

RECOMENDAÇÃO TÉCNICA

ISSN 1517-4808
agosto, 1999

Número 12/99



USO DA RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE BAIXO CAMPO NA DETERMINAÇÃO RÁPIDA DO TEOR DE UMIDADE EM MADEIRAS.



Embrapa

USO DA RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE BAIXO CAMPO NA DETERMINAÇÃO RÁPIDA DO TEOR DE UMIDADE EM MADEIRAS.

Cláudio B. Barros¹
Luiz A. Colnago²

O comércio de madeiras, principalmente para as indústrias de papel e celulose, é baseado na sua massa de matéria seca e não em sua cubicagem; por isso, há necessidade de determinação do peso da madeira e de sua umidade. Atualmente, essas determinações são realizadas com a pesagem das toras no próprio caminhão e a umidade determinada pelo volume das toras obtido através do diâmetro médio das mesmas, gravimetria, resistência elétrica, entre outros métodos de medida de umidade.

Neste trabalho é apresentada uma recomendação da utilização da técnica de ressonância magnética nuclear (RMN) de baixo campo como método alternativo na determinação rápida da umidade em madeiras. Este método utiliza o espectrômetro de RMN desenvolvido pela Embrapa Instrumentação Agropecuária e transferido para a Empresa GIL Equipamentos Especiais.

A técnica de RMN (Colnago et al., 1996) se baseia na detecção do sinal dos hidrogênios da água presente nas madeiras. Os componentes sólidos, como celulose e lignina, entre outros, não são observados pela técnica de eco de spin utilizada. Nesta técnica usa-se um pulso de rádio-freqüência, com duração equivalente a um pulso de 90°, um tempo τ , de separação entre pulsos, seguido de um pulso de 180 graus. Nesta seqüência ocorre um sinal na forma de eco a 2τ , que é proporcional apenas ao conteúdo de água da amostra. Para melhorar a reprodutibilidade da análise repete-se a análise de 5 a 7 vezes,

¹ Bolsista RHA/E, Projeto Instrumentação para o desenvolvimento do agronegócio

² Pesquisador da Embrapa Instrumentação Agropecuária, Caixa Postal 741, CEP 13560-970, São Carlos, SP

com um tempo de repetição da seqüência de 3,2 segundos. Como a intensidade do sinal de RMN não é absoluta, há necessidade de se fazer uma curva de calibração com amostras padrões, com teor de umidade conhecida. Para todas essas análises o aparelho tem que estar nas condições de trabalho: ímã ligado por mais de 24 horas e ambiente com temperatura estável e abaixo de 25 graus centígrados.

Procedimentos:

1) Coleta de amostra de madeira

Para a coleta das amostras desconhecidas ou padrões utiliza-se uma furadeira de bancada ou manual com diâmetro médio aproximado entre 8 e 12mm, recolhendo de 5 a 10 gramas de serragem. Neste trabalho não é apresentada a recomendação sobre a estatística da coleta das amostras, apenas o uso da RMN para a determinação de umidade nas amostras obtidas.

2) Preparação das amostras padrões

As amostras padrões utilizadas na calibração do equipamento são preparadas com variação de umidade entre 10 a 50%. Devem ser preparadas 7 a 10 amostras, cuja umidade serão determinadas pelo método gravimétrico (estufa). Estes valores serão utilizados no equipamento de RMN para posteriormente determinar os valores de umidade das amostras desconhecidas.

A preparação deve seguir as seguintes etapas :

i) Preparar amostras com teores de umidade distribuída na faixa acima. Para isso pode-se utilizar madeira com diferentes tempos de corte ou secá-las parcialmente em estufas em diferentes tempos. Após obter as amostras esperar que retornem à temperatura ambiente

- ii) Separar cada amostra em duas partes, uma a ser usada no espectrômetro e outra a ser usada para a determinação da umidade na estufa
- iii) Preparar tubos de ensaio de 25mm de diâmetro com amostras suficientes para o preenchimento da bobina detectora. A amostra deve ser compactada com uso de um tarugo de vidro ou plástico até aproximadamente 1,5cm
- iv) Determinar a massa líquida das amostras e calcular a massa de água presente, com o valor de umidade obtido pelo método de estufa
- v) Lacrar as amostras para serem utilizadas outras vezes sem necessidade de nova preparação.

