenho. Madeiras deste grupo têm grande abundância na floresta amazônica, mas são associadas a baixa durabilidade natural.

O tauari (*Couratari* spp.), pertencente à família das Lecythidaceae e conhecida também como imbirema ou estopeiro, é uma das “novas” madeiras que vem ganhando mercado. Embora abundante na floresta amazônica, até o final da década de 1990 não era utilizada pelas indústrias locais em função da sua baixa durabilidade e de sua cor branco-amarelada (IBAMA, 1997). Dentro do grupo comercial “tauari” o gênero *Couratari* é o mais representativo, contando com 9 espécies, sendo as mais comercializadas: *Couratari guianensis*, *Couratari oblongifolia* e *Couratari stellata*.

O desenvolvimento de pesquisas que busquem soluções tecnológicas para melhoria das características das “novas” madeiras, pode aumentar a vida útil do produto, otimizar seu uso e diversificar as opções de espécie manejadas. Uma das alternativas tecnológicas de grande interesse nos últimos anos é o processo de modificação térmica da madeira. A madeira modificada termicamente (MMT) é produto de um processo de pirólise parcial em temperaturas entre 160 °C e 260 °C, com alterações na composição química da sua parede celular em função da degradação de seus polímeros (Esteves & Pereira, 2009; Severo et al., 2016). Estas modificações alteram a cor da madeira, aumentam a estabilidade dimensional, reduzem a higroscopicidade e aumentam a resistência ao ataque microbiológico (Yildiz et al., 2006). O efeito positivo do processo sobre a durabilidade biológica da madeira é bem estabelecido na literatura (Brito et al., 2019; Calonego et al., 2010), assim como os efeitos sobre a mudança na composição química (Batista et al., 2016; Calonego et al., 2016; Esteves & Pereira, 2009; Srinivas & Pandey, 2012).

Entretanto, dependendo da espécie utilizada e da severidade da modificação, pode haver redução nas propriedades de resistência e aparecimento de microfissuras (Hill, 2006). Os mecanismos de modificação em madeiras de folhosas nativas e os efeitos nas suas propriedades de resistência da madeira ainda não estão completamente esclarecidos.

O objetivo deste estudo foi avaliar os efeitos da modificação térmica com grande intervalo de temperaturas (160 °C a 210 °C) nas propriedades físicas, mecânicas e na cor da madeira de tauari.

1.2 MATERIAL E MÉTODOS

Na Figura 1 consta o fluxograma de atividades realizadas no programa experimental, desde a coleta do material, desdobro e modificação térmica dos caibros – seis temperaturas finais (160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C e 210 °C) – até o ensaio de corpos de prova, para avaliação das propriedades físicas, mecânicas e colorimétricas da madeira (Tabela 1).

Figura 1 - Fluxograma das atividades realizadas no programa experimental

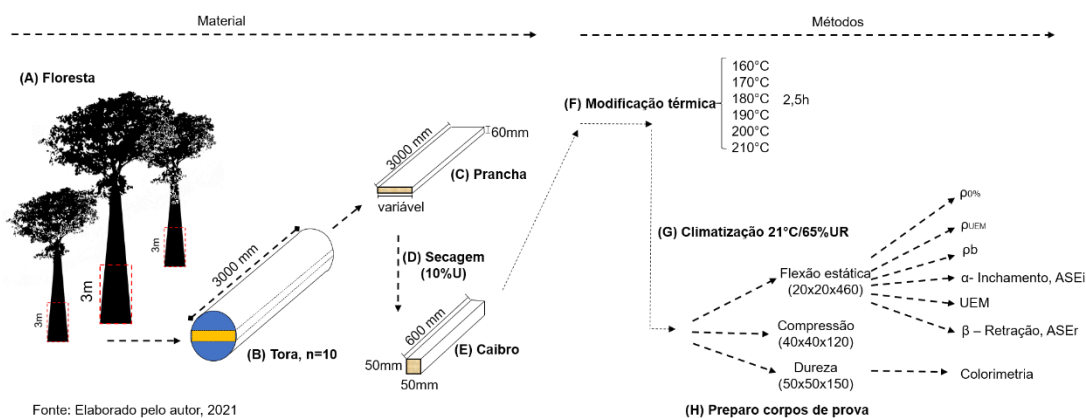


Tabela 1 - Dados gerais dos ensaios físicos, mecânicos e colorimétricos

	Ensaio	Dimensões (mm ³)	n	Propriedade avaliada	Referência
Mecânicos	Compressão paralela às fibras (MPa)	40x40x150	10	f_{c0} e E_{c0}	ABNT (1997)
	Flexão estática (MPa)	20x20x460	40	MOR e MOE	
	Dureza Janka (MPa)	50x50x150	10	f_{Ht} , f_{Hr} e f_{Hn}	
Físicos	Perda de massa (%)	50x50x600	20	PM	Wentzel et al. (2019)
	Densidade (kg.m ³)	20x20x70	40	$\rho_{0\%}$, ρ_b e $\rho_{21/65}$	ABNT (1997)
	Higroscopicidade (%)	20x20x20	10	UE _{21/65}	
	Estabilidade dimensional (%)		20x20x20	10	α_t , α_r , α_v , EAI, α_t/α_r
		20x20x70	40	β_t , β_r , β_v , EAC, β_t/β_r	
Colorimetria	Cor	50x50x150	10	L^* , a^* , b^* , E^* , C^* , h^*	González-Peña & Hale (2009)

Nota: Dimensão maior no sentido longitudinal; n: número de corpos de prova por tratamento; f_{c0} e E_{c0} : resistência e módulo de elasticidade na compressão paralela às fibras, respectivamente; MOR e MOE: resistência e módulo de elasticidade na flexão estática, respectivamente; PM: perda de massa; f_{Ht} , f_{Hr} e f_{Hn} : dureza Janka tangencial, radial e normal às fibras, respectivamente; $\rho_{0\%}$, ρ_b e $\rho_{21/65}$: densidade anidra, básica e à umidade de equilíbrio, respectivamente; α_t , α_r , α_v , EAI : inchamento tangencial, radial, volumétrico e eficiência anti-inchamento, respectivamente; β_t , β_r , β_v , EAC: contração tangencial, radial, volumétrica, eficiência anti-contração, respectivamente; α_t/α_r : razão entre contração tangencial e radial; β_t/β_r : razão entre contração tangencial e radial; L^* , a^* , b^* , E^* , C^* , h^* : L^* = luminosidade; eixo vermelho para verde (+ a = mais vermelho, -a = mais verde), eixo amarelo para azul (+ b = amarelo, -b = azul), cor, saturação e tonalidade, respectivamente.

1.2.1 Coleta e preparo do material experimental

Foram utilizadas dez toras de tauari (*Couratari* spp., Lecythidaceae, Dicotiledônea) de florestas nativas sob manejo florestal e certificação FSC localizadas na região oeste do estado do Pará, Brasil e doadas pela empresa Tramontina S.A (Figura 1A). De cada tora de três metros (base da árvore, Figura 1B), uma prancha radial central livre de defeitos com 600mm de espessura foi extraída (Figura 1C) e seca em estufa a 10% de umidade (Figura 1D), utilizando programa de secagem convencional da empresa. As pranchas foram seccionadas em caibros de 50x50x600mm e condicionadas a 21°C e 65% de umidade relativa por seis meses (Figura 1E). A umidade dos caibros antes da modificação térmica era de 8% a 10%. Tiveram seus topos selados com adesivo polimérico de silicone vermelho (Tekbond, Brasil), resistente até cerca de 300 °C, para evitar influência da transferência de calor nesta direção durante o processo. Os caibros foram divididos

aleatoriamente em sete grupos, sendo um grupo controle e outros seis designados conforme as temperaturas finais do processo.

1.2.2 Métodos

1.2.2.1 Modificação térmica e plano experimental

Os caibros foram modificados termicamente em estufa elétrica laboratorial de alta temperatura de 1m³ (Fanem, modelo 315 SE, São Paulo) à pressão atmosférica via irradiação de ar quente, com aquecimento em duas etapas: (i) secagem a 100 °C por 24h sendo, nessa condição, pesados (0,01g) e (ii) modificação térmica com aquecimento de 100 °C até as temperaturas finais de modificação a uma taxa de 1,3 °C.min⁻¹, de acordo com Severo & Calonego (2011). As temperaturas finais de 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C e 210 °C foram mantidas por 2,5 horas e, em seguida, a estufa foi desligada, ocorrendo o resfriamento até 40 °C. Nessa condição foram novamente pesadas (Figura 1G).

Depois de modificados termicamente, os caibros foram condicionados novamente em câmara climática a 21 °C e 65% de umidade relativa, até a produção dos corpos de prova dos ensaios (Figura 1H).

O plano experimental consistiu em sete tratamentos, sendo um controle e seis temperaturas de modificação térmica. As propriedades avaliadas e o número de repetições estão ilustrados na Tabela 1.

1.2.2.2 Avaliação das propriedades físicas

Os ensaios físicos foram realizados no Laboratório de Secagem e Preservação de Madeiras do Departamento de Ciência Florestal da Faculdade de Ciências Agrônomicas – UNESP – Botucatu, atendendo-se no geral às prescrições das normas indicadas na Tabela 1.

Perda de massa e densidade

A perda de massa (PM) foi avaliada nos caibros modificados termicamente (Eq.1).

$$PM (\%) = \frac{(massa\ seca - massa\ após\ modificação)}{massa\ seca} * 100 \quad (1)$$

A densidade anidra (ρ_0), densidade à umidade de equilíbrio ($\rho_{21/65}$) e a densidade básica (ρ_b) foram determinadas em corpos de prova condicionados inicialmente a 21°C e 65% de umidade relativa (UR), conforme Eq.2, Eq.3 e Eq. 4.

$$\rho_{0\%}(\text{kg. m}^3) = \frac{massa\ seca\ em\ estufa\ (kg)}{volume\ seco\ em\ estufa\ (m^3)} \quad (2)$$

$$\rho_{21/65}(\text{kg. m}^3) = \frac{massa\ 21^\circ C/65\%UR\ (kg)}{volume\ a\ 21^\circ C/65\%UR\ (m^3)} \quad (3)$$

$$\rho_b(\text{kg. m}^3) = \frac{massa\ seca\ em\ estufa\ (kg)}{volume\ Re-saturado\ (m^3)} \quad (4)$$

Umidade de equilíbrio da madeira (UE_{21/65})

Os corpos de prova foram secos em estufa (103 ± 2°C), pesados e acondicionados até massa constante e a UE_{21/65} foi calculada pela Eq.5.

$$UE_{21/65} (\%) = \frac{massa\ 21^\circ C/65\%UR\ (g) - massa\ seca\ (g)}{massa\ seca\ (g)} * 100 \quad (5)$$

Higroscopicidade e Estabilidade Dimensional

Para determinação do inchamento, os corpos de prova foram secos em estufa e submersos em água destilada a 20 °C por 24h. As dimensões foram medidas antes e depois da imersão em água. Por fim, foram secos em estufa a 40 °C por 24h e a 103±2 °C por mais 24h (para evitar a ocorrência de rachaduras nos corpos de prova,

devido aos gradientes de umidade-temperatura), e suas dimensões foram determinadas. Três ciclos destes de secagem-saturação foram realizados em cada corpo de prova para avaliar se a melhoria da higroscopicidade devido a modificação térmica é reversível.

Foram calculados as médias de inchamento linear e volumétrico (Eq. 6), a eficiência anti-inchamento - EAI (Eq. 7), a absorção de água (Eq. 8), a taxa de absorção de água entre ciclos (Eq. 9) e razão entre o inchamento tangencial e radial – α_t/α_r (Eq. 10).

$$\alpha (\%) = \frac{s - s_d}{s_d} \times 100 \quad (6)$$

$$EAI_{\%} = \frac{\alpha_c - \alpha_h}{\alpha_c} \times 100 \quad (7)$$

$$aa_c = \frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \times 100 \quad (8)$$

$$CAA_{\%} = \frac{aa_{3^\circ} - aa_{1^\circ}}{aa_{1^\circ}} \quad (9)$$

$$\alpha_t/\alpha_r = \frac{\text{Inchamento Tangencial}}{\text{Inchamento Radial}} \quad (10)$$

onde α é o inchamento (%); s é a dimensão tangencial, radial ou volumétrica do corpo de prova após 24h de imersão (mm ou mm³), e s_d é a dimensão do corpo de prova na condição seca em estufa; EAI é a eficiência anti-inchamento (%); α_c e α_h são as médias de inchamento dos corpos de prova controle e modificadas termicamente (%), respectivamente; aa_c é a taxa de absorção de água no ciclo (%), m_{sat} e m_s são a massa na condição satura e seca em estufa, respectivamente; CAA é a taxa de absorção de água (%); aa_{3° e aa_{1° são as médias de absorção de água no 3º e 1º ciclo, respectivamente; α_t/α_r é a razão entre o inchamento tangencial e o radial.

Para determinação das médias de retrações lineares e volumétrica (%), foram utilizados os mesmo corpos-de-prova da determinação da densidade da madeira, utilizando-se os volumes após re-saturação e o volume após secagem em estufa. As

retrações, a eficiência anti-contração (EAC, %) e a razão entre a contração tangencial e radial (β_t/β_r) foram calculadas de maneira semelhante ao processo de inchamento.

1.2.2.3 Avaliação das propriedades mecânicas

Os ensaios mecânicos foram realizados no Laboratório de Ensaios de Materiais do Departamento de Engenharia Rural e Socioeconomia da Faculdade de Ciências Agronômicas – UNESP – Botucatu, atendendo-se no geral às prescrições das normas indicadas no Tabela 1. Foi utilizada máquina universal de ensaio eletromecânica (EMIC DL30000, 300kN, Curitiba, Brasil). A resistência foi determinada, no geral, com carregamento monotônico crescente a uma taxa em torno de 10 MPa.min⁻¹. Todos os corpos de prova estavam condicionados a 21 °C e 65% de umidade relativa.

Compressão paralela às fibras

Foram determinadas a resistência à compressão paralela às fibras (f_{c0} , MPa) e o módulo de elasticidade à compressão paralela (E_{c0} , MPa).

A resistência característica à compressão paralela (f_{c0k} , MPa) do controle e de cada uma das temperaturas de modificação térmica foi estimada de acordo com o detalhado em Eufraide Junior et al. (2015) para, com base na média calculada, enquadrar o lote nas classes de resistência especificadas pela NBR 7190 (ABNT, 1997) – C20, C30, C40 e C60.

Flexão estática

Foram determinados o módulo de ruptura (MOR, MPa) e o módulo de elasticidade (MOE, MPa) na flexão estática no plano longitudinal/radial dos corpos de prova. A resistência característica à flexão (f_{Mk}) de cada um dos tratamentos (controle e temperaturas) foi avaliada de maneira semelhante ao já descrito para os ensaios de compressão.

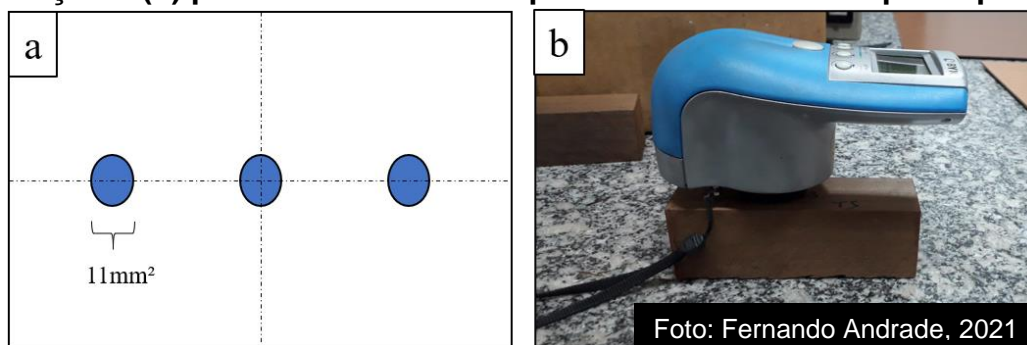
Dureza Janka

As médias de dureza Janka tangencial (f_{Ht}) e radial (f_{Hr}) do controle e dos corpos de prova modificados termicamente foram determinados por penetração parcial (até o raio) de esfera de aço com 1cm^2 de diâmetro no período de pelo menos 1 minuto. A média entre as durezas tangencial e radial em cada corpo de prova foi aqui denominada de dureza normal às fibras (f_{Hn}).

1.2.2.4 Avaliação dos parâmetros colorimétricos

Os ensaios de colorimetria foram realizados pelo método CIELAB 1976, utilizando-se espectrofotômetro de cor portátil BYK (Gardner GmbH, modelo CD 6834). As medições foram feitas com fonte de luz D65 e um ângulo de observador de 10° . Os parâmetros colorimétricos (Tabela 1) de cada corpo de prova foram calculados como a média de três pontos diferentes na face radial lixada com grã 120 (3M™, 326U Gold) por 60 segundos (Figura 2).

Figura 2 - Esquema para aquisição de parâmetros colorimétricos: (a) pontos de medição e (b) posicionamento do espectrofotômetro no corpo de prova



Para obter os nomes das cores, os valores de $L^*a^*b^*$ foram convertidos em código HEX (<https://www.nixsensor.com/free-color-converter>), que é usado para definir as cores exibidas em monitores e telas.

1.2.3 Análise de dados

Os resultados, agrupados por tratamento e por propriedade avaliada, foram testados quanto à normalidade da distribuição de probabilidades dos resíduos (Shapiro-Wilk, $p > 0,05$) e quanto à homogeneidade de variâncias (Fligner, $p > 0,05$). Quando necessário, os dados foram normalizados pela transformação Box-Cox. Caso contrário, o teste não paramétrico de Kruskal-Wallis foi realizado e o teste de Dunnett foi utilizado como teste não paramétrico de múltiplas comparações entre cada um dos tratamentos. Para dados normais, comparações múltiplas de todos os parâmetros foram primeiro submetidas à análise de variância (ANOVA), e diferenças significativas entre as médias do controle e que receberam modificação térmica foram determinadas usando o teste de Tukey ($p < 0,05$). Para dados normais, a média foi usada como medida de tendência central, enquanto para os não paramétricos usamos a mediana. Neste estudo, outliers (valores extremos) foram identificados pelo teste de Grubbs e removidos individualmente.

1.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

1.3.1 Perda de massa e densidade

Detectamos aumento exponencial na perda de massa (PM) conforme a temperatura de modificação térmica variou de 160 °C para 210 °C (Tabela 2, Figura 3). A PM variou de 2.98% (160 °C) à 6.71% (210 °C), sendo possível identificar quatro grupos distintos, sendo grupo 1 (160 °C - 170 °C); grupo 2 (180 °C - 190 °C), grupo 3 (200 °C) e grupo 4 (210 °C).

A perda de massa é indicadora da degradação dos componentes da madeira e está relacionada a diversas propriedades do produto (Esteves & Pereira, 2009). Desta forma, classificamos a modificação térmica da madeira de tauari na presença de ar em quatro fases distintas. Entre 160 °C e 170 °C temos uma modificação suave. A PM neste intervalo é resultante da vaporização de extrativos voláteis e da água residual adsorvida nas fibras da madeira (Stamm, 1956). Nesta fase não há degradação significativa dos componentes poliméricos da madeira e sim uma reordenamento dentro da parede celular (Biziks et al., 2015). Entre 180 °C e 190 °C, temos uma modificação moderada com degradação de carboidratos e reações de desacetilação das hemiceluloses (Bachle et al., 2010). A celulose tende a ter maior resistência à degradação térmica devido a sua cristalinidade (Esteves &

Pereira, 2009). Em 200 °C a modificação térmica é moderadamente intensa. A degradação das hemiceluloses e, conseqüentemente, a perda de massa é maior nesta desta temperatura. Ocorre clivagem dos grupos acetilas das hemiceluloses (desacetilação) e aumento da concentração de ácido acético. Este meio combinado com a presença de água e coprodutos da modificação térmica (furfural, hidroximetilfurfural e metanol, p.e.) catalisam a degradação das hemiceluloses e das zonas amorfas da celulose da madeira e diminuem seu grau de polimerização, acarretando em uma fase de modificação intensa a 210 °C (Kollmann & Fengel, 1965; Nuopponen et al., 2004; Sivonen et al., 2002).

O aumento da perda de massa com o aumento da temperatura é bem definido, entretanto a intensidade da perda é afetada pela composição e estrutura química da madeira e variáveis do processo de modificação (Calonego et al., 2012; Esteves & Pereira, 2009; Santos et al., 2014; Yang et al., 2016). Bal (2013) estudando madeira de *C. libani* modificada entre 140 °C e 220 °C ($\Delta=20$ °C) observou maior PM em madeira com maior teor de extrativos e alta correlação negativa com o inchamento volumétrico. Calonego (2017) observou redução de 7% na massa de *Schizolobium parahyba* modificada a 200 °C no mesmo processo utilizado no presente estudo.

A densidade básica do controle foi de 613 kg.m⁻³, com coeficiente de variação de 8% (583 a 756 kg.m⁻³). A média é semelhante a observada em outros trabalhos com madeira de Tauari (Baraúna & Oliveira, 2009; Costa et al., 2011) e esta variação também foi observada por Cruz et al. (2019) ao trabalharem com madeira de Tauari.

Não detectamos interação entre a temperatura de modificação e a densidade da madeira até 200 °C (Tabela 2). A 210 °C observou-se uma redução significativa de 5% e 8% na densidade anidra e na densidade a 21 °C/65%, respectivamente, em relação ao controle. Não houve efeito significativo da temperatura de modificação térmica sobre a densidade básica.

A diminuição da densidade da madeira após o processo está associada a degradação dos componentes da madeira (principalmente hemiceluloses) em produtos voláteis que evaporam durante o modificação, a evaporação de extrativos, e a menor teor de umidade de equilíbrio (Boonstra et al., 2007). Os resultados observados para perda de massa no presente estudo mostraram que acima de 200 °C a degradação dos componentes da parede celular começa a ficar mais evidente e a umidade de equilíbrio tem as menores médias.

O efeito da modificação térmica nas propriedades físicas e mecânicas da madeira depende de vários fatores, entre eles a espécie e o processo utilizado. Santos et al. (2014) não observaram influência da temperatura na densidade até 220 °C em madeiras de *Cedrelinga catenaeformis* e *Guarea trichilioides*. Outros autores não observaram efeito significativo da temperatura até 240 °C na densidade aparente e básica da madeira (Cademartori et al., 2015; Kasemsiri et al., 2012). Apesar da temperatura influenciar a perda de massa, é preciso considerar o efeito na higroscopicidade da madeira.

A determinação da densidade básica de madeiras modificadas termicamente requer reidratação do corpo de prova. Como a madeira sofre degradação também de componentes hidrofílicos com a modificação térmica, o volume saturado original não será nunca recuperado. Desta forma tanto a massa seca quanto o volume re-saturado serão menores, anulando o efeito do processo nesta característica. A densidade básica em MMT é importante para comparação com a madeira sem tratamento, entretanto como a madeira modificada termicamente torna-se menos higroscópica, a determinação da densidade anidra é mais precisa para avaliar os efeitos da modificação térmica sobre a densidade, pois desconsidera a presença de água.

Zanuncio et al. (2014) observaram que o ponto de saturação das fibras diminuiu com o aumento da temperatura de modificação para madeira de *Eucalyptus grandis*, chegando a reduzir 32% a 200 °C. O mesmo ocorre para densidade aparente a umidade de equilíbrio, visto que a menor umidade de equilíbrio não permitirá expansão do volume ao valor teoricamente original. No caso da densidade anidra, como o volume não é influenciado pela água, há relatos de efeito significativo e negativo da temperatura nesta característica (Tuncer & Doğu, 2018; Wentzel et al., 2019). Entretanto, acima de 200 °C, a perda de massa é alta, contribuindo para redução significativa da densidade anidra e da umidade de equilíbrio.

Tabela 2 - Perda de massa e densidades da madeira de tauari por tratamento

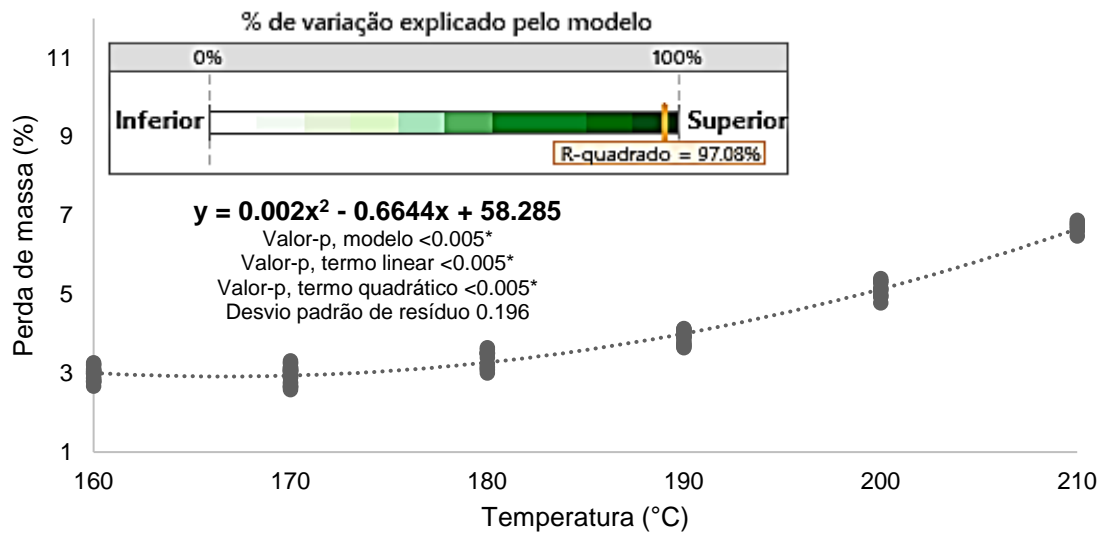
Tratamento	Descritiva	Perda de Massa (%)	Densidade anidra (kg.m ⁻³)	Varição %	Densidade básica (kg.m ⁻³)	Varição %	Densidade à UE _{21/65} (kg.m ⁻³)	Varição %
Controle	\bar{x} (DP)	-	724 (62)	-	614 (50)	-	797 (60)	-
	M _{dn} (IQR)	-	724 (89)	-	614 (72)	-	797 (80)	-
160 °C	\bar{x} (DP)	2,98 (0,16)	717 (62)	-1,0	615 (48)	+0,3	779 (63)	-2,2
	M _{dn} (IQR)	2,99 (0,26) a	714 (91)		615 (79)		779 (92)	
170 °C	\bar{x} (DP)	2,96 (0,22)	736 (56)	+2,0	632 (45)	+3,6	792 (57)	-0,3
	M _{dn} (IQR)	3,04 (0,39) a	736 (44)		632 (46)		792 (43)	
180 °C	\bar{x} (DP)	3,35 (0,22)	730 (57)	+0,9	633 (45)	+3,2	787 (54)	-1,2
	M _{dn} (IQR)	3,44 (0,38) b	730 (55)		633 (55)		787 (47)	
190 °C	\bar{x} (DP)	3,90 (0,17)	727 (57)	+0,4	626 (43)	+2	784 (59)	-1,6
	M _{dn} (IQR)	3,93 (0,32) b	727 (59)		626 (50)		784 (59)	
200 °C	\bar{x} (DP)	5,13 (0,20)	728 (64)	+0,5	634 (48)	+3,3	777 (63)	-2,6
	M _{dn} (IQR)	5,11 (0,39) c	728 (94)		634 (64)		777 (88)	
210 °C	\bar{x} (DP)	6,71 (0,13)	685 (74) **	-5,4	627 (61)	+2,1	732 (72) **	-8,1
	M _{dn} (IQR)	6,72 (0,21) d	685 (130)		627 (101)		732 (120)	
		F = 144,21 ** p<0,001	H = 18,54 ** p<0,05		H = 6,38 ^{ns} p=0,14		H = 30,19** p<0,001	

Nota: \bar{x} é a média aritmética; M_{dn} é a mediana; IQR é a amplitude interquartil; DP é o desvio-padrão; Kruskal-Wallis (H);

** Significativo a p<0,05; ^{ns} não diferem estatisticamente;

médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes pelo teste Tukey com 95% de probabilidade

Figura 3 - Associação da perda de massa (%) da madeira de tauari com a temperatura de modificação térmica



1.3.2 Higroscopicidade e estabilidade dimensional

Os efeitos da temperatura de modificação térmica na umidade de equilíbrio ($UE_{21/65}$) e no inchamento da madeira de Tauari são apresentados na Tabela 3. A $UE_{21/65}$ da madeira diminuiu de 11,38% (controle) para 5,12% (210 °C). Observou-se uma redução crescente, de 31,4% a 160 °C para 55% a 210 °C (Figura 4).

Resultados semelhantes foram observados por outros autores (Altgen et al., 2016; Brito et al., 2018; Calonego et al., 2016; Chaouch et al., 2013; Wentzel et al., 2019).

Tabela 3 – Umidade de equilíbrio, inchamentos volumétrico e linear e fator anisotrópico da madeira de tauari por tratamento

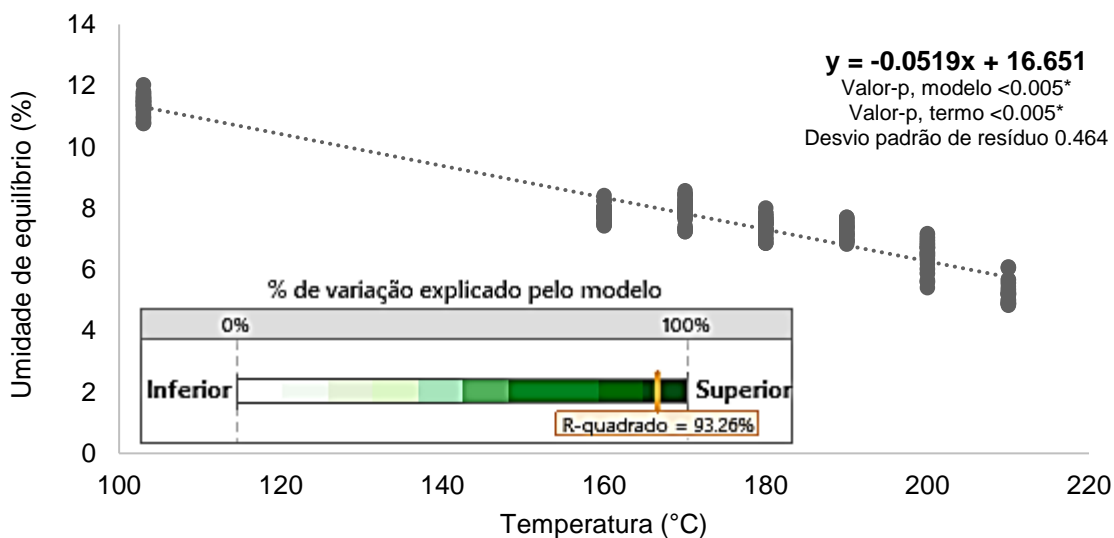
Tratamento	Umidade de Equilíbrio à 21 °C e 65% UR (%)		Inchamento (%)						at/ar
	Média	Variação (%)	Tangencial		Radial		Volumétrico		Média
			Média	EAI (%)	Média	EAI (%)	Média	EAI (%)	
Controle	11,38 (0,30) a	-	8,7 (0,7) a	-	6,91 (0,9) a	-	17,08 (1,7) a	-	1,27
160 °C	7,83 (0,25) b	31,4	7,34 (0,8) b	15,7	4,33 (1,0) c	37,3	12,62 (1,5) c	26,1	1,78
170 °C	7,89 (0,37) b	30,6	7,29 (0,6) b	16,2	5,29 (0,7) b	23,5	13,97 (0,7) b	18,2	1,40
180 °C	7,41 (0,28) c	35,1	6,97 (1,2) b	19,9	5,18 (1,3) b	25,0	13,25 (1,9) b	22,4	1,46
190 °C	7,27 (0,27) c	36,0	7,45 (0,5) b	14,4	5,01 (0,5) b	27,5	13,74 (0,7) b	19,5	1,51
200 °C	6,51 (0,58) d	42,8	6,2 (0,8) c	28,7	4,21 (1,1) c	39,0	11,49 (2,0) c	32,7	1,53
210 °C	5,12 (0,47) e	54,8	4,05 (1,0) d	53,4	3,25 (1,1) d	52,9	8,05 (2,2) d	52,9	1,34
	F = 955,2 **		F = 30,79 **		F = 13,69 **		F = 28,50 **		F = 2,20 ^{ns} p=0,054

Nota: EAI - Eficiência anti-inchamento; Desvios-padrão entre parênteses. ANOVA (F); ** Significativo em $p < 0,001$; ^{ns} Não diferem estatisticamente; médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes pelo teste Tukey

A modificação térmica causa diminuição significativa na $UE_{21/65}$ já na fase mais suave (160 °C e 170 °C). A redução dos grupos hidroxilas livres e o aumento da cristalinidade da celulose restringe a absorção de água dentro da parede celular (Esteves & Pereira, 2009). Entre 180 °C e 190 °C não há mudança da $UE_{21/65}$ em função de, neste intervalo de temperatura, as hemiceluloses sofrerem mais alterações na sua estrutura química do que degradação em massa (Sundqvist et al., 2006). Windeisen et al. (2009) observaram redução significativa da $UE_{21/65}$ somente acima de 180 °C com correlação moderada com a perda de hemiceluloses.

