



ABTCP 2001

34º Congresso Anual de Celulose e Papel
34th Annual Pulp and Paper Meeting
22 a 25 de Outubro de 2001 / October 22nd – 25th, 2001

Adequação de metodologia amostral de madeira de Eucalyptus Saligna e Eucalyptus Globulus para determinação do teor de cinzas.

Sampling procedure development for ash content determination using the woods of Eucalyptus Saligna and Eucalyptus Globulus.

Gabriel Valim Cardoso
Cláudia Adriana Broglio da Rosa
Andréia Flores Guarienti
Cristiane Pedrazzi
Márcia Catarina Holkem de Souza
Sonia Maria Bitencourt Frizzo
Celso Edmundo Bochetti Foelkel
(Universidade Federal de Santa Maria)



Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel
Rua Ximbó, 165 – Aclimação CEP 04108-040 - São Paulo / SP – Brasil
Fone: (11) 5574-0166 - Fax: (11) 5571-6485 / 5549-1844 E-mail: expo@abtcp.com.br

ADEQUAÇÃO DE METODOLOGIA AMOSTRAL DE MADEIRA DE EUCALYPTUS SALIGNA E EUCALYPTUS GLOBULUS PARA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CINZAS

Gabriel Valim Cardoso
Claudia Adriana Broglio da Rosa
Andréia Flores Guarienti
Cristiane Pedrazzi
Márcia Catarina Holkem de Souza
Sonia Maria Bitencourt Frizzo
Celso Edmundo Bochetti Foelkel
Universidade Federal de Santa Maria
Santa Maria, RS – BRASIL

Resumo

Este estudo constou na determinação de procedimentos para amostrar e analisar, de forma representativa, a madeira de *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus globulus* em relação a sua composição mineral (cinzas). Foram amostradas 2 árvores, sendo 1 de cada espécie, tendo sido coletados e amostrados, com base na orientação cardinal da árvore, 2 discos da base, 25%, 50%, 75% e 100% da altura comercial. Realizou-se a comparação entre a variação do teor de cinzas frente às 4 diferentes orientações cardiais (Norte, Sul, Leste e Oeste). Determinou-se o número mínimo de repetições a adotar para um determinado intervalo de confiança, para ter-se um resultado médio mais confiável e capaz de permitir decisões mais seguras nos programas de melhoramento florestal e otimizações industriais. Não foram encontradas variações estatísticas significativas entre as 4 faces de exposição cardinal das árvores, portanto cunhas amostradas aleatoriamente ao longo da altura podem representar o teor de cinzas da árvore, sendo necessárias 3 a 4 repetições nos ensaios para *E. globulus* e 5 repetições para *E. saligna* para se ter confiabilidade nos resultados das determinações.

Palavras-chave: amostragem, cinzas, madeira, *Eucalyptus saligna*, *Eucalyptus globulus*

Summary

SAMPLING PROCEDURE DEVELOPMENT FOR ASH CONTENT DETERMINATION USING THE WOODS OF *EUCALYPTUS SALIGNA* AND *EUCALYPTUS GLOBULUS*

This study evaluated sampling procedures to measure ash content in *Eucalyptus saligna* and *E. globulus* woods. One tree for species was sampled and disks were taken along the tree height, according to pre-established methodology. One of the objectives was to understand whether or not the results would vary in relation to the cardinal orientation of the trees (North, South, East, West). No differences were found among the cardinal orientation, leading to the conclusion that slices of transversal disks may be randomly sampled along the tree height for ash content determination. The number of replications in the ash analysis to guarantee more reliable results was found to be 3 – 4 to *E. globulus* and 5 to *E. saligna* woods.

Keywords: sampling, ash content, wood, *Eucalyptus saligna*, *Eucalyptus globulus*

1. INTRODUÇÃO

O teor de cinzas indica o conteúdo de minerais presentes na madeira em suas mais diferentes formas. Segundo FREDDO (1997), os principais íons minerais normalmente encontrados em cinzas de madeira são potássio, cálcio, magnésio, pequenas quantidades de sódio, manganês, ferro, alumínio, além de radicais como carbonatos, silicatos, cloretos, sulfatos. Existem também traços de outros elementos como zinco, cobre e cromo, dentre outros. Nas árvores, a quantidade destes elementos varia com a espécie, a disponibilidade no solo, a necessidade individual e a época do ano. Para a indústria de celulose são desejáveis madeiras com baixos teores de minerais, porque estes podem se constituir em contaminantes e, quando se acumulam no processo, são causadores de problemas como corrosão, erosão e entupimentos, levando a redução da vida útil dos materiais e perdas de produção, principalmente em fábricas com ciclo de água mais fechado.