3) Obtenção da curva padrão

Os seguintes parâmetros devem ser usados pelo aparelho:

Taxa de amostragem	20 μ segundos
Tempo morto	10 μ segundos
Número de pontos	256
Pulso (1)	Pulso de 90 graus \sim 8 μ segundos
Pulso (2)	Pulso de 180 graus \sim 16 μ segundos
Espaçamento entre pulsos	500 μ segundos
Tempo de repetição	3200 milissegundos
Sintetizador	Frequência central \sim 13,880 MHz
Promediação	6 vezes

A curva de calibração é obtida com as seguintes etapas:

- i) Abrir o módulo de análise e em seguida o de calibração
- ii) Selecionar o número de amostras padrões e de médias (6 médias)
- iii) Digitar a massa de água da primeira amostra (mg)
- iv) Realizar análise da amostra com o espectrômetro
- v) Repetir os procedimentos iii e iv para todas as amostras.

Ao final da última amostra, o computador calculará a regressão linear e o coeficiente de correlação da curva, que deverá ser maior que 0,99; caso contrário, deve-se repetir a calibração e identificar as possíveis causas do erro. Se estiver adequada, gravar a curva em arquivo para uso posterior. Recomenda-se repetir a curva de calibração a cada 4 horas.

Na figura 1 tem-se uma curva de calibração obtida com a madeira de flamboyant.

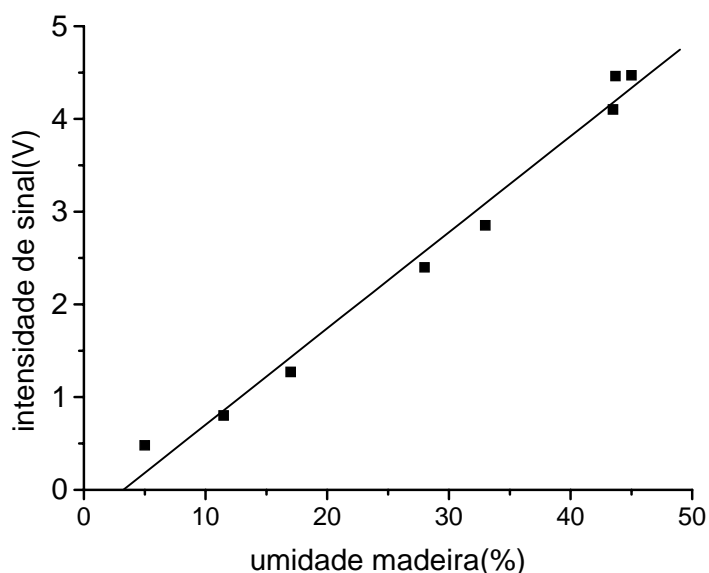


Figura 1 - Curva de calibração típica para umidade em madeiras por RMN. Coeficiente de correlação igual a 0,992.

4) Análise das amostras desconhecidas

Após coleta, preparação e pesagem das amostras em tubo de ensaio, devem ser executadas as seguintes etapas:

- i) Utilizar o módulo de análise com a curva de calibração recentemente preparada e digitar o nome do arquivo para

armazenar os resultados. Selecionar o número de amostra 1 e o de médias a serem usadas (por exemplo, seis)

- ii) Colocar a amostra no espectrômetro e digitar o nome do experimento ou da amostra
- iii) Proceder à análise de RMN e digitar o peso da amostra. O computador apresentará o resultado da análise de umidade em %
- iv) Selecionar o ícone "nova análise" para realizar outras análises ou "terminar" para encerrar as medidas
- v) Realizar as operações de ii a iv para cada amostra desconhecida a ser determinada
- vi) Os dados armazenados em arquivo TXT podem ser lidos em editores de textos, planilhas e planilhas eletrônicas.

Referências Bibliográficas

COLNAGO, L.A.; MARTIN-NETO, L.; BISCEGLI, C.I.; NASCIMENTO, O.R.; BONAGAMBA, T.J.; PANEPUCCI, H.; VIEIRA, E.M.; SEIDEL, P.R.; SPOSITO, G.; OPELLAS, J. Aplicações da ressonância magnética nuclear (RMN) e ressonância paramagnética eletrônica (EPR). In: CRESTANA, S.; CRUVINEL, P.E.; MASCARENHAS, S.; BISCEGLI, C.I.; MARTIN-NETO, L.; COLNAGO, L.A., ed. **Instrumentação agropecuária: contribuições no limiar do novo século**. Brasília: EMBRAPA-SPI, 1996. Cap.1, p.15-50.