Na fase intensa (210 °C) de modificação ocorrem reações de clivagem nas ligações no complexo da lignina e aumento da concentração de grupos fenólicos e de sítios aromáticos disponíveis para reação. Neste estado de maior reatividade, a lignina sofre várias reações de autocondensação e policondensação e ligações cruzadas no complexo lignina-lignina e lignina-carboidratos (cercando as microfibrilas de celulose), aumentando de forma relativa o seu teor na madeira, tornando a madeira mais estável dimensionalmente e menos higroscópica (Bekhta & Niemz, 2003; Kamdem et al., 2002; Kollmann & Fengel, 1965; Nuopponen et al., 2004; Repellin & Guyonnet, 2003; Sivonen et al., 2002; Viitaniemi et al., 2001).

Figura 4 - Associação da umidade de equilíbrio - $UE_{21/65}$ (%) com a temperatura de modificação térmica



Foi observada redução significativa do inchamento com o aumento da temperatura de modificação térmica (Figura 5, $R = -0,97$). A diminuição no inchamento volumétrico após o processo pode ser explicada pela redução do teor de

água higroscópica dentro da parede celular saturada de água (Biziks et al., 2015). Como esperado, as mudanças dimensionais foram maiores na direção tangencial do que na radial.

O comportamento dos inchamentos tangencial (Figura 6), radial (Figura 7) e volumétrico (Figura 8) em relação a temperatura foram melhor ajustados por meio de modelos de regressão polinomiais. A relação entre a temperatura e o inchamento foi estatisticamente significativa em todos os modelos. Podemos observar que conforme a modificação se torna mais intensa, principalmente a partir de 190 °C, o inchamento diminui mais drasticamente.

Figura 5 - Inchamentos médios linear e volumétrico da madeira de tauari em função da modificação térmica

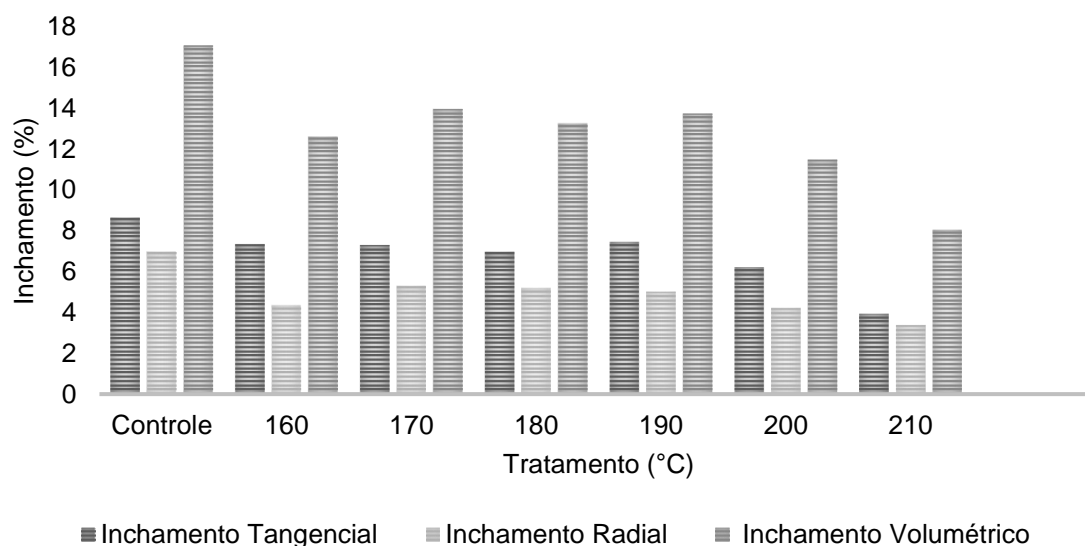


Figura 6 - Associação do inchamento tangencial (%) com a temperatura de modificação térmica

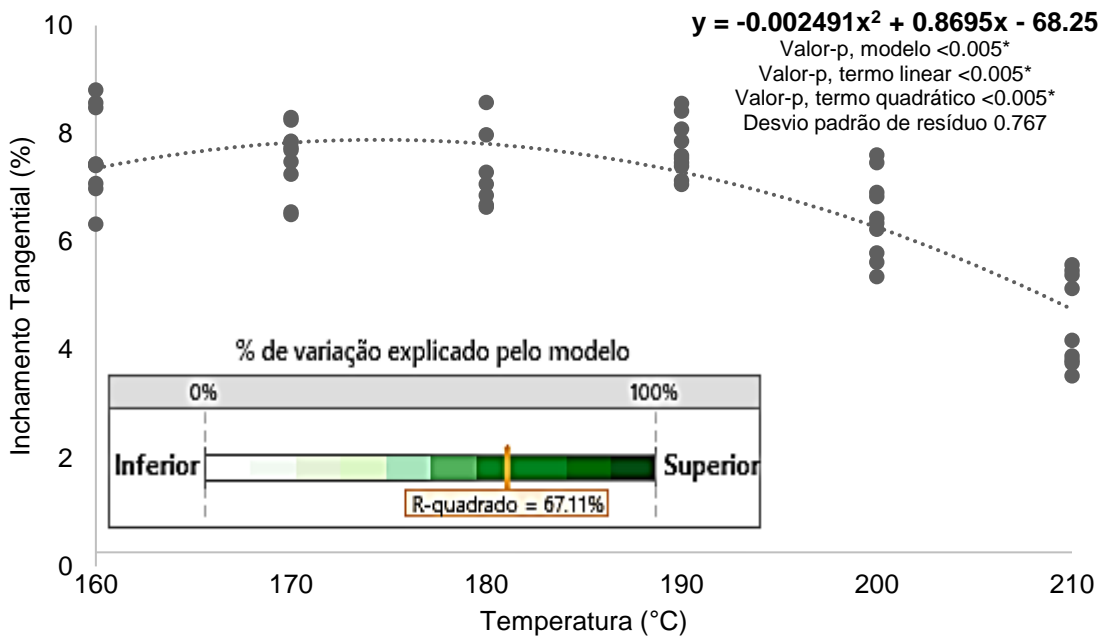


Figura 7 - Associação do inchamento radial (%) com a temperatura de modificação térmica

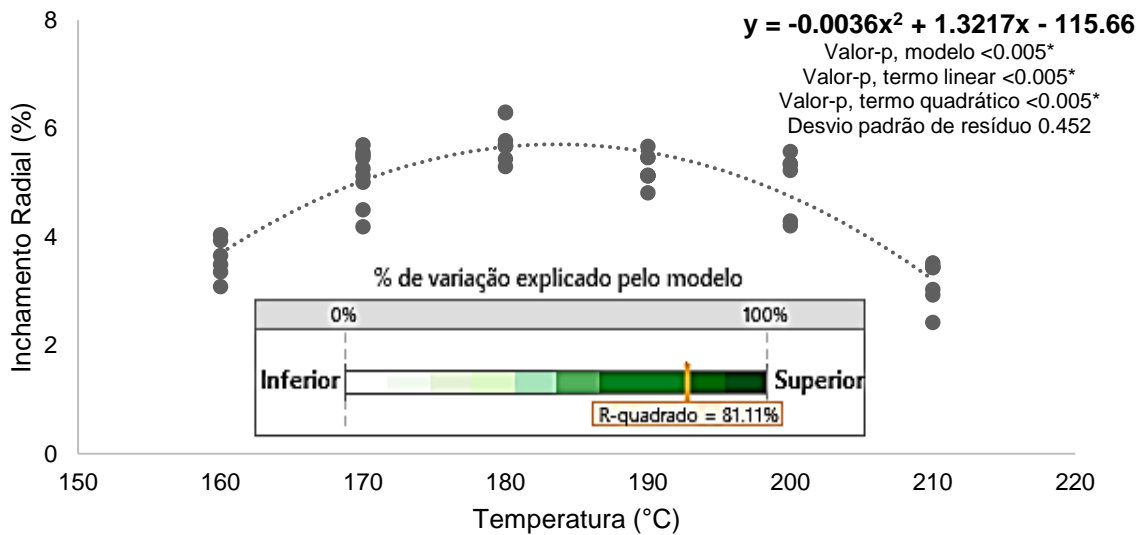
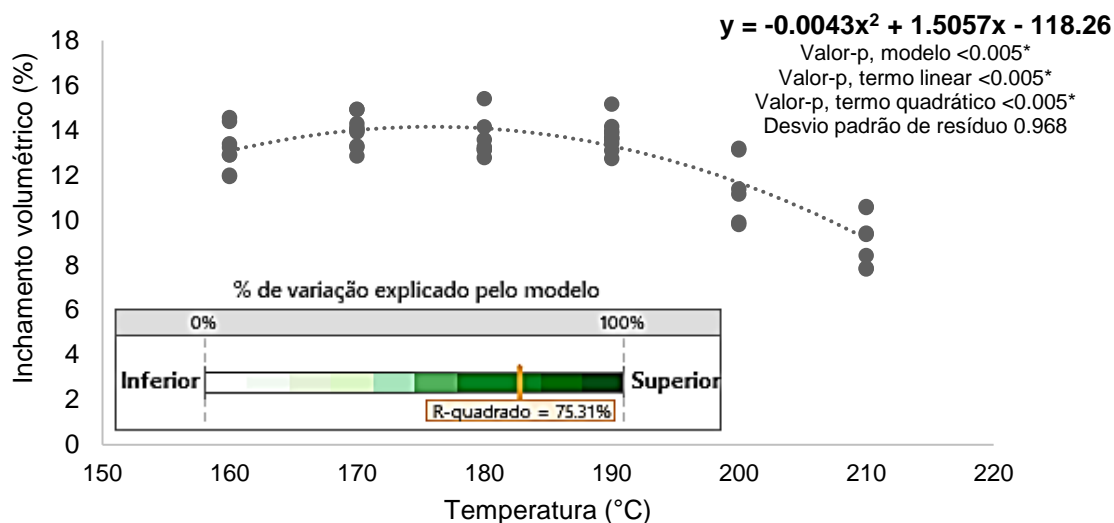
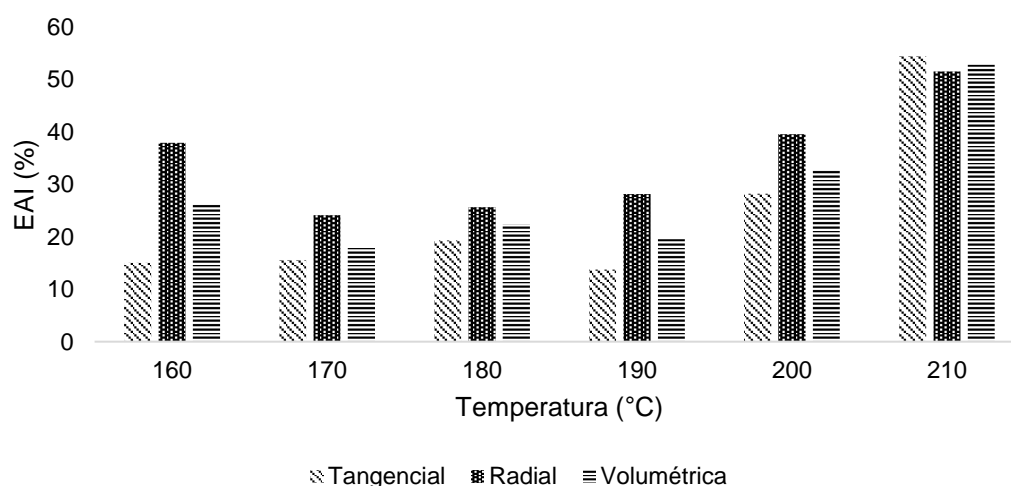


Figura 8 - Associação do inchamento volumétrico (%) com a temperatura de modificação térmica



Todas as temperaturas de modificação empregadas geraram ganhos em EAI, contudo, estes ganhos foram maiores na fase intensa de modificação. Em termos de eficiência anti-inchamento (EAI) observou-se um ganho acima de 50% na temperatura de 210 °C (Figura 9). Estes resultados são similares aos encontrados por Čermák et al. (2016) que observaram EAI de 28,6% a 180 °C e 42,7% a 220 °C para madeira de *Pinus sylvestris* L. (densidade anidra 530 kg.m⁻³). A EAI é um índice utilizado para quantificar a melhoria da estabilidade dimensional e representa a diferença entre o inchamento da madeira tratada e do controle.

Figura 9 - Eficiências anti-inchamento - EAI (tangencial, radial e volumétrica) da madeira de tauari em função da modificação térmica

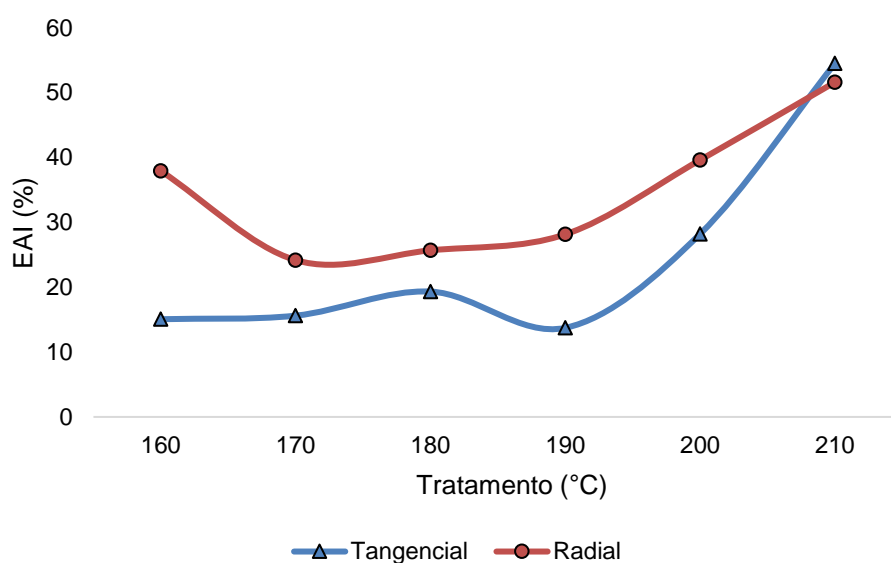


O inchamento diminuiu significativamente nas direções tangencial e radial com o aumento da temperatura de modificação térmica (Figura 10). O grupo controle apresentou em média 8,7% de inchamento na direção tangencial e 6,9% na direção radial. Após o processo a 160 °C, esses valores diminuíram 15% e 37%, respectivamente. A 200 °C, os valores de EAI radial reduziu 39% enquanto a EAI tangencial diminuiu 29%. A EAI tangencial torna-se igual a EAI radial apenas a 210 °C. Korkut (2012) e Tiryaki et al. (2016) relataram resultados semelhantes para diferentes espécies modificadas termicamente até 190 °C. Esses resultados indicam comportamentos térmicos distintos para os planos tangencial e radial com degradação mais intensa de componentes químicos hidrofílicos ou maior formação de compostos hidrofóbicos na direção radial em temperaturas de até 200 °C.

Baas (1982) afirma que a parede radial possui maior proporção de lignina, enquanto a parede tangencial possui muito mais componentes hidrofílicos. Este autor também relatou que a lignina ocupa clivagens entre microfibrilas na direção radial, atuando como agente de volume e restringindo o movimento.

Nossos resultados sugerem que até 200 °C a proporção de lignina na direção radial aumenta, tornando os ganhos de EAI maiores. Acima de 200 °C, ambas as direções apresentam proporções de lignina semelhantes, devido à degradação das hemiceluloses, igualando os valores de EAI.

Figura 10 - Eficiências anti-inchamento - EAI nas direções tangencial e radial em função de modificação térmica



A modificação térmica reduziu de maneira significativa (23,5 a 30%) a contração somente no tratamento de 210 °C (Tabela 4). Nos demais tratamentos não foram observadas alterações significativas na contração. Não foram observados também efeitos significativos na razão α_t/α_r de inchamento da madeira, apesar da tendência de queda. Brito et al. (2006) observaram redução de 25% na contração da madeira de *Eucalyptus* spp. modificada a 200 °C em estufa laboratorial. Nossos resultados demonstram que para madeira de tauari a modificação térmica aumenta a eficiência anti-inchamento já na fase suave de modificação (<170 °C), enquanto a eficiência anti-contração só aumenta com o tratamento mais intenso (210 °C). Em termos práticos, a madeira modificada termicamente estará mais sujeita a processos de inchamento do que contração em função da sua baixa umidade de equilíbrio e uso preferencial como produto exposto a intempéries. Estes resultados são importantes para produzir peças menos higroscópicas mesmo com uso de baixas temperaturas de modificação.

Tabela 4 - Contrações volumétrica e linear e coeficiente anisotrópico da madeira de tauari por tratamento

Tratamento	Descritiva	Contração da condição saturada para seca (%)						β_t/β_r
		Tangencial	EAC (%)	Radial	EAC (%)	Volumétrica	EAC (%)	
Controle	\bar{x} (DP)	8,1 (0,7)	-	5,8 (1,0)	-	13,6 (1,4)	-	1,41 (0,2)
	M_{dn} (IQR)	8,0 (0,9)		5,6 (1,6)		13,4 (2,3)		1,41 (0,2)
160 °C	\bar{x} (DP)	8,2 (0,7)	3,1	5,7 (1,2)	5,6	13,7 (1,7)	3,0	1,49 (0,3)
	M_{dn} (IQR)	8,3 (0,9)		5,9 (1,7)		13,9 (2,8)		1,40 (0,3)
170 °C	\bar{x} (DP)	8,2 (0,7)	3,4	6,0 (1,0)	13,0	13,9 (1,3)	7,4	1,40 (0,3)
	M_{dn} (IQR)	8,3 (0,7)		6,3 (1,1)		14,4 (1,7)		1,33 (0,2)
180 °C	\bar{x} (DP)	7,7 (0,7)	-3,8	5,6 (1,1)	4,7	13,0 (1,4)	0,1	1,41 (0,3)
	M_{dn} (IQR)	7,7 (1,0)		5,9 (1,2)		13,5 (1,9)		1,32 (0,2)
190 °C	\bar{x} (DP)	7,9 (0,8)	0,2	5,8 (1,1)	8,1	13,4 (1,6)	2,9	1,41 (0,3)
	M_{dn} (IQR)	8,1 (1,3)		6,1 (1,5)		13,8 (2,6)		1,31 (0,2)
200 °C	\bar{x} (DP)	7,3 (1,0)	-5,1	5,4 (1,2)	2,0	12,4 (1,9)	-2,6	1,39 (0,2)
	M_{dn} (IQR)	7,6 (1,1)		5,7 (1,6)		13,1 (2,3)		1,34 (0,2)
210 °C	\bar{x} (DP)	5,5 (1,1)	-30,0	4,1 (0,9)	-23,5	9,5 (1,8)	-27,0	1,38 (0,2)
	M_{dn} (IQR)	5,6 (1,5) **		4,3 (1,5) **		9,8 (2,6) **		1,33 (0,2)
		H = 118,7 **		H = 62,14 **		H = 96,8 **		

Nota: EAC - Eficiência anti-contração; \bar{x} é a média aritmética; M_{dn} é a mediana; IQR é a amplitude interquartil; DP é o desvio-padrão; Kruskal-Wallis (H); ** Significativo a $p < 0,05$; ^{ns} não diferem estatisticamente com 95% de probabilidade;

Após a exposição a três ciclos consecutivos de secagem e saturação, o inchamento tangencial do grupo controle diminuiu 9,4%. Para as amostras termicamente modificadas houve alterações pouco expressivas no inchamento, até 4% (para mais ou para menos) a exceção das amostras modificadas a 210 °C que tiveram aumento do inchamento de 18,5% (Figura 11). Para contração radial e volumétrica observamos alterações mais expressivas quase que exclusivamente no grupo controle, que tiveram reduções de 14,0% e 13,0%, respectivamente (Figura 12 e Figura 13).

Figura 11 - Inchamento tangencial da madeira controle e modificada termicamente após o 1º e 3º ciclo de secagem-saturação por 24h em função da modificação térmica

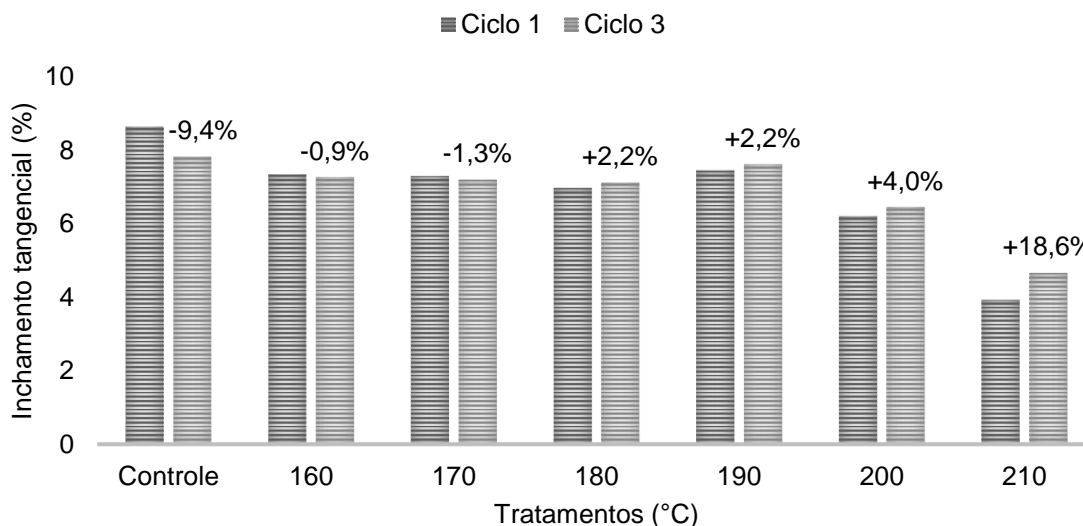


Figura 12 - Inchamento radial da madeira controle e modificada termicamente após o 1º e 3º ciclo de secagem-saturação por 24h em função da modificação térmica

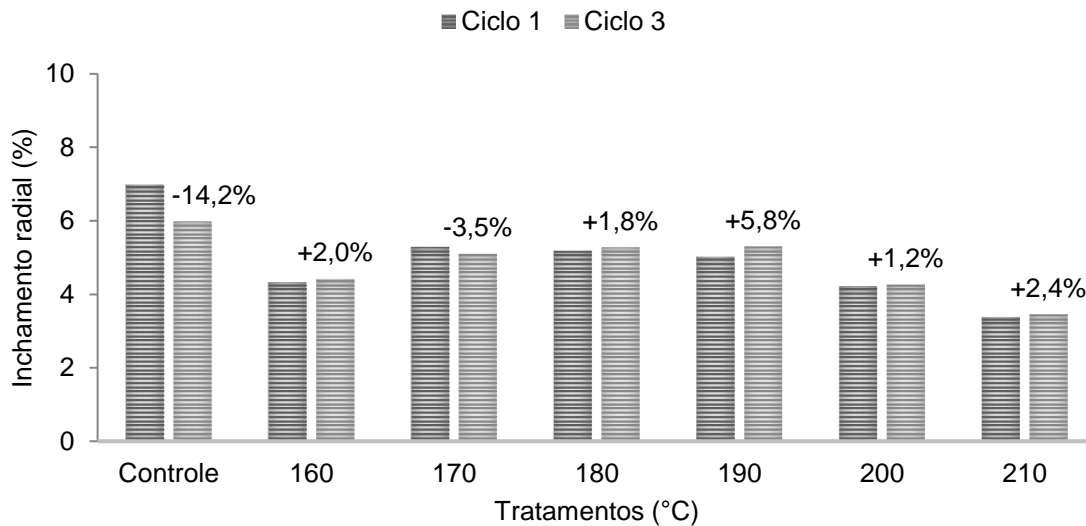
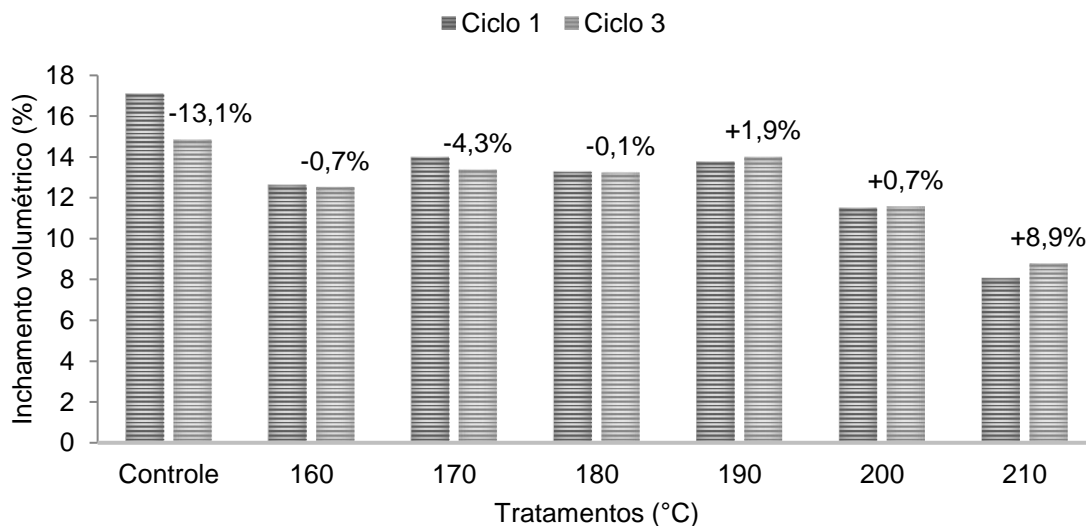


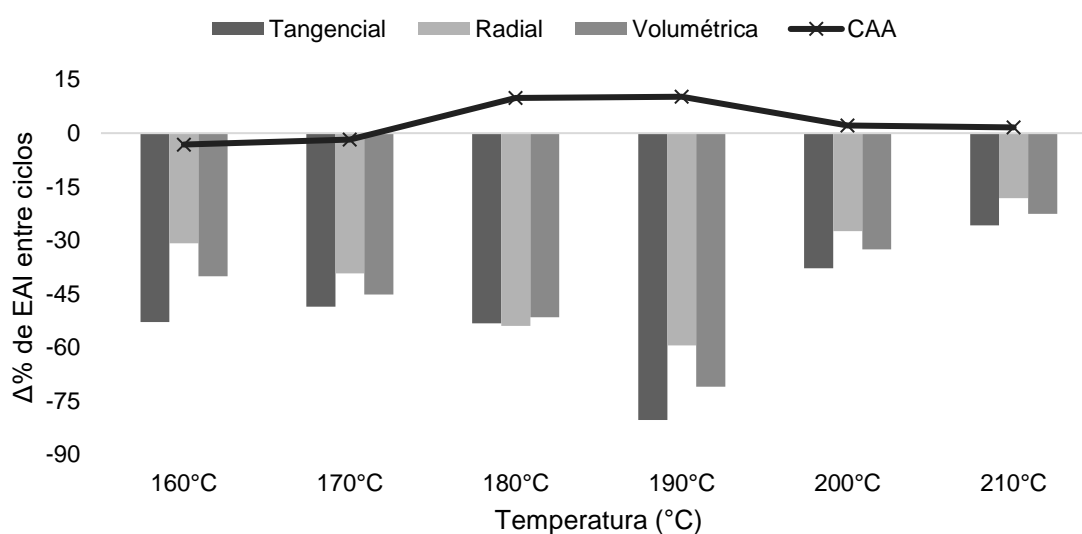
Figura 13 - Inchamento volumétrico da madeira controle e modificada termicamente após o 1º e 3º ciclo de secagem-saturação por 24h em função da modificação térmica



O aumento de inchamento após ciclos de secagem-saturação, diminuiu a eficiência anti-inchamento da madeira modificada termicamente (Figura 14). A temperatura que mais diminuiu a EAI foi a 190 °C com redução de 80%, 59% e 71% na EAI tangencial, radial e volumétrica, respectivamente. A madeira modificada a 180 °C registrou a 2ª maior diminuição de EAI, com cerca de 50% para tangencial,

radial e volumétrica. Esta tendência de diminuição de EAI de madeiras modificadas termicamente com aumento do número de ciclos de sorção também foi observada por Biziks et al. (2015).

Figura 14 - Variação percentual das eficiências anti-inchamento (EAI) tangencial, radial e volumétrica e da taxa de absorção de água (CAA) da madeira modificada termicamente entre o 1º e o 3º ciclo de secagem-saturação por 24h em função da modificação térmica



A redução da propriedade hidrofóbica de madeiras modificadas também foi observada por Biziks et al. (2015) e Čermák et al. (2016). Estes autores levantaram duas hipóteses para explicar a redução da EAI entre ciclos. Primeiro, durante a o processo são criadas tensões internas de secagem que são liberadas em sucessivos ciclos de troca de umidade, aumentando a capacidade de absorção de água. Segundo, entre ciclos ocorre a lixiviação de produtos secundários da modificação térmica que bloqueiam a penetração de moléculas de água entre as regiões microfibrilares (microporos).

No presente estudo, não observamos variação significativa na massa seca em nenhum tratamento ou no grupo controle após cada ciclo de secagem-saturação. Em contrapartida, observamos que após o 3º ciclo de secagem-saturação houve alteração expressiva na taxa de absorção de água (+10%) somente nos tratamentos com temperatura de 180 °C e 190 °C. Nas demais temperaturas, as alterações foram menores que 5%.

Estes resultados permitem concluir que a diminuição da estabilidade dimensional da madeira modificada termicamente entre ciclos de absorção de água não se dá em função da lixiviação de coprodutos da degradação térmica. A hipótese mais provável é que haja um relaxamento das tensões geradas durante a secagem da madeira em altas temperaturas, permitindo a reentrada da água em novos sítios de sorção.

1.3.3 Propriedades Mecânicas

Resistência e rigidez a compressão paralela às fibras

O efeito da modificação térmica na resistência (f_{co}) e na rigidez (E_{co}) à compressão paralela às fibras de madeira de tauari é mostrado na Tabela 5. As médias de resistência do controle são semelhantes aos descritos por Araújo (2007) para madeiras de tauari. A modificação térmica entre 160 °C e 210 °C não influenciou significativamente a resistência e rigidez, embora tenha sido registrado aumento em termos absolutos de 21,3% para resistência (a 170 °C) e de 23,2% para rigidez (a 190 °C).

Tabela 5 - Resistência e rigidez à compressão paralela às fibras da madeira de tauari por tratamento

Tratament o	f_{co} (MPa)		f_{cok} (MPa)	Classe de resistência	E_{co} (MPa)	
	Média	Variação			Média	Variação
Controle	57,1 (10,7)		42	40	16585 (3374,5)	-
160 °C	63,7 (7,2)	11,5%	58	40	19926 (3169,4)	16,8%
170 °C	69,3 (7,9)	21,3%	62	60	18535 (4854,9)	9,8%
180 °C	64,6 (11,4)	13,0%	46	40	18893 (3892,3)	11,6%
190 °C	68,6 (9,7)	20,0%	55	40	21208 (3154,9)	23,2%
200 °C	68,0 (9,4)	18,9%	62	60	19186 (3749,6)	13,1%
210 °C	64,7 (17,4)	13,3%	45	40	18875 (4161,5)	11,5%
ANOVA	F = 1.30 ^{ns} p=0.27				F = 1.16 ^{ns} p=0.34	

Nota: f_{co} e E_{co} são a resistência e a rigidez a compressão paralela às fibras, respectivamente; Desvios-padrão entre parênteses. ANOVA (F); ^{ns} não diferem estatisticamente;

Entretanto, é importante ressaltar que o efeito do processo na resistência a compressão paralela às fibras também pode ser positivo ou negativo.

A modificação térmica aumenta as regiões cristalinas na madeira (Lengowski et al., 2013), que atuam como uma armação de suporte estrutural (Bayani et al., 2019). Associado a isto, a reticulação da lignina permite novas conexões e pontos de ligação entre a celulose e as hemiceluloses degradadas termicamente (Bayani et al., 2019; Windeisen et al., 2009). Boonstra et al. (2007) afirmam que a reticulação da lignina limitaria a movimentação perpendicular das microfibrilas de celulose (atuando como reforço) e melhoraria a resistência da lamela média (por ser seu principal componente) quando a madeira é sujeita a forças de compressão paralelas às fibras. Windeisen et al. (2009) afirmaram que a formação de novas ligações químicas com maior energia de ligação do que as ligações de hidrogênio clivadas e a reaproximação das cadeias de celulose aumentam a rigidez da madeira até um determinado nível. Por fim, a diminuição de $UE_{21/65}$ associada a menor perda de massa também pode ter um efeito positivo na resistência mecânica de madeiras modificadas termicamente (Esteves & Pereira, 2009). Calonego et al. (2012) estudando MMT de *E. grandis* entre 140 °C e 220 °C observaram aumento de 5% da resistência até 200 °C comparado ao controle. Navickas e Albrektas (2013) estudando MMT de *Abies bornmulleriana* entre 170 °C e 212°C observou aumento da resistência e da rigidez na compressão paralela as fibras até 200 °C.

