

# ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CERCANO (NIRS) PARA DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE TRANSICIÓN DE LA MADERA JUVENIL A MADERA ADULTA

## NEAR INFRARED SPECTROSCOPY (NIRS) FOR DETERMINING OF JUVENILE WOOD TO MATURE WOOD TRANSITION POINT

Antonio Ruano <sup>(1)</sup>, Eva Hermoso <sup>(2)</sup>, José Manuel Grau <sup>(1)</sup>

(1) Ingeniero de Montes, Contratado pre-doctoral, INIA-CIFOR, Madrid, España

(2) Dr. Ingeniero de Montes, Científico Titular, INIA-CIFOR, Madrid, España

Dirección de contacto: hermoso@inia.es

**Código de identificación: T3-09**

### Resumen

Para el destino estructural de la madera, el conocimiento de la proporción de madera juvenil presente en un árbol es determinante debido a que se caracteriza por tener unas propiedades físico-mecánicas inferiores y consecuentemente, su mayor presencia repercute en los posibles usos finales del material. El objetivo de este trabajo consiste en evaluar el uso de espectroscopía de infrarrojo cercano (NIRs) para la determinación del punto de transición de la madera juvenil a la madera adulta, revelando así la cantidad de ambas. El estudio se realiza sobre madera extraída de árboles de *Pinus sylvestris* L. de las parcelas de experimentación del INIA ubicadas en los montes del Sistema Central de España. Mediante la extracción de cores de los árboles con barrena y su posterior procesado se analizan las muestras con un MultiPurpose Analyzer de Brucker equipado con una sonda de fibra óptica externa. Los resultados se extraerán de dos modelos de calibración, uno cuantitativo usando con datos de referencia las medidas de densidad de los cores obtenidas mediante microdensitometría de rayos X, y otro cualitativo, el cual resulta más complicado dado que el cambio de madera juvenil a madera adulta no se produce de manera abrupta, sino que es un proceso continuo que implica problemas de solapamiento entre ambas.

**Palabras clave:** madera juvenil; espectroscopía de infrarrojo cercano; calidad estructural; *Pinus sylvestris* L.

### Abstract

*Lumber oriented to structural purposes needs to know the juvenile wood proportion of the tree due to its lower physical and mechanical properties, which influences in the final uses of the material. The aim of this study is to evaluate the use of near infrared spectroscopy (NIRs) to determine the transition point of juvenile wood to mature wood, thus revealing the amount of both. The study is carried out on Pinus sylvestris L. wood sampled from trees of experimental plots of INIA, located in Sistema Central mountains of Spain. Through the extraction of cores from trees and their processing, samples are analyzed with a Brucker's MultiPurpose Analyzer equipped with an external optical fiber probe. The results will be deduced from two calibration models, quantitative one, using reference data from density measurements of the cores obtained by means of microdensitometry of X-rays, and another qualitative one, which is more complicated since juvenile wood to mature wood transition it is not produced abruptly, but is a continuous process involving problems of overlap between both.*

**Keywords:** juvenile wood; near infrared spectroscopy; structural quality; *Pinus sylvestris* L.

## 1. ANTECEDENTES

La madera es un material de construcción que en España está cobrando auge debido a las ventajas ambientales y de secuestro de carbono que presenta. La escasa huella de carbono que genera en su procesado, el secuestro de carbono que produce en su crecimiento y el ser un material renovable, son virtudes que dota al material de las características demandadas hoy en día.

Una de las dificultades del uso de la madera estructuralmente se revela en su heterogeneidad de propiedades físicas y químicas, variando, no solo a nivel de especie, estación y pie, sino también dentro del propio árbol. Existen cambios sustanciales a lo largo del tronco, dentro del mismo anillo, desde la médula hacia la corteza, e incluso entre la madera temprana y la tardía. Esta variación de propiedades está inducida según algunos autores por varios factores que interactúan con el árbol como son el clima, el sitio, la selvicultura y el genotipo entre otras ([1], [2], [3], [4] y [5]).

Existe una variación marcada y definida en cada árbol conocida como madera juvenil. La madera juvenil se puede describir como la madera todavía inmadura en la que sus características sufren cambios rápidos y progresivos en los anillos según se aleja de la médula en sentido transversal, hasta alcanzar un punto a partir del cual dichas propiedades se estabilizan. Las propiedades de la madera juvenil varían a lo largo del tronco y suele estar más presente en la zona de la copa, motivo por el cual ha recibido diversos nombres [2]. Actualmente debido a la tendencia en la selvicultura de reducir los turnos cada vez más, la cantidad de madera juvenil presente en el tronco es cada vez más significativa, depreciando su valor y pudiendo provocar pérdidas en las pilas de madera de los secaderos por las deformaciones a las que da lugar.

