

Utilização da difração de raios X para obter os ângulos microfibrilares médios de três espécies do bioma cerrado

Luiz Berber Costa

RESUMO

A partir do ano 2000, iniciaram-se vários estudos para a avaliação do ângulo microfibrilar, tendo em vista a sua importância para explicar outras propriedades da madeira. Este estudo tem como objetivo estimar o ângulo das microfibrilas das madeiras *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis*, utilizando a técnica de difração de raios X (DRX). A avaliação do ângulo microfibrilar é essencial para compreender as propriedades mecânicas e de desempenho das madeiras em diferentes aplicações. A pesquisa busca contribuir com informações valiosas para o setor madeireiro e para o desenvolvimento de melhores práticas de manejo e tratamento da madeira, visando otimizar suas características físicas e mecânicas. Para isso, foram preparados discos basais de três árvores eretas de três espécies plantadas na região do Cerrado, entre o estado de Goiás e Distrito Federal, utilizados para produzir as amostras empregadas para medição do AMF pelo método de difração de raios X. A partir dos resultados obtidos foi possível observar que: o AMF médio medido foi igual a $12,57^\circ$ para *Tachigali vulgaris*, e $10,36^\circ$ para *Amburana cearensis* e $8,49^\circ$ para *Myracrodruon urundeuva*. Foi possível estimar o AMF em função do valor T, obtido a partir da difração de raios X, utilizando o modelo cúbico $AMF = -12,198T^3 + 113,67T^2 - 348,4T + 358,09$ ($R^2 = 0,99$).

Palavras-chave: Ângulo microfibrilar, Difração de raios X, Secagem da madeira.

1 INTRODUÇÃO

O Bioma Cerrado, conhecido pela sua rica biodiversidade e ecossistemas complexos, abriga uma variedade de espécies vegetais com características anatômicas e químicas distintas. Entre essas, destacam-se as madeiras de *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis*, cujas propriedades físico-mecânicas e estruturais são essenciais para diversas aplicações, desde a construção civil até o artesanato.

A madeira é composta, em sua maior parte, por celulose, hemicelulose e lignina, sendo a lignina um polímero vital que confere rigidez e resistência à estrutura da parede celular. O ângulo microfibrilar, por sua vez, refere-se à orientação das fibrilas de celulose e é crucial para determinar a resistência e a flexibilidade da madeira.

A microfibrila de celulose é a unidade estrutural básica das fibras vegetais, desempenhando um papel crucial na definição das propriedades físicas e mecânicas da madeira. O ângulo das microfibrilas, que se refere à orientação das microfibrilas em relação ao eixo da fibra, influencia diretamente a resistência, a rigidez e a durabilidade das espécies lenhosas.

Estudar o ângulo microfibrilar é, portanto, fundamental para materiais de construção e aplicações em engenharia.

Estimar o ângulo das microfibrilas da madeira é fundamental devido ao impacto que esse parâmetro tem nas propriedades mecânicas, físicas e funcionais da madeira, como resistência à tração, flexibilidade, densidade e comportamento em processos de transformação industrial.

Silva (2014) define o ângulo microfibrilar (AMF) como o ângulo formado entre as microfibrilas presentes na camada S2 da parede celular com o eixo longitudinal da célula, sendo uma propriedade essencial, que repercute efeito significativo sobre as características de resistência, elasticidade e retratibilidade da madeira.

Apesar da importância dessas características, existe uma lacuna de conhecimento sobre como elas variam entre diferentes espécies do Cerrado e como essa variação se relaciona com as propriedades físico-mecânicas da madeira.

O presente estudo busca preencher essa lacuna, explorando a relação entre o ângulo microfibrilar, o conteúdo de lignina e as propriedades da madeira de *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis*, contribuindo para um melhor entendimento da ecologia e da utilização sustentável das espécies do Cerrado.

A madeiras *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis* são das mais significativas fontes de obtenção de matéria-prima renovável para a produção de inúmeros produtos em todo o mundo. Entretanto, a utilização da madeira serrada ainda é limitada tendo em vista, entre outros fatores, o surgimento de defeitos quando da secagem.

A secagem da madeira é de fundamental importância para a maioria dos fins para os quais é destinada. O processo consiste, em síntese, na redução da umidade da madeira até a umidade de equilíbrio desejada, alcançada no menor tempo e com menor incidência de defeitos, em condições econômicas satisfatórias.

O processo de secagem resulta em contrações na madeira e, quando conduzido de maneira inadequada, ocasiona defeitos. Entretanto, pouco se conhece do efeito da secagem na ultraestrutura da parede celular.