Os efeitos negativos do processo ocorrem quando a perda de massa é superior a 8% (Windeisen et al., 2009). Isto parece também ocorrer para o ensaio de compressão, visto que a perda de massa máxima da MMT de Tauari ficou abaixo deste valor, o que ajuda a explicar a ausência de efeito da temperatura nas propriedades mecânicas na compressão paralela às fibras. Na fase intensa de modificação é possível notar uma leve tendência de queda tanto na rigidez quanto na resistência, o que está de acordo com o aumento na perda de massa. Podemos inferir que em temperaturas maiores que 210 °C teríamos redução acentuada também da rigidez e da resistência acompanhando a perda de massa. Korkut (2012) observou redução da resistência à compressão em *Entandrophragma cylindricum* (6.9%), *Terminalia superba* (31.8%) e *Chlorophora excelsa* (12.5%) modificadas a 180 °C por 4h. Gunduz et al. (2009) estudando madeira de *Pyrus elaeagnifolia* observaram redução da resistência à compressão de 7% a 160 °C e 11% a 180 °C.

Diversos fatores podem afetar o comportamento da madeira durante a modificação térmica, entre eles a espécie utilizada, o tempo e a temperatura (Araújo et al., 2016; Brunetti et al., 2007; Santos, 2000).

A diminuição da resistência mecânica da madeira modificada termicamente observada em diversos estudos (Esteves & Pereira, 2009; Lengowski et al., 2021) pode não comprometer o uso estrutural da madeira, dependendo da sua magnitude. Essa madeira é classificada em classes de resistência com base na resistência característica à compressão paralela às fibras (Euftrade Junior et al., 2015). A classe de resistência C40 observada para o controle foi a mesma relatada por Jesus et al. (2015). Nós observamos que quando a madeira foi modificada a 170 °C, a classe de resistência aumentou de C40 para C60, enquadrando estas madeiras modificadas em usos semelhantes a madeiras tradicionalmente utilizadas na construção civil, como *Manilkara huberi* (massaranduba) e *Mezilaurus itauba* (itaúba). Mesmo a modificação térmica intensa não comprometeu a utilização usual da madeira de Tauari sob esforços de compressão. Entretanto, é extremamente importante ressaltar que o enquadramento nas classes de resistência segundo a norma brasileira se dá pelo valor característico da compressão paralela, e as propriedades na flexão estática são mais severamente afetadas pela modificação térmica.

Resistência à flexão estática

A modificação térmica não afetou o comportamento mecânico da madeira no ensaio de flexão estática até 200 °C (Tabela 6). As médias de MOR e MOE da madeira sem modificação são semelhantes aos descritos em Araújo (2007) para madeiras de Tauari. Observamos que de 160 °C a 180 °C, o MOR aumentou cerca de 8%, caindo levemente cerca de 3% de 190 °C a 200 °C e tendo uma queda significativa de 32% a 210 °C em relação ao grupo controle. O MOE aumentou 6% a 160 °C, 7% em 180 °C e 190 °C e 10% a 200 °C quando comparado ao controle. A tendência de aumento do MOR foi observada para resistência característica da madeira (f_{Mk}) mas somente a 160 °C, com aumento de 15%. Entretanto, é importante ressaltar que a partir de 190 °C o f_{Mk} começou a diminuir, com queda de 37% no f_{Mk} a 210 °C. Desta forma, observamos que as médias de resistência característica são mais indicados para caracterização de madeiras modificada termicamente, pois

permite eliminar valores extremos e confere maior segurança para tomada de decisão no uso deste tipo de madeira em aplicações estruturais.

Tabela 6 - Resistência e rigidez à flexão estática da madeira tauari por tratamento

Tratamento	Resistência - MOR (MPa)		f_{Mk} (MPa)	Rigidez - MOE (MPa)	
	Média	Variação		Média	Variação
Controle	122,1 (22) a		97	16552 (3364)	-
160 °C	141,3 (25) a	10,5%	112	17614 (2613)	6,4%
170 °C	134,6 (32) a	5,3%	94	17755 (2433)	7,3%
180 °C	139,4 (30) a	9,0%	97	17676 (2356)	6,8%
190 °C	125,3 (34) a	-2,0%	88	18086 (2782)	9,3%
200 °C	123,3 (31) a	-3,5%	85	18264 (2507)	10,3%
210 °C	86,4 (29) b	-32,4%	60	16535 (3266)	-0,1%
ANOVA	F = 14,87 **			F = 2,30 ^{ns} p=0,035	

Nota: f_{Mk} é a resistência característica na flexão estática; Desvios-padrão entre parênteses. ANOVA (F); ** Significativo em $p < 0,001$; ^{ns} não diferem estatisticamente; médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes pelo teste Tukey

O MOR na flexão é uma das principais propriedades afetadas negativamente pelo processo, restringindo o uso deste produto para aplicações estruturais (Esteves & Pereira, 2009). Em geral, há uma diminuição importante no MOR independentemente do processo ou espécie utilizados (Repellin & Guyonnet, 2003; Sandberg & Kutnar, 2015). Outros autores afirmam que a espécie de madeira e as condições do processo utilizado podem reduzir (Esteves & Pereira, 2009) ou aumentar o MOR (Kuboijima et al., 2000).

Diversos trabalhos reportam reduções expressivas no MOR, da ordem de 44% a 50% para tratamentos entre 170 °C e 210 °C (Bekhta & Niemz, 2003; Calonego et al., 2012; Johansson & Morén, 2006; Yildiz et al., 2011). Gaffa et al. (2019) estudando madeira de carvalho-europeu (*Quercus robur*) modificado termicamente entre 160 °C e 210 °C com duração de três horas sob o processo ThermoWood® utilizando atmosfera de vapor, observaram redução na média de MOR na flexão de 40% a 180 °C e 49% a 210 °C.

Nossos resultados sugerem que o comportamento do MOR para madeira de Tauari depende da intensidade da modificação térmico utilizada, tendo diminuição significativa somente em temperaturas mais severas (acima de 200 °C). Estes

resultados indicam que a madeira nativa de Tauari apresentou maior resistência a degradação térmica que outros materiais já estudados na literatura.

A diminuição da resistência e da rigidez da madeira modificada termicamente pode ser ocasionada pela (i) degradação da celulose amorfa, que é a principal responsável pela resistência a tração da madeira (Boonstra et al., 2007); (ii) diminuição do teor de xiloses e quebra da matriz lignina-hemiceluloses que reforçam as microfibrilas, comprometendo a capacidade de compartilhamento de carga (Windeisen et al., 2009; Yildiz et al., 2006) e (iii) aumento da fragilidade da madeira (Balkis et al., 2013). Boonstra et al. (2007), no entanto, não observaram degradação da celulose e da lignina mesmo após a madeira perder 40% do MOR, e ressaltaram que ainda não está claro como a degradação das hemiceluloses atua nas tensões primárias de tração, compressão e cisalhamento quando a madeira está sob esforço de flexão.

Já o aumento do MOR e do MOE pode ser atribuído a (i) menor umidade de equilíbrio, (ii) aumento da rigidez em torno das microfibrilas em função da reticulação da lignina; (iii) formação de ligações químicas com maior energia do que as ligações OH e (iv) aumento da cristalinidade da madeira (Esteves et al., 2007; Kubojima et al., 1998; Windeisen et al., 2009). Estas condições atenuariam a degradação térmica em temperaturas mais suaves (Bayani et al., 2019). Em temperaturas mais severas, estes efeitos positivos são superados pela degradação dos componentes da madeira (Esteves & Pereira, 2009).

O módulo de elasticidade é uma das propriedades mais importantes para avaliação de madeira (Hein & Campos, 2009). Diversos autores relataram um aumento nas médias de rigidez (MOE) da madeira com o aumento da temperatura de modificação (Boonstra et al., 2007; Esteves et al., 2007; Modes et al., 2017). Kačíková et al. (2013) observaram efeitos negativos da temperatura no MOE somente acima de 220 °C. Estes autores encontraram fortes correlações entre MOE, MOR, perda de massa e parâmetros colorimétricos. Kubojima et al. (2000) observaram que na temperatura de 160 °C e 4h de exposição as médias de MOE na flexão da madeira de *Picea sitchensis* aumentaram. Boonstra et al. (2007) observaram aumento no MOE na flexão, na resistência a compressão paralela e na dureza de MMT a 165°C e 185°C.

Entretanto, acima de 200 °C, a degradação supera a cristalização e as médias de MOE começam a diminuir conforme o avanço da degradação da madeira (Kubojima

et al., 1998). Outros autores relatam que a madeira se torna mais frágil com o aumento da intensidade do processo em função da ruptura da parede celular (Bakar et al., 2013; Kubojima et al., 2000).

Durante os ensaios de flexão e compressão observamos visualmente que a madeira de Tauari modificada em temperaturas mais elevadas (> 200 °C) apresentou falhas abruptas (ruptura frágil) em comparação à madeira controle, que teve comportamento mais dúctil. Phuong et al. (2007) demonstraram o efeito do aumento da temperatura na fragilidade da madeira. Eles concluíram que a realocação de lignina e a degradação de hemiceluloses são os principais fatores responsáveis por esse aumento na fragilidade de madeiras modificadas termicamente.

Podemos concluir que o MOE sofre um aumento até 200°C em função do aumento de cristalinidade da madeira e começa a diminuir acima de 210 °C em função da degradação mais intensa dos componentes da madeira, conforme observado nos valores de perda de massa.

Dureza Janka

As médias de dureza da madeira sem modificação são semelhantes aos descritos em Araújo (2007) para madeiras de Tauari (Tabela 7). Foram observadas diferenças significativas na dureza Janka normal e radial em função da modificação térmica somente na fase intensa. As médias de dureza tangencial foram comparativamente menores do que na face radial dos corpos de prova em todos os tratamentos avaliados. A modificação térmica promoveu um leve aumento da dureza radial (160 °C, +7%) e tangencial (170 °C, +7%). A modificação moderada promoveu diminuição média de 4.6% e 4.1% para dureza radial e tangencial, respectivamente. Já acima de 180 °C a dureza normal da madeira começa a diminuir progressivamente, com diminuição máxima de 27% para dureza normal e radial e de 28% para dureza tangencial a 210 °C em relação a madeira controle.

O efeito da modificação térmica na dureza da madeira ainda é controverso e depende da espécie e do processo utilizado. Wentzel et al. (2019) não observaram efeitos da modificação térmica até 200 °C na dureza *Brinell* para diferentes espécies de *Eucalyptus*. Priadi & Hiziroglu (2013) observaram redução da dureza para diferentes madeiras modificadas a 200 °C por 2h e conclui que a modificação

térmica causa danos nas paredes celulares, comprometendo a resistência da madeira. Leitch (2009) observou aumento dos valores de dureza para madeira modificadas a 200 °C pelo processo *ThermoWood*®. Araújo et al. (2016) estudando efeito da modificação térmica entre 180 °C e 220 °C observaram redução na dureza Janka da madeira de bracatinga (*Mimosa scabrella*) e peroba-mica (*Aspidosperma populifolium*) e aumento na madeira de cumaru (*Dipteryx odorata*) a 180 °C com diminuição nas temperaturas superiores (>200 °C) mas sem efeito da atmosfera de modificação.

As propriedades mecânicas são correlacionadas com a densidade da madeira (Lykidis et al., 2013). A resistência da madeira à endentação está intimamente relacionada à camada mais superficial da madeira. A diminuição da dureza observada a 210 °C pode ser atribuída à menor densidade aparente.

Já o aumento da dureza na fase suave de modificação (160 °C – 170 °C) pode ser atribuído a menor higroscopicidade da madeira e endurecimento superficial causado pela secagem e aproximação das microfibrilas de celulose, que tem efeito positivo na resistência (Boonstra et al., 2007).

Tabela 7 - Dureza Janka perpendicular às fibras da madeira de tauari em diferentes temperaturas de modificação térmica

Tratamento	Dureza Normal (MPa)	Variação	Dureza Radial (MPa)	Variação	Dureza Tangencial (MPa)	Variação
Controle	44,5 (4,5) a		46,4 (9,4) ab	-	42,7 (9,8)	-
160 °C	45,9 (8,0) a	2,9%	49,5 (9,6) a	6,7%	42,2 (12,4)	-1,2%
170 °C	45,8 (9,4) a	2,9%	46,0 (8,4) ab	-0,8%	45,7 (14,4)	7,0%
180 °C	42,7 (5,6) ab	-4,2%	44,1 (12,1) ab	-4,9%	41,2 (11,4)	-3,5%
190 °C	42,5(8,3) ab	-8,4%	44,4 (10,3) ab	-4,4%	40,7 (13,1)	-4,7%
200 °C	41,1 (6,6) ab	-7,8%	43,4 (8,7) ab	-6,6%	38,8 (10,0)	-9,1%
210 °C	32,3 (10,3) b	-27,5%	33,8 (11,4) b	-27,1%	30,7 (10,1)	-28,1%
	F = 3,50 *		F = 2,23 *		F = 1,51 ^{ns} p= 0,19	

Nota: Desvios-padrão entre parênteses; Δ é a variação; ANOVA (F); * Significativo em p <0,05; ^{ns} não diferem estatisticamente; médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes pelo teste Tukey

1.3.4 Parâmetros colorimétricos

O aumento na temperatura de modificação térmica influenciou nos parâmetros colorimétricos da madeira de Tauari (Tabela 8).

Tabela 8 - Parâmetros colorimétricos da madeira de tauari modificada termicamente

Tratamento	L*	a*	b*	E*	C*	h*
Controle	63,48 a (3,95)	8,84 a (0,89)	24,75 a (2,48)	68,74 a (4,13)	26,3 a (2,41)	1,22 a (0,04)
160 °C	59,59 a (4,77)	9,76 abc (1,23)	26,18 a (2,03)	65,86 a (4,71)	27,97 a (1,99)	1,21 a (0,05)
170 °C	58,91 a (4,23)	9,70 ab (0,78)	25,01 a (1,06)	64,77 a (3,91)	26,84 a (0,91)	1,20 a (0,04)
180 °C	57,42 a (6,05)	9,92 b (0,71)	25,00 a (2,03)	63,44 a (6,11)	26,93 a (1,68)	1,19 ab (0,05)
190 °C	48,31 b (4,72)	10,8 c (0,35)	23,12 ab (2,66)	54,65 bc (5,28)	25,54 ab (2,47)	1,13 bc (0,04)
200 °C	42,27 b (4,03)	10,37 bc (0,52)	19,48 b (2,56)	47,69 c (4,70)	22,08 b (2,48)	1,07 cd (0,04)
210 °C	32,46 c (3,68)	8,32 a (1,17)	16,7 b (2,54)	41,14 c (4,36)	19,14 b (2,63)	1,02 d (0,04)
	F = 131,71 **	F = 15,98 **	F = 41,60 **	F = 123,86 **	F = 37,74 **	F = 61,83 **

Nota: Desvios-padrão entre parênteses. ANOVA (F). ** Significativo em $p < 0,001$; médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes pelo teste Tukey

Os parâmetros colorimétricos mais sensíveis ao processo na amplitude de temperaturas estudadas foram L* e E* (maiores valores de F), embora todas tenham acusado diferenças significativas entre algumas temperaturas, eles tiveram associação matemática ($R^2 > 0,80$) com a temperatura (Figura 15 e Figura 16), indicando que podem ser usados de forma satisfatória na classificação do tratamento, mesmo para madeiras nativas e heterogêneas como o Tauari. Outros parâmetros que mostraram bons ajustes foram saturação (C*) e o índice amarelo-azul (b*), com coeficiente de determinação de 0,73 e 0,76, respectivamente.

Figura 15 - Luminosidade (L *) em função da temperatura na madeira de Tauari

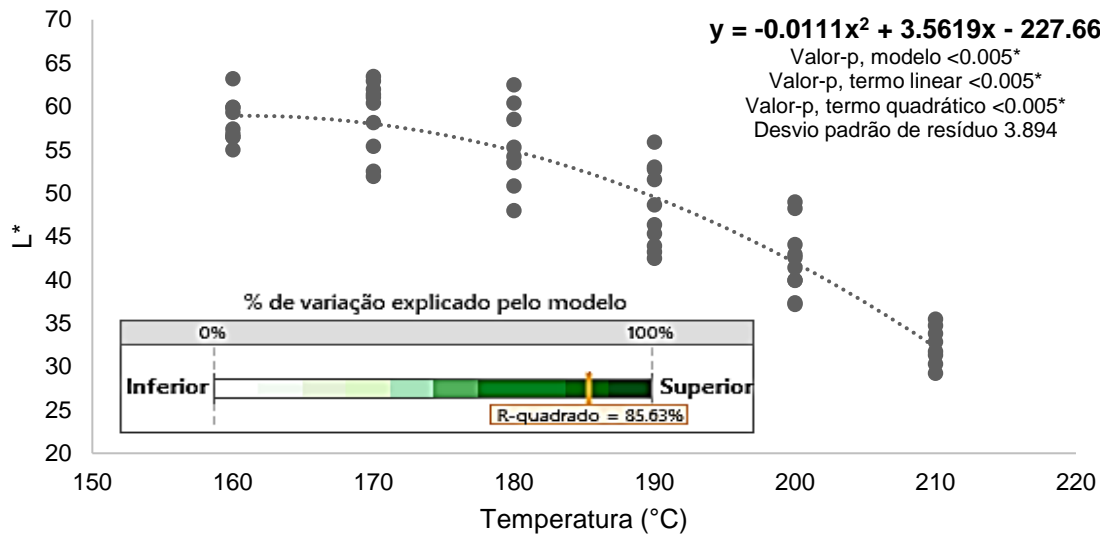
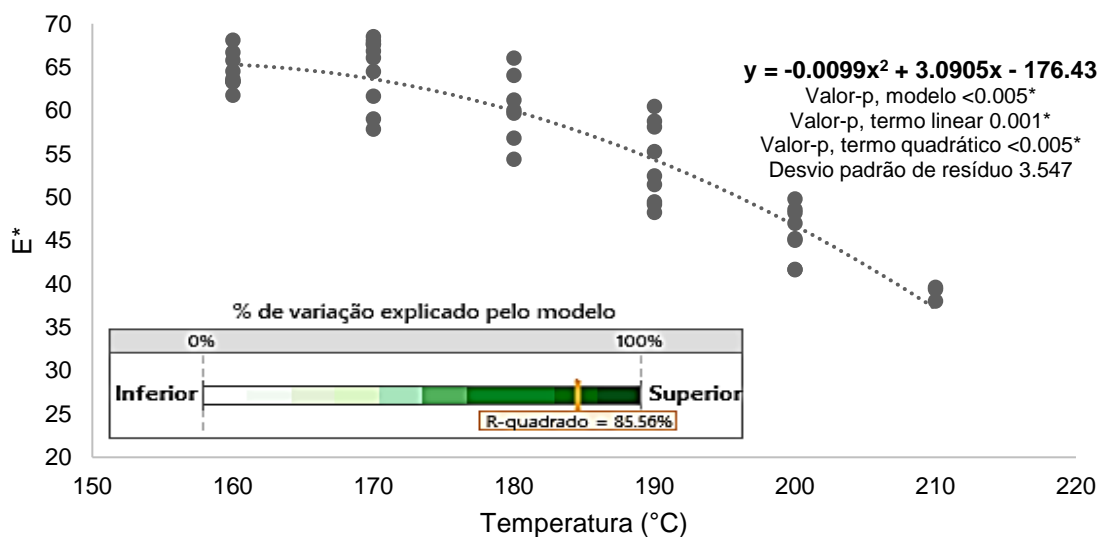


Figura 16 - Cor (E *) em função da temperatura na madeira de Tauari



O escurecimento da madeira é o efeito mais visível da modificação térmica (Johansson & Morén, 2006) e é relatado por vários autores (Brito et al., 2018; Cademartori et al., 2014; González-Peña & Hale, 2009; Kačíková et al., 2013). Quanto maior a temperatura, o tempo de modificação e a umidade da madeira, maior será o seu escurecimento (Bekhta & Niemz, 2003; Johansson & Morén, 2006). Em geral, estas mudanças são um fator positivo da modificação térmica da madeira, uma vez que madeiras mais escuras estão associadas empiricamente a maior

durabilidade natural e a melhores fatores estéticos e decorativos. Com o escurecimento, madeiras mais claras podem ganhar aspecto de madeiras tropicais mais tradicionais, com ganho de mercado (Esteves et al., 2008).

A mudança de cor se deve a (i) modificações dos extrativos (decomposição, oxidação e dissolução); (ii) formação de coprodutos coloridos e quinonas a partir da decomposição das hemiceluloses e lignina; (iii) migração de compostos para a superfície da madeira; e (iv) maior teor aparente de lignina após a modificação (Esteves et al., 2008; Lengowski et al., 2018). Esteves et al. (2008) relataram ainda forte associação ($R^2= 0,96$) entre o escurecimento da madeira e diminuição do teor de glucose na madeira e que as superfícies radial e tangencial apresentam comportamento similar de escurecimento. Observa-se pelo comportamento de L^* e E^* que até 180°C a modificação térmica não altera de forma significativa a cor da madeira. Este comportamento é semelhante ao observado para perda de massa que até 170°C não foi significativa, indicando que não houve mudanças químicas significativas.

O processo de modificação térmica escureceu de forma significativa a madeira de Tauari acima de 190°C , chegando a um $\Delta L = -48.5$ (210°C) (Tabela 9 e Figura 17).

Tabela 9 – Variações (Δ) percentuais nos parâmetros colorimétricos da madeira de tauari modificada termicamente em relação à madeira antes da modificação

Tratamento	ΔL (%)	Δa (%)	Δb (%)	ΔE (%)	ΔC (%)	Δh (%)
160 °C	-6.1 a	10.4	5.8 a	-4.2 a	6.3 a	-1.1 a
170 °C	-7.2 a	9.8	1.1 ab	-5.8 a	2.1 a	-2.2 a
180 °C	-9.5 a	12.2	1.1 ab	-7.7 a	2.4 a	-2.8 a
190 °C	-23.9 b	22.2	-6.6 bc	-20.5 b	-2.9 b	-7.7 b
200 °C	-33.4 b	17.3	-21.3 c	-30.6 b	-16.0 b	-11.9 b
210 °C	-48.5 c	-11.9	-47.7 d	-47.6 c	-42.5 c	-16.2 c
	F = 72,67 **	F = 6,95	F = 34,11 **	F = 72,08 **	F = 29,43 **	F = 43,31 **

Nota: Desvios-padrão entre parênteses. ANOVA (F). ** Significativo em $p < 0,001$; médias que não compartilham uma letra são significativamente diferentes pelo teste Tukey

As variações combinadas de a^* e b^* tornaram a madeira mais vermelha devido as inclinações para o vermelho ($+a^*$) e neutro-azul ($-b^*$) até 200°C . Na temperatura de 210°C a madeira ganhou tons neutros tendendo para verde no eixo verde-vermelho ($-a^*$) e cor ainda mais avermelhada ($+a^*$). A redução de a^* (mais verde) e de b^* (mais azul) em 210°C fez a madeira de Tauari perder o tom amarelado natural e

ganhar tons de vermelho característicos de modificada termicamente (Cademartori et al., 2014).

Figura 17 - Mudanças na coloração da madeira de Tauari in natura e modificada termicamente. A: cores reais do controle e da madeira modificada termicamente



Nota: B: Paleta de cores digital do controle e da madeira modificada termicamente. Controle (HEX #B3926C); 160 °C (HEX #AA8761), 170 °C (HEX #AA8762), 180 °C (HEX #A4825D), 190 °C (HEX #8D6B4B), 200 °C (HEX #7A5D44), 210 °C (HEX #61493A).

A variação de ΔE confirmou a mudança de cor em função da temperatura e foi significativa a partir de 190 °C, tendo variação a 210 °C igual ao ΔL , o que pode indicar correlação entre os dois parâmetros. O valor de ΔE indica que a madeira de Tauari fica mais escura após a modificação térmica, conforme esperado. De acordo com Sundqvist (2002) uma variação de ΔE maior que 3% já é observada pelo olho humano. A variação na saturação (ΔC) foi significativamente somente acima de 200 °C e com maior valor a 210 °C, tornando a madeira mais cinza. Foi observado um ligeiro aumento de a^* em função da temperatura até 200 °C, tornando a madeira mais vermelha, retornando a cor neutra e mais escura a 210 °C. Cademartori et al. (2014) e Jiang et al (2020) também observaram que a coordenada cromática vermelho-verde (a^*) aumentou após modificações a baixas temperaturas (até 200 °C) e diminuiu com o aumento da intensidade da modificação. De acordo com os autores, o aumento de a^* é resultado de reações de condensação, degradação e oxidação de componentes estruturais da madeira. Já o parâmetro b^* permaneceu

estável até 180 °C, tendo diminuição significativa somente a partir de 190 °C, deixando a cromaticidade da madeira próxima ao centro do eixo colorimétrico, mais escuro.

A saturação (C^*) da madeira diminuiu com o aumento da temperatura, deixando-a madeira mais acinzentada, com efeito significativo a partir de 190 °C. A tonalidade (h°) da madeira também diminuiu pouco com o aumento da temperatura, tendo efeito significativo a partir de 190 °C, deixando a madeira menos amarela e mais marrom. Quanto menor o valor do ângulo h , maior a diferença da cor original da madeira (Cademartori et al., 2014). Estes resultados são semelhantes aos observados por outros autores (Brito et al., 2018; Cademartori et al., 2014; Shukla, 2019).

As mudanças na cor da madeira após modificação térmica são resultantes de várias reações químicas como desidratação, hidrólise e oxidação e podem estar associadas a variação no teor e na estrutura de hemiceluloses e na volatilização de extrativos fenólicos (Fengel & Wegener, 2003; Lengowski et al., 2018).

1.4 CONCLUSÃO

O processo de modificação térmica teve efeito na densidade anidra e aparente apenas a 210 °C. Efeito significativo de redução da higroscopicidade foi verificado mesmo na menor temperatura testada (160 °C). De modo geral, o aumento da temperatura resultou em redução progressiva da higroscopicidade, com maior redução na maior temperatura avaliada (210 °C). A eficiência anti-inchamento em todas as direções aumentou, com ganhos acima de 50% a 210 °C. Mesmo quando exposta a contato prolongado com a água, a madeira modificada ainda foi superior a madeira controle.

O efeito do processo foi nulo na resistência à compressão paralela às fibras e na resistência à flexão estática, exceto para o MOR na maior temperatura testada (210 °C). O efeito do processo também foi nulo na dureza Janka, exceto para as durezas normal e radial na maior temperatura testada (210 °C). A classe de resistência da madeira de Tauari não diminuiu mesmo quando modificada a 210 °C, entretanto, observou-se um comportamento frágil da madeira modificada a 210 °C.

De modo geral, a cor da madeira foi alterada significativamente a partir de 190 °C, escurecendo continuamente até a maior temperatura testada (210 °C).

Com base na perda de massa e nos demais resultados, o processo adotado pode ser considerado ameno. A resistência mecânica da madeira não foi seriamente prejudicada, tampouco a densidade. Por outro lado, verificaram-se ganhos em estabilidade dimensional mesmo na menor temperatura testada (160 °C). A madeira escureceu significativamente a partir de 190 °C, indicando-se, além deste tratamento, o tratamento a 200 °C, de modo a se obter os benefícios do processo, porém sem prejuízos à resistência mecânica.

Sugere-se a realização de ensaios de biodeterioração para a definição das classes de uso da madeira modificada termicamente nos diferentes tratamentos, em que se espera melhores resultados a partir de 190 °C.

REFERÊNCIAS

ALTGEN, M.; HOFMANN, T.; MILITZ, H. Wood moisture content during the thermal modification process affects the improvement in hygroscopicity of Scots pine sapwood. **Wood Science and Technology**, v.50, p.1181–1195, 2016. DOI: 10.1007/s00226-016-0845-x.

ARAÚJO, H.J.B. DE. Relações funcionais entre propriedades físicas e mecânicas de madeiras tropicais brasileiras. **Floresta**, v.37, p.399–416, 2007. DOI: 10.5380/ufv.v37i3.9937.

ARAÚJO, S. DE O.; VITAL, B.R.; OLIVEIRA, B.; CARNEIRO, A. DE C.O.; LOURENÇO, A.; PEREIRA, H. Physical and mechanical properties of heat treated wood from *Aspidosperma populifolium*, *Dipteryx odorata* and *Mimosa scabrella*. **Maderas: Ciencia y Tecnologia**, v.18, 2016. DOI: 10.4067/S0718-221X2016005000015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7190**:- Projeto de estruturas de madeira. Rio de Janeiro, 1997.

BAAS, P., 1982. **New Perspectives in Wood Anatomy**. Leiden: Martinus Nijhoff Publishers. <https://doi.org/https://doi.org/10.1163/22941932-90000843>

BACHLE, H.; ZIMMER, B.; WINDEISEN, E.; WEGENER, G. Evaluation of thermally modified beech and spruce wood and their properties by FT-NIR spectroscopy. **Wood Science and Technology**, v.44, p.421–433, 2010. DOI: 10.1007/s00226-010-0361-3.

BAKAR, B.F.; HIZIROGLU, S.; MD TAHIR, P. Properties of some thermally modified wood species. **Materials and Design**, v.43, p.348–355, 2013. DOI: 10.1016/j.matdes.2012.06.054.

BAL, B.C. Effects of heat treatment on the physical properties of heartwood and sapwood of *Cedrus libani*. **BioResources**, v.8, p.211–219, 2013. DOI:

10.15376/biores.8.1.211-219.

BALKIS, B.F.; HIZIROGLU, S.; MD TAHIR, P. Properties of some thermally modified wood species. **Materials and Design**, v.43, p.348–355, 2013. DOI: 10.1016/j.matdes.2012.06.054.

BARAÚNA, E.E.P.; OLIVEIRA, V.S. DE. Umidade de equilíbrio da madeira de angelim vermelho (*Dinizia excelsa* Ducke), guariúba (*Clarisia racemosa* Ruiz & Pav.) e tauari vermelho (*Cariniana micrantha* Ducke) em diferentes condições de temperatura e umidade relativa. **Acta Amazonica**, v.39, p.91–95, 2009. DOI: 10.1590/s0044-59672009000100009.

BATISTA, D.C.; BOLZÓN DE MUÑIZ, G.I.; SILVA OLIVEIRA, J.T. DA; PAES, J.B.; NISGOSKI, S. Effect of the Brazilian thermal modification process on the chemical composition of *Eucalyptus grandis* juvenile wood: Part 2: Solubility and ash content. **Maderas. Ciencia y tecnologia**, 2016. DOI: 10.4067/s0718-221x2016005000026.

BAYANI, S.; TAGHIYARI, H.R.; PAPADOPOULOS, A.N. Physical and mechanical properties of thermally-modified beech wood impregnated with silver nano-suspension and their relationship with the crystallinity of cellulose. **Polymers**, v.11, p.1538, 2019. DOI: 10.3390/polym11101538.

BEKHTA, B.P.; NIEMZ, P. Effect of high temperature on the change in color, dimensional stability and mechanical properties of spruce. **Holzforschung**, v.57, p.539–546, 2003.

BIZIKS, V.; ANDERSONS, B.; SANSONETTI, E.; ANDERSONE, I.; MILITZ, H.; GRININS, J. One-stage thermo-hydro treatment (THT) of hardwoods: an analysis of form stability after five soaking-drying cycles. **Holzforschung**, v.69, p.563–571, 2015. DOI: 10.1515/hf-2014-0083.

BOONSTRA, M.J.; ACKER, J. VAN; TJEERDSMA, B.F.; KEGEL, E. V. Strength properties of thermally modified softwoods and its relation to polymeric structural wood constituents. **Annals of Forest Science**, v.64, p.679–690, 2007. DOI: 10.1051/forest:2007048.

BRITO, A.F.; CALONEGO, F.W.; BOND, B.H.; SEVERO, E.T.D. Color changes, EMC, and biological resistance of thermally modified yellow poplar. **Wood and Fiber Science**, v.50, p.439–446, 2018.

BRITO, J.O.; DIAS JÚNIOR, A.F.; LANA, A.Q.; ANDRADE, C.R.; BERNARDES, F.F. Biological resistance of heat-treated wood of *Pinus caribaea* and *Eucalyptus saligna*. **Maderas. Ciencia y tecnologia**, v.21, 2019. DOI: 10.4067/s0718-221x2019005000209.

BRITO, J.O.; GARCIA, J.N.; JÚNIOR, G.B.; MARIA, A.; MÜLLER, P.H. The density and shrinkage behavior of *Eucalyptus grandis* wood submitted to different temperatures of thermorettification. **Cerne**, v.12, p.182–188, 2006.

