



UNIVERSIDADE ESTADUAL DA REGIÃO TOCANTINA DO MARANHÃO
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
CURSO DE ENGENHARIA FLORESTAL

AMANDA RIBEIRO DE MELO

**POTENCIAL DA ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO (NIR)
NA PREDIÇÃO DA DENSIDADE DO CARVÃO VEGETAL PRODUZIDO EM
DIFERENTES TEMPERATURAS FINAIS DE CARBONIZAÇÃO**

Imperatriz -MA
2024

AMANDA RIBEIRO DE MELO

**POTENCIAL DA ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO (NIR)
NA PREDIÇÃO DA DENSIDADE DO CARVÃO VEGETAL PRODUZIDO EM
DIFERENTES TEMPERATURAS FINAIS DE CARBONIZAÇÃO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Centro de Ciências Agrárias da Universidade Estadual da Região Tocantina do Maranhão – UEMASUL, como requisito para obtenção de título de Bacharel em Engenharia Florestal.

Orientador: Prof. Dr. Michael Douglas Roque Lima

Imperatriz -MA
2024

M528p

Melo, Amanda Ribeiro de

Potencial da Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR) na predição da densidade do carvão vegetal produzido em diferentes temperaturas finais de carbonização. / Amanda Ribeiro de Melo. – Imperatriz, MA, 2024.

40 f.

Trabalho de Conclusão de Curso (Curso de Engenharia Florestal) – Universidade Estadual da Região Tocantina do Maranhão – UEMASUL, Imperatriz, MA, 2024.

1.Materias residuais. 2.Carvão vegetal. 3. Temperatura de carbonização. 4. Imperatriz - MA. I. Título.

CDU 662.711/.712

Ficha elaborada pelo Bibliotecário: **Jennifer Rabelo Pires CRB13/987**


AMANDA RIBEIRO DE MELO

**POTENCIAL DA ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO PRÓXIMO (NIR)
NA PREDIÇÃO DA DENSIDADE DO CARVÃO VEGETAL PRODUZIDO EM
DIFERENTES TEMPERATURAS FINAIS DE CARBONIZAÇÃO**


Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Centro de Ciências Agrárias da Universidade Estadual da Região Tocantina do Maranhão – UEMASUL, como requisito para obtenção de título de Bacharel em Engenharia Florestal.

Aprovado em: 06/08/2024


BANCA EXAMINADORA

Documento assinado digitalmente
 **MICHAEL DOUGLAS ROQUE LIMA**
Data: 13/08/2024 19:56:04-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Michael Douglas Roque Lima
Prof. Doutor em Ciência e Tecnologia da Madeira - UEMASUL (Orientador)

Documento assinado digitalmente
 **JOABEL RAABE**
Data: 15/08/2024 08:49:30-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Joabel Raabe
Prof. Doutor em Ciências Florestais - UEMASUL (Membro 1)

Documento assinado digitalmente
 **PATRICIA FERREIRA CUNHA SOUSA**
Data: 14/08/2024 14:31:41-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Patrícia Ferreira Cunha Sousa
Prof.^a Doutora em Genética e Melhoramento de Plantas - UEMASUL (Membro 2)

AGRADECIMENTOS

Neste momento especial de conclusão do meu Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Florestal, quero expressar minha profunda gratidão a todos que tornaram esta jornada possível.

Primeiramente, agradeço a Deus, cuja orientação e bênçãos foram fundamentais em cada passo do caminho. Sua presença me deu força e inspiração nos momentos desafiadores.

Agradeço ao meu orientador, Michael Douglas, por sua orientação e apoio constante. Sua experiência foi essencial para o desenvolvimento deste trabalho.

Também quero agradecer de coração a todos os colegas e amigos que estiveram ao meu lado, oferecendo suporte e motivação, tornando essa trajetória mais leve e significativa. À minha família, especialmente à minha mãe, Raimunda, e à minha irmã, Danielle, meu amor e gratidão são imensos. Vocês foram minha âncora e meu maior apoio, sempre acreditando em mim e me encorajando nos momentos difíceis.

Além disso, meu sincero agradecimento à minha amiga Ana Beatriz. Desde o início da faculdade, caminhamos juntas, compartilhando desafios, conquistas e aprendizados. Sua amizade e apoio foram fundamentais em todos os momentos, tornando esta jornada acadêmica ainda mais valiosa e significativa.

Por fim, agradeço de coração a todos os professores e profissionais que contribuíram com seus ensinamentos, ajudando-me a crescer tanto academicamente quanto pessoalmente.

Este trabalho reflete não apenas meu esforço, mas também o apoio generoso e as influências positivas que recebi ao longo do curso. Sou profundamente grata a cada um de vocês por fazerem parte dessa conquista. Muito obrigada!

“Somos pressionados de todos os modos, mas não apertados sem poder nos mover; ficamos perplexos, mas não inteiramente sem saída; somos perseguidos, mas não abandonados; somos derrubados, mas não destruídos.”

(2 Coríntios 4:8,9)

RESUMO

O carvão vegetal é um recurso importante em diversos setores industriais, com o Brasil liderando a produção mundial. Amplamente utilizado na produção de ferro-gusa, o carvão vegetal é obtido por meio da carbonização da biomassa, um processo controlado que influencia diretamente suas propriedades físicas e químicas, sendo a densidade do carvão vegetal um dos parâmetros indispensáveis para sua qualidade. A Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR) tem se destacado como uma abordagem promissora para predição da densidade do carvão vegetal. O estudo visou ajustar modelos para predição da densidade relativa aparente do carvão vegetal com base nos espectros NIR. Para isso, foram utilizados resíduos madeireiros de seis espécies diferentes. As amostras de madeira foram carbonizadas em laboratório a quatro temperaturas finais diferentes (400, 500, 600 e 700 °C). As leituras espectrais dos carvões foram analisadas usando Análise de Componentes Principais (PCA) e Análise Discriminante por Mínimos Quadrados Parciais (PLS-DA) para verificar o potencial de predição de classes de densidade. A análise de dados espectrais da face radial oferece melhores resultados na classificação das densidades do carvão. A qualidade dos modelos variou conforme a temperatura final de carbonização, sublinhando a importância de um controle rigoroso desse parâmetro. Enquanto a PCA não foi eficaz para distinguir as diferentes classes de densidade do carvão, a PLS-DA demonstrou precisão na predição.

Palavras-chave: Madeiras residuais; Qualidade do Carvão; NIR; Temperatura de Carbonização

ABSTRACT

Charcoal is an important resource in various industrial sectors, with Brazil leading global production. Widely used in pig iron production, charcoal is obtained through the carbonization of biomass, a controlled process that directly influences its physical and chemical properties, with the density of charcoal being one of the essential parameters for its quality. Near-Infrared Spectroscopy (NIR) has emerged as a promising approach for predicting the density of charcoal. The study aimed to adjust models for predicting the apparent density of charcoal based on NIR spectra. To achieve this, wood residues from six different species were used. The wood samples were carbonized in the laboratory at four different final temperatures (400, 500, 600, and 700 °C). Spectral readings of the charcoals were analyzed using Principal Component Analysis (PCA) and Partial Least Squares Discriminant Analysis (PLS-DA) to assess the potential for predicting density classes. The spectral data analysis of the radial face provided better results in classifying charcoal densities. The quality of the models varied according to the final carbonization temperature, highlighting the importance of strict control of this parameter. While PCA was not effective in distinguishing between different density classes of charcoal, PLS-DA demonstrated accuracy in prediction.

Keywords: Wood residues; Charcoal quality; NIR; Carbonization temperature

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Forno de alvenaria.	16
Figura 2 – PCA de espécies exóticas e nativas em diferentes temperaturas.	19
Figura 3 – Esquema de aquisição das amostras.....	22
Figura 4 – Média dos espectros coletados na face radial (A) e transversal (B), respectivamente, de doze classes separadas de acordo com a classificação da densidade do carvão e a temperatura final de carbonização.....	25
Figura 5 – Identificação dos picos de absorção.....	26
Figura 6 – Escores da análise de componentes principais de dados espectrais não tratados (A, C, E e G) e tratados com 1° derivada (B, D, F e H), obtidos na face radial dos carvões de 3 classes de densidade em 4 temperaturas finais de carbonização.	27
Figura 7 – Escores da análise de componentes principais de dados espectrais não tratados (A, C, E e G) e tratados com 1° derivada (B, D, F e H), obtidos na face transversal dos carvões de 3 classes de densidade dos carvões em 4 temperaturas finais de carbonização.....	28

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1** – Espécies selecionadas para o estudo.....21
- Tabela 2** – Resumo dos acertos pelo método de validação cruzada na classificação dos carvões por meio da análise de PLS-DA considerando as faces de aquisição dos espectros e os pré-tratamentos matemáticos utilizados dos espectros de amostras carbonizadas em temperaturas variando de 400-700 °C e 400-500 °C.....30
- Tabela 3** – Matriz de confusão com a classificação das amostras de carvões vegetais produzidos em laboratório por meio da análise de PLS-DA usando validação cruzada e conjunto de teste de dados espectrais da face radial não tratados matematicamente, obtidos na faixa de temperatura 400 – 500 °C.....31
- Tabela 4** – Resumo dos acertos pelo método de validação cruzada na classificação dos carvões vegetais produzidos na temperatura final de 400°, 500°, 600 e 700°C, respectivamente, por meio da análise de PLS-DA considerando as faces de aquisição dos espectros e os pré-tratamentos matemáticos utilizados.....32
- Tabela 5** – Matriz de confusão com a classificação das amostras de carvões vegetais produzidos em laboratório por meio da análise de PLS-DA usando validação cruzada e conjunto de teste de dados espectrais não tratados da face radial, obtidos na temperatura 500 °C.....34

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	14
2.1 Objetivo geral.....	14
2.2 Objetivos específicos.....	14
3 REVISÃO DE LITERATURA.....	15
3.1 Produção de carvão vegetal.....	15
3.2 Impacto da caracterização do carvão vegetal na qualidade dos produtos e na sustentabilidade da produção	17
3.3 NIR: fundamentos, funcionamento e vantagens	18
3.4 Aplicação de NIR na análise do carvão vegetal.....	19
4 MATERIAL E MÉTODOS	21
4.1 Origem dos resíduos madeireiros.....	21
4.2 Amostragem e identificação botânica dos resíduos	21
4.3 Carbonização em escala de laboratório.....	22
4.4 Densidade relativa aparente do carvão vegetal	23
4.5 Aquisição de espectros no NIR	23
4.6 Estatística multivariada	23
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	25
5.1 Espectros do carvão na região do infravermelho próximo.....	25
5.2 Análise de componentes principais	26
5.3 Validação cruzada de modelos de classificação de densidades do carvão.....	29
6 CONCLUSÃO	35
REFERÊNCIAS.....	36

1 INTRODUÇÃO

O carvão vegetal é um material carbonáceo de grande importância para diversos setores industriais, especialmente o siderúrgico. O Brasil lidera o ranking mundial de produtores de carvão vegetal, alcançando a marca de 7,0 milhões de toneladas produzidas em 2022, com quase toda a produção destinada ao mercado interno (IBÁ, 2023). No Brasil, as florestas plantadas e os resíduos da indústria florestal substituíram as florestas nativas como principais fontes de madeira para a produção de carvão vegetal (Silva *et al.*, 2020), devido às crescentes exigências ambientais e preocupações com a sustentabilidade.