A saída da água abaixo do ponto de saturação das fibras (PSF) - no qual todas as paredes celulares estão saturadas de água - ocasiona alterações na ultraestrutura da parede das células, como, por exemplo, a diminuição da distância entre as microfibrilas de celulose. Tal aproximação é responsável pelas contrações da madeira (SKAAR, 1972).

O ângulo microfibrilar (AMF) é uma significativa propriedade da parede celular, relaciona-se ao ângulo formado entre o eixo da fibra e a orientação das microfibrilas de celulose na camada S2 da parede secundária das células. O AMF está relacionado a outras propriedades da madeira, tais como o módulo de elasticidade, que, de acordo com Barnett e Bonham (2004), é maior em madeiras com menor AMF.

Existem diversos métodos para a medição do AMF, entre estes, a precipitação de iodo, a micro

espectroscopia Raman, a microscopia de luz polarizada e a difração de raios X (DONALDSON, 2008).

A difração de raios X é uma técnica não destrutiva que permite medir o AMF a partir de um conjunto de células, reduzindo o tempo e os custos das análises, além da possibilidade de medir o ângulo microfibrilar tanto na madeira verde, quanto na madeira seca. Embora apresente diversas vantagens e seja uma das técnicas mais utilizadas no mundo para a medição do AMF, não foram encontrados relatos sobre a utilização desta técnica no Brasil.

Com a aproximação das microfibrilas celulósicas após a secagem, espera-se que ocorra também diminuição do AMF. Todavia, não foram encontradas informações sobre essa relação para as madeiras em estudo e, por isso, estudos que permitam compreendê-la se fazem importantes e necessários.

As madeiras de espécies como *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis* são amplamente utilizadas na indústria madeireira devido às suas características desejáveis, incluindo resistência e estética. A técnica de difração de raios X (DRX) se apresenta como uma ferramenta eficaz para a análise do ângulo microfibrilar, permitindo uma abordagem não destrutiva e de alta precisão.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 ÂNGULO DAS MICROFIBRILAS CELULÓSICAS DA PAREDE CELULAR

As microfibrilas celulósicas são estruturas fundamentais na parede celular das plantas, desempenhando um papel crucial na determinação das propriedades mecânicas e estruturais dos tecidos vegetais. No caso das espécies *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis*, cada uma apresenta características específicas em relação ao arranjo e ao ângulo dessas microfibrilas.

1. *Tachigali vulgaris*: Essa espécie, comum em florestas tropicais, possui microfibrilas dispostas em ângulos que proporcionam rigidez e resistência ao alongamento. O arranjo das microfibrilas nesta planta é projetado para suportar as tensões mecânicas do ambiente, conferindo robustez ao tronco e aos galhos.
2. *Myracrodruon urundeuva*: Conhecida popularmente como aroeira, essa planta tem microfibrilas que se organizam de forma a maximizar a resistência ao cisalhamento e à compressão. O ângulo das microfibrilas pode estar orientado de maneira a permitir flexibilidade, permitindo que a planta se adapte às forças externas como vento e crescimento.
3. *Amburana cearensis*: Essa espécie, também típica de regiões semiáridas, apresenta microfibrilas cujos ângulos são adaptados para otimizar tanto a resistência quanto a leveza do tecido. O arranjo das microfibrilas nesta planta pode variar em função das condições ambientais, refletindo uma adaptação a um habitat onde a resistência à perda de água e a resistência mecânica são cruciais.

O estudo do ângulo das microfibrilas celulósicas é importante para entender como essas plantas se

adaptam aos seus respectivos ambientes e como suas propriedades morfológicas influenciam no uso sustentável dos recursos florestais.

Análises mais detalhadas, como a microscopia eletrônica de varredura e técnicas de difração de raios X, podem oferecer insights adicionais sobre a estrutura e a organização dessas microfibrilas, contribuindo para um conhecimento mais profundo da biologia e ecologia dessas espécies.

Nas camadas S_1 e S_3 , as microfibrilas mostram transversalmente em relação ao eixo da fibra. Na camada intermediária, S_2 , as microfibrilas estão orientadas axialmente (WARDROP e PRESTON, 1947).

A camada S_2 é mais espessa que as demais, por isso, apresenta maior contribuição nas propriedades físicas, químicas (CAVE, 1968) e mecânicas da madeira (CAVE e WALKER, 1994).