BRUNETTI, M.; CREMONINI, C.; CRIVELLARO, A.; FECI, E. PANLANTI, S.; PIZZO, B.; ZANUTTINI, R. Thermal treatment of hardwood species from Italian plantations: preliminary studies on some effects on technological properties of wood. In:

International scientific conference on hardwood processing, Québec City, 24–26 Sep, 2007. Disponível em: http://www.ischp.ca/FR/pdf/ISCHP_proceedings.pdf. Acesso em 10 Feb 2019

CADEMARTORI, P.H.G. DE; MISSIO, A.L.; MATTOS, B.D.; SCHNEID, E.; GATTO, D.A. Physical and mechanical properties and colour changes of fast-growing Gympie messmate wood subjected to two-step steam-heat treatments. **Wood Material Science and Engineering**, v.9, p.40–48, 2014. DOI: 10.1080/17480272.2013.853692.

CADEMARTORI, P.H.G.; MISSIO, A.L.; MATTOS, B.D.; GATTO, D.A. Effect of thermal treatments on technological properties of wood from two Eucalyptus species. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v.87, p.471–481, 2015. DOI: 10.1590/0001-3765201520130121.

CALONEGO, F.W. **Caracterização tecnológica da madeira de *Schizolobium parahyba* (vell.) blake modificada termicamente**. 2017. 163p. Tese (Doutorado em Ciência Florestal) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agrômicas, Botucatu,

CALONEGO, F.W.; SEVERO, E.T.D.; BALLARIN, A.W. Physical and mechanical properties of thermally modified wood from *E. grandis*. **European Journal of Wood and Wood Products**, p.453–460, 2012. DOI: 10.1007/s00107-011-0568-5.

CALONEGO, F.W.; SEVERO, E.T.D.; FURTADO, E.L. Decay resistance of thermally-modified *Eucalyptus grandis* wood at 140 °C, 160 °C, 180 °C, 200 °C and 220 °C. **Bioresource Technology**, v.101, p.9391–9394, 2010. DOI: 10.1016/j.biortech.2010.06.119.

CALONEGO, F.W.; SEVERO, E.T.D.; SANSÍGOLO, C.A.; REZENDE, M.A. DE; BRUDER, E.M.; COSTA, V.E. Calorific value and chemical properties in juvenile and mature wood of thermally-modified *Eucalyptus grandis*. **Drvna industrija**, v.67, p.207–214, 2016. DOI: 10.5552/drind.2016.1522.

ČERMÁK, P.; VAHTIKARI, K.; RAUTKARI, L.; LAINE, K.; HORÁČEK, P.; BAAR, J. The effect of wetting cycles on moisture behaviour of thermally modified Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) wood. **Journal of Materials Science**, v.51, p.1504–1511, 2016. DOI: 10.1007/s10853-015-9471-5.

CHAOUCH, M.; DUMARÇAY, S.; PÉTRISSANS, A.; PÉTRISSANS, M.; GÉRARDIN, P. Effect of heat treatment intensity on some conferred properties of different European softwood and hardwood species. **Wood Science and Technology**, v.47, p.663–673, 2013. DOI: 10.1007/s00226-013-0533-z.

COSTA, J. DE A.; GONÇALEZ, J.C.; CAMARGOS, J.A.A.; GOMES, I.A.S. Fotodegradação de duas espécies de madeiras tropicais: jatobá (*Hymenaea courbaril*) e tauari (*Couratari oblongifolia*) submetidas à radiação ultravioleta. **Cerne**, v.17, p.133–139, 2011.

CRUZ, G.K. DE A.; PIO, N. DA S.; IWAKIRI, S. Longitudinal and transverse variation in the physical properties of wood red tauari. **Floresta e Ambiente**, v.26, 2019. DOI: 10.1590/2179-8087.033617.

ESTEVEES, B.; MARQUES, A.V.; DOMINGOS, I.; PEREIRA, H. Influence of steam heating on the properties of pine (*Pinus pinaster*) and eucalypt (*Eucalyptus globulus*) wood. **Wood Science and Technology**, v.41, p.193–207, 2007. DOI: 10.1007/s00226-006-0099-0.

ESTEVEES, B.; MARQUES, A.V.; DOMINGOS, I.; PEREIRA, H. Heat-induced colour changes of pine (*Pinus pinaster*) and eucalypt (*Eucalyptus globulus*) wood. **Wood Science and Technology**, v.42, p.369–384, 2008. DOI: 10.1007/s00226-007-0157-2.

ESTEVEES, B.; PEREIRA, H. Wood modification by heat treatment: a review. **BioResources**, v.4, p.370–404, 2009.

EUFRADE JUNIOR, H. DE J.; OHTO, J.M.; SILVA, L.L. DA; LARA PALMA, H.A.; BALLARIN, A.W. Potential of rubberwood (*Hevea brasiliensis*) for structural use after the period of latex extraction : a case study in Brazil. **Journal of Wood Science**, v.61, p.384–390, 2015. DOI: 10.1007/s10086-015-1478-7.

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood – chemistry, ultrastructure, reactions**. Berlin/New York: Walter de Gruyter, 2003.

GAFFA, M.; BABIÁKA, M.; F. KAČÍKA; SANDBERGA, D.; TURČANID, M.; HANZLÍKA, P.; VONDROVÁ, V. Elasticity properties of thermally modified timber in bending – The effect of chemical changes during modification of European oak and Norway spruce. **Composites Part B**, v.165, p.613–625, 2019. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.02.019.

GONZÁLEZ-PEÑA, M.M.; HALE, M.D.C. Colour in thermally modified wood of beech, Norway spruce and Scots pine. Part 1: Colour evolution and colour changes. **Holzforschung**, v.63, p.385–393, 2009. DOI: 10.1515/HF.2009.078.

GUNDUZ, G.; AYDEMIR, D.; KARAKAS, G. The effects of thermal treatment on the mechanical properties of wild Pear (*Pyrus elaeagnifolia* Pall.) wood and changes in physical properties. **Materials and Design**, v.30, p.4391–4395, 2009. DOI: 10.1016/j.matdes.2009.04.005.

HEIN, P.R.G.; CAMPOS, A.C.M. Estimativa da resistência e da elasticidade à compressão paralela às fibras da madeira de *Eucalyptus grandis* e *E. urophylla* usando a espectroscopia no infravermelho próximo. **Scientia Forestalis**, v.37, p.119–129, 2009.

HILL, C.A.. **Wood Modification: Chemical, Thermal and Other Processes**. Chichester: Wiley, 2006. 249p.

INSTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS NATURAIS RENOVÁVEIS – IBAMA. **Madeiras Tropicais Brasileiras**. Madeiras tropicais brasileira. Brasília: IBAMA-LPF, 1997, 152p.

JESUS, J.M.H. DE; LOGSDON, N.B.; FINGER, Z. Classes de resistência de algumas madeiras de mato grosso. **Engineering and Science**, v.1, p.35–42, 2015.

JIANG, H.; LU, Q.; LI, G.; LI, M.; LI, J. Effect of heat treatment on the surface color of

Rubber Wood (*Hevea brasiliensis*). **Wood Research**, v.65, p.633–644, 2020.

JOHANSSON, D.; MORÉN, T. The potential of colour measurement for strength prediction of thermally treated wood. **Holz als Roh - und Werkstoff**, v.64, p.104–110, 2006. DOI: 10.1007/s00107-005-0082-8.

KAČÍKOVÁ, D.; KAČÍK, F.; ČABALOVÁ, I.; ĎURKOVIČ, J. Effects of thermal treatment on chemical, mechanical and colour traits in Norway spruce wood. **Bioresource Technology**, v.144, p.669–674, 2013. DOI: 10.1016/j.biortech.2013.06.110.

KAMDEM, D.P.; PIZZI, A.; JERMANNAUD, A. Durability of heat-treated wood. **Holz als Roh - und Werkstoff**, v.60, p.1–6, 2002. DOI: 10.1007/s00107-001-0261-1.

KASEMSIRI, P.; HIZIROGLU, S.; RIMDUSIT, S. Characterization of heat treated eastern redcedar (*Juniperus virginiana* L.). **Journal of Materials Processing Technology**, v.212, p.1324–1330, 2012. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2011.12.019.

KOLLMANN, F.F.P.; FENGEL, D. Changes in the chemical composition of wood by thermal treatment. **Holz als Roh - und Werkstoff**, v.23, p.461–468, 1965.

KORKUT, S. Performance of three thermally treated tropical wood species commonly used in Turkey. **Industrial Crops and Products**, v.36, p.355–362, 2012. DOI: 10.1016/j.indcrop.2011.10.004.

KUBOJIMA, Y.; OKANO, T.; OHTA, M. Vibrational properties of Sitka spruce heat-treated in nitrogen gas. **Journal of wood science**, v.44, p.73–77, 1998. DOI: 10.1007/BF00521878.

KUBOJIMA, Y.; OKANO, T.; OHTA, M. Bending strength and toughness of heat-treated wood. **Journal of Wood Science**, v.46, p.8–15, 2000. DOI: 10.1007/BF00779547.

LEITCH, M.A. Hardness values for thermally treated black ash. **Wood and Fiber Science**, v.41, p.440–446, 2009.

LENGOWSKI, E.C.; INES, G.; MUNIZ, B. DE. Avaliação de métodos de obtenção de celulose com diferentes graus de cristalinidade. **Scientia Forestalis**, v.41, p.185–194, 2013.

LENGOWSKI, E.C.; MUNIZ, G.I.B. DE; KLOCK, U. Potential use of NIR and visible spectroscopy to analyze chemical properties of thermally treated wood. **Maderas: Ciencia y Tecnología**, v.20, p.1–10, 2018. DOI: 10.4067/S0718-221X2018005XXXXXX.

LENGOWSKI, E.C.; NISGOSKI, S.; KLOCK, U. Properties of thermally modified teakwood. **Maderas: Ciencia y Tecnología**, v.23, p.1–26, 2021. DOI: 10.4067/S0718-221X2021005XXXXXX.

LYKIDIS, C.; KONSTANTAKOS, P.; TSALIKIS, S. In: **Proceedings of 3rd COST FP0904 Conference: Evaluation, Processing and Prediction of THM Treated Wood Behavior by Experimental and Numerical Methods**, 9–11 April, Iasi, Romania, pp.

41–42. 2013.

MILITZ, H. Heat treatment technologies in Europe: Scientific Background and Technological State-of-Art. In: The international research group on wood preservation, prepared for **33rd annual meeting, Cardiff, Wales**. IRG Secretariat, SE – 100 44 Stockholm, Sweden.

MODES, K.S.; SANTINI, E.J.; VIVIAN, M.A.; HASELEIN, C.R. Efeito da termorretrificação nas propriedades mecânicas das madeiras de *Pinus taeda* e *Eucalyptus grandis*. **Ciência Florestal**, v.27, p.291–302, 2017. DOI: 10.5902/1980509826467.

NUOPPONEN, M.; VUORINEN, T.; JÄMSÄ, S.; VIITANIEMI, P. Thermal modifications in softwood studied by FT-IR and UV resonance Raman spectroscopies. **Journal of Wood Chemistry and Technology**, v.24, p.13–26, 2004. DOI: 10.1081/WCT-120035941.

OKINO, E.Y.T.C.M.P.; CAMARGOS, J.A.A.; CORADIN, V.T.R.; TEIXEIRA, D.E.; SANTANA, M.A.E.; FAGG, C.W.; FAGG, C.W. Accelerated laboratory test of three amazonian wood species called Tauari, exposed to white- and brown-rot fungi and color response according to CIE L* a* b* system. **Ciência Florestal**, v.25, p.581–593, 2015. DOI: 10.5902/1980509819609.

PFRIEM, A.; DIETRICH, T.; BUCHELT, B. Furfuryl alcohol impregnation for improved plasticization and fixation during the densification of wood. **Holzforschung**, v.66, p.215–218, 2012. DOI: 10.1515/HF.2011.134.

PHUONG, L.X.; SHIDA, S.; SAITO, Y. Effects of heat treatment on brittleness of *Styrax tonkinensis* wood. **Journal of Wood Science**, v.53, p.181–186, 2007. DOI: 10.1007/s10086-006-0841-0.

PRIADI, T.; HIZIROGLU, S. Characterization of heat treated wood species. **Materials and Design**, v.49, p.575–582, 2013. DOI: 10.1016/j.matdes.2012.12.067.

REPELLIN, V.; GUYONNET, R. Evaluation of heat treated beech by non-destructive testing. In: **Proceedings** of the first European Conference on Wood Modification. 03.–04.04.2003 in Ghent. Eds. Van Acker J., Hill C., Ghent University (RUG). pp 73–82, 2003

SANDBERG, D.; KUTNAR, A. Thermally modified timber : recent developments in Europe and North America. **Wood and Fiber Science**, v.48, p.28–39, 2015.

SANTOS, D.V.B. DOS; MOURA, L.F. DE; JOSÉ OTAVIO BRITO. Effect of heat treatment on color , weight loss , specific gravity and equilibrium moisture content of two low market valued tropical woods. **Wood research**, v.59, p.253–264, 2014.

SANTOS, J.A. Mechanical behaviour of Eucalyptus wood modified by heat. **Wood Science and Technology**, v.34, p.39–43, 2000.

SCHNEID, E.; GONZALEZ DE CADEMARTORI, P.H.; GATTO, D. The effect of thermal treatment on physical and mechanical properties of *Luehea divaricata* hardwood. **Maderas. Ciencia y tecnologia**, v.16, p.0–0, 2014. DOI: 10.4067/s0718-

221x2014005000033.

SEVERO, E.T.D.; CALONEGO, F.W. **Processo de modificação térmica, por irradiação de calor, para a melhora da estabilidade dimensional e da durabilidade biológica de madeira sólida.** INPI: PI 0902/38-8A2., 2011.

SEVERO, E.T.D.; CALONEGO, F.W.; SANSÍGOLO, C.A.; BOND, B. Changes in the chemical composition and decay resistance of thermally-modified *Hevea brasiliensis* wood. **PloS one**, v.11, p.e0151353, 2016. DOI: 10.1371/journal.pone.0151353.

SHUKLA, S.R. Evaluation of dimensional stability, surface roughness, colour, flexural properties and decay resistance of thermally modified *Acacia auriculiformis*. **Maderas. Ciencia y tecnología**, v.21, p.0–0, 2019. DOI: 10.4067/s0718-221x2019005000401.

SIVONEN, B.H.; MAUNU, S.L.; SUNDHOLM, F.; JÄMSÄ, S.; VIITANIEMI, P. Magnetic resonance studies of thermally modified wood. **Holzforschung**, v.56, p.648–654, 2002.

SRINIVAS, K.; PANDEY, K.K. Effect of heat treatment on color changes, dimensional stability, and mechanical properties of wood. **Journal of Wood Chemistry and Technology**, v.32, p.304–316, 2012. DOI: 10.1080/02773813.2012.674170.

STAMM, A.J. Thermal degradation of wood and cellulose. **Ind. Eng. Chem**, v.48, p.413–417, 1956.

SUNDQVIST, B. Color response of Scots pine (*Pinus sylvestris*), Norway spruce (*Picea abies*) and birch (*Betula pubescens*) subjected to heat treatment in capillary phase. **Holz als Roh - und Werkstoff**, v.60, p.106–114, 2002. DOI: 10.1007/s00107-001-0273-x.

SUNDQVIST, B.; KARLSSON, O.; WESTERMARK, U. Determination of formic-acid and acetic acid concentrations formed during hydrothermal treatment of birch wood and its relation to colour, strength and hardness. **Wood Science and Technology**, p.549–561, 2006. DOI: 10.1007/s00226-006-0071-z.

TIRYAKI, S.; BARDAK, S.; AYDIN, A.; NEMLI, G. Analysis of volumetric swelling and shrinkage of heat treated woods: Experimental and artificial neural network modeling approach. **Maderas. Ciencia y tecnología**, v.18, p.0–0, 2016. DOI: 10.4067/s0718-221x2016005000043.

TUNCER, F.D.; DOĞU, A.D. Effects of heat treatment on some macroscopic and physical properties of Scots pine sapwood and heartwood. **Forestist**, v.68, p.93–100, 2018. DOI: 10.26650/forestist.2018.343295.

VIITANIEMI, P.; JÄMSÄ, S.; SUNDHOLM, F. **Method of determining the degree of modification of heat modified wood products.** PCT/FI2001/000041. United States of América, 2001.

WENTZEL, M.; GONZÁLEZ-PRIETO, Ó.; BRISCHKE, C.; MILITZ, H. Physico-mechanical properties of thermally modified *Eucalyptus nitens* wood for decking applications. **Drvna industrija**, v.70, p.235–245, 2019. DOI:

10.5552/drvind.2019.1838.

WINDEISEN, E.; BÄCHLE, H.; ZIMMER, B.; WEGENER, G. Relations between chemical changes and mechanical properties of thermally treated wood.

Holzforschung, v.63, p.773–778, 2009. DOI: 10.1515/HF.2009.084.

YANG, T.H.; LEE, C.H.; LEE, C.J.; CHENG, Y.W. Effects of different thermal modification media on physical and mechanical properties of moso bamboo.

Construction and Building Materials, v.119, p.251–259, 2016. DOI:

10.1016/j.conbuildmat.2016.04.156.

YILDIZ, S.; GEZER, E.D.; YILDIZ, U.C. Mechanical and chemical behavior of spruce wood modified by heat. **Building and Environment**, v.41, p.1762–1766, 2006. DOI:

10.1016/j.buildenv.2005.07.017.

YILDIZ, S.; YILDIZ, U.C.; TOMAK, E.D. The effects of natural weathering on the properties of heat-treated alder wood. **BioResources**, v.6, p.2504–2521, 2011. DOI:

10.15376/biores.6.3.2504-2521.

ZANUNCIO, A.J.V.; MOTTA, J.P.; SILVEIRA, T.A. DA; SÁ FARIAS, E. DE;

TRUGILHO, P.F. Physical and colorimetric changes in *Eucalyptus grandis* wood after heat treatment. **BioResources**, v.9, p.293–302, 2014.

CAPÍTULO 2

ENDENTAÇÃO DINÂMICA E REDES NEURAS ARTIFICIAIS PARA CONTROLE DE QUALIDADE EM MADEIRAS TERMICAMENTE MODIFICADAS

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar se parâmetros característicos do ensaio de endentação dinâmica modelados por redes neurais artificiais podem prever propriedades físicas e mecânicas de MMT, a fim de classificar corretamente a temperatura empregada no processo de modificação térmica. Peças radiais de 50x50x600mm³ extraídas de dez toras de Tauari (*Couratari* spp., Lecythidaceae, Dicotiledônea) oriundas de florestas nativas sob manejo florestal localizadas na região oeste do estado do Pará foram modificadas termicamente em estufa elétrica. As temperaturas finais de 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C e 210 °C foram mantidas por 2,5 horas. A partir do sinal gerado no ensaio de endentação dinâmica foram analisados cinco ciclos de endentação, extraindo-se 119 parâmetros característicos. Para predição e classificação de propriedade e tratamentos, foram utilizadas redes neurais do tipo MLP e GMDH, classificando os modelos quanto a performance para controle de qualidade. O ensaio de endentação dinâmica associado à configuração ideal de rede neural artificial consegue prever corretamente o comportamento da densidade, umidade de equilíbrio e perda de massa da madeira de Tauari modificada termicamente. O método empregado conseguiu estimar a dureza Janka com precisão. Além disso, o sinal de endentação dinâmica teve ajuste moderado para o MOR mas não foi eficaz na estimativa do MOE no ensaio de flexão. Para classificação dos tratamentos, ambos os modelos MLP e GMDH apresentam maior precisão conforme se diminui o número de classes avaliadas. Os resultados deste estudo mostram o potencial de uso do sinal gerado pelo endentador dinâmico combinado com um método de aprendizado de máquina supervisionado para o controle de qualidade – predição de propriedades físico-mecânicas e classificação de tratamentos - de madeira termicamente modificada, principalmente para identificação de amostras fora do padrão de qualidade pré-estabelecido.

Palavras-chave: MOR. MOE. Densidade. RNA. GMDH. MLP

Dynamic indentation and artificial neural networks for thermally modified wood quality control

ABSTRACT

The potential of characteristic parameters of the dynamic indentation test modelled by artificial neural networks to predict physical (mass loss, density, dimensional stability and hygroscopicity) and mechanical properties (strength and stiffness in static bending and compression, and Janka hardness tests) of MMT and correctly classify the heat treatments used between 160 °C - 210 °C was studied. We thermally modified Tauari (*Couratari* spp.) wood samples of 50x50x600mm³ in an electric oven in final temperatures of 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C and 210 °C for 2.5 hours. We analyzed five indentation cycles from the signal generated in the dynamic indentation test, extracting 119 characteristic parameters. For prediction and classification of properties and treatments, MLP and GMDH neural networks were used, classifying the models in terms of performance for quality control. The dynamic indentation test associated with the ideal configuration of an artificial neural network, correctly predicts the behaviour of density, equilibrium moisture content and mass loss of thermally modified Tauari wood. The method employed here was able to estimate Janka hardness with R^2 of 0.99. The dynamic indentation sign had a fair adjustment with MOR but has low effectiveness in estimate the MOE in the static bending test. MLP and GMDH models are more accurate to classify treatments, as the number of classes evaluated decreases. The results of this study show the potential use of the signal generated by the dynamic indentation combined with a supervised machine learning method for quality control - prediction of physical-mechanical properties and classification of treatments - of thermally modified wood, mainly for the identification of samples outside the pre-established quality standard.

Keywords: MOR. MOE. density. ANN. GMDH. MLP

2.1 INTRODUÇÃO

A madeira modificada termicamente (MMT) é utilizada, em geral, para a confecção de produtos de alto valor agregado como móveis de jardim, revestimentos externos e *decks* de piscina. Há diferentes processos de modificação (Esteves & Pereira, 2009), em termos das condições da atmosfera de exposição, pressão, temperaturas e tempos de modificação, sobretudo. A modificação térmica produz alterações na composição química e estrutura anatômica da madeira, que afetam positiva e, às vezes, negativamente seu desempenho (Esteves & Pereira, 2009). A falta de normatização e de métodos rápidos e confiáveis para atestar a qualidade de MMT restringe o seu uso (Willems et al., 2015; Nasir et al., 2019a).

Diferentes métodos de avaliação não destrutiva (NDE) foram propostos na literatura para caracterização, classificação e predição de propriedades de MMT, como colorimetria (González-Peña & Hale, 2009), ultrassom (Del Menezzi et al., 2014), stress wave e seu sinal (Nasir et al., 2019b), ressonância (Carvalho et al., 2017), espectroscopia de ressonância nuclear (NMR) (Wikberg & Maunu, 2004), espectroscopia ESR (Altgen et al., 2012) e espectroscopia no infravermelho próximo (NIR) (Tong & Zhang, 2016). No entanto, ainda não há métodos NDE eficazes e rápidos na estimativa de algumas características de MMT como densidade e as propriedades mecânicas (Nasir et al., 2019e).

A dureza apresenta correlação positiva com a densidade da madeira e negativa com a umidade e vem sendo utilizada como indicador de qualidade para aplicações como pisos de madeira (Lykidis et al., 2013; Sydor & Pinkowski, 2020). Salca & Hiziroglu (2014) demonstraram o efeito negativo da modificação térmica na dureza da madeira. Nasir et al. (2019b) testaram o uso do sinal do método stress wave, colorimetria e espectroscopia no visível e no NIR e concluíram que ainda não há métodos NDE adequados para prever a densidade e a dureza da MMT.

A dureza dinâmica tem sido apresentada como alternativa aos ensaios tradicionais de dureza estática para madeira (Assis, 2015, Assis et al., 2017). Pinto (2015) testou o uso de parâmetros característicos da endentação promovida no ensaio de dureza dinâmica para predição de propriedades físico-mecânicas da madeira e obteve alta precisão nas estimativas ($R^2_{\text{máx}} = 0.91$). Esta tecnologia também apresentou potencial para modelagem da dureza Janka, densidade, MOR e MOE de madeira serrada de diferentes espécies (Assis, 2020) e para predição da

densidade e rigidez de carvão vegetal e classificação de temperaturas de carbonização (Abreu Neto et al., 2020; Abreu Neto et al., 2018).

Os algoritmos de aprendizagem de máquinas têm sido utilizados na modelagem de dados para predição de valores de saída de acordo com diferentes níveis de variáveis, diminuindo a necessidade de novos experimentos. Conseguem estimar muitas variáveis de forma simultânea, além de modelar a relação não linear dos dados (Tiryaki & Hamzaçebi, 2014). Quando bem treinados, estes modelos podem substituir ensaios convencionais, diminuindo tempo e custos. A modelagem por Redes Neurais Artificiais (RNA) vem ganhando novas aplicações no setor florestal. A técnica possui uma rede altamente interconectada baseada no sistema neural humano, onde por meio de processos computacionais simples (neurônios) adquirem conhecimento com a entrada de novas informações a rede, sendo treinadas por meio de novos padrões até adquirirem autonomia para estimar novos valores. Zanuncio et al. (2017) utilizaram redes neurais artificiais (RNA) para prever propriedades de madeiras de *Eucalyptus grandis* modificadas termicamente. Estes autores verificaram que esta técnica é efetiva na estimativa das propriedades físico-mecânicas e variações colorimétricas, com coeficiente de correlação acima de 95%.

O objetivo deste estudo foi avaliar se parâmetros característicos do ensaio de endentação dinâmica modelados por redes neurais artificiais podem prever propriedades físicas e mecânicas de MMT e classificar corretamente os tratamentos térmicos empregados entre 160 °C e 210 °C.

2.2 MATERIAL E MÉTODOS

2.2.1 Material experimental e modificação térmica da madeira

Dez toras de Tauari (*Couratari* spp., Lecythidaceae, Dicotiledônea) foram cortadas em peças radiais centrais e desdobradas em amostras sem defeitos de 50mmx50mmx600mm. O processo de modificação térmica foi conduzido em estufa elétrica laboratorial de acordo com Severo & Calonego (2011). Consistiu basicamente em secagem a 100 °C por 24h, modificação térmica com aquecimento de 100 °C até as temperaturas finais a uma taxa de 1,3 °C min⁻¹, manutenção da temperatura final por 2,5 horas e resfriamento (com a estufa desligada) até 40 °C. As temperaturas finais de tratamento utilizadas foram 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C,

200 °C e 210 °C. Antes e após os tratamentos térmicos as amostras foram pesadas para avaliação da perda de massa. Posteriormente, as amostras já resfriadas foram acondicionadas a 21 °C e 65% de umidade relativa.

2.2.2 Ensaios físicos e mecânicos convencionais

As amostras foram desdobradas em corpos-de-prova para os ensaios físicos e mecânicos que seguiram, no geral, os condicionantes apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Dados gerais dos ensaios físicos e mecânicos convencionais realizados na madeira modificada termicamente

	Ensaio	Dimensões (mm)	n	Propriedade avaliada
Mecânicos	Compressão paralela	40x40x150	10	f_{c0} e E_{c0} (MPa)
	Flexão estática	20x20x460	40	MOR e MOE (MPa)
	Dureza Janka	50x50x150	10	f_{Hr} , f_{Ht} e f_{HN} (MPa)
Físicos	Perda de massa	50x50x600	25	Massa %
	Densidade	20x20x70	40	$\rho_{0\%}$, ρ_b e $\rho_{21/65}$ (kg.m ³)
	Higroscopicidade	20x20x20	40	$UE_{21/65}\%$
	Estabilidade dimensional	20x20x20 20x20x70	40	$\beta_{t0}(\%)$, $\beta_r(\%)$, $\beta_v(\%)$, β_t/β_r

Nota: dimensões do corpo de prova= E x L x C (espessura, largura e comprimento), n é o número de corpos de prova por tratamento

As propriedades físicas avaliadas foram perda de massa (PM), umidade de equilíbrio a 21 °C e 65% de umidade relativa ($UE_{21/65}$), densidade anidra ($\rho_{0\%}$), densidade básica (ρ_b) e densidade à umidade de equilíbrio ($\rho_{21/65}$), contração tangencial (β_t), radial (β_r) e volumétrica (β_v), e razão entre a contração tangencial e radial (β_t/β_r).

As propriedades mecânicas convencionais testadas foram o módulo de ruptura (MOR) e módulo de elasticidade (MOE) na flexão estática, resistência (f_{c0}) e módulo de elasticidade (E_{c0}) na compressão paralela às fibras, e dureza Janka radial (f_{Hr}), tangencial (f_{Ht}) e normal (f_{HN}), sendo a dureza normal assumida como a média dos valores das durezas nas direções radial e tangencial. Os ensaios mecânicos foram realizados em corpos-de-prova retirados de regiões adjacentes àquelas utilizadas para extração dos cp's dos ensaios de dureza Janka, com máquina universal de

ensaios marca EMIC, modelo DL 30000, com capacidade de 300 kN, conforme normas da NBR 7190 (ABNT, 1997).

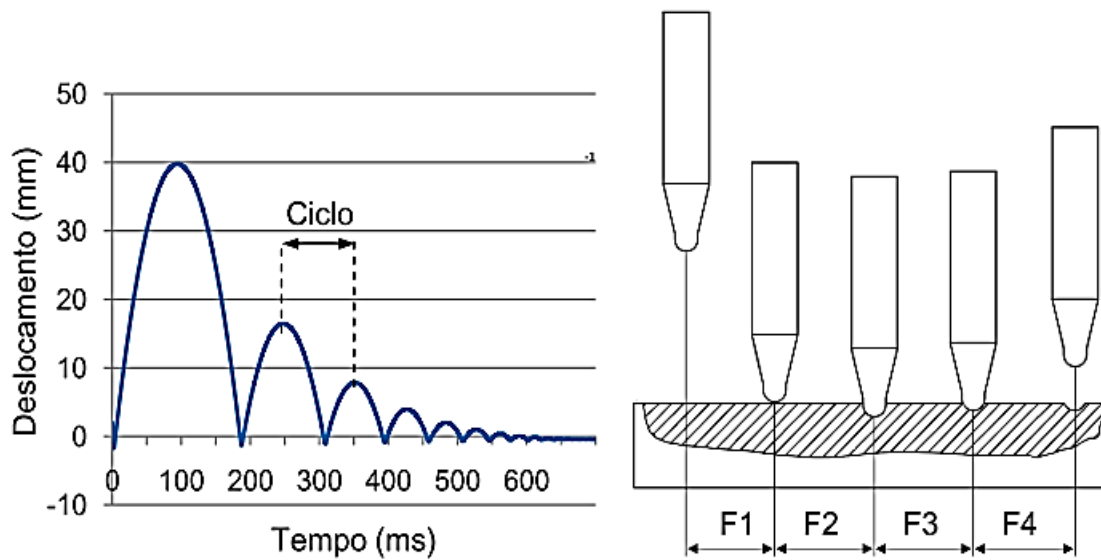
2.2.3 Ensaios de endentação dinâmica

Os ensaios de endentação dinâmica foram realizados nos mesmos corpos de prova do ensaio de dureza Janka, com durômetro portátil automatizado para madeiras - DPM3® (Figura 18), com características conforme descritas por Assis et al. (2017). O instrumento eletromecânico utiliza o mecanismo de endentação por queda livre (200mm de altura) de um endentador esférico de 10mm de diâmetro e massa de 1kg. Além da dureza dinâmica, calculada a partir da medição direta da endentação, o DPM3 registra o sinal de deslocamento do endentador a uma taxa de 10 kHz, permitindo avaliar os diversos ciclos de dissipação de energia de cada ensaio. Conforme ilustrado na Figura 19, um ciclo do ensaio dinâmico corresponde ao período que compreende as suas fases de queda livre (F1), carregamento (F2), descarregamento (F3) e movimento livre de retorno do endentador (F4) - extraindo-se parâmetros característicos por meio do software Wood Indentation Analyzer – WIA (Figura 20).