El fenómeno de la formación, la cuantificación y las consecuencias de la proporción de la madera juvenil está siendo estudiado a fondo en las principales coníferas españolas destinadas a uso estructural dentro del proyecto RTA2014-0005 del CIFOR-INIA. Las inferiores propiedades físico-mecánicas y tecnológicas que introduce la presencia de la madera juvenil, así como los problemas de secado originados por las desiguales contracciones que la caracterizan, se traducen en una reducción de las posibilidades de uso final de la madera y por tanto disminuye el rendimiento económico que pueden aportar ([1], [6] [7] y [8]).

Uno de los principales problemas de la madera juvenil es la dificultad de su determinación. Para conocer aproximadamente su proporción, se utilizan varias metodologías, como el análisis de discos extraídos de un árbol apeado o mediante cores extraídos con barrena de los árboles en pie, para posteriormente realizar un análisis de densitometría o alguna otra técnica que permita la determinación del punto de transición entre madera juvenil y adulta, conociendo así la proporción presente de ambas. Por otro lado, en función de la característica elegida para el estudio del punto de transición (ángulo de microfibrillas, densitometría, longitud de traqueidas, grosor de la pared celular, proporción celulosa/lignina), dicho punto puede variar [9].

El objetivo de este trabajo se centra en elaborar un ajuste cualitativo y cuantitativo mediante la técnica NIRs orientado a determinar el punto de transición entre la madera juvenil y la adulta sobre cores extraídos a dos alturas, a 1,3 y a 4,3 metros, los cuales además son analizados por microdensitometría de rayos X posteriormente y estudiar si espectralmente es viable hacer un solo ajuste para detectar la cantidad de madera juvenil o, debido a la variación de sus propiedades a lo largo del tronco, no fuera suficiente.

## 2. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1 Área de estudio

Las parcelas sobre las que se ha realizado el estudio pertenecen a la red de Sitios de Ensayo de Gestión Forestal Sostenible (SEGeForS) del Centro de Investigación Forestal (CIFOR) del INIA, España. En ellas se han testado diferentes intensidades de clara y poda sobre la masa, disponiendo

de una gran información sobre el desarrollo de los rodales tras varias operaciones selvícolas y recogidas en los diferentes inventarios quinquenales realizados por el CIFOR en dicha red desde 1991 en *Pinus sylvestris* L. y 1993 en *Pinus nigra* Arnold.

Para el *Pinus sylvestris* L. se escogieron unas parcelas de estudio localizadas en el Sistema Central, concretamente en la Morcuera (Comunidad de Madrid). Están a una altitud de 1.550 m s.n.m. en la cara norte de la montaña con una orientación NE y una pendiente variable del 10-50% en el área de estudio. La precipitación media anual es de 1.062 mm y la temperatura media anual es de 7°C.

Para el *Pinus nigra* Arnold se escogieron unas parcelas de estudio localizadas en Zarzuela de Jadraque (comunidad de Guadalajara). Está a una altitud de 1.043 m s.n.m. en un altiplano con una pendiente del 15-20%. La precipitación media anual es de 489 mm y la temperatura media anual es de 10,9°C.

## 2.2 Diseño de muestreo

Para llevar a cabo este estudio, se han recogido distintos datos para las dos especies en función de los tratamientos disponibles.

En cada parcela procedente de cada bloque y tratamiento se extraen de 5 árboles correspondientes a la altura y diámetro a la altura del pecho (DAP) medio de la parcela, dos cores, a la altura de 1,30 m. y otro a 4,30 m., dado que la parte de mayor valor del fuste son las trozas basales [10]. Los cores se extraen siempre en la misma orientación y aguas arriba en caso de pendiente, llegando hasta la médula y lo más perpendicular posible a la dirección longitudinal de las fibras.

En los sitios de ensayo existen los siguientes tratamientos: Parcelas testigo, Parcelas de claras débiles sin poda y con poda a 3 metros (solo en *P. sylvestris*), Parcelas de claras mixtas fuertes sin poda y con poda a 5 metros.

## 2.3 Obtención de medidas con el NIRs

Según Sauter [9] es más fácil determinar el punto de transición entre madera juvenil y adulta usando solamente los anillos de verano. Teniendo esto en cuenta, se obtiene el espectro de la madera de verano de cada anillo de todos los cores y se correlaciona con su densidad para realizar el ajuste cuantitativo.

Al tener datos a dos alturas situados en la parte del fuste comercial, se puede ajustar un modelo más exacto que si solo se tuviese un dato puntual.

