

AVALIAÇÃO DA VARIABILIDADE DO TEOR DE LENHINA EM *Eucalyptus globulus* POR FTIR

JOSÉ RODRIGUES* & HELENA PEREIRA**

*CENTRO DE ESTUDOS DE TECNOLOGIA FLORESTAL, TAPADA DA AJUDA. 1399 LISBOA CODEX

**INSTITUTO SUPERIOR DE AGRONOMIA, TAPADA DA AJUDA. 1399 LISBOA CODEX

RESUMO

Aplicou - se o método de determinação da lenhina por espectroscopia de infravermelho (lenhina FTIR) a dois clones de 1ª geração melhorados e a um controlo proveniente de sementeira comercial não melhorada. Não se encontraram diferenças significativas no teor de lenhina FTIR nem entre clones nem com o controlo.

P.C.: *Eucalyptus globulus*, clones, lenhina FTIR

SUMMARY

Results are presented for FTIR lignin content of two *Eucalyptus globulus* clones and one *Eucalyptus globulus* seedling control measured at 8¹/₂ years in one clonal trial. The 2 clones were derived from first -generation ortets selected for superior phenotype in genetically unimproved plantations in Portugal and the seedling control was grown from seed collected in genetically unimproved plantations. There aren't significant differences between the clones and the seedling control.

K.W: *Eucalyptus globulus*, clones, FTIR lignin

INTRODUÇÃO

A caracterização química de madeira e pastas recorre normalmente a métodos químicos por via húmida, muito morosos e por vezes de difícil execução. A sua aplicação à análise de um número muito elevado de amostras, como por exemplo em programas de melhoramento e selecção é frequentemente inviável quer do ponto de vista do tempo necessário quer dos custos envolvidos.

A utilização da espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) tem conhecido um crescente uso para a análise da composição química de materiais lenhocelulósicos (Schultz *et al.* 1985; Berben *et al.* 1987; Grandmaison *et al.* 1987; Faix *et al.* 1989; Schultz e Burns 1990; Backa e Brolin 1991, Rodrigues *et al.* 1996).

Este método baseia - se no estabelecimento de curvas de calibração com amostras de composição conhecida. A determinação do teor de lenhina por FTIR (lenhina FTIR) é hoje uma análise de rotina no nosso laboratório, a calibração foi efectuada com o método do brometo de acetilo Rodrigues *et al.* (1996).

A determinação da lenhina FTIR tem sido usada para avaliação do teor de lenhina em ensaios de clones (Gominho *et al.* 1996) em ensaios de proveniências (Almeida *et al.* 1995) e para estudar a variação do teor de lenhina em fracções com diferentes tamanhos de partículas (Rodrigues e Pereira 1997).

Pretende-se exemplificar a aplicação do método ao estudo da variabilidade inter e intraclonal em dois clones usando material seminal não melhorado como controlo.

MATERIAL E MÉTODOS

Utilizaram - se dois clones de um ensaio localizado em Vale Seco e como controlo material proveniente de sementeira comercial (Gominho *et al.* 1996). O material, na forma de pequenos cubos com cerca de 5 mm de aresta, correspondentes a 12 árvores de cada clone foi moído num moinho de facas Thomas com uma malha de 1 mm. Após crivagem a fracção 40/60 mesh foi extractada sucessivamente com diclorometano, etanol e água.

FTIR

Para a obtenção dos espectros de FTIR, uma subamostra de 200 mg de material extractado foi seco em estufa a 60⁰ C durante uma noite após o que foi seco em excicador com pentóxido de fósforo sob vácuo. Após secagem o material foi moído num moinho vibratório de esferas da Retsch durante 30 minutos. As pastilhas de KBr foram obtidas, pesando entre 1,5 a 2,0 mg deste material misturado com 350 mg de KBr, por prensagem a 10 t.

Os espectros foram obtidos com um espectroscópio BioRad FTS 160 com um detector DTGS, a 4 cm⁻¹ de resolução com 64 scans por espectro.

Após a obtenção dos espectros a determinação da lenhina FTIR foi obtida medindo a altura dos picos 1505 cm⁻¹ e 1157 cm⁻¹ de acordo com o método de Rodrigues *et al.*(1996).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 mostra um espectro de FTIR de *Eucalyptus globulus* entre os 2000 cm⁻¹ e os 400 cm⁻¹. Os picos usados para a determinação da lenhina FTIR estão identificados. O pico 1505 cm⁻¹ com origem no anel aromático da lenhina e o pico 1157 cm⁻¹ com origem na vibração C-O-C em polissacáridos.

A tabela 1 mostra o quadro resumo da determinação da lenhina FTIR para os três clones bem como a sua análise estatística. Os valores calculados pelo método da lenhina FTIR são em média 4 % maiores que os correspondentes ao teor de lenhina klason e lenhina solúvel Rodrigues *et al.* (1996).

As médias do teor de lenhina FTIR dos clones variam entre 29,40% e os 29,53%, o que originou diferenças não significativas entre as médias dos clones (p-value = 0,94).

A variabilidade entre árvores no mesmo clone é maior do que a média entre clones com intervalos de variação entre 2,79 para o clone 1 e os 3,98 para a sementeira. Como seria de esperar o grupo de controlo apresentou a maior variação no teor de lenhina quer expressa pelo maior intervalo de variação 3,98 quer o mais elevado desvio padrão 1,14. A variabilidade dos clones é menor quer expressa em intervalo de variação, 2,79 e 2,90, quer em termos de desvio padrão 0,82 e 0,91 respectivamente para os clone 1 e 2.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, M.; PEREIRA, H., I. MIRANDA & TOMÉ, M. (1995). Provenance trials of *Eucalyptus globulus* Labill. in Portugal. In: Eucalypt plantations: Improving fibre yield and quality Eds. B.M.Potts, N.Borrvalho, J.B.Reid, R.N. Crommer, W.N.Tibbits, C.A. Raymond. CRCTHF - IUFRO, Hobart, Australia, pp.195-198.