Figura 18 - Ensaio de endentação dinâmica. (A) posicionamento do equipamento e (B) valor de dureza obtido diretamente no painel eletrônico

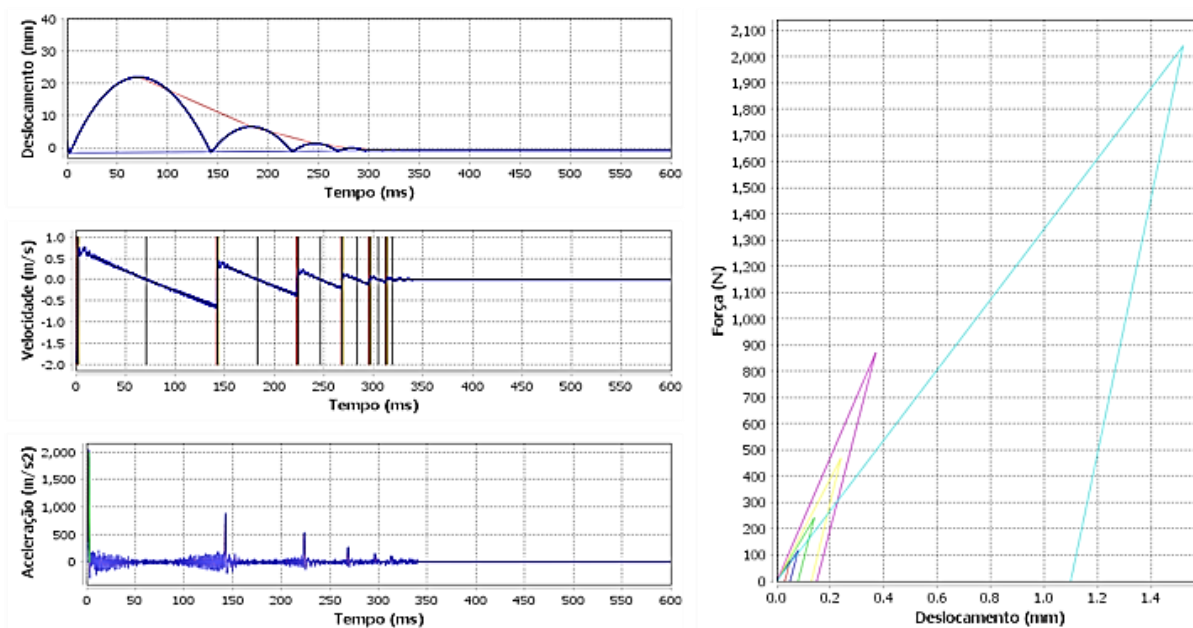


Figura 19 - Ciclo de endentação dinâmica



Fonte: Assis (2020, p. 21)

Figura 20 - Tela do WIA com o sinal de deslocamento (mm), Velocidade (m/s), Aceleração (m/s²) e Força/Deslocamento (N.mm⁻¹)



Fonte: Autor

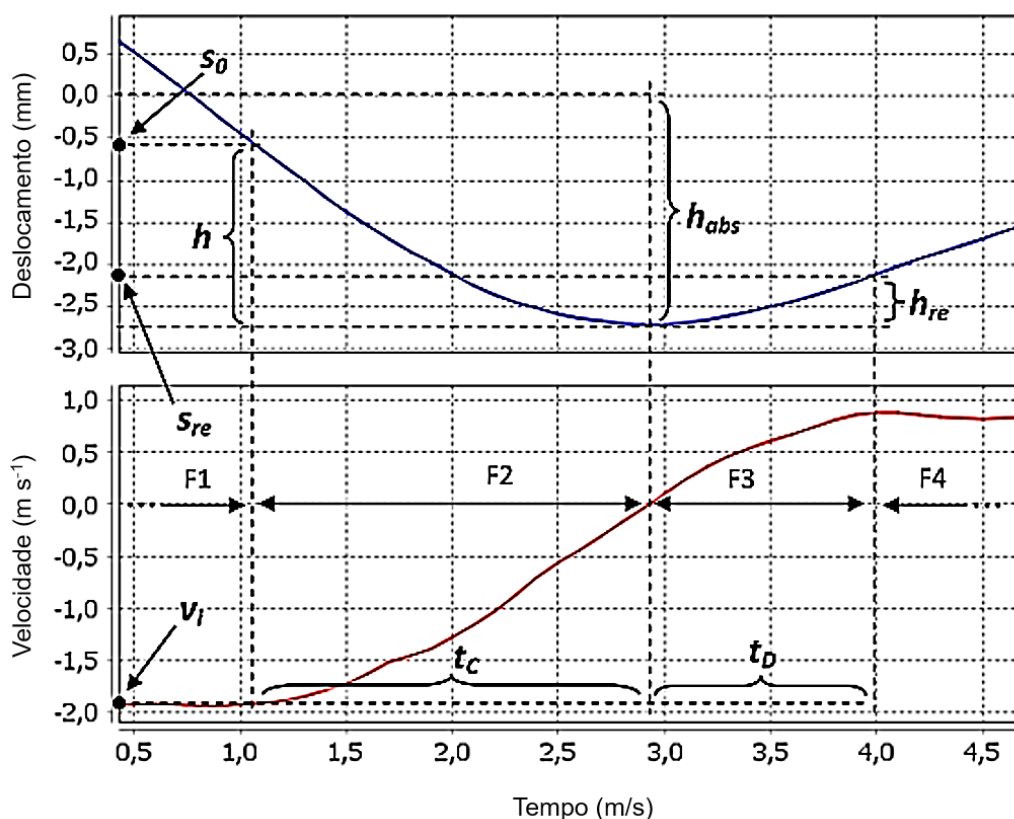
Foram analisados cinco ciclos de endentação, extraindo-se 21 parâmetros dos cinco primeiros ciclos (dureza dinâmica, profundidade absoluta e profundidade de endentação, deslocamento de recuperação, altura de repique e no final da recuperação, tempo de endentação e de recuperação, velocidade inicial de carregamento, força média de carregamento e descarregamento, força máxima de carregamento, taxa de carregamento e descarregamento, taxa de decremento parcial, fator de amortecimento parcial e relação força-deslocamento em cinco segmentos de endentação), três (03) dos quatro (04) últimos ciclos (altura inicial de impacto, fator e taxa de recuperação) e mais dois (02) parâmetros característicos do ensaio completo (taxa de decremento total e fator de amortecimento total), totalizando 119 parâmetros $[(21 \times 5) + (3 \times 4) + 2]$, conforme Tabela 11 e Figura 21. Em cada corpo de prova foram realizadas três endentações equidistantes entre si na face tangencial e na face radial, utilizando-se o valor médio de cada parâmetro para os cálculos posteriores.

Tabela 11 - Parâmetros extraídos do sinal de endentação dinâmico

Variável do sinal	Ciclo(s)/ Fase	Cálculos	Variável do sinal	Ciclo (s)	Cálculos
H_{dyn}	1º ao 5º/ F2	$H_{dyn} = \frac{F}{\pi \cdot D \cdot H} = \frac{m \frac{\Delta v}{\Delta t}}{\pi \cdot D \cdot H}$	T_D	1º ao 5º/ F3	Figura 19
h_{abs}	1º ao 5º/ F2	Figura 21	δ_p	1º ao 5º/ F4	$\delta = \frac{1}{n} \ln \left(\frac{A_i}{S_r} \right)$
h	1º ao 5º/ F2	Figura 21	b	1º ao 5º/ F4	$b = -\frac{2m}{t} \ln \left(\frac{S_r}{A_i} \right)$
h_{re}	1º ao 5º/ F3	Figura 21	R_{fd1}	1º ao 5º/ F2	$R_{fd1} = \frac{F_1}{S_1}$
A_r	1º ao 5º/ F2	-	R_{fd2}	1º ao 5º/ F2	$R_{fd2} = \frac{F_2}{S_2}$
A_{rr}	1º ao 5º/F3	-	R_{fd3}	1º ao 5º/ F2	$R_{fd3} = \frac{F_3}{S_3}$
T_C	1º ao 5º/ F2	-	R_{fd4}	1º ao 5º/ F2	$R_{fd4} = \frac{F_4}{S_4}$
T_{re}	1º ao 5º/ F3	-	R_{fd5}	1º ao 5º/ F2	$R_{fd5} = \frac{F_5}{S_5}$
v_i	1º ao 5º/ F1	Figura 21	A_i	2º ao 5º/ F1	-
F_{medC}	1º ao 5º/ F2	-	F_{re}	2º ao 5º/ F3	$F_{re} = \frac{S_0}{h_{abs}}$
F_{medD}	1º ao 5º/ F3	-	T_{re}	2º ao 5º/ F3	$T_{re} = \frac{S_0}{\Delta t}$
F_{maxC}	1º ao 5º/ F2	-	δ	Completo	$\delta_t = \frac{1}{n} \ln \left(\frac{A_i}{S_r} \right)$
T_c	1º ao 5º/ F2	Figura 21	b_t	Completo	$b_t = -\frac{2m}{t} \ln \left(\frac{S_r}{A_i} \right)$

Nota: H_{dyn} é a dureza dinâmica (MPa), F é a força média resultante do impulso da endentação (N), D é o diâmetro do endentador (mm), h é a profundidade de endentação (mm), m é a massa do endentador (kg), Δv é a variação da velocidade durante a endentação (ms^{-1}), Δt é o tempo de endentação (s), h_{abs} é a profundidade absoluta de endentação, h_{re} é a profundidade de recuperação elástica, A_r é a altura de repique, A_{rr} é a altura de repique no final da recuperação, T_C é o tempo de endentação, T_{re} é o tempo de recuperação, v_i é a velocidade inicial de carregamento, F_{medC} é a força média de carregamento, F_{medD} é a força média de descarregamento, F_{maxC} é a força máxima de carregamento, T_c é a taxa de carregamento, T_D é a taxa de descarregamento, δ_p é a taxa de decremento parcial, A_i é a altura inicial de queda livre (mm), s é o deslocamento (mm), s_r é o deslocamento de recuperação (mm), n é o número de ciclos analisados; b é o fator de amortecimento ($kg \cdot s^{-1}$), m é a massa do endentador (kg), t é o tempo (s), s_0 é o deslocamento inicial de endentação, $R_{fd1...5}$ é a razão força-deslocamento para cada segmento após dividir o tempo de endentação em 5 segmentos de tempo iguais, F_{re} é o fator de recuperação elástica, T_{re} é a taxa de recuperação elástica, δ é a taxa de decremento total e b_t é o fator de amortecimento total.

Figura 21 - Exemplo de identificação das fases do ensaio dinâmico a partir de seus sinais de deslocamento e velocidade



Fonte: Assis (2020, p. 52)

Pré-processamento dos parâmetros característicos do ensaio de endentação dinâmica

Os parâmetros característicos do ensaio de endentação dinâmica foram normalizados entre 0 e 1, para evitar a influência de variáveis devido à sua escala. Optamos por trabalhar com o sinal completo de endentação (119 variáveis) pois, em testes preliminares, observamos que a eliminação de variáveis altamente correlacionados ($R > 0.75$) na construção dos modelos prejudicava sua qualidade.

2.2.4 Técnicas de aprendizado de máquinas

Predição das propriedades físico-mecânicas

Para predição de propriedades mensuradas nos ensaios físicos e mecânicos convencionais foram empregadas modelos não lineares de redes neurais multicamadas (MLP). Uma descrição matemática detalhada do algoritmo usado pode ser encontrada em Kuhn & Johnson (2013). A vantagem de empregar estes modelos é que a forma exata da não linearidade não precisa ser conhecida explicitamente ou especificada antes do treinamento do modelo.

A arquitetura das redes foi otimizada pela ferramenta *Statistica Automated Neural Networks* (SANN) do software *Statistica* v13.5 com número de neurônios variando de 1 a 50 na camada oculta, algoritmo de otimização Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno (BFGS) e decaimento de peso de 0,0001 a 0,001 na camada oculta e de saída para evitar sobre ajuste dos modelos. Para construção da rede (variáveis de entrada e variáveis resposta) foram utilizados os resultados obtidos nos seis tratamentos térmicos mais controle com dez repetições cada, totalizando 70 observações. Para os ensaios como mais de dez observações, como o de flexão, foram selecionados os valores médios de amostras gêmeas àquelas do ensaio de endentação.

Os modelos foram comparados por meio de métricas como o coeficiente de determinação (R^2) e raiz do erro quadrático médio (RMSE). Foram treinadas 20 redes para cada propriedade avaliada, selecionando-se o modelo com melhor desempenho na etapa de testes (menor RMSE). A Razão de desempenho para desvio (RPD), que é a razão entre o erro padrão na predição e o desvio padrão dos valores observados, é frequentemente usado na literatura de NIR para classificação de modelos, entretanto, $RPD = (1-R^2)^{-0,5}$ (Minasny & McBratney, 2013). Do ponto de vista prático, o uso de modelos de calibração com $RPD < 2.0$ não é recomendado para fins agrícolas ou florestais (Sandak et al., 2016). Desta forma, um $R^2 > 0,75$ (equivalente a $RPD > 2$) indica que o modelo se ajusta muito bem aos dados e pode ser utilizado para controle de qualidade. Foram criadas duas categorias para classificação dos modelos quanto à eficácia para controle de qualidade, sendo triagem ($0,75 \leq R^2 \leq 0,96$) e controle de qualidade ($R^2 \geq 0,97$). A fase de triagem é a essência do controle de qualidade do processo produtivo, e consiste na verificação e separação dos produtos em cada fase do processo produtivo. Já o controle de qualidade do produto é feito com base em um atributo diretamente mensurável dentro de limites definidos e tem como objetivo atestar a qualidade para o cliente final (Willems et al., 2015).

2.2.5 Classificação das modificações térmicas

Para a classificação de madeira modificada termicamente em função das temperaturas finais de seus tratamentos foram comparadas duas técnicas de aprendizado de máquina: redes neurais artificiais multicamadas (MLP) e método de grupo para manipulação de dados (GMDH). Como variáveis de entrada foram usados os parâmetros característicos do sinal digital gerado pelo ensaio de endentação dinâmica, e a classificação se deu em sete categorias, sendo um nível de controle e seis níveis de temperatura de tratamento (160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C e 210 °C).

A capacidade dos dois modelos (MLP e GMDH) em classificar as amostras foi avaliada por diferentes índices obtidos a partir dos casos de verdadeiro positivo (TP), falso positivo (FP), verdadeiro negativo (TN) e falso negativo (FN) observados na matriz de confusão, exemplificada na Tabela 12. A acurácia representa a classificação verdadeira (Eq.1), e o erro de classificação o oposto (Eq.2). Já a sensibilidade (Eq.3) e a especificidade (Eq.4) representam a capacidade do modelo em evitar FN (Erro do tipo II) e FP (Erro do tipo I), respectivamente.

Tabela 12 - Exemplo de matriz de confusão com três classe e seus valores percentuais de verdadeiro positivo (TP), falso positivo (FP), verdadeiro negativo (TN) e falso negativo (FN)

Observado	Predito			TN	FN
	1	2	3		
1	6	4	0	18	4
2	3	4	2	17	5
3	0	1	11	17	1
TP	6	4	11		
FP	3	5	2		

$$\text{Acurácia (\%)} = \frac{TP+TN}{TP+TN+FP+FN} \quad (1)$$

$$\text{Erro de classificação (\%)} = \frac{FP}{TP+TN+FP+FN} \quad (2)$$

$$\text{Precisão (\%)} = \frac{TP}{TP+FN} \quad (3)$$

$$\text{Especificidade (\%)} = \frac{TN}{TN+FP} \quad (4)$$

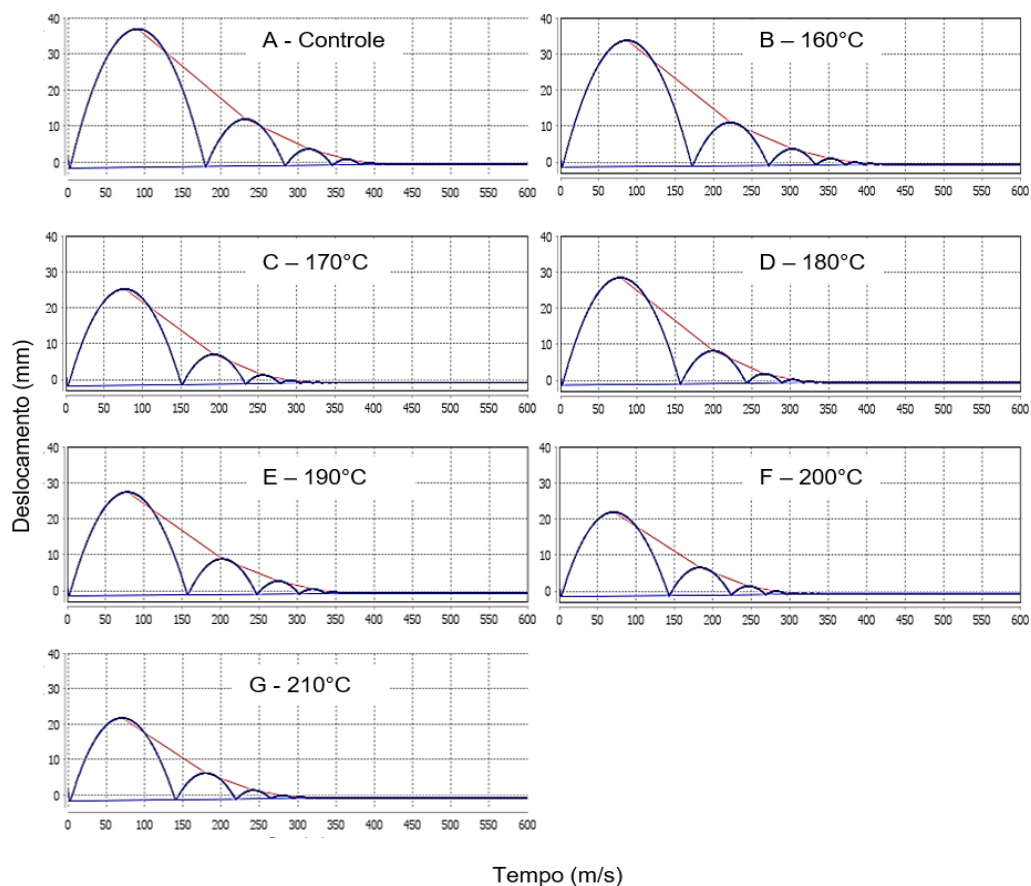
Os modelos MLP da regressão e da classificação foram criados utilizando o software *Statistica* v13.5®. Os modelos GMDH da classificação foram criados utilizando o software *GMDH shell*®. Em todos os modelos de regressão e classificação, 70% dos dados foram divididos proporcionalmente nas diferentes classes para treinar a rede e o restante foi usado para testar (validar) a precisão do modelo.

2.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

2.3.1 Caracterização do sinal de endentação e predição de propriedades físicas e mecânicas

Os sinais de velocidade e deslocamento gerados durante o ensaio de endentação dinâmica (Figura 22) foram utilizados para prever as propriedades físicas e mecânicas da madeira de Tauari modificada termicamente entre 160 °C e 210 °C por meio de redes neurais artificiais. Podemos observar que o número de ciclos tende a reduzir conforme aumenta a temperatura de modificação térmica, o que indica maiores deformações plásticas no material, entretanto para o ensaio de endentação dinâmica o uso dos parâmetros a partir do sexto ciclo do ensaio não é relevante para a predição de propriedades físicas e mecânicas (Assis, 2020).

Figura 22 - Comparação de sinais de deslocamento gerados para o grupo controle (A) e as diferentes temperaturas de modificação avaliadas



Conforme podemos observar na performance dos diferentes algoritmos (Tabela 13), a maioria das propriedades físicas foi estimada satisfatoriamente para controle de qualidade por meio do sinal de endentação dinâmica. No teste, os melhores ajustes foram registrados para a perda de massa (PM) e para a umidade de equilíbrio da madeira ($UE_{21/65}$) com R^2 de 0,92 e 0,89, respectivamente. Conforme vimos no capítulo 1, tanto a $UE_{21/65}$ quanto a PM foram significativamente afetadas pela modificação térmica, enquanto para densidade e contrações o efeito só foi significativo a 210 °C. Entretanto, para as variáveis relacionadas à densidade, os modelos MLP registraram $R^2 > 0,75$ e podem ser utilizados para triagem de produtos com base nesta variável. Nasir et al. (2019b), utilizando o resultado do ensaio não destrutivo de ondas de tensão (com uso do stress wave timer) associado à modelagem neuro-fuzzy, obtiveram R^2 de 0,27 e RMSE de 0,49 na predição da umidade de equilíbrio de madeiras tratadas a 170 °C, 212°C e 230 °C. Nasir et al. (2019a), usando a cor da madeira como característica preditiva da umidade de equilíbrio, obtiveram R^2 de 0,84 e RMSE de 0,20.

Tabela 13 - Performance de diferentes algoritmos de aprendizado de máquina para predição de propriedades físicas a partir do sinal de endentação dinâmica em madeira de tauari modificada termicamente

Propriedade predita	Rede Neural Artificial	Treinamento		Teste		Controle de qualidade
		RMSE	R ²	RMSE	R ²	
Densidade anidra (kg.m ⁻³)	MLP 119-15-1	30,87	0,68	31,16	0,79	Triagem
Densidade básica (kg.m ⁻³)	MLP 119-49-1	24,16	0,69	28,09	0,77	Triagem
Densidade UE _{21/65} (kg.m ³)	MLP 119-41-1	29,25	0,72	34,81	0,79	Triagem
Umidade de Equilíbrio (%)	MLP 119-50-1	0,41	0,83	0,30	0,89	Triagem
Contração Tangencial (%)	MLP 119-8-1	0,75	0,62	0,62	0,73	Não
Contração Radial (%)	MLP 119-25-1	0,77	0,46	0,74	0,60	Não
Contração Volumétrica (%)	MLP 119-45-1	1,42	0,50	1,12	0,60	Não
βt/βr	MLP 119-10-1	0,17	0,60	0,27	0,56	Não
Perda de massa (%)	MLP 119-24-1	0,94	0,89	0,96	0,92	Triagem

Nota: RMSE é a raiz do erro quadrático médio, R² é o coeficiente de determinação

Os resultados observados para a estimativa da densidade são superiores aos obtidos por González-Penã & Hale (2009) e Todorović et al. (2012) ao utilizarem parâmetros colorimétricos em madeiras modificadas termicamente. Todorović et al. (2012) e Todorović et al. (2015) observaram que a acurácia da estimativa da densidade depende do tipo de lenho, da espécie e da temperatura de modificação térmica empregada. Nasir et al. (2019d), em estudo comparando NIR, cor e stress wave time para predição de propriedades de madeiras modificadas termicamente observaram R² máximo de 0,40 na predição da densidade, quando eram utilizados os parâmetros colorimétricos e modelos GMDH. Na estimativa de variáveis relacionadas à contração da madeira, os modelos MLP não atingiram o valor referencial aqui assumido para adoção como ferramenta de triagem.

Podemos concluir que o ensaio de endentação dinâmica associado à configuração ideal de rede neural artificial consegue prever corretamente o comportamento da densidade, umidade de equilíbrio e perda de massa da madeira de Tauari modificada termicamente podendo ser utilizado na etapa de triagem do controle de qualidade para estas variáveis. Este se constitui em avanço tecnológico significativo para este tipo de material, visto que outros autores relataram dificuldade em encontrar uma técnica não destrutiva para modelar satisfatoriamente a densidade de madeiras modificadas termicamente (Nasir et al. 2019e).

Outro desafio para o controle de qualidade de madeiras modificadas termicamente é estimar corretamente as suas propriedades mecânicas. Conforme é

possível observar na Tabela 14, o ensaio de endentação dinâmica permite prever com alta precisão a dureza normal às fibras e as durezas nas direções tangencial e radial, que são propriedades bem correlacionadas com outras propriedades mecânicas da madeira (Lykidis et al., 2013).

Tabela 14 - Performance dos algoritmos de aprendizado de máquina para predição de propriedades mecânicas a partir do sinal de endentação dinâmica em madeira de tauari modificada termicamente

Propriedade predita	Rede Neural Artificial	Treinamento		Teste		Controle de qualidade?
		RMSE	R ²	RMSE	R ²	
Dureza Janka normal (MPa)	MLP 119-11-1	2,74	0,94	1,04	0,99	Sim
Dureza Janka tangencial (MPa)	MLP 119-20-1	2,16	0,97	1,93	0,99	Sim
Dureza Janka radial (MPa)	MLP 119-2-1	5,79	0,63	2,34	0,97	Sim
MOR na flexão (MPa)	MLP 119-19-1	18,54	0,55	15,51	0,73	Não
MOE na flexão (MPa)	MLP 119-8-1	1671,46	0,41	1546,72	0,42	Não

Nota: RMSE é a raiz do erro quadrático médio, R² é o coeficiente de determinação

Há poucos estudos na literatura sobre o uso de técnicas não destrutivas para estimativa da dureza de madeiras modificadas termicamente. Nasir et al. (2019d) aplicaram NIR, cor e stress wave time associado às modelagens ANFIS e GMDH para estimativa da dureza da madeira modificada termicamente e obtiveram R² máximo de 0,36 e RMSE de 2,96 MPa quando do uso do stress wave timer. Todorović et al. (2020), utilizando a cor como ferramenta preditiva da dureza Brinell obtiveram R² de 0,67 (cor) e 0,70 (NIR). Os resultados do presente estudo comprovam a eficácia do durômetro DPM3® e seu software WIA associados às redes neurais MLP para estimativa da dureza da madeira modificada termicamente.

O sinal de endentação dinâmica teve ajuste moderado com o MOR e não foi eficaz na estimativa do MOE no ensaio de flexão. Todorović et al. (2015) utilizando a técnica NIR obtiveram respectivamente R² de 0,68 e 0,70 para MOR e MOE da madeira *Fagus moesiaca* modificada a 170 °C, 190° e 210 °C. Todorović et al. (2020) obtiveram R² de 0,86 (MOR) e 0,59 (MOE) utilizando a cor, e R² de 0,82 (MOR) e 0,69 (MOE) utilizando o NIR.

O aumento da temperatura durante a modificação térmica diminui as energias de deformação viscoelástica da madeira (Stanzl-tscheegg et al., 2009), o que pode comprometer a capacidade preditiva do sinal gerado durante o ensaio de endentação. Assis (2020), estudando o sinal do mesmo equipamento de endentação

dinâmica para predição de propriedades mecânicas de madeira de diferentes espécies e densidades sem modificação térmica, obteve R^2 0,91 para o MOE. Portanto, podemos inferir que modelos baseados em técnicas mais relacionadas a mudança química da madeira (p.e. NIR) fornecem modelos preditivos mais confiáveis para estimativa do MOE de madeiras modificadas termicamente, pois conseguem captar as mudanças químicas que ocorreram.

Conforme mencionado anteriormente, a espécie é um fator influente na precisão dos modelos e a aqui estudada é uma espécie nativa altamente heterogênea. Como os sinais da endentação dinâmica para geração dos modelos foram obtidos nos corpos de prova de dureza e não nos corpos de prova de flexão (estes tinham dimensões reduzidas, que inviabilizam a realização do ensaio de endentação dinâmica), esse aspecto pode ter também contribuído negativamente na construção dos modelos.

Por fim, cabe ressaltar que os corpos de prova de flexão apresentavam sempre somente uma das faces (a face tracionada ou a face comprimida) com a modificação térmica, já que eles, com seção transversal de 20mm×20mm, foram produzidos a partir dos caibros (50mm×50mm) que receberam originalmente a modificação térmica. Essa situação, distinta daquela de corpos de prova com ambas as faces modificadas termicamente, dificultou ainda mais a obtenção de um modelo mais preciso.

Este é o primeiro trabalho com aplicação do sinal de endentação dinâmica na predição de propriedades de madeira modificada termicamente. Outras pesquisas com espécies e processos distintos de modificação devem ser investigados para definir o uso do endentador dinâmico como um método viável para controle de qualidade de madeiras modificadas termicamente.

2.3.2 Classificação de madeira modificada termicamente usando sinal de endentação dinâmica

Na tabela 15 são apresentados os valores de precisão de classificação (porcentagem de acertos da temperatura de modificação) para cada uma das temperaturas de modificação térmica nas fases de treinamento e teste para os modelos MLP e GMDH e os valores médios de acurácia, erros totais, precisão e especificidade. Podemos observar que os modelos (MLP e GMDH) tiveram

resultados semelhantes na etapa de testes. Ambos os modelos mostraram baixa precisão, ou seja, alta propensão ao erro do tipo II (aceitar falsos negativos). O modelo GMHD classificou corretamente 100% das amostras controle, mas teve baixo percentual de acertos entre classes de madeiras modificadas termicamente. Já o modelo MLP conseguiu classificar corretamente 100% das amostras tratadas a 210 °C, mas também teve baixa qualidade nas temperaturas inferiores.

Os problemas de classificação incorreta não são inesperados. Como pudemos observar na Capítulo 1, não houve diferenças significativas entre tratamentos próximos, o que torna difícil afirmar que madeiras tratadas em temperaturas próximas são realmente distintas. Isso poderia causar as classificações de falso positivo e falso negativo observadas nas saídas da matriz de confusão.

Tabela 15 - Acertos na classificação das amostras utilizando 119 variáveis do sinal do ensaio de endentação dinâmica

Observado	MLP 119-11-7	GMDH
	Precisão (%)	
	<i>Treinamento</i>	
Controle	60,0	89,0
160 °C	50,0	42,9
170 °C	66,7	33,3
180 °C	33,3	57,1
190 °C	12,5	28,6
200 °C	28,6	57,1
210 °C	85,7	100,0
Acurácia geral	85,1%	88,3%
Erros totais	14,9%	11,7%
Precisão geral	47,9%	59,2%
Especificidade	91,3%	93,2%
	<i>Teste</i>	
Controle	50,0	100,0
160 °C	16,7	0,0
170 °C	33,3	33,3
180 °C	50,0	66,7
190 °C	50,0	33,3
200 °C	66,7	33,3
210 °C	100,0	66,7
Acurácia geral	84,4%	85,0%
Erros totais	15,6%	15,0%
Precisão geral	45,5%	47,6%
Especificidade	90,9%	91,3%

Bächle et al. (2012) observaram que a acurácia da classificação depende da temperatura, espécie e tipo de pré-processamento utilizado. Nasir et al. (2019d) observaram que o tipo de técnica de aprendizado de máquina e as variáveis de entrada também afetam significativamente os modelos de classificação. Entretanto, não observamos relatos sobre o efeito do intervalo entre temperaturas na qualidade dos modelos.

Desta forma, o intervalo original de 10 °C entre temperaturas foi ampliado para 20 °C, para testar a hipótese de que tratamentos semelhantes podem confundir os modelos de classificação. Na Tabela 16 podemos observar as métricas de qualidade dos três classificadores utilizados no presente estudo para um intervalo de 20 °C entre tratamentos.

Tabela 16 - Acertos na classificação das amostras em função de três fases de modificação térmica por meio do sinal do ensaio de endentação dinâmica

Observado	MLP 119-12-4	GMDH
	Precisão (%)	
	<i>Treinamento</i>	
Controle	100,0	100,0
170 °C	100,0	100,0
190 °C	100,0	85,7
210 °C	100,0	100,0
Acurácia geral	100,0%	98,2%
Erros totais	0,0%	1,8%
Precisão	100,0%	96,4%
Especificidade	100,0%	98,8%
	<i>Teste</i>	
Controle	100,0	33,3
170 °C	33,3	33,3
190 °C	33,3	100,0
210 °C	80,0	66,7
Acurácia geral	90,5%	79,2%
Erros totais	9,5%	20,8%
Precisão	58,3%	58,3%
Especificidade	95,2%	86,1%

A acurácia, precisão e especificidade dos dois modelos testados foram aumentadas, e a classificação incorreta diminuiu, quando usados intervalos maiores de temperatura (20 °C) entre as classes. O modelo MLP apresentou maior precisão na etapa de testes do modelo. Com uso do modelo MLP foi possível identificar 100%

das amostras não tratadas, o que indica que o sinal de endentação pode ser usado como ferramenta de controle de qualidade para separar duas classes (tratadas e não tratadas).

Na Tabela 17 podemos verificar que quando avaliamos a distinção entre duas classes - aprovado ou reprovado - utilizando-se a temperatura de 210 °C como fator de reprovação, conforme discutido no capítulo 1, observamos que o modelo GMDH consegue classificar corretamente 100% das amostras na etapa de testes do modelo, com 100% de precisão e especificidade.

Assis (2020) testou o uso do mesmo sinal de endentação dinâmica para predição da deformação estática de pisos laminados e o uso desse parâmetro na classificação (aprovado ou reprovado em função de def. estática de referência) e observou acurácia de 90%. Entretanto, é importante destacar que a acurácia de modelos classificatórios é dependente da espécie, do pré-processamento dos dados e do algoritmo utilizado para modelar os dados (Bächle et al., 2012; Nasir et al., 2019).

Tabela 17 - Classificação das amostras em controle, aprovado ou reprovado (210 °C) por meio do sinal do ensaio de endentação dinâmica

Observado	MLP 119-17-2	GMDH
	Porcentagem Correta (%)	
	<i>Treinamento</i>	
Aprovado	100,0	100,0
Reprovado	100,0	100,0
Acurácia geral	100,0%	100,0%
Erros totais	0,0%	0,0%
Precisão	100,0%	100,0%
Especificidade	100,0%	100,0%
	<i>Teste</i>	
Aprovado	81,3	100,0
Reprovado	100,0	100,0
Acurácia geral	90,3%	100,0%
Erros totais	9,7%	0,0%
Precisão	90,3%	100,0%
Especificidade	90,3%	100,0%

2.4 CONCLUSÃO

Os resultados deste estudo mostram o potencial de uso do sinal gerado pelo endentador dinâmico combinado com um método de aprendizado de máquina supervisionado para o controle de qualidade – predição de propriedades físico-mecânicas e classificação de tratamentos - de madeira termicamente modificada, principalmente para identificação de amostras fora do padrão de qualidade pré-estabelecido.

É possível prever a umidade de equilíbrio, a densidade (básica, aparente e anidra) e a dureza da madeira por meio do ensaio de endentação dinâmica.

A precisão dos modelos de classificação de tratamentos utilizando a técnica de endentação dinâmica depende do intervalo de temperatura e da técnica de aprendizado de máquinas utilizada. Ambos os modelos MLP e GMDH apresentam maior precisão conforme se diminui o número de classes avaliadas.