Segundo FOELKEL & ASSIS (1995), uma boa alternativa para redução dos teores de cinzas seria a sua inclusão em programas de melhoramento genético. Há estudos que mostram a existência de variabilidade na quantidade de íons presentes nas madeiras de clones de *Eucalyptus saligna*, indicando a possibilidade de redução dos teores de cinzas mediante seleção clonal.

A amostragem da madeira para análises químicas é de grande importância e se constitui num problema devido à heterogeneidade e variabilidade dessa matéria-prima. Dentro de uma mesma árvore, a composição química varia em todos os sentidos e entre madeira primaveril e madeira outonal. Acima de tudo, a amostra deverá ser representativa do lote ou da população (FLORES *et al.* 2000).

Em geral, as quantidades amostrais são muito pequenas, na ordem de uma ou de poucas gramas. Por isso, os cuidados para que esses materiais realmente representem a população que se quer amostrar deveriam ser muito mais criteriosos do que hoje são na prática analítica. Por exemplo, são reduzidas as informações na literatura sobre as diferenças nos resultados decorrentes das variabilidades dos métodos de análise e também da variabilidade devido às amostragens. Por outro lado, nesse universo de incertezas e de erros, pesquisadores e empresas de papel e celulose necessitam analisar as madeiras quanto aos seus teores de lignina, celulose, hemiceluloses, extrativos, cinzas. Para isso, precisam estar seguros sobre os tipos de amostragens a serem utilizados (FONSECA *et al.*, 1996). Na maioria das vezes, os resultados encontrados dão suporte a decisões de melhoramento florestais ou operacionais que envolvem grandes somas econômicas e que só serão percebidos a médio ou longo prazo.

De acordo com FLORES (1999), foram encontradas variações significativas entre árvores clonais para algumas das propriedades. Por isso, deve-se atentar tanto para o tamanho como para o número de amostras nas avaliações de cunho tecnológico. São variados também os resultados encontrados para uma única amostra, quando se repetem as determinações analíticas por diversas vezes.

Optou-se assim, pela realização desse trabalho, onde se estudaram procedimentos para amostrar e analisar de forma representativa a madeira em relação a sua composição de minerais (cinzas).

Tendo em vista a importância do gênero *Eucalyptus* para a indústria de celulose brasileira e frente ao fato de se dispor no Rio Grande do Sul de espécies com quantidades distintas de cinzas, como o *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus globulus*, desenvolveu-se metodologia amostral de madeira para essas duas espécies.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Amostragem

As amostras de madeira foram coletadas em árvores de duas espécies, *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus globulus*, com 7 anos de idade e provenientes de hortos florestais da empresa KLABIN RIOCELL S/A, localizada em Guaíba, RS. Foi abatida uma árvore representativa para cada espécie, já que o objetivo desse estudo foi definir o procedimento de amostragem e não o tamanho da amostra (número de árvores a amostrar).

De cada árvore foram coletados dois discos (na mesma orientação cardinal) para cada uma das seguintes alturas: base, 25% H, 50% H, 75% H e 100% H, sendo H a altura comercial da árvore. Os discos foram selecionados para não conterem nós, podridões, ou quaisquer outras anormalidades, tendo 25 + ou - 1 mm de espessura. O número total de discos para cada árvore/espécie foi de 10. Destes, um

disco por altura foi guardado em ambiente climatizado como reserva. O outro disco foi submetido aos ensaios, sendo que a preparação das amostras foi realizada da seguinte forma:

- cada disco foi segmentado em 4 partes de mesmo ângulo em relação à medula, a partir da orientação cardeal, as quais foram numeradas em função da espécie, altura e orientação cardeal;
- de cada segmento foram tiradas duas fatias com mesmo ângulo de segmentação (5°) em relação à medula, uma de cada lado do segmento. Conseqüentemente, para cada altura existiram 4 amostras de madeira, na forma de 2 fatias por amostra, (8 fatias a cada altura amostrada da árvore);
- as amostras de micro-fatias correspondentes à mesma espécie e nas posições dos pontos cardiais (Norte, Sul, Leste e Oeste), representavam as amostras por árvore ou espécie. Foram misturadas as micro-fatias tomadas dos discos nas diferentes alturas, correspondentes a cada espécie e a cada ponto cardeal. Conseqüentemente, cada árvore teve 4 amostras que foram representativas da mesma, da base até o topo: N(norte), S(sul), L(leste) e O (oeste).
- as 4 amostras de madeira por árvore foram individualmente reduzidas a mini-palitos que foram totalmente transformados em serragem, utilizando-se moinho Wiley, para produção da fração F40 mesh (Fração F40 – é toda fração que atravessa a peneira de 40 mesh);
- as serragens individualizadas por tratamento (2 espécies x 4 pontos cardiais = 8 tratamentos) foram secas ao ar livre e posteriormente armazenadas em frascos hermeticamente fechados, para posteriores determinações.

2.2. Métodos de Análise

As amostras foram preparadas de acordo com (TAPPI 257 cm-85). Cada fração foi analisada em relação ao teor de cinzas, de acordo com (TAPPI 211 om-93 adaptada), sendo que para a realização desta análise obteve-se anteriormente o teor de umidade da madeira de acordo com (TAPPI 264 cm-97).

2.3. Procedimentos estatísticos

Os resultados foram avaliados quanto à sua variabilidade por parâmetros estatísticos de medida de dispersão (média aritmética, desvio padrão, coeficiente de variação). As diferenças entre tratamentos foram testadas por análise de variância ANOVA, valendo-se do teste F de significância. Adotou-se o nível de 5% de significância para as comparações.

Para a determinação do número de repetições a adotar, foi utilizada a fórmula adaptada a partir de GUENTHER (1965) e FREESE (1967) e expressa por:

$$n = [(t_{1-\alpha/2} \cdot DP) \div (IC \div 2)]^2$$

onde:

n = número de repetições a adotar;

t = valor estatístico “t” de Student, considerando a amostra de n análises realizadas a título de pré-teste;

DP = desvio padrão;

IC = Amplitude do intervalo de confiança ou amplitude máxima para que a média verdadeira esteja contida na mesma para o nível de significância adotado (ou seja, o “erro máximo” que se quer cometer).

Para o teor de cinzas preestabeleceu-se IC = 0,20 % para *Eucalyptus globulus* e IC= 0,15 % para *Eucalyptus saligna*, frente às diferenças encontradas nas médias dos teores de cinzas para essas espécies.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Resultados gerais

Os teores de cinzas das madeiras de *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus globulus*, para as posições correspondentes às faces de exposição cardiais Norte, Sul, Leste e Oeste, estão relatadas na Tabela 1, com respectivos valores médios, desvio padrão e coeficiente de variação. O número de repetições para cada amostra foi de 8. Nesse quadro também estão apresentados os números mínimos

de repetições para que a média verdadeira da árvore esteja contida dentro do intervalo de confiança (IC) preestabelecido em relação à média amostral, com 95% de probabilidades.

TABELA 1: Teores de cinzas das madeiras de *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus globulus*

Espécies	Face de exposição cardeal	Média %	Desvio Padrão	Coefficiente de Variação %	Número mínimo de repetições
<i>E. saligna</i>					IC= 0,15%
	Norte	0,32	0,0828	25,87	7
	Sul	0,39	0,0818	20,97	7
	Leste	0,31	0,0667	21,52	5
	Oeste	0,37	0,0652	17,62	5
	Média geral	0,35	0,0784	22,40	5
<i>E. globulus</i>					IC= 0,20%
	Norte	0,55	0,1	18,18	6
	Sul	0,58	0,078	13,45	4
	Leste	0,54	0,096	17,78	6
	Oeste	0,58	0,0514	8,86	2
	Média geral	0,56	0,0818	14,61	3

Os resultados para teores de cinzas totais correspondentes às médias de quadrantes opostos e à média geral da árvore estão apresentados no Tabela 2.