O ângulo microfibrilar (AMF) corresponde àquele formado entre a microfibrila de celulose e o eixo longitudinal da fibra (CAVE, 1968).

De acordo com Donaldson (2008), as variações no AMF desempenham papel funcional no crescimento da árvore e, entre outros fatores, é dependente da idade. Ainda segundo este autor, no eixo longitudinal o AMF é maior na base e diminui em direção ao topo.

No eixo radial, Vainio et al. (2001) e Lima et al. (2014) detectaram a diminuição do ângulo AMF na direção medula-casca. Analisando o AMF, os autores verificaram que houve um decréscimo no AMF nos anéis formados mais recentemente em relação aos mais antigos.

A orientação das microfibrilas desempenha importante papel na determinação das propriedades da madeira. De acordo com Barnett e Bonham (2004), o AMF influencia, dentre outras propriedades, a estabilidade dimensional, a rigidez e a resistência mecânica da madeira.

2.2 ESTIMATIVA DO AMF PELA DIFRAÇÃO DE RAIOS X

De acordo com Donaldson (2008), os métodos de medição do AMF dividem-se em dois tipos: os de medição das fibras ou traqueídes individuais, por meio da microscopia, e os que medem um conjunto de células utilizando as técnicas de espectroscopia no infravermelho próximo ou a difração de raios X, ambas as técnicas estão baseadas no princípio da cristalinidade da celulose.

Os raios X compreendem a radiação eletromagnética com comprimento de onda menor do que o da radiação ultravioleta, e que se encontra na região entre 10 e 10^{-2} nm. A difração de raios X (DRX) ocorre quando há interferência construtiva, que acontece quando a equação de Bragg (equação 1) é satisfeita entre o feixe de raios X e os átomos presentes no material.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{Equação 1})$$

Em que:

n = ordem de reflexão (número inteiro)

λ = comprimento de onda

d = distância entre dois planos atômicos

θ = é o ângulo de Bragg

A utilização da difração de raios X para medição do AMF foi estabelecida por Cave (1966), quando desenvolveu a relação teórica entre o AMF e o perfil da difração.

A partir dessa relação, Cave (1966) deduziu a equação $AMF = 0,6 T$, sendo T a metade da distância entre as interseções das tangentes nos pontos de inflexão da curva referente ao perfil com a linha de base.

A equação desenvolvida por Cave foi comprovada experimentalmente por Meylan (1966), por meio da comparação entre o valor T e o AMF, para a madeira de *Pinus radiata*, obtido pela técnica de precipitação de iodo.

A técnica de precipitação de iodo consiste, em síntese, na deposição e precipitação de cristais de iodo na parede das células. Tais cristais orientam-se na direção das microfibrilas celulósicas e sua visualização é feita com o auxílio de microscópio (DONALDSON, 2008).

Yamamoto et al (1993) ao utilizar a referida equação para estimar o AMF em madeiras de *Camaecyparis obtusa*, *Cryptomeria japonica*, *Liriodendron tulipifera* e *Magnolia obovata*, em diferentes alturas, incluindo lenho normal e lenho de reação e comparar ao AMF obtido por meio da técnica de precipitação de iodo, verificaram que o método de Cave é impreciso em regiões onde o AMF é menor que 10° e maior que 25° .

A relação entre o valor T e o AMF, de acordo com o Yamamoto et al. (1993), é descrita por uma curva do tipo S inversa e dada pela seguinte equação: $AMF = 1,575 \times 10^3 T^3 - 1,431 \times 10^{-1} T^2 + 4,693 T - 36,19$, independente da espécie e posição estudadas.

Dentre as vantagens da DRX, destaca-se a rapidez na coleta das informações e a possibilidade de medir o AMF em diversas fibras simultaneamente. Contudo, a interpretação dos padrões de difração configura a principal desvantagem da utilização desta técnica.

As medidas de DRX das amostras das plantas em questão foram efetuadas no difratômetro de raios X da central analítica do IQSC – Faculdade São Carlos, mais especificamente, o D8 Advance da Bruker. Com esse equipamento conseguiu-se fazer a análise dos tipos de amostras preparadas para tal. Para realizar as medidas de difração, preparou-se as amostras da maneira mais conveniente possível e depois se coletou os dados, identificando as fases de materiais.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 COLETA DO MATERIAL E CONFEÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os discos basais extraídos de árvores das espécies *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis*, com aproximadamente 15,22 e 20 anos de idade, respectivamente do bioma Cerrado foram utilizados para a confecção dos corpos de prova.