O durômetro portátil utilizado neste estudo proporcionou um procedimento simples e prático para a aplicação do ensaio de endentação dinâmica, podendo ser usado tanto em condições de campo como na indústria. Este método associado à configuração ideal de rede neural artificial conseguiu prever corretamente o comportamento da densidade, umidade de equilíbrio e perda de massa da madeira de Tauari modificada termicamente. Este se constitui em avanço tecnológico significativo para este tipo de material, visto a dificuldade em encontrar uma técnica não destrutiva para modelar satisfatoriamente tais propriedades em madeiras modificadas termicamente.

REFERÊNCIAS

ABREU NETO, R. DE; ASSIS, A.A. DE; BALLARIN, A.W.; HEIN, P.R.G. Effect of final temperature on charcoal stiffness and its correlation with wood density and hardness. **SN Applied Sciences**, v.2, p.1–9, 2020. DOI: 10.1007/s42452-020-2822-0.

ALTGEN, M.; WELZBACHER, C.; HUMAR, M.; MILITZ, H. ESR- spectroscopy as a potential method for the quality control of thermally modified wood. **COST-Action FP0904** – Thermo- Hydro-Mechanical Wood Behaviour and Processing, Nancy, France.

ASSIS, A.A. DE. **Endentação dinâmica aplicada na predição de propriedades**

físico-mecânicas da madeira serrada e de painéis de madeira. 97p. Tese (Doutorado em Energia na Agricultura) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agrômicas, Botucatu, 2020. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11449/193070> >.

ASSIS, A.A. DE; ALEXANDRE, R.P.; BALLARIN, A.W. Dynamic hardness of wood – measurements with an automated portable hardness tester. **Holzforschung**, v.71, p.1–7, 2017. DOI: 10.1515/hf-2016-0137.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7190**:- Projeto de estruturas de madeira. Rio de Janeiro, 1997.

BÄCHLE, H.; ZIMMER, B.; WEGENER, G. Classification of thermally modified wood by FT-NIR spectroscopy and SIMCA. **Wood Science and Technology**, v.46, p.1181–1192, 2012. DOI: 10.1007/s00226-012-0481-z.

CARVALHO, A.G.; ZANUNCIO, A.J.V.; SILVA, C.M.S. DA; CARNEIRO, A. DE C.O.; PAULA, M.O. DE. Método de ressonância para predição das propriedades mecânicas das madeiras de *Eucalyptus urophylla* e *Pinus oocarpa* termorretrificadas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v.22, 2017. DOI: 10.1590/s1517-707620170001.0104.

GONZÁLEZ-PENÃ, M.M.; HALE, M.D.C. Colour in thermally modified wood of beech, Norway spruce and Scots pine. Part 2: Property predictions from colour changes. **Holzforschung**, v.63, p.394–401, 2009. DOI: 10.1515/HF.2009.077.

KUHN, M.; JOHNSON, K. **Applied Predictive Modeling**. New York: Springer Science+Business Media, 2013. 615p. DOI: 10.1007/978-1-4614-6849-3.

LYKIDIS, C.; KONSTANTAKOS, P.; TSALIKIS, S. Effects of closed system hydrothermal treatment conditions on colour and hardness of European beech wood. In: **Proceedings** of 3rd COST FP0904 conference: evaluation, processing and prediction of thm treated wood behavior by experimental and numerical methods. 9–11 April, Iasi, Romania: 2013.

MENEZZI, C.H.S. DEL; AMORIM, M.R.S.; COSTA, M.A.; GARCEZ, L.R.O. Evaluation of thermally modified wood by means of stress wave and ultrasound nondestructive methods. **Materials Science**, v.20, 2014. DOI: 10.5755/j01.ms.20.1.3341.

MINASNY, B.; MCBRATNEY, A. Why you don't need to use RPD. **Pedomatron**, 2013.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; AVRAMIDIS, S.; COOL, J. Stress wave evaluation for predicting the properties of thermally modified wood using neuro-fuzzy and neural network modeling. **Holzforschung**, v.73, p.827–838, 2019a.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; AVRAMIDIS, S.; COOL, J. Stress wave evaluation by accelerometer and acoustic emission sensor for thermally modified wood classification using three types of neural networks. **European Journal of Wood and Wood Products**, v.77, p.45–55, 2019b. DOI: 10.1007/s00107-018-1373-1.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; AVRAMIDIS, S.; COOL, J. Prediction of physical and mechanical properties of thermally modified wood based on color change evaluated

by means of “group method of data handling” (GMDH) neural network. **Holzforschung**, v.73, p.381–392, 2019c. DOI: 10.1515/hf-2018-0146.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; AVRAMIDIS, S.; COOL, J. Classification of thermally treated wood using machine learning techniques. **Wood Science and Technology**, v.53, p.275–288, 2019d. DOI: 10.1007/s00226-018-1073-3.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; ZHOU, Z.; RAHIMI, S. Classification and characterization of thermally modified timber using visible and near - infrared spectroscopy and artificial neural networks : a comparative study on the performance of different NDE methods and ANNs. **Wood Science and Technology**, 2019e. DOI: 10.1007/s00226-019-01120-0.

NETO, R.A.; ASSIS, A.A. DE; BALLARIN, A.W.; HEIN, P.R.G. Dynamic hardness of charcoal varies according to the final temperature of carbonization. **Energy & Fuels**, p.31, 2018. DOI: 10.1021/acs.energyfuels.8b02394.

PINTO, R.A. **Sinais digitais de um durômetro portátil para a estimativa de propriedades de madeiras para dormentes**. 86p. Tese (Doutorado em Energia na Agricultura) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu, 2015. Disponível em: <<http://hdl.handle.net/11449/136724>>.

SALCA, E.; HIZIROGLU, S. Evaluation of hardness and surface quality of different wood species as function of heat treatment. **Materials and Design**, v.62, p.416–423, 2014.

SANDAK, J.; NATIONAL, I.; SANDAK, A.; COE, I.; MEDER, R.; CONSULTING, M. Tutorial assessing trees , wood and derived products with near infrared spectroscopy : hints and tips. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, 2016. DOI: 10.1255/jnirs.1255.

SEVERO, E.T.D.; CALONEGO, F.W. **Processo de modificação térmica, por irradiação de calor, para a melhora da estabilidade dimensional e da durabilidade biológica de madeira sólida**. INPI: PI 0902/38-8A2., 2011.

STANZL-TSCHEGG, S.; BEIKIRCHER, W.; LOIDL, D. Comparison of mechanical properties of thermally modified wood at growth ring and cell wall level by means of instrumented indentation tests. **Holzforschung**, v.63, p.443–448, 2009. DOI: 10.1515/HF.2009.085.

SYDOR, M.; PINKOWSKI, G. The Brinell method for determining hardness of wood flooring materials. **Forests**, v.11, 2020.

TIRYAKI, S.; HAMZAÇEBI, C. Predicting modulus of rupture (MOR) and modulus of elasticity (MOE) of heat treated woods by artificial neural networks. **Measurement**, v.49, p.266–274, 2014. DOI: 10.1016/j.measurement.2013.12.004.

TODOROVIĆ, N.; POPOVIĆ, Z.; MILIĆ, G. Estimation of quality of thermally modified beech wood with red heartwood by FT-NIR spectroscopy. **Wood Science and Technology**, v.49, p.527–549, 2015. DOI: 10.1007/s00226-015-0710-3.

TODOROVIĆ, N.; POPOVIĆ, Z.; MILIĆ, G.; POPADIĆ, R. Estimation of heat-treated beechwood properties by color change. **BioResources**, v.7, p.799–815, 2012.

TODOROVIĆ, N.; POPOVIĆ, Z.; MILIĆ, G.; VEIZOVIĆ, M. Quality evaluation of heat-treated sessile oak (*Quercus petraea* L.) wood by colour and FT-NIR spectroscopy. **Wood Material Science & Engineering**, v.0, p.1–8, 2020. DOI: 10.1080/17480272.2020.1847188.

TONG, L.; ZHANG, W. Using Fourier transform near-infrared spectroscopy to predict the mechanical properties of thermally modified southern. **Applied Spectroscopy**, v.70, p.1–9, 2016. DOI: 10.1177/0003702816644453.

WIKBERG, H.; MAUNU, S.L. Characterisation of thermally modified hardwoods and softwoods by ¹³C CPMAS NMR. **Carbohydrate Polymers**, v.58, p.461–466, 2004. DOI: 10.1016/j.carbpol.2004.08.008.

WILLEMS, W.; LYKIDIS, C.; ALTGEN, M.; CLAUDER, L. Quality control methods for thermally modified wood: a review. **Holzforschung**, v.69, p.875–884, 2015a. DOI: 10.1515/hf-2014-0185.

ZANUNCIO, A.J.V.; CARVALHO, A.G.; SILVA, L.F. Prediction of the physical , mechanical and colorimetric properties of *Eucalyptus grandis* heat-treated wood using artificial neural networks. **Scientia Forestalis**, v.45, p.109–118, 2017.

CAPÍTULO 3

EFICIÊNCIA DO NIR PARA CLASSIFICAR E PREDIZER PROPRIEDADES DE MADEIRA DE TAUARI MODIFICADA TERMICAMENTE UTILIZANDO REDES NEURAS ARTIFICIAIS

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar as mudanças na madeira de Tauari modificada termicamente por meio da espectroscopia NIR e avaliar a sua eficácia em relação a outros métodos (gravimétrico, colorimetria, ultrassom e endentação dinâmica) utilizando modelos de redes neurais artificiais para classificar e prever as propriedades físicas e mecânicas da madeira tratada termicamente. Para tanto, peças de Tauari (*Couratari* spp.) foram modificadas termicamente entre 160 °C e 210 °C. As propriedades físicas (perda de massa, densidade, estabilidade dimensional e higroscopicidade) e mecânicas (resistência e rigidez na flexão estática e na compressão paralela, e a dureza Janka) foram determinadas por ensaios convencionais. Foram empregados os métodos não destrutivos de gravimetria, colorimetria, endentação dinâmica, ultrassom e NIR. O NIR conseguiu estimar corretamente a maioria das propriedades mecânicas da madeira modificada termicamente. Dentre os modelos com aptidão para controle de qualidade, a maioria foi classificada como triagem. O NIR e a perda de massa foram os métodos mais eficazes na classificação de MMT de Tauari. Não foi observado um método não destrutivo que seja capaz de prever com alta precisão todas as propriedades físicas e mecânicas aqui avaliadas. A escolha do método mais adequado para controle de qualidade depende da propriedade de interesse. A melhor combinação de métodos observada foi para o NIR aliado ao método de endentação ou ultrassom.

Palavras-chave: perda de massa. CIELab. ultrassom. dureza. RNA. MLP

NIR efficiency for classify and predict thermally modified tauari wood properties using artificial neural networks

ABSTRACT

Here, we evaluated changes in thermally modified Tauari wood (*Couratari* spp.) using NIR spectroscopy and compare the effectiveness of this technique concerning the mass loss, colourimetry, ultrasound and dynamic indentation methods using artificial neural network models to classify and predict physical and mechanical properties between 160 °C and 210 °C. We thermally modified wood specimens in an electric laboratory oven with final temperatures of 160 ° C, 170 ° C, 180 ° C, 190 ° C, 200 ° C and 210 ° C maintained for 2.5 hours. We determined physical (mass loss, density, dimensional stability and hygroscopicity) and mechanical (strength and stiffness in static bending and parallel compression, and Janka hardness) properties by conventional tests. We used NDE methods (mass loss, colourimetry, dynamic indentation, ultrasound and NIR) to build models based on artificial neural networks to predict properties and classify treatments. Mass loss and colourimetry were not suitable methods to predict mechanical properties of thermally modified Tauari wood. Except for MOR ($R^2 = 0.58$) and Janka Tangential hardness ($R^2 = 0.74$) properties, the ANN - NIR models can correctly estimate most of the mechanical properties of thermally modified wood. The ultrasound method is efficient to predict side, radial Janka hardness and the MOE of MMT. The indentation method is the most suitable method to predict precisely the hardness in all directions. Most of the models with an aptitude for quality control are classify for screening. NIR and mass loss are the most effective methods for the classification of MMT in Tauari. In this study, we did not observe a non-destructive evaluation method that can predict with high precision all the physical and mechanical properties evaluated here. The choice of the most suitable method for quality control depends on the property of interest. The best NDE methods combination observed here was NIR and indentation or ultrasound method.

Keywords: NIR. CIELab. ultrasound. hardness. artificial neural networks. MLP

3.1 INTRODUÇÃO

A modificação térmica é um processo onde a madeira, exposta a temperaturas entre 150 °C e 260 °C por um período de tempo determinado, passa por uma série de reações auto catalíticas de hidrólise, oxidação, secagem e descarboxilação, resultando na degradação e reestruturação de seus polímeros (Esteves & Pereira, 2009; Sahin & Guler, 2018; Zanuncio et al., 2018). Como resultado das mudanças químicas e físicas durante a modificação térmica, as propriedades da madeira são modificadas em maior ou menor escala. Em geral, a madeira modificada termicamente (MMT) apresenta melhoria na estabilidade dimensional, higroscopicidade e na durabilidade natural (Yildiz et al., 2011; Shukla, 2019), sendo esse tratamento alternativo à impregnação química da madeira. Dependendo do nível do tratamento, são observadas alterações positivas ou negativas em uma dada propriedade mecânica. Atualmente, os produtos de MMT são adequados para aplicações externas de alto valor agregado, principalmente para exposição ao ar livre, como *decks*, caixilhos de janelas e revestimentos (Cai et al., 2020; Hrčka et al., 2020).

Em função do efeito do processo de modificação e da espécie utilizada, a determinação da qualidade dos produtos por ensaios convencionais torna-se onerosa. O uso de ensaios não destrutivos (NDE) rápidos e confiáveis é de grande importância para atestar as especificações do produto. Os NDE normalmente utilizados para madeira podem não ter a mesma acurácia em MMT (Esteves & Pereira, 2009). Dentre os métodos potenciais para controle de qualidade de MMT o método gravimétrico é o mais simples (Esteves & Pereira, 2008), mas é influenciado pela espécie e composição química (Windeisen et al., 2009). A colorimetria tem potencial para classificar (Nasir et al., 2019) e modelar a composição química e algumas propriedades físico-mecânicas da madeira (Bekhta & Niemz, 2003; Yildiz et al., 2006; González-Penã & Hale, 2009; Kačíková et al., 2013), mas é uma medida que pode variar ao longo do tempo e apresenta grande variação superficial (Brischke et al., 2007; Sharratt et al., 2009). Os resultados do método de ultrassom apresentaram correlação positiva com a temperatura (Straže et al., 2018), demonstrando potencial para estimar as propriedades e a perda de massa em MMT (Del Menezzi et al., 2014).

Dentre os métodos mais recentes, a espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) se mostrou útil na predição de propriedades da madeira em escala industrial (Hein, 2010; Tsuchikawa & Schwanninger, 2013; Sandak et al., 2015). Mais recentemente, o NIR vem sendo utilizado para classificação e predição de propriedades de madeira modificada termicamente (Bächle et al., 2012; Nasir et al., 2019a). Quando aliado a técnicas de redes neurais artificiais, o NIR conseguiu acurácia de 100% ao diferenciar madeiras tratadas a 170 °C, 212° e 230 °C (Nasir et al., 2019a). Entretanto, a robustez dos modelos preditivos baseados em NIR varia muito, dependendo das características da madeira (Zanuncio et al., 2018). Nasir et al. (2019) compararam a performance do NIR, do método das ondas de tensão (*stress wave*) e da colorimetria para classificação de tratamentos térmicos com intervalos de temperatura acima de 30 °C e predição de algumas propriedades físicas e mecânicas para madeira de coníferas e concluíram que nenhum dos métodos pode ser usado para prever a densidade, o módulo de elasticidade dinâmico e a dureza de MMT.

As redes neurais artificiais são ferramentas de modelagem não lineares que imitam os neurônios biológicos para aprender com base nos dados de entrada. Esta técnica utiliza uma série de pesos e camadas ocultas para detectar relações complexas e pode performar bem na presença de dados com ruídos, outliers, complexos ou imprecisos sendo apropriada para classificação, regressão, análises temporais e de agrupamentos (Kuhn & Johnson, 2013).

Todos os métodos não destrutivos aqui mencionados têm potencial para classificação e predição de propriedades em MMT, mas não há trabalhos abrangentes que os compare para MMT de folhosas ou para diferenciar temperaturas de modificação mais próximas e estimar com eficiência um grande grupo de propriedades físicas e mecânicas. Além disso, estudos sobre a eficiência do uso do NIR para caracterização de madeiras nativas como o Tauari (*Couratari* spp.) ainda são escassos, sobretudo quando sofrem modificação térmica. A seleção do método NDE mais adequado ou a combinação destes para estimar cada propriedade é muito importante em processos industriais, pois permite controle de qualidade para a empresa e atestado de qualidade para o cliente final. Além disso, pode ajudar no desenvolvimento de indústrias de modificação térmica com madeiras nativas e de baixo valor agregado, além de permitir o uso de resíduos como alburno,

aumentando o rendimento de serrarias que trabalham com madeira nativa e diminuindo a pressão sobre madeiras tradicionais.

O objetivo deste estudo foi avaliar as mudanças na madeira de Tauari modificada termicamente por meio da espectroscopia NIR e comparar a eficácia desta técnica em relação aos métodos de perda de massa, colorimetria, ultrassom e endentação dinâmica utilizando modelos de redes neurais artificiais para classificar e prever as propriedades físicas e mecânicas entre 160 °C e 210 °C.

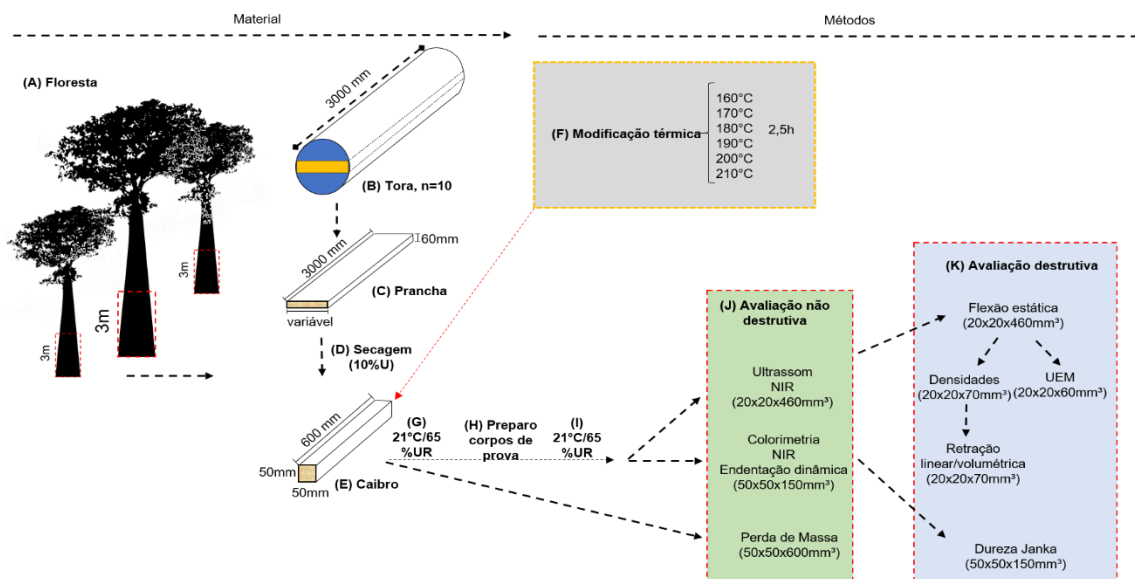
3.2 MATERIAL E MÉTODOS

3.2.1 Material e processo de modificação térmica

Foi utilizada a madeira de Tauari (*Couratari* spp., Lecythidaceae, Dicotiledônea), uma espécie tropical nativa da Amazônia. A madeira de Tauari possui cerne e alborno indistintos pela cor, tonalidade branco-amarelada e cheiro variável de pouco perceptível a perceptível, neste caso, desagradável com gosto levemente amargo (Nahuz et al., 2013). Pode ser classificada como não resistente a fungos (Okino et al., 2015), com alta susceptibilidade a fungos emboloradores e manchadores.

Pranchas centrais foram retiradas de 10 (dez) toras e desdobradas em amostras de 50x50x600mm³, divididas aleatoriamente em sete grupos, sendo um grupo controle e outros seis designados conforme as temperaturas finais de modificação (Figura 23). As amostras foram modificadas termicamente em estufa elétrica laboratorial de alta temperatura e capacidade de 1m³ (Fanem, modelo 315 SE, São Paulo) à pressão atmosférica via irradiação de ar quente, com aquecimento em duas etapas: (1) secagem a 100 °C por 24h sendo, nessa condição, pesadas (0,01g) e (2) modificação térmica com aquecimento de 100 °C até as temperaturas finais de modificação a uma taxa de 1,3 °C.min⁻¹, de acordo com Severo & Calonego (2011). As temperaturas finais de 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C, 200 °C e 210 °C foram mantidas por 2,5 horas e, em seguida, a estufa foi desligada, ocorrendo o resfriamento até 40 °C. Nessa condição, as amostras foram novamente pesadas.

Figura 23 - Fluxograma dos ensaios realizados no programa experimental. As letras, em ordem alfabética, indicam a sequência cronológica dos eventos



3.2.2 Avaliação não destrutiva (NDE)

Perda de Massa (PM)

A perda de massa (PM) foi determinada a partir do peso de cada amostra de 50x50x600mm após etapa 1 (secagem a 100 °C) e após etapa 2 (modificação térmica e resfriamento).

Colorimetria

Os parâmetros colorimétricos foram obtidos pelo método CIELAB 1976, utilizando-se espectrofotômetro de cor portátil BYK (Gardner GmbH, modelo CD 6834). As medições foram feitas com fonte de luz D65 e um ângulo de observador de 10°. Os parâmetros colorimétricos de cada corpo de prova foram calculados como o valor médio de três pontos diferentes na face radial lixada com grã 120 (3M™, 326U Gold) por 60 segundos.

Ultrassom

O ensaio foi realizado utilizando-se equipamento de ultrassom (marca Steinkamp, modelo BP-7, Alemanha) e transdutores piezoelétricos de face exponencial e frequência 45 kHz, posicionados em ambas as extremidades dos corpos de prova. A partir da velocidade de propagação da onda ultrassônica longitudinal - V_{LL} para cada corpo-de-prova (Eq. 1) foi obtido também o coeficiente de rigidez - C_{LL} (Eq. 2).

$$V_{LL}(m/s) = 1000 \frac{c}{\Delta t} \quad (1)$$

$$C_{LL}(MPa) = V_{LL}^2 \times \rho_{UEM} \quad (2)$$

em que c é comprimento do corpo de prova (m); Δt é o tempo de propagação de onda (s); $\rho_{21/65}$ é a densidade na umidade de equilíbrio do corpo de prova ($kg.m^{-3}$).

Ensaio de endentação dinâmica

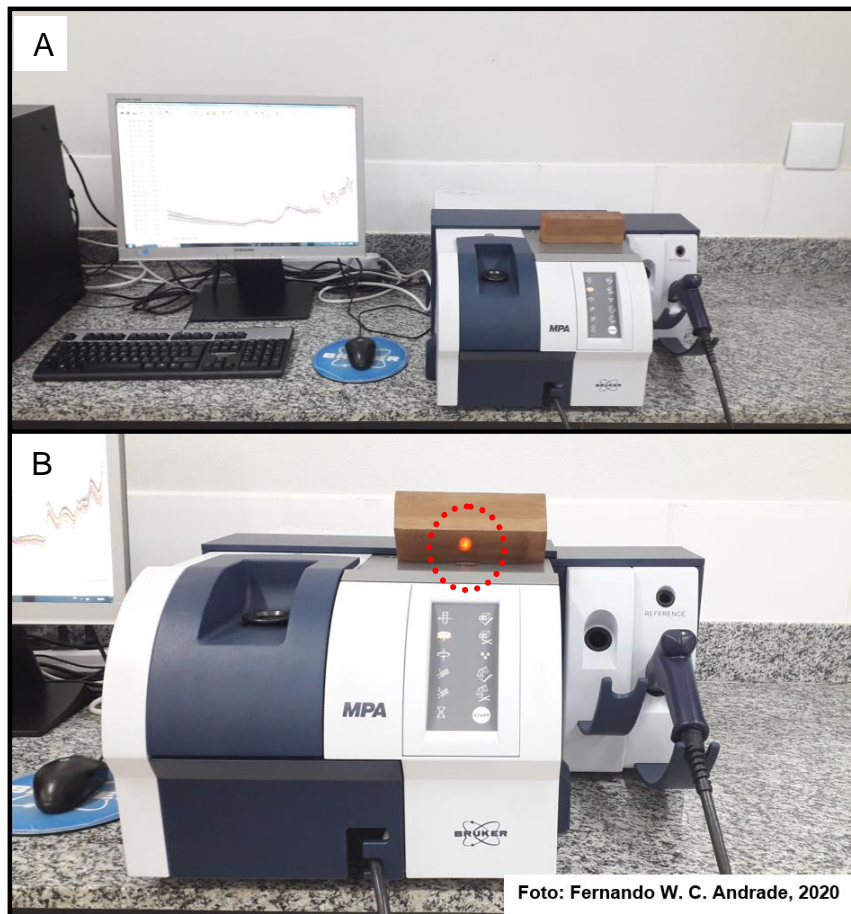
O sinal do ensaio de endentação dinâmica foi obtido utilizando-se durômetro portátil automatizado para madeiras - DPM3®, descrito em detalhes em Assis et al. (2017). De maneira semelhante à descrita no capítulo 2, foram analisados cinco ciclos de endentação para cada ensaio de endentação dinâmica - um ciclo corresponde ao período que compreende as suas fases de queda livre, carregamento, descarregamento e movimento livre de retorno do endentador - extraído-se 119 parâmetros por ensaio com uso do software Wood Indentation Analyzer – WIA (Assis, 2020). Em cada corpo de prova foram realizadas três endentações equidistantes entre si na face tangencial e na face radial. Cada parâmetro característico correspondeu a média entre três endentações. Nas análises foram utilizadas 70 observações (10 por tratamento) com 119 variáveis extraídas do sinal de endentação.

Espectroscopia no infravermelho próximo (NIR)

Os espectros no infravermelho próximo (NIR) foram coletados em um espectrômetro Bruker (modelo MPA, Bruker Optik GmbH, Ettlingern, Alemanha) em intervalos de 8 cm^{-1} na faixa de 12.500 cm^{-1} a 3600 cm^{-1} (800nm - 2.777 nm) em modo de reflexão difusa via esfera integradora. Entretanto, para evitar o ruído estático, foi utilizada a faixa espectral de 9000 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} . Em cada corpo de prova foram coletados três espectros, determinando-se o espectro característico médio. Cada espectro corresponde à média de 16 escaneamentos independentes. Ao final, nos corpos de prova de dureza obtivemos 70 espectros (10 corpos de prova por tratamento \times 7 tratamentos) e nos de flexão foram obtidos 280 espectros (40 corpos de prova por tratamento \times 7 tratamentos). Considerando a faixa espectral e o intervalo utilizado obtivemos 1298 dimensões ou variáveis.

Os espectros foram coletados nos corpos de prova dos ensaios de ultrassom (Figura 24) – para estimativas de propriedades dos ensaios de flexão, densidade, umidade e contração – e nos corpos de prova dos ensaios de endentação/colorimetria – para estimativas da dureza. Os corpos de prova foram aclimatados no mesmo ambiente do equipamento, a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ e 60% de umidade relativa, antes da coleta dos espectros.

Figura 24 - Espectrômetro para aquisição dos espectros (A) e modo de aquisição via esfera integradora com amostra levantada para detalhamento do laser (B)



3.2.3 Determinação dos parâmetros por ensaios convencionais

As propriedades físicas convencionais avaliadas foram umidade de equilíbrio a 21 °C/65% UR ($UE_{21/65}$), densidade anidra ($\rho_{0\%}$), densidade básica (ρ_b) e densidade à umidade de equilíbrio ($\rho_{21/65}$), contração tangencial (β_t), radial (β_r) e volumétrica (β_v). As propriedades mecânicas convencionais avaliadas foram o módulo de ruptura (MOR) e módulo de elasticidade (MOE) na flexão estática, dureza Janka radial (f_{Hr}), tangencial (f_{Ht}) e normal (f_{HN}), sendo esta última a média dos valores obtidos nas direções tangencial e radial. Os ensaios mecânicos foram realizados em máquina universal de ensaios, modelo EMIC com capacidade de 300 kN, conforme normas da NBR 7190 (ABNT, 1997).

3.2.4 Redes Neurais Artificiais (RNA)

Para classificar e prever as propriedades físicas e mecânicas da madeira de Tauari modificada termicamente foram utilizadas RNAs do tipo perceptron multicamadas (MLP), que é um dos mais comuns. As variáveis obtidas por meio de diferentes ensaios não destrutivos (NDE) foram utilizadas como variáveis de entrada, enquanto a temperatura de tratamento e as propriedades físicas e mecânicas constituíram as variáveis de saída. Para o desenvolvimento das RNA foram utilizados os dados espectrais brutos, isto é, sem pré-processamento.

A definição da arquitetura das redes foi otimizada pela ferramenta *Statistica Automated Neural Networks* (SANN) do software *Statistica* v13.5. O número de neurônios variou de 1 a 50 na camada oculta. A retropropagação foi usada aplicando o algoritmo de otimização Broyden-Fletcher-Goldfarb-Shanno (BFGS) para ajustar o peso dos neurônios no processo de treinamento. Em todos os modelos, 70% dos dados foram usados para treinamento da rede e o restante para testar o modelo.

A capacidade das RNA em classificar os tratamentos em função de suas temperaturas foi avaliada pela porcentagem de classificações verdadeiras (acurácia), sensibilidade (precisão) e especificidade. A qualidade das RNA em prever as propriedades de interesse foi definida com base no coeficiente de determinação (R^2) e raiz do erro quadrático (RMSE). A Razão de desempenho para desvio (RPD), que é a razão entre o erro padrão na predição e o desvio padrão dos valores observados, é frequentemente usado na literatura de NIR para classificação de modelos, entretanto, $RPD = (1 - R^2)^{-0.5}$ (Minasny & McBratney, 2013). Do ponto de vista prático, o uso de modelos de calibração com $RPD < 2.0$ não é recomendado para fins agrícolas ou florestais (Sandak et al., 2016). Desta forma, um $R^2 > 0,75$ (equivalente a $RPD > 2$) indica que o modelo se ajusta muito bem aos dados e pode ser utilizado para controle de qualidade. Foram criadas duas categorias para classificação dos modelos quanto a eficácia para controle de qualidade, sendo triagem ($0,75 \leq R^2 \leq 0,96$) e controle de qualidade ($R^2 \geq 0,97$). A fase de triagem é a essência do controle de qualidade do processo produtivo, e consiste na verificação e separação dos produtos em cada fase do processo produtivo. Já o controle de qualidade do produto é feito com base em um atributo diretamente mensurável dentro de limites definidos e tem como objetivo atestar a qualidade para o cliente final (Willems et al., 2015).

A capacidade dos modelos baseados em métodos não destrutivos para classificar os tratamentos foi avaliada por meio da acurácia - classificação verdadeira (Eq.1), erro - classificação falsa (Eq.2), precisão – evitar inclusão de FN ou erro tipo II (Eq.3) e a especificidade – evitar inclusão de FP ou erro tipo I (Eq.4).

$$\text{Acurácia (\%)} = \frac{TP+TN}{TP+TN+FP+FN} \quad (1)$$

$$\text{Erro de classificação (\%)} = \frac{FP}{TP+TN+FP+FN} \quad (2)$$

$$\text{Precisão (\%)} = \frac{TP}{TP+FN} \quad (3)$$

$$\text{Especificidade (\%)} = \frac{TN}{TN+FP} \quad (4)$$

em que, TP são as classificações verdadeiras positivas, TN são classificações verdadeiras negativas, FN são classificações negativas para observações reais positivas, FP são classificações positivas para observações reais negativas.

3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.3.1 Efeito da modificação térmica nos dados NIR

É possível observar que os espectros NIR em diferentes temperaturas têm diferenças nos valores de absorvância (Figura 25). Apesar disso, o padrão espectral mostra que todos os tratamentos têm a mesma composição ligno-celulósica com os mesmos sobretoms. Na faixa de 12500 cm⁻¹ a 9000 cm⁻¹ (Figura 25, região A) as diferenças entre os espectros são destacadas visualmente em função das diferentes temperaturas dos tratamentos. As amostras mais escuras têm maiores valores de absorvância (Windeisen et al., 2009; Bachle et al., 2010; Nasir et al., 2019a). Este resultado é compatível com o observado nos ensaios de colorimetria do capítulo 1, onde houve diminuição de L* e aumento nos tons de vermelho com o aumento da temperatura de modificação térmica.