Amplamente utilizado tanto para uso doméstico quanto como combustível na siderurgia, o carvão vegetal desempenha um papel indispensável na produção de ferro-gusa. Em 2022, o setor de siderurgia e aço produziu 7,8 milhões de toneladas de ferro-gusa utilizando carvão vegetal como matéria-prima (SINDIFER, 2023). A produção de carvão vegetal se dá por meio da carbonização da biomassa, um processo de decomposição térmica que ocorre em condições controladas de temperatura e oxigênio limitado (Fortaleza *et al.*, 2019). A qualidade do carvão vegetal é frequentemente avaliada por suas propriedades físicas e químicas, sendo a densidade um dos parâmetros mais relevantes. A densidade do carvão vegetal influencia diretamente sua eficiência energética, capacidade de armazenamento e transporte, bem como a emissão de poluentes durante a combustão (Loureiro *et al.*, 2021).

Os métodos tradicionais de determinação da densidade do carvão vegetal, como o método de imersão em líquidos e a picnometria (Araújo *et al.*, 2018), embora precisos, são geralmente demorados e destrutivos, o que limita sua aplicação em processos de controle de qualidade em larga escala. Nesse contexto, surge a necessidade de técnicas alternativas que possam oferecer análises rápidas, não destrutivas e igualmente precisas. A Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR) tem se destacado como uma dessas alternativas promissoras (Lima *et al.*, 2022).

A técnica de NIR baseia-se na interação da radiação infravermelha próxima com a matéria, resultando em espectros que podem ser analisados para obter informações sobre a composição química e propriedades físicas do material (Tibola *et al.*, 2018). A NIR tem sido amplamente utilizada na agricultura, na indústria alimentícia e farmacêutica para a análise rápida de diferentes propriedades dos produtos, demonstrando sua versatilidade e eficiência (Rech e Werner, 2024). Estudos têm explorado a aplicação da NIR na análise de materiais lignocelulósicos, como o carvão vegetal, com resultados promissores na predição de propriedades como umidade, teor de carbono fixo e composição química (Silva *et al.*, 2014; Nascimento *et al.*, 2017; Lima *et al.*, 2022).

A escolha deste tema se justifica pela necessidade de métodos mais eficientes para a análise da qualidade do carvão vegetal, visando otimizar processos industriais e promover a sustentabilidade em sua produção e uso. Assim, este trabalho busca não apenas contribuir para o avanço do conhecimento científico na área de análise de materiais lignocelulósicos, mas também oferecer implicações práticas significativas para a indústria do carvão vegetal, possibilitando melhorias nos processos de produção e controle de qualidade.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Investigar o potencial de uso da Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR) na predição da densidade do carvão vegetal produzido em diferentes temperaturas finais de carbonização.

2.2 Objetivos específicos

- Desenvolver modelos de predição de determinação da densidade do carvão vegetal com base nos espectros de NIR obtidos.
- Avaliar a influência de diferentes temperaturas de carbonização da madeira na precisão da estimativa de densidade relativa aparente dos carvões utilizando espectros de NIR.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Produção de carvão vegetal

O uso de florestas plantadas de eucalipto para a produção de carvão vegetal apresenta várias vantagens devido às características conhecidas desta matéria-prima, o que facilita a gestão das florestas e a obtenção de madeira de qualidade consistente (Loureiro *et al.*, 2021). No entanto, apesar do crescimento do uso de madeira de reflorestamento na produção de carvão no Brasil, uma parcela considerável ainda provém de florestas nativas, em parte devido à escassa vigilância sobre o desmatamento (Carvalho *et al.*, 2017). Além disso, é importante destacar que a utilização de resíduos madeireiros provenientes do manejo florestal sustentável ainda representa uma pequena parcela da produção de carvão vegetal.

Por outro lado, o manejo florestal sustentável é indispensável para a utilização racional dos recursos naturais, especialmente na Amazônia. Regulamentado pelo Código Florestal Brasileiro (Lei Federal nº 12.727/2012), esse tipo de manejo visa garantir a sustentabilidade e a resiliência das florestas (BRASIL, 2012). De acordo com a legislação, é permitido a colheita de até 30 m³ de árvores por hectare, com diâmetro à altura do peito (DAP) igual ou superior a 50 cm, a cada ciclo de corte, que varia entre 25 e 35 anos.

Nesse contexto, a utilização de resíduos madeireiros provenientes do manejo florestal sustentável para a produção de carvão vegetal se destaca como uma prática que maximiza o aproveitamento dos recursos florestais e reduz o desperdício. Isso é particularmente relevante, pois a atividade florestal na Amazônia gera grandes quantidades de resíduos (Silva *et al.*, 2020). Por exemplo, estima-se que para cada 1 tonelada de madeira extraída sob regime de Exploração de Impacto Reduzido, sejam geradas 2,13 toneladas de resíduos (sapopemas, restos de troncos e galhos) (Numazawa *et al.*, 2017).

De acordo com um estudo recente, foram retiradas 8.775,92 toneladas de resíduos nos meses de novembro e dezembro de 2022 em uma unidade de produção anual (UPA) para a produção de carvão vegetal na Amazônia (Santos *et al.*, 2024). Esse mesmo estudo simulou que essa quantidade de resíduo resultaria em aproximadamente 1.763,96 toneladas de carvão vegetal, considerando o rendimento gravimétrico atual de 20,1 % disponibilizado por Lima *et al.* (2023).

Além disso, a produção de carvão vegetal a partir de resíduos do manejo florestal contribui para a redução da pressão sobre as florestas nativas e promove a conservação da biodiversidade. Contudo, a tecnologia empregada na produção de carvão vegetal ainda é considerada obsoleta, geralmente utilizando fornos de alvenaria que não permitem o controle

adequado dos parâmetros do processo (Silva *et al.*, 2020) (Figura 1). Esse fator aumenta a dificuldade de alcançar uma qualidade homogênea nos produtos (Oliveira *et al.*, 2019).

Figura 1 – Forno de alvenaria.



Fonte: Do Autor (2024).

Ademais, o conhecimento da qualidade da madeira é indispensável para produzir carvão vegetal de alta qualidade e rendimento. A densidade da madeira, por exemplo, é um dos principais fatores para prever a densidade do carvão para fins energéticos. Além disso, a temperatura final exerce uma significativa influência na qualidade do carvão vegetal. Espécies com maior densidade tendem a ter maior densidade energética e, conseqüentemente, maior rendimento energético, produzindo carvão mais denso e melhorando sua produtividade (Silva *et al.*, 2018). Dessa forma, a variabilidade na densidade pode ser uma das grandes responsáveis pela não homogeneidade do carvão vegetal (Silva *et al.*, 2020).

Neste cenário, a homogeneidade da matéria-prima para carbonização é um requisito para um controle mais eficaz do processo e um ciclo de produção mais curto. Nesse sentido, o controle da temperatura final de carbonização pode influenciar diretamente na qualidade do carvão produzido. A questão está associada à capacidade de técnicas não destrutivas, como a Espectroscopia de Infravermelho Próximo, também conhecida como NIR (*Near-Infrared Spectroscopy*), na predição da densidade do biorredutor produzido em diferentes temperaturas.

3.2 Impacto da caracterização do carvão vegetal na qualidade dos produtos e na sustentabilidade da produção

A caracterização detalhada do carvão vegetal desempenha um papel importante na melhoria da qualidade dos produtos e na promoção da sustentabilidade da produção. Em primeiro lugar, conhecer as propriedades físico-químicas do carvão vegetal, como, densidade, carbono fixo, cinzas, voláteis e outras influencia diretamente sua performance e valor agregado (Froehlich e Moura, 2014).

Além disso, a qualidade do carvão vegetal é essencial para diversos processos industriais, desde a metalurgia até a produção de energia. Uma caracterização precisa possibilita o ajuste das condições de produção, o que, por sua vez, otimiza o rendimento e a eficiência do carvão. Por exemplo, um conhecimento detalhado da composição do carvão permite uma melhor calibração dos fornos, resultando em uma combustão mais eficiente e na minimização de poluentes. Assim também, a identificação de variáveis como o conteúdo de cinzas e a densidade energética do carvão pode ajudar a maximizar o poder calorífico e reduzir o desperdício durante o uso industrial (Botrel *et al.*, 2007).

Adicionalmente, a caracterização do carvão vegetal contribui significativamente para a adoção de práticas mais sustentáveis na produção. A utilização de técnicas analíticas avançadas permite um manejo mais eficiente dos recursos florestais, facilitando uma melhor gestão dos resíduos e subprodutos (Numazawa *et al.*, 2017). O aproveitamento de resíduos madeireiros provenientes do manejo florestal sustentável pode ser otimizado quando se conhece a composição e o rendimento do carvão produzido a partir desses resíduos. Assim, essa abordagem não só reduz a pressão sobre as florestas nativas, mas também promove uma utilização mais responsável dos recursos naturais (Silva *et al.*, 2020).

Da mesma forma, a análise detalhada facilita a implementação de práticas de produção que minimizam o impacto ambiental. Compreender a fundo as propriedades do carvão vegetal auxilia no desenvolvimento de processos produtivos que diminuem a emissão de gases e a pegada de carbono associada à sua produção (Froehlich e Moura, 2014). Em síntese, a integração de técnicas avançadas de caracterização pode levar a uma produção mais eficiente, alinhando a qualidade do produto com as necessidades industriais e os objetivos de sustentabilidade.

3.3 NIR: fundamentos, funcionamento e vantagens

A Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR) é uma técnica analítica avançada que utiliza a interação da radiação do infravermelho próximo com a matéria para identificar e quantificar compostos químicos em diversas amostras. Notavelmente, destaca-se por sua capacidade de realizar análises rápidas e não destrutivas (Morgano *et al.*, 2008)

Quando a radiação de NIR incide sobre uma amostra, ela é absorvida por ligações químicas contendo átomos de hidrogênio, como C-H, O-H e N-H (Muñiz *et al.*, 2013). Essas ligações vibram em resposta à absorção da energia, e essas vibrações correspondem a diferentes comprimentos de onda da radiação NIR. O espectro obtido, que é um gráfico da absorção de energia em função do comprimento de onda, revela a composição molecular da amostra. Nesse contexto, picos específicos no espectro podem indicar a presença de compostos específicos (Santos *et al.*, 2021).