As árvores apresentavam diâmetro à altura de 1,30 m ($D_{1,30}$) de 29,48 cm, 33,90 cm e 34,5 m, respectivamente.

O filete central foi retirado de cada disco e utilizou-se a madeira de um dos lados da medula, para a confecção de dois blocos. Um dos blocos foi utilizado para calibrar a técnica de difração de raios X.

A partir do bloco utilizado para a calibração, foram preparadas amostras de 200 x 100 x 100 mm para as análises de DRX. Destas amostras, retiraram-se blocos de 10 x 10 x 2 mm, que foram secos ao ar para a realização das estimativas do AMF via difração de raios X.

O segundo bloco, utilizado para avaliar a variação do AMF com a secagem, foi dividido em amostras de 200 x 100 x 100 mm, que, em seguida, tiveram suas dimensões reduzidas a 10 x 10 x 2 mm e foram armazenados em água.

3.2 ESTIMATIVA DO ÂNGULO MICROFIBRILAR VIA DIFRAÇÃO DE RAIOS X

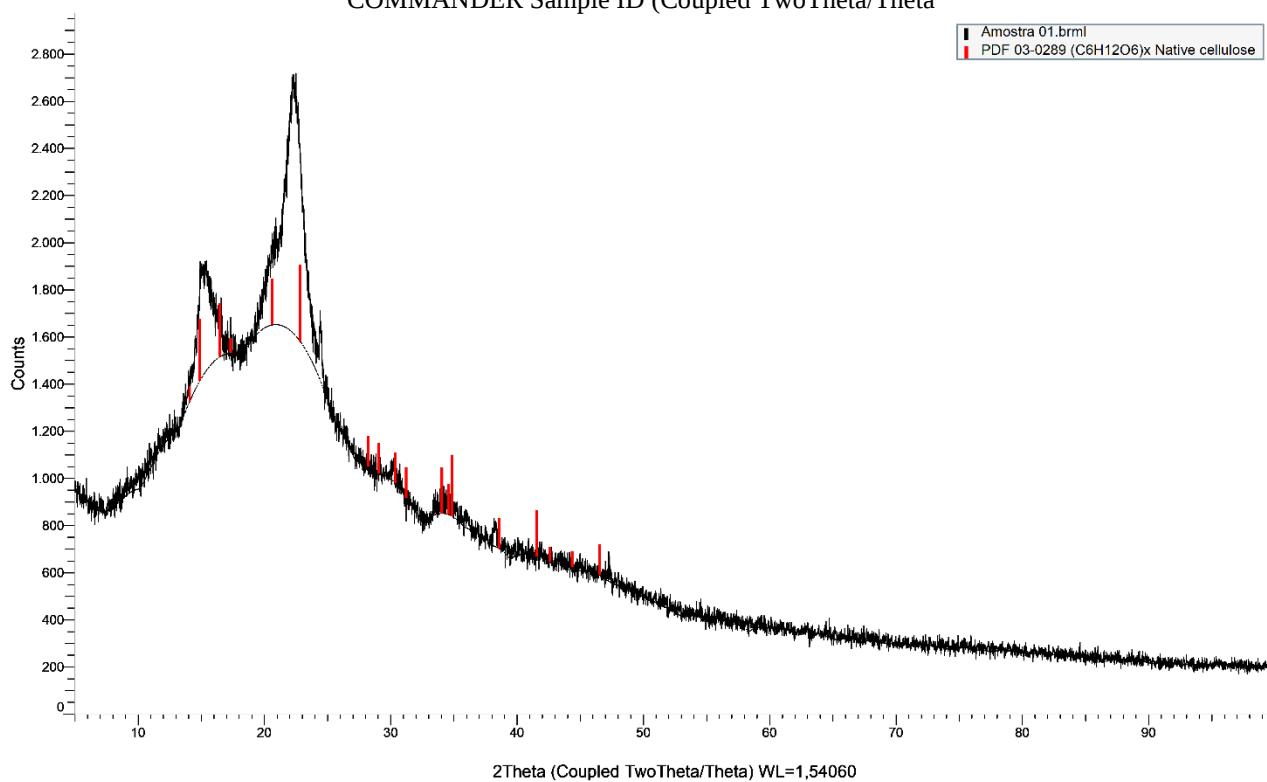
As medições do AMF foram realizadas no Laboratório de química da Central de Análises Químicas Instrumentais do Instituto de Química da Universidade de São Carlos - USP, onde foram realizados os serviços de análise de rotina com identificação de fases, bem como análise do refinamento e determinação de estruturas, utilizando-se o difratômetro D8 Discover, Bruker .