TABELA 2: Teores médios de cinzas para quadrantes opostos dos discos das madeiras de *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus globulus*

Espécies	Quadrantes	Cinzas %
<i>E. saligna</i>		
	Norte + Sul	0,36
	Leste + Oeste	0,34
	Média geral	0,35
<i>E. globulus</i>		
	Norte + Sul	0,56
	Leste + Oeste	0,56
	Média geral	0,56

3.2. Comparações estatísticas

3.2.1. Comparação do teor de cinzas de *Eucalyptus saligna* com o teor de cinzas de *Eucalyptus globulus*

TABELA 3: Análise de Variância *E. saligna* x *E. globulus*

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrado	Quadrado médio	F calculado	F Tabelado 5%
Tratamento	1	0,7353	0,7353	114,53	3,99
Erro	62	0,3982	0,00642		
Total	63	1,1335			

Como se pode verificar na Tabela 3, a análise de variância entre as 32 determinações de cinzas (4 faces de exposição e 8 repetições) de *E. saligna* e as 32 determinações de *E. globulus* apresentou um F calculado (114,53) maior que o F tabelado (3,99), ou seja, que existe diferença significativa entre o teor de cinzas das espécies a um nível de 5% de significância. Esse fato confirma dados de FREDDO (1997) e REPETTI (1992), apesar de ser apenas uma indicação, já que se amostrou apenas uma árvore por espécie.

3.2.2. Comparações do teor de cinzas da madeira conforme a face de exposição cardeal da árvore, dentro da espécie *E. saligna*

TABELA 4: Análise de Variância (N x S x L x O): *E. saligna*

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrado	Quadrado médio	F calculado	F Tabelado 5%
Tratamento	3	0,0349	0,0116	2,08	2,95
Erro	28	0,1559	0,0056		
Total	31	0,1908			

Como se pode verificar na Tabela 4, a análise de variância apresentou um F calculado (2,08) menor que o F tabelado (2,95), ou seja, não existe diferença significativa para o teor de cinzas entre as quatro faces de exposição cardeal para *E. saligna*, a um nível de 5% de significância.

3.2.3. Comparações do teor de cinzas da madeira conforme a face de exposição cardeal da árvore, dentro da espécie *E. globulus*

TABELA 5: Análise de Variância (N x S x L x O): *E. globulus*

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrado	Quadrado médio	F calculado	F Tabelado 5%
Tratamento	3	0,0117	0,0039	0,56	2,95
Erro	28	0,196	0,007		
Total	31	0,2077			

Como se pode verificar na Tabela 5, a análise de variância apresentou um F calculado (0,56) menor que o F tabelado (2,95), ou seja, não existe diferença significativa para o teor de cinzas entre as quatro faces de exposição cardeal para *E. globulus*, a um nível de 5% de significância.

3.2.4. Comparações entre o teor de cinzas de *Eucalyptus saligna* para amostragens de quadrantes opostos dos discos conforme a face de exposição cardeal: (N+S) x (L+O) x Média geral da árvore

F calculado = **0,242 (não significativo)**

F crítico (5% nível de significância) (2 GL tratamento e 21 GL resíduo) = 3,47

3.2.5. Comparações entre o teor de cinzas de *Eucalyptus globulus* para amostragens de quadrantes opostos dos discos conforme a face de exposição cardeal: (N+S) x (L+O) x Média geral da árvore

F calculado = **0,014 (não significativo)**

F crítico (5% nível de significância) (2 GL tratamento e 21 GL resíduo) = 3,47

O número de repetições utilizados para cada amostra foi de 8, sendo que para *Eucalyptus saligna* a média do teor de cinzas na madeira foi de 0,35%, com um coeficiente de variação de 22,40%, enquanto para *Eucalyptus globulus* a média foi de 0,56% com um coeficiente de variação de 14,61%.

FREDDO (1997), utilizando maior número de amostras por espécie, encontrou teores de cinzas de 0,65% para *Eucalyptus globulus* e de 0,41% para *Eucalyptus saligna*.

A análise estatística mostrou que os teores de cinzas das madeiras de *Eucalyptus saligna* e *Eucalyptus globulus* diferem entre si e que nas comparações entre as médias, conforme a face de exposição cardinal da árvore (N x S x L x O), tanto para *Eucalyptus saligna*, como para *Eucalyptus globulus* não existe diferença significativa em um nível de 5% de significância.