Além disso, uma das principais vantagens da NIR é sua capacidade de penetrar amostras volumosas ou opacas, como madeira ou carvão, sem ser afetada significativamente por superfícies ou camadas superficiais. Dessa forma, a técnica é ideal para a indústria de produção de carvão vegetal, onde a uniformidade e a qualidade interna do material são essenciais (Muñiz *et al.*, 2013). Outro aspecto importante é a rapidez da análise. Diferentemente de técnicas tradicionais que podem exigir preparação e destruição da amostra, a NIR proporciona resultados em poucos segundos. Por conseguinte, a técnica é não destrutiva, permitindo a análise contínua e em tempo real dos materiais durante processos industriais.

Além do mais, a NIR oferece a vantagem de fornecer informações detalhadas sobre várias propriedades da amostra em uma única medição. Por exemplo, é possível determinar o teor de umidade, a composição química e a densidade de uma amostra de carvão vegetal, o que reduz a necessidade de múltiplos testes e otimiza o uso de tempo e recursos (Ramalho *et al.*, 2018).

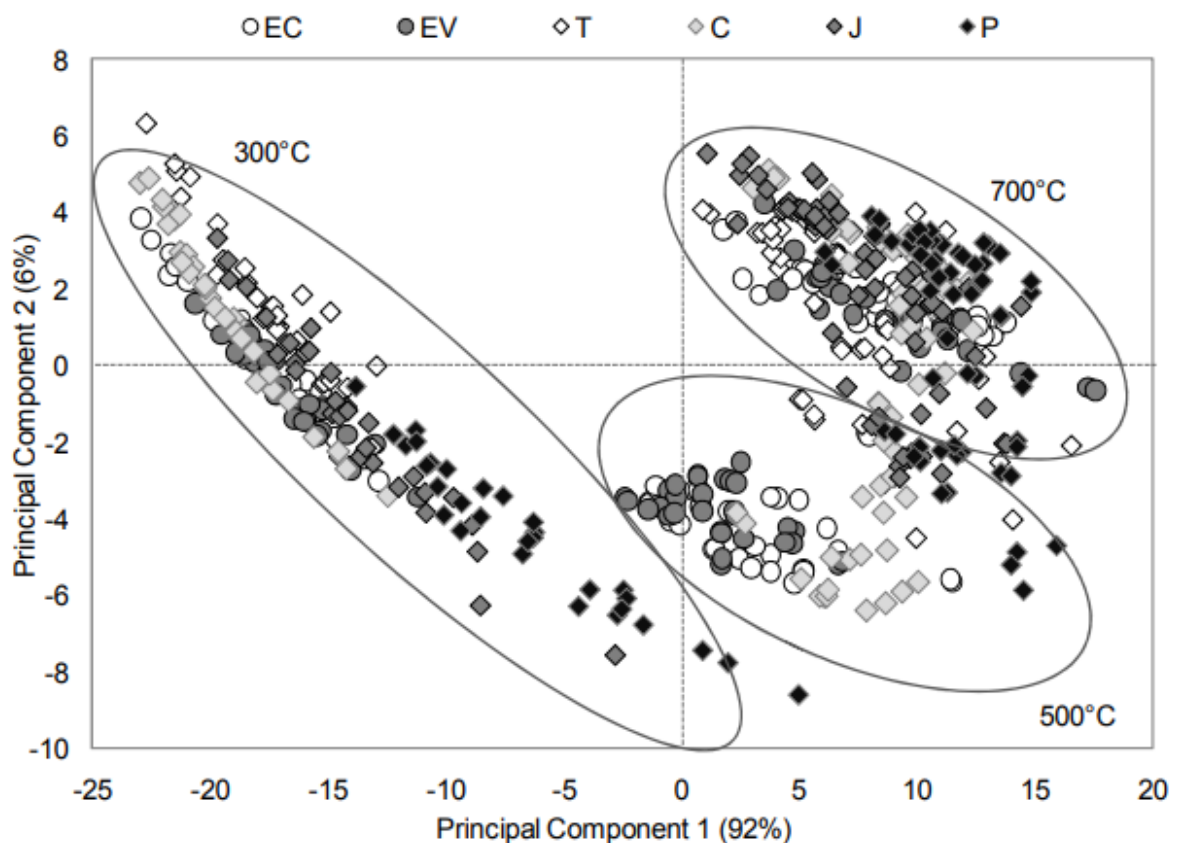
Entretanto, a NIR também possui algumas limitações. A interpretação dos espectros pode ser complexa e requer o uso de modelos matemáticos avançados e calibração cuidadosa para obter informações precisas. Além disso, a técnica pode ser menos sensível a componentes em baixas concentrações, o que pode limitar sua aplicação em alguns casos. Contudo, com o avanço dos algoritmos de análise e a combinação da NIR com outras técnicas, essas limitações estão sendo progressivamente superadas Costa *et al.*, (2019).

3.4 Aplicação de NIR na análise do carvão vegetal

As técnicas tradicionais de análise, embora precisas, são frequentemente demoradas e/ou destrutivas, o que limita sua aplicação em larga escala na produção de carvão vegetal. Diante dessas limitações, a busca por técnicas mais eficientes e modernas torna-se imperativa para otimizar os processos de produção e controle de qualidade.

Nesse contexto, Ramalho *et al.* (2017) empregaram NIR juntamente com a análise de componentes principais (PCA) para diferenciar carvões provenientes de espécies nativas (*Cedrela* sp., *Aspidosperma* sp., *Jacaranda* sp. e *Apuleia* sp.) e exóticas (clones de *Eucalyptus* sp.) produzidos em três temperaturas finais distintas (300 °C, 500 °C e 700 °C). Eles demonstraram que a combinação de NIR com análises estatísticas pode identificar a temperatura de produção do carvão vegetal, o que evidencia o potencial e a sensibilidade dessa técnica para classificar biorredutor siderúrgico (Figura 2).

Figura 2 – PCA de espécies exóticas e nativas em diferentes temperaturas.



Fonte: Ramalho *et al.* (2017).

Também Costa *et al.* (2018) realizaram uma estimativa do rendimento em carvão vegetal e da temperatura final de carbonização de *Eucalyptus*, utilizando a técnica PSL-R em conjunto com dados espectrais. No entanto, observaram que as correlações entre os valores

reais e previstos da densidade relativa aparente do carvão foram fracas, o que impossibilitou o desenvolvimento de um modelo de predição para essa propriedade. Portanto, a razão pela qual a tecnologia NIR não conseguiu prever a densidade desses materiais carbonáceos ainda não está clara. A literatura carece de informações que expliquem o comportamento dos modelos na predição da densidade relativa aparente de carvões de madeiras residuais em diferentes temperaturas finais de carbonização.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Origem dos resíduos madeireiros

Os resíduos de madeira foram obtidos do pátio de armazenamento da unidade de produção de carvão vegetal da Fazenda Rio Capim (UPC Rio Capim), localizada em Paragominas, no Estado do Pará. Esta planta, é pertencente ao grupo Keilla e opera sob uma licença emitida pela Secretaria do Estado de Meio Ambiente e Sustentabilidade do Pará (SEMAS – PA).

4.2 Amostragem e identificação botânica dos resíduos

Para o presente estudo, foram selecionadas 6 espécies tropicais distintas com base no estudo de Lima *et al.* (2020), de forma que o estudo abrangesse espécies de baixa ($0,300-0,500 \text{ g cm}^{-3}$), média ($0,500 - 0,750 \text{ g cm}^{-3}$) e alta densidade ($0,750 - 1,000 \text{ g cm}^{-3}$), considerando a classificação de Csanády *et al.* (2015). As espécies selecionadas estão discriminadas na Tabela 1.

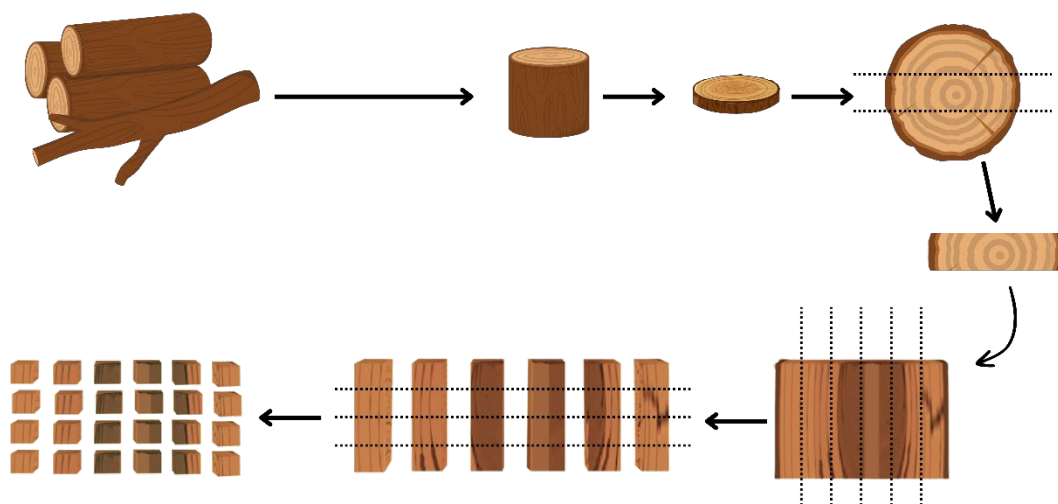
Tabela 1 - Espécies selecionadas para o estudo.

Nome científico	Família	Nome vulgar	DB (g/cm^3)*
<i>Dinizia excelsa</i> Ducke	Fabaceae	Angelim-vermelho	$0,927 \pm 0,010$
<i>Caryocar</i> sp.	Caryocaraceae	Pequiarana	$0,701 \pm 0,015$
<i>Pseudopiptadenia suaveolens</i> (Miq.) J.W.Grimes	Fabaceae	Timborana	$0,790 \pm 0,006$
<i>Tapirira guianensis</i> Aubl.	Anacardiaceae	Tapiririca	$0,397 \pm 0,016$
<i>Simaba guianensis</i> (Aubl.) Engl.	Simaroubaceae	Marupá amarelo	$0,354 \pm 0,029$
<i>Brosimum gaudichaudii</i> Trécul	Moraceae	Inharé	$0,599 \pm 0,029$

DB = Densidade básica. *Fonte: Lima *et al.* (2022).

No pátio de estocagem, as espécies foram identificadas e sinalizadas nas pilhas de resíduos com auxílio de um identificador botânico. Posteriormente, essas peças de resíduos foram retiradas por uma carregadeira (Volvo L90 F) e seccionadas por um motosserrista em 6 toretes de madeira por espécie de 60 cm de comprimento. De cada torete foi retirado um disco de madeira com espessura de 20 cm que foram utilizados para carbonizações em laboratório e leituras espectrais (Figura 3).

Figura 3 – Esquema de aquisição das amostras.