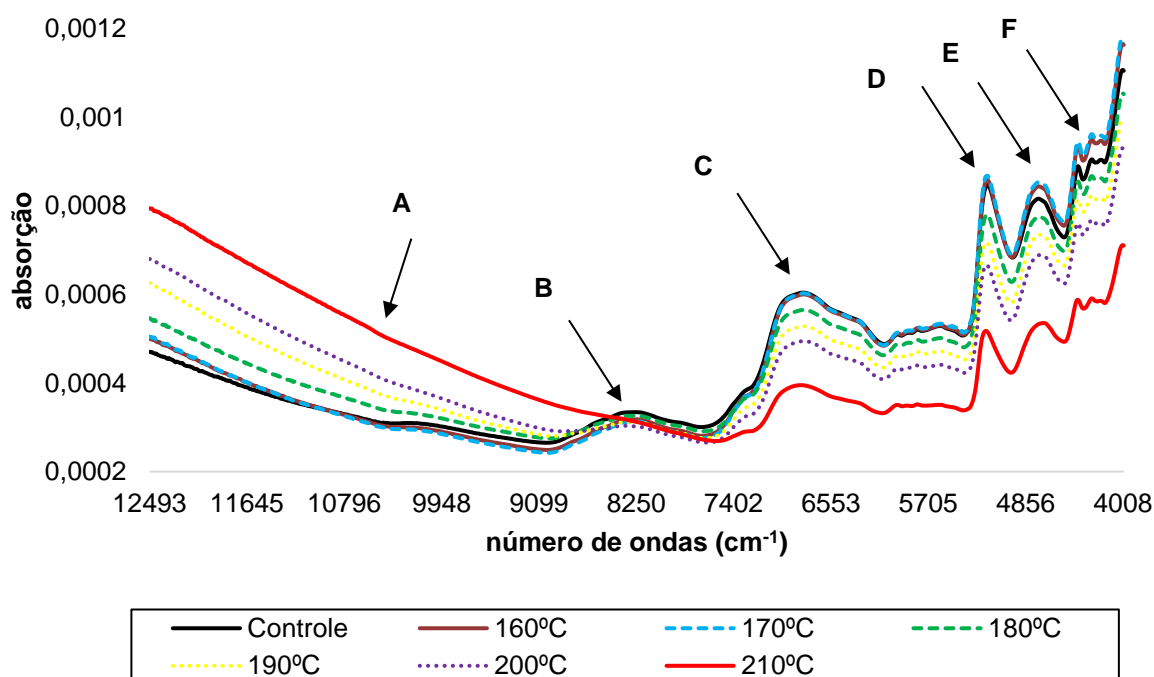
A diferença na banda de absorvância localizada próximo a 8250 cm⁻¹ (Figura 25, região B), pertencente ao 2° sobretom (ST) da vibração do estiramento de CH na

molécula de celulose, indica a degradação das polioses e reações de desacetilação (Bächle et al., 2010).

Abaixo de 7000 cm^{-1} (Figura 25, região C), a diferença observada entre os espectros é devida à perda de massa com a degradação dos compostos poliméricos da parede celular (Bächle et al., 2010). A diminuição de absorbância localizada próximo a banda de 5198 cm^{-1} (Figura 25, região D) é devida à combinação de estiramento e deformação dos modos vibracionais de OH, acarretando menor umidade de equilíbrio das amostras após modificação térmica (Bächle et al., 2010).

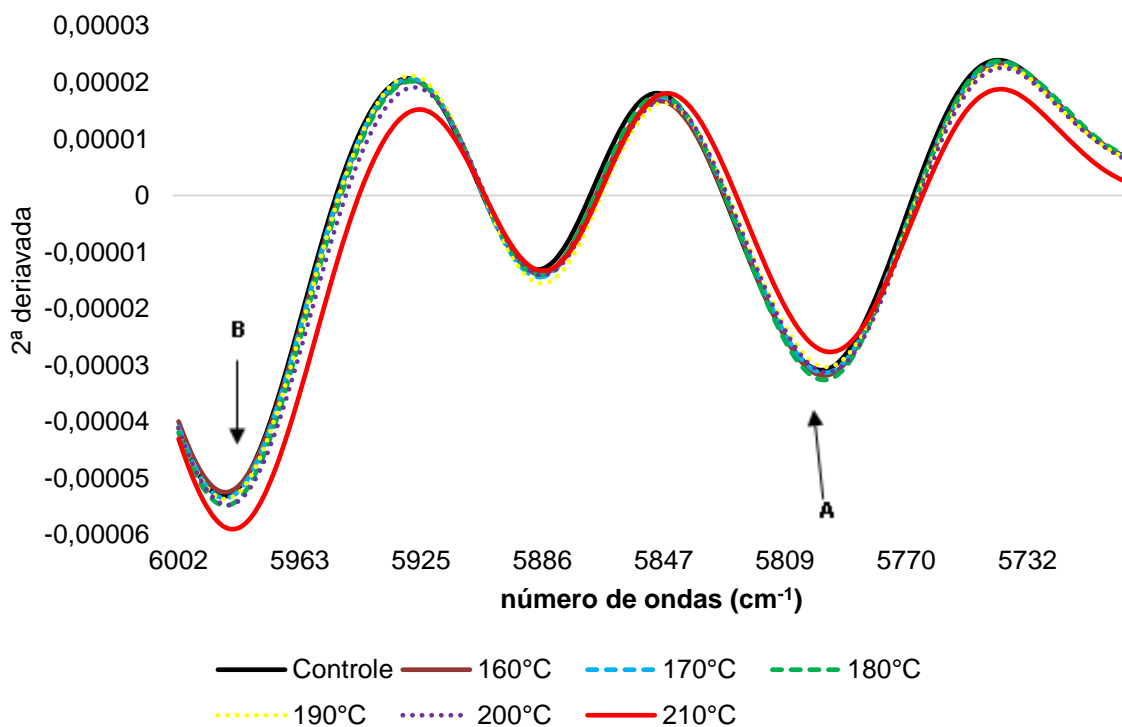
O pico na banda de absorção a 4739 cm^{-1} (Figura 25, região E) é devido à combinação dos modos vibracionais de estiramento de OH e deformação de CH pela presença de OH na celulose. Observa-se que a diminuição de OH (menor valor de absorção no pico 5150 cm^{-1}) é maior nas temperaturas mais elevadas (Figura 25, região D). Interessante notar que a 160 °C e 170 °C aparentam ter mais OH na celulose que o grupo controle (Figura 25, região E). O pequeno pico próximo a 4400 (Figura 25, região F) é devido à combinação de vibração de estiramento de CH e deformação de CH nas hemiceluloses. Outro pequeno pico a 4277 cm^{-1} corresponde a combinação do modo vibracional de estiramento de CH e deformação de CH na celulose (Nasir et al., 2019a).

Figura 25 - Espectros médios NIR originais dos tratamentos térmicos



Entre 7400 cm^{-1} e 4000 cm^{-1} ocorre sobreposição e combinação de bandas espectrais no espectro bruto, fornecendo informações apenas superficiais sobre as alterações espectrais (Bächle et al., 2012). Em função disto, foi aplicada a segunda derivada nos dados espectrais (Figura 26). As reações de desacetilação observadas a 8250 cm^{-1} podem ser confirmadas na alteração da absorbância no 1º sobretom de vibração do estiramento de CH a 5800 cm^{-1} e a 5865 cm^{-1} (Figura 26, região A). Apesar da lignina ser relativamente estável sob altas temperaturas, observa-se diferenças na banda de absorção do 1º sobretom de CH a 5982 cm^{-1} (Figura 26, região B). Isto indica alterações na lignina após a modificação térmica.

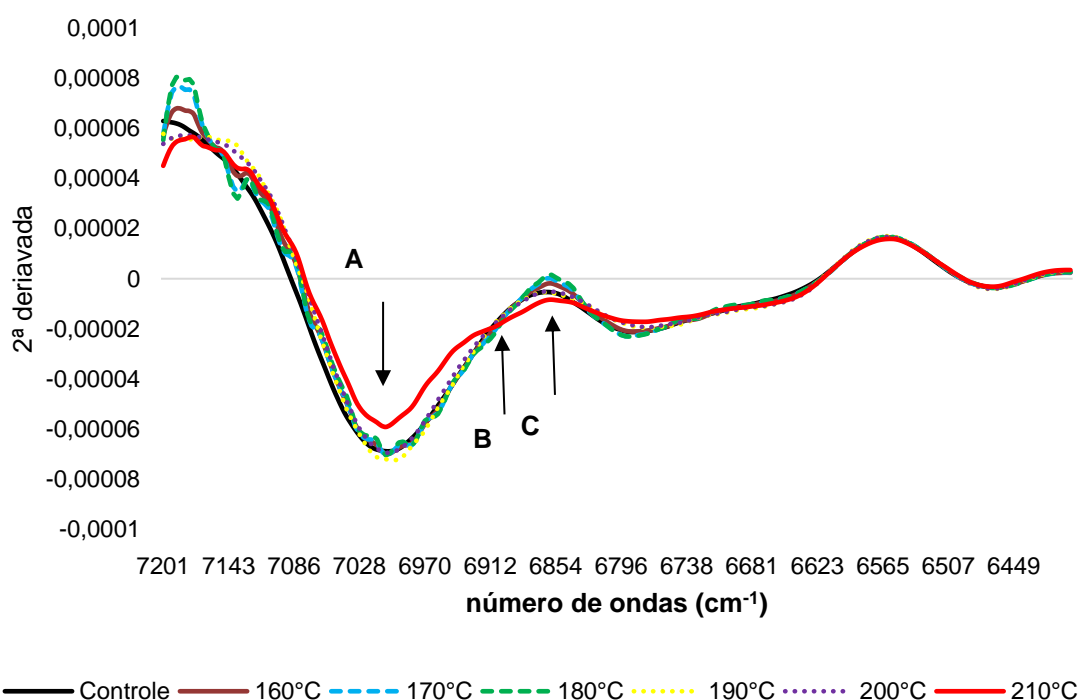
Figura 26 - Segunda derivada nos espectros NIR da madeira de Tauari modificada termicamente entre as bandas 5700 cm^{-1} e 6000 cm^{-1}



Observamos diferenças na banda de absorção de vibração do estiramento de OH na região amorfa (7000 cm^{-1}) da celulose (Figura 27, região A). Estas mudanças se devem a clivagem de grupos OH durante a modificação térmica (Mitsui et al., 2008). De acordo com os resultados, a madeira modificada termicamente tem menos zonas amorfas e mais regiões semicristalinas e cristalinas na celulose acima de $200\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Na banda de absorção do 1º sobretom de vibração do estiramento de CH próximo a 6900 cm^{-1} (Figura 27, região B), observa-se uma mudança no espectro de 2ª derivada, indicando clivagem de grupos OH aromáticos da lignina após modificação térmica (Bächle et al., 2010). O aumento de absorção a 6874 cm^{-1} (Figura 27, região C) também indica o aumento do teor de grupos hidroxila fenólicos resultantes da clivagem da lignina (Todorović et al., 2015).

Figura 27 - Segunda derivada nos espectros NIR da madeira de Tauari modificada termicamente entre as bandas 6450 e 7200 cm^{-1}



3.3.2 Predição de propriedades de MMT Tauari

Diferentes métodos não destrutivos foram utilizados como variáveis de entrada em redes neurais artificiais para prever propriedades físicas e mecânicas da madeira de Tauari modificada termicamente entre 160 °C e 210 °C. A Tabela 18 mostra a raiz do erro quadrático médio (RMSE) e o coeficiente de determinação (R^2) para diferentes arquiteturas de redes e métodos NDE e se este método é viável para controle de qualidade da propriedade em estudo.

Tabela 18 - Performance de diferentes métodos não destrutivos associados a redes neurais artificiais na predição de características físicas de MMT de tauari

Propriedade	Método NDE	Arquitetura RNA	Treinamento		Teste		Controle de Qualidade
			RMSE	R ²	RMSE	R ²	
Perda de Massa (%)	Colorimetria	MLP 6-42-1	0,903	0,910	0,920	0,936	Triagem
	Ultrassom	MLP 2-4-1	3,026	0,075	2,576	0,066	Não
	Endentação	MLP 119-24-1	0,940	0,890	0,960	0,920	Triagem
	NIR	MLP 1298-23-1	0,767	0,935	0,928	0,912	Triagem
Umidade de Equilíbrio (%)	Perda de Massa	MLP 1-42-1	0,558	0,695	0,513	0,809	Triagem
	Colorimetria	MLP 6-13-1	1,300	0,528	1,087	0,738	Não
	Ultrassom	MLP 2-3-1	1,784	0,082	1,900	0,185	Não
	Endentação	MLP 119-50-1	0,410	0,830	0,300	0,890	Triagem
	NIR	MLP 1298-6-1	0,387	0,953	0,480	0,939	Triagem
Densidade anidra	Perda de Massa	MLP 1-20-1	50,359	0,239	66,214	0,102	Não
	Colorimetria	MLP 6-10-1	60,443	0,142	52,584	0,241	Não
	Ultrassom	MLP 2-4-1	12,519	0,959	27,033	0,827	Triagem
	Endentação	MLP 119-15-1	30,870	0,680	31,160	0,790	Triagem
	NIR	MLP 1298-3-1	30,957	0,746	39,522	0,634	Não
Densidade básica	Perda de Massa	MLP 1-29-1	46,100	0,033	55,013	0,019	Não
	Colorimetria	MLP 6-18-1	47,118	0,186	41,067	0,320	Não
	Ultrassom	MLP 2-8-1	17,222	0,867	24,971	0,747	Não
	Endentação	MLP 119-49-1	24,160	0,690	28,090	0,770	Triagem
	NIR	MLP 1298-8-1	25,960	0,697	33,229	0,555	Não
Densidade aparente	Perda de Massa	MLP 1-8-1	51,238	0,194	66,526	0,156	Não
	Colorimetria	MLP 6-7-1	57,669	0,221	51,501	0,182	Não
	Ultrassom	MLP 2-9-1	7,637	0,997	7,849	0,997	CQ
	Endentação	MLP 119-41-1	29,250	0,720	34,810	0,790	Triagem
	NIR	MLP 1298-13-1	29,978	0,766	33,843	0,725	Não

Propriedade	Método NDE	Arquitetura RNA	Treinamento		Teste		Controle de Qualidade
			RMSE	R ²	RMSE	R ²	
Contração Tangencial	Perda de Massa	MLP 1-3-1	0,010	0,453	0,010	0,542	Não
	Colorimetria	MLP 6-30-1	0,777	0,610	1,034	0,605	Não
	Ultrassom	MLP 2-13-1	0,983	0,323	1,024	0,280	Não
	Endentação	MLP 119-8-1	0,750	0,620	0,620	0,730	Não
	NIR	MLP 1298-21-1	0,554	0,785	0,551	0,792	Triagem
Contração Radial	Perda de Massa	MLP 1-12-1	0,010	0,259	0,014	0,206	Não
	Colorimetria	MLP 6-6-1	1,140	0,268	0,973	0,316	Não
	Ultrassom	MLP 2-10-1	0,778	0,606	0,768	0,623	Não
	Endentação	MLP 119-25-1	0,770	0,460	0,740	0,600	Não
	NIR	MLP 1298-9-1	0,645	0,729	0,553	0,805	Triagem
Contração Volumétrica	Perda de Massa	MLP 1-44-1	0,017	0,384	0,022	0,362	Não
	Colorimetria	MLP 6-15-1	1,617	0,467	1,627	0,515	Não
	Ultrassom	MLP 2-10-1	1,514	0,511	1,612	0,454	Não
	Endentação	MLP 119-45-1	1,420	0,500	1,120	0,600	Não
	NIR	MLP 1298-19-1	0,938	0,808	0,861	0,847	Triagem

Nota: NDE = avaliação não destrutiva; CQ = controle de qualidade; RMSE é a raiz do erro quadrático médio do modelo; R² é o coeficiente de determinação do modelo; RNA é a rede neural artificial com arquitetura [número de variáveis de entrada – n° de neurônios na camada oculta – variável resposta]

Observamos que para perda de massa o menor RMSE na etapa de testes foi obtido pelos modelos baseados em colorimetria com RNA de 42 neurônios na camada oculta, seguido pelos modelos de endentação e NIR. O método de ultrassom foi o único que não mostrou relação com a perda de massa, não sendo indicado para estimar esta característica. A estimativa da perda de massa é muito importante para madeiras modificadas termicamente, pois está intimamente relacionado a durabilidade da madeira. González-Peña & Hale (2009) também relataram que os parâmetros colorimétricos são excelentes preditores da perda de massa (R² = 0,95, RMSE = 2,06), pois estão associados a mudanças químicas e

realocação de extrativos para camadas mais superficiais da madeira. Os ensaios NIR e de endentação também estão relacionados a camada mais superficial da madeira e modificada, obtendo modelos com bons ajustes. Ao contrário, o método de ultrassom é baseado na análise da propagação das ondas com frequência superior a 20 kHz e está mais relacionado as constantes elásticas da madeira, o que ajuda a explicar os parâmetros estatísticos mais baixos.

Para estimativa da umidade de equilíbrio da madeira ($UE_{21/65}$) os métodos mais adequados foram NIR, endentação e perda de massa, nesta ordem. Para esta propriedade, a colorimetria e o método de ultrassom tiveram RMSE muitos maiores que os demais métodos. Nasir et al. (2019) observaram R^2 0,84 para estimativa da $UE_{21/65}$ por meio da colorimetria, o que indica que a eficiência do método colorimétrico para estimar esta característica depende da espécie, em especial da composição química.

Para estimativa da densidade anidra, básica e aparente observamos que os métodos ultrassom e de endentação dinâmica apresentaram valores de R^2 e de RMSE melhores que os demais métodos e podem ser usados para uma previsão eficiente. Nasir et al. (2019) e Todorović et al. (2020) também observaram que a colorimetria e o NIR não parecem ser ferramentas adequadas para estimar a densidade de MMT.

Del Menezzi et al. (2014) mostrou que o método ultrassom tem potencial para estimar as propriedades e a perda de massa em MMT. No método de ultrassom a velocidade da onda acústica é influenciada pela densidade, umidade da madeira, temperatura e defeitos na madeira (Bucur & Böhnke, 1994; Tomppo et al., 2016), o que pode explicar a qualidade dos modelos observada. Straže et al. (2018) observaram o aumento da velocidade da onda ultrassônica até 210 °C, diminuindo na sequência. Entretanto, De Paula (2016) não verificou mudanças significativas na velocidade da onda em função da modificação térmica de 180° a 215 °C.

Para estimativa da contração dimensional da madeira, somente a espectroscopia NIR obteve modelos com ajuste satisfatório para controle de qualidade. Informações muito limitadas estão disponíveis sobre o uso de métodos NDE na estimativa da contração de madeiras modificadas termicamente. Esteves & Pereira (2008) observaram que o NIR teve baixa capacidade preditiva da estabilidade dimensional de madeiras modificadas termicamente, com coeficientes de determinação de 0,647 e 0,534 para madeira de eucalipto modificada em estufa e autoclave,

respectivamente. Entretanto, outros autores observaram que o NIR não consegue estimar corretamente a contração mesmo para madeira sem modificação térmica (Chavesta et al., 2019). Nossos resultados mostram que o NIR associado a redes neurais tem potencial para ser usado como bom preditor da estabilidade dimensional de MMT dependendo da espécie utilizada.

A Tabela 19 fornece os parâmetros estatísticos dos melhores modelos de RNA encontrados para estimar as propriedades mecânicas de madeiras modificadas termicamente.

Como esperado, o método de endentação foi o mais preciso na estimativa da dureza Janka em todas as direções avaliadas ($R^2 > 0,97$). Entretanto, para Dureza normal às fibras e na direção radial, os métodos de ultrassom e NIR também tiveram ajustes satisfatórios com R^2 iguais ou superiores a 0,80. Já para predição do MOE somente o método de ultrassom e o NIR obtiveram bons ajustes.

Missio et al. (2013) também conseguiram usar o ultrassom para estimar o módulo de elasticidade estático da madeira modificada termicamente de *Pinus taeda* e verificaram boa acurácia do método.

A espectroscopia NIR já foi utilizada para prever propriedades de madeiras tratadas termicamente como perda de massa, umidade de equilíbrio, estabilidade dimensional, MOE, resistência à flexão, parâmetros colorimétricos e conteúdo de extrativos por meio de um único espectro (Esteves & Pereira, 2008; Bächle et al., 2009; Bächle et al., 2010; Sandak et al., 2012). Entretanto, a robustez dos modelos preditivos baseados em NIR variou muito dependendo da espécie estudada. A principal vantagem do NIR em relação aos demais métodos não destrutivos está no fornecimento de informações detalhadas, relacionadas à qualidade e quantidade de grupos hidroxilas (–OH) associados a vários polímeros de materiais ligno-celulósicos (Sandak et al., 2016). Entretanto, este método é muito sensível a variações de umidade e existe a necessidade de desenvolvimento de equipamentos NIR portáteis mais precisos (Hein et al., 2017).

Tabela 19 - Performance de diferentes métodos não destrutivos associados a redes neurais artificiais na predição de características mecânicas de MMT de tauari

Propriedade	Método NDE	RNA	Treinamento		Teste		Controle de Qualidade
			RMSE	R ²	RMSE	R ²	
Dureza Janka normal (MPa)	Perda de Massa	MLP 1-47-1	10,00	0,133	10,097	0,277	Não
	Colorimetria	MLP 6-20-1	9,02	0,220	11,300	0,130	Não
	Ultrassom	MLP 2-40-1	7,06	0,519	5,862	0,805	Triagem
	Endentação	MLP 119-11-1	2,74	0,940	1,040	0,990	CQ
	NIR	MLP 1298-16-1	4,43	0,810	2,321	0,908	Triagem
Dureza Janka Tangencial (MPa)	Perda de Massa	MLP 1-20-1	9,57	0,218	10,344	0,369	Não
	Colorimetria	MLP 6-3-1	7,79	0,427	10,588	0,309	Não
	Ultrassom	MLP 2-28-1	8,92	0,252	10,882	0,273	Não
	Endentação	MLP 119-20-1	2,16	0,970	1,930	0,990	CQ
	NIR	MLP 1298-22-1	5,99	0,662	7,320	0,738	Não
Dureza Janka Radial (MPa)	Perda de Massa	MLP 1-27-1	11,19	0,096	11,338	0,243	Não
	Colorimetria	MLP 6-44-1	11,44	0,161	12,511	0,093	Não
	Ultrassom	MLP 2-48-1	7,82	0,533	5,418	0,840	Triagem
	Endentação	MLP 119-2-1	5,79	0,630	2,340	0,970	CQ
	NIR	MLP 1298-31-1	5,37	0,782	5,737	0,831	Triagem
MOR na flexão (MPa)	Perda de Massa	MLP 1-36-1	29,17	0,126	24,005	0,191	Não
	Colorimetria	MLP 6-11-1	26,24	0,109	27,294	0,180	Não
	Ultrassom	MLP 2-5-1	25,22	0,427	27,742	0,329	Não
	Endentação	MLP 119-19-1	18,54	0,550	15,510	0,730	Não
	NIR	MLP 1298-1-1	12,72	0,855	21,815	0,583	Não

Propriedade	Método NDE	RNA	Treinamento		Teste		Controle de Qualidade
			RMSE	R ²	RMSE	R ²	
MOE na flexão (MPa)	Perda de Massa	MLP 1-36-1	2588,17	0,011	2301,581	0,049	Não
	Colorimetria	MLP 6-37-1	2451,90	0,108	2489,069	0,114	Não
	Ultrassom	MLP 2-19-1	892	0,888	1075,334	0,888	Triagem
	Endentação	MLP 119-8-1	1671	0,410	1546,720	0,420	Não
	NIR	MLP 1298-5-1	1233	0,787	1460,893	0,793	Triagem

Nota: NDE = avaliação não destrutiva; CQ = controle de qualidade; RMSE é a raiz do erro quadrático médio do modelo; R² é o coeficiente de determinação do modelo; RNA é a rede neural artificial com arquitetura [número de variáveis de entrada – n° de neurônios na camada oculta – variável resposta]

Os valores de MOR e MOE obtidos no ensaio de flexão são comumente usados para comparar o efeito de diferentes níveis de modificação térmica no desempenho mecânico, em virtude deles contabilizarem respostas do material à tração, compressão e cisalhamento (Sandberg & Kutnar, 2015). Entretanto sua determinação demanda tempo, um número grande de amostras e elevados custos. Nossos resultados demonstram que os métodos NIR e de ultrassom são capazes de prever o MOE, entretanto a predição acurada do MOR ainda se constitui um grande desafio para controle de qualidade de madeiras modificadas termicamente.

A Tabela 20 traz o resumo da comparação entre os métodos NDE adequados para controle de qualidade para diferentes propriedades físicas e mecânicas de MMT de Tauari.

Os modelos baseados em perda de massa podem estimar corretamente somente a umidade de equilíbrio de MMT, enquanto a colorimetria conseguiu estimar corretamente somente a perda de massa de madeiras modificadas termicamente. Já o método ultrassom é uma ferramenta capaz de estimar a densidade anidra, básica e aparente de MMT. O método de endentação, além de estimar corretamente a densidade, consegue prever o comportamento da perda de massa e umidade de equilíbrio. O método NIR não conseguiu prever corretamente somente os valores de densidade, sendo o único capaz de prever a contração da madeira em função da modificação térmica. Desta forma, todas as propriedades físicas de MMT podem ser estimadas de forma satisfatória utilizando NIR mais endentação/ultrassom,

substituindo métodos destrutivos e de longa duração na determinação destas características.

Tabela 20 - Aplicação de métodos NDE para controle de qualidade de propriedades em MMT

Propriedade da madeira	Método NDE				
	PM	COR	US	END	NIR
Perda de Massa (%)	-	Marrom		Marrom	Marrom
Umidade de Equilíbrio (%)	Marrom			Marrom	Marrom
Densidade anidra			Marrom	Marrom	
Densidade básica			Marrom	Marrom	
Densidade aparente			Azul	Marrom	
Contração Tangencial					Marrom
Contração Radial					Marrom
Contração Volumétrica					Marrom
Dureza Janka normal (MPa)			Marrom	Azul	Marrom
Dureza Janka Tangencial (MPa)				Marrom	
Dureza Janka Radial (MPa)			Marrom	Azul	Marrom
MOR na flexão (MPa)					
MOE na flexão (MPa)			Marrom		Marrom

Nota: NDE = avaliação não destrutiva, Azul = Adequado para controle de qualidade; Marrom = Adequado para Triagem, PM é a Perda de Massa, US é o Ultrassom, END é a endentação, COR é a colorimetria

Apenas o MOR não conseguiu ser estimado corretamente por nenhum método avaliado no presente estudo. O método mais preciso e com maior acurácia para sua estimativa foi o de endentação. A perda de massa e a colorimetria não foram métodos viáveis para prever propriedades mecânicas da madeira de Tauari modificada termicamente. O NIR conseguiu estimar corretamente a maioria das propriedades mecânicas da madeira modificada termicamente de Tauari, à exceção do MOR ($R^2=0,58$) e da dureza Janka Tangencial ($R^2=0,74$). O método ultrassom pode ser usado para estimar a dureza Janka normal, radial e o MOE de MMT. Já o método de endentação é o mais indicado quando o objetivo é estimar com maior precisão a dureza da madeira em todas as direções.

Dentre os modelos com aptidão para controle de qualidade, a maioria foi classificada como triagem. Somente os modelos de ultrassom para densidade aparente e endentação dinâmica para estimar dureza Janka tiveram $R^2 \geq 0,97$ sendo indicado para atestar a qualidade do produto quando estas variáveis forem o parâmetro qualitativo. A classificação dos modelos aqui utilizada é reportada na literatura para madeira (Sandak et al., 2016; Todorović et al., 2020), entretanto

Todorović et al. (2020) sugere que para materiais não homogêneos, como a madeira de Tauari estudada aqui, deve-se propor uma nova classificação, considerando a heterogeneidade do material.

3.3.3 Classificação de MMT em função das temperaturas dos tratamentos

Entre os métodos NDE testados, o modelo NIR foi o que demonstrou maior precisão (0,91) e maior especificidade (0,99), ou seja, menor propensão ao erro do tipo I (aceitar falsos positivos). A perda de massa foi o método com a segunda maior precisão (0,58), mas bem abaixo do observado para o NIR (Tabela 21).

Tabela 21 - Performance de métodos NDE para classificação de MMT de tauari

Avaliação ND	Arquitetura RNA	Métricas		
		Acurácia geral (%)	Precisão	Especificidade
Perda de Massa	MLP 1-6-6	93,7	0,58	0,96
Colorimetria	MLP 6-25-7	87,8	0,57	0,93
Ultrassom	MLP 2-6-7	77,9	0,23	0,87
Endentação	MLP 119-11-7	84,4	0,45	0,91
NIR	MLP 1298-25-7	97,5	0,91	0,99

Na figura 28 até a figura 32 observa-se a precisão dos modelos de redes neurais com diferentes métodos não destrutivos como variáveis de entrada. O gradiente de cores indica a precisão de acerto para verdadeiro positivo, ou seja, acerto de tratamento, e varia de vermelho (0% de precisão) a verde escuro (100% de precisão). É possível observar que o NIR acertou 100% da classificação (verdadeiro positivo) para o controle, totalizando 99% de acurácia geral - verdadeiro positivo + verdadeiro negativo (Figura 28). Dentre as madeiras modificadas termicamente, o maior nível de acerto foi na temperatura de 170 °C e 210 °C com 100% de acerto. A temperatura de 180 °C foi a que registrou menor percentual de acerto (78%), com duas amostras sendo classificadas incorretamente como 170 °C. A exceção do tratamento 190 °C, todos os erros de classificação foram em amostras nas temperaturas imediatamente acima ou abaixo da correta. As amostras classificadas incorretamente podem mesmo ter maior semelhança com a faixa de temperatura na

qual foram incorretamente classificadas, sobretudo se considerada a alta variabilidade da madeira nativa aqui estudada. Isto também pode indicar que as amostras incorretas podem ser outliers em função da qualidade do processo de modificação térmica dentro da estufa. Conforme observado no capítulo 2, a precisão dos modelos classificatórios aumenta conforme o intervalo de temperatura é maior.

Figura 28 - Matriz de confusão associada com os modelos RNA para classificação MMT com espectroscopia NIR

Real	Precisão da predição (%)							Acurácia geral (%)
	Controle	160°C	170°C	180°C	190°C	200°C	210°C	
Controle	100	0	0	0	0	0	0	99
160°C	0	91	9	0	0	0	0	99
170°C	0	0	100	0	0	0	0	98
180°C	0	0	22	78	0	0	0	99
190°C	7	0	0	0	87	7	0	98
200°C	0	0	0	0	9	82	9	98
210°C	0	0	0	0	0	0	100	99

Bächle et al. (2012) utilizando NIR e análise multivariada SIMCA obteve entre 60 e 72% de classificação correta para madeira de Ash (*Fraxinus excelsior*), 68-99% para madeira de Beech (*Fagus sylvatica*) e 47-70% para madeira de Spruce (*Picea abies*) modificadas a 180 °C, 200 °C e 220 °C. Os autores ressaltam que variação de sítio e do processo precisar sem incluída na calibração dos modelos para melhor ajuste. Nasir et al. (2019a) utilizando NIR e redes neurais artificiais conseguiram 100% de acerto na classificação de MMT de *Tsuga heterophylla* a 170 °C, 212°C e 230 °C por 2h. De acordo com os autores o pré-processamento dos dados e a faixa espectral utilizada têm efeito significativo na acurácia do método.

A perda de massa demonstrou acurácia alta (93.7%), com maiores classificações incorretas entre as temperaturas de 160 °C e 170 °C (Figura 29). Este resultado está diretamente relacionado às mudanças ocorridas em função da modificação térmica. Como visto no capítulo 1, entre 160 °C e 170 °C a perda de massa é muito baixa e tem comportamento exponencial com o aumento da temperatura. Nas classes 190 °C, 200 °C e 210 °C, os modelos classificatórios tiveram precisão de 100%. Este resultado indica que a perda de massa deve ser utilizada como ferramenta para classificação somente em processos que utilizam temperaturas acima de 180 °C.

Figura 29 - Matriz de confusão associada com os modelos RNA para classificação MMT com perda de massa

Perda massa	Real	Precisão da predição (%)						Acurácia geral (%)
		160°C	170°C	180°C	190°C	200°C	210°C	
	160°C	60	40	0	0	0	0	90
	170°C	50	50	0	0	0	0	90
	180°C	25	25	0	50	0	0	90
	190°C	0	0	0	100	0	0	95
	200°C	0	0	0	0	100	0	100
	210°C	0	0	0	0	0	100	100

A colorimetria demonstrou comportamento oposto ao da perda de massa, com maior índice de acerto (100%) na temperatura de 160 °C, mas com alta propensão ao erro do tipo II, ou seja, incluir falsos positivos, principalmente da classe mais próximas (controle e a 170 °C) (Figura 30). A colorimetria teve muitas classificações incorretas entre temperaturas próximas. Brito et al. (2018) avaliando o efeito da modificação térmica na madeira de *Yellow poplar* observou que entre 180 °C e 200 °C a cor não variou de forma significativa entre os tratamentos e que os parâmetros cromáticos (a^* e b^*) não tiveram variação significativa entre 200 °C e 220 °C. Dubey et al. (2012) observou que a homogeneidade da cor entre peças de um mesmo tratamento aumenta com a temperatura de modificação.