A los cores obtenidos se les eliminan los extractivos mediante una disolución de pentano al 95% antes de realizar el análisis de densitometría. Posteriormente se escanean usando un Espectroscopio por transformada de Fourier (FT\_IR), mediante el MultiPurpose Analyzer (MPA) de Bruker, equipado con una sonda de fibra óptica con 3 mm de longitud de paso óptico, una resolución espectral de 2 cm<sup>-1</sup> y un rango espectral que varía de 780 a 2.777 nm. Para escanear únicamente la parte de madera de verano del anillo, se utiliza recubrimientos reflectantes (Acktar Black) para reducir la longitud de paso óptico, sin aumentar el ruido del espectro.

Como la sección de la madera a escanear, la preparación de la muestra, el contenido de humedad y el número de PLS variables latentes influyen considerablemente según se señala en los estudios previos ([11], [12], [13], [14], [15] y [16]), se decidió aclimatar las muestras a 20°C y 60% de humedad relativa, consiguiendo que el contenido de humedad de la madera fuera homogénea alrededor de 12%.

El escaneo de la sección utilizada para relacionarla con la densidad, se realiza en sentido transversal ya que así se registra una mayor variación y señal [17]. En la microdensitometría de rayos X los datos se obtienen también de los cortes transversales aunque hay estudios como el de Giroud *et al.* [18] que no lo tiene en cuenta y realiza la comparación con una medición radial

basándose en el paper de Schimleck *et al.* [19], quien concluye que la diferencia entre ambas mediciones es pequeña.



Figura 1: Escaneado de cores con la sonda del NIRs

### 3. SITUACIÓN ACTUAL DE LOS RESULTADOS

El procesamiento de los resultados es complejo, por lo que el desarrollo de los trabajos se ha ralentizado.

Utilizando el NIRs, se han escaneado los espectros de los anillos de verano de cada core que superaban 0,5 mm de grosor, en total se tienen 470 espectros de los cuales, de media, 40 pertenecían a un mismo core. La resolución espectral utilizada es de  $8 \text{ cm}^{-1}$  y para el muestreo se ajusta el “simple scan time” a 256 escaneos por toma.

El primer paso realizado sobre ellos es un Análisis de Componentes Principales (PCA) combinado con un Box-Plot para descartar outliers espectrales.

Posteriormente se divide en dos las muestras, una parte con el fin de realizar la calibración y otra como validación de la misma, y se prueban distintos ajustes mediante el software OPUS. Se realizan Regresiones de Mínimos Cuadrados Parciales (Partial Least Squares o PLS) con los datos en bruto, así como con distintos procesamientos de los espectros (sustracción de línea recta, normalización vectorial, normalización de mínimo-máximo, corrección de dispersión multiplicativa, primera y segunda derivada, así como combinaciones de ellas) para intentar ajustar los resultados a los datos de densidad obtenidos mediante microdensitometría.

En un inicio, los ajustes alcanzados no fueron los esperados siendo el mejor el que dio como resultado un coeficiente de determinación  $R^2$  de 52% y un RPD del 1,7 (relación entre la desviación estándar (SD) y el error estándar de validación cruzada (SECV)).

Analizando las causas de estos resultados y recurriendo al conocimiento de que las propiedades de la madera juvenil varían a lo largo del tronco, se plantea hacer dos ajustes diferentes según las alturas estudiadas, teniendo en cuenta si los árboles han sido podados o no y hasta que altura por que la distancia a la copa viva influye en la generación de la madera ([1] y [3]). Como resultado de esta consideración, se consigue una mejora del ajuste hasta el 66% y un RPD de 2,1. Sin embargo todavía el ajuste dista mucho del 3 o al menos del 2,5 mínimo deseable, pero apunta a un posible procedimiento de progreso.

Actualmente se están ejecutando dos vías distintas para solucionar el problema:

- Probar a reducir la resolución espectral a  $16 \text{ cm}^{-1}$  para disminuir el ruido de los espectros obtenidos.
- Tomar muestras más numerosas para intentar una calibración más ajustada a las distintas alturas del árbol analizadas (1,3 y 4,3 m), por separado.

## CONCLUSIONES

- El estudio ha encontrado dificultades en obtener ajustes entre las medidas obtenidas con el NIRs y los datos de densidad derivados de microdensitometría por rayos X.
- Los valores de los ajustes obtenidos no han sido los esperados, ni los mínimos aceptables para considerar válidos los resultados de las medidas obtenidas con el NIRs.
- Se inician nuevas vías de análisis para solventar los inconvenientes detectados. Estas vías están orientadas a la mejora de los espectros obtenidos mediante la reducción de la resolución espectral y en el aumento del número de muestras particularizadas para las distintas alturas y alturas de podas del árbol estudiadas.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el soporte financiado por el INIA mediante el proyecto RTA2014-00005-00-00 dentro del Programa Nacional de I+D del Ministerio de Economía y Competitividad de España.