Fonte: Do Autor (2024).

Com os discos de 20 cm de espessura, foram produzidos 72 corpos de prova (4 x 4 x 3 cm) por espécie (Lima *et al.*, 2022). A metodologia delineada para a amostragem da madeira no tореte busca isolar as variações intraespecíficas sobre as propriedades do carvão vegetal produzido em laboratório. Isso assegura que apenas o efeito do modelo de carbonização seja observado e avaliado de maneira precisa.

4.3 Carbonização em escala de laboratório

As carbonizações em laboratório foram conduzidas utilizando um forno elétrico tipo mufla (modelo Q318S25T, marca Quimis). Este equipamento inclui uma cápsula de carbonização conectada a um condensador refrigerado a água, o qual estava acoplado a um frasco coletor de gases condensáveis.

A carbonização em laboratório foi conduzida com 72 corpos de prova de madeira por espécie. Para cada temperatura final de carbonização (400, 500, 600 e 700 °C), foram utilizadas 18 amostras por espécie, reproduzindo assim a variação de temperatura encontrada em condições reais em um forno de alvenaria. Previamente às carbonizações, os corpos de prova passaram por um processo de secagem em estufa com circulação forçada de ar (105 ± 2 °C por 24 h). As carbonizações ocorreram considerando a temperatura inicial de 100 °C, taxa de aquecimento de 1,67 °C e um tempo de residência na temperatura final de 60 minutos, conforme metodologia adaptada de Trugilho *et al.* (1991).

4.4 Densidade relativa aparente do carvão vegetal

A densidade relativa aparente (DRA) do carvão vegetal foi determinada conforme adaptação da norma NBR 11941 (ABNT 2003), envolvendo método hidrostático para determinar o volume da amostra. As adaptações incluem o tempo de imersão da amostra de carvão (30 minutos) e o período de secagem em estufa com circulação de ar ($105 \pm 2^\circ\text{C}$ por 2h).

4.5 Aquisição de espectros no NIR

As leituras espectrais foram conduzidas nas amostras de carvão vegetal produzido em escala laboratorial, totalizando 432 amostras. As leituras foram realizadas no modo reflectância difusa em um equipamento Bruker (modelo MPA, Optik GmbH, Ettlingen, Germany), um espectrômetro baseado em transformada de Fourier equipado com uma esfera de integração e uma fibra ótica. Os dados espectrais foram obtidos por meio do programa OPUS versão 7.5. Para a aquisição dos espectros, foi considerado a faixa de radiação de 3.500 cm^{-1} - 12.500 cm^{-1} , com resolução de 8 cm^{-1} , por meio da esfera de integração. Porém, exclusivamente o intervalo entre 4.000 cm^{-1} e 9.000 cm^{-1} foi considerado, devido ao ruído e falta de informações relevantes na faixa removida (Santos *et al.*, 2021). As curvas espectrais médias de cada classe de DRA foram analisadas para observar as mudanças em função das temperaturas.

Os espectros foram obtidos diretamente das faces transversais e radiais de cada corpo de carvão vegetal produzido em laboratório.

4.6 Estatística multivariada

A análise de componentes principais (PCA, do inglês *principal component analysis*) e análise discriminante por mínimos quadrados parciais (PLS-DA, do inglês *partial least squares discriminant analysis*) foram realizadas no software livre Chemoface versão 1.66 (Nunes *et al.*, 2012). A PCA foi realizada com o objetivo de explorar previamente a dependência de dados e verificar a similaridade espectral dos dados obtidos. Os modelos foram validados pelos métodos de validação cruzada (*leave one out*). O número de variáveis latentes foi determinado com base no menor erro quadrático médio da predição (RMSEP) e no maior coeficiente de determinação da validação (R^2_{cv}).

A análise discriminante PLS-DA foi empregada no desenvolvimento de modelos para classificação dos carvões quanto as classes de densidade relativa aparente (DRA) do carvão propostas por Lima *et al.* (2022) – classe 1 ($0,250 \leq \text{DRA} < 0,400\text{ g/cm}^3$), classe 2 ($0,400 \leq$

DRA < 0,550 g/cm³) e classe 3 (DRA ≥ 0,550 g/cm³). Este método, baseado na abordagem de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS-R), correlaciona dois blocos de variáveis: X (variáveis independentes) e Y (variáveis dependentes). As variáveis independentes (X) foram representadas pela matriz de espectros do NIR, enquanto as variáveis dependentes (Y) foram as classes de densidade relativa aparente. Os modelos foram ajustados utilizando dados espectrais sem tratamento matemático e tratados com tratamento matemático e estatístico para discriminar e otimizar a análise desses resultados, sendo eles 1^a e 2^a derivada (Moura *et al.*, 2011). Os valores discrepantes (*outliers*) foram detectados por meio da análise gráfica dos resíduos.

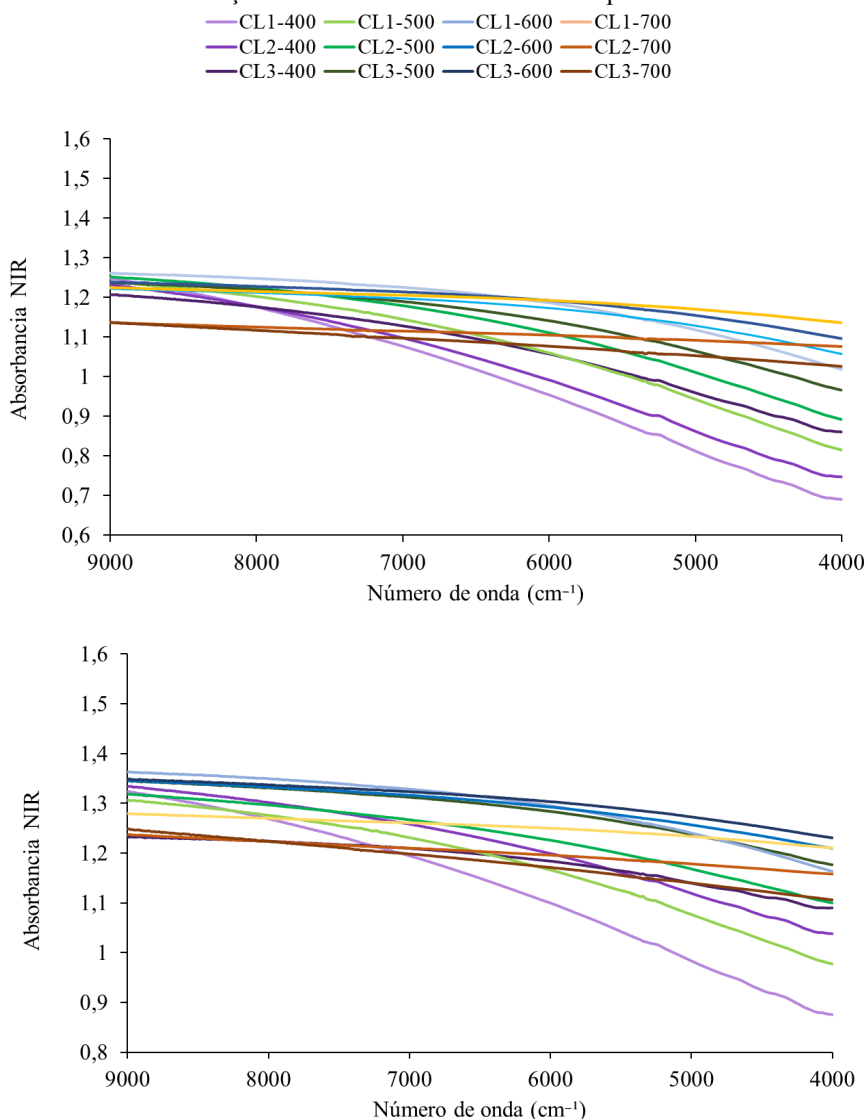
Os modelos PLS-DA foram calibrados e validados usando método de validação cruzada. Ao final, uma matriz de confusão foi elaborada, onde foram discriminadas as porcentagens de erros e acertos após testar o modelo gerado pela análise PLS-DA. Modelos globais, considerando dados obtidos na faixa de temperatura de 400 a 700 °C foram ajustados, visando simular a faixa de temperatura de carbonização dos fornos de alvenaria na Amazônia Brasileira. Posteriormente, modelos globais considerando a faixa de temperatura de 400 a 500 °C foram ajustados objetivando melhorar as estatísticas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Espectros do carvão na região do infravermelho próximo

Para mostrar as mudanças causadas na densidade do carvão no processo de degradação térmica em diferentes temperaturas finais de carbonização, considerou-se análise das médias dos espectros de NIR mensurados de 4000 a 9000 cm^{-1} em carvões advindos de madeiras residuais nas faces radial e transversal, respectivamente. A classificação foi feita de forma a separar as espécies em 3 classes, com base nas 3 classes de DRA analisadas nesses estudo, representadas como CL1, CL2 e CL3. Também foram analisadas amostras nas temperaturas finais de carbonização dos carvões (400, 500, 600 e 700 $^{\circ}\text{C}$), totalizando 12 curvas (Figura 4).

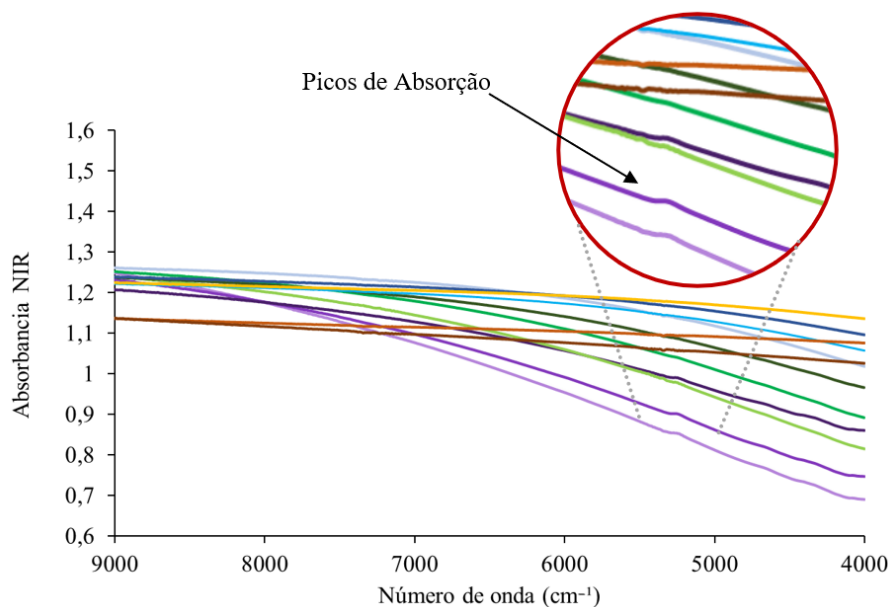
Figura 4 – Média dos espectros coletados na face radial (A) e transversal (B), respectivamente, de doze classes separadas de acordo com a classificação da densidade do carvão e a temperatura final de carbonização.