A geometria utilizada no equipamento é $\theta/2\theta$. Os dados foram coletados no modo passo a passo, com passo de $0,05^\circ$, tempo de contagem de 3s por ponto, foi utilizada radiação de $\text{CuK}\alpha$, 1,543 nm, voltagem de 40 kV e corrente de 30 mA.

Os corpos de prova foram colocados na posição horizontal no centro do porta-amostra. Os raios X atingiram a superfície da amostra e o feixe difratado, o detector.

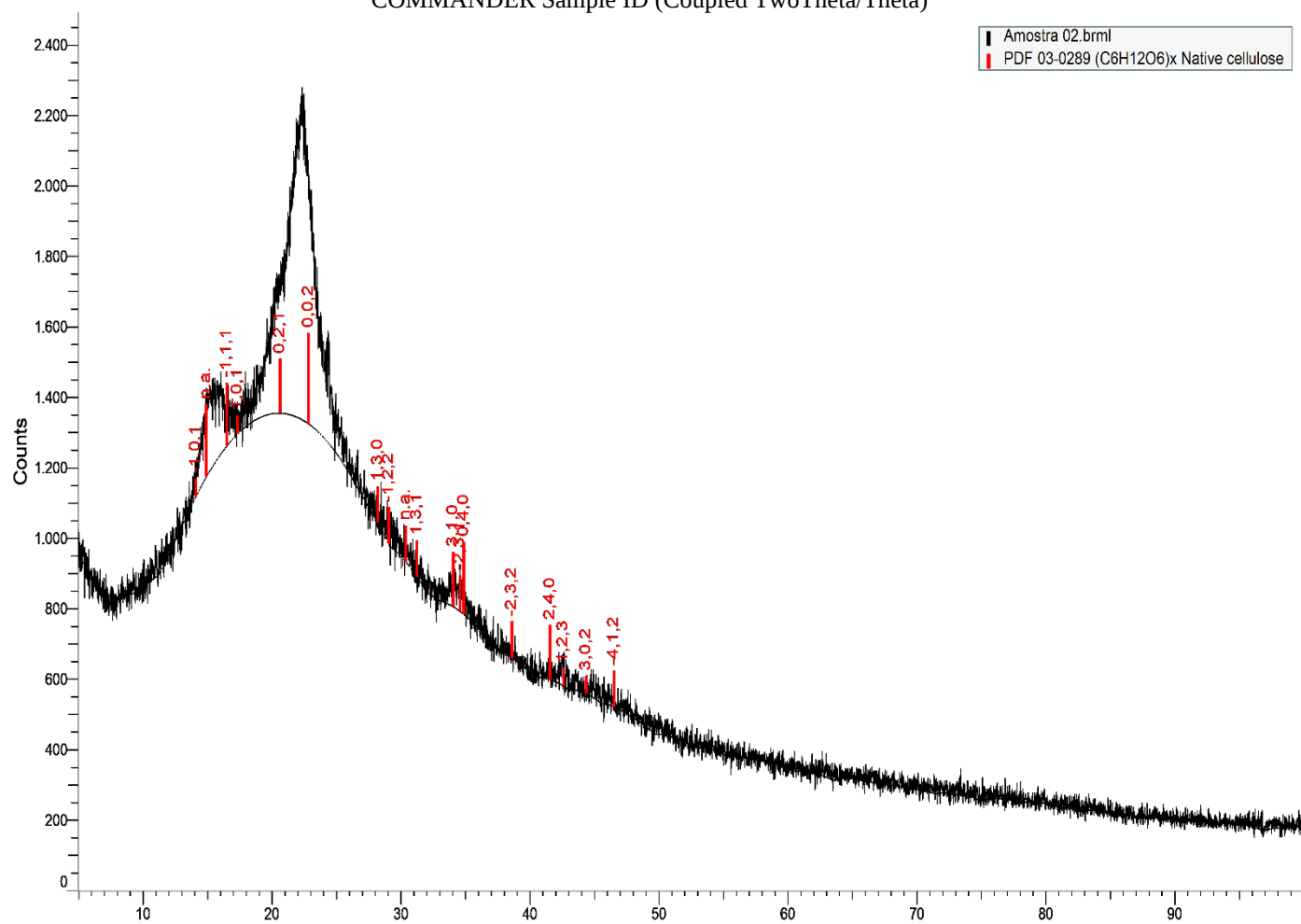
Os difratogramas obtidos foram submetidos às correções para obtenção do valor T e, posteriormente, o AMF. (Figuras 1, 2 e 3)

