

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. Barros<sup>1</sup>  
Luiz A. Colnago<sup>2</sup>

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  $\tau$ , de separação entre pulsos, seguido de um pulso de 180 graus. Nesta seqüência ocorre um sinal na forma de eco a  $2\tau$ , 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,

---

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

<sup>2</sup> 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 $\mu$ segundos
Tempo morto	10 $\mu$ segundos
Número de pontos	256
Pulso (1)	Pulso de 90 graus $\sim$ 8 $\mu$ segundos
Pulso (2)	Pulso de 180 graus $\sim$ 16 $\mu$ segundos
Espaçamento entre pulsos	500 $\mu$ 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.

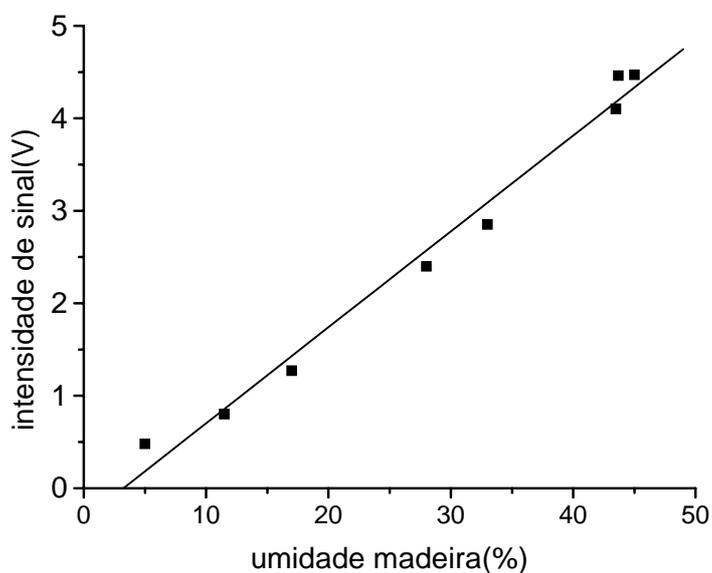


Figura 1 - Curva de calibração típica para umidade em madeiras por RMN. Coeficiente de correlação igual a 0,992.

#### 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.