Figura 30 - Matriz de confusão associada com os modelos RNA para classificação MMT com colorimetria

Colorimetria	Real	Precisão da predição (%)							Acurácia geral (%)
		Controle	160°C	170°C	180°C	190°C	200°C	210°C	
	Controle	67	33	0	0	0	0	0	95
	160°C	0	100	0	0	0	0	0	71
	170°C	0	100	0	0	0	0	0	90
	180°C	0	75	0	0	25	0	0	81
	190°C	0	0	0	0	100	0	0	86
	200°C	0	0	0	0	25	75	0	95
	210°C	0	0	0	0	25	0	75	95

Conforme observado no capítulo 2, a endentação dinâmica teve muitos erros de classificação quando se utilizam temperaturas muito próximas (Figura 31). Entretanto, quando o objetivo é uma classificação binária (aprovado ou reprovado), o

método demonstra potencial para ser utilizado em MMT, pois teve 100% de acerto em identificar amostras modificadas a 210 °C que, como visto no capítulo 1, compromete de maneira significativa a qualidade mecânica da madeira de Tauari.

Figura 31 - Matriz de confusão associada com os modelos RNA para classificação MMT com endentação dinâmica

Real	Precisão da predição (%)							Acurácia geral (%)	
	Controle	160°C	170°C	180°C	190°C	200°C	210°C		
Endentação	Controle	50	0	0	0	0	50	0	77
	160°C	50	17	0	0	17	17	0	68
	170°C	0	33	33	33	0	0	0	86
	180°C	0	0	25	50	0	25	0	86
	190°C	0	50	0	0	50	0	0	91
	200°C	33	0	0	0	0	67	0	82
	210°C	0	0	0	0	0	0	100	100

O método ultrassom foi o que teve maiores erros de classificação, com erros do tipo I e do tipo II, e índices de precisão variando de 0% (160 °C e 190 °C) a 91% (200 °C) (Figura 32). Podemos observar que a temperatura de 200 °C foi a que teve mais falsos positivos (Erro tipo I). Estes resultados são esperados visto que a modificação térmica não teve efeito significativo no módulo de elasticidade da madeira e os maiores valores foram observados a 200 °C, conforme discutido no capítulo 1, o que inviabiliza o uso do ultrassom para distinção entre tratamentos.

Figura 32 - Matriz de confusão associada com os modelos RNA para classificação MMT com ultrassom

Real	Precisão da predição (%)							Acurácia geral (%)	
	Controle	160°C	170°C	180°C	190°C	200°C	210°C		
Ultrassom	Controle	42	0	17	0	0	42	0	84
	160°C	27	0	9	0	0	64	0	86
	170°C	11	0	11	0	0	78	0	81
	180°C	11	0	11	0	0	78	0	89
	190°C	0	0	13	0	0	80	7	81
	200°C	0	0	0	0	0	91	9	41
	210°C	8	0	8	0	0	67	17	85

3.4 CONCLUSÃO

A escolha do método mais adequado para controle de qualidade depende da faixa de temperatura de modificação utilizada e da propriedade de interesse.

O NIR é o melhor método não destrutivo para classificação da madeira modificada termicamente e pode ser utilizado independente do intervalo de temperatura empregado no processo de modificação.

A combinação do NIR ao ensaio de endentação ou ultrassom é o método mais confiável para atestar a qualidade da madeira com base nas propriedades físicas e mecânicas da madeira modificada termicamente.

O método gravimétrico para classificação de madeiras modificadas termicamente é limitado a temperaturas acima de 180 °C.

A colorimetria só é recomendada para classificação de madeiras que foram tratadas em temperaturas inferiores a 180 °C.

O método de endentação dinâmica deve ser utilizado somente em processos de controle de qualidade binários para aprovação ou reprovação de lotes.

Apesar do método de ultrassom não demonstrar potencial para a classificação de MMT, dada a sua baixa precisão, o método pode empregado quando combinado com o NIR.

REFERÊNCIAS

ASSIS, A.A. DE; ALEXANDRE, R.P.; BALLARIN, A.W. Dynamic hardness of wood – measurements with an automated portable hardness tester. **Holzforschung**, v.71, p.1–7, 2017. DOI: 10.1515/hf-2016-0137.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7190** - Projeto de estruturas de madeira. Rio de Janeiro, 1997.

BÄCHLE, H.; ZIMMER, B.; WEGENER, G. Classification of thermally modified wood by FT-NIR spectroscopy and SIMCA. **Wood Science and Technology**, v.46, p.1181–1192, 2012. DOI: 10.1007/s00226-012-0481-z.

BÄCHLE, H.; ZIMMER, B.; WINDEISEN, E.; WEGENER, G. Evaluation of thermally modified beech and spruce wood and their properties by FT-NIR spectroscopy. **Wood Science and Technology**, v.44, p.421–433, 2010. DOI: 10.1007/s00226-010-0361-3.

BEKHTA, B.P.; NIEMZ, P. Effect of high temperature on the change in color , dimensional stability and mechanical properties of spruce. **Holzforschung**, v.57,

p.539–546, 2003.

BRISCHKE, C.; WELZBACHER, C.R.; BRANDT, K.; RAPP, A.O. Quality control of thermally modified timber : Interrelationship between heat treatment intensities and CIE L * a * b * color data on homogenized wood samples. **Holzforschung**, v.61, p.19–22, 2007. DOI: 10.1515/HF.2007.004.

BRITO, A.F.; CALONEGO, F.W.; BOND, B.H.; SEVERO, E.T.D. Color changes, EMC, and biological resistance of thermally modified yellow poplar. **Wood and Fiber Science**, v.50, p.439–446, 2018.

BUCUR, V.; BÖHNKE, I. Factors affecting ultrasonic measurements in solid wood. **Ultrasonics**, v.32, p.385–390, 1994. DOI: 10.1016/0041-624X(94)90109-0.

CAI, C.; JAVED, M.A.; KOMULAINEN, S.; TELKKI, V.V.; HAAPALA, A.; HERÄJÄRVI, H. Effect of natural weathering on water absorption and pore size distribution in thermally modified wood determined by nuclear magnetic resonance. **Cellulose**, v.27, p.4235–4247, 2020. DOI: 10.1007/s10570-020-03093-x.

CHAVESTA, M.; MONTENEGRO, R.; TOMAZELLO-FILHO, M.; CARNERIO, M.; NISGOSKI, S. Physical properties of *Guazuma crinita* by conventional methods and near infrared spectroscopy. **Maderas: Ciencia y Tecnologia**, v.21, p.521–530, 2019. DOI: 10.4067/s0718-221x2019005000408.

DUBEY, M.K.; PANG, S.; WALKER, J. Changes in chemistry, color, dimensional stability and fungal resistance of *Pinus radiata* D. Don wood with oil heat-treatment. **Holzforschung**, v.66, p.49–57, 2012. DOI: 10.1515/HF.2011.117.

ESTEVEZ, B.; PEREIRA, H. Quality assessment of heat-treated wood by NIR spectroscopy. **Holz als Roh - und Werkstoff**, p.323–332, 2008. DOI: 10.1007/s00107-008-0262-4.

ESTEVEZ, B.; PEREIRA, H. Wood modification by heat treatment: a review. **BioResources**, v.4, p.370–404, 2009.

GONZÁLEZ-PENÁ, M.M.; HALE, M.D.C. Colour in thermally modified wood of beech, Norway spruce and Scots pine. Part 2: Property predictions from colour changes. **Holzforschung**, v.63, p.394–401, 2009. DOI: 10.1515/HF.2009.077.

HEIN, P.R.G. Multivariate regression methods for estimating basic density in. **Processing**, p.90–96, 2010.

HEIN, P.R.G.; PAKKANEN, H.K.; SANTOS, A.A. Challenges in the use of Near Infrared Spectroscopy for improving wood quality : A review. **Forest Systems**, v.26, 2017. DOI: 10.5424/fs/2017263-11892.

HRČKA, R.; KUČEROVÁ, V.; HÝROŠOVÁ, T.; HÖNIG, V. Cell wall saturation limit and selected properties of thermally modified oak wood and cellulose. **Forests**, v.11, p.640, 2020. DOI: 10.3390/f11060640.

KAČÍKOVÁ, D.; KAČÍK, F.; ČABALOVÁ, I.; ĎURKOVIČ, J. Effects of thermal treatment on chemical, mechanical and colour traits in Norway spruce wood.

Bioresource Technology, v.144, p.669–674, 2013. DOI: 10.1016/j.biortech.2013.06.110.

KUHN, M.; JOHNSON, K. **Applied Predictive Modeling**. New York: Springer Science+Business Media, 2013. 615p. DOI: 10.1007/978-1-4614-6849-3.

MENEZZI, C.H.S. DEL; AMORIM, M.R.S.; COSTA, M.A.; GARCEZ, L.R.O. Evaluation of thermally modified wood by means of stress wave and ultrasound nondestructive methods. **Materials Science**, v.20, 2014. DOI: 10.5755/j01.ms.20.1.3341.

MINASNY, B.; MCBRATNEY, A. Why you don't need to use RPD. **Pedometron**, 2013.

MISSIO, A.L.; GATTO, D.A.; MODES, K.S.; SANTINI, E.J.; STANGERLIN, D.M.; CALEGARI, L. Método ultrassônico para estimativa do módulo de elasticidade de madeiras de *Pinus taeda* tratadas termicamente. **Ciência Rural**, v.43, p.616–622, 2013. DOI: 10.1590/s0103-84782013000400009.

MITSUI, K.; INAGAKI, T.; TSUCHIKAWA, S. Monitoring of hydroxyl groups in wood during heat treatment using NIR spectroscopy. **Biomacromolecules**, v.9, p.286–288, 2008. DOI: 10.1021/bm7008069.

NAHUZ, M.A.R.; DE, M.J.; MIRANDA, A.C.; IELO, P.K.Y.; PIGOZZO, R.J.B.; YOJO, T. **Catálogo de madeiras brasileiras para construção civil**. São Paulo : IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, 2013. 103p.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; AVRAMIDIS, S.; COOL, J. Classification of thermally treated wood using machine learning techniques. **Wood Science and Technology**, v.53, p.275–288, 2019a. DOI: 10.1007/s00226-018-1073-3.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; ZHOU, Z.; RAHIMI, S. Classification and characterization of thermally modified timber using visible and near - infrared spectroscopy and artificial neural networks : a comparative study on the performance of different NDE methods and ANNs. **Wood Science and Technology**, 2019b. DOI: 10.1007/s00226-019-01120-0.

OKINO, E.Y.T.C.M.P.; CAMARGOS, J.A.A.; CORADIN, V.T.R.; TEIXEIRA, D.E.; SANTANA, M.A.E.; FAGG, C.W.; FAGG, C.W. Accelerated laboratory test of three amazonian wood species called Tauari, exposed to white- and brown-rot fungi and color response according to CIE L* a* b* system. **Ciência Florestal**, v.25, p.581–593, 2015. DOI: 10.5902/1980509819609.

SAHIN, H.I.; GULER, C. Effect of heat treatment on the dimensional stability of ash (*Fraxinus angustifolia* Vahl.) wood. **Forestist**, v.68, p.42–52, 2018. DOI: 10.5152/forestist.2018.005.

SANDAK, A.; SANDAK, J.; RIGGIO, M. Estimation of physical and mechanical properties of timber members in service by means of infrared spectroscopy. **Construction and Building Materials**, v.101, p.1197–1205, 2015. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2015.06.063.

SANDAK, J.; NATIONAL, I.; SANDAK, A.; COE, I.; MEDER, R.; CONSULTING, M. Tutorial Assessing trees, wood and derived products with near infrared spectroscopy : hints and tips. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, 2016. DOI: 10.1255/jnirs.1255.

SANDBERG, D.; KUTNAR, A. Thermally modified timber : recent developments in Europe and North America. **Wood and Fiber Science**, v.48, p.28–39, 2015.

SEVERO, E.T.D.; CALONEGO, F.W. **Processo de modificação térmica, por irradiação de calor, para a melhora da estabilidade dimensional e da durabilidade biológica de madeira sólida**. INPI: PI 0902/38-8A2., 2011.

SHARRATT, V.; HILL, C.A.S.; KINT, D.P.R. A study of early colour change due to simulated accelerated sunlight exposure in Scots pine (*Pinus sylvestris*). **Polymer Degradation and Stability**, v.94, p.1589–1594, 2009. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2009.04.010.

SHUKLA, S.R. Evaluation of dimensional stability, surface roughness, colour, flexural properties and decay resistance of thermally modified *Acacia auriculiformis*. **Maderas: Ciencia y Tecnología**, v.21, 2019. DOI: 10.4067/S0718-221X2019005XXXXXX.

STRAŽE, A.; FAJDIGA, G.; GOSPODARIČ, B. Nondestructive characterization of dry heat-treated fir (*Abies Alba* Mill.) timber in view of possible structural use. **Forests**, v.9, 2018. DOI: 10.3390/f9120776.

TODOROVIĆ, N.; POPOVIĆ, Z.; MILIĆ, G. Estimation of quality of thermally modified beech wood with red heartwood by FT-NIR spectroscopy. **Wood Science and Technology**, v.49, p.527–549, 2015. DOI: 10.1007/s00226-015-0710-3.

TODOROVIĆ, N.; POPOVIĆ, Z.; MILIĆ, G.; VEIZOVIĆ, M. Quality evaluation of heat-treated sessile oak (*Quercus petraea* L.) wood by colour and FT-NIR spectroscopy. **Wood Material Science & Engineering**, v.0, p.1–8, 2020. DOI: 10.1080/17480272.2020.1847188.

TOMPPO, L.; TIITTA, M.; LAPPALAINEN, R. Air-coupled ultrasound and electrical impedance analyses of normally dried and thermally modified Scots pine (*Pinus sylvestris*). **Wood Material Science and Engineering**, v.11, p.274–282, 2016. DOI: 10.1080/17480272.2014.983162.

TSUCHIKAWA, S.; SCHWANNINGER, M. A review of recent near-infrared research for wood and paper (Part 2). **Applied Spectroscopy Reviews**, v.4928, 2013. DOI: 10.1080/05704928.2011.621079.

WINDEISEN, E.; BÄCHLE, H.; ZIMMER, B.; WEGENER, G. Relations between chemical changes and mechanical properties of thermally treated wood. **Holzforschung**, v.63, p.773–778, 2009. DOI: 10.1515/HF.2009.084.

YILDIZ, S.; GEZER, E.D.; YILDIZ, U.C. Mechanical and chemical behavior of spruce wood modified by heat. **Building and Environment**, v.41, p.1762–1766, 2006. DOI: 10.1016/j.buildenv.2005.07.017.

YILDIZ, S.; YILDIZ, U.C.; TOMAK, E.D. The effects of natural weathering on the properties of heat-treated alder wood. **BioResources**, v.6, p.2504–2521, 2011. DOI: 10.15376/biores.6.3.2504-2521.

ZANUNCIO, A.; HEIN, P.; CARVALHO, A.; ROCHA, M.; CARNEIRO, A. Determination of heat-treated Eucalyptus and Pinus wood properties using NIR spectroscopy. **Journal of Tropical Forest Science**, v.30, p.117–125, 2018.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

A modificação térmica é um processo viável para melhoria das propriedades da madeira de Tauari (*Couratari* spp.) e madeiras similares. Até 170 °C a madeira tem ganhos em umidade de equilíbrio, coeficiente de inchamento e fica com a coloração mais escura. Até 200 °C, a madeira ganha também maior estabilidade dimensional e se torna mais repelente a água. Acima de 200 °C os ganhos são superados pela perda de resistência mecânica (MOR), dureza e densidade.

O uso do sinal gerado pelo endentador dinâmico combinado com um método de aprendizado de máquina supervisionado demonstrou ser um método viável para controle de qualidade de MMT, principalmente para predição da dureza Janka e identificação de amostras fora do padrão de qualidade pré-estabelecido. O durômetro portátil utilizado neste estudo proporcionou um procedimento simples e prático para a aplicação do ensaio de endentação dinâmica, podendo ser usado tanto em condições de campo como na indústria.

Não foi observado um método não destrutivo que seja capaz de prever com alta precisão todas as propriedades físicas e mecânicas aqui avaliadas. A escolha do método mais adequado para controle de qualidade depende da propriedade de interesse. Os métodos perda de massa e colorimetria foram os que tiveram parâmetros estatísticos mais baixos para os modelos de predição para maioria das propriedades avaliadas. A combinação do NIR ao ensaio de endentação ou ultrassom é o método mais confiável para atestar a qualidade da madeira com base nas propriedades físicas e mecânicas da madeira modificada termicamente.

Para classificação de MMT, o método mais indicado é o NIR, independente do intervalo de temperaturas utilizado. Dentre os métodos avaliados, o ultrassom foi o que mais apresentou erros de classificação, não sendo indicado para controle de qualidade de MMT.

REFERÊNCIAS

- ALTGEN, M.; WELZBACHER, C.; HUMAR, M.; MILITZ, H. ESR-spectroscopy as a potential method for the quality control of thermally modified wood. In: **Proceedings of COST ACTION FP 0904 – THERMO-HYDRO-MECHANICAL WOOD BEHAVIOUR AND PROCESSING 2012**, Nancy, France: 2012.
- ASSIS, A.A. DE; ALEXANDRE, R.P.; BALLARIN, A.W. Dynamic hardness of wood – measurements with an automated portable hardness tester. **Holzforschung**, v.71, p.1–7, 2017. DOI: 10.1515/hf-2016-0137.
- AVRAMIDIS, S.; PANAGIOTIDIS, K.; AVRAMIDIS, S. Color variation of stained wood products in association to near infrared spectroscopy scans. **European Journal of Wood and Wood Products**, v.72, p.81–85, 2014. DOI: 10.1007/s00107-013-0758-4.
- BACHLE, H.; ZIMMER, B.; WINDEISEN, E.; WEGENER, G. Evaluation of thermally modified beech and spruce wood and their properties by FT-NIR spectroscopy. **Wood Science and Technology**, v.44, p.421–433, 2010. DOI: 10.1007/s00226-010-0361-3.
- CARVALHO, A.G.; ZANUNCIO, A.J.V.; SILVA, C.M.S. DA; CARNEIRO, A. DE C.O.; PAULA, M.O. DE. Método de ressonância para predição das propriedades mecânicas das madeiras de *Eucalyptus urophylla* e *Pinus oocarpa* termorretrificadas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v.22, 2017. DOI: 10.1590/s1517-707620170001.0104.
- ESTEVES, B.; PEREIRA, H. Quality assessment of heat-treated wood by NIR spectroscopy. **Holz als Roh - und Werkstoff**, p.323–332, 2008. DOI: 10.1007/s00107-008-0262-4.
- ESTEVES, B.; PEREIRA, H. Wood modification by heat treatment: a review. **BioResources**, v.4, p.370–404, 2009.
- FAUSET, S.; et al. Hyperdominance in Amazonian forest carbon cycling. **Nature Communications**, v.6, p.1–9, 2015. DOI: 10.1038/ncomms7857.
- FUJIMOTO, T.; YAMAMOTO, H.; TSUCHIKAWA, S. Estimation of wood stiffness and strength properties of hybrid larch by near-infrared spectroscopy. **Applied Spectroscopy**, v.61, p.882–888, 2007. DOI: 10.1366/000370207781540150.
- GONZÁLEZ-PENÃ, M.M.; HALE, M.D.C. Colour in thermally modified wood of beech, Norway spruce and Scots pine. Part 2: Property predictions from colour changes. **Holzforschung**, v.63, p.394–401, 2009. DOI: 10.1515/HF.2009.077.
- HEIN, P.; CAMPOS, A.; TRUGILHO, P. Near infrared spectroscopy for estimating wood basic density. **Cerne, Lavras**, p.133–141, 2009.
- HEIN, P.R.G.; PAKKANEN, H.K.; SANTOS, A.A. DOS. Challenges in the use of Near Infrared Spectroscopy for improving wood quality : A review. **Forest Systems**, v.26, 2017. DOI: 10.5424/fs/2017263-11892.

HILL, C.A.. **Wood Modification: Chemical, Thermal and Other Processes**. Chichester: Wiley, 2006. 249p.

HILL, C.A.S. Wood modification: An update. **BioResources**, v.6, p.918–919, 2011. DOI: 10.15376/biores.6.2.918-919.

INSTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS RENOVÁVEIS (IBAMA). **Madeiras da Amazônia: características e utilização**. 3 ed. ed. Brasília, DF: IBAMA, 1997. 141p.

KOKUTSE, A.D.; BRANCHERIAU, L.; CHAIX, G. Rapid prediction of shrinkage and fibre saturation point on teak (*Tectona grandis*) wood based on near-infrared spectroscopy. **Annals of Forest Science**, v.67, 2010. DOI: 10.1051/forest/2009123.

LIANG, L.; WEI, L.; FANG, G.; XU, F.; DENG, Y.; SHEN, K.; TIAN, Q.; WU, T.; ZHU, B. Prediction of holocellulose and lignin content of pulp wood feedstock using near infrared spectroscopy and variable selection. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, p.117515, 2019. DOI: 10.1016/j.saa.2019.117515.

MENEZZI, C.H.S. DEL; AMORIM, M.R.S.; COSTA, M.A.; GARCEZ, L.R.O. Evaluation of thermally modified wood by means of stress wave and ultrasound nondestructive methods. **Materials Science**, v.20, 2014. DOI: 10.5755/j01.ms.20.1.3341.

NASIR, V.; NOURIAN, S.; ZHOU, Z.; RAHIMI, S. Classification and characterization of thermally modified timber using visible and near - infrared spectroscopy and artificial neural networks : a comparative study on the performance of different NDE methods and ANNs. **Wood Science and Technology**, 2019. DOI: 10.1007/s00226-019-01120-0.

NETO, R.A.; ASSIS, A.A. DE; BALLARIN, A.W.; HEIN, P.R.G. Dynamic hardness of charcoal varies according to the final temperature of carbonization. **Energy & Fuels**, p.31, 2018. DOI: 10.1021/acs.energyfuels.8b02394.

OLIVER, C.D.; NASSAR, N.T.; LIPPKE, B.R.; MCCARTER, J.B. Carbon, fossil fuel, and biodiversity mitigation with wood and forests. **Journal of Sustainable Forestry**, v.33, p.248–275, 2014. DOI: 10.1080/10549811.2013.839386.

PINTO, R.A. **Sinais digitais de um durômetro portátil para a estimativa de propriedades de madeiras para dormentes**. 2015. 97p. Tese (Doutorado em Energia na Agricultura) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu,

RAMALHO, F.M.G.; ANDRADE, J.M.; HEIN, P.R.G. Rapid discrimination of wood species from native forest and plantations using near infrared spectroscopy. **Forest Systems**, v.27, p.9, 2018. DOI: 10.5424/fs/2018272-12075.

SANDBERG, D.; KUTNAR, A.; MANTANIS, G. Wood modification technologies - A review. **IForest**, v.10, p.895–908, 2017. DOI: 10.3832/ifor2380-010.

SATHRE, R.; CONNOR, J.O. Meta-analysis of greenhouse gas displacement factors

of wood product substitution. **Environmental Science and Policy**, v.13, p.104–114, 2010. DOI: 10.1016/j.envsci.2009.12.005.

SCHNABEL, T.; B. ZIMMER; A.J. PETUTSCHNIGG; S. SCHÖNBERGER. An approach to classify thermally modified hardwoods by color. **Forest Products Journal**, v.57, p.105–110, 2007.

SCHWANNINGER, M.; HINTERSTOISSER, B.; GIERLINGER, N.; WIMMER, R.; HANGER, J. Application of Fourier Transform Near Infrared Spectroscopy (FT-NIR) to thermally modified wood. **Holz als Roh - und Werkstoff**, p.483–485, 2004. DOI: 10.1007/s00107-004-0520-z.

SEVERO, E.T.D.; CALONEGO, F.W.; SANSÍGOLO, C.A.; BOND, B. Changes in the chemical composition and decay resistance of thermally-modified *Hevea brasiliensis* wood. **PloS one**, v.11, p.e0151353, 2016. DOI: 10.1371/journal.pone.0151353.

SOUZA, S.N. DE; ANGELO, H.; ALMEIDA, A.N. DE; SOUZA, Á.N. DE; PAULA, M.F. DE. Competitiveness of brazilian tropical wood on the international market. **Floresta e Ambiente**, v.25, 2018. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/2179-8087.021815>.

STEEGE, H. TER; et al. Hyperdominance in the Amazonian tree flora. **Science**, v.342, 2013. DOI: 10.1126/science.1243092.

SUNDQVIST, B. **Colour changes and acid formation in wood during heating**. 2004. 154p. Doctoral Thesis, Lulea University of Technology, DOI: 10.1126/science.1201060.

SYKACEK, E.; GIERLINGER, N.; WIMMER, R.; SCHWANNINGER, M. Prediction of natural durability of commercial available European and Siberian larch by near-infrared spectroscopy. **Holzforschung**, v.60, p.643–647, 2006. DOI: 10.1515/HF.2006.108.

TODOROVIĆ, N.; POPOVIĆ, Z.; MILIĆ, G. Estimation of quality of thermally modified beech wood with red heartwood by FT-NIR spectroscopy. **Wood Science and Technology**, v.49, p.527–549, 2015. DOI: 10.1007/s00226-015-0710-3.

WIKBERG, H.; MAUNU, S.L. Characterisation of thermally modified hard- And softwoods by ¹³C CPMAS NMR. **Carbohydrate Polymers**, v.58, p.461–466, 2004. DOI: 10.1016/j.carbpol.2004.08.008.

WILLEMS, W.; LYKIDIS, C.; ALTGEN, M.; CLAUDER, L. Quality control methods for thermally modified wood: a review. **Holzforschung**, v.69, p.875–884, 2015. DOI: 10.1515/hf-2014-0185.

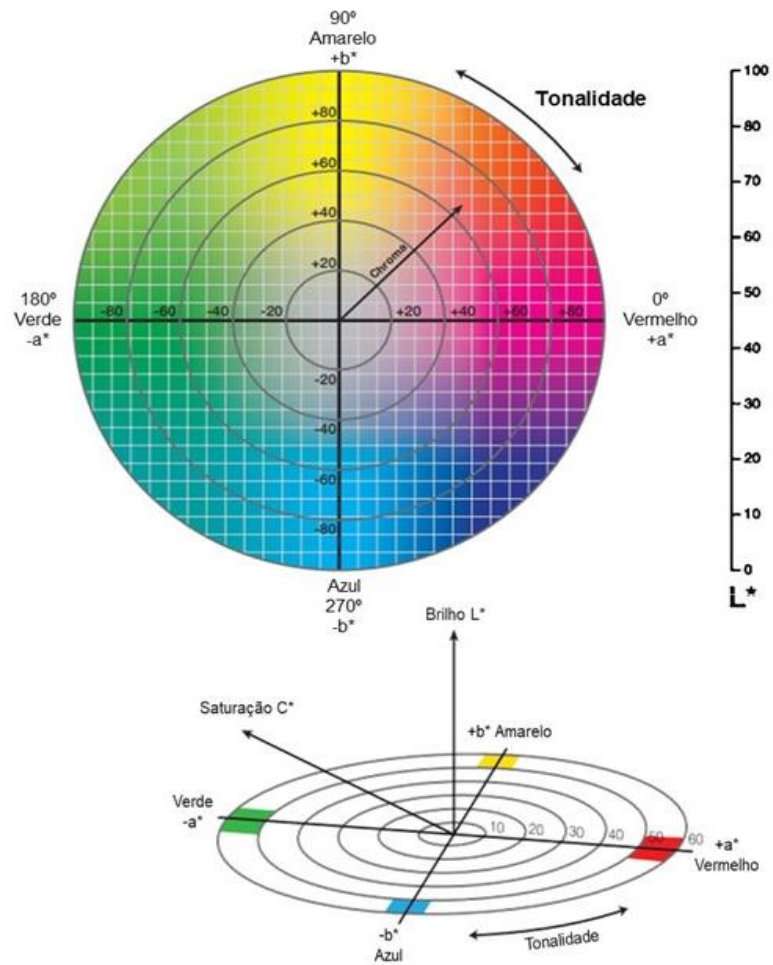
X-RITE. 2007. "A Guide to Understanding Color Communication." X-Rite, Incorporated.

YILDIZ, S.; GEZER, E.D.; YILDIZ, U.C. Mechanical and chemical behavior of spruce wood modified by heat. **Building and Environment**, v.41, p.1762–1766, 2006. DOI: 10.1016/j.buildenv.2005.07.017.

APÊNDICE A - Processo de desdobro das toras em pranchas: (A) toras selecionadas; (B) seccionamento da parte basal; (C) corte de prancha radial; (D) recebimento das pranchas em Botucatu-SP.



ANEXO A – Gráfico de cor CIElab



Fonte: X-Rite (2007, p. 12)

ANEXO B - Atribuições de bandas de componentes de madeira

Número de onda (cm ⁻¹)	Tipo de vibração	Componente da madeira
4063	CH + C-C (est)	Amido (celulose)
4195	---	Lignina
4202	2º ST OH (def)	Holocelulose
4235	OH, CH (def) + CH, CH ₂ (est)	Celulose
4268	CH (est) + CH (def) e/ou 2º St CH ₂	Celulose
4283	CH (est) + CH (def)	Celulose, Hemiceluloses
4288	CH (est) + CH (def)	Hemicelulose (xilana)
4365	CO (est)+ OH (est) ou CH ₂ (est) + CH ₂	Celulose
4401	CH (est) + CH (def)	Celulose, Hemiceluloses
4546	CH (est) + C=O (est)	Lignina
4608	---	Celulose, Hemiceluloses
4635	OH (est) + CH (def)	Celulose
4686	CH (est), C=C (est), C=O (est)	Hemiceluloses/Lignina/Extrativos
4739	OH (def) + OH (est)	Celulose
4780	OH e CH (def) + OH (est)	Celulose
4795	OH (est) + OH e CH (def)	Celulose, Hemiceluloses (xilana)
4808	OH (est) + CH (def)	Celulose semicristalina e cristalina
5051	OH (est) + OH (deformação de H ₂ O)	Água
5198	OH	Água
5236 -5245	2º ST C=O (est)	Hemiceluloses
5464	OH (est) + 2º ST CO (est)	Celulose semicristalina e cristalina
5495	OH (est) + 2º ST CO (est)	Celulose
5522	---	Lignina
5593	1º ST CH (est)	Celulose semicristalina e cristalina
5618	1ª ST de CH ₂ (est)	Celulose
5666	1º ST CH (est)	---
5776	1º ST CH (est)	Celulose
5795	1º ST CH (est)	Lignina
5800	1º ST CH (est)	Hemicelulose (furanose/pirano)
5816	1º ST CH (est)	Celulose/hemicelulose/lignina
5865	1º ST CH (est)	Hemiceluloses
5872	1º ST CH (est)	Celulose
5900	1º ST CH (est)	---
5935	1º ST CH (est)	Lignina
5950	1º ST CH (est)	Hemiceluloses
5963	1º ST CH (est)	Lignina
5995	1º ST CH (est)	Extrativos
6003	1º ST CH (est)	Hemiceluloses
6126	1º ST CH (est)	Celulose
6188	1º ST CH (est)	---
6286	1º ST CH (est)	Celulose cristalina
6334	1º ST CH (est)	Celulose
6460	1º ST CH (est)	Celulose cristalina
6472	1º ST CH (est)	Celulose
6520	1º ST CH (est)	Celulose
6622	1º ST CH (est)	Celulose
6660	1º ST CH (est)	Celulose
6700	1º ST CH (est)	Hemicelulose (glucomanana)
6715	1º ST CH (est)	Celulose semicristalina

Número de onda (cm⁻¹)	Tipo de vibração	Componente da madeira
6740	1º ST CH (est)	Celulose
6757	1º ST CH (est)	Celulose
6770	1º ST CH (est)	Celulose
6790	1º ST CH (est)	Celulose semicristalina
6800	1º ST CH (est)	Hemicelulose (glucomanana)
6874	1º ST CH (est)	Lignina
6944	1º ST CH (est) + CH (def)	Lignina
6974	1º ST CH (est)	---
7003	1º ST CH (est) + H ₂ O	Celulose amorfa/água
7092	1º ST CH (est)	Lignina, Extrativos
7215	1º ST CH (est) + 1º ST CH (def) + CH (def)	---
7300	1º ST CH (est) + CH (def)	Hemiceluloses/Todos
7315	1º ST CH (est) + CH (def)	Celulose
7321	1º ST CH (est) (fim)	Celulose
7353	2º ST CH (est) + CH (def)	Todos
7410	1º ST CH (est) + CH (def)	Hemiceluloses/Todos
8160	2º ST CH (est) (começo)	Celulose
8250	2º ST CH (est) (fim)	Celulose
8654	2º ST CH (est)	Hemiceluloses
8749	2º ST CH (est), 2º St Ch (est de grupos CH ₃)	Lignina

ST: 1º e 2º sobretom, est: estiramento, def: deformação, ---: sem assinatura. Fonte: Schwanninger et al. (2011)