Figura 1 - Amostra 1 - Myracrodruon urundeuva
COMMANDER Sample ID (Coupled TwoTheta/Theta)



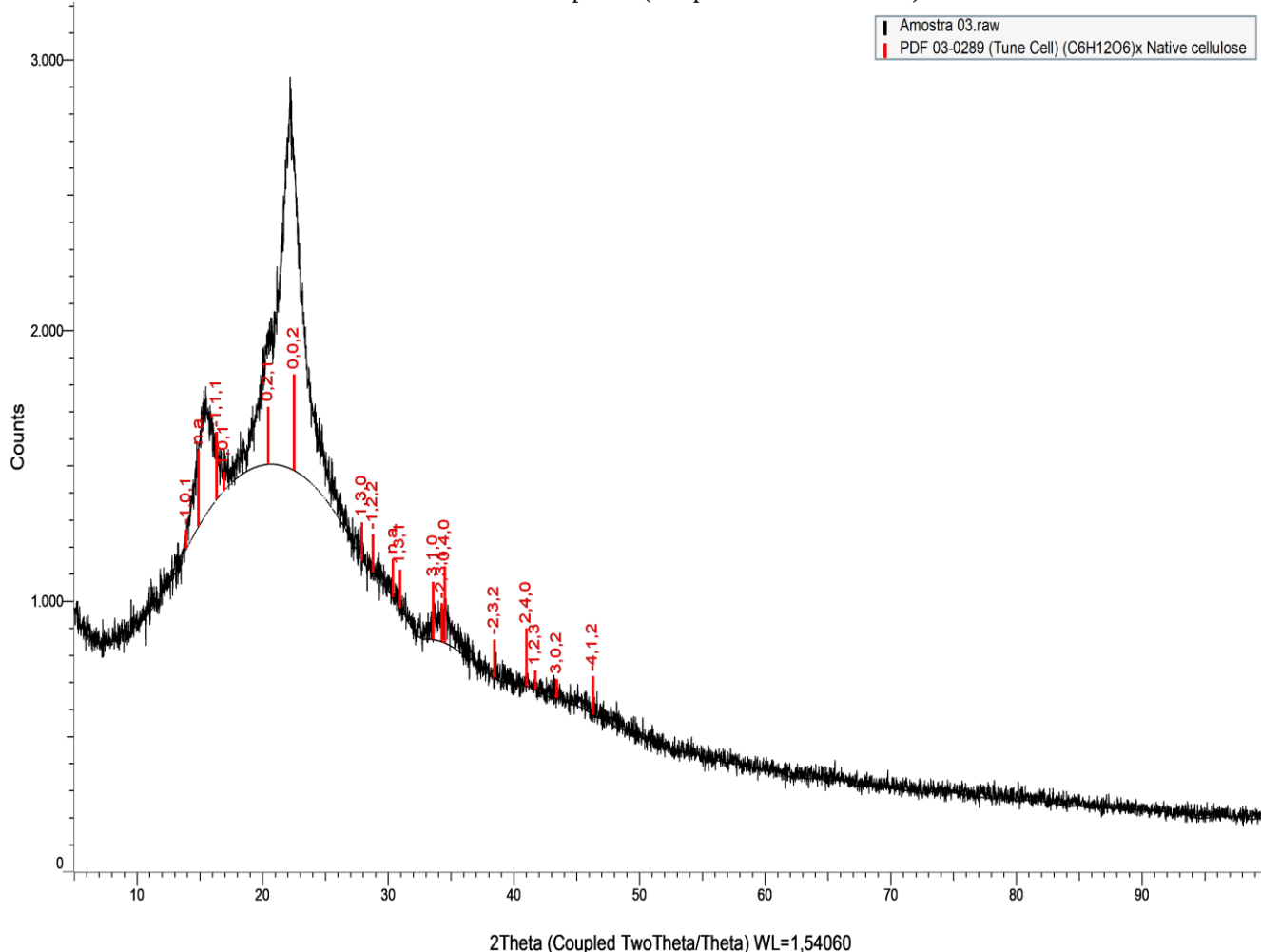
Fonte: Instituto de Química da Universidade São Carlos.

Figura 2 - Amostra 2 – Amburana Cearensis
COMMANDER Sample ID (Coupled TwoTheta/Theta)



Fonte: Instituto de Química da Universidade São Carlos.