## REFERENCIAS

- [1] Larson, P.R., “Wood formation and the concept of wood quality”. *Sch. For. Bull.* 74. New Haven, CT: Yale University (1969) 54 p.
- [2] Larson, P.R.; Kretschmann, D.E.; Clark III, A. and Isebrands, J.G., “Formation and Properties of Juvenile Wood in Southern Pines A Synopsis”. *USDA Forest Service*, FPL-GTR-129 Report (2001) 42 p.
- [3] Baldwin, V. C.; Peterson, K. D.; Clark, A.; Ferguson, R. B.; Strub, M. R. and Bower, D. R., “The effects of spacing and thinning on stand and tree characteristics of 38-year-old loblolly pine”. *Forest Ecology and Management*, 137(1-3) (2000) 91–102.
- [4] Rodríguez Trobajo, E. and Ortega Quero, M., “Tendencias radiales de la densidad y sus componentes en *Pinus nigra* Arn. De la Península Ibérica”. *Rev. de Investigación Agraria: Sistemas y Recursos Forestales*, España 15(1) (2006) 120-133.
- [5] Burdon, R.D.; Kibblewhite, R.P.; Walker, C.F.; Megraw, R.A.; Evans, R. and Cown, D.J., “Juvenile Versus Mature Wood: A New Concept, Orthogonal to Corewood Versus Outerwood, with Special Reference to *Pinus radiata* and *Pinus taeda*”. *Forest Science* 50 (2004) 399-415.
- [6] Zobel B.J. and Sprague J.R., “Juvenile wood in forest trees”. *Springer*, Berlin (1998) p 300.
- [7] Hermoso, E.; Fdez-Golfín J.I. and Díez M.R., “Mechanical characterization of timber according to European standards from Spanish provenances of Scots Pine”. *Revista de Investigación Agraria*, España 12(3) (2003) 103-110.
- [8] UNE 56.544 (AENOR, 2011). “Clasificación visual de la madera aserrada para uso estructural. Madera de coníferas”.
- [9] Sauter, U. H.; Mutz R., and Munro B. D., “Determining Juvenile-Mature Wood Transition in Scots Pine Using Latewood Density”. *Wood and Fiber Science* 31(4) (1999) 416-25.
- [10] Kinney, S-A., “Forest Inventory Utilization”. <https://blog.forest2market.com/forest-inventory-utilization> (2013) Last accessed Jan.2017.
- [11] Schimleck, L. R., “Estimation of wood properties of increment cores by near-infrared spectroscopy”. *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, 223 (2002) U139–U140.

- [12] Xu, Q. H.; Qin, M. H.; Ni, Y. H.; Defo, M.; Dalpke, B. and Sherson, G., “Predictions of wood density and module of elasticity of balsam fir (*Abies balsamea*) and black spruce (*Picea mariana*) from near-infrared spectral analyses”. *Canadian Journal of Forest Research*, 41 (2011) 352–358
- [13] Fujimoto, T.; Kurata, Y.; Matsumoto, K. and Tsuchikawa, S., “Feasibility of Near-infrared spectroscopy for online multiple trait assessment of sawn lumber”. *Journal of Wood Science*, 56 (2010) 452–459.
- [14] Hoffmeyer, P. and Pedersen, J. G., “Evaluation of density and strength of Norway spruce wood by Near-infrared reflectance spectroscopy”. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 53 (1995) 165–170.
- [15] Mora, C. R. and Schimleck, L. R., Determination of specific gravity of green *Pinus taeda* samples by near-infrared spectroscopy: comparison of pre-processing methods using multivariate figures of merit. *Wood Science and Technology*, 43 (2009) 441–456.
- [16] Alves, A.; Santos, A.; Rozenberg, P.; Paques, L. E.; Charpentier, J. P.; Schwanninger, M. and Rodrigues, J., “A common near-infrared-based partial least squares regression model for the prediction of wood density of *Pinus pinaster* and *Larix x eurolepis*”, *Wood Science and Technology*, 46 (2012) 157–175.
- [17] Adedipe, O.E.; Dawson-Andoh, B.; Slahor, J. and Osborn, L., “Classification of red oak (*Quercus rubra*) and white oak (*Quercus alba*) wood using a near infrared spectrometer and soft independent modelling of class analogies”, *Near Infrared Spectroscopy* 16 (2008) 49–57.
- [18] Giroud, G.; Defo, M.; Bégin, J. and Ung, C.-H., “Application of near infrared spectroscopy to determine the juvenile-mature wood transition in black spruce”, *Forest Products Journal* 65 (2015) 129-138.
- [19] Schimleck, L. R.; Stürzenbecher, R.; Mora, C.; Jones, P. D. and Daniels, R. F., “Comparison of *Pinus taeda* L. wood property calibrations based on NIR spectra from the radial-longitudinal and radial-transverse faces of wooden strips”, *Holzforschung* 59(2) (2005) 214–218.