Fonte: Do Autor (2024).

As curvas na faixa de temperatura de 400-500 °C revelam picos de absorção notáveis entre os espectros de 5000-6000 cm^{-1} (Figura 5).

Figura 5 – Identificação dos picos de absorção.



Fonte: Do Autor (2024).

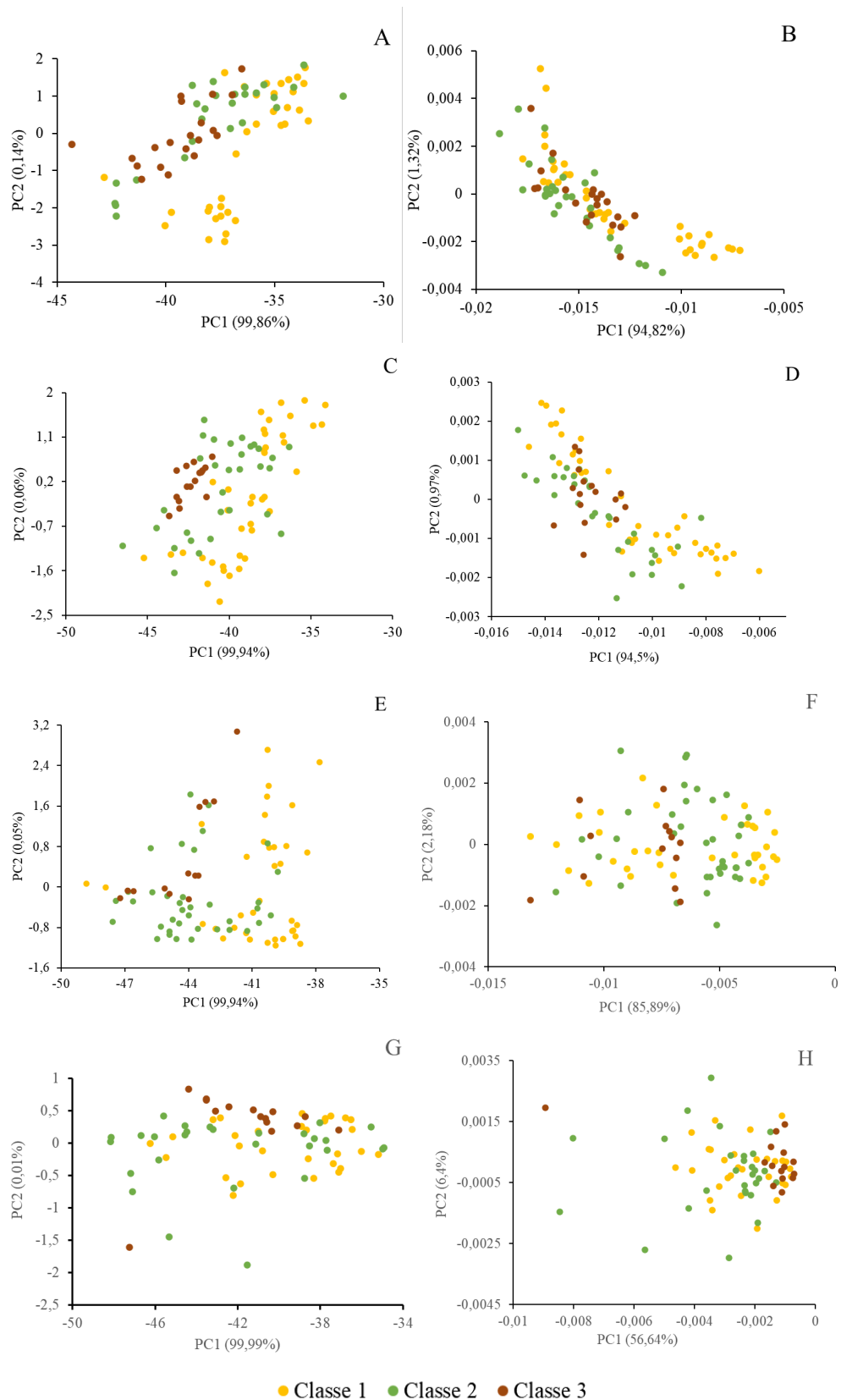
Este padrão é indicativo da degradação dos polímeros presentes no material de origem, como a lignina, celulose e hemiceluloses, durante o processo de carbonização (Muñiz *et al.*, 2013). Esses picos de absorção podem ser atribuídos às mudanças estruturais e químicas que ocorrem à medida que esses componentes orgânicos são decompostos e transformados em estruturas carbonizadas.

Embora as densidades sejam diferentes, a análise visual baseada nas médias das assinaturas espectrais não permite uma descrição clara (Ramalho *et al.*, 2018). Assim, foi realizada uma análise de componentes principais nos dados espectrais para aprimorar a distinção entre as classes de densidade. Essa abordagem estatística permite avaliar o conjunto de dados, revelando uma maior similaridade em diversos comprimentos de onda do espectro (Nascimento *et al.*, 2017).

5.2 Análise de componentes principais

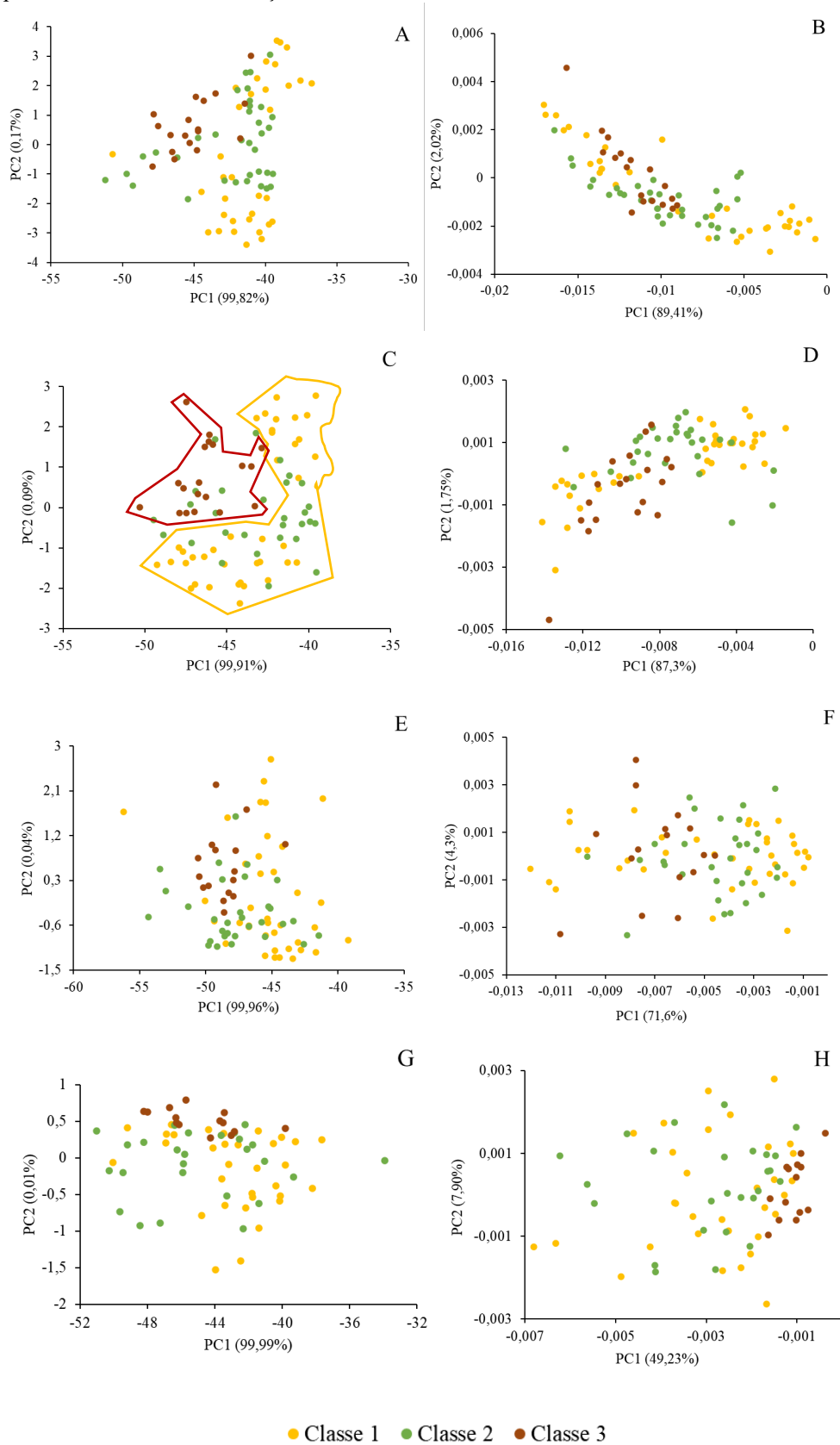
Os escores da Análise de Componentes Principais evidenciam a variabilidade espectral de diferentes faces das amostras de carvões, com dados não tratados e tratados matematicamente com a 1ª derivada (1d). As análises foram realizadas separando três classes de densidade dos carvões, considerando quatro temperaturas finais de carbonização (400, 500, 600 e 700 °C), sendo representadas nas Figuras 6 (radial) e 7 (transversal).

Figura 6 – Escores da análise de componentes principais de dados espectrais não tratados (A, C, E e G) e tratados com 1° derivada (B, D, F e H), obtidos na face radial dos carvões de 3 classes de densidade em 4 temperaturas finais de carbonização.



Fonte: Do Autor (2024).

Figura 7 – Escores da análise de componentes principais de dados espectrais não tratados (A, C, E e G) e tratados com 1° derivada (B, D, F e H), obtidos na face transversal dos carvões de 3 classes de densidade dos carvões em 4 temperaturas finais de carbonização.



Fonte: Do Autor (2024).

Em relação à face radial, para os dados não tratados a 500 °C a análise revelou que duas componentes principais foram suficientes para explicar 100 % da variabilidade, com a PC1 explicando 99,94 % e a PC2 apenas 0,06 % (Figura 4C). No geral, os índices das análises sem tratamentos matemáticos tiveram maior porcentagem de explicação da variabilidade com duas componentes do que as tratadas matematicamente com 1d, em todas as temperaturas e ambas as faces.

A análise da Figura 4C revela uma distinção entre as classes 1 e 3 dos carvões estudados, havendo uma sobreposição notável apenas com a classe 2. Um detalhe importante a ser observado é a maior homogeneidade observada na classe 3, refletida na concentração mais densa de pontos em ambas as superfícies de avaliação.