O objetivo fundamental desse trabalho não foi o de comparar as espécies, mas adequar a metodologia de amostragem e análise. As diferenças encontradas entre as espécies foram mais importantes para analisar a sensibilidade metodológica e avaliar a variabilidade do teor de cinzas da madeira e sugerir uma metodologia de amostragem das árvores do que realmente comparar as espécies. Nesse caso, a observação mais relevante que pode ser comprovada foi a de que não foram encontradas variações entre as quatro faces de exposição cardinal das árvores.

4. CONCLUSÕES

As seguintes conclusões podem ser tiradas pela realização dessa pesquisa:

- existe variação importante nos resultados das determinações dos teores de cinzas da madeira de uma única árvore tanto para *Eucalyptus saligna* como para *Eucalyptus globulus*;
- cunhas cuidadosamente amostradas aleatoriamente ao longo da altura podem representar a árvore;
- as cunhas devem ter mesmo ângulo em relação à medula e os discos mesmas espessuras;
- a fração de serragem de 40 mesh deve representar de forma proporcional toda a árvore em sua altura e em seus diâmetros nas alturas de onde se coletaram os discos;
- para ter-se um resultado médio mais confiável e capaz de permitir decisões mais seguras nos programas de melhoramento florestal e otimizações industriais, observou-se que pelo menos 3 a 4 repetições da análise de cinzas para *Eucalyptus globulus* são necessárias e 5 repetições para *Eucalyptus saligna*. Deve-se enfatizar que as análises somente com repetições em duplicata conduzem a intervalos de confiança muito amplos e a média verdadeira para a amostra poderá ser diferente do valor médio encontrado para as duas análises.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a KLABIN RIOCELL S/A, a FAPERGS, ao PIBIC-CNPq e à Universidade Federal de Santa Maria por criarem as condições para a execução e elaboração desse trabalho de pesquisa.

BIBLIOGRAFIA

FLORES, D.M.M. **Variação das características dendrométricas, da qualidade da madeira e da celulose entre árvores de um clone de *Eucalyptus saligna* SMITH.** Santa Maria: UFSM, 1999. 88 p. Dissertação. (Mestrado em Engenharia Florestal) Universidade Federal de Santa Maria, 1999.

FLORES, D.M.M., CARDOSO, G.V., FOELKEL, C.E.B., FRIZZO, S.M.B. Amostragem de árvores para estudos tecnológicos da madeira para produção de celulose: tamanho da amostra, número mínimo de repetições e variabilidade das propriedades para um clone de *Eucalyptus saligna* SMITH. **O Papel**, São Paulo, v. 61, n. 3, p.44-55, 2000.

FOELKEL, C.E.B., ASSIS, T.F. de New pulping technology and *Eucalyptus* wood: the role of soil fertility, plant nutrition and wood ion content. In: CRC FOR TEMPERATE HARDWOOD FORESTRY, 1995, Hobart. **Anais...** Hobart: CRC, 1995. 487 p, p. 10-14.

FONSECA, S.M., OLIVEIRA, R.C., SILVEIRA, P.N. Seleção da árvore industrial: procedimentos, riscos e benefícios. **Revista Árvore**, Viçosa, MG, v. 20, n. 1, p. 69-85, 1996.

FREDDO, A. **Elementos minerais em madeira de eucaliptos e acácia negra e sua influência na indústria de celulose kraft branqueada.** Santa Maria: UFSM, 1997. 69 p. Dissertação. (Mestrado em Engenharia Florestal) Universidade Federal de Santa Maria, 1997.

FREESE, F. **Elementary statistical methods for foresters.** Washington: Department of Agriculture Forest Service, 1967. 87 p.

GUENTHER, W.C. **Concepts of statistical inference.** New York: McGraw-Hill Book, 1965. 353 p.

REPETTI, R. Aptitude tecnológica de los Eucaliptos: *Eucalyptus globulus*, *Eucalyptus viminalis*, *Eucalyptus saligna* y *Eucalyptus grandis* para su utilización en la elaboración de pastas kraft. In: **Palestra Os Eucaliptos na Argentina e sua potencialidade para produção de celulose e papel.** 1992. Paginação irregular. Material impresso.

TECHNICAL ASSOCIATION OF PULP AND PAPER INDUSTRY. **Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 525°C.** Atlanta, 1998/1999 (T 211 om-93 adaptada).

_____. **Preparation of wood for chemical analysis.** Atlanta, 1998/1999 (T264 cm-97).

_____. **Sampling and preparing wood for analysis.** Atlanta, 1998/1999 (T 257 cm-85).