BACKA, S. & BROLIN, A. (1991). Determination of pulp characteristics by diffuse reflectance FTIR. Tappi J. 74, 218-226.

BERBEN, S.; RADEMACHER, J.; SELL, L. & EASTY, D. (1987). Estimation of lignin in wood pulp by diffuse reflectance Fourier-transform infrared spectrometry. Tappi J. 70, 129-133.

FAIX, O.; SCHUBERT, H. & PATT, R. (1989). Continuous process control of pulping by FTIR spectroscopy. International Symposium on wood and pulping chemistry, May 22-25, Raleigh, pp. 1-8.

GOMINHO, J.; RODRIGUES, J.; ALMEIDA, H. & PEREIRA, H. (1996). First-generation clonal testing of *Eucalyptus globulus* for pulp yield and lignin content: Trial 105. STORA CELBI Investigation Report N° 47.

GRANDMAISON, J.; THIBAUT, J.; KALIAGUINE, & AND CHANTAL, P. (1987). Fourier transform infrared spectrometry and thermogravimetry of partially converted lignocellulosic materials. Anal. Chem. 59, 2153-2157.

IYAMA, K. & WALLIS, A. (1988). An improved acetyl bromide procedure for determining lignin in woods and wood pulps. Wood Sci. Technol. 22, 271-280.

RODRIGUES, J.; FAIX, O. & PEREIRA, H. (1996). Determination of lignin content of *Eucalyptus globulus* wood using FTIR spectroscopy. *Holzforschung* sent for publication.

RODRIGUES, J. & PEREIRA, H. (1996). Influence of Extractives and Particle Size on the FTIR Lignin Content Determination of *Eucalyptus* Woods. Enviado para International Symposium on wood and pulping chemistry, Brasil 1997.

SCHULTZ, T. & BURNS, D. (1990). Rapid secondary analysis of lignocellulose: comparison of near infrared (NIR) and Fourier transform infrared (FTIR). Tappi J. 73, 209-212.

SCHULTZ, T.; TEMPLETON, M. & MCGINNIS, G. (1985). Rapid determination of lignocellulose by diffuse reflectance Fourier transform infrared spectrometry. Anal. Chem. 57, 2867- 2869.

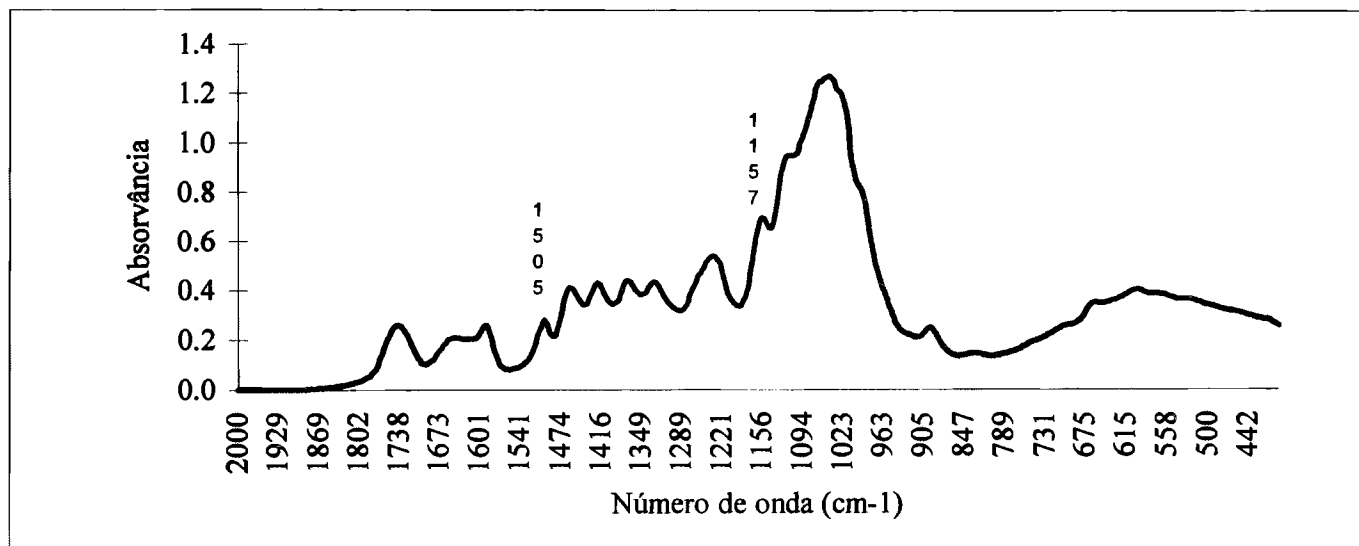


Figura 1. Espectro de FTIR entre 2000 cm^{-1} e os 400 cm^{-1} de madeira de *Eucalyptus globulus*. A determinação da lenhina FTIR recorre à medição das alturas dos picos 1505 cm^{-1} da lenhina e 1157 cm^{-1} dos polissacáridos.

Amostra	n	média	min.	max.	int. var.	desvio padrão
C1	12	29,41	27,85	30,64	2,79	0,82
C2	12	29,53	28,27	31,17	2,90	0,91
S	12	29,40	27,55	31,53	3,98	1,14

Tabela 1. Resumo da determinação do teor de lenhina FTIR de dois clones e da sementeira e respectiva análise de variância. C1 - clone1; C2 - clone2, S - sementeira. Não há diferenças significativas (p-value 0,94).