Figura 3 - Amostra 3 – Tachigali Vulgaris
COMMANDER Sample ID (Coupled TwoTheta/Theta)



Fonte: Instituto de Química da Universidade São Carlos.

3.3 ANÁLISE DOS DADOS

Foi realizada a estatística descritiva, tendo em vista que a equação cúbica desenvolvida por Yamamoto et al (1993) não é adequada para estimar o AMF a partir dos dados obtidos na difração de raios X. Assim, foi utilizado o método de transmissão e com a técnica de reflexão, foi feita a análise de regressão dos dados obtidos na etapa de calibração.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Quanto aos resultados obtidos, todos os materiais apresentaram estruturas típicas de materiais lignocelulósicos com cristalinidades diversas. Os arquivos em PDF mostraram as fases descobertas.

4.1 ÂNGULO MICROFIBRILAR POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A equação 2, abaixo, obtida na referida análise foi, portanto, adequada para estimar o AMF obtido a partir da DRX.

$$AMF = -12,198T^3 + 113,67T^2 - 348,4T + 358,09 \text{ (Equação 2).}$$

Em que:

AMF = ângulo microfibrilar (°)

T = valor T (°).

Os ângulos microfibrilares médios calculado a partir da Equação 2 para as árvores 1 - Tachigali vulgaris, árvore 2 - Myracrodruon urundeuva e árvore 3 - Amburana cearensis,, foram de 12,57°, 8,49° e 10,36°, respectivamente, como pode ser observado na Tabela 1.

Tabela 1 – Ângulo microfibrilar das madeiras Tachigali vulgaris, Myracrodruon urundeuva e Amburana cearensis, obtido por meio de difração de raios X (valores mínimos, médios, máximos e coeficiente de variação).

Espécie	Mínimo(°)	Médio (°)	Máximo(°)	CV(%)
Tachigali vulgaris, e	10,48	12,57	14,91	18,61
Myracrodruon urundeuva	8,13	8,49	9,19	8,24
Amburana cearensis,	9,33	10,36	11,81	13,99

Fonte: o autor

A análise dos ângulos microfibrilares médios (AMM) para diferentes espécies de árvores, como as citadas (Tachigali vulgaris, Myracrodruon urundeuva e Amburana cearensis), pode fornecer informações importantes sobre as características do lenho e suas potenciais aplicações em bioprodutos funcionais.

4.1.1 Variação dos Ângulos Microfibrilares

Os ângulos microfibrilares médios variam entre as espécies: 12,57° para Tachigali vulgaris, 8,44° para Myracrodruon urundeuva e 10,36° para Amburana cearensis. Essa diferença influencia as propriedades mecânicas e físicos do lenho, como resistência à tração, flexão e compressão.

4.1.2 Impacto nas Propriedades do Lenho

Tachigali vulgaris: apresenta um ângulo maior, o que resulta em uma maior flexibilidade, mas também em menor resistência. Essa característica torna-a adequada para usos onde a maleabilidade é desejada.

Myracrodruon urundeuva: com o menor AMM, tem um lenho mais rígido e resistente, o que a torna uma escolha ideal para aplicações estruturais e produtos que exigem alta durabilidade.

Amburana cearensis: tem um AMM intermediário, sugerindo um equilíbrio entre resistência e flexibilidade, potencialmente adequado para uma variedade de aplicações na indústria de móveis e construção.

4.1.3 Bioprodutos Funcionais

A escolha da espécie para a produção de bioprodutos funcionais (como compostos bioativos, medicamentos, ou produtos de perfumaria) pode ser influenciada pelos ângulos microfibrilares médios. Espécies com ângulos microfibrilares mais baixos tem uma maior densidade e, possivelmente, maior concentração de substâncias químicas desejáveis.

As propriedades específicas do lenho influenciam o tratamento e a extração de compostos funcionais, afetando tanto a eficiência quanto a qualidade dos bioprodutos.

4.1.4 Sustentabilidade e Manejo Florestal

A compreensão das características microfibrilares pode auxiliar no manejo sustentável das florestas, permitindo a seleção de espécies mais adequadas para determinados fins econômicos e funcionais, promovendo a conservação e o uso responsável dos recursos florestais.