A análise de componentes principais, considerando os dados não tratados e tratados com 1d, se mostrou pouco eficaz para distinguir as classes de densidade dos carvões. Isso ficou evidente devido à sobreposição dos pontos entre as diferentes classes de densidade, possivelmente devido à estrutura homogênea do carvão vegetal, que se assemelha ao grafite, como demonstra o estudo de Couto *et al.*, (2015). Estes autores ressaltam que o aumento da temperatura também causa um rearranjo estrutural significativo nos componentes do carvão vegetal, reestruturando as cadeias de carbono. Assim como demonstrado nas análises PCA desse estudo, à medida que a temperatura aumentou, a segregação entre as classes tornou-se ainda mais difícil.

Costa *et al.*, (2019) reportam que a análise PCA dos espectros não foi capaz de distinguir grupos e que associar NIR e PLS-DA é uma solução promissora para classificar amostras de carvão. No estudo a técnica PLS-DA foi eficiente na classificação de carvões quanto aos teores de carbono fixo. Assim, será apresentado adiante o potencial dessa técnica na classificação dos carvões nas classes de densidade relativa aparente do carvão.

5.3 Validação cruzada de modelos de classificação de densidades do carvão

Em relação aos modelos globais calibrados pela técnica PLS-DA considerando a faixa de temperatura de 400 a 700 °C, o valor mais alto de acertos foi de 46,48 % (Tabela 2), referente a análise na face radial, com tratamento de 1d. Também foi ajustado modelo global PLS-DA com matriz de dados espectrais entre as temperaturas de 400 a 500 °C, o que resultou em acertos de 69,74 %, referente a análise na face radial, sem tratamento matemático.

Tabela 2 - Resumo dos acertos pelo método de validação cruzada na classificação dos carvões por meio da análise de PLS-DA considerando as faces de aquisição dos espectros e os pré-tratamentos matemáticos utilizados dos espectros de amostras carbonizadas em temperaturas variando de 400 a 700 °C e 400 a 500 °C.

400 – 700 °C												
Classes	Radial (10VL)						Transversal (10VL)					
	ST		1d		2d		ST		1d		2d	
	n	%	n	%	n	%	n	%	n	%	n	%
1	89	61,81	88	61,11	73	50,69	83	58,45	81	57,04	54	38,03
2	62	50,00	65	52,42	50	40,32	65	53,72	47	38,84	41	33,88
3	16	25,00	16	25,00	13	20,31	14	20,90	12	17,91	12	17,91
Média	-	45,60	-	46,18	-	37,11	-	44,36	-	37,93	-	29,94

400 – 500 °C												
Classes	Radial (10VL)						Transversal (10VL)					
	ST		1d		2d		ST		1d		2d	
	n	%	n	%	n	%	n	%	n	%	n	%
1	63	81,82	61	79,22	51	66,23	60	83,33	56	77,78	39	54,17
2	26	44,07	33	55,93	31	52,54	30	46,88	23	35,94	24	37,50
3	30	83,33	23	63,89	10	27,78	11	29,73	10	27,03	5	13,51
Média	-	69,74	-	66,35	-	48,85	-	53,31	-	46,91	-	35,06

VL = Variável latente, ST = Sem tratamento, 1d = 1° Derivada (15x2x1) e 2d = 2° Derivada (15x2x2).

Fonte: Do Autor (2024).

Os níveis baixos de acertos verificados no modelo global (400 – 700 °C) indica uma precisão moderada na classificação das amostras nessa faixa de temperatura, com o tratamento de 1d mostrando-se ligeiramente mais eficaz do que os outros tratamentos aplicados. Esse resultado demonstra a necessidade urgente de aprimorar o controle dos fornos de alvenaria, com o objetivo de elevar a qualidade do carvão vegetal produzido. Além disso, implica em maior heterogeneidade da carbonização, o que, por sua vez, afeta negativamente a qualidade do ferro gusa utilizado na indústria siderúrgica. Em suma, ampla faixa de temperatura final de carbonização empregada no processo de conversão de resíduos dificulta o controle e reduz qualidade do biorredutor e ferro gusa.

Lima *et al.* (2022) investigaram os efeitos da temperatura de carbonização na produção de carvão vegetal a partir de resíduos de madeira da Amazônia. Os resultados obtidos demonstraram que a elevação da temperatura de carbonização de 400 °C para 700 °C reduziu significativamente o rendimento gravimétrico. Os autores recomendam que a carbonização em fornos de alvenaria para resíduos lenhosos ocorra a temperaturas de 400°-500 °C, pois isso otimiza o rendimento e melhora a qualidade do carvão produzido, especialmente em relação a densidade.

Em acordo com Lima *et al.* (2022), os resultados encontrados nesse estudo revelam a necessidade de maior controle de temperatura no processo de carbonização, uma vez que o modelo global ajustado com dados espectrais de carvões produzidos na faixa de 400 e 500 °C tenha demonstrado melhor performance do modelo de predição. Em suma, essa faixa garante

melhores índices de produtividade e rendimento de carbonização, bem como melhores modelos PLS-DA para predição das classes de densidade do carvão.

Costa *et al.*, (2018) utilizaram a quimiometria (modelos PLS-R e PLS-DA) para estabelecer modelos multivariados para estimar o rendimento gravimétrico de carbonização, a densidade relativa aparente e a temperatura final de carbonização (400, 500, 600 e 700 °C) do carvão vegetal de eucalipto por meio de dados de espectroscopia NIR. Os autores reportaram precisão acima de 97 % para estimativa das temperaturas finais de carbonização por meio de modelos PLS-DA.

Em relação a densidade relativa aparente do carvão, Costa *et al.*, (2018) utilizaram a técnica de PLS-R e concluíram que o modelo ajustado não forneceu predições satisfatórias. A tecnologia NIR não conseguiu prever com precisão a densidade do biorredutor, o que levanta a necessidade de explorar alternativas ou ajustes nos modelos para melhorar a predição. Em vista disso, os modelos classificatórios PLS-DA baseados nas classes de densidade do carvão se apresentam como alternativas promissoras para a indústria siderúrgica, contribuindo para a melhoria da qualidade do ferro gusa produzido.

A análise da matriz de confusão ajustada com dados espectrais da face radial do carvão, obtidos na faixa de temperatura de 400 – 500 °C e sem tratamento matemático, mostrou que 119 amostras foram classificadas corretamente, o que resulta em um índice de acerto de 69,74 %. O modelo PLS-DA apresentou o maior número de erros de classificação entre as classes 1 e 2, conforme ilustrado na Tabela 3.

Tabela 3 – Matriz de confusão com a classificação das amostras de carvões vegetais produzidos em laboratório por meio da análise de PLS-DA usando validação cruzada e conjunto de teste de dados espectrais da face radial não tratados matematicamente, obtidos na faixa de temperatura 400 – 500 °C.

Classes				Classificação correta (10LVs)	
	1	2	3	n	(%)
1	63	12	2	63	81,82
2	24	26	9	26	44,07
3	5	1	30	30	83,33
Classificação geral				119	69,74

n = número de acertos; VLs = Variáveis latentes.

Fonte: Do Autor (2024).

A análise dos resultados indica que a classe 1 teve um desempenho de 81,82 % das amostras classificadas corretamente. Em contraste, a classe 2 apresentou o menor índice de acerto, com apenas 44,07 % das amostras corretamente classificadas. A classe 3, por sua vez, obteve um índice de acerto de 83,33 %.

Esses resultados sugerem que o modelo PLS-DA tem problemas em distinguir entre as classes 1 e 2, possivelmente devido a semelhanças nas características espectrais dessas classes dentro da faixa de temperatura analisada. Para melhorar o desempenho do modelo, seria interessante considerar técnicas de pré-processamento de dados, como normalização e filtragem de ruídos, para realçar as diferenças entre as classes. Além disso, experimentar com métodos de classificação mais avançados pode ajudar a aumentar a precisão da classificação.

A tabela 4 apresenta o resumo dos acertos reportados pelos modelos PLS-DA na predição das classes por temperaturas individualizadas. Na temperatura de 400°C, modelo PLS-DA ajustado com dados brutos da face transversal demonstrou melhor índice de acertos (75,44 %). Quando a temperatura foi elevada para 500°C, os resultados mostraram uma melhora significativa na acurácia dos acertos.

A face radial demonstrou melhores resultados em relação aos acertos (82,47 %). No geral, ambas as faces demonstraram níveis de acerto acima de 70 % entre as temperaturas de 400 e 500 °C. A temperatura de 600 °C apresentaram acertos abaixo de 58 % para ambas as faces. O tratamento matemático de 1d de dados espectrais da face radial culminou em acertos de quase 77% na temperatura de 700 °C.

Esses resultados ressaltam a importância de selecionar a face adequada do carvão e aplicar os tratamentos matemáticos apropriados para otimizar a precisão dos modelos de predição. A análise sugere que a combinação de diferentes abordagens pode ser essencial para alcançar melhores índices de acerto em diversas faixas de temperatura, refletindo na qualidade e na eficácia do processo de classificação.

Tabela 4 - Resumo dos acertos pelo método de validação cruzada na classificação dos carvões vegetais produzidos na temperatura final de 400°, 500°, 600 e 700 °C, respectivamente, por meio da análise de PLS-DA, considerando as faces de aquisição dos espectros e os pré-tratamentos matemáticos utilizados.

400 °C												
Classes	Radial (10VL)						Transversal (10VL)					
	ST		1d		2d		ST		1d		2d	
	n	%	n	%	n	%	N	%	n	%	n	%
1	31	83,78	32	86,49	30	81,08	30	88,24	33	97,06	19	55,88
2	15	53,57	18	64,29	10	35,71	25	71,43	16	45,71	15	42,86
3	17	85,00	13	65,00	10	50,00	12	66,67	14	77,78	8	44,44
Média	-	74,12	-	71,92	-	71,92	-	75,44	-	73,52	-	47,73
500 °C												
Classes	Radial (10VL)						Transversal (10VL)					
	ST		1d		2d		ST		1d		2d	
	n	%	n	%	n	%	N	%	n	%	n	%
1	38	95,00	39	97,50	36	90,00	83	97,37	81	94,74	54	94,74
2	24	77,42	25	80,65	20	64,52	65	72,41	47	68,97	41	62,07
3	12	75,00	10	62,50	8	50,00	14	42,11	12	42,11	12	31,58
Média	-	82,47	-	80,22	-	68,17	-	70,63	-	68,60	-	62,79

Tabela 4 - Resumo dos acertos pelo método de validação cruzada na classificação dos carvões vegetais produzidos na temperatura final de 400°, 500°, 600 e 700 °C, respectivamente, por meio da análise de PLS-DA, considerando as faces de aquisição dos espectros e os pré-tratamentos matemáticos utilizados. (Continuação)

600 °C												
Classes	Radial (10VL)						Transversal (10VL)					
	ST		1d		2d		ST		1d		2d	
	n	%	n	%	n	%	N	%	n	%	n	%
1	25	67,57	28	75,68	25	67,57	33	86,84	34	89,47	27	71,05
2	24	67,57	24	64,86	22	59,46	16	87,10	16	51,61	17	54,84
3	2	15,38	0	0,00	2	15,38	0	0,00	0	0,00	0	0,00
Média	-	50,17	-	46,85	-	47,47	-	57,98	-	47,03	-	41,96
700 °C												
Classes	Radial (10VL)						Transversal (10VL)					
	ST		1d		2d		ST		1d		2d	
	n	%	n	%	n	%	N	%	n	%	n	%
1	89	80,00	88	93,33	73	60,00	83	87,50	81	75,00	54	68,75
2	62	78,57	65	64,29	50	57,14	65	19,23	47	53,85	41	42,31
3	16	66,67	16	73,33	13	40,00	14	78,57	12	71,43	12	21,43
Média	-	75,08	-	76,98	-	52,38	-	61,77	-	66,76	-	44,16

VL = Variável latente, ST = Sem tratamento, 1d = 1° Derivada (15x2x1) e 2d = 2° Derivada (15x2x2).

Fonte: Do Autor (2024).

As faces radial e transversal tiveram desempenhos distintos conforme a temperatura variava. A 400 °C, a face transversal mostrou melhor desempenho, enquanto a face radial se destacou a 500 °C. Contudo, à medida que a temperatura aumentou para 600 e 700 °C, ambos os modelos enfrentaram desafios significativos, com taxas de acerto diminuindo consideravelmente. Isso indica que as mudanças na estrutura e na volatilidade dos compostos orgânicos influenciaram negativamente a capacidade do modelo PLS-DA de discriminar as amostras.

O método de processamento de dados 1d aplicado aos espectros da face radial mostrou-se especialmente eficaz em condições mais extremas, como 700°C, destacando a importância de técnicas avançadas para melhorar a precisão do modelo em cenários desafiadores. Em suma, esses resultados ressaltam a necessidade de considerar cuidadosamente as condições experimentais ao aplicar modelos matemáticos para análise de dados espectrais, visando melhorar sua robustez e aplicabilidade em diferentes contextos industriais e científicos.

A matriz de confusão ajustada com dados espectrais da face radial do carvão, sem tratamento matemático, obtidos na temperatura de 500 °C, demonstrou que 74 amostras foram classificadas corretamente, resultando em um índice de acerto de 82,47 %. O modelo PLS-DA apresentou o maior número de erros de classificação entre as classes 2 e 3, conforme ilustrado na Tabela 5. A análise dos resultados indica que a classe 1 teve um desempenho excelente, com 95,00 % das amostras classificadas corretamente. Em contraste, a classe 3 apresentou o menor

índice de acerto, com 75,00 % das amostras corretamente classificadas. A classe 2, por sua vez, obteve um índice de acerto de 77,42 %.

Tabela 5 – Matriz de confusão com a classificação das amostras de carvões vegetais produzidos em laboratório por meio da análise de PLS-DA usando validação cruzada e conjunto de teste de dados espectrais não tratados da face radial, obtidos na temperatura 500 °C.

Classes				Classificação correta (10LVs)	
	1	2	3	n	(%)
1	38	2	0	38	95,00
2	4	24	3	24	77,42
3	0	4	12	12	75,00
Classificação geral				74	82,47

n = número de acertos; VLs = Variáveis latentes.

Fonte: Do Autor (2024).

Esses resultados indicam que o modelo PLS-DA enfrenta desafios significativos ao diferenciar entre as classes 2 e 3, possivelmente devido a semelhanças nas características espectrais dessas classes na temperatura analisada. Para aumentar a precisão da classificação, pode ser benéfico obtenção de dados espectrais na região do infravermelho médio (Mid-IR: $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$). O uso dessa técnica, bem como os dados a serem coletados, ajudarão a ampliar a compreensão da estrutura do carvão vegetal das madeiras amazônicas Costa *et al.* (2024).

A comparação entre os dados espectrais obtidos do NIR e da região do Mid-IR é necessária, especialmente devido aos achados de Costa *et al.* (2024), que, utilizando espectros Raman coletados na região de $800 - 1800 \text{ cm}^{-1}$ em *Eucalyptus* sp. carvões, verificaram dois picos de intensidade típicos nas bandas G (associado ao carbono organizado de forma semelhante à estrutura gráfica) e D (associado ao carbono amorfo), em torno de 1580 e 1350 cm^{-1} , respectivamente. Modelos multivariados que utilizam ambas as técnicas podem ajudar a separar os carvões amazônicos, o que poderia resultar em melhorias nas diretrizes industriais e nos protocolos de inspeção.

No geral, os resultados encontrados mostram que os dados da superfície radial foram ligeiramente mais precisos do que os da superfície transversal. Entretanto, ambas as superfícies se mostraram eficazes para predição das classes dos carvões com base em DRA, como também demonstram os estudos de Costa *et al.*, (2018) e Lima *et al.*, (2022).

6 CONCLUSÃO

A qualidade dos modelos variou conforme a temperatura final de carbonização, sublinhando a importância de um controle rigoroso desse parâmetro. A análise de dados espectrais da face radial oferece melhores resultados na classificação das densidades do carvão, porém, ambas as superfícies se mostraram eficazes para predição das classes dos carvões.

Este estudo averiguou que a PCA não foi eficaz para distinguir as diferentes classes de densidade do carvão, devido à sobreposição significativa dos pontos entre as classes. Por outro lado, a PLS-DA demonstrou ser eficiente, especialmente na faixa de temperatura de 400-500 °C.

REFERÊNCIAS

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 11941: madeira - determinação da densidade básica. Rio de Janeiro, 2003.

ARAÚJO, Ana Clara Caxito de; COSTA, Luciano Junqueira; BRAGA, Pedro Paulo de Carvalho; NETO, Rosalvo Maciel Guimarães; ROCHA, Maria Fernanda Vieira; TRUGILHO, Paulo Fernando. Propriedades energéticas da madeira e do carvão vegetal de *Cenostigma macrophyllum*: subsídios ao uso sustentável. **Pesquisa Florestal Brasileira**, v. 38, 2018. DOI: 10.4336/2018.pfb.38e201701546. Disponível em: <http://repositorio.ufla.br/jspui/handle/1/34800>. Acesso em: 10 maio 2024.

BOTREL, M. C. G.; TRUGILHO, P. F.; ROSADO, S. C. da S.; SILVA, J. R. M. da. Melhoramento genético das propriedades do carvão vegetal de *Eucalyptus*. *Revista Árvore*, Viçosa, v. 31, n. 3, p. 391-398, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-67622007000300004>. Acesso em: 12 ago. 2024.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Lei N° 12.727, de 17 de outubro de 2012. Dispõe sobre a proteção da vegetação nativa, Diário Oficial da União, Brasil, 2012.

CARVALHO, Adriel Furtado de; BRAND, Martha Andreia; NISGOSKI, Silvana; MUÑIZ, Graciela Inés Bolzon; FRIEDERICHS, Gustavo; KUSTER, Larissa Cardoso; SANTOS, Tatiana Schemes dos. Anatomia do carvão oriundo de cinco espécies comercializadas no estado de Santa Catarina. **Ciência da Madeira**, vol.8, n.3, p.158-167, 2017. DOI: <https://orcid.org/0009-0007-3945-9715>. Disponível em: <https://periodicos.ufpel.edu.br/index.php/cienciadamadeira/article/view/7542/7760>. Acesso em: 26 maio 2024.

COSTA. A. C. P. R.; RAMALHO, F. M. G.; RIBEIRO, L. C.; TRUGILHO, P. F.; HEIN, P. R. Classification of commercial charcoal for domestic use by near infrared spectroscopy. **Biomass and Bioenergy**, v. 127, 2019. DOI:10.1016/j.biombioe.2019.105280. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0961953419302296>. Acesso em: 12 junho 2024.

COSTA, Livia Ribeiro; TRUGILHO, Paulo Fernando; HEIN, Paulo Ricardo Gherardi. Evaluation and classification of eucalypt charcoal quality by near infrared spectroscopy. **Biomass and Bioenergy**, v. 112, p. 85–92, 2018. DOI: 10.1016/j.biombioe.2018.02.017. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0961953418300540>. Acesso em: 17 junho 2024.

COSTA, Luciano Junqueiro; CASTRO, Vinícius Resende de; TRUGILHO, Paulo Fernando; LANA, Artur Queiroz; OLIVEIRA, Alyson Costa; LIMA, Michael Douglas Roque; PROTÁSIO, Thiago de Paula. CARNEIRO, Angélica de Cássia Oliveira; PAULA, Marcos Oliveira de. Physical–chemical properties and hygroscopicity of Brazilian metallurgical charcoal. **Wood Sci Technol**, v. 58, p. 503–532, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00226-024-01529-2>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00226-024-01529-2#citeas>. Acesso em: 22 julho 2024.

COUTO, Allan Motta; TRUGILHO, Paulo Fernando; NAPOILI, Alfredo; LOIMA, José Tarcísio; SILVA, José Reinaldo Moreira da; PROTÁSIO, Thiado de Paula. Quality of charcoal from *Corymbia* and *Eucalyptus* produced at different final carbonization temperatures, **Scientia Forestali**, v. 43, p. 817–831, 2015. DOI:

<https://doi.org/10.18671/scifor.v43n108.7>. Disponível em:
<https://api.semanticscholar.org/CorpusID:90824822>. Acesso em: 7 junho 2024.

CSANÁDY, Etele; MAGOSS, Endre; TOLVAJ, Laszlo. Quality of machined wood surfaces. **Springer International Publishing**: New York City, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-22419-0>. Disponível em: <https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-319-22419-0>. Acesso em: 20 junho 2024.

FORTALEZA, Amanda Pinheiro; FILHO, José Jaime Pessoa do Nascimento; CERETTA, Rafaela Patrícia da Silva. Biomassa de espécies florestais para produção de carvão vegetal. **Ciência Florestal**, v. 29, n. 3, p. 1436–1451, 2019. DOI: <https://doi.org/10.5902/1980509831639>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cflo/a/67QYwJjk35SvQt7FxTkgtYd/>. Acesso em: 30 maio 2024.

FROEHLICH, Paulo Leandro; MOURA, Angela B. D. **Carvão Vegetal: Propriedades Físico-Químicas e Principais Aplicações**. Disponível em: <https://core.ac.uk/download/pdf/230605575.pdf>. Acesso em: 10 ago. 2024.

IBÁ – Instituto Brasileiro de Árvores. Relatório 2023: ano base 2022, 2023.

LIMA, Michael Douglas Roque; BUFALINO, Lina; SCATOLINO, Mário Vanoli; HEIN, Paulo Ricardo Gherardi; CARNEIRO, Angélica de Cássia Oliveira; TRUGILHO, Paulo Fernando; PROTÁSIO, Thiago de Paula. Segregating Amazonia logging wastes from sustainable forest management improves carbonization in brick kilns. **Renewable Energy**, vol. 211, p. 772–788, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2023.04.126>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S096014812300592X?via%3Dihub>. Acesso em: 3 julho 2024.