5 CONCLUSÕES

No caso dos ângulos microfibrilares médios para as árvores 1,2 e 3 são $12,57^\circ$, $8,44^\circ$ e $10,36^\circ$, respectivamente para as árvores *Tachigali vulgaris*, *Myracrodruon urundeuva* e *Amburana cearensis*, tem-se as considerações, a saber:

1. Propriedades Mecânicas : Um ângulo microfibrilar menor indica uma orientação mais alinhada das microfibrilas, resultando em uma madeira mais resistente e rígida. Comparando os valores, a árvore *Myracrodruon urundeuva* ($8,49^\circ$) apresenta propriedades mecânicas superiores em relação as demais, embora a diferença não seja muito grande.
2. Crescimento e Adaptação: As diferenças no ângulo são resultados das adaptações das árvores às condições ambientais onde cresceram. Um ângulo menor indica um crescimento em condições em que a competição da luz foi intensa, o que leva a uma estrutura mais robusta como em resposta .
3. Aplicações Industriais: A escolha da madeira para diferentes aplicações são influenciadas por esses ângulos. Madeiras com ângulos microfibrilares menores são preferidas para estruturas que exigem maior resistência e durabilidade, enquanto aquelas com ângulos maiores são utilizadas em aplicações onde a flexibilidade é mais valorizada.
4. Bioprodutos Funcionais: A escolha da espécie para a produção de bioprodutos funcionais (como compostos bioativos, medicamentos, ou produtos de perfumaria) são influenciadas pelos ângulos microfibrilares médios. Espécies com ângulos microfibrilares mais baixos tem uma maior densidade e, por consequência, maior concentração de substâncias químicas desejáveis. Assim, as propriedades específicas do lenho influenciam o tratamento e a extração de compostos funcionais, afetando tanto a eficiência quanto a qualidade dos bioprodutos.

5. Desempenho em Processos: O ângulo das microfibrilas também pode afetar o comportamento da madeira em processos de secagem e processamento. Madeiras com ângulos menores tem menor tendência à deformação durante a secagem.

Portanto, a avaliação do ângulo das microfibrilas é uma ferramenta útil para entender as propriedades da madeira e auxiliar na seleção da matéria-prima para diferentes usos. A diferença entre os ângulos das espécies em questão indica que elas têm características distintas, que devem ser consideradas em aplicações práticas.

REFERÊNCIAS

- BARNETT, J. R.; BONHAM, V. A. Cellulose microfibril angle in the cell wall of wood fibres. *Biological Reviews*, v. 79, p. 461–472, 2004.
- CAVE, I. D. The anisotropic elasticity of the plant cell wall. *Wood Science and Technology*, New York, v. 2, n. 4, p. 268-278, 1968.
- CAVE, I. D. Theory of X-ray measurement of microfibril angle in wood. *For. Prod. J.*, v. 16, p. 37–42, 1966.
- CAVE, I. D.; WALKER, J. C. F. Stiffness of wood in fast-grown plantation softwoods: the influence of microfibril angle. *Forest Products Journal*, v. 44, p. 43-48, 1994.
- DONALDSON, L. Microfibril angle: measurement, variation and relationships - a review. *IAWA Journal*, Utrecht, v. 29, n. 4, p. 345-386, 2008.
- LIMA, J. T.; RIBEIRO, A. O.; NARCISO, C. P. Microfibril angle of *Eucalyptus grandis* wood in relation to the cambial age. *Maderas: Ciencia y tecnología*, v. 16, n. 4, p. 487–494, 2014.
- MEYLAN, B. A. Measurement of microfibril angle in *Pinus radiata* by X ray diffraction. *For. Prod. Jour.*, 1966.
- SILVA, D. A.; ALMEIDA, V. C.; VIANA, L. C.; KLOCK, U.; MUÑIZ, G. I. B. 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.
- SKAAR, C. J. *Water in Wood*. Syracuse: Syracuse University, 1972. 218 p.
- VAINIO, U. S.; ANDERSSON, R.; SERIMAA, T.; PAAKKARI, P.; SARANPÄÄ, M.; TREACY, J.; EVERTSEN. Variation of microfibril angle between four provenances of Sitka spruce (*Picea sitchensis* (Bong.) Carr.). *Plant Biol.*, v. 4, p. 27–33, 2002.
- WARDROP, A. B.; PRESTON, R. D. Organisation of the cell walls of tracheids and wood fibres. *Nature*, Londres, v. 160, p. 911-913, 1947.
- YAMAMOTO, H.; OKUYAMA, T.; YOSHIDA, M. Method of determining the mean microfibril angle of wood over a wide range by the improved Cave's method. *Mokusai Gakkaishi*, Nagoya, v. 39, n. 4, p. 375-381, abr., 1993.