LIMA, Michael Douglas Roque; PATRÍCIO, Evelym Poliana Santos; BARROS JÚNIOR, Udson de Oliveira; ASSIS, Maira Reis; XAVIER, Carolina Nogueira; BUFALINO, Lina; TRUGILHO, Paulo Fernando; HEIN, Paulo Ricardo Gherardi; PROTÁSIO, Thiago de Paula. Logging wastes from sustainable forest management as alternative fuels for thermochemical conversion systems in Brazilian Amazon. **Biomass and Bioenergy**, v. 140, p. 105660, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105660>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S096195342030194X>. Acesso em: 17 junho 2024.

LIMA, Michael Douglas Roque; RAMALHO, Fernanda Maria Guedes.; TRUGILHO, Paulo Fernando; BUFALINO, Lina; JÚNIOR, Ananias Francisco Dias; PROTÁSIO, Thiago de Paula; HEIN, Paulo Ricardo Gherardi. Classifying waste wood from Amazonian species by near-infrared spectroscopy (NIR) to improve charcoal production. **Renewable Energy**, vol. 193, p. 584-594, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2022.05.048>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960148122006899>. Acesso em: 10 junho 2024.

LOUREIRO, Breno Assis; ASSIS, Maíra Reis de; MELO, Isabel Cristina Nogueira Alves de. Rendimento gravimétrico da carbonização e caracterização qualitativa do carvão vegetal em clones de híbridos de *Corymbia* spp para uso industrial. **Ciência Florestal**, v. 31, n. 1, p. 214–232, 2021. DOI: <https://doi.org/10.5902/1980509836120>. Disponível em: <https://periodicos.ufsm.br/cienciaflorestal/article/view/36120>. Acesso em: 17 junho 2024.

MORGANO, Marcelo Antonio; FARIA, Cristiano Gomes; FERRÃO, Marco Flores; BRAGAGNOLO, Neura; FERREIRA, Márcia Miguel de Castro. Determinação de umidade

em café cru usando espectroscopia NIR e regressão multivariada. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 1, p. 231-237, mar. 2008. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/LdS33DNthGmf9gDZMNYPh6s/?lang=pt>. Acesso em: 12 ago. 2024.

MOURA, Danillo Barbosa de; CAMPOS, Alfredo Borges de; GODINHO, Mariana Silva; SOUZA, Aparecido Ribeiro de; BELTRÃO, Danielle Silva; OLIVEIRA, Anselmo Elcana de. Aplicação da quimiometria para tratamento de dados espectrais gerados por FTIR referentes ao herbicida glifosato em solos. In: REUNIÃO ANUAL DA SBPC, 63., 2011, Goiânia. Anais... Goiânia: SBPC, 2011. Disponível em: http://www.sbpcnet.org.br/livro/63ra/conpeex/pibic/trabalhos/danillo_.pdf. Acesso em: 8 ago. 2024.

MUÑIZ, Graciela Inés Bolzon de, CARNEIRO, Mayara Elita; NISGOSKI, Silvana, RAMIREZ, María Guadalupe Lomeli; MAGALHÃES, Washington Luis Esteves. SEM and NIR characterization of four forest species charcoal. **Wood Science and Technology**, v. 47, p. 815–823, 2013. DOI :10.1007/s00226-013-0539-6. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00226-013-0539-6>. Acesso em: 18 julho 2024.

NASCIMENTO, Claudete Catanhede do; BRASIL, Marta Martins; NASCIMENTO, Cristiano Souza do; BARROS, Sâmia Valéria dos Santos. Estimativa da densidade básica da madeira de *Eschweilera odora* (Poepp.) Miers por espectroscopia no infravermelho próximo. **Ciência da Madeira**, v. 8, n. 1, p. 42-53, 2017. DOI: <https://orcid.org/0009-0007-3945-9715>. Disponível em: <https://periodicos.ufpel.edu.br/index.php/cienciadamadeira/article/view/9982>. Acesso em: 3 julho 2024.

NUMAZAWA, Camila T.D.; NUMAZAWA, Sueo; PACCA, Sergio; JOHN, Vanderley M. Logging residues and CO₂ of Brazilian Amazon timber: two case studies of forest harvesting. **Resources, Conservation and Recycling**, vol. 122, p. 280–285, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.02.016>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921344917300642>. Acesso em: 10 julho 2024.

NUNES, Cleiton A., FREITAS, Matheus P.; PINHEIRO, Ana Carla M. Chemoface: a novel free user-friendly interface for chemometrics. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 23, n. 11, p. 2003-2010, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0103-50532012005000073>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/jbchs/a/XkQMMnpQZrBHMJr3XDtkwYQ/>. Acesso em: 12 julho 2024.

OLIVEIRA, Rudson Silva; SILVA, Luan Felipe Feitosa da; ANDRADE, Fernando Wallase Carvalho; TRUGILHO, Paulo Fernando; PROTÁSIO, Thiago de Paula; GOULART, Selma Lopes. Qualidade do carvão vegetal comercializado no Sudeste Paraense para cocção de alimentos. **Revista de Ciências Agrárias**, v. 62, p. 1-9, 2019. Disponível em: <https://ajaes.ufra.edu.br/index.php/ajaes/article/view/3017>. Acesso em: 18 julho 2024.

RAMALHO, Fernanda Maria Guedes; HEIN, Paulo Ricardo Gherardi; ANDRADE, Jéssica Moreira; NAPOLI, Alfredo. Potential of near-infrared spectroscopy for distinguishing charcoal produced from planted and native wood for energy purpose. **Energy Fuels**, v. 31, n. 2, p. 1593–1599, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.6b02446>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.energyfuels.6b02446>. Acesso em: 10 julho 2024.

RECH, Ângela F.; WERNER, S. S. Utilização da espectroscopia no infravermelho próximo e calibração multivariada para determinação da composição nutricional de azevém. **Agropecuária Catarinense**, v. 37, n. 1, p. 55–62, 2024. DOI:

<https://doi.org/10.52945/rac.v37i1.1781>. Disponível em:
<https://publicacoes.epagri.sc.gov.br/rac/article/view/1781>. Acesso em: 18 julho 2024.

SANTOS, Irislane Vieira.; CARNEIRO, Pedro Paulo Borges; DIONÍSIO, Luiz Fernandes Silva; RAABE, Joabel; ANGELO, Dalton Henrique; RIZZO, Felipe Alexandre; PAIXÃO, Marcos Victor da Conceição; Paulo Fernando; HEIN, Paulo Ricardo Gherardi; PROTÁSIO, Thiago de Paula; LIMA, Michael Douglas Roque. Cadeia produtiva do carvão vegetal de resíduos madeireiros do manejo florestal sustentável: um estudo de caso no polo siderúrgico da região do Carajás. **Nativa**, vol. 12, n. 2, p. 205–214, 2024. DOI: <https://doi.org/10.31413/nat.v12i2.17032>. Disponível em: <https://periodicoscientificos.ufmt.br/ojs/index.php/nativa/article/view/17032>. Acesso em: 17 junho 2024.

SANTOS, L.M.; AMARAL, E.A.; NIERI, E.M.; COSTA, E.V.S.; TRUGILHO, P.F.; CALEGARIO, N.; HEIN, P.R.G. Estimating wood moisture by near infrared spectroscopy: testing acquisition methods and wood surfaces qualities, **Wood Mater. Sci. Eng.** v.16, p. 336–343, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1080/17480272.2020.1768143>. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/17480272.2020.1768143>. Acesso em: 28 junho 2024.

SILVA, Dimas Agostinho da; ALMEIDA, Vanessa Coelho; VIANA, Livia Cássia. Avaliação das propriedades energéticas de resíduos de madeiras tropicais com uso da espectroscopia NIR. **Floresta e Ambiente**, v. 21, n. 4, p. 561–568, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1590/2179-8087.043414>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/floram/a/WCggJC9sz5xk3DqSWyHwRzP/#>. Acesso em: 19 junho 2024.

SILVA, Luan Felipe Feitosa da; CASTRO, Antonio Renan Sales de; OLIVEIRA, Rudson Silva; SILVA, Simonne Sampaio da; PAMPLONA, Vanessa Mayara Souza; BARROS, Denes de Souza; NOBRE, João Rodrigo Coimbra; NUMAZAWA, Sueo. Seleção de espécie, temperatura e tempo de carbonização na produção de carvão vegetal com resíduos madeireiros da Amazônia. **Pesquisa Florestal Brasileira**, v. 40, 2020. DOI: [10.4336/2020.pfb.40e201801737](https://doi.org/10.4336/2020.pfb.40e201801737). Disponível em: <https://pfb.cnpf.embrapa.br/pfb/index.php/pfb/article/view/1737>. Acesso em: 12 jul. 2024.

SILVA, Renata Carvalho da; MARCHESAN, Raquel; FONSECA, Matheus Rodrigues; DIAS, Ana Carolina Caixeta; VIANA, Livia Cássia. Influência da temperatura final de carbonização nas características do carvão vegetal de espécies tropicais. **Pesquisa Florestal Brasileira**, v. 38, 2018. DOI: [10.4336/2018.pfb.38e201801573](https://doi.org/10.4336/2018.pfb.38e201801573). Disponível em: <https://pfb.cnpf.embrapa.br/pfb/index.php/pfb/article/view/1573>. Acesso em: 14 jul. 2024.

SINDIFER – Sindicato da Indústria do Ferro no Estado de Minas Gerais. Anuário estatístico 2023, ano base 2022: produção de ferro-gusa em Minas Gerais e no Brasil, 2023.

TIBOLA, Casiane Salete; MEDEIROS, Everaldo Paulo de; SIMEONE, Maria Lucia Ferreira; OLIVEIRA, Marcelo Alvares de. **Espectroscopia no infravermelho próximo para avaliar indicadores de qualidade tecnológica e contaminantes em grãos**. Brasília, DF: Embrapa, 2018. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-publicacoes/-/publicacao/1106595/espectroscopia-no-infravermelho-proximo-para-avaliar-indicadores-de-qualidade-tecnologica-e-contaminantes-em-graos>. Acesso em: 8 julho 2024.

TRUGILHO, Paulo Fernando; SILVA, Dimas Agostinho da.; FRAZÃO, Francisco Juvenal Lima; REGAZZI, Adair José. Caracterização de espécies nativas e exóticas amazônicas e do carvão vegetal. **Revista Árvore**, v. 15, n. 2, p. 144-151, 1991. Disponível em:

<https://books.google.com.br/books?id=X0OaAAAAIAAJ&lpg=PA144&ots=qt-8yPvVzW&lr&pg=PA145#v=onepage&q&f=false>. Acesso em: 6 julho 2024.